

《様式B》

研究テーマ 「ホウ化チタン配置制御による多機能チタン合金の創製とその損傷メカニ
ズムの解明」

研究責任者 所属機関名 静岡大学

官職又は役職 准教授

氏名 菊池 将一 メールアドレス kikuchi.shoichi@shizuoka.ac.jp

共同研究者 所属機関名

官職又は役職

氏名

(令和元年度募集) 第32回 助成研究 完了報告書

上記様式記載後

1. 実施内容および成果ならびに今後予想される効果の概要 (1, 000字程度)

本研究では、Ti-3Al-2.5V 粉末およびTiB₂粉末を熱間等方圧加圧接合法により焼結した後、熱間押出を施すことによりホウ化チタン (TiB) を一軸に配向させたチタン合金を創製した。さらに、一軸配向制御したTiB配向および量がTi-3Al-2.5V合金の四点曲げ疲労特性に及ぼす影響について検討を加えるとともに、独自に構築したその場疲労き裂進展観察システムを用いて一軸配向制御TiB分散Ti-3Al-2.5V合金の損傷メカニズムに関する知見を得た。

その結果、一軸配向制御TiB分散チタン合金の疲労限度 (強さ) は、TiB配向およびTiB形成量に依存して変化することを明らかにした。これは、TiBの存在によって疲労き裂の発生および進展挙動が変化するためである。さらに本研究では、単に疲労特性を評価するのみならず、得られた知見を統括して一軸配向TiB制御によるチタン合金のさらなる高機能化を達成した。具体的には、応力負荷方向に対して試験片面外45°方向にTiBが配向している場合、Ti-3Al-2.5V合金は最も高い疲労限度を示した。これは、TiBが疲労き裂の発生に悪影響を及ぼさないことに加え、疲労き裂がTiBを迂回して進展し、疲労き裂進展抵抗が増加するためである。さらに、TiBの一軸配向制御によって、疲労き裂の屈曲を自在に操ることによりき裂開口を促進させ、チタン合金の下限界応力拡大係数範囲 (じん性) の増加も達成することができた。これらの一連の検討結果は、一軸TiB配向制御によって金属材料における強度とじん性のトレードオフを解消できることを意味する。

このような強度とじん性に優れた”多”機能チタン合金の創製によって、自動車

産業，航空機産業，生体医療分野におけるチタン構造物の長期信頼性を向上することができる．とくに，き裂が発生する前提で設計される航空機に本材料を実用すれば，き裂が発生しても進展を食い止める作用によって航空機部品の破壊抑制に寄与する．また，航空機の破壊強度の増加に伴う航空機体軽量化によって燃費向上を達成することも期待される．将来的には，強度とじん性を兼ね備えたチタン合金の創製によって，工業分野における材料選択指針が一変する可能性があり，本研究成果の発展性は大きいと考えている．学術的のみならず工学的有用性も明らかにすることができれば，今後は特許出願も視野に入れる．

2. 実施内容および成果の説明（A 4で、5 ページ以内）

研究背景

チタン（Ti）およびチタン合金は，宇宙，航空，海洋，医療，スポーツ，レジャー，ファッションに至るまで，幅広い用途を有する材料である．チタン合金は高い比強度や耐熱性を有するため，航空機用のターボファンエンジンを構成するファンやコンプレッサーに実用されている．アメリカ合衆国のボーイング社が現在開発中の次世代ジェット機である Boeing787 型機においても，炭素繊維強化複合材料 CFRP（Carbon fiber reinforced plastics）やアルミ合金に次いで三番目に高い使用率を誇る．近年の航空宇宙産業分野においては CFRP の需要が高まっており，一見「金属離れ」が進んでいるように思われがちだが，チタン系材料の耐食性と熱膨張率は CFRP との適合性に優れていることから，CFRP の使用量増加に伴いチタン合金のさらなる需要拡大が図られている．

本研究では，主に航空機材料として実用されるチタン合金 Ti-3Al-2.5V に焦点を当て，ホウ化チタン（TiB）を一軸に配向させることにより，チタン合金の疲労特性改善指針について検討を加えた．具体的には，熱間押出しにより TiB を一方向に配向させた Ti-3Al-2.5V 合金を作製し，疲労き裂の発生・進展挙動（損傷挙動）に及ぼす TiB 配向および分散量の影響について検討を加えた．

実験方法

本研究では，粉末冶金および熱間押出を利用して，TiB を一軸に配向させた Ti-3Al-2.5V 合金の作製を行った．具体的には，Ti-3Al-2.5V 合金粉末と TiB₂ 粉末を混合した後に焼結し，熱間押出を施すことにより TiB 配向を一軸に制御することが本

プロセスの特徴である。供試材には、平均粒径 58 μm の Ti-3Al-2.5V 合金粉末および平均粒径 4.8 μm の TiB₂ 粉末を用いた。これらの供試粉末を高エネルギーボールミルに混合した後、スチール缶に 733 K で真空封入し、140 MPa の圧力をかけながら 1193 K-7.2 ks の条件で熱間等方圧加圧接合法（Hot isostatic pressing: HIP）により、 $\phi 120 \times 300 \text{ mm}^2$ の焼結体を作製した。その際、TiB の最終体積分率が 0, 7.5, 10, 12.5 vol.% となるように TiB₂ の初期導入量を制御した。その後、熱間押出を温度 1273 K、圧縮力 5 MN、押出比 15:1 で施すことにより Ti-3Al-2.5V 合金中の TiB を一軸に配向させた。その後、1473 K-14.4 ks の熱処理を施した。

実験結果

図 1 に、作製した焼結体に対して EPMA によるホウ素分析を行った結果を示す。同図は、それぞれ TiB 最終体積分率が (a) 0, (b) 7.5, (c) 10, (d) 12.5 vol.% である焼結体の面分析結果である。なお、同図で赤く示される領域ではホウ素の検出強度が高く、TiB が存在していることを意味している。同図(a)より、TiB 0 vol.% 焼結体には B が検出されていないのに対して、TiB 分散チタン合金には B 検出強度が局所的に高い領域が認められた。さらに、B 検出領域のアスペクト比は大きく、TiB 配向は熱間押出により一軸制御されていることがわかる。以上から、熱間押出を施すことにより Ti-3Al-2.5V 合金に析出した TiB は一方向に制御されること、TiB₂ 粉末の初期導入量を増加させるとチタン合金内の TiB 数が増加することが明らかとなった。

作製した焼結体から、放電加工によって短冊状の試験片を切り出し、四点曲げ疲労試験を行った。その際、熱間押出を行った後の焼結体の各面からそれぞれ試験片を切り出すことにより、TiB 配向の異なる 3 種類の試験片を作製した。以後、TiB が試験片厚さ方向（Short transverse）、幅方向（Long transverse）、長手方向（Longitudinal）に配向したサンプルをそれぞれ S 材、T 材、L 材と呼称する。本研究では、独自に構築した試験力制御の疲労試験システムを用いて試験を行った。試験条件は、応力比 0.1、試験周波数 10 Hz、室温大気中とした。

図 2 に、四点曲げ疲労試験により得られた疲労限度の値を、各試験片の模式図と合わせて示す。まず同図より、TiB 量が同じであっても TiB 分散 Ti-3Al-2.5V 合金の疲労限度は TiB 配向によって異なることがわかる。とくに各 TiB 量において L 材（●印）の疲労限度が最も高い値を示していることがわかる。さらに同図より、各試験片の疲労特性は、TiB 分散量によっても変化していることがわかる。同図に

において、TiB 分散量の増加に伴い、L 材の疲労限度は増加する傾向にあるが、S 材（◆印）の疲労限度は TiB 分散量に依存せず一定であることがわかる。さらに、TiB 分散量の増加に伴い、T 材（■印）の疲労限度は減少する傾向がある。とくに、T 材については、析出強化材である TiB 量を増加させているにも関わらず、疲労限度が低下するという特殊な傾向を示す試験片といえる。以上から、一軸配向制御 TiB 分散 Ti-3Al-2.5V 合金の疲労限度における TiB 量依存性は、TiB の配向によって変化することが明らかとなった。

ここで、TiB が板幅方向に配向している場合（T 材）には、TiB 分散量を増加させても Ti-3Al-2.5V 合金の疲労限度は増加せず、むしろ低下するという特異な傾向が認められた。したがって、TiB 分散強化の観点のみでは、Ti-3Al-2.5V 合金の疲労特性に及ぼす TiB 配向および分散量の影響を解明することは困難といえる。そこで、一軸配向制御 TiB 分散 Ti-3Al-2.5V 合金における疲労き裂の表面観察を通して、損傷メカニズムを明らかにすることとした。そこで、独自に構築したその場疲労き裂進展観察システムを用いて、微視組織学的観点および破壊力学的観点から一軸配向制御 TiB 分散チタン合金の疲労特性について検討を加えた。

図 3 に、TiB10 vol.%-T 材の疲労き裂観察を行った結果を示す。同図(a)-(d)は光学顕微鏡画像、(e)は疲労き裂周辺部分の反射電子像であり、黒矢印は疲労き裂の先端を示している。同図より、疲労き裂は $N = 2000$ cycles で発生し、繰返し数の増加に伴い、疲労き裂が進展していることがわかる。また、同図(e)より、疲労き裂発生起点部には TiB が存在していることがわかる。試験片の板幅方向に TiB が配向している T 材の場合、応力負荷方向と TiB 長手方向が直交しており、硬くてもろい TiB が疲労き裂発生を誘発することが明らかとなった。なお、試験片の厚さ方向に TiB が配向している S 材の場合、TiB は疲労き裂発生に関与しなかったことから、TiB が疲労破壊を誘発する現象は、T 材特有のものであると考えられる。

紙面の都合上、詳細は割愛するが、発生した疲労き裂は TiB の存在によって迂回する現象が観察された。得られた一連の検討結果をもとに、試験片面外 45° 方向に TiB を配向させた試験片を新たに準備して疲労試験を行った結果、最も優れた疲労特性を呈した。これは、疲労き裂発生抵抗を低下させることなく疲労き裂伝ば抵抗を高めることができたためである。さらに、TiB の一軸配向制御によって、チタン合金の下限界応力拡大係数範囲（じん性）の増加も達成することができた。以上

の結果は、一軸 TiB 配向制御によって金属材料における強度とじん性のトレードオフを解消できることを意味する。本研究で独自に構築した疲労き裂進展観察システムによって、一軸配向制御 TiB 分散チタン合金の損傷メカニズムを明らかにした。

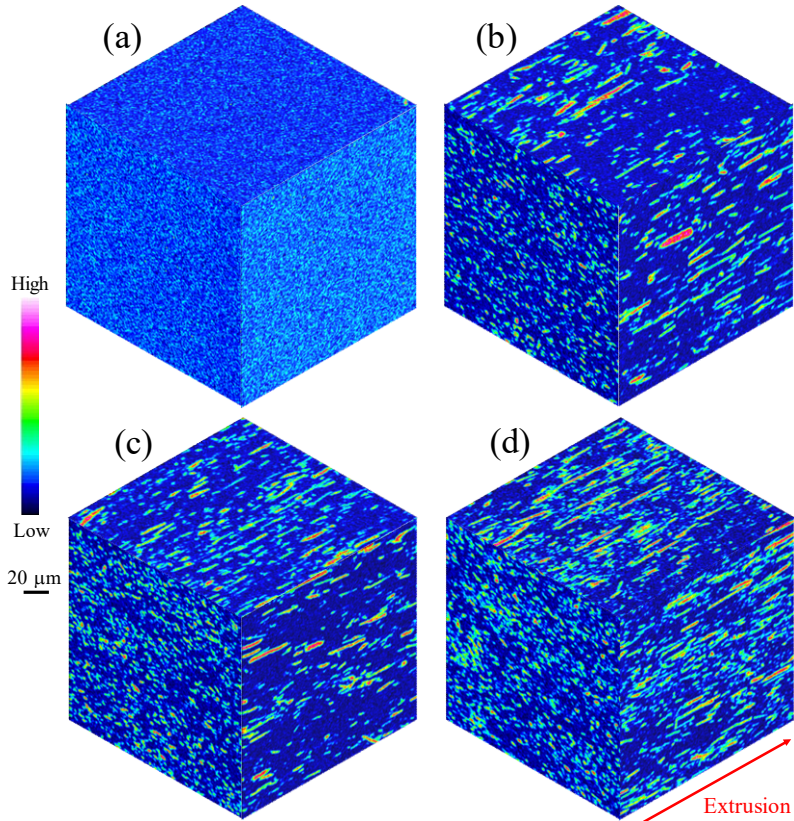


図1 EPMAによるボロン分析結果

((a) TiB0%, (b) TiB7.5%, (c) TiB10%, (d) TiB12.5%)

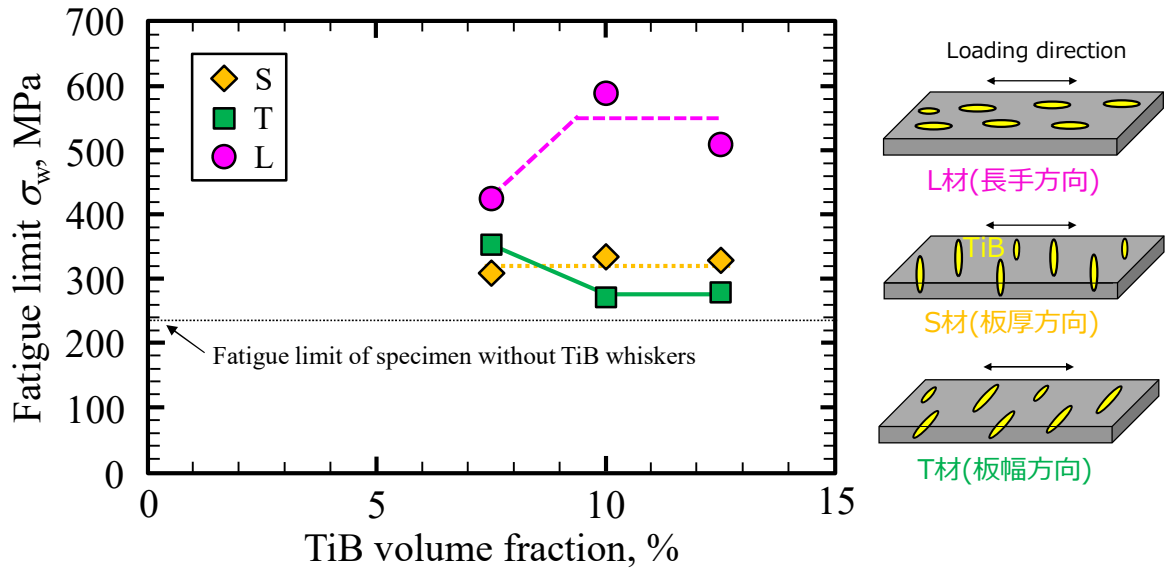


図2 四点曲げ疲労試験により得られた疲労限度と TiB 量の関係

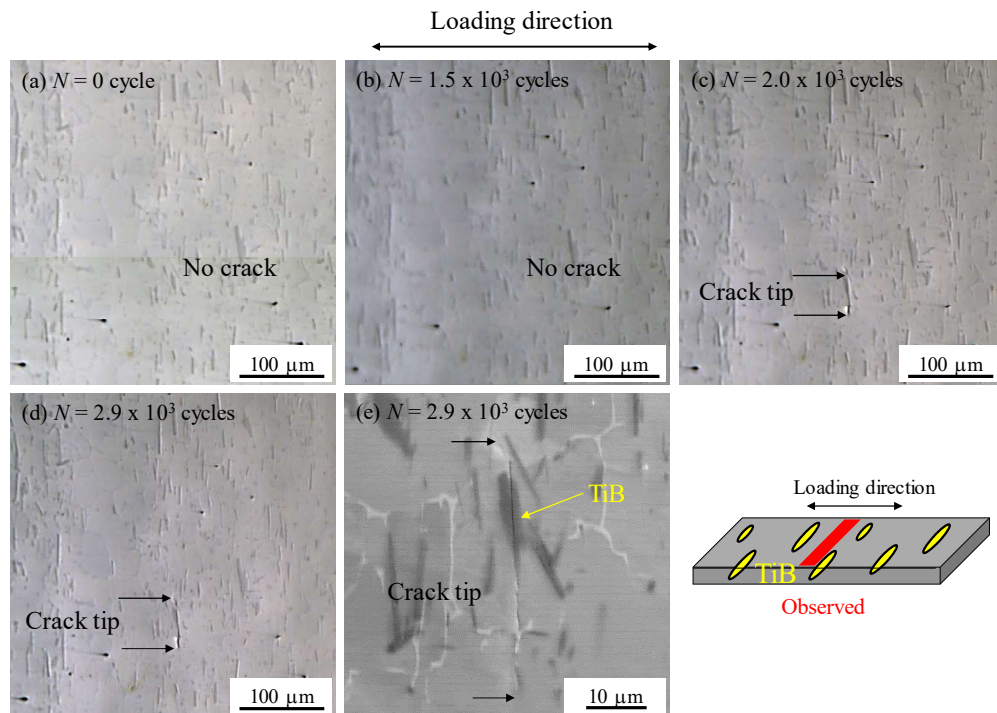


図3 独自に構築した試験システムを用いて取得したき裂観察画像