

令和 6 年 5 月 28 日現在

機関番号：15301

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2021～2023

課題番号：21H01214

研究課題名（和文）多結晶チタン合金の超微小不均一変形の3D計測に基づく変形の局所化および破壊の予測

研究課題名（英文）Prediction of deformation localization and fracture in polycrystalline titanium alloy based on 3D measurement of ultra-small inhomogeneous deformation

研究代表者

多田 直哉（Tada, Naoya）

岡山大学・環境生命自然科学学域・教授

研究者番号：70243053

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,920,000円

研究成果の概要（和文）：多結晶純チタンの平板、薄膜、細線試験片とTi-6Al-4V合金の平板試験片を用いて引張試験を実施し、弾性引張状態から生じる微視的不均一変形とその後の塑性引張下における不均一変形と最終破壊について検討した。また、純チタンの引張に関しては、多結晶モデルを用いた有限要素解析を実施した。その結果、試験片の形状や巨視的な応力集中の有無によらず、すべり線の発生は、すべり活動度で予測可能であったが、細線の最終破壊の形態に関しては、結晶粒径に依存することが明らかとなった。ただし、Ti-6Al-4V合金の引張に関しては、微小き裂同士が連結して変形が進むような特異な変形挙動を示したため、さらなる検討が必要である。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では、多結晶純チタンおよびTi-6Al-4Vチタン合金の薄膜、細線、平板の試験片を用いて引張試験を実施し、微視的不均一変形を、初期の弾性状態から後続の塑性状態、さらには破壊に至るまで詳細に観察・測定した。Ti-6Al-4Vチタン合金に関しては、課題が残っているが、多結晶純チタンに関しては、試験前に測定する結晶粒の幾何学的情報と巨視的な応力分布がわかれば、すべり発生が予測が可能であることがわかった。本予測手法は、医療等で用いられている純チタン部材の設計や破壊防止に有用であると考えられる。

研究成果の概要（英文）：Tensile tests were carried out using flat plate, thin film, and thin wire specimens of polycrystalline pure titanium, and flat plate specimens of Ti-6Al-4V alloy. Microscopic inhomogeneous deformation caused by elastic tension, subsequent plastic inhomogeneous deformation, and final fracture were investigated. Furthermore, finite element analysis was conducted for tension of polycrystalline pure titanium using polycrystalline models. As a result, the initiation of slip lines could be predicted based on the slip activity, regardless of the shape of the specimen or the presence or absence of macroscopic stress concentration. But the final fracture morphology of thin wire was found to depend on the grain size. However, the Ti-6Al-4V alloy exhibits a peculiar deformation behavior under tension, in which deformation progressed with coalescence of microcracks. Further investigation is required.

研究分野：固体力学

キーワード：チタン合金 不均一変形 変形の局所化 破壊

### 1. 研究開始当初の背景

多結晶金属材料は、弾性および塑性異方性を有する多数の結晶粒で構成されるため、均一な応力を与えても変形は不均一となり、この不均一変形が破壊を導く。不均一変形に関する研究として、表面あれの研究が古くから行われてきた。その結果、材料を問わず表面粗さはひずみと結晶粒径の双方に比例することが明らかになっている。これは、不均一変形が、与えた変形(ひずみ)に比例し、その比例係数が微視組織に依存するという重要な結果を示している。その後、測定機器の精度向上に伴い、表面あれに関する研究が再び脚光を浴びてきた。最近の多くの研究成果から、表面あれ、すなわち、材料表面における不均一変形が引張ならびに疲労における材料損傷を的確に示すことが明らかとなっている。しかしながら、これらの結果はすべて塑性変形を呈した後の不均一変形に着目しており、塑性変形が始まる前の段階である弾性変形における不均一変形を対象にしてはいない。したがって、変形前の段階から微視的変形や変形の局所化、破壊を予測することはできなかった。

### 2. 研究の目的

多結晶金属材料の微視的変形に関する上述の背景を考慮し、本研究では、今後の需要が見込まれる多結晶純チタンおよびチタン合金を対象とし、微視的不均一変形を高精度で捉えることにより、不均一変形の拡大や局所化、破壊が生じる箇所を予測することが出来るかについて実験および解析で検討した。本研究では、主として、純チタン薄膜と細線の微視的変形、Ti-6Al-4V合金の微視的変形に関する実験的検討、純チタン薄膜の微視的変形に関する結晶塑性有限要素解析を実施した。

### 3. 研究の方法

#### (1) 切欠き付き純チタン薄膜の引張試験方法

厚さ 0.1 mm、純度 99.5 wt.% の工業用純チタン薄膜を供試材とし、ワイヤーカット放電加工によって両側切欠き試験片に切り出した。本研究では、幅 3 mm、長さ 18 mm 平行部中央の両側に半径 0.5 mm の 2 個の半円切欠きを有する試験片と、長軸 0.5 mm、短軸 0.25 mm の 2 個の半楕円切欠きを有する試験片を用いて引張試験を実施した。いずれの試験片に関しても、残留応力除去および結晶粒径調整のための真空焼鈍と、結晶粒界を明瞭にするため電解研磨と化学腐食を施した。半円切欠き試験片と半楕円切欠き試験片の両切欠き先端周辺には、縦横約 290 μm の正方形の観察領域を 3 つずつ設置し、各領域に含まれる結晶粒の方位を走査型電子顕微鏡 (Scanning electron microscope; SEM) および電子線後方散乱回折 (Electron Backscatter Diffraction; EBSD) 法によって取得した。また、引張試験には、定格容量 2 kN の引張圧縮小型材料試験機 ((株) 井元製作所 IMC-90F1 型) を用い、観察領域内に存在する大部分の結晶粒にすべり線が観察されるまで、試験片長手方向に引張変形を与えた。

結晶粒のすべり変形の活動を予測する量としてシュミット因子 (Schmidt factor;  $SF$ ) が用いられる。これは、すべての結晶粒に遠方応力と等しい応力が作用していると仮定し、各すべり系に作用する最大せん断応力を遠方応力で除した無次元化量である。最近では、この  $SF$  を臨界分解せん断応力 (Critical Resolved Shear Stress; CRSS) の最小値で基準化したシュミット因子 (Normalized Schmidt factor) も提案されており、純チタンのようにすべり系毎に CRSS に大きな差がある場合は、有効であると考えられる。本研究では、 $SF$  を各すべり系の CRSS で単純に除したものを修正シュミット因子 (Modified Schmidt factor;  $MSF$ ) と呼ぶ。さらに、切欠き試験片のように試験片内に巨視的に大きな応力分布が存在する場合に関しては、次式で与えられるすべり活動度 (Slip activity;  $SA$ ) を用いた。

$$SA = \frac{n \cdot \sigma \cdot s}{\tau_{CRSS}} \quad (1)$$

ここで、分子の  $n$ ,  $s$  は、それぞれ、すべり面法線ベクトルとすべり方向ベクトル、 $\sigma$  は各結晶粒の重心位置における応力テンソルである。分母の  $\tau_{CRSS}$  は、各すべり系の CRSS である。

#### (2) 純チタン細線の段階的引張試験方法

試験片の材料として、第 1 種純チタン細線 (TW270) を用いた。受け入れ材に加え、真空環境中において 870 °C で 2 時間保持後、炉冷を行って結晶粒を粗大化させた細線を用いた。その後、結晶粒界を明瞭に観察するために、電解研磨と化学腐食を行った。受け入れ材と熱処理材の平均結晶粒径は、それぞれ 17 μm および 87 μm であり、試験片の平均直径は 170 μm であった。

段階的引張試験には、自作の引張試験装置を用いた。本装置は、試験片に負荷を与えた状態で装置全体を SEM の試料室に設置でき、表面観察と EBSD 解析の両方が可能である。

#### (3) Ti-6Al-4V 平滑試験片を用いた引張試験方法

供試材として厚さ 0.5 mm の Ti-6Al-4V 薄板材 (VSMPO-AVISMA 製) を使用した。残留応力

の除去，結晶粒径の調整のために真空焼鈍を行った．その後，表面平滑化および結晶粒明瞭化のために電解研磨と化学腐食を施した．本供試材は等軸 $\alpha$ 相の結晶粒界に $\beta$ 相が残留した 2 相組織を形成しており， $\alpha$ 相の面積率は約 78 %であった．

引張試験には，(株)井元製作所製の引張・圧縮小型材料試験機を用いた．荷重，変位の測定には試験機に取り付けられているロードセル，ダイヤルゲージを用いた．この試験機を，3D 測定レーザー顕微鏡 (OLS5100, オリンパス (株) 製) のステージ上に設置し，表面の観察を行いながら，試験片が破断するまで段階的に引張負荷を与えた．また，試験片の破断面は SEM を用いて観察した．

#### (4) 純チタン薄膜の引張に関する結晶塑性有限要素解析方法

##### 材料構成式

本研究では，汎用有限要素法 MSC. Marc (ver.2019)のユーザーサブルーチンに結晶塑性理論を導入し，有限要素解析を行った．本解析ではすべり変形 (底面，柱面および錐面)のみを考慮した．式(2)に Pan-Rice 型のせん断ひずみ増分  $\gamma^{(\alpha)}$ を示す．

$$\Delta\gamma^{(\alpha)} = \dot{\gamma}_0 \operatorname{sgn}\left(\tau^{(\alpha)}\right) \left| \frac{\tau^{(\alpha)}}{\tau_{CRSS}^{(\alpha)}} \right|^{\frac{1}{m}} \Delta t \quad (2)$$

ここで， $\alpha$  は任意のすべり系を表す番号， $\dot{\gamma}_0$  ( $=0.001$  ( $s^{-1}$ ))は基準せん断ひずみ速度， $\tau^{(\alpha)}$  は RSS (分解せん断応力)， $m$  ( $=0.01$ )は感受性指数， $\Delta t$  は時間増分である．また， $\Delta\tau_{CRSS}^{(\alpha)}$  はすべり系 $\alpha$ の CRSS 増分であり，その発展式に式(3)を使用した．

$$\Delta\tau_{CRSS}^{(\alpha)} = \sum_{\beta=1}^N h_{\alpha\beta} |\Delta\gamma^{(\beta)}| \quad (3)$$

ここで， $\beta$ は任意のすべり系を表す番号， $\Delta\gamma^{(\beta)}$ はすべり系 $\beta$ のせん断ひずみ増分， $h_{\alpha\beta}$ は相互作用マトリクスである．このマトリクスに使用する変数である  $q$  は 1.4 とした．また， $h$  は加工硬化係数とし，式(4)に示すものを使用した．

$$h = h_0 \left\{ 1 - \frac{\tau_{CRSS}^{(\alpha)}}{s_s} \right\}^a \quad (4)$$

ここで， $h_0$ ， $s_s$ ， $a$  は加工硬化パラメータであり，それぞれ 150 MPa，200 MPa，3 とした．

##### 活動すべり系の予測方法

本解析では，活動すべり系を次の条件で予測した．

$$\left| \frac{\tau^{(\alpha)}}{\tau_{CRSS}^{(\alpha)}} \right| = 1 \quad (5)$$

##### 有限要素モデルと結晶方位

有限要素モデルは，実際の純チタン薄膜試験片平行部中心付近の表面画像から得られた 16 個の結晶粒形状を 1 辺が  $5 \mu\text{m}$  の 4000 個の 8 節点正 6 面体要素で再現した．有限要素モデルのサイズは  $200 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$  である．なお，モデル化した結晶粒の内，結晶粒の面積が半分以上有限要素モデルに反映された結晶粒のみを解析評価対象とし，結晶方位は EBSD により取得したものをを使用した．

## 4. 研究成果

### (1) 切欠き付き純チタン薄膜の引張試験の結果

切欠き部周辺におけるすべり線の発生を予測した結果の例を図 1.1 に示す．本図は，半楕円切欠き先端周辺に関する結果であり，青色，緑色，赤色で着色した結晶粒がすべり線発生の予測が

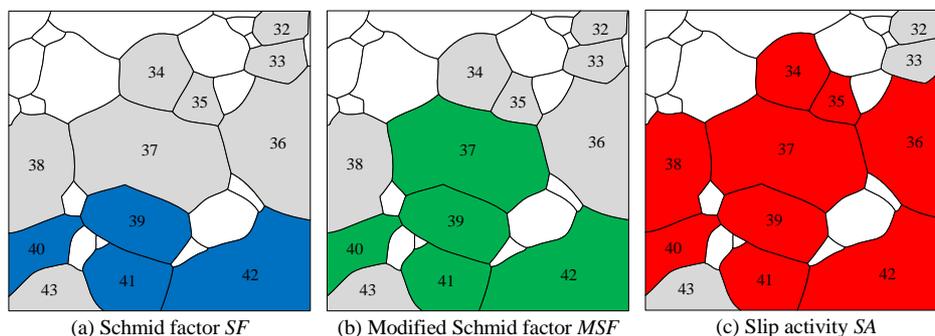


図 1.1 半楕円切欠き周辺部における活動すべり系の予測

可能であった結晶粒を表している。図からわかるように、一様応力を仮定した従来のシュミット因子  $SF$  やそれに臨界分解せん断応力のみを考慮した  $MSF$  と比較して、切欠き周辺の巨視的応力を考慮に入れたすべり活動度  $SA$  を用いることにより、予測の精度が大きく向上することがわかった。

### (2) 純チタン細線の段階的引張試験の結果

段階的引張試験に用いた細線の結晶方位分布の例を図 2.1 に示す。通常の方法では、復元が困難な細線表面の結晶粒が自然な形で展開、表示されていることがわかる。

段階的引張試験において、細線表面のすべり線を観察し、結晶粒の方位とすべり線方向によって活動すべり系を同定した。本研究では、活動すべり系を従来の Schmid factor ( $SF$ ) とそれを各すべり系の臨界分解せん断応力で除した修正シュミット因子 ( $SF \cdot CRSS^{-1}$ ) の両方で予測を試みた。結果を図 2.2 に示す。図からわかるように、従来の  $SF$  では、最大値による予測が 40% 程度であったが、修正シュミット因子 (細線の場合は、すべり活動度と一致) では、90% を超えていた。純チタンでは、すべり系によって臨界分解せん断応力が大きく異なるので、従来の  $SF$  ではなく、それを考慮した因子による予測が妥当であることが明らかになった。

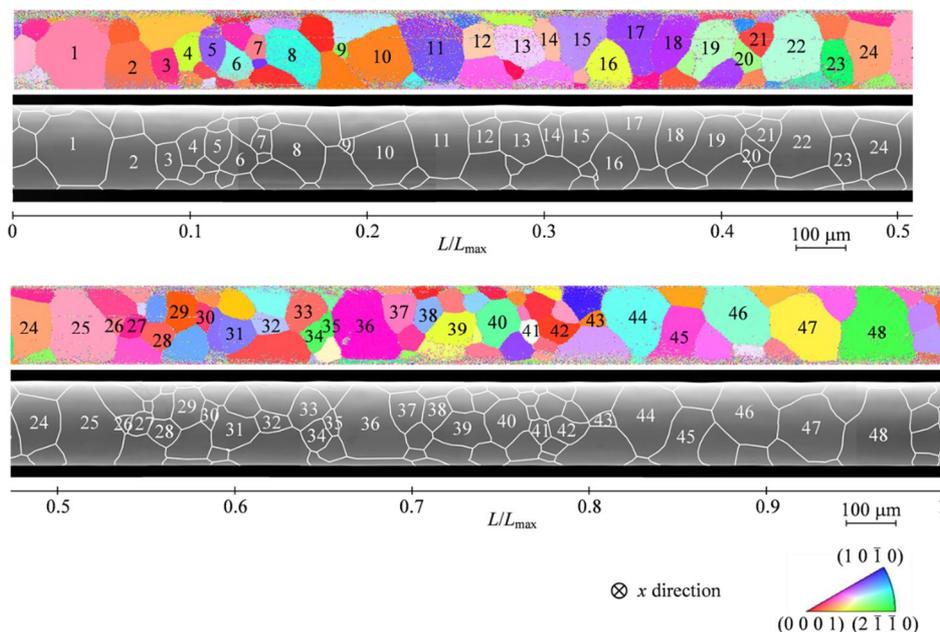


図 2.1 純チタン細線の結晶方位分布の例

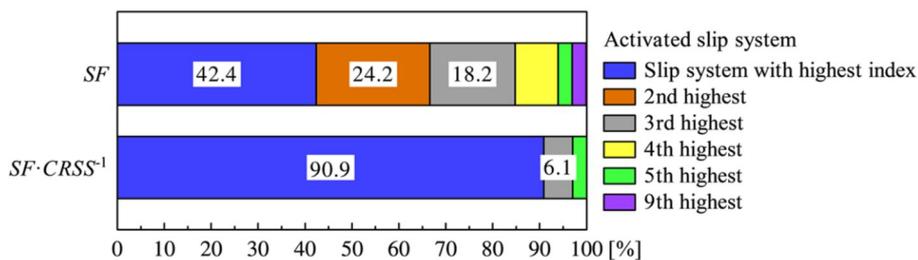


図 2.2 活動すべり系の予測結果

### (3) Ti-6Al-4V 平滑試験片を用いた引張試験結果

引張試験で観察された試験片側面上のき裂の位置関係を図 3.1 に示す。図からわかるように、最初に発生した 2 つのき裂 (Crack 1, Crack 2) は図 3.1(a) に示す位置関係にあり、それらの先端を結ぶようにおよそ 45 deg の方向にすべり変形が局在化したせん断帯が発生した。さらに引張負荷を加えると、Crack 2 先端から左上方向に新たな側面き裂 (Crack 3) が発生した (図 3.1(b))。その後も破断に至るまで、側面から複数のき裂が連鎖的に発生した。また引張負荷の増加に伴い、せん断帯におけるすべり変形の局在化がより顕著になった。試験片は最終的に、図 3.1(c) に示すように Crack 2 と Crack 3 をつなぐせん断帯の上で斜め方向に破断した。

以上の結果から、Ti-6Al-4V 平滑試験片が塑性変形を開始すると、側面から主応力軸に垂直な方向にぜい性的な一次き裂が発生する。一次き裂が発生すると、き裂先端から斜め 45 deg 方向にすべり変形が局在化したせん断帯が出現する。さらに、せん断帯は、引張負荷の増加に伴い長さが増加する。せん断帯がある程度成長すると、せん断帯方向のもう一方の側面から微小な二次き裂が発生する。一次き裂と同様に二次き裂の先端からもせん断帯が成長するため、側面からは三次、四次と連鎖的にき裂が生じる。このように両側の側面からき裂が発生することで、せん断帯はき裂を結ぶように 45 deg 方向に形成され、このせん断帯が長手方向の延伸を局所的に担う。そのため引張負荷の増加に伴ってせん断帯上ではすべり変形の局在化がより顕著になり板厚が減少、同時にき裂は大きく開口していく。その一方で、せん断帯領域において断面積が減少することで引張応力が増加し、内部でボイドが発生・成長する。したがって、最終的に試験片は、せん断帯上で斜め方向に延性的な引張破壊を引き起こす。

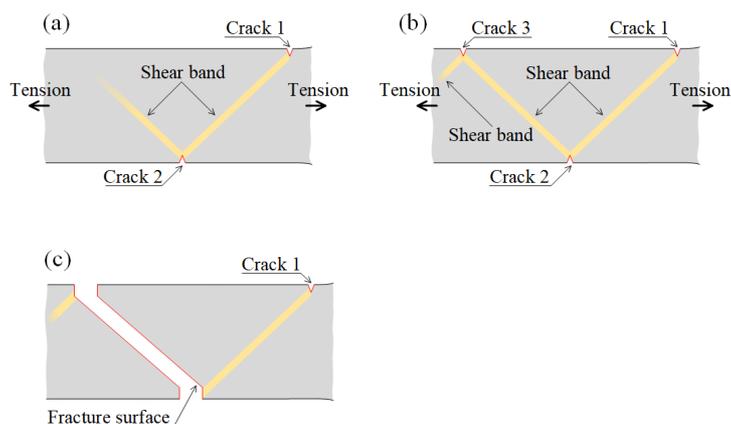
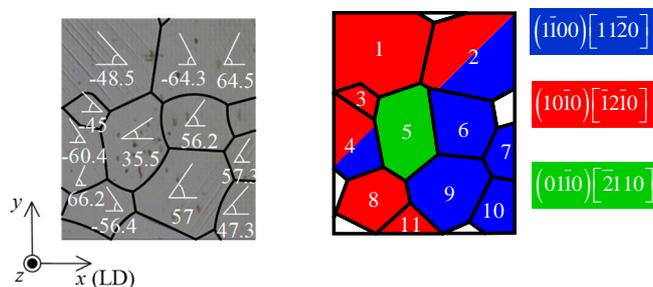


図 3.1 発生したき裂の位置関係

#### (4) 純チタン薄膜の引張に関する結晶塑性有限要素解析結果

図 4.1(a)に実際の実験から得られた公称ひずみ 0.3% における各結晶粒のすべり線角度を示す。すべり線を確認できた結晶粒は 11 個であった。これらの結晶粒に関して同定した活動すべり系を図 4.1(b)に示す。図中の青色は  $(\bar{1}\bar{1}00)[11\bar{2}0]$  すべり系、赤色は  $(10\bar{1}0)[\bar{1}2\bar{1}0]$  すべり系、緑色は  $(01\bar{1}0)[\bar{2}110]$  すべり系である。実験ですべり線が確認できた 11 個の結晶粒の内、修正シュミット因子  $MSF$  においても同じ活動すべり系を予測できた結晶粒数は、結晶粒番号 2, 4 を除く 9 個であった。活動すべり系を予測できなかった結晶粒番号 2, 4 の 2 個の結晶粒においては、2 重すべりによって 2 つの活動すべり系が確認できたため、単一の最大  $MSF$  では予測が難しかったと考えられる。



(a)すべり線角度 (b)活動すべり系

図 4.1 すべり線角度と活動すべり系

5. 主な発表論文等

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

1. 著者名 Naoya Tada, Takeshi Uemori, Junji Sakamoto	4. 巻 153
2. 論文標題 Prediction of slip activity of crystal grains around semi-circular and semi-elliptical notches in thin-sheet specimens of pure titanium using formulated macroscopic stress distribution and crystal orientation	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Engineering Failure Analysis	6. 最初と最後の頁 107623
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.engfailanal.2023.107623	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 -

1. 著者名 Junji Sakamoto, Naoya Tada, Takeshi Uemori	4. 巻 863
2. 論文標題 Tensile properties and slip deformation behavior of pure titanium thin wire with a small diameter-to-grain-size ratio	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering A	6. 最初と最後の頁 144532
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2022.144532	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16件（うち招待講演 1件 / うち国際学会 5件）

1. 発表者名 Naoya Tada
2. 発表標題 Microscopic Inhomogeneous Deformation of Polycrystalline Metals in Elastic and Plastic Regions
3. 学会等名 Materials Today Conference 2023（国際学会）
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Koyo OISHI, Junji SAKAMOTO, Naoya TADA, Takeshi UEMORI
2. 発表標題 Effect of artificial defect on tensile properties of thin titanium alloy wire
3. 学会等名 The Advanced Technology in Experimental Mechanics and International DIC Society Joint Conference 2023 (ATEM-iDICs '23) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Takeshi UEMORI, Naoya TADA, Junji SAKAMOTO, Masatoshi DOI
2. 発表標題 Prediction of active slip system for commercially pure titanium sheet by crystal plasticity finite element analysis
3. 学会等名 The Advanced Technology in Experimental Mechanics and International DIC Society Joint Conference 2023 (ATEM-iDICs '23) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 緒方隆太, 多田直哉, 上森武, 坂本惇司
2. 発表標題 円孔付き純チタン平板試験片の弾性および塑性域引張における結晶粒中心と粒界近傍における表面高度変化
3. 学会等名 日本機械学会M&M2023材料力学カンファレンス
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 大橋弘晃, 多田直哉, 上森武, 坂本惇司
2. 発表標題 純チタン薄膜試験片の段階的荷重増加繰返し引張試験における除荷後の結晶方位と表面高度の変化
3. 学会等名 日本機械学会M&M2023材料力学カンファレンス
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 田中洸多, 坂本惇司, 多田直哉, 上森武, 大石滉葉
2. 発表標題 純チタン細線の引張特性に及ぼす結晶粒径の影響についての検討
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第62期総会・講演会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 大橋弘晃, 多田直哉, 上森武, 坂本惇司
2. 発表標題 純チタン薄膜試験片の繰返し引張試験における除荷後の結晶方位変化と表面高度変化の関係
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第62期総会・講演会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 Naoya TADA, Kentaro KISHIMOTO, Takeshi Uemori, Junji Sakamoto
2. 発表標題 Microscopic Deformation of Thin Sheet of Polycrystalline Pure Titanium Under Tension
3. 学会等名 ASME PVP Mini Conference in Japan (PMCJ 2022) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Naoya Tada, Takeshi Uemori, Junji Sakamoto
2. 発表標題 Slip Activity of Crystal Grains around Notch in Thin Sheet Specimen of Pure Titanium
3. 学会等名 17th Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength and 13th Conference on Structural Integrity and Failure (APCFS/SIF 2022) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 多田直哉, 上森武, 坂本惇司, 石丸恵太
2. 発表標題 多結晶純チタン薄膜の引張における各結晶粒のすべり活動条件に関する検討
3. 学会等名 日本機械学会M&M2022材料力学カンファレンス
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 土居雅利, 上森武, 多田直哉, 坂本惇司
2. 発表標題 修正シュミット因子による多結晶純チタン薄膜の活動すべり系予測に関する解析的検討
3. 学会等名 軽金属学会中国四国支部第14回講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 丸一紘大, 上森武, 多田直哉, 坂本惇司, 緒方隆太
2. 発表標題 Ti-6Al-4V平滑試験片の引張試験における微視的塑性変形から破壊へのプロセス
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第61期総会・講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 土居雅利, 上森武, 多田直哉, 坂本惇司
2. 発表標題 結晶塑性有限要素解析による多結晶純チタン薄膜の活動すべり系予測
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第61期総会・講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 彭安瑞, 多田直哉, 坂本惇司, 上森武
2. 発表標題 疲労初期段階の表面高度変化を用いた純チタンの疲労き裂発生箇所の予測の検討
3. 学会等名 軽金属学会中国四国支部第13回講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 石丸恵太, 多田直哉, 坂本惇司, 上森武, 松本大樹
2. 発表標題 純チタン薄膜試験片の引張における不均一弾性応力分布と活動すべり系の関係
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第60期総会・講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 松本大樹, 多田直哉, 坂本惇司, 上森武, 石丸恵太
2. 発表標題 微視的残留ひずみ測定による多結晶純チタンの引張変形挙動の検討
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第60期総会・講演会
4. 発表年 2022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	上森 武  (Uemori Takeshi)  (70335701)	岡山大学・環境生命自然科学学域・准教授   (15301)	
研究分担者	坂本 惇司  (Sakamoto Junji)  (50752052)	岡山大学・環境生命自然科学学域・助教   (15301)	

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