新しい組織制御技術 (α'プロセッシング)による超微細粒組織を

有する航空機用チタン合金の圧延加工技術の確立

香川大学工学部 材料創造工学科

准教授 松本洋明

(平成 24 年度一般研究開発助成 AF-2012014)

キーワード:チタン合金、マルテンサイト組織、結晶粒微細化、強度-延性

1. 研究の目的と背景

Ti-6Al-4V 合金は優れた比強度特性を有し、各種特性の バランスに優れるため、Ti合金において最も使用されてい る合金系である.本合金においても結晶粒微細化と高機能 化に関する成果が世界的に多く報告されており,主に熱間 での動的再結晶(連続型)や強加工プロセスにより超微細 粒の組織形成が実現されている¹⁻⁴⁾.結晶粒微細化プロセ スは多くの強化手法の中でも,組成変化無しで靱性を損な う事無く強度が増加するため,工業的にも優位な強化手法 である.これまで著者らはα'マルテンサイト組織を利用 した超微細粒組織を形成するプロセスを開発した 5.6).本 組織の特徴として、平均径 0.4µm の微細粒組織を有し、ま た準安定なα単相の組織形態を有する点にある.一方でこ の研究は小試験片を用いた体系的な恒温鍛造試験の結果 であり,実際の製造・応用を考慮した場合,例えば大型な 板材製造の可能性や最適な熱間圧延加工条件の選定が必 要不可欠となる.

本研究では、Ti-6Al-4V 合金についてα'マルテンサイトを出発組織とした熱間圧延による超微細粒組織形成の可能性,またそれを実現する圧延加工条件の最適化を行った。更に、様々な条件下で製造した圧延材の引張特性(強度、延性)を評価し、更に時効熱処理を施し、組織を調整し、室温での強度特性について、粒径依存性および準安定 α単相およびβ相析出の影響を評価し、超微細粒組織を有するTi-6Al-4V 合金の機械的特性の優位性を評価するとと もに、強化因子について議論した.

2. α'を出発組織とした熱間加工での微細粒形成過程

初めに、 α' を出発組織とした熱間加工での微細粒形成 過程について述べる. Ti 合金は積層欠陥エネルギーが鉄鋼 材料などに比べ高く、平衡な(α + β)組織を出発組織とした 合金の熱間での変形過程においては動的回復や連続動的 再結晶 (CDRX)が支配的となり、サブグレインを主体とす る組織が形成される⁷⁾. そのため高角粒で構成する組織形 成には主に多軸鍛造等で多量のひずみを導入する強加工 プロセスが採用されている.一方で α' を出発組織とした 熱間加工においては、出発組織は針状の微細形態を有し、 内部には多量の転位および{10-11}双晶が自己調整機構で 既に導入されており、それらをサイトとして核形成・成長 型の不連続動的再結晶 (DDRX)が活発に発現するように なる⁶⁾. そのため、低ひずみ量でも均質な高角粒組織が得 られるのが特徴である.これを示した模式図を Fig.1 に示す.



Fig.1 熱間加工過程の組織変化機構

一方で、準安定相を出発組織とするために、高速変形下 で迅速な条件で加工を行う必要がある.小さな試験片を利 用した体系的な評価から,超微細粒組織が得られる加工条 件は具体的に加工温度が 700℃~900℃,加工速度(ひずみ 速度)が 1s⁻¹以上,また導入されるひずみ量が 0.8 以上で ある.

3. 供試材および実験方法

厚さ5mm,幅12cmの(α+β) Ti-6Al-4V 合金板を準備し, 1125℃-1hの条件で溶体化焼入れ処理を施し、α'マルテ ンサイト単相組織を得て、これを出発材とし700℃~ 800℃の温度まで加熱し、1passで2mm まで熱間圧延を行 った(これまでの基礎的評価の結果を踏まえ最適化した加 工条件(ロール周速、加工度等)を選定).以後、この加工 した素材をα'-UFG 材と呼ぶ.適当な粒径制御とβ相の析 出を目的として、α'-UFG 材を700℃および800℃で保持 時間を変化させて、熱処理を施した.得られた組織はEBSD 及び TEM で評価し、室温での強度特性等は引張試験によ り評価した(初期ひずみ速度 1.5×10⁻⁴ s⁻¹).

以上の試験は,超微細粒組織を創製するため,不連続動 的再結晶を活性化させる目的で1passにて圧延加工を行っ ているが,実際の工業的な加工を考慮した際,多パス加工 を検討する必要がある.そのため、本研究では加工温度が 700℃~800℃となりように多パスでの圧延加工も試み、微 細粒組織形成の可能性も併せて評価している.

また、この微細粒組織形成の可能性および圧延加工性の 評価については、汎用な有限要素解析コード DEFORM-3D (v. 10. 2)で加工条件(加工温度、ひずみ速度、ひずみ量) の評価を行うとともに、恒温鍛造試験の結果⁵⁾⁶⁾をベース として簡易的な組織予測モデルを構築し、それを DEFORM-3D に組込み、微細粒組織形成の可能性を評価した.

結果および考察

4.1 α'-Ti-6AI-4V 合金の熱間圧延による板材製造

圧延加工は幅 120 mm, 長さ 200 mm, 厚さ5 mm のマ ルテンサイト組織を有する Ti-6AI-4V 合金を, 750℃に加 熱させて, 1 pass で厚さ2 mm となるように行う. 使用し た圧延機のロール径は 460 mm であり, ロール周速は 43 m/min である. Fig. 2 は汎用コード DEFORM-3D を用いて 解析した圧延過程における (a) 有効ひずみと (b) 温度分布 である. これより, 圧延過程において均質に 1 以上のひず



Fig.2 有限要素解析(DEFORM-3D)で得られた特性の分

布 (a) 温度, (b) 相当ひずみ, (c) 動的再結晶粒径



 $d\alpha(\text{in }\mu\text{m})=94.1Z^{0.079}$ (equiaxed(α + β) starting microstructure)⁽⁸⁾ $d\alpha(\text{in }\mu\text{m})=1406.4Z^{0.139}$ (lamellar(α + β) starting microstructure)⁽⁹⁾ $d\alpha(\text{in }\mu\text{m})=271.5Z^{0.124}$ (α ' starting microstructure, *High Temp. or Low SR*) $d\alpha(\text{in }\mu\text{m})=20.4Z^{-0.084}$ (α ' starting microstructure, *Low Temp. or High SR*)

Fig.3 恒温鍛造試験より得られた動的再結

晶粒径とZ因子の関係

みが導入されることが観察され、また加工温度も850℃以 内で加工が行われている事が理解できる. Fig.3 は恒温鍛 造試験より得られた Zener-Hollomon(Z)因子と鍛造材の結 晶粒径(動的再結晶粒径)の関係を示している. Fig.3 には 等軸な(α+β)⁸⁾およびラメラ形態な(α+β)⁹⁾組織を出発組織 とした鍛造材の結果も併せて示している.これより, α' 組織を出発組織とした加工過程では,低温・高速加工にお いて、より微細な結晶粒が形成される事が分かる.これは 先述した通り,不連続動的再結晶がより活性化されたため であり、Fig.3からも明らかなように超微細粒組織を形成 するにはある程度制限された条件下で加工する必要があ る事が分かる.この2因子と粒径の関係を表した関係式を Fig.3 の下に示しており、これを DEFORM-3D に導入して、 圧延後の結晶粒径を予測した結果を Fig.2(c)に示している. これより、多少のばらつきは観察されるものの(加工温度、 ひずみ量,ひずみ速度の不均質性に起因),粒径 0.1µm~ 0.5µmの超微細粒形成が可能である事が理解できる.

Fig.4は圧延加工後の板材外観であり, 耳割れや表面ク ラックの発生は確認されず, 圧延加工が可能であった事が 理解できる.



 Fig.4 Ti-6Al-4V 合金
 マルテンサイトを出発

 組織とした熱間圧延材
 外観

4.2 圧延後および時効熱処理後の組織形態

Fig. 5(a)は圧延前の組織形態を示しているが, アシキュ ラー状の HCP 単相のα'マルテンサイト組織を呈している 事が確認できる. Fig.5(b)(c)は圧延後(1pass)の組織形態 ((b)EBSD-粒界マップ, (c)TEM 明視野像)を示している. こ れより, 圧延したα'-UFG 材は準安定α単相の組織で, 平均 粒径は0.4 μm で,超微細粒形態を有している事が観察さ れる. この組織は板材全面に渡り観察され, 均質に微細組 織を有する板材が製造された事が分かる. また, TEM 像 から強いひずみコントラストが観察され, 圧延過程にて多 量の転位が集積された事が示唆される.

Fig.6 はこのα'-UFG 材に対して 700℃, 800℃で保持時間 を変えて熱処理を施した組織形態(EBSD 粒界マップ)であ る.この熱処理過程においては,ほぼα単相であった組織 は 700℃の熱処理で約 6%のβ相が析出し,また 800℃の熱 処理では 10%のβ相が析出している.Fig.6 より等軸粒は等 方的に粒成長を起こし,低角粒界の頻度が増加している様 子が観察出来る.この低角粒界の頻度の増加については, 圧延で多量に導入された転位のサブグレイン化(連続再結 晶)に起因した事が考えられる. この粒成長挙動について より詳細にまとめた結果を Fig.7 に示す. 700℃では緩やか に粒成長しているのに対し, 800℃では著しく粒成長が進 行する事が理解できる. この粒成長過程において, 修正 Lifshitz-Slyosov-Wagner モデル(d^3 - d_0^3 = K_d t, d:粒径, d_0 :初期 粒径, t: 保持時間)で粒成長速度を見積もると, 粒成長速 度 K_d (μ m³/h)は 39.4 (at 800℃), 2.5 (at 700℃)であり, これ まで報告されている Ti-6Al-4V 合金の粒成長速度よりも 1 桁高い異常に速い粒成長を示す. これは α -UFG 材が α 単相 であり, 転位密度も高く, そのため時効過程で異常に高速 な粒成長を示したと考えられる.



Fig.5 (a) 圧延前の組織 マルテンサイト組織,
(b)(c) 圧延後組織((b)EBSD 粒界マップ, (c)TEM 明視野像)

4.3 室温強度特性

次にα'-UFG 材の室温強度特性および時効熱処理過程の 組織変化が強度特性に及ぼす影響を評価する.

Fig.8 は圧延後(α'-UFG 材)および時効熱処理後の合金の 引張試験より得られた応力-ひずみ曲線を示している.引 張方向は熱間圧延時の RD および TD の2 方向で評価して いる.これより,圧延後で最も高強度で良好な延性を示す 事が分かる.引張強度も1200MPa 以上の非常に高い強度 特性を示す.時効熱処理後,強度および延性は低下する. この結果は,強度は粒径の影響を受け,一方で延性はβ析 出の影響を受ける事を示唆している.

Fig. 9 はα 粒径と降伏強度(0.2%耐力)の関係(α'-UFG 材の製造時の熱間での圧延方向を RD, その垂直方向を TD と表記)を示している.これより微細化により線形的に強度が増加し,特に TD で高い強度を示すことが分かる.強



Fig. 8 α'-UFG 材,時効熱処理材の応力・ひずみ曲線

化因子について下記の Hall-Petch 強化(式(2))と転位集積
 (Bailey-Hirsch の式)および小角粒界による強化分(式(3))を
 考慮した式(1)より議論する. Fig.9 には式(1)で得られた計算値も併せて示している.

 $\sigma_{y} = \sigma_{0}(760 MPa) + \sigma_{H-P} + \sigma_{P} (1),$ $\sigma_{H-P} = kd^{-1/2} (k = 0.25 MPa \cdot m^{1/2}) (2)$

$$\sigma_{P} = M\alpha Gb \sqrt{\frac{1.5S_{\nu}\theta_{LAB}}{b} + \rho}$$
(3)

(k:Hall-Petch 係数, d:結晶粒径, M:Taylor 因子, α :材料定数(=0.01), G: 剛性率, b:バーガースベクトル, S_V : 小角 粒界密度(m^{-1}), θ_{LAB} : 小角粒界平均角, ρ : 転位密度)

計算値は TD の降伏応力(実験値)に非常に近い値を示し, 強化(Fig.5、実験値)が Hall-Petch 強化および転位集積や小



Fig.9 0.2% 耐力のα粒径依存性



Fig. 6 α'-UFG 材の静的熱処理後の組織形態(EBSD 粒界マップ)

Fig.7 保持時間と粒成長の関係

角粒界の影響を加味した強化により良く説明出来る. 計算 値において RD に比べ幾分か TD で高い強度を示すが,こ れは両者で Taylor 因子が異なるためで,活動する転位すべ りの異方性が強く影響したためである. 一方,実験値では RD の降伏応力は TD のそれに比べ,100MPa 以上低く, α' -UFG 材でわずかに残存する RD に伸長した粒(未再結晶 粒)の影響が考えられる. また σ_0 の値について結晶配向の 影響を考慮する必要がある.これまでの多数の報告と併せ て,強化因子を検討すると,超微細粒組織を有する Ti-6Al-4V 合金において,強化はβ相量の影響はわずかで, 粒径の大きさに強く影響を受ける事が分かった.

4.4 多パス圧延加工による微細粒組織形成の可能性評価

以上より,Ti 合金にてマルテンサイト組織を出発組織と して,適切な条件下で熱間圧延を施す事により超微細粒組 織を有する幅広な圧延材の製造が可能である事が示され た.一方でこの加工は不連続動的再結晶の活性化および粒 成長の抑制を目的として,1パスで圧延加工を行っている. そのため,圧延荷重が大きくなり,圧延ロールに対する負 荷が大きく,実際の工業的製造を考慮した場合,多パスで の加工を検討する必要がある.本節では,多パス加工と組 織形成の関係を評価している.

ここで多パス圧延加工は上記と同様に 750℃に試料が 加熱されて,目的の厚さに圧延し,再度,750℃となるよ う加熱し,圧延を行い,これを繰り返す事で目的の厚さま で圧延を行っている. Fig.10 はマルテンサイトを出発組織 として,各厚みまでパス数を変え,圧延した Ti-6Al-4V 合 金の組織形態(SEM 反射電子像)を示している. (a)が 3 パス で 1.3mm に, (c)が 5 パスで 1.3mm までに圧延した結果で あり,いずれも粒径 1µm 以下の等軸状の微細粒組織が形 成されている事が分かる.一方で,2.5mm までに 3 パスで 圧延した結果(Fig.10(c))では,マルテンサイトの針状形態 が残存しており,4mm から 2.5mm の 37.5%の圧下率では 未動的再結晶部が多く,均質な微細粒形態を呈していない 事に気付く.そのため,均質な微細組織形成には 67%以 上の圧下量で加工を施す必要がある事が分かる.

いずれにせよ、3 パス材および5 パス材ともに均質な等 軸状微細組織を呈す事が確認され、多パス加工でも微細化 が可能である事が示された.力学特性については Fig.10(a)、 (c)いずれの組織を有する合金についても 1100 MPa 以上の 高強度特性を示す事が確認されている.



Fig.10 多パスで圧延加工を行った Ti-6Al-4V 合金の組織形態(SEM 反射電子像)

5. 結言

本研究では、Ti-6Al-4V 合金についてα'マルテンサイトを出発組織とした熱間圧延による超微細粒組織形成の可能性、またそれを実現する圧延加工条件の最適化を行った.

これまで得られた小テストピースでの鍛造試験と組織 変化の結果を FEM に組込み, 圧延加工条件の最適化なら びに微細粒組織形成の可能性評価を初めに行い, 0.5mm 以下の等軸微細粒組織形成が可能である事を評価し, 更に 最適な加工条件を選定した. この条件(750℃~850℃, 1pass)で圧延した素材(α′-UFG 材)は, 粒径 0.4µm 以下の 等軸微細粒組織を呈し, 1100MPa 以上の著しい室温強度 特性を示す事が分かった.

このα'-UFG 材は時効熱処理過程で異常に速い粒成長 を示す.これは圧延後の組織が準安定α単相の組織であり, βによるピニング効果の影響が小さいためである.時効に より強度特性が変化するが,強度(実験値)は Hall-Petch 式 と小角粒界の影響を加味した構成式で良く説明出来る事 が分かった.

更に、多パス圧延加工による微細粒組織形成の可能性を 評価した結果、1 pass 材に比べ、熱的に平衡なβ析出が顕 著に現れるが、1μm以下の微細粒組織が形成されており、 更に1100MPa を超える高強度特性を維持できる事が明ら かとなり、工業的にも製造可能である事が示された.

謝辞

本研究は公益財団法人天田財団からの一般研究開発助成 の交付(AF-2012014)により実施されたものであり,関係 各位に厚く感謝の意を表します.

参考文献

- 1) R.S. Mishra, V.V. Stolyarov, C. Echer. R.Z. Valiev, A.K. Mukherjee, Mater Sci Eng 2001; A298: 44-50.
- 2) Y.G. Ko, W.G. Kim, C.S. Lee, D.H. Shin, Mater Sci Eng 2005; A410-411: 156-9.
- 3) A.V. Sergueeva, V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev, A.K. Mukherjee , Scripta Mater 2000; 43: 819-24.
- 4) S.V. Zherebtsov, G.A. Salishchev, R.M. Galeyev, O.R. Valiakhmetov, S. Yu. Mironov, S.L. Semiatin, Scripta Mater. 2004, 51, 1147-1151
- H. Matsumoto, S.H. Lee, Y. Ono, Y. Li, A. Chiba, Adv Eng Mater 2011; 13: 470-4.
- 6) H. Matsumoto, L. Bin, S.H. Lee, Y. Li, Y. Ono, A. Chiba, Metall Mater Trans A 2013; 44: 3245-60.
- 7) T. Furuhara, B. Poorganji, H. Abe, T. Maki: JOM, 59 (2007) 64-67.
- 8) T. Seshacharyulu, S.C. Medeiros, W.G. Frazier, Y.V.R.K. Prasad: Mater. Sci. Eng., A284 (2000) 184-194.
- 9) T. Seshacharyulu, S.C. Medeiros, W.G. Frazier, Y.V.R.K. Prasad, Mater. Sci. Eng. A325 (2002) 112-125.