

高温塑性加工によるTi-Al系金属間化合物の組織制御

福富洋志*

ABSTRACT

In order to control the spatial distribution of the $\alpha_2 + \gamma$ lamellar microstructure in the Ti-Al alloys, several processes consisting of the high-temperature deformation in α single phase region, and the annealing and deformation in $\alpha_2 + \gamma$ region were examined. Dynamic recrystallization occurred at the compressive deformation in the α single phase region. The uniaxial compression resulted in the formation of a fiber texture. The maximum pole density for the compression plane appeared about 35 degrees away from the (0001) of the α_2 phase. The heat treatment in the two phase region generated the lamellar microstructure with an orientation distribution in accordance with the texture formed in the α region. The compressive deformation in the two phase region brought about the rotation of the lamellae. The lamellar interface is located almost parallel to the compression plane after the deformation of about -0.8 in true strain.

緒言

Ti-Al 系金属間化合物は 15 年ほど前から既存の超合金を凌ぐ性能の新しい高比強度高温構造材料として注目され、全世界で実用化するための研究が進められてきた[1]。しかし、常温付近での延性を向上させる手段が確立できぬことが障害となり、乗用車エンジンのターボチャージャーへの利用が最近始まったものの、未だに本格的な利用に至っていないのが現状である。延性改善のためになされた様々な試みの結果、 α_2 相と γ 相からなる二相の層状組織であるラメラ組織の配向制御が高温強度を損なうことなく常温での延性、靱性を向上させられる方法として有効であることが分かった[2]、[3]。しかし、この成果は一方向凝固法により製造された特殊な試料を用いて得られたもので、需要の最も多いと考えられる板材のラメラ組織の配向を制御するためには新しい方法を開発する必要がある。

金属・合金については組織の配向を制御する様々な方法が既に開発されている。しかし、その方法の多くは常温での加工に基礎をおいており、常温延性の改善が課題である金属間化合物の制御に適用できる手法は見あたらない。そこで、本研究では α 相での高温加工による集合組織制御とそれに続くラメラ組織化の二つの要素から構成される方法による配向制御の可能性を検討した。

実験方法

非消耗電極式アーク溶解法により Ti-41mol%Al を溶製した。機械加工と放電加工により ϕ 10mm x 12mm の試験片を切り出し、電解研磨を施してから 1473K で 86.4ks 均質化処理した。試験にはインストロン型試験機を使用し、真空中で圧縮試験を行った。試験温度は 1473K から 1573K、歪み速度は $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ および $5.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の 3 種である。所定の歪みまで圧縮変形した後、加工組織を調査する場合には除荷、炉冷、ラメラ組織化する場合には 1323K で 3.6ks 保持した後炉冷した。さらに本研究ではラメラ組織の状態加工し、異相間の変形拘束を利用したラメラ組織の配向制御の可能性をも調べた。この場合の変形は 1323K で行った。このようにして作製した

試料の板厚の中心部を機械研磨と電解研磨で取り出し、光学顕微鏡ならびに走査型電子顕微鏡による組織観察、Schulz の反射法による集合組織測定に供した。使用した X 線は Cu の K α である。集合組織は正極点図ならびに結晶方位分布関数を決定して描いた逆極点図により評価した。

配向制御の原理

図 1 は Ti-Al 系平衡状態図を示したものである。ラメラ組織は図中に示した①の領域から②へ冷却する過程で形成される。①は稠密六方構造の α 単相の領域で、冷却過程で α_2 相 (Ti $_3$ Al) へ規則化すると共に L1 $_0$ 構造の γ 相 (TiAl) を Blackburn の関係とよばれる (1)、(2) の晶癖関係にしたがって析出する[4]。ラメラ組織の界面は α 相では (0001)、 γ 相では {111} であるので、ラメラ組織の配向を制御する鍵は、第一義的には如何にして先鋭な集合組織を有する α 単相状態を実現するかにある。このための手法として本研究では α 単相状態での加工を採用した。図 2 はこの制御プロセスを模式的に示したものである。

$$(0001)_\alpha // \{111\}_\gamma \quad (1)$$

$$\langle 1120 \rangle_\alpha // \langle 110 \rangle_\gamma \quad (2)$$

実験結果および考察

α 単相域での変形挙動

図 3 は一例として 1473K で変形した場合の真応力-真

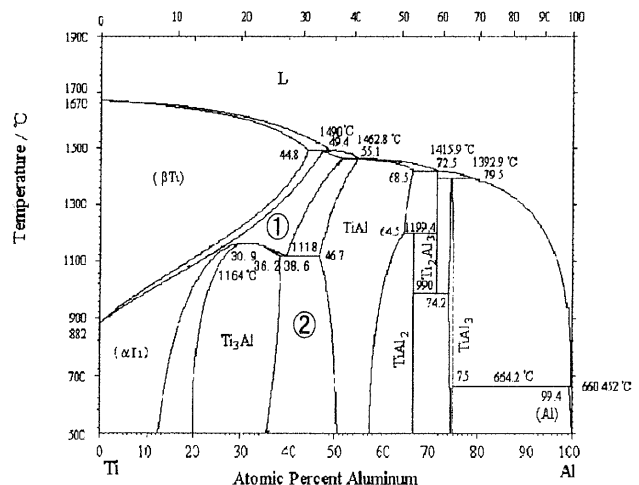


図1 Ti-Al系平衡状態図

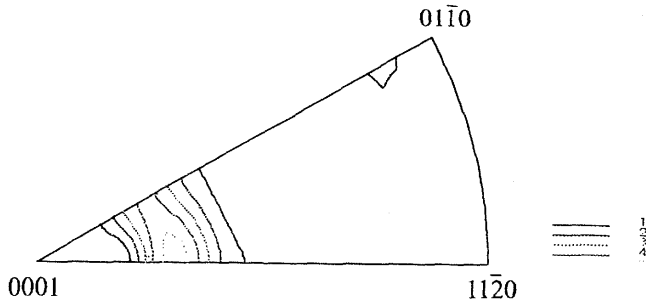


図6 1473K、 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で圧縮変形した試料について結晶方位分布関数を定めて描いた圧縮面の極密度分布を示す逆極点図

の領域を主成分から 10° 以内に配向させることができた。

二相域での加熱後の組織

α 単相状態での変形の後、ラメラ組織を形成させる目的で試料を試験機内で 1323K まで冷却して保持した。予備実験の結果、保持時間 3.6ks と 36ks とで組織に大きな差違は認められなかったので、本実験では加熱時間を 3.6ks とした。

光学顕微鏡による組織観察では、一つのラメラコロニー内には一種類の配向の層状組織のみが認められた。これは、ラメラ組織が α 単相状態から形成されたことと対応している。 α 単相状態での結晶配向がラメラ組織に継承されているか否かを知るために、ラメラ組織を構成している α_2 相と γ 相の極密度分布を調べた。図 7 は γ 相の $\{001\} + \{100\}$ 極点図である。 γ 相の主要な極点図の中で α_2 相の回折の影響を受けることなく決定できるのはこの極点図だけである。

図から板面法線から $20 \sim 30^\circ$ 離れた位置に極密度が集積していることが分かる。この位置は Blackburn の関係が成立しているとして α_2 相に認められる極密度の集積位置から求めた位置とよく一致する。図 8 は Dahms 等の方法 [7] を用いて、 γ 相と α_2 相の両相からの重畳した X 線回折強度をもとに両相の結晶方位分布関数を定め、逆極点図により圧縮面の極密度分布を表現したものである。図 8a) が α_2 相、図 8b) が γ 相に関するものである。

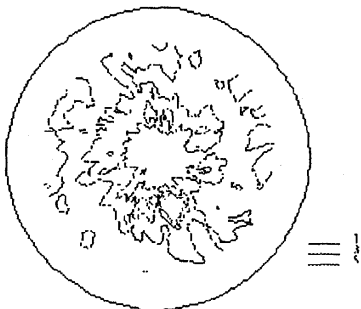


図7 1473K、 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で圧縮変形した後熱処理してラメラ組織化した試料の γ 相について調べた $\{001\} + \{100\}$ 極点図

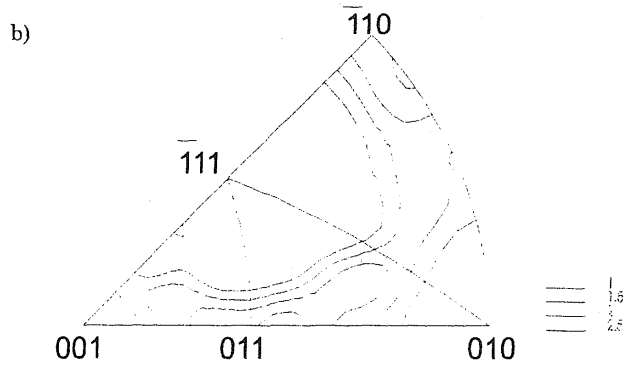
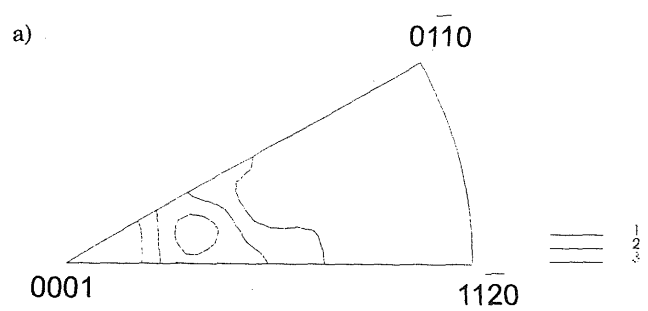


図8 1473K、 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で圧縮変形した後熱処理してラメラ組織化した試料について、Dahms の方法で結晶方位分布関数を決定して描いた a) α_2 相、b) γ 相、の圧縮面の極密度分布を示す逆極点図

図 8a) は図 6 と類似した極密度分布であり、 α 単相域での変形後にラメラ組織化しても α 単相状態で形成された極密度分布は α_2 相に継承されていることが分かる。図 8b) では、極密度が何ヶ所かに集積している。これは、 α 相における極密度の集積が一ヶ所に限られることとは一見異なって見える。しかし、 α 相の $\{0001\}$ が等価な面のない原子面であるのに対し、 γ 相の $\{111\}$ には等価な面が 4 つある。また一つの $\{111\}$ には二つの $\langle 011 \rangle$ と一つの $\langle 110 \rangle$ がある。取り扱いの詳細は他に譲るが、このような結晶の対称性を考慮して図 8a) から γ 相における極密度の集積位置を求めると、b) に見出される集積位置とほぼ一致する。したがって、 α 単相領域での高温加工による集合組織制御は、ラメラ組織の配向制御に有効であると結論できる。

$\alpha_2 + \gamma$ 二相域での変形によるラメラ組織の配向制御

前節で述べたように、ラメラ組織の配向は α 単相域での加工とそれに続くラメラ化熱処理によって制御することができる。しかし、この場合の配向は板面に対してラメラ組織が 35° 傾斜した回転対称性をもつものであり、機械的性質の向上に最も有効とされる板面にほぼ平行にラメラ組織が配向した組織ではない。そこでラメラ組織化した状態でさらに単軸圧縮変形を加えて強制的にラメラ組織を格子回転させる方法を検討した。図 9 は格子回転の状況を模式的

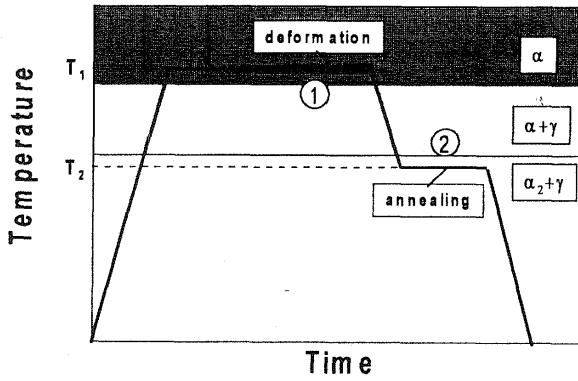


図2 α 単相域での加工と二相域での熱処理の組み合わせによるラメラ配向制御法

歪み曲線を示したものである。変形の初期に応力が極大値を示した後に徐々に低下する、いわゆる加工軟化型の曲線となっている。今回の変形条件では真応力-真歪み曲線は例外なく加工軟化型であった。組織観察の結果、変形後の結晶粒径は変形前とは異なること、変形後の結晶粒径とピーク応力の間に一対一対応があることが分かった。応力-歪み曲線の形状ならびに結晶粒径の変化から、本研究の変形条件では動的再結晶が生じていると結論した。

動的再結晶がどの程度の歪みで試料の組織全体を置き換えるのかを知るために 1473K、歪み速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件で歪み量を変えて変形し、動的再結晶領域の割合を調べた。図4がその結果である。真歪みが1程度で変形前の組織が全て新しい組織になることが判明した。

α 単相域での変形による集合組織の形成挙動

図5は温度 1473K、歪み速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で真歪み -1.8 まで圧縮変形した試料について調べた (1010) 極点図である。圧縮面を投影面とし、平均極密度を1として描いてある。ラメラ組織化するための熱処理を施していないこの試料では γ 相からの回折線は認められず、 α_2 相からの回折線のみが計測された。

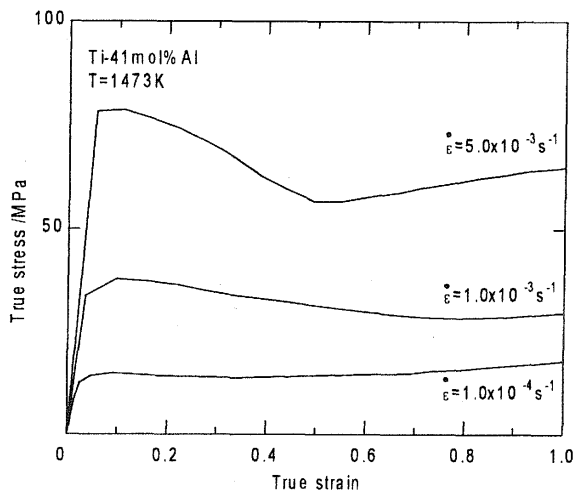


図3 Ti-41mol%Al の真応力-真歪み曲線

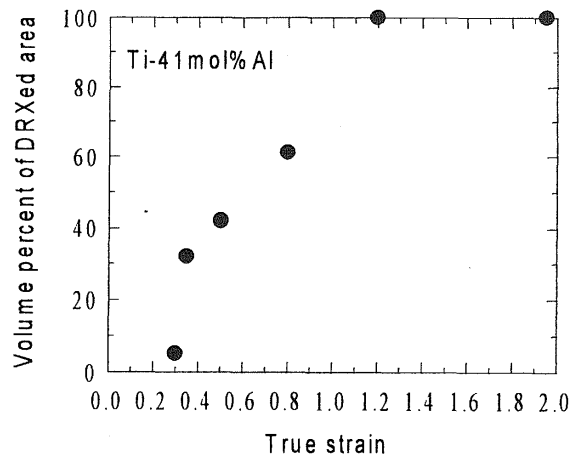


図4 1473K、 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で調べた歪み量と動的再結晶率の関係

図5を見ると、極密度は同心円状に分布している。このことは繊維集合組織が形成されたことを示している。極密度の高い集積は極点図の中心から $60 \sim 70^\circ$ 離れた位置にある。繊維集合組織の主成分を決定するために結晶方位分布関数を計算して定めた逆極点図を図6に示した。図は平均極密度を1として圧縮面の極密度を描いたものである。図から繊維集合組織の主成分が(0001)から(1120)側に 35° 離れた位置にあることが分かる。

動的再結晶下で集合組織が発達する場合のあることは著者等が γ -TiAl 金属間化合物の高温変形についてはじめて見出した[5]。 α 単相域での集合組織形成の機構については現在も研究を進めている段階であるが、 γ -TiAl 金属間化合物についての研究によれば動的再結晶における新粒生成の支配的な機構が歪み誘起粒界移動である、高温、低歪み速度での変形の場合に集合組織が発達する[6]。このことに注目して変形条件と集合組織の発達度の関係を、歪み量を-1.8にして調べた。集合組織の発達度は、主成分から 10° 以内に存在する結晶が全体積に占める割合で評価した。その結果、 α 単相状態での動的再結晶についても γ -TiAl の場合と同様に高温、低歪み速度変形ほど集合組織が先鋭化することが分かった。本研究では最大で40%程度

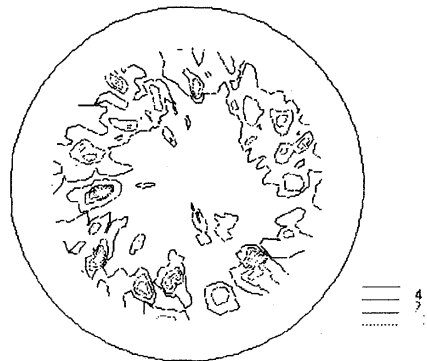


図5 温度 1473K、歪み速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で真歪み -1.8 まで圧縮変形して調べた (1010) 極点図

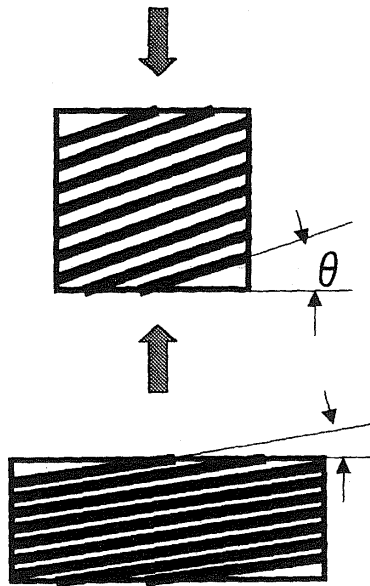


図9 変形応力の高い相(黒相)と二相間の境界面に平行なすべり面を有する変形応力の低い相(白相)を圧縮変形した際に期待される結晶格子回転

に描いたものである。図の黒い領域と白い領域はそれぞれ変形応力の高い α_2 相と低い γ 相を表している。 γ 相のすべり面 $\{111\}$ のうちの一つは二つの相の境界面(ラメラ界面)に平行になっている。このような板状の二相組織を圧縮変形すると、ラメラ界面に平行なすべり系が優先的に活動し、格子回転が板面に平行にラメラ界面を配向させる方向に生じて図の θ が減少すると期待される。

図2と同じ形で上記のプロセスを図示したのが図10である。この場合図中①で示した α 単相域での変形量と、③で示したラメラ組織状態での変形量をどのようにするかが問題となるが、ここでは、 α 単相域で試料全面が動的再結晶組織で置き換えられるのに必要な歪みが-1.0以上であることを考慮して①の歪み量を-1.2、③の歪みを-0.8とした。

図11はこのような方法で作製した試料についてラメラ界面に平行な α_2 相の(0001)と γ 相の $\{111\}$ の配向を正極点図で表したものである。図8と比較すると、圧縮面とラメラ界面のなす角が著しく小さくなっており、図9に示

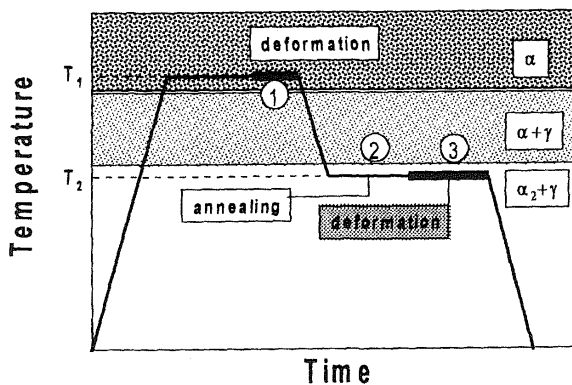


図10 α 単相域での変形とラメラ組織化した後の変形を組み合わせたラメラ組織の配向制御プロセス

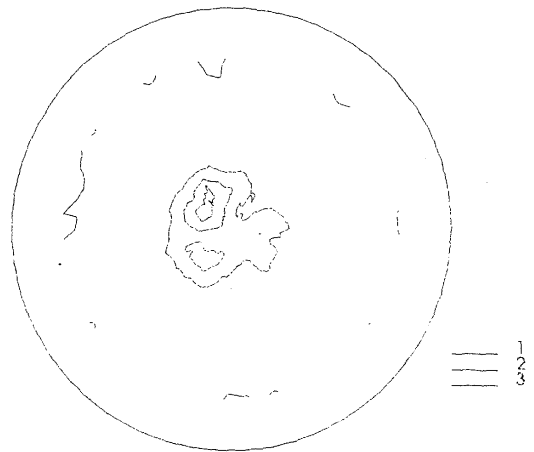


図11 (0001) α_2 + $\{111\}$ γ 極点図により評価したラメラ界面の配向。板面から 10° 程度離れた位置に極密度の集積があり、加工によってラメラ界面の方位が変化したことが分かる。

した形の格子回転が実際に生じたことが確認される。

結言

常温での延性が乏しく、それゆえ結晶配向制御が実用化のための一つの鍵である二相TiAl金属間化合物について、著者等が取り組んでいる高温塑性加工と熱処理の組み合わせからなる制御技術の開発状況を紹介した。金属間化合物では、転位は超格子転位であることが多いため回復は容易ではなく、その結果動的再結晶が生ずる可能性が高いと予見される。したがって、集合組織の制御には動的再結晶をどのように活用するかが重要である。高温・低歪み速度変形は歪み誘起粒界移動を動的再結晶の支配的な新粒生成機構にし、その結果集合組織制御が付与できると期待される。また層状の二相組織では、異相間の変形の拘束を利用することにより強制的に格子回転を生じさせて集合組織を付与することが可能であることが見出された。高温塑性加工は金属間化合物のような難加工性材料の組織制御技術として有用であると考えられる。

参考文献

- [1] Y. W. Kim, J. Metals, 41(1989), 24.
- [2] R. Nishitani, M. H. Oh, A. Nakamura, T. Fujiwara and M. Yamaguchi, J. Mater. Res. Soc., 5(1990), 484.
- [3] H. Inui, M. H. Oh, A. Nakamura and M. Yamaguchi, Acta metall. mater., 40(1992), 3095.
- [4] M. J. Blackburn, *Science, Technology and Application of Titanium*, (1973), 633, Pergamon Press.
- [5] H. Fukutomi, C. Hartig and H. Mecking, Z. Metallkde., 81(1990), 272.
- [6] H. Fukutomi, Y. Osuga and A. Nomoto, J. Japan Inst. Metals, 59(1995), 1215.
- [7] M. Dahms and H. J. Bunge, J. Appl. Cryst., 22(1989), 439.