

機関番号：14401

研究種目：若手研究 (A)

研究期間：2009～2010

課題番号：21686067

研究課題名 (和文) 自動車用ギガパスカル級制振材料の開発

研究課題名 (英文) Development of GPa class damping materials for automobiles

研究代表者

安田 弘行 (YASUDA HIROYUKI)

大阪大学・工学研究科・准教授

研究者番号：60294021

研究成果の概要 (和文)：

我々が見出した Fe-Al-Ni 合金は、自動車起振源対策用制振材料としての要求性能を満足する世界で初めての合金である。本申請課題では、同合金の優れた制振特性の起源を探るとともに、得られた知見を活かし、制振特性の更なる向上を図る。さらに、我々が培った加工熱処理プロセスを活用し、結晶粒微細化ならびに集合組織制御によって同合金の延性を改善することで、その実用化に繋げることを目的とする。

研究成果の概要 (英文)：

Fe-Al-Ni alloys which we invented satisfy the requirement for damping materials used near origin of the vibration in automobiles. In the present study, we plan to understand the mechanism of high vibration attenuation in the alloys. Moreover, we aim at the improvement of the damping capacity in the alloys from the obtained results. In addition, we try to improve the ductility of the alloys by grain refinement and texture control using a specific thermomechanical processing.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	12,700,000	3,810,000	16,510,000
2010 年度	2,000,000	600,000	2,600,000
年度			
年度			
年度			
総計	14,700,000	4,410,000	19,110,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学，構造・機能材料

キーワード：制振材料，金属間化合物，電子顕微鏡，延性，強度

1. 研究開始当初の背景

「制振材料」は、振動や騒音を効果的に吸収可能な材料のことであり、自動車を初めとする各種輸送機関、工作機械、音響機器等に実用化されている。自動車はエンジン透過音、ギアノイズ等の様々な騒音の発生源となることから、制振技術の導入が必要不可欠である。とりわけ、エンジンやギアといった起振源により近い部位に制振材料を適用でき

ば、複雑な構造を必要とせず、効果的に振動を吸収することが可能となり、ひいては車体の軽量化に繋がる。こうした自動車の起振源対策用制振材料への要求スペックは、「引張強度 1 GPa (ギガパスカル) 以上」、「低歪振幅 ($\sim 10^{-5}$) での制振係数 20 %以上」である。しかしながら、引張強度と制振特性にはトレードオフの関係があり、これまでその必要性能を満足する、強度と制振特性を兼ね備えた

制振材料は皆無であった。

しかしながら、我々の研究グループでは、Fe-Al-Ni 三元系合金が、上記必要性能を満足する優れた制振材料であることを世界で初めて発見した。同合金の最適組成範囲については、すでに特許を出願済みである（「ギガパスカル級制振材料，安田弘行，馬越佑吉他，特願 2008-264106」）。同合金の開発に成功すれば，近年クローズアップされつつある振動・騒音の低減という産業ニーズ・社会ニーズに応えることが可能なのはもちろんのこと，車体の軽量化により，省エネルギー化にも貢献できる。しかしながら，その制振機構は，未だ不明であった。さらに，同合金は極めて延性に乏しいため，その改善が実用化には不可欠である。

2. 研究の目的

Fe-Al-Ni 系制振材料は，現時点でも自動車の起振源対策用制振材料としての必要性能を満たすものの，その巨大な制振特性の発現機構については，未だ不明な点が多い。特に，低温にて発達する微細組織が制振特性に重要な役割を果たしていることが示唆されるが，その因果関係についての知見は皆無である。また，同合金は高強度である反面，延性に乏しいことから，結晶粒微細化，集合組織制御等による延性の改善が不可欠である。以上の考えに基づき，本研究では，以下の(1)～(3)の項目を実施する。

- (1) Fe-Al-Ni 合金における微細組織を調査し，その制振特性への寄与を明らかとする。
- (2) 加工熱処理プロセスにより，Fe-Al-Ni 合金の結晶粒微細化ならびに集合組織制御を行い，その延性改善を行う。
- (3) 以上の知見に基づき，Fe-Al-Ni 合金における制振機構を解明するとともに，制振特性のさらなる改善を図る。さらに，強度，延性，制振特性の良好なバランスが得られる最適組成ならびに最適加工熱処理プロセスを決定し，同合金の自動車用制振材料としての実用化に資する。

3. 研究の方法

アーク溶解により，Fe-Al-Ni 三元系合金の母合金を作製した。得られた合金に対して 1100 °C 48 h の均質化処理を施したのち，徐冷した。さらに，800 °C で溶体化処理後，350～750 °C で熱処理した試料も用意した。これら試料について，透過型電子顕微鏡 (TEM, JEOL3010) を用いて，その微細組織を観察した。さらに，同合金の相変態挙動を調べるため，走査示差熱量計 (DSC) による熱分析を行った。また，組織と制振特性の因果関係を探るため，各種熱処理を施した試料について，動的粘弾性測定装置 (DMA) を用いて，制振特性を評価した。

次に，Fe-Al-Ni 合金の延性改善のための組織制御を行った。具体的には，熱間圧延，放電プラズマ焼結 (SPS)，熱間圧縮の 3 種類の方法で，延性改善を試みた。まず，熱間圧延では，1100 °C にて 50 % 程度の圧延を施した。一方，SPS については，ガスアトマイズ法により作製した Fe-Al-Ni 合金粉末を 1000～1100 °C で 32 MPa の条件で SPS 法により焼結した。さらに，熱間圧縮加工については，熱間加工再現装置を用いて，変形温度 800～1000 °C，歪速度 $10^{-3} \sim 10^{-1} \text{s}^{-1}$ の条件にて熱間圧縮を行った。得られた試料から長さ 10 mm 厚さ 1 mm の曲げ試験片を切り出した。これら試料について，室温にて曲げ試験を行い，延性を評価した。

4. 研究成果

平成 21 年度は，高強度・高減衰能を示す Fe-Al-Ni 系合金の内部組織を調査すると共に，その制振機構の解明に重点を置いて，調査を行った。まず，最適組成である Fe-23at%Al-6at%Ni 合金にて高強度・高減衰能が生じる場合の微細組織を観察したところ，図 1 に示すとおり，bcc 構造の不規則 α 相と B2 規則相からなるナノ二相組織が形成されていた。このとき，B2 相の体積率は 35 % 程度であった。また，不規則 α 相について，厳密には短範囲規則構造の発達が示唆された。一方，擬弾性特性の低い組成では，D0₃ 単相となっており，このことから，(α + B2) 二相組織を形成することが，同合金の高機能発現に不可欠であることがわかった。ここで， α 相は，Al 濃度が 20at% 程度の Fe-Al 固溶体，B2 相は，NiAl 化合物により構成されている。両者は cube on cube の整合方位関係を有し，高温での相分離で発達したものと考えられる。なお，DSC 測定の結果，この 2 相領域は，660 °C 程度まで安定であった (図 2)。一般に，

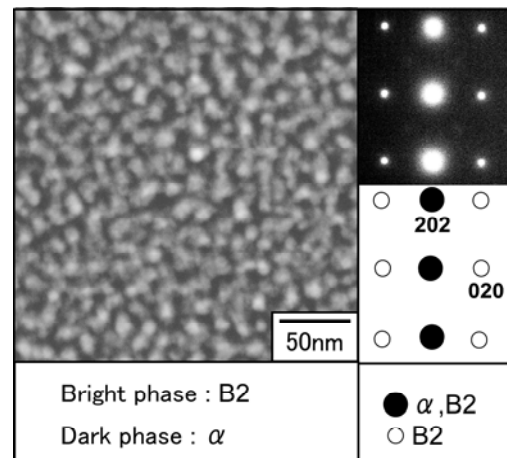


図 1 Fe-23at%Al-6at%Ni 合金において発達するナノ二相組織 (1100°C より室温まで徐冷)

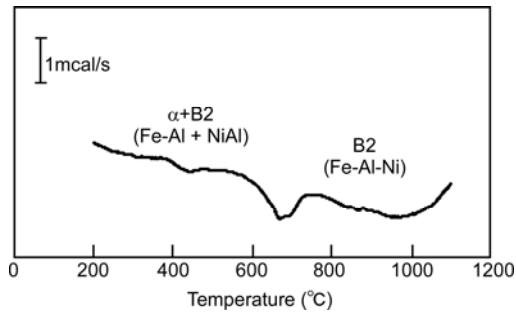


図2 Fe-23at%Al-6at%Ni合金のDSC曲線

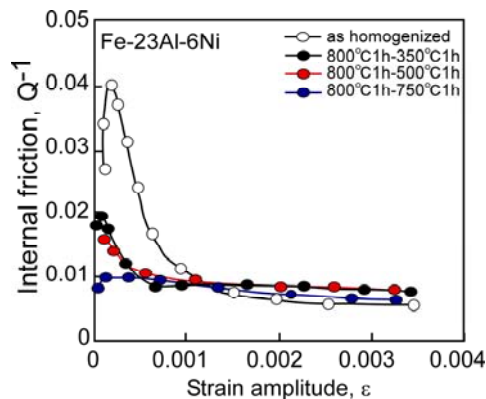


図3 Fe-23at%Al-6at%Ni合金の内部摩擦の熱処理依存性

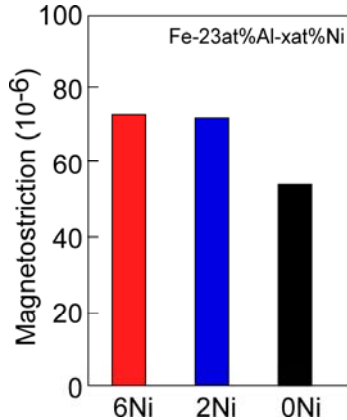


図4 磁歪のNi添加量依存性

Fe-16~20at%Alの組成範囲では、高い制振特性が得られることが知られている。したがって、制振特性は α 相が、強度はNiAl相が担っていることが明らかとなった。また、こうしたナノ二相組織は、高温側から徐冷した際に最も発達するため、この徐冷処理を施した試料において、制振特性は最も良好となった(図3)。その制振特性は歪振幅に強く依存し、歪振幅が 10^{-4} 程度のときに最大となった。一方、二相組織の発達が不十分な350°C、500°Cの場合やNiAl析出物が消失する750°Cでは、制振特性が著しく低下した。

一方、制振特性の解明を目的として、

Fe-Al-Ni合金について、磁場/無磁場下での内部摩擦測定を行ったところ、磁場下での内部摩擦は、無磁場下のそれと比べ著しく低下した。したがって、Fe-Al-Ni系合金の高い制振特性は、Fe-Al二元系合金と同様に、応力負荷・除荷による磁壁の非可逆運動に由来することがわかった。また、磁壁移動型の場合、内部摩擦は磁歪の3乗に比例する。そこで、磁歪の大きさを測定したところ、その値はNi濃度の増加と共に増加した(図4)。このことから、Ni添加による磁歪の増加が、Fe-Al-Ni系合金が高減衰能を示す原因の一つであることがわかった。

平成22年度は、加工熱処理、粉末冶金法を駆使して、同合金の延性の改善に取り組んだ。まず、アーク溶解ままの試料に対し室温で曲げ試験を行うと、弾性限内で破断した。このとき、クラックが粗大粒の結晶粒界に沿って容易に伝播している様子が観察された。そこで、加工熱処理、粉末冶金法で結晶粒を微細化することで延性改善を試みた。まず、1100°Cの熱間圧延により作製した試料には、パンケーキ状の結晶粒が圧延板に対して平行に発達した。この結晶粒に対して垂直に曲げ応力を負荷すると、クラックの伝播を結晶粒界が効果的に偏向することで延性の改善が認められた。しかし、熱間圧延時のわずかな欠陥の存在により、早期に破断する試料もあり、延性のデータが著しくばらついた。そこで次に、さらに結晶粒を微細化する目的で、ガスアトマイズ法で作製した粉末を放電プラズマ焼結により固化成型した試料、熱間加工再現装置により低温で熱間圧縮した試料の2種類の試料を作製した。放電プラズマ焼結法により1000°Cで焼結した試料では、図5に示すとおり、平均粒径が100 μ m以下の等軸組織が発達した。しかしながら、この試料について、曲げ試験を行うと、粒界を伝ってクラックが容易に伝播するため(図6)、延性の改善はほとんど認められなかった(図7)。また、放電プラズマ焼結の温度を

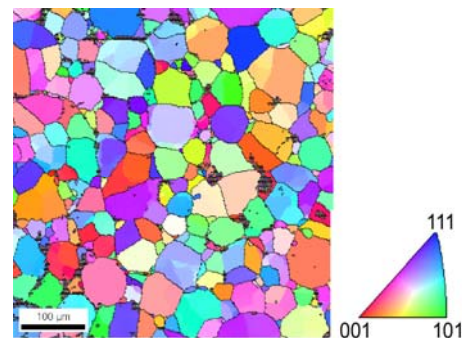


図5 1000°Cで放電プラズマ焼結した試料のIPFマップ

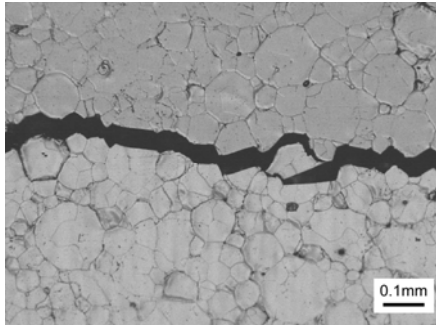


図 6 放電プラズマ焼結材におけるクラックの伝播

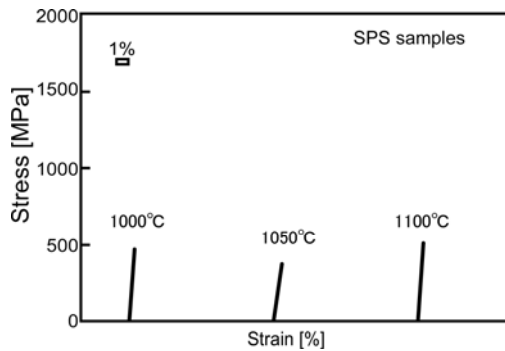


図 7 放電プラズマ焼結材の曲げ変形挙動

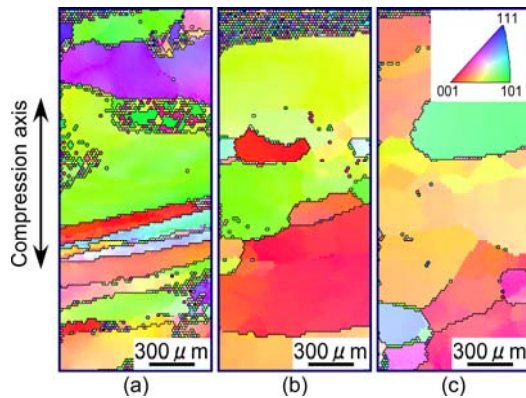


図 8 1100°Cで熱間圧縮した Fe-Al-Ni 合金の IPF マップ. 歪速度 (a) 10^{-1} s^{-1} , (b) 10^{-2} s^{-1} , (c) 10^{-3} s^{-1} .

1050°C, 1100°Cとした場合でも延性の改善効果は認められない. 一方, 図 8 に, 熱間加工再現装置により 1100°Cで熱間圧縮した試料の IPF マップを示す. 同試料については, 熱間圧延の場合と同様, 荷重軸に対して垂直なパンケーキ状の結晶粒組織が発達した. さらに, そのパンケーキ状結晶粒の厚さは低温, 高歪速度であるほど減少した. この結晶粒厚さの減少に伴い, 図 9 に示すとおり, 曲げ強度は飛躍的に増加した. また, 曲げ変形時の破断応力は, 熱間加工時の条件から算出される Zener-Hollomon パラメーターでおおむね

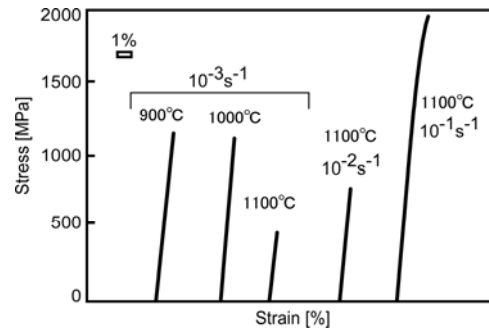


図 9 熱間圧縮材の曲げ変形挙動

整理でき, Z 値の低下に伴い, 曲げ延性は改善された. 以上のように, 熱間加工により異方性を有する微細結晶粒組織を発達させることが, 延性改善に有効であることがわかった.

以上のように, 本研究を通じて, Fe-Al-Ni 合金における制振機構を解明するとともに, その延性の改善にも成功した.

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 4 件)

(1) H. Y. Yasuda, Y. Oda, T. Kishimoto and Y. Umakoshi: Transformation and twinning pseudoelasticities in Fe_3Ga single crystals, Materials Science Forum, in press.

(2) H. Y. Yasuda, T. Kishimoto and Y. Umakoshi: Temperature dependence of twinning pseudoelasticity in Fe_3Ga single crystals, Materials Transactions, 51 [12] (2010) 2196-2200.

(3) H. Y. Yasuda and Y. Umakoshi: Pseudoelastic behaviour of Fe_3Al single crystals with D0_3 structure, Intermetallics, 18 [7] (2010) 1273-1278.

(4) H. Y. Yasuda, K. Fukushima, Y. Koizumi, Y. Minamino and Y. Umakoshi: Magneto-mechanical and pseudoelastic damping of Fe-Al based single crystals, ISIJ International, 49 [10] (2009) 1630-1635.

[学会発表] (計 4 件)

(1) 枝廣泰輔, 安田弘行: Fe-Al-Ni 系合金における母相と NiAl 析出物の容易すべり方向の違いに由来する新しい強化機構, 第 148 回日本金属学会春期大会, 2011 年 3 月 27 日, 東京都市大学 (東京)

(2) H. Y. Yasuda and Y. Umakoshi: Pseudoelasticity of D0_3 -type Fe_3Al and Fe_3Ga -based alloys, MRS 2010 fall meeting

(米国材料学会) (招待講演), 2010年11月30日, ハイムズコンベンションセンター (米国・ボストン)

(3) H.Y. Yasuda, Y. Oda, T. Kishimoto and Y. Umakoshi: Transformation and twinning pseudoelasticities in Fe₃Ga single crystals, PTM2010 (相変態に関する国際会議) 2010年6月7日, パラス・デ・ポーブ会議場, (フランス・アビニョン)

(4) 香西啓司, 安田弘行, 馬越佑吉: 高強度・高減衰能を有する Fe-Al-Ni 合金の高性能化, 第145回日本金属学会秋期大会, 2009年9月17日, 京都大学, 京都

6. 研究組織

(1) 研究代表者

安田 弘行 (YASUDA HIROYUKI)

大阪大学・工学研究科・准教授

研究者番号: 60294021