

革新的力学特性を有する調和組織材料の高速変形挙動の解明

立命館大学 理工学部 機械工学科
助教 太田 美絵
(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015030)

キーワード：チタン，ヘテロ構造組織，高速圧縮試験

1. 研究の目的と背景

持続可能な社会の構築・発展のためには，社会基盤を支える材料技術分野においてもより質の高い技術が求められている．特に，省資源・省エネルギー，安心・安全・高信頼性等の社会ニーズを満足させるためには，少なくとも高強度で高靱性な構造用金属材料の開発が必須である．材料をより高強度・高靱性化できれば部材の小型化・軽量化が可能となり，省資源・省エネルギーにつながる他，超小型医療デバイス等による高度な医療技術の発展に貢献できるからである．しかしながら，材料の強度と靱性は元来トレードオフの関係にあり，両者を両立することは非常に困難である．すなわち，持続可能社会の実現には，材料の高強度化と高靱性化の両立は必須であり，重要課題となっている．

これに対し，軟質組織を硬質組織が取り囲み，3次元の網目状構造を呈する調和組織では高強度と高延性が両立することが明らかとなった¹⁾⁹⁾．図1に，調和組織の模式図を示す．調和組織材料では，微細結晶粒組織（Shell）と粗大結晶粒組織（Core）が共存し，Shellが網目構造となっている．このような組織構造により変形の局所化が抑制され応力が材料全体に分配されることから，調和組織を有する材料は大きな均一伸びを発現し，優れた延性を示す．これまでに，純チタンやTi-6Al-4V合金，SUS304L，純ニッケル，Co-Cr-Mo合金などのさまざまな構造用金属材料において調和組織制御による強度延性バランスの向上が可能であることが実証されており，実用化への期待が高まっている．

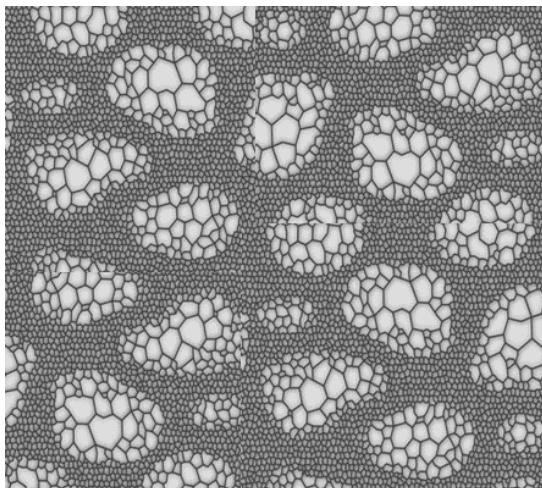


図1 調和組織の概念図

以上のような背景を踏まえ，本課題では実際の加工や使用時の幅広い変形速度下における調和組織材料の力学特性を解明することを目的とした．通常，材料の特性は静的な引張試験によって評価されるが，表1に示すように，その際の変形速度（ひずみ速度）は， $0.1 \sim 1 \text{ mm/min}$ ($10^{-4} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) 程度である．一方で，プレス加工における一般的な変形速度（ひずみ速度）は $1 \sim 10 \text{ m/min}$ ($10^{-2} \sim 100 \text{ s}^{-1}$) 程度，さらに，自動車同士の衝突速度はおおよそ $1,000 \text{ m/min}$ (102 s^{-1}) 以上の高速である．さらに，エアバッグの膨らむ速度は $1,600 \sim 5,000 \text{ m/min}$ にもなると言われている．材料の力学特性は変形速度に影響されることがよく知られており，変形速度が高速になるほど材料はよりもろくなる．強度延性バランスに優れる調和組織材料では高速変形下でも靱性を保つことが期待されるが，詳細は明らかではない．本研究では，工業用純チタンの調和組織制御と，高ひずみ速度で圧縮変形した純チタン組織材料の組織について詳細に検討した．

表1 種々の変形におけるひずみ速度と変形速度

	ひずみ速度	変形速度
引張試験	$10^{-4} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$0.1 \sim 1 \text{ mm/min}$
プレス加工	$10^{-2} \sim 10^0 \text{ s}^{-1}$	10 m/min
車の衝突	10^2 s^{-1}	$1,000 \text{ m/min}$

2. 実験方法

2・1 調和組織材料の作製

供試粉末は，プラズマ回転電極法により作製した平均粉末粒子径 $120 \mu\text{m}$ の純チタン粉末を用いた．メカニカルミリング（Mechanical Milling: MM）処理は，SKD11製ボットに，供試粉末と $\phi 5 \text{ mm}$ のSUJ2製ボールを入れ，粉末：ボールの重量比を1:1.8として遊星型ボールミル装置を用いて，室温，Ar雰囲気中で行った．MM条件は，既報¹⁾の通り，回転速度200rpmで加工時間を90ksとした．

粉末は放電プラズマ焼結装置（Spark Plasma Sintering: SPS）を用いて10Pa以下の真空中，温度1073K，保持時間1.8ks，昇温速度1.67K/s，加圧力50MPaの条件下で焼結した．

得られた焼結体の静的力学特性は引張試験により評価した．引張試験は，平行部幅1mm×板厚1mm，評点間距離3mmの板状試験片を用いて，室温下，初期ひずみ速度 $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件で行った．

2・2 高速圧縮試験

高ひずみ速度域での圧縮試験は、DIHPB（Direct impact Hopkinson pressure bar）法により行った。試験機の概略を図2に示す。試料寸法は $\phi 6\text{mm}$ 、高さ3mmの円柱状で、試験速度は20m/s、変形量はストップリングを用いて30%一定とした。

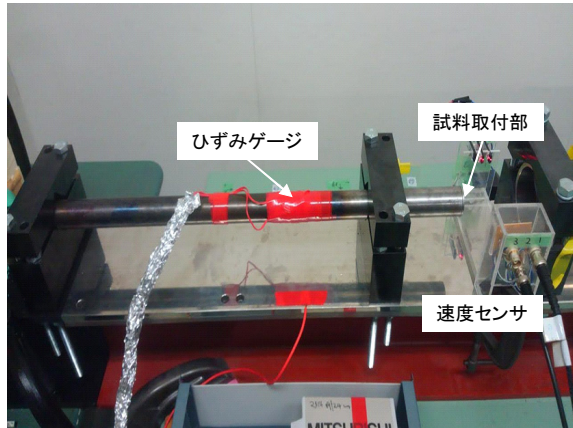


図2 高速圧縮試験装置の概略

2・3 組織観察

組織観察には、走査型電子顕微鏡（SEM）を用い、構造解析には電子線後方散乱回折法（Electron Back-Scatter Diffraction Pattern: EBSD）を使用した。EBSD解析は、低倍率（ $\sim \times 150$ ）では検出ステップサイズを $1\mu\text{m}$ 、高倍率（ $\sim \times 800$ ）ではステップサイズを $0.1\mu\text{m}$ として行った。結晶粒界の判別には方位差 5° 未満の粒界はノイズと混同する恐れがあるため除外し、 $5^\circ \sim 15^\circ$ の方位差の粒界を小角粒界（Low Angle Boundary: LAB）、 15° 以上の方位差の粒界を大角粒界（High Angle Boundary: HAB）とした。

3. 実験結果および考察

3・1 調和組織純チタンの組織と静的力学特性

図3に、純チタン粉末を1073K、1.8ks保持でSPS焼結した焼結体のEBSD観察像を示す。a)は供試粉末を未加工で焼結した組織のバンドコントラスト像、b)は90ksのMM加工後に焼結を施した組織のバンドコントラスト像である。またc)は、b) 90ks MM粉末焼結体の粒径マップである。純チタン調和組織材は、粗大結晶粒領域の周囲を微細結晶粒が取り囲み、旧粉末粒子界面に沿ってネットワーク状に微細結晶粒が配置していることがわかる。MM加工は極めて大きなひずみを材料中に導入できる巨大ひずみ加工の1つとして知られており、これらの微細結晶粒領域は、巨大ひずみ加工によるgrain-subdivision機構によりナノオーダーにまで微細化^{10,11)}された粉末表面近傍の結晶粒が、焼結の際に粒成長して形成されたものである。以下、未加工粉末焼結体を均一組織材、MM加工粉末焼結体を調和組織材と記す。

図4は、純チタン均一組織材ならびに純チタン調和組織材の応力-ひずみ線図である。純チタン調和組織材の引張強度および破断伸びは、それぞれ618.6MPa、0.30であり、未処理材（引張強度489.7MPa、破断伸び0.31）と比べて、ほぼ同等の延性を保ちながら高い強度を示していることがわかる。

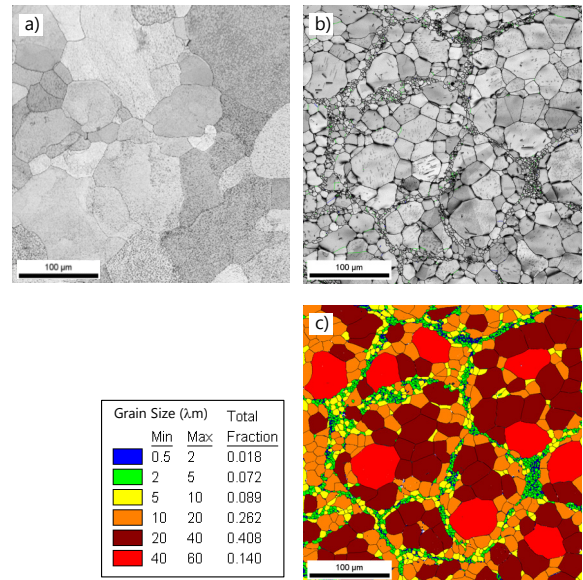


図3 純チタン粉末焼結体

a) 供試粉末焼結体のバンドコントラスト像、b) バンドコントラスト像、c) 90ks MM加工粉末焼結体の粒径マップ

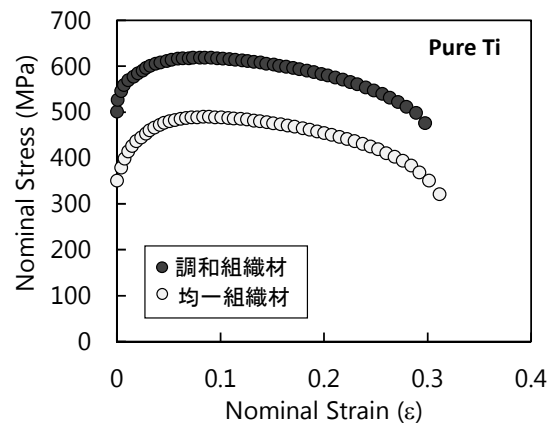


図4 純チタン均一組織材ならびに調和組織材の応力-ひずみ線図

3・2 高速変形後の組織

図5は、試験速度20m/s、変形量30%条件で高速変形させた純チタン均一組織材のバンドコントラスト像ならびに逆極点図マップ（IPFマップ）である。変形前の組織は図3a)からわかるように等軸粒組織であるが、高速変形後の組織からは、粒内に多数の変形双晶が観察された。図6は、同じく試験速度20m/s、変形量30%条件で高速変形させた純チタン調和組織材のバンドコントラスト像ならび

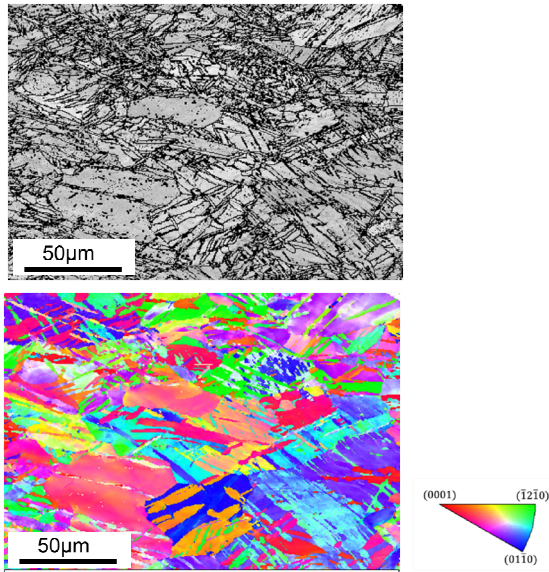


図5 試験速度 20m/s, 変形量 30%条件で高速変形させた純チタン均一組織材のバンドコントラスト像ならびに逆極点図マップ

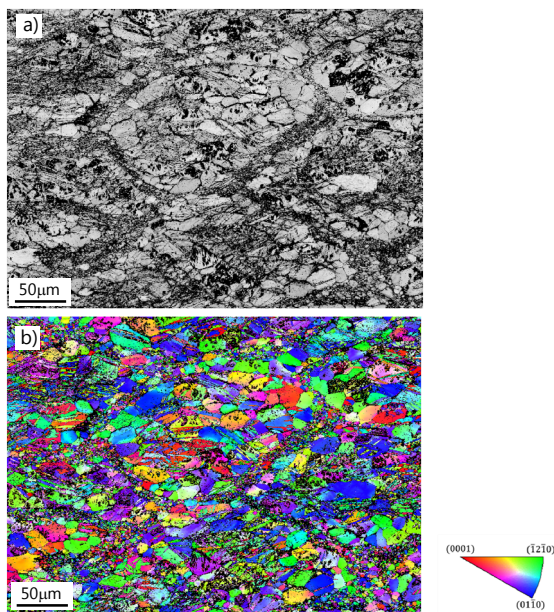


図6 試験速度 20m/s, 変形量 30%条件で高速変形させた純チタン調和組織材のバンドコントラスト像ならびに逆極点図マップ

に逆極点図マップ (IPF マップ) である。図から、変形後においても Shell のネットワーク構造は維持されていることがわかる。Core では均一組織と同様に双晶が観察されるがその量は均一組織材と比較して明らかに少なく、特に Shell 領域では双晶はごくわずかしかなら観察されなかった。

図7は、試験速度 20m/s, 変形量 30%の条件で高速変形させた a)純チタン均一組織材ならびに b)調和組織材の方位差分布である。方位差 15° 以上の大角粒界に着目すると、a)の均一組織材では、 65° 付近ならびに 85° 付近にピークが認められ、これらの方位差を有する粒界の出現頻度が高いことがわかる。これらの粒界は、 α チタンの変形双

晶で典型的に認められる $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ (約 64°) ならびに $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ (約 85°) であると考えられる。一方、b)の調和組織材では、均一組織材と比較して 65° 付近ならびに 85° 付近のピークは低く、変形双晶が少ないことを示唆している。この結果は図5、図6の組織観察結果とよい一致を示している。

準静的な引張試験や圧延での変形において、調和組織を有する材料は、Shell に優先的な応力集中が生じることを示唆する結果が多数観察されており¹²⁻¹⁴⁾、本研究の高速変形においても同様の現象が起きていると考えられる。すなわち、Shell に応力集中した結果、Core の応力分布は相対的に低くなり、変形双晶の発生が減少したと考えられる。一方の Shell では、高速変形による急激な応力集中により局所的に温度が上昇し¹⁵⁾、動的回復が起こり、変形双晶はほとんど生じなかったと考えられる。

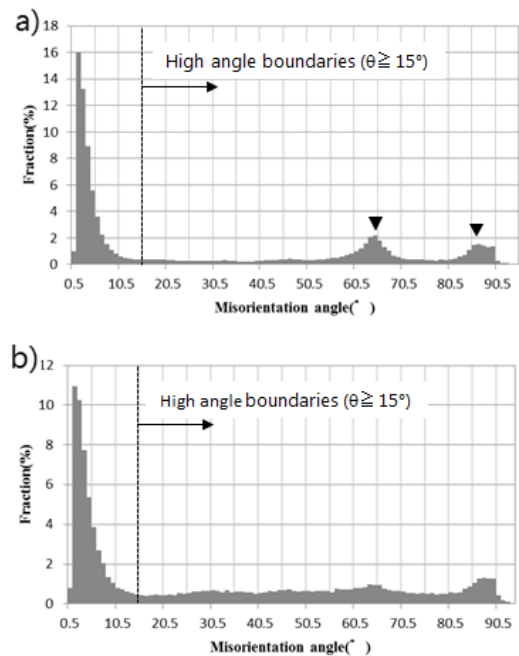


図7 試験速度 20m/s, 変形量 30%条件で高速変形させた純チタン均一組織材ならびに調和組織材の方位差分布

4. まとめ

本研究では、調和組織制御された工業用純チタンを用いて、実際の加工や使用時の幅広い変形速度下における調和組織材料の力学特性を解明することを目的に、高ひずみ速度で圧縮変形した純チタン組織材料の組織について詳細に検討し、以下の知見を得た。

- (1) 純チタン粉末に 90ks のメカニカルミリング (MM) を施した後、焼結温度 1073K, 1.8ks 保持で SPS 焼結することで、純チタン調和組織を作製した。得られた焼結体は、粒径が粗大な均一組織を有する未加工粉末焼結体と比較して、延性を同程度に保

ちながら強度が上昇し、強度延性バランスの向上が確認された。

- (2) 試験速度 20m/s, 変形量 30%条件で高速変形させた純チタン調和組織材は変形後においてもネットワーク構造を維持しており、均一組織材と比較して変形双晶の発生が少なく、特に **Shell** 領域には双晶はほとんど観察されなかった。
- (3) このような均一組織材と調和組織材の変形組織の差異は調和組織材の特異な応力分布に起因していると考えられる。すなわち、**shell** 領域では優先的に応力が集中して、温度上昇による動的回復が生じた一方、**Core** 領域では、相対的に応力が低く抑えられ、双晶の発生が減少したと考えられる。

謝 辞

本研究は（公財）天田財団の一般研究開発助成（AF-2015030）によって遂行されました。ここに付記し、財団および関係各位に心より感謝の意を表します。また、立命館大学渡辺圭子教授から高速圧縮試験に関して多くのご指導、ご助言をいただきました。厚く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) T. Sekiguchi, K. Ono, H. Fujiwara and K. Ameyama: J. Mater. Trans. 51(2010) 39-45.
- 2) D. Orlov, H. Fujiwara and K. Ameyama: J. Mater. Trans. 54 (2013) 1549-1553.
- 3) Z. Zhang, S. K. Vajpai, D. Orlov and K. Ameyama: J. Mater. Sci. & Eng. A 598(2014) 106-113.
- 4) M. Ota, K. Shimojo, S. Okada, S. K. Vajpai and K. Ameyama: J. Powder Metall. Min. 3(2014) , dx.doi.org/0.4172/2168-9806.1000122.
- 5) M. Ota, S. K. Vajpai, R. Imao, K. Kurokawa and K. Ameyama: J. Mater. Trans. 56 (2015) 154-159.
- 6) S. K. Vajpai, M. Ota, T. Watanabe, R. Maeda, T. Sekiguchi, T. Kusaka and K. Ameyama: Met. Mater. Trans. A 46(2015) 903-914.
- 7) M. Ota, K. Sawai, M. Kawakubo, S. K. Vajpai and K. Ameyama: Mater. Sci. & Eng. 63(2014) 012027, doi:10.1088/1757-899X/63/1/012027
- 8) S. K. Vajpai, K. Ameyama, M. Ota, T. Watanabe, R. Maeda, T. Sekiguchi, G. Dirras and David Tingaud: Mater. Sci. & Eng. 63(2014) 012030, doi:10.1088/1757-899X/63/1/012030
- 9) Octav Paul Ciuca, Mie Ota, Shan Deng, and Kei Ameyama: J. Mater. Trans. 54(2013) 1629-1633.
- 10) N. Tsuji: J. Japan Ins. Light Met. 62(2012) 392-397.
- 11) 紙川 尚也, 辻伸泰, 齋藤好弘:鉄と鋼, 89-2(2003), 273.
- 12) Han YU, IKUMU Watanabe and KEI Ameyama: Advanced Materials Research, 1088(2015), 853.
- 13) Jia Li, Jia Liu, Guy Dirras, Kei Ameyama, Fabien Cazes, Mie Ota: International Journal of Plasticity, 100(2018), 192.
- 14) Hyung Keun Park, Kei Ameyama, Jongmyung Yoo, Hyunsang Hwang, and Hyoung Seop Kim: Materials Research Letters, 6-6(2018), 261.
- 15) Guy Dirras, Mie Ota, David Tingaud, Kei Ameyama, Tatsuya Sekiguchi: Matériaux & Techniques, 103-311(2015), 1.