

## 審査の結果の要旨

論文提出者氏名 片野 元

水素脆化は現代の社会基盤を支える鉄鋼材料だけではなく、様々な金属材料に共通して現れる現象である。水素脆化現象の解明には、まず材料中の水素挙動の研究が重要である。本論文は、トリチウム TEM オートラジオグラフィーを用いて、環境脆化が著しいが添加元素による延性発現効果を示す  $\text{Ni}_3\text{Al}$  多結晶体と、遅れ破壊が問題となる高強度鋼 (SCM440) における水素分布について調べた。さらに水素拡散についても調べ、結晶中の水素挙動を明らかにする研究をまとめたもので、全八章からなる。

第一章は「序論」である。水素挙動研究の中で、結晶中における水素トラップサイトの解明の重要性を示した。得られるデータの定量的取扱い、オートラジオグラフィーの技術レベルの向上といった本研究の目的について概説した。

第二章「水素脆化研究の歴史」では金属材料に発現する環境脆化とはどのような現象であるのかを明らかにし、本研究の位置付けを明確にした。

水素脆化に至るプロセスの中で、水素の集積・集合と脆化の二つの機構には未解明な問題が残されており、様々なモデルが提唱されている段階である。オートラジオグラフィーを用いて水素の集積サイトを明らかにしその分布を詳しく研究することは、水素脆化機構解明にとってもまた重要な足掛かりとなることを示した。

第三章「水素挙動についての研究手法」では水素脆化研究に用いられる手法について示し、特に結晶中における水素挙動を明らかにする実験手法についてまとめた。また本研究で用いられた手法について詳しく述べその他の手法と比較し、限界点・長所・短所を明示している。

第四章「トリチウムオートラジオグラフィーの定量化法」では  $\beta$ 線測定法を用いたオートラジオグラフィーの定量化について詳しく述べた。

液体シンチレーションカウンターを用いて、試料表面から放射される  $\beta$ 線数を正確に測定し、試料表面での水素濃度を定量化した。オートラジオグラフィーで観察される黒化銀粒子はその粒径によって4段階に分類し、黒化銀粒子のうち  $\beta$ 線によって還元される割合を示す黒化銀粒子評価係数をファクターとして乗じることで、面積当たり出現する黒化銀粒子数  $n$  を求めた。これにより局所的な水素濃度を評価すること

が可能になった。

第五章「Ni<sub>3</sub>Al 結晶中の水素分布の観察」では、Ni<sub>3</sub>Al についてオートラジオグラフィを行ない、結晶中の水素分布を明らかにした。SEM 観察では黒化銀粒子が観察視野に対し全面に一様な分布をしており、その分布には特徴が見られなかった。TEM による透過観察でもこの傾向は同じであり、特徴的な様子がなく黒化銀粒子の分布は一様であった。Ni<sub>3</sub>Al へのボロン添加は劇的に脆化抑止効果を発現するにも関わらず、ボロン添加は黒化銀粒子の分布状態に大きな影響を及ぼさないことが明らかになった。

第六章「高強度鋼中の水素分布の観察」では高強度鋼の水素トラップサイトについて調べ、フェライト・セメンタイト界面やラス組織界面などの結晶粒内に形成される内部界面が水素のトラップサイトであることを明らかにした。

また昇温したときに水素の脱離状況をオートラジオグラフィを用いて調べることによって、内部界面と水素との結合エネルギーについての知見を得た。内部界面の捕捉エネルギーは小さく、328 K から 373 K の間の温度で水素が脱離されると結論される。

第七章「Ni<sub>3</sub>Al と高強度鋼とのオートラジオグラフィ観察の比較」では二つの材料における水素のトラップサイトの傾向を比較した。高強度鋼では、Ni<sub>3</sub>Al とは対照的に水素の明瞭なトラップサイトが確認された。水素分布状態に大きな差が見られるのは、それぞれの金属材料が有する組織に起因するものと考えられる。

また電気化学的水素透過法を用いて、ボロン添加材が水素の動的挙動に与える影響について調べた。その結果、添加されたボロンは水素の拡散係数へ影響を及ぼしており、拡散係数はおおよそ一桁小さくなることを明らかにした。

第八章は「総括」である。

以上のように、本論文は結晶中の水素分布をオートラジオグラフィで観察するとともに、 $\beta$ 線の直接測定による定量化法も開発した。水素脆性が重視される材料においても、その水素分布の相異が大きい場合があることを明らかにした。これらの成果は材料中の水素挙動の解明に寄与するところが大きい。

よって本論文は博士（工学）の学位請求論文として合格と認められる。