論説

Paper

耐熱チタン合金Ti-6242Sの高温特性に及ぼすミクロ組織の影響

鈴木昭弘^{*1}, 野田俊治^{*1}, 岡部道生^{*2}

Effect of Microstructures on Mechanical Properties of a Heat Resistant Titanium Alloy Ti-6242S at Elevated Temperatures

Akihiro Suzuki, Toshiharu Noda, and Michio Okabe

Synopsis

The weight reduction has been vital to improve the performance of automobile engines for moving components such as intake and exhaust valves, valve springs and connecting rods. Titanium alloys are one of the candidate light weight materials for them. Among them a near alpha Ti-6242S (Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si) is a promising heat resistant alloy, which is applied to compressor discs of jet engines. Their maximum operating temperature has been limited to 873K and so there are quite few data on its mechanical properties over it. In order to apply Ti-6242S to exhaust valves, its microstructure was optimized to obtain the fatigue and creep strength required up to 1073K.

The 19mm round bars in three typical microstructures, equiaxed, bi-modal and acicular, were prepared through thermomechanical processing. Their tensile, fatigue and creep properties were evaluated from room temperature to 1123K. The acicular material exhibited the best combination of all properties, which is most applicable to exhaust valves exposed to 1073K. The equiaxed one with the highest fatigue strength at room temperature showed the lowest mechanical strength at 1073K. The bi-modal material possessed just the intermediate strength between the acicular and the equiaxed ones.

1. 緒 言

チタン合金は鋼に比べ比強度（引張強さ / 密度）に優れるといった特長を有しており、これまで航空機用途を中心に合金開発がなされてきた。しかし最近ではコンロッド¹⁾、吸排気バルブ^{2,3)}、バルブリテーナ⁴⁾等の自動車エンジン部材、ゴルフクラブ⁵⁾、メガネフレーム⁶⁾など航空機産業以外の各種民生品へも広がりを見せいている。とくに自動車エンジン用排気バルブでは局部的に973K以上の高温に曝されるような部位が生じるため²⁾、その耐熱性向上に対するニーズは益々高くなる一方である。

Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si 合金（以下 Ti-6242S と称す）は、安定化元素である Al を 6mass% 含有し、クリープ特性を向上させるべく Sn と Zr, Si を適量添加、また、引張特性、疲れ特性を向上させるべく安定化元素の Mo を 2% 添加した near α 型のチタン合金である。この合金はクリープ特性と疲れ特性のバランスに優れ、1970 年代

前半に米国で工業化されて以来⁷⁾、現在でも航空機エンジンのコンプレッサーディスク等に使用される最も代表的な耐熱チタン合金である。S. Ankem ら⁸⁾は同合金のクリープ特性に及ぼす Fe の影響を調査し、0.24 から 0.02mass% まで低下させることで、783K、242MPa における最小クリープ速度を 1/3 以下に向上できることを示した。また、S. Ankem ら⁸⁾および P.J. Bania ら⁹⁾は、783K でのクリープ特性に及ぼす固溶化熱処理条件の影響を調査し、トランザス直上で固溶化処理した針状組織材は、(+) 域で固溶化処理した Bi-modal 組織（混合組織）材より良好なクリープ特性が得られることを示した。一方、疲れ特性は、針状組織材より、等軸を含む混合組織材が良好となることが知られており⁷⁾、同合金においては通常トランザス直下での 1228 から 1253K での固溶化処理と 813 から 868K での時効処理を組み合わせることが一般的である¹⁰⁾。しかし、これらの評価はいずれも 873K 以下での検討であり、873K を越えるような高温域で機械的性質を評価

2002 年 2 月 20 日受付

* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Research & Development Lab., Daido Steel Co., Ltd.) * 2 大同特殊鋼(株)技術開発研究所, 工博 (Dr., Eng., Research & Development Lab., Daido Steel Co., Ltd.)

した報告は見当たらない。

そこで本研究では、この Ti-6242S 合金を自動車エンジン用排気バルブへ適用するにあたり、873K を越える温度域での機械的性質に及ぼすミクロ組織の影響を調査し、873K を越える高温における適正ミクロ組織を検討した。

2. 実験方法

供試材の化学成分および トランザスを Table 1 に示す。微量元素として Fe を 0.03%、O を 0.11% 含有する Ti-6242S 合金であり、本合金の トランザスは 1268K である。

一次溶解をプラズマ積層凝固炉¹¹⁾において、二次溶解を真空アーク溶解炉において実施し、直径 240mm、重量 100kg のインゴットを得た。それを 域である 1423K で第 1 次の分塊鍛造を、次いで 1223K の (+) 域で第 2 次の分塊鍛造を実施し、直径 80mm のピレットを製造した。

このピレットを用いて Table 2 に示す 3 種類のミクロ組織が得られる条件で供試材を製造した。すなわち第 1 の製造法については等軸状組織を得るためのものであり、ピレットを トランザス (1268K) 以下の 1223K に加熱、(+) 域圧延し直径 19mm の棒材を製造、次いで 1073K で 10.8ks の焼なましを実施した。第 2 の製造法は混合組織を得るためのものであり、1223K での (+) 域で 19mm の棒材を圧延した後、1243K で 3.6ks の加熱保持し空冷する トランザス直下での固溶化処理を実施した。この製造法のものも、等軸状組織材と同様の 1073K で 10.8ks の焼なましを実施した。通常固溶化処理後に実施する焼なまし温度としては高いが、873K 以上の高温特性を評価することを考慮し、焼なましとして 1073K を選定した。第 3 の製造法は針状組織を得ようとするためのものであり、ピレットを トランザス以上の 1323K に加熱、鍛造により直径 19mm の棒材を製造した。熱処理としては、他のものと同様に 1073K、10.8ks の焼なましを実施した。

こうして得られた 3 水準の供試材に対し、等軸状組織、混合組織並びに針状組織となっていることを確認し、各種機械的性質の調査を実施した。機械的性質は、常温から 1123K までの高温引張特性、873 から 1023K でのクリープ特性、さらには常温から 1123K までの回転曲げ疲れ特性を調査した。引張試験片およびクリープ試験片は平行部直径 6mm、標点間距離 30mm とした。また引張強さの測定は 0.15%/sec の試験速度で実施した。疲れ試験片は平行部直径 8mm の試験片とした。また、回転曲げ疲れ試験時の繰返し負荷速度は 58Hz とした。

3. 結果および考察

3.1 ミクロ組織

供試材のミクロ組織を Fig.1 に示す。第 1 の製造法である (+) 域圧延 + 焼なましにより製造した供試材は、約 3 μm の粒状 相を主体とし一部粒界部に微細な 相を含有する等軸状組織である。第 2 の製造法である (+) 域圧延 + 固溶化 + 焼なましにより製造した供試材は、約 6 μm の等軸 相と針状 並びに粒界 相からなっている混合組織を有している。また第 3 の製造法である 域成形 + 焼なましにより製造した供試材は、約 170 μm の粗大な旧 粒内に針状 が全面に形成された針状組織である。いずれも、代表的な等軸状組織、混合組織、針状組織であり、これらを用い、各種機械的性質を調査した。

3.2 引張特性

高温引張特性を Fig.2 に示す。等軸状組織材、混合組織材、針状組織材の常温引張強さは、それぞれ 1006、967 並びに 1044MPa であり、針状組織材がもっとも高強度で、等軸状組織材がそれに続き混合組織材がもっとも低くなる。試験温度が上がっても針状組織材がもっとも高強度レベルを維持する傾向は変化しないが、等軸状組織材と混合組織材の順位は入れ替り 873K 以上では等軸状組織材の引

Table 1. Chemical composition (mass%) and beta transus of specimen.

Alloy	Ti	Al	Sn	Zr	Mo	Si	O	N	Fe	Transus
Ti-6242S	Bal.	6.0	1.9	3.9	2.0	0.09	0.11	0.01	0.03	1268K

Table 2. Finish hot working and heat treatment conditions of specimens.

No.	Microstructure	Finish hot working	Heat treatment
1	Equiaxed	(+) rolling : 1223K	1073K/10.8ks/AC
2	Bi-modal	(+) rolling : 1223K	1243K/3.6ks/AC+1073K/10.8ks/AC
3	Acicular	-forging : 1323K	1073K/10.8ks/AC

Fig.1. Microstructures of specimens.

Fig.2. Effect of microstructures on tensile properties at elevated temperatures.

張強さがもっとも低くなる。とくに 1073K においては、等軸状組織材では 110MPa 程度の引張強さしか得られないの

に対し、針状組織材では 200MPa 程度で倍近い強さレベルとなる。

一方、常温伸びは、それぞれ 14.1、14.5 並びに 10.9% であり等軸状組織材および混合組織材に比べ、針状組織材では伸びが低めとなる。高温伸びは 673K までは室温伸びとほぼ同程度の値であるが、673K を越えると増加するようになる。とくに等軸状組織材では 1073K でも 295%、混合組織材でも 1123K で 200% を有するようになる。

常温および 1073K 引張試験後の破面近傍の断面マイクロ組織を Fig.3 に示す。等軸状組織材の常温引張試験片では、わずかではあるが破面近傍にもポイドが確認され、粒間もしくは粒状と粒界の間でポイドの形成が確認できる。一方針状を有する混合組織材および針状組織材では内部にほとんどポイドが確認されない。針状組織材の破面は、針状間もしくは針状と粒界の界面で破壊しており、混合組織材では等軸と針状もしくは粒界の界面で破壊が生じている。1073K の引張試験では、いずれも内部にポイドを形成する延性破壊となっている。

従来、等軸状組織あるいは混合組織を有する Ti-6Al-4V 等の (+)₂ 相合金においては (トランザス - (50 ~ 200)) K 程度の温度域において低応力下でも粒界すべりを伴う超塑性変形を生じる¹²⁾ ことが知られており、本合金でも細粒相を有する 1073K 等軸状組織材では 295% の伸びを有し、粒界すべりによる超塑性変形が出現しているものと推定される。一方、粗大粒を有する針状組織材においては、超塑性変形が生じないことから、1073K 以上でも等軸状組織材に比べ高強度が得られたものと考えられる。

Fig.3. Cross-sectional microstructures after tensile test at room temperature and 1073K.

3.3 クリープ特性

1073K, 39MPaの試験条件でのクリープ曲線を Fig.4 に示す. 等軸状組織材は他のものに比べ2%と初期伸びが大きく, 3.6ks以下の短時間で20%のクリープ伸びに達している. 一方針状組織材の初期伸びは等軸状組織材の1/20以下であり, また20%までのクリープ伸びに達するのも1.08Ms以上で, 大幅にクリープ特性が改善される. 混合組織材は, 20%のクリープ伸びに達するのに46.8ksであり, 等軸状組織材と針状組織材の中間に位置する.

873 ~ 1073Kの試験温度での1%クリープ寿命をラーソン・ミラー・パラメータで整理した結果を Fig.5 に示す. 1%クリープ寿命は粗大粒, 粗大針状を有する針状組織材がもっとも良好であり, ついで混合組織材が, 細粒を有する等軸状組織材がもっとも低くなる. これらの結果は, 従来の873K以下での評価結果^{8,9)}と同様である.

Fig.4. Creep curves at 1073K under 39MPa.

Fig.5. Effect of microstructures on 1% creep lives.

3.4 回転曲げ疲れ特性

10^7 回回転曲げ疲れ限度に及ぼす試験温度の影響を Fig.6 に示す. 室温における等軸状組織材, 混合組織材, 針状組織材の疲れ限度は, それぞれ598, 501 並びに529MPaであり, 等軸状組織材がもっとも良好である. しかし, 873Kではいずれも約350MPaとなりミクロ組織の影響は認められなくなる. さらに1073Kになると, 針状組織材の疲れ限度が最も高くなり, 等軸状組織材の疲れ限度の2倍近い値となる.

代表的な疲れ破面を Fig.7 に示す. 常温疲れ破面はいずれも負荷のもっとも高くなる最表層部の1点を起点としている. 1073K材でもやはり最表層部を起点とした破壊形態ではあるが, 最表層部の酸化の影響を受け, 起点を1点に限定することはできなくなる.

引張強さと 10^7 回回転曲げ疲れ限度の関係を一括して Fig.8 に示す. 常温における 10^7 回回転曲げ疲れ限度(σ_{wb})

Fig.6. Effect of microstructure on rotating bending fatigue strength at 10^7 cycles at elevated temperatures.

と引張強さ (σ_B) の比 (疲れ限度比 σ_{wb}/σ_B) は、針状組織材、混合組織材が約 0.5 であるのに対し、等軸状組織材では 0.6 程度が得られもっとも良好である。等軸状組織材は亀裂の発生抵抗に優れており、それが等軸状組織材の常温疲れ限度が良好な要因と考えられている。一方 887K 以上の高温では、従来の知見とは異なり、針状組織材がもっとも良好な疲れ限度を示すが、それは高い引張強さを有しているためと考えられる。また、常温および 873K に比べ、1073K および 1123K においては高い疲れ限度比 (σ_{wb}/σ_B) を有するようになる。1073K の疲れ試験材には表層部に酸化によるケースが確認されており (Fig.9)、疲れ試験中に最も負荷の加わる表層に酸素が濃化し固溶強化を生じていることを示唆している。ケースは常温では延性がなく亀裂発生起点となりやすいため疲れ限度を低下させるが、1073K のような高温では延性を有するようになるため回転曲げ疲れ限度を高める要因となっている可能性がある。

Fig.8. Tensile strength and rotating bending fatigue strength at 10^7 cycles.

4. 排気バルブ材への適用

以上の結果、常温においては従来の報告通り、等軸状組織材が良好な疲れ特性を示した。しかし、873K 以上の高温では、等軸状組織もしくは混合組織材より、針状組織材のほうが、クリープ特性のみならず疲れ特性にも優れることが明らかとなった。そこで同合金排気バルブ材の開発に際しては、もっとも温度の上がる傘部にマイクロ組織制御によって針状組織を適用した¹³⁾。

5. 結 論

等軸状組織、混合 (Bi-modal) 組織、針状組織を有する Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si 合金について、1123K までの高温での機械的性質に及ぼすマイクロ組織の影響を調査した。その結果以下のことが明らかとなった。

Fig.7. SEM fractographs after rotating bending fatigue test at room temperature and 1073K.

Fig.9. Cross-sectional microstructure of acicular specimen after rotating bending fatigue test at 1073K under 177MPa.

- (1) 常温においては，等軸状組織材がもっとも良好な疲れ特性を有していた．しかし，873K 以上の高温では，等軸状組織材の疲れ限度は他の混合組織材，針状組織材に比べもっとも低くなった．
- (2) 混合組織材の機械的性質は，等軸状組織材，針状組織材の中間に位置する．
- (3) 873K 以上の高温域においては，クリープ特性のみならず疲れ特性も針状組織材がもっとも良好であった．この結果をもとに，自動車エンジン用排気バルブの傘部に針状組織を適用した¹³⁾．

謝 辞

Ti-6242S バルブの開発・実用化は，日産自動車株式会社殿，フジオーゼックス株式会社殿の協力を得て行ったものであり，ここに謝意を表します．

(文 献)

- 1) 松原敏彦:チタニウム・ジルコニウム **39**(1991) 4, 175.
- 2) 岡田義夫, 眞木邦雄, 安保定幸, 広瀬正仁, 浅沼宏昭: 鑄造工学 **73**(2001) 12, 818.
- 3) 斎藤卓:チタン **48**(2000) 2, 97.
- 4) M. Mushiaki et al.: SAE Technical Paper 910428.
- 5) 寺西幸弘: 設計工学 **31**(1996) 5, 165.
- 6) Y.Ohtakara et al.: Titanium 1986 Products and Applications Proceedings of the Technical Program from the 1986 International Conference **2**(1986) 748.
- 7) 草道英武ら(編集): 金属チタンとその応用, 日刊工業新

聞社 (1983), 121.

- 8) S.Ankem et al: Proceedings of the fifth world conference on titanium, (1984) 2411.
- 9) P.J.Bania and J.A.Hall: Proceedings of the fifth world conference on titanium, (1984) 2371.
- 10) R.Boyer et al(Edited): Materials Properties Handbook Titanium Alloy, ASM international, (1994) 374.
- 11) 加藤剛志: チタニウム・ジルコニウム **32**(1984) 2, 96.
- 12) 西野良夫, 木村敏郎: 塑性と加工 **27**(1986) 302, 339.
- 13) 毛利彰良, 廣瀬正仁, 浅沼宏昭, 岡部道生, 野田俊治, 鈴木昭弘: チタン **50**(2002) 1, 45.