チタン合金薄板の超塑性成形温度低減のための組織指針明確化

宇宙航空研究開発機構　宇宙科学研究所
教授　佐藤　英一
（平成 25 年度一般研究開発助成 AF-2013026）

キーワード：超塑性　チタン合金　EBSP

１．研究の目的と背景

チタン合金は，航空機用構造材料の中で，500°C 程度まで比強度と比破壊靭性が最も高い．航空機産業では現在，機体の軽量化に伴い，炭素繊維強化樹脂（CFRP)の需要が高まっている．一方，チタン合金は優れた力学的特性に加え，熱膨張係数が CFRP と近く，電蝕反応も発現しないため，複合材料との親和性が高く，重要性は以前より増している．

適切な温度，ひずみ速度で 数百%以上の巨大伸びを発現する超塑性変形能を有するチタン合金においては，超塑性ブロー成形が可能である．宇宙科学研究所では，従来より，科学衛星の軌道・姿勢制御用燃料タンク [1] にチタン合金（Ti-6Al-4V）薄板の超塑性ブロー成形を実用的に使ってきている．しかしながら、不活性ガス雰囲気、900℃程度の高温、30 分程度の成形に加え長時間の加熱冷却時間が必要なため、一般部材に適用するには生産性が低い．また，表層に生成される酸素拡散層の除去も必要である．従って，低温・高速超塑性は工業的に有利になる．そのため Ti-6Al-4V 合金よりも超塑性発現温度に優れた SP-700 (Ti-4.5Al-3V-2Fe-2Mo, AMS4899C)というチタン合金が日本鋼管(現 JFE スチール)より開発され，日本発の合金として AMS(Aerospace Material Specifications)を取得し、航空宇宙産業で使われるようになってきている [2].

これまで，超塑性のメカニズムは緩和を伴う粒界すべりが結晶粒数個単位で協調的に起こることによるもの(協調的粒界すべり)と言われている．これまで，粒界すべりは資料表面のけがき線のずれや粒界での表面段差など，表面観察でのみ確認されてきたが，表面近傍の結晶粒は周囲の粒から拘束を受けないため，試料表面の挙動は必ずしも内部の挙動を再現しているわけではない [3]．そこで，本研究は SP-700 を用い，超塑性で重要な役割を持つ協調的粒界すべりを，高温引張試験後の試料内部の断面微細組織における局所方位差で評価をすることを目的とした．

2. 実験方法

2.1 高温引張試験

試料には SP-700 圧延板を用いた．化学組成を表 1 に示す．圧延加工時のひずみの緩和を目的としてあらかじめ 800°C, 24 h の焼鈍を施した．これにより，粒径は RD 方向に 5μm，ND 方向に 1μm となった．試験片は，放電加工機(ブラザー社, HS-300)を使用し，図 1 に示す形状と寸法に切り出した．試験片は全て圧延方向(RD)に対して垂直な方向(TD) が引張方向となるようにした．

高温引張試験は，オートグラフ(島津製作所，AG-100kNG)を用いて，初期ひずみ速度 1×10^{-4} ～ 1×10^{0} s^{-1} でそれぞれクロスヘッド速度を一定にして行った．温度制御は 3 段式の加熱炉を用いて，750, 800°C の大気中で試験を行った．組織観察は，変形中の転位組織を凍結した試料で行う必要がある．そのため，組織観察は，クリープ試験において荷重を負荷したまま冷却して試験を中止したクリープ試験中断材に対して行った．これにより， 750℃，1×10^{-2} s^{-1} の条件を模擬するため，55 MPa の荷重で，0, 30, 100 s のクリープ中断試験を実施した．

表１　SP-700 の化学組成

Al(mass%)	V	Mo	Fe	O	Ti
4.39	2.95	2.01	2.01	0.09	Bal.

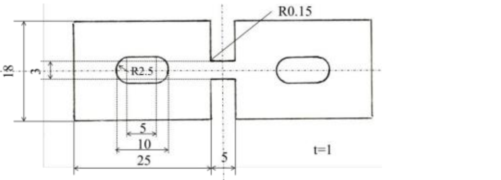

図 1. 試験片形状

2.2 局所方位差の解析

解析は，変形後の試料平行部の TD 断面に対して行った．機械研磨後，クロスセクションポリッシャー（JEOL, IB-09010CP）を用い，3 kV, 2 h の条件でイオン研磨した．本研究では，結晶方位解析において電子線後方散乱回折（Electron Back Scattered Diffraction Pattern: EBSD）法を使用した．これは走査電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope: SEM, JEOL, JSM-7100 F）の試料室内で 70°傾斜させた試料に電子線を照射した際に電子線後方散乱回折により発生するバンドを投影し，そのバンドに指数付けをすることで照射点の結晶方位の測定を行う手法である．また，局所方位差は，EBSD 法より得られた方位から KAM 値を計算し，求めた．KAM 値は 1 つのピクセルを取り囲む周りの点との方位差の平均として求める．粒内の局所方位差は，幾何学的必要転位の存在によって

生じるものであり，ミクロな塑性ひずみ量や幾何学的必要転位（GN 転位）密度と相関が示されている（図２）[4]．従って，KAM 値の分布を比較することで変形挙動の検討を行った．なお，KAM 値の測定及び解析には OIM ソフトウェア（TSL, OIM Data Collection6 と OIM Analysis6.2）を用いて行った．

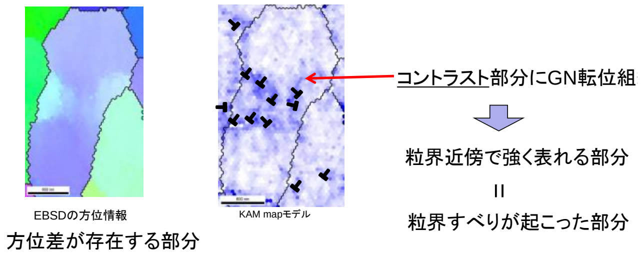

図２　EBSD 結晶方位方位マップと KAM マップ

3. 試験結果及び考察

3.1　高温引張試験

高温引張試験によって得られた 750，800℃での応力-ひずみ曲線を図３に，変形応力と伸びのひずみ速度に対する挙動を図４に示す．ここで変形応力は，ひずみ 0.1 のときの応力とした．図４の応力-ひずみ速度の両対数プロットの傾きがひずみ速度感受性指数（m値）である．

800℃においては，ひずみ速度の遅い側からm値が低い領域Ⅰ，m値が高い領域Ⅱ，再びm値が低い領域Ⅲに遷移しており，それぞれの領域における応力-ひずみ速度曲線は同じ形をしている．m値が大きくなる条件で 400%以上の大きな伸びが得られており，典型的な超塑性変形が発現していると言える．特に 750℃，$1\times10^{-2}\ s^{-1}$ の条件で 1200%以上の大きな伸びが得られており，以後の組織観察は，低温，高速で超塑性を実現したこの条件を中心に行った．

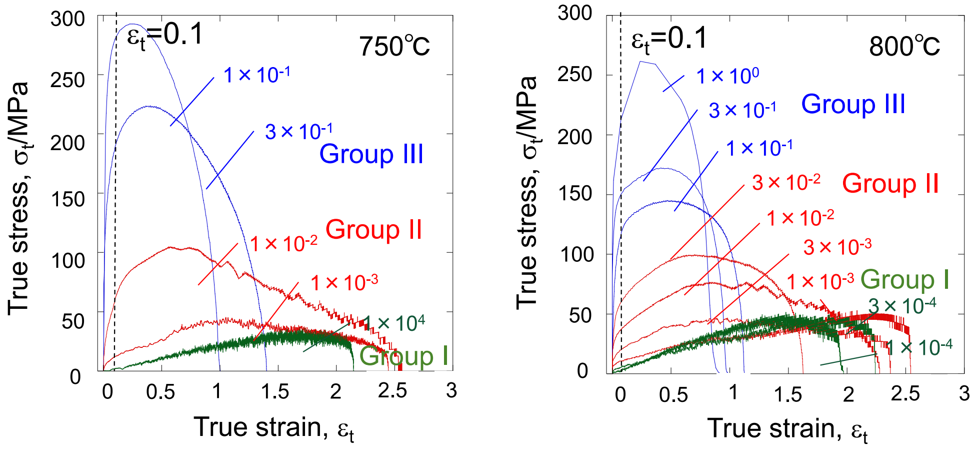

図３　応力-ひずみ曲線

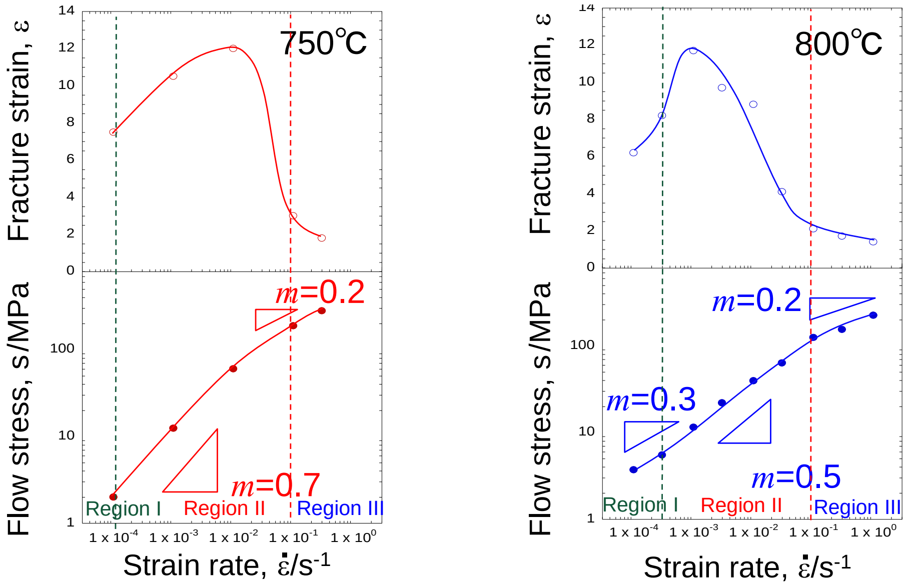

図４　変形応力と破断伸びのひずみ速度依存性

3.2　組織観察

低温，高速で超塑性が得られた 750℃，1×10^{-2} s^{-1} の試験を模擬したクリープ中断試験を実施した．ひずみ 0，0.2，0.9 において変形中の転位組織を凍結するように試験を中断し、SEM/EBSD 解析を行った．得られた EBSD IPF マップを図５に，またより広い視野の IPF マップを図６に示す．

図５の IPF マップにおいて，$\varepsilon=0.9$ では $\varepsilon=0$，0.2 よりも大角粒界の大きさが増加し，小角粒界の割合が減少している．すなわち，粒内に小角粒界を持つ伸長した結晶粒は，変形が進行すると小角粒界が大角化し，小さな結晶粒に分断されていく．これはまさしく，Al-Zr 合金（SUPRAL）などで観察されている超塑性変形中の動的連続再結晶の素過程に他ならない．

図６には，この動的連続再結晶の挙動をより明確にするため，図５よりも広範囲の IPF マップを示す．$\varepsilon=0$ と 0.9 はそれぞれ別視野のものであるが，どちらにも，黒太線で囲んだ細長い α 粒が観察される．ただし，この α 粒は，$\varepsilon=0$ では小角粒界で分断された一つの粒であるのに対し，$\varepsilon=0.9$ では，幾つかの箇所で完全に分断されている．すなわち，元々一つの粒であったと考えられる伸張した α 粒が，超塑性変形により分断され，分断された粒はより微細で等軸な形状に変化している．$\varepsilon=0.9$ では，黒丸で囲んだ β 粒 2 ヶ所に関しても，間もなく分断されるであろうという箇所が観察できる．

図７には，IPF マップから作成した KAM マップを示す．ここで赤は α 相，青は β 相を示し，コントラストの強さは KAM 値の大きさを示しており，そこに蓄積している幾何学的必要転位（GN 転位）密度に対応している．$\varepsilon=0$ から 0.2 の変形初期では，初期に存在していた残留ひずみによる KAM コントラストが低くなっており，これは変形初期に粒内転位が回復したことを示している．粒内転位は，回復により小角粒界に再配列し，吸収され，小角粒界の大角化をもたらしたと考えられる．

一方，$\varepsilon=0.2$ から 0.9 への変形では，KAM コントラストトコントラストは再度高くなっている．特に，ほぼすべての β 粒界の近傍に，高い KAM コントラストが集中していることが分かる．これは，高速の粒界すべりを緩和するために粒界近傍のマントル領域でのみ転位が活動するという，Gifkins のコア・マントル機構 [5] が働いていることを示唆している．したがって，変形中には α/β 相界すべり，β/β 粒界すべりが優先的に起こり，その応力集中の緩和のために導入された転位が，β 粒の周りにある幅を持って堆積したとものと考えられる．

以上より，SP-700 の低温，高速側の条件で起きる超塑性変形では，以下の４つのステップで組織変化が生じていると纏めることができる．

１．長時間のアニールにもかかわらず，もともと一部に圧延方向に長く伸長した結晶粒が残されている．

２．変形初期には，伸長した粒のくびれた部分で転位が再配列し，小角粒界を形成する．

３．その後の変形で，小角粒界が大角化し，結晶粒が分断され微細化，等軸化する．

４．新たに形成された粒は元の粒より粒界すべりに寄与しやすい形状をしており，超塑性変形神鋼に有利に働く．

この組織変化は，連続動的再結晶の素過程そのものである．連続動的再結晶は，析出粒子の粒界ピンニング効果が大きく静的再結晶が抑制された Al-Zr 合金（SUPRAL）などに特有の現象と考えられてきたが，同様の現象が一般の合金でも生じることがあることが示された．

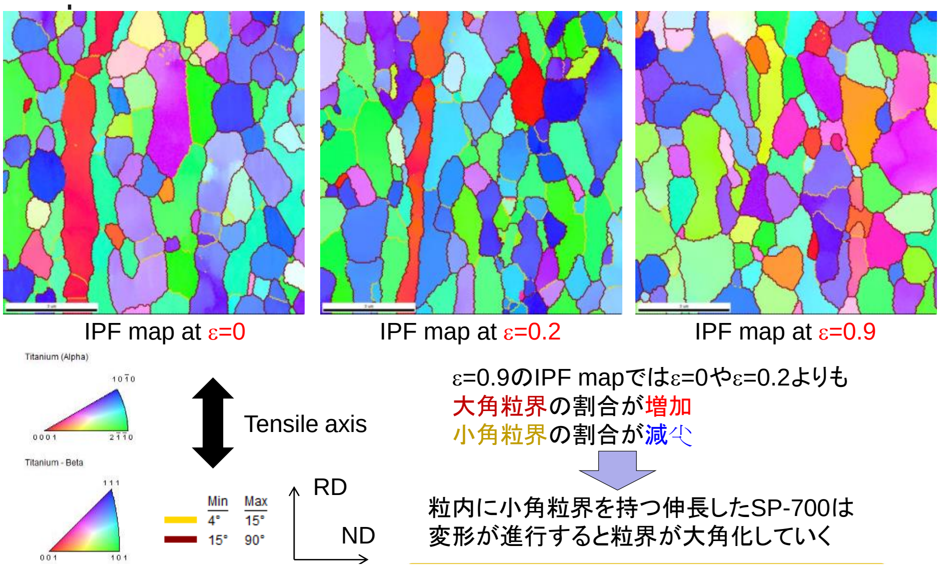

図５　途中止め試験片の EBSD 方位差マップ

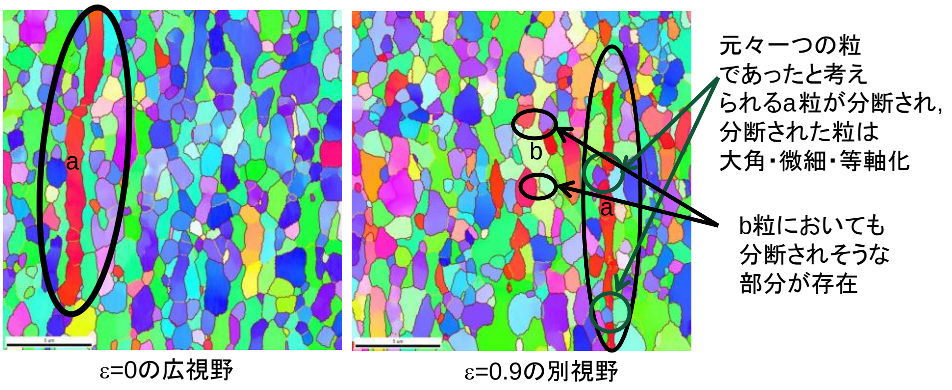

図６　変形前後の広範囲の IPF マップ

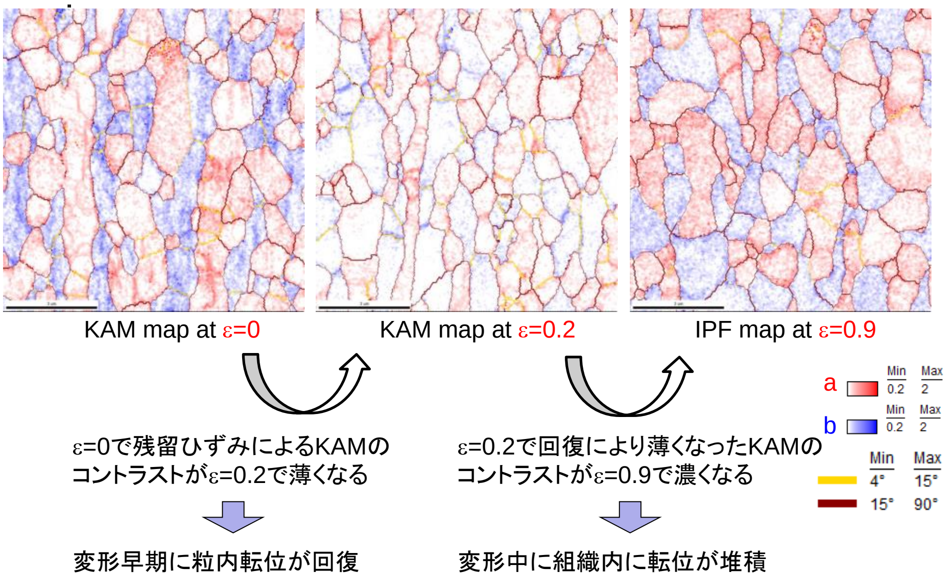

図７　途中止め試験片の EBSD・KAM マップ

4. 結論

本研究では，実用超塑性α/β型チタン合金 SP-700 の低温，高速の超塑性が発現した条件において，材料内部における変形後組織の観察を，SEM/EBSD 法により行った．

1．圧延方向に伸長した粒のくびれ部に転位が再配列誌た．またそのような部分で結晶粒が分断・粒界が大角化した．SP-700 において，連続動的再結晶の素過程が観察され，その後の超塑性変形に有利に働く可能性が示唆された．

2．α/β相境界近傍に GN 転位組織が残留していた．これらは粒界すべりに寄与したものと考えられる．

参考文献

[1] E. Sato, S. Sawai, K. Uesugi, T. Takami, K. Furukawa, M. Kamada and M. Kondo: Mater. Sci. Forum 551–552 (2007), 43–48.

[2] JFE 技報, No.5 (2004/8), 63-64.

[3] 増田紘士，谷口聡，佐藤英一，杉野義都，鵜飼重治，日本金属学会誌, 79 (2015), 287-294.

[4] N.Kamikawa, et al. Acta Mater, 74 (2009), 4198–4208

[5] R.C.Gifkins, Metall. Trans. 7 (1976), 1225.