

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 9 日現在

機関番号：12201

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2013

課題番号：24656432

研究課題名(和文) マイクロSHSによるレアメタルフリー耐熱高強度マグネシウム合金の創製

研究課題名(英文) Preparation of Mg alloys free of rare metals by microSHS

研究代表者

山本 篤史郎 (Yamamoto, Tokujiro)

宇都宮大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：40334049

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円、(間接経費) 930,000円

研究成果の概要(和文)：Al中にTiNi粉末を分散させたインゴットを室温で鍛造・圧延により塑性加工したところ、Al₉FeNiナノ析出物が生じた。塑性加工によりAlとTiNi粉末の界面で反応が開始し、TiNi粉末近傍で局所溶解し、Al₉FeNi相が生じることを明らかにした。また、Al₉FeNi相析出がAlの機械的特性に及ぼす影響を調べるため、Al板表面にFeNi電解めっきで被覆し、表層のみを高周波誘導加熱して、Al₉FeNi相が析出した試料を作製した。この試料についてピッカース硬度測定を行った結果、Al₉FeNi相析出により硬度が20%高くなった。また、Mg-10Al合金の表面にNi膜を蒸着し、表層のみを加熱した。

研究成果の概要(英文)：The Al₉FeNi phase was formed in Al ingots embedded with TiNi powder by plastic deformation, e.g. forging and rolling, at room temperature. The reaction between the Al matrix and TiNi powder was initiated by plastic deformation, and the Al and the TiNi powder locally melted at the boundary, followed by rapid solidification with forming Al₉FeNi. In order to study the effect of the Al₉FeNi precipitates on mechanical properties of the Al ingots, Al plates were covered by FeNi electrodeposition and they were re heated near the surface of the Al by high-frequency induction heating, and the Al₉FeNi phase was precipitated. The Vickers' hardness was increased for 20% by formation of the Al₉FeNi phase. The surface of Mg-12Al ingots were also covered by evaporated Ni and they were subjected.

研究分野：材料工学

科研費の分科・細目：材料加工・処理

キーワード：塑性加工 粉末冶金

1. 研究開始当初の背景

Mg 合金は Al 合金よりも軽量の構造材料として期待されている。Al 合金同様に、Mg 合金は 200°C 前後で時効熱処理を施すとナノ析出物が発生する。この析出物が Mg 合金の塑性変形で格子欠陥・転位の活動を抑制し、高強度化する (J. B. Clark et al., Acta Metall. 13 (1965) 1281)。このような析出強化機構では、時効により析出物が臨界サイズ以上に粗大化すると強度が再び低下する。Mg 合金の強度が維持されるのが時効温度より低温域に限られることは、自動車用エンジンなどで Mg 合金の使用が難しかった理由の一つである。

近年、塑性加工の一種である強ひずみ加工により結晶粒微細化と第二相析出による強化を同時に実現する高強度化の研究が進んでいる (Y. Kawamura et al., Mater. Trans. 42 (2001) 1172; E. Abe et al., Acta Mater. 50 (2002) 3845)。しかし、第二相析出を促進するためにイットリウム (Y) 等の希土類元素を添加することから高コストである。もし別の方法で第二相を析出させることが出来ればレアメタルを添加する必要はなくなる。

2. 研究の目的

Al と Ni, Ti などの、混合エンタルピーが負でその絶対値が大きな元素の組み合わせに対し外部よりエネルギーを与えると、互いの元素が反応して大きな混合熱が発生する。一度発生した熱は次の反応を連鎖的に誘発するので、この反応は連続して生じる。これが自己発熱伝播反応を用いた燃焼合成法 (SHS) である。本研究では、混合エンタルピーが正となる元素の組み合わせでも SHS を利用できるように工夫し、SHS により熱力学的に安定なナノ粒子を析出させる。

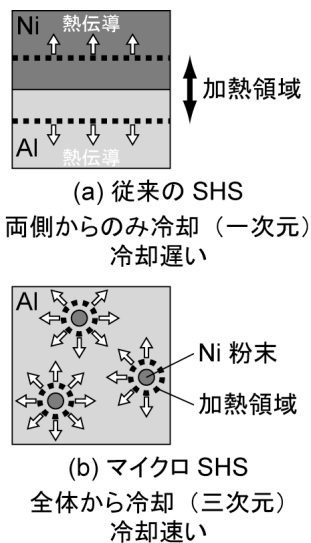


図 1 従来の SHS と本研究で用いる microSHS の違い。

SHS により生じる発熱を局所化するマイクロ SHS により時効熱処理を用いない新たな析出強化方法に挑戦し、室温で鍛造・圧延・線引などの単純な塑性加工をするだけでレアメタルフリーな耐熱高強度ナノ粒子分散マグネシウム (Mg) 合金を作製する。

3. 研究の方法

厚さが 2 mm の Al 板材 2 枚の間に TiNi 粉末を配置したものを、大気中で 750°C まで加熱し、15 分間保持して、Al 中に TiNi 粉末が分散した母合金を作製した。作製した母合金を室温にて鍛造・圧延により塑性加工した。塑性加工後の試料を走査電子顕微鏡ならびに透過電子顕微鏡で観察し、析出物の組成分析をエネルギー分散型 X 線分光器 (EDS) を用いて行った。

また、Al 板に FeNi 電解めっきで被覆し、高周波誘導加熱により表層を加熱した。その断面についてビッカース硬度測定を行った。

Mg-10at.%Al 合金インゴットを作製し、その表面に Ni を蒸着し被覆した。この試料の表層を高周波誘導加熱により加熱した。

なお、作製した試料の機械的特性を評価するため、ビッカース硬度測定を行った。

4. 研究成果

室温で TiNi 粉末分散 Al インゴットを鍛造して作製した試料の断面組織観察結果を図 2 に示す。過去に高密度の Al₉FeNi 相が観察されたのと同じ方法で作製した試料であるが、Al₉FeNi 相の析出密度が低く、不均一であった。また、塑性加工後も Al と反応せずに Al 中に残存した TiNi 粉末も一部観察された。

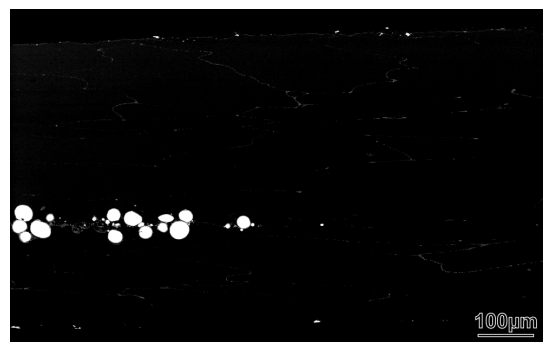


図 2 室温で TiNi 粉末分散 Al インゴットを鍛造して作製した試料の断面組織。

このように、Al に TiNi 粉末を分散させたインゴットを塑性加工すると、確かに Al₉FeNi 相が析出するが、その析出密度の再現性は低い場合があることがわかった。このような試料について断面のビッカース硬度を測定しても、Al₉FeNi 相の析出による差が明らかにならなかった。

そこで、Al 板表面を FeNi 電解めっきで

被覆し、その表層を高周波誘導加熱した。その結果が、図3である。左側の暗いコントラストを示す Al 板と右側の明るいコントラストを示す FeNi めっきの間に中間のコントラストを示す相が存在し、組成を EDS で測定した結果、 Al_9FeNi 相であることがわかった。従って、表層に Al 相と Al_9FeNi 相からなる二相領域を有する試料を作製することに成功した。

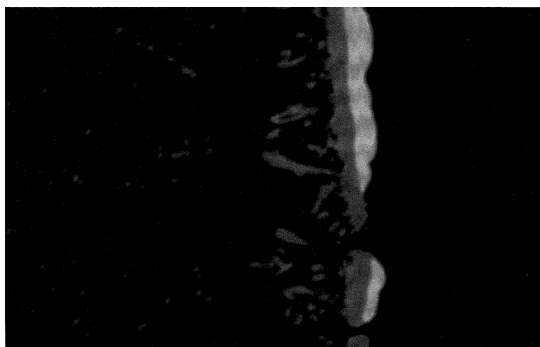


図3 FeNi 電解めっきで被覆した Al 板の表層を高周波誘導加熱により加熱した試料の断面組織。

そこで、この試料断面について、ビッカース硬度測定を行い、 Al_9FeNi 相が析出することによって、Al 相の硬度が向上するか確かめた。本実験では、Al 相と Al_9FeNi 相の二相領域を測定開始点として、Al 単相の試料内部へ向けて硬度測定を行った。Al 単相領域のビッカース硬度が 35Hv 程度であるのに対し、Al- Al_9FeNi 二相領域では 44Hv であり、20%以上硬度が上昇した。

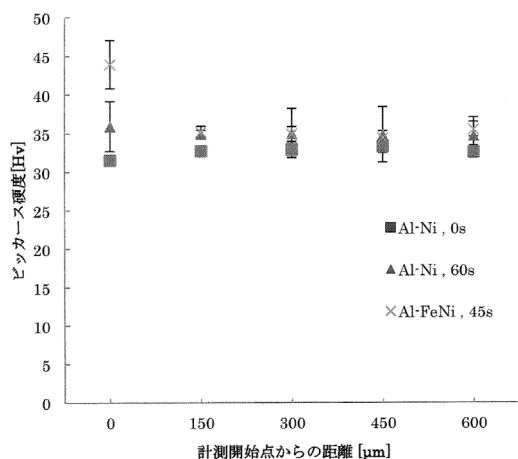


図4 高周波誘導加熱により生じた Al_9FeNi 相による Al のビッカース硬度上昇。

次に、FeNi 電解めっきで被覆した Al 板材を 950°C の炉内で 60 秒間加熱したところ、図5に示すように、試料断面全面に Al_9FeNi 相が生じていた。

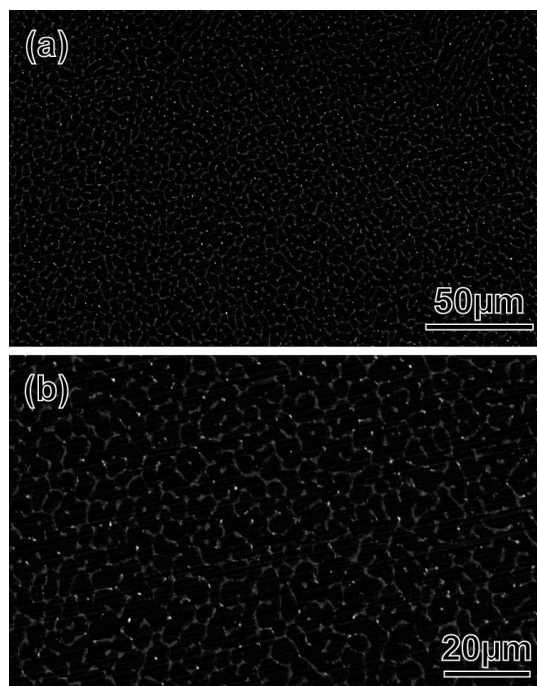


図5 FeNi 電解めっきで被覆した Al 板を 950°C で 60 秒間加熱した試料の断面組織。

このような組織であれば、より正確に Al_9FeNi 相の析出が Al 相の強度に及ぼす影響を評価できると考え、ビッカース硬度測定を行った。その結果を図6に示す。図5で示した組織を有する Al- Al_9FeNi 二相試料のビッカース硬度は 41Hv で、この値は図3中の Al- Al_9FeNi 二相領域の硬度とほぼ等しい。従って、確かに Al_9FeNi 相が析出することで Al 相の機械的特性が向上することが明らかになった。

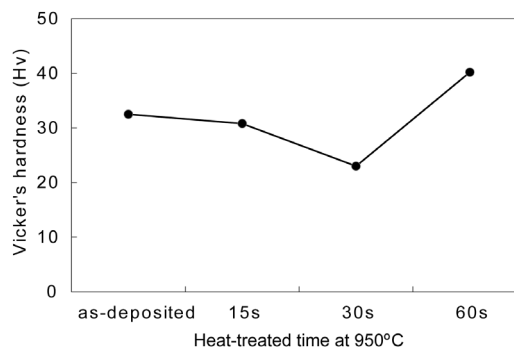


図6 FeNi 電解めっきで被覆した Al 板を 950°C で 60 秒間加熱した試料の断面組織。

Mg-10at.%Al 合金については電解めっきを行うことが不可能であるため、Ni を電子ビーム蒸着装置で被覆した。その表層を高周波誘導加熱したところ、表層組織に変化が見られたので、今後相同定を行い、組織形成過程を明らかにする。

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 5 件)

- (1) Precipitation in Zr-based ternary alloys during quenching, T. Yamamoto, Y. Yokoyama and A. Inoue, Materials Science Forum, 706-709 (2012) 1348-1352.
- (2) Radial and longitudinal variations in the Young's modulus of a $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$ bulk metallic glass rod, T. Yamamoto, H. Kimura and A. Inoue, Materials Science and Engineering A, 534 (2012) 459-464.
- (3) Structural relaxation and crystallization processes in $Cu_{55}Hf_{25}Ti_{15}Pd_5$ metallic glassy alloy, D. V. Louzguine-Luzgin, I. Seki, T. Yamamoto, H. Kawaji, C. Suryanarayana and A. Inoue, Intermetallics, 23 (2012) 177-181.
- (4) Effect of Al addition on superelastic properties of aged Ti-Nb-Zr-Al quaternary alloys, H. Tada, T. Yamamoto, X. Wang, and H. Kato, Materials Transactions, 53 (2012) 1981-1985.
- (5) Pd-based metallic glass with a low glass transition temperature, T. Yamamoto, K. Hayashi, I. Seki, K. Suzuki and M. Ito, Journal of Non-Crystalline Solids, 359 (2013) 46-50.
- (6) Non-monotonic aging temperature dependence of superelasticity of $Ti_{72}Nb_{15}Zr_{10}Al_{13}$ quaternary alloys, H. Tada, T. Yamamoto, X. Wang and H. Kato, Materials Transactions, 54 (2013) 1502-1509.

[学会発表] (計 12 件)

- (1) 換算ガラス化温度の低い新奇な Pd 基金属ガラス, 山本 篤史郎, 日本金属学会, 松山市, 2012年9月.
- (2) マイクロ SHS による Al 合金複合材料の組織形成, 山本 篤史郎, 軽金属学会, 習志野市, 2012年11月.
- (3) Novel preparation of Al alloy

composites without heat treatment, Tokujiro Yamamoto, EMN Fall Meeting, ラスベガス, アメリカ合衆国, 2012年12月.

- (4) Pd-Cu-Ge 金属ガラス薄膜の結晶化過程における X 線反射率測定, 山本 篤史郎, 日本金属学会, 東京都新宿区, 2013年3月.
- (5) Ni 基金属めっきで被覆した Al の加熱による表層組織変化, 山本 篤史郎, 井上知行, 日本金属学会, 富山市, 2013年5月.
- (6) Preparation of Al alloy composites by MicroSHS, Tokujiro Yamamoto, PRCIM-8, ワイコロア, アメリカ合衆国, 2013年8月.
- (7) Change in X-ray Reflectivity of Pd-Cu-Ge metallic glass thin films, Tokujiro Yamamoto, Kouichi Hayashi, Kosuke Suzuki and Masahisa Ito, 応用物理学会-米国 MRS 合同シンポジウム, 京田辺市, 2013年9月.
- (8) Fe-Ni めっきで被覆した Al 板材の表層組織変化, 山本 篤史郎, 日本金属学会, 金沢市, 2013年9月.
- (9) 電子ビーム蒸着による Fe-Si アモルファス膜の作製, 柳 恵史, 山本 篤史郎, 日本金属学会, 金沢市, 2013年9月.
- (10) FeNi 電解めっき被覆した Al 板材の加熱による表層組織変化, 山本 篤史郎, 軽金属学会, 横浜市, 2013年11月.
- (11) Novel Pd-based metallic glass with a low reduced glass transition temperature, Tokujiro Yamamoto, THERMEC2013, ラスベガス, 米国合衆国, 2013年12月.
- (12) $Pd_{40}Cu_{20}Ge_{40}$ 金属ガラス液体急冷薄帯の 3DAP による微細構造評価, 山本 篤史郎, 細川 伸也, 林 好一, 加藤 秀美, 宮本 吾郎, 古原 忠,

日本金属学会,
2014年3月.

〔図書〕(計 件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
国内外の別:

○取得状況(計 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
取得年月日:
国内外の別:

〔その他〕

ホームページ等

http://malt.mech.utsunomiya-u.ac.jp/toku_lab/

6. 研究組織

(1) 研究代表者

山本 篤史郎 (YAMAMOTO, Tokujiro)
宇都宮大学・大学院工学研究科・准教授
研究者番号: 40334049

(2) 研究分担者

()

研究者番号:

(3) 連携研究者

()

研究者番号: