

HCP 金属の低温クリープ領域の再評価

松永哲也¹⁾ 亀山達也^{**} 上田章二^{***} 佐藤英一²⁾

1. はじめに

一般にクリープとは、絶対温度で表した材料の融点(T_m)の40%以上、一定応力下において、時間に依存してひずみが蓄積される現象のことを言う。これは、高温になるにつれ原子の拡散が活発になることで顕著になり、負荷応力、粒径、温度を変数とし、クリープ機構が遷移する。また、この現象全体は、Frost と Ashby⁽¹⁾、Langdon⁽²⁾により変形機構領域図としてまとめられ、各クリープ領域は以下の構成方程式(Mukherjee-Bird-Dornの式⁽³⁾)で整理されている。

$$\dot{\epsilon} = AD \frac{Gb}{kT} \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \left(\frac{b}{d} \right)^p \quad (1)$$

$$D = D_0 \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (2)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}$ は定常クリープ速度、 A は材料定数、 D は拡散係数、 G はせん断係数、 b はバーガースベクトル、 k はボルツマン定数、 T は温度、 σ は応力、 E はヤング率、 n は応力指数、 d は粒径、 p は粒径指数、 D_0 は振動因子、 Q は見かけの活性化エネルギー、 R は気体定数である。

図1はチタン(Ti)におけるFrost と Ashbyの変形機構領域図である。Tiでは、概ね $\tau/G=10^{-4}$ 以上で転位芯拡散律速の低温転位クリープ⁽⁴⁾、それ以下では粒界拡散(Coble)クリープ⁽⁵⁾が観察されると整理されている。400-700 K以下で生じる低温転位クリープ領域では $n=6.3$ 、 $p=0$ となり、粒径依存性が存在しないのが特徴的で、空孔の拡散による転位の上昇運動のため、介在物を乗り越え変形が持続する。約800 K以下で生じるCobleクリープ領域($\dot{\epsilon} \ll 10^{-12} \text{ s}^{-1}$)では $n=1$ 、 $p=3$ となり、粒界に沿った空孔の拡散によりクリープが生じる。ここで応力指数、粒径指数は参考文献(1)に

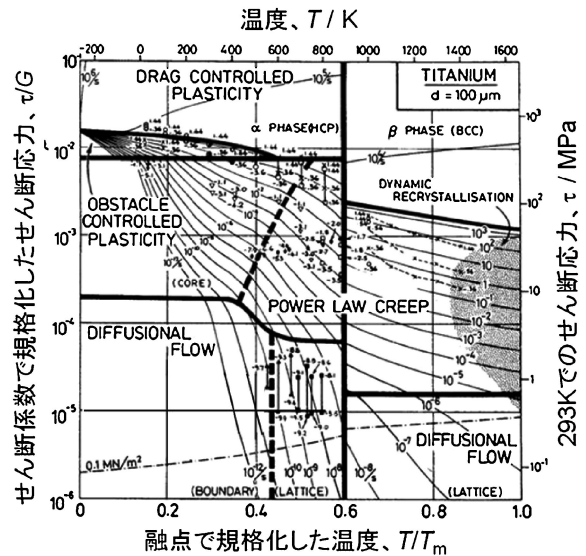


図1 Frost と Ashby により提案された Ti の変形機構領域図⁽¹⁾。

示された Ti の値である。

この領域図では、400 K 以下 0 K まで描かれているが、その元となる $0.3 T_m$ 以下の温度域のデータ点は少ない。実際、半世紀前には Adensted⁽⁶⁾ が α -Ti において室温 ($0.15 T_m$) でクリープすることを報告しているが、Frost 等は無視している。その後1960-1970年代には、Ti-5Al-2.5Sn⁽⁷⁾⁽⁸⁾、Ti-6Al-4V⁽⁸⁾⁻⁽¹²⁾で、最近では、Mills 等が Ti-6Al 系合金 (Ti-6Al, Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo)⁽¹²⁾⁻⁽¹⁷⁾、Ankem 等が Ti-0.4Mn⁽¹⁸⁾、Ti-1.6V⁽¹⁹⁾を用いて $0.15 T_m$ 近傍でクリープが生じると報告している。Ti 合金における $0.15 T_m$ 近傍のクリープ機構は未だ議論中で、これまで、 α 粒内のバーガースベ

* 宇宙航空研究開発機構, 宇宙科学研究所: 1)プロジェクト研究員, 2)教授(〒252-5210 相模原市中央区由野台3-1-1)

** 東京大学; 大学院院生(現在; 三菱重工業株式会社), ***首都大学東京; 大学院院生(現在; 三菱重工コンプレッサ株式会社)

Reevaluation on Low-temperature Creep Region of HCP Metals; Tetsuya Matsunaga*, Tatsuya Kameyama**, Shoji Ueda***, Eiichi Sato*

(*Institute of Space and Astronautical Science, Japan Aerospace Exploration Agency, Sagami-hara **The University of Tokyo, Tokyo (Present, Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.), ***Tokyo Metropolitan University, (Present, Mitsubishi Heavy Industries Compressor Corporation)

Keywords: hexagonal close-packed (HCP) metals, planar slip, grain boundary sliding, constitutive relation, ambient-temperature creep

2010年9月16日受理

クトル $\mathbf{b} = \mathbf{a}/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ を持った転位の平面すべり⁽⁷⁾⁻⁽¹⁷⁾と時間の経過とともに幅が広がる変形双晶(時間依存性の変形双晶)⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾の2つが提案されている。大部分の研究結果は、平面すべりの発生が変形を支配していると結論付けており、時間依存性の変形双晶が現れる場合は、粒径(d)が500 μm 程度の時だけである。Tiの転位運動が発生する応力と変形双晶が発生する応力は大きく異なり⁽²⁰⁾⁻⁽²²⁾、転位運動の方がはるかに起こりやすいことから0.15 T_m 近傍のTi合金のクリープが転位運動によると考えられる。しかし、上記のような低温で生じるクリープは上述のTi合金でしか報告されておらず、その他の金属、合金に適用可能か議論の余地が残されている。

そこで、本研究は金属の低温、低ひずみ速度の変形機構を再調査することで、従来の変形機構領域図の修正を行うことを目的とした。さらに以下3点の問題点を中心に議論を進めることで、低温変形機構の正確な記述を行う。

- (1) 0.15 T_m のクリープはTi合金特有の変形機構か。
- (2) 変形は転位運動か、変形双晶か。
- (3) クリープの律速過程は何か。

2. 低温でのクリープ挙動⁽²³⁾⁻⁽²⁵⁾

はじめに、第一の問題点である「0.3 T_m 以下のクリープはTi合金特有の変形機構か」を取り上げる。本節では、様々な金属、合金を用いて、室温でクリープ試験を実施した結果を述べる。クリープ試験は、ひずみ速度 10^{-3} s^{-1} の引張試験より観察される0.2%耐力以下の応力とした。ひずみは分解能 3×10^{-6} のひずみゲージを試料表面に貼付し測定し、定常クリープ速度は、Garofaloの対数クリープ経験式⁽²⁶⁾を用いて評価した。

図2に定常クリープ速度とヤング率で規格化した応力の両対数プロットを示す。HCP金属、合金においてのみ 10^{-8} – 10^{-9} s^{-1} 程度の定常クリープ速度が観察されるのに対して、それら以外ではひずみ速度が小さく観測領域外($< 10^{-10} \text{ s}^{-1}$)で、データのプロットはできなかった[†]。HCP純金属の応力指数は概ね3、合金は10以上を示し、室温クリープが転位クリープ領域に属することを示唆した。室温クリープはTi合金のみでなく、HCP構造を持つ金属および合金でも現れる。

さらに、温度依存性調査のために203–873 Kでのクリープ試験の結果を、CP-Tiを例に示す(図3)。試験温度が上昇することで、応力指数も大きくなり、従来から報告のある低温転位クリープ(転位芯拡散律速クリープ)領域に遷移していく。また、高応力になるほど $n=3$ の直線から外れる傾向が見られた。これは、クリープ変形がべき乗則崩壊領域に遷移したことを示す。その他マグネシウム(Mg)、亜鉛(Zn)においても同様な結果を得た⁽²⁵⁾。

[†] 高純度Alに代表されるFCC金属では、0.2%耐力以上の応力により時間依存のクリープ挙動を示したが、これはHCP金属の低温クリープとは異なる変形機構による現象である⁽⁴¹⁾⁽⁴²⁾。

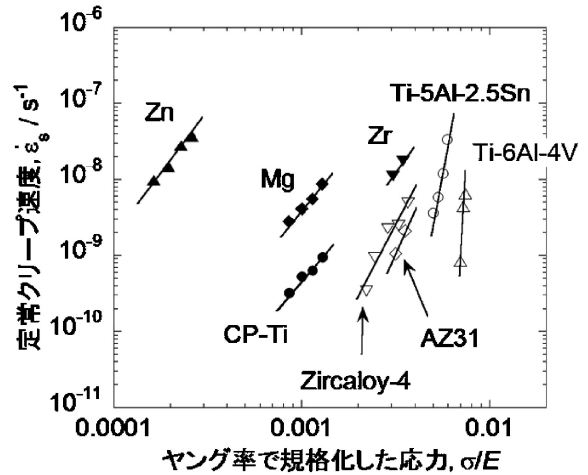


図2 各金属の定常クリープ速度とヤング率で規格化した応力の関係。

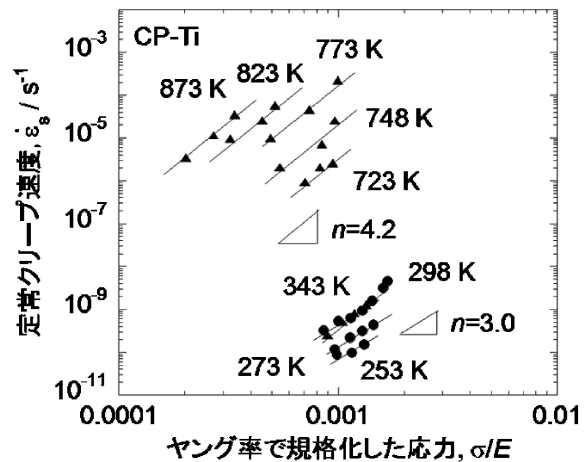


図3 CP-Tiにおける応力指数の温度依存性⁽²⁵⁾。

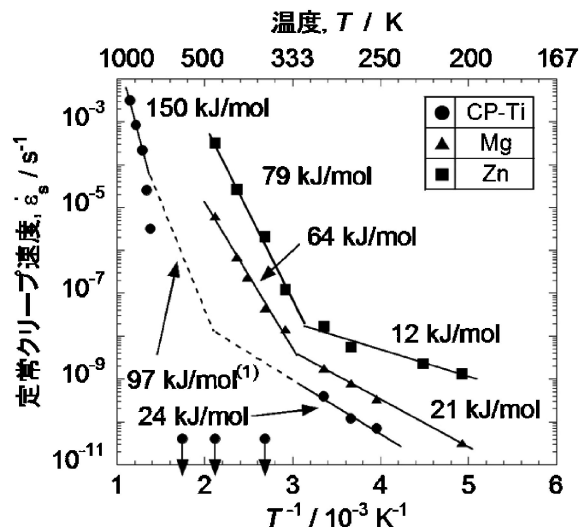


図4 CP-Ti, Mg, Znのアレニウスプロット⁽²⁵⁾。

室温でのクリープの特徴を更に調査するため、 $\sigma/E=0.001$ (CP-Ti), 0.0008 (Mg), 0.0002 (Zn) においてアレニウスプロットを作成した(図4)。各試料とも二つの見かけの活性化エネルギーの異なる領域が存在することを示している。まず Mg, Zn において高温側は、 Q 値が、それぞれ64, 79 kJ/mol となり、過去に報告のある転位芯拡散の Q 値⁽¹⁾と近いことから、転位芯拡散律速の低温転位クリープ領域である。室温付近で Mg, Zn の Q 値は変化し、低温域では21, 12 kJ/mol という非常に低い値を示した。この低い見かけの活性化エネルギーの領域は、参考文献(1)には記載されていない。ここで Zn では、室温で $T/T_m=0.42$ となり規格化した温度からは高温クリープに分類されるが、本試験の Q 値からは低温で生じるクリープ領域に属することが判明した。CP-Ti では、高温領域で、 $Q=150$ kJ/mol と高い値が確認された。これは体拡散に律速された高温転位クリープ領域といえる。 Q 値が 24 kJ/mol である領域は、Mg と Zn 同様に新しいクリープ領域に属する。CP-Ti において低温転位クリープが観察されなかったのは、473 K 近辺で、ひずみ時効の効果が顕著になり⁽²⁷⁾、クリープ変形を阻害したためであろうと考えられる。そのため図内には、点線で転位芯拡散の活性化エネルギーの領域を描き入れた。

ここで、なぜ HCP 構造を有する材料にだけ $0.3 T_m$ 以下でクリープが現れたのかを考察する。HCP 構造は、基本構造が六角形であるため、構造の持つ対称性が低い。独立なすべり系の数が、底面すべりでは2個だけである。一方、FCC 構造では $\{111\}\langle 110\rangle$ に等価な独立したすべり系が12個存在する。つまり粒内の等価なすべり系が少ない HCP 金属では、転位の切り合いが起こりづらいため、加工硬化が顕著に起こらず $0.3 T_m$ 以下でも、室温クリープが発生したと考えられる。以降上記のようなクリープを室温クリープと称する。また、FCC, BCC 構造では、多数のすべり系が活動するために転位は切り合いを起し、顕著な加工硬化によりクリープ変形しなかったと考えられる。

3. 室温クリープ領域における粒内転位組織⁽²⁸⁾

2節で述べたように、HCP 金属の室温クリープでは活動するすべり系の数が制限されている。そこで本節では、室温クリープ領域の変形機構を詳細に解明し、主たる変形機構が粒内の転位運動か、変形双晶かを判断するために、各種顕微鏡を用いて微細構造観察を行った。試料は CP-Ti, Mg, Zn で0.2%耐力の80%を負荷し、それぞれのひずみ量を0.003, 0.02, 0.05とした。

上記条件での透過型電子顕微鏡(TEM)写真を図5(a)-(c)に示す。入射軸 B と g ベクトルは、キャプションおよび図内に示した。観察された転位構造は、どの試料も同様であり、転位は直線的で、切り合いを起していなかった。今回観察した領域は、粒界近傍であったため、粒内における転位構造を明確に示したものではないことに注意したい。しかし、粒界に堆積した転位が切り合いを起していないことか

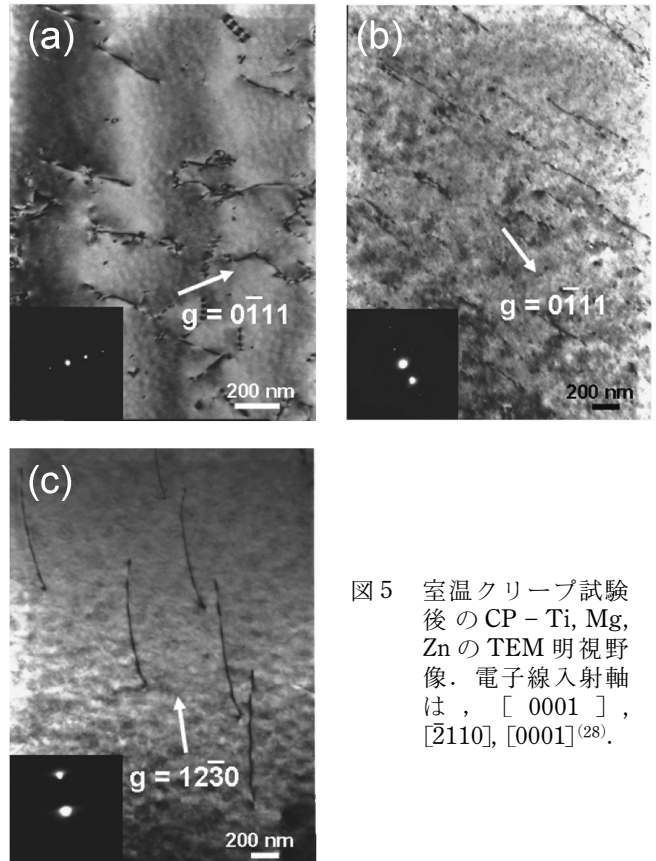


図5 室温クリープ試験後の CP-Ti, Mg, Zn の TEM 明視野像。電子線入射軸は、 $[0001]$, $[\bar{2}110]$, $[0001]$ ⁽²⁸⁾。

表1 室温クリープ後に観察された CP-Ti, Mg, Zn の転位の種類。

試料	活動すべり系	転位の種類	b	転位線方向	観察頻度
CP-Ti	$\langle 11\bar{2}0\rangle\{1\bar{1}00\}$	刃状転位	$\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle 0001\rangle$	10%
	$\langle 11\bar{2}0\rangle\{0001\}$	混合転位	$\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0\rangle$	10%
	$\langle 11\bar{2}0\rangle\{1\bar{1}01\}$	混合転位	$\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle \bar{1}2\bar{1}3\rangle$	80%
Mg	$\langle 11\bar{2}0\rangle\{0001\}$	混合転位	$\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0\rangle$	80%
	$\langle 11\bar{2}0\rangle\{1\bar{1}00\}$	刃状転位	$\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle 0001\rangle$	20%
Zn	$\langle 11\bar{2}0\rangle\{0001\}$	らせん転位	$\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle 11\bar{2}0\rangle$	60%
	$\langle 11\bar{2}0\rangle\{1\bar{1}00\}$	刃状転位	$\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle 0001\rangle$	40%

ら、粒内においても、同様な形状を保ちすべり運動をしてきた可能性が高い。

更なる TEM 観察を各試料において行い、表1に観察したすべり系、転位の種類、観察した頻度などを示した。最も頻繁に観察されたすべり系は、CP-Ti では面すべり $\langle 11\bar{2}0\rangle\{1\bar{1}01\}$, Mg では底面すべり $\langle 11\bar{2}0\rangle\{0001\}$, Zn では、底面すべり $\langle 11\bar{2}0\rangle\{0001\}$ であった。観察された全ての転位が $b=a$ であったが、転位線方向に統一性は無く、刃状、らせん、混合転位が観察された。また、様々なすべり系の活動が明らかとなったが、どの粒でも活動しているすべり系は一つだけであった。さらに、すべり系はパイエルスポテンシャルが最も低いすべり系だけが観察されるわけではなかった。活動するすべり系は、各結晶の配向に依存する。

次に変形双晶の影響を調査するため、室温で Mg を用い

て引張および圧縮クリープ試験を行った。図6(a)は、引張および圧縮のクリープ曲線を表し、図6(b)-(d)は図6(a)内の矢印で示した条件下での光学顕微鏡(OM)写真である。負荷した応力は42.7 MPaで、これは引張試験の0.2%耐力の70%と、圧縮での耐力の170%に等しい。引張クリープでは顕著にクリープ変形が起こるのに対し、圧縮クリープでは、初期ひずみを生じた後は、ひずみの蓄積は見られなかった。またOM写真からは、引張クリープ試験後より圧縮クリープ試験後の試料表面に多量の変形双晶が生み出されていることが示された。これは、圧縮クリープ試験において、変形双

晶が主たる変形機構であることを示し、これらが多数発生する場合、クリープが生じないことも示している。

4. 室温クリープ領域における律速過程⁽²⁹⁾

室温クリープの転位構造では、粒内に転位運動を阻害する要因がないため、転位は粒界まで容易に達する。そして、結晶の対称性が低いHCP構造においては、粒界でひずみの連続性が保てないため、転位が粒界に堆積し、クリープを停止させると予想された。しかし、長期のクリープ試験でもクリープは持続しており⁽²⁵⁾、粒界に堆積した転位が緩和されると考えられる。従来的高温側のクリープの場合には、拡散が活発なため、粒内で切り合った転位は緩和され、更なる変形が持続する。しかしながら、室温クリープ領域では、見かけの活性化エネルギーが約20 kJ/molであることから、通常の拡散とは異なった機構が働いていると考えられる。そこで本節では、室温クリープにおける粒界の影響を調査し、クリープの律速機構の解明を目的とし、様々な粒径を有するZnを用いてクリープ試験を行った⁽²⁹⁾。さらにOM観察、後方散乱電子線回折(EBSD)法、原子間力顕微鏡(AFM)観察を行い、粒界近傍の変形挙動を観察した。

クリープ試験の結果、室温付近での応力指数は3.1、高温側では5.5が示された⁽²⁹⁾。高温側の応力指数は、これまで報告のある値⁽¹⁾と等しく、転位芯拡散に律速された低温転位クリープ領域であると思われる。またアレニウスプロットからは、どの粒径の試料でも概ね20 kJ/mol程度の値が観察された⁽²⁹⁾。この試験結果を用いて、室温クリープの粒径依存性を求めると、粒径指数は0.7で、弱い粒径依存性が存在した⁽²⁹⁾。

図7(a)は、 $d=210\ \mu\text{m}$ の試料を用い、0.2%耐力の80%を負荷したクリープ試験後の試料表面のOM写真である。こ

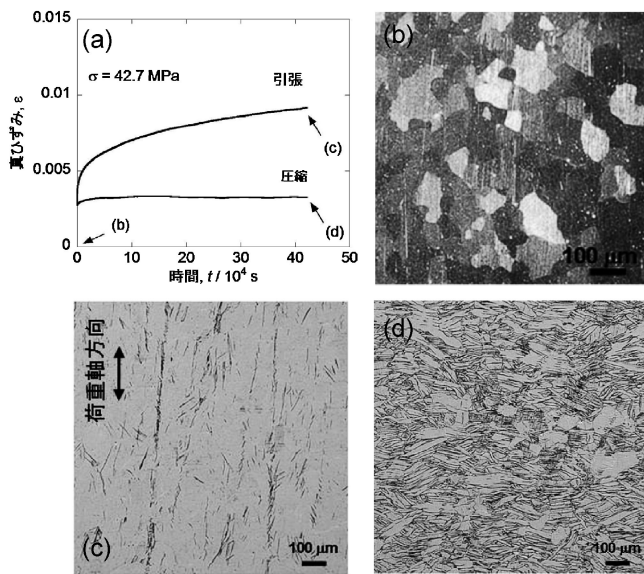


図6 Mgにおける引張クリープと圧縮クリープの比較。(a)クリープ曲線および光学顕微鏡写真(b)変形前、(c)引張クリープ試験後、(d)圧縮クリープ試験後⁽²⁸⁾。

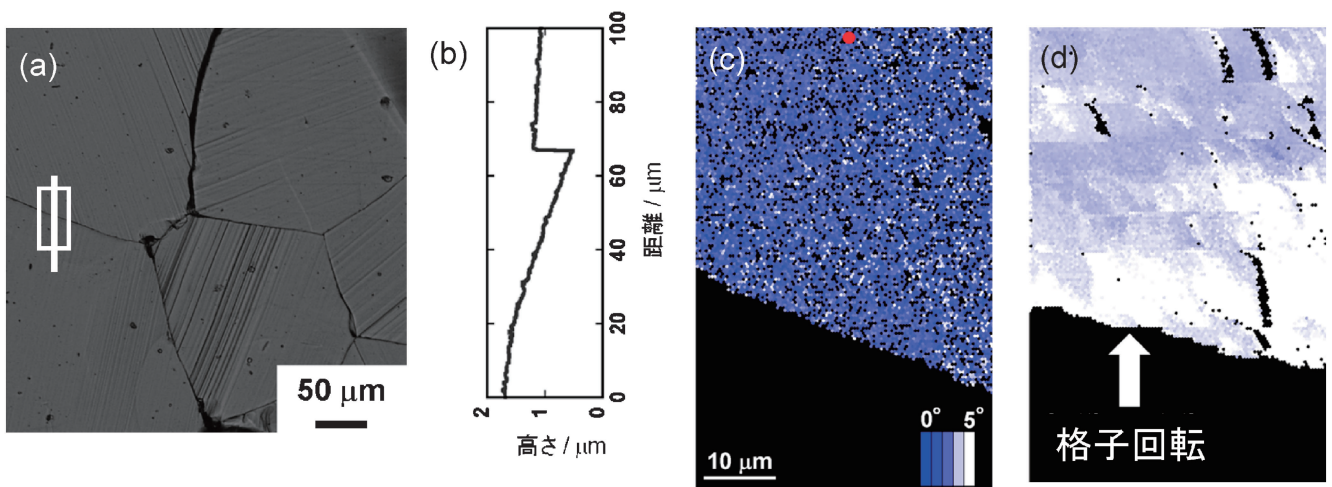


図7 (a)Zn($d=210\ \mu\text{m}$)における、 $0.8\sigma_{0.2}$ 負荷したクリープ試験後のOM写真。(b)(a)内の白線部の表面プロフィール。(c)試験前の(a)の白線部のEBSD解析結果。全面が青色一色で示されていることから、格子のひずみはない。(d)同箇所試験後のEBSD解析結果。青から白へのグラデーションから約5度の格子回転が観察された⁽²⁹⁾。

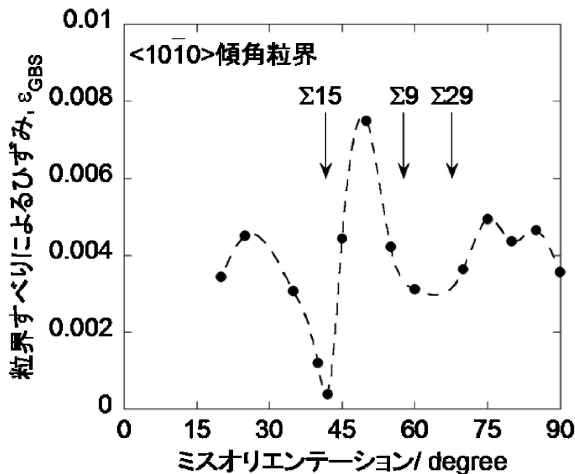


図8 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 傾角粒界での ϵ_{GBS} と Misorientation の関係⁽²⁹⁾.

の時のひずみ量は0.02で、粒界すべりの跡がはっきりと観察された。図中央の白線は、AFMの観察場所で、観察結果(図7(b))から、 $0.77 \mu\text{m}$ の粒界すべり量を観察した。観察した100点の粒界を解析した平均は約 $1.0 \mu\text{m}$ であった。

図7(c), (d)は、クリープ試験前後で図7(a)内の枠内を、EBSD解析した結果を示す。このマップは、図7(c)内の上部にある赤点の結晶の配向を基準に、何度格子が傾いているかをグラデーションで表している。変形前(c)は、粒内が青色一色で結晶にゆがみが無い様子を示している。一方、変形後(d)では、粒界に向かって青から白へのグラデーションが観察された。これは、約5度の格子回転を表し、粒界近傍に堆積した転位が、結晶格子を歪めたことを示している。

図8は $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 軸の回転軸を有する粒界の回転角と粒界すべりのひずみ量(ϵ_{GBS})をBellとLangdonによる方法で評価し⁽³⁰⁾、まとめたものである。図内に示した Σ 粒界の位置で粒界すべり量が減少し、ランダム粒界の位置で増加している。

近年、小池等⁽³¹⁾によって $Q=15 \text{ kJ/mol}$ で起こる粒界すべり機構「slip-induced GBS⁽³¹⁾⁻⁽³³⁾」がAZ31の引張試験より考察された。ここで観察された見かけの活性化エネルギーは、本実験で示された 20 kJ/mol に近い値である。Valiev⁽³²⁾とMussot⁽³³⁾は、Znを用いて、von Misesの条件を粒界で満たせないHCP金属、合金では、粒内転位を吸収して粒界すべりを生み出す機構が必要であると説き、実験的に示した。室温クリープでも活動するすべり系がひとつであることから、参考文献(31)-(33)によって示された機構が働いている条件と合致する。

slip-induced GBSの発現過程をまとめると、以下のようになる。

- (1) 粒内で転位による変形が生じる。
- (2) 転位は粒界に堆積し、内部応力を発生させる。
- (3) 内部応力が、粒界と接した転位を粒界に押し出す。
- (4) 押し出された転位が粒界面をすべり、粒界すべりを生み出す。

ここで、転位が粒界に吸収される時にはシャッフリングが働いていると考えられる。シャッフリングとは、バーガースベクトル1個分よりも短い距離の原子の移動⁽³⁴⁾であり、小さい活性化エネルギーでも活動できる。特に、ランダム粒界で ϵ_{GBS} が大きくなったのは、粒界での結晶構造の乱れにより、容易にシャッフリングが誘起され、転位を Σ 粒界より多く吸収したことに起因する。

これまで粒界での転位の吸収と粒界すべりの関係性は、Displacement shift complete (DSC)転位モデルで整理されてきた⁽³⁵⁾⁽³⁶⁾。しかし、DSC転位モデルの場合、 Σ 粒界を用いるため、粒界には構造が存在し、粒界エネルギーが低く、安定している。これらの粒界内に転位を導入しようとする場合、熱活性化過程である拡散の寄与があり⁽³⁴⁾⁻⁽³⁶⁾、シャッフリングに必要な活性化エネルギーもより大きな値が必要である。よって室温クリープではDSC転位モデルによる粒界すべりの記述は成り立たない。

5. 室温クリープ領域における構成方程式の導出⁽²⁹⁾

2節から4節までに、HCP金属における室温クリープの変形機構を求めてきた。室温クリープは耐力以下の低応力で起こる現象であり、その特徴を以下にまとめる。

- (1) 六方晶金属および合金に特有の変形機構である。
- (2) 応力指数は約3である。
- (3) 見かけの活性化エネルギーは 20 kJ/mol である。
- (4) 変形機構は直線的な転位の平面すべりである。
- (5) 粒径指数は約1である。
- (6) 粒界の転位の吸収が律速過程である。

これまでに得られた実験結果から、室温クリープの構成方程式は、式(1)、(2)で $n=3$ 、 $p=1$ 、 $Q=20 \text{ kJ/mol}$ として示される。ここで、実験から得られる構成方程式を理論的に求めてみる。粒界に堆積した転位の緩和を考える場合、室温クリープは回復律速のクリープであり、 $\dot{\gamma}=r/h$ として示される⁽³⁷⁾。ここで r は回復速度、 h は加工硬化率である。転位源(Frank-Read源と仮定する)から粒界に堆積する転位にかかるせん断応力 τ は、 $\tau=mGb/\pi L$ であり、転位密度(ρ)は $m=\rho L^2$ という関係で示される⁽³⁸⁾ため、 $d\tau=(GbL/\pi)d\rho$ となる。 m は転位の本数、 L は転位の堆積距離である。さらに、 $h=d\tau/d\dot{\gamma}=(d\tau/d\rho)(d\rho/d\dot{\gamma})$ であり、せん断ひずみ(γ)と転位密度の関係は、 s を転位の移動距離とすると、 $d\gamma=sbd\rho$ となるため、

$$h = \frac{G^2 b}{\pi s \tau} \quad (3)$$

h は応力 τ の-1乗に比例する。 s は粒内に転位運動の障害物が無いことから、 d と等しい。

次に、回復速度 $r=d\tau/dt$ を求める。粒界において転位の吸収が行われる場合、その機構は、ArieliとMukherjeeらによって提唱された超塑性の理論⁽³⁹⁾を適用する。これは、結晶粒から粒界へ転位を導入し、粒界すべりを生じさせる機構を扱っているためである。つまり、シャッフリングによる

原子の再配列で転位が吸収される場合も、彼らの理論⁽³⁹⁾で無理なく slip-induced GBS を説明できるためである。彼等が提案した転位の吸収速度 v は、転位密度変化が体積 $V=b^2 d$ で生じるとすると、粒界近傍での $d\rho/dt(=v/V)$ とすることができる。よって τ と ρ の関係式から、回復速度 r を求めると、式(4)となる。

$$r = \frac{AD}{b^2} \left(\frac{G^2 b^2}{kT} \right) \left(\frac{b}{d} \right)^2 \left(\frac{\tau}{G} \right)^2 \quad (4)$$

ここでは転位の堆積距離 L を粒径 d とした。よって、 $\dot{\gamma}$ は

$$\dot{\gamma} = r/h = AD \left(\frac{Gb}{kT} \right) \left(\frac{d}{b} \right) \left(\frac{\tau}{G} \right)^3 \quad (5)$$

となり、定常クリープ速度が、応力の3乗および粒径の-1乗に比例することが示された。これは実験値から得られる応力および粒径指数に近い。

次に、室温クリープ時の拡散係数を考察する。転位クリープの場合、拡散係数は有効拡散係数(D_e)として、 $D_e = D_1 + \beta (\sigma/G)^2 D_c$ で示される⁽⁴⁰⁾。ここで、 D_1 は体拡散の拡散係数、 D_c は転位芯拡散の拡散係数で、高温時は第一項が、低温時は第二項が支配的になるとされている。また β は定数である。ここに第三項として、シャッフリングの係数(D_s)を導入する。 D_s は、粒界拡散のように粒界に沿った空孔の移動を示すものではなく、粒界近傍のみで生じる空孔の微小移動と捉えると、転位の移動距離を b 、粒界密度を $1/d$ とすると、式(6)を得る。

$$D_e = D_1 + \beta \left(\frac{\sigma}{G} \right)^2 D_c + \left(\frac{b}{d} \right) D_s \quad (6)$$

ここで、十分低温で第三項が支配的になると、シャッフリングによる転位の吸収機構が律速過程となる。式(6)のように有効拡散係数を用いることで、3種類(体拡散律速、転位芯拡散律速、シャッフリング律速)の転位クリープを一つの式で示すことができる。

以上の考察より、室温クリープは結晶粒内の転位運動と、シャッフリングによるクリープであることを理論的に示すことができた。これらの知見をもとに室温クリープ領域を従来の変形機構領域図に加えた(図9(b))。ここでは、各領域を直線で区切れる Langdon の変形機構領域図で示している。従来、低温領域に存在した転位芯拡散律速の低温転位クリープ領域が、室温クリープ領域に置き換わることが明確に示された。

6. おわりに

HCP 金属の低温域のクリープ機構を再評価するに当たり、様々な金属を用いてクリープ試験を行った。その後、TEM, SEM 等各種顕微鏡を用いて、変形後の組織観察から変形機構および律速過程を調査し、以下のような特徴を持つ室温クリープ領域の存在を明らかにした。

- (1) 室温クリープは Ti 合金のみならず、HCP 構造を有する金属でも観察される。
- (2) 純金属の応力指数は3、見かけの活性化エネルギーは

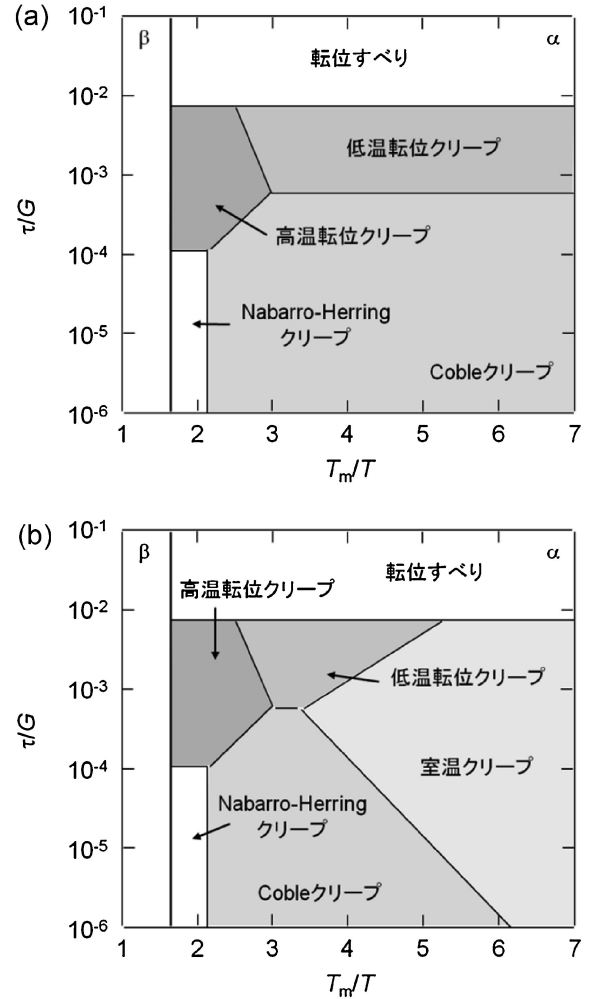


図9 CP-Tiにおける(a)Langdonの変形機構領域図と(b)修正した変形機構領域図。

20 kJ/mol、粒径指数は1であった。

- (3) 室温クリープは、直線的な転位が変形を担っていることが分かった。この転位は、一つの粒内では、一つのすべり系しか働かない平面すべりをしている。
- (4) 室温クリープの律速過程は拡散による転位の吸収ではなく、シャッフリングと呼ばれる、原子の短距離移動によるものである。

HCP 金属においては、新しいクリープ機構が存在することを示し、室温クリープの構成方程式を表すことができた。これにより変形機構領域図に新たに室温クリープ領域を加えることができた。また、低温変形機構の記述をより正確に行うことが可能となり、およそ $0.3 T_m$ 以下では、室温クリープ、 $0.3 T_m$ 以上の高応力域では、低温転位クリープ、低応力域では Coble クリープとなることを示した。

最近の我々の研究では、FCC 金属においても、 $0.4 T_m$ 以下の温度域で、低い見かけの活性化エネルギー (30 kJ/mol) を有した新たなクリープ領域を発見した^{(41),(42)}。このクリープは、HCP 金属の場合と異なり、0.2%耐力以上の高応力域に限定され、セル組織の形成、発達に起因すると考察してい

る⁽⁴²⁾。現在，詳細にこの変形機構の調査を行っている。

本研究の一部は，日本学術振興会および軽金属奨学会に支援していただいております。ここに感謝致します。また，AFM 観察において，ご助力いただいた青山学院大学大学院小川武史教授，坂上賢一助教（現：芝浦工業大学大学院）に御礼申し上げます。

文 献

(1) H. J. Frost and M. F. Ashby: Deformation Mechanism Maps, Pergamon Press, Oxford, (1982).
 (2) T. G. Langdon and F. A. Mohamed: J. Mater. Sci., **13**(1978), 103-112.
 (3) A. K. Kukherjee, J. E. Bierd and J. E. Dorn: The Interaction between Dislocations and Point Defects, ed. by B. L. Eyre, Atomic Energy Authority, Harwell, (1968), 422-495.
 (4) J. G. Harper, L. A. Shepard and J. E. Dorn: Acta Metall., **6** (1958), 509-518.
 (5) R. L. Coble: J. Appl. Phys., **34**(1963), 1679-1682.
 (6) H. Adenstedt: Metal. Prog., **56**(1949), 658-660.
 (7) T. F. Kiefer and F. R. Schwartzberg: NASA-CR-92418, (1976).
 (8) A. W. Thompson and B. C. Odegard: Metall. Trans., **A4** (1973), 899-908.
 (9) W. H. Reiman: J. Mater., **6**(1971), 926-940.
 (10) B. C. Odegard and A. W. Thompson: Metall. Trans., **A5** (1974), 1207-1213.
 (11) M. A. Imam and C. M. Gilmore: Metall. Trans., **A10**(1979), 419-425.
 (12) S. Suri, G. B. Viswanathan, T. Neeraj, D. H. Hou and M. J. Mills: Acta Mater., **47**(1999), 1019-1034.
 (13) T. Neeraj, D. H. Hou, G. S. Daehn and M. J. Mills: Acta Mater., **48**(2000), 1225-1238.
 (14) T. Neeraj and M. J. Mills: Mater. Sci. Eng. A, **319-321**(2001), 415-419.
 (15) M. F. Savage, J. Tatalovich and M. J. Mills: Phil. Mag., **84** (2004), 1127-1154.
 (16) T. Neeraj, M. F. Savage, J. Tatalovich, R. W. Hayes and M. J. Mills: Phil. Mag., **85**(2005), 279-295.
 (17) D. Daka, D. S. Joseph, S. Ghosh and M. J. Mills: Metall. Mater. Trans., **37A**(2006), 1371-1388.
 (18) S. Ankem, C. A. Greene and S. Singh: Scripta Metall., **30** (1994), 803-808.
 (19) P. G. Oberston and S. Ankem: Int. J. Plasticity, **25**(2009), 881-900.
 (20) M. P. Biget and G. Saada: Phil. Mag. A, **59**(1989), 747-757.
 (21) J. J. Funderberger and M. J. Philippe: Acta Mater., **45**(1997), 4041-4055.
 (22) G. G. Yapici, I. Karaman and H. J. Maiber: Mater. Sci. Eng. A, **434**(2006), 294-302.
 (23) T. Yamada, K. Kawabata, E. Sato, K. Kuribayashi and I.

Jimbo: Mater. Sci. Eng. A, **387-389**(2004), 719-722.
 (24) E. Sato, T. Yamada, H. Tanaka and I. Jimbo: Mater. Trans., **47**(2006), 1121-1126.
 (25) T. Matsunaga, T. Kameyama, K. Takahashi and E. Sato: Mater. Trans. **50**(2009), 2858-2864.
 (26) F. Garofalo: Fundamentals of Creep and Creep-Rupture in Metals, Mac Millan, New York, (1963), sec. 2.1.
 (27) R. Boyer, G. Welsh and E. W. Collings: Materials Properties Handbook—Titanium Alloy, ASM International, Ohio, (1994), 233-236.
 (28) T. Matsunaga, T. Kameyama, K. Takahashi and E. Sato: Mater. Trans., **50**(2009), 2863-2872.
 (29) T. Matsunaga, T. Kameyama, S. Ueda and E. Sato: Phil. Mag., **90**(2010), 4041-4054.
 (30) R. L. Bell and T. G. Langdon: J. Mater. Sci., **2**(1967) 313-323.
 (31) J. Koike, R. Ohyama, T. Kobayashi, M. Suzuki and K. Maruyama: Mater. Trans., **44**(2003), 445-451.
 (32) R. Z. Valiev and O. A. Kaibyshev: Phys. Stat. Sol. A, **44**(1977) 477-484.
 (33) P. Mussot, C. Rey and A. Zaoui: Res Mech., **14**(1985), 69-79.
 (34) W. Bollmann: Phil. Mag., **16**(1967), 363-381.
 (35) T. Schober and R. W. Balluffi: Phil. Mag., **21**(1970), 109-123.
 (36) T. Takahashi and R. Horiuchi: Trans. JIM, **26**(1985), 786-794.
 (37) E. Orowan: Zeitschrift für Physik, **89**(1934), 614-633.
 (38) A. S. Argon: Scripta Metall., **4**(1970), 1001-1004.
 (39) A. Arieli and A. K. Mukherjee: Mater. Sci. Eng., **45**(1980), 61-70.
 (40) J. R. Spingarn, D. M. Barnett and W. D. Nix: Acta Metall., **27** (1979), 1549-1561.
 (41) S. Ueda, T. Kameyama, T. Matsunaga, K. Kitazono and E. Sato: J. Phys.: Conf. Ser., **240**(2010), 012073.
 (42) T. Matsunaga, S. Ueda and E. Sato: Scripta Mater., **63**(2010), 516-519.



松永哲也

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
 2007年3月 東京大学大学院工学系研究科修士課程修了
 2008年4月—2010年3月 日本学術振興会特別研究員 DC
 2010年3月 総合研究大学院大学物理科学研究科博士課程修了
 2010年4月—現職
 専門分野：材料強度学
 ◎特に HCP 金属に注目し，様々な結晶構造の金属を用いて低温領域のクリープ機構の調査を行っている。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



亀山達也



上田章二



佐藤英一