

平成 28 年 5 月 30 日現在

機関番号：82626

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2014～2015

課題番号：26886014

研究課題名(和文)変形機構解明に向けた高延性バルクナノ結晶Fe-Ni合金のメゾスケール組織の観察

研究課題名(英文)Observation of mesoscale structure in bulk nanocrystalline Fe-Ni with high ductility for understanding the deformation mechanisms

研究代表者

松井 功 (Matsui, Isao)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・構造材料研究部門・研究員

研究者番号：40738085

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 1,700,000円

研究成果の概要(和文)：優れた強度と10%以上の引張伸びを有する高強度・高延性バルクナノ結晶Fe-Ni合金の延性メカニズムを明らかにするべく研究を行った。高強度・高延性バルクナノ結晶Fe-Ni合金に対してmicro-XRDを用いて、破断部付近の組織変化について解析を行った。破断部に近づくにつれ(111)面の配向度が減少し、(200)面の配向度が増加する傾向が確認された。一方で、(111)ピーク、(200)ピークの半値幅においては、明確な変化は確認されなかった。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this study was to demonstrate the deformation mechanism of bulk nanocrystalline Fe-Ni alloys with high strength and high ductility. Micro-XRD analysis of the bulk nanocrystalline alloys after tensile tests was conducted. Micro-XRD analysis showed that the normalized intensity of the (111) peak decreased while that of the (200) peak increased. In contrast, there was no change in the FWHM values of (111) and (200) peaks.

研究分野：ナノ材料工学

キーワード：バルクナノ結晶合金 電析 Fe-Ni 引張特性

1. 研究開始当初の背景

近年、ますます深刻になる資源問題の解決と同時に、今後の社会発展を支えていくための革新的な基盤構造材料の開発が必要とされている。これらの次世代材料には、ユビキタスな材料の使用とともに、従来の材料以上の強度・延性が求められている。このような状況の中、高いレベルで強度・延性を両立する革新的材料の一つとして、バルクナノ結晶材料に注目が集まっている。

1989年、Gleiterによって100 nm以下の結晶粒で構成された多結晶金属材料、ナノ結晶材料の作製が行われ、極めて高い強度と延性の向上の両立という特異な性質が予見された (Prog. Mater. Sci. 33 (1989) 223.)。ナノ結晶材料に対する高強度・高延性の両立という期待は大きく、現在に至るまで、数多くのナノ結晶材料の作製とその機械的特性の評価が行われてきた。実際に、ナノ結晶材料は、期待されるような極めて高い強度を実現している。しかしながら、多くのナノ結晶材料は延性に乏しく、高強度・高延性の両立には至っていなかった。また、それゆえ、ナノ結晶材料における変形メカニズムについて、理論的なアプローチが積極的に行われる一方で、実験的事実に基づいた議論・実証はほとんど行われていなかった。

ナノ結晶材料における乏しい延性の要因として 試料形状：試料が非常に薄膜 (<50 μm) であるため欠陥の有無に非常に敏感 (Scripta Mater. 49 (2003) 663.)。作製プロセス：焼結を用いる Two-step プロセスに起因した試料の低密度や欠陥の存在 (Adv. Eng. Mater. 7 (2005) 787) が報告されていた。このよう中で、焼結工程を必要とせずバルク材の作製が可能な電析プロセスに着目し、バルクナノ結晶材料の作製に取り組んできた。その結果、従来のナノ結晶材料の特徴である高い引張強度に加えて、10%を超える高い引張伸びを示す高強度・高延性電析バルクナノ結晶 Fe-Ni 合金の作製に成功した。さらに、延性の向上とともに破断面に形成するディンプルの径が減少すること、ディンプルの径が電析材料における特有のメソスケール組織のサイズと合致することを見出していた。これらの結果から、電析バルクナノ結晶材料の延性に対して、メソスケール組織が中心的な役割を担っていると考えられる。しかしながら、これまで、電析バルクナノ結晶材料におけるメソスケール組織と延性の関係について調査された例はない。

2. 研究の目的

本研究では、高強度・高延性バルクナノ結晶 Fe-Ni 合金に対して引張試験前におけるメソスケール組織の詳細な観察・解析により電析バルクナノ結晶材料の変形メカニズム解明を行っていくことを目的とした。

3. 研究の方法

3.1. バルクナノ結晶 Fe-Ni 合金の作製

本研究では、鉄供給源に硫酸鉄、ニッケル供給源にスルファミン酸ニッケル、応力緩和材としてサッカリンナトリウム、さらに錯化剤としてホウ酸を用いた電析浴 (詳細は雑誌論文を参照) により、バルクナノ結晶 Fe-Ni 合金の作製を行った。電析条件は、電流密度 10 mA/cm²、浴温度 50 °C、pH2.2 である。

3.2. 各種解析

作製した電析 Fe-Ni 合金に対して次の解析を行った。Ni 含有量を SEM-EDS にて確認を行った。また、電解研磨により TEM 試料を準備し、JEOL JEM2100F により TEM 観察を行い微細組織の観察を行った。また、XRD および micro-XRD 解析を行い、配向性の確認や粒径の概算を行った。機械的特性の評価としては、ビッカース硬さ試験および引張試験を行った。

4. 研究成果

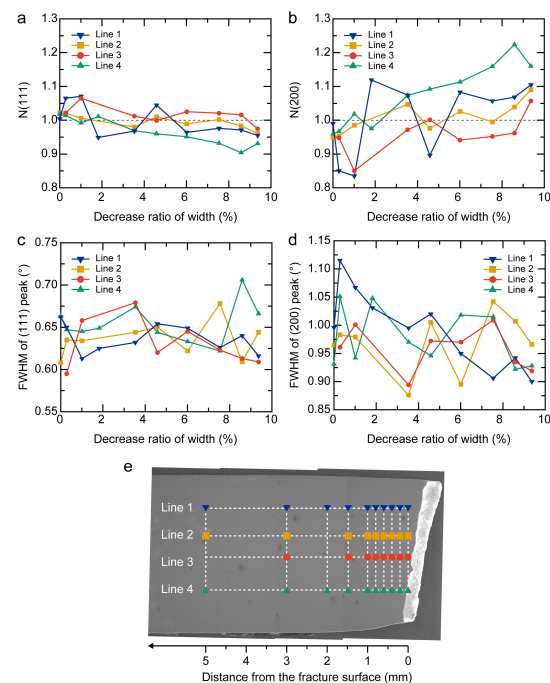


Fig. 1 Normalized diffraction intensity of the (a) (111) peak and (b) (200) peak for the electrodeposited bulk nanocrystalline Fe-43Ni alloys after fracture. FWHM of the (c) (111) peak and (d) (200) peak for the electrodeposited bulk nanocrystalline Fe-43Ni alloys after fracture. (e) SEM image showing the fracture section of the alloy.

電析を用いてバルクナノ結晶 Fe-Ni 合金の作製を行った。本合金は Ni 濃度 43 at%、FCC 構造、結晶粒径 13 nm 程度を有していた。引張試験においては、引張強度 1.7 GPa に加えて引張伸び 13% という優れた延性を示した。

本合金に対して、micro-XRD を用いて、破断面付近の組織について解析を行った。破断

部に近づくにつれ(111)面の配向度が減少し (Fig.1a) (200)面の配向度が増加する傾向が確認された (Fig.1b)。一方で、(111)ピーク、(200)ピークの半値幅においては明確な変化は確認されなかった (Fig.1c,d)。従来の転位を变形の起点とする粗粒材料においては、引張变形により転位密度が増加することで、半値幅の増加が確認されている。また、近年、5%程度の延性を有するナノ結晶 Ni-Fe 合金において、引張变形により粒成長および(111)面と(200)面への配向が起きることが報告されている (Mater. Sci. Eng. A 506 (2009) 187.)。同時に、これらの合金における組織変化は、結晶粒の回転に起因していると報告されている。本研究で作製した Fe-Ni 合金においては、引張变形による粒成長は確認されておらず、配向性の変化も異なるものであった。延性の向上により、従来のナノ結晶メタルとは異なる変形メカニズムが発現している可能性が示唆された。

本研究では、SIM 観察および SEM-tEBSD 解析による詳細なメソスケール組織観察および組織変化解析を予定していたが、装置の準備が不十分でありこれらの観察・解析を行えなかった。今後は、これらの観察・解析を実施し、変形メカニズムの詳細を明らかにしていく予定である。

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)

I. Matsui, H. Mori, T. Kawakatsu, Y. Takigawa, T. Uesugi, K. Higashi, "Enhancement in mechanical properties of bulk nanocrystalline Fe-Ni alloys electrodeposited using propionic acid" *Materials Science and Engineering A*, 607 (2014) 505-510 (査読有).

I. Matsui, Y. Takigawa, D. Yokoe, T. Kato, T. Uesugi, K. Higashi, "Strategy for electrodeposition of highly ductile bulk nanocrystalline metals with a face-centered cubic structure" *Materials Transactions*. 55 (2014) 1859-1866 (査読有).

I. Matsui, H. Mori, T. Kawakatsu, Y. Takigawa, T. Uesugi, K. Higashi, "Mechanical behavior of electrodeposited bulk nanocrystalline Fe-Ni alloys" *Materials Research* 18 (2015) 95-100 (査読有).

松井功, 尾村直紀, 李明軍, 村上雄一朗, 多田周二, "プロピオン酸代替物質を用いた高延性バルクナノ結晶 Ni-W 合金電析浴の開発" *日本金属学会誌* 80 (2016) 217-223 (査読有).

松井功, "強度・延性に優れた電析バルクナノ結晶材料を実現可能にする成長モード制御" *まてりあ(新進気鋭)* 55 (2016) 166-170 (査読有).

H. Mori, I. Matsui, Y. Takigawa, T. Uesugi, K. Higashi, "Reduction in sulfur content of electrodeposited bulk nanocrystalline Fe-Ni alloys using manganese chloride" *Materials Letters* 175 (2016) 86-88 (査読有).

[学会発表](計17件)

松井功, 瀧川順庸, 横江大作, 加藤文晴, 上杉徳照, 東健司, "電解析出法による高強度・高延性バルクナノ結晶メタルの作製" 平成26年度表面技術若手研究者・技術者研究交流発表会, 2014年12月8日, 名古屋市工業研究所(愛知県・名古屋市).

I. Matsui, H. Mori, Y. Takigawa, T. Uesugi, K. Higashi, "Effect of low temperature thermal treatment on mechanical properties of electrodeposited bulk nanocrystalline Fe-Ni alloys" TMS 2015 144th Annual Meeting & Exhibition, 2015年3月16日, Orlando (America).

松井功, 尾村直紀, 李明軍, 村上雄一朗, 多田周二, "Ni-W 合金電析浴におけるプロピオン酸代替物質の検討" 表面技術協会第132回講演大会, 2015年9月10日, 信州大学(長野県・松本市).

松井功, "電析による高強度・高延性バルクナノ結晶合金の作製" 日本金属学会2015年秋期講演大会, 2015年9月17日, 九州大学(福岡県・福岡市).

松井功, 尾村直紀, 李明軍, 村上雄一朗, 多田周二, "トリメチルアミン-ボラン添加によるNi-W-B合金の作製" 第17回関西表面技術フォーラム

I. Matsui, N. Omura, M. Li, Y. Murakami, S. Tada, "Optimized complexing agent concentrations for highly ductile bulk nanocrystalline Ni-W alloys" Twenty-Fourth International Symposium on Processing and Fabrication of Advanced Materials (PFAM XXIV), 2015年12月18日, 関西大学(大阪府・吹田市).

松井功, 尾村直紀, 李明軍, 村上雄一朗, 多田周二, "延性発現に向けたNi-Mo 合金電析浴の開発" 表面技術協会第133回講演大会, 2016年3月22日, 早稲田大学(東京都・新宿区).

松井功, 尾村直紀, 李明軍, 村上雄一朗, 多田周二, "プロピオン酸代替物質浴から作製したバルクナノ結晶 Ni-W 合金の引張特性" 日本金属学会2016年春期大会, 2016年3月24日, 東京理科大学(東京都・葛飾区).

[図書](計0件)

〔産業財産権〕

出願状況（計 0 件）

取得状況（計 0 件）

〔その他〕

ホームページ等

なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

松井 功 (MATSUI, Isao)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・構造材料研究部門・研究員

研究者番号：40738085

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし