

L₁2型 Al₆₆Mn₉Ti₂₅ の高温加工および集合組織制御

茨城大学工学部物質工学科

助手 鈴木徹也

(平成6年度奨励研究助成 AF-94038)

キーワード： 高温変形、動的再結晶、動的回復

1. 緒言

耐食性に優れた金属間化合物であるAl₃Tiのアルミニウムを数%の第3元素で置換し、結晶構造を立方晶のL₁2とした合金が軽量耐熱構造用材料として注目されている。しかし室温における延性の欠如がこの材料の実用化を遠いものにしてている。申請者らは9at%のマンガンで置換したAl₆₆Mn₉Ti₂₅の高温圧縮変形で、正極点図による検討から(110)または(111)を主成分とする繊維集合組織が形成されることを発見した。(111)集合組織は工業的には深絞り加工性を向上させる集合組織であるため、難加工材の延性を改善する手段として期待される。しかし、一方では面心立方金属の圧縮変形で、(111)集合組織が形成された例はなく、いまだその形成機構は明らかではない。本研究はAl₆₆Mn₉Ti₂₅の高温変形組織の調査および三次元解析による集合組織の詳細な調査により、(111)集合組織の形成機構を検討することを目的としている。

2. 実験方法

2.1 試料

試料は溶製材を用いた。目標組成はAl₆₆Mn₉Ti₂₅である。この試料はNKKに依頼し、Ar雰囲気下で非消耗電極式アーク溶解により、水冷銅ハース上で溶製したもので、約75×20×10mm³のインゴットとして入手した。試料には鑄造状態で直径2mm程度の穴が認められたため、圧縮試験に先立って予備圧縮を施し、穴を減ずることとした。

2.2 圧縮試験装置

本研究ではL₁2型チタンアルミナイドの高温変形特性を調査することを目的としている。試験温度は実用条件ならびに高温加工条件を考慮して1473Kまでとした。圧縮試験中の酸化を最小限にとどめるため、圧縮試験は真空中で行うこととした。図1に試験機概要を示す。高温構造材の圧縮試験機であるため、圧縮治具に高温強度の優れた材質が必要である。そこで日立金属社製のサイアロンを採用した。圧縮試験片との間にはボロンナイトライドを塗布し、摩擦の軽減および焼き付きの防止をはかった。圧縮系の周囲を透明な石英管で覆い、管内を拡散ポンプにより排気した。加熱は赤外線イメージ炉で行った。この装置の作製により、迅速な加熱冷却および、セットの際の試験片の状態の確認

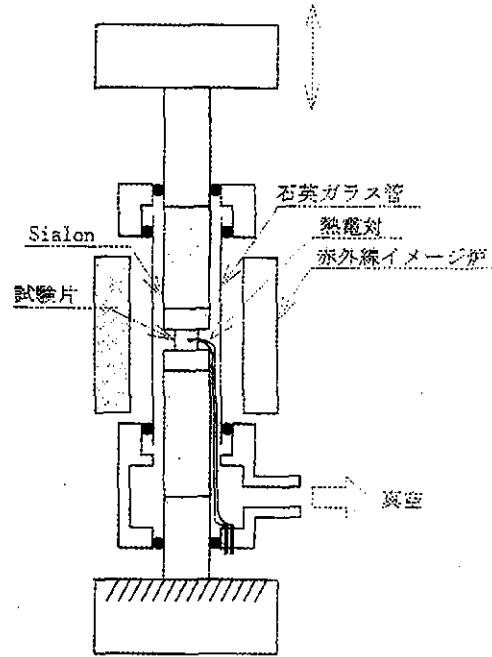


図1 試験装置概要

が可能となった。また、発熱体が真空系に含まれていないため、高温真空中での発熱体の蒸発による試料汚染も避けられた。温度は試験片に熱電対を直接スポット溶接して測定した。

2.3 圧縮試験

鑄造材にはポアが認められたため、予備圧縮により穴を減じた。予備圧縮は1323K、初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のクロスヘッドスピード一定条件で行った。圧下率は45%である。予備圧縮後1473K、24hの焼鈍を行った。試験片は6×6×10mmの直方体に切り出し、圧縮面は#1200、側面は#800まで研磨した。圧縮試験は温度1173K~1473K、ひずみ速度 $5 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の範囲で行った。ひずみ速度はパーソナルコンピュータで制御して試験片長さに対応してクロスヘッドスピードを変化させ、ひずみ速度一定試験とした。ひずみ速度の誤差は均一変形を仮定し、変位速度から換算すると最大20%である。試料および圧縮治具の熱膨張と熱伝導による温度低下を考慮して試料が設定温度に達した後、15分間保持してから試験を開始した。試験開始からの温度変化は最大で5℃程度であった。試験機の口

ードセルから検出される荷重を x-t レコーダーに記録し、均一変形を仮定して、真応力-真ひずみ曲線を求めた。

2.4 集合組織の測定

集合組織の測定にはマックスサイエンス社製の半自動ディフラクトメーターを使用した。試料の圧縮面について Schulz の反射法により測定した。組織が含有している格子ひずみの影響や正確な回折角の位置を知るために、 $\theta-2\theta$ scan を試料ごとに行った。使用した X 線はニッケルフィルターを通した Cu-K α 線であり、測定した回折線は 111, 200, 220 である。回折線の測定には FT (Fixed Time) 法を用いた。各回折線のピーク幅は 2θ 角で約 1.5° 程度であったため、受光側のスリット幅を広くとり測定した。

2.5 結晶方位分布関数の決定

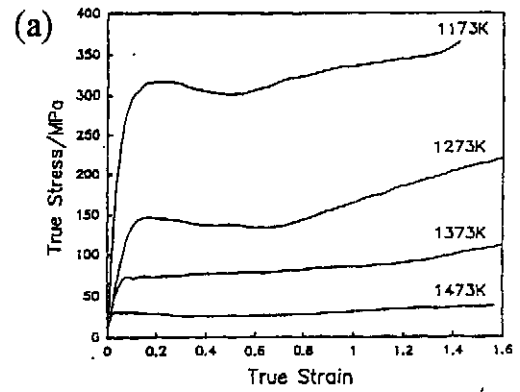
集合組織の主成分を正確に決定し、定量的に評価するためには、結晶方位分布関数を決定し、厳密な解析を行う必要がある。本研究では三次元解析法として開発された Dahms-Bunge の方法を用いて集合組織の解析を行った。この方法においては結晶方位分布関数は球面調和関数の偶数項を用いている。解析の手順を以下に述べる。

- ① 200, 111 および 220 回折線について実測した (100), (111) および (110) 正極点図のデータ入力。
- ② 入力された正極点図と同一指数の正極点図を結晶方位分布関数から計算してもとめ、極密度が負とならないように、互いに矛盾が生じないように係数を定める。
- ③ 結晶方位分布関数から逆極点図を計算し、極密度が負数となる箇所の中で最小値を示す座標を読みとる。
- ④ この座標から面指数を求め、計算すべき正極点図として加え、再度正極点図を計算する。
- ⑤ 3, 4 の段階を繰り返し、逆極点図上の負数が -0.1 程度になるまで計算を続ける。ただし計算できる正極点図は 30 枚までであるのでこの時点で負数が -0.1 以下にならないものは正極点図を 30 枚計算した時点での逆極点図で表した。

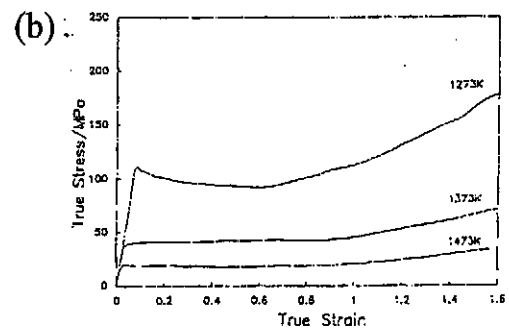
3. 実験結果

3.1 圧縮試験結果

図 2 (a) および (b) に圧縮試験結果を示す。両ひずみ速度ともに s-s curve には応力のピークが認められるが明瞭ではない。変形応力は負の温度依存性を示しており、変形温度が高いほど変形応力が低くなっている。金属間化合物の特徴である逆温度依存性はこの温度範囲では認められない。また、同一温度で比較した場合ひずみ速度が大きいほど変形応力は大きい。高ひずみにおける変形応力の増大は、主に変形に伴う試験片と圧縮治具との間の摩擦が原因と考えられるが、Texture hardening が生じている可能性もある。



9Mn材の真応力-真歪曲線
($\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-3}/s$)



9Mn材の真応力-真歪曲線
($\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4}/s$)

図 2 圧縮試験結果

3.2 高温変形組織

変形条件により、組織の結晶粒径および結晶粒のアスペクト比が変化した。表 1 に各変形条件における結晶粒径およびアスペクト比の一覧を示す。結晶粒径は高応力および

表 1 結晶粒のアスペクト比および結晶粒径

	1173K	1273K	1373K	1473K
$1 \times 10^{-3} s^{-1}$	70 μm 3.4	24 μm 1.3	30 μm 1.9	58 μm 1.8
$1 \times 10^{-4} s^{-1}$		26 μm 2.0	54 μm 2.0	80 μm 3.2

低応力側で大きく、中間応力では初期粒径である $40 \mu m$ より小さくなるのがわかる。また、高応力および低応力ではアスペクト比が大きく、圧縮方向に潰れた結晶粒形状となっている。中間応力における結晶粒のアスペクト比は $1 \sim 2$ であり、等軸に近いことがわかる。これらの結果は本化合物の高温変形組織が 3 種類のグループに分類できることを意味している。一つは高応力の変形すなわち低温

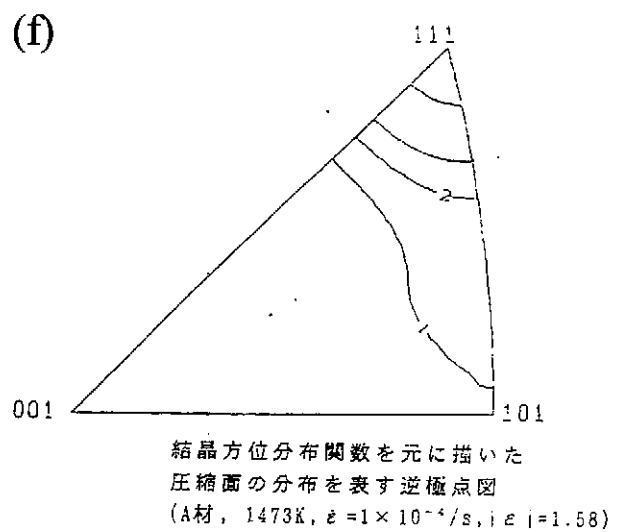
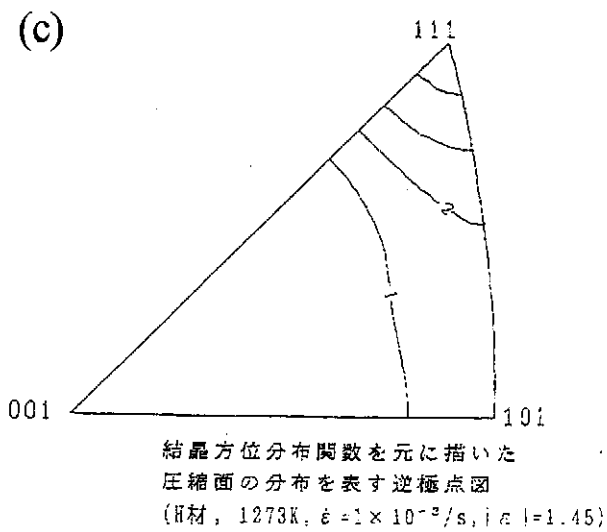
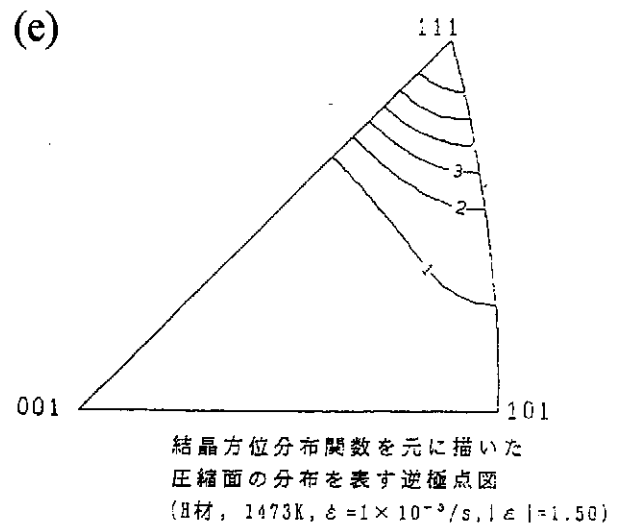
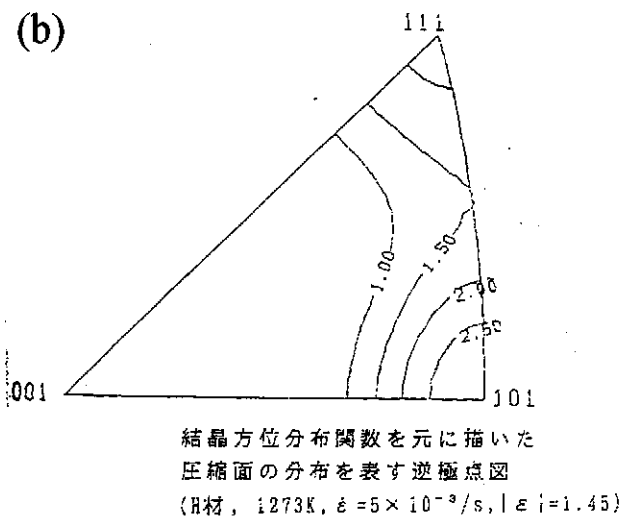
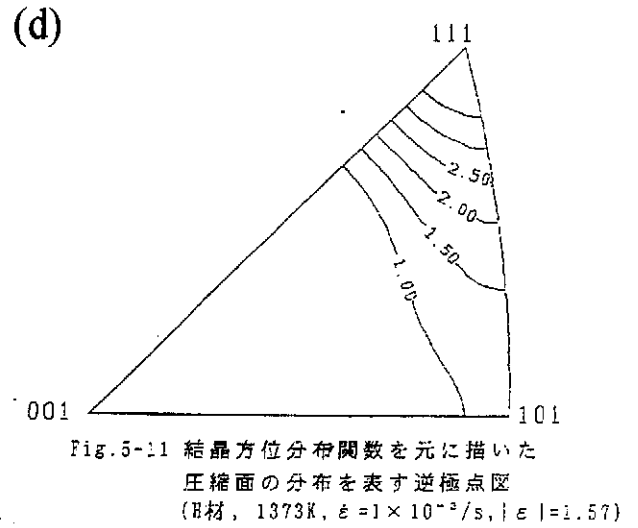
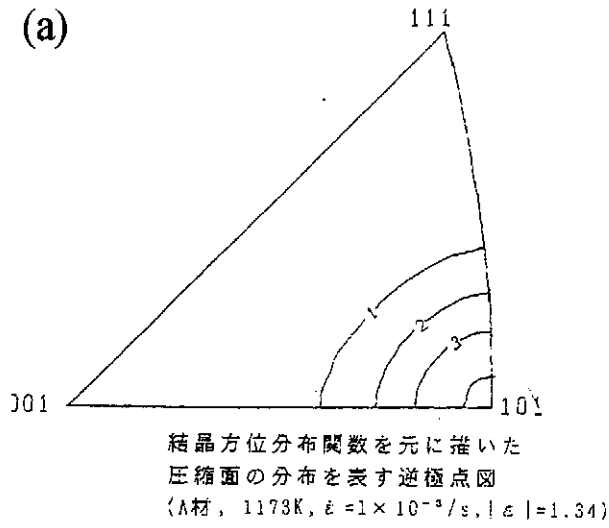


図3 集合組織測定結果

で高ひずみ速度の変形条件で圧縮した試料に見られる組織で、圧縮面における結晶粒径が大きく、結晶粒のアスペクト比が大きい、圧縮方向にレンズ状に潰れた組織である。以後、これを高応力組織と呼ぶ。もう一つは低応力の変形すなわち高温で低ひずみ速度の変形条件で圧縮した試料に見られる組織で、高応力組織と同様に圧縮方向に潰れているが、縦断面における結晶粒の形状が長方形であり、粒界移動の痕跡が見られる組織である。以後、これを低応力組織と呼ぶ。最後のグループは両者の中間の応力下で変形した場合に見られ、結晶粒が初期よりも微細化しており、結晶粒のアスペクト比も1に近い組織である。以後これを中間応力組織と呼ぶ。中間応力組織は再結晶により形成されたものと考えられる。

3.3 集合組織

大変形後の試料について、正極点図を元に三次元解析を行い、圧縮面の極の密度を求めた。図3(a)~(f)はそれを逆極点図で表したものである。圧縮前には極密度の分布はいずれもほぼランダムであった。図3(a)は高応力組織を形成する条件で変形した試料について集合組織を調べた結果である。(110)へ向かうにつれて極の密度は高くなっており、(110)において最大となる。図3(b)は中間応力組織を形成する条件で変形した試料について集合組織を調べた結果である。この条件では動的再結晶が生じた。(110)と(111)の両方に極の集積が認められる。図3(c)はさらに低い応力の条件で変形後の集合組織である。この条件においても動的再結晶の発現が見られたが、(111)に向かうにつれて極密度が高くなっており、(111)において最大となる。極密度1の線を見るとやや(110)の成分も残っているように見える。圧縮面について測定した(110)正極点図の中心には強度が弱いながらも極の集積が認められた。図3(d)~(f)は低応力組織を形成する条件で圧縮変形した試料について集合組織を調べた結果である。(111)に向かうにつれて極の密度は高くなっており、(111)において最大となる。また、変形応力が低くなるほど(111)成分が先鋭化することが分かる。以上のように繊維集合組織の主成分は変形応力に依存して高応力の(110)成分から、低応力の(111)成分へ連続的に変化する。また、三次元解析によってそれぞれの集合組織の主成分は正極点図で結論づけたと同様に(110)または(111)であることを確認した。

4. 考察

4.1 高応力変形における(110)繊維集合組織について

(110)を主成分とする繊維集合組織はFCC金属を圧縮変形した場合に形成される集合組織として知られている。 L_{12} は原子の規則的な配列を考えなければFCCであり、主すべり系は $\{111\}\langle 110 \rangle$ と考えられる。単軸圧縮の場合には実験結果と解析結果が良く一致することで知られる応力に基づく解析法¹⁾でFCC金属の圧縮変形による集合組織を

推定したものを図4に示す。(100)から(110)を結ぶ線上で極密度が高くなっており、(110)近傍の極密度が最も高くなっている。本化合物の高応力組織を形成した条件にお

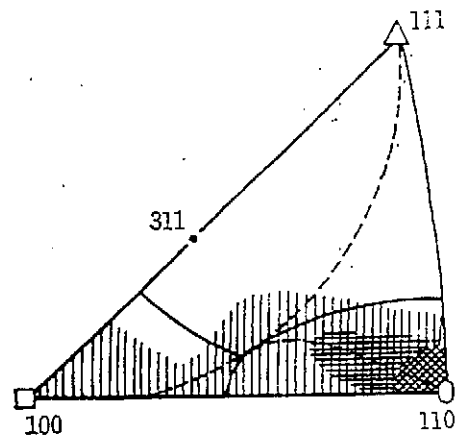


図4 $\{111\}\langle 110 \rangle$ すべり系が活動した場合のCalnanのモデルによる解析結果

いて(110)繊維集合組織が形成されたが、(110)が最終安定方位となることは、この解析結果と一致しており、通常の面心立方格子の変形集合組織形成の機構で説明することができる。しかし、このことは同時に同じように復旧過程が動的回復であろうと考えられる低応力組織において形成された(111)繊維集合組織を説明するためにはすべり系の変化や再結晶など別の要因を考えねばならないことを意味している。

4.2 (111)繊維集合組織の形成過程

(111)を主成分とする集合組織が再結晶により形成されているのか変形による格子回転により形成されているのかを判断するためには、集合組織の形成過程を調べることが重要である。再結晶により(110)繊維集合組織を下地として(111)繊維集合組織が形成されたのであれば変形初期には(110)を主成分とする集合組織が形成され、ひずみの増加とともに(111)繊維集合組織の形成が見られるはずだからである。

図5は低応力組織を持つ試料について集合組織を調べた結果である。上から順にひずみ0.5, 0.7, 1.2まで圧縮後の圧縮面の極密度の分布を表す逆極点図である。すべてのひずみにおいて(111)の単成分であることがわかる。再結晶粒の優先成長あるいは優先核形成により(111)繊維集合組織が形成されたのであれば、変形の初期に(111)には極が集積しておらず(110)に集積がみられるはずである。しかし変形初期においても集合組織の主成分は(111)であり、再結晶による格子回転で(111)繊維集合組織が形成される場合の予測とは一致しない。このことは主成分である(111)が再結晶ではなく、単軸圧縮の安定方位として形成されたことを意味する。

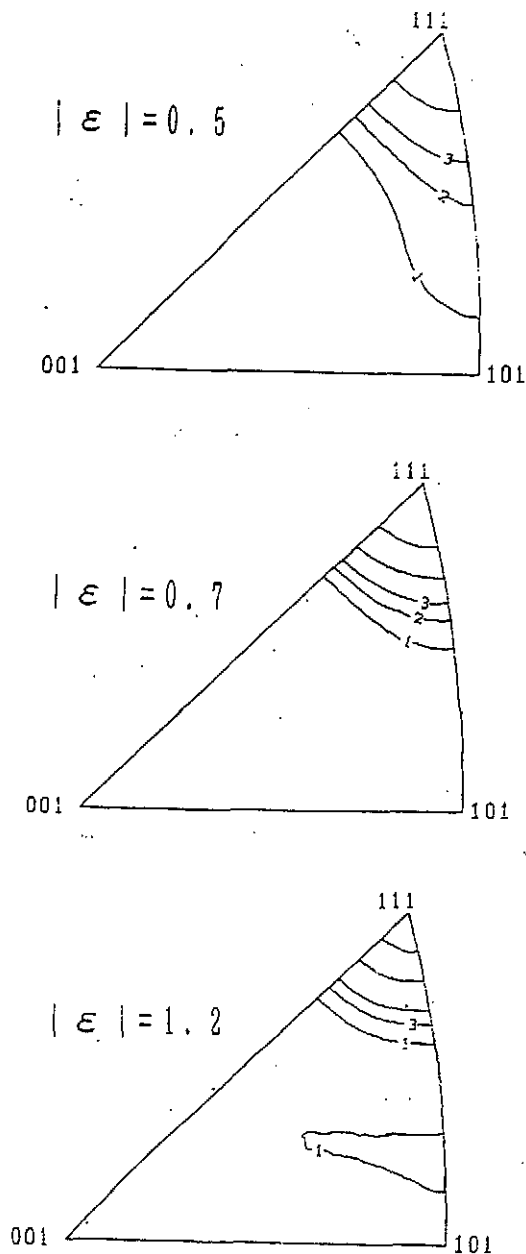


図5 低応力組織における集合組織の形成過程

4.3 安定方位が(111)となるすべり系

ここでは実験結果から変形集合組織であると結論した(111)を主成分とする集合組織がどのようなすべり系の活動により形成されたのかを考える。図6は(001)標準投影図である。(111)への格子回転には標準三角形の右または右上方向への回転が必要である。右方向には低指数では(110)面または(100)面などがある。圧縮変形の場合、すべり面法線が圧縮面に近づく回転が生じるため、この(110)または(100)がすべり面であると考えて解析を行った。本化合物と同じ $L1_2$ 型チタンアルミニドである $Al_{67}Fe_3Ti_{24}$ においては1073K以上の温度で立方体すべりが生じるといふ報告²⁾がある。しかし、解析の結果、 $\{100\}\langle 011\rangle$ すべ

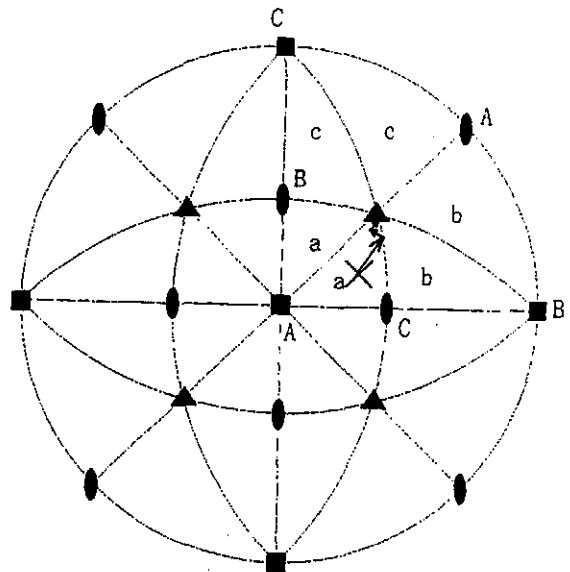


図6 最終安定方位が(111)となるようなすべり系の検討

り系では安定方位は(111)とはならない。また、 $\{110\}\langle 110\rangle$ すべり系が活動した場合にも安定方位は(111)とはならない。そこですべり方向を、 $\langle 110\rangle$ 方向以外の方向まで拡張して考えると、図6にA, B, Cと示した $\{110\}\langle 001\rangle$ すべりが活動した場合に(111)が最終安定方位となることが分かった。領域内のアルファベットはそれぞれの領域で一番Schmid factorの大きいすべり系と対応している。このすべり系が活動した場合の単結晶の格子回転を考える。最初にxの位置に圧縮面があったとすればAのすべり系のSchmid factor一番大きくなり、圧縮面はAの(110)面に向かって回転する。aの領域とbの領域の境界に移動した時点でBのすべり系とSchmid factorが等しくなり、二重すべりが生じて圧縮面は(111)方位に向かって回転する。このようにして(111)が最終安定方位となる。以上のようにすべり面を $\{110\}$ 、すべり方向を $\langle 001\rangle$ とすれば(111)が最終安定方位となることは一応説明できる。(111)繊維集合組織が形成される1273K以上では活動すべり系が調べられていないため、このすべり系が存在するかどうか不明であるが、ブリッジマン法で単結晶の作製が可能であるとの報告^{3), 4), 5)}もあり、近い将来すべり線の測定などで明らかになるものと思われる。

5. 結言

$L1_2$ 型金属間化合物 $Al_{66}Mn_9Ti_{25}$ の高温変形組織および集合組織を調査した結果以下の結論が得られた。

1. 高温変形組織は結晶粒の圧縮方向の断面形状がアスペクト比が高い高応力組織と、低応力組織、等軸な結晶粒が多く見られる中間応力組織の3グループに分類できる。動的復旧機構は高応力組織と低応力組織では動的回復、中間応力組織では動的再結晶であると考えられる。

2. 高温変形後に形成される集合組織の主成分は高応力組織では(110)、低応力組織では(111)、中間応力組織では(111)+(110)であることを明らかにした。

3. 低応力組織に形成される(111)を主成分とする集合組織は変形集合組織と考えられ、その形成機構の一つの可能性として、 $\{110\}\langle 001\rangle$ すべり系の活動が考えられることを示した。

本研究の一部は天田金属加工機械技術振興財団の奨励研究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。

参考文献

- 1) E. A. Calnan and C. J. B. Clews: *Phil. Mag.*, 41 (1950), 1085.
- 2) Z. L. Wu, D. P. Pope and V. Vitek: *Scr. Metall. Mater.*, 24 (1990), 2191.
- 3) Z. L. Wu, D. P. Pope and V. Vitek: *MRS Symp. Proc.*, 288 (1993), 487.
- 4) Z. L. Wu, D. P. Pope and V. Vitek: *MRS Symp. Proc.*, 288 (1993), 447.
- 5) S. A. Brown, D. P. Pope and K. S. Kumar: *MRS Symp. Proc.*, 288 (1993), 723.