

# PRICM10

物質・材料研究機構 構造材料研究拠点 耐熱材料設計グループ  
グループリーダー 御手洗 容子  
(平成 30 年度 国際会議等参加助成 AF-2018066-X2)

キーワード：クリープ変形機構，等軸  $\alpha$  組織，高温強度

## 1. 開催日時

2019 年 8 月 19 日～8 月 22 日.

## 2. 開催場所

中国、西安

Xi'an Qujian International Conference Center

## 3. 国際会議報告

### 3・1 会議概要

10<sup>th</sup> Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing(PROCM10)は、アメリカ、オーストラリア、中国、韓国、日本の5カ国を持ち回りながら、3年に1回開催される材料とプロセスに関わる国際会議である。主催は上記5カ国の金属学会、TMS, MA, CSM, KIM, JIM（日本金属学会）である。今回は、中国で3回目の開催となり、41国から1213件の発表があり、5つのPlenary講演、116のKeynote講演、268の招待講演、542の一般講演、282のポスター発表があった。

開催されたセッションの内訳は、  
Advanced Steels and Processing  
High Temperature Structural Materials  
Light Metals and Alloys  
Advanced Processing of Materials  
Thin Films and Surface Engineering  
Biomaterials  
Smart and Magnetic Materials  
Materials Characterization and Evaluation  
Composite Materials  
Amorphous and High Entropy Alloys  
Nanocrystalline Materials, and Ultra-Fine Grain Materials  
Computational Design and Simulation of Materials  
Renewable Energy and Nuclear Materials  
Additive Manufacturing and Power Metallurgy  
Electronic and Spin-Electronic Materials  
Dynamic Behavior of Materials  
と多岐に渡った。

### 3・2 発表概要

報告者は Light Metals and Alloys 中の“Titanium”のセッションで“Creep deformation of near- $\alpha$  Ti alloys”と題した招

待講演を行なった。

耐熱 Ti 合金はジェットエンジンのファンや圧縮機のディスク、ブレードなどに使われている。エンジンに使用されている耐熱 Ti 合金は、すべり系が少ない hcp 構造の  $\alpha$  相を主相とした、高強度・高靱性である  $\alpha+\beta$ (bcc)型合金、高温強度・耐クリープ性に優れる near  $\alpha$  合金( $\beta$  量を 10% 以下に抑えた合金)である。さらに、規則相である  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al 相や微細シリサイド(Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>)等の析出強化により強化されている。

現在使用されている耐熱 Ti 合金の中で最も耐熱温度が高いのは 1984 年に開発された TIMEAL834 であるが、長時間使用可能な温度は 550°C であり、これ以上になるとクリープ特性や耐酸化性の劣化により、長時間の使用が難しい。NIMS では、これまで新たな耐熱材料の可能性を求めて研究を行ってきた。まず耐酸化特性に与える添加元素の効果について系統的に調べ、 $\alpha$ -Ti 合金に必須元素である Sn が耐酸化性を劣化し、既存合金では 1wt% 以下しか添加しない Nb が耐酸化性を向上させることを明らかにした<sup>(1-3)</sup>。本発表では、Ti-Al-Nb をベースにした Ti 合金の等軸  $\alpha$  組織について、高温圧縮試験及びクリープ試験を行い、Sn を添加しない Ti 合金の高温変形挙動を明らかにした。

コールドクルーシブル浮揚溶解法により 1.1kg の Ti 合金インゴット (Ti-10Al-2Nb, Ti-10Al-2Nb-0.3Si, Ti-10Al-2Nb-2Zr, Ti-10Al-2Nb-2Zr-0.5Si, at%) を作製し、インゴットを  $\alpha+\beta$  温度域である 900 °C に加熱後鍛造し、溝ロール圧延により 14.3 mm 角 (93%加工率) の棒状に加工した。これらを 800 °C で 3 時間熱処理後、水冷処理し、等軸  $\alpha$  相組織を生成させた(図 1)。 $\alpha$  相の結晶粒径は、添加元素により小さくなり、特に Si 添加により小さくなった。Ti-10Al-2Nb-2Zr-0.5Si にのみ 1  $\mu$ m 以下のシリサイドが生成し、等軸  $\alpha$  相内に比較的均一に分散した。

熱処理材から、2.5 x 2.5 x 5.5 mm の試験片を切り出し、圧縮試験片とし、3 x 10<sup>-4</sup> /s のひずみ速度で室温から 650 °C の温度範囲で圧縮試験を行なった。また、直径 6 mm、ゲージ長 30 mm のツバ付き丸棒クリープ試験片を用いて、試験温度 550~650 °C 負荷応力 137~240 MPa でクリープ試験を行った。クリープ試験は Ti-10Al-2Nb-2Zr, Ti-10Al-2Nb-2Zr-0.5Si の 2 合金に対してのみ行なった。

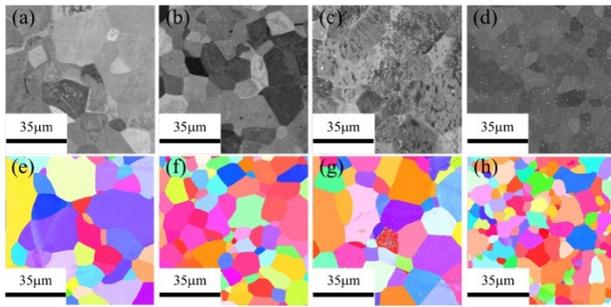


図1 熱処理材の組織(a)~(d)とIPFマップ(e)~(f)。  
(a, e)Ti-10Al-2Nb, (b, f) Ti-10Al-2Nb-0.5Si,  
(c, f) Ti-10Al-2Nb-2Zr, (d, h) Ti-10Al-2Nb-2Zr-0.5Si。 4)

圧縮強度は、ベース合金である Ti-10Al-2Nb の強度が最も低く、合金元素添加により強度が向上した。これは固溶強化によるものであり、特に 300℃以上で顕著であった。また 2Zr と 0.5Si 添加の強度がほぼ同程度であることから、等量で比較すると Si の方が固溶強化能が高いことが明らかとなった。これは Si 添加により粒径が小さくなること、さらに Ti の原子半径と比較して、Si の方が原子半径差が大きいためである。

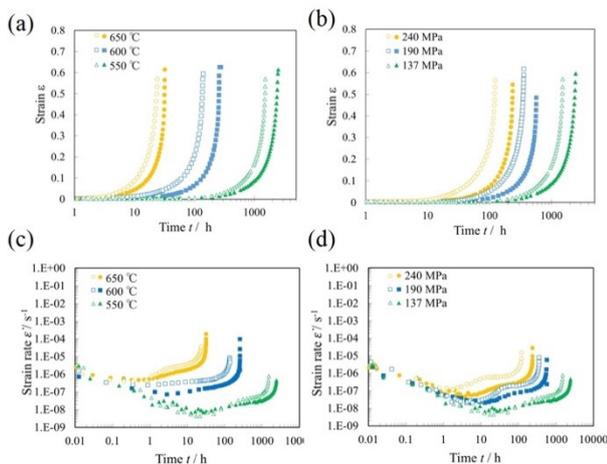


図2 Ti-10Al-2Nb-2Zr(オープンシンボル)およびTi-10Al-2Nb-2Zr-0.5Si(ソリッドシンボル)の(a, b)ひずみ-時間曲線および(c, d)ひずみ速度-時間曲線。(a, c) 550, 600, 650 °C137MPa、(b, d) 550°C 137, 190, 240 MPa。 4)

クリープ試験の結果は、どのクリープ条件でも Ti-10Al-2Nb-2Zr よりも Ti-10Al-2Nb-2Zr-0.5Si の方が寿命が長かった。これは Ti-10Al-2Nb-2Zr-0.5Si 高温での強度が高いためであり、また、シリサイドの生成もクリープ変形の抵抗となったと考えられる。

圧縮試験による変形とクリープ変形の変形機構を明らかにするために、式(1)のアレニウスタイプのひずみ速度式を用いて解析を行った。

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

その結果、圧縮試験では、応力指数 n は 5.9~6.9 の間であり、活性化エネルギーはおおよそ 100kJ/mol であった。また、クリープ試験では、応力指数は 3.4~5.9 であり、活性化エネルギーはおおよそ 300kJ/mol であった。応力指数が 3 以上の時、転位クリープが起こるとされる。一方、Ti の拡散に関する活性化エネルギーと上記変形の活性化エネルギーを比較すると 100kJ/mol は粒界拡散や転位芯拡散の活性化エネルギーと近い。粒界すべりによる変形では応力指数が 1 程度であることが知られているため、圧縮試験の変形機構は転位芯拡散による転位すべりであると判定した。クリープ変形の活性化エネルギーは Ti の格子拡散の活性化エネルギーの値と近いと、クリープ変形は格子拡散による転位すべりであると判定した。

発表後、Nb が耐酸化性を向上させる理由や、550℃でのクリープ試験で Si の影響が明確でない理由について質問があり、有意義な議論を行うことができた。

## 謝辞

本国際会議への参加にあたり、公益財団法人天田財団 2018 年度国際会議等参加助成のご支援をいただきました。ここに厚く感謝申し上げます。

## 参考文献

- 1) Y. Yamabe-Mitarai, R. Zempo, T. Kitashima, S. Emura, H. Murakami: JSPS Report of the 123<sup>rd</sup> Committee on Heat Resisting Materials and Alloys, 123HiMAT-2015, (2015) 335-338.
- 2) Y. Yamabe-Mitarai, A. Jastrzebska, T. Kitashima, S. Emura, H. Murakami, R. Zempo, and Z. Pakiel, Phase equilibrium and oxidation behavior of Ti-Al-Nb alloys, Proceeding of the 13<sup>th</sup> Word Conference on Titanium, V. Venkatesh et al., ed., TMS, (2015) 917-921.
- 3) S. Matsunaga, A. Serizawa, Y. Yamabe-Mitarai, Effect of Zr on microstructure and oxidation behavior of  $\alpha$  and  $\alpha + \alpha_2$  Ti-Al-Nb alloys, Mater. Trans., **57** (2016) 1902-1907.
- 4) K. Shimagami, T. Ito, Y. Toda, A. Yumoto, Y. Yamabe-Mitarai, Effects of Zr and Si addition on high-temperature mechanical properties and microstructure in Ti-10Al-2Nb-based alloys, Mater. Sci. Eng. A, **756** (2019) 46-53.