

工業用純チタン多結晶体における圧縮変形中の活動双晶系の変形温度依存性

Deformation Temperature Dependence of Active Twinning Systems during Compressive Deformation in Polycrystalline Commercially Pure Titanium

塚本 元 気* 國 枝 知 徳
Genki TSUKAMOTO Tomonori KUNIEDA

抄 録

工業用純チタン多結晶体の双晶変形挙動に及ぼす温度の影響を明らかにするため、平均結晶粒径 500 μm の JIS1 種工業用純チタンを 25°C~800°C で単軸圧縮した際の活動双晶系を SEM/EBSD 法により調査した。10% 圧縮により、4 種類の双晶系が活動し、それぞれの形成温度域は異なっていた。 $\{11\bar{2}1\}$ 、 $\{11\bar{2}2\}$ 、 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶はそれぞれ 25°C~200°C、25°C~400°C および 400°C~800°C で活動した。一方、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶は試験した全温度域で活動した。 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶の活動温度域は、過去に報告されている単結晶を用いた研究結果と同じであったが、他の双晶系は単結晶よりも広い温度域で活動していた。これは、双晶変形に及ぼす結晶粒界における応力/ひずみ集中の影響が双晶系や変形温度によって異なることを示唆している。

Abstract

In order to clarify the effect of deformation temperature on twinning deformation for polycrystalline commercially pure titanium, active twinning systems during compression deformation at temperatures from 25–800°C for JIS Class 1 commercially pure titanium at 0.5 mm in mean grain diameter were investigated using SEM/EBSD techniques. At a reduction of 10%, four twin systems were confirmed to operate depending on deformation temperature: the $\{11\bar{2}1\}$, $\{11\bar{2}2\}$, and $\{10\bar{1}1\}$ twins were observed at 25–200°C, 25–400°C, and 400–800°C, respectively, while the $\{10\bar{1}2\}$ twins formed at every tested temperature (25–800°C). Those temperature ranges for the $\{10\bar{1}1\}$ twins were the same as the previously reported ones obtained using single-crystal specimens. However, the others were different between single-crystal and polycrystal specimens, indicating that the effects of stress and/or strain concentration at grain boundaries on twinning is different depending on the twinning systems and deformation temperatures.

1. 緒 言

工業用純チタンでは、延性や加工硬化特性などの機械的特性や集合組織などの組織形成に双晶変形が大きな影響を及ぼすことが知られている^{1,2)}。工業用純チタンの双晶変形に関しては、単結晶や多結晶材を用いて多くの研究が行われており、加工方法や加工温度などにより主に図 1 に示す 4 種類もの双晶系が活動することが報告されている。特に、活動双晶系は加工温度に大きく依存し、例えば、純チタン単結晶では室温近傍では、 $\{10\bar{1}2\}$ 、 $\{11\bar{2}2\}$ 双晶が、400°C 以上 β 変態点未満では $\{10\bar{1}1\}$ 双晶が活動することが報告

されている³⁾。このように単結晶では活動双晶系の温度依存性について系統的な調査が行われている。実用の多結晶体では、結晶粒界近傍において隣接する結晶粒間の変位の

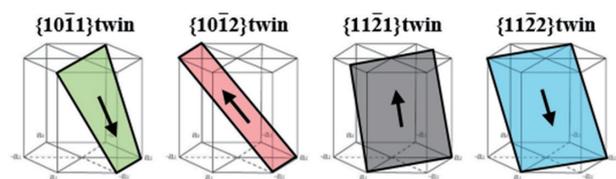


図 1 チタンで観察されている双晶系
Twinning systems observed in titanium

* 鉄鋼研究所 材料信頼性研究部 チタン・ステンレス研究室 主任研究員 千葉県富津市新富 20-1 〒293-8511

整合性を保つために、幾何学的に必要な GN 転位 (Geometrically Necessary dislocations) が生成する必要がある、その結果、結晶粒界近傍に GN 転位が堆積する⁴⁾。このようなことから、多結晶体では結晶粒界近傍で多くの転位が堆積し、大きな応力/ひずみ集中を生じるため、単結晶は異なる双晶変形挙動を示すと考えられる。したがって、実用の多結晶材料における双晶変形挙動を調査し、各々の双晶系に対する結晶粒界の影響を解明することは工業的に極めて重要である。

本研究では、粗大結晶粒を有する JIS1 種工業用純チタン多結晶体を種々温度で圧縮した際の活動双晶系を調査し、活動双晶系に及ぼす変形温度の影響を明確にすることを目的とした。

2. 実験方法

供試材として JIS1 種工業用純チタン (Ti-0.042O-0.027Fe-0.001N-0.006C-0.0006H, いずれも mass%) を用いた。供試材のマイクロ組織は平均結晶粒 $500\mu\text{m}$ の等軸組織であり、集合組織はほぼランダムであった。供試材から直径 8mm, 高さ 12mm の円柱状試験片を作製し、単軸圧縮試験 (富士電波工機(株)製熱間加工再現試験装置 (Thermec-master Z)) を行った。単軸圧縮試験では、加熱温度 $25^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ と種々変化させ、各温度で 10min 保持し、ひずみ速度 1.0s^{-1} で、10% 圧縮加工した。さらに、加工後の組織を凍結させるため、加工直後にヘリウムガス急冷した。圧縮試験後の試験片を長手方向 (圧縮方向) に沿って切断し、化学研磨を施した後、研磨した面の中央部に対し、FE-SEM (Field Emission-Scanning Electron Microscope) 内で EBSD (Electron BackScattered Diffraction) パターンの測定を行った。測定した EBSD データより、隣接する結晶粒間の回転角と共通回転軸が HCP (Hexagonal Close-Packed) 金属の双晶系から誤差 5° 以内の結晶粒界を双晶境界と定義し、各温度で活動した双晶系を解析した。

3. 実験結果

図 2⁵⁾ に、 25°C , 300°C および 500°C で 10% 圧縮した試験片の圧縮方向の結晶方位分布像および双晶境界分布像を、表 1 に、10% 圧縮変形で活動した双晶系の回転角と共通回転軸を示す。図 2 の双晶境界分布像では、表 1 に示される理想的な結晶方位回転関係 (誤差 5° 以内とする) を有する境界を双晶境界として色付けている。いずれの温度においても、圧縮変形中に双晶の形成が確認される。本研究では 4 種類の双晶系が確認されるが、変形時の温度により双晶の発生量や活動双晶系が異なることがわかる。 25°C で圧縮変形後の試験片では、多数の双晶が細かく発生しており、双晶同士の交差や双晶内に双晶が形成する二次双晶も確認できる。活動双晶系としては、 $\{10\bar{1}2\}$, $\{11\bar{2}1\}$ および $\{11\bar{2}2\}$ 双晶の 3 種類が生成している。 300°C で圧縮変形後の試験

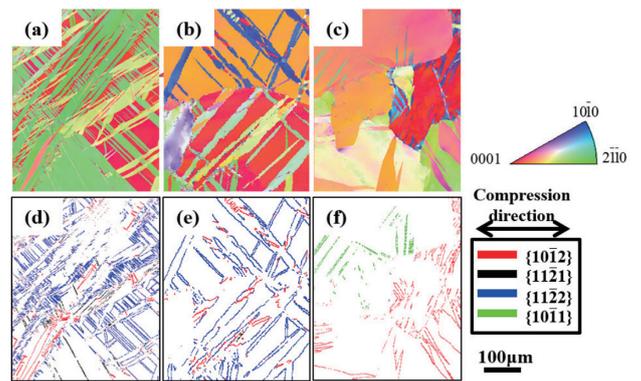


図 2 25°C , 300°C および 500°C で 10% 圧縮した試験片の (a)–(c) 結晶方位分布像および (d)–(f) 双晶境界分布像⁵⁾

変形温度は (a), (d) 25°C , (b), (e) 300°C および (c), (f) 500°C 。(d)–(f) 中の赤, 黒, 青, 緑の実線はそれぞれ $\{10\bar{1}2\}$, $\{11\bar{2}1\}$, $\{11\bar{2}2\}$ および $\{10\bar{1}1\}$ 双晶境界を示している。

(a)–(c) Crystal orientation distribution maps of compression directions and (d)–(f) twin boundary distribution maps for specimens compressed by 10% strain at 25°C , 300°C and 500°C ⁵⁾; deformation temperatures are (a) and (d) 25°C , (b) and (e) 300°C , (c) and (f) 500°C . Red, black, blue and green solid lines in (d)–(f), respectively, indicate $\{10\bar{1}2\}$, $\{11\bar{2}1\}$, $\{11\bar{2}2\}$, and $\{10\bar{1}1\}$ twin boundaries.

表 1 本研究で観察された双晶系の回転角と共通回転軸
Twinning systems observed in this study; rotation angle and common axis of each twinning system are also shown

Twinning system	Rotation angle	Common axis
$\{10\bar{1}2\}<10\bar{1}1>$	95°	$<11\bar{2}0>$
$\{11\bar{2}1\}<11\bar{2}6>$	35°	$<10\bar{1}0>$
$\{11\bar{2}2\}<11\bar{2}3>$	64°	$<10\bar{1}0>$
$\{10\bar{1}1\}<10\bar{1}2>$	58°	$<11\bar{2}0>$

片では、 25°C よりやや減るものの依然として高頻度に双晶が発生しており、双晶同士の交差や二次双晶の発生が起こっている。活動双晶系は、 $\{10\bar{1}2\}$ および $\{11\bar{2}2\}$ 双晶のみであり、 $\{11\bar{2}1\}$ 双晶は確認されない。 500°C で圧縮変形後の試験片では、双晶の発生量がさらに少なくなっており、双晶同士の交差は確認できるが、二次双晶は生じていない。活動双晶系も低温に比べて変化しており、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶に加えて新たに $\{10\bar{1}1\}$ 双晶の生成が観察される。

表 2⁵⁾ に、10% 圧縮した試験片 (多結晶体) および過去に報告されている単結晶³⁾ で確認された各双晶系の活動温度域を示す。多結晶体では、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶は $25^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ の全温度域で活動する。一方で、 $\{11\bar{2}1\}$ 双晶や $\{11\bar{2}2\}$ 双晶はそれぞれ 200°C や 400°C 以下の比較的低温度域でのみ、 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶は 400°C 以上の比較的高温度域でのみ活動することがわかる。また、単結晶³⁾ の結果と比較すると、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶について、単結晶では 500°C 以上での発生が確認されないのに対して、多結晶体では $25^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ の全温度域で活動する。 $\{11\bar{2}1\}$ 双晶は、単結晶では発生が報告されていない一方、多結晶体では $25^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$ の温度域で活動する。 $\{11\bar{2}2\}$

表2 多結晶体および単結晶³⁾で各双晶系が活動した温度域⁵⁾
 Temperatures at which each twinning system was operated for single-crystal³⁾ and polycrystal materials⁵⁾

	{10 $\bar{1}$ 2}	{11 $\bar{2}$ 1}	{11 $\bar{2}$ 2}	{10 $\bar{1}$ 1}
Polycrystal (this study)	25°C ≤ T ≤ 800°C	25°C ≤ T ≤ 200°C	25°C ≤ T ≤ 400°C	400°C ≤ T ≤ 800°C
Single-crystal ³⁾	25°C ≤ T < 500°C	None	25°C ≤ T ≤ 300°C	400°C ≤ T ≤ 800°C

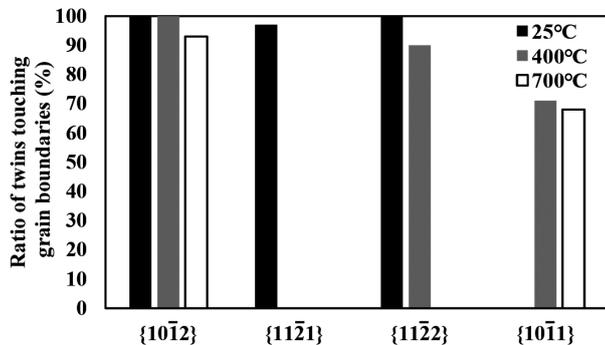


図3 25°C, 400°Cおよび700°Cにおける各双晶系の全一次双晶に対する結晶粒界と接している一次双晶の割合
 Ratio of number of primary deformation twins touching grain boundaries to total at 25°C, 400°C and 700°C

双晶は、単結晶に比べて多結晶体でわずかに高温まで活動する。化学組成やひずみ速度、圧縮ひずみ等が異なるため一概には比較できないものの、これらの3種類の双晶系は多結晶体において単結晶体よりも広い温度域で活動する傾向を示す。その一方で、{10 $\bar{1}$ 1}双晶は単結晶と多結晶体でいずれも400°C~800°Cで発生しており、活動する温度域が同じである。

図3に、本研究で観察された各双晶系の全一次双晶において、その双晶のいずれかの端部が結晶粒界と接している割合を測定した結果について示す。図より、{11 $\bar{2}$ 1}双晶では、25°Cで、ほぼ100%が結晶粒界と接していることがわかる。{11 $\bar{2}$ 2}双晶は、25°Cでは{11 $\bar{2}$ 1}双晶と同様にほぼ100%が結晶粒界と接するが、400°Cではその割合は約90%に低下する。{10 $\bar{1}$ 2}双晶は、25°Cと400°Cでは{11 $\bar{2}$ 2}双晶や{11 $\bar{2}$ 1}双晶と同様にほぼ100%が結晶粒界に接しているが、700°C以上ではその割合は約90%に低下する。これらの傾向は、双晶系の活動に結晶粒界近傍での応力やひずみの集中が深く関与しており、かつ、高温になるとその影響がやや小さくなることを示唆している。一方で、{10 $\bar{1}$ 1}双晶は、400°C、700°Cともに結晶粒界と接する割合が約70%と比較的低く、他の双晶系に比べてその活動に結晶粒界の影響が小さいと考えられる。

4. 考 察

対称性の良いFCC (Face Centered Cubic) 金属などでは、原子の均一せん断により双晶面に対して鏡面対称位置に原子が移動することができるため、双晶変形は均一せん断変形のみで完了する。このような場合には、せん断ひずみ量が小さな双晶系が活動しやすい。しかし、チタンのような

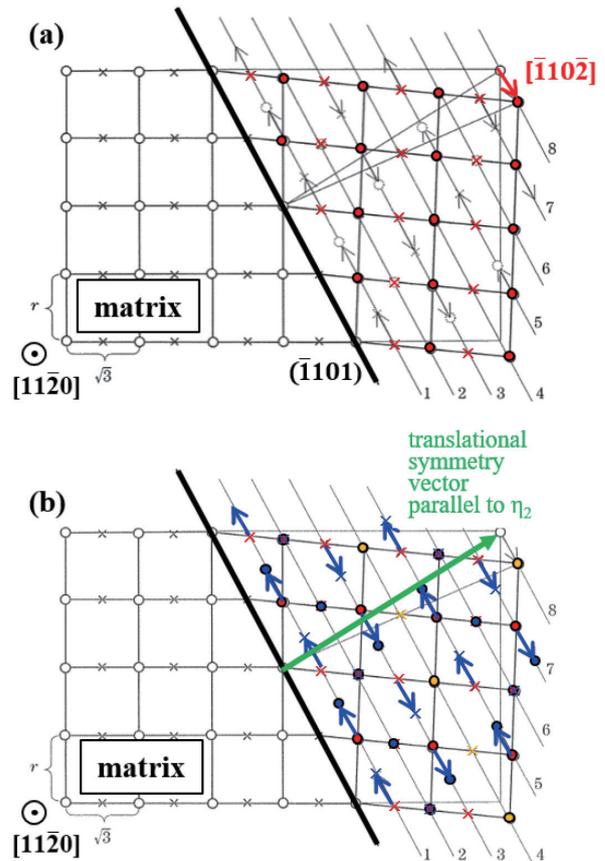


図4 {10 $\bar{1}$ 1}双晶の均一せん断およびシャッフリングの模式図⁷⁾
 (a) 均一せん断後, (b) シャッフリング後
 図中の○と×はそれぞれ紙面方向に a/2 ずれた格子点を示している

Schematic diagram of uniform shear deformation and shuffling for {10 $\bar{1}$ 1} twin⁷⁾

(a) after uniform shear deformation, (b) after shuffling

○ and × in figure indicate lattice points that are offset by a/2 in vertical direction to sheet, respectively.

HCP 金属では、均一せん断のみでは双晶変形を完了できず、正しい双晶方位関係を達成するためには原子のシャッフリングが必要になる⁶⁾。例として、図4⁷⁾に{10 $\bar{1}$ 1}双晶の均一せん断およびシャッフリングの模式図を示す。図4(a)に示すように均一せん断のみが生じても(赤○や赤×)、全ての格子点が母相に対して鏡面対称位置に移動するわけではない。そのため図4(b)の青矢印で示すようなシャッフリングが必要となる。一般に、シャッフリングが必要な双晶変形では、シャッフリングする原子の数や移動量が少ない双晶系ほど活動しやすい。このシャッフリング難易を簡易的に示す指標としてシャッフリングパラメータ(q)がある。シャッフリングパラメータは、図5に示す双晶系の η_2 (共役せん断方向)と平行な最小の格子ベクトル(並進対称

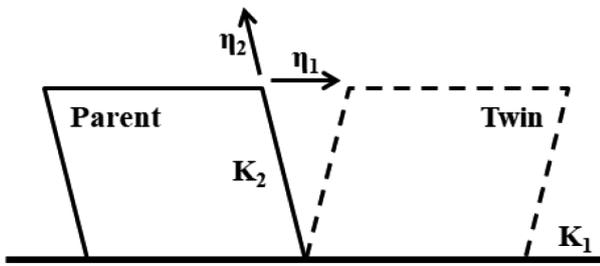


図5 双晶の結晶学的要素
Crystallographic elements of twinning

表3 各双晶系の形成に必要なせん断ひずみ量 (s), シャッフリングパラメータ (q), 全原子に対するシャッフリングする原子の割合 (N_s/N_t)^⑧

Shear strain (s), shuffling parameter (q), and ratio of shuffling atoms to total (N_s/N_t) needed to form twin in each twinning system^⑧

Twinning system	Shear strain (s)	Shuffling parameter (q)
{10 $\bar{1}$ 2}<10 $\bar{1}$ $\bar{1}$ >	0.174	4
{11 $\bar{2}$ 1}<11 $\bar{2}$ $\bar{6}$ >	0.630	2
{11 $\bar{2}$ 2}<11 $\bar{2}$ $\bar{3}$ >	0.219	6
{10 $\bar{1}$ 1}<10 $\bar{1}$ $\bar{2}$ >	0.099	8

ベクトル)が双晶面 K_1 と平行な面を横切る数である。図4を例にすると、前記並進対称ベクトル(緑矢印)は双晶面と平行な面を8個横切っているため、{10 $\bar{1}$ 1}双晶のシャッフリングパラメータは8となる。したがってHCP金属の双晶系の活動難易はシャッフリングパラメータに依存し、小さい双晶系ほど活動しやすい。

表3^⑧に、本研究で確認された各双晶系のせん断ひずみ、シャッフリングパラメータ (q) を示す。全温度域で活動が認められた{10 $\bar{1}$ 2}双晶では、確認された双晶の中でせん断ひずみが2番目に小さく、シャッフリングパラメータも2番目に小さい。また、200℃以下の比較的低い温度域で発生した{11 $\bar{2}$ 1}双晶では、シャッフリングパラメータが最小でせん断ひずみが最大である。多結晶において単結晶よりも形成温度域が広く、比較的低温で確認された{11 $\bar{2}$ 2}双晶は、せん断ひずみが2番目に大きく、シャッフリングパラメータも2番目に大きい。以上の3つの双晶はいずれもせん断応力が最小の{10 $\bar{1}$ 1}双晶より約2倍以上大きく、双晶転位の活動には大きなせん断応力が作用する必要がある。図3に示したとおり、{10 $\bar{1}$ 2}、{11 $\bar{2}$ 2}および{11 $\bar{2}$ 1}双晶は、そのほとんどが結晶粒界に接している。これらのことから、{10 $\bar{1}$ 2}、{11 $\bar{2}$ 2}および{11 $\bar{2}$ 1}双晶は、変形中に生じる結晶粒界近傍での応力/ひずみ集中を誘因として発生していると推察される。したがって、これらの双晶系は、このような応力集中を引き起こしやすい多結晶体で比較的容易に発生するであろう。表2に示したとおり、{11 $\bar{2}$ 1}双晶は多結晶体のみで活動し、{10 $\bar{1}$ 2}双晶と{11 $\bar{2}$ 2}双晶は多結晶体で単結晶よりも広い温度域で活動する。これら実験事実は、上記考察と矛盾なく合致する。

一方、高温でのみ活動した{10 $\bar{1}$ 1}双晶は、4種類の双晶系の中でせん断ひずみが最小であるものの、シャッフリングパラメータは最大である。双晶活動時のシャッフリングの素過程は明らかになっていないが、格子点(原子)の移動であるため、空孔や格子振動、拡散などが影響すると考えられる。そのため高温では室温と比較してシャッフリングが容易に起こると推察される。すなわち、多くの原子が長い距離に渡ってシャッフリングする必要のある{10 $\bar{1}$ 1}双晶は低温では発生せず、シャッフリングが容易になる高温(本研究では400℃以上)でのみ活動したと理解できる。その一方で{10 $\bar{1}$ 1}双晶のせん断ひずみはとても小さい。すなわち、双晶転位の運動に必要なせん断応力が小さく、他の双晶のようにその発生に応力集中を必ずしも必要としない。そのため、単結晶と多結晶で活動温度域に差を生じなかったと考えられる。以上のようにチタンに発生する双晶系は、変形させる温度域に依存して一見複雑に変化するようみえるが、せん断ひずみ、シャッフリングパラメータに対するせん断応力や温度の寄与を考察することでその挙動を極めて合理的に説明することができることがわかった。

5. 結 言

JIS1種工業用純チタン多結晶体を25℃～800℃で単軸圧縮した際に活動する双晶系を調査し、以下の結言を得た。

- {10 $\bar{1}$ 2}双晶は25℃～800℃の全温度域での圧縮変形で活動したが、{11 $\bar{2}$ 1}および{11 $\bar{2}$ 2}双晶はそれぞれ室温から200℃および400℃までの低温域のみ、{10 $\bar{1}$ 1}双晶は400℃以上の高温域のみで活動した。
- {10 $\bar{1}$ 2}、{11 $\bar{2}$ 1}および{11 $\bar{2}$ 2}双晶は多結晶の方が単結晶よりも広い温度域で形成したが、{10 $\bar{1}$ 1}双晶は同じ温度範囲で形成していた。
- 25℃～800℃で10%圧縮した際に形成した各双晶系の全一次双晶に対する結晶粒界と接している一次双晶の割合は、{10 $\bar{1}$ 2}、{11 $\bar{2}$ 1}および{11 $\bar{2}$ 2}双晶では90%以上であったが、{10 $\bar{1}$ 1}双晶は約70%と比較的低かった。
- 双晶変形に必要なせん断ひずみが比較的大きく、シャッフリングが比較的容易な{10 $\bar{1}$ 2}、{11 $\bar{2}$ 1}および{11 $\bar{2}$ 2}双晶は、その活動に結晶粒界での応力集中が必要となる。一方、せん断ひずみが最小であるもののシャッフリングが最も困難な{10 $\bar{1}$ 1}双晶は、シャッフリングが容易となる高温でのみ発生する。

参考文献

- Salem, A.A. et al.: Acta Mater. 51 (14), 4225 (2003)
- Chun, Y.B. et al.: Mater. Sci. Eng. A. 398 (1-2), 209 (2005)
- Paton, N.E., Backofen, W.A.: Metall. Trans. 1, 2839 (1970)
- Ashby, M.F.: Philos. Mag. 21 (170), 399 (1970)
- Tsukamoto, G. et al.: The Ninth Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM9),

Ed. by Furuhashi, T., Nishida, M., Miura, S., The Japan Institute of Metals and Materials, 2016, p.402

6) Christian, J.W., Mahajan, S.: Prog. Mat. Sci. 39 (1-2), 1 (1995)

7) 吉永日出男：稠密六方晶金属の変形双晶。初版。東京、内田老鶴圃、2007、p.75

8) Yoo, M.H.: Metall. Trans. A. 12, 409 (1981)



塚本元気 Genki TSUKAMOTO
鉄鋼研究所 材料信頼性研究部
チタン・ステンレス研究室 主任研究員
千葉県富津市新富20-1 〒293-8511



國枝知徳 Tomonori KUNIEDA
鉄鋼研究所 材料信頼性研究部
チタン・ステンレス研究室 主幹研究員
工博