

加工熱処理された $\gamma + \alpha_2$ 型Ti-Al2元系金属間化合物の常温延性

細見 政功*・前田 尚志*・岡田 稔*

Tensile Ductility at Room Temperature in Thermo-mechanically Treated $\gamma + \alpha_2$ Type Titanium Aluminides

Masanori Hosomi, Takashi Maeda and Minoru Okada

Synopsis : The effects of thermo-mechanical treatment on the tensile ductility at room temperature were investigated in the three binary γ -base titanium aluminides containing different volume fraction of α_2 phase. The tensile ductility at room temperature was improved by the formation of fine and homogenous "duplex" microstructure, which was optimised by the high reduction of forging and the adequate heat treatment temperature. The effect was most remarkable on the stoichiometric composition containing less α_2 content than Ti-rich composition. In the duplex microstructure, deformation was taken upon the equi-axed γ grains rather than the lamellar region. However, the fracture mode was still brittle even in the specimen showing the high elongation of 7.8%.

Key words : intermetallic compounds ; titanium aluminides ; TiAl ; Ti₃Al ; thermo-mechanical treatment ; microstructure control ; hot working ; tensile elongation.

1. 緒言

TiAl(γ)とTi₃Al(α_2)の2相型金属間化合物はその優れた比強度、耐熱性の点から新しい軽量耐熱材料として注目され、近年実用化に向けた研究開発が盛んである¹⁾。それら研究の多くは耐熱性の向上よりむしろ常温延性を改善することを目的としているが、これは本材料が他の金属間化合物と同様に常温延性が乏しいためである。鋳塊の状態で作られるTiAlとTi₃Alの層状組織(ラメラ組織)は結晶粒径が大きく、高温強度、破壊靱性は優れるものの、常温延性は非常に乏しいため、熱間加工による動的再結晶を利用した組織の等軸微細化²⁾³⁾、あるいは加工後に適当な温度域での熱処理を施した組織のduplex(ラメラ粒と等軸 γ 粒との混合組織)化といった組織制御による延性改善策が試みられている^{4)~7)}。著者らは前報⁸⁾において、高温域での加工熱処理により均質微細duplex組織形成が可能であることを報告し、Al含有量が組織形成に大きな影響を及ぼすことを示した。ここで均質微細duplex組織とは組織を構成しているラメラ粒と γ 等軸粒の粒径が等しく、同時に結晶粒が微細化(粒径10~50 μ m)した組織のことを示す。

本研究の目的は、前報の組織観察結果にもとづき、Al量および加工条件、熱処理条件の諸因子が常温延性に与える影響を明確に把握することにある。本材料は材料強度に対して延性が低く、引張軸のずれや表面の切り欠きによる影響を受けやすいため、特に引張軸や表面の影響を抑えるよ

う慎重な配慮を施した条件⁹⁾で引張試験を行った。

2. 実験方法

素材の鋳塊は前報⁸⁾と同様、消耗電極式真空アーク溶解により溶製した。鋳塊の化学組成は化学分析の結果、Ti-45.5 at%Al, Ti-48.5at%Al, Ti-49.9at%Al, O濃度はそれぞれ660, 580, 560wtppmであった。素材のHIP処理条件、加工条件および熱処理条件についても前報と同様、1673K, 152 MPa, 14.4ksのHIP処理を施し、1523Kに加熱、加工(歪速度 $\dot{\epsilon} = 10s^{-1}$)し、Fig. 1¹⁰⁾に示す1493~1683Kの温度範囲で7.2ksの熱処理の後、空冷を行った。引張試験片は以下の手順で作製した。まず、厚さ1mmの板材を熱処理材からマイクロカッターで切出し、その後、全長20mm、平行部長さ5mm、平行部幅2mm、肩部の曲率半径5mmの形状の板材を放電加工により採取した。切出した試料の表面をエメリ紙(#1000)で研磨し、機械加工による表面の凹凸を除去した後、さらに電解研磨により表面を鏡面に仕上げた。常温伸びは試験片の表面仕上げ方法に大きく依存する。すなわち、表面に電解研磨を施すことにより、常温伸びが理想的な値に近づき、機械研磨仕上げによる試験片に比べて高い伸びが得られる¹¹⁾。本実験のように伸び値を比較する際には、その差が明確にあらわれる方が望ましい。したがって本実験では試験片表面に電解研磨を施した。電解研磨は5% HClO₄ + 35% n-C₄H₉OH + 60% CH₃OHの溶液を223Kに

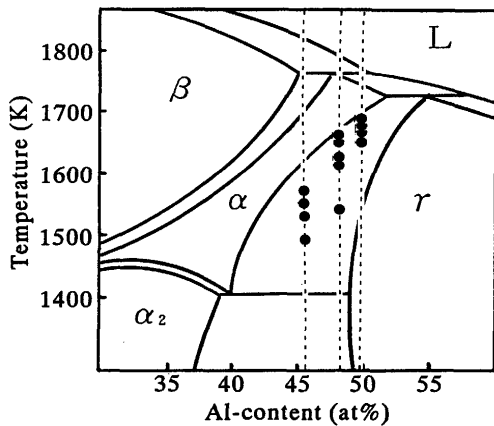


Fig. 1. Ti-Al binary phase diagram¹⁰⁾ showing Al-content of the ingots and the heat treatment temperatures used for the present study.

冷却し、陽極の試料と陰極のステンレス板との間に17Vの電圧をかけ、1.8ks保持することによって行った。最終的な試験片の厚みは約0.8mmとなった。さらに試験片厚さが引張性質に影響を与えていないことを確認するため、Ti-49.9at%Alを1523Kで加工度80%の加工後、1663Kで7.2ks熱処理した均質微細duplex組織⁹⁾を有する試料から厚さが0.3-1.75mmの試験片を作製し、引張試験を行った。引張試験は、インストロン型の引張試験機を用い、試験片の肩部を治具により固定し荷重をかける方式を採用し、室温、大気中で行った⁹⁾。引張試験の歪速度は 1×10^{-4} /sである。加工熱処理材の組織および引張試験後の変形組織は前報⁹⁾と同様の方法で試料を作製し、それぞれ光学顕微鏡、TEMにより観察した。また、引張試験後の試料表面および破面はそれぞれ光学顕微鏡、SEMにより観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 伸び、強度に及ぼす試験片の厚さの影響

最初に、本研究で採用した厚さ0.8mmの小型引張試験片で得られた伸び値、強度が試験片厚さの点で信頼できる値を示すことを確認するため、Ti-49.9at%Al材の厚さの異なる試験片を用いて引張試験を行った。それぞれの厚さにおいて得られた常温伸び、0.2%耐力の値をFig. 2に示す。Fig. 2より試験片厚さが0.45mm以上であれば、伸び、0.2%耐力ともに試験片厚みの影響を受けていないことがわかる。厚みが0.3mmのとき、変形が平行部以外に治具と接触している試験片肩部でおこり、正しい伸び値、強度は得られなかった。また、試験片厚みが0.45mm以上のとき、引張試験後の光学顕微鏡による試料表面観察から、変形は肩部ではなく平行部のみで進行していることを確認した。したがって、厚さ0.8mmの試験片を用いて得られた以下の実験結果の伸び値、0.2%耐力値は信頼に足ることが確認された。

3.2 加工熱処理材の常温引張性質

3.2.1 加工度の効果

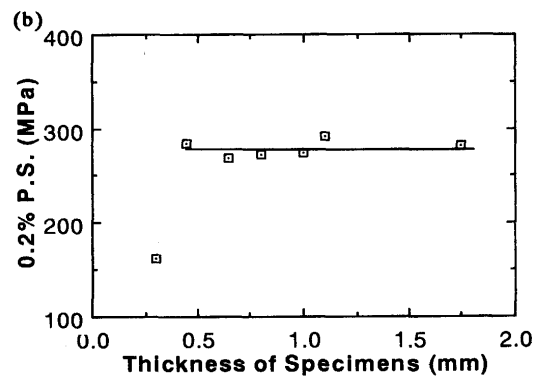
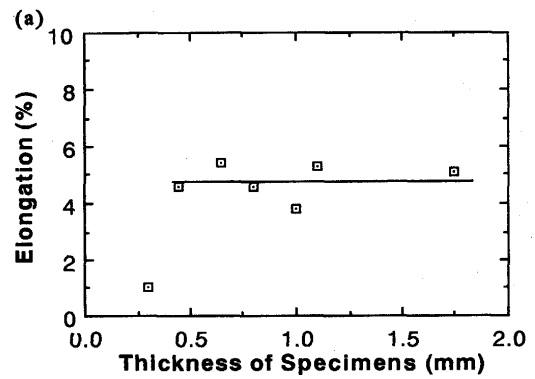


Fig. 2. Effects of specimen thickness on (a) elongation and (b) 0.2% proof stress at room temperature.

Al量の異なる3組成について、加工度68-86%の加工の後、 α 相と γ 相の比率が等しくなる温度条件で熱処理して得られた均質微細duplex組織⁹⁾を有する試料を室温で引張試験した結果、得られた応力-歪曲線をFig. 3に示す。Fig. 3から読み取った伸びと加工度との関係をFig. 4に示す。伸び値はAl量の減少、すなわち α_2 量の増加とともに低下し、 α_2 量依存性が非常に大きいことを示している。Al量が増加するほど伸び値に及ぼす加工度増加の効果は大きくなる。つまり、

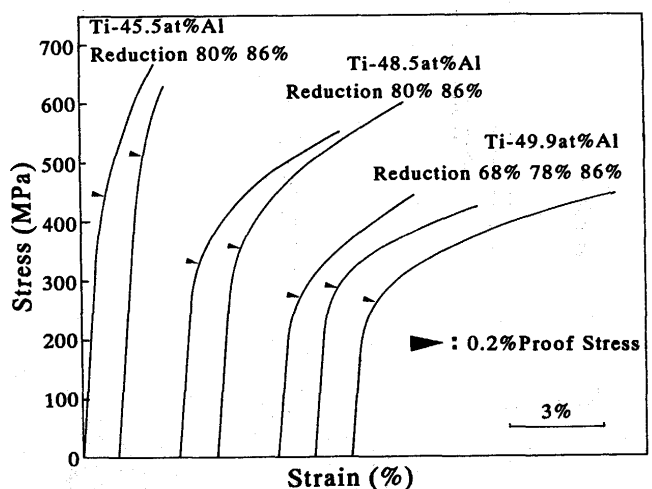


Fig. 3. Stress-strain curves of tensile tests at room temperature in thermo-mechanically treated, Ti-45.5at%Al, Ti-48.5at%Al and Ti-49.9at%Al.

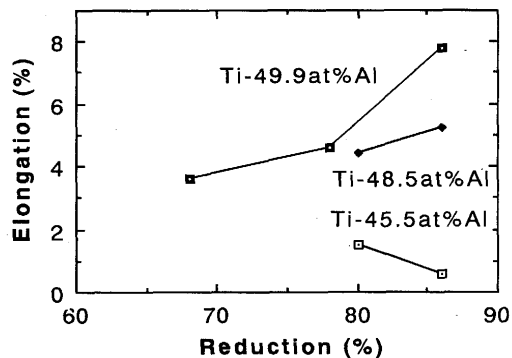


Fig. 4. Effects of hot working reduction on tensile elongation at room temperature in heat treated Ti-45.5at%Al, Ti-48.5at%Al and Ti-49.9at%Al.

Ti-49.9at%Alでは加工度の増加により伸び値が著しく向上し、加工度86%では加工度68%のとき得られた3.6%から7.8%へと倍増している。

3.2.2 熱処理温度の影響

それぞれ素材を1523Kで86%加工した後、 $\alpha + \gamma$ 2相域内の異なる温度で熱処理したときの常温引張伸びの変化をFig. 5に示す。伸び値は熱処理温度に大きく依存する。Ti-49.9at%Alの場合は1663Kで極大値を持つ。それ以上の温度では伸び値は低下し、1683Kの熱処理ではほとんど伸びを示さない。Ti-48.5at%Alでは、伸び値は検討した範囲内で熱処理温度の増加とともに単調に低下している。また、Ti-45.5at%Alの場合、いずれの熱処理温度においても得られる伸び値は低く、Ti-48.5at%Alと同様の傾向は見られるが、延性に及ぼす熱処理温度の影響は小さい。

熱処理温度による耐力値変化をFig. 6に示す。Ti-49.9at%Alの熱処理温度による耐力値変化は小さく、 α 相と γ 相の体積率が等しくなる温度1663Kで熱処理したときの強度が若干高い。Ti-48.5at%Alの耐力は熱処理温度依存性が大きく、 α 相と γ 相の体積率が等しくなる温度以上で熱処理温度の上昇とともに大きく低下する。Ti-45.5at%Alの場合、0.2%耐力はほとんど変化しないが、1573K以上の高温熱処理材では伸びを示さないので、0.2%耐力は測定不可能であった。また、Fig. 6より0.2%耐力はAl含有量の増加とともに低下し、Ti-45.5at%Alに比べてTi-49.9at%Alの0.2%耐力は250MPa程度低い値を示す。これは変形応力の高い α_2 量が少ないためと考えられる。

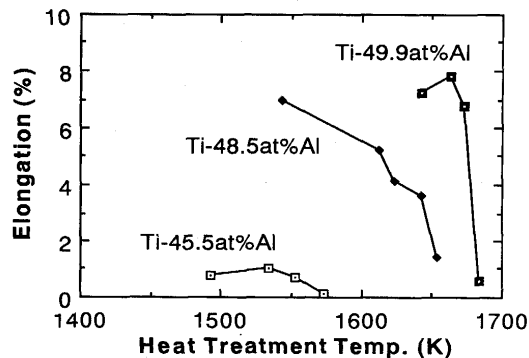


Fig. 5. Influences of heat treatment temperature on tensile elongation at room temperature in thermo-mechanically treated Ti-Al alloys.

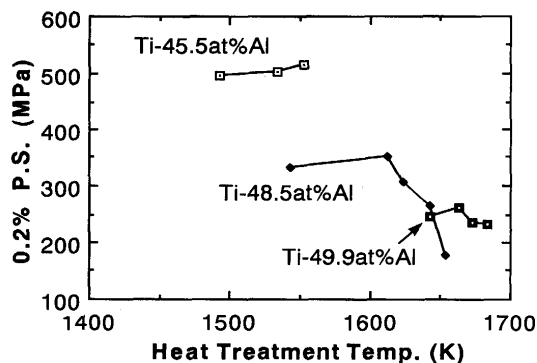


Fig. 6. Influences of heat treatment temperature on 0.2% proof stress at room temperature in thermo-mechanically treated Ti-Al alloys.

3.3 常温引張伸びと組織との関係

Ti-49.9at%Alにおいて加工度が68, 86%のときの熱処理後の光学顕微鏡組織をFig. 7に示す。加工度の増加によりduplex組織の均質微細化が進行している。 $\alpha + \gamma$ 2相域で熱処理したときの組織変化をFig. 8に示す。Ti-Al 2元系状態図より、化学量論組成近傍の $\alpha + \gamma$ 2相域の温度範囲が狭いため熱処理温度の上昇とともに α 相、 γ 相の量比が大きく変化する。熱処理時の α 相、 γ 相の体積率を V_α 、 V_γ ($V_\alpha + V_\gamma = 1$) とするとTi-49.9at%Alでは1663Kで $V_\alpha = V_\gamma$ となり、均質微細duplex組織が形成されるが、それ以下の温度域 ($V_\alpha < V_\gamma$) では粗大 γ 粒を含む混粒組織となる。また、それ以上の温度域 ($V_\alpha > V_\gamma$) では1673Kから1683Kへと熱処理温度がわずかに10K高くなるだけでラメラ粒が著しく粗大化し、均質組織は形成されない。以上の結果を常温伸び (Fig. 4) と対応さ

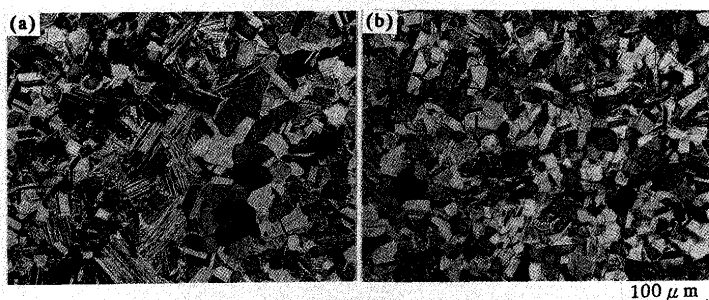


Fig. 7. Optical micrographs of specimens deformed at 1523K with (a) 68% and (b) 86% reduction and subsequently heat treated at 1663K for 7.2ks in Ti-49.9at%Al.

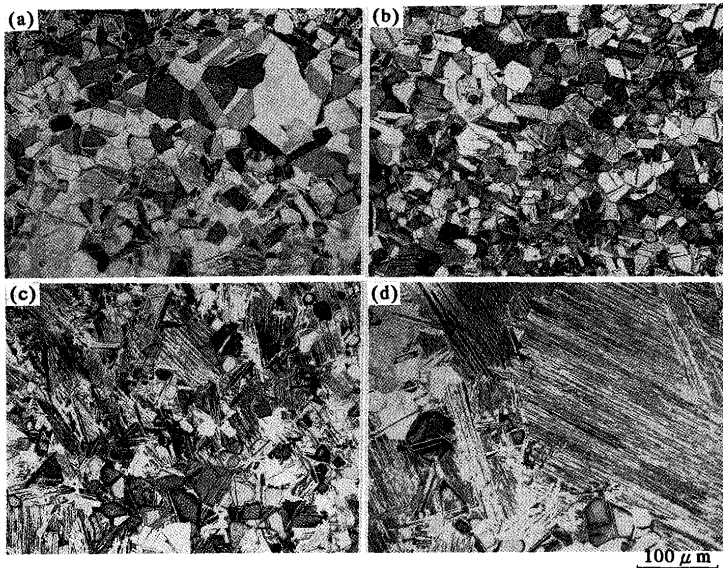


Fig. 8. Optical micrographs of specimens deformed at 1523K with 86% reduction and subsequently heat treated at (a)1643K, (b)1663K, (c)1673K and (d)1683K for 7.2ks in Ti-49.9 at%Al.

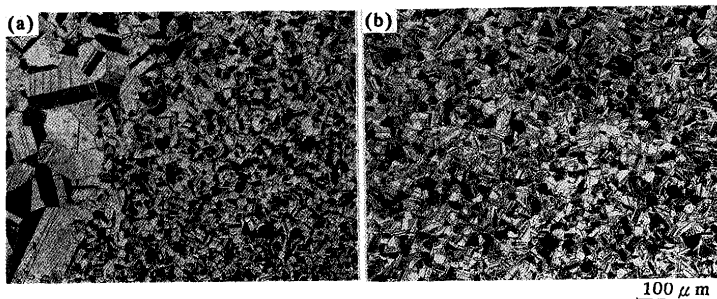


Fig. 9. Optical micrographs of specimens deformed at 1523K with 86% reduction and subsequently heat treated at (a)1543K and (b) 1613K for 7.2ks in Ti-48.5at%Al.

せると、Ti-49.9at%Alにおいては加工度増加がもたらす組織微細化により常温伸びが向上する。また、1643K ($V_\alpha < V_\gamma$ 温度域)の熱処理により $V_\alpha = V_\gamma$ 熱処理材に比べ伸びが若干低下する。これは γ 相の体積率の増加により等軸 γ 粒が若干粗大化するためと考えられる。

次に、Ti-48.5at%Alの1543K、1613K熱処理材の組織をFig. 9に示す。1543K熱処理材は非常に微細な再結晶粒の他にごく一部で粗大な γ 粒が混在する混粒組織を有しており、1613K熱処理材はほぼ均質なduplex組織を呈している。Fig. 5より常温伸びは混粒組織の方が均質組織よりも優れている。この理由として、混粒組織材は均質微細組織材に比べて熱処理温度が低いため、粗大 γ 粒部分以外の粒成長の割合は小さく、より微細な結晶粒が得られる (Fig. 9) ことが挙げられる。このことは、Ti-48.5at%Alにおいても、結晶粒を微細化した方が常温延性に優れることを示しており、粗大 γ 粒による組織の不均質性は常温伸びの大きな妨げとはなっていない。

Fig.10にTi-45.5at%Alの均質微細duplex組織を示す。加工熱処理によるduplex組織の微細化効果はTi-49.9at%Al (Fig. 8)やTi-48.5at%Al (Fig. 9)よりも顕著である。しかし、Fig. 3からわかるように常温伸びは極めて低い。本合金は上記2合金よりも α_2 相を多量に含んでいるが、この α_2 相は上記2合金よりも α_2 相を多量に含んでいるが、この α_2 相はすべり系の数が少なくVon Misesの条件を満たさず、 γ 相と比較して変形能に乏しい¹²⁾。したがって、この場合の低延

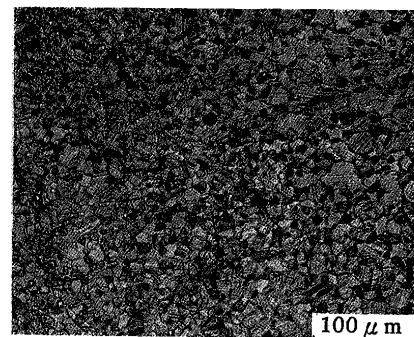


Fig. 10. Optical micrographs of specimen deformed at 1523K with 86% reduction and subsequently heat treated at 1533K for 7.2ks in Ti-45.5at%Al.

性の原因は組織的要因よりも変形能に乏しい α_2 量が多いことに起因すると考えられる。

以上より、常温延性を支配する組織因子としては、 α_2 量 (Al含有量)、粒径、均質性の3点が挙げられる。この中で、例えばTi-45.5at%Alでは均質微細組織でも常温伸びがほとんど得られないことから、 α_2 量すなわちAl含有量の影響が最も大きいといえる。次に、Ti-48.5at%Al、Ti-49.9at%Alにおける結果から結晶粒の微細化も重要な因子と考えられる。また、組織の均質性も常温伸びに影響を与えたと考えられるが、Ti-48.5at%Alの混粒組織材でも高い伸び値が得られたことから、上記の2つの要因と比較すると、常温

伸びに及ぼす影響は小さいと考えられる。

3・4 加工熱処理材の変形と破壊

Fig.11に均質微細duplex組織を持つTi-49.9at%Al(伸び7.8%)の引張試験後の試料表面の変形組織を示す。組織が均質であるため、破断後の試料表面に見られるすべり線は試験片平行部全体に均一に分布していることがわかる。粗大 γ 粒を含むTi-48.5at%Al混粒材において試料表面のすべり線を観察したところ、微細粒部分にはTi-49.9at%Al duplex組織材と同様にすべり線と試料表面の凹凸が観察された。また粗大 γ 粒内に結晶粒を横切る直線的なすべり線が観察された。したがって粗大 γ 粒内では、歪の局在化が生じていると考えられた。Fig.12に均質微細duplex組織材の引張試験後のTEM観察結果を示す。Ti-48.5at%Al, Ti-49.9at%Alにおいては、 γ 粒内で双晶変形、すべり変形が起きていることが観察され、等軸 γ 粒が変形の主体を担っていると

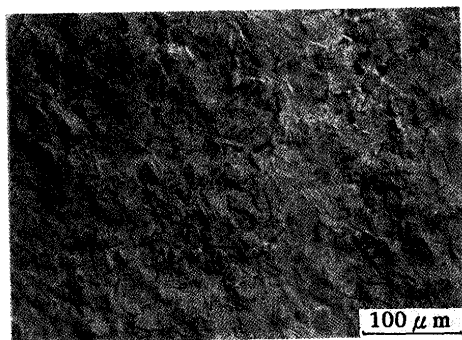


Fig. 11. Surface relief of specimen with fine and uniform duplex structure after tensile test at room temperature in Ti-49.9at%Al.

いえる。また、Ti-45.5at%Alについては変形組織はほとんど観察されなかった。前報⁹⁾で報告したように高Al組成においては熱処理後の冷却中に等軸 γ 粒体積率が増加することから、より高い常温伸びが得られたと推測される。

Fig.13にTi-45.5at%Al, Ti-48.5at%AlおよびTi-49.9at%Alで、均質な組織を有し、それぞれ0.8%, 5.2%, 7.8%の常温伸びが得られた試片の引張試験後の破面を示す。破断応力の高いTi-45.5at%Al試片の破面はTi-49.9at%Alに比べ、表面の凹凸が大きく、破面単位は微細である。これは、Ti-45.5at%Alの組織が微細であり、強度に勝る α_2 相がより多く均一に分布しているためである。しかし、常温伸びが得られるか否かにはかかわらず、破壊状態に変化はなく、いずれも脆性破面を呈している。また、Ti-48.5at%Alで熱処理温度が $\alpha/\gamma < 1$ となる1543K, $\alpha/\gamma > 1$ となる1643Kのときの引張試験後の破面をFig.14に示す。1543K熱処理材ではFig. 9 (a)に示した粗大 γ 等軸粒に対応する破面が観察される。変形双晶面あるいは粒界における破壊と考えられる。大部分を粗大なラメラ粒で構成している1643K熱処理材ではラメラ境界面に沿った方向、横切る方向に破壊が進行している。

$\alpha_2 + \gamma$ 2相型でラメラ組織を有する単結晶(PST結晶)の塑性変形挙動が本実験と同様の理想に近い引張試験条件下で詳しく調べられている⁹⁾¹³⁾¹⁴⁾。そのなかで強度、常温伸びは結晶方位すなわちラメラ境界面と引張軸との傾きに大きく依存し、伸びに有利な方位では伸び値は約20%、不利な方位では約2%と大きく変化することが報告されている。PST結晶の場合には変形抵抗の高い変形モードと低い変形モー

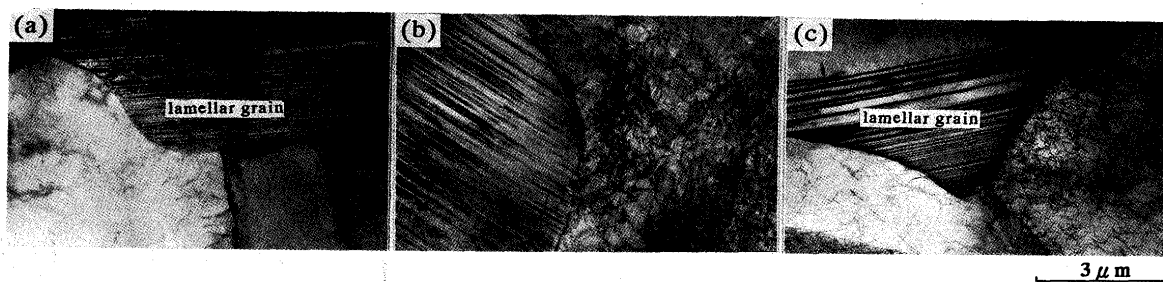


Fig. 12. TEM deformation structure in (a)Ti-45.5at%Al, (b)Ti-48.5at%Al and (c)Ti-49.9at%Al with fine and uniform duplex structure after tensile test at room temperature.

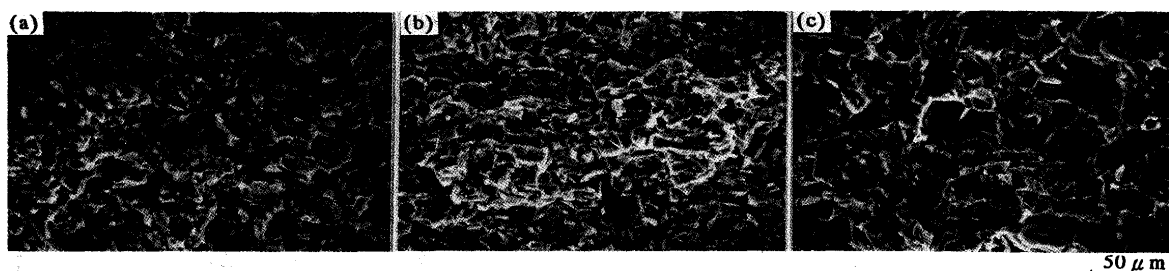


Fig. 13. Fracture surface of specimens with fine and uniform duplex structure after tensile test at room temperature (a)Ti-45.5at%Al, (b) Ti-48.5at%Al and (c)Ti-49.9at%Al.

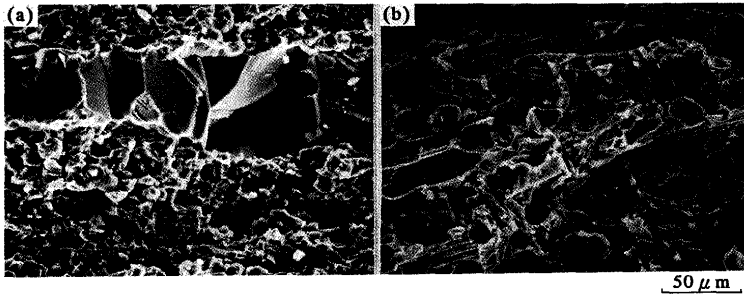


Fig. 14. Fracture surface of specimens heat treated at (a)1543K and (b)1643K in Ti-48.5at%Al after tensile test at room temperature.

ドが混在しないため、多結晶よりはるかに高い伸びが得られている。本研究のような多結晶材の場合には引張軸に対して伸びの有利となる方位、不利となる方位に応力が同時に作用することになる。このとき、変形抵抗の低い結晶粒から変形が始まり、変形抵抗の高い結晶粒が変形をはじめ前に破壊応力に達して破断する。そのため破壊までに得られる塑性変形量は大きくなると考えられる。したがって多結晶材においてできるだけ高い常温伸びを得るには、不均一変形および応力集中を防ぐことが必要であり、組織の微細化と同時にその均質化が要求される。

4. 結論

加工熱処理された $\gamma + \alpha_2$ 型Ti-Al系金属間化合物の常温引張性質を求め、常温延性を改善するための必要条件および組織変化との対応を求めた結果、以下の事項が判明した。

(1) 常温延性は、 α_2 量(Al含有量)、粒径、均質性のバランスにより決定される。 α_2 量が少なく、粒径が小さく、均質性が高いときに最も高い常温延性が得られる。

(2) 恒温鍛造時の加工度増加による組織の微細化により常温伸びが向上する。その結果は高Al含有材ほど著しく、材料強度の低い化学量論組成において最も大きな効果が得られる。

(3) 常温伸びは熱処理温度に大きく依存する。高加工度の加工を施した後 α 相と γ 相の体積比が等しくなる温度で熱処理したとき、組織の均質性は最も高く、Ti-49.9at%Alでは極大値を示す。ところが、Ti-48.5at%Alでは熱処理による粗大 γ 粒形成が顕著でないため熱処理温度の低下とともに常温延性は向上する。

(4) 引張試験後の破面観察より常温伸びが得られるか否かにかかわらず、破壊形態に大きな変化はなく、7.8%の常温伸びを示したTi-49.9at%Al均質微細組織材も脆性破壊により破断する。

終りにあたり、実験を進めるに際し御助言を頂き、さらに論文をまとめる際にも御討論頂いた京都大学工学部山口正治教授、乾晴行博士ならびに住友金属工業(株)未来技術研究所新素材研究部長志田善明博士に感謝いたします。

文 献

- 1) 山口正治：金属，(1990) 7, p.34
- 2) S.Mitao, Y.Kohsaka and C.Ouchi：Proc. Thermec '88, (1988), p.620
- 3) T.Maeda, M.Okada and Y.Shida：Proc. Mechanical Behaviour of Materials VI, (1991), p.199 [The Society of Materials Science Japan]
- 4) S.C.Huang and E.L.Hall：Metall. Trans. A, **22A** (1991), p.427
- 5) Y.W.Kim：J.O.M., (1991) Aug, p.40
- 6) Y.W.Kim：Microstructure/Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys, (1990), p.91 [TMS]
- 7) S.C.Huang and D.S.Shih：Microstructure/Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys, (1990), p.105 [TMS]
- 8) 細見政功，前田尚志，岡田稔：鉄と鋼，**80** (1994), p.83
- 9) H.Inui, M.H.Oh, A.Nakamura and M.Yamaguchi：Acta Metall., **40** (1992), p. 3095
- 10) C.McCullough, J.J.Valencia, G.Levi and R.Mehrabian：Acta Metall., **37** (1989), p.1321
- 11) 細見政功，前田尚志：私信
- 12) H.A.Lipsitt, D.Shechtman and R.E.Shafrik：Metall. Trans. A, **11** (1980), p.1369
- 13) T.Fujiwara, A.Nakamura, M.Hosomi, S.R.Nishitani, Y.Shirai and M.Yamaguchi：Phil. Mag. A, **61** (1990), p.591
- 14) H.Inui, A.Nakamura, M.H.Oh and M.Yamaguchi：Phil.Mag. A, **66** (1992), p.557