

学位論文の要旨

氏名	Agus Sukarto Wismogroho
学位論文題目	ボールミリングによる材料開発に関する基礎研究

本論文は、ボールミリングによる材料開発を目的としたものであり、メカニカルアロイングによる鋼及びアルミニウム表面でのコーティング技術の開発及び天然アモファスシリカ石のミリングで得られたシリカ粉末のポゾラン特性について検討した結果をまとめたものである。

第1章ではボールミリングの特徴、ボールミリングによる新材料の開発及び本研究の目的について述べた。

第2章は、これまでに筆者らが開発したボールミリング装置：角度を持った遊星ボールミリング装置、ピストンミリング装置、シーク-回転ミリング装置装置および高温ミリング装置について述べた。

第3章は、MAによる鉄アルミナイドコーティング層の形成を構造用鋼表面に試みた。安定化Al-25 at%Fe粉末はMAの初期段階から基板表面に付着し、コーティング層を形成する。コーティング相中の油脂の存在により一部の冷間溶接が抑制されることによってAlリッチ相とFeリッチ相の混合及び微細化は促進され、結果的に微細で均一なコーティング層の組織が形成される。油脂無しAl粉末を用いたMAでは、粉末同士の冷間溶接によって、コーティング層がバルク状態に成り、Alリッチ相とFeリッチ相が不均一なコーティング層が形成される。安定化Al粉末を用いたMA後のアニールでは、400 °Cで Fe_2Al_5 化合物、600 °Cで Fe_2Al_5 及びFeAl化合物、800 °Cで Fe_2Al_5 、FeAl及び Fe_3Al 化合物が形成される。FeAl化合物は一般の溶融鍍金法又は拡散工程より低い温度で形成される。これは基板表面/コーティング層界面の相互拡散が促進されることによる。このようにMAとアニールの組み合わせによって、鉄アルミナイドコーティング層の破壊靱性を改善することができる。一方、構造用鋼と油脂無しAl-25 at%Fe及び油脂無しAl-50 at%Fe粉末を用いて、高温MAによる鉄アルミナイドコーティングを検討した。直接コーティング法ではコーティング層は形成されない。予め室温でMAし、その後に500 °CでMAした場合（二段コーティング法）鉄アルミナイドコーティング層が形成される。室温MAで得られるコーティング層の組織はAlリッチ相とFeリッチ相の混合からなり、不均一である。これは、付着したFeやAl粉末がコーティング層の外部方から微細化され、内部になるほど微細化されにくくなることによる。500 °Cで4 h MAすると、Alリッチ相とFeリッチ相の微細化及び拡散が促進され、コーティング層の内部まで均一な組織が得られる。

Al-25 at%Fe粉末から形成されるコーティング層は Fe_2Al_5 、Al-50 at%Fe粉末から形成されるコーティング層はFeAl及び少量の Fe_2Al_5 からなる。Fe-Al固溶体が基板/コーティング界面付近の基板部分に形成されるため、両者は強い結合力を持つ。Al-50 at%Fe粉末から形成されるコーティング層は高い硬さ及び破壊靱性を持っている。

第4章は、MAによるAl基板表面への鉄アルミナイドコーティングを調べた。Fe粉末のみを用いた場合、ボールと粉末の比(BPR)=1/460では5h MAでFeAlが形成される。これは基板のAlとFeが流動しながら冷間溶接を繰り返し、Fe-Al固溶体が形成され、それがFeAlの化学的組成に達した時にFeAlが形成されることによる。Fe粉末量を多くすると、Fe-Al固溶体を形成するのに時間がかかり、鉄アルミナイドは形成されにくい。Fe-Al混合粉末を使用した場合、MA初期にAl表面にFe粉末とAl粉末が重なり合って付着し、さらにボールの衝突によってFeリッチ相とAlリッチ相からなるラメラ構造の緻密なコーティング層が形成される。固溶体がFe-Al化合物の組成になった時に鉄アルミナイドが形成される。鉄アルミナイドの種類はFeリッチ相からFeAl、Alリッチ相から Fe_2Al_5 が形成される。また初期のFe-Al組成にも依存し、Al-(50、65) at%FeではFeAlが形成され、Al-35 at%FeではFeAl及び Fe_2Al_5 が形成される。BPRは小さいほど鉄アルミナイドの形成速度は早くなる。MAによるコーティングの形成には最適なMA時間が存在する。FeAl形成後もMAを続けるとコーティング層に亀裂が発生し、剥離が起こる。最適なMA時間で得られたFeAlコーティング層は溶融法で得られたFeAlと同程度の硬さを示し、かつ高い破壊靱性を有する。

第5章は、インドネシア産の天然アモルファスシリカ石(Obsidian)をメカニカルミリングによって粉末した。シリカ石をメカニカルミリングすることでミクロンオーダーの粉末を作成できる。ミリング時間が長くなるにつれて、粉末の比表面積は大きくなる。アモルファス質のシリカ粉末をコンクリートに添加すると、セメント水和反応により排出される水酸化カルシウムと反応し、セメントペーストを形成し、コンクリートは強化される。その反応はシリカ粉末の比表面積が大きいほど、早い段階で活発になる。インドネシア産シリカ石はポゾラン反応を起すが、長期養生すると、強度が低下する。これはアルカリ骨材反応によって起こる異常膨張で基地に内部き裂が発生することによる。同様の成分からなる鹿児島産シラスを用いた場合、強度低下が見られない。これは、シラスはポーラスであるため、アルカリ骨材反応による体積膨張を自ら吸収できる構造になっているためと考えられる。

第6章は、本論文に述べたことを総括した。

論文審査の要旨

報告番号	理工研 第316号	氏名	アグス スカルト ウイスモグロホ
審査委員	主査	末吉 秀一	
	副査	武若 耕司	鮫島 宗一郎

学位論文題目 ボールミリングによる材料開発に関する基礎研究
(Fundamental Studies on Materials Development by Ball Milling)

審査要旨

提出された学位論文及び論文目録等を基に学位論文審査を実施した。本論文は、ボールミリングによる材料開発に関する諸問題点についてまとめたもので、全文6章より構成されている。

第1章は序論であり、ボールミリングの特徴、ボールミリングによる新材料の開発とその問題点及び本研究の目的について述べている。

第2章では、これまでに開発したボールミリング装置：角度を持った遊星ボールミリング装置、ピストンミリング装置、シーク回転ミリング装置および高温ミリング装置について述べている。

第3章では、基板として構造用鋼を用いてメカニカルアロイング (MA) による鉄アルミナイドコーティングを検討している。用いた Al 粉末中の油脂の有無がコーティング層の形成に大きく影響すること、それは MA 中の冷間溶接に関係していること、MA とアニールとの組合せによって、鉄アルミナイドコーティング層の破壊靱性を改善できること、油脂無し Al-50 at%Fe 粉末を用い、予め室温で MA し、その後に 500 °C で MA すると、高い硬さと破壊靱性を持つ FeAl コーティング層が得られること等、コーティング層の形成が Al 粉末の種類、MA 温度および MA と熱処理の組合せに大きく依存することを明らかにしている。

第4章では、MA による Al 基板表面への鉄アルミナイドコーティングを検討している。コーティング層の形成は Fe 粉末と Al 粉末の割合、ボールと粉末の割合に大きく依存すること、コーティング層の厚さや硬さに対して最適な MA 時間が存在すること、最適な MA 時間で得られた FeAl コーティング層は、溶融法で得られた FeAl と同程度の硬さを持つだけでなく、高い破壊靱性をも有することを明らかにしている。そして、これらの非平衡過程で起る現象を基にコーティング層形成のメカニズムを提案している。

第5章では、メカニカルミリングによって微細粉末にしたインドネシア産天然シリカのポゾラン反応特性を調べている。そして、天然シリカはポゾラン反応を起すが、アルカリ骨材反応も起すなど、成分の似ている天然シラスと異なった性質を有することを明らかにしている。

第6章は総括である。

以上本論文は、メカニカルアロイングにおける非平衡過程やメカニカルミリングによる微細化が、材料の特性に大きく影響することを明らかにしている。これは、ボールミリングによる新材料開発に対し、工学上有用な指針を提供している。

よって、審査委員会は博士 (工学) の学位論文として合格と判定した。

最終試験結果の要旨

報告番号	理工研 第316号	氏名	アグス スカルト ウイスモグロホ
審査委員	主査	末吉 秀一	
	副査	武若 耕司	鮫島 宗一郎
<p>平成21年8月3日に行われた論文発表会において、審査委員3名、外部研究機関の研究者2名およびその他聴講希望者に対して、学位論文の内容について1時間の説明を行い、その後40分に渡って質疑応答を行った。以下に質疑応答の主なものを示す。</p> <p>質問1：「MA後にアニールする方法と高温でMAする方法でコーティング層に何か違いがあるか」 回答：前者の方法では室温でMAするので、コーティング層に穴などが残る場合がある。しかし、高温でMAする方法では、拡散が促進されるので、穴のない緻密なコーティング層が得られる。</p> <p>質問2：「MA後にアニールする方法と高温でMAする方法で形成される鉄アルミナイドに違いがあるか」 回答：MA後にアニールする場合、固溶体から平衡相であるFe_2Al_5、$FeAl$およびFe_3Alが形成される。高温でMAする場合、非平衡過程であるので、$FeAl$とFe_2Al_5が混在した組織になる。それらの比率はAl粉末とFe粉末の混合比率に依存する。</p> <p>質問3：「溶融法とMA法の違いは」 回答：溶融法は平衡状態での反応を利用するため、$FeAl$の形成には1000℃以上での拡散工程が必要である。しかし、MA法では非平衡過程のため、より低温で$FeAl$が形成できる。</p> <p>質問4：「Al合金粉末の融点ほどの程度か。高温でのMAにおいて、合金粉末は液体にならないのか」。 回答：Alの融点は660℃であるのに対し、Al-Fe合金になることによる融点の低下は5℃程度である。高温MAは500℃以下の温度で行ったため、Al-Fe合金粉末は固体状態であると考えられる。</p> <p>質問5：「MAによるコーティングの応用分野としてどのようなものがあるのか」 回答：例えば、パイプの内部にボールと粉末を入れてミリングすることで、パイプの内面のコーティングが可能となる。その他、MA容器に入れられるものであればどのような部品にも適用できる。</p> <p>質問6：「シリカ石はポズラン反応を起すが、アルカリ骨材反応も起す。両者にとって調和した最適な条件があるのでは」 回答：シリカ石を粉末にするとポズラン反応が促進される。しかし、粒径がある大きさより小さくなると反応速度は変わらなくなる。一方、アルカリ骨材反応はシリカ石の粒径が大きいほど小さい。そのため、シリカ粉末の粒径を適切に選択すれば、ポズラン反応を促進させ、アルカリ骨材反応を抑制できる可能性がある。</p> <p>質問7：「シラスはポーラスでアルカリ骨材反応による膨張を吸収する作用があると考えているようだが、微細化されていくとその特性が失われることはないのか」 回答：過剰に微細化されると、ポーラスであるという特性が失われるため、シリカ粉末と同様、アルカリ骨材反応に起因する悪影響が現れる可能性がある。したがって、シラスにおいても適切な粒径があると考えられる。</p> <p>その他多くの質疑応答が行われたが、いずれに対しても明瞭かつ適切な回答がなされた。 以上の結果から、3名の審査委員は、申請者が大学院博士後期課程の修了者として十分な学力ならびに見識を有するものと認め、博士(工学)の学位を与えるに足りる資格を有するものと判定した。</p>			