

1500t 鍛造シミュレータにより組織制御した Ti 合金の 破壊機構解明と特性バランスを有する鍛造プロセス確立

東京大学 新領域創成科学研究科
教授 御手洗 容子

(2019 年度 重点研究開発助成 課題研究 AF-2019001-A2)

キーワード : microtexture, 疲労, hcp

1. 研究の目的と背景

持続安定な社会を構築するために、温暖ガス排出量削減、化石燃料消費量削減が求められており、航空機ジェットエンジンの熱効率向上が厳しく求められている。エンジンの熱効率をあげるためには、エンジンに使用されている材料の耐熱性向上と軽量化を両立することが必要である。そのため、ジェットエンジン圧縮機には Ti 合金が使われているが、特に高圧圧縮機の温度は 600°C を超えている。一方、Ti 合金の耐熱温度は 550°C 程度であり、550°C 以上ではより耐熱性の高い Ni 基超合金を使う必要がある。しかし Ni 基超合金の比重は Ti 合金の 2 倍であり、小型のエンジンではエンジン重量増加により燃費が低下してしまう。現在、圧縮機部材には Ti 合金をギリギリの軽量化設計で用いているが、近年、Ti 合金部材の疲労破壊が原因とされるエンジントラブルが少なからず発生(例えば 2018 年夏 ANA の大量欠航、FAA の耐空性改善命令)している。そこで、安全・信頼性を飛躍的に向上させ、かつ熱効率を上げるためには、Ti 合金の耐熱性と安全性を向上させることが喫緊の課題である。

上記に示すように Ti 合金の疲労は、航空機の安全性に深刻な問題を引き起こす。通常、ひずみや応力を周期的に変化させることによる材料の劣化を疲労 (fatigue) というが、最大ひずみや最大応力のある時間一定に保持することによる劣化を Dwell 疲労という。Ti 合金部材製造中に hcp 構造である α 相の集合組織が局部的に分布する microtexture という組織が形成されると、通常疲労と比べて dwell 疲労の特性が劇的に劣化することが知られている。すなわち、同じ負荷応力で比較すると、microtexture を生成する合金は dwell 疲労の寿命が通常の疲労寿命より短くなる。これは耐熱材料によく使われる $\alpha+\beta$ 2 相 Ti 合金でよく起こる現象であり、microtexture をどのように制御するかが重要な課題である。

そこで、本研究では、最も耐熱性の高い耐熱 Ti 合金である TIMETAL 834 合金に着目し、恒温鍛造が可能な 1500t 鍛造シミュレータを用いて鍛造・熱処理組織の形成過程を調べた。

次に、異なる組織を有する試料を用いて疲労、Dwell 疲労の評価を行い、異なる組織が疲労寿命に与える影響について明らかにする。これらの結果から、疲労に優れた組織を明らかにし、この組織を得るため (microtexture を抑制

するため) の鍛造・熱処理プロセスを確立する。

2. 実験方法

2.1 実験試料

TIMET 社の TIMETAL834 (Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.35Si-0.06C, wt%) を購入した。試料サイズは 300mm ϕ x 300mmL の円柱形である。供試材の初期組織は図 1 に示す通りである。等軸状の α 相と白いコントラストで示される bcc 構造の β 相と α 相の 2 相層状組織で構成される bi-modal 組織を形成していた。

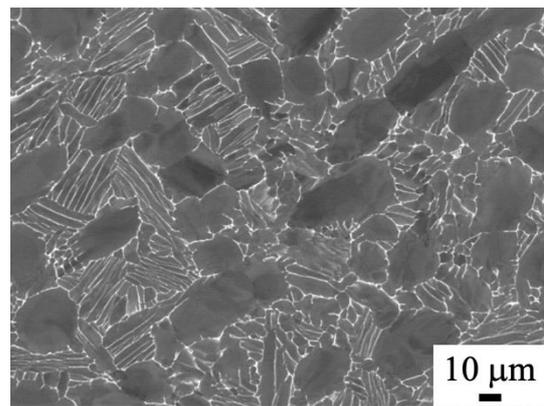


図 1 TIMETAL 834 の初期組織

2.2 鍛造条件

ここから、8mm ϕ x 12mmL および 100mm ϕ x 100mmL の円柱形の試料を切り出した。8mm ϕ x 12mmL については、25t 鍛造シミュレータ (富士電波工機、Thermec Master) を用い、 $\alpha+\beta$ 温度域である 900, 940, 970, 1000 °C でそれぞれ歪み速度 0.005, 0.05, 0.5/s、圧縮率 75% で試験を行った。ここで、高周波誘導加熱で加熱し、冷却は水素ガス噴射による急冷を行った。また、100mm ϕ x 100mmL 試験片を用いて、物質・材料研究機構に設置されている 1500t 鍛造シミュレータにより、鍛造温度 940 および 1000°C において、歪み速度 0.005, 0.05, 0.5/s で圧縮率 70% の恒温鍛造試験を行った。鍛造後は空冷により冷却を行なった。

2.3 熱処理条件

25t 鍛造材および 1500t 鍛造材について 900°C2h あるいは 1000°C2h の熱処理を行った。1500t 鍛造材のサイズはおおよそ 150mm ϕ x 30 mm L の円板になった。ここから鍛造材組織観察用に、直径方向に 5 mm 幅の板を切断した。組織

観察試料取得後、左右に残った 1/2 の鍛造材に対し、それぞれ 900°C2h あるいは 1000°C2h 熱処理を施し、空冷した。

2・4 組織観察および力学試験

1500t 鍛造・熱処理材について、半径の 1/2 の位置(1/2R) 近傍から 14x14x90 mm の試験片を切り出し、この試験片からさらに、直径 6 mm、標点距離 30mm の丸棒疲労試験片、引張試験片を作成した。またこの近傍から組織観察用に 5mm 幅の板を切り出した。鍛造中央、1/2R 位置、円板端部の 3ヶ所の組織観察をおこなった。組織観察には後方散乱電子解析(EBSD)を搭載した走査電子顕微鏡(SEM, JEOL JSM7200F)を用いた。加速電圧は 20kV を用いた。

引張試験は、耐力まで 10MPa/sec、耐力以降は破断まで 20%/min の速度でおこなった。疲労試験は通常疲労と台形波の Dwell 疲労試験の 2種類を行った。通常疲労試験は、0.2%耐力 (σ) の 0.9 σ を最大応力とし、R=0.1、5Hz の条件で破断まで試験を行った。Dwell 疲労は 0.9 σ を最大応力とし、R=0.1、最大応力保持時間を 120s、0.09 σ から 0.9 σ を 1s で変化させる台形波を用いて試験を行った。

3. 結果と考察

3・1 25t 鍛造シミュレータ鍛造材の組織

図 2 に 25t 鍛造後の組織をいくつか示す。900°C における鍛造では、初期組織である bi-modal 組織が変形し、特に、層状組織部分は β 相が引きちぎられ、細かく分断されていた(図 2 (c), (d))。1000°C でも同様の組織が観察されたが、分断された β 相が鍛造中に球状化し(図 2(a), (b))、特に歪み速度が 0.005/s の時は、明確であった(図 2(a))。900°C 鍛造では球状化は明確ではなく、鍛造中の β 相の球状化は高温でのみ促進されることがわかった。

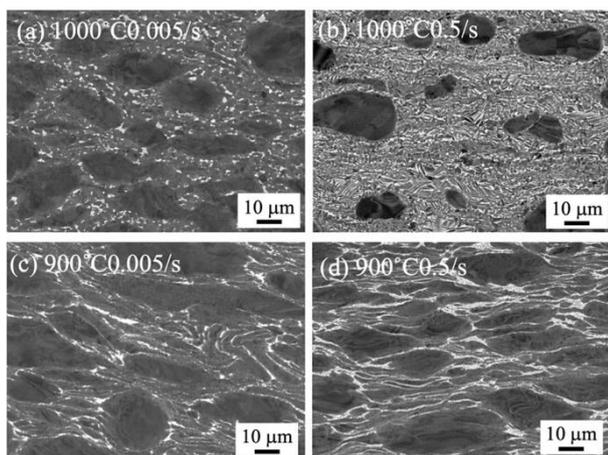


図 2 25t 鍛造シミュレータによる鍛造組織

3・2 25t 鍛造シミュレータ鍛造材の熱処理後の組織

図 3 に異なる鍛造条件の試料に対して、900°C および 1000°C で熱処理をした組織を示す。図 3(a), (b) に示すように、1000°C 鍛造後に 1000°C で熱処理を行うと、元の bi-modal 組織に戻った。図には示していないが、900°C 鍛造でも同様であった。一方、900°C 熱処理では、図 3 (c)~(f)

に示すように、分断された β 相が、さらに粗大化し球状化した。粗大化は 940°C で速い速度(0.5/s)で鍛造後に 900°C 熱処理した場合に、加速した。これは低い温度で速い速度で加工したことにより、導入された歪み量が多いため、 β 相の静的再結晶が加速したためである。

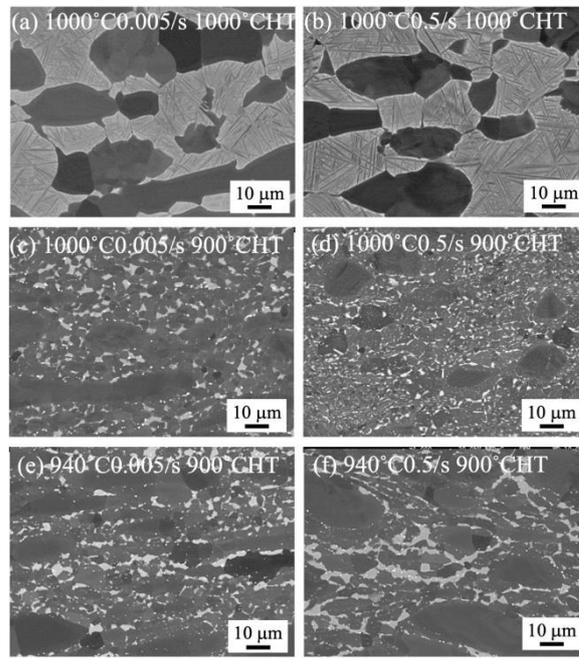


図 3 25t 鍛造シミュレータで鍛造後熱処理した組織

3・3 1500t 鍛造シミュレータ鍛造材の組織

次に 1500t 鍛造シミュレータで鍛造した組織を図 4 に示す。歪み速度で大きな違いはなかったため、歪み速度 0.5/s に対して、鍛造温度の違いについてのみ示す。鍛造温度が 1000°C の時は、初期組織とほぼ変わらず bi-modal 組織を示した(図 4(a))。25t 鍛造材と異なる組織であるが、これは、1500t 鍛造では試料サイズが大きく、冷却速度が遅いため、鍛造後も 1000°C 近い温度が保たれ、鍛造中に導入された歪みが緩和して bi-modal 組織を形成したと考えられる。一方、940°C における鍛造では、層状組織が分断された組織を形成した(図 4(b))。しかし 25t 鍛造材と比較すると、変形した組織ではなく、むしろ図 3(e) に示すような組織と近く、鍛造中に大きな変形を受けるものの、冷却速度が遅いことから 900°C 近傍に一定時間晒され、分断された組織が粗大化した。

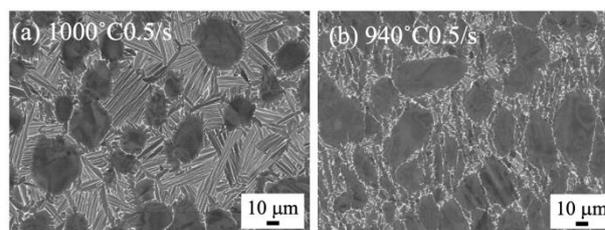


図 4 1500t 鍛造シミュレータによる鍛造組織

鍛造材に導入された歪みを調べるために、SEM-EBSDを用いて結晶方位の角度差(KAM)を測定した。試験片を採取する1/2R近傍のKAM値(misorientation angle)を図5に示す。1000°C鍛造材では歪み速度が遅いほどKAM値が小さい領域が多く、歪み緩和が進行している。これは歪み速度が遅いことにより高温に晒される時間が長いためである。一方、940°C鍛造材では、逆の傾向を示し、歪み速度が遅いほど、より大きなKAM値の領域が大きく、歪み速度が遅い鍛造材により大きな歪みが導入されていた。

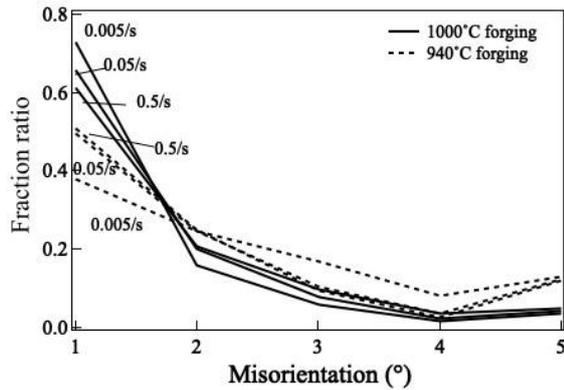


図5 鍛造材の歪み分布

塑性加工シミュレーションにより、鍛造中の温度分布と歪み分布を計算した。図6に940°C0.5/s鍛造材について計算した結果を示す。鍛造材中央に加工発熱が観察された。疲労試験に用いる1/2R近傍の温度と相当歪みを読み取り、プロットした図面を図7に示す。

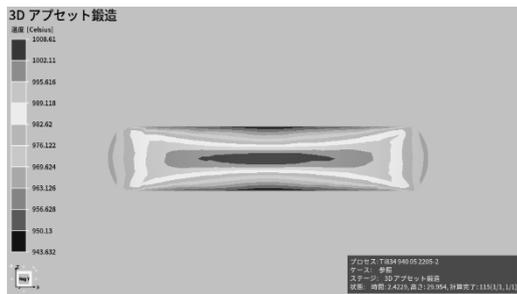


図6 塑性加工シミュレーションによる温度分布

図7(a)に示すように鍛造温度によらず加工発熱が観察された。加工発熱量は鍛造温度が低い940°Cでより顕著であり、歪み速度が速い0.5/sで顕著であった。940°C0.5/s鍛造では70°Cの発熱が発生した。1000°C0.5/sでは1056°Cまで温度が上昇しており、TIMETAL834のβ変態温度が1045°Cであることから²⁾、場所によってはβ変態温度を超える温度で鍛造していたことになる。一方、図7(b)に示すように、計算された平均的な歪み量は鍛造条件によって大きな変化は見られなかった。

組織観察により得られた歪み分布と比較すると、940°C鍛造では、歪み速度が速い場合に大きな加工発熱が起こる

ために、歪み緩和がより大きくなったと考えられる。1000°C鍛造では、1000°Cが歪み緩和に対して十分な温度であったために、加工発熱の大小に関わらず、歪み速度が遅い場合により長時間高温に晒されることから歪み緩和が大きく生じたと考えられる。

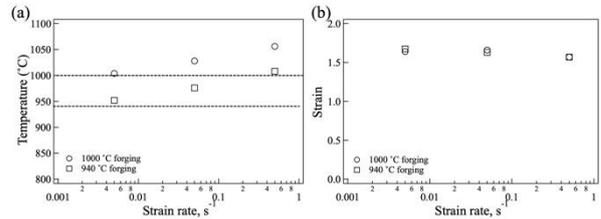


図7 塑性加工シミュレーションにより計算された1/2R位置の鍛造終了後の(a)温度と(b)歪み

3・4 1500t 鍛造シミュレータ鍛造・熱処理材の組織

次に鍛造材を900°Cおよび1000°Cで熱処理した時の組織を図8, 9に示す。1000°C鍛造材の組織はbi-modal組織であり、これを900, 1000°Cで熱処理してもbi-modal組織となった。熱処理温度や鍛造中の歪み速度による違いは見られなかった。25t鍛造シミュレータによる鍛造・熱処理材の組織と比較すると(図3)、25t鍛造シミュレータでは、1000°C鍛造後900°C熱処理では、β相球状化組織が形成した。この違いは、1500t鍛造シミュレータでは冷却速度が遅いことから、鍛造中に導入された歪みが、緩和されていることを示す。

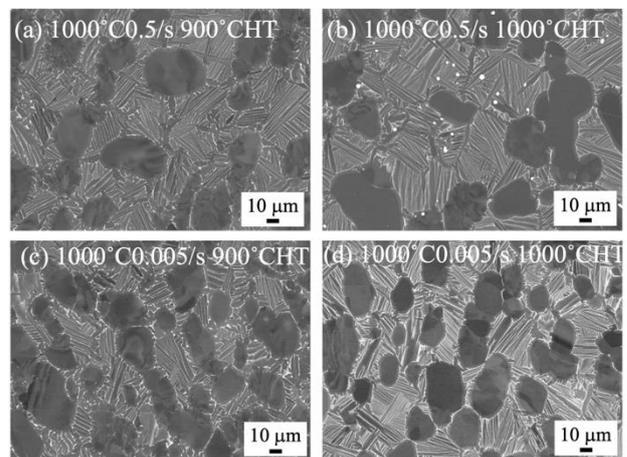


図8 1000°C鍛造材の熱処理組織

図9に940°C鍛造材の熱処理組織を示す。940°C鍛造材は層状組織が分断された組織を示しており、900°Cで熱処理を施すと、歪み速度によらず、分断されたβ相球状化組織を形成した(図9(a), (c))。一方、1000°Cで熱処理を施すと、歪み速度によらずbi-modal組織に変化した。この変化は25t鍛造シミュレータで得られた結果と同じであった

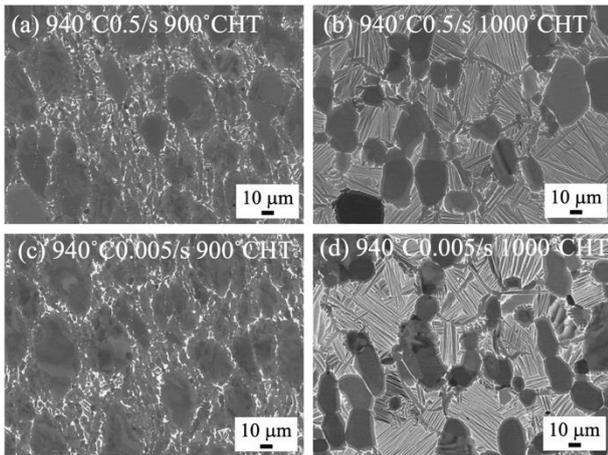


図9 940°C鍛造材の熱処理組織

3・5 Microtexture の解析

熱処理により hcp 構造の(0001)面がそろった領域である microtexture が生成しているか、明らかにするために、SEM-EBSD を用いて方位解析を行った。図 10 に示すように、赤で示した領域が(0001)面を示す。これを定量的に示すために、[0001]方向から 10° 以内に存在する結晶粒の面積率を測定した。その結果を図 11 に示す。

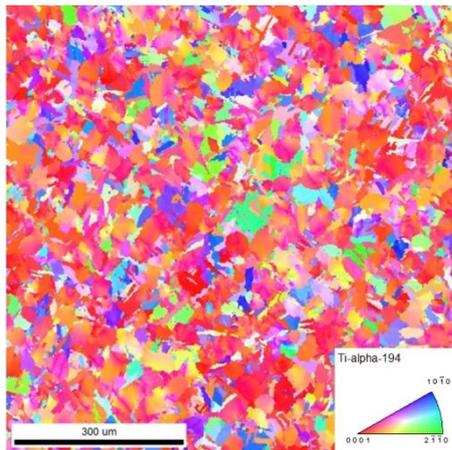


図 10 鍛造熱処理材の方位マップ

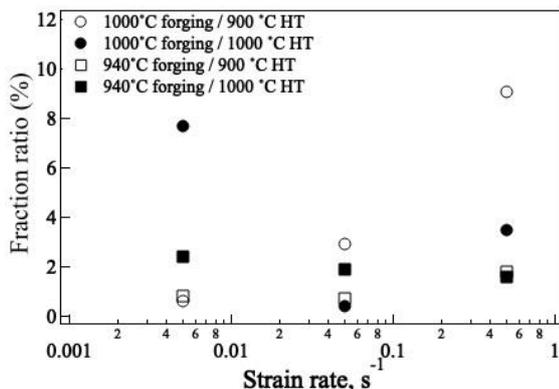


図 11 [0001]方向から 10°以内に存在する結晶粒の比率

図 10 では(0001)面が多数あるように見えたが、図 11 に示すように、(0001)面の存在は、鍛造・熱処理条件によらず 10%以下であり、(0001)面が揃った集合組織を作っているとは言えなかった。また、(0001)面の生成率はランダムであり、これらの数値の違いは、鍛造・熱処理条件によるものではなく、試験片の場所による違いであることが示唆された。実際に、1つの試料について広い領域で観察を行うと、場所による結晶方位の差が大きく、microtexture の生成を確認するためには、さらに広い領域における観察が必要であることが示唆された。

3・6 1500t 鍛造シミュレータ鍛造・熱処理材の引張強度

図 8,9 に示す組織を有する鍛造・熱処理材について、室温で引張試験を行った。鍛造歪み速度に対する 0.2%耐力を図 12 に示す。強度は鍛造歪み速度に対しては依存性が観察されなかった。顕著な差が観察されたのは、熱処理温度である。900°C熱処理材は、1000°C熱処理材よりも高い強度を示した。900°C熱処理材と比較すると、鍛造温度が 940°Cで高い強度を示した。一方、1000°C熱処理材では鍛造温度の違いによる強度の差はほとんどなかった。

図 8,9 に示すように 900°C熱処理材の組織は、鍛造温度により異なる。1000°C鍛造材では bi-modal 組織を形成し、940°C鍛造材では層状組織内の β 相球状化組織を形成した。一方、1000°C熱処理材では、鍛造温度によらず、bi-modal 組織を形成した。これらの組織形態を図 11 に示すと、β 相球状化組織が bi-modal 組織よりも強度が高いことが明らかとなった。低い鍛造温度で導入された歪みは、加工発熱によりある程度緩和されるが、完全ではなく、900°C熱処理では歪み緩和が起こりにくいために、熱処理材にも歪みが残留すると考えられる。強度はペイリーハーシュの関係により、転位密度に依存するため、β 相球状化組織で強度が高かったと考えられる。900°C熱処理であっても、1000°C鍛造では鍛造中に歪みが緩和しているため、強度が低くなる。同様に考えると、1000°C熱処理では歪み緩和が進むため、同じ bi-modal 組織でも、900°C熱処理材よりも強度が低くなる。また、1000°C熱処理材で、鍛造温度による違いが見られなかったのも、1000°C熱処理で歪みが大きく緩和したためであることがわかる。

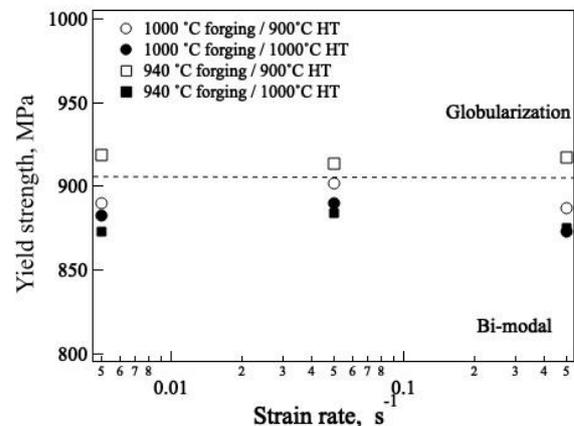


図 12 鍛造・熱処理材の引張強度

3・7 1500t 鍛造シミュレータ鍛造・熱処理材の疲労特性

次に、引張試験で得られた強度 σ の 0.9σ を最大応力とした疲労試験を行った。歪み速度 0.005/s については、現在試験中であるため、歪み速度 0.05/s および 0.5/s についてのみ示す。また、全ての結果を1つのグラフにプロットすると結果が重なり、関係が見えなくなることから、図 13 には 1000°C0.5/s 鍛造材の 900°C および 1000°C 熱処理材の結果について示す。また、疲労試験の条件が全て 0.9σ であることから、縦軸には 0.9σ ではなく、実際に試験を行った最大応力でプロットした。1000°C0.5/s 鍛造材の 900°C および 1000°C 熱処理材の組織は、図 8 に示すように、どちらも bi-modal 組織であった。通常疲労寿命は 10^4 オーダーであり熱処理温度による違いはほとんどないと言える。一方で、Dwell 疲労については熱処理温度により大きな違いが観察された。これについては、900°C 熱処理材については等軸 α 相量が増えているという組織形態の違い、また、Dwell fatigue では、最大応力で一定時間保持されることから、等軸 α 相の増加などの組織的な違いがより大きく効くと考えられる。さらに組織的要因を詳細に検討する必要がある。

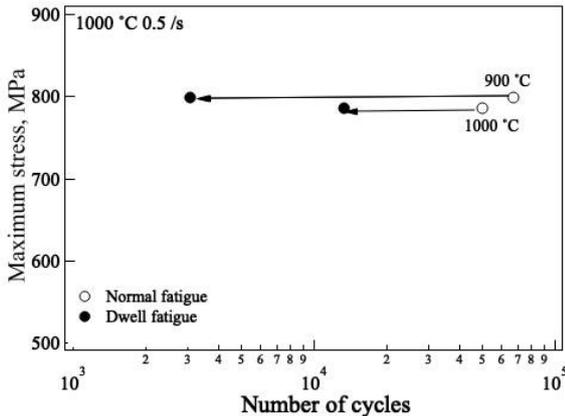


図 13 熱処理温度による疲労特性の違い

次に、1000°C 熱処理材の疲労試験の結果を図 14 に示す。図 8, 9 に示すように、1000°C 熱処理材では、鍛造条件に関わらず、bi-modal 組織を形成した。1000°C0.05/s のみ通常疲労も Dwell 疲労も他の鍛造材よりも寿命が短く、これについては理由が不明であるが、それ以外の鍛造材については、疲労試験のデータがばらつくことを考慮に入れると、通常疲労、Dwell 疲労ともに、鍛造・熱処理条件の差は小さいと言える。1000°C 熱処理により、鍛造中に導入された歪みが緩和され、熱処理後の組織形態もあまり変わらないため、疲労特性について差が出なかったと言える。

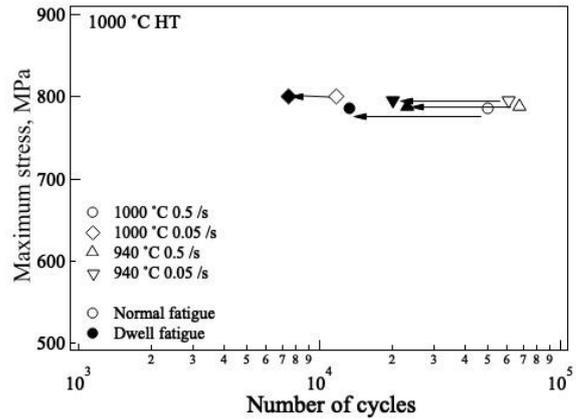


図 14 1000°C 熱処理材の疲労寿命

次に 900°C 熱処理材の疲労寿命を図 15 に示す。900°C 熱処理材は、1000°C 鍛造では bi-modal 組織が、900°C 鍛造では β 相球状化組織が形成された。通常疲労については 10^4 オーダーであり、これらの組織の違いはないと言える。一方で、Dwell fatigue については、組織による差が大きく、940°C で鍛造した β 相球状化組織の寿命が長かった。1000°C 熱処理材と比較すると、通常疲労の寿命はほとんど変わらないことから、通常疲労については、bi-modal や β 相球状化組織などの組織形態や残留していると思われる歪みの影響がほとんどないと言える。しかし、Dwell 疲労の寿命は、900°C 熱処理材は 10^3 オーダーであり、同じ bi-modal 組織で比較しても、1000°C で形成した bi-modal 組織の疲労寿命 (10^4 オーダー) よりも 1 桁短く、組織形態だけでは説明できない違いがある。

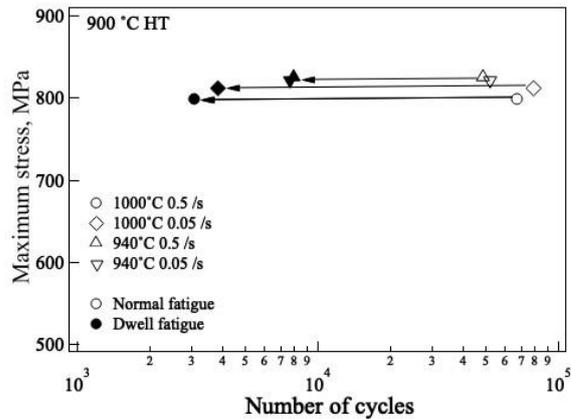


図 15 900°C 熱処理材の疲労寿命

これについても、等軸 α 相の増加などのさらに細かい組織的な違いなど詳細に調べる必要がある。

図 16 に、図 14, 15 から得られる Life debit,

$$\text{Life debit} = N_{\text{normal}}/N_{\text{dwell}}$$

を示す。Life debit は通常疲労と Dwell 疲労寿命の比であり、小さい値を示すほど安全性が高い。

Life debit は、900℃熱処理材で大きく、1000℃熱処理材で小さい傾向を示した。これまでに示したように、900℃熱処理材では、1000℃熱処理材よりも等軸 α 相量が増加していることが、Dwell 疲労特性の劣化に影響していることを示唆している。その上で、等軸 α 相以外の組織が bi-modal 組織では層状組織、 β 相球状化組織では層状組織が分断された球状化組織であり、900℃熱処理材のこれらの組織形態の違いが Dwell fatigue に与える影響についてはより詳細な検討が必要である。

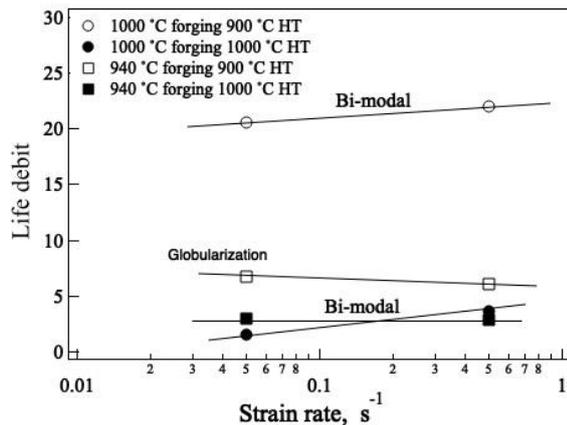


図 16 Life debit

以上の結果から、鍛造、熱処理プロセスの違いによる組織形態の違いが Dwell 疲労特性に与えるメカニズムについてはまだ検討の余地はあるが、通常疲労と Dwell 疲労寿命の差を縮める鍛造・熱処理プロセスおよび組織形態については明らかにすることができた。

4. 結論

- 25t 鍛造シミュレータと 1500t 鍛造シミュレータを用いて、得られる鍛造組織の違いを明らかにした。これらの鍛造シミュレータによる組織形成の違いは、試料サイズの違いから来る冷却速度の違いである。1500t 鍛造シミュレータでは冷却速度が遅いため、鍛造中に導入された歪みが冷却中に緩和する現象が起こる。
- 1000℃熱処理により、25t 鍛造材と 1500t 鍛造材どちらについても、鍛造条件に関わらず bi-modal 組織が形成された。一方、900℃熱処理では、25t 鍛造材は鍛造温度が 900 から 1000℃まで全てにおいて β 相球状化組織となったが、1500t 鍛造材では、1000℃鍛造材では bi-modal 組織を形成し、940℃鍛造材では β 相球状化組織となった。これらの違いも鍛造後の冷却速度の違いによる残留歪みの差により引き起こされる。

3. 引張強度は、 β 相球状化組織が bi-modal 組織よりも高い強度を示した。また、bi-modal 組織の比較では、900℃熱処理材の強度が高く、これは残留歪み量によるものである。

4. 通常疲労寿命は鍛造・熱処理プロセス、それにより得られる組織形態の違いによらず、ほぼ同程度であった。一方、Dwell 疲労については、鍛造・熱処理プロセス、組織形態の違いにより寿命が大きく変化した。通常疲労と Dwell 疲労の寿命比である Life debit を小さくするためには、鍛造温度や歪み条件よりも、熱処理温度がより影響を与え、1000℃での熱処理による bi-modal 組織形成が効果的である。

5. 今後の展望：今回の研究では microtexture 形成過程を明らかにできなかったが、明確な microtexture 形成を観察できなかった。また、組織の場所依存性が大きいため、今回観察した領域よりも広い領域で観察を行い、microtexture の形成の有無を確認する必要がある。また、疲労試験後の破断部近傍の組織解析を詳細に行い、同じ組織形態に見える bi-modal 組織で Dwell 疲労特性が大きく異なるメカニズムを明らかにする必要がある。今回の結果から、鍛造条件よりも熱処理温度がより疲労特性に影響を与えることから、熱処理温度を変化させた組織に対する疲労特性の影響を明らかにすることにより、Dwell 疲労特性を向上させる Ti 合金のプロセス設計指針を明らかにすることができる。

謝 辞

本研究は物質・材料研究機構(NIMS)の 1500t 鍛造シミュレータを用いて行った。鍛造実験に協力いただいた NIMS 黒田秀治氏、本橋功会氏に感謝する。また、塑性加工シミュレーションは SCSK 株式会社星雅人氏の協力を得て、NIMS 本橋氏が行った。これについても謝意を示す。

最後に、2 年間に渡り、本研究に助成して下さった天田財団に深い感謝を表明する。1500t 鍛造には大きな素材が必要であり、その作製や、試験片切断などにラボレベルの実験とは比べ物にならない費用がかかった。また、Dwell 疲労試験は時間がかかり、1つの試験に 1ヶ月程度かかることもあることから、外注では実験を行うことができなかった。助成金で疲労試験を確保でき、研究促進に大いに役立った。さまざまな意味で、この研究は、本助成金がなければなし得なかったものであり、深い感謝を示したい。

参考文献

- J. Qiu et al., Metall. Mater. Trans. A, 45A, (2014) 6075.
- <https://www.timet.com/assets/local/documents/datasheets/alphaalloys/834.pdf>