

審査の結果の要旨

論文提出者氏名 宮原健介

本論文は、プローブ顕微鏡技術を応用することによって、微小領域の力学特性を評価する手法として、 $1\mu\text{m}$ 以下の押し込み深さで硬さ測定を行うナノインデンテーションによる力学特性評価と原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscopy: AFM)による組織観察の両方を行うことのできる装置を開発するとともに、同装置を用いて、巨視的硬度値と整合性のある微小硬度値の定量的評価法を提案したものである。さらに、これらの装置および評価法の有効性確認と材料研究への応用として、微細フェライト鋼の力学特性評価と、高強度鋼における疲労特性と組織の関連を調べた結果についても報告している。

本論文は6章よりなる。

第1章は緒言であり、微小領域における力学特性評価の重要性が述べられ、「プローブ顕微鏡技術を用いて、 $1\mu\text{m}$ あるいはそれ以下の微小領域において、ナノインデンテーションによって材料の力学特性を評価する装置・手法を開発・確立し、応用すること」という本研究の目的と、全体の構成が述べられている。

第2章では、まず研究の背景として、硬度値の物理的意味と工業的に利用されている現状について述べられ、従来のナノインデンテーション装置に関する説明の後、プローブ顕微鏡技術をナノインデンテーションに利用することの利点が述べられている。その後、著者が行った試みとして、まず、走査型トンネル顕微鏡(Scanning Tunneling Microscope: STM)を用いて押し込み試験を行う原理について説明し、それを実現する自作の装置と実際の圧痕のSTM像の例を示している。さらに、STMをナノインデンテーションに用いた場合の問題点を検討している。

さらに著者は、この問題点を解決するため、原子間力顕微鏡(AFM)を用いた機械加工について検討を進めている。自作のAFM/STM装置について説明し、研削加工能力を活かした酸化膜の膜厚測定を行っている。さらに、AFMをナノインデンテーションに用いた場合の利点と問題点を検討している。本章の最後では、以上の問題点を解決するために、著者が開発したAFMを改良したナノインデンテーション装置について詳しく説明されており、その際に必要な改良点や、他の装置との比較についても述べられ、今後の展開についてもまとめられている。

第3章では、ナノインデンテーションにおいて問題となっている定量的な評価法について検討している。ナノインデンテーションでは、通常のマクロ硬さ試験で用いられる硬度値の評価法が適用できないことを説明し、特に圧子の形状補正と硬度値の寸法効果について詳細にレビューしている。著者はこの定量評価の問題を解決すべく、金属単結晶を標準試料として用いる独自のキャリブレーション法を提案し、実際の方法を詳しく説明している。

第 4 章では、開発した装置および評価法の有効性を確認するため、微細な組織を持つ材料の例として、結晶粒サイズが $1\ \mu\text{m}$ 程度の微細フェライト鋼を対象にナノインデンテーション試験を行った結果について、比較のために結晶粒サイズが $30\ \mu\text{m}$ 程度の粗大フェライト鋼の結果と合わせて報告している。圧痕サイズに対して硬度値をプロットした「硬度値の圧痕サイズ依存性」で結果を整理し、粗大フェライト鋼では圧痕サイズによらずほぼ一定の硬度値が得られるのに対し、微細フェライト鋼では、マクロな硬さ試験では HV210 程度だった硬度が、圧痕サイズが小さくなるにつれて低下し、圧痕サイズが $0.1\ \mu\text{m}$ では換算ビッカース硬度 HV^*130 まで低下することを明らかにしている。この結果は、微細フェライト鋼ではマクロな強度の一部が結晶粒の微細化強化により達成されていること、また、Hall-Petch の関係から期待される結果と一致していることを考察し、硬度値の圧痕サイズ依存性が材料の強化機構についての情報をもたらす重要なデータであると結論している。

第 5 章では、さらなる応用として、高強度鋼の長期疲労において特性を低下させる原因となっている内部破壊に関して、ナノインデンテーションおよび AFM による力学特性評価と組織観察を応用した例について述べられている。最初に背景として、介在物起点の内部破壊が介在物の微小化と軟質化で駆逐されつつある一方で、新たに組織起点の内部破壊が問題となっている現状について簡単に説明されている。実験結果では、組織観察で得られる極値統計解析から、材料に含まれる不均一な組織が組織起点の内部破壊の原因である可能性が高いという結論を得ている。さらに、AFM による組織観察を行い、この不均一組織が、主として通常材では下部ベイナイト、オースフォーム材ではフェライトであると同定し、同時に行ったナノインデンテーションによる評価結果から、硬さの面でも不均一組織が疲労き裂の起点となりやすいことを示している。また、以上の結果から、高強度鋼の疲労特性を向上させるための具体的な材料設計指針を示している。

第 6 章は本論文の結言であり、AFM 技術に基づいてナノインデンテーション装置を開発したこと、金属単結晶を用いる硬度評価法を提案したこと、そしてそれらの応用として、微細フェライト鋼の強化機構の解析を行ったこと、また、高強度鋼の疲労特性に関して、内部破壊の起点となる不均一組織の同定と力学特性の評価を行い、疲労特性向上の指針が得られたことが結論されている。

以上を要するに、本研究はプローブ顕微鏡技術を応用し、 $1\ \mu$ 以下の微小領域の硬さ試験と圧痕の観察能力を備えたナノインデンテーション装置を開発するとともに、微小硬度値の評価法を新たに提案し、微細フェライト鋼と高強度鋼へ応用し、手法の有効性を実証したものである。これらの業績は、鉄鋼材料を始めとする構造材料開発分野へ貢献する新しい評価手法を提供するのみならず、微小領域の力学特性に関する学術的研究にも寄与するものと評価できる。

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。