

京都大学	博士 (工学)	氏名	林 杉 (リン サン)
------	---------	----	-------------

論文題目	Visualization of nanostructure distribution in Al alloy multilayers by small-angle X-ray scattering tomography (X線小角散乱トモグラフィーによるAl合金積層材料内部のナノ組織分布の可視化)
------	--

(論文内容の要旨)

本論文は、多層材などの複雑なマクロ構成をもつナノ析出強化機構による構造材料複合体の組織分布を明らかにするための手法として、走査測定およびトモグラフィー手法を利用したマイクロビーム小角散乱強度解析の定量化を実現することにより、マクロ領域でナノ構造の不均一性を持つ材料の力学特性を非破壊で予測するものである。その内容として軽金属材料として最も広汎に使用される析出強化型アルミニウム系多層材料を主要な対象として組織分布の定量解析をおこない、機械的強度との相関を明らかにした。博士論文は全6章からなる。

第一章は序論であり、研究の背景としての析出構造の評価と其中での小角散乱法の位置づけ、ならびに本論文で対象としたアルミニウム合金系の材料としての研究の歴史と本論文の構成について述べている。

第二章は本論文で用いた実験及び解析手法について説明している。本論文の基礎となる定量小角散乱解析手法の概観と、小角散乱トモグラフィーに発展させる場合の散乱強度解析法について述べ、その定量解析をおこなう上の工夫について述べている。さらに試料の予備評価結果および放射光での測定系構築などの実験手法詳細について述べている。小角散乱トモグラフィーに関しては、得られた散乱強度プロファイルの解析順序とトモグラフィー計算の精度を検討して処理手順についての考察結果を示した。

第三章以降は本論文の実験及び解析結果となる。本章ではAl/Al-Zn/Al3層材およびAl-Mg/Al-Zn/Al-Zn3層材の走査小角散乱測定によるナノ析出組織分布の解析結果を示している。前者の試料は準安定状態図が知られているモデル合金系であり、奥行き方向には均一であるという仮定のもと、多層接合処理とポストアニーリングによって形成される接合界面に形成される相互拡散領域内部を含む広い領域での析出物の析出量、平均半径およびサイズ分布などのナノ組織分布を明らかにした。さらに、析出強化理論の援用により、100~400 μm幅を持つ組成傾斜領域を含めた広い組成ならびに試料厚さである2 mm程度の長さ領域にわたり、機械的強度の分布予測が実際の硬度分布と一致する事、5 μmの分解能で各位置での析出物のサイズ分布までを評価できることを示した。一方後者の場合はMgとZnの相互拡散により、相互拡散領域は3元合金化することによって顕著な硬化を示す。相互拡散領域ではMg/Zn比が変化することにより、組成とともに相平衡関係も変化し、析出強化相と形状が位置によって変化する事を電子顕微鏡の観察結果などと比較しつつ示した。

第四章では前章の試料, Al-Mg/Al-Zn/Al-Mg合金多層材の部分系であるAl-Mg合金系に着目し、異常分散効果の利用によって通常ではコントラストのつかない同2元系領域における小角散乱強度解析の可能性について検討した。Mg吸収端などの軟X線領域での2次元異常小角散乱測定により、従来計測評価が困難であった低コントラスト合金系であるAl-Mg合金の初期析出組織の構造を評価した。これにより、小角散乱法という共通した測定解析手法によって高コントラストのAl-Zn系合金から低コントラストであるAl-Mg合金までの析出構造の評価が可能であることを示した。

京都大学	博士 (工学)	氏名	林 杉 (リン サン)
------	---------	----	-------------

第五章では定量小角散乱トモグラフィーの実現とモデル材料としての Al/Al-Zn/Al 3 層材および Al-Mg/Al-Zn/Al-Mg 3 層材への適用結果について述べている. 小角散乱信号をトモグラフィー計算の入力信号として利用する散乱トモグラフィー法は高分子材料や生体材料のような比較的低吸収の材料について成果が報告されていた. 一方, 金属材料および無機材料の吸収トモグラフィー計測では良好な吸収信号を得るために 20keV を超える高エネルギー X 線を利用した像観察が行われていた. このような金属材料に対して散乱トモグラフィーで良好な解析結果を得るためには吸収と散乱断面積の適切なバランスをとることが重要である点を考慮した測定条件を設定し, 散乱トモグラフィー計測をおこなった. 通常の小角散乱測定では現在絶対測定が標準化されているが, 本論文では軽金属材料に対して透過散乱強度の定量化と, トモグラフィーの計算での復元精度を検討することにより, 散乱トモグラフィーの定量化, すなわちトモグラフィーによるボクセルごとの散乱強度分解に対しても析出物特有の Porod 領域を示す絶対強度評価に成功した. これにより, 析出強化構造材料の重要な組織因子であるナノ析出物のサイズ, 析出量などを試料内部のボクセルごとに算出し, 非破壊で柱状試料の断面内の機械的強度分布の予測を析出強化理論に基づいて評価することに成功した. 次に実用上重要な合金系である Al-Mg-Zn 3 元系を構成する Al-Mg/Al-Zn/Al-Mg 3 層試料について同様の解析をおこなった結果を示している. 同 3 層試料の場合は人工的な相互拡散処理によりアルミニウム基材料に高強度を付与する η' 相などの 3 元析出強化相が形成されるが, 位置により相平衡関係が変化する複雑な挙動を示すことが第 3 章における 1 次元走査測定からも明らかになっている. このような試料についても同様にボクセルごとの絶対強度分解が可能であることを示し, その解析結果を示した.

第六章では結論として放射光でのマイクロビームを利用した散乱の定量化をトモグラフィーに対して拡張した以上の結果について取りまとめ, 定量小角散乱トモグラフィーによる内部構造・機械的特性の有効性を示すことに成功したものと結論付けている。

(論文審査の結果の要旨)

本論文はミリメートルスケールで不均一性をもつ多層板などの複合材に対し、その内部のナノメートル領域での析出強化組織を $5\sim 20\mu\text{m}$ の分解能で明らかにすること。それにより、マクロな不均一構造を持つ材料のナノ組織分布を、多層材においては相互拡散層厚さより十分小さい分解能で評価する、階層的なナノ組織分布の非破壊解析を実現し、組織から予想される力学的強度分布を非破壊評価する方法を提示したものである。その実現のため、マイクロビーム走査による小角散乱定量解析から、小角散乱絶対強度トモグラフィーの実現まで発展させ、軽金属系ナノ組織複合材の非破壊定量評価の基礎を確立した。その主要な成果は以下の3点に要約される。

1. 厚さ分布は面内では一様であると期待されるアルミニウム合金多層圧延板材料に対し、断面を厚さ方向にマイクロビーム X 線によって走査し、 $5\mu\text{m}$ 分解能で接合界面の相互拡散領域を含めた全厚さ領域にわたってナノ析出物組織の定量評価をおこなった。モデル合金系である Al/AlZn/Al により、上記分解能で組成傾斜のある材料の組成分布、組織分布および硬度分布の関係を検証した。さらにより実用合金に近い Al-Mg/Al-Zn/Al-Mg 3 層材料についても組織解析をおこなった。
2. 実用高強度アルミニウム合金の部分系として重要である Al-Mg 2 元合金のナノ組織同様の解析手法で調査可能である異常分散を利用した小角散乱法を試みた。
3. 理想的な多層構造ではない場合にも適用可能な試料内部の定量評価手法として小角散乱トモグラフィーによるボクセルごとの絶対強度の評価を実現した。絶対強度での軽金属ナノ組織の非破壊分布評価により、試料内部、とくに界面の相互拡散領域を含めた組織における力学的強度分布を非破壊で推定することが可能となった。

これらの成果は S. Lin, H. Okuda, Y. Nishikawa, S. Sakurai, T. Kabe, H. Masunaga, Mater. Trans. 62 (2021) 1673-1676. など第一著者として出版済み 3 報、共著者出版済 2 報ならびに第一著者として投稿中 1 報となっている。

以上、本論文では放射光による高輝度マイクロビーム X 線を利用した定量小角散乱法による走査測定およびトモグラフィー測定・解析を、自身で試料周りの装置開発を進めながらアルミニウム合金多層試料に対して進め、最終的に小角散乱トモグラフィーの絶対強度化についても定量性の検証に成功した。解析結果の検討の結果、ナノ組織分布定量評価を通じて内部の力学的強度分布の非破壊評価を実現した。材料評価技術において定量性の確立により、構造用複合材の内部強度の定量評価を実現したことは学術上も実用上も寄与するところが少なくない。よって博士(工学)の学位論文として価値あるものと認める。令和 4 年 2 月 22 日、上述の論文内容及び関連事項に関する試問をおこない、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。なお、本論文は、京都大学学位規程第 14 条第 2 項に該当するものと判断し、公表に際しては、(令和 5 年 3 月 29 日までの間)当該論文の全文に代えてその内容を要約したものとすることを認める。