

TiB粒子強化Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo合金 複合材料の破壊靱性とマイクロ組織

新家 光雄*・高橋 志郎*²・萩原 益夫*³・江村 聡*³・河部 義邦*⁴・金 成俊*⁵

Fracture Toughness and Microstructure in TiB Particulate-reinforced
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo Composites

Mitsuo NIINOMI, Shiro TAKAHASHI, Masuo HAGIWARA, Satoshi EMURA, Yoshikuni KAWABE and Sung-Joon KIM

Synopsis : Fracture characteristics and fracture mechanism of TiB particulate-reinforced Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo composites with various volume fraction of TiB particles fabricated by blended elemental method were investigated by carrying out static and dynamic fracture toughness tests.

Both static and dynamic fracture toughness values decrease with increasing the volume fraction of TiB particles. The dynamic fracture toughness value is fairly smaller than the static fracture toughness value. The ratio of dynamic fracture toughness value to static fracture toughness value increases as the volume fraction of TiB particles increases. The fracture toughness values increases with increasing the degree of crack deflection which is greater under static conditions than under dynamic conditions. The fraction of TiB particles on the fracture surface is greater in the specimen with greater volume fraction of TiB particles, and is greater under dynamic conditions than under static conditions.

Key words : titanium alloy composite ; fracture toughness ; powder metallurgy ; TiB particle.

1. 緒言

チタン合金は軽量で、比強度および耐熱性等に優れるため、省エネルギー型の耐熱材料として期待されている。しかし、最近の機器の高性能化により、より高温での使用が望まれるようになり、セラミックスを強化材とするチタン基複合材料の開発が必要とされるようになってきている。これまでに、SiCあるいはTiC粒子等を強化材とするチタン基複合材料の製造が試みられてきたが、強化材とマトリックスとの反応相の形成が容易で、反応相を起点とする破壊が生じやすい欠点を有していた^{1,2)}。この強化材と反応相との制御は極めて困難であり、マトリックスとの反応を制御しやすい強化材の出現が望まれてきた。このことを満足する強化材としてTiB粒子が見いだされ、TiB粒子を強化材とするチタン基複合材料の開発が注目されるようになってきている^{3,4)}。

このようなセラミックス強化チタン基複合材料の製造プロセスとして、粉末冶金法が期待され、中でも素粉末混合法への期待は高い。素粉末混合法によれば、強化材粒子の均一分散が可能であるとともに、本法はニアネットシェイ

プ成形法であることから低コスト加工プロセスとしても期待できる^{3,4)}。

素粉末混合法によって製造されたTiB粒子強化チタン基複合材料では、摩耗特性、引張強度特性、高温クリープ特性あるいは疲労強度特性が、マトリックスのそれらと比較し、より優れることが報告^{3,5)}されており、高比強度複合材料としての力学的特性が充分期待されるようになってきている。これらの力学的特性は、チタン基複合材料の破壊に対する信頼性を保証する上で重要な因子であると言える。また、本チタン基複合材料の破壊に対する信頼性をさらに保証するためには、破壊靱性を評価することが必要と考えられる。ところが、TiB粒子強化チタン基複合材料に限らず、チタン基複合材料の破壊靱性を評価した例ほとんど見あたらないのが現状である。

このような背景から、本研究では、素粉末混合法により製造した種々の体積率のTiB強化粒子を含有する $\alpha+\beta$ 型チタン合金であるTi-6Al-2Sn-4Zr-2Mo合金の静的および動的破壊靱性を評価し、破壊メカニズムとマイクロ組織との関係を検討することで、本複合材料の破壊に対する信頼性の評価および改善についての基礎的知見を得ることを目的と

平成9年10月15日受付 平成10年1月24日受理 (Received on Oct. 15, 1997; Accepted on Jan. 24, 1998)

- * 豊橋技術科学大学 (Toyohashi University of Technology, 1-1 Hibarigaoka Tempaku-cho Toyohashi 441-8580)
- * 2 豊橋技術科学大学大学院生 (Graduate Student, Toyohashi University of Technology)
- * 3 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals)
- * 4 千葉工業大学 (Chiba Institute of Technology)
- * 5 韓国機械研究院 (Korea Institute of Machinery and Materials)

した。

2. 実験方法

供試材には、素粉末混合法により作製したTi-6Al-2Sn-4Zr-2Mo合金をマトリックスとし、公称0, 10および20vol.%の各体積率のTiB粒子を含有する複合材料を用いた。なお、公称10および20vol.%TiB粒子の各試料のTiB粒子の実測体積含有率は、後で示すように8.2および17.4vol.%であった。本供試料の作製に用いた素粉末混合法では、TiB粒子を含まない試料(A材)を作製する場合325メッシュの極低塩素チタン粉末および母合金粉末を、TiB粒子を含む試料(B材およびC材)を作製する場合325メッシュの極低塩素チタン粉末、母合金粉末および粒径が $2\mu\text{m}$ 以下のTiB₂粒子を所定量混合し、圧縮成形のための冷間静水圧プレス(CIP)処理にて400MPaの圧力を加えた。その後、合金化のため1573Kで10.8ks保持後炉冷する真空焼結を行い、さらに密化のため熱間静水圧プレス(HIP)処理にて1203Kで200MPaの圧力を加える工程を用いた。供試材の化学組成および機械的性質をTable 1に示す。このときの供試材中の酸素含有率は、TiB粒子を含まない場合および含む場合で、それぞれ0.40%および0.45%であり、いずれの場合にも大きな差は認められなかった。しかし、この範囲の酸素量でも、酸素量の増加とともに延性(伸び)が低下し⁹⁾、破壊靱性値の低下をもたらすことの可能性は否定できない。しかし、本研究範囲では、その程度を明確にすることはできず、この点については今後の検討課題である。また、同表には、参考に各供試材の引張強さおよび伸びを併せて示してある。ただし、表のTiB粒子体積率17.4%のC材についての引張強さおよび伸びの値は不明である。

上記素粉末混合法により、A材、B材およびC材の中央部に深さ3mm、幅約0.5mmのスリット付きの静的および動的破壊靱性値測定用試験片を作製したが、本法はニアネットシェイプ成形法であることから、600番までのエメリー紙による試験片表面の湿式研磨を行い、所定の試験片寸法(10×10×55mm)に仕上げた。静的および動的破壊靱性値測定用試験片ともに、スリット先端にASTM E813⁷⁾に準拠して $a_0/W=0.51$ (a_0 :初期き裂長さ、W:試験片幅)となるように疲労予き裂を導入した。

Table 1. Chemical compositions and mechanical properties of alloys.

Alloy	Powder size	Compositions	UTS MPa	El. %
A	325mesh	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	1039	15
B	325mesh	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo/ 8.4vol.%TiB	1228	2
C	325mesh	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo/ 17.4vol.%TiB	—	—

静的3点曲げ破壊靱性試験(以後、静的破壊靱性試験)は、容量9.8kNのインストロン型試験機を用い、クロスヘッド速度 $5.0\times 10^{-6}\text{m/s}$ で、室温の大気中にて行った。荷重は試験機のロードセルにより測定し、変位は試験治具の荷重点に設定したナイフエッジに取り付けたクリップゲージにより測定した。

動的3点曲げ破壊靱性試験(以後、動的破壊靱性試験)は、容量14.7Jのコンピュータ援用計装化シャルピー衝撃試験システム(CAIシステム)⁸⁾を用い、衝撃速度1.37~3.31m/sで、室温の大気中にて行った。なお、この範囲の衝撃速度での破壊靱性値への影響は無視できることを確認している。

静的および動的破壊靱性試験ともに、き裂発生点の検出には、コンプライアンス変化率法⁹⁾を用い、き裂発生点での弾塑性破壊力学に基づくJ積分値、すなわち静的破壊靱性値($J_{in(s)}$)および動的破壊靱性値($J_{in(d)}$)をRiceの簡便式⁹⁾により算出した。なお、 $J_{in(s)}$ および $J_{in(d)}$ は、各々ASTMのvalid条件を満たすが、き裂発生点での破壊靱性値であることおよび本複合材料に関する破壊靱性値の有効性判定基準が必ずしも確立されていないと考えられることから、本研究では有効な静的および動的破壊靱性値を表す J_{ic} および J_{id} と表記することは避けた。

静的および動的破壊靱性試験後の試験片の破面観察は、試験片破面をアセトンで洗浄後、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて行った。また、破面中に見られるTiB粒子の面積率の測定は、試験片破面上の任意の5箇所について画像解析装置を用いて行った。

き裂の実長(有効き裂長さ¹⁰⁾)の測定は、試験片側面を1500番までのエメリー紙による湿式研磨およびバフ研磨により鏡面仕上げ後、2%フッ酸および8%硝酸の1:1混合水溶液で腐食し、き裂側面をSEMを用いて写真撮影した後、その写真上で行った。

各試料のマイクロ組織観察は、各試験後の試験片端部より、所定の寸法の組織観察用試料を切り出し、その試料の任意の表面につき1500番までのエメリー紙による湿式研磨およびバフ研磨により鏡面仕上げ後、2%フッ酸および8%硝酸の1:1混合水溶液で腐食し、光学顕微鏡およびSEMを用いて行った。

各試料のTiB粒子の体積含有率は、マイクロ組織写真につき、画像解析装置を用いて測定した。このときの測定点は、組織観察用試料の任意の表面の各5箇所について測定を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 ミクロ組織

本供試材であるA材、B材およびC材のSEM組織写真をFig. 1に示す。なお、組織中の矢印AはTiB粒子を示す。

A材の組織は、針状の α 相と β 相とがラメラを形成し、

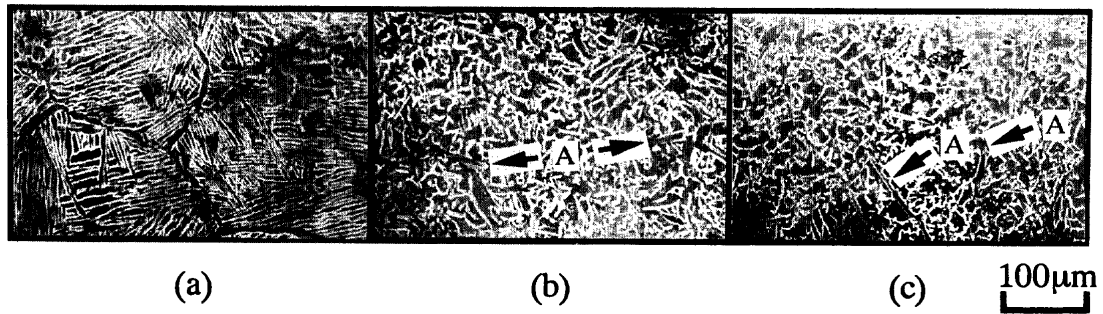


Fig. 1. SEM micrographs of (a) : Material A (0%TiB), (b) : Material B (8.2%TiB) and (c) : Material C (17.4%TiB).

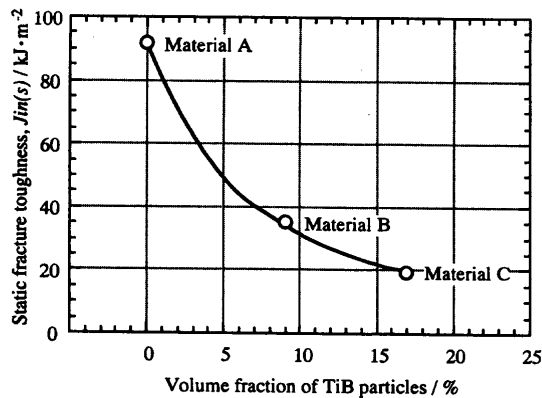


Fig. 2. Effect of volume fraction of TiB particles on static fracture toughness, $J_{In(s)}$.

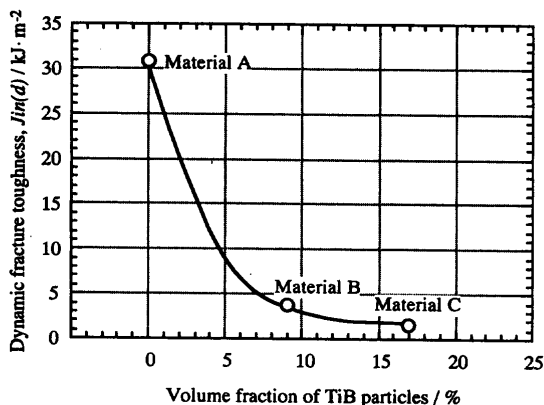


Fig. 3. Effect of volume fraction of TiB particles on dynamic fracture toughness, $J_{In(d)}$.

ほぼ同一方位に成長しているコロニー組織からなっており、旧 β 粒界に α 相が連続して析出している。

B材およびC材の母相の組織もA材とほぼ同様にコロニー組織を呈しているが、それらの寸法はA材に比べて小さく、TiB粒子含有量のより多いC材で最も小さい。TiB粒子の形状は、細長い棒状あるいは針状であり、その軸方向の長さは約10~100 μm 程度で、幅は約1~2 μm 程度である。また、TiB粒子は、試料中にはほぼ均一に分散し、その配向は一様ではなく、種々の方向に向いて存在している。

3・2 静的および動的破壊靱性値

各試料の静的($J_{In(s)}$)および動的($J_{In(d)}$)破壊靱性値とTiB粒子の実測体積率との関係をFig. 2およびFig. 3にそれぞれ示す。静的および動的破壊靱性値ともに、TiB粒子の体積率

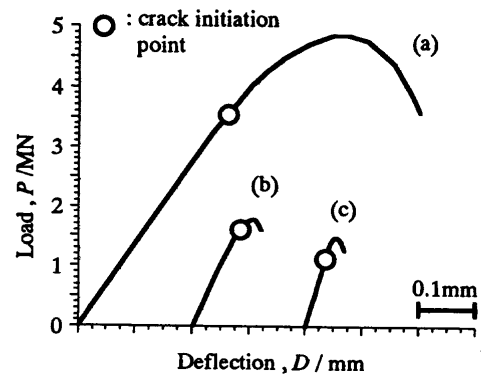


Fig. 4. Effect of volume fraction of TiB particles on load-deflection curves in static fracture toughness tests.

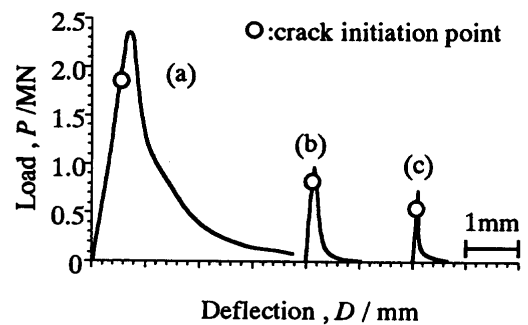


Fig. 5. Effect of volume fraction of TiB particles on load-deflection curves in dynamic fracture toughness tests.

の増大に伴い減少する傾向にある。さらに、動的破壊靱性値の方が静的破壊靱性値に比べ、より小さな値を示す傾向にある。

Fig. 4およびFig. 5にそれぞれ静的および動的破壊靱性試験で得られた各試料の荷重-荷重点変位曲線を示す。各荷重-荷重点変位曲線上の丸印は、コンプライアンス変化率法により決定されたき裂発生点での荷重および荷重点変位であることを示している。

静的破壊靱性試験では、TiB粒子を含有しない試料(A材)の荷重-荷重点変位曲線は、非線型部分、すなわち塑性変形挙動が顕著に認められるが、TiB粒子を含有した試料(B材およびC材)になると塑性変形挙動が極めて不明瞭となっている。TiB粒子を含有した試料のき裂発生点までの荷重および荷重点変位は、TiB粒子を含有しない試料のそれらに比べ、

著しく低下しており、TiB粒子含有率のより高い試料でこの傾向がより強いことがわかる。すなわち、荷重および荷重点変位はそれぞれ応力および延性の指標となるので¹¹⁾、TiB粒子の含有により、低応力-低延性破壊傾向が強まることがわかる。

一方、動的破壊靱性試験でのTiB粒子を含有しない試料(A材)の荷重-荷重点変位曲線は、静的破壊靱性試験でのそれと比較して、塑性変形部分が極めて不明瞭となり、き裂発生点までの荷重および荷重点変位の両者が極めて小さくなっていることがわかる。すなわち、静的条件下の場合に比べ、動的条件下では低応力-低延性破壊傾向が極めて強まっていることになる。さらに、TiB粒子含有率の増加に伴って、この傾向がより強まってゆくことがわかる。

一般に、金属材料等の動的破壊靱性値は、静的破壊靱性値に比べ、より小さくなると言える¹²⁾。しかし、チタン合金では動的負荷により破壊靱性値が上昇することが言われている¹³⁾。そこで、動的破壊靱性値の静的破壊靱性値に対する割合($J_{in(d)}/J_{in(s)}$)とTiB粒子含有率との関係をFig. 6に示す。マトリックスに相当するTiB粒子を含有しない試料(A材)の場合では、 $J_{in(d)}/J_{in(s)}$ が約0.33であり、動的破壊靱性値は静的破壊靱性値の1/3程度になっている。さらに、 $J_{in(d)}/J_{in(s)}$ の値は、TiB粒子含有体積率の増大とともに、低下する傾向を示しており、TiB粒子含有体積率のより大きな試料の方が、

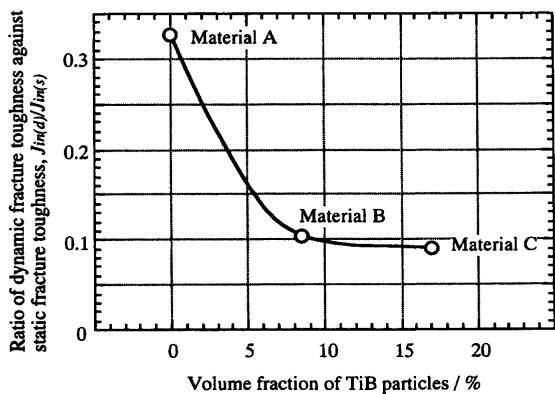


Fig. 6. Relationship between ratio of dynamic fracture toughness, $J_{in(d)}$, against static fracture toughness, $J_{in(s)}$, and volume fraction of TiB particles.

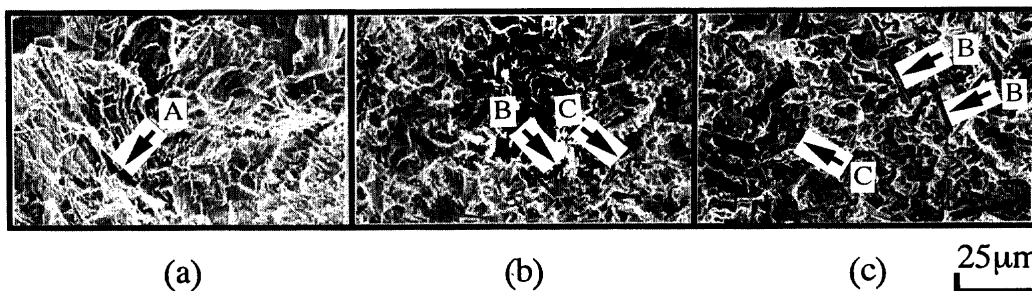


Fig. 7. SEM fractographs of (a) : Material A (0%TiB), (b) : Material B (8.2%TiB) and (c) : Material C (17.4%TiB) instatic fracture toughness tests. Arrows A,B and C show secondary cracks, separated TiB particles and shear fractured TiB particles, respectively.

動的負荷に対して、より低い破壊抵抗を示すことになることがわかる。このことは、動的条件下で、TiB粒子がき裂の発生および連結をより促進する役割を果たすことを示唆している。

3・3 破面形態

各試料の静的破壊靱性試験後の破面のSEM写真をFig. 7に示す。TiB粒子を含有しない試料(A材)では、主き裂の他に、矢印Aで示す微小な2次き裂(マイクロクラック)がTiB粒子含有試料(B材およびC材)に比べ多く観察される。これらのマイクロクラックは、ラメラ界面、コロニー粒界および旧 β 粒界などで生じていると考えられ、応力緩和をもたらし、破壊靱性値の向上に寄与すると考えられる¹⁴⁾。また、後述するき裂の偏向の原因ともなり、さらに破壊靱性値の向上に寄与すると言える。したがって、これらのことは、TiB粒子を含有しない試料の破壊靱性値がより高いことの原因に挙げられる。TiB粒子含有試料(B材およびC材)の破面は、TiB粒子を含有しない試料(A材)に比べ、マイクロクラックの形成は極めて少なく、かなり平滑となり、TiB粒子の含有率が高いほど平滑度が増している。また、TiB粒子含有試料の破面には矢印Bで示される剥離したと思われる細長い針状のTiB粒子あるいはそれらが脱落した痕跡が観察される。さらに、矢印Cで示されるようにせん断されたTiB粒子も観察される。これらの破面上で観察されるTiB粒子の量は、TiB粒子の含有量の多い試料程多いようである。

各試料の動的破壊靱性試験後の破面のSEM写真をFig. 8に示す。上述した静的条件下での破面に比べ、いずれの試料の場合にも、より平滑な破面となっている。その平滑度はTiB粒子含有率が増大するほど大きくなる。すなわち、破壊靱性値は、破面の平滑度が低下すると増大する傾向にあることになる。また、破面上に矢印Aで示される剥離したと思われる細長い針状のTiB粒子およびその痕跡ならびに矢印Bで示されるせん断されたTiB粒子が上述した静的条件下の破面の場合と同様に観察されるが、それらの量は静的条件下の場合に比べ、より多くなっているようである。また、静的条件下でTiB粒子を含有しない試料の場合に比較的多く観察されたマイクロクラックは、TiB粒子を含有しない試料でも極めて少なくなっている。

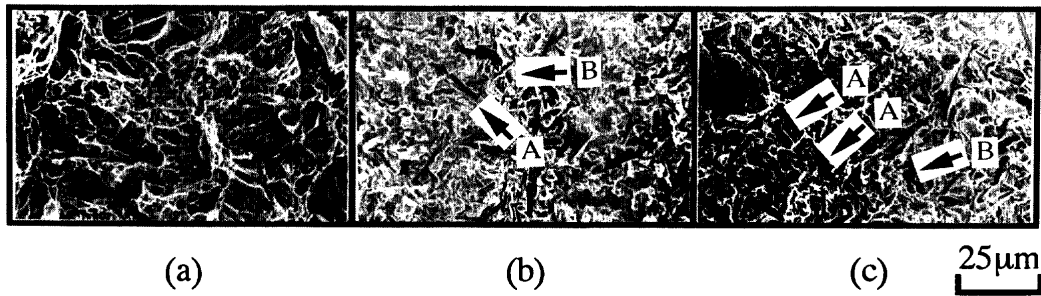


Fig. 8. SEM fractographs of (a) : Material A (0%TiB), (b) : Material B (8.2%TiB) and (c) : Material C (17.4%TiB) in dynamic fracture toughness tests. Arrow A and B show separated TiB particles and shear fractured TiB particles, respectively.

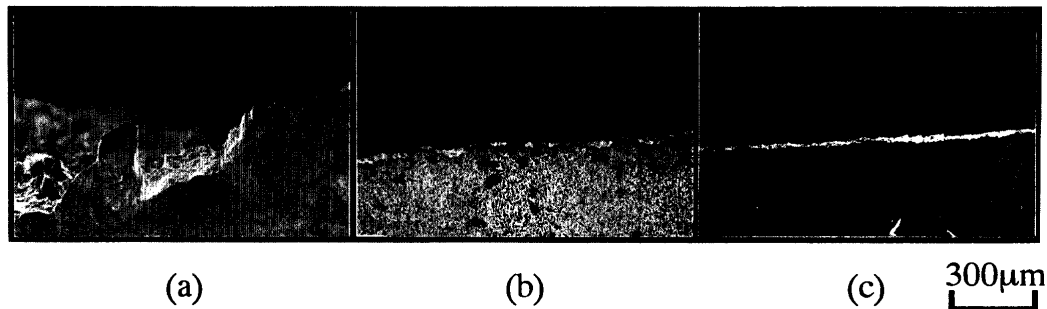


Fig. 9. SEM micrographs of cross-sections of fracture surfaces of (a) : Material A (0%TiB), (b) : Material B (8.2%TiB) and (c) : Material C (17.4%TiB) in static fracture toughness tests.

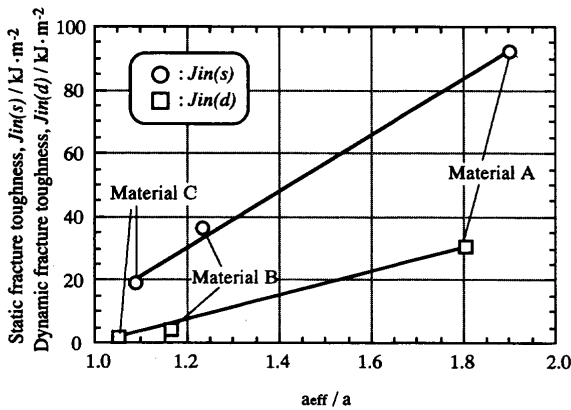


Fig. 10. Relationship between static fracture toughness, $J_{in(s)}$, dynamic fracture toughness, $J_{in(d)}$, and effective crack length per unit length, a_{eff}/a .

以上から、破壊靱性値は、破面の平滑度が增大する程低下し、破面上のTiB粒子の量が増大する程低下する傾向にあることになる。

3・4 有効き裂長さ と 破壊靱性値

上述したように、破面の平滑度と破壊靱性値との間に定性的な相関性を見いだした。破面の平滑度は、き裂の偏向度に対応していると考えられる。そこで、各試料の破面側面を観察した所、Fig. 9に静的破壊靱性試験後の各試料の破面側面で代表して示すように、き裂の偏向度はTiB粒子の含有量の多い試料程、すなわち破壊靱性値の小さい程、大きくなる傾向が観察される。このき裂偏向度は、動的条件下の方が、静的条件下に比べ、より小さい傾向も認められ

る。き裂の偏向度が大きいほど、き裂が実際に進んだ距離が大きくなり、破壊靱性値の向上につながる。そこで、静的および動的破壊靱性試験後の各試料破面側面について、見かけのき裂進展量(a)に対する実際のき裂進展量(有効き裂進展量: a_{eff})の比(a_{eff}/a)を計測し、それと静的および動的破壊靱性値との関係をFig.10に示す。静的および動的破壊靱性値ともに、 a_{eff}/a の増大とともに増大する傾向にあることがわかる。また、 a_{eff}/a は静的条件下の方が動的条件下に比べ大きく、静的破壊靱性値の方が動的破壊靱性値より大きいことと対応している。

3・5 破面上のTiB粒子量と破壊靱性値

破面観察により、破壊靱性値と破面上で観察されるTiB粒子の量との間に定性的な相関性を見いだした。そこで、破壊靱性値と破面上に占めるTiB粒子の割合を算出した結果との関係をFig.11に示す。静的および動的破壊靱性値ともに、破面上に占めるTiB粒子の割合が増大するとともに低下する傾向にあることがわかる。また、動的条件下の方が、静的条件下に比べ、破面上に占めるTiB粒子の割合が大きいことも明白にわかる。

3・6 破壊のメカニズム

チタン合金の針状 α 組織での主な靱化メカニズムとしては、マイクロクラック発生による応力緩和、マイクロクラックが3次元的にせん断されることにより連結する、いわゆるシェアリガメントの形成およびき裂の偏向による有効応力拡大係数の低下が挙げられる¹⁴⁾。また、これらのメカニズムは、組織が粗大である方がチタン合金の靱化により有効で

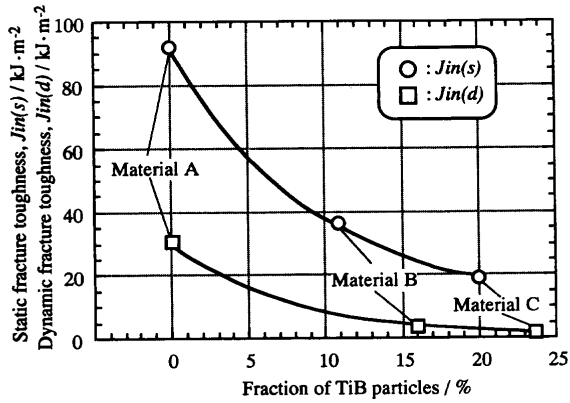


Fig. 11. Relationship between static or dynamic fracture toughness and fraction of TiB particles appeared on fracture surface.

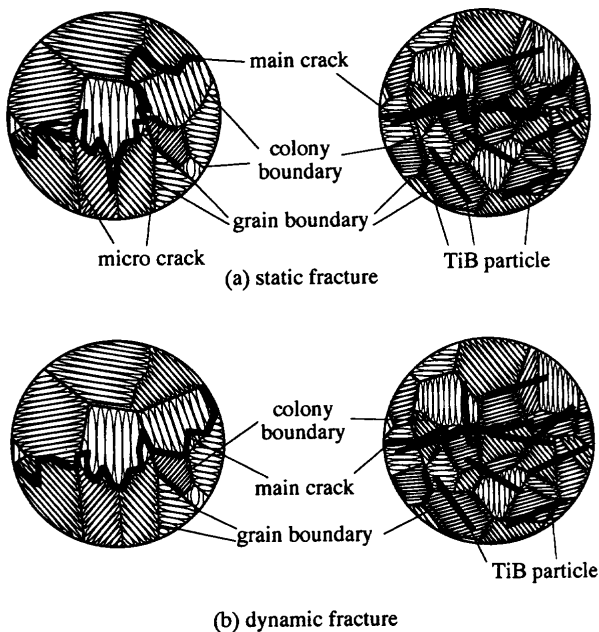


Fig. 12. Schematic illustrations of mechanisms in (a) static fracture and (b) dynamic fracture.

あることがわかっている¹⁴⁾。TiB粒子含有試料では、前述したように母相のマイクロ組織が微細になっており、このことは靱化に有効なマイクロクラックの形成を阻害し、上記の靱化メカニズムが有効に作用しなくなることにつながる。さらに、TiB粒子の剝離およびせん断が認められたことから、本複合材料では、TiB粒子への応力集中が生じ、TiB粒子とマトリックス界面で剝離が生じ、TiB粒子のせん断も容易であろうと思われる。したがって、TiB粒子のき裂進展への抵抗はかなり小さく、容易にき裂が進展を開始すると考えられる。TiB粒子の剝離はき裂進展経路を提供すると考えられるので、き裂の偏向も極めて少なくなると考えられる。したがって、TiB粒子含有率が高まれば、この傾向はより大きくなると言えよう。この破壊メカニズムを模式的に表すと Fig.12(a)のようになろう。動的条件下では、局所応力集中

が静的条件下に比べて、より高まることから、より狭い領域でのTiB粒子の剝離およびせん断傾向が高まることによりき裂進展経路が提供され、マイクロクラックの形成も抑制されるようになるので (Fig.12(b)), 上記傾向がより高まり破壊靱性値がより低下すると推察される。

4. 結言

素粉末混合法により製造したTiB粒子の含有体積率の異なるTiB粒子強化Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo合金基複合材料について、静的および動的破壊靱性試験を行い、破壊特性および破壊メカニズムを検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) 静的および動的破壊靱性値は、TiB粒子含有量が增大する程低下する。
- (2) 動的破壊靱性値は、静的破壊靱性値に比べ、かなり小さく、その低下率はTiB粒子の含有量が多い程大きくなる。
- (3) き裂の偏向度が大きい程、破壊靱性値が増加する傾向にあり、動的条件下に比べ、静的条件下で破壊した場合の方がき裂の偏向度が大きい。
- (4) TiB粒子の破面上に占める割合は、TiB粒子含有量の多い試料程大きく、静的条件下に比べ、動的条件下での破面上でより大きい。

文 献

- 1) S.Abkowitz, P.Weihrauch and S.Abkowitz: Titanium'92, Titanium Science and Technology, ed. by F.H.Froes and I. Caplan, TMS, Warrendale (1993), 2511.
- 2) E.N.T.Jong, H.M.Flower and D.R.F.West: Titanium'92, Titanium Science and Technology, ed. by F.H.Froes and I.Caplan, TMS, Warrendale, (1993), 2561.
- 3) T.Saito, T.Furuta and H.Takamiya: Recent Advances in Titanium Metal Matrix Composites, ed. by F.H. Froes and J.Storer, TMS, Warrendale, (1995), 33.
- 4) M.Hagiwara, S.Emura, Y.Kawabe, N.Arimoto and S.Mori: Metallurgy and Technology of Practical Titanium Alloys, ed. by S.Fujishiro, D.Eylon and T.Kishi, TMS, Warrendale (1994), 363.
- 5) T.Saito, T.Furuta and T.Yamaguchi: Metallurgy and Technology of Practical Titanium Alloys, ed. by S.Fujishiro, D. Eylon and T.Kishi, TMS, Warrendale, 351.
- 6) S.Lampman: Metals Handbook 10th ed., Vol.2, ASM, Ohio, (1990), 592.
- 7) ASTM Designation E813-89, Standard Test for J_{IC} , A Measure of Fracture Toughness, ASTM, Philadelphia, (1989).
- 8) T.Kobayashi, I.Yamamoto and M.Niinomi: J.Test. Eval., **22** (1993), 145.
- 9) J.R.Rice, P.C.Paris and J.G.Merkle: ASTM STP, **536** (1973), 231.
- 10) 新家光雄, 小林俊郎, 岩井昌彦, 広田友昭, J.C.Williams, A.W. Thompson: 日本金属学会誌, **56** (1995), 708.
- 11) 小林俊郎, 新家光雄: 材料, **36** (1987), 831.
- 12) 新家光雄, 安達 貢, 小林俊郎: 軽金属, **36** (1986), 215.
- 13) 宇野照生, 新家光雄: 日本金属学会会報, **27** (1988), 631.
- 14) M.Niinomi and T.Kobayashi: Mat. Sci. Eng. A, **A213** (1996), 16.