

令和 6 年 6 月 13 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2020～2023

課題番号：20K05160

研究課題名（和文）チタン合金における人工的偏析構造の創製と特性向上

研究課題名（英文）Production of artificially segregation structure and property enhancement in beta titanium alloys

研究代表者

江村 聡（EMURA, Satoshi）

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究センター・主幹研究員

研究者番号：00354184

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,400,000円

研究成果の概要（和文）：Ti-Mo系の型チタン合金を対象に、重ね合わせ圧縮、重ね合わせ圧延等の手法を用い、自然には実現が困難な局所的な合金元素量が極端に異なる積層材や、拡散が速い元素の局所分布を有する積層材を作製し、その金属組織や元素の分布状態を観察した。また、作製した積層材から小型試験片を採取し、室温引張特性や変形後の組織、破面観察等を行い、積層構造による特性向上の可能性について検討した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究から重ね合わせ圧縮接合、重ね合わせ圧延の両手法ともに組成や添加元素量が極端に異なるヘテロ構造の創製に適していること、ヘテロ構造の配置の違いによって引張特性が大きく変化すること、などが知見として得られた。本知見を発展させ、重ね合わせ素材の選択や層構造の構成（枚数、厚さ等）を最適化することで、機械的性質等の特性が大きく向上したヘテロ構造材料が実現可能であると考えられる。

研究成果の概要（英文）：Laminated structures of beta type Ti-Mo alloys with extreme variations in local alloy element content and with localized distributions of rapidly diffusing elements, which are difficult to achieve naturally, were fabricated through high temperature compression bonding or hot roll bonding. The microstructures and elemental distributions were observed. Additionally, small tensile specimens were taken from the laminated structures, and their room temperature tensile properties, post-deformation microstructure, and fracture surface were examined to assess the potential for improved properties through laminated structures.

研究分野：材料工学

キーワード：ヘテロ構造 重ね合わせ圧延 重ね合わせ圧縮 変形機構 第2相析出

1. 研究開始当初の背景

体心立方晶の β 相を主体相とする β 型チタン合金は高比強度、高耐食性、高生体適合性などの優れた特性から構造・機能材料として研究が進められている。一方で β 型チタン合金は β 相安定化元素であるMo、Nbといった重金属元素を多く含むため、これらの元素が溶解・凝固後のインゴット中で偏って分布するいわゆる偏析が問題となる。こうした偏析をその後の鍛造・圧延・熱処理といった工程において低減するためには余計な手間とコストを有する。

一方、このような偏析を金属組織制御に利用し、チタン系材料の特性向上を図った例もいくつか存在する¹⁾。報告者らも高い耐すき間腐食性を有するTi-Mo系合金の研究過程において、本系合金に熱間溝ロール圧延を施すことでMoの渦状偏析に起因した特異なVan Gogh's Sky (VGS)組織が現出することを見出した。さらに、VGS組織を有するTi-12 mass% Mo合金(以下mass%省略)に硬化第2相である ω 相を析出させる時効処理を行ったところ、Mo量が局所的に異なることによって ω 相の析出量、およびそれに伴い硬さが局所的に異なる一種のハイブリッド組織が形成され、室温破断伸びなどの機械的性質の向上が達成されることがわかった²⁻⁵⁾。

ただVGS組織のような自然に生じる偏析組織では、Mo量の多い部分と少ない部分の差がせいぜい2~3mass%に過ぎず、それぞれの部分に極端な特性の差を付与することは難しい。さらに β 型チタン合金の機械的性質に大きな影響を与えるFeやAlといった合金元素は拡散が非常に速いため通常的手法ではこうした元素の偏析構造を付与することは困難である。

そこで、報告者らはFe含有量の異なる2種類のTi-Mo-Fe系合金板材を重ね合わせ圧延することでFeが層状に不均一分布した材料を人工的に造り出した⁶⁾。この材料に引張変形を加えるとFe量の多い部分、すなわち β 相の安定度が高い部分ですべり変形が、Fe量の少ない部分、すなわち β 相の安定度が低い部分で $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶変形が生じ、両者の混在によって降伏強度と均一伸び(材料に局所変形が生じるまでの伸び)のバランスに優れた材料が得られる。この手法を拡張し、合金元素量が極端に異なる組み合わせや、拡散が速く偏析の利用では作製が困難な元素の分布を実現することで、通常的手法では得られないような局所的に極端に特性が異なるヘテロ構造を造り込むことも可能となる。

- 1) S. Naka, T. Khan: J. Phase Equilibria, 18(1997), 635.
- 2) S. Emura, X. H. Min, S. Ii, K. Tsuzaki, K. Tsuchiya: Proceedings of the 12th World Conference on Titanium, Science Press, Beijing, 2012, p.536.
- 3) S. Emura, X. H. Min, S. Ii, K. Tsuchiya: Key Eng. Mater. 551(2013), 180.
- 4) J. Ruzic, S. Emura, X. Ji, I. Watanabe: Mater. Sci. Eng. A, 718 (2018), 48.
- 5) S. Emura, X. Ji, X. H. Min, K. Tsuchiya: MATEC Web of Conferences, 321 (2020), 11050.
- 6) X. H. Min, S. Emura, F. Meng, G. Mi, K. Tsuchiya: Scr. Mater. 102 (2015), 79.

2. 研究の目的

本研究の目的はTi-Mo系等の β 型チタン合金において、重ね合わせ圧延等の手法を用い合金元素の不均一分布(偏析)によるヘテロ構造を人工的に創製し、機械的性質(強度-延性バランス等)の向上を図ることにある。特にMo量の極端に異なる合金同士を重ね合わせ圧延することで自然には生じない偏析構造を付与する、Alのような自然には偏析しない合金元素を不均一分散させる、等の手法を用いることで偏析による新たなヘテロ構造の造り込みを行うとともに、こうしたヘテロ構造付与による特性向上の発現機構の解明を目指すものである。

3. 研究の方法

(1) 重ね合わせ圧縮接合による三層接合体の作製と機械的性質の評価

重ね合わせ圧延を行う前段階として特性向上をもたらす新たな積層構造の組み合わせをより簡便に検討するための手法として重ね合わせ圧縮接合⁷⁾をチタン系合金に適用した。接合する組み合わせとして、Mo量が極端に異なり変形機構が異なるTi-10MoおよびTi-18Mo、Al量が異なり第2相の析出量、析出形態やその特性が異なるTi-15MoおよびTi-15Mo-3Al、さらに元素拡散しやすい酸素量が異なり変形機構や第2相析出に大きく影響するTi-7.5MoおよびTi-7.5Mo-0.5Oを選択した。NIMS内で溶解、鍛造、圧延を行った各組成の板材から幅25mm、長さ45mm、厚さ2mmの板材を採取し、ボルトによる仮止めにより3枚重ね合わせの積層材を作製、真空中でアンビル(圧縮部幅10mm)を用いた平面ひずみ圧縮による接合を行った。走査型電子顕微鏡(SEM)による接合後の積層材の金属組織や層界面の接合状態の観察、エネルギー分散X線分光法(EDS)による界面を挟んだ元素分布状態の測定等を行った。また一部の試料について、接合部から小型引張試験片を作製し、室温引張特性を評価した。

- 7) R. Ueji, T. Inoue: Mater. Sci. Eng. A, 764 (2019), 138217.

(2) 重ね合わせ圧延による複層接合体の作製と機械的性質の評価

本助成事業開始前から重ね合わせ圧延による特性向上が確認されている Ti-10Mo-1Fe および Ti-10Mo-3Fe⁶⁾、および重ね合わせ圧縮接合した積層材から選んだ Ti-10Mo および Ti-18Mo、の二種類の組み合わせについて、それぞれの合金板材を交互に重ね合わせた後 SUS304 ステンレス鋼等で作製した缶に真空中で封入、熱間プレスおよび熱間圧延による積層化を行った。得られた積層材から積層方向が板面に垂直な形状の引張試験片を作製し、室温引張特性を評価した。

4. 研究成果

(1) 重ね合わせ圧縮接合による三層接合体の作製と機械的性質の評価

図 1 に重ね合わせ圧縮接合により作製した Ti-10Mo/18Mo/10Mo 積層材 (Ti-10Mo の板材 2 枚で Ti-18Mo の板材 1 枚をはさみこんだもの、以下同じ) および Ti-15Mo/15Mo-3Al/15Mo 積層材の 1173 K での溶体化処理後の SEM 写真を示す。今回重ね合わせ圧縮接合を行ったすべての組み合わせにおいて真空中での重ね合わせ圧縮により界面に欠陥等生じることなく積層材が作成可能であること、Mo および Al については圧縮ままで数 μm 、溶体化処理後に数十 μm の幅で濃度勾配が見られ、化学的にも十分に結合できていることが確認された⁸⁾。酸素については直接の分布は測定できていないが、酸素によって安定化される α 相の量が層間で異なる様子が接合まま材で観察されており、局所的な分布が達成されているのではないかと推測している。

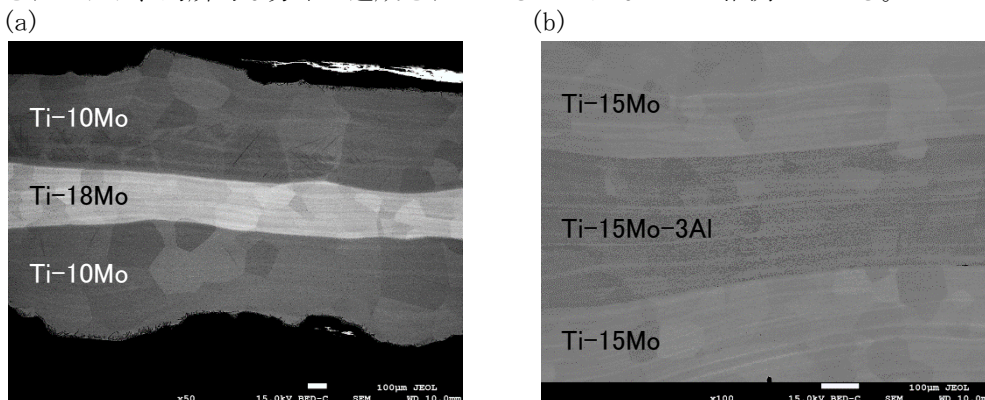


図 1 圧縮接合により作製した三層接合材 (1173 K 溶体化処理後)⁸⁾。

(a) Ti-10Mo/18Mo/10Mo、(b) Ti-15Mo/15Mo-3Al/15Mo。

Ti-10Mo/18Mo/10Mo 積層材および Ti-18Mo/10Mo/18Mo 積層材について 1173 K 溶体化処理後の圧縮部からなるべく板厚の中央付近に中間層が入るように小型引張試験片を採取し、室温で引張試験を行った (図 2)⁹⁾。Ti-10Mo/18Mo/10Mo 積層材は低強度高延性、Ti-18Mo/10Mo/18Mo 積層材は高強度低延性の傾向を示し、それぞれ Ti-10Mo 単体、Ti-18Mo 単体の特性に近かった。

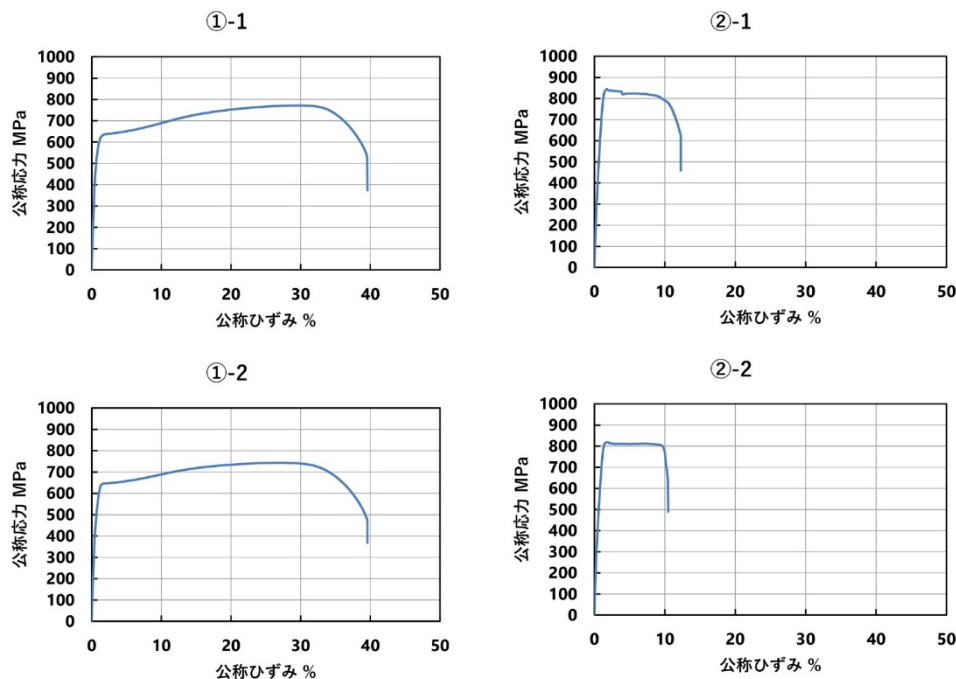


図 2 室温引張試験結果 ① Ti-10Mo/18Mo/10Mo、② Ti-18Mo/10Mo/18Mo⁹⁾。

引張試験後の破断面を観察したところ、Ti-18Mo/10Mo/18Mo 積層材ではTi-18Mo の部分が粒界割れのような脆性的な破面を示すのに対し、Ti-10Mo/18Mo/10Mo 積層材ではTi-18Mo の部分でも延性的なディンプル破面が見られ、破壊形態の変化が観察された。また引張試験後の変形組織観察では組成の変化する部分で変形様式がマルテンサイト変態→双晶変形→すべり変形と変化する様子が観察された。

- 8) 江村聡、上路林太郎：日本金属学会 2023 年春期(第 172 回)講演大会, J4.
- 9) 江村聡、上路林太郎：日本金属学会 2023 年秋期(第 173 回)講演大会, J17.

(2) 重ね合わせ圧延による複層接合体の作製と機械的性質の評価

重ね合わせ圧延により作製した Ti-10Mo-1Fe/Ti-10Mo-3Fe 積層材（各層の幅が 300 μ m）から、積層方向が板面に垂直な形状の引張試験片を作製し、室温で引張試験を行った結果、引張強さ約 900MPa、破断伸び約 30%という高い強度-延性バランスが得られた。この値は以前報告した積層方向が板面に平行な試験片の室温引張試験結果⁶⁾とほぼ同等の値であり、積層構造がその方向によらず強度-延性バランスを向上させることを示唆する結果と考えられる。変形後の試験片表面には β 相安定度の低い Ti-10Mo-1Fe の層に変形双晶による表面起伏が、 β 相安定度の高い Ti-10Mo-3Fe の層に転位すべりによるトレースが観察され、変形機構の混在が実現されている。引張試験を行いながらデジタル画像相関法（DIC）を用い組成の異なる各層のひずみ状況を観察した結果、各層においてひずみの入り方に大きな違いは見られず、両層が協調して変形している様子が観察できた。

次に重ね合わせ圧縮接合を行った組み合わせから Ti-10Mo/Ti-18Mo を選択し、重ね合わせ圧延により積層材を作製した。図 3 に 1173 K 溶体化処理後の圧延接合材の SEM 写真を示す。重ね合わせ圧縮接合材と同様に界面に欠陥等は観察されなかった。溶体化処理後の Mo の濃度勾配の幅は数十 μ m であり、重ね合わせ圧縮接合材と似通った値を示した。溶体化処理後の圧延材から小型引張試験片を採取し、室温引張試験を行った結果、Ti-10Mo 単体に近い強度、延性が得られた。この傾向は重ね合わせ圧縮による Ti-10Mo/18Mo/10Mo 積層材と同様であった。

研究期間全体を通じて、重ね合わせ圧縮接合、重ね合わせ圧延ともに組成や添加元素量が極端に異なるヘテロ構造の創製に適していること、ヘテロ構造の配置の違いによって引張特性が大きく変化すること、などが知見として得られた。

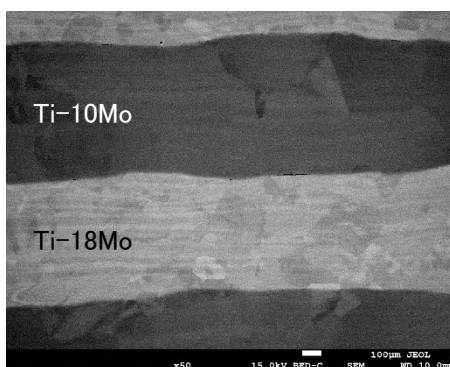


図 3 重ね合わせ圧延により作製した Ti-10Mo/18Mo/接合材（1173 K 溶体化処理後）。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 江村 聡、上路 林太郎
2. 発表標題 重ね合わせ圧縮によるTi-Mo合金積層材の作製
3. 学会等名 日本金属学会2023年春季(第172回)講演大会.
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 江村 聡、上路 林太郎
2. 発表標題 重ね合わせ圧縮によるTi-Mo合金積層材の室温引張特性
3. 学会等名 日本金属学会2023年秋季(第173回)講演大会.
4. 発表年 2023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
---------------------------	-----------------------	----

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