

平成 29 年 6 月 12 日現在

機関番号：12608

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2014～2016

課題番号：26870194

研究課題名(和文) 単結晶圧縮応力下その場EBSP解析によるチタン合金の変形メカニズムの解明

研究課題名(英文) In situ EBSP investigation of plastic deformation behavior in single crystalline Ti alloys

研究代表者

田原 正樹 (Tahara, Masaki)

東京工業大学・科学技術創成研究院・助教

研究者番号：80610146

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)：Ni-free形状記憶合金として活発に研究開発が行われている  $\beta$ 型チタン合金のマルテンサイト相における塑性変形挙動を明らかにすることが本研究の目的である。本研究では単結晶マルテンサイトを作製し、その塑性変形挙動を系統的に解明した。その結果、 $\beta$ 型チタン合金のマルテンサイト相における塑性変形として{130}変形双晶と{103}変形双晶、 $\langle 110 \rangle$ すべりと $\langle 101 \rangle$ すべりが活動することが明らかになった。これらはいずれも母相における{332}双晶と $\langle 111 \rangle$ すべりに対応する。

研究成果の概要(英文)：The objective of this study was to clarify the plastic deformation behavior of  $\beta$ -Ti alloys which have been developed as a new Ni-free shape memory alloy. To systematically investigate the plastic deformation behavior of martensite phase, the single crystalline martensite was fabricated in this study. Four operative plastic deformation modes were observed: (1) {130} twin, (2) {103} twin, (3)  $\langle 110 \rangle$  slip and (4)  $\langle 101 \rangle$  slip. These plastic deformation modes in martensite phase corresponds to the {332} twin and  $\langle 111 \rangle$  slip in the parent  $\beta$  phase.

研究分野：金属組織学

キーワード：チタン合金 形状記憶合金 双晶

### 1. 研究開始当初の背景

$\beta$ 型チタン合金の延性改善をもたらす  $\{332\}\langle 113\rangle$ 変形双晶 (以下、 $\{332\}$ 双晶) の発生機構、及び延性が改善する理由は依然として不明である。これらの解明を図る先進的な研究が国内の研究グループにより行われてきた。Hanada ら [S.Hanada, et al., Metall. Trans., 16A (1985) 789.] や竹元ら [竹元嘉利ら, 日本金属学会誌, 70 (2006) 110.] は  $\{332\}$ 双晶の発現はマルテンサイト変態と密接な関係にある事を示唆しているが、具体的な生成メカニズムを提示するに至っていない。この理由は、従来の研究が変形後の負荷がない状態での組織観察結果のみに基づいているためである。

研究代表者はこれまでの予備実験より、 $\{332\}$ 双晶は母相から応力誘起したマルテンサイト相の変形双晶であることを見出している。このことは、変形前後の試料のみを観察しても  $\{332\}$ 双晶の発生機構を解明できない事を意味している。すなわち、 $\{332\}$ 双晶の発生機構の解明のためには、試料を変形させ、母相からマルテンサイト相を応力誘起させた状態で生じる双晶変形をその場で観察する必要がある。

以上が研究開始当初の背景である。

### 2. 研究の目的

以上の背景より、本研究の目的はチタン合金 (Ti-27mol%Nb 合金) における主要な塑性変形機構の一つである  $\{332\}$ 双晶の発生機構について、応力誘起したマルテンサイト相の観点から明らかにすることである。

### 3. 研究の方法

応力誘起変態によって生じたマルテンサイト相は除荷により元の母相に戻ってしまう。そのため、マルテンサイト相における塑性変形を解明するためには、応力を加えた状態でその場観察を行う必要がある。そこで、本研究ではチタン合金単結晶を作製し、走査型電子顕微鏡 (SEM) 内で圧縮変形させ、その場後方電子線散乱 (EBSP) 解析を行うこととした。また、SEM内その場EBSP測定に加え、万能試験機と光学顕微鏡を用いた変形中その場二面解析も併せて行うことで、双晶界面やすべり面に関する解析精度の向上を図った。

### 4. 研究成果

(1) 応力誘起変態によるマルテンサイト単結晶の作製

作製した単結晶試料について、圧縮軸を図1の様に様々に変化させて室温にて圧縮試験を行った。いずれの試料においても母相からマルテンサイト相への応力誘起変態が観察された。また、いくつかの試料においては単一のバリエーションのマルテンサイトしか応力誘起されないことがわかった。これらの試料では、更なる圧縮変形により試料全面が単一

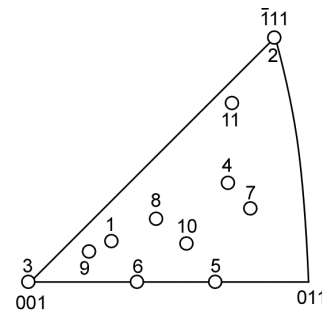


図1 単結晶の圧縮方位

のマルテンサイトバリエーションで覆われ、マルテンサイト単結晶になった。このような試料で圧縮変形を続けるとマルテンサイト単結晶の塑性変形が起こった (図2)。観察された塑性変形モードの詳細は以下の通りである

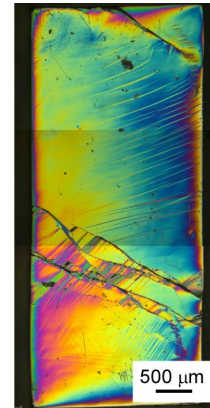


図2 圧縮後の単結晶試料

#### (2) 変形双晶

マルテンサイト単結晶における塑性変形として導入された変形双晶は以下の二つである。

- (i)  $\{130\}\langle -310\rangle$  双晶
- (ii)  $\{103\}\langle -301\rangle$  双晶

上記のうち(i)の変形双晶はこれまでもTi合金のマルテンサイトで形成することが報告されている。一方で、(ii)の変形双晶は本研究によって新たに見出されたものである。研究開始当初の予想の通り、いずれの変形双晶も元の母相へと逆変態させると  $\{332\}$ 双晶に対応する。

#### (3) すべり変形

変形双晶のほかにすべり変形が全ての試料において観察された。観察されたすべり面はいずれも湾曲していたため、すべり面の同定は困難であったが、すべり方向については以下の二種類が観察された。

- (i)  $\langle 110\rangle$

(ii) <101>

これまでに  $b$  (バーガースベクトル) // <110> とする転位が塑性変形後のマルテンサイト相に存在することは報告されており、これは上記の (i) のすべりに対応するものである。一方で、(ii) の  $b$  // <101> とする転位の報告は無い。バーガースベクトルを <101> とする場合、<110> の場合に比べて完全転位の大きさがおよそ2倍になる。そのため、(ii) の転位がマルテンサイト中で活動する場合は部分転位に分解している可能性が考えられる。また、このバーガースベクトルはマルテンサイトを形成するために必要な原子シャッフリングと直行するため、<101> 転位の存在はマルテンサイトの安定性に大きな影響を及ぼすと考えられ、今後の更なる研究が期待される。

#### 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 6 件)

M. Tahara, T. Kanaya, H.Y. Kim, T. Inamura, H. Hosoda, S. Miyazaki, "Heating-induced martensitic transformation and time-dependent shape memory behavior of Ti-Nb-O alloy" *Acta Mater.*, 査読有り, Vol. 80, 2014, pp. 314-326, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.07.012>

Y. Shinohara, M. Tahara, T. Inamura, S. Miyazaki, H. Hosoda, "Effect of Nb Addition on Martensitic Transformation Behavior of AuTi-15Co Based Biomedical Shape Memory Alloys". *Mater. Trans.*, 査読有り, Vol. 56, 2015, pp. 404-409, <http://doi.org/10.2320/matertrans.M2020144>

T. Teramoto, M. Tahara, H. Hosoda, T. Inamura, "Compatibility at Junction Planes between Habit Plane Variants with Internal Twin in Ti-Ni-Pd Shape Memory Alloys", *Mater. Trans.*, 査読有り, Vol. 57, 2016, pp. 233-240, <http://doi.org/10.2320/matertrans.MB201515>

M. Tahara, T. Inamura, H.Y. Kim, S. Miyazaki, H. Hosoda, "Role of oxygen atoms in  $\alpha'$  martensite of Ti-20at.%Nb alloy", *Scripta Mater.*, 査読有り, Vol. 112, 2016, pp. 15-18, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.08.033>

K. Endoh, M. Tahara, T. Inamura, H. Hosoda, "Effect of Sn and Zr addition on the martensitic transformation

behavior of Ti-Mo shape memory alloys", *J. Alloys. Compd.*, 査読有り, Vol. 695, pp. 76-82, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.10.108>

T. Inamura, M. Ii, M. Tahara, H. Hosoda, "Formation process of the incompatible martensite microstructure in a beta-titanium shape memory alloy", *Acta Mater.*, 査読有り, Vol. 124, pp. 351-359, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.11.024>

[学会発表](計 10 件)

M. Tahara, T. Inamura, H.Y. Kim, H. Hosoda, S. Miyazaki, "Time-dependent Martensitic Transformation Behavior of Oxygen-added Beta-Ti alloys", International Conference on Martensitic Transformation (ICOMAT), 2014 年 7 月 8 日, Euskalduna Congress Palace (スペイン・ビルバオ)

M. Tahara, T. Inamura, H.Y. Kim, H. Hosoda, S. Miyazaki, "Martensitic Transformation Behavior of Oxygen-added Ti-20at%Nb Alloy", Ti-2015, 13th World Conference on Titanium, 2015 年 8 月 17 日, Manchester Grand Hyatt (アメリカ・サンディエゴ)

M. Tahara, T. Inamura, H. Hosoda, "Role of Interstitial Oxygen Atom on Martensitic Transformation of Ti-Nb Alloy", International Conference on Modern Materials & Technology 2016 (CIMTEC2016), 2016 年 6 月 6 日, Centro Congressi Hotel Quattrotorri (イタリア・ペルージャ)

田原正樹、稲邑朋也、金熙榮、細田秀樹、宮崎修一、"Ti-Nb-O 合金におけるプレート状等温マルテンサイトの成長過程", 2014 年金属学会秋期大会、2014 年 9 月 25 日、名古屋大学・愛知

田原正樹、稲邑朋也、細田秀樹、"Ti-Nb 合金におけるマルテンサイトの結晶構造解析", 日本金属学会 2015 年度秋期講演大会、2015 年 9 月 16 日、九州大学・福岡

岡野奈央、田原正樹、稲邑朋也、細田秀樹、"Ti-Nb 合金における応力誘起マルテンサイトの塑性変形挙動", 日本金属学会 2015 年度秋期講演大会、2015 年 9 月 16 日、九州大学・福岡

田原正樹、岡野奈央、稲邑朋也、細田秀樹、"Ti-27mol%Nb 合金単結晶における応力誘起マルテンサイトの塑性変形挙動", 日本金属学会 2016 年度春期講演大会、2016 年 3 月 23 日、東京理科大学葛飾キ

キャンパス・東京

田原正樹、岡野奈央、稲邑朋也、細田秀樹、“Ti-27mol%Nb合金単結晶における応力誘起マルテンサイトのすべり変形”、日本金属学会 2016 年度秋期講演大会、2016 年 9 月 22 日、大阪大学豊中キャンパス・大阪

田原正樹、稲邑朋也、細田秀樹、“生体用チタン系形状記憶合金のマルテンサイト変態と変形挙動”東北大学金属材料研究所共同研究ワークショップ・日本バイオメディカル学会東北地域講演会、2016 年 9 月 26 日、東北大学・宮城

田原正樹、岡野奈央、稲邑朋也、細田秀樹、“Ti-Nb合金のマルテンサイトにおける転位の分解と面欠陥の生成”、日本金属学会 2017 年度春期講演大会、2017 年 3 月 17 日、首都大学東京南大沢キャンパス・東京

(4)研究協力者  
なし

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0 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 0 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  
<http://www.mater.pi.titech.ac.jp/>

## 6. 研究組織

### (1)研究代表者

田原 正樹 (TAHARA, Masaki)  
東京工業大学・科学技術創成研究院・助教  
研究者番号：80610146

### (2)研究分担者

なし

### (3)連携研究者

なし