

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年5月30日現在

機関番号：55501

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560106

研究課題名（和文） 画像解析評価を用いた軽量高強度材料 Al<sub>3</sub>Ti の延性改善と塑性変形メカニズムの解明研究課題名（英文） Improvement of ductility of Al<sub>3</sub>Ti based on the estimation of deformation by using image analysis method

研究代表者

吉田 政司（YOSHIDA MASASHI）

独立行政法人国立高等専門学校機構宇宙部工業高等専門学校・機械工学科・教授

研究者番号：10370024

研究成果の概要（和文）：

正方晶 Al<sub>3</sub>Ti、および立方晶 (Al, Ni)<sub>3</sub>Ti を放電プラズマ焼結法を用いて作製した。引張強度は Al<sub>3</sub>Ti は 250MPa、(Al, Ni)<sub>3</sub>Ti は 350MPa であった。破断面観察から破断は粒界破壊であった。(Al, Ni)<sub>3</sub>Ti の粒界強度を改善するために TiB<sub>2</sub> 添加による効果を調べた。10% の TiB<sub>2</sub> の添加により (Al, Ni)<sub>3</sub>Ti の引張強度は 380MPa に改善された。また、TiB<sub>2</sub>-30% (Al, Ni)<sub>3</sub>Ti 複合材において引張強度 700MPa、ビッカース硬度 HV=1600 の高強度、高硬度材料が得られることがわかった。

研究成果の概要（英文）：

Titanium tri-aluminide (Al<sub>3</sub>Ti) of tetragonal D0<sub>22</sub> type structure and (Al, Ni)<sub>3</sub>Ti of cubic L1<sub>2</sub> structure has been sintered using spark plasma sintering. The tensile strength of Al<sub>3</sub>Ti was 250MPa and that of (Al, Ni)<sub>3</sub>Ti was 350MPa. Brake down occurred at grain boundaries. Addition of 10% TiB<sub>2</sub> was found to improve the tensile strength of (Al, Ni)<sub>3</sub>Ti up to 380MPa. It has also been confirmed that TiB<sub>2</sub>-30wt% (Al, Ni)<sub>3</sub>Ti composite has Vickers hardness as high as Hv 1700 and tensile strength of 700MPa.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2010年度	1,100,000	330,000	1,430,000
2011年度	800,000	240,000	1,040,000
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学、機械材料・材料力学

キーワード：放電プラズマ焼結、チタン化合物、引張強度、ビッカース硬度

## 1. 研究開始当初の背景

正方晶 Al<sub>3</sub>Ti および立方晶 (Al, M)<sub>3</sub>Ti では、圧縮試験で 10% 程度の塑性変形を示すことが知られているが、引張試験ではほとんど塑性変形は観測されていない。破断面観察によると、破壊が粒界で起きることが報告されている。

透過型電子顕微鏡 (TEM) による観察によって、正方晶 Al<sub>3</sub>Ti では (111) [112] 双晶形成が起きること、また立方晶構造 (Al, M)<sub>3</sub>Ti では <110> {111} すべり系が活動することなどが

確認されている。しかしながら、結晶そのものの破断ひずみの大きさや結晶変形メカニズムの詳細は不明である。

## 2. 研究の目的

本研究では正方晶 Al<sub>3</sub>Ti および立方晶 (Al, M)<sub>3</sub>Ti の (1) 延性改善と (2) 塑性変形メカニズムの解明を行う。材料の延性を正しく評価するためには単相試料を用いて引張試験等を行って、延性を評価する必要がある。しかしながら Al<sub>3</sub>Ti や (Al, M)<sub>3</sub>Ti の合成時には

不純物相が生成しやすく、元素置換を行ったり、組成比を変えると不純物相の生成割合も変化する。そのため、 $\text{Al}_3\text{Ti}$  や  $(\text{Al}, \text{M})_3\text{Ti}$  そのものの延性を正しく評価することが困難である。そこで、本研究では、 $\text{Al}_3\text{Ti}$  および  $(\text{Al}, \text{M})_3\text{Ti}$  多結晶体試料において、マクロな、平均化された応力-ひずみ曲線の測定に加えて、個々の結晶粒子の塑性変形の大きさを画像解析法を用いて測定する。それによって、作成条件を種々に変化させて作成した正方晶  $\text{Al}_3\text{Ti}$  および立方晶  $(\text{Al}, \text{M})_3\text{Ti}$  の延性を、不純物相の種類と生成量に影響されずに、評価することが可能となり、延性改善の指針が得られる。また、 $\text{Al}_3\text{Ti}$  の破壊の形体が粒界破壊であることが知られているので、粒界を強化する目的で  $\text{TiB}_2$  の添加効果を調べる。

### 3. 研究の方法

本研究の具体的な研究内容は以下のとおりである。

(1)  $\text{Al}:\text{Ti}$  比を変化させた  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粉末を放電プラズマ焼結 (SPS) 法によって焼結する。焼結温度を変えることによって、結晶サイズを数ミクロンから数十ミクロンまで変化させる。その試料に引張試験を行って塑性変形を与え、変形前後の個々の結晶粒子のひずみの大きさを画像解析によって求める。マクロな応力ひずみ測定も同時に行う。それらによって、正方晶  $\text{D}0_{22}$  型  $\text{Al}_3\text{Ti}$  の延性評価を行う。

(2)  $\text{Al}:\text{M}:\text{Ti}$  量を変化させた  $(\text{Al}, \text{M})_3\text{Ti}$  粉末を SPS 法によって焼結する。遷移金属元素 M は Ni を調べる。焼結温度を変えることによって、結晶サイズを数ミクロンから数十ミクロンまで変化させる。その試料に引張試験を行って塑性変形を与え、変形前後の個々の結晶粒子のひずみの大きさを画像解析によって求める。マクロな応力ひずみ測定も同時に行う。それらによって、立方晶  $\text{L}1_2$  型  $(\text{Al}, \text{Ni})_3\text{Ti}$  の延性評価を行う。

(3)  $\text{TiB}_2$  添加による正方晶  $\text{D}0_{22}$  型  $\text{Al}_3\text{Ti}$ 、および立方晶  $\text{L}1_2$  型  $(\text{Al}, \text{Ni})_3\text{Ti}$  の粒界強度の改善を試みる。試料作成方法および延性評価方法は (1) (2) と同様の方法により行う。

### 4. 研究成果

(1)  $\text{Al}_3\text{Ti}$ 、 $(\text{Al}, \text{Ni})_3\text{Ti}$  の合成と特性評価

$\text{Al}_3\text{Ti}$ 、および  $\text{Al}_{75-x}\text{Ni}_x\text{Ti}_{25}$  を 1273K で SPS 法で作製した。図 1 に作製した試料の X 線回折パターンを示す。

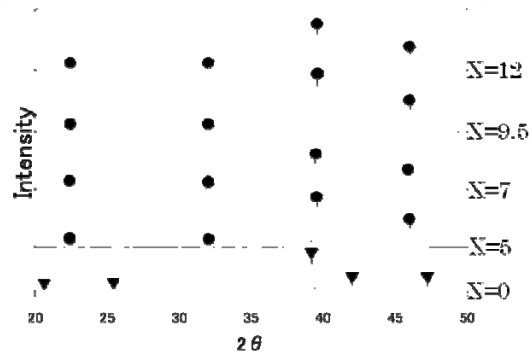


図 1 放電プラズマ焼結法で作製した  $\text{Al}_3\text{Ti}$ 、および  $\text{Al}_{75-x}\text{Ni}_x\text{Ti}_{25}$  の X 線回折パターン

X 線回折パターンから、Ni を添加しない  $\text{Al}_3\text{Ti}$  試料では正方晶  $\text{D}0_{22}$  型  $\text{Al}_3\text{Ti}$  が、また Ni を添加した試料では立方晶  $\text{L}1_2$  型構造をもつ  $(\text{Al}, \text{Ni})_3\text{Ti}$  が作製できていることがわかる。ビッカース硬度測定を行った結果、正方晶  $\text{Al}_3\text{Ti}$  のビッカース硬度は 600Hv、立方晶  $(\text{Al}, \text{Ni})_3\text{Ti}$  のビッカース硬度は、Ni のモル% が 5% から 12% の範囲で、Ni 量によらず、ほぼ 300Hv であった。

次いで、放電加工により引張試験片を作製し、引張試験を行った。室温における正方晶  $\text{Al}_3\text{Ti}$  の引張強度は 240MPa、Ni のモル% が 5% から 12% の範囲の立方晶  $(\text{Al}, \text{Ni})_3\text{Ti}$  の引張強度は 300~350MPa であった。Ti の割合を 22.5 モル% に減らした  $(\text{Al}, \text{Ni})_3\text{Ti}$  で引張強度の最大値 430MPa が得られた。なお、焼結温度を 1373K に上げた場合には引張強度は 250MPa に減少した。また 500°C における  $\text{Al}_3\text{Ti}$  の引張強度は 100MPa であった。

図 2 に  $\text{Al}_3\text{Ti}$  の破断面の SEM 像を、図 3 には  $(\text{Al}, \text{Ni})_3\text{Ti}$  の破断面の SEM 像を示す。

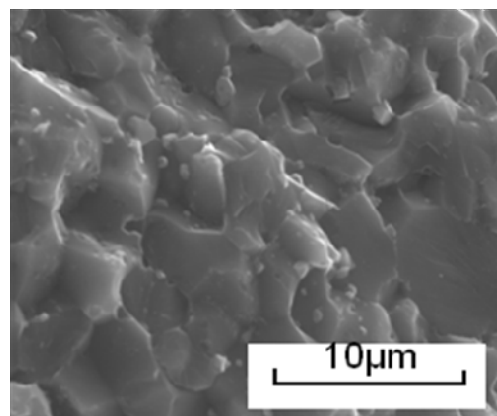


図 2  $\text{Al}_3\text{Ti}$  の破断面の SEM 像

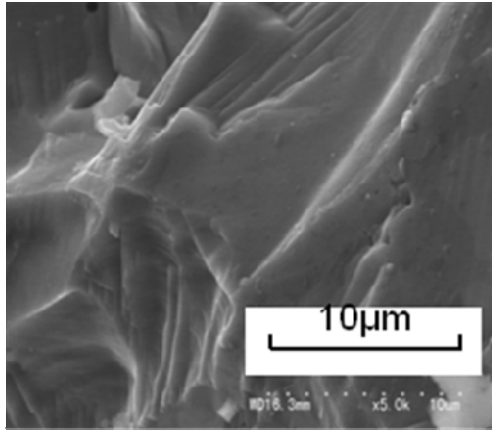


図3 (Al, Ni)<sub>3</sub>Ti の破断面のSEM像

Al<sub>3</sub>Ti は結晶粒子の大きさが3ミクロン程度であり、(Al, Ni)<sub>3</sub>Ti は結晶粒の大きさが20ミクロン程度であることがわかる。また、両者ともへきかい面が見られ、粒界で破壊していることがわかる。なお、引張試験による結晶粒のひずみの大きさを画像解析を用いて評価したが、検出限界(0.1%)以下であった。

(2)TiB<sub>2</sub>添加による正方晶D0<sub>22</sub>型Al<sub>3</sub>Ti、および立方晶L1<sub>2</sub>型(Al, Ni)<sub>3</sub>Tiの粒界強度の改善(Al, Ni)<sub>3</sub>TiにTiB<sub>2</sub>を10%添加してSPS法を用いて1273Kで焼結した場合、引張強度は380MPaまで改善した。また、TiB<sub>2</sub>とAl<sub>3</sub>Tiは良好な濡れ性をもつことがわかった。そこで、TiB<sub>2</sub>の添加割合をさらに増加させて、TiB<sub>2</sub>-Al<sub>3</sub>Ti複合材の力学特性評価を行った。

図4にはTiB<sub>2</sub>にAl<sub>3</sub>Ti、および(Al, Ni)<sub>3</sub>Tiを添加し、1273Kで焼結した複合材のビッカース硬度を示す。Al<sub>3</sub>Tiを添加しないTiB<sub>2</sub>のビッカース硬度はほとんどゼロである。このことは、TiB<sub>2</sub>は1000℃ではほとんど焼結が進まないことを示している。Al<sub>3</sub>Tiの添加割合が増加するにつれてビッカース硬度は上昇し、添加量が30%で、ビッカース硬度は最大値2200Hvをもつ。30%以上ではビッカース硬度は減少する。(Al, Ni)<sub>3</sub>Tiを添加した場合にも、添加量が30%でビッカース硬度は最大値

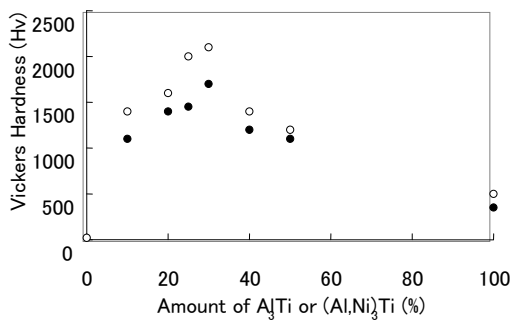


図4 TiB<sub>2</sub>にAl<sub>3</sub>Tiまたは(Al, Ni)<sub>3</sub>Tiを添加して1273Kで焼結した試料のビッカース硬度

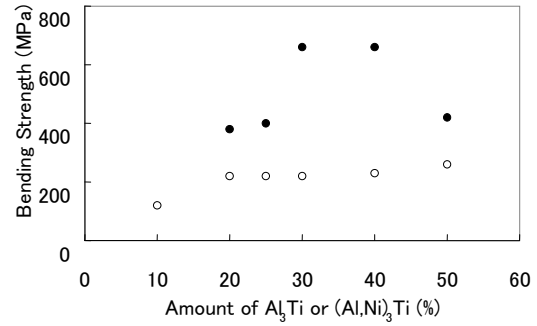


図5 TiB<sub>2</sub>にAl<sub>3</sub>Tiまたは(Al, Ni)<sub>3</sub>Tiを添加して1273Kで焼結した試料の曲げ強度

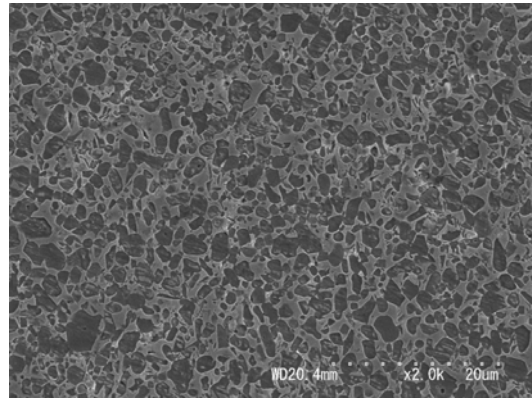


図6 焼結温度1273Kで焼結したTiB<sub>2</sub>-30Al<sub>3</sub>TiのSEM像

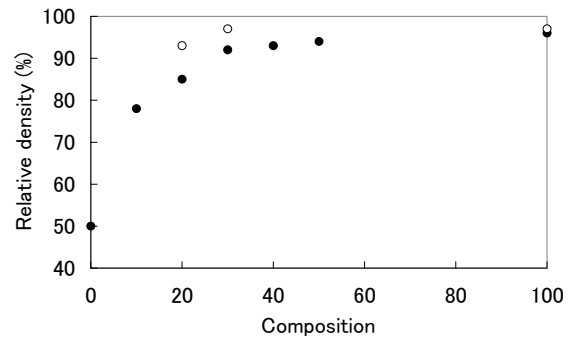


図7 TiB<sub>2</sub>にAl<sub>3</sub>Tiまたは(Al, Ni)<sub>3</sub>Tiを添加して1273Kで焼結した試料の相対密度

1700Hvをもつ。これらのことから、Al<sub>3</sub>Tiおよび(Al, Ni)<sub>3</sub>Tiは良好な濡れ性を持ち、TiB<sub>2</sub>の焼結を促進することがわかった。

図5にはTiB<sub>2</sub>にAl<sub>3</sub>Tiまたは(Al, Ni)<sub>3</sub>Tiを添加し1273Kで焼結した試料の曲げ強度を示す。曲げ強度は(Al, Ni)<sub>3</sub>Tiを30%、および40%加えたときに最大値700MPaをもつ。一方でAl<sub>3</sub>Tiを添加した場合には200MPa前後の低い値しか得られなかった。

図6には焼結温度1273Kで焼結したTiB<sub>2</sub>-30Al<sub>3</sub>TiのSEM像を示す。緻密で、空隙

の少ない試料が得られていることがわかる。

図7にはTiB<sub>2</sub>にAl<sub>3</sub>Tiまたは(Al,Ni)<sub>3</sub>Tiを添加し1273Kで焼結した試料の相対密度を示す。相対密度は(Al,Ni)<sub>3</sub>Tiを添加した場合にAl<sub>3</sub>Tiを添加した場合よりも大きくなっている。図5で、TiB<sub>2</sub>に(Al,Ni)<sub>3</sub>Tiを添加した場合に、Al<sub>3</sub>Tiを添加した場合よりも大きな曲げ強度が得られる理由は、前者で、相対密度のより大きい試料が得られ、空隙が少ないためであると考えられる。

#### 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)

- ① Masashi Yoshida, "Effects of Al<sub>3</sub>Ti and (Al,Ni)<sub>3</sub>Ti Addition on the Sintering of TiB<sub>2</sub>", Advanced Structure Materials, 査読有り, vol. 1373, 2012, Accepted
- ② Masashi Yoshida, "Effects of Al<sub>3</sub>Ti Addition on the Sintering of TiB<sub>2</sub>", MRS Online Proceedings Library, 査読有り, 2011, mrsf10-1307-cc05-05

[学会発表] (計7件)

- ① 吉田政司「放電プラズマ焼結法によるTiB<sub>2</sub>-Al<sub>3</sub>Ti複合材の作製と特性評価」、日本金属学会 2012 年春季大会、横浜国立大学、2012. 3. 28
- ② M. Yoshida and T. Yumitate, "Mechanical Properties of TiB<sub>2</sub>-Al<sub>3</sub>Ti Composites Fabricated by Spark Plasma Sintering", 2011 World Congress on Engineering and Technology, Guandong Hotel (Shanghai, China), 2011. 10. 31
- ③ M. Yoshida, "Effects of Al<sub>3</sub>Ti and (Al,Ni)<sub>3</sub>Ti Addition on the Sintering of TiB<sub>2</sub>", XX International Material Research Congress 2011, CasaMagna Marriott Cancun Resort (Cancun, Mexico), 2011. 8. 20
- ④ M. Yoshida, "Effects of Al<sub>3</sub>Ti Addition on the Sintering of TiB<sub>2</sub>", 2010 MRS Fall Meeting, Hynes Convention Center (Boston, USA), 2010. 11. 29
- ⑤ T. Yumitate, S. Ikenaga, M. Yoshida, "Effects of the Addition of Al<sub>3</sub>Ti on the Sintering of refractory TiB<sub>2</sub>", The International Scientific and Technical Conference; Up-to-dates Materials Science and Nanotechnologies, Komsomolsk State Technical University (Komsomolsk, Russia), 2010. 9. 21
- ⑥ M. Yoshida, "Application of DIGITAL IMAGE CORRELATION ANALYSIS to the study

of plastic deformation of BCC Iron POLYCRYSTALS", The International Scientific and Technical Conference; Up-to-dates Materials Science and Nanotechnologies, Komsomolsk State Technical University (Komsomolsk, Russia), 2010. 9. 21

- ⑦ 吉田政司、秋山雅義、「純鉄の塑性変形挙動」、日本機械学会、2010 年度年次大会、名古屋工業大学、2010. 9. 7

[産業財産権]

○出願状況 (計2件)

- ①名称：二硼化チタン系焼結体及びその製造方法

発明者：吉田政司

権利者：独立行政法人国立高等専門学校機構

種類：特許

番号：特願 2011-205109

出願年月日：平成 23 年 9 月 20 日

国内外の別：国内

- ②名称：二硼化チタン系焼結体及びその製造方法

発明者：吉田政司

権利者：独立行政法人国立高等専門学校機構

種類：特許

番号：特願 2010-211107

出願年月日：平成 22 年 9 月 21 日

国内外の別：国内

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

吉田 政司 (YOSHIDA MASASHI)

宇部工業高等専門学校・機械工学科・教授

研究者番号：10370024

##### (2) 研究分担者

藤田 和孝 (FUJITA KAZUTAKA)

宇部工業高等専門学校・機械工学科・教授

研究者番号：10156862

(平成 21 年度のみ参画)