

Ti 基合金におけるミルフィーユ構造の形成とキンク帯導入への展開

江村 聡*

1. はじめに

筆者は科研費新学術領域研究「ミルフィーユ構造の材料科学」において、Mg 合金等で見いだされている「キンク強化」を Ti 系合金に展開することを目的とした研究を行っている。本稿では、Ti-Mo、Ti-Cr など Ti 系合金にミルフィーユ構造、さらにはキンク状の変形組織を導入した研究について紹介する⁽¹⁾⁽²⁾。

2. Ti 系合金へのミルフィーユ構造の導入

Ti 系合金において、経験的ミルフィーユ条件(1. 硬質層と軟質層からなる層状構造であること, 2. 層間距離がサブミクロン程度以下であること, 3. 結晶の容易すべり系が層面に限定されていること, 4. キンク形成時において層間剥離を起こさないこと)のすべてを一度に満たすミルフィーユ構造を実現するのは難しいと考えられる。そこで、まずは六方最密構造(hcp)の α 相を硬質層、体心立方構造(bcc)の β 相を軟質層と考え、この二相によってなるべくサブミクロン程度に近いところまで層間距離を小さくしたミルフィーユ構造を実現することを目指した⁽¹⁾。

「はじめに」で述べたように、対象とする Ti 系材料として、Ti-Mo、Ti-Cr といった二元系の β 型チタン合金(β 相を主相とし、熱処理によって α 相が析出する合金)を選択した。本二元系合金では α 相を固溶強化する Al のような元素を含まないため、すべり系の少ない α 相の強度を下げ、通常 β 相が主に担うであろう変形を α 相にも担わせることで、キンク変形が生じやすくなることを期待したためである。

物質・材料研究機構の超清浄浮揚溶解炉(CCLM)にて溶

製した Ti-12 mass%Mo (以下 mass% を省略) 合金および Ti-9Cr 合金のインゴット(重量約 1 kg)に熱間鍛造、熱間圧延(一部はさらに冷間圧延)を施し、1 mm 厚ないし 6 mm 厚の板材を作製した。板材を 10 mm 程度の幅に切断後 Ar 雰囲気中で 1173 K、18 ks の溶体化処理を施し、粒径数百 μm の粗大な β 単相材を得た。この β 単相材にこれまでの圧延方向と垂直な方向に 5% 程度の冷間軽圧延を加え、さらに α 相の析出する温度領域で最大 180 ks の時効処理を加えた。

図 1 は 5% の冷間軽圧延を加えた 1 mm 厚の Ti-12Mo 合金板材を TD 方向(圧延材の側面)から観察した光学顕微鏡写真である。直線状に見えるコントラストは $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶と呼ばれる β 型チタン合金に広く見られる変形双晶であり、冷間軽圧延時に導入されたものである。図 2 はこの軽圧延材を 973 K で 180 ks 時効処理し α 相を析出させた試料を TD 方向から走査型電子顕微鏡(SEM)の反射電子像(BEI 像)によって観察したものである。SEM 観察によって明る

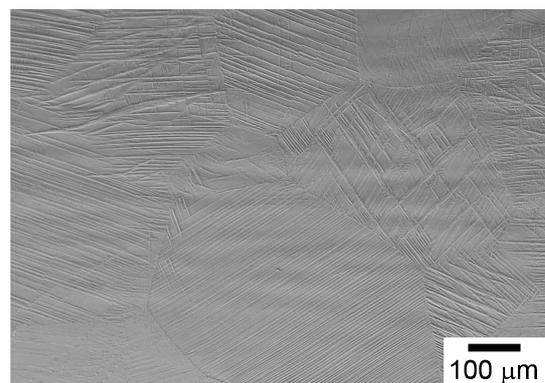


図 1 5%冷間軽圧延を加えた Ti-12Mo 合金の光学顕微鏡写真(TD 面)⁽¹⁾。

* 物質・材料研究機構 構造材料研究拠点; 主幹研究員(〒305-0047 つくば市千現 1-2-1)

Formation of Millefeuille Structure in Titanium-based Alloys and its Development to the Introduction of Kink Bands; Satoshi Emura (Research Center for Structural Materials, National Institute for Materials Science (NIMS), Tsukuba)

Keywords: beta titanium alloys, hcp phase, bcc phase, cold rolling, aging, twin, compression tests

2022年 4 月 19 日受理[doi:10.2320/materia.61.576]

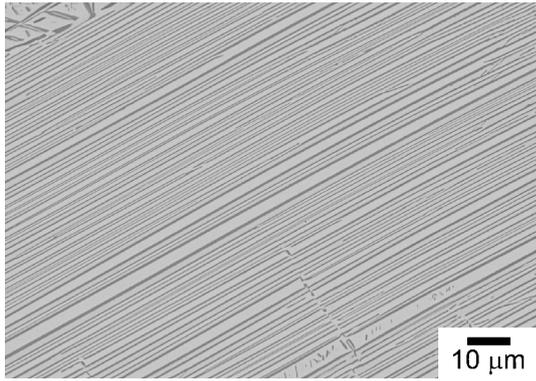


図2 5%冷間軽圧延後973 K, 180 ksの時効処理を施したTi-12Mo合金のSEM写真(TD面)⁽¹⁾.

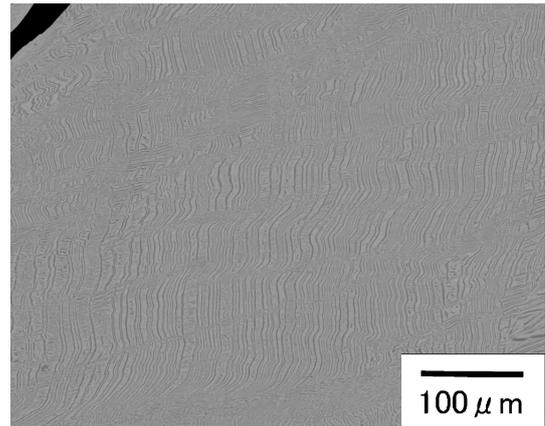


図3 573 Kで50%まで圧縮変形を加えたTi-9Cr合金ミルフィーユ材の断面SEM写真(上下方向が圧縮方向)⁽²⁾.

く見える β 相と暗く見える α 相が交互に重なっているのがわかる。この α 相は、冷間軽圧延によって導入された変形双晶の界面に優先的に析出したものである。集束イオンビーム(FIB)とSEMを組み合わせた三次元観察によって、この α 相と β 相は三次元的に積層したミルフィーユ構造を形成していることがわかっている。

同様の手法を用いることで、6 mm厚のTi-9Cr合金板材においても α/β 二相からなる層状ミルフィーユ構造が得られている⁽³⁾。

3. Ti系合金へのキック変形の導入

得られたミルフィーユ構造に圧縮変形や圧延を加えることでキック変形の導入を試みている。室温での圧縮変形挙動やキック変形の導入については他で報告している⁽⁴⁾⁽⁵⁾。ここでは中温域での圧縮変形によってキックの導入を試みた結果を紹介する⁽²⁾。

5%の冷間軽圧延および923 K, 180 ksの時効処理によって α/β のミルフィーユ構造を導入した6 mm厚のTi-9Cr合金板材から冷間軽圧延時のTD方向が圧縮方向となるように直径5 mm, 高さ7.5 mmの円柱試験片を採取し、473 Kから673 Kの温度範囲で最大50%の圧縮試験(ひずみ速度0.1/s)を真空中で行った。

図3に573 Kで50%まで圧縮変形を加えたTi-9Cr合金ミルフィーユ材の断面のBEI像を示す。紙面の上下方向が圧縮方向に対応している。図3の左上に見られるように圧縮後の試験片には内部に一部き裂が発生していたが、50%までの圧縮では試験片の破壊は生じなかった。試験片の一部ではあるがキック状に折れ曲がった変形組織が観察されている。合わせて写真の横方向に α 相が流れたような組織も観察されており、圧縮変形によってせん断変形が導入されていることが示唆される。同様のキック状の変形組織は他の温度での圧縮試験でも観察されている一方、どの温度での圧縮においても試験片の一部にとどまっており、今後より多くのキックを導入するための変形条件や変形手法の検討が必要である。

図4に図3の箇所を電子線後方散乱回折(EBSD)によって

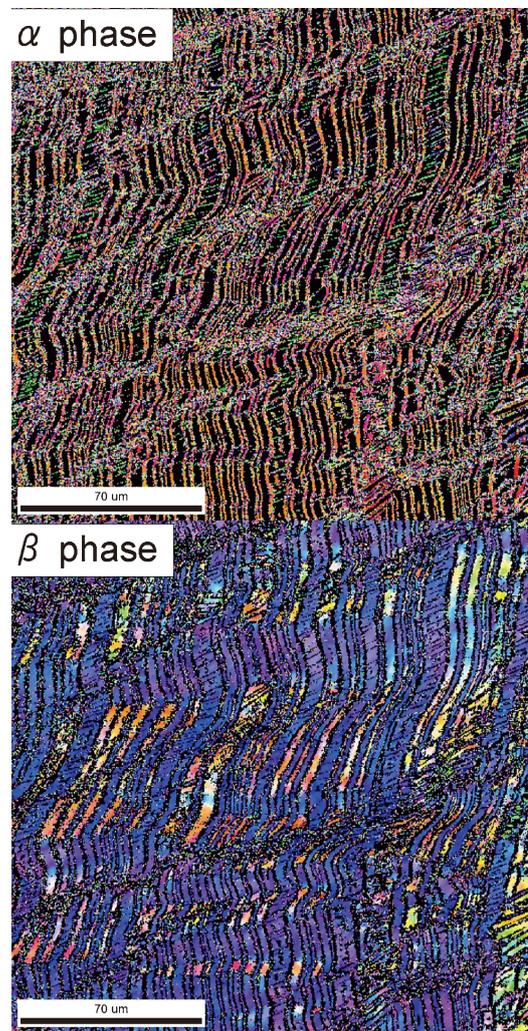


図4 図3と同じ箇所のEBSD解析結果⁽²⁾。

測定した逆極点方位マップ(IPF)を示す。図4に示した方位は圧縮方向(紙面の上下方向)に向いたものである。 α 相、 β 相ともに結晶方位の変化や方位回転が確認されている。今後詳細な解析を進めることでせん断変形とキック状変形の関係等を検討していく。

本研究は JSPS 科研費新学術領域研究「ミルフィューユ構造の材料科学」における計画研究 JP18H05482の助成を受けたものです。ここに謝意を表します。また物質・材料研究機構構造材料研究拠点上路林太郎博士、東京大学大学院工学系研究科複学教授、白岩隆行講師、Fabien Briffod 助教をはじめとする共同研究者の方々に厚く御礼申し上げます。

文 献

- (1) S. Emura and X. Ji: Mater. Trans., **61**(2020), 856–861.
- (2) 江村 聡, 上路林太郎: 軽金属学会第142回春期大会講演概要(2022), 147–148.
- (3) 江村 聡: 軽金属学会第140回春期大会講演概要(2021), 87–88.
- (4) H. Liu, F. Briffod, T. Shiraiwa, M. Enoki and S. Emura: Mater. Trans., **63**(2022), 319–328.
- (5) F. Briffod, J. Zhu, T. Shiraiwa, M. Enoki and S. Emura: 軽金属学会第142回春期大会講演概要(2022), 149–150.



江村 聡

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
1991年 3月 東京大学大学院工学系研究科修士課程修了
1991年 4月 科学技術庁金属材料技術研究所(現国立研究開発法人物質・材料研究機構)研究員
2016年 4月- 現職
専門分野: チタン合金, 熱処理, 金属組織制御
◎β型チタン合金を中心としたチタン系材料の加工熱処理による金属組織制御や機械的性質の向上に関する研究に従事。
★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★