

研究種目：基盤研究 (C)
研究期間：2007～2008
課題番号：19560092
研究課題名 (和文) 冷間/温間非比例二軸圧縮に伴うチタン系材料の双晶支配型硬化挙動
研究課題名 (英文) Twin-dominated Hardening Behavior of Titanium Materials during Cold/Warm Non-Proportional Biaxial Compressions
研究代表者
清水 一郎 (SHIMIZU ICHIRO)
岡山大学・大学院自然科学研究科・准教授
研究者番号：10263625

研究成果の概要：

金属材料の加工硬化挙動を把握することは、成形加工における工程設計や最終製品の品質保証に極めて重要である。本研究では研究代表者らが開発した経路可変型二軸圧縮試験機を用いて、チタン系材料に種々の経路の二軸圧縮試験を実施し、変形履歴や双晶発生が硬化挙動に及ぼす影響を調べた。その成果として、変形双晶の発生は主として初期異方性と変形履歴に依存し、それらが経路変化時の流れ応力低下や降伏曲面の非対称性などの特徴的な塑性挙動をもたらすことなど、多くの新たな知見を得ることができた。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	2,800,000	840,000	3,640,000
2008年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：弾塑性工学

科研費の分科・細目：機械工学 機械材料・材料力学

キーワード：多結晶金属、チタン、塑性変形、加工硬化、二軸圧縮、双晶

1. 研究開始当初の背景

金属材料の加工硬化挙動を明らかにすることは、塑性加工における変形予測や工程設計、品質保証等に不可欠である。しかしながら、双晶を伴う金属材料の加工硬化挙動に関して

は、未だ不明な点が多く残っている。特にチタン系材料では負荷に伴って変形双晶が生じ、その影響で降伏曲面が変化する。このようなチタンにおける双晶支配型変形挙動に関しては、これまでに幾つかの研究例があるものの、

その試験方法は引張りおよび単軸圧縮などの単純経路に限られており、非比例経路を含めた種々の圧縮変形履歴に伴う硬化挙動については、鍛造や押し出し加工における変形予測に必要であるにもかかわらず、実験的困難さから調べられた例が皆無であった。

2. 研究の目的

上述の背景に基づいて研究代表者らは、金属材料に対して種々の経路の二軸圧縮を大変形域まで実施可能な「経路可変型二軸圧縮試験機」を新たに開発した。本研究ではこの試験機を用いて、種々のチタン系材料に対して経路の異なる二軸圧縮試験を行い、変形履歴が力学的挙動に及ぼす影響を明確化することを試みた。また、その力学的挙動に対する初期異方性や変形に伴う双晶発生等の結晶学的因子の影響を調べることにより、チタン系材料の加工硬化挙動の総合的な解明を目指した。さらに、これらの結果に基づく新たな硬化則の提案を最終目的に設定している。

3. 研究の方法

本研究では前述した目的を達成するために、チタン系材料の二軸圧縮試験と結晶学的視点からの各種顕微鏡解析を主体として、次のように研究の流れを計画した。

- (1) 経路可変型二軸圧縮試験機をチタン系材料に対応させるために高強度化する。また、試験機に昇温機能を付加する。
- (2) α 型純チタン（最密六方構造）および β 型チタン合金（体心立方構造）を素材として用い、種々のひずみ経路における力学的挙動を評価する。
- (3) 初期集合組織を調整した試験片を準備して二軸圧縮試験を実施し、双晶発生を伴う力学的挙動に対する集合組織の影響を調べる。このとき、変形双晶を定量評価することにより、結晶学的観点に基づいた検討を加える。
- (4) ひずみ経路急変を伴う二軸圧縮試験を行い、予圧縮に伴う変形双晶の発生が経路変化後の双晶形成および力学的挙動に及ぼす影響を調べる。
- (5) 実験結果を基に、変形双晶の影響を考慮した加工硬化モデルを提案する。このモデ

ルを有限要素解析に組み込み、その妥当性について検証する。

4. 研究成果

(1) 改良型の「経路可変型二軸圧縮試験機」を図1に示す。従来の二軸圧縮試験機（最大容量50kN、最大変位10mm）と比較して、設計上の最大圧縮力は100kN、最大変位は20mmと、高強度化かつ高性能化している。また、セラミックス製の圧縮ダイスも具備しており、正面および背面に設置する昇温装置によって温間試験も実施可能な点が大きな特徴である。このような二軸圧縮試験機は国内外で唯一である。

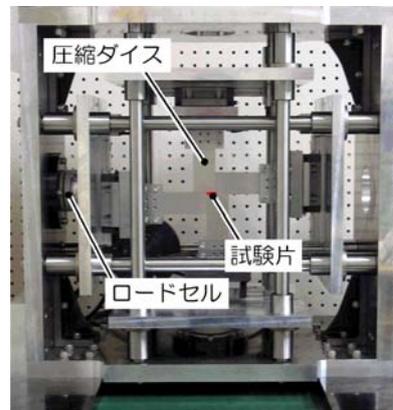


図1 改良型の経路可変型二軸圧縮試験機

(2) 双晶を伴う β 型チタン合金として、 $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶主体で変形するTi-14mass%Mo合金材に種々の様式の塑性変形を与え、その際の力学的挙動を評価した。比較のために、応力誘起マルテンサイトおよび粗大すべりが変形の主体となるTi-8MoおよびTi-20Moについても同様の試験を実施することにより、双晶を伴う変形挙動の明確化を目指した。得られた特徴的な結果の一例として、圧縮引張りに伴う応力-ひずみ関係を図2に示す。すべり主体で塑性変形するTi-20Moにおいては、負荷反転に伴うバウシinger効果が明確に現れており、負荷反転後も比較的明確な降伏挙動が認められた。対して、双晶主体で変形するTi-14Moでは、負荷反転後の降伏が不明瞭となり、セレーション（応力の微細変動）が現れた。これは、第一段階目の負荷時に生じた変形双晶の一部が負荷反転後に消失する一方で、

新たな負荷方向に対応する変形双晶が生成され、その消失と生成のバランスが徐々に変化することに起因する現象と考察される。Ti-Mo合金において得られた図2を含む研究成果は、双晶変形が有する特徴、すなわち可逆性や高形成速度、強い方位依存性などに基づくものであり、力学的挙動に対する変形双晶の影響を考慮する上で基礎的かつ重要な知見と位置付けられる。

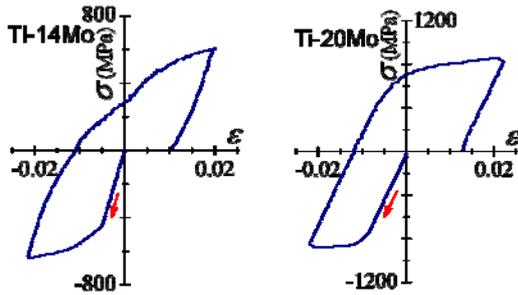


図2 負荷反転に伴うβ型Ti-Mo合金の応力-ひずみ関係

(3) α型純チタンの熱間圧延板材から、熱処理、切出し方向および予備圧延の各条件を適切に制御し、4種類の集合組織が異なる試験片を得た。後方散乱電子線回折法を用いて調べた各試験片（以降は試験片O～Cと称する）の集合組織を図3に示す。試験片Oは圧延集合組織であり、試験片Aは板厚方向にC軸（{0001}軸）を近づけるよう切り出したもの

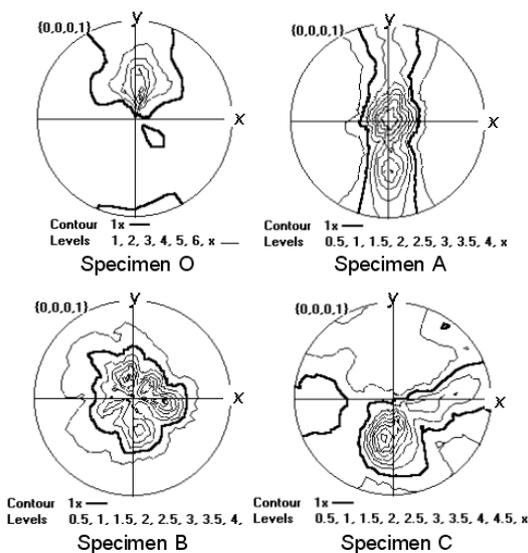


図3 各試験材料の{0001}極点図

である。また、試験片Bでは圧延焼鈍組織の抑制を、試験片Cでは逆に圧延焼鈍組織の促進を狙って条件を設定した。

各試験片に圧縮試験を行った結果、力学的挙動に対する変形双晶の影響について多くの情報が得られた。まず最初に、単軸および二軸圧縮における応力-ひずみ関係（ミーゼス相当応力-相当ひずみ関係）の例を試験片OおよびAについて図4に、試験片Oの加工硬化率変動を図5に示す。単軸圧縮においては、C軸に垂直な方向へ圧縮した際に、変形双晶の影響が加工硬化率の明確な一時増加として現れた。一方、二軸圧縮においては、等二軸圧縮に近い経路にて相当応力に基づく加工硬化率増加が現れるものの、単軸圧縮時のように明瞭な加工硬化率変動は認められなかった。この原因としては2つの理由が考察される。一つは、相当応力では変形双晶の寄与が大きい方向の応力と小さい方向の応力が平均化されること、もう一つは、降伏曲面がミーゼス降伏条件で適切に近似されない可能性である。すなわちこれらの結果は、応力成分を分離して評価する重要性を示唆している。

そこで、各二軸圧縮における近似的な降伏曲面として、等塑性仕事点を求めてプロット

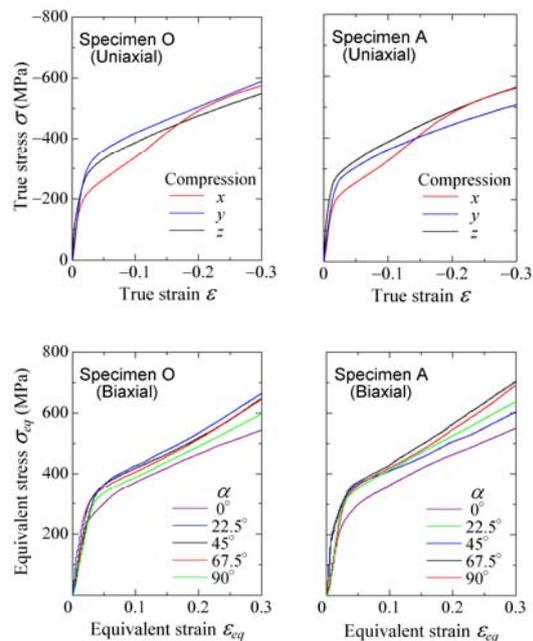


図4 単軸圧縮および二軸圧縮における応力-ひずみ関係。二軸圧縮時のαはひずみ平面内におけるx方向ひずみ軸からの角度を示す

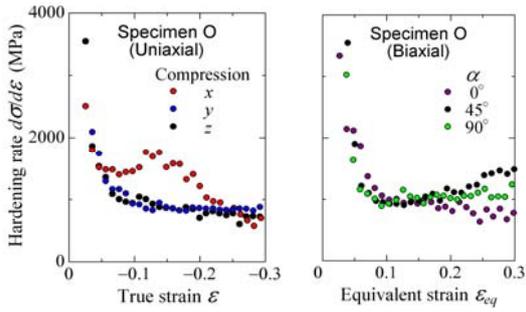


図5 二軸圧縮に伴う加工硬化率変動

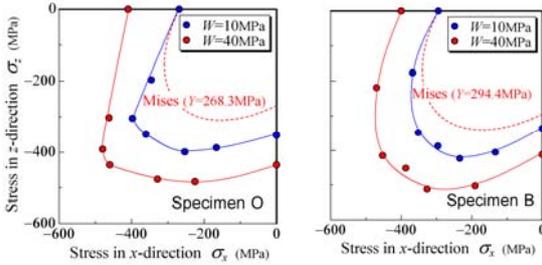


図6 二軸圧縮時の等塑性仕事曲線

した結果の一部を図6に示す。これらの結果から、降伏曲面には顕著な非軸対称性が現れてミーゼス降伏条件から乖離すること、アルミニウムや鉄鋼等の立方晶金属と比較して、降伏曲面に現れる初期異方性の影響が極めて大きいことがわかった。特に、試験片Oにおいて例えばx方向ひずみ量がz方向ひずみ量よりも大きくなるような圧縮経路では降伏応力の低下傾向が現れており、変形双晶の影響が認められる。このような降伏曲面およびその発展（加工硬化）については現在、特に初期異方性の影響を含めて適切に表現可能な条件式（加工硬化モデル）の構築を進めているところである。なお、これまでにチタン材料に対して、引張り応力側の降伏曲面は広く研究対象とされてきたのに対し、圧縮応力側の降伏曲面については世界でもほとんど報告例がなく、チタン材料の鍛造・押し出しシミュレーションに極めて有用な情報に成り得ると期待している。

(4) 塑性変形時にひずみ経路を急変させると、微視的組織状態に起因した特異な応力変動が現れる。これは「交差効果」などと呼ばれ、幾つかの工業用金属材料について、研究代表者も含めて報告がなされている。加えて変形

双晶を伴うチタン材料では、経路急変前の予圧縮時に発生した変形双晶が、後続変形時において経路急変角度に応じた一次双晶の消失や二次双晶系の活動などを引き起こし、結果として予圧縮時とは異なる硬化挙動をもたらすことがわかった。この変形双晶の影響を表す一例として、経路急変を伴う連続平面ひずみ圧縮時における相当応力の変化を、α型純チタンおよび工業用純アルミニウム（高い積層欠陥エネルギーのため変形双晶が生じない）について図7に示す。経路急変直後に現れる急激な応力変動については、経路変化時のひずみ量に伴って増大する点で類似しているものの、経路変化後の力学的挙動は大きく異なり、アルミニウムではわずかな後続変形後に、予圧縮時の応力-ひずみ関係の外挿曲線上へ漸近するのに対して、チタンでは経路変化後に若干の応力低下を伴うものの、明らかに予圧縮時の応力-ひずみ関係の外挿値よりも高い応力を維持している。これは前述のように、ひずみ経路急変に伴う活動双晶系の交代に起因する現象と考えられる。

これらの変形双晶の影響を異なる観点から確認するために、後方散乱電子線回折装置を備えた走査型電子顕微鏡、走査型レーザー顕微鏡および光学顕微鏡を駆使した結晶学的解析を実施している。図8に、経路変化前（ $\cdot_{eq} \cdot \cdot 0.051, 0.100, 0.150$ ）および経路変化後（ $\cdot_{eq} \cdot \cdot 0.2$ ）におけるチタン試験片表面の顕微鏡画像の例を示す。なお、図中の \bar{V}_{twin} は変形双晶の体積分率である。この変形双晶の体積分率は、顕微鏡画像上にグリッドを描き、変形双晶内に含まれる交点数の割合から算出

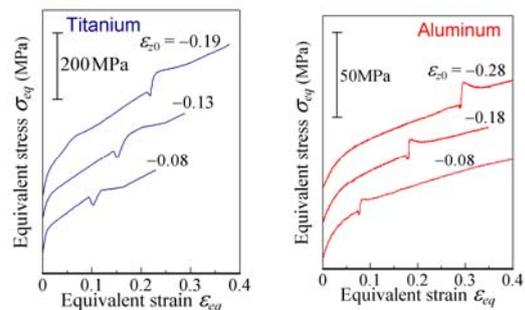


図7 経路急変を伴う連続平面ひずみ圧縮におけるα型チタンおよび工業用純アルミニウムの相当応力-相当ひずみ関係。

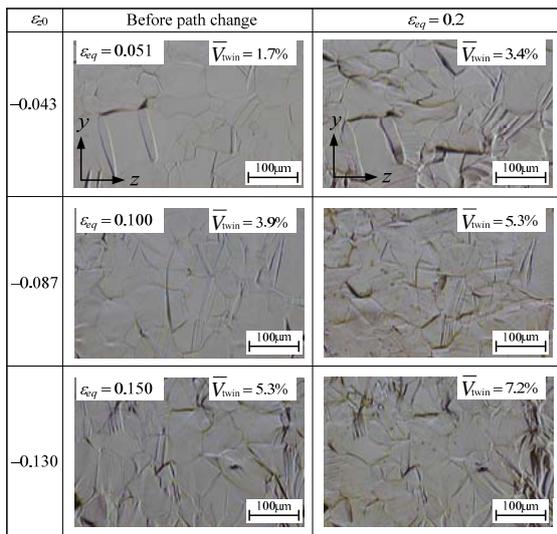


図8 α 型チタンの連続平面ひずみ圧縮における

経路変化前および経路変化後 (\cdot_{eq}
 $\cdot \cdot 0.2$)
の顕微鏡画像。 \bar{V}_{twin} は双晶の体積分率を

している。いずれの画像においても、圧縮方向に対してほぼ垂直な方向に偏長な双晶境界の発生が確認され、その方向は経路変化後に急変することがわかった。これは、ひずみ経路変化によって活動双晶系が変化したことを明確に示している。また、経路変化前の変形双晶の体積分率は、第一段階の予圧縮ひずみ量に伴って増加することがわかる。一方、 \cdot_{eq}
 $\cdot \cdot 0.2$ における変形双晶の体積分率は、評価時の相当ひずみ量が等しいにもかかわらず、経路変化時の予圧縮量 \cdot_0 に伴って増加する傾向が認められた。この点について、経路変化時から \cdot_{eq} $\cdot \cdot 0.2$ までの単位相当ひずみ増分当たりの双晶増加割合を求めると、 \cdot_0
 $\cdot \cdot \cdot 0.043$, $\cdot 0.087$, $\cdot 0.130$ に対してそれぞれ11.4%, 14.0%, 38.0%となった。すなわち顕微鏡解析によって、予圧縮時の双晶の増加によって、経路変化後の新たな双晶系の活動が促進されることが確かめられた。

以上のように本研究で得られた成果は、純チタンの多軸鍛造において、初期異方性に応じて適切な圧縮経路を選択することにより変形双晶の制御が可能であることを示唆しており、塑性異方性を含めた最終組織の最適化につながる重要な情報と位置づけられる。一方、加工温度の影響については、昇温装置の問題から計画より遅れているものの、実験

データの取得を進めており、例えば 200°C 付近の温間域における単軸圧縮および二軸圧縮では変形双晶の発生割合が冷間時より低下し、その影響として冷間時に現れる一時的な加工硬化率増加が抑制されるなどの知見を得つつある。今後さらに段階的なデータ取得を実施し、多軸鍛造時の環境選択に有用な情報を提供すべく研究を継続している。

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 1 件)

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

[学会発表] (計 3 件)

- ① 出井準也・清水一郎・多田直哉、*純チタンの比例経路二軸圧縮に伴う塑性挙動に関する検討*、日本金属学会・日本鉄鋼協会中国四国支部第 17 回若手フォーラム、講演番号 P04、2009 年 1 月 29 日、岡山
- ② 出井準也・清水一郎・多田直哉、*純チタンの二軸圧縮塑性変形に及ぼす集合組織の影響*、日本機械学会岡山講演会、講演番号 A02、2008 年 10 月 22 日、岡山
- ③ 清水一郎・竹元嘉利、 *β 型 Ti-Mo 合金の弾塑性挙動とその組成依存性*、日本実験力学会 2008 年度年次大会、講演番号 235、2008 年 7 月 1 日、札幌

6. 研究組織

(1) 研究代表者

清水 一郎 (SHIMIZU ICHIRO)
岡山大学・大学院自然科学研究科・准教授
研究者番号：10263625

(2) 研究分担者 なし

(3) 連携研究者

多田 直哉 (TADA NAOYA)
岡山大学・大学院自然科学研究科・教授
研究者番号：70243053