

氏 名 松永 哲也

学位（専攻分野） 博士（工学）

学位記番号 総研大甲第 1324 号

学位授与の日付 平成 22 年 3 月 24 日

学位授与の要件 物理科学研究科 宇宙科学専攻
学位規則第 6 条第 1 項該当

学位論文題目 室温における六方晶金属特有の新たなクリープ機構の解明

論文審査委員 主 査 准教授 笈 幸次（首都大学東京）
教授 八田 博志
教授 小松 敬治
教授 佐藤 英一（宇宙科学研究本部）
准教授 北菌 幸一（首都大学東京）

論文内容の要旨

チタン(Ti)合金(Ti-6Al-4V)は、機械的及び化学的特性に優れることから、ISAS/JAXAでは科学衛星用の燃料タンク材として使用している。しかし、このタンクの耐圧試験中、室温、耐力以下という状況ながら、顕著なクリープ挙動を観察した。観察された変形量は、タンクとして使用する際、安全性に問題はない程度だった。しかし、Ti-6Al-4Vは、ボルトやナットとしても使用しており、この場合、クリープによるひずみが、締結力の低下を招くため、衛星などの破壊の原因になりかねない。通常クリープ変形は、 $0.4 T_m$ (T_m :融点)以上の高温で顕著となり、室温が $0.15 T_m$ となるTi合金では、設計上クリープ変形は考慮されない。つまり、クリープ変形が考慮されない温度域且つ降伏応力以下の低応力域でクリープ(室温クリープ)が発生した場合、予想外の事故に見舞われる危険性がある。そこで本論文では、室温クリープ機構を解明することを目的とした。

初めに、様々な結晶構造を有する金属及び合金を用いて、室温クリープが発生する材料の判別を行った。これより、六方晶構造を有する全ての材料で室温クリープが発生し、概ね 10^{-9} s^{-1} 程度の定常クリープ速度を示すことが分かった。この時、六方晶純金属の応力指数 (n) は約 3 であり、見かけの活性化エネルギー (Q) は、 20 kJ/mol となった。

次に、なぜ室温クリープが六方晶材料のみで観察されるのか、透過型電子顕微鏡(TEM)及び光学顕微鏡(OM)を用いて変形組織を観察した。TEM観察より、六方晶金属(工業用純チタン(CP-Ti)、マグネシウム(Mg)、亜鉛(Zn))において観察された転位は、直線的で、転位同士の切り合いが無く、一つのすべり系しか活動していないことが分かった。また、軸比の差異による転位構造の変化は観察されなかった。正方形を基本とした立方晶構造では、すべりを起こしやすいすべり系が粒内に12個存在する。一方、六角形を基にした六方晶構造では、2個と少ない。つまり、活動しやすいすべり系が多い立方晶材料では、多くのすべり系で転位が運動するため、転位同士が絡まり加工硬化して、クリープが発生しないが、六方晶材料では転位同士の絡まりが発生しにくい(加工硬化の速度が遅い)ため、転位は自由に結晶粒内を運動でき、室温クリープが発生したと考えている。

OM観察はCP-TiとMgを使用し、室温クリープに対する変形双晶の影響を調査した。CP-Tiでは、純度が高くなるにつれ変形双晶の発生が顕著になるため、2つの純度の異なる試料を準備し、変形挙動の違いを観察した。またMgでは、引張及び圧縮クリープ試験を実施した。これは、圧縮と引張では変形双晶の発生頻度に違いがあるためである。CP-Tiによる試験の結果は、より高純度な試料において、変形双晶の発生を観察したが、クリープひずみは小さかった。Mgにおいては、圧縮クリープ試験後の試料から、顕著な双晶の発生を確認したが、クリープひずみは生まれなかった。つまり、室温クリープに対する、変形双晶の影響は低いといえる。よって、六方晶材料の室温クリープは、転位の運動が主たる変形機構であることが明らかとなった。

しかし、粒内で転位運動に障害がない場合、転位は粒界に堆積して、クリープ変形を停止させることが考えられるが、長期のクリープ試験から、変形は停止しないこと

が明らかとなった。つまり、転位は粒界において緩和されている可能性がある。そこで、粒径を変化させた試料を用いて、後方散乱電子回折 (EBSD) 法及び原子間力顕微鏡 (AFM) より、室温クリープにおける粒界の影響を調査した。

従来の高温側の転位クリープでは、粒径依存性は観察されないが、室温クリープでの粒系指数 (p) は約 1 が得られた。これは、転位運動が粒界の影響を受けている証拠である。また AFM より、クリープ変形中の粒界すべりの発生、EBSD 法より、転位が粒界近傍に堆積していることが分かった。室温クリープでは Q 値が低いことから、拡散による粒界すべりは観察されない。そこで、 $Q=15$ kJ/mol 程度と見積もられ、室温クリープのそれと近い、すべり誘起の粒界すべり機構の適用が考えられる。この場合、律速過程は粒界での転位の吸収で、その後、吸収された転位が粒界内を運動することで粒界すべりを生み出す。

以上から、室温クリープとは、結晶粒内の転位運動と粒界でのすべり誘起の粒界すべりの連続的な発現によって発生する現象であることが明らかとなり、従来から報告のある転位クリープとは異なる機構で変形することが分かった。この結果を受け、Ashby の変形機構領域図に新たに、室温クリープ領域を加筆した。また、室温クリープの構成方程式を以下のように、定義することが可能となった。

$$\dot{\epsilon}_s = AD_0 \exp(-Q/RT) \frac{Gb}{kT} \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \left(\frac{b}{d}\right)^p$$

ここで、 $\dot{\epsilon}_s$ は定常クリープ速度、 A は定数、 D_0 は頻度因子、 R はガス定数、 T は温度 [K]、 k はボルツマン定数、 G は剛性率、 σ は応力、 E はヤング率、 b はバーガースベクトル、 d は粒径である。また、 $Q=20$ kJ/mol、 $n=3$ 、 $p=1$ となった。

チタン合金は、機械的及び化学的特性に優れることから、科学衛星の燃料タンク材料として使用されてきている。しかし、あるタンクの耐圧試験中、室温、耐力以下という状況ながら、顕著なクリープ挙動が観察された。通常クリープ変形は、融点の0.4倍以上の高温で顕著となり、室温が融点の0.15倍に過ぎないチタン合金では、設計上クリープ変形は考慮されていない。つまり、クリープ変形が考慮されない温度域且つ降伏応力以下の低応力域で室温クリープが発生した場合、予想外の事故に見舞われる危険性がある。本論文では、この特異なクリープ現象の機構の解明を行った。

初めに、様々な結晶構造を有する金属及び合金を用いて、室温クリープが発生する材料の判別を行った。これより、六方晶構造を有する全ての材料で室温クリープが発生することが分かった。この時、応力指数は約3であり、見かけの活性化エネルギーは20 kJ/molであった。

次に、変形組織の観察を行った。透過型電子顕微鏡観察において、観察された転位は直線的で、転位同士の切り合いが無く、一つのすべり系しか活動していないことが分かった。立方晶構造ではすべりを起こしやすいすべり系が粒内に12個存在するのに対し、六方晶構造では2個と少ない。つまり、立方晶材料では多くのすべり系で転位が運動するため、転位同士が絡まり加工硬化してクリープが発生しないが、六方晶材料では転位同士の絡まりが発生しにくい（加工硬化の速度が遅い）ため、転位は自由に結晶粒内を運動でき、室温クリープが発生したと考えている。

光学顕微鏡観察では、室温クリープに対する変形双晶の影響を調査した。チタンにおいて、変形双晶の発生が顕著な高純度試料ではクリープひずみは小さかった。またマグネシウムにおいて、圧縮クリープ試験後の試料では顕著な双晶の発生を確認したが、クリープひずみは生じなかった。つまり、室温クリープに対する変形双晶の影響は低く、転位の運動が主たる変形機構であることが明らかとなった。

しかし、粒内で転位運動に障害がない場合、転位は粒界に堆積して、クリープ変形を停止させると考えられるが、長期のクリープ試験でも変形は停止しない。つまり、転位は粒界において緩和されている可能性がある。そこで、粒径を変化させた試料を用いて、後方散乱電子回折法及び原子間力顕微鏡より、室温クリープにおける粒界の影響を調査した。

従来の高温側の転位クリープでは粒径依存性は観察されないが、室温クリープでは粒径依存性が観察されその粒径指数として約1が得られた。これは、転位運動が粒界の影響を受けている証拠である。また原子間力顕微鏡観察より、クリープ変形中の粒界すべりの発生、後方散乱電子回折法より、転位が粒界近傍に堆積していることが分かった。室温クリープでは見かけの活性化エネルギーが低いことから、拡散による粒界すべりは生じ得ない。そこで、活性化エネルギーの値が室温クリープのそれと近い、すべり誘起の粒界すべり機構が働いていると考えられる。この場合、律速過程は粒界での転位の吸収で、その後、吸収された転位が粒界内を運動することで粒界すべりを生み出す。

以上から、室温クリープとは、結晶粒内の転位運動と粒界でのすべり誘起の粒界す

べりの連続的な発現によって発生する現象であることが明らかとなり、従来から報告のある転位クリープとは異なる機構で変形することが分かった。この結果を受け、室温クリープの構成方程式を提案し、Ashbyの変形機構領域図に新たに、室温クリープ領域を加筆した。

これらの成果は、査読付き学術雑誌に掲載された3篇に加え、4篇の国際会議会議録収録論文として出版されており、このなかの2008年のクリープ国際会議では招待講演を行っている。

以上より、申請された論文は博士（工学）の学位論文としてふさわしい水準にあると判定した。