

HIP処理したFe, V, B添加TiAl合金の 熱処理組織と常温引張特性の検討

錦織 貞郎*・松田 謙治*・中川 幸也*²

Effects of HIP Treatment and Heat Treatment on Tensile Properties at
Room Temperature of Cast TiAl-Fe-V-B Alloy

Sadao NISHIKIORI, Kenji MATSUDA and Yukiya NAKAGAWA

Synopsis : A gamma alloy, Ti-46.7Al-1.3Fe-1.1V-0.35B(mol%), has been developed as a casting materials for turbine components, replacing superalloys. This alloy is characterized by the addition of Fe and V which improve castability. In order to use this alloy widely, improvements of mechanical properties are required. Thus, microstructural evaluation of various HIP treatments was studied to decrease amounts of casting defects. HIP treatment made a large contribution to improve tensile properties and to reduce a scatter of mechanical value. As compared with other TiAl alloys, the grain growth of an alpha phase during heat treatment at higher temperatures than alpha transus temperature in the TiAl-Fe-V-B alloy was slower. Moreover, the optimum conditions of HIP treatment and heat treatment were determined to further improve the room temperature strength and ductility in this study. As a result, we developed heat treatment process to produce a duplex structure which improves ductility. The alloy with the duplex structure by the HIP and heat treatments had 550MPa tensile strength and 1.8% elongation at room temperature. These results show that the HIP and heat treatments improve both of strength and ductility. The stage 5 blades for use of low pressure turbine were cast and its engineering applicability was demonstrated by 500 flight cycles test in a CF6 engine at GEAE, in November, 1994.

Key words : gamma titanium aluminide ; cast ; HIP ; heat treatment ; microstructure ; tensile strength ; ductility.

1. 緒言

次世代航空機エンジンの開発に際し、現用耐熱部材の代替材として近年、金属間化合物が注目されている。特にTiAl合金は、軽量耐熱材料として高温引張比強度、クリープ比強度に優れることから、エンジン重量低減を可能とする高温構造材料として実用化が期待されている。ゼネラルエレクトリック社(GEAE)では、TiAl合金(48Al-2Cr-2Nb(mol%))でCF6エンジンの低圧タービンプレードを作製し、地上実機耐久試験で良好な結果を得たとの報告もある^{1,2)}。

この報告ではブレードの製造プロセスの詳細は不明であるが、精密鋳造法が採用されている。一般に、TiAl合金は常温延性に乏しいほか、高温でも歪速度依存性が大きいため鍛造により複雑形状の薄物を得ることは困難である。そのため、航空機用エンジンの複雑形状部品の試作という観点からは良好な鋳造特性を有するTiAl合金の開発が望ましい。我々は、TiAl金属間化合物にFe, Vを添加することで、著しく鋳造性が改善されることを見いだし精密鋳造用TiAl

合金(Ti-47.3Al-1.5Fe-0.7V-0.7B(mol%))の開発に成功した³⁾。しかしながら、この合金はそのAl添加量から考えてas-cast材で γ 単相組織を呈し、熱処理によるDuplex組織へ組織改良がむずかしいことが実験により明らかになった。そこで、鋳造性を維持したままAl量を低減する方向に成分改良を施し、 $(\alpha+\gamma)$ 2相域の熱処理により組織制御が可能な合金開発を行った。その結果、 γ 粒とラメラ相($\alpha_2+\gamma$)から成るTiAl合金(Ti-46.7Al-1.3Fe-1.1V-0.35B(mol%))を新たに開発した。この開発合金を用いてCF6エンジン第5段低圧タービンプレードを製造し、HIP処理、熱処理を施した部材でGEAE社にて実機による500サイクル地上耐久試験に成功した^{2,4)}。

TiAl合金の様な脆性材料では鋳造欠陥は材料特性を大きく劣化させることからHIP処理が不可欠であるため、本研究では開発合金のその条件について検討した。また、この合金の機械的特性を向上させるために必要な均質化処理条件を、加熱温度、保持時間、冷却速度、等の主因子を中心に金属組織学的立場から検討を加えた。

平成8年11月8日受付 平成9年1月14日受理 (Received on Nov. 8, 1996; Accepted on Jan. 14, 1997)

* 石川島播磨重工業(株)技術研究所 (Research Institute, Ishikawajima-Harima Heavy Industries Co., Ltd., 3-1-15 Toyosu Koto-ku Tokyo 135)

* 2 石川島播磨重工業(株)技術本部 (Technical Development, Ishikawajima-Harima Heavy Industries Co., Ltd.)

2. 供試合金および実験方法

2・1 供試材の作製

所定の化学成分となるようにメタリックチタン、アルミニウム、鉄、Al-V母合金、Fe-B母合金を秤量し、非消耗電極式アーク溶解により約1kg($\phi 120 \times T15$ mm)の試料を溶製した。これを100kWプラズマ溶解炉で再溶解し別途準備した $\phi 15 \times 200$ mmの精密鑄造用鑄型に鑄込んでTiAl-Fe-V-B合金(Ti-46.7Al-1.3Fe-1.1V-0.35B(mol%))のas-cast材を得た。

2・2 実験方法

Arガス雰囲気中で $20^\circ\text{C}/\text{min}$ の昇温・降温の示差熱分析を行いas-cast材の平衡相の変化を観察し、相変態温度を検討した。測定に際してas-cast鑄塊から重さ約150mg($\phi 4 \times 5$ mm)の試料を機械加工により切り出した。また、as-cast材の熱処理組織を検討するためにFig. 1に示す高周波誘導加熱炉を用いた。この装置では所定の熱処理後、高周波電源を

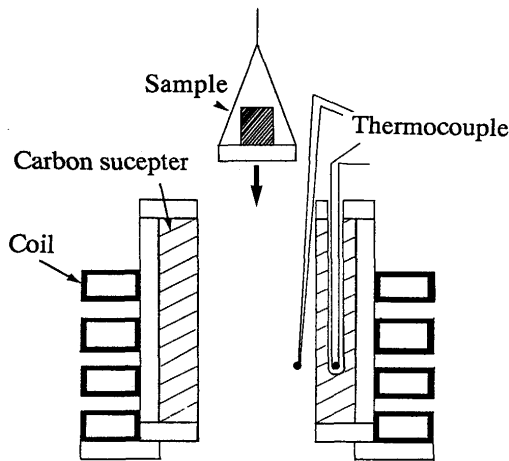


Fig. 1. Schematic drawing of radiation heating furnace.

切断し試料をサセプター内から機械的に取り出すことで約 $10 \times 10 \times 10$ mmの試料では水焼入れと同程度以上の冷却速度が得られることを確認している。この装置を用いて作製した種々の熱処理材のマイクロ組織を反射電子像、X線マイクロアナライザー(EPMA)、画像処理装置、等を用いて観察し検討を加えた。また、 $\phi 15 \times 200$ mmの丸棒形状as-cast材にHIP処理、均質化処理を施した後、平行部 $\phi 4$ mm、ゲージ長さ16mmの引張試験片を機械加工により作製し、歪速度 $1 \times 10^{-6}/\text{s}$ で常温引張試験を行った。引張試験後の破断面については光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡を用いて観察を行った。

3. 実験結果と考察

3・1 as-cast材のマイクロ組織の検討

本実験に用いたas-cast材のマイクロ組織とX線回折パターンをFig. 2とFig. 3にそれぞれ示す。as-cast材の各回折線は、 γ 相、 α_2 相、 β 相に指数付けでき、EPMAによる化学成

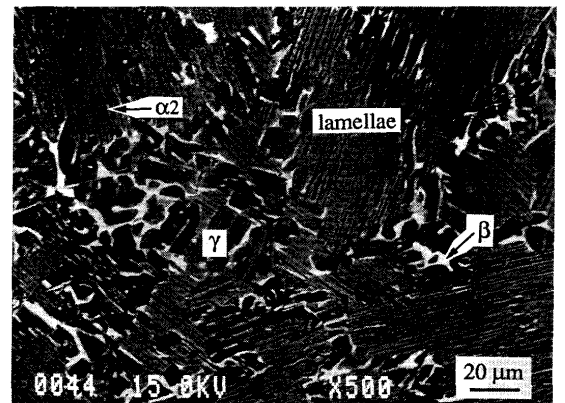


Fig. 2. Backscattering electron image of as-cast TiAl-Fe-V-B alloy.

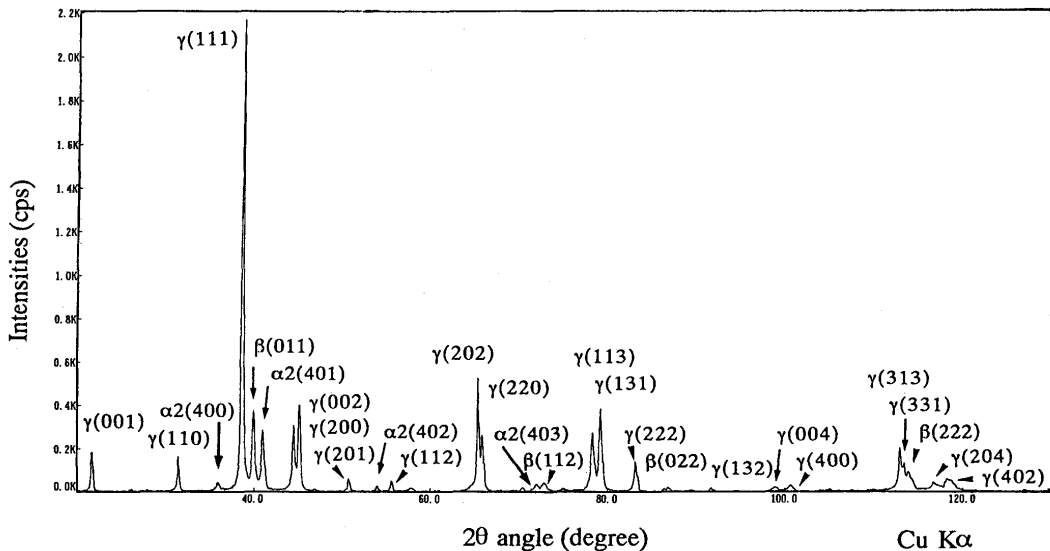


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of as-cast TiAl-Fe-V-B alloy.

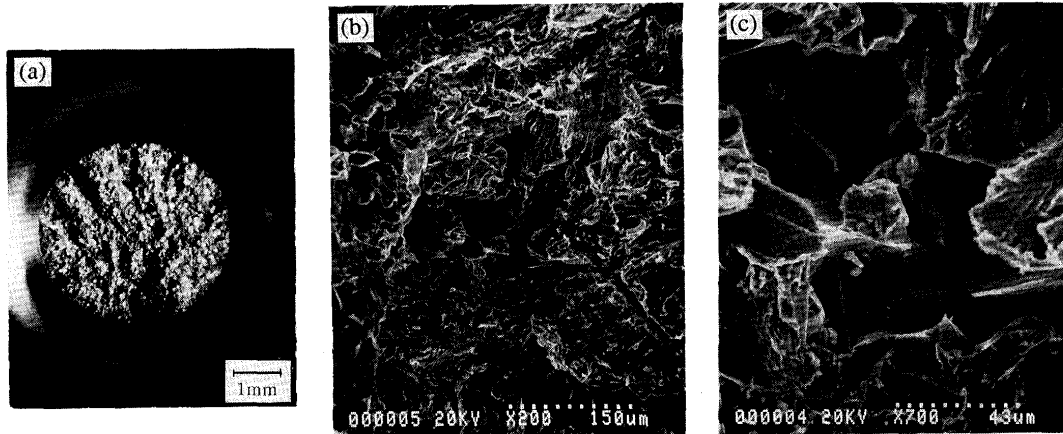


Fig. 4. Fracture surface of as-cast TiAl-Fe-V-B alloy.
Elongation : 0.60% Yield Strength : 357MPa Tensile Strength : 458MPa
(a) Optical micrograph of fracture surface
(b) Scanning electron fractograph of crack origin
(c) Scanning electron fractograph of crack origin

分分析結果から各構成相を同定した。前回報告したTiAl合金³⁾と比べてAl含有量を0.6at%低減させたため、as-cast材で γ 等軸粒組織と γ 相/ α_2 相から成るラメラ組織を同時に析出させることが可能となった。凝固組織にTi-Al二元系では析出しない島状の β 相が γ 粒間に観察されるが、この理由は β 安定化型元素であるFe, Vを添加したためと考えられる。組織写真中 (Fig. 2) でフレーク状に観察される析出物はB添加により形成されたTiB₂であった。

3・2 as-cast材の常温引張特性の検討

as-cast材の常温での引張特性を調べた結果、破断強度および伸びの平均値はそれぞれ480MPa, 0.5%を示した。これらの中から破断強度458MPa, 常温伸び0.6%を示した引張試験片の破面の光学顕微鏡観察結果と破断起点近傍部の電子顕微鏡観察結果をFig. 4にそれぞれ示す。破断起点近傍部では約10ミクロン以下のガスホールおよび約100ミクロン以下のシュリンケージキャビティが観察され、介在物等の不純物は見られなかった。なおデンドライト間隙および結晶粒界の最終凝固部分で溶湯の補給が十分に行われなかったために生じたマイクロキャビティ、引け巣等のサイズが約100ミクロンを超え、それらが破断面で随所に観察された試験片では破断起点を特定することはできず、平均値を著しく下回る常温引張特性を示した。100ミクロン以上の粗大な鑄造欠陥、主としてマイクロキャビティは常温引張特性のばらつきを著しく増加させていると考えられるため、これを除去するためのHIP処理条件を調べた。

3・3 HIP処理条件の検討

3・3・1 高温平衡相および高温熱処理による粒成長の検討

Fig. 5にas-cast材の示差熱分析結果を示す。DTA曲線の傾向はNb, Ta添加TiAl合金⁵⁾, Mn, Nb添加TiAl合金⁶⁾のそれとほぼ一致している。この図で1440°C付近と1334°C付近に観察された変曲点はそれぞれ α -liquidusおよび α 相-($\alpha + \gamma$) 2相領域との相変態を示す α -transusと考えられる。

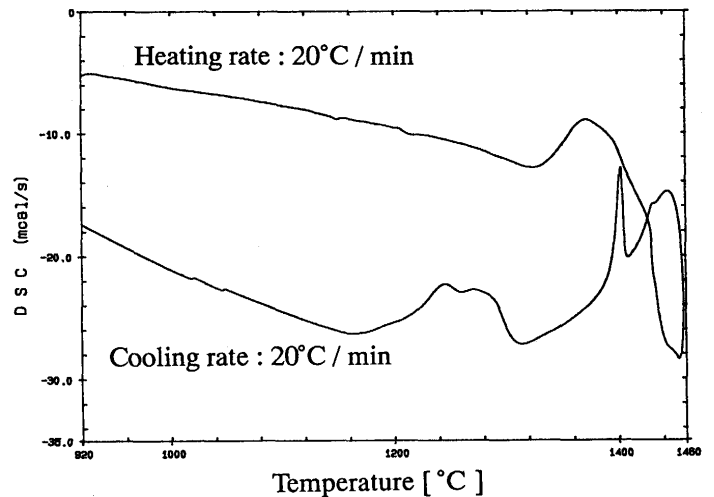


Fig. 5. DTA thermograms for TiAl-Fe-V-B alloy.

McQuayらの開発合金⁶⁾に比べ本研究のTiAl合金は、Al含有量が少ないため α -transusは低温側に移行している。この現象はTi-Al二元系状態図と良く一致する。次に、1270°C~1330°Cの所定の温度でそれぞれ20時間保持した試料の急冷組織を反射電子像で観察し、相変態温度付近のマイクロ組織を検討した。この際、各試料の組織観察には反射電子像を利用した。これらの急冷組織とビッカース硬度をFig. 6に示す。図中、黒色、灰色、白色部分はそれぞれ γ 相, α_2 相, β 相を示す。1330°Cで20時間保持した試料では1270°Cおよび1285°Cで20時間保持したものに比べ、ラメラ相が急激に増加している。この1330°C熱処理材ではas-cast材に存在した γ 粒がわずかに残留しているため、 α -transus温度は1330°C直上と推定でき、これは前述のDTA曲線から得た温度と良く対応している。また各急冷材の組織観察の結果、Fe, VとBを添加した本合金系でも適当な熱処理条件を見出すことで常温延性改善に有効とされる γ 粒とラメラ相からなる

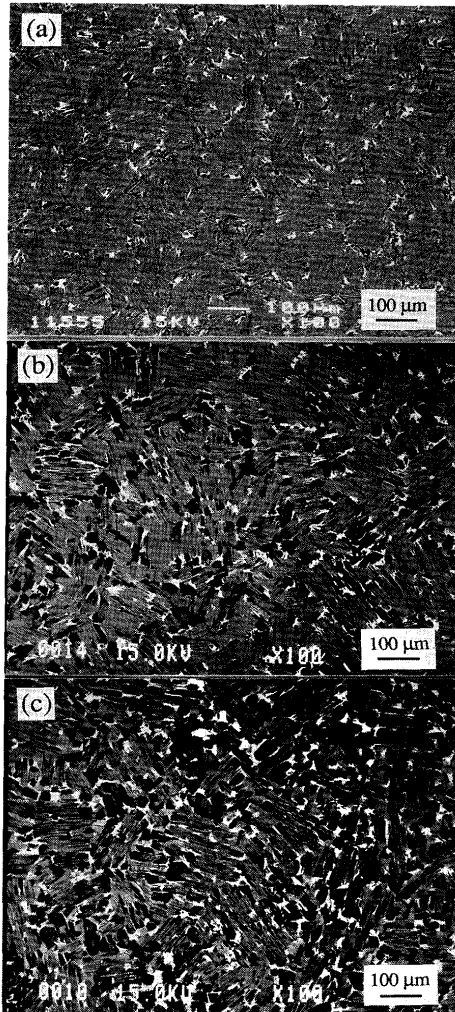


Fig. 6. Backscattering electron images of TiAl-Fe-V-B alloy.
 (a) Heat treatment : 1330°C, 20h, Quench
 Hardness : Hv340
 (b) Heat treatment : 1285°C, 20h, Quench
 Hardness : Hv 321
 (c) Heat treatment : 1270°C, 20h, Quench
 Hardness : Hv288

Duplex組織を形成できる可能性が示唆された。一方、急冷組織の硬度は結晶粒径粗大化に伴い増加する傾向にあった。G.X.WangらはTi-49mol%Alで観察された α_2 相と γ 相のビッカース硬度はそれぞれ 455 ± 33 , 269 ± 51 であると報告している⁷⁾。ラメラ相に占める α_2 相の割合が増加した場合、ラメラ相の硬度は α_2 相単相の上記の硬度に近づく可能性が高い。供試合金の硬度と組織の関係についてはラメラ相の量、粒径、ラメラ相内の α_2 相と γ 相の体積比を定量的に評価し今後検討する必要がある。

次に、 α -transus以上の高温で保持した際の組織変化について検討した。Fig. 7に1400°Cからの急冷組織を示す。各急冷組織に観察されるラメラ相は、 α -transus温度以上で平衡的に存在した α 相が冷却中に α_2 相と γ 相に変態した結果生じたものと考えられる。そこで、急冷組織のラメラ相の各コロニー粒径は高温保持の段階で形成される α 粒の粒径に等しいものと仮定し、1400°Cおよび1375°Cで所定の時間保持した試料の急冷組織を利用して α 粒の粒径変化を測定した。この結果をFig. 8に示す。TiAl合金の粒成長については

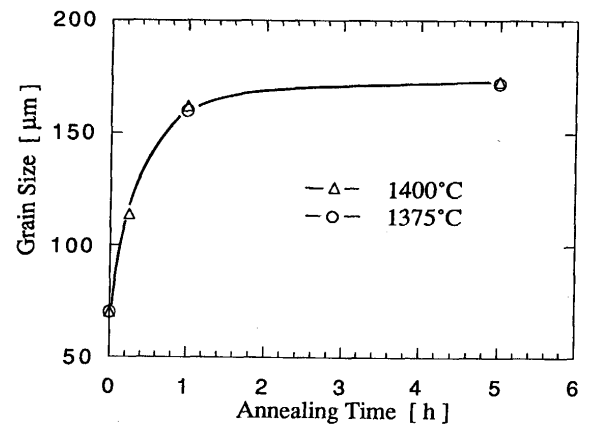


Fig. 8. Relation between final average grain size and annealing time at given temperature.

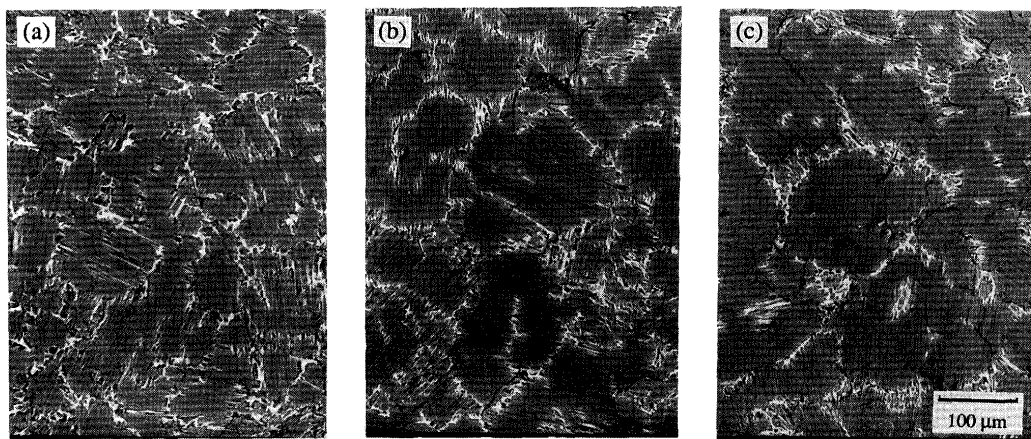


Fig. 7. Backscattering electron images of TiAl-Fe-V-B alloy.
 (a) 1400°C, 15min, Quench
 (b) 1400°C, 1h, Quench
 (c) 1400°C, 5h, Quench

R.M.Nekkantiらが報告している⁵⁾。この報告と比較して供試材の粒成長を検討した。彼らのNb, Ta添加TiAl合金の α -transus温度は我々のFe, V, B添加TiAl合金に比べ約30~40°C高い。この点を考慮し α -transus温度と熱処理温度との差をパラメーターに両合金を比較する。Nekkantiらの開発合金では1430°Cで10分間、30分間保持した場合、初期粒径のそれぞれ約10倍, 約25倍に変化し急激に粒成長するが、本研究で用いた供試材では1400°Cで5時間保持してもわずか2.5倍程度の粒成長にすぎない。例えば、1315°C・20h, 1330°C・20hで保持し急冷した試料の α 粒の粒径はそれぞれ58 μ m, 63 μ mであり、供試材の粒成長はあまり顕著なものではない。この原因についてはまだ不明であるが、B添加により形成されたTiB₂および γ 粒間に約30 μ mの大きさを微細に分散した β 相によるピンニング効果により粒成長が抑制された可能性があり、これらの粒子の分散度と粒成長に何らかの相関関係があるものと推定する。また、供試材ではビッカース硬度350~500の著しく硬い β 相が存在し、この相は加熱保持温度に応じて他の α_2 相, γ 相と同様析出量が著しく変化していることがわかった。機械的特性におよぼす β 相の影響については今後検討する必要がある。

3.3.2 粒成長防止上限温度の検討

供試材の($\alpha + \gamma$)相 $\rightarrow \alpha$ 相への相変態を調べるために種々の熱処理温度と時間を変化させた急冷材を準備した。これらの試料の組織観察結果を温度と時間で整理し、Fig. 9に示す線図を得た。図中、○印は急冷組織が β 相を除いた部分ですべてラメラ相であったもの、●印はほぼ全面ラメラ組織でコロニー粒間にわずかに γ 粒が未変態で残りその体積率が10%以下であったもの、●印はDuplex組織と認識できたものをそれぞれ表わす。供試材の変態温度は示差熱分析の結果から約1330°Cであるから、($\alpha + \gamma$)相から α 相への変態は α -transusより20°C高い1350°Cの保持で約5.4Ks, 70°C高い1400°Cの保持で約3.6Ksではほぼ変態が完了することがわかった。また、一部 γ 粒を残しラメラ組織を呈する試料(●印)においても、このラメラコロニーの粒径は徐々に粗大化を示す傾向にあった。

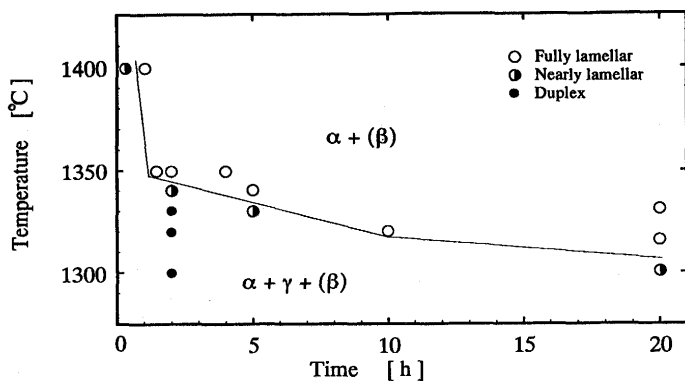


Fig. 9. T-T-Alpha transus diagram for TiAl-Fe-V-B alloy.

上記の結果から、 α 単相領域での高温・長時間熱処理はこの α 粒の急激な粒成長をもたらす、供試材の常温機械的特性を低下せると判断されるため、HIP処理、均質化処理、等の熱処理条件として、Fig. 9に示される $\alpha + \gamma + (\beta)$ (○印, ●印)の三相共存領域の温度/時間範囲を選定した。

3.4 HIP処理効果の把握

as-cast材に種々のHIP処理を施し鑄造欠陥の改善性について検討した。本研究で用いられている鑄造法は真空溶解法のためas-cast材に観察される鑄造欠陥はガスホールよりもむしろマイクロキャビティが主であった。その形状は多岐にわたるが15 μ m以下の欠陥が中心で平均欠陥サイズの増加に伴い、単位面積当りの欠陥数は減少する傾向にあった。このas-cast材に前述の三相共存領域を保持できる条件、すなわち1260°C/5h/176MPaのHIP処理あるいは1350°C/1h/98MPaのHIP処理を施し鑄造欠陥のサイズと分散度の変化について定量的に調べた。この結果をFig.10に示す。いずれのHIP処理も、鑄造欠陥を低減させるという観点からは同等の効果が得られていることがわかった。HIP効果だけを期待するならば高温、高圧力、長時間の処理が望まれるが、Fig. 9の $\alpha + (\beta)$ 領域に入るHIP処理条件では α 粒の粒成長が懸念される。そこで本研究では α -transus直下の温度で粒成長を抑制し鑄造欠陥減少効果が最大限得られるように1300°C/5h/200MPaのHIP処理条件を選択した。

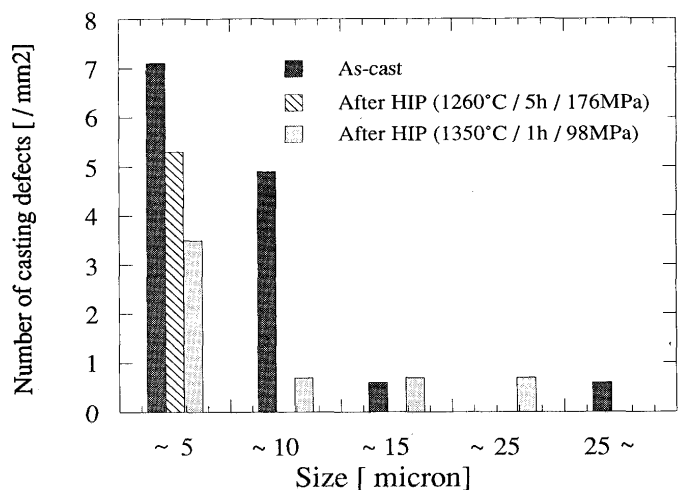


Fig. 10. HIP processing effects on the distribution of casting defects by size.

Table 1. Effects of HIP treatment and heat treatment on room temperature tensile properties.

No.	Heat treatment	σ_u (MPa)	E. l (%)
1	as - cast	480	0.5
2	H.T : 1300°C / 5h	500	0.6
3	HIP : 1300°C / 5h / 200MPa	540	0.8
4	HIP : 1300°C / 5h / 200MPa H.T : 1300°C / 15h	550	1.8

次に1300°C/5h/200MPaのHIP処理材の常温引張特性について調査した。この際、機械的特性におよぼすHIP効果については1300°C/5h/無加圧材を別途準備し比較した。as-cast材、無加圧熱処理材、HIP処理材の常温引張特性をTable 1に示す。as-cast材の引張強さ、伸びの平均値はそれぞれ480MPa, 0.5%である。このas-cast材に1300°C/5h/無加圧の熱処理を施すことで供試合金の常温引張特性は引張強さ、延性とも向上し、それぞれの平均値は500MPa, 0.6%を示した。これは均質化による組織の安定と γ 粒/ラメラ相体積率の変化に起因するものと考えられる。HIP処理材と無加圧熱処理材の種々の機械的特性の値の差はHIP処理による鑄造欠陥の減少によりもたらされた機械的特性の向上であり、供試材ではas-HIP材で常温引張強さ540MPa, 伸び0.8%を示すと同時に各特性結果のバラツキの減少が確認された。しかしながら、HIP処理により常温引張強さで40MPa, 伸びで0.2%改善されるにすぎず、さらに常温引張特性を改善する熱処理条件の探索が必要と判断された。

3.5 組織改良熱処理条件および均質化処理条件の検討と常温引張特性の改善

一般にTiAl合金は γ 粒/ラメラ相から成るDuplex組織により常温延性が著しく改善される。本研究の粒成長に関する調査で、供試材においてもこのDuplex組織を呈する組織改良が可能であることが明らかになった。Duplex組織による常温延性改善の効果が得られるよう組織改良を主とした熱処理の条件は3相共存を示す領域で設定する必要があると判断された。

また、本研究の鑄造法では供試材の鑄込み形状が細い丸棒で比較的速い冷却速度が得られたことにより、as-cast材のマクロ組織は全面に細粒の等軸晶を呈している。as-cast供試材の偏析について詳細な検討は行っていないが、供試材断面の外周部と中心部との間でマクロ偏析は少ないものと考えている。しかしながら、デンドライト間に生じるミクロ偏析については高温熱処理により均質化をはかる必要がある。この均質化処理条件を決める際は、as-cast材で観察された α_2 相および γ 相の各相内でのAl濃度のばらつきの程度、熱処理中に可能なAlの拡散による均質化の程度、 α 粒成長の程度とのバランスに注意を払う必要がある。例えば、Wangらの報告によれば純Tiと純Alを用いたTiAlのHIP焼結材では32~58mol%Alの濃度のばらつきが観察され、49mol%Alの均質化には1450°Cで2h, 1350°Cでは42hの熱処理が必要とされている⁷⁾。供試材の室温延性の向上に限定すれば、このような α 単相領域での高温・長時間の均質化熱処理

による結晶粒粗大化は望ましくなく、Fig. 9で示された $\alpha + \gamma + (\beta)$ 相組織を保持できる領域で均質化処理を完了させることが適当と思われる。したがって、HIP処理、組織改良熱処理、均質化処理も含めたすべての熱処理をこの領域で完了するために、本研究では1300°C/5h/200MPaのHIP処理後1300°C/15hの均質化処理を兼ねたDuplex組織化熱処理条件を選択し、その常温引張特性を検討した。この熱処理材の引張強さ、伸びの平均値はそれぞれ550MPa, 1.8%を示し、Duplex組織化、均質化による機械的特性の著しい改善が確認された。Duplex組織での各相の形態、体積比が機械的特性におよぼす影響については今後検討する必要がある。

4. 結論

鑄込み時の鑄型充填性に優れ、凝固割れを生じ難い精密鑄造に適したFe, V, B添加TiAl合金の機械的特性を向上させるために必要な熱処理条件を金属組織学的立場から検討し、以下のことが明らかになった。

(1) as-cast材、HIP処理材の鑄造欠陥のサイズ、分布密度を測定しHIP効果を定量的に確認した。

(2) Fe, V, B添加TiAl合金は α 単相領域での熱処理により α 粒成長が生じるが、この粒成長の度合は他のTiAl系合金に比べ著しく小さい。

(3) Fe, V, B添加TiAl合金は α_2 相、 γ 相以外にビッカース硬度350~500程度の著しく硬い β 相を析出する。 β 相の析出量は熱処理条件により変化し高温熱処理で増大する傾向にあった。

(4) HIP処理および均質化処理を兼ねたDuplex組織化熱処理を施した開発合金の常温引張特性は平均値で、引張強さ、伸びそれぞれ550MPa, 1.8%を示した。

文 献

- 1) GE Aircraft Engines : Aviation Weekly, (1993)Dec., 1.
- 2) C.M.Austin and T.J.Kelly : Gamma Titanium Aluminides, TMS, (1995), 21.
- 3) Y.G.Nakagawa and K.Matsuda : Materials Science and Engineering, A153 (1992), 722.
- 4) Y.G.Nakagawa and K.Matsuda : Gamma Titanium Aluminides, TMS, (1995), 415.
- 5) R.M.Nekkanti and P.A.McQuay : Scripta Metallurgica, 26 (1992), 1089.
- 6) P.A.McQuay and D.M.Dimiduk : Scripta Metallurgica, 25 (1991), 1689.
- 7) G.X.Wang and M.Dahms : Scripta Metallurgica, 26 (1992), 717.