



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	Creation and Strengthening Mechanism of Nano-sized Bubble Dispersion in Copper [an abstract of dissertation and a summary of dissertation review]
Author(s)	施, 詩
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(工学)
Dissertation Number	甲第11879号
Issue Date	2015-03-25
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/58605
Rights(URL)	https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/2.1/jp/
Type	doctoral thesis
File Information	Shi_Shi_review.pdf, 審査の要旨



学位論文審査の要旨

博士の専攻分野の名称 博士(工学) 氏名 施 詩

審査担当者 主 査 教 授 鵜飼 重治

副 査 特任教授 大貫 惣明

副 査 准教授 坂口 紀史

学位論文題名

Creation and Strengthening Mechanism of Nano-sized Bubble Dispersion in Copper

(ナノバブル分散銅の創製と転位-バブル相互作用メカニズム)

酸化物分散強化型 (ODS) 合金の優れた高温強度はナノサイズの酸化物粒子が転位移動を阻害することに因る。酸化物粒子と合金母相の界面が非整合である場合には、転位が酸化物粒子に近づくと転位周りの応力場が粒子との界面で緩和されるため、転位にとって粒子界面は自由表面と同等と見なせることから、これによる強化はボイド強化機構として知られている。本研究の目的は、移動転位に対して同等の効果が期待されるバブルの阻止力を検証するとともに、その強化機構を実験的に明らかにすることである。金属として面心立方構造である銅 (Cu) を選定した。

本論文は全 7 章から構成される。

第 1 章は序論であり、本研究の遂行に当たっての動機づけについて記した。

第 2 章では、研究の背景として、バブルを含む種々の障害物と転位との相互作用とこれによる強化機構に関する既往研究をレビューし、本研究の目的を述べた。

第 3 章では、転位とバブルの相互作用を実験的に解明するために不可欠なナノバブル分散 Cu の創製について述べた。これは有機ポリマーである PMMA 粉末と Cu 粉末を遊星型ボールミルで混合した後に粉末の放電プラズマ焼結時に生成する熱分解ガス (メタン、一酸化炭素、二酸化炭素、等) を利用する方法であり、世界で初めてのオリジナルな試みである。透過電子顕微鏡 (TEM) による観察から、平均直径が 10 nm 以下のナノバブルを高密度で生成させることに成功した。さらに、PMMA を含まない Cu 粉末の焼結体との硬さ比較から、ナノバブルによる硬さ増加量を評価した。

第 4 章では、作製したナノバブル分散 Cu に存在するバブルのサイズ分布と数密度を X 線小角散乱法 (SAXS) と TEM による方法で評価した結果を述べた。SAXS では 1 nm サイズ以下のバブルも検出できるため、TEM 観察よりもバブルの分散間隔を小さく見積もることになる。これらの分散間隔を用いて、第 3 章で評価した硬さ増加量を引き起こす転位とバブルの相互作用強さ (α) を見積もると、SAXS による分散間隔では $\alpha=0.16$ 、TEM による分散間隔では $\alpha=0.23$ となった。このことから、SAXS で検知された 1 nm 以下のバブルは転位と弱い相互作用を示し、有効な障害物にはならないことを明らかにした。弾性論に基づく解析からもこのことを確認した。これらのことから、バブルと転位の相互作用強さにはサイズ効果が存在することを示した。

第 5 章では、TEM 内で試験片を引張りながら、移動する転位とバブルの相互作用を直接観察することにより、相互作用強さ α を評価した。硬さといったマクロ値から分散間隔を通して相互作用強さ α を評価する方法では、第 4 章で述べたように、分散間隔の取り方によって相互作用強さ α が異なるため、本章では転位がバブルに引っかかって張り出す角度を測定することにより、直接的

に相互作用強さを評価した。第 4 章で述べたバブルのサイズ効果を反映して、TEM 内引張り試験に供した試料のバブルサイズは 5 nm～10 nm と大きくした。これにより得られた相互作用強さ α は 0.49～0.84 となった。第 4 章で述べたバブルサイズが 4 nm では、 α は 0.23 であるのに対し、5 nm～10 nm と大きなバブルでは 3 倍程度の強い相互作用になる。この値は通常の酸化物粒子で報告されている相互作用強さと同程度であることを示した。バブルのサイズ依存性は、第 4 章に記した弾性的相互作用の他に積層欠陥幅とも関係している。体心立方構造である Cu 中の転位は 4 nm 程度の積層欠陥を挟んで部分転位に分解する。バブルサイズが積層欠陥幅より大きい場合には、部分転位はバブルから同時に離脱して大きな相互作用を示すが、積層欠陥幅より小さい場合には部分転位は独立に離脱するためバブルとの相互作用は弱いことを明らかにした。

第 6 章では、以上の実験結果に基づき、バブルと転位の相互作用について得られた知見を総括した。バブルは転位と引力型の相互作用をして両者は互いに引付けあう。バブルに到達した転位はバブルの中で消失し、バブルを挟んで両側の転位は応力下ですべり運動する。バブルからの転位の離脱力はバブルサイズに依存して 2 つの要因に支配される。一つは弾性的相互作用であり、バブルサイズが小さくなると応力場の影響範囲が狭まり、離脱力は低下する。他の要因は積層欠陥幅であり、バブルサイズがこれより小さい場合には部分転位は個別に離脱するため相互作用は同様に低下する。本研究で示されたバブルと転位の相互作用強さ α は分子動力学 (MD) による解析や弾性論による簡易解析とも整合した結果となり、これらの解析の妥当性が検証された。

第 7 章は本論文の結論である。

これを要するに、著者は新規手法でナノバブル分散 Cu を作製し、その TEM 内引張り試験によりバブルと転位の相互作用強さの実験的導出に初めて成功した。また、そのことを通して移動転位に対するバブルの障害にはサイズ依存性があることを明らかにしたものであり、材料工学の発展に貢献するところ大なるものがある。よって著者は、北海道大学博士 (工学) の学位を授与される資格があるものと認める。