

京都大学	博士 (工学)	氏名	高 斯 (GAO SI)
論文題目	Yield Point Phenomena in Ultrafine Grained Materials (超微細粒材料における降伏点降下現象)		
<p>(論文内容の要旨)</p> <p>本論文は、平均粒径 $1 \sim 2 \mu\text{m}$ 以下の超微細粒金属材料が示す不連続降伏現象の原因を解明することを目的として、数種類の金属材料において超微細粒を含む種々の結晶粒径のバルク試料を製作し、それに対して系統的な実験研究を行った結果をまとめたものであって、5章からなっている。</p> <p>第1章は序論であり、本研究の背景と目的を示している。構造材料とはその力学特性を主たる目的機能とする材料であり、十分な強度を有することが必要となる。構造材料として用いられるバルク金属材料のほとんどは多数の結晶粒により構成される多結晶体であるが、多結晶金属の平均結晶粒径 (d) と降伏応力 (σ_y) など強度の間には、$\sigma_y = \sigma_0 + k d^{-1/2}$ (σ_0, k は定数) と表現される Hall-Petch の関係が経験的に成り立つことが知られており、結晶粒を微細にすれば高強度化が期待できる。一方、これまでに用いられている金属材料の最小平均粒径は約 $10 \mu\text{m}$ であり、結晶粒微細化強化の恩恵は、実質的にはあまり用いられていなかった。それに対して近年、種々のプロセスによってバルク金属材料の平均結晶粒径をナノメートルのスケールに超微細化することが可能となり、超微細粒金属材料 (あるいはバルクナノメタル (Bulk Nanostructured Metals)) に関する研究がきわめて活発に行われている。超微細粒金属は、粒界だらけの多結晶材料であり、また個々の結晶粒の体積も微細であることから、従来の粗大粒径材料とは全く異なる種々の特異力学現象を示すことが多数報告されている。不連続降伏現象は、超微細粒材料が示す特異現象の一つである。金属材料の降伏は、応力ひずみ曲線の形から、弾性域から塑性域に連続的に応力ひずみ曲線が変化してどこで降伏が生じたかが明確でない連続降伏と、降伏点降下現象やリュウダース変形を伴う不連続降伏に分類されるが、アルミニウム、銅などの面心立方金属のように、通常は連続降伏を示す金属・合金であっても、結晶粒を超微細化すると、材料の種類 (化学組成) に依らずに不連続降伏を示すようになる。しかしその理由は、全く明らかになっていない。本研究は、極低炭素鋼、IF (interstitial free) 鋼、純アルミニウムという異なる種類の金属材料を用い、超微細粒組織を含む種々の粒径の試料を製作した上で、その系統的な力学試験と組織・力学特性の精緻な解析を行って、超微細粒金属材料が普遍的に示す不連続降伏現象の発現機構を明らかにしようとするものである。本章では、従来の粗大結晶粒径を有する多結晶金属材料における不連続降伏現象の基礎と、代表的な幾つかの理論を整理するとともに、超微細粒金属が示す不連続降伏現象の特異性を説明している。</p> <p>第2章では、11 wt.ppm の炭素と 8 wt.ppm の窒素を含有する極低炭素鋼 (高純度鉄) を試料として用い、降伏点降下現象に及ぼす侵入型固溶元素 (炭素、窒素) の影響を調べている。$10 \mu\text{m}$ 以上の通常粒径組織であっても、極低炭素鋼の熱処理後の冷却速度によって降伏挙動が変化し、急冷した場合には連続降伏が、徐冷した場合には降伏点降下を伴う不連続降伏が生じることを見出している。そして、引張試験中断後に時効熱処理を施したのち再引張を行う実験によって、この場合の不連続降伏が、従来言われているように侵入型固溶元素による既存転位の固着によるものであることを証明している。一方、不連続降伏を示す場合の Hall-Petch 曲線の傾き (k) が、連続降伏の場合よりも顕著に大きくなる (extra Hall-Petch hardening) ことを見出している。さらに、不連続降伏を示す試料に対して、均一変形域の応力-ひずみ曲線をフィッティングしてひずみの小さい領域に延長することによって、仮想的な連続降伏の場合の降伏応力 (0.2%耐力) を求め、それを Hall-Petch プロットとした場合には extra-hardening は生じず、Hall-Petch 曲線の傾きが小さくなることを示している。これは、不連続降伏 (降伏点降下) 現象と extra hardening 現象の密接な相関を明確に示したものである。</p>			

京都大学	博士 (工学)	氏名	高 斯 (GAO SI)
<p>第3章では、少量のTiで侵入型元素を炭窒化物として固定し、固溶炭素・窒素を実質的になくしたIF鋼を用い、降伏現象に及ぼす結晶粒径の影響を調査している。巨大ひずみ法の一つであるAccumulative Roll Bonding (ARB)法と焼鈍によって、平均結晶粒径$0.45\mu\text{m}\sim 30\mu\text{m}$のバルク板状試験片を作製することに成功し、その力学特性を系統的に明らかにしている。侵入型固溶元素を実質的に含まないIF鋼は、通常は連続降伏を示すが、平均粒径が$1.5\mu\text{m}$以下になると不連続降伏を起こすこと、不連続降伏が生じる場合にはextra Hall-Petch hardeningが現れることを明らかにしている。また引張試験中の画像相関(Digital Image Correlation: DIC)法により試験片中の局所ひずみ分布を測定し、降伏点降下が帯状の顕著な局所変形と良く対応していることを見出している。試験片の引張延性が平均粒径$1.5\mu\text{m}\sim 0.85\mu\text{m}$の範囲で急激に減少するが、これはこの粒径領域で降伏応力が流動応力(flow stress)の外挿値よりも高くなり、その結果マクロな降伏が生じると変形が試験片の局部に集中し、加工硬化が追いつかない場合にはその局部変形がマクロな破断にまで至るためであることを明確に論じている。これは前述の実験結果とよく一致し、単相超微細粒材料の多くが示す引張延性の欠如を説明するものである。また、不連続降伏を示す板材に対して軽圧下の冷間圧延(temper rolling)を行うと、板材表面に引張変形時の局部変形と対応するような皺状欠陥が生じること、また軽圧下圧延後に引張変形を行うと、引張変形時の局部変形が抑制されて延性が向上することを示している。</p>			
<p>第4章は、超微細粒材が示す不連続降伏とextra Hall-Petch hardeningの原因を解明することを目的とした実験を行っている。従来、不連続降伏現象は不純物元素による転位の固着(Cottrell-Bilbyモデル)や、転位の移動速度と変形応力との関係(Hahnモデル)をもとに論じられてきた。しかし、純アルミニウムや純銅などでは不純物による固着は考えられないとともに、変形応力の転位移動速度依存性も小さく、これらの超微細粒材の不連続降伏現象は、前述のモデルでは説明できない。本研究では、99%純度の純アルミニウムにECAP(Equal Channel Angular Pressing)法による巨大ひずみ加工と焼鈍を適用し、超微細粒径を有する丸棒状試験片を得ることに成功している。純アルミニウムにおいても平均粒径が$3.8\mu\text{m}$以下の場合に、不連続降伏とextra Hall-Petch hardeningが現れることを見出している。ダンベル型試験片の引張-圧縮繰返し試験(バウシンガー試験)を行い、超微細粒材が巨大なバウシンガー効果を示すことを明らかにしている。これは、超微細粒材の変形中には非常に大きな内部応力(back stress)が生じることを示すものである。バウシンガー試験の結果より内部応力(back stress)を定量的に見積もり、こうした内部応力がextra Hall-Petch hardeningの主たる原因であって、また降伏点降下は内部応力の緩和と対応していること、そして大きな内部応力は粒界への転位のパイルアップによるものと考えられることを、精緻な実験結果をもとに考察している。また、不連続降伏現象とは、変形下における金属の硬化-軟化-硬化の繰返しと捉えることができること、また上記の内部応力(back stress)は粒径によってその大きさが顕著に変化するとともに、特に微細粒材の場合には変形に伴って硬化-軟化-硬化のステップを示すことを併せて議論している。</p>			
<p>第6章は結論であり、本論文で得られた成果を要約し、総括している。</p>			

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、極低炭素鋼、IF (interstitial free) 鋼、純アルミニウムという異なる種類の金属材料を用い、超微細粒組織を含む種々の粒径の試料を作製した上で、その系統的な力学試験を行って、超微細粒金属材料が普遍的に示す不連続降伏現象の発現機構を明らかにすることを目的とした研究成果をまとめたものであって、得られた主な成果は次の通りである。

1. 極少量の炭素・窒素を含有する高純度鉄を用いた実験により、焼鈍後の冷却条件が異なると、降伏挙動が不連続降伏から連続降伏に変化することを見出した。また、不連続降伏現象の発現に対応して、extra Hall-Petch hardening が現れることを見出した。引張試験を中断しての時効熱処理・再負荷実験により、不連続降伏の発現は転位周辺に侵入型固溶原子 (炭素、窒素) が雰囲気を形成し、転位を固着するためであることを証明した。侵入型元素の転位固着による不連続降伏の発現は従来から知られてきた現象であるが、通常の粗大粒径を有する同一材料で連続降伏と不連続降伏の両方が起こりうることを示した研究は初めてであり、金属材料の降伏現象に関する理解を深める知見として高く評価できる。

2. 極低炭素 IF 鋼に対して ARB による巨大ひずみ加工と焼鈍を施すことによって、平均粒径 $0.45 \mu\text{m} \sim 30 \mu\text{m}$ のバルク板状試験片を作製することに成功し、その室温引張試験を系統的に行なって力学特性と粒径の関係を明らかにした。IF 鋼は通常連続降伏を示すが、平均粒径が $1.5 \mu\text{m}$ 以下になると不連続降伏を起こすこと、不連続降伏が生じる場合には extra Hall-Petch hardening が現れることを明らかにした。また、引張試験中の画像相関 (Digital Image Correlation: DIC) 法により試験片中の局所ひずみ分布を測定し、降伏点降下が帯状の顕著な変形集中と常に対応することを明らかにした。これらの結果は、超微細粒金属材料における不連続降伏現象の発現を明確に示した貴重な実験結果である。また、超微細粒域における引張延性 (均一伸び) の低下が、extra hardening の発現領域と一致することを見出し、降伏応力の増大に伴う降伏時の極端な局部変形によって引張延性の低下を説明したこと、また軽圧下圧延によって局部変形を低減し、試料の引張延性を向上できることを見出した点は、超微細粒材料の利用という実際上の観点からも重要な成果である。

3. 超微細粒材を含む種々の粒径の純アルミニウム丸棒試験片を ECAP 法による巨大ひずみ加工と焼鈍により作製し、引張-圧縮繰返し試験を適用することによって、超微細粒材が巨大なバウシंगाー効果を示すことを見出した。引張-圧縮繰返し試験の結果より各試料の内部応力 (back stress) を定量的に見積もり、それらが Hall-Petch 関係における extra-hardening の量とよく一致することを示した。大きな内部応力は体積が限定された微細結晶粒の粒界への転位のパイルアップによるものと考えられることを考察している。これらの結果は、超微細粒金属材料が示す不連続降伏現象に内部応力が大きな役割を示すことを初めて見出したものであり、超微細粒材料の変形と力学特性を考える上での貴重な基礎的知見として高く評価できる。

以上の成果をまとめた本論文は、数種類の異なる金属において平均結晶粒径 $1 \mu\text{m}$ 以下の超微細粒材を作製することに成功するとともに、超微細粒材を含む幅広い結晶粒径の試験片の力学特性を精緻な実験によって系統的に調査し、超微細粒金属が示す不連続降伏現象とそれに伴う extra Hall-Petch hardening 発現の原理を明らかにしたものであって、学術上寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士 (工学) の学位論文として価値あるものと認める。また、平成 28 年 2 月 24 日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、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、(平成 31 年 3 月 30 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。