

令和 4 年 6 月 8 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2019～2021

課題番号：19H02462

研究課題名（和文）大型単結晶作製から解放された単結晶力学試験による臨界分解剪断応力の温度依存性測定

研究課題名（英文）Temperature dependence of critical resolved shear stress using without making large single crystalline specimens

研究代表者

田中 将己（Tanaka, Masaki）

九州大学・工学研究院・教授

研究者番号：40452809

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,400,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、Ti-6Al-4V合金における各スリ系毎の臨界分解剪断応力(CRSS)の温度変化を塑性変形後のスリ帯測定により相対的に明らかにした。その結果、本研究で用いた歪速度においては、225K以下において従来知られていた柱面だけでなく底面も同様に活動する事が明らかとなった。また、225K以上では錐面すべりも同様に活動を始めることが明らかとなった。1つの結晶粒からマイクロカンチレバーを作製し有限要素法を用いた逆解析の結果、単結晶におけるスリ変形は局在化して起こるため、曲げ変形ではCRSSより予想される曲げ荷重より高い押込荷重で塑性変形が開始することが明らかとなった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

チタン合金のように結晶の対称性が低い材料では、結晶粒毎の塑性変形挙動が異なることから延性が低く、加工性に劣る。構造用チタン合金として最も良く用いられているTi-6Al-4Vでは、塑性変形挙動の異なる相と相が混在して塑性変形が起こる。またチタン合金は延性に乏しく、部材の加工に制限が生じるため、製品形状の自由度が少ない。本研究の成果は、チタン合金における塑性変形挙動の素過程を明らかにするものであり、延性に富むチタン合金の設計指針を与えるものに繋がる。

研究成果の概要（英文）：In this study, the temperature dependence of critical resolved shear stress (CRSS) for each slip system in Ti-6Al-4V was clarified relatively by measuring the slip bands after plastic deformation. The results show that, at the strain rates used in this study, not only the prismatic plane, which is conventionally known, but also the basal plane is active at temperatures below 225 K. The prismatic slip is also active high at temperatures below 225 K. The results of the inverse analysis using the finite element method showed that the slip deformation in single crystals is localised so that the plastic deformation starts at higher indentation loads in bending than those expected from CRSS.

研究分野：結晶塑性学

キーワード：転位 すべり変形

1. 研究開始当初の背景

実用材料の多くは粒界を多数含む多結晶体であり、マクロな塑性変形挙動は各々の結晶粒内での塑性変形が決まる。材料変形をより精密・正確に制御したいという社会的要請に応えるためには、多結晶材料で見られる複雑な塑性変形挙動を精緻に明らかにする必要がある。それには、従来見過ごされがちであった単結晶における塑性変形挙動の結晶方位依存性の実測が一つの鍵となる。なぜならこの永久変形開始応力の不均一性が、多結晶材料での変形特性にも強く影響を及ぼすからである。一方、チタンにおいて重要な不純物元素である酸素を固溶した単相チタンにおける降伏応力の温度依存性には、図1で示す様に約380Kで降伏応力の温度依存性に変化が現れる。更に、この温度依存性の変化は単相チタンだけではなく、Ti-6Al-4Vにおいても同様に発現する。この降伏応力の温度依存性にみられる変化は、組織や添加元素の量を問わずに生じる。

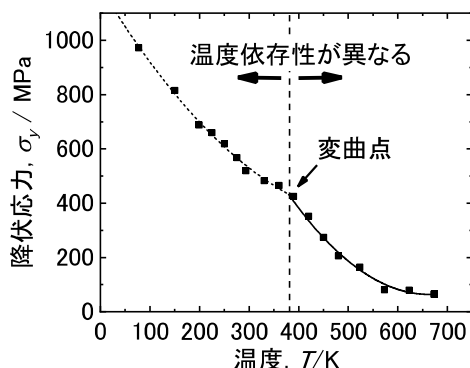


図1 酸素を固溶する単相チタンにおける降伏応力の温度依存性[1]

2. 研究の目的

そこで本研究の目的は、チタン合金の降伏応力の温度依存性においてみられる不連続性を明らかにするために、活動するすべり系の温度依存性を明らかにする事である。更に、従来単結晶を用いて測定されてきたCRSSを、マイクロカンチレバーを用いた力学試験から得られた結果を基に有限要素法を用いた逆解析を行う事で求める。

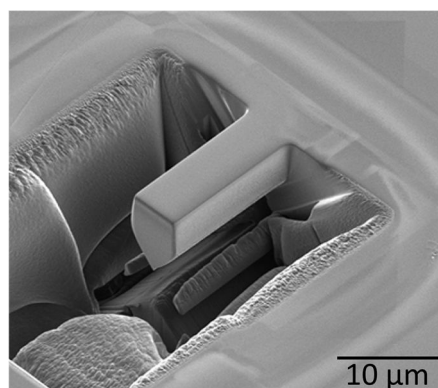


図2 片持ちはりの走査電子顕微鏡像

3. 研究の方法

本研究ではバイモーダル組織を持つTi-6Al-4Vを用いた。熱間鍛造ピレットを1213 Kで7.2 ksの容体化処理を行い、978 Kで10.8 ksで焼鈍を行った。引張試験片は厚さ1mmで平行部8 mm×2 mmとした。引張試験は初期ひずみ速度 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ と歪0.05で試験を止めすべり帯のトレース解析を行った。マイクロカンチレバー試験によるCRSSの推定には、マクロなCRSSが求められているFe-Si合金を用いた。EBSD法を用いて結晶方位を求めた後、収束イオンビームを用いて図2が示すようなマイクロカンチレバーを粒内に作製した。

4. 研究成果

表1に $8000 \mu\text{m}^2$ の範囲で測定したすべり帯のある結晶粒の割合を示したものである。77Kでは33%の結晶粒が変形し、その内66%は粒、32%は+ラメラ粒であることが明らかとなった。活動したすべり系の割合は底面、柱面、錘面でそれぞれ56%、38%、3%となり、3%の粒では底面すべりと双晶との区別がつかなかった。225Kでは、26.4%の結晶粒が変形し、そのうちの69%は粒、31%は+ラメラ粒であった。活動したすべり系の割合は底面、柱面、錘面で53%、41%、6%であった。550Kでは、51%の結晶粒が塑性変形し、そのうちの90%が粒、10%が+ラメラ粒であった。活動したすべり系の割合は底面、柱面、錘面でそれぞれ22%、24%、53%であった。33%の結晶粒において平行でない複数のすべり帯トレースが認められた。これはそれらの結晶粒では複数のすべり系が活性化している可能性を示している。表1で示すように、同じ歪を与えて試験を止めたにもかかわらず、550Kではより多くの結晶粒が活動していることがわかる。また、Ti-6Al-4Vでも77Kと550Kで<c+a>の錘面すべりが認められた。77Kでは100%の粒ですべり方向が<c+a>の錘面すべりであるのに対し、550Kではすべり方向が<c+a>である錘面すべりを起こした粒が6.9%であった。

各粒のすべり変形のし易さはシュミット因子にも依存するため、各粒のシュミット因子の大きさも含めて検討を行った。その結果、77Kに於いては、シュミット因子が0.2-0.4の範囲では、底面すべりのみが活性化されていることが明らかとなった。底面すべりと柱面すべりは、シュミット因子が0.4より大きい場合にはほぼ同じ割合の結晶粒で活性化していたが、シュミット因子が0.4より小さい場合には底面すべりが活性化した結晶粒の頻度が高かった。このことから、77 Kにおける底面すべりのCRSSは柱面すべりとほぼ同じかわずかに低いことが示唆された。錘面すべりはシュミット因子の高い粒で無ければ活動しづらいことが明らかとなった。こ

のことから、錘面すべりの CRSS は底面および柱面すべりの CRSS よりはるかに高いことが判る。225K では、複数のすべり系が活動した粒はなく、77K に比べて錘面すべり系の活動が少なかった。また、錘面すべりを起こしたほぼ全ての粒における錘面すべりのシュミット因子が 0.4 以上であるにも拘わらず錘面すべりがほとんど観察されなかった。このことは、225K では錘面すべりの CRSS は柱面すべりの CRSS よりまだ高いことを示している。550K では、柱面や錘面のシュミット因子の高い結晶粒でそれらの多重すべりが多く見られた。錘面すべりのシュミット因子が 0.3 以下、底面すべりのシュミット因子が 0.4 以上の結晶粒では、多重すべりの活動は観察されなかった。そして、錘面すべりのシュミット因子が 0.3 以下、底面すべりのシュミット因子が 0.4 以上の結晶粒では、多重すべりは見られなかった。柱面すべり、底面すべりのシュミット因子がいずれも 0.3 以下の粒では、柱面すべり、底面すべりともに活動せず、錘面すべりのみが活動していた。このことは、550K で錘面すべりの CRSS が柱面すべりの値より低くなったことを示している。

77K における Ti-6Al 合金の CRSS は底面より柱面の方が低いことが知られており、室温でもその傾向は変わらない。それにも拘わらず Ti-6Al-4V における粒では柱面と錘面が活動し、底面の活動の方がより多く見られた。これには、 α 粒の影響が考えられる。本研究で用いたパイモータル Ti-6Al-4V は、 α/β 界面、初析 α と β ラメラの結晶粒界を有する。ラメラ境界における $\langle 1120 \rangle // \langle 111 \rangle$ と $\{0001\} // \{110\}$ の配向には特定の関係があり、これは Burgers の関係と呼ばれる。底面すべり面上の転位は、ラメラ界面において α から β に動きを妨げられることなく移動できるが、柱面すべり面上の転位は、 α/β の界面を通り抜けることが難しいことから、Ti-6Al-4V では、特に低温での柱面すべりの CRSS が増加し、より底面すべりが生じる可能性が高くなると考えられる。

表 1 活動すべり系の割合

温度	活動粒 (%)	活動粒中での粒の割合 (%)			活動粒中でのラメラ粒の割合 (%)			活動すべり系の内訳 (%)		
		底面	柱面	錘面	底面	柱面	錘面	底面	柱面	錘面
		77 K	33	37	25	3	19	13	-	56
225 K	26.4	46.8	18.7	3.1	6.3	22	3.1	53.1	40.7	6.2
550 K	51	22.4	22.5	44.8	-	1.7	8.6	22.4	24.2	53.4

次に、マイクロカンチレバー法を用いた CRSS の推定結果について述べる。実験で作製したマイクロカンチレバーと同じ形状の有限要素モデルを作成し、実験で得られる荷重-変位曲線を再現するように、降伏応力と加工硬化率を逆解析でもとめた。その結果、有限要素計算から推定される降伏応力は、マクロナ単結晶の引張試験から得られる CRSS と比較して二倍程度の開きが生じた。計算結果を吟味したところ、通常の有限要素法では、カンチレバーの変形が連続的に起こっており、単結晶の塑性変形で見られるすべり帯に沿った局所的な塑性変形を反映できていないことが明らかとなった。そこで、すべりの不均一性を反映するために、すべり面、すべり方向を考慮できる結晶塑性有限要素法を用いて CRSS の推定を行った。図 3 に本計算で用いたモデルを示す。本計算では全てのすべり系を等価に活動するのでは無く、活動すべり系を限定させ、実験で得られる荷重-変位曲線と一致するように CRSS を求めた。その結果、単結晶で得られた CRSS とほぼ同じ値が逆解析より求められた。このことから単結晶におけるすべり変形は局在化して起こるため、曲げ変形では CRSS より予想される曲げ荷重より高い押込荷重で塑性変形が開始することが明らかとなった。

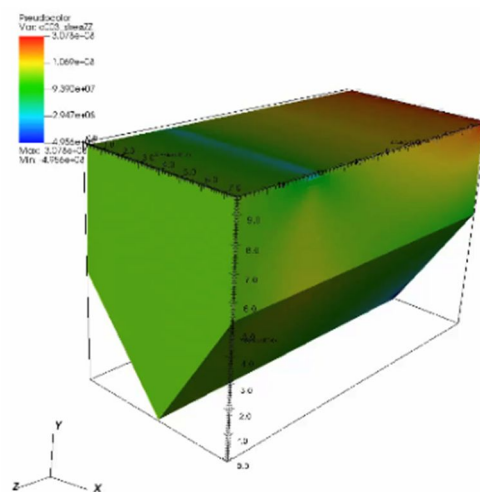


図 3 結晶塑性有限要素モデル

(参考文献)

- [1] M. Tanaka, Y. Hayashi, Y. Okuyama, T. Morikawa, K. Higashida, Mater. Trans. 60 (2019) 80-85.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 Y. Okuyama, M. Tanaka and T. Morikawa	4. 巻 63
2. 論文標題 Temperature Independences of Fatigue Crack Growth in Ti-0.49 mass%O	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 600-606
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/matertrans.MT-M2021211	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 B. R. Anne, M. Tanaka, S. Yamasaki and T. Morikawa	4. 巻 62
2. 論文標題 Effects of Temperature and Stress Ratio on Stage II Fatigue Crack Propagation in Bimodal Ti-6Al-4V	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 968-974
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/matertrans.MT-M2020399	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 B. R. Anne, Y. Okuyama, T. Morikawa and M. Tanaka	4. 巻 798
2. 論文標題 Activated slip systems in bimodal Ti-6Al-4V plastically deformed at low and moderately high temperatures	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Mater. Sci. Eng. A	6. 最初と最後の頁 140211
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2020.140211	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 4件／うち国際学会 0件）

1. 発表者名 B.R. Anne, M. Tanaka and T. Morikawa
2. 発表標題 Temperature dependence of mechanical properties in bimodal ti-6al-4v
3. 学会等名 令和元年度日本属学会九州支部・日本鉄鋼協会・軽金属学会九州支部合同学術講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 B.R. Anne, Y. Okuyama, T. Morikawa and M. Tanaka
2. 発表標題 Temperature dependence of activated slip systems in ti-6al-4v
3. 学会等名 日本金属学会2019年秋季（第165回）講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 M. Tanaka
2. 発表標題 Dislocation Glides as Thermally Activated Processes in Severely Deformed Ti-added Ultralow-Carbon Steels
3. 学会等名 2019 Fall meeting, The Korean Institute of Metals and Materials (招待講演)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 田中將己
2. 発表標題 亀裂と転位の相互作用による破壊挙動の理解
3. 学会等名 日本鉄鋼協会183回春季講演大会（招待講演）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 田中將己
2. 発表標題 亀裂先端のプラストン
3. 学会等名 日本金属学会2022年春季（第170回）講演大会（招待講演）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 田中将己, 定松直
2. 発表標題 応力遮蔽理論に基づく亀裂先端転位増殖機構
3. 学会等名 MRM Forum 2020 (招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 B. R. Anne, T. Morikawa and M. Tanaka
2. 発表標題 Temperature dependence of fatigue crack propagation in Ti-6Al-4V at different stress ratios
3. 学会等名 日本金属学会2020年秋季(第167回)講演大会
4. 発表年 2020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	森川 龍哉 (Morikawa Tatsuya) (00274506)	九州大学・工学研究院・助教 (17102)	
研究 分担者	奥山 彫夢 (Okuyama Yelm) (50804655)	木更津工業高等専門学校・電子制御工学科・助教 (52501)	

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
---------	---------