

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 8 日現在

機関番号：11401

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420787

研究課題名(和文)レアメタルのリユースを想定した硬質マクロ粒子分散型耐高温摩耗性複合材料の開発

研究課題名(英文)Development of the high-temperature wear resistant composite material which distributed hard macro-particle and intended the reuse of the rare metal

研究代表者

麻生 節夫 (Aso, Setsuo)

秋田大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：80167915

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：サーメット粒子(新材, 使用済み)により部分強化した高温耐摩耗性鑄造複合材料の開発および評価を目的として研究を行った。サーメット粒子をNiおよびCr粉末とともに混合し、炭酸ガス法で硬化させてプリフォーム化し、鑄型に固定することで任意の位置に複合化層を形成させることができた。得られた複合材料の4点曲げ強さは、300～570MPaとなり、曲げ強さが複合化層と母材の界面強度に依存することを明らかにし、これに基づいた強さ向上の対策を示した。また、高温耐摩耗性は、耐熱鋼鑄鋼母材に比べ最大8倍に向上した。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this research was to development and evaluation of a high-temperature wear resistance casting composite material which carried out partial reinforcement by cermet particles (new material and used). Reinforcement layer was formed at arbitrary positions by using the preform which made from cermet particles mixed with Ni and Cr powder and cured by sodium silicate CO2 process. The four-point bending strength of the composite material was from 300 to 570MPa. We showed clearly that the bending strength was dependent on the interface strength between cermet particles and a base material, and proposed the method of the improvement in strength based on this. Moreover, high-temperature wear resistance of composite material was improved up to octuple of maximum compared with the base material of heat-resistant cast steel cast.

研究分野：鑄造工学

キーワード：複合材料 鑄ぐるみ 高温耐摩耗 サーメット 部分強化 溶浸

1. 研究開始当初の背景

鑄造法で異種材同士の複合化を図る方法に「鑄ぐるみ」がある。これは所定の寸法や形状のバルク強化材を鑄型に固定して金属溶湯を流し込み複合化するもので、強化材に寸法や形状的な制約がある上、母材とは補完関係の組合せに限られる。鑄造部品は複雑形状部品でも一体成形できる反面、部分的な損傷でも全体の寿命となることが多いため、必要な部位のみを強化する方法は、汎用性の高い長寿命化プロセスと考えられる。一方、現在、繊維あるいは粒子状の強化材による鉄基複合材料で、高温のみならず室温においても実用化されているものはほとんど見当たらない。また、本研究で強化材として注目しているサーメットは、耐熱・耐酸化性に優れるため複合材料の強化材に最適である一方で、サーメット製品の大部分は使用後に廃棄処理されている。したがって、もし、耐熱鋼の必要部位のみをサーメットで部分的に強化できれば、耐熱性に加え新たに耐摩耗性を付与できるため、耐熱・耐摩耗材料としての利用が期待できる。さらに、本研究はサーメットなどの超硬工具材料廃材を強化材としたマテリアルリサイクルにより、複合材料を作製することも想定しており、省資源や省エネルギーの点でも価値がある。

2. 研究の目的

本研究は、耐熱鋼を母材としてこれにサーメット粒子を部分的に分散させることで、母材と強化材の相乗効果が期待できる「マクロ粒子分散型の部分強化高温耐摩耗性複合材料」を開発することを目的とした。そして、得られた複合材料の高温耐摩耗性、高温酸化性、強度を評価するため、以下の研究を行った。

- (1) 耐熱鋼を母材とした部分強化高温耐摩耗性複合材料の製造と硬さの評価
- (2) 耐熱鋼を母材とした部分強化高温耐摩耗性複合材料の 600℃における高温摩耗の評価
- (3) 耐熱鋼を母材とした部分強化高温耐摩耗性複合材料の曲げ強度の評価

以上の研究を実施して、耐熱鋼の使用限度である 600℃における耐摩耗性を有し、かつ複合化層の硬さが母材の 2 倍以上の高温耐摩耗鑄造複合材料を開発する。さらに、ほとんどが産業廃棄物となっている使用済みサーメットを利用し、その機能や主要成分であるチタン、タンタル、モリブデン、タングステンなどのレアメタル成分を生かしたリユースによる省資源複合材料の可能性を検討する。

3. 研究の方法

(1) 試料作製方法

本研究で用いたサーメットは、TiC-Ni 系の 2 種類のサーメットで、1 つは造粒法を用いて作製した球状サーメット、もう 1 つは使用

済サーメットを粉砕した粉砕サーメットである。各サーメットはふるい分けによって分類し、実験には平均粒径 0.7mm, 1.3mm の 2 種類を用いた。また、各サーメット粒子には、濡れ性を向上させる目的で電解ニッケルめっきを施した。さらに、鑄ぐるみ用のプリフォームを作製するため、サーメット粒子に鑄ぐるみを促進するニッケル粉末、クロム粉末を体積比が所定の割合になるように混合し、水ガラスを添加して $\phi 45 \times 5\text{mm}$ の形状に成形した後、炭酸ガスで硬化させた。作製したプリフォームは、曲げ試験用の試料は図 1 に示すように鑄型中空部に配置した。これらの鑄型は凝固速度および凝固方向を調整する目的で上型に発熱スリーブを用い、下型には冷し金を用いた。一方、高温摩耗試験用の鑄型は、プリフォームを底部にセットし、底部に強化層を形成させた。

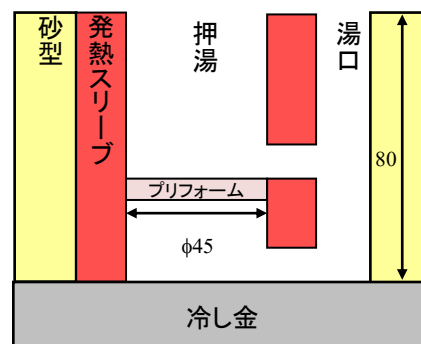


図 1 鑄型

母材はサーメットの濡れ性改善に効果があるニッケルおよびクロムを多く含む SCH24 耐熱鋼鑄鋼とした。表 1 の組成を目標に溶解量を 2.4kg として電解鉄、電解ニッケル、電解クロム、電解マンガン、金属シリコン、黒鉛を配合した。これらを高周波誘導炉で溶解し、鑄込温度 1400℃で図 1 の鑄型に注湯した。得られた円柱状の鑄ぐるみ試料は縦に切断し、中央部に鑄ぐるみ層を有する 4 点曲げ試験用の 4×4×40mm の試験片を作製した。

表 1 SCH24 の目標組成 (mass%)

Ni	Cr	Mn	Si	C	Fe
35.0	26.0	1.0	1.0	0.35	Bal.

(2) 組織観察および硬さ試験

組織観察は図 3 に示した強化層部分および母材部分を鏡面仕上げした後、塩酸ピクリン酸アルコールで腐食して行った。硬さ試験はサーメット粒子から母材側にかけてマイクロビッカース硬さ試験機を用いて測定した。

(3) 4 点曲げ試験

4 点曲げ試験の試験条件は JISR1601 ファインセラミックスの強度評価法に準じ、試験片寸法は 4×4×40mm, クロスヘッドスピードは 0.5mm/min, 上部スパンが 10mm, 下部スパンが 30mm とした。試験機にはオートグラフ AG-X

を用いた。

(4) 高温摩耗試験

高温摩耗試験条件を表2に示す。試験機にはピンオンディスク型の試験機を用いた。また、試験片はφ5mm×10mmの円柱状で、試験部である強化層側を半球面に加工し、摩耗試験時の片減りの対策を行った。

表2 高温摩耗試験条件

試験機	ピンオンディスク高温摩擦摩耗試験機
相手材	アルミナディスク
温度	室温, 200°C, 400°C, 600°C
雰囲気	Ar ガス
速度	0.25m/s
荷重	30N

4. 研究成果

(1) 铸ぐるみプロセス

図2は試料中間部に強化層を形成させる場合の溶湯温度分布である。段堰にしてプリフォームの上下から溶湯を注入させる方案であるが、a)の場合は、プリフォームが浮上して所定の位置に強化層が形成されないが、b)冷し金により、プリフォームの下部を先に凝固させることで中間部に強化層を形成させることが可能となった。

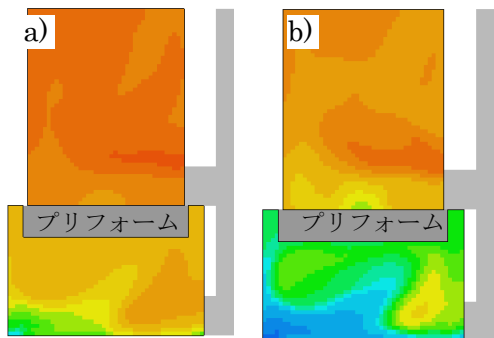


図2 注湯後の溶湯温度分布, a) 冷し金なし, b) 冷し金あり

(2) マクロ組織

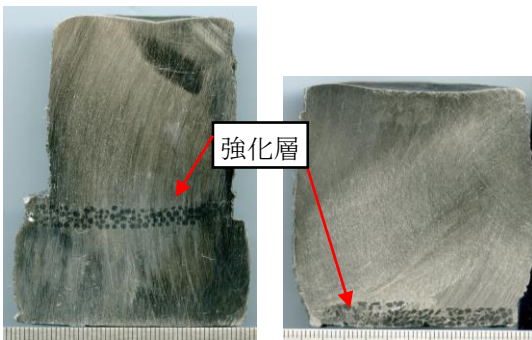


図3 球状サーメットによる中間部強化試料および粉砕サーメットによる底部強化試料
図3の左図は試料中間部に強化層を形成させた試料で、右図は底部に強化層を形成させ

た試料である。それぞれ铸型にセットしたプリフォームの位置に強化層が形成されていることがわかる。また、図4は強化層のマイクロ組織であるが、図4a)に黒色粒子状に存在する多少の水ガラスの残留はあるが母材との接合状態が良好である。それぞれの試料を曲げ試験および高温摩耗試験片に加工した。

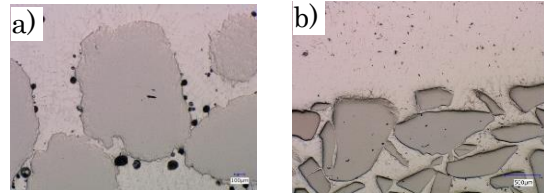


図4 複合化層のマイクロ組織, a) 球状サーメット, b) 粉砕サーメット

(3) 硬さ

図5は、強化層中の1.3mmの球状サーメットと粉砕サーメットの硬さ分布である。何れも高温溶湯にさらされた後の硬さであるが、それぞれの平均硬さは、前者がHV1100で後者はHV1400と、ほぼ铸ぐるみ前の硬さを維持していた。母材に近いサーメットの硬さが中心部に比べ低下しているが、これはサーメットが部分的に溶融しているためである。また、母材の硬さはHV200程度である。

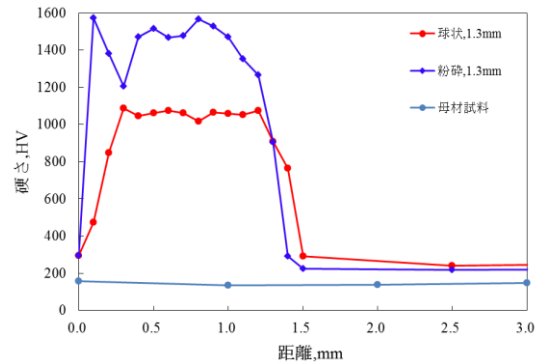


図5 複合化層における球状サーメットと粉砕サーメットの硬さ分布

(4) 曲げ強さ

図6は4点曲げ試験の応力-ひずみ曲線の例である。同一ひずみにおける曲げ強さは、母材に比べ部分強化試料の方が優れており、降伏応力も高い値を示している。最も曲げ強さが高い部分強化試料の平均値は576MPaで、破断ひずみの平均値は1.7%であった。一方、母材のみの試料は、破断には至らなかったが、実験の範囲内で曲げ強さ800MPa以上、破断ひずみ5%以上であった。曲げ試験後の試料の下部支点側(引張側)を図7に示す。図7の強化層の右端の母材/サーメット粒子界面近傍から破断していることがわかる。また、他の試料においては母材部分で破断しているものもあった。応力-ひずみ曲線より、部分強化試料の降伏応力は母材と同等以上と見られることから、母材/サーメット粒子界面は母材部分の強度と同程度の界面強度を有

すると考えられる。さらに、硬さは図5に示したようにサーメット粒子中心部で約1000HV、母材部分で約200HVであり、サーメット粒子中心部から母材側にかけて傾斜的に低下する傾向が見られたことから、これらの傾斜組織が界面強度を向上させている可能性が示唆された。

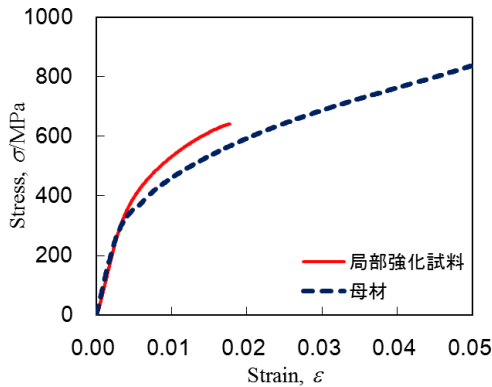


図6 応力-ひずみ曲線の例

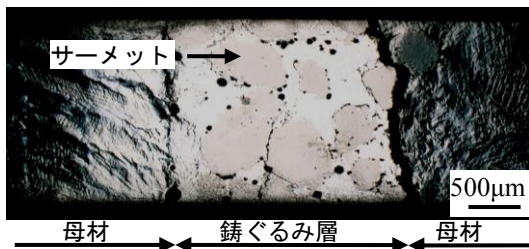


図7 曲げ試験後の試料と破面

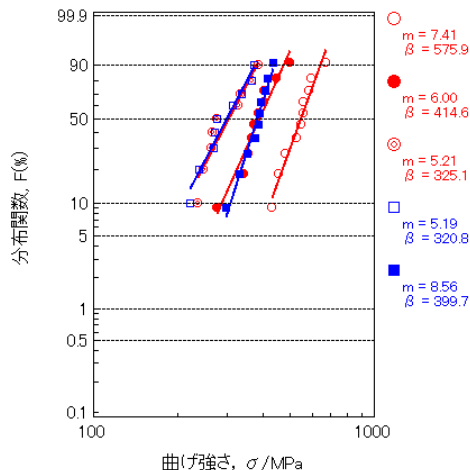


図8 曲げ強さのワイブル分布

図8は曲げ強さのワイブルプロットである。何れの部分強化材もほぼワイブル分布に従うことが分かる。また、破壊確率 62.3%のときの曲げ強さを表す尺度パラメータ β は321~576MPaであった。したがって、部分強化試

料の曲げ強さは、サーメットの種類や粒径に関わらず、最低でも 300MPa 程度の強度を持つことが期待される。ちなみに、尺度パラメータ β が最大であった試料は球状サーメット 1.3mm を使用した試料の 576MPa であった。したがって、球状で粒径が大きいサーメット粒子の方が高い強度を達成できる可能性が高く、しかも $m \approx 9$ とセラミックスに近い強度の信頼性を有する。

(5) 高温摩耗試験

図9はサーメットの形状及びサイズの異なる部分強化試料及び母材の摩耗試験結果である。部分強化材の摩耗量はほとんど温度に依存しないほぼ一定の値をとっている。一方、母材は温度の増加に伴い摩耗量が減少する傾向を示している。この原因は、摩耗粉の酸化によるものと考えられ、母材に比した部分強化試料の耐摩耗性は、3倍から8倍程度と硬質粒子による部分強化の効果が顕著である。

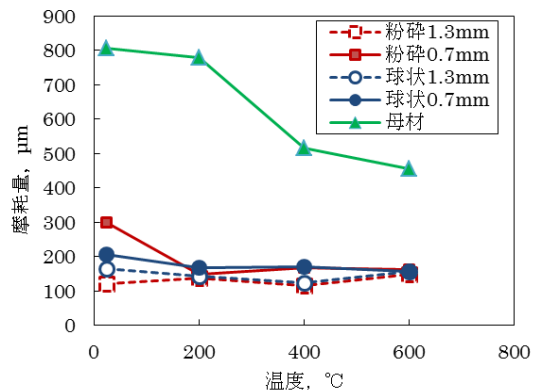


図9 高温摩耗試験結果

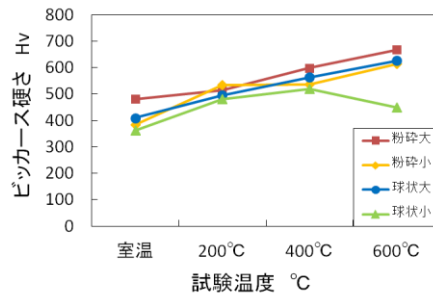


図10 高温摩耗試験後の基地の硬さ

図10は高温摩耗試験後の複合化層におけるサーメット粒子周囲の基地部の硬さである。室温において何れの場合も母材の2倍程度の硬さを有しているが、試験温度が高くなるほどさらに硬さが高くなる傾向を示している。これは、組織観察の結果、基地部には、サーメットやクロム粉末および母材成分のクロム由来のクロム炭化物やタングステン

やモリブデンを含む炭化物の晶出が観察された。したがって、これらの晶出炭化物の存在と試験温度による基地の2次硬化が原因と考えられる。

以上より、複合化層の母相は、母材のSCH24とは異なり、サーメットや添加したニッケルおよびクロム粉末それにSCH24の成分が合金化した組織となり、これがサーメットの存在と相まって硬さ、曲げ強さおよび高温耐摩耗性を向上させているものと考えられることができる。また、廃棄サーメットの粉碎粉でも铸ぐるみ条件をコントロールすることで、十分な強さや高温耐摩耗性を得ることが可能となり、廃棄材の有効利用の可能性が明らかとなった。

5. 主な発表論文等

〔学会発表〕(計 2件)

- ① 西山 貴, 麻生 節夫, 後藤 育壮, 小松 芳成, 池 浩之, 小西 信夫, サーメット系硬質粒子プリフォームの铸ぐるみにより局部強化した耐熱鋼铸鋼の機械的性質, 日本铸造工学会第166回全国講演大会(2015年5月22日~25日, 早稲田大学(東京都)), pp. 51
- ② 西山 貴, 麻生 節夫, 後藤 育壮, 小松 芳成, 池 浩之: サーメット系硬質粒子プリフォームの铸ぐるみによる局部強化プロセス, 日本铸造工学会第165回全国講演大会(2014年10月17日~20日, 北九州国際会議場(北九州市)), pp. 27

6. 研究組織

(1) 研究代表者

麻生 節夫 (ASO Setsuo)

秋田大学・大学院工学資源学研究科・教授
研究者番号: 80167945

(2) 研究分担者

後藤 育壮 (GOTO Ikuzo)

秋田大学・大学院工学資源学研究科・助教
研究者番号: 10632812