

〈一般研究課題〉 複相微細組織制御による超高強度 Ti 基合金の
開発および力学特性制御

助成研究者 名古屋工業大学 徳永 透子



複相微細組織制御による超高強度 Ti 基合金の開発 および力学特性制御

徳永 透子
(名古屋工業大学)

Development of high strength Ti-based alloy and characterization of its mechanical properties by microstructure control

Toko Tokunaga
(Nagoya Institute of Technology)

Abstract :

Recently, our group proposed microstructural control of “mille-feuille materials” consisting of alternating hard and soft layers, and reported the induction of formation of kink bands and resultant increase in strength in Al alloys. In this study, we newly focused on Ti alloys to apply the developed strengthening with kink-band formation. Ti-32.5 mass%Fe eutectic alloy and also Ti-30.0mass%Fe hypoeutectic alloy were fabricated by arc melting method. The microstructures of the alloys were observed by optical microscope, and scanning electron microscope, and it was found that the lamellar microstructure aligned along the heat flow direction both in the eutectic and hypoeutectic alloys. The mechanical properties were evaluated by compressive tests at test temperatures of room temperature, 400, 600, and 800°C. The eutectic alloy exhibited remarkably high yield strength of over 2 GPa at room temperature and maintained almost the same high strength up to 400°C. However, the yield strength rapidly decreased at and above 600°C. When the eutectic alloy has smaller colony size, kink bands were observed at 800 °C. The size of the observed kink bands was found to be almost the same as the size of the colony size. This result is consistent with the previous studies indicating that the colony size determines the size of kink bands.

1. はじめに

近年、環境負荷問題の深刻化に伴う CO₂ 削減の要請に対して、軽量超高強度材料の開発による輸送機器の軽量化が強く望まれている。また、この軽量超高強度材料を耐熱材料としてエンジンやタービンブレード等にまで適用できれば、熱効率の向上により更なる CO₂ 排出量の削減が実現できる。軽量超高強度材料の実用化においては、強度と延性両方の確保は必須である。しかしながら、両者は常にトレードオフの関係にあることが知られている。このトレードオフ関係を打破する方策の一つとして、結晶粒微細化による高強度・高延性の両立が挙げられるが、この効果は温度上昇に伴い急激に失われるため、耐熱材料への適用は不可能である。このように、耐熱性に優れる高強度・高延性材料の開発が社会的に強く求められているにもかかわらず、その実現方策がないのが現状である。

近年、軟質相と硬質相がナノスケールで積層した LPSO (Long Period Stacking Order) 相を含有する Mg 合金が開発され[1]、当合金がキンク帯と呼ばれる特異な変形帯を形成することで著しい高強度と延性を達成することが示された[2]。この高強度と延性の発現およびキンク帯の形成には、軟質相と硬質層の積層構造が重要であることが示され、近年、共晶合金特有の層状構造を利用して共晶 Al-Cu 合金においてもキンク帯の形成を伴う高強度・延性が示された[3]。しかしながら、現段階では、LPSO 相やキンク帯の形成は一部合金系でしか見出されておらず、その一般的展開はほとんどなされていない。そこで本研究では Ti 基共晶合金に着目し、高温耐熱材料の開発までを視野に入れて、高強度とともに延性を有する軽量複相材料の開発を目的とした。また、上述した LPSO 相を含む Mg 合金においては、変形機構の概要は徐々に明らかになりつつあるものの、キンク帯の形成・発達機構の支配因子は未だ十分には解明されていない。Ti に関しても、これまで Maity らの報告[4]等により、組織制御による高強度化の可能性が示されているが、その変形機構については十分に明らかになっていない。そこで本研究では、Ti 基共晶合金におけるキンク帯形成による変形挙動制御およびその変形機構の解明を目指すこととした。

2. 実験方法

Ti(>99.99 %)と Fe(>99.99 %)を共晶組成である Ti-32.5Fe mass%、亜共晶組成である Ti-30Fe mass%となるように秤量した。これらをアセトンとエタノールで超音波洗浄し、十分に乾燥させた後、アーク溶解炉を用いてアーク溶解材を作製した。作製した合金は、熱流方向に対して平行な面と垂直な面の両方について、光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡(SEM; Scanning Electron Microscope)による組織観察を行った。また、SEM に付属している EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)を用いて元素分析を、EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)を用いて結晶方位解析を行った。

作製した合金に対して、圧縮試験を行った。アーク溶解材からひずみを与えないように放電加工機を用い、 $2 \times 2 \times 5 \text{ mm}^3$, $1.5 \times 1.5 \times 4.5 \text{ mm}^3$ の寸法を有する圧縮試験片を切り出した。初期ひずみ速度は $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、荷重軸方向は熱流方向に平行とした。圧縮試験は室温、400℃、600℃、800℃で行い、400℃以上の試験では $4 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 以下の高真空状態で圧縮試験を行った。変形後の組織を光学顕微鏡および SEM で観察し、変形前の組織と比較することで変形機構を調査した。

3. 実験結果

3.1 組織観察

Fig. 1 に Ti-32.5Fe mass%共晶合金の熱流方向に対して(a)垂直な断面と、(b)平行な断面の組織を示す。アーク溶解時にハースから上向きに生じた熱流により、アーク溶解材では大部分において熱流方向に配向した層状組織が確認された。また、Fig. 1 (c)に Ti-30.0Fe mass%亜共晶合金の熱流方向に対して平行な断面の組織を示す。β-Ti 初晶の間に熱流方向に揃った非常に細かい層状組織が観察された。

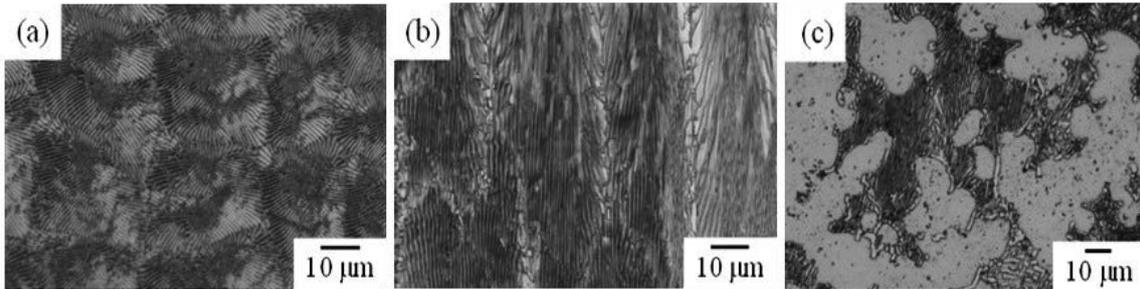


Fig. 1 Microstructure of as-arc (a-b) eutectic alloy and (c) hypoeutectic alloy; (a) shows the transverse section and (b-c) shows the longitudinal section with respect to the heat flow direction.

3.2 結晶方位解析

共晶合金に対して SEM-EBSD による結晶方位解析を行ったところ、Ti(β)相と TiFe 相の方位関係は以下になることが示された。

$$\begin{aligned} (1\ 1\ 2)_{\text{Ti}(\beta)} // (\bar{1}\ \bar{1}\ \bar{2})_{\text{TiFe}} \\ [1\ \bar{1}\ 1]_{\text{Ti}(\beta)} // [1\ \bar{1}\ 1]_{\text{TiFe}} \\ [1\ \bar{1}\ 0]_{\text{Ti}(\beta)} // [1\ \bar{1}\ 0]_{\text{TiFe}} \end{aligned}$$

この結晶方位関係は過去に報告された Ti 基共晶合金の結果と一致している [4, 5]。なお、Ti(β)相と TiFe相は相界面を挟んで双晶関係になっており、それぞれの結晶がなす角度は約 60°であった。

3.3 圧縮試験

作製した共晶合金と亜共晶合金に対して圧縮試験を行い、機械的性質を評価した。共晶合金は室温、400℃の試験においては、2 GPa を超える著しく高い強度を示した。600℃以上の試験では降伏応力は急激に低下したが、一方で 10%以上の塑性変形が可能であった。

亜共晶合金においては、室温において約 1.4 GPa ほどの降伏応力を示した。共晶合金と同様に、亜共晶合金においても、600℃以上の試験において降伏応力は急激に低下した。いずれの試験温度においても、共晶合金よりも低い降伏応力を示したが、400℃以上の

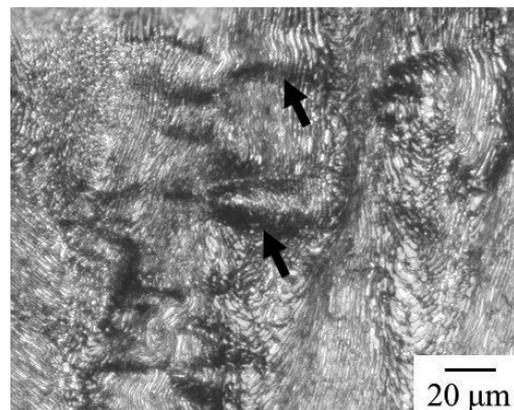


Fig. 2 Microstructure of the eutectic alloy with small colony size deformed at 800°C.

試験においては 10%以上の塑性変形が可能であった。

3.4 変形後組織

圧縮試験後の亜共晶合金と共晶合金の試験片を観察した。破断せず 10%以上の塑性変形が可能であった亜共晶合金の試験片においては、いずれの試験片においても初晶内にすべり線が見られた。したがって、初晶内のすべりが主な変形機構であることが示された。一方、共晶合金においては、10%以上の塑性変形が可能であった 600℃、800℃の圧縮試験後の試験片には座屈が確認され、いずれの試験片においてもキンク帯は観察されなかった。

過去に、キンク帯の形成には「コロニー」と呼ばれる結晶方位の揃った領域のサイズにより、キンク帯の大きさが決定されるという報告がなされている[3]。そこで、本研究でも層状組織の配向がそろった領域をコロニーとみなし、コロニーサイズの影響を調査することとした。アーク溶解時に作製するインゴットサイズを変化させることで、上述したアーク溶解材よりも小さいコロニーサイズを有する試験片を用意し、その変形挙動を調査した。その結果、800℃の試験において、Fig. 2 中に矢印で示すように、細かいくさび状の変形帯が観察された。この変形帯に対して SEM-EBSD を用いた結晶方位解析を行い、変形帯内部と非変形領域間の結晶回転角度分布を計測した。Fig. 2 で示したようなくさび状の形状を持ち結晶回転を伴う変形には、双晶変形とキンク帯の形成があるが、双晶変形では変形帯における結晶回転角度はほぼ一定であり、非変形領域に対して明確な結晶方位関係を示すことが知られている。一方、Hess & Barrett のキンク帯変形のモデル[6]に従うと、キンク帯の形成は転位の集団移動によって引き起こされると考えられ、変形帯と非変形領域の境界の転位密度によってキンク帯の回転角が変化する。つまり、転位密度が高い領域では結晶回転角が大きく、転位密度が低い領域では結晶回転角が小さくなり、変形帯内部と非変形領域で結晶回転は滑らかに生じる。Fig. 3 に示す変形帯の結晶方位マップからわかるように、本研究で得られた結晶回転角の分布は、特定の角度を持っておらず、様々な角度で結晶回転が生じていることから、Fig. 2 で見られたくさび状の変形帯はキンク帯であると考えられる。また、観察されたキンク帯の大きさとコロニーサイズを比較したところ、ほぼ同等のサイズであった。以上の結果から、先行研究において報告があった通り、コロニーサイズによってキンク帯の大きさが決定されるという傾向が、本研究においても確認された。しかしながら、キンク帯形成時の結晶回転を評価したところ、Ti(β)相と TiFe 相で異なる軸を示した。このことはキンク帯の形成機構が従来のモデル[6]とは異なる可能性があることを示唆しており、今後さらなる検討が必要である。

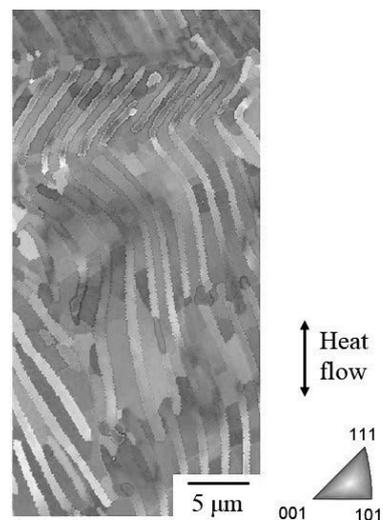


Fig. 3 Crystal orientation map of the eutectic alloy deformed at 800℃.

4 おわりに

本研究では、硬質相と軟質相を交互積層した LPSO 相のキンク帯形成を模擬した強化を狙い、Ti 基共晶合金に着目し、キンク帯形成の誘導およびこれを介した力学特性制御の可能性について

検討した。その結果、アーク溶解法により、熱流方向に対して層状組織が配向した Ti-32.5Fe mass%共晶合金、Ti-30Fe mass%亜共晶合金の作製に成功した。共晶合金は室温で 2 GPa を超える著しく高い降伏強度を示し、400℃まで同程度の高強度を維持したが、600℃以上において降伏強度は急激に低下した。一方、亜共晶合金では初晶の変形により室温での強度は 1.4 GPa 程度であった。また、試料中にて層状組織が配向した領域(コロニー)の大きさが大きい場合はいずれの温度においてもキンク帯は形成しなかったが、小さいコロニーを有する試料においては、800℃で細かいくさび状のキンク帯が形成した。ここで、形成したキンク帯のサイズはコロニーサイズとほぼ一致することが確認された。つまり、先行研究で他合金において確認された通り、Ti 基共晶合金においてもコロニーサイズがキンク帯の大きさを決定する可能性が示唆された。

参考文献

- [1] Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue, T. Masumoto, *Mater. Trans.*, 42 (2001), 1172.
- [2] K. Hagihara, Z. Li, M. Yamasaki, Y. Kawamura, T. Nakano, *Acta Mater.*, 163 (2019), 226.
- [3] K. Hagihara, T. Tokunaga, S. Ohsawa, S. Uemichi, K. Guan, D. Egusa, E. Abe, *Int. J. Plast.*, 158 (2022), 103419.
- [4] T. Maity, B. Roy, J. Das, *Acta Mater.*, 97 (2015), 170.
- [5] R.J. Contieri, E.S.N. Lopes, M. Taquire de La Cruz, A. M. Costa, C.R.M. Afonso, R. Caram, *J. Cryst. Growth*, 333 (2011), 40.
- [6] J. B. Hess, C. S. Barrett, *JOM*, 1 (1949), 599.