Ti-Al-V 合金でのき裂形成挙動に及ぼす 熱処理による組織変化の影響

長谷川 誠 野村 拓也* 福富 洋志

横浜国立大学大学院工学研究院機能の創生部門

J. Japan Inst. Metals, Vol. 74, No. 7 (2010), pp. 481-483
© 2010 The Japan Institute of Metals
LETTERS TO THE EDITOR

Effect of Microstructure Change on Cracking Behavior in Heat Treated Ti-Al-V Alloy

Makoto Hasegawa, Takuya Nomura* and Hiroshi Fukutomi

Division of Materials Science and Engineering, Graduate School of Engineering, Yokohama National University, Yokohama 240-8501

Indentation tests were performed in order to understand the effect of β phase precipitation on crack formation and propagation of the microstructure controlled Ti-45Al-10V (mol%) alloy. The processes to control β precipitates were composed of cooling from ($\alpha + \gamma$) two-phase region followed by heat treatment at α single-phase and ($\alpha + \gamma$) two-phase region (process A) and holding at ($\beta + \gamma$) two-phase region followed by heat treatment at α single-phase region (process B). Preferential precipitation of γ phase and subsequent growth of γ phase and formation of fine β phase occur at lamellar colony boundaries. Then, β phase precipitate along lamellar interfaces. Vickers indentation results in the formation of cracks in the materials formed by the process A with the cooling rate of 1 K/s at ($\alpha + \gamma$) two-phase region and the process B with the holding time of 36 ks at ($\beta + \gamma$) two-phase region. However, cracks were not observed when the material was fabricated by the process A with the cooling rate of 8×10^{-2} K/s at ($\alpha + \gamma$) two-phase region. This change may be due to the difference of size and distribution of β phase and the growth of γ phase precipitate in different processes.

(Received February 10, 2010; Accepted April 8, 2010)

Keywords: titanium-aluminum-vanadium alloy, lamellar microstructure, β phase precipitation, crack formation

1. 緒 言

軽量高温構造材料の候補材として以前より注目されている TiAl 合金は、常温付近での靱性の向上が実用への重要な課題となっている。 γ 相を母相とする TiAl 合金において得られる組織は、 γ 単相組織や Duplex 組織、フルメラ組織などに分類される。材料の力学特性は組織に依存するため、様々な組織について力学特性が調べられてきた¹⁻⁷⁾。特に γ 相と α_2 相の積層構造を有するフルメラ組織は、 γ 単相組織や Duplex 組織に比べて優れた破壊靱性を示す²⁾。そのため、フルメラ組織を対象に、ラメラコロニーの大きさやラメラの配向を制御する手法⁸⁻¹¹⁾とともに、コロニーの大きさ⁴⁾やラメラ間隔⁴⁾、PST 結晶を用いてのラメラの向きや間隔⁵⁾などに注目した破壊靱性の研究が進められてきた。また、元素の TiAl 合金への添加が破壊靱性に与える影響についても調べられてきた^{3,6)}。しかし、元素の添加はラメラ組織の γ 相と α_2 相の体積率や第 3 相の析出など組織変化を伴うため、破壊靱性の向上が添加元素による母相自体の特性の改善によるのか、それとも組織の改善によるのかの判断は困難であった。

近年、 β 安定化元素を第三元素として TiAl 合金に添加した場合の三元系状態図が実験的に明らかになってきた¹²⁻¹⁵⁾。そのため、得られた状態図に基づいた熱処理によって様々な組織に制御することが可能となり、例えば、 β 相をフルメラ組織中に析出させることが可能となった¹²⁾。また、 β 相は bcc の結晶構造を取り、容易に変形できるとの考えから、高温での β 単相状態あるいは β 相が多く析出する状態において高温加工性の研究も行われている^{13,14)}。しかし、異なる形態で析出する β 相を含むラメラ組織が材料の破壊挙動に与える影響については、十分に明らかになっていない。

本研究では熱処理によって β 相が析出する Ti-Al-V 合金を対象に種々の熱処理条件により組織制御した材料についてビッカース圧子の押し込みにより発生したき裂の形態から材料の破壊挙動を実験的に検討した。

2. 実 験 方 法

供試材は Ti-45Al-10V (mol%) 合金を出発組成とし、アーケ溶解法により作製した。分析組成は Ti-44.6Al-10.0V-0.1Fe (mol%) であった。Ti-Al-V 合金の状態図 (Fig. 1)¹²⁾ からこの組成における α 単相、 ($\alpha + \gamma$) 2 相および ($\beta + \gamma$) 2 相域はそれぞれ 1573~1543 K, 1543~1438 K, 1431~1273 K

* 横浜国立大学大学院生 (Graduate Student, Yokohama National University)

以下と考えられる。

Table 1 に本実験で行った 2 種類の熱処理のプロセス ((A) と (B)) と各試料の名称を記した。立方体試料(一辺 10 mm)を作製後、真空中で熱処理を施した。プロセス(A)では試料を 0.3 K/s で 1553 K まで昇温後、3.6 ks 保持した(ステージ(I))。その後、0.3 K/s で 1473 K まで降温し 14.4

ks 保持した(ステージ(II))。降温を 1 K/s および 8×10^{-2} K/s と異なる速度で 1173 K まで行い、その後 1 K/s で室温まで冷却した(ステージ(IV))。プロセス(B)ではステージ(I)の後、1373 K まで 0.3 K/s で降温し、36 ks 保持した(ステージ(III))。その後、1 K/s で降温した。機械研磨と電解研磨の後、 Al_2O_3 研濁液($\bar{d}=0.05\text{ }\mu\text{m}$)を用いて鏡面に仕上げ、SEM(反射電子像)による組織観察とピッカース圧子による押し込み試験に供した。押し込み試験では荷重を 19.6 N, 5 s 保持した後、除荷した。各試料につき 10 個のコロニーに圧子を押し込んだ。その後、圧痕近傍の組織および発生したき裂を観察した。

3. 結果および考察

3.1 熱処理条件の違いが微細組織に与える影響

熱処理を加えた試料はいずれもほぼ等軸であり、平均コロニー径は約 720 μm であった。Fig. 2 は種々の熱処理条件において得られた組織である。いずれの試料においてもラメラ組織が観察される。ステージ(IV)において冷却速度の異なる A1 と A2 の試料を観察すると、コロニーの向きにより観察時のラメラ間隔は異なるものの、組織全体の観察から冷却速度が遅くなるとラメラ間隔が広がる傾向が見られる。A1 では、コロニー内の一部に厚く、暗いコントラストをした γ 相が板状に析出している。また、コロニー境界近傍およびコ

Fig. 1 Phase diagram of Ti-Al-V alloy.

Table 1 Heat treatment conditions and names of the specimens.

Processes	Specimen	Stage (I)	Stage (II)	Stage (III)	Stage (IV)
		α single phase (1553 K)	$(\alpha + \gamma)$ two phase (1473 K)	$(\beta + \gamma)$ two phase (1373 K)	Cooling rate (till 1173 K)
Process A	A1	3.6 ks	14.4 ks	—	1 K/s
	A2	3.6 ks	14.4 ks	—	8×10^{-2} K/s
Process B	B	3.6 ks	—	36.0 ks	—

Fig. 2 Back scattered electron images of the specimen after the process A and B. (a) and (b) The specimens were cooled at 1 and 8×10^{-2} K/s in stage (IV) under process A, respectively, and (c) held at 1373 K for 36ks in stage (III) under process B.

Fig. 3 Typical example after indentation by Vickers indenter. (a) and (b) The specimens were cooled at 1 and 8×10^{-2} K/s in stage (IV) under process A, respectively, and (c) held at 1373 K for 36 ks in stage (III) under process B.

コロニー内に γ 相や β 相の析出は見られない (Fig. 2(a)). A2 の場合は, コロニー境界近傍の一部に γ 相と微細で明るいコントラストの β 相の析出物がわずかに観察されるが, ラメラコロニー内に β 相の析出は見られない (Fig. 2(b)). B の場合には, コロニー境界全体に渡って γ 相の成長と β 相の析出が観察される. また, コロニー内ではラメラ界面に沿って板状に β 相がわずかに析出している (Fig. 2(c)).

V や Mn の β 安定化元素を添加した TiAl 合金は冷却によって α 単相から ($\beta + \gamma$) 2 相へと変態するが, その過程には, β と γ の両方の相が同時に生成するパーライト型と γ 相が生成した後に β 相が析出する 2 段階型の 2 通りがあり, 析出過程の違いは 3 元系状態図から予測できると報告されている¹²⁾. 本研究において, 試料が ($\beta + \gamma$) 2 相域に存在した時間は A1, A2, B の順に長いため, Fig. 2 の組織観察結果から, ($\beta + \gamma$) 2 相域での組織変化は次に示す(1)~(3)の過程を経たと考えられる.

- (1) α 相から γ 相が層状に生成しラメラコロニーを形成する.
- (2) コロニー境界において γ 相が初めに生成し, その後, γ 相の成長とともに β 相が析出する.
- (3) β 相のコロニー境界での優先的な析出の後, コロニー内においてラメラ界面に沿って β 相が析出する.

上記の過程を経た組織は 2 段階型により形成した組織と類似している. また, 本研究で用いた試料の組成は Fe の存在を無視すれば, Ti-Al-V 3 元系状態図における 2 段階型の領域に含まれる. それゆえ, 本研究においても 2 段階型により組織が形成したと考えられる.

3.2 圧子の押し込みによるき裂形成挙動

種々の熱処理を加えた試料について, コロニー内にビッカース圧子を打ち込んだ一例を Fig. 3 に示す. A1 での圧痕近傍のラメラ組織には長さ 20~30 μm 程度の直線的なき裂が複数確認できる (Fig. 3(a)). B についても同様に圧痕近傍のラメラ組織中に複数のき裂が見られるが, その長さは 5~10 μm 程度であり, 少しうねった形態である (Fig. 3(c)). また, コロニー境界近傍に生成した γ 相にもき裂が見られるが β 相には見られない. γ 相から進展したと思われるき裂が β 相の手前で停止したように見える領域があることから (Fig. 3(c) 中の矢印), β 相は, 進んできたき裂の先端を鈍化させ, き裂の進展を停止させたと考えられる. 一方, A2 ではき裂は見られない (Fig. 3(b)).

本実験では A2 以外の試料では, ラメラ組織および γ 相にき裂が見られたが, β 相には見られなかった. β 相は bcc 構造を取り, $\{110\}\langle 111 \rangle$ すべり系の活動によって塑性変形が容易と考えられるため, β 相の破壊靱性 K_{Ic} はラメラ組織 ($16\sim 23 \text{ MPa} \sqrt{m}^{4)}$ や γ 単相組織 ($\sim 8 \text{ MPa} \sqrt{m}^{7)}$ のそれに比べて高いと予想される. A2 において, き裂が見られないのは, 存在は確認できないものの, 微細な β 相がコロニー内のラメラ界面に沿って細かく分散した状態で析出し, 発生した微小なき裂が β 相に到達した時にき裂先端を鈍化させ, き裂進展を抑制したためと考えられる. 一方, A1 においては冷却速度が速いため β 相がラメラ界面に析出せず,

そのため, コロニー内のき裂進展を抑制できず, 直線的なき裂が形成したと考えられる. β 相の析出が確認できる B でのき裂発生は, 理由は定かではないが, コロニー内のラメラ組織に析出した β 相が成長し, その間隔が広がったためと考えられる. そのため, 発生したき裂の一部は β 相に到達するまで進展したと考えられる. A1 と B において形成したき裂の形態が異なるのは, ラメラ間隔の違いによりき裂のパスが変化するためと考えられる⁵⁾.

以上のことから, 熱処理条件によって TiAl 合金のき裂進展挙動が異なることが明らかとなった. この違いは, き裂の進展を抑制する β 相の析出形態と分布によると考えられ, このことは TiAl 合金の破壊靱性の向上には, β 相の析出の制御が重要であることを示唆している.

4. 結 論

熱処理により β 相の析出形態を変化させた Ti-45Al-10V (mol%) 合金を対象に, 組織の違いがビッカース圧子の押し込みによるき裂の形成におよぼす影響を実験的に検討した結果, 以下のような結論を得た.

- (1) ($\beta + \gamma$) 2 相域での保持により, 初めに γ 相がラメラコロニー境界で生成し, γ 相の成長とともに β 相がコロニー境界に析出する. その後, コロニー内のラメラ界面に沿って β 相が析出する.
- (2) 微細な β 相がラメラ界面に沿って析出したと考えられる組織では, き裂の形成が見られなかったが, β 相の析出が見られない組織では直線的な, γ 相の生成, 成長とともに β 相がコロニー境界に析出した組織では, うねったき裂が観察された.

文 献

- 1) Y. W. Kim: JOM **46**(1994) 30-39.
- 2) K. T. Venkateswara Rao, Y. W. Kim, C. L. Muhlstein and R. O. Ritchie: Mater. Sci. Eng. **A192/193**(1995) 474-482.
- 3) I. Dlouhy, Z. Chlup, H. Hadraba and K. Krahula: Metallofiz. Noveishie Tekhnol. **31**(2009) 1-96.
- 4) K. S. Chan and Y-W Kim: Acta Metal. Mater. **43**(1995) 439-451.
- 5) T. Nakano, T. Kawanaka, H. Y. Yasuda and Y. Umakoshi: Mater. Sci. Eng. **A194**(1995) 43-51.
- 6) R. Gnanamoorthy, Y. Mutoh and Y. Mizuhara: Mater. Sci. Eng. **A203**(1995) 348-355.
- 7) K. T. Venkateswara Rao, G. R. Odette and R. O. Ritchie: Acta Metall. Mater. **42**(1994) 893-911.
- 8) A. Nomoto and H. Fukutomi: J. Japan Inst. Metals **61**(1997) 378-384.
- 9) K. S. Park, K. Matsumura and H. Fukutomi: J. Japan Inst. Metals **66**(2002) 425-430.
- 10) H. Fukutomi, K. S. Park, Y. Yamaguchi and K. Okayasu: J. JILM **55**(2005) 343-349.
- 11) M. Hasegawa and H. Fukutomi: Mater. Sci. Eng. **A508** (2009) 106-113.
- 12) M. Takeyama and S. Kobayashi: Intermetallics **13**(2005) 993-999.
- 13) T. Tetsui, K. Shindo, S. Kobayashi and M. Takeyama: Intermetallics **11**(2003) 299-306.
- 14) T. Tetsui, K. Shinoda, S. Kobayashi and M. Takeyama: Scr. Mater. **47**(2002) 399-403.
- 15) R. Kainuma, Y. Fujita, H. Mitsui, I. Ohnuma and K. Ishida: Intermetallics **8**(2000) 855-867.