

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 31 日現在

機関番号：34315

研究種目：基盤研究 (B)

研究期間：2009 ～ 2011

課題番号：21360344

研究課題名（和文） ナノ・メゾ調和組織制御による高機能材料の創製と評価

研究課題名（英文） Creation of High Performance Nano-Meso Harmonic Structure Materials and the Evaluation of Their Mechanical Properties

研究代表者 飴山 恵

(AMEYAMA KEI)

立命館大学・理工学部・教授

研究者番号：10184243

研究成果の概要(和文):

「ナノ・メゾ調和組織制御」によって構造用材料の高強度化と高延性を両立できる材料設計指針を確立するとともに、その高機能化メカニズムを明確にする。調和組織金属材料では、調和組織にすることで応力集中の分散ができ、機械的諸特性の向上に重要であることが明らかになった。調和組織セラミックス材料では、亀裂進展速度の抑制により靱性が向上することが明らかとなった。

研究成果の概要(英文):

Objective of the research is to reveal the mechanisms of high performance properties of structural materials which have the "Nano/Meso Harmonic Structure". In the metallic material, scatter of the stress concentration by the harmonic structure control leads to better mechanical properties. In the ceramic materials, coarse particle dispersion suppresses straight crack propagation. Thus, the crack propagation rate decreases and the higher toughness can be obtained.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	9,900,000	2,970,000	12,870,000
2010年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2011年度	1,700,000	510,000	2,221,000
年度			
年度			
総計	13,900,000	4,170,000	18,070,000

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：調和組織、高強度、高延性、相変態、2相組織、チタン、ステンレス鋼、疲労強度

1. 研究開始当初の背景

超微細結晶粒材料は、粗大結晶粒材料に比べて機械的性質や物理的・化学的性質が優れ、例えば、微細結晶粒材料ほど強度が高く、また磁気的特性、耐腐食性も向上することが知られている。そのため、いかにして微細結晶粒を有した均質な材料を作製し高機能を得

るか、という点に大きな関心が集まり、各国で盛んに研究が行われている。申請者は、それまでの研究で、数十～数百マイクロン寸法の金属粉末粒子では、加工条件を制御することで粉末の表面と内部で異なった組織、すなわち、粉末表面ではナノメートル寸法のナノ結晶粒、内部ではマイクロン寸法のメゾ結晶粒が

らなる特徴的なナノ・メゾ調和組織が形成されることを見出した。このような組織を持つ金属粉末を焼結すると、ナノ結晶粒領域とメゾ結晶粒領域が調和的に配置しネットワークを構成する「不均質・調和・超微細」組織材料となることを明らかにした。しかしながら、結晶粒径、微細粒／粗大粒比、ネットワーク寸法などの材料組織の諸因子を制御する研究はそれまでになかった。

2. 研究の目的

従来、金属材料の高機能化は組織を均質・微細にするという考え方により進められてきた。これに対して、本研究は、従来とはまったく異なる「不均質・調和・微細」という発想を基に、超微細結晶粒（ナノ結晶粒）と粗大結晶粒（メゾ結晶粒）の両者を調和的に配置したナノ・メゾ調和組織制御を行い、そのような組織材料の特性評価と特性発現メカニズムを明らかにすることが目的である。

3. 研究の方法

対象とした金属材料は、純Ti、Ti-6Al-4V、Ti-Al、SUS304L、SUS316L、SUS430、SUS329J1である。これらの金属材料の種々の粉末粒子径のものについて、遊星型ボールミル、高エネルギーボールミル、ジェットミルを用いて表面超強加工を施し、Shell/Core構造を有する粉末を作製した。その後、種々の方法で焼結し、焼結体を作製した。焼結方法は、熱間静水圧焼結（Hot Isostatic Pressing:HIP）、熱間圧延焼結、放電プラズマ焼結（Spark Plasma Sintering: SPS）である。得られた焼結体の組織解析を行うとともに、力学的特性評価を静的引張試験、回転曲げ疲労試験（室温、52.5Hz、最大繰返し数は 10^8 回）により行った。

4. 研究成果

図1はSUS304L鋼粉末を遊星型ボールミルにより100時間、表面加工し900°Cで1時間焼結した焼結体のSEM像である。微細粒領域（Shell）と粗大粒領域（Core）からなるネットワーク構造（調和組織）が認められる。Shell、およびCoreの結晶粒径やShellからCoreへの結晶粒径勾配は、各材料の積層欠陥エネルギーの大小などによる塑性変形能に依存していることが示唆された。また、表面超強加工により相変態が生じるような場合、例えば、SUS316L鋼の結晶粒微細化による粒界面積増大と格子欠陥密度増大による自由エネルギー変化に起因するフェライト変態や、図1のSUS304L鋼における加工誘起マルテンサイト変態によって、粉末の表面に近い領域で結晶構造変化が生じる。SUS304L鋼では、加工誘起マルテンサイトからの逆変態オーステナイトの生成により、焼結後のShell

部の結晶粒径が超微細化される。

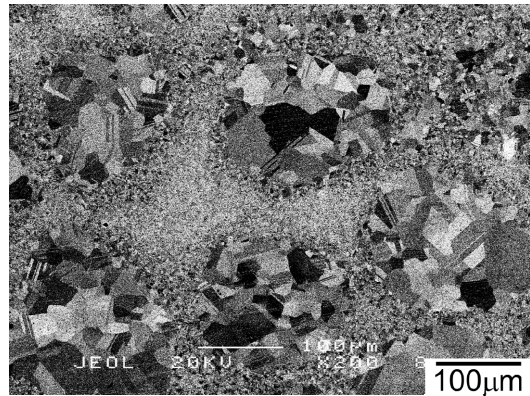


図1 SUS304L鋼の調和組織（SEM像）

図1に示したSUS304L鋼の調和組織材（Harmonic structure）と通常組織材（Conventional material）の引張試験結果を図2に示す。

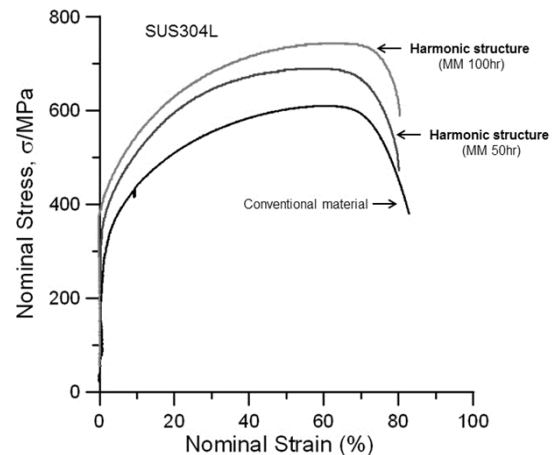


図2 SUS304L鋼の調和組織材料の引張試験結果

これから明らかなように、いずれの材料も全伸びはほぼ同等であるが、降伏強度、引張強度ともに調和組織材料が優れており、また、調和組織材料であっても、ミリング（MM）時間が長時間であるほど、強度が高い。この理由は、長時間ミリングの方が高強度を担うShell割合が増加するためである。通常組織材料と比較すると、降伏強度は100時間ミリング材で1.6倍、50時間ミリング材で1.4倍となっており、引張強度は前者が1.25倍、後者は1.14倍となっている。

応力-ひずみ線図から加工硬化率曲線を求め、変形挙動を解析した。図3はSUS304L鋼の応力-ひずみ線図と加工硬化率曲線を示している。図3(a)、(b)、(c)は、それぞれ(a)均一粗大結晶粒材料（平均結晶粒径約28.0 μ m）、(b)均一微細結晶粒材料（平均結晶粒径約1.0 μ m）、(c)調和組織材料（Shell割合:33.2%、Shell平均結晶粒径約1.5 μ m、Core

結晶粒径約 7.7 μm) の 3 つの材料を引張試験したときの、真応力-真ひずみ線図、ならびに加工硬化率曲線 ($d\sigma/d\varepsilon$: 右下がりに伸びた曲線) である。

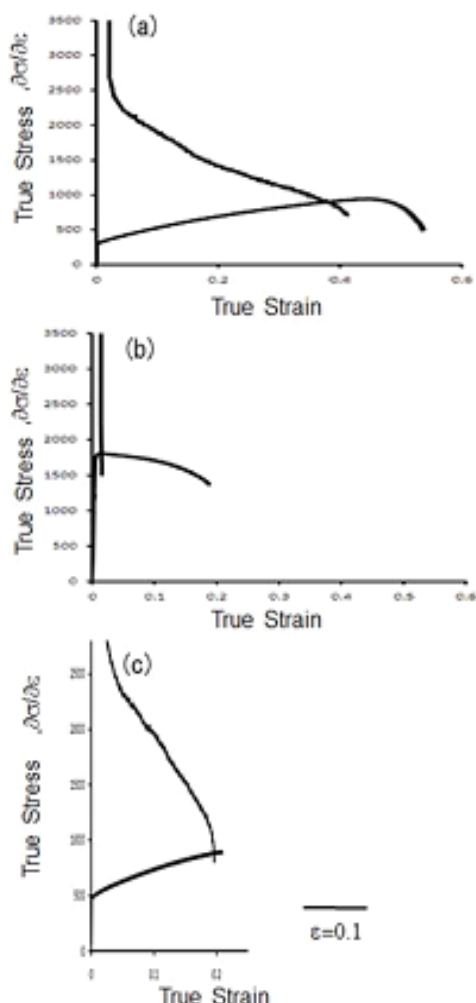


図3 SUS304L 鋼の応力-ひずみ線図。(a)均一粗大粒材料、(b)均一微細粒材料、(c)調和組織材料。

これらの図からわかることは、均一粗大結晶粒 (a) では、真ひずみの増加とともに加工硬化率曲線はなだらかに低下し、真応力-真ひずみ曲線と低角度で交差すること、そして、均一微細粒材料 (b) では急激に低下し、大角度で交差することである。一方、調和組織材料 (c) では、加工硬化率曲線は変形の中盤までなだらかに低下し、その後、破断近くになると急激に低下する。このような調和組織材料の変形挙動は、粗大結晶粒材料と微細結晶粒の両方の変形の特徴を併せ持っていると推測され、特に、変形初期から中期までは粗大結晶粒材料的な変形を、そして、変形後期から破断までは微細結晶粒材料的な変形を示すと推測される。

調和組織材料の微視的組織と図3の変形

挙動とを考慮すると、変形・破壊機構は以下のように考えられる。

- (1) 変形初期から中期にかけて、Shell 部と Core 部では前者が強度が高いため、Core 部 (粗大粒組織) が主に変形し加工硬化する。その際、Shell 部 (微細粒組織) はマクロに形状変化する。
- (2) 変形後期では、Shell 部が主に変形することで微細粒材料特有の加工硬化率曲線が現れる。
- (3) 破断直前には、Shell 部と Core 部の境界近傍で多数のキレツが発生し、それらが連結することで破断にいたる。

以上のように、調和組織制御は、結晶粒微細化というミクロの組織制御と、Shell/Core 構造というマクロな構造制御により高強度と高延性を両立しうる革新的な方法であり、現在のところ、粉末冶金法でしか実現できていない。調和組織制御法の活用によって、従来は強度不足で利用されなかった材料が活用できるようになる。例えば、純チタンの調和組織材料は、SUS316L ステンレス鋼の従来材よりも高強度かつ高延性にできることから、医療用構造材料分野での展開が期待できる。長期的には、持続可能な、低環境負荷の社会基盤づくりに貢献できる。高強度化のために行われてきた合金添加を避けることが可能となる。これは、稀少元素の利用低減、リサイクルのしやすさ、省資源につながる。さらに、調和組織材料の創製原理は従来からの粉末冶金技術の延長でもあるので、新しいものづくり産業や技術の創出にもつながることが期待できる。

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6件)

① Lydia Anggraini and Kei Ameyama, "Effect of Particle Morphology on Sinterability of SiC-ZrO₂ in Microwave", Journal of Nanomaterials, vol.2012 (2012), 8 pages, 査読有.

② Shigehiro Kawamori, Kiyoshi Kuroda, Hiroshi Fujiwara and Kei Ameyama, "Mechanical Properties of Hot-Pressed Compacts Made by Alumina Particle Dispersion Magnesium Powders", Materials Science Forum, vol.706-709 (2012), 1915-1920, 査読有.

③ Kei Ameyama and Hiroshi Fujiwara, “Creation of Harmonic Structure Materials with Outstanding Mechanical Properties”, Materials Science Forum, vol.706-709 (2012), 9-16, 査読有.

④ Zhe Zhang, Muhammad Rifaii, Hiroshi Kobayakawa, Octav Paul Ciuca, Hiroshi Fujiwara, Akira Ueno and Kei Ameyama, “Effects of SiO₂ Particles on Deformation of Mechanically Milled Water-Atomized SUS304L Powder Compacts”, J. Materials Transactions, vol.53 (2012), 109-115, 査読有.

⑤ L. Anggraini, R. Yamamoto, H. Fujiwara, K. Ameyama,” Effect of Mechanical Milling and Sintering Parameters on the Mechanical Properties of SiC-ZrO₂”, J. Ceram. Sci. Tech, vol.2 (2011), 139-146, 査読有.

⑥ K. Edalati, H. Iwaoka, Z. Horita, M. Tanaka, K. Higashida, H. Fujiwara, K. Ameyama, “Fabrication of ultrafine-grained Ti-(5-50wt.%)Al₂O₃ composites using high-pressure torsion”, J. Kovove Mater, (2011), pp. 85-92, 査読有.

[学会発表] (計 47 件)

① 鮎山恵、「ヘテロ構造制御による機械的特性に優れた構造用材料の開発」、日本機械学会関西支部講演会、関西大学(大阪府)、2012年3月16日～17日。

② Kei Ameyama、「Severe Plastic Deformation PM Process Opens Up A New Structural Materials Fields」、1st International Conference on Powder Metallurgy in Asia (APMA2011), October 30-November 2, 2011, Jeju, Korea.

[図書] (計 1 件)

鮎山恵、「強度・延性を両立したナノ・メゾ調和組織材料の開発」、OHM、11月号(2011)、8-9.

[産業財産権]

○出願状況 (計 1 件)

名称：複合セラミックスおよびその製造方法
発明者：鮎山恵、藤原弘 Lydia Anggraini、山本亮平
権利者：立命館大学
種類：特許出願
番号：22011-190628
出願年月日：2011年9月1日
国内外の別：国内

6. 研究組織

(1) 研究代表者

鮎山 恵 (AMEYAMA KEI)
立命館大学・理工学部・教授
研究者番号：10184243

(2) 研究分担者

坂根 政男 (SAKANE MASAO)
立命館大学・理工学部・教授
研究者番号：20111130

鳥山 寿之 (TORIYAMA TOSHIYUKI)
立命館大学・理工学部・教授
研究者番号：30227681

張 聖徳 (CHOU SEITOKU)
立命館大学・理工学部・教授
研究者番号：00454520

(3) 連携研究者

藤原 弘 (FUJIWARA HIROSHI)
立命館大学・立命館グローバル・イノベーション研究機構・ポストドクトラルフェロー
研究者番号：80320117