粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金の 常温圧縮試験による変形と破壊*

野中勝彦¹ 川畑 武² 中嶋英雄³
田野崎和夫⁴ 越後谷淳一¹

¹岩手大学工学部材料物性工学科

²アトム材料開発研究所

³大阪大学産業科学研究所

⁴岩手大学名誉教授

J. Japan Inst. Metals, Vol. 65, No. 11 (2001), pp. 1029-1037

© 2001 The Japan Institute of Metals

Deformation and Fracture of TiAl Alloys with a Coarsely Spaced Lamellar Structure on Compression Test at Room Temperature

Katsuhiko Nonaka¹, Takeshi Kawabata², Hideo Nakajima³,
Kazuo Tanosaki⁴ and Jun-ichi Echigoya¹

¹Department of Materials Science and Technology, Faculty of Engineering, Iwate University, Morioka 020-8551

²ATOM Materials Research Laboratory, Hitokita 1-27-35, Taihaku-ku Sendai 982-0222

³The Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University, Ibaraki 567-0047

⁴Emeritus Professor of Iwate University

Deformation behavior and cracking of heat-treated Ti-46 mol%Al alloy with a coarsely spaced lamellar structure has been investigated by a discontinuous compression test and electron probe microanalysis.

Cracking of specimens with a coarsely spaced lamellar structure occurs at a compression plastic strain of 2.1% and a stress of 650 MPa. Crack initiation sites were clarified as ① on a colony and a grain boundary of the lamellar structure, ② within the α_2 phase of the lamellar structure with the compression axis perpendicular to the lamellar planes, ③ on a near lamellar interface, and ④ within massively transformed α_2 phase or on its interface. Fracture behavior of the specimens is explained as follows. A number of cracks mentioned above increased with increasing compression strain, and then the cracks propagate while growing and combining with each other, and making shear ligaments and deflections. The main crack propagates in a shear direction resulting in fracture.

Deformation behavior and dependence of angles between the compression axis and the lamellar planes were studied in polycrystals with a coarsely spaced lamellar structure on compression test. In the lamellae with the compression axis perpendicular to the lamellar planes, cracking within the α_2 phase was observed without explicit deformation traces. On the other hand, in the lamellae with the compression axis parallel to the lamellar planes, a hard type of deformation across the lamellae occurred in the γ phase. However for the compression axis at intermediate angles, a hard type and an easy type of deformation traces were observed in the γ phase in addition to activation of a prism slip system in the α_2 phase.

(Received August 1, 2001; Accepted September 21, 2001)

Keywords: intermetallic compound, γ phase, TiAl, α_2 phase, Ti_3Al , coarsely spaced lamellar structure, compression test, deformation behavior, crack initiation, crack propagation

1. 緒 言

軽量耐熱材料として有望視されている TiAl 合金は、耐用温度 1123~1173 K 以下での使用を目標として実用材の開発が行われている。しかし延性-脆性遷移温度(約 973 K)以下における延性が乏しいため¹⁾、合金設計および組織制御等による常温延性改善を目指した研究が精力的に行われている。TiAl 合金の組織制御による常温延性改善に関する研究で

は、高温の加工熱処理によるラメラ粒の微細粒化²⁻⁴⁾およびラメラ組織を一定方向にそろえる一方向凝固法⁵⁾が効果的であると報告されている。しかし、これらの技術は複雑な操作や高いコストが問題となる。TiAl 合金の研究開発動向については山口らによる最近の報告がある⁶⁻⁸⁾。

TiAl 合金の機械的性質は Al 量と組織に大きく依存し、化学量論組成より Ti-rich な組成において常温の破壊靱性と高温強度が高いため、実用的に重要と考えられている^{6,9,10)}。この Ti-rich 組成の合金は主相の TiAl 相(γ : L1₀ 型構造)と第 2 相の Ti₃Al 相(α_2 : D0₁₉ 型構造)がラメラ組織を形成する。 γ 相と α_2 相は、 $(111)\gamma // (0001)\alpha_2$, $\langle 1\bar{1}0 \rangle \gamma //$

* 1990 年 4 月 3 日日本金属学会春期大会に一部発表

$\langle 11\bar{2}0 \rangle \alpha_2$ の方位関係をもって整合析出している¹¹⁾。

TiAl 合金の casting 材は、凝固中に母相の α 相から γ 相板が析出した微細層間隔ラメラ組織を有する¹²⁾。この微細層間隔ラメラ組織は高温領域 ($\alpha + \gamma$) で連続粗大化反応および不連続粗大化反応により、Al 量に依存して、粗大層間隔フルラメラ組織あるいはデュプレックス組織や γ 等軸粒組織に変化する¹²⁻¹⁵⁾。

TiAl 合金のフルラメラ組織は破壊靱性に優れ高温強度が高い。一方、デュプレックス組織や γ 等軸粒組織は破壊靱性や高温強度はフルラメラ組織より劣るが常温延性に優れている¹⁰⁾。また、破壊靱性値は結晶粒が微細化すると低下する傾向にある¹⁶⁾。TiAl 合金の開発においては、破壊靱性と高温強度に優れたフルラメラ組織の特性を生かし、これを結晶粒制御により最適粒径とし、常温での延性も確保する組織制御が試みられている。最適粒径は 100–200 μm 程度と考えられている⁶⁾。

鈴木らは Ti-46 mol% Al のアーク溶解材に 1473 K で時効処理のみを施す簡便な方法で、粒径約 150 μm に微細粒化した粗大層間隔フルラメラ組織を得ることに成功した。その結果、微細粒化した粗大層間隔フルラメラ材は常温圧縮試験において顕著な延性が現れたことを報告している^{13,14)}。しかし、これまで、粗大層間隔フルラメラ組織を有する TiAl 合金の常温圧縮試験におけるクラックの発生時期、発生場所や伝播および破壊に関する詳細な研究は行われていない。

本研究では、Al 量の異なる TiAl 合金をアーク溶解により作製し、鈴木らと同様な温度で時効(焼鈍)処理後、組織観察および圧縮試験等を行い、圧縮試験に及ぼす Al 量の影響について調査した。また、Ti-46 mol% Al の粗大層間隔ラメラ組織を有する圧縮試験片については、圧縮歪みを数%ずつ与え、その都度、応力を除荷し、変形過程を詳細に観察しつつ、これを破断まで繰り返し(繰り返し圧縮試験)¹⁷⁾、その破壊挙動について検討した。

2. 実験方法

試料原料の金属チタンは、純度 99.5 mass% スポンジチタンをアルゴン雰囲気中で非消耗 2 電極式アーク溶解炉により、ゲッター材として Ti を溶解しながら、もう一方の電極で溶製された。TiAl 合金は、この金属チタンと純度 99.99 mass% Al 地金を配合組成 46–53 mol% Al の範囲で 1 mol% Al おきに変化させ、上述したアーク溶解炉で 18 g ずつ溶製された。その後、直径 13 mm で 40 mm の長さに溶解成形して、供試材とした。なお、TiAl 合金のアーク溶解に伴う質量損失は 0.2 mass% 以下であった。

棒状インゴットはアルゴン置換後、 1×10^{-1} Pa の真空度で透明石英管に真空封入され 1473 K (± 10 K) で 605 ks 保持した後、15 K/min で炉冷された。組織観察ならびにビッカース硬さ測定用の試料は、この熱処理材から高速精密切断機で切り出された。また、圧縮試験片は 3 mm $\times$ 3 mm $\times$ 6 mm の角柱状に切り出された。組織観察用試料の鏡面研磨はエメリー紙、アルミナペーストによるパフ研磨および電解研磨により仕上げられた。組織の現出には弗酸：硝酸：水 =

1 : 3 : 16 の混酸を用いた。

圧縮試験はインストロン型試験機 TOM5000D を用い、歪み速度 $1.38 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で行った。圧縮試験における圧縮歪みは塑性歪みを用いた。圧縮変形過程の観察は 4 側面の組織を現出した一つの試験片を用い、圧縮歪みを数%ずつ 10 回に分けて与え、その都度応力を除荷し、クラックの発生時期、発生場所および伝播状況を破断まで繰り返すことにより詳細に行った(繰り返し圧縮試験)。変形組織の観察は光学顕微鏡および EPMA (electron probe micro analyzer) による SEM (scanning electron microscopy) 像と BSE (back scattered electron) 像により行った。

硬さ測定は、ビッカース硬度計を用い casting 材と焼鈍材の両方につき、荷重 9.8 N で 7 点以上の平均値を求めることにより行った。

3. 実験結果

3.1 焼鈍組織

Fig. 1 には Al 組成が 46–53 mol% の異なる TiAl casting 材に 1473 K, 605 ks の熱処理を施した試料の光学顕微鏡組織を示す。Ti-46 mol% Al 合金の組織は ($\gamma + \alpha_2$) の粗大層間隔二相フルラメラとなった。この試料には casting 組織が約 10% 残存

Fig. 1 Optical microstructures of TiAl alloys heat-treated at 1473 K for 605 ks. (a) 46 mol% Al, (b) 47 mol% Al, (c) 48 mol% Al, (d) 49 mol% Al, (e) 50 mol% Al, (f) 51 mol% Al, (g) 52 mol% Al and (h) 53 mol% Al.

Fig. 2 Aluminum concentration dependence of grain size and volume fraction of Ti_3Al (α_2) phase.

していた。Al 組成 47–50 mol% の範囲では Al 量の増加と共に ($\gamma + \alpha_2$) の粗大層間隔ラメラ組織と γ 等軸粒組織の混在するデュプレックス組織, さらに単相の γ 等軸粒へと変化した。Ti-51 mol% Al の γ 等軸粒は急激に粗大化した。Ti-52 mol% Al 以上の焼鈍材には, クラックが観察され, 脆性的であることが分かった。

Fig. 2 には組織観察から求めた TiAl 合金の熱処理材 (1473 K, 605 ks) の Al 量と平均結晶粒径ならびに Ti_3Al (α_2) 相の体積率の関係を示す。結晶粒は図から分かるように混粒であった。Ti-46 mol% Al 合金の平均結晶粒径は 150 μm であり, Al 量が Ti-46 mol% Al から Ti-50 mol% Al に変化すると平均結晶粒径は約 150 μm から 300 μm に増加した。一方, Ti-51 mol% Al から Ti-53 mol% Al の平均結晶粒径は 600 μm から 1500 μm に増加した。 α_2 相の体積率は Ti-46 mol% Al で約 23 vol%, Ti-50 mol% Al ではほぼ 0% となった。結晶粒の粗大化は高温の ($\alpha + \gamma$) 2 相領域では起こりにくいが, α 相が消失し, γ 単相領域になると急激に進行した。本実験では, アーク溶解材をそのまま時効 (焼鈍) 処理したが, このような方法では均一な結晶粒度に調整することは難しく, Fig. 1 のように混粒となった。

Fig. 3(a), (b) に粗大層間隔ラメラを有する Ti-46 mol% Al 合金の組織を, SEM 像と BSE 像で示した。 γ 相と α_2 相は Fig. 3(a) の SEM 像では区別しにくい, Fig. 3(b) の BSE 像では, 原子番号効果で α_2 相のコントラストが γ 相より白く観察され両相の区別が容易になった。圧縮変形過程の観察においては両相の区別が難しい場合もあり, BSE 像による確認は有効であった。図中に γ 相と α_2 相を矢印で示した。

Fig. 4 に Ti-46 mol% Al 鋳造材が連続粗大化反応および不連続粗大化反応により, 粗大層間隔ラメラ組織に変化した BSE 像を示した。この図において γ マトリックス相は黒く, α_2 相は白く観察される。Fig. 4 の c_1 領域には鋳造時の微細層間隔ラメラ組織が残存している。 c_2 領域は c_1 の鋳造組織

Fig. 3 Microstructure of coarsely spaced lamellae in a Ti-46 mol% Al alloy heat-treated at 1473 K for 605 ks observed by (a) SEM and (b) BSE.

Fig. 4 Microstructure of coarsely spaced lamellae in a Ti-46 mol% Al alloy heat-treated at 1473 K for 605 ks observed by BSE.

と同じ方向に, 連続粗大化反応により形成されたと考えられる粗大層間隔ラメラ組織である。連続粗大化反応が起こると鋳造時の粗大なデンドライト組織がそのまま粗大化層間隔ラメラ粒となるため粗大ラメラ粒が形成される。一方, Fig. 4 の下側 d 領域には不連続粗大化反応により形成された粗大層間隔ラメラ組織が観察された。この粗大層間隔ラメラは鋳

造組織の粒界, また, 一部は粒内から核発生成長していることが観察された. 本実験においては連続粗大化反応により形成された粗大ラメラ組織は 15% 以下で大部分が不連続粗大化反応により形成されていた.

本実験の粗大層間隔ラメラ組織が混粒となった原因としては, 铸造材のデンドライト組織や凝固偏析が核生成や粒成長を不均一にしたためと考えられた.

3.2 機械的性質

Fig. 5 に TiAl 合金の Al 量と圧縮による機械試験および硬さ測定の結果を示す. 降伏応力 $\sigma_{0.2}$ は Al 量が 46 mol% から 53 mol% に変化すると 480 MPa から 210 MPa に連続的に減少した. 圧縮破壊応力 σ_{max} も同様に 1500 MPa から 800 MPa まで減少した. 圧縮破断歪み ϵ (塑性歪み) は Ti-46 mol% Al から Ti-50 mol% Al の範囲においては 22% から 20% であり Al 量による変化は小さいが, Ti-50 mol% Al から 53 mol% Al の範囲では 20% から 14% に低下し, この低下率は $(\alpha_2 + \gamma)$ 2 相領域より γ 単相領域で大きかった. 以上のように, TiAl 合金の降伏応力 $\sigma_{0.2}$ と圧縮破壊応力 σ_{max} はラメラ粒径または γ 結晶粒が微細で, しかも α_2 相の体積率が多いほど高い値を示した. また, 降伏応力 $\sigma_{0.2}$ は Al-rich 側で連続的に低下しているが, 硬度はほぼ一定である. この相違は, Al-rich 側の硬さは γ 等軸粒内つまり単結晶の値である. しかし, 降伏応力は結晶粒径の効果を含んだ値であるため, 結晶粒の粗大化に伴い低下したと考えられた. 圧縮破断歪み ϵ は α_2 相の体積率による影響は小さく, 結晶粒径が微細で均一なほど高い値を示す傾向にあった.

Fig. 5 Aluminum concentration dependence of mechanical properties in compression tests and Hv hardness tests.

鈴木ら¹⁴⁾は Ti-46 mol% Al 合金の粗大層間隔フルメラ組織 (粒径 150 μm) の常温圧縮試験においては圧縮歪み 10% 程度までクラックの発生がなく, 圧縮破断歪みは約 45% 程度であったことを報告している. しかし, 本実験においては Ti-46 mol% Al 合金の圧縮破断歪みは他の Ti-47-50 mol% Al 合金と比較して顕著な延性改善効果は認められなかった. このように圧縮歪みが鈴木らの値より小さかった理由としては, ラメラ粒径が混粒であったことが大きな原因と考えられた.

TiAl 铸造材の硬さは, Al 量が 46 から 50 mol% に増加すると Hv380 から Hv240 に低下し Al 量が 53 mol% に増加すると再び上昇した. 焼鈍材の硬さは Al 量が 46 mol% から 50 mol% に増加すると Hv270 から Hv210 に低下し, Al 量が 53 mol% に増加すると再び少し上昇した. TiAl 合金の铸造材と焼鈍材の硬さはいずれも, Al 組成 46-50 mol% Al においては α_2 相量に依存し, α_2 相が消失する Ti-50 mol% Al 近傍で最小となり, 化学量論組成より Al 量が増加すると硬さは再び上昇傾向を示した. また, 铸造材の硬さは微細層間隔ラメラ組織を有するため, 焼鈍材より高い値を示した. Ti と Al 二元系合金の铸造材と焼鈍材の硬さは Bumps ら¹⁸⁾により測定されており, その結果は本実験と類似していた.

3.3 繰り返し圧縮試験による圧縮変形挙動

Fig. 6 に Ti-46 mol% Al 合金の繰り返し圧縮試験の応力-歪み曲線を示す. 繰り返し圧縮試験と連続圧縮試験の機械的性質はほぼ同じであった. Fig. 6 に①から⑩の繰り返し圧縮回数と圧縮歪みを示す.

3.3.1 クラックの発生

粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金の繰り返し圧縮試験においては圧縮歪み 1.1% では試料表面にクラックは認められなかった. 圧縮歪み 2.1%, 圧縮応力 650 MPa でクラックの発生が観察された. Fig. 7(a)-(c) に圧縮歪み 2.1% におけるクラック発生場所を SEM 像で示した. 圧縮方向は

Fig. 6 A stress-strain curve of discontinuous compression test for a Ti-46 mol% Al alloy heat-treated at 1473 K for 605 ks.

矢印 C.A. で示した. Fig. 7(a)の中央部にはラメラ粒の結晶粒界に沿った長さ $40\ \mu\text{m}$ のクラック(矢印 g)が観察された. Fig. 7(b)は Fig. 7(a)左上部のラメラ組織を拡大した図である. このラメラ界面と圧縮軸は試料表面でほぼ垂直な角度を持っており, α_2 相の板厚方向に発生した長さ数 μm のクラック(矢印 p)が多数観察された. この α_2 相で発生したクラックの進展は γ 相で阻止される場合がある一方, 一部は Fig. 7(b)の矢印 p' に示すように, ラメラ界面と垂直方向に伝播連結して長さ $15\text{--}20\ \mu\text{m}$ のジグザグ状のクラックに成長した. また, Fig. 7(b)の矢印 m に示すように塊状の α_2 相のクラック, またはそれと γ 相との界面クラック(Fig. 7(c)矢印 m')などが観察された. Fig. 7(c)にはラメラ界面近傍に長さ $40\ \mu\text{m}$ のクラック(矢印 f)が観察された. このようなラ

メラ界面に平行なクラックの伝播は PST (polysynthetically twinned) 結晶においては α_2 相内で進行することが報告されている^{19,20)}. 本実験の SEM レベルの観察では, ラメラ界面近傍に見られたクラックは原子レベルでは界面の剥離が界面近傍の脆性的な α_2 相内で起こっているかは不明であった. また, ラメラ界面クラックの伝播はき裂の偏向が容易に起こり, α_2 相内や γ 相内を横断しながらジグザグ状に進行するいわゆるディフレクションが頻繁に観察された.

圧縮試験においては, 試験片の表層に圧縮軸と直角方向のフープ引張応力が働くため変形初期のクラック開始は試料の中央部付近で観察された.

以上のように, SEM 観察による粗大層間隔ラメラ組織のクラック発生場所は 4 種類に分類され, 発生頻度の多い順に次のようになった. ①ラメラ粒の結晶粒界(矢印 g), ②ラメラ界面が試料表面において圧縮軸と垂直に存在する α_2 相(矢印 p, p'), ③ラメラ界面近傍(矢印 f)および④塊状の α_2 相またはそれと γ 相との界面(矢印 m, m')などであった.

3.3.2 粗大層間隔ラメラ組織の塑性変形

粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金では圧縮歪み 2.1% でクラックが発生する領域がある一方, クラックが発生することなく変形トレースを伴い塑性変形が起こっている領域も多く観察された.

Fig. 8 には粗大層間隔ラメラ界面と圧縮軸の方位が(a)は約 10° で(b)と(c)がほぼ平行な場合の変形組織を示す. それぞれの圧縮歪みと圧縮応力は(a): 2.1%, 650 MPa, (b): 8.4%, 1020 MPa, および(c): 13.8%, 1330 MPa であった. Fig. 8(a)には板状 α_2 相の板厚を横断する変形トレースが観察された. Fig. 8(b)では α_2 相の変形トレースの密度が増加した. ラメラ粒内の α_2 相板の変形トレースは全て同一方向に観察された. Fig. 8(c)では α_2 相の変形トレースの密度がさらに増加し, γ 相と α_2 相の界面近傍に発生した $30\ \mu\text{m}$ 程度のクラックが観察された. このクラックが発生した部分はラメラ粒の粒界に相当する部分であり, 粒内のラメラ組織はクラックを伴わずに変形していた. γ 相には α_2 相の変形トレースに連結するように緩やかな hard type の変形(矢印 h)が観察された.

Fig. 9(a), (b)には圧縮歪み 20.1%, 圧縮応力 1540 MPa で破断した試料に観察された変形組織(BSE 像)を示す. 白い部分が α_2 相で黒い部分が γ 相である. Fig. 9(a)では α_2 相と γ 相にはラメラ界面を横切る方向の hard type の変形トレースが多数現れた. また, γ 相にはラメラ界面と平行方向の easy type の変形トレース(矢印 e)も観察された. Fig. 9(b)はラメラ界面が圧縮軸と 45° の方位関係を持つ変形組織であり, Fig. 9(a)と同様にラメラ組織に hard type の変形トレースが現れた. PST 結晶においてはこのような中間方位では, ラメラ界面と平行方向の easy type の変形のみが観察されている^{21,22)}. 本実験の粗大層間隔ラメラ組織においては中間方位においても easy type と hard type の両方の変形トレースが観察された.

このように, 粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金では, 圧縮歪み 2.1% でクラックが発生する領域がある一方, 10–20% 程度までクラックを生じることなく変形する領域も

Fig. 7 SEM micrographs of crack initiation sites at a compression strain of 2.1% and a compression stress of 650 MPa for a Ti-46 mol%Al alloy. The arrow with C.A. shows the compression axis.

Fig. 8 SEM micrographs of deformation process of coarsely spaced lamellae structure of Ti-46 mol%Al heat-treated at 1473 K for 605 ks at compression strains and stresses (a) 2.1%, 650 MPa, (b) 8.4%, 1020 MPa and (c) 13.8%, 1330 MPa.

観察された。この相違は、ラメラ組織の塑性変形能が圧縮変形やそれに伴うフープ引張応力に対して異方性が大きいと考えられた。

3.3.3 クラックの伝播と破壊挙動

本実験における繰り返し圧縮試験の変形過程は次のようになった。圧縮歪み 2.1%では数 μm から数十 μm の 4 種類のクラックが試験片側面の中央部に形成された。圧縮歪みの増加と共にクラックは増し、圧縮歪み 3.2%では 40 μm 程度の粒界クラックは粒内クラックを伴いながら 100 μm 程度に成長し、圧縮軸と平行方向に直線的に数本形成された。圧縮歪み 4.7–13.8%では試料表面の凹凸が大きくなり粒界および粒内のクラックが増加した。圧縮歪み 17.6%では圧縮軸と平行方向に形成された数 100 μm のクラックがせん断変形に

Fig. 9 BSE images showing deformation structure in coarsely spaced lamellae structure of Ti-46 mol%Al heat-treated at 1473 K for 605 ks at a compression strain of 20.1% and a stress of 1600 MPa.

より合体し約 700 μm に成長した。圧縮歪み 20.1%で主き裂はせん断方向に一気に伝播し 2000 μm 程度となり、破断に至った。

Fig. 10 には圧縮歪み 20.1%で破断した圧縮試験片側面に観察された主き裂の SEM 像を示す。圧縮軸方向は矢印 C.A. で示し、圧縮試験片の底面はこの写真の下部とほぼ一致している。主き裂は中央に見える圧縮軸と 70°程度傾いた主き裂と右端上方からの主き裂が不連続に合流している (A 領域)。このき裂に挟まれた不連続な部分には、2 つのき裂を連結するために大きな応力が働いた様子が分かる、いわゆるシアリガメントが観察された。

Fig. 11 には Fig. 10 の A 領域を拡大した BSE 像を示す。この領域の破壊はクラック発生時に観察された 4 種類のクラックが基本要素となっていた。図にクラックの種類を 3.3.1 項における矢印記号で示した。①結晶粒界クラック (矢印 g)、②ラメラ組織の α_2 相のクラック (矢印 p)、およびこれが連結したクラック (矢印 p')、③ラメラ界面近傍のクラック (矢印 f)、およびこのクラックの偏向によるディフレクション (矢印 d) および④塊状 α_2 相のクラック (矢印 m) またはそれと γ 相との界面クラック (矢印 m')。ラメラ界面クラックの偏向によるディフレクションはクラックが直進しないでジグザグ状に進展し、き裂先端の応力場が変化することで進展の抵抗となっている。

Fig. 12 には Fig. 10 の B 領域を拡大した BSE 像を示す。

Fig. 10 An SEM micrograph of main crack observed in the specimen of Ti-46 mol%Al alloy at a compression strain of 20.1% and a stress of 1600 MPa.

この図は上から下に向かう主き裂先端と中央で発生し下方に向かうき裂が不連続に存在している。図にクラックの種類を矢印記号で示した。主き裂の経路には試料表面において圧縮軸と垂直方向のラメラ界面が多く存在し、 α_2 相のクラック (矢印 p) が連結したクラック (矢印 p') が多く観察された。2 つのき裂に挟まれた部分にはシアリガメントが生じ、この主き裂を連結するために、ラメラ界面近傍のクラック (矢印 f) やこのクラックが偏向したディフレクション (矢印 d) およびラメラ中の α_2 相のクラック (矢印 p) が多数観察された。

以上のことから、粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金の圧縮変形におけるクラック進展の抵抗としてはシアリガメントの寄与が最も大きいと考えられ²³⁾、その他にマイクロクラックやディフレクションの形成が考えられた。

4. 考 察

粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金の圧縮変形挙動とその方位依存性について考察する。

第一に、粗大層間隔ラメラ界面と圧縮軸が試料表面におい

て垂直な場合の変形について考える。本実験では Fig. 7(a) (b) がそれに相当し、ラメラ界面が圧縮軸と垂直方向の α_2 相にはすべり変形は現れ難く、圧縮歪み 2.1%，圧縮応力 650 MPa でクラックが観察された。ラメラ界面がこの方位を有する α_2 相には、圧縮破断時の圧縮歪み 20.1%，圧縮応力 1540 MPa においても、すべり変形はほとんど認められなかった。Ti₃Al(α_2) 単結晶の圧縮試験では底面 (0001) と圧縮軸が垂直な場合の降伏応力は 2000 MPa で、錐面すべり $\{11\bar{2}1\} \langle \bar{1}\bar{1}26 \rangle$ が起こることが分かっている^{24,25)}。また、PST 結晶のラメラ界面が圧縮軸と垂直な場合の降伏応力は α_2 相の体積率に大きく依存し、 α_2 相の体積率が 15 vol% では降伏応力 1100 MPa となる²⁶⁾。本実験におけるラメラ組織の α_2 相の体積率は 23 vol% であり、圧縮応力 1540 MPa でも α_2 相にすべり変形が観察されないことから、降伏応力は 1540 MPa 以上と考えられる。しかし、本実験の粗大層間隔ラメラ粒を有する多結晶体の圧縮試験では圧縮歪み 2.1%，圧縮応力 650 MPa で α_2 相にクラックが発生した。このような α_2 相のクラック発生は、ラメラ組織における γ 相のせん断変形による双晶変形や転位の伝播を降伏応力の高

Fig. 11 A BSE image of the main crack observed in the magnified part of A in Fig. 10 for Ti-46 mol%Al alloy at a compression strain of 20.1% and a stress of 1600 MPa.

い α_2 相で阻止されることにより生じた応力集中, または, 隣接する結晶粒との塑性変形能の相違による応力集中が起こり, 錐面すべりが起こる以前にフープ引張応力により脆性破壊が起こったと考えられる。

第二に, 粗大層間隔ラメラ界面と圧縮軸が平行な方位について考える。本実験では, Fig. 8(a), (b)および(c)がこれに相当し, このラメラ組織の α_2 相には多数の変形トレースが観察された。この変形トレースには次のような特徴があった。①荷重軸とラメラ界面がほぼ平行であること, ②1つの α_2 相内でトレースが単一, 平行であること, ③Ti₃Al単結晶で観察されているすべり系が, 柱面, 底面および錐面すべり系であり, この順にCRSSが高くなること。以上のことから α_2 相に現れた変形トレースは柱面すべりであると考えられた。このラメラ組織にはクラックを伴うことなく, 圧縮歪み13%以上の変形が起こった。Fig. 8(c)の γ 相には α_2 相の柱面すべりと同一方向に hard type の変形モードが現れている (Fig. 9(a)では明瞭に観察される)。PST結晶のラメラ界面と圧縮軸が平行な場合の圧縮変形挙動は, ラメラ界面を横切るような hard type の変形モードが現れ, 変形トレースが長距離に伝播することが分かっている^{21,22,26}。このような hard type の変形モードが起こる理由は次のように説明されている。Ti₃Al(α_2)単結晶では底面(0001)と圧縮軸が平行な場合には柱面すべり $\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ が起こり²⁴。この場合の降伏応力は約 250 MPa である^{25,26}。この方位における α_2

Fig. 12 A BSE image of the main crack observed in the magnified part of B in Fig. 10 for Ti-46 mol%Al alloy at a compression strain of 20.1% and a stress of 1600 MPa.

相と γ 相の変形の降伏応力はほぼ同じであるため, せん断変形で生じた変形双晶や転位はラメラ界面を横断する hard type の変形モードにより, せん断変形を伝播すると考えられている^{25,26}。本実験における粗大層間隔ラメラ組織の界面が圧縮軸と平行な方位においても PST 結晶と同様のことが起こっていると考えられた。

第三として, 粗大層間隔ラメラ界面と圧縮軸が中間方位の場合について考える。Ti₃Alの底面(0001)が圧縮軸と中間方位では柱面すべりと底面すべりの両方が起こる²⁵。本実験

では Fig. 9(a) および (b) がこれに相当し、ラメラ界面は圧縮軸とそれぞれ 15° および 40° 程度傾いており、hard type の変形トレースが観察され、Fig. 9(a) の γ 相には easy type の変形も観察された。PST 結晶では中間方位の γ 相には hard type の変形トレースは観察されずに、easy type の変形のみが観察されている^{21,22)}。以上のように、粗大層間隔ラメラ界面と圧縮軸が中間方位では、 α_2 相に柱面すべりが起こり、 γ 相と α_2 相にはそれぞれに生じた変形双晶や転位をラメラ界面に pile-up させないように、easy type と共に hard type の変形も起こったと考えられた。多結晶体の圧縮試験では荷重の方向は隣接する結晶粒の変形も複雑に影響しており、圧縮軸方向とラメラ組織の方位関係をもとに変形モードの現れ方を規定できないことも考えられ、PST 結晶との相違はこのようなことが影響している可能性もある。

このように、ラメラ界面と圧縮軸が平行または中間方位の場合は、クラックを生じることなく変形トレースを伴った塑性変形が多く観察された。以上のように、粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金の圧縮破壊は、クラック発生時に形成された 4 種類のクラックが圧縮歪みの増加と共に数を増し、一方、ある領域では変形トレースを伴った塑性変形を伴い、シアリガメントおよびディフレクションを形成しながら成長および合体しつつせん断方向に伝播することにより起こった。

5. 結 論

TiAl 合金の熱処理材については組織観察および圧縮試験を行った。また、Ti-46 mol% Al の粗大層間隔ラメラ組織を有する試料については常温繰返し圧縮試験を行い、圧縮変形挙動を EPMA で詳細に観察し、次のような結果を得た。

(1) Al 組成が 46~53 mol% の TiAl 熱処理材では降伏応力 $\sigma_{0.2}$ と圧縮破壊応力 $\sigma_{\max}$ はラメラ粒または γ 結晶粒が微細で α_2 相の体積率が多いほど高い値を示した。また、圧縮破断歪 ε は α_2 相の体積率による影響は小さく、結晶粒径が微細で均一なほど高い値を示すと考えられた。

(2) 粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金の圧縮変形によるクラック開始時期は圧縮歪み 2.1%，圧縮応力 650 MPa で、クラックの発生場所は次の 4 種類に分類された。

①ラメラ粒の結晶粒界、②ラメラ界面と圧縮軸方向が試料表面で垂直な α_2 相、③ラメラ界面近傍、および④塊状の α_2 相またはその界面などであった。また、クラックの伝播はこれら 4 種類のクラックが主体となり起きていた。

(3) 粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金の圧縮変形では圧縮軸とラメラ界面の角度が試料表面で垂直な場合は α_2 相に変形トレースは現れ難くクラックが生じた。一方、平行な場合は PST 結晶と同じく hard type の変形を示した。また、中間方位では α_2 相に柱面すべり系が活動し、 γ 相には hard type と easy type の両方の変形トレースが観察された。

(4) 粗大層間隔ラメラ組織を有する TiAl 合金の破壊は、始めに、クラック発生時に観察された 4 種類の数 μm から

数十 μm のクラックが形成され、これらクラックが圧縮歪みの増加と共に数を増し、シアリガメントおよびディフレクションを形成しながら成長および合体しつつせん断方向に伝播し起こった。

本実験を遂行するにあたり、実験に協力頂いた岩手大学工学部学生の武井祐史氏（現：㈱フジクラ）および西田毅和氏（現：㈱高岳製作所）に感謝いたします。また、本稿をまとめるに当たり、有益な議論と協力をいただいた岩手大学地域共同研究センター助教授 山口 明博士、岩手大学工学部助教授 千葉晶彦博士および故藤田正義助教授に深く感謝の意を表します。

文 献

- 1) H. A. Lipsitt, D. Shechtman and R. E. Schafrik: Metall. Trans. A **6A** (1975) 1991-1996.
- 2) K. S. Chan and Y. W. Kim: Metall. Trans. A **23A** (1992) 1663-1677.
- 3) M. Hosomi, T. Maeda and M. Okada: Tetsu to Hagane **80** (1994) 83-88. (in Japanese)
- 4) M.-S. Kim: J. Japan Inst. Metals **58** (1994) 819-825. (in Japanese)
- 5) H. N. Lee, D. R. Johnson, H. Inui, M. H. Oh, D. M. Wee and M. Yamaguchi: Acta Mater. **48** (2000) 3221-3233.
- 6) M. Yamaguchi: J. Japan Inst. Metals **64** (2000) 965-970. (in Japanese)
- 7) T. Tetsui: J. Japan Inst. Metals **64** (2000) 971-976. (in Japanese)
- 8) S. Nishikiori and S. Masaki: J. Japan Inst. Metals **64** (2000) 992-998. (in Japanese)
- 9) Y. W. Kim: JOM **41** (1989) 24-30.
- 10) Y. W. Kim and D. M. Dimiduk: JOM **43** (1991) 40-47.
- 11) M. J. Blackburn: Science, Technology and Application of Titanium, ed. by R. T. Jaffee and N. E. Promisel, Pergamon Press, London (1970) 633-643.
- 12) Y. Yamabe, N. Honjo and M. Kikuchi: Proc. of Inter. Symp. on Intermetallic Compounds, (JIMIS-6), ed. by O. Izumi, (1991) pp. 821-825.
- 13) Y. Suzuki, T. Suzuki and T. Tsujimoto: J. Japan Inst. Metals **61** (1997) 678-683.
- 14) Y. Suzuki, T. Suzuki and T. Tsujimoto: J. Japan Inst. Metals **61** (1997) 684-689.
- 15) T. Kawabata, M. Tadano and O. Izumi: Scr. Metall. **22** (1988) 1725-1730.
- 16) K. S. Chan and Y. W. Kim: Acta Metall. Mater. **43** (1995) 439-451.
- 17) K. Nonaka, K. Tanosaki, M. Fujita, T. Kawabata and O. Izumi: J. Japan Inst. Metals **55** (1991) 1045-1053 (in Japanese), or K. Nonaka, K. Tanosaki, M. Fujita, T. Kawabata and O. Izumi: Materials Transactions, JIM **33** (1992) 802-810.
- 18) E. S. Bumps, H. D. Kessler and M. Hansen: Trans. AIME (1952) 609-614.
- 19) T. Nakano, T. Kawanaka, H. Y. Yasuda and Y. Umakoshi: Mater. Sci. Eng. **A194** (1995) 43-51.
- 20) S. Yokoshima and M. Yamaguchi: Acta Mater. **44** (1996) 873-883.
- 21) T. Fujiwara, A. Nakamura, M. Hosomi, S. R. Nishitani, Y. Shirai and M. Yamaguchi: Philos. Mag. A **61** (1990) 591-606.
- 22) H. Inui, M. H. Oh, A. Nakamura and M. Yamaguchi: Acta Metall. Mater. **41** (1992) 3095-3104.
- 23) M. Enoki, S. Fujikawa and T. Kishi: J. Japan Inst. Metals **58** (1994) 418-423. (in Japanese)
- 24) Y. Minonishi: Philos. Mag. A **63** (1991) 1085-1093.
- 25) H. Inui, Y. Toda and M. Yamaguchi: Philos. Mag. A **67** (1993) 1315-1332.
- 26) Y. Umakoshi and T. Nakano: Acta Metall. Mater. **41** (1993) 1155-1161.