

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 5 日現在

機関番号：14501

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K05677

研究課題名(和文)ヘテロ構造制御による高機能チタンの創製とその損傷メカニズムの解明

研究課題名(英文)Formation of hetero-structured titanium with high performance and its evaluation of mechanism of damage

研究代表者

菊池 将一 (KIKUCHI, Shoichi)

神戸大学・工学研究科・助教

研究者番号：80581579

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：高強度と高延性の両立を達成するため、粗大粒組織の周りに微細粒組織をネットワーク状に周期配置させた「ヘテロ構造チタン」を創製した。本研究では、ヘテロ構造チタン合金の損傷メカニズムを解明するため、疲労き裂伝ば試験および4点曲げ疲労試験を実施した。その結果、長い疲労き裂伝ば特性はヘテロ構造に影響を受け、き裂経路が変化することが明らかとなった。さらに、微小疲労き裂発生および伝ば特性についても検討を加え、ヘテロ構造化による疲労き裂発生抵抗に起因してチタン合金の疲労特性が改善することを明らかにした。

研究成果の概要(英文)：Titanium alloy (Ti-6Al-4V) with a bimodal harmonic structure, which consists of a coarse-grained structure surrounded by a network structure of fine equiaxed grains, was fabricated to achieve high strength and ductility. K-decreasing tests were conducted to investigate the near-threshold fatigue crack propagation. The crack growth rates in the harmonic structured material were higher than a material with coarse grains while the fatigue thresholds were lower. In some areas, fatigue cracks preferentially propagated across the network structure of fine grains. Furthermore, small fatigue crack propagation was examined under four-point bending. Fatigue crack paths were not influenced by the bimodal harmonic structure, and the crack growth rates in the harmonic structured Ti-6Al-4V were almost the same as those in a material with coarse grains. In contrast, the harmonic structured Ti-6Al-4V had a higher resistance of fatigue crack initiation, which resulted in an increase of fatigue limit.

研究分野：材料強度学

キーワード：チタン 粉末冶金 疲労

1. 研究開始当初の背景

金属材料の強度は、結晶粒のサイズを小さくすることにより上昇するため、これまでは「いかに均一かつ微細な結晶粒を創製するか」という点に注目して研究が進められてきた。しかしながら、結晶粒を微細化すると金属の延性は低下してしまい、金属の高強度化と高延性化を両立することは困難である。したがって、従来の「均一・微細」アプローチでは、強度と延性はトレードオフの関係となるため、真の高機能化は達成されない。

2. 研究の目的

上記の背景を鑑み、本研究では、これまでに達成が困難であった金属の高強度化と高延性化の両立を実現するため、微細な結晶粒をネットワーク状に周期配置させた「3次元ヘテロ構造チタン」を創製することとした。さらに本研究では、ヘテロ構造チタンの疲労特性について検討を加えることにより、その時系列損傷メカニズムの解明を目的として実施した。

3. 研究の方法

(1) 3次元ヘテロ構造チタンの創製

供試材には、平均粉末径 $185 \mu\text{m}$ の Ti-6Al-4V 合金粉末を用いた。まず、初期粉末に対してメカニカルミリング (MM) を施すことにより、粉末表面の結晶粒を微細化させた。MM は、遊星型ボールミル装置 (FRITSCH 社製 P-5) の超硬製容器内に SUJ2 製ボールおよび Ti-6Al-4V 合金粉末を入れ、室温、Ar 環境中、ポット回転数 200 rpm、処理時間 90 ks (25 h) の条件で行った。その後、直径 25 mm の焼結ダイスを用いて、MM 粉末を放電プラズマ焼結 (Spark plasma sintering: SPS) により押し固めることでヘテロ構造チタンを作製した (MM 材)。SPS は、温度 1123 K、圧力 50 MPa、昇温率 0.83 K/s、保持時間 0.63 ks、炉冷の条件で行った。比較のため、MM を施していない初期粉末焼結体も作製した (Untreated 材)。

(2) 長い疲労き裂の伝ば試験

各焼結体を ASTM E 1820-09 規格に準拠した DC(T) 試験片 (直径 25 mm) に機械加工した。その後、エメリー紙 (#80 ~ 4000) およびコロイダルシリカ懸濁液を用いて、試験片表面を鏡面状に仕上げた。試験片厚さは 2 mm、 $W = 18.7 \text{ mm}$ とした。

疲労き裂伝ば試験は、繰返し速度 $f = 30 \text{ Hz}$ 、応力比 $R = 0.1 \sim 0.8$ の条件のもと、室温・大気中にて行った。き裂長さ a は、除荷弾性コンプライアンス法により測定した。また、開口比 U を測定することにより有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} を算出した。本研究では、疲労き裂伝ば速度 $da/dN = 1 \times 10^{-11} \text{ m/cycle}$ での ΔK を下限界値 ΔK_{th} と定義し、 ΔK 漸減試験を行うことにより ΔK_{th} を算出した。

(3) 4点曲げ疲労試験

4点曲げ疲労試験は、独自に構築した動電型疲労試験機を用いて行った。アクチュエータには振動発生機 (エミック株式会社・9514AB/SD 型、加振力 2000 N) を、ロードセルには引張・圧縮型ロードセル (株式会社共和電業・LUK-A-5kN) を使用した。疲労試験は、室温大気中にて繰返し速度 10 Hz、応力比 $R = 0.1$ 、試験力制御の条件のもと、最大 10^7 cycles まで行った。

供試材からワイヤーカット放電加工によって同試験片に機械加工した後、エメリー紙 (#80 ~ 4000) およびコロイダルシリカ懸濁液を用いて試験片の片側表面を鏡面状に仕上げた。試験片厚さは 1 mm とした。疲労試験後には、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて破面観察を行うとともに、電子線後方散乱回折 (EBSD) による破壊起点組織の結晶方位分析を行った。また、レプリカ法を用いて微小き裂の発生および伝ば挙動の観察を行った。具体的には、フィルム (アセチルセルロース) の片面をアセトンで溶かして試料表面に貼り付け、乾燥により硬化させてから剥離し、試料の表面形状を転写させた。採取したレプリカを透明両面テープによってスライドガラスに固定し、光学顕微鏡を用いて観察した。き裂が短く観察が困難なレプリカに関しては、イオンコーターにより 10 nm 厚の Au イオンコーティング (6 mA, 1 min) を施した。

4. 研究成果

(1) 3次元ヘテロ構造チタンの微視組織分析

図 1 に、EBSD により MM 材の結晶方位を分析した結果を示す。MM 材の結晶粒径を定量的に評価するため、同図には結晶粒径ごとに色分けした図を示している。同図より、MM 材には粗大な結晶粒組織の周りに微細結晶粒組織がネットワーク状に存在していることがわかる。また、結晶粒径のヒストグラムを作製した結果、粗大粒と微細粒の2つのピークが表れる分布となった。さらに、初期粉末焼結体 (Untreated 材) の結晶粒径と比較したところ、MM 材の組織全体における平均結晶粒径は微細であった。これは、メカニカルミリングによりチタン粉末の結晶粒が微細化されたためと考えられる。

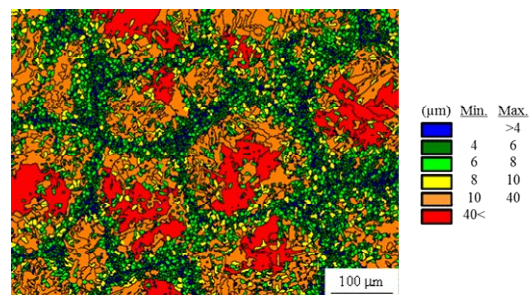


図 1 ヘテロ構造チタンの結晶粒径マップ

(2)長い疲労き裂の伝ば特性評価

種々の応力比 R 条件において、長い疲労き裂の伝ば特性を評価した。図 2 に、各焼結体材の $da/dN - \Delta K$ 関係を示す。同図より、MM 材の ΔK_{th} は Untreated 材と比較して低いことがわかる。また、同一 ΔK に対する da/dN に注目すると、MM 材は Untreated 材と比較して高い値を示していることがわかる。このことは、ヘテロ構造化によりチタン合金の長い疲労き裂伝ば抵抗が低下することを示す結果である。

次に、ヘテロ構造チタンの疲労き裂伝ば挙動に及ぼすき裂開口の影響について検討を加えるため、各 R における $da/dN - \Delta K_{eff}$ 関係を調べた。図 3 に、 $da/dN - \Delta K_{eff}$ 関係を示す。同図より、MM 材の $\Delta K_{eff,th}$ は Untreated 材と比較して低いことがわかる。さらに、同一 ΔK_{eff} に対する da/dN に注目すると、MM 材は Untreated 材と比較して高い値を示していることがわかる。したがって、き裂開口挙動を考慮してもなお、初期粉末焼結体 (Untreated 材) と比較してヘテロ構造チタン (MM 材) の疲労き裂は伝ばしやすいことが明らかとなった。さらに、MM 材の開口比 U は Untreated 材と比較して高い値を示し、き裂が開口しにくい状態であった。

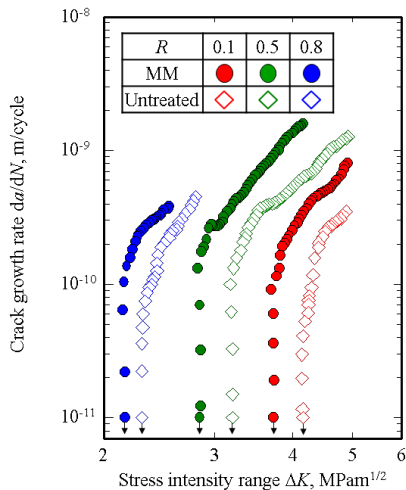


図 2 $da/dN - \Delta K$ 関係

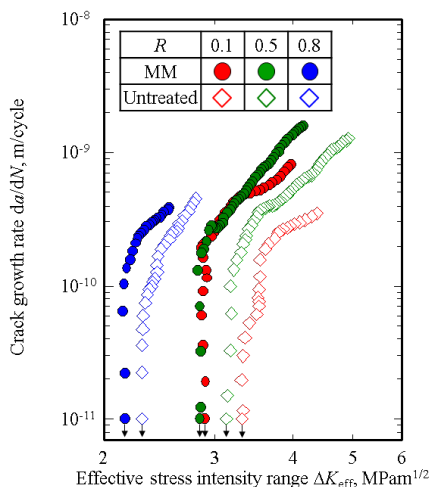


図 3 $da/dN - \Delta K_{eff}$ 関係

この要因について検討を加えるため、SEM を用いて疲労き裂伝ば経路の観察を行った。図 4 に疲労き裂伝ば経路の観察結果を示す。同図より、MM 材の疲労き裂伝ば経路は Untreated 材に比べて滑らかであることがわかる。MM 材の開口比 U は Untreated 材と比較して高かったことから、ヘテロ構造化によって破面粗さ誘起裂開口の程度が低下したものと考えられる。また、MM 材の一部では微細粒組織に沿って疲労き裂が進展している様子が観察されたことから、MM 材の疲労き裂伝ば特性は、微細粒部の特性に影響を受けていることが明らかとなった。

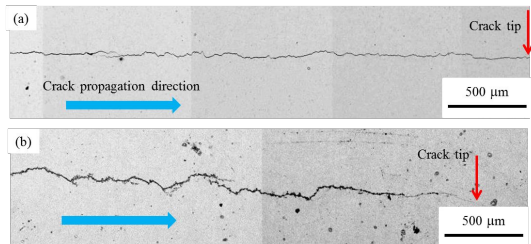


図 4 疲労き裂伝ば経路の観察
(a) MM 材, (b) Untreated 材)

(3)微小疲労き裂発生および伝ば特性評価

次に、ヘテロ構造チタンおよび初期粉末焼結体に対して 4 点曲げ疲労試験を行うことにより、微小き裂の発生および伝ば挙動について検討を加えた。図 5 に、4 点曲げ疲労試験により得られた各焼結体の $S - N$ 曲線を示す。なお、図中の矢印付きプロットは、繰返し数 10^7 cycles で未破断であったため、試験を打ち切ったことを示している。 $S - N$ 曲線回帰により得られた MM 材および Untreated 材の直線近似式を以下に示す。

MM series:

$$\sigma_a = -125.8 \log N + 904.64$$

Untreated series:

$$\sigma_a = -132.7 \log N + 909.47$$

ここで、 σ_a は応力振幅 (MPa)、 N は応力繰返し数である。両式より、MM 材および Untreated 材における近似直線の傾きに大きな差は見られないことがわかる。

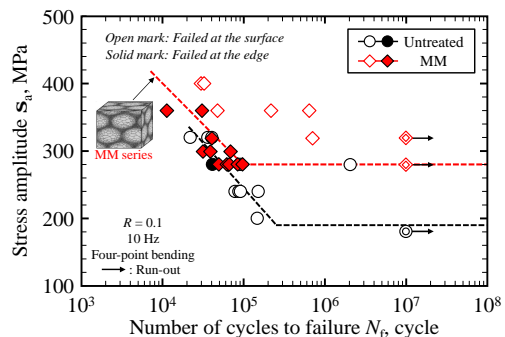


図 5 4 点曲げ疲労試験結果

また図5より, MM 材は Untreated 材と比較して同一の応力振幅では長寿命であること, さらに, MM 材の疲労限度 (280 MPa) は Untreated 材 (190 MPa) と比較して高いことがわかる. このことは, ヘテロ構造化に伴い, Ti-6Al-4V の疲労特性が改善することを示すものである.

この要因について検討を加えるため, 微小疲労き裂の発生および伝ば挙動を調べた. 図6に, レプリカ法を用いて測定した表面き裂長さ a と応力繰返し数 N の関係を示す. 同図より, MM 材の疲労き裂発生寿命は初期粉末焼結体 (Untreated 材) と比較して長いことがわかる. これは, ヘテロ構造化によりチタン合金の疲労き裂発生抵抗が増大したことを示す結果である. 次に, 微小疲労き裂の伝ば速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係を図7に示す. 同図より, MM 材と Untreated 材の da/dN は同程度であることがわかる. このことは, チタン合金の微小疲労き裂伝ば特性に及ぼすヘテロ構造の影響が小さいことを示すものである. 以上から, ヘテロ構造化によるチタン合金の疲労特性改善は, 疲労き裂の発生抵抗の増大に起因することが明らかとなった.

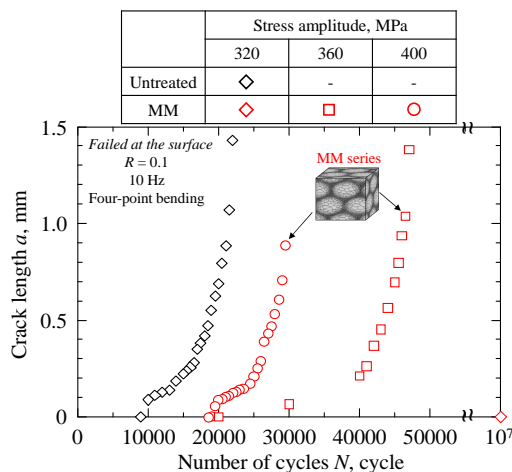


図6 表面き裂長さ a と応力繰返し数 N の関係

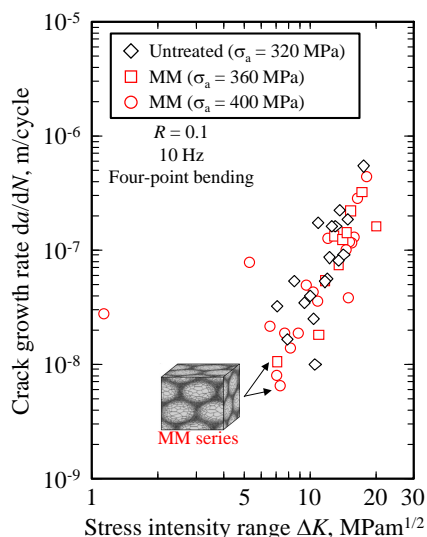


図7 微小疲労き裂の da/dN - ΔK 関係

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9件)

Y. Nukui, H. Kubozono, S. Kikuchi, Y. Nakai, A. Ueno, M.O. Kawabata and K. Ameyama, Fractographic analysis of fatigue crack initiation and propagation in CP titanium with a bimodal harmonic structure, 査読有り, Materials Science and Engineering A, Vol.716, pp.228-234, (2018).

DOI: 10.1016/j.msea.2018.01.054

S. Kikuchi, H. Kubozono, Y. Nukui, Y. Nakai, A. Ueno, M. O. Kawabata and K. Ameyama, Statistical fatigue properties and small fatigue crack propagation in bimodal harmonic structured Ti-6Al-4V alloy under four-point bending, 査読有り, Materials Science and Engineering A, Vol.711, pp.29-36, (2018).

DOI: 10.1016/j.msea.2017.11.010

S. Kikuchi, T. Mori, H. Kubozono, Y. Nakai, M.O. Kawabata and K. Ameyama, Evaluation of near-threshold fatigue crack propagation in harmonic-structured CP Titanium with a bimodal grain size distribution, 査読有り, Engineering Fracture Mechanics, Vol.181, pp.77-86, (2017).

DOI:

10.1016/j.engfracmech.2017.06.026

S. Kikuchi, Y. Hayami, T. Ishiguri, B. Guennec, A. Ueno, M. Ota and K. Ameyama, Effect of bimodal grain size distribution on fatigue properties of Ti-6Al-4V alloy with harmonic structure under four-point bending, 査読有り, Materials Science and Engineering A, Vol.687, pp.269-275, (2017).

DOI: 10.1026/j.msea.2017.01.076

S. Kikuchi, T. Imai, H. Kubozono, Y. Nakai, M. Ota, A. Ueno and K. Ameyama, Effect of harmonic structure design with bimodal grain size distribution on near-threshold fatigue crack propagation in Ti-6Al-4V Alloy, 査読有り, International Journal of Fatigue, Vol. 92, Part.2, pp.616-622, (2016).

DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2016.02.038

S. Kikuchi, Y. Nakamura, A. Ueno and K. Ameyama, Low temperature nitriding of commercially pure titanium with harmonic structure, 査読有り, Materials Transactions, Vol.56, No.11, pp.1807-1813, (2015).

DOI: 10.2320/matertrans.Y-M2015822

〔学会発表〕(計 20 件)

Y. Nukui, H. Kubozono, S. Kikuchi, Y. Nakai, M.O. Kawabata, K. Ameyama, Evaluation of four-point bending fatigue properties and crack propagation of commercially pure titanium with harmonic structure, 14th International Conference on Fracture, (2017).

温井悠平, 久保蘭宏樹, 菊池将一, 中井善一, 太田美絵, 上野明, 飴山恵, 調和組織を有する工業用純チタンの微小疲労き裂発生および伝ば特性, 日本材料学会第 66 期学術講演会, (2017).

温井悠平, 久保蘭宏樹, 菊池将一, 中井善一, 太田美絵, 飴山恵, 調和組織を有する工業用純チタンの 4 点曲げ疲労特性, 日本機械学会関西学生会平成 28 年度学生員卒業研究発表講演会, (2017).

久保蘭宏樹, 菊池将一, 中井善一, 上野明, 飴山恵, 調和組織を有する Ti-6Al-4V 合金の微小疲労き裂発生および伝ば挙動, 日本機械学会 M&M2016 材料力学カンファレンス, (2016).

H. Kubozono, T. Imai, S. Kikuchi, Y. Nakai, A. Ueno and K. Ameyama, Effects of harmonic structure and grain size on fatigue crack propagation of Ti-6Al-4V alloy, International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2015, (2015).

S. Kikuchi, T. Imai, H. Kubozono, Y. Nakai, A. Ueno and K. Ameyama, Evaluation of near-threshold fatigue crack propagation in Ti-6Al-4V alloy with harmonic structure created by mechanical milling and spark plasma sintering, The 5th International Conference on Crack Paths, (2015).

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況 (計 0 件)

取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

<https://scholar.google.co.jp/citations?user=JDyyTcYAAAAJ&hl=ja>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

菊池 将一 (KIKUCHI, Shoichi)

神戸大学・工学研究科・助教

研究者番号 : 80581579

(2) 研究分担者

中井 善一 (NAKAI, Yoshikazu)

神戸大学・工学研究科・教授

研究者番号 : 90155656

(3) 連携研究者

飴山 恵 (AMEYAMA, Kei)

立命館大学・理工学部・教授

研究者番号 : 10184243