

氏名	鷹合 滋 樹
生年月日	
本籍	石川県
学位の種類	博士(工学)
学位記番号	博甲第385号
学位授与の日付	平成13年3月22日
学位授与の要件	課程博士(学位規則第4条第1項)
学位授与の題目	X線および中性子回折法によるFe-Cr/TiN系焼結複合材料の残留応力解析に関する研究
論文審査委員(主査)	廣瀬 幸雄(理学部・教授)
論文審査委員(副査)	佐々木敏彦(教育学部・助教授) 黒堀 利夫(教育学部・教授) 小村 照寿(工学部・教授) 安達 正明(工学部・教授)

## 学位論文要旨

### ABSTRACT

In the present paper, a theoretical analysis was carried out to investigate the influence of the volume fraction of the second phase (titanium nitride) in Fe-Cr matrix on the x-ray parameters. Residual stress and elastic deformation behavior were considered. X-ray diffraction data obtained from both phases was compared to the Micromechanics models. It was found that the relation between the phase stress and macrostress agrees well with the theoretical estimation. Influences of sintering conditions (pressure and heat treatment) on elastic deformation behavior were discussed. Elastic deformation behavior of each phase on composite material was estimated by using a synchrotron radiation. We can obtain the arbitrary wavelength beam with a Si (111) mono-crystal monochromator. The X-ray diffraction patterns were collected during a  $\theta$ - $2\theta$  scan. It was found that we could obtain the phase stress of a Fe-Cr/TiN composite material using X-ray diffraction with synchrotron radiation. Phase stresses were determined from phase X-ray elastic constant (PXEC). The hardening rate of the Fe-Cr matrix phase was controlled by TiN reinforced particle. Measured results agreed with the micromechanics model.

### 学位論文要旨

1960年代後半、自動車の排気ガス規制を目的として燃料の無鉛ガソリン化が行われたが、その結果、エンジン内部では鉛(四エチル鉛)による潤滑作用が得られなくなり、バルブリセッションと呼ばれる激しい磨耗が発生するようになった。このため、種々の対策が検討された結果、バルブシートの使用、および、その材質改良が効果的であることが判明し今日に至っている。また、その後のエンジンの高速・高出力化、メンテナンスフリー化、低燃費化、などへの新たな対応のため、今日までに様々な材料が開発されてきている。これらの材料の多くは、性能・量産性・高歩留まり・設計の自由度などの理由から、主として粉末冶金によって製造されているものが多い。低合金工具鋼(SKD11)粉末と、硬質粒子である窒化チタン(TiN)粉末を加えて焼結したFe-Cr/TiN系の分散強化型複合材料は、耐磨耗性、耐熱性、耐衝撃性等に優れ、前記のバルブシート材料として実用化されている。これらの研究背景および研究目的については、第1章で述べた。

第2章では基礎的実験として、TiN粒子によって分散強化された材料を粉末冶金法によって作製し、配合比の異なる試料を準備した。そこで、残留応力の決定に必要な単相体および複合体のX線的弾性定数について明らかにし、各種理論モデルの有効性適用範囲について検討した。得られた知見をまとめると次の通りである。

- (1)機械的ヤング率およびポアソン比はTiNの体積率に依存する。そして、その挙動はマイクロメカニクスモデルに一致する。
- (2)X線的弾性定数についても、母相、第二相間の相互作用によって、単相体と複合体の弾性定数は異なる。
- (3)マイクロメカニクスモデルは種々存在するが、本材について最も適用したのは、機械的においてはEshelby/Tanakaモデルであった。しかし、X線的弾性定数については、傾向としてはすべてのモデルと一致しているが、特定のモデルと一致することはなかった。

第3章では産業利用を目的とし、本材料の機械的性質、残留応力および変形挙動に及ぼす焼結条件の影響を検討した。ここでは、圧粉体の成形圧力および熱処理法に注目した。その

結果をまとめると次の通りである。

(1)巨視的負荷応力下において、軟らかい母相は硬質の第二相粒子によって、変形が抑制される。

(2)機械的性質は高圧力材、低圧力材共にそれぞれほぼ等しい値となった。

(3)残留応力については熱膨張係数差から Fe に引張、TiN に圧縮であったが、低圧材に関しては TiN は引張となった。

(4)製造工程意中の焼入れ処理により残留オーステナイトが発生し、 $\alpha$ -Fe、 $\gamma$ Fe、TiN の三相材料となる。X線回折法によって個々の相を個別に測定することができた。

第4章では最終工程である研削加工に着目し、巨視的・微視的応力に及ぼす切り込み量の影響を調べた。得られた知見をまとめると以下の通りとなる。

(1)研削加工した表面層の巨視的残留応力は内部にいくに従って零に収束する。微視的応力は母相では引張で、TiN は圧縮であり、値は内部において応力値が逆転する。

(2)表面近傍での残留相応力は、母相、TiN 相共に切り込み量が大きくなると、TiN 相では圧縮残留応力が減少し、母相では圧縮残留応力から引張残留応力へと変化した。すなわち切り込み量を小さくすることで、両相とも大きな圧縮残留応力を得ることができる。

(3)内部の残留応力分布については、母相は切り込み量が大きいほど、残留応力値も大きく、その後深くなるにつれて一定値に収束した。また、TiN 相も同様に、どの切り込み量においても深さ 50 $\mu$ m 付近で残留応力値は一定値に収束した。加工による影響層の大きさは、切り込み量によらずほぼ一定であった。

(4)母相およびマクロの残留相応力は TiN の体積分率  $f$  の変化に関係なくほぼ一定の値を示した。これに対し、TiN 相は  $f$  が増加するにつれ、圧縮残留応力値が減少した。

(5)試料表面法線に作用する母相の垂直残留応力およびせん断応力は、切り込み量が大きくなるにつれ、圧縮残留応力が増加した。しかし、せん断応力の値は比較的小さく、焼結材では、粉末同士が焼結して結合したものであるため、粉末間の界面における結合力が小さく、転位の集積が起こりにくいためと考えられる。

第5章では本材料の破壊事故破面の解析法の確立を目指した。X線フラクトグラフィを適用するため、まず、切欠き半径を種々に変えた三点曲げ試験片を使用して破壊じん性試験を行い、破壊じん性値におよぼす切欠き半径の効果について検討した。さらに、材料の破壊じん性破面における巨視的、微視的残留応力分布を求めると共に、各構成相間の塑性ひずみ状態の検討も行った。本章で得られた結果をまとめると次のようになる。

(1)焼結によって作製した複合材料 (Fe-Cr/TiN) の破壊じん性値は切欠き半径に対して線形的に増加した。

(2)破壊じん性破面下におけるマクロ・ミクロ応力の分布および塑性ひずみの状態を単相体の X線的弾性定数を使って求めることができた。

(3)破壊じん性破面の残留応力は、母相については引張で、TiN 相については圧縮であった。また、それらの応力は、深さとともに減少し零に近づく。残留応力および半価幅は切欠き半径が大きいほど大きくなり、残留応力が零に漸近する深さも大きい。

(4)半価幅、相応力、塑性ひずみ分布に基づき測定した塑性域深さと、き裂発生時の応力拡大係数および曲げ強さとの間には破壊力学関係式が成立した。

第6章および第7章では新しい残留応力測定法の開発をめざし、シンクロトロン放射光(以下SR光)、中性回折法を適用し、現状の成果および今後の期待すべき点についてまとめた。

SR光は高エネルギーに加速された電子が磁場を横切り、軌道の偏向を受けたときに、電子が放出する電磁波である。モノクロメーターを用いることにより任意の波長、単色光を取り出すことができる。このため異なった hkl 回折での応力を同じ精度で測定できるという利点がある。また一般の実験室で用いられている放射線源に比べ、平行性がよく、輝度は一般研究室用の X線源の 10~1000 倍と極めて強く、 $K\alpha$ 二重線の問題もない。そのため高精度、かつ効率的な測定が期待できる。これらの特長を生かし、SR光を線源とした X線回折法による複合材料の残留応力解析をした。得られた知見をまとめると以下の通りである。

(1)SR光によって、Fe-Cr/TiN 焼結複合材料の Matrix(Fe-Cr):211,220, 310 回折および TiN:420 回折が測定可能であった。また、母相である Fe-Cr 単相体のバルク材の各回折面における X線的弾性定数を測定できた。その結果は Kröner モデルを用いて計算した値に近い値を示した。

(2)母相の相応力の変形挙動に対して SR光により得られた実験値は実験室の X線同様、Eshelby/Mori-Tanaka モデルに一致する傾向を示した。

(3)同材料の破壊じん性破面下における個々の残留相応力を SR光によって測定できた。その値は母相において引張であり、反対に TiN 相については圧縮であった。TiN 量の増加、破壊時の応力拡大係数の減少によって、残留応力が減少した。

(4)本焼結複合材の平均粒子間隔はシンクロトロンの侵入深さに比べ大きい。また、TiN<sub>10</sub>、TiN<sub>20</sub> いずれの測定結果でも波長によらず相応力はほぼ一致しており、本実験範囲内では表面法線方向の垂直応力におよぼす自由表面の影響は無視できると考えられる。

中性子回折法では X線やシンクロトロンとの性質が異なり、材料内部の応力測定ができ、また、その回折強度が原子番号に依存しないため、X線では得られなかった情報を得ることが期待できる。ここでは回折面の選択等の実験条件について検討し、内部の残留応力および変形挙動に及ぼす TiN の影響を検討した。得られた知見をまとめると次の通りである。

(1)Fe-Cr/TiN 系焼結複合材料に対し、単色化した中性子線を照射したところ、Matrix(Fe-Cr) 相においては 110,200,211 回折の 3 種類、TiN については 111,200,220,311,222 の回折ピークが

得られた。

(2)焼結時に発生した内部残留応力は母相で引張、TiN相で圧縮であり、それらの測定値は熱応力の計算値に一致した。

(3)負荷した応力に対する相応力の変化の割合は、母相およびTiN相いずれもEshelby/Mori-Tanakaモデルによる計算結果とよく一致し、X線による結果に比べ同モデルに近づく傾向を示していた。

以上の検討によって、焼結複合材料の巨視的、微視的残留応力状態が明らかにされるとともに、内部と表面の残留応力の差異について実験的に評価することができた。また、X線フラクトグラフィの適用を行うことで、破面事故解析としての手法としてX線法の有効性を示すことができたと考える。現在日本国において文部省・科学技術庁による世界最大規模の高エネルギー加速器設置の統合計画が進められており、産業利用分野の発展に関心が集まっている中で、本論文で得られた知見が貢献できることを期待したい。

## 学位論文審査結果の要旨

平成13年1月31日の口頭発表結果を踏まえ論文審査会を開催し、提出された学位論文並びに資料を検討し協議した結果以下の通り判明した。

本論文は新素材であるFe-Cr/TiN系の分散強化型複合材料に対して、材料強度評価の手法としてX線および中性子回析法による応力測定法の適用を試みたものである。これらの手法を適用することにより、材料の極表面層および内部の応力状態を把握し、母相、第二相のそれぞれの相応力を別々に測定することが可能である。本研究ではEshelbyの介在物理論とMori-Tanakaの定理を利用したマイクロメカニクスモデルを利用して、複合材料中のマクロ、ミクロ応力および塑性ひずみの決定法を考案した。また、これらの手法を応用し、材料の事故破面の解析を行うフラクトグラフィを行い、焼結鋼においてもX線的パラメータから破壊時の応力拡大係数の推定が可能であることを見いだした。そして、中性子回析法を用いることで材料内部の応力状態を解明すると共に、理論モデルは第二相粒子の分散状態によっては適用範囲が異なることを明らかにした。

以上の内容はX線による焼結複合材料の材料強度評価法の考案と、その適用例であり、工学的にも有益な結果が得られている。これらの一連の研究で得られた知見は材料物性における工業材料の強度評価において非常に有益であると確信できる。

以上、本論文は十分に博士の学位論文に値するものと考え審査員一致で合格と判定する。