

令和 3 年 6 月 11 日現在

機関番号：35302

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2018～2020

課題番号：18K03857

研究課題名(和文) 準安定 チタン合金の変形双晶に基づく多軸応力下塑性加工性向上機構の解明と定式化

研究課題名(英文) Clarification and Formulation of Improvement Mechanism of Plastic Formability under Multi-axial Stress Conditions due to Mechanical Twinning of Metastable Beta-type Titanium Alloys

研究代表者

清水 一郎 (Shimizu, Ichiro)

岡山理科大学・工学部・教授

研究者番号：10263625

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、様々な産業用途への利用が進められている準安定 チタン合金を対象とし、限定された 安定化元素範囲で活動する変形双晶が力学的性質に及ぼす影響の解明を目指した。高温域から溶体化焼入れによって準安定状態とした二元系Ti-Mo合金を中心に、単軸、二軸圧縮等の力学的性質評価試験を実施した。その結果、変形双晶の活動状況が合金組成に強く依存することを見出した。続いて、変形双晶がもたらす特異な塑性変形挙動と、それに対する変形様式の影響を定量的に評価することができた。これらの巨視的変形と微視的挙動の関係に基づき、双晶活動を考慮した塑性挙動の合金添加量依存性の定式表現を試みた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

準安定 チタン合金は、耐食性や生体適合性などの優れた特長から、航空宇宙分野や医療機器分野等での利用が望まれている。本研究では、準安定 チタン特有の変形双晶に焦点を当てて研究を進め、その活動に対する合金組成および変形様式の影響について多くの知見を得た。特に多軸応力下での研究は国内外でも例がなく、微視的な変形双晶と巨視的塑性挙動の関係を解明する上で学術的に重要な情報と位置付けられる。一方、準安定 チタン合金の利用促進には冷間塑性加工の適用が不可欠であることから、社会的に本研究成果は、変形双晶がもたらす塑性挙動の特徴を活かした製品化工程設計に繋がるものと期待される。

研究成果の概要(英文)：The present work was performed to clarify the influences of mechanical twinning, which becomes active within the restricted range of additive beta stabilizing elements in metastable beta-type titanium alloys, upon the mechanical properties. The testing methods including uniaxial and biaxial compressions were applied mainly to the binary titanium-molybdenum alloys having different molybdenum contents. The results indicated that the activation of mechanical twinning strongly depended on the alloy composition. By the detailed investigations, the specific plastic deformation behavior induced by the mechanical twinning and the influences of deformation patterns upon it were evaluated quantitatively. Based on the relation between the macroscopic behavior and the microscopic deformation mechanisms, the trial to formulate the alloy content dependency upon the plastic deformation has been conducted with taking into account the twin activation.

研究分野：材料力学，弾塑性工学，応用固体力学

キーワード：準安定 チタン合金 塑性変形 力学的性質 変形双晶 二軸圧縮

様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

(1) チタンは室温で最密六方結晶構造 (α 型) をとるが、高温域ではすべり系が多い体心立方結晶構造 (β 型) となる。この β 構造を室温で得るため、 β 安定化元素 (Mo, V, Nb, Ta など) 添加後に、高温 β 相領域から溶体化焼入れ処理 (急冷) を行ったものが準安定 β チタン合金である。この合金は、高比強度と優れた塑性変形能に加えて耐腐食性や生体適合性などの優れた特長を持ち、航空宇宙分野、医療機器分野をはじめとした様々な分野で利用が期待されている。一方、実際に製品に利用されている準安定 β チタン合金は比較的限定されており、ニーズに対して、未だその優れた特性を十分に引き出しているとは言い難い。

(2) 準安定 β チタン合金において、高い冷間塑性加工性をもたらす主要な変形機構のひとつとして、限定された合金組成範囲で活動する $\{332\}\langle 113 \rangle$ 変形双晶が知られており、これを有効利用することが準安定 β チタン合金の適用範囲拡大に重要な役割を果たすと期待される。この変形双晶は準安定状態であることに起因して活動するため、これまでに金属物性学に基づいた研究が広く行われてきている。しかしながら、それらの従来研究は合金開発に主眼が置かれており、用いられている力学的試験法は単軸引張り試験または硬さ試験にほぼ限定されていた。したがって、多軸応力状態を含む様々な変形様式での双晶活動と力学的挙動に関する報告例は皆無に等しい状態であった。

2. 研究の目的

このような背景から本研究では、準安定 β チタン合金に特有の変形機構である $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶に着目し、単軸および多軸応力下におけるその活動を、添加元素量の影響を含めて正しく理解するとともに、微視的変形機構を考慮しながら、その有効発現条件を明らかにすることを主目的とした。加えて、変形双晶がもたらす冷間塑性変形挙動を定量表現し、構成関係に紐込むことによって成形プロセス設計に寄与することを目指した。具体的には以下のような目標を設定した。

(1) $\{332\}$ 変形双晶が活動する合金組成域において、合金元素添加量ならびに変形様式が力学的性質に及ぼす影響を明らかにする。

(2) 負荷に伴う変形双晶の活動と成長、双晶とすべりの相互作用など、 $\{332\}$ 変形双晶を理解する上で重要な微視的機構を調べる。

(3) 微視的機構とマクロな力学的性質の関係から、冷間塑性変形において $\{332\}$ 双晶が有効発現する条件を明確にする。加えて、その関係を定量表現可能なモデル構築を試みる。

これらの研究目的は、これまでに我々が行ってきた研究を基盤として、冷間塑性加工の適用を念頭に置いた単軸/多軸応力下における $\{332\}$ 変形双晶の役割に着目して立案したものであり、従来研究とは異なる独自性を有するものと位置付けられる。

3. 研究の方法

本研究の目的を達成するために、次のような流れで研究を遂行した。

(1) 付加的な合金元素の影響を除くため、二元系準安定 β チタン合金を用意した。代表的にはチタンモリブデン合金 (Ti-Mo 合金) を対象とし、これまでの研究から $\{332\}\langle 113 \rangle$ 変形双晶が最も活動しやすいと想定される Ti-14 mass%Mo 合金を中心に、Ti-10~18 mass% Mo の範囲で 2mass%毎に異なる 5 種類の合金を得た。これらの合金は市販されていないため、熱間圧延材として依頼製作し、室温で等軸粒かつ準安定 β 構造を得ることができる溶体化焼入れ処理の条件を求めた。なお、研究用試験素材の入手および調整には時間を要することから、既所有のチタンニオブ合金 (Ti-Nb 合金) を用いて、自作の二軸圧縮試験機による単軸圧縮および等二軸圧縮を実施し、変形双晶活動が応力-ひずみ関係に及ぼす影響について予備的検討を実施した。

(2) 力学的性質評価に用いる自作の二軸圧縮試験機を、高強度な Ti-Mo 合金に合わせ、各軸で 30kN まで試験可能となるように改良した。続いて、5 種類の Ti-Mo 合金圧延材から、ワイヤカット放電加工によって一辺約 3~4 mm の立方体 (直方体) 試験片を切り出し、各面を研磨後に溶体化処理焼入れ処理を施して圧縮試験片とした。これらの試験片に対して、単軸圧縮、平面ひずみ圧縮、等二軸圧縮の 3 通りの試験を実施し、応力-ひずみ関係を取得した。なお、当初はチューブエンドフレア試験によって引張り域の力学的性質を調べることを計画し、そのための試験法開発および試験機設計も本研究内で進めたが、Ti-Mo 合金への適用には試験系に想定以上の剛性が必要であることがわかったため、現時点では適用に至っていない。

(3) 圧縮試験による力学的性質評価と対応付けるため、塑性変形の進行に伴う双晶活動や組織変化を、電子顕微鏡解析およびX線解析を駆使して調べ、合金組成や圧縮変形様式がそれらに及ぼす影響を定量評価した。得られた結果に基づき、微視的変形機構と圧縮塑性挙動の関係について検討を行った。

(4) 以上の実験結果に基づき、変形双晶の活動が力学的挙動に及ぼす影響に焦点を置いて、構成関係の定量表現を試みた。合金組成による変形双晶の活動状況の差異が予想以上に顕著であったため、それらを正確に表現するには至っていないものの、将来的には合金組成依存性を含めた力学的挙動の予測に繋げることが可能と期待される。

4. 研究成果

以下に、本研究で得られた主な研究成果をまとめる。なお、各項目番号は「研究の方法」と対応させている。

(1) 用意した二元系 Ti-Mo 合金の組成と、溶体化焼入れ処理後（準安定 β 状態）の平均結晶粒径を表 1 にまとめる。これらは依頼製作したものであるが、鋳塊から圧延率 50%以上の熱間圧延で仕上げており、溶体化焼入れ処理後にほぼ等軸な結晶粒となっている。チタンでは酸素の固溶が力学的性質に強く影響するため、表 1 のように酸素含有量を揃えた材料を用いることが、本研究の目的には重要である。溶体化焼入れ処理の条件を検討した結果、高真空下で 1223 K 30 min 保持後氷水焼入れに統一した。

Ti-Mo 合金入手までに、準安定 β Ti-Nb 合金による予備的検討を実施した。用いた合金は Ti-35mass%Nb (Mo 当量 9.8) と Ti-45mass%Nb (Mo 当量 12.6) であり、前者では{332}双晶の活動をj確認している。いずれの圧縮様式においても、変形双晶が活動する Ti-35Nb では、すべり主体の Ti-45Nb よりも加工硬化が顕著となった。同時に3段階の加工硬化率変化が認められ、変形双晶が優位に活動するひずみ域の存在が確認された。一方、単軸圧縮と比較して等二軸圧縮では Ti-35Nb と Ti-45Nb の差が縮小しており、強い変形拘束により双晶活動が抑制されることが示唆された。

(2) 力学的性質の合金組成依存性を調べるため、5種類の Ti-Mo 合金に対して、剛性を向上させた自作試験機を用いて単軸および二軸圧縮試験を実施した。その代表例として、単軸圧縮および等二軸圧縮に伴う応力-ひずみ関係を図 2 に示す。いずれの圧縮様式においても、明瞭な Mo 添加量依存性が確認された。単軸圧縮では、Ti-10Mo~Ti-14Mo の範囲で Ti-35Nb と同様に変形双晶活動に関連する3段階の加工硬化率変化が現れ、Ti-14Mo で降伏応力が最も低下した。その後、Ti-16Mo では降伏応力が向上するとともに加工硬化率変化は単調減少に転じた。また、Ti-18Mo では高い降伏応力と低い加工硬化率を示し、主な塑性変形機構が体心立方結晶構造に基づく「結晶すべり」に遷移したことが推察された。対して等二軸圧縮では、降伏応力の Mo 添加量

表 1 二元系 Ti-Mo 合金の組成と平均結晶粒径

Ti-Mo 合金 (mass%)	Mo	Fe	W	N	O	Ti	平均結晶粒径 (求積法, μm)
Ti-10Mo	10.00	0.01	0.02	0.007	0.089	bal.	64.8
Ti-12Mo	12.01	0.02	0.03	0.003	0.089	bal.	88.7
Ti-14Mo	14.02	0.02	0.04	0.012	0.102	bal.	88.1
Ti-16Mo	16.01	0.01	0.03	0.003	0.100	bal.	86.4
Ti-18Mo	17.94	0.01	0.01	0.003	0.104	bal.	92.3

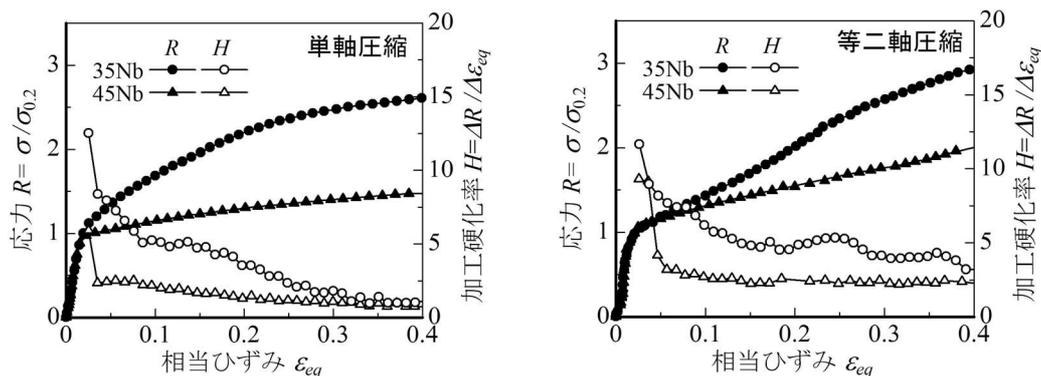


図 1 Ti-Nb 合金における単軸/等二軸圧縮に伴う応力-ひずみ関係と加工硬化率の変化

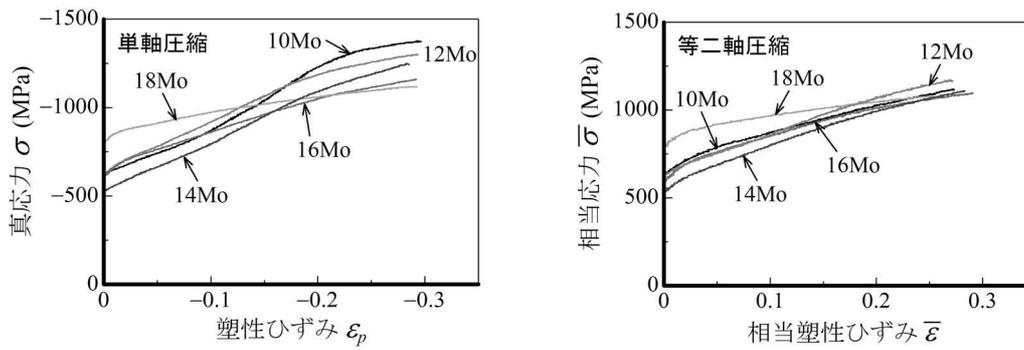


図2 Ti-Mo合金における単軸／等二軸圧縮に伴う応力-ひずみ関係

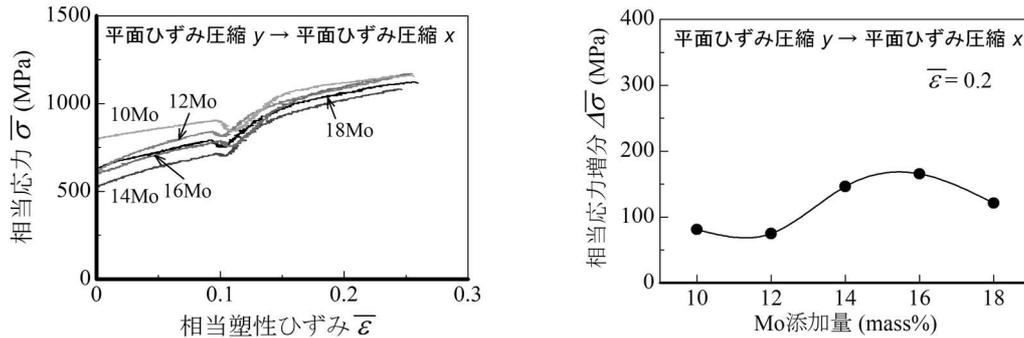


図3 連続平面ひずみ圧縮における応力-ひずみ関係と経路変化に伴う応力増分

依存性については単軸圧縮と同様な傾向であったが、Ti-10Mo～Ti-14Moでも明瞭な3段階の加工硬化率変化は認められず、単軸圧縮の場合よりMo添加量の影響が低減するとともに加工硬化率も低下するなどの相違が現れた。なお、Ti-18Moにおける単軸／等二軸圧縮の応力-ひずみ関係がほぼ一致することは、試験条件が適切であったことを裏付けている。

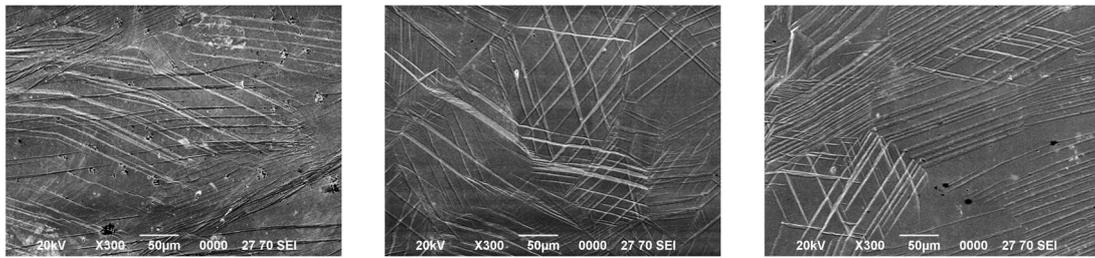
一方、製品成形過程に近い条件での力学的性質評価も試みた。その一例として多段鍛造を模擬した連続平面ひずみ圧縮(y方向圧縮後に直交するx方向へ圧縮)での応力-ひずみ関係と、経路変化に伴う応力増分を図3に示す。経路変化後の応力増分には明瞭なMo添加量依存性が認められ、これは最初の圧縮における双晶活動が結晶方位変化をもたらしたことに加え、後続するすべり変形の障害となる双晶境界が増加したためと推論される。

以上に述べたような二軸応力下での準安定βチタン合金における力学的挙動は国内外でも報告例がなく、準安定βチタン合金へ種々の冷間塑性加工法を適用する際に極めて有用となる知見に位置付けられる。

(3)(2)で述べた力学的性質と変形双晶を含む微視的変形機構を関係付けるため、電子顕微鏡解析およびX線解析を行って、Mo添加量と圧縮様式が変形双晶の活動に及ぼす影響を調べた。まずX線回折により、Ti-10Moでは(準安定)β構造に加えて若干のαダブルプライム構造(マルテンサイト構造)が残るが、Ti-12Mo以降ではほぼ(準安定)β構造単相であることを確かめた。

次に変形双晶の活動に関して、単軸および等二軸圧縮に伴う自由表面の観察例(二次電子画像)を図4に、また、分析結果から評価した双晶面積分率と平均双晶境界間隔を図5に示す。まず圧縮様式の影響について、単軸圧縮では圧縮方向に対してほぼ垂直に長く伸びた双晶が多数現れたのに対し、等二軸圧縮では斜め方向に交差した双晶が比較的多く観察された。この違いは、双晶は基本的にせん断変形であり、単軸圧縮と比較して2方向に巨視的な縮みを与える等二軸圧縮では、双晶活動に対して変形拘束が強く働くことに起因すると推察される。等二軸圧縮時の双晶面積分率が単軸圧縮よりも低いこともこの推察を裏付けている。

次に双晶活動のMo添加量依存性に関して、{332}変形双晶はTi-10Mo～Ti-16Moの範囲で活動するが、Ti-18Moではほとんど現れないことがわかった。これは、β構造が安定状態に近づくとも変形双晶よりもすべり変形が優先されるためである。一方、変形双晶の活動はTi-14Moで最も顕著かつ双晶面積分率が最大となり、結晶粒界まで達する細長い(レンズ状の)双晶が多数観察された。このような変形双晶の様相変化は、塑性変形の進行に伴って新しい変形双晶が活動するケースと、既に存在する双晶がその領域を拡大するケースに大別され、いずれのケースでも双晶面積分率は増加するが、平均双晶境界間隔は前者では減少し、後者では増大する。現実的には双



Ti-14Mo (単軸) Ti-12Mo (等二軸) Ti-16Mo (等二軸)

図4 単軸／等二軸圧縮によって Ti-Mo 合金に発生した変形双晶
(単軸圧縮は上下に圧縮, 等二軸圧縮は上下左右に圧縮)

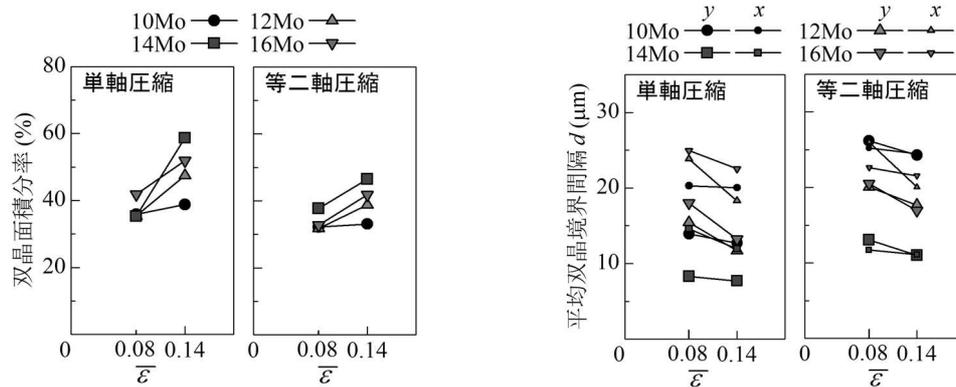


図5 Ti-Mo 合金における双晶面積分率と平均双晶境界間隔

方が同時に起こるため平均双晶境界間隔は全てのケースで減少したが、特に Ti-14Mo では平均双晶境界間隔が他と比較して小さくなった。すなわち、Ti-14Mo において変形双晶の新規活動が比較的容易であることが、低い降伏応力と顕著な3段階の加工硬化率変化をもたらした要因と考えられる。

以上のように本研究では、微視的な変形双晶の活動に対するβ安定化元素添加量と圧縮変形様式の影響について多くの新たな情報を得ることができた。これらの情報は今後、準安定βチタン合金の力学的性質に対する変形双晶の役割について学術的な解明を進める上で極めて有用と期待される。

(4) 変形双晶の活動が力学的挙動に及ぼす影響については、これまでに主として鉄鋼材料の TWIP 効果に関して定式表現の検討が進められ、近年ではチタン合金への適用例も幾つか報告されている。本研究でもこれまでに提案された

$$\sigma = \sigma_0 + \Delta\sigma_s + \Delta\sigma_t \quad \dots\dots ①$$

$$\Delta\sigma_t = \beta M \mu b \left(\frac{1}{\lambda} \right) \quad \dots\dots ②$$

の2式をベースに定式表現を試みている。ここで、 σ_0 は固溶強化と粒界強化を含む摩擦応力、 $\Delta\sigma_s$ はすべり変形における堆積転位に基づく応力増分、 $\Delta\sigma_t$ は双晶変形に基づく応力増分であり、すべて塑性ひずみの関数である。また、 $\Delta\sigma_t$ は双晶境界の増加と関連し、テーラー係数 M 、せん断係数 μ 、バーガースベクトル b 、双晶間隔を含む転位の平均自由行程 λ の関数として表現される。現在、この定式化を完成させるため、 $\Delta\sigma_s$ 、 $\Delta\sigma_t$ に関して合金組成および圧縮変形様式の影響を適切に表現する関数形について検討を進めている。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 清水一郎, 竹元嘉利
2. 発表標題 二元系Ti-Mo合金における塑性変形特性の変形双晶依存性に関する検討
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第59期総会・講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 趙 薪茗, 清水一郎, 後 公大
2. 発表標題 チューブエンドフレア試験と有限要素法解析によるAZ31マグネシウム合金薄肉円管の力学的性質推定
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第59期総会・講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 宮崎翔太郎, 竹元嘉利, 清水一郎
2. 発表標題 Ti-30Nb合金の焼戻しに伴う変態挙動
3. 学会等名 日本鉄鋼協会中国四国支部第47回若手フォーラム
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 工藤彩音, 竹元嘉利, 大宮祐也, 清水一郎
2. 発表標題 Ti-10Mo-7Al合金の引張特性に及ぼす熱処理の影響
3. 学会等名 日本鉄鋼協会中国四国支部第47回若手フォーラム
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 清水一郎, 竹元嘉利
2. 発表標題 二元系Ti-Mo合金におけるMo添加量が各種変形様式の弾塑性挙動に及ぼす影響
3. 学会等名 日本非破壊検査協会第51回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 清水一郎, 竹元嘉利
2. 発表標題 二元系準安定型チタン合金の二軸圧縮挙動における変形双晶の役割に関する基礎的考察
3. 学会等名 日本非破壊検査協会第50回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	竹元 嘉利 (Takemoto Yoshito) (60216942)	岡山大学・自然科学学域・准教授 (15301)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------