

氏名(本籍)	と べ ひろ ぶみ (栃木県)			
学位の種類	博 士 (工 学)			
学位記番号	博 甲 第 6026 号			
学位授与年月日	平成 24 年 3 月 23 日			
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 1 項該当			
審査研究科	数理物質科学研究科			
学位論文題目	Deformation Mechanism and Cold Rolling Textures in β-Ti Alloys (β 型 Ti 合金の変形機構と圧延集合組織)			
主査	筑波大学教授	工学博士	宮 崎 修 一	
副査	筑波大学教授	工学博士	木 塚 徳 志	
副査	筑波大学准教授	工学博士	金 熙 榮	
副査	筑波大学准教授	工学博士	谷 本 久 典	
副査	筑波大学講師	工学博士	古谷野 有	

論 文 の 内 容 の 要 旨

本論文は、 β 型 Ti 合金の変形機構および圧延集合組織の合金組成依存性について述べられたものである。

β 型 Ti 合金は β 安定化元素濃度を調整することにより、 β 相 (bcc 構造) から α'' 相 (orthorhombic 構造) へのマルテンサイト変態および逆変態を利用した形状記憶効果・超弾性が得られることから、ガイドワイヤやステントなどに用いられる医療用形状記憶合金として近年注目されている。金属材料の特性改善には、加工熱処理による組織制御が必須である。加工性に優れる β 型 Ti 合金には、圧延により強い加工集合組織が形成され、熱処理後の焼鈍・再結晶組織にも大きく影響を及ぼすと考えられる。金属の種々の特性は結晶方位に依存するため、集合組織を制御することは特性改善のために極めて重要である。しかしこれまでに、 β 型 Ti 合金の加工集合組織形成に及ぼす合金組成や相安定性の影響についての系統的な調査はなされていない。また一方で、加工によって形成された組織を理解するためには、その合金の変形機構を知ることが必要であると考えられる。以上のことを背景とし、本研究では β 型 Ti 合金の組織制御および特性改善のために、 β 型 Ti 合金の変形機構、形状記憶効果の機構、圧延集合組織の形成機構を透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察、X 線回折 (XRD) 測定などにより明らかにした。

α'' マルテンサイト相の変形機構を調べるために、室温で α'' 単相の合金を用い、変形を施していない試料および引張試験によって変形させた試料の内部組織を TEM により観察した。未変形の試料においては、V 字や三角形のクラスターを形成しているマルテンサイトバリエーションがよく観察された。これら V 字や三角形の組織は、 α'' マルテンサイトの自己調整組織である。V 字や三角形のクラスターを形成しているバリエーションの間には、主に $\{111\}_{\alpha''}$ -type I 双晶の関係があった。また、 $\langle 211 \rangle_{\alpha''}$ -type II 双晶の関係にあるマルテンサイトバリエーションも観察された。引張変形後の試料においては、バリエーションの再配列によって成長した単一バリエーション (優先バリエーション) が観察された。この優先バリエーションとその周りの他のバリエーションの界面は、 $\{111\}_{\alpha''}$ -type I 双晶または $\langle 211 \rangle_{\alpha''}$ -type II 双晶の関係にあった。このように、自己調整組織に引張応力を加えて変形過程を調べた結果、主にバリエーション間の界面の移動とそれに伴う優先バリエーションの成長が生じている

ことがわかった。この界面の移動は、 $\{111\}_{\alpha}$ type I または $\langle 211 \rangle_{\alpha}$ type II の双晶変形に他ならない。 α' マルテンサイトの再配列は主に $\{111\}_{\alpha}$ type I もしくは $\langle 211 \rangle_{\alpha}$ type II の双晶変形によるバリエーションの変換により生じていることがわかった。

また、優先バリエーションにさらに引張応力を加えてその後の変形過程を調べた結果、新たに $\{130\}_{\alpha}$ 複合双晶が多数導入されているのが確認された。さらに、すべり変形によって導入された転位も確認することができた。いくつかの two-beam 条件下において転位を観察した結果、バーガース・ベクトルが $[110]_{\alpha}$ に平行な転位と $[110]_{\alpha}$ に平行な転位があった。これら $\langle 110 \rangle_{\alpha}$ 方向は、 β 相のすべり方向である $\langle 111 \rangle_{\beta}$ 方向と格子対応の関係がある。これより、 β 相のすべり系が α' 相に引き継がれているものと結論付けた。

α' 相において観察された変形双晶のせん断歪み量を計算した結果、せん断歪み量は α' 相の格子定数に依存することがわかった。 α' マルテンサイト相の orthorhombic 構造は、hcp 構造と bcc 構造の中間的な構造である。合金の β 安定化元素添加量が増加するにつれ bcc 構造が安定になると、orthorhombic 構造が bcc 構造に近づく。Ti-Nb 二元系合金においては、合金の Nb 濃度増加で α' が bcc 構造に近づく、 $\{111\}_{\alpha}$ type I 双晶および $\langle 211 \rangle_{\alpha}$ type II 双晶のせん断歪み量は小さくなり、活動し易くなることがわかった。一方、 $\{130\}_{\alpha}$ 複合双晶のせん断歪み量は大きくなり、活動しづらくなることがわかった。

形状記憶特性の組成依存性を調べるために、Ti-20Nb 合金と Ti-23Nb 合金を用いて室温で引張試験を行い、加熱による形状回復を観察した。Ti-23Nb 合金はほぼ完全な形状回復を示したが、Ti-20Nb 合金には大きな塑性歪みが残った。バリエーションの変換（再配列）に対応する $\{111\}_{\alpha}$ type I 双晶と $\langle 211 \rangle_{\alpha}$ type II 双晶のせん断歪み量の大きさを考慮すれば、大きなせん断歪みをもつ Ti-20Nb 合金において大きな回復歪みが期待される。しかし、せん断歪み量が大きいためそれらの双晶が生じる応力（再配列応力）が高く、また塑性歪みをもたらす $\{130\}_{\alpha}$ 複合双晶は Ti-20Nb 合金のほうが導入されやすいため、期待された大きな回復歪みが得られなかったと結論付けられた。

圧延によって形成される集合組織の組成依存性を調べるために、Nb 濃度を変化させた Ti-Nb 二元系合金を作製し、室温において 98.5% 圧延を施した。圧延後の試料に対し XRD 測定による相同定を行った結果、Ti-(20, 23)Nb 合金は α' 単相、Ti-25Nb 合金は $\alpha' + \beta$ 相、Ti-30Nb 合金は β 単相であった。これらの試料に対し、XRD による正極点図測定を行い、 α' 相と β 相の集合組織をそれぞれ決定した。Ti-(25, 30)Nb 合金に観察された β 相の圧延集合組織は Nb 濃度依存性がみられず、どちらも強い $\{001\}_{\beta} \langle 110 \rangle_{\beta}$ 集合組織が形成されていた。この $\{001\}_{\beta} \langle 110 \rangle_{\beta}$ 集合組織は、一般的な bcc 金属に形成される圧延集合組織の主要方位である。一方で、 α' 相の加工集合組織は Nb 濃度依存性がみられた。Ti-20Nb 合金には $\{101\}_{\alpha} \langle 151 \rangle_{\alpha}$ 集合組織、Ti-23Nb 合金には $\{101\}_{\alpha} [010]_{\alpha} + (100)_{\alpha} [010]_{\alpha}$ 集合組織、Ti-25Nb 合金には $(100)_{\alpha} [010]_{\alpha}$ 集合組織が観察された。また、集合組織の強度は、合金の Nb 濃度が低下するにつれて弱くなる傾向がみられた。ここで、Ti-25Nb 合金において観察された $\{001\}_{\beta} \langle 110 \rangle_{\beta}$ 集合組織と $(100)_{\alpha} [010]_{\alpha}$ 集合組織とは、格子対応の関係にあることがわかった。これは、 β 相のすべり系が α' 相に引き継がれているためであると結論付けられた。一方、Nb 濃度の低い合金には $\{130\}_{\alpha}$ 複合双晶が導入されやすいため、この双晶が α' 相における集合組織の Nb 濃度依存性をもたらしていると考察した。 $\{130\}_{\alpha}$ 複合双晶のシュミット因子を圧縮軸方位および引張軸方位の関数として計算すると、圧縮軸が $[100]_{\alpha}$ に近い場合、引張軸が $[010]_{\alpha}$ に近い場合に $\{130\}_{\alpha}$ 複合双晶は活動しやすいことがわかった。圧延の際に加わる応力を、圧延面に垂直に圧縮応力が、圧延方向に引張応力が作用する二軸の応力系と考えると、Ti-25Nb 合金に形成された $(100)_{\alpha} [010]_{\alpha}$ 集合組織は $\{130\}_{\alpha}$ 複合双晶が非常に活動しやすい結晶方位であることがわかった。これより Ti-20Nb 合金において $(100)_{\alpha} [010]_{\alpha}$ 集合組織が最終安定方位にならない原因は、この合金に $\{130\}_{\alpha}$ 複合双晶が活動しやすいことが原因であると結論付けた。このように、 β 型 Ti 合金の圧延集合組織形成には、変形機構が大きく影響していることがわかった。

審査の結果の要旨

β 型 Ti 合金は近年、新規医療用形状記憶合金として活発に研究開発が行われており、特性改善が強く望まれている。本論文は、 β 型 Ti 合金の内部組織制御および特性改善に新たな知見を与えるものである。

本研究において、 β 型 Ti 合金の β 相（母相）および α'' 相（マルテンサイト相）の変形機構が明らかとなった。特に α'' 相においては双晶変形が重要な変形モードであることが明らかになった。マルテンサイト相における変形過程、すなわちマルテンサイトバリエーションの再配列課程やその後の塑性変形過程は、形状記憶効果およびその特性と密接に関係している。本論文では α'' 相の双晶変形の生じ易さに組成依存性があることを明らかにしており、それが形状記憶特性に及ぼす影響についても述べられている。本研究で得られた結果は、 β 型 Ti 合金における形状記憶効果の機構の理解、形状記憶特性の改善に有益な情報をもたらすものであり、高く評価できる。

また、本研究では β 相および α'' 相の圧延集合組織についても系統的に調べられており、変形機構の組成依存性が圧延集合組織にも組成依存性をもたらすことを明らかにした。機械的特性や形状記憶特性は結晶方位に強く依存するため、集合組織の制御は特性改善に非常に重要である。本研究のように集合組織の組成依存性を詳細に調べた報告はこれまでになく、本研究で得られた結果は、 β 型 Ti 合金に形成される集合組織の理解、さらには集合組織制御技術の確立に大きく貢献するものである。

さらに、以上のような変形機構および集合組織の組成依存性は、特に α'' マルテンサイト相の格子定数が組成に依存することに起因していることが明らかとされた。これより、変形機構および集合組織形成を支配する合金元素、相変態温度、結晶構造などの中で、特に結晶構造が大きく支配する要因であると結論付けられた。この結果は今後の合金設計の際に新たな指針をもたらすものであり、今後の合金開発を加速させる非常に重要な結果であるといえる。

以上、本論文にまとめられた結果は、 β 型 Ti 合金の内部組織制御および特性改善技術の確立に大きく貢献するものである。

平成 24 年 2 月 15 日、数理物質科学研究科学学位論文審査委員会において審査委員の全員出席のもと、著者に論文について説明を求め、関連事項につき質疑応答を行った。その結果、審査委員全員によって、合格と判定された。

上記の論文審査ならびに最終試験の結果に基づき、著者は博士（工学）の学位を受けるに十分な資格を有するものと認める。