氏　　名	小林由起子
学　位　の　種　類	博　士　（工学）
学　位　記　番　号	博　甲　第　9385　号
学位授与年月日	令和　2年　3月　25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	

アトムプローブを用いたフェライト鋼中の TiC 析出挙動と強化能の研究

主　　査	筑波大学　教授（連係大学院）	宝野和博　Ph.D.
副　　査	筑波大学　教授（連係大学院）	土谷浩一　Ph.D.
副　　査	筑波大学　教授	金熙榮　工学博士
副　　査	筑波大学　准教授	谷本久典　工学博士

論　文　の　要　旨

審査対象論文は、鉄鋼材料の高強度化を対象として、チタン炭化物（TiC）析出物による効率的な析出強化活用や析出制御を目指して、TiC 析出モデル鋼を作製し、等温時効析出挙動と析出強化能を求める基礎実験をアトムプローブを用いた原子レベル解析によって行ったものである。

本論文は、8章で構成されている。第一章では、本研究の背景として熱延鋼板への TiC 析出強化の適用が進められているものの、転位強化等他の強化機構による強化量と析出強化量との分離が難しく析出強化がどれほど活用できているか十分理解できていなかったこと、また亜時効領域などの非常に微細な TiC 析出物の定量観察が難しかったことが問題提起され、本研究の目的が①アトムプローブを鉄鋼材料に適用する上で把握しておくべき、主要な合金元素についての定量性の得られる測定条件および問題点を調べること、②ナノメートルサイズの TiC 析出物による析出強化量を定量するために適したモデル鋼作製、TiC の時効析出挙動と析出強化量を精度良い定量、③TiC 粒子１個あたりの転位に対する抵抗力の粒子サイズ依存性の見積もりおよびTiCによる粒子強化機構考察、④TiC 析出挙動および析出強化量における高密度の転位の影響理解、⑤ナノメートルサイズの TiC 析出物の組成の定量であることを述べている。

第二章では、アトムプローブ法の概説、および本研究で使用した観察手法および材料試験方法が述べられている。

第三章では、鉄鋼材料へのアトムプローブ技術適用の際に把握しておくべき、鋼中の固溶元素定量性について調べた実験について述べられている。鉄との二元合金を用いた実験により、アトムプローブ定量性に影響する優先蒸発現象を調べ、鉄鋼フェライト中の合金固溶元素の優先蒸発傾向、すなわち電界

蒸発のしやすさは Cu > Cr > Mn ~ Mo > Fe > Ti ~ Si であり、この順は合金中の Fe 原子との結合力に対応することが述べられている。さらに、鉄中の固溶 C の測定においては結晶方位による検出濃度の異常“炭素濃淡アーティファクト”の存在が見出されている。

第四章では、本研究で目的とするフェライト鋼中の TiC 析出物による析出強化量定量に適した鋼材（モデル鋼）の試作および熱処理の検討について述べられている。高 Al 成分および溶体化後の等温時効熱処理により、転位強化の変動を完全に排除し TiC 析出物による純粋な析出強化量定量に適したモデル鋼を作製し、TiC の析出状態が亜時効から過時効領域の範囲に及ぶ試料の作製に成功している。

第五章では、古典のピンニングモデルを適用し、第四章で作製したモデル鋼の析出物サイズと個数密度、析出強化量の関係から TiC 析出粒子 1 個あたりの抵抗力のサイズ依存性を実験的に求めている。TiC 粒子は球換算直径 2-4 nm において、同じくフェライト中の Cu 粒子に比べて大きな抵抗力を示し、粒子直径 2-3 nm までは粒子サイズに比例して抵抗力が強くなり、粒子強化機構として粒子の摩擦力と整合ひずみによる強化が寄与していると考察されている。得られた TiC 粒子抵抗力のサイズ依存性を用いて、析出物サイズおよび個数密度のアトムプローブ観察から析出強化量の算出を可能としている。

第六章では、第四、五章で扱ったフェライト中へ均一核生成した TiC 析出物に対して、予加工（ε=0.5）を加えることで、高密度の転位存在下の析出挙動および析出強化量が調べられている。フェライト母相の高密度の転位は固溶 C のトラップ／供給サイトになりセメンタイト（Fe_3C）の析出を抑えることで、C の実質的な固溶濃度を高め TiC の析出の駆動力が大きくなることで、転位上だけでなく母相への TiC 析出も早める効果があることが初めて見出されている。

第七章では、第四章で作製したモデル鋼を用いて、ナノメートルサイズの TiC 析出物（NaCl 型）の析出物組成において C は Ti よりも少なく（C/(C+Ti)～0.4）、C 原子空孔が存在することが示唆されている。検出効率の高いアトムプローブ装置の使用により統計誤差を減らす測定がなされたが、直径 1.5nm 以下の TiC 粒子では、固溶 C の濃淡アーティファクトのため C 組成比の決定はできなかったと述べられている。

第八章では、本研究を総括して結論を述べている。以上の成果によって、鉄鋼材料中の微細な TiC 析出物の強化能を定量化することができ、析出挙動と合わせて強化量の予測を可能とし、TiC 析出物の有効活用と、析出制御へつながる基礎知見を得たとして、本論文にまとめられたものである。

審　査　の　要　旨

〔批評〕

本論文は、鉄鋼材料を対象に、特に熱延鋼板の高強度化手法として重要な TiC 析出物による強化能、およびその析出挙動について詳細に検討した学術論文である。従来研究とは異なり、相変態を伴わないモデル鋼を考案することで、TiC 析出物による純粋な析出強化量を実験的に求めることを可能としている。また、等温時効熱処理により亜時効領域から過時効領域に渡るまで析出物状態を変化させ、アトムプローブ観察により析出物サイズおよび個数密度を精度良く定量することで、TiC 析出物 1 個あたりの転位に対する抵抗力の析出物サイズ変化を初めて提示している。この相対変化から TiC 析出物粒子による粒子強化の由来を考察するとともに、析出物の観察から析出強化量の算出を可能としている。これは、TiC 析出物による析出強化の効率の良い活用につながる知見であると考えられる。さらに、モデル鋼に予加工を施し析出挙動を無加工材と比較することで転位の TiC 析出挙動への影響を調べており、高密度の転位

は固溶炭素をトラップすることでセメンタイト（Fe3C）の析出を抑制し、転位上だけでなく母相への TiC 析出も早める効果があることを明らかにしている。また、析出挙動のより深い理解のため、ナノメートルサイズの TiC 析出物の組成解析を試みている。組成の定量に際してはアトムプローブ測定のアーティファクトが問題となっているが、検出組成への影響を詳細に調べ、TiC 析出物の析出物組成において C は Ti よりも少なく、C 原子空孔が存在することを提示している。この結果は、微細な TiC 析出物を含む鋼において水素のトラップ能が高く、トラップサイトが析出物の C 原子空孔であると報告されていることと対応する。

以上、本論文の内容は鉄鋼材料における TiC 析出強化の有効活用と析出制御へつながるものと考えられ、博士（工学）を授与するに十分な工学的貢献が認められると判断する。

〔最終試験結果〕

令和 2 年 2 月 18 日、数理物質科学研究科学位論文審査委員会において審査委員の全員出席のもと、著者に論文について説明を求め、関連事項につき質疑応答を行った。その結果、審査委員全員によって、合格と判定された。

〔結論〕

上記の論文審査ならびに最終試験の結果に基づき、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。