

微小力学試験を用いたチタン合金の
変形機構解明に関する研究

2022年 9月

田中 幸美

微小力学試験を用いたチタン合金の
変形機構解明に関する研究

田中 幸美

理工情報生命学術院
システム情報工学研究群
筑波大学

2022年 9月

目次

第 1 章 緒言.....	1
1.1 チタン合金.....	1
1.2 微小力学試験.....	5
1.2.1 ナノインデンテーション試験.....	6
1.2.2 微小曲げ試験.....	9
1.2.3 微小引張試験.....	9
1.3 チタン合金の変形機構解明に関する現状の課題.....	10
1.4 本研究の目的.....	17
1.5 本論文の構成.....	18
第 2 章 Ti-6Al-4V 合金の塑性変形挙動に対する微細構造の影響.....	19
2.1 はじめに.....	19
2.2 実験方法.....	19
2.2.1 試料の作製.....	19
2.2.2 微小曲げ試験.....	20
2.2.3 結晶構造解析.....	22
2.2.4 ナノインデンテーション測定.....	23
2.3 実験結果.....	24
2.3.1 作製した試料に対する結晶構造解析.....	24
2.3.2 曲げ試験による変形挙動解析.....	25
2.3.3 ナノインデンテーション測定による各組織の力学特性評価.....	33
2.4 考察.....	38
2.4.1 マイクロスケールにおける等軸状組織の変形挙動.....	38
2.4.2 マイクロスケールにおけるバイモーダル組織の変形挙動.....	39
2.4.3 各相の力学特性の効果.....	42
2.4.4 微細構造の効果.....	43
2.4.5 微細構造と塑性変形挙動との関係性.....	44
2.5 まとめ.....	45
第 3 章 耐熱チタン合金における高温環境下での変形機構に関する研究.....	46
3.1 はじめに.....	46

3.2	実験方法.....	46
3.2.1	試料.....	46
3.2.2	ナノインデンテーション測定.....	47
3.2.3	微小曲げ試験.....	48
3.2.4	結晶構造解析.....	49
3.3	実験結果.....	49
3.3.1	作製した試料に対する結晶構造解析.....	49
3.3.2	高温ナノインデンテーション試験前後における溶融石英の測定.....	51
3.3.3	ナノインデンテーション測定による力学特性評価.....	52
3.3.4	微小曲げ試験による変形挙動解析.....	55
3.4	考察.....	63
3.4.1	チタン合金における高温ナノインデンテーション試験の妥当性.....	63
3.4.2	マイクロスケールにおける弾性率の温度依存性.....	64
3.4.3	マイクロスケールにおける強度の温度依存性.....	65
3.4.4	添加元素の影響.....	66
3.4.5	高温環境における微細組織と変形挙動の関係.....	67
3.5	まとめ.....	68
第 4 章	耐熱チタン合金における室温下での Dwell fatigue に関する研究.....	69
4.1	はじめに.....	69
4.2	実験方法.....	69
4.2.1	試料.....	69
4.2.2	ナノインデンテーション測定.....	69
4.2.3	微小曲げ試験.....	70
4.2.4	微小引張試験.....	72
4.2.5	結晶構造解析.....	74
4.3	実験結果.....	75
4.3.1	ナノインデンテーション測定によるひずみ速度感受性評価の妥当性検証... ..	75
4.3.2	ナノインデンテーション測定によるチタン合金のひずみ速度感受性評価... ..	78
4.3.3	固溶元素濃度による硬さ値の違い.....	83
4.3.4	微小曲げ試験による変形挙動評価.....	87
4.3.5	微小引張試験による変形挙動評価.....	92
4.4	考察.....	94

4.4.1 ナノインデンテーション測定によるひずみ速度感受性評価の妥当性	94
4.4.2 Ti-6242S および IMI 834 のひずみ速度感受性	96
4.4.3 固溶元素の影響	97
4.4.4 微細構造の効果	98
4.4.5 Dwell fatigue に影響を与える潜在的な要因	99
4.5 まとめ	101
第 5 章 結言	102
参考文献	104
謝辞	114
関連発表論文	115

第 1 章 緒言

1.1 チタン合金

近年、カーボンニュートラルの実現に向けて、各国において温室効果ガスの排出量削減が進められている。航空機は世界の温室効果ガス排出量の 2~3% を占めていることから、削減のために航空機本体を軽量化し、エネルギー効率を向上させることが必要である。航空機の軽量化のために必要な比強度の高い合金として、チタン合金が注目されており、実際に適用が進められてきた[1]。最近では、機体やエンジン部品に対して、軽量かつ高強度な炭素繊維強化複合材 (Carbon fiber reinforced plastic composite: CFRP) の適用比率が高まっている (Fig. 1.1(a)) [2]。チタン合金は、CFRP との間でガルバニック腐食が生じにくいことに加え、熱膨張率も CFRP と同程度であり温度変化によるひずみを抑えられることから、CFRP との適合性に優れており、ますます需要が増大している[3-5]。Fig. 1.1(b) に示す通り、商用ジェットエンジンのチタンの総需要は、2018 年では 2010 年の 1.5 倍に増加しており、将来的にもさらに需要が増加すると予想されている[6]。

チタンは 882.5 °C に変態点が存在し、低温安定相は稠密六方晶構造を持つ α 相であり、変態温度以上では体心立方晶構造を持つ β 相となる (Fig. 1.2) [7, 8]。チタンに他の元素を添加し合金化することによって、882.5 °C の変態温度以下でも β 相が存在するようになるため、 α 相および β 相の割合を変化させた合金の開発が進められている。 α 相の割合が多い α 合金やニア α 合金、 β 相の割合が多い β 合金やニア β 合金、どちらも同程度含まれている α - β 合金など、合金の種類は多岐にわたる[7, 9]。 α 相が主体となる合金は、高強度・高弾性率、高クリープ抵抗が利点である一方で、 β 相が主体となる合金は、熱処理による強度向上が可能であることや加工しやすいことが利点であり、それぞれ異なる機械的特性を示す。また、 α 相と β 相をどちらも併せ持つ α - β 合金も存在し、バランスの良い材料としてよく用いられている。このように熱処理工程や元素の添加により、 α 相と β 相の割合、結晶粒径や形状等が変化することが知られており、微細組織を制御することで目的用途に応じた機械的特性を持つ合金の開発が進められてきた。

チタン合金はすでに産業界で多く用いられている合金であるが、それがひとたび破損すると重大な事故につながる。実際に 2017 年に生じたエアバス A380 のエンジン爆発事故は、エンジン内のファンハブが、チタン合金の疲労き裂進展によって破損したことで生じたと報告されている[10]。製品・構造物の安全性を確保するためには、材料強度試験によりその材料がどれだけの強さを持つのかを評価する必要がある。使用環境に応

じて、強度や疲労強度、耐クリープ性、破壊靱性、耐食性など、異なる特性が要求されており、マクロスケールにおいてそれぞれに対応する材料強度試験が行われてきた[11].

これまで行われてきたマクロスケールにおける材料強度試験では、平均的な機械特性を評価することが可能であり、顕微鏡を用いた組織観察と組み合わせることで、微細組織と平均的な機械的性質との関係を明らかにしてきた。例として、最も多く利用されているチタン合金である Ti-6Al-4V 合金は、 α 安定化元素であるアルミニウムおよび β 安定化元素であるバナジウムを含む α - β 合金であり、様々な微細構造をとることで知られている。熱処理の違いにより、等軸 α 相と粒界 β 相を含む等軸状構造 (Fig. 1.3(c)) や、ラス状の α 相と β 相が交互に組み合わせられたフルラメラ組織 (Fig. 1.3(d))、等軸 α 相とラメラ組織が組み合わせられたバイモーダル組織 (Fig. 1.3(a-b)) を得ることが可能である [12]。マクロスケールにおける材料強度試験から、等軸状組織は延性や疲労強度が高いことが示されている一方で、フルラメラ組織は高い破壊靱性やき裂進展抵抗を示す [9]。また、バイモーダル組織は両方の組織を併せ持つため、これらの特性のバランスが取れた組織として知られている。しかしながら、これらの知見は、マクロスケールにおける材料強度試験と微細組織の観察の結果の組み合わせから考察された推論であり、微細組織がどのように実際の変形挙動に影響するか直接評価することには限界がある。

基本的に金属の疲労破壊について考慮する場合、降伏応力以上の負荷により行われる低サイクル疲労試験であれ、弾性域内での繰り返し負荷により行われる高サイクル疲労試験であれ、その破壊プロセスは、微細構造に大きく依存する微小き裂の生成・進展 (ステージ I) から、微細構造にそれほど依存しない大きなき裂の進展 (ステージ II) へと進行することで最終的に破断につながる [13] (Fig. 1.4)。ステージ I では結晶粒のすべり方向等に依存するため微細構造に大きく依存し、それに伴ってばらつきも大きいとされている。一方で、ステージ II では、基本的には応力方向に垂直な方向にき裂が進展するため微細構造にはそれほど依存せず、安定してき裂が進展する。このうち、ステージ II の大きなき裂の進展は、マクロスケールにおける材料強度試験により調査されており、実際に、チタン合金におけるき裂進展抵抗は等軸状構造よりもフルラメラ構造の方が高く、また、粒径が粗大なフルラメラ構造の方が、高いき裂進展抵抗を示すことが分かっている [7, 9]。その一方で、ステージ I の微小き裂の生成・進展は、微細構造の影響を大きく受けることが知られている [13-15]。特にチタン合金は、疲労寿命が大きくばらつくことが知られており [15-17]、設計に際しては、やむを得ず過剰な安全率が設けられている。複雑な微細組織を持つチタン合金では、微細組織に依存するステージ I の微小き裂の生成・進展が、疲労特性をはじめとする機械的性質に大きく影響すると考えられるた

め、微細構造と変形挙動との関係を本質的に理解することは重要である[18]。それらの知見を得ることで、より正確な疲労寿命の予測や、目的用途に応じた微細構造の最適化に貢献できると考えられる。

一口に微細構造といっても、それぞれの結晶粒の特性、粒界・異相界面の影響、不均一組織による応力変化の影響などを考慮する必要があるが、これらは、マクロスケールでの材料強度試験では直接評価することが難しい。微小き裂の生成・進展に対する微細構造の影響を評価するため、微細構造と同スケールで変形挙動評価が可能な微小力学試験が有用である。

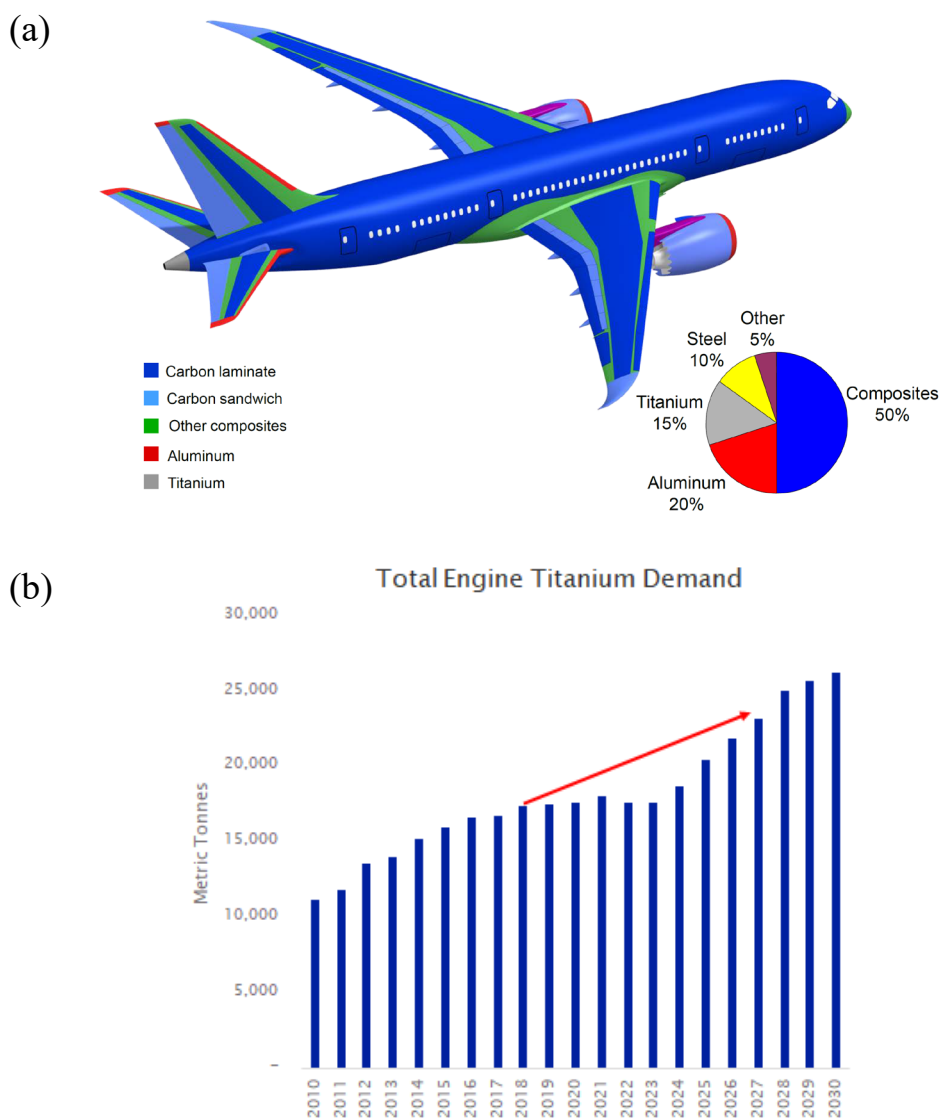


Fig. 1.1 Titanium alloys in aircraft. (a) Composite structure content of the Boeing 787 [2]. (b) Total titanium demand for commercial jet engines [6].

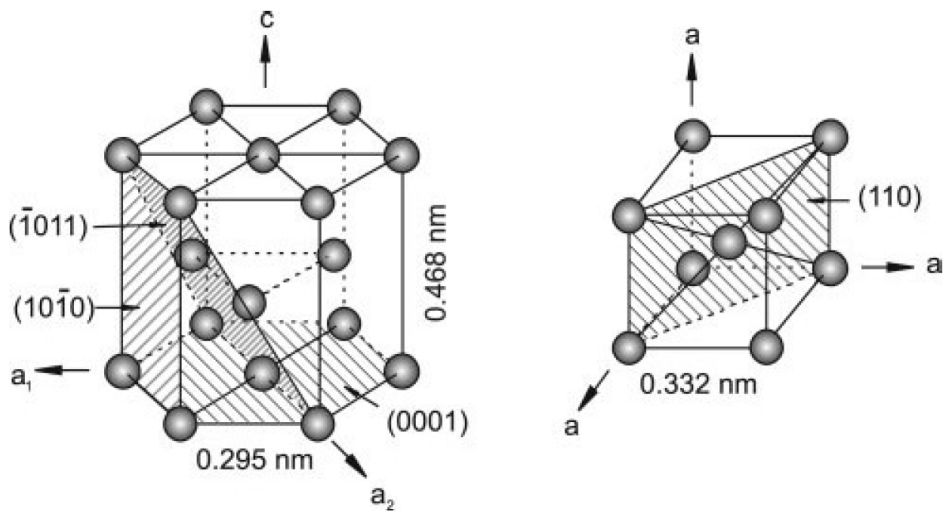


Fig. 1.2 Crystal structure of titanium. Left: hcp α phase. Right: bcc β phase [8].

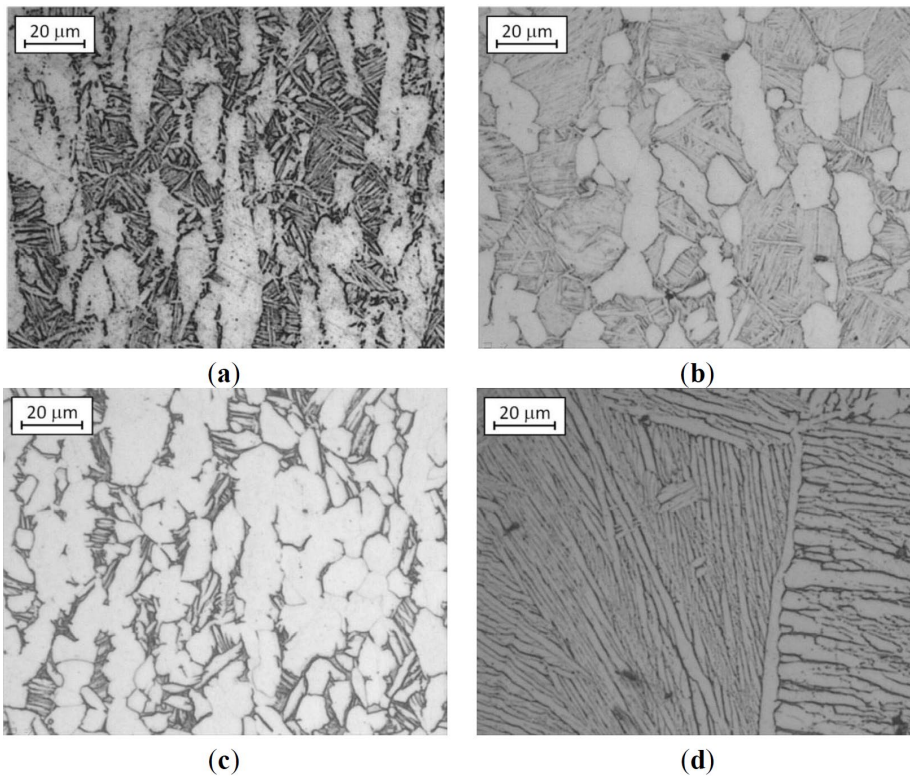


Fig. 1.3 Optical microscope images of Ti-6Al-4V microstructures: (a) mill annealed; (b) bimodal; (c) fully equiaxed and (d) fully lamellar [12].

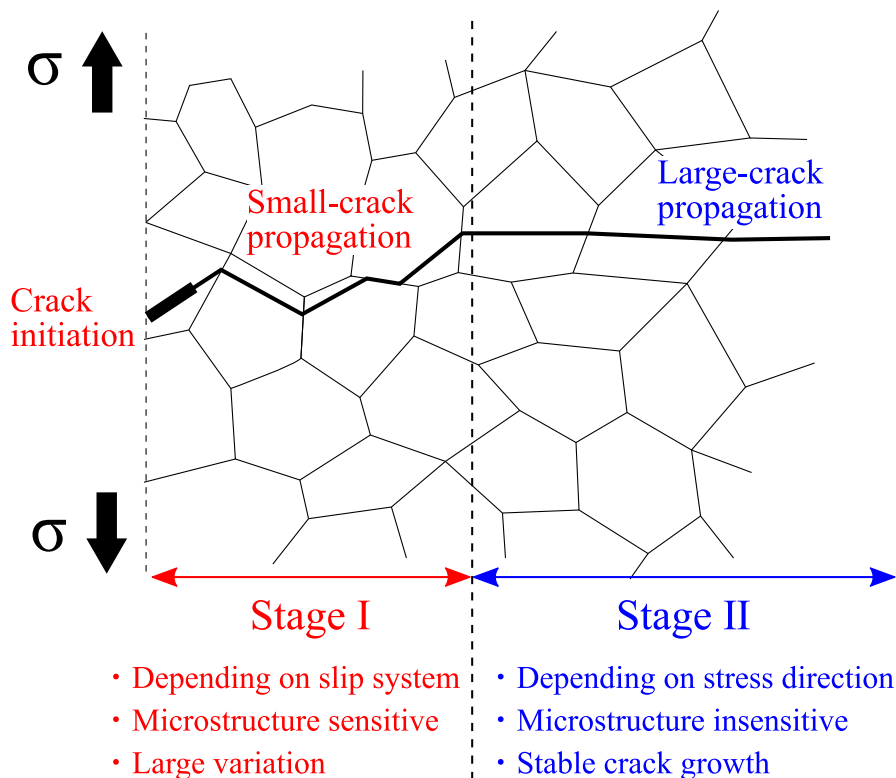


Fig. 1.4 Stage I (microstructure-sensitive) and stage II (microstructure-independent) crack growth.

1.2 微小力学試験

微小力学試験はこれまで、MEMS (micro electro mechanical systems) や薄膜など、構造物自体がナノ・マイクロスケールであるものに対して、実製品が使用される微小領域の環境下で材料に適切な強度が備わっているかを確認するために多く利用されてきた [19-21]. その一方で、金属材料をはじめとするバルク材への微小力学試験の適用も進められてきている. 例として、金属材料では試料がマイクロサイズ以下になるとバルク材よりも強度が向上するというサイズ効果が提唱されていたが、微小力学試験によってその実証がなされてきた [22, 23]. また、粒径が小さくなるほど強度が向上するというホールペッチ理論について、微小力学試験により検証が行われており [24], 粒径の微細化によって高強度化した製品の実用化が進められている [25, 26]. 金属材料は、結晶粒の微細化や析出物などでその微細組織を変化させることにより、様々な機械的特性を獲得しているため、マクロスケールにおける材料の機械的性質や変形挙動を本質的に理解するに

は、マイクロスケールにおいて微細組織との関連を考慮する必要がある。

チタン合金において、破壊挙動の初期過程となる微小き裂の生成・進展と微細構造との関係を明らかにするため、

- 各相や各結晶粒の機械的特性
- 微細構造の不均一性を考慮した変形挙動評価

について、微小力学試験によりそれぞれ検討することが重要である。前者はナノインデンテーション装置による押し込み試験、後者は微小曲げ試験および微小引張試験により、評価可能である。各相・各結晶粒の機械的特性を評価することで、それぞれの結晶粒における変形・き裂の生じやすさについて考慮でき、き裂が生成しやすい箇所を推定することが可能になる。また、微細構造の不均一性の影響を検討するため、少数の結晶粒を含む微小試験片の変形挙動を評価することで、粒界・相界面や隣り合う結晶粒の影響で生じる不均一な応力分布の中でのき裂生成について考慮できるとともに、特定の粒界・相界面に着目したき裂進展挙動が観察できる。これらを総合的に検討することで、微小き裂の生成および進展に関して本質的な理解につながると考えられる。以下に、それぞれの微小力学試験の特徴について示す。

1.2.1 ナノインデンテーション試験[27]

ナノインデンテーション法とは、硬質の圧子を試料表面に押し込み、除荷する過程において、荷重と変位を連続的に測定し得られたデータから機械特性値を算出する手法である[27-29] (Fig. 1.5)。通常は三角錐形状を持つバーコビッチ圧子が用いられ、押し込み深さと圧子形状から推定した接触投影面積 A_p (Fig. 1.5(a)) をもとに、硬さ値 H や複合弾性率 E_r が以下の式を用いて算出される。

$$H = \frac{P_{max}}{A_p} \quad (1.1)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2 \sqrt{A_p}} \quad (1.2)$$

なお、 P_{max} は最大荷重、 S は除荷曲線の傾きで表される接触剛性を示している (Fig. 1.5(b))。複合弾性率 E_r は、測定試料の弾性率 E_s とポアソン比 ν_s 、および圧子の弾性率 E_i とポアソン比 ν_i が複合された値であり、測定試料単体の弾性率は以下の式で求められる。

$$E_s = \frac{1 - \nu_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (1.3)$$

ナノインデンテーション試験では、試料表面に対するわずかな押し込みのみで測定が可

能な試験であるため、試験片の加工が不要であり、簡便かつ様々な材料に適用可能な手法である。数十ナノメートル～数マイクロメートルのわずかな押し込みにより弾性率や硬さ値を得られるため、多結晶体における単一結晶粒の機械特性を評価することが可能である[30,31]。最近では、高温環境下で試験が行えるよう、加熱ステージや雰囲気制御機能を搭載したナノインデンテーション試験機も開発されており、高温環境下での機械特性評価が行われている[32-34]。しかしながら、圧子の押し込みによる試験であり、その応力は一様ではなく、結果の解釈には注意が必要である。また、その特徴上、数多くの仮定に基づいており、複数の補正が必要となる。ナノインデンテーション試験では、ナノスケールレベルのわずかな押し込みにより測定が行われるが、現状の技術ではナノスケールレベルで理想的な圧子を作製することは困難である。したがって、接触投影面積を求めるために必要な面積関数 $A_p(h_c)$ を理想的な幾何的形状をもとに決定した場合、測定に大きな誤差が生じる。そのため、一般的に、弾性率が既知である参照試料を様々な押し込み深さで測定し接触投影面積を求めることで、各圧子の面積関数が決定されている。参照試料としては、安価で手に入り、測定値が安定している熔融石英（Fused silica: FS）が用いられることが多い。一方で、参照試料により決定した面積関数を用いたとしても測定に誤差が生じることが知られている。そこで、ナノインデンテーション試験による測定値の信頼性に関する研究を行った。この研究では、超音波測定など他の手法で測定できる弾性率を指標として、ナノインデンテーション試験による測定値の信頼性を確認した[35]。Table 1.1 では、複数の単結晶材料に対して、弾性定数から推定した理論弾性率と、ナノインデンテーション試験により測定した実験弾性率を比較した結果を示している[35]。実験弾性率はそれぞれ、FS および BK7 ガラスを参照試料として求めた面積関数を用いた際の算出値を示している。測定試料によっては、理論弾性率と実験弾性率に大きな差が生じており、その原因についてはまだ不明である。また、用いる参照試料によって算出される機械特性値が変化する。以上のような理由から、ナノインデンテーション試験は、定性的な評価での利用にとどまっている[27,35]。ただ、Table 1.1 で示されている通り、金属材料（Mo, W, Al）においては、理論弾性率と実験弾性率がほぼ同様の値を示していることが確認されており、金属材料に対しては適正な機械特性値が測定できると推測される。同じく金属材料であるチタン合金に対しても、ナノインデンテーション試験によって弾性率や硬さ値が適切に評価可能であると考えられる。

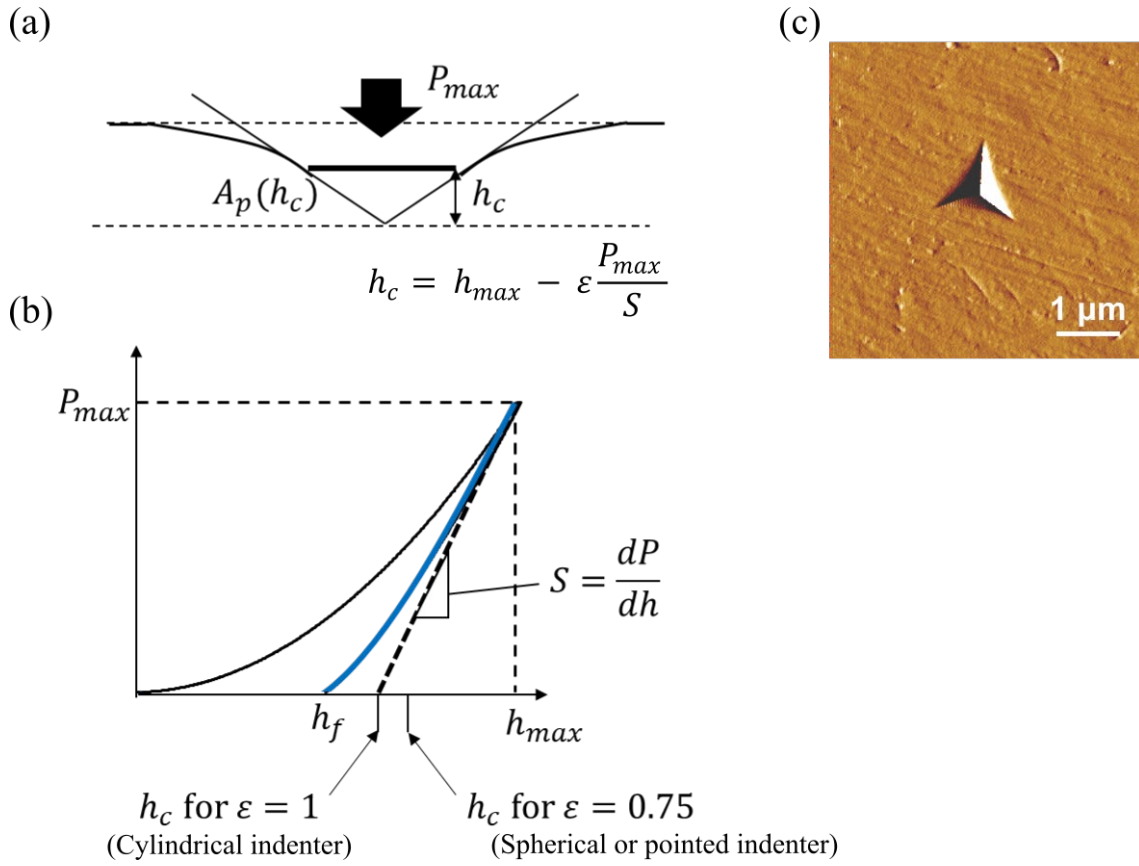


Fig. 1.5 Nanoindentation testing. (a) Diagram of indentation tests under the maximum loading [27]. (b) Typical load-displacement curve [27]. (c) Typical image of residual indentation obtained by atomic force microscope.

Table 1.1 Elastic moduli obtained by experiments [35].

Samples	ν	Theo. E	Experimental E , GPa	
			$A_c(h_c)$ from FS	$A_c(h_c)$ from BK7
SiC	0.07	475	576 ± 17	554 ± 27
Al ₂ O ₃	0.16	422	483 ± 9	465 ± 13
GaN	0.18	320	326 ± 3	314 ± 6
CaF ₂	0.21	120	132 ± 3	127 ± 3
MgO	0.24	288	315 ± 5	304 ± 6
Mo	0.28	332	338 ± 7	325 ± 7
W	0.28	409	411 ± 10	394 ± 10
Al	0.36	68	70 ± 3	68 ± 3
Average absolute difference from theo.			7.8 %	5.7 %

1.2.2 微小曲げ試験

微小曲げ試験は、通常の曲げ試験をマイクロスケールで行う試験であり、加工・試験のしやすさから、片持ち梁を作成して微小曲げ試験を行うことが多い。一般的には、集束イオンビーム（Focused ion beam: FIB）により微小片持ち梁試験片を作成し、開放端付近の一点をナノインデントーション装置により押し込むことで、曲げ試験を行うことが可能である[19,20,36-41]。FIB加工の性質上、イオンビームの軌道に沿った方向に加工が行われるため、四角形状の断面を持つ通常の梁を作成する場合、サンプルの端の部分で2方向から加工を行う必要があり、サンプル端以外の任意の場所で試験片を作成することができない[19,20] (Fig. 1.6(a))。そのため、1方向からの加工で作成可能な、断面が三角形状あるいはホームベース形状の曲げ試験片を作成して曲げ試験を行っている例が多い[36-41] (Fig. 1.6(b-c))。曲げ試験の場合、上部に引張応力、下部に圧縮応力がかかるため、一様の応力状態でなく、応力勾配を考慮する必要がある。

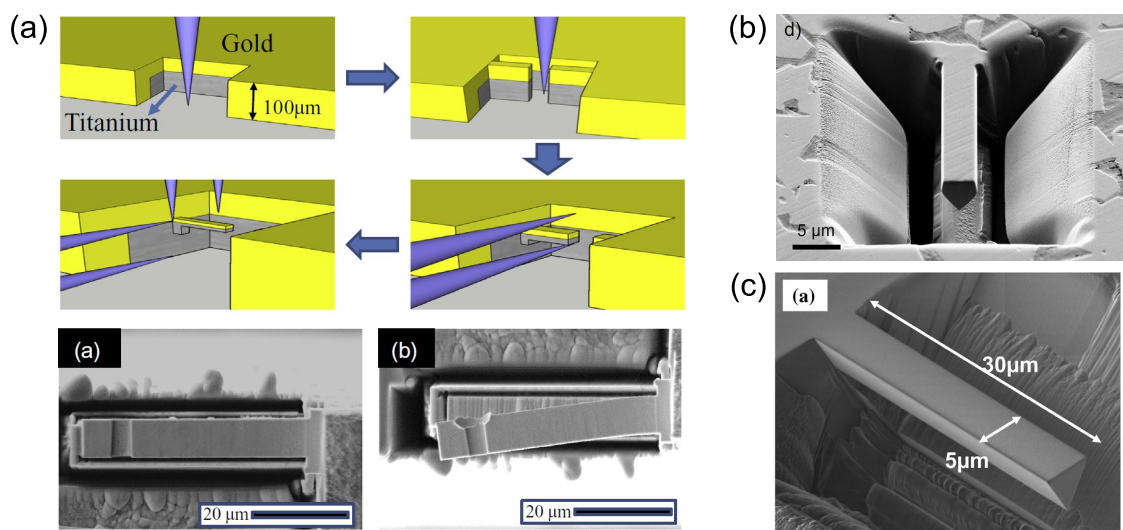


Fig. 1.6 Examples of micro-cantilever machined by FIB. (a) Rectangular shape cross-section [20]. (b) Pentagonal shape cross-section [38]. (c) Triangular shape cross-section [41].

1.2.3 微小引張試験

微小引張試験は、通常の引張試験をマイクロスケールで行う試験である。一軸引張試験では、通常、試験片の上下方向に引張試験力を加える必要がある。微小試験片の場合、微小な試験力の負荷機構とともに、試験片を負荷機構に対してどのように取り付けるか

が重要である．そのため負荷機構の取り付け部に対応した，引張試験片を作成する必要がある (Fig. 1.7)．また，市販の微小引張試験機はほとんどなく，グリップ部を保有した専用の試験機を作成する必要がある．したがって，その他の曲げ試験，圧縮試験よりも試験自体は困難なことが多い．しかしながら，一様の引張応力による試験を行うことができる点で有用であり，数々の材料に適用されている[42-45]．また，圧縮試験と組み合わせることにより繰り返しの引張—圧縮を行うことが可能になり，微小領域における疲労特性を直接評価することも可能になることが期待されている[42]．

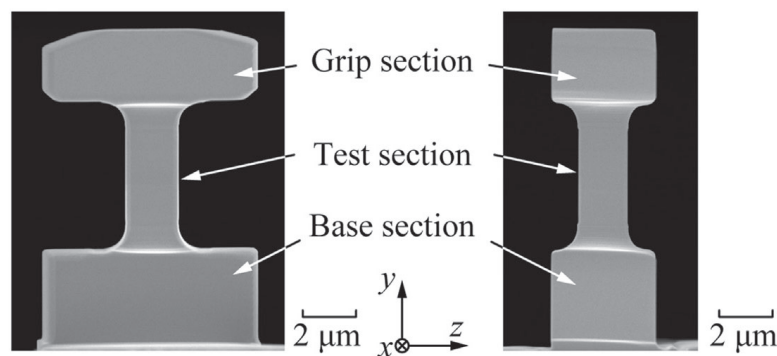


Fig. 1.7 Examples of samples of micro mechanical tests [42].

1.3 チタン合金の変形機構解明に関する現状の課題

本研究では，わずかな破損が重大な事故に直結しかねない航空機を念頭において，主に航空機のガスタービンエンジンに用いられるチタン合金の変形機構に着目した．最も広く用いられているチタン合金である Ti-6Al-4V 合金は，耐用温度が 300 °C であり，使用温度が約 300 °C 以下である低圧コンプレッサー領域に用いられる[7, 46, 47] (Fig. 1.8, Fig. 1.9)．一方で，温度が 300 °C 以上になる高圧コンプレッサー領域では，耐用温度が 500 °C を超える Ti-6242S (Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si) や IMI 834 (Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.35Si) が用いられる[46, 47]．航空機の安全設計において疲労寿命を考慮することは重要である．チタン合金はその微細構造の複雑さから疲労寿命に大きなばらつきがあることが報告されており[16, 17]，その評価と予測が難しいといわれている．これらのばらつきは，微細構造に大きく依存する微小き裂の生成・進展に起因すると考えられる．より正確な疲労寿命の予測や，目的用途に応じた微細構造の最適化に向けて，微細構造と変形挙動との関係を本質的に理解することが重要である[18]．

最も汎用的なチタン合金である Ti-6Al-4V 合金は α - β 合金であり、 α 相および β 相のどちらの特徴も有しているとともに、Fig. 1.3 のように熱処理工程によって微細組織が様々に変化するため、その塑性変形挙動は複雑である。先行研究では、マクロスケールにおける疲労試験から Ti-6Al-4V 合金のき裂生成や伝播が、 α 相の柱面すべりや底面すべりで生じやすいことが示されている[48]。また、マイクロスケールにおいては、Ti-6Al-4V の単一ラメラ相に対する微小引張試験や[43]、 α 相の単結晶を対象にした微小曲げ試験[49]が行われており、 α 相の結晶構造に着目した各すべり系の臨界分解せん断応力 (Critical resolved shear stress: CRSS) が報告されている。しかしながら、そのほとんどは主に α 相のすべり系に着目して評価が行われている。一方で、 β 相の影響や粒界の影響が塑性変形挙動にどのような変化をもたらすかについては、不明な部分が多い。 β 相に関しては、Mine らがラメラ相の微小引張試験を行い、ラス β 相の幅がラス α 相の CRSS に影響を及ぼすことを示しているが[44]、このように、 β 相自体の変形よりも β 相が α 相の変形にどう影響するかについて考えられていることが多い。特に、 α - β 合金において、 α 相および β 相それぞれの結晶粒の強度を評価したうえでの変形挙動解析なども行われている例がほとんどない。また、 α 相と β 相の間、または等軸 α 相とラメラ構造の間の界面の影響を考慮することも重要である。しかしながら、特定の相界面に着目した微小力学試験に関する研究は少ない。さらに、き裂の発生・進展は、結晶粒自体の機械的特性だけでなく、隣接する結晶粒の特性にも依存すると考えられている[50-52]。微小領域に着目した場合、複数の結晶粒から成る試験片が一様に変形すると、各結晶粒にかかる応力が異なってくるため、不均一な応力分布が生成され[53]、想定とは異なる変形挙動が生じる可能性がある。数個の結晶粒を含む微小試験片に対して力学試験を行い、粒界や相界面による変形拘束の有無によって生じる不均一な応力分布の影響について調査することで、粒界による変形拘束が少ないと考えられる材料表層の変形がどのように開始されるかについての知見が得られる。総合的に、微細組織が材料強度・変形挙動にもたらす影響を評価することができれば、微小き裂の生成・進展の本質的な理解につながり、新たな材料開発等にも役立つと考えられる。

また、チタン合金の変形機構は、温度など環境条件によっても変化する。チタン合金は、添加元素の割合や熱処理工程を試行錯誤により調整することによって、耐熱性の向上を実現しており、マクロスケールでの材料強度試験によりその有用性が確認されてきた[3]。また、Ti-6242S や IMI 834 など、耐熱性を向上させたチタン合金は、実際に航空機エンジンへの適用がすすめられてきた。マクロスケールにおける高温 (約 500 °C) での材料強度試験により、室温よりも低い引張強度、高い延性を示しており、温度条件に

よってチタン合金の機械的特性が変化することが知られている[54, 55]. また, 高温試験においても, チタン合金の微細構造によってその機械的特性やき裂進展機構が変化することが知られている[54]. さらに, 粒界における微小き裂生成・進展を生じやすいことが指摘されており[56], 高温環境下では, 室温と異なる変形機構を示すと考えられる. その一方で, 各結晶粒や微細構造の不均一性に着目した, 高温下におけるマイクロスケールでの材料強度試験に関する研究はほとんど行われてこなかった. 耐熱チタン合金が高温環境下で強化された原因が, 複雑な微細構造であるか, または各結晶粒の固溶強化であるかなど, その強化因子をマクロスケールの材料試験及び破壊後の組織観察のみで区別することは難しい. 微小力学試験の適用により, 高温下での各結晶粒の機械的特性および結晶粒界の影響について評価することで, 耐熱チタン合金が高温環境下で強化された要因について特定することができれば, 高温環境下において微小き裂の生成・進展を抑制するための合金設計・微細構造制御の新たな指針を得られる.

さらに, チタン合金特有の現象の一つとして, 荷重保持を伴う室温環境下での疲労試験 (Cold dwell fatigue 試験) を行った場合, 通常の疲労試験よりも疲労強度が大幅に低下することが指摘されている[50, 57-59] (Fig. 1.10(a)). 実際に, Dwell fatigue 強度の低下が, 航空機事故の原因として指摘された例が存在する[10]. チタン合金の中でも, Ti-6Al-4V, Ti-6242, Ti-6242S や IMI 834 などが Dwell fatigue 強度が低下することについて指摘されている[50, 57, 60-62]. Dwell fatigue 試験において微小き裂が生じやすい要因として, α 結晶粒の高い異方性により, c 軸角度が大きく弾性率が低い“柔らかい”結晶粒で生じた転位が, c 軸角度が小さく弾性率が高い“硬い”結晶粒との間の粒界に蓄積し, 硬い結晶粒側に応力集中が生じることで, 硬い結晶粒内にき裂が生じやすくなると推測されている[50, 59, 63, 64] (Fig. 1.10(b)). また, 硬い結晶粒と柔らかい結晶粒のひずみ速度感受性の違いが Dwell fatigue の挙動と関係していることが指摘されている[65, 66]. Jun らは, ナノインデンテーション試験により, Dwell fatigue 強度の低下をあまり生じない Ti-6246 (Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo) の局所ひずみ速度感受性は結晶方位に関係なく同じ値を示すのに対し, Dwell fatigue 強度が低下する Ti-6242 (Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo) の局所ひずみ速度感受性は硬い結晶粒と柔らかい結晶粒で異なることを示した[65] (Fig. 1.11). また, Zheng らは, 硬い結晶粒を柔らかい結晶粒で挟んだモデルを作成し, 荷重保持を伴う引張試験のシミュレーションを行った結果, Ti-6242 は, Ti-6246 と比較して, 硬い結晶粒内部の応力が増加し, 転位も増加したことを示している[66] (Fig. 1.12). したがって, 硬い結晶粒と柔らかい結晶粒のひずみ速度感受性の違いが, 荷重保持による硬い結晶粒内部の応力増加, ひいては Dwell fatigue 強度の低下と関係していることが指

摘されている. このように, ナノインデンテーション試験などの微小力学試験によって, 各結晶粒の変形の違いが検証されている. しかしながら, これらの考察は Ti-6242 および Ti-6246 での検証に限られており, その他の, Dwell fatigue 強度の低下を起こすチタン合金に関しては, 調べられていないことが多い. Ti-6242S や IMI 834 も Dwell fatigue 強度低下について指摘されているが[61, 62], ひずみ速度感受性の違いなどは未だ調べられていない. 様々な耐熱チタン合金について評価することにより, どのような添加元素が影響を及ぼすのか, また, その属性の違いについて評価することが可能であると考えられる. さらに, 理論として提唱されている, 荷重保持試験によって柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間に生じる転位の蓄積や応力集中は, 微細構造の不均一性が大きく影響すると考えられるが, それらが直接評価可能な微小力学試験により検証された例はほとんどない. 微小力学試験により各結晶粒の特性や微細構造の影響を直接評価することで, Dwell fatigue 強度の低下に関する本質的な理解につながると期待される.

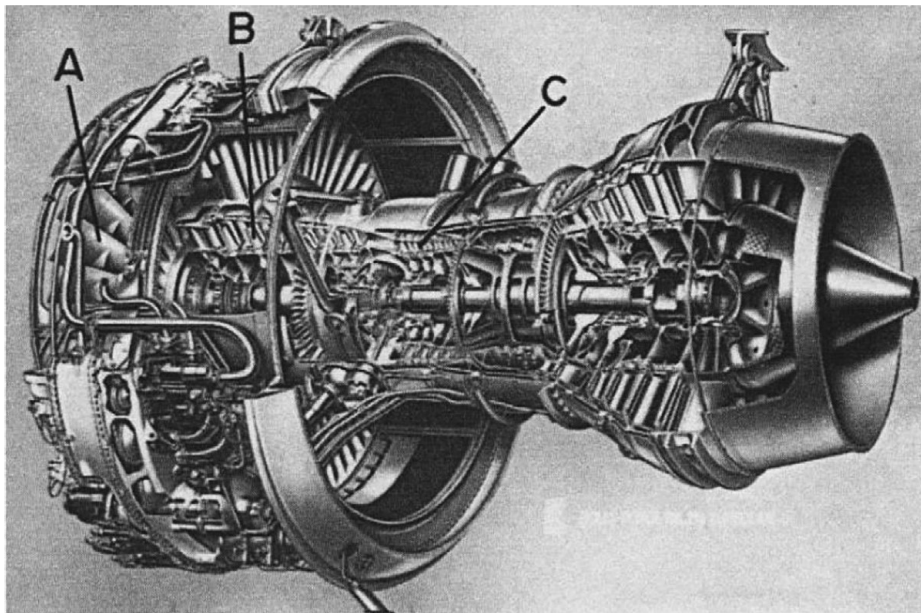


Fig. 1.8 Sectional view of one model of the Rolls Royce RB 211 gas-turbine engine. A, fan blades; B, lower-pressure compressor; C, intermediate pressure compressor [7].

開発年	開発国	合金名称	耐用温度 (°C)	成分組成 (mass%)
1954	USA	Ti-64	300	Ti-6Al-4V
1967	USA	Ti-6242	450	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo
1969	UK	IMI685	520	Ti-5Al-5Zr-0.5Mo-0.3Si
1974	USA	Ti-6242S	520	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si
1977	UK	IMI829	580	Ti-5.5Al-3.5Sn-3.0Zr-0.3Mo-1.0Nb-0.3Si
1984	UK	IMI834	590	Ti-5.8Al-4.0Sn-3.5Zr-0.7Mo-0.7Nb-0.3Si-0.06C

Fig. 1.9 Improving heat-resistance titanium alloys [46].

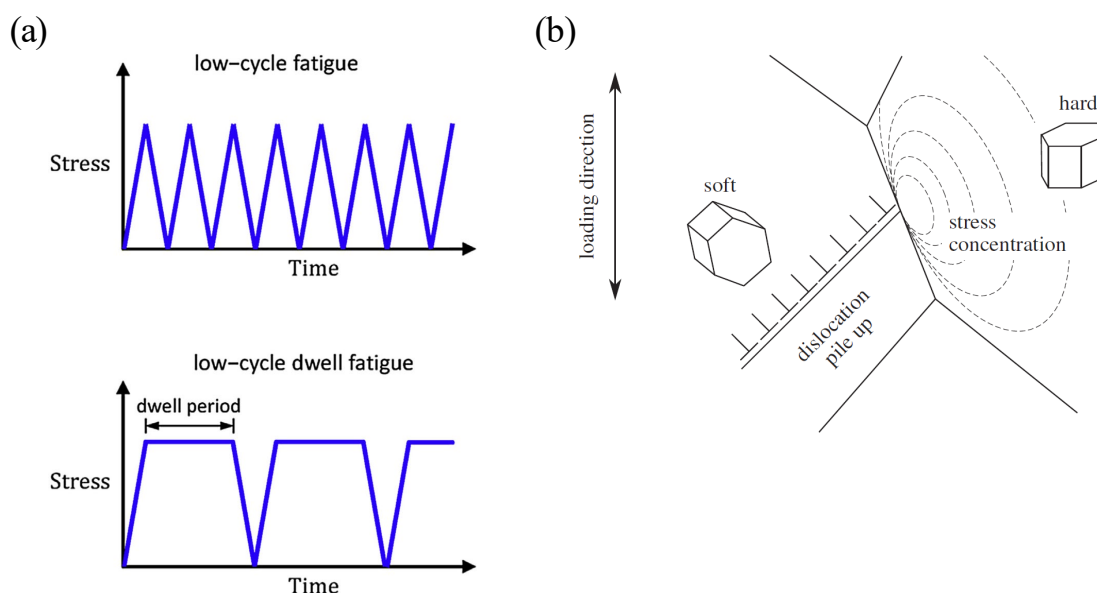


Fig. 1.10 Dwell fatigue in titanium alloys. (a) The upper figure shows the normal fatigue test, and the lower figure shows the dwell fatigue test [58]. (b) Theory of decreasing dwell fatigue strength of titanium alloys [59].

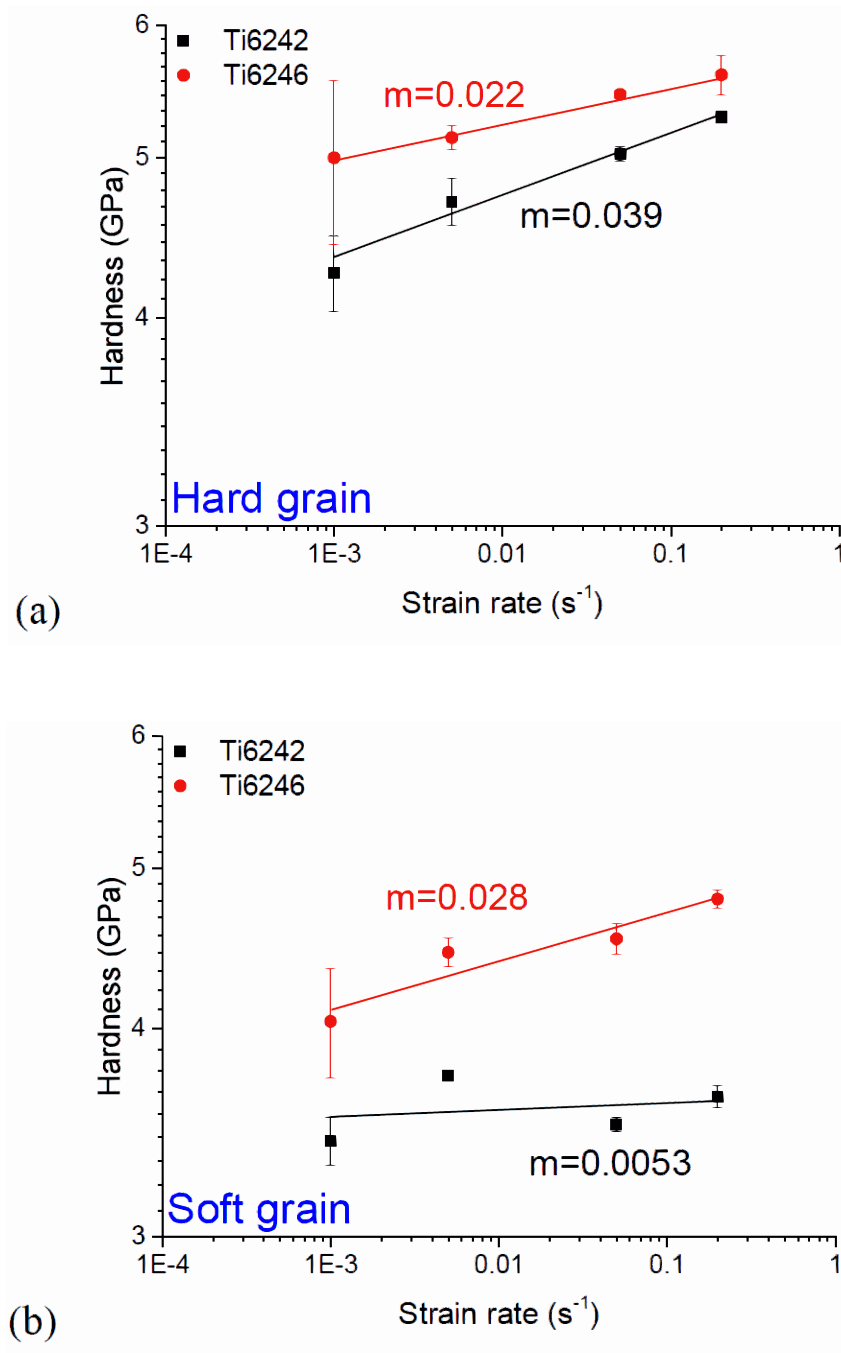


Fig. 1.11 Hardness vs. strain rate in (a) hard and (b) soft grains of Ti6242 and Ti6246: a slope of each fitted line indicates the rate sensitivity exponent, m value [65].

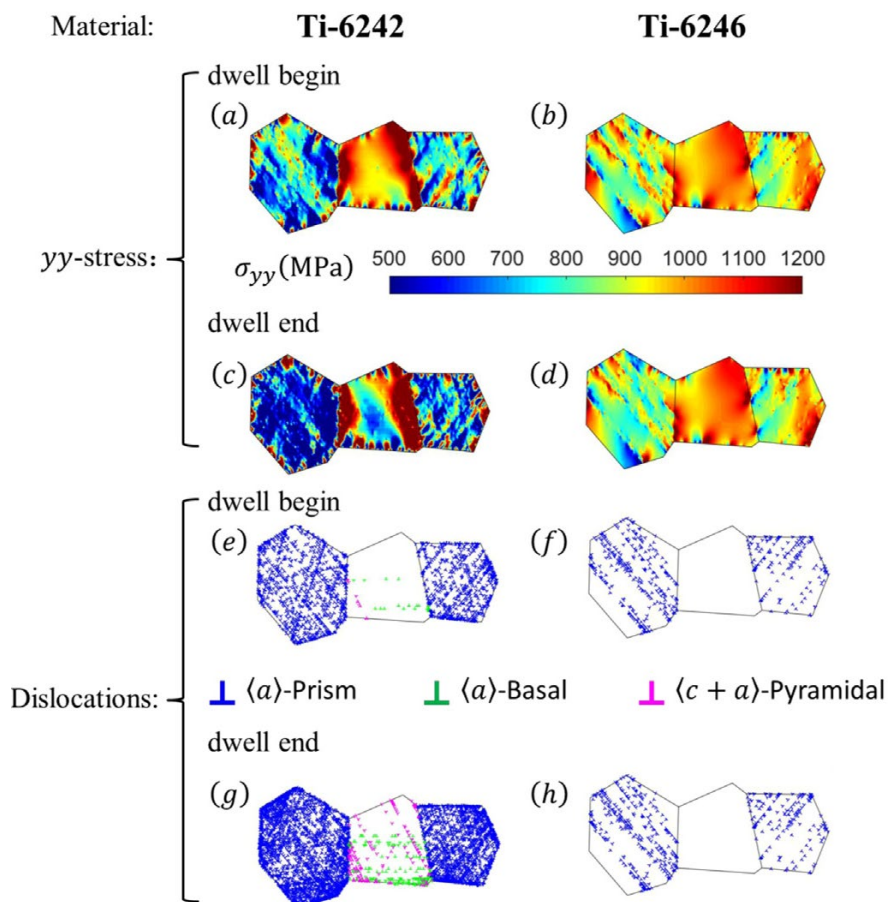
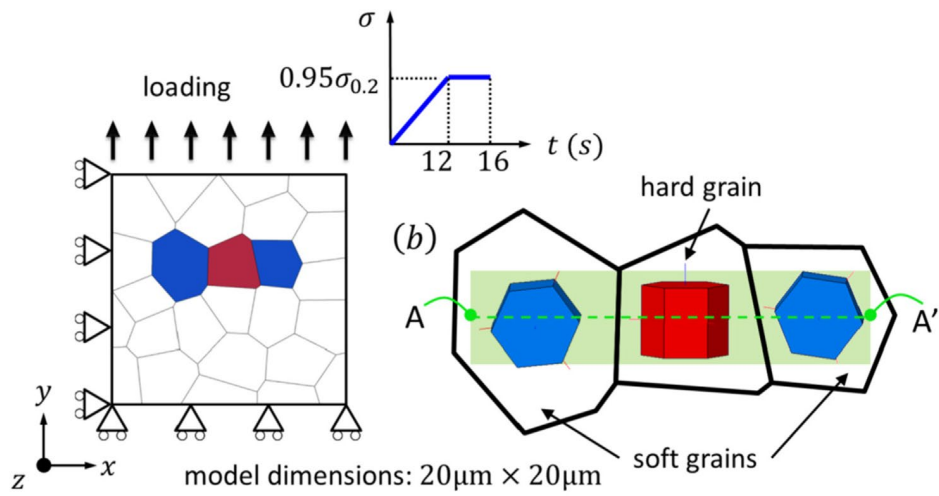


Fig. 1.12 Discrete dislocation plasticity simulation results of hard and soft grain combination [66].

1.4 本研究の目的

本研究では、チタン合金において、微小力学試験を用いて、微細構造の影響を考慮した変形機構を明らかにすることを目的とした。本研究では、主に航空機用エンジン材料に用いられている Ti-6Al-4V (ASTM B348 Grade 5), Ti-6242S (Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si) および IMI 834 (Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.35Si) という 3 種類のチタン合金を対象に、微小力学試験を用いて、微細構造と変形機構との関係を評価した。ナノインデンテーション試験を用いて、各相や各結晶粒の機械的特性を評価するとともに、微小曲げ試験および微小引張試験を用いて、微細構造の不均一性を考慮に入れた変形挙動の評価を行った。これらの総合的な知見をもとに、微小き裂の生成および進展に関して微細組織の影響を考慮した変形機構を明らかにした。具体的には、前述した現状の課題に対して、以下のことを解明することを目的として研究を進めた。

(1) Ti-6Al-4V 合金に対する、微細組織と塑性変形挙動の関係の解明[67]

本研究では、微小力学試験を用いて、Ti-6Al-4V 合金における α 相および β 相の結晶粒の強度や各結晶粒間の粒界が塑性変形にどのように影響するかを明らかにすることを目的とした。各結晶粒の機械的特性を評価するため、ナノインデンテーション試験を行った。また、微細組織と変形挙動との関係を調査するため、FIB により数個の結晶粒を含む微小曲げ試験片を作成し、ナノインデンテーション装置によって曲げ試験を行った。総合的に、各結晶粒や粒界が材料強度・変形挙動にもたらす影響について評価した。

(2) 耐熱チタン合金に対する、高温環境下での変形機構に関する研究[68, 69]

本研究では、航空機エンジンに用いられる Ti-6Al-4V, Ti-6242S, および IMI 834 チタン合金において、高温下での各結晶粒の機械的特性および結晶粒界の影響について評価することで、耐熱チタン合金が高温環境下で強化された要因について特定することを目的とした。Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 チタン合金に対して、高温環境下での変形挙動を調査するため、25 °C および 350 °C の環境下でナノインデンテーション試験および微小曲げ試験を行った。塑性変形が生じた結晶粒の結晶構造を決定するために、試験片を電界放出型走査電子顕微鏡 (Field emission scanning electron microscope: FE-SEM) で観察し、電子線後方散乱回折 (Electron back scattered diffraction pattern: EBSD) 測定で分析を行った。各結晶粒の特性や微細構造に焦点を当てて強度の温度依存性について調べた。

(3) 耐熱チタン合金に対する、室温下での Dwell fatigue に関する研究[70, 71]

本研究では、チタン合金の Dwell fatigue 強度低下のメカニズムの解明に向けて、Dwell fatigue 強度の低下を引き起こす Ti-6242S および IMI 834 に対して微小力学試験を用い、Dwell fatigue 強度の低下に影響を与える要因について明らかにすることを目的とした。Ti-6242S および IMI 834 における各結晶粒のひずみ速度感受性を、ナノインデンテーション試験によって検証した。この試験結果を、EBSD によって得られる結晶構造解析およびエネルギー分散型 X 線分光 (Energy dispersive X-ray spectroscopy: EDS) 分析によって得られる元素マッピングと組み合わせて、ひずみ速度感受性および Dwell fatigue に影響を与える要因について調べた。さらに、荷重保持を伴う微小曲げ試験および微小引張試験を実施し、微細組織と変形挙動との関係について調査した。

1.5 本論文の構成

本論文は全 5 章で構成される。以下に各章の概要を述べる。

第 1 章では、本論文の背景としてチタン合金および微小力学試験に関する研究について概説し、本研究の目的を述べた。第 2 章では、Ti-6Al-4V 合金の塑性挙動に及ぼす微細構造の影響を評価するために、微小曲げ試験とナノインデンテーション試験を行い、塑性変形と微細構造の関係性について得られた知見について述べる。第 3 章では、高温環境での Ti-6Al-4V, Ti-6242S, および IMI 834 チタン合金の微細構造と変形挙動との関係を調査するために、高温下でのナノインデンテーション試験と微小曲げ試験を行い、微細組織を考慮した強度の温度依存性に関して明らかにされたことについて述べる。第 4 章では、Ti-6242S および IMI 834 合金における Dwell fatigue 強度低下のメカニズムについての知見を得るため、局所的なひずみ速度感受性をナノインデンテーション試験によって調査した結果、および、荷重保持を伴う微小曲げ試験および微小引張試験を実施して微細組織と変形挙動との関係を調査した結果を述べる。第 5 章では、本研究の総括として各章のまとめおよび結言を述べる。

第2章 Ti-6Al-4V 合金の塑性変形挙動に対する微細構造の影響

2.1 はじめに

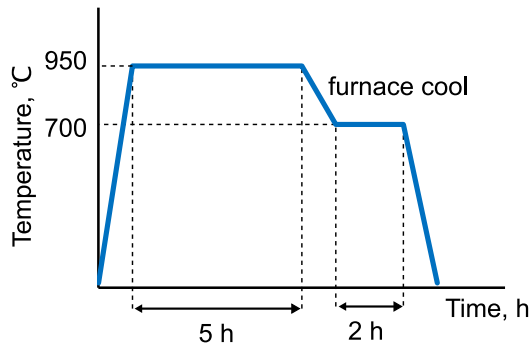
本章では、汎用的なチタン合金である Ti-6Al-4V 合金に対して、微小力学試験を用いて、塑性変形に対する微細構造の影響を評価することを目的とした。Ti-6Al-4V 合金において一般的に使用されている組織である、等軸状組織（等軸 α 相および粒界 β 相の混合）とバイモーダル組織（等軸 α 相および $\alpha \cdot \beta$ ラメラ相の混合）を各種熱処理条件によって作製し、試験片として用いた。塑性変形及びき裂進展を検証するため、FIB によって結晶粒を数個含む微小曲げ試験片を作成し微小曲げ試験を行った。結晶構造や微細構造を調べるため、曲げ試験前後において組織観察及び結晶方位測定を行った。また、各結晶粒の機械的特性を明らかにするため、ナノインデンテーション試験による弾性率および硬さ値の測定を行った。各種試験から得られた結果を総合的に考慮し、等軸状組織およびバイモーダル組織を持つ Ti-6Al-4V 合金における塑性変形挙動について解析を行った。

2.2 実験方法

2.2.1 試料の作製

試料は、受入材の Ti-6Al-4V 合金棒（ASTM B348, Grade 5; 6.12% Al, 4.10% V, 0.14% O, 0.16% Fe in wt%）から切り出したサンプルを用いた。等軸状組織およびバイモーダル組織を得るための熱処理工程について Fig. 2.1 に示す。試料の熱処理は、卓上マッフル炉（デンケン, KDF-P70）により行った。試料はまず 950 °C で 5 時間の溶体化処理が行われた。等軸状組織を作成することを目的として、炉冷処理を行った後 700 °C で 2 時間保持し、その後室温まで炉冷した。一方、バイモーダル組織を作成することを目的として、水冷処理を行った後 700 °C で 2 時間保持し、その後再び室温まで炉冷した。熱処理を終えた試料は片面にエメリー紙およびダイヤモンド研磨剤により鏡面研磨を施した。研磨後の表面はイオンミリング装置（GATAN, PECSII）により Ar イオンミリングを加速電圧 8 kV, 照射角度 5° として 30 分施した。

Equiaxed microstructure



Bimodal microstructure

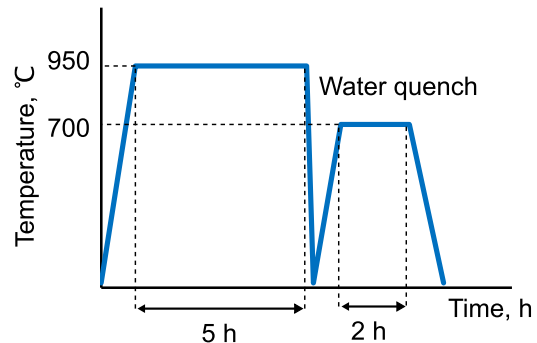


Fig. 2.1 Heat treatment process of Ti-6Al-4V in this study.

2.2.2 微小曲げ試験

Fig. 2.2 に FIB 装置 (JEOL, JIB-4000) によって作成した微小曲げ試験片を示す. 断面が正三角形状であり, 幅が $10\ \mu\text{m}$, 長さが $50\ \mu\text{m}$ の曲げ試験片を作成した. 等軸状組織およびバイモーダル組織に対してそれぞれ 3 つの曲げ試験片を作成し, 曲げ試験を行った. 等軸状組織の曲げ試験片は, EQ-beam 1, EQ-beam 2, EQ-beam 3, バイモーダル組織の曲げ試験片は, BM-beam 1, BM-beam 2, BM-beam 3 として, それぞれ区別した. ナノインデンテーション装置 (ELIONIX, ENT-2100) を用いて, 曲げ試験片の基部から $40\ \mu\text{m}$ の位置に対して押し込み試験を行い, 曲げ試験を実施した. 荷重負荷時間は 25 秒, 荷重保持時間は 10 秒で曲げ試験を行った.

断面が三角形状の曲げ試験片に対して曲げ試験を行った場合の応力分布を検証するため, 有限要素法 (Finite element method: FEM) 解析ソフトウェア (COMSOL Inc., COMSOL Multiphysics) を用いてシミュレーションを行った. Fig. 2.3 に微小曲げ試験片に対する曲げ試験の弾塑性解析を行った結果を示す. なお, 材料は均質な Ti-6Al-4V 合金を想定し, 先行研究のパラメータを利用して解析を行った[72]. Fig. 2.3(a)はフォンミーゼス応力分布を表しており, 試験片の基部付近において応力が最大となっている様子が確認される. 試験片の基部付近のみに着目すると, 試験片の上部には y 軸の正方向に引張応力が発生し, 試験片の下部には y 軸の負方向に圧縮応力が発生する. Fig. 2.3(b)に, 試験片上面における, フォンミーゼス応力と曲げ試験の基部からの距離との関係を表したグラフを示す. 基部周辺の領域 ($0\sim 15\ \mu\text{m}$) のフォンミーゼス応力の差は小さく, 一様に引張応力が生じている様子が確認された. シミュレーション結果から, 観察可能な試験片の上面では, 基部付近で変形が生じると想定されるため, 実際の微小曲げ試験

においても，試験片の基部付近を中心に観察を行った．すべりやき裂をトレースするため，曲げ試験を繰り返し行い，ナノインデンテーション装置に付属の光学顕微鏡および共焦点顕微鏡（Lasertec Corporation, HD100D）で曲げ試験片の観察を行った．曲げ試験の前後で，電界放出型走査電子顕微鏡（FE-SEM; Zeiss, ULTRA PLUS）を用いて加速電圧 10 kV により曲げ試験片の観察を行った．

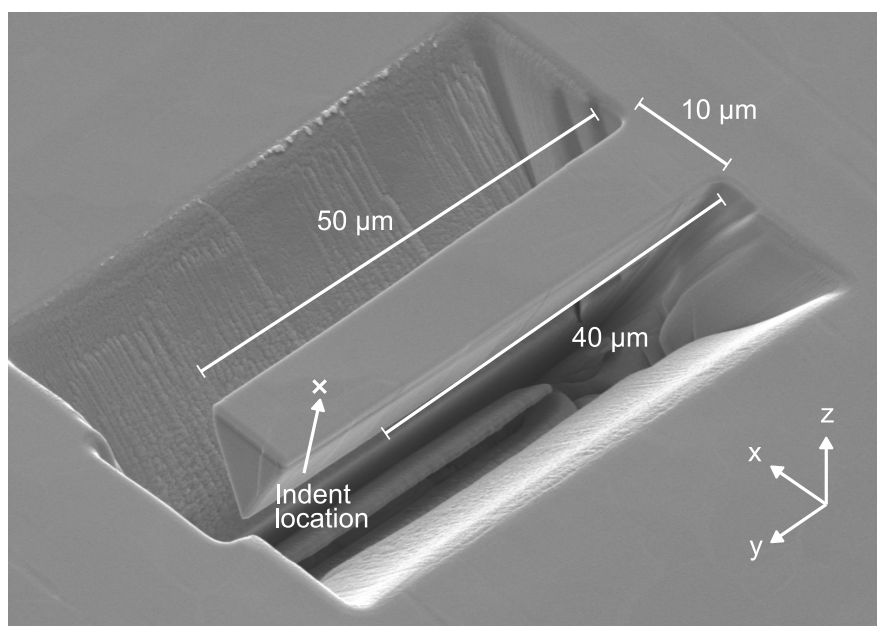


Fig. 2.2 The micro-cantilever fabricated by FIB [67].

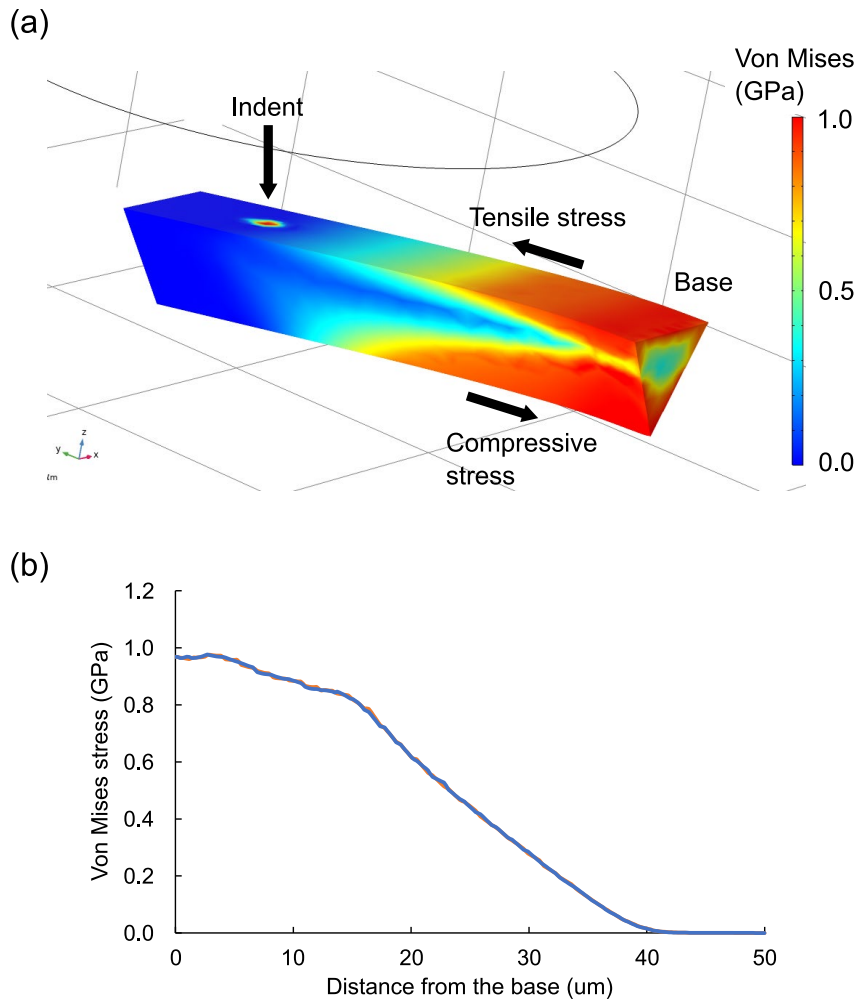


Fig. 2.3 Elastoplastic analysis of cantilever bending test by FEM. (a) Von Mises stress distribution in bending test. (b) Relationship between Von Mises stress (at both edges of the upper surface) and the distance from the base of the cantilever.

2.2.3 結晶構造解析

Ti-6Al-4V 合金の結晶構造を解析するため、SEM に付属されている EBSD 検出器 (Bruker, e-Flash) を用いて加速電圧 20 kV により結晶方位解析を行った。EBSD 法の原理としては、傾斜した試料面に対して電子線を照射すると、試料内で散乱した電子線の一部が結晶面で回折されるため、その反射回折パターン (EBSD パターン) を解析することで結晶方位の特定が可能となる。EBSD 解析では、画質 (Image quality) マップ、相 (Phase) マップ、x, y, z 方向の逆極点図 (Inverse Pole Figure: IPF) マップおよび局所方

位差平均 (Grain Average Misorientation: GAM) マップを取得することが可能である。画質マップは、EBSD パターンにおける観測されたバンドの強度を示しており、測定位置での結晶格子の品質を表している。また、相マップは、結晶系で判別した結晶相を示しており、稠密六方晶構造である α 相と、体心立方晶構造である β 相を区別することが可能である。さらに、IPF マップは、各方向 (x, y, z 方向) に対する結晶粒の結晶方位が色で表されたマップである。また、GAM マップは、結晶粒内における測定点と隣接する点の誤配向の平均を示すマップであり、以下の式で表される[73]。

$$GAM = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \beta_i \quad (2.1)$$

ここで、 β_i は結晶粒内の i 番目の方位差を示し、結晶粒内における測定点の間の m 個の方位差の平均が GAM となる。GAM は残留ひずみと変形を示す指標として用いられている[73, 74]。また、固溶元素の分布を評価するため、SEM に付属している EDS 装置 (Bruker, XFlash 6130) を用いて EDS 分析を行った。EDS 測定では、電子線を試料に照射し、試料に含まれる原子から出てきた特性 X 線を検出し、そのエネルギーレベルと強度から試料に含まれる元素の種類および含有率を調べることが可能である。EDS 分析により、Ti-6Al-4V に含まれるアルミニウムおよびバナジウムの元素マップを取得した。EBSD 分析および EDS 分析は、専用の ESPRIT ソフトウェアを用いて制御し、同じ視野内で測定を実施した。

2.2.4 ナノインデンテーション測定

各相の弾性率と硬さ値を検証するために、ナノインデンテーション試験機 (Nanomechanics, iMicro) を使用してナノインデンテーション試験を実施した。本研究では、三角錐形状である Berkovich 圧子を用いて、最大荷重 5 mN で試験を行った。等軸状構造およびバイモーダル構造それぞれの試料において 192 点測定した。ナノインデンテーション試験後、圧痕の位置周辺の領域に対して EBSD 測定および EDS 測定を行い、圧痕位置の相や結晶構造および元素分布を評価した。

2.3 実験結果

2.3.1 作製した試料に対する結晶構造解析

熱処理を行った試料が、想定した微細構造を得られているかを確認するため、炉冷材、水冷材に対して、結晶構造解析を行った。Fig. 2.4(a)およびFig. 2.4(b)は、それぞれ炉冷材および水冷材に対してEBSD測定を行い取得した、画質マップ、相マップおよびz方向に対するIPFマップを表している。炉冷処理を行った試料は等軸 α 相および粒界 β 相を含む等軸状組織が観察されたのに対し、水冷処理を行った試料は等軸 α 相およびラメラ相を含むバイモーダル組織が観察された。

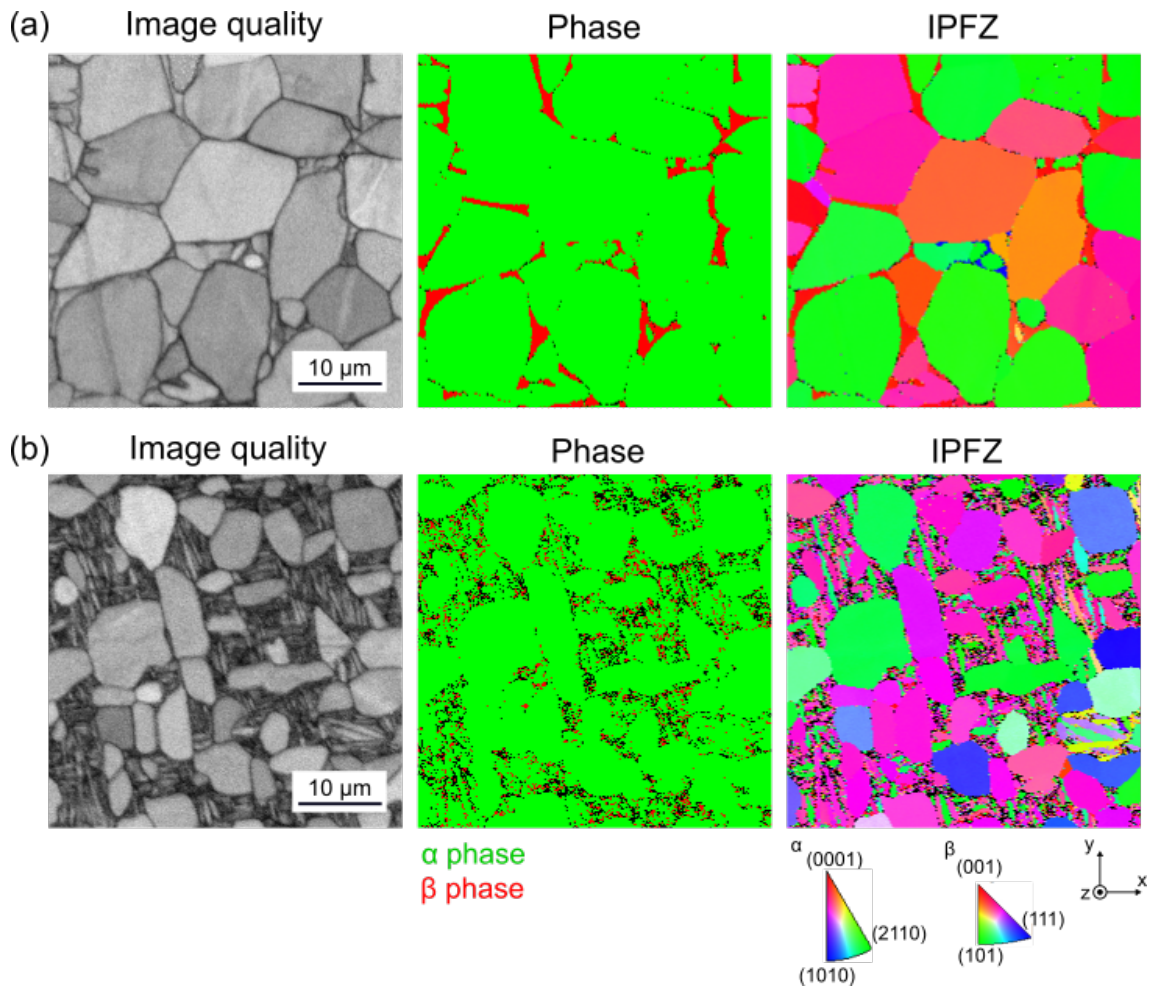


Fig. 2.4 EBSD image-quality maps, phase maps and IPF maps in the z (depth) direction of Ti-6Al-4V alloy [67]: (a) Equiaxed microstructure sample produced by furnace cooling. (b) Bimodal microstructure sample produced by water quenching.

2.3.2 曲げ試験による変形挙動解析

Fig. 2.5 は、等軸状構造の微小試験片 EQ-beam 1 における、繰り返し曲げ試験を実施した際の変形挙動を示す。1 回目、2 回目、3 回目の曲げ試験の最大荷重は、それぞれ 3, 4, 5 mN を設定して曲げ試験を行った。Fig. 2.5(a) は、1 回目、2 回目、3 回目の曲げ試験でそれぞれ取得した荷重変位曲線を表している。1 回目の荷重負荷に関しては、荷重変位曲線の負荷と除荷の軌跡の差は小さく、弾性変形が主であった。負荷の回数が増えるに従って軌跡の差が大きくなり、塑性変形が観察されるようになった (Fig. 2.5(a))。Fig. 2.5(b) の光学顕微鏡画像では、1 回目の荷重負荷後には曲げ試験片の変形はあまり見られなかった。2 回目の荷重負荷後には β 相と思われる結晶粒の内部で変形が観察され、3 回目の荷重負荷後にはさらにその変形が明確に観察された。また、3 回目の荷重負荷後、 α 結晶粒の内部にいくつかの細い線が観察された。共焦点顕微鏡画像では、光学顕微鏡画像と同様に、3 回目の負荷後に α 結晶粒の内部にいくつかの細い線が観察された。 α 結晶粒内のこれらの線は、SEM 画像と比較するとすべり線であることが確認された (Fig. 2.5(c))。 β 結晶粒内の変形は SEM 画像からは観察できなかったが、これは解像度向上のため加速電圧を 10 kV と高めに設定しており、結果として試料表面のコントラストが低下したことが原因であると考えられる [75]。これらの観察結果を総合すると、 β 相が最初に変形し、その後、 α 結晶粒の内部ですべりが発生した。Fig. 2.5(d) では、観察された β 相の変形は塗りつぶされたオレンジ領域で表されており、 α 結晶粒内のすべり線は破線で示されている。粒径が比較的大きい β 結晶粒内では塑性変形が観察された一方で (Fig. 2.5(b))、 α 結晶粒内ではすべり線が観察された (Fig. 2.5(b-c))。EBSD による結晶構造解析と SEM によるすべり観察から、すべり面を特定した結果、Fig. 2.5(c) に示すように、 $(0001)\langle 1\bar{2}10 \rangle$ すべり系が結晶粒 2 (G2) で活性化されたと考えられる。また、G1 では、 $(0001)\langle 1\bar{2}10 \rangle$ および $(10\bar{1}0)\langle 1\bar{2}10 \rangle$ すべり系と思われる複数のすべりが観測された。一方で、G3 ではすべり線は観察されなかった。観察されたすべりの局所領域に均一な引張応力が加えられることを考慮すると、各結晶粒のシュミット因子を考慮することは有用である。

Table 2.1 に、応力軸が y 方向に平行であると仮定した場合の、代表的なすべり系の各結晶粒のシュミット因子を示した。SEM 観察により G2 で底面すべりが発生したことが確認されたが、これらのすべりは最も低いシュミット因子に対応していた。このすべりは、粒界に存在する β 相で生じた変形とつながっているように見えた。また、EBSD 分析と SEM 画像から、G1 で底面すべりと柱面すべりが発生していることが確認された。ただし、柱面すべりのシュミット因子や、粒径、曲げ試験片の基部からの距離について

は G1 と G3 で違いが見られなかったにもかかわらず、G1 ではすべりが発生したのに対し、G3 ではすべりが確認されなかった。

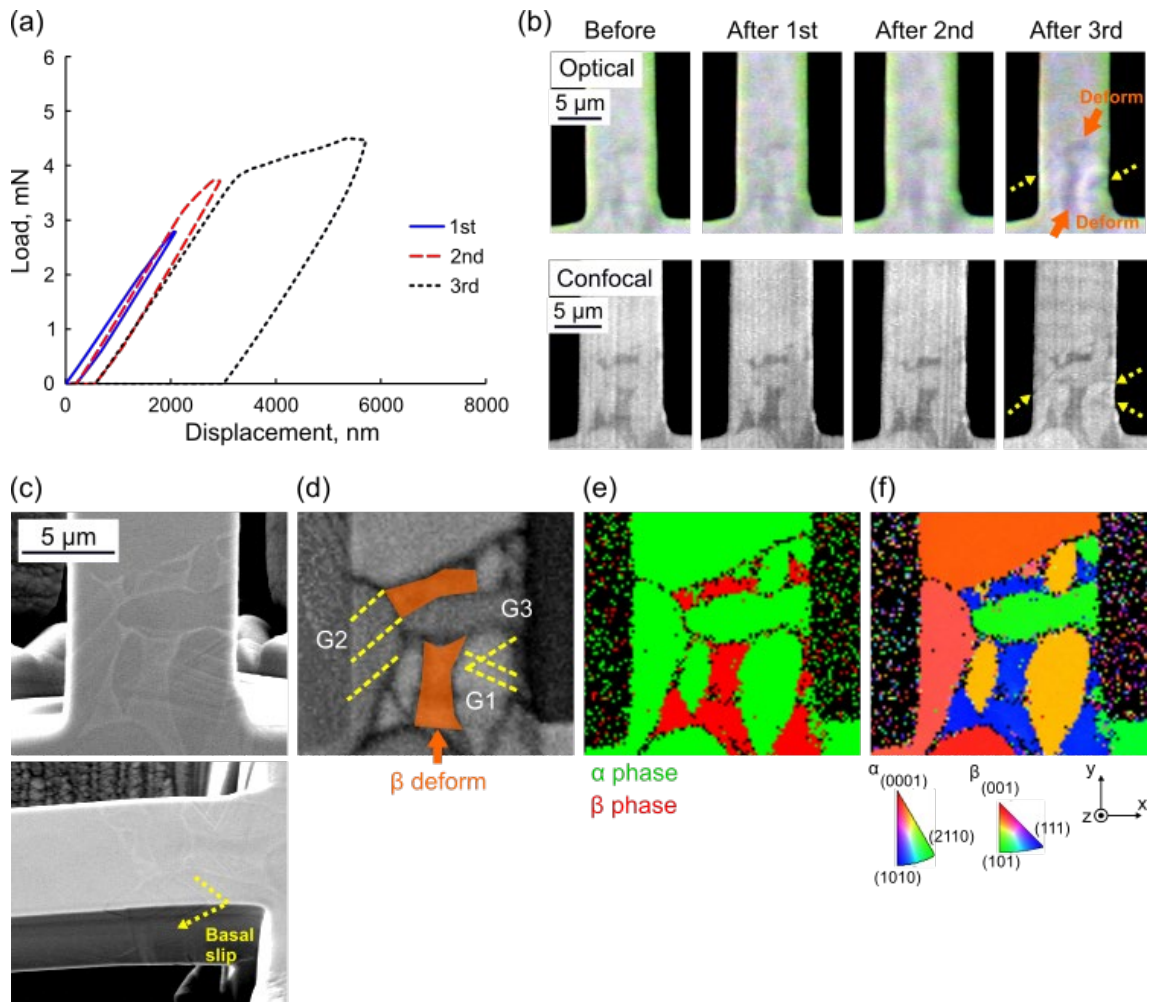


Fig. 2.5 Plastic behavior of the equiaxed-microstructure micro-cantilever (EQ-beam 1) [67]: (a) Load–displacement curve of bending tests. (b) Two different microscope images of the plastic deformation. (c) Top and side view of SEM images after bending tests. (d) Image-quality map of EBSD; here, dashed lines indicate observed slips. (e) Phase map of EBSD. (f) IPF map in the z (depth) direction.

Table 2.1 Evaluation of the α -phase Schmid factors in the equiaxed microstructure (each grain exhibited in Fig. 2.5(d)) [67].

Slip system		Schmid factors		
		G1	G2	G3
Basal	$(0001)\langle 1\bar{2}10 \rangle$	0.33	0.24	0.13
Prismatic	$(10\bar{1}0)\langle 1\bar{2}10 \rangle$	0.38	0.46	0.44
Pyramidal	$(10\bar{1}1)\langle 1\bar{2}10 \rangle$	0.41	0.50	0.44

Fig. 2.6 は、光学顕微鏡と SEM によって観察された、等軸状構造の EQ-beam 2 および EQ-beam 3 の曲げ試験によって生じた変形を示している。EQ-beam 1 (Fig. 2.5) と同様に、EQ-beam 2 および EQ-beam 3 でも β 相における変形が見られた。EQ-beam 2 では粒界 β 相にき裂が観察された一方で、EQ-beam 3 では β 相の結晶粒内で塑性変形が観察された。さらに、粒界 β 相のき裂は、EQ-beam 2 の等軸 α 相のすべりとつながっているように観察された。粒界 β 相で始まったき裂が等軸 α 相に伝播し、 α 粒内の $(10\bar{1}1)$ 面にすべりを引き起こした可能性が考えられる。

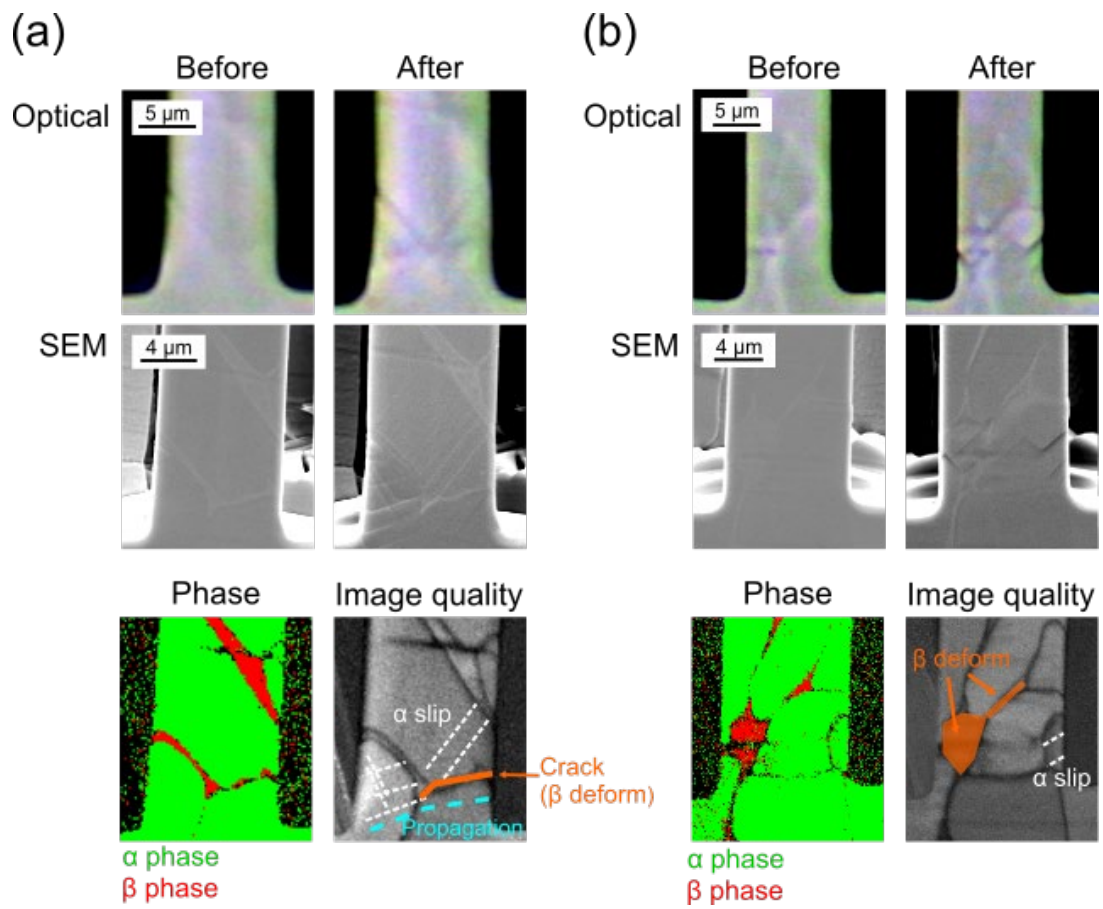


Fig. 2.6 Deformation of other equiaxed-microstructure beams [67]. (a) EQ-beam 2. (b) EQ-beam 3.

Fig. 2.7は、バイモーダル構造の微小曲げ試験片 BM-beam 1 の変形挙動を示している。1 回目、2 回目、3 回目の曲げ試験の最大荷重は、それぞれ 4, 5, 5.5 mN を設定して曲げ試験を行った。Fig. 2.7(a) は、1 回目、2 回目、3 回目の曲げ試験でそれぞれ取得した荷重変位曲線を表している。1 回目の荷重負荷に関しては、荷重変位曲線の負荷と除荷の軌跡の差は小さく、弾性変形が主であった。負荷の回数が増えるに従って軌跡の差が大きくなり、塑性変形が観察された (Fig. 2.7(a))。Fig. 2.7(e)で示した、曲げ試験片内の相分布を確認すると、 β 相はラメラ領域にまばらに分布しているように観察されたが、先行研究では、Ti-6Al-4V 合金のラメラ相はラス α 相とラス β 相がほぼ交互に存在することが示されているため[43, 44]、Fig. 2.7(e)で示されたラメラ相において、緑色で示されたラス α 相に挟まれた領域はラス β 相であると考えられる。Fig. 2.7(b)で示されている通り、最初に、ラス β 相が針状方向に沿って変形が生じているように観察される。次に、光学顕微鏡画像と共焦点顕微鏡画像で示されているように、 α 結晶粒の内側にすべりが観察された (Fig. 2.7(b))。Fig. 2.7(d)に示すように、G3 でのすべりは、 α 結晶粒とラメラ相との間の界面で停止していることが観察された。また、相界面と粒界付近で破壊が観察されたが、ラス α 内部のすべりなのか、粒界でのき裂なのかを区別することはできなかった。EBSD による結晶構造解析と SEM によるすべり観察から、Fig. 2.7(c)に示すように、 $(10\bar{1}0)(1\bar{2}10)$ すべり系が G3 で発生したと考えられる。また、G4 でもすべりが観察されたが、G1 と G2 ではすべりは確認できなかった。Table 2.2 に、応力軸が単純に y 方向に平行であると仮定した場合の、バイモーダル構造の代表的なすべり系のシュミット因子を示した。G3 では、シュミット因子が最も高かったのは柱面すべりであり、実際に生じたすべりと一致していた。また、EBSD 分析および SEM 観察から、錘面すべりが G4 で発生したと考えられる。一方で、G1 と G2 では、柱面および錘面すべりに高いシュミット因子を示したにもかかわらず、実際にはすべりは観察されなかった。

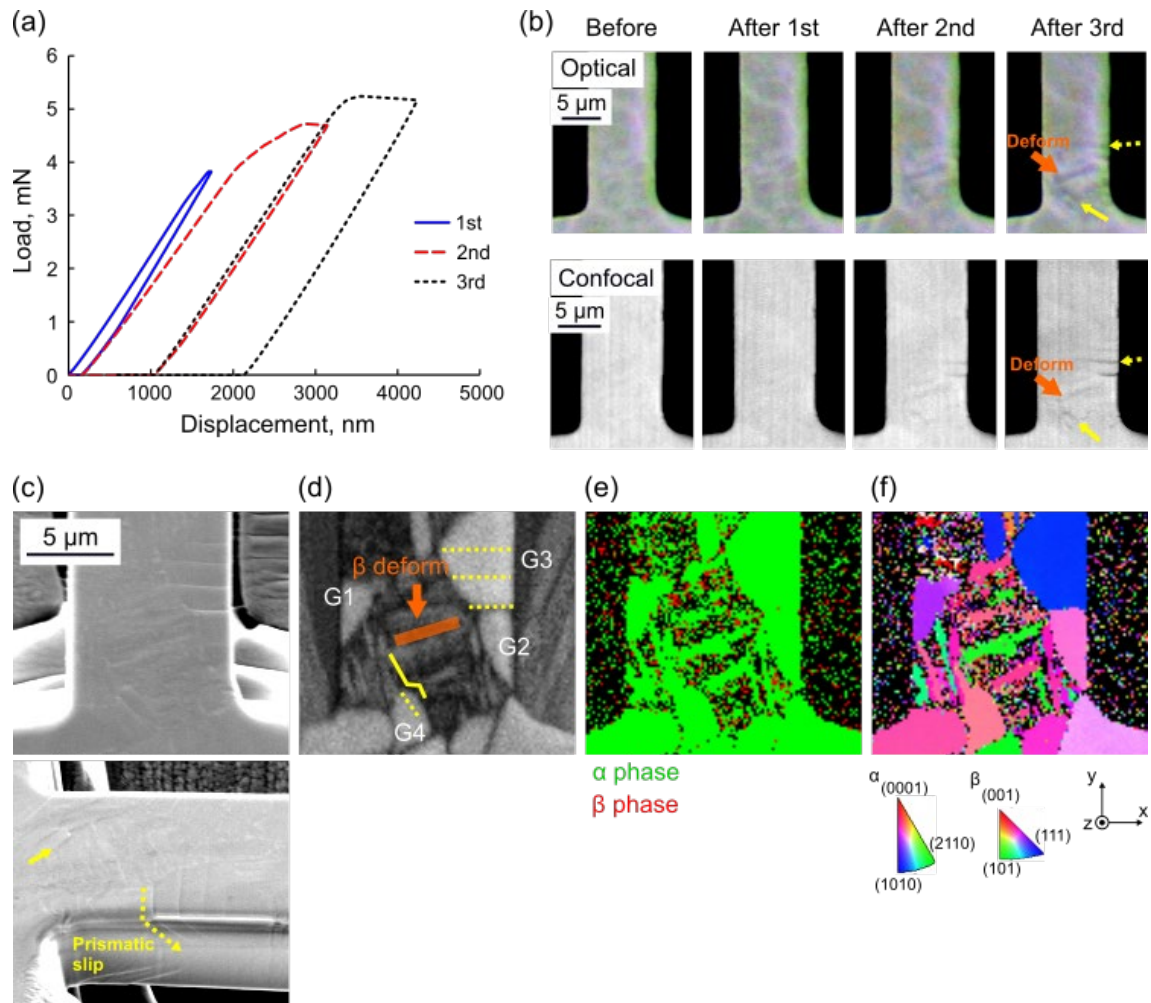


Fig. 2.7 Plastic behavior of the bimodal microstructure micro-cantilever (BM-beam 1) [67]. (a) Load–displacement curve of bending tests. (b) Microscope images of the plastic deformation. (c) Top and side view of SEM images after bending tests. (d) Image-quality map of EBSD; here, dashed lines indicate observed slips in α phase, and solid lines indicate fracture near the interface. (e) Phase map of EBSD. (f) IPF map in the z (depth) direction.

Table 2.2 Evaluation of the α -phase Schmid factors in the bimodal microstructure (each grain exhibited in Fig. 2.7(d)) [67].

Slip system		Schmid factors			
		G1	G2	G3	G4
Basal	$(0001)\langle\bar{1}210\rangle$	0.23	0.43	0.08	0.24
Prismatic	$(10\bar{1}0)\langle\bar{1}210\rangle$	0.47	0.35	0.46	0.41
Pyramidal	$(10\bar{1}1)\langle\bar{1}210\rangle$	0.49	0.47	0.42	0.47

Fig. 2.8 は、バイモーダル構造の曲げ試験片である BM-beam 2 および BM-beam 3 の変形を示している。これらの試験片では、等軸 α 結晶粒の内部で $(10\bar{1}0)$ 面のすべりが観察された。BM-beam 2 では、これらのすべりはラメラ相との界面で停止した。さらに、BM-beam 3 では、ラメラ相の針状方向と針状方向が変化した界面に沿ってラス β 相の変形が観察された。

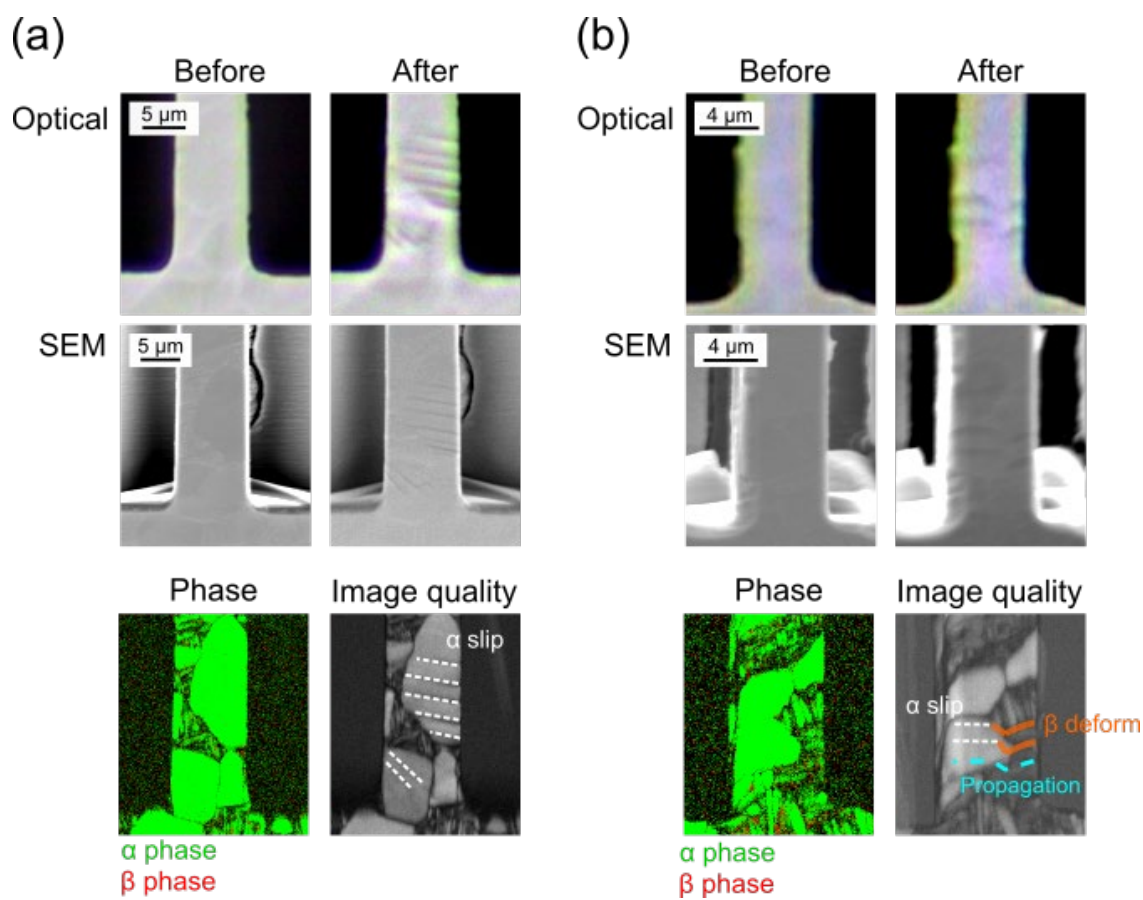


Fig. 2.8 Deformation of other bimodal microstructure beams [67]. (a) BM-beam 2. (b) BM-beam 3.

Fig. 2.9 は、曲げ試験前後の y 方向の IPF (IPFY) マップと GAM を示している。 α 結晶粒の変形を考慮すると、応力方向に対する c 軸の角度が重要になるため、引張応力方向の結晶方位を表す IPFY マップを示す。また、IPFY マップ内に観察されたすべり (破線) を示した。GAM マップは、各結晶粒の GAM の違いを示しており、これらは、塑性ひずみの程度を表すといわれている。等軸状構造 (Fig. 2.9(a)) では、粒界 β 相に隣接する α 結晶粒内の領域の GAM が高い傾向が見られた。EQ-beam 1 および EQ-beam 3 で示されているように、 α 結晶粒間の粒界付近の α 相の GAM も高くなっている。 α 結晶粒のすべりは、GAM の大きな変化を示した領域で多く観察された。バイモーダル構造 (Fig. 2.9(b)) では、粒界や相界面周辺の GAM が高く、GAM の高い結晶粒においてすべりが観察された。ラメラ相においては曲げ試験前にすでに高い GAM を示しており、曲げ試験によって生じたラメラ相の GAM の増加は、等軸 α 結晶粒における GAM の増加と比較して小さく見えた。

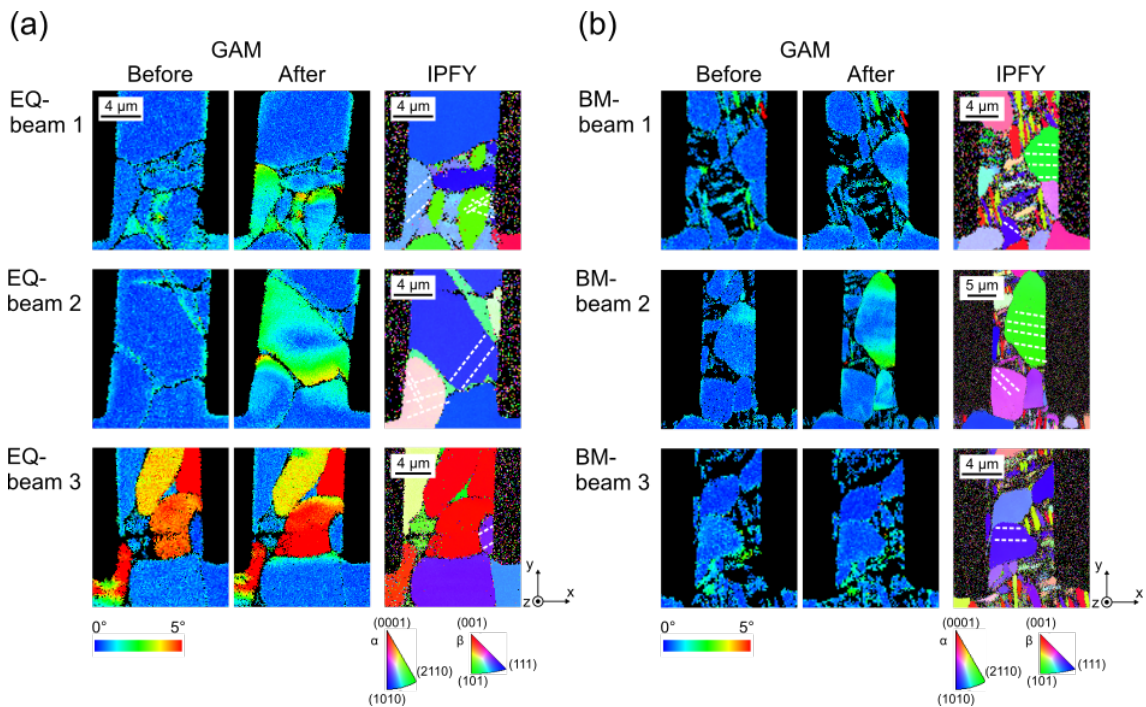


Fig. 2.9 EBSD analysis of each beam [67]. IPFY: IPF maps in the y direction (i.e., parallel to the tensile stress applied to the cantilever surface); solid lines denote cracks, and dashed lines denote transgranular slips. GAM: Differences in the GAM generated through plastic strain before and after the bending tests: (a) equiaxed microstructure and (b) bimodal microstructure.

2.3.3 ナノインデンテーション測定による各組織の力学特性評価

各相の機械的特性を評価するために、ナノインデンテーション試験を行った。Fig. 2.10 は、ナノインデンテーション試験後の EBSD 分析結果を示している。画質マップに示されている黒い三角形状の点はナノインデンテーションにより測定した点を表す。ナノインデンテーション試験で測定された弾性率と硬さ値は、等軸状構造では等軸 α 相と粒界 β 相に分けて評価しており、バイモーダル構造では等軸 α 相とラメラ相に分けて評価した。Fig. 2.10(c)は、各微細構造の等軸 α 結晶粒の粒径を示している。等軸 α 相の平均粒径は、等軸状構造で $10.4 \mu\text{m}$ 、バイモーダル構造で $6.8 \mu\text{m}$ だった。さらに、ラメラ相の α 結晶粒のサイズは、等軸 α 相のサイズよりも小さかった。

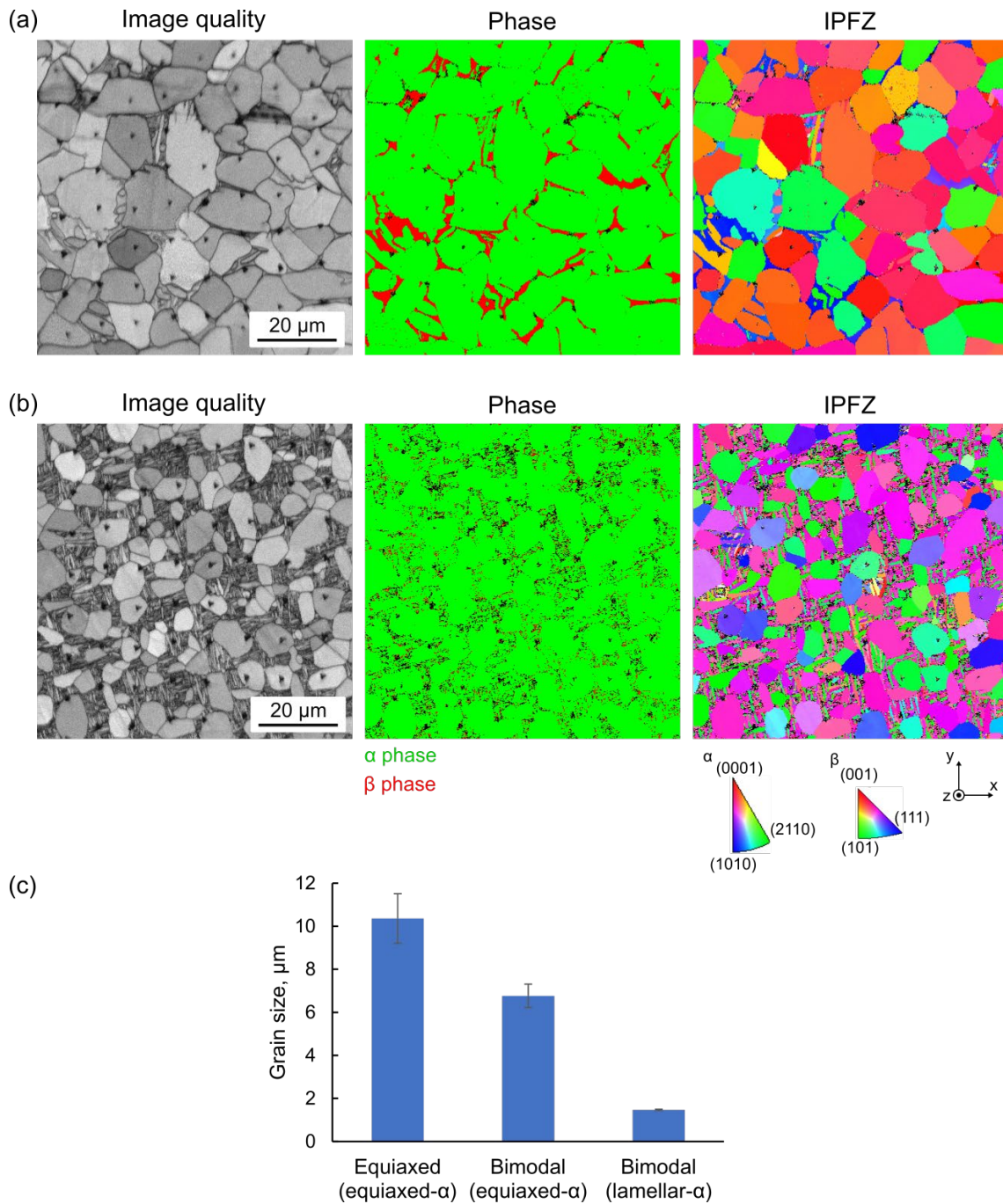


Fig. 2.10 EBSD analysis after nanoindentation testing [67]. Image quality: Image quality map of EBSD. Phase: Phase map of EBSD. IPFZ: IPF maps in the z direction: (a) equiaxed microstructure, (b) bimodal microstructure, and (c) grain size of α phase for equiaxed and bimodal microstructures. Error bars denote the standard deviation of the mean.

Fig. 2.11(a)および(b)は、それぞれ等軸状構造およびバイモーダル構造の平均弾性率と硬さ値を示している。等軸状構造では、等軸 α 相、粒界 β 相の平均弾性率は、それぞれ 144.2 GPa, 114.7 GPa であり、硬さ値は、それぞれ 7.48 GPa, 5.06 GPa であった。 β 相では、 α 相と比較して、弾性率では 20%ほど、硬さ値では 32%ほど低い値を示した。一方で、バイモーダル構造では、等軸 α 相、ラメラ相の平均弾性率はそれぞれ 135.8 GPa, 132.8 GPa, 硬さ値はそれぞれ 5.51 GPa, 5.53 GPa であり、ラメラ相の弾性率および硬さ値は、等軸 α 相の弾性率および硬さ値と同様の値を示した。ラメラ相の弾性率と硬さ値は、圧痕のサイズがラメラ相に含まれているラス結晶粒の幅を超えているため、ラス α 相とラス β 相を同時に押し込んでいることが想定され、得られた結果も両方を含んだ値を示していると考えられる。 Fig. 2.12 (a)および(b)は、ナノインデンテーション試験によって測定された等軸 α 相の機械的特性と c 軸の傾斜角との関係を示している。等軸 α 相の弾性率と硬さ値は、 c 軸の傾斜角の増加に伴って減少した。直線近似から c 軸が 0° および 90° の差を考慮したところ、等軸状構造において、弾性率では 16%, 硬さ値では 13% ほどの差があった。そのため、 c 軸の傾斜角による α 相の弾性率と硬さ値の差は、 α 相と β 相の間の差よりも小さかった、一方で、バイモーダル構造については、等軸 α 相とラメラ相においては弾性率、硬さ値ともにほとんど変わらず、等軸 α 相の c 軸傾斜角によって生じる差の方が大きいことが確認された。

Al 濃度および V 濃度の影響を調査するために、等軸状構造およびバイモーダル構造の Al および V の分布を、EBSD 分析と同時に測定された EDS 分析によって取得した (Fig. 2.13)。等軸状構造とバイモーダル構造を比較すると、等軸 α 相においては、Al 濃度は同じであるが、V 濃度はバイモーダル構造の方が等軸状構造よりも高いように観察される。さらに、位相マップと Al 濃度マップを比較すると、等軸状構造では α 相と β 相の間に Al 濃度に明らかな違いがあるが、バイモーダル構造では等軸 α 相とラメラ相の間に明確な違いは見られなかった。 Table 2.3 は、等軸状構造およびバイモーダル構造における等軸 α 相の Al 濃度および V 濃度を示している。等軸 α 相の Al 濃度は等軸状構造で 6.96%, バイモーダル構造で 6.81%であったため、その差は小さかった。一方で、等軸 α 相の V 濃度は、等軸状構造で 3.55%, バイモーダル構造で 4.45%であり、Al 濃度と比較するとその差は大きかった。

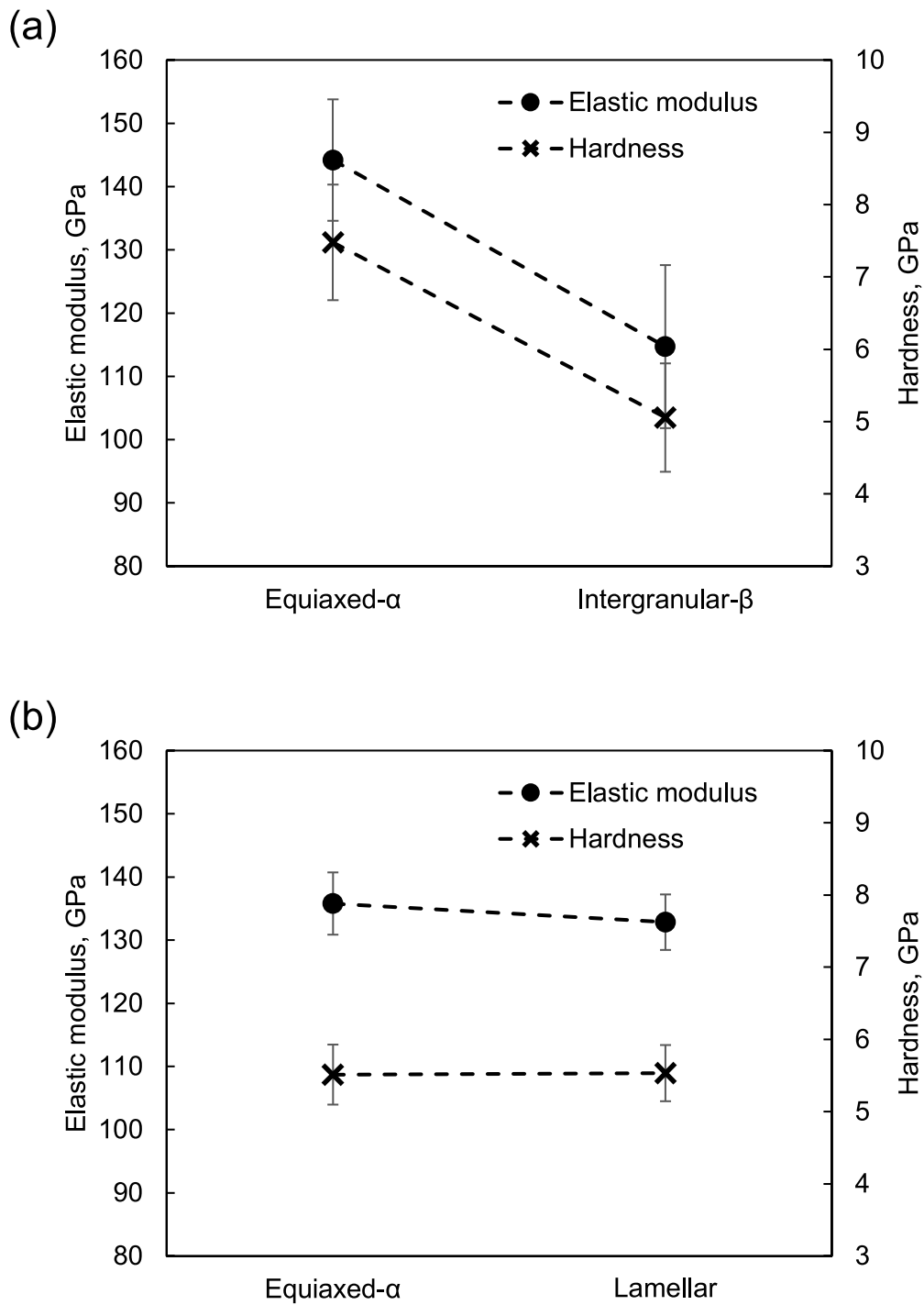


Fig. 2.11 Mean elastic moduli and hardness values obtained by nanoindentation testing[67]; here, error bars show the standard deviation of the mean: (a) equiaxed microstructure and (b) bimodal microstructure.

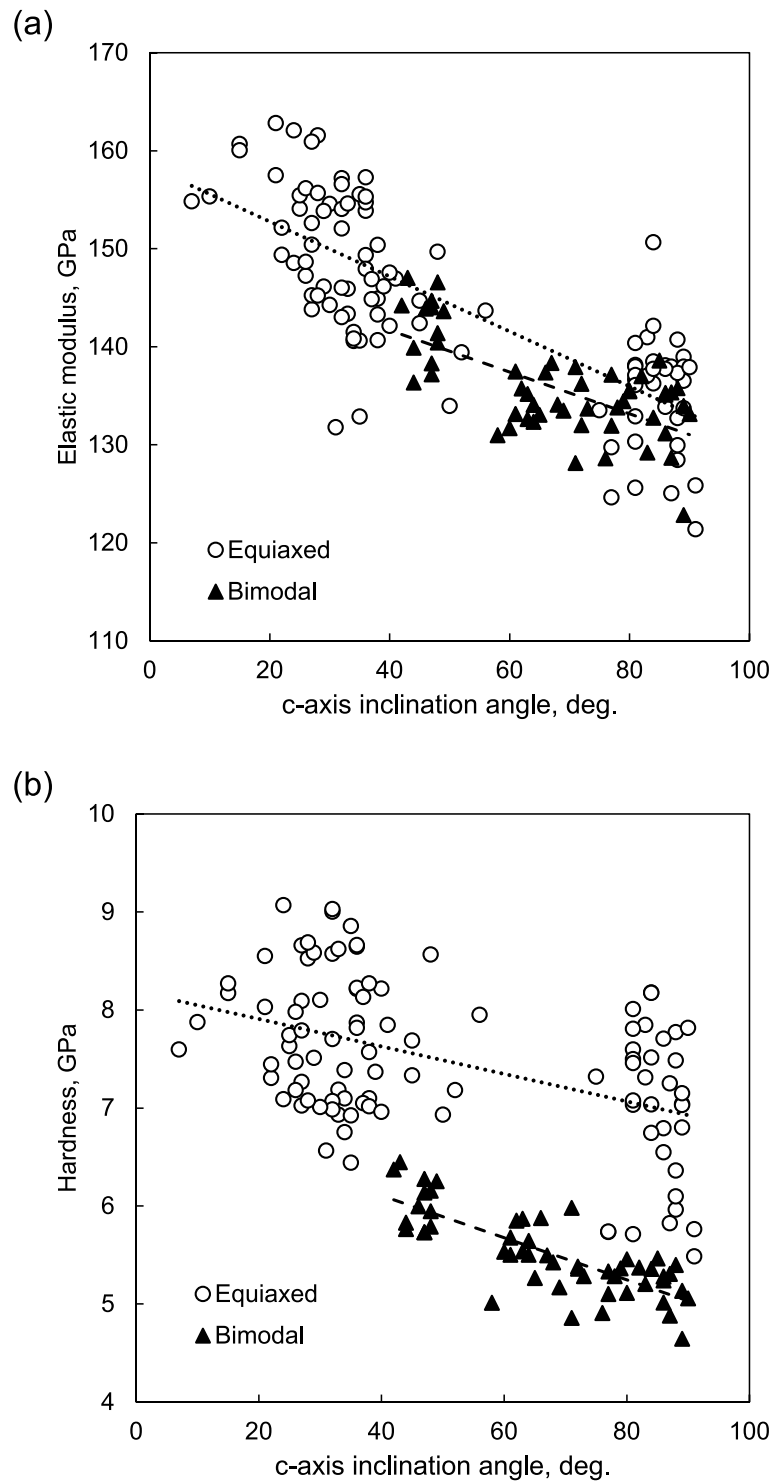


Fig. 2.12 Relationship between the mechanical properties of the equiaxed α phase and the c-axis inclination angle[67]: (a) elastic moduli and (b) hardness values.

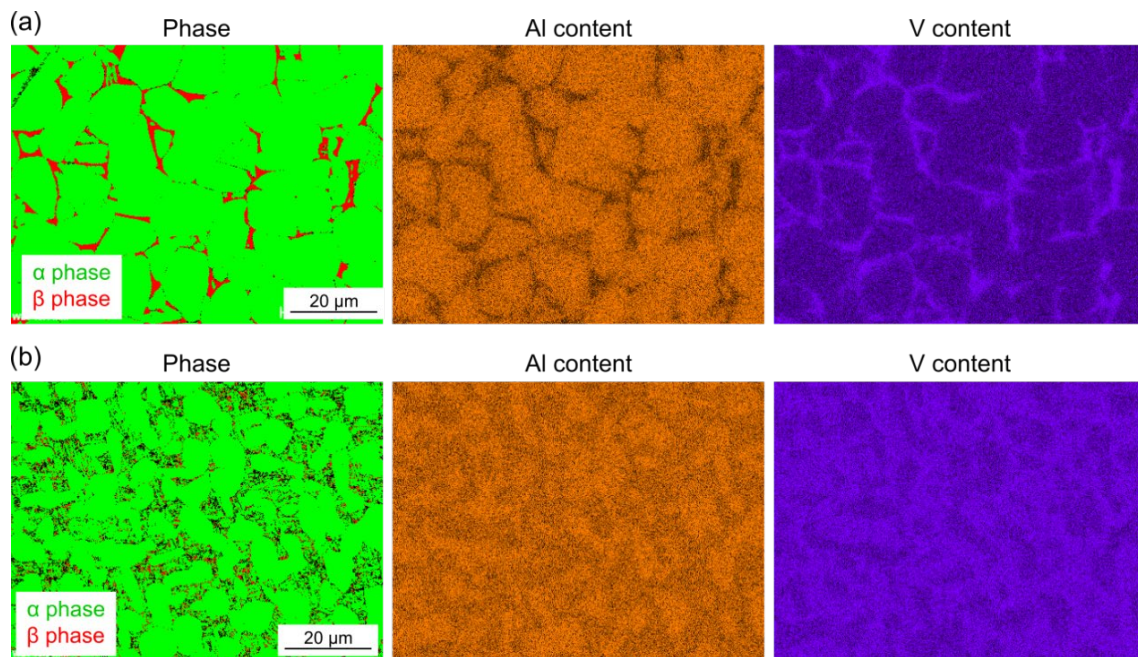


Fig. 2.13 Phase maps and SEM-EDS maps of Al and V contents [67]: (a) equiaxed microstructure and (b) bimodal microstructure.

Table 2.3 Al and V concentration of equiaxed α phase in each microstructure [67]. Values reported as mean \pm standard deviation of the mean.

Microstructure	Equiaxed	Bimodal
Al (wt%) in equiaxed α grain	6.96 ± 0.74	6.81 ± 0.51
V (wt%) in equiaxed α grain	3.55 ± 0.70	4.45 ± 0.57

2.4 考察

2.4.1 マイクロスケールにおける等軸状組織の変形挙動

等軸状組織において、本実験の微小曲げ試験では β 相領域が最初に変形した。また、ナノインデンテーション試験では、 β 相の弾性率と硬さ値は、 α 相の弾性率と硬さ値よりも低い値を示した。結晶粒径は圧痕サイズよりも大きかったことを考慮すると、得られた値は微細構造の影響を受けずに各相の機械的性質を反映していると考えられる。硬さ値は降伏応力に関する値として知られている[76]。 β 相は、 α 相の稠密六方晶構造よ

りもすべり面の多い体心立方晶構造を持っているため、 α 相よりも変形しやすいと考えられる。また、チタン合金において α 相と β 相の配向関係は $(101)_\beta \parallel (0001)_\alpha$ 、共有される最密方向は $\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle_\beta \parallel \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle_\alpha$ であり、 β 相で α - β 界面のすべりまたは (110) すべりが発生するといわれている[77]。本研究において、すべり線は試験片表面では観察できなかったが、 β 相内部が塑性変形したということは β 相内部ですべりが生じたものと考えられる。

さらに、不均一な応力分布の影響が、数個の結晶粒を含む試験片で観察された。先行研究では、粒界付近の応力は、結晶方位・弾性率の異なる結晶粒が隣接することによって引き起こされる変形拘束に依存することが示されている[53, 78]。さらに、局所的な応力は、粒界および相界面での転位の堆積によっても生成される[79]。今回の実験でも、Fig. 2.9の結果から、粒界付近で転位が堆積していると考えられ、結果として粒界付近の応力も増加したと想定される。 β 相の機械的特性が低いということ、また、粒界周辺に応力が集中したことが起因となり、粒界 β 相が最初に変形したことが想定される。また、 β 相の変形とつながっていた α 結晶粒内のすべりは、そのシュミット因子が低かったことを考慮すると、粒界 β 相の変形が α 粒のすべりに影響を与えた可能性が考えられる。

β 相の変形後、等軸 α 結晶粒において、シュミット因子が高いすべり系が活性化され、すべりを生じた。さらに、シュミット因子や試験片での位置などが類似した結晶粒であっても、すべりを生じるものとすべりを生じないものが存在した。その理由として、曲げ試験片には弾性率の異なる結晶粒が含まれているため、曲げ試験中に不均一な応力分布が発生したことが原因であると考えられる。また別の理由として、粒界によって結晶粒が拘束されている部分とされていない部分が存在することも原因として考えられる。Janssenらは、一つの結晶粒内部において、粒界が結晶粒の中央領域の変形と回転を妨げることを示しており[80]、粒界によって本来生じると想定されるすべりが生じない可能性がある。以上の点を考慮すると、単に α 結晶粒のすべり系だけでなく、各結晶粒の弾性率、結晶粒径、粒界等を考慮することが重要である。多結晶材料の塑性挙動は、単結晶の塑性挙動よりも複雑であることが予想される。

2.4.2 マイクロスケールにおけるバイモーダル組織の変形挙動

バイモーダル構造では、ラメラ相において針状方向に沿った変形が見られたことから、ラス β 相の変形が発生した、もしくは α 結晶粒内部でスリップが発生したと考えられる。また、ナノインデンテーションの実験結果から、ラメラ相の弾性率と硬さ値は、等

軸 α 相とほぼ同様の値を示した。Chong らは、一次 α 相と旧 β 相（ラメラ相に変形した領域）の間の硬さ値の違いを調査し、ラメラ相の硬さが、アニーリング温度が上がることで増加することを示した[81]。また、970 °Cのアニーリング温度では、ラメラ相の硬さ値は一次 α 相の硬さ値とほぼ同じだった一方、830 °Cでは硬さ値が 20%ほど低くなっており、アニーリング温度が Al 濃度と関連していることから、ラメラ相の硬さ値の上昇は Al 濃度の上昇が理由であることが示されていた[81]。本結果においても、950 °Cで熱処理を行っており、Al 濃度もラメラ相のラス α 相と等軸 α 相でそれほど変わらなかった (Fig. 2.13(b))。Fig. 2.11(b)で示されているように、等軸 α 相とラメラ相で硬さ値がほぼ同様であり、塑性変形に対する抵抗はラメラ相と等軸 α 相であまり変わらない。

ラメラ相内の引張応力方向に垂直な針状方向に沿った相界面、および針状方向が変化した界面に沿って、ラメラ相での変形と破壊が観察された (Fig. 2.14(a))。また、引張応力方向にほぼ平行に生じた破壊も部分的に観察されたが (Fig. 2.14(b))、き裂は粒内すべりか相界面のき裂なのかは区別できなかった。先行研究では、シミュレーション結果から、多結晶体の局所応力が引張応力方向に垂直な相界面で大きくなることを示していた[53]。また、隣接する結晶粒による変形拘束のために、相界面での応力は三重点の近くで大きくなる傾向が示されている[53]。転位の堆積が粒界周辺に局所的な応力を誘発することを考えると、三重点の応力は通常の粒界の応力よりも高いことが想定される。本実験では、引張応力方向に垂直な相界面や界面の三重点など、局所応力の高い領域付近で変形が観察された。いくつかの先行研究により、バイモーダル構造を持つ Ti-6Al-4V 合金の粒界すべりが確認されている[82-84]。転位は相界面に吸収され、界面に沿ってすべりを発生させる可能性がある。この現象は、本実験で観察された粒界すべりに対応している可能性がある。

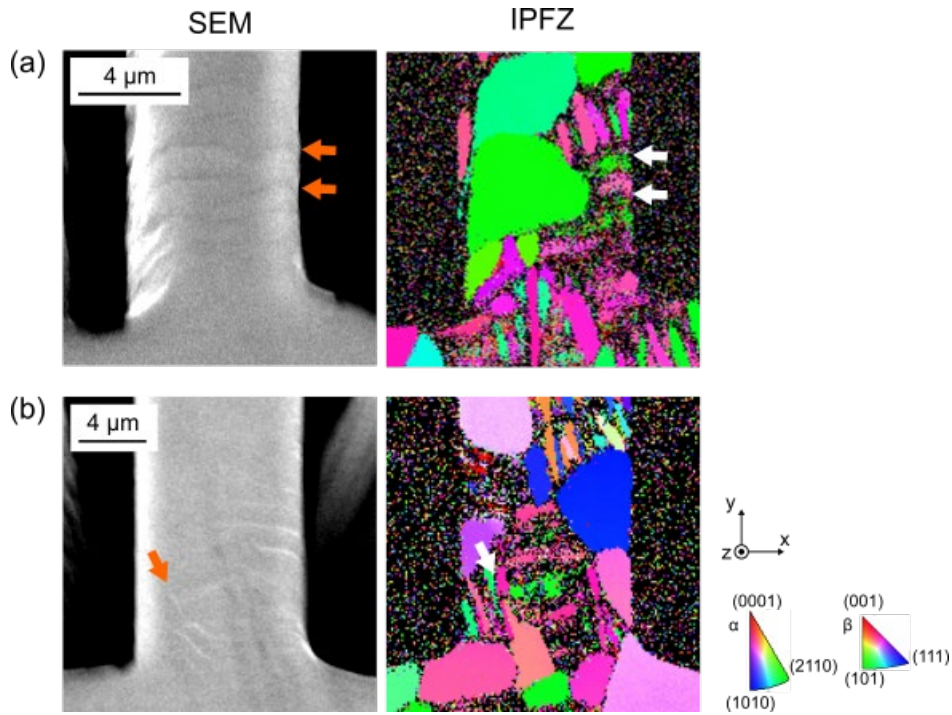


Fig. 2.14 Representative deformation in lamellar phase [67]: (a) deformation along the acicular direction perpendicular to the load axis (BM-beam 3). (b) deformation along the acicular direction parallel to the load axis (BM-beam 1).

Ding らは、ラメラ単一相からなる微小曲げ試験片を作成し、すべり系を評価した[85]. 先行研究の結果では、ラメラ相の結晶配向が均一であり、 α 相の結晶構造に関連して、相界面全体で一貫したすべりが観察されていた[85]. 対照的に、本実験において、変形はラメラ相で針状方向に沿って観察された. 等軸状構造の結果から、 β 相は α 相よりも塑性変形しやすいこと想定されるため、ラメラ相内のラス β 相が最初に針状方向に沿って変形した可能性がある. ラス β 相が先に変形した原因として、ラス β 相は結晶方位の異なるラス α 相に挟まれており、ラス β 相に応力が集中し変形が生じた可能性が考えられる.

バイモーダル構造では、比較的大きな粒径を持つ結晶粒の内部ですべりが観察された (例えば、Fig. 2.9(b)の BM-beam 2 など). Janssen らは、一つの結晶粒は、粒界付近の硬い領域と中央部分の柔らかい領域に分かれており、その体積分率は、結晶粒サイズと試験片の厚さに依存すると仮定していた[80]. 本研究の観察結果から考えると、大きな結晶粒の中央領域は粒界による変形拘束の影響を受けにくく、これらの領域は単結晶と同様にスリップシステムに従って変形しやすいと考えられる. 特に、バイモーダル構造

の大きな等軸 α 結晶粒のすべりは、他の領域（例えば、ラメラ相など）が粒界と相界面によって強く制約されるため、等軸状構造のすべりよりも顕著になる可能性がある。また、等軸状構造と同様に、同様の条件を示す結晶粒であっても、すべりが発生したものと発生しなかったものが存在した。これは、多結晶材料の不均一な応力分布と、粒界による変形拘束の欠如が原因であると考えられる。

2.4.3 各相の力学特性の効果

ナノインデンテーション試験で測定された等軸 α 相の機械的特性は、バイモーダル構造と等軸状構造で異なる値を示した。バイモーダル構造の等軸 α 相の硬さ値は 5.5 GPa であったのに対し、等軸状構造の硬さ値は 7.5 GPa だった (Fig. 2.11(a)および(b))。しかしながら、等軸状構造およびバイモーダル構造における等軸 α 相の弾性率は、どちらも約 140 GPa であった。硬さ値の差が大きかった (26%) のに対し、弾性率の差は小さかった (5.8%)。先行研究では、バイモーダル構造における等軸 α 相の硬さ値と弾性率は、それぞれ 3.5~5.0 GPa と 130~140 GPa であり[86]、本研究におけるバイモーダル構造の結果とほぼ一致している。等軸状構造とバイモーダル構造で硬さ値が異なる理由として考えられる要因の一つとして、 c 軸の傾斜角が影響していることが想定される。実際に、等軸 α の平均 c 軸傾斜角は等軸状構造で 50.7°、バイモーダル構造で 67.7°であり、バイモーダル構造の方が少し大きい。しかしながら、Fig. 2.12(b)で示した硬さ値と c 軸傾斜角の関係を考慮すると、等軸状構造とバイモーダル構造で線形近似の切片がそもそも異なっており、結果として、 c 軸傾斜角以外の要素が硬さ値に影響していると考えられる。硬さ値の違いにおいて考えられる別の理由として、結晶粒サイズの影響があげられる。Fig. 2.10(c)に示すように、等軸状構造の等軸 α 相の平均粒径は、バイモーダル構造よりも大きかった。しかしながら、ナノインデンテーションの押し込み深さが約 250 nm であり粒径に対して十分に小さいため、結晶粒サイズの影響も小さいと考えられる。硬さ値の違いにおいてさらに考えられる別の理由は、固溶元素濃度の違いである。Zeng らは、熱処理工程によって引き起こされる Al 濃度の増加と V 濃度の減少が、 α 相の硬さ値の向上に影響することを示した[86]。本実験では、Table 2.3 の Al 濃度および V 濃度の結果から、V 濃度の減少が、Al 濃度の増加よりも等軸 α 相の硬さ値の向上に寄与することが示された。熱処理工程の違いによって生じる固溶濃度の違いが、結果として等軸 α 相の硬さ値の違いに現れていると考えられる。各結晶粒の機械的性質の違いを考慮すると、バイモーダル構造の等軸 α 相でのすべり開始は、等軸状構造よりも容易に発生すると想定される。その一方で、微細構造の影響や各結晶粒の結晶構造についても考慮

する必要がある。

2.4.4 微細構造の効果

一般に、 α - β チタン合金における β 相は、主要な α 相の変形に対して補助的な役割を果たすものと想定されて研究が進められてきた。Junらは、マイクロピラー圧縮試験を使用してラス β 相の傾斜が降伏点と局所硬化速度に影響を与えることを示した[87]。圧縮方向に対して垂直になっている β 相を含むピラーは加工硬化と高降伏応力を示したが、圧縮方向に対して傾いている β 相を含むピラーの場合は均一な変形を示した[87]。別の先行研究では、一次 α 相と垂直 β 相の両方を含む微小曲げ試験を実施しており、 α 相で開始されたき裂が β 相領域には伝播しないことが示されていた[49]。さらに、Mineらは、フルメラ構造に対して微小引張試験を行い、柱面すべりおよび底面すべりのCRSSが、 β 相の幅が大きくなるにつれて増加することを示していた[44]。このように、先行研究では、主に、 β 相の存在により α 相がどのような変形を示すかについて着目されていた。一方で、本実験では、 β 相の変形がしばしば観察された。 β 相の弾性率と硬さ値は α 相よりも低いため、 α 相のすべり系だけでなく、粒界 β 相の変形も考慮することが重要であると考えられる。加えて、本研究では、 β 相が結晶方位の異なる α 相に挟まれており、局所的な応力が加わることによって β 相が変形したと想定される。また、近年、チタン多結晶の応力再分布によってDwell fatigue強度の低下を引き起こす可能性について指摘されている[50, 52, 60]。応力の再分布は、 α 相の異方性が高いことが原因であると考えられている[60]。本研究における等軸状構造では、 α 相と β 相の間の弾性率と硬さ値の違いは、等軸 α 相の c 軸の傾斜角による硬さ値の違いよりも、その差が大きかった。これらの結果は、 β 相の存在が応力再分布に影響する可能性を示している。一方で、バイモーダル構造では、ラメラ相の弾性率と硬さ値は、等軸 α 相のものと類似していた。ラメラ構造は、粒界 β 相に関して応力の再分布の程度を緩和する可能性がある。ただし、ラメラ相内の小さな β 相の影響については無視できない。チタン合金の微細構造と応力再分布効果の関係については、さらなる調査が必要である。

先行研究において、単相の試験片を評価した場合は、粒界の制約が少ないため、粒内で活性化しやすいすべりが発生することが示されている[43, 44, 49, 85, 88]。ただし、マクロスケールにおける材料強度試験では、結晶粒同士が互いに拘束される。バイモーダル構造におけるバルク試験片の疲労試験では、一次 α 結晶粒とラメラ相の両方でき裂の発生が観察された[48]。さらに、き裂の伝播は主に結晶学的および粒内であり、き裂経路の約80%および20%がそれぞれ粒内および粒間であることが示された[48]。マクロス

ケールにおける試験では、結晶粒は結晶粒界によってほぼ完全に拘束され、すべての結晶粒が変形を引き起こすと想定される。したがって、変形は、粒界の効果ではなく、各結晶粒のすべり系に依存すると考えられる。一方で、本実験では、単相またはマクロスケールの材料強度試験とは対照的に、粒界と相界面は塑性変形に大きく影響する。数個の結晶粒を含む試験片を利用することで、単相およびマクロスケールの試験よりも、粒界・相界面の効果を検証することが可能である。

2.4.5 微細構造と塑性変形挙動との関係性

本研究におけるナノインデンテーション測定結果および微小曲げ試験結果から、 β 相は α 相よりも変形が生じやすいことが示された。また、 β 相で生じた変形が隣接する等軸 α 相の変形にも影響している様子が観察された。微小き裂の生成や進展に関して、これまで、 α 結晶粒のすべりの生じやすさに着目して評価が行われてきたが[48]、 β 相で生じた変形が微小き裂の起点となり α 結晶粒へ進展する可能性についても考えられる。さらに、熱処理工程の違いによって、 α 相内の固溶元素濃度に変化が生じ、結果として硬さ値に違いが生じることが示された。硬さ値は、 α 結晶粒の c 軸角度に依存して変化するため、すべりの生じやすさと関係した指標として考えられる。 α 相内の V 濃度が増加することで硬さ値が低下したという結果から、 V 濃度の高い α 相ではすべりが生じやすくなることが明らかになった。すべりの生じやすさは微小き裂の発生と関連するため、微小き裂の発生・進展を抑制するには、 α 結晶粒内部の固溶元素濃度も制御する必要がある。

また、本研究の微小曲げ試験の結果から、 α 結晶粒内で生じるすべりは、粒界による変形拘束によって生じる不均一な応力分布の影響を受けることが示された。さらに、ラメラ相においても応力方向に垂直な粒界や粒界三重点など応力が集中しやすい領域の付近でき裂が生じている様子が確認され、ラメラ相内のき裂も、不均一な応力分布の影響を受けることが示された。マクロスケールにおけるTi-6Al-4Vの疲労試験では、応力分布が特に不均一である表面付近から微小き裂が発生することも多いため[89]、試料表面付近において、結晶粒径を均一にすることや粒径を微細にすることにより応力集中を低減させることで、結果的にき裂発生抑制につながることを期待される。

2.5 まとめ

Ti-6Al-4V 合金の塑性挙動に及ぼす微細構造の影響を評価するために、Ti-6Al-4V 合金の等軸状構造およびバイモーダル構造において、微小曲げ試験およびナノインデンテーション試験を行った。これらの実験により、次の結論が導き出された。

1. 等軸状構造における微小曲げ試験片では β 相が先に変形した。また、ナノインデンテーション試験から、 β 相の弾性率と硬さ値が α 相よりも低いことが示されており、 α 相よりも変形しやすいと考えられる。また、 α 結晶粒内のすべりは、粒界による変形拘束によって生じる不均一な応力分布の影響を受けた。
2. バイモーダル構造における微小曲げ試験では、針状方向に沿ったラメラ相の領域での変形や、 α 結晶粒の内部でのすべりが観察された。ラメラ相内部の変形は、等軸状構造で β 相変形が起こりやすいことを考えると、 β 相の変形が関係していたと考えられる。また、等軸状構造と同様に、 α 結晶粒内のすべりは、粒界による変形拘束によって生じる不均一な応力分布の影響を受けた。
3. ナノインデンテーション結果および EDS による元素マッピングの結果から、等軸 α 結晶粒の強度に関連して、 α 相の固溶強化元素である Al だけでなく、 β 相の安定化元素である V も α 相の強度に影響することが示された。
4. 塑性挙動は、粒界周辺でしばしば観察された。したがって、 α 結晶粒の結晶方位やすべり系だけでなく、 β 相の変形や、粒界による変形拘束によって生じる不均一な応力分布についても考慮する必要がある。

第3章 耐熱チタン合金における高温環境下での変形機構に関する研究

3.1 はじめに

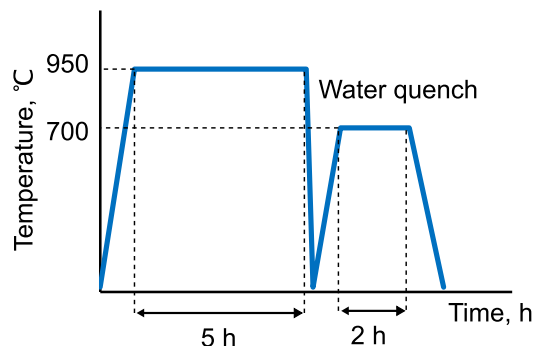
本章では、航空機エンジンに用いられる Ti-6Al-4V, Ti-6242S, および IMI 834 チタン合金において、高温下での各結晶粒の機械的特性および結晶粒界の影響について評価することで、耐熱チタン合金が高温環境下で強化された要因について特定することを目的とした。Ti-6Al-4V は α - β 合金であり、耐用温度は 300 °C である。一方で、Ti-6242S および IMI 834 は α 合金であり、耐用温度はそれぞれ 520 °C および 590 °C である。そのため、Ti-6Al-4V 合金は、約 315 °C までの低圧コンプレッサーに使用されるが、Ti-6242S および IMI 834 合金は、315 °C を超える高圧コンプレッサーに使用される[46]。耐用温度の異なる 3 つのチタン合金に対して、高温環境下における微細構造と変形挙動の関係を調査するために、25 °C および 350 °C でこれらのチタン合金のナノインデンテーション試験と微小曲げ試験を行った。得られた実験結果から、強度の温度依存性に影響する因子に関連して得られた知見について述べる。

3.2 実験方法

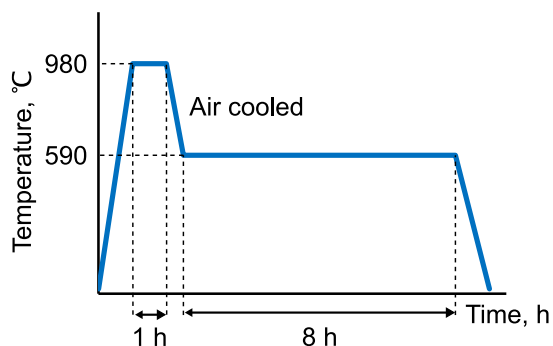
3.2.1 試料

試料は、Ti-6Al-4V 合金、Ti-6242S 合金および IMI 834 合金を用いた。それぞれの合金において溶体化・時効処理を行うため、今回用いた熱処理工程について Fig. 3.1 に示す[1, 7]。試料の熱処理は、卓上マッフル炉（デンケン, KDF-P70）により行った。Ti-6Al-4V 合金は、バイモーダル組織を作成することを目的として、950 °C で 5 時間熱処理し、水冷処理を行った後 700 °C で 2 時間保持し、その後室温まで炉冷した。Ti-6242S 合金は、980 °C で 1 時間熱処理し、空冷処理を行った後 590 °C で 8 時間保持し、その後室温まで炉冷した。IMI 834 合金は、1015 °C で 1 時間熱処理し、空冷処理を行った後 700 °C で 2 時間保持し、その後室温まで炉冷した。熱処理を終えた試料は片面にエメリー紙およびダイヤモンド研磨剤により鏡面研磨を施した。EBSD 測定のため、研磨後の表面はイオンミリング装置（GATAN, PECSII）により Ar イオンミリングを加速電圧 8 kV、照射角度 5° として 30 分施した。

Ti-6Al-4V (Bimodal)



Ti-6242S



IMI 834

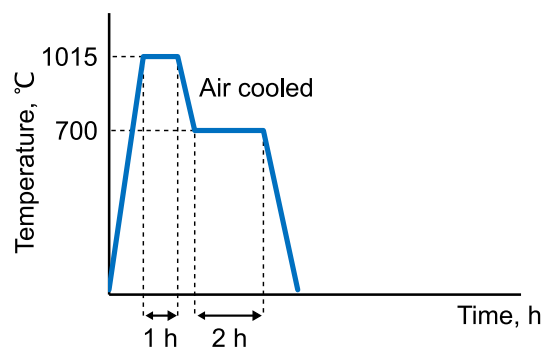


Fig. 3.1 Heat treatment process of Ti-6Al-4V, Ti-6242S and IMI 834 alloys.

3.2.2 ナノインデンテーション測定

各相の弾性率と硬さ値を検証するために、試料温度を変化させて測定できるナノインデンテーション装置 (Bruker, TI950 TriboIndenter) を使用して、三角錐形状である Berkovich 圧子を用いて、25 °C および 350 °C の温度条件下で試験を行った。高温試験時の試料の酸化を防ぐため、Ar ガスを流入し試験を行った。

ナノインデンテーション圧子は測定試料よりも高強度である必要があるため、通常、ダイヤモンドで作製された圧子を用いる。しかしながら、チタンは高温下で炭素と反応することが知られており、高温環境下でのチタン合金の押し込み試験によりダイヤモンド圧子の形状が変化する可能性がある[90]。ダイヤモンド圧子の形状が変化した場合、推定される接触面積も変化してしまうため、結果として得られる弾性率や硬さ値に誤差が生じる可能性がある。ダイヤモンド圧子の形状が変化していないことを確認するため、チタン合金の高温下でのナノインデンテーション試験が行われる前後に、参照試料とし

てよく用いられる熔融石英に対して 25 °C でナノインデンテーション試験を行い、測定結果に変化がないかどうか確認した。

チタン合金 Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 それぞれに対して、最大荷重 5000 μN , 荷重負荷時間 5 秒, 荷重保持時間 2 秒, 荷重除荷時間 5 秒でナノインデンテーション試験を行った。各 α 結晶粒の機械的特性を評価するために、 α 相の結晶粒径を考慮して、押し込み深さが粒径に対して十分に小さくなるように、押し込み試験条件を設定した (~ 500 nm)。それぞれの合金で、25 °C および 350 °C それぞれの温度条件下において、8 点測定した。ナノインデンテーション試験後、圧痕の位置周辺の領域を EBSD 解析することで、圧痕位置の結晶構造を評価した。

3.2.3 微小曲げ試験

Fig. 3.2 に FIB 装置 (JEOL, JIB-4000) によって作成した微小曲げ試験片を示す。断面が正三角形状であり、幅が 10 μm , 長さが 40 μm の曲げ試験片を作成した。Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 それぞれにおいて、12 本の曲げ試験片を作成し、25 °C および 350 °C においてそれぞれ 6 本ずつ曲げ試験を行った。曲げ試験は、ナノインデンテーション試験と同じ装置を用いて行った。微小試験片の基部から 30 μm の位置で押し込み試験を行うことで曲げ試験を実施した。荷重負荷時間は 5 秒, 荷重保持時間は 2 秒で曲げ試験を行った。曲げ試験の前後で、EBSD 検出器を付属した FE-SEM (Zeiss, ULTRA PLUS) により観察を行った。実際に曲げ試験を行った場合、試験片の基部付近において応力が最大となる。試験片の基部付近の上部には y 軸の正方向に引張応力が発生し、その応力によって生じる変形を観察するため、試験片の基部付近を中心に観察を行った。

微小曲げ試験結果から 0.2% 耐力および弾性率を評価するため、応力ひずみ曲線を算出した。応力 σ とひずみ ε は、曲げ試験により得られた荷重変位曲線および断面が正三角形形状の片持ち梁であることを想定した構造計算から、以下の式を用いて算出された。

$$\sigma = \frac{16Pl}{b^3} \quad (3.1)$$

$$\varepsilon = \frac{\sqrt{3}bh}{2l^2} \quad (3.2)$$

なお、 b は曲げ試験片の幅、 l は試験片の基部から押し込み位置までの距離、 P は荷重、 h は変位である。また、弾性率は、弾性変形領域である、ひずみが 0.001 \sim 0.015 の領域において、応力ひずみ曲線を線形フィッティングすることによって計算した。さらに、0.2% 耐力は、応力ひずみ曲線と弾性領域でフィッティングした直線をひずみ 0.002 だけシフ

トした直線との交点から計算した。

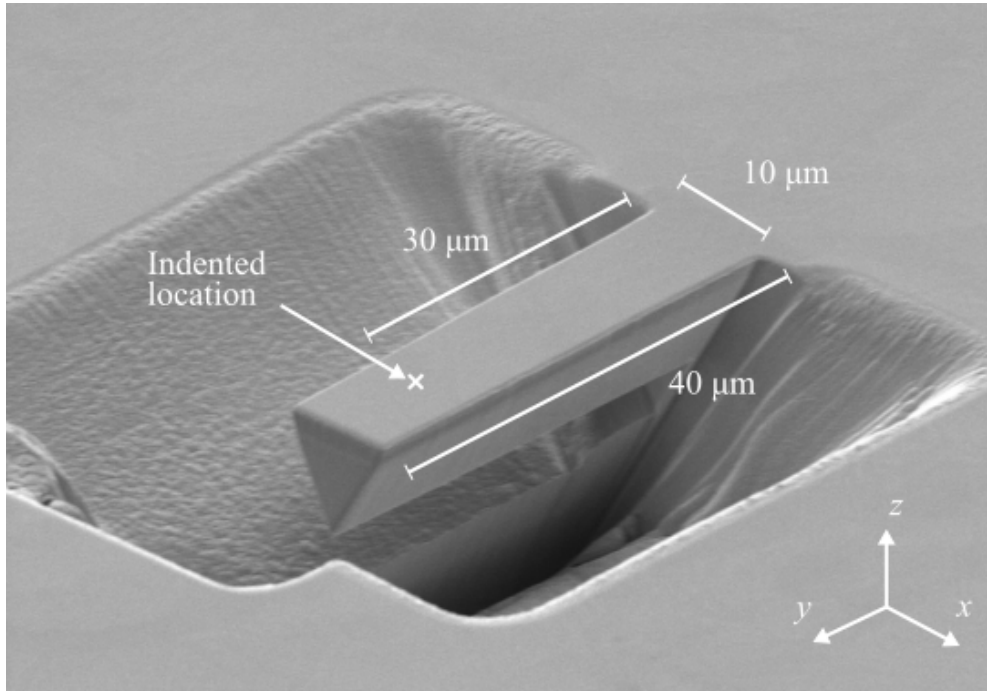


Fig. 3.2 The micro-cantilever fabricated by FIB [68].

3.2.4 結晶構造解析

それぞれのチタン合金の結晶構造を解析するため、FE-SEM に付属されている EBSD 検出器 (Bruker, e-Flash) を用いて EBSD 測定を行った。EBSD 検出器は専用の ESPRIT ソフトウェアを用いて制御され、加速電圧 20 kV で観察を行った。EBSD 解析では、観測された EBSD パターンの質を表す画質マップ、チタンの α 相と β 相を区別する相マップ、結晶方位を表す x, y, z 方向の IPF マップを取得した。

3.3 実験結果

3.3.1 作製した試料に対する結晶構造解析

熱処理を行った試料の微細構造を確認するため、各チタン合金に対して、結晶構造解析を行った。Fig. 3.3(a), (b)および(c)は、それぞれ Ti-6Al-4V, Ti-6242S および IMI 834 に対して EBSD 測定を行い取得した、画質マップ、相マップおよび z 方向に対する IPF

マップを表している。Ti-6Al-4Vが α - β 合金であるのに対し、Ti-6242SおよびIMI 834はニア α 合金であるため、観察された相のほとんどが α 相であることが確認された。また、それぞれの合金において、比較的丸く粒径の大きい等軸 α 結晶粒と、細長い形状を持つ結晶粒が存在している。Ti-6Al-4Vにおいては、等軸 α 領域とラメラ領域は明確に分かれていたが、Ti-6242SおよびIMI 834においては、等軸領域とラメラ領域は混合していた。等軸状、ラス状問わず全体の α 相の平均結晶粒径を評価したところ、Ti-6Al-4V、Ti-6242S、およびIMI 834で、それぞれ5.85、8.88、および15.0 μm だった。

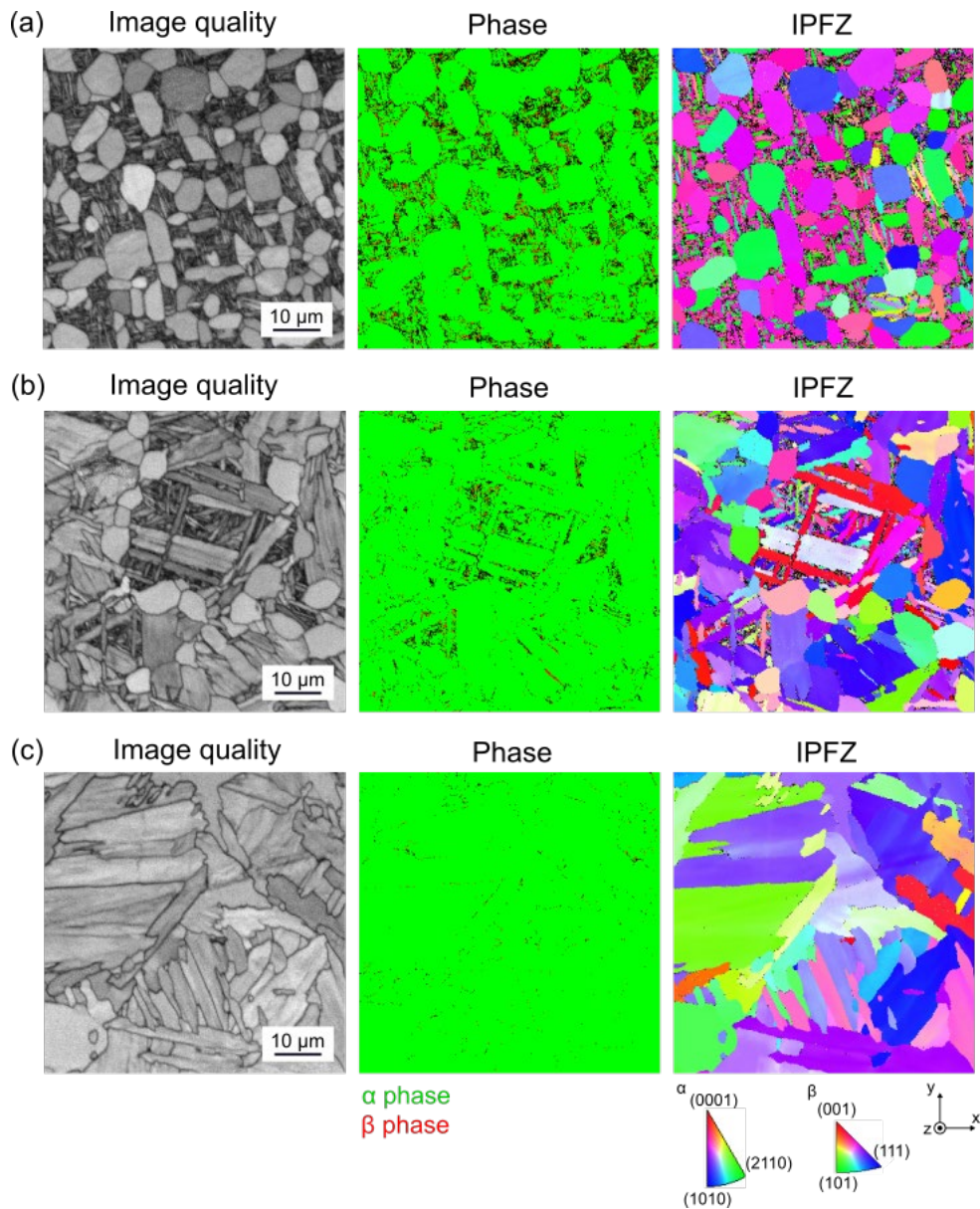


Fig. 3.3 Examples of image quality maps, phase maps and IPF maps in the z direction by EBSD analysis: (a) Ti-6Al-4V, (b) Ti-6242S, and (c) IMI 834 alloys.

3.3.2 高温ナノインデンテーション試験前後における熔融石英の測定

ダイヤモンド圧子の形状が変化していないことを確認するため、高温下におけるチタン合金のナノインデンテーション試験が行われる前後に、熔融石英に対して 25 °C でナノインデンテーション試験を行った。チタン合金の測定を行った際の最大変位 (250 nm 程度) と同様の変位を得るため、最大荷重を 8 mN に設定して熔融石英のナノインデンテーション試験を行った。Fig. 3.4 はチタン合金に対する試験の前後に測定された熔融石英の荷重変位曲線を示している。熔融石英の荷重変位曲線は、チタン合金の試験前後でほとんど変わらないことが確認された。チタン合金の試験前および試験後において、熔融石英の最大押し込み深さはそれぞれ 259.7 nm および 261.1 nm、弾性率はそれぞれ 71.3 GPa および 69.9 GPa、硬さ値はそれぞれ 9.32 GPa および 9.33 GPa であった。熔融石英の測定結果は、チタン合金の試験前後でほとんど変わらないことから、350 °C におけるチタン合金の測定によるダイヤモンド圧子の形状変化は、本実験において考慮する必要がないと考えられる。

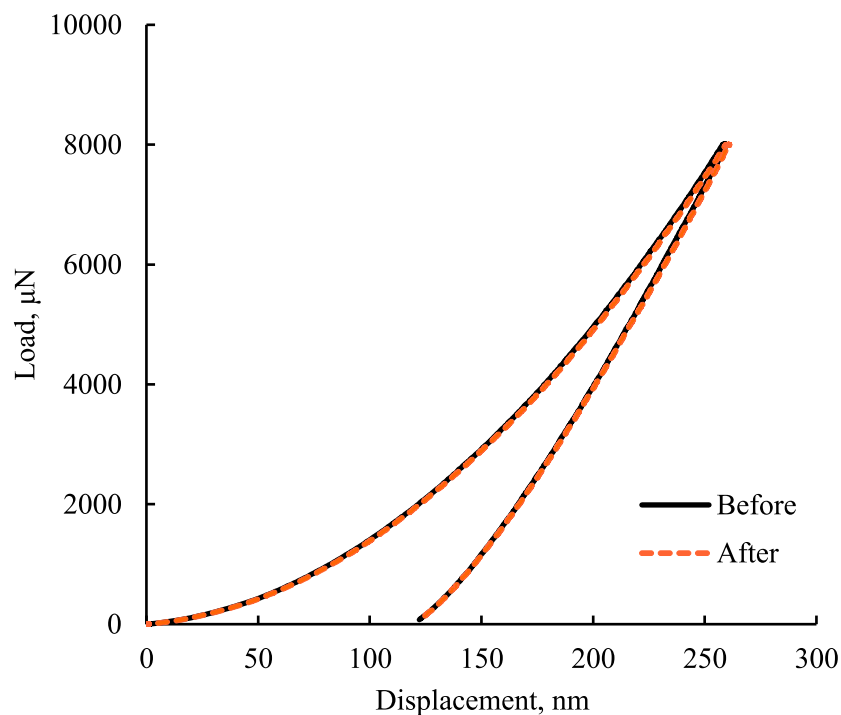


Fig. 3.4 Load-displacement curves of fused silica before and after tests of titanium alloys [69].

3.3.3 ナノインデンテーション測定による力学特性評価

チタン合金に対して、25 °Cおよび 350 °Cにおいてナノインデンテーション試験を行った。Fig. 3.5 は、圧痕位置での Ti-6Al-4V, Ti-6242S, および IMI834 合金の EBSD 分析結果の例を示している。右図は z 方向に対する IPF マップ、左図は画質マップを示す。圧痕位置は、黒い三角形で表されている位置である。圧痕の位置をもとにそれぞれの結晶粒の結果に振り分けた。圧痕が粒界をまたぐように位置しており、どちらの結晶粒の機械特性を表しているか判断出来ない場合は、結果から除外した。

Fig. 3.6 は、ナノインデンテーション試験によって得られた各温度および合金での 8 箇所の平均弾性率および硬さ値を示している。Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 の平均弾性率は、25 °Cにおいてそれぞれ 127.6 GPa, 132.0 GPa, 124.9 GPa であるのに対し、350 °Cにおいてはそれぞれ 107.4 GPa, 113.6 GPa, 105.8 GPa であった。3つの合金すべてにおいて 350 °Cでの弾性率は 25 °Cでの弾性率よりも低い値を示しており、25 °Cおよび 350 °Cにおける弾性率の差は、3つの合金でほとんど変わらなかった。また、Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 の硬さ値の平均は、25 °Cにおいてそれぞれ 4.46 GPa, 4.50 GPa, 4.53 GPa であるのに対し、350 °Cにおいてはそれぞれ 3.19 GPa, 3.68 GPa, 3.84 GPa であった。3つの合金すべてにおいて 350 °Cでの硬さ値は 25 °Cでの硬さ値よりも低い値を示しているが、25 °Cにおける硬さ値は 3つの合金間でそれほど変わらなかったのに対し、350 °Cにおける硬さ値は Ti-6Al-4V が最も低い値を示した。Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 の硬さ値において、25 °Cと 350 °Cの差は、それぞれ 1.27 GPa, 0.83 GPa, 0.70 GPa であり、Ti-6Al-4V においてその差が一番大きかった。

チタンの α 結晶粒は異方性を持つ稠密六方晶構造であるため、硬さ値と弾性率は c 軸の傾斜角に依存する[50, 86]。チタンの異方性の影響を除いて温度依存性のみに着目するため、c 軸が 70°以上である α 結晶粒に限定した荷重変位曲線の結果を示す(Fig. 3.7)。荷重変位曲線から、3つすべての合金において、25 °Cより 350 °Cの方が大きく変位していることが確認されたが、Ti-6Al-4V や Ti-6242S ではその差がはっきりと分かれているのに対し、IMI 834 は 25 °Cと 350 °Cの差が小さかった。Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 における 25 °Cでの押し込み深さの平均は、それぞれ 231 nm, 234 nm, 237 nm でありほとんど変わらなかったが、350 °Cでの押し込み深さの平均は、それぞれ 275 nm, 263 nm, 252 nm であり Ti-6Al-4V が一番大きく、IMI 834 が一番小さい値を示した。また、70°以上である α 結晶粒に限定した場合の平均弾性率は、25 °Cにおいて Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 それぞれ 127.5 GPa, 128.9 GPa, 122.2 GPa であるのに対し、350 °Cにおいてはそれぞれ 105.1 GPa, 112.2 GPa, 105.6 GPa であり、3つの合金すべてにおいて 350 °Cでの弾

性率は 25 °Cでの弾性率よりも低い値を示し、その差は 3 つの合金でそれほど変わらなかった。また、Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 の硬さ値の平均は、25 °Cにおいてそれぞれ 4.33 GPa, 4.19 GPa, 4.14 GPa であるのに対し、350 °Cにおいてはそれぞれ 3.02 GPa, 3.29 GPa, 3.70 GPa であり、その差は Ti-6Al-4V > Ti-6242S > IMI 834 であった。

加えて、Fig. 3.7 に着目すると、IMI834 は、Ti-6242S と比較して、温度にかかわらず荷重変位曲線にばらつきがあるように観察された。c 軸が 70°以上である α 結晶粒に限定した荷重変位曲線を示しているため、このばらつきは各結晶粒の c 軸方向に依存しないものと考えられる。

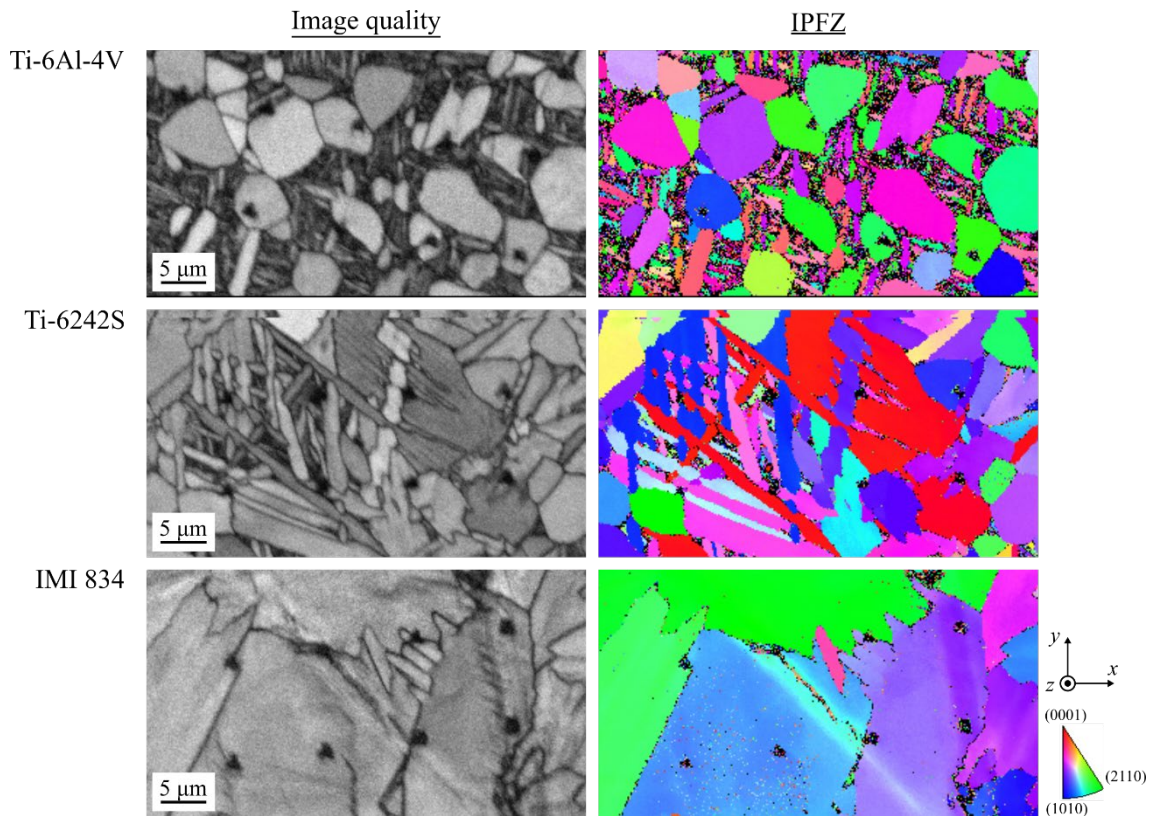


Fig. 3.5 Examples of image quality maps and IPF maps in the z direction by EBSD analysis after nanoindentation testing [68].

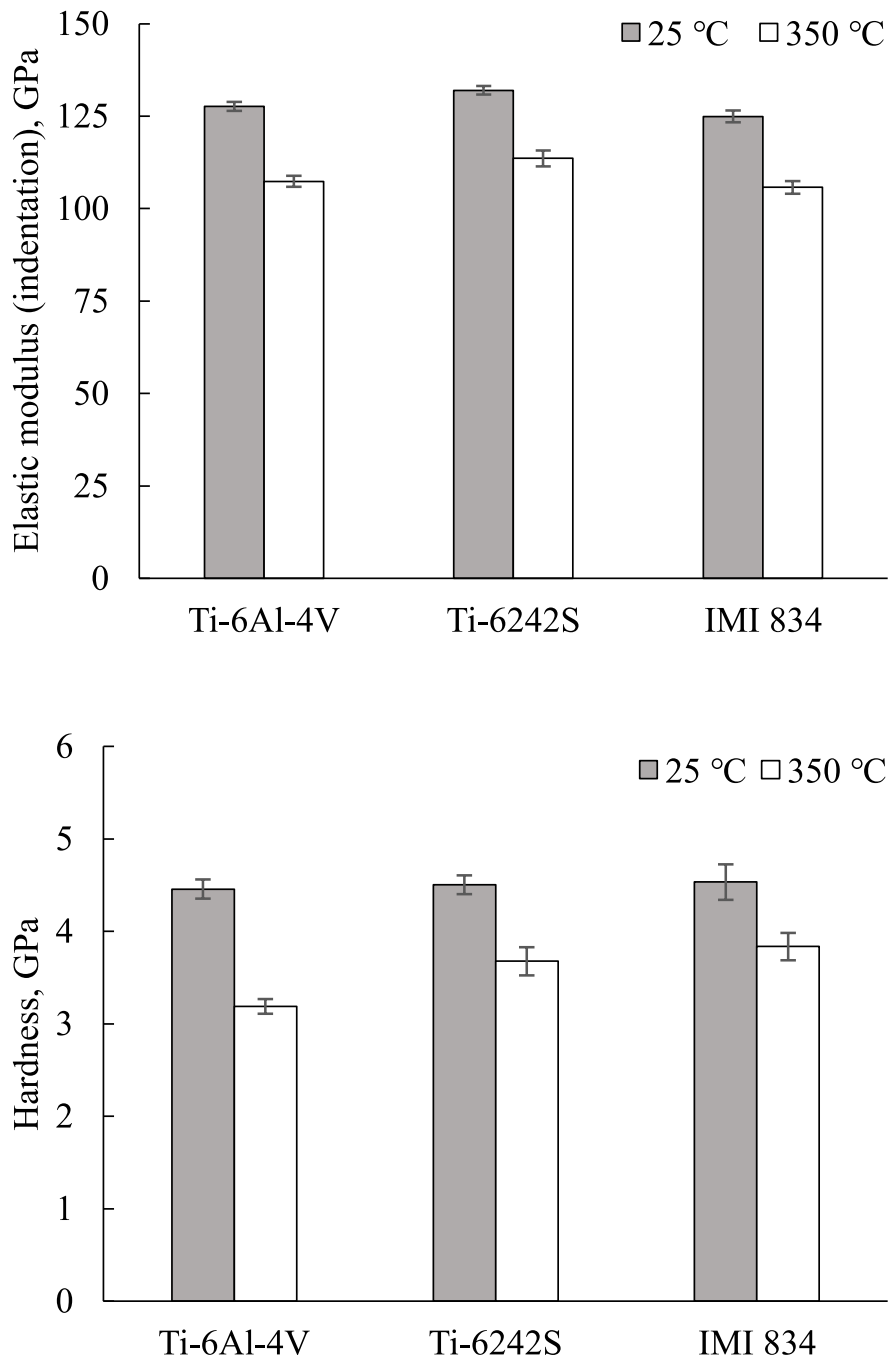


Fig. 3.6 Mean elastic modulus and hardness values in 8 locations obtained by nanoindentation tests [68]. Error bars indicate the standard deviation of the mean.

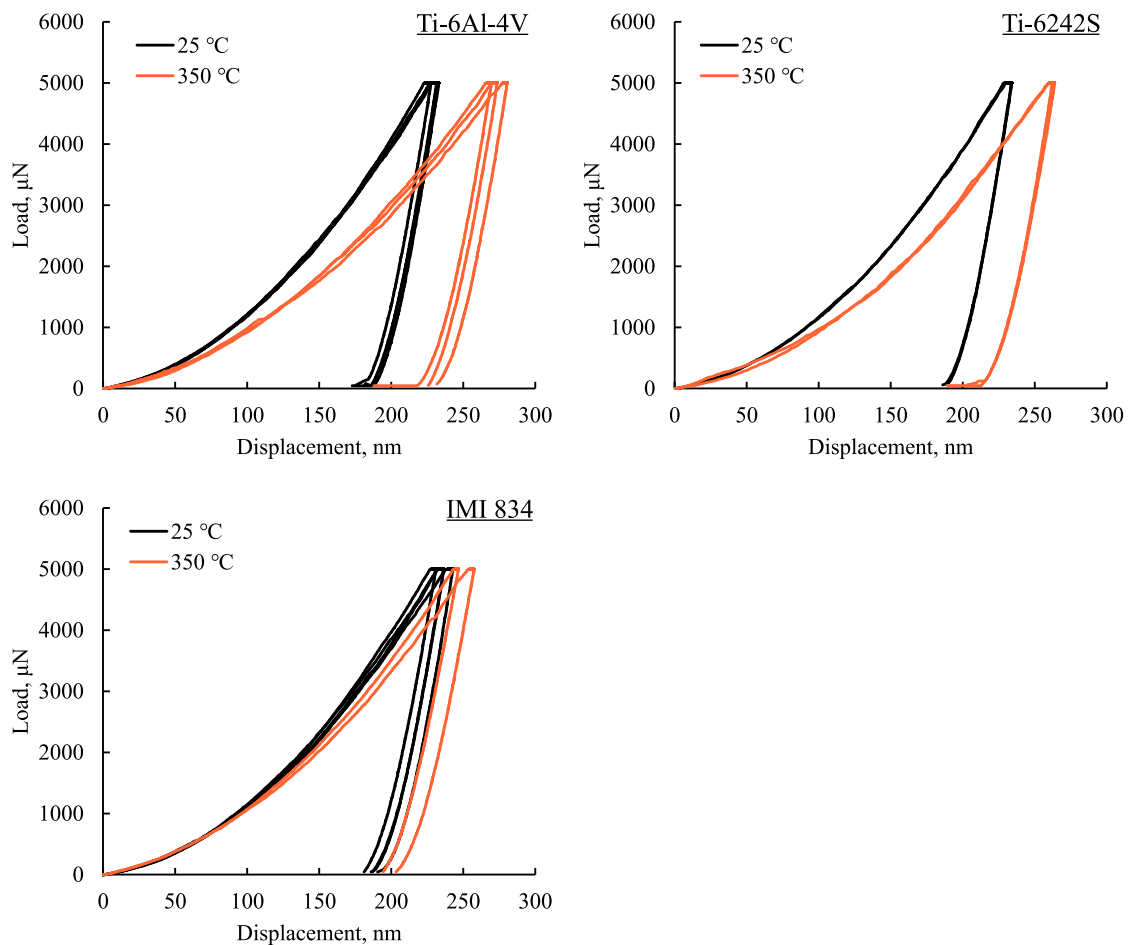


Fig. 3.7 Load-displacement curves (grains with over 70° c-axis inclination angles) [68].

3.3.4 微小曲げ試験による変形挙動解析

Ti-6Al-4V, Ti-6242S, および IMI 834 合金の等軸 α 結晶粒のすべり挙動を評価するために、微小曲げ試験を行った。曲げ試験は、各温度および各合金で 6 つの試験片に対して行われた。すべり面は、EBSD 分析から得られた結晶方位と SEM 観察から得られたすべり線によって判断した。3 つの合金すべてで、測定温度に関係なく、柱面、錐面、および底面すべりが観察された。Fig. 3.8, Fig. 3.9 および Fig. 3.10 は、それぞれ微小曲げ試験を Ti-6Al-4V, Ti-6242S, および IMI 834 で実施した後の SEM 観察の例を示している。図中には y 方向（曲げ試験を行った際に曲げ試験片の上部に引張応力がかかる方向）に関する IPF マップも Fig. 3.8, Fig. 3.9 および Fig. 3.10 に示した。 α 結晶粒のすべりと温度の関係を検証するために、Fig. 3.8, Fig. 3.9 および Fig. 3.10 に示す曲げ試験片は、各合金において、25 °C と 350 °C でそれぞれ実験した試験片を比較して、同様の c

軸傾斜角を持つ結晶粒（主にすべりが生じている結晶粒）を例として示した。Fig. 3.8に示す Ti-6Al-4V 合金の試験片では、25 °Cと 350 °Cの両方で、 α 結晶粒（IPFY マップでは赤色で示された結晶粒）で錘面すべりが観察された。Ti-6242S 合金（Fig. 3.9）では、25 °Cと 350 °Cの両方の結晶粒（IPFY マップでは緑色で示された結晶粒）で柱面すべりが観察された。IMI 834 合金（Fig. 3.10）では、錘面すべりが 25 °Cと 350 °Cの両方の結晶粒（IPFY マップでは水色で示された結晶粒）で観察された。これらの結果は、活性化されたすべり面が室温と高温の間で変わらなかったことを示している。

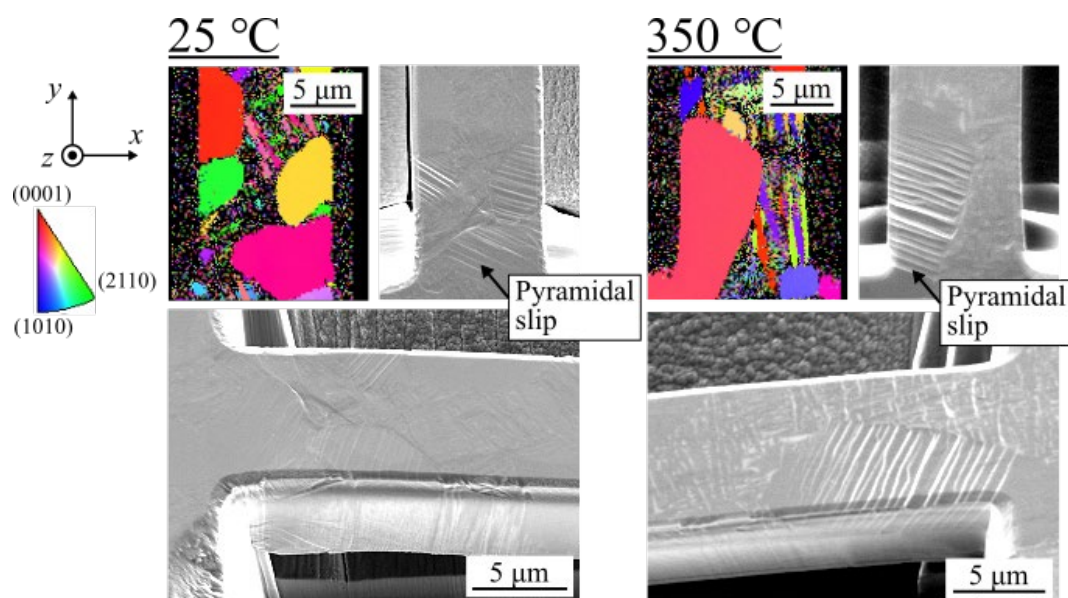


Fig. 3.8 Examples of micro-cantilever bending tests of Ti-6Al-4V at 25 °C and 350 °C [68]. IPFY maps in the y-direction by EBSD analysis and slip observation by SEM.

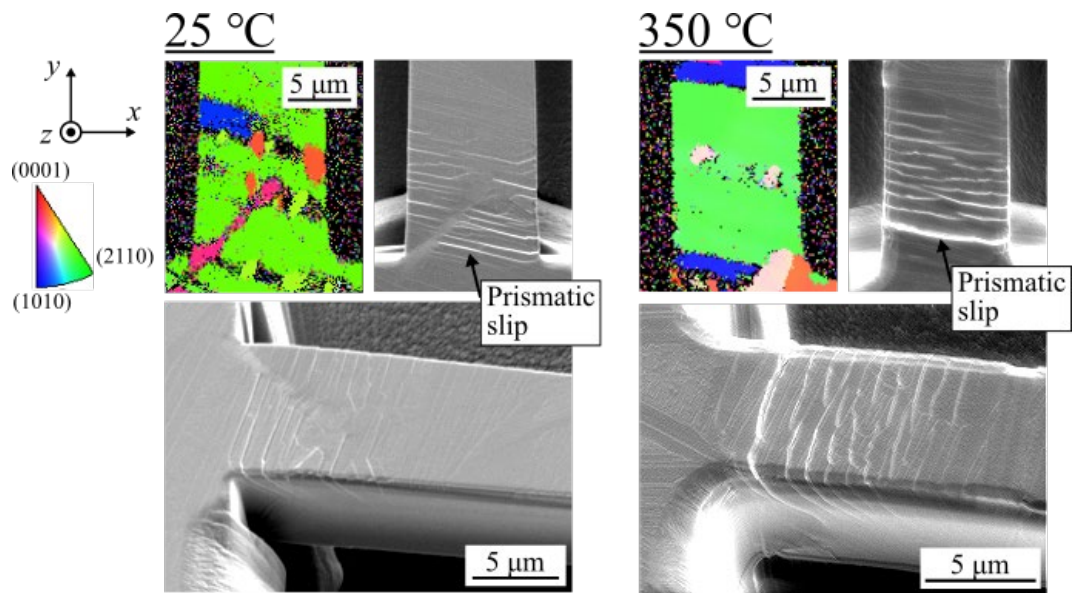


Fig. 3.9 Examples of micro-cantilever bending tests of Ti-6242S at 25 °C and 350 °C [68]. IPF maps in the y-direction by EBSD analysis and slip observation by SEM.

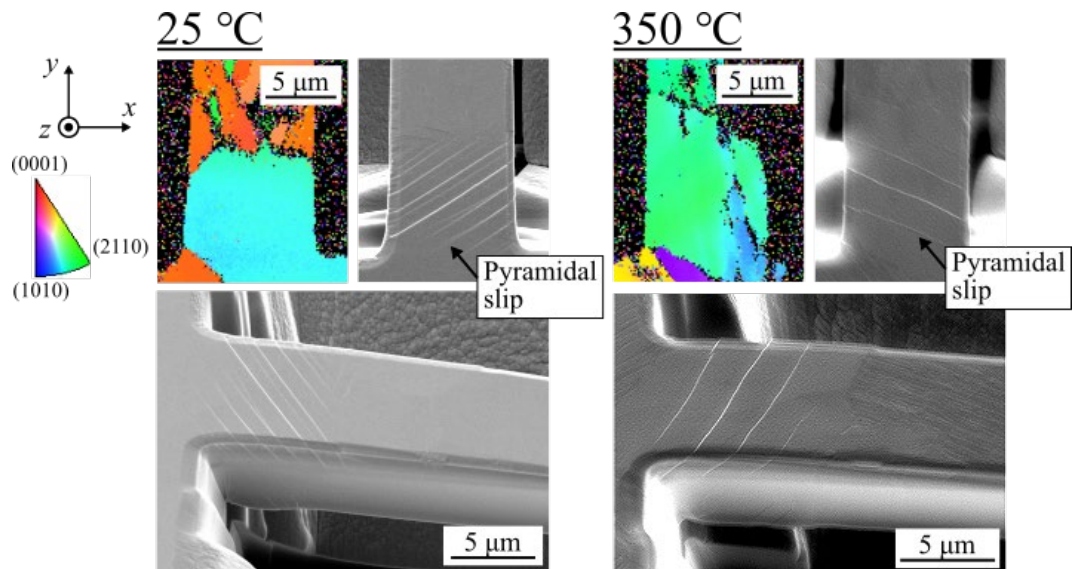


Fig. 3.10 Examples of micro-cantilever bending tests of IMI 834 at 25 °C and 350 °C [68]. IPF maps in the y-direction by EBSD analysis and slip observation by SEM.

Fig. 3.11 は、Fig. 3.8, Fig. 3.9 および Fig. 3.10 に示した微小曲げ試験片の応力ひずみ曲線の例を示している。初期の弾性変形領域では、Ti-6242S および IMI834 において応力ひずみ曲線の勾配は 25 °C と 350 °C でそれほど変わらなかったが、Ti-6Al-4V においては 350 °C での勾配は 25 °C よりも小さかった。また、3 つの合金すべてにおいて、350 °C での降伏点は 25 °C での降伏点よりも小さかった。

Fig. 3.12 は、曲げ試験で得られた、6 つの微小試験片の平均弾性率と 0.2%耐力を示している。Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 の平均弾性率は、25 °C においてそれぞれ 125.7 GPa, 119.9 GPa, 123.3 GPa であるのに対し、350 °C においてはそれぞれ 98.1 GPa, 116.7 GPa, 118.5 GPa であり、すべての合金において、350 °C での弾性率が 25 °C の時よりも低い傾向を示した。また、Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 の 0.2%耐力の平均は、25 °C においてそれぞれ 2067 MPa, 2165 MPa, 2020 MPa であるのに対し、350 °C においてはそれぞれ 1440 MPa, 1839 MPa, 1874 MPa であり、3 つの合金すべてにおいて 350 °C での値は 25 °C よりも低い値を示した。25 °C での 0.2%耐力は 3 つの合金すべてにおいて大きな違いがなかったのに対し、350 °C では Ti-6Al-4V の 0.2%耐力は Ti-6242S や IMI 834 よりも明らかに低かった。Ti-6Al-4V, Ti-6242S, および IMI 834 における 25 °C と 350 °C の平均耐力の差は、それぞれ 627 MPa, 326 MPa, および 146 MPa であり、Ti-6Al-4V における差が顕著に大きかった。これらの結果により、高温での塑性変形に対する耐性は IMI 834 が最も高く、次いで Ti-6242S であり、Ti-6Al-4V は最も低いことが示された。

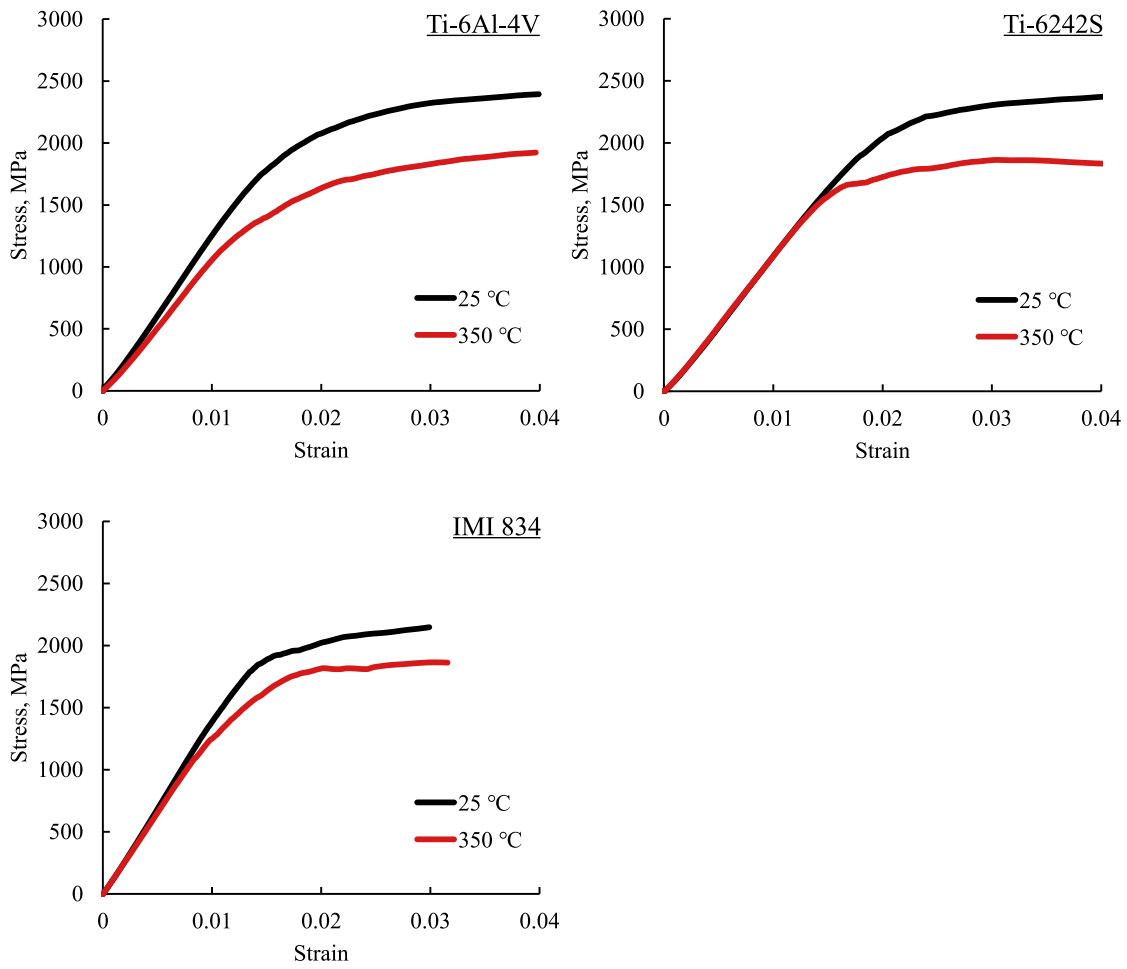


Fig. 3.11 The examples of the stress-strain curves of the micro-cantilever shown in Fig. 3.8, Fig. 3.9, and Fig. 3.10 [68].

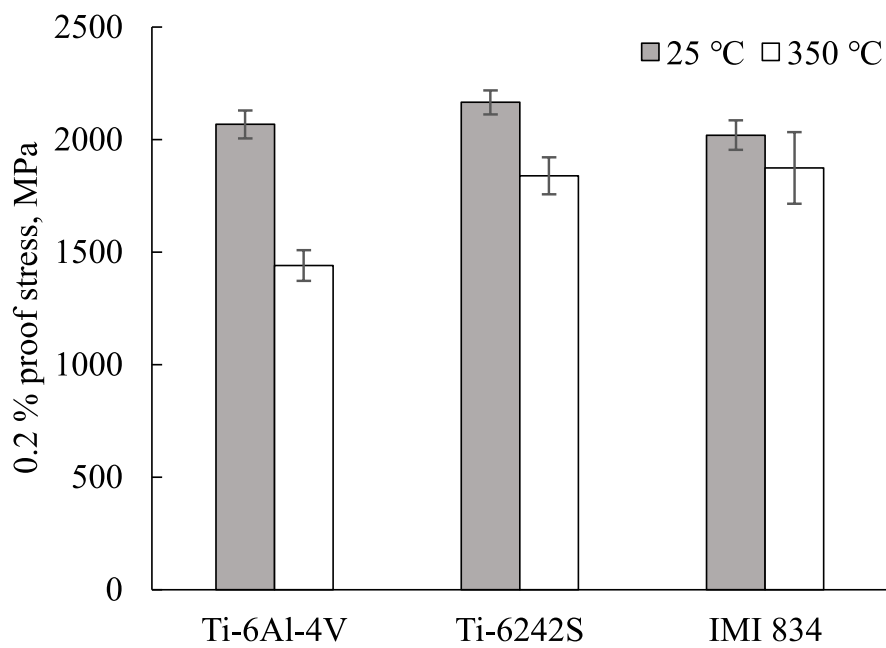
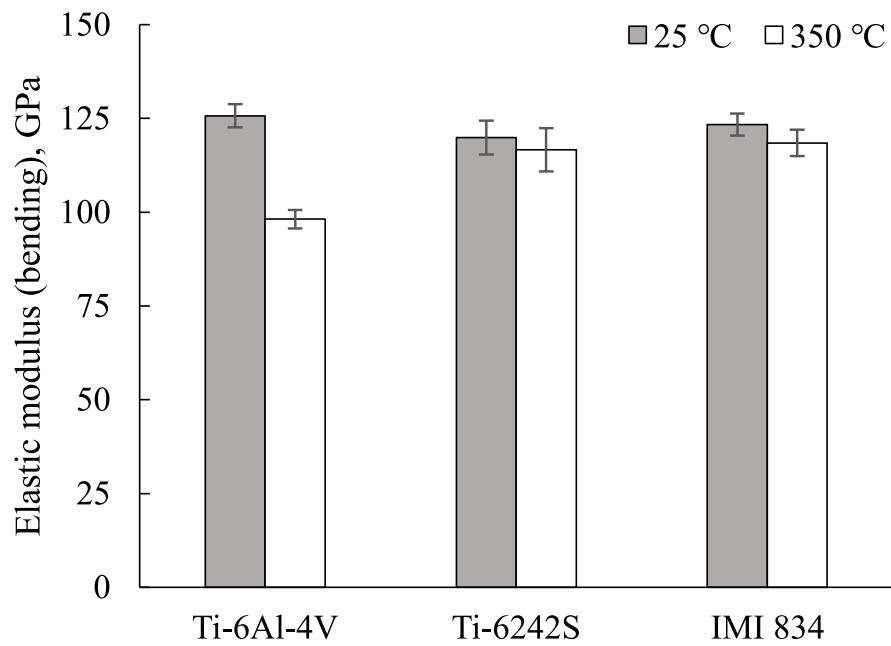
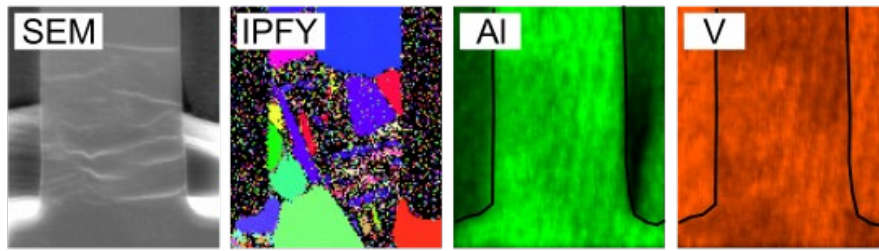


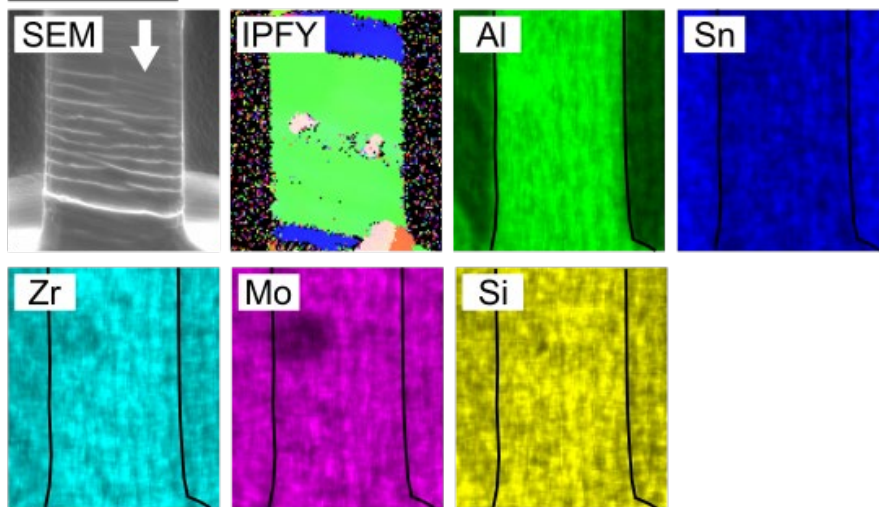
Fig. 3.12 Mean elastic modulus and 0.2 % proof stress in 6 micro-cantilevers obtained by bending tests at 25 °C and 350 °C [68]. Error bars indicate the standard deviation of the mean.

曲げ試験による塑性変形挙動に対する固溶元素濃度の影響を調査するため、EDS 分析を行った。Fig. 3.13 は、350 °Cで曲げ試験を行った際の SEM 画像および試験前に測定した EBSD 分析による IPFY マップおよび EDS 分析による元素マッピングの例を示している。Ti-6Al-4V では、等軸 α 相に Al が多く存在し、ラメラ相に V が多く存在していることが確認された。一方で、 α 相およびラメラ相ともに変形が生じており、固溶元素濃度の差による大きな違いは見られなかった。一方で、Ti-6242S では、一つの結晶粒の内部ですべりが生じた際、Mo や Zr が多く分布しているところで、すべりが観察されなくなる部分があった (Fig. 3.13 矢印)。IMI 834 においても同様に、Mo や Zr, Nb が多く分布しているところで、すべりが観察されない部分があった。350 °Cにおいて固溶元素濃度の分布により変化が生じた一方で、本研究で 25 °Cで曲げ試験を行った場合には、そのような変化を観察することはできなかった。

Ti-6Al-4V



Ti-6242S



IMI 834

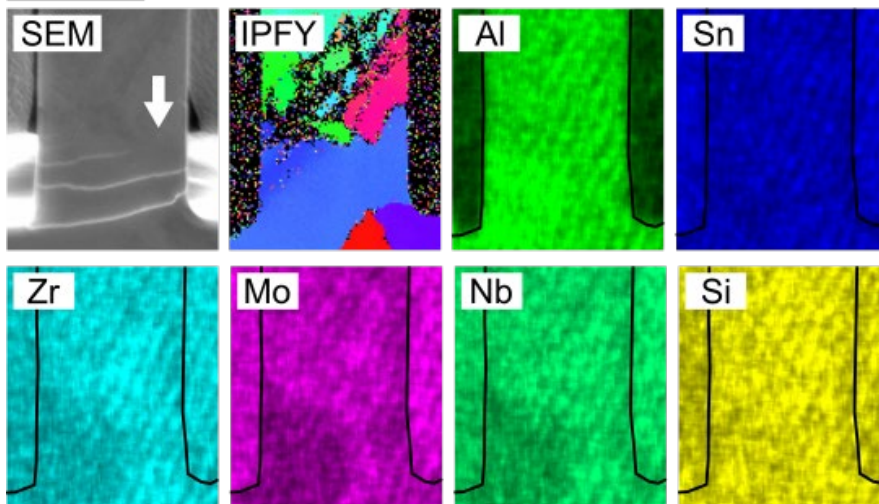


Fig. 3.13 EDS mapping of the micro-cantilever. The SEM observation shows the deformation after bending test at 350 °C. Arrows indicate the location at which the element distribution varies.

3.4 考察

3.4.1 チタン合金における高温ナノインデンテーション試験の妥当性

近年、様々な試料に対する高温ナノインデンテーション試験の適用が増加してきた。その一方で、高温ナノインデンテーション試験を行うにあたり、圧子の酸化や摩耗、試料表面の酸化、圧子—試料表面間の反応による融解や化合物生成などに注意する必要がある[3, 90, 91]。ナノインデンテーション試験の場合、微小な荷重・変位から機械特性値を算出するため、通常のマクロスケールの材料強度試験ではほとんど無視できるようなわずかな変化であったとしても、機械特性値の算出に影響を及ぼす可能性がある。チタンを含む合金に対する高温ナノインデンテーション試験は、三角錐形状のダイヤモンド圧子を用いたチタン—アルミ合金の測定[92]や、球形状のタングステンカーバイド圧子を用いた Ti-6Al-4V 合金の測定[93]などが行われているが、明確な指針があるわけではなく、妥当性を独自に検証する必要がある。

高温環境下におけるチタンの微小材料試験に関する懸念の一つとして、酸化膜の形成が挙げられる。チタンは酸化しやすく高温において TiO_2 を形成することが知られている[3]。本研究では、実験に使用したナノインデンテーション試験装置において、不活性ガスである Ar を常に流入させることにより、酸化の程度を軽減させている。また、測定時間は 1~2 時間程度と比較的短時間であるとともに、 350°C での実験であり、より高温の試験を行うよりも酸化膜の厚さが抑えられていると考えられる。実際に、純チタンの酸化特性を調べた研究では、チタン表面における酸化膜は 5-10 nm 程度生成するという報告がある[94]。さらに、熱による酸化後のチタン合金の機械的性質が調査されており、酸化によりチタン合金の表面付近の硬さ値が向上することが報告されている[95]。しかしながら、本研究においてナノインデンテーションにより測定された硬さ値は、酸化膜が生成したと想定される 350°C の方が、 25°C の時よりも低い値を示していた。したがって、 350°C での測定は、酸化膜の特性では無く、本来のチタン合金の特性が表れていると想定され、酸化膜の機械特性値への影響は小さいと考えられる。

また、高温環境下におけるチタンのナノインデンテーション試験に関する懸念のもう一つとして、ダイヤモンド圧子とチタンとの反応が考えられる[90]。本研究においては、ダイヤモンド圧子の形状が変化していないことを確認するため、チタン合金のナノインデンテーション試験が行われる前後に、溶融石英に対して 25°C でナノインデンテーション試験を行った。溶融石英を測定した際に得られた荷重変位曲線 (Fig. 3.4) および算出した弾性率や硬さ値が高温試験前後でほとんど変わらなかったことを確認した。ダイ

ヤモンド圧子の形状が変化した場合、接触面積も変化することが想定されるが、特に、接触面積のパラメータの影響が大きい硬さ値においてそれほど変化が見られなかったことを考慮すると、本実験においてダイヤモンド圧子の形状変化は無視できる。また、3つのチタン合金に対する測定において、ナノインデンテーションによって得られた硬さ値の結果と、微小曲げ試験によって得られた耐力の結果を比較したところ、25℃と350℃との差が、Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834の順で大きいという同様の傾向を得られることが確認された。微小曲げ試験は、同じくナノインデンテーション試験機を用いて実施されているものの、主に変形が生じるのは圧子押し込み位置直下ではなく片持ち梁の基部に近い部分であり、その部分の変形が反映された結果が得られる。したがって、圧子と試料表面の反応は考慮する必要がない。その微小曲げ試験とナノインデンテーション試験の結果が同様の結果を示したことから、ナノインデンテーション試験においても、圧子—試料表面間の反応は少なく、試験結果に影響しなかったと考えられる。

以上の理由から、今回測定を行った350℃環境下でのチタン合金のナノインデンテーション測定においては、ダイヤモンド圧子であっても問題なく測定可能である。一方で、350℃以上のさらなる高温試験を行う場合は、チタンとダイヤモンドの反応がさらに進むことが想定される。また、400℃以上になるとダイヤモンド圧子自体の酸化が進むことも知られているため[90]、さらに高温でチタン合金のナノインデンテーション試験を行う場合には、サファイヤやタングステンカーバイドなどの異なる材料の圧子の採用を検討する必要がある。

3.4.2 マイクロスケールにおける弾性率の温度依存性

25℃でのナノインデンテーションおよび曲げ試験による弾性率は、Ti-6Al-4V, Ti-6242S および IMI 834 合金のすべてで約120~130 GPaの値を示した (Fig. 3.6 および Fig. 3.12)。350℃では、ナノインデンテーション試験による弾性率は、Ti-6Al-4V, Ti-6242S および IMI 834 合金のすべてで約110 GPaであり、25℃の時よりも10~20%ほど低い値を示した。また、曲げ試験においても、Ti-6Al-4V, Ti-6242S および IMI 834 において、350℃での弾性率は、25℃の時よりも低い傾向を示した。

先行研究で示されているマクロスケールの実験では、Ti-6Al-4V, Ti-6242S, および IMI 834 合金それぞれにおいて、350℃での弾性率は、室温での弾性率よりも10~20 GPaほど低い値を示した[96-98]。先行研究と比較すると、本研究で行った α 結晶粒に対するナノインデンテーション試験とほぼ同様の傾向を示している。マクロスケールにおいてみられる高温環境下での弾性率の低下は、 α 結晶粒単体の弾性率低下が起因であることが

考えられる。温度上昇により原子同士の結合が変化することで、 α 結晶粒の弾性率が低下したものと想定される。実際に、温度上昇による原子間距離の増加が起因となって、高温下では純チタンの弾性率が減少することが知られており[99]、チタン合金においても同様の現象が起きたものと考えられる。

3.4.3 マイクロスケールにおける強度の温度依存性

ナノインデンテーション試験 (Fig. 3.6) の硬さ値とマイクロカンチレバー曲げ試験 (Fig. 3.12) の 0.2%耐力の結果は、ともに、高温での塑性変形に対する耐性が IMI 834, Ti-6242S, Ti-6Al-4V の順で大きいことを示していた。ナノインデンテーション試験では、単一の結晶粒に対しての評価が行われた一方で、微小曲げ試験では結晶粒界なども含んだ評価として考えられる。どちらも高温での塑性変形に対する耐性が IMI 834, Ti-6242S, Ti-6Al-4V の順で大きいという傾向を得たことを考慮すると、高温での塑性変形に対する抵抗に関して、結晶粒界の影響というより、単一の結晶粒内の強度が関係していると考えられる。

マクロスケールでの引張試験では、最高動作温度は、Ti-6Al-4V, Ti-6242S, および IMI 834 合金でそれぞれ 300 °C, 520 °C, および 590 °Cであった[100]。本研究におけるナノインデンテーション試験および微小曲げ試験の結果は、先行研究で示されている最高動作温度の高さと対応していた。25 °Cと 350 °Cの間の α 結晶粒の強度の差が、Ti-6Al-4V と比較して、IMI 834 と Ti-6242S において小さいという結果は、チタン合金の複雑な微細構造に関係なく、それぞれの等軸 α 結晶粒が強化されていたことを示している。25 °Cにおける硬さ値や耐力は Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 の間でほとんど変わらなかったのに対し、350 °Cにおける硬さ値や耐力は Ti-6Al-4V において一番低い値を示しており、次に Ti-6242S, IMI 834 の順であった。したがって、Ti-6242S および IMI 834 においては、室温での強度が増加するのではなく、高温での強度の低下が抑えられていると考えられる。さらに、Fig. 3.8, Fig. 3.9 および Fig. 3.10 に示すように、応力方向に関して同様の結晶方位を持つ結晶粒での活性化すべり面は、25 °Cと 350 °Cの間でほとんど変わらなかった。温度によってすべり系が変化していないことを考慮すると、固溶元素が結晶粒内のすべりの抵抗となり、結果として結晶粒の強度の変化につながったことが推測される。

3.4.4 添加元素の影響

一般的な、チタン合金の強化要因としては、固溶強化、析出強化、組織構成などが考えられる[101]. 微小曲げ試験によって生じた変形が主に α 結晶粒のすべりであることを考慮すると、Ti-6242S および IMI 834 において高温での強度低下が抑えられたのは、粒界や微細組織の影響ではなく結晶粒内部のすべりの運動が抑制されたものと推測される. 本研究の高温下における微小曲げ試験の結果から、一つの結晶粒の中であっても、Mo や Zr, Nb が多く分布しているところで、明瞭なすべりが観察されなくなることがあった. 先行研究から、Mo や Zr, Nb は α 相の Slow-diffuser であると考えられている[7]. 高温下では、室温下と比較して、原子の拡散が活発になり変形にも影響し、Mo や Zr, Nb 等の元素の存在が高温下における変形に影響を及ぼした可能性がある. また、Si の影響も考えられる. Ti-6242 から Si を添加させて Ti-6242S にすることで、最高動作温度が 70 °Cほど向上していることから、Si の添加が高温下での強度向上に寄与していると考えられる[46, 100]. 先行研究では、Si の添加により、結晶粒内での固溶またはケイ化物の析出が起これ、強化されるといわれている[102]. 先行研究により、ケイ化物は粒界に析出しやすく、それによって高温下での強度が向上することが報告されているが[102], 本実験において粒界に関係なく結晶粒単体での強度向上が見られたこと、また EDS マッピングから Si が全体に分布していることから、結晶粒内部の固溶強化もしくは析出強化が生じたことが考えられる. また、Si が 0~0.25wt%だった場合は Si の固溶による強化、0.25~0.5wt%だった場合は Si の固溶とケイ化物の析出による強化であることが示されており[102], Ti-6242S の Si が 0.1%, IMI 834 の Si が 0.35%であることから、Ti-6242S では Si による固溶強化、IMI 834 では Si による固溶強化またケイ化物の析出強化が生じたと考えられる. それら結晶粒内の障害物がすべりの活動を抑制した可能性がある.

また、Fig. 3.7 で示されているように、Ti-6242S と比較して、25 °Cであっても 350 °Cであっても、IMI 834 の荷重変位曲線はばらつきがあることが確認された. 結晶方位の影響を除外して考慮しているため、結晶方位がばらつきの理由であるとは考えられない. 我々の別の研究（第 4 章）では、Al 濃度の分布の違いにより IMI 834 の α 結晶粒の硬さ値が変化したのに対し、Ti-6242S では硬さ値が変化しなかったことが示された[70]. したがって、本研究においても、ナノインデンテーション試験で IMI 834 を測定した際、Al 濃度の分布の違いが影響した結果、ばらつきが生じた可能性が考えられる.

3.4.5 高温環境における微細組織と変形挙動の関係

単一の結晶粒に対する評価が可能であるナノインデンテーション試験および、結晶粒界を含んだ評価が可能である微小曲げ試験において、どちらも高温での塑性変形に対する耐性が IMI 834, Ti-6242S, Ti-6Al-4V の順で大きいという傾向を得た。したがって、高温での塑性変形に対する抵抗に関して、結晶粒界の影響よりも、単一の結晶粒内の強度の影響が大きいことが示された。Ti-6242S や IMI 834 では、固溶強化により、高温環境下における α 結晶粒内のすべりの活動が抑制されたと考えられる。

先行研究では、チタン合金の粒界において破壊が生じる可能性について指摘されており、 β 相が関係する結晶粒界が変形しやすく、 α 結晶粒同士の粒界が最も変形しづらいことが報告されている[56]。本研究においては、Ti-6Al-4V のラメラ相において針状方向に沿ったき裂が生じている様子が確認されており、ラメラ相内のラス β 相付近でき裂が生じたと考えられる。高温下の曲げ試験における Ti-6Al-4V の耐力低下は、 α 結晶粒内の強度低下が大きな理由として考えられるものの、ラメラ相内の β 相周辺の変形が生じやすいことも影響していると考えられる。一方で、Ti-6242S や IMI 834 では、粒界でのき裂などはあまり確認されなかった。Ti-6242S や IMI 834 はニア α 合金であり、結晶粒界でのき裂生成はあまり生じなかったと考えられる。

現在、新規合金開発においては、材料の作製と、マクロスケールにおける材料強度試験による評価を繰り返し行い、試行錯誤を重ねることで、合金開発が行われている。本研究において、高温強度の向上には結晶粒の強度向上が大きく影響していると明らかになったことから、新たな合金開発の際にも微小力学試験の測定が有用であると考えられる。また、き裂の生成に関する結晶粒界の影響は小さいと考えられ、微細構造最適化のための新たな知見を得られた。

3.5 まとめ

Ti-6Al-4V, Ti-6242S, IMI 834 の各結晶粒の強度を調査するために、ナノインデンテーション試験および微小曲げ試験を実施した。これらの実験により、次の結論が導き出された。

1. ナノインデンテーション試験から、350 °Cにおける α 結晶粒単体の弾性率が、25 °C の時よりも 10~20%ほど低い値を示したことから、マクロスケールにおいて見られる高温環境下での弾性率の低下は α 結晶粒単体の弾性率低下が要因であると考えられる。
2. ナノインデンテーション試験の硬さ値、および微小曲げ試験の 0.2%耐力の結果から、結晶粒のレベルにおいて、IMI834 および Ti-6242S の高温での塑性変形に対する耐性が Ti-6Al-4V よりも大きいことが示された。高温環境下において、IMI 834 および Ti-6242S 合金では、チタン合金の複雑な微細構造に関係なく、各結晶粒が強化されていると考えられる。
3. 微小曲げ試験の結果から、IMI 834, Ti-6242S, Ti-6Al-4V 合金の実際に生じたすべり系については室温と高温で違いが見られなかった。Ti-6Al-4V 合金では、高温によってすべりが容易に活性化されたが、Ti-6242S および IMI 834 合金では、添加元素の影響により、結晶粒レベルで高温強度が向上した。

第4章 耐熱チタン合金における室温下での Dwell fatigue に関する研究

4.1 はじめに

本章では、チタン合金の Dwell fatigue 強度低下のメカニズムの解明に向けて、Dwell fatigue 強度の低下を引き起こす Ti-6242S および IMI 834 に対して微小力学試験を用い、Dwell fatigue 強度の低下に影響を与える要因について明らかにすることを目的とした。Ti-6242S および IMI 834 における各結晶粒のひずみ速度感受性を、ナノインデンテーション試験によって検証した。この試験結果を EBSD によって得られる結晶構造解析および EDS によって得られる元素マッピングと組み合わせて、ひずみ速度感受性と Dwell fatigue 強度に影響を与える要因を調べた。さらに、荷重保持を伴う微小曲げ試験および微小引張試験を実施し、微細組織と塑性変形挙動との関係性を評価した。

4.2 実験方法

4.2.1 試料

試料は、Ti-6242S 合金および IMI 834 合金を用いた。熱処理工程は第3章で示した工程と同様である (Fig. 3.1)。熱処理を終えた試料は片面にエメリー紙およびダイヤモンド研磨剤により鏡面研磨を施した。EBSD 測定のため、研磨後の表面はイオンミリング装置 (GATAN, PECSII) により Ar イオンミリングを加速電圧 8kV、照射角度 5°として 30 分施した。

4.2.2 ナノインデンテーション測定

ナノインデンテーション試験は、微小な押し込み試験によって各結晶粒の機械的特性を取得できるとともに、押し込み速度を制御することによってひずみ速度も制御可能なため、局所領域のひずみ速度感受性を考慮する際にも役立つ。最近のナノインデンテーション試験機では、押し込み試験中の総負荷プロセスを制御することが可能である。押し込みひずみ速度 (\dot{h}/h) は、荷重に対する負荷率の比率 (\dot{P}/P) を維持することにより、押し込み試験中に一定に保つことが可能である。押し込みひずみ速度 ($\dot{\epsilon}$) および荷重速度は、次のように関係している[103, 104]。

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{h}}{h} = \frac{\dot{P}}{2P} \quad (4.1)$$

ここで、 P は準静的負荷を表している。式(4.1)は、材料強度において均一な材料のみに適用される。一定のひずみ速度試験を行うことを想定する場合、荷重は次の式に基づいて制御可能である[104]。

$$P(t) = A \cdot \exp(2\dot{\epsilon}t) \quad (4.2)$$

ここで、 A は測定される材料に依存する定数である。この定義は、幾何学的に相似性を持つ、尖った圧子にのみ適用可能である。材料の局所的なひずみ速度感受性は、さまざまなひずみ速度で測定することによって取得できる[65, 105]。ナノインデンテーション試験で得られたひずみ速度感度指数 (m) は次のように表される[65, 105]。

$$m = \frac{\partial(\ln H)}{\partial(\ln \dot{\epsilon})} \quad (4.3)$$

ここで、 H は硬さ値を表している。

本研究では、Berkovich 圧子を取り付けたナノインデンテーション試験機 (Nano-mechanics, iMicro) を使用して動的ナノインデンテーション試験を実施した。動的ナノインデンテーション試験では、準静的力に小さな振動を加えて押し込み試験を行い、対応する変位信号の振幅と位相を測定することにより連続的な接触剛性を得られる[29]。本手法により、一回の測定で、各押し込み深さに対する連続的な弾性率・硬さ値の算出が可能になる[103]。発振周波数は 110 Hz、変位発振振幅は 2 nm、最大荷重は 10 mN として測定を行った。

まず、動的ナノインデンテーション試験を利用したひずみ速度感度の妥当性を検証するため、ひずみ速度の影響を受けにくい粗粒アルミニウムの測定を行った[106]。アルミニウムに対しては、 0.01 s^{-1} 、 0.05 s^{-1} 、 0.1 s^{-1} 、および 0.5 s^{-1} の一定ひずみ速度で測定を行った。各ひずみ速度を用いて 9 点測定が行われた。その後、チタン合金のひずみ速度感受性を調査するため、Ti-6242S および IMI 834 において、それぞれ、 0.01 s^{-1} 、 0.05 s^{-1} 、 0.1 s^{-1} 、 0.2 s^{-1} 、および 0.5 s^{-1} の一定ひずみ速度で押し込み試験を行った。押し込み試験は、Ti-6242S および IMI 834 で、各ひずみ速度を用いて 192 点以上の場所で行われた。チタン合金においては、ナノインデンテーション試験後、圧痕位置を EBSD で分析し、圧痕位置に対応する結晶粒の結晶構造を解析した。

4.2.3 微小曲げ試験

荷重保持を伴う微小曲げ試験を行うため、FIB 装置 (JEOL, JIB-4000) を用いて、正三

角形状の断面を持つ曲げ試験片を作製した。Fig. 4.1 は、FIB によって実際に作成した曲げ試験片を示している。塑性変形が生じた場合の粒界の影響を考慮することを目的としていることから、数個の結晶粒を含む曲げ試験片を作製するため、曲げ試験片の長さと同幅はそれぞれ $40\ \mu\text{m}$ と $10\ \mu\text{m}$ になるよう作製した。ナノインデンテーション試験機 (ELIONIX, ENT-2100) を使用して、曲げ試験片の基部から $30\ \mu\text{m}$ の位置で、押し込み試験を行うことで曲げ試験を実施した。荷重保持の影響を調査するため、120 秒間荷重保持を行った (Fig. 4.2)。第 3 章で行った曲げ試験と同様に、応力ひずみ曲線を取得するため、曲げ試験により得られた荷重変位曲線から、式(3.1)および式(3.2)により応力とひずみを算出した。曲げ試験の前後に、微小曲げ試験片の上面を EBSD で分析し、マイクロスケールでの塑性ひずみを示している局所方位差 (Kernel average misorientation: KAM) マップを取得して、曲げ荷重保持試験による塑性ひずみの変化を調査した。また、同じ領域に対して EDS 分析を行い、固溶元素濃度分布について調査した。

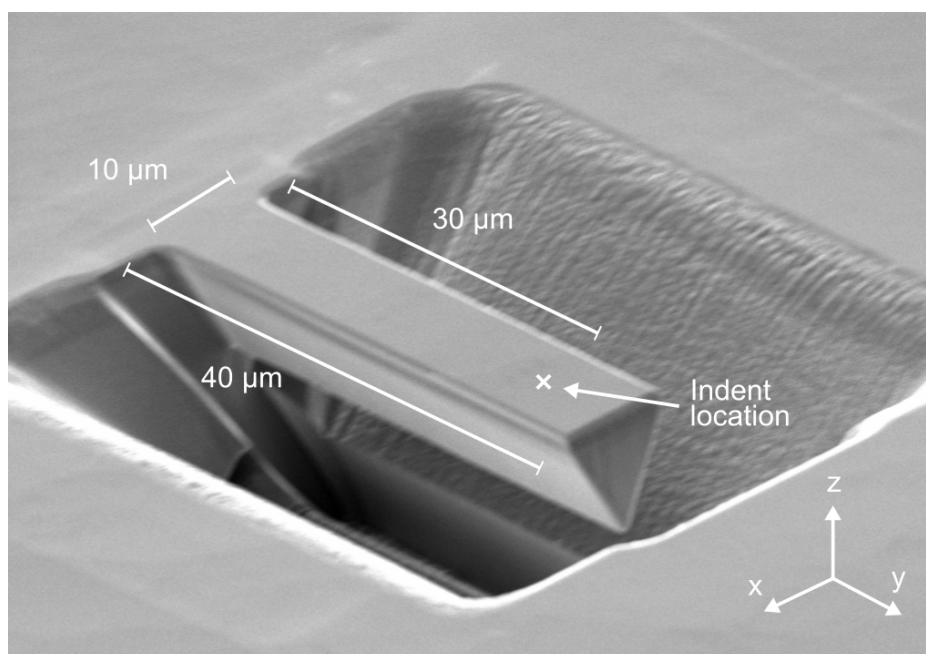


Fig. 4.1 The micro-cantilever fabricated by FIB [70].

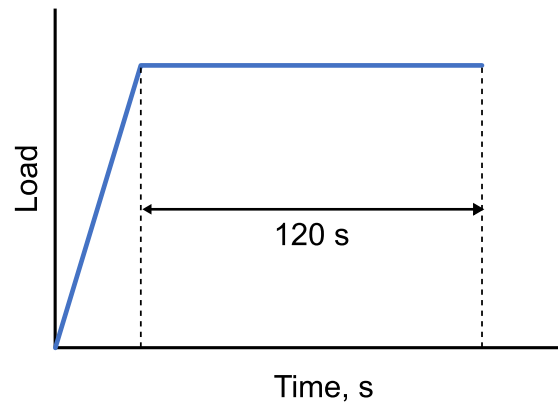


Fig. 4.2 Test procedure of micro-cantilever bending tests.

4.2.4 微小引張試験

微細組織と、荷重保持による塑性変形挙動との関係性について更なる知見を得るため、均一な応力負荷が可能である、繰り返し微小引張試験を行った。当研究室が開発した微小引張試験機 (Fig. 4.3) を用いて引張試験を行う [107]。試験装置は、変位制御方式であり、試験片位置を制御する xyz ステージ、荷重を測定するロードセル、変位制御が可能な piezo アクチュエータ、および試験片をグリップするグリッパー部 (Indenter) から構成されている (Fig. 4.3(a))。なお、変位測定の分解能は $0.01 \mu\text{m}$ である。Fig. 4.3(b)は、微小引張試験装置のグリッパー部の画像を示している。このグリッパー部分の形状に合うグリップ部を持つ微小試験片を作製した。

Fig. 4.4 は、FIB によって実際に作成した微小引張試験片を示している。塑性変形が生じた場合の粒界の影響を考慮することを目的としていることから、数個の結晶粒を含む引張試験片を作製する。試験片の長さとは幅はそれぞれ $30 \mu\text{m}$ と $10 \mu\text{m}$ になるよう作製し、グリッパー部は微小引張試験機のグリッパー部にはめられるように作製した。試験片は EBSD 測定ができるように、測定面に垂直な方向および平行な方向の 2 方向から FIB を照射して試験片を作製した。

荷重保持を伴う微小引張試験は、その変形過程を調査するため、2 回引張試験を行った (Fig. 4.5)。各試験は、最大変位が $3 \mu\text{m}$ 、引張速度が $0.3 \mu\text{m/s}$ となるように試験条件を設定した。試験前、またそれぞれの試験後に SEM 観察を行った。試験前に取得した SEM 画像から測定した微小引張試験片のサイズと、微小引張試験の荷重・変位データ

から、引張試験時の応力およびひずみを算出し、応力ひずみ曲線を取得した。

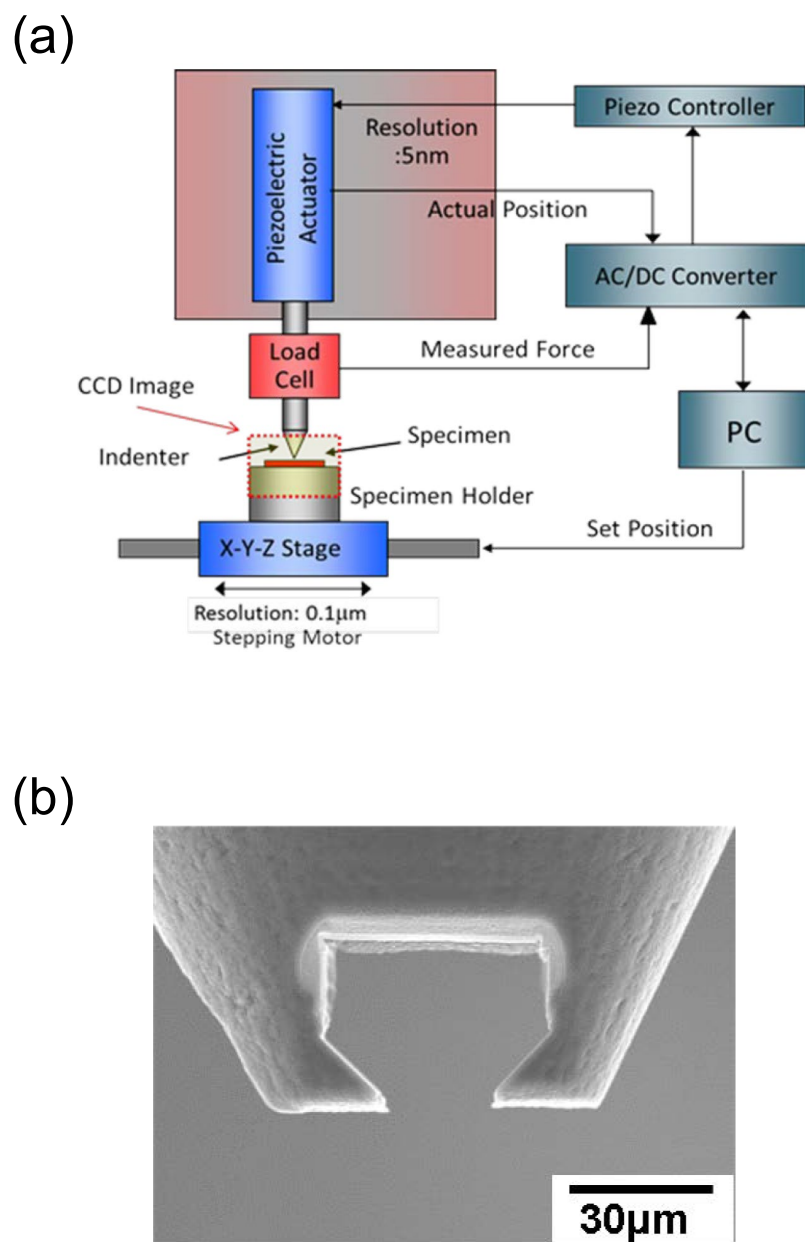


Fig. 4.3 Micro mechanical testing instrument [107]. (a) Diagram. (b) SEM image of the gripper part.

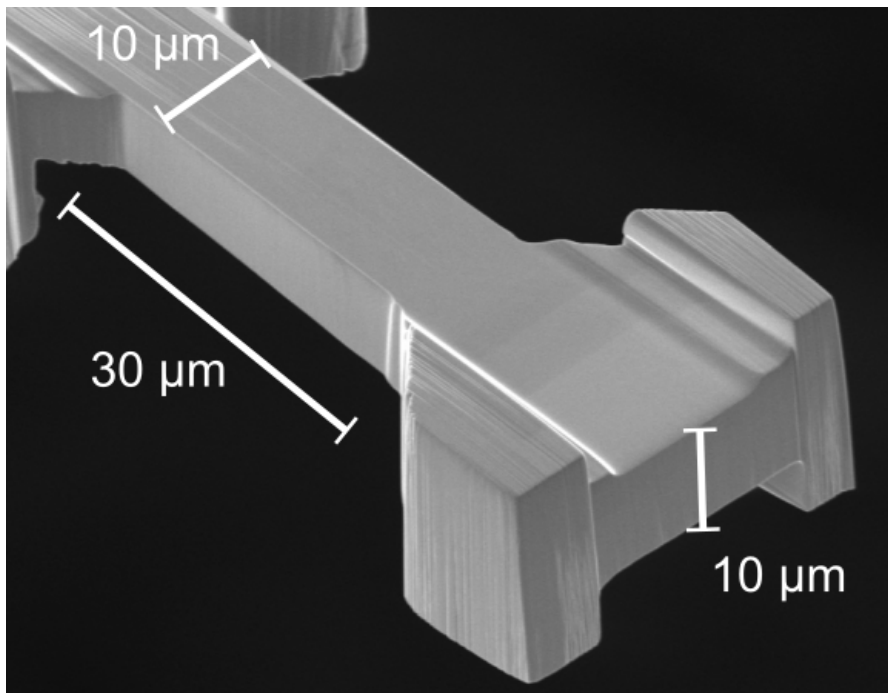


Fig. 4.4 The micro tensile specimen fabricated by FIB.

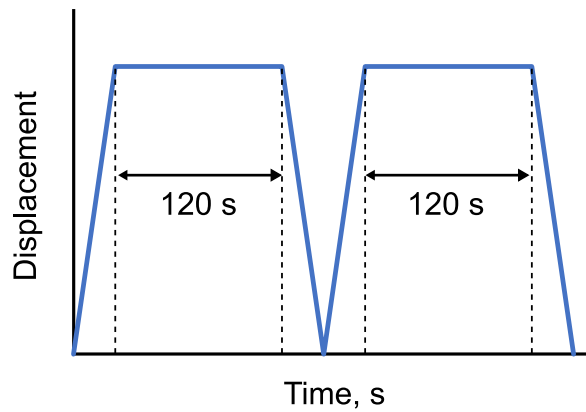


Fig. 4.5 Test procedure of micro tensile tests.

4.2.5 結晶構造解析

それぞれのチタン合金の結晶構造を解析するため、SEM に付属されている EBSD 検出器 (Bruker, e-Flash) を用いて EBSD 測定を行った。EBSD 検出器は専用の ESPRIT ソフトウェアを用いて制御され、加速電圧 20 kV で観察を行った。EBSD 解析では α 相と

β 相を区別できる位相マップ, x, y, z 方向の IPF マップおよび KAM マップを取得した. KAM は, 測定点とその隣接するカーネルサイズ内のすべての測定点との間の方位差の平均値を表している. 特定の測定点 (ピクセル) に対する KAM 値は以下の式で定義される[108].

$$KAM = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (p_0, p_i) \quad (4.4)$$

ここでは, 隣接するピクセル数 n に対する, 特定のピクセル p_0 と隣接するピクセル p_i の間の方位差の平均を表している. 方位差が 5° を超えた場合, 結晶粒界を跨いだものとして KAM 値の計算からは除外される (Fig. 4.6). KAM 値は, 塑性変形および幾何学的に必要な転位と相関しているため, いくつかの研究でチタン合金の調査に使用されている[109-111]. 本研究においては, カーネルサイズが 7×7 である場合の KAM マップを取得した. また, 固溶元素の分布を評価するため, SEMに付属している EDS 装置 (Bruker, XFlash 6130) を用いて元素マップを取得した. EBSD 分析および EDS 定量分析は, 専用の ESPRIT ソフトウェアを用いて制御し, 同じ視野で測定を実施した.

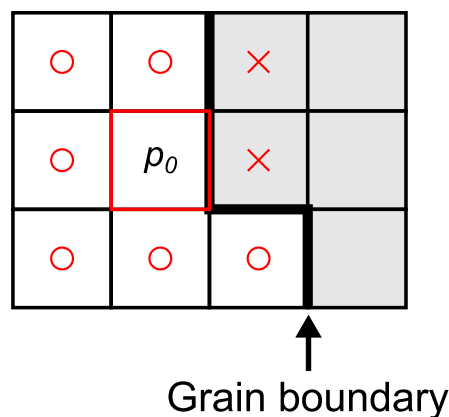


Fig. 4.6 Schematic diagram of KAM analysis.

4.3 実験結果

4.3.1 ナノインデンテーション測定によるひずみ速度感受性評価の妥当性検証

ナノインデンテーション試験によって測定されたひずみ速度感受性の妥当性を検証するために, 粗粒アルミニウムをさまざまな一定のひずみ速度によって測定した. Fig. 4.7 は, アルミニウムにおける, 変位と $\dot{P}/(2P)$ や \dot{h}/h で表されるひずみ速度との関係,

および変位と硬さ値との関係を示している。ナノインデンテーション装置の性質上、ひずみ速度は荷重速度によって制御されているが、 $\dot{P}/(2P)$ は \dot{h}/h と一致しており、荷重制御によりひずみ速度が制御できていることが確認された。本実験において、設定されたひずみ速度にかかわらず、押込みの初期段階では、 $\dot{P}/(2P)$ や \dot{h}/h は一定ではなく、押込み深さが大きくなるにつれて減少したが、押込み深さが 600 nm を超えたあたりでほぼ一定の値を示した。また、硬さ値においても、押込みの初期段階では一定ではなく、押込み深さが大きくなるにつれて減少したが、同じく押込み深さが 600 nm を超えたあたりでほぼ一定の値を示した。また、一定の値を示すようになった後のひずみ速度を考慮したところ、装置で設定されたひずみ速度 0.01 s^{-1} , 0.05 s^{-1} , 0.1 s^{-1} , 0.5 s^{-1} は、実際に測定された \dot{h}/h によって得られたひずみ速度と多少異なっており、それぞれ 0.020 s^{-1} , 0.038 s^{-1} , 0.059 s^{-1} , 0.220 s^{-1} であった。

Fig. 4.8 に、粗粒アルミニウムのひずみ速度感受性を示す。先ほどの Fig. 4.7 の結果を考慮して、ひずみ速度が一定である、押込み深さ 600 nm 以上の領域において硬さ値の平均を計算した値を用いた。また、ひずみ速度の値は、設定された値ではなく実測値を採用した。式 (4.3) によって得られたひずみ速度感度指数 m は 0.016 と小さい値を示した。

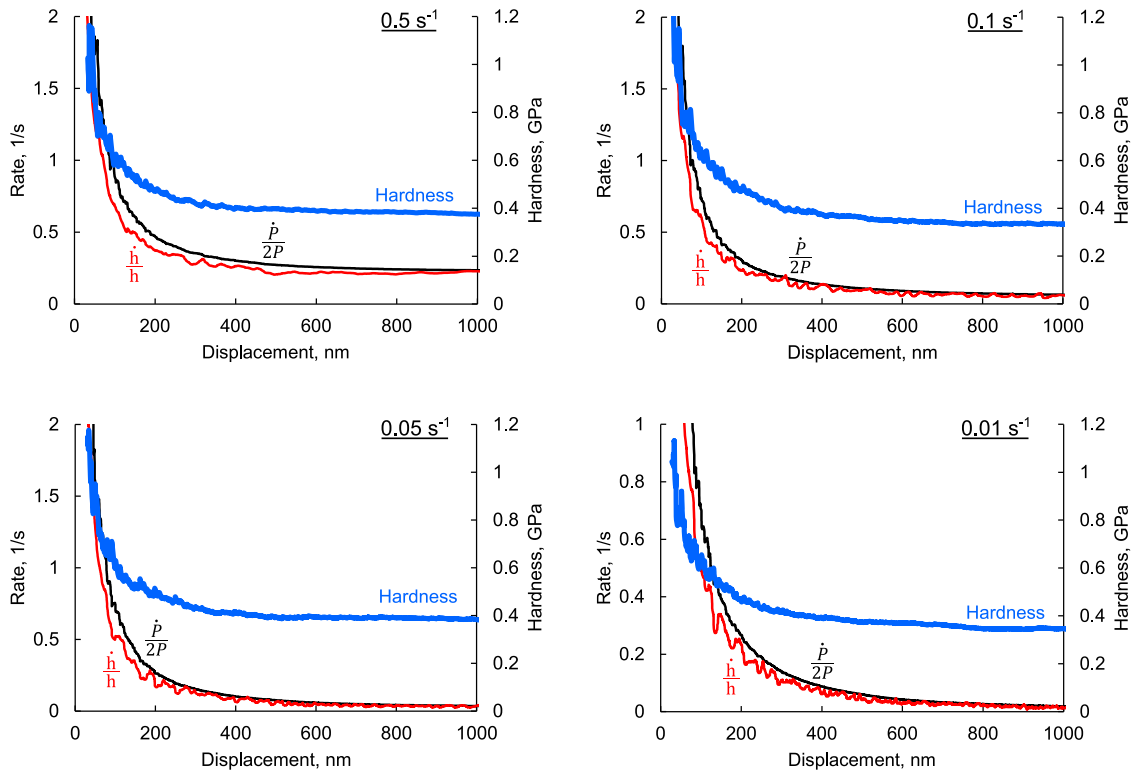


Fig. 4.7 Relationship between displacement and strain rate indicated by $\dot{P}/(2P)$ and \dot{h}/h , and hardness values in coarse-grained aluminum [71]. Black line: $\dot{P}/(2P)$. Red line: \dot{h}/h . Blue line: hardness.

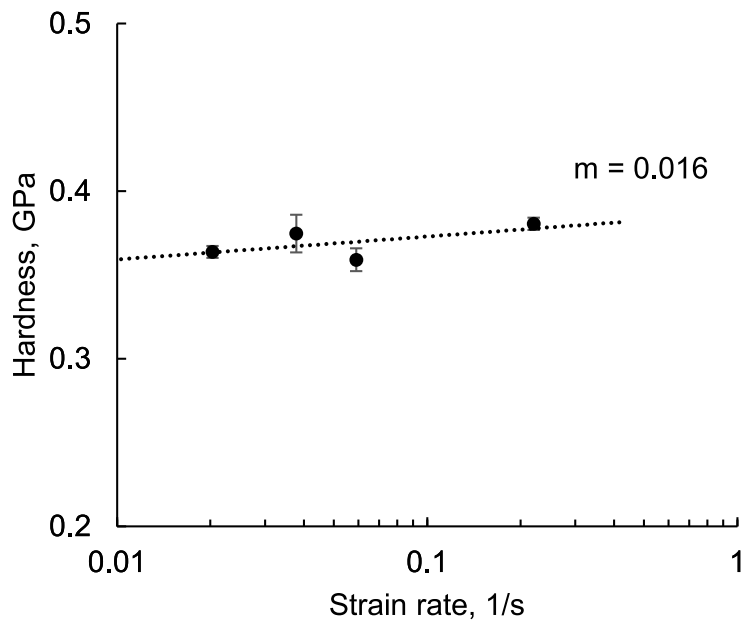


Fig. 4.8 Strain rate sensitivity of coarse-grained aluminum [71]. Error bars indicate the standard deviation of the mean.

4.3.2 ナノインデンテーション測定によるチタン合金のひずみ速度感受性評価

チタン合金のひずみ速度感受性を評価するために、Ti-6242S と IMI 834 をそれぞれの一定のひずみ速度で測定した。Fig. 4.9 は、Ti-6242S および IMI 834 における変位と $\dot{P}/(2P)$ や \dot{h}/h で表されるひずみ速度との関係、および変位と硬さ値との関係を示している。Ti-6242S および IMI 834 のどちらのチタン合金においても、設定されたひずみ速度にかかわらず、押込みの初期段階では、 $\dot{P}/(2P)$ や \dot{h}/h は一定ではなく、押込み深さが大きくなるにつれて減少したが、押込み深さが 150 nm を超えたあたりでほぼ一定の値を示した。また、硬さ値においても、押込みの初期段階では一定ではなく、押込み深さが大きくなるにつれて減少したが、同じく押込み深さが 150 nm を超えたあたりでほぼ一定の値を示した。また、一定の値を示すようになった後のひずみ速度を考慮したところ、装置で設定されたひずみ速度 0.01 s^{-1} , 0.05 s^{-1} , 0.1 s^{-1} , 0.2 s^{-1} , 0.5 s^{-1} は、実際に測定された \dot{h}/h によって得られたひずみ速度と多少異なっており、Ti-6242S においては、それぞれ 0.024 s^{-1} , 0.046 s^{-1} , 0.072 s^{-1} , 0.123 s^{-1} , 0.266 s^{-1} であり、IMI 834 においては、それぞれ 0.024 s^{-1} , 0.046 s^{-1} , 0.071 s^{-1} , 0.121 s^{-1} , 0.266 s^{-1} であった。一方で、ひずみ速度および硬さ値の押込み深さに対する変化において、Ti-6242S および IMI 834 の特徴にほとんど違いは見られなかった。

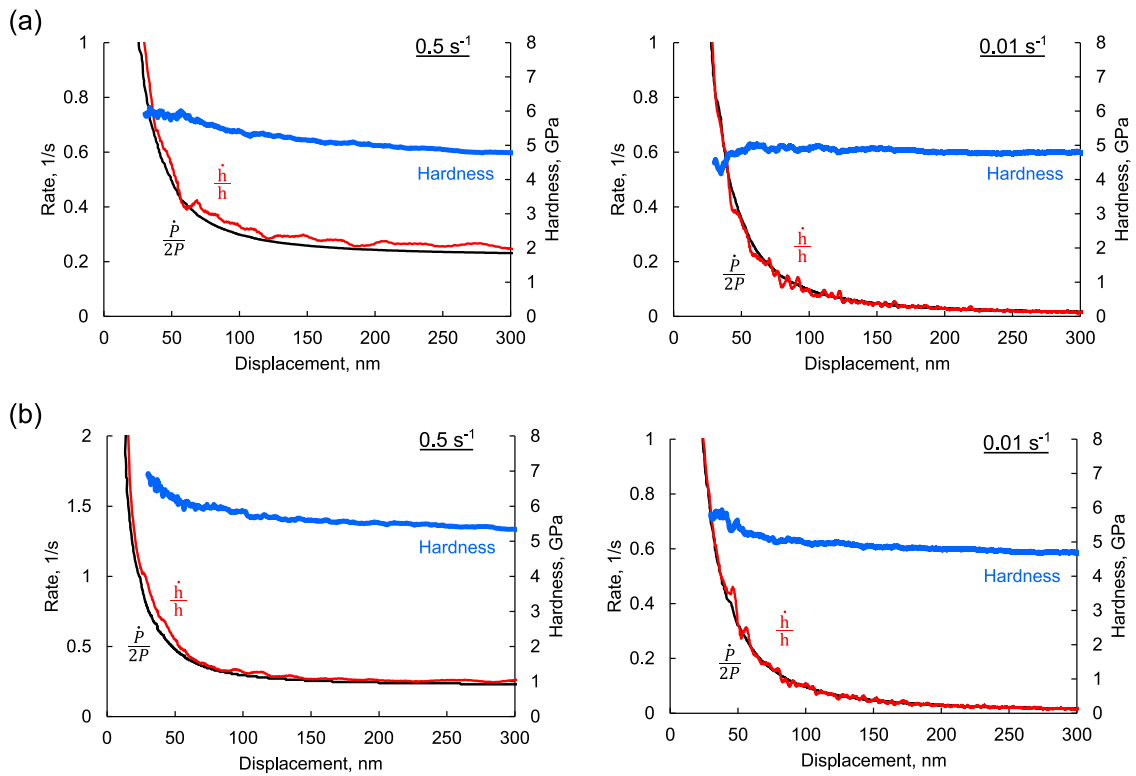


Fig. 4.9 Relationship between displacement and strain rate indicated by $\dot{P}/(2P)$ and \dot{h}/h , and hardness values in Ti-6242S and IMI 834 [71]. (a) Ti-6242S, and (b) IMI 834 alloys. Black line: $\dot{P}/(2P)$. Red line: \dot{h}/h . Blue line: hardness.

Fig. 4.10 は、押し込み試験を行った領域での Ti-6242S および IMI834 の EBSD 分析結果の例を表している。押し込み方向である z 方向の硬さ値がナノインデンテーション試験によって測定されたため、 z 方向の IPF マップ (IPFZ) を Fig. 4.10 に示している。EBSD 分析から、Ti-6242S および IMI834 の平均粒径はそれぞれ $9.0 \mu\text{m}$ および $18.2 \mu\text{m}$ と推定された。EBSD 分析により α 結晶粒の c 軸の方向が推定可能であり、この指標は、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒を区別するのに役立つ。Zheng らは、ナノインデンテーション測定において、押し込み方向に対して hcp 構造の c 軸が 0° に近い結晶粒の場合、 $\langle c+a \rangle$ 錘面すべり系が活性化される“硬い”結晶粒であり、 c 軸が 90° に近い結晶粒の場合、 $\langle a \rangle$ 柱面すべり系が活性化される“柔らかい”結晶粒であることを示した[66]。Fig. 4.10 で示されている赤色に近い結晶粒は、 c 軸の傾斜角がほぼ 0° であり錘面すべり系が容易に活性化される硬い結晶粒を表すが、青色や緑色に近い結晶粒は、 c 軸の角度がほぼ 90° であり柱面すべり系が容易に活性化される柔らかい結晶粒を表す。本研究において、柔

らかい結晶粒は、 c 軸傾斜角 (θ) が 60° を超える結晶粒として定義した。 $\theta > 60^\circ$ の場合、 $\langle a \rangle$ 柱面すべり系のシュミット因子のほとんどが 0.3 より大きくなることから、活性化しやすいと考えられるためである。同様に、硬い結晶粒は、 c 軸の傾斜角が $\theta < 30^\circ$ である結晶粒として定義した。 $\theta < 30^\circ$ の場合、 $\langle a+c \rangle$ 錘面すべり系のシュミット因子のほとんどが 0.3 より大きくなることから、活性化しやすいと考えられるためである。異なる結晶方位の結晶粒間の粒界に存在している圧痕や、 $30^\circ < \theta < 60^\circ$ である結晶粒の押込み試験結果は、ひずみ速度感受性を評価する際には無視した。

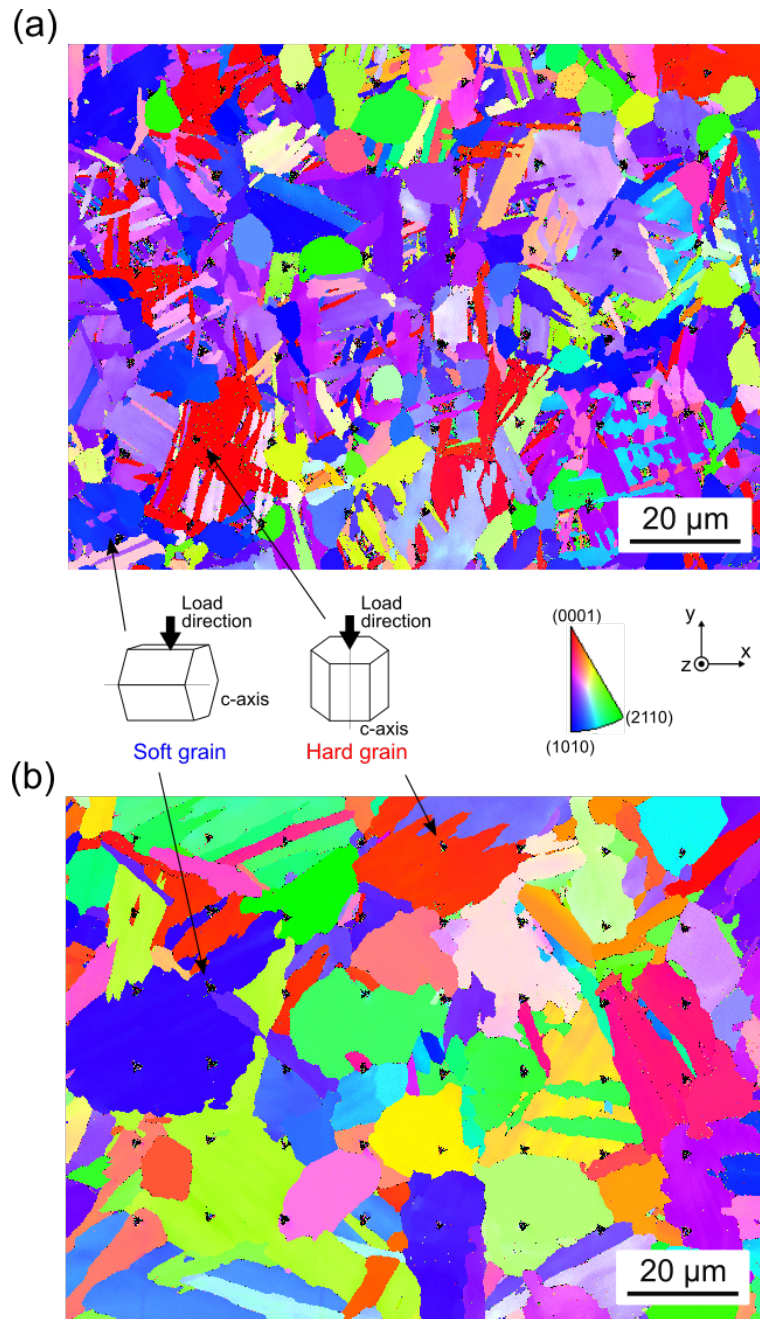


Fig. 4.10 Representative IPF maps of (a) Ti-6242S and (b) IMI 834 in the z-direction obtained by EBSD analysis after nanoindentation testing [70].

Fig. 4.11 は、Ti-6242S と IMI 834 における各結晶粒のひずみ速度感受性を示している。前述した Fig. 4.10 の結果を考慮して、ひずみ速度が一定である、押し込み深さ 150 nm 以上の領域において硬さ値の平均を計算した値を用いた。また、ひずみ速度の値は、設定された値ではなく実測値を採用した。ひずみ速度感度指数 m は、式 (4.3) を使用して

計算された。Fig. 4.11 から、Ti-6242S 合金の柔らかい結晶粒の m 値 (0.011) は、硬い結晶粒の m 値 (0.026) よりも低かった。その一方で、IMI 834 の柔らかい結晶粒の m 値 (0.026) は、硬い結晶粒の m 値 (0.023) とほとんど変わらない値を示しており、Ti-6242S と異なる傾向を示した。

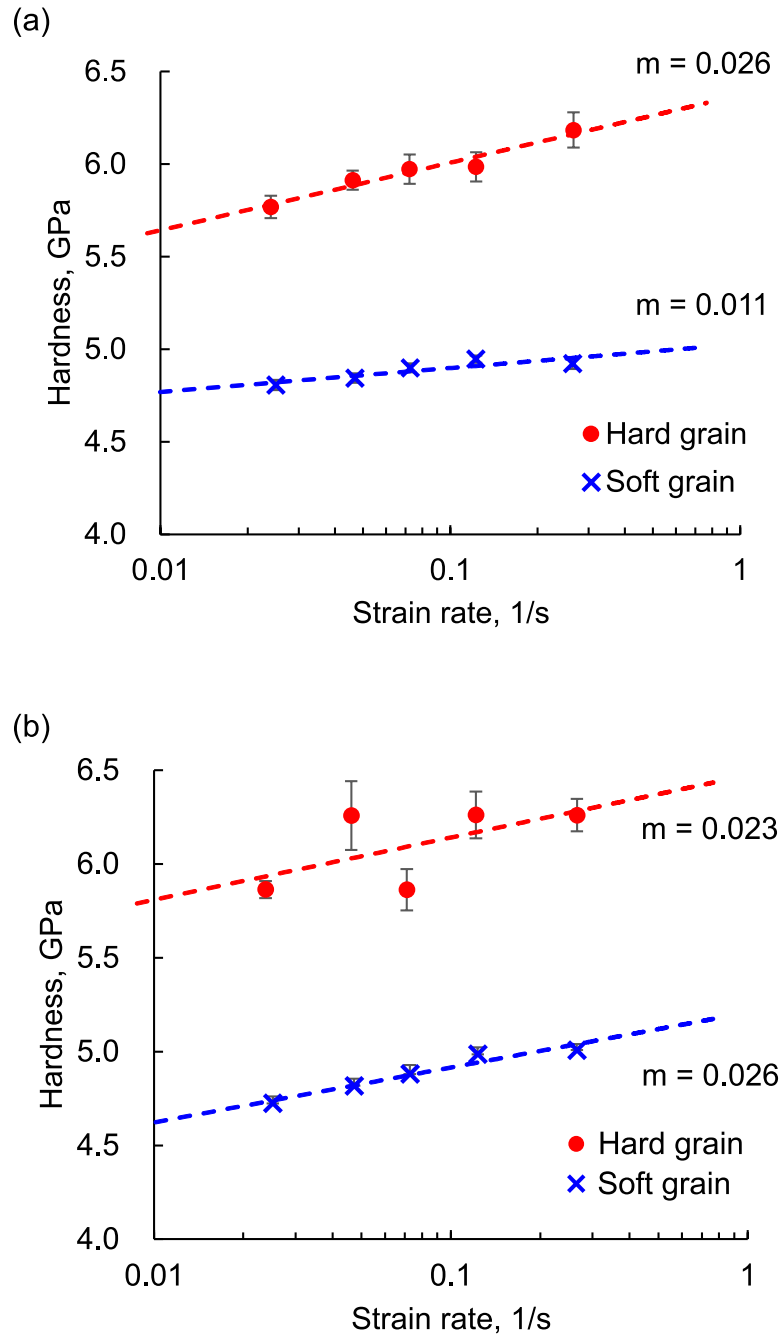


Fig. 4.11 Strain-rate sensitivity of the (a) Ti-6242S and (b) IMI 834 alloys [70]. Error bars indicate the standard deviation of the mean.

4.3.3 固溶元素濃度による硬さ値の違い

各結晶粒の機械特性と固溶元素濃度の関係を明らかにするため、押込み試験を行った領域に対して、EDS 分析を行った。Fig. 4.12 は、Ti-6242S および IMI834 合金の主要な元素の EDS マップを示している。Fig. 4.12 の IPFZ マップに示すように、Ti-6242S 合金と IMI 834 合金の両方の微細構造には、さまざまな c 軸傾斜角の結晶粒が含まれている。さらに、元素マッピングの結果から、Ti-6242S および IMI 834 において、元素分布が、Al が豊富に含まれている領域 (Al-rich) および Zr や Mo が豊富に含まれている領域 (Al-poor) の、2 つの領域に分かれていることが確認された。一方で、Sn や Si は Ti-6242S および IMI834 の両方において、均一に分布していた。Table 4.1 に、各領域の平均 Al, Sn, Zr, Mo, Si, および Nb 濃度を示す。Al-rich 領域の Al 濃度は、Al-poor 領域よりも 1%ほど高かったが、Al-rich 領域の他の元素濃度は、Al-poor 領域よりも低かった。さらに、IMI 834 の Al, Zr, および Mo の濃度は Ti-6242S よりも低く、IMI834 の Sn 濃度は Ti-6242S よりも高かった。

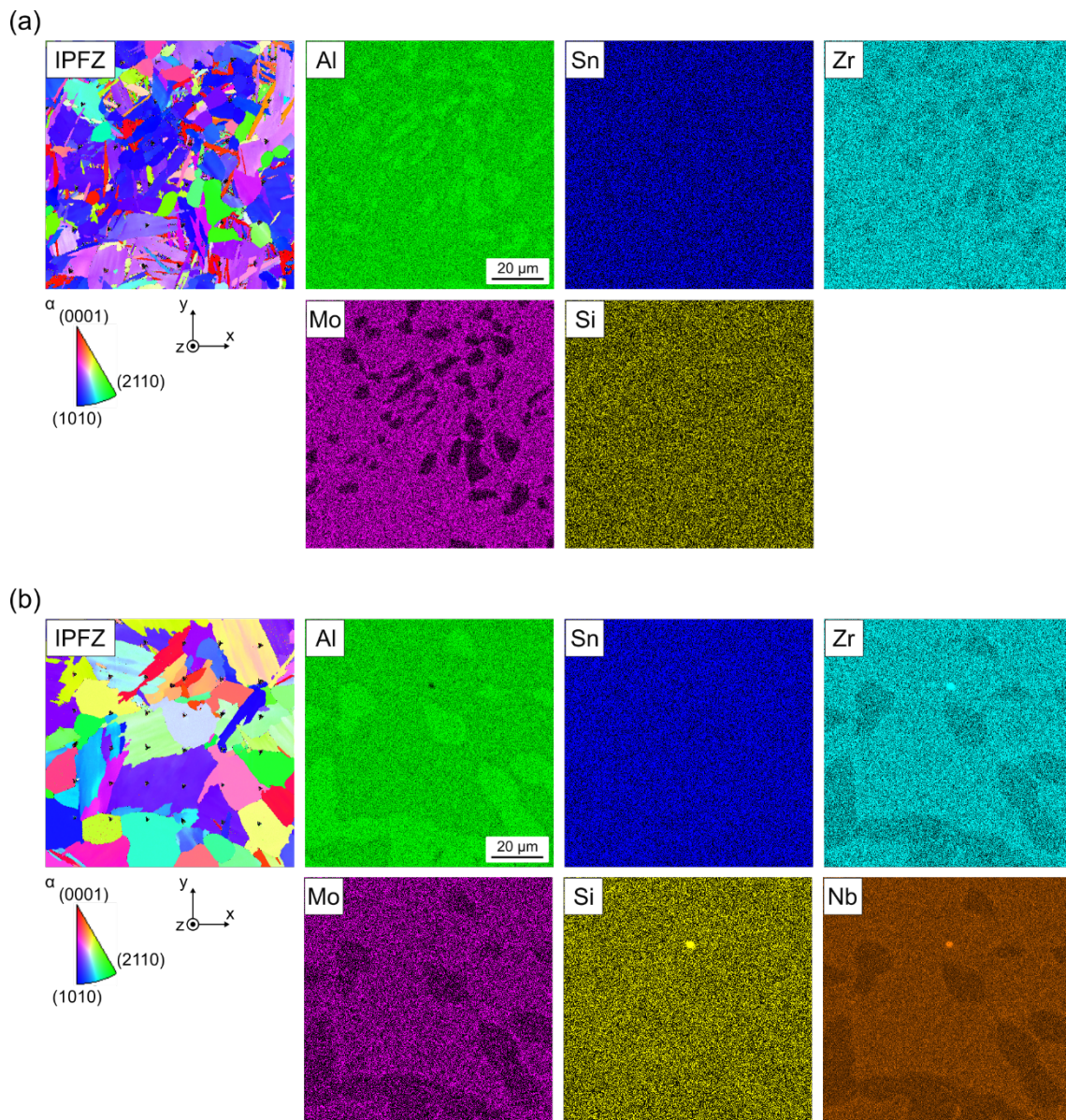


Fig. 4.12 Representative IPF maps in the z-direction obtained by EBSD analysis and the mapping of major elements in (a) Ti-6242S (Al, Sn, Zr, Mo, and Si) and (b) IMI 834 (Al, Sn, Zr, Mo, Si, and Nb) [70].

Table 4.1 Mean solute concentrations (wt.%) of Al-rich and Al-poor areas in the Ti-6242S and IMI 834 alloys [70].

Microstructure	Al	Sn	Zr	Mo	Si	Nb
Al-rich area in Ti-6242S	7.60	1.16	3.75	0.34	0.04	—
Al-poor area in Ti-6242S	6.62	1.19	4.64	1.63	0.06	—
Al-rich area in IMI 834	6.90	2.01	3.28	0.12	0.26	0.67
Al-poor area in IMI 834	5.96	2.33	3.93	0.29	0.30	1.07

Fig. 4.13 は、c 軸傾斜角 θ と Al 濃度の 2 つの要素で整理された硬さ値のグラフを示している。Ti-6242S および IMI 834 における、c 軸傾斜角 θ が大きい結晶粒と小さい結晶粒に分けた場合の硬さ値をそれぞれ Fig. 4.13(a) および (b) に示す（値は Fig. 4.11 に示したデータと同様であり、Al の濃度分布については特に考慮されていない）。Fig. 4.13(a) および (b) で示された通り、Ti-6242S と IMI 834 の両方で、c 軸傾斜角による硬さ値の差は約 1.0 GPa 程度を示した。さらに、Ti-6242S および IMI 834 において、Al-rich な結晶粒と Al-poor な結晶粒で分けた場合の硬さ値をそれぞれ Fig. 4.13(c) および (d) に示す（c 軸傾斜角は特に考慮されていない）。Ti-6242S においては、Al-rich 領域と Al-poor 領域の間で、硬さ値はほとんど変わらなかった (Fig. 4.13(c))。一方で、IMI 834 においては、Al-rich 領域と Al-poor 領域の間では硬さ値に明確な違いがあり、その差は 0.5 GPa 程度であった (Fig. 4.13(d))。Al 濃度による差は c 軸傾斜角による差よりも小さいが、IMI 834 の Al-rich 領域と Al-poor 領域の違いが明らかであり、Al 濃度の影響を無視できないと考えられる。

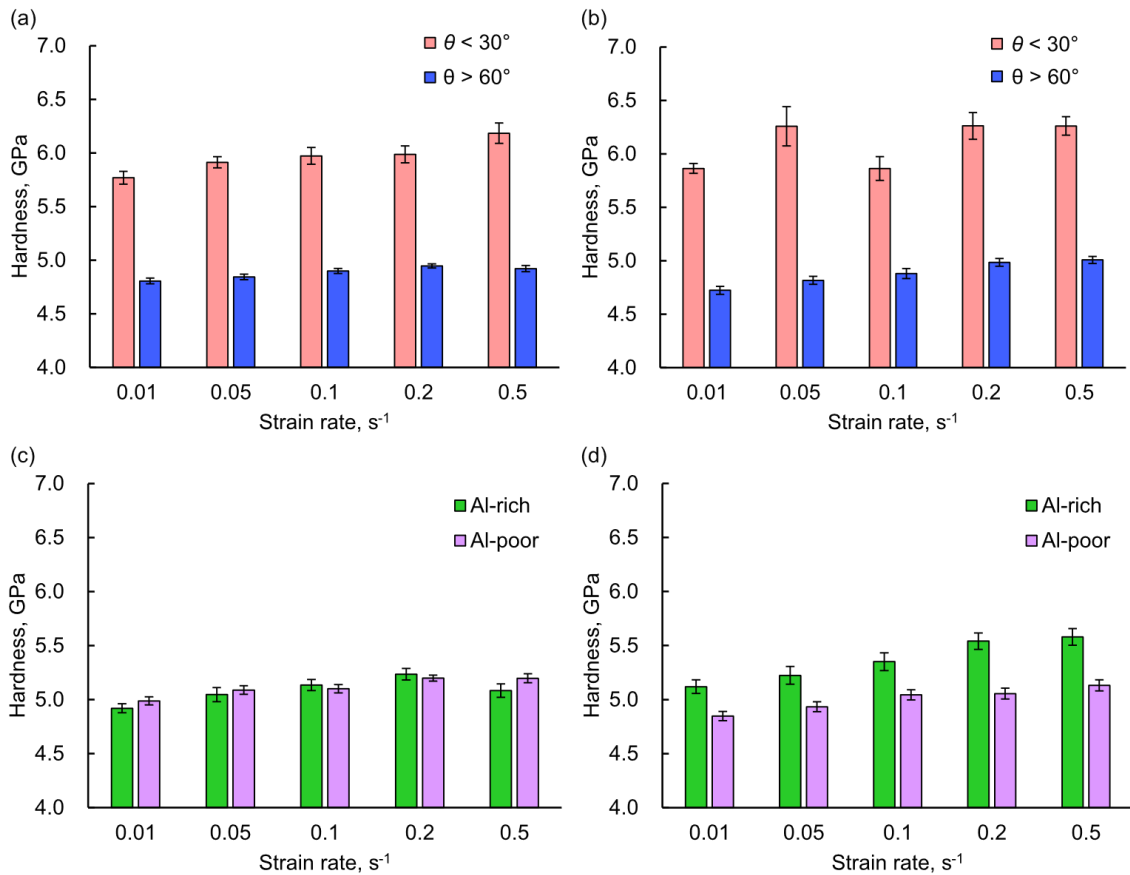


Fig. 4.13 Hardness values obtained by the nanoindentation tests arranged by two factors, c-axis inclination angle (θ) and the content of Al [70]. Hardness of the grains with $\theta > 60^\circ$ and the grains with $\theta < 60^\circ$ in (a) Ti-6242S and (b) IMI 834. Hardness of Al-rich and Al-poor areas in (c) Ti-6242S and (d) IMI 834. Error bars indicate the standard deviation of the mean.

Al-rich 領域と Al-poor 領域の違いについて調査するため、試料表面の SEM 画像および Al 濃度マップの比較を行った (Fig. 4.14)。熱処理を行ったチタン合金の場合、 α 相を厳密に考慮すると、溶体化温度で α 相のままである一次 α 相と、溶体化温度で β 相となり冷却後に再び α 相になった二次 α 相に分けられる。SEM 画像によってある程度の区別が可能であり、球状の結晶粒は一次 α 相、針状の結晶粒が混ざった相は二次 α 相と判断される[86]。本研究において、SEM 画像と Al 濃度マップを比較すると、Ti-6242S および IMI 834 どちらにおいても、一次 α 相および二次 α 相が、それぞれ Al-rich 領域および Al-poor 領域に対応しているように観察された。

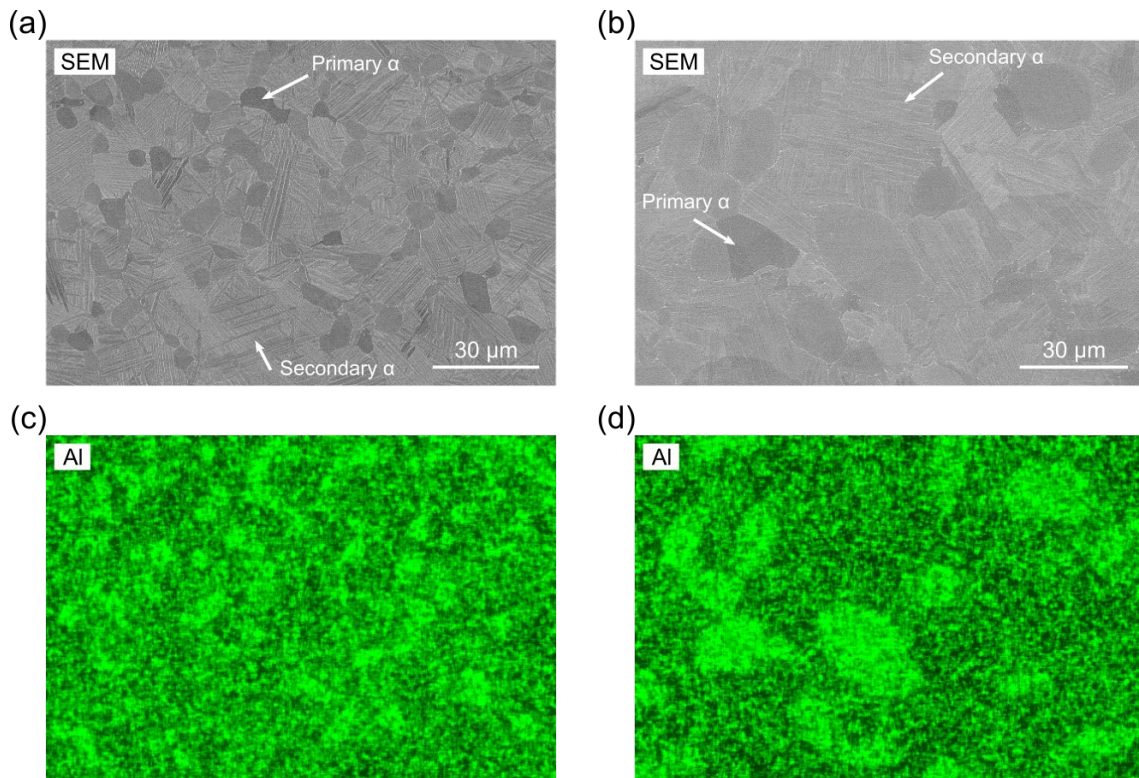


Fig. 4.14 SEM images of the primary and secondary α phases in (a) Ti-6242S and (b) IMI 834, and maps of Al distribution in (c) Ti-6242S and (d) IMI 834 [70].

4.3.4 微小曲げ試験による変形挙動評価

Ti-6242S および IMI834 において、荷重保持によって引き起こされる実際の変形を評価するために、荷重保持を伴う微小曲げ試験を行った。また、マイクロスケールにおける塑性ひずみは、EBSD 分析に基づく塑性ひずみ勾配を示す KAM を使用して調査した。Fig. 4.15 は、微小曲げ試験によって得られた Ti-6242S および IMI834 合金の応力ひずみ曲線を示している。応力とひずみは、曲げ試験により得られた荷重変位曲線および断面が正三角形形状の片持ち梁であることを想定した構造計算をもとに、式(3.1)および式(3.2)から算出した。変形が微小試験片に含まれる結晶粒の結晶構造に依存することを考慮して、各合金の 2 つの例を Fig. 4.15 に示している。応力とひずみは、荷重変位曲線と曲げ試験片の寸法から計算した。Fig. 4.15 のクロスマークで示されている降伏点は、実際の応力ひずみ曲線の勾配が大きく変化した点を示している。さらに、荷重保持の開始と終了(それぞれ白丸と黒丸で示されている)は、実験データから取得した。Ti-6242S の Beam 2 の変形は、初期降伏後に、ひずみの増加に伴って応力が増加するひずみ硬化のような

挙動を示した (Fig. 4.15). しかし, Beam 1 の変形では, 降伏後にひずみが大きくなっても応力はほとんど増加が見られなかった. (ただし, Beam 1 においては変形が大きく試験前に梁が底面に接触したため, 荷重保持試験を行うことができなかった.) IMI 834 の Beam 1 および Beam 2 の変形においては, 初期降伏後のひずみの増加に伴って応力が増加した (Fig. 4.15(b)). また, Ti-6242S か IMI 834 にかかわらず, 荷重保持曲げ試験を実施したすべての試験片で室温でのクリープ変形が観察された.

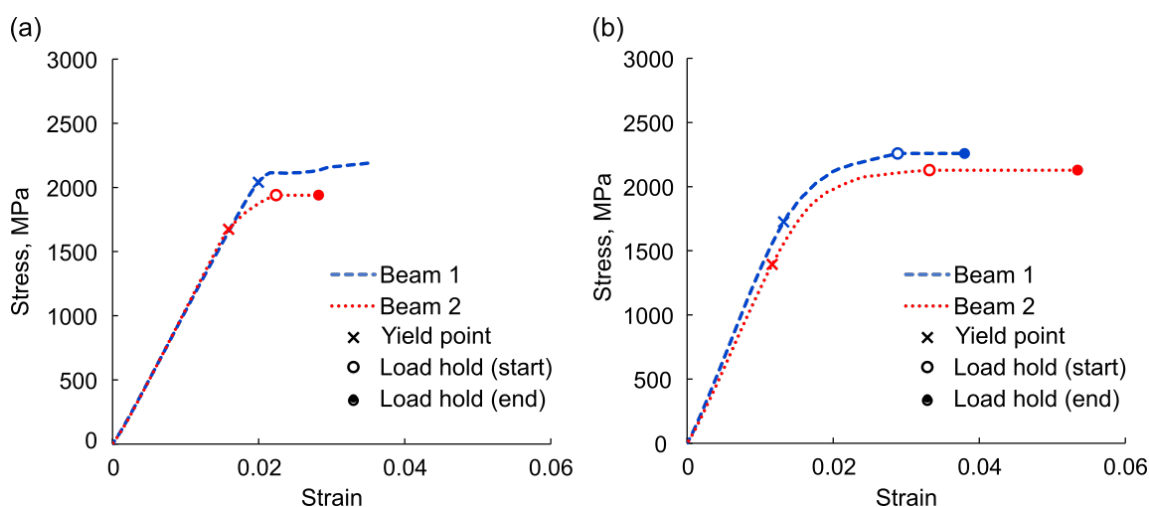


Fig. 4.15 Stress-strain curves of (a) Ti-6242S and (b) IMI 834 obtained by microcantilever bending tests [70].

Fig. 4.16 および Fig. 4.17 は, Ti-6242S および IMI834 の微小曲げ試験後に取得した SEM 画像および EBSD 結果を示している. 各チタン合金において示した Beam 1 および Beam 2 は, Fig. 4.15 で示した応力ひずみ曲線と対応している. Fig. 4.16(a)および Fig. 4.17(a)は, Ti-6242S および IMI834 の微小曲げ試験後に取得した SEM 画像を示している. SEM 画像において, 結晶粒内で観察された線はすべりを示している. Fig. 4.16(a)および Fig. 4.17(a)に, SEM 画像と共に IPFY マップを示している. SEM 観察と EBSD 分析から, 柱面すべりおよび錘面すべりが活性化されたと考えられる. Ti-6242S の Beam 2 では, y 方向に対する c 軸の傾斜角が比較的大きい結晶粒, つまり, 柔らかいと想定される結晶粒で明確なすべり線 (Fig. 4.16(a)において実線の矢印で示されている線) が観察された. さらに, c 軸の傾斜角が比較的小さい結晶粒, つまり硬いと想定される結晶粒においてかすかなすべり線 (Fig. 4.16(a)において破線の矢印で示されている線) が

観察された。これらのすべりは、柔らかい結晶粒内で生成したすべりから伝播しているように見えた。Ti-6242S の Beam 1 では、柔らかい結晶粒に明確なすべり線が観察されたが、硬い結晶粒にはすべり線は見られなかった。代わりに、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間の粒界ですべり（白色の矢印で示されている）が観察された。また、IMI834 の 2 つの試験片 (Fig. 4.17(a)) においても、柔らかい結晶粒に明確なすべり線が観察され、硬い結晶粒に柔らかい結晶粒のすべりから伝播するかすかなすべり線が観察された。

Fig. 4.16(b)と Fig. 4.17(b)はそれぞれ、Ti-6242S および IMI 834 における曲げ試験による KAM 値の変化を示している。KAM 値の増加は、青から赤への色の変化によって示される。KAM 値は、すべての Ti-6242S および IMI834 の試験片において、SEM 画像で明確なすべり線が観察された結晶粒で増加していた。特に、硬い結晶粒との粒界付近の KAM 値は曲げ試験後に増加していた。また、かすかなすべり線が観察された硬い結晶粒の KAM 値についても増加しているように観察された。これらの結果は、Ti-6242S 合金と IMI834 合金の両方で転位密度が柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間の粒界近傍で増加したことを示している。また、Ti-6242S の Beam 1 および IMI 834 の Beam 1 では、すべりが観察されなかった硬い結晶粒の KAM 値も増加しているように見えた（それぞれ Fig. 4.16(b)および Fig. 4.17(b)）。これらの硬い結晶粒の転位密度は潜在的に増加した可能性が考えられる。

Fig. 4.16(c)および Fig. 4.17(c)は、それぞれ Ti-6242S および IMI 834 の試験片の EDS マップ (Al および Mo) を示している。EDS マップ (Fig. 4.16(c)および Fig. 4.17(c)) と IPFY マップ (Fig. 4.16(a)および Fig. 4.17(a)) を比較すると、結晶配向に関係なく、Al-rich 領域と Al-poor (Mo-rich) 領域が分布していることがわかる。ここで、Ti-6242S の Beam 2 や IMI 834 の Beam 2 において、矢印で示した 2 つの結晶粒に着目する。それぞれの結晶粒は y 軸方向に対する c 軸角度がほぼ同様であり、結晶方位に依存する変形挙動に関してもほとんど変わらないと考えられる。一方で、この 2 つの結晶粒は Al-rich である結晶粒と Al-poor である結晶粒に分かれており、結晶方位に依存せず固溶元素濃度の違いに着目した変化を観察可能である。Ti-6242S では、この 2 つの結晶粒間において、曲げ試験前後で KAM の変化が小さかったのに対し (Fig. 4.16(b)), IMI 834 では、KAM の大きな変化が確認された (Fig. 4.17(b))。

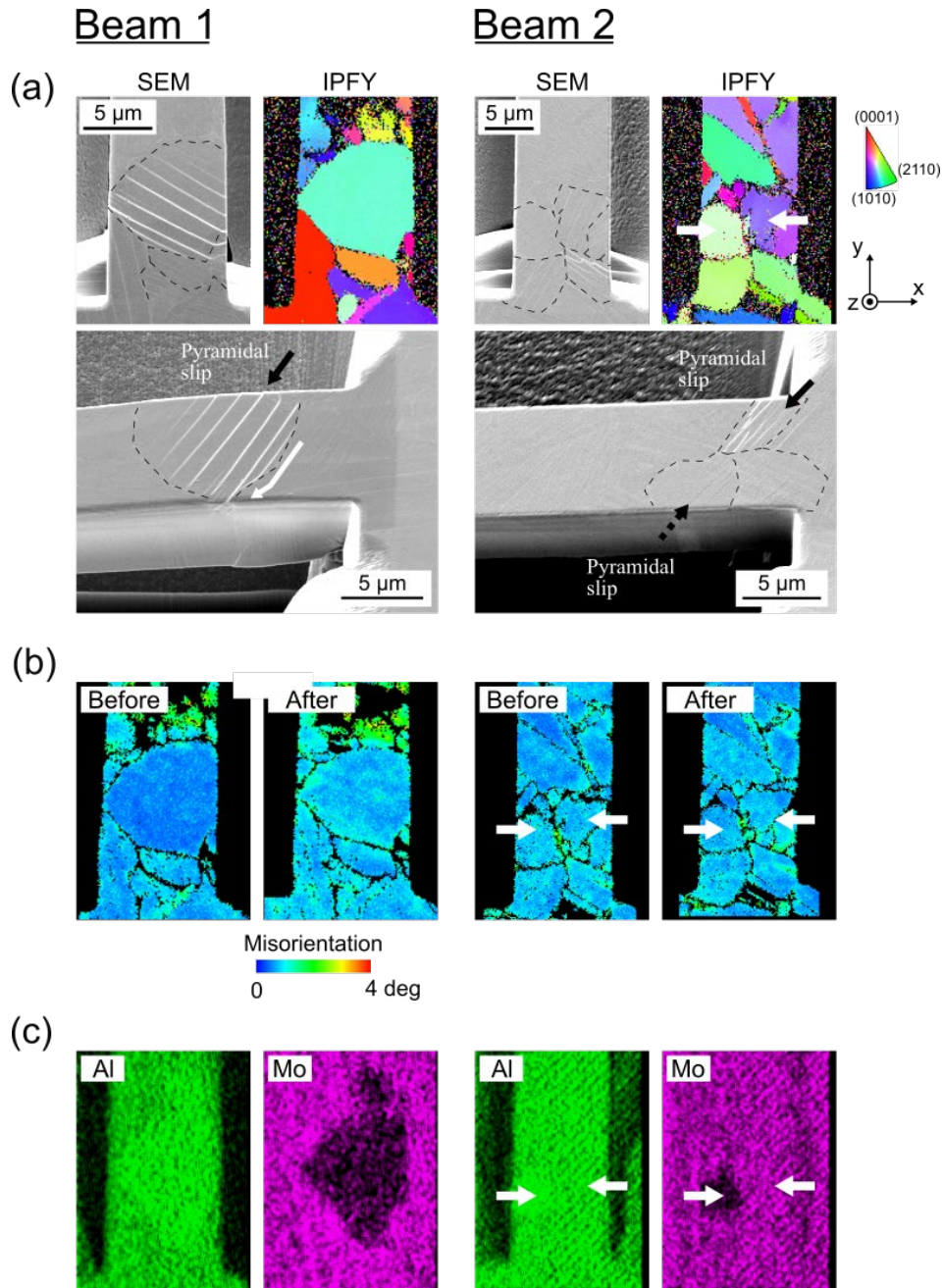


Fig. 4.16 SEM images and EBSD analysis of specimens subjected to the microcantilever bending tests of Ti-6242S [70]. (a) SEM images after the bending tests and the IPF maps in the y-direction. The thin dashed lines in the SEM images indicate the primary grain boundaries, and the solid and dashed arrows indicate representative clear and faint slip lines, respectively. The white arrow indicates grain-boundary sliding. (b) KAM maps obtained by EBSD analysis before and after the bending tests. (c) EDS maps of major elements (Al and Mo). Arrows indicate the grains which have similar c-axis angle with respect to y-direction and different element concentration.

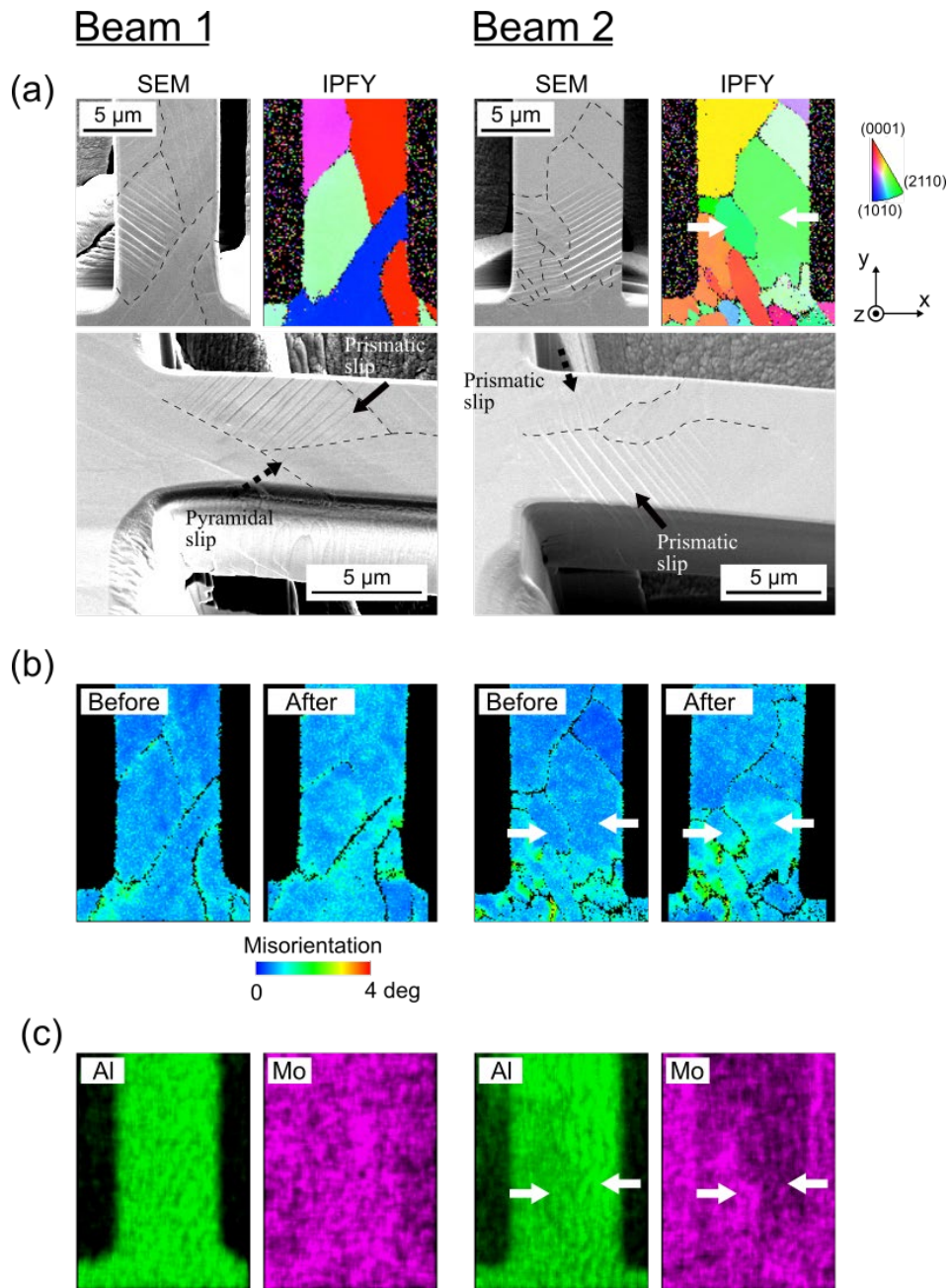


Fig. 4.17 SEM images and EBSD analysis of specimens subjected to the microcantilever bending tests of IMI 834 [70]. (a) SEM images after the bending tests and the IPF maps in the y-direction. The thin dashed lines in the SEM images indicate the primary grain boundaries, and the solid and dashed arrows indicate representative clear and faint slip lines, respectively. (b) KAM maps obtained by EBSD analysis before and after the bending tests. (c) EDS maps of major elements (Al and Mo). Arrows indicate the grains which have similar c-axis angle with respect to y-direction and different element concentration.

4.3.5 微小引張試験による変形挙動評価

微細組織と、荷重保持による塑性変形挙動との関係性について更なる知見を得るため、均一な応力負荷が可能である、繰り返し微小引張試験を行った。Fig. 4.18(a)は、微小引張試験によって得られた Ti-6242S 合金の応力ひずみ曲線を示している。本研究で行った微小引張試験は変位制御方式であるため、正確には 120 秒間変位保持を行っており、変位保持により応力緩和が生じている様子が確認される。Ti-6242S における微小引張試験 1 回目、2 回目それぞれの後に取得した SEM 画像および y 方向に対する IPF 画像を Fig. 4.18(b)に示す。1 回目の微小引張試験では、比較的柔らかい結晶粒 (IPFY マップで緑色で示されている、y 方向に対する c 軸角度の大きい結晶粒) において、柱面すべりが生じていることが確認された。また、結晶粒界においてもき裂が生じている様子が観察された。2 回目の微小引張試験では、それらに加えて、硬い結晶粒 (IPFY マップで赤色で示されている、y 方向に対する c 軸角度の小さい結晶粒) において、明瞭なき裂が確認されており、錘面で変形が生じている様子が確認された。柔らかい結晶粒との粒界の近くから変形が生じており、それらも影響していると考えられる。

Fig. 4.19(a)は、微小引張試験によって得られた IMI 834 合金の応力ひずみ曲線を示している。1 回目、2 回目の引張試験はともに応力緩和が生じていることが確認された。IMI 834 における微小引張試験 1 回目、2 回目それぞれの後に取得した SEM 画像を Fig. 4.19(b)に示す。1 回目の微小引張試験では、IPFY マップで紫色で示されている比較的柔らかい結晶粒において、底面すべりが生じていることが確認された。また、結晶粒界においてもき裂が生じており、そのき裂は柔らかい結晶粒で生じた底面すべりとつながっているように観察された。2 回目の微小引張試験では、それらに加えて、IPFY マップで赤色で示された硬い結晶粒において、明瞭なき裂が確認されており、底面で変形が生じている様子が確認された。

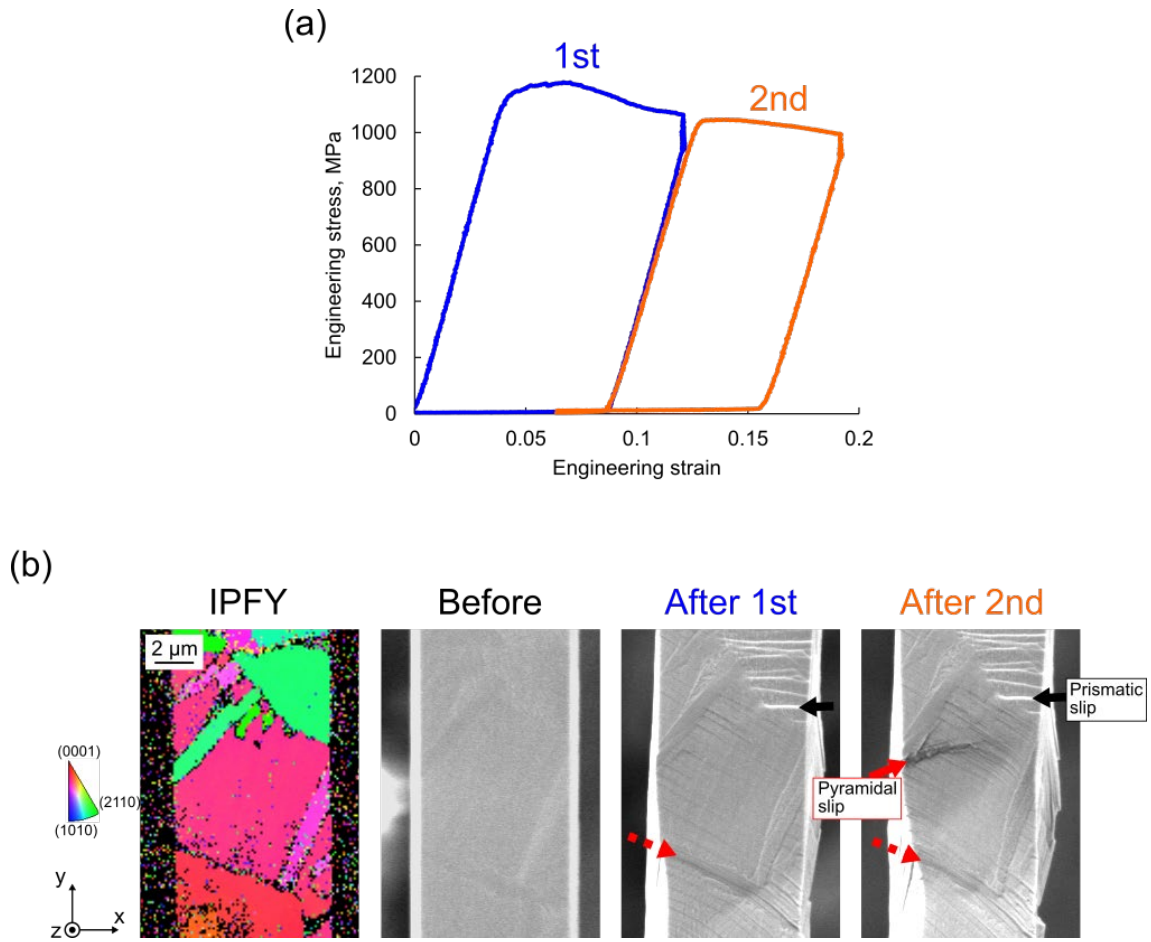


Fig. 4.18 Result of micro-tensile tests of Ti-6242S. (a) Stress-strain curves of the micro-tensile tests of Ti-6242S. (b) SEM images and EBSD analysis of specimens subjected to the micro-tensile tests of Ti-6242S. Solid allows indicate the representative observed slips and dashed allows indicate the crack at grain boundaries.

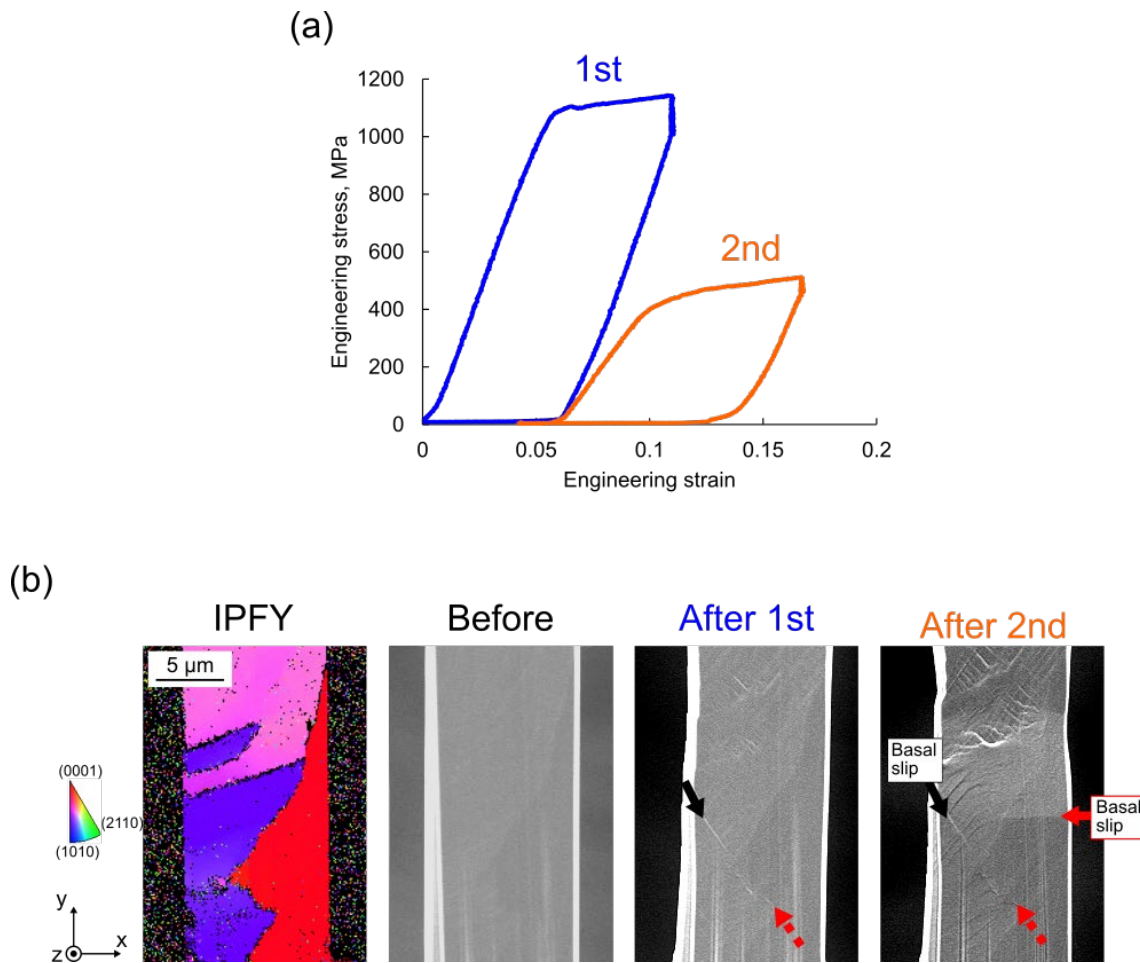


Fig. 4.19 Result of micro-tensile tests of IMI 834. (a) Stress-strain curves of the micro-tensile tests of IMI 834. (b) SEM images and EBSD analysis of specimens subjected to the micro-tensile tests of IMI 834. Solid allows indicate the representative observed slips and dashed allows indicate the crack at grain boundaries.

4.4 考察

4.4.1 ナノインデンテーション測定によるひずみ速度感受性評価の妥当性

Fig. 4.7 および Fig. 4.9 で示した変位および変位速度・荷重速度の関係から、荷重速度は押し込み深さを基準としたひずみ速度を正しく示していることが確認できる。ただ、設定した際のひずみ速度と実際に測定された \dot{h}/h から計算されたひずみ速度に若干の違いが見られた。また、一定のひずみ速度を得るには、ある程度の押し込み深さが必要であ

り、深さはアルミニウムで 600 nm、チタン合金で 150 nm 程度必要なことが Fig. 4.9 の結果からわかる。一定のひずみ速度測定では、測定対象の硬さ値が押し込み深さによって変化しないことおよび深さに対して相似形である先端の尖った圧子で測定が行われていること、を仮定している[103]。一方で、単結晶金属などで、押し込み深さが小さいほど硬さ値が大きくなる Indentation size effect (ISE) という現象が生じることが知られている[112, 113]。アルミニウム等は特に ISE を示す材料であることが知られており[113]、押し込み深さが小さい場合には硬さが変わらないという仮定を満たさない可能性がある。加えて、尖った圧子の作製には限界があることや、測定を繰り返し行うことにより摩擦することを考えると、圧子先端は丸みを帯びていることが考えられる。Fig. 4.20 に、Berkovich 圧子の先端を原子間力顕微鏡 (Atomic force microscope: AFM) により測定した画像の例を示す[27]。このように、Berkovich 圧子の先端は、ナノスケールでみると丸みを帯びている様子が観察される。したがって、押し込み深さが数十 nm ほどの小さい領域では、深さに対して相似形である尖った圧子の測定という条件を満たさないと考えられる。これらの理由から、押し込み深さの小さい領域では、一定のひずみ速度での測定が実現できなかったと考えられる。また、一定の値を示すようになった後のひずみ速度を考慮したところ、装置で設定されたひずみ速度は、実際に測定された \dot{h}/h によって得られたひずみ速度と多少異なっていた。またその差の程度についても、アルミニウムとチタン合金で若干異なっていた。材料によって異なることが想定されるため、ひずみ速度を考慮する場合は、実際に測定した値を用いて解析を実施すべきであると考えられる。

また、粗粒アルミニウムはひずみ速度にほとんど敏感ではないことで知られており[105, 106]、先行研究でのナノインデンテーション試験を使用したひずみ速度感度指数 m は 0.013 だった[105]。我々の実験では、 m 値は 0.016 であり、先行研究とほぼ一致していた。また、先行研究のマクロスケールにおける圧縮試験によると、粗粒アルミニウムは室温で低いひずみ速度感受性を示している[114]。したがって、ひずみ速度感受性の実験に対するナノインデンテーション試験による測定誤差の影響はほとんどないと推測される。厳密に言えば、ナノインデンテーション試験で想定されるひずみ速度は、応力が特定の領域に集中するため、引張試験などの従来の材料試験で使用されるひずみ速度とは異なることに注意する必要がある[115]。

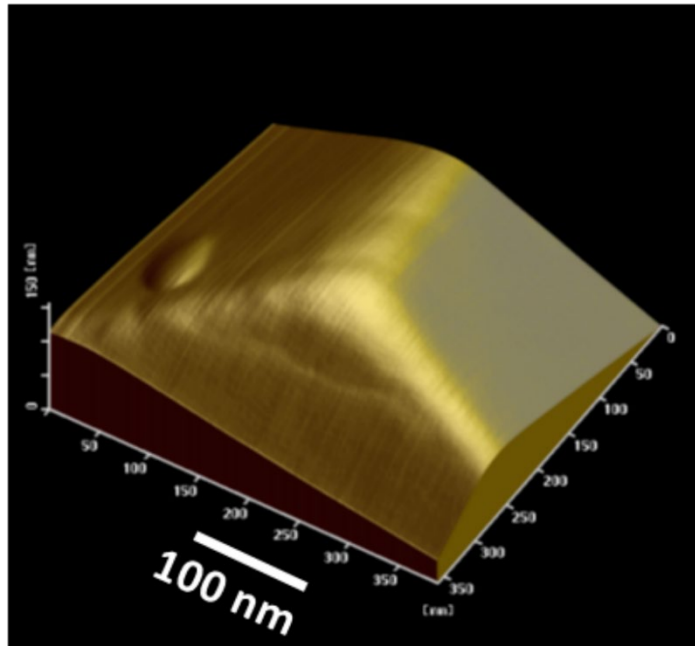


Fig. 4.20 Example of AFM image of the Berkovich indenter tip [27].

4.4.2 Ti-6242S および IMI 834 のひずみ速度感受性

先行研究では、Ti-6242 など Dwell fatigue 寿命が短いチタン合金において、硬い結晶粒と柔らかい結晶粒のひずみ速度感受性の違いが報告されている[65, 66]. 一方で、Ti-6246 のように、Dwell fatigue 強度の低下がみられないチタン合金にはその違いは見られなかった[65, 66]. Zheng らは、結晶塑性解析により、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒のひずみ速度感受性の違いは、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間の粒界で生じるパイルアップ転位による応力集中に関連しており、 m の差が小さい場合に粒界周辺の応力は小さく、 m の差が大きい場合に粒界周辺の応力が大きくなることを示した[66]. 粒界での応力集中は Dwell fatigue 強度低下の原因の一つとして考えられている[50, 66]. 本研究における Ti-6242S では、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒のひずみ速度感度指数 m の違いは大きく (Fig. 4.11(a)), 先行研究における実験[65]やシミュレーション[66]で観察された Ti-6242 と同様の傾向を示した. 一方で、IMI 834 については、同じく Dwell fatigue 寿命が短いことが知られているにもかかわらず[62], 硬い結晶粒と柔らかい結晶粒のひずみ速度感受性には、違いがほとんど見られなかった (Fig. 4.11(b)). Ti-6242S と IMI834 はどちらも同様に短い Dwell fatigue 寿命を示すが、本研究で得られた実験結果は、それらの硬い結晶粒と柔らかい結晶粒のひずみ速度感受性の違いに異なる傾向を示した.

4.4.3 固溶元素の影響

Ti-6242S においては、Al-rich 領域と Al-poor 領域の間で、硬さ値はほとんど変わらなかったが (Fig. 4.13(c)), IMI 834 においては、Al-rich 領域と Al-poor 領域の間では硬さ値に明確な違いがあり、その差は 0.5 GPa 程度であった (Fig. 4.13(d)). Al 濃度による硬さ値の差 (約 0.5 GPa) は c 軸傾斜角による差 (約 1.0 GPa) よりも小さいものの、違いが明らかに見られるため、Al 濃度の影響を無視できないと考えられる。固溶元素濃度の分布による硬さ値の違いは、Ti-6242S では見られず、IMI 834 では見られたことから、固溶元素の種類や濃度の違いによって各結晶粒の強度が変化したと考えられる。Fig. 4.14 の結果から、Al-rich 領域と Al-poor 領域は、それぞれ一次 α 相と二次 α 相に対応していた。Ti-6242S では、一次 α 相と二次 α 相で強度が変化しないものの、IMI 834 では、一次 α 相が二次 α 相よりも強度が高くなったと推測される。

基本的に、Al はチタン合金の主要な α 安定化元素として使用されており、引張強度とクリープ強度を向上させることが知られている[7, 9, 100]。一方、Mo と Nb は β 相の安定化元素として使用されている[9, 100]。さらに、Si が添加により、広範囲の温度でクリープ強度を向上させることが可能である[9]。また、Sn と Zr は固溶硬化における中性元素として使用される[9, 100]。本研究において、Al-rich 領域と Al-poor 領域における Al 濃度の差が、IMI 834 と Ti-6242S のどちらも約 1%であることを考慮すると (Table 4.1), Al の濃度差だけが硬さ値に影響しているわけではないと考えられる。また、Al-rich 領域と Al-poor 領域に関して、Mo や Zr の濃度差は IMI 834 よりも Ti-6242S の方が大きく (Table 4.1), IMI 834 における硬さ値の差が表れる原因である可能性は低いと考えられる。Sn は、 α 相の固溶体強化元素として、Al と組み合わせて使用され、より高い強度を実現するために用いられている[7, 100]。Sn の濃度は Ti-6242S よりも IMI 834 の方が高く (Table 4.1), Al との組み合わせにより、IMI 834 における硬さ値の差が表れる原因である可能性がある。マクロスケールにおいては、Ti-Al 合金や Ti-Sn 合金よりも Ti-Al-Sn 合金の方が、引張強度が高いことが示されており[116], 本研究の IMI 834 での Al-rich 領域の硬さ値向上に対しても、固溶強化等に関連して Al と Sn の相互作用があったものと考えられる。

加えて、Zr は α 相の固溶体強化元素として考えられているが[7, 9], 最近の研究結果として、Liang らは、Zr の添加が α 安定化元素の安定化効果を弱め、 β 安定化元素の有効性を高めることを示しており[117], その利用方法については色々な考え方が存在する。本研究において、Fig. 4.12 は、Ti-6242S と IMI 834 の両方において、Zr の分布が Mo と Nb の分布に類似していることが確認された。Mo や Nb が β 安定化元素であること、

Zr が Mo や Nb と同様の分布を示したことを考慮すると, Zr が β 安定化元素の有効性を高めたと考えられる.

IMI 834 において, Al-rich 領域と Al-poor 領域の硬さ値の違いは, 隣接する結晶粒の粒界付近の応力集中に寄与する可能性がある. IMI 834 では, Al-rich 領域と Al-poor 領域の間に明確な違いが観察された (Fig. 4.13(d)). IMI 834 の柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間の m の違いが小さかったことについては (Fig. 4.11), おそらく Al が豊富な領域と Al が少ない領域の硬さ値の違いに影響された可能性が考えられる. 微小曲げ試験による KAM 解析では, Ti-6242S では Al-rich な結晶粒と Al-poor な結晶粒の間の粒界近傍での塑性ひずみの増加はそれほど見られなかったが, IMI 834 では Al-rich な結晶粒と Al-poor な結晶粒の間での粒界近傍での塑性ひずみが増加している様子が観察された. Al などの元素の局在化による結晶粒の強度の差が大きい場合, c 軸の傾きだけでなく元素の局在化なども粒界の応力集中に影響を与える.

4.4.4 微細構造の効果

本研究では, 荷重保持を伴う微小曲げ試験および微小引張試験を行い, 微細構造が実際の変形挙動に及ぼす影響について評価を行った. 先行研究では, 結晶塑性解析により, 柔らかい結晶粒で硬い結晶粒を挟んだモデルに対して荷重保持試験のシミュレーションが行われており, 荷重保持の開始時と終了時で硬い結晶粒における応力が増加し, 結果として結晶粒内に底面すべりや錘面すべりを生じることが示されていた[66] (Fig. 1.12). 本研究における荷重保持を伴う微小力学試験では, 柔らかい結晶粒の変形から粒界や硬い結晶粒内部のき裂が生じているように確認された. 特に, IMI 834 の微小引張試験では, 硬い結晶粒内で明瞭なき裂が, 底面で生じていることが確認された. また, そのき裂は引張方向に垂直な方向に進展していた. 先行研究においても, マクロスケールにおける IMI 834 の Dwell fatigue 試験が行われた際, 微小な擬へき開ファセットが観察されており, それらが(0001)面で生じておりかつ主応力方向に垂直な方向で発生することが示されていた[118]. 本研究のマクロスケールにおける試験でも実際に硬い結晶粒においてへき開き裂が生じたと考えられる.

また, 微小曲げ試験の EBSD 解析から, すべりが発生していない硬い結晶粒でも KAM 値が全体的に増加していることが確認された. 変形ははっきりとは観察されなかったが, 転位は硬い結晶粒に蓄積されているようである. 荷重保持曲げ試験を実施できたすべての曲げ試験片で室温でのクリープが観察された (Fig. 4.15, Fig. 4.16 および Fig. 4.17). Xiong らは, 塑性クリープひずみの増加が, 硬い結晶粒よりも柔らかい結晶粒の方が大

きいことが示されている[119]. したがって、本研究で観察されたクリープは、より柔らかい結晶粒におけるクリープを表しており、硬い結晶粒の副次的なクリープは、より柔らかい結晶粒の変形によって引き起こされた可能性がある。

Ti-6242S の Beam 1 では、柔らかい結晶粒においてすべりが発生しており、その近くの硬い結晶粒においても KAM 値が増加していたが、硬い結晶粒内でのすべりは観察されなかった (Fig. 4.16(a)). その一方で、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間の粒界ですべりが観察された。加えて、微小引張試験においても、結晶粒界でのき裂が確認された。先行研究において、粒界すべりは、室温においてチタン合金で観察されている[83, 84]. 生じたすべりと粒界との間の角度が小さい場合は、粒界すべりが促進されることが示されている[83]. また粒界すべりは、変形しやすい結晶粒と変形しにくい結晶粒の間の界面に沿って、Dwell fatigue 試験中にも観察されることが示されている[84]. 本研究においても、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間の粒界面、および生じたすべりと粒界との間の角度が、粒界すべりに影響を与えると考えられる。一方で、Somekawa らは、チタンと同じ hcp 構造を持つマグネシウムにおいて、粒界すべりはひずみ速度感度に関係していること、また固溶元素の添加によって、粒界すべりを防ぐ傾向があることを示した[120]. よって、粒界すべりは、チタンにおいても固溶体元素によって防ぐことができる可能性も考えられるが、さらなる調査が必要となる。

4.4.5 Dwell fatigue に影響を与える潜在的な要因

IMI 834 と Ti-6242S の両方で、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒のひずみ速度感受性の傾向は異なるものの、微小曲げ試験および微小引張試験では、どちらも柔らかい結晶粒で発生したすべりによって硬い結晶粒での変形が誘導されたように観察された。Zheng らは、Ti-6242 と Ti-6246 における結晶塑性解析シミュレーションから、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間のひずみ速度感受性が大きく異なることは、荷重保持によって引き起こされる、柔らかい結晶粒から硬い結晶粒への応力再分布に影響することを示した[66]. 本研究で得られた Ti-6242S の結果は、この理論と一致していた。しかしながら、IMI 834 では、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間のひずみ速度感受性の違いが小さかったにもかかわらず、荷重保持による曲げ試験において、応力および転位密度が増加した。ナノインデンテーション試験の結果からは、固溶元素濃度、特に Al 濃度によって硬さ値が変化することが示された。さらに、曲げ試験の結果は、Al 濃度分布が荷重保持による転位密度の増加に影響していることを示していた。本研究の結果から、Dwell fatigue 強度低下の原因である応力の再分布が、結晶方位による違いだけでなく、固溶元素濃度の分布

による違いによっても引き起こされると考えられる。隣接する結晶粒間の結晶方位の不一致が応力の再分布に影響を与える主な要因ではあるが[50, 56, 60, 61, 63], 固溶元素濃度の影響も無視できない。固溶元素濃度による結晶粒の強度も Dwell fatigue 強度低下に影響することを考えると, 固溶元素濃度や結晶方位を制御し, 各結晶粒の強度のばらつきを抑えることができれば, Dwell fatigue 強度低下を抑制できると考えられる。

4.5 まとめ

Cold dwell fatigue のメカニズムを解明することを目的として、Ti-6242S および IMI834 合金において、各結晶粒のひずみ速度感受性を調べるために、ナノインデンテーション試験を行った。また、荷重保持を伴う微小曲げ試験および微小引張試験を実施した。これらの実験から、次の結論が導き出された。

1. Dwell fatigue 強度の低下に影響があると考えられている、柔らかい結晶粒と硬い結晶粒のひずみ速度感度指数 m の差は、Ti-6242S で大きく、IMI 834 で小さい値を示しており、どちらも Dwell fatigue 強度の低下を示す合金であっても異なる傾向を示した。
2. 硬さ値は IMI834 の Al 濃度の分布によって変化したが、Ti-6242S の硬さ値は Al 濃度の分布によっては変化しなかった。これが、IMI834 において c 軸を基準とした柔らかい結晶粒と硬い結晶粒の間の m の差が小さいことの要因であると考えられる。また、Al-rich 領域および Al-poor 領域はそれぞれ一次 α 相および二次 α 相に対応していた。
3. 微小曲げ試験および微小引張試験の結果から、IMI 834 と Ti-6242S の両方で、どちらも、柔らかい結晶粒における変形が硬い結晶粒での変形に影響を及ぼしている様子が観察された。また、荷重保持を伴う曲げ試験により、IMI834 の転位密度が固溶元素濃度の異なる結晶粒間の境界近くで増加した。
4. ナノインデンテーション結果および微小曲げ試験結果から、応力の再分布を引き起こす要因として、結晶方位による違いだけでなく、固溶元素濃度の分布による違いも考えられる。

第5章 結言

本論文では、航空機用エンジン材料として用いられているチタン合金を対象に、微小力学試験を用いて、微細構造の影響を考慮した変形機構を明らかにすることを目的とした。ナノインデンテーション試験を用いて、各相や各結晶粒の機械的特性を評価するとともに、微小曲げ試験および微小引張試験を用いて、数個の結晶粒を含む試験片に対して材料力学試験を行い、微細構造の不均一性を考慮に入れた変形挙動評価を行った。これらの総合的な知見を基に、微小き裂の生成および進展に関して微細構造の影響を考慮した変形機構を明らかにした。本研究の結果は以下のようにまとめられる。

第2章では、Ti-6Al-4V合金における、微細組織と塑性変形挙動の関係について明らかにした。Ti-6Al-4V合金の代表的な微細構造である等軸状構造およびバイモーダル構造において、集束イオンビーム（FIB）により複数の結晶粒を含む微小曲げ試験片を作成し、ナノインデンテーション装置によって曲げ試験を行い、各結晶粒や粒界が塑性変形に与える影響を評価した。また、ナノインデンテーション測定により、各結晶粒の弾性率や強度について評価した。結果として、微小曲げ試験およびナノインデンテーション試験から β 相が α 相よりも変形しやすいことが確認された。 β 相の変形は結晶方位の異なる α 結晶粒に挟まれた場合に生じやすいと考えられる。また、 α 結晶粒内のすべりも、粒界による変形拘束によって生じる不均一な応力分布の影響を受けることが示された。今回明らかにされた、 β 相の変形や α 相の固溶元素の影響は、き裂の発生とも関連すると考えられ、き裂の発生を抑制するための新たな合金設計にも役立つ知見である。また、 α 結晶粒内で生じるすべりは、粒界による変形拘束によって生じる不均一な応力分布の影響を受けることが明らかになった。

第3章では、耐熱チタン合金に対する、高温環境下での微細組織と変形挙動の関係について明らかにするため、Ti-6Al-4V、Ti-6242S、IMI 834チタン合金に対して、25℃および350℃の環境下でナノインデンテーション試験、微小曲げ試験を行った。塑性変形が起こった結晶粒の結晶構造を決定するために、試験片を走査型電子顕微鏡（SEM）で観察し、電子線後方散乱回折（EBSD）による分析を行った。各結晶粒と結晶構造に焦点を当てて強度の温度依存性について調べた。ナノインデンテーション試験結果から、350℃における α 結晶粒単体の弾性率が、25℃の時よりも10~20%ほど低い値を示したことから、マクロスケールにおいて見られる高温環境下での弾性率の低下は α 結晶粒単体の弾性率低下が要因であると考えられる。また、ナノインデンテーション試験の硬さ値、および微小曲げ試験の0.2%耐力の結果から、結晶粒のレベルにおいて、IMI834

および Ti-6242S の高温での塑性変形に対する耐性が Ti-6Al-4V よりも大きいことが示された。IMI 834, Ti-6242S, Ti-6Al-4V 合金の実際に生じたすべり系については室温と高温で違いが見られなかった。IMI 834 および Ti-6242S 合金では, 高温環境下において, チタン合金の複雑な微細構造に関係なく, 各結晶粒が強化されていたと考えられる。高温強度の向上には結晶粒の強度向上が影響していると明らかになったことから, 新たな合金開発の際にも微小力学試験の測定が有用である。また, き裂の生成に関する結晶粒界の影響は少ないと考えられ, 微細構造最適化のための新たな知見を得られた。

第4章では, 耐熱チタン合金の室温環境下での Dwell fatigue のメカニズムの解明に向けて, Dwell fatigue 強度の低下を引き起こす Ti-6242S および IMI 834 に対して微小力学試験を行った。Ti-6242S および IMI 834 における各結晶粒のひずみ速度感受性を, ナノインデンテーション試験によって検証した。また, 結晶構造や固溶元素濃度が, ひずみ速度感受性と Dwell fatigue 強度に影響を与える要因を調べた。さらに, 荷重保持を伴う微小曲げ試験を実施して各結晶粒および結晶粒界付近の塑性ひずみの変化を調査した。結果として, Dwell fatigue 強度の低下に影響があると考えられている, 柔らかい結晶粒と硬い結晶粒のひずみ速度感度指数 m の差は, Ti-6242S で大きく, IMI 834 で小さい値を示しており, 同様に Dwell fatigue 強度低下を示す合金であっても異なる傾向を示した。硬さ値は IMI834 の Al 濃度の分布によって変化したが, Ti-6242S の硬さ値は Al 濃度の分布によっては変化しなかった。さらに, 荷重保持を伴う微小曲げ試験および微小引張試験では, IMI 834 と Ti-6242S の両方で, どちらも, 柔らかい結晶粒の変形が硬い結晶粒の変形に影響している様子が観察された。ナノインデンテーション結果および微小材料試験結果から, 結晶方位だけでなく, 固溶元素濃度の分布も, Dwell fatigue 強度低下の原因である応力の再分布に影響することが示された。

以上から, 微小力学試験を適用することにより, 主に航空機材料として用いられているチタン合金の, 微細組織, 相変態, 元素組成などのマイクロ・ナノレベルの影響因子と, 機械的性質・変形挙動との関係に対する知見を明らかにすることができた。本研究により, 微細構造の複雑さから疲労寿命に大きなばらつきがあるチタン合金の微小き裂の生成および進展に関して本質的な理解を得た。

参考文献

- [1] G. Lütjering, J.C. Williams, Titanium, 2nd edition, Springer, 2007.
- [2] BOEING EDGE, “787 Aircraft Rescue & Firefighting Composite Structure”, April 2013.
- [3] 北嶋具教, 御手洗容子, 航空機用チタン合金の材料特性および開発指針, あたりあ, Vol. 55, No. 8, 2016.
- [4] 稲垣育宏, 武智勉, 白井善久, 有安望, 航空機用チタンの適用状況と今後の課題, 新日鉄住金技報, Vol. 396, pp. 23-28, 2013.
- [5] 松本洋明, 航空機用チタン合金の熱間加工特性および有限要素解析 (FEM) を併せたマクロ・メゾスケール組織・材質予測, 軽金属, Vol. 70, pp. 562-569, 2020.
- [6] Michael Gabriele, Titanium USA 2018, Executive Summary, pp. 1-40, 2018.
- [7] I. Polmear, D. StJohn, J.-F. Nie, M. Qian, Light Alloys, fifth ed., Elsevier, 2017.
- [8] C. Leyens, M. Peters, Titanium and titanium alloys: fundamental and applications, Wiley-VCH, 2003.
- [9] K.K. Sankaran, R.S. Mishra, Titanium Alloys, in Metallurgy and Design of Alloys With Hierarchical Microstructures, Elsevier, 2017.
- [10] BEA2017-0568, Investigation report, 2020.
- [11] 森健一, 岳辺秀徳, 橋本翔太郎, チタン合金の疲労特性基盤研究, 日本製鉄技報, Vol. 418, pp. 97-102, 2021.
- [12] Aldo Attanasio, Marcello Gelfi, Annalisa Pola, Elisabetta Ceretti, Claudio Giardini, Influence of material microstructures in micromilling of Ti6Al4V alloy, Materials, Vol. 6, pp. 4268-4283, 2013.
- [13] P. Chowdhury, H. Sehitoglu, Mechanisms of fatigue crack growth – a critical digest of theoretical developments, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, Vol. 39, pp. 652-674, 2016.
- [14] Motomichi Koyama, Hiroshi Noguchi, Kaneaki Tsuzaki, The plaston concept, Springer, pp. 213-234, 2022.
- [15] M.R. Bache, W.J. Evans, V. Randle, R.J. Wilson, Characterization of mechanical anisotropy in titanium alloys, Materials Science and Engineering A, Vol. 257, pp. 139-144, 1998.
- [16] R.K. Nalla, B.L. Boyce, J.P. Campbell, J.O. Peters, R.O. Ritchie, Influence of microstructure on high-cycle fatigue of Ti-6Al-4V: Bimodal vs. lamellar structures,

- Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 33, No. 3, pp. 899–918, 2002.
- [17] Hayley R. Sandgren, Yuwei Zhai, Diana A. Lados, Paul A. Shade, Jay C. Schuren, Michael A. Groeber, Peter Kenesei, Anastasios G. Gavras, Characterization of fatigue crack growth behavior in LENS fabricated Ti-6Al-4V using high-energy synchrotron x-ray microtomography, *Additive Manufacturing*, Vol. 12, pp. 132-141, 2016.
- [18] Akira Maenosono, Motomichi Koyama, Yoshihisa Tanaka, Shien Ri, Qinghua Wang, Hiroshi Noguchi, Crystallographic selection rule for the propagation mode of microstructurally small fatigue crack in a laminated Ti-6Al-4V alloy: Roles of basal and pyramidal slips, *International Journal of Fatigue*, Vol. 128, pp. 105200, 2019.
- [19] 大倉康孝, 澄川貴志, 井手修平, 北村隆行, 微小曲げ試験を用いた Ta₂O₅ 薄膜の機械特性評価, *日本機械学会論文集 (A 編)*, Vol. 77, No. 775, pp. 495-504, 2011.
- [20] Ken Hashigata, Tso-Fu Mark Chang, Haochun Tang, Chun-Yi Chen, Daisuke Yamane, Toshifumi Konishi, Hiroyuki Ito, Katsuyuki Machida, Kazuya Masu, Masato Sone, Strengthening of micro-cantilever by Au/Ti bi-layered structure evaluated by micro-bending test toward MEMS devices, *Microelectronic Engineering*, Vol. 213, pp. 13-17, 2019.
- [21] Xiaodong Li, Bharat Bhushan, A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications, *Materials Characterization*, Vol. 48, pp. 11-36, 2002.
- [22] Julia R. Greer, Jeff Th.M. De Hosson, Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect, *Progress in Materials Science*, Vol. 56, pp. 654-724, 2011.
- [23] J.S. Stöcklen and A.G. Evans, A microbend test method for measuring the plasticity length scale, *Acta Materialia*, Vol. 46, No. 14, pp. 5109-5115, 1998.
- [24] Y. Li, A.J. Bushby, D.J. Dunstan, The Hall-Petch effect as a manifestation of the general size effect, *Proceedings of the Royal Society A*, Vol. 472, pp. 20150890, 2016.
- [25] 佐々木勲, 大谷淳一, 畑克彦, 大石恵一郎, 高強度微細結晶粒銅合金「SFG」の開発, *まてりあ*, Vol. 43, No. 1, pp. 67-69, 2004.
- [26] 鳥塚史郎, 超微細粒鋼の研究開発と実用化に向けて, *Sanyo Technical Report*, Vol. 23, No. 1, pp. 9-17, 2016.
- [27] 田中幸美, ナノインデンテーション法を用いた微小領域の機械特性評価技術に関する調査研究, *計測と制御*, Vol. 58, No. 4, pp. 298-305, 2019.
- [28] ISO 14577-1:2015, Instrumented indentation test for hardness and materials parameters —

Part 1 test method.

- [29] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology, *Journal of Materials Research*, Vol. 19, No. 1, pp. 3-20, 2004.
- [30] Takahito Ohmura, Kaneaki Tsuzaki, Fuxing Yin, Nanoindentation-induced deformation behavior in the vicinity of single grain boundary of interstitial-free steel, *Materials Transactions*, Vol. 46, No. 9, pp. 2026-2029, 2005.
- [31] Kaoru Sekido, Takahito Ohmura, Toru Hara, Kaneaki Tsuzaki, Effect of dislocation density on the initiation of plastic deformation on Fe-C steels, *Materials Transactions*, Vol. 53, No. 5, pp. 907-912, 2012.
- [32] Zhi Chao Duan, Andrea M. Hodge, High-temperature nanoindentation: new developments and ongoing challenges, *JOM*, Vol. 61, pp. 32-36, 2009.
- [33] Jonathan C. Trenkle, Corinne E. Packard, Christopher A. Schuh, Hot nanoindentation in inert environments, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 81, pp. 073901, 2010.
- [34] A.J. Harris, B.D. Beake, D.E.J. Armstrong, M.I. Davies, Development of high temperature nanoindentation methodology and its application in the nanoindentation of polycrystalline tungsten in vacuum to 950 °C, *Experimental Mechanics*, Vol. 57, pp. 1115-1126, 2017.
- [35] Yukimi Tanaka, Yutaka Seino, Koichiro Hattori, Verification of radial displacement correction effect in instrumented indentation testing, *Acta IMEKO*, Vol. 9. No. 5, pp. 265-269, 2020.
- [36] Kota Tomatsu, Hikaru Kawata, Takafumi Amino, Tomohiko Omura, Naoki Maruyama, Yoshitaka Nisiyama, In-situ microbending tests of Ni-Cr alloy during cathodic hydrogen charging by electrochemical nanoindentation, *ISIJ International*, Vol. 57, No. 3, pp. 564-572, 2017.
- [37] B.-S. Li, T.J. Marrow, S.G. Roberts, D.E.J. Armstrong, Evaluation of fracture toughness measurements using chevron-notched silicon and tungsten microcantilevers, *JOM*, Vol. 71, pp. 3378-3389, 2019.
- [38] Tamás Csanádi, Marek Vojtko, Ján Dusza, Deformation and fracture of WC grains and grain boundaries in a WC-Co hardmetal during microcantilever bending tests, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, Vol. 87, pp. 105163, 2020.
- [39] David E.J. Armstrong, Angus J. Wilkinson, Steve G. Roberts, Measuring anisotropy in Young's modulus of copper using microcantilever testing, *Journal of Materials Research*,

- Vol. 24, No. 11, pp. 3268-3276, 2009.
- [40] Jicheng Gong, Angus J. Wilkinson, Anisotropy in the plastic flow properties of single-crystal α titanium determined from micro-cantilever beams, *Acta Materialia*, Vol. 57, pp. 5693-5705, 2009.
- [41] Jicheng Gong, T. Benjamin Britton, Mitchell A. Cuddihy, Fionn P.E. Dunne, Angus J. Wilkinson, $\langle a \rangle$ Prismatic, $\langle a \rangle$ basal, and $\langle c+a \rangle$ slip strengths of commercially pure Zr by micro-cantilever tests, *Acta Materialia*, Vol. 96, pp.249-257, 2015.
- [42] Takashi Sumigawa, Kim Byungwoon, Yuki Mizuno, Takuma Morimura, Takayuki Kitamura, In situ observation on formation process of nanoscale cracking during tension-compression fatigue of single crystal copper micro-scale specimen, *Acta Materialia*, Vol. 153, pp. 270-278, 2018.
- [43] Yin Htwe, Kwangsik Kwak, Daichi Kishi, Yoji Mine, Rengen Ding, Paul Bowen, Kazuki Takashima, Anisotropy of $\langle a \rangle$ slip behaviour in single-colony lamellar structures of Ti-6Al-4V, *Materials Science & Engineering A*, Vol. 715, pp. 315-319, 2018.
- [44] Yoji Mine, Yuya Matsuzaki, Kazuki Takashima, Anisotropy of strength and plasticity in single-colony lamellar structure of Ti-6Al-4V alloy, *Scripta Materialia*, Vol. 177, pp. 223-228, 2020.
- [45] 名越貴志, Tso-Fu Mark Chang, 曾根正人, 微小材料試験を用いた電析ニッケル薄膜の力学的特性評価, *日本金属学会誌*, Vol. 80, No. 1, pp. 7-12, 2016.
- [46] 小柳禎彦, 耐熱チタン合金の開発史について, *まてりあ*, Vol. 58, No. 4, pp. 188-192, 2019.
- [47] R.R. Boyer, An overview on the use of titanium in the aerospace industry, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 213, pp. 103-114, 1996.
- [48] F. Briffod, A. Bleuset, T. Shiraiwa, M. Enoki, Effect of crystallographic orientation and geometrical compatibility on fatigue crack initiation and propagation in rolled Ti-6Al-4V alloy, *Acta Materialia*, Vol. 177, pp. 56-67, 2019.
- [49] J. Gong, A.J. Wilkinson, A microcantilever investigation of size effect, solid-solution strengthening and second-phase strengthening for $\langle a \rangle$ prism slip in alpha-Ti, *Acta Materialia*, Vol. 59, pp. 5970-5981, 2011.
- [50] M.R. Bache, A review of dwell sensitive fatigue in titanium alloys: the role of microstructure, texture and operating conditions, *International Journal of Fatigue*, Vol. 25, pp. 1079-1087, 2003.

- [51] C.J. Szczepanski, S.K. Jha, P.A. Shade, R. Wheeler, J.M. Larsen, Demonstration of an in situ microscale fatigue testing technique on a titanium alloy, *International Journal of Fatigue*, Vol. 57, pp. 131-139, 2013.
- [52] W.J. Evans, Optimising mechanical properties in alpha + beta titanium alloys, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 243, pp. 89-96, 1998.
- [53] M. Kamaya, Y. Kawamura, T. Kitamura, Three-dimensional local stress analysis on grain boundaries in polycrystalline material, *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 44, pp. 3267-3277, 2007.
- [54] 塩沢和章, 西野精一, 洪峰, Ti-6Al-4V 合金の高温低サイクル疲労強度に及ぼす切欠きおよび組織の影響, *Journal of the Society of Materials Science Japan*, Vol. 46, No. 11, pp. 1280-1285, 1997.
- [55] D. Eylon, S. Fujishiro, F.H. Froes, Titanium alloys for high temperature applications – A review, *High Temperature Materials and Processes*, Vol. 6, pp. 81-91, 1984.
- [56] Hongwei Li, Dong Huang, Mei Zhan, Yan Li, Xu Wang, Shanshan Chen, High-temperature behaviors of grain boundary in titanium alloy: modeling and application to microcrack prediction, *Computational Materials Science*, Vol. 140, pp. 159-170, 2017.
- [57] Jianke Qiu, Yingjie Ma, Jiafeng Lei, Yuyin Liu, Aijun Huang, David Rugg, Rui Yang, A comparative study on dwell fatigue of Ti-6Al-2Sn-4Zr-xMo ($x = 2$ to 6) alloys on a microstructure-normalized basis, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 45, pp. 6075-6087, 2014.
- [58] Zeband Zheng, Daniel S. Balint, Fionn P.E. Dunne, Discrete dislocation and crystal plasticity analyses of load shedding in polycrystalline titanium alloys, *International Journal of Plasticity*, Vol. 87, pp. 15-31, 2016.
- [59] A.J. Ready, P.D. Haynes, B. Grabowski, D. Rugg, A.P. Sutton, The role of molybdenum in suppressing cold dwell fatigue in titanium alloys, *Proceedings of the Royal Society A*, Vol. 473, pp. 20170189, 2017.
- [60] V. Hasija, S. Ghosh, M.J. Mills, D.S. Joseph, Deformation and creep modeling in polycrystalline Ti-6Al alloys, *Acta Materialia*, Vol. 51, pp. 4533-4549, 2003.
- [61] M.D. Zhang, J.X. Cao, X. Huang, Local softening behavior accompanied by dislocation multiplication accelerates the failure of Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si alloy under dwell fatigue load, *Scripta Materialia*, Vol. 186, pp. 33-38, 2020.
- [62] K.U. Yazar, S. Mishra, A. Karmakar, A. Bhattacharjee, S. Suwas, On the temperature

- sensitivity of dwell fatigue of a near alpha titanium alloy: role of strain hardening and strain rate sensitivity, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 51, pp. 5036-5042, 2020.
- [63] W.J. Evans, M.R. Bache, Dwell-sensitive fatigue under biaxial loads in the near-alpha titanium alloy IMI685, *International Journal of Fatigue*, Vol. 16, pp. 443-452, 1994.
- [64] A.N. Stroh, The formation of cracks as a result of plastic flow, *Proceedings of the Royal Society A*, Vol. 223, pp. 404-414, 1954.
- [65] T.-S. Jun, D.E.J. Armstrong, T.B. Britton, A nanoindentation investigation of local strain rate sensitivity in dual-phase Ti alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 672, pp. 282-291, 2016.
- [66] Z. Zheng, D.S. Balint, F.P.E. Dunne, Dwell fatigue in two Ti alloys: An integrated crystal plasticity and discrete dislocation study, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* Vol. 96, pp. 411-427, 2016.
- [67] Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, Micro-cantilever testing of microstructural effects on plastic behavior of Ti-6Al-4V alloy, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 823, pp. 141747, 2021.
- [68] Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, A study of high temperature strength of titanium alloys using nanoindentation and micro-cantilever bending tests, in unpublished data.
- [69] Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, Instrumented indentation test of titanium alloys at elevated temperature, IMEKO TC3, T5, TC16 and TC22 International Conference, Dubrovnik, Croatia, 2022, accepted.
- [70] Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, Nanoindentation and micro-cantilever testing for understanding cold-dwell sensitivity of heat-resistant titanium alloys, *Materials Characterization*, Vol. 190, pp. 112055, 2022.
- [71] Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, Evaluating local strain rate sensitivity of titanium alloy using dynamic nanoindentation testing, *Measurement: Sensors*, Vol. 18, pp. 100094, 2021.
- [72] Anhai Li, Jiming Pang, Jun Zhao, Jian Zang, Fuzeng Wang, FEM-simulation of machining induced surface plastic deformation and microstructural texture evolution of Ti-6Al-4V alloy, *International Journal of Mechanical Sciences*, Vol. 123, pp. 214-223, 2017.
- [73] 佐々木孔英, 釜谷昌幸, 三浦照光, 福谷耕司, 微視的な塑性ひずみ分布と結晶方位差の関係, *日本金属学会誌*, Vol. 74, No. 7, pp. 467-474, 2010.

- [74] S.I. Wright, M.M. Nowell, D.P. Field, A review of strain analysis using electron backscatter diffraction, *Microscopy and Microanalysis*, Vol. 17, No. 3, pp. 316-329, 2011.
- [75] 清水健一, 三谷智明, SEM の新たな世界, 表面技術, Vol. 59, No. 12, pp. 789-795, 2008.
- [76] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, second ed., Springer-Verlag, New York, 2004.
- [77] T.B. Britton, F.P.E. Dunne, A.J. Wilkinson, On the mechanistic basis of deformation at the microscale in hexagonal close-packed metals, *Proceedings of The Royal Society A Mathematical Physical and Engineering Sciences*, Vol. 471, No. 2178, pp. 20140881, 2015.
- [78] A. Schick, C.-P. Fritzen, W. Floer, Y.M. Hu, U. Krupp, Stress concentrations at grain boundaries due to anisotropic elastic material behavior, *WIT Transactions on Engineering Sciences*, Vol. 26, pp. 393-402, 2000.
- [79] Y. Guo, T.B. Britton, A.J. Wilkinson, Slip band–grain boundary interactions in commercial-purity titanium, *Acta Materialia*, Vol. 76, pp. 1-12, 2014.
- [80] P.J.M. Janssen, Th.H. de Keijser, M.G.D. Geers, An experimental assessment of grain size effects in the uniaxial straining of thin Al sheet with a few grains across the thickness, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 419, pp. 238-248, 2006.
- [81] Y. Chong, T. Bhattacharjee, M.-H. Park, A. Shibata, Factors determining room temperature mechanical properties of bimodal microstructures in Ti-6Al-4V, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 730, pp. 217-222, 2018.
- [82] S. Hémery, P. Villechaise, D. Banerjee, Microplasticity at room temperature in α/β titanium alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 51, pp. 4931-4969, 2020.
- [83] S. Hémery, C. Tromas, P. Villechaise, Slip-stimulated grain boundary sliding in Ti-6Al-4V at room temperature, *Materialia*, Vol. 5, pp. 100189, 2019.
- [84] C. Lavogiez, S. Hémery, P. Villechaise, Analysis of deformation mechanisms operating under fatigue and dwell fatigue loadings in an α/β titanium alloy, *International Journal of Fatigue*, Vol. 131, pp. 105341, 2020.
- [85] R. Ding, J. Gong, A.J. Wilkinson, I.P. Jones, $\langle c + a \rangle$ dislocations in deformed Ti-6Al-4V micro-cantilevers, *Acta Materialia*, Vol. 76, pp. 127-134, 2014.
- [86] L.R. Zeng, H.L. Chen, X. Li, L.M. Lei, G.P. Zhang, Influence of alloy element partitioning on strength of primary α phase in Ti-6Al-4V alloy, *Journal of Materials Science and Technology*, Vol. 34, pp. 782-787, 2018.
- [87] T.-S. Jun, X. Maeder, A. Bhowmik, G. Guillonneau, J. Michler, F. Giuliani, T.B. Britton,

- The role of β -titanium ligaments in the deformation of dual phase titanium alloys, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 746, pp. 394-405, 2019.
- [88] R. Ding, J. Gong, A.J. Wilkinson, I.P. Jones, A study of dislocation transmission through a grain boundary in hcp Ti-6Al using micro-cantilevers, *Acta Materialia*, Vol. 103, pp. 416-423, 2016.
- [89] M.Y.P. Costa, M.L.R. Venditti, H.J.C. Voorwald, M.O.H. Cioffi, T.G. Cruz, Effect of WC-10%Co-4%Cr coating on the Ti-6Al-4V alloy fatigue strength, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 507, pp. 29-36, 2009.
- [90] J.M. Wheeler, J. Michler, Indenter materials for high temperature nanoindentation, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 84, pp. 101301, 2013.
- [91] J.M. Wheeler, D.E.J. Armstrong, W. Heinz, R. Schwaiger, High temperature nanoindentation: The state of the art and future challenges, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, Vol. 19, pp. 354-366, 2015.
- [92] M. Kolb, J.M. Wheeler, H.N. Mathur, S. Neumeier, S. Korte-Kerzel, F. Pyczak, J. Michler, M. Göken, Local mechanical properties of the ($\beta_0 + \omega_0$) composite in multiphase titanium aluminides studied with nanoindentation at room and high temperatures, *Materials Science & Engineering A*, Vol. 665, pp. 135-140, 2016.
- [93] Junyeong Kim, Kug-Hwan Kim, Dongil Kwon, Evaluation of high-temperature tensile properties of Ti-6Al-4V using instrumented indentation testing, *Metals and Materials International*, Vol. 22, No. 2, pp. 209-215, 2016.
- [94] E. Gemelli, N.H.A. Camargo, Oxidation kinetics of commercially pure titanium, *Revista Matéria*, Vol. 12, No. 3, pp. 525-531, 2007.
- [95] Anil Kumar, Manoj Kumar Kushwaha, Mohammad Israr, Rakesh Kumar, Evaluation of mechanical properties of titanium alloy after thermal oxidation process, *Transactions of the Indian Institute of Metals*, Vol. 73, No. 5, pp. 1373-1381, 2020.
- [96] S. Ivanov, M. Gushchina, A. Artinov, M. Khomutov, E. Zemlyakov, Effect elevated temperatures on the mechanical properties of a direct laser deposited Ti-6Al-4V, *Materials*, Vol. 14, No. 21, pp. 6432, 2021.
- [97] S. Zhang, C. Oskay, Reduced order variational multiscale enrichment method for thermo-mechanical problems, *Computational Mechanics*, Vol. 59, pp.887-907, 2017.
- [98] Z. Zheng, A. Stapleton, K. Fox, F.P.E. Dunne, Understanding thermal alleviation in cold dwell fatigue in titanium alloys, *International Journal of Plasticity*, Vol. 111, pp. 234-252,

- 2018.
- [99] H. Ogi, S. Kai, H. Ledbetter, R. Tarumi, M. Hirao, K. Takashima, Titanium's high-temperature elastic constants through the hcp-bcc phase transformation, *Acta Materialia*, Vol. 52, pp. 2075-2080, 2004.
- [100] A.K. Gogia, High-temperature titanium alloys, *Defence Science Journal*. Vol. 55, No. 2, pp. 149-173, 2005.
- [101] 中野貴由, チタン・チタン合金の開発動向, 特殊鋼, Vol. 69, No. 4, pp. 39-42, 2020.
- [102] E. Zhao, S. Sun, Y. Zhang, Recent advances in silicon containing high temperature titanium alloys, *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 14, pp. 3029-3042, 2021.
- [103] J. Hay, P. Agee, E. Herbert, Continuous stiffness measurement during instrumented indentation testing, *Experimental Techniques*, Vol. 34, pp. 86-94, pp. 86-94, 2010.
- [104] B. Merle, W.H. Higgins, G.M. Pharr, Critical issues in conducting constant strain rate nanoindentation tests at higher strain rates, *Journal of Materials Research*, Vol. 34, pp. 3495-3503, 2019.
- [105] V. Maier, B. Merle, M. Göken, K. Durst, An improved long-term nanoindentation creep testing approach for studying the local deformation processes in nanocrystalline metals at room and elevated temperatures, *Journal of Materials Research*, Vol. 28, pp. 1177-1188, 2013.
- [106] B. Merle, W.H. Higgins and M. Pharr, Extending the range of constant strain rate nanoindentation testing, *Journal of Materials Research*, Vol. 35, No. 4, pp. 343-352, 2020.
- [107] 岸本甫, 微小試験を用いたチタン合金の力学的特性評価, 筑波大学大学院システム情報工学研究科修士論文, 2019.
- [108] Takashi Nagoshi, Shuhei Kozu, Yosuke Inoue, Brian E O'Rourke, Yoshihisa Harada, Fatigue damage assessment of SUS316L using EBSD and PALS measurements, *Materials Characterization*, Vol. 154, pp. 61-66, 2019.
- [109] T.B. Britton, S. Biroasca, M. Preuss, A.J. Wilkinson, Electron backscatter diffraction study of dislocation content of a macrozone in hot-rolled Ti-6Al-4V alloy, *Scripta Materialia*, Vol. 62, pp. 639-642, 2010.
- [110] A.K. Saxena, A. Tewari, P. Pant, Quantitative analysis of orientation and near neighbor interaction effects during deformation of polycrystalline Ti6Al4V, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 648, pp. 1-8, 2015.

- [111] P. Ahmadian, S.M. Abbasi, M. Morakabati, Effect of initial texture and grain size on geometrically necessary dislocations density distribution during uniaxial compression of Ti-6Al-4V, *Materials Today Communications*, Vol. 14, pp. 263-272, 2018.
- [112] William D. Nix, Huajian Gao, Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 46, No. 3, pp. 411-425, 1998.
- [113] N.I. Tymiak, D.E. Kramer, D.F. Bahr, T.J. Wyrobek, W.W. Gerberich, Plastic Strain and strain gradients at very small indentation depths, *Acta Materialia*, Vol. 49, pp. 1021-1034, 2001.
- [114] J. May, H.W. Höppel, M. Göken, Strain rate sensitivity of ultrafine-grained aluminium processed by severe plastic deformation, *Scripta Materialia*, Vol. 53, pp.189-194, 2005.
- [115] C.D. Gu, J.S. Lian, Q. Jiang, W.T. Zheng, Experimental and modelling investigations on strain rate sensitivity of an electrodeposited 20 nm grain sized Ni, *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 40, pp. 7440-7446, 2007.
- [116] E.W. Collings, H.L. Gegel, J.C. Ho, Solid solution strengthening and fundamental design of titanium alloys, No. AFML-tr-72-171, AIR FORCE MATERIALS LAB WRIGHT-PATTERSON AFB OH, 1972.
- [117] S. Liang, Y. Zhou, L. Yin, Strengthening/weakening action of Zr on stabilizers of Ti alloys and its effect on phase transition, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 30, pp. 876-884, 2021.
- [118] M.R. Bache, M. Cope, H.M. Davies, W.J. Evans, G. Harrison, Dwell sensitive fatigue in a near alpha titanium alloy at ambient temperature, *International Journal of Fatigue*, Vol. 19, No. 1, pp. S83-S88, 1997.
- [119] Y. Xiong, P. Karamched, C.-T. Nguyen, D.M. Collins, C.M. Magazzeni, E. Tarleton, A.J. Wilkinson, Cold creep of titanium: Analysis of stress relaxation using synchrotron diffraction and crystal plasticity simulations, *Acta Materialia*, Vol. 199, pp. 561-577, 2020.
- [120] H. Somekawa, T. Mukai, Effect of grain boundary structures on grain boundary sliding in magnesium, *Materials Letters*, Vol. 76, pp. 32-35, 2012.

謝辞

本研究を行うにあたり、多くの方々からご支援とご協力を頂きました。この場を借りて御礼申し上げます。まず、指導教員として、多くのご指導およびアドバイスを頂き、研究の方向性を導いて下さいました、筑波大学（連携大学院）原田祥久教授に厚く御礼申し上げます。本研究のみならず、数々の共同研究やプロジェクトに参加させていただきましたこと、今後の研究活動に大いに役立つものと存じます。誠に御礼申し上げます。また、本論文の審査に関連し、筑波大学 松田昭博准教授、松田哲也准教授には有益なご教示とご討論を頂きましたこと、深く御礼申し上げます。

本研究は、著者が所属している産業技術総合研究所での研究活動の一部をまとめたものであり、本研究を進めるにあたり、異なる視点から多くの助言を与えて下さいました産業技術総合研究所 分析計測標準研究部門 副研究部門長 服部浩一郎 博士に厚く御礼申し上げます。また、本研究を進める際に用いる SEM や FIB の装置利用に関してご協力頂いた、産業技術総合研究所 製造技術研究部門 研究員 名越貴志 博士、石井かおる 氏、夏井裕史 氏に、この場を借りて深く御礼申し上げます。また、著者が所属する産業技術総合研究所 工学計測標準研究部門 材料強度標準研究グループ グループ長 吉岡正裕 博士、主任研究員 清野豊 氏、主任研究員 高木智史 博士には、本研究を進めるにあたってご協力頂きましたこと、この場を借りて深く感謝いたします。

さらに、本研究の高温下での微小力学試験を行うにあたり、ナノインデンテーション試験機を借用させていただいた、大阪産業技術研究所 本部・和泉センター 主任研究員 小島淳平 博士に厚く御礼申し上げます。

本研究の一部は、公益財団法人 天田財団の奨励研究助成（AF-2021031-C2）を受けて行われたものであり、ここに記して謝意を表します。

上記の方々以外にも産業技術総合研究所の関係者の皆様や、原田研究室の学生の皆様、家族など、多くの方々のご協力をいただきました。心より感謝申し上げます。

関連発表論文

・原著論文（査読あり）

- (1) Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, Nanoindentation and micro-cantilever testing for understanding cold-dwell sensitivity of heat-resistant titanium alloys, *Materials Characterization*, Vol. 190, pp. 112055, 2022.
- (2) Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, Micro-cantilever testing of microstructural effects on plastic behavior of Ti-6Al-4V alloy, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 823, pp. 141747, 2021.
- (3) Yukimi Tanaka, Yutaka Seino, Koichiro Hattori, Verification of radial displacement correction effect in instrumented indentation testing, *Acta IMEKO*, Vol. 9, No. 5, pp. 265-269, 2020.
- (4) 田中幸美, ナノインデンテーション法を用いた微小領域の機械特性評価技術に関する調査研究, *計測と制御*, Vol. 58, No. 4, pp. 298-305, 2019.

・国際会議論文（査読あり）

- (1) Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, Evaluating local strain rate sensitivity of titanium alloy using dynamic nanoindentation testing, *Measurement: Sensors*, Vol. 18, pp. 100094, 2021.
- (2) Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, Instrumented indentation test at elevated temperature of heat resistant titanium alloys, *IMEKO TC3, T5, TC16 and TC22 International Conference, Dubrovnik, Croatia 2022*, accepted.

・学会発表

- (1) 田中幸美, 服部浩一郎, 原田祥久, 微小力学試験を用いたチタン合金における室温下での Dwell 疲労低下に関する研究, *日本機械学会 2022 年度茨城講演会*, 2022.
- (2) Yukimi Tanaka, Koichiro Hattori, Yoshihisa Harada, Evaluating local strain rate sensitivity of titanium alloy using dynamic nanoindentation testing, *IMEKO World Congress 2021*, online, 2021.
- (3) 田中幸美, 服部浩一郎, 計装化押込み試験における径方向変位補正の実用的手法の検討, *微小領域の力学特性評価とマルチスケールモデリング第1回研究集会*, 2019.

- (4) Yukimi Tanaka, Yutaka Seino, Koichiro Hattori, The measurement of elastic modulus of high-elastic single crystals by nanoindentation, 6th International Indentation Workshop, 2018.
- (5) Yukimi Tanaka, Yutaka Seino, Koichiro Hattori, Comparison of experimental and theoretical indentation moduli of anisotropic single crystals, IMEKO TC3, TC5 and TC22 International Conferences, 2017.
- (6) 田中幸美, 清野豊, 服部浩一郎, ナノインデンテーション法における材料異方性を考慮した弾性特性評価, 日本機械学会年次大会, 2017.