

平成 21 年 5 月 12 日現在

研究種目：基盤研究（C）
 研究期間：2006～2008
 課題番号：18560645
 研究課題名（和文）
 カオスのマルテンサイトの変形挙動と変形によるマルテンサイトの再構築
 研究課題名（英文）
 Deformation behavior of chaotic martensite and its reconstruction through deformation
 研究代表者
 竹元 嘉利（TAKEMOTO YOSHITO）
 岡山大学・大学院自然科学研究科・助教
 研究者番号：60216942

研究成果の概要：

チタン合金を人工骨等に用いる場合、人骨のヤング率相当まで引き下げることが望まれている。チタン合金の低ヤング率化には焼入れマルテンサイトが重要な組織であるが、圧延などによってその組織形態を失い、カオス的な組織となる。しかし引張等の変形を付与するとカオス組織の中に完全なマルテンサイトが再構築される現象について研究を行った。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006 年度	3,200,000	0	3,200,000
2007 年度	200,000	60,000	260,000
2008 年度	200,000	60,000	260,000
年度			
年度			
総計	3,600,000	120,000	3,720,000

研究分野：結晶塑性

科研費の分科・細目：材料工学・金属物性

キーワード：チタン合金、マルテンサイト、ヤング率、圧延、電子顕微鏡、バリエーション

1. 研究開始当初の背景

人工骨等インプラント材料としてチタン合金は強度、耐食性、生体適合性の観点から必須の材料である。しかし人骨と比較するとヤング率が高いため、Stress-shield効果により健全な骨部がやせ細り、ルーズニングにより再手術を必要とする問題点が挙げられている。そこで低ヤング率を有する合金の開発が急務な課題となっている。低ヤング率化のためにはチタン合金の組成も重要であるが、圧延加

工によって著しくヤング率が低下する現象を見出した。その結果、焼入れ組織のマルテンサイトは、圧延により形態を失い混沌としたカオス的な組織になっていることが分かった。さらにそのような組織を引張による変形を与えるとカオス組織中に完全なマルテンサイトが再構築されていることが明らかとなった。

2. 研究の目的

本研究では、マルテンサイトを有するβ型Ti

合金の変形に伴う弾性挙動変化と、カオスのマルテンサイトの再構築の現象を明らかにすることを目的とした。そのために、①低ヤング率化におよぼす圧延量の影響および合金組成の影響。②再構築されるマルテンサイトバリエーションの選択性におよぼす応力の影響についての調査。③カオスのマルテンサイトの熱的安定性についての調査を行った。

3. 研究の方法

2元系β型チタン合金であるTi-Moを主な研究材料とした。Mo組成を変化させた合金を製作し、その焼入れ材についてXRD、硬さ試験、共振式ヤング率測定、SEM-EBSP、TEM観察を行った。EBSPではアーク溶解により結晶粒を粗大化させたTi-8mass%Mo合金インゴットを作成し、特定の結晶粒について焼入れ後、圧延後、引張後のそれぞれ同一結晶粒の変化を測定した。

4. 研究成果

(1) Ti-Mo合金の構成相とヤング率

Ti-4~9Mo焼入れ材では焼入れマルテンサイト(α' or α'')が形成された。6Moを境に低組成側ではα'が、高組成側ではα''であり6Moではα'+α''であった。ヤング率の変化は図1に示すように6Moで最小値を示した。

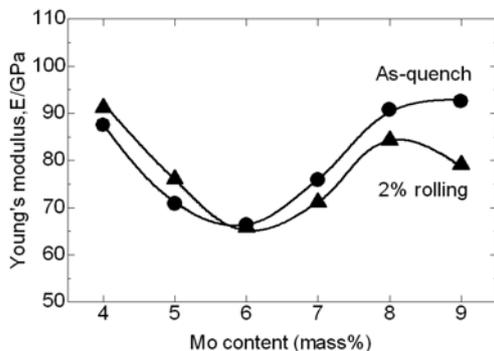


図1 Ti-Mo 焼入れ材のヤング率変化

しかしこれに2%の圧延を施すと、低組成合金

ではヤング率は上昇し、逆に高組成合金では低下することが分かった。従って、加工によるヤング率の低下はα''マルテンサイトが形成される合金で可能であるといえる。また、硬さの変化は焼入れ材のヤング率変化に沿う結果となった。

α''を有する6-9Moについて1at.%Mo原子あたりの格子定数変化は次の通りであった。

$$a: 2.536 \times 10^{-3}, \quad b: -4.451 \times 10^{-3},$$

$$c: -2.076 \times 10^{-3} \quad (\text{nm}/1\text{at.}\% \text{Mo})$$

Ti-Nb系ではc軸の変化が著しく小さく、aとbの変化がそれぞれ相補的であるのに対し、Ti-Mo系ではc軸の変化がTi-Nb系より8.72倍も大きい。またa軸の変化はb軸の変化より1.76倍も大きく相補的ではないことが分かった。

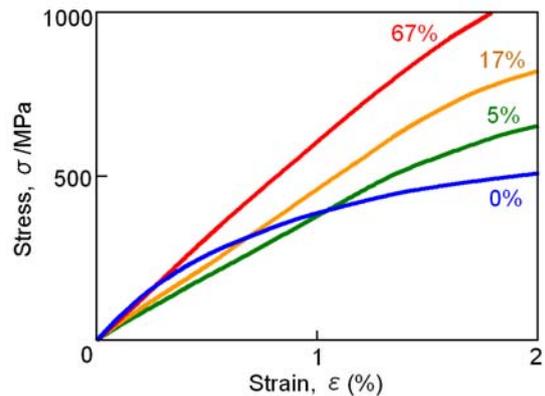


図2 Ti-8Mo合金の圧延量に伴うヤング率変化

図2はα''を有する8Mo合金焼入れ材の圧延量に伴うヤング率変化を示す。圧延前では約85GPaであったヤング率は、5%の圧延により40GPa程度まで減少した。しかしさらなる圧延によってヤング率は再び上昇する結果となった。従って、加工によってヤング率を引き下げるためには適度な圧延量が存在する。またヤング率の測定に自由共振式(図1)を用いた場合と、ひずみゲージ(図2)を用いた場合とでは前者の方が高い値となる傾向にあった。

(2)Ti-8Moの α'' の消滅と再構築

焼入れにより α'' が形成されるTi-8Mo合金をアーク溶解により再溶解し、徐冷によって結晶粒を粗大化させたインゴットを作成した。インゴットから板材を切り出し、適当な結晶粒選定し調査対象とした。

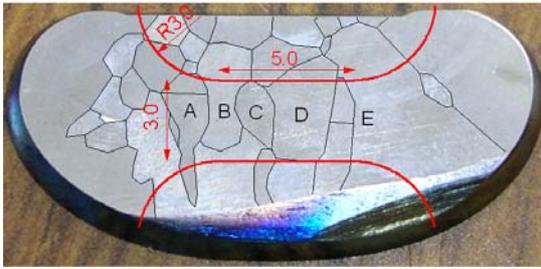


図3 Ti-8Mo 焼入れ材における結晶粒分布

図3は焼入れ材結晶粒分布と選定した結晶粒 (A~E) を示す。また図中の赤線は最終的に引張試験料とした形状を示す。各結晶粒について焼入れ直後、圧延後、および引張後の α'' の分布状態をEBSPを用いて測定した。

焼入れ材における結晶粒Aの極点図形および逆極点図形を図4に示す。 α'' の構造は斜方晶であるが六方晶に非常に近い構造を有しているため、EBSP解析では全て六方晶として解析を行った。焼入れ材では方位マッピングに示すように6つの α'' バリエントが存在し、Burgersの関係を經由した次の関係が成立つ。 $\{110\} \beta // \{001\} \alpha''$, $\langle 111 \rangle \beta // \langle 100 \rangle \alpha''$

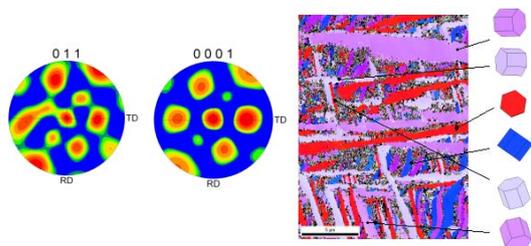


図4 極点図形 (左: β (110), 中央: α (0001)) および方位マッピング (右)

なお、EBSP解析においては各結晶粒およびプロセス後の比較を容易にするため、測定データを全てND// $\langle 0001 \rangle \alpha$ となるようにデータセット回転を行っている。6つのバリエントの分布は各結晶粒とも一様ではなく、構成比率は最大で30%、最低で5%であった。また平均的な β 相と α'' の体積分率はそれぞれ24%および76%であった。

次に同一試料を冷間で10%の圧延を施し、試料表面を研磨後、EBSP解析を行った結果を図5に示す。図4と比較すると圧延によって明らかにマルテンサイトの体積分率は減少しており、バリエントの構成比も偏った結果となった。

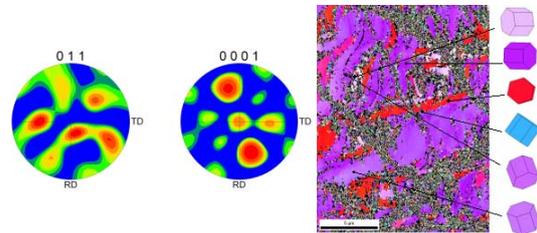


図5 10%圧延材のEBSP 解析結果

10カ所の平均ではマルテンサイトの体積分率は44%まで減少していることが分かった。

引き続き圧延材から図3に示すような引張試験片を作成し、10%の引張変形を付与した結果を図6に示す。明らかに引張により消滅したマルテンサイトが再構築された様子がうかがえる。図4-6はいずれも図3中の結晶粒AからのEBSP結果を示しており、各プロセスにおける変化の様子が明瞭に確認された。

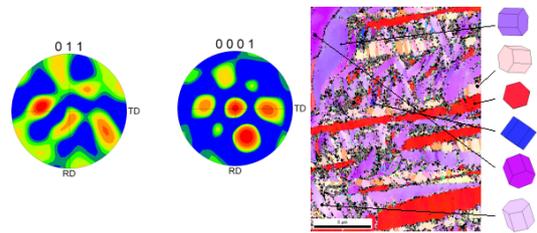


図6 圧延後 10%引張材のEBSP 解析結果

引張後のマルテンサイトの体積分率は平均で62%まで回復していた。また図6のマルテン

サイトには双晶と思われる箇所が多数観察された。

各結晶粒における α'' バリエントの変化について可能性のある8種の変形様式(すべり, 双晶変形)におけるSchmidファクターを計算し検討を行ったが, 1種類の変形様式だけでは説明つかず, 複数の変形様式が関与していることが示唆された。引張によって再構築されるマルテンサイトは1つの結晶粒を横断するほどの巨大なものであるため, 個々のバリエントのSchmidファクターだけでなく複数のバリエントおよび β 相に共通の変形様式が必要であると考えられる。この観点から検討を行った結果, マルテンサイトの $(1\bar{1}00)$ および $(11\bar{2}1)$ が β 相の $\{112\}$ と一致することから, マルテンサイトの再構築に深く関与していると考えられる。

(3) マルテンサイトの熱的再構築

図7は20%圧延したTi-8Moを400°Cで15min焼鈍処理したTEM写真を示す。写真中央には比較的粗大なマルテンサイトが見られ, その他のところでは微細なマルテンサイトが観察された。

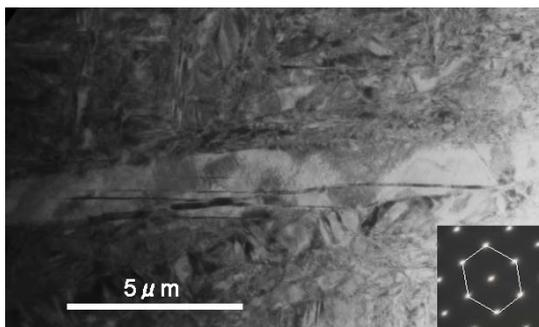


図7 20%圧延後, 400°C-15min 焼鈍処理したTi-8MoのTEM写真

しかし400°Cでの熱処理では α 相が形成されることが懸念されるため, 同一マルテンサイトについて高角度範囲にわたる観察を行った結果を図8に示す。回折図形とシミュレーション像

を検討した結果, α'' の構造を有しており, 熱的にもマルテンサイトが再構築されることが明らかとなった。従って, 弱圧延材の α'' マルテンサイトは非常に不安定な状態にあり, 1軸応力や熱的刺激を受けてバリエントの再配列が行われ巨大なマルテンサイトを再構築できると考えられる。

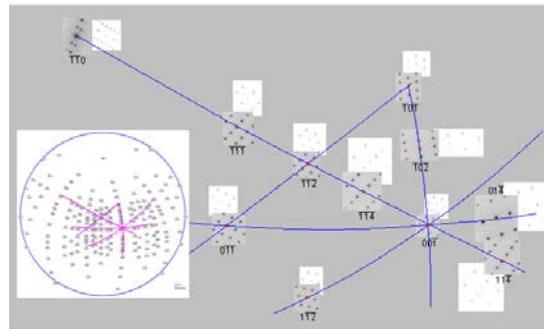


図8 図7マルテンサイトの高角度範囲にわたる回折像とシミュレーション像

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計2件)

①Yoshito Takemoto, Akira Sakakibara and Takehide Senuma, Anelastic behavior of Ti-8mass%Mo alloy by pre-deformation Ti-2007 Science and Technology, Vol. 1, pp. 539-542, 査読有り, 2007年12月

②Ichiro Shimizu and Yoshito Takemoto The effect of deformation mechanism on plastic behavior of β -type Ti-Mo alloys Ti-2007 Science and Technology, Vol. 1, pp. 543-546, 査読有り, 2007年12月

[学会発表] (計8件)

①三宅章義, Ti-6Mo-X-Y合金の微細組織と機械的特性, 日本鉄鋼協会第156回秋季講演大会(熊本) 2008. 9. 23-25

②竹元嘉利, Ti-6Mo合金の機械特性と微細組織に及ぼす添加元素の影響, 日本鉄鋼協会第156回秋季講演大会(熊本) 2008. 9. 23-25

- ③三宅 章義, Ti-6Mo-X-Y 合金の微細組織と引張特性, 日本金属学会・日本鉄鋼協会 中国四国支部講演大会 (高知) 2008. 8. 7
- ④竹元嘉利, Ti-Mo 合金系の加工特性と微細組織, 日本鉄鋼協会第 154 回秋季講演大会 (岐阜) 2007. 9. 19
- ⑤安永裕介, Ti-Mo 合金の機械的性質に及ぼす組織の影響, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 中国四国支部講演大会 (松江) 2007. 8. 9
- ⑥Ichiro Shimizu, The effect of deformation mechanism on plastic behavior of β -type Ti-Mo alloys, The 11th World Conference on Titanium(Kyoto)2007. 6. 4
- ⑦Yoshito Takemoto, Anelastic behavior of Ti-8mass%Mo alloy by pre-deformation, The 11th World Conference on Titanium(Kyoto) 2007. 6. 4
- ⑧竹元嘉利, β 型チタン合金の変形挙動に及ぼす相変態の影響, 日本鉄鋼協会・日本金属学会中国四国支部, 第 98 回金属物性研究会 (新居浜) 2006. 6. 30.

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

- 出願状況 (計 0 件)
- 取得状況 (計 0 件)

[その他]

6. 研究組織

(1) 研究代表者

竹元 嘉利 (TAKEMOTO YOSHITO)

岡山大学・大学院自然科学研究科・助教

研究者番号 : 60216942