

純チタンとその実用合金の力学特性に関する研究

出口, 岬

<https://hdl.handle.net/2324/6787646>

出版情報 : Kyushu University, 2022, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :

博士学位論文

純チタンとその実用合金の力学特性に関する研究

出口 岬

目次

第1章 序論	1
1.1. 研究背景	1
1.2. チタンの特徴	3
1.2.1. 純チタンとチタン合金	3
1.2.2. チタンの塑性変形.....	8
1.3. 金属材料のひずみ速度依存性	14
1.4. 研究目的	19
1.5. 本論文の構成	19
第2章 実験方法	21
2.1. 供試材	21
2.2. 力学試験法	21
2.2.1. 引張試験	21
2.2.2. 室温クリープ試験	25
2.3. 微細組織観察法	26
2.3.1. 走査電子顕微鏡法	26
2.3.2. 電子後方散乱回折法	28
2.4. デジタル画像相関法	29
第3章 純チタンの室温変形におよぼすひずみ速度と結晶粒径の影響	33
3.1. 緒言	33
3.2. 実験方法	34
3.3. 結果	35
3.3.1. 初期組織	35
3.3.2. 引張試験による機械的特性評価	36
3.3.3. 変形後の組織評価	37
3.4. 考察	44
3.4.1. 双晶発生におよぼすひずみ速度の影響	44
3.4.2. 双晶発生と加工硬化挙動に対する結晶粒径の影響	50
3.5. 結言	53
第4章 Ti-2Al の室温変形におよぼすひずみ速度と結晶粒径の影響.....	55
4.1. 緒言	55
4.2. 実験方法	56

4.3.	結果	56
4.3.1.	初期組織	56
4.3.2.	引張試験における力学特性評価	58
4.3.3.	変形後の組織評価	60
4.4.	考察	62
4.4.1.	引張特性と変形組織におよぼす Al 添加の影響	62
4.4.2.	2 段階引張試験における双晶変形挙動と加工硬化の相関	68
4.5.	結言	69
第 5 章 Ti-6Al-4V 合金の室温クリープ変形における転位の運動様式と加工硬化挙動		72
5.1.	緒言	72
5.2.	実験方法	74
5.3.	結果	75
5.3.1.	初期組織	75
5.3.2.	クリープ変形挙動と転位の運動様式	75
5.3.3.	変形組織の発達	80
5.4.	考察	87
5.4.1.	真応力を用いた加速クリープの域でのひずみ速度の見積もり	87
5.4.2.	加工硬化組織のひずみ速度依存性	89
5.5.	結言	92
第 6 章 チタンの α 相の転位解析		94
6.1.	緒言	94
6.2.	実験方法	97
6.3.	結果と考察	99
6.3.1.	HCP チタン合金における転位観察のためのチャネリング条件の検討	99
6.3.2.	転位の評価	102
6.3.3.	シリアルセクション観察と転位密度の評価	103
6.3.4.	AZtecCrystal を用いた WBV 法による転位解析	109
6.4.	今後の展望	116
6.5.	結言	116
第 7 章 結論		118
参考文献		122
謝辞		130

第1章 序論

1.1. 研究背景

情報通信技術や交通手段の飛躍的な進歩により、歴史上最大のスピードと規模で、人・物・経済・情報が国境を越えて移動している。日本は、世界有数の貿易大国であり[1]、とくに食料やエネルギーなどの資源は、海外からの輸入によって支えられている。さらに、2020年に世界的に大流行した新型コロナウイルス感染症の影響を受けて、在宅ワークの急速な導入や巣ごもり需要の拡大から国内の流通も増加傾向にある[2]。一方で、これらの経済発展や社会環境の変化とともに、CO₂排出量増加による地球温暖化などの環境負荷も大きくなっている[3]。2015年の国連サミットにおいて、持続可能な開発目標(Sustainable Development Goals: SDGs)として17のゴールと169のターゲットが掲げられた[4]。これを受けて日本でも、環境問題への意識が高まっており、企業や大学、自治体において様々な取り組みがなされている[5]。

Fig. 1-1 に示すように、2020年度の日本の部門別CO₂排出割合では、運輸部門で17.0%を占めている[6]。そのため、人や物の運搬を担う自動車や船、航空機産業においては、CO₂排出量の抑制を目指して、燃費性能の向上が求められてきた。これらの輸送機器における燃費性能向上には、材料の軽量化や高温強度の増加が有効である。そこで、比強度に優れたチタンが注目されている。チタンは、比強度以外にも、高耐熱性、高耐食性、高生体適合性など優れた

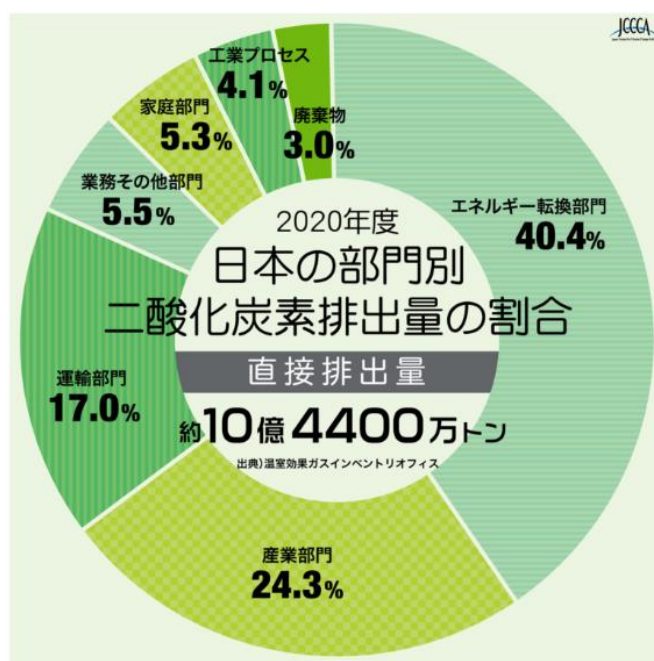


Fig. 1-1 2020年度の日本の部門別CO₂排出量[6]

材料特性を有している[7-9]。そのため、輸送機器以外にも、海洋建築物、電解層、熱交換機、人工骨やメガネフレームなど、その用途は多岐にわたる。また、近年では、航空機に用いられている炭素繊維強化プラスチック(Carbon Fiber Reinforced Plastics: CFRP)と腐食性や熱膨

張率で適合性に優れる[8]ことから、輸送機器分野においても、チタンの需要はさらに増加するであろう[10]。

チタンの適用例を Fig. 1-2 と Fig. 1-3 に示す[11, 12]。Fig. 1-2 は、日産自動車株式会社製 GT-R EGO-IST に使用されている Ti-1Cu-0.5Nb 合金のマフラーを、Fig. 1-3 は、ボーイング社製ボーイング 777 におけるチタンの使用部位を示している。これらに示すように、チタンはエンジン回りや動翼部などの重要な部位に多く適用されている。そのため、それぞれの部位に応じた成形加工性や使用環境に耐えうる材料特性を必要とする。例えば、300°C程度の比較的低温での適用であれば、強度、延性、疲労強度、破壊靱性、クリープ強度などの各種特性のバランスがよく、溶接性や加工性、熱処理性が優れた Ti-6Al-4V 合金がよく適用される。Ti-6Al-4V 合金以上の成形加工性を求めるような複雑な構造材に適用される場合には、延性に富む純チタンが好まれる。他方で、Ti-6Al-4V 合金以上の高温強度が要求される場合には、Ti-6242S などが主に使用されている。また、実用化されたチタンにおいては、添加元素に加え、マイクロ組織などによっても機械的特性が変化する。例えば、Ti-6Al-4V 合金では、熱処理温度によって、様々な組織形態を呈することが知られている。そのため、純チタンや Ti-6Al-4V 合金など広く活用されたチタンでも、機械的特性の発現機構は未解明な部分も多い。SDGs 達成へ向けて、チタンの合金開発はさらに加速することであろう。そのため、チタンにおける機械的特性の発現機構の解明が急務である。



Fig. 1-2 日産自動車株式会社製 GT-R EGO-IST に使用されているチタン合金[11]

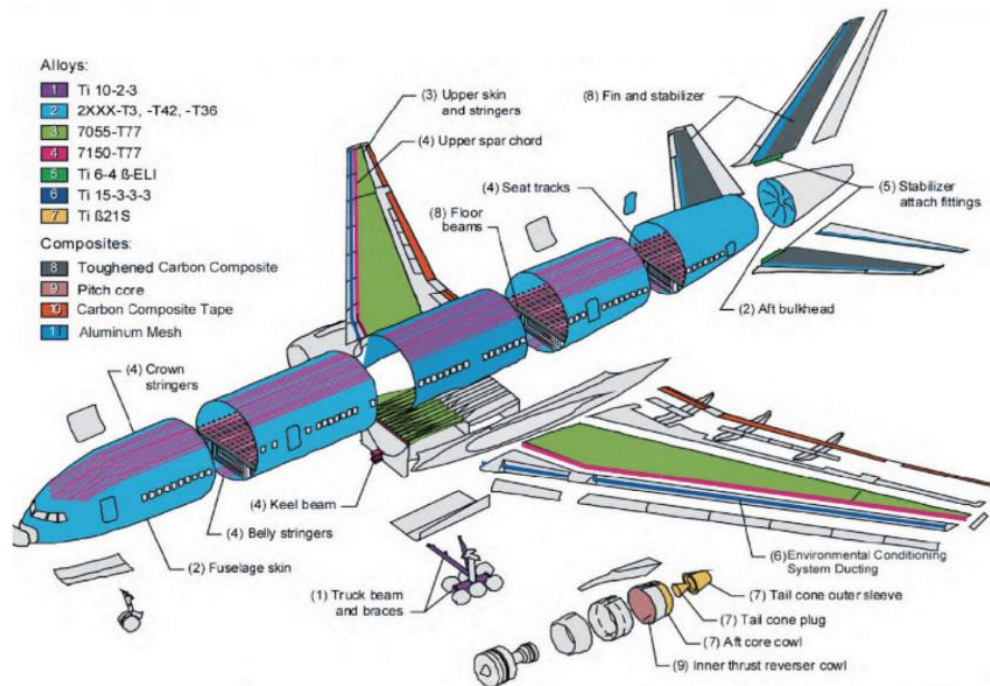


Fig. 1-3 ボーイング社製ボーイング 777 におけるチタン合金の使用部位[12]

1.2. チタンの特徴

1.2.1. 純チタンとチタン合金

チタンは、(工業用)純チタンとチタン合金に大別される。純チタンは 882°C以下においては、稠密六方(Hexagonal Closed Packed: HCP)構造である α 相、変態温度以上の温度域では、体心立方(Body Centered Cubic: BCC)構造である β 相が安定相となる。Fig. 1-4 には、それぞれの結晶構造を示す。純チタンは、室温では、 β 相を得ることはできない。また、JIS 規格で定められた純チタンは 4 種類である[13]。Table 1-1 に、その純チタン 4 種類の化学組成とその特徴を示す。これらの純チタンでは、O と Fe の含有量が調整されている。O と Fe は固溶強化元素として有効であるが、添加量の増加に伴い、成形性が低下する。高純度の純チタンにおいては、すべり変形とともに双晶変形が活動する[14]。チタンにおける双晶変形については、後ほど詳細に記載する。O や N などの不純物原子は、双晶を抑制するため、製品に成形性が求められる場合には、O の添加量を抑えた JIS 規格 1 種の純チタンが用いられる。純チタンの適用例としては、熱式交換機や自動二輪車の燃料タンクが挙げられる。

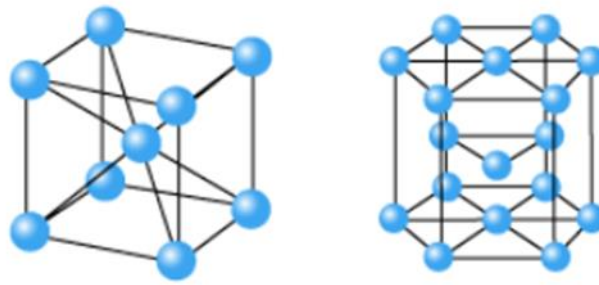


Fig. 1-4 チタンの結晶構造(左: BCC 構造、右: HCP 構造)

Table 1-1 JIS 規格 1～4 種の純チタンの組成と特徴[13]

区分 (規格名)	熱処理	常温における機械的性質			特長	備考 (主な関連規格 及び商品規格)
		引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	伸び (%)		
純チタン						
JIS 1種	焼純	270～410	165～	27～	成形性	ASTM Gr.1
JIS 2種		340～510	215～	23～	汎用性の高い 代表的品種	ASTM Gr.2 AMS 4902
JIS 3種		480～620	345～	18～	中強度	ASTM Gr.3 AMS 4900
JIS 4種		550～750	485～	15～	高強度	ASTM Gr.4 AMS 4901、 4921

続いて、チタン合金について説明する。チタン合金では、添加元素や熱処理によって構造や組織形態が大きく変化する。 α 相安定化元素としては、Al、O、N、C、 β 相安定化元素としては、Mo、V、Ta、Nb、Fe、Mn、Co、Cr、Ni、Cu、Si、Hがある[15]。これらの添加元素を適切に選択し、添加量を調整することによって、使用環境下における α 相と β 相の体積率を調整することができる。それぞれの相の特徴を説明する。HCP構造の α 相は、BCC構造や面心立方(Face Centered Cubic: FCC)構造と比較し、対称性が低いためそのすべり系が限定される。加えて、拡散が遅いことから、クリープ強度に優れている。一方で、 β 相は、BCC構造であるため、冷間加工性が高い。高温で安定な β 相を室温で安定相とするためには、多量の β 相安定元素を添加する必要がある。つまり、 β 相単相のチタン合金は、高濃度合金となりやすく、固溶強化も期待できる。また、疲労強度が高いことも特徴としてあげられる。一方で、 β 相単相のチタン合金は、 α 相単相チタン合金と比べ、添加元素の高濃度化によって比重が増してしまう。機械的特性については、クリープ強度と溶接性が低下する。

チタン合金は、 α 相単一組織である α 型、 $\alpha+\beta$ 型(このうち、とくに α 相の体積率が高いものをNear α 型、 β 相の体積率が高いものをNear β 型と呼ぶ)、 β 相単一組織である β 型の5つに大別される。実際に用いられているチタン合金は、機械的特性のバランスに優れるNear α 型、 $\alpha+\beta$ 型が主流である。Fig. 1-5に、 $\alpha+\beta$ 型の状態図の一部を示す[16]。Fig. 1-6に、代表的な $\alpha+\beta$ 型チタン合金の組織を示す[16]。Fig. 1-6中の白いコントラストは α 相、黒いコントラストは β 相に対応する。 $\alpha+\beta$ 型合金の作製においては、Fig. 1-5上の線分 $\beta_1\beta_3$ である β 変態点(β -Transus)が重要となる。この温度以上で加熱、すなわち、 β 化溶体処理を行うと、均一固溶体が得られる。 β -Transus以上で加工あるいは熱処理を行うと、Fig. 1-6(a)のような針状 α 相組織が得られる。これに対し、 $\alpha+\beta$ 領域で加工後、冷却を施すと、Fig. 1-6(b)のような等軸 α 相組織となり、 $\alpha+\beta$ 領域で加工後、 β -Transusより低い温度で溶体化処理を行うと、Fig. 1-6(c)のような針状 α と等軸 α からなる複合組織が得られる。また、多くの場合で、粒界上に β 相が存在する。Table 1-2に、 $\alpha+\beta$ 型チタン合金の α 相の形態と機械的特性の関係を示す[16, 17]。 α 相の針状組織は、等軸組織に比べ、クリープ強度、破壊靱性に優れるが、引張強さ、引張靱性、高温低サイクル疲労は劣る。針状 α と等軸 α からなる複合組織は、Bimodal組織と呼ばれ、これらの体積率を制御することで、強度-延性バランスに富むチタン合金が開発されてきた。Table 1-3に、代表的なチタン合金とその用途を示す[18]。

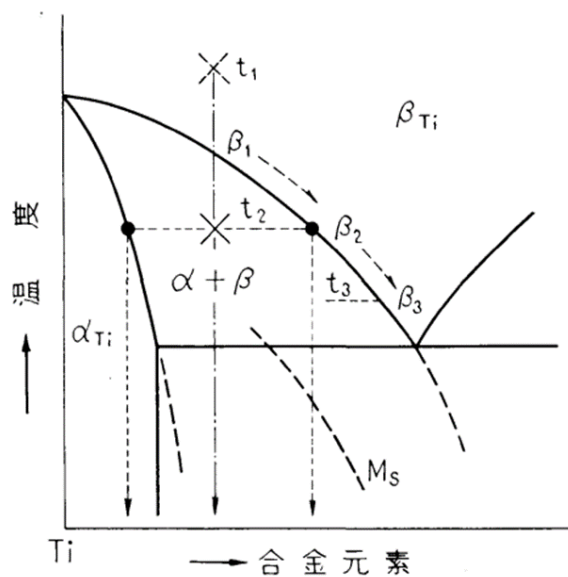


Fig. 1-5 $\alpha+\beta$ 型の状態図[16]

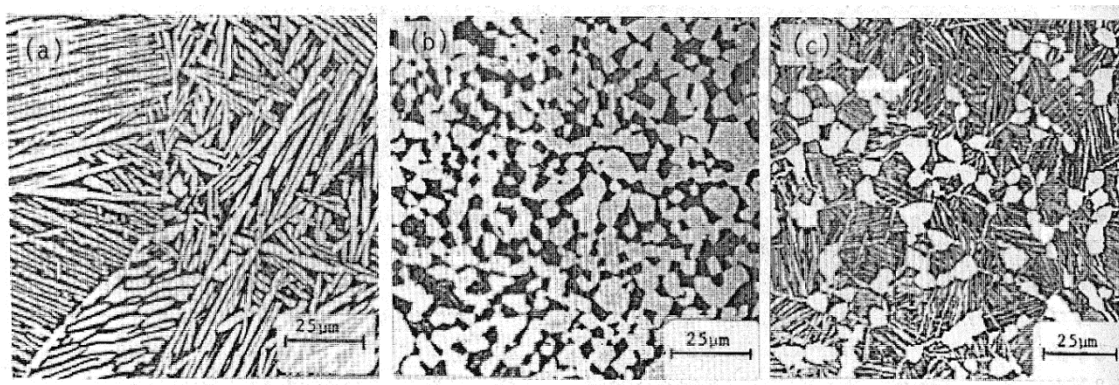


Fig. 1-6 代表的な $\alpha+\beta$ 型チタン合金の組織[16]

(a) 針状 α 相組織、(b) 等軸 α 相組織、(c) 針状 α と等軸 α からなる複合組織

Table 1-2 $\alpha+\beta$ 型チタン合金の α 相の形態と機械的特性の関係[16]

α 相の形態	引張強さ	引張靱性	クリープ強さ	破壊靱性	高温低サイクル疲労	耐疲労き裂開始性	耐疲労き裂伝播性
等軸 α	少しよい	高	低	低	高	高	低
針状 α	少し劣る	低	高	高	低	低	高

Table 1-3 代表的なチタン合金とその用途[18]

適用先 (機体/エンジン)	組成 (mass%) · 合金名	合金種類	Mo 当量	Al 当量	密度 (g/cm ³)	適用部位
機体	Ti-3Al-2.5V	$\alpha+\beta$	-1.3	3	4.48	油圧管, ハニカムコア
	Ti-6Al-6V-2Sn-0.5Fe-0.5Cu (Ti-662)	$\alpha+\beta$	-1.98	6.7	4.54	鍛造品, 主脚支持構造部品 (B747)
	Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-10-2-3)	ニア β	9.5	3	4.65	鍛造品, 主脚 (B777, A380)
	Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr-0.5Fe (Ti-5553)	ニア β	9.6	5	4.67	主脚 (B787)
	Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr (Beta C)	準安定 β	16.0	3.7	4.82	ばね
	Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn (Ti-15-3-3-3)	準安定 β	11.9	4	4.76	板, 鋳造品, ばね
機体およびエンジン	Ti-6Al-4V (Ti-64, IMI318)	$\alpha+\beta$	-3.3	6	4.43	一般部品, 機体鍛造品, ファスナー, ファンディスク・ブレード, LPC ディスク・ブレード
	Ti-15Mo-2.7Nb-3Al-0.2Si (Beta21S)	準安定 β	12.8	3	4.93	ナセル, プラグ, エンジンノズル
エンジン	Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr (Ti-17)	ニア β	5.4	6.0	4.65	ファンディスク, コンプレッサーディスク (MUT: 673 K)
	Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo (Ti-6246)	$\alpha+\beta$	0	7.3	4.65	ディスク・ブレード (HPC, MUT: 723 K)
	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo (Ti-6242)	ニア α	-4	7.3	4.54	ディスク・ブレード (HPC, MUT: 723 K)
	Ti-6Al-5Zr-0.5Mo-0.25Si (IMI685)	ニア α	-5.5	6.8	4.46	ディスク, ブレード (HPC, MUT: 793 K)
	Ti-5.5Al-3.5Sn-3Zr-1Nb-0.25Mo-0.3Si (IMI829)	ニア α	-5.0	7.2	4.55	ブレード (HPC, MUT: 853 K)
	Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.35Si-0.06C (IMI834)	ニア α	-5.1	7.7	4.55	ディスク, ブレード (LPC · HPC, MUT: 863 K)

次に、チタン合金における析出物と機械的特性の関係についても記述する。これまでに述

べたとおり、チタンでは、種々の添加元素や熱処理によって固溶強化が行われている。金属材料を強化するためには、固溶強化以外にも析出強化や、結晶粒微細化が有効である。Fig. 1-7 に Ti-Al 二元系合金の状態図を示す。チタンでは、8mass%以上の Al を添加すると、 α_2 相である Ti_3Al の金属間化合物が出現する。この析出物は、室温においては非常に硬いため、材料の延性低下を招き、脆化させるといわれてきた。そのため、これらの析出物は強化因子として積極的な活用はされてこなかった。しかし、高温用合金においては、 α_2 相が高温クリープ強度の向上に有効であるために、意図的に α_2 相を析出させる場合もある。高温においても、 α_2 相の過剰析出や粗大化は弱化的要因となる。そこで、Al 当量が 8mass%以下では、 α 相の規則化や α_2 相の析出による脆化を避けることができるとして、以下の指標が用られている[19]。

$$\text{Al 当量(mass)\%} = \text{Al} + \text{Sn}/3 + \text{Zr}/6 + 10 \times (\text{O} + \text{N}) \quad \dots\dots (1-1)$$

Al の他にも、Cu、Si などの過剰添加によって金属間化合物が形成し、これらの析出物は一部の合金で高強度化に活用されている[20, 21]。また、近年では、Si と Ge を添加すると、固溶強化とゲルマナイド Ti_5Ge_3 の析出によって強度が増加したという報告もある[22]。以上のように、チタンにおいては金属間化合物による析出強化も期待されており、更なる高強度チタン合金の開発が進むであろう。

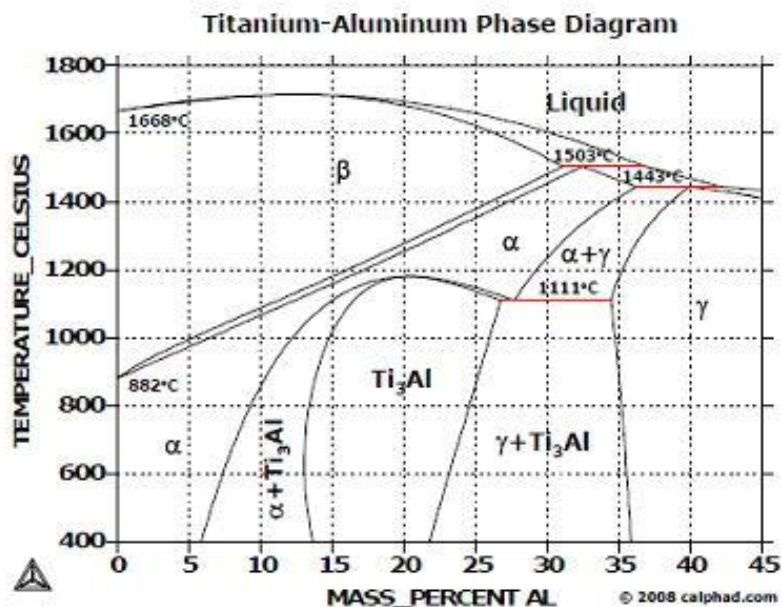


Fig. 1-7 Ti-Al 二元系合金の計算状態図

1.2.2. チタンの塑性変形

材料は、使用に適した形状にするために、塑性変形を利用して加工がおこなわれる。金属の塑性変形は、特定の結晶面を境にして原子がすべることによって生じる。このすべりは、結晶面全体にわたって一度に生じるのではなく、転位と呼ばれる線状の格子欠陥が活動することによって生じる。また、対称性の悪い HCP 金属では、双晶変形によっても塑性変形が生じる[14]。それに加えて、チタンでは、室温でクリープ変形が生じることが知られている[23]。すなわち、チタンの主な塑性変形機構としては、すべり変形、双晶変形、室温クリープ変形が挙げられる。本節では、これら3つの塑性変形について説明する。

まずは、チタンのすべり変形について記述する。用途や環境を考慮し、様々な組成や組織を呈する純チタン・チタン合金が使用されている。純チタンとチタン合金ともに、 α 型、あるいは Near α 型として用いられることが多い。そのため、本節では HCP 構造のすべり系を主に取り扱う。Fig. 1-8 に、HCP 構造を有するチタンのすべり系を示す。Fig. 1-8 に示すように、チタンのすべり系では、柱面 $\langle a \rangle$ 転位すべり ($\{10\bar{1}0\}\langle 1\bar{2}10 \rangle$)、底面 $\langle a \rangle$ 転位すべり ($\{0001\}\langle 1\bar{2}10 \rangle$)、一次錐面 $\langle a \rangle$ 転位すべり ($\{10\bar{1}1\}\langle 1\bar{2}10 \rangle$)、一次錐面 $\langle a + c \rangle$ 転位すべり ($\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}\bar{3} \rangle$)が活動する[24]。

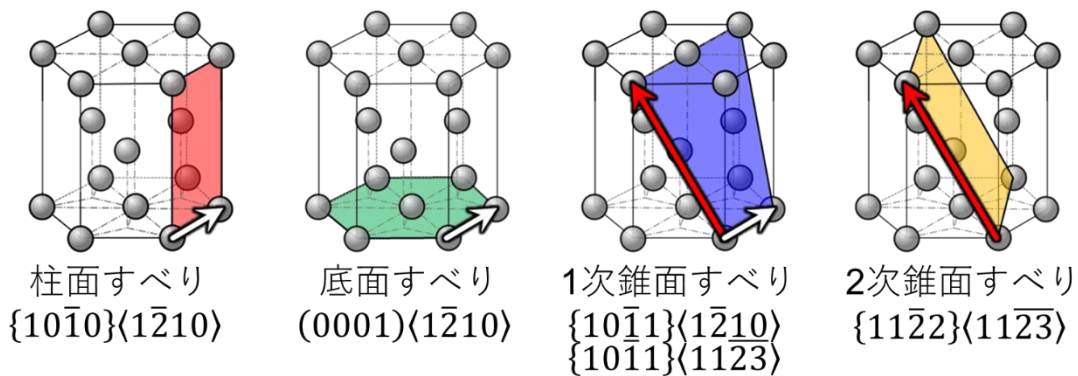


Fig. 1-8 HCP 構造を有するチタンのすべり系

HCP 金属のすべり変形は軸比(c/a)に強く影響を受けるため、理想の $c/a = 1.633$ より大きい場合には、底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりが主すべりとなり、小さい場合には、柱面 $\langle a \rangle$ 転位すべりが主すべりとなる。添加元素によって c/a はわずかに変化する[25]ものの、チタンの c/a は 1.597 であり[25]、理想の c/a よりも小さい。そのため、主すべり系は、柱面 $\langle a \rangle$ 転位すべりとされる。また、各すべり系の変形難易度は、臨界分解せん断応力(Critical Resolved Shear Stress:

CRSS)で説明される。CRSS とは、転位がすべり面上で活動を開始する値である。そのため、CRSS の値が小さい方が、そのすべり系が活動しやすいことを表している。CRSS は、単結晶を特定の方向から荷重を加えたり、シミュレーションを用いて計算したりして求められる[26,27]。チタンの各すべり系における CRSS の大小関係は、柱面(a)転位すべり、底面(a)転位すべり、錐面(a)転位すべり、錐面(a+c)転位すべりの順に高くなる[26, 27]。また、チタンによく添加される Al は、各すべり系の CRSS を変化させる。Al の添加量増加に伴って、錐面(a+c)転位すべりの CRSS の値は大きくなる[28]。すなわち、チタンにおける Al の添加は、(a+c)転位の活動を抑制する。微細な純チタンの低ひずみ速度における変形で、(a+c)転位が活動することが報告されている[29]。(a+c)転位の活動は、ほかのすべり系と異なり、唯一、c 方向の変位を含むため、延性の増加に寄与する。

次に、チタンの双晶変形について説明をする。双晶変形とは、せん断変形によってある面(双晶面 K_1)を境に結晶格子が対称的にずれ、母相と同じ結晶構造の領域が形成される現象である[30]。母相と双晶境界内部は鏡面関係にある。Fig. 1-9 に、双晶変形の模式図を示す。一般に、HCP 金属の双晶変形は、せん断変形とシャッフリングと呼ばれる原子の微小移動によって発生する[31]。チタンや Mg、Zr などの HCP 金属では、対称性が悪いために、BCC 構造や FCC 構造と比較し、すべり系の数が少ない[32]。しかし、Von Mises の条件[33]を満たすためには、独立したすべり系が 5 つ以上必要となる。そのため、HCP 金属では、双晶が活動するとされる[14]。また、金属において発生する双晶は、焼なましによる再結晶や粒成長の際に形成する焼鈍双晶と変形によって生じる変形双晶がある。チタンでは、後者の双晶変形が生じることによって、加工硬化が大きくなる双晶誘起塑性(Twinning Induced Plasticity: TWIP)効果が発現する[34]。TWIP 効果の発現は、製品成形時の加工性や使用の際の衝突安全性の向上に対して有効である。双晶は、 K_1 、原子の移動方向(双晶方向 η_1)やせん断ひずみ量 s 、シャッフリングに必要な原子の割合(単位格子数当たりの全原子数 N_t とシャッフリングする原子数 N_s で表記: N_s/N_t)などによって分類されている[35]。一般には、 N_s/N_t が小さい方が、低エネルギーで双晶変形が発生できる。そのため、状況に応じて、活動するのに有利な双晶系が選択される[9]。また、それぞれの双晶系は、{双晶面}<双晶方向>と表記され、本論文でも同様に表記する。チタンで活動が報告されている双晶系は、 $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$ 双晶、 $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}\bar{1}\rangle$ 双晶、 $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}\bar{2}\rangle$ 双晶、 $\{11\bar{2}1\}\langle 10\bar{2}\bar{6}\rangle$ 双晶、 $\{11\bar{2}4\}\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$ 双晶の 5 つである。各双晶系の特徴を Table 1-4 にまとめる。上述のとおり、双晶系もすべり変形と同様に、試験条件や添加元素などで活動様式が変化する[36-38]。例えば、 $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}\bar{1}\rangle$ 双晶は、 -196°C

から 700°Cの非常に広い温度範囲において、その発生が確認されている [37, 38]。
 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}3\}$ 双晶は、比較的低温域で活動していることが報告されている [37, 38]。また、集
 合組織を有するチタンにおいては、 c 軸の集積が強い方位の引張変形で $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶、
 圧縮変形で $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}3\}$ 双晶が活動する [39]。また、Al や O の添加によって、 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}3\}$
 双晶が抑制されるということも報告されている [40]。

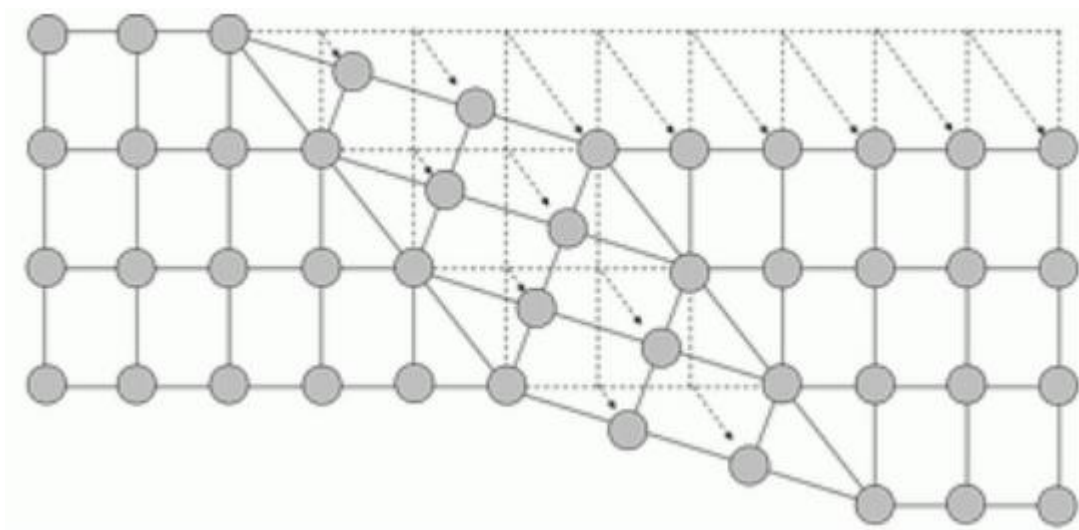


Fig. 1-9 双晶変形の模式図

Table 1-4 チタンで観察される双晶系の特徴

種類	K_1 面	η_1 方向	共通回転軸	回転角	せん断量, s	シャッフル層数, q
引張双晶	$\{10\bar{1}2\}$	$\langle\bar{1}011\rangle$	$\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$	94.8°	0.178	4
引張双晶	$\{11\bar{2}1\}$	$\langle\bar{1}\bar{1}26\rangle$	$\langle\bar{1}\bar{1}00\rangle$	34.8°	0.631	2
圧縮双晶	$\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3\rangle$	$\langle\bar{1}\bar{1}00\rangle$	64.3°	0.215	6
圧縮双晶	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 10\bar{1}2\rangle$	$\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$	57.0°	0.096	8

続いて、室温クリープ変形について記述する。金属では、 $0.3\sim 0.4T_m$ (融点: T_m)の高温域では、降伏応力以下であっても、一定の荷重を印加すると時間経過とともにひずみが蓄積し、やがて破断に至る [41, 42]。これをクリープ現象と呼ぶ。クリープ変形挙動では、ひずみ速度の変化から、一次クリープ、二次クリープ、三次クリープに分類される。一般的なクリープ曲線の模式図を Fig. 1-10 に示す。試験片に荷重を加えると、瞬間的にクリープひずみが発

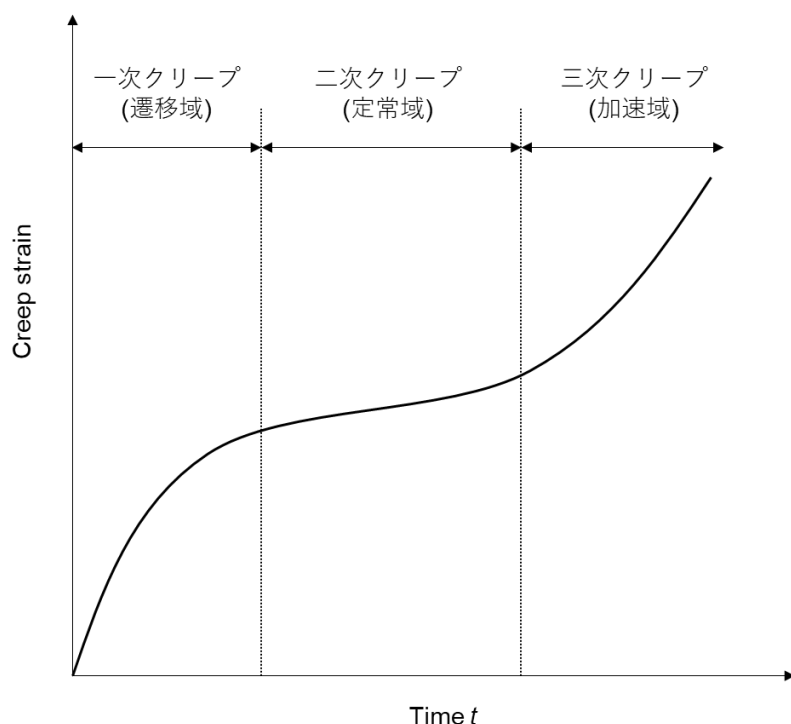


Fig. 1-10 一般的なクリープ曲線の模式図

生し、次に時間依存型の塑性変形を起こす。クリープ曲線には、ひずみ速度が低下する一次クリープ(遷移クリープ)域、ほぼ一定である二次クリープ(定常クリープ)域、加速する三次クリープ(加速クリープ)域が現れ、やがて破断に至る。二次クリープ域のひずみ速度は、定常クリープ速度と呼ばれ、クリープ変形を特徴付ける代表的値として取り扱われることが多い。加工硬化と組織の弱化的のつり合いで、二次クリープが出現する組織不安定な材料においては、二次クリープ速度を最小クリープ速度と呼ぶ。クリープひずみは時間の関数であり、温度、応力、ひずみ量によって、クリープ速度が変化する[41]。室温のような低温域では、もともと融点が高い Al や Pb を除き、対数クリープが生じる[43-46]。対数クリープとは、一次クリープのみからなる変形である。すなわち、変形に伴ってひずみ速度が低下し続け、ついには見かけ上のクリープ変形は停止する。他方で、チタンや Mg、Zr などの HCP 金属では、 $0.3\sim 0.4T_m$ よりも低い温度域である室温においても、破断に至るようなクリープ変形をすることが報告されている[47,48]。佐藤ら[49]は、HCP、BCC、FCC 構造を有する純金属と数種類のチタン合金を用いて、室温でクリープ変形をする材料を調査した。Table 1-5 に、佐藤らの結果をまとめる[49]。BCC、FCC 構造を有する純金属では、クリープ変形が生じていない。したがって、室温クリープ変形は、HCP 構造に由来した現象である。一般的に、金属

Table 1-5 佐藤らによって報告された種々の金属・合金の室温クリープ結果[49]

	hexagonal					cubic				
	c/a	material	creep parameter		evaluation	structure	material	creep parameter		evaluation
			n	$\dot{\epsilon}_{s0}/10^{-8}\text{s}^{-1}$				n	$\dot{\epsilon}_{s0}/10^{-8}\text{s}^{-1}$	
metal	1.59 (prismatic)	CP-Ti	4.1	4.6	○	BCC	pure Fe	-	-	×
		pure Zr	3.0	1.3	○					
	1.62 (basal)	pure Mg	4.7	10	○	FCC	1050Al	11	0.86	○
alloy	1.59 (prismatic)	Ti-64	30	180	◎	BCC	Ti-15333	-	-	×
		Zircaloy	10	2.1	○					
	1.62 (basal)	AZ31	4.3	6.2	○	FCC	5052Al	-	-	×

◎: $\dot{\epsilon}_{s0} > 10^{-6}\text{s}^{-1}$, ○: $10^{-6}\text{s}^{-1} > \dot{\epsilon}_{s0} > 10^{-9}\text{s}^{-1}$, ×: nil strain rate

の高温クリープ変形においては、応力指数 n によって変形機構の判別が行われる。応力指数 n は以下の式 1-2 によって導出される[41]。

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \frac{G\Omega}{k_b T} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \left(\frac{b}{d_g}\right)^p \frac{D}{b^2} \quad \dots\dots (1-2)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}$ はひずみ速度、 $\dot{\epsilon}_0$ は定数、 G は剛性率、 Ω は原子の体積、 k_b はボルツマン係数、 T は絶対温度、 σ は応力、 b はバーガースベクトルの大きさ、 d_g は結晶粒径、 p は結晶粒径指数、 D は有効拡散係数である。経験的に応力指数 n は、最小ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_s$ とヤング率で規格化された応力 σ のグラフの傾きから求められる。Table 1-6 に、応力指数と対応する変形機構をまとめる。クリープ変形が転位運動によって支配される場合、すべり律速か回復律速に大別できる。すべり律速では、溶質元素の引きずりなどの要因により転位が粘性的に運動する。一方で、回復律速では、転位は自由飛行的に運動するが、転位セル壁などの内部応力が高い部分に達すると運動が止められ、回復によって内部応力が負荷応力以下に低下するまでそれ以上の運動が継続できない。応力指数 n が 3 に近い値をとる場合には、すべり律速によって支配されている[41]。他方で、応力指数 n が 5 以上の値をとる場合には、回復律速によってクリープ変形が進行すると判断される[41]。ここで、Table 1-5 の応力指数に着目すると、HCP 構造を有する純金属は 5 以下であり、一般的な金属の高温クリープで報告されているような値に近い。一方で、Ti-6Al-4V 合金の応力指数は 30 と非常に大きな値を示す[49]。

Table 1-6 応力指数と対応する変形機構[41]

変形機構	n
すべり律速	3
回復律速	5

すなわち、HCP 構造を有する金属の中でも、Ti-6Al-4V 合金では、特異的なクリープ変形が生じる。チタンの室温クリープ変形機構は、いくつか提案されているが、統一的な見解は得られていないのが現状である。例えば、松永ら[48]は、粒界近傍に堆積した転位がシャッフリングによって粒界に吸収されるという回復律速型の変形機構を提案している。一方で、固溶元素として Al を含有したチタン合金の室温クリープ変形に関しては、Ti と Al の短範囲規則相のせん断とそれによる後続転位に対する強化能の低下に起因して、局在化した平面すべりが発生するために加工硬化率が著しく低くなることが要因であるとの考えもある[50-52]。また、近年では、室温クリープに関連した損傷機構で低温保持疲労(Cold Dwell Fatigue: CDF)現象に関する研究が盛んに行われている[53-55]。Fig. 1-11 に、疲労試験と CDF 試験の応力負荷の模式図を示す。一般的な疲労破壊は、材料が長期間に渡って繰り返し応力を受けると、応力の大きさが材料の引張強さよりかなり小さい応力でも亀裂が発生し、最終的に割れに至る現象である。そのため、試験時には、Fig. 1-11 に示すように応力を印加する。CDF 試験では、通常の疲労試験とは異なり、応力負荷中に応力保持時間を加えるため、その波形は台形となる。CDF が生じると、通常の疲労寿命の 10 分の 1 の時間で早期に破断をすることが報告されている[56]。また、CDF の発現したチタン合金は、いずれも α 相の体積率が高いことも特徴の一つである。したがって、この CDF 現象には、室温クリープが大きく寄与していると考えられている。以上のことから、CDF における変形機構解明のためにも、チタン合金の室温クリープ変形への理解は喫緊の課題として位置付けられている。

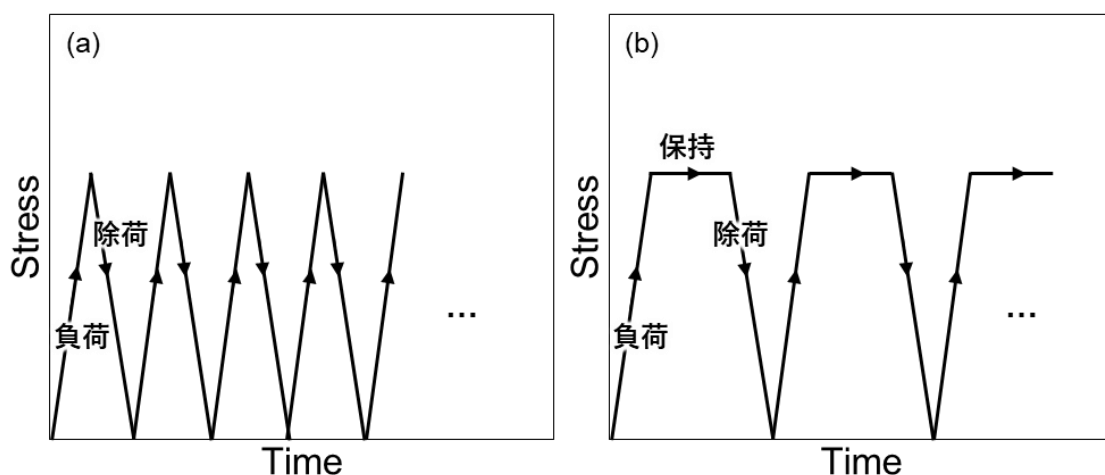


Fig. 1-11 低サイクル疲労試験と CDF 試験の応力負荷の模式図

1.3. 金属材料のひずみ速度依存性

金属材料の塑性変形を考える上で、すべり変形、すなわち転位運動を理解することは非常に重要である。第 1.2.2 節で述べたチタンの塑性変形では、すべり変形、双晶変形、室温クリープ変形について説明をした。これらの 3 つの変形モードが加工硬化や延性に寄与する場合、転位運動が直接的あるいは間接的に作用している。双晶変形や室温でクリープ変形が生じないような金属材料では、すべり変形が生じ、転位の絡み合いや粒界でのパイルアップによって加工硬化が進行する。双晶の発生は、せん断変形とシャッフリングなどの転位運動とは別の機構で発生すると理解されている。その一方で、双晶境界は、転位の蓄積サイトとして機能することが報告されている[57]。また、(室温)クリープ変形においても、その律速過程に転位運動が関係していることは上記の説明から明らかである。したがって、3 つの変形モードを理解するには、転位運動が機械特性に与える影響を理解することが必要不可欠である。まずは、転位運動が塑性変形を起こす過程を以下に説明する。その上で、チタンの塑性変形の特異性に触れる。

原子が周期的に並んだ結晶中を転位が運動するとき、転位は原子の並びの周期と同一の周期をもつポテンシャル場の中を運動する。このポテンシャル場をパイエルスポテンシャル(Peierls Potential)と呼び、パイエルスポテンシャルを乗り越えるのに必要なせん断応力をパイエルス応力(Peierls stress)と呼ぶ[58]。このパイエルス応力を超える力が働くと、転位が長距離運動をしなければ、塑性変形は生じない。転位運動では、パイエルスポテンシャル以外

にも空孔、不純物原子、転位、粒界、積層欠陥、析出物などの結晶欠陥が障害物となる。これらの障害物は、内部応力による抵抗力として表現できる[58]。有限温度においては、転位が抵抗力を乗り越えるには、原子の熱振動エネルギー、つまり熱的な助けと外部からのせん断応力が働く必要がある[58]。転位の障害物は、短距離障害物と長距離障害物の2種類に大別される。短距離障害物としては、パイエルスポテンシャル、林立転位の切り合い、ジョグの引きずり抵抗、固溶原子、微細な析出粒子などがある。一方、長距離障害物としては、ほかの転位との弾性相互作用、大きな第2相や介在物、結晶粒界などが挙げられる。転位が短距離障害物の山を乗り越える場合には、原子の熱振動エネルギーが支配的であり、また、長距離障害物の山を乗り越える場合には、外部せん断応力が支配的である[58]。すなわち、一般に塑性変形に要する応力 τ 、言い換えれば、CRSSは、以下の式で表現される[58]。

$$\tau = \tau_a + \tau^*(T, \dot{\gamma}) \quad \dots\dots (1-3)$$

τ_a は非熱的応力、 τ^* は有効応力、 T は温度、 $\dot{\gamma}$ はひずみ速度である。 τ_a は、長距離障害物によるものでこれは温度にほとんど依存しない。 τ^* は、短距離障害物によるもので原子の熱振動エネルギーの寄与を強く反映し、温度とひずみ速度に依存する。

原子の熱振動エネルギーの助けを借りて、転位が短距離障害物を乗り越えて進む過程を転位の熱活性化運動過程(Thermally activated motion)と呼ぶ[58]。Fig. 1-12に、転位の熱活性化過程の素過程の模式図を示す[59]。Fig. 1-12の転位1は、障害物間を張り出して上方に進もうとしている転位である。この転位が障害物Aの山を熱活性化過程で乗り越えた瞬間が転位2で、その後次の障害物Bに出会って転位3の形になるまでは抵抗を受けずに進むと仮定する[58]。すべりの転位密度を ρ 、すべり面上の障害物の平均間隔を L とする。この場合、単位体積当たりに転位線上で熱活性化が生じる場所の数 N は、 $N = \rho/L$ である。また、1回の熱活性化の素課程で転位が掃く面積は S は、Fig. 1-12の転位1と転位3に囲まれた部分にあたる。転位1から3までの平均運動距離 x は、 $x = S/L$ となる。したがって、もしすべての障害物の場所で同時に熱活性化過程による障害物の乗り越えが起こったすると、この時に生じる塑性せん断ひずみ γ は以下のように表現できる[58]。

$$\gamma = b\rho x = b(NL)(S/L) = bNS \quad \dots\dots (1-4)$$

b は、バーガスベクトルの大きさである。

原子の熱振動数を ν_D と置くと、長さ L の転位切片の振動数 ν は、弦の振動との類似から、 $\nu = \nu_D(b/L)$ となる[58]。したがって、振動エネルギー G^* のとき、単位時間あたりにこの熱活性化過程の起こる頻度 p は、 ν にボルツマン因子 $\exp(-G^*/kT)$ (k はボルツマン係数)をかける

ことにより、以下のように表せる[58]。

$$p = v \exp(-G^*/kT) = v_D(b/L) \exp(-G^*/kT) \quad \cdots \cdots \quad (1-5)$$

式(1-4)と(1-5)より、ひずみ速度 $\dot{\gamma}(\equiv d\gamma/dt)$ は、

$$\dot{\gamma} = NbSp = NbSv_D(b/L) \exp(-G^*/kT) \quad \cdots \cdots \quad (1-6)$$

となる。 G^* は、障害物の乗り越えの活性化エネルギーである。Fig. 1-13 に示す転位の運動に対する力-距離曲線の模式図[59]と抵抗力の山の形を $F(x)$ として、 G^* は次式で表される。

$$G^* = \int_{x_1}^{x_2} \{F(x) - \tau bL\} dx = \Delta G - \tau v^* \quad \cdots \cdots \quad (1-7)$$

ただし、

$$\Delta G = \int_{x_1}^{x_2} F(x) dx, \quad v^* \equiv bLd^* \quad \cdots \cdots \quad (1-8)$$

とおく。 v^* は活性化体積と呼ばれる。 G^* は有効応力の減少関数であり、Fig. 1-13 のように、簡単のため、障害物の山 $F(x)$ を角型に近似すると、以下のようなになる。

$$G^* = (\tau_m - \tau)v^* \quad \cdots \cdots \quad (1-9)$$

τ_m は外部応力の最大値である。 G^* は温度の比例するため、

$$G^* = mkT, \quad (m: \text{正の比例定数}) \quad \cdots \cdots \quad (1-10)$$

と表現できる。ただし、 m の値は、短距離障害物の種類によって異なる。固溶原子の場合には、 $m \doteq 20 \sim 25$ 程度、パイエルスポテンシャルの場合には、 $m \doteq 26$ 程度と実験的に報告されている[58]。式(1-9)と(1-10)より、任意の温度 T におけるCRSSが次の式によって求められる。

$$\tau^* = \tau_m - (mk/v^*)T \quad \cdots \cdots \quad (1-11)$$

抵抗力の山が角型であれば、CRSSは温度に対して線形的に減少する。山が一般形であっても、 τ_c は温度に対して減少関数となる[58]。すなわち、温度上昇に伴い、転位が短距離障害物を容易に乗り越えることが可能となるため、降伏応力は低下をする。また、式(1-6)から、ひずみ速度 $\dot{\gamma}$ は有効応力 τ^* の増加関数となる。通常の引張試験においては、 $\dot{\gamma}$ を決めて τ^* を測定するため、 τ^* は $\dot{\gamma}$ の増加関数ともいえる。そのため、CRSSの温度・ひずみ速度依存性は、Fig. 1-14 に示す模式図のようになる[58]。以上の内容が、加藤先生の教科書[58]およびまてりあの講義ノートシリーズ[59]で説明されている転位の熱活性化運動過程である。

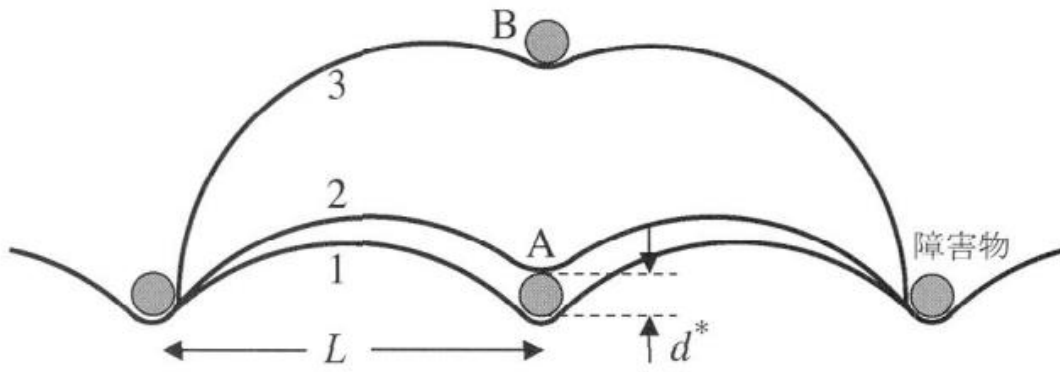


Fig. 1-12 転位の熱活性化過程の素過程 [59]

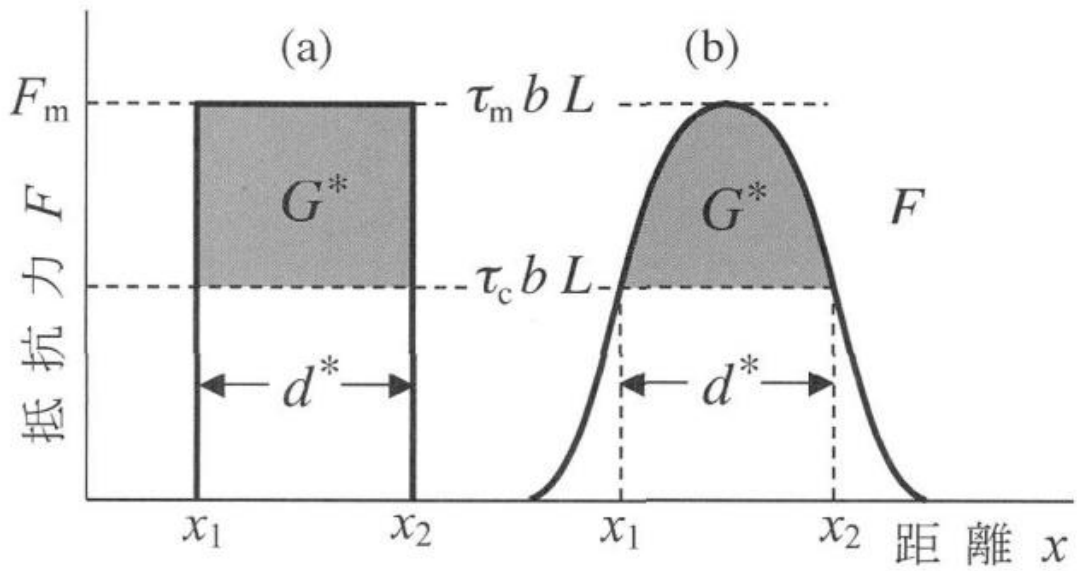


Fig. 1-13 転位の運動に対する力-距離曲線の模式図[59]

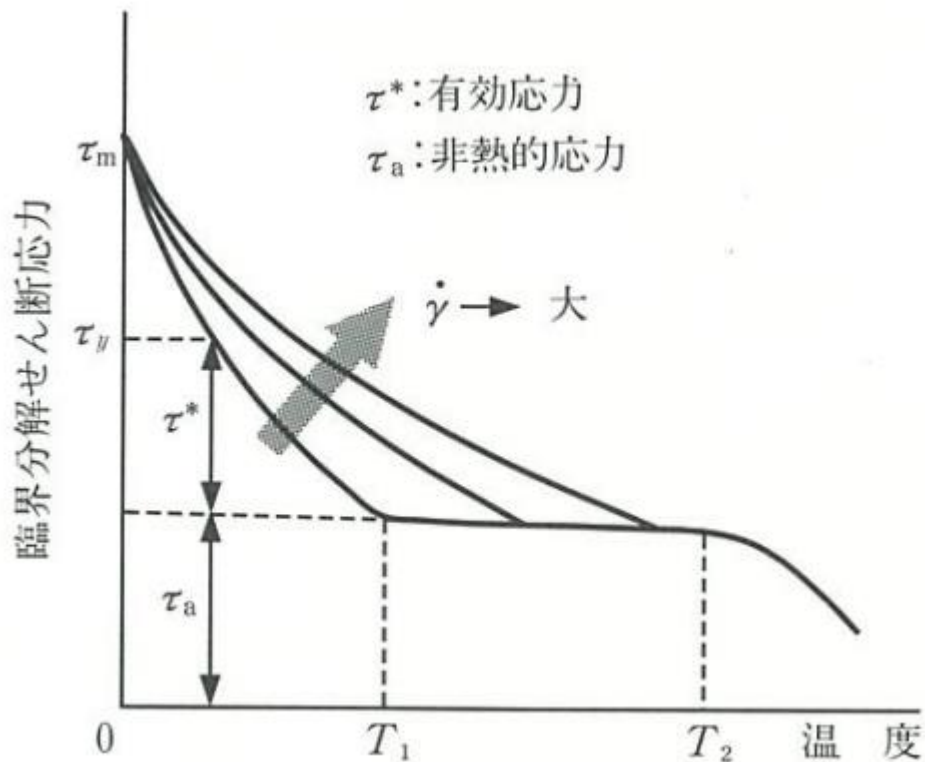


Fig. 1-14 CRSS の温度・ひずみ速度依存性の模式図[58]

金属の降伏応力に対する温度依存性やひずみ速度依存性は、以上に述べたように理解されている。Fig. 1-14 に示すように、ある中温域($T_1 \sim T_2$)においては、非熱的応力のみで CRSS が決定する。向井ら[60]は、4 種の実用 Al 合金を室温にて、 $10^{-4} \sim 10^4 \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で引張試験に供したところ、すべての合金で $10^{-4} \sim 10^0 \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度では、0.2%耐力がほとんど変化しないと報告した。一方で、チタン合金においては、室温で $10^{-3} \sim 10^3 \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で引張試験に供すると、ひずみ速度の増加に伴い降伏応力および流動応力が増加することが報告されている[61]。また、これまでに述べたように、チタンでは、複数のすべり系が存在し、それぞれに CRSS の温度依存性が異なることが知られている。TWIP 効果によって、加工硬化の増加に寄与する双晶変形も試験温度で活動する双晶系や発生頻度が異なる。すなわち、チタンでは、降伏挙動と加工硬化挙動のその両方に、他の金属・合金とは異なる温度依存性やひずみ速度依存性を有することが報告されてきた。チタンを安全に適用するためには、チタン特有の塑性変形モードと加工硬化挙動の関係を理解することが重要である。そのため、チタンを供試材として、温度を変化させて加工硬化挙動を調査した研

究は多い。その一方で、ひずみ速度を変化させた場合の加工硬化挙動を調査した研究は少ないのが現状である。

1.4. 研究目的

本研究では、結晶粒径が異なる純チタン3種類を用いて、ひずみ速度を変化させた場合の機械的特性と微細組織の関係について議論を行う。続いて、実用的によく添加されているAlを添加したチタン合金を用いて、ひずみ速度を変化させた場合の機械的特性ならびに微細組織への影響を調査する。その結果を踏まえて、純チタンの場合と比較を行い、Alの添加の効果を考察する。さらに、純チタンとAl添加チタン合金で得られた知見をもとに、チタン合金の中で最も活用されているTi-6Al-4V合金の室温クリープ変形について、転位運動が加工硬化におよぼす影響を考察する。

また、本論文においては以下の2つの解析を行う。近年、ほかの金属・合金において、よく活用されている走査電子顕微鏡装置を用いた転位測定を実施する。本研究では、走査電子顕微鏡と集束イオンビーム法を用いて3次元解析を行い、転位密度測定を行った。もう一方は、電子線後方散乱回折装置を用いて、すべり系の判別を行う。これら2つの解析を用いて、チタンの錐面すべりの活動を捉え、機械的特性への影響を議論する。

本論文では、上記に示す検討を実施し、ひずみ速度、転位運動、加工硬化の3つをキーワードに、チタンとその実用合金における機械的特性の発現機構の解明を目的とする。

1.5. 本論文の構成

本論文は、以下の7章で構成される。

第1章 序論

第2章 実験方法

第3章 純チタンの室温変形におよぼすひずみ速度と結晶粒径の影響

第4章 Ti-2Alの室温変形におよぼすひずみ速度と結晶粒径の影響

第5章 Ti-6Al-4V合金の室温クリープ変形における転位の運動様式と加工硬化挙動

第6章 チタンの α 相の転位解析

第7章 結論

第1章では、現在の工学分野における社会の位置づけ、本研究で着目するチタンとその実用合金の特徴、金属におけるひずみ速度依存性の研究例と現状を述べたうえで、本研究の目的と章構成について記した。

第2章では、本研究で用いた供試材の作製方法、力学試験法、微細組織観察手法について述べる。

第3章では、純チタンに着目し、ひずみ速度を変化させた場合に生じる機械的特性の発現機構を議論する。

第4章では、第3章で取り扱った純チタンに2%のAlを添加したTi-2Al合金を用いて、ひずみ速度を変化させた場合のAl添加による機械的特性と微細組織に与える影響について議論する。

第5章では、実用的に最も活用されているTi-6Al-4V合金の室温クリープ変形について議論を行う。

第6章では、電子線チャネリングコントラスト法や、WBV法を用いたより詳細な微細組織の解析手法について提案し、今後の展望を述べる。

第7章では、本研究で得られた結果をまとめる。

第2章 実験方法

2.1. 供試材

本研究では、日本製鉄株式会社と株式会社 IHI から提供された材料と、株式会社ニラコから購入した材料を用いた。日本製鉄株式会社からは、JIS 規格 1 種相当の商業用純チタン(以下、純チタン)とそれに Al を添加した Ti-2mass%Al(以下、Ti-2Al)合金の冷間圧延板が提供された。純チタンは、冷間圧延後、ひずみ除去と平均結晶粒径調整のために、真空中において 800°C、650°C、500°C で 4 h の熱処理を施した 3 種類が提供された。Ti-2Al 合金は、ひずみ除去と平均結晶粒径調整のために、冷間圧延後、真空中において 850°C、600°C で 8 h の熱処理を施した 2 種類が提供された。株式会社 IHI からは、Ti-6mass%Al-4mass%V(以下、Ti-6Al-4V)合金が提供された。850°C で熱間鍛造を行った材料について、等軸 α 相組織とするために 950°C で 2 h 保持の後、室温まで炉冷し、ひずみを除去するため、再度 700°C で 2 h 熱処理した上で空冷した。また、株式会社ニラコからは、JIS 規格 1 種相当の純チタンの圧延板を購入した。それぞれの詳細な合金組成を Table 2-1 に示す。本研究においては、株式会社日本製鉄から提供された純チタンと株式会社ニラコから購入した純チタンは、どちらも JIS 規格 1 種に相当するため、明確に区別しない。

Table 2-1 各供試材の組成(mass%)

供試材	Ti	Fe	O	N	C	H	Al	V
純チタン (日本製鉄株式会社製)	Bal.	0.03	0.03	0.002	0.006	0.0006	-	-
純チタン (ニラコ製)	Bal.	0.03	0.05	0.01	0.01	0.002	-	-
Ti-2Al合金	Bal.	0.029	0.06	0.002	0.004	0.083	1.98	-
Ti-6Al-4V合金 (株式会社IHI製)	Bal.	0.16	0.17	0.025	0.028	-	6.4	4.12

2.2. 力学試験

2.2.1. 引張試験

各試料の引張特性を、株式会社島津製作所製のインストロン型引張試験機オートグラフと油圧式引張試験機サーボパルサーを用いて測定した。引張試験では、試験片にひずみ速度

一定で引張荷重を印加し、その際に生じた試験片の伸びと試験片に加えられた荷重を、それぞれ公称ひずみと公称応力に変換することで、Fig. 2-1 に示す公称応力-公称ひずみ曲線を得る。本研究では、試験片の伸びは、後述するデジタル画像相関法を用いて算出し、印加応力は試験機に取り付けられたロードセルを用いて測定した。なお、デジタル画像相関法による測定では、試験機の上部プルロッドに小型デジタルマイクロスコープを設置し、試験片平行部の変形画像を撮影した。上部プルロッドへの固定は、試験片とマイクロスコープ間の相対位置変化を低減させるためである。得られた公称ひずみ ε_n 、公称応力 σ_n および以下の式(2-1)と(2-2)を用いて、真ひずみ ε_t と真応力 σ_t を導出した。Fig. 2-2 に、真応力-真ひずみ曲線と加工硬化率-真ひずみ曲線を示す。加工硬化率は、真応力-真ひずみ曲線の傾きから算出した。

$$\varepsilon_t = \ln(1 + \varepsilon_n) \quad \dots\dots\dots (2-1)$$

$$\sigma_t = \sigma_n(1 + \varepsilon_n) \quad \dots\dots\dots (2-2)$$

材料の塑性変形では、試験片の変形部(平行部)の体積は一定であると仮定される。引張荷重とそれを支える材料の能力を考える。あるひずみにおける引張荷重 F は、そのときの試験片の平行部の断面積 A と真応力 σ_t をかけた以下の式で表される。

$$F = A\sigma_t \quad \dots\dots\dots (2-3)$$

したがって、試験片が Δl だけ伸びたときの荷重の増加分は、

$$dF = Ad\sigma_t + \sigma_t dA \quad \dots\dots\dots (2-4)$$

となる。ただし、試験片が伸びると断面積は減少するため、 dA は負となる。つまり、荷重の増加分は、試験片の断面積が A の時の加工硬化によって荷重を支える能力が増加する分から試験片の応力が σ_t のときに断面積が減少することによって能力が減少する分を差し引いた値となる。試験片が支えることのできる最大の荷重は、 $dF = 0$ のときであるため、

$$d\sigma_t + \sigma_t \frac{dA}{A} = 0 \quad \dots\dots\dots (2-5)$$

となる。塑性変形では体積 V が一定であるため、

$$dV = Adl + ldA, \therefore \frac{dA}{A} = -\frac{dl}{l} = -d\varepsilon_t \quad \dots\dots\dots (2-6)$$

であるから、最大引張強度は真応力と真ひずみの間に

$$\frac{d\sigma_t}{d\varepsilon_t} = \sigma_t \quad \dots\dots\dots (2-7)$$

が成り立つ。すなわち、加工硬化係数と応力が一致したときに最大引張強度となる。最大引張強度に相当するひずみ以上に試験片を引張ると、試験片の断面積現象の寄与が大きくなってしまふ。

引張試験では、各試料の降伏応力、最大引張強度、均一伸びおよび破断伸びを測定した。

なお、チタンでは明確な降伏応力が確認できないため、降伏応力は0.2%耐力とした。公称応力-公称ひずみ曲線の弾性域を多項式近似し、その近似曲線を0.2%オフセットした後に、元の曲線と0.2%オフセットした曲線が重なった点を、0.2%耐力とした。最大引張強度と均一伸びは、真応力-真ひずみ曲線と加工硬化率-真ひずみ曲線の交点とした。また、破断伸びは、公称応力-公称ひずみ曲線の終点とし、破断後の試験片の突合せからも測定を行った。

引張試験に供した試験片の模式図を、Fig. 2-3 に示す。平行部長さを12 mm、幅を4 mm、厚さを0.5 mm あるいは1 mm とした。試験片は、放電加工機を用いて切り出した。ただし、冷間圧延板から切り出す場合には、圧延方向(Rolling Direction: RD)と引張試験の荷重方向が一致するようにした。また、圧延直角方向を Transversal Direction(TD)、圧延面法線方向を Normal Direction(ND)と呼ぶ。それぞれの詳細な試験条件は、各章の実験方法で述べる。

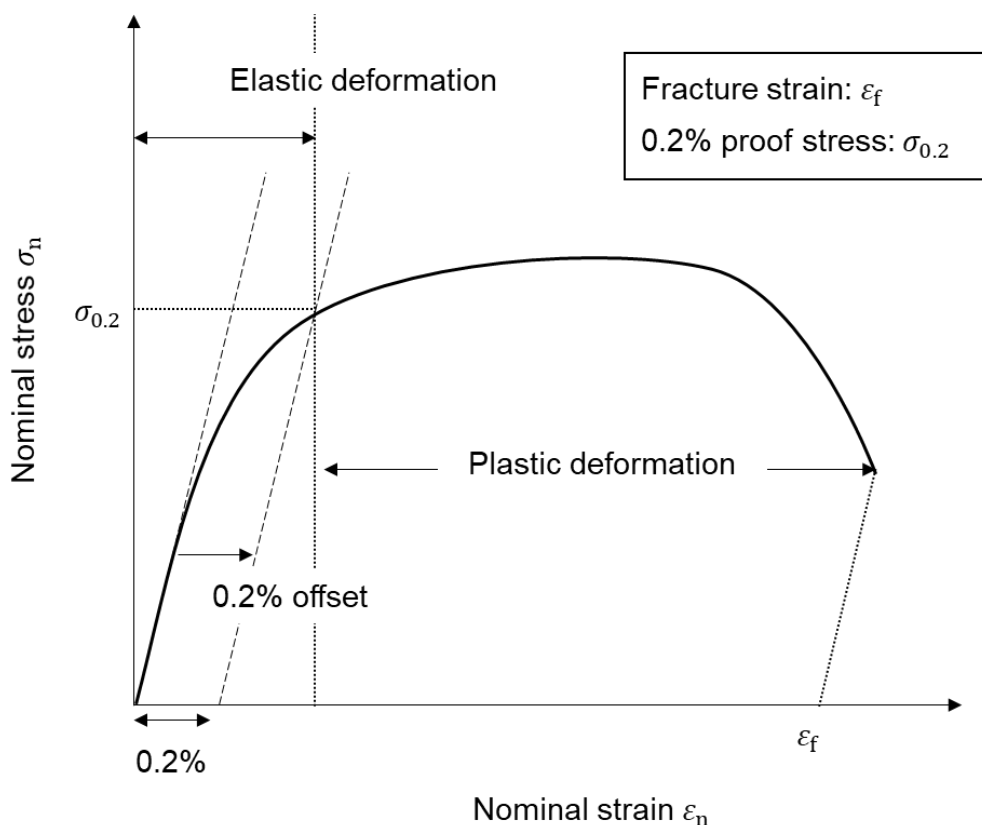


Fig. 2-1 公称応力-公称ひずみ曲線

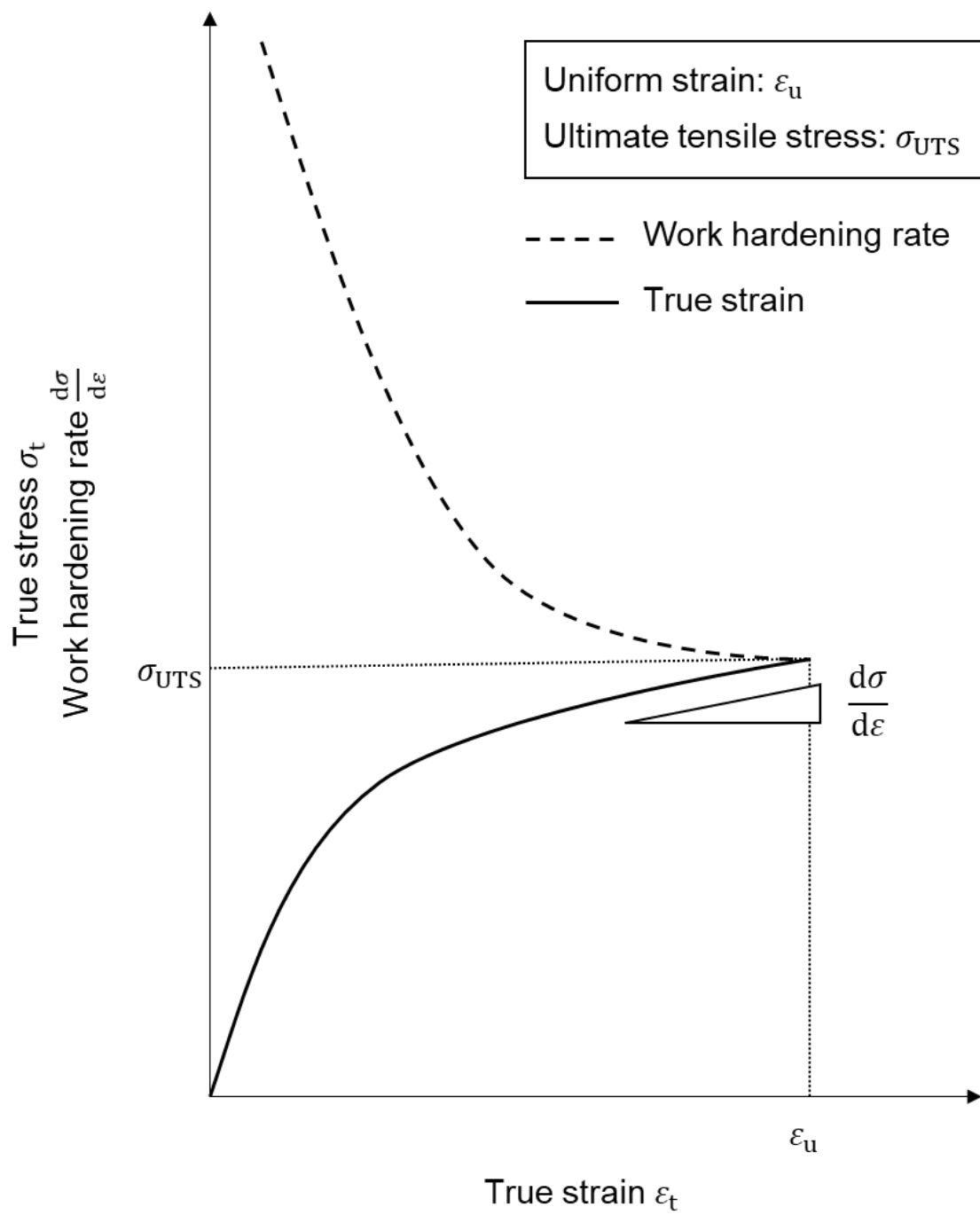


Fig. 2-2 加工硬化率-真ひずみ曲線

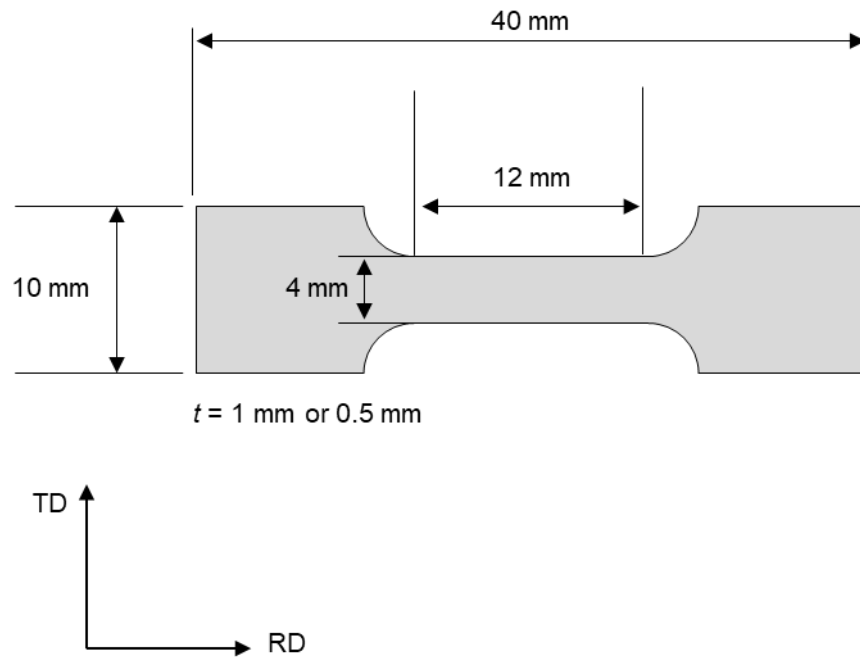


Fig. 2-3 試験片の模式図

2.2.2. 室温クリープ試験

本研究では、レバー比が 1:10 の東伸工業株式会社製シングル型クリープラプチャー試験装置を用いた。試験片の形状は、引張試験で用いたものと同様である。クリープ試験を実施した材料は、熱間鍛造によって作製した。試験片の長手方向は鍛伸方向と一致するように放電加工機によって切り出した。クリープひずみは、後述のデジタル画像相関法あるいは光学測定器を用いて算出した。デジタル画像相関法を用いる場合には、試験機の上部プルロッドに小型デジタルマイクロスコープを設置し、試験片平行部の変形画像を撮影した。上部プルロッドへの固定は、試験片とマイクロスコープ間の相対位置変化を低減させるためである。他方で、光学測定器を用いる場合には、引張試験片平行部板幅方向にシャープペンシルの芯など細長いマーカー2本を瞬間接着剤で貼り付け、変形中のマーカー間の距離を記録した。このマーカーは、試験片平行部に取り付ける際には 6 mm 程度、クリープ試験機治具に取り付ける際には 16 mm 程度離して固定した。この光学測定器には、LED 高速・高精度デジタル寸法測定器を用いた。このとき計測されたひずみは、プログラマブルコントローラを介して指定した周期 (最小 10 ms) でコンピュータ上に記録され、リアルタイムでひずみ-時間曲線とひずみ-ひずみ速度曲線を表示することが可能である。本研究では、すべての試験温度

を室温(23°C±2°C)とし、この他の詳細な試験条件は各章に記述する。

2.3. 微細組織観察法

2.3.1. 走査電子顕微鏡法

走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)とは、電子銃から発生した電子線を加速、収束させ、試料表面を走査し、表面から発生する電子を検出して像を得る装置[62]である。SEM を用いることによって、バルク試料の表面近傍の形態や組織などを観察することができる。SEM では、試料から発生する二次電子(Secondary Electron: SE)と反射電子(Back-Scattered Electron: BSE)を検出する。二次電子には、SE1 と SE2 が存在する。SE1 は、入射電子によって直接励起された二次電子であり、試料最表面の情報を有する。SE2 は、BSE が放出される際に、表面付近で励起された SE であり、形状や BSE の情報を有する。また、BSE とは、入射電子が試料内部で非弾性散乱され、試料表面に放出された電子である。この放出率は、組成や密度、電子線の入射角度によって変化する。これを利用し、バルク試料の組成コントラストや構造情報、チャネリングコントラストを取得できる。

本研究では、Carl Zeiss 社製の電界放出型走査電子顕微鏡 ULTRA 55 と Thermo Fisher Scientific 社製の電界放出型走査電子顕微鏡 Scios を用いた。これらの SEM 装置には、SE1、SE2、BSE のそれぞれの信号を強く検知できるような検出器が備わっている。例えば、ULTRA 55 の装置概略図を Fig. 2-4 に示す。Fig. 2-4 中の InLens 検出器は、鏡筒内で SE1 を検出し、試料の最表面情報を得ることができる。Everhart-Thornley(E-T)型[63]の SE2 検出器は、試料の表面情報を取得する。E-T 型の検出器には、その先端部に 200 V 程度に正電界をかけたコネクタ電極がついており、試料表面を飛行している 50 eV 以下の SE がその電場で曲げられて捕獲される仕組みとなっている[64]。Energy and Angle Selective Backscattered Electron (EsB) 検出器は、組成コントラストを強調した像を得ることができる。より高いエネルギーを持つ電子を積極的に検出するため、EsB 検出器の直前には、Energy Filter Grid と呼ばれる電極[65, 66]が配置されている。この電極に印加する電圧を制御することで障害電場を設け、相対的に高エネルギー電子による信号を取得できる[67]。Angle Selective Backscattered Electron (AsB) 検出器は、チャネリングコントラストを取得することができる。AsB 検出器は、電子銃の鏡筒先端に付属する円環状の半導体からなる。試料と検出器間の作動距離(Working Distance: WD)を変更することで、試料からさまざまな角度で放出される BSE、とくにチャネリングコントラストの生成に寄与する低角の BSE を積極的に検出することができる[68]。また、

AsB 検出器の素子は 4 分割に分割でき、BSE の検出角度を制御することができるが、本研究では、すべての素子を起動したままにしている。これらの検出器と同様の検出器が、Scios にも備わっている。また Scios には、これらの検出器に加えて、集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)装置も附属している。FIB は、きわめて細く集束したイオンビームを試料表面で走査することにより、発生した二次電子などを検出して顕微鏡像を観察したり、試料表面を加工したりすることができる[69]。本装置のイオン源は、Ga⁺イオンである。Ga⁺イオン

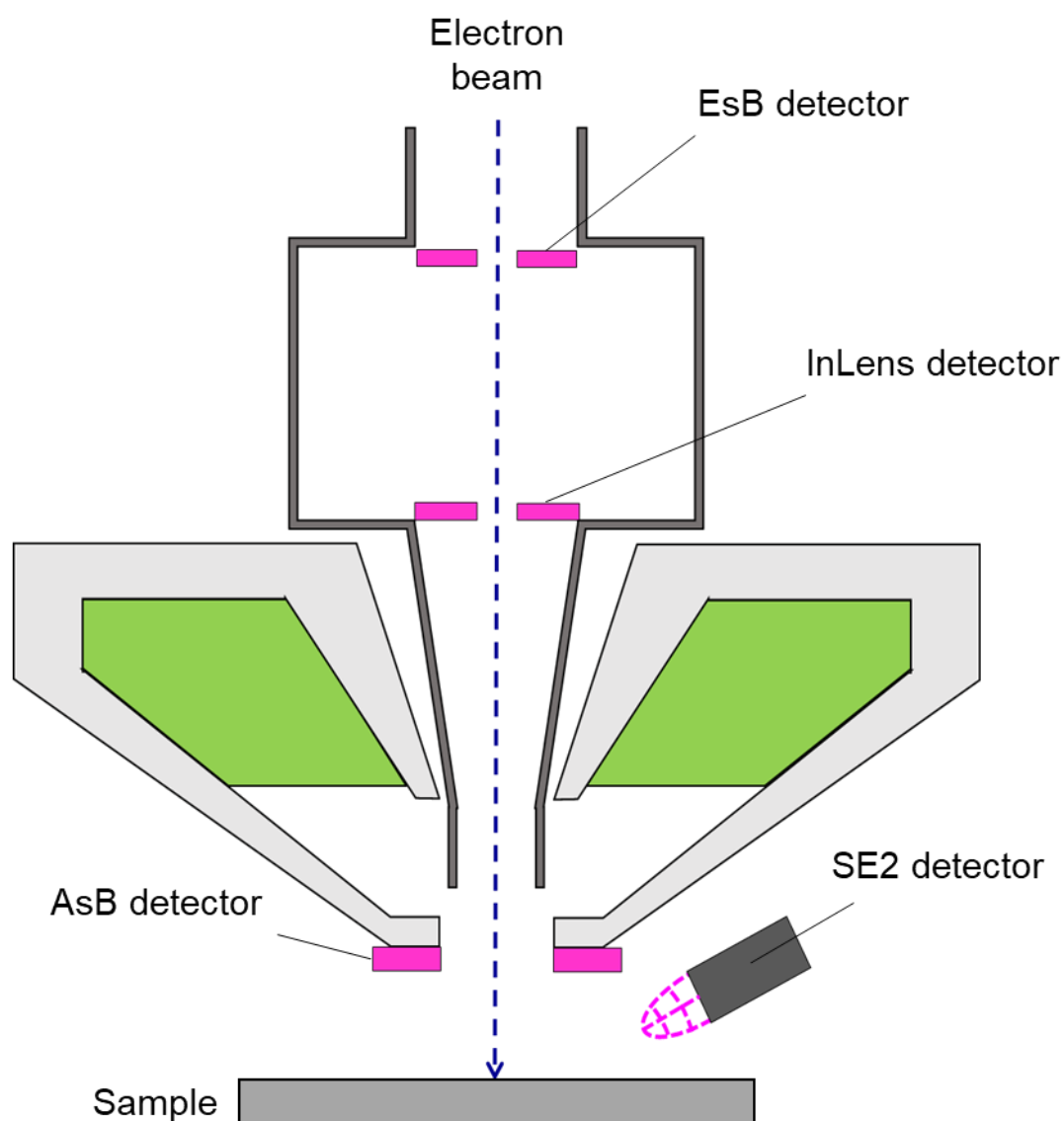


Fig. 2-4 ULTRA 55 の装置概略図

鏡は電子銃から 52°の位置にあり、FIB ミリング時には電子線チャネリングコントラスト像観察面が Ga⁺イオン照射方向と平行になるように傾斜を行う必要がある。それぞれの詳細な観察条件は、各章の実験方法で述べる。

本研究では、試料ごとに異なる研磨を施した。純チタンと Ti-2Al 合金においては、次のように研磨を施した。まず、エメリー紙#80~#3000 による湿式研磨を行い、電解研磨を施した。電解液には、メタノール：過塩素酸=95：5(体積比)を用いて、電圧 10V、温度-45°C、電流値 0.3A の条件で行った。この際に用いた過塩素酸は、60%濃度のものである。電解研磨時間は、10 min 程度であった。Ti-6Al-4V 合金においては、次のように研磨を施した。エメリー紙#80~#3000 による湿式研磨を行い、粒子径 3 μm と 1 μm のダイヤモンドパウダーによるバフ研磨を 15 min ずつ行った。その後、コロイダルシリカ懸濁液(Struers OP-S ノンドライ、粒子径 40 nm)、過酸化水素水(30%)、および蒸留水を体積比で 65:10:50 の割合で混合した研磨液によって表面近傍の加工変質層を除去し、SEM 用の観察面を仕上げた。

2.3.2. 電子後方散乱回折法

試料の結晶方位分布、結晶粒径および変形による方位回転量を、SEM を用いた電子後方散乱回折(Electron Back-Scattered Diffraction: EBSD)法にて測定した。SEM-EBSD 法は結晶性試料表面を水平から 70°傾斜させた状態で電子線を照射し、試料面から放出された電子が作り出す後方散乱電子回折図形(EBSD パターン)を CCD カメラで取得し、結晶方位を解析する手法[70]である。

Fig. 2-5 に、EBSD パターンの生成機構の模式図を示す[71]。EBSD パターンは、入射電子の試料内部での非弾性散乱によって発生する。入射電子が試料内で非弾性散乱を起こすと、散乱位置を新たな光源として BSE が異方的に伝播する。この BSE は、以下の Bragg 条件の式(2-3)を満たす格子面で弾性散乱を起こし、試料外へ放出される。

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda \quad \dots\dots (2-8)$$

d は格子面間隔、 θ は Bragg 角、 λ は電子線の波長、 n は定数である。 $n = 1$ の場合、太矢印の方向に回折される。この回折は、 θ が Bragg 条件を満たした一定値となる全方向に広がるため、回折面に垂直な大きなコーンを上下に形成する。一方、 $n = 1$ ではない場合、つまりコーンにはさまれた部分の散乱波(回折波)の密度は相対的に高くなる。 θ が $n = 1$ を満たす条件より大きくなった場合は、回折波は干渉により急速に減衰する。 λ は非常に短いので θ は非常に小さい値となる。このコーンをスクリーンなどで切り取れば、ほぼ均一な幅の直線状の

バンドとして検出される[71]。このバンドが EBSD パターンとなる。通常、金属材料においては、8~10 本のバンドを検出し、既知のデータベースと比較することで、結晶方位情報や相を高精度に決定する。

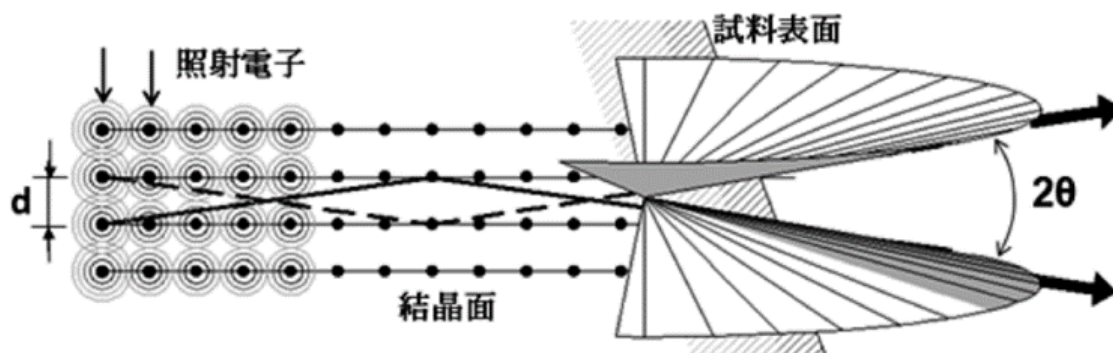


Fig. 2-5 EBSD パターンの生成機構の模式図[69]

本研究では、株式会社 TSL ソリューションズ製の OIM Data Collection Ver. 7 と Oxford Instruments 社製の Aztec HKL Ver. 6.0 の装置を用いて、EBSD 測定を実施した。OIM Data Collection Ver. 7 で測定した場合には、同社の OIM Analysis Ver. 7 を用いて解析した。AZtec HKL Ver. 6.0 で測定した場合には、同社の AZtec Crystal Ver. 3.1 を用いて解析した。それぞれの詳細な測定条件と解析条件は、各章の実験方法で述べる。

2.4. デジタル画像相関法

デジタル画像相関(Digital Image Correlation: DIC)法とは、カメラで撮影された画像から測定対象の変位を求め、ひずみを計測できる手法である[72]。計測面の表面に白と黒のランダムパターンをあらかじめ塗布し、変形によって生じるパターンの移動・変形を画像解析で追跡することによって、初期画像からの相対的な変位情報を取得する[73]。Fig. 2-6 に、ランダムパターンの一例を示す。このランダムパターンは、市販のラッカーズプレーを用いて作成した。本研究では、AnMo Electronics 社製の光学顕微鏡カメラ Dino-Lite Premier を用いて、材料の変形過程を撮影した。撮影した画像あるいは動画を、丸紅情報システムズ株式会社の DIC 解析ソフトウェア GOM Correlate 2019 に読み込み、平行部の板幅でキャリブレーションを行い、解析範囲を決定した。解析条件は、サブセット(最小単位要素)サイズとポイント距離(サブセット中心間距離)によって決定される。サブセットサイズとは、ランダムパター

ンを認識する正方形の領域のサイズのこと、大きいほどパターンの認識精度が向上するが、ひずみ解析の局所性は低下する。ポイント距離とは、計算に用いるサブセットどうしの標点間距離のこと、大きいほどひずみ計算の精度が向上するが、ひずみ解析の局所性は低下する[74, 75]。本研究では、精度と局所性のバランスを考慮し、サブセットサイズ 30 pixel、ポイント距離 10 pixel とした。次に、表面要素上の各点における最大主ひずみ、最大主ひずみ速度を求め、変形動画上にその値に対応した色を虹色スケールで表示させた。これにより、ひずみの集中している領域の可視化ができる。

次に、DIC 法による応力-ひずみ曲線の描画方法を記載する。Fig. 2-7 に示すように、試験片引張方向と平行に一本の断面を定義し、この面上に初期間隔 2 mm で等間隔に並んだ点を 7 個定義した。この点の定義は、画像上で仮想的に標点を定義したのと同義である。定義された点から 2 点を選択し、2 点間の距離変化を追うことで、試験片の局所区間あるいは試験片全体のひずみ-時間曲線を描くことができる[76]。本論文では、このひずみを DIC ひずみと呼ぶ。

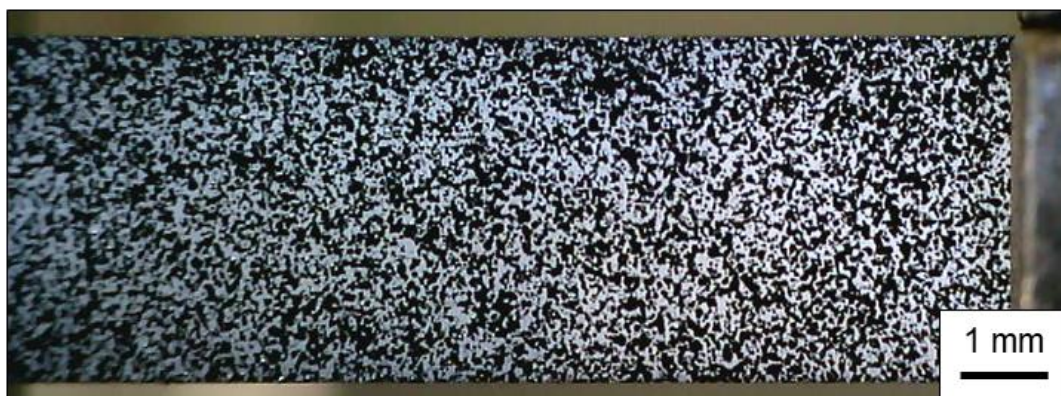


Fig. 2-6 試験片観察面につけたランダムパターン

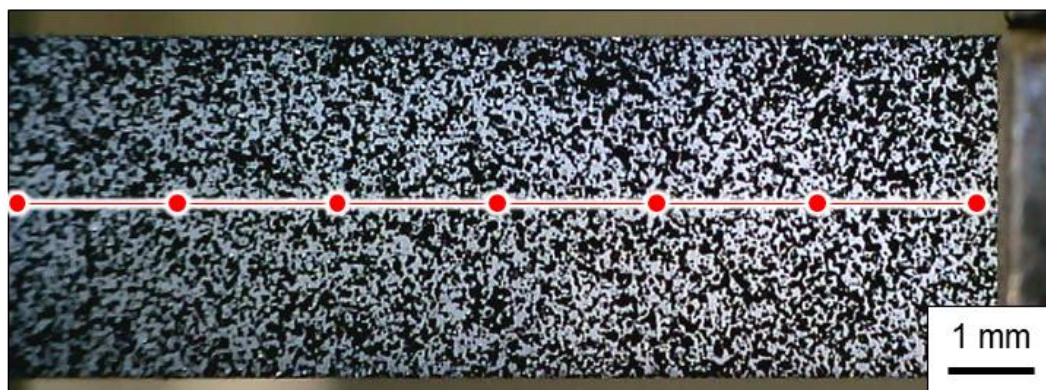


Fig. 2-7 試験片引張方向と平行に一本の断面を定義

変形速度が低い引張試験においては、上記の手法を用いて試験片平行部全体の公称ひずみを導出した。ただし、20%を超える変形が生じる際には、表面凹凸が大きくなってしまい、明瞭なランダムパターンを取得することが困難となる。つまり、DIC ひずみを算出することができない。そのため、明瞭なランダムパターンの取得ができなくなった場合には、試験機のストローク変化によって算出したひずみで補正した。試験機のストローク変化によって算出したひずみをストロークひずみと呼ぶ。Fig. 2-8 に、(a)DIC ひずみ-ストロークひずみ曲線と(b)公称応力-公称ひずみ曲線の模式図を示す。Fig. 2-8(a)のように、DIC ひずみとストローク変化から算出したひずみでグラフを描き、線形性の良い領域で最小二乗法を用いてその線形関係の近似式を導出した。なお、線形性の良い領域では、経験的に傾きが1に近くなる。その近似曲線を用いて、破断までの公称ひずみを導出し、公称応力-公称ひずみ曲線を描いた。

クリープ試験においては、試験片の局所区間あるいは試験片全体の DIC ひずみと撮像時間からクリープ曲線を作成した。また、上記の手法では、局所区間におけるひずみ速度も導出可能であるため、区間ごとのひずみ-ひずみ速度曲線を作成した。

本研究では、適用する材料や試験条件で測定条件が異なるため、詳細な測定条件は各章の実験方法に記述する。

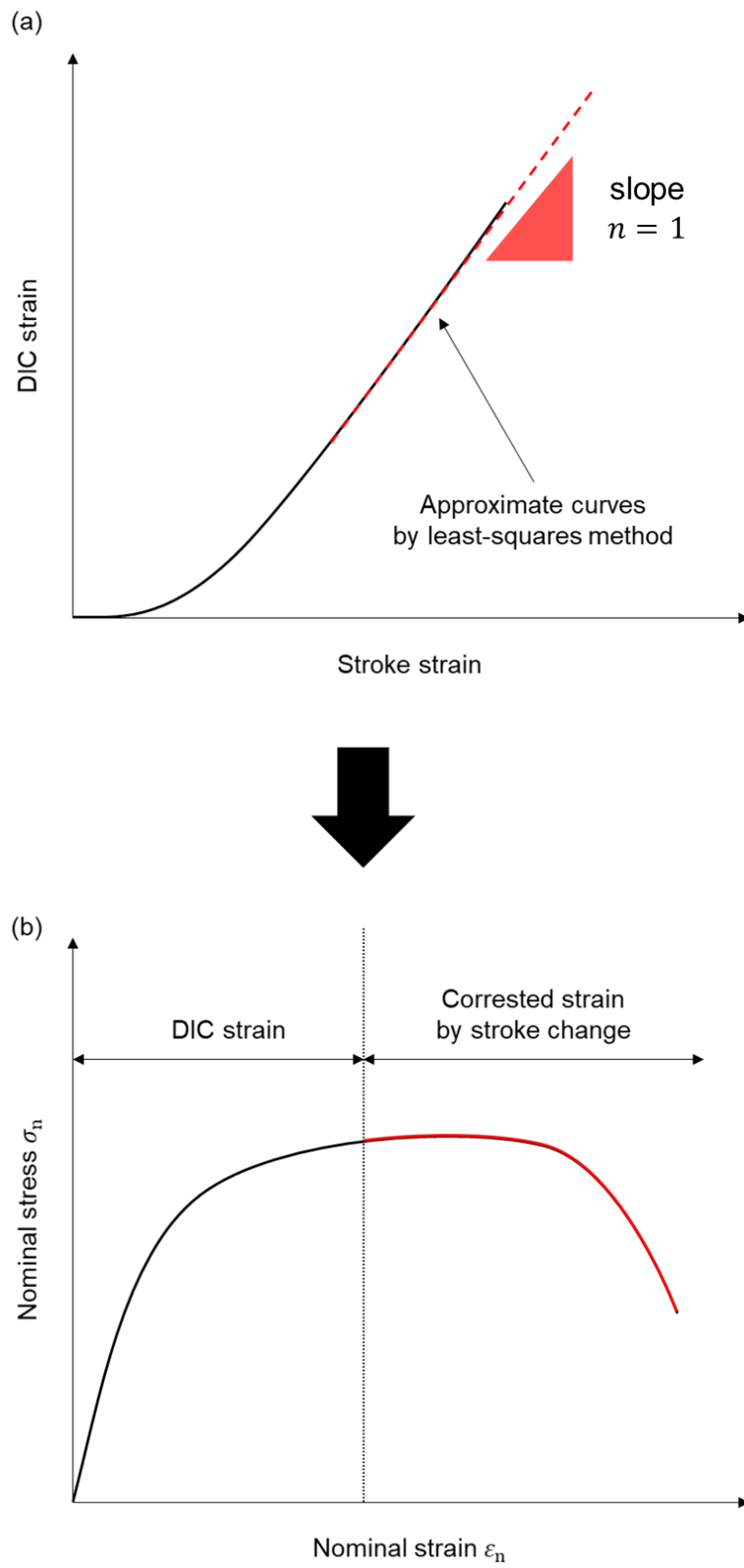


Fig. 2-8 (a)DIC ひずみ-ストロークひずみ曲線と(b)公称応力-公称ひずみ曲線の模式図

第3章 純チタンの室温変形におよぼすひずみ速度と結晶粒径の影響

3.1. 緒言

第1章でも述べたとおり、純チタンは、軽量で比強度に優れ、かつ、高耐食性を有する特徴から、運送機器・化学プラント等への幅広い実用がなされている。そのような材料利用を安全・安心に長期にわたって実現させるためには、材料の強度と延性に対する深い理解が求められる。純チタンは室温でHCP構造を持ち、底面、柱面、錐面ですべり系の活動が起こる。その中で、一般的な室温変形において、主として塑性ひずみを担うのは柱面すべりである。その一方で、柱面すべりでは、そのすべり方向が a 軸方向に沿うのみであり、 c 軸方向にひずみを生じることができない。そのため、純チタンの塑性変形では c 軸方向のひずみを担うために双晶変形が活動する。その双晶変形の活動頻度や種類は材料の強度のみならず、延性や加工硬化挙動などの機械的特性全般[77-79]に強く影響を与える。

純チタンの双晶変形に関する多くの研究によって、試験温度や変形モード（引張または圧縮）、試験片に対する負荷方向に依存して、活動する双晶の活動頻度や種類が異なることが明らかにされている。例えば、極低温での変形では、転位すべりと双晶変形におけるそれぞれのCRSSの温度依存性が異なるため、双晶の活動頻度が増加することが知られている[80-83]。また、発生する双晶の種類に対する変形温度の影響として、低・中温域で $\{11\bar{2}2\}$ 双晶や $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が活動し、高温域で $\{10\bar{1}1\}$ 双晶が活動することが報告されている[37,84-86]。さらに、双晶の発生には、よく熱処理された純チタン圧延板が有する集合組織に対しての異方性が存在する。すなわち、純チタン圧延板では $[0001]$ がNDからTDに向かって $\pm 35^\circ$ 程度傾いたTD-Split型の集合組織を有しており、その場合に、RD方向と引張方向が平行になるようにした引張試験では $\{11\bar{2}2\}$ 双晶が、TD方向と平行になるようにした試験では $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が主たる双晶系として活動することが報告されている[83, 87]。このように、双晶変形の挙動は、塑性変形や集合組織の条件によって複雑に変化する。これらに加えて、結晶粒径や不純物元素濃度も双晶変形に影響を与える。例えば、結晶粒径が小さくなると、双晶の発生頻度が下がることが報告されている[88]。また、チタン中のOの含有量が増加すると双晶の発生頻度が減少することも報告されている[89, 90]。

それらに加えて、双晶変形に対する室温でのひずみ速度依存性に注目することは、冷間加工性や実使用条件での純チタンの力学特性を理解する上で重要である。例えば、Chichiliら

[91]は、 $10^{-5} \sim 10^4 \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で圧縮試験を行い、純チタンの機械的性質と双晶変形挙動にひずみ速度が与える影響について調査した。彼らは、加工硬化率はひずみ速度とともに増加し、その要因として高ひずみ速度ほど双晶の密度が増加したことを挙げている。また、Ahn ら[92]も、ASTM 規格 Grade2 の純チタンにおける加工硬化と双晶の関係性について、SEM-EBSD 解析の結果を用いて考察し、Chichili らと同様の結果を得ている。Wang ら[88]は、平均結晶粒径 $50 \mu\text{m}$ の純チタンに対して $1.5 \sim 3.5 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ の高速圧縮試験を実施したところ、他の双晶系に比べて $\{11\bar{2}2\}$ 双晶のひずみ速度依存性は大きく、ひずみ速度が増加するほど発生する頻度が増すことを示した。このような純チタンにおける双晶変形のひずみ速度依存性を調査した論文の大部分は圧縮試験を用いている[91-93]。それは、ひずみ速度のレンジを大きく設定しやすいという実験面でのメリットによるものである。しかし、材料の延性を議論する上では、引張変形を用いた評価を行う必要がある。引張試験でのひずみ速度依存性を報告した例もいくつか存在するが、例えば、S. Yamamoto らは超微細な結晶粒径を有した純チタンを用いており、双晶は取り扱われた試料の一部にしか発生していない[29]。また、Ahn らは、一般的な結晶粒径の純チタンにおける引張変形のひずみ速度依存性を報告しているが、彼らは引張変形においては双晶が観察されなかったと述べており、他の論文[94, 95]と比較して、その結果に疑問が残る。

以上のことを踏まえて、本研究では、結晶粒径を 3 水準で調整した JIS 規格 1 種(ASTM 規格 Grade1 相当)の商業用純チタンを用いて、ひずみ速度を $10^{-6} \sim 10^0 \text{ s}^{-1}$ の範囲で変化させた引張試験を実施し、その力学特性と双晶変形の間連について調査した。また、本章では、双晶変形だけでなく、活動するすべり系についても着目する。最近の研究において、同じ HCP 金属の Mg では、錐面すべりが活動すると加工硬化しないことが報告された[32]。チタンにおいても、活動するすべり系によってひずみ速度を変化させた場合に、変形挙動が異なる可能性がある。そこで本研究においても、双晶変形のみならず、活動するすべり系についてのひずみ速度依存性についても着目した。

3.2. 実験方法

本研究では、第 2 章で説明した 800°C 焼鈍、 650°C 焼鈍、 500°C 焼鈍を施した純チタンを用いた。各試料の平均結晶粒径は $210 \mu\text{m}$ 、 $30 \mu\text{m}$ 、 $5 \mu\text{m}$ であった。以後、本論文では、各試料を Ti-210、Ti-30、Ti-5 と記載する。

第 2 章で記載したとおりに、板材から試験片を作製した。先行研究より、試験片厚さ方向

に結晶粒が3つ以下しか存在しない場合、試験片厚さ方向に約4個以上の結晶粒がある試験料と比較して双晶の発生が困難になることが報告されている[96]。バルク材としての双晶の発生挙動を調査するため、試験片厚さ方向に4つ以上の結晶粒が存在するように、Ti-210は試験片の厚さを1mmとした。切り出した試験片を室温にて、インストロン型引張試験機を用いて、3種類のひずみ速度($\dot{\epsilon}=10^{-6}$ 、 10^{-4} 、 10^{-2} s $^{-1}$)で引張試験に供し、油圧式引張試験機を用いて、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^0$ s $^{-1}$ で引張試験に供した。ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^{-6}$ 、 10^{-4} 、 10^{-2} s $^{-1}$ での引張試験では、ひずみの測定にDIC法を用いた。変形中、DICのランダムパターンの変化を光学顕微鏡により0.1~10s間隔で撮影した。ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^0$ s $^{-1}$ での引張試験では、DIC法の適用が困難であったため、試験機から求まるクロスヘッドの移動量を用いてひずみを換算した。また、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^{-6}$ 、 10^0 s $^{-1}$ で引張中断試験を実施した。これらの試験では、あらかじめ試験片の平行部に導入した2点のビッカース圧痕間の距離(変形前はおおよそ10mm)の変形前後の変化を計測してひずみを導出した。なお、引張試験はすべての条件で2回実施し、強度と延性の傾向の再現性を確認した。

微細組織評価のため、SEMによるSE像を取得し、また、EBSD法を用いた結晶方位解析を行った。SEM観察時の加速電圧は、5または15kVとした。EBSD測定時の加速電圧は15kVとし、結晶粒径サイズに合わせて測定点間隔(step size)を0.1~1 μ mで変化させた。

3.3. 結果

3.3.1. 初期組織

Fig. 3-1に、引張試験前の初期組織における結晶方位分布図、(0001)極点図および{10 $\bar{1}$ 0}極点図を示す。(a)Ti-210、(b)Ti-30、(c)Ti-5である。なお、紙面左右方向は、引張方向ならびに圧延方向と一致している。それぞれの結晶方位分布図は、観察方向(=ND)に対する結晶方位を標準ステレオ三角形の色に基づいて表示している。この結晶方位分布図から、初期組織において、双晶の形成は生じていないことがわかる。極点図から、初期のtextureは、よく焼鈍された冷間圧延板における典型的な特徴を有している。すなわち、(0001)がNDからTDに向かって $\pm 35^\circ$ 傾いており、また、{10 $\bar{1}$ 0}極点図は(0001)極を中心とした大円に沿って分布している。ただし、その集合性は、Ti-5でやや低い。

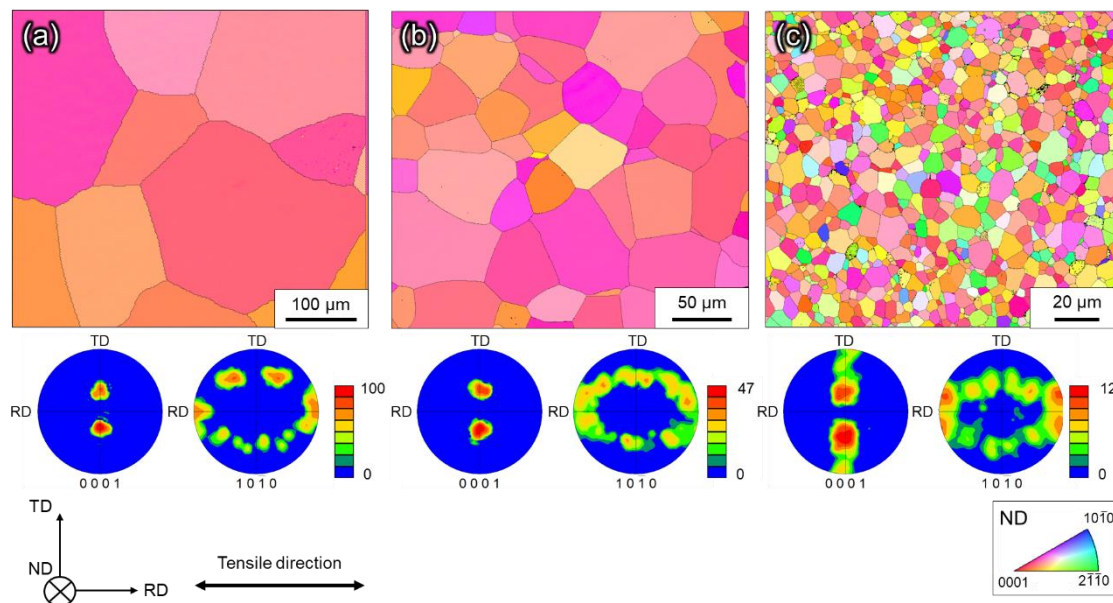


Fig. 3-1 純チタンの初期組織の結晶方位分布図(ND)、(0001)極点図および{10 $\bar{1}$ 0}極点図
(a) Ti-210、(b) Ti-30、(c) Ti-5 μm

3.3.2. 引張試験による機械的特性評価

Fig. 3-2 に、 10^{-6} s^{-1} から 10^0 s^{-1} のひずみ速度で引張試験した際の公称応力-公称ひずみ曲線の一例を示す。(a)に Ti-210、(b)に Ti-30、(c)に Ti-5 の結果をそれぞれまとめている。また、2 回の引張試験から求められた 0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$ 、最大引張強度 σ_{UTS} および破断伸び ϵ_f を、Table 3-1 にそれぞれ示す。Fig. 3-2 と Table 3-1 から明らかなように、すべての試料において、ひずみ速度の増加に伴って、 $\sigma_{0.2}$ と σ_{UTS} は増加する。また、それらを同じひずみ速度で比較すると、結晶粒径が細かいほど高くなる。 ϵ_f は統一した傾向を示さず、Ti-210 ではひずみ速度が増加するほどに ϵ_f が大きくなり、Ti-5 ではその逆の傾向を有している。Ti-30 では、ひずみ速度に対する ϵ_f の変化はほとんど認められない。また、Table 3-1 より、これらの強度と延性の傾向は、2 回ずつ実施した再現試験によっても得られている。

それぞれの試料の $\sigma_{0.2}$ と σ_{UTS} に対するひずみ速度感受性 m を以下の式で見積もった。

$$m = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \dot{\epsilon}} \quad \dots \quad (3-1)$$

各試料で計算された m 値を、Table 3-2 にそれぞれ示す。Ti-210 では、 $\sigma_{0.2}$ の m 値に比べて σ_{UTS} の m 値は明らかに大きい。したがって、この試料では、ひずみ速度は加工硬化挙動により強く関与していると推察される。Ti-5 では、 σ_{UTS} の m 値に比べて $\sigma_{0.2}$ の m 値は明らかに大きく、

Ti-210 とは逆の傾向を示した。したがって、この試料では、ひずみ速度は加工硬化挙動よりも降伏挙動に強く関与するであろう。Ti-30 では、 $\sigma_{0.2}$ と σ_{UTS} の m 値が同程度であり、ひずみ速度は降伏と加工硬化の両方に影響を及ぼす。なお、Yamamoto ら[29]は、平均結晶粒径が 12 μm の純チタンの m 値について、 $\sigma_{0.2}$ が約 0.0063、 σ_{UTS} が約 0.0144 であると報告している。本研究で得られた Ti-5 の m 値は、 $\sigma_{0.2}$ が 0.036、 σ_{UTS} が約 0.01 であり、Yamamoto らの結果と良く一致している。Ti-210 と Ti-30 の σ_{UTS} の m 値は、Ti-5 のそれよりも明らかに大きい。これらの結果から、力学特性に対するひずみ速度の効果は、Ti-210 と Ti-5 では、異なるメカニズムが作用しており、その中間の結晶粒径である Ti-30 では、それら両方のメカニズムが作用していることが示唆される。

3.3.3. 変形後の組織評価

Fig. 3-3 から Fig. 3-5 に、Ti-210、Ti-30 と Ti-5 において、 10^0 s^{-1} と 10^{-6} s^{-1} で引張試験した後の Grain Boundary(GB)マップをそれぞれ示す。Fig. 3-3 の(a)は 6%、(b)は 16%、(c)は 30%、(d)は 8%、(e)は 14%、(f)は 30% でそれぞれ試験を中断している。Fig. 3-4 の(a)は 6%、(b)は 16%、(c)は 30%、(d)は 8%、(e)は 14%、(f)は 30% でそれぞれ試験を中断している。また、Fig. 3-5 の(a)は 6%、(b)は 16%、(c)は 30%、(d)は 8%、(e)は 14%、(f)

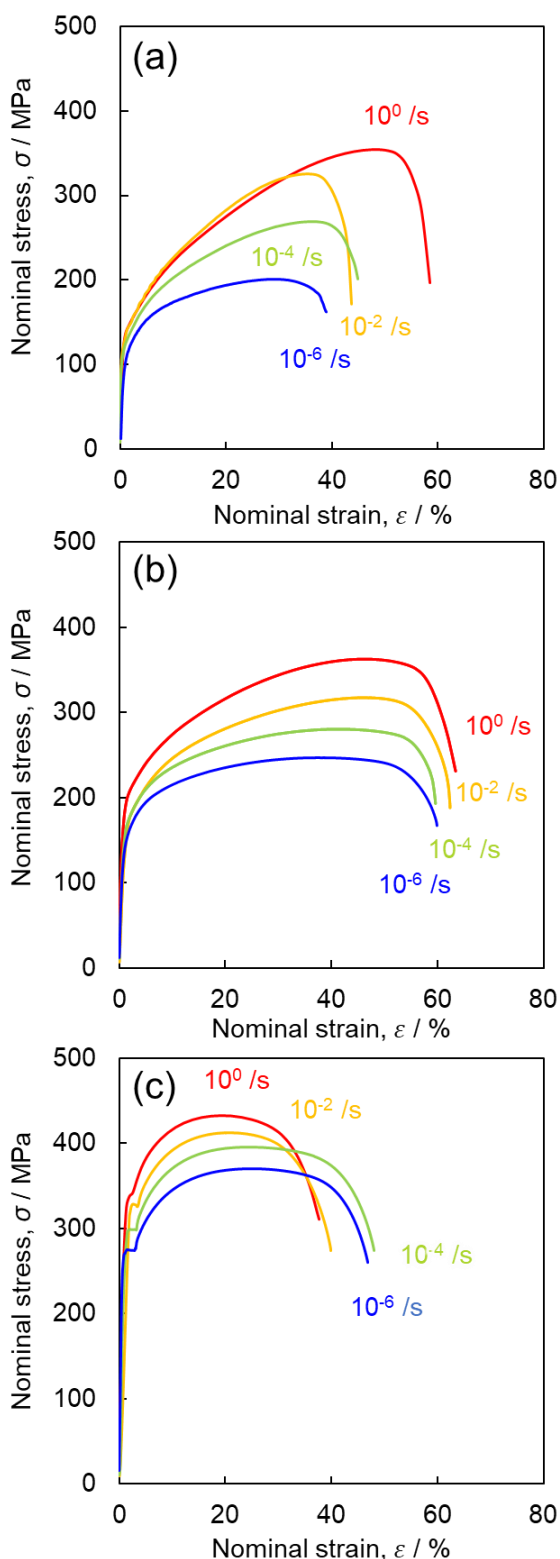


Fig. 3-2 (a) Ti-210、(b)Ti-30、(c)Ti-5 の公称応力-公称ひずみ曲線

Table 3-1 2回の引張試験から得られた機械的特性

Specimen	$\dot{\epsilon}$ [s^{-1}]		$\sigma_{0.2}$ [MPa]	σ_{UTS} [MPa]	ϵ_f [%]
Ti-210	10^{-6}	1	93	201	39
		2	100	221	47
		average	96.5	211	43
	10^{-4}	1	108	269	45
		2	106	270	46
		average	107	269.5	45.5
	10^{-2}	1	119	326	44
		2	118	319	56
		average	118.5	322.5	50
	10^0	1	126	354	58
		2	134	350	59
		average	130	352	58.5
Ti-30	10^{-6}	1	118	247	60
		2	120	246	52
		average	119	246.5	56
	10^{-4}	1	127	280	60
		2	147	301	57
		average	137	290.5	58.5
	10^{-2}	1	148	317	63
		2	152	330	63
		average	150	323.5	63
	10^0	1	177	363	63
		2	167	361	65
		average	172	362	64
Ti-5	10^{-6}	1	197	369	47
		2	218	379	42
		average	207.5	374	44.5
	10^{-4}	1	254	395	48
		2	250	402	48
		average	252	398.5	48
	10^{-2}	1	316	413	40
		2	290	415	39
		average	303	414	39.5
	10^0	1	325	433	41
		2	315	434	39
		average	320	433.5	40

Table 3-2 各試料の $\sigma_{0.2}$ と σ_{UTS} のひずみ速度感受性

Specimen	$m(\sigma_{0.2})$	$m(\sigma_{UTS})$
Ti-210	0.019	0.035
Ti-30	0.033	0.031
Ti-5	0.036	0.011

は 30%でそれぞれ試験を中断している。それぞれの図の上段は高速(10^0 s^{-1})、下段は低速(10^{-6} s^{-1})の結果である。すべての図で、紙面左右方向が引張試験時の負荷方向と対応している。GB マップでは、大角粒界の定義を 15° 以上としたランダム粒界粒界を黒色で描画しつつ、 $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶境界に分類される粒界を赤色で、 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶境界を青色で、 $\{10\bar{1}\bar{1}\}\{10\bar{1}\bar{2}\}$ 双晶境界を緑色で、 $\{11\bar{2}\bar{1}\}\{10\bar{2}\bar{6}\}$ 双晶境界を黄色で示している。双晶境界は、 K_1 面と方位差の理想値からのずれの許容角度を 10° から 15° の範囲で設定した。通常、双晶境界における理想の許容角度は 5° である。しかし、実際には、変形によって母相と双晶境界の結晶方位が変化しているため、理想の許容角度を 5° とすると、すべての双晶境界が描けない。そこで本研究では、Fig. 3-6 に示すように、それぞれの変形材の EBSD データから結晶方位分布のグラフを描き、許容角度を 10° から 15° の範囲で設定した。Fig. 3-3 と Fig. 3-4 の結果から、Ti-210 と Ti-30 では、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})の双方とも、変形が進むにつれて、結晶粒内に双晶が発生し、その密度が増加していることがわかる。その形状は、双晶の中心の幅が太く、先端ほど細くなるレンズ状である。どちらの変形速度においても、低ひずみにおいては $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶が優先して形成し、変形が進むほどに $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶の生成頻度が増加した。また、 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶は、いずれの方位の結晶粒にもある程度均等に生成しているのに対して、 $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶は、例えば Fig. 3-4 中に白丸実線で囲んだ結晶粒で観察されるように、その多くが $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶の内部に発生する二次双晶である。Fig. 3-1 に示したとおり、本試料は、 $[0001]$ が ND から TD に向かって $\pm 35^\circ$ 程度傾いた TD-split 型の集合組織を有する。このような集合組織の一部の結晶粒では、c 軸が約 64° 回転する $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶が発生すると、その双晶内部の c 軸は引張方向に対してほぼ平行になる。その結果、そのような $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶の内部では、それに続く変形において、引張双晶の性質を持つ $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶が二次双晶として形成されやすい状況になる。このような双晶変形の発生の順序は、引張変形した純チタンにおいてよく報告されて

いる[83, 95]のものであり、圧縮変形の際に報告されているものと逆[87, 97]である。なお、本研究では、各試料のすべての変形条件において $\{11\bar{2}1\}\{10\bar{2}\bar{6}\}$ 双晶の発生はわずかであり、 $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}\bar{2}\}$ 双晶の発生は認められなかった。 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶と $\{10\bar{1}\bar{2}\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶はいずれも結晶粒界から発生し、同一の結晶粒内に複数個が平行に並ぶ傾向がある。これらの双晶が室温変形において結晶粒界から発生することは塚本らも報告している[84]。これら双晶の導入により、一つの結晶粒は、変形に伴って、組織が徐々に微細粒化していることがわかる。着目すべきことに、同程度のひずみで比較すると、 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶と $\{10\bar{1}\bar{2}\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶の発生頻度はいずれも、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})の方が低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})に比べて高い。例えば、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})では、Fig. 3-4(b)に示すひずみ 16%の段階ですでに、多くの結晶粒において複数の双晶が発生し、微細粒化が顕著に進行していることがわかる。

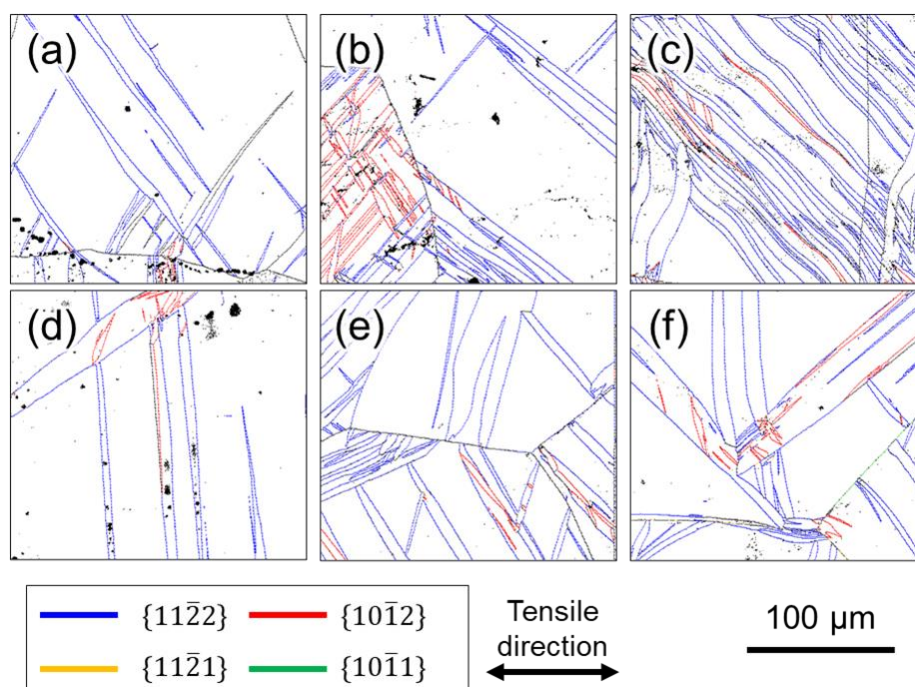


Fig. 3-3 (a-c)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と(d-f)低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で引張変形後の Ti-210 の GB マップ。それぞれ、(a)6%、(b)16%、(c)30%、(d)8%、(e)14%、(f)30%のひずみで中断。

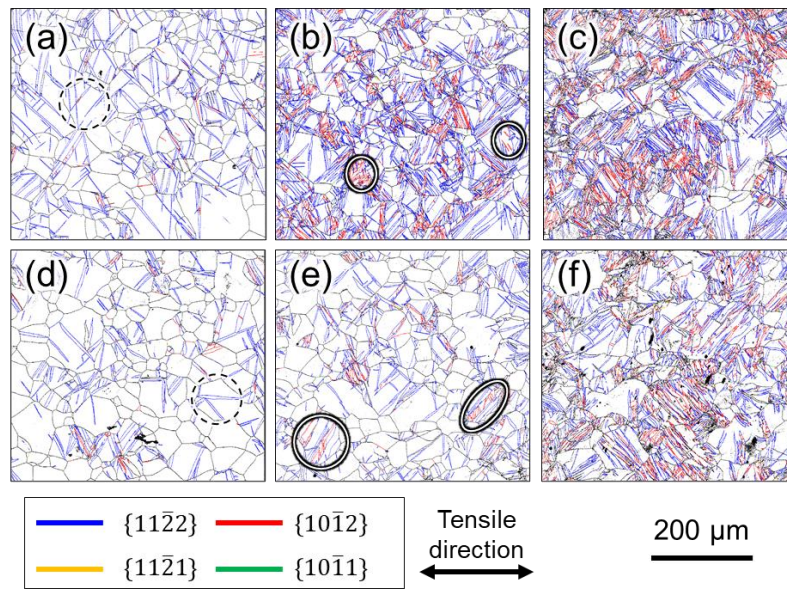


Fig. 3-4 (a-c)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と(d-f)低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で引張変形後の Ti-30 の GB マップ。それぞれ、(a)6%、(b)16%、(c)30%、(d)8%、(e)14%、(f)30%のひずみで中断。

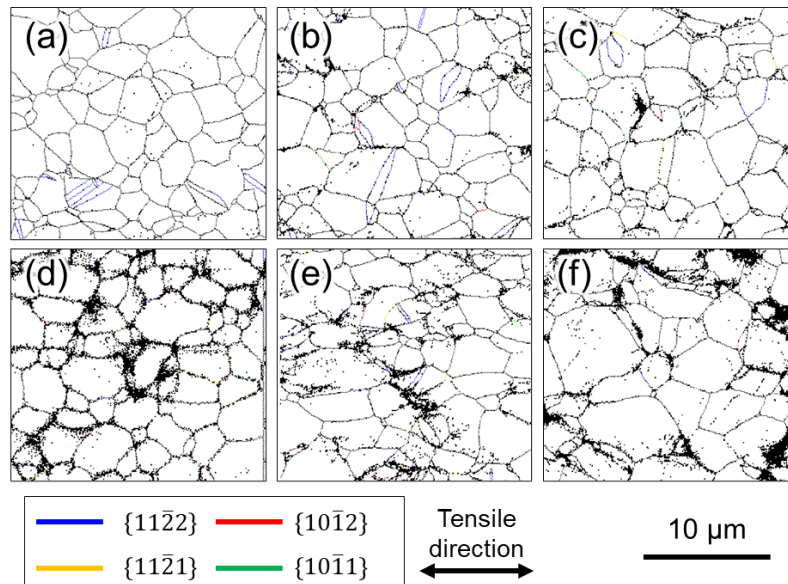


Fig. 3-5 (a-c)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と(d-f)低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で引張変形後の Ti-5 の GB マップ。それぞれ、(a)6%、(b)16%、(c)30%、(d)8%、(e)14%、(f)30%のひずみで中断。

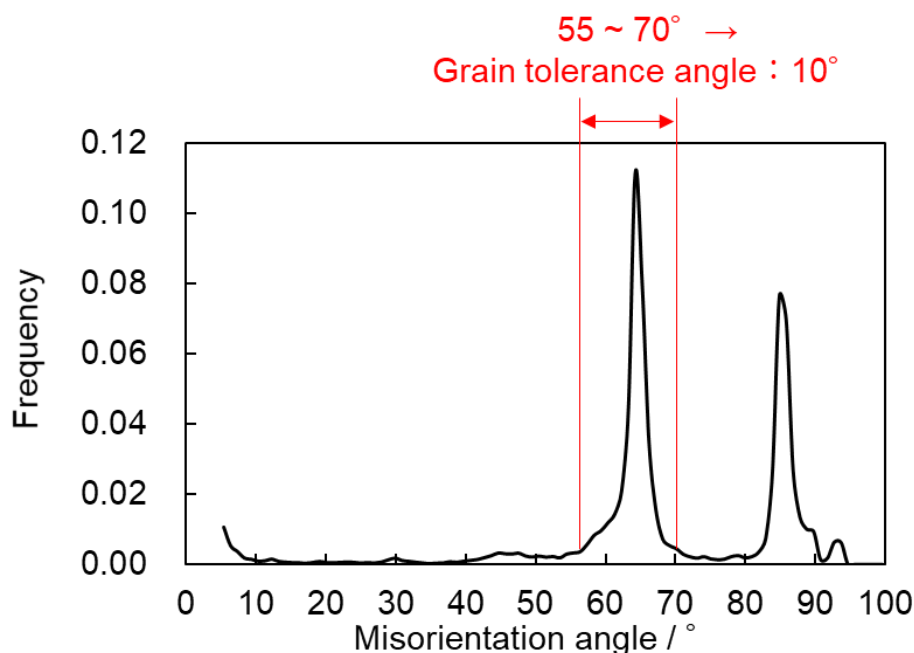


Fig. 3-6 変形材の結晶方位の頻度

それに加えて、双晶の形状にも着目すべき点がある。Fig. 3-7 は、Fig. 3-4(a, d)に、それぞれ黒丸破線で囲った結晶粒における GB マップの拡大図である。Fig. 3-7(a)の高ひずみ速度(10^0 s^{-1})では、双晶のアスペクト比が大きく、Fig. 3-7(b)の低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})では、双晶が幅方向にやや太い。そこで、Fig. 3-4(a, d)の視野全体で観察された双晶に対して、そのアスペクト比の平均値を計算した。その結果、アスペクト比の平均値は Fig. 3-4(a)で 8.9、Fig. 3-4(d)で 5.9 であり、高ひずみ速度で変形させた方が細かい双晶が発生しやすいことが明らかになった。このように、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})では細かい双晶が多数発生しやすい傾向が認められ、双晶による変形中の結晶粒の分断がより効果的に進行するといえる。

次に、Fig. 3-5 の Ti-5 の組織観察結果に着目をする。Ti-210 と Ti-30 とは異なり、Ti-5 ではすべての試験条件で双晶の発生頻度に違いはみられなかった。Ti-210 と Ti-30 と同様にわずかに観察された双晶系は $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶と $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶であり、そのほかの双晶系はほぼ観察されなかった。

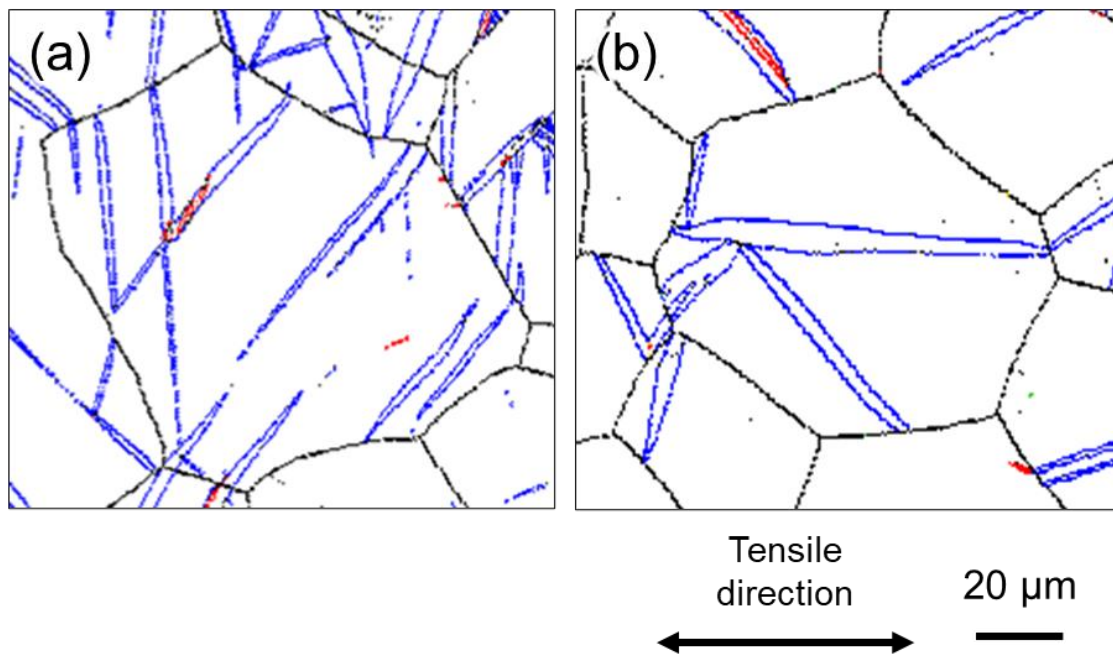


Fig. 3-7 (a)Fig.3-4(a)および(b)Fig.3-4(d)中の黒丸破線で囲った領域の GB マップの拡大図

Fig. 3-4 から Fig. 3-6 の結果から、すべての試料において、双晶の発生頻度とひずみの関係を整理した結果を、Fig. 3-8 に示す。Fig. 3-9 では、Fig. 3-8 と同様に、双晶面積率とひずみの関係を示す。それぞれ、(a)は Ti-210 、(b)は Ti-30、(c)は Ti-5 である。Fig. 3-8 では、双晶の発生頻度を表す指標として、単位面積当たりの双晶境界長さをを用いた。この値は、双晶の導入による結晶粒の微細化の進行と直接的な関係を持つ。Fig. 3-8 では、Fig. 3-3 から Fig. 3-5 で観察された $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$ 双晶と $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}\bar{1}\rangle$ 双晶の境界長さを合計した値を用いている。双晶面積率は、双晶の発生頻度を評価する値として、よく用いられている。本研究では、OIM システム上で双晶境界内をハイライトし、そのハイライトされた領域の割合を双晶面積率とした。Ti-210 と Ti-30 では、Fig. 3-3 と Fig. 3-4 で定性的に理解していたとおり、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})のいずれも、双晶境界長さはひずみが大きくなるほど増加する傾向がある。すなわち、双晶の数密度が増加する。また、Fig. 3-8 に示すとおり、単位面積当たりの双晶境界長さは、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})よりも高ひずみ速度(10^0 s^{-1})の方が明らかに高い。双晶面積率でも、同様の傾向が示された。さらに、Ti-210 と Ti-30 の単位面積当たりの双晶境界長さを比較すると、Ti-30 の方が高く、双晶面積率を比較すると、Ti-210 の方がわずかに高い。すなわち、これらの結果は、双晶の数密度が Ti-30 の方よりも Ti-210

の方が低く、それぞれの双晶が太いことを示唆している。他方で、Ti-5 では、どちらのひずみ速度においても、双晶の発生頻度は低かった。ひずみの増加による双晶発生頻度の変化も無視できる程度であった。

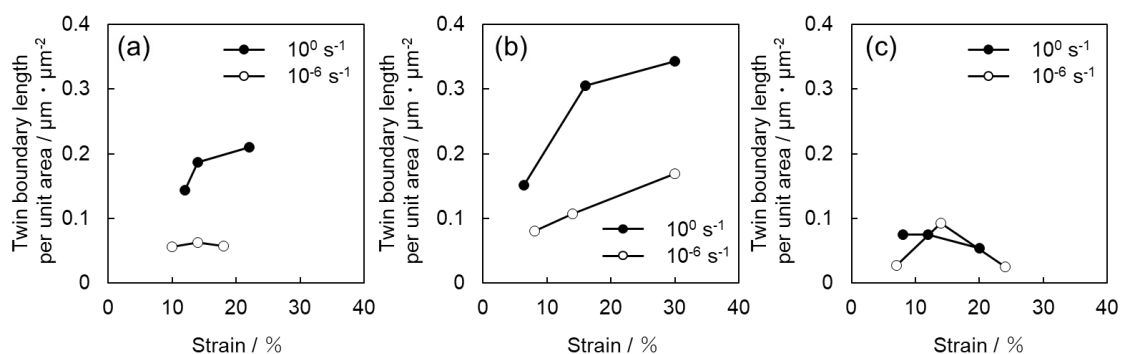


Fig. 3-8 (a)Ti-210、(b)Ti-30、(c)Ti-5 における単位面積当たりの双晶境界長さのひずみ依存性

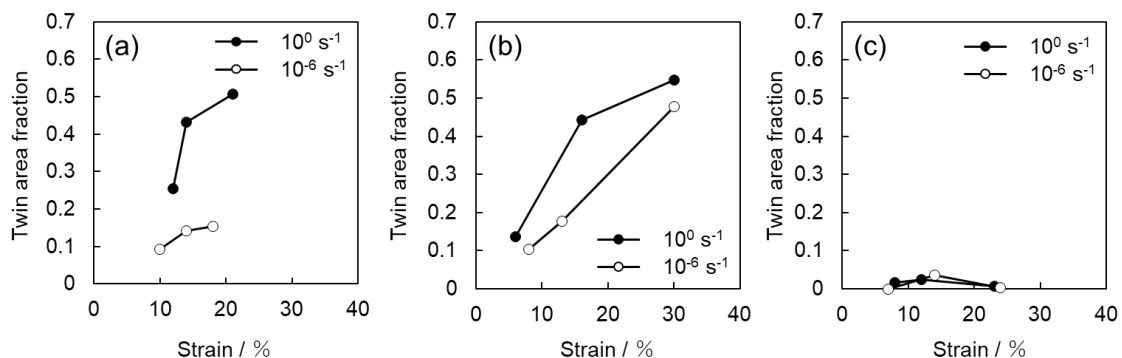


Fig. 3-9 (a)Ti-210、(b)Ti-30、(c)Ti-5 における双晶面積率のひずみ依存性

3.4. 考察

3.4.1. 双晶発生におよぼすひずみ速度の影響

純チタンでは、室温において柱面(a)転位すべりが主すべり系として活動するが、それだけでは任意の形へと塑性変形を継続させることはできず、主すべりの活動とともに *c* 成分を含むすべり系の活動か、双晶の活動か、あるいはその両方が協調しながら活動する必要がある。

ある。すなわち、双晶の発生を議論するためには、それと同時に活動する転位運動を十分に把握しておく必要がある。例えば、極低温で双晶の発生頻度が増加するのは、転位すべりの CRSS の温度依存性によるものとして理解されている[99]。一方で、転位すべりの CRSS に対するひずみ速度の影響について、Rodríguez-Galan らが結晶塑性有限要素解析を用いて、nanostructured-純チタンにおいては高ひずみ速度ほど CRSS が増加することを示している[100]が、通常の結晶粒径の純チタンにおけるひずみ速度依存性についてはほとんど報告がない。本研究では、Table 3-2 において、 $\sigma_{0.2}$ と σ_{UTS} にひずみ速度依存性があることを示した。 σ_{UTS} には、転位運動と双晶発生が相乗的に関与するであろう。一方で、 $\sigma_{0.2}$ は主すべりである柱面(a)転位すべりの CRSS に強く関連した値であるはずである。すなわち、 $\sigma_{0.2}$ にひずみ速度依存性が認められたことは、柱面(a)転位すべりの CRSS がひずみ速度依存性を持つことの証拠といえる。したがって、高ひずみ速度ほど双晶の発生頻度が増加したことに対して、この転位すべりの CRSS の増加を一つの要因として挙げるができる。

次に、柱面すべり以外の転位運動の寄与を考察する。Fig. 3-8 と Fig. 3-9 に示したとおり、ひずみが増加するほど、双晶の発生頻度は増加する。チタンでは、変形が進行するとともに、柱面すべり以外の転位の活動が起こる可能性があり、それらの活動が双晶の発生頻度に影響を及ぼすことも十分に想定される。そこで、Fig. 3-10 に、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で 15%程度まで変形させた Ti-30 における SEM-SE 像をそれぞれ示す。Fig. 3-11 に、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})で 18%と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で 14%程度まで変形させた Ti-5 における SEM-SE 像をそれぞれ示す。Fig. 3-10 と Fig. 3-11 どちらの場合でも、各結晶粒内で活動した転位すべりに対応したすべり線が明瞭に観察される。また、SEM 像のコントラスト変化から、比較的大きな双晶はその位置を確認することができる。すべり線に着目すると、単一すべりが生じている結晶粒や、多重すべりが生じている結晶粒を区別することができる。しかし、SEM 像のみでは、そのすべり系を同定することはできない。そこで、同視野において SEM-EBSD 測定を行い、各結晶粒の結晶方位を明らかにして、すべり線のトレース解析[101]を実施した。すべり線が明瞭である結晶粒において、活動したすべり面を決定し、図中にそれらすべり面に対応する記号を記す。Ti-30 に対しては、それぞれの条件で 80 個、Ti-5 に対しては、それぞれの条件で 100 個の結晶粒についてトレース解析を行った。 P は柱面すべり、 B は底面すべり、 Py は 1 次錐面すべりである。同じ記号も含め、複数の記号が付記されている場合は、多重すべりの発生を意味する。 T は双晶である。なお、一次錐面すべりは(a)転位すべりと(a+c)転位すべりが活動するが、本手法では両者の区別はでき

ない。また、Fig. 3-10 と Fig. 3-11 で観察されたすべり系について数を比較した結果を、Fig. 3-12 に示す。この際、同一結晶粒で複数のトレースが観察された場合、例えば、Fig. 3-10 の *PP* のように、2 種類の柱面多重すべりが観察された場合では、*P* を 2 つとカウントしている。高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})ともに、支配的な転位すべりは柱面すべりである。底面すべりの活動はほとんど認められない。これは、Fig. 3-3 に示したような TD-Split 型集合組織を RD へ引張る場合には、底面すべりのシュミット因子(Schmid factor: SF)が小さくなるためである。Fig. 3-13 に、Fig. 3-11(b)の Ti-5 を一例に引張方向に対する(a) 底面(a)転位すべり、(b) 柱面(a)転位すべり、(c) 錐面(a)転位すべり、(d) 錐面(a + c)転位すべりの SF マップを示す。なお、抜き出した結晶粒は、Fig. 3-11(b)のすべり面のトレース解析を行った結晶粒である。SF マップから、ほとんどの結晶粒で柱面(a)転位すべり、錐面(a)転位すべり、錐面(a + c)転位すべりの SF の値は高いが、底面(a)転位すべりの SF は低い。この傾向は、Fig. 3-12 の観察結果において、底面すべりの活動が少なかったことをよく説明している。

ここで着目すべきは、錐面すべりの挙動である。錐面すべりは柱面すべりに比べ CRSS が高い[102]ため、その活動が制限される。しかし、その一方で、活動する転位すべりのうち、唯一、*c*成分の変位を含む可能性のあるすべりである。そのため、変形の進行とともに徐々に活動頻度が増加するとも報告されている[29]。Fig. 3-10 と Fig. 3-11 から明らかなように、本研究においても錐面すべりの活動が認められる。ここで興味深いことは、錐面すべりの活動頻度が、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})において高くなることである。これは、錐面すべりの熱活性化過程に関連したものであろう。*c*成分を有する錐面すべりの活性化は変形の自由度を向上させ、結晶粒界近傍での変形拘束とそれに伴う応力集中を緩和する効果を持つことが期待される。本研究で観察された $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶と $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶はいずれも結晶粒界近傍における応力集中をきっかけにして発生する[82]。本研究では、Ti-210 と Ti-30 で双晶の活動が認められた。ひずみ速度の低下に伴って、双晶の発生頻度は低下することは、錐面すべりが応力あるいはひずみの集中を緩和したことを示唆している。一方で、Fig. 3-8 と Fig. 3-9 の結果から、Ti-5 ではひずみ速度によらず、双晶の発生が抑制されている。一般に、チタンの双晶変形では、Mg などよりも強く結晶粒径依存性があると報告されており[103]、微細な結晶粒径では双晶の発生が抑制され、その一方で、粒径が粗大なほど双晶の発生頻度が高くなることが報告されている[104]。先行研究と同様に、本研究においても最も微細な Ti-5 では双晶が明らかに抑制されている。この場合には、Fig. 3-12 に示すとおり、ひ

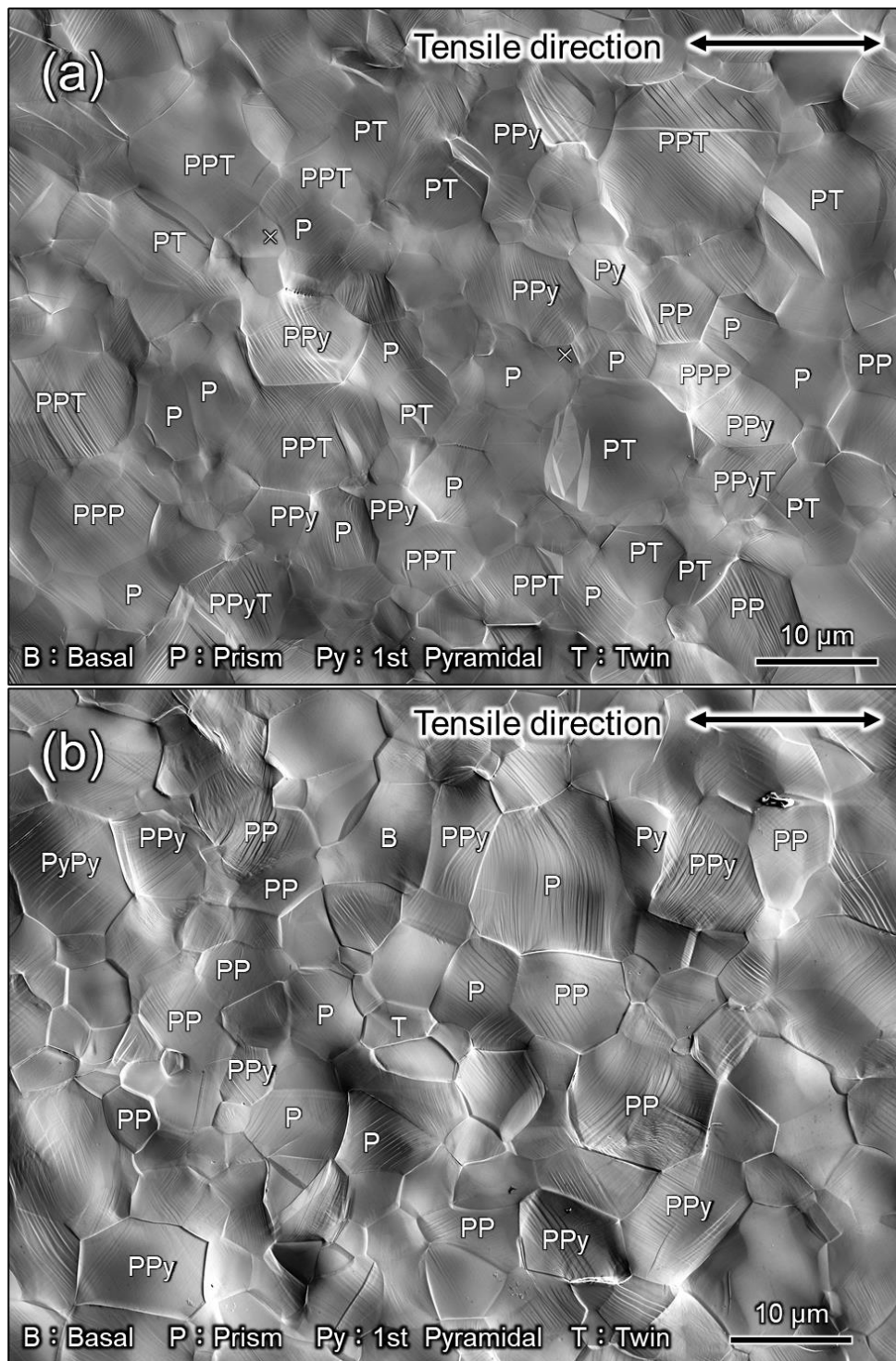


Fig. 3-10 (a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と(b)低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で15%まで変形させた後のTi-30のSEM像。像中のPは柱面すべり、Bは底面すべり、Pyは1次錐面すべり、Tは双晶である。

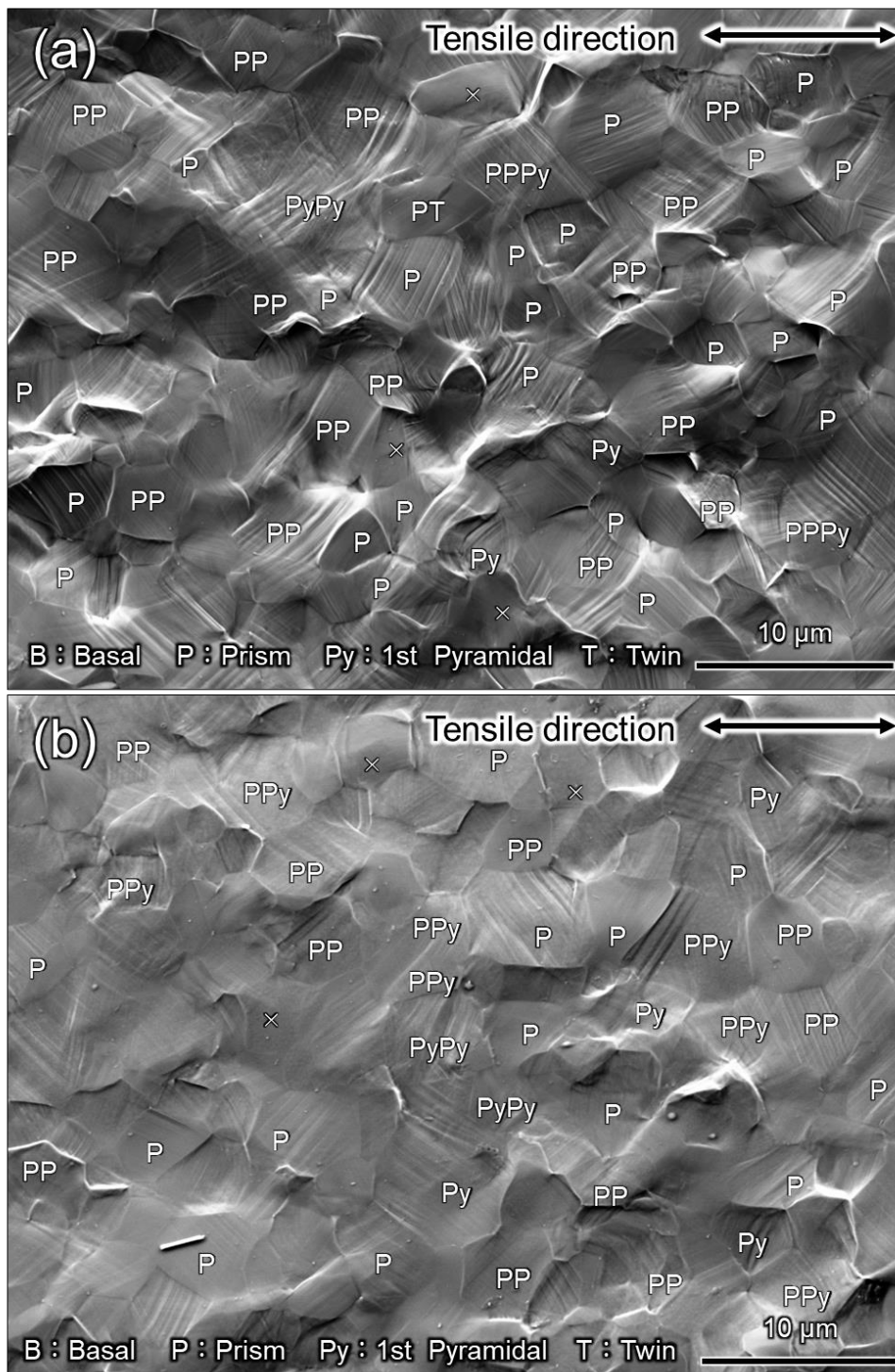


Fig. 3-11 (a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})で18%と(b)低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で14%まで変形させた後のTi-5のSEM像。像中のPは柱面すべり、Bは底面すべり、Pyは1次錐面すべり、Tは双晶である。

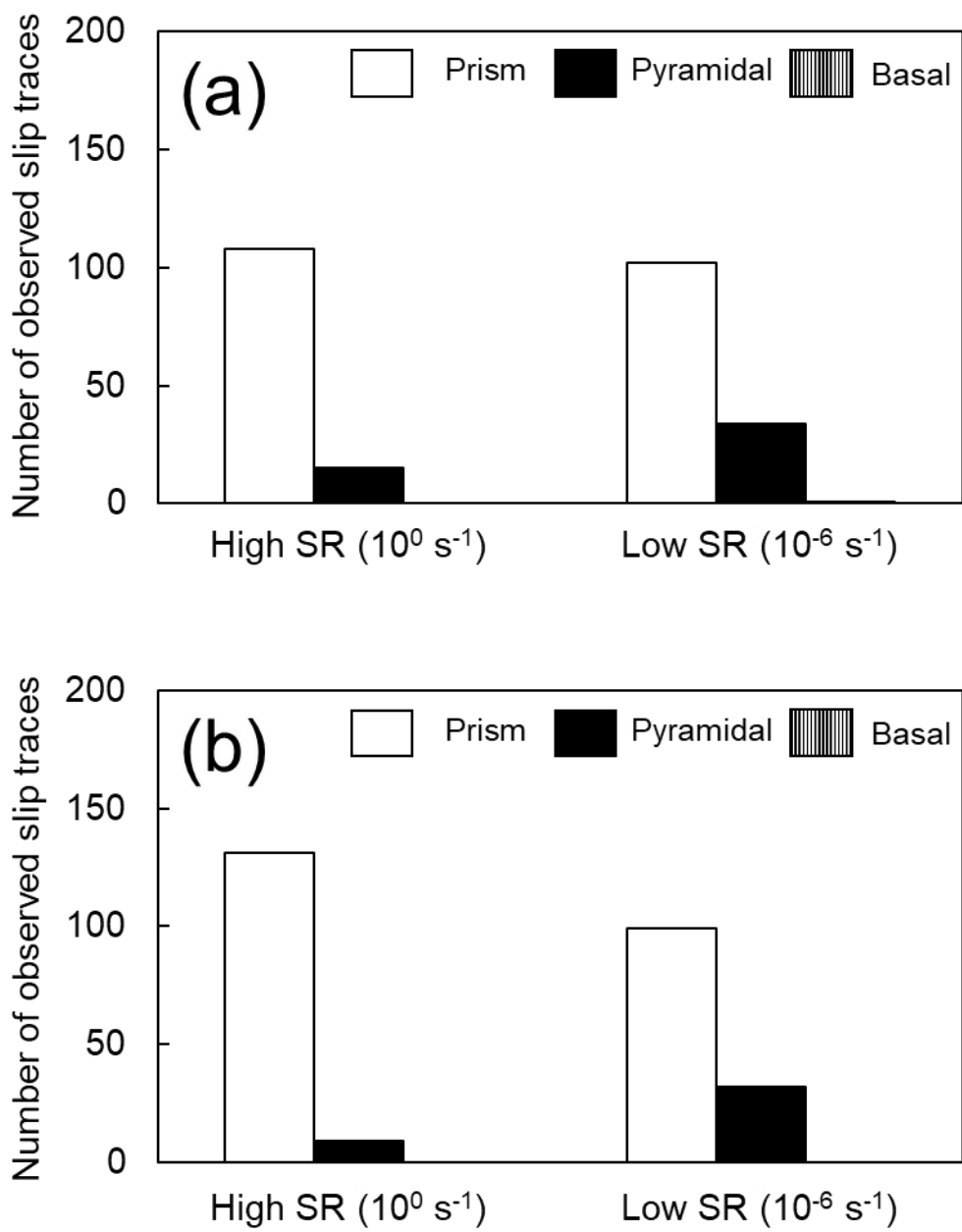


Fig. 3-12 (a)Fig. 3-10 と(b)Fig. 3-11 において高ひずみ速度と低ひずみ速度で観察されたすべり系の数の比較結果

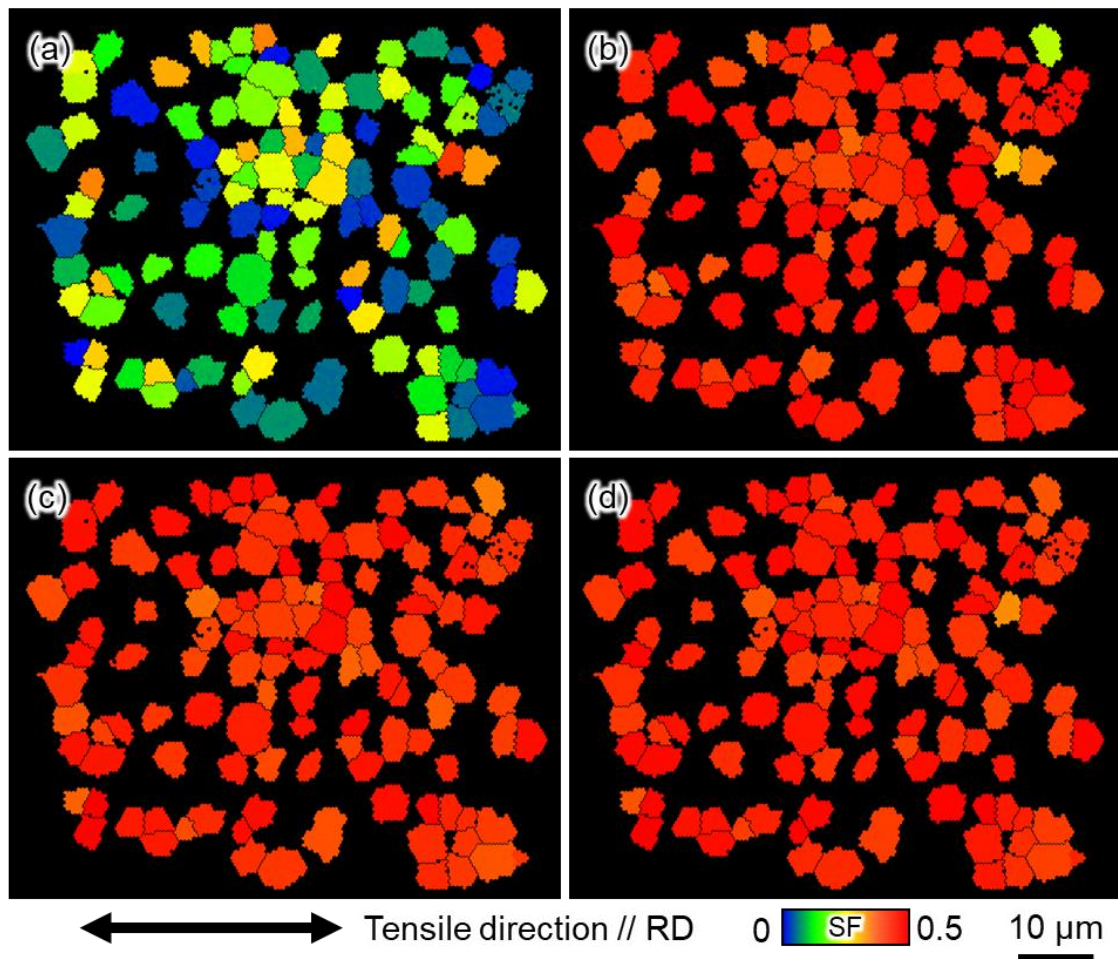


Fig. 3-13 Fig. 11(b)の引張方向に対する(a)底面 $\langle a \rangle$ 転位すべり、(b)柱面 $\langle a \rangle$ 転位すべり、(c)錐面 $\langle a \rangle$ 転位すべり、(d)錐面 $\langle a + c \rangle$ 転位すべりのSFマップ

ずみ速度の低下するにつれて、錐面すべりが活性化する。この錐面すべりの活性化は、Ti-5の延性に大きな影響を与えるであろう。したがって、ひずみ速度が低下するにつれて、延性が増加したのは、錐面すべりの寄与によるものであると考えられる。

3.4.2. 双晶発生と加工硬化挙動に対する結晶粒径の影響

Fig. 3-14 に、Ti-30 における引張試験中断時における単位面積当たりの双晶境界長さと流動応力の関係を示す。双晶境界長さと流動応力の関係は明確な正の相関を示す。塚本らは、双晶の導入による結晶粒微細化が、転位密度の増加に効果的であり、優れた加工硬化能へとつながることを報告している[105]。そこで、本研究で最も優れた加工硬化能を示した高ひ

ずみ速度(10^0 s^{-1})での変形における各試料の加工硬化率を比較した結果を、Fig. 3-15 に示す。Ti-5 では、ひずみの増加に伴って加工硬化率が低下する一般的な挙動を示す。一方で、Ti-210 と Ti-30 では、加工硬化率の変化は特異的な S 字カーブを示す。同様の傾向は、Salem ら[78, 106]や Ahn ら[92]によっても報告されている。Salem らと同様に S 字カーブを、図に示すように Stage A、B および C に分類する。Stage A は転位の動的回復によって加工硬化率が減少する領域である。Stage B は、双晶の導入に対応するものである。このことは、双晶の発生頻度が低い Ti-5 において、Stage B が顕著に発現しないことから明らかである。なお、Stage C では、変形双晶の発生によって結晶の微細化が進行し、双晶の発生が飽和して、再び転位の動的回復のみが加工硬化率に寄与ようになる。ここで、Ti-210 と Ti-30 の Stage B に着目すると、同じひずみにおいて Ti-210 が高い加工硬化率を示す。加えて、Ti-210 では Stage B において加工硬化率が極大値を示した。

次に、Ti-30 よりも Ti-210 の双晶の発生頻度が低いにも関わらず、Ti-210 で最も高い加工硬化率を示した要因を考察する。一般的に、TWIP 効果とは、塑性変形時に微細に変形双晶が導入されることにより、その双晶境界が転位運動の障害となり加工硬化が大きくなる現象のことを指す[107]。細かい双晶が多数導入される Ti-30 で加工硬化率が大きくなるであ

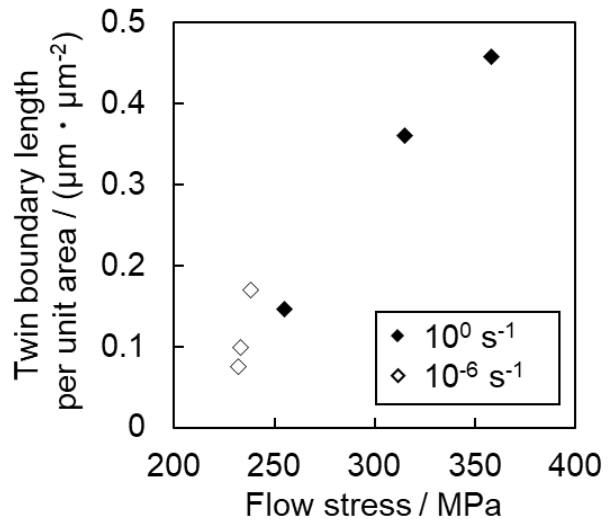


Fig. 3-14 Ti-30 の単位面積当たりの双晶境界長さと流動応力の関係

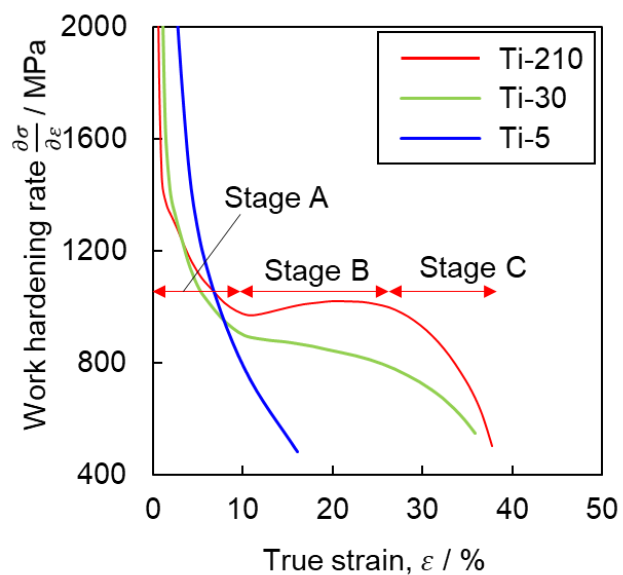


Fig. 3-15 各試料の加工硬化率-真ひずみ曲線

ろう。しかし、本研究では、Ti-210 が最も大きな加工硬化率を示した。塚本ら[105]は、双晶変形による加工硬化の促進は、結晶粒微細化だけでなく、集合組織の変化によるテイラー因子の変化で説明ができると報告した。Fig. 3-16 に、高ひずみ速度で 12%変形させた Ti-210 の(a)結晶方位分布図と(b)引張方向に対する柱面(a)転位すべりの SF マップを示す。なお、(a)は双晶境界内の結晶粒のみをハイライトして示している。Fig. 3-16 から、母相よりも双晶境界内では、柱面(a)転位すべりの SF が低いことがわかる。すなわち、チタンにおける双晶の導入は、加工硬化を促進させる 2つの効果を有することを示唆している。ひとつは、双晶境界が転位運動の障害として加工硬化率を増加する効果である。もうひとつは、双晶境界内が主すべりである柱面(a)転位すべりの活動を低下させる結晶方位となる、すなわち、RSS を増加させる効果である。Ti-210 では、Ti-30 よりも双晶の面積率がわずかに高い。そのため、後者の効果が大きく表れることによって高い加工硬化率を示したと考えられる。

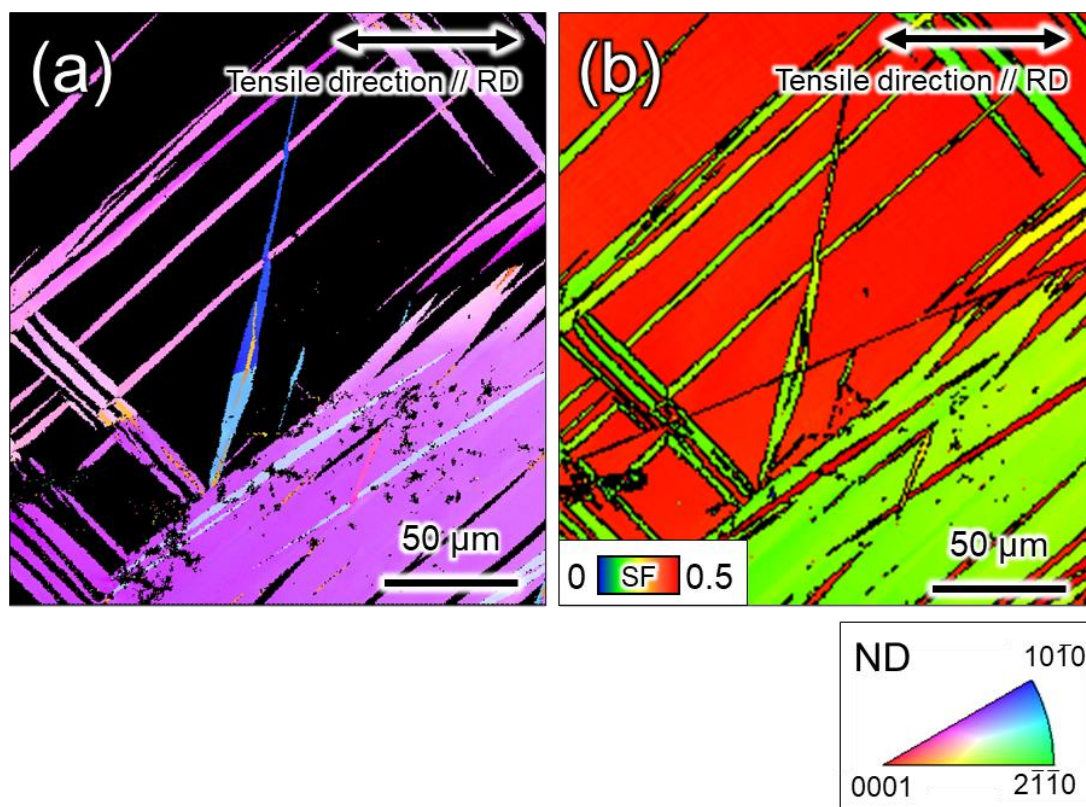


Fig. 3-16 高ひずみ速度で 12%変形させた Ti-210 の(a)結晶方位分布図と(b)引張方向に対する柱面(a)転位すべりの SF マップ。なお、(a)は双晶のみをハイライトしている。

ここまでの考察から、双晶の発生は加工硬化能に重要な役割を持つことが示された。このことは、双晶の発生は、引張試験における延性と密接なかわりがあることも同時に意味している。Table 3-1 に示したように、Ti-210 では、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})ほど高延性を示した。これは、双晶の発生頻度の増加が加工硬化能を上昇させ、均一変形を促進した結果であると考察することができる。一方で、双晶の発生が顕著ではない Ti-5 では、低ひずみ速度ほど延性が高くなった。これには、Fig. 3-9 に示した錐面すべりの活性化が関与しているだろう。Ti-5 では、微細な結晶粒であるために流動応力が高く、また、双晶が抑制されることから、錐面すべりの活動が他の材料に比べて要求されやすい。また、錐面すべりは低ひずみ速度ほど高頻度に活動するようになるため、結果として、Ti-5 では、低ひずみ速度ほど、高延性を示したと推察される。すなわち、純チタンの延性には、双晶の発生と錐面すべりの活性化の2つの現象が関与しており、そのいずれかが優勢となるかは、ひずみ速度と結晶粒径によって左右される。Ti-30 では、ひずみ速度によらず、破断伸びほぼ一定であった。これは、高ひずみ速度では双晶が活性化し、低ひずみ速度では錐面すべりが活性化したことに起因する。

3.5. 結言

210 μm 、30 μm 、5 μm の結晶粒径である商業用純チタン(Ti-210、Ti-30、Ti-5)を用いて、ひずみ速度を 10^{-6} から 10^0 s^{-1} まで変化させた引張試験を実施し、その力学特性と双晶発生挙動の関係を調査した結果、以下の結論を得た。

[3-1] Ti-210 では、高ひずみ速度ほど大きな破断伸びと加工硬化能を示したのは双晶が高頻度に発生した効果である。双晶の発生が顕著ではなかった Ti-5 において、低ひずみ速度ほど大きな破断伸びを示したのは、1次錐面すべりの活動に起因する。Ti-30 では、ひずみ速度に対する破断伸びの変化はほとんど認められなかった。

[3-2] Ti-30 では、ひずみが増加すると双晶の発生頻度が増加した。低ひずみにおいては $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶が優先して形成し、変形が進むほどに $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶の生成

頻度が増加した。高ひずみ速度(10^0 s^{-1})では、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})に比べて、双晶の発生頻度が高く、細い双晶が形成しやすい傾向であった。Ti-5 では、ひずみが増加しても双晶の発生頻度は変化しなかった。

[3-3] Ti-30 を高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で 15%程度まで変形させた場合に、錐面すべりの活動頻度が、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})において高くなる傾向を示した。この錐面すべりの活動頻度の変化が双晶の発生頻度に影響を与えられられる。

[3-4] Ti-5 では、高ひずみ速度よりも低ひずみ速度において錐面すべりの活動が増加した。

[3-5] Ti-210 と Ti-30 では、加工硬化率の変化は特異的な S 字カーブを示した。これは双晶の導入に対応するものである。

[3-6] Ti-210 では、高ひずみ速度ほど大きな破断伸びと加工硬化能を示したのは双晶が高頻度に発生した効果である。双晶の発生が顕著ではなかった Ti-5 において、低ひずみ速度ほど大きな破断伸びを示したのは、1次錐面すべりの活動に起因する。Ti-30 では、ひずみ速度によらず、破断伸びほぼ一定であった。これは、高ひずみ速度では双晶が活性化し、低ひずみ速度では錐面すべりが活性化したことに起因する。

第4章 Ti-2Al の室温変形におよぼすひずみ速度と結晶粒径の影響

4.1. 緒言

前章では、純チタンを室温でひずみ速度 10^{-6} から 10^0 s^{-1} の範囲で変化させた際の引張変形挙動とその形成組織の関係を議論した。本章では、Al を添加させたチタン合金について取り扱う。実用チタン合金では、高強度化を図るために、Al、Zr、Sn、V、Mo、Si、O などの添加による固溶強化が行われる[25, 108]。これらの添加元素の中でも Al は、少量でも強度を大きく増加させることができる[109]ため、実用化されているほとんどの合金系で使用されている。チタンに Al を添加すると、力学特性と活動する双晶系やすべり系に影響を与える。例えば、6%までは添加量が増加するにしたがって、引張強さや耐力などが増加するが、伸びや靱性、加工性はそれほど低下しない[110]。しかし、Al の添加量が 8%を超えると、第2相である α_2 相(Ti_3Al)が析出し、伸びや靱性が損なわれる[111]。そのため、工業的には、 α_2 相が出現しないように組成や熱処理を調整した Al 添加合金が構造用材料として用いられている。また、Fizner ら[112]は、6wt.%まで Al を添加した二元系合金において多くの $\{10\bar{1}2\}$ 双晶の形成を確認している。塚本ら[113]は、双晶変形挙動に及ぼす Al の影響について研究し、 $\{11\bar{2}2\}$ 双晶の形成を大きく抑制するが、そのほかの双晶系にはあまり影響しなかったと報告している。一方で、笹野ら[40]は、チタンに種々の元素を添加した二元系合金の冷延板を $-196^\circ\text{C} \sim 25^\circ\text{C}$ で引張試験したところ、Al、Sn、In、Nb は双晶の活動を抑制するが、Zr、Hf、Ag、V、Ta は双晶の活動を抑制しないと主張している。また、Al 添加によるすべり系への影響に関しては、その添加量の増加とともに、室温での $(a+c)$ 転位の CRSS を増大させることも報告されている[114]。塚本ら[113]は、Ti-2wt.%Al において、室温では $(a+c)$ 転位の活動は抑制されるが、 200°C 以上においては活性化していることを明らかにした。一方で、Cass ら[115]は、圧縮変形をさせた Ti-4mol%Al 合金の表面トレースと転位組織を詳細に観察し、錐面 $(a+c)$ すべりが変形を支配していると報告しており、統一的な見解が得られていない。

Al 添加したチタン合金の力学特性に関する研究は、添加量の効果や試験温度を変化させたものについて検討したものが多い。しかし、Al 添加したチタン合金において、ひずみ速度が力学特性に与える影響を議論したものは少ない。

本章では、平均結晶粒径が異なる 2 種類の Ti-2.0wt.%Al をひずみ速度 $10^{-6} \sim 10^0 \text{ s}^{-1}$ の範囲

で変化させた引張試験を実施した。その結果に基づき、Al 添加したチタン合金において、ひずみ速度が加工硬化や延性などの力学特性と双晶系やすべり系の活動におよぼす影響を明らかにする。

4.2. 実験方法

本研究では、JIS 規格 1 種相当の純チタンに 2wt.%の Al を添加したチタン(Ti-2Al)板を準備した。このチタン板の試料の化学組成と熱処理条件は、第 2 章に記載した通りである。

切り出した試験片を、インストロン型引張試験機 (Shimadzu 社製オートグラフ) と油圧式引張試験機 (Shimadzu 社製サーボパルサ) を用いて、引張試験に供した。3 種類のひずみ速度($\dot{\epsilon}=10^{-6}$ 、 10^{-4} 、 10^{-2} s^{-1})での引張試験は、インストロン型引張試験機を用い、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^0 \text{ s}^{-1}$ での引張試験は、油圧式引張試験機を用いた。試験温度は室温である。ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^{-6}$ 、 10^{-4} 、 10^{-2} s^{-1} での引張試験では、ひずみの測定に DIC 法を用いた。変形中、そのパターンの変化を光学顕微鏡により 0.1 ~ 10 s 間隔で撮影した。ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^0 \text{ s}^{-1}$ での引張試験では、DIC 法の適用が困難であったため、試験機から求まるストローク変化を用いてひずみを換算した。また、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^{-6}$ 、 10^{-4} 、 10^0 s^{-1} で引張中断試験を実施した。加えて、高ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^0 \text{ s}^{-1}$ で任意のひずみまで変形をさせた後に、任意のひずみあるいは破断まで低ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で引張試験を実施した。本論文では、この手法を 2 段階引張試験と呼ぶ。これらの試験では、あらかじめ試験片の平行部に導入した 2 点のビッカース圧痕間の距離(変形前はおおよそ 10 mm)の変形前後の変化を計測してひずみを導出した。

微細組織評価のため、SEM による SE 像を取得し、また、EBSD 法を用いた結晶方位解析を行った。SEM には Zeiss 社製 Ultra55 を用い、加速電圧は 15 kV とした。EBSD データの取得には、EDAX 社製 OIM システムを用いた。EBSD 測定時の加速電圧は 15 kV とし、結晶粒径サイズに合わせて測定点間隔(step size)を 0.5 ~ 2 μm で変化させた。観察用試験片には、エメリー紙#80 ~ #3000 による湿式研磨後に、電解研磨を施した。電解液には、メタノール：過塩素酸=95 : 5(体積比)を用いて、電圧 10 V、温度-45°C、電流値 0.3 A の条件で行った。

4.3. 結果

4.3.1. 初期組織

Fig. 4-1 に、引張試験前の初期組織における結晶方位分布図、(0001)極点図および $\{10\bar{1}0\}$

極点図を示す。(a)は 850°C焼鈍材、(b)は 600°C焼鈍材である。なお、紙面左右方向は、引張方向ならびに圧延方向と一致している。それぞれの結晶方位分布図は、ND に対する結晶方位を標準ステレオ三角形の色に基づいて表示している。この結晶方位分布図から、初期組織において、双晶の形成は生じていないことがわかる。それぞれの平均結晶粒径は、850°C焼鈍材が 33 μm 、600°C焼鈍材が 6 μm であった。以後、本論文では、各試料を Coarse Grain (CG)材、Fine Grain (FG)材と記載する。極点図から、初期の texture は、よく焼鈍された冷間圧延板における典型的な特徴を有している。すなわち、(0001)が ND に強く配向した集合組織となる。これは、Mchargue ら[116]によって報告された Al を添加したチタン合金の圧延集合組織とよく一致する。

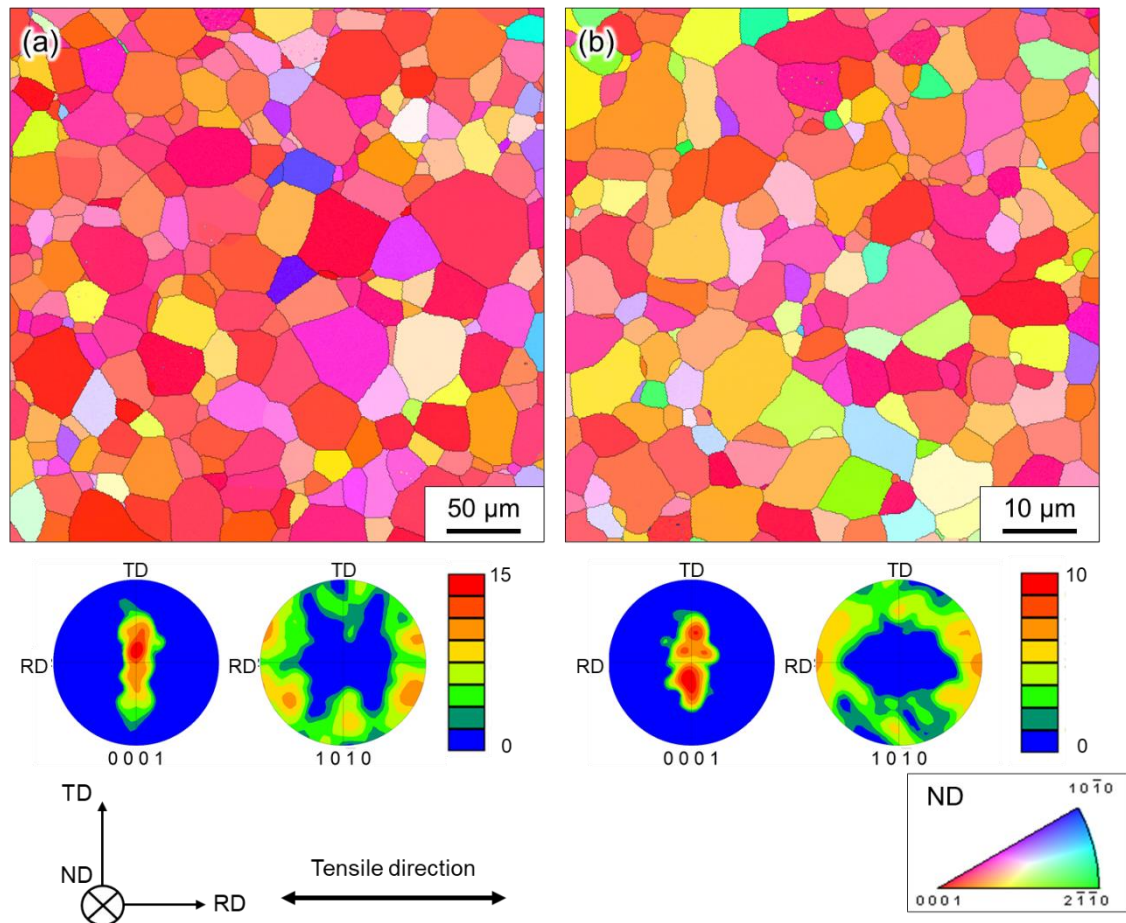


Fig. 4-1 (a)CG 材と(b)FG 材の初期の結晶方位分布図、(0001)極点図および{10 $\bar{1}$ 0}極点図

4.3.2. 引張試験による力学特性評価

Fig. 4-2 に、 10^{-6} s^{-1} から 10^0 s^{-1} のひずみ速度で引張試験した際の(a)CG 材と(b)FG 材の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。Fig. 4-3 に、Fig. 4-2 から導出した(a)CG 材と(b)FG 材の真応力-真ひずみ曲線を示す。また、Fig. 4-2 と Fig. 4-3 の結果から求められた $\sigma_{0.2}$ 、 σ_{UTS} 、 ϵ_u および ϵ_f を、Table 4-1 にそれぞれ示す。なお、本研究で求めた引張特性は、第2章に記載したとおりに導出した。Fig. 4-2 と Fig. 4-3、Table 4-1 から、ひずみ速度の増加に伴って、 $\sigma_{0.2}$ と σ_{UTS} は増加する傾向が認められる。また、それらを同じひずみ速度で比較すると、結晶粒径が細かいほど高くなる。ひずみ速度の増加とともに、 ϵ_u と ϵ_f のどちらも減少する傾向がみられた。また、FG 材の方がひずみ速度の増加に伴う延性の低下の傾向は大きかった。また、FG 材では、一部の試験条件において、降伏点降下を伴う不連続降伏がみられた。これは、アルミニウムなどの他の金属でも確認されている現象である[117-119]。

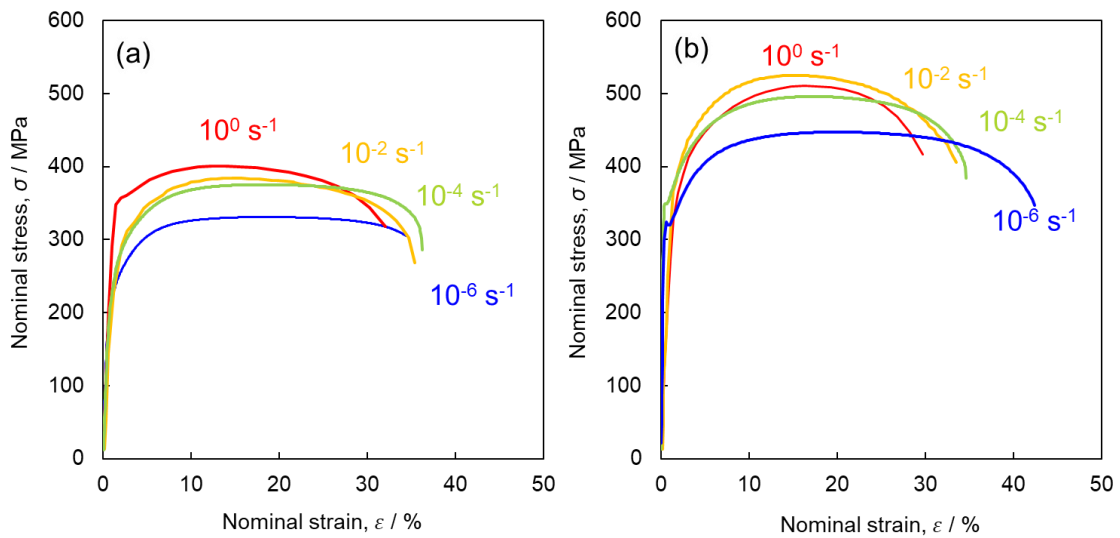


Fig. 4-2 (a)CG 材と(b)FG 材の公称応力-公称ひずみ曲線

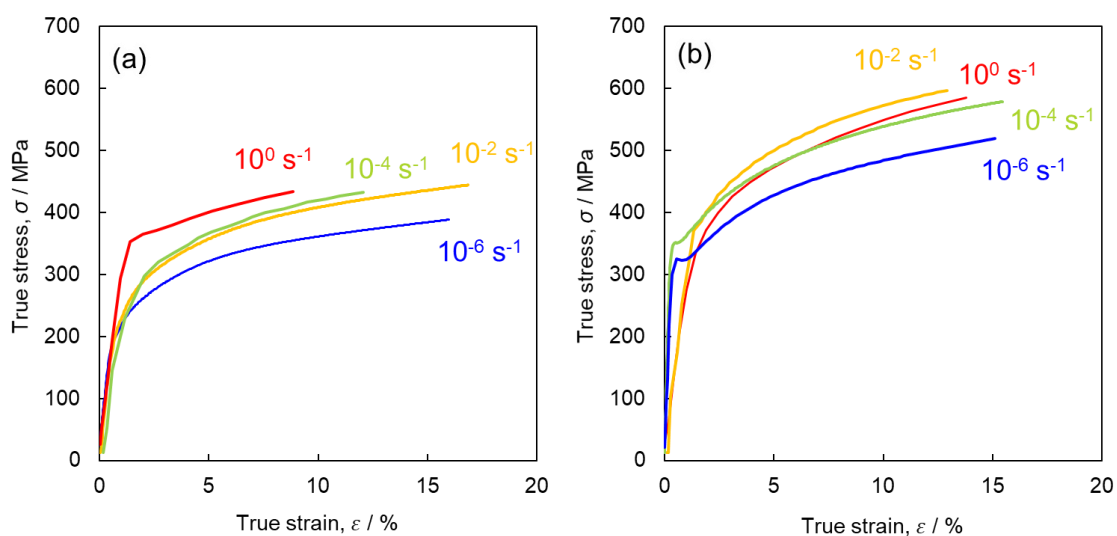


Fig. 4-3 (a)CG 材と(b)FG 材の真応力-真ひずみ曲線

Table 4-1 Ti-2Al 合金の機械的特性

Specimen	$\dot{\epsilon}$ [s^{-1}]	$\sigma_{0.2}$ [MPa]	σ_{UTS} [MPa]	ϵ_u [%]	ϵ_f [%]
CG	10^{-6}	200	388	16	34
	10^{-4}	217	433	12	35
	10^{-2}	273	443	17	36
	10^0	335	433	9	32
FG	10^{-6}	312	518	15	42
	10^{-4}	325	577	15	35
	10^{-2}	350	596	13	33
	10^0	332	584	14	30

第 3 章と同様に、それぞれの試料の $\sigma_{0.2}$ と σ_{UTS} に対する m 値を式(3-1)で見積もった。各試料で計算された m 値を、Table 4-2 にそれぞれ示す。CG 材では、 σ_{UTS} の m 値に比べて $\sigma_{0.2}$ の m 値は明らかに大きい。したがって、この試料では、ひずみ速度は降伏挙動に影響を及ぼす。他方で、FG 材では、 $\sigma_{0.2}$ と σ_{UTS} の m 値は同程度である。しかし、それぞれの m 値の大きさは

0.01 以下であり、第 3 章で用いた試料や CG 材と比較し、FG 材の m 値は小さい。したがって、FG 材において、ひずみ速度は降伏挙動と加工硬化の両方にほとんど影響しない。

Table 4-2 各試料のそれぞれの強度における m 値

Specimen	$m(\sigma_{0.2})$	$m(\sigma_{UTS})$
CG	0.0429	0.0149
FG	0.0069	0.0100

4.3.3. 変形後の組織評価

Fig. 4-4 に、CG 材を(a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})、(b)低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})で 8%変形させた後の結晶方位分布図を示す。すべての図で、紙面左右方向が、引張試験時の負荷方向と RD に対応している。大角粒界の定義を 15° 以上としたランダム粒界粒界を黒色で描画しつつ、 $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶境界に分類される粒界を赤色で、 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶境界を青色で、 $\{10\bar{1}\bar{1}\}\{10\bar{1}\bar{2}\}$ 双晶境界を緑色で、 $\{11\bar{2}1\}\{10\bar{2}\bar{6}\}$ 双晶境界を黄色で示している。第 3 章と同様に、許容角度は $10\sim 15^\circ$ に設定した。高ひずみ速度と低ひずみ速度のどちらの場合においても、双晶の発生はほとんど認められない。ただし、別の視野で測定間隔を小さく、つまり分解能を高めて測定した場合の(a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})、(b)低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})の結晶方位分布図を Fig. 4-5 に示す。それぞれの測定間隔は、Fig. 4-4 で $1 \mu\text{m}$ 、Fig. 4-5 で $0.2 \mu\text{m}$ である。Fig. 4-5 から、細い $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶が多数発生していることがわかる。その他の双晶系については、ほとんど発生が認められなかった。純チタンでは、室温の変形で $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶と $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶が発生していたが、Al 添加したチタン合金では、 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶の発生が抑制される[120]。本試料でも同様に、 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶の発生は確認できなかった。また、低ひずみ速度では、Fig. 4-4 と Fig. 4-5 のどちらの観察結果からも、双晶の発生はほとんど認められない。

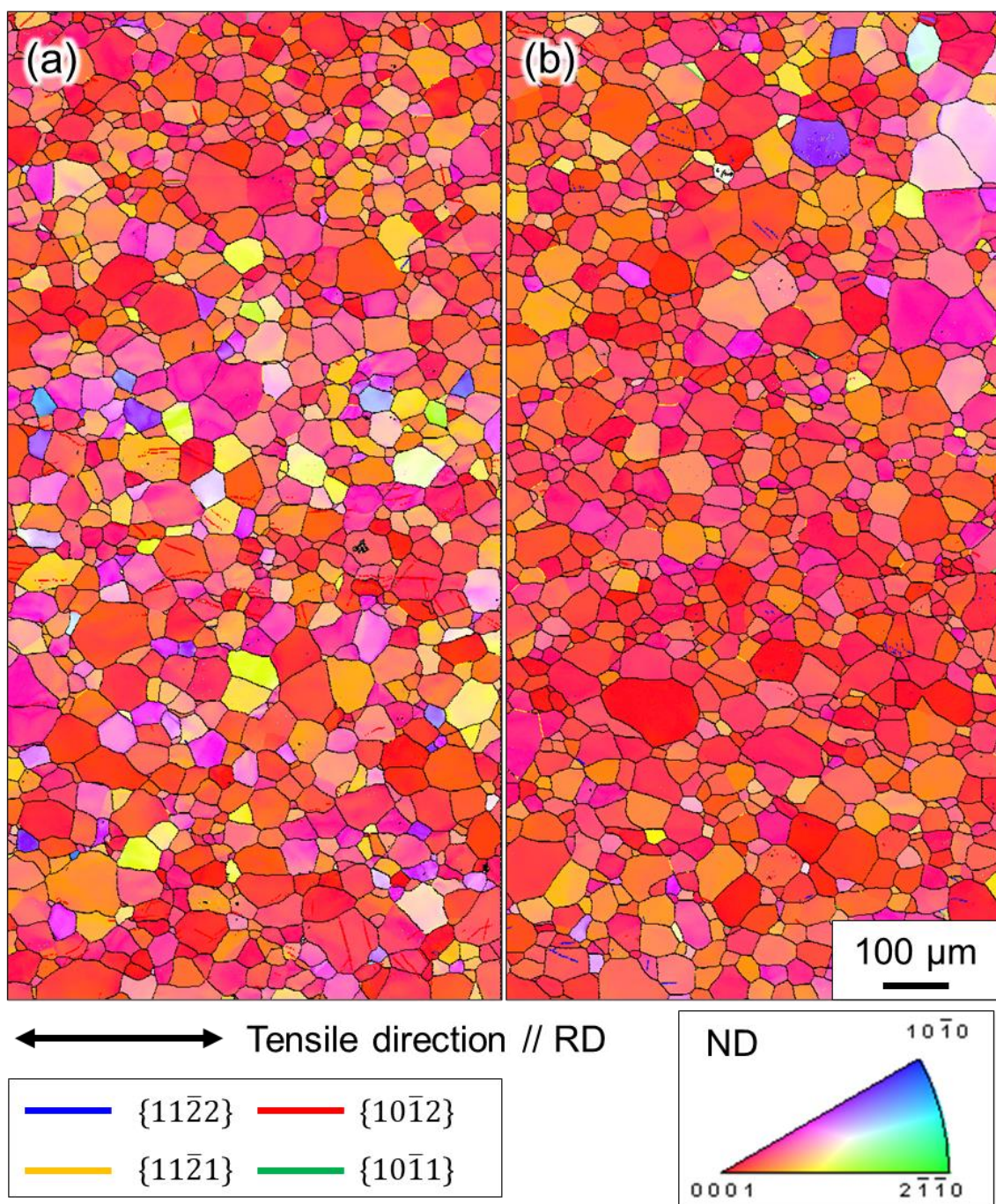


Fig. 4-4 CG 材を(a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})、(b)低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})で 8%変形させた後の結晶方位分布図。測定間隔は、 $1 \mu\text{m}$ である。

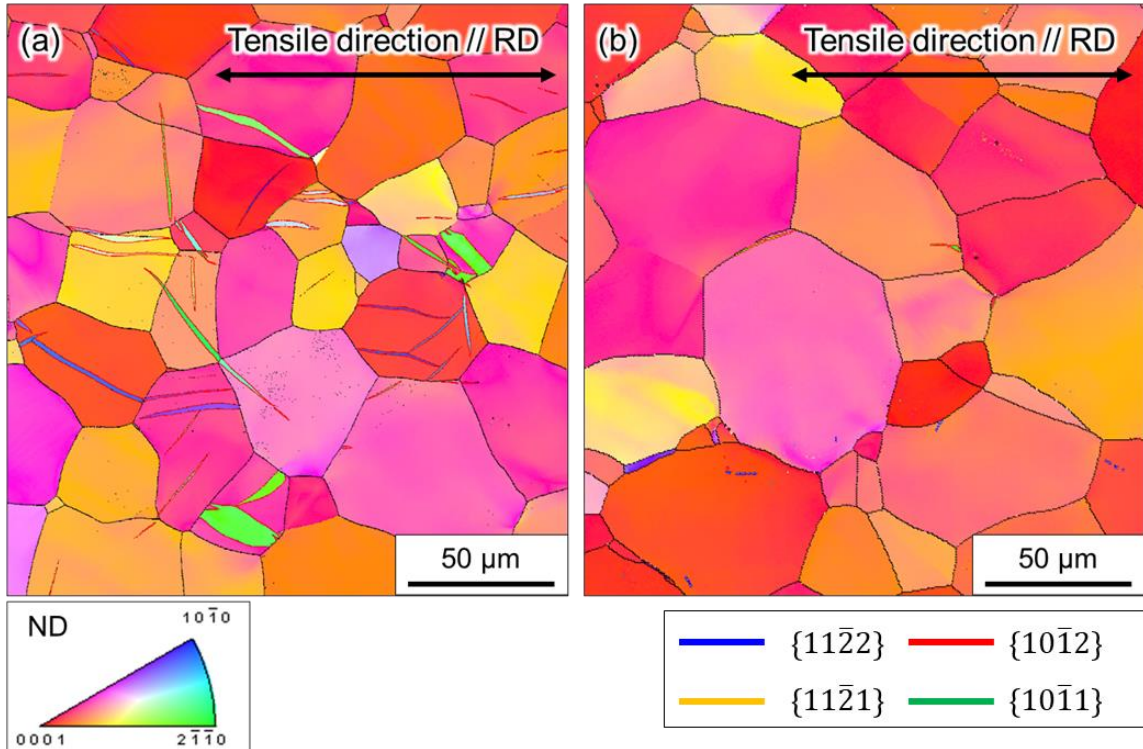


Fig. 4-5 CG 材を(a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})、(b)低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})で 8%変形させた後の結晶方位分布図。測定間隔は、 $0.2 \mu\text{m}$ である。

4.4. 考察

Al を添加したチタン合金では、室温において双晶や c 成分の転位の活動が抑制される。純チタンにおいて、変形双晶の活性化は転位との相互作用によって、加工硬化を促進する効果を有する。また、 c 成分を含む転位の活性化は、他の転位との相互作用によって延性の増加をもたらす。第 3 章の結果から、それぞれの塑性変形モードは、結晶粒径やひずみ速度によって活動様式が異なることが明らかとなった。本章では、Ti-2Al 合金を用意し、第 3 章の純チタンの結果と比較する。

4.4.1. 引張特性と変形組織におよぼす Al 添加の影響

Fig. 4-6 に、Fig. 4-3 から導出した(a)CG 材と(b)FG 材の加工硬化率-真ひずみ曲線を示す。どちらの試料も、すべての条件で加工硬化挙動に系統的な変化は見出せない。ただし、FG 材で、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})の加工硬化率が非常に小さい。先行研究[79, 106]や第 3 章の結果から、双晶が発生するような純チタンでは、双晶の導入によって加工硬化率が増大する

Stage B が発現する。Fig. 4-6 より、両方の試料で、純チタンでみられた Stage B のような加工硬化率が増大するような挙動は確認できない。ただし、Fig. 4-6(b)の一部で確認できる加工硬化率の増加は、不連続降伏によるものあり、双晶の導入によるものではない。

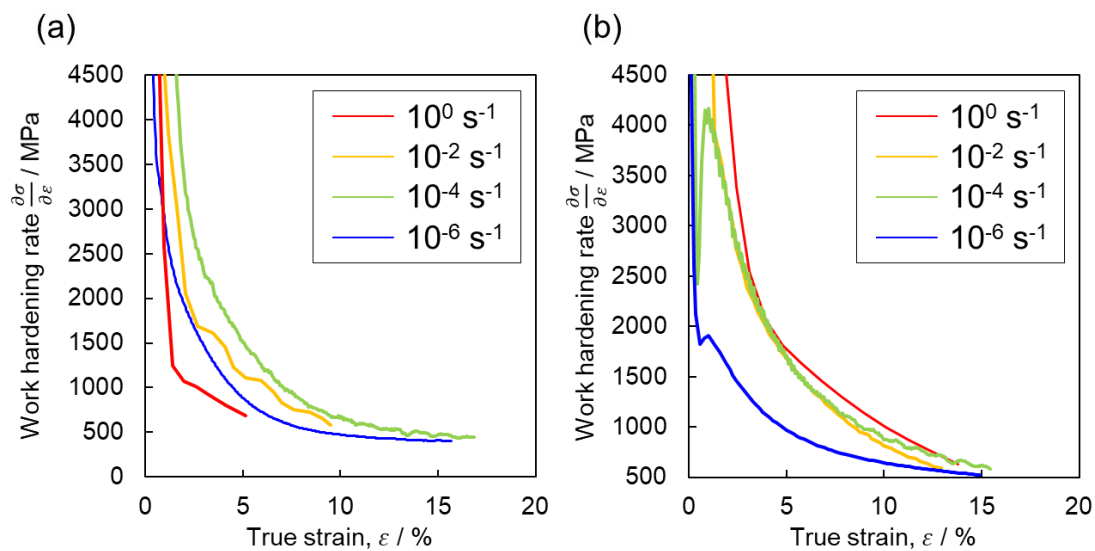


Fig. 4-6 (a)CG 材と(b)FG 材の加工硬化率-真ひずみ曲線

本合金の加工硬化挙動に Stage B が発現しなかったのは、純チタンと比較し、双晶の発生頻度が低かったためであると考えられる。改めて、純チタンの結果に着目をする。Fig. 3-15 から、CG 材と同程度の結晶粒径を有する Ti-30 の Stage B は、真ひずみが約 10% 時点で発現している。この時点では、双晶の発生頻度は、単位面積当たりの双晶境界長さにおいて 0.17、面積率において 0.20 であった。純チタンと同様に CG 材においても、単位面積当たりの双晶境界長さと同面積率を導出した。ただし、双晶発生頻度の導出には、Fig. 4-5(a)の視野を用いている。その結果、単位面積当たりの双晶境界長さは 0.05、双晶の面積率は 0.03 であった。どちらの値も Ti-30 と比較すると、CG 材の値は極めて小さい。つまり、双晶の導入による加工硬化率の増加がみられなかったのは、双晶の発生頻度が低く、加工硬化挙動に大きく影響しなかったためであると考えられる。

続いて、力学特性とすべり変形の関係について議論する。上述のとおり、Fig. 4-2 と Fig. 4-6 より、FG 材の低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})において、ほかとは異なる公称応力-公称ひずみ曲線

と真ひずみ-加工硬化率曲線を示した。同程度の結晶粒径を有する Ti-5 でも、低ひずみ速度 (10^{-6} s^{-1})において、同様の傾向を示した。Ti-5 では、低ひずみ速度で変形をさせると錐面すべりの活動が増加していたため、延性の増加は錐面すべりの寄与によるものであると明らかにした。同様に、Ti-2Al 合金でも、ひずみ速度によって錐面すべりの活動に違いが生じた可能性がある。そこで、Ti-2Al 合金についても、ひずみ速度の変化に伴う活動すべり系の変化を調査するため、すべり線トレース解析を実施した。ただし、純チタンや CG 材と比べて、電解研磨による清廉な表面を得ることが困難で明瞭なすべり線を観察できなかったため、FG 材ではトレース解析を実施できなかった。Fig. 4-7 に、(a-c)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と(d-f)低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で変形させた CG 材の SEM-SE 像をそれぞれ示す。それぞれの SEM-SE 像は、(a, d)は初期組織、(b, e)はひずみ 7%、(c, f)はひずみ 22%まで変形させた同一視野である。Fig. 4-7 では、各結晶粒内で活動した転位すべりに対応したすべり線が明瞭に観察される。CG 材に対して、それぞれの条件で 100 個の結晶粒についてトレース解析を行った。SEM 像上の P は柱面すべり、 P_y は 1 次錐面すべりが活動したことを示している。また、Fig. 4-8 に、CG 材の引張方向に対する(a)底面(a)転位すべり、(b)柱面(a)転位すべり、(c)錐面(a)転位すべり、(d)錐面(a+c)転位すべりの SF マップを示す。純チタンと同様に、ほとんどの結晶粒で底面(a)転位すべりの SF の値が低い。すなわち、底面すべりはほとんど活動しない。活動できるすべり系は、柱面(a)転位すべりと錐面(a)転位すべりに限定される。

Fig. 4-7 で観察されたすべり系について数を比較した結果を、Fig. 4-9 に示す。なお、(a)は 7%、(b)は 22%変形させた際の同一視野での観察結果である。また、例えば、 PP のように多重すべりが活動しているような場合には、 P の活動数を 2 とカウントしている。これらの解析では、底面すべりの活動は観察されなかった。7%時点では、どちらの試験条件においても、主すべりである柱面すべりが優先的に活動している。Fig. 4-8 の各すべり系の SF より、この解析結果は妥当である。また、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})を比較すると、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})の方が錐面すべりの活動頻度はわずかに高いものの、その差はほとんど認められない。22%時点では、どちらの条件においても柱面すべりと錐面すべりの活動が増加している。それぞれのひずみ速度で比較をすると、低ひずみ速度において錐面すべりの活動が明らかに高い。したがって、CG 材では、純チタンと同様に、低ひずみ速度において錐面すべりの活動が増加していることが明らかとなった。以上のことから、FG 材においても、低ひずみ速度での引張試験によって、錐面すべりの活動が増加していることが推察される。そのため、Fig. 4-2 の FG 材の延性増加は、錐面すべりに起因すると考えられ

る。ただし、CG 材では、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})において、延性の増加はほとんど認められなかった。これは、CG 材の方が流動応力が低く、錐面すべりの活動頻度が FG 材よりも低いことが理由として考えられる。

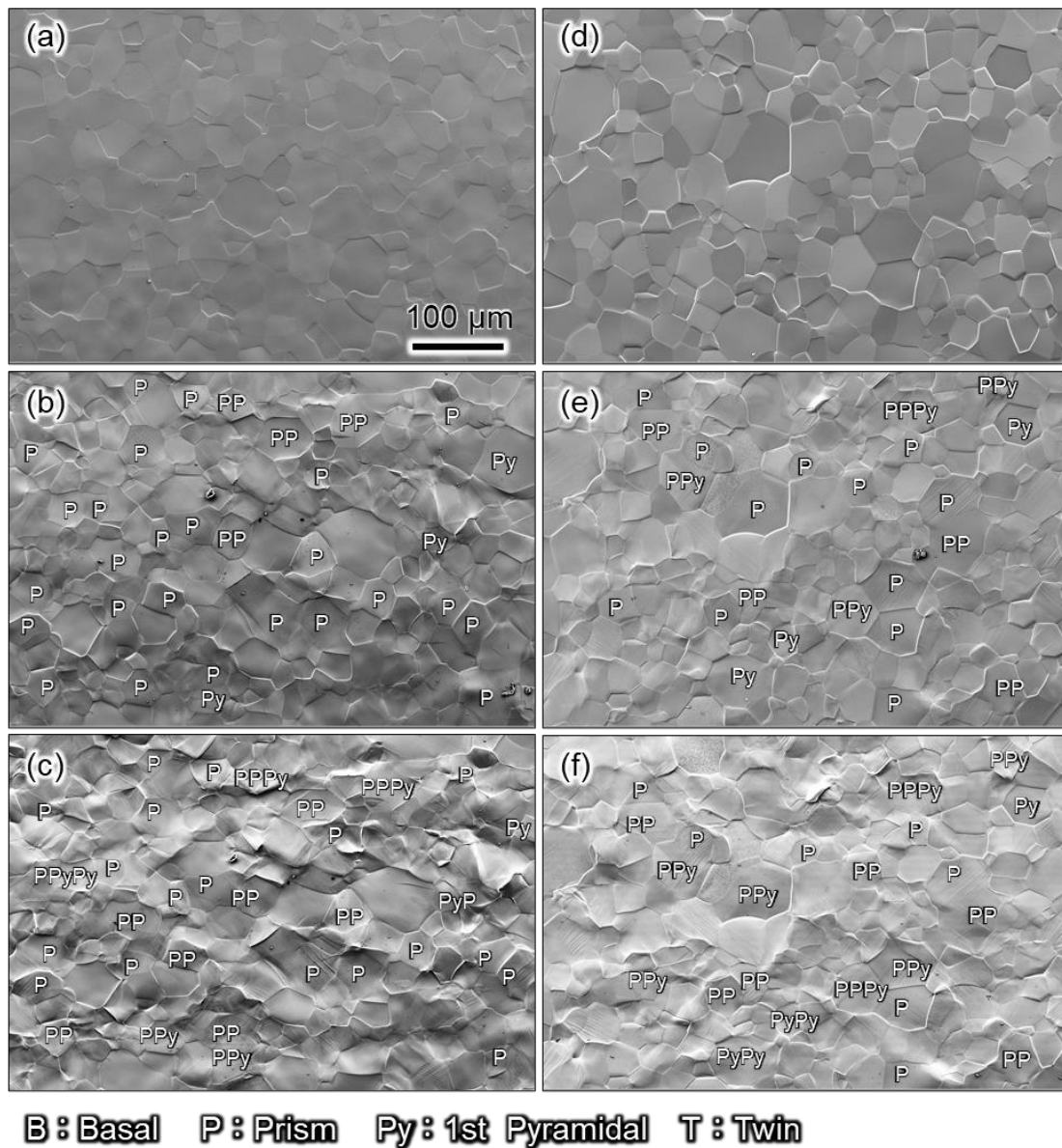


Fig. 4-7 (a-c)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と(d-f)低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で変形させた CG 材の SEM-SE 像。(a, d)は初期組織、(b, e)はひずみ 7%、(c, f)はひずみ 22%まで変形させた同一視野である。

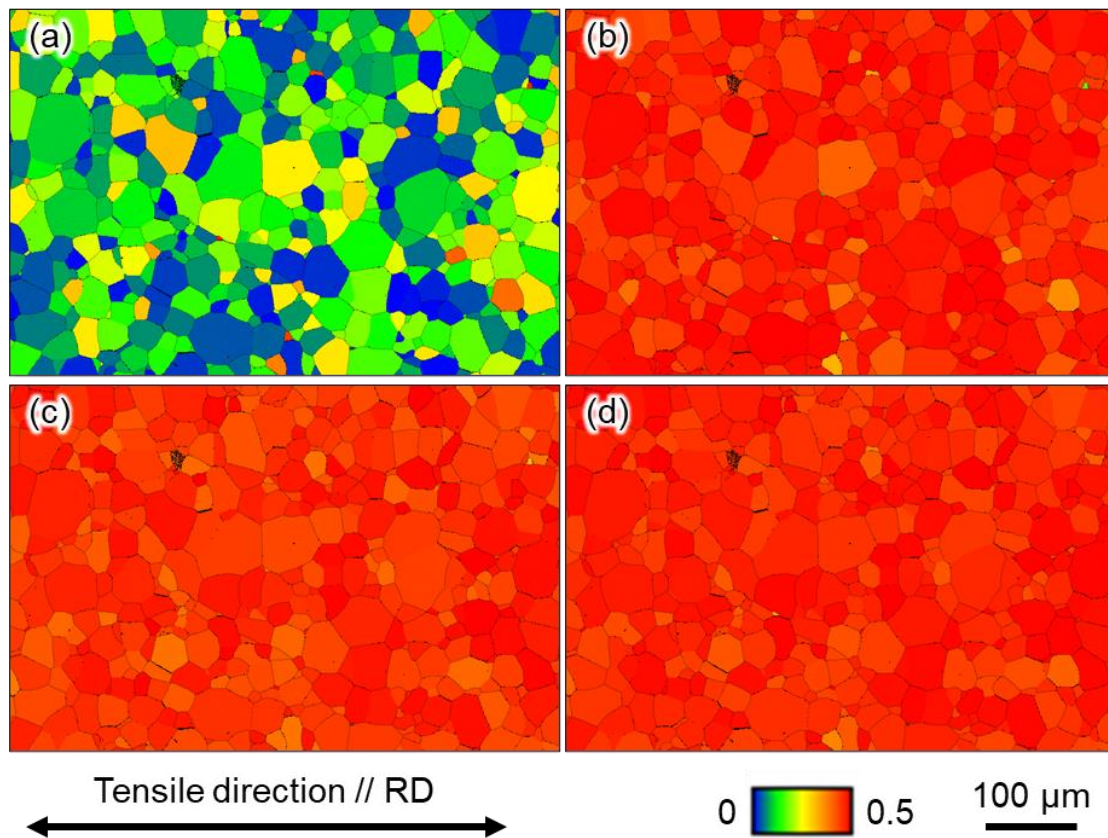


Fig. 4-8 CG 材の引張方向に対する(a)底面 $\langle a \rangle$ 転位すべり、(b)柱面 $\langle a \rangle$ 転位すべり、(c)錐面 $\langle a \rangle$ 転位すべり、(d)錐面 $\langle a + c \rangle$ 転位すべりの SF マップ

以上の結果から、機械的特性に対する Al 添加の効果は、次のようにまとめられる。高ひずみ速度における試験において、双晶の発生が増加していたものの、純チタンと比較し、発生頻度が低かったために加工硬化曲線に Stage B が発現しない。また、純チタンと同様に、微細粒材の低ひずみ速度においては、錐面すべりの活性化が生じたことによって、延性が増大した。

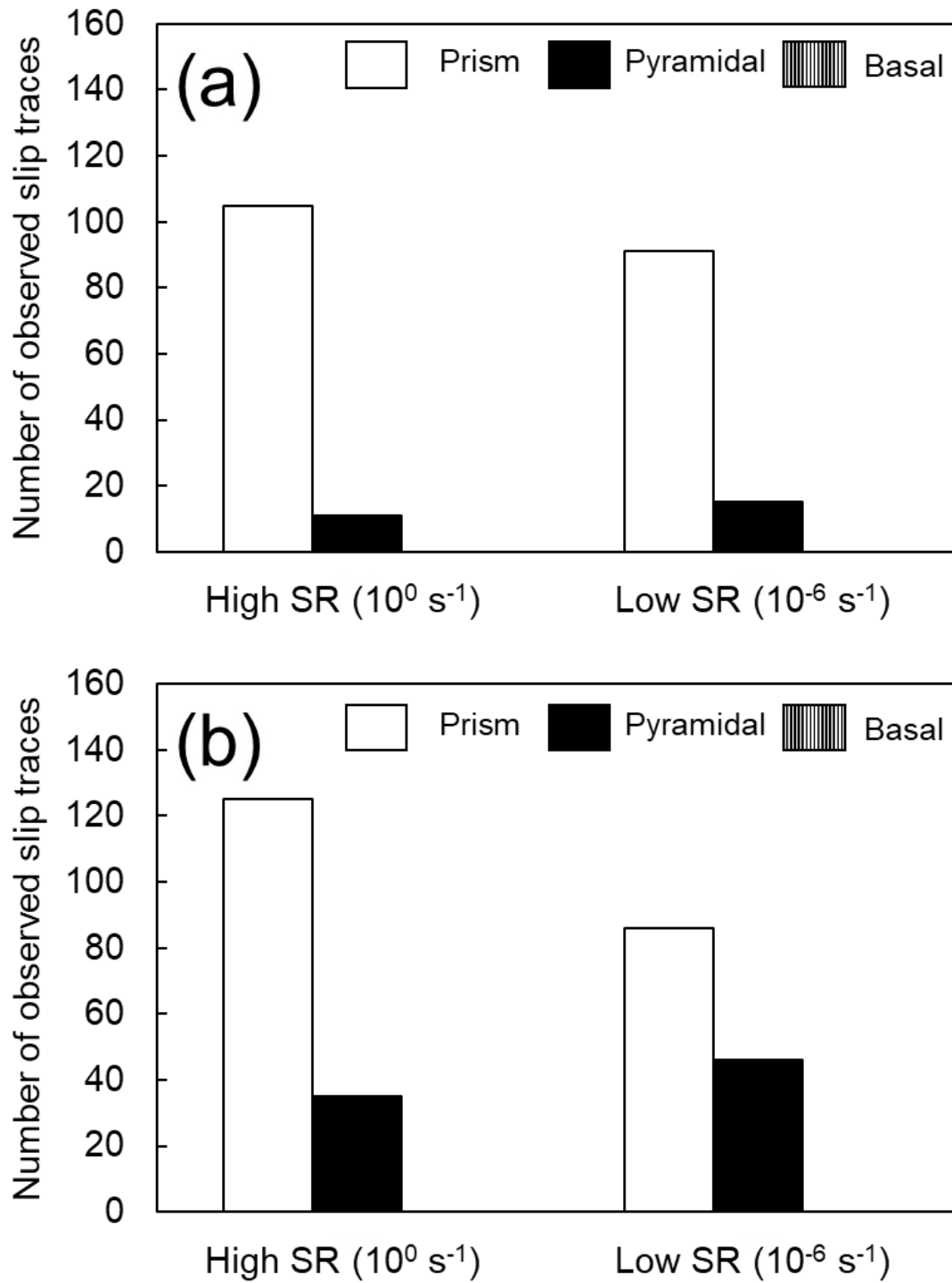


Fig. 4-9 Fig. 4-8 で観察されたすべり系について数を比較した結果。(a)は7%、(b)は22%のひずみである。

4.4.2.2 段階引張試験における双晶変形挙動と加工硬化の相関

高ひずみ速度(10^0 s^{-1})での引張変形材において、多数の双晶の発生が認められた。この変形双晶の成長挙動とそれが引張特性におよぼす影響について詳細に考察を行うために、2段階引張試験を実施した。Fig. 4-10 に、CG 材を(a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})、(b)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})で 15%まで引張った後に低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})、(c)低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})でそれぞれ破断まで引張った際の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。なお、(a, c)は Fig. 4-2 に示した曲線と同一の曲線である。17%まで高ひずみ速度で変形させた場合と Fig. 4-10(a)を比較すると、同程度のひずみで同程度の応力を示す。そこからさらに、低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})で変形をさせると、元の応力-ひずみ曲線よりも低い応力 375 MPa 程度で塑性変形が開始し、その後応力が低下し続け破断に至る。Fig. 4-10(b)の低ひずみ速度での応力-ひずみ曲線と Fig. 4-10(c)を比較すると、降伏後の流動応力に大きな変化はなく、破断伸びも同程度となった。

Fig. 4-11 に、(a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})で 5%まで変形させ、その後、(b)低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})で 12%まで変形させた後の同一視野の結晶方位分布図を示す。視野内には、Fig. 4-5(a)の高ひずみ速度の変形において、第 4.3.3 節で示した結果と同様に多数の双晶の発生が確認できた。これらの双晶の多くは、低ひずみ速度で変形をさせると、双晶の長手方向には発達せず、幅方向に太くなり、明らかに双晶の領域が拡

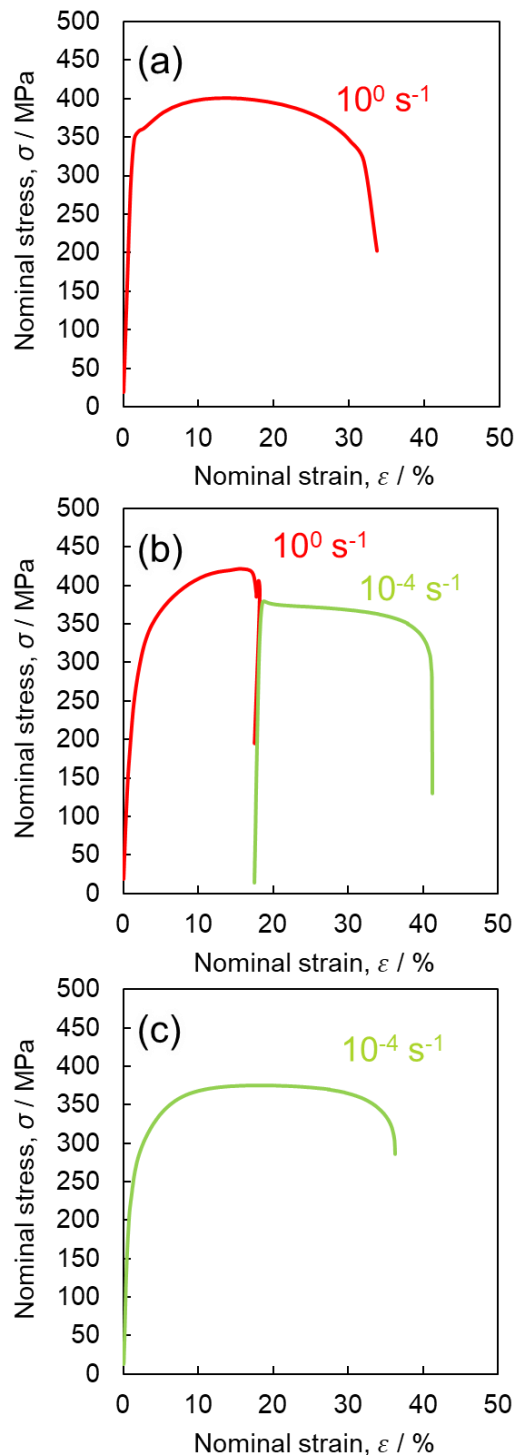


Fig. 4-10 CG 材の公称応力-公称ひずみ曲線(a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})、(b)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})で 15%まで変形後に低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})、(c)低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})で変形

大していた。第3章で述べたように、チタンにおける双晶の導入は、双晶境界が転位運動の障害として加工硬化率を増加する効果と、双晶境界内のせん断応力の増加による加工硬化を促進する2つの効果を持つ[84]。第3章で、双晶の発生が認められる純チタンの場合には、これらの効果が発現することによって、大きな加工硬化を示した。一方で、本章で取り扱ったTi-2Al合金は、高ひずみ速度での変形において双晶の導入は認められるものの、Fig. 4-10とFig. 4-11から、その発生や成長挙動は応力-ひずみ曲線自体には大きな変化をもたらさなかった。

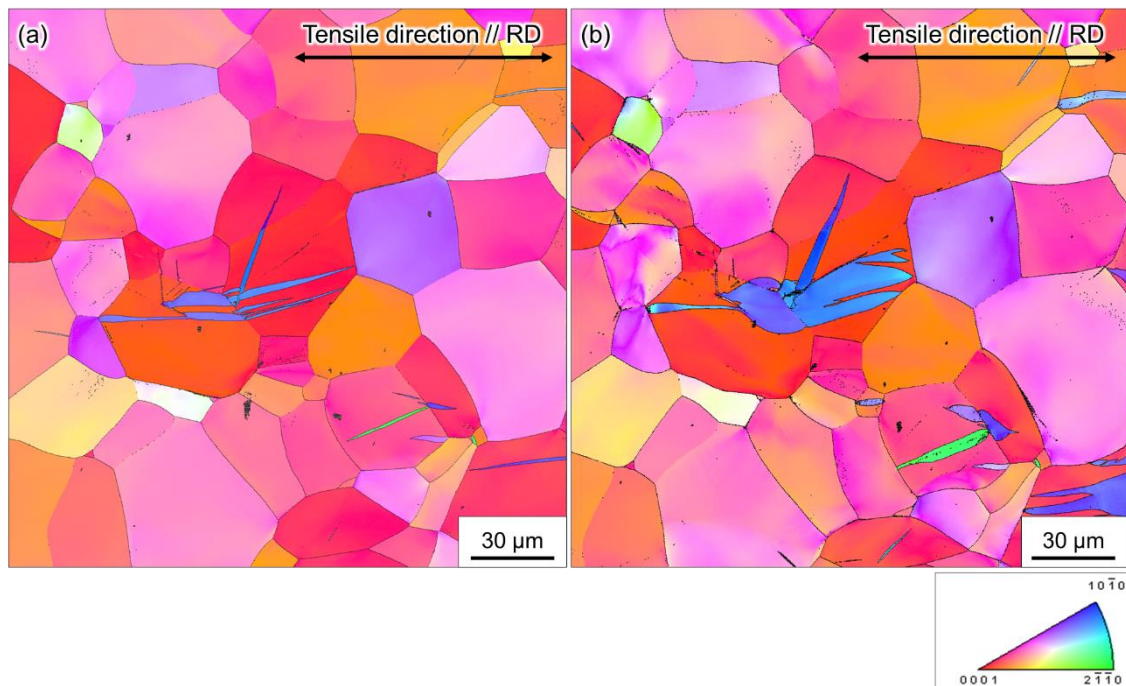


Fig. 4-11 CG材を(a)高ひずみ速度(10^0 s^{-1})で5%まで変形させ、その後、(b)低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})で12%まで変形させた後の同一視野の結晶方位分布図

4.5. 結言

平均結晶粒径が $33 \mu\text{m}$ (CG材)と $6 \mu\text{m}$ (FG材)のTi-2.0wt.%Alを用いて、ひずみ速度 $10^{-6} \sim 10^0 \text{ s}^{-1}$ の範囲で変化させた引張試験を実施した。Al添加したチタン合金において、ひずみ速度が加工硬化や延性などの力学特性と双晶系やすべり系の活動におよぼす影響を調査し、

以下の結論を得た。

- [4-1] CG 材、FG 材ともに、ひずみ速度の増加に伴い、0.2%耐力と最大引張強度は増加した。また、両方の試料で、ひずみ速度が増加すると、均一伸びと破断伸びが低くなる傾向を示した。この遠征の傾向は FG 材で、顕著であった。
- [4-2] CG 材において、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})で変形させた組織を比較した。高ひずみ速度では、 $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶が発生していることが認められた。先行研究で報告されているとおり、低ひずみ速度では双晶はほとんど発生していなかった。
- [4-3] CG 材、FG 材ともに、すべての条件で加工硬化挙動に系統的な変化は見出せない。ただし、FG 材の低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})においては、ほかの条件と比較し、加工硬化率が小さい。また、純チタンと比べ双晶の発生頻度が低かったために、加工硬化挙動に双晶導入による加工硬化率が增大する Stage B は出現しなかった。
- [4-4] CG 材を高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で7%、22%まで変形させた。7%時点では、高ひずみ速度と低ひずみ速度ともに柱面すべりが優先的に活動し、22%まで変形をさせると、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で錐面すべりの活性化が生じた。これは、純チタンと同様であった。
- [4-5] CG 材のすべり線トレース解析結果から、純チタンと同様に、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})において、延性が増加したのは、錐面すべりの活性化が生じたためであると推察される。

- [4-6] 高ひずみ速度(10^0 s^{-1})でひずみ 15%まで変形させた後に、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で引張試験を行った。高ひずみ速度で導入された双晶は、低ひずみ速度での変形によって、長手方向には成長せず幅方向に太り、その領域が拡大した。双晶の形状変化の効果は、引張特性にほとんど影響がなかった。

第 5 章 Ti-6Al-4V 合金の室温クリープ変形における転位の運動様式

と加工硬化挙動

5.1. 緒言

第 3 章と第 4 章では、純チタンとそれに Al を添加した Ti-2Al 合金を用いて、ひずみ速度を変化させた場合の引張変形挙動を調査し、微細組織観察によって双晶あるいは錐面すべりが加工硬化と延性に与える影響を議論した。その結果、どちらの材料でも低ひずみ速度において、明らかに錐面すべりの活動が増加していることがわかった。また、この場合には、錐面すべりは、延性の増加に寄与することも明らかにした。

本章では、Ti-6Al-4V 合金の室温クリープ変形を取り扱う。第 1 章でも述べたように、チタンでは室温で破断に至るようなクリープ変形が生じることが報告されている。クリープ変形は、破断時間、ひずみ速度などの時間に依存した変形機構である。第 3 章と第 4 章から α 相単相のチタンにおける引張試験では、ひずみ速度が減少すると、錐面すべりの活動頻度が高くなることが明らかとなった。引張試験がひずみ速度一定であるのに対し、クリープ試験では、ひずみ速度が減少・一定・加速と変化していく。そのため、クリープ変形中には、ひずみ速度に応じたすべり変形が生じ、加工硬化挙動や延性に影響をおよぼすことが考えられる。本章では、チタン合金の中で最も適用されている Ti-6Al-4V 合金を用いて、すべり変形とクリープ変形による加工硬化の関係について調査した結果について述べる。

Ti-6Al-4V 合金は航空機エンジン部品などに使用され[121]、その使用環境から、高温クリープ特性についての研究が盛んにおこなわれてきた[122]。Barboza ら[123]は Ti-6Al-4V 合金について 500°C で 291 ~ 472 MPa、600°C で 97 ~ 291 MPa の高温におけるクリープ試験を実施し、しきい応力の存在を考慮すると応力指数が約 4、活性化エネルギーが 415 kJ/mol となることを報告しており、これらの特徴は高温累乗則クリープ機構に対応する。一方で、緒言でも述べたように、一般的な金属・合金を融点の約半分以下の低温域でクリープさせると、対数クリープが生じることが知られている[43-46]。これに対して、チタンなどの六方最密構造を有する金属・合金の一部では、融点の半分以下である室温であっても遷移クリープだけでなく加速クリープも示し、破断に至る[47, 48, 50]。佐藤ら[49]は様々な金属・合金において、各材料の 0.2% 耐力の 55%~90% の応力範囲で室温クリープ現象についての研究を行い、

六方最密構造の金属材料、特にチタンとその合金では顕著な室温クリープが発現することを報告した。ここで、チタンの室温クリープに関する先行研究をいくつか紹介し、現状について簡単に述べる。松永ら[48, 50]は純チタンの0.2%耐力以下の室温におけるクリープ挙動について調査し、純チタンの室温クリープは応力指数が3、活性化エネルギーが20 kJ/molであり、粒内では一次錐面すべりが支配的に生じたという結果を報告している。また、Obersonら[124]は、 α 単相の Ti-1.6wt%V 合金について0.2%耐力の95%の応力で室温から205°Cでのクリープ試験を実施し、Ti-1.6wt%V 合金の室温クリープの活性化エネルギーは約38~47 kJ/molであることを見出しており、クリープ変形の活性化エネルギーが小さいという点で松永らと同様の結果を報告している。このように応力指数3で非常に小さな活性化エネルギーを示すチタン・チタン合金の室温クリープについては、粒界近傍に堆積した転位がシャッフリングによって粒界に吸収されるという回復律速型の変形機構で説明されている[48]。一方で、 α 単相 Ti-6Al 合金や $\alpha+\beta$ 二相 Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo 合金といった固溶元素として Al を含有したチタン合金の室温クリープ変形に関しては、Ti と Al の短範囲規則相のせん断とそれによる後続転位に対する強化能の低下に起因して局在化した平面すべりが発生するために加工硬化率が著しく低くなることが要因であるとの考えもある[51, 52]。他にも、時間依存型の双晶変形が関与するとの報告[125]もある。チタン合金の室温クリープのメカニズムについては様々な議論がなされており、統一的に理解されているとはいえない。また、これまでの研究では、クリープ変形の律速過程や変形に伴う微細組織の発達にまでは言及していない。

以上の研究背景を踏まえ、本章では、クリープ変形の律速機構を明らかにすることと変形中に形成する微細組織と加工硬化挙動の関係について考察を行う。クリープ変形の律速過程は、クリープ試験中に瞬間的に負荷応力を急変させる応力急変試験によって判別することが可能[41]である。次に、ひずみ速度変化に伴う微細組織の発達、すなわち、錐面すべりの活動の変化がクリープ変形挙動に与える影響を調査する。クリープ変形中に形成される組織の観察・評価には、クリープ試験を逐次中断させ、同一視野における変形組織の発達を観察することが有効である。したがって本章では、これらの実験手法を適用することによって、Ti-6Al-4V 合金の室温クリープ変形における律速過程の判別と変形組織の発達挙動の評価を行うとともに、変形組織の発達が加速クリープの発現におよぼす影響を明らかにすることを目的とした。

5.2. 実験方法

試料には、第2章に記載の Ti-6Al-4V 合金を使用した。厚さ 1 mm、幅 10 mm、長さ 40 mm の平板材を切り出した後、放電加工により Fig. 5-1 の形状としたものをクリープ試験片として用いた。

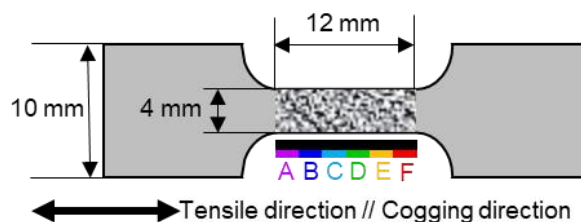


Fig. 5-1 クリープ試験片の模式図

クリープ試験は約 20°Cで行い、初期応

力を 850 MPa、874 MPa、889 MPa、904 MPa および 925 MPa の 4 段階として荷重一定で行った。第2章に記載のとおり、クリープ試験では2種類の変位測定方法を用いた。一つは平行部にマーカーをつけ、光学変位計を用いて変位測定を行う方法である。この方法では、試験中にクリープ曲線を描くことが容易である。そのため、クリープ試験を中断する場合や、下記のクリープ応力急変試験を行う場合に採用した。この方法での変位測定間隔は 1 s ~ 30 s とした。もう一つは、DIC 法を用いてひずみ測定を行うものである。本章ではこの手法を DIC クリープ試験と呼ぶ。DIC クリープ試験では、撮影間隔 1 s ~ 1 h で光学顕微鏡像を撮影した。光学顕微鏡像の解像度は 1280 × 960 pixels とした。また、925 MPa での場合のみ、負荷から破断までの時間が短いことが予想されたため、10 fps の動画による撮影を行った。DIC クリープ試験結果に関しては、試験片平行部全体の平均ひずみに加え、Fig. 5-1 に示すように、平行部を A ~ F の 6 区間に分割し、それぞれの局所ひずみを求めた。DIC 解析では、サブセットサイズを 19 × 19 pixels、ポイント距離を 17 pixels とした。また、クリープ試験における転位運動の律速過程を判別するために応力急変試験を行った。初期応力 874 MPa でのクリープ試験における定常クリープ域にて、応力を急増後、1 s 保持し、直ちに急減させた。応力急変量は 15 MPa、30 MPa および 45 MPa とした。それぞれ初期応力 874 MPa の 1.7%、3.4% および 5.1% に相当する。

微細組織評価のため、SEM による SE 像と BSE 像を取得し、EBSD 法を用いて解析を行った。クリープ試験片に対してエメリー紙 #80 ~ #3000 による湿式研磨を行い、1 ~ 3 μm のダイヤモンドパウダーによるバフ研磨をそれぞれ 15 分ずつ行った。研磨面を裏返して白と黒のスプレーによるランダム模様を塗布した後、再び裏返して、研磨した面側の平行部に等間隔に 7 点のビッカース圧痕をつけ、観察位置の目印とした。このビッカース圧痕間が DIC クリープ試験において局所ひずみを評価した 6 区間 A ~ F に対応している。最終的にコロイダルシリカ懸濁液を利用した化学機械研磨を 1.5 h 実施して表面近傍の加工変質層を除去し、

SEM用の観察面を仕上げた。SEM観察条件は加速電圧5 kV、倍率500倍、解像度6144 × 4096 pixelsとした。EBSD測定時には、試料台の傾斜角を70°とし、測定条件は、加速電圧15 kV、ビーム電流を3.2 nA、視野サイズを250 × 150 μm、step sizeを1 μmとした。これらの条件で、ビッカース圧痕間1区間につき2視野ずつの計12視野で初期組織を観察した後、クリープ試験を行った。クリープ試験中に数回試験を中断し、初期組織と同視野の組織観察を繰り返した。クリープ試験の中断は、クリープ曲線がそれぞれ瞬間塑性ひずみ、遷移域、定常域および加速域を示したことを確認した時点で行った。

5.3. 結果

5.3.1. 初期組織

Fig. 5-2に、(a)供試材の初期組織のSEM-BSE像と(b)観察面垂直方向から指数付けした α 相の結晶方位マップを示す。なお、紙面左右方向がクリープ試験片の長手方向(引張方向)および鍛伸方向と一致している。また、Fig. 5-2(b)は、試験片の板面を示しており、観察方向に対する結晶方位を標準ステレオ三角形の色に基づいて表示している。Fig. 5-2(a)において比較的明るい輝度で観察されている相が β 相、他の部分が α 相である。本試料は全面 β 相の材料を β -transus近傍の温度から冷却することで、粒界から α 相が析出・成長し、最終的には等軸 α 粒とその粒界上に β 相が残留した二相組織を形成していた。また、Fig. 5-2(b)より、本試料は $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ から $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ に近い方位の結晶粒が集合した領域と、 $\langle 0001 \rangle$ に近い方位の結晶粒が集合した領域が、数百μm間隔で試験片長手方向に沿って帯状に分布した集合組織を有していることがわかる。クリープ変形中の組織の発達過程に対する初期方位の影響を考慮するため、全ての区間において、各集合組織領域をそれぞれ1視野ずつ観察した。

5.3.2. クリープ変形挙動と転位の運動様式

Fig. 5-3に、DICクリープ試験で得られたクリープ曲線を示す。なお、この曲線では試験片平行部全体の平均ひずみを示している。それぞれの初期応力は、(a)874 MPa、(b)889 MPa、(c)904 MPaである。なお、925 MPaでは荷重を負荷した途端に破断した。874 MPa、889 MPaおよび904 MPaでのクリープ曲線はいずれも遷移クリープ、定常クリープ、加速クリープを示し、それぞれ1567 h、99 hおよび50 hで破断に至った。また、それぞれの破断時の平均ひずみは12%、16%および18%であった。Fig. 5-4に、定常ひずみ速度と初期応力の両対数プロットを示す。プロットに用いた定常ひずみ速度は、874 MPaでは322から1208 hま

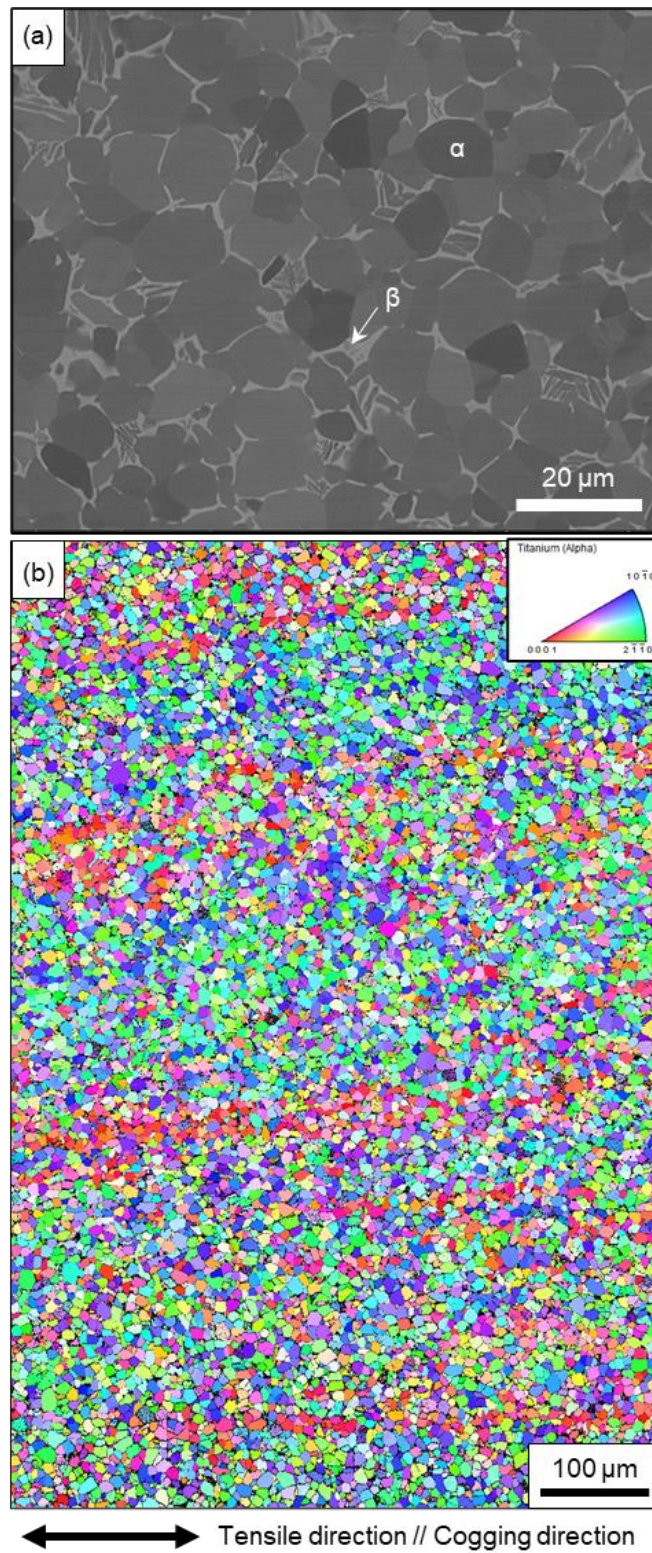


Fig. 5-2 Ti-6Al-4V 合金の初期組織
 (a)SEM-BSE 像、(b)結晶方位分布図(α 相)

で、889 MPa では 32 から 67 h まで、904 MPa では 10 から 30 h までのひずみ速度が一定であった定常クリープ領域におけるひずみ速度の平均値である。なお、白抜きで示すプロットが実験値で、黒塗りで示すプロットが文献値[49]である。実験値と文献値の結果をまとめて、グラフの傾きから求めた応力指数 n は 59 である。一般的な金属・合金の高温クリープにおける応力指数は 3~5[41]、純チタンの室温クリープでは約 3[48, 50]、Ti-6Al-4V 合金の室温クリープでは約 30[49]であると報告されている。これらと比較して、本試料の応力指数は極めて大きく、クリープ変形中のわずかな応力の増減でひずみ速度が大幅に変化するという特徴を持つことがわかった。一方で、佐藤らが用いた Ti-6Al-4V 合金で他の金属・合金よりも大きな応力指数を示す理由について、べき乗則クリープのブレー

クダウンと似た現象ではないかと推察されている。しかし、彼らは低応力側の応力指数の低い領域が観察できていないため、判断できないとしている。同様に、本試料でも大きな応力指数を示す理由については、明らかになっていない。

Fig. 5-5 に、初期応力 889 MPa での DIC クリープ試験で測定された局所ひずみ分布の経時変化を示す。それぞれ(a)変形前、(b)負荷直後、(c)遷移域、(d)定常域、(e)加速域、(f)破断直前のひずみ分布である。(a)に青色で示している範囲を解析対象とし、ひずみ 0%を青、ひずみ 18%を赤として、その間の値を線形的なカラーコンターで表している。(c)の遷移域まではひずみ分布はおおよそ均一であるが、(e)の加速域以降では緑色の部分と黄色の部分の混在しており、不均一に変形していることがわかる。(f)の破断直前では平行部中央が赤く示され、他の範囲よりもひずみが集中している。このひずみが集中している部分は、材料の破断の兆候を捉えており、実際に、この直後に本試験片は平行部中央の赤く示された部分で破断

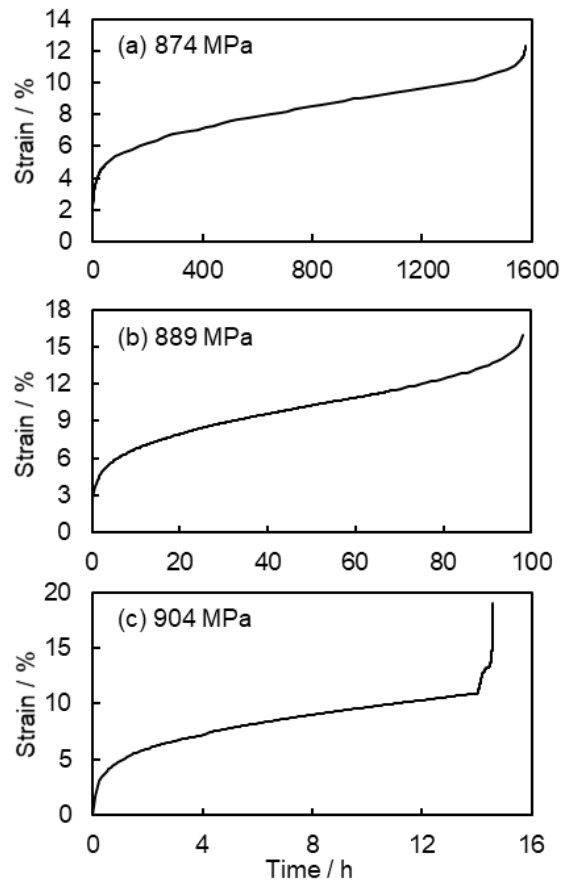


Fig. 5-3 初期応力(a)874 MPa、(b)889 MPa、(c)904 MPa におけるクリープ曲線

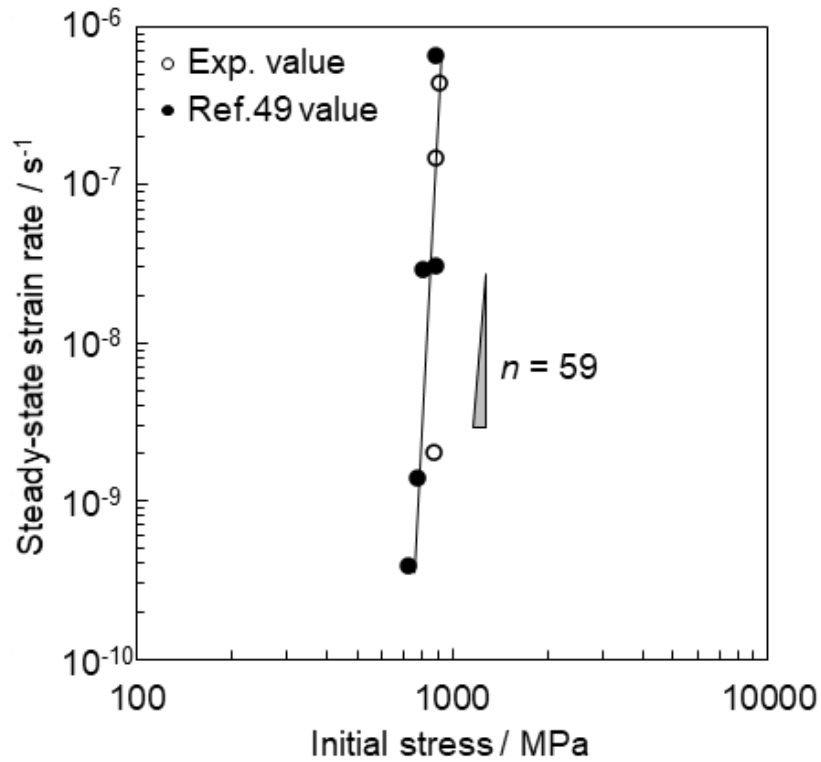


Fig. 5-4 定常ひずみ速度-初期応力の両対数プロット

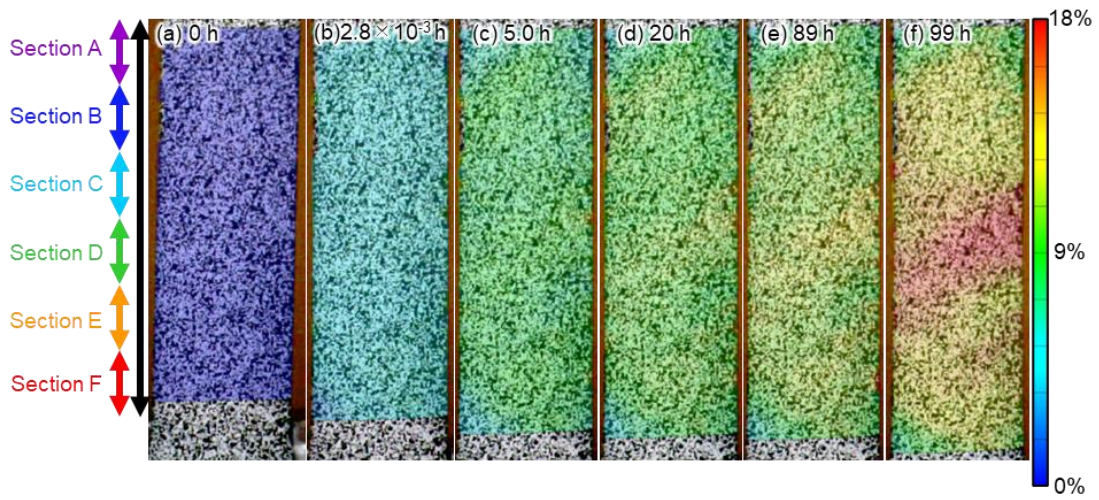


Fig. 5-5 初期応力 889 MPa での DIC クリープ試験で測定された局所ひずみ分布の経時変化

した。このようなクリープ変形の進行に伴うひずみの局所的な発達、初期応力が 874 MPa と 904 MPa の場合でも同様に認められた。Fig. 5-6 に、Fig. 5-1 で定義した A~F の区間毎に

描いた局所クリープ曲線を示す。初期応力は(a)874 MPa、(b)889 MPa および(c)904 MPa である。なお、黒色のプロットは平行部全体の平均ひずみである。874 MPa では区間 B、889 MPa では区間 D、904 MPa では区間 B でそれぞれ破断した。また、874 MPa のクリープ曲線ではすべての区間で加速クリープを生じているが、889 MPa の区間 A や 904 MPa の区間 F などでは試験片が破断に至るまでに加速クリープを示していない。

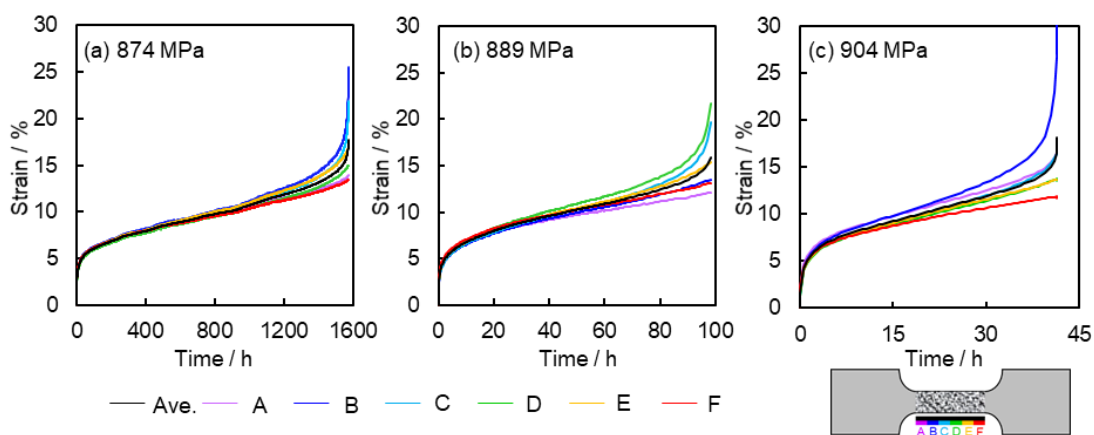


Fig. 5-6 Fig. 5-1 で定義した A~F の区間毎に描いた局所クリープ曲線

(a)874 MPa、(b)889 MPa、(c)904 MPa

第 1 章で説明したとおり、転位運動がクリープ変形を生み出す主因である場合、その運動様式は回復律速とすべり律速に大別できる[41]。回復律速の場合には転位は自由飛行的に運動するが、転位セル壁などの内部応力が高い部分に達すると運動が止められ、回復によって内部応力が負荷応力以下に低下するまでそれ以上の運動が継続できない。一方、すべり律速の場合には溶質元素の引きずりなどの要因により転位が粘性的に運動する。ここで、クリープ中に負荷応力を急増・急減することを考えると、すべり律速の場合には粘性的に運動する転位は応力増加に対して瞬間的に速度を増すことはできず、十分に短い時間内に元の応力まで急減すれば、その間に塑性ひずみは生じない。これに対して回復律速の場合には、急増によって負荷応力が内部応力を上回った部分において転位が自由飛行することが可能となるため、応力を増加させている時間が短時間であったとしても塑性ひずみが発生する。したがって、クリープ中に応力を急増・急減する応力急変試験を実施することによって、転位の

運動様式の判別が可能となる[41]。Fig. 5-7 に、(a)874 MPa の応力でクリープ試験中に応力急変をした際のクリープ曲線と(b)応力急変前後のひずみ変化量と応力増減量の関係を示す。クリープ変形が定常状態に達したことをクリープ曲線から判断した後、瞬間的に初期応力の 1.7%である 15 MPa、3.4%である 30 MPa および 5.1%である 45 MPa を急増、急減させた。Fig. 5-7(a)より、応力急増に伴ってひずみが増大するが、応力を減少させると元のクリープ曲線とほぼ一致するところまでひずみが減少しており、 $\Delta 45$ MPa の応力変化によっても瞬間塑性ひずみは生じていない。また、Fig. 5-7(b)の応力急変前後のひずみ変化量と応力増減量の関係は線形で、その傾きの逆数は 106 GPa である。この値は Ti-6Al-4V 合金の室温におけるヤング率 110 GPa[124]とほぼ一致しており、このことから応力急増によって瞬間塑性ひずみがほとんど生じていないことが確かめられる。したがって、本試料の室温クリープでは、転位は粘性的に運動しており、クリープ変形はすべり律速であることが明らかとなった。

5.3.3. 変形組織の発達

本節では、クリープ試験を中断させ、クリープ変形に伴って形成した組織の評価を行う。Fig. 5-8 に、変形組織の発達挙動を調査するために同視野観察を繰り返した試験片における局所クリープ曲線を示す。クリープ試験の初期応力は 889 MPa である。それぞれ 7 つの曲線は、Fig. 5-1 に示す区間と対応している。グラフ中の矢印は試験中断時点を示しており、それぞれ左から負荷直後、遷移域、定常域、加速域である。このクリープ試験ではおよそ 5 h で破断し、破断位置は区間 E であった。各区間のクリープ曲線に着目すると、区間 E、F で顕著な加速挙動が認められるのに対し、他の区間 A、B、C、D では加速が生じていないことがわかる。なお、破断時間は、中断を行わなかった場合の同一応力での破断時間である 99 h に比べて非常に短時間であり、試験の中断を数回実施したことによって CDF に関連した材料劣化が生じた可能性を示唆するものであるが、本章ではこれ以上は言及しない。しかし、破断時間が大きく異なることは、クリープ試験を中断させなかった場合と中断させた場合で、クリープ変形中に形成する組織が異なることを示唆している。そのため、本論文では、クリープ試験を中断しない場合と中断した場合それぞれについて、明確に区別して議論を進めることとする。

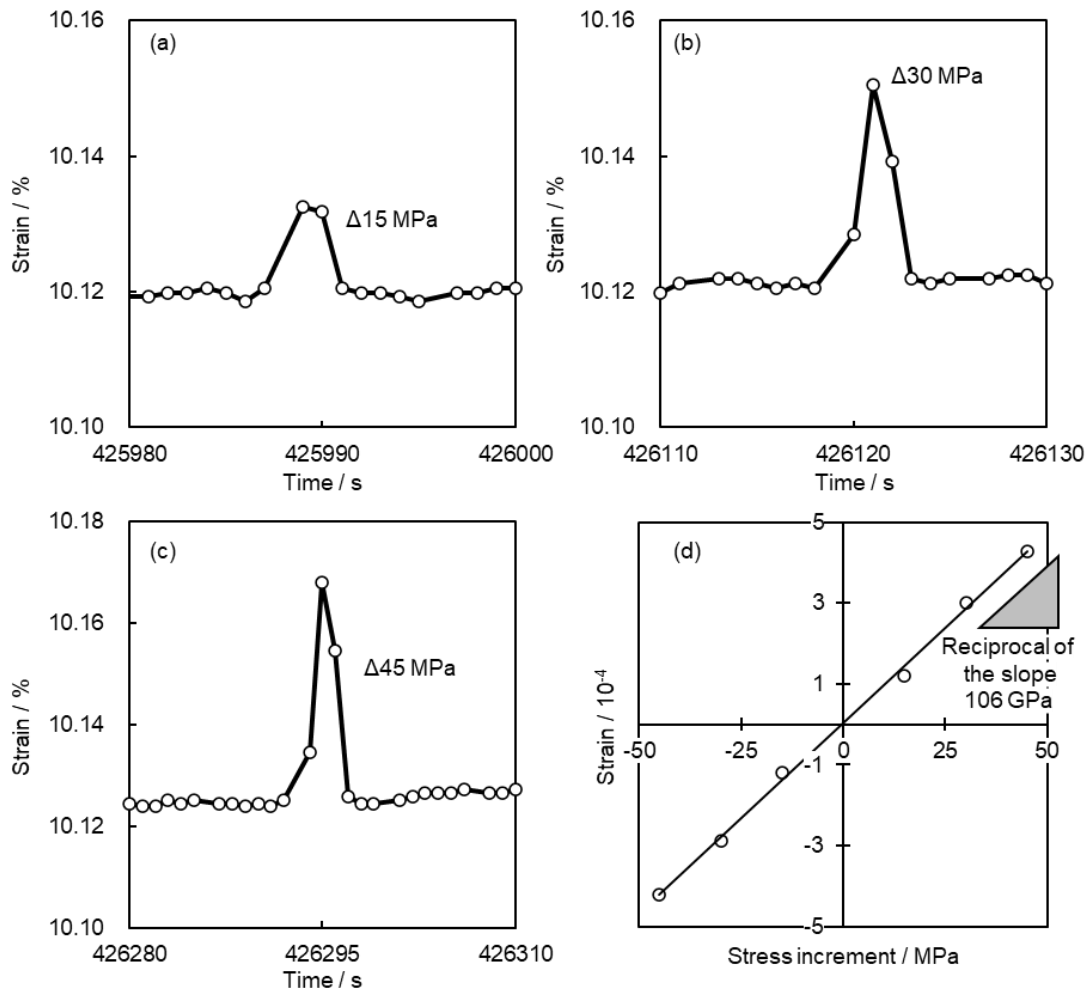


Fig. 5-7 (a~c)874 MPa の応力でクリープ試験中に応力急変をした際のクリープ曲線と (d)応力急変前後のひずみ変化量と応力増減量の関係。ただし、応力急変量は(a)15 MPa、(b)30 MPa、(c)45 MPa である。

Fig. 5-9 に、クリープ変形組織の発達の一例として、区間 C における(a)初期、(b)負荷直後、(c)遷移域、(d)定常域および(e)加速域における SEM-SE 像を示す。また、(f)は(b)の点線で囲った領域を拡大した SEM-SE 像で、負荷直後の様子を示している。負荷直後の時点ですでに多数のすべり線が発生しているが、個々の結晶粒中のすべり線はほぼ平行に発生していることから、各結晶粒内では概ね単一のすべり系のみが活動していることがわかる。また、一部では α 母相のすべり線が粒界上の β 相にまで連続している部分や隣接粒にまで伝播し

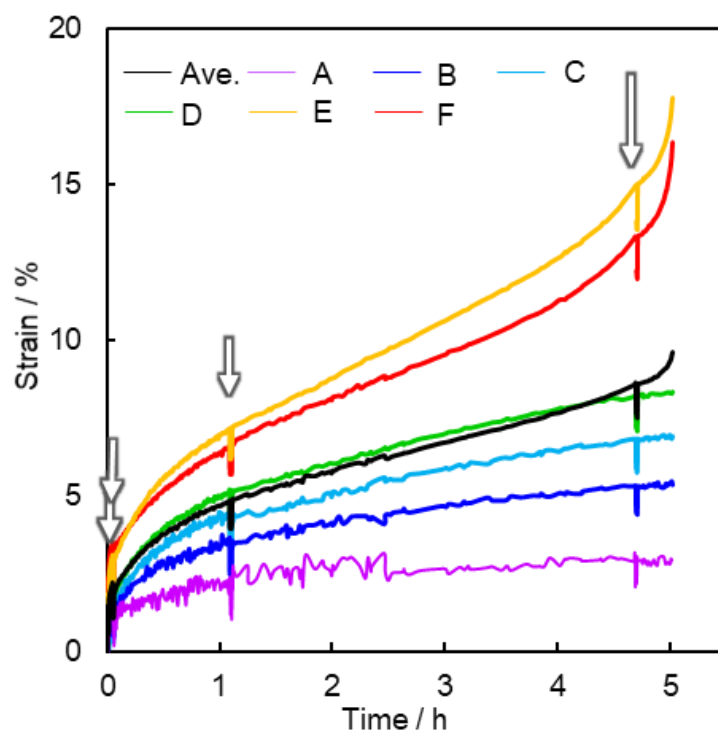


Fig. 5-8 889 MPa で変形させたときの DIC クリープ曲線。なお、矢印は中断時点を示す。

ている部分も観察された。クリープ変形の進行に伴い、多重すべりが生じ、すべり線が交差する部分が認められるようになる。活動したすべり系を決定するために、Fig. 5-9 の SEM-SE 像と同一視野の EBSD 結晶方位解析結果を用いて、すべり面のトレース解析[101]を実施した。トレース解析では、各区間の初期における SEM 視野内で任意の 50 個の結晶粒を決め、各中断時点で同一の結晶粒に着目して、活動するすべり系の変化を追跡した。なお、一区間につき 2 視野ずつ観察を行っているため、解析した結晶粒数の合計は各区間で 100 個である。トレース解析の結果を Fig. 5-9 の SEM 像上に示している。B は底面すべり、P は柱面すべり、 P_y は一次錐面すべり、X はすべり線が観察されなかったことを表している。なお、Fig. 5-9(f)の赤線はすべり面のトレース結果である。トレース結果と SEM 像上で観察されたすべり線の一致によって、すべり系を決定している。また、クリープ変形の進行に伴って複数のすべり系の活動が認められた場合には、早期に発生したすべり系を左から順に示

している。クリープ変形の初期には主に底面すべりと柱面すべりによる単一すべりが多く発生しているが、クリープ変形の進行に伴い一次錐面すべりの活動が増え、同時に多重すべりの発生が多くの結晶粒で確認されるようになる。これらの結果は、純チタンの室温クリープでは一次錐面すべりが支配的に生じた[48]という報告とは異なる傾向といえる。なお、同様の傾向が、観察した 12 視野すべてで確認され、すべり系の活動傾向に関して、主に $\langle 10\bar{1}0 \rangle - \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ の集合組織を有する領域と主に $\langle 0001 \rangle$ 方向の集合組織を有する領域で有意な差は認められなかった。

A から F の各区間において、多重すべりが観察された結晶粒の数 N_m を各区間中で解析を行った結晶粒数 N_t (= 100 個) で除することで多重すべりの発生頻度を求めた。Fig. 5-10 に、変形に伴う多重すべり発生頻度の変化と多重すべりが生じた際のすべり系の組み合わせに着目し、それぞれの領域で発生した各多重すべりの組み合わせの割合の変化を示す。(a) 加速クリープが生じなかった区間(区間 A, B, C, D) と (b) 加速クリープが生じた区間(区間 E, F) に区別しており、図の横軸に示す 1st, 2nd, 3rd および 4th はそれぞれ負荷直後(ひずみ 0.6%)、遷移域(ひずみ 1.5%)、定常域(ひずみ 4.0%) および加速域(ひずみ 7.7%) での中断時点に対応している。また、左の縦軸は各多重すべりの組み合わせが観察された結晶粒の数 N_p を、各区間において多重すべりが観察された結晶粒数 N_m で割った値である。右の縦軸は多重すべりの発生頻度の割合である。PP は柱面すべり同士の組み合わせ、BP は底面すべりと柱面すべりの組み合わせ、BP_y は底面すべりと一次錐面すべりの組み合わせ、PP_y は柱面すべりと一次錐面すべりの組み合わせ、others は 3 種類以上のすべり系が活動した場合や一次錐面すべり同士の組み合わせを表している。なお、Fig. 5-10 中では、すべり系が活動した順番は無視して、単純に組み合わせのみを考慮している。加速クリープの発生に関係なく、多重すべりの発生頻度はクリープ変形とともに増加していることが確認できる。(a) より、加速クリープが生じなかった区間では一次錐面すべりを含んだ多重すべりの発生率が徐々に増加し、3rd の定常域(ひずみ 4.0%) 時点において約 40% の結晶粒で一次錐面すべりを含んだ多重すべりが発生していることがわかる。一方で、加速クリープが生じた区間では、一次錐面すべりを含む多重すべりの増加の程度は小さく、最大でも 20% 程度に留まっている。これらの結果から、クリープ中の加速の抑制に対して、一次錐面すべりを含む多重すべりの増加が有効に作用していることが示唆される。

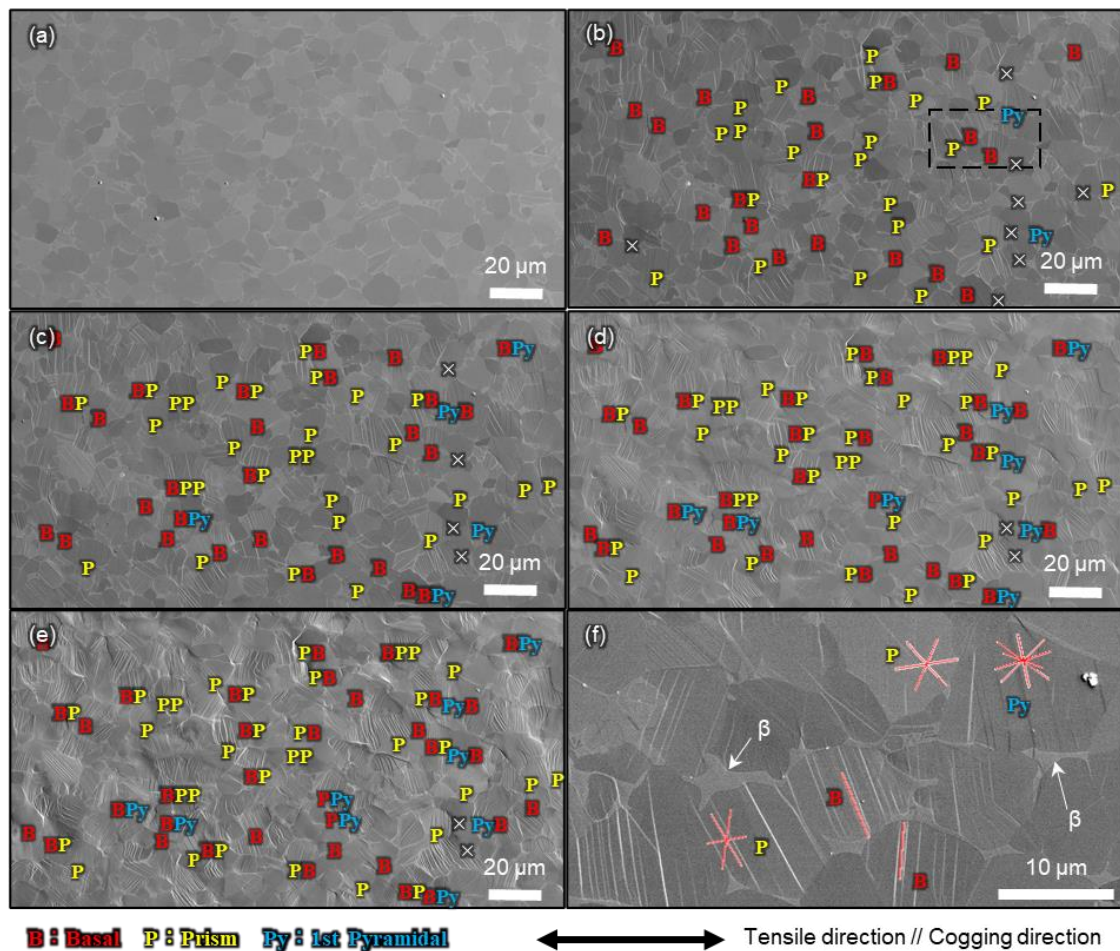


Fig. 5-9 ex-situ DIC クリープ試験で得られた区間 C の SEM-SE 像。

(a)初期組織、(b)負荷直後、(c)遷移域、(d)定常域および(e)加速域である。また、(f)(b)の点線で囲った領域を拡大した SEM-SE 像である。

Fig. 5-11 は、区間 C の初期の結晶方位マップから得られた(a)底面(a)転位すべり、(b)柱面(a)転位すべり、(c)一次錐面(a)転位すべりおよび(d)一次錐面(a+c)転位すべりの紙面左右方向への引張に対する SF マップである。SF マップ上には、トレース解析を行った 50 個の結晶粒を抜き出しており、負荷直後において観察されたすべり系を示している。それ以外の結晶粒については黒で示している。なお、一次錐面に関しては(a)転位すべりと(a+c)転位すべりが発生しうるが、トレース解析では両者を区別することはできない。底面すべりと柱面すべりの SF マップに着目すると、各結晶粒の SF の大きさと負荷直後に活動したすべり系は良く一致している。一方で、一次錐面(a)転位すべりと一次錐面(a+c)転位すべりに関し

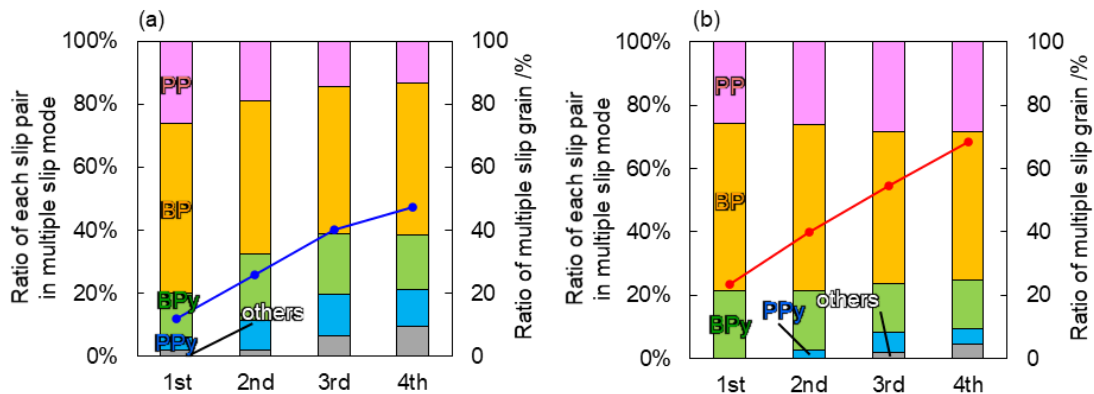


Fig. 5-10 (a)加速クリープが生じなかった区間(区間 A, B, C, D)および(b)加速クリープが生じた区間(区間 E, F)における変形に伴う多重すべり発生頻度の変化とそれぞれの領域で発生した各多重すべりの組み合わせの割合の変化

では、ほとんどの結晶粒で大きな SF となるにもかかわらず、これらの活動が認められた結晶粒は視野内に 2 つのみである。Qin ら[127]は、Al を添加した六方最密構造を有するチタン合金における各すべりの CRSS を求め、Al を 6% 添加した場合の CRSS は柱面すべりが約 150 MPa、底面すべりが約 160 MPa、そして一次錐面すべりが約 700 MPa であると報告している。各すべり系の CRSS の関係から、本試料の変形では、柱面すべり、底面すべりが優先されていると考えられる。一次錐面すべりが認められた 2 つの結晶粒については柱面すべりと底面すべりのいずれの SF も他の結晶粒と比べて小さいために、本来は活動し難い一次錐面すべりが活動したものと考えられる。したがって、負荷直後に活動するすべり系は、概ね各結晶粒の SF と各すべり系の CRSS で説明可能である。一方で、クリープ変形の進行に伴って一次錐面すべりを含む多重すべりが増加したことは、SF や CRSS の大小だけでは説明ができない。六方最密構造を有するチタン合金が自由に変形するためには c 軸方向への変位を担う $(a+c)$ 転位の活動や双晶変形が必要である。本研究では変形双晶の発生は認められなかったため、変形後期では周囲の結晶粒との変形の連続性を維持するために一次錐面での $(a+c)$ 転位すべりが活動した可能性が考えられる。しかし、トレース解析結果のみでは一次錐面すべりに関してこれ以上の議論は行えず、今後は透過電子顕微鏡観察により転位のバーガスベクトルを決定するなどの詳細な検討が必要である。

Dawson ら[128]は高エネルギー X 線回折実験により測定された格子ひずみ分布から等軸 α

組織を有する Ti-6Al-4V α/β 二相合金中で活動するすべり系の比率を予測する方法を提案している。彼らは、試料の β 相体積率が約 8%と低いことを根拠として解析対象を等軸 α 粒に限定しているが、このようにして得られたすべり系の比率の評価結果が DIC によって測定された実験値[129]と一致することから、将来的に β 相も考慮した評価が必要であるとしつつも α 相の体積率が十分に大きい試料については α 相のみに着目した解析でも信頼性のある結果が得られると述べている。本研究の対象試料の β 相体積率は約 5.6%であり、Dawson らの研究と同様に α 相のみに着目したとしても材料全体を支配する変形組織形成挙動をある程度妥当に評価できていると考えられる。ただし、 β 相の存在が Ti-6Al-4V α/β 二相合金の変形挙動に影響することは過去の報告からも明らかであるため、今後は β 相の影響も取り入れた検討が求められる。

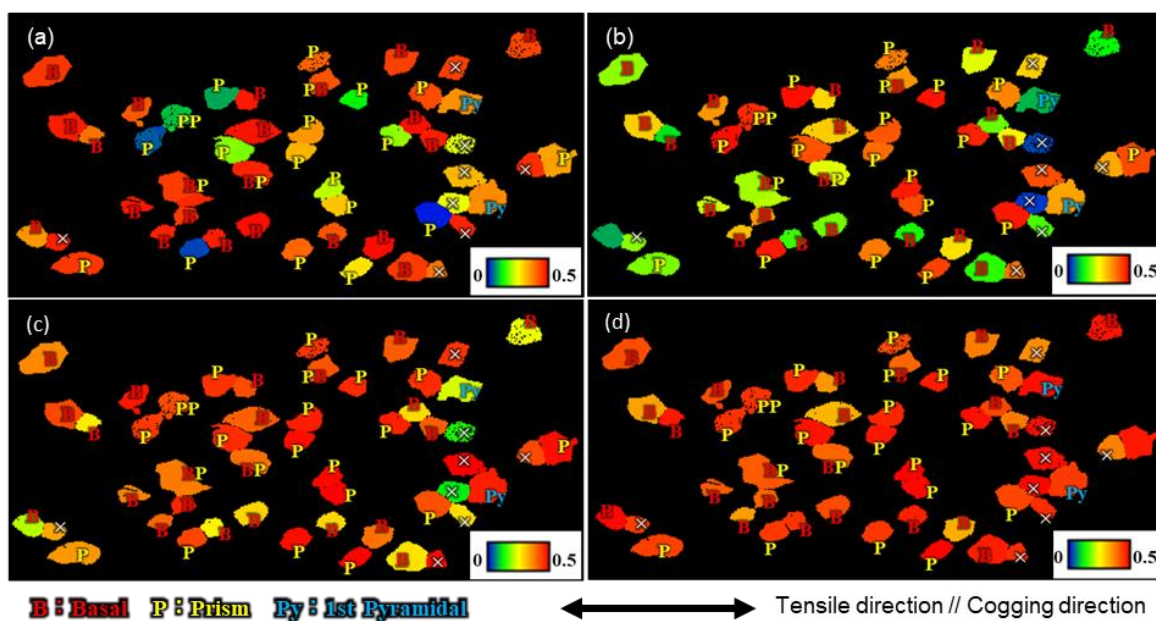


Fig. 5-11 区間 C の初期の結晶方位マップから得られた(a)底面(a)転位すべり、(b)柱面(a)転位すべり、(c)一次錐面(a)転位すべりおよび(d)一次錐面(a + c)転位すべりの紙面左右方向への引張に対する SF マップ

5.4. 考察

本章で実施した中断による微細組織観察では、CDF に起因した組織が発達している可能性がある。そのため、クリープ変形中に中断をした場合としない場合で、形成した組織を単純に比較することはできない。そこで、5.4.1. 節では、クリープ試験を中断しなかった場合について考察を述べ、5.4.2. 節では、クリープ試験を中断した場合に形成する組織について議論を行う。

5.4.1. 真応力を用いた加速クリープ域でのひずみ速度の見積もり

Ti-6Al-4V 合金では、室温クリープでも加速クリープが生じ、破断に至る。本節では、5.3.2. 節のクリープ変形挙動の結果から、本合金における加速クリープ挙動とその要因について考察する。

荷重一定クリープ試験では、変形が進むことで試験片が伸びて、その断面積が減少し、平行部にかかる真応力が増加する。Fig. 5-4 に示したように、本試料では応力指数が非常に大きい。したがって、変形中の真応力の変化がひずみ速度に及ぼす影響はとうてい無視できない。そこで Fig. 5-5 に示した初期応力 889 MPa のクリープ試験における真応力を計算したところ、破断直前には 1000 MPa 以上に上昇していた。この際の真応力の増加に対応するひずみ速度の上昇を計算するため、以下の式を用いた。

$$\dot{\epsilon}_s = A\sigma^n \quad \dots\dots (5-1)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}_s$ は定常ひずみ速度、 σ は真応力、 n は応力指数、 A は定数である。式(5-1)は Norton 則と呼ばれ、定常ひずみ速度と応力のべき乗則関係を示している。Fig. 5-4 に示したように応力と定常ひずみ速度の関係にはべき乗則関係が成り立つことから、式(5-1)の Norton 則 [130] で議論することが可能である。一般的に n 値が非常に大きい場合には、高応力側で Norton 則が成立しないブレークダウン現象が生じる。しかし、本試料では、高応力側でブレークダウン現象が見られず、応力とひずみ速度はべき乗則関係を保っているため、本研究では式(1)が成り立っているとして以下の議論を進める。まず、(5-1)式の Norton 則からクリープ変形に伴う応力増加を考慮した場合のひずみ速度上昇を見積もった。応力指数には Fig. 5-4 で求めた $n = 59$ を用いた。(5-1)式に定常ひずみ速度 ($1.9 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$) とその時点で実際に作用していた真応力 (980 MPa) を代入し、定数 A を求めた。Fig. 5-12 は、初期応力 889 MPa でクリープ試験を行った際のひずみ速度-ひずみ曲線である。定常クリープ域であるひずみ 10.4% 時点を開始点とし、真応力の増加に対応して、(5-1)式から計算されるひずみ速度変化を

赤色の点線で示している。計算結果から、本試料では変形による断面減少のみを考慮した場合でも、顕著な加速クリープを生じることがわかる。しかし、計算値は実験値よりも早期にひずみ速度が大幅に上昇することを予測する結果となっている。したがって、定常クリープにおける応力とひずみ速度の値を用いた Norton 則では、加速クリープをうまく表現することはできない。

ここで改めてクリープ変形に伴う真応力の増加に着目すると、本試料の加工硬化挙動に関して極めて興味深い事象が認められる。5.3.2. 節で述べたように初期応力を 925 MPa とした場合には試料は即時破断したのに対し、初期応力 889 MPa の場合にはクリープ変形中の断面減少によって真応力が 925 MPa を超えても即時破断することなく変形が継続していた。この結果は、変形応力が同じであってもひずみ速度が異なれば加工硬化挙動が変わることを意味している。一般的な金属・合金では、ひずみ速度を変化させた引張試験を行った場合、ひずみ速度によらず加工硬化率は変化しない[131]か、高ひずみ速度であるほど加工硬化が生じやすい[132]と報告されている。一方で、本試料では、低ひずみ速度であるクリープ変形中に形成した加工硬化組織が有する内部応力は、本来ならば即時破断するような負荷応力とも釣り合うことができている。すなわち、ゆっくりと変形した場合の方が大きな加工硬化率を示すと考えることができ、一般的な金属での挙動とは異なる興味深い性質を示す。

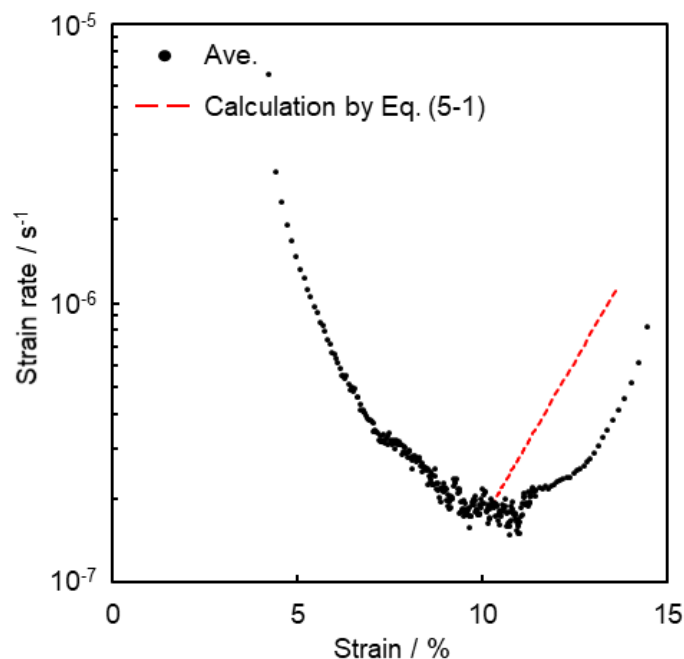


Fig. 5-12 初期応力 889 MPa でクリープ試験を行った際のひずみ速度-ひずみ曲線

5.4.2. 加工硬化組織のひずみ速度依存性

ひずみ速度が加工硬化挙動に及ぼす影響について、クリープ試験中断によって得られた変形組織の発達を観察した結果に着目して考察する。そのため、初期応力 875 MPa、889 MPa、925 MPa でクリープ試験を実施した試料について、 α 相の加工硬化挙動の比較を行う。ここで、初期応力が大きくなればなるほど、そのひずみ速度もまた大きいものとして取り扱う。これらの試料を同程度のひずみまでクリープ変形させた際の Grain Reference Orientation Deviation(GROD)マップについて、Fig. 5-13 に示す。GROD とは、隣り合った測定点の方位差から粒内の局所的な変形度合を表現した値であり、そのマップでは結晶粒内に生じたひずみ勾配が可視化される。本マップでは、結晶方位差の最小値を 0° として青色、最大値を 5° として赤色とし、その間の方位差をカラーコンターとして表現している。GROD 値の大きな部分では、ひずみ勾配が大きく、それに伴って高密度な格子欠陥組織、すなわち転位セルや亜粒界などが形成される。したがって、定性的には、GROD 値の大きい部分では加工硬化が促進されていると評価することができる[133]。Fig. 5-13(a)の試料では、初期応力 875 MPa で変形させ、試験中断時のひずみは 7.0%であった。(b)は、初期応力 889 MPa であり、中断時のひずみは 6.2%であった。(a)の試料では、初期応力 925 MPa で変形させ、試験中断時のひずみは 6.9%であった。なお、これらの値は、観察視野を含む区間に対して DIC 法により算出した局所ひずみである。どちらの GROD マップでも、粒内よりも粒界近傍に GROD 値が大きくなっていることが確認できるが、ほぼ同程度のひずみまで変形させた場合の GROD マップであるにも関わらず、初期応力が低いほど大きな GROD 値を示す領域が多数確認される。このことから、初期応力が小さく、ゆっくりと変形した試料において、より加工硬化した組織が形成されていることが明瞭に示された。Fig. 5-14 には、Fig. 5-13 と同視野におけるクリープ変形中の GROD 値の変化をひずみで整理したグラフを示す。ここでの GROD 値は観察視野全体の平均であり、ひずみは DIC 法によって算出したそれぞれの観察視野での局所ひずみである。925 MPa では局所ひずみが増加しても、平均 GROD 値はあまり増加していない。また、889 MPa では平均 GROD 値が大きく増加している傾向が示された。さらに、875 MPa では、889 MPa よりもさらに平均 GROD 値が大きく増加している。したがって、変形に伴って試料は加工硬化している。一方で、その加工硬化の度合いは異なっており、初期応力 875 MPa の方が高い加工硬化率を示すことは明らかである。なお、初期応力 889 MPa のクリープでは、ひずみが約 3.5%で真応力が 925 MPa に達する。

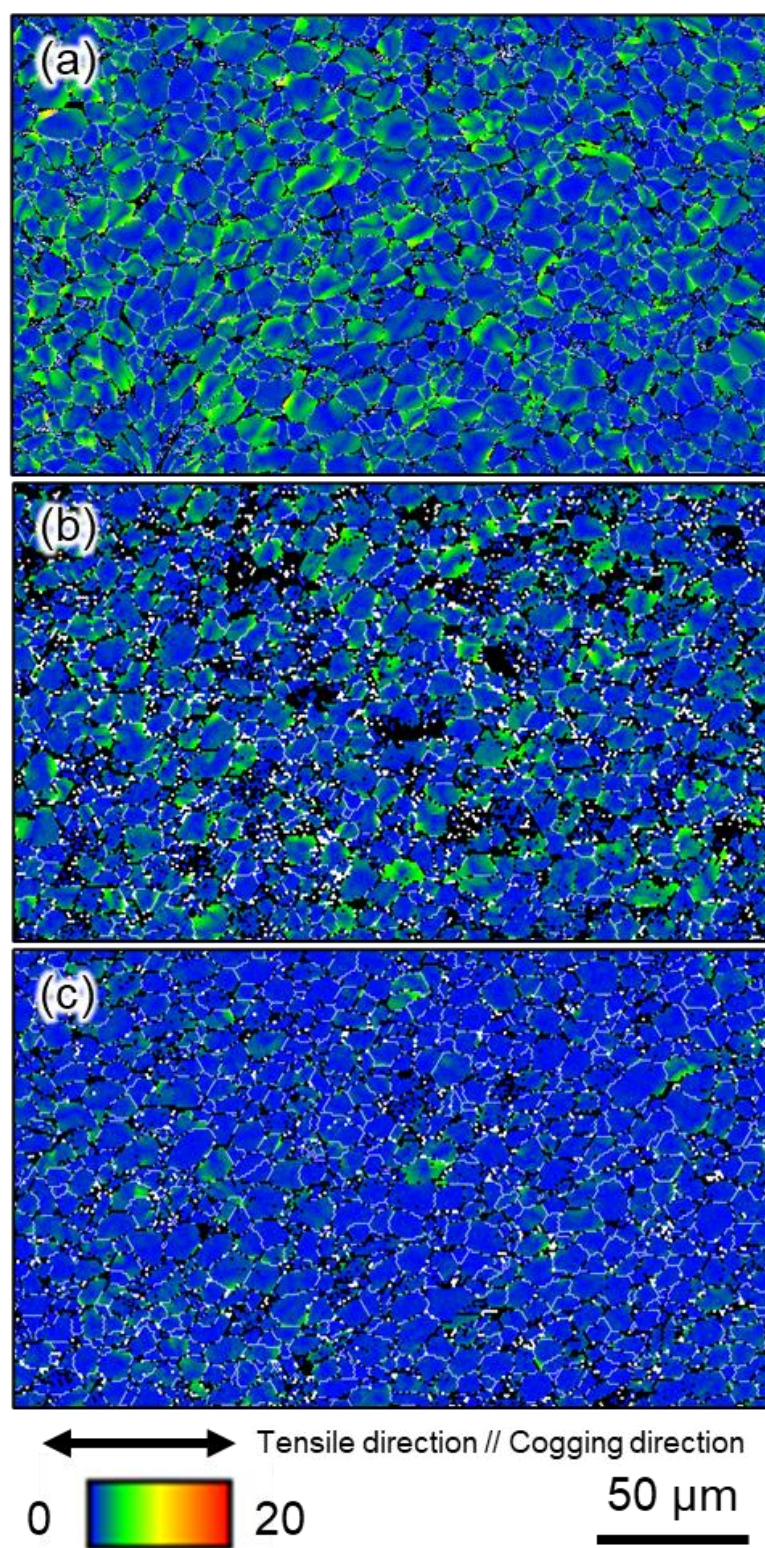


Fig. 5-13 初期応力(a)875 MPa、(b)889 MPa、(c)925 MPa でクリープ試験を7%程度のひずみで中断した際に得られた GROD マップ

このことから、Fig. 5-14 に示した加工硬化率の違いは、本質的にはひずみ速度の差に起因した現象と理解するのが妥当である。また、その加工硬化率の違いには、Fig. 5-9 や Fig. 5-10 に示した一次錐面すべりの活動頻度の差が関与していると推察される。近年、Amouzou ら[134]は純チタン圧延板において室温引張中の加工硬化挙動にひずみ速度依存性が認められることを報告している。これは本節で述べた考察の妥当性を支持するものである。しかし、第3章と第4章の研究では、錐面すべりは、加工硬化率の増加には寄与しておらず、本章とは異なる加工硬化挙動であった。このことに関しては、本試料では GROD マップより粒界近傍にひずみの蓄積がみられたことから、 β 相とすべり系(錐面すべり)の相互作用や集合組織などの組織的な因子が関係するのではないかと考えられるが、詳細は不明である。Ti-6Al-4V 合金の室温クリープを理解するために、あるいはチタンのひずみ速度に由来した変形モードを理解するためには、さらに詳細な議論を行うことが望まれる。

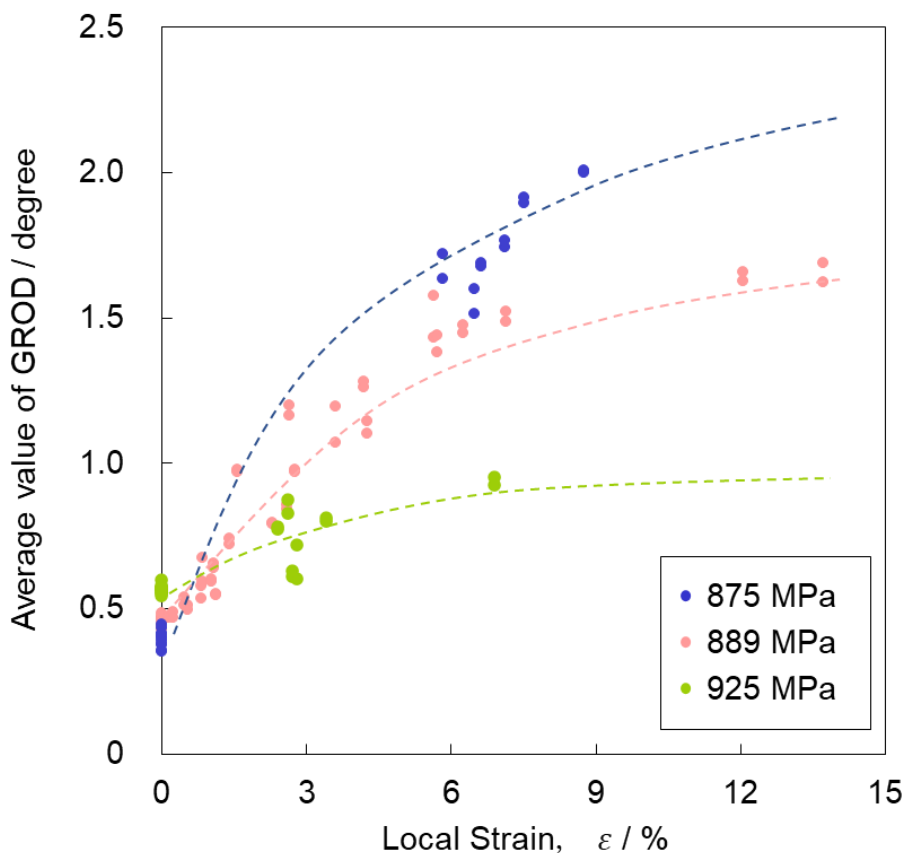


Fig. 5-14 クリープ変形に伴う GROD の変化

5.5. 結言

Ti-6Al-4V 合金の室温クリープ変形について、応力急変試験による転位の運動様式の判別と、DIC クリープ試験を援用した変形組織発達の SEM 観察を行い、以下の知見を得た。

- [5-1] 本合金では、定常クリープ域において実施した応力急変試験において瞬間塑性ひずみを生じなかったことから、転位はクリープ変形中に粘性的に運動しており、その変形はすべり律速であることがわかった。

- [5-2] 本実験のクリープデータと文献値から求めた応力指数は 59 と非常に大きな値を示した。

- [5-3] Norton 則を用いて、加速クリープにおける急激なひずみ速度の増加を見積もった。しかし、この見積もりは実験値とは一致しておらず、定常クリープにおける応力とひずみ速度の関係を用いた Norton 則のみでは、本合金の加速クリープをうまく表現することはできない。

- [5-4] 中断試験の結果から、変形初期では、底面すべりや柱面すべりのみの単一すべりが多く観察され、変形が進むにつれて多重すべりの頻度が増加した。

- [5-5] クリープ中断材の観察では、加速クリープが生じた区間とそうでない区間とで形成した組織を比較すると、一次錐面すべりを含む多重すべりの発生頻度が明らかに異なっており、一次錐面すべりの活動がひずみ速度の加速の抑制に効果的であることが示唆された。

- [5-6] クリープ中断材の組織比較では、初期応力が異なるクリープ試験での変形に伴うGROD値の増加傾向から、初期応力が小さく、ゆっくりと変形した場合に、より大きく加工硬化した組織が形成されていることがわかった。

第 6 章 チタンの α 相の転位解析

6.1. 緒言

これまでの研究結果をまとめる。第 5 章の結果から、HCP 構造を有するチタン合金の室温クリープ試験では、低ひずみ速度で変形が生じると、錐面すべりを含む多重すべりの活性化が認められた。 α 相単相のチタンについては、錐面すべりの活性化は延性には寄与するものの、加工硬化にほとんど影響しない。一方で、Ti-6Al-4V 合金のクリープ変形においては、錐面すべりの活性化は加工硬化を促進し、加速クリープを抑制に有効であることを明らかにした。しかし、本研究において、すべり系の特定手段として用いたすべり線トレース解析のみでは、 $\langle a \rangle$ 転位か $\langle a+c \rangle$ 転位かは判断ができない。また、現状においては、どのような転位組織が発達しているのか、転位密度の変化など、詳細な解析ができていない。そこで本章では、以下に紹介する SEM を用いた新たな転位解析手法である電子チャネリングコントラスト結像(Electron Channeling Contrast Imaging: ECCI)法と AZtecCrystal の最新版(Ver. 3.0)にて導入された Weighted Burgers Vector(WBV)法に基づく転位解析での検討結果を示し、今後の展望について述べる。

これまで転位組織の観察には TEM 法が用いられることがほとんどであったが、近年、電子線のチャネリング現象[135]を利用した ECCI 法により、SEM 観察でも転位の観察が可能であることが報告されている[136-145]。電子線のチャネリング現象を利用する SEM-ECCI 観察は、結晶性試料に電子線を照射した際に、電子線の入射方向に対する結晶面の角度に応じて、反射電子の量が異なることによって生じるコントラストを利用した観察手法であり、結晶中に転位が存在する場合、転位の近傍では結晶構造の乱れによって散乱条件が変化するため、適切な条件で観察した ECCI 像では転位線の観察が可能となる。SEM による転位組織観察を TEM 観察と比較した際の最大の利点としては、遥かに広い視野を観察できることが挙げられる。TEM 観察では nm から μm スケールの情報が、X 線回折法では mm から cm スケールのバルクの情報が得られるが、SEM-ECCI 像による転位組織観察ではこれらの中間のオーダーの情報が得られ、転位組織の評価に有用な観察方法になり得ると期待されている。とくに、塑性変形した多結晶金属材料中の転位組織は μm から mm スケールで不均一であることがあり、材料の力学特性に大きく影響する重要な観察対象である。

HCP 構造を有するチタン合金では、応力方向に対する結晶粒の SF の大小、隣接結晶粒と

の結晶方位関係、合金元素の添加などに応じて各結晶粒中での転位の運動様式は多様な様相を呈する[146-149]。広範な視野の観察が可能な SEM-ECCI 法を用いて転位観察ならびに転位組織の解析・定量化を行うことができれば、同材料について巨視的な観点での材料評価が可能となる。しかし、HCP 金属に関してはいくつかの観察例[150, 151]あるものの、転位組織定量化の試みはほとんど行われていない。上記でも述べたように、本章では、Ti-6Al-4V 合金中の α 粒について SEM-ECCI 法による転位組織観察の適切な条件を検討し、転位線の可視化とキャラクターゼーションを行った。また、SEM-ECCI 法では、試料中に入射した電子線が一定の深さまで侵入した後に反射され、試料表面から放出された反射電子によって結像している。したがって、得られた像は試料の深さ方向の情報を有している。このような場合、転位密度の定量化には観察されている像がどの程度の深さ情報を持っているかを知る必要がある。そこで、FIB によるミリングと SEM-ECCI 観察を交互に繰り返すリアルセクション観察によって観察視野深さを測定し、転位密度を評価した。

また、最近では、EBSD 測定によって取得した方位回転から転位の種類を同定する手法も注目されている。この手法は、Wheeler ら[152]によって提案された WBV 法に基づいて開発されており、AZtec の EBSD 解析ソフトウェアの最新版に実装された[153]。ここで、WBV 法について説明をする。Fig. 6-1 に、材料中に存在する転位の模式図を示す。変形に伴って材料中に分布する転位には、統計的に蓄積された Statistically Stored(SS)転位と、幾何学的に必要な Geometrically Necessary (GN)転位がある。Fig. 6-1 に示すように、SS 転位では異符号の転位を含んでおり、変形によって生じた方位回転量と転位密度の関係を EBSD を用いて評価することは困難である。一方で、多結晶体の不連続変形においては、結晶粒界などの転位の動きが止まり、転位が蓄積する場合には方位差が発生する。そのため、EBSD で測定した方位差は、粒内に蓄積した GN 転位密度を反映している。Fig. 6-2 に、転位と観察面の関係を模式的に示す。Fig. 6-2 に示すように、転位線と観察面のなす角が高い場合には、その転位線は EBSD 測定結果に大きく寄与する。一方で、転位線と観察面が平行である場合には、転位線は全く測定結果に影響しない。以上のような性質から、EBSD のような二次元測定に基づく転位解析では、個々の転位線が全体に与える影響は、その方位によって重みづけをする。この重みづけをされたバーガースベクトルが WBV である。すなわち、WBV は、転位の種類を問わず、以下の式(6-1)によって定義される[152]。

$$[(\text{density of intersections of dislocation lines with a map}) \times (\text{Burgers Vector})] \quad \dots \quad (6-1)$$

AztecCrystal における WBV の計算方法には、積分ループアプローチを採用している[154]。

Fig. 6-3 に、積分ループアプローチによる WBV の計算方法の模式図を示す[155]。比較のため、Fig. 6-3(a)に、単一転位の周りの原子位置からバーガースベクトルを測定する場合の模式図も示す。Fig. 6-3(a)の赤線は、バーガス回路と呼ばれており、回路の不完全な部分がバーガスベクトルとなる。Fig. 6-3(b)に示すように、積分ループアプローチでは、バーガス回路を試料表面上に適用する。この場合には、ループは閉じているため、各ステップでの個々のベクトルの合計値が WBV に相当する。AZtecCrystal では、マップ上の各点(ループサイズと形状はユーザーが定義する)の周りにバーガス回路をトレースし、各点に対して WBV を計算する。ループサイズは 3×3 ピクセル、5×5 ピクセル、7×7 ピクセルなどがあり、大きくすると、データの精度が上がるが、大角粒界や位相境界を横切る可能性があるため、注意が必要である。また、EBSD 測定時の測定間隔も重要な指標となるため、結晶粒径を考慮した測定間隔の適用が求められる。母相と WBV の関係から、活動した転位の種類を推定することが可能である。また、AZtecCrystal では、WBV をカラーマップで表示させることもでき、HCP 構造を有するチタンにおいては、結晶粒ごとに a 転位か $a+c$ 転位のどちらが有利に活動をしているのか評価できる。

この手法では、分解能が測定間隔に強く依存するものの、TEM や SEM-ECCI 法と比較し、時間がかからずに広範囲の領域で簡単に転位の種類の推定が可能である。

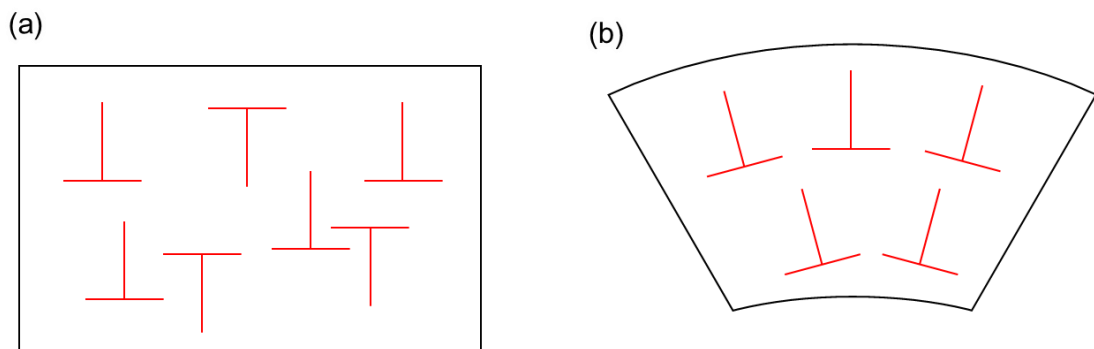


Fig. 6-1 材料中に存在する転位の模式図

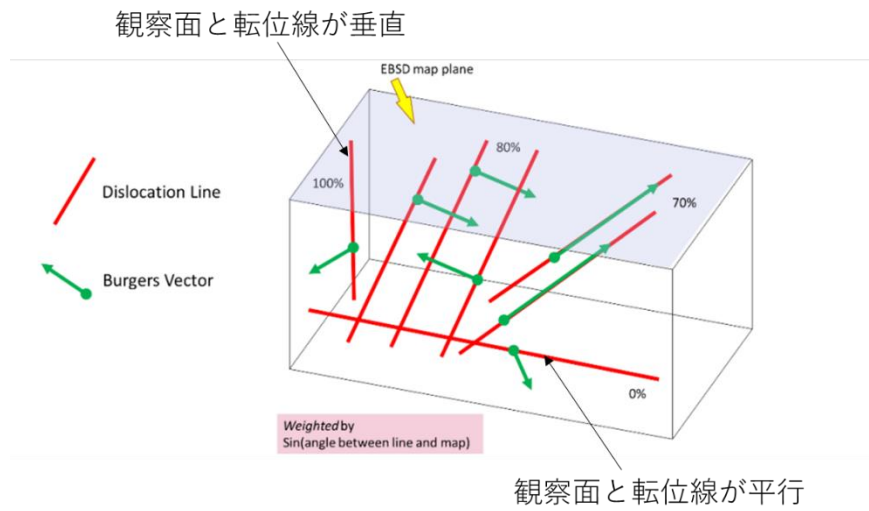


Fig. 6-2 転位と観察面の関係[153]

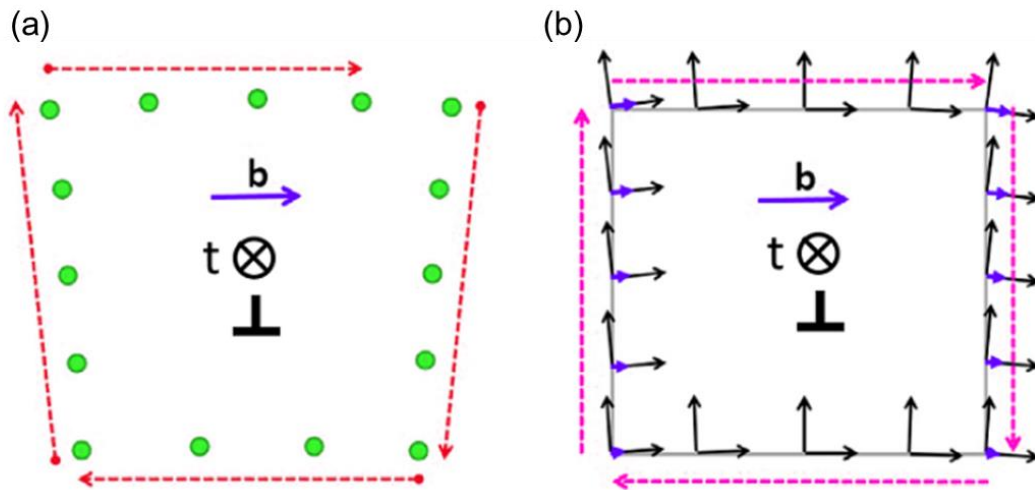


Fig. 6-3 積分ループアプローチによる WBV の計算方法の模式図[155]

6.2. 実験方法

試料には、Ti-6Al-4V 合金の引張試験中断材またはクリープ試験中断材を使用した。引張試験とクリープ試験は室温で実施し、ひずみ 5 ~ 6%で試験を中断した。引張試験のひずみ速度は $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ とした。クリープ試験は、室温で応力 850 MPa で実施した。ただし、引張試験中断材は SEM-ECCI 法で、クリープ試験中断材は WBV 法による転位解析に用い

た。変形後の試験片の平行部から観察用試料を切り出した。研磨方法は第2章に記載のとおりである。また、本章のEBSD測定には、OIMシステムとAztecのHKLシステムを用いた。SEM-ECCI観察では、OIMシステムのEBSD装置を用い、WVB法による転位解析ではHKLシステムのEBSD装置を用いた。

SEM-ECCI観察にはFIBが付属したSciosを用いた。ECCI像の取得には、BSE検出器を使用した。観察時の加速電圧は30kV、電流値は0.8nA、作動距離は約4.5mmとした。BSE検出器は試料と電子銃ポールピースの間に挿入し、試料表面が電子線の入射方向と垂直、かつBSE検出器の半導体素子面と平行になるようにしてECCI観察を行った。ECCI法による転位観察の際には、十分な空間分解能とS/N比の像を得るために、解像度を 3072×2184 pixels、1 pixel当たりの照射時間を100 μ sとした。また、観察視野の結晶方位測定にはFIB/SEMと同一チャンバー内に設置されたEBSD装置を用いた。試料ステージを70°傾斜し、ECCI観察と同じ加速電圧で、電流値3.2 nA、作動距離7.0 mmの条件において測定を行った。なお、ECCI法においてはTi-6Al-4V合金のSEM像とEBSDマップは、紙面上下方向と引張方向が一致している。

SEMを用いて深さ方向の情報を得る方法としてはFIBなどを利用したシリアルセクション法[156]がよく知られている。本研究では、チタン合金のECCI像において転位線が観察される深さを実験的に明らかにすることを目的として、ECCI像のシリアルセクション観察を行った。Ga⁺イオンの加速電圧を30kV、実効電流値を1.1 nA、Gaイオン銃に対する作動距離は19.0 mmとしてECCI観察面をミリングした。試料のエッジ近くに存在して、かつ無傾斜でのECCI像において転位が明瞭に観察される結晶粒に対して、上記の条件でのFIBミリングと

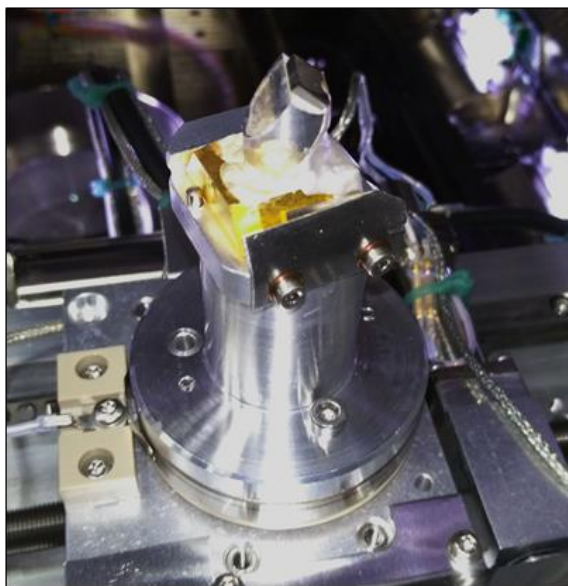


Fig. 6-4 プリチルト試料ホルダーにマウントされた観察試料

ECCI観察を交互に繰り返して連続断層像を取得した。FIBミリング範囲は幅10 μ m、深さ10 μ mとし、FIBミリング間隔は20 nmで、厚さ方向に計11枚の像を観察した。シリアルセクション観察におけるSEM像の取得条件は上記と同一である。なお、ECCI観察、

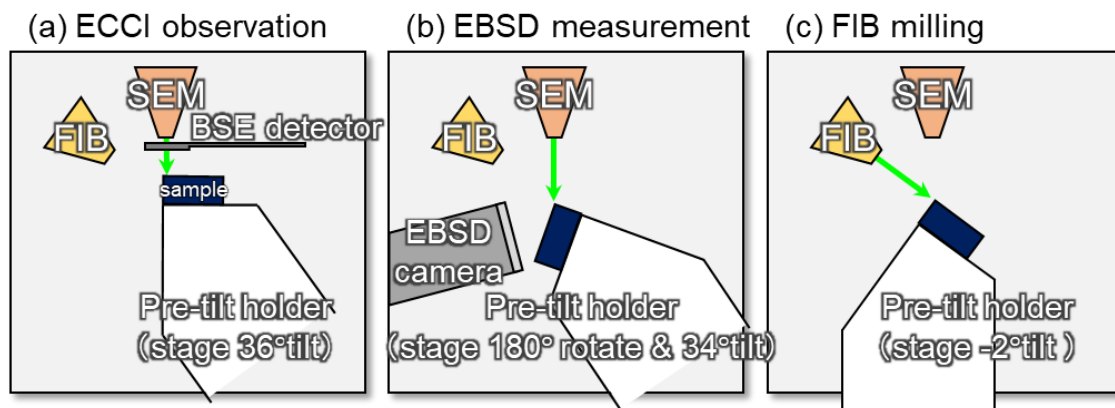


Fig. 6-5 (a)SEM-ECCI 観察、(b)EBSD 測定、(c)FIB ミリング切削時のジオメトリ

EBSD 測定および FIB 切削を同時に行うために、Fig. 6-4 に示す自作のプリチルト試料ホルダーに Ag ペーストにより試料をマウントした。このプリチルト試料ホルダーは先端が尖った形状をしており、Fig. 6-4 において試料がマウントされている面が水平から 36°、もう一方の面が水平から 54°傾斜している。このホルダーを用い、SEM ステージの傾斜と回転を組み合わせることで、Fig. 6-5 に示すようにホルダーから試料を取り外すこと無く ECCI 観察、EBSD 測定および FIB 切削を連続して行うことが可能である。

次に、EBSD 装置(HKL システム)における測定条件を示す。6.1 節にも記載したとおり、WBV 法では、測定間隔が重要なパラメータとなる。本研究で取り扱う Ti-6Al-4V 合金の平均結晶粒径はおおよそ 5 μm であった。そのため、十分に積分ループアプローチが適用できるように測定間隔を 0.5 μm とした。OIM システムを用いた場合と同様に、試料を 70°傾斜し、加速電圧を 15 kV、電流値 3.2 nA、作動距離は 15 mm の条件において測定を行った。また、解析の際には、ループサイズを 3×3、ループ形状を平方とした。なお、WBV 法においては Ti-6Al-4V 合金の SEM 像と EBSD マップは、紙面左右方向と引張方向が一致している。

6. 3. 結果と考察

6. 3. 1. HCP チタン合金における転位観察のためのチャネリング条件の検討

チタン合金の ECCI 法による転位組織観察にあたり、まず適切な像取得条件を検討した。ECCI 法で転位を観察する場合、観察対象の結晶粒の方位がチャネリング条件を満たしていることに加え、そのときに励起される回折ベクトル g と転位線のバーガースベクトル b の

間で $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$ が成立している必要がある[139]。そのため、ECCI 法では転位を観察できる結晶(入射)方位が限定される。しかし、Hough 変換を利用した EBSD 法での結晶方位の決定精度は $\pm 1^\circ$ 程度[159]であることに加え、SEM ステージのゴニオメーターの傾斜精度や試料上下面の平行性、導電性テープを使用した試料設置の際の傾きといった不確実性も存在する。そのため、EBSD 法で結晶方位を明らかにした上で ECCI 観察に適した結晶粒を探すという手順は実験精度の面で困難もしくは非効率的である。そこで本研究では、一定の範囲の視野内の幾つかの結晶粒において ECCI での転位観察を行った後に、EBSD により結晶方位を決定する手法を採った。なお、多結晶材料であれば、母相がチャネリング条件を満たしている結晶粒、つまり SEM 反射電子像において暗く観察される結晶粒を選ぶことで、転位観察が可能な結晶粒を比較的容易に探し出すことができる。

次に像取得の際の加速電圧、電流値、作動距離、および 1 pixel あたりの電子線照射時間について検討した。Fig. 6-6 は、Ti-6Al-4V 合金(α 粒)について ECCI 法による転位観察を行った例である。これは、作動距離 4.5 ~ 4.9 mm、解像度 3072 × 2184 pixels で撮影したものである。電子線の浸入深さは結晶構造、入射方位および加速電圧によって決まるため、より多くの転位線を可視化することを考えれば高加速電圧での観察が適している。そのため、加速電圧については使用した SEM の最大値である 30 kV とした。チャネリングコントラストを生じている反射電子によるシグナルは極めて微弱であるため、鮮明な画像を取得するためにはシグナル/ノイズ比 (S/N 比) を向上させる必要がある。電流値が大きいほど S/N 比は向上するが、一方で空間分解能は低下するため、適切な値を探索する必要がある。また、S/N 比は照射時間と作動距離にも影響され、照射時間が長く、作動距離が小さいほど S/N 比は向上する。なお、作動距離が小さいほど S/N 比が向上するのは、試料が BSE 検出器に近づくことで検出できる反射電子量が増加するためであるが、使用した装置の構成では約 4.5 mm が最小であった。Table 6-1 に取得条件をまとめた。Fig. 6-6 では、Ti-6Al-4V 合金は 0.80 nA - 100 μ s で撮影している。高クオリティな ECCI 像を撮影するためには電流値を 0.80 nA、照射時間を 100 μ s に上昇させる必要があった。つまり、ECCI 法による Ti-6Al-4V 合金の転位観察における最適な観察条件は、電流値の増大、作動距離の短縮、照射時間の長時間化などの高い S/N 比を得るための方策が必要である。ただし、上述したように電流値の増大は空間分解能の低下を招く。また、これを回避するために低電流値で照射時間を長時間化すると、像取得に長時間を要する。実際、本研究で Ti-6Al-4V 合金での取得条件として決定した 100 μ s では一枚の SEM 像を取得するのに 11.2 min を要しており、試料ドリフトの影響が危

惧される。本研究では、Ti-6Al-4V 合金の ECCI 像において、転位線の可視/不可視を判別することで電子線の浸入深さを見積もる必要があるため鮮明な像の取得を優先し、多少の試料ドリフトは許容することとしたが、転位線の向きと結晶方位の対応について厳密な実験精度が求められる場合などにはこれが影響する可能性がある。

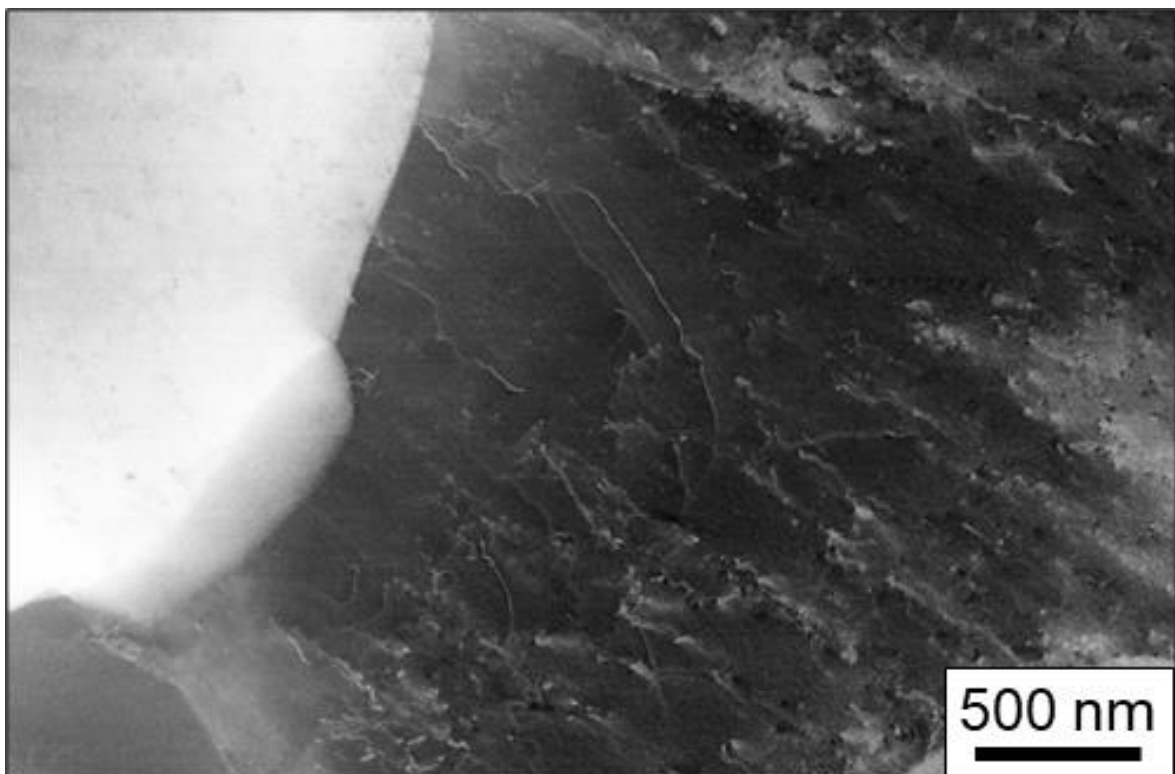


Fig. 6-6 ECCI 法による Ti-6Al-4V 合金中の転位観察の一例

Table 6-1 SEM-ECCI 像の取得条件

Acceleration voltage	Beam current	Dwell time	Capture time
30 kV	0.80 nA	100 μ s	11.2 min

6.3.2. 転位の評価

Fig. 6-7 に引張変形させた Ti-6Al-4V 合金の低倍率での SEM-ECCI 像と同一視野の EBSD 結晶方位マップを示す。SEM 反射電子像において暗く観察される結晶粒の内、6 個の代表的な結晶粒を黄色の矢印で指し示しており、EBSD 結晶方位マップ中でそれに対応した部分を白矢印で示している。Fig. 6-7(c)は結晶方位マップから矢印で示した結晶粒のみを抽出したものであり、以後、それぞれ観察箇所は Fig. 6-7(c)中の番号 (position x) で呼称する。Fig. 6-7(a)の BSE 像において暗く観察される部分がチャネリング条件を満たしている結晶粒であるが、結晶方位マップとの対応を見る限りでは、明確な傾向ではないものの試料表面の結晶方位が $\{0001\}$ または $\{10\bar{1}0\}$ に近い結晶粒においてチャネリング条件が満足されることが多い。Fig. 6-8 に各観察箇所での ECCI 法による転位組織観察結果を示す。Fig. 6-8 中には電子線の入射方位、EBSD 測定における方位決定の誤差を示す Fit 値、および単位胞を示している。また、Fig. 6-9 には各視野の入射方位から

シミュレーションにより求めた電子回折図形を示している。電子回折図形のシミュレーションには ReciPro ver. 4.35 を使用し、加速電圧を 30 kV として計算した。なお、シミュレーションにより電子回折図形を描画する際には、EBSD 測定における Fit 値 (約 1°) の範囲内で 0.1° ずつ入射方位を変化させ、一つ以上の回折波が励起されるように微調整した。Fig. 6-8 より、入射方位が $\{0001\}$ に近い結晶粒(position 1-3)では多数の転位線が観察されるのに対

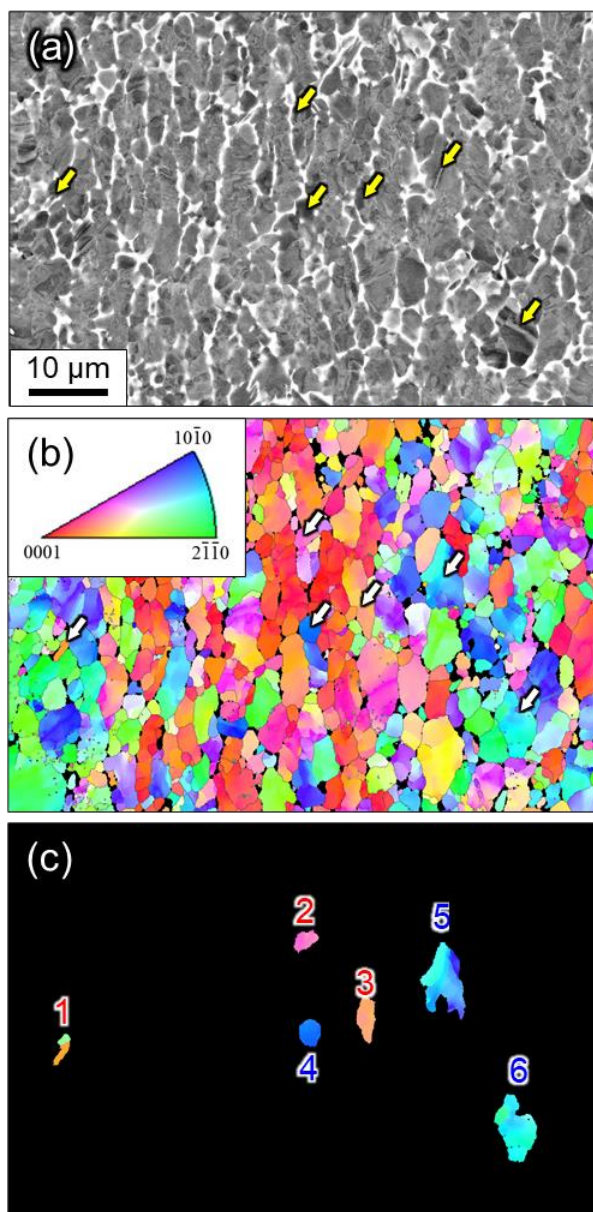


Fig. 6-7 低倍率での Ti-6Al-4V 合金の(a)SEM-ECCI、(b)同一視野の EBSD 結晶方位マップ、および(c)観察結晶粒の番号

し、 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ に近い結晶粒(position 4-6)では線状に観察される転位が少ない。とくに position 4 では線状の転位はほとんど観察されない。Fig. 6-8 の position 2 に観察される直線的な転位線は $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ と平行であり、これらは $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ のバーガースベクトルを有するらせん転位だと考えられる。Fig. 6-9 より、position 1 から 3 では複数の回折波が励起された状態である。これらの内のいずれかの回折波が $\mathbf{b} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ に対して $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$ の関係を満たしているため、ECCI 像ではこのバーガースベクトルを有する転位が観察されていると理解される。また、Fig. 6-9 の position 4 は主に 0002 系列が励起されており、ECCI 像で転位線が見えなかったのは、 $\mathbf{b} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ に対して $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ となったためだと考えられる。position 4 と同様に $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ に近い入射方位で観察された position 5 と 6 中に矢印で指し示した転位については、 $\mathbf{b} = 1/3 \langle \bar{1}2\bar{1}3 \rangle$ のバーガースベクトルを有する錐面上の $\langle a + c \rangle$ 転位の可能性がある。Fig. 6-10 に観察した結晶粒についての主要なすべり系の SF を示す。position 5 と 6 は錐面の $\langle a + c \rangle$ 転位すべりの SF が大きい。とくに position 5 では底面、柱面、錐面のいずれの $\langle a \rangle$ 転位すべりの SF も他の結晶粒と比べて小さく、錐面 $\langle a + c \rangle$ 転位すべりの SF が最大である。このことから錐面 $\langle a + c \rangle$ 転位すべりの活動が示唆される。

6.3.3. シリアルセクション観察と転位密度の評価

FIB での切削面で ECCI 観察を行う場合、材料によっては Ga^+ イオン照射によるダメージの影響が顕著に現れることで観察が困難になることがある[157]。そこでまず、実験方法に記載した FIB 条件でミリングした表面で ECCI 法による転位観察を行えるかどうかを確認した。Fig. 6-11 に、コロイダルシリカ研磨面と同一視野を 30 kV-1.1 nA の条件で FIB ミリングした面の表面状態の比較を示す。コロイダルシリカ研磨面と比較して、FIB 切削面では FIB ミリングによるダメージの影響でやや白く霞んでいるものの、転位線は十分に観察可能であることが確認された。

Fig. 6-12 にこの FIB 条件で 20 nm 間隔でミリングと ECCI 観察を繰り返して得た連続断層像を示す。赤破線で囲んだ領域に着目すると、1 回目、2 回目のスライスでは明瞭な転位線は観察されないが、3 回目のスライスからわずかに転位線が見え始め、その後スライスが進むごとに明瞭になっていく様子がわかる。この転位線は 10 回目のスライスで最も明瞭に観察された後、11 回目のスライスで消失した。つまり、10 回目のスライス時点ではこの転位線は試料表面から 20 nm 以内に存在している。したがって、この ECCI 観察条件において転位線が観察されている深さは 140 nm から 160 nm であることがわかった。

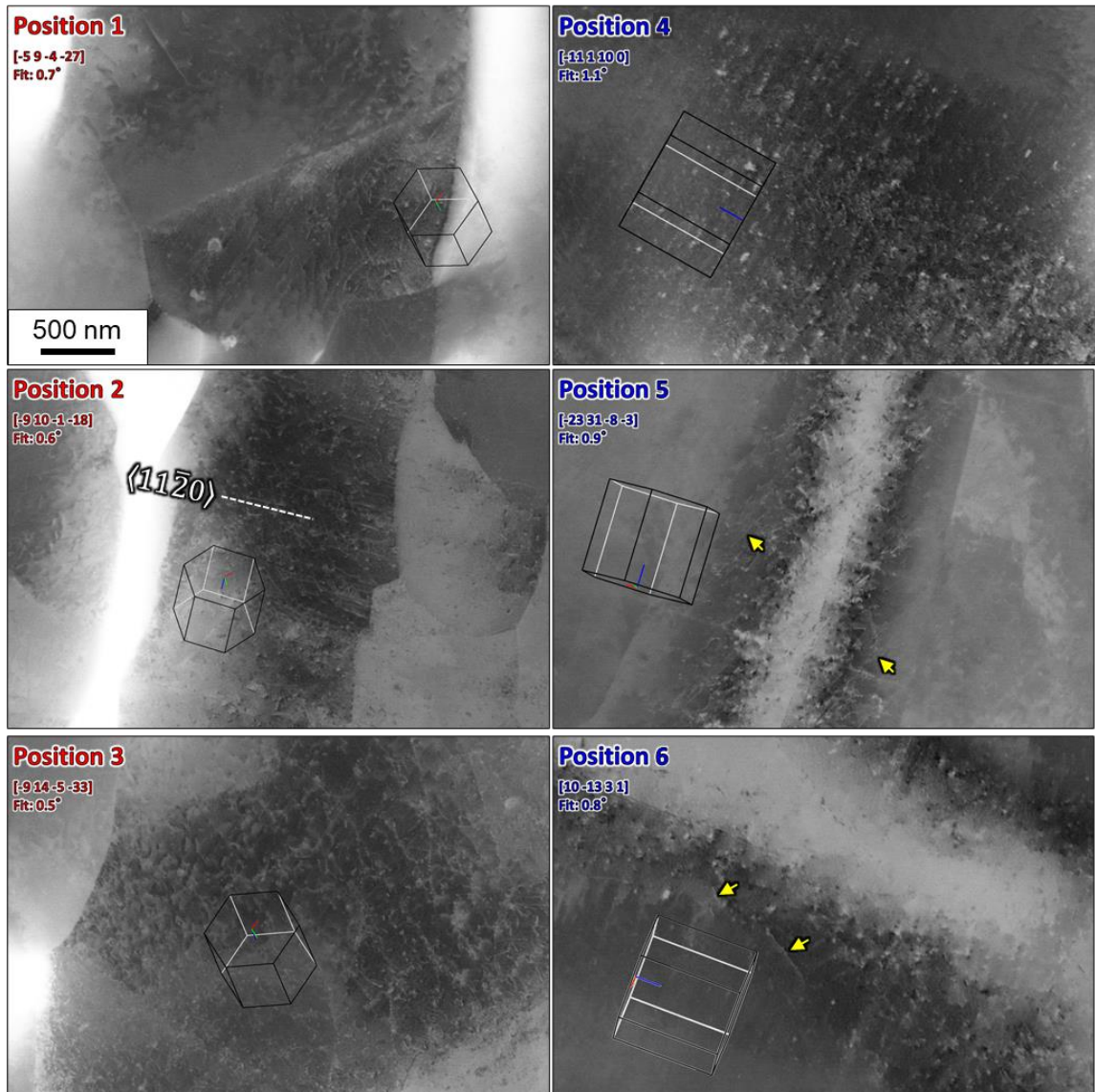


Fig. 6-8 SEM-ECCIにより観察されたTi-6Al-4V合金の α 粒内の転位組織。
結晶粒の番号はFig. 6-7(c)に示した番号に対応している。

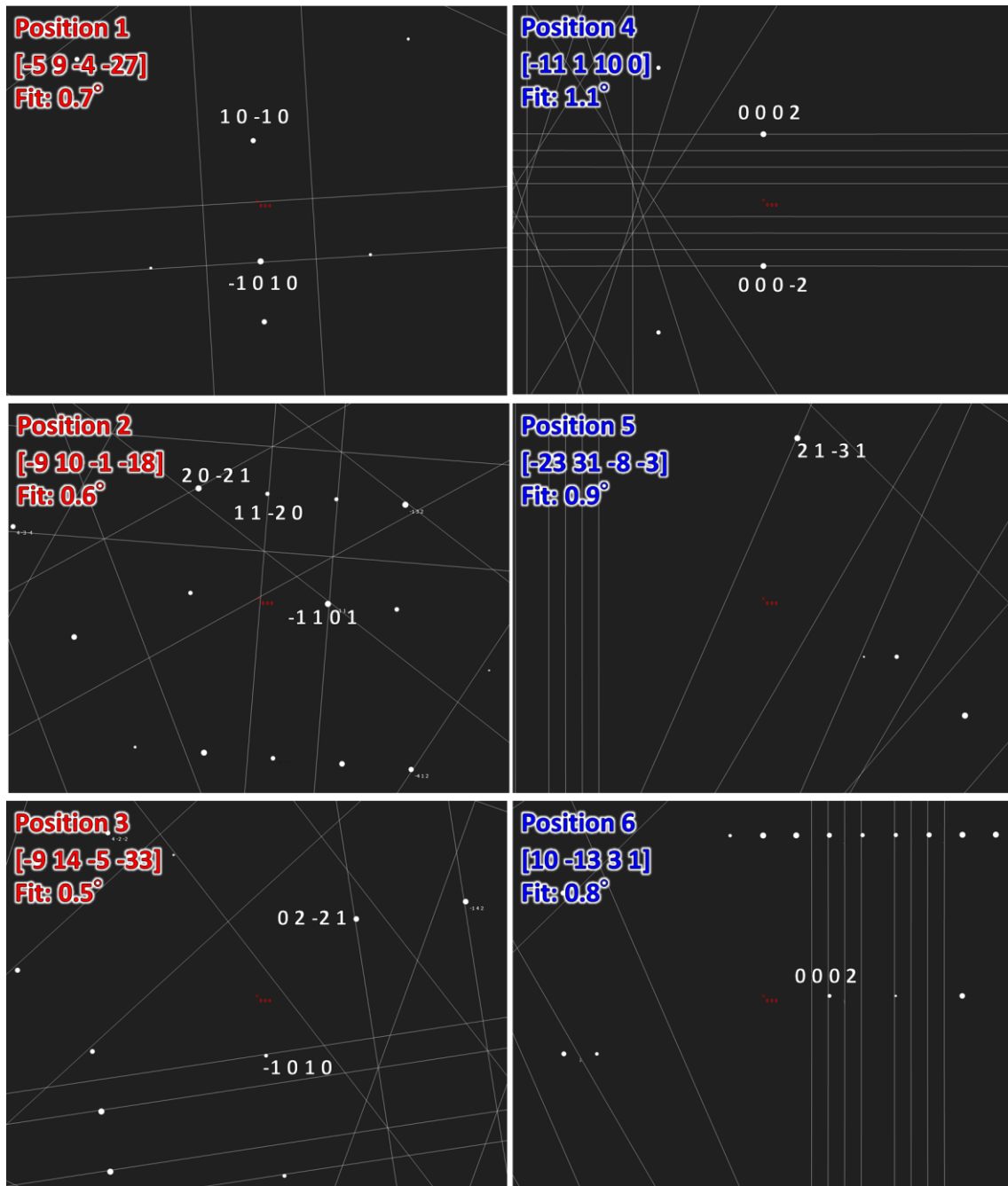


Fig. 6-9 EBSD で測定された結晶方位(入射方位)に基づいてシミュレートされた各観察位置での電子回折図形

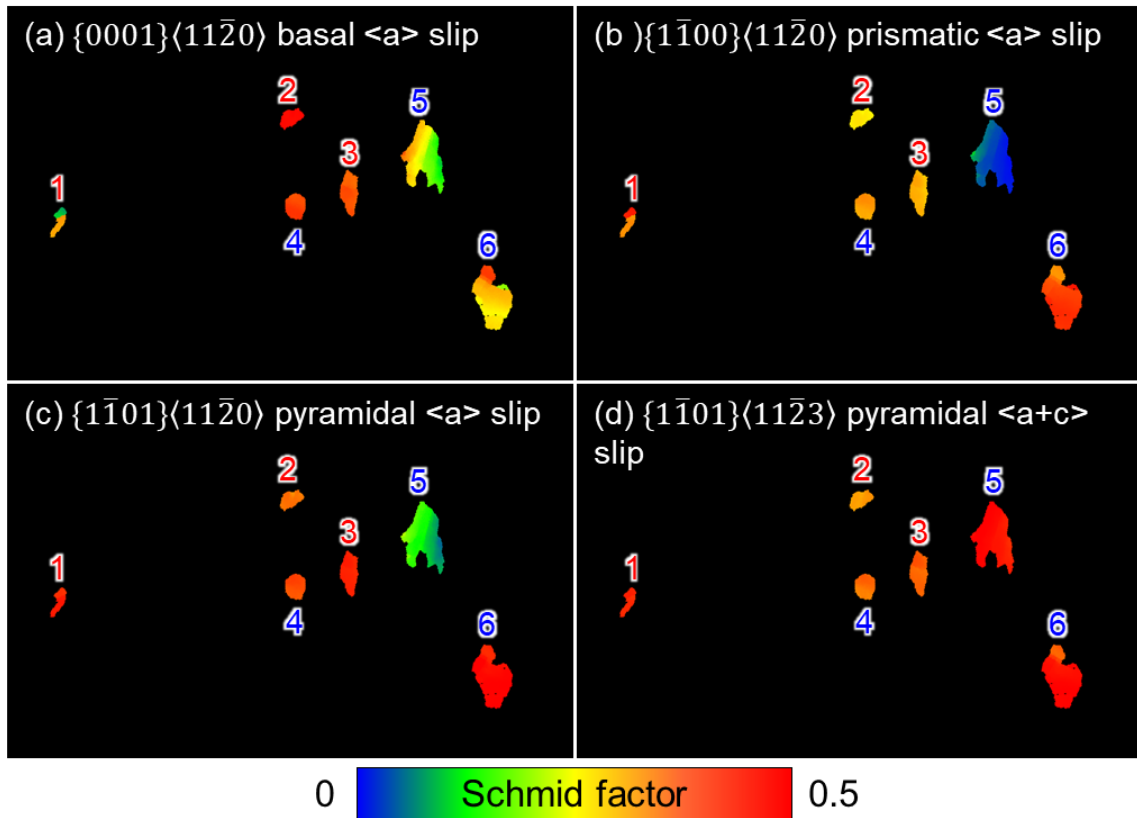


Fig. 6-10 EBSD 結果から得られた (a) $\{0001\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ basal $\langle a \rangle$ slip、(b) $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ prismatic $\langle a \rangle$ slip、(c) $\{1\bar{1}01\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ pyramidal $\langle a \rangle$ slip

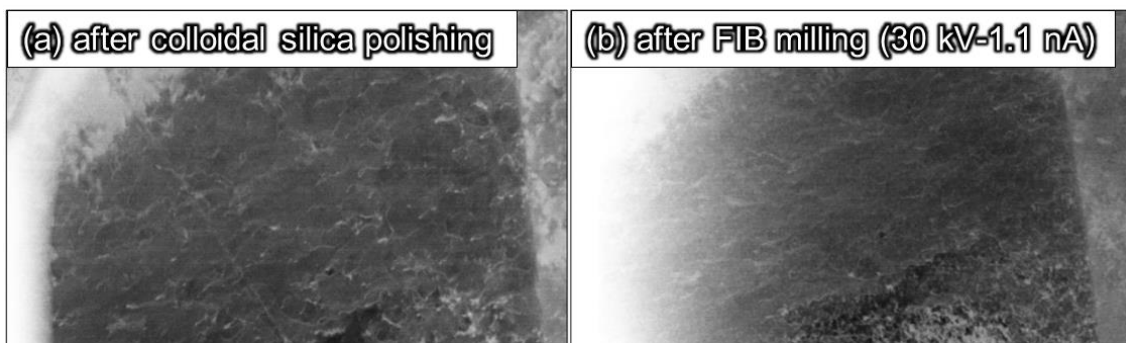


Fig. 6-11 コロイダルシリカ研磨後と(b)30 kV-1.1 nA での FIB ミリング後の同一視野で SEM-ECCI により観察された転位線

転位線のコントラストの消失をより明確に示すため、転位線の ECC 強度の解析を行った。Fig. 6-13 は、Fig. 6-12 の 4、5、10、11 番目のスライス画像における赤色の破線矩形内の ECCI 画像を拡大し、画像中の破線に沿った強度プロファイルを示している。線分 A と線分 B に交差する転位セグメントのコントラストに着目すると、4 枚目から 5 枚目にかけて転位セグメントのコントラスト強度が上昇しているが、線分 A と交差するコントラスト強度は 10 枚目で大きく低下していることが確認できる。一方、線 B と交差する転位セグメントは、5 スライス目の値からさらに増加した。線 B と交差する転位区分のコントラスト強度は、11 スライス目で消失している。これは、線分 A と交差する部分が線分 B と交差する部分よりもわずかに表面に近いいため、10 スライス目の FIB ミリングでは後者のみが除去されたためである。また、4 スライス目の C 線と交差する転位セグメントのコントラスト強度は、A 線、B 線よりも低く、11 スライス目で最も高くなっている。このため、この転位区分は B 線と交差する区分よりも深い位置に存在し、11 スライス目以降も残存していることがわかる。

10 枚目のスライスで観察された転位線は、次のスライスでほとんど消失していることから、この転位線は 10 枚目のスライスの試料表面から 20 nm 以内に存在するものと考えられる。この転位線が 3 枚目のスライスから観察できたことを考えると、転位線の見える深さは 140 ~ 160 nm の範囲と推定され、これは 3 枚目のスライスから 10 ~ 11 枚目のスライスまでの間に削られた厚さに相当する。スライス間隔を 20 nm に設定したことを確認するために、Fig. 6-14 に、Fig. 6-12 で観察した表面と平行なイオンビーム方向から観察した、1 枚目と 11 枚目のスライス後の領域の SIM 画像を示す。厚みは、10 枚目までのスライスで 216 nm が除去され、FIB ミリングで見積もったスライス間隔 20 nm と良い一致が確認された。

Wilkinson ら[157]は理論計算から、SEM-ECCI 像において転位線が観察される電子線浸入深さは消衰距離 ξ_g の 5 倍程度になると予想している。Zaefferer ら[139]は、ECCI で観察される格子欠陥の画像強度の振動から、可視化の深度を ξ_g の 5 ~ 6 倍と推定している。Yamasaki ら[158]はシリアルセクション観察から、ニッケル合金におけるこの推定値の妥当性を実験的に確認している。 ξ_g は次式によって求められる[159]。

$$\xi_g = \frac{\pi V_c \cos \theta}{\lambda F(\theta)} \quad \dots\dots (6-2)$$

ここで、 V_c は単位胞の体積[m³]、 θ はブラッグ角[rad]、 λ は電子線の波長[m]、 $F(\theta)$ は回折面に対する結晶構造因子[m]である。Table 6-2 に 30 kV で各回折波が励起されたときの消衰距離と観察視野深さ $5\xi_g$ と $6\xi_g$ まとめた。シリアルセクション観察を行った結晶粒の結晶方位を EBSD により測定した結果、0002 系列が励起される条件であった。なお、電子線の

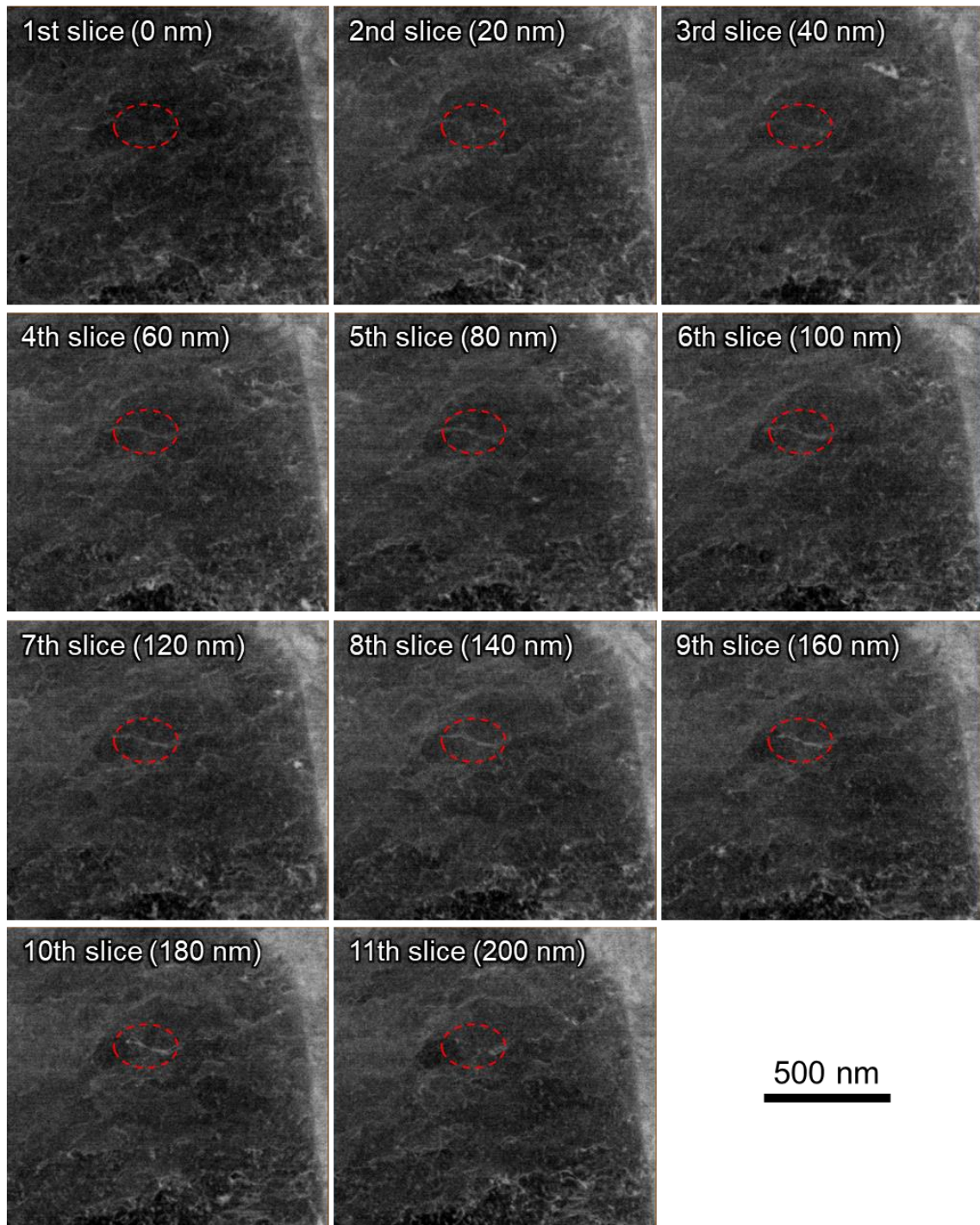


Fig. 6-12 SEM-ECCI の 20 nm 間隔での連続断面

弾性散乱係数を計算するパラメータは Peng[160]の論文から引用した。

以上の結果を踏まえ、ECCI 像から line-intercept 法[161]による転位密度評価を行った。Fig. 6-15 に line-intercept 法による転位密度測定視野を示す。図中に黄線で示す格子を描画し、格子と転位線との交点数から次式によって転位密度 ρ を算出した。

$$\rho = \frac{2N}{Ld_p} \quad \dots\dots (6-3)$$

ここで、 N は格子と転位線の交点の数、 L は格子の総長さ、 d_p は観察視野の厚みであり、ECCI の場合は観察視野深さにあたる。ここでは $5\xi_g$ とシリアルセクションングによる実測値 (140~160 nm) を用いて評価した。ECCI 上に長さ 1 μm の縦線 10 本と長さ 2 μm の横線 10 本からなる格子を描画した。Fig. 6-15 中にはカウントされた転位と格子の交点の数を記載している。観察視野深さに $5\xi_g$ と $6\xi_g$ を用いた場合の転位密度は、それぞれ $5.6 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ 、 $4.6 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ となった。観察視野深さにシリアルセクションングによる実測値を用いた場合の転位密度は $4.4 \pm 0.3 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ であり、 $6\xi_g$ を使用して得られた値と同等であった。したがって、HCP 構造を有するチタン合金においても観察視野深さ $6\xi_g$ を使った転位密度評価が可能である。ただし、Fig. 6-15 の観察条件では $\langle a \rangle$ 転位は可視化されていないため、これらの転位密度は過少評価されていると考えられる。したがって、より正確に転位密度を評価するためには、同一の結晶粒と複数の回折条件で観察する必要があり、任意の回折条件での転位線観察方法の確立は今後の課題である。また、得られた転位密度の絶対値の妥当性についても今後、X 線回折や TEM 観察などの別の実験方法との比較を通じて検証される必要がある。

6. 3. 4. AZtecCrystal を用いた WBV 法による転位解析

Fig. 6-16 に、WBV 法に用いて転位解析を実施した結果を示す。解析条件は、平均結晶粒径と測定間隔のバランスから、ループサイズを 3×3 、ループ形状を平方としている。Fig. 6-16(a)は、バンドコントラスト(Band Contrast: BC)マップ上に、WBV の方位によって色付けたカラーマップを重ねている。また、Fig. 6-16(b)には、WBV の配向率を示している。 $\mathbf{b} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ のバーガスベクトルを有する $\langle a \rangle$ 転位が活動する場合には、 $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ から $\langle 01\bar{1}0 \rangle$ に沿って強い配向を示す。一方で、 c 成分を含む転位が活動する場合には、 $\langle 0001 \rangle$ に強く集積する。Fig. 6-16 の結果から、ほぼすべての結晶粒で $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ から $\langle 01\bar{1}0 \rangle$ に沿った色の配向が認められる。第 5 章より、室温クリープ材の初期から中期の段階では、主すべりである柱面すべりの活動が支配的であった。本章で取り扱っているクリープ変形材は 6% で中断しているため、第 5 章の結果ともよく一致している。また、Fig. 6-16(a)上に矢印で示すように、

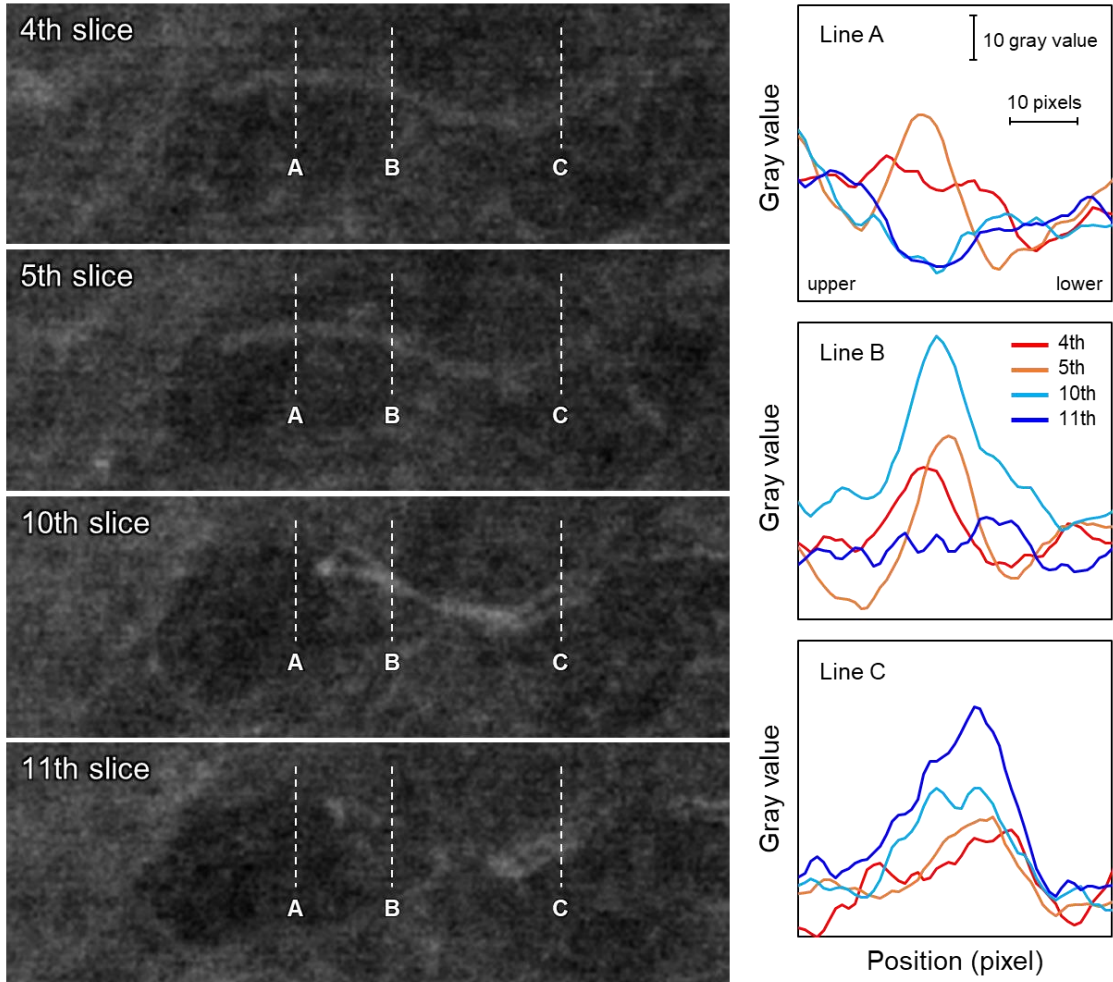


Fig. 6-13 Fig. 6-12 に示す 4、5、10、11 番目のスライス画像における赤色の破線矩形内の ECC 像の拡大図と画像中の破線に沿った強度プロファイル

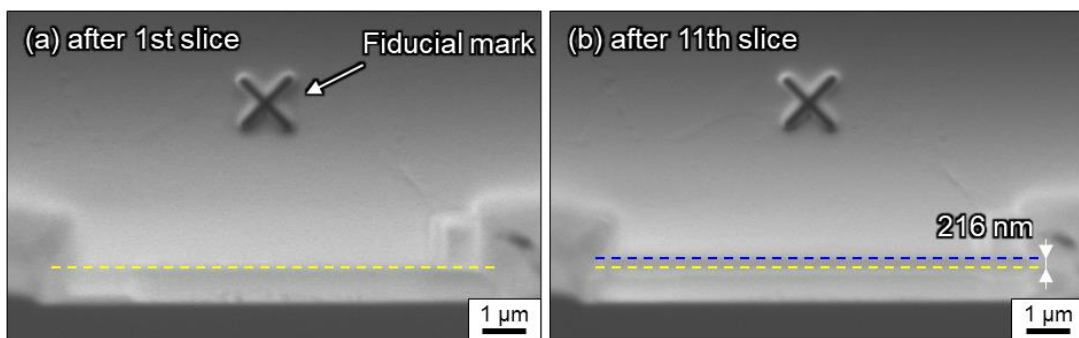


Fig. 6-14 Fig.6-12 に示す 1 枚目と 11 枚目のスライス後の領域の SIM 像

Table 6-2 各回折波が励起されたときの消衰距離 ξ_g と推定される観察視野深さ $5\xi_g$ と $6\xi_g$

H	K	I	L	ξ_g [nm]	$5\xi_g$ [nm]	$6\xi_g$ [nm]
0	0	0	2	24	120	144
1	1	-2	0	39	196	235
1	-1	0	0	44	220	264
1	1	-2	2	48	240	288
0	2	-2	1	56	281	338
1	-1	0	2	66	329	395
1	2	-3	1	82	408	489
1	-1	0	4	119	594	713
1	2	-3	0	137	685	822

一部の結晶粒において、 $\langle 0001 \rangle$ への配向が確認された。そこで次に、矢印で示した7個の結晶粒に対してのみ、転位解析を実施した。その結果を Fig. 6-17 に示す。Fig. 6-17(b)より、WBV は $\langle 0001 \rangle$ に明らかに強く集積している。すなわち、これらの結晶粒においては、 c 成分を含む転位が活動したことが示唆された。以上のように、WBV 法に用いて転位解析では、すべり線トレース解析より一歩踏み込んだ転位の解析ができることを確認した。

さらに、転位解析を実施した視野における結晶方位分布と KAM マップを、Fig. 6-18 に示す。Fig. 6-18 中の矢印は、 c 成分を含む転位が活動した結晶粒である。また、これらの結晶粒の状態がわかりやすいように、その他の結晶粒は、意図的にコントラストを下げています。Fig. 6-18(a)の結晶方位分布図から、7個のうち5個の結晶粒で、柱面が観察方向を向いている。つまり、これらの5個の結晶粒は荷重方向に対して、柱面(a)転位すべりのSFが高い。そのため、次にSFの値が高い錐面すべりが活動したのではないかと考えられる。このような初期の結晶方位からも、WBV 法による転位解析の妥当性が示された。次に、KAM マップに着目をする。現段階では、ほかの結晶粒と比べ、7個の結晶粒のKAM値は低い傾向が認められる。これまで、EBSD 解析によるGN転位密度の評価には、KAM やGOS(Grain Orientation Spread)などの方位差を示す値が用いられている[131]。そのため、KAM値が低い領域では、GN転位密度が低いとされ、加工硬化が大きいとはいえない。第5章では、錐面すべりを含む多重すべりの活動が高い場合に加工硬化が進行することを明らかにした。

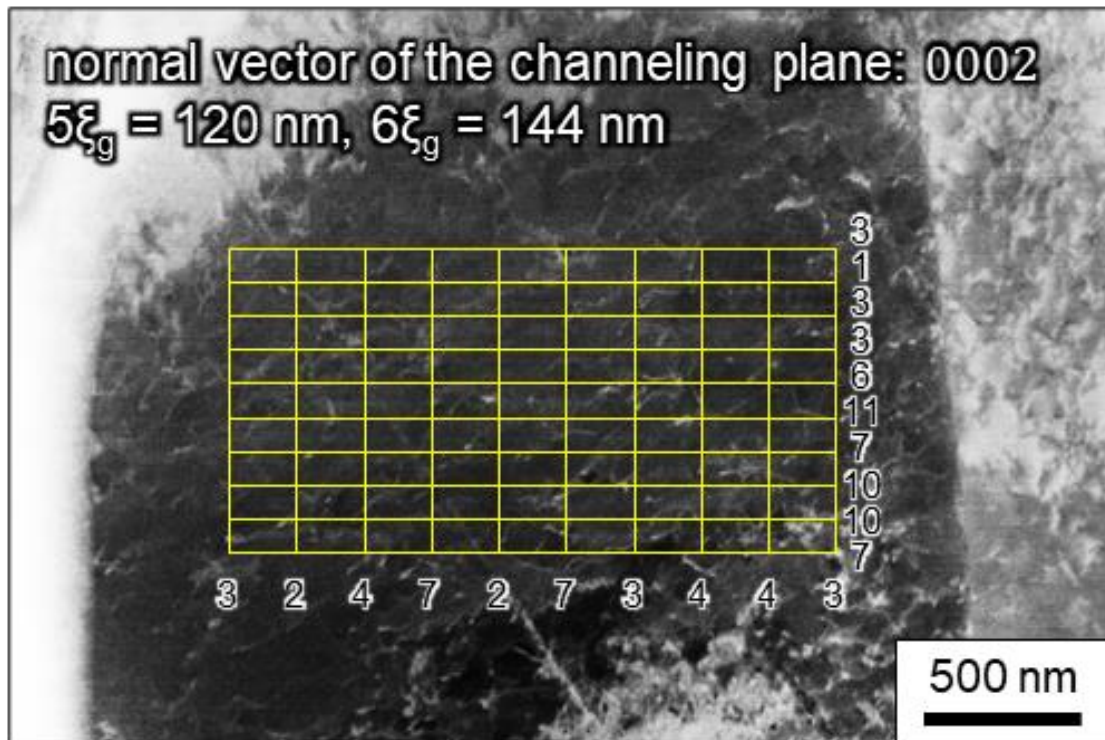


Fig. 6-15 line-intercept 法によって転位密度測定した領域における転位と描画された格子の交点のカウント結果

したがって、加工硬化挙動に関しては、第5章の結果と本解析結果の傾向は、現時点では、一致していない。しかし、本章の解析では、ひずみが小さいクリープ変形材を用いている。また、錐面すべりが活動したであろう結晶粒の数も少なかった。変形の進行に伴い、錐面すべりが活性化し、KAM 値の変化、すなわち加工硬化挙動に影響を与えることは十分に考えられる。さらに、このクリープ変形材では、変形前に研磨を施し精細な表面としているため、変形後は表面凹凸による測定エラーが生じる。そのため、すべり線トレース解析などと併用して、解析する場合には、どの程度のひずみまで信頼できる測定が可能か確かめる必要がある。本解析手法では、WBV の方位を EBSD マップ上あるいはステレオ三角形に色づけて表現している。そのため、転位の構成成分を明らかにすることは可能であるが、どのすべり面によるものなのか、*c*成分の転位の活動が認められた場合に*c*成分のみで活動しているのかは判断ができない。したがって、この解析を行う場合、SEM-ECCI 法と同様に TEM 解析や X 線回折法、すべり線トレース解析などとともに活用することが推奨される。

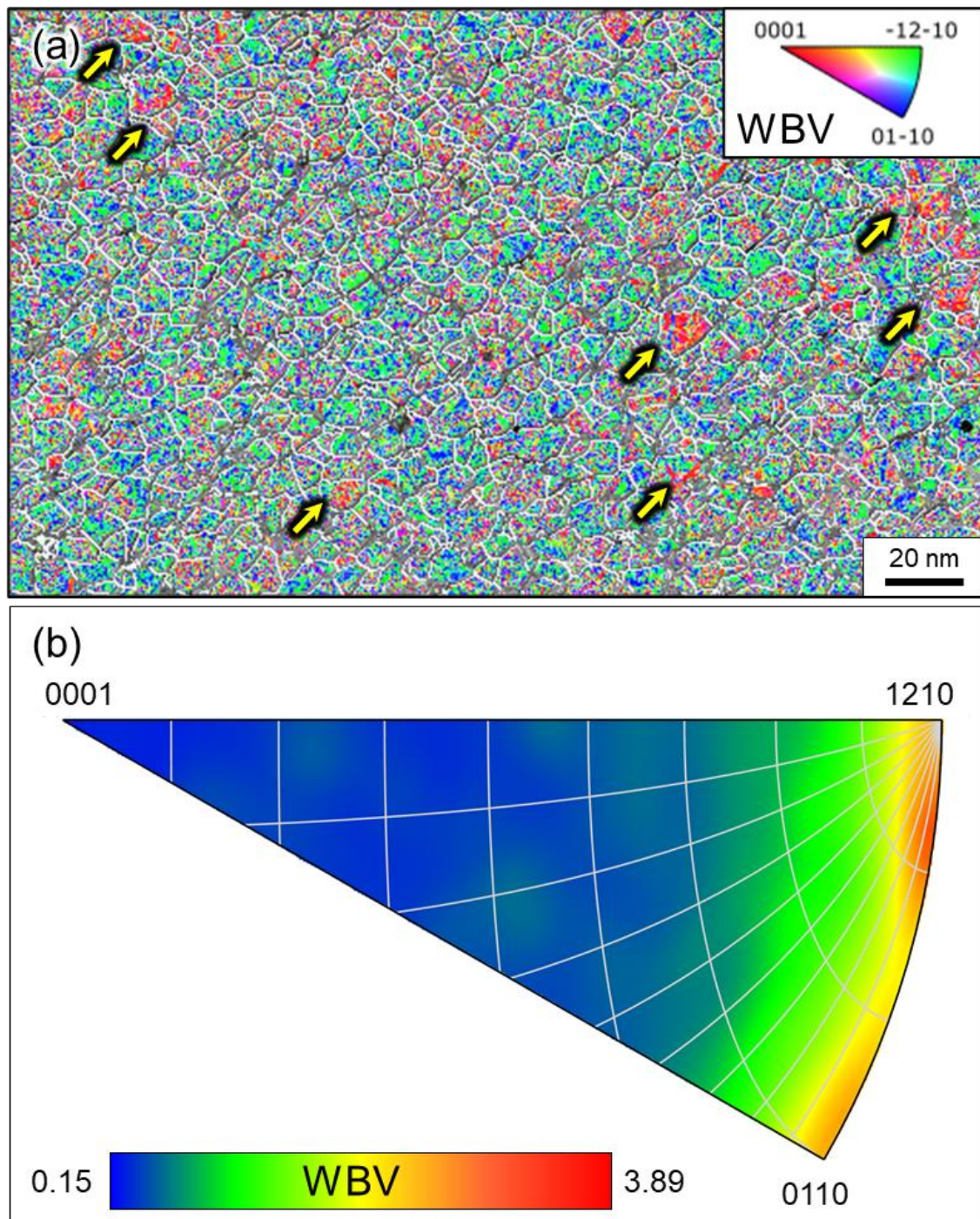


Fig. 6-16 WBV 法に用いて転位解析結果。

(a) WBV の方位によって色付けたカラーマップと(b)WBV の配向率

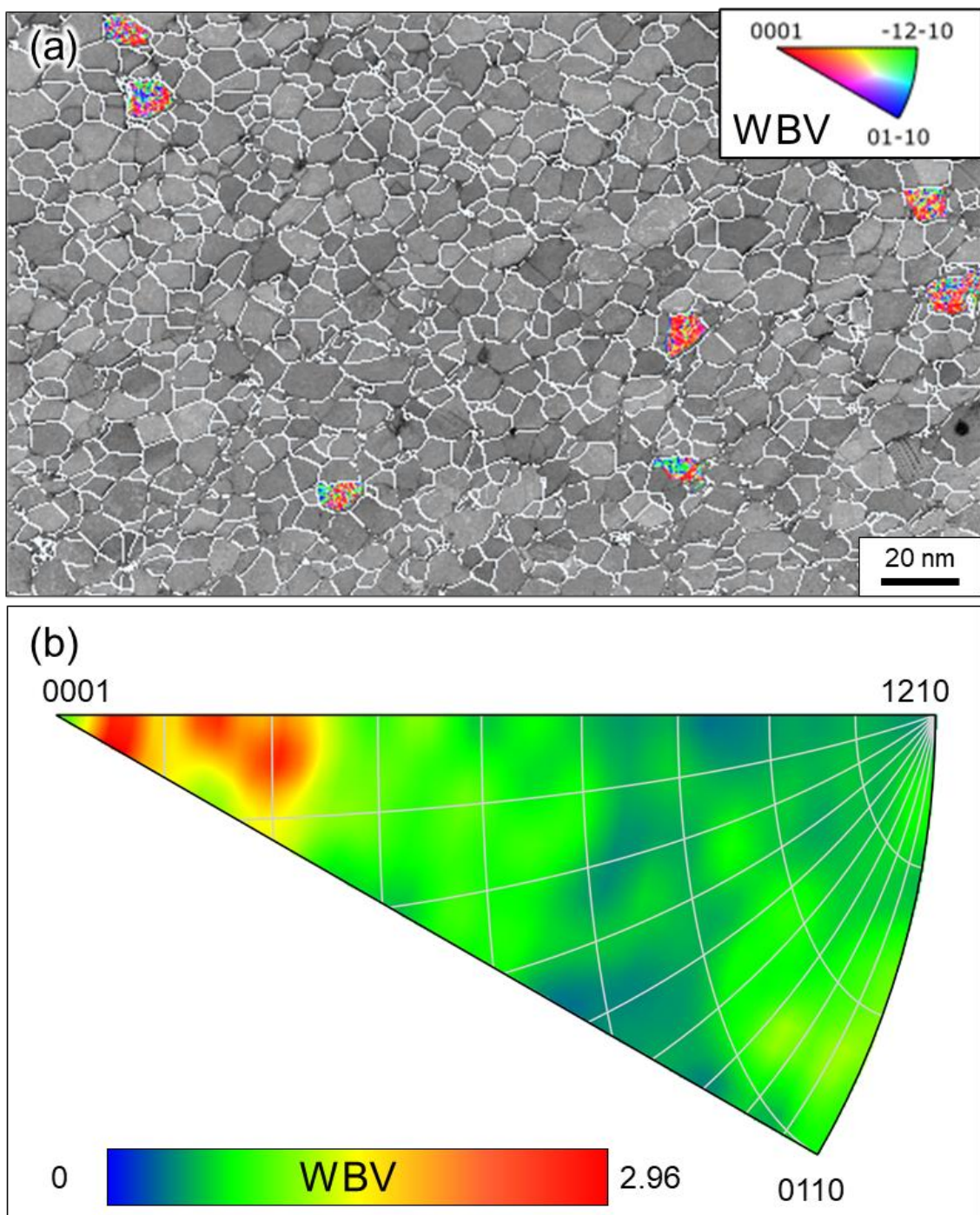


Fig. 6-17 Fig. 6-16(a)中の矢印で示した結晶粒のみを WBV 法によって解析した結果。

(a) WBV の方位によって色付けたカラーマップと (b) WBV の配向率

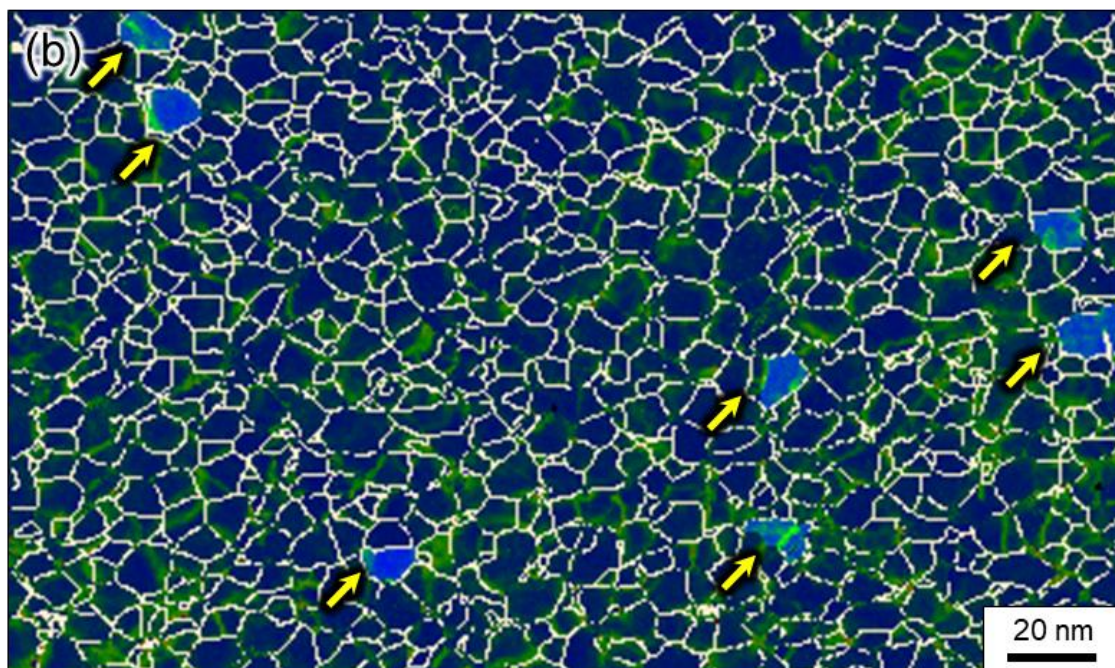
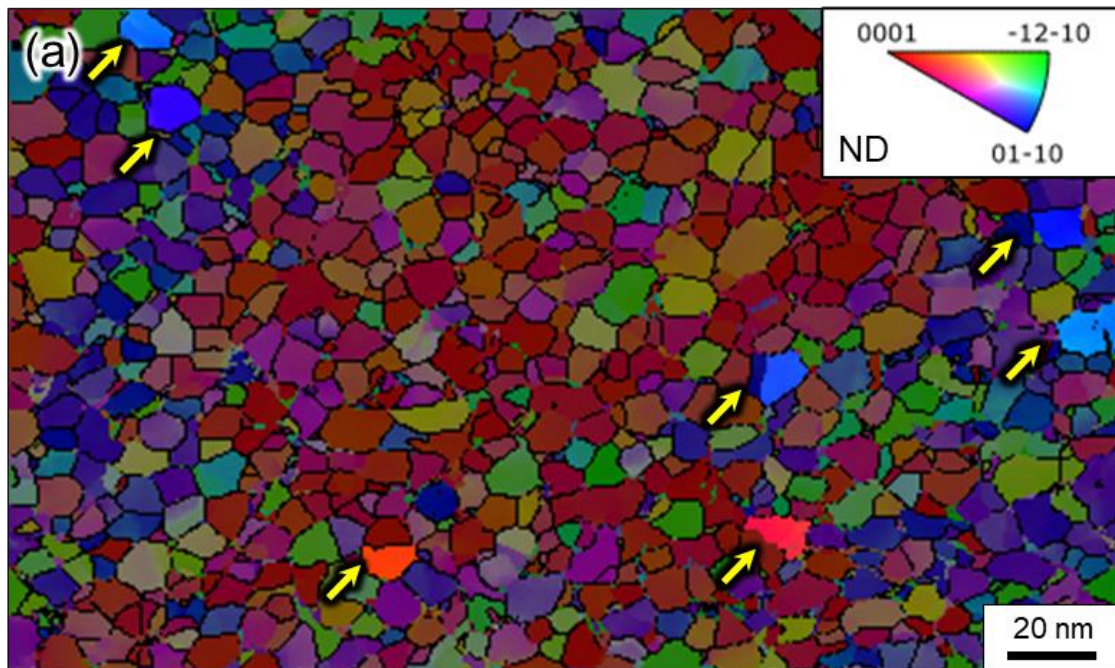


Fig. 6-18 Fig. 6-16 と同一視野における(a)結晶方位分布図と(b)KAM マップ

6.4. 今後の展望

近年、急速に SEM や EBSD 装置の測定技術が向上しており、材料全体の变形機構を理解するには、これらの装置をうまく活用することが望まれる。本章では、SEM や EBSD を用いた転位解析を実施した。これらの手法は、従来、転位解析として用いられてきた TEM や X 線回折よりも、比較的簡単かつ短時間で解析が可能であった。しかし、SEM-ECCI 法では、任意の結晶粒に対し転位線の可視化が行えていないなどの課題がある。また、WBV による転位解析では、アプリケーションが実装されたばかりで、まだまだ検討が不足している。前節で述べているように、例えば、WBV 法をトレース解析と併用する場合には、変形による表面凹凸に注意する必要がある。また、錐面すべりの活性化が認められた場合の GN 転位との相関を調査したりする必要がある。

本章で紹介した SEM および EBSD による 2 つの転位解析では、以上のようにまだまだ検討課題は残るものの、これまでの結果に説得力を与えるものであった。そのため、上記の課題を解決すれば、ひずみ速度に由来するチタン特有の变形機構をより理解できるだろう。

6.5. 結言

第 6 章では、Ti-6Al-4V 合金の α 相に着目し、SEM を用いた電子線チャネリングコントラスト法による転位密度解析と EBSD を用いた Weighted Burgers Vector 法による転位解析を実施し、以下の知見を得た。

[6-1] Ti-6Al-4V 合金で転位線を明瞭に観察するためには、S/N 比の高い ECCI 像を取得できるよう加速電圧、電流値、作動距離および照射時間の最適化が必要である。

[6-2] Ti-6Al-4V 合金の α 粒では、試料表面の結晶方位が $\{0001\}$ または $\{10\bar{1}0\}$ に近い結晶粒においてチャネリング条件が満足されることが多い。ただし、 $\{0001\}$ に近い結晶粒では多数の転位線が観察されるのに対し、 $\{10\bar{1}0\}$ に近い結晶粒では観察される転位線が少ない。これは $\{10\bar{1}0\}$ に近い結晶粒では a 転位のバーガースベクトルに対して $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ となる回折条件になりやすいためである。

- [6-3] Ti-6Al-4V 合金では、30 kV-1.1 nA の条件で FIB ミリングした面において ECCI 法による転位線の観察が可能である。
- [6-4] Ti-6Al-4V 合金における ECCI 法による転位のシリアルセクション観察を行うことで、ECCI 法での観察視野深さの実験的な評価に成功した。得られた値（140 nm から 160 nm）は理論計算値である $6\xi_g = 144 \text{ nm}$ とおおよそ一致したことから、HCP 構造を有するチタン合金においても観察視野深さ $6\xi_g$ を使った SEM-ECCI 像からの転位密度評価が可能である。
- [6-5] WBV 法による転位解析を行った結果、多くの結晶粒で $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ から $\langle 01\bar{1}0 \rangle$ に沿って、WBV が強く配向を示したことから、主すべりである柱面 $\langle a \rangle$ 転位すべりの活動である。また、この結果は、第 5 章の結果と良く一致する。
- [6-6] 柱面 $\langle a \rangle$ 転位すべりの SF が低い一部の結晶粒では、WBV は $\langle 0001 \rangle$ に強い配向が認められたため、 c 成分を含む転位が活動していることが示唆された。
- [6-7] c 成分を含む転位が活動した結晶粒の KAM マップを表示したところ、これらの結晶粒では、ほかの結晶粒と比べ KAM 値が小さい傾向が認められた。前章で述べた錐面すべりを含む多重すべりが活動した結晶粒では加工硬化が大きくなるという結果と反するものであった。

第7章 結論

本研究では、純チタンと Ti-2Al 合金を用いて、ひずみ速度を変化させた場合の機械的特性と微細組織の関係について議論した。また、Ti-6Al-4V 合金を用いて、転位運動が加工硬化におよぼす影響を考察した。また、SEM-ECCI 法を用いた転位密度解析と WBV 法を用いた転位解析を実施し、活動したすべり系と機械的特性の関係について考察した。以下に、本研究で得られた結論をまとめる。

- Ti-210 では、高ひずみ速度ほど大きな破断伸びと加工硬化能を示したのは双晶が高頻度に発生した効果である。双晶の発生が顕著ではなかった Ti-5 において、低ひずみ速度ほど大きな破断伸びを示したのは、1次錐面すべりの活動に起因する。Ti-30 では、ひずみ速度に対する破断伸びの変化はほとんど認められなかった。
- Ti-30 では、ひずみが増加すると双晶の発生頻度が増加した。低ひずみにおいては $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ 双晶が優先して形成し、変形が進むほどに $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶の生成頻度が増加した。高ひずみ速度(10^0 s^{-1})では、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})に比べて、双晶の発生頻度が高く、細い双晶が形成しやすい傾向であった。Ti-5 では、ひずみが増加しても双晶の発生頻度は変化しなかった。
- Ti-30 を高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で 15%程度まで変形させた場合に、錐面すべりの活動頻度が、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})において高くなる傾向を示した。この錐面すべりの活動頻度の変化が双晶の発生頻度に影響を与えると考えられる。
- Ti-5 では、高ひずみ速度よりも低ひずみ速度において錐面すべりの活動が増加した。
- Ti-210 と Ti-30 では、加工硬化率の変化は特異的な S 字カーブを示した。これは双晶の導入に対応するものである。
- Ti-210 では、高ひずみ速度ほど大きな破断伸びと加工硬化能を示したのは双晶が高頻度に発生した効果である。双晶の発生が顕著ではなかった Ti-5 において、低ひずみ速度ほど大きな破断伸びを示したのは、1次錐面すべりの活動に起因する。Ti-30 では、ひずみ速度によらず、破断伸びほぼ一定であった。これは、高ひずみ

速度では双晶が活性化し、低ひずみ速度では錐面すべりが活性化したことに起因する。

- CG 材、FG 材ともに、ひずみ速度の増加に伴い、0.2%耐力と最大引張強度は増加した。また、両方の試料で、ひずみ速度が増加すると、均一伸びと破断伸びが低くなる傾向を示した。この遠征の傾向は FG 材で、顕著であった。
- CG 材において、高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-4} s^{-1})で変形させた組織を比較した。高ひずみ速度では、 $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ 双晶が発生していることが認められた。先行研究で報告されているとおり、低ひずみ速度では双晶はほとんど発生していなかった。
- CG 材、FG 材ともに、すべての条件で加工硬化挙動に系統的な変化は見出せない。ただし、FG 材の低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})においては、ほかの条件と比較し、加工硬化率が小さい。また、純チタンとは異なり、双晶の発生頻度が低かったために、双晶導入による加工硬化が増大する Stage B は出現しなかった。
- CG 材を高ひずみ速度(10^0 s^{-1})と低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で 7%、22%まで変形させた。7%時点では、高ひずみ速度と低ひずみ速度ともに柱面すべりが優先的に活動し、22%まで変形をさせると、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で錐面すべりの活性化が生じた。これは、純チタンと同様であった。
- CG 材のすべり線トレース解析結果から、純チタンと同様に、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})において、延性が増加したのは、錐面すべりの活性化が生じたためであると推察される。
- 高ひずみ速度(10^0 s^{-1})でひずみ 15%まで変形させた後に、低ひずみ速度(10^{-6} s^{-1})で引張試験を行った。高ひずみ速度で導入された双晶は、低ひずみ速度での変形によって、長手方向には成長せず幅方向に太り、その領域が拡大した。双晶の形状変化の効果は、引張特性にほとんど影響がなかった。
- Ti-6Al-4V 合金では、定常クリープ域において実施した応力急変試験において瞬間塑性ひずみを生じなかったことから、転位はクリープ変形中に粘性的に運動しており、その変形はすべり律速であることがわかった。

- 本実験のクリープデータと文献値から求めた応力指数は 59 と非常に大きな値を示した。
- Norton 則を用いて、加速クリープにおける急激なひずみ速度の増加を見積もった。しかし、この見積もりは実験値とは一致しておらず、定常クリープにおける応力とひずみ速度の関係を用いた Norton 則のみでは、本合金の加速クリープをうまく表現することはできない。
- 中断試験の結果から、変形初期では、底面すべりや柱面すべりのみの単一すべりが多く観察され、変形が進むにつれて多重すべりの頻度が増加した。
- クリープ中断材の観察では、加速クリープが生じた区間とそうでない区間とで形成した組織を比較すると、一次錐面すべりを含む多重すべりの発生頻度が明らかに異なっており、一次錐面すべりの活動がひずみ速度の加速の抑制に効果的であることが示唆された。
- クリープ中断材の組織比較では、初期応力が異なるクリープ試験での変形に伴う GROD 値の増加傾向から、初期応力が小さく、ゆっくりと変形した場合に、より大きく加工硬化した組織が形成されていることがわかった。
- Ti-6Al-4V 合金で転位線を明瞭に観察するためには、S/N 比の高い ECCI 像を取得できるよう加速電圧、電流値、作動距離および照射時間の最適化が必要である。
- Ti-6Al-4V 合金の α 粒では、試料表面の結晶方位が{0001}または{10 $\bar{1}$ 0}に近い結晶粒においてチャネリング条件が満足されることが多い。ただし、{0001}に近い結晶粒では多数の転位線が観察されるのに対し、{10 $\bar{1}$ 0}に近い結晶粒では観察される転位線が少ない。これは{10 $\bar{1}$ 0}に近い結晶粒では a 転位のバーガスベクトルに対して $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ となる回折条件になりやすいためである。
- Ti-6Al-4V 合金では、30 kV-1.1 nA の条件で FIB ミリングした面において ECCI 法による転位線の観察が可能である。
- Ti-6Al-4V 合金における ECCI 法による転位のシリアルセクションング観察を行うことで、ECCI 法での観察視野深さの実験的な評価に成功した。得られた値 (140 nm から 160 nm) は理論計算値である $6\xi_g = 144$ nm とおおよそ一致したことから、HCP 構造を有するチタン合金においても観察視野深さ $6\xi_g$ を使った SEM-ECCI 像

からの転位密度評価が可能である。

- WBV 法による転位解析を行った結果、多くの結晶粒で $\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$ から $\langle 01\bar{1}0\rangle$ に沿って、WBV が強く配向を示したことから、主すべりである柱面 $\langle a\rangle$ 転位すべりの活動である。また、この結果は、第5章の結果と良く一致する。
- 柱面 $\langle a\rangle$ 転位すべりの SF が低い一部の結晶粒では、WBV は $\langle 0001\rangle$ に強い配向が認められたため、 c 成分を含む転位が活動していることが示唆された。
- c 成分を含む転位が活動した結晶粒の KAM マップを表示したところ、これらの結晶粒では、ほかの結晶粒と比べ KAM 値が小さい傾向が認められた。前章で述べた錐面すべりを含む多重すべりが活動した結晶粒では加工硬化が大きくなるという結果と反するものであった。

参考文献

- [1] 財務省貿易統計: <https://www.customs.go.jp/toukei/latest/index.htm> (12月10日閲覧)
- [2] 国土交通省 全国貨物純流動調査 2015年調査について:
<https://www.mlit.go.jp/sogoseisaku/transport/butsuryu06100.html> (12月10日閲覧)
- [3] 経済産業省 資源エネルギー庁:
<https://www.enecho.meti.go.jp/about/special/johoteikyo/energyissue.html> (12月9日閲覧)
- [4] 外務省: <https://www.mofa.go.jp/mofaj/gaikou/oda/sdgs/about/index.html> (12月9日閲覧)
- [5] 経済産業省: 『SDGs 経営ガイド』(2019).
(<HTTPS://WWW.CITY.KAWAGOE.SAITAMA.JP/JIGYOSHAMUKE/KANKYO/ECOCHALLENGE/SDGSKEIEIGUIDE.FILES/SDGEKEIEIGUIDE.PDF>)
- [6] 全国地球温暖化防止活動推進センター: <https://www.jccca.org/download/65477> (12月10日閲覧)
- [7] 日本チタン協会編: 現場で生かす金属材料シリーズ チタン. 東京: 株式会社工業調査会,(2007).
- [8] 寺井健, 武智勉: 日本製鉄技報, 418(2021), 9-14.
- [9] 塚本元気, 國枝知徳: 日本製鉄技報, 418(2021), 92-96.
- [10] 稲垣育宏, 武智勉, 白井善久, 有安望: 新日鉄技報, 396(2013), 23-28.
- [11] 大塚広明, 藤井秀樹, 高橋一浩, 森健一: 新日鉄技報, 396(2013), 56-62.
- [12] 有安望, 松本啓, 北浦知之, 西山真哉, 米正裕: 新日鉄技報, 418(2021), 28-32.
- [13] 一般社団法人日本チタン協会: <http://www.titan-japan.com/> (12月10日閲覧)
- [14] 成田舒孝: 日本金属学会会報, 24(1985), 984-992.
- [15] 木村啓造: 鉄と鋼, 72(1986), 113-122.
- [16] 村上 陽太郎: 鉄と鋼, 73(1987), 420-426.
- [17] D. Eylon, J. A. Hall, C. M. Pierce and D. L. Ruckle: Metall. Trans., 7A (1976), 1817.
- [18] 北嶋具教, 御手洗容子: まてりあ, 55(2016), 370-376.
- [19] H. W. Rosenberg: The Science, Technology and Application of Titanium, ed. by R. I. Jaffee, N. E. Promisel, Pergamon Press, Oxford, UK, (1970), 851-859.

- [20] X. Yao, Q. Y. Sun, L. Xiao, and J. Sun: *J. Alloys Compd.*, 484 (2009), 196–202.
- [21] Q. Y. Sun, Z. T. Yu, R. H. Zhu, and H. C. Gu: *Mater. Sci. Eng. A*, 364(2004), 159–165.
- [22] T. Kitashima, K. S. Suresh and Y. Yamabe-Mitarai: *Mater. Sci. Eng. A*, 597(2014), 212-218.
- [23] H. Adenstedt: *Metal Progress*, 56(1949), 658-660.
- [24] S. Zaeferrer: *Mater. Sci. Eng. A*, 344(2003), 20-30.
- [25] 花田修治: *鉄と鋼*, 4(1990), 495-502.
- [26] J. Gong and A. J. Wilkinson: *Acta Mater.*, 57(2009), 5693-5705.
- [27] X. Wu, S. R. Kalidindi, C. Necker, and A. A. Salem: *Metall. Mater. Trans. A*, 39(2008), 3046-3054.
- [28] G. Lütjering, J.C. Williams: *Titanium second ed.*, Springer 21, (2007).
- [29] S. Yamamoto, Y. Miyajima, C. Watanabe, R. Monzen, T. Tsuru and H. Miura: *Mater. Trans.*, 61(2020), 2320-2328.
- [30] 吉永日出男, 稠密六方晶金属の変形双晶 -マグネシウムを中心として-. 東京: 内田 勞鶴圃, (2007).
- [31] J. W. Christian and S. Mahajan: *Prog. Mat. Sci.* 39(1995), 1-157.
- [32] 力久弘章, 森貴志, 津志田雅之, 北原弘基, 安藤新二: *日本金属学会誌*, 81(2017), 458-466.
- [33] R. Von Mises: *Z. Agnew. Math. Mech.*, 8(1928), 161-185.
- [34] 上路林太郎, 土田紀之, 藤井英俊, 金堂大介, 国重和利: *日本金属学会誌*, 71(2007), 815-821.
- [35] M. H. Yoo: *Metall. Trans.* 12A(1981), 409-418.
- [36] 安東知洋, 土山聡宏, 高木節雄: *日本金属学会誌*, 12(2008), 949-954.
- [37] X. G. Deng, S. X. Hui, W. J. Ye, and X. Y. Song: *Mater. Sci. Eng. A*, 575(2013), 15–20.
- [38] N. P. Gurao, R. Kapoor, and S. Suwas: *Acta Mater.*, 59(2011), 3431–3446.
- [39] R. A. Fishburn, W. T. Roberts and D. V. Wilson: *Met. Technol.*, 3(1976), 310.
- [40] 笹野久興, 木村啓造: *日本金属学会誌*, 41(1977), 933-939.
- [41] 丸山公一, 中島英治: *高温強度の材料科学*, 内田老鶴圃, (1997).
- [42] 日本材料学会高温強度部門委員会編: *高温強度の基礎・考え方・応用*, 日本材料学会, (2008).
- [43] W. M. Yin, S.H. Whang, R. Mirshams and C.H. Xiao: *Mater. Sci. Eng. A*, 301(2001), 18-22.

- [44] M. E. Kassner, K. K. Smith and C. S. Campbell: *J. Mater. Sci.*, 50(2015), 6539-6551.
- [45] S. Usami and T. Mori: *Cryogenics*, 40(2000), 117-126.
- [46] N. Wang, Z. Wang, K.T. Aust and U. Erb: *Mater. Sci. Eng. A*, 237(1997), 150-158.
- [47] T. Yamada, K. Kawabata, E. Sato, K. Kuribayashi and I. Jimbo: *Mater. Sci. Eng. A*, 387-389 (2004), 719-722.
- [48] 松永哲也, 亀山達也, 上田章二, 佐藤英一: *まてりあ*, 50(2011), 105-111.
- [49] 佐藤英一, 山田智康, 田中寿宗, 神保至: *軽金属*, 55(2005), 604-609.
- [50] T. Matsunaga, T. Kameyama, K. Takahashi and E. Sato: *Mater. Trans.*, 50(2009), 2858-2864.
- [51] T. Neeraj, D.H. Hou, G. S. Daehn and M. J. Mills: *Acta Mater.*, 48(2000), 1225-1238.
- [52] S. Suri, T. Neeraj, G.S. Daehn, D.-H. Hou, J. M. Scott, R.W. Hayes and M. J. Mills: *Mater.*
- [53] 大田祐太郎, 久布白圭司, 山崎泰広: *材料*, 69(2020), 599-604.
- [54] 大田祐太郎, 久布白圭司, 山崎泰広: *材料*, 70(2021), 323-329.
- [55] F. P. E. Dunne, D. Rugg and A. Walker: *Int. J. Plast.*, 23(2007), 1061-1083.
- [56] F. Wang, W. Cui: *Mater. Sci. Eng. A*, 642(2015), 136-141.
- [57] X. H. Chen and L. Lu: *Scripta Mater.*, 57(2007), 133-136.
- [58] 加藤雅治: *入門転位論*, 裳華房, (1999).
- [59] 加藤雅治: *まてりあ*, 47(2008), 418-422.
- [60] 向井敏司, 東健司, 土田信, 谷村眞治: *軽金属*, 43(1993), 252-257.
- [61] B. Zhang, J. Wang, Y. Wang, Y. Wang and Z. Li: *Materials*, 12(2019), 659-669.
- [62] 日本電子顕微鏡学会編: *走査電子顕微鏡*, 児湯率, (2000).
- [63] T. E. Everhart and R. F. M. Thornley: *J. Sci. Instrum.* 37(1960), 246.
- [64] 杉山昌章, 谷山明: *表面科学*, 36(2015), 158-165.
- [65] H. Jaksch, M. Steigerwald and V. Drexel: *Micros. Microanal.*, 11(2005), 758-759.
- [66] H. Jaksch, M. Steigerwald, V. Drexel and H. Bihl: *Micros. Microanal.*, 9(2003), 946-947.
- [67] 立花繁明: *顕微鏡*, 43(2008), 174-176.
- [68] H. Jaksch: *Proceedings of 14th European Microscopy Congress*, (2008) 533.
- [69] 日立ハイテック, <https://www.hitachi-hightech.com/jp/ja/knowledge/microscopes/fib-sem/descriptions.html> (12月2日閲覧)
- [70] 鈴木清一, D. J. Dingley: *顕微鏡*, 42(2007), 89-93.
- [71] 鈴木清一: *エレクトロニクス実装学会*, 13(2010), 469-474.

- [72] 西華デジタルイメージ株式会社, <https://www.seika-di.com/measurement/material/dic.html>
(12月2日閲覧)
- [73] 高根健一, 綿引壮真, 佐々木健吾, 遠越光輝, 渡辺一彦, 安部光史, 佐々木義志, 上谷佳祐: 高速度イメージングとフォトニクスに関する総合シンポジウム論文集, (2019).
- [74] 古賀紀光: まてりあ, 55(2016), 267-270.
- [75] 出水享, 松田浩, 戸次翔, 森崎雅俊, 内野正和, 伊藤幸広, 森田千尋: 土木学会論文集 A2(応用力学), 68(2012), 683-690.
- [76] S. Yamasaki, T. miike, M. Mitsuhara, H. Nakashima, R. Akiyoshi, T. Nakamura and S. Kimura: MSEA, 816(2021), 141277.
- [77] A. O.-Caballero, F. Li, D. E.-d. l. Ojos, M. D. Atkinson and J. Q. d. Fonseca: Acta Mater., 149(2018), 1-10.
- [78] A. A. Salem, S. R. Kalidindi and R. D. Doherty: Acta Mater., 51(2003), 4225-4237.
- [79] Y. B. Chun, S. H. Yu, S. L. Semiatin and S. K. Hwang: Mater. Sci. Eng. A, 398(2005), 209-219.
- [80] S. Nemat-Nasser, W. G. Guo and J. Y. Cheng,: Acta Mater., 47(1999), 3705-3720.
- [81] G. S. D'yakonov, S. V. Zherebtsov, M. V. Klimova and G. A. Salishchev: Phys. Met. Metallogr., 116(2015), 182-188.
- [82] T. Wang, B. Li, M. Li, Y. Li, Z. Wang and Z. Nie: Mater. Charact., 106(2015), 218-225.
- [83] M.-S. Lee, A.-R. Jo, S.-K. Hwang, Y.-T. Hyun and T.-S. Jun: Mater. Sci. Eng. A, 827(2021), 142042.
- [84] G. Tsukamoto, T. Kunieda, S. Yamasaki, M. Mitsuhara and H. Nakashima: J. Alloys Compd. 884 (2021) 161154.
- [85] N. E. Paton and W. A. Backofen: Metall. Trans., 1(1970), 2839-2847.
- [86] N. P. Gurao, R. Kapoor and S. Suwas: Acta Mater., 59(2011), 3431-3446.
- [87] J. W. Won, S.-W. Choi, J.-T. Yeom, Y.-T. Hyun, C. S. Lee and S. H. Park: Mater. Sci. Eng. A, 698(2017), 54-62.
- [88] B. Wang, H. Liu, Y. Zhang, B. Zhou, L. Deng, C. Wang, J. Chen and Y. Zhang: Mater. Sci. Eng. A, 827(2021), 142060.
- [89] Y. Murayama, K. Obara and K. Ikeda: Mater. Trans., JIM 32(1991), 854-861.
- [90] Y. Murayama, K. Obara and K. Ikeda: Mater. Trans., JIM 34(1993), 801-808.
- [91] D. R. Chichili, K. T. Ramesh and K. J. Hemker: Acta Mater., 46(1998), 1025-1043.

- [92] K. Ahn, H. Huh and J. Yoon: *Int. J. Mech. Sci.*, 98(2015), 80-92.
- [93] Q. Luan, T. B. Britton and T.-S. Jun: *Mater. Sci. Eng. A*, 734(2018), 385-397.
- [94] J. L. W. Warwick, N. G. Jones, K. M. Rahman and D. Dye: *Acta Mater.*, 60(2012), 6720-6731.
- [95] H. Becker and W. Pantleon: *Comput. Mater. Sci.*, 76(2013), 52-59.
- [96] C. Zhu, Y. Chen, J. Xu, H. Yu, D. Shan and B. Guo: *Mater. Sci. Eng. A*, 832(2022), 142417.
- [97] J. W. Won, C. H. Park, S.-G. Hong and C. S. Lee: *J. Alloys Compd.*, 651(2015), 245-254.
- [98] K. Kishida, J. G. Kim, T. Nagae and H. Inui: *Acta Mater.*, 196(2020), 168-174.
- [99] P. Baudoin, T. Hama and H. Takuda: *Int. J. Plast.*, 115(2019) 111-131.
- [100] D. Rodríguez-Galán, I. Sabirov and J. Segurado: *Int. J. Plast.*, 70(2015), 191-205.
- [101] W. Li, S. Yamasaki, M. Mitsuhashi and H. Nakashima: *Mater. Charact.*, 163(2020), 110282.
- [102] I. P. Jones and W. B. Hutchinson: *Acta Metall.*, 29(1981), 951-968.
- [103] A. Ghaderi and M. R. Barnett: *Acta Mater.*, 59(2011), 7824-7839.
- [104] R. J. Lederich, S. M. L. Sastry, J. E. O'Neal and B. B. Rath: *Mater. Sci. Eng.*, 33(1978), 183-188.
- [105] G. Tsukamoto, T. Kunieda, M. Mitsuhashi and H. Nakashima: *Mater. Sci. Eng. A*, 840(2022), 142907.
- [106] A. A. Salem, S. R. Kalidindi and R. D. Doherty: *Scr. Mater.*, 46(2002) 419-423.
- [107] L. Remy: *Acta Metall.*, 26 (1978), 443-451.
- [108] 木村啓造: *軽金属*, 19(1969), 112-124.
- [109] 日本金属学会: *非鉄材料*, (1997).
- [110] *Progress in Metal Physics* 7, Pergamon Press LTD, (1958), 112.
- [111] 正橋直哉: *クリエーションコア東大阪*, (2011).
http://www.kansaicenter.imr.tohoku.ac.jp/_userdata/kinzoku_titanium.pdf
- [112] A. Fitzner, D. G. L. Prakash, J. Quinta da Fonseca, M. Thomas, S.-Y. Zhang, J. Kelleher, P. Manuel and M. Preuss: *Acta Mater.*, 103(2016), 341-351.
- [113] 塚本元気, 國枝知徳, 光原昌寿, 中島英治: *九州大学大学院総合理工学府報告*, 43(2022), 29-36.
- [114] J. C. Williams, R. G. Baggerly, and N. E. Paton: *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33A(2002), 837-850.
- [115] T. R. Cass: *The Science, Technology and Application of Titanium*, ed. by R. I. JAFFEE and

- N. PROMISEL, (1970), 459. [Pergamon Press, Oxford]
- [116] C. J. Mchargue, S. E. Adair and J. P. Hammond: *J. Met.*, 5 (1953), 1199.
- [117] K. Tomimura, H. Nagamori, S. Takaki and Y. Tokunaga: *J. Japan Inst. Metals*, 55 (1991), 376-382.
- [118] S. Yano and S. Morozumi: *J. Japan Inst. Metals*, 36(1972), 1252-1257.
- [119] N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji and N. Hansen: *Acta Mater.*, 57(2009), 4198-4208.
- [120] ASM International: "BINARY ALLOY PHASE DIAGRAMS", (ASM, 1990), 226, 1495.
- [121] 錦織貞郎: *軽金属*, 55(2005), 557-560.
- [122] 西野精一, 塩沢和章, 相川泰範: *J. Soc. Mater. Sci.*, 46(1997), 512-517.
- [123] M. J. R. Barboza, E. A. C. Perez, M. M. Medeiros, D. A. P. Reis, M. C. A. Nono, F. Piorino Neto and C. R. M Silva: *Mater. Sci. Eng. A*, 428(2006), 319-326.
- [124] P. G. Oberson and S. Ankem: *Int. J. Plast.*, 25(2009), 881-900.
- [125] S. Ankem, C. A. Greene and S. Singh: *Scr. Mater.*, 30(1994), 803-808.
- [126] M. Niinomi: *Mater. Sci. Eng. A*, 243(1998), 231-236.
- [127] H. Qin, J. J. Jonas, H. Yu, N. Brodusch, R. Gauvin and X. Zhang: *Acta Mater.*, 71(2014), 293-305.
- [128] P. R. Dawson, D. E. Boyce, J.-S. Park, E. Wielewski and M. P. Miller: *Acta Mater.*, 144(2018), 92-106.
- [129] M. P. Echlin, J.C. Stinville, V. M. Miller, W. C. Lenthe and T. M. Pollock: *Acta Mater.*, 114(2016), 164-175.
- [130] L. H. You, H. Ou and Z. Y. Zheng: *Composite Structures*, 78(2007), 285-291.
- [131] 当摩建, 竹内庸: *軽金属*, 26(1976), 456-462.
- [132] 五弓勇雄, 木原諄二: *日本金属学会誌*, 29(1965), 271-276.
- [133] 梅崎正太, 村田純教, 野村恭兵, 久布白圭司: *日本金属学会誌*, 78(2014), 218-224.
- [134] K. E. K. Amouzou, T. Richeton, A. Roth, M. A. Lebyodkin and T. A. Lebedkina: *Int. J. Plast.*, 80(2016), 222-240.
- [135] B. C. Ng, B. A. Simkin and M. A. Crimp: *Ultramicroscopy*, 75(1998), 137-145.
- [136] M. A. Crimp: *Microsc. Res. Tech.*, 69(2006), 374-381.
- [137] N. Kuwano, M. Itakura, Y. Nagatomo and S. Tachibana: *J. Electron. Microsc.*, 59(2010), S175-S181.

- [138] I. Gutierrez-Urrutia and D. Raabe: *Scripta Mater.* 66(2012), 343-346.
- [139] S. Zaeferrer and N.-N. Elhami: *Acta Mater.*, 75 (2014), 20-50.
- [140] I. Gutierrez-Urrutia and D. Raabe: *Acta Mater.*, 59(2011), 6449-6462.
- [141] B. E. Dunlap, T. J. Ruggles, D. T. Fullwood, B. Jackson and M. A. Crimp: *Ultramicroscopy*, 184(2018), 125-133.
- [142] I. Gutierrez-Urrutia: *Ultramicroscopy*, 206(2019), 112826.
- [143] K. Nakafuji, M. Koyama and K. Tsuzaki: *Scientific Reports*, 10(2020), 2622.
- [144] A. J. Wilkinson and P. B. Hirsch: *Micron*, 28(1997), 279-308.
- [145] Y. Guo, T. B. Britton and A. J. Wilkinson: *Acta Mater.*, 76(2014), 1-12.
- [146] T. B. Britton, F. P. E. Dunne and A. J. Wilkinson: *Proc. R. Soc. A*, 471(2015), 20140881.
- [147] T. Neeraj and M. J. Mills: *Mater. Sci. Eng. A*, 319(2001), 415-419.
- [148] J. C. Williams, R. G. Baggerly and N. E. Paton: *Metall. Mater. Trans. A*, 33A(2002), 837-850.
- [149] A. Moridi, A. G. Demir, L. Caprio, A. J. Hart, B. Previtali and B. M. Colosimo: *Mater. Sci. Eng. A* 768(2019), 138456.
- [150] S. Han, P. Eisenlohr and M. A. Crimp: *Mater. Charact.* 142(2018), 504-514.
- [151] A. Moridi, A. G. Demir, L. Caprio, A. J. Hart, B. Previtali, and B. M. Colosimo: *Mater. Sci. Eng. A* 768(2019), 138456.
- [152] J. Wheeler, E. Mariani, S. Piazzolo, D. J. Prior, P. Trimby and M. R. Drury: *Microscopy*, 233(2009), 482-494.
- [153] AZtecCrystal ver.3.0: 説明書
- [154] P. J. Konijnenberg, S. Zaeferrer and D. Raabe: *Acta Mater.*, 99(2015), 402-414.
- [155] AZtecCrystal: <https://www.ebsd.com/ois-ebsd-system/dislocation-density-analysis> (12 月 11 日閲覧)
- [156] S. Zaeferrer, S. I. Wright, and D. Raabe: *Metall. Mater. Trans.*, 39A (2008), 374.
- [157] A. J. Wilkinson, G. R. Anstis, J. T. Czernuszka, N. J. Long and P. B. Hirsch: *Philos. Mag.*, A68(1993), 59-80.
- [158] S. Yamasaki, M. Mitsuhara, K. Ikeda, S. Hata and H. Nakashima: *Scripta Mater.*, 101(2015), 80-83.
- [159] L. Reimer and H. Kohl: *Transmission Electron Microscopy*. (Springer, New York), (2008).
- [160] L.-M. Peng: *Acta Cryst.*, A54(1998), 481-485.

[161] R. K. Ham: *Philos. Mag.*, 6(1961), 1183-1184.

謝辞

本研究を遂行するにあたり、多くのご指導とご鞭撻をいただきました指導教員の九州大学大学院総合理工学研究院の中島英治 教授、光原昌寿 准教授、九州大学大学院工学研究院の山崎重人 准教授に心からの感謝を申し上げます。修士課程から当研究室に配属され、研究のいろはもわからない未熟者でありました私に研究の基礎や論文のまとめ方、発表の仕方などを丁寧に指導していただきました。研究以外でも、多くのことに相談に乗っていただきました。3人の先生方には、重ねて心からの感謝を申し上げます。

つらいときも不安なときもいつも温かいコーヒーを入れて多くの話を聞いていただきました。出張や購入品の手続きなど研究生活におきましても多大なるご支援をいただきました。事務補佐の石川亜子 女史、藤井亜樹 女史、森田彩 女史、山中康子 女史に心からの感謝を申し上げます。

九州大大学院総合理工学府に在籍した5年間で出会いました中島研の卒業生、先輩、同期、後輩の皆様には、不甲斐ない私を受け入れていただきました。5年間の研究生活を楽しく過ごすことができたのも、ともに学生生活を過ごしてくれた皆様のおかげです。心からの感謝を申し上げます。

本研究の遂行ならびに論文作成に多大なるご助言とご協力をいただきました日本製鉄株式会社の塚本元気 博士、國枝知徳 博士、株式会社 IHI の大田祐太郎 博士、佐藤雄大 氏、榊原洋平 博士、野村恭兵 博士、久布白圭司 博士、北見工業大学の河野義樹 准教授、熊本大学の眞山剛 准教授に心からの感謝を申し上げます。

共同設備の運営・管理など円滑な研究をするためにご支援とご助力をいただきました九州大学大学院総合理工学府の教員の皆様、研究スタッフの皆様、心より感謝申し上げます。また、博士後期課程とともに進学をした同期の重信咲季さん、宮野陽くん、栗田寛子さん、神谷拓郎くんには研究活動の悩みを聞いていただきました。心から感謝を申し上げます。

本論文の執筆に当たり、審査も含めご助言を賜りました九州大学大学院総合理工学研究院の飯久保智 教授、東藤貢 准教授に心からの感謝を申し上げます。

最後に、私が5年間の研究生活を何事もなく送ることができたのは、父親の理解と精神的・経済的なご支援のおかげです。心から感謝申し上げます。

2023年1月

出口 岬