

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成26年6月2日現在

機関番号：34310
研究種目：基盤研究（C）
研究期間：2011～2013
課題番号：23560847
研究課題名（和文） ネットワーク組織制御による高硬度・高靱性工具材料の開発
研究課題名（英文） Development of High Hardness and Toughness Materials by Harmonic Microstructure Control

研究代表者
藤原 弘 (FUJIWARA Hiroshi)
同志社大学・理工学部・准教授
研究者番号：80320117
交付決定額（研究期間全体）：（直接経費）4,100,000 円、（間接経費）1,230,000 円

研究成果の概要（和文）：工具鋼および低炭素鋼を用いて、ネットワーク状の工具鋼微細組織を有する工具鋼/低炭素鋼複合調和組織材料を作製した。このような複合調和組織材料は、従来の粒子分散複合材料よりも高硬度であり、引張試験では高強度で同程度の延性を示すことにより、従来材よりも高靱性であることがわかる。複合調和組織材料は、分散配置された軟質な低炭素鋼が破壊の原因になるクラックの進展を抑制するために高強度・高延性を示すと考えられる。

研究成果の概要（英文）：A harmonic structure material was produced by a tool steel and a mild steel. The harmonic structure composite with the tool steel and mild steel exhibits high hardness, high tensile strength, and enough elongation compared with the conventional particle dispersed composite. The superior mechanical properties of the harmonic structure composite are attributed to the plastic deformation around the cracks which initiate at network area.

研究分野：材料工学

科研費の分科・細目：構造・機能材料

キーワード：調和組織制御，メカニカルミリング，放電プラズマ焼結，ハイス鋼，低炭素鋼

1. 研究開始当初の背景

金属粉末の表面のみを選択的に強ひずみ加工することにより、表層にナノ結晶粒組織、中心部に通常結晶粒組織を有するバイモーダル粉末を作製し、その後、通常方法で焼結すると、超微細結晶粒組織が連続したネットワークを形成し、通常結晶粒組織がそのネットワーク中に配置された「調和組織」ができる。「調和組織材料」は、従来、両立が困難であった高強度と高延性を同時に示す。一方で、ハイス鋼は他の工具材料と比較して高靱性であるが、硬度（耐摩耗性）に劣る。そこで、本研究により調和組織を有するハイス鋼を作製し、靱性を損なわずに高強度化することを目指す。ハイス材は金型材料として広く使用されているが、これにより高寿命化でき、タンゲステン、コバルト等の稀少元素の使用軽減（省資源化）の実現も期待できる。

2. 研究の目的

金属材料の高強度化は、軽量化や資源の有効利用の観点から非常に重要である。金属材料は、結晶粒を小さくすればするほど高強度になるが、近年の研究においては、均一ナノ結晶粒径材料は、塑性不安定の早期発現により、十分な延性が得られないことが報告されている。それに対して、3次元のネットワーク状に連結された微細結晶粒領域（以下、ネットワーク部）と分散配置された粗大結晶粒領域（分散部）を併せ持つ調和組織材料は、高強度であるとともに十分な延性を示す。これまでの研究により、微細結晶粒組織を有するネットワーク部は主に強度の向上に寄与し、粗大結晶粒組織を有する分散部は主に延性の維持に寄与することが明らかになった。しかし、これまでの調和組織に関する研究では、調和組織のネットワーク部および分散部には同一の材料が用いられ、結晶粒径の制御により調和組織材料は作製されていた。本研究では、強度の向上に寄与するネットワーク

部に高強度材料であるハイス鋼、延性の維持に寄与する分散部に高延性材料である低炭素鋼を用いた複合調和組織材料を、メカニカルミリング／放電プラズマ焼結法により作製し、その機械的性質とその特異な変形挙動および摩耗特性を詳細に検討した。

3. 研究の方法

本研究では、ガスアトマイズ法により作製したハイス鋼粉末(山陽特殊製鋼社製、平均粒子径 35 μm , 245 μm)およびプラズマ回転電極法により作製した炭素鋼粉末(福田金属箔粉工業社製、平均粒子径 142 μm)を用いた。これらの粉末は、FRITSCH 社製 P-6 遊星型ボールミル(Planetary Ball Mill)、SKD11 製ポットおよび SUJ2 製クロムスチールボールを用いてメカニカルミリング(Mechanical Milling: MM) 処理を行った。MM 処理中の気体との反応を抑制するため、アルゴン置換したミリング容器を用いて MM 処理を行った。MM 処理により得られた粉末は、住友石炭鉱業社製の小型放電プラズマ焼結装置(SPS-510L)を用いて焼結した。グラファイト製のダイスとパンチを用い、MM 粉末を 10g 充填した。その後、SPS 装置により、焼結圧力 100MPa、昇温速度 1.6K/s で 1173K まで昇温し、1173K で 1.8ks 保持した後、1073K で 1.8ks 保持し、降温速度 0.2K/s で室温まで冷却することにより、SPS 焼結体を得た。粉末、SPS 焼結体の微細組織観察には、走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM, 日本電子社製 JSM-7001FD 型、加速電圧 10~20kV)および光学顕微鏡(Nikon 社製 OPTIPHOT-100 型、倍率 50~1000)を用いた。機械的性質の評価は、引張試験、硬さ試験、摩耗試験により行った。引張試験は島津製作所社製オートグラフ(AGS-10kNG)を用い、初期ひずみ速度は $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ とし、標点間部の断面形状は 1mm \times 1mm の矩形形状であり、標点間距離は 3mm とした。硬さ試験においては、SHIMADZU 社製マイクロピッカース硬さ試験機(HMV-1)とマツザワ社製ピッカース硬さ試験機(VMT-7)を用いて、それぞれ荷重 490mN および 98N の条件で行った。摩耗試験は、ボールオンディスク摩擦摩耗試験機を用いた。この試験では回転するディスク型の試験片に上方から固定されたボールを接触させて負荷をかけ、試験片の比摩耗量を測定した。負荷荷重は 2~5N、回転半径は 6mm、回転速度は 300mm/s、しゅう動距離は 2000m とした。比摩耗量は、摩耗体積を負荷荷重としゅう動距離で除した値である。

4. 研究成果

ハイス鋼／炭素鋼複合調和組織材料の機械的性質を検討するために、その比較材料としてハイス鋼粒子分散複合材料も作製した。

図 1 に示すように、複合調和組織材料がハイス鋼の母相に炭素鋼粒子が分散した組織を有するのに対し、粒子分散複合材料は比較的軟質な炭素鋼の母相中にそれよりも強度が高いハイス鋼粒子が分散した組織を有する一般的な複合材料である。

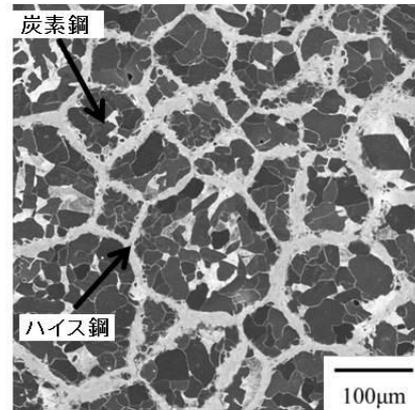


図 1 ハイス鋼/炭素鋼複合調和組織

本研究により、ハイス鋼／炭素鋼複合調和組織材料は同ハイス鋼体積率の粒子分散複合材料に比べて高強度を示しながらも、同程度の延性を示すことが明らかになった(図 2)。そこで、ハイス鋼体積率 15.4%の複合調和組織材料および粒子分散複合材料の真応力-真ひずみ線図、ならびに加工硬化率曲線によりその変形挙動を検討した。その結果、ハイス鋼炭素鋼複合調和組織材料の変形挙動の特徴として、変形初期はハイス鋼のネットワーク領域が支配的な挙動を示し、その後、炭素鋼の分散領域が支配的な挙動を示す。変形初期にハイス鋼ネットワーク領域でクラックが生じて、炭素鋼分散領域がそのクラックの進展を抑制し(図 3)、そして炭素鋼分散領域の硬さが加工硬化によりハイス鋼ネットワーク領域とほぼ同じ硬さになると破断することが明らかとなった。このような特異な変形挙動が、高強度と高延性の両立に繋がると考えられる。

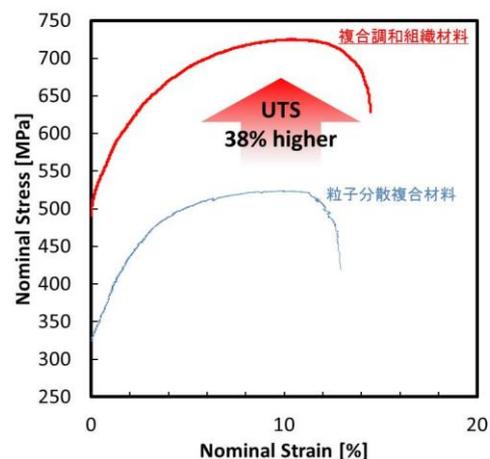


図 2 引張試験の応力-ひずみ線図

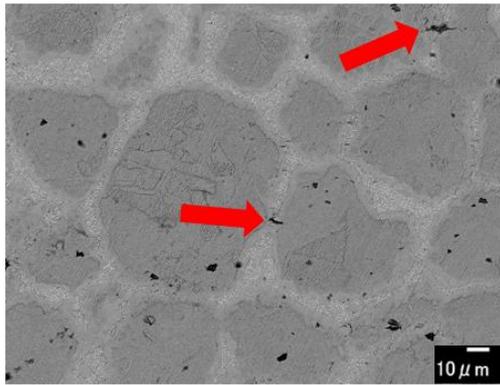


図3 公称ひずみ6.5%時の複合調和組織

また、ハイス鋼/炭素鋼複合調和組織材料の摩耗特性を検討するために、ボールオン摩擦摩耗試験を行った。摩耗試験結果の標準偏差は複合調和組織材料の方が粒子分散複合材料より低い値となった。複合調和組織材料は粒子分散複合材料より摺動面のハイス鋼と炭素鋼の割合が一定であるためと考えられる。ハイス鋼体積率13.1%の複合調和組織材料とハイス鋼粒子分散複合材料の比摩耗量はそれぞれ $5.1 \times 10^{-15} \text{m}^3 / (\text{N} \cdot \text{m})$ 、 $4.4 \times 10^{-15} \text{m}^3 / (\text{N} \cdot \text{m})$ となり、硬さはそれぞれ 348Hv、487Hv となった。粒子分散材料のほうが高硬度を示す原因は、焼結時においてハイス鋼のレアメタル成分が母相中に拡散したためである。しかしながら、比摩耗量と硬さとの関係を示すホルムの式によれば、複合調和組織材料は粒子分散複合材料の1.40倍の比摩耗量を示すはずであるが、結果は1.16倍とホルムの式より低い値を示した。比摩耗量は母相の材質に起因しており、ハイス鋼を母相に持つ複合調和組織材料の方が硬さの割に優れた比摩耗量を示すことが明らかとなった。

今後は、このような複合調和組織制御を他の合金系や異種材料同士の組合せに適用し、種々の機械的特性を評価することにより実用化に近づけたいと考えている。

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. Fujiwara, Y. Yamada, H. Miyamoto and K. Ameyama, Creation of Harmonic Structured Composite Materials with Tool Steel and Carbon Steel by MM / SPS Process, Proceedings of 2012 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, 査読有, 2012, CD-ROM, 18B-S3-33.
- ② Y. Yamada, H. Fujiwara, H. Miyamoto and K. Ameyama, Mechanical Properties of Tool Steel / Mild Steel Composite

Materials with Harmonic Structure, Proceedings of International Workshop on Bulk Nanostructured Metals, 査読有, 2012, pp. 121-124.

- ③ 山田 雄介, 藤原 弘, 宮本 博之, 飴山 恵, 調和組織構造を有するハイス鋼/炭素鋼複合材料の微細組織と機械的性質, 粉体および粉末冶金, 査読有, Vol. 60, No. 4, 2013, pp. 160-166, DOI: 10.2497/jjspm.60.160
- ④ Y. Tsuzuki, H. Fujiwara, H. Miyamoto and K. Ameyama, Deformation Behavior of High Speed Steel/Low Carbon Steel Composite with Harmonic Structure by MM/SPS Process, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 査読有, 2014, *in press*.

[学会発表] (計10件)

- ① 山田 雄介, 藤原 弘, 宮本 博之, 飴山 恵, MM/SPS 法によるハイス鋼/炭素鋼複合調和組織材料の創成, 日本鉄鋼協会第163回春季講演大会, 講演論文集「材料とプロセス」Vol.24(2012), p. 545, 横浜国立大学, 2012年3月28~30日.
- ② 山田 雄介, 藤原 弘, 宮本 博之, 飴山 恵, 高速度鋼および炭素鋼を用いた複合調和組織材料の機械的性質, 粉体粉末冶金協会, 平成24年度春季大会(第109回講演大会), 講演概要集 p. 185, 京都工芸繊維大学, 2012年5月22~24日.
- ③ Y. Yamada, H. Fujiwara, H. Miyamoto and K. Ameyama, Mechanical Properties of Tool Steel / Mild Steel Composite Materials with Harmonic Structure, International Workshop on Bulk Nanostructured Metals, Kyoto, Japan, June 26-29, 2012.
- ④ Y. Yamada, H. Fujiwara, H. Miyamoto, K. Ameyama, MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF TOOL STEEL / MILD STEEL HARMONIC STRUCTURED COMPOSITE BY MM / SPS PROCESS, XI International Conference on Nanostructured Materials (NANO2012), Rhodes, Greece, August 26-31, 2012.
- ⑤ Y. Yamada, H. Fujiwara, H. Miyamoto and K. Ameyama, Creation of Harmonic Structured Composite Materials with Tool Steel and Carbon Steel by MM / SPS Process, 2012 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, Yokohama, Japan, October 14-18, 2012.
- ⑥ 山田 雄介, 藤原 弘, 宮本 博之, 飴山 恵, 調和組織構造を有するハイス鋼/炭素鋼複合材料の微細組織と機械的性質, 粉体粉末冶金協会, 平成24年度秋季大会

(第110回講演大会), 講演概要集 p. 179,
立命館大学びわこ・草津キャンパス,
2012年11月20~22日. 優秀講演発表賞
受賞.

- ⑦ 藤原 弘, 山田 雄介, 宮本 博之, 高速
度鋼および低炭素鋼を用いた複合調和組
織材料の機械的特性, 日本鉄鋼協会第165
回春季講演大会, 講演論文集「材料とプ
ロセス」Vol.26(2013), p. 454, 東京電
機大学, 2013年3月27~29日.
- ⑧ 續木 雄基, 藤原 弘, 宮本 博之, 飴山 恵,
MM/SPS 法により作製した高速度鋼/炭素
鋼複合調和組織材料の機械的特性と摩耗
特性, 粉体粉末冶金協会, 平成25年度春
季大会(第111回講演大会), 講演概要集
p. 55, 早稲田大学国際会議場, 2013年
5月27~29日.
- ⑨ 續木 雄基, 藤原 弘, 宮本 博之, ハイス
鋼および低炭素鋼の複合調和組織材の機
械的性質と破壊メカニズム, 日本機械学
会 M&M2013 材料力学カンファレンス, 論
文集CD-ROM (OS1216), 岐阜大学, 2013
年10月12~14日.
- ⑩ 續木 雄基, 藤原 弘, 宮本 博之, 飴
山 恵, MM/SPS プロセスにより作製さ
れたハイス鋼/低炭素鋼複合調和組織材
料の変形メカニズム, 粉体粉末冶金協会,
平成26年度春季大会(第113回講演大会),
早稲田大学国際会議場, 2014年6月3~5
日.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

藤原 弘 (FUJIWARA Hiroshi)
同志社大学・理工学部・准教授
研究者番号: 80320117