

TiB 粒子強化 Ti 基複合材料の強度の歪み速度依存性

大迫 和久*・戸田 裕之*²・小林 俊郎*²

Strain Rate Dependency of Strength in TiB Particle Reinforced Ti Matrix Composite

Kazuhisa OSAKO, Hiroyuki TODA and Toshiro KOBAYASHI

Synopsis : In this study, TiB particle reinforced Ti matrix composite has been produced using a relatively new powder metallurgy process, the spark plasma sintering and its tensile properties have been investigated over a wide strain rate range. It has been clarified that tensile strength increases moderately with an increase in the strain rate below $\dot{\epsilon} \approx 10^3 \text{ s}^{-1}$, and subsequently increases rapidly above it. This tendency is interpreted in terms of the Eshelby equivalent inclusion method.

The analytical results have suggested that the strain rate dependency of strength is simply attributable to that of unreinforced matrix and no extra effects due to the addition of TiB particles are observed. The analysis also reveals that the lower bound estimate of the strength of the TiB particle is several thousand MPa which exceeds that of SiC particle reported in earlier studies. It can be concluded that the TiB particle is excellent in its in-situ strength and interfacial compatibility with the Ti matrix.

Key words: Ti matrix composite; powder metallurgy; strain rate dependency; Eshelby equivalent inclusion method.

1. 緒言

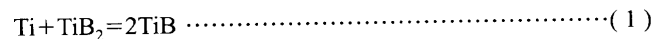
Ti合金は軽量で、比強度、耐食性に優れ、宇宙・航空、自動車等の汎用輸送機器や医用機器などに使用されている。さらに、耐熱性の改善、比強度、比弾性率の向上のために、セラミックスで強化するTi基複合材料の研究も進められている¹⁾。例えば、一般的によく用いられるTiB粒子強化Ti基複合材料では、これまでに引張強さ、弾性率、耐摩耗特性、高温クリープ特性、および疲労強度特性が報告されており¹⁻⁶⁾、現在では自動車の耐熱部品等に実際に使用されている。ところで、構造物や部品が高速化、軽量化している今日、安全性の保障や最適設計のためには、動的・衝撃負荷下の力学的性質を理解しておく必要がある。しかし、この評価は、振動波の重畳や応力波の散乱、反射等により、困難がともなう。実際、Tiをマトリックスとする複合材料の動的負荷下の挙動は報告されていない。

本研究では、粉末冶金法によりTiB粒子強化Ti基複合材料を作製し、準静的および高速引張試験を行うとともに、TiBのTi基複合材料の強化材としての妥当性を評価した。

2. 実験方法

出発原料は、平均粒径45 μm の純Ti粉末、および平均粒径が1.7 μm のTiB₂粒子である。まず、振動型ボールミルを用い、粉末と粉碎ボール(SUS304)の重量比1:26、振動速度15.7 Hz、全振幅5 mm、混合時間25.2 ksの条件で粉末の

混合を行った。粉末の調合は、全TiB₂が下記の反応式でTiBとなった時に20 vol%となるよう行った。



得られた混合粉末を放電プラズマ焼結(SPS)装置にて固化した。焼結は、8 Paの雰囲気中、焼結温度1323K、加圧力49 MPa、保持時間600 sで行った。ピレットサイズは $\phi 30 \times h 10 \text{ mm}$ である。次に、ピレットの真密度を向上させるため、1155Kで熱間圧延を施した。その後、1073Kで3.6 ksだけ焼鈍処理を施した。

以上のように作製した材料に対して、アルキメデス法による密度測定⁷⁾、X線回折、ミクロ組織観察、室温~673Kの温度範囲でのビッカース硬さ試験および室温での引張試験を行った。引張試験時の歪み速度は、 $10^{-4}/\text{s} \sim 10^3/\text{s}$ の範囲で4条件とした。静的引張試験は、容量98 kNのインストロン万能試験機を用い、クロスヘッド速度 $8.6 \times 10^{-6} \text{ m/s}$ 、室温・大気中で行った。荷重は試験機のロードセル、歪みは標点間の小幅部に貼付した歪みゲージより検出した。

高速引張試験は容量49 kNの電気油圧式サーボ式高速負荷試験機を用い、負荷速度は1および12 m/sとした。標点間の歪みは、静的引張試験時と同じ方法で検出した。また、荷重値は大幅部に貼付した歪みゲージより求めた。Fig. 1は、以上の3条件で用いた試験片形状である。

歪み速度が最も高い引張試験にはホプキンソンバー式高速衝撃試験機を用い、負荷速度30 m/s、室温・大気中で行った。Fig. 2には、その時の試験片形状を示す。荷重、

平成13年4月17日受付 平成13年5月28日受理 (Received on Apr. 17, 2001; Accepted on May 28, 2001)

* 豊橋技術科学大学大学院生 (Graduate Student, Toyohashi University of Technology)

*² 豊橋技術科学大学 (Toyohashi University of Technology, 1-1 Hibarigaoka Tempaku-cho Toyohashi 441-8580)

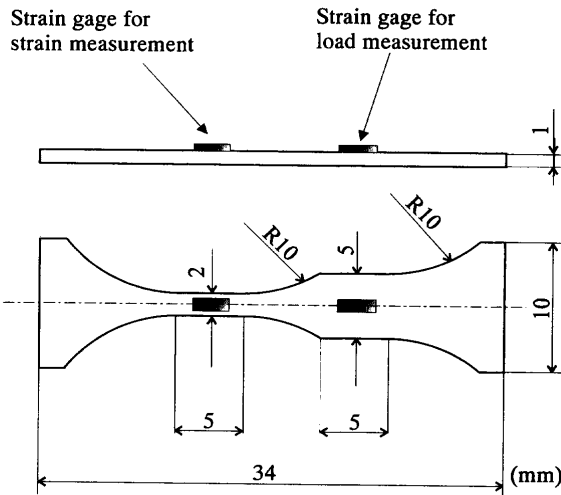


Fig. 1. Geometry of a specimen for the static and impact tensile tests.

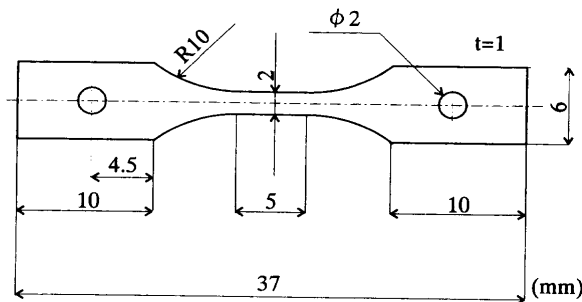


Fig. 2. Geometry of a specimen for the impact test using the tensile type split-Hopkinson bar apparatus.

歪み，歪み速度は，入出力棒より検出された歪みパルスから次元波動伝播理論⁸⁾に基づいて算出した。

また，引張試験結果の妥当性を評価するため，Eshelbyの等価介在物法による解析を行った。等価介在物および平均場の考え方によれば，複合材料中の粒子の応力は式(2)で表わされる。

$$\bar{\sigma}_0 + \bar{\sigma} = \bar{C}_p \cdot (\bar{\epsilon}_0 + \bar{\epsilon} + \bar{\epsilon}_p) = \bar{C}_m \cdot (\bar{\epsilon}_0 + \bar{\epsilon} + \bar{\epsilon} - \bar{\epsilon}^*) \dots \dots \dots (2)$$

$\bar{\sigma}_0$ は外部応力， $\bar{\sigma}$ は内部応力， \bar{C}_p と \bar{C}_m はそれぞれ粒子とマトリックスの剛性テンソル， $\bar{\epsilon}_0$ は外部負荷によるひずみ， $\bar{\epsilon}$ は粒子の存在による平均ひずみ， $\bar{\epsilon}_p$ は粒子の存在によるひずみの乱れ分， $\bar{\epsilon}_m$ はマトリックスの塑性歪， $\bar{\epsilon}^*$ は未知のeigenひずみである。これにEshelbyテンソルを導入し，Von Misesの降伏条件，Tayaらによる⁹⁾マトリックスの塑性変形によるエネルギー散逸と全ポテンシャルエネルギーの変化とのバランスの考え方を使って，複合材料の降伏応力，粒子の応力等が求められる。詳細は他報⁹⁾と同じであり，省略する。

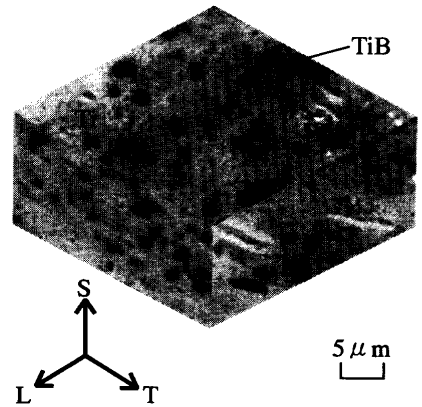


Fig. 3. A SEM micrograph of the Ti/20vol%TiB composite.

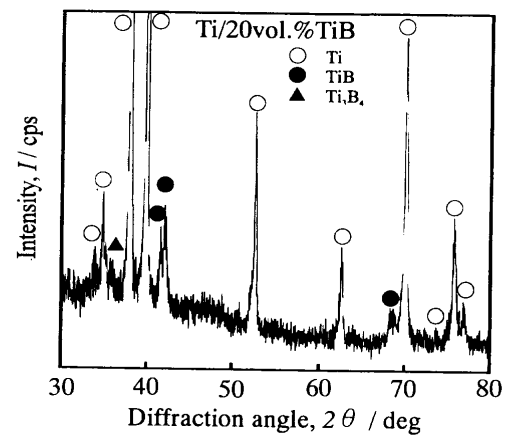


Fig. 4. X-ray diffraction patterns.

3. 実験結果および考察

3.1 供試材の詳細

Fig. 3に供試材のマイクロ組織を示す。塊状の強化材粒子が微細かつ均一に分散している。画像解析より求めた粒子の平均粒径は2.1 μmであった。粒子には，特に配向性や凝集は認められなかった。

X線回折結果をFig. 4に示す。強化材からのピークは，ほぼ反応生成したTiBのみであるが，極く一部に，Ti₃B₄と思われるピークも認められた。なお，粉末ないし焼成中の酸化に由来するTiO，TiO₂などのピークは認められなかった。

Fig. 5には焼結のまま，および熱間圧延後のビッカース硬さと相対密度を示す。相対密度は，Ti，TiBの密度をそれぞれ4.51および5.26 g/cm³¹⁰⁾等とし，TiB₂がすべてTiBに変化したものとして求めた。焼結体の硬さは630 Hv，相対密度は98.8%であったが，熱間圧延を施すことにより，ビッカース硬さは約5%，相対密度も99.9%にまで上昇した。なお，熱間圧延材でも，S-T，L-TおよびS-L面のビッカース硬さは，ほぼ同じ値を示した。

Fig. 6は，300~673Kの範囲でビッカース硬さを測定し

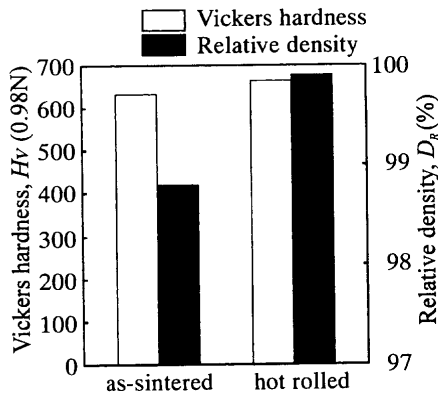


Fig. 5. Vickers hardness and relative density in the Ti/20vol%TiB composite.

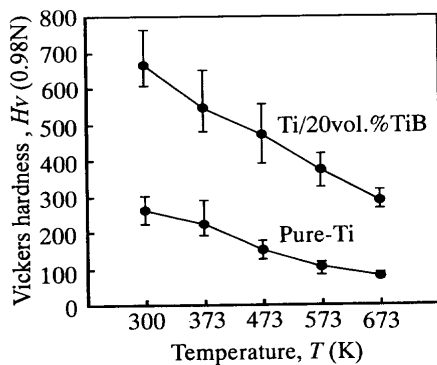


Fig. 6. Variations of Vickers hardness as a function of temperature.

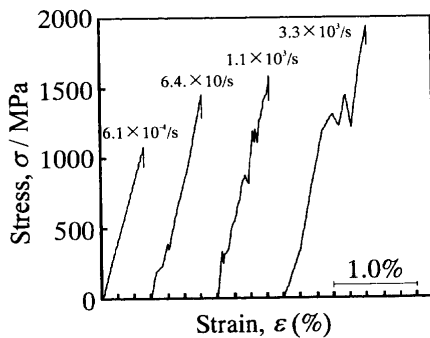


Fig. 7. Tensile stress-strain relationships of the Ti/20vol%TiB composite at various strain rates.

た結果である。それぞれの供試材は温度上昇にともない、ビッカース硬さは減少した。ここで、Ti/20vol%TiBと純Ti単味のものの硬さを比較すると、室温では約2倍あるが、温度上昇にともないその差は増加し、673Kにおいては約3倍となった。これより、供試材では、TiB粒子の分散による高温強度の向上が予測される。

3.2 引張強度の歪み速度依存性

Fig. 7は、各歪み速度下での応力-歪み関係である。負荷速度 8.6×10^{-6} m/sの準静的負荷時の歪み速度は 6.1×10^{-4} /sであり、1, 12, 30 m/sの高速負荷下では、それぞれ 6.4×10^0 , 1.1×10^3 および 3.5×10^3 /sであった。供試材では引

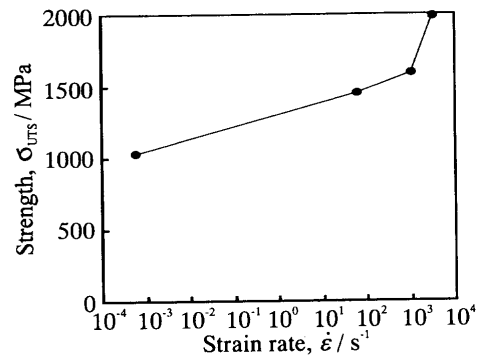


Fig. 8. Ultimate tensile strength as a function of strain rate in the Ti/20vol%TiB composite.

張強さが1000 MPa以上と高いものの、すべての歪み速度下でほとんど巨視的な塑性変形をともなわずに破断した。また、歪み速度が変化しても、ヤング率はほとんど変化していない。

Fig. 8は、歪み速度と引張強さの関係である。引張強さは、歪み速度が 10^3 /sまでは緩やかに、それ以上では急激に増加している。

4. 考察

前節と同じ条件で実測した純Tiのヤング率は、各条件とも106.5 GPa、降伏強さは、歪み速度が 6.1×10^{-4} , 6.4×10^0 , 1.1×10^3 , 3.5×10^3 /sの時に、それぞれ670.6, 1222.3, 1445.0 および1458.3 MPaであった。Table 1は、これらのデータを用いて式(2)により求めた複合材料の降伏強さの予測である。表中には、実測した複合材料の最大引張強さも示している。Fig. 7に示すように、ほとんど塑性変形をともなわない応力-歪関係が得られているので、引張強度の実測値を降伏応力と見なして整理・比較した。実測値と予測値の良い相関は、複合材料の強度の歪み速度依存性がマトリックスのそれに起因しており、強化材の存在が複合材料の歪み速度依存性に及ぼす効果は特に認められないことを意味している。

ところで、歪み速度依存性を正当に評価するためには歪み速度急変試験などが必要となるが、本研究ではマトリックスTiの歪み速度依存性を簡便に調べるため、異なる歪み速度の時の0.2%耐力を用いてこれを評価する。次の(3)式により、歪み速度敏感性： m および活性化体積： V^* を求めると、 $\dot{\epsilon}_1 = 6.4 \times 10^1$, $\dot{\epsilon}_2 = 6.4 \times 10^3$ の時に $m = 78$ MPa, $V^*/b^3 = 9.5$ (b はバーガースベクトル)となる。

$$V^* = MkT(\Delta \ln \dot{\epsilon} / \Delta \sigma) = MkT/m \dots \dots \dots (3)$$

ここで、 M はテイラー因子で純Tiでは5.0¹¹⁾、 k はボルツマン定数、 T は温度、 $\Delta \ln \dot{\epsilon}$ は歪み速度差、 $\Delta \sigma$ は変形応力(ここでは0.2%耐力)の差である。 m 値は、純Tiに対して報告されている常温での値(20~30 MPa)に比べて大きく、

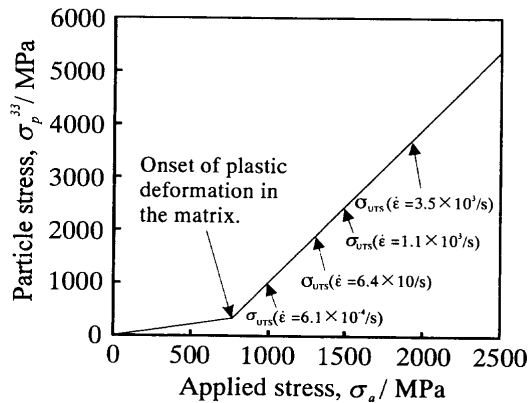


Fig. 9. Prediction of axial stress inside a particle in the direction of an applied stress. TiB volume fraction and aspect ratio were assumed to be 20% and unity, respectively.

Table 1. Comparison of composite yield strengths between the experiments and the prediction by the Eshelby equivalent inclusion method over a wide strain rate range.

Strain rate (s ⁻¹)	(MPa)	
	σ_y (Experiment)	σ_y (Prediction)
6.1×10^{-4}	1028	780
6.4×10	1447	1422
1.1×10^3	1546	1681
3.5×10^3	1981	1696

Ti-5%Al合金やTi-Mo合金に対して報告されている値に近い¹²⁾。これは、供試材は粉末冶金法によるため、固溶酸素、微細分散酸化物などの影響により歪み速度感性が高くなっているものと考えられる。

Fig. 9は、Table 1と同様に予測した負荷応力と強化材粒子の応力の関係である。マトリックスが塑性変形を開始すると、強化材粒子の応力が急激に上昇する。また、歪み速度が $3.5 \times 10^3/s$ の時の引張強度に相当する負荷応力に対して、強化材粒子の応力は約4000 MPaと高い値になる。これは、アルミニウム等の強化材としてよく用いられるSiC粒子の強度が800~1200 MPa程度¹³⁾ないし2000 MPa程度¹⁴⁾と報告されているのと比べても、十分に高い値である。Fig.10は、この歪み速度下での引張試験後の横断面をSEMにより観察したものである。一般に粒子の破断等があればエッジ効果により感度よく検出できるが、ここではTiB粒子の損傷あるいはTiB粒子/Tiマトリックス界面の剥離は、破面の直下では認められない。これは、粒子および界面の強度は十分に高く、主き裂の発生と伝播に先立って粒子の破断や界面の剥離等の損傷はほとんど生じないことを示唆している。従ってTiB粒子のin-situ強度は、この歪み速度下で少なくとも4000 MPa以上であると予測される。よって、TiB粒子は、Tiをマトリックスとした複合材料の強化材として良好な界面の整合性と十分なin-situ強度を有する良好な構成素材であると結論される。

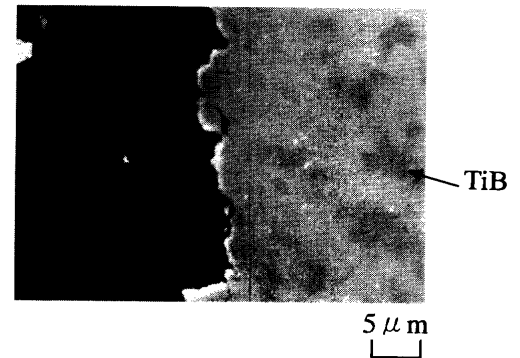


Fig. 10. Cross sectional SEM image of a fracture surface in the Ti/20vol%TiB composite. Strain rate was $3.5 \times 10^3/s$.

5. 結言

放電プラズマ焼結により作製したTiB粒子強化Ti基複合材料の強度の歪み速度依存性を調査した。歪み速度の増加にともない、引張強さは増加した。これは、Tiマトリックスの歪み速度依存性に起因するものである。TiBは数GPa以上のin-situ強度を有し、Tiマトリックスとの整合性も良いことから、Tiの強化材としてふさわしいものと結論される。

最後に、放電プラズマ焼結に御協力いただいた静岡県浜松工業技術センターの大竹正寿氏、佐藤憲治氏、および論文のまとめに協力された学生の萩原聖一君に感謝いたします。

文 献

- 1) T.Saito, T.Furuta, H.Takamiya and T.Yamaguchi: *Materia Jpn.*, **34** (1995), 611.
- 2) T.Furuta, A.Yamada, H.Takamiya and T.Saito: *CAMP-ISIJ*, **10** (1997), 1337.
- 3) H.Takamiya, T.Furuta, F.Nonomura and T.Saito: *CAMP-ISIJ*, **10** (1997), 1338.
- 4) Y.Do, C.Hayashi and T.Nagae: *Res. Toyama Ind. Technol. Center*, **27** (1996), 30.
- 5) S.Emura, M.Hagiwara and Y.Kawabe: *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metall.*, **43** (1996), 73.
- 6) M.Kobayashi, K.Funami, S.Suzuki and C.Ouchi: *Mater. Sci. Eng.*, **243** (1998), 279.
- 7) ASTM, E399-83.
- 8) T.Yokoyama: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **45** (1996), 785.
- 9) M.Taya, Y.Furuya, Y.Yamada, R.Watanabe, S.Shibata and T.Mori: *Smart Structures and Materials*, SPIE Vol. 1916, ed. by V.K.Varadan et al., International Society for Optical Engineering, Albuquerque, (1993), 373.
- 10) K.Nakasa, M.Kato and H.Matsuyoshi: *J. Jpn. Inst. Met.*, **4** (1997), 311.
- 11) K.Okazaki and H.Conrad: *Acta Metall.*, **21** (1973), 1117.
- 12) E.Maire, C.Verdu, G.Lormand and R.Fougere: *Mater. Sci. Eng.*, **A196** (1995), 135.
- 13) D.J.Lloyd: *Acta Metall.*, **39** (1991), 59.
- 14) T.Takahashi: *J. Jpn. Inst. Met.*, **59** (1995), 3.