

Ti-TiC_p 系焼結材の引張性質に及ぼす TiC 粒子の空間分布の影響

隠岐貴史 倉本英哲 清水功史 松木一弘* 柳沢 平*

Effect of Spatial Distribution of TiC_p on Tensile Properties of Sintered Ti-TiC_p

Takashi OKI, Hideaki KURAMOTO, Kohshi SHIMIZU, Kazuhiro MATSUGI*, and Osamu YANAGISAWA*

The composites of the different dispersion state were prepared from the titanium powder and the TiC with the different particle sizes. The effect of the difference of spatial distribution of the TiC particles on the tensile properties and the behavior of TiC particles' breaking in the tensile deformation process have been quantitatively investigated. In the tensile deformation, TiC particles begin to break just after the yielding of the material. Finally the connection of cumulated cracks of particles brings the propagation of a main crack and fracture of the composite material. The material of which the spatial distribution of the second phase particles is close to random distribution has larger tensile strength and tensile ductility than the material of stronger clustering tendency. The reason for this is that the destruction of TiC particles in the materials of stronger clustering tendency is more frequent from the initial stage of the deformation, because they have more regions of larger local volume fraction and larger local particle density. The tendency, showing that the particles in the clustered regions are easy to be broken, was explained from the result of the elastic-plastic analysis by finite element method.

Keywords : Ti-TiC_p composites, local area fraction, local particle density, tensile properties, fracture of particle

粒径比の異なるチタン粉末と TiC 粉末から TiC 粒子の空間分布の異なる材料を作製し、TiC 粒子の空間分布の違いが引張性質と引張変形過程における TiC 粒子の破壊挙動に及ぼす影響を定量的に検討した。引張変形過程において材料の降伏直後から TiC 粒子が破壊し、この破壊された粒子の連結により発生するクラックの伝播により最終的に破断に至る。第 2 相粒子の空間分布がランダム分布に近い材料はクラスタリング傾向の強い材料より引張強さと延性が優れている。これはクラスタリング傾向が強い材料では TiC 粒子の密な領域が多くあることから TiC 粒子の破壊が変形の初期から起こりやすいことによる。局所体積率と局所粒密度が同時に大きい粒子の破壊が起こりやすい理由を有限要素法による弾塑性解析の結果から説明した。

キーワード : Ti-TiC_p 複合材, 局所面積率, 局所粒密度, 引張性質, 粒子破壊

1. 緒 言

粒子分散複合材料の強化機構に関する研究は古くから多くの報告があり、種々の機構⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾が提案されている。一般的に、損傷を生じていない第 2 相粒子は変形過程中に高応力場を形成し、強化因子として働くが、一旦粒子の破壊⁽⁴⁾⁻⁽¹⁰⁾あるいは粒子/母相界

面のはく離^{(4),(11)-(13)}が生じると、これらは空洞として作用し、荷重を負担できず弱化因子として働く。

第 2 相の損傷に関する研究によると、粒子が微小で体積率が小さいとき、界面はく離が生じやすく、粒子が粗大になると粒子破壊が起こりやすい^{(14),(15)}。さらに、粒子と母相の種類によりこの界面強度は異なり、強いときには粒子の破壊が起き、弱いときに

*広島大学大学院工学研究科

は界面のはく離が起こる^{(6)-(8),(13),(16)}。チタンとチタン系セラミックスの場合、界面強度が強いことが知られている⁽⁶⁾⁻⁽⁹⁾。しかし、第2相粒子の空間分布(分散状態)の影響に関する研究^{(17),(18)}は少なく、損傷が複合組織のどこから優先的に起こるか等の問題は明らかにされていない。

そこで本研究では、粒径比の異なるチタン粉末とTiC粉末から空間分布の異なるチタン/粗大TiC系材料を作製し、局所面積率(Local area fraction: *LAF*)、局所体積率(Local volume fraction: *LVF*)、2次元の局所粒密度(2-dimensional local centroid number: *LCN2D*)および3次元の局所粒密度(3-dimensional local centroid number: *LCN3D*)等の空間分布パラメータの頻度分布で粒子の空間分布を評価する手法^{(19),(20)}を用いて、引張変形過程におけるTiC粒子の空間分布の違いが複合材料の引張性質とTiC粒子の破壊挙動に及ぼす影響について検討した。

2. 実験方法

2.1 試料の作製

供試粉末として水素化脱水素法により製造された150 μm 以下(Ti>99.5mass%, Fe=0.016mass%, N=0.005mass%, C=0.009mass%, O=0.20mass%、以下、mass%は%)、45 μm 以下(Ti>99.4%, Fe=0.023%, N=0.025%, C=0.017%, O=0.31%)の粒径のチタン粉末(住友シチックス^(株)製)とアトマイズ法により製造された球形状チタン粉末(250 μm 以下の粒径(Fe=0.037%, N=0.013%, C=0.007%, O=0.081%, Ti=bal.):住友シチックス^(株)製、425~500 μm の粒径(Fe=0.040%, N=0.015%, C=0.004%, O=0.111%, Ti=bal.):福田金属箔粉工業^(株)製)および45~75 μm 、45 μm 以下の粒径のTiC粉末(日本新金属^(株)製、C=19.65%, Fe=0.050%, O=0.14%)を用いた。各粉末の粒径は篩により調整した。これらの純チタン粉末とTiC粉末が体積比率で9:1の組成になるように秤量し、V型混合機により乾式混合した。上記の1種類から数種類の純チタン粉末と4種類のTiC粉末を組み合わせることで20種類の分散状態の異なる試料(TTC1~TTC20)を作製した。供試材料に用いた各粉末の混合組成をTable 1に示す。

混合した粉末をCIP成形(392MPa)または放電焼結(1313K, 25MPa, 300s)した後、これらの圧粉体を1×

Table 1 Volume fraction of powders in the mixture(vol%)

Sample	Titanium	TiC	Sample	Titanium	TiC
TTC1,5-8	90(H1)	10(TC1)	TTC13	61.4(H3)+28.6(A2)	10(TC3)
TTC2	61.4(H1)+28.6(A1)	10(TC1)	TTC14	45.6(H3)+44.4(A2)	10(TC3)
TTC3	45.6(H1)+44.4(A1)	10(TC1)	TTC15	90(H3)	10(TC4)
TTC4	40(H1)+50(A1)	10(TC1)	TTC16	28.6(H2)+61.4(H3)	10(TC4)
TTC9	90(H3)	10(TC2)	TTC17	44.4(H2)+45.6(H3)	10(TC4)
TTC10	61.4(H3)+28.6(A2)	10(TC2)	TTC18	61.4(H3)+28.6(A2)	10(TC4)
TTC11	45.6(H3)+44.4(A2)	10(TC2)	TTC19	50(H2)+40(H3)	10(TC4)
TTC12	90(H3)	10(TC3)	TTC20	45.6(H3)+44.4(A2)	10(TC4)

H1:Hydride-dehydride Ti powder, d<150 μm , TC1: TiC powder, d=45~75 μm
H2:Hydride-dehydride Ti powder, d=75~150 μm , TC2: TiC powder, d=38~45 μm
H3:Hydride-dehydride Ti powder, d<45 μm , TC3: TiC powder, d=26~38 μm
A1: Atomized Ti powder, d=425~500 μm , TC4: TiC powder, d<26 μm
A2: Atomized Ti powder, d=150~250 μm

10⁻⁴Pa, 1523Kで10.8ks間真空中において焼結した。さらに、真密度を得るために、この真空焼結体に196MPaの圧力下で1103K, 3.6ks間HIP処理を施し、試験材料とした。なお真空焼結とHIP処理条件は、TTC1~TTC20のうち、空間分布がランダム分布に近いTTC1、TTC5~TTC8について、あらかじめ真空焼結温度1273~1648K、HIP処理温度1003, 1103, 1123および1373Kの各条件において、引張試験および組織観察を行った後、最もすぐれた引張延性を示す条件を選択した。

このHIP処理材(17mm×60mm)から直径8mm、平行部長さ25mmの引張試験片を切り出し、室温、大気中で引張試験を行った。組織の観察には、光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた。

2.2 TiC_pの空間分布評価

空間分布パラメータの測定^{(19),(20)}は、引張試験後の試験片を用い、その研磨面の画像処理により行った。

(1) まず、全体のTiC粒子の平均粒径とこのときの粒数を求め、これらより局所面積率(*LAF*)および局所粒密度(*LCN2D*)を測定するための測定円(隣接粒子の情報を最も強く反映できる大きさ)の半径を決定する。

(2) ある任意のTiC粒子の重心を中心とした測定円内のTiC粒子の面積率および粒子数(粒子重心点の数)を粒子ごとに測定して、*LAF*に対しては材料全体の面積率(体積率に等しい)で除し、*LCN2D*に対しては最稠密配列の場合の値7で除して規格化して*LAF*あるいは*LCN2D*値とする。このようにして求めた個々の粒子に対する*LAF*、*LCN2D*の頻度分布と平均値(*LAF*)_{av}および(*LCN2D*)_{av}を求める。また、大粒径と小粒径が分離して集まる傾向(粒径分離傾向)を表すパラメータ δ_{2D} ((*LAF*)_{av}/*(LCN2D)*_{av})を求める。

(3) これら 2 次元パラメータ $(LAF)_{av}$ 、 $(LCN2D)_{av}$ および δ_{2D} を 3 次元パラメータ $(LVF)_{av}$ 、 $(LCN3D)_{av}$ (LVF は試料全体の体積率、 $LCN3D$ は最稠密配列の値 13 で規格化) および $\delta_{3D} ((LVF)_{av}/(LCN3D)_{av})$ に変換する必要がある場合には、コンピュータシミュレーションによって求めた以下の変換式⁽²⁰⁾を利用してこれらを求める。

$$(LVF)_{av} = -1.15(LAF)_{av}^2 + 3.93(LAF)_{av} - 1.62 \quad (1)$$

$$\sqrt{(LCN3D)_{av}^2 + (LVF)_{av}^2} = 1.33\sqrt{(LCN2D)_{av}^2 + (LAF)_{av}^2} - 0.25 \quad (2)$$

$$\sigma_{LVF} = 1.42\sigma_{LAF} - 0.22 \quad (\delta_{2D} \geq 0.9) \quad (3)$$

$$\sigma_{LCN3D} = 1.29\sigma_{LCN2D} - 0.13 \quad (\delta_{2D} \geq 0.9) \quad (4)$$

ここで、 σ_{LVF} 、 σ_{LAF} 、 σ_{LCN3D} および σ_{LCN2D} はそれぞれの累積頻度曲線における 84% の値と 50% の値の差である。

測定によって得られたこれらのパラメータとそれらの累積頻度分布から、TiC 粒子の分布が局所的に密な部分と希薄な部分をつくるクラスタリング傾向を定量的に評価した。

2.3 弾塑性変形解析法

クラスタリング傾向の強弱が粒子の破壊傾向に及ぼす影響を考察するために、粒子の大きさと外部変形量を変えて、有限要素法(FEM)による弾塑性変形の解析を行った。

Fig. 1 に計算モデルを示す。計算領域は立方体であり、粒子は対称条件より 1/8 球を設定した。メッシュは 14000 要素とし、マトリックスと粒子との界面付近のメッシュ数を多くしている。

引張変形方向を z 方向とし、**Fig. 1** 中の ODEF 面、ODHG 面、OFJG 面の垂直方向の変位を 0 とし、GHIJ 面に垂直な方向に一定変位を与えた。なお、DEIH 面と EFJI 面は同一変位の境界条件を与えた方がより現実に近いと思われるが、複合材料の見掛けのポアソン比に関する取扱いが複雑になるため、残りの二つの DEIH 面と EFJI 面は自由表面とした。このような計算によっても、定性的には同様の結論が得られるものと考えられる。

計算は原点 O に球の中心を 1 個置いた場合(計算 I と呼ぶ)と隣接粒子との相互作用の影響を調べる

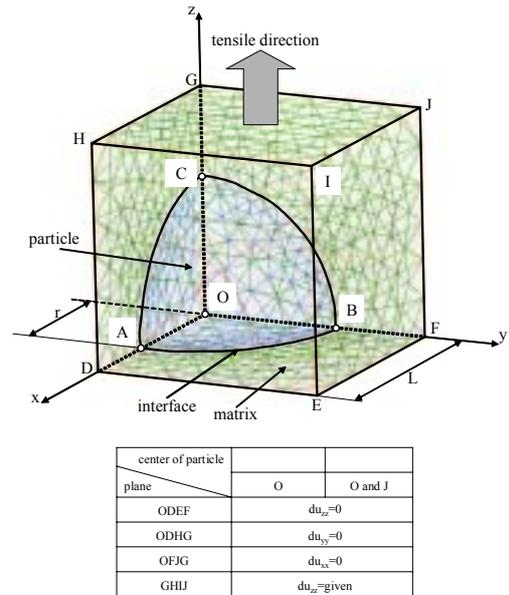


Fig. 1 Simulation model with cell size L and particle radius r .

ために、2 個の球の中心を原点 O と点 J に置いた場合(計算 II と呼ぶ)について行った。

粒子とマトリックスは接合が完全で、メッシュ点間の相対変位はないとした。計算は弾塑性解析ソフト I-DEAS(Ver.6, SDRC 社)を用いて行った。このときチタンと TiC のヤング率としてそれぞれ 108GPa、315GPa、両材料のポアソン比として 0.3 を使い、マトリックスの応力歪み曲線として HIP 焼結した純チタンのデータ⁽²¹⁾を与えた。

3 実験結果および考察

3.1 クラスタリング傾向

本実験で作製した試料の 2 次元平均粒径は 12.3~55.0 μm 、3 次元平均粒径⁽²²⁾は 14.4~70.6 μm 、単位面積当たりの粒子数は 44~860 mm^{-2} 、単位体積当たりの粒子数⁽²²⁾は 670~5860 mm^{-3} 変化した。

Fig. 2 に作製した TiC 粒子の空間分布が異なる材料の代表的な組織例を示す。TTC1 は TiC 粒子の粗密の偏りが小さく、ランダム分布に近い材料である。一方、TTC2、TTC3 および TTC4 では、TTC2 から TTC4 にかけて TiC 粒子の粗密がしだいに明確となり、クラスタリング傾向の強い材料の作製が可能となった。その他の供試材料についても、供試粉末の粒径比を変えることでクラスタリング傾向の異なる材料を作製できた。

Fig. 3 に TTC1~TTC20 の内、TiC の粒子径が等し

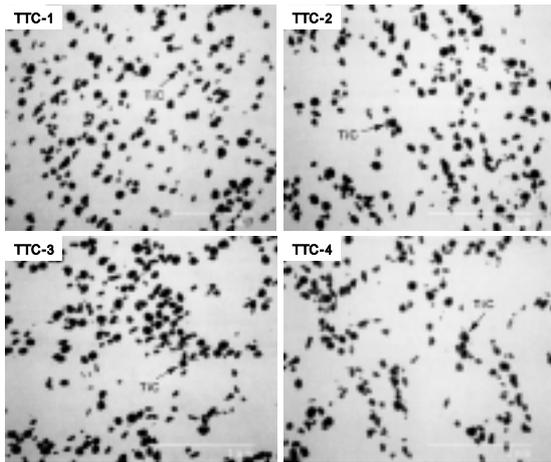


Fig. 2 Back scattered electron image of Ti-10vol%TiC composites.

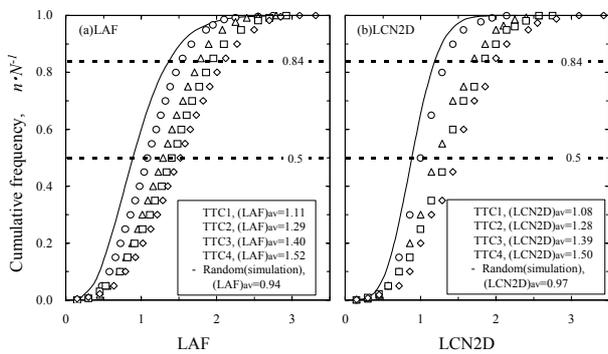


Fig. 3 Cumulative frequency distribution of (a) local area fraction (LAF) and (b) 2-dimensional local centroid number ($LCN2D$) for the different spatial distributions.

くクラスタリング傾向の違いが比較的大きな TTC1 ~TTC4 (Fig. 2 参照) の LAF と $LCN2D$ の累積頻度分布を示す。ここに示すコンピュータシミュレーションの値はランダム分布の計算結果であり、これが評価の基準となる。クラスタリング傾向が強くなるに従って(TTC1→TTC4)空間分布パラメータの累積頻度分布は大きな値へ移っており、Fig. 2 にみられる組織の様子をよく表している。

Fig. 4 にランダム分布に近い TTC1 材とクラスタリング傾向の強い TTC4 材における個々の LAF と $LCN2D$ の関係を示す。TTC1 材で $LAF=1.2$ 、 $LCN2D=1.2$ 付近を中心に頻度が大きいものに対して、TTC4 材では LAF および $LCN2D$ の頻度の大きい領域が TTC1 の場合より $LAF=LCN2D$ の線に沿って大きな値へ広がっている様子が見られる。これは個々の粒子の局所面積率が大きくなる時、同様に局所粒密度も大きくなる傾向があることを意味している。すべての材料について同様の結果が得られており、後述する空間分布パラメータの平均値がほぼ等しい

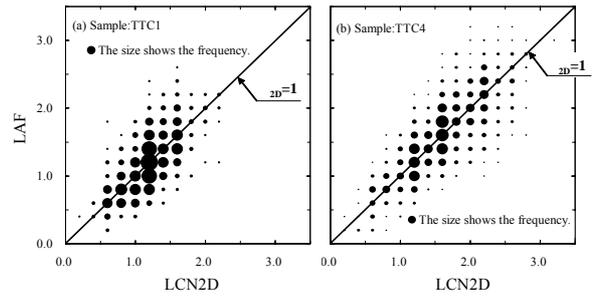


Fig. 4 Relation between local area fraction (LAF) and 2-dimensional local centroid number ($LCN2D$) of TiC_p for the different spatial distributions.

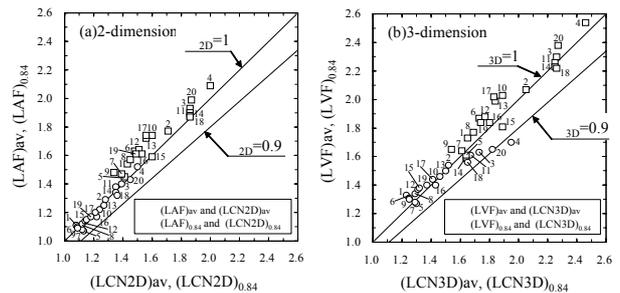


Fig. 5 Relation between local centroid number and local fraction (average and 84%) for (a) 2-dimension and (b) 3-dimension. $(LAF)_{av}$, $(LCN2D)_{av}$, $(LVF)_{av}$, $(LCN3D)_{av}$ are the value of 84% arithmetic standard deviation, respectively.

材料の頻度分布の広がりも類似している。

本実験で作製した試料においては、Fig. 5(a)に示すように、 $(LAF)_{av}$ は 1.07~1.52、 $(LCN2D)_{av}$ は 1.08~1.50 の範囲で変化した。また、 δ_{2D} は LAF と $LCN2D$ の関係を表しており、1 に近いほど粒子の局所面積率と局所粒密度の傾向が同じ傾向にあることを示す。本材料では、 δ_{2D} の値は 0.95~1.03 であり、どの試料も 1 に近く両者は同じ傾向にあることが分かる。 δ_{2D} が 0.9 以上の場合、2次元の空間分布パラメータを3次元のパラメータに変換することが可能である^{(19),(20)}。Fig. 5(b)に示すように、 $(LVF)_{av}$ は 1.27~1.70、 $(LCN3D)_{av}$ は 1.23~1.95 の間で変化した。3次元では、クラスタリング傾向が強くなって $(LVF)_{av}$ や $(LCN3D)_{av}$ の値が大きくなると δ_{3D} の値が小さくなる傾向が見られるが、これらの試料で δ_{2D} に同じ傾向はみられないので、2次元から3次元への変換の精度が悪いため生じた結果と思われる。

Fig. 5 に空間分布パラメータの累積頻度が 84%(\approx 平均値+標準偏差)の値を合わせて示している。 $(LAF)_{0.84}$ と $(LCN2D)_{0.84}$ は約 1.3 から 2.1 まで変化し、 $(LVF)_{0.84}$ と $(LCN3D)_{0.84}$ は約 1.6 から 2.6 まで変化している。これはクラスタリング傾向の最も強い材料で、

粒子密集部の局所体積率や局所粒密度が材料全体の体積率や粒密度の 2.6 倍以上の粒子が 16%あることを意味している。

3.2 引張性質に及ぼす TiC 粒子の空間分布の影響

Fig. 6 に TiC 粒子の粒子径と分散状態を変えて作製した材料の平均粒子間隔 λ および空間分布と引張性質との関係を示す。平均粒子間隔 λ は、空間分布をランダムと仮定した次式⁽²³⁾を用いて算出した。

$$\lambda = 0.55 N_v^{-\frac{1}{3}} \quad (5)$$

ここで N_v は単位体積中の粒子数である。

また、この図ではクラスタリング傾向を表すパラメータとして $(LVF)_{av}$ を用いて評価している。空間分布がほぼ同じ試料間で比較すると、平均粒子間隔 λ の小さい(平均粒子径が小さいことに対応する)材料で引張強さが大きく伸びが小さくなり、平均粒子間隔が大きくなるほど引張強さが小さくなるが伸びは大きくなる傾向がみられる。なお、0.2%耐力の値は引張強さとほぼ等しく、 λ が耐力に及ぼす影響も λ が引張強さに及ぼす影響と同じであった。これらの傾向は従来の報告^{(24),(25)}と一致する。さらに、ほぼ同じ平均粒子間隔を持つ材料では、 $(LVF)_{av}$ が小さく、クラスタリング傾向が弱いほど引張強さと伸びが大きい。 λ と $(LVF)_{av}$ の組み合わせでは、空間分布がランダムに近く、TiC 粒子間隔が大きくなるほど引張強さは低いが延性に優れる。粒子間隔を小さくして引張強さを高める場合、クラスタリング傾向が強いと延性が著しく損なわれるので注意を要する。

3.3 TiC 粒子の破壊形態

TiC 組織が引張性質に及ぼす影響の原因を調べるために、引張試験後の試験片(TTC1 材)の引張軸を含む切断面の SEM 観察(Fig. 7)を行った。Fig. 7(a)に破断面近傍の組織、Fig. 7(b), (c)に平行部の組織、さらに Fig. 7(e)にその拡大部および Fig. 7(d)にねじ部の組織を示す。引張試験後の TiC 粒子は引張軸に対して、垂直方向の亀裂が粒子中央部および粒子とマトリックスの界面に近い粒子内部にみられ、界面剥離は殆どみられなかった。この TiC 粒子の亀裂が連結していく様子が Fig. 7(a)にみられる。Fig. 8 に引張変形における応力変化と TiC 粒子の破壊頻度を示す。破壊した TiC 粒子を SEM および光学顕微鏡に

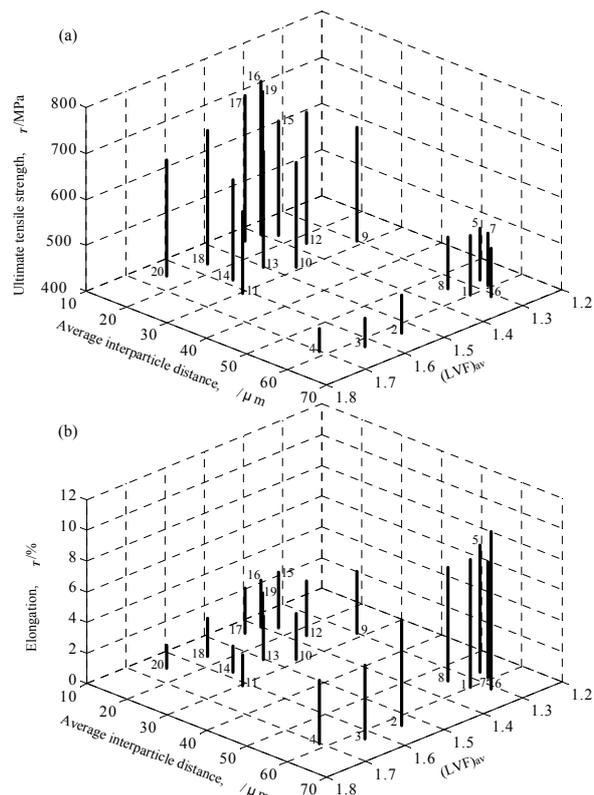


Fig. 6 Effect of average local volume fraction $(LVF)_{av}$ and average interparticle distance λ on (a)ultimate tensile strength and (b)elongation of Ti-10vol%TiC_p composites.

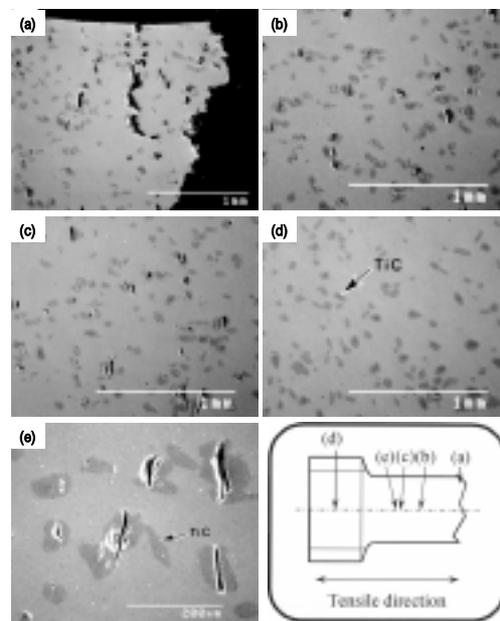


Fig. 7 Scanning electron microscope image of Ti-10vol%TiC_p composites.

より観察したところ、クラスタリング傾向の強い材料、弱い材料とも弾性域では TiC 粒子の破壊は確認されず、降伏直後、塑性変形初期の段階から TiC 粒子の破壊が起き始めていた。クラスタリング傾向の

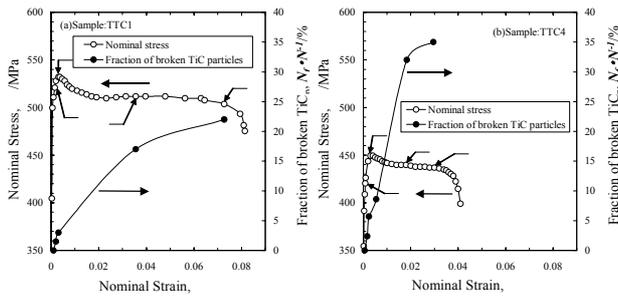


Fig. 8 Effect of nominal strain on nominal stress and fraction of broken TiC_p in tensile deformation.

弱い材料(TTC1 材)では最大応力を示す Fig. 8(a)中の②では約 3%の TiC が破壊し、強いクラスタリング傾向を示す材料(TTC4 材)では同程度の歪み(Fig. 8(b)中の②)で約 6%の粒子数の TiC が破壊しており、クラスタリングの強い材料で小さい歪みから TiC 粒子の破壊が起こりやすいことが明らかになった。応力は最大値を示した後、変形に伴って低下した。これは、母相の降伏から TiC 粒子の破壊が累積し、これらの破壊された TiC 粒子が荷重負担しないために応力低下を示したと考えられる。同じ純チタン粉末から作製した材料⁽²¹⁾と比較すると、 TiC 粒子の効果により耐力(純チタン：約 450MPa)は向上しているが、引張強さ(純チタン：約 550MPa)が低下しているのも TiC 粒子の破壊が原因であると思われる。変形中期の Fig. 8(a)中の③では変形の進行に伴い TiC 粒子の破壊は全体の約 17%まで増加している。この付近の真応力には材料の加工硬化による応力増加がみられる。さらに破断直前である Fig. 8(a)中の④では TiC 粒子全体の約 22%が破壊している。隣接、密集した粒子には破壊の成長、連結がみられ、くびれの発生とともにクラックが急速に伝播、連結し、最終的な破断に至ると考えられる(Fig. 7(a)参照)。さらに強いクラスタリング材では密集した TiC 粒子が多いためから TiC の破壊と連結が起こりやすかったことが考えられ、クラスタリングの弱い材料よりも引張強さと延性が伴って低かった。以上の観察結果からも、本材料のような粗大粒子を持つ複合材料の場合、材料の破壊と引張性質は TiC 粒子の累積的な破壊の影響を強く受けることが明らかになった。

3.4 TiC 粒子の破壊に及ぼす空間分布の影響

TiC の破壊がどのような状況のもとで優先的に発生しているか、材質制御の上で重要である。そこで、

TTC1 材について引張変形により破壊された TiC 粒子の LAF と $LCN2D$ を測定した。破壊された TiC 粒子の LAF の累積頻度分布を Fig. 9(a)に示す。なお、ランダム分布(コンピュータシミュレーション)と変形前の累積頻度分布は測定された全粒子(N)に対する頻度の累積を意味し、変形を加えた後の値は破壊された粒子についてのみの測定し、測定された破壊粒子(N_f)に対する頻度の累積を意味している。これは後述の同図(b)および(c)においても同様である。Fig.9(a)からわかるように、破壊された粒子の LAF の値は全粒子に対する LAF の値より大きな値へ広がっている。これは局所面積率の大きい TiC 粒子の破壊が優先的に起きていることを示している。引張変形の初期段階($\epsilon=0.003$)から変形後期(破断前、 $\epsilon=0.073$)まで LAF の累積頻度分布はほぼ同じで、変形量に依存していない。Fig.9 (b)に破壊粒子の $LCN2D$ の累積頻度分布を示す。 $LCN2D$ は LAF の傾向と同様に、全粒子に対する $LCN2D$ の値より大きな値の方へ移っており、粒子数の多い領域において TiC の破壊が起きていることがわかる。しかし、 LAF の測定結果とは異なり材料の破断直前にさらに大きな $LCN2D$ の方へ移っている。これは、材料破断の直前には、それまでに累積された粒子クラックの連結が始まり、局所粒密度の大きい粒子(粒子間隔の小さい)に沿って連結が起こるためと考えられる。

破壊粒子の粒子径の累積頻度分布を Fig. 9(c)に示す。変形前の粒子径分布と比べ変形を加えることにより粒子径の大きい粒子が優先的に破壊^{(5),(9)}されている。変形量に伴ってわずかであるが累積頻度曲線が小粒径粒子側に移る傾向がみられる。これは粒子クラックが荷重を負担しないため、粒子破壊率の増加に伴って残部の応力が高まり、より小さい粒径の粒子の破壊が可能になるためと考えられる。

Fig. 10 に破壊粒子の LAF 、 $LCN2D$ および粒子径の関係を示す。Fig. 10(a)は変形前の全 TiC 粒子の LAF と $LCN2D$ の値である(Fig. 4(a)に同じ)。なお、図中のプロットサイズは大きいほど測定頻度が多いことを示している。これに対して、同図(b), (c)および(d)は、変形後の破壊した TiC 粒子を示している。このときの粒径は、試料全体の粒径分布における平均値を挟む標準偏差の範囲内外の 3 領域で分類して

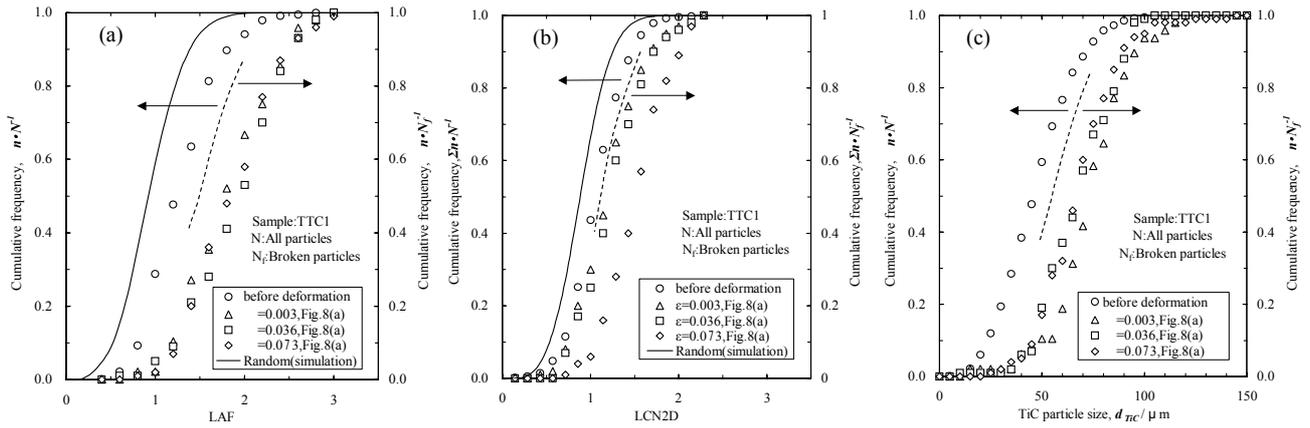


Fig. 9 Cumulative frequency distribution of (a) local area fraction (LAF), (b) 2-dimensional local centroid number ($LCN2D$) and (c) size (d_{TiC}) of broken particles in tensile deformation.

いる。 $\varepsilon=0.003$ (Fig. 8(a)中の②)、 $\varepsilon=0.036$ (Fig. 8(a)中の③)、 $\varepsilon=0.073$ (Fig. 8(a)中の④)の変形により破壊されたTiC粒子の LAF と $LCN2D$ は、ともに変形前の頻度領域よりも大きな値が多くみられ、特に、 $\delta_{2D}=1$ より大きな LAF の領域にみられる。さらに、大きな粒径のTiCが多く破壊しているのがわかる。特に、変形初期($\varepsilon=0.003$)において $66\mu m$ 以上の大きな粒子の破壊割合が多い。全粒子に対しては $29\mu m$ 以下の粒子が約16%存在しているが、変形後の破壊したTiC粒子のうち $29\mu m$ 以下の粒子はほとんど計測されていない。この結果は局所面積率あるいは局所粒密度の大きな領域にある、より大きなTiC粒子が優先的に破壊しやすいことを意味し、これは引

張試験後の組織観察(Fig. 7(b))と一致している。しかし、一般的に粒径が大きいと局所体積率が大きくなりやすいので、純粋に粒径だけの効果によるものか不明である。

以上の結果より、粗大TiC粒子を含む粒子分散Ti/TiC複合材料の変形過程中的粒子破壊は粒子が凝集した領域中の粒子から優先的に起こると結論される。

3.5 弾塑性変形解析

前述したように、局所体積率と局所粒密度が同時に大きい粒子の破壊が起こりやすいことが明らかになった。そこで、Misesの降伏条件を用いたひずみ増分理論による解析を行い、第2相粒子の体積率が粒子とマトリクス中の応力分布にどのように影響を及ぼすかを検討した。本計算結果を見るとすべてのメッシュ点で x, y, z 3方向の垂直応力のうち z 方向が最も大きく、またFig. 7で説明したように、粒子クラックが引張り方向(z 方向)に垂直な面で発生する傾向があるので、主として z 方向の垂直(引張)応力(σ_z)に注目した。

計算Iによる応力分布の一例をFig. 11に示す。本図(a)と(b)は r/L が0.6の場合の $\varepsilon_z=0.01$ における $y-z$ 平面(OFG)上(図(a))および粒子/マトリクス界面上(図(b))の σ_z の分布を示している。なお、本計算では、材料作製時の熱収縮の差による残留応力を考慮していない。室温の弾性係数や熱膨張係数、純チタンの応力-ひずみ関係を用いて大きく見積もったモデルIおよびIIの計算結果によると、A-B領域およびC領域において z 軸方向は約45~73MPaの圧縮残

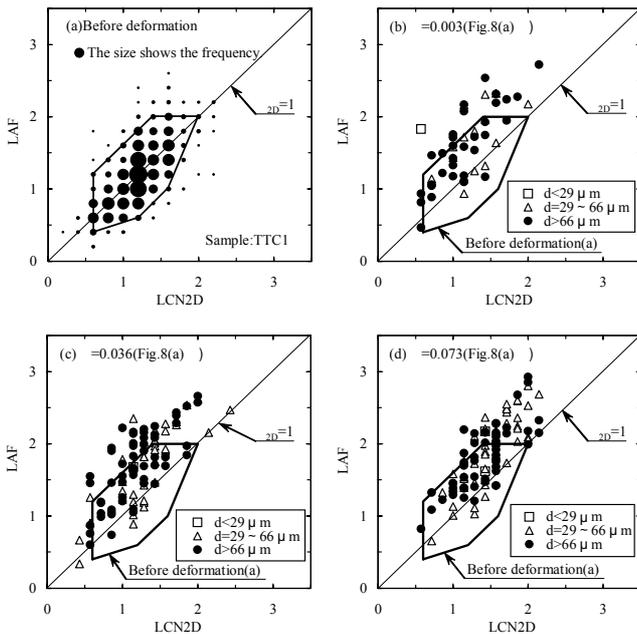


Fig. 10 Local area fraction (LAF) and 2-dimensional local centroid number ($LCN2D$) of the broken particles in sample TTC1.

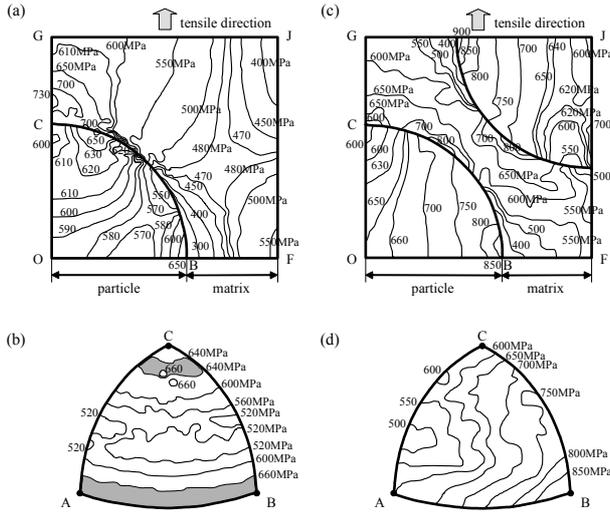


Fig. 11 Contour plot of the tensile stress in z direction (σ_z) in (a), (c) OFJG plane and (b), (d) the particle surface. Point O, A, B, C, F, G and J are correspond to those in Fig. 1, respectively. Note : $d/\lambda=0.6$, $r/L=0.6$ for (a) and (b), $d/\lambda=0.85$, $r/L=0.6$ for (c) and (d), $\varepsilon_z=0.01$ where r and L are defined in Fig. 1, d and λ are particle diameter and mean particle distance respectively.

留応力が発生している。この値は Fig. 11 に示した値と比較するとそれほど大きなものではない。

本図(a)および(b)からもわかるように、粒子内で発生する σ_z は引張り方向(C 点)近傍とこれに垂直な方向(B 点)近傍における粒子/マトリックス界面で大きい。ここで前者を C 領域、後者を A-B 領域と呼ぶ。これに対して、マトリックスにおいては、 σ_z は z 方向の界面(C 点)近傍で最も大きく、これに垂直な x, y 方向の界面(B 点)近傍で最も小さい。前者では x, y 方向に引張り応力が発生し、引張りの静水圧応力が大きくなるためであり、 r/L が大きくなると増加する。後者においては r/L が小さいとき x, y 方向に圧縮応力が発生し、 r/L が大きくなるとわずかに引張応力に転じるが、静水圧応力が大きくなるために σ_z はそれほど大きくならない。

I の計算の場合、Fig. 1 において $(0,0,2\overline{OG})$ 、 $(2\overline{OD},0,0)$ あるいは $(0,2\overline{OF},0)$ の点に半径 r の球を置いた場合とほぼ等価と考えられる。例えば F 点に等しい半径の球を置いても、 d/λ (λ :粒子間隔、 d :粒子の直径)が等しければ粒子内の σ_z の最大値は I の計算結果とほとんど変わらない。しかし、計算 II の場合のように、第 2 番目の粒子が \overrightarrow{JO} 方向から接近すると、粒子内の σ_z の分布に非常に大きな影響を与えることが明らかになった。

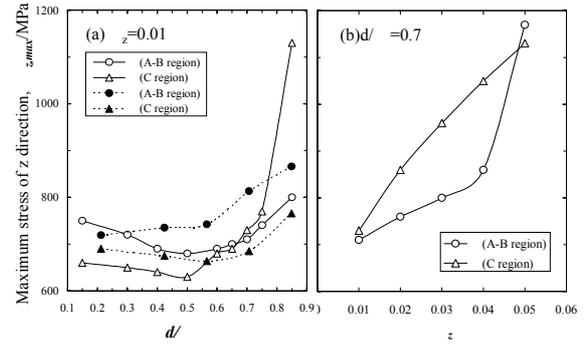


Fig. 12 Effect of (a)particle size r and (b)tensile strain ε_z on maximum tensile stress of z direction σ_z in A-B and C regions, where d and λ are particle diameter and mean particle distance respectively.

Fig. 11(c)および(d)は、計算 II の場合の一例である。計算 I の場合と比較すると、C 領域の最大応力はあまり変化しないが、A-B 領域の最大応力が著しく大きくなり、B 点近傍の最大値から AC に垂直な方向に小さくなってゆく応力分布に変わっている。

計算 I と計算 II において想定される粒子間隔 λ と粒子直径 d を用いて、同一の d/λ で比較できるように、最大応力 $\sigma_{z,max}$ を整理して Fig. 12(a)に示している。ここで、 d/λ は次式のように定義し、

$$\text{計算 I : } \frac{d}{\lambda} = \frac{r}{L}$$

$$\text{計算 II : } \frac{d}{\lambda} = \frac{2r}{\sqrt{2}L} = \frac{\sqrt{2}r}{L}$$

計算 II の場合の C 領域を $z \geq \overline{OC}/2$ と定義している。II の計算では C 領域の $\sigma_{z,max}$ は、 $z = \overline{OC}/2$ の界面上にあった。本図から分かるように、計算 I の場合、 $d/\lambda \leq 0.7$ の範囲内で大きくなっても両領域の $\sigma_{z,max}$ にそれほどの変化はなく、 $d/\lambda > 0.7$ で $\sigma_{z,max}$ は増加し、特に C 領域の引張応力の上昇が著しい。これに対して、計算 II の結果から C 領域より A-B 領域の $\sigma_{z,max}$ が大きく、両者は $d/\lambda > 0.5$ で d/λ が大きくなるに従って増加する傾向がみられる。

Fig. 12(b)に I の計算で d/λ が 0.7 のときの A-B 領域と C 領域の $\sigma_{z,max}$ がどのような引張りひずみ ε_z の影響を受けるかを示している。本図から明らかのように、粒子内で発生する σ_z の最大値は ε_z の増加とともに上昇する。II の計算においてはひずみが大きくなると計算精度が著しく悪くなるので、 ε_z の効果は明らかでないが、I の計算と同様に ε_z の増加とともに

に $\sigma_{z,max}$ の著しい上昇が予想される。

本計算結果が示すように、硬い第2相内の引張方向応力は、隣接粒子との相互作用で著しく大きくなる。注目粒子の局所体積率と局所粒密度が同時に大きいということは、本計算における d/λ が大きい確率が高くなることを意味している。TiC粒子のクラスタリング傾向の強い材料でTiC粒子の破壊が起こりやすいのは、密集部にある粒子内の主としてA-B領域の界面近傍の引張方向応力が大きくなることによるものと考えられる。

4. 結 論

複合材料の空間分布評価より以下の結果を得た。

(1) 純チタンおよびTiC粉末粒子間の粒径比を調整することによって第2相TiC粒子のクラスタリング傾向の異なった材料を作製することができた。

(2) 空間分布の異なる粒子分散複合材料のTiC粒子の破壊挙動および引張強さとTiC粒子の空間分布の影響を局所体積率等の空間分布パラメータの累積頻度分布により定量的に評価することができた。

(3) 塑性変形の初期からTiC粒子の破壊が起こり始める。TiC粒子が破壊されることが原因で応力の低下がみられ、くびれの発生直前にクラックが急速に伝播・連結することで最終的に破断に至る。

(4) TiC粒子の破壊は、TiC粒子径が大きく、局所体積率および局所粒密度の高い粒子で優先的に起こる。特に、変形初期においては、TiC粒子の大きさと局所体積率の影響が強い。

(5) TiC粒子のクラスタリング傾向の強い材料は、クラスタリング傾向の弱い材料より引張強さと延性がともに低下した。これは、局所体積率と局所粒密度が同時に大きい粒子の破壊が優先的に生じ、またその割合も高くなるためと考えられる。

(6) TiC粒子の空間分布がほぼ同じ場合、粒子径(粒子間隔)が小さくなるに従って変形応力が上昇し、延性は低下した。

(7) 弾塑性有限要素法の計算により、第2相粒子中の引張方向の最大引張応力が体積率が増加するとともに上昇することが明らかになった。このことによって、局所体積率と局所粒密度が同時に大きい粒子で破壊が起こりやすく引張方向と垂直な面にクラックが発生することが説明された。

おわりに本研究を実施するに際して使用した放電焼結機及びオートグラフは、経済産業省地域産業集積活性化対策補助により整備したものであることを記し、関係各位に深く感謝致します。

参 考 文 献

- (1)東郷敬一郎:軽金属, 45(1995),622.
- (2)三浦維四,浅岡憲三:日本金属学会誌, 39(1975),1025.
- (3)J.D.Eshelby:Proc. Royal Society, London, A241(1957),376.
- (4)戸田裕之,小林俊郎,星山中,高橋明宏:軽金属, 51(2001),113.
- (5)高橋明宏,小林俊郎,戸田裕之:軽金属, 4(1999),166.
- (6)黄政煥,田川哲哉,平博仁,宮田隆司:材料, 47(1998),946.
- (7)S.Ranganath, T.Roy and R.S.Mishra: Mater. Sci. Technol., 12(1996),219.
- (8)荒木弘安,石川朗,石井仁,東郷敬一郎:粉体および粉末冶金, 43(1996),1247.
- (9)H.T.Tsang and C.G.Chao:Scr. Mater., 35(1996),1007.
- (10)鯉川周治,江村聡,萩原益夫:粉体および粉末冶金,46(1999),484.
- (11)A.Kelly and R.B.Nicholson: Prog.Mat.Sci., 10(1963), 15.
- (12)A.F.Whitehouse and T.W.Clyne: Acta Metall.Mater., 41(1993),1701.
- (13)X.Sun and J.A.Yeomans: J.Mater.Sci.Technol., 12(1996),29.
- (14)P.M.Mummery, B.Derby, J.Cook and J.H.Tweed: Euromat91,2(1992),92.
- (15)Y.Brechet, J.D.Embury, S.Tao and L.Luo: Acta Metall., 39(1991),1781.
- (16)S.Li, L.Sun, Z.G.Wang and Y.Tang: J.Mater. Sci. Lett., 13(1994)1022.
- (17)S.Tao and J.D.Boyd: Mech. Mech. Compos. Fract., (1993),29.
- (18)H.Toda and T.Kobayashi: Metall. Mater. Trans. A, 28A(1997)2149.
- (19)柳沢平,アルマンズール・アハマド,加茂修治,松木一弘,畑山東明: 鑄造工学,70(1998),7.
- (20)柳沢平,諸隈真嗣,松木一弘,畑山東明: 鑄造工学,73(2001),733.
- (21)隠岐貴史,松木一弘,畑山東明,柳沢平: 日本金属学会誌,59(1995),746.
- (22)A.Almansour, O.Yanagisawa, K.Matsugi and T.Hatayama: Int. J. Cast Metals Res., 10(1998),321.
- (23)R.T.Dehoff and F.N.Rhines: 計量形態学,牧島邦夫,篠原靖忠,小森尚志,共訳,内田老鶴圃,(1972),315.
- (24)森本啓之,岩村宏,安倍睦,芦田喜郎: 日本金属学会誌,58(1994),973.
- (25)Z.Y.Ma, J.Bi, Y.X.Lu, M.Luo and Y.X.Gao: Met. Matrix Compos., (1993),448.