

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 5 日現在

機関番号：33919

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2016

課題番号：25420018

研究課題名(和文)EBSD法による純チタンの疲労損傷評価

研究課題名(英文)Evaluation of Fatigue Damage in Pure Titanium using EBSD Method

研究代表者

清水 憲一(Shimizu, Kenichi)

名城大学・理工学部・准教授

研究者番号：50294434

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：EBSD法を用いて純チタン膜材の疲労き裂周辺の結晶方位を測定した。得られた方位行列から、結晶方位差の回転軸をベクトルとして評価し、疲労き裂進展の際に活動したすべり系を推定した。その結果、純チタン膜材では、c軸が圧延方向と直交方向に約30°傾いた圧延集合組織を示し、荷重軸が圧延方向と直交する試験片の方が、圧延方向と平行な試験片よりもき裂進展が遅かった。回転軸ベクトルより、活動したすべり系を予測した結果、荷重軸が圧延方向と直交する試験片では底面すべりが、平行な試験片では柱面すべりが生じていた。底面すべりの臨界分解せん断応力は柱面すべりに比べて高いことから、き裂進展速度が低下したと考えられる。

研究成果の概要(英文)：Pure titanium films with rolling texture were fatigued. The crystallographic information was analyzed using the Electron Back-scatter Diffraction (EBSD) system and a misorientation vector was estimated as the axis of misorientation angle. As a result, fatigue cracks propagated faster in the specimen loaded to the rolling direction than in that loaded to the transverse direction. Using the misorientation vector, the active slip system with crack propagation was estimated. It is found that the fatigue crack propagated by two prismatic slip systems in the specimen loaded to the rolling direction. On the other hand, the fatigue crack seems to propagate by one basal slip system in the specimen loaded to the transverse direction. The basal slip hardly operates because the slip is limited in one plane and the fatigue crack propagation is decelerated in the specimen loaded to the transverse direction.

研究分野：材料強度学

キーワード：疲労 き裂 純チタン 結晶方位 EBSD法

1. 研究開始当初の背景

(1) 従来、航空機の構造部材としてジュラルミンなどのアルミニウム合金が主に使用されてきたが、最近では、ボーイング787に代表されるように、炭素繊維複合材料の割合が飛躍的に増加している。しかし民間機では、信頼性の観点から、メインフレームなどの主要構造部材として、未だにジュラルミンが使用される場合が多い。ところが、アルミニウムと炭素繊維は電気化学的に不安定であり、アルミニウム合金に替わる航空機用金属材料として、チタン(純チタン)の使用が増えることが見込まれている。

チタンは、鉄やアルミニウムなどの立方晶系金属と異なり稠密六方晶であることから、材料力学的に特徴的な変形挙動を示す場合が多い。申請者らの過去の研究でも、静的塑性変形時と疲労き裂進展時では、作動しやすいすべり系が異なるなどの結果が得られており、チタンの結晶学的な変形メカニズムの解明が必要不可欠であると考えられる。なお、航空機の構造部材として金属材料が用いられる場合、軽量化の観点から、安全率を下げた疲労き裂許容設計が行われることが多い。そのため、これらを航空機用材料として用いる場合、その疲労特性とりわけ疲労き裂進展特性の把握が重要である。

(2) 申請者らは、これまでに電子線後方散乱回折 (EBSD: Electron Back-scatter Diffraction) 法を用いて、鉄や銅などの結晶方位を計測し、疲労損傷と結晶方位差の関係について検討してきた。その結果、疲労損傷によって生じる結晶方位差(結晶回転)は、金属のすべり変形に起因し、結晶方位差の角度と回転方向から、疲労損傷の定量的な評価が可能であることを明らかにした。さらに疲労損傷が目で観察できる前に、結晶方位差(結晶回転)から疲労き裂発生箇所および発生時期が予測できる可能性を示した。EBSD法は、数ミクロン四方の超微小領域から、最大1ミリ四方形程度の比較的広範囲な領域までの測定を非破壊的に行うことができる。代表的な非破壊計測手法であるX線測定の場合、計測領域は最小でも1ミリ四方形であることから、EBSD法は、疲労き裂先端などの超微小領域の計測に最適であることがわかる。

2. 研究の目的

(1) 純チタンは実用金属の中では、極めて高い耐食性を持ち、軽量かつ高強度という特徴がある。これらの特徴を活かして、化学プラントや熱交換器のような腐食環境中で膜材として使用されている。特に、海水を冷媒に使用する船舶用熱交換器には純チタン膜材の使用が必須となっている。さらに、燃料電池車に搭載される燃料電池スタックの基幹部品であるセパレータにチタン膜材が採用されるなど、従来の用途に加え、新たな市場に需要が拡大しつつある。

(2) 圧延された純チタン膜は、圧延集合組織によって強い異方性を示すので、荷重軸方向によってその機械的特性は大きく異なることが予想される。このような純チタン膜材を機械製品に用いる場合、膜材の疲労試験を行い、疲労き裂進展に及ぼす圧延集合組織の影響を把握することが製品の信頼性を高める上で重要である。本研究では、純チタン膜材を用いて、圧延方向と同一方向あるいは直交方向に荷重を負荷した疲労試験を行い、EBSD法によって得られた疲労き裂周辺の結晶方位データから、独自の方法で結晶方位差を算出した。この方法を用いると、結晶格子の回転軸が評価出来るので、純チタン膜材の疲労き裂進展における活動すべり系を推定し、圧延集合組織がき裂進展に及ぼす影響について検討した。

3. 研究の方法

(1) 供試材には膜供試材には膜厚 50 μ m の冷間圧延された純チタンを用いた。エチレングリコールと塩化ナトリウムを混合した電解研磨液を用いて、膜厚 30 μ m まで電解研磨を行い、20mm 四方に切り出したのち、中心にワイヤ放電加工により長さ 1.6mm、先端半径 0.15mm のスリット状切欠きを導入した。最後にひずみ除去のため、1073K-3h の条件下で焼鈍を行った。この膜材を、図1に示す中央に縦横比 1.5 のだ円貫通穴を開けた厚さ 2mm の A2017 アルミニウム合金の板材に貼り付け、これを試験片とした。このとき、圧延方向が荷重軸方向(図1の上下方向)と直交する試験片を TD 材、平行な試験片を RD 材とした。

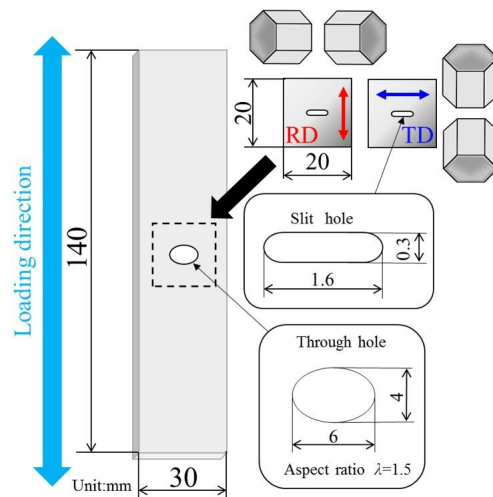


図1 疲労試験片の寸法

(2) 疲労き裂進展試験には電気油圧サーボ式疲労試験機(島津製作所製: EHF-LB5KN-10L)を使用した。試験条件は周波数 20Hz、応力比 $R=0$ の正弦波による荷重一定試験とした。き裂の観察と測定にはデジタル顕微鏡(ユニオン光学製: DZ-4)に取り付けられたマイクロメーターを使用した。

(3) 結晶方位解析にはサーマル電界放出型走査電子顕微鏡（日本電子製：JSM-7000FS）に取り付けられた結晶方位解析装置（Tex SEM Laboratory：OIM 4.6）を用いた。図2に示すように、P点における方位差は以下の式を用いて算出できる。

$$M_{12} = A_2 A_1^{-1}$$

$$\cos\theta = \frac{\text{Tr}M_{12} - 1}{2}$$

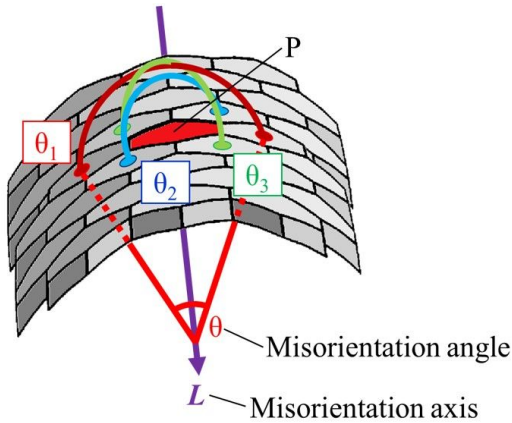


図2 局所結晶方位差と方位差軸ベクトルLの定義

A_1 と A_2 はP点を挟んで対角に位置する箇所の方位行列、 M_{12} は A_1 から A_2 への回転を表す行列、 $\text{Tr}M_{12}$ は M_{12} の対角成分の和である。方位差 θ は、ある軸の周りの回転角として定義されており、このときの回転軸は、 M_{12} の成分より、 $L_1=m_{32}-m_{23}$ 、 $L_2=m_{13}-m_{31}$ 、 $L_3=m_{21}-m_{12}$ を用いて次式のベクトルLとして求められる。

$$L = \left(\frac{L_1}{\sqrt{L_1^2 + L_2^2 + L_3^2}}, \frac{L_2}{\sqrt{L_1^2 + L_2^2 + L_3^2}}, \frac{L_3}{\sqrt{L_1^2 + L_2^2 + L_3^2}} \right)$$

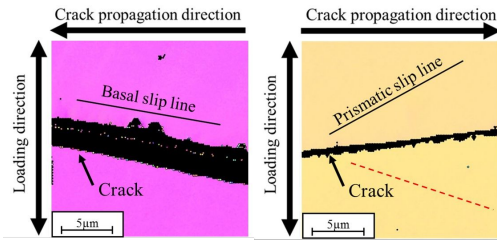
以降、このベクトルLを方位差軸ベクトル（Misorientation axis）と称する。本研究で使用した装置では、図2のように測定箇所が千鳥格子状に並んでいるので、P点における方位差として θ_1 、 θ_2 、 θ_3 の3通りが得られる。 θ_1 、 θ_2 、 θ_3 の中で最大となる方位差をP点における局所結晶方位差 θ とし、そのときの回転軸ベクトルをLとして定義した。

4. 研究成果

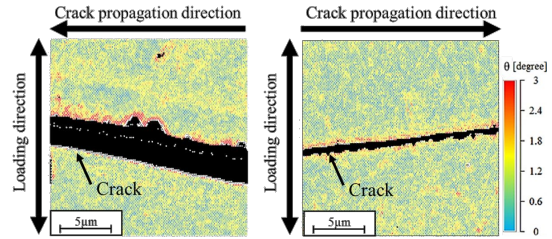
(1) TD材およびRD材の疲労き裂周辺に対してEBSD測定を行い、得たIPFマップを図3に示す。この測定領域ではIPFマップの色が1色であり、測定領域内の結晶粒が1つであることがわかる。中央の黒い帯はき裂を示しており、図中にはき裂進展試験によって膜材表面に発生したすべり線の方向を示している。この図3で観察されたすべり線のすべり面を、極点図を用いて特定した。その結果、

TD材では底面すべりが、RD材では柱面すべりが生じていた。TD材はすべり線と平行にき裂が進展していたが、RD材はすべり線よりも負荷方向に垂直に近い方向に進展する傾向がみられた。また、き裂進展速度はTD材の方が、RD材に比べて遅かった。

その分布を図4に示す。黒く表示された箇所は、 θ が 3° 以上であり、き裂を表している。 θ の分布を見ると、TD材、RD材で顕著な差はなかったが、共通してき裂の周辺での値が大きくなっていることがわかる。



(a) TD材 (b) RD材
図3 IPFマップ



(a) TD材 (b) RD材
図4 局所結晶方位差の分布

(2) θ が 0.5 度以上となった測定点の方位差軸ベクトルと、この測定領域における結晶粒の方位の関係を述べる。TD材の方位差軸ベクトルは底面すべり系に対して、図5(a)のような方向を向いていた。このとき方位差軸ベクトルは、すべり面に平行であり、すべり方向に対して直交する位置関係になるので、図6のように刃状転位によって生じる小傾角粒界モデルに対応していると考えられる。つまり、方位差軸ベクトルを回転軸として、結晶格子が湾曲し、方位差 θ が生じたと予想される。

RD材の方位差軸ベクトルは、図5(b)の方向を向いていた。柱面すべりは、3つのすべり面に対してそれぞれ1つのすべり方向が存在するが、RD材で確認されたすべり線は、シュミット因子が2番目に大きいすべり面が活動した際に生じるすべり線と一致していた。すべり線は確認されなかったが、実際にはシュミット因子が最大となるすべり面も同時に活動したと考え、図3(b)に点線で示す角度のすべり線が発生することになり、き裂は2つのすべり面の間を進展したと考えられる。

ここで θ の方向は、すべり面とすべり面の法線ベクトルの和であることがわかる。すなわち、

すべり面 と が同時に活動することによって、方位差軸が の方向に向いたと考えられるが、この場合、図6の刃状転位の場合と異なり、方位差軸がすべり面と直交することになる。これは、図7に示すらせん転位によるねじれ粒界モデルに対応していると考えられる。

以上より、TD材では刃状転位によって、RD材ではらせん転位によってすべり変形が生じていたことが予想される。刃状転位では活動できるすべり面は1つのみであるのに対して、らせん転位は、交差すべりによって複数のすべり面が活動することが可能である。そのため、TD材の方がRD材に比べ、き裂進展速度が遅くなったと予想される。

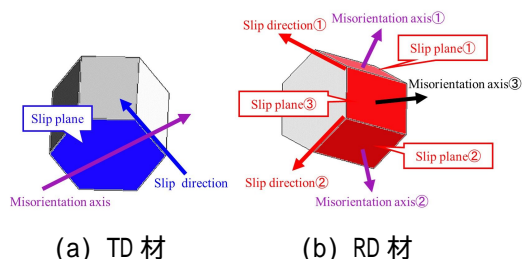


図5 方位差軸ベクトルと結晶方位の関係

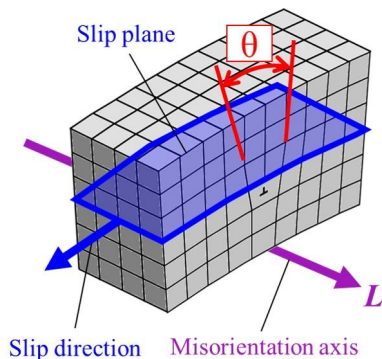


図6 刃状転位によって生じる小傾角粒界モデル

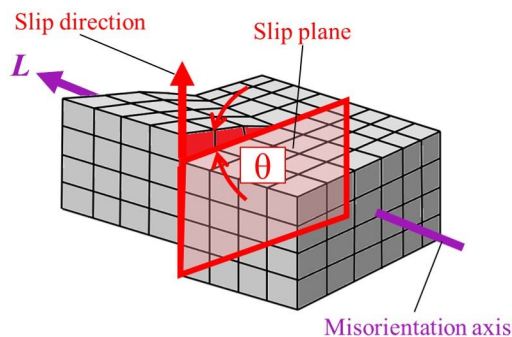


図7 らせん転位によって生じるねじれ粒界モデル

<引用文献>

S. Nagashima, "Texture of Titanium", The Iron and Steel Institute, Vol. 72,

No. 2, pp. 314-320 (1986).
M. Tsushida, T. Sakamoto, H. Kitahara and S. Ando, "Orientation Dependence of Fatigue Fracture Behavior in Pure Titanium Single Crystals", Journal of the Society of Materials Science, Vol. 58, No. 10, pp. 841-846 (2009).
K. Maruyama, M. Fujiwara and K. Yoshimi, "Fundamental study of structural metal materials", pp. 18-19 (2014) UCHIDA ROUKAKUHO.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計2件)

Kenichi SHIMIZU, Yu KATO and Fumiya SAKATA, Development of K-decreasing test method of the metal film by displacement constraint along the elliptical through hole-edge, Mechanical Engineering Journal Vol.3(2016) No.6, p.16-00274
DOI:
<http://doi.org/10.1299/mej.16-00274>

清水 憲一, 木曾原 知明, 圧延集合組織を有する純チタン膜材の疲労き裂進展に伴う活動すべり系の推定(EBSD法による結晶方位測定に基づいて), 材料, 掲載決定.

〔学会発表〕(計3件)

坂田文哉, 清水憲一, 加藤 優, 種々の金属膜材のき裂開口変位計測に基づくき裂進展下限値の評価, 第33回疲労シンポジウム, 2016年11月11日~11月12日, 赤穂ハイツ
木曾原知明, 坂田文哉, 清水憲一, 異方性を有する純チタン膜材の疲労き裂進展に伴う作動すべり系の推定 -EBSD法による結晶方位測定に基づいて-, M&M2016 材料力学カンファレンス, OS02-04 2016年10月8日~10月10日, 神戸大学
木曾原知明, 清水憲一, 純チタン膜材の疲労き裂進展挙動に及ぼす圧延異方性の影響-EBSD法による結晶方位測定に基づいて-, 材料 WEEK2015, 2015年10月13日~10月14日, 京都テルサ

〔図書〕(計 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 件)

名称:
発明者:

権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況（計 件）

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

清水 憲一 (SHIMIZU Kenichi)
名城大学・理工学部・准教授
研究者番号：5 0 2 9 4 4 3 4

(2) 研究分担者

()

研究者番号：

(3) 連携研究者

()

研究者番号：

(4) 研究協力者

()