

審査の結果の要旨

論文提出者氏名 小山 克己

本論文は、次世代の高延性材料開発の基礎としてアルミニウム材料の延性に及ぼす不純物水素（内在水素）の影響を検討した結果と、水素の挙動解明に放射性同位元素のトリチウムを用いない可視化法を応用した成果などをまとめたものである。

第1章では、金属材料と水素の関係についての従来の関係研究を纏めるとともに、本論文の研究目的について述べている。

第2章では、純アルミニウムの室温変形時の延性に及ぼす不純物水素の影響について検討している。不純物 Fe, Si 濃度の異なる工業用純アルミニウムを大気中及び真空中で溶解・ casting し、水素含有量の異なる引張試験片を作製している。そしてこれら試験片についてガス分析が高速で可能な超高真空材料試験機を用いて、変形中や破断時に放出されるガス分析を行うと共に、SEM を用いた破面観察を行っている。水素量が 0.15massppm と比較的多い大気溶解材はもとより、0.1massppm と少ない真空溶解材でも量は少ないものの変形・破壊時に水素の放出が認められることを示している。また Fe, Si 不純物量の多い試料は水素量によらずほぼ同様のディンプル破面を呈すること、水素量の多い高純度材では低純度材に比べてディンプル数減少・ディンプル径増大が見られること、高純度材で水素量が著しく低くなるとチーゼルポイント破壊となることなど明らかにしている。そしてこれらから不純物水素がポイド形成に寄与するという考えを提唱している。

第3章では、Al-5mass%Mg 合金の室温における変形・破壊に及ぼす不純物水素の影響について検討し、大気溶解材において不純物水素が局部伸びを低下させることを明らかにしている。そして破面観察結果などもあわせ、この場合も不純物水素が局部変形開始後のポイド形成を促進するとしている。さらに本系合金の応力-歪み曲線に生じるセレーションにおける荷重低下に合わせて水素放出が顕著に生じることを見出している。このことからアルミニウム材料中の不純物水素は変形時に運動転位と共に高速度で移動し、試料表面から放出されるものと考察している。また不純物水素の一部は、変形の集中する領域でポイド形成を促進してポイド中に含有されるために、ディンプル破面から水素が放出されるとしている。

第4章では、前章で示唆された運動転位による水素の輸送を、可視化実験を通して証明する事を試みている。まず高純度アルミニウムの溶解・ casting 時にトリチウムを不純物水素として材料中に導入し、鋳塊を鍛造・焼鈍して試験片を作製後に電解研磨を施して試料としている。そして試験片表面に写真用乳剤を暗室で塗布し、5%の塑性変形後に暗箱中に低温で長時間保存して現像・定着処理・乾燥後 SEM で観察を行い、すべり線に沿って多

数の銀粒子が観察される事を初めて明らかにしている。この銀粒子は、トリチウムの崩壊によって放出される β 線により乳剤が感光された結果生じたものであるとして、本結果は変形時に運動転位が不純物水素を輸送したことを示す直接的な証拠となると述べている。

第5章では、放射性元素のトリチウムの取扱には厳しい制限があることに配慮し、銀デコレーション法を用いて変形時に放出される軽水素の可視化について検討している。大気溶解した高純度アルミニウムを大気中で溶解・鋳造・圧延・焼鈍を行った後に引張試験片を作製し、ジシアン化銀カリウム水溶液中で試験片を変形・破断させて水洗・乾燥後にSEMで観察した。その結果この場合もすべり線に沿って銀を含む粒子が観察される事、その粒子数は溶液のpH、温度、水素含有量、変形量によって変化する事などを示している。この手法で生成される粒子は従来銀粒子とされていたが、オージェ電子分光によりシアン化銀であることを示している。

さらに第6章では、写真用乳剤を試料に塗布して放出水素により臭化銀を還元させて銀粒子として可視化しようとする水素マイクロプリント法(HMT)を用いた検討を行っている。すなわち大気中で溶解した純アルミニウムにHMTを適用し、塑性変形後定着処理して観察した結果この場合もすべり線上に銀粒子が認められることを示している。これより、運動転位によって輸送される水素をHMTで可視化できる事を示している。また現像処理を挿入すると擬似写真効果により、水素の検出感度が上昇することも見出している。本手法を用いて変形温度を $-180 \sim 80$ ℃と変化させて水素の放出挙動を検討した結果、すべり線に沿った水素の放出は室温近傍で最も顕著に見られる事を明らかにしている。この原因として、低温変形では水素の格子拡散が遅くて転位まで到達できないこと、高温では粒界拡散が顕著になる事をあげている。

第7章は総括である。

以上の様に、アルミニウム材料中の不純物水素の変形・破壊に及ぼす影響を解明すると共に、水素挙動の検討に有効で簡便な可視化法を応用した結果を含む本研究の成果は、金属材料学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。