

## 融体加工に関する研究

### Studies on the Melt Processing

主任研究員：松本弘司

分担研究員：松本弘司 山田 修 丸谷洋二 吉川浩美 紙谷卓之  
入澤 毅

平成 13 年度 融体加工に関する研究会

金属及び合金の製造には、液相での casting、固液相での半凝固加工、固相粉末を用いる焼結といった幅広い加工方法から最適なプロセスを選択することができる。これらの中でも「融体加工」の代表として挙げられる casting は長年にわたる実績を持ち、広範な研究とともに現在も広く産業界で実施されている。

一方、近年セラミックスや金属間化合物に代表される新素材の開発が精力的に行われるようになってきた。これらの大半は共有結合性の大きい高融点物質であり、新素材の開発に伴って成形加工技術も新たな展開が必要となった。例えば、燃焼合成法では大量に放出される化学反応熱を有効に利用することにより、高融点物質の合成と同時に溶融化が達成される。この融体加工法は短時間反応で外部加熱が不要であると共に、単一プロセスでさまざまな化合物が合成できる等の優れた特性を有している。

分担研究課題：セラミックスおよび金属間化合物の燃焼合成（山田教授）については、NiAl 化合物を取り上げ、燃焼合成後の NiAl の不純物の分析を行い、酸素および窒素含有量の極めて少ない高純度の NiAl が得られることを明らかにした。また放電焼結後の NiAl の組成、相対密度について調べ、相対密度は 98% と緻密化し、3 点曲げ強度も約 1200Mpa と高く、従来の報告値よりも倍以上の高強度材料が得られることを明らかにした。

分担研究課題：燃焼合成反応を利用した無機化合物の高温熱測定（吉川講師）については、新しい耐熱材料を開発するために必要な比熱等の熱力学データを得る技術・装置の開発を目的としている。TiC および NiAl に関しては、燃焼合成反応を用いた高温熱測定技術の開発を行った。実験値と報告されている値との差は 10% 以内であり、熱測定が可能であることを明らかにした。

分担研究課題：Fe-C-Si-Cr-Mo 系合金溶射皮膜の非晶質組織に関する研究（松本教授、入澤助教授）については、非晶質金属の強靱性、耐食性に着目し、耐環境性被覆材の開発を目的としている。Fe-C-Si-Cr 系合金粉末をガスアトマイズ法によって作製した。得られた粉末はプラズマ溶射を用いて SS400 基材上に被覆し、組織並びに機械的性質について調べた。溶射距離 100 および 150mm では X 線回折図形から明瞭なピークは得られず、非晶質と思われるブロードな回折図形が得られた。一方、溶射距離 200mm では 40 度付近にピークが認められ、非晶質は得られにくいことがわかった。また、Fe-C-Cr-Mo 系合金のなかでも P を添加した Fe-2.2C-0.8%Si-10.0%Cr-10.0%Mo-8.5%P 合金は Ar 流量 20l/min、溶射距離 100mm において気孔の少ない緻密な非晶質皮膜が得られることを明らかにした。

分担研究課題：レーザー粉末溶融による真空注型用水溶性消失膜型の作製に関する研究（丸谷教授、紙谷講師）については、水溶性素材を用い、脱型の容易な模型の作製法の開発を目的としている。燃焼合成によって発熱化学反応が得られる素材を混合し、レーザー加熱により、燃焼合成反応を誘発させる。本方法では、素材として CuO と Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を合成する系を選び、安定固化条件を見出した。この安定条件下で簡単な形状の積層模型を作製した。さらに積層模型を用いてシリコンゴムを硬化させ、これを型とし、エポキシ樹脂を充填することにより、注型品を作製することに成功した。

上述のように本研究会は、これら融体加工に関連する基礎研究を行うとともに、実用化に向けて種々の構造物への適用についても開発を進めている。

平成 13 年度融体加工研究会は下記の 3 回の研究会を行った。

第 1 回 平成 13 年 4 月 28 日

- 1) 平成 13 年度の研究会テーマについて
- 2) 平成 13 年度の研究会運営について
- 3) 平成 13 年度研究会開催スケジュールについて
- 4) その他

第 2 回 平成 13 年 7 月 30 日

- 1) 研究報告；山田 修 「燃焼合成の現状と未来展望」
- 2) その他

第 3 回 平成 14 年 3 月 23 日

- 1) 研究報告；田中武雄 「FIB を用いた超微細加工」
- 2) その他

## Fe-C-Si-Cr-Mo 系合金溶射皮膜の非晶質組織に関する研究

松本弘司 入澤 毅（工学部）

金属には結晶構造とは異なった不規則で乱れた構造をとるものがあり、これを非晶質（非結晶）金属という。この非晶質金属は、従来の金属材料には考えられない強靱性、耐食性、軟磁性など優れた特性を持つことが知られている。非晶質金属を作製する方法として、粉末微粒子を高温加熱し急冷する急冷凝固法があり、その代表として冷却速度の大きい溶射法などが上げられる。溶射法により得られる冷却速度は  $10^6 \sim 10^8$  K/s と言われている。溶射法のなかでも、プラズマ溶射はフレイム温度が 8000~10000 K と高く、粒子の飛行速度が大きいという長所がある。このため、フレイム中で溶融された粒子は高速で飛行し、基材あるいは既に形成された皮膜に衝突して急速凝固する。このため、急冷された粒子から成る皮膜が形成される。

本研究では、非晶質金属の強靱性、耐食性に着目し、耐環境性被覆材の開発を目的とした。Fe-C-Si-Cr-Mo 系合金粉末をガスアトマイズ法によって作製した。得られた粉末はプラズマ溶射を用いて SS400 基材上に被覆し、組織並びに機械的性質について調べ、これまで以下のことを明らかにした。

プラズマガスの Ar ガス流量が増加するにつれて皮膜内の気孔は増加する傾向を示した。プラズマガスの流量が増加すると、プラズマジェットの流れが大きくなり、プラズマジェット中を飛行する溶射粒子の飛行速度が大きくなる。粒子の飛行速度が大きくなると粒子が加熱される時間が短くなり、粒子が十分に熔融されることなく基材上に堆積して皮膜を形成するためと思われる。溶射距離 100mm においては Ar ガス流量 20l/min で気孔の少ない緻密な皮膜が得られることがわかった。

溶射皮膜に及ぼす溶射距離の影響は、溶射距離 100 および 150mm では、X線回折図形から明瞭なピークは得られず非晶質と思われるブロードな回折図形が得られた。一方、溶射距離 200mm では 40 度付近にピークが認められ、非晶質は得られにくいことがわかった。溶射距離が長くなることによりプラズマジェット内で加熱された粒子の飛行速度が小さくなり、基材表面に対して扁平状に堆積しなかったため大きな冷却効果が得られないことが原因と思われる。溶射距離 100mm において気孔の少ない緻密な皮膜が得られることがわかった。

また、Fe-C-Cr-Mo 系合金のなかでも P を添加した Fe-2.2C-0.8%Si-10.0%Cr-10.0%Mo-8.5%P 合金は Ar ガス流量 20l/min、溶射距離 100mm において気孔の少ない緻密な非晶質皮膜が得られることが明らかになった。

## セラミックスおよび金属間化合物の燃焼合成

山田 修（教養部）

### 1. 新素材について

金属間化合物は軽量・耐熱という特徴を活かした構造材料として、ターボチャージャーやピストン・バルブなどの自動車用エンジン部材の実用化や、マイクロガスタービン (MGT) と呼ばれる数十キロワット級の小型分散発電方式も普及されると考えられており、TiAl や NiAl などを用いたタービン部材の開発も行われている。通常、金属間化合物は溶解法、ガスアトマイズ法により製造されるのが一般的である。これらの製造方法は、原料となる金属の比重差、融点温度差の影響を受けて、偏析の少ない均質な金属間化合物を得ることが難しく、結果的にそれぞれの金属間化合物が有する固有の物性の発現化、加工法などに問題を生じる場合が多い。

本研究では、軽量・高温耐熱の金属間化合物やセラミックスを作製することを目的としており、新素材として代表的な金属間化合物である NiAl を選定した。NiAl 金属間化合物は、耐熱軽量合金としての用途が期待されるばかりでなく、その製造方法として、化合物が秒単位という短時間で合成される燃焼合成法が有望視されている材料のためである。

### 2. 実験結果

#### 2-1. 粉碎処理後の成分分析結果

Table1 は NiAl を燃焼合成後にアトライターを用いて粉碎処理を行った後の粉末特性を

示す。NiAl の平均粒径は 1.63 ミクロンまで微細化することができた。比表面積も 5.69m<sup>2</sup>/g と大きい。また粉砕後試料の不純物量を分析した結果、酸素含有量は 0.23wt% と低く、窒素不純物量も非常に低く、粉砕後も NiAl は高純度を保持していた。

## 2-2. 焼結体の機械的特性

Table2 は放電焼結後の NiAl の組成や相対密度、機械的性質についてまとめたものである。焼結温度が 1300℃ および 1400℃ において、相対密度は約 98% と緻密化している。また 3 点曲げ強度は約 1200MPa に達しており、従来の報告値の倍以上の高強度材料となった。焼結に用いた粉末の平均粉末粒子径は 1.63 μm と小さく、焼結時間が短く粒成長が抑えられた結果である。またピッカース硬度は Hv=497 とほぼ報告値と同様の値を示すものの、通常は観察されるクラックの発生がないことが判明した。このことから微細粒子からなる焼結体では、強度も大きい上に、脆性破壊が抑制され、塑性変形能を有し、破壊靱性が大きくなるものと考えられる。

## 燃焼合成反応を利用した無機化合物の高温熱測定

吉川浩美（短期大学部）

|   |   |
|---|---|
| 目的・目標   |   |
| <p>新耐熱材料を開発するために必要な高温時の比熱等の熱力学データ測定技術が確立していない。これを解決するために、燃焼合成法を用いて信頼性の高い熱力学データを得る技術・装置を開発するものである。</p>   |   |
| 試験内容  |   |
| 試験項目  | 内容  |
| 高温熱分析装置設計   | 今までにない新しい概念に基づく燃焼合成反応を利用した高温熱測定用の装置を設計した。                         |
| 製作・実験   | 燃焼合成用反応容器と熱量測定容器を製作して、レーザー着火により発生熱量測定と高温反応温度測定を行った。               |
| 分析・評価   | 実験より得られた生成熱と反応温度について、報告されている熱力学データとの比較検討を行い、試作した高温熱分析装置の特性評価を行った。 |
| まとめ   | 本報告書を作成すると共に特許出願準備中である。   |
| 結果  |   |
| <p>TiC および NiAl に関して、燃焼合成反応を用いた高温熱測定技術の開発を行った。実験から得られた値と、報告されているデータ間で 10% 以内の範囲で熱測定が可能となることが分かった。今後、温度測定方法の改善および熱量測定容器の改良等によって、さらに精度を高めてこの新しい高温熱測定技術の確立を目指す予定である。</p> |   |