長繊維強化 Ti 基複合材料の超塑性成形

山田 毅 佐藤 広明 都筑 隆之

三菱重工業株式会社名古屋航空宇宙システム製作所

J. Japan Inst. Metals, Vol. 65, No. 12 (2001), pp. 1045–1052
© 2001 The Japan Institute of Metals

Superplastic Forming of Continuous Fiber Reinforced Titanium Matrix Composites

Takeshi Yamada, Hiroaki Sato and Takayuki Tsuzuku

Nagoya Aerospace Systems, Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., Nagoya 455–8515

Sprayed preforms were fabricated with Ti–4.5Al–3V–2Mo–2Fe alloy (SP–700) powder of 23–53 μm diameter instead of conventional powder of 23–150 μm diameter to make the microstructure of the sprayed deposit fine. SCS–6/SP–700 composite made of the improved sprayed preforms (improved spray composite) showed superplasticity in the tensile direction perpendicular to the fiber with a maximum m -value of 0.58 at 1048 K. The tensile flow stress of the improved spray composite was a little lower than that of SCS–6/SP–700 composite made of woven preforms. Tensile strength at room temperature of the improved spray composite after deformation was comparable to that of the improved spray composite before deformation. Stringer- and blade-shaped TMC part models are demonstrated to be successfully superplastic-formed. No debonding defects at fiber/matrix interface were observed in the blade-shaped model using the improved spray composite.

(Received September 5, 2001; Accepted October 2, 2001)

Keywords: titanium matrix composite, titanium alloy, silicon carbide, superplastic forming, sprayed preform, plasma spray, tensile strength, microstructure, stringer, blade

1. 緒 言

高い比強度と耐熱性を備えた様々な先進材料が航空宇宙機器用構造材料への適用を期待され、中でも長繊維強化 Ti 基複合材料(以下、TMC)は中間温度域(573–873 K)での適用が期待されている¹⁾。TMC はディスクやブレードなどのエンジン部品を中心に、翼外板や脚等の機体構造部品への適用が検討され、部品試作なども行われている^{2–7)}。しかし TMC の部品製造は、プリフォーム段階で所定の形状に付与した後にネットシェイプに複合化する必要があり、プリフォームの熱間予備成形工程、ネットシェイプ複合化工程ともに高価であるため、部品製造コストが極めて高く、実用化への大きな障害となっている。

部品製造コストを低減する方法の一つとして、TMC を塑性加工により直接形状付与する方法が考えられる。TMC の二次加工が可能であれば、熱間予備成形工程やネットシェイプ複合化工程は不要となり、部品製造コストの大幅削減が期待でき、複雑な曲面を有するブレードにおいては特にその効果が大いと考えられる。しかし長繊維強化複合材料はこれまで塑性加工が困難と考えられてきた為、その報告例は極めて少なく、TMC を用いたブレード試作研究において塑性加工が利用されたと思われる報告例は僅かにあるが^{2,3)}、詳細に検討した例はない。

そこで著者らは超塑性特性に優れる Ti–4.5Al–3V–2Fe–2Mo 合金(以下、SP–700)をマトリックス材とし、CVD 法

により製作された SiC 繊維である SCS–6 を強化繊維とする SCS–6/SP–700 複合材料(以下、SCS–6/SP–700 材)を開発し、TMC に超塑性加工技術を適用する低コスト加工プロセスを提案している^{8,9)}。繊維直交方向での高温引張試験では、SCS–6/SP–700 材が 1048 K において m 値(ひずみ速度感受性指数値)0.58、公称伸び 100%以上の優れた超塑性特性を有することを確認している^{8,9)}。

一方、超塑性引張試験後の試験片断面を光学顕微鏡で観察したところ、繊維/マトリックス界面に三種の欠陥が発生することが明らかとなった⁸⁾。その欠陥の一つは界面強度を超える応力が加えられて繊維/マトリックス界面が剥離した欠陥(以下、Type–1 欠陥)である。あとの二つは変形条件に依存しない欠陥であり、繊維を固定するための TiNb リボンに起因して発生する欠陥(以下、Type–2)と、繊維同士が複合化時から接触していたために部分的にマトリックス不足となってきた欠陥(以下、Type–3)に分類できる。変形条件の適正化では Type–2 と Type–3 欠陥を防止することは困難であるため、繊維の固定に TiNb リボンを用いず、且つ繊維間隔を均一に制御する目的で、溶射プリフォームを用いた SCS–6/SP–700 材(以下、溶射材)を開発して、これらの加工条件に依存しない欠陥が抑制できることを確認した⁹⁾。また加工条件に依存する Type–1 欠陥については、完全に防止することはできなかったものの、低いひずみ速度と変形応力での変形により欠陥発生を低減できることを確認した⁹⁾。

1048 K において繊維垂直方向に定ひずみ速度($5 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)で引張試験を行った場合、溶射材の変形応力は

TiNb 合金リボンで SCS-6 を編んで固定した Woven プリフォームを用いた SCS-6/SP-700 複合材料(Woven 材)に比べて高くなることが確かめられている⁹⁾。溶射材と Woven 材の繊維体積率(V_f)はそれぞれ 20% および 27% であり、 V_f が低いにも関わらず溶射材の方が Woven 材に比べて変形応力が高かった。溶射皮膜のみを積層して熱間静水圧加压処理(HIP 処理)により拡散接合した板の変形応力は、SP-700 箔のみを積層して HIP 処理により接合した板の変形応力の約 2 倍であったことから⁹⁾、溶射材のマトリックス部に含まれる溶射皮膜部に起因して、溶射材の変形応力が高くなっていると考えられる。この溶射皮膜部のミクロ組織を箔部と同様に均一微細な組織に改善できれば、溶射材の変形応力を低減でき、Type-1 欠陥の発生をより一層抑制できると考えられる。

本研究では、溶射プリフォームの製造条件を適正化することにより溶射材の変形特性改善を図るとともに、モデル部品の試作と試作部品の欠陥生成状況および引張強度特性を調べた。

2. 試験方法

2.1 溶射材のミクロ組織観察

溶射法には溶射雰囲気からの汚染が少ない低圧プラズマ溶射法(以下、LPS)を選定し、直径 500 mm のステンレス製ドラムに巻いた SiC 繊維(SCS-6)上に SP-700 粉末を溶射してプリフォームを製作した。LPS は真空チャンバー内を 1.2×10^{-2} Pa 以下の真空中に排気した後、高純度 Ar ガスを注入して雰囲気圧を 1.3×10^4 Pa 一定に保ちながら行った。SCS-6 は Textron Systems 社で製造された平均直径約 142 μm の SiC 連続繊維で、直径 33 μm 程度の炭素繊維芯線上に CVD 法により β -SiC を蒸着し、さらに最外層に約 3.6 μm の SCS コーティングと呼ばれる TC(Turbostratic Carbon)ブロックから構成された炭素マトリックス中に β -SiC 粒子が分散した多層コーティングが施されている¹⁰⁾。SP-700 は NKK ㈱で開発された低温で超塑性成形可能な β リッチ $\alpha + \beta$ 合金であり、Ti-6Al-4V 合金に比べ 150 K 程度低い 973~1073 K の温度範囲で優れた超塑性特性を有する¹¹⁻¹⁴⁾。SP-700 粉末は Ar ガスアトマイズ法により製作し、マトリックス材のミクロ組織を均一微細化するために従来は 23~150 μm であった粉末粒径を細かく分粒して、23~53 μm 粒径の粉末を用いた。また SCS-6 繊維はドラム上に 0.25 mm の間隔を保つように制御しながら専用の装置を用いて巻き付けた。

複合材料板材は、4 層の溶射プリフォームと板厚 150 μm の SP-700 箔を交互に積層し、ステンレス製カプセル内に真空封入した後、Ar ガス圧 150 MPa, 1048 K-2 h の条件で HIP 処理により製作した。複合化温度は従来 1023 K で行ってきたが、予備試験において接合が不十分な箇所が認められたため、従来の条件より 25 K 高い 1048 K とした。複合材料板材の寸法は 1.4 mm $\times$ 80 mm $\times$ 150 mm であり、 V_f は平均 22% であった。また溶射材の断面組織観察は光学顕微鏡により行った。

2.2 常温引張試験および塑性変形特性試験

溶射粉末を微細にし、複合化温度を 25 K 上げるという製造条件の変更を行った溶射材の常温引張試験と塑性変形特性試験を行った。溶射材は 2.1 項と同様の供試材を用い、比較の為に Woven 材も供試材として用いた。Woven 材は 4 層の Woven プリフォームと板厚 150 μm の SP-700 箔を交互に積層し、ステンレス製カプセル内に真空封入した後、溶射材と同様に Ar ガス圧 150 MPa, 1048 K-2 h の条件で HIP 処理により製作した。Woven 材板材の寸法は 1.2 mm $\times$ 120 mm $\times$ 200 mm であり、 V_f は平均 27% であった。

常温引張試験および塑性変形特性試験に用いた試験片の形状と寸法を Fig. 1 に示す。常温引張試験は繊維配向方向にクロスヘッド速度 0.5 mm/min の条件で行った。また塑性変形特性試験では繊維直交方向に定ひずみ速度引張試験を行い、変形応力および破断ひずみを測定した。試験温度は 1048 K とし、ひずみ速度は $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の三条件で、破断するか公称ひずみで 100% まで引張り、変形応力は真ひずみが 10% のときの値で整理した。

2.3 ストリンガー形状モデル成形試験

欠陥生成挙動並びに超塑性成形後の SCS-6/SP-700 複合材の常温引張強度測定を行う為に、Fig. 2 に示すような深さの異なる二種類のストリンガー形状モデルをガス圧負荷により成形する試験を行った。供試材には 2.1 および 2.2 項と同様の条件で製作した溶射材および Woven 材を用いた。成形温度は 1048 K であり、成形部の最大ひずみ速度が $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ となるようなガス圧を負荷し

(a) Specimen for tensile test at R.T.

(b) Specimen for superplastic deformation test

Fig. 1 Schematic of tensile specimens used in this study.

Fig. 2 Schematic of stringer-shaped models.

Fig. 3 Schematic of apparatus used for the fabrication of stringer-shaped model using packed TMC blanks.

て成形を行った。また本成形試験では、Fig. 3 に示すように SCS-6/SP-700 複合材料板の上下を板厚 1 mm の SP-700 板材ではさみ、この積層体を一枚の板材とみなしてパン形状にガス圧負荷成形することで、複合材料部分がストリンガー形状に成形されるように工夫した。この時、複合材料は繊維直交方向のみ拘束を受けるように、複合材料は繊維直交方向の端部のみ成形治具で挟んで固定した。試験後、供試体の底面部より Fig. 1(a)に示す形状の試験片を切り出し、繊維配向方向にクロスヘッド速度 0.5 mm/min の条件で常温引張試験を行うとともに、光学顕微鏡による断面観察を行って、欠陥生成状況を観察した。

2.4 翼面形状モデル成形試験

超塑性加工可能な長繊維強化 Ti 基複合材料である SCS-6/SP-700 の適用先として最も有望な部品は、航空機エンジンのファンブレードと考えられる。ファンブレードは空力特性要求から複雑な複曲面形状を有しているため、本材を用いてファンブレードに似た複曲面形状への成形試験を行い、本材の曲面成形適用性を明らかにすることとした。供試材としては、前項と同様の溶射材および Woven 材を用いた。本成形試験では、Fig. 4 に示すように前項と同様に SCS-6/SP-700 複合材料板の上下を板厚 1 mm の SP-700 板材ではさみ、この積層体を一枚の板材とみなして翼面形状にガス圧負荷成形した。ただし、本試験では SCS-6/SP-700 複合材料板に必要以上に高い応力が負荷されないように、SCS-6/SP-700 複合材料板を直接成形治具で固定せず、上下の SP-700 板材で間接的に保持するよう工夫した(以下、パック成形法と呼ぶ)。成形後の供試体については、光学顕微鏡による断面観察を行って、欠陥生成状況の観察を行った。

Fig. 4 Schematic of apparatus used for the fabrication of blade-shaped model using packed TMC blanks.

Fig. 5 Microstructure of SCS-6/SP-700 composites made of new sprayed preforms.

3. 結 果

3.1 溶射材のミクロ組織観察

本研究では溶射皮膜部のミクロ組織を均一化するために、SP-700 粉末を細かく分粒して 23~53 μm の粒径の SP-700 粉末を用いた。改善した溶射プリフォームを用いて製作した溶射材のミクロ組織を Fig. 5 に示す。Fig. 5(a)に示すように、低倍率の写真では溶射皮膜部が箔部に比べてやや濃い色にエッチングされる為に、両者は明確に区別できる。しかし、溶射皮膜部と箔部の境界を高倍率で観察すると、Fig. 5(b)に示すように箔部と溶射皮膜部の境界が明確でなく、

箔部と同等以上に溶射皮膜部が均一微細な組織となっている。これは溶射粉末の粒径を細かくし、粉末粒径の違いを小さくすることで、溶射中の粉末熔融状態が均一化した為と考えられる。

3.2 常温引張試験および塑性変形特性試験

溶射材と Woven 材の常温引張強度試験結果を Fig. 6 に示す。溶射材の引張強度は Woven 材と比較して若干低くなっている。しかし、これは溶射材の V_f が 22% であるのに対して Woven 材の V_f は 27% と高いことに起因すると考えられる。この V_f の違いによる強度差を検討するために、次式の複合則¹⁵⁾を用いる。

$$\sigma_c = \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (1)$$

ここで σ_c は複合材料の最大応力、 σ_f は強化繊維の最大応力、 σ_m は強化繊維のひずみに相当するマトリックス単体の応力である。式(1)において $\sigma_f = 3500$ MPa, $\sigma_m = 920$ MPa として溶射材と Woven 材の最大応力を計算すると、それぞれ 1490 MPa, 1620 MPa となり、試験結果と良く一致しており、両者の強度レベルはほぼ同等と考えられる。

また Fig. 1(b) に示す試験片を用いて 1048 K にて行った塑性変形特性試験結果を Fig. 7 に示す。溶射材の m 値は 0.58 と従来の溶射材と同じであったが、Woven 材の m 値は 0.51 と若干低くなった。複合化温度を 25 K 高めたことで従来に比べ結晶粒が若干大きくなり、Woven 材の m 値が低くなったと考えられる。一方、溶射材では箔部の結晶粒は Woven 材と同様に粗大化しているが、 m 値の低下が認められなかった。Woven 材に比べ溶射材の V_f が低いために顕著な影響が認められなかった可能性がある。また溶射材の変形応力は、Woven 材と比較して若干低く、破断までに得られる伸びも大きくなる傾向が認められる。23~150 μm の粒径の粉末を用いて溶射プリフォームを製作し、1023 K において複合化した溶射材の場合、同じ複合化温度の Woven 材に比べてその変形応力が約 2 割程度高かった⁹⁾。一方、本試験では溶射皮膜部の組織が均一微細化したために、溶射皮膜部の流動性が向上して変形応力が低下し、同じ複合化温度の Woven 材に比べて変形応力が低くなったものと考えられ

る。溶射皮膜部の流動特性が箔部と同等となったと思われる為、Woven 材より溶射材の変形応力レベルが低いのは、 V_f が低いことに起因すると考えられる。

3.3 ストリンガー形状モデル成形試験

ガス圧負荷により成形したストリンガー形状モデルの外観を Fig. 8 に示す。モデルの底面部での板厚減少量から求めた板厚方向のひずみ量(ϵ_t)は、浅いモデルで 4.9~8.4%、深い方で 7.8~12.3% であった。 ϵ_t の算出は次式に従って計算した。

$$\epsilon_t = -\ln(t/t_0) \quad (2)$$

ここで、 t は成形後モデルの板厚、 t_0 は初期板厚を示す。モ

Fig. 7 Deformation properties of SCS-6/SP-700 composites.

Fig. 6 Tensile strength of SCS-6/SP-700 composites.

Fig. 8 Appearance of (a) deep and (b) shallow stringer-shaped models.

Fig. 9 Microstructure of the deep stringer-shaped models deformed under (a) $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, (b) $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ and (c) $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ at 1048 K.

デルの底面部は強化繊維に拘束されて、繊維方向の変形は殆ど起こらない為、平面ひずみ状態に近い状態となっており、 ϵ_t は繊維垂直方向のひずみ量にほぼ等しいと考えられる。

また変形に伴う欠陥の生成状況を観察するために、モデルの底面部から供試体を切り出し、繊維直交方向断面での光学顕微鏡観察を行った。Fig. 9 に深い方のモデル(Fig. 8(a)に示したモデル)の観察結果を示す。いずれのひずみ速度においても繊維/マトリックス界面での剥離欠陥が認められた。各モデル間での欠陥生成状況を比較する為、次式で定義する欠陥発生率(R_D)を各モデル毎に計算した結果と観察を行った場所での ϵ_t を併せて Fig. 10 に示す。

$$R_D = N/N_A \times 100 \quad (3)$$

ここで、 N は欠陥の発生した繊維本数、 N_A は全繊維本数を表す。Fig. 10 では成形条件に強く依存する Type-1 欠陥と

Fig. 10 Ratio of occurrence of defects (R_D) in various stringer-shaped models.

成形条件にあまり依存しない欠陥である Type-3 欠陥を区別して示した。欠陥発生率はひずみ速度が速くなるにつれて上昇する傾向が認められる。これはひずみ速度の上昇に伴って変形応力が上昇し、繊維/マトリックス界面での剥離が生じ易くなった為と考えられる。一方、Fig. 9 に示した断面組織において繊維の分布に注目してみると、ひずみ速度が $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ のものは繊維がほぼ均一に分散しているが、他の 2 つの供試体では一部に繊維同士が接触している部分が認められる。繊維の分布状態が供試体毎に異なるのは、溶射プリフォームと SP-700 箔を積層する際に、溶射プリフォームが繊維方向に割れを生じた為であり、健全なプリフォームを用いた場合には繊維分布が大きく乱れることはないはずである。複合材料の V_f を高める為に溶射プリフォームの溶射皮膜厚さをできるだけ薄く製作しようとしたことが、溶射プリフォームを割れ易くしてしまったものと考えられる。繊維分布が乱れたことで溶射プリフォームを利用すれば発生し難い欠陥である Type-3 欠陥が発生してしまったと思われる。

Fig. 11 に溶射材および Woven 材のストリンガー形状モデル底面部から切り出した試験片を用いて常温引張試験を行った結果を成形前の素材と比較して示す。Fig. 11(a) に示すように溶射材においては、成形前と成形後の強度に大きな差は認められなかった。また成形速度並びにモデルの深さの違いに起因するひずみ量に対しても明確な依存性が認められなかった。Fig. 12 に溶射材の常温引張強度の R_D 依存性を示す。 R_D が変化しても常温強度にあまり変化はなく、明確な依存性も認められない。成形後の溶射材に認められた Type-1 および Type-3 欠陥は繊維に沿って細長く伸びた形状をしており⁸⁾、欠陥の伸びている方向と引張方向が一致する為、常温引張強度に対する影響が小さかったものと考えられる。

一方、Fig. 11(b) に示した Woven 材の常温引張強度は、溶射材とやや異なり、成形前後で若干の強度低下が認められる。これは Woven 材に特有の欠陥である Type-2 欠陥が繊維方向に伸びない比較的小さな欠陥である為⁸⁾、複合材の

Fig. 11 Tensile strength of SCS-6/SP-700 composites after deformation.

Fig. 12 Relationship between tensile strength and R_D .

早期破断を引き起こす破壊起点となった可能性がある。

3.4 翼面形状モデル成形試験

SCS-6/SP-700 複合材料の曲面成形適用性を明らかにす

Fig. 13 Appearance of blade-shaped model.

Fig. 14 Microstructure of blade-shaped model made of woven composite.

る為に、翼面形状モデルの成形試験を行った。Fig. 13 に Woven 材を用いて成形した翼面形状モデルの外観を示す。翼のねじれ角は約 40 度あり、翼根部では翼先端部に比べてより複雑な形状をしているものの、成形金型と成形後素材との密着は良好であり狙い通りの形状に成形することができた。翼面形状モデルの板厚から求めた ε_t は 7~14% であり、最も ε_t の大きい場所は Fig. 13 (b) において四角で囲んだ翼根部近傍であった。Woven 材を