

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 18 日現在

機関番号：12614

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2013～2014

課題番号：25820352

研究課題名(和文)酸素固溶チタンの組織制御とその変形モードに関する研究

研究課題名(英文)Study on microstructure control in Ti-O alloy and its deformation mode

研究代表者

盛田 元彰(Morita, Motoaki)

東京海洋大学・海洋科学技術研究科・助教

研究者番号：30636626

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)：チタン・チタン合金中で酸素は延性を低下させるため不純物元素として取り扱われることが多い。しかし、固溶強化能が高く強化元素として有効であるため、合金元素として期待できる。そこで本研究では、高い濃度の酸素を固溶させたチタン材の組織、引張特性、および変形モードを評価した。その結果、集合組織制御により、高い酸素濃度を固溶させたチタンで延性が低下しないことを見出した。本研究により、強度延性バランスを有する高酸素固溶チタン材を作製できる可能性を示せた。

研究成果の概要(英文)：Oxygen is generally treated as the impurity element in Ti and Ti alloy. However, oxygen can be expected as alloy element for Ti and Ti alloy because the solute strengthening capability is much high. In this study, the microstructure, tensile property, and deformation mode in Ti with high oxygen content were evaluated. Tensile total elongation in Ti with high oxygen content shows good ductility by texture control. This study suggests that it would be possible to use high oxygen solute Ti as alloy element.

研究分野：構造・機能材料

キーワード：チタン 酸素固溶 双晶変形 侵入型元素 強度延性バランス

1. 研究開始当初の背景

高比強度および耐食性を有する Ti および Ti 合金は、航空宇宙、自動車、および海洋、ならびに医療分野からの需要が高まり急激な伸びを示しているが、精錬、加工、合金元素に関するコスト面で難があり、その汎用金属化が遅れている。そのため、新規還元プロセスの確立、加工コストの低減と低コスト元素合金設計の確立に向けた研究がなされてきた。近年、Ti の還元プロセスにおいて不純物元素とされる O, Fe, N を合金元素として有効利用することが検討され、合金系によっては強化元素として使用できる可能性が報告されるようになった (M. Niinomi: J. Japan. Inst. Metals, 75(2011), 21-28.)。O は特に固溶強化能が高く、双晶変形の発生を抑制することが特徴である。極低温域において双晶変形の発生は Ti の疲労強度を低下させることがあり (Y. Ono et al.: Trans. Japan. Soc. Mec. Eng. A, 74(2008), 329-334)、O 添加により発生を抑制できれば疲労強度の向上が見込めるだろう。このように、O の添加は引張強度の向上および変形組織を変化させられるため、合金元素としての期待が大きい。

O 添加による双晶変形の発生抑制は問題もあり、Ti の延性を低下させることが指摘されている。しかし、加工温度域によっても延性が変化することはあまり注目されていない。すなわち、O 固溶 Ti を β 域 (bcc 構造: 高温) で圧延した場合、延性は大きく低下するが、 α 域 (hcp 構造: 低温) で圧延した場合、O 濃度 0.4mass% までひずみ 15~20% の延性を有する (Y. Murakami et al.: J. Japan Inst. Metals, 57(1993), 628-636.)。このことから、脆化要因は固溶 O 量増加に伴う双晶変形抑制による延性低下と、加工温度域に関連した要因の延性低下の 2 種類ある。したがって、高 O 固溶させた Ti であっても低温域で圧延加工すれば、強化延性バランスを有した Ti 材を創製できる可能性は高いが、詳細に研究されていない。

2. 研究の目的

O を合金元素として Ti に使用するために、O 固溶 Ti 材の圧延温度の影響、圧延組織、変形組織、機械的特性に及ぼす影響を詳細に解析する必要がある。本研究では、圧延温度を高温と低温に設定し、一方向圧延の組織と引張特性を評価した。また、O 固溶量を変化させ、引張特性と変形組織の変化を見た。

3. 研究の方法

(1) 材料

0.05wt% (Ti-0.5%材)、0.2wt% (Ti-0.2%材)、0.4wt% (Ti-0.4%材)、0.7wt% (Ti-0.7%材) の O が固溶するようにインゴット創製し、鍛造した。鍛造後、1.25mm 厚さになるまで一方向圧延した。圧延温度は 873K (α 域) と 1313K (β 域) とし、圧延後に水冷した。なお、 α

域圧延材と β 域圧延材は、同一のインゴットから採取した。圧延後、試料の平均結晶粒径が 20 μm となるよう 873K で熱処理し、水冷した。

(2) 引張試験

圧延方向に対して 3 方向から平板引張試験片を採取した。引張軸方向と RD が平行である試験片を RD 材、引張軸方向と TD が平行である試験片を TD 材、引張軸方向と RD 軸および TD 軸と 45° になるように採取した試験片を 45° 材とした。これらの試験片を引張試験に供した。

(3) 組織観察および集合組織測定

光学顕微鏡を用いて変形前後の微視組織を観察し、エメリー紙 (#320, 600, 800, 1200) を用いて機械研磨し、電解研磨した後、クロール液でエッチングした。また、微分干渉顕微鏡を用いて生じたエッチング後の試料表面の凹凸から変形双晶の面積率を評価した。固溶 O 量による再結晶集合組織の変化を見るために、結晶粒径制御後の試料に対し Cu-K α 線を用いた Shultz の反射法による集合組織測定を行った。また、破断面を SEM で観察した。

4. 研究成果

(1) α 域圧延材の組織

873K で圧延した板材はいずれの O 固溶量の圧延材においても析出物などは見られず、化学組成は目的の組成と大きく差はなかった。圧延時の侵入型元素等の汚染はほとんどない。圧延まま組織は Ti-0.05%O 材および Ti-0.2%O 材で変形双晶が観察されたが、Ti-0.4%O 材および Ti-0.7%O 材の試料では変形双晶が観察されなかった (図 1)。

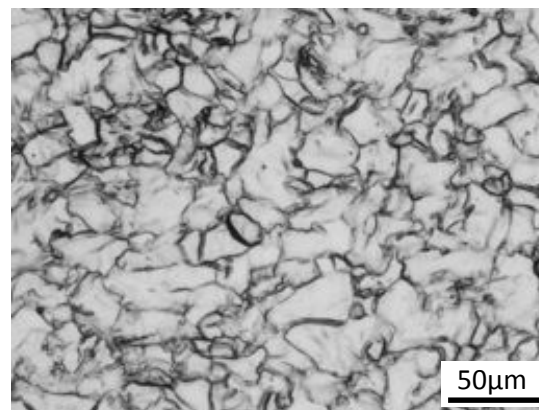


図 1 Ti-0.4%O の (a) 圧延まま組織と (b) 873K, 熱処理後の組織 (圧延方向は紙面左方向)

各 O 固溶量の圧延材を 873K で熱処理し結晶粒径制御した。結晶粒径を 15~25 μm となるように熱処理時間を決定した。熱処理後、すべての O 固溶量の組織が全面等軸の再結晶組織となった。

(2) β 域圧延材の組織

β 域 (1313K) の圧延材まま組織は全面針状組織となった (図 2 (a)). コロニー径はばらつきが大きく, 10 μm から 500 μm の間であった. 873K で 12 時間熱処理した平均結晶粒径は約 50 μm であり, α 相の中に水素化物が観察された (図 2 (b)). 1313K 圧延材の O 濃度は, 873K 圧延材のそれと比較して, Ti-0.05%O 材, Ti-0.2%O 材, および Ti-0.4%O 材で, 約 1.7wt% 大きかった. しかし, Ti-0.7%O 材では O 濃度に差はなかった. Ti-0.7%O 材は高温で O の侵入が生じにくいのかもかもしれない. また, 全ての β 域圧延材で, H 濃度が α 域圧延材に対して 100ppm 以上大きくなり, その値は 150ppm 以上であった. β 域で圧延した時, 水素の侵入が顕著に生じた. 熱処理後の β 圧延材は早期破断したことから, 水素化物析出により脆化した.

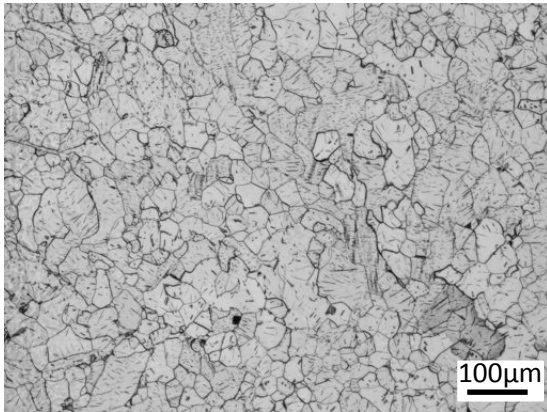
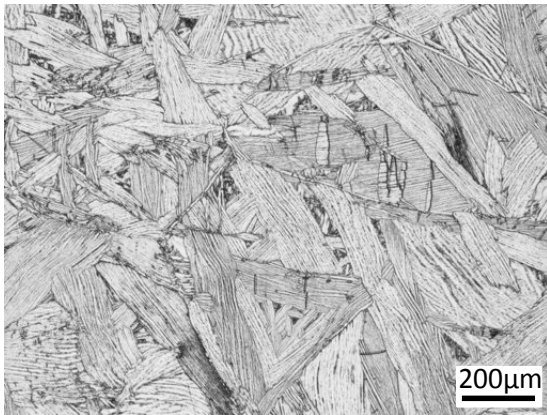


図 2 Ti-0.4%O 材の β 域圧延材の (a) 圧延まま組織と (b) 873K, 12 時間熱処理後の組織 (圧延方向は紙面左方向)

(3) 機械的特性に及ぼす O 固容量の影響

各試料の公称応力-公称ひずみ曲線である. 全ての試料採取方向で, O 固容量が増加するにつれて降伏応力および最大引張強さが増加する (例えば図 3). O 含有量が減少するに伴い減面率は大きくなったことから, O 固容量が少ないほどくびれが明瞭に形成されるといえる. O 固容量が増すにつれて, 破断ひずみは 0.2wt% 未満までは顕著に低下するが, 0.2wt% 以上ではほとんど低下しなかった. 最大引張強さは試料採取方向によって差があ

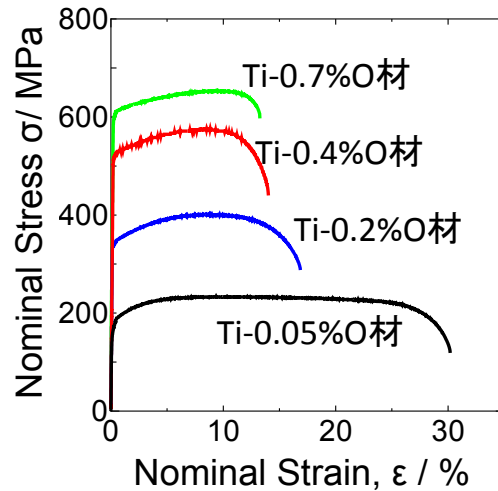


図 3 TD 材の公称応力-公称ひずみ曲線

り, RD 材が最も大きかった. 全ての O 固容量の Ti 材において, RD 材の破断ひずみが最も大きく, 次に 45° 材, TD 材となった.

(4) 変形組織

均一変形部とくびれ部の変形組織組織を観察した. 低 O 固溶 Ti 材において, 引張応力軸方向の結晶粒の伸長が, 均一変形が起きる平行部でより, 局所変形が起こるくびれ部で顕著に伸長していた. 一方, O 固容量が増加するにつれて結晶粒の伸長は小さくなり, 平行部とくびれ部でほとんど差がみられなかった.

各試料の平行部およびくびれ部における変形双晶の面積率を解析した. 全ての試料採取方向で Ti-0.05%O 材において変形双晶の発生が顕著であった. Ti-0.05%O 材のくびれ部では, 変形双晶が均一変形部と比較して 2~3 倍程度発生していた. Ti-0.2%O 材についても変形双晶の面積率は低下するが, くびれ部で変形双晶が多く発生していた. Ti-0.05%O, Ti-0.2%O, および Ti-0.4%O 材において, 平行部およびくびれ部ともに RD 材で変形双晶が多く発生したが, TD 材ではその発生量が少なかった. Ti-0.7%O 材は均一変形部とくびれ部の双方でほとんど変形双晶が観察されなかった.

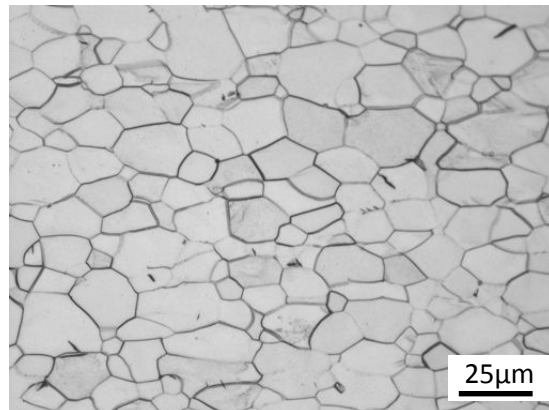


図 4 Ti-0.4%O (TD) のくびれ部の変形組織 (引張軸方向は紙面左右方向)

(5) 破面観察

Ti-0.05% 材の破面はディンプルパターンの延性破面であった。Ti-0.2% 材ではディンプルパターンの延性破面が7割を占め、残りの3割は擬へき開破面であった。Ti-0.4% 材ではほとんどが擬へき開破面であったが、その上に塑性変形痕が観察された部分が2割あった。Ti-0.7% 材においても擬へき開破面であったが、塑性変形痕が Ti-0.4% 材と比較して多く、8割程度の結晶粒上で観察された。いずれの0固容量の試料においても、試料採取方向によって破面の様相に差はなかった。

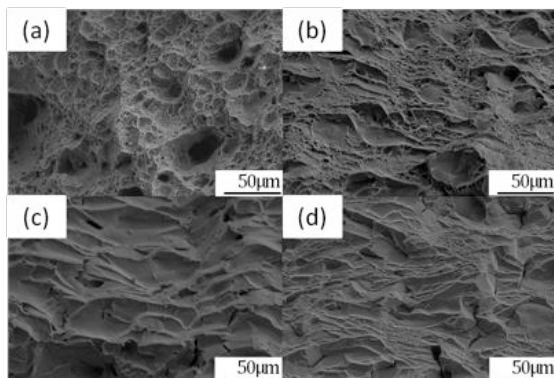


図5 各酸素固容量のTD材破断面
(a)Ti-0.05%材, (b) Ti-0.2%材,
(c)Ti-0.4%材, (d) Ti-0.7%材

(6) 高0固溶Ti材の変形機構

873K で圧延した一方向圧延材の集合組織は0固容量において{0002}垂直方向がND方向と平行となる底面集合組織であった。0固容量が増加するにつれてTD方向への広がりが小さくなり、集積度が強くなった。

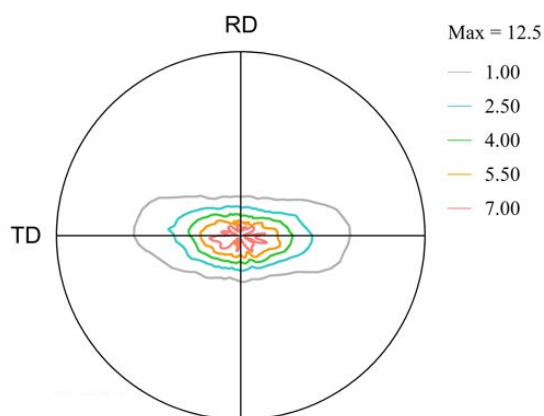


図6 873Kで一方向圧延したTi-0.4%材の{0002}正極点図

(7) まとめ:高0固溶Ti材の使用範囲

・0固容量が増すにつれて、温間圧延時の再結晶集合組織が底面集合組織の傾向が強くなることがわかった。その底面集合組織の効果により、0.7wt%材でも15-20%伸びた。
・底面集合組織を有するTiに対し、0.7wt%まで0を強化元素とできる可能性を示せた。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 0件)

[学会発表] (計 0件)

[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]

ホームページ等

なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

盛田 元彰 (MORITA, Motoaki)

東京海洋大学・海洋科学技術研究科・助教

研究者番号: 30636626

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし

(4) 研究協力者

梅澤 修 (UMEZAWA, Osamu)

横浜国立大学・工学研究院・教授

研究者番号: 20343171

元田 慎一 (MOTODA, Shinichi)

東京海洋大学・海洋科学技術研究科・教授

研究者番号: 10190969