

# 研究助成報告書（中間・終了）

No.1

整理番号	2023-J-046	報告者氏名	竹元 嘉利
------	------------	-------	-------

研究課題名 析出誘起変形を利用した薄肉管製造法と強靭化の確立

<代表研究者> 機関名：岡山大学 職名：准教授 氏名：竹元 嘉利

<共同研究者> 機関名： 職名： 氏名：

機関名： 職名： 氏名：

機関名： 職名： 氏名：

機関名： 職名： 氏名：

<研究内容・成果等の要約>

高強度・高耐食性・軽量合金である Ti-10V-2Fe-3Al 合金は、少しでもひずみがある状況で熱処理を行うと、ひずみの方向に向かって自発的に形状変化が発現する。この現象を薄肉管製造に適用するための基礎的な研究を行った。

(1) 「形状進展を最大限引き出すための種々の条件」 形状進展を最大限に引き出すためには、合金板材に降伏前後のひずみを付与することが最も効果的で、塑性ひずみが増大すると形状進展現象は発現しなくなる。また、形状進展処理温度である 450°Cまでの加熱速度は遅いほど形状進展量が大きいことが分かった。

(2) 「円管形状を得るための初期ひずみの付与」 色々なジグを用いて形状変化挙動を調査したが、板材全体に均等なひずみを与えることが困難であり、たわみ曲線に準じた形状変化しか得られなかつた。そこで円管ジグにストリップを巻き付け固定することで、板材全体に均一ひずみを与えたまま 300°Cでの熱処理を行う拘束熱処理法を開発した。この方法によると拘束を解いた時点で SpringBack あるいは SpringGo が発現するが、引き続き 450°Cでの熱処理により自発的に円管状に形状進展する結果が得られた。

(3) 「形状進展処理後の機械特性の改善」 450°Cでの形状進展処理材は非常に脆いため、そのままで工学的には使用できないが、引き続き 600°Cでの熱処理を行うと、形状は変わらないが著しく靭性が回復し、AMS (航空宇宙用材料規格) で規定されている強度特性に匹敵する結果が得られた。

(4) 「レーザ-溶接に伴う機械特性調査」 各熱処理を施した薄板材の突合せ溶接を行い、その引張特性を調査した。その結果、溶接箇所は焼入れ材と同等の組織になることから強度は低下したが、溶接材に 600°Cでの強靭化熱処理を施すと、いずれの熱処理材も大幅に強度が上昇し AMS レベルに到達した。

<研究発表（口頭、ポスター、誌上別）>

### 口頭発表

- (1) 四宮大輝, 横田啓人, 竹元嘉利 : Ti-10V-2Fe-3Al 合金の形状進展メカニズムと熱処理に伴う韌性回復, 日本金属学会・日本鉄鋼協会 中国四国支部第 53 回「若手フォーラム」, 2023.12.13.
- (2) 四宮大輝, 石原大暉, 竹元嘉利 : Ti-10V-2Fe-3Al 合金の焼戻しに伴う機械特性変化, 日本金属学会中国四国支部 第 139 回 金属物性研究会, 2023.12.14.
- (3) 石原大暉, 横田啓人, 谷中勇太, 竹元 嘉利 : レーザー溶接した Ti-10V-2Fe-3Al 合金の機械特性に及ぼす初期組織の影響, 第 16 回軽金属学会中国四国支部講演大会, 2024.10.19.
- (4) 石原大暉, 横田啓人, 中島千拓, 竹元嘉利 : Ti-10V-2Fe-3Al 合金の形状進展現象を利用した円管の作製, 日本金属学会, 日本鉄鋼協会中国四国支部 第 140 回 金属物性研究会, 2024.12.23.
- (5) 横田啓人, 竹元嘉利 : Ti-10V-2Fe-3Al 合金の形状進展に及ぼす種々の条件の影響, 第 17 回軽金属学会中国四国支部講演大会, 2025.10.4.

### ポスター発表

- (1) 石原大暉, 四宮大輝, 横田 啓人, 竹元 嘉利 : Ti-10V-2Fe-3Al 合金の焼戻しに伴う形状変化及び機械的性質, 日本金属学会・日本鉄鋼協会中四国支部第 55 回若手フォーラム, 2024.2.10.
- (2) 横田啓人, 中島千拓, 竹元嘉利 : Ti-10V-2Fe-3Al 合金の自発変形に及ぼす加熱速度の影響, 日本金属学会・日本鉄鋼協会中国四国支部 第 58 回若手フォーラム, 2025.2.15.

### 学術論文

- (1) 竹元嘉利, 四宮大輝, 石原大暉, 横田啓人, 荒川仁太 : Ti-10V-2Fe-3Al 合金の逆形状記憶効果と韌性回復, 日本金属学会誌, **88** (2024), 239–244.
- (2) 竹元嘉利, 野島康平, 森田洸希, 戸窓悠策, 鈴木雄基, 荒川仁太, 清水一郎 : Ti-10Mo-7Al 合金の等温  $\alpha''_{iso}$  の生成と  $\alpha$  相変態, 日本金属学会誌, **89** (2025), 11 月号掲載決定.

＜研究の目的、経過、結果、考察（5000字程度、中間報告は2000字程度）＞

Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-1023 と略記) 合金はわずかな負荷を与えた状態で加熱すると、負荷方向に自発的な形状変化が起こる。この形状変形量に及ぼす種々の条件について調査を行うとともに、形状進展後の機械的性質と強靭化のための熱処理法を検討することを目的とした。真空中 1050°Cで溶体化処理後、氷水中にて焼き入れ (STQ) を行い出発材料とした。

### (1) 「形状進展を最大限引き出すための種々の条件」

Ti-1023 合金の STQ 材から  $36 \times 2 \times 0.2$  (mm) のストリップを作製し、図 1 に示す片持ちジグを用いて、たわみ  $\delta=5\text{mm}$  ( $\varepsilon_{\text{max}}=0.36\%$ ) を付与したまま、3 種類の加熱速度で 450°Cまで昇温・30 分間保持後の形状進展を調査した結果、形状進展量は加熱速度が遅いほど形状進展量は大きくなることが分かった。

同一ジグ ( $\delta=5\text{mm}$ ) を用いてストリップの板厚 (0.2~1.0 mm) の影響を調査した結果を図 2 に示す。形状進展量は板厚 0.3mm ( $\varepsilon_{\text{max}}=0.54\%$ ) で最大となり、板厚の増加 (塑性ひずみの増加) とともに減少することが分かった。引張試験から STQ 材の降伏点におけるひずみは約 0.4% であり、その前後のひずみを付与することで、形状進展量は最大になるといえる。また、ここで図には示さないが、STQ 材を 5% の冷間圧延したストリップでは、形状進展は全く現れなかった。つまり転位などの欠陥は形状進展現象を阻害することが明白となった。

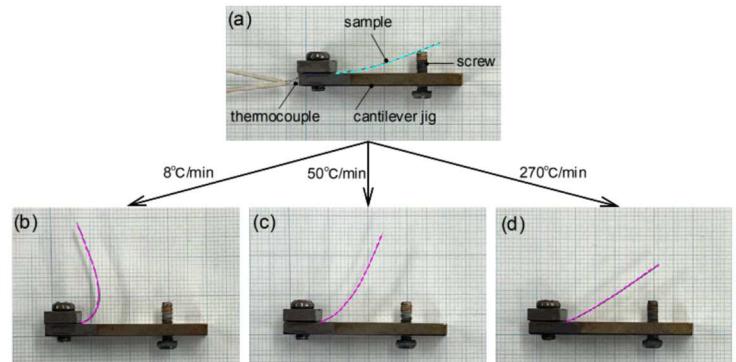


図 1 片持ち梁状態のまま 3 種の加熱速度で 450°Cまで昇温し、30 分間保持した Ti-1023 合金の自発形状進展。 (a)昇温前, (b)加熱速度 8°C/min, (c) 50°C/min, (d) 270°C/min.

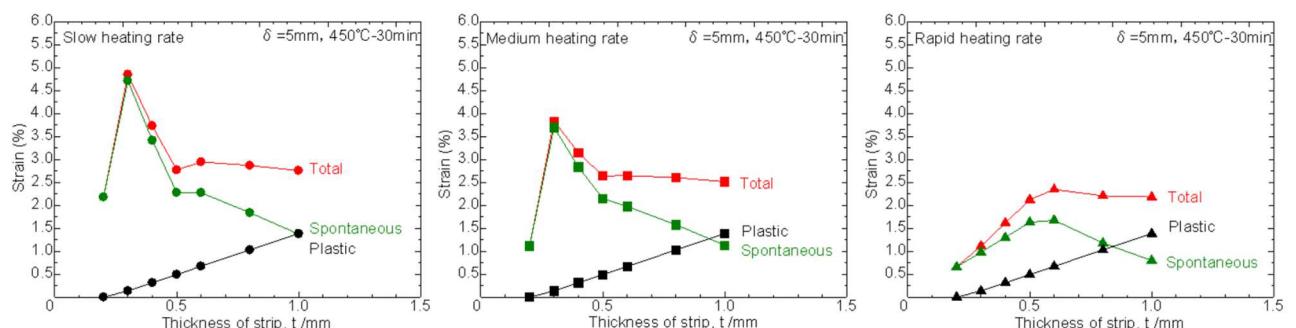


図 2 形状進展量に及ぼすストリップ板厚と加熱速度の影響。左から加熱速度 8°C/min, 50°C/min, 270°C/min.

### (2) 「円管形状を得るための初期ひずみの付与」

形状進展現象を利用して、最終的には高強度薄肉管の製造を目指すため、色々なジグを用いて形状変化挙動を調査した。しかし、ストリップ全体に均等なひずみを付与することが困難であるため、どうしてもたわみ曲線に準じた形状変化しか得られなかった。そこで目標管径 (約  $\phi 10$ ) より大きめの円管の外周にストリップを巻き付けることで、ストリップ全体に均一なひずみを与えたまま低温 (300°C) で熱処理を行う拘束熱処理法を開発した。実験には  $36 \times 2 \times 0.2$  (mm) のストリップを、 $\phi 16, \phi 25, \phi 40, \phi 90$  の円管ジグに巻き付けることで、それぞれ  $\varepsilon=1.25\%, 0.80\%, 0.50\%, 0.22\%$  の均一ひずみを与え、300°Cの塩浴で 1~30 分間の拘束熱処理を施した。拘束を解いたのち 450°Cの大気炉にストリップを挿入し 30 分間の形状進展調査を行った。なお、拘束熱処理の加熱速度は約

270°C/min、形状進展処理における加熱速度は約50°C/minであった。拘束熱処理後のストリップは、弾性ひずみが回復する SpringBack によって円管ジグ径より大きくなることが一般的であるが、拘束ひずみが大きく（円管径の小さいジグ）、拘束熱処理時間が長いと、円管ジグ径より小さくなる SpringGo が現れた。この現象については全く予想していなかったので今後の調査対象とする。引き続き 450°C-30 分間の形状進展処理では最大 1.2%までの自発ひずみが得られた。図 3 は  $\phi 25$  の円管ジグ ( $\varepsilon=0.80\%$ ) で 300°C-30 分間の拘束熱処理したストリップを、450°Cの大気炉で形状進展処理中の様子を示す。0 分の写真は大気炉に挿入直後のストリップ形状で、拘束熱処理により  $\varepsilon=0.80\% \rightarrow 0.95\%$ までの SpringGo が現れたものであるが、均一なひずみ付与に成功している。約 4 分で円管形状にまで進展したが、5 分以降はほとんど変化しなかった。

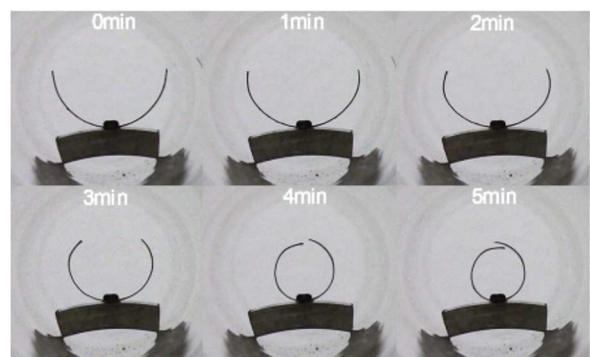


図3  $\phi 25$  の円管ジグ ( $\varepsilon=0.80\%$ ) で 300°C-30 分間拘束熱処理後、450°Cで形状進展中の様子。

### (3) 「形状進展処理後の機械特性の改善」

450°Cでの形状進展処理を行うと材料が非常に脆くなるため、機械的性質を改善する熱処理法について調査した。出発材である Ti-1023 合金の STQ 材は、bcc 構造の  $\beta$  相と、焼き入れによって形成される斜方晶  $\alpha''$  マルテンサイトから構成され、約 270Hv の硬さを有した。

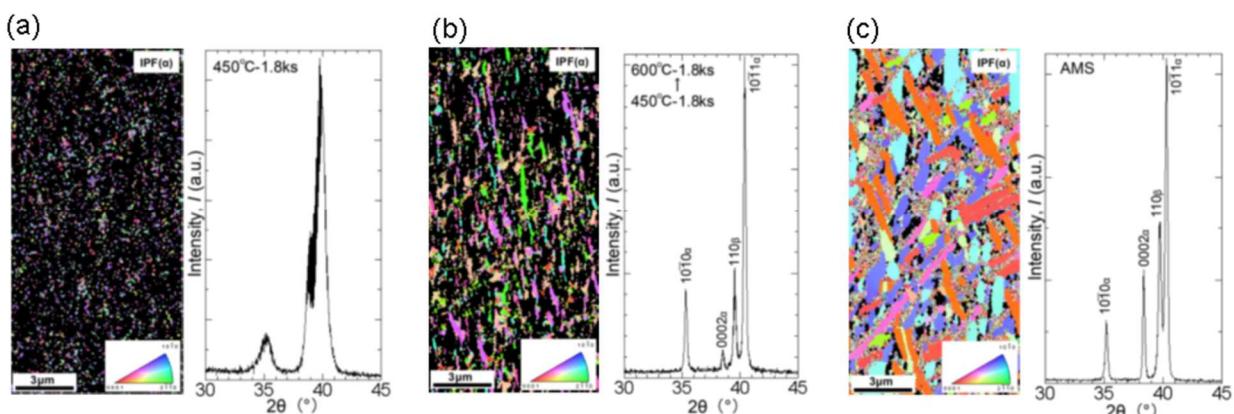


図4 各種熱処理に伴う逆極点図マップと XRD プロファイル。 (a) 450°C-30 分の形状進展処理材、(b) 600°C-30 分の追加熱処理材、(c) AMS 規定熱処理材。

図4は各熱処理に伴う組織変化を走査型電子顕微鏡-電子線後方散乱回折 (SEM-EBSD) とエックス線回折 (XRD) によって調査した結果を示す。(a)は形状進展処理に相当する 450°C-30 分処理後の組織で、非常に微細な hcp 構造の  $\alpha$  相が析出したため、ブロードな XRD パターンとなった。この熱処理材は約 420Hv の硬さを有し、非常に脆いことが特徴である。そこで、引き続き 600°Cで 30 分の熱処理を追加した結果を(b)に示す。 $\alpha$  相は約 0.2μm 幅を持つ針状に成長するとともに XRD パターンはシャープになり、硬さは 342Hv まで低下した。(c)は比較材として AMS (航空宇宙用材料規格) で規定されている熱処理材の微細組織で、幅が 0.6 μm 程度の  $\alpha$  相が約 86%の体積分率で析出していた。

図5は各種熱処理材の引張曲線を示す。STQ 材は良好な延性を示すが、拘束熱処理に相当する 300°C-3 分処理材では Ti 合金に特有の時効  $\omega$  相の生成により著しく脆化した。一方、形状進展処理に相当する 450°C-30 分処理材も非常に微細な  $\alpha$  相の析出によって脆化した。しかし、600°C-30 分の追加熱処理を施すと、 $\alpha$  相が成長するため AMS 材に匹敵する強度と延性が発現した。また、450°Cで形状進展後の試験片形状は、600°Cの追加熱処理によってほとんど変化しないことが明らかとなり、造形後に 600°C-30 分の強靱化熱処理を施すことが有効であると考えられる。

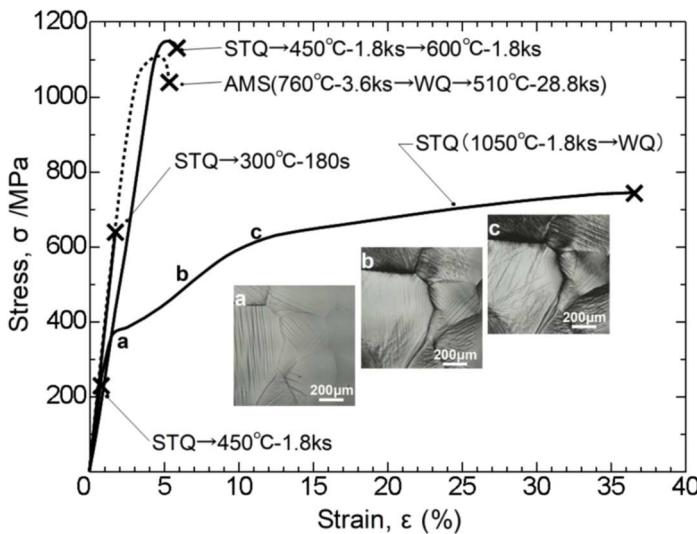


図5 各種熱処理材の引張挙動。

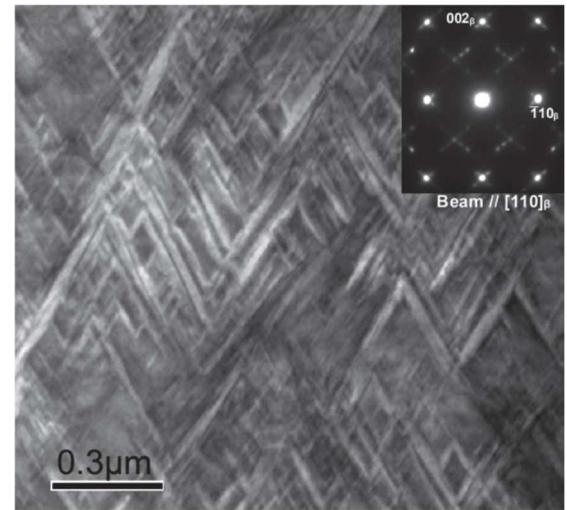


図6 450°C-30分処理材の微細α相。

図4(a)と(b)の組織はいずれも $\alpha+\beta$ で構成されているが、引張挙動に大きな違いが見られた。特に図4(a)の $\alpha$ 相は微細すぎて形態がよく分からなかったため、透過型電子顕微鏡(TEM)観察を行った結果を図6に示す。幅は約0.02 μmの針状 $\alpha$ 相で、強靱化処理材の $\alpha$ 相(図4(b))より1桁小さいことが著しい脆化をもたらすと考えられる。

#### (4) 「レーザー溶接に伴う機械特性調査」

図3のような形状進展現象を利用した造形後、造管には溶接が必要となる。そこで各種熱処理を施した薄板材(0.3mm厚)の突合せ溶接をAr気流中でYAGレーザーにより行い、その引張特性と微細組織を調査した。溶接による熱影響層は約1mm幅を有し、いずれの試験片も溶接部はSTQ材と同程度の硬さであった。つまり、溶接により溶融→固化→急冷されるため、STQ材と同じ組織で同じ特性になったと考えられる。溶接ラインと直交する方向に引張試験を行った結果を図7に示す。溶接まま材(As-welded)はいずれも700MPa程度の引張強度であったが、これに600°C-30分の追加熱処理を施すと、AMSの強度レベルにまで到達した。

#### まとめ

以上の結果、形状進展現象を利用した高強度薄肉管の作製には、次のプロセスが利用できる。  
 ①板厚が約0.3mmのTi-1023合金薄板を円管に巻き付けることで均一なひずみを付与し、②300°Cで拘束加熱を行う。③拘束を解き、450°Cで形状進展現象を発現させ円管状にする。④レーザ溶接により造管後、⑤600°Cで強靱化処理を行う。

その他、拘束加熱に伴うSpringGo現象や負熱線膨張挙動の発現など、付加的に新たな機能の可能性も見えてきました。これもひとえに、本研究にご支援を賜りました泉科学技術振興財団様のご助力の賜物であり、深く感謝申し上げます。

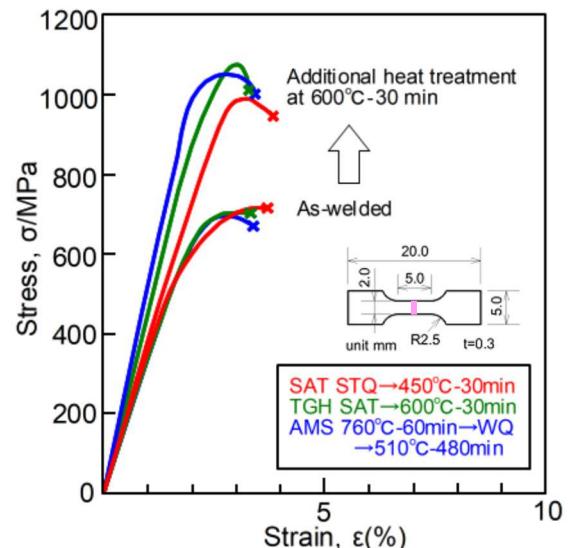


図7 各種熱処理材の突合せYAGレーザ溶接材の引張挙動。SAT；形状進展熱処理材、TGH；強靱化熱処理材、AMS；AMS規定処理材。