2 元系 β 型チタン合金の変形に伴う弾性挙動変化

竹元 嘉利   清水 一郎   榊原 精   瀬沼 武秀

岡山大学工学部

J. Japan Inst. Metals, Vol. 70, No. 2 (2006), pp. 110-113
© 2006 The Japan Institute of Metals

Change of Elastic Behavior in Binary β -Type Ti Alloys with Deformation

Yoshito Takemoto, Ichiro Shimizu, Akira Sakakibara and Takehide Senuma

Faculty of Engineering, Okayama University, Okayama 700-8530

The aim of this study is to systematically investigate the elastic behavior with deformation of the binary titanium alloys of Ti-Mo, Ti-Nb and Ti-V. The stress-strain curve using cyclic load-unloading tensile test of alloys composed of α' martensite, e.g. 20Nb and 8Mo, showed the peculiar pseudo-elastic behavior. A little higher content of β -stabilizer alloys of 38Nb, 10-14Mo and 15-20V, which were composed of β and commensurate ω phases by quench, indicated the liner elasticity until the yield but changed to the extreme pseudo-elasticity after $\{332\}\langle 113 \rangle$ twin formation. Dynamic observation made clear certain $\{332\}\langle 113 \rangle$ twin initially formed on tensile loading disappeared during unloading process. Medium content of β -stabilizer alloys of 42Nb and 16Mo exhibited a concave downward elastic curve and were deformed by mixture mode of slip and $\{332\}\langle 113 \rangle$ twin. On the higher content alloys it was found that the stress level on which Young's modulus begins a rise increases with the increase of alloy content. These elastic features were summarized as change of apparent Young's modulus with increase of strain.

(Received October 20, 2005; Accepted November 24, 2005)

Keywords: Young's modulus, $\{332\}\langle 113 \rangle$ twin, slip, α' -martensite, ω -phase, titanium-molybdenum, titanium-vanadium, titanium-niobium

1. 緒 言

β 型 Ti 合金は生体適合性および低ヤング率を有することから、人工骨等のインプラント材への適用が進められている¹⁻⁴⁾。 β 型 Ti 合金のヤング率は焼入れによって α' あるいは α'' マルテンサイトが現れる合金組成で極小値を示し、整合 ω 相が出現する組成で極大値となり、不整合 ω 相になるに従い再び極小を示すことが知られている⁵⁾。人骨のヤング率はおおよそ 20 GPa であり⁶⁾、現在 40 GPa 程度の低ヤング率合金が開発されている¹⁾。しかしながら β 型 Ti 合金は擬弾性を示すものが多く、人骨の弾性限界 (0.5-0.7%) あるいは破断ひずみまでの弾性挙動を系統的に調査する必要がある。本研究では Ti-Nb, Ti-Mo および Ti-V 系 2 元系合金の焼入れ材について繰り返し引張試験を行い、変形に伴う弾性挙動変化を調査した。

2. 実 験 方 法

合金作製には、純度がそれぞれ Ti: 99.998%, Nb: 99.9%, Mo: 99.9%, V: 99.5% の粉末を使用し、Ti-(20-44)mass% Nb (以後 mass% を省略)、Ti-(8-20)Mo および Ti-(15-35)V 合金を Ar 雰囲気アーク炉にて溶製した。溶解は 3 回反転 4 回の溶解を行い均質化を図った。ボタン状インゴットを熱間鍛造および冷間圧延にて板厚 1 mm まで圧延し、引張軸が

圧延方向と平行になるようワイヤー放電加工により引張試験片を切り出した。各試験片の表面を機械研磨後、真空中 1223 K で 1 h の溶体化処理を施し、氷水中にて焼入れを行った。その後、機械研磨および電解研磨を行い試験片とした。引張試験はひずみゲージによりひずみを測定し、初期ひずみ速度 $8.33 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ にてひずみ増加負荷-除荷繰り返し引張試験を行った。また引張試験中は光学顕微鏡による動的な変形組織観察も行った。焼入れ材の相構成の確認には電子線回折を行った。

3. 結果および考察

Fig. 1 に各種合金焼入れ材の代表的な電子線回折像を示す。 β 相を母相とする低組成 β 合金ではいずれも ω 相によるスポット状の反射が観察され、高組成になるにつれ散漫な ω 反射に変化した。また Nb 系の低組成 β 合金では 4 つのスポット状 ω 反射の中心 (36Nb 矢印) にも強度が認められた。これは α'' マルテンサイトによる反射と思われるが、組織としては何も観察されなかった。またここには示さないが 20Nb や 8Mo では α'' マルテンサイトが観察された。

Fig. 2, 3 はそれぞれ応力-ひずみ曲線と破断部近傍の変形組織を示す。 α'' マルテンサイトを有する 20Nb と 8Mo では、加工硬化を伴い 20-30% の破断伸びを示した。低組成 β 合金では、 $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶変形により加工硬化を伴い良好な延性を示したが、高組成 β 合金では $\{112\}\langle 111 \rangle$ すべり変

Fig. 1 SAD patterns of quenched β -Ti alloys showing $\{110\}_{\beta}$ plane.

形により低い延性となった。一方、42Nb や 16Mo のように中間組成の合金では、双晶とすべりの混在組織となった。

Fig. 4 は 14Mo の変形初期($\sim 0.9\%$)で形成された $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶が除荷過程で消滅する様子を示す。Sukedai and Hida が 14Mo 合金において引張によって導入した $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶が圧縮応力下で消滅することを報告しているが⁷⁾、除荷のみで双晶が消滅することは注目に値する。これは $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶が応力誘起 α' マルテンサイトを經由した形成機構であることに起因すると考えられる⁸⁾。すなわち双晶の形成初期段階においては α' マルテンサイトが先行して形成され、さらにわずかなせん断変位によって $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶が形成される。このとき双晶界面には常に α' 構造が存在し、双晶幅方向の成長に対して双晶界面の移動を容易にする役割を果たしている。しかし双晶形成のごく初期段階においては双晶全体に占める α' の体積分率が大きく不安定なため、除荷によって消滅したと考えられる。Blackburn and Feeney は $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶の TEM 観察で、双晶界面に隣接した母相側に約 $0.2\mu\text{m}$ 幅の緩和領域の存在を報告していることから⁹⁾、およそ $0.4\mu\text{m}$ 幅の双晶であれば、スプリングバックによっても十分消滅し得ると言えよう。Fig. 5 は 10Mo における $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶の進展過程を示す。1 つの結晶粒内に導入された同一系の双晶は幅方向に成長し、双晶同士が合体するとともに大きな双晶結晶になる様子が分かる。さらにその結晶に別の双晶系が導入されることを繰り返し、結晶粒微細化を促進させる効果があるといえる。

Fig. 6 は 42Nb に形成された双晶の変形に伴う形態変化を示す。約 1% で粗大すべり(矢印)により降伏が起こり、加工硬化を伴い 2% のところで双晶が形成された(a)。双晶は変形とともに多少幅方向に成長し、レンズ状を呈したが(b)、双晶内部ですべりが生じたためか、最終的に双晶のコントラストが著しく減少した(c)。この双晶系を同定するため

Fig. 2 Stress-strain curves of Ti alloys.

Fig. 3 Optical micrographs of Ti alloys deformed in tension.

Fig. 4 Sequence of unloading process of Ti-14Mo.

Fig. 5 Progress of $\{332\}\langle 113 \rangle$ deformation twin of Ti-10Mo.

Fig. 6 Transition of deformation twin of Ti-42Nb.

TEM 観察を行ったが、双晶を観察することができなかった。恐らく双晶の発生箇所が少ないためか、薄膜効果によって(c)のごとく消滅したためと思われる。そこでバルク状態でEBSPによる解析を行った結果、 $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶であることが明らかとなった。同様に双晶とすべりの混在組織を示した16Moについても双晶の解析を行った結果、 $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶であることが確認された。どちらの合金についても双晶の発生個数は少なく主な変形はすべりによって行われたようである。

Fig. 7はTi-Mo系合金の代表的な繰り返し応力-ひずみ曲線を示す。8Moでは α'' マルテンサイトによる擬弾性を示した。10Moでは降伏するまでは線形な弾性であるが、 $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶が形成されると著しい擬弾性を示すようになった。これは $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶のスプリング効果によると考えられる。混在モードの16Moでは上に凸な丸みを帯びた擬弾性曲線を示した。一方、すべり変形の20Moでは一見すると線形的な弾性と思われたが、ヤング率が途中で若干上昇していることが分かった。

Fig. 8は各合金の繰り返し応力-ひずみ曲線において、荷重負荷曲線の勾配からみかけのヤング率を降伏手前までプロットしたものを示す。いずれの合金系においても変形モードによって同一の傾向があることが分かった。マルテンサイトを有する合金では、ひずみの増加に伴ってヤング率が減少する傾向があることから、溶体化処理後の予加工によってヤング率を著しく減少させることが可能と思われる。 $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶モードでは下に凸な2次曲線を示し、混在モードでは単調な減少傾向となった。一方、すべりモードでは最初

Fig. 7 Typical cyclic tensile curves of Ti-Mo alloys.

Fig. 8 Change of apparent Young's modulus with strain.

Fig. 9 Change of Young's modulus with strain in Ti-V alloys.

に若干増加する傾向にあることが分かった。

Fig. 9にすべり変形モードを示す合金の弾性挙動を調べるため、V濃度を細かく変えたTi-V合金の弾性曲線を示す。ひずみ初期と後半とでヤング率を比較すると、明らかに後半

でヤング率が上昇していることが分かった。ヤング率の上昇開始点を図中の丸印で示す。V 濃度の増加に伴ってヤング率の上昇開始応力が上昇していることが分かった。このことは無応力状態で存在する不整合 ω 相が、応力の増加に伴って整合 ω 相へと遷移するためヤング率が上昇すると解釈でき¹⁰⁾、V 濃度の高い合金ほど整合 ω 相へ遷移するために高い応力が必要となるものと考えられる。

4. 結 言

2 元系 β 型 Ti 合金 (Ti-Nb, Ti-Mo, Ti-V) 焼入れ材の変形様式および弾性挙動について系統的な調査を行った結果、以下の知見が得られた。

(1) $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶モードの合金では降伏までは線形な弾性挙動を示すが、 $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶が形成されるとスプリング効果により著しい擬弾性挙動を示した。また双晶の形成初期では除荷によって双晶が消滅する現象が確認された。

(2) 混在モードの合金では上に凸な弾性挙動を示し、すべりが先に生じた後 $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶が形成された。

(3) すべりモードの合金では弾性域でヤング率が上昇する現象が認められた。ヤング率の上昇開始応力は β 安定化元素濃度の増加に伴い増加した。

本研究の遂行にあたり当時院生 (現：㈱豊田自動織機) の國光敏洋君、院生の谷本 祝君、鈴木直樹君にご協力いただきました。また新日本製鐵㈱より本研究への補助を受けたことを付記して感謝の意を表します。

文 献

- 1) T. Ozaki, H. Matsumoto, S. Watanabe and S. Hanada: Mater. Trans. **45** (2005) 2776-2779.
- 2) T. Inamura, H. Hosoda, K. Wakashima and S. Miyazaki: Mater. Trans. **46** (2005) 1597-1603.
- 3) Y. L. Hao, M. Niinomi, D. Kuroda, K. Fukunaga, Y. L. Zhou, R. Yang and A. Suzuki: Met. Mater. Trans. **33A** (2003) 3137-3144.
- 4) T. Maeshita and M. Nishida: Mater. Trans. **45** (2004) 1096-1100.
- 5) E. W. Collings: 4th. Int. Conf. of Titanium Sci. and Tech. **1** (1980) 77-132.
- 6) S. P. Kotha and N. Guzelsu: J. Theor. Biol. **219** (2002) 269-279.
- 7) E. Sakedai and M. Hida: 5th. Int. Conf. of Titanium Sci. and Tech. **4** (1985) 2131-2138.
- 8) Y. Takemoto, M. Hida and A. Sakakibara: J. Jpn Inst. Metals **60** (1996) 1072-1078.
- 9) M. J. Blackburn and J. A. Feeney: J. Inst. Metals **99** (1971) 132-134.
- 10) Y. Takemoto, I. Shimizu, A. Sakakibara, M. Hida and K. Mantani: Mater. Trans. **46** (2004) 157-1576.