

低酸素 Ti-Al 系金属間化合物

PREP 粉末焼結体の高温変形に関する研究

茨城大学 教育学部

助教授 磯西和夫

(平成4年度奨励研究助成 AF-92033)

1. 研究の背景

金属間化合物は、従来から使用されている種々の合金が達成し得なかった特異な性質を有しており、中でも、高温耐熱材料として比強度の高い Ti-Al 系の金属間化合物、特に Ti-rich の TiAl (TiAl (γ) と Ti_3Al (α_2) とのラメラ組織を示す) が注目をあびている⁽¹⁾⁽²⁾。しかし TiAl は室温延性が劣り、引張試験において数%の伸びしか示さない⁽³⁾。

TiAl の延性に大きな影響を及ぼす材料の内的因子として、合金組成、組織 (Morphology)、酸素量などが挙げられる。本合金は極めて活性であるため合金中の酸素量の制御が重要であり、酸素の固溶により室温延性は大きく低下することが知られている。本研究は HIP した Ti-47at% Al 組成の PREP 粉末焼結体を恒温鍛造し、 γ と α_2 の等軸微細な 2 相混合組織とした材料の高温下における機械的性質におよぼす酸素量の影響について検討したものである。

2. 研究成果の概要

(1) 実験方法

本研究においては、酸素量の異なる 3 種の Ti-47at% Al 合金 (含有する酸素量により、高酸素材料から順に HO、MO、LO とする) を用いた。これらの素材の粉末の製造にはプラズマ回転電極法 (PREP 法)⁽⁴⁾ を用いた。

得られた PREP 粉末を 1423K-176MPa-10.3ks で HIP 処理を行った。HIP 材の形状は直径 60mm、高さ 100mm である。上記の焼結条件において、100% の相対密度の焼結体が得られた。

HIP 材は通常の溶製材と比較して微細な組織を有しているが、組織が一様ではない (ラメラ組織と等軸粒からなる) ことから、等軸微細な 2 相混合組織とするために、1223K、

初期ひずみ速度 $3.8 \times 10^{-4} s^{-1}$ で恒温鍛造を焼結体に施した⁽⁵⁾。

恒温鍛造した 3 種の TiAl 金属間化合物焼結体の高温 (Ar 雰囲気中) における機械的性質について引張、圧縮荷重下で検討した。1223K-1323K において、ひずみ速度変換法を用いたひずみ速度感受性指数 (m 値) の測定、および引張破断試験を行い高温変形挙動における材料中の酸素含有量の影響について検討した。

(2) 実験結果および考察

本研究に使用した 3 種の PREP 粉末の化学組成を表 1 に示す。平均粒径は約 270 μm である。X 線回折結果から、PREP 粉末の組織は粉末製造時の急冷凝固により、 α -Ti からの γ 相の生成が抑制され、準安定な α_2 相が大部分を占める。これらの粉末を HIP 処理することにより、($\gamma + \alpha_2$) 2 相材が得られた。HO 材を例にとると、等軸な γ 粒 (平均粒

表 1 PREP 粉末の化学組成 (mass %)

Element	Al	O	N	H	Fe	Si	Ti
HO	33.7	0.387	0.016	0.0005	0.02	0.07	bal.
MO	33.3	0.133	0.0050	0.0009	0.033	0.013	bal.
LO	34.5	0.033	0.0028	0.0003	0.028	<0.005	bal.

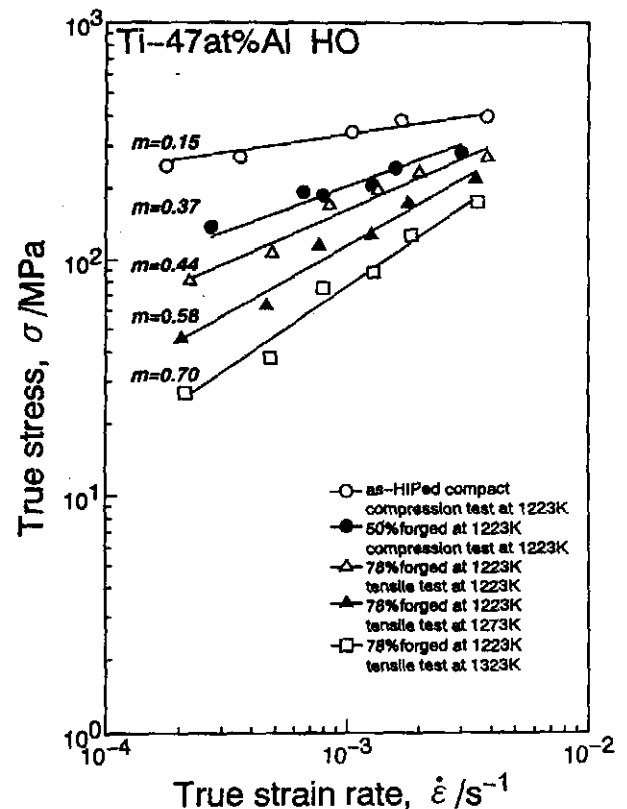


図 1 HO 材の真応力-真ひずみ速度線図

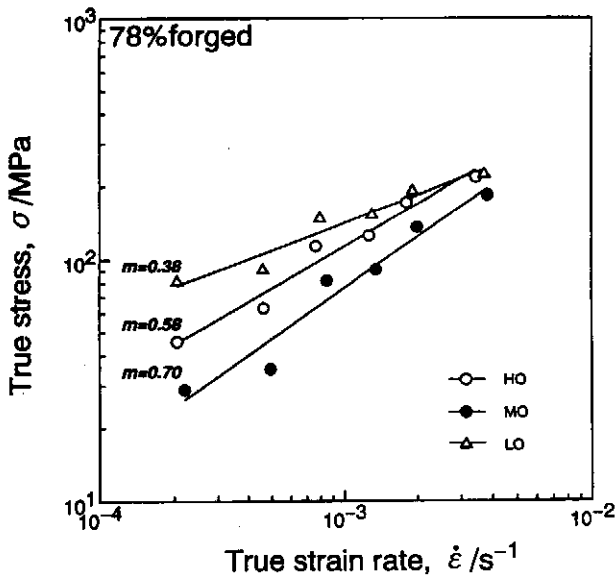


図2 各種鍛造材の真応力-真ひずみ速度線図

径約 $5 \mu\text{m}$) とより粒径の大きなラメラ粒が認められた。HIP材を78%恒温鍛造した結果、大部分が γ と α_2 の等軸晶となった。酸素含有量の増加に伴い α_2 相の体積割合が増加し、結果として結晶粒径は減少した。 α_2 相の体積割合はHO、MO、LO材それぞれ20%、14%、7%であった。また γ 粒径はHO、MO、LO材それぞれについて $2.1 \mu\text{m}$ 、 $2.9 \mu\text{m}$ 、 $5.5 \mu\text{m}$ を示した。

これらのTi-47at%Al焼結体の高温変形挙動について検討した。図1に 2×10^{-4} から $4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ のひずみ速度におけるHO材の真応力-真ひずみ速度線図を示す。1223Kにおいて、ラメラ相の占める割合が高いas-HIP材の m 値が0.15であるのに対して、50%および78%鍛造を施すことにより m 値は0.37、0.44と増加した。すなわち、高温鍛造の圧下率の増加に伴い、組織の微細化とラメラ相の減少による等軸化が進行し、その結果として m 値の増大が認められた。また、同図より、実験温度の上昇にともない m 値も同様に増大し、1323Kにおいては0.70と高い値を示した。以上の検討結果より、恒温鍛造を施すことにより、HIP材は m 値が超塑性材であるための条件($m > 0.3$)を満足するような組織状態(等軸かつ微細粒)に変化した。

図2にHO、MO、LOの3種の恒温鍛造材の1273Kにおける m 値測定結果を示す。いずれの試験片とも78%恒温鍛造したものである。同図より、酸素量が0.133mass%であるMO材が最も大きな m 値0.70を示した。 γ 粒径が大きく、 α_2 体積割合が少ないLO材が最も小さな m 値0.38を示した。

3種の材料の高温引張破断試験を行った。初期ひずみ速度 2.8×10^{-4} での1223~1323KにおけるHO材の実験結

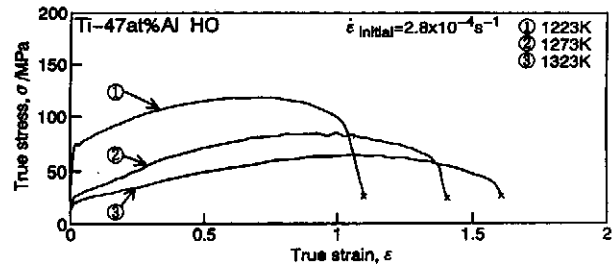


図3 HO材の高温破断試験における真応力-真ひずみ線図

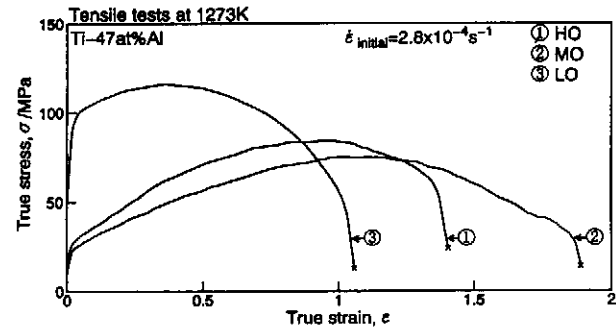


図4 各種鍛造材の高温破断試験における真応力-真ひずみ線図

果を図3に示す。1273Kにおける初期ひずみ速度 2.8×10^{-4} 下での伸びに対する酸素含有量の影響を図4に示す。実験条件内において高温の方が変形抵抗が低く大きな伸びが得られた。HO、MO、LO材は1273Kにおいてそれぞれ、310%、560%、190%の破断伸びが得られた。

一般に、酸素含有量が高いほど硬度が上昇し、したがって脆化した室温延性が低下する。しかし、組織調整した材料の超塑性変形挙動を示すような高温域においては、一概に低酸素含有量の材料が優れた延性(超塑性変形)とは言えない。すなわち、以上に述べたように、 m 値および破断伸びから、0.133mass%の酸素を含むMO材が最も優れた超塑性変形挙動を示した。これは、結晶粒径の効果(高酸素材の方が小さな結晶粒径を示す。超塑性変形挙動を促進する。)と第2相として存在している γ 相より高硬度である α_2 相の体積割合(高酸素材の方が多い。悪影響を及ぼす。)の2つの要因の変形挙動への寄与の割合によると考えられる。すなわち、HO材は最も小さな結晶粒径を有するのが α_2 相を多く含むために、LO材は α_2 相は少ないが結晶粒径が大きいため、MO材よりも超塑性変形挙動が劣っているものと考えられる。

TiAlの超塑性変形挙動は上記のように組織状態に大きく影響される。したがって、酸素含有量の影響について、同一の組織を有し、かつ、酸素量の異なる素材について検討することが今後の課題である。

3. まとめ

以上の検討結果より次のような結論が得られた。

- (1) PREP-HIP法で作製したTi-47at%Al粉末焼結体は恒温鍛造を施すことにより、($\gamma + \alpha_2$)微細2相混合組織となった。酸素量の増加に伴い α_2 相の体積率が増加し結晶粒径は減少した。結晶粒径はHO材で $2.1 \mu\text{m}$ であった。
- (2) 恒温鍛造することにより本焼結体は超塑性変形挙動を示すようになり、鍛造時の圧下量の増加と変形温度の増加により促進された。
- (3) 超塑性変形挙動はMO材が最も優れており、1273Kにおいて $m = 0.70$ 、破断伸び560%を示した。これは超塑性変形を促進する小さな結晶粒径と、抑制する α_2 の体積率のバランスによると考えられる。

参考文献

- (1) S. R. Schunonand A. P. Dduschitz : J. Met. , 39, No5(1987), 36.
- (2) Y. M. Kim : J. Met. , 41, No. 6(1989), 24.
- (3) T. Tsujimoto, K. Hashimoto and M. Nobuki : Mat. Trans. JIM, 33(1992), 989.
- (4) 磯西和夫、貴戸信治、時実正治 : 鉄と鋼、76(1990), 735.
- (5) T. Wajata, K. Isonishi, K. Ameyama and M. Tokizane : ISIJ Int. , 31(1993), 884.