

論文内容要旨 (和文)

平成 14 年度入学 大学院博士後期課程

物質生産工学専攻 材料物理工学講座

学生番号 02522210

氏 名 Nur Ismarrubie Zahari



論文題目 A Microstructural Study of Fatigue Damage Mechanisms in Titanium

(チタニウムの疲労損傷機構に関する微構造的研究)

工業用材料は、それぞれ異なった方向性の原子配列をもつ結晶粒が多数集まって構成されている集合体である。材料全体が示す巨視的挙動は、結晶粒集合体（多結晶体）としての総合的結果である。多結晶体材料内では隣接結晶粒相互間の干渉が働くために、個々の結晶粒は外力の作用に対して非常に複雑な条件下に置かれている。巨視的現象の追求だけで、疲労損傷のような結晶粒の局所的領域に発生する現象の本質に触れることは不可能である。材料の構成要素である個々の結晶粒が外力に対してどのような挙動を示すかを明らかにするような微視的見地に立つ基礎研究が必要とされる。現象の本質究明には、できるだけ平易な条件下で問題の本質を抽出し、そして許される範囲内で簡単な考え方により現象を把握することが肝要である。その結果を実際の工業用材料の問題についての理解へ結びつける方法が、問題解決への最も有効なアプローチの研究手法であると考えられる。また、‘疲労損傷に関連する諸現象は材料表面を構成する結晶粒内の局所的現象である’との従来の研究結果は、この種の研究には必然的に表面の挙動を的確に追跡できる方法を用いなければならないことを示唆している。

本研究は、チタニウム材の疲労損傷機構を組織学的並びに結晶学的見地に立ち、微視的と巨視的の両面から解明しようとするものである。供試材には市販の工業用純チタニウムとチタニウム合金の厚さ 0.5 mm の薄板材を用い、大気中並びに不活性環境中で繰返し平面曲げ疲労試験を実施した。不活性試験環境は、疲労変形下で試験片表面に現れる新生面への酸化皮膜形成を避けるためである。疲労き裂先端及び周辺の微構造解析を光学顕微鏡と電子顕微鏡により行った。特に、試験片表面の疲労損傷形態と内部組織を関連づけるため、TEM 実物薄膜を試験片表面の SEM 観察と同一領域から作製した。本論文は、序章、本論 7 章及び総括より構成されている。

序章では、金属材料の疲労研究の現状と問題点を論じ、本研究の意義並びに目的を記述した。本論第 1 章には、従来の研究結果の概要と本研究との関連性について述べた。第 2 章は、繰返し荷重作用下での活動結晶系の同定に、本実験で用いた手法の骨子を纏めたものである。第 3 章では、純チタニウム焼なまし材の大気中における疲労損傷について記述した。疲労強度特性曲線には焼なまし集合組織に起因する結晶学的異方性が存在すること、主な疲労変形組織形態は直線的な粗いすべり帯と双晶変形跡であることを明らかにした。また、すべり系や双晶系には該当しない $\{1120\}$ 面への微小き裂形成も観察された。TEM 直接観察によれば、 $\{1010\}$ 面すべり帯と $\{1121\}$ 双晶帯を形成する帯状転位組織が認められた。疲労試験過程中的試験片温度上昇は、検知されなかった。第 4 章には、純チタニウム焼なまし材の真空中 (1.3×10^{-3} Pa) における結果を記述した。本材料も、他の金属材料と同様、真空中の方が大気中よりも高い疲労強度特性曲線を示した。試験片表面と内部の顕微鏡組織観察の結果では、残存すべり帯 (PSBs) が結晶粒内に均一に形成され、活動すべり系に

は主すべり系 $\{1010\}\langle 1120\rangle$ のほかに2次すべり系 $(0001)\langle 1120\rangle$ も認められた。一方、変形双晶帯は認められなかった。内部発熱現象に起因する疲労試験過程での試験片温度上昇を測定・検知した。真空中における疲労損傷機構を、活動すべり系の臨界分解せん断応力の温度依存性の考え方に基づき、内部発熱現象との関係において考察した。すべり帯微小き裂形成機構に対して、多重の主すべり系 $\{1010\}\langle 1120\rangle$ 活動に基づく転位反応モデルを提唱した。第5章では、焼なまし材のArガス雰囲気中における疲労試験結果について述べた。疲労強度特性は、真空中と大気中の間で、大気中に近く位置した。真空中と比較して、個々の結晶粒内の疲労変形様相は変形の強さ(intensity)の度合いが低く、また、変形双晶帯の形成が観察された。全体的なき裂進展形態は、粒内型と粒界型の混合モードを呈したが、Arガス中では粒界型なき裂進展形態が他よりも顕著に観察された。TEM観察では、Arガスの原子/分子が結晶粒界拡散を経て材料内部に侵入し、粒界接合強度劣化の誘因となることを示唆する実験的証拠を示した。疲労試験中の試験片温度上昇は認められたが、真空中ほど顕著ではなかった。第6章は、冷間圧延材の大気中と真空中における疲労試験結果を纏めたものである。疲労挙動に及ぼす不活性環境効果は、総体的には冷間圧延材の場合も焼なまし材と同様であった。冷間圧延材の特徴は、疲労き裂進展挙動に既存の変形双晶が密接に関与し、疲労強度異方性は圧延集合組織に基づく双結晶モデルで説明できることを示した。き裂進展経路は既存の双晶界面に沿う傾向が強く、き裂は微視的には双晶面 $\{1012\}$ と $\{112n\}(n=1\sim 4)$ に沿ってジグザグに進展した。また、疲労損傷の発達は、繰返し応力作用下における既存双晶の微細化や逆双晶形成の現象と密接に関係することを示した。第7章は、Ti-15-3合金の疲労破壊機構に及ぼす熱処理効果を検証したものである。溶体化処理材では、疲労き裂は個々の結晶粒方位に依存して結晶学的粒内型進展形態を示した。一方、溶体化後時効処理材では α -析出相が粒内に一様に分布してき裂進展に関与するため、き裂進展形態は複雑で非結晶学的粒内型形態を示すことを明らかにした。最後は、本論文の総括である。

論文内容主旨 (英文)

平成 14 年度入 学大学院博士後期課程

物質生産工学専攻 材料物理工学講座

学生番号 02522210

氏 名 Nur Ismarrubie Zahari



論文題目 A Microstructural Study of Fatigue Damage Mechanisms in Titanium

On the basis of the concept that polycrystalline materials consist of the aggregate of grains that atoms are in orderly sequence and that metal failures originate microscopically from lattice defects, the present study was conducted to clarify the fatigue damage micromechanisms in titanium from the microstructural and crystallographic viewpoints. Thin plate specimens were tested on pure titanium in alternating plane bending in air and inert atmospheres to investigate the environmental effects on fatigue micromechanisms. Microstructural examinations were performed in the frontal zone and the process zone wake of a main fatigue crack through optical microscope, scanning and transmission electron microscope techniques.

In air, annealed pure titanium specimens significantly exhibited anisotropy in fatigue strength and their fatigue behavior was characterized by both coarse slip bands and mechanical twinning. Fatigue properties in inert environments were favorably compared with those in air and were much greater in vacuum than in argon gas. Microstructural examinations disclosed that fatigue damage was distinguished between the testing atmospheres: in vacuum homogeneous slip bands were uniformly formed and cracks propagated in transgranular mode, but both in argon gas and in air twin systems as well as slip ones were activated. It was demonstrated that slip-bands cracking occurred at the junction of the intersecting slip bands developed on the $\{10\bar{1}0\}$ planes during cyclic stressing in vacuum. A dislocation model was proposed for the slip bands cracking. It was characteristic of the intergranular mode of fatigue crack propagation in argon gas, meaning that grain boundaries were subjected to selective damage in argon gas. It was concluded that a key factor to control fatigue damage mechanisms was internal heating due to cyclic stressing in vacuum and molecular gas penetration into grain boundaries in argon gas. Pre-existing twins played an important role in crack propagation in cold rolled titanium, and heat treatments prior to fatigue testing profoundly affected the fatigue behavior in titanium alloys.

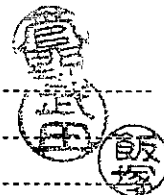
学位論文の審査及び最終試験の結果の要旨

平成 17 年 2 月 18 日

理工学研究科長 殿

課程博士論文審査委員会

主査 菅野 幹 男
副査 武田 武 信
副査 飯塚 博
副査
副査



学位論文の審査及び最終試験の結果を下記のとおり報告します。

記

1. 論文申請者

専攻名 物質生産工学 専攻
氏名 Nur Ismarrubie Zahari

2. 論文題目 (外国語の場合は、その和訳を併記すること。)

A Microstructural Study of Fatigue Damage Mechanisms in Titanium

(チタニウムの疲労損傷機構に関する微構造的研究所)

3. 学位論文公聴会

開催日 平成 17 年 2 月 2 日
場所 工学部 6 号館 6・605 号室

4. 審査年月日

論文審査 平成 17 年 1 月 26 日 ~ 平成 17 年 2 月 10 日
最終試験 平成 17 年 2 月 15 日 ~ 平成 17 年 2 月 16 日

5. 学位論文の審査及び最終試験結果 (「合格」・「不合格」で記入すること。)

(1) 学位論文審査 合格
(2) 最終試験 合格

6. 学位論文の審査結果の要旨 (1,200 字程度)

別紙のとおり

7. 最終試験の結果の要旨

別紙のとおり

専攻名	物質生産工学	氏名	Nur Ismarrubie Zahari
学位論文の審査結果の要旨			
<p>本論文は、チタニウム材の疲労損傷機構を組織学的並びに結晶学的見地に立ち、微視的と巨視的の両面から解明することを目的としている。供試材には市販の工業用純チタニウムとチタニウム合金の厚さ 0.5 mm の薄板材を用い、疲労試験を真空中と不活性ガス環境下で実施している。疲労き裂先端及び周辺の微構造解析を光学顕微鏡と電子顕微鏡との観察により行ったものである。特に、試験片表面の疲労損傷形態と内部組織を直接関連づけるため、TEM 実物薄膜を試験片表面の SEM 観察と同一領域から作製する独自の技法を採用している。</p>			
<p>論文は、序論、第 1～7 章と総括から構成されており、その要旨は次のとおりである。</p>			
<p>序章では、金属材料の疲労研究の現状と問題点を論じ、本研究の意義並びに目的を記述している。本論第 1 章は、従来の研究結果の概要と本研究との関連性についての記述である。第 2 章は、繰返し荷重作用下での活動結晶系の同定に、本実験で用いた手法の骨子を纏めたものである。第 3 章は、純チタニウム焼なまし材の大気中における疲労損傷についての記述である。主な疲労変形組織形態は直線的な粗いすべり帯と双晶変形跡であること、すべり系や双晶系には該当しない{1120}面への微小き裂形成を明らかにしている。TEM 直接観察によっては、{1010}面すべり帯と{1121} 双晶帯を形成する帯状転位組織が主であることを例示している。第 4 章には、純チタニウム焼なまし材の真空中 (1.3×10^{-3} Pa) における結果を記述している。内部発熱現象に起因する疲労試験過程での試験片温度上昇の重要性を指摘し、真空中における疲労損傷機構を内部発熱現象との関係において考察している。すべり帯微小き裂形成機構に対して、多重の主すべり系{1010}<1120>活動に基づく転位反応モデルを提唱している。第 5 章は、焼なまし材の Ar ガス雰囲気中における疲労試験結果についての記述である。個々の結晶粒内の疲労変形様相は、真空中よりも大気中の様相と類似することを明らかにした。Ar ガス中では、粒界型き裂進展形態が顕著であることを指摘し、この現象を TEM 観察による Ar 原子/分子の結晶粒界拡散が誘発する粒界接合強度劣化に起因することを実験的に立証している。第 6 章は、冷間圧延材の大気中と真空中における疲労試験結果を纏めたものである。疲労損傷の発達は、繰返し応力作用下における既存双晶の微細化や逆双晶形成の現象と密接に関係することを実証した。第 7 章は、Ti-15-3 合金の疲労破壊機構に及ぼす熱処理効果を検証したものである。溶体化処理材では疲労き裂は個々の結晶粒方位に依存して結晶学的粒内型進展形態を示すのに対して、溶体化後時効処理材では粒内に一様に分布する α-析出相がき裂進展に関与するため、非結晶学的粒内型形態を示すことを明らかにしている。最後は、本論文の総括である。研究成果は、国際学術論文誌に 3 編が掲載されている。</p>			
<p>以上のように本論文は、チタニウム材の疲労損傷機構に及ぼす影響因子を解析し、疲労破壊現象の本質解明に有用な知見と指針を与えている。</p>			
<p>したがって、本論文は工学上、工業上貢献するところが大きいので、博士（工学）論文として価値あるものと認め、合格と判定する。</p>			
最終試験の結果の要旨			
<p>博士論文公聴会における研究内容と関連事項に関する質疑応答及び個別面接試問に基づき審査を行った結果、論文内容、関連の基礎的学力並びに語学力等について博士（工学）の学位に必要なとされる基準を充たしているものと認め、合格と判定する。</p>			