

論文の内容の要旨

論文題目 第二相分散金属基材料の緩和機構を考慮した定常クリープ変形の解析

氏名 川端 健詞

第1章 序論

金属材料の高温での効果的な強化法の一つとして、強化相をマトリクス中に分散させた第二相分散金属基材料があり、高いクリープ強度から高温での使用が期待されている。金属基複合材料の定常クリープ挙動は、構成される相、製造方法に大きく依存し、その変形挙動は大きく異なり、(1)粉末冶金法による Al 基複合材料に代表されるしきい応力挙動(分散強化)、(2)Ag/W(f)複合材料や Ti 基複合材料に代表される強化相への荷重の移動(複合強化)、(3)TiAl/Ti₂Al 複合材料では高温での速い拡散による複合材料の軟化(複合軟化)、が報告されている。これら複合材料の定常クリープは強化相をマトリクス中に分散させる点で同じ強化方法を用いているにもかかわらず、別個に議論、解析が行われそれぞれの関係は明確ではない。本研究では、マトリクスと強化相間に変形中に生じる塑性歪み不一致の緩和機構に注目することにより、分散強化、複合強化、複合軟化を一つにまとめて議論することができるモデルを提案する。また、そのモデルについて、検証可能なモデル材料を作成し、実験的に実証を行う。

第2章 緩和機構による第二相分散金属基材料の高温変形モデル

高温において考えられる強化相とマトリクス間の塑性歪みの不一致の緩和機構は拡散による拡散緩和と、マトリクスの不均一な塑性変形による塑性緩和の二種が考えられ、これらの緩和機構が複合材料の変形を律速することが考えられる。

強化相が体積分率 f 、アスペクト比 α を持ちそれぞれが相互作用を起こさず軸方向に整列している場合の複合材料の定常クリープ挙動の模式図を Fig.1 に示し、以下にそれぞれの構成方程式を示す。

マトリクスの歪み速度 $\dot{\epsilon}_M$ が次式のべき乗則クリープで示されるとする。

$$\dot{\epsilon}_M = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(\frac{-Q_v}{RT}\right) \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \quad (1)$$

ここで $\dot{\epsilon}_0$ は材料定数、 Q_v はクリープの活性化エネルギーで、通常体拡散のそれと等しい値を持つ、 n 、 σ 、 E はそれぞれ応力指数、負荷応力、マトリクスのヤング率である。

拡散緩和律速クリープは、界面拡散が体拡散より十分に速く、界面でのすべりが十分に速いという金属で通常実現する条件において、次式で示される。

$$\dot{\epsilon}_{\text{diff}} = \frac{128}{3\pi} \frac{1}{f} \frac{\delta D_i \Omega}{\alpha V k T} \sigma, \quad D_i = D_0 \exp\left(-\frac{Q_i}{RT}\right) \quad (2)$$

ここで $\delta, D_i, \Omega, V, D_0, Q_i$ はそれぞれ、有効界面厚さ、界面拡散係数、原子容、強化相の体積、振動因子、界面拡散の活性化エネルギーである。

塑性緩和律速クリープは、従来の連続体力学等の予測より、強化相の体積分率、アスペクト比に依存して、マトリクス単体よりも低いひずみ速度で、同じ応力指数のべき乗則クリープで示される。Leeらのポテンシャル法によれば、次式のような簡単な形で表される。

$$\dot{\epsilon}_{\text{plas}} = (1-f)^g \dot{\epsilon}_M \quad (3)$$

ここで g は強化相のアスペクト比、マトリクスの応力指数に依存し数値計算により求められる定数である。

マトリクスのひずみ速度が拡散緩和速度よりも速い場合、複合材料の変形は緩和機構により律速され、緩和機構のより速いほうに律速されることになる(領域 III, IV)。

また、マトリクスのひずみ速度が拡散緩和速度よりも遅い場合、塑性歪みの不一致は拡散によって完全に緩和され、強化相への荷重の移動は起こらなくなり、複合材料はマトリクス単体と比べ軟化することが予測される。複合材料の軟化は次式で示されるべき乗則クリープに漸近する(領域 II)。

$$\dot{\epsilon}_{\text{com}} = (1-f)^n \dot{\epsilon}_M \quad (4)$$

また、分散強化で見られるしきい応力挙動は強化相周りの転位による歪み場が完全に緩和したことによる引力型相互作用によるものとされている。すなわち拡散により完全に緩和された領域(領域 II)の低応力側で、領域 I として発現することがわかり、しきい応力 σ_{th} を考慮に入れた領域 II での構成方程式は次式で示される。

$$\dot{\epsilon}_{\text{com}} = (1-f)^n \dot{\epsilon}_0 \exp\left(\frac{-Q_v}{RT}\right) \left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{E}\right)^n \quad (5)$$

(2),(3),(5)式を結んだ σ - $\dot{\epsilon}$ の S 字カーブの構成方程式は、 $\dot{\epsilon}_{\text{com+diff}}$ を媒介変数とした次式で示される。

$$\sigma = (1-f)E\dot{\epsilon}_0^{-1/n} \exp\left(\frac{Q_v}{nRT}\right)\dot{\epsilon}_{\text{com+diff}}^{1/n} + \frac{3\pi}{128} \frac{\alpha f V k T}{\delta D_1 \Omega} \dot{\epsilon}_{\text{com+diff}} + \sigma_{th}, \quad (6)$$

$$\dot{\epsilon} = (1-f)^n \dot{\epsilon}_0 \exp(-Q_v/RT) (\sigma/E)^n + \dot{\epsilon}_{\text{com+diff}} \quad (7)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}_{\text{com+diff}}$ は完全拡散緩和クリープと拡散緩和律速クリープが同時に生じている際の歪み速度に相当する。

以上のように、緩和機構を元とした複合材料の定常クリープは、拡散により完全に緩和された領域(I,II)、拡散緩和律速クリープ(III)、塑性緩和律速クリープ(IV)に分けられ、拡散緩和速度を中心とした S 字カーブを示すことが予測される。また、従来別個に議論されていた、分散強化、複合軟化、複合強化は、緩和機構を元にしたモデルによって、それぞれ領域 I,II,IV であることがわかる。

しかしながら、従来の複合材料のクリープ挙動では、このような S 字状カーブは観察されていない。その理由として、以下の原因があげられる。

- (a) Al 基複合材料における微細酸化物では(2)式で示される拡散緩和速度が測定領域よりも遙かに高い歪み速度側に存在する。
- (b) Ag/W 複合材料では拡散緩和速度が測定領域より遙かに低い歪み速度側に存在する。
- (c) 巨大なしきい応力を発生する材料ではしきい応力を実験的に決定する際の不確定性から緩和機構による解析が困難。
- (d) 球状粒子あるいは配向の不十分なウィスカーが分散しているため塑性緩和速度が、マトリクス単体の歪み速度より大きく低下せず($n=5$, $f=0.15$, $\alpha=1$ の場合、 $(1-f)^n=0.52$)、拡散緩和律速領域の観察が困難。

そこで本研究では、測定領域中に適度な拡散緩和速度、塑性緩和速度を持つ強化相が分散し、マトリクス、強化相界面は強固で、またマトリクス中には巨大なしきい応力の起因となる微細分散相を含まないモデル材料を作成し、Fig. 1 に示したモデルを実証する。

第 3 章 α -Ti/TiB 複合材料を用いた完全拡散緩和、拡散緩和律速、塑性緩和律速領域

本章では完全拡散緩和(領域 II)、拡散緩和律速(領域 III)、塑性緩和律速(領域 IV)領域の S 字状の変形挙動を、 α -Ti/TiB(w) in situ 複合材料というモデル材料を用いて示し、各領域における温度依存性、体積分率依存性、負荷方向依存性を用いてモデルの妥当性を検討する。

実験結果及び考察

Fig. 2 に α -Ti/5, 15, 20TiB の 1123 K での定常状態での応力と歪み速度の両対数グラフを示す。拡散緩和速度近傍で S 字のクリープ挙動を示しており、2 章で述べた領域 II, III, IV が発

現していることが予測できる。

Fig. 3 に各複合材料の各領域における活性化エネルギーを示す，完全拡散緩和，塑性緩和律速領域では体拡散に，拡散緩和律速領域では界面拡散の値と等しい。

Fig. 4 に各領域での体積分率に対する歪み速度の変化を示し，塑性緩和律速領域では体積分率の増加と共にひずみ速度は減少するが，完全拡散緩和領域では，歪み速度の減少は生じていない。このことから，塑性緩和律速領域で見られる強化相への荷重の分配は，拡散緩和律速から完全拡散緩和へと遷移する領域で消失することがわかる。

負荷方向をウィスカー軸に対して垂直方向に取った結果を Fig. 5 に示す。Fig. 5 では塑性緩和律速クリープ領域においては平行方向に負荷した方が垂直方向よりも歪み速度が低下し，完全拡散緩和領域では両結果とも同じ歪み速度になっている。

以上の結果は 2 章で述べたモデルと定量的にもよく一致し，モデルの正当性を証明している。

第 4 章 I/M Al-Mg/Al₂O₃ 複合材料を用いた完全拡散緩和領域でのしきい応力

本章では 3 章においては議論できなかった完全拡散緩和領域でのしきい応力挙動についてモデル材料(I/M Al-Mg/Al₂O₃ 複合材料)を用いて議論する。

結果及び考察

Fig. 6 に 723 K での Al-Mg/Al₂O₃ の定常状態での応力と歪み速度を示し，比較のため同じ手法で作成された Al-5at.%Mg(以下 Al-Mg)の実験結果を示す。Al-Mg の応力指数は 3 を示し，またその活性化エネルギーの値(112 kJ/mol)は Al 中の Mg の体拡散の活性化エネルギーの値(130.5 kJ/mol)とほぼ等しいことから，この応力域において，マトリクスクリープ機構は転位の粘性すべりによって律速されていることがわかる。また Al-Mg/Al₂O₃ の変形挙動は低応力側で明らかな応力指数が増加が見られ，しきい応力の発現が示される。しきい応力以上の応力では徐々に Al-Mg のべき乗則クリープに漸近していく様子が見られる。

Al-Mg/Al₂O₃ の拡散緩和速度を求めると Fig. 6 中の破線となり，Al-Mg/Al₂O₃ の測定領域のほとんどが完全拡散緩和領域であることがわかり，しきい応力は転位と強化相の引力型相互作用によって発現したと示唆される。引力型相互作用によるしきい応力の値は次式で予測される。

$$\sigma_d = (1 - K^2)^{1/2} \sigma_m \quad (8)$$

ここから予測される値と実験結果の 1.2 MPa と比較すると Fig. 7 となり，本実験で得られたしきい応力の値は引力型相互作用による σ_d の値にほぼ等しい。一般にしきい応力はサブミクロンサイズの微細分散相によって発現するとされているが，完全拡散緩和域では粗大

粒子であっても引力型相互作用によるしきい応力が発現することがこれにより示された。

第5章 β -Ti/TiB 複合材料を用いた完全拡散緩和、塑性緩和律速領域での複合強化/軟化

本章では3章において十分に観察されなかった複合軟化について Ti/TiB in situ 複合材料を β 領域でクリープ試験を行うことにより議論する

実験結果及び考察

Fig. 8 に Ti/10,20vol.%TiB の 1 MPa と 9 MPa でのクリープカーブを示す。1 MPa における定常クリープ速度 Ti/20TiB($8.1 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$)の方が Ti/10TiB($6.8 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$)よりも速く、複合軟化が示されている。歪み速度比 $\dot{\epsilon}_{10}/\dot{\epsilon}_{20}$ は 0.81 を示し、これは理論値 0.61((4)式)と近い値が得られた。また 9 MPa においては歪み速度の大小関係は逆転し複合強化が見られる。またその歪み速度比 $\dot{\epsilon}_9/\dot{\epsilon}_{20}$ は 5.9 となり、理論値 5.2((3)式)とほぼ一致した。Fig. 9 に定常状態での応力とひずみ速度の関係を示し、拡散緩和速度を境として複合強化/軟化が発現することは明らかである。

第6章 総括

分散強化、複合強化、複合軟化の各現象は、マトリクスと強化相間に生じる塑性歪みの不一致の緩和機構を元とした変形モデルを用いることによって整理することができる。すなわち、分散強化は完全拡散緩和、複合強化は塑性緩和律速、複合軟化はしきい応力を無視できる負荷応力での完全拡散緩和領域において発現することが予測される。このモデルの妥当性は α -Ti/TiB, Al/Al₂O₃, β -Ti/TiB 複合材料を用いて、巨視的変形挙動から明らかとした。

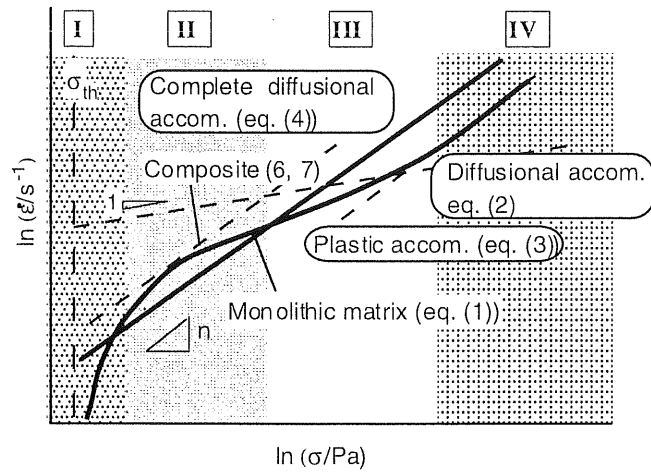


Fig. 1 緩和機構を考慮した第二相分散金属基材料の定常クリープ挙動

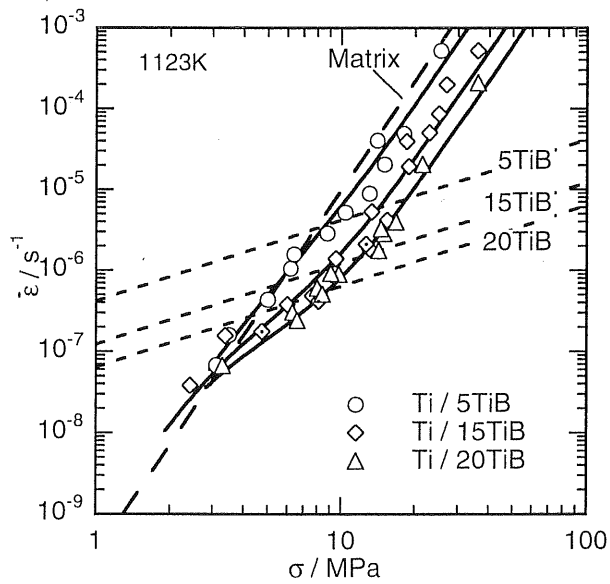


Fig. 2 α -Ti/TiB の定常クリープ挙動

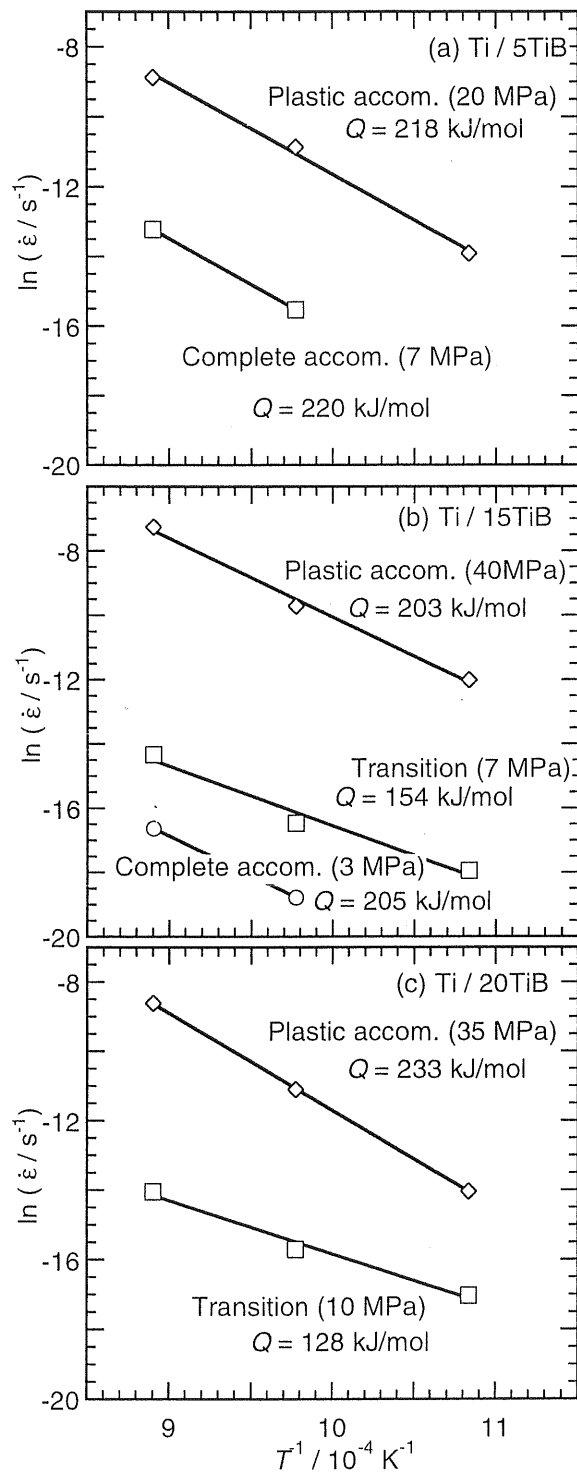


Fig. 3 各領域での活性化エネルギー

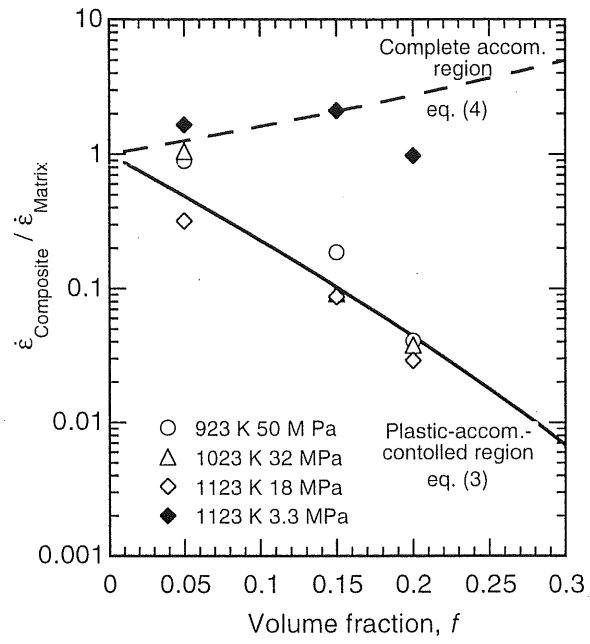


Fig. 4 体積分率に対するひずみ速度の変化

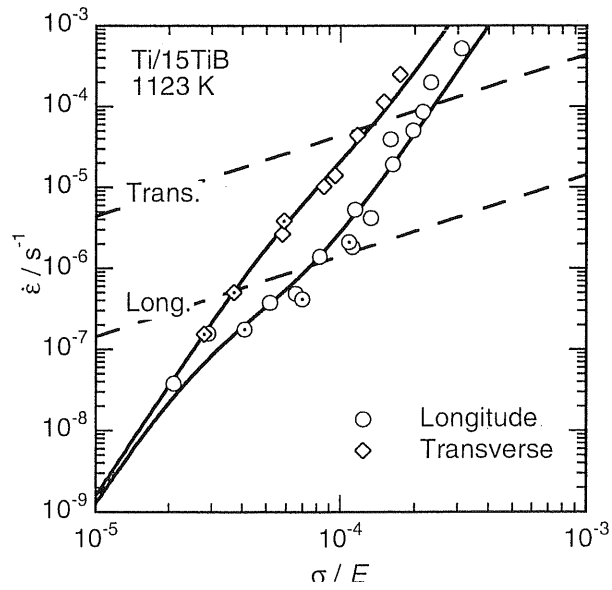


Fig. 5 負荷方位依存性

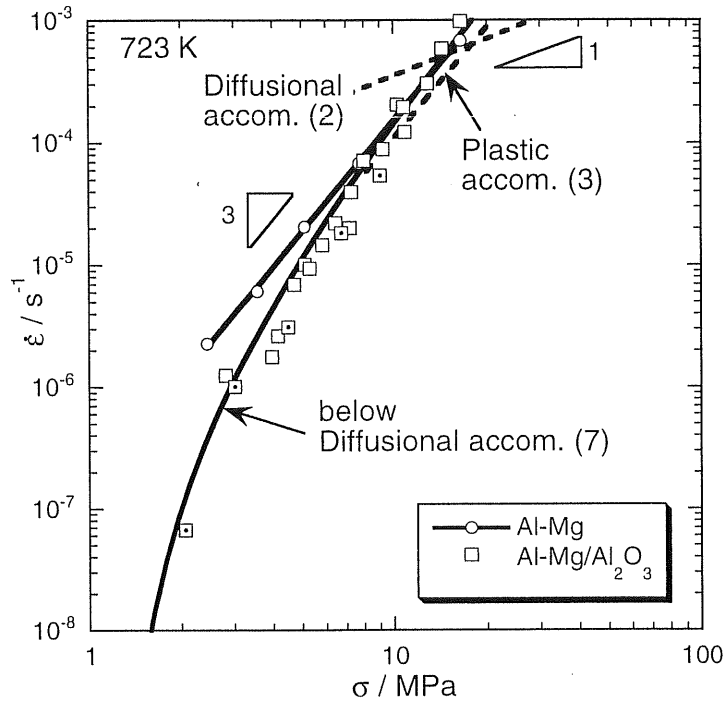


Fig. 6 Al-Mg/Al₂O₃ の定常クリープ挙動

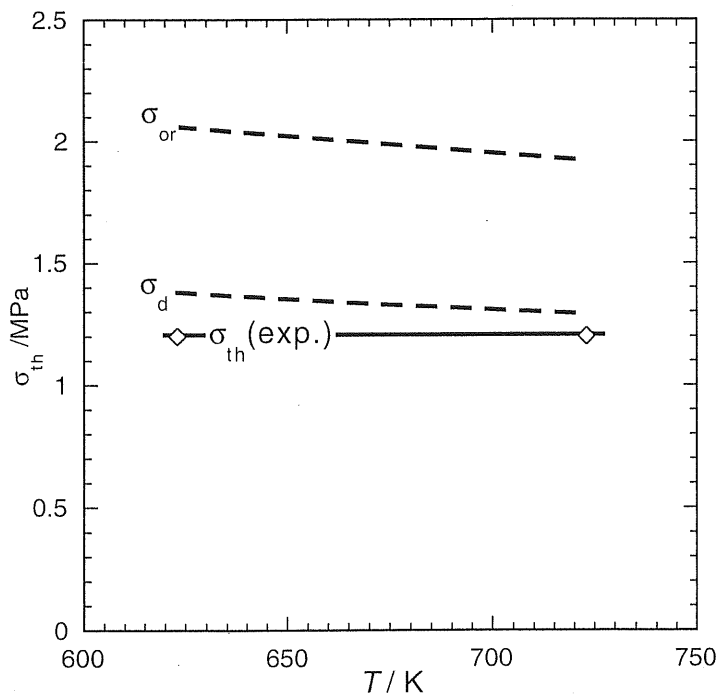


Fig. 7 しきい応力の比較

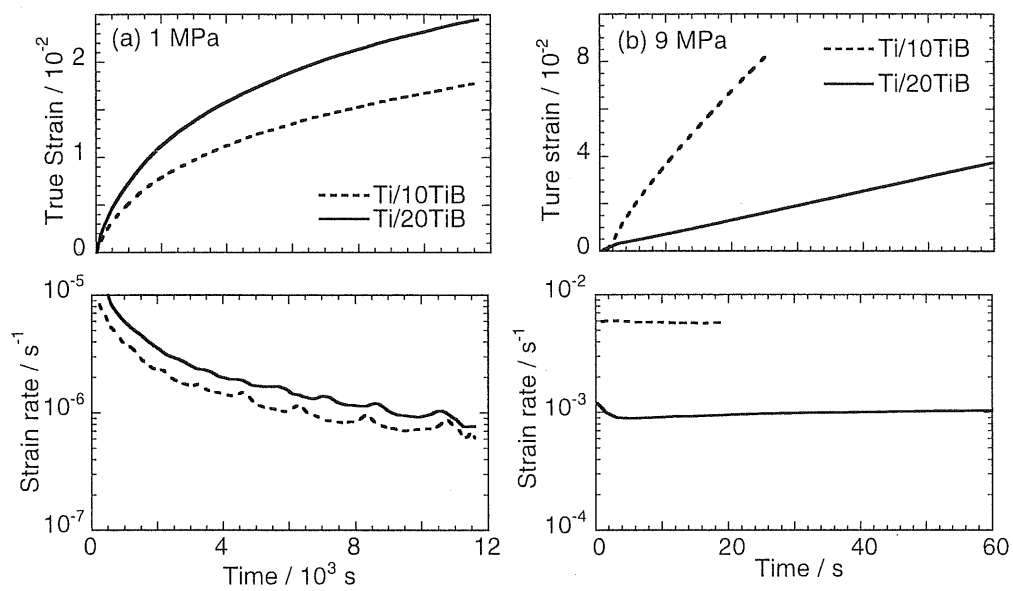


Fig. 8 1473 K での Ti/TiB のクリープカーブ

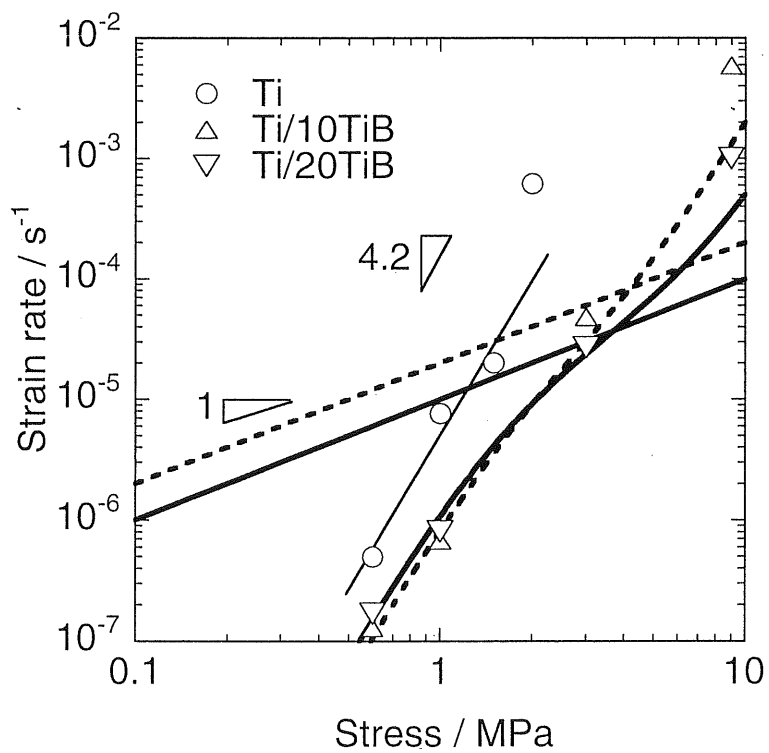


Fig. 9 1473 K での Ti/TiB の定常クリープ挙動