

TiAl 基軽量耐熱合金の超塑性に関する研究

茨城大学工学部物質工学科

教授 辻本得蔵

(平成5年度研究開発助成 AF-93015)

キーワード: 組織制御、微細粒超塑性、動的超塑性

1. 緒言

TiAl 基合金は 1650K 程度の高温では α -Ti 単相組織であるが、冷却に伴い γ -TiAl を板状に析出し、ラメラ組織が形成される。ラメラ組織をもつ TiAl 基合金は高温強度に優れ、また常温靱性も良好であるが、反面、高温でも硬く脆いため速い変形速度における熱間塑性加工性は著しく悪い。そのため TiAl 基合金鑄塊の 1 次塑性加工には、工具としてセラミックやモリブデン合金を用いた恒温鍛造や恒温圧延、またはチタンをシース材とした押し出しが行われる。この 1 次加工によりラメラ組織は分解し、等軸粒から成る $\alpha + \gamma$ 2 相組織が形成される。そしてこの際加工条件が適当であれば、 $\alpha + \gamma$ 組織は均一微細になり、材料には微細粒超塑性性能が発生する¹⁾。この超塑性性能は TiAl 基合金の 2 次成形加工に利用される。

TiAl 基合金の 1 次加工と微細粒への組織制御は、上述のように特殊な大規模装置を用いた高価な工程になる。本研究の最初の目的は、この難点を打開するための新しい塑性変形方案を見出すことにあった。そのため本研究では、TiAl 基合金の $\alpha / \alpha + \gamma$ 変態に着目し、負荷をかけながら材料の温度を変態温度の上下に変動させることにより変態超塑性または動的超塑性を引き出すことを予定した。ところがこの方向に沿った研究が進行している最中に新しい事態が発生した。それは、当研究室で別の課題を研究していた学生が得た実験結果に、 $\alpha + \gamma$ 2 相微細粒組織を熱処理のみで作製する方法を示唆する内容が含まれていたことである²⁾。もし、熱処理のみでラメラ組織が破壊され微細粒 2 相組織が取得できれば、TiAl 基合金の高温加工は容易になり、成形費用は大幅に低減できる。このため熱処理による組織制御とそれにより生じる超塑性がより緊急の研究課題になり、そちらに当研究室がもつ研究資源を投入する結果になった。

本報告はこの経緯に基づき作成したものである。

2. 動的超塑性に関する研究

実験に用いた材料は真空アーク溶解により製造された Ti-48at%Al-1.2at%Mn 合金で、1473K における恒温鍛造により直径 150mm、厚さ 20mm のパンケーキ状にしたものである。この材料は 1633K 近傍に $\alpha / \alpha + \gamma$ 変態温度を、また 1473K 近傍に $\alpha + \gamma / \gamma$ 変態温度を保有していた³⁾。

動的超塑性の研究のために、1473K を中心に $\pm 50K$ の温度変動下で引張試験を行った。試験片には平行部の径 6mm、標点距離 30mm の丸棒試験片を用い、試験装置は科学技術庁金属材料技術研究所のものを借用した。得た実験結果の 1 例を図 1 に示す。図から判るように、温度変動下にお

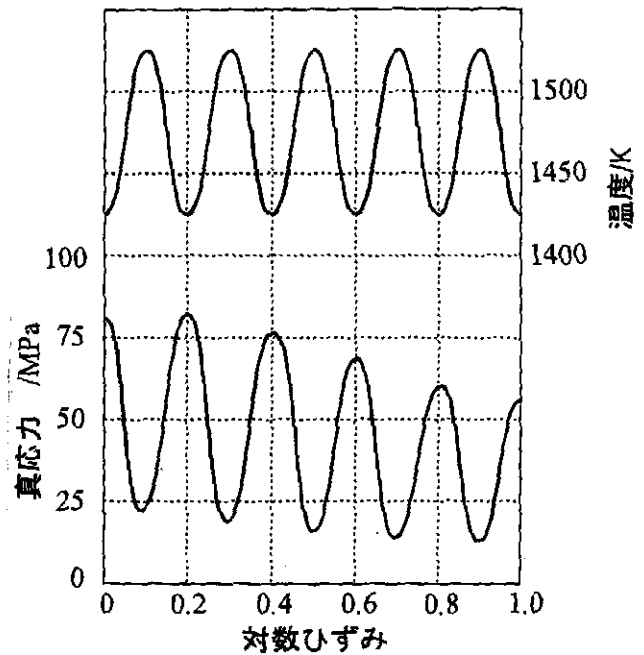


図 1 温度変動下における引張試験により得られた Ti-48at%Al-1.2at%Mn 合金の真応力-真歪み曲線。歪み速度は $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。

る負荷により大きい均一伸びが得られていることは明らかである。しかし、この図には変態温度の直下または直上において明瞭に大きい伸びを示すという証拠は含まれていない。言い換えれば $\alpha + \gamma / \gamma$ 変態は、動的超塑性の起源となる格子軟化が変態温度近傍で急激に起こるといふタイプではないようである。このような変形曲線の解析から動的超塑性を引き出すには、クリープ変形量を差し引くという定量化処置が必要になり、必然的に明快な解析結果を得る可能性が低くなる。さらに困るのは、クリープ実験を行うには材料費と実験装置という点で、当研究室の能力を上回ることであった。

このような難局が開けたのは、緒言に述べたように、

TiAl 合金の熱処理を研究していた学生が熱処理のみで $\alpha + \gamma$ 微細等軸粒組織を得る可能性を見出したことである。本報告の3章と4章にはこの方法により TiAl 合金の2相等軸粒組織を取得し、微細粒超塑性を発現させることに成功したことを述べる。

3. 新しい組織制御技術

α 相からの徐冷に際して形成されるラメラ組織では、稠密六方晶である α 相の (0001) α に面心正方晶 (軸比 1.02) である γ 相の {111} γ が積層され、 α 板と γ 板の間にはほとんど歪みはない。従ってラメラ組織は構造的に安定であり、 α と γ が共存する温度範囲では焼鈍によりラメラ間隔の粗大化のみが起る⁴⁾。ラメラ組織を崩すためには塑性変形によりラメラを分断することが必要で、 $\alpha + \gamma$ 微細粒状組織の取得のために恒温鍛造を行う理由がここにある。

本研究の開始時点においては、微細粒超塑性発現に必要な微細等軸粒組織は恒温鍛造を通じてのみ、より一般的に言えば加工熱処理によってのみ作製できると我々は考えていた。熱処理のみによる、即ち塑性加工を施すことがない微細粒への組織制御という本章で述べる概念と技術は、TiAl 合金の世界では現在でも未発達であるから、この認識は世界的に共通であったと考えられる。ところで当研究室では、TiAl 合金の熱処理を研究していた学生が、フェザリ組織を経由する熱処理を行えばラメラ組織の形成を避けながら微細な等軸粒2相組織を得る可能性があることに気付いた。本章ではこの端緒から出発して開発された組織制御技術を述べる。この新しい方法は非平衡相の2相分離を利用しているので、この方法を非平衡相を経由する組織制御と称してよいであろう。

TiAl 合金の非平衡組織として、 α 相から急冷する時に形成されるマッシュ組織と比較的速い速度で冷却する時に形成されるフェザリ組織が知られている。図2に示したマッシュ組織は準安定な γ ドメインから成り立って

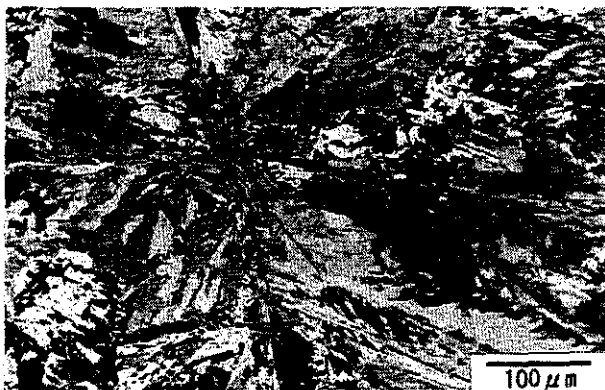


図2 1613K から水冷した Ti-46at%Al-3.5at%Cr 合金に形成されたマッシュ γ 組織。

いる。このマッシュ γ 組織を $\alpha + \gamma$ 2 相共存温度に加熱すると、直径が 100 μm を越える安定な γ 粒が形成される。 γ 粒が大きくなる理由は、マッシュ組織では γ ドメイン間の角度差が小さく、安定 γ 相に移行する際に γ ドメインが凝集して単一結晶粒となるところにある⁵⁾。従って微細等軸粒組織はマッシュ組織を経由しては形成されない。

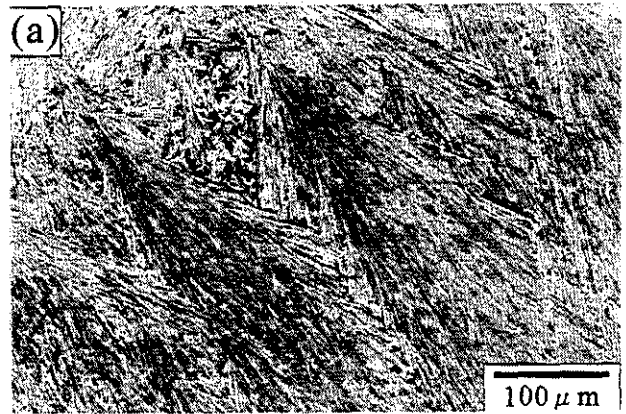


図3 熱処理による Ti-46at%Al-3.5at%Cr 合金の組織変化：(a) 1613K からの空冷により生じたフェザリ γ 組織；(b) (a) を 1573K で 3.6ks 焼き戻すことにより形成された $\alpha + \gamma$ 組織。

フェザリ組織を図3(a)に示す。この組織も準安定 γ 相から形成されているが、 α 相の結晶粒界を起点として同心円状に羽を広げた、枝ぼうき状のパケットから構成されている。組織のこの特徴は、準安定な γ 相の粒界からの成長に際して結晶方位の回転などが行われたように見える。即ち、粗大な α 結晶粒はフェザリ変態に際して方位の異なる微細準安定 γ 結晶粒に分割されつつあるように見える。図3(a)に見られる準安定 γ 組織のこの分割傾向は、 $\alpha + \gamma$ 2 相共存温度に加熱することにより促進されるであろう。なお、フェザリ組織の詳細な分析は、パケットの構造は幅 1~3 μm 、長さ 5~20 μm の小枝状の γ ブロックから成り立っており、隣接する γ ブロック同志には 20

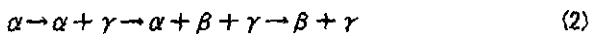
度から30度の方位差があることを示した。

フェザリー組織材を $\alpha+\gamma$ 2相域の温度で焼戻した時に得られる組織を図3 (b)に示す。ここで白く見えるのが γ 相であり、黒い地が α 相である。この写真は焼鈍による γ 相の微細等軸粒化が予想どおり進行することを示している。かくしてフェザリー組織経由という熱処理工程が、2相微細等軸粒組織の作製に有効な方法であることが明確になった⁷⁾。もともとTiAl基合金のフェザリー組織はP. Whangらにより発見されたものであるが⁸⁾、変態機構の専門家である彼らには工学的用途への興味は薄かった。組織制御へのフェザリー組織の利用は本研究が最初となる。

フェザリー組織は、Ti-Al 2元系TiAl基合金では生成せず、 β 安定化元素を含む多元合金において観察される。ここで β 安定化元素は、添加量の増加とともにチタンの α/β 変態温度を下げる元素である。 β 安定化元素の添加量が少量である場合には多元系TiAl基合金の相構成はTi-Al 2元系TiAl基合金と同じで、高温から低温に向って



と変化するのみである。しかし、 β 安定化元素を多量に添加するとその相構成は



と変化する。ここで β 相は展延性に富む相である。

本研究では研究対象として(2)式の組織変化をするTi-46at%Al-3.5at%Cr合金を選んだ。この合金を選んだ理由は、(1)フェザリー組織材を $\alpha+\gamma$ 域で焼鈍することにより $\alpha+\gamma$ 等軸粒組織を作成する。(2)フェザリー組織材を $\beta+\gamma$ 域で焼鈍することにより $\beta+\gamma$ 等軸粒組織を作製する。という2つのアイデアを同時に検証するためである。 $\beta+\gamma$ 等軸粒組織を作製するのに従来の組織制御技術では、Ti-46at%Al-3.5at%Cr合金の錠塊を $\alpha+\gamma$ 域で恒温鍛造してラメラ組織を $\alpha+\gamma$ 等軸粒組織に変換した後、熱処理により β を組織の中に導入することが行われていた。これを、フェザリー組織を経由することにより熱処理のみで $\beta+\gamma$ 等軸粒組織を製造するところに(2)項の狙いがある。

Ti-46at%Al-3.5at%Cr合金のフェザリー組織は図3 (a)に、これを $\alpha+\gamma$ 域で焼戻した組織は図3 (b)に示されている。 $\alpha+\beta+\gamma$ 3相域で焼戻すと γ 等軸粒の形態は図3 (b)よりも明瞭になる。フェザリー組織を $\beta+\gamma$ 2相域で焼戻した組織を図4に示す。偏光で撮影した図4 (a)は γ 等軸粒の結晶方位がat randomであることを明瞭に示している。図4 (b)は β 相は γ 粒の粒界に生成することを示している。そして図4の組織形態は恒温鍛造と焼鈍により作製されたTi-46at%Al-3.5at%Cr合金の微細粒組織と同一である⁹⁾。

以上の結果は、粒径10数 μ の2相等軸粒組織がフェザリー組織を経由することにより熱処理のみで作製できたことを示している。これは恒温鍛造と熱処理という従来技術に代わる安価な新技術である。

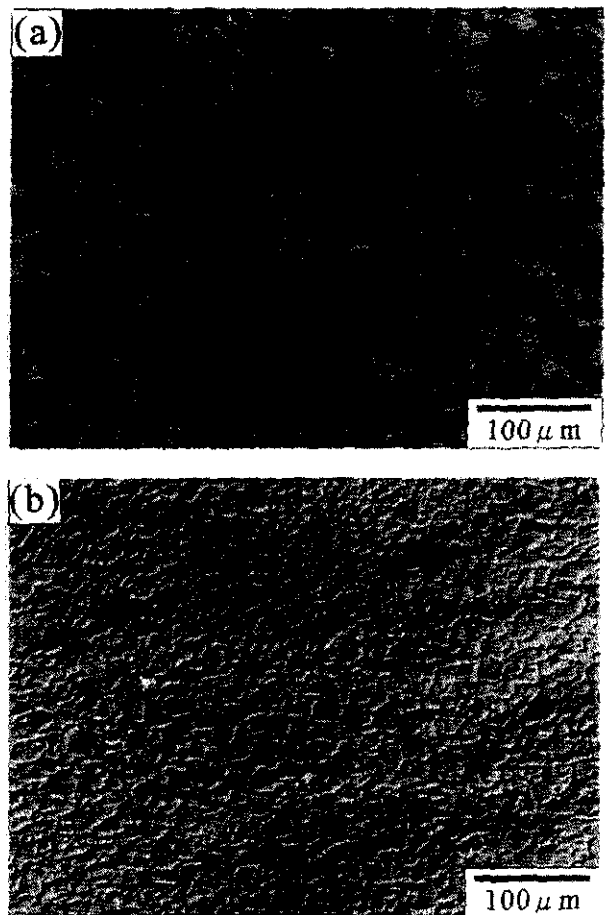


図4 1613Kから空冷後、1473Kで3.6ks焼戻すことによって形成されたTi-46at%Al-3.5at%Cr合金の $\beta+\gamma$ 組織。(a)偏光で撮影。(b)ノルマルスキー様式で撮影。

4. 微細粒超塑性に関する研究

TiAl基合金の等軸粒微細組織は加工熱処理によって作製できる。また前述のようにフェザリー組織を経由する熱処理によっても作製できる。Ti-46at%Al-3.5at%Cr合金を用いれば等軸粒微細組織に含まれる相は、 $\alpha+\gamma$ でも、また $\beta+\gamma$ にでも調製が可能である。本章ではこれらの方法により作製される2相微細組織の特性について述べる。

前章および本章の実験に用いたTi-46at%Al-3.5at%Cr合金は、水冷銅のつぼとタングステン電極を用いアルゴン雰囲気中でアーク溶解した直径150mm、厚さ13mmのボタンである。このボタンから試料を切り出し、セラミック・ダイスを用いアルゴン雰囲気中で1550Kで $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の歪み速度で恒温鍛造を行った。この際ラメラ組織を破壊するために、鍛造は圧縮方向を変えて3回行われた。加工熱処理により等軸粒組織に制御された試験片はこの恒温鍛造材から取得された。フェザリー組織を経由する熱処理の研究には、加工熱処理材を α 単相である1590Kに加熱した後、所定の組織制御熱処理を行った。引張試験には平行部の長さが10mm、断面積が $3.5 \times 3.5 \text{ mm}^2$ である試験片を用いた。

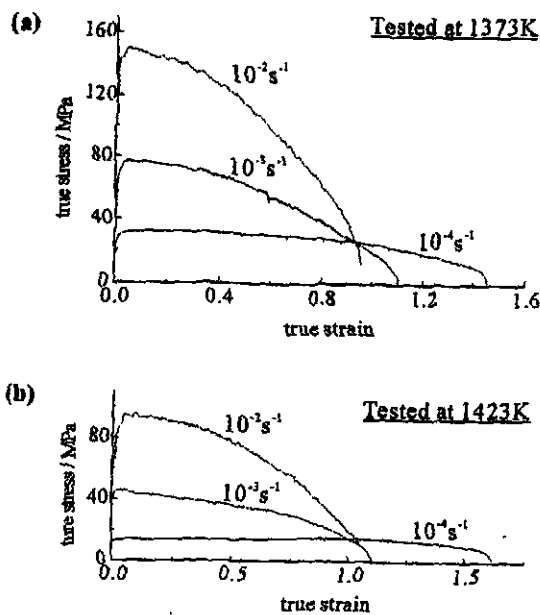


図5 図4の組織をもつ材料の高温引張特性：(a)1373Kにおける応力-歪み曲線；(b)1423Kにおける応力-歪み曲線。

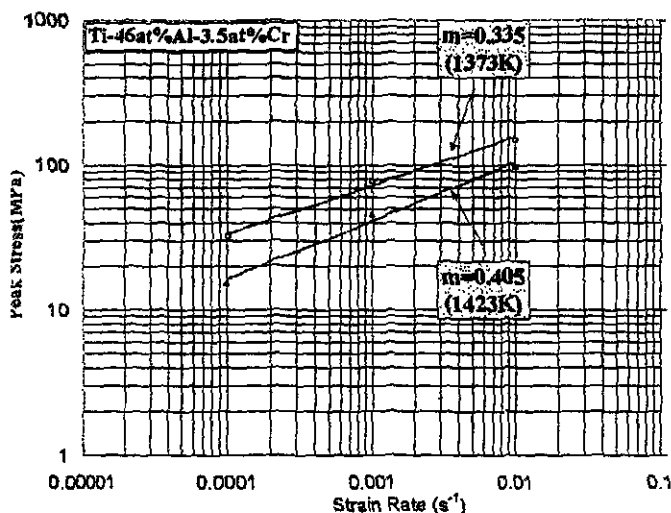


図6 図5より求めた変形応力の歪速度感受性指数 (m値)

フェザリー組織を焼戻すことにより作製した等軸粒微細組織材は高温で超塑性と称してよい大きい延性を示した。即ち、1420Kで 10^{-4} s^{-1} の歪み速度で行った引張試験において、 $\alpha + \gamma$ 組織材は300%に近い伸びを示し、 $\beta + \gamma$ 組織材は400%を超える伸びを示した。 γ 結晶粒の大きさは10数 μ 程度であるので、 $\alpha + \gamma$ 組織材の特性は微細粒超塑性が発現したものと考えられる。 $\beta + \gamma$ 組織材のさらに大きい伸びは、 β 相は α 相に比べてより延性に富むという点が反映したものと考えられる。

Ti-46at%Al-3.5at%Cr合金の超塑性に関して実験的に次のことが確かめられた。即ち、フェザリー組織を焼戻す

ことにより作製した $\alpha + \gamma$ 組織材は加工熱処理により作製した $\alpha + \gamma$ 組織材と同等な超塑性をもつこと、熱処理のみで作製した $\beta + \gamma$ 組織材は加工熱処理により作製した $\beta + \gamma$ 組織材と同等な超塑性をもつことである(10, 11)。

熱処理により作製した $\beta + \gamma$ 材の高温引張試験結果を図5に示す。200~450%に及ぶ伸びが得られている。この図における最大応力値と歪速度の関係を図6に示す。変形応力に対する歪速度感受性指数 (m値) は0.3を越えており、超塑性特性を利用した成形加工に十分対応できる材料であることがわかる。

5. 結言

熱処理のみで2相微細等軸粒組織を得る方法を考案し、この方法で組織制御されたTi-46at%Al-3.5at%Cr合金の超塑性性能を測定した。具体的な結果は次のようである。

- (1) α 相からの空冷時に形成される準安定なフェザリー組織を焼戻すという工程により、 $\alpha + \gamma$ および $\beta + \gamma$ の2相微細等軸粒組織が形成される。
- (2) $\beta + \gamma$ 組織材の超塑性性能は、 $\alpha + \gamma$ 組織材よりも大きかった。微細粒超塑性に加えて、 β 相の優れた展延性が超塑性性能に寄与したものと考えられる。
- (3) $\beta + \gamma$ 微細粒組織材は、1373Kと1423Kで200~450%の伸びを示し、m値はそれぞれ0.335と0.405であった。

本研究の一部は天田金属加工機械技術振興財団の研究開発助成によってなされたものであることを付記し、財団及び関係各位に深甚な謝意を表します。本研究の遂行に当って、設備の貸与など様々な便宜を与えて頂いた金属材料技術研究所及び関係各位に深く感謝致します。

参考文献

- 1) T. Tsujimoto, K. Hashimoto and M. Nobuki: Materials Transactions, JIM, Vol. 33(1992), pp. 989-1003.
- 2) 新野辺幸市、坪 章英、辻本得蔵、信木 稔：1997年日本金属学会春期大会・講演概要集、講演番号520番
- 3) 小林義昭、野崎勇雄、辻本得蔵、友田 陽、中村森彦：1994年日本金属学会秋期大会・講演概要集、講演番号608
- 4) 山辺容子、菊池 実：日本金属学会会報、30(1991)、37.
- 5) 新野辺幸市、阿部英司、信木 稔、中村森彦、辻本得蔵：1997年日本金属学会秋期大会・講演概要集、講演番号823
- 6) E. Abe, K. Niinobe, M. Nobuki, M. Nakamura and T. Tsujimoto: Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 552(1999), KK2. 10.1-KK2. 10.6, Materials Research Society.
- 7) 信木 稔、辻本得蔵、新野辺幸市、坪 章英：国内特許出願・特平願9-221657号。
- 8) P. Whang and V. K. Vasudevan: Scripta Metall. Mater., 27(1992), 89.

9) K. Niinobe, Y. Tomota and M. Nakamura: ISIJ International, Vol. 40 (2000), pp. 1041 -1047.
10) 新野辺幸市、辻本得蔵、信木 稔: 1998年日本金属学会春期大会・講演概要集、講演番号 802

11) K. Niinobe, Y. Tomota, T. Tsujimoto and M. Nobuki: Materials Science Forum, Vols 304-306 (1999), pp. 201-206, Trans Tech Publications, Switzerland.