

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 26 日現在

機関番号：13102

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K06502

研究課題名(和文)汎用型高強度チタン合金焼結材のナノ・原子レベル組織設計に基づく高機能化

研究課題名(英文)Development of high strength Ti alloy sintered using ubiquitous elements based on nano and atomic level microstructural design

研究代表者

本間 智之 (Homma, Tomoyuki)

長岡技術科学大学・工学研究科・准教授

研究者番号：50452082

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、汎用型のチタン合金を粉末冶金を用いて開発し、ナノ・原子レベル解析を駆使することで、高強度チタン合金の創製に成功した。ユビキタス元素としてFeとZrを選定し、前者により相を安定化させることでβ型チタン合金を母相とし、後者を添加することで強化相であるα相の粒成長をソリュートドラッグ効果により微細化させ、時効析出により高強度化に成功した。640℃の時効処理により時効初期にα相が生成し、これが連続的にβ相に変態することで優れた時効硬化能を発現することを明らかにした。

研究成果の概要(英文)：In this study, Ti alloy has been developed by adding ubiquitous elements using sintering process, and the microstructures have been analyzed based on nano and atomic level analysis techniques. We then successfully developed high strength Ti alloy. Fe and Zr are selected as the ubiquitous elements, and the former stabilizes β-phase as the matrix, while the latter diminishes strengthening phase of α due to a solute drag effect, and thus the strengthening based on the age hardening has been accomplished. Omega phases form from the beginning of the aging at 640 degrees Celsius, and they continuously transform to alpha phases, resulting in possessing the remarkable age hardenability.

研究分野：軽金属材料

キーワード：チタン合金 透過型電子顕微鏡 時効析出 析出物 ソリュートドラッグ

1. 研究開始当初の背景

(1) 輸送機器用の Ti 合金の開発を目指し、原料のコスト高(精錬由来のコストの増加)の抑制、O 雰囲気による機械的性質の劣化等の問題を解決して工業的な用途を拡大させる。

(2) 航空機用として使用されている Ti-6Al-4V (wt.%, 以下 Ti64) 合金の機械的性質を凌駕する新しいチタン合金を粉末冶金法を用いて開発し、比較的安価な元素を選択してコスト削減を目指す。

2. 研究の目的

(1) コピキタス元素として Fe と Zr を選定し、Fe の添加により室温でも β 相を安定化させ、Zr の添加により強化相である α 相をソリュートドラッグ効果により微細化させることで高強度化を実現する。

(2) 透過型電子顕微鏡を駆使したナノ・原子レベル解析を適用することで、焼結材、溶体化処理材、時効処理材の組織解析を行い、硬さの増加の原因を微細組織解析を通して解明し、材料設計指針を確立する。

3. 研究の方法

(1) Ti、Fe、Zr 粉末を用いて、これら粉末を Ti-5Fe-5Zr (wt.%) になるよう混合し、パルス通電焼結法を用いて $\phi 30$ 、高さ 9.1mm の焼結体を得た。得られた焼結材に Ar 雰囲気中で 900、1h の溶体化処理を施し、水焼入れを行い、その後まもなく Ar 雰囲気中で 640 で時効処理を施し水焼入れした。時効処理中に TiFe 化合物の生成を抑える目的で比較的高い時効温度を用いた。

(2) 得られた時効処理材の機械的性質をビッカース硬さを用いて測定した。ミクロ組織観察は電界放射形走査型電子顕微鏡 (SEM) とそれに付随する後方散乱電子回折 (EBSD) 装置を用いて行い、電界放射形透過型電子顕微鏡 (TEM) およびそれに付随するエネルギー分散型 X 線分光 (EDX) 装置を用いてナノ・原子レベル解析を行った。

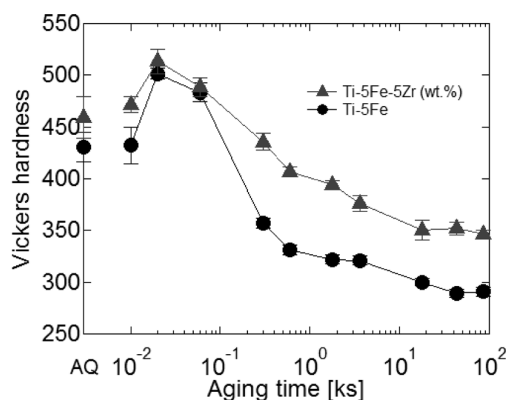


図1 時効硬化曲線

4. 研究成果

(1) 図1に得られた焼結材に溶体化処理および時効処理を施した際に得られた時効硬化曲線を示す。Zr 添加の効果을明らかにするため、Zr 無添加材 (Ti-5Fe 合金) の時効硬化曲線も合わせて示す。図1より、焼入れ直後に既にビッカース硬さが 400 を超え、640 と比較的高い時効温度にもかかわらず極めて高い硬さを有することが明らかとなった。ピーク硬さはわずか 20s と短時間で現れ、時効硬化能に優れることも見て取れる。その後過時効状態に入り、硬さは軟化する。Zr 無添加合金に比べ、Zr 添加材 (Ti-5Fe-5Zr) は全時効時間において、硬さが上回り、特に過時効領域における硬さの軟化を抑制することがわかった。

(2) 焼入れ直後の組織を EBSD を用いて解析した (図2、CD: 圧縮方向)。どちらの合金でも焼入れ直後の構成相は等軸の相であり、Zr 添加材の方が 8 μ m 程平均結晶粒径 (直径) が大きくなる。我々はこの原因を酸化物の Ellingham 図をベースに考察し、Zr 酸化物が最も安定であることから、Zr が各粉末試料表面に生成している酸化物から酸素を奪い取り、粉末表面の酸化物が還元されることで焼結時のネッキングが促進され、それにより焼結後に相が粒成長を起こし、結果的に平均結晶粒径が増加すると考えた。実際、焼結直後のポアの残留量を EBSD のバンドコントラスト像から推定すると、Zr 添加材でポアが激減していることがわかってる。

(3) 溶体化処理後に TEM を用いて微細組織観察を行った。焼入れ直後に既に非熱的相が生成し、Zr 添加材でわずかに相のサイズが低下する。時効を進めると、熱的相が生成し、ピーク硬さはこの熱的相の分散により得られる。過時効領域に入ると、Zr 無添加材では 60s 後に相が生成し始めるのに対し、Zr 添加材では相の生成は認められず Zr が相への相変態を抑制する効果が認められた。300s 時効すると、両合金で熱的相が消滅し、全面が母相と相で覆われる。Fe 元素は相に分配し、Zr は EDX による元素マップではどちらの相にも分配しているように見える。しかし、界面を跨ぐように EDX による点分析を行ったところ、200nm 程度の相の界面近傍に Zr が濃化する領域が存在することを確認した。時効時間の増加とともに Zr が濃化した領域の Zr 濃度が低下す

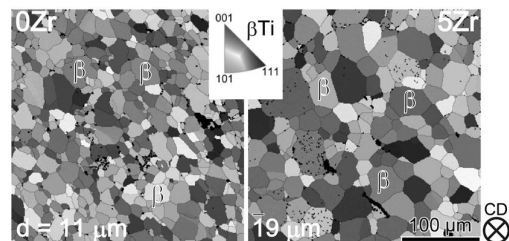


図2 逆極点図マップ

る傾向が見られ、640 と高い時効温度で時効することで、ソリュートドラッグ効果を引き起こす Zr が、相へと拡散し、Zr 濃度が低下することが予想される。

(4) Zr 添加により 相の粒成長速度が抑制されることを確認するため、相の形状を回転楕円体と仮定し、その長さや幅を時効時間を変化させて測定した。その結果、どちらの方向に対しても Zr のソリュートドラッグ効果により粒成長が抑制され、これにより過時効領域で見られた硬さの軟化が抑制されることを明らかにした。

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2件)

T. Homma, H. Takano, Enhancement in age hardenability of sintered Ti-5Fe alloy by Zr addition processed by pulsed electric current sintering, Philosophical Magazine, (2018) in press.

T. Homma, A. Arafah, D. Haley, M. Nakai, M. Niinomi, M.P. Moody, Effect of alloying elements on microstructural evolution in oxygen content controlled Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (wt%) alloys for biomedical applications during aging, 709, 2018, pp. 312-321.

[学会発表](計11件)

T. Homma, H. Takano, T. Tokizawa, Effect of Zr addition on age hardenable Ti alloy processed by pulsed electric current sintering, 1st International Symposium on Future Innovative Reliable Materials, 2017.

高野紘彰、時澤拓也、大沼正人、青柳成俊、本間智之、型 Ti-Fe-Zr 合金焼結材の機械的性質と微細組織に及ぼす B 添加の効果、軽金属学会 秋期大会、2017.

高野紘彰、時澤拓也、青柳成俊、大沼正人、本間智之、型 Ti-Fe-Zr 合金焼結材における Zr 添加の影響、軽金属学会春期大会、名古屋大学東山キャンパス、2017.

T. Homma, Y. Matayoshi, A. Arafah, Effect of alloying elements on microstructural evolution in alpha and beta alloys, International Conference on Engineering and Technology 2016, 2016.

本間智之、高野紘彰、時澤拓也、微細組織制御した時効硬化型チタン合金焼結材の開発、第4回 Mackiy 講演会、2016.

本間智之、釜田岳、高野紘彰、南口誠、井原郁夫、Ti-Fe-Zr 合金焼結材の機械的性質と

微細組織、軽金属学会 秋期大会、2016.

本間智之、アイヌルアラファ、仲井正昭、新家光雄、TNTZ 合金における添加元素が時効組織に及ぼす効果、日本金属学会 秋期大会、2016.

本間智之、又吉勇介、Zr 添加による 型 Ti 合金板材の粒成長抑制機構の解明、日本金属学会 春期大会、2016.

高野紘彰、釜田岳、本間智之、型 Ti-Fe-Zr 合金焼結材における Zr 添加の影響、平成 28 年度日本金属学会・日本鉄鋼協会北陸信越支部連合講演会、2016.

アイヌルアラファ、仲井正昭、新家光雄、本間智之、O 含有量の異なる Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr (mass%) 合金の時効析出挙動に及ぼす添加元素の効果、軽金属学会 秋期大会、2015.

アイヌルアラファ、又吉勇介、仲井正昭、新家光雄、本間智之、Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金の時効硬化挙動に及ぼす O 添加の効果、軽金属学会 春期大会、2015.

[図書](計0件)

[産業財産権]

○出願状況(計0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年：
国内外の別：

○取得状況(計0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年：
国内外の別：

[その他]

ホームページ等
<https://mcweb.nagaokaut.ac.jp/~thonma/index.html>

6. 研究組織

(1)研究代表者

本間 智之 (HOMMA, Tomoyuki)
長岡技術科学大学・工学研究科・准教授
研究者番号：50452082