

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年5月24日現在

機関番号：17102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2009～2011

課題番号：21656190

研究課題名（和文） 高剛性と耐破壊特性を有する材料創生研究

研究課題名（英文） Research for new material with high rigidity and fracture resistivity

研究代表者

古君 修（FURUKIMI OSAMU）

九州大学・工学研究院・教授

研究者番号：60432853

研究成果の概要（和文）：

TiB₂添加複合材の繰返し集束伸線加工による、TiB₂粒子の形態変化とヤング率および延性破壊特性向上効果を研究した結果、以下の知見を得た。

- [1] ヤング率は、添加 TiB₂ 量に伴い直線的に増加する。
- [2] 集束伸線加工の繰返し数を増加させることで TiB₂ 粒子は微細化し、延性破壊特性は向上する。
- [3] 繰返し集束伸線加工プロセスにおいて、TiB₂ 粒子は素線内に溶解、再析出する。

研究成果の概要（英文）：

The morphology change of TiB₂ particles by using repeat converging wire drawing process and its effects on Young's modulus and ductility were studied. The main results are as follows:

- [1] The Young's modulus linearly increases with the amount of TiB₂ particles.
- [2] The increase in the number of wire drawing is effective for the improvement of ductility.
- [3] The added TiB₂ particles are solved and re-precipitate in matrix wire by repeat converging wire drawing process.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,400,000	0	2,400,000
2010年度	500,000	0	500,000
2011年度	300,000	90,000	390,000
年度			
年度			
総計	3,200,000	90,000	3,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：剛性、延性破壊、脆性破壊、伸線加工、ナノ材料、TiB₂

1. 研究開始当初の背景

高強度鉄鋼材料の使用による構造部材の薄肉化がCO₂削減の大きな鍵となっている。さらなる構造部材の薄肉化には、強度増加に加え剛性の向上が必要である。剛性向上には、粒子添加が有効な方法であるが¹⁾、延性破壊特性を低下させるなど、基礎的研究は、現在、まだ進んでいない。さらに、工業化に関しては、全く未着手の分野である。

2. 研究の目的

繰り返し集束伸線プロセス²⁾を基盤技術として、鉄鋼材料で

1) 析出物、介在物および添加粒子のトルナリ化による延性破壊特性向上効果の可能性と限界を探求し、さらに

2) TiB₂粒子による剛性向上を図り、合わせて、

3) 高剛性化の機構を明確にする、

4) 工業プロセスとしての適用性を明らかにする、ことを目的とする。

3. 研究の方法

3. 1 繰り返し集束伸線加工プロセス

本研究では、繰り返し集束伸線を用いてTiB₂添加複合材料の基礎的特性を調べた。

素線と添加粒子をパイプに真空封入し、その集束体に伸線加工を施すことで集束伸線材を得た。繰り返し集束伸線加工は、得られた集束伸線材を再びパイプに真空封入し、同様の加工を繰り返し、繰り返し集束伸線材を得る加工プロセスである。なお、本プロセスの概略を図1に示す。

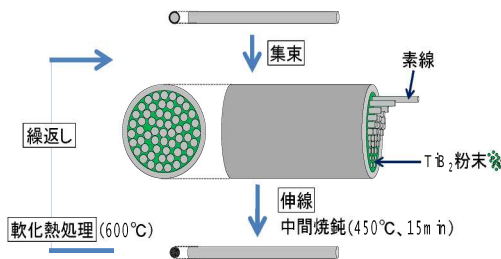


図1 繰り返し集束伸線プロセスの概略

3. 2 供試材

SUS430および304相当の化学組成を有するφ1mm素線、φ10mmパイプおよび平均粒径4μmのTiB₂粉末を用いて、繰り返し集束伸線加工を行うことにより試料を得た。繰り返し集束伸線加工として、1回目集束伸線加工で

は、パイプに素線とTiB₂粉末を約45vol%になるように真空封入した後に、スウェーピング加工を行い、断線防止のため450°C、15minで中間焼鈍を行った後、引き抜き伸線加工を施した。さらに600°Cで軟化熱処理を行った。2回目および3回目の集束伸線加工では、1回目と同様の加工を行った。その際、TiB₂粒子を、各回の伸線加工で随時添加した。

なお、3回集束伸線材の断面を光学顕微鏡で観察した結果を図2に示すが、フラクタル構造を有する材料が作成されたことが確認できた。

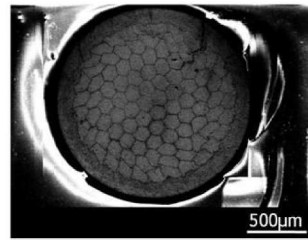


図2 3回集束伸線材断面の光学顕微鏡観察結果

3. 3 引張試験

JIS Z2241「金属材料の引張試験方法」に準拠し、初期ひずみ速度10⁻²/sで引張試験を行った。

3. 4 ヤング率測定

共振法によりヤング率の測定を行った。測定装置には、アグネ製ヤング率測定装置-Y2型を用いて、室温における共振周波数からヤング率を算出した。

さらに、微細組織については、CSM Instruments社製ナノインデンテーション試験機(F10-550NIT)を用い押し込み荷重を20mNとして、Oliver&Pharr法³⁾によりヤング率を測定した。

3. 5 破面観察

引張試験後の試料について、破面のSEM観察を行った。SEM観察における加速電圧条件を5kVとした。

3. 6 析出物分析

各試料について、Cr析出物を溶解し、TiB₂粒子のみ析出物として定量化するため、1050°C~1150°Cで30min溶体化処理を施した後、水冷した試料をAA系電解液(5vol%アセチルアセトン・1vol%テトラメチルアンモニウムクロリド・メタノール溶液)を用いて70~80mAで定電流溶解し、析出物残渣を抽出した。抽出残渣の

ろ過には、ニュークリポアフィルター(メッシュサイズ $0.2\mu\text{m}$)を使用した。捕集した残渣について、SEMにより粒子の形態および粒径の測定を行い、SEM-EDXを用いて残渣の成分分析を行った。

4. 研究成果

4. 1 TiB_2 量とヤング率

SUS430 組成材について、 TiB_2 添加量とヤング率の関係を図3に示す。図中の実験値は、比較として TiB_2 を添加しなかった時、および2回目、3回目の集束伸線材の値である。一方、粒子分散型複合材料におけるヤング率は Hashin らによって理論式が提唱されている。18Cr ステンレス鋼(SUS430)、 TiB_2 のヤング率をそれぞれ200GPa、550GPa、ポアソン比をそれぞれ、0.3、0.108として、Hashin-Shtrikmanの関係式⁴⁾に基づき、 $E=9KG/(3K+G)$ 、 $G=E/2(1+\nu)$ として算出した。図中の直線はこの式から E_{lower} を求めた値である。この結果から、繰り返し集束伸線プロセスにおいても、 TiB_2 添加量が増加するとヤング率が理論式に従い増加することが明らかとなった。

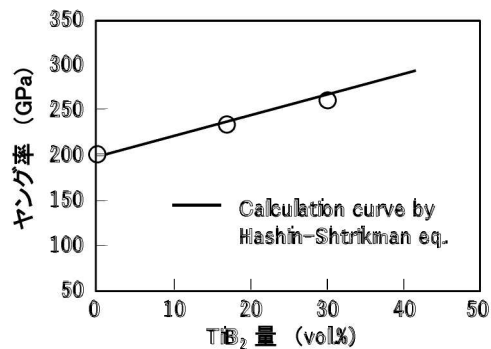


図3 TiB_2 量とヤング率の関係

4. 2 繰り返し集束伸線材の引張特性

SUS430 組成の1回および3回集束伸線材の引張強さと全伸びを、図4に示す。3回の集束伸線加工を施すことにより、引張強さ、全伸びの両方が増加することが明らかとなった。引張試験後の破面観察結果を図5に示すが、 TiB_2 粒子を添加したにも関わらず、延性破面を有していた。一般に、延性破壊特性は介在物および析出物に依存する。ディンプル底の介在物はCr炭化物であったことから、 TiB_2 粒子の微細化により、 TiB_2 粒子は延性破壊特性の低下に影響していなかったと推定される。

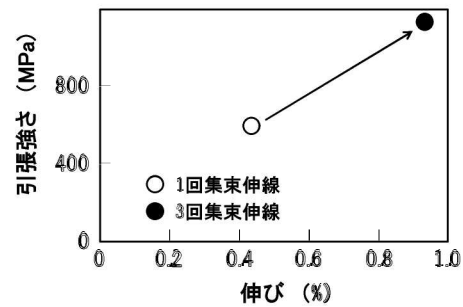


図4 引張強さと全伸びの関係

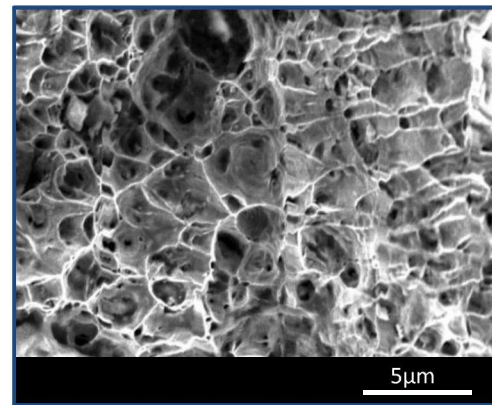


図5 3回集束伸線材の引張破面のSEM観察結果

4. 3 TiB_2 粒子の形態

SUS304組成鋼について、3回集束伸線材での TiB_2 粒子分散形態を光学顕微鏡で観察した。なお、析出物を明確にするため、加熱処理した。その結果を図6に示すが、素線であるマトリックス中に析出していることが明らかとなった。この結果は、集束伸線プロセスにおいて、 TiB_2 粒子がいったん固溶し、マトリックス中に拡散した後、再析出したことを示唆し、新たな鋼材強化プロセスの提言に繋がる。

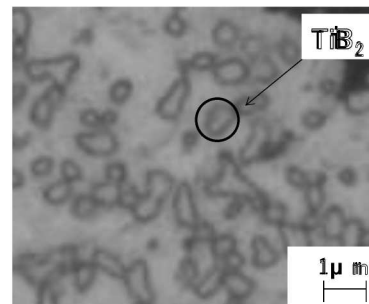


図6 3回集束伸線材の光学顕微鏡組織観察結果

つぎに、試験材から電解抽出残渣を採取して、SEMEDX分析した結果を、図7に示す。この結果からも、C原子も結合したTiB₂粒子がもとの線材中に再析出したと結論付けられる。なお、この再析出物の熱力学的形成過程の解析および詳細な形態分析は、今後の課題である。

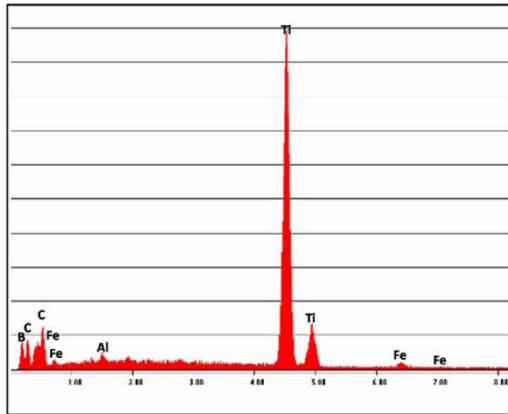


図7 電解抽出残渣分析

一方、ミクロ的なヤング率をナノインデント試験によりOiver&Pharr法³⁾で測定した結果、242MPaとの値を得た。この値は粒子分散型の複合則から計算されるヤング率とほぼ等しかった。

4. 3 最後に

本研究により、集束伸線プロセスを用いることで、高強度、高延性かつ高剛性材料の創生が可能であることを明らかにすることができた。しかし、本研究に用いた集束伸線試験機では材料歩留まりが50%と低く、工業生産を可能にするためには、集束伸線プロセスを基盤として、さらなる開発の必要性が明らかとなった。その課題は、素線結合性の向上による歩留まり改善である。

一方、素材とTiB₂粒子を混合し、繰り返し集束伸線のような強加工を施すことにより、TiB₂粒子がいったん固溶し、素材中に再析出する新たな現象を見出すことが出来た。このメタラジーは、今後、強化および剛性向上手法として、重ね合わせ圧延プロセスなどにおいても活用可能である。

参考文献

- 1) 田中浩司, 斎藤 卓: 豊田中央研究所 R&D レビュー, 35 (2000) 4, 21
- 2) 松崎明博ら: NEDO 成果報告会資料 (98Y05-008-2)
- 3) W C Oiver, G M Pharr: J. Material Research, 7 (1992)6, 1564
- 4) Z.Hashin, S.Shtriman: J.Mech.Phys, 11 (1963), 127

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 0 件)

[学会発表] (計 2 件)

安田恭野、荒牧正俊、古君修、Fe-TiB₂ 複合線材のヤング率と延性特性、2010 年度日本鉄鋼協会九州支部 学術講演大会、p. 3

安田恭野、荒牧正俊、古君修、集束伸線加工法を用いた高剛性ワイヤの開発、日本塑性加工学会 2010 年度西日本若手技術交流会、p. 83

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://zai.ko15.kyushu-u.ac.jp>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

古君 修 (Furuki mi Osamu)
九州大学・工学研究院・教授
研究者番号: 60432853

(2) 研究分担者

荒牧 正俊 (Aranaki Masatoshi)
九州大学・工学研究院・助教
研究者番号: 50175973