Ti-14 mass%Mo 合金単結晶変形様式の時効に伴う変化と オメガ相析出による脆化機構*

竹 元 嘉 利** 飛 田 守 孝**
助 台 栄 一*** 原 精**

J. Japan Inst. Metals, Vol. 53, No. 10 (1989), pp. 1004-1012

Change of Deformation Mode Caused by Aging of Ti-14 mass%Mo
Alloy Single Crystals and Embrittlement Mechanism due to the ω -Phase*

Yosito Takemoto**, Moritaka Hida**,
Eiiti Sukedai*** and Akira Sakakibara**

A change of deformation modes in lattice instable Ti-14 mass%Mo alloy single crystals ($\bar{1}10$ plate and $\bar{3}31$ side) upon aging treatments at 623 K was investigated in the tensile test up to rupture. The tensile direction of these specimens was $[116]_{\beta}$. The main deformation modes of as-quenched specimen (AQ) were $\{332\}\langle 113 \rangle$ and $\{112\}\langle 111 \rangle$ mechanical twins. Their Schmid factors (SF) were 0.321 and 0.156 in $\{332\}\langle 113 \rangle$ twins and 0.447 in $\{112\}\langle 111 \rangle$ twins. A specimen aged for a short time of nearly 250 s (AG(S)) showed a kind of transitional state of deformation mode which involved $\{332\}\langle 113 \rangle$ twins, $\{112\}\langle 111 \rangle$ twins and $\{112\}\langle 111 \rangle$ slips. In this state AG(S) had been already poor in ductility. A specimen long aged for 1×10^5 s (AG(L)) showed a remarkable brittle fracture caused by the aged ω phase, but it was not the $\{001\}$ cleavage fracture. The fracture surface had a chevron pattern induced by the operation of some $\{112\}$ slip systems in the initial stage. Large grown aged ω variants caused the β matrix to remarkably increase the stress level for deformation and induced locally an $\omega \rightarrow \beta$ inverse transformation. Local softening which occurred with the inverse transformation led to an extreme stress concentration and then to crack. In this way AG(L) apparently showed notable embrittlement.

(Received March 29, 1989)

Keywords: titanium-molybdenum alloy, deformation mode, twinning, slip, stacking fault, ω -phase, aging, inverse transformation, brittle fracture

I. 緒 言

β 型チタン擬固溶体の変形様式について、急冷整合(commensurate)オメガゾーン⁽¹⁾を含む格子不安定なチタン(Ti)合金では、 $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶変形による著しい延性を示すが、時効に伴って $\{112\}\langle 111 \rangle$ すべり変形へと遷移する⁽²⁾とともに、中間遷移相である時効整合オメガ(ω)相の生成が合金の延性を著しく低下させることが知られている。そして実用上は時効 ω 相の生成を避けるために、高温焼き戻しによって $\alpha + \beta$ の二相共存状態で使用され、脆化の原因究明についてはあてられていなかったようである。時効 ω 相による脆化の原因としては、Silcock⁽³⁾により次のように考えられている。時効 ω 相(β 相との方位関係は $[111]_{\beta}/[0001]_{\omega}$, $(110)_{\beta}/(11\bar{2}0)_{\omega}$, 4つの兄弟晶が

ある)は $(0001)_{\omega}$ 面内に形成された最近接原子が強い結合をもっているため、すべりベクトル $(a/2)[111]_{\beta}$ がせん断的に1つの兄弟晶 $(0001)_{\omega}$ 面を垂直方向に切断できても、他の3つの兄弟晶の強い結合が有効に働く $\{40\bar{4}1\}_{\omega}$ 面を切断するには、極めて大きな変形抵抗が課せられる。また時効の進行に伴う $(0001)_{\omega}$ 面内原子間の結合強度の変化のほかに、 ω 相板状粒子の厚さ、 ω 相粒子の平均間隔等が時効材の強度を決めているとしている。したがって、 ω 相の形成による脆化は、 ω 相そのものが本質的に脆いのではなく、 ω 相が β 相の降伏強度を β 相の脆性破壊(へき開破壊)強度以上に、上昇させたためと推測している。

この脆性破壊の原因を更に検討すると、延性低下には大別して2種類の変形機構が考えられる。ひとつは結晶のすべり変形が阻止されてへき開破壊へ移行する場合で、bccにおける低温脆性が代表的な現象として知られてお

* 1988年3月日本金属学会習志野大会に発表

** 岡山大学工学部機械工学科(Department of Mechanics, Faculty of Engineering, Okayama University, Okayama)

*** 岡山理科大学工学部機械工学科(Department of Mechanics, Faculty of Engineering, Okayama University of Science, Okayama)

り、この場合 bcc のへき開面は通常{001}である⁽⁴⁾。第二には極端な不均一すべり変形に移行する場合がある。これは加工硬化領域が伝播せず、塑性波の伝播速度がゼロに近づくためにおきるもので、延性材料におけるくびれ発生(塑性不安定の発現)から、非晶質のようにくびれが極端に局在化したものまで様々な状態が認められ、それに応じてくびれ発生とその成長拡大の機構も多様であると考えられている。

破断前に現れる不均一変形に関しては、Ti 合金の引張変形様式の研究で著者らが指摘したように⁽⁵⁾、応力誘起による相変態がかかわっており、この新しい相の形成が局所変形、すなわち加工軟化を引き起こす可能性をもっている。この塑性不安定性の応力誘起相変態の立場は、金属の水素脆性における、応力集中点での化合物の生成に伴う遅れ破壊⁽⁶⁾と類似しているが、局所変形における誘起生成相には、双晶、熱弾性マルテンサイト相、逆変態相、空孔の集合析出(ボイドの発生)、さらにはアモルファス中の応力緩和生成物(例えば準晶)の形成まで考慮されるべきである⁽¹⁾。

本研究では Ti-14 mass%Mo の変形様式の遷移、特にその過渡的状态と時効 ω 相の形成による脆化機構を検討するために、単結晶の引張試験において変形様式の時効に伴う変化を、光学顕微鏡、干渉顕微鏡、走査電顕(SEM)による表面観察とプリセクションカメラおよび透過電顕(TEM)による電子回折図形によって調べ、それらの結果に基づいて変形様式と脆化について検討した。ここでは時効に伴う変形様式の遷移に関する新しい知見と、 ω 相による β 型 Ti 合金の脆化機構に関する相変態論的考察について報告する。

II. 実験方法

単結晶は既報⁽⁵⁾⁽⁷⁾と同じ帯融法により育成した Ti-14 mass%Mo 合金ロッド材(既報⁽⁵⁾⁽⁷⁾のロッド材とは異なる)より試料板面が $\langle\bar{1}10\rangle$ となるように、ファイン・カッターで切り出した。Fig. 1 中に切り出した板状試料に放電加工により作成した引張試験片の形状と結晶方位を示す。 β 単相にするための熱処理は次のように行った。引張試験片を石英管に真空封入(1.33×10^{-4} Pa, 前報⁽⁷⁾より約 1 桁真空度は良い)し、1223 K で 4.5 ks の溶体化後、氷水中で石英管を破碎し急冷した(以後、この焼入れ試料を AQ 材と略称する)。ひきつづき 2 枚の AQ 材を 1 枚ずつ再び真空封入し 623 K で短時間(250 s)および長時間(10^5 s)の時効処理を施した[†](以後、この時効材をそれぞれ AG(S), AG(L) 材と略称する)。AG(L) 材では時効 ω

Fig. 1 Stress-strain curves of Ti-14 mass%Mo alloy single crystals deformed in tension at room temperature; AQ denotes as-quenched specimen, AG(S) denotes aged one at 623 K for 250 s and AG(L) denotes aged one at 623 K for 10^5 s. The shape, size and orientation of the specimen are also shown.

相の他に α 相の析出もラウエ写真上にわずかに認められた。AQ, AG 材とも板面および側面を機械的研磨により約 30 μm 除去し、さらに電解研磨を施した。このように調整した試料でも表層部と中心部で材質が異なる可能性のあることは避けられない⁽⁵⁾⁽⁷⁾。

引張試験は室温にて歪速度 $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で破断まで行った。破断試料は光顕観察の後、その破断部に近い部分から放電加工により $\phi 3 \text{ mm}$ のディスクを切り出した。つづいて厚さ 0.2 mm まで機械研磨し、TENUPOL2 によって電解研磨を行って TEM(JEL-2000EX) 用試料を作製した。

X 線プリセクション用試料は破断部近傍を残すようにファイン・カッターで切り出し、切断面の加工歪を化学研磨により除去し、それをゴニオヘッドにとりつけた。この試料の $\langle 110 \rangle$ と X 線(Mo ターゲット使用、フィルターなし)とを直交させて、 $[\bar{1}10]$ zone axis のプリセクション写真をとるようにした。

III. 実験結果

1. 引張試験と表面観察

AQ, AG(S) および AG(L) 材の公称応力-公称歪曲線を Fig. 1 に示す。AQ 材は格子不安定な β 型 Ti 合金に特有の高い延性を示した。試験片形状が異なるので直接比較はできないが、引張方向が $\langle 110 \rangle$ の場合⁽⁵⁾に比べ、加工硬化が比較的低歪領域から生じた。引張強さは、前報⁽⁵⁾の 480 MPa に対して本実験では、750 MPa であり、伸びは前報の 62% に対して 44% にとどまった。AG(S) 材は AQ 材より弾性域での勾配は大きく、約 10% の破断伸びを示

[†] 厳密には $\beta +$ 急冷 ω 相である。後者の形成は避けられない。

[‡] 前報⁽⁷⁾⁻⁽⁹⁾と異なり、表面に焼入れ時の酸化被膜をつけたまま時効処理を施した。

した。最大応力は 931 MPa であった。降伏後の応力の急激な降下は、多結晶材で既に指摘した⁽⁴⁾ように短時間の時効によって塑性波の伝播速度の異常による加工軟化の様相を呈した。長時間時効処理を施した AG(L) 材は AG(S) 材と弾性域で同じ勾配を示した。

AQ 材の引張試験後の表面観察結果を Fig. 2 に示す。

Fig. 2(a) は試料板面全体、(b) は(a)を拡大した平行部板面、(c) は側面の光顕写真である。板面の干渉顕微鏡による観察結果も含めて変形帯は双晶のごとき直線的で薄いレンズ状コントラストを示した。破断まで変形させたので、変形量が多いところでは変形帯は初期シュミット因子(SF)の小さい系まで作動するため複雑となり、高い精度の二面解析は困難であった。本実験で観察された変形帯は伸び型の $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶を主とするが、既報⁽⁵⁾と同様に伸び型の $\{112\}\langle 111 \rangle$ 双晶が作動した。しかし $\{112\}\langle 111 \rangle$ 系についてはすべり変形の可能性を否定するものではない。

Table 1 には $\{332\}\langle 113 \rangle$ と $\{112\}\langle 111 \rangle$ 系のシュミット因子(SF)と本実験で認められた活動面トレース(○および●印)を示した。また Table 1 中の A~N までの各系の試料

Table 1 Schmidt factor(SF) of $\{332\}\langle 113 \rangle$ and $\{112\}\langle 111 \rangle$ systems, and operative mechanical twin or slip (denoted with ○ or ●, respectively) observed in the present works on specimens AQ, AG(S) and AG(L).

#	System	SF	Twin or slip	AQ	AG(S)		AG(L)
					Ext.	Int.	
A	$(3\bar{2}3)[131]$	0.321	Et	○	○	×	(○)
B	$(\bar{2}33)[311]$	0.321	Et	○	×	×	(○)
C	$(\bar{2}33)[3\bar{1}1]$	0.176	Et	(○)	×	×	×
D	$(\bar{3}23)[131]$	0.176	Et	×	×	×	×
E	$(323)[1\bar{3}1]$	0.156	Et	○	×	(○)	×
F	$(233)[\bar{3}11]$	0.156	Et	○	○	(○)	×
G	$(\bar{2}33)[3\bar{1}1]$	0.058	Et	×	×	×	×
H	$(323)[1\bar{3}1]$	0.058	Et	×	×	×	×
I	$(\bar{1}\bar{1}2)[111]$	0.496	Et, S	(○)	○	(○)	●
J	$(\bar{1}\bar{1}2)[1\bar{1}1]$	0.447	Et, S	○	×	(●)	●
K	$(1\bar{1}2)[\bar{1}11]$	0.447	Et, S	○	●	(●)	●
L	$(112)[\bar{1}\bar{1}1]$	0.347	Et, S	×	●	(●)	×
M	$(121)[\bar{1}\bar{1}1]$	0.335	Ct, S	×	×	×	●
N	$(211)[\bar{1}\bar{1}1]$	0.335	Ct, S	×	×	×	×

Et: elongation twin S: slip Ct: contraction twin
(): undetermined accurately
Ext.: external part of specimen
Int.: internal part extruded

Fig. 2 Optical micrographs taken from the specimen AQ; (a) a wide view of the top surface on which fine traces are introduced by mechanical twinning of systems A and B in Table 1; (b) a high magnification micrograph of (a) on which some other fine traces are observed as explained by $\{112\}\langle 111 \rangle$ systems (see also Table 1); (c) high magnification micrograph of the side surface.

板面($\bar{1}10$)および側面($\bar{3}31$)上に現れるトレースをそれぞれまとめて Fig. 3(a), (b)に図示した。

Fig. 2(a)は引張軸 $[116]$ と直交する $\{332\}\langle 113 \rangle$ 系 A, B によって変形双晶のトレースが試料全体をひととおり覆った後、写真中央を除く両側では SF が 0.447 の($\bar{1}12$)[$\bar{1}11$]系(J, K)が作動した。この板面上のトレースは系 A, B と平行ではなく、時計方向に 10° 程傾いていた。Fig. 2(b)は(a)の一部を拡大したもので、板面には双晶 A, B の間に細かいトレースが認められた。これは SF が 0.156 の $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶の系 F であると判定された[†]。さらに $\{332\}\langle 113 \rangle$ 系 C または(112) $\langle 111 \rangle$ 系の I の双晶もわずかに認められるようである。SEM 観察によれば、AQ 材の破面はディンプルで構成されており、それらディンプルが試料幅の方向に帯状に集合し、側面から延性破壊が進んだことを示す特徴ある破面組織が認められた。

AG(S)材の表面観察の結果を Fig. 4(a)~(e)に示した。

Fig. 3 Traces of deformation bands on both the top and side surfaces, expected by the operations of systems A~H and I~N in Table 1; (a) for $\{332\}$ and (b) for $\{112\}$ systems.

[†] 大きく粗い双晶の間に入る細かい双晶(accommodation twin)は必ずしも伸び型でなく縮み型の双晶も考慮すべきであるが、本報ではすべて伸び型の双晶として検討を進めた。

短時間の時効では、変形の大部分は試料の中央部のみに集中した(Fig. 4(a))。 (b)に示すように表層部においては延性が乏しいが、中心部では延性を示し、中心部が突き出た様相(模式図(c))を呈した。短時間の時効処理における中心部の時効硬化の遅れ現象は既報⁷⁾の結果からも支持される。(b)にみられるように板面のトレースは AQ 材より細かく波状的で、すべり線のごとき様相を呈しており、側面のトレースを考慮するとそれらのすべり系は系 J, L が作動して構成されているとみなすことができた。しかし変形量が少ない板面の端部における干涉顕微鏡写真には直線的で、細い双晶トレースが交差(交差角は約 55°)したような模様も認められた(Fig. 4(d))。交差角 55° を満たすのは($3\bar{2}3$)と($\bar{1}12$)双晶面のトレースであるとみなされた。Fig. 4(e)に突出中心部の拡大写真を示す。ここには 2 種類の幅の広い双晶帯(T_1, T_2 , それらのなす角は 80°)の他、粗いすべり線(S)と細かいすべり線のポケット(P)が認められた。Fig. 3(a)と(b)から板面でトレースの交差が 80° に近いものとして、 80° の($\bar{2}33$)と($\bar{3}23$)、約 105° の(112)と($\bar{2}33$)、($\bar{1}12$)と($\bar{2}33$)、さらに 110° の($\bar{1}12$)と(112)等の双晶の組合せが考えられた。AG(S)材破面の SEM 観察によると、AQ 材に比べディンプルは少なく、粗く不完全で延性の乏しさが認められた。しかし突出部が現れたことは、中心部が表層部より軟らかい複合材料のような材質であることを示し、これが起因して応力-歪曲線に塑性伝播の異常性を示すことがわかった。

AG(L)材の光顕および SEM 観察の結果を Fig. 5(a)~(c)に示す。Fig. 5(a)は破面全体の SEM 写真であり、Fig. 5(b)は破断部近傍の($\bar{1}10$)板面の光顕写真である。板面上にみられる 4 種類のトレースの方向を図中に 4 本の線分で示した。Fig. 5(a)よりき裂は C 部で始まり、引き続き急速な破壊が A 部に向かって脆性的に伝播したことがわかった。($\bar{1}10$)板面および($\bar{3}31$)側面の破断トレースはすべて $\{112\}$ 面によるものとみなされ、 $\{001\}$ へき開面は認められなかった。すなわち、き裂の開始点の側面(BC)では($\bar{1}12$)、($3\bar{2}3$)および($\bar{2}33$)が、また板面(CD)では(112)および($\bar{1}12$)のトレースが認められた。このうち破断開始を導いたものは側面(BC)では($\bar{1}12$)面、板面(CD)では($\bar{1}12$)面であった。最終破断カ所の側面(AD)では(112)、($\bar{1}12$)および($\bar{1}12$)面のトレースが、また板面(AB, Fig. 5(b))には($\bar{1}12$)、(112)、($\bar{1}12$)、(121)面、更に($3\bar{2}3$)または($\bar{2}33$)面のトレースが認められた。破断開始側とは異なり最終破断側での破面は、トレース構成面と同じであることがわかった。Fig. 5(c)は Fig. 5(a)の C 部近傍を拡大したものである。ここには側面と板面にはほぼ平行な 2 種類のステップが相互に干渉した模様(シェブロン模様)が認められた。側面に平行な多数のステップは側面から深さ約 $70 \mu\text{m}$ のところから認められ、しかも板面に平行なステップに比べ細かく乱れが少ないことが分かった。それらシェブロン模様を構成する 2 種類のステップ

Fig. 4 Optical micrographs taken from the ruptured specimen AG(S); (a) a whole shape of the specimen; (b) a wide view near the ruptured part, some rather fine and somewhat wavy traces are observed on the top surface; (c) the feature of core part extruded in tension is also shown with a schematic diagram in view of side plane; (d) an interference micrograph in the vicinity to an edge on the top surface showing very fine twin-like traces of systems A (or B) and I in Table 1; (e) a high magnification photograph taken from the surface of the tip in (b), in which two kinds of coarse twin traces (T_1 , T_2), coarse slip lines (S) and slip line packets (P) are observed.

Fig. 5 (a) A scanning electron micrograph taken from the fracture surface of specimen AG(L), the fracture seems to be propagated from the corner C to A and D; (b) an optical micrograph of taken from the (110) surface showing some traces induced by the fracture. All traces are identified as $\{112\}\langle 111 \rangle$ systems; (c) a chevron pattern observed in the vicinity of the corner C.

Fig. 6 An optical photograph of a thin foil for TEM sample showing $\{112\}\langle 111 \rangle$ twin traces introduced during jet polishing even in the specimen AG(L) expected to be very brittle.

間のなす角は、 $[11\bar{6}]$ 方向からみて $80^\circ \sim 100^\circ$ であった。この脆い AG(L) 材にも試料の極く表層部 ($10 \sim 20 \mu\text{m}$) に限って、浅いディンプルがところどころに認められた (例えば(c)矢印)。また破面は立体的にはすりばち状に凹んだ状態となっていて、ステップはその斜面上に乗っており、このことから破面が $\{001\}$ のへき開破壊ではないことがわかった。

Fig. 1 や Fig. 5 でみられるようにバルク状態で極めて脆い挙動を示した AG(L) 材も、TEM 観察用に薄膜化した状態では Fig. 6 に示すように変形双晶が容易に導入されることがわかった。これらシャープな変形双晶帯のトレースは $(\bar{1}12)$ 、 $(\bar{1}\bar{1}2)$ および (112) 面によって構成されていた。AG(S)材の TEM 用試料表面にも薄膜作製中に $\{112\}\langle 111 \rangle$ 型の変形双晶が多数導入されていた。しかし、 $\{332\}\langle 113 \rangle$ 引張変形双晶を多く含む AQ 材を TEM 観察用に薄膜化したときには $\{112\}\langle 111 \rangle$ 型の双晶は導入されず、他方表面上の $\{332\}\langle 113 \rangle$ 系の変形双晶が光顕では識別が困難となった。すなわち、すでに双晶の発生により変形応力が十分緩和された AQ 材を薄膜化する際には AG 材におけるように粗大な双晶は導入されなかった。

2. 回折図形に及ぼす引張変形の影響

破断まで引張変形した AQ 材の $(\bar{1}10)$ 晶帯による制限視野回折図形には、マトリックスのスポットと急冷 ω ゾーンのかかなり強いスポットの他に $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶のスポットがわずかに認められた。TEM 明視野像では双晶の中に積層欠陥ないしは転位が密に含まれていた。なお $\{112\}\langle 111 \rangle$ 双晶のスポットは ω 相のスポットと重なるため、その存在を確認することは困難であった。

AG(S)材の破断突出部の双晶の同定は、TEM 観察が試料作製上困難であること、および破断部から離れたところでは変形量が少ないため、変形双晶の観察が困難であることを考慮してプリセッションカメラにより行った。Fig. 7(a)は破断突出部のプリセッション写真であり、Fig.

Fig. 7 (a) A precession photograph taken from the core tip shown in Fig. 4(d); (b) its key diagram showing two kinds of arc-shaped twin spots (denoted with ● and ■) belonging to fundamental Bragg spots (denoted with ○) of $\{110\}_\beta$ and ω phase denoted by $\triangle$.

7(b)はその key diagram である。変形による結晶の反時計方向への回転($[\bar{1}10]$ 軸のまわり約 10°)のためスポットは弧状を呈した。変形双晶の量がわずかなため、回折強度の極く高い母相 $(110)_\beta$ 反射点の $(\bar{3}\bar{3}2)$ および $(\bar{1}\bar{1}2)$ 双晶による弧状スポットが認められたので、これら双晶スポットに 10° の回転を与えて key diagram に示した。 $(\bar{1}\bar{1}2)$ 双晶によるスポットは母相中の ω スポットと重なるが、制限視野回折図形の場合と異なり双晶によるシャープな円弧のため判別が容易になった。key diagram では母相のスポットを○印で、 $(\bar{3}\bar{3}2)$ 変形双晶によるスポットを●印で示し、また $(\bar{1}\bar{1}2)$ 変形双晶によるスポットを■印で示した。さらに ω のスポットには△印をつけた。プリセッション写真での $\{332\}$ スポットの強度と $\{112\}$ 双晶のそれは同程度とみなすことができた。なおプリセッション写真では $\{013\}$ の指数(○印)も認められ結晶の回転が複雑であることがわかった。

IV. 考 察

1. 時効に伴う変形様式の変化について

花田ら⁽²⁾によると、Ti-13%Mo 合金の圧縮変形においては、SF 値の大小に関係なく $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶が現れ、15%Mo 合金では圧縮方向に依存して SF=0.45 以上なら $\{332\}\langle 113 \rangle$ 双晶となり、SF が小さければ $\{112\}\langle 111 \rangle$ すべり変形となることが報告されている。本研究で用いた Ti-14%Mo 合金の AQ 材を破断まで引張変形した場合、

双晶変形の方向性と結晶の回転により SF が 0.321, (0.176), 0.156 の伸び型 {332}〈113〉双晶系および SF が (0.496), 0.447 の伸び型 {112}〈111〉双晶系が作動したものとみなされる。{332}〈113〉と {112}〈111〉両系が混在することは既報⁽⁵⁾とも矛盾しない。{112}〈111〉系では SF が 0.496 ではなく主に 0.447 の系が作動した。それは {332}〈113〉の A, B 系双晶変形に伴う結晶の回転によって SF が変化したためと考えられる。このようなことは {332}〈113〉系における SF が 0.176 の系 C よりも, SF が 0.156 の系 F が A, B 系の次によく作動したことにも現われている。

時効に伴う変形モードの変化についての報告⁽¹¹⁾によれば, 時効 ω 相の形成によって {332}〈113〉双晶変形が抑えられ, {112}〈111〉のすべり変形が支配的となる。本実験においても時効によって AG(S) 材板面の表層部はもちろんのこと Fig. 4 で明かなように, 内部においても確かにすべり変形は起き易くなるが, {332}〈113〉双晶から直ちにすべりがすべり変形に移行するのではなく, Fig. 7 のプリセッション写真の結果からわかるように, {332}〈113〉と {112}〈111〉系の双晶が生じている。そこで突出部 (Fig. 4(e)) にみられた挟み角約 80° の粗い変形双晶の活動系を推定するならば, 変形前の挟み角が 105° の {332}〈113〉と {112}〈111〉系の組合せ, 系 I と系 E または系 I と系 F が妥当のようである。

以上のことより格子不安定な AQ 材を大きく変形させるとき, SF の大きい {112}〈111〉系双晶変形 (せん断歪 $s=1/\sqrt{2}$) よりも SF が小さくても, {332}〈113〉系双晶変形 (せん断歪 $s=1/2\sqrt{2}$, shuffling を伴う⁽¹²⁾) が基本的には作動し易い傾向にある。しかし, AG(S) 材において {332}〈113〉系の SF が大きい順に作動しなかったのは, 変形に伴う格子回転によって Table 1 に示す SF の順位が変わったためであり, 伸び型の {112}〈111〉系双晶変形が代わって作動するようになったと考えられる。これらのことは変形に伴う結晶の回転による SF の変化の他に, 双晶せん断歪 s との関連した格子不安定性にもとづく効果 (これは shuffling と関連するので shuffling 効果と呼称する) があることを示唆している。したがって, 短時間の時効処理で格子は安定化に向かうが, 表層部と内部で時効の進みに著しい差が現れ, それが変形の様相を複雑にしているようである。すなわち時効が進めば双晶変形からすべり変形に移行する結果⁽¹¹⁾は本研究にも認められたが, さらに III-1 節で述べたように AG(S) 材は {332}〈113〉と {112}〈111〉系の双晶の活動もなお起こりうる過渡的状态にある。しかし活動双晶系は AQ 材のそれと必ずしも一致していない。それは表層部と内部で変形量が違うために起きる境界層での歪束縛条件が新たに加わるためと考えられる。

2. オメガ相の形成による脆化

時効が十分進むと格子は安定化し, shuffling 効果はほ

とんどなくなり {332}〈112〉系は有効に作動せず {112} すべり変形となる¹¹。他方組織は β 相 + 時効 ω 相 + α 相となり, このとき ω 相のサイズは最大に, また硬さもほぼ最高の状態となつて⁽¹³⁾顕著な脆化を示す。しかし III-1 節で述べたように AG(L) 材は変形の初期においては {001} へき開破壊を示してはいない。Fig. 5 に示したように破面を構成している重要な面は板面上のトレースから ($\bar{1}\bar{1}2$), ($1\bar{1}2$), (121), ($\bar{1}12$) 面であり, 側面上のトレースから ($\bar{1}\bar{1}2$), ($1\bar{1}2$) 面であった。側面にはほぼ平行なステップは, 2 つのすべり系 ($\bar{1}\bar{1}2$) [111] (SF=0.496) と (121) [$\bar{1}\bar{1}1$] (SF=0.335) が作動してできたものであり, 板面にはほぼ平行なステップは ($\bar{1}12$) [$\bar{1}\bar{1}1$] (SF=0.447) と ($1\bar{1}2$) [$\bar{1}\bar{1}1$] (SF=0.447) が作動してできたものとみなすことができる。($\bar{1}\bar{1}2$) と ($1\bar{1}2$) 面, および ($\bar{1}\bar{1}2$) と ($1\bar{1}2$) 面のトレースのなす角度は (116) 面上でそれぞれ 110° と 80° であり, シェブロン模様の開き角に対応しているようである。これら複数のすべり面から破断のステップは構成されたはずである。2 種類のステップが攻め合う特徴あるシェブロン模様を示した AG(L) 材のき裂の伝播過程は以下のように推定される。

最初 ($\bar{3}\bar{3}1$) 側面から SF の大きいすべり系 ($\bar{1}\bar{1}2$) [111] (SF=0.496) のらせん転位が作動するが, ω 相によってその運動が阻止されると, ω 相に阻止された転位の応力レベルが上昇するとともに, 何らかの方法で部分転位が ω 相中を運動し ω 相中に積層欠陥が導入されるとする。例えばらせん転位が fcc における stair-rod cross slip⁽¹⁴⁾ と類似の機構¹², または形式上双晶変形のボール機構¹³ と同様な分解反応が働き, ω 相中のひきつづく三層に $b_1=(a/12)[111]$, $b_2=(a/3)[\bar{1}\bar{1}1]$, $b_3=b_1$ なる欠陥が導入された領域ができるとするものである。いずれの様式にせよ, 引き続き三層の積層欠陥は後述するように ω 相 $\rightarrow \beta$ 相への逆変態¹⁴を誘起することになる。その後は逆変態領域において特異的にすべりが集中し, 応力集中によるクラックの発生をまねく。その後シェブロン模様を形成する一方の破

¹¹ 実際には破断開始側面 (CD) および最終破断板面 (AB) のところに, SF が 0.321 の {332}〈113〉系のトレースがわずかに認められたが, それらが破断を導いたものとはなっていない。試料表面では平面応力場であることが, このような破断につながらない変形を引き起こしたのと考えられる。なお時効が十分進んだ AG(L) 材において {112}〈111〉系がすべりのみで双晶変形がまったく作動しなかったという証拠を得たわけではない。

¹² 例えば積層欠陥を伴う部分転位
 $(a/2)[111]_{(\bar{1}\bar{1}2)} \rightarrow (a/3)[111]_{(\bar{1}\bar{1}2)} + 2 \times (a/12)[111]_{(2\bar{1}\bar{1})}$
 が作動し, 無秩序に ω 相中に積層欠陥が導入される。

¹³ 例えば $(a/2)[111]_{(\bar{1}\bar{1}2)} \rightarrow 2 \times ((a/6)[121] + (a/12)[\bar{1}\bar{1}1]_{(211)})$ なる分解をおこす。 $\omega \rightarrow \beta$ 界面に堆積する不動転位は高い応力場のもとに反対符号のもの同士の反応により消滅する。

¹⁴ 逆変態を完了するには 6 個の $(a/12)[111]$ が必要である。

面ステップ形成準備段階に入る。わずかに遅れて、すなわち側面(BC)から約 $70\ \mu\text{m}$ クラックが入ったときに、板面(CD)から積層欠陥をともなうすべりが導入される。このような両面からの二つの反応によって、破断前線であるシェブロン模様のステップの形成はゆっくりと進む。その際この両者のステップは、干渉しあって稜線(S_1S_2)を形成しながら破断を進行させ、 S_2 近傍に到達する。その時点で($\bar{1}10$)板面に沿うステップ状のき裂が、A と D に向かって急速に速度を増していったようである。

上述の完全転位から部分転位への分解の容易さは ω 相中の積層欠陥エネルギー(γ)に依存する。ところで β 型 Ti 合金中の ω ゾーン(これは β 相中の一種の積層欠陥、そのエネルギーを γ' と呼称する)に接する β 相は Al-Cu 系合金における G.P. ゾーンと同じような整合歪によって $\langle 111 \rangle$ 方向への圧縮応力場の中にあるはずである。またこれとは逆に ω 相は母相から $\langle 111 \rangle$ 方向への強い引張の応力場におかれ β 相に戻ろうとしている。このような状態において外部応力は積層欠陥を導入して応力誘起 ω 相⁽⁵⁾の形成を促す方向に作用すると考えられる。実際、格子不安定な β 型 Ti 合金(擬 β 固溶体)では、交差すべりの痕跡をとどめる積層欠陥の様相が TEM 観察においてしばしば認められるし⁽¹⁵⁾、また Mo 濃度の低い領域では Mo 量と共に γ' 値は低下することが帯磁率 χ_m の測定⁽¹⁶⁾から間接的に予想される。したがってすでに指摘されているように⁽¹⁷⁾、一層の積層欠陥は bcc 中において不安定で存在しにくくとも、三層の積層欠陥は導入されやすい可能性がある。他方時効が進み高い変形抵抗を示す場合には、 ω 相はすでに十分形成されており母相は安定 β 相になるとともに β 相の γ' は bcc 本来の高い値を示し、 β 相の変形は主に完全転位によるすべり変形となる。そして γ' に比べ γ が相対的に低下する結果、引張応力は ω 相を β 相に戻すように作用したものと考えられる。特に ω 相の $\{0001\}_\omega$

面内の強い結合(β 相中の最近接原子間距離(R)は R_β ($0.281\ \text{nm}$) $>$ R_ω ($0.270\ \text{nm}$)⁽¹⁸⁾)が転位の堆積に伴う応力状態の上昇に有効に寄与し、 ω 相中に積層欠陥を広げながら可動部分転位の掃引を容易にしたと考えられる。この可動部分転位($b_1, b_2, b_3=b_1$)が連続する三層を掃引すれば、Fig. 8 に示すように ω 相は β 相へ逆変態することになる。この図におけるような三層の積層欠陥を導入する変形様式は Lasalmonie ら⁽¹⁹⁾の $\beta \rightarrow \omega$ 変態モデル(三層積層欠陥モデル)を逆に利用したものである。すなわち Fig. 8 の左端の ω 相では b 原子(□)と c 原子(■)の結合距離は R_ω で R_β より短く強い結合を形成しているだけ、d 原子(○)と e 原子(■)および f 原子(□)と a 原子(●)との結合は弱くなっている。Fig. 8 は左端の ω 相の矢印のところを順次 $(a/12)\langle 111 \rangle$, $(a/3)\langle 111 \rangle$, $(a/12)\langle 111 \rangle$ の変位ベクトルだけ移動させると右端の β 相になることを示す。

時効 ω 相の形成は見かけ上 β 型 Ti 合金を極めて脆弱にするが、この合金の脆化の本質は、 ω 相による完全転位の高い blocking, およびすべり抵抗の低下を誘発する $\omega \rightarrow \beta$ 逆変態部での集中すべりにあるとみなすことができる。 ω 相の析出した脆い Ti-Mo 合金でも、薄膜にすると容易に $\{112\}\langle 111 \rangle$ 変形双晶が導入されること、および破断面の表面近傍($10 \sim 20\ \mu\text{m}$)ではディンプルが認められることから、表面近傍および薄膜での変形様式はバルク材と異なった挙動をとる。したがって AG(L) 材における $\{112\}\langle 111 \rangle$ すべり系による脆性的破壊と $\{112\}\langle 111 \rangle$ 双晶変形は、積層欠陥エネルギーを介して極めて微妙な関係にあることがうかがえる。また、 $\{112\}\langle 111 \rangle$ 系のすべり変形と双晶変形の判別、さらには伸び型および縮み型の変形双晶の薄膜化に伴う応力緩和の影響など、擬固溶体 β 型 Ti-Mo 合金における変形双晶発生応力条件についてはさらに今後の研究が必要である。

Fig. 8 Schematic diagrams of stacking sequence in the $(\bar{1}10)$ plane of β phase parallel to the paper plane on partial inverse transformation from ω to β phase; ● and ■ atoms in the plane of the paper, ○ and □ atoms in the upper plane. Shear of the three layer stacking faults parallel to the (112) plane is also described.

V. 結 言

Ti-14 mass%Mo 合金単結晶の時効処理に伴う変形および破壊様式の遷移を光顕, TEM, SEM およびプリセッションカメラを使って調べたような知見を得た.

(1) 急冷(AQ)材を破断まで引張<116>軸変形したとき著しい延性を示した. その変形様式は主にシュミット因子(SF)が0.321と0.156の{332}<113>変形双晶(系A, B, E, F;本文中Table 1参照)とSFが0.447の{112}<111>系の双晶(系J, K)であった.

(2) 短時間の時効(623 K-250 s)処理を施したAG(S)材では著しい延性低下を示し, かつ公称応力-公称歪曲線上に塑性伝播の異常を示した. これは試料の中心部で時効硬化が遅れ, 材質に二重性が生じるために起きると考えられる.

(3) AG(S)材の破断部では中心部が突出し, その突出部表面にはすべり線の他に{332}<113>と{112}<111>の粗い変形双晶(系EまたはFと系I)がわずかながら認められた. 試料表面では{112}<111>系のすべり線の他に極めて薄い変形双晶(系A, F, I)もわずかに観察された.

(4) AG(L)材(623 K-10⁵ s 時効処理)では時効 ω 相の形成によって極端な脆化を示し, 破壊形態は{100}のへき開破壊ではなく, {112}<111>系多重すべりに起因する破壊であった. また, き裂の伝播過程についていえば, 試料の側面と板面からクラックのステップは形成され, それらが干渉あってシェブロン模様をつくり徐々にき裂が進行した. その後, 急速な破壊へと進展したものと考えられる.

(5) 非常に脆化を示したAG(L)材ではあるが, 破面の極く表面近傍においてのみ浅いディンプルがわずかに観察された. またAG(L)材をjet研磨法で薄膜化したときに{112}<111>系の変形双晶が導入された.

(6) 時効オメガ相形成によるAG(L)材の脆化はオメガ相による完全転位の運動阻止のみではなく, それに起因する $\omega \rightarrow \beta$ 逆変態(可動部分転位の運動に伴って入る ω 相中の三層積層欠陥の導入と等価)によって誘起される極端な

局所すべり(局所軟化)とそれに伴う応力集中が重要な因子であることを指摘した.

最後に, 研究結果の考察にあたり有意義な御意見をいただきました大阪大学助教授 森 博太郎博士に感謝の意を表します.

文 献

- (1) 飛田守孝, 助台栄一: 日本金属学会会報, **26**(1987), 887(加工硬化については p. 892図4参照).
- (2) S. Hanada and O. Izumi: Metall. Trans., **17A**(1986), 1409.
- (3) J. M. Silcock: Acta Metall., **6**(1958), 481.
- (4) B. Jaoul: 金属の塑性, 諸住正太郎訳, (1969, 丸善) p. 531.
- (5) M. Hida, E. Sakedai, C. Henmi and H. Terauchi: Acta Metall., **30**(1982), 1471.
- (6) S. Takano and T. Suzuki: Acta Metall., **22**(1974), 265.
- (7) 飛田守孝, 助台栄一: 日本金属学会誌, **50**(1986), 893.
- (8) Y. Takemoto and M. Hida: Memoirs of the School of Eng. Okayama Univ., **21-2**(1987), 1.
- (9) 飛田守孝, 助台栄一: 日本金属学会誌, **51**(1987), 979.
- (10) E. Sakedai and M. Hida: *Titanium Science and Technology* (Proc. 5th Int'l. Conf. on Ti, Munich, 1984), Ed. by G. Lutjering *et al.*, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde E. V., Vol. 4, p. 2131.
- (11) S. Hanada, M. Ozeki and O. Izumi: Metall. Trans., **16A**(1985), 789.
- (12) A. G. Crocker: Acta Metall., **10**(1962), 113.
- (13) 井川 博, 新 成夫, 宮城正和, 森川正樹: 日本金属学会誌, **34**(1970), 673.
- (14) H. Fujita and T. Mori: Scripta Metall., **9**(1975), 631.
- (15) M. Hida, E. Sakedai, Y. Yokohari and A. Nagakawa: *Titanium '80 Science and Technology*, Proc. 4th (Int'l. Conf. on Titanium (Kyoto, 1980), Ed. by H. Kimura *et al.*, Vol. 2, p. 1327.
- (16) E. W. Collings: *ibid.*, Vol. 1, p. 77.
- (17) V. Vitek: Phil. Mag., **18**(1968), 773; **21**(1970), 1275.
- (18) M. Hida, E. Sakedai and H. Terauchi: Acta Metall., **36**(1988), 1429.
- (19) A. Lasalmonie and C. Chaix: Phil. Mag. A, **44**(1981), 973.