

航空機向けチタン合金鍛造材の  
マクロゾーン微細化技術に関する研究

2021 年

伊藤良規

# 目次

第1章 緒言 .....	1
1. 1. チタン合金の用途 .....	1
1. 2. チタン合金の組織学的な基本事項 .....	1
1. 2. 1. 構成相と代表的な合金元素 .....	1
1. 2. 2. 合金の種類 .....	3
1. 2. 3. すべり系 .....	4
1. 2. 4. 結晶学的な方位関係 .....	5
1. 3. チタン合金鍛造材の組織形成と代表的な製造方法 .....	5
1. 4. チタン合金鍛造材の超音波探傷 .....	11
1. 5. チタン合金におけるマクロゾーンとその重要性 .....	14
1. 6. 本研究の目的 .....	17
1. 7. 各章の構成 .....	17
第1章 参考文献.....	19
第2章 高強度合金 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo における $\beta$ 単相域での熱 間鍛造で形成されるマクロゾーンの特徴と超音波の後方散 乱挙動に及ぼす影響（板状 $\alpha$ 組織） .....	22
2. 1. 緒言 .....	22
2. 2. 実験方法 .....	22
2. 2. 1. 鍛造材の作製 .....	22
2. 2. 2. 鍛造材の組織と結晶方位測定 .....	24
2. 2. 3. 超音波測定 .....	26
2. 3. 実験結果・考察 .....	28
2. 3. 1. 超音波の後方散乱挙動 .....	28

2. 3. 2. $\beta$ 単相域の熱間鍛造で形成されるマクロゾーンの特徴	31
2. 3. 3. マクロゾーンに起因する層状組織が超音波の後方散乱挙動に及ぼす影響	39
2. 3. 4. 予想されるマクロゾーンの形成過程	47
2. 4. 結言	48
第2章 参考文献	50

<b>第3章 高強度合金 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo の <math>\beta</math> 単相域での熱間鍛造で形成されるマクロゾーンの形成メカニズムと微細化指針 (板状 <math>\alpha</math> 組織)</b>	51
3. 1. 緒言	51
3. 2. バリエント選択に関する従来知見	51
3. 3. 実験方法	55
3. 3. 1. バリエント解析	55
3. 3. 2. 鍛造材の作製	55
3. 3. 3. 鍛造材の評価	56
3. 4. 実験結果・考察	57
3. 4. 1. 共通 $\{110\}_\beta$ の形成条件に関する予備検討	57
3. 4. 2. マクロゾーン形成に及ぼす $\beta \rightarrow \alpha$ 変態時のバリエント選択の影響	63
3. 4. 3. 小括	91
3. 4. 4. マクロゾーン微細化の考え方	92
3. 4. 5. マクロゾーン形成に及ぼす鍛造前 $\beta$ 粒径の細粒化とひずみ速度低減の影響	93
3. 5. 結言	119

第3章 参考文献 .....	121
<b>第4章 汎用チタン合金 Ti-6Al-4V の <math>\alpha+\beta</math> 域での熱間圧縮におけるラメラ状 <math>\alpha</math> の等軸化挙動 (粒状 <math>\alpha</math> 組織) .....</b>	<b>123</b>
4. 1. 緒言 .....	123
4. 2. 実験方法 .....	125
4. 3. 実験結果・考察 .....	126
4. 3. 1. 熱間変形とその後の焼鈍による組織形成 .....	126
4. 3. 2. 熱間変形で個々の板状 $\alpha$ 内に生じる局所方位差 .....	129
4. 3. 3. 想定される等軸化過程 .....	142
4. 3. 4. 等軸化に適した想定プロセス .....	144
4. 4. 結論 .....	144
第4章 参考文献 .....	146
<b>第5章 汎用チタン合金 Ti-6Al-4V の <math>\alpha+\beta</math> 域での熱間鍛造における等軸化とマクロゾーン形成に及ぼす加工パスの影響 (粒状 <math>\alpha</math> 組織) .....</b>	<b>148</b>
5. 1. 緒言 .....	148
5. 2. 実験方法 .....	150
5. 3. 実験結果・考察 .....	153
5. 3. 1. 等軸化挙動に及ぼす加工パスの影響 .....	153
5. 3. 2. マクロゾーン形成に及ぼす加工パスの影響 .....	159
5. 3. 3. 結晶方位変化の詳細解析による加工パスの影響検討 ...	167
5. 4. 結言 .....	174
第5章 参考文献 .....	176

第6章 総括 .....	177
本研究に係わる投稿論文・国際会議資料 .....	180
謝辞 .....	181

## 第1章 緒言

本研究では、航空機向けチタン合金鍛造材の中でも、高い信頼性が要求されるエンジン回転体用の鍛造材を対象に、高品質を実現するための組織制御技術開発に取り組む。本章では、まず 1.1 節から 1.3 節でチタン合金に係わる基礎的内容を整理する。その後、1.4 節及び 1.5 節において、本研究の主題となるチタン合金の特徴的な組織ドメイン（マクロゾーン）と超音波探傷に関する概略、及び先行研究の課題を述べる。そして、1.6 節で本研究の目的を、1.7 節で本論文の構成を述べる。

### 1. 1. チタン合金の用途

チタン合金は軽量で高強度であるという特性を活かし、その鍛造材は航空機産業用部品に広く使用されている[1-3]。主要用途の 1 つである航空機のジェットエンジンは、圧縮機（大気を吸い込む前方部位、ファン部含む）、燃焼器（圧縮空気を燃焼する部位）、タービン（燃焼ガスでタービンを回し、前方の圧縮機を駆動させる部位）から構成されている。チタン合金の鍛造材は主に圧縮機用の部品として、動翼やディスク（動翼が取り付けられる円盤状の部品）等の回転体、並びに周囲のケース部品と静翼等の非回転体に使用されている[1,3]。特に、回転体部品のディスクは、その破損が重大事故を引き起こすため高い品質が求められる[4]。

### 1. 2. チタン合金の組織学的な基本事項

#### 1. 2. 1. 構成相と代表的な合金元素

純チタンは 882°C で同素変態が起こる。同素変態温度より高温では結晶構造が体心立方格子（bcc）の  $\beta$  相が安定であり、低温では最密六方格子（hcp）の  $\alpha$  相に変態する。 $\alpha$  相と  $\beta$  相の結晶構造と主要な結晶面を模式的に Fig. 1-1(a-b) に示

す。Figure 1-1 に純チタンの室温における格子定数を示す。hcp- $\alpha$  相の格子定数は、 $a = 0.295 \text{ nm}$ 、 $c = 0.468 \text{ nm}$  であり、 $c/a$  比が 1.587 である。これは最密六方構造の理想比 1.633 よりも小さい。原子の最密面は  $\{0001\}_\alpha$  で、最密方向は  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  である。bcc- $\beta$  相の  $900^\circ\text{C}$  での格子定数は  $0.332 \text{ nm}$  である。原子の最密面は  $\{110\}_\beta$  で、最密方向は  $\langle 111 \rangle_\beta$  である[1,2]。

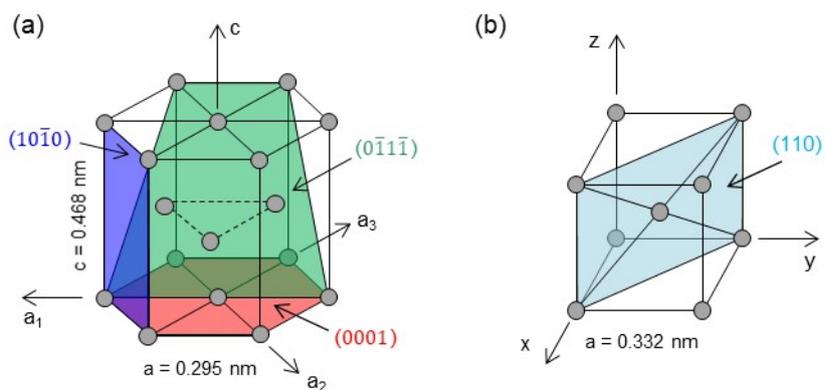


Fig. 1-1 Crystal structures and main crystal planes. (a) Hexagonal close-packed lattice (hcp,  $\alpha$  phase) and (b) body-centered cubic lattice (bcc,  $\beta$  phase).

合金元素を添加すると相変態温度が変化する。低温から昇温し、 $\beta$  相分率が 100%となる最低の温度を  $\beta$  トランザス ( $\beta$  transus :  $T_\beta$ ) と呼ぶ。チタン合金の合金元素は、 $\alpha$  安定化元素と  $\beta$  安定化元素に大きく分けることができる。 $\alpha$  安定化元素は置換型の Al と侵入型の O、N、C が代表的であり、これらの元素を添加することで  $\beta$  トランザスが上昇する。 $\beta$  安定化元素は、Ti-X2 元系状態図の形状に応じて 2 種類ある。一方は、状態図に  $\alpha$  相と  $\beta$  相と液相しか存在しない isomorphous タイプで、もう一方は共析反応を示す eutectoid タイプである。各タイプの状態図の模式図を Fig. 1-2(a,b)に示す。isomorphous タイプの元素としては V と Mo が、eutectoid タイプの元素としては Fe と Cr が工業的に使用されてい

る。この他に、 $\beta$  トランザスへの影響が小さい Zr や Sn 等の元素も固溶強化元素として利用されている[1,2]。

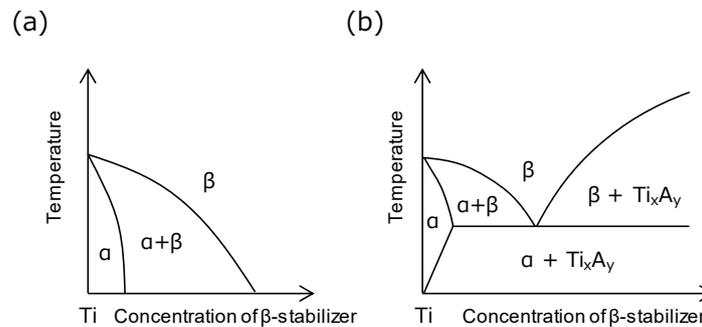


Fig. 1-2 Schematic illustrations showing binary phase diagrams of Ti-X system in which X indicates  $\beta$ -stabilizing elements. (a)  $\beta$ -isomorphous type and (b)  $\beta$ -eutectoid type.

### 1. 2. 2. 合金の種類

isomorphous タイプのチタン合金の擬 2 元系状態図を Fig. 1-3 に模式的に示す [1,2]。このタイプの最も汎用な合金は Ti-6Al-4V 合金であり、室温にて  $\beta$  相が 10%程度残存する[5,6]。Ti-6Al-4V 合金は、航空機エンジンの回転体をはじめ、非回転体や機体骨格部品などに幅広く使用されている。エンジンの回転体に用いられる別の合金として、Ti-6Al-4V 合金よりも  $\beta$  安定化度が高く、高強度の Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo (Ti-6246) 合金が代表的であり、室温での  $\beta$  相分率は 25%程度である[7]。それらに加えて、Ti-6Al-4V 合金よりも  $\alpha$  相分率が高く耐熱性（高温クリープ特性）に優れる Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo (Ti-6242) 合金や、Ti-6246 合金よりも  $\beta$  安定化度の高い Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Cr-4Mo (Ti-17) 合金等が工業的に使用されている。

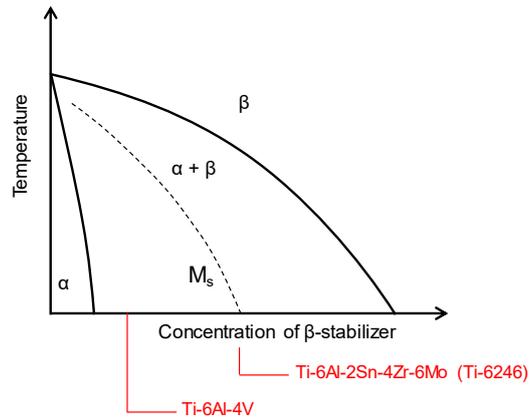


Fig. 1-3 Schematic illustration of pseudo-binary section through a  $\beta$ -isomorphous phase diagram.

### 1. 2. 3. すべり系

$\alpha$  相のすべり系を hcp 構造の単位胞の模式図を用いて Fig.1-4 に示す。主なすべり方向は最密方向の  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha}$  ( $\langle a \rangle$  slip) であり、すべり面としては  $\{0001\}_{\alpha}$  (底面)、 $\{10\bar{1}0\}_{\alpha}$  (柱面)、 $\{10\bar{1}1\}_{\alpha}$  (錐面) がありうる。そして、Burgers ベクトルに  $c$  方向の成分を持つ  $\langle 11\bar{2}3 \rangle_{\alpha}$  ( $\langle c + a \rangle$  slip) すべりが  $\{10\bar{1}1\}_{\alpha}$  (錐面)、 $\{11\bar{2}2\}_{\alpha}$  (錐面) で活動する。 $\beta$  相のすべり系は、bcc 構造を有する他の金属と同様に、すべり方向は  $\langle 111 \rangle_{\beta}$  で、すべり面は  $\{110\}_{\beta}$  と  $\{112\}_{\beta}$  と  $\{123\}_{\beta}$  である[1,2,8]。

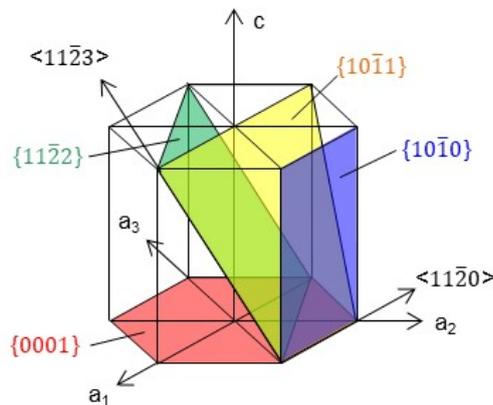


Fig. 1-4 Slip systems in  $\alpha$  phase.

純チタン ( $\alpha$ 相) においては、変形双晶も塑性変形を担う重要な変形モードであり、双晶面としては、 $\{10\bar{1}2\}_\alpha$ 、 $\{11\bar{2}1\}_\alpha$ 、 $\{11\bar{2}2\}_\alpha$  が報告されている。但し、Al の添加により双晶の活動は抑制され、本研究で対象とするチタン合金においては、重要な変形モードではない[1,2,8]。

#### 1. 2. 4. 結晶学的な方位関係

チタン合金の  $\beta \rightarrow \alpha$  変態において、生成相の  $\alpha$  相は母相の  $\beta$  相と Burgers の方位関係 (BOR)、つまり  $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$ 、 $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  を満足することが知られている[9]。BOR には 12 通りの兄弟晶 (バリエント) が存在し、1 つの  $\beta$  結晶粒から 12 通りの異なる結晶方位を有する  $\alpha$  相が形成可能である。 $\alpha$  相と  $\beta$  相の結晶構造の模式図を用いて、各相が BOR を満たす結晶面と方向の例を Fig.1-5 に示す。Figure 1-5(a)  $\beta$  相と (b)  $\alpha$  相において、面平行関係を満足する最密面の  $(110)_\beta$  と  $(0001)_\alpha$  をハッチングで示している。面平行関係を有する  $(110)_\beta$  と  $(0001)_\alpha$  について、それらの面法線方向から見た状態を Fig. 1-5(c) に模式的に示す[10]。Figure 1-5(a,b) でハッチングを施した面に相当し、Fig. 1-5(c) における方向平行関係は  $[\bar{1}11]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$  である。1 つの  $\{110\}_\beta$  面には 2 つの  $\langle 111 \rangle_\beta$  方向が存在し、それらの方位差は  $70.5^\circ$  である。それに対して、 $\{0001\}_\alpha$  面内の  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  方向間の方位差は  $60^\circ$  であることから、 $[\bar{1}1\bar{1}]_\beta$  と  $[2\bar{1}\bar{1}0]_\alpha$  の角度差は  $10.5^\circ$  である。1 つの  $\beta$  結晶粒から BOR に基づき形成される 12 通りの  $\alpha$  相バリエント間の方位差は、この  $10.5^\circ$  の他に、 $60^\circ$ 、 $60.8^\circ$ 、 $63.3^\circ$ 、 $90^\circ$  がありうる[11]。 $\alpha/\beta$  界面構造等の詳細は 3.2 節で説明する。

#### 1. 3. チタン合金鍛造材の組織形成と代表的な製造方法

$\alpha$  相の形態は粒状  $\alpha$  と板状  $\alpha$  に分類できる。Ti-6Al-4V 合金の代表的な組織形態を Fig.1-6(a-c) に示す。これらは光学顕微鏡写真であり、白色が  $\alpha$  相、灰色が  $\beta$  相に対応する。それぞれ、(a) 全面ラメラ状組織、(b) 全面粒状組織、(c) バ

イモーダル組織と呼ばれる。 $\alpha$ 相の形態は、全面ラメラ状組織では板状（もしくはラメラ状）、全面粒状組織では粒状であり、 $\alpha$ 相の隙間に $\beta$ 相が残留している。バイモーダル組織は、粒状 $\alpha$ と微細なラメラ状 $\alpha$ で構成されており、微細なラメラ状 $\alpha$ は(a)と同様に板状 $\alpha$ と残留 $\beta$ 相から成る。

機械的特性は $\alpha$ 相の形態に依存する。例えば、全面ラメラ状組織は、破壊靱性や亀裂伝播抵抗に優れ、全面粒状組織、並びにバイモーダル組織は耐力、延性、低サイクル疲労特性に優れる[1]。

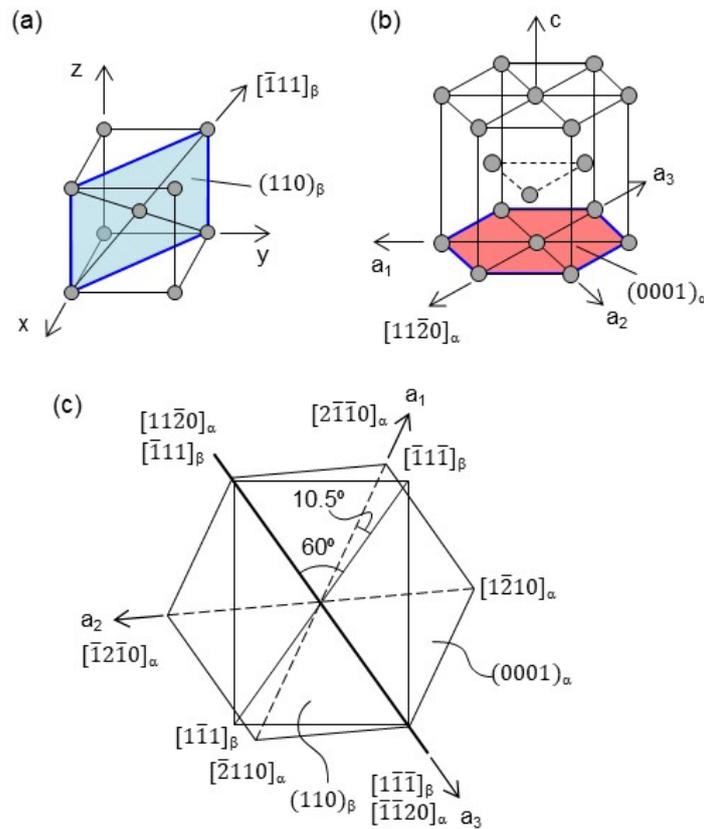


Fig. 1-5 Schematic illustrations showing the Burgers orientation relationship (BOR) between  $\alpha$  phase and  $\beta$  phase, i.e.,  $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$ ,  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ . (a) Crystal structure of  $\beta$  phase in which  $(110)_\beta$  plane and  $[\bar{1}11]_\beta$  direction are indicated. (b) Crystal structure of  $\alpha$  phase in which  $(0001)_\alpha$  plane and  $[11\bar{2}0]_\alpha$  direction are shown. (c)  $(110)_\beta$  and  $(0001)_\alpha$  planes which maintain the BOR.

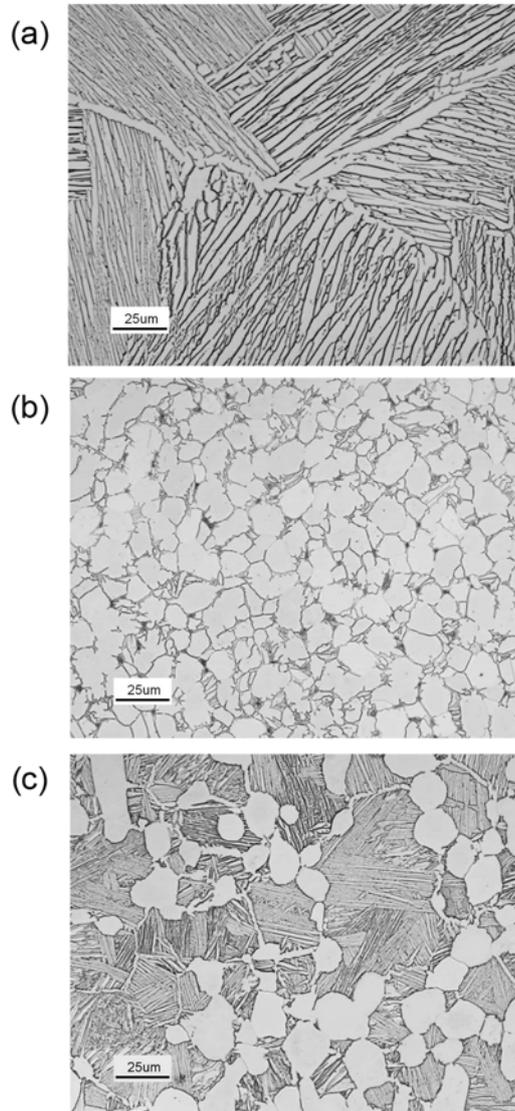


Fig. 1-6 Optical microstructures of Ti-6Al-4V alloy formed by different thermo-mechanical processes. (a) Fully lamellar (platelet  $\alpha$ ) structure, (b) fully equiaxed (granular  $\alpha$ ) structure and (c) bi-modal (granular  $\alpha$  with transformed matrix of lamellar structure).  $\alpha$  phase and  $\beta$  phase are displayed in white and gray, respectively.

$\alpha$  相の形態は、熱間加工と熱処理の条件によって作り分ける。代表的な製造工程の模式図を Fig. 1-7(a-b)に示す。それぞれ(a) 板状  $\alpha$  組織、(b) 粒状  $\alpha$  組織の製造工程であり、各図の上下方向が温度の昇降温を、波形状の線が鍛造加工を示す。各図の左側に、isomorphous タイプの擬 2 元系状態図を併記している。板状  $\alpha$  組

織は、高温の  $\beta$  単相域での鍛造もしくは熱処理後の  $\alpha+\beta$  域への冷却過程で形成される (Fig. 1-7(a)-(i))。冷却速度が遅い場合、 $\beta$  粒界に沿って連続的な  $\alpha$  相 (粒界  $\alpha$ ) が形成され易い。その後の冷却過程で、 $\beta$  粒界から  $\beta$  粒内に向かって板状  $\alpha$  が成長する。その際、バリエーションが同じ板状  $\alpha$  が隣接して生成し、それらが平行に成長することでラメラ状のコロニー組織が形成される。冷却速度が速くなる程、形成されるラメラ状  $\alpha$  のコロニーサイズやラメラ (板状  $\alpha$ ) の厚みが減少し、更に、冷却速度が早い場合は、微細な basket-weave 状の  $\alpha$  相形態が得られる。そして、チタン合金の  $\beta$  安定化元素濃度が高い程、 $\beta$  トランザスが低下し、相変態を生じる温度が低温になる結果、同じ冷却速度であっても basket-weave 状の  $\alpha$  相組織が得られ易い。本研究で対象とする工業的な鍛造材の冷却速度範囲では、Ti-6Al-4V 合金はラメラ状、Ti-6246 合金は basket-weave 状の形態となる。なお、本研究の対象ではないが、連続冷却変態曲線 (CCT 曲線) のノーズにかからない早い速度で冷却すると、マルテンサイト変態が起こる。 $\beta$  単相域からの冷却後には、強度向上のため溶体化時効熱処理が施される。溶体化熱処理 (Fig. 1-7(a)-(ii)) は、 $\alpha+\beta$  域の高温度域で保持して一部の  $\alpha$  相を  $\beta$  相としたのち急冷する熱処理であり、時効熱処理 (Fig. 1-7(a)-(iii)) は、 $\alpha+\beta$  域の中温度域で保持して  $\beta$  相内に微細な板状  $\alpha$  相を析出する処理である。溶体化熱処理で形成される相対的に粗大な板状  $\alpha$  は 1 次  $\alpha$ 、時効熱処理にて形成される微細な板状  $\alpha$  は 2 次  $\alpha$  と呼ばれる[1]。

粒状  $\alpha$  組織は、 $\beta$  単相域からの冷却 (Fig. 1-7(b)-(i)) で得られた板状  $\alpha$  を、 $\alpha+\beta$  域で熱間鍛造および焼鈍を施すことで得られる (Fig. 1-7(b)-(ii))。この組織変化を等軸化と呼ぶ。 $\alpha+\beta$  域での熱間鍛造を複数の加熱サイクルで実施することもある。全面粒状組織とバイモーダル組織は、鍛造後の冷却、もしくは熱処理工程で作り分ける。例えば、Fig. 1-7(b)-(iii)の熱処理時において、加熱保持中の組織は粒状  $\alpha$  と  $\beta$  相で構成され、粒状  $\alpha$  の体積率は熱処理温度に依存する。ここで、熱処理後に徐冷することで、新たな板状  $\alpha$  相の核生成を防ぎ、加熱保持中に

存在する粒状  $\alpha$  を成長させて全面粒状組織を作り込む。全面粒状組織を得る場合は、Fig. 1-7(b)-(iv)の工程は不要である。一方、溶体化時効熱処理 (Fig. 1-7(b)-(iii),(iv)) を施すことで、粒状  $\alpha$  の周囲に微細なラメラ状  $\alpha$  が形成され、バイモーダル組織が得られる。溶体化時効熱処理の要領は先述の板状  $\alpha$  組織に対する方法 (Fig. 1-7(a)-(ii),(iii)) と同様であり、粒状  $\alpha$  を1次  $\alpha$ 、微細なラメラ状組織内の板状  $\alpha$  を2次  $\alpha$  と呼ぶ。バイモーダル組織は全面粒状組織よりも、疲労特性 (マイクロ亀裂の発生と進展抵抗) に優れていると言われている[1]。

チタン合金鍛造材を 1.1 節で述べた重要用途のエンジン回転体 (ディスク等) に適用する場合、汎用合金 Ti-6Al-4V は  $\alpha+\beta$  域での鍛造で得られる粒状  $\alpha$  組織 (バイモーダル組織) の形態で一般的に利用される ( $\alpha+\beta$  域鍛造材)。一方、高強度合金である Ti-6246 は、 $\beta$  単相域での鍛造で形成される板状  $\alpha$  組織の形態で使用される ( $\beta$  域鍛造材)。

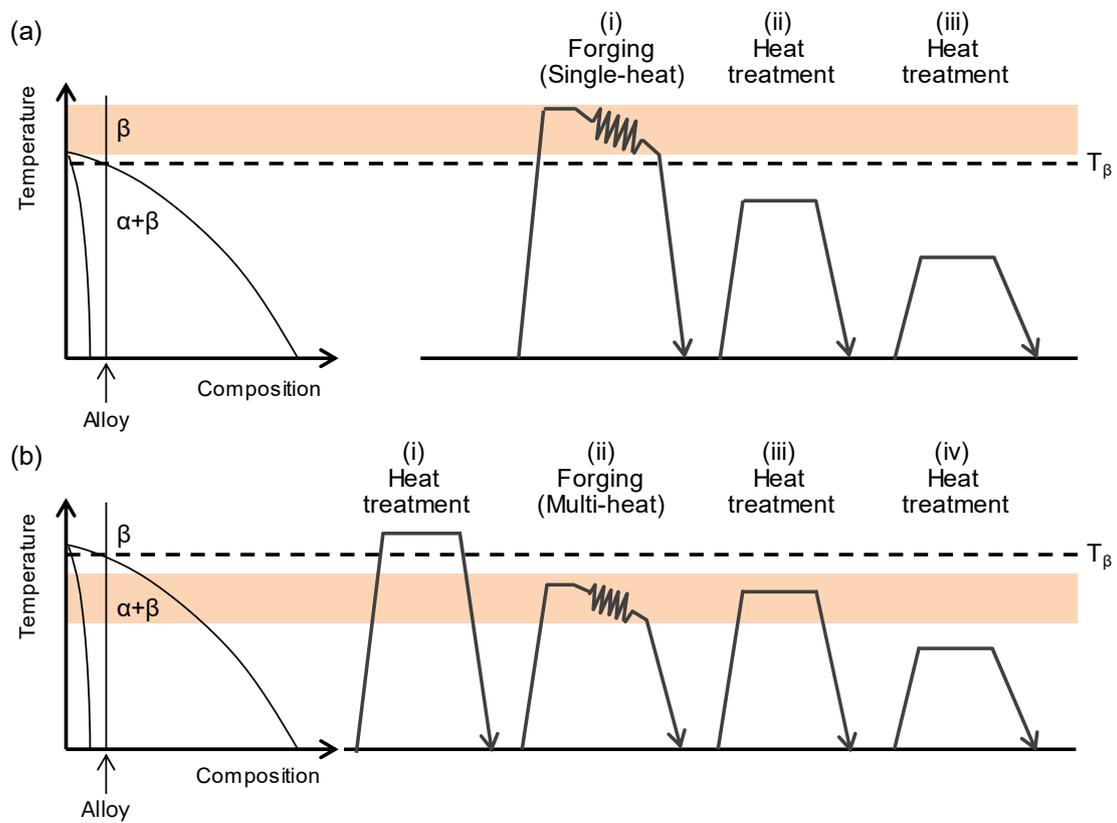


Fig. 1-7 Typical processing routes for microstructural control of titanium alloys. (a) Platelets  $\alpha$  and (b) granular  $\alpha$ .

#### 1. 4. チタン合金鍛造材の超音波探傷

航空機エンジン回転体は、その破壊が重大事故を引き起こすことから高い信頼性が求められる。そのため、超音波探傷検査によって、鍛造材内部に破損を引き起こす小さな欠陥が無いことを保証する必要がある[1,4]。チタン合金鍛造材における代表的な内部欠陥は、溶解工程で混入するタングステン等の高融点な異物や、原料に起因する窒素等の侵入型元素の濃化領域（ハード $\alpha$ ）であり、それぞれ高密度介在物（high density inclusion, HDI）と低密度介在物（low density inclusion, LDI）と呼ばれる[1]。更に、鍛造工程で形成懸念がある内部割れも検査対象である[1]。

一般的な超音波探傷検査の概観を Fig. 1-8 に模式的に示す。超音波を送受信するセンサーは探触子（transducer）と呼ばれる。チタン合金鍛造材と探触子を水に浸し、探触子から鍛造材に超音波を入射し、受信される信号をもとに欠陥の有無を判断する。しかし、チタン合金鍛造材においては材料組織に起因して発生する信号の強度が高く、欠陥から発生する信号の識別を阻害することが知られている[1]。材料組織に起因する信号は散乱ノイズ信号と呼ばれており、組織制御により散乱ノイズ信号を抑制し、超音波探傷性を向上させることが実用上、非常に重要である。

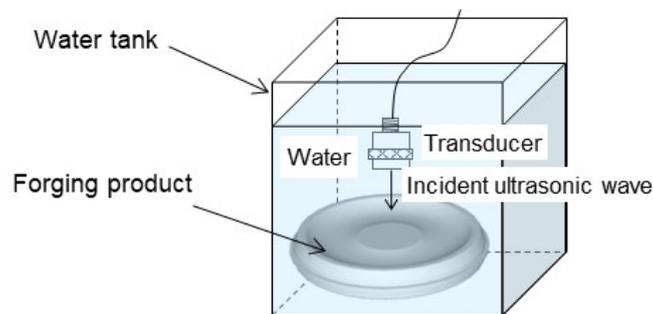


Fig. 1-8 Schematic illustration showing ultrasonic inspection for forging products of titanium alloy.

超音波探傷の原理、並びに材料組織起因で散乱ノイズ信号が発生する理由を説明する。超音波の反射もしくは散乱は、音響インピーダンスの異なる 2 つの領域の界面で生じる。反射は広義の散乱現象の 1 つであるが、本稿では異なる素材間の界面で発生する散乱を反射と呼ぶこととする。音響インピーダンス ( $Z$ ) は次の式で表される[12]。ここで、 $\rho$  は素材の密度、 $C$  は素材の弾性率、 $V_L$  は縦波の音速である。

$$Z = \rho V_L \quad (1-1)$$

$$V_L = (C/\rho)^{1/2} \quad (1-2)$$

そのため、鍛造材の表面（チタンと水との界面）では必ず反射が生じ、鍛造材内部に欠陥がある場合は、チタンとの欠陥の界面で反射が生じる。工業的には、欠陥からの反射信号を検出する必要がある。しかし、素材内部に弾性率の異なる組織ドメインが存在すると、音響インピーダンスが変化し、ドメインの界面で超音波の散乱が起こる。hcp 構造の純チタン単結晶の弾性定数  $C_{11}$ 、 $C_{33}$ 、 $C_{12}$ 、 $C_{13}$ 、 $C_{44}$  は、それぞれ 162.4 GPa、180.7 GPa、92.0 GPa、69.0 GPa、46.7 GPa と報告されている[13]。ここで  $C_{11}$  は c 軸に垂直な方向の、 $C_{33}$  は c 軸に平行な方向の弾性定数である。hcp 構造の結晶における弾性率は、c 軸回りには等価であり、c 軸の傾きにより変化する[12]。超音波の伝播方向と c 軸とのなす角度を  $\theta$  とすると、Fig. 1-9 の様に表すことができる。 $\theta$  の異なる組織ドメインが存在すると、その界面で超音波の散乱が起こる。散乱に伴い伝播する超音波のエネルギーが失われることを減衰と呼ぶ。そして、入射波の伝播方向とは逆方向へ散乱することを後方散乱と呼び、探触子にて受信されることから、この後方散乱による信号（後方散乱信号）が検査時の散乱ノイズ信号となる。窒素が濃化したハード  $\alpha$  中の音速は窒素濃度の増加に伴いほぼ直線的に増加するが、この音速の変化量が、 $\alpha$  相チタンの結晶方位変化で生じる音速の差に近い[14]ため、ハード  $\alpha$  から生じる信号の検出が難しい。更に、欠陥のサイズが小さくなる程、欠陥から生じる信号強度が弱くなるため検出が難しくなる。

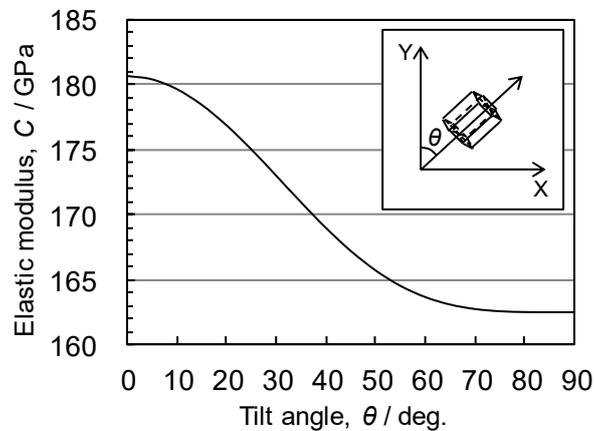


Fig. 1-9 Relationship between elastic modulus and tilt angle of c-axis in hcp structure ( $\alpha$  phase).

超音波探傷で得られる受信信号の波形プロファイルを、測定要領と共に模式的に Fig. 1-10 に示す。Figure 1-10(a)は超音波探傷における鍛造材と探触子の配置を示しており、Fig. 1-8 の断面図に相当する。鍛造材上部の探触子から超音波を入射し、Fig. 1-10(b)に示す反射信号と後方散乱信号を受信する。Figure 1-10(b)の水平方向の軸は探触子が信号を受信するまでの時間であり、反射もしくは後方散乱が生じた鍛造材の深さ位置に相当する。鍛造材の前面（探触子に最も近い表面）と底面（前面の対極にある表面）から発生する反射信号を図中にそれぞれ“RF”、“RB”と記す。RF と RB の間に認められる信号は鍛造材内部で発生したものであり、欠陥からの反射信号（欠陥信号）もしくは組織ドメインからの後方散乱信号（散乱ノイズ信号）の可能性がありうる。図では、欠陥信号を“Defect”、局所的に強度の高い後方散乱信号を“BS”と記す。このように、チタン合金鍛造材においては、組織に起因して発生する後方散乱信号の強度が高く、本来、超音波探傷検査で検出すべき欠陥からの反射信号と重なり合い、欠陥信号の識別を阻害することから問題となる。

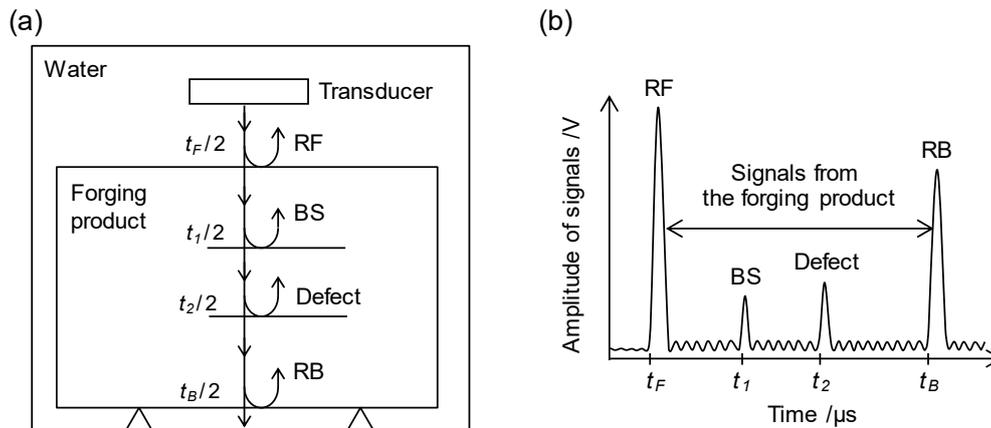


Fig. 1-10 Schematic illustrations of ultrasonic measurement. (a) Setup for the measurement. (b) Signals as a function of time. Signals at the front and bottom surfaces of the forging product are indicated by “RF” and “RB”. Signals between RF and RB are generated from the forging product. Signal caused by a defect and locally large amplitude of backscattered signal are indicated by “Defect” and “BS” in the figure.

## 1. 5. チタン合金におけるマクロゾーンとその重要性

1.3 節にて、光学顕微鏡組織を基にチタン合金鍛造材の組織形態と製造方法を述べた。光学顕微鏡組織で認められる熱間鍛造後の粒状  $\alpha$  や板状  $\alpha$  のサイズは 10-20  $\mu\text{m}$  程度と微細である。しかし、結晶方位に着目すると、数 100  $\mu\text{m}$  を超える範囲に渡り  $\alpha$  相が類似の結晶方位を有する局所集合組織ドメインの形成が報告されている。このような局所集合組織が形成されたドメインは英語で macrozone もしくは microtextured region と呼ばれている[15-31]。本研究では、この組織ドメインをマクロゾーンと称する。その例を Fig. 1-11 に示す。Figure 1-11(a)はバイモーダル組織を有する Ti-6Al-4V 合金の光学顕微鏡写真である。薄い灰色の粒状  $\alpha$  の間隙に、濃い灰色の微細なラメラ状組織が認められる。この組織を走査型電子顕微鏡 (scanning electron microscope: SEM) 内の電子線後方散乱

回折 (electron backscatter diffraction: EBSD) 法により測定した invers pole figure (IPF)マップを Fig. 1-11(b)に示す。マップの色付けは、付記する標準三角形をもとに行い、各測定点における半径方向の結晶方位を示す。粒状  $\alpha$  のサイズは 10-20  $\mu\text{m}$  程度で微細であるが(Fig. 1-11(a))、数 100  $\mu\text{m}$  を超える範囲で類似の結晶方位を有するマクロゾーンを形成していることが分かる。マクロゾーンは一つの大きな結晶粒のように振る舞い、疲労特性等の機械的特性に悪影響を及ぼすと言われている[15-16,18-19,24-25]。前節までに、航空機エンジン回転体において、超音波探傷性の向上が重要な課題と述べたが、マクロゾーンは超音波探傷性にも悪影響を及ぼすとされている[31-39]。

このような工業的重要性から、1.4 節で述べた後方散乱信号の発生挙動に及ぼすマクロゾーンの影響について、様々な研究が実施されている。Ginty ら[32]は、Ti-5Al-6V-2Sn 合金に対して超音波の後方散乱挙動を調査し、マクロゾーン (この文献では *macrostructure* と称している) の平坦な界面で後方散乱が起こり、界面に対して垂直方向に超音波が入射した場合に後方散乱信号が最も強くなることを示した。Panetta ら[33]は、Ti-6Al-4V 合金ビレットに形成されているマクロゾーンの形状は、周方向位置により不均一であり、ビレット周方向における後方散乱信号強度の変動原因になると指摘している。更に、彼らは、超音波の後方散乱信号強度は探傷方向に対して異方性があり、マクロゾーンの伸長方向に対して平行な方向に探傷するよりも、垂直な方向に探傷した方が高い後方散乱信号が得られることを示した。Gigliotti ら[34]は、温間・低ひずみ速度域での特殊な鍛造プロセスでマクロゾーン (この文献では、コロニーと称している) を微細化すれば、後方散乱信号を大きく抑制できることを、Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo 合金にて実証した。Humbert ら[31]は、TIMETAL 834 (Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.3Si) 合金ビレットに生じる後方散乱信号強度の周方向におけるバラツキ原因を検討した。ビレットには、長手方向に伸びたマクロゾーンが存在していること、並びに、マクロゾーンの伸長方向に対して垂直な方向に超音波が伝播する場合に高

い後方散乱信号強度が発生するが、各マクロゾーン内の局所集合組織の強さにより、後方散乱信号強度が変化することを示した。

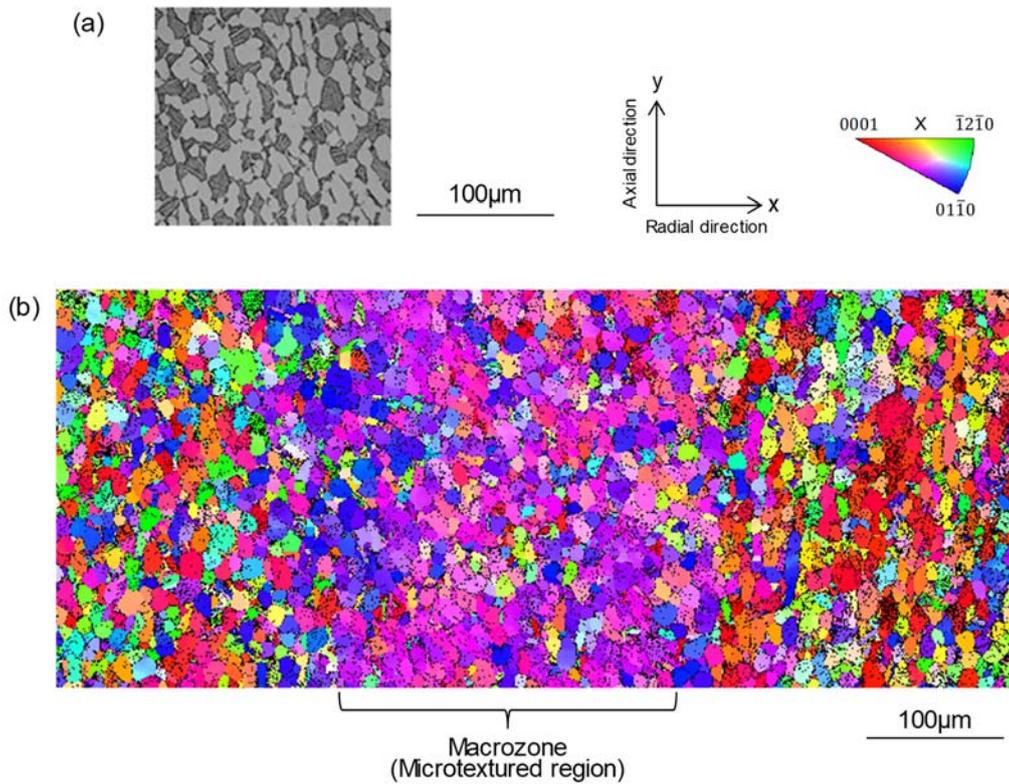


Fig. 1-11 Macrozone observed in Ti-6Al-4V alloy hot-forged and heat treated in  $\alpha+\beta$  phase region. (a) Optical microstructure and (b) EBSD inverse pole figure (IPF) map of  $\alpha$  phase. Radial direction (x) and axial direction (y) of the alloy are indicated.

先述の実験的検討に加えて、超音波の散乱挙動について理論的検討がなされ、Rose[35-36]、Han[37]、Lobkis[38]、Sha[39]らにより、後方散乱信号強度に対する数値モデルが提案されている。

しかし、マクロゾーン形成に及ぼすプロセス因子の影響を系統的に調査した検討は限定的である[20,26]。そのため、マクロゾーンの形態と後方散乱挙動の定量的相関にも不明な点が多く、チタン合金鍛造材の高品質化実現には課題が多い。

## 1. 6. 本研究の目的

以上の背景から、本研究では、超音波探傷性に優れる、すなわち超音波の後方散乱を生じ難いチタン合金鍛造材を得るための組織制御指針を明確にすることを主題とする。そのために、チタン合金鍛造材に形成されるマクロゾーンが超音波探傷性に与える影響を調査し、マクロゾーンの微細化原理の系統的な解明に取り組む。

## 1. 7. 各章の構成

$\alpha$ 相の代表的な組織形態は板状 $\alpha$ と粒状 $\alpha$ であることを1.3節で述べた。これら2種類の組織形態を研究対象とすることで、チタン合金鍛造材に形成されるマクロゾーンの特徴と微細化指針を系統的に調査する。各組織形態で利用される代表的な合金として、典型的な高強度合金であるTi-6246合金（板状 $\alpha$ 組織、 $\beta$ 域鍛造材）と、典型的な汎用合金であるTi-6Al-4V合金（粒状 $\alpha$ 組織、 $\alpha+\beta$ 域鍛造材）を研究対象とする。製造プロセスが相対的に簡潔な $\beta$ 域鍛造材から研究に着手し、その後、プロセスが複雑な $\alpha+\beta$ 鍛造材に研究対象を展開する。なお、本研究では、超音波探傷性として、散乱ノイズ信号である後方散乱信号に着目する。

本論文は以下の様に全6章で構成される。

第 1 章は緒言であり、技術的背景を述べ、研究の目的と本論文の構成を示す。

第 2 章と第 3 章では、 $\beta$  域鍛造を施し板状  $\alpha$  組織を有する Ti-6246 (Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo) 合金に関する研究結果を述べる。第 2 章では、 $\beta$  域鍛造で形成されるマクロゾーンの特徴を示し、マクロゾーンと超音波の後方散乱信号強度との相関を定量的に明らかにする。そして、マクロゾーンの微細化が超音波探傷性向上に有効であることを実験と解析結果をもとに示す。第 3 章では、マクロゾーンの微細化指針を提示する。そのために、まず、第 2 章で観察されたマクロゾーンの形成メカニズムを、 $\beta \rightarrow \alpha$  変態時のバリエーション選択に着目した結晶学的な検討で明らかにする。その上で、マクロゾーンの微細化に及ぼすプロセス因子の影響を明らかにし、超音波探傷性の向上効果を検証する。

第 4 章と第 5 章では、 $\alpha + \beta$  域鍛造を施し粒状  $\alpha$  組織を有する Ti-6Al-4V 合金に関する研究結果を述べる。第 4 章では、マクロゾーンの主要構成組織要素である粒状  $\alpha$  の形成素過程を明らかにする。 $\beta$  単相域での熱処理で形成されるラメラ状  $\alpha$  を初期組織とし、 $\alpha + \beta$  域での熱間変形で板状  $\alpha$  内に発達する局所方位差に着目し、その後の焼鈍で生じる等軸化挙動に与える影響を示す。第 5 章では、ラメラ状  $\alpha$  組織の等軸化とマクロゾーンの微細化挙動に及ぼす  $\alpha + \beta$  域での鍛造加工パスの影響を調査する。その結果を受け、 $\alpha + \beta$  域鍛造で形成されるマクロゾーンの形成メカニズムを検討し、マクロゾーンの微細化指針を提示する。

第 6 章は総括であり、本研究で得られた結果をまとめて結論を述べ、研究成果の意義と展望を示す。

## 第 1 章 参考文献

- [1] G. Lütjering and J.C. Williams: Titanium, 2nd ed., Springer, Berlin, 2007.
- [2] D. Banerjee and J.C. Williams; Acta Mater., 2013, vol. 61, pp. 844-879.
- [3] R.R. Boyer: Mater. Sci. Eng. A, 1996, vol. A213, pp. 103-14.
- [4] J.F. Wildey: Focus on Mechanical Failures: Mechanism and Detection, Vibration Institute, Willowbrook, IL, 1991, pp. 3-12.
- [5] R. Boyer, G. Welsch and E.W. Collings: Materials Properties Handbook-Titanium Alloys, ASM International, Materials Park, OH, 1994, pp. 488-490.
- [6] J.W. Elmer, T.A. Palmer, S.S. Babu and E.D. Specht: Mater. Sci. Eng. A, 2005, vol. 391, pp. 104-113.
- [7] M.M. Attallah, S. Zabeen, R.J. Cernik and M. Preuss: Mater. Charact., 2009, vol. 60, pp. 1248-1256.
- [8] S. Hémerly, P. Villechaise and D. Banerjee: Metall. Mater. Trans. A, 2020, vol. 51, pp. 4931-4969.
- [9] W.G. Burgers: Physica, 1934, vol.1, pp.561-586.
- [10] D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer and H.L. Fraser: Acta Mater., 2003, vol. 51, pp. 4679-4691.
- [11] L. Germain, N. Gey and M. Humbert: Ultramicroscopy, Vol. 107, 2007, pp. 1129-1135.
- [12] B.A. Auld: Acoustic Fields and Waves in Solids Volume I, John Wiley & Sons Inc. 1973.
- [13] E.S. Fisher and C.J. Renken: Physical Review, 1964, vol. 135, pp. 482-494.
- [14] M. F. X. Gigliotti, R. S. Gilmore and L. C. Perocchi: Metall. Mater. Trans. A, 1994, vol. 25, pp. 2321-2329.

- [15] A.P. Woodfield, M.D. Gorman, R.R. Corderman, J.A. Sutliff and B. Yamrom: Titanium 95 Science and Technology, 1995, pp.1116-1123.
- [16] K. Le Biavant, S. Pommier and C. Prioul: Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 2002, vol. 25, pp. 527-545.
- [17] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher and M. Jahazi: Acta Mater., 2005, vol. 53, pp. 3535-3543.
- [18] V. Sinha, M. J. Mills and J. C. Williams: Metall. Mater. Trans. A, 2006, vol. 37, pp.2015–2026.
- [19] I. Bantounas, T.C. Lindley, D. Rugg and D. Dye, Acta Mater., 2007, vol. 55, pp. 5655-5665.
- [20] L. Germain, N. Gey, M. humbert, P. Vo, M. Jahazi and P. Bocher: Acta Mater., 2008, vol. 56, pp. 4298-4308.
- [21] N. Gey, P. Bocher, E. Uta, L. Germain and M. Humbert: Acta Mater., 2012, vol. 60, pp. 2647-2655.
- [22] R. Whittaker, K. Fox and A. Walker: Mate. Sci. Tech., 2010, vol. 26, pp. 676-684.
- [23] C. Buirette, J. Huez, N. Gey, A. Vassel and E. Andrieu: Mater. Sci. Eng. A, 2014, vol. A618, pp. 546-557.
- [24] A.L. Pilchak: Scripta Mater., 2014, vol. 74, pp. 68-71.
- [25] M.P. Echlin, J. C. Stinville, V.M. Miller, W.C. Lenthe and T.M. Pollock: Acta Mater., 2016, vol. 114, pp. 164-175.
- [26] A.L. Pilchak, J. Shank, J.C. Tucker, S. Srivatsa, P.N. Fagin and S.L. Semiatin: Integrating Materials and Manufacturing Innovation, 2016, vol. 5, pp.259-276.
- [27] S.L. Semiatin, Metall. Mater. Trans. A, 2020, vol. 51A, pp. 2593-2625.
- [28] L. Toubal, P. Bocher, A. Moreau and D. Levesque: Metall. Mater. Trans. A, 2010, vol. 41, pp.744-750.

- [29] A. Moreau, L. Toubal, P. Bocher, M. Humbert, E. Uta and N. Gey: *Mater. Charact.*, 2013, vol. 75, pp. 115-128.
- [30] A.L. Pilchak, J. Li and S.I. Rokhlin: *Metall. Mater. Trans. A*, 2014, vol. 45A, pp.4679-4697.
- [31] M. Humbert, A. Moreau, E. Uta, N. Gey, P. Bocher and C. Bescond: *Acta Mater.*, 2009, vol. 57, pp. 708-714.
- [32] B. Ginty, P. Hallam, C. Hammond, G. Jackson and C. Robb: *Titanium 80 Science and Technology*, 1980, pp. 2095-2103.
- [33] P.D. Panetta, R.B. Thompson, and F.J. Margetan: *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, 1998, vol. 17, pp. 89-96.
- [34] M.F.X. Gigliotti, B.P. Bewlay, J.B. Deaton, R.S. Gilmore and G.A. Salishcev: *Metall. Mater. Trans. A*, 2000, vol. 31A, pp. 2119-2125.
- [35] J.H. Rose, in *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, D.O. Thompson and D.E. Chimenti, eds., Plenum, New York, 1992, vol. 11, pp. 1677-1684.
- [36] J.H. Rose, in *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, D.O. Thompson and D.E. Chimenti, eds., Plenum, New York, 1993, vol.12, pp.1719-1726.
- [37] Y.K. Han and R.B. Thompson: *Metall. Mater. Trans. A*, 1997, vol. 28A, pp. 91-104.
- [38] O.I. Lobkis, L. Yang, J. Li and S.I. Rokhlin, *Ultrasonics*. 2012, vol. 52, pp. 694-705.
- [39] G. Sha, *Journal of Nondestructive Evaluation*, 2018, vol. 37, Article number 51.

## 第 2 章

### 高強度合金 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo における $\beta$ 単相域での熱間鍛造で形成されるマクロゾーンの特徴と超音波の後方散乱挙動に及ぼす影響 (板状 $\alpha$ 組織)

#### 2. 1. 緒言

本研究では、超音波探傷性に優れる、つまり超音波の後方散乱を生じ難いチタン合金鍛造材を得るための組織制御指針を明確にすることが主題である。第 2 章と第 3 章では、鍛造プロセスが相対的に簡潔な  $\beta$  域鍛造で形成される板状  $\alpha$  組織を対象とする。

本章では、板状  $\alpha$  の組織形態で使用される典型的な高強度合金 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo (Ti-6246) に対して、 $\beta$  単相域にて種々の圧下率で熱間鍛造した際に形成されるマクロゾーンの特徴を明らかにし、超音波の後方散乱挙動に及ぼす影響を明らかにすることを目的とする。

#### 2. 2. 実験方法

##### 2. 2. 1. 鍛造材の作製

本研究で用いた Ti-6246 合金の  $\beta$  トランザス ( $T_{\beta}$ ) は約 965°C である。円柱状の初期素材を準備し、 $\beta$  単相域に加熱した後、熱間での 1 軸のアップセット鍛造を施した。アップセット鍛造の圧下率は 0%、33%、50%、67%、83% の 5 条件である。初期素材の体積は圧下率によらず一定とし、圧下率が 67% までの条件においては、鍛造後の形状がおよそ直径 200 mm、厚み 60 mm となるように、圧下率に応じて形状の異なる初期素材を用いた。但し、圧下率 83% の条件については、鍛造での素材の座屈を防ぐため、圧下率 67% と同じ形状の初期素材を用いた。そのため、鍛造後の形状は、およそ直径 280 mm、厚み 30 mm である。圧下率 0% の条件に対しては、機械加工にて直径 200 mm、厚み 60 mm の初期素材を準備し、

鍛造による変形を加えず、他の素材と同じ熱履歴のみを加えた。熱間鍛造時の潤滑、及び熱間鍛造と熱処理での素材表面の酸化防止のため、素材表面にガラス潤滑剤 (Deltaglaze™) を塗布した。

アップセット鍛造には、Ni 基合金製の平面金敷 (アンビル) を用いた。ステンレス製のさや管 (シース管) で保護された熱電対を初期素材に挿入し、熱間鍛造中の素材温度を測定した。熱電対の挿入位置は、初期素材の厚み方向の中央で、半径方向は鍛造材の中心から表面の中間位置とした。初期素材を  $\beta$  単相域の  $1050^{\circ}\text{C}$  ( $T_{\beta}+85^{\circ}\text{C}$ ) に加熱し、100 min 間保持することで  $\beta$  粒径を約  $700\ \mu\text{m}$  に調整した。その後、初期素材を加熱炉から取り出し金敷上に配置した。そして、初期素材を空冷させ、初期素材に挿入した熱電対の温度が  $1000^{\circ}\text{C}$  ( $T_{\beta}+35^{\circ}\text{C}$ ) に達した直後に、アップセット鍛造を実施した。なお、金敷は予め  $1000^{\circ}\text{C}$  に加熱保持し、金敷との接触部からの抜熱による素材表面温度の低下を抑えた。アップセット鍛造はクロスヘッド移動速度が  $1800\ \text{mm/min}$  の一定条件で実施した。圧下率毎に初期素材形状が異なるため、初期ひずみ速度が若干異なる。圧下率 33%、50%、67%、83%における初期ひずみ速度は、それぞれ  $0.33\ \text{s}^{-1}$ 、 $0.25\ \text{s}^{-1}$ 、 $0.17\ \text{s}^{-1}$ 、 $0.17\ \text{s}^{-1}$  である。アップセット鍛造後は、素材を直ちに金敷から取り出し、送風機 (ファン) による強制空冷で室温まで冷却した。その後、溶体化と時効熱処理 (solution treatment and aging: STA) を実施した。溶体化熱処理では、 $\alpha + \beta$  域の高温域である  $935^{\circ}\text{C}$  ( $T_{\beta}-30^{\circ}\text{C}$ ) に素材を 120 min 間保持した後、室温まで空冷した。その後の時効熱処理では  $595^{\circ}\text{C}$  ( $T_{\beta}-370^{\circ}\text{C}$ ) に素材を 480 min 間保持した後、室温まで空冷した。

以後、アップセット鍛造後に STA を施した素材を鍛造材と呼び、圧下率 0%、33%、50%、67%、83%に対する鍛造材を、それぞれ FR0、FR33、FR50、FR67、FR83 と称することとする。

## 2. 2. 2. 鍛造材の組織と結晶方位測定

組織観察は、光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて行った。観察位置は鍛造材の厚み中央部で、半径方向は鍛造材の中心と表面の中間位置とし、観察面は鍛造軸方向と半径方向に平行な断面とした。

鍛造材 FR33、FR67、FR83 の光学顕微鏡組織を Fig. 2-1 に示す。白色に観察される領域が  $\alpha$  相である。 $\beta$  粒の粒界に沿って形成された粒界  $\alpha$  と、 $\beta$  粒の粒内に形成された板状  $\alpha$  が認められる。これらは、熱間鍛造後の冷却過程で生成した  $\alpha$  相で、1 次  $\alpha$  と呼ばれる。その形態は basket-weave 状で、個々の板状 1 次  $\alpha$  の長さは概ね 10  $\mu\text{m}$  超であり、その形態に対する圧下率の明瞭な影響は認められない。次に、鍛造材 FR33 の SEM 組織を Fig. 2-2 に示す。Figure 2-2(a)にて白色の点線で示す領域を拡大した像が Fig. 2-2(b)である。光学顕微鏡組織 (Fig. 2-1) で白色に観察された  $\alpha$  相は、SEM 組織では濃い灰色で観察される。図中に、粒界  $\alpha$  と板状 1 次  $\alpha$  を白色矢印で示す。Figure 2-2(b)から分かる通り、板状 1 次  $\alpha$  の間隙に長さが数  $\mu\text{m}$  程度の微細な板状  $\alpha$  が認められる。これは、時効熱処理にて過飽和  $\beta$  相から析出した  $\alpha$  相で、2 次  $\alpha$  と呼ばれる。つまり、1 次  $\alpha$  の間隙は 2 次  $\alpha$  と残留  $\beta$  で構成される。Ti-6246 合金中の  $\alpha$  相分率は、本研究と熱処理条件が近い先行研究において、約 75%と報告されている[1]。なお、光学顕微鏡写真から切片法で求めた旧  $\beta$  粒の平均粒径は 678  $\mu\text{m}$  であった。本研究では  $\beta$  粒径の水準が重要であるため、以後も鍛造前  $\beta$  粒径を 700  $\mu\text{m}$  と記載する。

次に、鍛造材の結晶方位を調べるため、SEM 内で EBSD 測定を行った。測定位置と観察面は組織観察と同様である。測定のステップサイズは 1  $\mu\text{m}$  である。複数の視野をパノラマ状に測定した後、1 枚の画像につなぎ合わせ、HKL 社製のソフトウェア (Channel 5™) を用いて解析した。

なお、本研究では Fig. 2-1 と Fig. 2-2 に示す板状  $\alpha$  組織よりも粗大なマクロゾーンに着目する。本研究における EBSD 測定のステップサイズは、板状の 2 次  $\alpha$  のサイズと比べて大きく、測定結果は主に板状 1 次  $\alpha$  の結晶方位データを反映

していると考えられるが、本研究では明確に区別していない。以後、特に区別が必要な場合を除き、単に板状 $\alpha$ と記す。

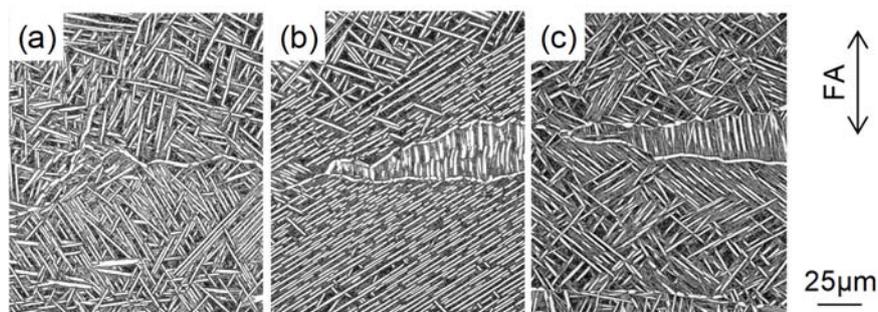


Fig. 2-1 Optical microstructures of Ti-6246 samples hot-forged at 1000°C followed by STA. Reductions in height are (a) 33%, (b) 67% and (c) 83%. Grain boundary  $\alpha$  and primary  $\alpha$  platelets are observed in white. The forging axis (FA) direction is indicated.

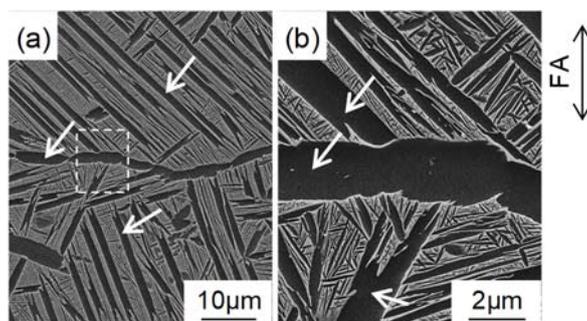


Fig. 2-2 (a,b) SEM microstructures of Ti-6246 sample hot-forged to a reduction in height of 33% at 1000°C followed by STA. (b) Higher magnified image of (a) in which white square dots indicate the observation area. White arrows indicate examples of grain boundary  $\alpha$  and primary  $\alpha$  platelets which are observed in white in the optical microstructures (Fig. 2-1). Regions between primary  $\alpha$  platelets consist of secondary  $\alpha$  platelets and residual  $\beta$ . The forging axis (FA) direction is indicated.

### 2. 2. 3. 超音波測定

鍛造材から生じる後方散乱信号強度を評価するため、鍛造材から直方体試験片を切り出し、超音波測定を行った。切断要領は Fig. 2-3 に示す通りであり、(a) 上面図、(b) 側面図である。直方体試験片の高さ方向は鍛造材の鍛造軸方向と一致し、試験片の 1 辺が鍛造材の中央に一致する。直方体試験片の高さは鍛造材の厚みとほぼ同等で、鍛造材 FR0、FR33、FR50、FR67 は 53 mm、鍛造材 FR83 は 26 mm である。高さ方向に直交する残りの 2 辺の長さは、いずれの鍛造材においても約 55 mm である。

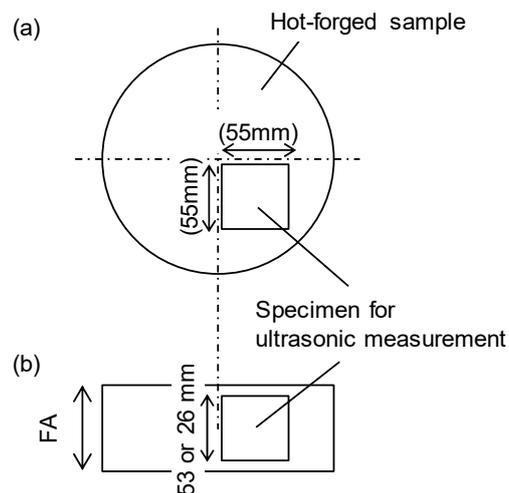


Fig. 2-3 Cut-up drawings of specimens for ultrasonic measurement taken from the hot-forged samples. The forging axis (FA) direction is indicated. (a) Top view and (b) side view.

超音波測定における試験片と探触子の配置を模式的に Fig. 2-4(a)に示す。測定には、平均周波数が 5 MHz、10 MHz、15 MHz の個別のフラット探触子を用い、試験片と探触子を水に浸して測定した。なお、各周波数の超音波がチタン中を伝播する際の波長は、それぞれ約 1200  $\mu\text{m}$ 、約 600  $\mu\text{m}$ 、約 400  $\mu\text{m}$  である。入射波にはパルス状の平面波を用いた。鍛造軸方向に平行に探触子から入射波を送信

し、同じ探触子で反射・後方散乱信号（受信信号）を受信した。なお、本測定では減衰補正を行っていない。入射波の信号強度は探触子の仕様等の測定条件によって異なる。本研究では周波数毎に個別の探触子を用いたため、後方散乱信号強度の絶対値は周波数が同じデータ同士のみで比較できることに注意が必要である。なお、各周波数の後方散乱信号強度が同程度の値となるように、周波数毎に異なる条件で信号強度を増幅させ、評価に用いた。具体的には、周波数 5 MHz、10 MHz、15 MHz の測定において、それぞれ 20 dB、30 dB、40 dB の増幅を行った。超音波測定は各条件につき 4 点行った。測定した信号の強度はプラスとマイナスの値があるが、比較を容易にするため、その 2 乗平方根値を信号強度（amplitude of signals）として整理した。

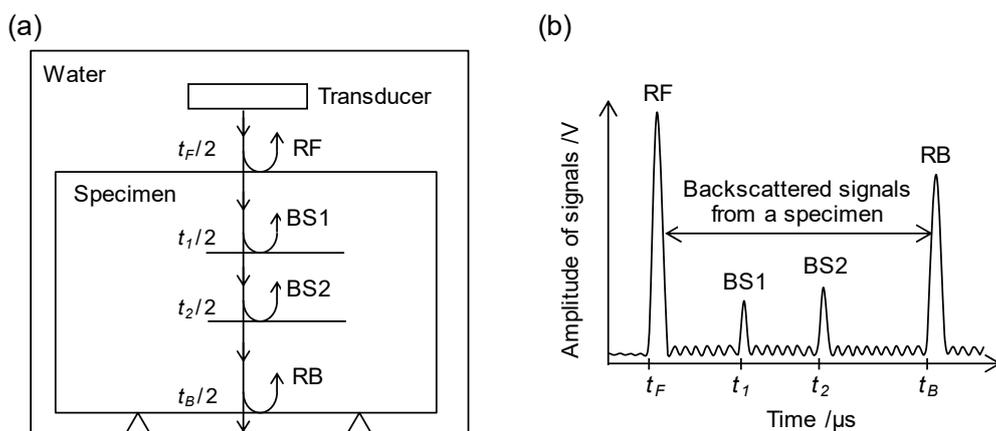


Fig. 2-4 Schematic illustrations of ultrasonic measurement. (a) Setup for the measurement. (b) Signals as a function of time. Signals at the front and bottom surfaces of the specimen are indicated by “RF” and “RB”. Backscattered signals between RF and RB are generated from the specimen. Backscattered signals which have locally large amplitude are indicated by “BS1” and “BS2” in the figure.

超音波測定で得られる受信信号のプロファイルを模式的に Fig. 2-4(b)に示す。詳細は第1章の Fig. 1-10(b)で説明した通りである。但し、本研究で用いた試験片は欠陥を含まないため、試験片の前面と底面から発生する反射信号 (RF、RB) の間に認められる受信信号は、組織に起因して発生した後方散乱信号である。図中には、局所的に大きな後方散乱信号に対して BS1 及び BS2 と記す。

マクロゾーンを含有する素材から発生する超音波の後方散乱信号強度に及ぼす組織の影響を系統的に検討するため、有限要素法 (FEM) による弾性波シミュレーション ComWAVE™ による数値解析を行った。数値解析に用いた計算モデルと入力値については、2.3.3.節で詳細を述べる。

## 2. 3. 実験結果・考察

### 2. 3. 1. 超音波の後方散乱挙動

周波数 5 MHz の測定で得た受信信号のプロファイルの一例を Fig. 2-5 に示す。試験片と水との界面で生じた反射信号 RF、RB を図中に示す。これらの間に認められる後方散乱信号に着目すると、鍛造材 FR0 と FR33 は試験片の厚み方向全体に渡り信号強度が低い (Fig. 2-5(i,ii))。一方、鍛造材 FR50、FR67、FR83 には強度の高い後方散乱信号が認められる (Fig. 2-5(iii-v))。厚み方向の強度分布は、特に鍛造材 FR67 が顕著であるが、試験片の表面近傍 (RF、RB 近傍) に比べ、試験片の厚み中央部付近の信号強度が高い。一般的に、熱間鍛造で加わる変形量は鍛造軸方向に対して不均一である。予備検討として、鍛造材 FR67 に対して縦断面のマクロ組織を観察したところ、鍛造材表層部の旧  $\beta$  粒は等軸状に近く、変形量が小さいことが推察された。一方で、厚み中央部における旧  $\beta$  粒は扁平状であり、大きな変形が付与されたことを確認した。このことから、後方散乱信号強度は鍛造材の変形量に強く影響を受けることが示唆された。そのため、鍛造材の厚み中央部における後方散乱信号を評価に用いた。ここでは、厚み中央部を、RF と RB の中間位置で、RF と RB 間の長さの 25%に相当する区間と定義

し、その区間を Fig. 2-5 中に”mid-height region”と記す。そして、厚み中央部の信号に対して、厚み方向（時間範囲）に対する信号強度の 2 乗平均平方根値を求めた。この値を平均信号強度（amplitude of averaged backscattered signals (BS)）と称することとする。なお、各試験片に対する 4 回の測定で得た平均信号強度の平均値を以後の検討に用いる。

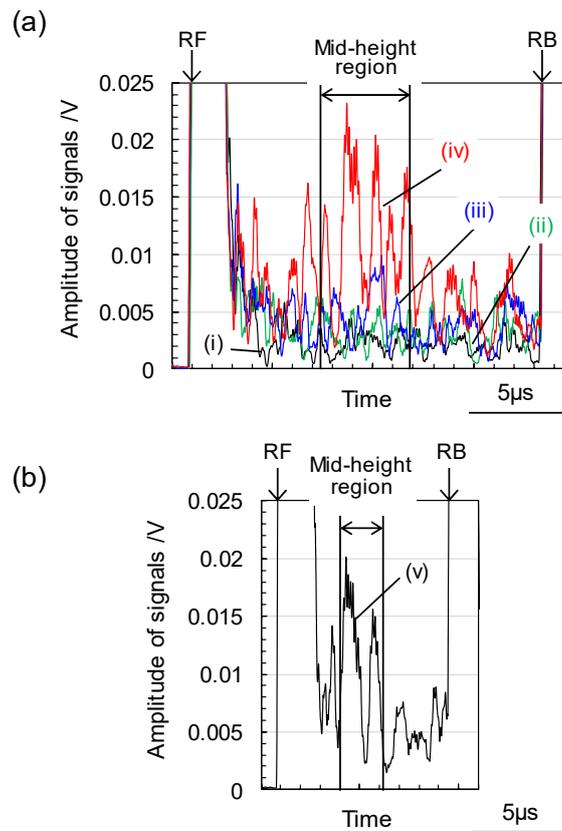


Fig. 2-5 Amplitude of signals as a function of time measured at a frequency of 5 MHz of Ti-6246 samples hot-forged to reductions in height of (i) 0% (without deformation), (ii) 33%, (iii) 50%, (iv) 67% and (v) 83%. Mid-height region to obtain “amplitude of averaged backscattered signals (BS)” is indicated.

周波数 5 MHz、10 MHz、15 MHz の測定で得られた平均信号強度を、熱間鍛造における圧下率に対して整理した結果を Fig. 2-6 に示す。平均信号強度は熱間鍛造の圧下率と超音波の周波数に強く依存することが分かる。つまり、周波数 10 MHz と 15 MHz で測定した場合には、圧下率 83%まで、圧下率の増加に伴い平均信号強度が単調に増加するが、これに対して周波数 5 MHz で測定した場合には、圧下率 67%までは平均信号強度が単調に増加するもののピークを示し、更なる圧下率の増加によって平均信号強度がやや減少する傾向が認められた。

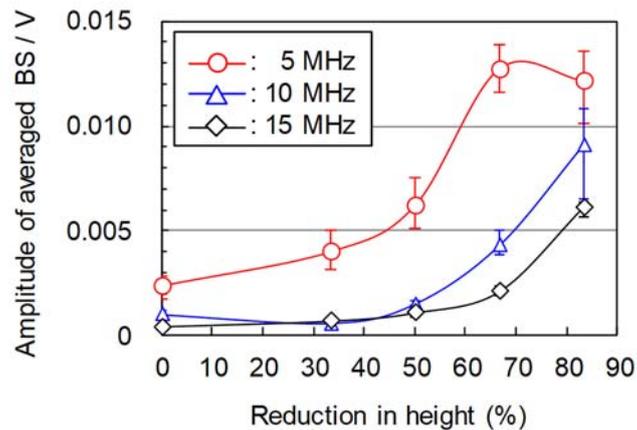


Fig. 2-6 Amplitude of averaged backscattered signals (BS) as a function of reduction in height of Ti-6246 samples hot-forged at 1000°C followed by STA. Amplitudes of the signals were amplified by gain values of 20 dB, 30 dB and 40 dB at frequencies of 5 MHz, 10 MHz and 15 MHz, respectively.

### 2. 3. 2. $\beta$ 単相域の熱間鍛造で形成されるマクロゾーンの特徴

マクロゾーンの形成に及ぼす  $\beta$  単相域での熱間鍛造の影響を調べるため、圧下率の異なる鍛造材 (FR0、FR33、FR50、FR67、FR83) に対して EBSD 測定を行った。 $\alpha$  相の結晶方位マップを Fig. 2-7 に示す。マップにおける各測定点の色付けは、図に記すカラースケール (color scale) に準じて行い、hcp 格子の c 軸と鍛造軸方向とのなす角度 (tilt angle,  $\theta$ ) に対応する。 $\theta$  の定義を模式的に Fig. 2-7 に付記する。1.4 節で述べた通り、 $\alpha$  相の弾性率は、hcp 格子の対称性から c 軸回りには等価であり  $\theta$  のみに依存する。本研究において、超音波の入射方向と鍛造軸方向は一致し、鍛造軸方向と c 軸が平行の場合を  $\theta=0^\circ$  とする。結晶方位マップにおける各測定点の色付けは、鍛造軸方向に対する  $\alpha$  相の弾性率と関連する。以後、このように  $\theta$  に対して色付けた結晶方位マップを TA マップ (tilt angle map) と称することとする。

鍛造材 FR0 の TA マップ (Fig. 2-7(a)) において、 $\theta$  が類似の (図中では緑色と赤色に色付けられた) 小さな塊状の領域を白色の点線で囲っているが、この小さな塊状の領域を除くと、比較的個別の板状  $\alpha$  を識別し易い。これは、鍛造材 FR0 において、隣り合う板状  $\alpha$  の  $\theta$  が比較的ランダムであることを示す。また、旧  $\beta$  粒界の一部を白色矢印で図中に示す。旧  $\beta$  粒径が約  $700\mu\text{m}$  であることが分かる。圧下率 33% で鍛造した鍛造材 FR33 では、旧  $\beta$  粒界が不明瞭となっている (Fig. 2-7(b))。赤色に色付けられた領域が若干増加する傾向が認められるものの、c 軸が様々な方向を向いている板状  $\alpha$  が全般的に多い。つまり、鍛造材 FR33 には明瞭な局所集合組織は形成されていない。圧下率が 50% 以上の鍛造を施すことで (Fig. 2-7(c-e))、赤色に色付けられた、つまり板状  $\alpha$  の c 軸が主に鍛造軸に対して垂直に傾いた局所集合組織を有する粗大ドメインが形成されている。先述の通り、TA マップの色付けは鍛造軸方向における  $\alpha$  相の弾性率と関連する。本研究の超音波測定における超音波の入射方向が鍛造軸方向と一致することを考慮すると、この局所集合組織を有するドメイン内は弾性率が類似であり、マク

ロゾーンと見なすことができる。隣接領域には、複数の  $\theta$  の板状  $\alpha$  が認められることから、マクロゾーンとは弾性率が異なるはずである。つまり、マクロゾーンと、その隣接領域との界面において超音波が散乱すると考えられる。マクロゾーンは鍛造軸に対して垂直に伸びた形態である。そのため、マクロゾーン形成の結果、その隣接領域と交互に並んだ層状組織が形成される。層状組織の層の厚みは鍛造時の圧下率増加に伴い薄くなる (Fig. 2-7(c-e))。

マクロゾーンが超音波の散乱挙動に及ぼす影響を明らかにするためには、マクロゾーン、及び、結果として形成される層状組織の特徴を明確にする必要がある。そのために、鍛造材における  $\alpha$  相の集合組織に着目する。Figure 2-8(a-e)に鍛造材 FR0、FR33、FR50、FR67、FR83 の  $\{0001\}_\alpha$  正極点図をそれぞれ示す。予想通り、鍛造材 FR0 には特定の集合組織は発達していない (Fig. 2-8(a))。正極点図には孤立した多数の集積が認められるが、これは、EBSD の測定視野が、鍛造材 FR0 の組織サイズに対して狭いためである。圧下率 33%の鍛造で、集合組織が形成されつつあるが、未だ不明瞭である (Fig. 2-8(b))。圧下率 50%以上の鍛造を施すことで、明瞭で強い集合組織が形成される (Fig. 2-8(c-e))。形成された  $\{0001\}_\alpha$  の集合組織は、鍛造軸に対して軸対象である。c 軸の集積位置を鍛造軸方向とのなす角度( $\theta$ )で表現すると、大きく 2 種類に分類できる。第 1 の集積位置は正極点図の外周部、すなわち  $\theta = 90^\circ$  の角度位置である。第 2 の集積位置は、正極点図の外周部と鍛造軸方向との概ね中間位置である。第 1 の集積位置は、Fig. 2-7 (c-e)で観察されたマクロゾーンの方位成分と一致することから、熱間鍛造の圧下率の増加に伴う  $\theta = 90^\circ$  の方位成分の発達に起因してマクロゾーンが形成されると考えられる。

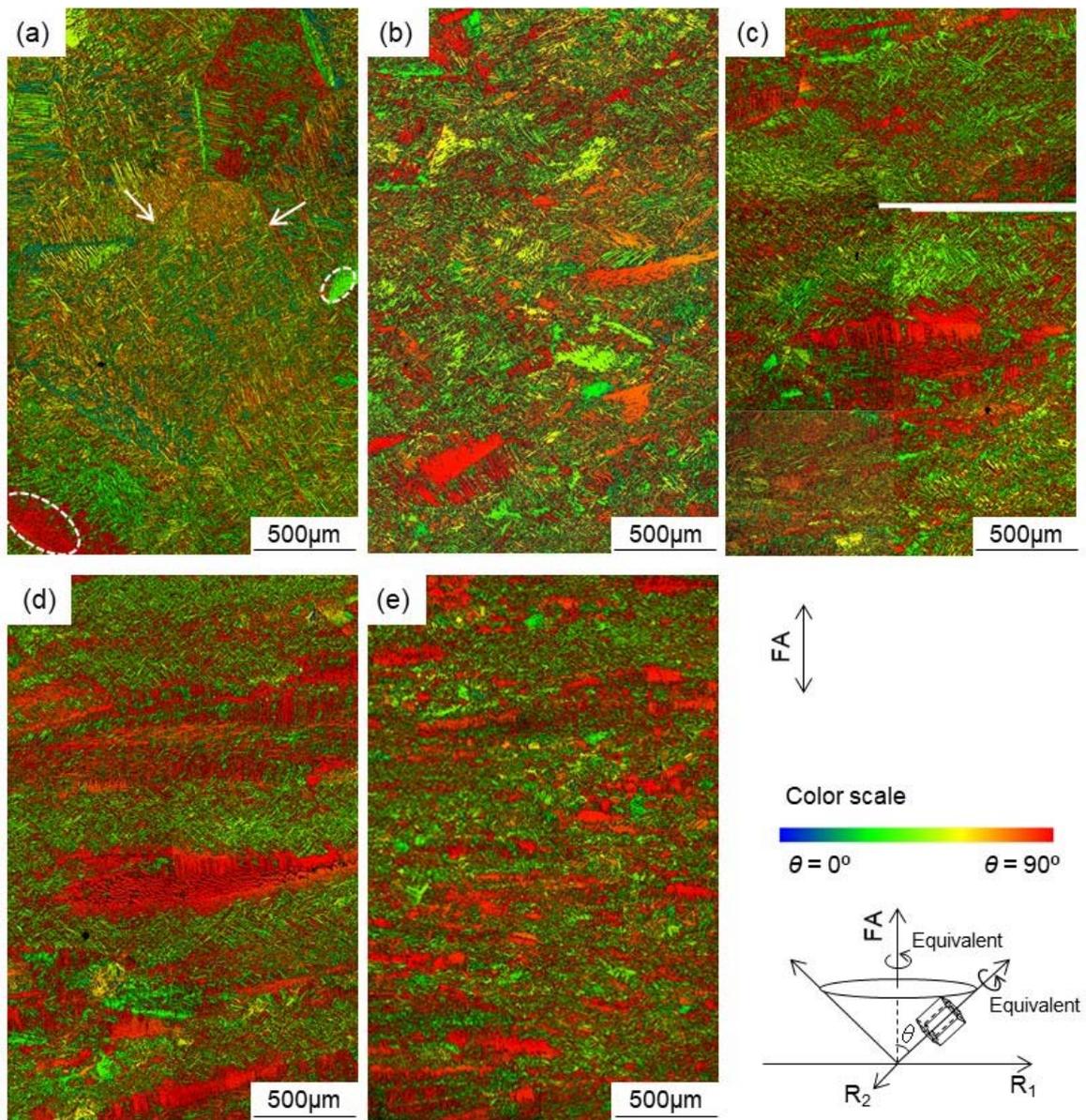


Fig. 2-7 EBSD crystallographic orientation maps (tilt angle maps) of Ti-6246 samples hot-forged at 1000°C followed by STA. Reductions in height are (a) 0% (without hot-forging), (b) 33%, (c) 50%, (d) 67% and (e) 83%. Colors in the maps show tilt angle of c-axes in hcp lattice ( $\alpha$  phase) from the forging axis (FA) direction, according to the attached color scale bar. Prior- $\beta$ -grain-boundaries and clusters of  $\alpha$  platelets having similar tilt angles are indicated in (a) by white arrows and white circular dots, respectively. FA is indicated.

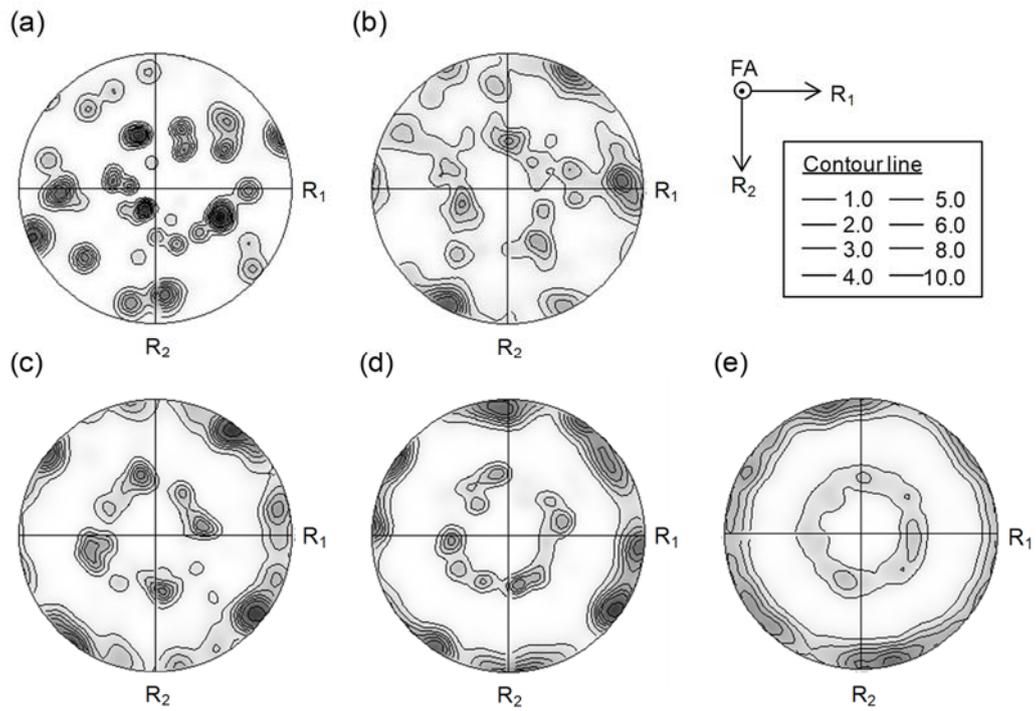


Fig. 2-8  $\{0001\}_\alpha$  pole figures in Ti-6246 samples hot-forged at 1000°C followed by STA. Reductions in height are (a) 0% (without deformation), (b) 33%, (c) 50%, (d) 67% and (e) 83%. The forging axis (FA) direction and orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated.

本研究では熱間鍛造を  $\beta$  単相域で実施しており、熱間鍛造後の冷却過程における  $\beta \rightarrow \alpha$  変態にて板状 1 次  $\alpha$  が生成する。Figure 2-8 に示した  $\alpha$  相の集合組織の特徴を詳細に明らかにするため、次に熱間鍛造にて発達する  $\beta$  相の集合組織に着目する。鍛造材 FR83 における  $\{110\}_\beta$ 、 $\{111\}_\beta$ 、 $\{001\}_\beta$  正極点図を Fig. 2-9(a-c) にそれぞれ示す。 $\{110\}_\beta$  正極点図 (Fig. 2-9(a)) の等値線の模様は、Fig. 2-8(e) に示した  $\{0001\}_\alpha$  正極点図と類似している。更に、 $\{111\}_\beta$  正極点図 (Fig. 2-9(b)) と  $\{001\}_\beta$  正極点図 (Fig. 2-9(c)) において、 $\{111\}_\beta$  極と  $\{001\}_\beta$  極が鍛造軸に配向する強い集合組織 ( $\{111\}_\beta$  極//FA、 $\{001\}_\beta$  極//FA、FA : 鍛造軸) の発達が認められる。これは、bcc 構造を有する金属材料で一般的に認められる圧縮変形集合組織である。 $\beta \rightarrow \alpha$  変態で生成される  $\alpha$  相は  $\beta$  母相との間に Burgers の方位関係 (BOR:  $\{0001\}_\alpha // \{110\}_\beta$ 、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha // \langle \bar{1}11 \rangle_\beta$ ) を満足することが知られている[2]。本研究においても、 $\{0001\}_\alpha$  と  $\{110\}_\beta$  の正極点図の等値線の模様が似ていることから (Fig. 2-8(e)、Fig. 2-9(a))、板状  $\alpha$  と  $\beta$  母相は BOR を満足することが示唆される。そこで、BOR において  $\{0001\}_\alpha$  極と面平行関係となる  $\{110\}_\beta$  極の形成角度を検討する。そのために、Fig. 2-9(d-e) にそれぞれ示す立方晶の  $\{111\}$ 、及び  $\{001\}$  標準投影図を用いる。図中で白抜きの四角形、楕円形、三角形の各記号は、それぞれ  $\{001\}$  極、 $\{110\}$  極、 $\{111\}$  極であり、投影図の中心を鍛造軸方向と見なす。 $\{111\}$  標準投影図 (Fig. 2-9(d)) から分かる通り、 $\{111\}_\beta$  極の 1 つが鍛造軸に平行の場合、 $\{110\}$  極と鍛造軸方向とのなす角度は  $35.4^\circ$  と  $90^\circ$  である。同様に、 $\{001\}$  極の 1 つが鍛造軸に平行の場合 (Fig. 2-9(e))、 $\{110\}$  極と鍛造軸方向とのなす角度は  $45^\circ$  と  $90^\circ$  である。つまり、Fig. 2-9(a-c) に示す集合組織を有する  $\beta$  母相から、BOR に従い  $\alpha$  相が生成する場合には、 $\{0001\}_\alpha$  極は  $\theta = 35.4^\circ, 45^\circ, 90^\circ$  の 3 種類の角度に形成されるはずである。 $\theta = 35.4^\circ$  と  $\theta = 45^\circ$  は、正極点図上での分離が難しいことを考慮すると、Fig. 2-8(c-e) の  $\{0001\}_\alpha$  正極点図における集積位置は BOR から予想される角度と矛盾しない。

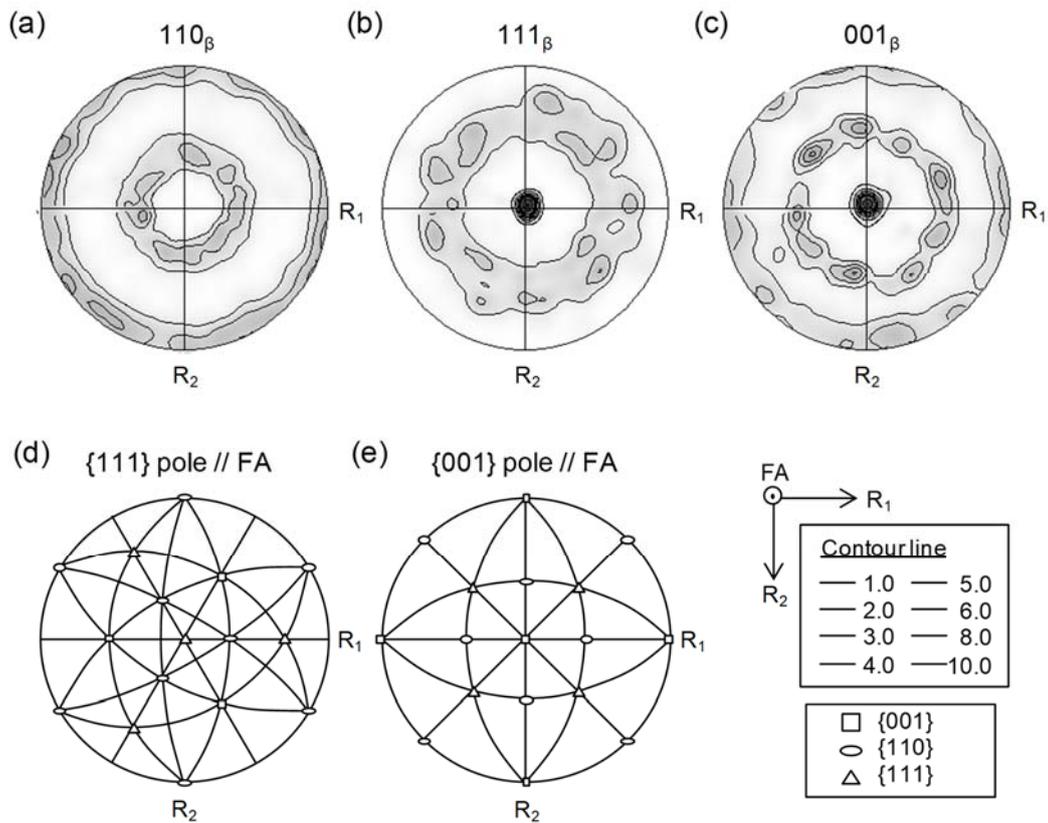


Fig. 2-9 (a-c) Pole figures of  $\beta$  phase in Ti-6246 samples hot-forged to the reduction in height of 83% at 1000°C followed by STA. (a)  $\{110\}_{\beta}$ , (b)  $\{111\}_{\beta}$ , and (c)  $\{001\}_{\beta}$ . (d-e)  $\{111\}$  and  $\{001\}$  standard stereographic projections of a cubic unit cell, respectively. Each square, ellipse, and triangle indicate  $\{001\}$ ,  $\{110\}$ , and  $\{111\}$  poles, respectively. The forging axis (FA) direction and the orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated.

発達した  $\alpha$  相の集合組織状態を半定量的に調べるため、鍛造材 FR83 における  $\theta$  の頻度分布を Fig. 2-10 に示す。 $\theta=45^\circ$  と  $\theta=90^\circ$  の近傍にピークが認められる。 $\theta=45^\circ$  近傍のピークは低角度側に広い分布を持つ。これは先述の通り、 $\theta=35.4^\circ$  と  $\theta=45^\circ$  の板状  $\alpha$  が生成し、このピークを形成しているためと考えられる。つまり、Fig. 2-10 に示す頻度分布は、 $\theta=35.4^\circ, 45^\circ, 90^\circ$  の 3 種類の板状  $\alpha$  が主に生成するとの先述の考察と一致する。以上のように、本研究で認められたマクロゾーンは、 $\theta$  が  $90^\circ$  近傍の板状  $\alpha$  で主に構成される組織ドメインであり、隣接領域は、 $\theta=35.4^\circ, 45^\circ, 90^\circ$  の板状  $\alpha$  で主に構成されていると考えられる。板状  $\alpha$  における  $c$  軸の  $\theta$  の差異に起因する典型的な弾性率の差として、 $\theta=35.4^\circ$  と  $\theta=90^\circ$  の差 ( $\Delta C_1$ )、及び  $\theta=45^\circ$  と  $\theta=90^\circ$  の差 ( $\Delta C_2$ ) を Fig. 2-10 中に記す。この弾性率差が超音波の散乱の原因になると考えられる。

以上をまとめると  $\alpha$  相のマクロゾーン、及び結果として形成される層状組織の特徴と形成過程は、次のように考えられる。まず、 $\beta$  単相域での熱間鍛造により  $\{111\}_\beta$  極//FA、 $\{001\}_\beta$  極//FA の熱間圧縮集合組織が形成される。その後の冷却過程での  $\beta \rightarrow \alpha$  変態において、 $\beta$  母相から  $\alpha$  相が BOR に従い生成するため、 $\theta=35.4^\circ, 45^\circ, 90^\circ$  の 3 種類の板状 1 次  $\alpha$  が形成される。そして、これら 3 種類の  $\theta$  の 1 つの方位成分 ( $\theta=90^\circ$ ) の発達がマクロゾーンの形成に寄与する。マクロゾーンの形態は鍛造軸に対して垂直に伸びており、複数の  $\theta$  の板状  $\alpha$  から成る隣接領域との層状組織が形成される。マクロゾーンと隣接領域は弾性率が異なることから、超音波が伝播した際に大きな後方散乱信号が発生すると考えられる。

この様に、マクロゾーンの形成が超音波の後方散乱の原因になることが定性的に明らかとなった。次に、定量的な理解を試みる。マクロゾーンの形成が認められた鍛造材 FR50、FR67、FR83 について、鍛造軸方向における層の平均層厚み ( $d_i$ ) を切片法にて求めたところ、それぞれ  $360 \mu\text{m}$ 、 $256 \mu\text{m}$ 、 $148 \mu\text{m}$  であった。平均層厚みは鍛造時の圧下率増加に伴い減少することが確認できる。Fig. 2-6 に示した通り、周波数 10 MHz (波長  $600 \mu\text{m}$ ) と 15 MHz (波長  $400 \mu\text{m}$ ) で測

定した場合には、平均信号強度は鍛造時の圧下率増加に伴い単調に増加した。一方、周波数 5 MHz (波長 1200  $\mu\text{m}$ ) で測定した場合には、平均信号強度は圧下率 67% でピークを示し、更なる圧下率の増加により、やや減少する傾向が認められた。この結果から、超音波の後方散乱挙動は層状組織の形成とその厚みのみでは説明できず、周波数 (波長) にも影響を受けていることが示唆される。そこで、次節にて、平均信号強度と層状組織の厚みとの相関に着目して検討を進める。

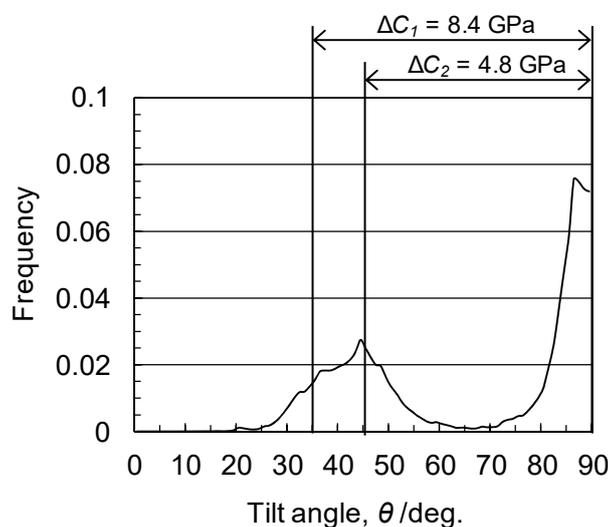


Fig. 2-10 Distribution of the tilt angles ( $\theta$ ) of c-axes in hcp lattice ( $\alpha$  phase) from the forging axis direction in Ti-6246 sample hot-forged to the reduction in height of 83% at 1000°C followed by STA. Differences of elastic moduli are represented by the differences in tilt angles between 35.4° and 90° ( $\Delta C_1$ ), and between 45° and 90° ( $\Delta C_2$ ), respectively.

### 2. 3. 3. マクロゾーンに起因する層状組織が超音波の後方散乱挙動に及ぼす影響

層状組織の平均層厚み ( $d_i$ ) と波長 ( $\lambda$ ) が超音波の後方散乱挙動に及ぼす影響を系統的に検討するため、有限要素法による数値解析を行った。解析には、前節で観察された層状組織(Fig. 2-7)を模擬するため、Fig. 2-11 に示す多層粒界モデルを用いた。2次元のモデルであり、直線で無限長の粒界が平行に配列している。粒界で挟まれた領域を区域 A、区域 B とする。それぞれマクロゾーン、及び複数の  $\theta$  の板状  $\alpha$  から成る隣接領域を模擬しており、交互に配列している。各区域内を均質と仮定し、各組織領域に相当する弾性率を割り当てた。つまり、マクロゾーンを模擬した区域 A の弾性率には、 $\theta=90^\circ$ に対応する  $C_{11}$  の値(162.4 GPa)を用いた。複数の  $\theta$  の板状  $\alpha$  から成る隣接領域を模擬した区域 B には、およそ  $\theta=45^\circ$ に相当する 167 GPa を用いた。多層粒界モデルの上側に探触子(transducer)を配置し、多層粒界モデルまでの区間は均質体と仮定して区域 B と同じの弾性率を割り当てた。多層粒界モデルの長さ(図中の上下方向)は 25 mm で、底面からの反射信号を判別し易くするため、多層粒界モデルの最下部に人工欠陥を設けた(図の簡略化のため、Fig. 2-11 には描いていない)。密度は一定として  $\alpha$  チタンの値  $4.506 \text{ kg/m}^3$ [3]を用いた。多層粒界モデルにおける粒界の平均間隔、つまり各区域の平均層厚み ( $d_i$ ) を Table 2-1 に示す。解析に用いた  $d_i$  は  $25 \mu\text{m}$  から  $1200 \mu\text{m}$  の範囲であり、鍛造材 FR50、FR67、FR83 における実測値の範囲を包括する。Table 2-1 に示す各平均層厚みの値を基準に、標準偏差が $\pm 20\%$ の正規分布の数値を乱数で出力し、多層粒界モデルを構成する 1 つ 1 つの区域の層厚みとして、個別の値を割り当てた。超音波の周波数は 5 MHz、10 MHz、15 MHz とし、探触子からパルス状の超音波(平面波)を粒界に対して垂直な方向に送信(入射)し、発生する後方散乱信号強度を評価した。

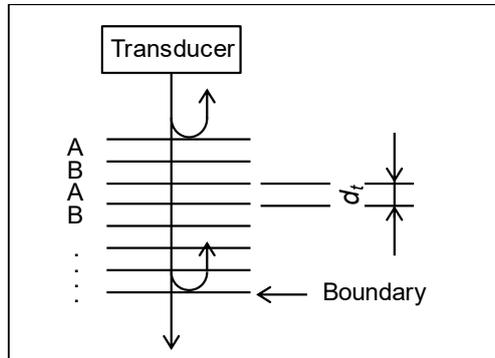


Fig. 2-11 Schematic illustration of the multi-layer model consisting of two kinds of domains indicated by A and B periodically aligned vertically. Domain A represents the macrozones, and domain B represents the regions consisting of  $\alpha$  platelets with several tilt angles. Values of mean thickness of the domains ( $d_t$ ) for numerical analysis are listed in Table 2-1.

Table 2-1 Values of mean thickness for the layered structure ( $d_t$ ) used in multi-layer model in the numerical analysis.

Mean thickness, $d_t$ / $\mu\text{m}$	
25	250
50	300
65	400
100	600
150	800
200	1000
	1200

数値解析で得られる受信信号のプロファイルの一例を Fig. 2-12 に示す。横軸が時間、縦軸が信号強度であり、2乗平方根値で示す。図中には、探触子からの入射信号 (T-Pulse)、多層粒界モデルの最下部に設けた人工欠陥からの反射信号 (R-AH)、及び多層粒界モデルから発生した後方散乱信号 (BS from multi-layer model) を示す。得られた後方散乱信号をもとに、2.3.1 節と同じ要領で平均信号強度を算出した。数値解析で得た平均信号強度を多層粒界モデルの平均層厚み ( $d_t$ ) で整理した結果を Fig. 2-13(a) に示す。いずれの周波数においても平均信号強度のピークが  $d_t$  に対して 2 か所に認められる。周波数が大きくなる程、つまり波長 ( $\lambda$ ) が短くなるに従い、いずれのピーク位置も  $d_t$  の減少方向 (図の左側) に移動する。 $d_t$  を  $\lambda$  で規格化した値 ( $d_t/\lambda$ ) を用いて、同じデータを Fig. 2-13(b) に再整理した。参考として  $d_t/\lambda = 0.25, 0.75$  の 2 箇所を点線で図示する。数値解析に用いた  $d_t$  の値の中で、平均信号強度が最大のピーク値を示す  $d_t/\lambda$  値は、周波数 5 MHz、10 MHz、15 MHz において、それぞれ 0.21、0.25、0.25 であり、2 次ピークの強度は  $d_t/\lambda$  値が 0.83、0.67、0.63 において、それぞれ認められた。このように、最大、及び 2 次ピークは周波数によらず、ほぼ同じ  $d_t/\lambda$  値 (0.25 近傍、0.75 近傍) に認められた。つまり、周波数によらず、特定の  $d_t/\lambda$  値でピークを示すと考えられる。

そこで、周波数 5 MHz における平均信号強度について、数値解析の結果を実験結果と比較して Fig. 2-14 に示す。両者の傾向は良い一致を示し、実験結果においても、その検討範囲において  $d_t/\lambda = 0.25$  近傍の 0.22 でピークを示すことが分かる。そこで、周波数 5 MHz、10 MHz、15 MHz において、実験で得た平均信号強度を  $d_t/\lambda$  値に対して Fig. 2-15 に整理した。周波数 5 MHz の結果については先述の通りである。周波数 10 MHz と 15 MHz の条件においては、 $d_t/\lambda$  値の減少に対して平均信号強度が常に増加している。これは、波長がそれぞれ 600  $\mu\text{m}$ 、400  $\mu\text{m}$  と周波数 5 MHz (波長 1200  $\mu\text{m}$ ) よりも短く、どちらの実験値においても、ピークを示す  $d_t/\lambda$  値よりも大きいためと考えられる。このように、実験値に

おいては、 $d_i/\lambda = 0.75$  近傍での 2 次ピークが認められないものの、それ以外の傾向は数値解析結果と良い一致を示す。Figure 2-6 にて、周波数 5 MHz の測定では、平均信号強度が圧下率 67% でピークを示し、更なる圧下率の増加で、やや減少する傾向が認められたにも係わらず、周波数 10 MHz と 15 MHz の測定では、圧下率の増加に伴い平均信号強度は単調に増加し、ピークを示さなかった。これは、形成された層状組織の平均層厚みに対して超音波の波長が短く、特定のピークを示す  $d_i/\lambda$  値を下回らなかったためと考えられる。以上の検討から、本研究で認められた層状組織の厚みに応じた平均信号強度の変化は、周波数によらず  $d_i/\lambda$  値で説明できることが明らかとなった。

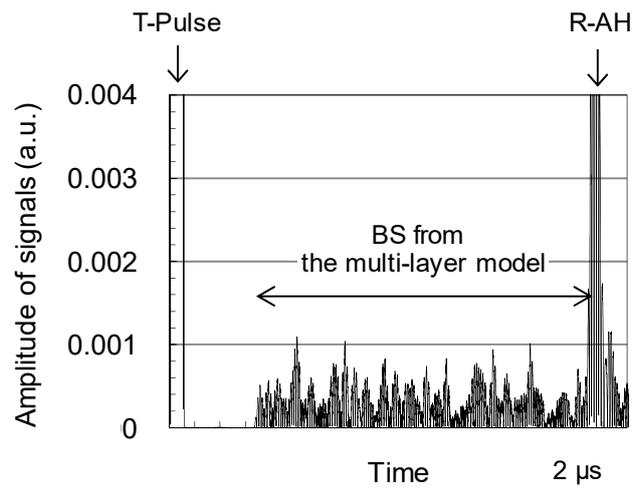


Fig. 2-12 Example of signals as a function of time simulated by the numerical analysis using the multi-layer model. Frequency of 10 MHz and mean thickness value ( $d_i$ ) of 300  $\mu\text{m}$  were used. Transducer pulse (T-Pulse), a reflection at the artificial hole (R-AH) and backscattered signals (BS) generated from the multi-layer model are indicated.

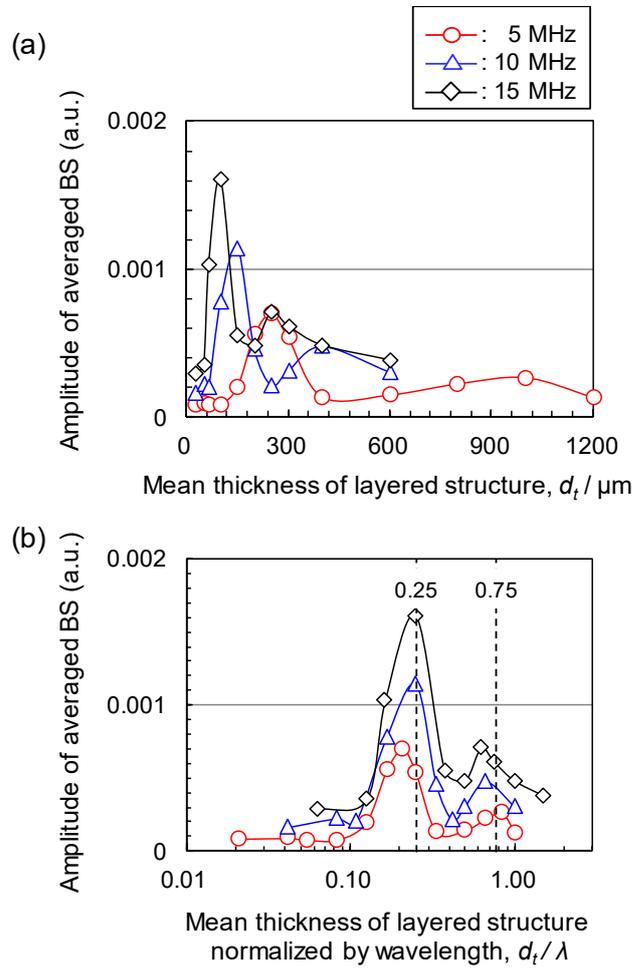


Fig. 2-13 (a) Influence of mean thickness of layered structure ( $d_t$ ) on the amplitude of averaged BS simulated at 5 MHz, 10 MHz and 15 MHz. (b) Replotted the same result in (a) using the mean-thickness values normalized by wavelength ( $d_t/\lambda$ ).

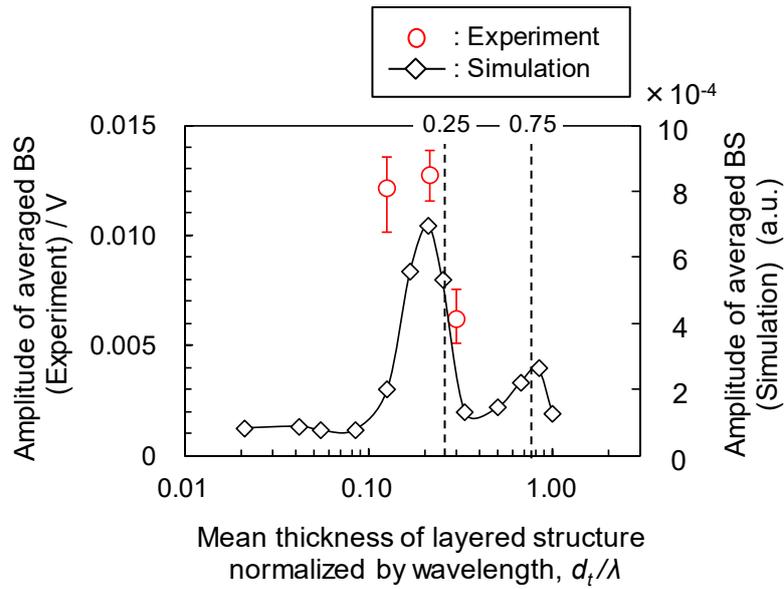


Fig. 2-14 Comparison of the amplitude of averaged BS obtained by experimental measurement and numerical analysis at frequency of 5 MHz as a function of  $d_t/\lambda$ , where  $d_t$  indicates the mean thickness of the layered structure and  $\lambda$  indicates wavelength of ultrasonic wave.

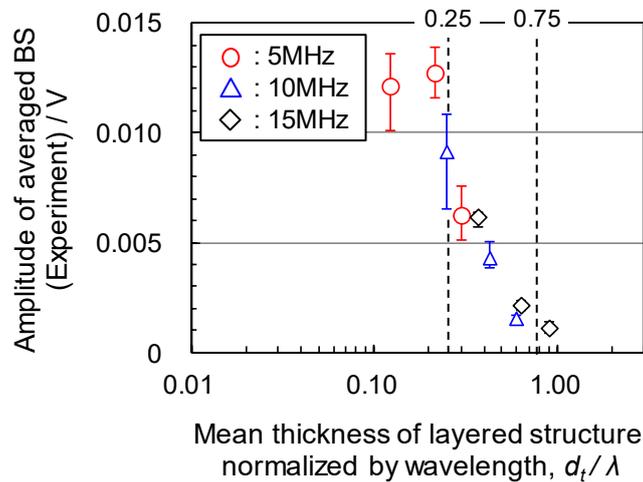


Fig. 2-15 Influence of  $d_t/\lambda$  value on the amplitude of averaged BS experimentally measured at frequency of 5 MHz, 10 MHz, and 15 MHz in Ti-6246 samples hot-forged at 1000°C followed by STA, where  $d_t$  indicates the mean thickness of the layered structure and  $\lambda$  indicates wavelength of ultrasonic wave.

次に、平均信号強度が特定の  $d_i/\lambda$  値においてピーク強度を示す理由を考察する。超音波は弾性率の異なる領域間の界面で散乱を起こすことは先述の通りである。その際、弾性率の小さな領域を伝播する超音波が、弾性率の大きな領域との界面に達し後方散乱を生じる場合には、超音波の位相が半波長分ずれる。逆に、弾性率の大きな領域を伝播する超音波が、弾性率の小さな領域との界面で後方散乱を起こす場合には、位相のずれを生じない。本研究で認められた層状組織は、弾性率の異なる 2 種類の組織領域が交互に並んだ構造であり、数値解析に用いた多層粒界モデルにおいても、この構造を模擬した。ここで、後方散乱で生じた超音波（後方散乱波）の位相が一致した場合に、その強度が強め合うと考えられる。もし、後方散乱による位相のずれが生じないとすると、隣り合う界面で生じた後方散乱波の経路差に相当する  $2d_i$  が波長の整数倍となる条件で、後方散乱波の位相が一致する。しかし、今回、観察された層状組織においては、弾性率の小さなマクロゾーン内を伝播する超音波が隣接領域との界面で後方散乱を発生する場合は、後方散乱波の位相が半波長ずれるはずである。この界面は、層状組織において 1 界面おきに存在していることから、 $d_i$  と  $\lambda$  が次の式を満足する場合には、後方散乱波の位相が一致し、信号強度が増幅すると考えられる。ここで、 $m$  は正の整数である。

$$2d_i/\lambda = (m - 1/2) \quad (2-1)$$

そのため、 $d_i/\lambda$  値が特定の値、つまり 0.25 ( $m=1$ ) 近傍でピークを示したと考えられる。数値解析に用いた多層粒界モデルには直線状で無限長の粒界を用い、互いに平行に配列した。そのため、理想的な波の干渉が起こり、式 (2-1) における高次ピーク ( $m=2$ 、 $d_i/\lambda=0.75$ ) も生じたと考えられる。しかし、実験で得られた層状組織の界面は理想的な直線状ではなく平行性も悪い。そのため、実験で得た平均信号強度には高次ピークが認められなかったと考えられる。

結晶組織から生じる後方散乱挙動に関して、Lobkis らは理論解析を行い、集合組織がランダムで伸長した結晶粒から構成される多結晶体から生じる後方散乱

信号強度に対する数値解を提案している[4]。そして、周波数が低い、所謂 Rayleigh 散乱領域 ( $\pi d/\lambda \ll 1$ ) と、周波数が高い、所謂 stochastic 散乱領域 ( $\pi d/\lambda \gg 1$ ) における信号強度を求めている。ここで、 $d$  は結晶粒径 (直径) である。なお、stochastic 散乱領域とは、超音波の減衰定数を表現する際に使用する用語であるが、本論文においては、識別を容易にするため、 $\pi d/\lambda \gg 1$  の散乱領域に対して、この用語を使用する。散乱領域によって後方散乱信号強度に及ぼす組織形状の影響が異なり、Rayleigh 散乱領域では  $V^{1/2}$  に比例し、stochastic 散乱領域では  $d_x^{3/2}$  に比例すると述べている。ここで、 $V$  は結晶粒の体積、 $d_x$  は超音波の伝播方向の結晶粒径 (切片長さ) である[4]。そして、散乱領域が遷移する結晶粒径 ( $d_0$ ) において、後方散乱信号強度が最大値を示すと述べている[4]。最大値を示す  $d_0/\lambda$  値は結晶粒径の変化に係わる前提に依存し、Lobkis らによる理論解[4]によると、例えば、超音波の伝播方向に対して垂直な断面の断面積を一定として  $d$  が変化する場合、 $d_0/\lambda = 0.09$  となる。また、直交する各直径 ( $d_x$ 、 $d_y$ 、 $d_z$ ) の比を一定として  $d_x$  が変化する場合には、 $d_0/\lambda = 0.28$  となる。本研究では、 $d/\lambda = 0.25$  近傍で最大の平均信号強度を示していることから、Lobkis らの理論解と良い一致を示す。このことから、本研究で認められた平均信号強度のピークは、散乱領域の遷移によって生じたと考えられる。つまり、 $d/\lambda$  値が 0.25 よりも大きな条件では主に stochastic 散乱によって超音波の後方散乱が起こり、 $d/\lambda$  値が 0.25 よりも小さい条件においては、主に Rayleigh 散乱によって後方散乱が生じたと考えられる。

以上から、後方散乱信号強度を抑制し、超音波探傷性を向上させるためには、 $d/\lambda$  値を 0.25 よりも小さくする必要があることが明らかとなった。今回の数値解析では、Fig. 2-7 の観察結果をもとに、マクロゾーンと隣接領域との厚みを同程度として層状組織をモデル化した。但し、形成されるマクロゾーンの厚みによっては隣接領域との厚みの比率が変化する、つまり層状組織の形態が変化することが想定される。しかし、層状組織の形態によって後方散乱信号強度の最大値を示す  $d/\lambda$  値が変化するものの、散乱の原理に基づくと、マクロゾーンを微細化

することで散乱領域を Rayleigh 散乱に遷移させられ、超音波探傷性を改善できると考えられる。

#### 2. 3. 4. 予想されるマクロゾーンの形成過程

後方散乱信号の発生を抑制するためには、超音波の伝播方向に対して垂直に伸びるマクロゾーンの形成を抑制し、散乱挙動の遷移域を下回るように、マクロゾーンを微細化する必要があることが明らかとなった。そこで、本章で得られた実験結果をもとに、 $\beta$  単相域での熱間鍛造とその後の熱処理におけるマクロゾーンの形成過程について検討する。

$\beta$  単相域でのアップセット鍛造において、圧下率が 50%以上となると、 $\{111\}_\beta$  極//FA、 $\{001\}_\beta$  極//FA の熱間圧縮集合組織が発達する。そして、熱間鍛造後の冷却過程において、 $\beta \rightarrow \alpha$  変態により板状 1 次  $\alpha$  が生成する。形成される板状 1 次  $\alpha$  の結晶方位は  $\beta$  母相との間に BOR を満足し、 $\{0001\}_\alpha$  と  $\{110\}_\beta$  が面平行関係を有し、 $\theta = 90^\circ$  の方位成分の 1 次  $\alpha$  により、マクロゾーンが形成される。1 つの  $\beta$  結晶粒に含まれる  $\{110\}_\beta$  極の数は 6 個である。Figure 2-9(d,e)に示した標準投影図から分かる通り、 $\{111\}_\beta$  極//FA、及び  $\{001\}_\beta$  極//FA の集合組織において、 $\theta = 90^\circ$  に配向する  $\{110\}_\beta$  極の数は、それぞれ 3 個と 2 個であり、いずれも全体 (6 個) の半数以下である。つまり、全ての方位が等価な確率で出現すれば、マクロゾーンは形成されない。そのため何等かのバリエーションが生じていることは明らかである。この点については、第 3 章で議論する。

Figure 2-1 で言及した通り、本研究で調査した鍛造材の組織は粒界  $\alpha$ 、板状 1 次  $\alpha$ 、板状 2 次  $\alpha$  の 3 種類の  $\alpha$  相と、残留  $\beta$  相で構成される。これまでは、板状 1 次  $\alpha$  に着目して議論してきた。粒界  $\alpha$  については、板状 1 次  $\alpha$  と同様に熱間鍛造後の  $\beta \rightarrow \alpha$  変態で形成され、 $\beta$  母相との間に BOR を満足すると考えられる。時効熱処理で形成される板状 2 次  $\alpha$  の結晶方位について、本研究では詳細に議論していない。粒状  $\alpha$  を 1 次  $\alpha$  とするチタン合金において、時効熱処理で形成さ

れる板状 2 次  $\alpha$  のバリエント選択が検討されており、板状 2 次  $\alpha$  の結晶方位は、既に存在している粒状 1 次  $\alpha$  と同じ結晶方位を選択し易いことが報告されている[5,6]。本研究における 1 次  $\alpha$  の形態は板状であるが、時効熱処理過程において同様のバリエント選択が起こっていると考えられ、熱間鍛造後の  $\beta \rightarrow \alpha$  変態で形成した板状 1 次  $\alpha$  の局所集合組織の集積度を強め、マクロゾーン形成に寄与していると考えられる。

## 2. 4. 結言

本章では、板状  $\alpha$  組織の形態で使用される典型的な高強度合金 Ti-6246 に対して、 $\beta$  単相域での熱間鍛造で形成されるマクロゾーンの特徴を調査し、超音波の後方散乱挙動に及ぼす影響を検討した。明らかになった知見は以下の通りである。

(1)  $\beta$  単相域で圧下率 50%以上のアップセット鍛造を施すことで、 $\alpha$  相の  $c$  軸が鍛造軸に対して垂直に配向した粗大な局所集合組織を有する組織ドメイン、つまりマクロゾーンが形成される。

(2) マクロゾーンの形態は鍛造軸に対して垂直に伸長しており、マクロゾーン形成の結果、層状組織が形成される。マクロゾーンは、 $\beta$  単相域での熱間鍛造における  $\beta$  相の熱間圧縮集合組織の発達に起因し、その後の冷却過程での  $\beta \rightarrow \alpha$  変態で何らかのバリエント選択が起こり、形成されることが考えられる。

(3) 板状  $\alpha$  の  $c$  軸と鍛造軸方向とのなす角度 ( $\theta$ ) に着目すると、マクロゾーンは  $\theta = 90^\circ$  の板状  $\alpha$  で主に構成されているが、その隣接領域は  $\beta$  相の熱間圧縮集合組織と BOR から想定される 3 種類 ( $35.4^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ ) の  $\theta$  の板状  $\alpha$  で主に構成される。マクロゾーンと隣接領域は、構成する板状  $\alpha$  の  $\theta$  の違いに起因して

弾性率の変化が生じ、鍛造軸に対して平行に伝播する超音波の後方散乱が生じる。

(4) 数値解析の結果を考慮することで、後方散乱信号強度は  $d_i/\lambda$  値に依存して変化し、周波数によらず  $d_i/\lambda=0.25$  で最大値を示すと考えられる。ここで、 $d_i$  は平均層厚み ( $\mu\text{m}$ )、 $\lambda$  は波長 ( $\mu\text{m}$ ) である。

(5)  $d_i/\lambda$  値が 0.25 よりも大きな条件領域では、stochastic 散乱によって超音波の後方散乱が起こるため、 $d_i$  の減少に伴い信号強度が増加する。一方、 $d_i/\lambda$  値が 0.25 を下回ると、散乱挙動が Rayleigh 散乱に遷移し、更なる  $d_i$  の減少により後方散乱信号強度が減少する。

(6) マクロゾーンを微細化することで、散乱挙動を Rayleigh 散乱に遷移でき、鍛造材から生じる後方散乱信号強度を低減できる、つまり、超音波探傷性を向上できると考えられる。

## 第 2 章 参考文献

- [1] M.M. Attallah, S. Zabeen, R.J. Cernik and M. Preuss: *Mater. Charact.*, 2009, vol. 60, pp. 1248-1256.
- [2] W.G. Burgers: *Physica*, 1934, vol.1, pp.561-586.
- [3] E.S. Fisher and C.J. Renken: *Physical Review*, 1964, vol. 135, pp. 482-494.
- [4] O.I. Lobkis, L. Yang, J. Li and S.I. Rokhlin: *Ultrasonics*. 2012, vol. 52, pp. 694-705.
- [5] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher and M. Jahazi: *Acta Mater.*, 2005, vol. 53, pp. 3535-3543.
- [6] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Vo, M. Jahazi and P. Bocher: *Acta Mater.*, 2008, vol. 56, pp. 4298-4308.

## 第3章

### 高強度合金 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo の $\beta$ 単相域での熱間鍛造で形成されるマクロゾーンの形成メカニズムと微細化指針（板状 $\alpha$ 組織）

#### 3. 1. 緒言

前章にて、Ti-6246 合金に  $\beta$  単相域で熱間鍛造を施すことで形成されるマクロゾーンの特徴を調査し、超音波の後方散乱挙動に及ぼす影響を検討した。その結果、後方散乱信号強度を低減するためには、マクロゾーンの微細化が有効であることを示した。板状 1 次  $\alpha$  は、 $\beta$  単相域での熱間鍛造後の冷却過程における  $\beta \rightarrow \alpha$  変態により形成される。その際、何らかの理由でバリエーション選択が起こり、マクロゾーンが形成されることが示唆されたが、その詳細は不明である。

本章では、板状  $\alpha$  組織を有する Ti-6246 合金の超音波探傷性を向上するため、マクロゾーンの微細化指針を提示する。そのために、マクロゾーンの形成メカニズムを、 $\beta \rightarrow \alpha$  変態時のバリエーション選択に着目して検討する。その上で、マクロゾーンの微細化に及ぼすプロセス因子の影響を明らかにし、超音波探傷性の向上効果を検証する。

#### 3. 2. バリエーション選択に関する従来知見

チタン合金の  $\beta \rightarrow \alpha$  変態において、生成相の  $\alpha$  相は  $\beta$  母相と Burgers の方位関係 (BOR)、つまり  $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$ 、 $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  を満足することが知られている[1]。BOR には 12 通りのバリエーションが存在し、1 つの  $\beta$  結晶粒から 12 通りの異なる結晶方位を有する  $\alpha$  相が形成しうる。BOR の一例として、面平行関係を有する  $(110)_\beta$  と  $(0001)_\alpha$  を面法線方向から見た模式図を Fig. 3-1(a,b) に示す[2]。1 つの  $\{110\}_\beta$  面内には、2 通りの方向平行関係 ( $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ ) を取りうる。Fig. 3-1(a) では  $[\bar{1}11]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$  が、(b) では  $[1\bar{1}1]_\beta // [\bar{2}110]_\alpha$  が方向平行関係を有する。1 つの  $\{110\}_\beta$  面における 2 つの  $\langle 111 \rangle_\beta$  方向間の角度差は  $70.5^\circ$  であるのに対し

て、 $\{0001\}_\alpha$  面内の  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  方向間の角度差は  $60^\circ$  である。そのため、Fig. 3-1(a,b) に示す 2 つの異なる  $\alpha$  相バリエントの方位差は  $10.5^\circ$  である。図中に板状  $\alpha$  の成長方向と一致する invariant line ( $\langle \bar{3}35 \rangle_\beta$ ) を示す。両バリエントの invariant line の角度差は約  $80.6^\circ$  である。つまり、板状  $\alpha$  の方位差は  $10.5^\circ$  と小さいものの、成長方向は大きく異なる。BOR を満足する  $\alpha$  相と  $\beta$  相の界面構造の模式図を Fig. 3-2 に示す[2]。巨視的なブロード面（晶癖面）は  $\{11, \bar{1}1, 13\}_\beta$  である。このブロード面を微視的に見ると、低エネルギー面である  $\{1\bar{1}2\}_\beta // \{10\bar{1}0\}_\alpha$  がテラス状に形成されており、サイドファセットを  $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$  が構成する[2-4]。

粒界は優先核生成サイトであり、その性格により選択されるバリエントが強く規制される。チタン合金に限らない一般的な規制則として、まず第 1 に、生成相は片側の母相と特定の結晶方位関係を持つが、反対側の母相とも結晶方位関係からのずれを小さくするようなバリエントが優先的に選択される[5-8]。次に粒界上の生成相は、核生成に必要な活性化エネルギーを下げるため、低エネルギー界面が粒界面にできるだけ平行な、つまり低エネルギー界面で粒界面をできるだけ広く覆えるバリエントが選択される。これは Lee ら[9-10]による理論計算、並びに、飴山ら[5]による 2 相ステンレス (Fe-25Cr-6Ni) の時効熱処理における  $\alpha$  母相 (bcc 構造) 粒界での  $\gamma$  相 (fcc 構造) の析出に関する実験的検討で示されている。β 型チタン合金 (Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al) の時効析出においても、古原らが[6,7]類似のバリエント規制則を示しており、β 母相粒界に形成される針状  $\alpha$  相の結晶方位は、代表的な 2 種類の低エネルギー界面 ( $\{1\bar{1}2\}_\beta // \{10\bar{1}0\}_\alpha$ ,  $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$ ) に共通する最密方向  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  が粒界面に平行に近いバリエントが優先的に選択されると報告している。更に、チタン合金に特有の規制則として、隣接する β 粒の  $\{110\}_\beta$  極が互いに平行となる共通  $\{110\}_\beta$  (角度差が  $10^\circ$  以下) を形成する場合、粒界  $\alpha$  の  $\{0001\}_\alpha$  極が共通  $\{110\}_\beta$  に平行となるバリエントが選択され易いことが頻りに報告されている[2,11-16]。Bhattacharyya らは[2]、その理由として、 $\{110\}_\beta$  と  $\{0002\}_\alpha$  の格子面間隔が近く、粒界  $\alpha$  の形成に伴い新たに生じ

る  $\alpha/\beta$  界面の界面エネルギーを最小化できるためと考察している。つまり、粒界  $\alpha$  は一方の  $\beta$  粒と BOR を満足するが、 $\{0001\}_\alpha$  が共通  $\{110\}_\beta$  に平行なバリエーションを選択することで、BOR を満足しない逆側の  $\beta$  粒ともできるだけ整合性を保ち、 $\alpha/\beta$  界面エネルギーを最小化できると説明している。粒界  $\alpha$  形成後は、 $\beta$  粒内に向かって板状  $\alpha$  が形成・成長するが、板状  $\alpha$  の結晶方位についても同様の理由で粒界  $\alpha$  と共通の  $\{0001\}_\alpha$  が選択され易いと考察している。このように、チタン合金の相変態において、バリエーション選択が頻繁に起こることが知られている。

バリエーション多様化の一般的な方法としては、粒界の湾曲化（初期粒径の細粒化、ひずみ誘起粒界移動等）、粒界への加工欠陥の導入、及び粒界析出物の活用が知られている[7,17]。本研究の対象である航空機向けチタン合金鍛造材において、粒界析出物は破壊の起点になる懸念があるため、その活用は好ましくない。更に、熱間鍛造後の  $\beta$  粒組織が母相であり、加工欠陥の導入は既に活用済みと見なせる。そこで、本研究では鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化とひずみ誘起粒界移動による粒界湾曲化に着目する。詳細は、3.4 節で改めて述べる。

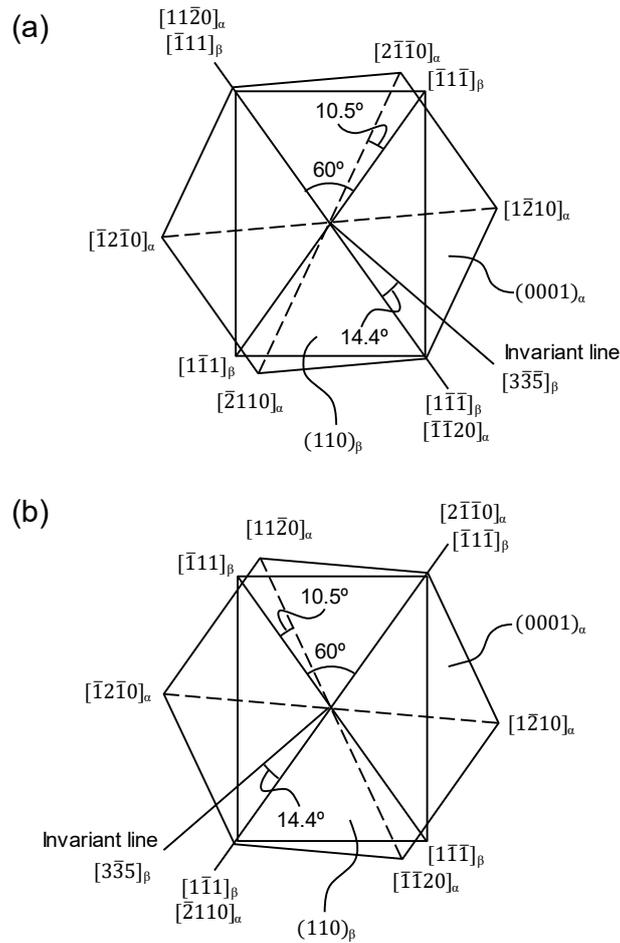


Fig. 3-1 Schematic illustrations showing  $(110)_\beta$  and  $(0001)_\alpha$  which maintain the Burgers orientation relationship (BOR). (a) Variant 1 and (b) variant 2.

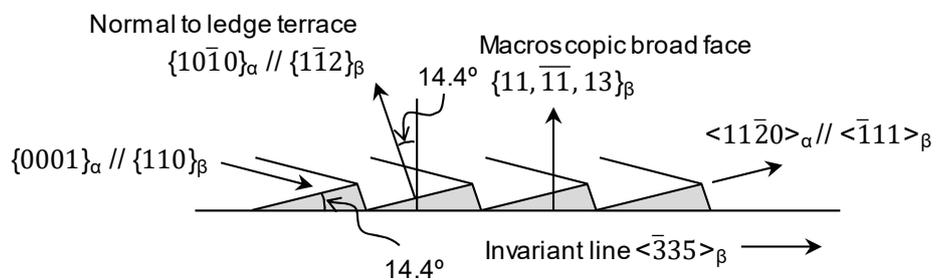


Fig. 3-2 Structure of the interface between  $\alpha$  phase and  $\beta$  phase which hold the BOR.

### 3. 3. 実験方法

#### 3. 3. 1. バリエント解析

マクロゾーンの形成メカニズムを検討するため、第 2 章においてマクロゾーンの形成が認められた鍛造材 FR50 と FR67 に対して、Fig. 2-7(c,d)に示した EBSD 測定結果をもとにバリエント解析を行った。バリエント解析には、HKL 社のソフトウェア (Channel 5™) を用い、 $\theta$  に対して色付けた TA マップ (tilt angle map) から解析対象とする視野を切り取り、 $\alpha$  相の TA マップ、band contrast 像、 $\alpha$  相と  $\beta$  相の IPF マップ、及び  $\alpha$  相と  $\beta$  相の正極点図を出力し、 $\alpha$  相と  $\beta$  相の結晶方位関係を調べた。 $\alpha$  相の TA マップと IPF マップは、方位差が  $2^\circ$  以上の境界 ( $2^\circ$  粒界) を黒色線で描いた。旧  $\beta$  粒界の位置は、band contrast 像の像コントラストに加え、旧  $\beta$  粒界の両側の  $\beta$  粒内に形成される板状  $\alpha$  の成長方向が異なることを考慮して判断した。しかし、鍛造後の組織であるため、旧  $\beta$  粒界が不明瞭な場合も多く、その場合は、 $\beta$  相の IPF マップも参考に旧  $\beta$  粒界の位置を推定した。粒界  $\alpha$  は、隣接する  $\beta$  粒内に形成される板状  $\alpha$  とは成長方向が異なり、 $2^\circ$  粒界で周囲を囲まれた領域と定義して解析した。但し、 $2^\circ$  粒界が一部欠落している場合も、band contrast 像における組織像をもとに粒界  $\alpha$  と判別したものもある。 $\beta$  粒内に形成された板状  $\alpha$  に対して、 $\alpha$  相の正極点図をもとに、各集積極の測定点を手動で抽出し、結晶方位が同一の板状  $\alpha$  の空間分布を調べた。変形により極の集積が分散しており分離が難しい場合には、 $\alpha$  相の IPF マップをもとに、板状  $\alpha$  の成長方向が類似の領域の測定点を手動で抽出し、結晶方位を解析した。選択領域内の結晶方位変化、及び正極点図の極間の角度差も求めた。

#### 3. 3. 2. 鍛造材の作製

マクロゾーン微細化に及ぼすプロセス因子の影響を検討するため、第 2 章と同じ要領で鍛造材を作製した。その際、バリエント多様化の手段として、鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化とひずみ誘起粒界移動による粒界湾曲化に着目し、鍛造条件を変

更した。ひずみ誘起粒界移動を発現させる手段としては、鍛造時のひずみ速度低減の効果を検討した。

検討に用いた Ti-6246 合金の  $\beta$  トランザス ( $T_\beta$ ) は約  $965^\circ\text{C}$  であり、アップセット鍛造時の圧下率を 67% とした。鍛造前  $\beta$  粒径を実測する目的で、圧下は行わず (圧下率 0%) 鍛造材と同じ熱履歴のみを与えた素材も作製した。初期素材の形状は第 2 章と同じである。鍛造前  $\beta$  粒径は、第 2 章で用いた  $700\ \mu\text{m}$  を基準に  $400\ \mu\text{m}$  と  $300\ \mu\text{m}$  の 3 水準を検討した。 $\beta$  粒径の調整方法は第 2 章と同じ要領であり、初期素材を  $\beta$  単相域の  $1050^\circ\text{C}$  ( $T_\beta + 85^\circ\text{C}$ ) に加熱し、 $\beta$  粒径がおよそ  $300\ \mu\text{m}$ 、 $400\ \mu\text{m}$ 、 $700\ \mu\text{m}$  となるように保持時間を調整した。アップセット鍛造時のひずみ速度はクロスヘッド移動速度で制御し、第 2 章と同じ  $1800\ \text{mm/min}$  に加えて、1 桁遅い  $180\ \text{mm/min}$  の 2 水準の条件を用いた。クロスヘッド移動速度は鍛造終了まで一定であり、初期ひずみ速度はそれぞれ  $0.17\ \text{s}^{-1}$ 、 $0.017\ \text{s}^{-1}$  である。その他、鍛造温度や鍛造後の溶体化時効熱処理の条件は、第 2 章と同じである。アップセット鍛造後に溶体化時効熱処理を施した素材を鍛造材と称する。

3.4.4.節以降において、鍛造前  $\beta$  粒径  $300\ \mu\text{m}$ 、 $400\ \mu\text{m}$ 、 $700\ \mu\text{m}$  とし、初期ひずみ速度  $0.17\ \text{s}^{-1}$  で鍛造した鍛造材をそれぞれ FG3F、FG4F、FG7F と称し、また初期ひずみ速度  $0.017\ \text{s}^{-1}$  で鍛造した鍛造材をそれぞれ FG3S、FG4S、FG7S と称することとする。なお、鍛造材 FG7F は第 2 章の鍛造材 FR67 と同一鍛造材であり、3.4.2.節までは前章と表現を一致させ鍛造材 FR67 と称する。

### 3. 3. 3. 鍛造材の評価

マクロゾーンの形成状態を調べるため、第 2 章と同じ方法で EBSD 測定を行った。マクロゾーンの形成に及ぼす鍛造前  $\beta$  粒径とひずみ速度の影響を調べるため、鍛造材 FG3F、FG7S、FG3S に対して、3.3.1.節と同じ要領でバリエーション解析を行った。そして、鍛造材の超音波探傷性を調べるため、第 2 章と同じ方法で後方散乱信号強度を評価した。

### 3. 4. 実験結果・考察

#### 3. 4. 1. 共通 $\{110\}_\beta$ の形成条件に関する予備検討

第2章の検討結果から、 $\beta$ 単相域での熱間鍛造後には、 $\beta$ 粒が鍛造軸に対して垂直に伸びた形状で、 $\{111\}_\beta$ 極//FAと $\{001\}_\beta$ 極//FA（FA：鍛造軸）の熱間圧縮集合組織が形成されていた(Fig. 2-9)。以後、本章では、 $\{111\}_\beta$ 極が鍛造軸方向に配向する $\beta$ 粒を” $\beta$ 粒 I ( $\beta$ -grain I)”、 $\{001\}_\beta$ 極が鍛造軸方向に配向する $\beta$ 粒を” $\beta$ 粒 II ( $\beta$ -grain II)”と称することとする。 $\beta$ 粒 I と  $\beta$ 粒 II から成る  $\beta$ 粒組織において、 $\beta$ 粒界を形成する隣接  $\beta$ 粒の組合せを Table 3-1 に示す。C1 は  $\beta$ 粒 I と  $\beta$ 粒 II が、C2 は  $\beta$ 粒 I 同士が、そして C3 は  $\beta$ 粒 II 同士が隣接する  $\beta$ 粒の組合せである。先述の通り、 $\beta \rightarrow \alpha$  変態のバリエーション選択において、共通 $\{110\}_\beta$ の形成が重要な影響因子である。そこで、Table 3-1 に示す各  $\beta$ 粒の組合せに対して、共通 $\{110\}_\beta$ の形成条件を検討した。

Table 3-1 Identification of combinations of adjacent  $\beta$ -grains in Ti-6246 samples that consist of  $\beta$ -grain I and  $\beta$ -grain II.  $\beta$ -grain I and  $\beta$ -grain II represent  $\beta$ -grains whose  $\{111\}_\beta$  pole and  $\{001\}_\beta$  pole is parallel to the forging axis direction, respectively.

ID	Combination of adjacent $\beta$ -grains	
C1	$\beta$ -grain I	$\beta$ -grain II
C2	$\beta$ -grain I	$\beta$ -grain I
C3	$\beta$ -grain II	$\beta$ -grain II

検討には{111}標準投影図と{001}標準投影図を用いた。投影図の中央が鍛造軸方向と一致し、外周部が鍛造軸に対して垂直な方向と見なす。第2章で認められたマクロゾーンは $\alpha$ 相のc軸と鍛造軸方向とのなす角度( $\theta$ )が $90^\circ$ 近傍の板状 $\alpha$ で構成されていた。そのため、各投影図における外周部の{110}極に着目する。 $\beta$ 粒の組合せC1に対する検討結果をFig. 3-3に示す。Figure 3-3(a)は{111}標準投影図と{001}標準投影図を重ね合わせた模式図であり、図の簡潔化のため外周部に位置する{110}極とそれらに対応する大円のみを描いている。そして、{001}標準投影図にある2つの{110}極をそれぞれ極i、極ii、{111}標準投影図にある3つの{110}極をそれぞれ極I、極II、極IIIと記す。{001}標準投影図の回転角度を $\varphi$ とし、Fig. 3-3(a)の{001}標準投影図において、大円を実線で示した状態を $\varphi = 0^\circ$ とする。そして、{111}標準投影図を固定し、{001}標準投影図を右回りに回転させることで、共通{110} $_{\beta}$ の形成条件を検討した。

極iと極iiは、極I~IIIのいずれかと近接し、各 $\varphi$ における最近接極間の角度差を $\omega_{i\varphi}$ 、 $\omega_{ii\varphi}$ と定義する。なお、 $\omega_{i\varphi}$ と $\omega_{ii\varphi}$ は絶対値で表す。 $\varphi$ の増加に伴う $\omega_{i\varphi}$ と $\omega_{ii\varphi}$ の変化をFig. 3-3(b)に示す。 $\varphi = 0^\circ$ において、極iは極Iと、また極iiは極IIIと最近接であり、 $\omega_{i0}$ と $\omega_{ii0}$ はいずれも $15^\circ$ である。まず $\omega_{i\varphi}$ に着目する。 $\varphi$ の増加に伴い極iは極Iから離れ、 $\varphi = 15^\circ$ で極Iと極IIの両方の極に最近接な関係となり、 $\omega_{i15} = 30^\circ$ に達する。更なる $\varphi$ の増加で極iは極IIに近づくため、 $\omega_{i\varphi}$ は減少に転じる。つまり、最近接極間の角度差は $30^\circ$ が最大である。次に $\omega_{ii\varphi}$ に着目する。 $\varphi$ の増加に伴い極iiは極IIIに近づくため、 $\omega_{ii\varphi}$ は減少する。 $\varphi = 15^\circ$ で極IIIと重なり合い、 $\omega_{ii15} = 0^\circ$ となる。つまり、共通{110} $_{\beta}$ を形成する。更なる $\varphi$ の増加で極iiは極IIIから離れるため、 $\omega_{ii\varphi}$ は増加に転じる。同様の検討を行うことで、 $\varphi$ の変化に伴いFig. 3-3(b)に示す角度差が生じることが分かる。一般的に、近接する{110} $_{\beta}$ の角度差が $10^\circ$ 以下の場合に共通{110} $_{\beta}$ と見なされる。そこで、角度差 $0^\circ$ となる $\varphi$ から前後 $10^\circ$ の角度差を許容した $\varphi$ の範囲を共通{110} $_{\beta}$ の形成条件とし、該当範囲をFig. 3-3(b)中にハッチングで示す。 $\beta$ 粒Iと $\beta$ 粒IIが隣接する $\beta$ 粒の組合せ

C1において、鍛造軸に対して垂直な方向に面法線が配向する $\{110\}_\beta$ 面が、2/3の  
高い確率で共通 $\{110\}_\beta$ を形成することが分かる。

同様の検討を $\beta$ 粒の組合せ C2 及び C3 に対して行った。 $\beta$ 粒 I 同士が隣接する  
組合せ C2 において、 $\varphi = 0^\circ, 60^\circ$ の2条件で互いの $\{110\}_\beta$ 極が重なり合う。 $\varphi =$   
 $0^\circ$ は同一結晶を意味し、前後 $10^\circ$ の角度差を考慮すると、形成される粒界はサブ  
バウンダリーである。そのため、優先核生成サイトとしての働きは弱いと考えら  
れる。 $\varphi = 60^\circ$ は、Shi ら[8]が述べている通り、隣接する $\beta$ 粒は双晶関係であり、  
 $\beta$ 粒界（双晶界面）を挟んで両側の $\beta$ 粒に同一方位の $\alpha$ 相が形成されうるとの報  
告がある[13]。なお、この界面は、 $\langle 111 \rangle$ 軸回りに $60^\circ$ 回転させて形成される $\Sigma 3$   
対応粒界である。bcc 構造のチタンにおける、この $\Sigma 3$ 対応粒界の粒界エネルギ  
ーは不明であるが、同じ bcc 構造のモリブデンにおける粒界エネルギーは、他の  
構造の粒界と比べて特別低い値ではないとの報告がある[19]ことから、チタンに  
おいて核生成サイトとして働くと推察される。

$\beta$ 粒 II 同士が隣接する $\beta$ 粒の組合せ C3 では、 $\varphi = 0^\circ$ の場合でのみ、互いの  
 $\{110\}_\beta$ 極が重なり合う。前後 $10^\circ$ の角度差を考慮すると、形成される粒界はサブ  
バウンダリーであり、優先核生成サイトとしての働きは弱いと考えられる。

以上の検討では、鍛造軸に対して垂直な方向の $\{110\}_\beta$ 極のみを対象とした。こ  
の他に、 $\beta$ 粒 I と $\beta$ 粒 II にそれぞれ存在する、 $\theta = 35.4^\circ$ と $\theta = 45^\circ$ の $\{110\}_\beta$ 極同士  
が近接する可能性を検討した。 $\beta$ 粒の組合せ C1 において、最近接の回転角度と  
なっても、共通 $\{110\}_\beta$ のクライテリア上限に近い $9.6^\circ$ の角度差があることから、  
実質的に共通 $\{110\}_\beta$ を形成する可能性は低いと考えられる。

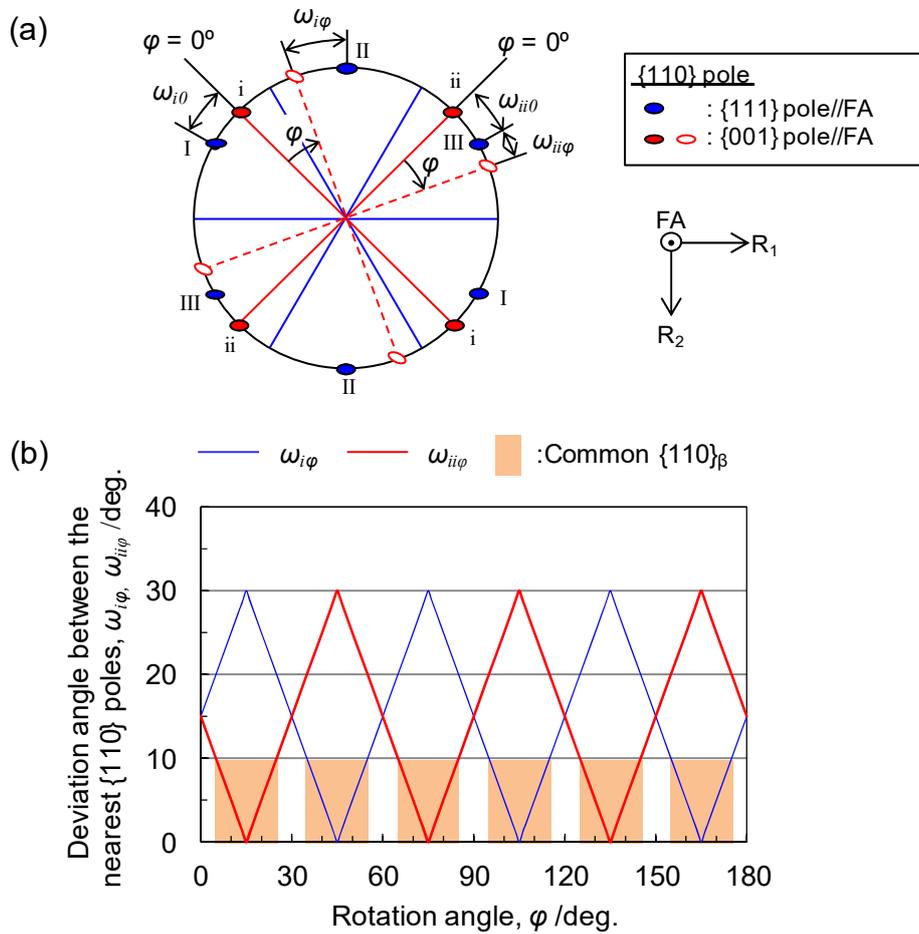


Fig. 3-3(a) Definition of rotation angle ( $\varphi$ ) and deviation angles ( $\omega_{i\varphi}$  and  $\omega_{ii\varphi}$ ) at each  $\varphi$ .  $\varphi$  is the rotation angle about the forging axis direction (FA) in {001} projection.  $\omega_{i\varphi}$  and  $\omega_{ii\varphi}$  are the deviation angles between the nearest {110} poles perpendicular to the FA in {111} and {001} projections. {110} poles perpendicular to the FA and corresponding large circles are depicted in (a). (b) Deviation angles as a function of the  $\varphi$ . Range of the  $\varphi$  generating the common {110}<sub>β</sub> poles are indicated by hatching in the figure.

$\beta$  粒 I と  $\beta$  粒 II は、鍛造軸に対して垂直に面法線方向が配向する  $\{110\}_\beta$  面を有する。それらの  $\{110\}_\beta$  面と BOR を満足する  $\alpha$  相の方位を模式的に Fig. 3-4 に示す。面平行関係の  $(110)_\beta$  と  $(0001)_\alpha$  を法線方向から見た図であり、 $\langle\bar{1}11\rangle_\beta$  と invariant line の  $\langle\bar{3}35\rangle_\beta$  を図示している。 $(0001)_\alpha$  面内に描いた 3 本の直線は  $\langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$  を表しており、方向平行関係を満足する  $\langle\bar{1}11\rangle_\beta$  と  $\langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$  を太い黒線で描いている。1 つの  $\{110\}_\beta$  面内には 2 通りの方位の異なる  $\alpha$  相が形成可能で、 $\beta$  粒 I 内に形成される  $\alpha$  相において、方向平行関係を有する  $\langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$  方向が鍛造軸方向と一致する  $\alpha$  相方位を  $OR_i$ 、もう一方の  $\alpha$  相方位を  $OR_{ii}$  と定義する。 $\alpha$  相の成長方向について、 $OR_i$  は鍛造軸方向に近く、 $OR_{ii}$  は鍛造軸に対して垂直な方向に近い。また、 $OR_i$  と  $OR_{ii}$  を鍛造軸回りに  $180^\circ$  反転させた  $\alpha$  相方位を  $OR_i'$  と  $OR_{ii}'$  として便宜的に区別して定義する。 $\beta$  粒 II 内に形成される 2 通りの  $\alpha$  相方位において、方向平行関係を有する  $\langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$  と鍛造軸との角度差はいずれも  $54.7^\circ$  と同じである。ここでは、図中で右下方向に向く  $\langle\bar{1}11\rangle_\beta$  (図では  $[\bar{1}1\bar{1}]$ ) と方向平行関係を有する  $\alpha$  相方位を  $OR_{iii}$ 、右上方向に向く  $\langle\bar{1}11\rangle_\beta$  (図では  $[\bar{1}11]$ ) と方向平行関係を有する  $\alpha$  相方位を  $OR_{iv}$  と定義する。

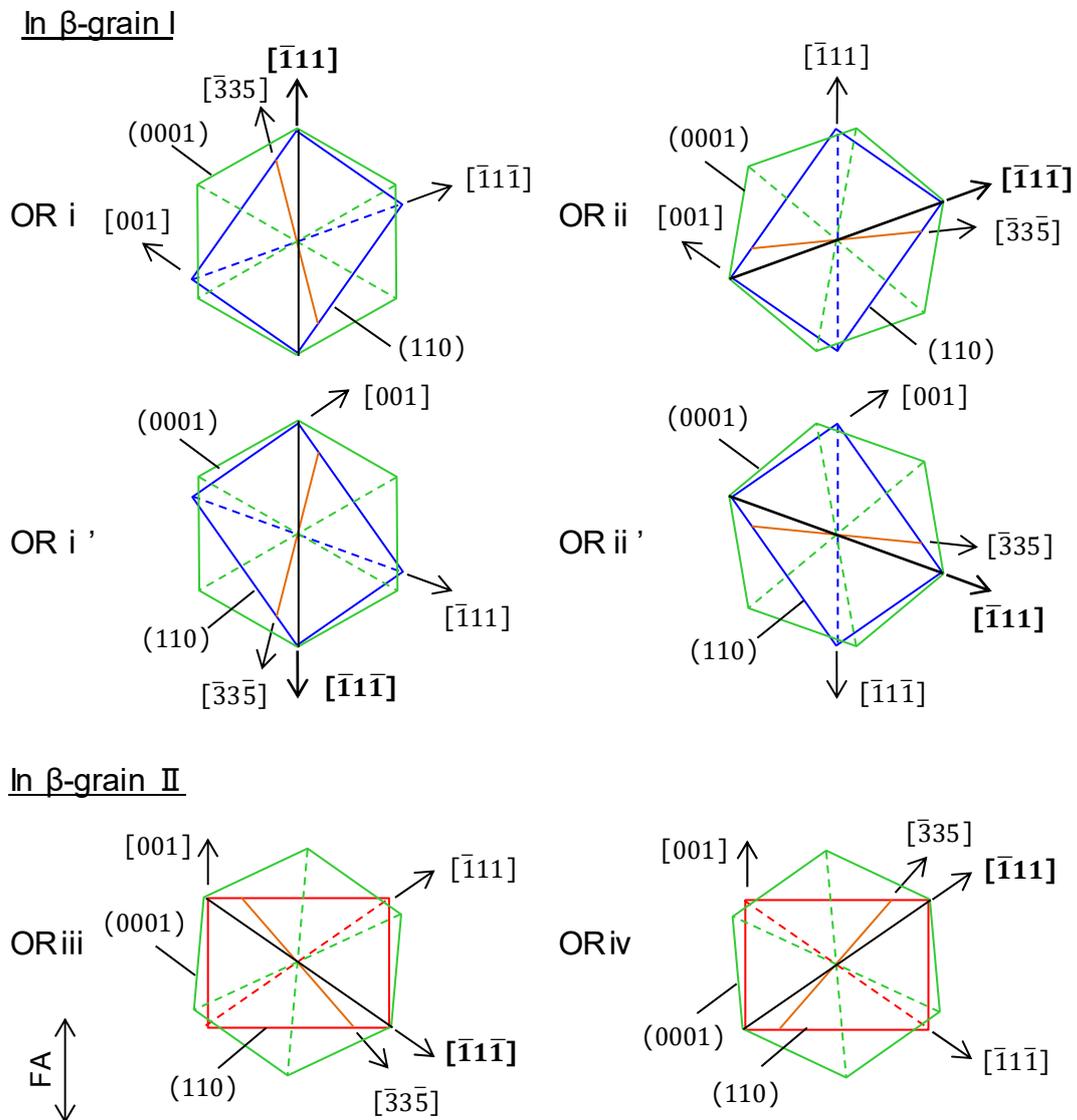


Fig. 3-4 Schematic illustrations showing  $\alpha$  phase orientations formed in a matrix of either  $\beta$ -grain I or  $\beta$ -grain II when the BOR is maintained.  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ ,  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  and  $\langle \bar{3}3\bar{5} \rangle_\beta$  on each plane are depicted. Bold lines in the figures indicate directions where there is the parallel relationship between  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  and  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ .

### 3. 4. 2. マクロゾーン形成に及ぼす $\beta \rightarrow \alpha$ 変態時のバリエーション選択の影響

本節では、 $\beta$  単相域での熱間鍛造後の冷却過程における  $\beta \rightarrow \alpha$  変態で形成される  $\alpha$  相の形態と結晶学的特徴を調べ、マクロゾーンの形成メカニズムを検討する。そのために、第 2 章で粗大なマクロゾーンが認められた鍛造材 FR50 と FR67 に対して、EBSD 測定で得た結晶方位情報を詳細に解析した。その結果、2 種類のマクロゾーンが認められた。1 種類目は、旧  $\beta$  粒界を挟んで隣接する両側の  $\beta$  粒に成長する板状  $\alpha$  で構成され、板状  $\alpha$  の成長方向が異なるが、 $\theta = 90^\circ$  で 3 次元的にも方位が類似の組織ドメインであり、共通  $\{110\}_\beta$  を形成する  $\beta$  粒の組合せ C1 で観察された。2 種類目は、 $\alpha$  相の成長方向が異なり、3 次元的にも結晶方位が異なるが、 $\theta = 90^\circ$  の板状  $\alpha$  から構成される組織ドメインである。これは、共通  $\{110\}_\beta$  を形成しない  $\beta$  粒の組合せ C1 及び C2 における  $\beta$  粒 I 側、及び  $\beta$  粒 I 内にて観察された。第 1 章で述べた通り、hcp 構造の弾性率は  $\theta$  に応じて変化する (Fig. 1-9)。そのため、3 次元的にも結晶方位が異なっても、 $\theta$  が類似の  $\alpha$  相の組織ドメインが存在すると超音波の後方散乱を引き起こすため、マクロゾーンと見なせる。本研究では、各マクロゾーンをタイプ A、タイプ B とそれぞれ称することとする。いずれのタイプのマクロゾーンも  $\alpha$  相の  $c$  軸は鍛造軸に対して垂直に配向しており、各マクロゾーンが組み合わさることで、粗大なマクロゾーンが形成されると考えられた。なお、本研究で観察した範囲において、 $\beta$  粒の組合せ C3 にはマクロゾーンの形成は認められなかった。以下に代表的な結果を示す。

#### (1) 3 次元的にも結晶方位が類似のマクロゾーン (タイプ A)

鍛造材 FR50 に観察された典型的なタイプ A のマクロゾーンを Fig. 3-5 に示す。Figure 3-5(a)は  $\theta$  に対して、付記するカラースケールをもとに色付けした TA マップ (tilt angle map) である。Figure 3-5(b-g)は(a)と同視野の(b) band contrast 像、(c)  $\alpha$  相の IPF マップ、(d)  $\beta$  相の IPF マップであり、(e-g)は、それぞれ  $\{110\}_\beta$ 、

{111}<sub>β</sub>、{001}<sub>β</sub> 正極点図である。IPF マップは、併記する標準三角形の色付けをもとに、各測定点の鍛造軸方向の結晶方位を表す。(a-d)において、方位を同定できなかった測定点、並びに方位解析の対象外の相の測定点を黒色で表す。(e-g)の正極点図の色付けは(d)の IPF マップと一致する。鍛造材の鍛造軸方向、及び半径方向は図中に記載した通りである。Figure 3-5(a-c)から分かるように、視野の水平方向に沿って概ね平滑な旧 β 粒界が認められ、図中に“Prior-βGB”と記している。Figure 3-5(d)からは旧 β 粒界を識別できないが、参考として Fig. 3-5(a-c)と同じ位置に旧 β 粒界を記す。Figure 3-5(a)には、c 軸が鍛造軸に対して垂直に配向した（赤色に色付けられた）α 相のマクロゾーンが認められる。旧 β 粒界を挟んで両側の各 β 粒内に、互いに平行に成長した板状 α（通称、サイドプレート）の形成がそれぞれ認められる（Fig. 3-5(b)）。両側の β 粒に形成された板状 α の成長方向は大きく異なるが、α 相の IPF マップにおいて緑色に色付けられており、いずれの β 粒に形成された板状 α も {1120}<sub>α</sub> 極が鍛造軸方向に配向していることが分かる（Fig. 3-5(c)）。隣り合う板状 α が互いに平行に成長した領域内に対して、任意の直線区間の方位変化を調べたが、α 相の方位変化は殆ど認められなかった。本章において、互いに成長方向が同じ隣り合う板状 α の領域をコロニーと呼ぶこととする。旧 β 粒界近傍に着目すると、2°粒界に囲まれた α 相が認められる（Fig. 3-5(b,c)）。これらは粒界 α の一部であり、その形態は旧 β 粒界に沿って、やや不連続的に形成されている。Figure 3-5(b,c)の band contrast 像と α 相の IPF マップを対比すると、β 粒内に形成された板状 α が直接旧 β 粒界に接している箇所も認められる。本研究では、粒界 α の典型例として、2°粒界で囲まれた α 相に着目して方位を解析した。β 粒に着目すると、Fig. 3-5(e-g)の正極点図には、2つの β 粒に対応する青色と赤色の極が認められる。Figure 3-5(d,f)から、旧 β 粒界の下側には {111}<sub>β</sub> 極が鍛造軸方向に配向した β 粒 I が、また Fig. 3-5(d,g)から、旧 β 粒界の上側には、{001}<sub>β</sub> 極が鍛造軸方向に配向した β 粒 II が形成されることが分かる。つまり、β 粒の組合せは C1 である。そして、{110}<sub>β</sub> 正極点図

(Fig. 3-5(e)) に丸印で示す通り、 $\theta=90^\circ$ の2つの $\{110\}_\beta$ 極が共通 $\{110\}_\beta$  (common  $\{110\}_\beta$  poles) を形成している。これらの角度差は $7.8^\circ$ であり、一般的なクライテリア ( $10^\circ$ 以下) より小さかった。

Figure 3-5 に示した板状  $\alpha$  のコロニーと粒界  $\alpha$  の結晶方位を解析した。Fig. 3-6(a-c)は、それぞれ  $\beta$  粒 II 内に形成されたコロニー (colony 1)、粒界  $\alpha$  (GB $\alpha$ )、 $\beta$  粒 I 内に形成されたコロニー (colony 2) に対する解析結果であり、図の左側に示す  $\alpha$  相の IPF マップにおいて、解析対象とした領域をハイライト表示している。各解析対象領域における  $\alpha$  相の結晶方位を $\{0001\}_\alpha$ 、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  正極点図の形式で出力し、Fig. 3-5(e,f)に示した $\{110\}_\beta$ 、 $\{111\}_\beta$  正極点図をそれぞれ重ね合わせて、図の右側に整理している。正極点図上において、BOR ( $\{0001\}_\alpha//\{110\}_\beta$ 、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha//\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$ ) を満足する極を丸印で記す。なお、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha//\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  は方向平行関係であるため、本来は方向の指数で表示した極点図を用いるべきであるが、本研究で検討する面指数 (面の法線方向) においては、方向ベクトルと一致するため、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$ 、 $\{111\}_\beta$  正極点図を用いて方向平行関係を検討することを付記する。Figure 3-6 から分かる通り、colony 1 は  $\beta$  粒 II と、そして粒界  $\alpha$  と colony 2 は  $\beta$  粒 I と BOR を満足しており、いずれの $\{0001\}_\alpha$  面も共通 $\{110\}_\beta$  と面平行関係を有する。ここで興味深いこととして、粒界  $\alpha$  と colony 2 の $\{0001\}_\alpha$  面が選択する $\{110\}_\beta$  面は同じであるものの、方向平行関係を保つ $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  が異なる。つまり、粒界  $\alpha$  の $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  は粒界面に平行に近い $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  と方向平行関係を有するが、colony 2 の $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  は粒界面に対して垂直に近い $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  と方向平行関係を満たす。Figure 3-4 で定義した表記を用いると、colony 1、粒界  $\alpha$ 、colony 2 の  $\alpha$  相方位は、それぞれ ORiii、ORii、ORiである。

領域別に示した Fig. 3-6(a-c)の  $\alpha$  相の方位情報を1つに統合し、Fig. 3-7 に示す。Figure 3-7(a)は  $\alpha$  相の IPF マップであり、対応する $\{0001\}_\alpha$ 、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  正極点図を(b,c)にそれぞれ示す。IPF マップにおいて、解析対象以外の測定点を黒色で表す。Figure 3-7(d,e)は Fig. 3-5(e,f)に示した $\{110\}_\beta$ 、 $\{111\}_\beta$  正極点図である。Figure

3-7(b-e)に示した正極点図には、Fig. 3-6(a-c)に示す各  $\alpha$  相領域の方位、及びそれらが BOR を満足する  $\beta$  相の極をそれぞれ示している。旧  $\beta$  粒界から両側の  $\beta$  粒に形成した板状  $\alpha$  は、母相の  $\beta$  粒が異なり成長方向も大きく異なるが、互いの方位差は小さく、3 次元的に結晶方位が類似している。別途解析した結果、colony 1 と colony 2 の方位差は約  $7^\circ$ であった。この様に、鍛造軸に垂直に面法線方向が配向する  $\{110\}_\beta$  面が共通  $\{110\}_\beta$  を形成する  $\beta$  粒の組合せ C1 において、旧  $\beta$  粒界から両側の  $\beta$  粒内に形成される板状  $\alpha$  (コロニー) の成長方向が異なるものの、 $\theta = 90^\circ$ で 3 次元的にも結晶方位が類似するタイプ A のマクロゾーン形成が認められた。

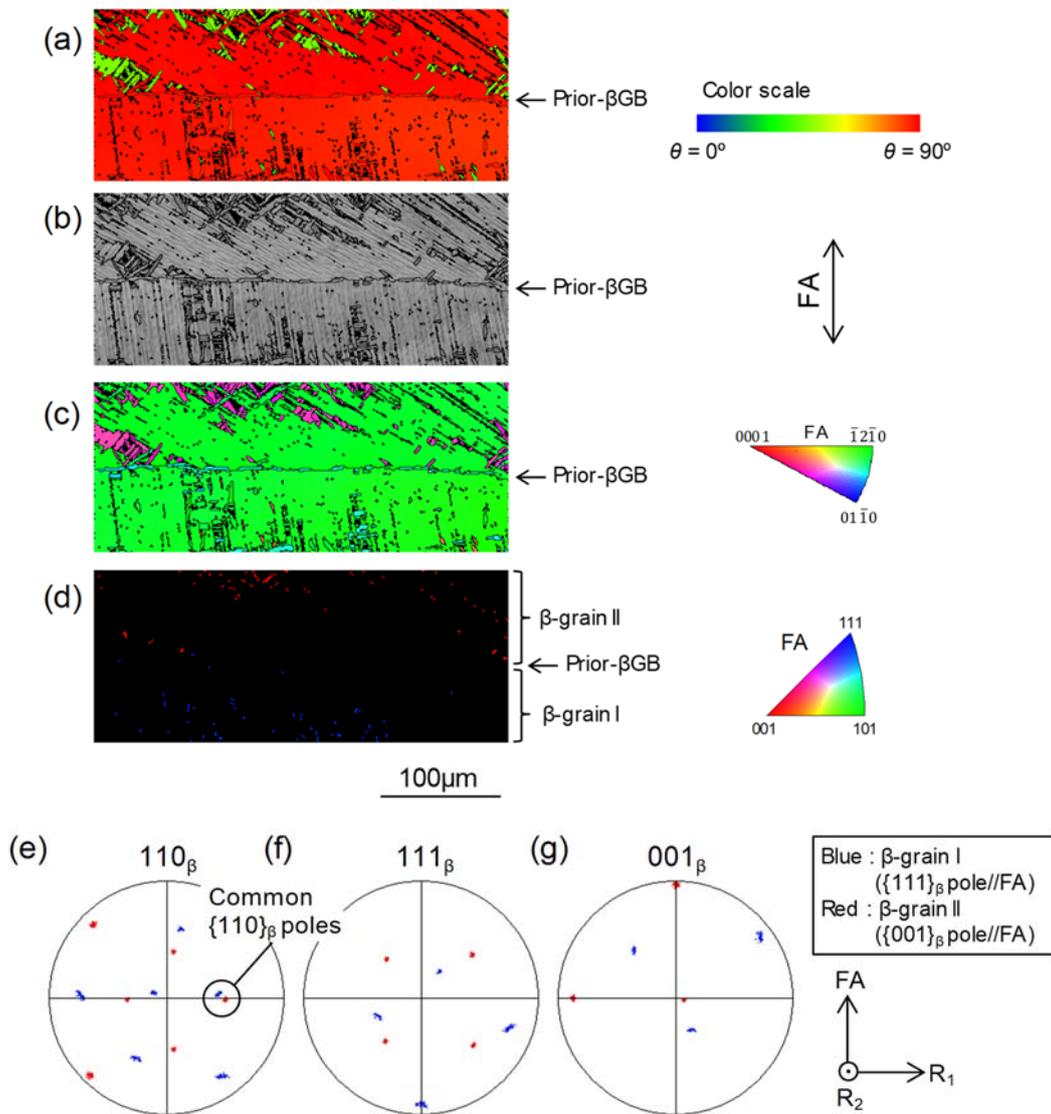


Fig. 3-5 (a) Tilt angle (TA) map of type A macrozones observed in Ti-6246 sample hot-forged to a reduction in height of 50% at an initial strain rate of  $0.17 \text{ s}^{-1}$  at  $1000^\circ\text{C}$  followed by STA. Mean diameter of  $\beta$  grains before hot-forging was  $700 \mu\text{m}$ . Corresponding (b) band contrast image, (c) IPF map of  $\alpha$  phase and (d) IPF map of  $\beta$  phase. Corresponding pole figures of (e)  $\{110\}_\beta$ , (f)  $\{111\}_\beta$  and (g)  $\{001\}_\beta$ . The forging axis (FA) direction and the orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated in the figures.

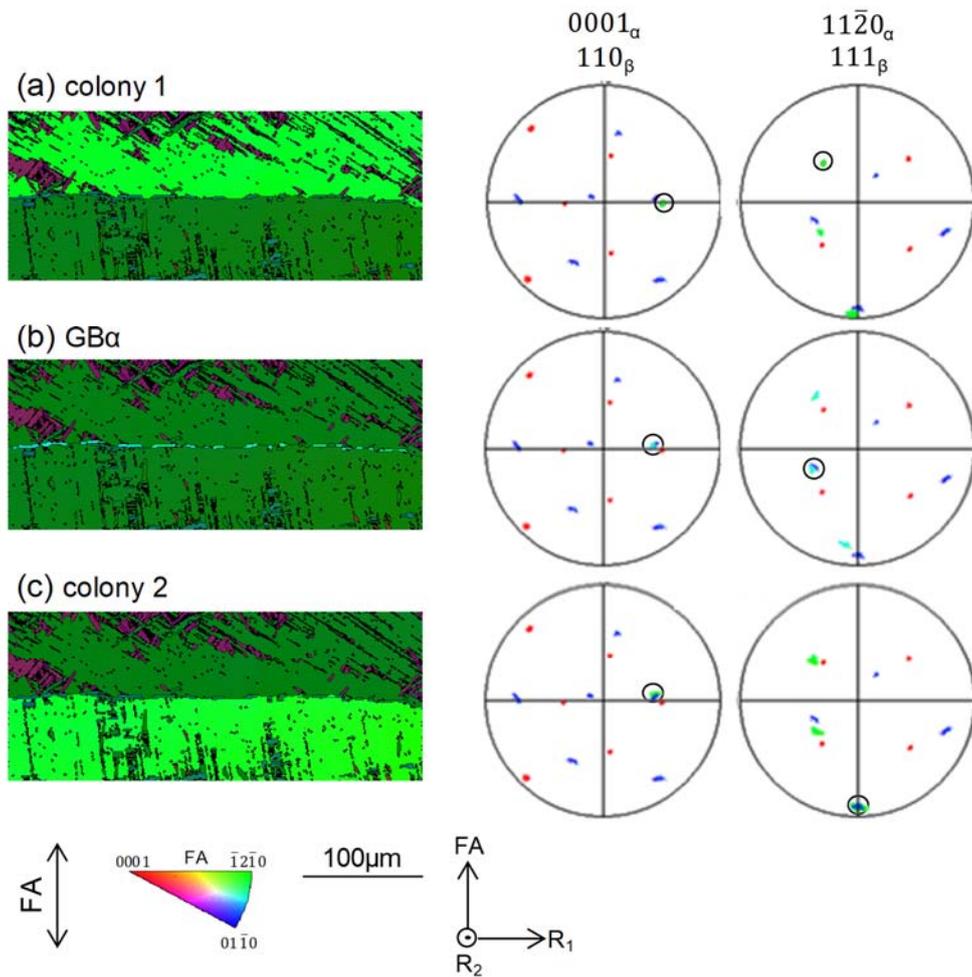


Fig. 3-6 (a) IPF maps of  $\alpha$  phase highlighting colonies of  $\alpha$  platelets growing in the same direction and  $GB\alpha$ . Corresponding (b)  $\{0001\}_\alpha$  and (c)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole figures superimposed on the  $\{110\}_\beta$  and  $\{111\}_\beta$  pole figures shown in Fig. 3-5 (e,f), respectively. (a) colony 1 in  $\beta$ -grain II, (b)  $GB\alpha$  and (c) colony 2 in  $\beta$ -grain I. Circles in the pole figures indicate poles of both  $\alpha$  phase and  $\beta$  phase which maintain the BOR with each other.

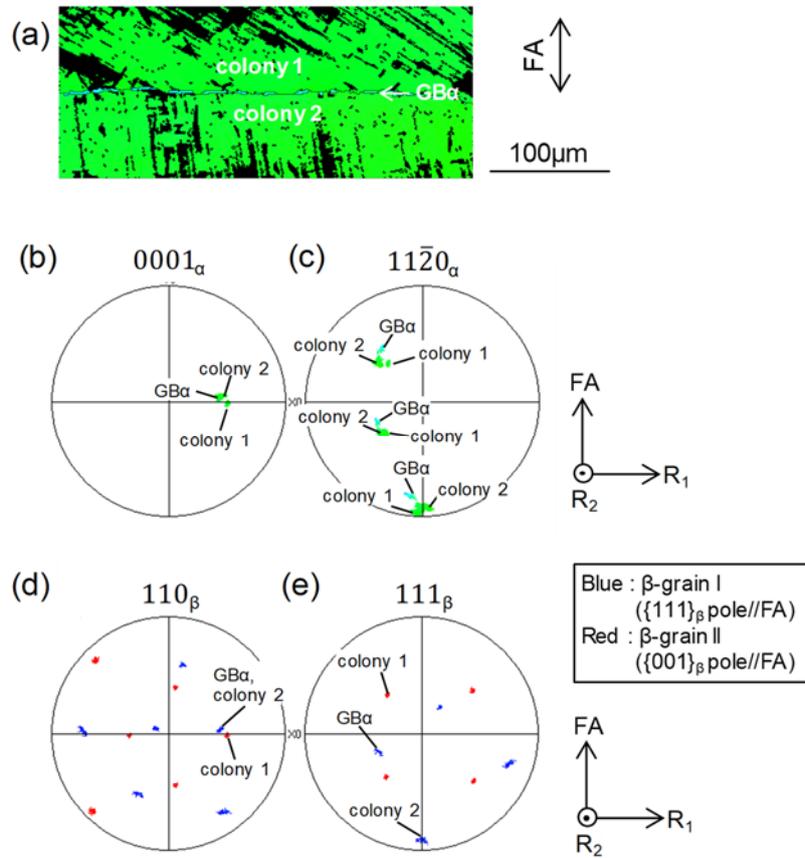


Fig. 3-7 (a) IPF map of  $\alpha$  phase and corresponding (b)  $\{0001\}_\alpha$  and (c)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole figures of all regions analyzed in Fig. 3-6 (a-c). (d-e)  $\{110\}_\beta$  and  $\{111\}_\beta$  pole figures indicating the poles which maintain the BOR with  $\alpha$  phase in each region identified in Fig. 3-6 (a-c).

同様のマクロゾーンは鍛造材 FR67 においても認められた。その結果を Fig. 3-8 に示す。図の整理要領は Fig. 3-5 と同様である。Figure 3-8(a)に示す TA マップにおいて、c 軸が鍛造軸に対して垂直に配向した（赤色に色付けられた） $\alpha$  相のマクロゾーンが認められる。Figure 3-5 に認められたマクロゾーンと同様に、旧  $\beta$  粒界を挟んで両側の  $\beta$  粒内に形成された板状  $\alpha$  は、それぞれコロニーを形成している。互いに成長方向は大きく異なるものの、 $\alpha$  相の IPF マップにおいて、いずれも緑色に色付けられており、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が鍛造軸方向に配向している (Fig. 3-8(b,c))。Figure 3-8(d,f,g)から、旧  $\beta$  粒界の上側が  $\beta$  粒 II、下側が  $\beta$  粒 I であり、 $\beta$  粒の組合せ C1 であることが分かる。Figure 3-8(e)に示す  $\{110\}_\beta$  正極点図から、隣接  $\beta$  粒は鍛造軸に対して垂直に面法線方向が配向する  $\{110\}_\beta$  面で共通  $\{110\}_\beta$  を形成しており、別途解析したところ、共通  $\{110\}_\beta$  極間の角度差は  $7.1^\circ$  であった。

Figure 3-8 に認められたマクロゾーンを構成するコロニーと粒界  $\alpha$  に対して、Fig. 3-6 と同じ要領で方位解析を行った。Figure 3-9(a-c)は  $\alpha$  相の IPF マップで、それぞれ  $\beta$  粒 II 内に形成されたコロニー (colony 1)、粒界  $\alpha$  (GB $\alpha$ )、 $\beta$  粒 I 内に形成されたコロニー (colony 2) に対する解析結果であり、解析対象領域をハイライト表示している。Figure 3-9(a-c)に示す領域別に解析した  $\alpha$  相の方位情報を 1 つに統合し、Fig. 3-9(d)に IPF マップを、対応する  $\{0001\}_\alpha$ 、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  正極点図を Fig. 3-9(e,f)にそれぞれ示す。IPF マップにおいて、解析対象以外の測定点を黒色で表す。Figure 3-9(g,h)は Fig. 3-8(e,f)に示した  $\{110\}_\beta$ 、 $\{111\}_\beta$  正極点図である。Figure 3-9(e-h)の正極点図には、Fig. 3-9(a-c)に示す各  $\alpha$  相領域の方位、及びそれらが BOR を満足する  $\beta$  相の方位をそれぞれ示す。colony 1 は  $\beta$  粒 II と、そして粒界  $\alpha$  と colony 2 は  $\beta$  粒 I との間に BOR を満足し、いずれの  $\{0001\}_\alpha$  面も共通  $\{110\}_\beta$  を選択している。粒界  $\alpha$  と colony 2 が面平行関係を有する  $\{110\}_\beta$  面は同じであるが、方向平行関係を保つ  $\langle\bar{1}11\rangle_\beta$  が異なる。粒界  $\alpha$  の  $\langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$  は粒界面に平行に近い  $\langle\bar{1}11\rangle_\beta$  と方向平行関係を有するが、colony 2 の  $\langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$  は粒界面

に対して垂直に近い $\langle\bar{1}11\rangle_{\beta}$ と方向平行関係を満たす。Figure 3-4 で定義した表記を用いると、colony 1、粒界  $\alpha$ 、colony 2 の  $\alpha$  相方位はそれぞれ ORiii、ORii、ORI であった。これは、Fig. 3-7 に示したマクロゾーンと同じ組み合わせであり、Fig. 3-7 と同様に、旧  $\beta$  粒界から両側の  $\beta$  粒内に形成した板状  $\alpha$  は、成長方向が大きく異なるものの互いの方位差は小さく、3 次元的に結晶方位が類似している (Fig. 3-9(e-f))。別途解析した結果、colony 1 と colony 2 の方位差は約  $8^{\circ}$  であった。

詳細な解析結果を図示していないが、Fig. 3-9(b)内の白色矢印iは、鍛造軸に対して垂直な方向から傾斜した旧  $\beta$  粒界上に形成された粒界  $\alpha$  を示しており、Fig. 3-9(b)でハイライト表示した粒界  $\alpha$  とは異なる方位であった。また、白色矢印iiは視野の右端に認められる水平方向に伸びた  $\alpha$  相を示す。この  $\alpha$  相は粒界  $\alpha$  と同じ方位であるが、厚み方向（視野の上下方向）に太く形成されている。視野の下部に、colony 2 とは成長方向が異なるが、IPF マップにおいて緑色に色付けられた板状  $\alpha$  が認められる。別途解析したところ、Fig. 3-9 の視野の外部に存在する別の旧  $\beta$  粒界から成長した板状  $\alpha$  であり、Fig. 3-9 で解析対象とした旧  $\beta$  粒界近傍まで成長していることから、白色矢印iiで示した  $\alpha$  相の領域は、何らかの理由で粒内への成長が遅かったものと推測される。

いずれにしても、共通 $\{110\}_{\beta}$ を形成する組合せ C1 の隣接  $\beta$  粒に形成されるタイプ A のマクロゾーンにおいて、Fig.3-7 と Fig. 3-9 に示した  $\alpha$  相方位の組合せが頻繁に認められた。この  $\alpha$  相方位の組合せを Fig. 3-4 で定義した表記を用いて Table 3-2 に整理する。 $\beta$  粒 I 内、粒界  $\alpha$ 、 $\beta$  粒 II 内には、それぞれ ORi、ORii、ORiiiの  $\alpha$  相方位、もしくは、ORi'、ORii'、ORivの  $\alpha$  相方位が認められた。それぞれの  $\alpha$  相方位の組合せを組合せ a、組合せ b と記す。組合せ b は組合せ a を鍛造軸回りに  $180^{\circ}$ 反転させた方位であり、2 つの組合せは等価である。このように、組合せ C1 の隣接  $\beta$  粒において、特定の組合せの  $\alpha$  相方位が形成されたことから、何らかのバリエーション規制則が働いていると考えられる。詳細は、本節(3)項で考察する。

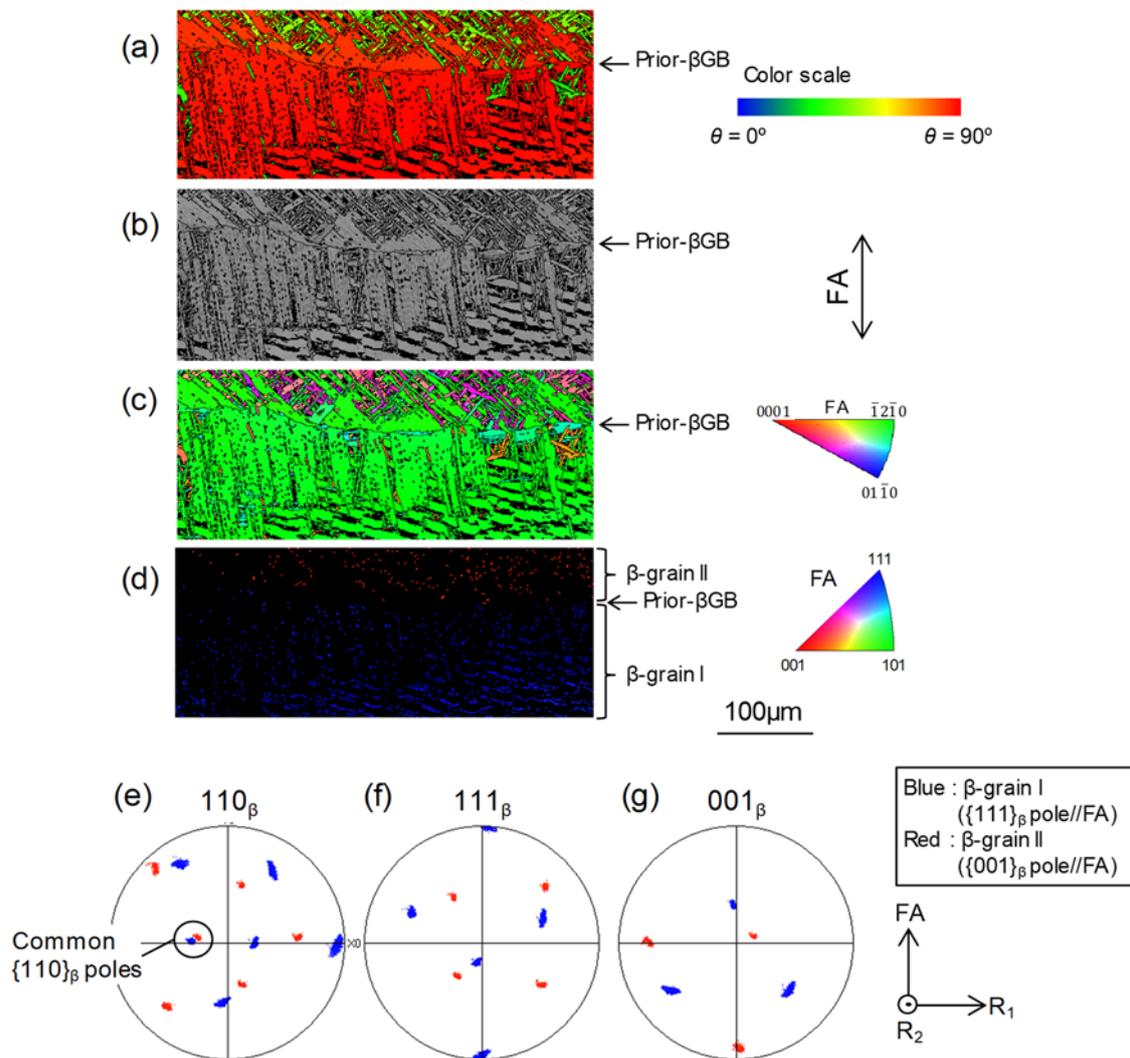


Fig. 3-8 (a) Tilt angle (TA) map of type A macrozones observed in Ti-6246 sample hot-forged to a reduction in height of 67 % at an initial strain rate of  $0.17 \text{ s}^{-1}$  at  $1000^\circ\text{C}$  followed by STA. Mean diameter of  $\beta$  grains before hot-forging was  $700 \mu\text{m}$ . Corresponding (b) band contrast image, (c) IPF map of  $\alpha$  phase and (d) IPF map of  $\beta$  phase. Corresponding pole figures of (e)  $\{110\}_\beta$ , (f)  $\{111\}_\beta$  and (g)  $\{001\}_\beta$ . The froging axis (FA) direction and the orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated in the figures.

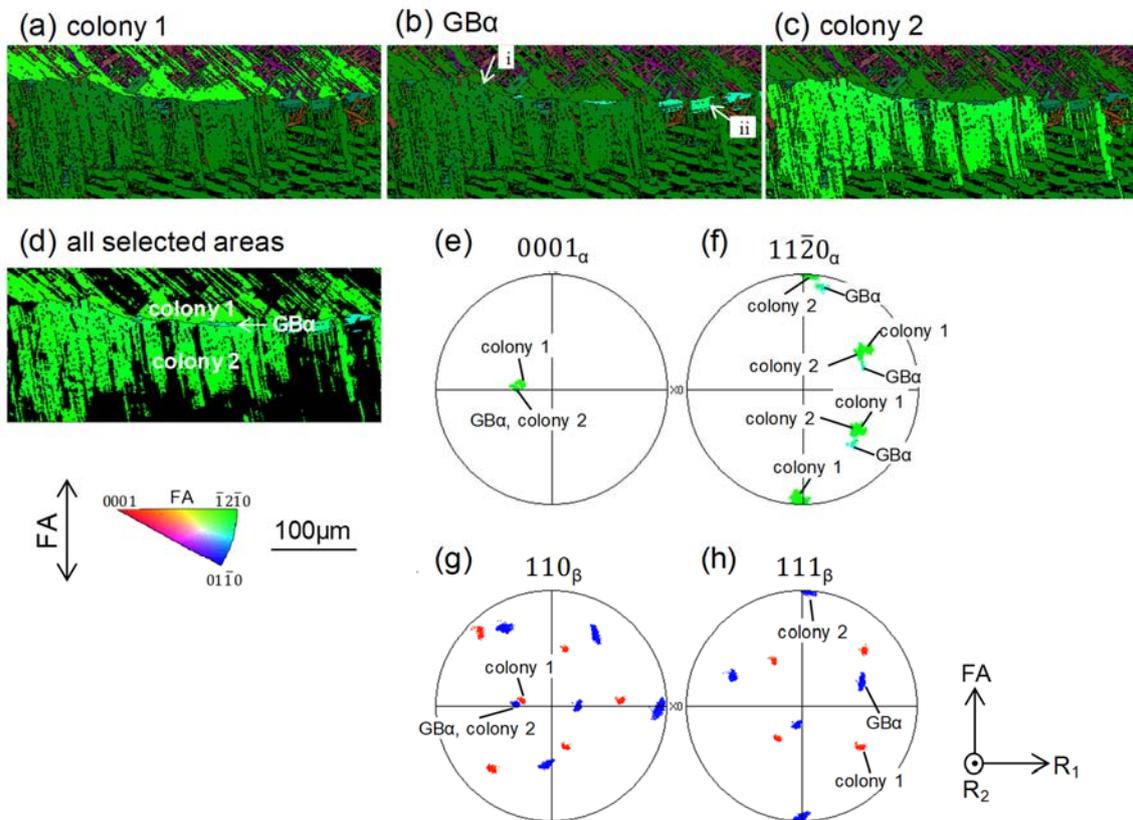


Fig. 3-9 (a-c) IPF maps of  $\alpha$  phase highlighting colonies of  $\alpha$  platelets growing in the same direction and  $\text{GB}\alpha$  shown in Fig. 3-8. (a) colony 1 in  $\beta$ -grain II, (b)  $\text{GB}\alpha$  and (c) colony 2 in  $\beta$ -grain I. (d) IPF map of  $\alpha$  phase and corresponding (e)  $\{0001\}_\alpha$  and (f)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole figures of all regions analyzed in (a-c). (g)  $\{110\}_\beta$  and (h)  $\{111\}_\beta$  pole figures indicating the poles which maintain the BOR with  $\alpha$  phase in (a-c).

Table 3-2 Combinations of  $\alpha$  phase orientations which form type A macrozones.

Site	a	b
$\beta$ -grain I ( $\{111\}_\beta$ pole//FA)	ORi	ORi'
Prior- $\beta$ GB	ORii	ORii'
$\beta$ -grain II ( $\{001\}_\beta$ pole//FA)	ORiii	ORiv

(2)  $c$  軸と鍛造軸方向とのなす角度 ( $\theta$ ) が類似のマクロゾーン (タイプ B)

鍛造材 FR67 に観察された典型的なタイプ B のマクロゾーンを Fig. 3-10 に示す。図の整理要領は Fig. 3-5 と同様である。Figure 3-10(b)に旧  $\beta$  粒界のトレースを白色の点線で示す通り、視野の水平方向に伸びた旧  $\beta$  粒界が認められる (Fig. 3-10(b,c))。旧  $\beta$  粒界の上側が  $\beta$  粒 I、下側が  $\beta$  粒 II であり、 $\beta$  粒の組合せ C1 である (Fig. 3-10(d,f,g))。板状  $\alpha$  は様々な方向に成長しているが (Fig. 3-10(a-c))、TA マップにおいて、旧  $\beta$  粒界の上側の  $\beta$  粒 I 内には赤色に色付けられた領域が多い (Fig. 3-10(a))。つまり、 $c$  軸が鍛造軸に対して垂直に配向した板状  $\alpha$  が多く形成されている。なお、Fig. 3-10(e-g)に示す  $\beta$  相の正極点図には、青色と赤色の極の他に、ピンク色で色付けられた極も認められる。 $\beta$  相の IPF マップ (Fig. 3-10(d)) を詳しく調べたところ、 $\beta$  粒 II 内に点在している測定点を反映していることを確認したが、その頻度は僅かであった。そのため、 $\beta$  粒 II の代表は赤色の極と見なした。隣接  $\beta$  粒における、鍛造軸に対して垂直に面法線方向が配向する  $\{110\}_\beta$  極間の角度差は  $11.2^\circ$  と  $20.5^\circ$  であり、共通  $\{110\}_\beta$  は形成されていなかった (Fig. 3-10(e))。粒界  $\alpha$  について詳細を割愛するが、多様なバリエーションが選択されており、 $\beta$  粒 I と  $\beta$  粒 II とそれぞれ BOR を満足する  $\alpha$  相が認められた。 $\beta$  粒 I 内には、 $c$  軸が鍛造軸に対して垂直に配向した板状  $\alpha$  が多数形成されている

ことを述べた。より定量的に調べるため、 $\beta$  粒 I と  $\beta$  粒 II 内に形成されている板状  $\alpha$  の  $\theta$  の頻度分布を Fig. 3-11 にそれぞれ整理した。Figure 3-11 において、(a)  $\beta$  粒 I 内、(b)  $\beta$  粒 II 内に形成された板状  $\alpha$  に対する結果である。第 2 章で述べた通り、 $\{111\}_\beta$  極//FA、 $\{001\}_\beta$  極//FA の  $\beta$  相集合組織をもとに、BOR を満足して形成される  $\alpha$  相の  $\theta$  は  $35.4^\circ$ 、 $45^\circ$ 、 $90^\circ$  の 3 種類である。Figure 3-11 の頻度分布も、これらと概ね一致する  $\theta$  にピークが認められる。しかし、各  $\theta$  におけるピーク強度の比率は  $\beta$  粒毎に異なり、 $\beta$  粒 II 内では、 $35.4^\circ$  から  $45^\circ$  付近のピーク強度と  $90^\circ$  近傍のピーク強度が同程度であるのに対して、 $\beta$  粒 I 内においては  $90^\circ$  近傍のピークが明らかに高い。そこで、 $\theta \geq 80^\circ$  の  $\alpha$  相の割合を求めたところ、 $\beta$  粒 II 内が 0.44 に対して、 $\beta$  粒 I 内は 0.77 であり、 $\beta$  粒 I 内には、 $\beta$  粒 II 内と比べて、 $c$  軸が鍛造軸に対して垂直に配向する板状  $\alpha$  が約 1.8 倍多く存在していた。この様に、 $\beta$  粒 I 内において、 $c$  軸と鍛造軸方向とのなす角度 ( $\theta$ ) が類似のタイプ B のマクロゾーンが形成されていた。

Figure 3-10 において  $\beta$  粒 I 内に認められたタイプ B のマクロゾーンの特徴を詳細に調べる。解析の対象は、マクロゾーンの構成要素である  $\theta = 90^\circ$  の板状  $\alpha$  とした。 $\beta$  粒 I において、鍛造軸に垂直な  $\{110\}_\beta$  極が 3 つ存在する。そして、各  $\{110\}_\beta$  面には 2 つの  $\langle 111 \rangle_\beta$  が存在するため、 $\theta = 90^\circ$  の  $\alpha$  相バリエーションは合計 6 通りある。結晶方位 (バリエーション) が同じ板状  $\alpha$  をそれぞれ抽出し、方位解析を行った。抽出した板状  $\alpha$  を  $\alpha$  platelet 1 から  $\alpha$  platelet 6 と記し、Fig. 3-12(a-f) の  $\alpha$  相の IPF マップにてハイライト表示で示す。また、Figure 3-10(b) に示した旧  $\beta$  粒界のトレースを Fig. 3-12(a-f) にも示している。Figure 3-12(a-c) は成長方向が粒界面に対して垂直に近い板状  $\alpha$  であり、Fig. 3-12(d-f) は成長方向が粒界面に平行に近い板状  $\alpha$  である。これらの板状  $\alpha$  の方位情報を 1 つに統合した結果を Fig. 3-12(g-i) に示す。Figure 3-12(g) は  $\alpha$  相の IPF マップで、対応する  $\{0001\}_\alpha$ 、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  正極点図を (h,i) に示す。IPF マップにおいて、解析対象以外の測定点を黒色で旧  $\beta$  粒界のトレースを白色の点線で表す。Figure 3-12(j,k) は Fig. 3-10(e,f) に示した

$\{110\}_\beta$ 、 $\{111\}_\beta$  正極点図である。Figure 3-12(h-k)に示す正極点図には、Fig. 3-12(a-f)に示す各板状  $\alpha$  の方位、及びそれらが BOR を満足する  $\beta$  相の方位をそれぞれ示す。抽出したいずれの板状  $\alpha$  も  $\beta$  粒 I と BOR を満たし、 $\theta = 90^\circ$  の 6 通りのバリエントが全て選択されていた。ここで、旧  $\beta$  粒界に近い視野には、成長方向が粒界面に対して垂直に近い 3 つのバリエント ( $\alpha$  platelet 1,2,3) の形成頻度が高く、旧  $\beta$  粒界から遠ざかる程、成長方向が粒界面に平行に近い板状  $\alpha$  ( $\alpha$  platelet 4,5,6) の形成頻度が増える傾向が認められた。

なお、図示をしていないが、 $\beta$  粒 I 同士が隣接した  $\beta$  粒の組合せ C2 においても、同様のマクロゾーンが認められた。この場合、鍛造軸に垂直な  $\{110\}_\beta$  極を選択する  $\alpha$  相のバリエントは、 $\beta$  粒界の両側にある 2 つの  $\beta$  粒 I に合計 12 通り存在するが、全てのバリエントが選択されていた。

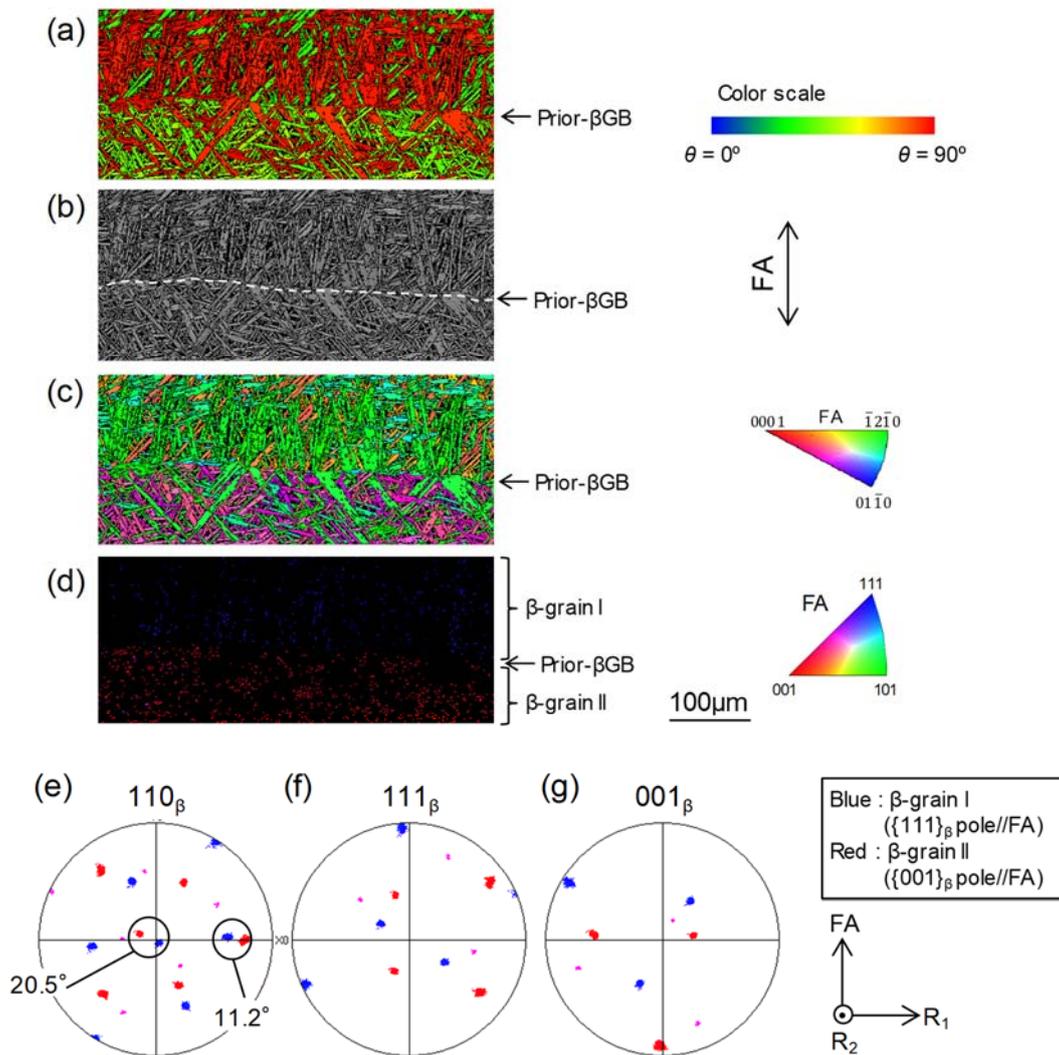


Fig. 3-10(a) Tilt angle (TA) map of type B macrozone observed in Ti-6246 sample hot-forged to a reduction in height of 67 % at an initial strain rate of  $0.17 \text{ s}^{-1}$  at  $1000^\circ\text{C}$  followed by STA. Mean diameter of  $\beta$  grains before hot-forging was  $700 \mu\text{m}$ . Corresponding (b) band contrast image, (c) IPF map of  $\alpha$  phase and (d) IPF map of  $\beta$  phase. Corresponding pole figures of (e)  $\{110\}_\beta$ , (f)  $\{111\}_\beta$  and (g)  $\{001\}_\beta$ . The forging axis (FA) direction and the orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated in the figures.

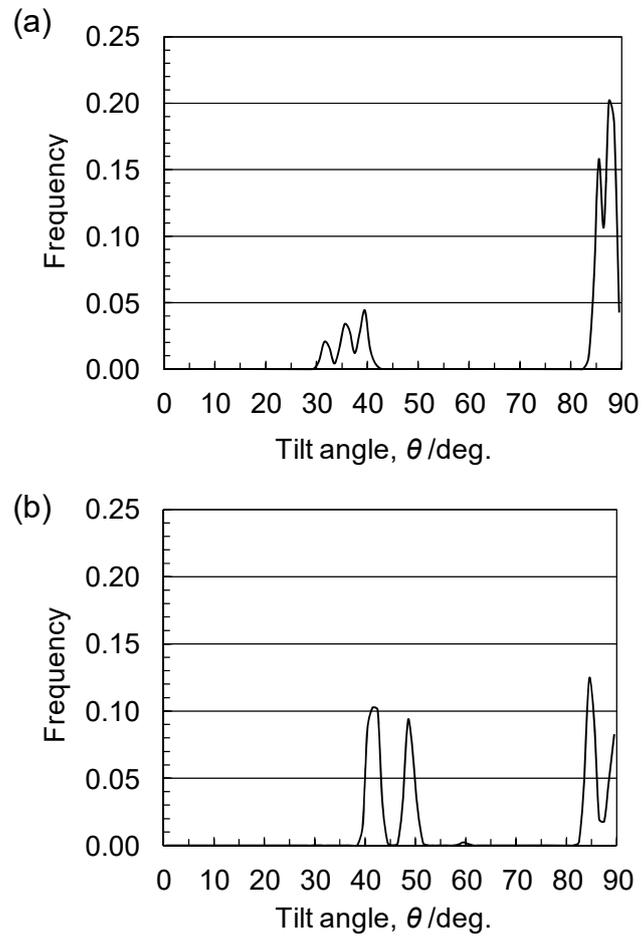


Fig. 3-11 Distribution of tilt angle of c-axes in hcp lattice ( $\alpha$  phase) from the forging axis direction.  $\alpha$  platelets formed in (a)  $\beta$ -grain I and (b)  $\beta$ -grain II in Fig. 3-10 (a) were analyzed, respectively.

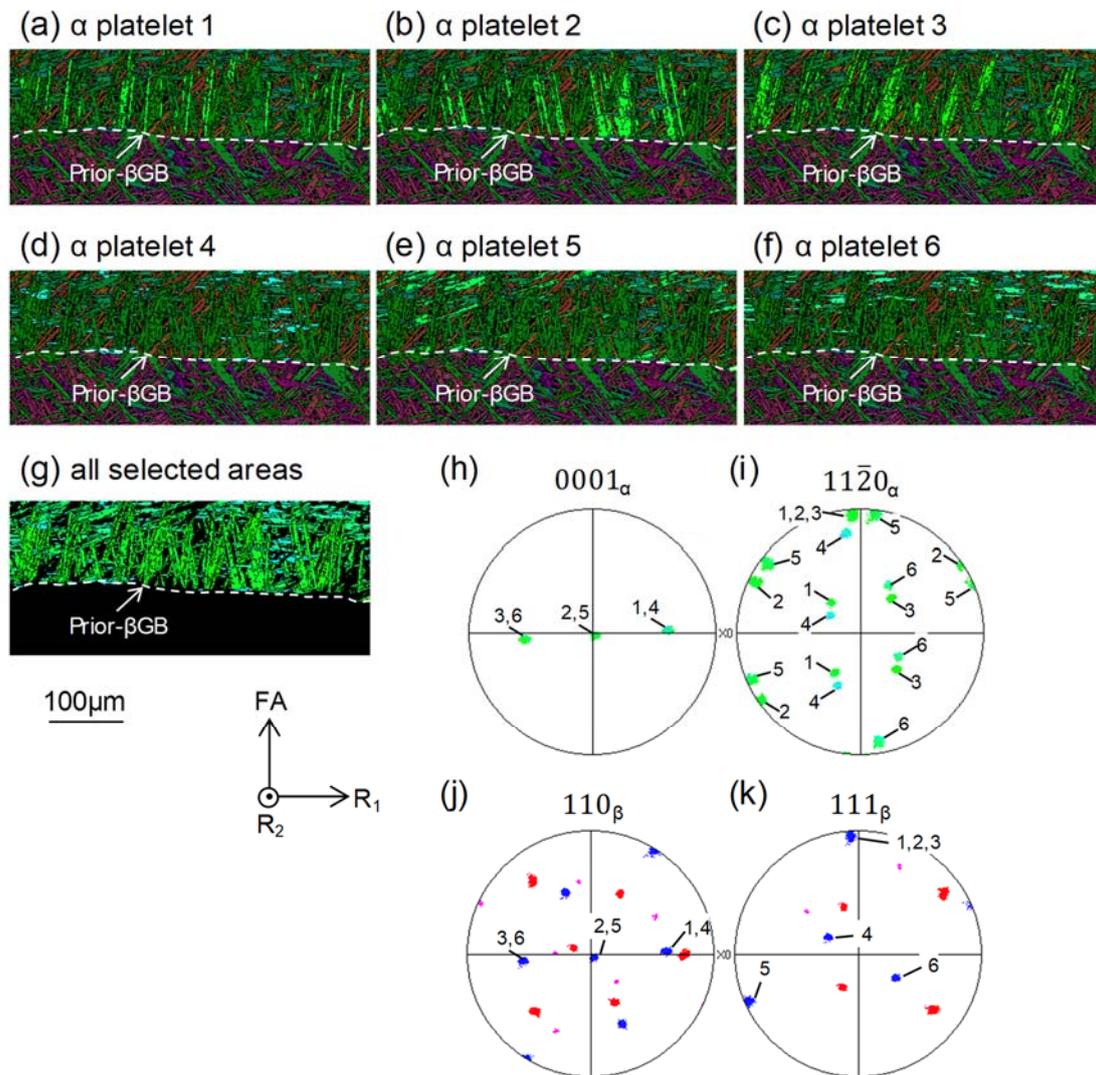


Fig. 3-12(a-f) IPF maps of  $\alpha$  phase which shows  $\alpha$  platelets having the same variant with each other in  $\beta$ -grain I shown in Fig. 3-10, respectively. (g) IPF map of  $\alpha$  phase and corresponding (h)  $\{0001\}_\alpha$  and (i)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole figures of all  $\alpha$  platelets analyzed in (a-f). (j)  $\{110\}_\beta$  and (k)  $\{111\}_\beta$  pole figures indicating the poles which maintain the BOR with  $\alpha$  phase in (a-f).

更に、旧  $\beta$  粒界から離れ、 $\beta$  粒 I の粒内で核生成したと考えられる視野にもタイプ B のマクロゾーンが認められた。その結果を Fig. 3-13 に示す。Figure 3-13 において、(a) TA マップ、対応する視野の(b){110} $_{\beta}$  正極点図、(c) {111} $_{\beta}$  正極点図、(d)  $\theta$  の頻度分布、である。Figure 3-13(a-c)から分かる通り、本視野には旧  $\beta$  粒界は存在せず、1 つの  $\beta$  粒 I 内に形成された板状  $\alpha$  を解析対象としている。Figure 3-13(a)に示す TA マップにおいて、成長方向が複数の板状  $\alpha$  が認められるが、赤色に色付けられた領域が比較的多い。Figure 3-13(d)に示す  $\theta$  の頻度分布から分かる通り、 $\theta = 90^{\circ}$  近傍のピークが高く、 $\theta \geq 80^{\circ}$  の  $\alpha$  相の割合は 0.74 であった。この頻度は Fig.3-11(a)と同程度であり、タイプ B のマクロゾーンと見なすことができる。なお、本研究で実施した組織観察は 2 次元断面のみであり、奥行き方向の情報がない。そのため、観察した板状  $\alpha$  が、確かに粒内で核生成したかについて正確には判断できないが、鍛造前の  $\beta$  粒径が 700  $\mu\text{m}$  と粗大で、且つ扁平に変形されており、観察面の奥行方向にも  $\beta$  粒が長く伸びている可能性が高いこと、更に旧  $\beta$  粒界から形成された板状  $\alpha$  とは成長方向が異なる板状  $\alpha$  が多く認められることから、粒内で核生成したと判断した。

いずれにしても、 $\beta$  粒 I 内にはタイプ B のマクロゾーンが形成されていた。 $\beta$  粒 I には、 $\theta = 90^{\circ}$  の  $\alpha$  相バリエントは 6 通りある。これは、1 つの  $\beta$  結晶粒から形成可能な 12 通りのバリエントの半数である。もし、バリエント選択が起これなければ、 $\theta = 90^{\circ}$  の板状  $\alpha$  の形成頻度は 0.5 となるはずである。しかし、観察したいずれの例も  $\theta \geq 80^{\circ}$  の割合が 0.75 程度で高い値であった。そのため、何らかのバリエント規制則が働いていると考えられる。詳細は、本節 (4) 項で考察する。

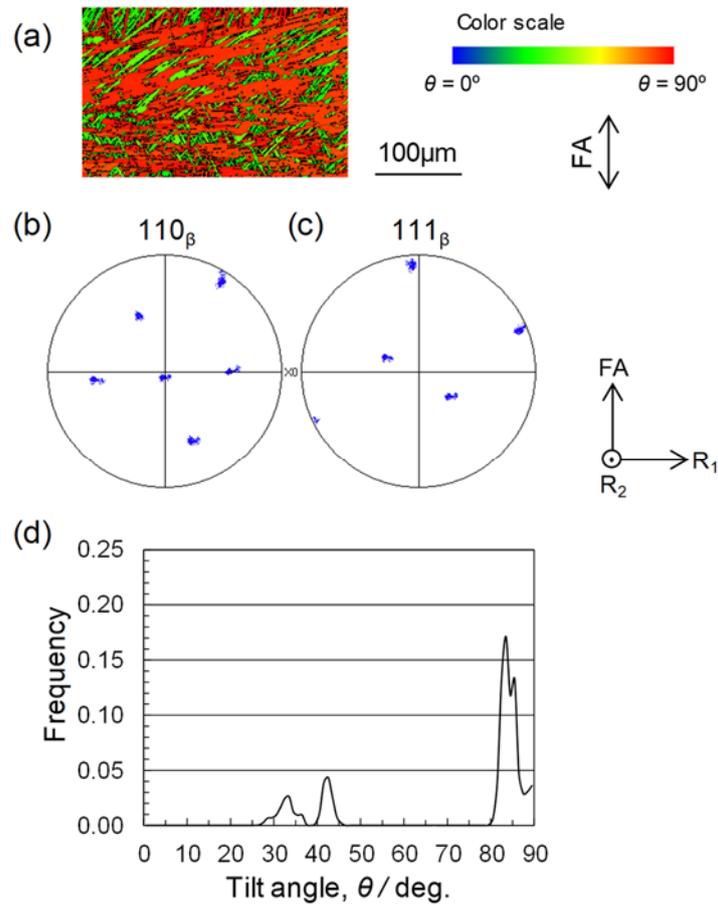


Fig. 3-13 (a) Tilt angle (TA) map of type B macrozone in the interior of  $\beta$ -grain I in Ti-6246 sample hot-forged to a reduction in height of 67% at an initial strain rate of  $0.17 \text{ s}^{-1}$  at  $1000^\circ\text{C}$  followed by STA. Mean diameter of  $\beta$  grains before hot-forging was  $700 \mu\text{m}$ . Corresponding pole figures of (b)  $\{110\}_\beta$  and (c)  $\{111\}_\beta$ . (d) Distribution of tilt angle of c-axes in hcp lattice ( $\alpha$  phase) from the forging axis (FA) direction.

### (3) タイプ A のマクロゾーンの形成メカニズム

Figure 3-5～Fig. 3-9 に示した通り、鍛造軸に対して垂直に面法線方向が配向する  $\{110\}_\beta$  面が共通  $\{110\}_\beta$  を形成する  $\beta$  粒の組合せ C1 において、タイプ A のマクロゾーンの形成が認められた。このマクロゾーンは、Table 3-2 に示す  $\alpha$  相方位の組合せで構成されていることから、何らかのバリエーション選択が起こっていることが示唆された。前項までの結果をもとに、Fig. 3-14 に示す模式図を用いて、タイプ A のマクロゾーンの形成メカニズムを考察する。Figure 3-14(a-c) は  $\beta$  単相域での熱間鍛造から、その後の冷却過程での組織形成過程を示しており、それぞれ(a)  $\beta$  単相域での熱間鍛造直後、(b) 冷却過程初期における粒界  $\alpha$  の形成段階、(c) 粒内に成長する板状  $\alpha$  の形成段階、である。(c)には詳細な  $\alpha/\beta$  界面構造を示す。図の左側は組織形態である。右側は生成相 ( $\alpha$  相) の結晶方位情報を  $\{110\}_\beta$  面と  $\{0001\}_\alpha$  面の模式図を用いて示しており、青色の長方形が  $\beta$  粒 I の  $\{110\}_\beta$  面、赤色の長方形が  $\beta$  粒 II の  $\{110\}_\beta$  面、そして、緑色の六角形が  $\alpha$  相の  $\{0001\}_\alpha$  面である。タイプ A のマクロゾーンの形成過程において、隣接  $\beta$  粒は共通  $\{110\}_\beta$  を形成し、生成する  $\alpha$  相の  $\{0001\}_\alpha$  は、共通  $\{110\}_\beta$  に平行となるバリエーションが選択されていた。そのため、Fig. 3-14 の組織形態 (左側)、並びに結晶方位情報 (右側) のいずれにおいても、共通  $\{110\}_\beta$  の法線方向から見た状態を描いている。図中の黒色の矢印は方向平行関係を満足する  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  と  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  を、オレンジ色の矢印は invariant line ( $\langle \bar{3}35 \rangle_\beta$ ) をそれぞれ示す。なお、Table 3-2 に示した  $\alpha$  相方位の組合せ a、b は等価であるため、組合せ a に対してのみ記載する。Figure 3-4 で描いた  $\{110\}_\beta$  面が共通  $\{110\}_\beta$  であると見なし、 $\alpha$  相方位の表記には、Fig. 3-4 で定義した ORi、ORii、ORiii、ORiv を用いて説明する。以下に、マクロゾーンの形成メカニズムを述べる。

(a) 熱間鍛造後

$\beta$  単相域での 1 軸のアップセット鍛造により、bcc 構造の金属材料において一般的な  $\{111\}_\beta$  極//FA と  $\{001\}_\beta$  極//FA (FA : 鍛造軸) の熱間圧縮集合組織が形成される。その結果、 $\beta$  粒の組合せ C1 が生じうる。Figure 3-3 に示した通り、 $\beta$  粒の組合せ C1 において、鍛造軸に対して垂直に面法線方向が配向する  $\{110\}_\beta$  面が高い頻度で共通  $\{110\}_\beta$  を形成する。そして、一軸のアップセット鍛造を実施したため、 $\beta$  粒界面 ( $\beta$  grain boundary ( $\beta$ GB)) は鍛造軸に対して垂直に伸び、比較的平滑な形状となる。

(b) 粒界  $\alpha$  の形成

素材の温度が  $T_\beta$  を下回ると、優先核生成サイトの  $\beta$  粒界上に粒界  $\alpha$  が形成される。 $\beta \rightarrow \alpha$  変態において、1 つの  $\beta$  結晶粒から BOR に従い形成される  $\alpha$  相のバリエーションは 12 通りである。今回、両側に  $\beta$  粒が存在するため、計 24 通りのバリエーションを選択できる。しかし、 $\{0001\}_\alpha$  が共通  $\{110\}_\beta$  と面平行関係となるバリエーション規制が働くため、取り得るバリエーションは、 $\beta$  粒 I における ORi、ORii、及び  $\beta$  粒 II 内における ORiii、ORiv の各 2 通り (計 4 通り) に限定される。

3.2 節で述べた通り、低エネルギー界面が粒界面にできるだけ平行なバリエーションが選択される [5-7,9-10]。チタン合金における低エネルギー界面は  $\{1\bar{1}2\}_\beta // \{10\bar{1}0\}_\alpha$  である。本研究において、 $\beta$  粒界面が鍛造軸に対しておよそ垂直に広がっていることに着目する。Figure 3-2 の  $\alpha/\beta$  界面構造から分かる通り、共通  $\{110\}_\beta$  の法線方向が鍛造軸に対して垂直に配向している場合、方向平行関係を有する  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  の配向が鍛造軸に対して垂直に近い程、 $\{1\bar{1}2\}_\beta$  面が粒界面に対して平行に近くなる。Figure 3-4 の模式図から、4 通りの  $\alpha$  相方位 (ORi、ORii、ORiii、ORiv) の中で、ORii の  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  が粒界面に平行に近く、低エネルギー界面が粒界面に平行に近い。以上から、粒界  $\alpha$  には ORii が選択され易いと考えられる。但し、 $\beta$  母相は熱間鍛造後の組織である。そのため、図示していないが、粒界面に

はステップ構造や、形状の乱れが生じているはずである。これら粒界面の局所的な形状や方位の変動に応じて、ORii以外の $\alpha$ 相方位も形成されると考えられる。Figure 3-14(b)においては、ORiiに加えて ORiと ORiiiが選択される状況を描いている。

### (c) 粒内へ成長する板状 $\alpha$ の形成

まず、粒界 $\alpha$ がBORを満足する $\beta$ 粒Iに成長する板状 $\alpha$ のバリエント選択について検討する。粒界 $\alpha$ の方位は主にORiiである。Figure 3-4に示す通り、ORiiの成長方向( $\langle\bar{3}35\rangle_\beta$ )は粒界面に平行に近い。つまり粒界面に沿った成長には都合が良いが、粒内へは成長し難い。飴山ら[5]は、2相ステンレスにおける時効熱処理過程での $\alpha$ (bcc構造) $\rightarrow\gamma$ (fcc構造)変態で起こるバリエント選択について検討し、粒界生成物の成長方向が粒界面と平行に近い場合、粒内へは、成長方向が粒界面に対して垂直に近い別のバリエントの生成物が新たに形成し成長すると報告している。これは、成長方向と粒界面との傾角が大きい程、溶質原子の濃度勾配が大きく成長速度が速くなるため、新たな核生成が可能になると考察している。本研究においても、同様の理由でORii以外の成長に有利なバリエントが核生成すると考えられる。ここで、核生成に伴い新たに生じる界面エネルギーは低い方が望ましい。3.2節で述べた通り、 $\beta\rightarrow\alpha$ 変態において、既に形成されている粒界 $\alpha$ と $\{0001\}_\alpha$ を共有する場合に $\alpha/\alpha$ 及び $\alpha/\beta$ 界面のエネルギーを最小化できると考えられる[2]。 $\beta$ 粒Iにおいては、ORiの方位に相当する。この方位は、成長方向が粒界面に対して垂直に近く(Fig. 3-4)、溶質濃度勾配(成長速度)の観点からも粒内への成長に適している。そのため、粒界 $\alpha$ として形成したORiiが $\beta$ 粒I内に成長する代わりに、ORiが新たに核生成し粒内に成長すると考えられる。なお、粒界 $\alpha$ に、ORi等の粒内への成長に適した方位の $\alpha$ 相が既に形成されている場合には、新たな核生成を必要とせず、粒界 $\alpha$ と同じ方位の板状 $\alpha$ が粒内に成長できると考えられる。

次に、 $\beta$  粒 II 内に成長する板状  $\alpha$  のバリエーション選択について検討する。粒界  $\alpha$  が  $\beta$  粒 II とは BOR を満足していないため、 $\alpha$  相の新たな核生成が必要である。前段落で述べた通り、界面エネルギー最小化の観点から、既に形成されている粒界  $\alpha$  と  $\{0001\}_\alpha$  を共有するバリエーションが選択され易いはずである。 $\beta$  粒 II においては、ORiii と ORiv である。成長方向に着目すると、ORiii と ORiv の  $\langle \bar{3}35 \rangle_\beta$  は、いずれも鍛造軸に対して垂直な方向から  $49.7^\circ$  ( $35.3^\circ + 14.4^\circ$ ) 傾斜している (Fig. 3-4)。そのため、成長速度の観点では実験で認められたバリエーション選択を説明できない。そこで、核生成過程に着目する。粒界  $\alpha$  上に ORiii と ORiv が新たに核生成した際に生じる  $\alpha/\alpha$  界面の界面構造を精緻に調べていないが、非整合界面と考えられるため、方位差が小さい程、界面エネルギーが小さくなると考えられる。粒界  $\alpha$  (ORii) との方位差は ORiii と ORiv において、それぞれ  $5.3^\circ$  と  $15.8^\circ$  であることから、ORiv ではなく方位差が小さい ORiii が選択され易いと考えられ、実験結果を説明できる。

以上のメカニズムに従い、 $\beta$  粒 I 内と  $\beta$  粒 II 内には、方位がそれぞれ ORi と ORiii の板状  $\alpha$  が成長する。板状  $\alpha$  の成長方向が大きく異なるが、どちらの方位も  $\theta = 90^\circ$  であり、方位差は  $5.2^\circ$  と非常に小さい。その結果、 $\theta = 90^\circ$  で 3 次元的にも方位が類似なタイプ A のマクロゾーンが形成される。

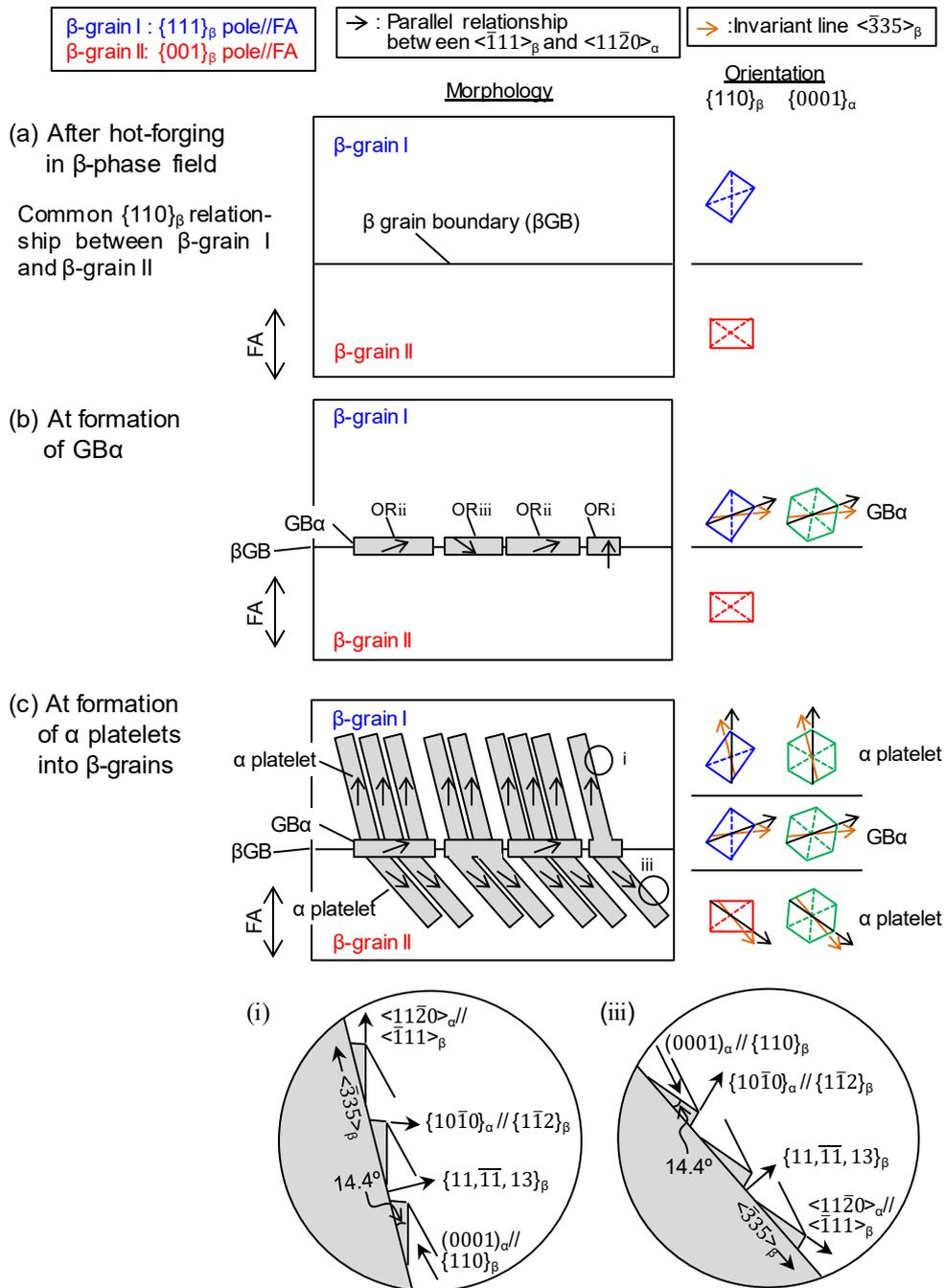


Fig. 3-14 Schematic illustrations showing variants and morphologies of  $\alpha$  phase typically formed in a matrix consisting of adjacent  $\beta$ -grain I and  $\beta$ -grain II with a common  $\{110\}_\beta$  in Ti-6246 alloy hot-forged in  $\beta$ -single-phase-field followed by cooling. The illustrations are depicted from the normal direction of the common  $\{110\}_\beta$  planes.

#### (4) タイプ B のマクロゾーンの形成メカニズム

本節(2)項で述べた通り、タイプ B のマクロゾーンは、隣接  $\beta$  粒と共通  $\{110\}_\beta$  を形成しない  $\beta$  粒の組合せ C1 及び C2 における  $\beta$  粒 I、並びに  $\beta$  粒 I 内にて観察された。実験結果をもとに、Fig. 3-15 の模式図を用いてタイプ B のマクロゾーンの形成メカニズムを考察する。Figure 3-15(a-d)は  $\beta$  単相域での熱間鍛造から、その後の冷却過程における組織形成過程を示しており、それぞれ、(a)  $\beta$  単相域での熱間鍛造直後、(b) 冷却過程初期における粒界  $\alpha$  の形成段階、(c) 粒内に成長する板状  $\alpha$  の形成段階、(d) 粒内核生成の開始段階、である。図の左側は組織形態を示し、図中の矢印は  $\beta$  相と方向平行関係を満足する  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  を模式的に表す。図の右上に  $\beta$  粒 I を鍛造方向から見た状態を  $\{111\}$  標準投影図を用いて模擬する。鍛造軸に対して垂直に面法線方向が配向する  $\{110\}_\beta$  面が 3 つあり、青色で塗り潰すと共に、それぞれに 1 から 3 の番号を付記している。共通  $\{110\}_\beta$  を形成していないため、 $\alpha$  相の  $\{0001\}_\alpha$  面は、これら 3 つの  $\{110\}_\beta$  面のいずれとも面平行関係を満足し生成できる点が Fig. 3-14 との違いである。Figure 3-15(a-d)の模式図は、2 と表記する  $\{110\}_\beta$  面の法線方向から見た状態を描いている。そして、右下には  $\beta$  粒 I に形成される  $\alpha$  相方位  $OR_i$  と  $OR_{ii}$  の模式図を示す。各方位記号の後ろの -2 の表記は、 $\{111\}$  標準投影図における、2 番の  $\{110\}_\beta$  面と面平行関係を有することを表す。以下に、マクロゾーンの形成メカニズムを述べる。

##### (a) 熱間鍛造後

$\beta$  単相域でのアップセット鍛造により、bcc 構造の金属材料において一般的な  $\{111\}_\beta$  極//FA と  $\{001\}_\beta$  極//FA の熱間圧縮集合組織が形成される。その結果、一定の割合で  $\beta$  粒の組合せ C1 及び C2 が生じる。模式図には  $\beta$  粒界の上側に  $\beta$  粒 I を、下側に  $\beta$  粒 II を記載した。一軸のアップセット鍛造を実施したため、 $\beta$  粒界面は鍛造軸に対して垂直に伸び、比較的平滑な形状となる。ここで、共通  $\{110\}_\beta$  が形成されていない。

### (b) 粒界 $\alpha$ の形成

共通 $\{110\}_\beta$  が形成されていないため、前項の状況と比べて比較的多様なバリエーションを選択できる。低エネルギー面 ( $\{1\bar{1}2\}_\beta // \{10\bar{1}0\}_\alpha$ ) が粒界面にできるだけ平行なバリエーションが選択されるため[5-7,9-10]、 $\beta$  粒 I と BOR を満足する場合には、ORii-1、ORii-2、ORii-3 を形成し易いと考えられる。熱間鍛造により粒界面に形成されたステップ等の乱れに応じて、他のバリエーションの粒界  $\alpha$  も形成される点は、本節第 (3) 項と同様であり、図には ORi-2 と ORiii を記載している。

### (c) $\beta$ 粒 I 内への板状 $\alpha$ の形成

取りうるバリエーションは 12 通りあるが、本節第 (3) 項で述べた通り、粒内への成長に有利なバリエーションが選択されると考えられる[5]。本研究で形成された  $\beta$  粒界面は、鍛造軸に対して垂直に伸びている。そのため、 $\beta$  粒 I を模擬した標準投影図において 1 から 3 の番号を付記した  $\{110\}_\beta$  面と面平行関係を有する、ORi-1、ORi-2、ORi-3 の方位が、他のバリエーションと比較して成長方向が粒界面に対して垂直方向に近く、成長速度が最も早いと考えられる。成長方向の観点では、これらの 3 つの方位は等価であり、共通 $\{110\}_\beta$  が形成されていないため、いずれの方位も形成される。一方、図示をしていないが、 $\beta$  粒 II 内において形成可能なバリエーションの中では、板状  $\alpha$  の成長方向と粒界面との傾角に大きな差はなく、比較的多様なバリエーションを選択できるため、マクロゾーンは形成されない。

### (d) $\beta$ 粒 I 内における核生成

更に冷却が進むと  $\alpha$  相の析出の駆動力が大きくなり、粒内においても核生成が起こる。この段階においても、Bhattacharyya ら[2]の考察が成り立つと考えられる。つまり、核生成に必要な活性化エネルギーを下げるため、既に形成された  $\alpha$  相と  $\{0001\}_\alpha$  を共有するバリエーションが選択され易いと推定できる。(c)の段階に

において、ORi-1、ORi-2、ORi-3 の 3 種類の  $\alpha$  相方位が形成されている。そのため、ORi-1、ORi-2、ORi-3 の他に、これらと  $\{0001\}_\alpha$  を共有する ORii-1、ORii-2、ORii-3 が優先的に形成され易いと考えられる。これらの方位は、いずれも  $\theta=90^\circ$  である。

その結果、 $\beta$  粒 I 内は  $\beta$  粒界からの核生成・成長段階に限らず、粒内核生成の段階においても、 $c$  軸が鍛造軸に垂直な ( $\theta=90^\circ$  の) 板状  $\alpha$  の形成頻度が高くなり、タイプ B のマクロゾーンが形成されると考えられる。

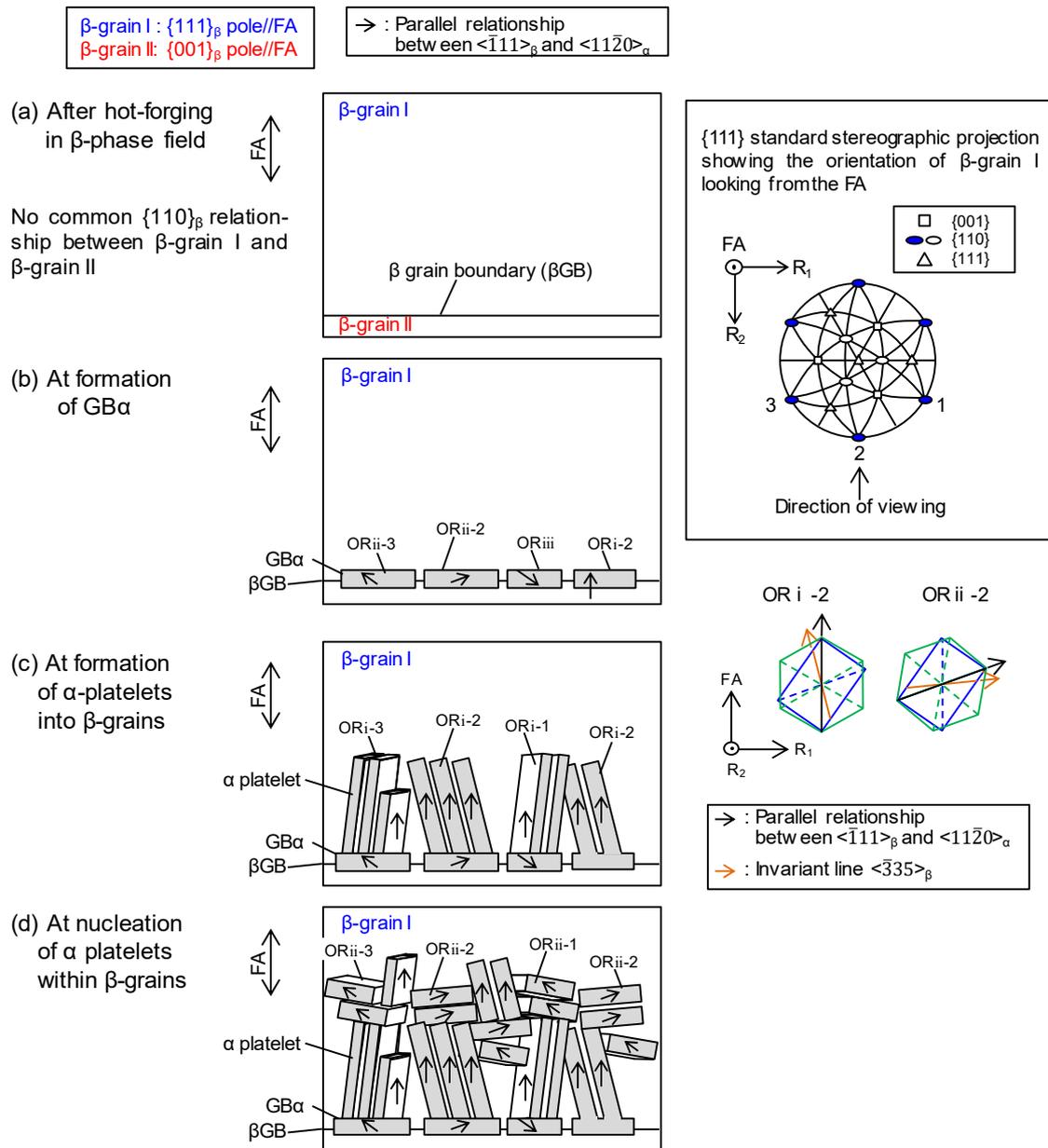


Fig. 3-15 Schematic illustrations showing variants and morphologies of  $\alpha$  phase typically formed in a matrix of  $\beta$ -grain I which doesn't share a common  $\{110\}_\beta$  with adjacent  $\beta$ -grains in Ti-6246 alloy hot-forged in  $\beta$ -single-phase-field followed by cooling. The illustrations are depicted from the normal direction of  $\{110\}$  plane labeled by number 2 in  $\{111\}$  standard stereographic projections.

### 3. 4. 3. 小括

$\beta$  単相域で一軸のアップセット鍛造を施した Ti-6246 合金におけるマクロゾーンの形成メカニズムを検討した。熱間鍛造の結果、 $\{111\}_\beta$  極//FA と  $\{001\}_\beta$  極//FA (FA:鍛造軸) の熱間圧縮集合組織が発達し、鍛造軸に対して垂直に伸びた  $\beta$  粒界面が形成される。その後の冷却過程における  $\beta \rightarrow \alpha$  変態でのバリエーションについて、熱間圧縮集合組織と、 $\beta$  粒界面と鍛造軸との傾角、並びに共通  $\{110\}_\beta$  の形成有無を考慮することで、タイプ A とタイプ B のマクロゾーンの形成メカニズムを結晶学的に説明できた。これら、2 種類のマクロゾーンが組み合さることで粗大なマクロゾーンになると考えられる。各タイプのマクロゾーンの特徴は以下の通りである。

#### (1) 3 次元的に方位が類似のマクロゾーン (タイプ A)

隣接する  $\beta$  粒 I と  $\beta$  粒 II が共通  $\{110\}_\beta$  を形成する場合、粒界  $\alpha$  の  $\{0001\}_\alpha$  面が共通  $\{110\}_\beta$  と平行で、且つ低エネルギー界面が粒界面に平行に近いバリエーション (ORii) が選択される。 $\beta$  粒 I 側と  $\beta$  粒 II 側に成長する板状  $\alpha$  においても、粒界  $\alpha$  と  $\{0001\}_\alpha$  面を共有するバリエーションが選択される。 $\beta$  粒 I 側においては成長速度の速い ORi が、 $\beta$  粒 II 側においては、成長速度が等価な 2 種類のバリエーションの中から、核生成に有利な ORiii が選択される。ORi と ORiii は  $\theta = 90^\circ$  で、方位差は  $5.2^\circ$  と非常に小さい。その結果、旧  $\beta$  粒界の両側に成長する板状  $\alpha$  は、成長方向が大きく異なるものの結晶方位差が小さく、 $\theta = 90^\circ$  で 3 次元的にも方位が類似な組織ドメイン (マクロゾーン) が形成される。

#### (2) c 軸と鍛造軸とのなす角度 ( $\theta$ ) が類似のマクロゾーン (タイプ B)

$\beta$  粒 I が隣接する  $\beta$  粒との間に共通  $\{110\}_\beta$  を形成しない場合、隣接する  $\beta$  粒との組み合わせに係わらず、板状  $\alpha$  の成長方向が  $\beta$  粒界面に対して垂直に近いバリエーション (ORi-1, ORi-2, ORi-3) が選択される。これらの  $\alpha$  相方位はいずれも  $\theta =$

90°である。過冷度の増加に伴い粒内から核生成する際においても、既に形成された板状  $\alpha$  と  $\{0001\}_\alpha$  面が平行なバリエントが優先的に選択され易いと考えられる。その結果、複数のバリエントの板状  $\alpha$  から構成されるものの、板状  $\alpha$  の  $c$  軸が鍛造軸方向に対して垂直に配向するマクロゾーンが形成される。

鍛造軸に対して垂直に伸びた  $\beta$  粒界面が形成される今回の鍛造方法において、 $\beta$  粒 I 内の  $\alpha$  相方位  $OR_i$  の成長方向は粒界面に対して垂直である。そのため、先に形成された粒界  $\alpha$  の方位に係わらず、板状  $\alpha$  の方位としては  $OR_i$  が選択され易く、一旦、 $\beta$  粒 I が形成されるとタイプ B のマクロゾーンを形成し易いと考えられる。

### 3. 4. 4. マクロゾーン微細化の考え方

前節までの検討から、マクロゾーンの形成は  $\beta$  相の熱間圧縮集合組織 ( $\beta$  粒 I と  $\beta$  粒 II の形成) と、鍛造軸に垂直な方向に広がった粒界面に起因する、 $\beta \rightarrow \alpha$  変態でのバリエント選択が原因であり、マクロゾーンを微細化するには、バリエントの多様化が必要と考えられる。

前節までに指摘した通り、 $\beta$  粒 I 内に成長する板状  $\alpha$  (コロニー) は、その成長方向と粒界面との傾角が大きなバリエントが選択され易い。そのため、 $\beta$  粒界面を湾曲化させることでバリエントを変化させられると考えられる。一方、 $\beta$  粒 II 内の板状  $\alpha$  (コロニー) は、バリエント間の成長方向に差は小さく、核生成の活性化エネルギーを下げるため、粒界  $\alpha$  との方位差が小さなバリエントが選択され易い。つまり、 $\beta$  粒 I 側と  $\beta$  粒 II 側のどちらにとっても、粒界の湾曲化とそれに伴う粒界  $\alpha$  のバリエントの多様化は、 $\beta$  粒内に形成される板状  $\alpha$  (コロニー) の微細化に有効と期待される。そのため、次節にて、マクロゾーン微細化に及ぼす「鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化」と「ひずみ速度低減」の効果を検討する。

$\beta$  粒 I が形成されるとタイプ B のマクロゾーンを形成し易いことから、 $\beta$  粒 I そのものの形成を抑制できれば良いが、その手段については不明な点が多い。し

かし、仮に熱間鍛造によって $\beta$ 粒Iが形成されたとしても、鍛造前 $\beta$ 粒径を細粒化することでマクロゾーンの微細化が期待できる。

### 3. 4. 5. マクロゾーン形成に及ぼす鍛造前 $\beta$ 粒径の細粒化とひずみ速度低減の影響

#### (1) マクロゾーンの形態変化

圧下を行わず鍛造材と同じ熱履歴のみを与えた素材における $\alpha$ 相のTAマップ(tile angle map)をFig. 3-16(a-c)に示す。図中の色付けは、 $\alpha$ 相の $c$ 軸と鍛造軸とのなす角度( $\theta$ )に対して、付記するカラースケールをもとに色付けした。それぞれ、鍛造前 $\beta$ 粒径がおおよそ300 $\mu\text{m}$ 、400 $\mu\text{m}$ 、700 $\mu\text{m}$ の3水準となるよう加熱保持時間を調整した素材である。Fig. 3-16(c)は第2章のFig. 2-7(a)で示したFR0と同じTAマップであり、旧 $\beta$ 粒界の一部を白色矢印で示す。また、Fig. 3-16(b,c)には、 $\theta$ が類似の領域を白色の点線で示している。旧 $\beta$ 粒界から両側の $\beta$ 粒に伸びた板状 $\alpha$ において、 $\theta$ が類似のマクロゾーンが一部で認められる。その形態は楕円形であり、旧 $\beta$ 粒の形状が等軸状であることから楕円形の長軸方向は鍛造軸に対して任意の方向に傾いている。そのため、初期素材に認められるこのマクロゾーンは、超音波の後方散乱信号強度にほとんど影響を及ぼさない。光学顕微鏡写真をもとに切片法で求めた各素材の平均 $\beta$ 粒径は、それぞれ303 $\mu\text{m}$ 、441 $\mu\text{m}$ 、678 $\mu\text{m}$ であった。本研究では $\beta$ 粒径の水準が重要であるため、以後も、鍛造前 $\beta$ 粒径をそれぞれ300 $\mu\text{m}$ 、400 $\mu\text{m}$ 、700 $\mu\text{m}$ と記す。

鍛造前 $\beta$ 粒径とひずみ速度が異なる鍛造材(FG3F、FG4F、FG7F、FG3S、FG4S、FG7S)における $\alpha$ 相のTAマップをFig. 3-17に示す。マップの色付けはFig. 3-16と同様である。初期ひずみ速度は、(a-c)0.17 $\text{s}^{-1}$ 、(d-f)0.017 $\text{s}^{-1}$ であり、鍛造前 $\beta$ 粒径は、(a,d)300 $\mu\text{m}$ 、(b,e)400 $\mu\text{m}$ 、(c,f)700 $\mu\text{m}$ である。鍛造材FG7Fは、第2章のFig. 2-7(d)で示した鍛造材FR67と同じであり、先述の通り鍛造軸に対して垂直に伸びたマクロゾーンが形成されている。鍛造前 $\beta$ 粒径700 $\mu\text{m}$ で、初期

ひずみ速度を  $0.017 \text{ s}^{-1}$  に下げた鍛造材 FG7S (Fig. 3-17(f)) において、マクロゾーンの厚みが薄くなり、且つ鍛造軸に対して垂直な方向にも分断される傾向が認められる。ひずみ速度  $0.17 \text{ s}^{-1}$  の鍛造材 FG7F では、マクロゾーンと、その隣接領域の厚みを同程度と近似したが、鍛造材 FG7S においては、マクロゾーンの厚みが、その隣接組織と比較して薄いように見受けられる。初期ひずみ速度  $0.17 \text{ s}^{-1}$  で、鍛造前  $\beta$  粒径を細粒化した鍛造材 FG3F、FG4F においても (Fig. 3-17(a,b))、同様にマクロゾーンが微細化されている。ひずみ速度のみを下げた鍛造材 FG7S よりも、鍛造軸に対して垂直な方向にマクロゾーンが短く分断される傾向が認められる。これは、鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化に伴い、鍛造軸に対して垂直に伸びた扁平な  $\beta$  粒の長軸長さが短くなったことに対応すると考えられる。その結果、マクロゾーン形成で生じる組織形態は層状組織よりも、むしろ、島状組織に近づく。鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化とひずみ速度低減を組合せた鍛造材 FG4S (Fig. 3-17(e)) において、全体的に赤色からオレンジ色の領域が多い印象があるが、マクロゾーンは微細化されている。検討した範囲で鍛造前  $\beta$  粒径が最も細かく、且つひずみ速度の低減を組合せた鍛造材 FG3S (Fig. 3-17(d)) において、マクロゾーンが最も微細化されていた。

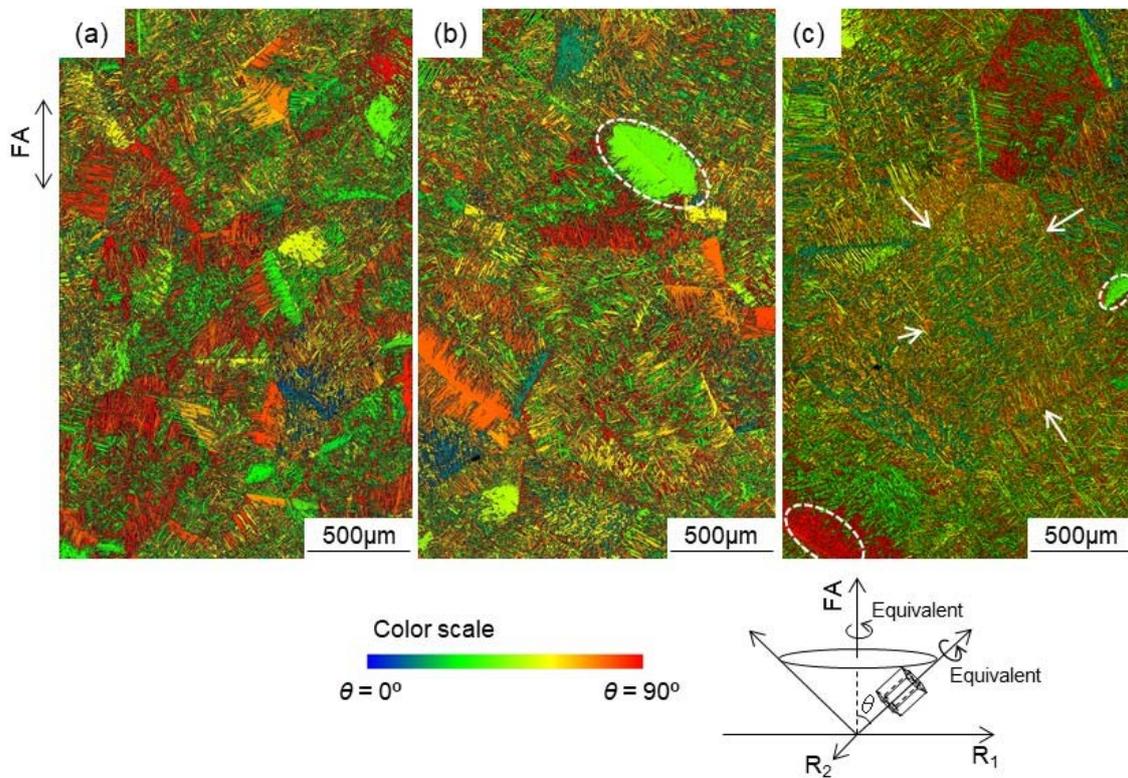


Fig. 3-16 Tilt angle (TA) maps of Ti-6246 samples heated (without hot-forging) at 1050°C followed by STA. Hold times at 1050°C were adjusted so that mean grain sizes of  $\beta$  grains reached (a) 300  $\mu\text{m}$ , (b) 400  $\mu\text{m}$  and (c) 700  $\mu\text{m}$ , respectively. Colors in the maps show tilt angle of c-axes in hcp lattice ( $\alpha$  phase) from the forging axis (FA) direction, according to the attached color scale bar. Prior- $\beta$  grain boundaries and clusters of  $\alpha$  platelets having similar orientations are indicated by white arrows and white circular dots, respectively. FA is indicated.

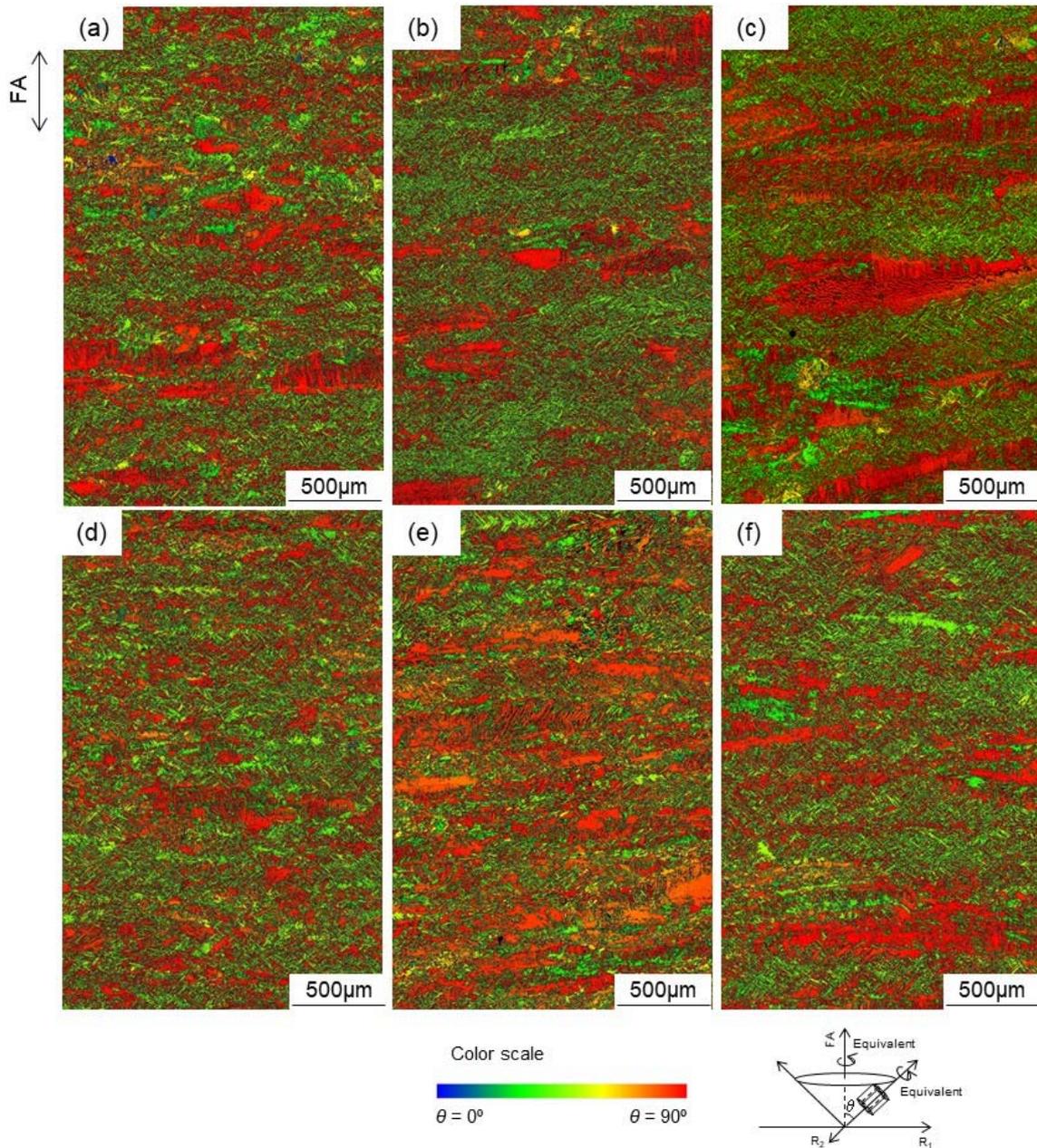


Fig. 3-17 Tilt angle (TA) maps of Ti-6246 samples hot-forged at 1000°C followed by STA. Mean grain diameters of  $\beta$ -grains before forging were (a, d) 300  $\mu\text{m}$ , (b, e) 400  $\mu\text{m}$  and (c, f) 700  $\mu\text{m}$ , respectively. Initial strain rates were (a-c)  $0.17 \text{ s}^{-1}$  and (d-f)  $0.017 \text{ s}^{-1}$ . Colors in the maps show tilt angle of c-axes in hcp lattice ( $\alpha$  phase) from the forging axis (FA) direction, according to the attached color scale bar. FA is indicated.

## (2) 後方散乱信号強度に及ぼす影響

作製した鍛造材に対する超音波測定結果を Fig. 3-18(a-c)に示す。測定した受信信号をもとに 2.3.1 節と同じ要領で平均信号強度 (amplitude of averaged backscattered signals (BS)) を求め、鍛造前  $\beta$  粒径に対して整理した。測定周波数は(a) 5 MHz、(b) 10 MHz、(c) 15 MHz であり、初期ひずみ速度  $0.17 \text{ s}^{-1}$ 、 $0.017 \text{ s}^{-1}$  の結果を丸とひし形のプロットでそれぞれ示す。各プロットは測定点数 4 点の平均値を示すが、鍛造材 FG3S の周波数 15 MHz の結果のみ、3 点の平均値であることを付記する。

いずれの測定周波数においても、ひずみ速度の低減により平均信号強度を抑制できている。鍛造前  $\beta$  粒径の影響において、周波数 5 MHz では ((a))、鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化に伴い平均信号強度が単調に低下する傾向が認められる。周波数 10 MHz ((b)) と 15 MHz ((c)) においても、初期ひずみ速度  $0.17 \text{ s}^{-1}$  で圧下した鍛造材では同様の傾向が認められる。初期ひずみ速度  $0.017 \text{ s}^{-1}$  で圧下した場合、鍛造前  $\beta$  粒径  $700 \mu\text{m}$  においても既に平均信号強度が抑制されていることもあり、周波数 10 MHz ((b)) において、平均信号強度に及ぼす鍛造前  $\beta$  粒径の影響は小さい。周波数 15 MHz ((c)) においては、鍛造前  $\beta$  粒径  $400 \mu\text{m}$  のデータが無いので推測が含まれるが、周波数 10 MHz での測定結果と同様に、鍛造前  $\beta$  粒径  $700 \mu\text{m}$  において、既に平均信号強度が低く、平均信号強度に及ぼす鍛造前  $\beta$  粒径の影響は小さいと考えられる。

第 2 章では、鍛造軸に対して垂直に伸びたマクロゾーンの発達により形成される層状組織について、平均信号強度に及ぼす層厚みの影響を調べた。そして、平均層厚み ( $d_l$ ) と周波数 ( $\lambda$ ) の比  $d_l/\lambda$  が 0.25 近傍で最大値をとり、平均信号強度を低減させるためには、マクロゾーンを微細化させ、散乱挙動を Rayleigh 散乱領域に遷移させる必要があることを示した。なお、周波数 5 MHz ( $\lambda = 1200 \mu\text{m}$ )、10 MHz ( $\lambda = 600 \mu\text{m}$ )、15 MHz ( $\lambda = 400 \mu\text{m}$ ) において、 $d_l/\lambda = 0.25$  に対応する層厚みは、それぞれ  $300 \mu\text{m}$ 、 $150 \mu\text{m}$ 、 $100 \mu\text{m}$  である。周波数 5 MHz の測定におい

て、鍛造材 FG7F の平均層厚み (256  $\mu\text{m}$ ) は  $d_i/\lambda=0.25$  近傍であった。そのため、マクロゾーンの微細化により平均信号強度が単調に低下した結果は容易に理解できる。一方、周波数 10 MHz と 15 MHz において、鍛造材 FG7F の  $d_i/\lambda$  は 0.43 と 0.64 であり、stochastic 散乱領域に位置していた。そのため、マクロゾーンの微細化に伴い平均層厚みのみが減少すると、平均信号強度が一旦増加するはずであるが、実験結果において、鍛造材 FG7F よりも高い平均信号強度は認められなかった。その理由を検討する。

第 2 章において検討した層状組織は、マクロゾーンと、その隣接領域の厚みを同程度と近似し、且つ、マクロゾーンの長さが十分に長いことから、数値解析では直線で無限長の粒界が平行に配列する多層粒界モデルを用いた。一方、本章で認められたマクロゾーンの厚みは隣接組織と比較して薄く、互いの厚みの比率が変化していた。そして、形成されたマクロゾーンは鍛造軸に対して垂直な方向にも短くなり、マクロゾーンが層状から島状に分布する傾向を示した。この傾向は鍛造前  $\beta$  粒径を細粒化した鍛造材で明瞭であり、ひずみ速度の低減を組み合わせることで更に顕著となった。その結果、隣接領域とマクロゾーンとの界面には、直線性と連続性が認められなくなった。超音波の性質として、周波数が高くなる程、界面の平行性の乱れに対する影響を敏感に受け、散乱方向に乱れを生じ易くなるため、後方散乱波が干渉で信号強度を強め合い難くなったと考えられる。以上のことから、周波数 10 MHz と 15 MHz においても、マクロゾーンの微細化により平均信号強度は増加することなく、低減したと考えられる。

いずれにしても、マクロゾーンを微細化することで、超音波探傷性を向上できることが示された。

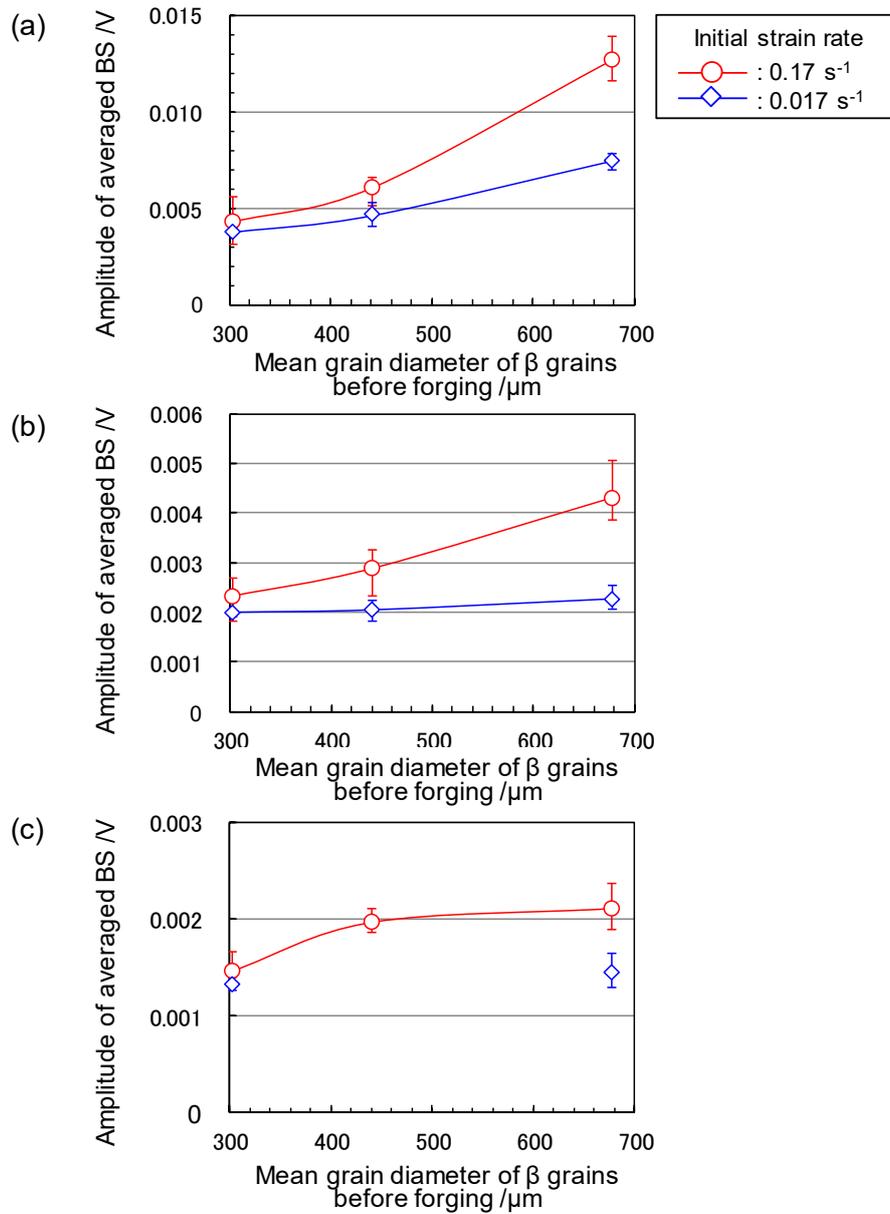


Fig. 3-18 Effects of initial strain rates and mean grain diameters of  $\beta$  grains before forging on the amplitude of averaged backscattered signals (BS) in Ti-6246 samples hot-forged at  $1000^\circ\text{C}$  followed by STA. Ultrasonic measurement was conducted at frequencies at (a) 5 MHz, (b) 10 MHz and (c) 15 MHz, respectively. The amplitudes of averaged BS were amplified by gain values of 20 dB, 30 dB and 40 dB at frequencies of 5 MHz, 10 MHz and 15 MHz, respectively.

### (3) マクロゾーンの微細化メカニズム

#### ①集合組織状態の変化

本項では、前節までに明らかにしたマクロゾーンの結晶学的な特徴を踏まえ、その微細化メカニズムを検討する。鍛造前  $\beta$  粒径とひずみ速度が異なる鍛造材 (FG3F、FG4F、FG7F、FG3S、FG4S、FG7S) における  $\{0001\}_\alpha$  正極点図を Fig. 3-19 に示す。初期ひずみ速度は、(a-c)  $0.17 \text{ s}^{-1}$ 、(d-f)  $0.017 \text{ s}^{-1}$  であり、鍛造前  $\beta$  粒径は、(a, d)  $300 \mu\text{m}$ 、(b, e)  $400 \mu\text{m}$ 、(c, f)  $700 \mu\text{m}$  である。いずれの鍛造条件においても、鍛造軸に対して概ね軸対称で、鍛造軸とのなす角度 ( $\theta$ ) について、 $\theta = 45^\circ$  近傍と  $\theta = 90^\circ$  近傍の 2 か所の角度位置に集積が認められる。鍛造前  $\beta$  粒径が  $700 \mu\text{m}$  と粗大な場合 (Fig. 3-19(c, f))、集積状態は島状であるが、鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化に伴い、鍛造軸回りに均一な集積となる。一方、鍛造前  $\beta$  粒径を変更せずひずみ速度を下げた場合、 $\{0001\}_\alpha$  の集合組織形成へ及ぼす顕著な影響は認められない。

次に、 $\{111\}_\beta$  と  $\{001\}_\beta$  正極点図を Fig. 3-20 に示す。初期ひずみ速度は、(a-c)  $0.17 \text{ s}^{-1}$ 、(d-f)  $0.017 \text{ s}^{-1}$  であり、鍛造前  $\beta$  粒径は、(a, d)  $300 \mu\text{m}$ 、(b, e)  $400 \mu\text{m}$ 、(c, f)  $700 \mu\text{m}$  である。いずれも  $\{111\}_\beta$  極//FA、 $\{001\}_\beta$  極//FA の熱間圧縮集合組織が発達している。このように、鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化とひずみ速度を低減しても、巨視的な集合組織形成に大きな変化は生じていない。

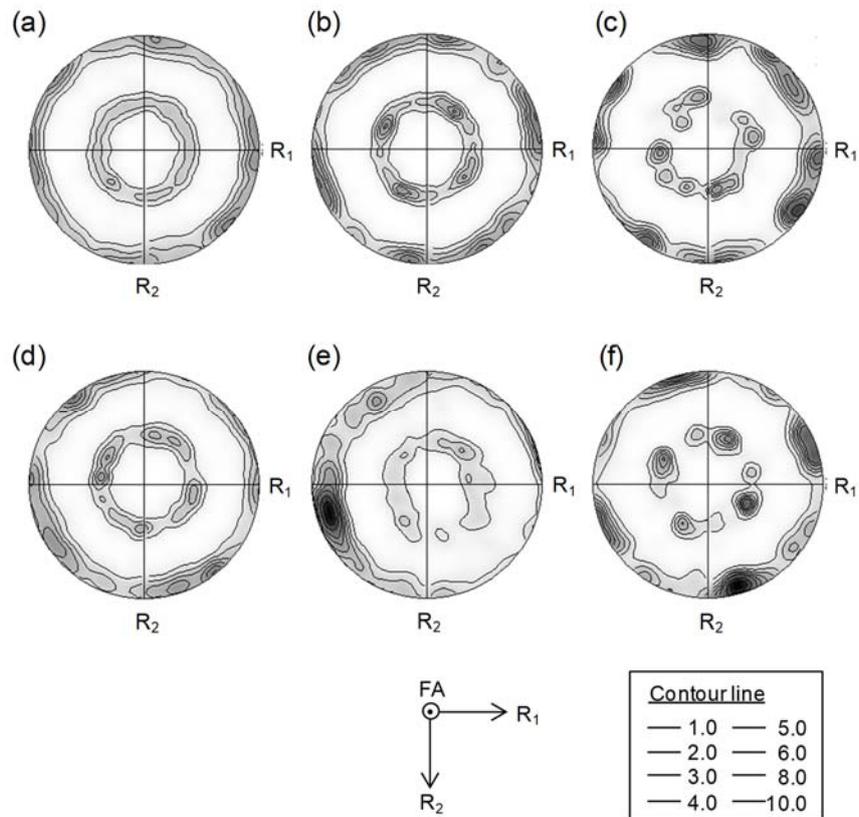


Fig. 3-19  $\{0001\}_\alpha$  pole figures in Ti-6246 samples hot-forged to a reduction in height of 67% at 1000°C followed by STA. Mean diameters of  $\beta$  grains before hot-forging were (a, d) 300  $\mu\text{m}$ , (b, e) 400  $\mu\text{m}$  and (c, f) 700  $\mu\text{m}$ . Initial strain rate were (a-c)  $0.17 \text{ s}^{-1}$ , (d-f)  $0.017 \text{ s}^{-1}$ . The forging axis (FA) direction and orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated.

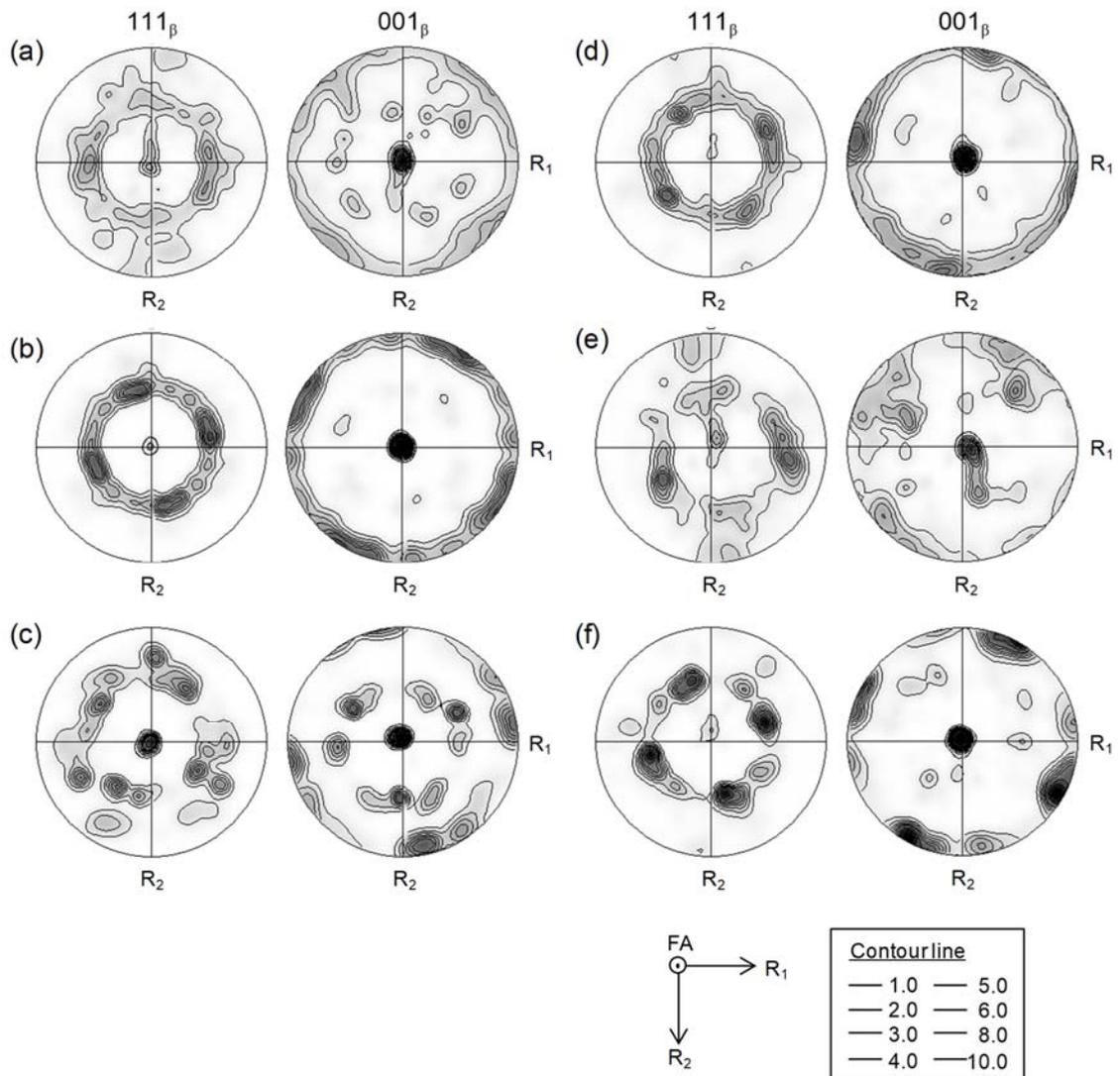


Fig. 3-20  $\{111\}_\beta$  and  $\{001\}_\beta$  pole figures in Ti-6246 samples hot-forged to a reduction in height of 67% at 1000°C followed by STA. Mean diameters of  $\beta$  grains before hot-forging were (a, d) 300  $\mu\text{m}$ , (b, e) 400  $\mu\text{m}$  and (c, f) 700  $\mu\text{m}$ . Initial strain rates were (a-c)  $0.17 \text{ s}^{-1}$ , (d-f)  $0.017 \text{ s}^{-1}$ . The forging axis (FA) direction and the orthogonal radial directions ( $R_1$  and  $R_2$ ) are indicated.

## ②ひずみ速度低減の影響

マクロゾーンの微細化メカニズムを検討するため、Fig. 3-17 に示した EBSD 測定結果をもとに、3.4.2 節と同じ要領でバリエーション解析を行った。鍛造前  $\beta$  粒径が  $700 \mu\text{m}$  で、ひずみ速度を  $0.017 \text{ s}^{-1}$  に下げた鍛造材 FG7S における結果を Fig. 3-21 に示す。図の整理要領は Fig. 3-5 と同様である。 $\alpha$  相の TA マップ ((a)) において、c 軸が鍛造軸に対して垂直に配向した (赤色に色付けられた) マクロゾーンが認められるが、3.4.2 節に示したマクロゾーンよりも微細化されている。band contrast 像 ((b)) から推定した旧  $\beta$  粒界のトレースを、Fig. 3-21(b, d) に白色の点線で描いている。旧  $\beta$  粒界が湾曲していることが分かる。これは、ひずみ速度低減により、熱間鍛造中に  $\beta$  粒界の粒界移動が起こったためと考えられる。Figure. 3-21(a-c) のマップには  $2^\circ$  粒界を描いているが、 $\alpha$  相の IPF マップ ((c)) において、旧  $\beta$  粒界近傍であっても  $2^\circ$  粒界が認められない視野が多い。これは、多くの視野で旧  $\beta$  粒界に析出した  $\alpha$  相と  $\beta$  粒内に成長した板状  $\alpha$  の方位が同じであったことを示す。旧  $\beta$  粒界に対して上側が  $\beta$  粒 I、下側が  $\beta$  粒 II であり、 $\beta$  粒の組合せ C1 である。 $\beta$  相の正極点図 ((e-g)) において、各極の集積が分散しており、熱間鍛造で  $\beta$  粒内に大きな方位回転が生じたと考えられる。特に、 $\beta$  粒 II 内には観察視野内に 2 組の  $\beta$  粒の極が認められる。識別を容易にするため、1 組の極を便宜的に黒色矢印で示す。別途解析したところ、 $\beta$  粒 II 内の 2 つの  $\beta$  粒の間の方位差は約  $20^\circ$  であった。2 組の  $\beta$  粒 II のいずれもが  $\beta$  粒 I と共通  $\{110\}_\beta$  (common  $\{110\}_\beta$  pole 1, common  $\{110\}_\beta$  pole 2) を形成している ((e))。共通  $\{110\}_\beta$  の角度差はそれぞれ  $4.9^\circ$ 、 $8.8^\circ$  であった。

粒界  $\alpha$  及び成長方向が同じ板状  $\alpha$  (コロニー) を抽出し、領域毎の結晶方位を解析した。その際、 $\alpha$  相の正極点図における極の分散が大きく、極点図を基に解析対象領域を抽出できなかったため、IPF マップを基に、視野の中で比較的粗大なコロニーと粒界  $\alpha$  を抽出した。粒界  $\alpha$  としては  $2^\circ$  粒界で囲まれた領域を選択した。解析対象領域をそれぞれ、colony 1、GB $\alpha$  1、colony 2、colony 3、GB $\alpha$  2、

colony 4 と記し、Fig. 3-22(a-f)にハイライト表示する。領域別に解析した  $\alpha$  相の方位情報を 1 つに統合し、Fig. 3-22(g-i)に示す。ここで、(g)は  $\alpha$  相の IPF マップ、(h,i)はそれぞれ対応する  $\{0001\}_\alpha$  正極点図と  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  正極点図である。IPF マップにおいて、解析対象以外の測定点を黒色で表す。Figure 3-22(j,k)は Fig. 3-21(e,f)に示した  $\{110\}_\beta$  と  $\{111\}_\beta$  正極点図である。Figure 3-22(h-k)に示した正極点図には、Fig. 3-22(a-f)に示す各  $\alpha$  相領域の方位、及びそれらが BOR を満足する  $\beta$  相の方位をそれぞれ示す。Figure 3-22 において、(a-c)及び(d-f)に示す  $\alpha$  相領域は、各  $\{0001\}_\alpha$  面がそれぞれ共通  $\{110\}_\beta$ -1 (common  $\{110\}_\beta$  pole 1) と共通  $\{110\}_\beta$ -2 (common  $\{110\}_\beta$  pole 2) と面平行関係を有し、タイプ A のマクロゾーンを形成している。解析した領域の  $\alpha$  方位を Fig. 3-4 で定義した表記で示すと、colony 1、GB $\alpha$  1、colony 2 がそれぞれ ORi'、ORii'、ORivであり、colony 3、GB $\alpha$  2、colony 4 がそれぞれ ORi、ORii、ORiiiである。これらは、Table 3-2 に示す  $\alpha$  相方位の組合せ b、a にそれぞれ対応する。

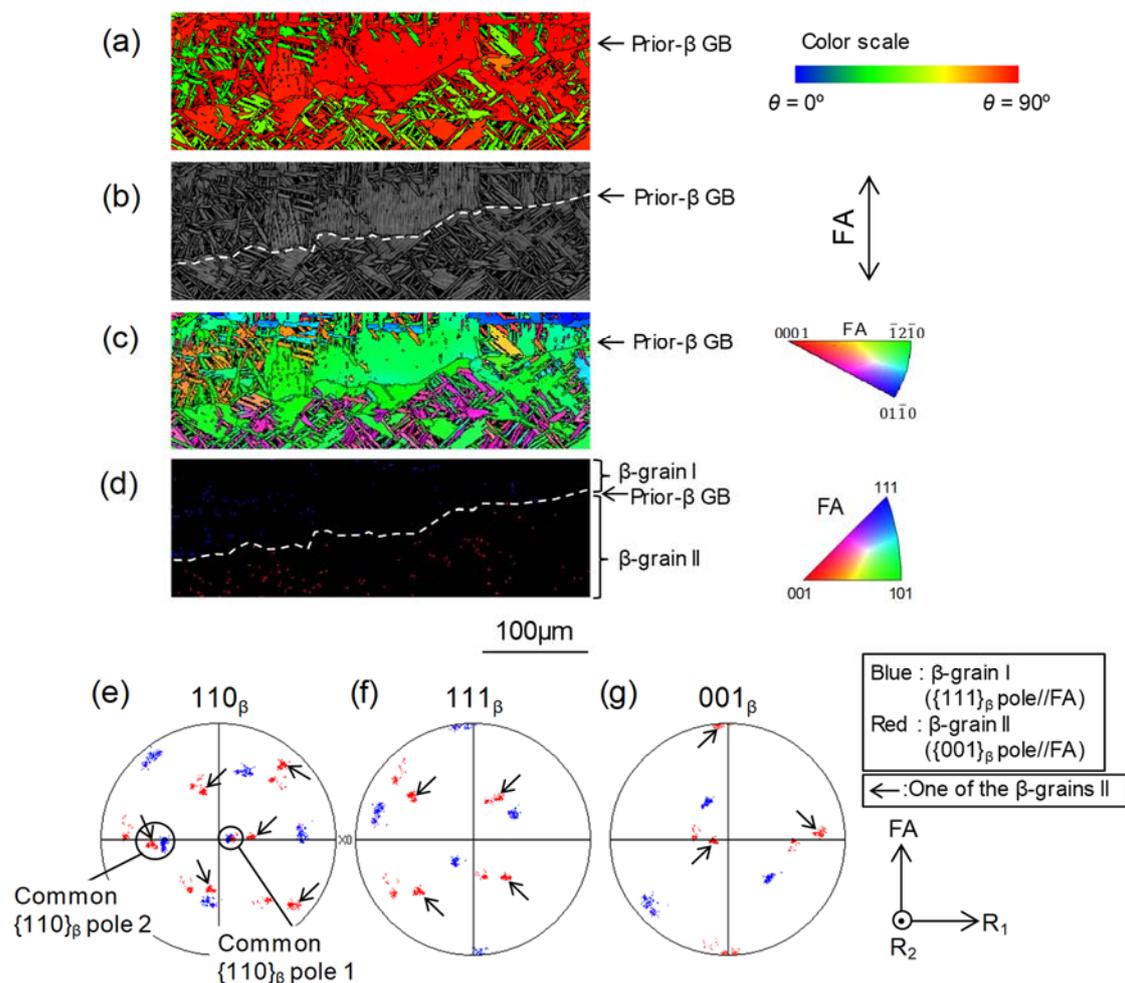


Fig. 3-21 (a) Tilt angle (TA) map of type A macrozones observed in Ti-6246 sample hot-forged to a reduction in height of 67% at an initial strain rate of  $0.017 \text{ s}^{-1}$  at  $1000^\circ\text{C}$  followed by STA. Mean diameter of  $\beta$  grains before hot-forging was  $700 \mu\text{m}$ . Corresponding (b) band contrast image, (c) IPF map of  $\alpha$  phase and (d) IPF map of  $\beta$  phase. Corresponding pole figures of (e)  $\{110\}_\beta$ , (f)  $\{111\}_\beta$  and (g)  $\{001\}_\beta$ . Arrows in (e-g) indicate poles in one of the  $\beta$ -grains II. The forging axis (FA) direction and the orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated in the figures.

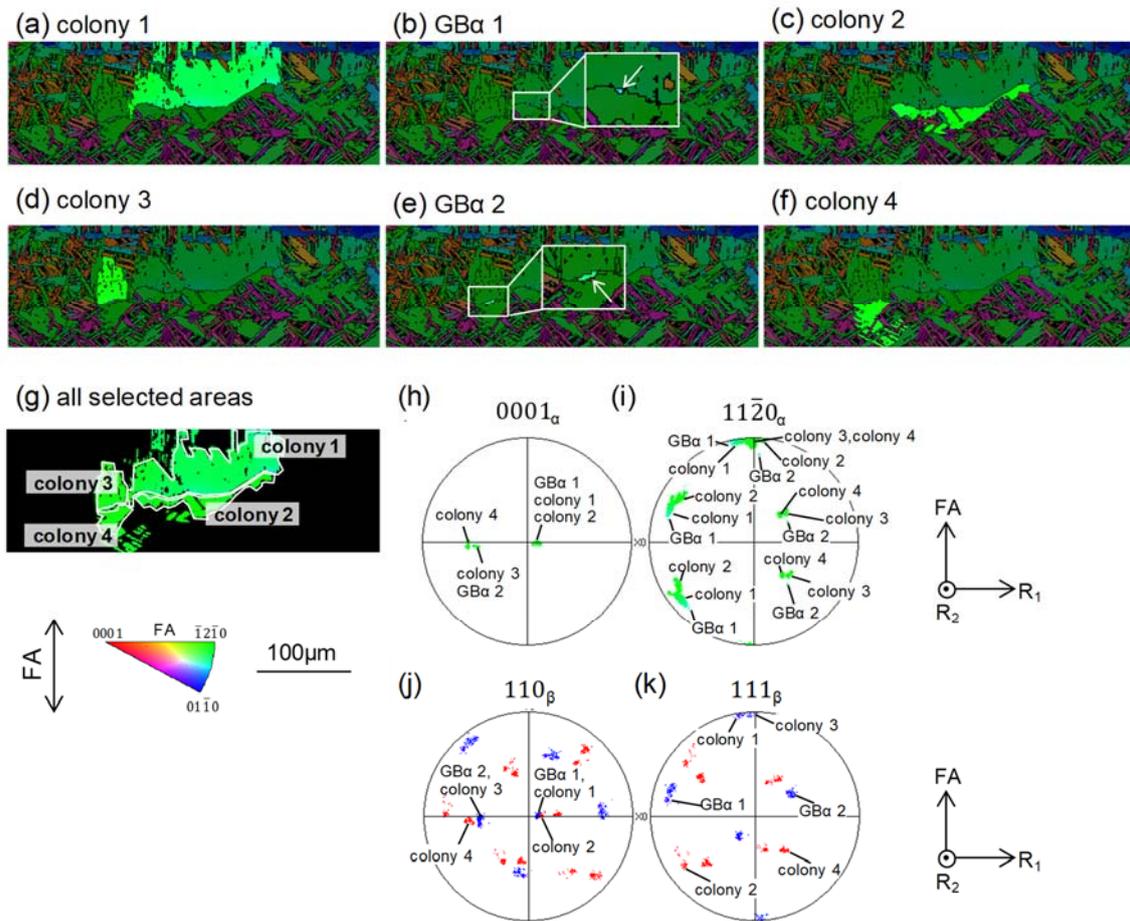


Fig. 3-22 (a-f) IPF maps of  $\alpha$  phase highlighting colonies of  $\alpha$  platelets and  $GB\alpha$  shown in Fig. 3-21. (a) colony 1 in  $\beta$ -grain I, (b)  $GB\alpha$  1, (c) colony 2 in  $\beta$ -grain II, (d) colony 3 in  $\beta$ -grain I, (e)  $GB\alpha$  2 and (f) colony 4 in  $\beta$ -grain II. (g) IPF map of  $\alpha$  phase and corresponding (h)  $\{0001\}_\alpha$  and (i)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole figures of all regions analyzed in (a-f). (j)  $\{110\}_\beta$  and (k)  $\{111\}_\beta$  pole figures indicating the poles which maintain the BOR with  $\alpha$  phase in (a-f).

3.2.節で述べた通り、粒界上の生成相は、低エネルギー界面が粒界面にできるだけ平行で、粒界面をできるだけ広く覆うことができるバリエーションが選択され易い。そのため、粒界面の湾曲化がバリエーション多様化に有効な手段として知られている。Figure 3-21 の視野の左側には、 $\beta$  粒界が湾曲化し粒界  $\alpha$  の方位が多様化した領域が認められた。そこで、粒界面の傾角と粒界  $\alpha$  のバリエーションとの関係を調べた。Figure 3-2 で示した通り、BOR における低エネルギー界面は、 $\{1\bar{1}2\}_\beta // \{10\bar{1}0\}_\alpha$  である。そこで、粒界面と  $\{112\}_\beta$  極の配向に着目して解析を行った。その結果を Fig. 3-23(a-d) に示す。Figure 3-23(a-c) はマクロゾーンが形成されていない領域の粒界  $\alpha$  であり、Fig. 3-23(d) は、Fig. 3-22(e) の  $GB\alpha_2$  である。図の左側は  $\alpha$  相の IPF マップであり、解析対象とした粒界  $\alpha$  をハイライト表示と白色矢印で示す。図の右側には、対応する  $\alpha$  相の方位を  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  正極点図の形式で示しており、各粒界  $\alpha$  と BOR を満足する  $\beta$  相の極 ( $\{110\}_\beta$ 、 $\{111\}_\beta$ 、 $\{112\}_\beta$ )、及び  $\{112\}_\beta$  極の大円を重ね合わせている。正極点図上での  $\alpha$  相の色付けは、IPF マップに対応する。 $\beta$  相の極の同定方法について説明する。まず Fig. 3-6 と同じ要領で粒界  $\alpha$  の  $\{0001\}_\alpha$  面と  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  方向がそれぞれ平行関係を満足する  $\{110\}_\beta$  面と  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  方向を同定し、その後、これらの極と垂直関係にある  $\{112\}_\beta$  面の極を求めた。そして、 $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  正極点図上に重ね合わせて整理した。Figure 3-23 において、 $\{110\}_\beta$  極、 $\{111\}_\beta$  極、 $\{112\}_\beta$  極は、それぞれ黒色、青色、赤色の点で示し、 $\{112\}_\beta$  極の大円を水色の線で描いている。Figure 3-23(a-d) に示すいずれの粒界  $\alpha$  の  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  面は  $\beta$  母相の  $\{112\}_\beta$  面と平行関係を有し、 $\{112\}_\beta$  面の法線方向は粒界面に対して垂直に近い。本研究では、粒界面の 3 次元的な傾角を求めているため定性的な検討に留まるが、低エネルギー界面の  $\{1\bar{1}2\}_\beta // \{10\bar{1}0\}_\alpha$  が粒界面にできるだけ平行となるよう粒界  $\alpha$  のバリエーションが選択されており、 $\beta$  粒界の湾曲化に伴い粒界  $\alpha$  のバリエーションが変化したと考えられる。

熱間鍛造により  $\beta$  粒界が鍛造軸に対して垂直に伸びた平滑な形態になると、粒界  $\alpha$  の方位には ORii が選択され易いことは 3.4.2 節で述べた。そのため、粒界

$\alpha$  のバリエント多様化は、 $\beta$  粒界の湾曲化を判断する 1 つの指標として考えられる。

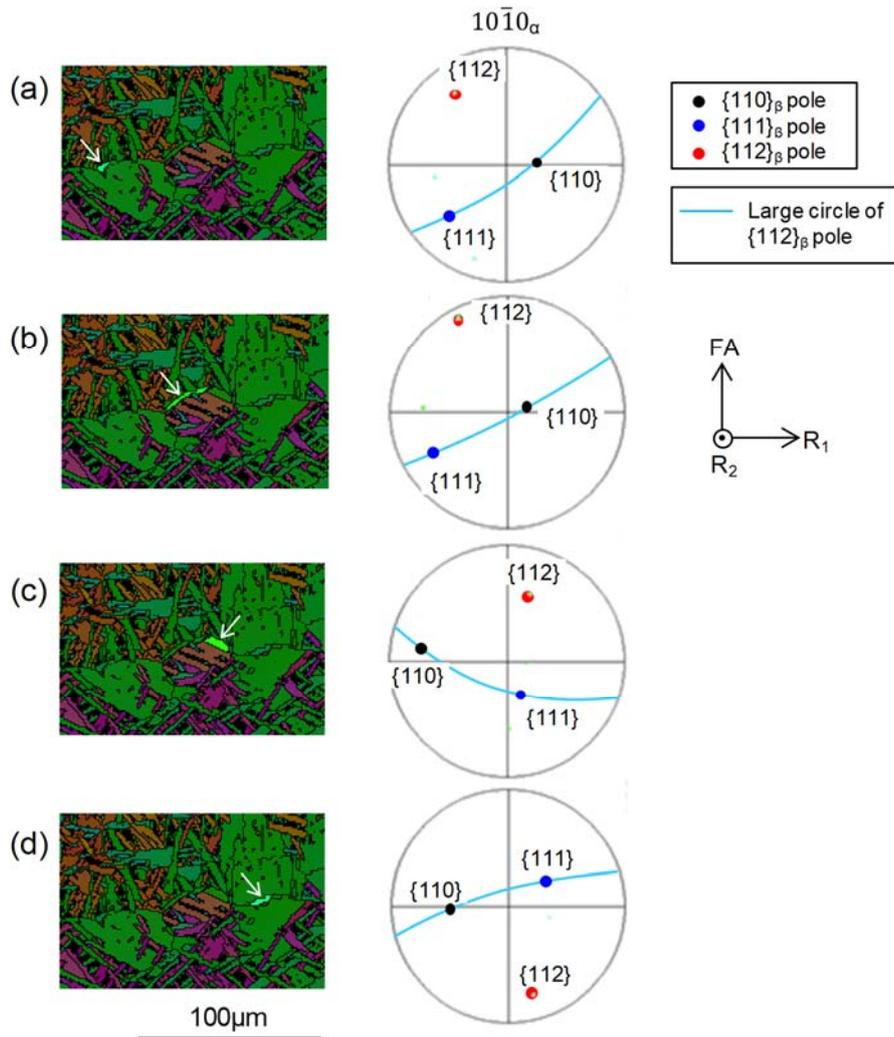


Fig. 3-23 (a-d) IPF maps of  $\alpha$  phase highlighting each  $GB\alpha$  and corresponding  $\{10\bar{1}0\}_\alpha$  pole figures superimposed on the  $\{110\}_\beta$  pole,  $\{111\}_\beta$  pole and  $\{112\}_\beta$  pole which maintain the BOR with each  $GB\alpha$ , respectively. Large circle of the  $\{112\}_\beta$  pole are depicted. White arrows in the IPF maps indicate highlighted  $GB\alpha$ .

しかし、 $\beta$  粒界面を湾曲化したとしても、その程度が不十分であれば  $\beta$  粒 I 内にマクロゾーンが形成される傾向が認められた。その一例を Fig. 3-24 に示す。図の整理要領は Fig. 3-5 と同様である。Fig. 3-24(d,f,g)から分かる通り、視野の水平方向に認められる旧  $\beta$  粒界 (prior- $\beta$ GB) に対して上側が  $\beta$  粒 I、下側が  $\beta$  粒 II であり、 $\beta$  粒の組合せ C1 である。旧  $\beta$  粒界は不明瞭であるが、band contrast 像 (b) と  $\beta$  相の IPF マップ (d) から判断し、図中にトレースを白色の点線で示す。Figure 3-24(a)に示す  $\alpha$  相の TA マップにおいて、 $\beta$  粒 I 内には  $c$  軸が鍛造軸に垂直に近い (赤色に色付けられた) 板状  $\alpha$  の存在頻度が高い。 $c$  軸と鍛造軸とのなす角度( $\theta$ )の頻度分布を調べたところ、 $\theta \geq 80^\circ$ の割合は 0.76 であり、タイプ B のマクロゾーンが形成されていた。 $\alpha$  相の IPF マップ (Fig. 3-24(c)) において、 $\beta$  粒 I 内に形成される板状  $\alpha$  相の成長方向は視野の上下方向に近いが、方位の色付けが青色と緑色で、それぞれ異なる 2 つの領域が認められる。参考までに、それらの境界 (GB in  $\beta$ -grain I) のトレースを図中に描き、 $\beta$  粒 II と接する下側を  $\beta$  粒 I-1 ( $\beta$ -grain I-1)、上側を  $\beta$  粒 I-2 ( $\beta$ -grain I-2) と便宜的に区別して記す。 $\beta$  粒 I-1 と  $\beta$  粒 I-2 の方位差を別途解析したところ  $15^\circ$ 程度であった。また、 $\beta$  粒 II と  $\beta$  粒 I-1 において近接する  $\{110\}_\beta$  極間の角度差は約  $25^\circ$ であり、共通  $\{110\}_\beta$  は形成されていなかった。 $\beta$  粒内の方位変化が大きくバリエーションの対応付けは難しかったが、板状  $\alpha$  の成長方向を考慮して判断した。その結果、 $\{110\}_\beta$  正極点図 (e) の中央付近に認められる極 (parallel plane to  $\{0001\}_\alpha$ ) に  $\{0001\}_\alpha$  極が平行で、 $\{111\}_\beta$  正極点図 (f) の上部付近に認められる極 ( $\beta$ -grain I-1、 $\beta$ -grain I-2) に  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が方向平行となるように方位が選択されていると考えられた。Fig. 3-4 で定義した表記では、 $OR_i'$ に対応する。

この様に、1 軸のアップセット鍛造を施した場合、多くの粒界面が鍛造軸に対して垂直に広がっており、熱間集合組織の発達に伴い形成される  $\beta$  粒 I の  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  方向が鍛造軸に垂直に近く、これと方向平行関係を持つバリエーションが成長に有利であることから、 $\alpha$  相方位  $OR_i$ と  $OR_i'$ が選択され易く、タイプ B のマクロゾ

ーンが形成される。そのため、確実にマクロゾーンを微細化するためには、鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化が必要と考えられる。

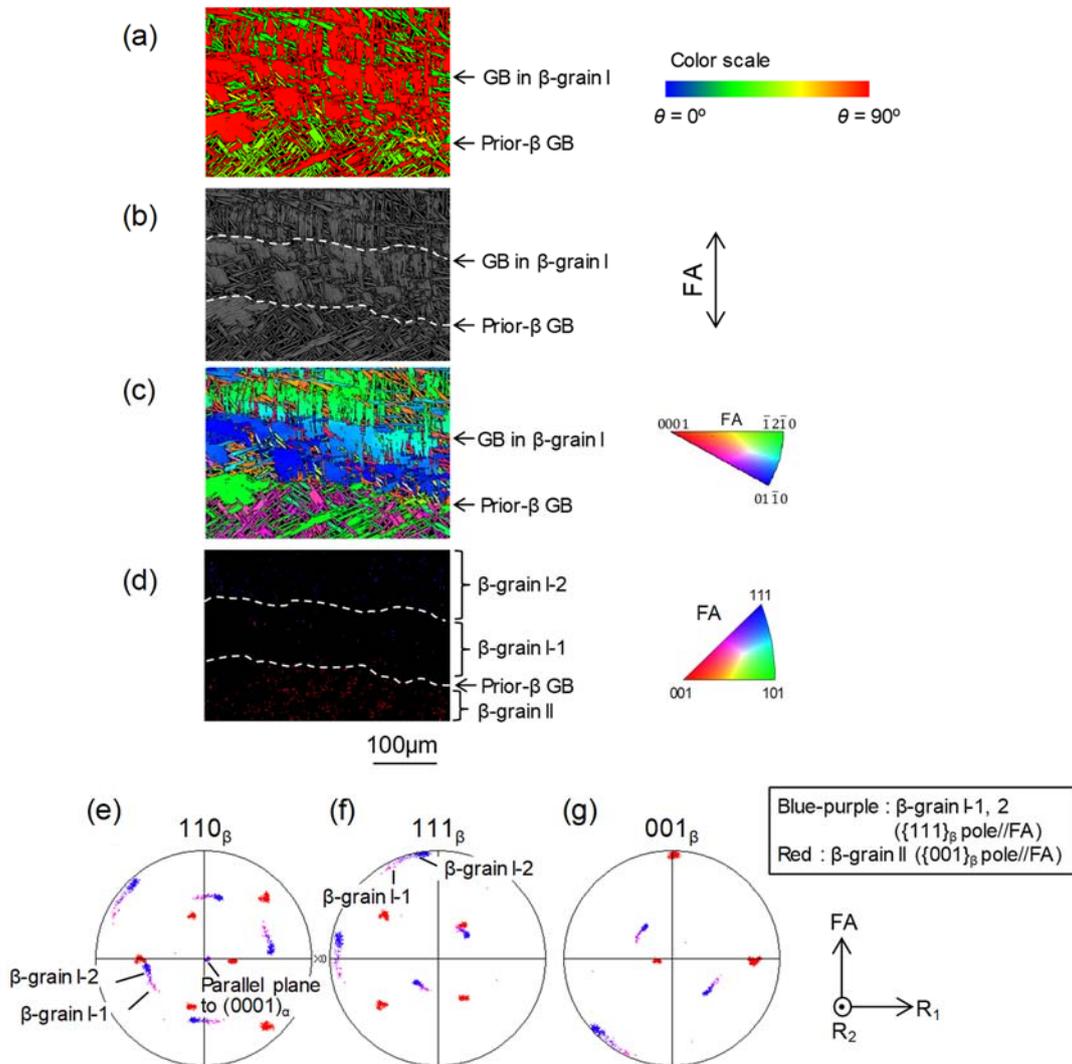


Fig. 3-24 (a) Tilt angle (TA) map of type B macrozones observed in Ti-6246 sample hot-forged to a reduction in height of 67% at an initial strain rate of  $0.017 \text{ s}^{-1}$  at  $1000^\circ\text{C}$  followed by STA. Mean diameter of  $\beta$  grains before hot-forging was  $700 \mu\text{m}$ . Corresponding (b) band contrast image, (c) IPF map of  $\alpha$  phase and (d) IPF map of  $\beta$  phase. Corresponding pole figures of (e)  $\{110\}_\beta$ , (f)  $\{111\}_\beta$  and (g)  $\{001\}_\beta$ . The forging axis (FA) direction and the orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated in the figures.

### ③鍛造前 $\beta$ 粒径の細粒化が及ぼす影響

初期ひずみ速度  $0.17 \text{ s}^{-1}$  で、鍛造前  $\beta$  粒径を細粒化した鍛造材 (FG3F、FG4F) において、Fig. 3-17(a,b)に示した通り、マクロゾーンの微細化が認められた。マクロゾーン形成メカニズムに及ぼす鍛造前  $\beta$  粒径の影響を調べるため、鍛造材 FG3F に形成されたマクロゾーンに対してバリエーション解析を行った。観察された中で比較的粗大なマクロゾーンに対する解析例を Fig. 3-25 に示す。図の整理要領は Fig. 3-5 と同じである。Figure 3-25(d,f,g)から分かる通り、旧  $\beta$  粒界 (prior- $\beta$ GB) の上側が  $\beta$  粒 I、下側が  $\beta$  粒 II であり、 $\beta$  粒の組合せ C1 である。Figure 3-25(b)に示す band contrast 像から判断した旧  $\beta$  粒界のトレースを Fig. 3-25(b,d)に白色の点線で示す。これらの隣接  $\beta$  粒の間には共通  $\{110\}_{\beta}$  が形成されており、 $\{110\}_{\beta}$  極間の角度差は  $7.5^{\circ}$  であった (Fig. 3-25(e))。Figure 3-25(a)の  $\alpha$  相の TA マップにおいて、旧  $\beta$  粒界に対して両側の  $\beta$  粒に  $\alpha$  相の  $c$  軸が鍛造軸に対して垂直に配向するマクロゾーンが認められる。その大きさは、 $\beta$  粒 II 内は小さいが  $\beta$  粒 I 内で顕著である。このマクロゾーンを構成するコロニーと粒界  $\alpha$  の結晶方位を解析した結果を Fig. 3-26 に示す。Figure 3-26(a-c)は  $\alpha$  相の IPF マップであり、それぞれ  $\beta$  粒 I 内に形成されたコロニー (colony 1)、粒界  $\alpha$  (GB $\alpha$ )、 $\beta$  粒 II 内に形成されたコロニー (colony 2) に対する解析結果であり、解析対象領域をハイライト表示で示す。領域別に解析した  $\alpha$  相の方位情報を 1 つに統合し、Fig. 3-26(d-f)に示す。Figure 3-26 において、(d)は  $\alpha$  相の IPF マップ、(e,f)はそれぞれ対応する  $\{0001\}_{\alpha}$  正極点図、 $\{11\bar{2}0\}_{\alpha}$  正極点図である。IPF マップにおいて、解析対象以外の測定点を黒色で表す。Figure 3-26(g,h)は Fig. 3-25(e,f)に示した  $\{110\}_{\beta}$  と  $\{111\}_{\beta}$  の正極点図である。Figure 3-26(e-h)の正極点図には、Fig. 3-26(a-c)の各  $\alpha$  相領域の方位、及びそれらが BOR を満足する  $\beta$  相の方位をそれぞれ示す。colony 1 と粒界  $\alpha$  は  $\beta$  粒 I と、そして colony 2 は  $\beta$  粒 II との間に BOR を満足し、いずれの  $\{0001\}_{\alpha}$  面も共通  $\{110\}_{\beta}$  と面平行関係を示す。colony 1 と粒界  $\alpha$  が BOR を有する  $\{110\}_{\beta}$  面は同じであるが、方向平行関係を保つ  $\langle\bar{1}11\rangle_{\beta}$  が異なる。粒界

$\alpha$  の  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  は粒界面に平行に近い  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  と方向平行関係を持つが、colony 1 の  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$  は粒界面に対して垂直に近い  $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$  と方向平行関係を満たす。Figure 3-4 で定義した  $\alpha$  相の方位の表記を用いると、colony 1、粒界  $\alpha$ 、colony 2 の  $\alpha$  相方位はそれぞれ ORi'、ORii'、ORiv' であり、Table 3-2 に示した  $\alpha$  相方位の組合せ b である。なお、別途解析した結果、colony 1 と colony 2 の方位差は約  $8^\circ$  であり、 $\theta = 90^\circ$  で、3 次元的にも結晶方位が類似するタイプ A のマクロゾーンが形成されていた。

このように、鍛造前  $\beta$  粒径を細粒化することでマクロゾーンが微細化したが、その形成メカニズムは 3.4.2 節で示した内容と同じであった。特に、 $\beta$  粒 I においては、鍛造軸に対して垂直に伸びた粒界面が形成されると、成長方向が粒界面に垂直に近い  $\alpha$  相方位を有する板状  $\alpha$  のコロニーが形成される傾向が認められた。鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化により、巨視的には  $\beta$  粒界面が湾曲化するため、 $\beta$  粒 II のバリエーション多様化に寄与すると考えられるが、その湾曲化の程度は  $\beta$  粒 I 内のバリエーション多様化には十分でない。むしろ、熱間鍛造により  $\beta$  粒 I が形成されたとしても、扁平状の  $\beta$  粒 I のサイズが小さくなることで、鍛造材の厚み方向と、その垂直方向共に成長方向が同じ板状  $\alpha$  が形成される範囲を限定できる効果が大きいと考えられる。いずれにしても、 $\beta$  粒 I 内に形成されるマクロゾーンを微細化する手段として、鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化は有効と考えられる。

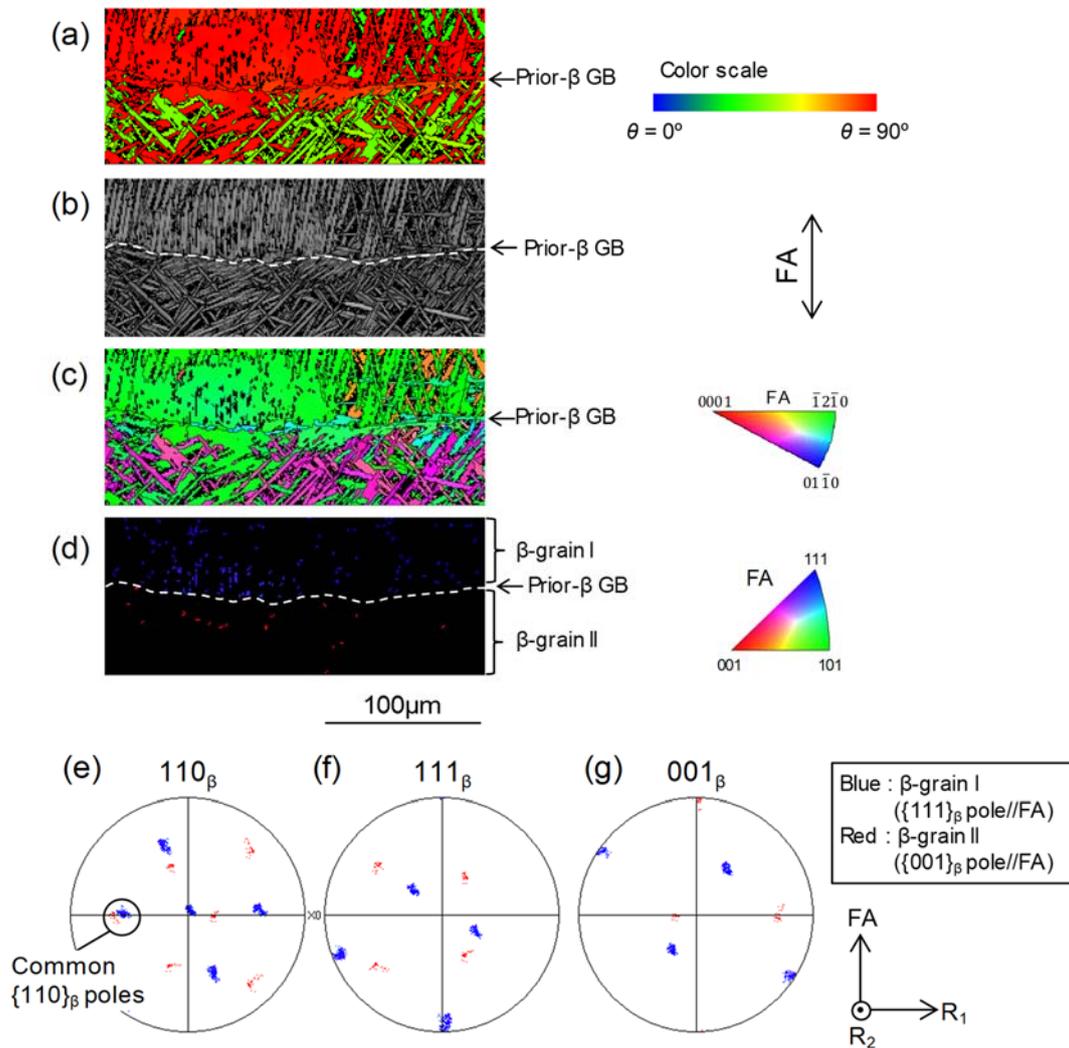


Fig. 3-25 (a) Tilt angle (TA) map of type A macrozones observed in Ti-6246 sample hot-forged to a reduction in height of 67 % at an initial strain rate of  $0.17 \text{ s}^{-1}$  at  $1000^\circ\text{C}$  followed by STA. Mean diameter of  $\beta$  grains before hot-forging was  $300 \mu\text{m}$ . Corresponding (b) band contrast image, (c) IPF map of  $\alpha$  phase and (d) IPF map of  $\beta$  phase. Corresponding pole figures of (e)  $\{110\}_\beta$ , (f)  $\{111\}_\beta$  and (g)  $\{001\}_\beta$ . The froging axis (FA) direction and the orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated in the figures.

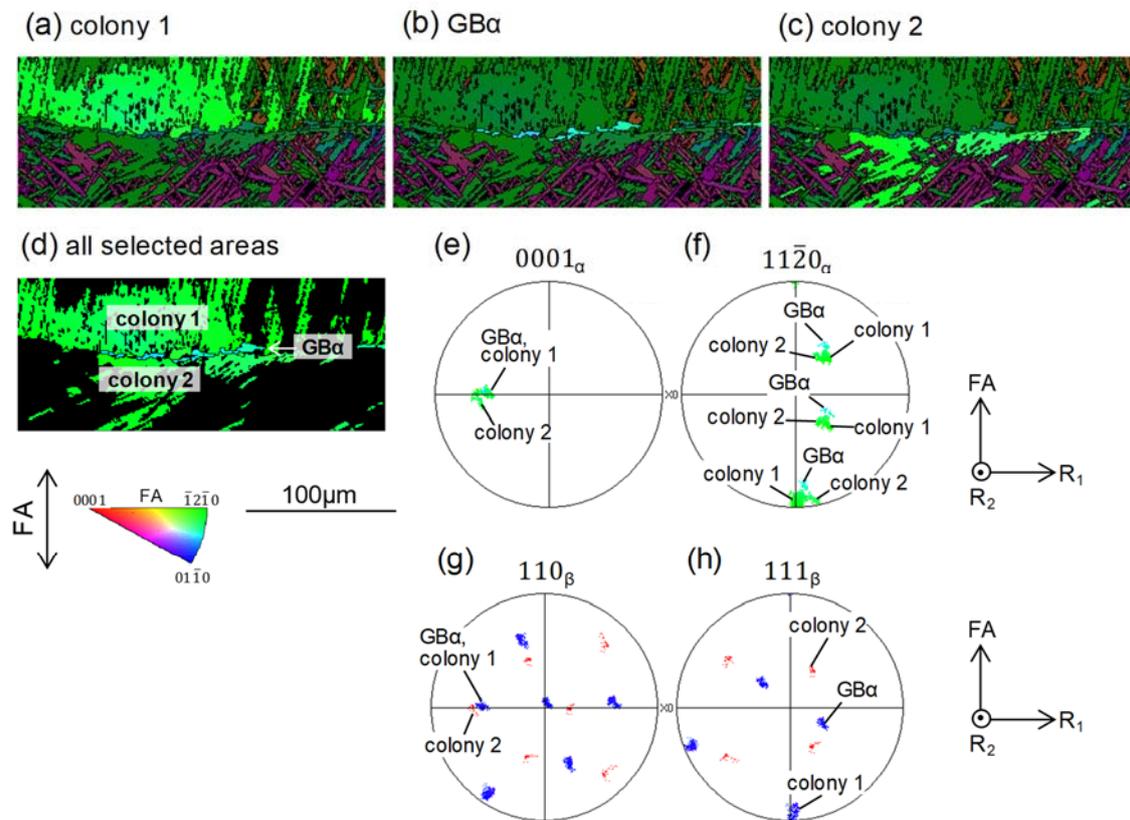


Fig. 3-26 (a-c) IPF maps of  $\alpha$  phase highlighting colonies of  $\alpha$  platelets and GB $\alpha$  shown in Fig. 3-25. (a) colony 1 in  $\beta$ -grain I, (b) GB $\alpha$  and (c) colony 2 in  $\beta$ -grain II. (d) IPF map of  $\alpha$  phase and corresponding (e)  $\{0001\}_\alpha$  and (f)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole figures of all regions analyzed in (a-c). (g)  $\{110\}_\beta$  and (h)  $\{111\}_\beta$  pole figures indicating the poles which maintain the BOR with  $\alpha$  phase in (a-c).

#### ④鍛造前 $\beta$ 粒径の細粒化とひずみ速度低減の組合せの影響

これまでの検討の結果、ひずみ速度の低減と鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化は、それぞれマクロゾーンの微細化に効果があることが示された。最後に、これらの手段を組み合わせた場合における効果を検討する。初期ひずみ速度を  $0.017 \text{ s}^{-1}$  に下げ、且つ鍛造前  $\beta$  粒を最も細粒化させた鍛造材 FG3S において、マクロゾーンが最も微細化されていた (Fig. 3-17(d))。本鍛造材に対して、先の検討と同様にバリエーション解析を実施した。鍛造材 FG3S の中で比較的粗大なマクロゾーンに対する解析例を Fig. 3-27 に示す。図の整理要領は Fig. 3-5 と同じである。Figure 3-27 (d,f,g)から分かる通り、旧  $\beta$  粒界 (prior- $\beta$ GB) の上側が  $\beta$  粒 I、下側が  $\beta$  粒 II であり、 $\beta$  粒の組合せ C1 である。旧  $\beta$  粒界は不明瞭であるが、band contrast 像 ((b)) と  $\beta$  相の IPF マップ ((d)) から判断し、Fig. 3-27(b,d)に旧  $\beta$  粒界のトレースを白色の点線で示す。 $\alpha$  相の TA マップ ((a)) において、旧  $\beta$  粒界に対して両側の  $\beta$  粒に  $\alpha$  相の  $c$  軸が鍛造軸に対して垂直に配向するマクロゾーンが認められるが、そのサイズは微細化されている。旧  $\beta$  粒界が湾曲化し、その湾曲に応じて  $\beta$  粒内に成長する板状  $\alpha$  の成長方向、つまり方位が変化しているように見受けられる。Figure 3-27(a-c)には  $2^\circ$ 粒界を描いているが、旧  $\beta$  粒界近傍には方位差  $2^\circ$ 粒界で囲まれた粒界  $\alpha$  は少ない。band contrast 像 ((b)) と  $\alpha$  相の IPF マップ ((c)) との比較から、旧  $\beta$  粒界には  $\beta$  粒内に形成された板状  $\alpha$  と同じ方位の  $\alpha$  相が多く形成されていると考えられる。Figure 3-27(e)の  $\{110\}_\beta$  正極点図から、隣接  $\beta$  粒には共通  $\{110\}_\beta$  が形成されていると考えられるが、Fig. 3-27(e-g)に示す  $\beta$  相の各正極点図から分かる通り、 $\beta$  粒 I と  $\beta$  粒 II 共に粒内の局所的な方位変化が大きく、角度差は算出できなかった。

マクロゾーンを構成するコロニーと粒界  $\alpha$  に対する結晶方位の解析結果を Fig. 3-28 に示す。Figure 3-28(a-c)は  $\alpha$  相の IPF マップであり、それぞれ  $\beta$  粒 I 内に形成されたコロニー (colony 1)、粒界  $\alpha$  ( $\text{GB}\alpha$ )、 $\beta$  粒 II 内に形成されたコロニー (colony 2) に対する解析結果であり、解析対象領域をハイライト表示で示す。

旧  $\beta$  粒界に接し  $2^\circ$  粒界で囲まれた領域を粒界  $\alpha$  として判断した。観察された粒界  $\alpha$  が非常に小さいため、解析対象領域を拡大し白色矢印で示す。領域別に解析した  $\alpha$  相の方位情報を 1 つに統合し、Fig. 3-28(d-f)に示す。Figure 3-28 において、(d)は  $\alpha$  相の IPF マップ、(e,f)はそれぞれ対応する  $\{0001\}_\alpha$  正極点図、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  正極点図である。IPF マップにおいて、解析対象以外の測定点を黒色で表す。Figure 3-28(g,h)は Fig. 3-27(e,f)に示した  $\{110\}_\beta$  と  $\{111\}_\beta$  の正極点図である。Figure 3-28(g,h)に示した正極点図には、Fig. 3-28(a-c)の各  $\alpha$  相領域の方位、及びそれらが BOR を満足する  $\beta$  相の方位をそれぞれ示す。Figure 3-28(b)の粒界  $\alpha$  において、サイズが小さく、且つ  $\beta$  粒内における  $\beta$  相の局所的な方位変化が大きいため精緻な解析が難しく参考程度であるが、検討した範囲において、この方位は ORiii と考えられた。また、他のバリエントを有する粒界  $\alpha$  も形成されているように見受けられた。つまり、これまで頻繁に観察された ORii 以外の  $\alpha$  相方位が粒界  $\alpha$  として観察された。colony 1 と colony 2 のバリエント解析も難しかったが、板状  $\alpha$  の成長方向を考慮して判断したところ、 $\beta$  粒 I と  $\beta$  粒 II に形成された各コロニーの  $\alpha$  相方位は、それぞれ ORi'、ORivであった。

このように、特に  $\beta$  粒 I 内においては、成長方向が粒界面に垂直に近いバリエントが選択され、マクロゾーン形成における本質的なメカニズムは変化しないが、マクロゾーンが微細化された。これは、鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化とひずみ速度低減を組み合わせることで、熱間変形により発達する  $\beta$  粒内の局所的な方位変化と粒界湾曲化が促進され、 $\beta$  粒界、及び  $\beta$  粒内に生成する板状  $\alpha$  のバリエントを多様化できたためと考えられる。

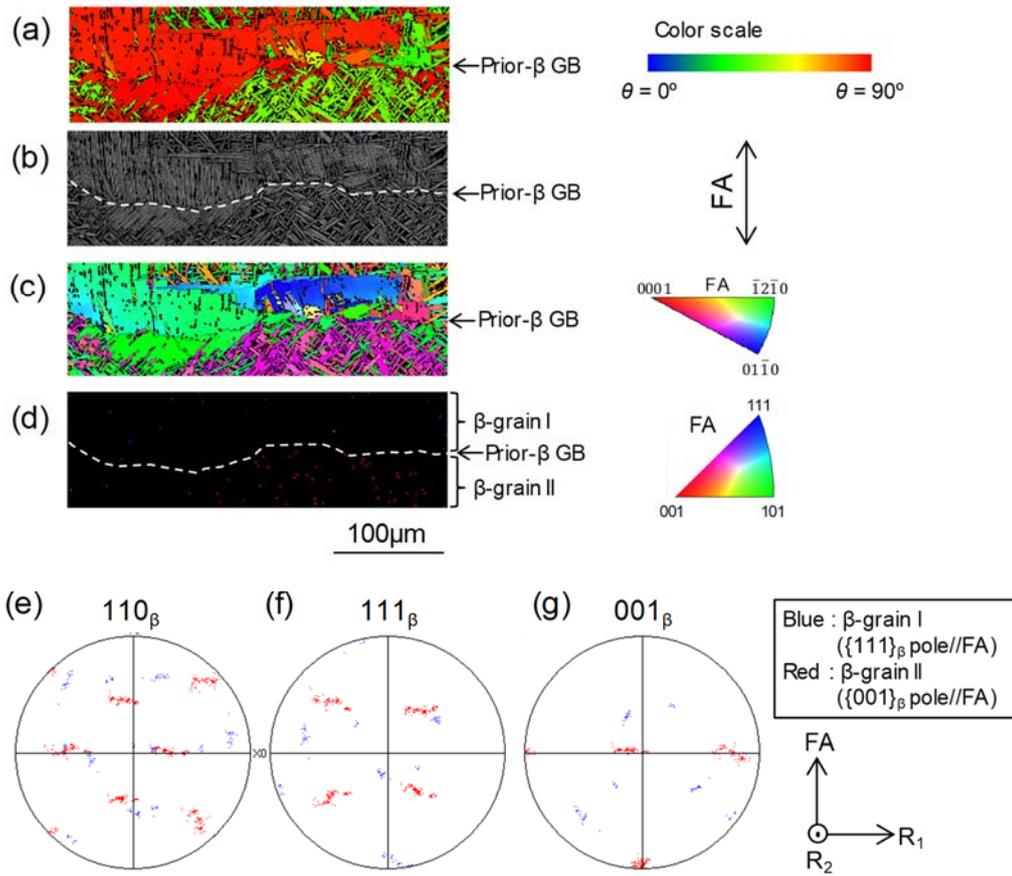


Fig. 3-27 (a) Tilt angle (TA) map observed in Ti-6246 sample hot-forged to a reduction in height of 67% at an initial strain rate of  $0.017 \text{ s}^{-1}$  at  $1000^\circ\text{C}$  followed by STA. Mean diameter of  $\beta$  grains before hot-forging was  $300 \mu\text{m}$ . Corresponding (b) band contrast image, (c) IPF map of  $\alpha$  phase and (d) IPF map of  $\beta$  phase. Corresponding pole figures of (e)  $\{110\}_\beta$ , (f)  $\{111\}_\beta$  and (g)  $\{001\}_\beta$ . The forging axis (FA) direction and the orthogonal radial ( $R_1$  and  $R_2$ ) directions are indicated in the figures.

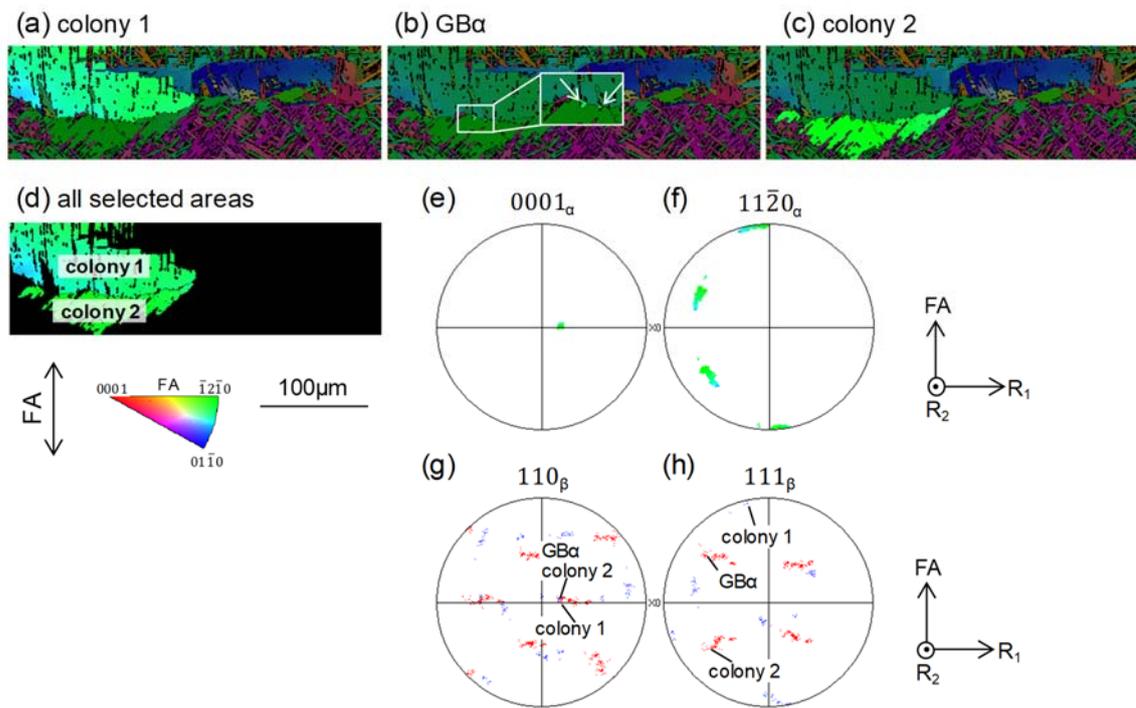


Fig. 3-28 (a-c) IPF maps of  $\alpha$  phase highlighting colonies of  $\alpha$  platelets and  $GB\alpha$  shown in Fig. 3-27. (a) colony 1 in  $\beta$ -grain I, (b)  $GB\alpha$  and (c) colony 2 in  $\beta$ -grain II. (d) IPF map of  $\alpha$  phase and corresponding (e)  $\{0001\}_\alpha$  and (f)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole figures of all regions analyzed in (a-c). (g)  $\{110\}_\beta$  and (h)  $\{111\}_\beta$  pole figures indicating the poles which maintain the BOR with  $\alpha$  phase in (a-c).

### 3. 5. 結言

板状  $\alpha$  組織を有する Ti-6246 合金の超音波探傷性を向上させるため、後方散乱の原因となるマクロゾーンの形成メカニズムと、その微細化指針を検討した。そして、後方散乱信号強度に及ぼす影響を調べた。明らかになった知見は以下の通りである。

(1)  $\beta$  単相域での熱間鍛造により、鍛造軸に対して垂直に伸びた  $\beta$  粒界面が形成され、 $\{111\}_\beta$  極//FA、 $\{001\}_\beta$  極//FA (FA:鍛造軸) の熱間圧縮集合組織が発達する。この組織形態と集合組織の発達に起因して、冷却時の  $\beta \rightarrow \alpha$  変態において特徴的なバリエーション選択が起こり、 $c$  軸が鍛造軸に対して垂直に配向するタイプ A とタイプ B の 2 種類のマクロゾーンが形成される。これらが組み合わさることで、粗大なマクロゾーンが形成される。なお、タイプ A は 3 次元的にも  $\alpha$  相の方位が類似の組織ドメインであり、タイプ B は 3 次元的には  $\alpha$  相方位が異なるが、 $c$  軸と鍛造軸とのなす角度 ( $\theta$ ) が類似の領域である。

(2) ひずみ速度の低減により  $\beta$  粒界が湾曲化され、粒界  $\alpha$  のバリエーションが多様化される。粒界から  $\beta$  粒 II 内へ成長する板状  $\alpha$  は、粒界  $\alpha$  との方位差が小さなバリエーションが優先的に選択される。その結果、 $\beta$  粒界の湾曲化により、マクロゾーンが微細化される。 $\beta$  粒 I 内に成長する板状  $\alpha$  に対しても一定の微細化効果があるが、鍛造軸に対して垂直に伸びる粒界面を有する  $\beta$  粒 I が形成されると、バリエーション選択が起こり易く、ひずみ速度低減による粒界湾曲化のみでは、マクロゾーンの微細化効果は十分ではない。

(3) 鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化によりマクロゾーンが微細化する。特に、熱間鍛造後に形成される  $\beta$  粒 I のサイズが小さくなり、鍛造材の厚み方向と、その垂直方向に成長方向が同じ板状  $\alpha$  が形成される範囲を限定できる効果が大きく、鍛造

前 $\beta$ 粒径の細粒化は、 $\beta$ 粒I内に形成されるマクロゾーン微細化の有効な手段と考えられる。

(4) 鍛造前 $\beta$ 粒径の細粒化とひずみ速度低減を組み合わせることで、マクロゾーンの微細化効果が大きくなる。熱間変形により発達する $\beta$ 粒内の局所的な方位変化と粒界湾曲化を促進し、 $\beta$ 粒界、及び $\beta$ 粒内に生成する $\alpha$ 相のバリエーションを多様化できるためと考えられる。

(5) マクロゾーンの微細化により、超音波の後方散乱強度を低減できる。

(6) 以上の結果から、マクロゾーンの微細化指針として、鍛造前 $\beta$ 粒径の細粒化とひずみ速度低減が有効であり、マクロゾーン微細化の結果、超音波探傷性を向上できることが明らかとなった。

### 第3章 参考文献

- [1] W.G. Burgers: *Physica*, 1934, vol.1, pp.561-586.
- [2] D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer and H.L. Fraser: *Acta Mater.*, 2003, vol. 51, pp. 4679-4691.
- [3] T. Furuhashi, J.M. Howe and H.I. Aaronson: *Acta Metall. Mater.*, 1991, vo. 39, pp.2873-2886.
- [4] T. Furuhashi, T. Ogawa and T. Maki: *Philos. Mag. Lett.*, 1995, vol. 72, pp. 175-183.
- [5] 飴山 恵, 牧 正志、田村 今男: *日本金属学会誌*, 1986, vol. 50, pp. 602-611.
- [6] T. Furuhashi, S. Takagi, H. Watanabe and T. Maki: *Metall. Mater. Trans. A*, 1996, vol.27, pp.1635-1646.
- [7] T. Furuhashi and T. Maki: *Mater. Sci. Eng. A*, 2001, vol. 312, pp.145-154.
- [8] R. Shi, V. Dixit, H.L. Fraser and Y. Wang: *Acta Mater.*, 2014, vol. 75, pp.156-166.
- [9] J.K. Lee and H.I. Aaronson: *Acta Metall.*, 1975, vol.23, pp. 799-808.
- [10] J.K. Lee and H.I. Aaronson: *Acta Metall.*, 1975, vol.23, pp. 809-820.
- [11] R. Banerjee, D. Bhattacharyya, P.C. Collins, G.B. Viswanathan and H.L. Fraser: *Acta Mater.*, 2004, vol. 52, pp.377-385.
- [12] N. Stanford and P.S. Bate: *Acta Mater.*, 2004, vol. 52, pp. 5215-5224.
- [13] D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan and H.L. Fraser: *Acta Mater.*, 2007, vol.55, pp.6765-6778.
- [14] S.M.C. van Bohemen, A. Kamp, R.H. Petrov, L.A.I. Kestens and J. Sietsma: *Acta Mater.*, 2008, vol. 56, pp. 5907-5914.
- [15] G.C. Obasi, S. Biroscas, J. Quinta da Fonseca and M. Preuss: *Acta Mater.*, 2012, vol. 60, pp. 1048-1058.

- [16] M. Salib, J. Teixeira, L. Germain, E. Lamielle, N. Gey and E. Aeby- Gautier: *Acta Mater.*, 2013, vol.61, pp.3758-3768.
- [17] 牧 正志: ふえらむ, 2007, vol. 12, pp. 463-467.
- [18] 飴山 恵、皆川 昌紀、牧 正志、田村 今男: 鉄と鋼, 1988, vol. 74, pp.1839-1845.
- [19] H. Zheng, X. Li, R. Tran, C. Chen, M. Horton, D. Winston, K.A. Persson and S.P. Ong: *Acta Mater.*, 2020, vol.186, pp.40-49.

## 第4章

### 汎用チタン合金 Ti-6Al-4V の $\alpha+\beta$ 域での熱間圧縮におけるラメラ状 $\alpha$ の等軸化挙動 (粒状 $\alpha$ 組織)

#### 4. 1. 緒言

前章までは板状  $\alpha$  組織で構成されるマクロゾーンを対象に、超音波探傷性と  
の相関を明らかにし、マクロゾーンの微細化指針を示した。第4章と第5章で  
は、粒状  $\alpha$  組織から成るマクロゾーンに着目する。そのため、粒状  $\alpha$  組織の形  
態で使用される典型的な汎用合金である Ti-6Al-4V 合金を研究対象とする。

1.3 節で述べた通り、粒状  $\alpha$  組織は  $\beta$  単相域からの冷却で形成される板状  $\alpha$  (ラ  
メラ状、basket-weave 状) 組織に対して、 $\alpha+\beta$  域での熱間鍛造と焼鈍を施すこと  
で形成される。つまり、第2章と第3章では、 $\beta$  単相域での熱間鍛造と、その後  
の  $\beta\rightarrow\alpha$  変態がマクロゾーン形成の主な素過程であったが、第4章と第5章で  
は、 $\beta$  単相域からの冷却後の  $\alpha+\beta$  域での熱間鍛造で形成されるマクロゾーンに  
ついて検討する。

Ti-6Al-4V 合金を  $\beta$  単相域から冷却する際、航空機エンジンの回転体に用いる  
大径素材における冷却速度は遅く、ラメラ状  $\alpha$  が形成される。マクロゾーンの  
構成組織である粒状  $\alpha$  は、ラメラ状  $\alpha$  を等軸化することで形成される。そこで、  
まず初めに粒状  $\alpha$  組織の形成素過程を理解するため、本章ではラメラ状  $\alpha$  の等  
軸化挙動に着目する。

ラメラ状  $\alpha$  組織を有する Ti-6Al-4V 合金の熱間変形とその後の焼鈍による等  
軸化挙動に関して、これまでに多くの研究が実施されている[1-10]。Weiss らは  
[1,2]、熱間変形とその後の焼鈍での等軸化挙動に及ぼす初期ラメラ厚さの影響を  
調査し、ラメラの厚みが薄い程、等軸化し易いことを示した。更に、ラメラ状  $\alpha$   
が等軸化するメカニズムを提案している。熱間変形で局所的にせん断帯が導入  
され、熱間変形と焼鈍過程における回復・再結晶にてラメラ状  $\alpha$  を横切る  $\alpha/\alpha$  粒

界が形成される。そして、 $\alpha/\alpha$  粒界に沿って  $\beta$  相が成長し、ラメラ状  $\alpha$  が分断される。 $\alpha/\alpha$  粒界に沿った  $\beta$  相の形成により、ラメラ状  $\alpha$  (板状  $\alpha$ ) が分断されることは、英語で **boundary splitting** と呼ばれている。Semiatin らは[3,4]、熱間圧縮による動的等軸化挙動について調査し、組織全体を等軸化するには、相当ひずみ 2.5 以上の変形が必要であることを示した。Stefansson らは [5,6]、熱間変形後の焼鈍における静的等軸化挙動を調査し、等軸化速度は、予め与えたひずみ量と焼鈍温度に依存すること、しかし、900°C から 950°C までの温度範囲では変形温度は影響しないことを示した。これらの結果をもとに、等軸化は、熱間加工から焼鈍初期段階における **boundary splitting** による板状  $\alpha$  の分断過程と、焼鈍後期における粗大化過程で進行すると説明されている[5-7]。

工業プロセスにおいて、効率的に等軸組織を得るためには、熱間変形と、その後の焼鈍過程における等軸化メカニズムを理解する必要がある。チタン合金の等軸化挙動において、熱間変形における  $\alpha/\alpha$  粒界の形成段階が重要と考えられるが、熱間変形で板状  $\alpha$  内に発達する局所方位差に着目した研究は限られる[8-10]。Bieler らは[8]、SEM/EBSD 測定にて、ラメラ状  $\alpha$  の初期結晶方位が等軸化挙動に及ぼす影響を調査し、柱面すべりと底面すべりの両方が活動する方位のラメラ状  $\alpha$  が等軸化し易いことを示した。古原らは[9,10]、SEM/EBSD を用いた検討にて、高温・低ひずみ速度 (約  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) での変形により、 $\alpha$  相の連続動的再結晶が発現することを示した。形成される  $\alpha/\alpha$  粒界の方位差は、ひずみ量の増加に伴い大きくなり、ラメラ状  $\alpha$  が等軸化する。先行研究により、熱間変形によりラメラ状  $\alpha$  内に発達する結晶方位差が等軸化に重要であることは明らかになりつつあるが、個々の板状  $\alpha$  内に対する  $\alpha/\alpha$  粒界の形成挙動については、不明な点が多い。

そこで、本研究では、ラメラ状  $\alpha$  組織を有する Ti-6Al-4V 合金について、熱間変形によって個々の板状  $\alpha$  内に発達する局所方位差を調査し、その後の焼鈍における等軸化挙動に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。

## 4. 2. 実験方法

本研究で用いた Ti-6Al-4V 合金の  $\beta$  トランザス ( $T_\beta$ ) は約  $995^\circ\text{C}$  である。直径 500 mm の円柱状素材から切り出した  $50\text{ mm} \times 35\text{ mm} \times 35\text{ mm}$  の小片素材を、 $1010^\circ\text{C}$  に 10 分間加熱保持し、炉冷することでラメラ状  $\alpha$  組織を得た。熱処理を施した小片素材から、機械加工により直径 8 mm、高さ 12 mm の円柱圧縮試験片を採取した。

ラメラ状  $\alpha$  組織を有する円柱試験片に対して、 $950^\circ\text{C}$  での恒温熱間圧縮試験を実施した。試験片を  $950^\circ\text{C}$  で 300 s 間保持した後、ひずみ速度  $0.1\text{ s}^{-1}$  の一定条件で、圧下率 0%、20%、50%、70% の各条件で圧縮変形を加えた。圧縮後は室温までガス冷却した。その後、試験片を  $950^\circ\text{C}$  で 2 時間保持する焼鈍を行った。焼鈍中の表面酸化を防止するため、試験片は石英管で真空封入し、焼鈍後は水冷した。

熱間圧縮と焼鈍後の試験片に対して組織観察を行った。観察位置は、圧縮軸に平行な断面で、試験片の高さ方向の中央で、半径方向は試験片の中心と表面の間位置 (1/2 半径位置) とした。その理由について、次の段落でも言及するが、ひずみ勾配が比較的緩やかなためである。熱間圧縮とその後の焼鈍で生じる  $\alpha$  相の形態変化を調べるため、光学顕微鏡組織観察を行った。熱間変形で個々の板状  $\alpha$  内に発達する局所方位差を調べるため、SEM/EBSD 測定を行った。EBSD 測定のステップサイズは  $0.1\text{ }\mu\text{m}$  である。測定結果をもとに、板状  $\alpha$  内に形成される結晶回転の回転軸を求めた。なお、EBSD 測定結果の解析には、HKL<sup>TM</sup> 社のソフトウェア (Channel 5<sup>TM</sup>) を用いた。

組織観察位置に導入された相当ひずみを求めるため、有限要素法 (FEM) による解析を行った。解析にはコンピュータプログラム FORGE<sup>TM</sup> を用い、恒温熱間圧縮で生じるひずみを解析した。圧縮後における試験片のバルジ形状を再現するため、せん断摩擦係数に 0.4 を用いた。FEM 解析の結果、最も相当ひずみが

高い部位は試験片中央部であったが、ひずみ勾配が急峻であった。実験誤差を抑えるため、ひずみ勾配が比較的緩やかな、高さ方向の中央で 1/2 半径位置を観察位置とした。組織観察位置の相当ひずみは、圧下率 20%、50%、70%の条件で、それぞれ 0.35、1.09、1.79 であった。以後、熱間変形量を相当ひずみの値で示す。

#### 4. 3. 実験結果・考察

##### 4. 3. 1. 熱間変形とその後の焼鈍による組織形成

初期組織を Fig. 4-1 に示す。ラメラ状  $\alpha$  から成るコロニー組織であり、ラメラ状  $\alpha$  の平均厚みは  $2\ \mu\text{m}$  程度である。950°C での熱間圧縮前後の光学顕微鏡組織を Fig. 4-2 に示す。Figure 4-2(a)は圧縮せず熱履歴のみを加えた、つまり相当ひずみ 0 の試験片である。ラメラ状  $\alpha$  の長手方向は圧縮軸に対して様々な方向に配向しており、初期組織と類似の形態を示す。熱間圧縮の結果、ほとんどのラメラ状  $\alpha$  が圧縮軸に対して垂直に配向するよう巨視的に回転している。但し、初期組織において圧縮軸に対して概ね平行に配向していたラメラ状  $\alpha$  は、キンク変形する傾向が認められる。その例を Fig. 4-2(b, c)に白色矢印で示す。950°C の熱間圧縮前後の組織を高倍率で観察した光学顕微鏡組織を Fig. 4-3(a-d)にまとめる。ラメラ状  $\alpha$  を構成する板状  $\alpha$  を明瞭に判別できる。熱間圧縮前の板状  $\alpha$  の表面 ( $\alpha/\beta$  界面) は、なめらかで平坦な界面である (Fig. 4-3(a))。熱間圧縮により、板状  $\alpha$  の表面に凹みが形成され、一部で分断が認められる (Fig. 4-3(b, c))。ひずみ量の増加に伴い、板状  $\alpha$  は短く分断される (Fig. 4-3(d))。焼鈍後の光学顕微鏡組織を Fig. 4-3(e-h)に示す。圧縮変形を施さず (相当ひずみ 0) 焼鈍した場合 (Fig. 4-3(e))、板状  $\alpha$  の表面は、なめらかで平坦な形態を維持し、分断は認められない。つまり、ラメラ状  $\alpha$  は熱間変形を施さない限り熱的に非常に安定な組織形態である。圧縮変形を施すと、板状  $\alpha$  の分断が起こる。焼鈍後の組織は、ひずみ量の増加に伴い短く分断され、厚みが増す (Fig. 4-3(f-h))。このように、ラメラ状  $\alpha$  組織の等軸化は、ひずみ量の増加に伴い進展することが確認された。

熱間圧縮後に焼鈍を施した試験片の光学顕微鏡組織 (Fig. 4-3(e-h)) から、板状  $\alpha$  の平均長さ ( $L_a$ ) を算出した。算出には画像解析ソフトを用いた。結果を Fig. 4-4 に示す。予想通り、相当ひずみの増加に伴い、平均長さ  $L_a$  が減少している。

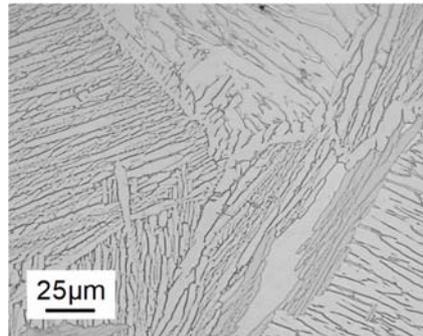


Fig. 4-1 Optical microstructure of Ti-6Al-4V starting material after heat treatment at 1010°C followed by furnace cooling.

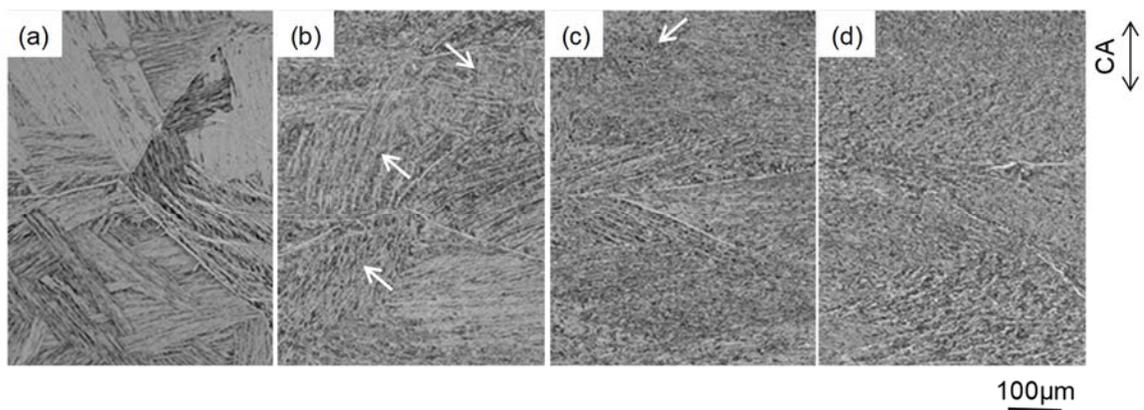


Fig. 4-2 Optical microstructures of Ti-6Al-4V specimens deformed at 950°C at 0.1 s<sup>-1</sup>. (a) Immediately before compression (without deformation), and after compression to equivalent strains of (b) 0.35, (c) 1.09 and (d) 1.79. White arrows indicate regions where  $\alpha$  lamellae were kinked. The compression axis (CA) direction is indicated.

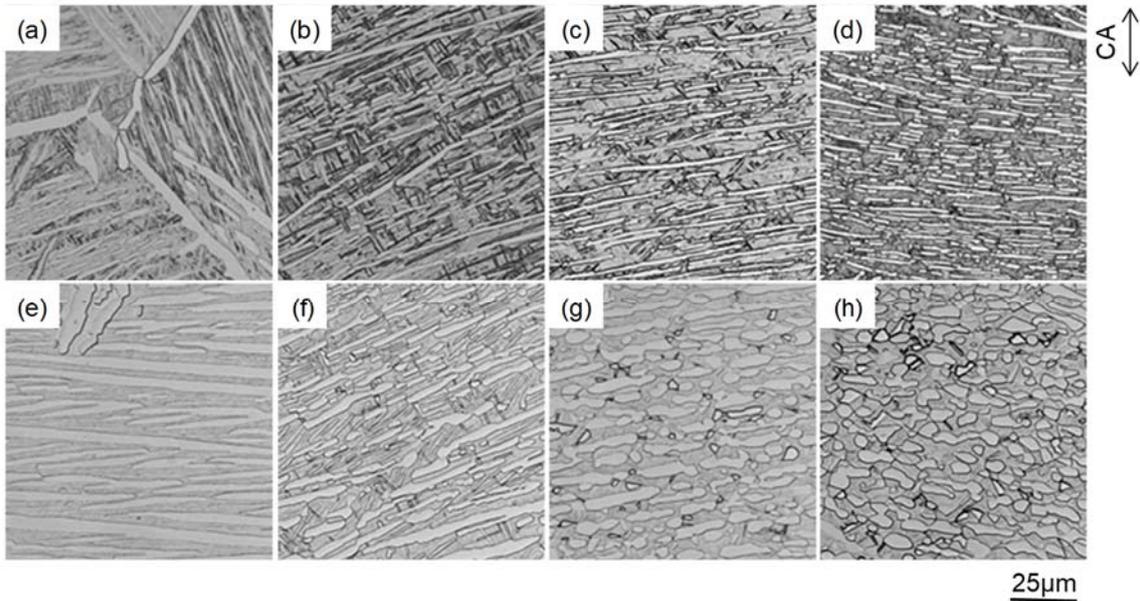


Fig. 4-3 Higher magnified optical microstructures of Ti-6Al-4V specimens compressed at 950°C at 0.1 s<sup>-1</sup>. (a-d) After compression, (e-h) annealed at 950°C for 2 h after compression. Equivalent strains applied are (a,e) 0, (b, f) 0.35, (c,g) 1.09, and (d,h) 1.79, respectively. The compression axis (CA) direction is indicated.

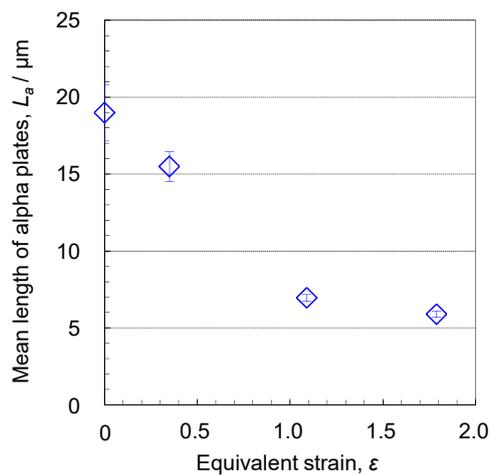


Fig. 4-4 Mean length of  $\alpha$  plates,  $L_{\alpha}$ , in Ti-6Al-4V specimens compressed at 950°C and then annealed at 950°C for 2 h, plotted as a function of equivalent strain applied during the compression. Error bars indicate the 95% confidence intervals.

#### 4. 3. 2. 熱間変形で個々の板状 $\alpha$ 内に生じる局所方位差

熱間変形が焼鈍後の組織形成に与える影響を明らかにするため、熱間変形で個々の板状  $\alpha$  内に発達する局所方位差に着目する。そこで、熱間変形後の試験片に対して EBSD 測定を行った。

相当ひずみ 1.09 の変形後の SEM 組織と、同一視野の IPF マップを Fig. 4-5 と Fig. 4-6 に示す。IPF マップの色付けは、図に付記する標準三角形を用い、各測定点における圧縮軸方向の結晶方位を示す。Figure 4-5 はラメラ状  $\alpha$  が圧縮軸に対しておよそ垂直に配向する視野で、Fig. 4-6 はラメラ状  $\alpha$  が圧縮軸に対して概ね平行に配向する視野である。ラメラ状  $\alpha$  の間隙に微細な板状  $\alpha$  が認められるが、これらは変形温度に保持中に  $\beta$  相であった箇所で、冷却中に形成された  $\alpha$  相である。

Figure 4-5 に示す通り、圧縮軸に対して概ね垂直に配向したラメラ状  $\alpha$  は、熱間変形後も、初期組織に認められた直線的な形態を維持する傾向が認められる。圧縮軸に対して平行に配向したラメラ状  $\alpha$  は、熱間変形によりキック状に変形している (Fig. 4-6)。圧縮軸に対して垂直に配向するラメラ状  $\alpha$  の一部にも分断が認められるが、これは相当ひずみ 1.09 に達するまでの初期段階の変形でラメラ状  $\alpha$  が分断し、その後の変形で配向方向が回転したものと考えられる。これらの結果を踏まえて、個々の板状  $\alpha$  内に発達する局所方位差を板状  $\alpha$  の長手方向に沿って解析した。

圧縮前の初期組織においてラメラ状  $\alpha$  は様々な方向に配向していることから、圧縮軸に対して平行に近いラメラ状  $\alpha$  と、垂直に近いラメラ状  $\alpha$  の比率はほぼ同じと考えられる。そのため、およそ同数の板状  $\alpha$  を各視野から選択し解析した。

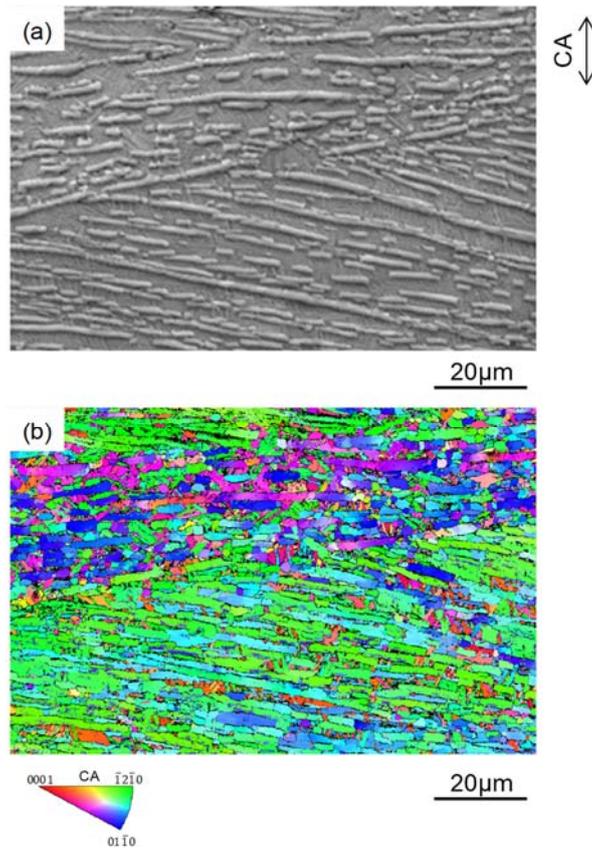


Fig. 4-5 (a) SEM image and (b) corresponding EBSD IPF map of Ti-6Al-4V specimen compressed to a strain of 1.09 at 950°C.  $\alpha$  lamellae in the observed area are aligned almost perpendicular to the compression axis (CA) direction. Colors in the IPF map show the crystallographic orientation of the hcp lattice ( $\alpha$  phase) parallel to the compression direction according to the attached key stereographic standard triangle.

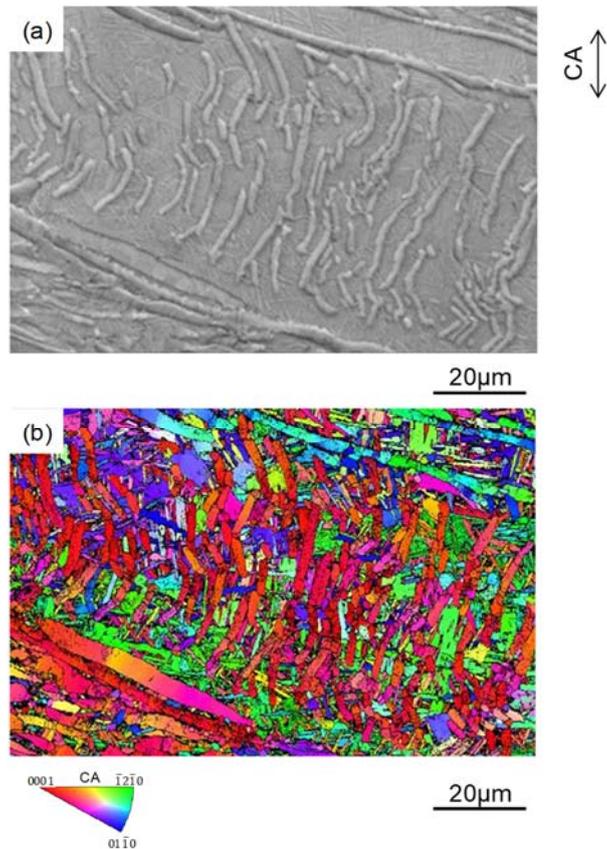


Fig. 4-6 (a) SEM image and (b) corresponding EBSD IPF map of Ti-6Al-4V specimen compressed to a strain of 1.09 at 950°C.  $\alpha$  lamellae in the observed area are aligned approximately parallel to the compression axis (CA) direction indicated in the figure. Colors in the IPF map show the crystallographic orientation of the hcp lattice ( $\alpha$  phase) parallel to the compression direction according to the attached key stereographic standard triangle.

解析例を Fig. 4-7 に示す。Figure 4-7 は、(a) IPF マップ、(b-c) IPF マップに示す区間 A-B における板状  $\alpha$  内の方位差のプロファイル、である。Figure 4-7(b) は、板状  $\alpha$  の左端に示す点 A を基準とする各測定点の相対的な累積方位差 (cumulative misorientation) であり、Fig. 4-7(c) は区間 A-B 上の測定点における隣り合う 2 点間の方位差 (2 点間方位差: point-to-point misorientation) を示す。Figure 4-7(b) に示す通り、板状  $\alpha$  内には連続的で緩やかな方位変化と、不連続な方位変化が生じている。Figure 4-7(b) で連続的な方位変化を示す点 A 近傍は、2 点間方位差が  $1.5^\circ$  以下である (Fig. 4-7(c))。Figure 4-7(b) で不連続な方位変化が認められる区間 A-B の右側の範囲には、大きな 2 点間方位差が認められる (Fig. 4-7(c))。2 点間方位差が大きな点は、方位差の大きな  $\alpha/\alpha$  粒界を形成すると考えられるため、まず初めに不連続な方位変化点について検討する。

個々の板状  $\alpha$  を横切るように形成された  $\alpha/\alpha$  粒界は、長く伸びた板状  $\alpha$  の  $\alpha/\beta$  界面と 3 重点を形成する。界面エネルギーのバランスを取るため、 $\alpha/\alpha$  粒界を起点に板状  $\alpha$  の表面 ( $\alpha/\beta$  界面) に凹みが形成され、板状  $\alpha$  の分断が引き起こされると考えられている [1,2,7]。予備検討の結果、2 点間方位差が  $5^\circ$  より大きい方位変化点が、焼鈍工程において  $\alpha/\alpha$  粒界を形成し、板状  $\alpha$  の分断に寄与すると考えられた。そこで、 $5^\circ$  以上の 2 点間方位差を不連続方位変化点 (points with a discontinuous change in orientation) とした。不連続方位変化点を  $P_d$  と示し、隣り合う  $P_d$  間の長さを  $L_l$  とする。 $P_d$  と  $L_l$  の定義を Fig. 4-8 に模式的に示す。板状  $\alpha$  の端部を含む場合には、 $P_d$  から板状  $\alpha$  の端部までの長さを  $L_l$  とした。EBSD 測定で得た方位差プロファイルをもとに、手動で  $L_l$  を解析した。前節で述べた通り、ラメラ状  $\alpha$  の変形挙動は圧縮軸に対する初期の配向が影響していた。そのため、圧縮軸に対する配向が  $45^\circ$  より小さなラメラ状  $\alpha$  を“平行ラメラ (parallel lamellae) ”、圧縮軸に対する配向が  $45^\circ$  以上のラメラ状  $\alpha$  を“垂直ラメラ (perpendicular lamellae) ”と区別した。各配向のラメラ状  $\alpha$  に対する  $L_l$  の平均値を相当ひずみに対して Fig. 4-9 に整理した。想定通り、ラメラの配向に係わらず、

ひずみの増加に伴い  $L_I$  が小さくなる。しかし、平行ラメラの  $L_I$  は、垂直ラメラに比べて小さい傾向が認められる。このことから、平行ラメラ内に生じるキンク変形は、板状  $\alpha$  内の不連続な方位変化を引き起こすことが示唆される。

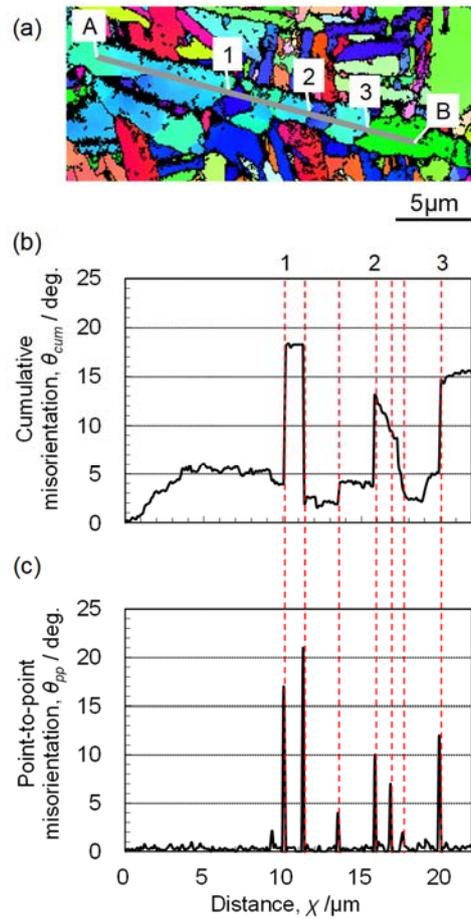


Fig. 4-7 (a) IPF map of Ti-6Al-4V specimen compressed to a strain of 1.09 at 950°C. (b,c) Misorientation profiles obtained along line A-B within a single  $\alpha$  plate depicted in (a). (b) Cumulative misorientation profile along line A-B relative to the orientation at point A in (a). (c) Point-to-point misorientation profile along line A-B.

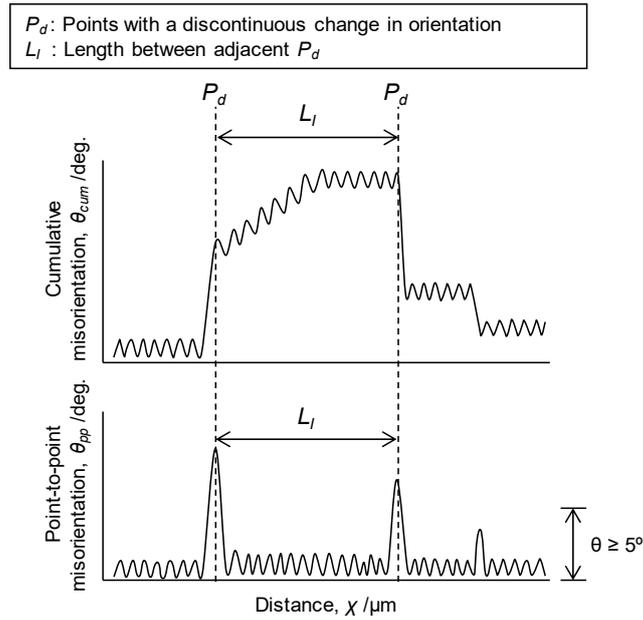


Fig. 4-8 Schematic illustrations showing cumulative misorientation profile and point-to-point misorientation profile along an individual  $\alpha$  plate, and the definition of  $P_d$  and  $L_l$ .

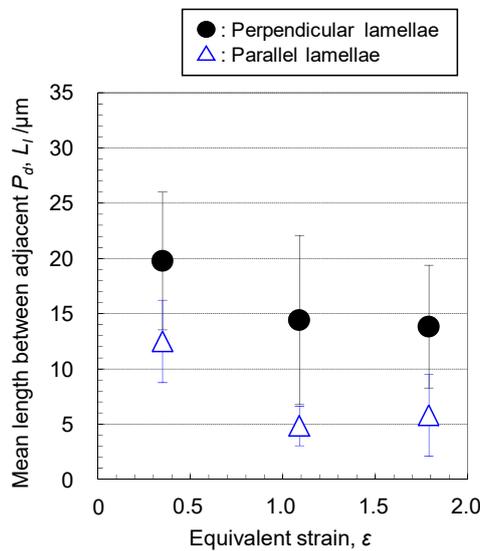


Fig. 4-9 Mean length between adjacent points with a discontinuous change in orientation,  $P_d$ , in Ti-6Al-4V specimens that were compressed at 950°C. The mean length was obtained separately for perpendicular and parallel lamellae. Plotted as a function of equivalent strain applied in the compression. Error bars indicate 95% confidence intervals.

初期の配向に係わらず全てのラメラ状  $\alpha$  の  $L_I$  値を平均化し、相当ひずみに対して Fig. 4-10 に整理した。そして、Fig. 4-4 に示した焼鈍後の板状  $\alpha$  の平均長さ  $L_a$  を併記して比較する。低ひずみ域では、 $L_I$  の平均長さは  $L_a$  と良く一致している。高ひずみ域では、 $L_I$  と  $L_a$  の間に大きな差が認められ、 $L_I$  は  $L_a$  よりも大きい。この結果は、低ひずみ域の熱間変形後に既に形成している  $\alpha/\alpha$  粒界は、その後の焼鈍で板状  $\alpha$  の分断を引き起こすことを示す。しかし、熱間変形後に既に形成している  $\alpha/\alpha$  粒界のみでは高ひずみ域の等軸化挙動を十分に説明できない。そのため、特に高ひずみ域に対して、熱間変形後の焼鈍における板状  $\alpha$  の等軸化挙動を理解するためには、他の組織因子を考慮しなければならない。

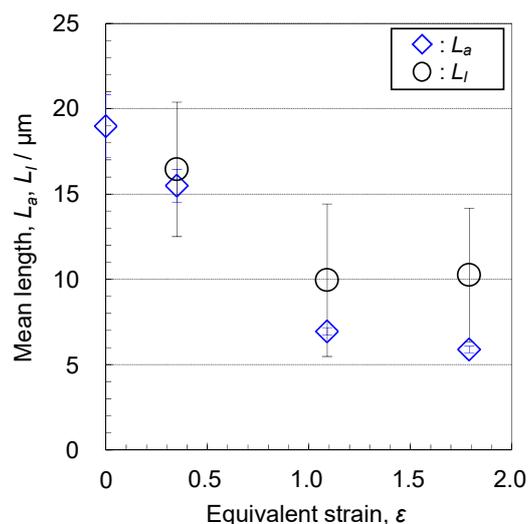


Fig. 4-10 Mean length of  $\alpha$  plates in Ti-6Al-4V specimens compressed at 950°C, plotted as a function of equivalent strain applied in the compression.  $L_a$  indicates the actual mean length of  $\alpha$  plates measured by optical microscopy for specimens after compression and annealing.  $L_I$  indicates the mean length between adjacent  $P_d$  measured by misorientation profiles of specimens after compression. Error bars indicate 95% confidence intervals.

これまでの検討では、板状  $\alpha$  内に形成された不連続方位変化点  $P_d$  に着目し、 $L_l$  と  $L_a$  の相関について議論した。Figure 4-7(b) で示した通り、方位差プロファイル内には、不連続な方位変化に加えて、変化が連続的で緩やかであっても方位変化が大きな範囲が認められた。そこで、連続的な方位変化を示す範囲に着目し、方位差の発達状態を調べた。

Figure 4-11 に例を示す。Figure 4-11 は、(a) IPF マップ、(b-c) IPF マップに示す区間 C-G における板状  $\alpha$  内の方位差のプロファイルである。Figure 4-11(b) は、点 C を基準にした各測定点の相対的な累積方位差で、Fig. 4-11(c) は各測定点の 2 点間方位差を示す。Figure 4-11(b) において、点 F 近傍に不連続な方位変化が認められるが、点 C から点 F の範囲の方位変化は、連続的で緩やかである。Figure 4-11(c) において、Fig. 4-11(b) で不連続な方位変化を示す点 F 近傍には、大きな 2 点間方位差が発達しているが、Fig. 4-11(b) で方位変化が連続的な範囲の 2 点間方位差は  $5^\circ$  未満である。しかしながら、点 C から点 F の間で生じる方位変化は合計  $21^\circ$  であり、とても大きい。以後、連続的な方位変化を示す範囲を連続方位変化部と称す。

連続方位変化部における方位形成状態を解析するため、ステレオ投影図（正極点図）を用いて 3 次元の方位プロファイルを解析した。Figure 4-12(a) は  $\{10\bar{1}0\}$  正極点図で、Figure 4-11 に示す板状  $\alpha$  内の点 C から点 G の結晶方位変化を示す。Figure 4-12(b) の IPF マップには、板状  $\alpha$  内の区間 C-G における  $\alpha$  相方位を、hcp 構造の単位胞を用いて示している。単位胞を比較することで、定性的ではあるが、板状  $\alpha$  内の結晶方位回転において、回転軸の変化が生じていることが分かる。Figure 4-12(a) の方位プロファイルを解析するために、板状  $\alpha$  の  $\{10\bar{1}0\}$  極の多くが乗る大円（灰色の点線）を Fig. 4-12(a) に描いた。 $\{10\bar{1}0\}$  極の全てが大円に乗る場合、同じ回転軸に対して結晶方位回転が起こっていることを示す。しかし、Fig. 4-12(a) に描いた大円上には、 $\{10\bar{1}0\}$  極の一部しか乗っておらず、大円から外れている極も認められる。点 C から点 D、点 D から点 E、点 E から点 F、点 F

から点 G の 4 つの区間はそれぞれ異なる大円上に乗っていることから、区間 C-G は 4 つの区間に分割できる。なお、図が複雑になるため他の大円は Fig. 4-12(a) には描いていない。Figure 4-12(a)から分かる通り、点 C から点 D の区間の方位は、Fig. 4-12 (a)に描いた大円上に乗っている。つまり、ある 1 つの回転軸に対して方位変化が起こったことを示す。回転軸 (RA) を求めたところ、 $\langle \bar{2}, 1, 1, \bar{1}2 \rangle$  であり  $\langle 0001 \rangle$  極に近かった。

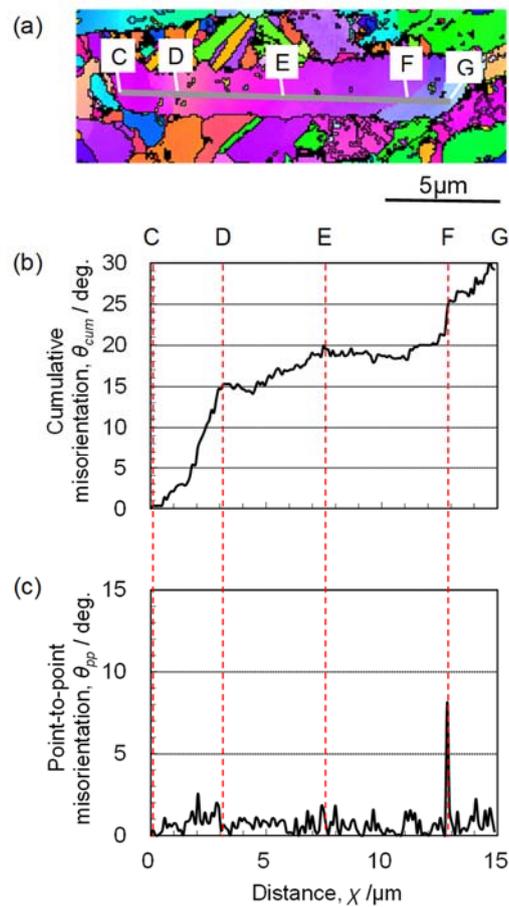


Fig. 4-11 (a) IPF map of Ti-6Al-4V specimen compressed to a strain of 1.09 at 950°C. (b,c) Misorientation profiles obtained along line C-G within a single  $\alpha$  plate depicted in (a). (b) Cumulative misorientation profile along line C-G relative to the orientation at point-C in (a). (c) Point-to-point misorientation profile along line C-G.

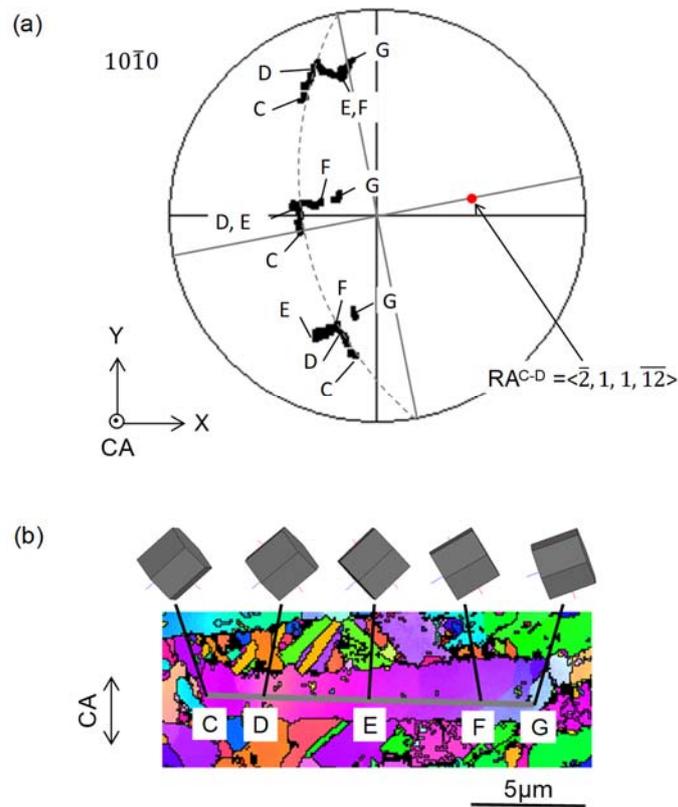


Fig. 4-12 (a)  $\{10\bar{1}0\}$  pole figure showing orientation change along line C-G within a single  $\alpha$  plate depicted in (b).  $RA^{C-D}$  indicates the rotation axis (RA) of the orientation change in regions between points C and D. (b) IPF map shown in Fig.11(a) and schematic illustrations of hexagonal unit cells of  $\alpha$  phase that indicate the orientations at each point from points C to G within the  $\alpha$  plate. The compression axis (CA) direction is indicated.

Table 4-1 Rotation axes (RA) in regions from point C to point G shown in Fig. 4-12.

	RA
C → D	$\langle \bar{2}, 1, 1, \bar{12} \rangle$ ( $\sim \langle 0001 \rangle$ )
D → E	$\langle \bar{1}010 \rangle$
E → F	$\langle \bar{1}, 5, \bar{4}, 0 \rangle$ ( $\sim \langle 01\bar{1}0 \rangle$ )
F → G	$\langle \bar{5}, 4, \bar{1}, \bar{6} \rangle$ ( $\sim \langle \bar{1}10\bar{1} \rangle$ )

同様の解析を残りの3つの区間（点Dから点E、点Eから点F、点Fから点G）についても実施した。各区間の回転軸を Table 4-1 に整理する。Table 4-1 から、区間毎に回転軸が変化していることが分かる。つまり、区間 C-D の 回転軸は先述の通り  $\langle 0001 \rangle$  近傍であるが、区間 D-E は  $\langle \bar{1}010 \rangle$  近傍、区間 E-F は  $\langle 01\bar{1}0 \rangle$  近傍、区間 F-G は  $\langle \bar{1}10\bar{1} \rangle$  近傍である。この解析の結果、連続方位変化部の範囲内であっても、回転軸が変化していることが明らかとなった。チタンの  $\alpha$  相における主すべり系は柱面すべりと底面すべりである[11]。結晶回転は転位のすべり活動の結果として生じ、Mironov ら[12]によると、活動したすべり系に依存して回転軸が決まる。Figure 4-12 と Table 4-1 に認められた回転軸の変化は、隣接区間において、すべり系の活動量と種類 (slip pattern) が異なることが原因で生じる。この場合、焼鈍で転位が回復した後も、幾何学的に必要な転位 (geometrically necessary dislocations : GN 転位) が残存し、GNB (geometrically necessary boundaries) を形成する[13]。高ひずみ量の変形を施すと、回転軸の変化点つまり GNB 近傍には、高い格子ひずみが生じると考えられ、その後の焼鈍で新たな  $\alpha/\alpha$  粒界を形成できる。この検討の結果、等軸化挙動を解明するためには、2点間方位差が大きな不連続方位変化点に加え、回転軸の変化点を考慮する必要があると考えられる。回転軸の変化点 (points of change in rotation axes) を  $P_r$  と称し、既に定義した  $P_d$  に  $P_r$  を加えた2種類の変化点を対象に、隣り合う変

化点の間の長さを  $L_{II}$  と定義する。  $P_d$ 、  $P_r$ 、  $L_I$ 、  $L_{II}$  の定義を模式的に Fig. 4-13 に示す。複数の連続方位変化部に対して、Fig. 4-12 に示した 3 次元的な方位プロファイル解析を行い、対応する累積方位差プロファイルと比較した。Figure 4-13 の上側の図に示すように、回転軸の変化点は累積方位差プロファイルの傾きが変化する点と一致していた。そのため、回転軸の変化点  $P_r$  は累積方位差プロファイルをもとに判断した。

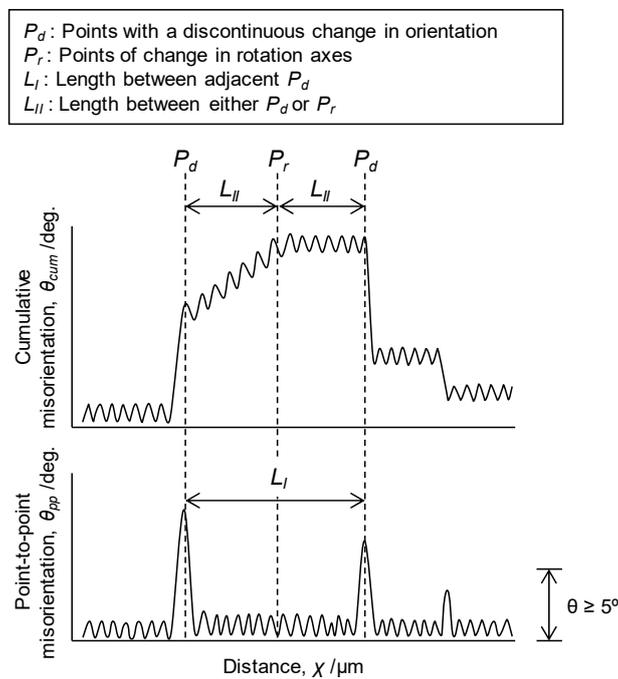


Fig. 4-13 Schematic illustrations showing cumulative misorientation profile and point-to-point misorientation profile along an individual  $\alpha$  plate, and the definition of  $P_d$ ,  $P_r$ ,  $L_I$  and  $L_{II}$ .

定義した3種類の長さのパラメータ ( $L_I$ ,  $L_{II}$ ,  $L_a$ ) を、熱間圧縮で加えた相当ひずみに対して Fig. 4-14 に整理した。先述の通り、低ひずみ域では、実際の板状  $\alpha$  の長さ  $L_a$  は  $L_I$  と良い一致を示すが、高ひずみ域において、 $L_I$  は  $L_a$  よりも大きな値を示す。新しく定義した長さ  $L_{II}$  は、低ひずみ域では  $L_a$  よりかなり小さな値であるが、高ひずみ域では  $L_a$  に近い値となる。このことから、高ひずみ域の変形を加えた場合、その後の焼鈍にて  $P_r$  から新たな  $\alpha/\alpha$  粒界が形成され、板状  $\alpha$  の分断を引き起こすと考えられる。但し、 $L_{II}$  の値は、ひずみ量に係わらずほぼ一定である。これは、回転軸の変化点  $P_r$  は変形の初期段階で形成されるが、低ひずみ域で形成された  $P_r$  は、新たな  $\alpha/\alpha$  粒界形成に寄与できず、 $P_r$  近傍を起点に板状  $\alpha$  を等軸化させるためには、高ひずみ域の変形が必要であることを示す。

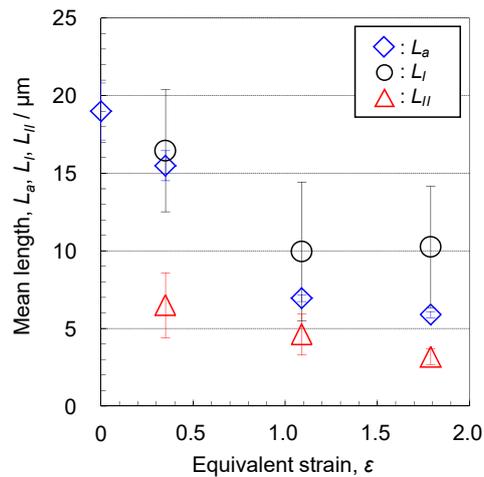


Fig. 4-14 Mean length of  $\alpha$  plates in Ti-6Al-4V specimens compressed at 950°C, plotted as a function of equivalent strain applied in the compression.  $L_a$  indicates the actual mean length of  $\alpha$  plates measured by optical microscopy for specimens after compression and annealing.  $L_I$  indicates the mean length between adjacent  $P_d$  measured by misorientation profiles of the specimens after compression.  $L_{II}$  indicates the mean length between either  $P_d$  or  $P_r$  measured by misorientation profiles of the specimens after compression. Error bars indicate 95% confidence intervals.

### 4. 3. 3. 想定される等軸化過程

ラメラ状  $\alpha$  組織に 950°C で熱間変形と焼鈍を施した際の等軸化過程を Fig. 4-15 に整理する。熱間変形において、大部分のラメラ状  $\alpha$  は、その配向が圧縮軸に対して垂直となるように巨視的に回転するが、初期の配向が圧縮軸に対して平行に近いラメラはキンク変形する。個々の板状  $\alpha$  の内部は、区間毎に活動する slip pattern が異なるため、不均質な格子回転が起こる。その結果、不連続な方位変化と連続的で緩やかな方位変化が生じる (Fig. 4-15(a-b), (g-h))。不連続方位変化点  $P_a$  の数は、変形の初期段階では少ないが、ひずみの増加に伴い増加する。熱間変形の後、 $P_a$  は板状  $\alpha$  を横切る  $\alpha/\alpha$  粒界となり、ラメラの  $\alpha/\beta$  界面に凹みを形成し、板状  $\alpha$  の分断を引き起こす。連続方位変化部において、その内部には、熱間変形の初期段階に回転軸の変化点  $P_r$  が形成される。更なる変形で、 $P_r$  近傍に GN 転位と GNB が形成され、GNB ( $P_r$ ) へ転位が蓄積すると考えられる。その後の焼鈍で (Fig. 4-15(c-d, i)、不連続方位変化点は板状  $\alpha$  の分断、つまり等軸化を引き起こす。高ひずみ域の変形後の焼鈍では、 $P_r$  から板状  $\alpha$  を横切る  $\alpha/\alpha$  粒界が形成され、板状  $\alpha$  の分断が起こる。長時間の焼鈍では (Fig. 4-15(e-f))、界面エネルギーを低下させるため板状  $\alpha$  の分断と粗大化が進行し、等軸 (粒状  $\alpha$ ) 組織が形成される。なお、本研究では詳細に検討していないが、 $\alpha/\alpha$  粒界と同様に、 $\alpha/\beta$  界面も等軸化挙動に影響しているはずである。参考文献[6,7]では、板状  $\alpha$  に形成される凹みの角度 (groove angle,  $\delta$ ) は、 $\alpha/\alpha$  粒界と  $\alpha/\beta$  界面に係わる表面張力との間に、平衡式  $\sin \delta = \gamma_{\alpha\alpha} / 2\gamma_{\alpha\beta}$  を満足すると述べている。ここで、 $\gamma_{\alpha\alpha}$  と  $\gamma_{\alpha\beta}$  はそれぞれ  $\alpha/\alpha$  粒界と  $\alpha/\beta$  界面の表面エネルギーである。板状  $\alpha$  の界面形状は、中央付近においては平坦であるが、凹み部は曲率を持つ。界面の曲率差により合金元素の平衡濃度が異なり、溶質濃度勾配を駆動力とする原子拡散によって、板状  $\alpha$  の分断が進む。この過程は、単純な粒界移動ではなく、 $\alpha$  相と  $\beta$  相の相変態、並びに合金元素の分配によって引き起こされる。そのため、等軸化の速度に大きく影響を及ぼす可能性がある。

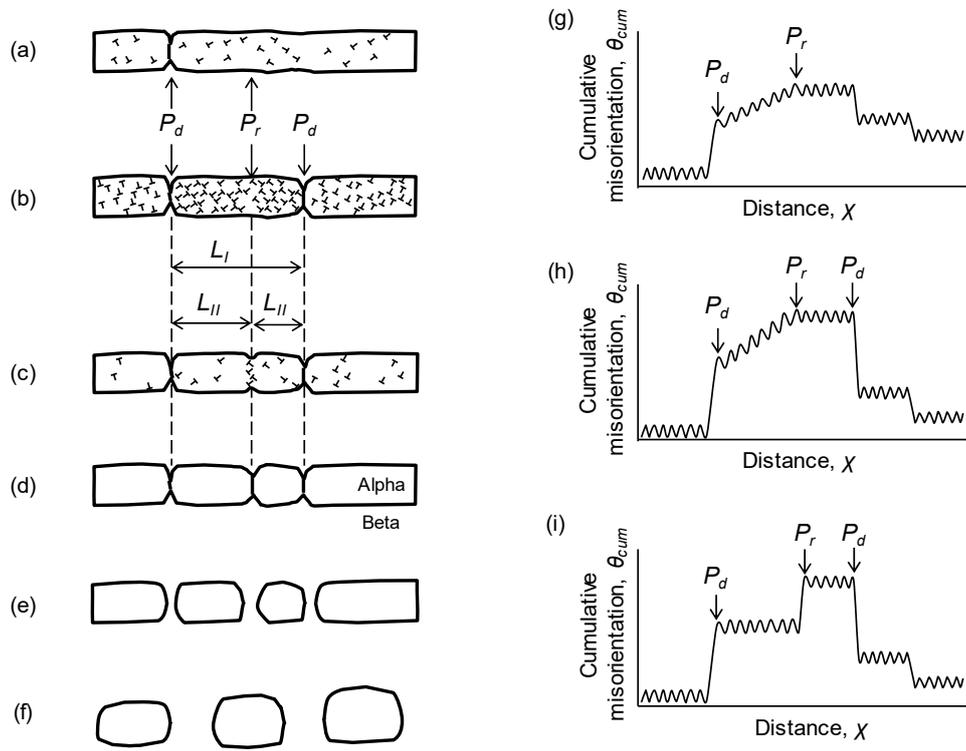


Fig. 4-15 Schematic illustrations showing globularization of lamellar microstructures in Ti-6Al-4V specimens hot-compressed and annealed. (a-f) Morphology of  $\alpha$  plates. (g-i) Cumulative misorientation profiles. (a, g) After hot deformation by low strains. (b, h) After hot deformation by high strains. (c-d, i) Initial stage of annealing, and (e-f) after prolonged annealing.

#### 4. 3. 4. 等軸化に適した想定プロセス

前節までの検討結果を基に、ラメラ状  $\alpha$  組織の等軸化に適した製造プロセスについて検討する。等軸化において、個々の板状  $\alpha$  を横切る  $\alpha/\alpha$  粒界の形成が最も重要な素過程である。新しい  $\alpha/\alpha$  粒界を形成するためには、板状  $\alpha$  内に  $P_d$  と  $P_r$  を発達させることが重要である。 $P_d$  の数はひずみ量の増加に伴い増加し、それに伴い  $L_l$  が減少する。 $P_d$  の数はラメラ状  $\alpha$  の配向に強く依存し(Fig. 4-9)、 $L_l$  は垂直ラメラ内よりも平行ラメラ内の方が小さい。この結果は、ラメラ状  $\alpha$  の配向に対して概ね平行な方向に圧縮することが、 $P_d$  の発達に好ましいことを示唆する。Figure 1 に示した通り、 $\beta$  単相域からの冷却で得たコロニー組織は様々な配向のラメラ状  $\alpha$  で構成されている。つまり、圧縮軸に平行に配向していないラメラ状  $\alpha$  も存在する。1 方向からの単調な変形では、初期のコロニーの配向によって  $P_d$  の発達が不均一になるため、均一に  $P_d$  を形成するには、様々な方向からの変形が好ましいと考えられる。Figure 4-2 と Fig. 4-9 に示した通り、キンク変形は  $P_d$  の形成を促進すると考えられ、平行ラメラにひずみ 0.35 の変形を加えた場合に形成される。つまり、ひずみ量約 0.35 の変形を加える毎に圧縮軸を変えることが等軸化にとって好ましいと推察される。高ひずみ域では、Fig. 4-14 と Fig. 4-15 に示した通り、変形後の焼鈍にて  $P_r$  近傍に  $\alpha/\alpha$  粒界が形成される。そのため、 $P_r$  の発達が重要である。一定量のひずみ付与毎に圧縮軸を変えることは、 $P_d$  のみならず  $P_r$  の増加も期待できる。等軸化の素過程で結晶方位回転が起こることから、本研究の主題であるマクロゾーンの微細化にも等軸化促進が効果的であると期待される。その効果については、次章で検討する。

#### 4. 4. 結言

本章では、粒状  $\alpha$  組織の形態で使用される典型的な汎用合金 Ti-6Al-4V に対して、マクロゾーンの構成組織である粒状  $\alpha$  の形成素過程を明らかにするため、 $\alpha + \beta$  域鍛造とその後の焼鈍によるラメラ状  $\alpha$  の等軸化挙動を調査した。明らかに

なった知見は以下の通りである。

(1) ラメラ状  $\alpha$  は熱的に安定な形態であるが、熱間変形を施すことによって板状  $\alpha$  の分断が起こる。熱間変形後に焼鈍した際に観察される板状  $\alpha$  の平均長さは、ひずみ量の増加に伴い減少する。

(2) 熱間変形の結果、個々の板状  $\alpha$  の長手方向に沿って、連続的で緩やかな方位変化と不連続な方位変化が発達する。

(3) 熱間変形で形成された不連続方位変化点 ( $P_d$ ) は、その後の焼鈍で  $\alpha/\alpha$  粒界に変化し、板状  $\alpha$  の分断つまり等軸化を引き起こす。

(4) 連続方位部には回転軸の変化点 ( $P_r$ ) が発達する。高ひずみ域の変形を施した場合、その後の焼鈍で新しい  $\alpha/\alpha$  粒界を形成し、板状  $\alpha$  の分断に寄与する。

(5)  $P_r$  と  $P_d$  を形成するには、多方向からの変形が好ましいと考えられる。キンク変形が  $P_d$  の形成を促進すると考えられるため、変形の圧縮軸を変更することが、均一な等軸組織を得るために好ましいと推定される。

(6) 等軸化の素過程で結晶方位回転が起こることから、等軸化促進はマクロゾーンの微細化にも効果があると期待される。

#### 第 4 章 参考文献

- [1] I. Weiss, G.E. Welsch, F.H. Froes and D. Eylon: in Titanium: Science and Technology, G. Lütjering, U. Zwicker and W. Bunk, eds., Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel, Germany, 1985. pp. 1503-1510.
- [2] I. Weiss, F.H. Froes, D. Eylon and G.E. Welsch: Metall. Mater. Trans. A, 1986, vol. 17A, pp. 1935-1947.
- [3] S.L. Semiatin, V. Seetharaman and I. Weiss: Mater. Sci. Eng. A, 1999, vol. A263, pp. 257-271.
- [4] E.B. Shell and S.L. Semiatin: Metall. Mater. Trans. A, 1999, vol. 39A, pp. 3219-3229.
- [5] N. Stefansson, S.L. Semiatin and D. Eylon: Metall. Mater. Trans. A, 2002, vol. 33A, pp. 3527-3534.
- [6] N. Stefansson and S.L. Semiatin: Metall. Mater. Trans. A, 2003, vol. 34A, pp. 691-698.
- [7] S.L. Semiatin and D.U. Furrer: in ASM Handbook, vol. 22, Fundamental of Modeling for Metals Processing, S.L. Semiatin and D.U. Furrer, eds., ASM International, Materials Park, OH, 2009, pp. 522-535.
- [8] T.R. Bieler and S.L. Semiatin: International Journal of Plasticity, 2002, vol. 18, pp. 1165-1189.
- [9] T. Furuhashi, H. Abe, B. Poorganji and T. Maki: in Ti-2007: Science and Technology, M. Ninomi, S. Akiyama, M. Ikeda, M. Hagiwara, and K. Maruyama, eds., The Japan Institute of Metals, Kyoto, Japan, 2007, pp. 913-919.
- [10] T. Furuhashi, B. Poorganji, H. Abe and T. Maki: JOM, 2002, January, pp. 64-67.
- [11] G. Lütjering and J.C. Williams: Titanium, 2nd ed., Springer, Berlin, 2007, pp.19-

21.

- [12] S. Mironov, M. Murzinova, S. Zherebtsov, G.A. Salishchev and S.L. Semiatin:  
Acta Mater., 2009, vol. 57, pp. 2470-2481.
- [13] N. Hansen: Metall. Mater. Trans. A, 2001, vol. 32A, pp. 2917-2935.

## 第5章

# 汎用チタン合金 Ti-6Al-4V の $\alpha+\beta$ 域での熱間鍛造における等軸化とマクロゾーン形成に及ぼす加工パスの影響（粒状 $\alpha$ 組織）

### 5. 1. 緒言

第4章では、ラメラ状  $\alpha$  組織に  $\alpha+\beta$  域で一軸の熱間圧縮変形と焼鈍を施した際の等軸化挙動を調べた。熱間変形で板状  $\alpha$  内に生じる結晶方位回転が等軸化の発現に重要であり、その方位回転に起因して板状  $\alpha$  を横切る  $\alpha/\alpha$  粒界が形成され、板状  $\alpha$  の分断（等軸化）が起こることを明らかにした。この結果から、1方向からの圧縮変形よりも、多方向から変形を加えた方が効率的に等軸化できる可能性が示唆された。更に、等軸化の素過程で結晶方位回転が起こることから、等軸化の促進はマクロゾーンの微細化にも効果があると期待された。そこで、本章では等軸化とマクロゾーンの形成に及ぼす加工パス（ひずみ経路）の影響を検討する。

チタン合金のマクロゾーン形成に関する報告例は、等軸化挙動と比べて少ないが、Germain ら[1]が、ラメラ状  $\alpha$  組織を有する TIMETAL 834 (Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.3Si) 合金に対して、 $\alpha+\beta$  域で一軸圧縮と焼鈍を施した際のマクロゾーンの形成過程を報告している。対象組織はバイモーダル組織であり、熱間変形に起因する  $\alpha$  相（粒状1次  $\alpha$ ）の圧縮集合組織の発達と、焼鈍後の冷却における  $\beta \rightarrow \alpha$  変態でのバリエーション選択（板状2次  $\alpha$ ）に起因して、マクロゾーンが形成すると考察している。

等軸化とマクロゾーン形成に及ぼす加工パスの影響を検討するために用いられている変形付与方法は大きく2種類に分けられる。1種類目はねじり変形であり、ラメラ状  $\alpha$  組織を有する Ti-6Al-4V 合金を対象に、等軸化挙動に及ぼす影響が検討されている[2-4]。Poths ら[2]は、順方向と逆方向のねじり変形を組み合わせることで加工パスの影響を調べており、総ひずみ量が同じ場合には、順方向の

みでの変形に比べて、逆方向の変形を組み合わせることで、等軸化率が低下することを示した。更に、Muszka ら[4]は、ラメラ状  $\alpha$  組織内の  $\alpha/\beta$  界面は Burgers の方位関係 (BOR) を満足することに着目し、等軸化挙動に及ぼす加工パスの影響を検討している。ひずみ量 0.5 を順方向のみで付与すると  $\alpha/\beta$  界面の BOR が崩れるが、ひずみ量 0.25 ずつを順方向と逆方向に順次加えた場合には、 $\alpha/\beta$  界面の BOR が維持されることを SEM/EBSD 測定の結果をもとに示した。これは、加工パスによって組織内に蓄積されるひずみエネルギーが異なり、等軸化率に影響を与えたと考察している。ねじり変形を用いた加工パスの影響について、等軸化挙動の他に熱間変形による空孔欠陥 (cavity) の形成・閉口挙動への影響も検討されている[5]が、マクロゾーンの形成に係わる検討は見当たらない。2 種類目の変形付与方法は、直交する 3 方向を加工軸とし、順次、加工軸を  $90^\circ$  変更させるマルチステップ加工や、その類似の加工方法である。ラメラ状  $\alpha$  組織を有する Ti-6Al-4V 合金に、これらの方法で加工を施すことで、サブミクロンサイズの超微細粒組織を均質に得られること[6]、並びにマクロゾーンが微細化されること[7]が報告されている。しかし、これらの研究で用いられている加工条件は、温間 ( $500^\circ\text{C}$  付近)・低ひずみ速度 ( $10^{-3}\text{ s}^{-1}$  付近) 域であり、工業的に広く用いられている熱間 ( $800^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ )・高ひずみ速度 ( $10^{-1}\text{ s}^{-1}$  付近) 域での検討は見当たらない。

このように、ラメラ状  $\alpha$  を  $\alpha+\beta$  域で加工した際の等軸化とマクロゾーンの形成挙動に及ぼす加工パスの影響は部分的に明らかとなっているが、一般的な鍛造加工条件での加工パスの影響は不明な点が多い。そこで、本章では、チタン合金鍛造材における一般的な鍛造加工条件にて、ラメラ状  $\alpha$  組織の等軸化とマクロゾーン形成に及ぼす加工パスの影響を明らかにすることを目的とした。

## 5. 2. 実験方法

検討に用いた Ti-6Al-4V 合金の  $\beta$  トランザス ( $T_\beta$ ) は約 1000°C である。初期組織をラメラ状  $\alpha$  とするため、直径 135 mm、長さ約 450 mm の素材を  $\beta$  単相域の 1050°C ( $T_\beta + 50^\circ\text{C}$ ) で 1 時間保持し、水冷で室温まで冷却した。図示をしていないが、光学顕微鏡写真を基に切片法で測定した旧  $\beta$  粒径は約 800  $\mu\text{m}$  であった。その後、直径 130 mm、高さ 180 mm 円柱素材を切り出し、鍛造（圧縮）加工に供した。

鍛造（圧縮）加工は  $\alpha + \beta$  域の 950°C ( $T_\beta - 50^\circ\text{C}$ ) で 2 パスに分けて実施した。1 パス目の加工において、素材を 950°C に加熱保持後、圧下率 57% の 1 軸アップセット鍛造（圧縮加工）を施した。鍛造後、素材は室温まで空冷で冷却した。この素材を 1 パス目鍛造材と称する。なお、狙い圧下率は 50% であったが、使用した鍛造装置が実験設備ではなかったこともあり、大きな圧縮加工が加わった。1 パス目の鍛造（圧縮）軸方向、半径方向、接線方向をそれぞれ、CD1、RD1、TD1 とする。1 パス目鍛造材における組織形態と集合組織を調べるため、SEM/EBSD 測定を行った。測定視野は TD1 に垂直な断面で、厚み方向は鍛造材の中央とし、半径方向は鍛造材の中心と表面の中間位置 (1/2 半径位置) とした。測定のステップサイズは 1  $\mu\text{m}$  である。Figure 5-1 は、その結果であり、(a)  $\alpha$  相の IPF マップ、同視野における (b)  $\{0001\}_\alpha$  正極点図、(c)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  正極点図である。IPF マップの色付けは、図に併記する標準三角形を基に各測定点の CD1 の方位を示す。Figure 5-1(a) において、1 パス目鍛造材には CD1 に対して垂直な方向に伸長したメタルフローが認められる。これは、鍛造前には等軸状であった  $\beta$  粒とラメラ状  $\alpha$  のコロニーが鍛造によって扁平形状に変形したことを示す。集合組織の集積度は弱いものの、 $\alpha$  相の  $c$  軸が CD1 に対して垂直に配向し、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が CD1 に対して平行となる熱間圧縮集合組織が認められる (Fig. 5-1(b-c))。

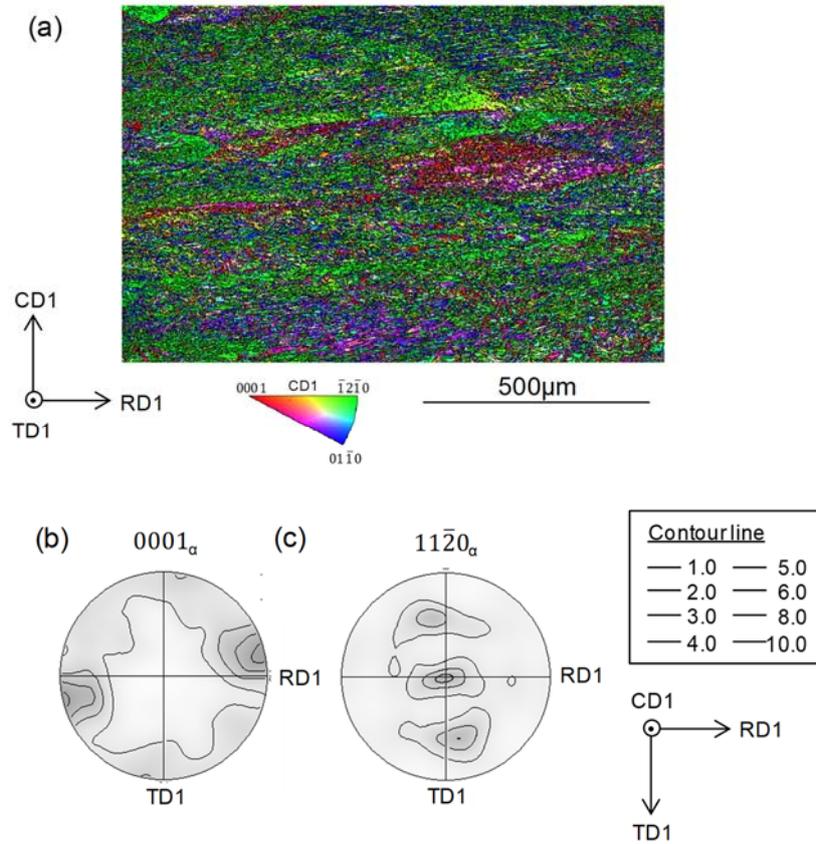


Fig. 5-1 (a) IPF map of  $\alpha$  phase and corresponding (b)  $\{0001\}_\alpha$  and (c)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole figures of Ti-6Al-4V specimens deformed by the first compression. The compression was conducted at 950°C to a reduction in height of 57%.

1 パス目鍛造材から、2 パス目の圧縮加工に供する試験片を切り出した。採取要領を Fig. 5-2 に示す。加工パスを変更するため、2 パス目の圧縮軸方向を CD1 もしくは RD1 に平行な 2 種類とした。2 パス目の圧縮軸方向が CD1 に平行な加工パスを経路 A (route A)、RD1 に平行な加工パスを経路 B (route B) と呼ぶこととする。経路 A は 1 パス目と 2 パス目の圧縮軸方向が一致しており、経路 B は 2 パス目の圧縮軸方向が 1 パス目から 90°回転している。試験片形状は直径 8 mm、高さ 12 mm の円柱状で、1 パス目鍛造材の厚み中央で 1/2 半径位置から切り出した。そして、950°C に加熱保持後、ひずみ速度  $0.1 \text{ s}^{-1}$  の一定速度で所定の圧下率の変形を施した後、ガス冷却を行った。2 パス目圧下率は 20%、40%、50%、70% の 4 水準とした。1 パス目からの累積圧下率は、それぞれ 66%、74%、79%、87% である。2 パス目の圧縮加工後、950°C で 2 h 間保持する焼鈍を施した。その際、焼鈍時の表面酸化を防ぐため試験片は真空封入し、焼鈍後は水冷した。2 パス目の圧縮軸方向、半径方向、接線方向をそれぞれ CD2、RD2、TD2 とする。

得られた試験片に対して、光学顕微鏡による組織観察と SEM/EBSD による結晶方位測定を行った。組織観察、及び EBSD 測定は、CD2 に平行な断面で、厚み方向の中央で 1/2 半径位置に対して行った。EBSD 測定でのステップサイズは  $1 \mu\text{m}$  を基本とし、板状  $\alpha$  内の方位変化を詳細に評価する際には  $0.1 \mu\text{m}$  とした。

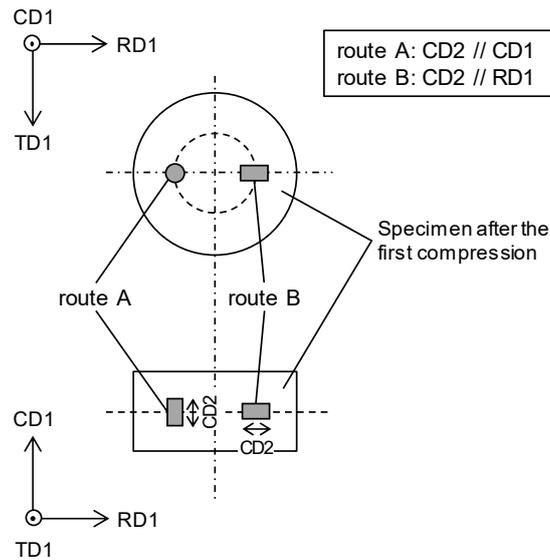


Fig.5-2 Schematic illustrations showing strain paths. Direction of the second compression axis of route A is parallel to CD1, and that of route B is parallel to RD1, respectively. CD1, RD1 and TD1 represent the compression axis direction, radial direction and tangential direction of the first compression, respectively. CD2, RD2 and TD2 indicate the compression axis direction, radial direction and tangential direction of the second compression, respectively.

### 5. 3. 実験結果・考察

#### 5. 3. 1. 等軸化挙動に及ぼす加工パスの影響

経路 A 及び経路 B の加工パスで得た圧縮まま材の光学顕微鏡組織を Fig. 5-3(a-d)及び(e-h)にそれぞれ示す。(a, e), (b, f), (c, g), (d, h)は、2 パス目圧下率がそれぞれ 20%、40%、50%、70%の結果である。2 パス目の圧縮軸方向が 1 パス目と一致する経路 A の加工パスにおいて、1 パス目の圧縮で形成された CD1 に対して垂直に伸びるメタルフローが、2 パス目圧下率の増加に伴い強調される。2 パス目の圧縮軸方向を 1 パス目に対して 90°回転させた経路 B の加工パスでは、1 パス目の圧縮で旧  $\beta$  粒と  $\alpha$  相のコロニーが扁平形状となり、その伸長方向が 2 パス目の圧縮軸方向に平行である。2 パス目圧下率が 70%まで増加すると (Fig.

5-3(h))、CD2 に垂直な方向に伸びるメタルフローの発達が認められるが、経路 A の加工パスに比べると、その程度は顕著でない。2 パス目圧下率が 50%以下においては、明瞭なメタルフローは認められない (Fig. 5-3(e-g))。

ラメラ状  $\alpha$  を構成する板状  $\alpha$  の形態変化に着目するため、Fig. 5-3 に示した試験片の組織を光学顕微鏡にて高倍率で観察した。その結果を Fig. 5-4 に示す。図の整理要領は Fig. 5-3 と同様である。Figure 5-4(a)には、ラメラ状  $\alpha$  を構成する板状  $\alpha$  の一部を白色矢印で示す。板状  $\alpha$  の周囲は、加工温度 (950°C) に加熱保持中に  $\beta$  相であった箇所、この観察倍率では確認できないが、室温への冷却中に析出した微細な  $\alpha$  相と残留  $\beta$  相から成る。経路 A の加工パスにおいて、2 パス目圧下率の増加に伴い、多くの板状  $\alpha$  が視野の水平方向に配向すると共に、板状  $\alpha$  の分断 (等軸化) が進む (Fig. 5-4(a-d))。経路 B の加工パスにおいても、圧下率の増加に伴う板状  $\alpha$  の分断が認められる。圧縮軸方向を 1 パス目から 90° 回転させているため、2 パス目圧下率 20%においては、板状  $\alpha$  が視野の上下方向に配向する様相が認められるが (Fig. 5-4(e))、圧下率の増加に伴い、CD2 に対して垂直な方向へ巨視的に回転する傾向が認められる (Fig. 5-4(f-g))。そして、2 パス目圧下率が 50%以上では、大部分の板状  $\alpha$  が CD2 に垂直な方向に配向する (Fig. 5-4(g-h))。

経路 A 及び経路 B の加工パスでの圧縮後、焼鈍を施した試験片の光学顕微鏡組織を Fig. 5-5(a-d)と(e-h)にそれぞれ示す。Fig. 5-5(a, e), (b, f), (c, g), (d, h)は、2 パス目圧下率がそれぞれ 20%、40%、50%、70%の結果である。Figure 5-5(a)に、板状  $\alpha$  の一部を白色矢印で示す。Figure 5-4 と同様に、板状  $\alpha$  の周囲は焼鈍温度 (950°C) に加熱保持中に  $\beta$  相であった箇所である。板状  $\alpha$  の等軸化に対する判断技術として、アスペクト比 2 以下が一般的に用いられている。そこで、等軸化度 (globularization ratio:  $F$ ) を、板状  $\alpha$  におけるアスペクト比 2 以下の面積率、と定義し、各試験片に対して光学顕微鏡組織をもとに算出した  $F$  の値を写真の上部に付記する。経路 A 及び経路 B のいずれの加工パスにおいても、圧下率の

増加に伴い等軸化度が増加する傾向が認められる。しかし、2パス目圧下率が同じ場合には、等軸化度に及ぼす加工パスの影響は顕著でなかった。

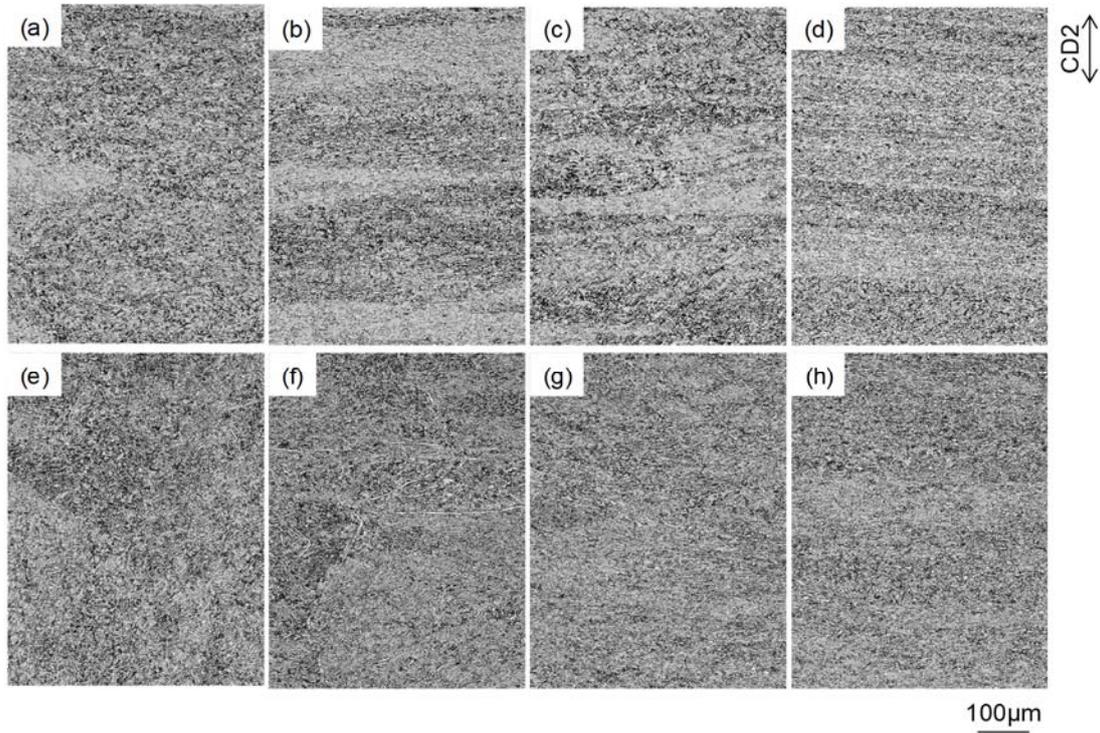


Fig. 5-3 Optical microstructures of Ti-6Al-4V specimens after the second compression. (a-d) After compression by the strain path of route A, (e-h) after compression by the strain path of route B. Reductions in height of the second compression are (a,e) 20%, (b,f) 40%, (c,g) 50% and (d,h) 70%, respectively. The first and second compression were conducted at 950°C. The compression axis direction for the second compression (CD2) is indicated.

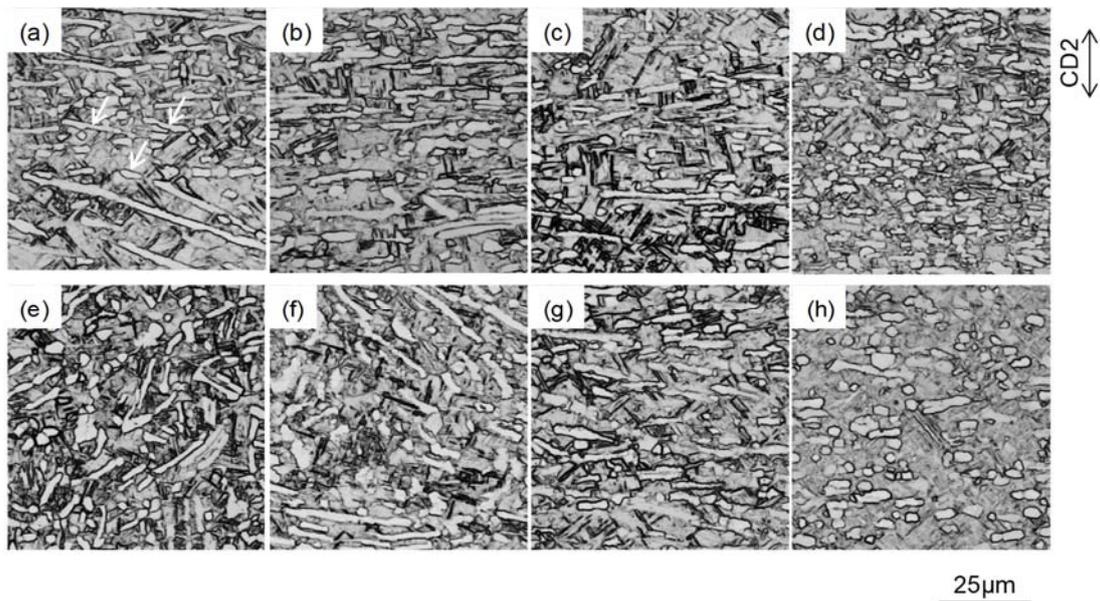


Fig. 5-4 Higher magnified optical microstructures of Ti-6Al-4V specimens after the second compression. (a-d) After compression by the strain path of route A, (e-h) after compression by the strain path of route B. Reductions in height of the second compression are (a,e) 20%, (b,f) 40%, (c,g) 50% and (d,h) 70%, respectively. The first and second compression were conducted at 950°C. The compression axis direction for the second compression (CD2) is indicated.

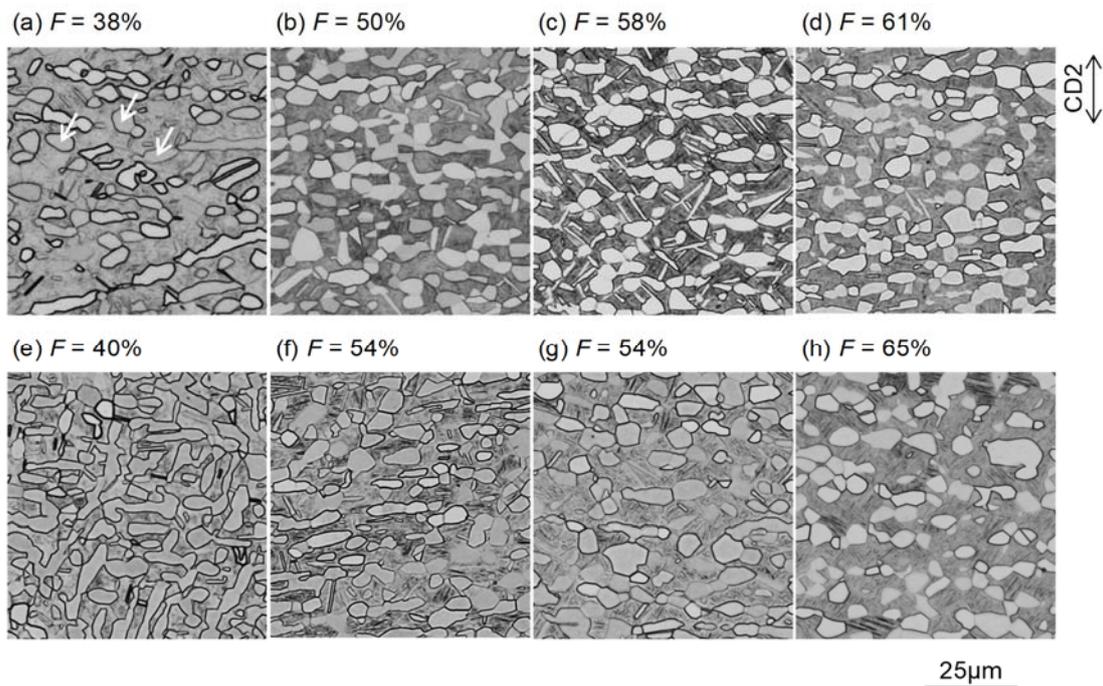


Fig. 5-5 Optical microstructures of Ti-6Al-4V specimens after the hot-compression and subsequent annealing at 950°C. (a-d) Annealed after the compression by the strain path of route A, (e-h) annealed after the compression by the strain path of route B. Reductions in height of the second compression are (a,e) 20%, (b,f) 40%, (c,g) 50% and (d,h) 70%, respectively. Globularization ratio ( $F$ ) for each specimen and the compression axis direction for the second compression (CD2) are indicated, respectively.

板状  $\alpha$  の形態に及ぼす加工パスの影響を詳細に検討するため、個々の板状  $\alpha$  のアスペクト比をヒストグラムで整理した。Figure 5-6 は 2 パス目圧下率が、(a)40%、(b)70%の結果であり、経路 A と経路 B の加工パスによる圧縮加工後に焼鈍を施した試験片に対する結果である。2 パス目圧下率が 40%の場合 (Fig. 5-6(a)) は加工パスの影響は認められない。一方、2 パス目圧下率が 70%まで増加すると (Fig. 5-6(b))、経路 B の加工パスではアスペクト比の大きな板状  $\alpha$  の存在頻度が減少し、アスペクト比 2 近傍の板状  $\alpha$  の存在頻度がやや増加している。

つまり、経路 A の加工パスはアスペクト比の大きな板状  $\alpha$  が残存し易い傾向が認められ、加工パスの変更は、アスペクト比の大きな板状  $\alpha$  を分断する効果があると考えられる。

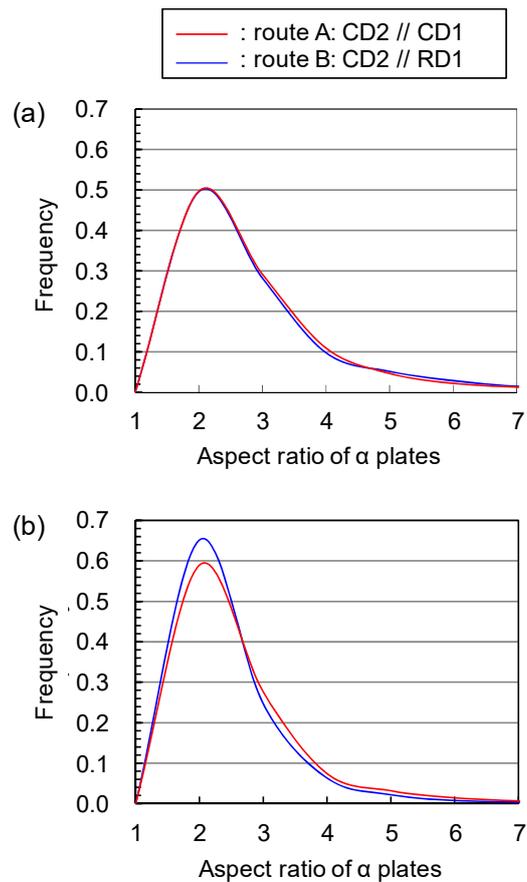


Fig. 5-6 Histograms which show frequencies of aspect ratio of  $\alpha$  plates in Ti-6Al-4V specimens deformed and subsequently annealed at 950°C. The compression was conducted by the strain paths of route A and route B. Reductions in height for the second compression were (a) 40% and (b) 70%, respectively.

### 5. 3. 2. マクロゾーン形成に及ぼす加工パスの影響

本節ではマクロゾーン形成に及ぼす加工パスの影響に着目する。経路 A 及び経路 B の加工パスによる圧縮加工後に焼鈍を施した試験片に対して EBSD 測定を行った。測定のステップサイズは  $1\ \mu\text{m}$  である。板状  $\alpha$  のアスペクト比の頻度分布に明瞭な差が認められなかった 2 パス目圧下率 40% (累積圧下率 74%) の試験片に対する結果を示す。以後、これらの各試験片をそれぞれ経路 A 材、及び経路 B 材と称する。なお、本節に示す EBSD 測定の結果は、焼鈍中に存在する板状  $\alpha$  を解析対象とした。焼鈍後の冷却過程で形成された微細な  $\alpha$  相に対する方位同定精度は、今回用いた測定条件では不十分と考えられることから、方位同定精度の低い測定点を全測定点から除去し、解析を行った。測定結果を確認し、band contrast 値 110 以上を解析対象の測定点とした。なお、IPF マップにおいて、除去した測定点は黒色で表す。

経路 A 材と経路 B 材の IPF マップを Fig. 5-7(a-b)に、同視野の TA マップ (tilt angle map) を(c-d)にそれぞれ示す。IPF マップの色付けは、図に付記する標準 3 角形をもとに、 $\alpha$  相の各測定点における 2 パス目の圧縮軸 (CD2) の方位を示す。TA マップは、 $\alpha$  相の各測定点における c 軸と CD2 とのなす角度 ( $\theta$ ) に対して、図に併記するカラーバーをもとに色付けした。Figure 5-7(a)において、経路 A 材には緑色に色付けられた、つまり  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が CD2 に配向した  $\alpha$  相が比較的多く認められるが、経路 B 材 (Fig. 5-7(b)) には、相対的に様々な色に色付けられた、多様な方位に配向する  $\alpha$  相が認められる。Figure 5-7(c)の TA マップにおいて、経路 A 材には赤色の領域、つまり  $\theta = 90^\circ$  近傍の  $\alpha$  相が多く認められ、所謂マクロゾーンを形成している。それに対して、経路 B 材には青色から赤色までの、つまり  $\theta = 0^\circ \sim 90^\circ$  までの  $\alpha$  相が認められ、比較的多様な方位の  $\alpha$  相から構成されており、明瞭なマクロゾーンは認められない。

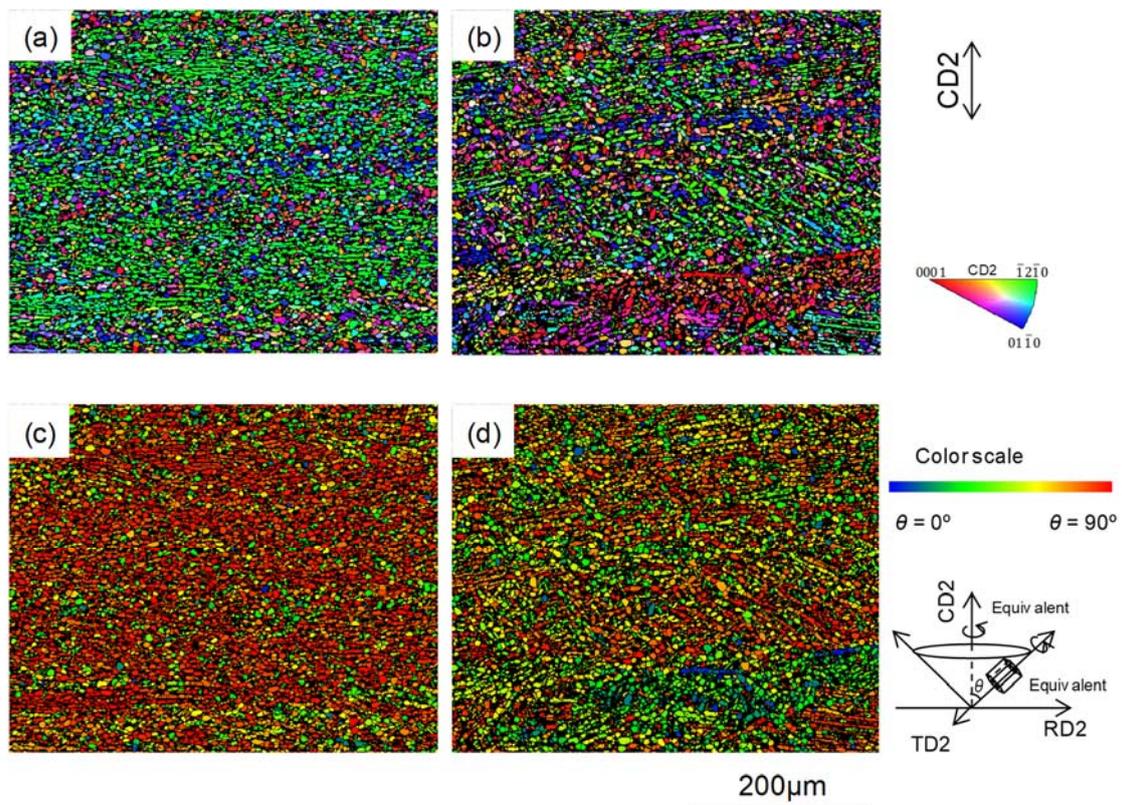


Fig. 5-7 (a,b) IPF maps and (c,d) corresponding tilt angle (TA) maps of Ti-6Al-4V specimens after the hot-compression and subsequent annealing at 950°C. (a,c) Annealed after the compression by the strain path of route A, (b,d) annealed after the compression by the strain path of route B. A reduction in height for the second compression was 40%. The compression axis direction for the second compression (CD2) is indicated.

Figure 5-7 の測定結果をもとに、 $\theta$  の頻度分布を Fig. 5-8 に整理した。経路 A 材では、 $\theta=80^\circ\sim 90^\circ$  の範囲に明瞭なピークが認められる。経路 B 材においても、 $\theta=80^\circ\sim 90^\circ$  の頻度が最も高いが、経路 A 材に比べてピークは低く、 $\theta=0^\circ$  から  $\theta=90^\circ$  にかけて徐々に頻度が増加している。経路 A 材で明瞭なピークを示した  $\theta \geq 80^\circ$  の範囲の累積存在頻度を求めたところ、経路 A 材が 0.53 であるのに対して、経路 B 材は 0.23 であり、累積存在頻度に明瞭な差が認められた。

形成されたマクロゾーンの特徴を詳細に調査した。Figure 5-9 に、(a, c)  $\{0001\}_\alpha$  正極点図、(b, d)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  正極点図を示す。Figure 5-9(a,b) が経路 A 材、(c,d) が経路 B 材の結果である。経路 A 材には、 $\alpha$  相の  $c$  軸が CD2 に対して垂直に配向し、且つ  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が CD2 に平行に配向する比較的強い熱間圧縮集合組織が認められる。そして、CD2 に垂直な方向に  $c$  軸の集積が 3 か所認められ、これらは CD2 回りに概ね等角度間隔に分散している (Fig. 5-9(a))。一方、経路 B 材の集合組織は、比較的ランダムである (Fig. 5-9(c,d))。集合組織の集積度を定量的に比較するため、経路 A 材と経路 B 材の逆極点図を Fig. 5-10(a,b) にそれぞれ整理する。いずれも CD2 の方位を示す。そして、両試験材の集積度を棒グラフで Fig. 5-10(c) に示す。集合組織の特徴は正極点図と同じであり、経路 A 材において、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が CD2 に集積していることが改めて確認できる。集積度は経路 A 材が 6.9 と強いのに対し、経路 B 材では 2.2 と比較的小さく、加工パスの変更により集積度が大きく低減されている。これらの結果から、マクロゾーンの形成は熱間圧縮集合組織の発達と関係していると考えられる。

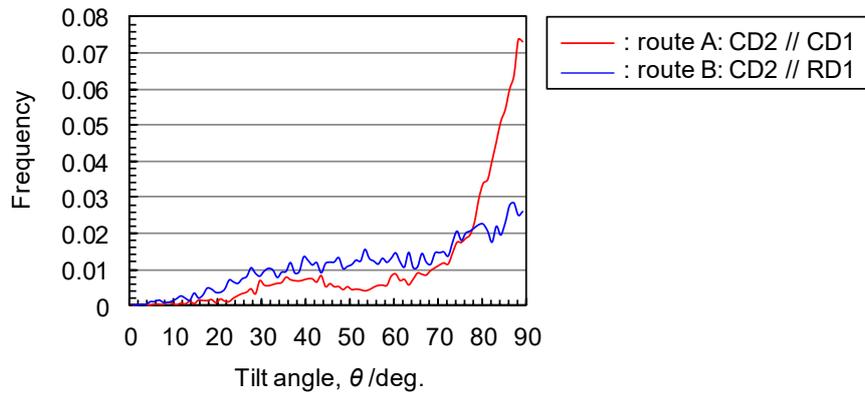


Fig. 5-8 Distribution of tilt angle of c-axes in hcp lattice from the compression axis direction of the second compression in Ti-6Al-4V specimens deformed and subsequently annealed at 950°C. The compression was conducted by the strain paths of route A and route B. The reduction in height of the second compression was 40%.

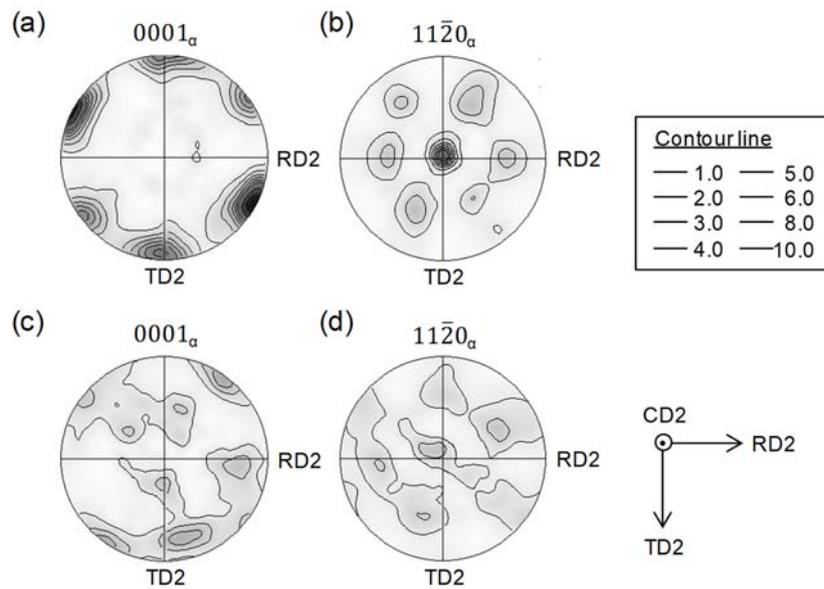


Fig. 5-9 (a,c)  $\{0001\}_\alpha$  and (b,d)  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole figures of Ti-6Al-4V specimens after the hot-compression and subsequent annealing at 950°C. (a,b) Annealed after the compression by the strain path of route A, (c,d) annealed after the compression by the strain path of route B. The reduction in height for the second compression was 40%.

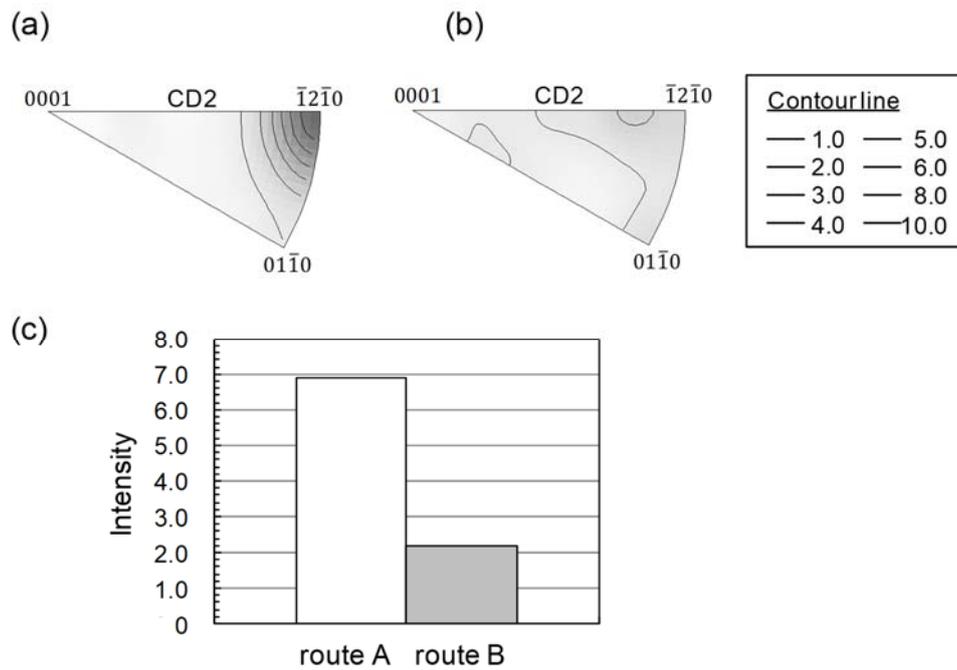


Fig. 5-10 (a,b) Inverse-pole-figures of Ti-6Al-4V specimens after the hot-compression and subsequent annealing at 950°C. (a) Annealed after the compression by the strain path of route A, (b) annealed after the compression by the strain path of route B. (c) Intensity of texture developed in each specimen. The reduction in height for the second compression was 40%.

次に集合組織を形成する  $\alpha$  相の空間分布に着目する。マクロゾーンが形成された経路 A 材の集合組織において、Fig. 5-9(a)に示した通り、c 軸が CD2 に対して垂直で、CD2 回りに概ね等角度間隔の 3 か所に集積していた。Figure 5-11(a)は Fig. 5-9(a)に示した  $\{0001\}_\alpha$  正極点図であり、集積位置を P1、P2、P3 と記す。この正極点図をもとに、集積位置 P1、P2、P3 に含まれる測定点を手動で抽出し、 $\alpha$  相の IPF マップとして Fig. 5-11(b-d)にそれぞれ示す。IPF マップの色付けは Fig. 5-7(a)と同様で、抽出した  $\alpha$  相以外の測定点は黒色で表す。角度位置 P1 から P3 に含まれる  $\alpha$  相は、いずれも CD2 に対して垂直に伸びた帯状に分布している。帯状組織の厚みは  $50\ \mu\text{m}$  から  $200\ \mu\text{m}$  程度である。視野の水平方向における帯状組織の長さは、測定視野 (幅  $550\ \mu\text{m}$ ) を超えているため正確には分からないが、厚みに対して十分長い範囲に形成されていると考えられる。角度位置 P1 から 3 に含まれる  $\alpha$  相は、それぞれ c 軸の配向が類似であり、これら帯状の組織ドメイン 1 本 1 本をマクロゾーンと見なせる。各マクロゾーンの内部には、緑色と青色に色付けられた  $\alpha$  相が存在する。つまり、c 軸回りには方位回転しているが、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が CD2 に配向する (緑色に色付けられた)  $\alpha$  相の頻度が比較的多く認められる。

比較的多様な方位の  $\alpha$  相で構成され、明瞭なマクロゾーンの形成が認められなかった経路 B 材に対しても同様の解析を行った。Figure 5-9(c)に示した正極点図において、発達した集合組織の強度は弱いですが、相対的に明瞭な集積位置を対象に抽出した。抽出した集積位置 P1 から P3 を Fig. 5-12(a)に記す。集積位置 P1 から P3 に含まれる  $\alpha$  相を IPF マップとして Fig. 5-12(b-d)にそれぞれ示す。IPF マップの色付けは Fig. 5-7(b)と同様である。Figure 5-12(d)に、類似方位の  $\alpha$  相が塊状に存在している領域も認められるが、そのサイズは比較的小さく、Fig. 5-12 (b,c)においては、類似方位を有する  $\alpha$  相の空間分布は全般的に分散されている。

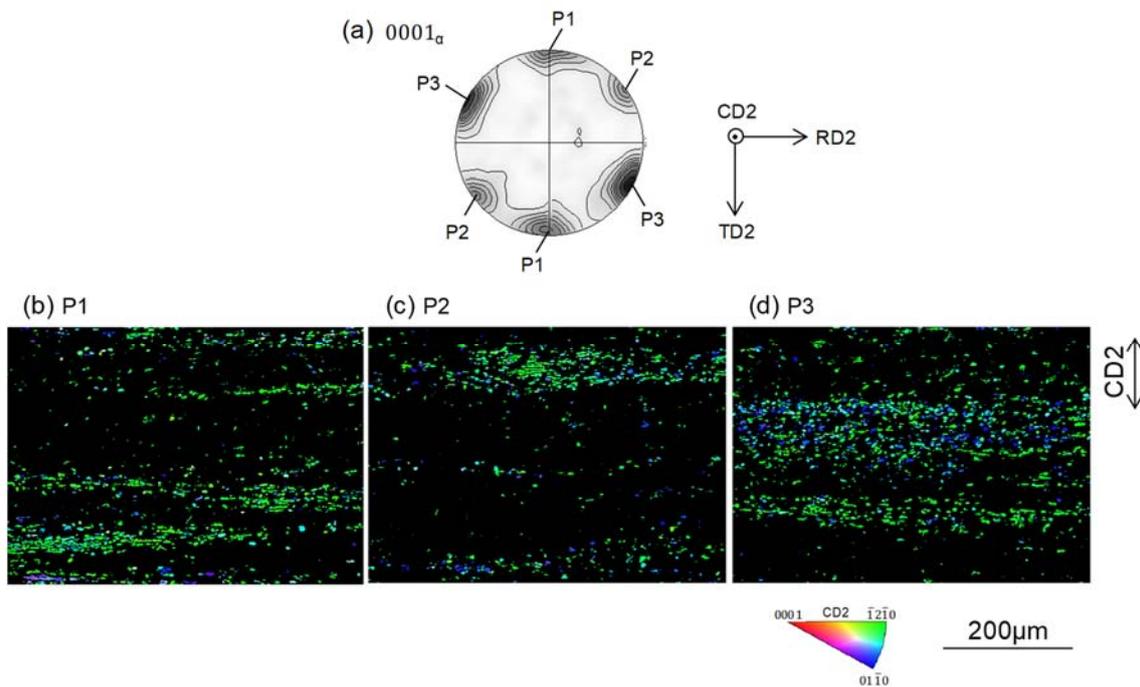


Fig. 5-11 (a)  $\{0001\}_\alpha$  pole figure of Ti-6Al-4V specimen after the hot-compression and subsequent annealing at 950°C. The compression was conducted by the strain path of route A. (b-d) Corresponding IPF maps showing spatial distribution of  $\alpha$  phase having the orientations of P1, P2, P3 as indicated in (a), respectively. A reduction in height for the second compression was 40%. The compression axis direction for the second compression (CD2) is indicated.

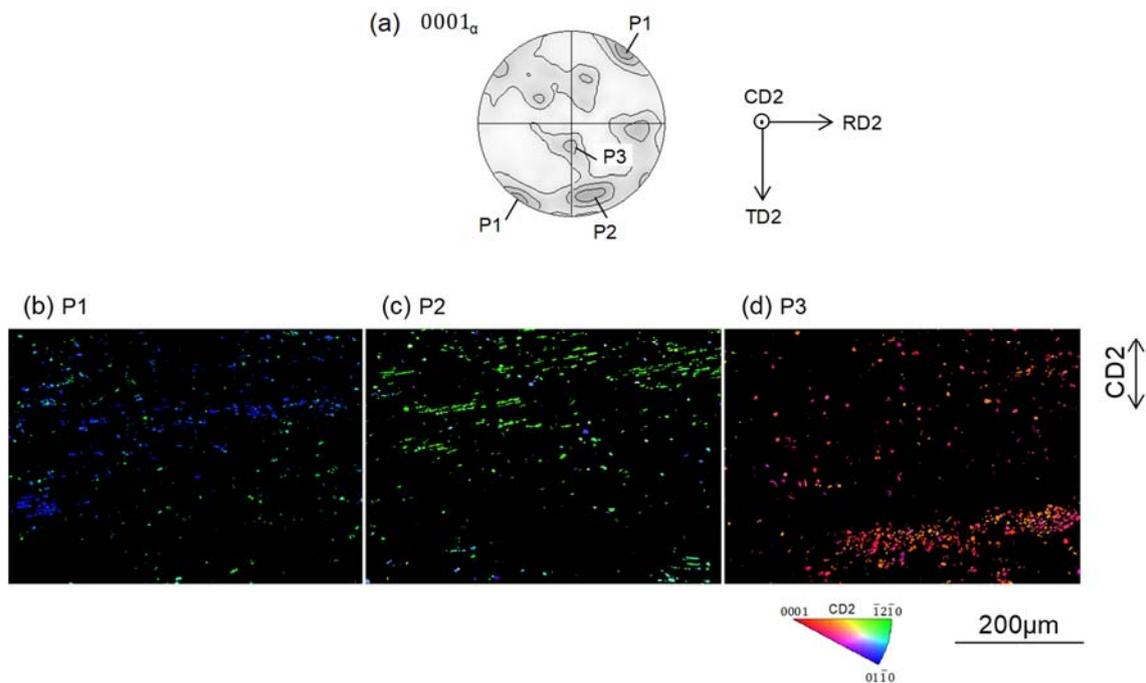


Fig. 5-12 (a)  $\{0001\}_\alpha$  pole figure of Ti-6Al-4V specimen after the hot-compression and subsequent annealing at 950°C. The compression was conducted by the strain path of route B. (b-d) Corresponding IPF maps showing spatial distribution of  $\alpha$  phase having the orientations of P1, P2, P3 as indicated in (a), respectively. A reduction in height for the second compression was 40%. The compression axis direction for the second compression (CD2) is indicated.

経路 A 材に認められた正極点図 (Figure 5-9(a,b)) とマクロゾーンの形態 (Fig. 5-11) の特徴は、Germain ら[1]が TIMETAL 834 に  $\alpha+\beta$  域で熱間一軸圧縮することで得た結果と類似している。彼らは、変形量が小さくマクロゾーンの形成途中段階と見なせる組織状態を SEM/EBSD 測定で調査し、隣接する別の  $\beta$  粒内に形成され初期の結晶方位が異なるラメラ状  $\alpha$  であっても、1 軸の熱間圧縮加工にて、圧縮集合組織における同じ集積位置に向かって結晶回転することで、1 つの

粗大なマクロゾーンが形成されると考察している。本研究の経路 A 材においても、熱間圧縮集合組織の発達に伴いマクロゾーンが形成されたことから、Germain ら[1]と同じメカニズムでマクロゾーンが形成された可能性が高い。そのため、マクロゾーンの微細化には、熱間圧縮集合組織の発達抑制が必要と考えられる。

本節では 2 パス目圧下率 40% の試験片における代表的な結果を示した。2 パス目圧下率が増加すると、その差は小さくなるものの、2 パス目圧下率 70% の範囲まで、経路 B の加工パスの方が、経路 A よりも熱間圧縮集合組織の集積度が相対的に低く抑えられる傾向が認められた。前節の Fig. 5-5 に示したように、等軸化度の観点では加工パスの影響は殆ど認められなかったが、本節で示したように、加工パスの変更は熱間圧縮集合組織の発達には大きな影響を及ぼし、マクロゾーンの微細化に有効と考えられる。

### 5. 3. 3. 結晶方位変化の詳細解析による加工パスの影響検討

2 パス目の圧縮軸方向が 1 パス目と同じ経路 A、及び 1 パス目の半径方向とした経路 B の 2 種類の加工パスについて、ラメラ状  $\alpha$  の等軸化挙動とマクロゾーンの形成挙動に及ぼす加工パスの影響を調べた。その結果、等軸化度に及ぼす影響は顕著でなかったものの、経路 A の加工パスは、経路 B に比べてアスペクト比の大きな板状  $\alpha$  が残存し易く、更に熱間圧縮集合組織の発達に起因してマクロゾーンが形成される傾向が認められた。本節では、このような板状  $\alpha$  の分断とマクロゾーンの形成に対して加工パスが影響した理由を考察する。

2 パス目圧下率 40% (累積圧下率 74%) の経路 A 材に対して、アスペクト比の大きなラメラ状  $\alpha$  が残存していた視野に着目し、SEM/EBSD 測定を行った。結晶方位変化を詳細に調べるため、測定のステップサイズを 0.1  $\mu\text{m}$  とした。得られた IPF マップを Fig. 5-13(a) に示す。IPF マップの色付けは Fig. 5-7(a) と同様である。Figure 5-13(a) には、分断・等軸化された板状  $\alpha$  に加えて、視野の中央付

近に水平方向に伸びたアスペクト比の大きな板状  $\alpha$  が認められる。板状  $\alpha$  の周囲は焼鈍中に  $\beta$  相であった領域で、室温への冷却中に形成された微細な板状  $\alpha$  が認められる。全体的に緑色に色付けられた  $\alpha$  相が多く、 $c$  軸が CD2 に対して垂直で、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が CD2 に配向する熱間圧縮集合組織を示す。本節では、アスペクト比の大きな板状  $\alpha$  内の結晶方位変化に着目する。Figure 5-13(a)の IPF マップに示す区間 A-B における板状  $\alpha$  の長手方向に沿った方位差プロファイルを図 5-13(b,c)に示す。Figure 5-13(b)は点 A を基準とする各測定点における相対的な累積方位差 (cumulative misorientation) であり、Figure 5-13(c)は隣り合う 2 点間の方位差 (2 点間方位差 : point-to-point misorientation) の変化を示す。累積圧下率 74% と大きな圧縮加工後にも係わらず、区間 AB 内の方位変化は僅かであり、累積方位差と 2 点間方位差のどちらも  $5^\circ$  未満である。つまり、熱間変形により結晶回転が殆ど起こっていない。

この結果を踏まえ、板状  $\alpha$  の変形機構を考察する。1 パス目と 2 パス目の圧縮軸方向が一致する経路 A の加工パスにおいて、 $c$  軸が CD2 に対して垂直で、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が CD2 に配向する熱間圧縮集合組織が形成されていた。本研究の加工条件において、Ti-6Al-4V 合金の塑性変形は転位のすべり変形が担う [8]。そこで、 $\alpha$  相の代表的なすべり系の臨界分解せん断応力 (CRSS) [8] と、熱間圧縮集合組織の方位に配向した  $\alpha$  相における各すべり系のシュミット因子 (Schmid factor) を Table 5-1 に示す。表の右側に、圧縮軸方向 (CD) に対して  $c$  軸が垂直に配向し、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が CD に配向する  $\alpha$  相の底面を模式的に示す。柱面すべり (prismatic slip) は 3 種類 ( $a_1, a_2, a_3$ ) 存在し、表の右側の模式図に、各柱面すべりのすべり方向と CD との関係を描いている。柱面すべり  $a_1$  のすべり面法線は CD に対して垂直のためシュミット因子は 0 となり活動できない。柱面すべり  $a_2$  と  $a_3$  のシュミット因子は、どちらも 0.43 である。底面すべり (basal slip) も 3 種類のすべり方向が存在するが、すべり面 (底面) の法線が CD に垂直であるためシュミット因子はいずれも 0 である。錐面すべり (pyramidal slip) は複数種存在

するが、代表的な $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}3\rangle$ すべりの中で、最も大きなシュミット因子の値を記載している。錐面すべりのシュミット因子は柱面すべり ( $a_2, a_3$ ) と同程度に大きな値であるが、CRSS が柱面すべりの3倍と大きいため、活動し難い[8]。よって、熱間圧縮集合組織の方位に配向した板状  $\alpha$  の塑性変形は、柱面すべりが主体を担うと考えられる。

次に、熱間圧縮集合組織の方位に配向した板状  $\alpha$  に柱面すべりが活動することで生じる結晶回転について検討する。柱面すべりが活動すると、 $c$  軸を回転軸とする結晶回転が起こるが、その回転方向は活動すべり系によって異なる。Figure 5-14(a)に、 $c$  軸が CD に対して垂直で、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極が CD に対して平行な  $\alpha$  相の底面を模式的に示す。 $c$  軸回りの回転角度を  $\varphi$  と定義し、右回りの回転をプラス、左回りの回転をマイナスとする。柱面すべり  $a_1$  のすべり方向が CD に平行な状態を  $\varphi = 0^\circ$  として、回転に伴う柱面すべり ( $a_1, a_2, a_3$ ) のシュミット因子の変化を Fig. 5-14(b)に示す。 $\varphi = 0^\circ$  において、柱面すべり  $a_1$  はシュミット因子が 0 であるため活動できず、柱面すべり  $a_2$  と  $a_3$  が活動する。素材の上下端面が拘束される圧縮変形において、柱面すべり  $a_2$  が活動すると右回りの結晶回転が起こり、柱面すべり  $a_3$  が活動すると左回りの回転が起こる。Figure 5-14(b)において、右回りの回転が起こると (柱面すべり  $a_2$  が活動すると)、柱面すべり  $a_3$  のシュミット因子が高くなり、逆に柱面すべり  $a_2$  のシュミット因子は小さくなる。つまり、柱面すべり  $a_2$  の代わりに  $a_3$  が活動するようになる。その結果、左回りの結晶回転が生じ回転角度は  $0^\circ$  に戻る。次に、 $\varphi = 0^\circ$  の状態から左回りの回転が起こると (柱面すべり  $a_3$  が活動すると)、先程とは逆に、柱面すべり  $a_3$  のシュミット因子が小さくなり、逆に柱面すべり  $a_2$  のシュミット因子が大きくなる。つまり、柱面すべり  $a_3$  の代わりに  $a_2$  が活動するようになる。その結果、右回りの回転が生じる。以上から、熱間圧縮集合組織は圧縮安定方位であり、一旦この方位が形成されると、その後、CD に変形を加えても、柱面すべり  $a_2$  と  $a_3$  の活動量が理想状態では等価となり結晶回転が起こり難いことが分かる。

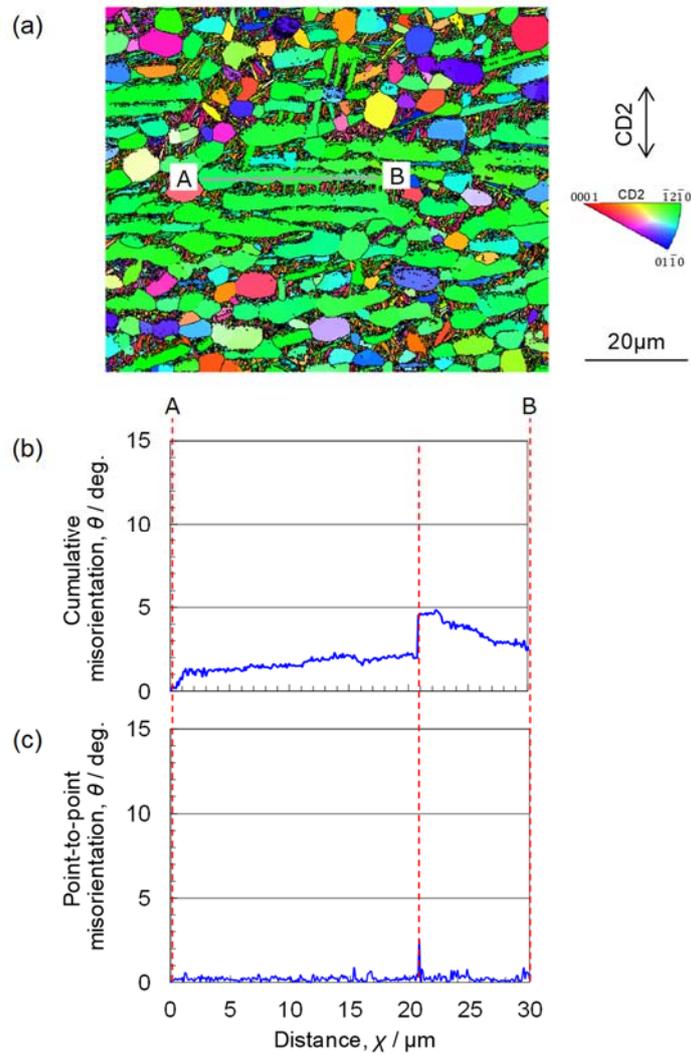


Fig. 5-13 (a) IPF map of Ti-6Al-4V specimen after the hot-compression and subsequent annealing at 950°C. The strain path was route A, and a reduction in height of the second compression was 40%. (b,c) Misorientation profiles obtained along line A-B within a single  $\alpha$  plate depicted in (a). (b) Cumulative misorientation profile along a line A-B relative to the orientation at point A in (a). (c) Point-to-point misorientation profile along the line A-B.

Table 5-1 Slip systems in  $\alpha$  phase and corresponding Schmid factors and CRSS values. Schmid factors are obtained in  $\alpha$  phase whose c-axis is perpendicular to the compression axis direction (CD) and whose  $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  pole is parallel to the CD. Schematic illustration on the right hand of the table shows a basal plane and three slip directions of prismatic slip.

Slip system		Schmid factor	CRSS (Ratio) [8]
Prismatic slip	$a_1$	0	0.7
	$a_2$	0.43	
	$a_3$	0.43	
Basal slip		0	1
Pyramidal slip		0.40	3.0

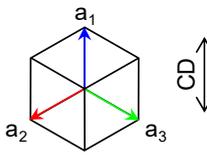
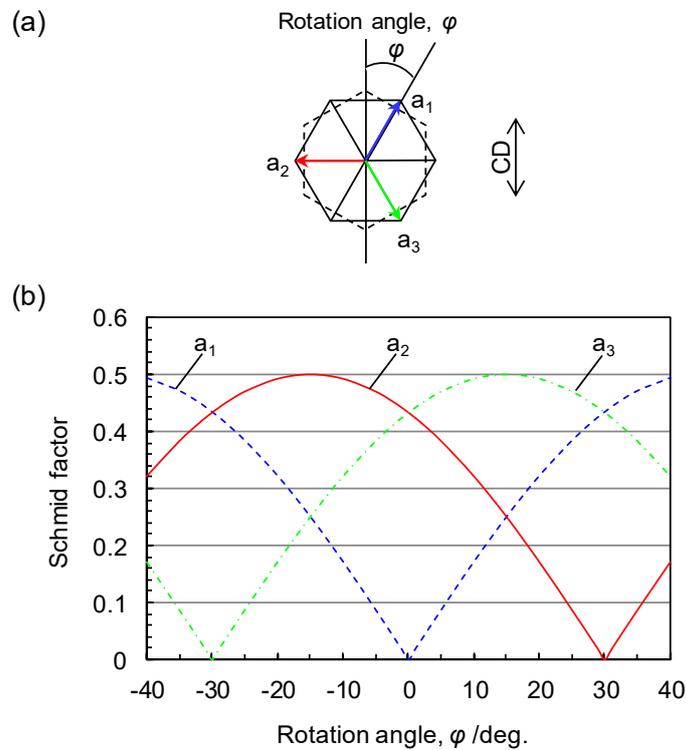



Fig. 5-14 (a) Definition of rotation angle ( $\varphi$ ). (b) Change in Schmid factor of prismatic slips as a function of  $\varphi$ .

変形前のラメラ状  $\alpha$  は様々な方向に長手方向と結晶方位が配向している。そのため、板状  $\alpha$  の多くは熱間圧縮集合組織の方位に配向するまでの変形過程で、板状  $\alpha$  の分断に必要な結晶回転が起こりうる。また、熱間圧縮集合組織が形成され、柱面すべりの活動が主体となった後も、周囲の拘束条件などの違いによって、板状  $\alpha$  内に活動するすべり系の種類と活動量が局所的に異なる状況が生じ、GNB (geometrically necessary boundaries) [9]が形成されうる。その結果、板状  $\alpha$  の分断・等軸化が起こる。このように、経路 A の加工パスにおいても、圧下率の増加に伴い等軸化は進展できると考えられ、等軸化度の指標では加工パスの影響がほとんど認められなかったと考えられる。但し、初期組織の段階で、ラメラ状  $\alpha$  (板状  $\alpha$ ) の長手方向が CD に対して概ね垂直に伸び、結晶方位が熱間圧縮集合組織の方位に近い場合には、変形の初期段階から一貫して結晶回転が起こり難い。このような板状  $\alpha$  は、経路 A の加工パスでは、変形後もアスペクト比が大きな状態で残存し易いと考えられる。

一方、マクロゾーンの形成の観点では加工パスの影響が大きかった。 $\alpha+\beta$  域での鍛造 (圧縮) によるマクロゾーンの形成は、熱間圧縮集合組織の発達と密接に関係していた。形成するマクロゾーンは、粒状  $\alpha$  の c 軸の配向が類似の組織ドメインであり、c 軸は CD に対して垂直に配向していた。そのため、同じ方向に圧縮変形を加え続けたとしても、主に柱面すべりが活動する。その場合、c 軸回りの結晶回転が起こるため、c 軸の配向に影響を及ぼさない。つまり、マクロゾーンの分断に寄与できない。マクロゾーンの微細化には、熱間圧縮集合組織の抑制が重要であり、柱面すべり以外のすべり系を活動させる必要がある。つまり、加工パスの変更が有効と考えられる。また、加工パスの変更は、マクロゾーンの形態を変える効果も期待できる。Ma らは[10]、結晶塑性有限要素 (crystal plasticity finite element : CPFE) 解析を用いて、チタン合金内のマクロゾーンの熱間変形挙動を検討している。マクロゾーンを模擬した粗大  $\alpha$  粒を均質組織内にモデル化し、粗大  $\alpha$  粒の c 軸と圧縮軸方向とのなす角度が、圧縮変形時の結晶回転に及

ぼす影響を調べた。その結果、c 軸に対して垂直方向に圧縮すると、c 軸回りの結晶回転が起こり易いが c 軸の配向はほとんど変化しないこと、一方、c 軸に対して平行に圧縮すると、c 軸の配向が比較的分散され易いと報告している[10]。この結果は、本研究の検討結果と定性的に一致する。

以上の検討から、加工パスの変更は、等軸化度にはほとんど影響を及ぼさなかったが、マクロゾーンの微細化には有効と考えられる。

ここで、工業的に使用される円柱形状のビレット（鍛造材を得る前工程の半製品）の製造工程を考える。素材の円周方向から概ね均等に変形を加え、長手方向に素材を伸ばす鍛伸加工が一般的に用いられる。この加工方法は、複数の方向から変形を加える加工方法である。それにも係わらず、ビレットには c 軸が長手方向と半径方向に配向する集合組織の発達報告されている[11]。そのため、熱間圧縮集合組織を抑制するためには、単に加工パスを変えて複数の方向から鍛造すれば良いということではなく、加工量の配分やメタルフローの制御が必要と考えられる。

第 4 章と第 5 章で述べた  $\alpha+\beta$  域での鍛造（圧縮）加工によるマクロゾーンの形成は、 $\alpha$  相の熱間圧縮集合組織の発達に起因していた。そして、第 2 章と第 3 章で検討した  $\beta$  単相域での鍛造によるマクロゾーンの形成は、 $\beta$  相の熱間圧縮集合組織の発達に起因し、冷却時の  $\beta\rightarrow\alpha$  変態においてバリエーション選択が起こることが要因であった。つまり、鍛造温度域の違いに応じて  $\alpha$  相の組織形態が板状と粒状とで異なるものの、マクロゾーンの形成は圧縮集合組織の発達が根源であった。つまり、 $\beta$  単相域と  $\alpha+\beta$  域のいずれの鍛造温度域においても、マクロゾーンの微細化には圧縮集合組織の発達抑制が有効と考えられる。集合組織は、転位のすべり変形に応じて発達するため、集合組織の抑制には、鍛造温度域に係わらず、活動すべり系の種類と量の多様化が有効である。本章では加工パス変更の有効性を示したが、本知見は高温の  $\beta$  単相域における鍛造での  $\beta$  相の圧縮集合組織の発達抑制にも適用できる考え方である。他の手段としては、第 2 相の

活用が考えられるが、最終製品としての利用時に破壊の起点になる懸念があり、高信頼性が要求される航空機エンジン回転体向けのチタン合金鍛造材には不向きな組織制御方法である。第3章で得た知見を $\alpha+\beta$ 域での鍛造に活用することもできる。例えば、 $\alpha+\beta$ 域鍛造に供するコロニー組織の細粒化であり、Fig. 1-7(b)-(i)に示した $\beta$ 単相域での加熱工程での $\beta$ 粒の結晶粒細粒化と、低ひずみ速度での加工付与が有効と考えられる。この手段は、次工程の $\alpha+\beta$ 域での鍛造で発達する巨視的な熱間圧縮集合組織への影響は小さい可能性があるが、粗大な局所集合組織ドメインの形成抑制を期待できる。Ti-6Al-4V合金は $\beta$ トランザス温度が約1000°Cと高く $\beta$ 粒の粒成長速度が速いため、 $\beta$ 粒の細粒化には限界を伴うが有効な手段と考えられる。なお、粒成長を抑制するため、ピン止め粒子の活用が考えられるが、先述の通り破壊の起点となる懸念があるため、注意が必要である。

いずれにしても、第2章と第3章において、板状 $\alpha$ から成るマクロゾーンが超音波探傷性に及ぼす影響を検討し、マクロゾーンの微細化により超音波の後方散乱信号強度を抑制できることを実験と数値解析で示した。この知見に基づくと、第4章と第5章で検討した粒状 $\alpha$ から成るマクロゾーンにおいても、その微細化により後方散乱信号強度を抑制できると考えられる。つまり、経路Bの加工パスで鍛造することにより、後方散乱信号を低減できると期待される。しかし、本研究においては、試験片サイズの制約から超音波測定を実施できなかった。大型サイズの素材での検証は今後の課題である。

#### 5. 4. 結言

粒状 $\alpha$ 組織で構成されるマクロゾーンの微細化指針を検討するため、初期組織にラメラ状 $\alpha$ 組織を有するTi-6Al-4V合金に対して、等軸化とマクロゾーン形成に及ぼす加工パスの影響を調査した。検討した加工パスは、2パス目の圧縮軸

方向を 1 パス目と一致させた経路 A と、1 パス目の半径方向と一致させた経路 B の 2 種類である。明らかになった知見は以下の通りである。

(1) 経路 A の加工パスに比べて、経路 B で圧縮した方がアスペクト比の大きな板状  $\alpha$  の残存頻度が低下する傾向が認められたが、等軸化度の指標では加工パスの影響は顕著ではなかった。

(2) 2 パス目圧下率 40% (累積圧下率 74%) の圧縮加工において、経路 A の加工パスでマクロゾーンの形成が認められた。形成されたマクロゾーンは粒状  $\alpha$  の c 軸の配向が類似の組織ドメインであり、その形態は圧縮軸方向に垂直に伸びた帯状であった。一方、経路 B の加工パスでは明瞭なマクロゾーンの形成は認められなかった。

(3) マクロゾーンの形成は、 $\alpha$  相の c 軸が圧縮軸方向に対して垂直で、 $\{11\bar{2}0\}_{\alpha}$  極が圧縮軸方向に配向する熱間圧縮集合組織の発達に起因していた。

(4) 熱間圧縮集合組織は  $\alpha$  相の圧縮安定方位であり、一旦この方位が形成されると、柱面すべりが  $\alpha$  相の塑性変形を主に担う。同一方向に変形させ続けた場合、板状  $\alpha$  内で活動するすべり系の種類と活動量が局所的に異なれば等軸化が起こるが、c 軸の配向は変化せずマクロゾーンの微細化には寄与しないと考えられる。

(5) 同一方向に変形を加え続けても、等軸化とマクロゾーンの微細化を同時に実現できず、加工パスの変更は等軸化よりもマクロゾーンの形成に大きな影響を与える。つまり、マクロゾーンの微細化に有効な手段と考えられる。

## 第 5 章 参考文献

- [1] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Vo, M. Jahazi and P. Bocher: *Acta Mater.*, 2008, vol. 56, pp. 4298-4308.
- [2] R.M. Poths, G. Angella, B.P. Wynn, W.M. Rainforth, S.L. Semiatin and J.H. Beynon: *Metall. Mater. Trans. A*, 2004, vol. 35A, pp. 2993-3001.
- [3] P.D. Nicolaou and S.L. Semiatin: *Metall. Mater. Trans. A*, 2007, vol. 38A, pp. 3023–3031.
- [4] K. Muszka, M. Lopez-Pedrosa, K. Raszka, M. Thomas, W.M. Rainforth and B.P. Wynne: *Metall. Mater. Trans. A*, 2014, vol. 45A, pp. 5997-6007.
- [5] P.D. Nicolaou, R.L. Goetz and S.L. Semiatin: *Metall. Mater. Trans. A*, 2008, 39A, pp.659-665.
- [6] S.V. Zherebtsov, G.A. Salishchev, R.M. Galejev, O.R. Valiakhmetov, S.Yu. Mironov and S.L. Semiatin: *Scripta Mater.*, 2004, vol. 51, pp.1147-1151.
- [7] V. Venkatesh, C. McDaniel, M. Harper, Y. Kosaka and S. Fox: *Proceedings of Ti-2007 Science and Technology*, 2007, pp.957-960.
- [8] S. L. Semiatin and T. R. Bieler: *Metall. Mater. Trans. A*, 2001, Vol.32, pp.1871-1875.
- [9] N. Hansen: *Metall. Mater. Trans. A*, 2001, vol. 32A, pp. 2917-2935.
- [10] R. Ma, A.L. Pilchak, S.L. Semiatin and T.J. Truster: *Int. J. Plasticity*, 2018, vol. 107, pp. 189-206.
- [11] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher and M. Jahazi: *Acta Mater.*, 2005, vol. 53, pp. 3535 -3543.

## 第6章

### 総括

本研究では、航空機向けチタン合金鍛造材の中でも、高い信頼性が要求されるエンジン回転体用の鍛造材を対象に、高品質化を実現するため、超音波探傷性を向上させる組織制御指針を明確にすることを主題とした。そのため、チタン合金鍛造材に形成されるマクロゾーンが超音波探傷性（材料組織から発生する後方散乱信号強度）に与える影響を調査し、マクロゾーンの微細化原理の解明に取り組んだ。

第1章では、本研究に係る技術的背景を述べ、本研究の目的と本論文の構成を述べた。

第2章と第3章では、 $\beta$ 単相域での熱間鍛造（ $\beta$ 域鍛造）で得られる板状 $\alpha$ の組織形態で使用される代表合金 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo (Ti-6246) を用いた。

第2章では、 $\beta$ 域鍛造で形成されるマクロゾーンの特徴と超音波探傷性に及ぼす影響を調査した。Ti-6246合金に $\beta$ 単相域で圧下率50%以上のアップセット鍛造を施すことで、 $\alpha$ 相の $c$ 軸が鍛造軸方向に対して垂直に配向したマクロゾーンが形成されること、及び、マクロゾーンの形態は鍛造軸方向に対して垂直に伸長しており、マクロゾーン形成の結果、層状組織が形成され、大きな後方散乱信号が生じることを示した。層状組織の平均層厚みを $d_l$  ( $\mu\text{m}$ )、波長を $\lambda$  ( $\mu\text{m}$ )とした場合、 $d_l/\lambda$ 値の減少に伴う後方散乱信号強度の変化は、 $d_l/\lambda$ 値が0.25近傍を境に大きく変化する。 $d_l/\lambda$ 値が0.25より大きい範囲では、 $d_l/\lambda$ 値の減少に伴い後方散乱信号強度が増加するが、 $d_l/\lambda$ 値が0.25を下回ると、後方散乱信号強度が低減に転じる。この現象は、散乱挙動の遷移で説明できた。遷移が起こる $d_l/\lambda$ 値の値は、マクロゾーンの形態や分布状態に依存すると考えられるが、超音波探傷性を向上させるためには、マクロゾーンの微細化が有効との指針を得た。

第3章では、後方散乱の原因となるマクロゾーンの形成メカニズムと、その

微細化指針を明らかにし、後方散乱信号強度の低減効果を検証した。 $\beta$  域鍛造で形成されるマクロゾーンは、 $\beta$  粒の熱間圧縮集合組織 ( $\{111\}_{\beta}$  極//FA、 $\{001\}_{\beta}$  極//FA、FA : 鍛造軸) の発達と、鍛造軸方向に対して垂直に広がった  $\beta$  粒界面の形成に起因して起こる、冷却時の  $\beta \rightarrow \alpha$  変態におけるバリエント選択が原因であることを明らかにした。形成されたマクロゾーンは 2 種類に分類できた。1 種類目は、旧  $\beta$  粒界を挟んで隣接する両側の  $\beta$  粒に成長する板状  $\alpha$  で構成され、板状  $\alpha$  の成長方向が異なるが、 $c$  軸が鍛造軸方向に対して垂直に配向し、3 次元的にも方位が類似の組織ドメインであり、2 種類目は複数のバリエントの板状  $\alpha$  から構成されるものの、板状  $\alpha$  の  $c$  軸が鍛造軸方向に対して垂直に配向する組織ドメインである。マクロゾーンの微細化には、 $\beta \rightarrow \alpha$  変態におけるバリエントの多様化が必要であり、鍛造前  $\beta$  粒径の細粒化とひずみ速度低減によりマクロゾーンが微細化されること、そして、マクロゾーンの微細化により超音波探傷性を向上出来ることを検証した。

第 4 章と第 5 章では、 $\alpha + \beta$  域での熱間鍛造 ( $\alpha + \beta$  域鍛造) で得られる粒状  $\alpha$  の組織形態で使用される代表合金 Ti-6Al-4V を用いた。

第 4 章では、マクロゾーンの構成組織である粒状  $\alpha$  の形成素過程を明らかにした。 $\beta$  単相域での熱処理で形成されるラメラ状  $\alpha$  を初期組織とし、 $\alpha + \beta$  域での熱間変形で板状  $\alpha$  内に発達する局所方位差に着目し、等軸化挙動に及ぼす影響を調べた。熱間変形により、板状  $\alpha$  内には、方位が不連続に変化する“不連続方位変化点”と、方位変化は連続的であるが回転軸が変化する“回転軸の変化点”の発達が認められた。ひずみ量が小さい場合には、不連続方位変化点を起点として板状  $\alpha$  内に新たな  $\alpha/\alpha$  粒界が形成され等軸化が起こること、そして、ひずみ量が大きくなると、不連続方位変化点に加えて回転軸の変化点も等軸化の起点となることを示した。

第 5 章では、ラメラ状  $\alpha$  の等軸化とマクロゾーン形成に及ぼす  $\alpha + \beta$  域鍛造における鍛造 (圧縮) 加工パスの影響を調査した。粒状  $\alpha$  組織で構成されるマクロ

ゾーンの形成は、 $\alpha$  相の熱間圧縮集合組織 ( $\{0001\}_\alpha$  極 $\perp$ CD、 $\{11\bar{2}0\}_\alpha$  極 $\parallel$ CD、CD : 圧縮軸) の発達に起因していた。2 パス目の圧縮軸方向を 1 パス目と一致させた加工パスでは、圧縮軸方向に対して垂直に伸びた帯状のマクロゾーンが形成された。マクロゾーンは粒状  $\alpha$  の c 軸の配向が類似の組織ドメインであり、c 軸は圧縮軸に対して垂直に配向していた。2 パス目の圧縮軸方向を 1 パス目の半径方向とした加工パスでは、マクロゾーンの形成が抑制されていた。ラメラ状  $\alpha$  の等軸化は、同一方向に変形を加え続けることでも進展できるが、マクロゾーンの微細化を同時に実現できる訳ではなく、加工パスの変更は、熱間圧縮集合組織の発達を抑制し、マクロゾーンの微細化に有効であることを示した。

以上のように、 $\beta$  域鍛造で得られる板状  $\alpha$  組織、及び  $\alpha+\beta$  域鍛造で得られる粒状  $\alpha$  組織を対象に、各チタン合金鍛造材に形成されるマクロゾーンの特徴と形成メカニズムを明らかにした。2 種類の代表的な組織形態を研究対象とすることで、鍛造温度域が  $\beta$  単相域 (板状  $\alpha$  組織) と  $\alpha+\beta$  域 (粒状  $\alpha$  組織) の違いに係わらず、マクロゾーンの形成は、圧縮集合組織の発達が根源であることを明らかにでき、マクロゾーンの特徴と微細化指針を解明できた。

本研究では、航空機エンジンに使用される代表的なチタン合金を対象に研究を行った。得られたマクロゾーンの微細化指針は、 $\alpha$  相と  $\beta$  相の熱間変形、並びに  $\beta \rightarrow \alpha$  変態の素過程に基づいており、他のチタン合金へも展開可能である。合金毎にマクロゾーンの微細化するプロセス範囲を明確にし、幅広いチタン合金鍛造材に対して、信頼性向上に寄与することが期待される。マクロゾーンが疲労特性等の機械的特性を劣化させることは第 1 章で述べた。本研究の成果を発展させ、今後、機械的特性向上へも寄与できると考えている。

<本研究に関する投稿論文・国際会議資料>

1. Y. Ito, H. Takamatsu and K. Kinoshita, Influence of microstructure on ultrasonic backscattering noise in beta forged Ti-6246, Proceedings of the 13th World Conference on Titanium (Ti-2015), 2016, pp. 885-888.
2. Y. Ito, S. Murakami and N. Tsuji, SEM/EBSD analysis on globularization behavior of lamellar microstructure in Ti-6Al-4V during hot deformation and annealing, Metall. Mater. Trans. A, vol.48, 2017, pp. 4237- 4246.

<関連研究における投稿論文・国際会議資料>

1. Y. Ito, H. Takamatsu, S. Saeki and N. Tsuji, Influence of microtexture on ultrasonic reflection in Ti-6Al-4V alloy hot-forged in  $\alpha+\beta$  region, Proceedings of the 14th World Conference on Titanium (Ti-2019), 11021, p.1-4.

## 謝辞

本研究の遂行ならびに本論文をまとめるにあたり、終始親切なご指導、ご鞭撻を賜りました京都大学大学院 工学研究科 辻 伸泰教授に深甚なる感謝の意を表します。

また、本論文のとりまとめに際し、有益なご助言を賜りました京都大学大学院 工学研究科 奥田浩司教授、並びに、宇田哲也教授に心より御礼申し上げます。

本研究の機会を与え、環境を整えて頂きました、株式会社神戸製鋼所 材料研究所前所長 畑野 等博士、同現所長 岡崎喜臣氏、同材質制御研究室長 有賀康博博士、チタンユニット研究首席 大山英人博士、同開発室長 長田 卓氏に厚く御礼申し上げます。

本研究の遂行にあたり、終始ご協力、ご助言を頂きました株式会社神戸製鋼所 生産システム研究所研究首席 高忞弘行博士をはじめ、多くの関係の皆様深く感謝致します。

最後に、本論文が完成するまで、暖かく見守り支えてくれた家族に深く感謝致します。

著作権等

第 4 章

The original publication is available at [www.springerlink.com](http://www.springerlink.com)

via DOI <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4180-0>

Y. Ito, S. Murakami and N. Tsuji: SEM/EBSD Analysis on Globularization Behavior of Lamellar Microstructure in Ti-6Al-4V During Hot Deformation and Annealing, Metall Mater Trans A, 2017, vol. 48, pp. 4237–4246.