

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 5 月 26 日現在

機関番号：33803

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420729

研究課題名(和文) 高温・室温強度に優れるアルミナ粒子分散Ti-Al/チタン複合調和組織材料の開発

研究課題名(英文) Room and High Temperature Strength of Harmonic Structured Composite with Alumina Dispersed Ti-Al and Titanium

研究代表者

藤原 弘 (FUJIWARA, Hiroshi)

静岡理工科大学・理工学部・教授

研究者番号：80320117

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)：ネットワーク領域にアルミナ分散Ti-Al合金および分散領域に純Tiを有する複合調和組織材料を作製した。室温ビッカース硬さ試験により、複合調和組織材料の分散領域の硬さは207 HV、ネットワーク領域の硬さは845 HV、全体の硬さは234 HVであることが明らかとなった。高温ビッカース硬さ試験により、873 Kおよび1073 Kではそれぞれ102、81 HVを示した。ビッカース圧子の押し込みにより発生したクラックの進展を分散配置領域が抑制していることから、複合調和組織材料は室温において強度と延性を両立することが示唆される。作製した焼結体の期待される使用環境温度は873 Kまでである。

研究成果の概要(英文)：The microstructure of the harmonic-structured composite was composed by dispersive regions of pure Ti and the network region of Alumina particles dispersed Ti-Al alloys. Vickers hardness test at room temperature reveal that dispersive, network and overall regions of this material demonstrate 207, 845 and 234 HV, which was higher than the conventional Ti-Al alloy / pure Ti harmonic-structured composite, respectively. These improvements of hardness are due to effect of Alumina dispersed particle. Vickers hardness at 873 K and 1073 K corresponds to 102 and 81 HV, respectively. Observation of the Vickers indentation at room temperature and 873 K reveal that the network region prevents the deformation by the indenter and the dispersed region keeps the progress of crack stopping. These results suggest that Alumina dispersed Ti-Al / pure Ti harmonic structured composite is expected in use up to 873 K.

研究分野：材料工学

キーワード：調和組織制御 メカニカルミリング 放電プラズマ焼結 Ti-Al合金

1. 研究開始当初の背景

Ti-Al系合金は高温環境下において優れた比強度を示すため、次世代の軽量耐熱材料として期待されている。すでに自動車用ターボチャージャーなどに一部実用化されているが、航空・宇宙分野も視野に入れた幅広い応用に向けて、高温特性のさらなる向上が必要である。一方で、Ti-Al合金は金属間化合物を主構成とするため、室温における延性が乏しいことも利用範囲の拡大の妨げとなっている。そのため、高温特性および室温特性を同時に改善できる材料の開発は、Ti-Al合金の利用拡大においてとても重要である。

2. 研究の目的

本研究では、優れた強度と十分な延性を有することが報告されている調和組織制御とセラミックス粒子を複合化することにより高温強度を改善できる粒子分散制御の2通りの組織制御を組み合わせることで、室温・高温強度に優れる材料を創成することを目指して、ネットワーク領域にアルミナ分散Ti-Al合金複合材料、分散領域にTiを配置した複合調和組織材料を作製し、その微細組織と機械的性質について検討することを目的とした。

3. 研究の方法

供試粉末として、純Al粉末(平均粉末粒子径 3 μm, 純度 99.9%)およびTiO₂粉末(平均粉末粒子径 200 nm, 純度 99%)および純Ti粉末(平均粉末粒子径 200 μm)を用いた。まず初めに、Al/TiO₂混合粉末の作製を行った。AlとTiO₂をモル比7:3の割合でよく混合し、FRITSCH社製遊星型ボールミル(P-6)を用いてメカニカルミリング処理を行った。得られたAl/TiO₂混合粉末に熱処理を施すことで燃焼合成を行い、アルミナ分散Ti-Al合金複合粉末を作製した。次に、アルミナ分散Ti-Al合金複合粉末の体積率が30%となるように純Ti粉末と混合し、メカニカルミリング処理を行うことでアルミナ分散Ti-Al合金/純Ti複合粉末を作製した。この時の詳細なメカニカルミリング条件を表1に示す。その後、放電プラズマ焼結を行うために、15 mmのタングステンカーバイド(以下WC)製超硬パンチ・ダイスを用いて、パンチ・ダイスセットに複合粉末を充填し、真空雰囲気中(10 Pa以下)で200 MPaの単軸加圧を行い、1023 Kまで0.17 K/sで昇温した。昇温後1.8 ks保持し、その後自然冷却を行うことにより焼結体を得た。

組織観察には、日本電子株式会社製の走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM, JSM-7001FD)を用いた。元素分析には、エネルギー分散形X線分析装置(Energy dispersion X-ray spectrometer: EDS)を用いた。相の同定には、株式会社リガク製の粉末X線回折装置(RINT2500)により、作製した粉末および焼結体の構成相を分析した。X線源はCu, 印可電圧40 kV, 200 mA, 走査範囲を20~90°とした。機械的

評価として、室温と高温でビッカース硬さ試験を行った。室温では、島津製作所製の(HMV-1)を用いてマイクロビッカース硬さ試験を行った。試験は荷重980.1 mN, 保持時間15 sの条件で行った。高温では、試験は荷重49.03 N, 荷重保持時間30 s, Ar雰囲気中で行った。

表1 メカニカルミリング条件

Ball	Material	SUJ2
	Weight	3.5 g
	Diameter	9.53 mm
Vial	Material	SKD11
Weight ratio of ball to powder	Ball : Al/TiO ₂	10:1
	Ball : Al/TiO ₂ /Ti	2:1
Atmosphere		Ar

4. 研究成果

本研究で得られた研究成果を以下に示す。

(1) 純Al粉末とTiO₂粉末をモル比7:3の割合で混合し300 rpm, 180 ksの条件でメカニカルミリング処理を施すことで混合粉末を作製した。その混合粉末に1073 Kで熱処理を施すことにより、TiAlの母相に200nmのアルミナ粒子が分散した複合粉末を作製することができた。

(2) アルミナ分散Ti-Al合金複合粉末を30 vol%の割合で純Ti粉末と混合し、200 rpm, 36 ksの条件でメカニカルミリング処理を施すことにより、純Tiの外殻部にTiAl/アルミナ複合粉末がコーティングされた複合粉末を作製することができた。その複合粉末を放電プラズマ焼結により焼結することにより、複合調和組織材料を作製することができた。

(3) 作製した複合調和組織材料は、図1に示すようにアルミナ分散Ti-Al合金複合材料のネットワーク領域と純Tiによる分散配置領域によって構成されている。図2に示すX線回折結果と図1の組織観察結果より、ネットワーク領域は平均粒子径200 nmのアルミナ粒子がTiAlに分散した組織であり、分散配置領域は平均結晶粒径が40 μmの均一粗大組織であることが明らかになった。

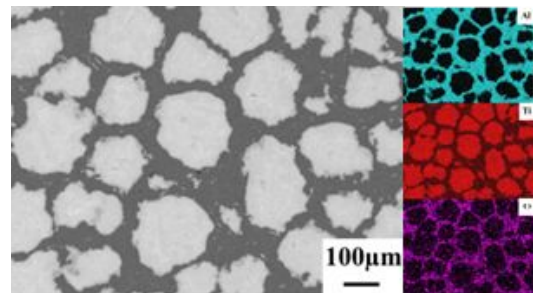


図1 複合調和組織材料の電子顕微鏡写真

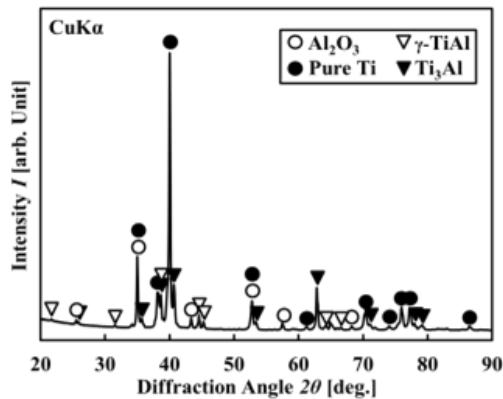


図2 複合調和組織材料のX線回折結果

(4) 室温ビッカース硬さ試験により、複合調和組織材料の分散配置領域の硬さは 209 HV，ネットワーク領域の硬さは 846 HV，全体の硬さは 234 HV であることが明らかとなった。
 (5) 高温環境下におけるビッカース硬さ試験より、本研究で作製した複合調和組織材料は 873 および 1073 K の環境下ではそれぞれ 102, 81 HV を示した。室温および高温におけるビッカース硬さ試験結果を図 3 に示す。複合調和組織材料は青色で示している。

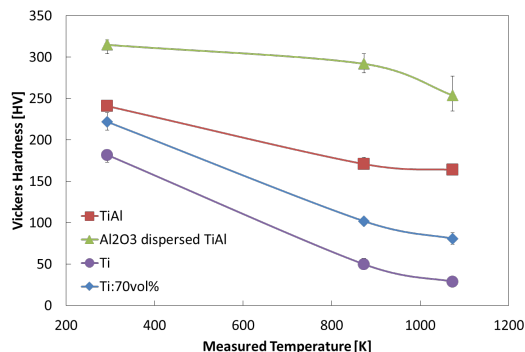


図3 室温～高温におけるビッカース硬さ試験結果

(5) 図4は複合調和組織材料のビッカース圧痕を示している。図4の破線で示すように、ビッカース圧痕ビッカース圧子の押し込みにより発生したクラックの進展を分散配置領域が抑制していることがわかる。このことから、複合調和組織材料は室温において強度と延性を両立することが示唆される。

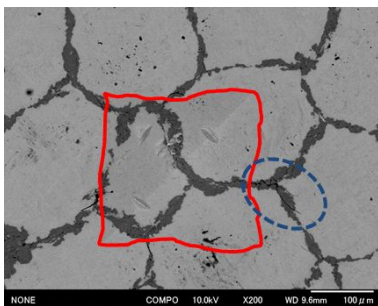


図4 複合調和組織材料におけるビッカース圧痕

(6) 高温ビッカース硬さ試験により、293, 873 K において Ti 領域へのクラックの進展は確認できず、1073 K の環境下において Ti へのクラックの進展が確認できた。このことより本研究で作製した焼結体の想定される使用環境温度は 873 K 程度である。

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4件)

- (1) 藤原 弘, 吉田 怜央, 津田 達郎, 宮本 博之: "Ti-48mol%Al/純 Ti 複合調和組織材料の SPS 法を利用した押し出し焼結", 日本金属学会誌, 79(7)(2015), 372-375.
- (2) 藤原 弘, T.D. Huy, 吉田 怜央, D. T. Binh, 宮本 博之: " 燃焼反応プロセスによる TiAl₃/Al₂O₃ 複合材料の微細組織と機械的性質", 粉体および粉末冶金, 粉体粉末冶金協会, 61(9)(2014), 437-440.
- (3) R. Yoshida, T. Tsuda, H. Fujiwara, H. Miyamoto and K. Ameyama: " Annealing Effect on Mechanical Properties of Ti-Al Alloy/Pure Ti Harmonic-Structured Composite by MM/SPS Process ", IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, IOP Science, 63 (2014), 012031.
- (4) T. D. Huy, H. Fujiwara, R. Yoshida, D. T. Binh and H. Miyamoto: " Microstructure and Mechanical Properties of TiAl₃/Al₂O₃ in situ Composite by Combustion Process ", Materials Transactions, 55(7)(2014), 1091-1093.

[学会発表](計4件)

- (1) 津田 達郎, 藤原 弘, 宮本 博之, TRAN Duc Huy: " Al₂O₃ 分散 Ti-Al 合金 / 純 Ti 複合調和組織材料の創製とその機械的性質 ", 粉体粉末冶金協会講演概要集平成 27 年度秋季大会, pp.83(2015)
- (2) 吉田 怜央, 藤原 弘, 宮本 博之, TRAN Duc Huy: " MM/SPS プロセスによる Al₂O₃ 分散 Ti-Al 合金 / 純 Ti 複合調和組織材料の微細組織と機械的性質 ", 粉体粉末冶金協会, 平成 26 年度秋季大会 (第 114 回講演大会), 講演概要集 p. 185, 大阪大学コンベンションセンター, 2014 年 10 月 29 ~ 31 日.
- (3) 吉田 怜央, 津田 達郎, 藤原 弘, 宮本 博之, 飴山 恵: " Ti 48mol%Al/純 Ti 複合調和組織材料の SPS 法を利用した押し出し焼結 ", 粉体粉末冶金協会, 平成 26 年度春季大会 (第 113 回講演大会), 講演概要集 p. 51, 早稲田大学国際会議場, 2014 年 6 月 3 ~ 5 日.
- (4) R. Yoshida, T. Tsuda, H. Fujiwara, H. Miyamoto and K. Ameyama: " Annealing

Effect on Mechanical Properties of Ti
-Al Alloy/Pure Ti Harmonic-Structured
Composite by MM/SPS Process”, The 6th
International Conference on
Nanomaterials by Severe Plastic
Deformation (Nano SPD6), Metz, France,
June 30 - July 4, 2014.

6 . 研究組織

(1)研究代表者

藤原 弘 (FUJIWARA Hiroshi)
静岡理工科大学・理工学部機械工学科・教
授
研究者番号：80320117