

## メカニカルミリングによる金属粉末におけるナノ結晶粒の生成

Nano Grain Formation of Metallic Powder Produced by Mechanical Milling

立命館大学グローバルイノベーション研究機構 研究員 藤原 弘

立命館大学理工学部機械工学科 教授 飴山 恵

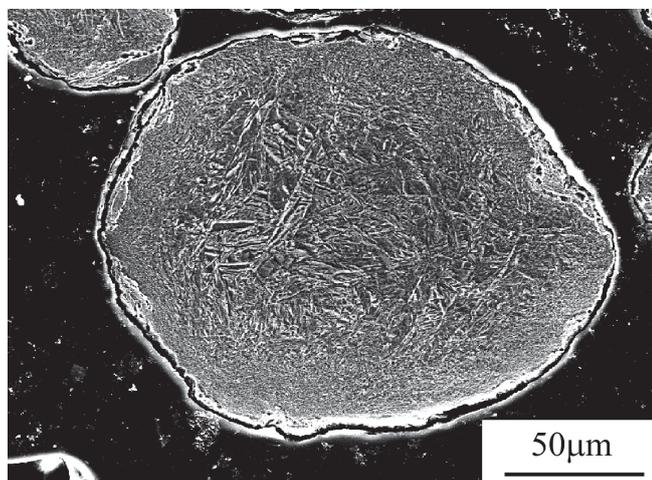


Fig.1 SEM micrograph of a pure Ti powder milled for 90 ks. A Shell and Core microstructure can be observed.

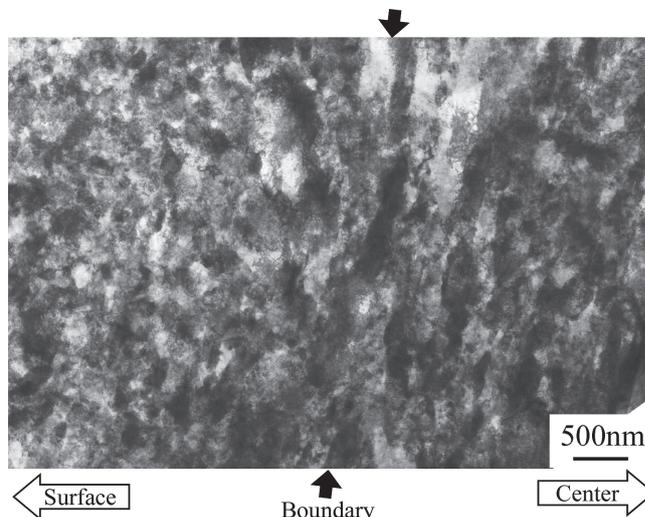


Fig.2 TEM micrograph in the vicinity of the boundary near the surface of Ti powder milled for 90 ks. Left side of the figure corresponds to the surface side. Nano grains are generated from a nano-layered structure shown in the right side of the photograph.

メカニカルミリング (Mechanical Milling : MM) 法は、金属粉末に対して超強加工を施すことができる方法であり、ナノ結晶粒材料を作製するために大変有効な加工法である<sup>1-5)</sup>。MM法は粉末とボール・容器との衝突の繰返しによって変形が加わり、粉末粒子径を変えずに粉末内部の結晶粒径をナノオーダーにまで微細化できる。MMを用いた超強加工におけるナノ結晶粒微細化過程においては、転位セルの大角化による微細化だけでなく、ナノレイヤー構造を形成する扁平結晶粒の分断によってナノ微細化が進行する。このようなMMによる微細化過程は多くの金属粉末で確認されており、純鉄<sup>1)</sup>、純ニッケル<sup>2)</sup>、純チタン<sup>3)</sup>、純タンゲステン<sup>4)</sup>、炭素鋼<sup>1)</sup>、ステンレス鋼<sup>2,5,6)</sup>などもナノレイヤー構造からナノ粒が生成する。

MMでは粉末表面から内部への加工組織の変化を観察することができる。特に粉末粒子径が数百ミクロン以上の粗大粉末粒子にMMを施す方法<sup>2,3,5)</sup>では、同一粉末においてMMの初期(粉末内部の加工度の小さな領域)から後期(粉末表面部の超強加工領域)の、ナノ結晶化過程の連続的な組織変化が観察可能である。ここでは、この手法を用いた純チタン粉末の結晶粒微細化過程について述べる。

粉末粒子径約100µmの純チタン粉末(Ti>99.8%)に対して、Ar雰囲気、90ksのMM処理を行った。容器とボールにあらかじめ純チタン粉末をMMによりコーティングすることにより、不純物の混入を防いでいる。Fig.1に、MMしたチタン粉末の断面のSEM組織を示す。Fig.1は、表面から約20µmまでの領域と粉末中心部分とで異なる微細組織が観察される。このチタン粉末では、粉末表面で最も加工が大きく、中心部に向かって加工度は低下しており、連続的な加工組織変化が

観察できる。Fig.2は、MMチタン粉末の粉末表面から内部に向かって約5µm程度の位置でのTEM組織である。図中に示す黒矢印は、ナノレイヤー組織と等軸ナノ結晶粒組織との境界を示しており、図の左側(右側)に観察される幅約100nmのナノレイヤー組織から、強加工度側(左側)の結晶粒径50~100nm程度の等軸ナノ結晶粒へ組織変化していることがわかる。このように、MMを用いた超強加工でのナノ結晶粒組織の形成には、ナノレイヤー構造が重要な役割を持っている。

## 参考文献

- 1) M. Umemoto : Mater. Trans., 44 (2003), 1900.
- 2) H. Inomoto, H. Fujiwara and K. Ameyama : J. Metastable Nanocryst. Mater., 15-16 (2003), 187.
- 3) H. Fujiwara, M. Nakatani, T. Yoshida, Z. Zhang and K. Ameyama : Mater. Sci. Forum, 584-586 (2008), 55.
- 4) E. Oda, H. Fujiwara and K. Ameyama : Mater. Trans., 49 (2008), 54.
- 5) H. Fujiwara, H. Inomoto, R. Sanada and K. Ameyama : Scripta Mater., 44 (2001), 2039.
- 6) H. Fujiwara, H. Inomoto and K. Ameyama : Tetsu-to-Hagane, 91 (2005), 839.

(2008年10月10日受付)