

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 5 月 26 日現在

機関番号：35302

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560101

研究課題名(和文) 準安定 チタン合金の変形メカニズム依存型多軸圧縮弾塑性挙動の解明と構成モデル開発

研究課題名(英文) Investigation of Deformation Mechanism Dependent Elastic-plastic Multi-axial Compressive Behavior and Constitutive Modeling of Metastable Beta-type Titanium Alloys

研究代表者

清水 一郎 (Shimizu, Ichiro)

岡山理科大学・工学部・教授

研究者番号：10263625

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,100,000円

研究成果の概要(和文)：準安定 チタン合金は、安定化元素添加量に応じて主要な塑性変形機構が変化する。そのような変形機構の違いが力学的挙動に及ぼす影響を明らかにするため、本研究では、ニオブ添加量が異なるTi-Nb合金に対し、独自の試験機により様々なひずみ経路の二軸圧縮を実施した。また、電子顕微鏡解析により各変形機構の活動を評価し、それらと力学的挙動の関係を調べた。その結果、ニオブ添加量に基づく変形機構の遷移に強く依存して、ひずみ硬化率変化や異方硬化などの特徴的な圧縮挙動が現れることを定量的に解明した。これらの成果から、塑性挙動のニオブ添加量依存性を統一的に表現できる構成モデルの提案を行った。

研究成果の概要(英文)：In this study, influences of the deformation mechanisms on the mechanical behavior of metastable beta-type titanium alloys have been investigated. Titanium-niobium alloys with different contents of niobium were prepared. The uniaxial and biaxial compression tests of those alloys were then conducted by using the original testing machine. The electron microscopic analyses were also performed to check the activity of plastic deformation mechanisms in order to investigate the relationship between the mechanism change and the mechanical behavior. The results revealed that special characteristics during compressive deformation such as variation of strain hardening rate and anisotropic hardening developed due to the change of dominant deformation mechanism with the niobium content. Based on the results, the constitutive modeling that is possible to express the niobium content dependency of compressive plastic behavior of titanium-niobium alloys was introduced.

研究分野：材料力学，弾塑性工学，応用固体力学

キーワード：塑性変形 準安定 チタン合金 二軸圧縮 Ti-Nb合金 塑性変形機構 構成関係

1. 研究開始当初の背景

(1) 高い比強度と塑性変形能を兼ね備える準安定チタン合金は、優れた耐腐食性や生体適合性により今後の利用拡大が期待されている。冷間で構造（最密六方構造）をとるチタンを構造（体心立方構造）化するために安定化元素を加えて溶体化焼入れ処理を施すが、この安定化元素の添加量に依存して室温における主体的な塑性変形メカニズムが変化する。したがって準安定チタン合金の弾塑性挙動を掌握するためには、このような変形メカニズムの違いをもたらす力学的特徴を理解することが重要である。

(2) 準安定チタン合金については、主に機能性への要求から金属分野において合金開発が続けられている反面、力学的挙動に着目した研究例は少なく、試験手法も限られている。その理由として、現状では多量生産に適する冷間塑性加工法の適用に至っていないこと、組成によっては低延性であり二軸引張りなどの特殊な試験の実施が難しいこと、材料物性に基づく研究が主であるため市場での入手が困難なこと、などが挙げられる。しかしながら今後、準安定チタン合金の利用拡大を目指すには、大変形域に及ぶ力学的特性の掌握が不可欠である。特に多軸圧縮挙動を解明することは、鍛造や押出しなどを適用する際の性能保証に重要である。

2. 研究の目的

上述のような背景に基いて本研究では、独自に開発した経路可変型二軸圧縮試験機を用いて、準安定チタン合金の変形メカニズムに依存する多軸圧縮挙動の解明を目指し、次のような目的を設定した。

(1) 準安定チタン合金を対象とし、安定化元素添加量を変化させた数種類の合金に対して単軸ならびに二軸圧縮試験を実施することにより、合金組成に伴う圧縮挙動の特徴を解明する。

(2) 各ひずみ経路および各変形段階において試験片の結晶学的組織観察を行い、主体的および副次的に活動する塑性変形機構とその作用範囲を合金組成に応じて同定する。

(3) これらの検討結果を基に、準安定チタン合金における変形メカニズム依存の圧縮挙動を表現可能な構成モデル（塑性モデル）を構築する。

3. 研究の方法

本研究では上述の目的を達成するために、独自の試験機による二軸圧縮試験と電子顕微鏡による結晶学的解析を中心として、以下のような流れで研究を行った。

(1) 代表的な準安定チタン合金素材とし

て二元系チタン - ニオブ合金（Ti-Nb 合金）を選択した。当該合金は市販されていないため、Nbの添加割合を20、30、35、45mass%と変えた四種類の熱間圧延板材を委託製造した。この板材から一辺5mmの立方体を切り出して試験片とした。

(2) 準安定状態を室温で得るために、熱処理工程の確立を試みた。熱処理条件について検討した結果、真空中(5×10^{-6} Torr)、1223 K 5分間保持後に273 Kの氷水で急冷する溶体化焼入れ処理を施すこととした。

(3) 圧縮試験は、独自に製作、改良した「経路可変型二軸圧縮試験機（図1）」を用いて行った。この試験機により、単軸圧縮試験および、異なるひずみ経路の二軸圧縮試験を実施し、各合金組成における弾塑性挙動の特徴を調べた。

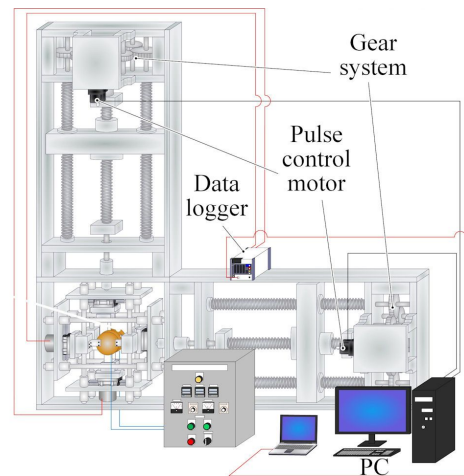


図1 経路可変型二軸圧縮試験機

(4) 各合金組成の試験片に対し、電子線後方散乱回折（EBSD）解析が可能な走査型電子顕微鏡を用いて、結晶学的組織状態ならびに圧縮に伴う主要な塑性変形機構の活動状況を調べた。

(5) 得られた実験結果を基に、塑性変形機構に依存する圧縮挙動を表現可能な構成モデル（塑性モデル）について検討を加えた。

4. 研究成果

(1) 最初に、ニオブ添加量の異なる各合金における初期組織状態を調べた。例として電子顕微鏡解析から得られた Ti-20 mass%Nb、Ti-30 mass%Nb、Ti-35 mass%Nb の結晶方位マップを図2に示す。色の違いは結晶方位が異なることを表している。なお、各合金のマップは観察倍率が異なることに注意されたい。Ti-20Nb では微細な針状組織が現れており、その多くが α' マルテンサイトと考えられた。Ti-30Nb でも同様の針状組織が観察されたが、局所的には構造も散見された。一方、Ti-35Nb はほぼ等軸な結晶粒で構成されてお

り 構造であった。このように、ニオブ添加量によって初期組織状態に明瞭な違いが現れることがわかった。

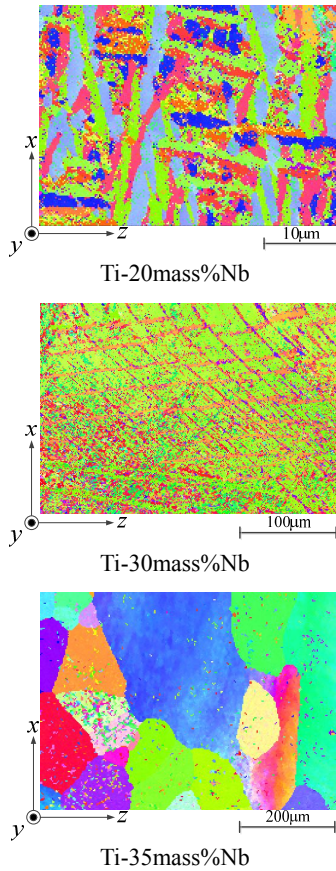


図2 各合金の初期組織状態

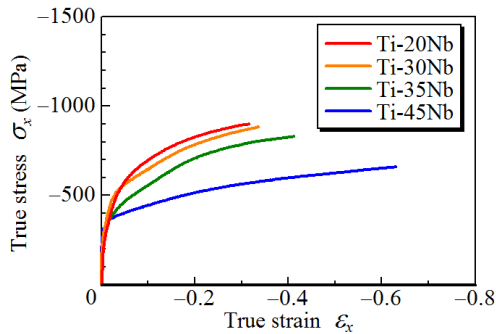


図3 単軸圧縮時の応力 - ひずみ関係

(2) 次に各合金試験片に対して単軸圧縮試験を行い、基本となる弾塑性挙動を調べた。得られた真応力 - 真ひずみ関係を図3に示す。なお、各合金に対して、圧延材における直交3方向の圧縮試験を行い、応力 - ひずみ関係がほぼ一致することを確認している。すなわちこれらの材料は初期等方性とみなすことができる。流れ応力はニオブ添加量が少ないほど高く、顕微鏡観察における代表的な組織寸法との対応が認められた。また、Ti-30Nb および Ti-35Nb では加工硬化率に3段階の変化が現れており、特に後者において

顕著であった。圧縮後の試験片に対する顕微鏡解析の結果、これらの合金では圧縮時に{332}変形双晶が優先的に生じていることがわかった。一方、Ti-20Nb では応力誘起マルテンサイト変態の、Ti-45Nb では粗大すべりの痕跡が認められた。これらの結果から、組織状態と主要な塑性変形機構の差異が、圧縮時の力学的特性に影響を及ぼすことが明らかとなった。このことは、圧縮塑性加工を伴う製品化工程において、準安定チタン合金の選択に有用な情報と考えられる。

(3) 続いて、先に示した独自の試験機を用いて各合金の比例ひずみ経路二軸圧縮試験を行い、多軸圧縮時の力学的挙動を調べた。二軸圧縮の力学的挙動を表現する際に相当応力は適さないことがわかったため、図4に示す等塑性仕事点による評価を行った。これらの結果から、Ti-Nb合金における多軸圧縮挙動は合金組成に依存して異なること、ニオブ添加量に応じて異方硬化の程度に明瞭な差

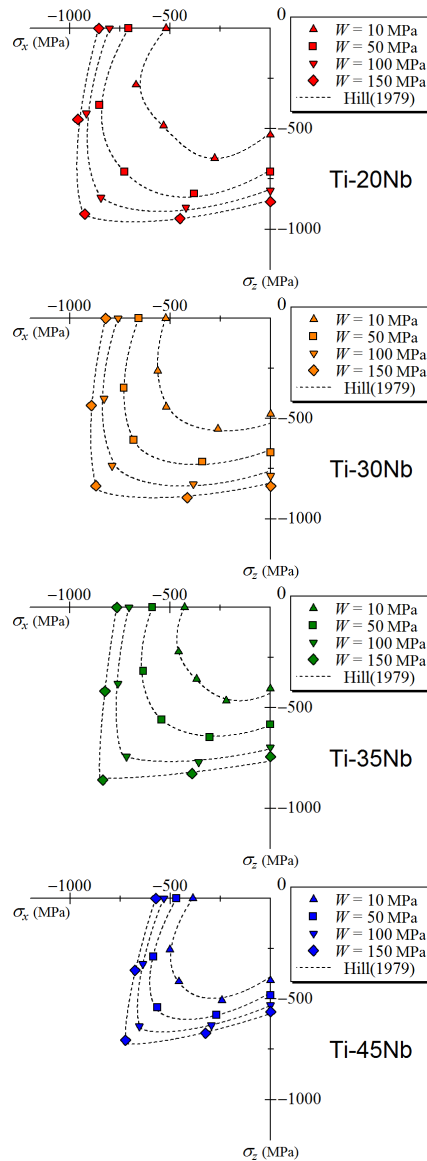


図4 等塑性仕事プロット

異が現れることなどの知見を得た。この等塑性仕事プロットを近似できる関数について検討を行った結果、次式に示す Hill-1979 異方性降伏関数を選択した。

$$|\sigma_1 + \sigma_2|^M + (1+2r)|\sigma_1 - \sigma_2|^M = 2(1+r)\sigma_u^M$$

ここで M は指数、 r は異方性パラメータである。これらのパラメータを利用して、異方硬化の程度の定量的評価を試みた。塑性仕事の増加に伴う各パラメータの変化を図5に示す。なおここでは、比較のために典型的な体心立方晶金属である純鉄の評価結果も示している。まず、Ti-Nb 合金におけるこれらのパラメータ変化は純鉄と明らかに異なり、塑性仕事の増加に伴って常に減少傾向であった。特に、異方性パラメータ r の変化はニオブ添加量と直接対応しておらず、Ti-20Nb および Ti-45Nb で大きく、変形双晶が生じる Ti-30Nb と Ti-35Nb では小さい。この定量的評価より、微細マルテンサイト組織である Ti-20Nb および粗大すべりを生じる Ti-45Nb では多軸圧縮に伴う異方硬化が顕著であること、構造における変形双晶は相対的には異方硬化に及ぼす影響が小さいことなど、新たな知見を得ることができた。これらの情報は、Ti-Nb 合金に対して圧縮応力支配型塑性加工法を適用する際の力学的性質予測に極めて有用と期待される。

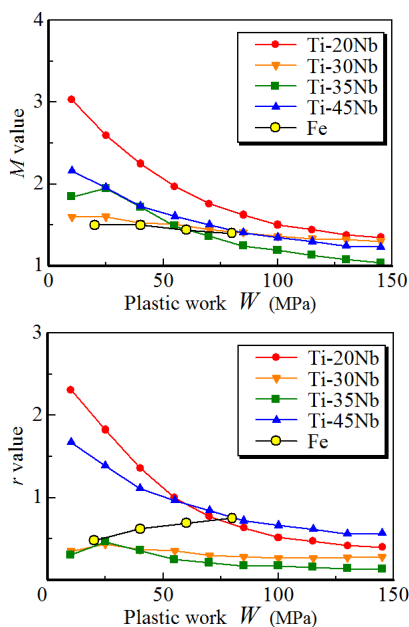


図5 塑性仕事に伴う異方性降伏関数パラメータの変化

(4) 上述したような Ti-Nb 合金における圧縮挙動に関して、ひずみ経路が各塑性変形機構の活動に及ぼす影響を調べるために、電子顕微鏡観察を行った。その一例として、Ti-35Nb における単軸圧縮、平面ひずみ圧縮、等二軸圧縮時の電子顕微鏡画像を図6に示す。なお、主たる圧縮方向は画像の上下方向である。こ

の合金では圧縮初期に変形双晶が支配的であることから、自由表面には変形双晶の痕跡が明瞭に観察される。しかし、変形双晶の程度や方向は、変形様式によって異なることがわかる。この変形様式依存性について定量的比較を行った結果、変形双晶は等二軸圧縮時に抑制されることがわかった。このような電子顕微鏡観察の併用により、変形機構の活動に変形様式が影響し、圧縮時に特徴的な力学的挙動をもたらすことが示唆された。

(5) 続いて、実用化に向けて重要な成果の汎用性を高めるため、圧縮途中でひずみ経路を変化させる非比例ひずみ経路二軸圧縮を試みた。これまで、複数の金属材料に対して非比例ひずみ経路圧縮を行った経験を有しているが、Ti-Nb 合金における高い流れ応力により容易ではないことがわかった。現時点で得られている結果の例として、平面ひずみ圧縮を所定のひずみまで実施した後、圧縮方向を切り替えて平面ひずみ圧縮を続ける連続平面ひずみ圧縮の結果を図7に示す。未だ十分な精度を得ているとは言い難いものの、ひずみ経路を切り替えた後、Ti-20Nb では経路変化前と比較して塑性仕事増分が増加するのに対し、Ti-35Nb、Ti-45Nb では塑性仕事増分が低下した。このようなひずみ経路変化に伴って現れる Nb 添加量依存の挙動は異方性成長とも関連して重要な特徴であり、その理由を明確化すべくデータ取得を続けている。

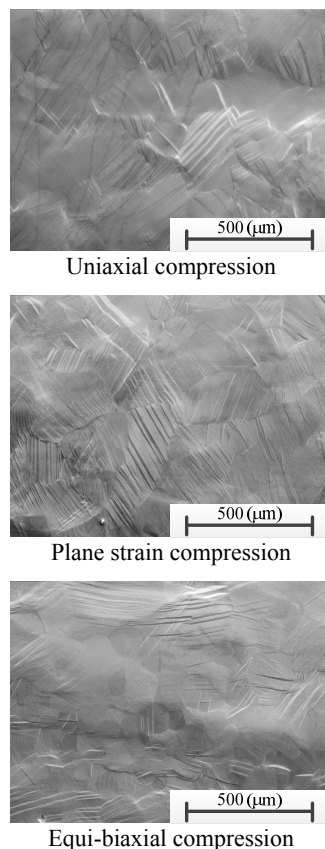


図6 塑性仕事 $W = 50$ MPa における電子顕微鏡画像 (Ti-35Nb)

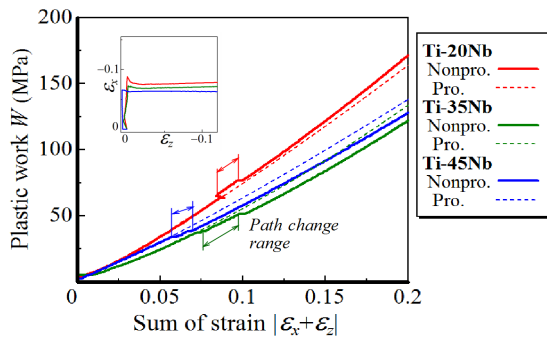


図7 ひずみ経路変化を伴う連続平面ひずみ圧縮における塑性仕事の変化

(6) 以上の実験によって得られた知見をもとに、準安定チタン合金における変形機構依存の圧縮挙動を表現可能な現象論的塑性モデルについて検討を行った。具体的な式は省略するが、基本的な考え方を以下に示す。

- ・ 生じ得る応力誘起マルテンサイト変態は $\beta \rightarrow \alpha''$ 、 $\alpha'' \rightarrow \alpha'$ であるが、この変態をもたらすひずみは小さいため、異方硬化に及ぼす影響は小さいと予想される。そこで、マルテンサイト変態は微細硬化のみに影響し、一方、微細マルテンサイト構造の方向性は後続すべりに関して強い異方性をもたらすと仮定する。

- ・ 変形双晶は結晶方位回転を伴うこと、実験によって得られた双晶発生割合の変形様式依存性に関する知見から、変形双晶の発生は異方硬化に影響すると仮定する。

これらの仮定をベースに、異方性降伏関数と関連流動則を用い、硬化則に各塑性変形機構の影響を組み入れた塑性モデルを提案している。まだ検討すべき点は幾つか残っているが、このモデルによって Ti-Nb 合金の圧縮挙動を表現可能なことを確かめている。

以上、本研究では準安定 Ti-Nb 合金の多軸圧縮挙動に関して、過去に報告例のない新たな成果を得ることができた。特に、特徴的な圧縮挙動や異方硬化の元素添加量依存性は、Ti-Nb 合金の工業的実用のみならず、目的に応じた合金設計にも寄与する重要な情報と位置づけられる。本研究成果を基に、更なる構成モデルの高精度化へ繋げる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)

Ichiro Shimizu, Kazuki Hisada, Shinichi Ishikawa, Yoshito Takemoto and Naoya Tada, Alloy Composition Dependency of Plastic Deformation Behavior in Biaxial Compressions of Ti-Nb Alloys, SPIE Proceedings, 査読有, Vol. 9302 (2015), DOI: 10.1117/12.2077324.

〔学会発表〕(計9件)

石川 慎一、清水 一郎、久田 一樹、竹元 嘉利、多田 直哉、Ti-Nb 合金の力学的性質変化に及ぼす二軸圧縮ひずみ経路の影響、第 65 回塑性加工連合講演会、2014 年 10 月 11 日、岡山大学(岡山県岡山市)

清水 一郎、久田 一樹、石川 慎一、多田 直哉、Ti-Nb 合金の二軸圧縮における等塑性仕事曲面の合金組成依存性、日本機械学会 M&M2014 材料力学カンファレンス、2014 年 7 月 20 日、福島大学(福島県福島市)

Ichiro Shimizu, Kazuki Hisada, Naoya Tada and Yoshito Takemoto, A Fundamental Study on Plastic Deformation of Metastable Beta-type Ti-Nb Alloys under Uniaxial and Biaxial Compressions, International Conference on Experimental Mechanics 2013, 2013-11-26, Bangkok (Thailand).

久田 一樹、清水 一郎、竹元 嘉利、多田 直哉、準安定型 Ti-Nb 合金の比例ひずみ経路冷間二軸圧縮変形挙動に及ぼす合金組成の影響、日本機械学会 2013 年度年次大会、2013 年 9 月 9 日、岡山大学(岡山県岡山市)

清水 一郎、小畠 徹也、多田 直哉、竹元 嘉利、準安定チタン合金の押込み試験による機械的性質評価に関する検討、日本材料学会第 62 期通常総会・学術講演会、2013 年 5 月 19 日、東京工業大学(東京都)

清水 一郎、久田 一樹、竹元 嘉利、多田 直哉、準安定チタン合金の多軸塑性挙動に及ぼす変形機構の影響に関する基礎的検討、日本非破壊検査協会 応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム、2013 年 1 月 24 日、機械振興会館(東京都)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

清水 一郎 (SHIMIZU, Ichiro)
岡山理科大学・工学部・教授
研究者番号：10263625

(2) 研究分担者

竹元 嘉利 (TAKEMOTO, Yoshito)
岡山大学・大学院自然科学研究科・准教授
研究者番号：60216942

(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