

令和 6 年 6 月 5 日現在

機関番号：13901

研究種目：若手研究

研究期間：2021～2023

課題番号：21K14424

研究課題名（和文）L12型(AI, Fe)3Ti基セル構造体のトランススケール構造制御と強度発現

研究課題名（英文）Trans-scale structural control and strengthening of L12-type (Al, Fe)3Ti-based cellular structure

研究代表者

鈴木 飛鳥 (Suzuki, Asuka)

名古屋大学・工学研究科・助教

研究者番号：90802603

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,500,000円

研究成果の概要（和文）：本研究の成果は大別して3つある。1つ目は、L12型結晶構造を持つ(AI, Fe)3Tiセル構造体のセル構造形成過程と組織形成過程をその場観察と傾斜反応進行度試料の観察によって調査し、それらの間の関係性を理解できたことである。2つ目は、ポスト熱処理プロセスによって、(AI, Fe)3Tiセル構造体のナノ・ミクロスケールの構造を制御可能であることを示したことである。3つ目は、(AI, Fe)3Tiセル構造体において約100 MPaの高強度と一定の塑性変形能を確認したことである。高気孔率化に伴って強度・変形能の低下は見られたが、今後の研究によって軽量・高剛性・高強度な構造材料の創製が期待できる。

研究成果の学術的意義や社会的意義

(AI, Fe)3Tiセル構造体は複数のスケールの構造制御によって機能を発現する材料である。本研究では、マクロスケールでのセル構造形成とミクロスケールでの組織形成の関係を明らかにした。この成果はトランススケールで構造制御するための学術的知見を提供した。

また、(AI, Fe)3Tiセル構造体において、高い強度と一定の塑性変形能が発現することを明らかにした。今後の研究によって、本セル構造体のトランススケール構造をより精密に制御することで、軽量・高剛性・高強度を有する新たな構造材料を創製し、輸送機器の軽量化に貢献できると考えられる。

研究成果の概要（英文）：Main results of this study can be roughly classified into three topics. At first, the formation sequences of cellular structure and microstructure of (Al, Fe)3Ti cellular structure L12 order structure were investigated. The relationship between cellular structure formation and microstructural formation was clarified. At second, it was shown that nano- and micro-scale structures of (Al, Fe)3Ti cellular structure could be controlled by post heat treatment processes. Finally, (Al, Fe)3Ti cellular structure exhibited a high strength of approximately 100 MPa and a certain amount of plastic deformability. Although the strength and deformability was reduced with increasing porosity, structural materials with light-weight, high stiffness and high strength will be expected in future studies.

研究分野：セル構造体

キーワード：セル構造体 結晶構造 トランススケール 力学特性 その場観察

### 1. 研究開始当初の背景

地球温暖化対策として、走行時に CO<sub>2</sub> を排出しない電気自動車の開発が推進されている。しかし、電気自動車はガソリン車に比べて航続可能距離が短いため、車体重量の低減が急務である。そのためには、軽量かつ高剛性・高強度な構造材料の開発が必要不可欠である。そこで本研究では、母材と空間からなるハイブリッド材料である「セル構造体」に注目する。セル構造体は軽量性と高い剛性を両立できる材料である。例えば、空間率 50% のセル構造体は緻密材の半分の重量で、緻密材の 2 倍の曲げ剛性を発現する。特に、セル構造の中でも、閉空間型セル構造は、等方的かつ高い剛性・強度を持つ。この閉空間型セル構造体を中空パイプに充填することで、軽量・高剛性な自動車用剛性補強部材を実現できる。

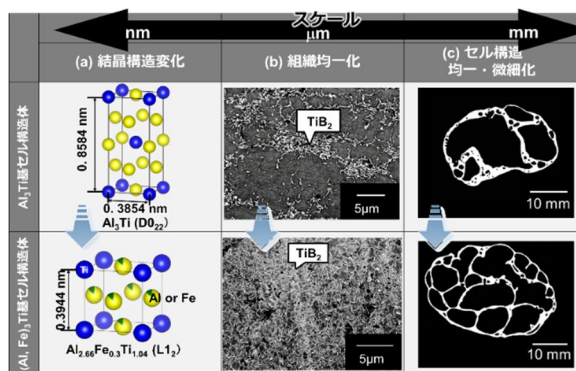


Fig. 1 Al<sub>3</sub>Ti 基セル構造体から (Al, Fe)<sub>3</sub>Ti 基セル構造体へのトランススケール構造変化

さらに、従来材料の Al 合金セル構造体の母材を Al<sub>3</sub>Ti にすれば、軽量性を損なうことなく、Al 合金の 3 倍以上の剛性率を実現できる。Al<sub>3</sub>Ti 基セル構造体を自動車の剛性補強部材に使用すれば、部材重量を現行の半以下にすることも可能である。Al<sub>3</sub>Ti 基セル構造体は Al, Ti, B<sub>4</sub>C 粉末間のその場反応プロセスにより製造することができる。反応生成物は Al<sub>3</sub>Ti を母相として、TiB<sub>2</sub> や TiC などのセラミック粒子が分散した複合材料のセル構造体となる。一方、Al<sub>3</sub>Ti 基セル構造体は母材 Al<sub>3</sub>Ti の対称性の低い結晶構造 (D022 型) に起因して非常に脆い。そこで申請者は、状態図を基に第三元素として Fe を添加することで、より対称性の高い結晶構造からなる L<sub>12</sub> 型 (Al, Fe)<sub>3</sub>Ti 基セル構造体を設計し、その合成に成功した。結晶構造の対称性が向上したことで、高剛性を維持したまま靱性向上が期待できる。さらに Fe を添加したことにより、結晶構造変化 (Fig. 1 (a)) だけでなく、セラミック粒子の分散性向上 (Fig. 1 (b)), セル構造の均一・微細化 (Fig. 1 (c)), という複数のスケールでの構造変化が生じることを明らかにした。この複数のスケールでの構造変化はプロセス中に各構造形成過程が互いに重畳し合うことで生じる (トランススケール構造変化)。このトランススケール構造変化の指導原理を理解すれば、セル構造体を複数のスケールにわたり構造制御し、高剛性・高強度な材料創製へと展開できる。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は以下の 3 つである。まず、1) 透過 X 線その場観察と傾斜反応進行度試料の組織解析により、トランススケール構造形成過程を理解する。また、2) ポスト熱処理プロセスによる、ナノ・ミクロスケール構造制御の指針を獲得する。さらに、3) L<sub>12</sub> 型 (Al, X)<sub>3</sub>Ti 基セル構造体の力学特性評価を行い、高剛性・高強度を実現する。

### 3. 研究の方法

1) の目的を達成するために、透過 X 線その場観察によりセル構造形成過程のダイナミクスを調査した。具体的には、Al, Fe, Ti, B<sub>4</sub>C の粉末からなる圧粉体を作製し、加熱を行いながら透過 X 線によりその場観察を行った。さらに、傾斜反応進行度を有する試料を作製し、その組織解析を行うことでナノ、ミクロスケールで生じる反応過程のダイナミクスを調査した。具体的には、アスペクト比の大きな圧粉体を作製し、その一端を加熱して、その場反応を誘起した。これにより、反応が自己伝播するので冷却器を利用して途中で停止させることで、内部で反応進行度が傾斜化された試料を作製した。この試料の組織・結晶構造を SEM, EDS, XRD 分析により調査した。

2) の目的を達成するために、その場反応により合成した L<sub>12</sub> 型 (Al, Fe)<sub>3</sub>Ti セル構造体の熱処理を検討した。その場反応で合成した L<sub>12</sub> 型 (Al, Fe)<sub>3</sub>Ti セル構造体は、母材内に元素濃度の不均一性が存在する。また、動的なプロセスで合成される L<sub>12</sub> 結晶構造では、規則度が低いことが予想された。L<sub>12</sub> 型 (Al, Fe)<sub>3</sub>Ti セル構造体の力学特性を向上する上で、このナノ・ミクロスケールの元素濃度の不均一性および規則度を制御することが必要である。そこで L<sub>12</sub> 型 (Al, Fe)<sub>3</sub>Ti セル構造体に熱処理を施し、組織および結晶規則度の変化を SEM, EDS, XRD 分析により評価した。

3) の目的を達成するために、得られた結果を基に、D0<sub>22</sub> 型 Al<sub>3</sub>Ti および L<sub>12</sub> 型 (Al, Fe)<sub>3</sub>Ti セル構造体の圧縮試験を実施した。ひずみ速度は、 $6.9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  とした。

## 4. 研究成果

### 1) トランススケール構造形成過程の理解

Fig. 2, 3 に透過 X 線その場観察により得られた  $\text{D}_{022}\text{-Al}_3\text{Ti}$  および  $\text{L}_{12}\text{-(Al, Fe)}_3\text{Ti}$  セル構造体のセル構造形成過程および画像解析により得られた試料の投影断面積の変化を示す。 $\text{D}_{022}\text{-Al}_3\text{Ti}$  は最初に試料が相似的に膨張した後 (Fig. 2 (a, b)), 15 s 間ほど投影面積が一定の潜伏期間を経た (Fig. 2 (c, j)). その後相似的に収縮し (Fig. 2 (d)), 大きく発泡することでセル構造が形成された (Fig. 2 (f-i)). 一方,  $\text{L}_{12}\text{-(Al, Fe)}_3\text{Ti}$  セル構造体の場合, 大きな違いは投影面積が一定の潜伏期間が明瞭には見られないことであった. その結果として, 相似的な膨張が生じてから大きく発泡するまでの時間は 5 s 程度であり,  $\text{D}_{022}\text{-Al}_3\text{Ti}$  の 4 分の 1 程度に短縮された.

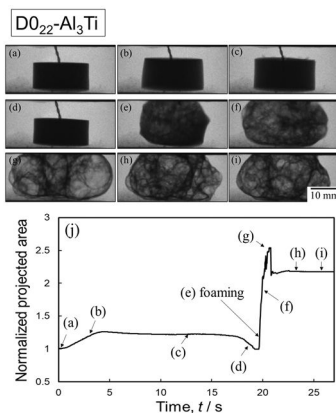


Fig. 2  $\text{Al}_3\text{Ti}$  基セル構造形成の透過 X 線その場観察

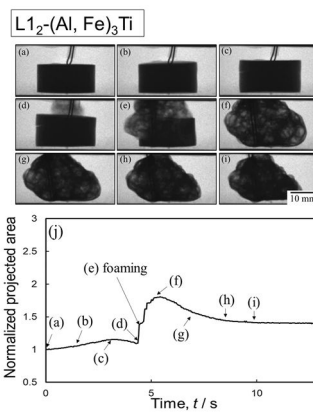


Fig. 3  $(\text{Al, Fe})_3\text{Ti}$  基セル構造形成の透過 X 線その場観察

Fig. 4 に  $(\text{Al, Fe})_3\text{Ti}$  セル構造体と同様の粉末組成で作製した傾斜反応進行度試料の外観および微視組織を示す. Fig. 4 (a) の上側を加熱し, 反応を下方

向へ伝播させるとともに, 最下部で停止させた. そのため, 加熱端は発泡に至っており, 粗大な気孔が認められる. また, 最下部においては金属光沢が認められないため, 粉末を圧粉したプリカーサの状態を維持していることが推察される. 実際に組織観察を行うと, 原料の Al, Ti, Fe が観察された (Fig. 4 (b)) 加熱端に近づくにつれ, 組織が変化し,  $\text{Al}_3\text{Ti}$ ,  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ ,  $(\text{Al, Fe})_3\text{Ti}$ ,  $\text{TiB}_2$  等の反応生成物が認められた (Fig. 4 (c-f)). 加熱端では,  $(\text{Al, Fe})_3\text{Ti}$  母相中に  $\text{TiB}_2$  粒子が分散した組織形態を示しており, セル構造体と同様の組織であった (Fig. 4 (g)). この反応過程の中で,  $\text{Al}_3\text{Ti}$  セル構造体との大きな違いは  $\text{TiB}_2$  の形成箇所であった.  $\text{Al}_3\text{Ti}$  セル構造体の場合,  $\text{TiB}_2$  の形成は  $\text{Al}_3\text{Ti}$  と  $\text{B}_4\text{C}$  の固相反応により生じることが先行研究によって明らかとなっている<sup>1)</sup>. この反応が試料温度を上昇させ,  $\text{Al}_3\text{Ti}$  の融点に達すると激しい発泡が生じる. つまり, Fig. 2 に見られる投影面積一定の潜伏期間が  $\text{Al}_3\text{Ti}$  と  $\text{B}_4\text{C}$  の固相反応によって温度が  $\text{Al}_3\text{Ti}$  の融点に到達するまでの期間に対応する. 一方,  $(\text{Al, Fe})_3\text{Ti}$  の反応過程では,  $\text{TiB}_2$  は  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  相内に形成していた. また, EDS 分析の結果から, この  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  相は多量の Ti を固溶していた. すなわち, Ti を固溶した  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  相と  $\text{B}_4\text{C}$  の反応によって,  $\text{TiB}_2$  が形成することで試料の温度が  $(\text{Al, Fe})_3\text{Ti}$  の融点に達し, 発泡に至ると考えられる. また, Fig. 3 に見られるように  $(\text{Al, Fe})_3\text{Ti}$  のセル構造形成過程では, 潜伏期間が短いことは Ti を固溶した  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  相と  $\text{B}_4\text{C}$  の反応が比較的速く進行することを示唆する.

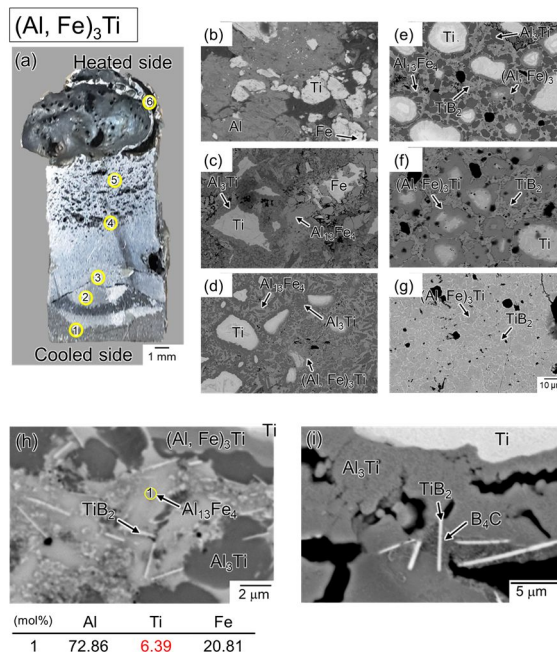


Fig. 4 (a-h)  $(\text{Al, Fe})_3\text{Ti}$  の傾斜反応進行度試料とその組織. (i) (h) と対比した  $\text{Al}_3\text{Ti}$  の傾斜反応進行度試料の微視組織

### 2) ポスト熱処理によるナノ・ミクロスケールの制御

Fig. 5 に (a) 発泡まま材のおよび (b) 1200 /1 h 熱処理材の SEM 像および対応する Al, Ti, Fe の EDS 元素マッピングを示す. 発泡まま材においては, 母相内にコントラストの濃淡が認められる (Fig. 5 (b)). 暗部においては Fe の濃度が低く, 明部においては Fe の濃度が高いことが認められる. 一方, 1200 /1 h 熱処理材においては母相内の濃淡は概ね解消されており, Fe 濃度の不均一性もほとんど認められない. したがって, 1200 での熱処理によって原子拡散が促進され, 母相内の濃度分布が均一化されたと考えられる.

また, XRD による規則度評価を行った結果, 発泡ままおよび熱処理材において規則度は概ね



1 に近かった．よって，熱処理が規則度に与える影響は小さいと考えられる．

以上より，その場反応プロセスとポスト熱処理を組み合わせることで，均一な濃度分布と高い規則度を有する  $L_{12}$  型  $(Al, Fe)_3Ti$  セル構造体を得られることが明らかとなった．

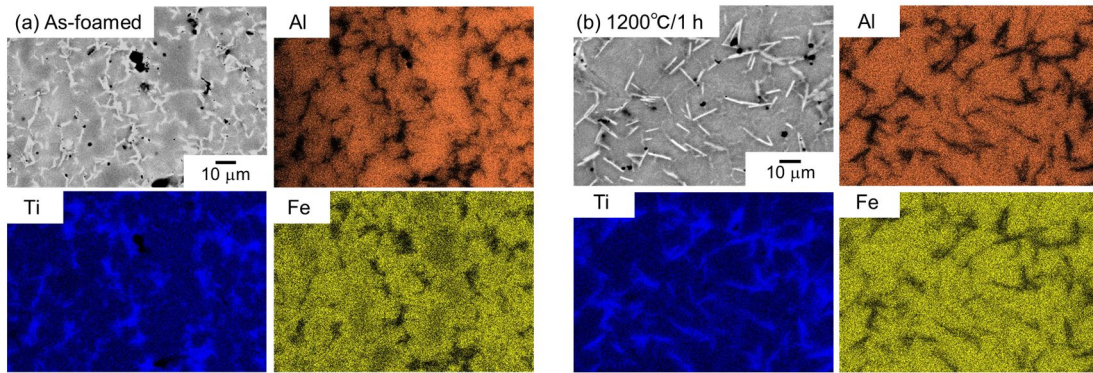


Fig. 5 (a)発泡まま材のおよび(b)1200 /1 h 熱処理材の SEM 像および対応する Al, Ti, Fe の EDS 元素マッピング

### 3) $L_{12}$ 型 $(Al, X)_3Ti$ 基セル構造体の力学特性評価

Fig. 6(a)に(a)  $TiB_2$  および  $TiC$  を含まない低気孔率の  $(Al, Fe)_3Ti$  および  $Al_3Ti$  セル構造体の代表的な応力-ひずみ曲線を示す．それぞれの気孔率は， $(Al, Fe)_3Ti$  において約 35%， $Al_3Ti$  において約 60%である． $Al_3Ti$  セル構造体は，圧縮初期から試料が崩壊するように変形し，約 1 MPa の最大強度を示した．一方， $(Al, Fe)_3Ti$  セル構造体では，崩壊するような挙動は見られず，降伏挙動を示した後，約 100 MPa の最大強度を示し，ひずみが約 2%に達したときに脆性的に破壊した．また， $(Al, Fe)_3Ti$  セル構造体の強度は気孔率の差を考慮しても， $Al_3Ti$  セル構造体に比べて非常に高い．したがって，結晶構造を  $L_{12}$  型に制御することで，セル構造体としての強度を大幅に改善できることが明らかとなった．

Fig. 6(b)に  $TiB_2$  および  $TiC$  を含む高気孔率の  $(Al, Fe)_3Ti$  セル構造体の発泡まま材および 1200 /1 h 熱処理材の代表的な応力-ひずみ曲線を示す．気孔率は約 80%である．発泡まま材では，約 2 MPa で脆性的に破壊する挙動が見られた．また，Fig. 6(a)に見られるような塑性変形挙動は見られず巨視的な弾性変形の範囲において破壊した．1200 /1 h 熱処理材は約 3 MPa で同様に巨視的な弾性変形の範囲で脆性的に破断する挙動を示した．このように，高気孔率化した  $(Al, Fe)_3Ti$  セル構造体では Fig. 6(a)で見られる塑性変形挙動は認められなかった．この理由としては， $TiB_2$  および  $TiC$  といったセラミック粒子が破壊の起点になったこと，高気孔率化に伴い気孔が粗大化し，局所的な応力集中が生じたことが考えられる．今後， $TiB_2$  および  $TiC$  を含まず高気孔率の  $(Al, Fe)_3Ti$  セル構造体を作製できる方法を検討し，脆的な破壊挙動の要因を明らかにする必要がある．

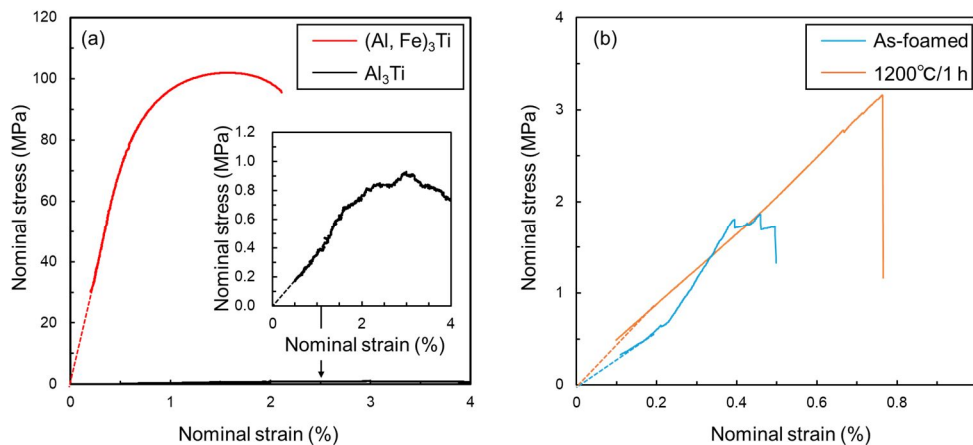


Fig. 6 (a) $TiB_2$  および  $TiC$  を含まない低気孔率の  $(Al, Fe)_3Ti$  および  $Al_3Ti$  セル構造体の代表的な応力-ひずみ曲線，(b) $TiB_2$  および  $TiC$  を含む高気孔率の  $(Al, Fe)_3Ti$  セル構造体の発泡まま材および 1200 /1 h 熱処理材の代表的な応力-ひずみ曲線

### 参考文献

- 1) T. Inukai, A. Suzuki, N. Takata, M. Kobashi, Y. Okada, Y. Furukawa, In Situ X-Ray Observations and Microstructural Characterizations for Understanding Combustion Foaming and Reaction Processes to Synthesize Porous  $Al_3Ti$  Composites From Al-Ti- $B_4C$  Powders.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Asuka Suzuki, Terumasa Fujishiro, Naoki Takata, Makoto Kobashi	4. 巻 65
2. 論文標題 Combustion Foaming of Porous (Al, Fe) <sub>3</sub> Ti with L12 Ordered Structure	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 414-421
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/matertrans.MT-M2023213	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 三谷祥大, 鈴木飛鳥, 高田尚記, 小橋 眞, 岡田裕二, 古川雄一
2. 発表標題 燃焼合成発泡法によるポーラスL12型(Al, Fe) <sub>3</sub> Tiの反応過程
3. 学会等名 軽金属学会第142回秋期大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 三谷祥大, 鈴木飛鳥, 高田尚記, 小橋 眞, 岡田裕二, 古川雄一
2. 発表標題 ポーラスL12型(Al, Fe) <sub>3</sub> Tiの燃焼合成発泡・反応過程の調査
3. 学会等名 軽金属学会 東海支部 ポスター講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 鈴木飛鳥, 三谷祥大, 藤代暉雅, 高田尚記, 小橋 眞, 富田高嗣, 古川雄一
2. 発表標題 燃焼合成発泡法によるポーラス(Al, Fe) <sub>3</sub> Tiの微視組織および反応過程
3. 学会等名 金属学会 第172回春期講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 藤代暉雅, 鈴木飛鳥, 高田尚記, 小橋 眞, 岡田裕二, 古川雄一
2. 発表標題 燃焼合成発泡法によるポーラスL12型(Al, Fe)3Tiのセル構造制御と力学特性
3. 学会等名 軽金属学会第141回秋期大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 山崎大雅, 鈴木飛鳥, 小橋 眞, 高田尚記
2. 発表標題 異なる組成をもつ(Al, Fe)3Ti金属 間化合物の規則度と機械的性質
3. 学会等名 軽金属学会 第144 回春期大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 山崎 大雅, 鈴木 飛鳥, 高田 尚記, 小橋 眞
2. 発表標題 様々な組成をもつL12-(Al, Fe)3Tiの規則度と機械的性質
3. 学会等名 日本金属学会 2023年秋期講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 三谷 祥大, 鈴木 飛鳥, 高田 尚記, 小橋 眞
2. 発表標題 データ科学を活用したポーラス(Al, Fe)3Tiの適切な燃焼合成発泡条件の探索
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会 2023年秋季大会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------