

層状 Ti-Al 合金の熱間鍛造と選択溶解によるナノラメラ多孔体創製

東北大学 金属材料研究所

准教授 小泉 雄一郎

(平成 26 年度一般研究開発助成 AF-2014024)

キーワード：熱間鍛造, TiAl 合金, 層状組織, 多孔体, 選択溶解

1. 研究の目的と背景

軽量耐熱材料としての普及が進む Ti-Al 合金は、図 1 に示す fcc 基 $L1_0$ 型規則構造の γ -TiAl 相と hcp 基 $D0_{19}$ 型構造の α_2 -Ti₃Al 相とが、図 2 に示す互いの最密面最密方向を共有して積層した層状 (ラメラ) 組織を形成することで高強度となる。そのため層状組織制御の研究が多くなされてきた。一般に、構造材料に用いる合金に安定した材料特性を発現させるためには組織の均一微細化が必要であり、熱間鍛造はそのための最も一般的な手法の一つである。TiAl 合金においても熱間鍛造による組織制御がなされてきた¹⁾。特に層状 TiAl 合金では、塑性加工は結晶粒微細化だけでなく、転位導入によりその後の時効熱処理において形成される層状組織を微細化することにも有効である¹⁻³⁾。

一方、層状 Ti-Al 合金に食塩水中で 1 V 程度の電位を印加すると、 γ -TiAl 相のみが選択的に溶解され層状の多孔体が得られることを示してきた⁴⁾。さらに、耐食性研究の中で、硫酸アンモニウム水溶液中で 0.5 V 程度の電位印加で陽極酸化が生じ Ti と Al の複合酸化膜が形成されることもこれまでの研究の中で見出してきた^{5,6)}。この複合酸化膜形成が高誘電率を示すと期待され、ラメラ多孔体化による比表面積増大と組み合わせればキャパシター等、構造材料以外の新たな用途が開拓できると期待される。

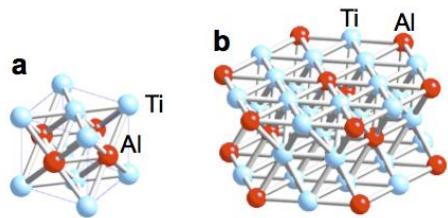


図 1. 層状 Ti-Al 合金の構成相の結晶構造. (a) γ -TiAl 相 (fcc 基 $L1_0$ 型構造), (b) α_2 -Ti₃Al 相 (hcp 基 $D0_{19}$ 型構造).

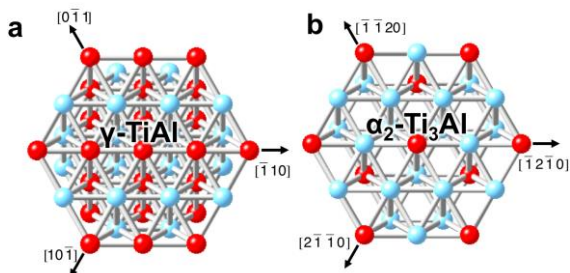


図 2. 層状 Ti-Al 合金の層界面に平行な結晶面の原子配列. (a) γ -TiAl 相の {111} 面, (b) α_2 -Ti₃Al 相の (0001) 面.

さらに、単結晶を用いて層状組織形成に及ぼす熱処理前塑性変形の影響を調べた実験結果によれば、適度な密度の転位が存在する状態で熱処理を施せばラメラ間隔 10 nm オーダーの超微細な層状組織の形成も可能である。従って、上記の熱間鍛造を動的再結晶が発現する条件で行い、適度な転位密度の微細結晶粒を造り、その後層状化熱処理を施せば、これまでより一桁微細な層状組織を得ることができ、それに選択溶解を施して陽極酸化を施せば、高い比表面積と高い酸化皮膜の誘電率との相乗効果で、現行のコンデンサーに比べ単位面積当たりの蓄積エネルギーの高いキャパシター等の実現が可能と考えられる。しかしながら、Ti-Al 合金の熱間鍛造は困難で、加工条件によっては亀裂発生が問題となる。また亀裂発生しない場合でも、結晶粒や層状組織が不均一となる等の問題がある。均一に結晶粒と層状組織を微細化するには、熱間加工条件と熱処理条件と形成される組織の関係を系統的に評価する必要がある。そこで本研究では、以下の調査を行うことを目的とした。

1. ナノラメラ多孔体化後の比表面積最大化を目指して、 γ -TiAl 相と α_2 -Ti₃Al 相との体積比が 1 対 1 となる組成 Ti-40at%Al の合金に対して、種々の温度・ひずみ速度で熱間鍛造を施し、加工条件と得られる組織の関係について、結晶粒 (ラメラコロニー) サイズ、層間隔及びそれらの均一性を調べるとともに、その後の熱処理による組織変化を系統的に調べ、最適条件を明らかにする。
2. 上記「1.」の実験で均一微細な層状組織が得られる条件で熱間鍛造と熱処理を施すことで種々に制御した層状 Ti-Al 合金に対し、食塩水中での電位の印加により Al-rich な TiAl 相を選択溶解により除去し、種々の幅の板状ポアから成るナノラメラ多孔体を製造する。得られたナノラメラ多孔体に陽極酸化を施すことで酸化皮膜を生成させる。
3. 上記「2.」で得られる構造のサイズ測定や組成分析を行い、「1.」の熱間鍛造で得られる層状組織中のラメラコロニーサイズ及び層間隔との関係を評価する。

以上の結果に基づき、層状組織の相間隔やコロニーサイズの支配因子を解明するとともに、比表面積を最大化や均一性の向上に適した熱間加工条件ならびに二相化熱処理条件を探索する。また、その選択溶解によるナノラメラ多孔体形成と、陽極酸化による酸化皮膜形成挙動を調査し、高性能キャパシター等への応用の可能性を探索する。

2. 実験方法

2.1 熱間加工再現試験

熱間加工と組織との関係を調べるために、コールドクルーシブル誘導加熱溶解にて製造した Ti-40at%Al 合金から $\phi 8$ mm 高さ 12 mm の試験片を切り出し、熱間加工再現試験装置（富士電波工機 サーメックマスター-Z）での熱間鍛造実験を、1273 K から 1473 K の各温度にて、 $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の種々のひずみ速度で行った。その組織を動的

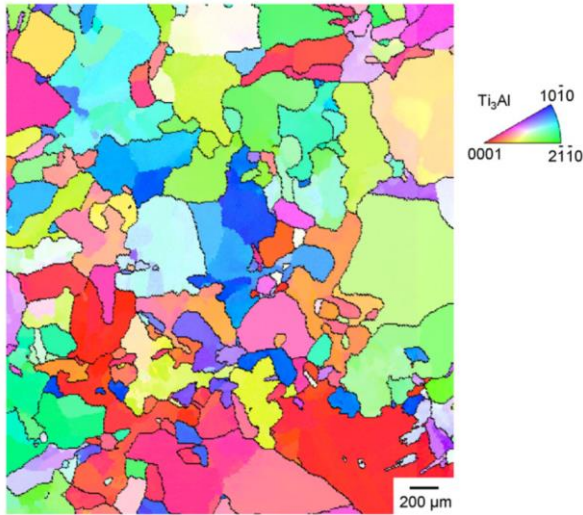


図3 Ti-40at%Al 合金多結晶鋳造まま材の IPF 方位マップ。
[D.X. Wei et al. / Materials and Design 98 (2016) 1–11.]⁷⁾

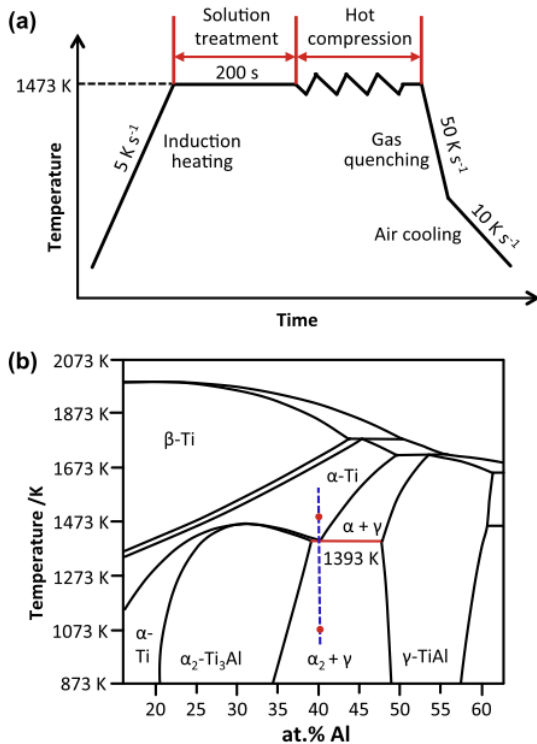


図4 (a) Ti-40at%Al 合金多結晶材の熱間鍛造実験の温度及び加工履歴、(b) Ti-Al 2 元系平衡状態図に示した合金組成と熱処理温度。 [D.X. Wei et al. / Materials and Design 98 (2016) 1–11.]⁷⁾

再結晶発現による結晶粒微細化ならびに結晶粒内部への転位組織の形成に注目して、走査電子顕微鏡後方散乱電子回折 (SEM-EBSD) 装置ならびに透過電子顕微鏡 (TEM) にて観察・評価した。組織と加工条件の関係から均一微細結晶が形成されかつ結晶粒内部に層状組織形成の起点となる転位が高密度に導入される熱間鍛造条件に注目して、その変形挙動について結晶塑性理論に基づき検討した。

2.2 二相化時効熱処理

2.1 節に記した熱間加工で得られる材料組織は、hcp 基の $D0_{19}$ 型規則構造を有する α_2 単相あるいは、 α_2 -Ti₃Al 母相に少量の γ -TiAl 相が析出した二相組織になっている。平衡状態図上で $\alpha_2 + \gamma$ 二相平衡となる 500°C から 900°C の各温度で種々の時間時効熱処理を施し、得られた組織を SEM-EBSD ならびに透過型電子顕微鏡 (TEM) にて観察評価した。

2.3 選択溶解

2.2 節に記した手法で得られる組織に対して、0.5M NaCl 水溶液中での選択溶解処理を施し、Al-rich な γ -TiAl 相を除去し、ナノメラ多孔体を得る。さらに硫酸アンモニウム水溶液中にて陽極酸化を施すことで、酸化皮膜で覆われたナノメラ多孔体を得た。酸化皮膜の化学組成を X 線光電子分光 (XPS) により評価した。

3. 実験結果

Ti-Al 合金多結晶の熱間鍛造条件と加工組織形成および再結晶挙動の関係を解明するとともに、その後の相分離熱処理によるナノ層状組織の形成機構を解明した。さらに Al-rich な TiAl 相を選択溶解することで高アスペクト板状ポアを創製し、加えて陽極酸化することで階層的ナノメラ多孔体創製にも成功した。以下に具体的結果を記す。

3.1 Ti-40at.%Al 合金多結晶の高温変形挙動

図5に 1473 °Cにて種々のひずみ速度 ($\dot{\epsilon}$) で行った熱間圧縮試験で得られた真応力—真ひずみ曲線を示す。変形応力はひずみ速度に強く依存した。 $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$ の場合、約 30 MPa で降伏した後にほぼ一定の応力で変形し続けた。ひずみ速度の増大とともに変形応力が上昇し、ひずみの増大とともに流動応力が低下する傾向が見られた。さらに、ひずみ速度 0.1 s^{-1} 以上では、降伏直後に変形応力が急峻に低下する降伏点降下現象が生じた。降伏点降下は $\dot{\epsilon}$ の増大とともに顕著となり。 $\dot{\epsilon} = 5 \text{ s}^{-1}$ の場合には、350 MPa 以上の高い応力で降伏した後にひずみ 0.1 までに 100 MPa 以上も応力の急速な低下を示し、ひずみ約 0.2 まで応力一定のプラトー領域を経た後に、ひずみ 0.7 まで応力がなだらかに減少する特徴的な応力ひずみ応答を示した。

図6および図7に変形後の結晶粒組織をそれぞれ、EBSD の IPF 方位マップおよび KAM マップにより示す。最小のひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$ で変形した場合 (図 6a)、荷重軸

方向に[0001]方向が配向した粗大な結晶粒と、それを取り囲む様に分布した粒径 100 μm 以下の微細で配向性の低い結晶粒が混在した組織が得られた。KAM 値は全体的に高い値を示していることから (図 7a)、[0001]方向に配向した結晶粒は、変形前から存在した結晶粒が底面すべりに支配された変形にともなう結晶回転で形成されたもので、微細な結晶粒は動的再結晶により生成した結晶粒に塑性ひずみが導入されたものと推定される。

ひずみ速度の増大に連れて、[0001]配向した粗大結晶粒部分の割合が減少し、動的再結晶あるいは変形後の静的再結晶した領域の割合が増し、 $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ の場合にはほぼ全面が、配向が弱く (図 6d) ひずみの少ない (KAM 値の低い (図 6d)) 平均粒径 5 μm 以下の微細粒で覆われた。

高ひずみ速度での変形で見られた大きな降伏点降下現象の原因を明らかにするため、降伏点降下発現前後のひずみ量 (ϵ) まで変形を中止して EBSD により組織観察した。その結果を図 8 に示す。降伏点に達する前の $\epsilon=0.012$ (図 8a) の時点から白矢印で示すように微小な伸張した結晶粒が現れ始め、降伏点に達する近傍ではそれらの伸張した結

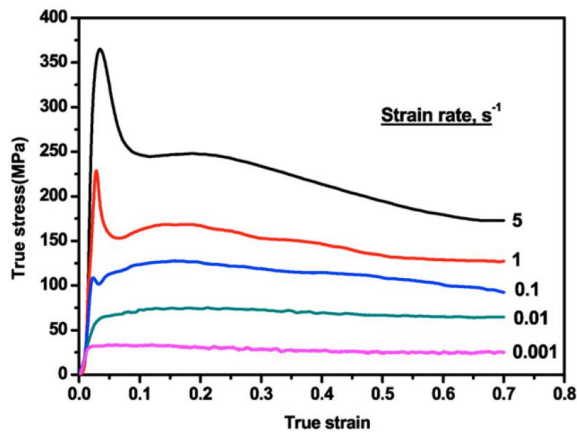


図 5. Ti-40at%Al 合金多結晶を 1200°C にて種々のひずみ速度で変形して得られた真応力-真ひずみ曲線.⁸⁾

晶粒が、各結晶粒内に多数形成された。伸張した結晶粒は元々存在した結晶粒と方位関係を有し、一つの結晶粒から発生する結晶粒は、1 あるいは 2 種類の方位を有していた。方位差と晶癖面の幾何学的考察により、伸張した結晶粒は、 $K_1: \{11\bar{2}1\}$, $K_2: \{11\bar{2}\bar{2}\}$, $\eta_1: \{11\bar{2}\bar{6}\}$, $\eta_2: \{11\bar{2}3\}$, $s = 0.232$ で表される双晶要素を有する変形双晶であることが判明した。このことから、高ひずみ速度での変形により、通常の動的再結晶発現による結晶粒微細化の傾向と異なり、高ひずみ速度での変形により微細結晶粒が得られたのは、変形双晶の形成による結晶粒微細化機構の発現によるものであることが明らかとなった。変形後の内部組織を TEM にて観察したところ、図 9 に示す様に、高密度の転位が存在したことから、微細結晶粒が変形中に形成されたもので、形成後にさらにひずみが導入されたことが確認された。転位の成分を同定するため回折条件を変えて観察を行った

ところ、本合金中で最も活動し易い転位である Burgers ベクトル $\mathbf{b}=1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ の a 転位が高密度に存在するのに加え、通常の変形では活動し難い c 転位が多量に導入されていることが認められた。

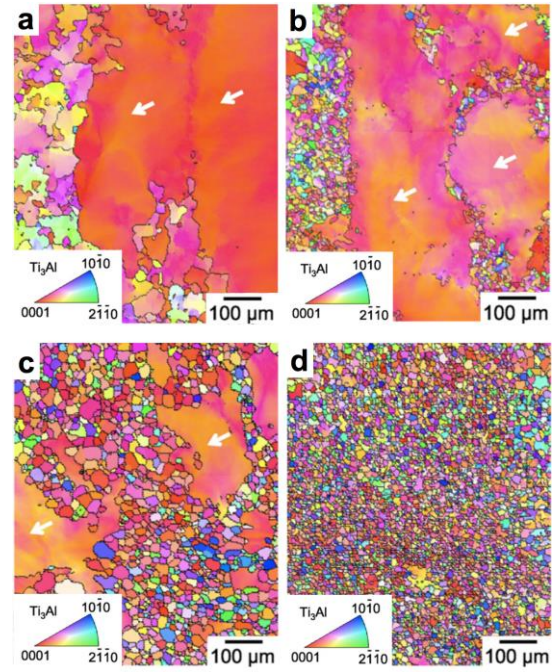


図 6. Ti-40at%Al 合金多結晶を 1200°C にて種々のひずみ速度 ($\dot{\epsilon}$) で変形して得られた組織の EBSD-IPF 方位マップ. (a) $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$, (b) $\dot{\epsilon} = 0.01 \text{ s}^{-1}$, (c) $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$, and (d) $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$.⁸⁾

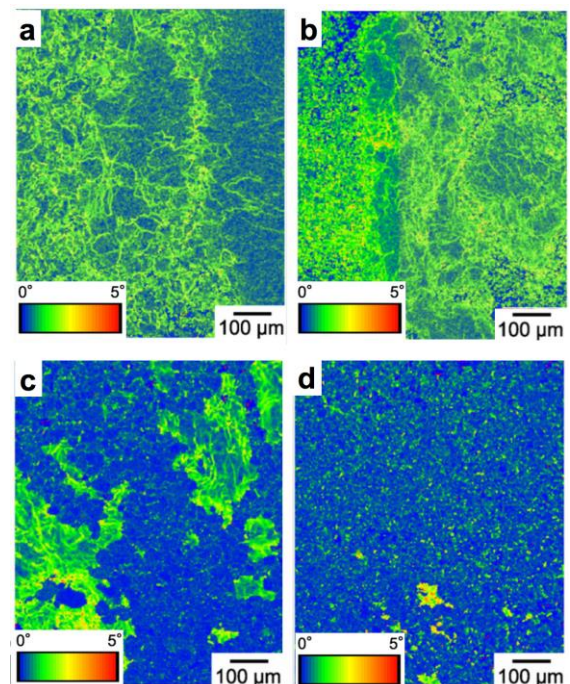


図 7. Ti-40at%Al 合金多結晶を 1200°C にて種々のひずみ速度 ($\dot{\epsilon}$) で変形して得られた組織の EBSD-KAM マップ. (a) $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$, (b) $\dot{\epsilon} = 0.01 \text{ s}^{-1}$, (c) $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$, and (d) $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$.⁸⁾

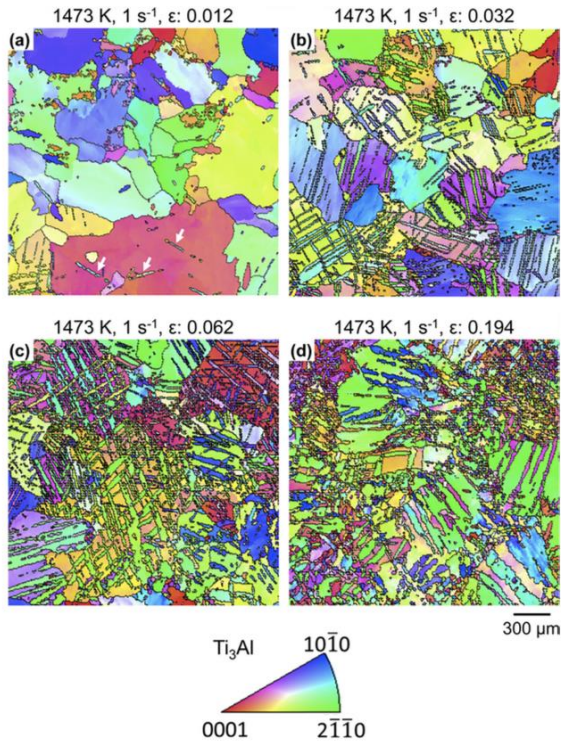


図 8. Ti-40at%Al 合金多結晶を 1200°C にてひずみ速度 $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$ にて、降伏点降下現象発現前後の種々のひずみ量 (ϵ) にまで変形して得られた組織の EBSD-IPF 方位マップ. (a) $\epsilon=0.012$, (b) $\epsilon=0.032$, (c) $\epsilon=0.062$, (d) $\epsilon=0.194$. [D.-X. Wei et al. J. Alloys Comp. 693 (2017) 1261-1276.]⁸⁾

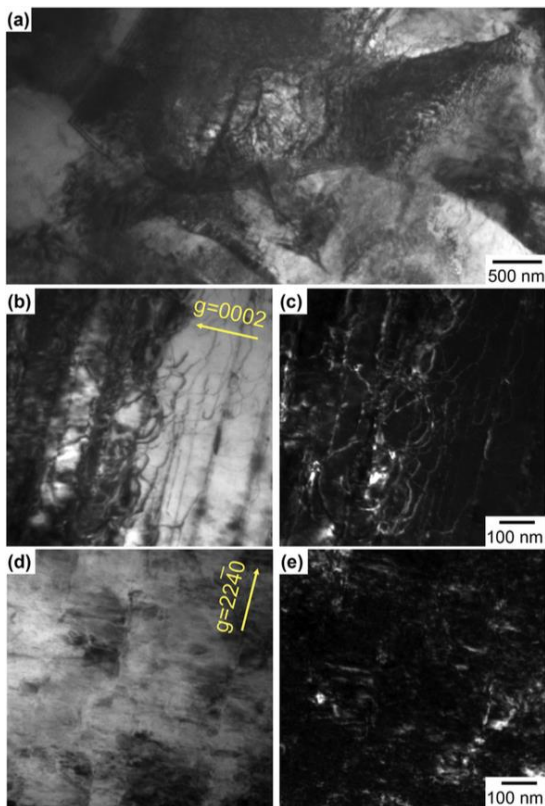


図 9. Ti-40at%Al 合金多結晶を 1473 K にてひずみ速度 $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$ にて $\epsilon=0.7$ まで変形した試料内部の転位組織. (a) 広域の明視野像, (b,c) $g=0002$, (d,e) $g=2240$, (b,d) 明視野像, (c,e) 暗視野像. [D.-X. Wei et al. / Acta Materialia 125 (2017) 81-97]⁹⁾

3. 2. 高温変形後の時効熱処理による層状組織形成

上述の様に Ti-40at%Al 合金バルク材に α 相単相となる 1473 K にて $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$ の高ひずみ速度で $\epsilon=0.7$ にまで変形することで微細結晶粒化と高密度の転位導入に成功した。そのバルク材に $\alpha_2 + \gamma$ 二相組織が得られる温度範囲での時効熱処理を施した。例えば 1073 K で 2 ks 時効熱処理後 (図 10a,b) には、 α 相の粒界三重点に γ -TiAl 相と思われる Al-rich 相の形成が確認され、1073 K にて 10 ks の時効処理後 (図 10c,d) には、等軸な γ -TiAl 相が成長するとともに、旧 α -Ti 相結晶粒内に層状の γ -TiAl 相が析出し $\alpha_2 + \gamma$ 層状組織が形成されたことを示唆する縞状模様が観察された。TEM 観察 (図 11) の結果、 $(0001)_{\alpha_2} // \{111\}_{\gamma}$ 、 $\langle 1120 \rangle_{\alpha_2} // \langle 110 \rangle_{\gamma}$ で表される Blackburn の方位関係を持って α_2 -Ti₃Al 相と γ -TiAl 相が積層した層状組織の形成が確認された。また、分布はまばらで、矢印で示すようにに終端部が観察される成長途中段階にあると思われるものが多いものの、2 ks 時効後 (図 11a, b) でも γ 相は析出していた。10 ks 時効後 (図 11c, d) では、矢印で示すように一部には終端部が観察される成長過程の γ -TiAl 相も存在したが、大部分では、視野内に端部が見られない程にまで成長した γ -TiAl 相が均一に分布した組織が観察された。

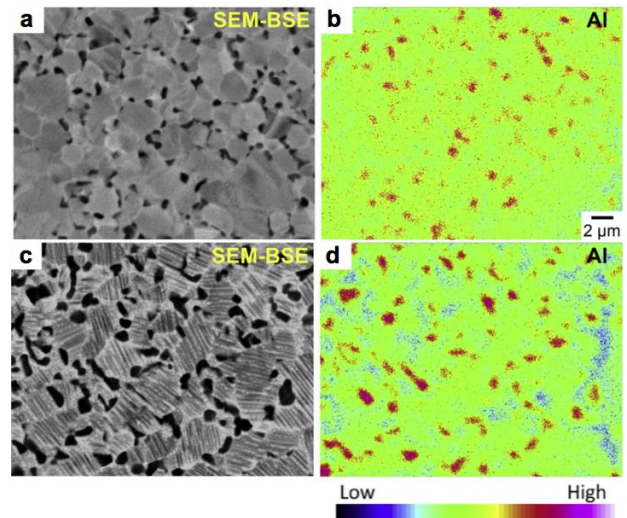


図 10. Ti-40at%Al 合金多結晶を 1200°C にてひずみ速度 $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$ にて $\epsilon=0.7$ まで変形後、1073 K にて時効熱処理後の組織. (a,c) SEM 反射電子像, (b,d) EPMA による Al の元素分布マップ. (a,b) 2 ks 時効後, (c,d) 10 ks 時効後. [D.X. Wei et al. / Acta Materialia 125 (2017) 81-97]⁹⁾

3. 3. 選択溶解によるラメラ多孔体の創製

図 12 に、1473 K にて種々のひずみ速度にて $\epsilon=0.7$ まで変形後、1173 K 二相化熱処理した試料に選択溶解を施した後の表面の SEM 像を示す。いずれの場合においても、層状の空隙が形成されておりラメラ多孔体が得られたが、最低のひずみ速度 $\dot{\epsilon}=0.001 \text{ s}^{-1}$ にて変形した試料では、ラ

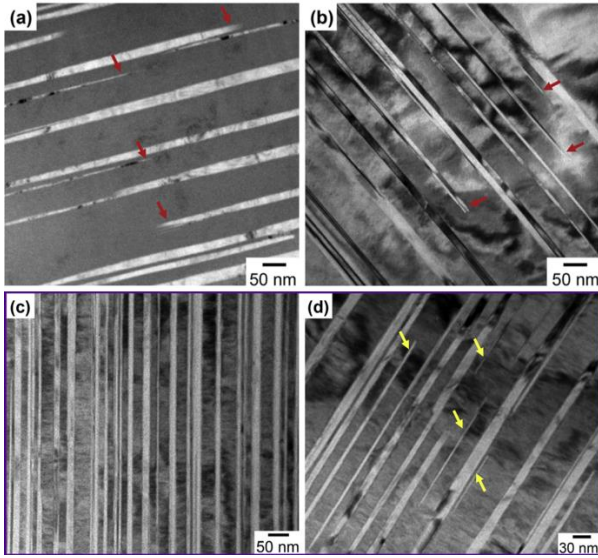


図 11. Ti-40at%Al 合金多結晶を 1200°C にてひずみ速度 $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$ にて $\epsilon=0.7$ まで変形後、1073 K にて時効熱処理後の組織の TEM 像。(a,b) 2 ks 時効後 (c,d) 10 ks 時効後。[D.-X. Wei et al. / Acta Materialia 125 (2017) 81-97]⁹⁾

メラ構造が一方向に揃った領域(コロニー)が比較的大きく、ラメラ多孔体の構造が不明瞭であった。

ラメラが観察面に垂直に近いコロニー内の中で、拡大して観察したところ、図 13 に示すように、 0.01 s^{-1} 以上の高いひずみ速度で鍛造した場合(図 13b-d)には、概ね $1 \mu\text{m}$ 程度以上の厚みを持つ α_2 相の箔が配列しているのに対し、最小のひずみ速度 0.001 s^{-1} にて鍛造した場合には、ほとんどが厚み 100 nm 以下の極めて薄い α_2 相の箔が形成された波打ちの大きな箔で構成されていることが確認された。これは、ひずみ速度 0.001 s^{-1} にて変形した場合には、変形後の結晶に未再結晶部分が多く、転位密度の高い状態で時効熱処理を施したために、転位からの γ 相の核生成が頻繁に生じ、その結果として、薄い γ 層が微細に分布した組織が形成されていたため、その選択溶解によって薄い α_2 相の層が残されたためであると考えられる。

3. 4. ラメラ多孔体の陽極酸化による階層的多孔体の創製

図 14 に Ti-40at%Al 合金を 1473 K、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$ でひずみ $\epsilon=0.5$ まで変形後、1173 K で 24h の時効熱処理と γ -TiAl 相の選択溶解により得た α_2 -Ti₃Al 相のラメラ多孔体の陽極酸化で得た階層的ナノ多孔体の SEM 像を示す。ラメラ多孔体を構成していた α_2 相の箔の、全面に直径 50 nm 程度以下の微細な孔が均一に分布した階層的ナノラメラ多孔体を得られた。図 14a の広域像中に示した領域 b には、その拡大像(図 14b)で確認されるように、比較的大きな厚みの α_2 相板の陽極酸化により α_2 相の板の板面と端面の両方に気孔が形成された。これに対して領域 c(図 14c はその拡大像)には、比較的小さい厚みの α_2 -Ti₃Al 相の板には

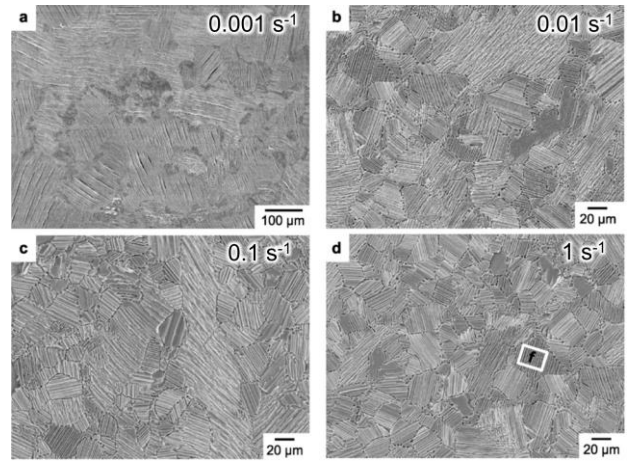


図 12. Ti-40at%Al 合金多結晶を 1200°C で種々のひずみ速度 ($\dot{\epsilon}$) で $\epsilon=0.7$ まで変形後、1173 K-24h 時効熱処理と選択溶解による γ -TiAl 相除去で得たラメラ多孔体。(a) $\dot{\epsilon}=0.001 \text{ s}^{-1}$, (b) $\dot{\epsilon}=0.01 \text{ s}^{-1}$, (c) $\dot{\epsilon}=0.1 \text{ s}^{-1}$, (d) $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$ 。[D.-X. Wei et al. / Materials and Design 98 (2016) 1-11.]⁷⁾

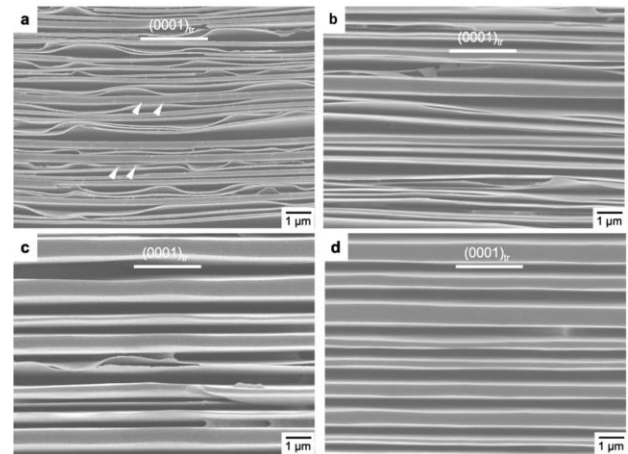


図 13. Ti-40at%Al 合金多結晶を 1200°C で種々のひずみ速度 ($\dot{\epsilon}$) で $\epsilon=0.7$ まで変形後、1173 K-24h 時効熱処理と選択溶解による γ -TiAl 相除去で得たラメラ多孔体。(a) $\dot{\epsilon}=0.001 \text{ s}^{-1}$, (b) $\dot{\epsilon}=0.01 \text{ s}^{-1}$, (c) $\dot{\epsilon}=0.1 \text{ s}^{-1}$, (d) $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$, (e) $\dot{\epsilon}=5 \text{ s}^{-1}$, (f) (d) 中の白直方体部分の拡大像。[D.-X. Wei et al. / Materials and Design 98 (2016) 1-11.]⁷⁾

図 14d の鳥瞰写真に見られるように板面にのみ孔が形成された。

まとめ

以上示してきたように、Ti-Al 二元系合金の共析組成である Ti-40 at.% Al 合金多結晶に高温変形と熱処理による、結晶粒(層状化後はラメラコロニー)と層状組織の同時微細化法を確立した。熱間鍛造を動的再結晶発現条件で行い、適度な転位密度の微細結晶粒を造り、その後層状化熱処理を施すことで、これまでより一層微細な層状組織を得ることができた。種々の温度・ひずみ速度で熱間鍛造を施し、加工条件と得られる組織の関係について、結晶粒(ラメラコロニー)サイズ、層間隔及びそれらの均一性に注目して調べるとともに、その後の熱処理による組織の変化につ

参考文献

- 1) Y. Koizumi, K. Iwamoto, N. Tsuji, Y. Minamino, Evolution of Antiphase Domain (APD)/Lamella Mixed Microstructure in Ti-39at%Al Single Crystals, *Materials Science and Engineering A* 478 (2008) 147-153.
- 2) Y. Koizumi, F. Takeshi, Y. Minamino, S. Hata, Effects of Plastic Deformation on Lamellar Structure Formation in Ti-39 at.%Al Single Crystals, *Acta Materialia* 58 (2010) 1104-1115.
- 3) D.X. Wei, Y. Koizumi A. Yamanaka, M. Yoshino, Y. Li, A. Chiba, Nanoplastic deformation on Ti-39 at.% Al single crystals for manipulation of every single γ lamella, *Acta Materialia* 76 (2014) 331-341.
- 4) Y. Koizumi, A. Sugihara. H. Tsuchiya et al., Selective Dissolution of Nanolamellar Ti-41 at.%Al Alloy Single Crystals, *Acta Materialia* 58 (2010) 2876-2886.
- 5) H. Tsuchiya, J. Nakata, S. Fujimoto, D. Terada, N. Tsuji, Y. Koizumi, Y. Minamino, P. Schmuki, Anodic Oxide Nanotube Layers on Ti-Ta Alloys: Substrate Composition, Texture and Self-Organization on Two Size Scales, *Corrosion Science* 51 (2009) 1528-1533.
- 6) H. Tsuchiya, T. Akaki, Y. Koizumi et al, Selective pore growth on lamellar Ti-41 at.%Al alloy, *Electrochemistry Communications* 26 (2013) 117-120.
- 7) D.X. Wei, Y. Koizumi, Y. Li, K. Yamanaka, A. Chiba, Submicron lamellar porous structure formed by selective dissolution of Ti-Al alloy, *Materials and Design* 98 (2016) 1-11.
- 8) D.X. Wei, Y. Koizumi, A. Chiba, Discontinuous yielding and microstructural evolution of Ti-40 at.% Al alloy compressed in single a-hcp phase region, *Journal of Alloys and Compounds* 693 (2017) 1261-1276.
- 9) D.X. Wei, Y. Koizumi, M. Nagasako, A. Chiba, Refinement of lamellar structures in Ti-Al alloy, *Acta Materialia* 125 (2017) 81-97.
- 10) D.X. Wei, Y. Koizumi, H. Bian, Y. Li, A. Chiba, Nanolaminated porous structure produced by selective dissolution and anodization of lamellar Ti-40at%Al alloy, *Materials Letter* 145 (2015) 15-18.

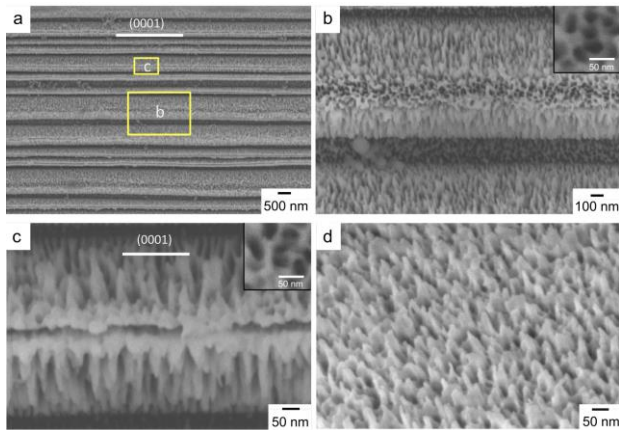


図 14. Ti-40at%Al 合金多結晶に 1473 K でひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ にて $\epsilon = 0.5$ まで変形後、1173 K・24h 時効熱処理と選択溶解による γ -TiAl 相除去で得た α_2 相のラメラ多孔体の陽極酸化で得た階層的なナノ多孔体。[D.X. Wei et al. / *Materials and Design* 98 (2016) 1-11.]¹⁰⁾

いて系統的に調査し、最適条件を解明した。その結果例えば、コロニーサイズを $660 \mu\text{m}$ から $3.5 \mu\text{m}$ までに微細化できた。また、導入された多くの転位を利用して、 γ -TiAl 相の析出を加速し、層状組織の層間隔を 25 nm 程度に微細化することにも成功した。さらに、熱間塑性加工によるナノ層状組織制御にて創製した層状 TiAl 合金に食塩水中で電位を印加する選択溶解により Al-rich な TiAl 相を除去し、種々の幅の高アスペクト比微細板状ポアを有すナノラメラ多孔体を創製した。組織(ラメラコロニーサイズ、層間隔及びそれらの均一性)の関係、この組織と電解腐食特性(腐食速度など)の関係を解明し、例えば、ラメラコロニー径 $30 \mu\text{m}$ 、幅 450 nm 、間隔 520 nm 、深さ $20 \mu\text{m}$ 以上の板状ポア微細構造体を形成した。さらに、得られた構造を硫酸アンモニウム水溶液中にて陽極酸化することで、孔径 20 nm 、深さ $50 \sim 200 \text{ nm}$ と、高性能キャパシターとして機能することが期待される高比表面積のナノラメラ多孔体構造が得られることを発見した。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団一般研究開発助成 (AF-2014024) の支援を受けて遂行された。ここに記し深く感謝の意を表す。また本研究は、東北大学大学院工学研究科材料システム工学専攻博士後期課程の魏代修君 (現: 東北大学金属材料研究所ライフイノベーションマテリアルプロジェクト特任助教) の博士學位論文研究の一部として行われた。