【89】

氏　名（本籍）	大崎　智（北海道）（おおさき　さとる）
学位の種類	博　士（工　学）
学位記番号	博甲第 3921 号
学位授与年月日	平成 18 年 3 月 24 日
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 1 項該当
審査研究科	数理物質科学研究科
学位論文題目	**強歪み加工による金属ナノ組織の創成とその解析**

主　査	筑波大学教授（連携大学院）	Ph. D.	宝野和博
副　査	筑波大学教授	工学博士	水林　博
副　査	豊橋技術科学大学教授	Ph. D.	梅本　実
副　査	筑波大学助教授	工学博士	谷本久典

論文の内容の要旨

結晶粒の微細化は，材料の強度を大幅に向上させるための最も有効な手法である。強歪み加工による結晶粒の微細化は，ガス凝集法や電気メッキ法，液体急冷法などと比較して，単純な過程でバルクの材料が得られるという利点から，現在まで数多くの研究が行われている。その結果，超微細粒組織の形成過程や強度，延性，超塑性特性など，従来の粗大粒材料では見られなかった様々な知見が明らかになってきている。特に，従来までの強加工による結晶粒微細化の研究の多くは，主に単相合金に対して行われており，強加工によって作製した超微細粒材料では，結晶粒径が 1μm 程度まで微細化されると，強度の増加に対して，十分な延性を得られないことが明らかになってきている。そのため，超微細粒材料の延性を改善するためには，析出物や bimodal 組織を利用するなどの新たなアプローチが必要になっている。

一方，2 相合金を強加工することによって作製した材料には，パーライト鋼線や In-situ metal matrix composite 線材などに代表されるように，強度，延性に優れたものが数多く存在する。一方で，強加工によってナノスケールにまで微細化した 2 相組織では，第 2 相の消失や，非平衡相，アモルファス相の形成などの様々な現象が起こり，それが材料の特性に大きな影響を与えることが明らかになってきている。本論文は，強歪み加工によってナノスケールまで微細化した 2 相組織あるいは複相組織を，TEM やアトムプローブなどの手法を用いて，観察，解析を行い，その組織形成のメカニズムや現象，組織の変化を明らかにし，しい材料を作製するための指針を得ることを目的としている。本論文は，全 6 章から構成されている。第 1 章は，本論文で使用している手法を含めた様々な加工方法や，強加工によって形成された超微細粒の組織，特性，2 相合金の強加工による変化についての現在までの研究についての概略について記述し，本論文の目的について示している。第 2 章では，強加工されたパーライト鋼としてメカニカルミリング処理されたパーライト鋼に着目し，強加工によってナノ結晶化したパーライト鋼の微細組織と炭素原子の存在状態について検討した。また，そのパーライト鋼粉末の結果と ε=5.2 まで伸線加工されたパーライト鋼線の結果との比較を行った。その結果，360 ks のメカニカルミリング処理されたパーライト鋼粉末では，セメンタイトは完全に分解し，結晶粒径が数 nm オーダーのナノフェライト組織を形成していることを示した。また，分解したセメンタイト中の炭素原子は，ナノフェライト粒の粒界に偏析していること，ナノフェライト粒内に

も平均で 1.0at.％の炭素原子が過飽和に固溶していることをアトムプローブによって実験的に明らかにしている。また，メカニカルミリングによって形成されたナノフェライト粒は，粒界に存在する炭素原子と粒界に沿って再析出したセメンタイトによって粒成長が抑制されることで，高温までナノ結晶を保っていることを示した。この特性を利用することで，ナノ組織や bimodal 組織を有したバルク材を作製できる可能性を示している。第 3 章では，マルテンサイト鋼粉末に対して，メカニカルミリングの処理時間による微細組織ならびに炭素原子の分布の変化について検討した。初期のマルテンサイト，残留オーステナイト中の炭素原子は，メカニカルミリング中に格子間から排出され，変形中に形成された転位に偏析して可能性を TEM とアトムプローブの結果により示唆している。そして，メカニカルミリングによって形成されたナノフェライト粒の微細組織は，パーライト鋼粉末から形成されたナノフェライト粒と同一になること，炭素原子は，最終的にナノフェライト粒の粒界に偏析することを示している。第 4 章では，2 相合金の強加工による非平衡相やアモルファス相の微細組織とその形成過程を調べるために Cu-Ag，Cu-Zr の積層材を ARB（Accumulative roll bonding）法を用いて強加工することによって，バルクメカニカルアロイングを試み，得られた両積層材の組織形成過程や最終的に形成されたナノ組織について検討している。Cu-Ag や Cu-Zr の異種金属を組み合わせた積層材では，異相界面の存在によって，各層の層間隔が数 nm まで減少することが可能になる。一方で，層間隔が数 nm まで減少すると，その後の変形時に多数の剪断帯が発生して，変形の主な部分を担うようになる。Cu-Ag 合金では，層間隔が 2 nm まで減少した Cu で，Ag 原子の短距離の拡散が可能になるため，Cu 原子と混合して合金化する。また，剪断帯の内部では，温度上昇によって変形が促進され，非常に大きな歪みが導入されることによって，Cu 原子と Ag 原子の著しい混合が起きていることが TEM，アトムプローブの結果によって明らかになった。Cu-Zr では，Cu と Zr の硬さの違いのため，加工が不均一に進行していく。低サイクル時の Zr は，ほとんど層間隔が減少せず，主に剪断によって変形していく。特に，ラメラ間隔が 4 nm 以下になった Zr では，アモルファス化が起こっていることを見出した。また，そのアモルファス化した Zr ならびに結晶層の Zr の組成を調べ，多量の Cu 原子が変形中に Zr の内部に固溶することが必要であることを示している。第 5 章では，強歪み伸線加工された Cu-5.2at.％ Ag-2.9at.％ Nb 合金線の Ag と Nb の微細組織の変化と各原子の固溶状態の変化について検討した。その結果，強伸線加工後の Ag のフィラメントでは，内部に高密度の転位が存在していること，Nb フィラメントでは，Cu との界面でアモルファス層が形成されており，第 2 相の種類によって内部組織に大きな違いがあることを示している。また，両フィラメントの内部，Cu 原子との混合が起きていることをアトムプローブの結果により示した。そして，この Nb フィラメント内部での Cu 原子との混合による純度の低下と Nb フィラメントのナノ組織化が超伝導特性の消失の大きな要因であることを実験的に明らかにした。

審 査 の 結 果 の 要 旨

本論文はいくつかの金属 2 相組織に強歪み加工を加えることにより形成されるナノ組織を TEM，3DAP により詳細に解析し，ナノ組織発現のメカニズムを論じたものである。強歪み加工によるナノ結晶組織の形成やその解析についての研究は多々あるが，本研究で行われたような精緻な組織解析が行われた例はなく，ナノ組織形成のメカニズムを原子レベルで解明した学術的意義は大きい。この論文で研究対象とされたパーライト組織や Cu-Ag2 相組織は工業材料としても使われている材料であり，本研究により高強度パーライト鋼線や Cu-Ag 高強度導電材料における伸線加工にともなう組織変化についての重要な基礎的知見が得られている。また Cu/Ag，Cu/Zr という相反する熱力学的特徴を持つ系の強歪み加工による機械的混合による合金化，アモルファス化を原子レベルで解明し，それらの挙動を説明してた。これらの結果は金属材料のナノ組織制御に関して，学術的のみならず工業的にも重要な知見を与えており，これまでの成果の公表状況を

も勘案して，博士（工学）の学位を授与するに値する成果であると判断される。

よって，著者は博士（工学）の学位を受けるに十分な資格を有するものと認める。