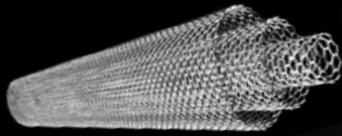


宇宙航空研究開発機構・国産旅客機高性能化技術研究開発事業 公募型研究発表会 (2012年12月7日)

## CNT単分散化によるチタンの静的・動的強度 および耐熱性の向上に関する研究



大阪大学 接合科学研究所  
近藤勝義・梅田純子

### 本研究の目的と課題

#### 【目的】

CFRPとの表面電位差が小さいチタン (Ti) を対象に、粉末冶金法を基調としたCNTの単分散法によりCNT強化チタン複合材の作製と疲労強度・耐熱性に関する基礎データ採取、さらにプロトタイプ素材の試作・性能評価を実施する。

#### 【課題】

- ①両性イオン界面活性剤によるCNT単分散化溶液を用いたチタン粉末表面へのCNTの均一被覆法の確立
- ②CNT/Ti複合粉末の固相焼結固化条件の最適化
- ③静的強度評価と強化機構の解明  
(炭素固溶強化, CNT/TiCナノ粒子複合分散強化, Ti結晶粒微細化)
- ④疲労強度・耐熱性の評価
- ⑤直径~20mm, 全長3m以上のプロトタイプ素材の試作・特性評価

## 本研究の目的と課題

(a) AZ31B alloy

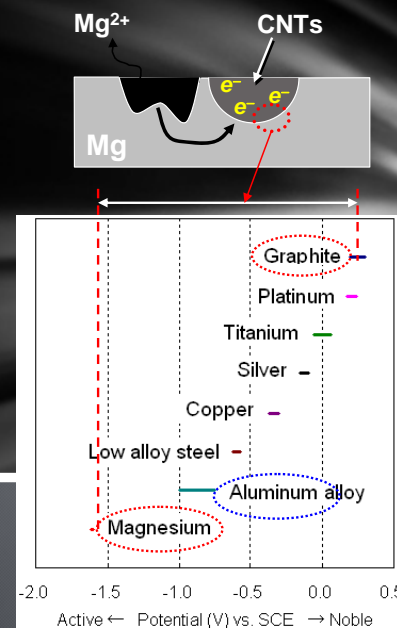


(b) AZ31B with 2vol%CNTs



Fig: Corroded surface damages after salt water spraying test\* of conventional Mg alloy AZ31B (a) and CNTs reinforced AZ31B alloy (b).

\* Spraying test at 35 °C-3% NaCl sol. for 2hrs



D. A. Jones, Principles and prevention of corrosion, 2nd ed., Prentice Hall, Englewood Cliffs, 1996.

## 本研究の目的と課題

### 【目的】

CFRPとの表面電位差が小さいチタン (Ti) を対象に、粉末冶金法を基調としたCNTの単分散法によりCNT強化チタン複合材の作製と疲労強度・耐熱性に関する基礎データ採取、さらにプロトタイプ素材の試作・性能評価を実施する。

### 【課題】

- ①両性イオン界面活性剤によるCNT単分散化溶液を用いたチタン粉末表面へのCNTの均一被覆法の確立
- ②CNT/Ti複合粉末の固相焼結固化条件の最適化
- ③静的強度評価と強化機構の解明  
(炭素固溶強化, CNT/TiCナノ粒子複分散強化, Ti結晶粒微細化)
- ④疲労強度・耐熱性の評価
- ⑤直径~20mm, 全長3m以上のプロトタイプ素材の試作・特性評価

## H23年度の研究成果概要

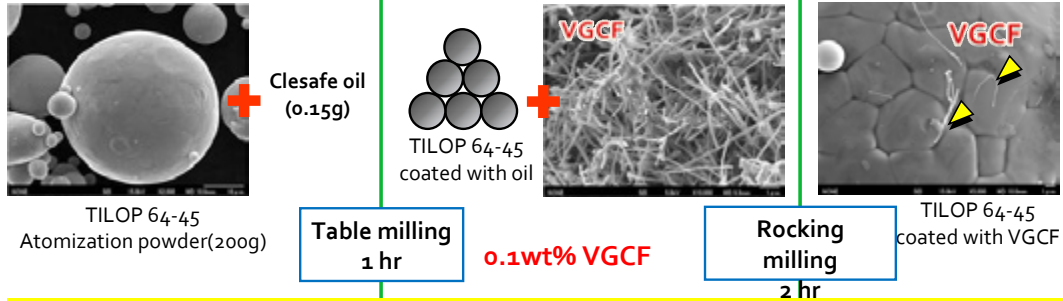
- 両性イオン界面活性剤を添加した水溶液中に多層カーボンナノチューブを均一分散することに成功し、この水溶液に純チタン粉末を浸漬することで粉末表面に凝集することなくCNTをネットワーク状に被覆できるプロセスを構築した。
- 粉末冶金法によりCNT被覆純Ti複合粉末を固相温度域で焼結・固化することでCNT単分散チタン材を作製し、組織構造、機械的特性などの評価を実施した。
- その結果、わずか**0.1wt%のCNT添加により引張強さは約60%、耐力は約110%それぞれ向上**した。このような著しい強度増加の要因として、CNTとチタンの反応により生成する炭化チタンTiCを経由したCNT/Ti間の応力伝達（分散強化）、Tiへの炭素原子の固溶強化、TiC微粒子のPinningによるTi結晶粒の微細化（可動転位の抑制）効果が主たる強化機構であることを明らかにした

## H24年度の研究課題

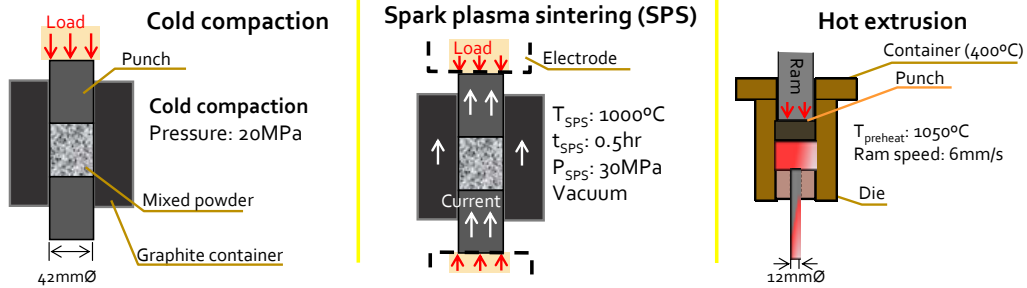
- H23年度の成果である「CNT単分散被覆プロセス」を実用チタン合金であるTi-6Al-4V (Ti-64) 合金粉末に適用し、CNT分散Ti-64複合材料を作成し、その力学特性評価を行う。
- 複合材料の力学特性に及ぼすCNTの影響に関して、組織および結晶配向性（集合組織）の観点から考察を行うと共に、**押出加工過程での素材内における温度変化の影響**についても併せて考察する。
- CNT単分散純Ti粉末複合材料の高温強度特性の評価を通じてCNT添加の影響を材料組織学的な観点から解明する。

# 実験方法 (CNT分散Ti-64粉末合金と複合材の作製)

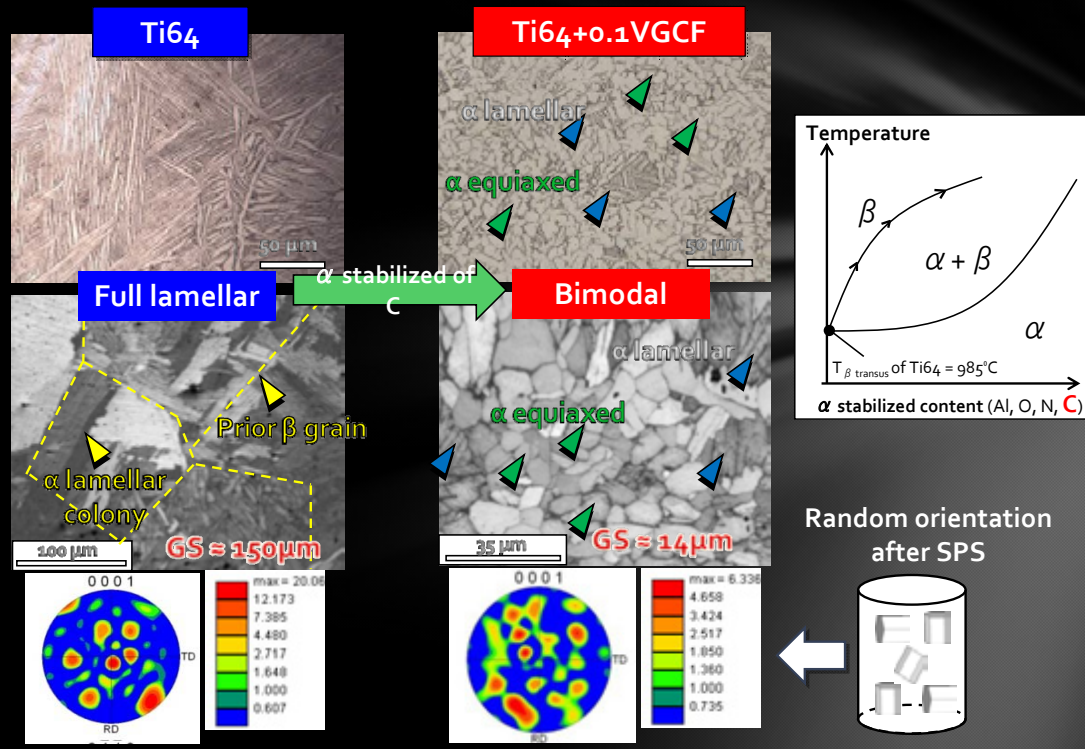
## Mixing step



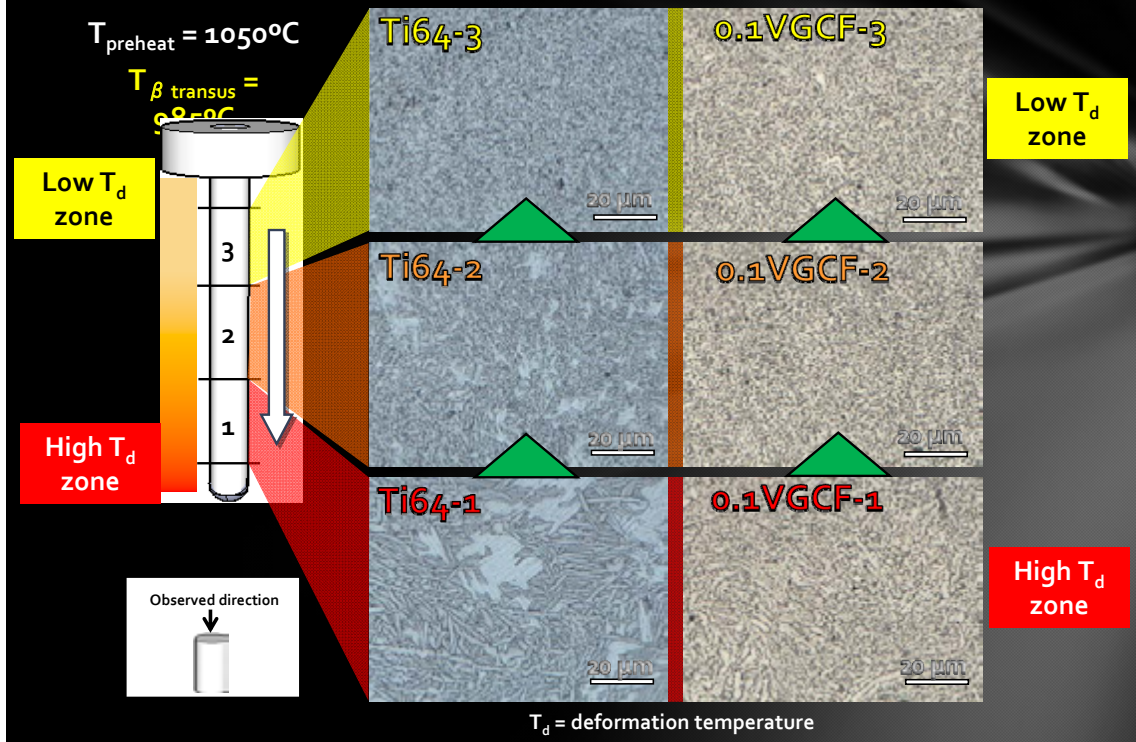
## Consolidation step



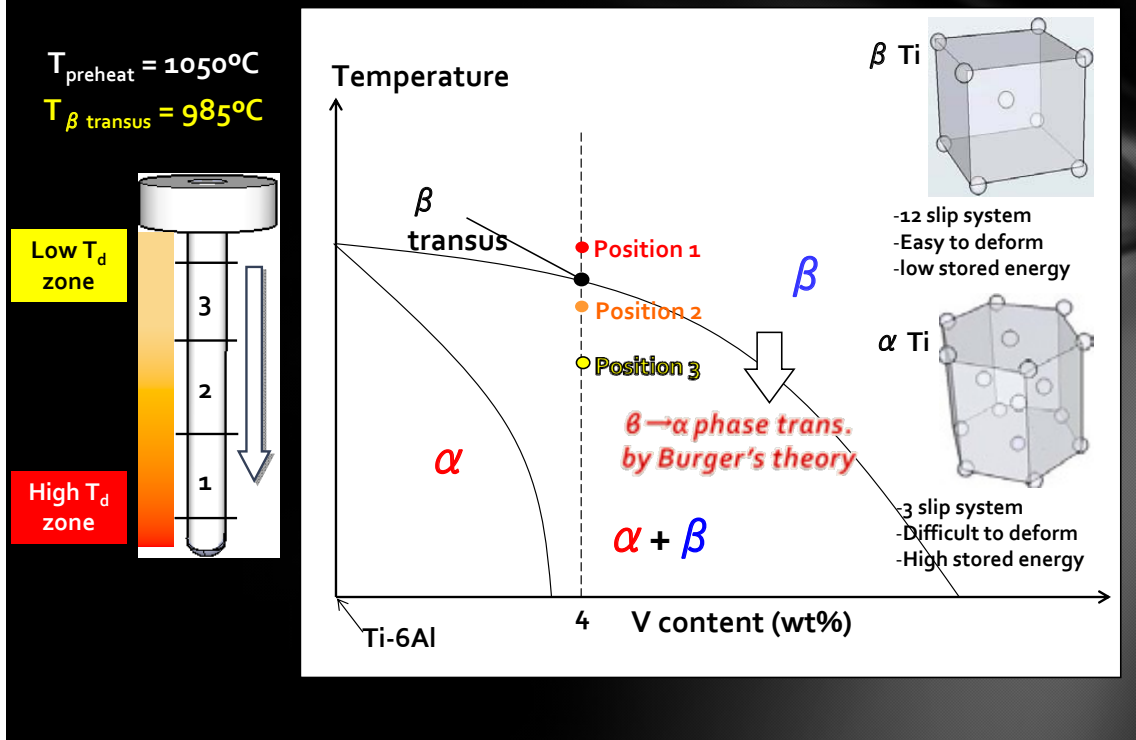
# SPS焼結体の組織・結晶配向性 (熱間押出加工前)



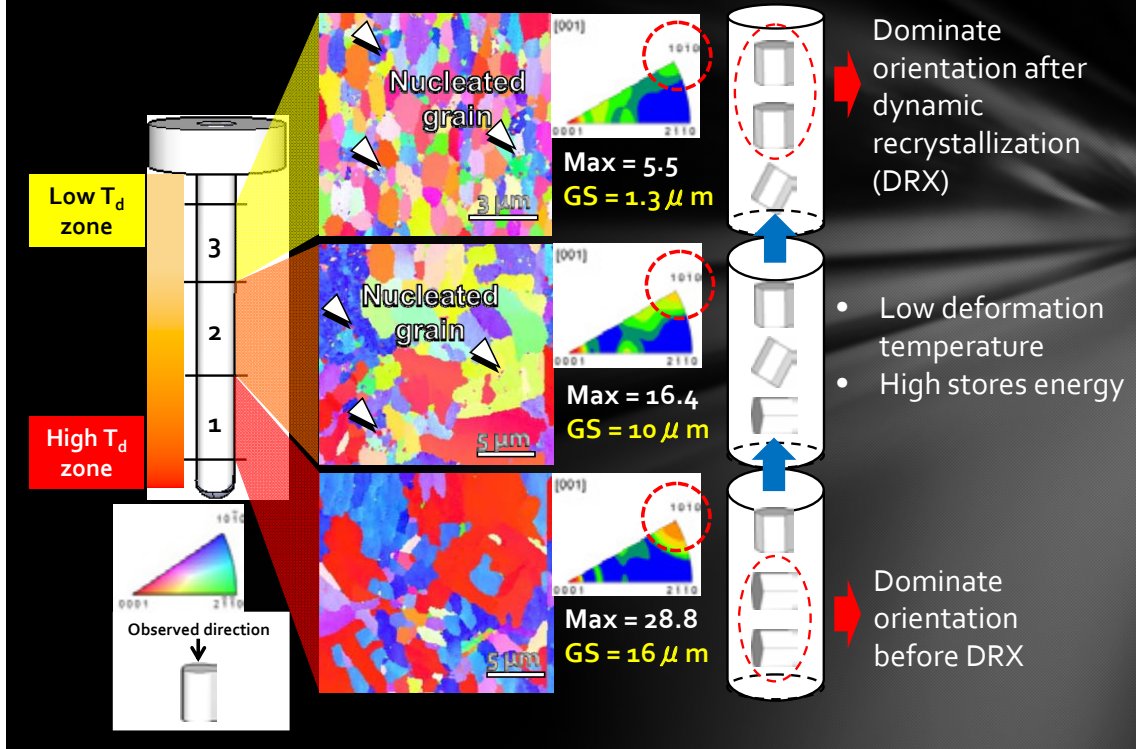
### CNT/Ti-64 粉末押出材の組織変化 (温度依存性)



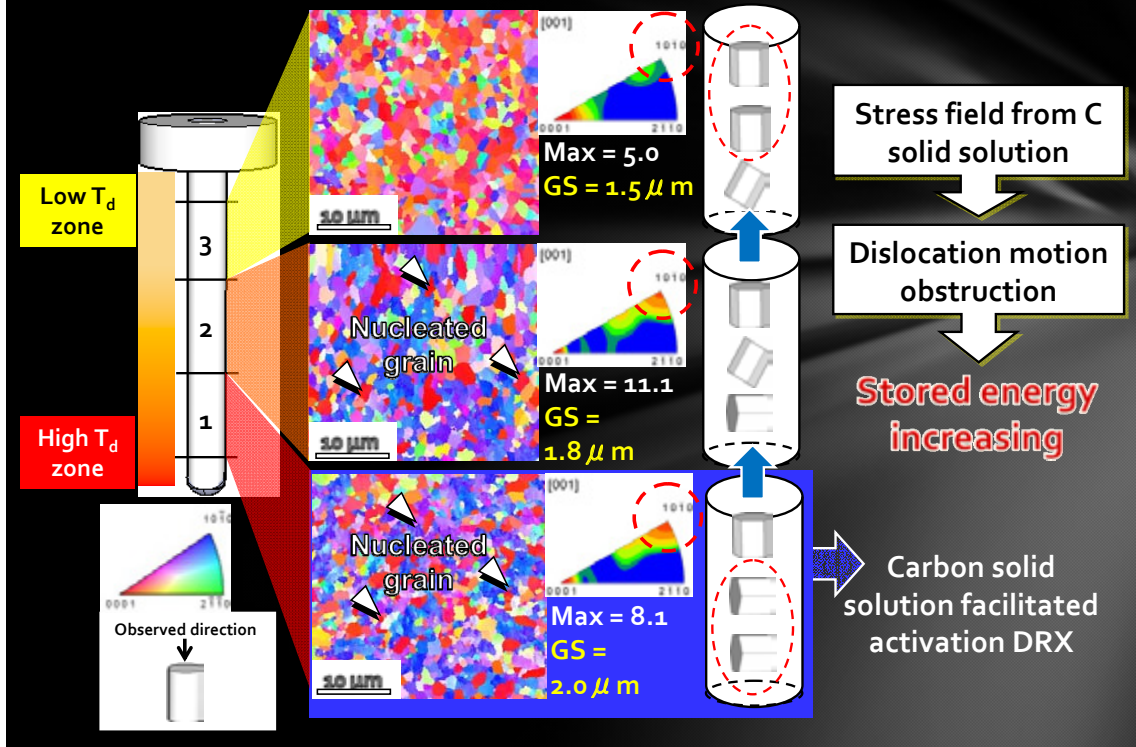
### CNT/Ti-64 粉末押出材の組織変化 (温度依存性)



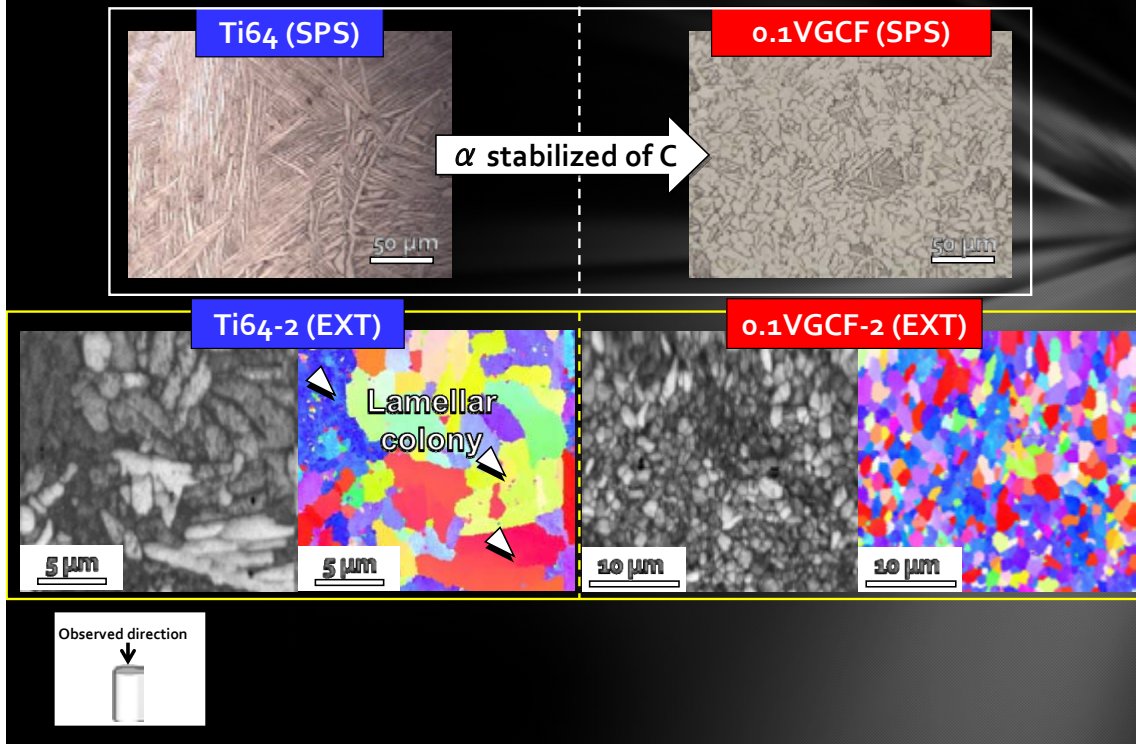
### Ti-64押出材の結晶配向性と加工温度の関係



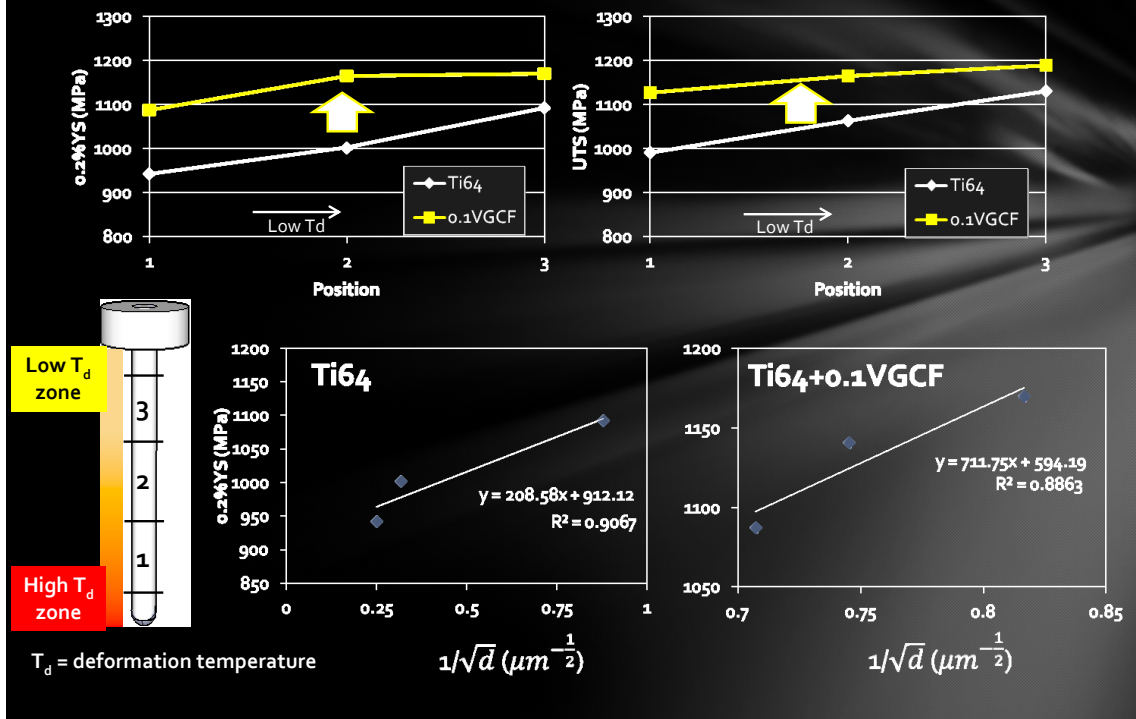
### CNT/Ti-64複合押出材の結晶配向性と加工温度の関係



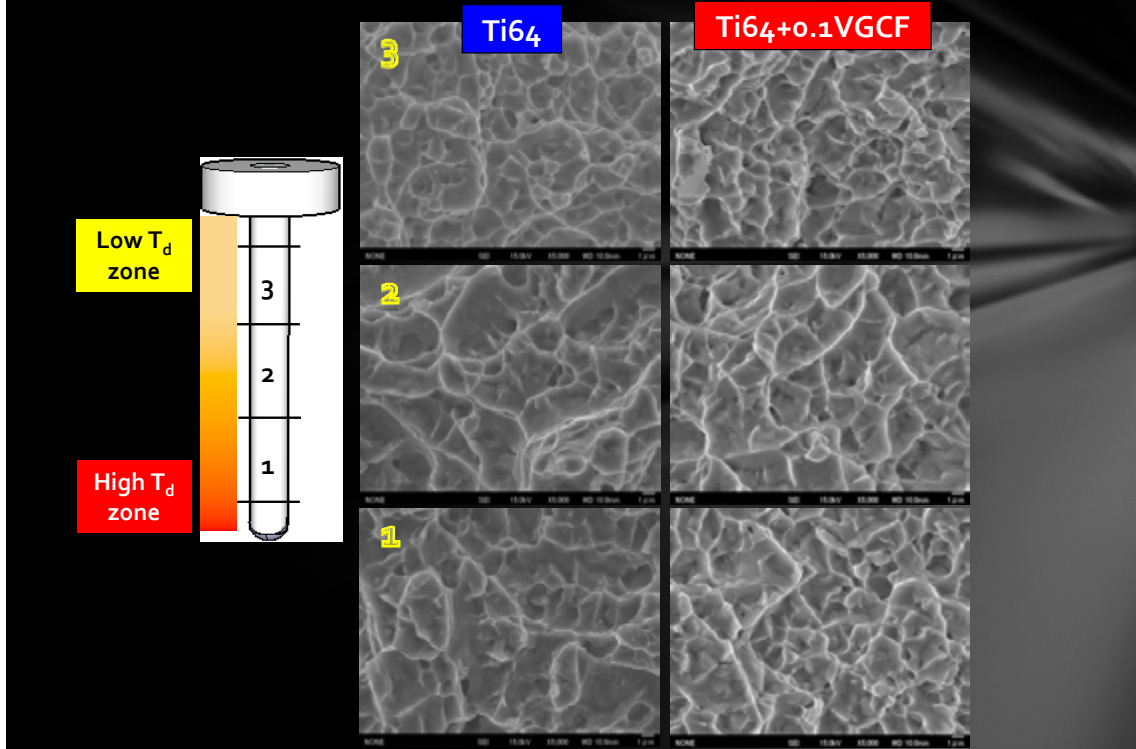
## CNT添加による組織および結晶配向性の変化



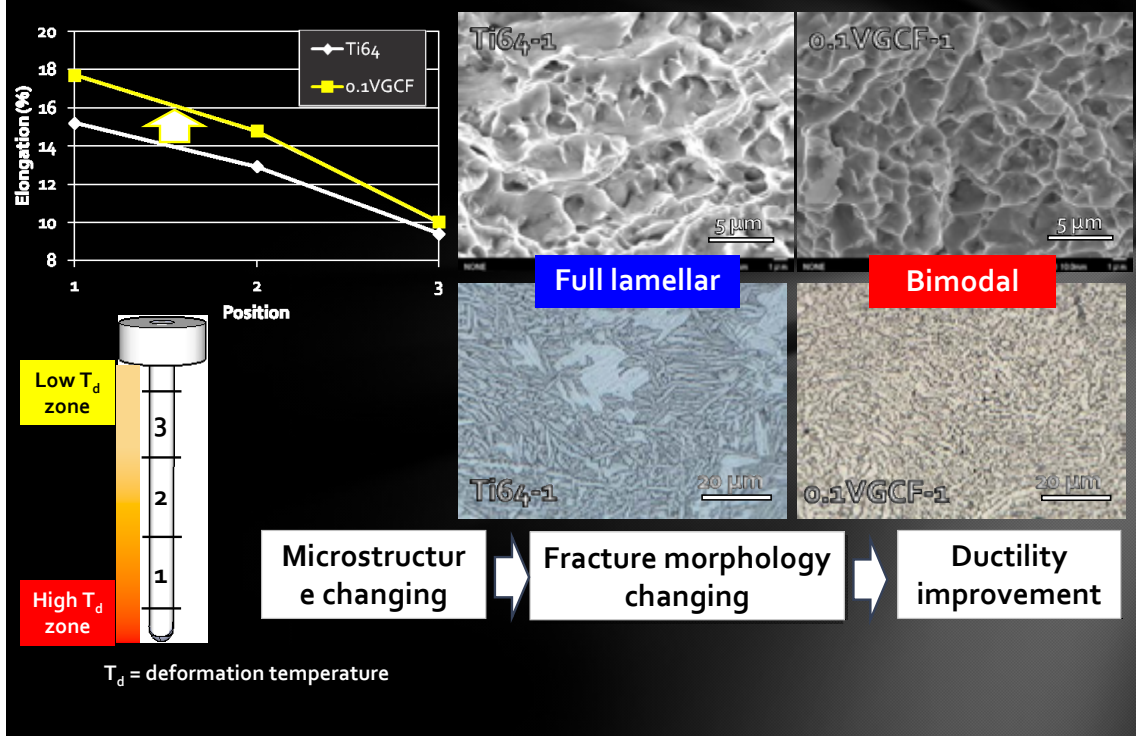
## 常温引張試験結果



### 引張試験片の破断面観察結果

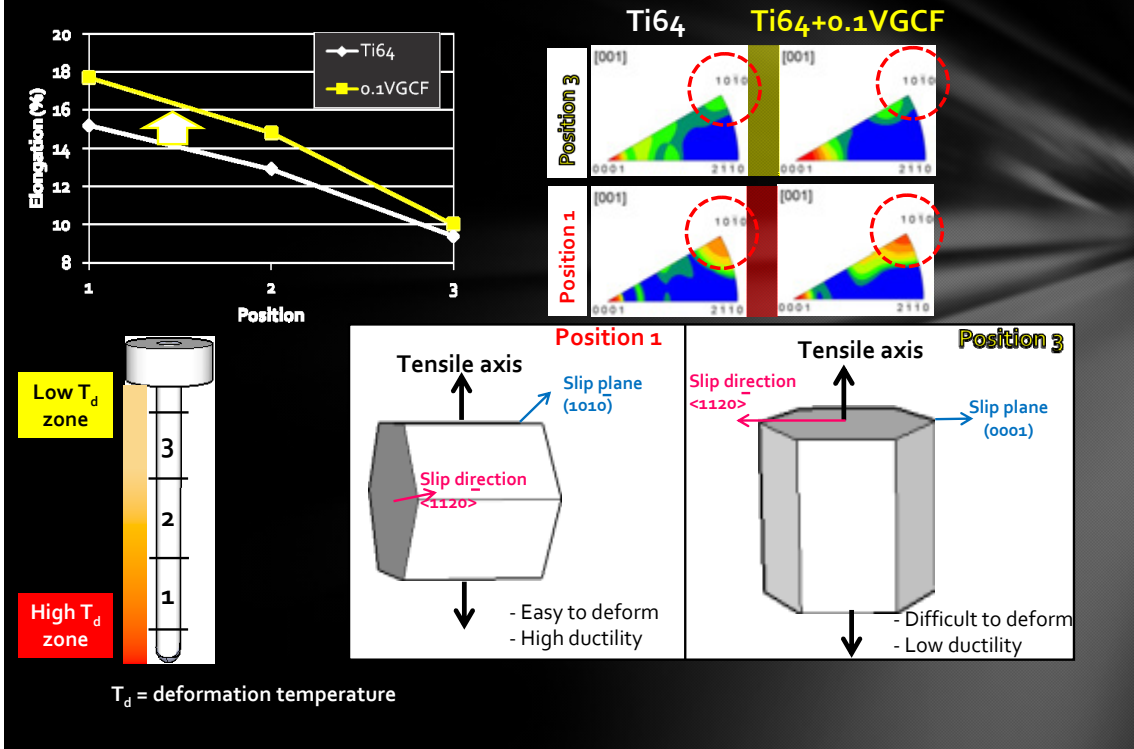


### 延性伸びに及ぼす等軸結晶粒形成の影響

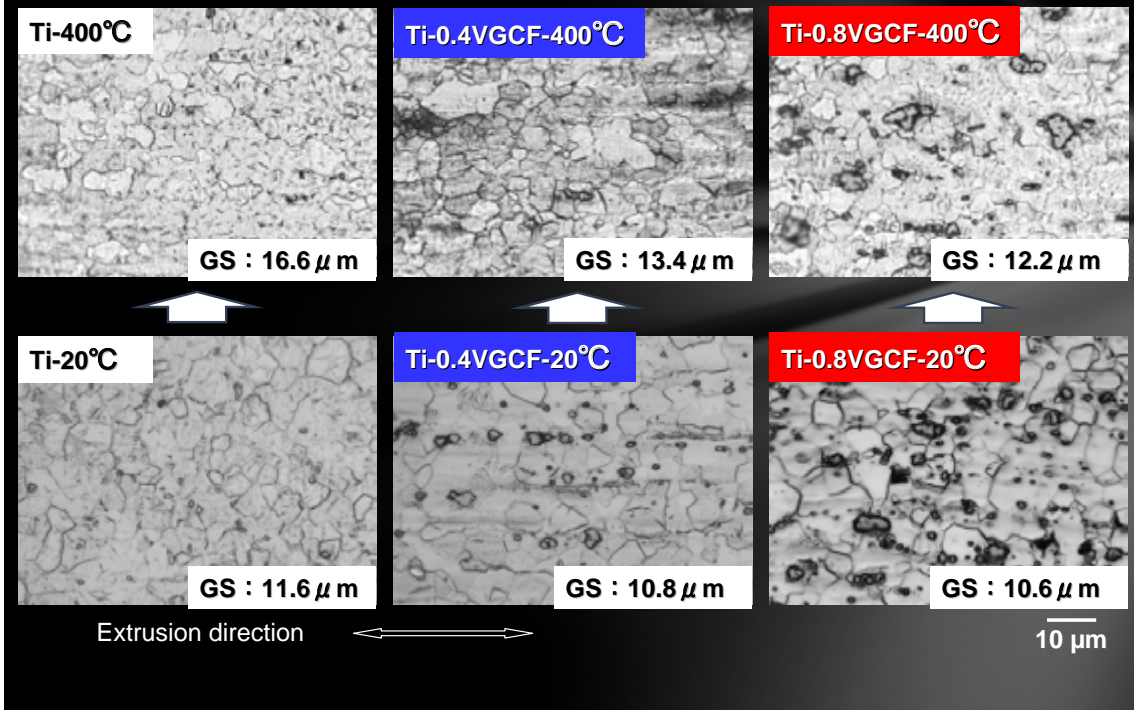




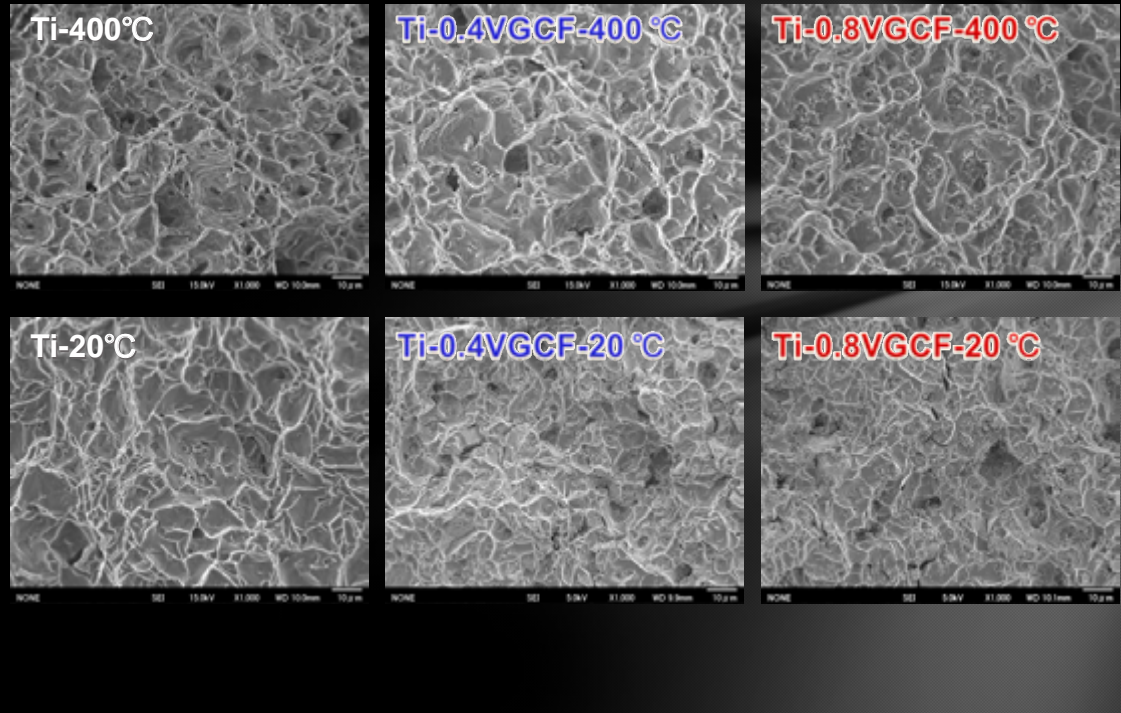
## 延性伸びに及ぼす結晶配向性の影響



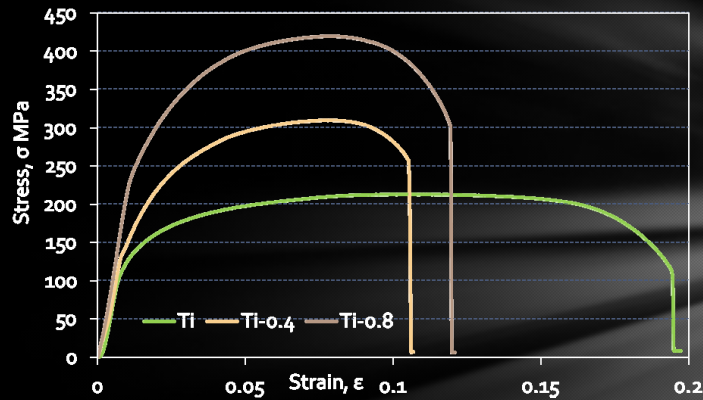
## CNT単分散純Ti粉末押出材の高温強度特性（組織解析）



### CNT単分散純Ti粉末押出材の高温強度特性（破面解析）



### CNT単分散純Ti粉末押出材の高温強度特性（引張試験）



Sample Name	0.2%YS $\sigma_y$ / MPa	UTS $\sigma$ / MPa	Elongation $\epsilon$ (%)	Hardness H / Hv <sub>0.025</sub>
Pure Ti 400°C	122.8	221.1	18.6	248.4(HT)
Ti-0.4VGCF 400°C	194.3	318.5	9.3	353.8(HT)
Ti-0.8VGCF 400°C	240.0	415.6	10.5	521.4(HT)

## 総 括

- CNT単分散Ti-64複合材料において、CNT由来の炭素(C)原子の固溶により  $\beta / \alpha$  の 2 相混合組織が形成され、押出加工後ではCNTを含むことで動的再結晶による等軸結晶粒が形成された。
- Ti-64押出材では、先端部から温度低下による結晶粒径の微細化現象が顕著であったが、CNTを含むことで温度依存性は解消され、全領域において微細な等軸結晶粒の形成が確認された。
- 押出材の引張強度・破断伸びは、いずれの領域においてもCNT添加により増大した。これは主に微細等軸粒形成による可動転位の抑制によるものであり、CNTによるTi-64合金の高強靱性化を実証した。
- 純Ti押出材の高温強度特性は、CNT添加により向上しており、これはTiC粒子の粒界pinning効果（粒成長抑制効果）による。

- K. Kondoh, T. Threrujirapong, S. Bin, H. Imai, S.F. Li, J. Umeda, B. Fugetsu: Multi-Walled Carbon Nanotubes Reinforced Titanium Composites via Powder Metallurgy Process, *Key Engineering Materials*, 520, (2012), 261-268.
- K. Kondoh, T. Threrujirapong J. Umeda, B. Fugetsu: High-temperature properties of extruded titanium composites fabricated from carbon nanotubes coated titanium powder by spark plasma sintering and hot extrusion, *Composites Science and Technology*, 72, (2012), 1291-1297.