

準安定相と特異な時効硬化特性を重畳したチタン合金
の新しい強靱化原理：実験解析と機械学習

香川大学 創造工学部

教授 松本洋明

目次：

I. 研究の概要	3
A. 研究成果の概要	3
B. 成果発表	5
II. 研究の成果	7
緒言	7
① 多様な組織形態を呈す($\alpha + \beta$)型 Ti 合金(Ti-6242S)における 強度-延性バランス：実験研究と機械学習を援用した組織因子 の影響	
(1) はじめに	8
(2) 結果と考察	8
(2-1) 微細組織	8
(2-2) 引張特性	9
(2-3) 機械学習を援用した組織因子と引張特性の定量的関係性	10
② Duplex ($\alpha + \alpha'$)組織を呈す Ti 合金(Ti-6242S)の塑性機構 ：初析 α 相の活動するすべり系・CRSS 比に及ぼす α' マルテン サイトの影響	
(1) はじめに	12
(2) 結果と考察	12
③ Duplex ($\alpha + \alpha'$)組織を起点とした低温時効と組織制御 ：強度・延性バランスを更に高度化する設計指針	
(1) はじめに	16
(2) 結果と考察	16
(2-1) 低温時効組織	16
(2-2) 機械的特性	17
(2-3) TEM/STEM 組織解析	18
(2-4) 低温熱処理に伴う α' マルテンサイトの相分解挙動	20
III. 総括と今後の展望	25
IV. 謝辞	27

I. 研究の概要：

A. 研究成果の概要

本研究では、代表的な $(\alpha+\beta)$ 型 Ti 合金として Ti-6Al-4V(Ti-64)および Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si(Ti-6242S))を代表合金として取扱い、多様な熱処理条件で Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を形成(α/α' 量比の調整、初析 α 粒径の調整)、平衡な $(\alpha+\beta)$ 組織と比較した強度・延性・塑性機構の差異・優位性を実験的および理論的(結晶塑性有限要素解析)、機械学習を援用したデータ駆動型アプローチから評価・解析した。

研究内容では以下の 3 つのテーマから α' マルテンサイト(M)の基礎特性を明らかにした。

- ① 多様な組織形態を呈す $(\alpha+\beta)$ 型 Ti 合金(Ti-6242S)における強度-延性バランス：実験研究と機械学習を援用した組織因子の影響
- ② Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を呈す Ti 合金(Ti-6242S)の塑性機構：初析 α 相の活動するすべり系・CRSS 比に及ぼす α' マルテンサイトの影響
- ③ Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を起点とした組織制御：強度・延性バランスを更に高度化する設計指針

得られた結果(総括)を下記に概説する。

多様な組織形態において各種組織因子・構成相の機械的特性(強度・延性・加工硬化性)に及ぼす影響を実験・機械学習の両面から解明し、機械学習を援用(様々なアルゴリズムを試用し最適なアルゴリズムを選択・機械学習を実施)することでより定量的に各種組織因子がどの程度特性に寄与するかを明らかにすることができた。これからも、Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織において特に延性・加工硬化性を著しく向上させることが定量的に示された。

また、Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織における α' マルテンサイト(M)で発現する塑性機構を推定した。ここでは組織解析から直接的に作用機構を同定することが困難なため、初析 α 粒でのすべり線解析を実施・CRSS を同定して、その上で結晶塑性計算から α' M で発現する塑性機構を推定した。その結果、初析 α 相/ α' M の相量比に依存しても塑性機構が変化し、 α' M 量の増加に伴い $\langle c+a \rangle$ 転位の CRSS 値が増加しており、これは α' M 量の増加に伴い α' M における V 量が希薄化された組成の影響、および次に述べるように HCP の c 方向ではより {10-11} 双晶がより活動し易くなっていることに起因すると考えられる。一方でこの $\langle c+a \rangle$ 転位での α' M の CRSS 値は比較的小さく活動しやすい状況にあることも分かる。また、 α' M の分率が増加するに伴い {10-11} 双晶の CRSS 値が低下、より {10-11} 双晶が活動しやすくなっていることが分かった。このように、Duplex($\alpha+\alpha'$)組織において α' M で活動する塑性機構は組織的に評価する事が非常に困難ではあるものの(出発状態で既に多量の転位・{10-11} 双晶が導入されている状態にある)、今回のような実験的なすべり線解析と結晶塑性解析(計算)の融合的なアプローチから α' M 由来で $\langle c+a \rangle$ 転位および {10-11} 双晶が活動し易い状況にあることが分かり、これが Duplex($\alpha+\alpha'$)組織において高延性化・高加工硬化性化する大きな要因となることが推察された。他方で、ここでは紙数の都合上および未公表(論文執筆中)の観点か

ら、詳細は報告していないものの α' M の塑性機構について以下の内容も基礎的に見出ししており、付記して報告する。上述した結果では活動する双晶系として{10-11}双晶のみしか考慮していないものの、初析 α 相/ α' M の相量比において初析 α 相の分率が増加するに伴い α' M 域においてはマルテンサイト変態で 12variants が形成されるのではなく、バリエント選択が起こり隣接角度 63.26°の 3variants がクラスター化した形態を呈すようになる。この隣接角度の関係性ではちょうど{13-41}双晶の関係と対応しており、塑性過程においてはこの{13-41}双晶が活発に活動・いわゆるバリエントの再配列が活性化されることを実験的に見出している[川東鈴佳, 松本洋明, ($\alpha+\alpha'$)duplex 組織を呈す Ti-6Al-4V 合金の室温塑性と{13-41}双晶, 日本金属学会春期講演大会, 2025 年 3 月]。これが著しく加工硬化性が増加する主因となっていることを報告しており、先述した{10-11}双晶ともに α' M において双晶が活発に活動することが高加工硬化性・高延性化する要因に強く寄与していることが理解できる。

最後に準安定相である α' M を起点とした低温時効特性に評価し、Duplex($\alpha+\alpha'$)組織の 500°C-1h 時効で良好な延性を維持して著しく高強度化されることを明らかとした。これは α' M 域においてとりわけ微細な針状 α' M の領域で下記のような相分解が起き、特異な 3 つのエリアが形成(Area 1~3)され、これが著しく高強度化される主因であると推察される。

- α' M (微細針状領域) → Area 1: α' M-RX (再結晶による微細等軸粒の形成) → Area 2: α' M-RX + β (BCC) (濃度分配を伴わない β 変態) → Area 3: $\beta_{\text{fine-subgrain}}$ (微細等軸状 β 粒形成)

以上より塑性加工性に乏しい Ti 合金において一般に加工性・靱性を改善するために β 相 (BCC)を生成、適切に相量比を制御したこれまでの概念から、 α' M を採り入れた高延性化・高加工硬化性化を実現する組織制御の可能性を見出した。ここで興味深いのは α' M はすべり系の数が限定される HCP 構造であるにも関わらず先述したような α' M に由来する双晶系 ()の活動が活性化されることで高強度化・高延性化・高加工硬化性化が協調的に実現できる点にある。加えて、先述したように低温時効を組み合わせることで微細粒な α' M 域で特異な組織変化を呈し(組織変化機構については引き続き評価・明らかにする必要がある), これが良好な延性を維持して高強度化に寄与することが明らかとなった。

今後の展望としては、この α' M の可能性(双晶の活動をより活性化させる)を最大限に発揮させるため、 α' M の双晶系の活動を活性化させる起源(おそらく相安定性に由来する特定の結晶面におけるフォノンのソフト化)を同定、それを最適化させる合金種・組成の選定が新たな研究戦略として挙げられる。将来的にも鋼の TRIP/TWIP に見習って、($\alpha+\beta$)型 Ti 合金においても α' M を起点とした TWIP の可能性と工業展開を図る。

B. 成果発表：

・査読付論文（6編（2編は査読中））：

(1) I. Séchepée, P. Paulain, Y. Nagasaki, R. Tanaka¹, H. Matsumoto, V. Velay, Excellent balance of ultimate tensile strength and ductility in a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si alloy having duplex $\alpha+\alpha'$ microstructure: Effect of microstructural factors from experimental study and machine learning, *Mater. Trans.*, 64 (2023) 111-120.

(2) I. Seshpee, C. Dubray, V. Velay, H. Matsumoto,

論文題目：Effects of grain size and β fraction on the deformation modes of a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si alloy with equiaxed($\alpha+\beta$) microstructures : slip trace analysis and multiscale simulation of polycrystal plasticity, *J. Alloys. Comp.*, 981 (2024) 173722.

(3) I. Séchepée, P. Paulain, 長崎由佳, 田中莉久, 松本洋明, V. Velay,

Duplex $\alpha+\alpha'$ 組織を呈す Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si 合金の優れた引張強度-延性バランス：実験研究と機械学習を援用した組織因子の影響, *日本金属学会誌*. 88 (2024) 375-384.

(4) H. Matsumoto, T. Kiguchi, I. Séchepée, R. Yoshioka, Hierarchical heterogeneity of microstructure via aging of Ti-6Al-4V alloy with $\alpha+\alpha'$ duplex initial microstructure and its effect on strengthening, *Materialia* 39 (2025) 102348.

(5) I. Séchepée, L. Didon, L. Bajic, H. Matsumoto, Using machine learning as a supportive tool to systematically study the tensile properties of a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si alloy with various microstructures: effects of texture, phase proportions and grain size, *Mater. Characterization*, the revision is now under review. (2025)

(6) I. Séchepée, H. Matsumoto, H. Rousseaux, V. Velay, V. Vidal, CRSS evolution with changing grain size for a dual-phase Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si alloy having a martensite structure, *Mechanics of Materials*, the revision is now under review. (2025)

・国際会議プロシーディングス（1編）：

(1) I. Séchepée, H. Matsumoto, V. Velay, Enhanced tensile properties of a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si alloy with duplex ($\alpha+\alpha'$) microstructure, *Proceedings of the 15th World Conference on Titanium*.

・学会発表(国内)（計13件）：

(1) Irvin Sechepee, Hiroaki Matsumoto, Vincent Velay, Systematic study and machine learning approaches to assess the tensile properties of a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si having $\alpha+\alpha'$ microstructures, 日本金属学会 春期講演大会（東京大学），2023年3月

(2) 松本洋明, 吉岡遼太, 木口賢紀, ($\alpha+\alpha'$)duplex 組織を呈す Ti-6Al-4V 合金の時効硬化と TEM 解析, ($\alpha+\alpha'$)duplex 組織を呈す Ti-6Al-4V 合金の時効硬化と TEM 解析, 日本金属学会 春期講演大会（東京大学），2023年3月

(3) 長崎 由佳, 松本 洋明, ($\alpha+\alpha'$)duplex 組織を呈す Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si 合金の塑性特性,

金属第 63 回・鉄鋼第 66 回中国四国支部講演大会（徳島大学），2023 年 8 月

(4) 白山龍宝, 杉尾健次郎, 佐々木元, 松本洋明, 機械学習を用いた Ti 合金組織の画像解析, 金属第 63 回・鉄鋼第 66 回中国四国支部講演大会（徳島大学），2023 年 8 月

(5) Irvin Sechepee, 松本洋明, Vincent Velay, $(\alpha+\alpha')$ duplex 組織を呈す Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si 合金の塑性特性, 日本金属学会秋期講演大会（富山大学），2023 年 9 月

(6) 長崎 由佳, 松本 洋明, α' マルテンサイトを含む Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si 合金の塑性特性とひずみ分配挙動, 第 15 回 軽金属学会 中国四国支部 講演大会(鳥取大学), 2023 年 10 月

(7) 松本洋明, 吉岡遼太, 木口賢紀, $(\alpha+\alpha')$ duplex 組織を呈す Ti-6Al-4V 合金の高延性化と時効処理による高強度化機構, 軽金属学会秋期講演大会(東京都立大学), 2023 年 11 月

(8) Irvin Sechepee, 松本洋明, Vincent Velay, CRSS evolution of a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si alloy with equiaxed $(\alpha+\beta)$ microstructures: effects of grain size and β fraction, 日本金属学会春期講演大会（東京理科大学），2024 年 3 月

(9) 川東鈴佳, 松本洋明, 多様な組織を呈す Ti-6Al-4V 合金の繰り返し変形特性・DIC 解析と双晶運動・塑性特性, 金属第 64 回 鉄鋼第 67 回 中国四国支部講演大会（島根大学），2024 年 8 月

(10) Irvin Sechepee, 松本洋明, Vincent Velay, Unusual Hall-Petch relation of a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si alloy with martensitic duplex $(\alpha+\alpha')$ microstructure: effects of grain size and texture, 日本金属学会秋期講演大会（大阪大学），2024 年 9 月

(11) 杉尾健次郎, 白山龍宝, 佐々木元, 松本洋明, 機械学習による Ti-6Al-4V 合金の結晶粒自動検出と機械的性質の予測, 日本金属学会秋期講演大会（大阪大学），2024 年 9 月

(12) 川東鈴佳, 松本洋明, $(\alpha+\alpha')$ duplex 組織を呈す Ti-6Al-4V 合金の塑性特性, 日本金属学会秋期講演大会（大阪大学），2024 年 9 月

(13) 川東鈴佳, 松本洋明, $(\alpha+\alpha')$ duplex 組織を呈す Ti-6Al-4V 合金の室温塑性と {13-41} 双晶, 日本金属学会春期講演大会（東京都立大学），2025 年 3 月

・学会発表（国際会議）（計 1 件）：

(1) I. Séchepée, H. Matsumoto, V. Velay, Enhanced tensile properties of a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si alloy with duplex $(\alpha+\alpha')$ microstructure, Proceedings of the 15th World Conference on Titanium, エジンバラ、スコットランド, 2023 年 6 月.

II 研究の成果

緒言

チタン(Ti)合金は、高耐食性、優れた高温特性、高い比強度¹⁻³⁾の優れた特性を呈すことから航空機を中心とした軽量構造材料として応用されている。多様な Ti 合金の中でも Ti-6Al-4V(Ti-64)合金は、優れた特性のバランスを呈し、産業界で最も使用されている Ti 合金である⁴⁻⁶⁾。さらに、Ti-64 合金に比べ高温特性を改善するために開発された Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si (Ti-6242S) 合金がある⁷⁾。一方で、一般に Ti 合金の加工硬化性は鋼に比べて小さく⁸⁾、これを増加させることは(高強度-高延性を維持しながら)⁹⁾、均一変形性、靱性、耐破壊進展性¹⁰⁾を更に改善するためにも重要となる。

加工-熱処理を適切に制御することで、他の金属材料同様に Ti 合金においても様々に微細組織を制御し、最適な機械的特性を得ることが出来る。つまり熱処理温度・保持時間のプロセス条件を適切に制御することで、微細組織因子(粒径や相分率など)を適切に制御・管理することが可能で¹¹⁻¹³⁾、様々な微細組織因子は機械的特性に強く影響を及ぼす^{12,14)}。例えば Hall-Petch 則はミクロスケールでの微細組織因子をマクロスケールにおける機械的特性(この場合では結晶粒径と材料強度の関係性)を関係付けるためにも有名関係則である¹⁵⁻¹⁷⁾。特に($\alpha+\beta$)型 Ti 合金では、機械的特性を制御するための平衡相(α 相および β 相)における組織制御は確立されている¹⁸⁾。

一般に Ti 合金において、 α' マルテンサイト組織の機械的特性は極めて悪い(脆性的であることが一般的に認識されている)。そのため、工業的にマルテンサイト組織自体で Ti 合金が使用されることはなく、一方で β 相^{19,20)}に分解されるための熱処理としては利用される。一方で、 α' マルテンサイトにて等軸 α 粒と共存した Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織では極めて優れた機械的特性を呈す(良好な強度・延性特性)^{10,21-23)}。著者らは以前に Ti-64 合金について、 $\alpha+\alpha'$ 組織(Duplex($\alpha+\alpha'$))における高延性の起源は、活発な{10-11}双晶の活動(α' マルテンサイト変態前に保持された旧 β 粒域での V 濃化に起因する)と、その双晶運動(界面移動)が活動しやすくなったことが要因として報告している²¹⁾。加えて、Dumas らは最近、Ti-64 合金にて{13-41}双晶が内部で生成された Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織では、この双晶境界の再配列過程が高延性に寄与することを報告している¹⁰⁾。一方で、Ti 合金における Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織で発現する強度-延性バランスでの体系的な関係性(組織の影響因子)および変形機構では不明な点も多い。

本研究では、代表的な($\alpha+\beta$)型 Ti 合金として Ti-6Al-4V(Ti-64)および Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si(Ti-6242S))を代表合金として取扱い、多様な熱処理条件で Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を形成(α/α' 量比の調整、初析 α 粒径の調整)、平衡な($\alpha+\beta$)組織と比較した強度・延性・塑性機構の差異・優位性を実験的および理論的(結晶塑性有限要素解析)、機械学習を援用したデータ駆動型アプローチから評価・解析することを目的とする。

報告書での構成として、① 多様な組織形態を呈す($\alpha+\beta$)型 Ti 合金(Ti-6242S)における強度

-延性バランス：実験研究と機械学習を援用した組織因子の影響，② Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を呈す Ti 合金(Ti-6242S)の塑性機構：初析 α 相の活動するすべり系・CRSS 比に及ぼす α' マルテンサイトの影響，③ Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を起点とした組織制御：強度・延性バランスを更に高度化する設計指針，の順で研究成果を報告する。

① 多様な組織形態を呈す($\alpha+\beta$)型 Ti 合金(Ti-6242S)における強度-延性バランス：実験研究と機械学習を援用した組織因子の影響

(1) はじめに

Ti 合金の合金設計においては，組成，微細組織，プロセス条件などの多くの作用因子を考慮する必要があり，これらの複雑な関係性を解明する必要がある．これらの作用因子間の関係性のほとんどが非線形的であり，精緻に予測することは困難である．そのため最近では，微細組織と特性の間の複雑な関係性をより精緻に明らかにするためにも材料科学の分野で機械学習を積極的に活用した研究が注目を浴びている．これまでの研究成果の事例では，Ti 合金の引張特性または疲労特性をモデル化するために，化学組成²⁴⁾，プロセス条件²⁵⁾，またはその双方²⁶⁻³⁰⁾と機械的特性をリンクした関係性について明らかとした結果も報告されている．加えて機械学習を利用した研究アプローチを駆使することで，所望の機械的特性を得るためにも微細組織・プロセス条件を予測する逆解析も可能となる³¹⁾．本項では，Ti-6242S 合金の等軸($\alpha+\beta$)組織，Bimodal($\alpha+\beta$)組織と比較した Duplex($\alpha+\alpha'$)組織の体系的な研究に着眼する．ここでは，結晶粒径，組織形態，相分率(α/β または α/α' 分率)が機械的特性に及ぼす影響を実験的および機械学習の両面から明らかにする．

(2) 結果と考察

(2-1) 微細組織

図 1-1 では組織制御を施した熱処理スケジュールをまとめている．このように熱処理温度・保持時間・冷却過程を広範に変化させて組織制御(等軸($\alpha+\beta$)組織，Bimodal($\alpha+\beta$)組織，および Duplex($\alpha+\alpha'$)組織)を施した．図 1-2(a)では代表的に等軸($\alpha+\beta$)組織を示している．黒色相が α 相(HCP)で，白色相が β 相(BCC)に相当している．このように熱処理条件を調整することで粒径を制御できることが分かる．また図 1-2(b)では Bimodal($\alpha+\beta$)組織を示しており，初析 α 粒/($\alpha+\beta$)ラメラ量比および初析 α 粒の粒径を制御することができている．Duplex($\alpha+\alpha'$)組織について，図 1-3 にいくつかの代表組織を示しており，急冷(焼入れ)により，残留 β から針状 α' マルテンサイト (HCP) 変態が起きていることが観察された．図 1-3 では，白色域が

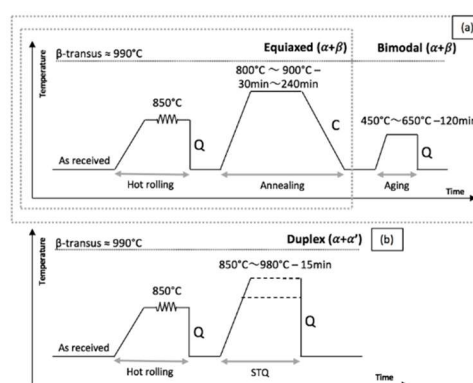


図 1-1 多様な組織を形成するための熱処理スケジュール(文献 34)より改変・引用)

針状 α' が生成した領域に相当する。 α' 単相状態では著しく高強度化には寄与するものの、延性は著しく低下(脆性化)される³²⁾。一方で、Duplex($\alpha+\alpha'$)組織では、 α と α' が共存した組織形態で、これら両相が同じ HCP 構造であることから変形過程で粒界での適合性が担保される。そのため高延性化される。 α' マルテンサイトの形態については図 1-3 中での TEM 組織からも極めて微細な針状 α' マルテンサイトが旧 β 粒中にて形成されている様子が観察される。この α' マルテンサイト中において $\{10\cdot11\}$ 双晶が格子不変変形として形成されることが特徴的である³³⁾。ここでは、熱処理温度の低下に伴い初析 α 相(黒色相)の分率は増加することが観察される(図 1-3)。以下では、結晶粒径、相分率、および Duplex($\alpha+\alpha'$)組織の機械的特性(強度、延性、加工硬化性)に及ぼす影響について報告する。

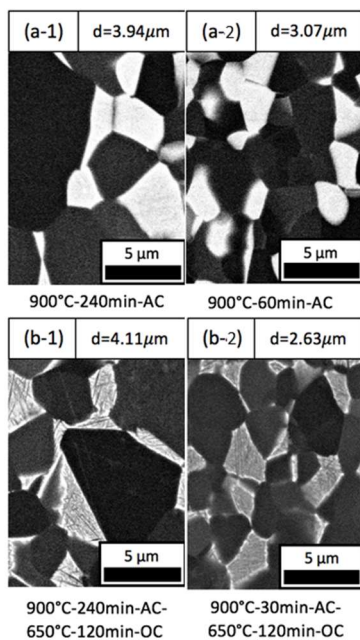


図 1-2 等軸組織・Bimodal($\alpha+\beta$)代表組織(文献 34)より改変・引用)

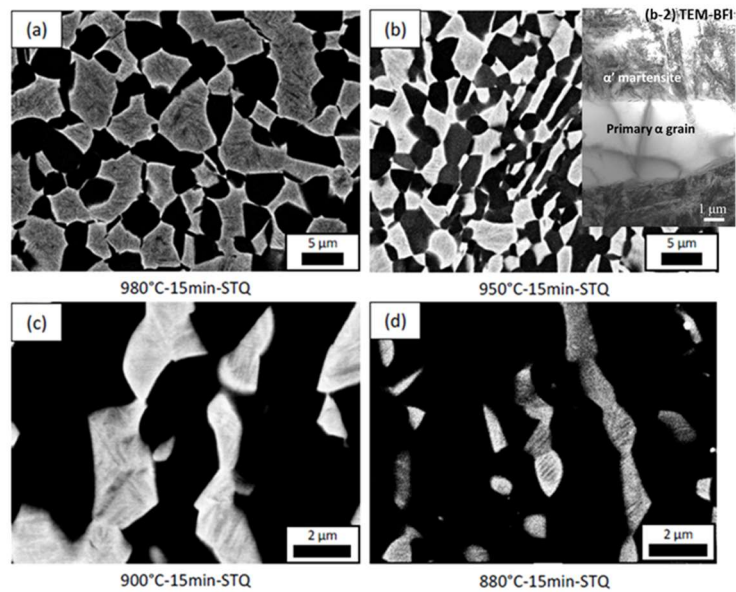


図 1-3 Duplex ($\alpha+\alpha'$)代表組織(文献 34)より改変・引用)

(2-2)

0.2%
び、およ
性を評
した。図
におけ
試料)を
での保

持時間が短い、すなわち初析 α 粒の粒径

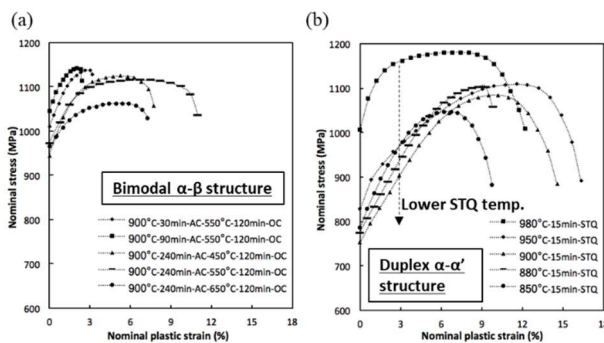


図 1-4 代表的な試料での応力ひずみ曲線 (a)Bimodal($\alpha+\beta$),

(b)Duplex ($\alpha+\alpha'$)文献 34)より改変・引用)

引張特性

耐力、引張強度(UTS)、塑性伸び加工硬化性などの機械的特価するために引張試験を実施 1-4(a)では Bimodal($\alpha+\beta$)組織の塑性応力-ひずみ曲線(全 9 示している。これより前処理

が微細なほど高強度を呈し、延性が悪い傾向にある。他方で保持時間が長い、すなわち初析 α 粒の粒径が粗大なほど良好な延性を呈することが分かる。また、後処理の熱処理温度が高いほど、すなわちより粗大な $(\alpha+\beta)$ ラメラ組織を呈す組織において低延性を示す。つまりは Bimodal $(\alpha+\beta)$ 組織において、初析 α 粒が粗大なほど、一方で微細な $(\alpha+\beta)$ ラメラ組織において良好な延性を呈することが分かる。

他方で、Duplex $(\alpha+\alpha')$ 組織の応力-ひずみ曲線では広範に応力レベル・加工硬化性が変化していることが分かり、溶体化熱処理温度の低下に伴い、すなわち初析 α 分率の増加に伴い著しく応力値が低下(低強度化)・加工硬化性の増加が観察される。これは後述するように α' マルテンサイト量が低下したために高延性化されたのではなく、 α' マルテンサイトでのバリエーションの選択性が変化したことに起因する。いずれにせよ、平衡な Bimodal $(\alpha+\beta)$ 組織と比較して Duplex $(\alpha+\alpha')$ 組織において著しく高延性・高加工硬化性を呈することがわかる。これより、Ti 合金において α' マルテンサイトは決して脆性的ではなく、2 相組織での β 相と比較してもむしろ高延性・高加工硬化性に寄与することが理解できる。この α' マルテンサイトで作用する塑性機構についてはまた後述する。

図 1-5 では、等軸 $(\alpha+\beta)$ 組織組織、Bimodal $(\alpha+\beta)$ 組織および Duplex $(\alpha+\alpha')$ 組織の組織形態毎に分けた引張強度-伸びバランスをまとめている。これより、明らかに Duplex $(\alpha+\alpha')$ 組織において極めて優れたバランスを呈することが理解できる。ここではとりわけ、高延性が示される特徴を呈す等軸組織と比較しても Duplex $(\alpha+\alpha')$ 組織においてさらに優れた延性（塑性伸び）を呈することが優れた特徴として挙げられる。加えて、Duplex $(\alpha+\alpha')$ 組織では Bimodal $(\alpha+\beta)$ 組織とも同程度の優れた強度（UTS）を示すことも特徴である。他方で、それぞれの組織形態ごとでも強度-延性でのデータのばらつきは大きく、形態ごとで粒径や相量比が特性に影響を及ぼしていることを示唆している。これらの組織の機械的特性に及ぼす影響因子における関連性については後述するとおり、機械学習を援用して定量的に評価・解析した。

(2-3) 機械学習を援用した組織因子と引張特性の定量的関係性

多様な機械学習のアルゴリズムの中で少ないデータセットでも精緻に解析が可能な決定木の手法で弱学習器をアンサンブル化させた勾配ブースティング決定木を本研究では採用した。このアーキテクチャを図 1-6(a)に示し、また得られた特徴量解析の結果を図 1-6(b)にまとめており、各組織因子の特徴量の重要度を定量化している。ここでは、形態（等軸 $(\alpha+\beta)$ 、Bimodal $(\alpha+\beta)$ 、Duplex $(\alpha+\alpha')$ ）、 α 相分率（初析 α 相の割合）、初析 α 粒の平均径の 3 つの組織因子を入力するための影響因子として採用した。この特徴量では、初析 α 相の分率につい

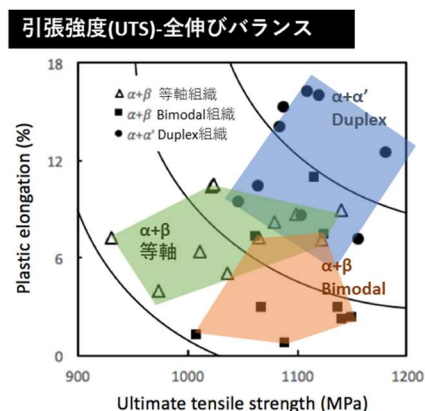


図 1-5 引張強度-破断伸びバランス
(文献 34)より改変・引用)

では逆に等軸組織では β 分率の影響にも相当し、また Bimodal 組織では $(\alpha+\beta)$ ラメラの割合、Duplex($\alpha+\alpha'$) 組織では α' マルテンサイトの割合の影響にも相当することとなる。機械学習を援用した結果、塑性伸びの回帰では組織の種類（形態因子）が最も重要な影響因子であることが判定され、一方で初析 α 分率と結晶粒径の影響度は小さいことが分かった。これは、3つの組織（等軸組織、Bimodal($\alpha+\beta$)組織、Duplex($\alpha+\alpha'$)組織）の間でも組織因子の影響(実験結果)で強く相関性が観察されない結果とも一致する。つまりは組織での形態因子が特性に強く影響することを暗に意味する。0.2%耐力については、形態因子および初析 α 相分率の両者がとりわけ支配因子として重要である。一方で、粒径の影響度は極めて小さいことも分かる。これより 0.2%耐力の回帰においては、粒径よりも形態の方が影響因子として重要視されることがわかった。他方で引張強度(UTS)においては、初析 α 相分率が最も影響度の高い重要因子であると判定され、この結果では特に等軸組織および Duplex($\alpha+\alpha'$)組織で得られた実験結果と関連した結果である。ここでの回帰結果で、粒径の影響度は初析 α 相分率の結果と比較して 2 倍程度重要度は低いものの、粒径の影響が無視できる程に小さいわけではないことは付記しておく。最後に、加工硬化度の結果においては α 相分率および粒径の両者の影響度が高く判定されている(どちらかというとも初析 α 分率の方で重要度が高い)。直感的には、 α の相分率の重要度は粒径に比べより大きく支配的であるように思われるが、相分率と粒径の線形的な関係性(特に Duplex($\alpha+\alpha'$)組織で観察)を鑑みると、回帰の結果として粒径の重要度が過大評

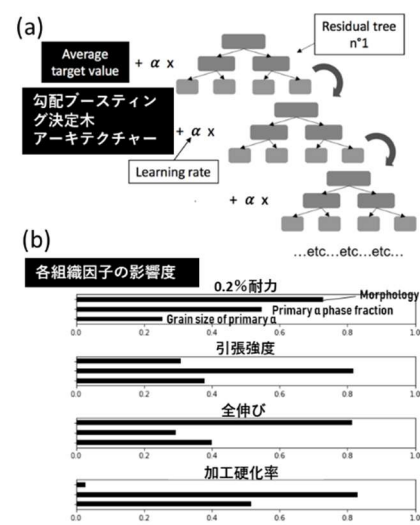


図 1-6 (a) 勾配ブースティング決定木アーキテクチャー, (b) 重要度解析結果(文献 34)より改変・引用)

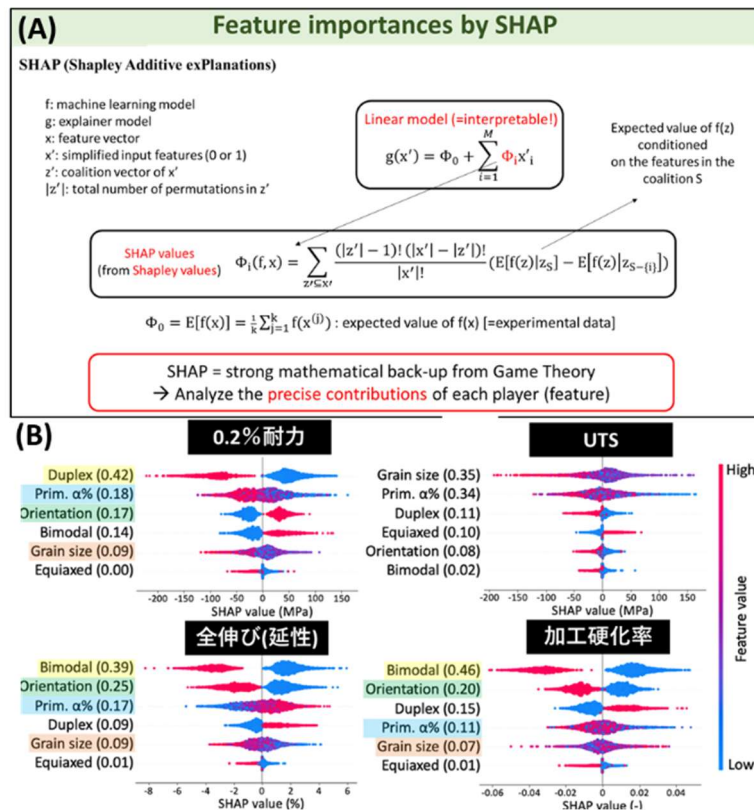


図 1-7 (A) SHAP 解析概要, (B) SHAP 重要度解析結果

価された可能性も高いことは指摘しておく。以上から、機械学習の解析アプローチを駆使することにより、組織因子と機械的特性の関係性をより精緻に関係づけることができ、加えて、両者の相関性を定量化した組織因子の影響を解析することが出来た。またより詳細に特徴量解析を行うために、組織形態毎も影響因子として導入して同様に勾配ブースティング決定木により回帰を実施、SHAP(SHapley Additive exPlanation)解析を行った。この概念となる数式は図 1-7(A)に示しており、いわゆるゲーム理論に基づいて各特徴量の寄与を正負に定量化する手法である。図 1-7(B)は SHAP 解析された結果をまとめている。各特徴量にて Feature value が大きいほど(赤)、その特徴量が大きく(多く)、SHAP value が大きい程その影響度が高いことを示している。ここでは SHAP value が負の値を示す場合では負の影響度を示すことを表しており、正負の影響度を評価できるメリットがある。この結果より降伏(0.2%耐力)では Duplex($\alpha+\alpha'$)組織の影響が強く、その組織形成で降伏強度が低下する傾向にある。加えて初析 α 分率の影響度も高く、同程度の影響で結晶粒径が微細化されることで強度が増加することも理解できる。興味深いことに 0.2%耐力においてはそれぞれの組織因子がほぼ同程度の影響度で強度に影響していることが理解できる。他方で引張強度では傾向がわずかに異なり、 α 相の結晶粒径の影響が強く、微細化されるにともない強化されることが理解できる。延性においては、伸びはほぼ同程度の影響度で Bimodal 形態、引張方位、初析 α 相の分率、Duplex 形態、粒径が影響を及ぼすことが分かった。

以上より、機械学習を援用することで引張特性(強度・延性)に及ぼす組織の影響因子を定量的に評価することができた。

本項で紹介した内容は、成果報告として文献 (34-35)で発表していることから、詳細な内容はそれらを参照頂きたい。

② Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を呈す Ti 合金(Ti-6242S)の塑性機構：初析 α 相の活動するすべり系・CRSS 比に及ぼす α' マルテンサイトの影響

(1) はじめに

先述した通り、Ti 合金の Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織において、 α/α' マルテンサイト(M)量比を調整することでも強度、延性および加工硬化性が広範に変化し、特に延性・加工硬化性が著しく増加することが示された。この Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織において主相は α 相であり、第 2 相での α' において特異な塑性機構が作用するだけでなく、この α' が主相である α 相への塑性変形機構にも影響を及ぼしていることも推察される。本項では、熱処理条件で初析 α/α' M の相量比を調整した Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織における α' M に作用する変形機構、および初析 α 相の活動するすべり系・臨界分解せん断応力(CRSS)比に及ぼす α' M の影響を評価・明らかとした。

(2) 結果と考察

ここでは、初析 α 相における活動するすべり系・CRSS 比に及ぼす α' M の影響に着眼して、 α' M の役割を明らかとする。ここでは、 α/α' M 量比を調整した Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を準備

(それぞれ溶体化焼入れ温度が 880°C, 950°C, 980°C)して, 変形後(5%塑性ひずみ導入)の変形組織から初析 α 相での転位すべり線解析を実施して, Li らの報告している統計解析の手法³⁷⁾を活用し, 加えて結晶塑性解析の理論³⁸⁾から初析 α 相および α' M に作用する転位すべり, 双晶系での CRSS 比および CRSS を導出し, 初析 α 相の粒径および α/α' M 量比の影響を明らかとした。

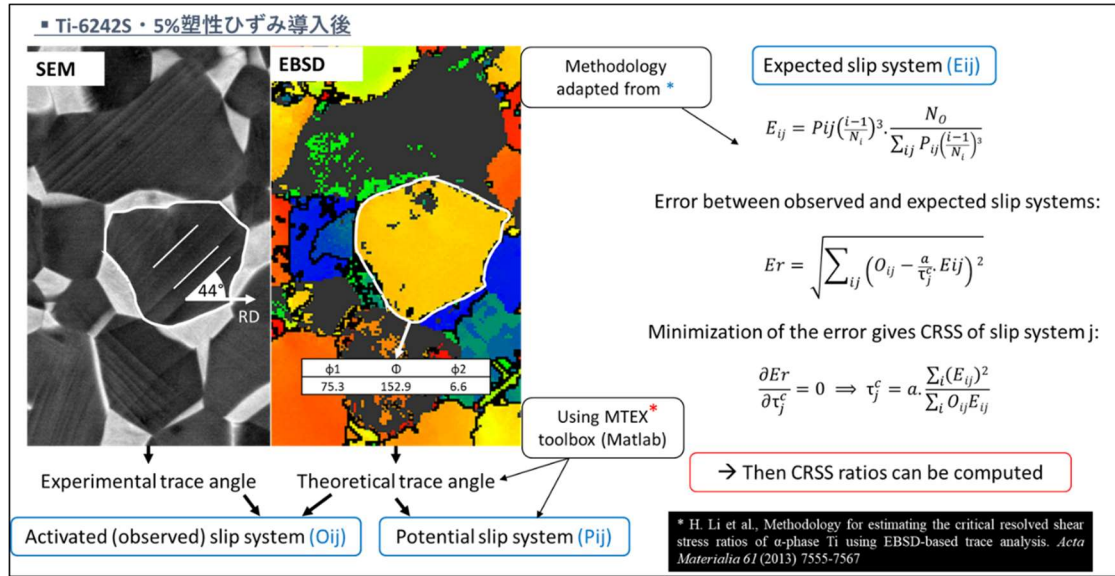
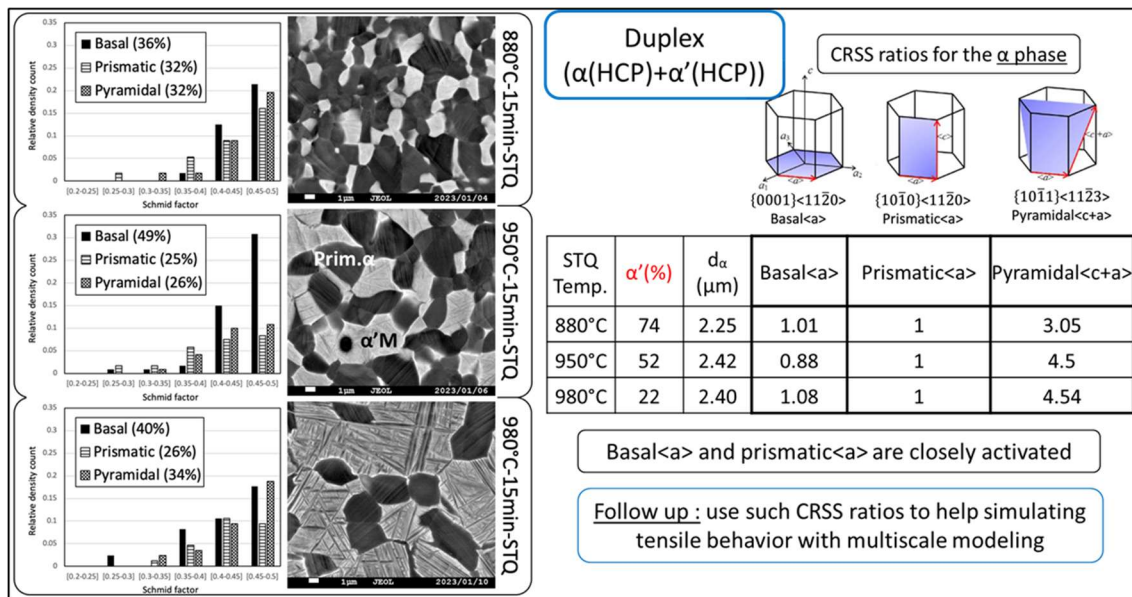


図 2-1 すべり線解析概要

ここで, すべり線解析の方法論について概説すると, Li らが報告している方法論³⁷⁾から 100 個以上の結晶粒についてすべり線解析を実施した実験結果から, CRSS 比を導出している. 図 2-1 ではすべり線を示した SEM 像, EBSD-Bunge 像を示しており, すべり面を同定し, 統計的手法³⁷⁾から図 2-1 に示すような各種パラメータ(O_{ij} , P_{ij} , E_{ij} 等)を導出し, 最終的に CRSS 比を導出した. ここでは, 初析 α 相に対して底面 $\langle a \rangle$ すべり [$\{0001\}\langle 11-20 \rangle$], 柱面 $\langle a \rangle$ すべり [$\{10-10\}\langle 11-20 \rangle$], 錘面 $\langle c+a \rangle$ すべり [$\{10-11\}\langle 11-23 \rangle$]の 3 つの転位すべり系について導出している(Ti-6242S 合金および Ti-6Al-4V 合金の α 相においては双晶が殆ど活動せず, 本研究でも双晶トレースは全く観察されないことから転位すべりのみ塑性機構として考慮している).

図 2-2 左図は溶体化焼入れ温度を変化, つまりは初析 α 相と α' M の分率を変化した際の試料における変形後のすべり線解析の結果をまとめている(シュミット因子に対する活動しているすべり系の活動頻度のヒストグラムと代表的な変形組織). このヒストグラムから, いずれの試料も各すべり系が均一に活動されていることが観察できる. それを踏まえて, Fig.2-2 右図は導出された各すべり系での柱面 $\langle a \rangle$ すべりを基準とした際の CRSS 比をまとめている. いずれの試料でも底面 $\langle a \rangle$ すべりおよび柱面 $\langle a \rangle$ すべりは同様な容易さで活動するものの, 溶体化焼入れ温度の増加に伴い, つまりは α' M の相量比の増加に伴い, $\langle c+a \rangle$ すべりの CRSS 比が増加する傾向にあることに気付く. この CRSS 比および CRSS の絶対値



については後述に
議論するものの、一
としてそれぞれの
量比が異なり初析 α 粒および α' M での Al, Mo などの濃度分配される元素量も異なるため
に、その変形機構(CRSS 比)に及ぼす影響も一因として推察されるものの、2 相組織での
 α/α' M 間での拘束の影響もあるものと推察される。

次に結晶塑性計算解析も採用して、得られた α 相の CRSS 比および応力-ひずみ曲線から
初析 α 相および α' M に作用する変形機構の CRSS を推定する。この導出過程について概説
すると、マクロスコピックでの塑性流動特性(引張試験で得られる応力-ひずみ曲線)からス
ケール変換として各結晶粒で作用する CRSS を導出する手法を採用する。この手法での概
念図・使用した数式を図 2-3 にまとめている。ここでは、Berveiller-Zaoi の関係式³⁹⁾からマ
クロ応力(Σ_{ij})・マクロひずみ(E_{ij})と各結晶粒での応力(σ_{ij})・ひずみ(ϵ_{ij})をリンクする。各結晶
粒で作用する応力(σ_{ij})は Schmid 則に依存し、活動する各すべり系のせん断ひずみ速度($\dot{\gamma}^s$)
はべき乗則型の構成式(Norton type flow)から導出して、結晶粒での応力・ひずみを導出して
いる。ここでは第 2 相として α' M の影響を加味するために相量比および結晶方位を割り当
てた RVE を構成して初析 α 相においては先述した CRSS 比を導入、また α' M では活動する
塑性機構として、底面<a>すべり、垂面<c+a>すべり、 $\{10\cdot11\}$ 双晶の活動を想定^{21,40)}して、
マクロ応力(Σ_{ij})・マクロひずみ(E_{ij})のフィッティング(遺伝的アルゴリズムによる最適化計算)
を行ない、 α' M における各 CRSS 値を推定した。

図 2-4 左図では応力-ひずみ曲線の結果をまとめており、プロットが実験結果、実線が計
算結果を示している。これより弾性・塑性域ともに実験値および計算値でよく合致してい
ることがわかる。これより、精緻に上述した数理モデルによりフィッティングができてい
ることが理解できる。図 2-4 右図では計算結果にもとづいて導出した初析 α 相での CRSS 値(上
段)と α' M の CRSS 値(下段)をまとめている。ここでは α' M の分率および初析 α 粒径に対し

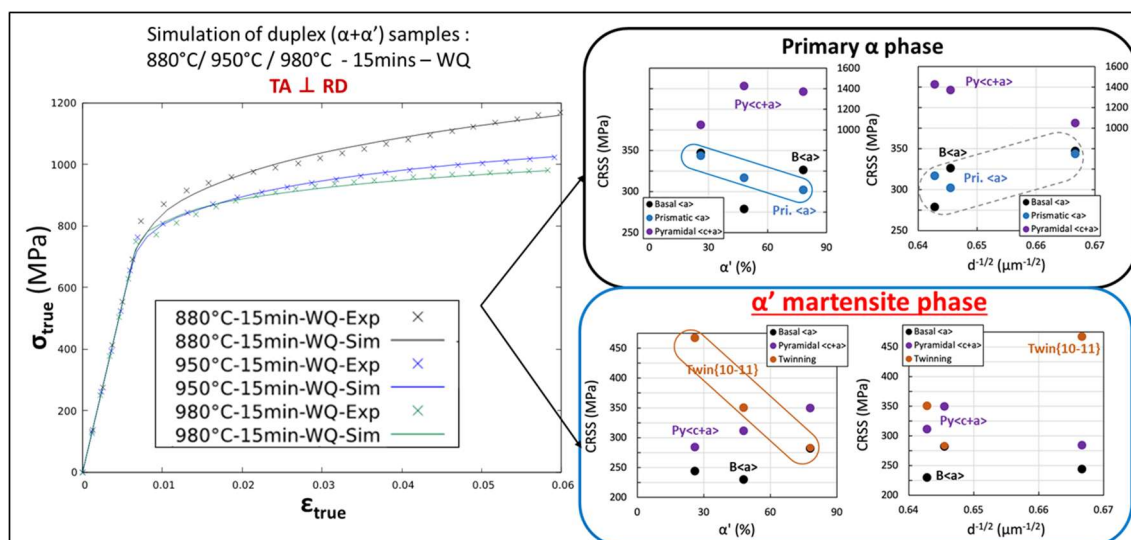


図 2-4 応力 - ひずみ曲線(実験値と計算値の比較)および得られた CRSS 値のまとめ(文献 41)より改変・引用)

て、CRSS 値を整理している。これより初析 α 相の挙動においては両 $\langle a \rangle$ すべり(底面 $\langle a \rangle$, 柱面 $\langle a \rangle$)では同様な CRSS 値を示し、ここで興味深いのは Duplex 組織の中で α' 分率の増加に伴い $\langle a \rangle$ 転位における CRSS 値が低下しており $\langle a \rangle$ 転位が活動しやすくなっていることが理解できる。他方で $\langle c+a \rangle$ は逆に活動しづらくなっていることに気付く。これは Duplex($\alpha+\alpha'$)組織で α/α' 間における濃度分配の影響が強く、高 α' 分率においては初析 α にて Al が多量に濃化する影響で、 $\langle c+a \rangle$ 転位に対する CRSS が増加したことが推察される。また初析 α 相の粒径の影響についてみると、 $\langle a \rangle$ 転位でのみで Hall-Petch の関係が観察される。すなわち、 $\langle c+a \rangle$ 転位では先述したように組成分配の影響を強く受けるものの、塑性変形を支配する $\langle a \rangle$ 転位では結晶粒径の影響を強く受けることを示唆している。

他方で、 α' M の塑性機構に着眼すると(図 2-4 右図下段)、 α' M 量の増加に伴い $\langle c+a \rangle$ 転位の CRSS 値が増加しており、これは α' M 量の増加に伴い V 量が希薄化された組成の影響、および次に述べるように c 方向ではより $\{10\cdot11\}$ 双晶が活動し易くなっていることに起因すると考えられる。一方でこの $\langle c+a \rangle$ 転位での α' M の CRSS 値を見ると初析 α 相での CRSS 値と比較しても低く、活動しやすい状況にあることが分かる。また、 α' M の分率が増加するに伴い $\{10\cdot11\}$ 双晶の CRSS 値が低下、より $\{10\cdot11\}$ 双晶が活動しやすくなっていることが分かる(一方で、初析 α 粒径の CRSS 値に及ぼす影響については特定の傾向は観察されない)。このように、Duplex($\alpha+\alpha'$)組織において α' M で活動する塑性機構は組織的に評価する事が非常に困難ではあるものの(出発状態で既に多量の転位・ $\{10\cdot11\}$ 双晶が導入されている状態にある)、今回のような実験的なすべり線解析と結晶塑性解析(計算)の融合的なアプローチから α' M 由来で $\langle c+a \rangle$ 転位および $\{10\cdot11\}$ 双晶が活動し易い状況にあることが分かり、これが Duplex($\alpha+\alpha'$)組織において高延性化・高加工硬化性化する大きな要因となることが推察される。これらの研究成果については、文献 41)で成果発表し、より詳細な研究内容については文献 42)に投稿中である。

加えて、この研究概要では紙数の都合上、報告できていないが、溶体化焼入れ温度を調整して初析 α 相/ α' M1 分率を調整した際、 α' M 分率が減少した際には α' M の領域で強いバリエーション選択が観察され、変形過程でこの{13-41}双晶の再配列過程が観察され、これも高延性・高加工硬化性に強く寄与する⁴³⁾ことは付記しておく。

③ Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を起点とした低温時効と組織制御：強度・延性バランスを更に高度化する設計指針

(1) はじめに

先述した通り、Ti 合金の Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織において、 α/α' 量比を調整することでも強度、延性および加工硬化性が広範に変化し、平衡な($\alpha+\beta$)組織と比較して強度・延性・加工硬化性バランスが著しく高度化されることを見出した。本章では、 α/α' 量比を調整した Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織において低温熱処理(500°C, 600°C, 700°C-1h)を施すことで組織(マイクロレベル・ナノレベルでの組織変化)および機械的特性に及ぼす影響を評価した。ここでは Ti-6Al-4V 合金をモデル合金として取り扱い、低温時効組織の特異性について報告する。

(2) 結果と考察

(2-1) 低温時効組織

図 3-1 は Ti-6Al-4V 合金において 900°C-20min, 950°C-20min で溶体化処理を施し、氷水中に焼入れ処理を施した試料(Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織)について溶体化焼入れ後および低温時効(500°C, 700°C)を施した SEM 反射電子像を示している(黒色相が初析 α 相)。ここで、 α/α' 量比について初析 α 相の分率は 900°CSTQ 材で 53.1%, 950°CSTQ 材で 34.7%である。これより、 α' マルテンサイト域に注目すると 500°Cの時効組織では大きな変化はなく、一方で 700°Cの時効にて黒色と白色の 2 相のラメラ組織を呈していることが分かります。つまり、500°C時効では明瞭(マイクロレベル)な相分解が観察されず、700°Cでは($\alpha+\beta$)の 2 相に平衡な相分解を起こしている。ここでは図示していないが、600°C時効でも 700°C時効と同様に α' マルテンサイトから($\alpha+\beta$)に相分解している様子が観察されている。重ね、500°C時効材については SEM-EDS 分析からも α' マルテンサイトから V や Al の明瞭な濃度分配は観察されていない

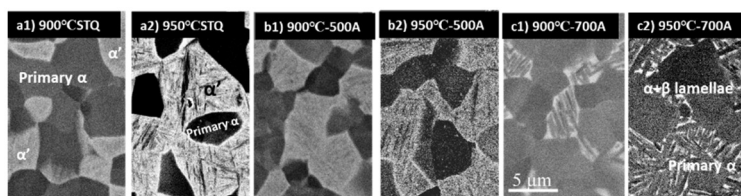


図 3-1 多様な Duplex($\alpha+\alpha'$)組織 SEM 反射電子像
(文献 54)より改変・引用)

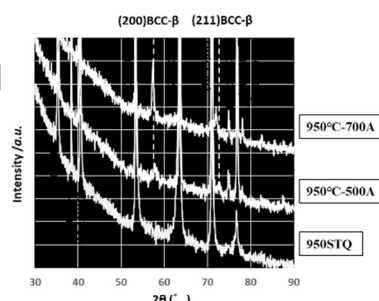


図 3-2 多様な Duplex($\alpha+\alpha'$)組織
SEM 反射電子像 (文献 54)より
改変・引用)

いために、マイクロレベルにおいては α' マルテンサイトから相分解が起きていないことが理解できる。図 3-2 は 950STQ 材とその 500°C, 700°C 時効材での XRD プロファイルを示しており、950STQ 材では HCP 由来のピーク(α , α')のみ観察されるものの、700°C 時効材では β (BCC)のピークが明瞭に観察され、500°C 時効材についても微弱な(200) β のピークが観察され 500°C 時効材においても β 相が形成されていることを示唆している。これについては後述の通りナノ組織の評価・解析において詳細に報告する。

(2-2) 機械的特性

図 3-3 では、各熱処理材の室温での引張特性(0.2% 耐力, 引張強度, 全伸び)をまとめている。これより STQ 材では先述したように α' 分率の小さな 900STQ 材にて隣接角度 63.26°での{13-41}双晶の関係を持つ 3 バリエーションが 1 クラスター化した選択性を呈すことから変形過程でこの{13-41}双晶が活性化されるために低い降伏応力と極めて高い加工硬化を示すために 0.2% 耐力と引張強度の差異が大きいことが分かる。

700°C 時効材では STQ 材と比較して引張強度が低下することが観察でき、これは 700°C 時効材では α' マルテンサイトから($\alpha+\beta$)ラメラ組織に変化, すなわち Bimodal($\alpha+\beta$)

組織に変化したため機械的特性が変化したことが分かる(①でも報告した通り, Duplex ($\alpha+\alpha'$) 組織にて優れた高強度-高延性-高加工硬化性バランスを呈す)。一方で、図 3-3 から興味深いことに 500°C 時効材においてマイクロレベルでは STQ 材の組織と大きな差異がないにも関わらず、延性を大きく阻害することなく著しく高強度化されることが分かる。一般に Al を多量に含有する($\alpha+\beta$)型合金において(例えば本研究で取り扱っている Ti-6Al-4V, Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si), 500°C~600°C の低温時効過程において α 相中において金属間化合物 α_2 相(Ti_3Al , DO_{19})が短範囲規則相(SRO)の形成を経て形成されることが知られている⁴⁴⁻⁴⁶⁾。この α_2 相の形成に伴い著しく高強度化(著しい脆化も伴う)される^{47,48)}。この α_2 相の形成(500°C~600°C での低温時効)に際しては数時間の保持時間では形成されず、 α_2 相が明瞭に形成するためには 10 日間程度の長時間での保持時間を要する^{45, 49)}。本研究では、500°C-1h の短時間熱処理であることから、初析 α 相から α_2 相が形成されている可能性は極めて低い。実際、後述する通り TEM/STEM によりナノレベルまでの評価・解析を行っているが、時効熱処理後で初析 α 相において α_2 相由来の析出相・回折斑点は観察されないことから、図 3-3 で観察された 500°C 時効材での著しい高強度化は α' マルテンサイト領域での時効過程に伴う組織変化に起因していることが推察される。次節以降では、この α' マルテンサイト領域での低温(500°C) 時効過程での特異な組織変化に着眼する(950°CSTQ 材)。

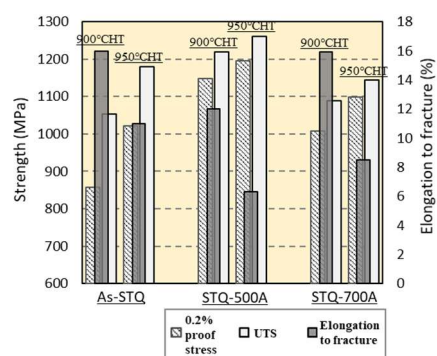


図 3-3 各種熱処理材の引張特性まとめ (文献 54)より改変・引用)

(2-3) TEM/STEM 組織解析

図 3-4 は 950°C で焼入れした Duplex ($\alpha+\alpha'$) 組織の TEM 明視野像を示しており、 α' マルテンサイト域にて微細なアシキュラー状組織を呈しており、ひずみコントラストも観察され多量の転位密度を呈していることが示唆される。実際に Su らは焼入れ後の α' マルテンサイトでは $39.7 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ の高転位密度を有していることを報告している⁵⁰⁾。ここでは図示していないものの、TEM-EDS の結果、SEM-EDS の結果と同様に α' マルテンサイト域では明瞭な V, Al の濃度分布は観察されていない。

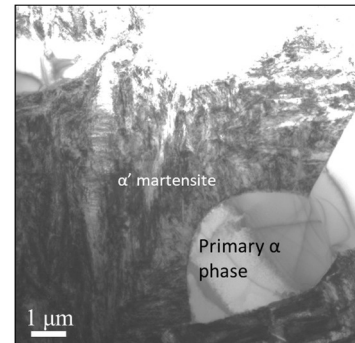


図 3-4 Duplex($\alpha+\alpha'$)組織 (950°C溶体化焼入れ材)の TEM 組織 (文献 54)より改変・引用)

500°C-1h の時効後で α' マルテンサイト域においてナノ解析から大きく 3 つの特徴ある組織域が観察され、それぞれのエリア・ドメインの特徴について報告する。まず図 3-5 に Area 1 として特徴的な組織形態について紹介する。 α' マルテンサイト域では粗大な α' バリエーションとその間にある微細な針状 α' が存在し(図 3-5)，時効後ではこの粗大な α' バリエーションの形態は維持されているのに対し、微細な α' 域においては形態がより不鮮明(図 3-5(a))になっている。この領域において EDS 分析した結果では、明瞭な V 濃度の分布が観察されておらず相分解が起きていないことを示唆している。この微細な α' 域に着眼して、1.4 μm 径で撮影した制限視野回折図形を図 3-5(b)に示している。これより HCP 由来の回折のみでリング状の回折図形を呈しており、興味深いことにこの

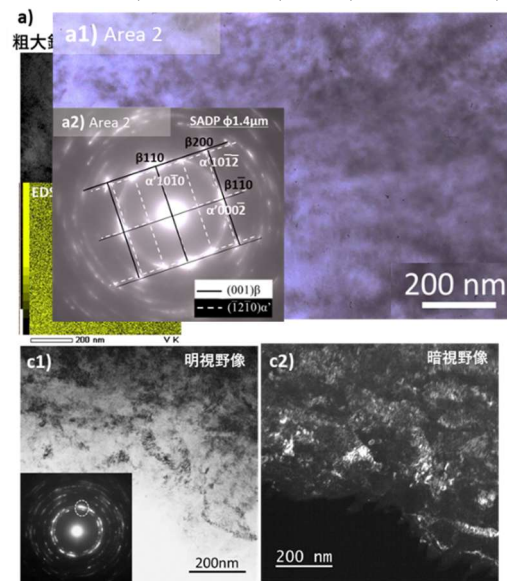


図 3-5 Duplex($\alpha+\alpha'$)組織 (950°C溶体化焼入れ材)での 500°C時効材 TEM 組織(Area 1) (文献 54)より改変・引用)

微細な α' 域においてはランダムな結晶方位を呈す微細な α' 粒で組織が構成されていることを示唆している。より高倍域で撮影した TEM 像を図 3-5(c1,c2)に示す。図 3-5(c2)は(c1)のリング状の電子線回折図形において白丸の領域での暗視野像を示している。これより微細な α' 域は 500°C 時効後に微細な等軸粒に変化していることが分かる。このように微細な α' 域での時効組織 Area 1 では、等軸微細粒化・ランダムな結晶配向化を特徴とする α' 組織を呈していることが分かる。では、なぜに Area 1 のような微細なランダム方位・等軸組織が形成されるのか、上述した通り焼入れ後の α' マルテンサイトでは多量の転位密度が蓄積され、低温時効過程で再結晶が促進した可能性が高い。実際、Su らは α' 域での転位密度($39.7 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$)が 550°C-16h の熱処理で転位密度は $4.2 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ までに低下することを報告している⁵⁰⁾。つまり、微細な α' 域においては再結晶を経て微細粒化され室温強度での強化に寄与したこ

とが推察される．一方で先述した通り，この Area 1 では明瞭な濃度分配が観察されておらず，核形成タイプではなく転位セルが再配列・回転する連続型の再結晶が支配的に起きている可能性が高いものの，微細化される要因は未だ不明なままである．

次に特徴的なドメイン形成として Area 2 の領域の特徴について紹介する．図 3-6 では Area 2 における TEM 明視野像とこの領域($\phi 1.4\mu\text{m}$)における制限視野電子線回折図形を示している．Area 1 と同様に等軸状での転位セル組織が観察されるものの Area 1 とは異なり，電子線回折図形にて α' (HCP)由来のリングパターンに加えて $[001]\beta$ 由来の β 相(BCC)の回折斑点も観察されることが分かる．つまり Area 2 では微細なランダム配向を呈す α' 粒に加え $[001]\beta$ が紙面に垂直方向に配向した β 粒の 2 相組織から構成していることを示している．この Area 2 では 500°Cの時効過程で平衡 β 相が相分解で生成しており，ランダム方位を呈す α' マルテンサイトから単一バリエーションで β 相が形成することを示唆している．ここでは図示していないものの，この Area 2 における TEM-EDS の結果，V および Al の溶質元素の濃度分配は観察されておらず， α'/β 変態において濃度分配(溶質元素拡散)を伴わない無拡散的な変態が起きていることを示唆している．またここでは図示していないものの XRD 解析の結果において $\{200\}\beta$ 由来のピークから，明らかに濃度分配が観察され $\alpha'/(\alpha + \beta)$ の相分解が起きている 600°C時効材および 700°C時効材と比較して 500°C時効材では格子定数が異なり，この結果からも 500°C時効(保持時間：1h)で形成する β 相では溶質元素の拡散を伴って形成されたものではないことが示唆される．

図 3-6 Duplex($\alpha + \alpha'$)組織 (950°C溶体化焼入れ材)での 500°C時効材 TEM 組織(Area 2) (文献 54)より改変・引用)

最後に特徴的なドメインとして Area 3 の特徴を紹介する．図 3-7 に Area 3 における STEM 像(明視野像，同視野での制限視野回折図形，暗視野像)および HREM 像を示している．この Area 3 でも Area 1,2 と同様に微細組織を呈している．一方で，この領域の電子回折図形から $\{100\}\beta$ のみの回折斑点が観察され，この Area 3 では β 単相であることが理解できる．暗視野像から Area 1,2 同様に微細な等軸粒組織(平均径：約 20nm)を呈していることが観察され，回折斑点では回転した様子がないことからこの Area 3 では低角粒界から構成する微細 β 粒

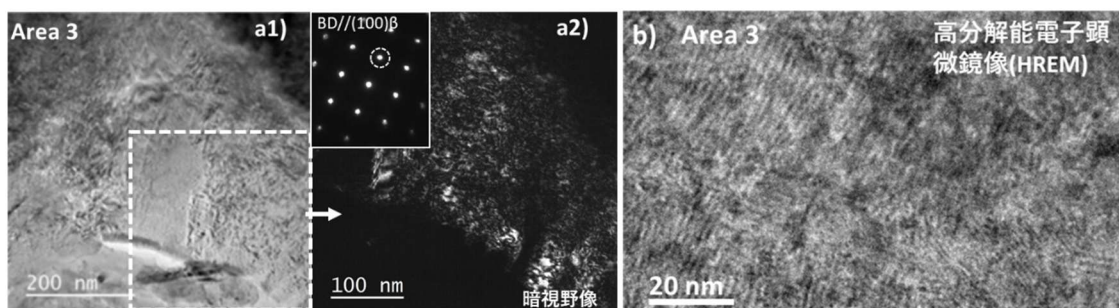


図 3-7 Duplex($\alpha + \alpha'$)組織 (950°C溶体化焼入れ材)での 500°C時効材 TEM 組織(Area 3) (文献 54)より改変・引用)

組織から構成されていることが理解できる．また HREM 像から多数のモアレ縞が観察され

このモアレ稿のサイズはおよそ 20nm 程度であり上述した等軸粒サイズと同様で、これが低角粒界で構成される β 粒を反映していると推察される。すなわち、Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織の α' 中における微細なバリエーション組織において、低温時効過程(500°C-1h)で Burgers の方位関係に従う 12 バリエーションの構成から、微細等軸化・ランダム方位化され、その後に無拡散的に β 変態が起きるものの、ここではランダム方位化された α' から単一方位の選択された β 粒(圧延面法線方位に $\{001\}\beta$ が平行)が形成される。このように、低温時効 (500°C-1h)により α' マルテンサイトにおける微細なバリエーション組織中においては 3 つの特異なドメイン(Area 1~3)が形成されることが明らかとなった。

(2-4) 低温熱処理に伴う α' マルテンサイトの相分解挙動

本研究で観察された Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織の低温時効過程(500°C-1h)における相分解過程についてまとめ、初析 α 相においては SRO および α_2 相の形成は確認されず、また α' マルテンサイトにおいても粗大な針状 α' においては形態および相変化は観察されない。他方で、微細な針状 α' においては以下のような組織変化・相変態挙動が観察された。

- ・ 相分解挙動 1) (本研究) : $\alpha'M$ (微細針状領域) $\rightarrow \alpha'M-RX$ (再結晶による微細等軸粒の形成) $\rightarrow \alpha'M-RX + \beta(BCC)$ (濃度分配を伴わない β 変態) $\rightarrow \beta_{\text{fine-subgrain}}$ (微細等軸状 β 粒形成)

ここでは、図 3-8 において本研究で観察された Duplex($\alpha+\alpha'$)組織からの 500C-1 h での時効組織変化について模式的にまとめる。ここでは、初析 α 粒については α_2 相の形成はなく、大きな相変化・析出挙動は観察されないものの、 $\alpha'M$ においては粗大な針状 α' バリエーションでは形状および相・組織に変化は観察されず、一方で微細 $\alpha'M$ 領域では先述したように特異的に 3 つのドメイン(Area 1, Area 2, Area 3)が形成されることを明らかとした。このように、Duplex($\alpha+\alpha'$)組織の低温時効組織においては、形態、構成相、およびマイクロ組織 (結晶粒・ドメイン)において階層的に不均一/不均質なマルチモーダル組織を呈していることが理解でき、この特異な組織形成が良好な延性を維持して高強度化された主因であることが推定できる。

次にこの相変態挙動(反応)についてこれまで報告されている $\alpha'M$ の低温時効と組織変化から代表的な相変態挙動について紹介する。ここでは以下の 3 つの報告されてる相変態挙動と比較する。

- ・ 相変態挙動 2) ⁵¹⁾: $\alpha'M \rightarrow \alpha+\beta \rightarrow \alpha+\beta_{\text{lean}}+\beta_{\text{rich}} \rightarrow \alpha+\alpha''+\beta_{\text{rich}}$, (Ti-64 合金, 550°C-4h).

この 2)の反応経路では、まず β 相が形成、その後にスピノーダル分解で β 安定化元素が希薄な β_{lean} 相と他方で濃化した β_{rich} 相に分解され、希薄な β_{lean} 相から α'' (Orthorhombic)が形成されることが報告されている。

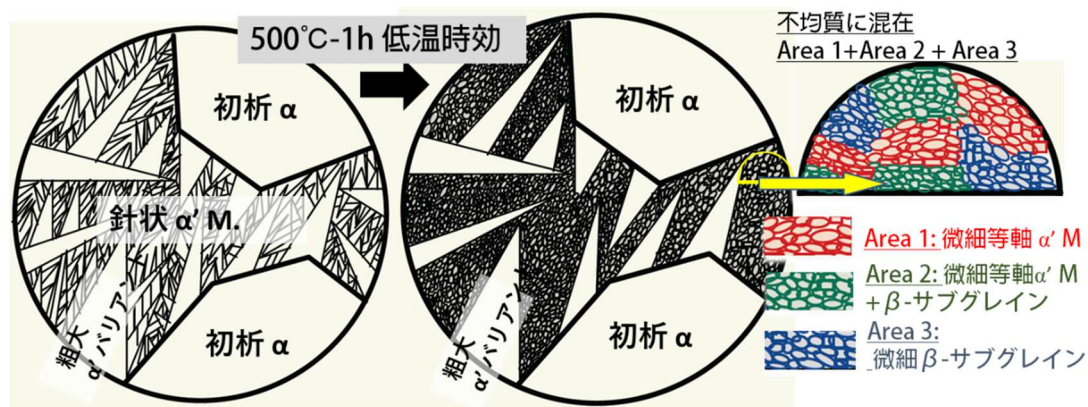


図 3-8 Duplex($\alpha + \alpha'$)組織 (950°C溶体化焼入れ材)での 500°C時効後の組織変化(模式図) (文献 54)より改変・引用)

- ・ 相変態挙動 3)⁵²⁾: $\alpha'M \rightarrow \alpha + \alpha_{HME} \rightarrow \alpha + \beta$ (Ti-64 合金, 480°C-8h).

3)の反応経路では、まずは拡散を伴う濃度分配の過程で平衡 α 相と β 安定化元素の高い HCP での α_{HME} が分離して、この α_{HME} から β 変態されることが示されている。特徴的な挙動として、 α' マルテンサイトから直接的に $\alpha + \beta$ へ相分解するのではなく、一端おなじ構造での分離が起き、 α_{HME} が生成する点にある。これは一見、スピノーダル分解のようにも見えるが 2)の反応では β 相でスピノーダル分解を起こしており、この点で異なるものである。一般に Ti 合金でスピノーダル分解は β 相で観察されることから 3)の反応はより特異なものであることが理解できる。

- ・ 相変態挙動 4)⁵³⁾: $\alpha'M + \beta \rightarrow (\alpha'M + \alpha\text{-nanoparticle} + \text{new } \beta \text{ nanoparticle}) + \beta$ (Ti-2.8Cr-4.5Zr-5.2Al 合金, 500°C-1h.)

4)の反応経路では、出発組織の段階で $\alpha'M + \beta$ の 2 相であり、これが他の反応とは異なるものである。ここでは、 $\alpha'M$ からナノオーダーでの微細 α 粒と微細 β 粒が形成されることが大きな特徴である。

本研究の反応 1)と比較すると、反応 3)4)では V および Cr などの β 安定元素の拡散を伴う組成分配が観察されており、反応 1)(本研究)とは異なる挙動である。一方で反応 2)においては $\alpha'M$ から過飽和 β が一旦生成し、続いて β 安定元素が分配、 β_{rich} 相と β_{lean} 相へのスピノーダル分解が起きている。この反応は、本研究で観測された反応 1)での $\alpha'M \rightarrow \alpha + \beta$ の過程で類似しているようにも推察されるが、反応 2)を示した文献 51) では EDS 分析などにより $\alpha'M$ から β 相への組成分配を起こしている結果が明示されておらず、同様かどうかは断定できない。加えて、この反応 2)での相分解過程では β 相がラメラ組織を呈しており [文献 29]、そのため超微細等軸 β 粒が形成される本研究の反応 1)の結果とは異なっている。他の反応と比較すると、反応 3)4)^{52,53)} では拡散を伴う溶質元素の濃度分配が起き、 $\alpha'M$ から平衡 α 相 (同じ HCP 構造) へのナノオーダーでの微細粒の析出が報告されている。この挙動自体は先述した本研究での Area 1 のドメインにおける $\alpha'M$ の微細化過程と類似しているとも言える。しかしながら、反応 1)(本研究)は上記した他の反応 2~4) のいずれにも合致してはおらず、微細な α' マルテンサイトの領域で特異に起きている挙動であ

ることが推察できる。勿論、これらの報告されているいずれの反応はどれも間違いではなく、 α M を起点とした低温時効での相変態挙動は準安定状態において極めて複雑で、統一的な理解が未だ得られていないことを示唆している。これについては要因がいくつか挙げられ、例えば本研究での Duplex ($\alpha+\alpha'$) 組織では α' において V がより enrich されており β 安定性が高い状況にあり、 α' マルテンサイト単相の状態での組成とは異なり、この組成の影響も強く関与する。また溶体化焼入れ処理や低温時効後の冷却速度も形成される組織・安定性に影響を及ぼす可能性もあり、上述したような報告毎で異なる分解反応では多くの因子を考慮する必要があることは言うまでもない。またこの得られた成果の詳細は文献 54) にて報告していることから、詳細はそちらを参照頂きたい。

以上の結果より、($\alpha+\beta$) 型 Ti 合金において Duplex ($\alpha+\alpha'$) 組織形成により高強度化・高延性化・高加工硬化性が達成され、また α/α' M 量比を制御することでも広範に強度・延性・加工硬化性が変化することも見出され、本研究ではその基礎的特性(構成相の機械的特性に及ぼす支配因子の推定、 α' M で作用する塑性機構 等)を明らかにすることが出来た。加えて、Duplex ($\alpha+\alpha'$) 組織において低温時効(500°C)を組合わせることで高延性を維持しながら高強度化されることも見出し、作用機構として微細なドメイン(先述した Area 1~3)の不均質な組織形成に起因することを明らかとしている(推定した)。

関連・参考文献

- 1) G. Lütjering, J.C. Williams, A. Gysler: Microstructure and mechanical properties of titanium alloys, Microstructure and properties of materials, ed. by J.C.M. Li (World Scientific 2000) 1-77.
- 2) P. Pushp, S.M. Dasharath, C. Arati: Materials Today: Proceedings 54 (2022) 537-542.
- 3) M. Peters, J. Hemptnenmacher, J. Kumpfert, C. Leyens: Structure and properties of titanium and titanium alloys, Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications, ed. by C. Leyens and M. Peters, (Wiley-VCH 2003) 1-36.
- 4) M.T. Jia, D.L. Zhang, B. Gabbitas, J.M. Liang, C. Kong: Scripta Materialia 107 (2015) 10-13.
- 5) X.P. Ren, H.Q. Li, H. Guo, F.L. Shen, C.X. Qin, E.T. Zhao, X.Y. Fang: Materials Science & Engineering A 817 (2021) 141384.
- 6) Y. Chong, T. Bhattacharjee, J. Yi, S. Zhao, N. Tsuji: Materialia 8 (2019) 100479.
- 7) R.R. Boyer: Materials Science and Engineering A 213 (1996) 103-114.
- 8) R.K. Gupta, C. Mathew, P. Ramkumar: Frontiers in Aerospace Engineering 1 (2015) 1-13.
- 9) Y. Chong, G. Deng, J. Yi, A. Shibata, N. Tsuji: Journal of Alloys and Compounds 811 (2019) 152040.
- 10) O. Dumas, L. Malet, B. Hary, F. Prima, S. Godet: Acta Materialia 205 (2021) 116530.
- 11) Q. Zhao, L. Bolzoni, Y. Chen, Y. Xu, R. Torrens, F. Yang: Journal of Materials Science & Technology 126 (2022) 22-43.
- 12) J. Wang, W. Xiao, Y. Fu, L. Ren, C. Ma: Progress in Natural Science: Materials International 32 (2022) 63-71.

- 13) Z. Wang, L. Liu, L. Zhang, J. Sheng, D. Wu, M. Yuan: *Materials Transactions* 2 (2019) 269-276
- 14) Z.W. Huang, P.L. Yong, H. Zhou, Y.S. Li: *Materials Science & Engineering A* 773 (2020) 138721.
- 15) Y. Chong, G. Deng, S. Gao, J. Yi, A. Shibata, N. Tsuji: *Scripta Materialia* 172 (2019) 77-82.
- 16) J.Y. Jung, J.K. Park, C.H. Chun, S.M. Her: *Materials Science and Engineering A* 220 (1996) 185-190.
- 17) H. Takebe, K. Ushioda: *Materials Transactions* 7 (2021) 952-961
- 18) H. Matsumoto, D. Tadokoro, I. Séchepée: *ISIJ International* 11 (2021) 2844-2854.
- 19) S. Cao, R. Chu, X. Zhou, K. Yang, Q. Jia, C.V.S. Lim, A. Huang, X. Wu: *Journal of Alloys and Compounds* 744 (2018) 357-363.
- 20) J. Su, X. Ji, J. Liu, J. Teng, F. Jiang, D. Fu, H. Zhang: *Journal of Materials Science & Technology* 107 (2022) 136-148.
- 21) H. Matsumoto, H. Yoneda, K. Sato, S. Kurosu, E. Maire, D. Fabregue, T.J. Konno, A. Chiba: *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 1512-1520.
- 22) T. Morita, K. Hatsuoka, T. Iizuka, K. Kawasaki: *Materials Transactions* 7 (2005) 1681-1686.
- 23) C. de Formanoir, G. Martin, F. Prima, S.Y.P. Allain, T. Dessolier, F. Sun, S. Vivès, B. Hary, Y. Bréchet, S. Godet: *Acta Materialia* 162 (2019) 149-162.
- 24) T. Shiraiwa, Y. Miyazawa, M. Enoki: *Materials Transactions* 2 (2018) 189-198
- 25) J. Syarif, Y.P. Detak, R. Ramli: *ISIJ International* 11 (2010) 1689-1694
- 26) S. Guo, J. Yu, X. Liu, C. Wang, Q. Jiang: *Computational Materials Science* 160 (2019) 95-104
- 27) S. Malinov, W. Sha, J.J. McKeown: *Computational Materials Science* 21 (2001) 375-394
- 28) J.S. Suh, B-C. Suh, S.E. Lee, J.H. Bae, B.G. Moon: *Journal of Materials Science & Technology* 107 (2022) 52-63
- 29) C. Dumortier, P. Leher: *ISIJ International* 10 (1999) 980-985
- 30) C. McElfresh, C. Roberts, S. He, S. Prihodko, J. Marian: *Computational Materials Science* 208 (2022) 111267
- 31) Z-L. Wang, T. Ogawa, Y. Adachi: *ISIJ International* 9 (2019) 1691-1694
- 32) S. Sun, D. Zhang, S. Palanisamy, Q. Liu, M.S. Dargusch: *Materials Science & Engineering A* 839 (2022) 142817.
- 33) J. C. Williams, R. Tagart and D. H. Polonis: *Metall. Trans.*, 1 (1970) 2265-2270.
- 34) I. Séchepée, P. Paulain, Y. Nagasaki, R. Tanaka¹, H. Matsumoto, V. Velay, *Mater. Trans.* 64 (2023) 111-120.
- 35) Irvin Séchepée, Paul Paulain, 長崎由佳, 田中莉久, 松本洋明, Vincent Velay, *日本金属学会誌*, 88 (2024) 375-384.
- 36) Irvin Séchepée, Louis Didon, Lucie Bajic, Hiroaki Matsumoto, *Mater. Charact.*, 2025 revision under review.
- 37) H. Li, D.E. Mason, T.R. Bieler, C.J. Boehlert, M.A. Crimp, *Acta Mater.* 61 (2013) 7555-7567.
- 38) L. Méric, P. Poubanne, G. Cailletaud, J. Eng. Mater. Technol. 113 (1991) 162-170.
- 39) M. Berveiller, A. Zaoui, J. Mech. Phys. Solids 26 (1979) 325-344.
- 40) H. Matsumoto, H. Yoneda, D. Fabregue, E. Maire, A. Chiba, F. Gejima, *J. Alloy. Comp.*, 509 (2011) 2684-2692.
- 41) Irvin Séchepée, Hiroaki Matsumoto, Vincent Velay, Enhanced tensile properties of a Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si alloy with duplex ($\alpha+\alpha'$) microstructure, *Proceedings of the 15th World Conference on Titanium*.
- 42) Irvin Séchepée, Hiroaki Matsumoto, Hugo Rousseaux, Vincent Velay, Vanessa Vidal, *Mechanics of Materials*,

revision under review (2025)

- 43) 川東鈴佳, 松本洋明, ($\alpha+\alpha'$)duplex 組織を呈す Ti-6Al-4V 合金の室温塑性と {13-41} 双晶, 日本金属学会 春期講演大会 東京都立大学 (2025)
- 44) P.C. Gehlin, in Proc. The Science Technology and Application of Titanium (Eds: R.I. Jaffee, N.E. Promisel), Pergamon Press, New York, NY, USA, (1970).
- 45) F.F. Dear, P. Kontis, B. Gault, J. Ilavsky, D. Rugg, D. Dye, Acta Mater. 212 (2021) 116811.
- 46) T.K.G. Nambodhiri, Mater. Sci. Eng. 57 (1983) 21-22.
- 47) G. Lütjering, S. Weissman, Acta Metall. 18 (1970) 785-795.
- 48) S. Hémery, P. Villechaise, Scripta Mater. 130 (2017) 157–160.
- 49) H. Wood, G.D.W. Smith, A. Cerezo, Mater. Sci. Eng. A250 (1998) 83-87.
- 50) J. Su, X. Ji, J. Liu, J. Teng, F. Jiang, D. Fu, H. Zhang, J. Mater. Sci. Tech. 107 (2022) 136-148.
- 51) L. Zeng, T.R. Bieler, Mater. Sci. Eng. A392 (2005) 403-414.
- 52) H. Wang, Q. Chao, H.S. Chen, Z.B. Chen, S. Primig, W. Fu, S.P. Ringer, X.Z. Liao, Acta Mater. 235 (2022) 118104.
- 53) C. Zhang, J. Zhang, X. Bao, J. Li, D. Zhang, G. Liu, J. Sun, Acta Mater. 263 (2024) 119540.
- 54) H. Matsumoto, T. Kiguchi, I. Séchepée, R. Yoshioka, Materialia, 39 (2025) 102348.

III 総括と今後の展望

本研究では、代表的な($\alpha+\beta$)型 Ti 合金として Ti-6Al-4V(Ti-64)および Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-Si(Ti-6242S))を代表合金として取扱い、多様な熱処理条件で Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を形成(α/α' 量比の調整, 初析 α 粒径の調整), 平衡な($\alpha+\beta$)組織と比較した強度・延性・塑性機構の差異・優位性を実験的および理論的(結晶塑性有限要素解析), 機械学習を援用したデータ駆動型アプローチから評価・解析した。

研究内容では以下の3つのテーマから α' M の基礎特性を明らかにした。

- ① 多様な組織形態を呈す($\alpha+\beta$)型 Ti 合金(Ti-6242S)における強度-延性バランス: 実験研究と機械学習を援用した組織因子の影響
- ② Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を呈す Ti 合金(Ti-6242S)の塑性機構: 初析 α 相の活動するすべり系・CRSS 比に及ぼす α' マルテンサイトの影響
- ③ Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織を起点とした組織制御: 強度・延性バランスを更に高度化する設計指針

得られた結果(総括)を下記に概説する。

多様な組織形態において各種組織因子・構成相の機械的特性(強度・延性・加工硬化性)に及ぼす影響を実験・機械学習の両面から解明し、機械学習を援用(様々なアルゴリズムを試用し最適なアルゴリズムを選択・機械学習を実施)することでより定量的に各種組織因子がどの程度特性に寄与するかを明らかにすることができた。これからも、Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織において特に延性・加工硬化性を著しく向上させることが定量的に示された。

また、Duplex ($\alpha+\alpha'$)組織における α' マルテンサイト(M)で発現する塑性機構を推定した。ここでは組織解析から直接的に作用機構を同定することが困難なため、初析 α 粒でのすべり線解析を実施・CRSS を同定して、その上で結晶塑性計算から α' M で発現する塑性機構を推定した。その結果、初析 α 相/ α' M の相量比に依存しても塑性機構が変化し、 α' M 量の増加に伴い $\langle c+a \rangle$ 転位の CRSS 値が増加しており、これは α' M 量の増加に伴い α' M における V 量が希薄化された組成の影響、および次に述べるように HCP の c 方向ではより $\{10\cdot11\}$ 双晶がより活動し易くなっていることに起因すると考えられる。一方でこの $\langle c+a \rangle$ 転位での α' M の CRSS 値は比較的小さく活動しやすい状況にあることも分かる。また、 α' M の分率が増加するに伴い $\{10\cdot11\}$ 双晶の CRSS 値が低下、より $\{10\cdot11\}$ 双晶が活動しやすくなっていることが分かった。このように、Duplex($\alpha+\alpha'$)組織において α' M で活動する塑性機構は組織的に評価する事が非常に困難ではあるものの(出発状態で既に多量の転位・ $\{10\cdot11\}$ 双晶が導入されている状態にある)、今回のような実験的なすべり線解析と結晶塑性解析(計算)の融合的なアプローチから α' M 由来で $\langle c+a \rangle$ 転位および $\{10\cdot11\}$ 双晶が活動し易い状況にあることが分かり、これが Duplex($\alpha+\alpha'$)組織において高延性化・高加工硬化性化する大きな要因となることが推察された。他方で、ここでは紙数の都合上および未公表(論文執筆中)の観点から、詳細は報告していないものの α' M の塑性機構について以下の内容も基礎的に見出しており、付記して報告する。上述した結果では活動する双晶系として $\{10\cdot11\}$ 双晶のみしか考

慮していないものの、初析 α 相/ α' M の相量比において初析 α 相の分率が増加するに伴い α' M 域においてはマルテンサイト変態で 12variants が形成されるのではなく、バリエーション選択が起こり隣接角度 63.26° の 3variants がクラスター化した形態を呈すようになる。この隣接角度の関係性ではちょうど {13-41} 双晶の関係と対応しており、塑性過程においてはこの {13-41} 双晶が活発に活動・いわゆるバリエーションの再配列が活性化されることを実験的に見出している[川東鈴佳, 松本洋明, ($\alpha+\alpha'$)duplex 組織を呈す Ti-6Al-4V 合金の室温塑性と {13-41} 双晶, 日本金属学会春期講演大会, 2025 年 3 月]。これが著しく加工硬化性が増加する主因となっていることを報告しており、先述した {10-11} 双晶ともに α' M において双晶が活発に活動することが高加工硬化性・高延性化する要因に強く寄与していることが理解できる。

最後に準安定相である α' M を起点とした低温時効特性に評価し、Duplex($\alpha+\alpha'$)組織の 500°C -1h 時効で良好な延性を維持して著しく高強度化されることを明らかにした。これは α' M 域においてとりわけ微細な針状 α' M の領域で下記のような相分解が起き、特異な 3 つのエリアが形成(Area 1~3)され、これが著しく高強度化される主因であると推察される。

- α' M (微細針状領域) $\rightarrow$ Area 1: α' M-RX (再結晶による微細等軸粒の形成) $\rightarrow$ Area 2: α' M-RX + β (BCC) (濃度分配を伴わない β 変態) $\rightarrow$ Area 3: $\beta_{\text{fine-subgrain}}$ (微細等軸状 β 粒形成)

以上より塑性加工性に乏しい Ti 合金において一般に加工性・靱性を改善するために β 相 (BCC)を生成、適切に相量比を制御したこれまでの概念から、 α' M を採り入れた高延性化・高加工硬化性化を実現する組織制御の可能性を見出した。ここで興味深いのは α' M はすべり系の数が限定される HCP 構造であるにも関わらず先述したような α' M に由来する双晶系 ()の活動が活性化されることで高強度化・高延性化・高加工硬化性化が協調的に実現できる点にある。加えて、先述したように低温時効を組み合わせることで微細粒な α' M 域で特異な組織変化を呈し(組織変化機構については引き続き評価・明らかにする必要がある), これが良好な延性を維持して高強度化に寄与することが明らかとなった。

今後の展望としては、この α' M の可能性(双晶の活動をより活性化させる)を最大限に発揮させるため、 α' M の双晶系の活動を活性化させる起源(おそらく相安定性に由来する特定の結晶面におけるフォノンのソフト化)を同定、それを最適化させる合金種・組成の選定が新たな研究戦略として挙げられる。将来的にも鋼の TRIP/TWIP に見習って、($\alpha+\beta$)型 Ti 合金においても α' M を起点とした TWIP の可能性と工業展開を図る。

IV 謝辞

本研究は、2022 年度に採択された公益社団法人軽金属奨学会課題研究からの助成により遂行されました。多大なるご支援に心より感謝を申し上げます。

本研究の遂行にあたり、研究室学生の Irvin Sechepee 君、吉岡遼太 君、長崎由佳 君、川東鈴佳 君の協力に厚く御礼いたします。また、結晶塑性解析(計算)においてはアルビ鉱山大学(フランス)の Vincent Velay 博士の協力を経て計算解析され、ここに謝意を表す。また、共同で TEM 観察頂いた熊本大学 木口賢紀教授に深く御礼申し上げます。