

機関番号：13101

研究種目：若手研究 (B)

研究期間：2009 ~ 2010

課題番号：21760579

研究課題名 (和文) TiAl 基合金損傷部への Al 拡散による高温特性の改善

研究課題名 (英文) Improvement of high temperature property of TiAl based alloy using Al diffusion to machining defect

研究代表者

佐々木 朋裕 (SASAKI TOMOHIRO)

新潟大学・自然科学系・助教

研究者番号：40432067

研究成果の概要 (和文)：

TiAl 基合金の耐酸化性および機械加工後の機械的強度を改善することを目的として、切削加工した TiAl 基合金に対して、Al コーティングと拡散処理を組み合わせた Al 拡散処理を行った。拡散処理中の金属間化合物層の生成過程を調べ、加工欠陥解消のための最適条件を検討した。さらに、Al 拡散コーティングの高温酸化雰囲気中での耐酸化性を明らかにし、本処理が TiAl 基合金の高温特性を改善に有効であることを示した。

研究成果の概要 (英文)：

To improve mechanical property and oxidation resistance of machined TiAl based alloys, Al diffusion treatment using Two-step process of an aluminum coating and a diffusion treatment was performed. The formation process of intermetallic layer during the diffusion treatment was investigated, and an optimum condition to resolve the machined defects was evaluated. In addition, the coating stability in high temperature oxidation was investigated.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	700,000	210,000	910,000
2010 年度	600,000	180,000	780,000
年度			
年度			
年度			
総計	1,300,000	390,000	1,690,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：溶射・コーティング・粒子積層プロセス

1. 研究開始当初の背景

TiAl 基合金の中でも Ti_3Al -TiAl の 2 相ラメラ組織を有する材料は、高温での比クリップ強度に優れるため、遠心力が加わる低圧ガスタービンブレードやエンジン関連部品の軽量耐熱材料として実用化が進められている。本合金は金属間化合物であるため室温での延性に乏しく曲面形状を有する部品は、精密鋳造によるニアネットシェイプで成型されているが、加工精度の面から最終的に

切削・研削による仕上げ加工が必要となるケースが多い。しかし、微小切込みの機械加工であっても加工時にラメラ組織や粒界に沿ったクラックや剥離が発生し易く、加工後の製品の疲労強度を低下させる原因となっている。一方で、本合金は上述の様な力学的特性に優れる反面、 800°C 以上での耐酸化性が不十分のため耐酸化性の改善も重要な課題の一つとなっており、表面処理や第 3 元素の添加が必要不可欠である。

2. 研究の目的

耐熱性に優れた TiAl 基合金は、ジェットエンジンや自動車用タービンブレードへの利用が望まれ、それらの部品を高精度で仕上げるために機械加工が必要とされる。ところが機械加工によって微小クラックが導入され、材料本来の強度が発揮できなくなることがある。本研究では、 $10\mu\text{m}$ 以下の Al 合金コーティングと拡散処理を組み合わせる Al 拡散処理法を機械加工面に適用し、寸法精度を維持できる条件内での表面処理により、機械加工部品の耐酸化性のみならず高温強度を高めることを目的として、表面近傍における Al の拡散挙動を調べた。さらに、Al 拡散処理した TiAl 基合金の耐酸化性および高温特性を調べた。

3. 研究の方法

(1) TiAl 基合金の作製 市販のスポンジチタンおよび高純度アルミニウムインゴットを Ar ガス雰囲気中でアーク溶解し、48at%Al のインゴットを作製した。アーク溶解装置は学内で共同利用が可能である。次に、 1400°C の真空中で 3h 均質化処理を行った後、炉冷することにより材料の均質化および全体を図 1 に示すように $\text{Ti}_3\text{Al-TiAl}$ ラメラ組織化させた。

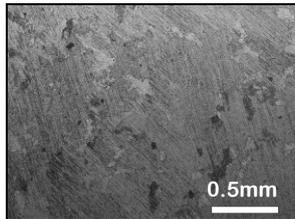


図 1 作製した TiAl 基合金の組織

(2) Al 拡散処理 ワイヤアーク溶射によるアルミニウムコーティングおよび拡散処理の 2 段階による Al 拡散処理を行った。拡散処理は高周波加熱を用いて $700^{\circ}\text{C}\sim 1100^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で行った。アルミニウム溶射した直後の TiAl 基合金の断面を図 2 に示す。溶射膜のため厚さにはばらつきがあるが、およそ $120\mu\text{m}$ の厚さのアルミニウム層がコーティングされている。コーティング界面には機械加工によるクラックが認められる。

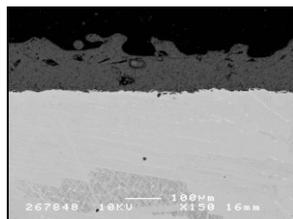


図 2 アルミニウム溶射した TiAl 基合金

(3) コーティング組織の評価 拡散処理中の金属間化合物層の生成過程および高温酸化雰囲気化における組織安定性の評価を行った。結晶構造解析には X 線ディフракトメータを用いた。また、コーティング中の組織に含まれる元素濃度分布の測定には X 線マイクロアナライザーを用いた。

(4) 耐酸化性の評価

大気中 900°C におけるサイクル酸化試験により、Al 拡散処理した TiAl 基合金の評価を行った。1 サイクルは 900°C 、30 分の加熱保持および炉例からなり、合計 200 時間の参加試験を行った。

(5) 加工欠陥近傍の組織評価

Al 拡散処理が加工欠陥に与える影響を明らかにするために、数個の加工クラック周辺の組織に焦点をあて、拡散処理と組織観察を繰り返しながらクラックの解消過程を調べた。

4. 研究成果

(1) Al 拡散処理中の金属間化合物層の生成 1100°C で拡散処理を 120-1800s までの範囲で行った試料の断面組織を図 3 に示す。表面のアルミニウム層は拡散処理中に溶解するため、コーティング層の厚さは 30 から $400\mu\text{m}$ 程度まで減少しており、いずれの拡散時間においても再表面は凹凸が多くなっている。XRD 解析から、再表面の相はそれぞれ、 TiAl_3 層、中間層は TiAl_2 および TiAl 相であることがわかった。図 4 は EPMA により測定した断面の Al および Ti の濃度分布である。Al 濃度に着目すると、拡散時間が短い場合には、段階的に減少していることがわかる。拡散時間が長時間になるほどステップ状の濃度分布から緩やかな濃度傾斜となっている。以上より、溶射後の拡散処理により、 TiAl_2 および TiAl 濃度傾斜層が生成することがわかった。

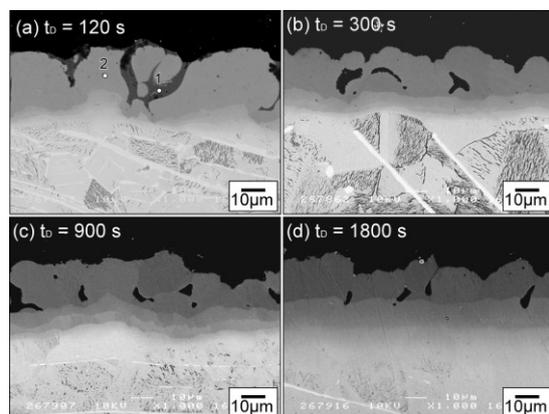


図 3 拡散処理で生成する金属間化合物層 (1100°C)

(2) 金属間化合物層の生成過程 Al 拡散処理における金属間化合物層の厚さ変化を図 5 に示す。TiAl₃相は拡散時間 120s までに急激に成長している。融点以上で加熱された溶射アルミニウム層は拡散初期に熔融し、母材との相互拡散が生ずる。本研究の Al 拡散処理

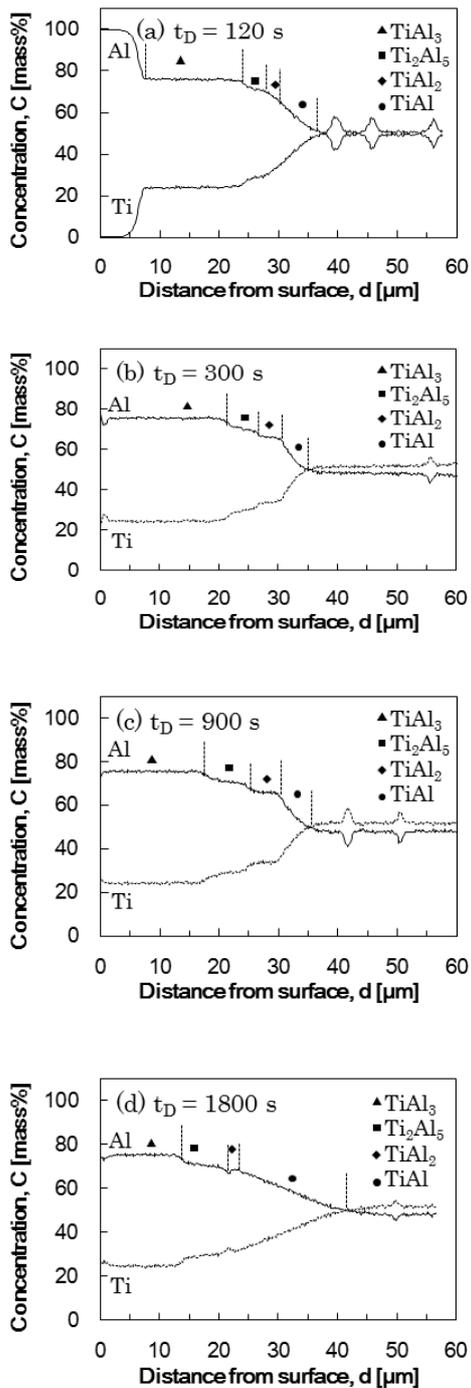


図 4 コーティング中の Al および Ti の濃度分布

では、母材の液相への拡散（溶出）を利用することで、短時間で金属間化合物層が生成できることがわかる。一方、中間層の厚さは拡散時間の 1/2 乗に比例して増加し、拡散初期に生成した TiAl₃ との固相拡散によって成長していることが明らかとなった。以上の結果から、TiAl 合金の Al 拡散処理における金属間化合物層の生成過程は以下のものであることがわかる。(1) 初期段階としてコーティングされた溶射アルミニウム層が熔融する。これに伴い母材中の Ti および Al が熔融アルミニウム層へ拡散する(図 6a)。同時に液相において TiAl₃ 相が旧気成長する(図 6b)。次に、TiAl₃ 相と母材との拡散により、TiAl₂ および Al リッチな TiAl 相が中間層として生成する(図 6c)。TiAl₃ 相を Al の拡散源として、中間層が成長する(図 6d)。

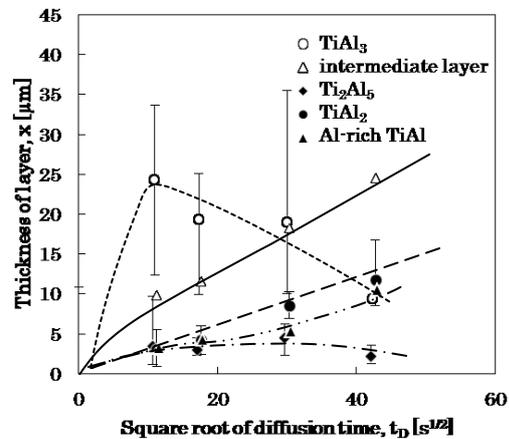


図 5 Al 拡散処理中における金属間化合物層の厚さ変化

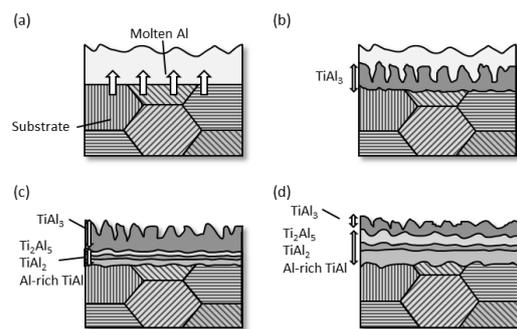


図 6 金属間化合物の生成過程

(2) 表面の組織に及ぼす拡散処理条件の影響 図 3 の断面写真から、コーティング層/母材界面には拡散処理により、中間層が生成していることがわかる。この中間層の厚さはおよそ 10μm~50μm 程度まで成長する。拡散に伴い Al コーティング直後に見られた、加

工欠陥は消失することから、中間層の生成が加工欠陥の解消に有効であることが予測される。しかし、高温での拡散処理を行った場合、拡散初期における $TiAl_3$ 相の急激な成長により表面は凹凸が大きくなる。図7は800°Cおよび700°Cで拡散処理を行った場合のコーティング層である。拡散温度が低いほど、コーティング層の凹凸は小さくなり緻密化していることがわかる。従って、耐酸化性およびクラック解消に効果的なコーティング層の生成には2段階の熱処理が必要であると思われる。

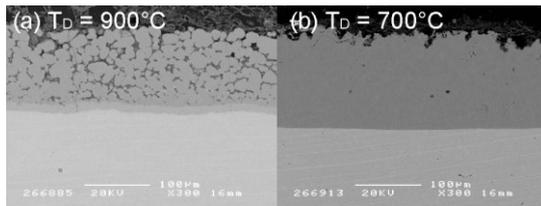


図7 900°C以下で拡散処理を行ったコーティングの断面写真

(3) コーティングの耐酸化性 Al 拡散処理した TiAl 基合金のサイクル酸化試験中における試験片の酸化増量を図8に示す。コーティングされていない試験片 (uncoated) に対して Al 拡散処理した試験片の重量増加は小さく、耐酸化性が改善されていることがわかる。Al 拡散処理した試験片 ($t_D=900s$, $t_D=3600s$) 酸化時間が 50 h 以下では、差は認められない。しかし、50h 以上の酸化では、長時間の Al 拡散処理を行った試験片の方が重量増加が小さく、耐酸化性に優れることがわかる。図9は酸化試験後のコーティングの断面写真である。900°Cの酸化によって、 $TiAl_2$ および $TiAl$ 相から成る中間層は $TiAl_2$ 単層へと変化した。中間層内部には酸化が認められないことから、本研究の Al 拡散処理が 900°C, 200 時間の酸化条件において、十分な耐酸化性を維持していることがわかる。

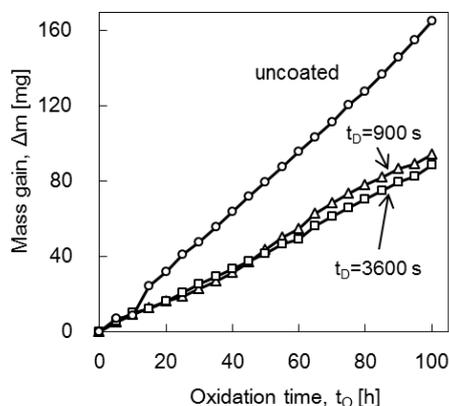


図8 大気中サイクル酸化試験の結果

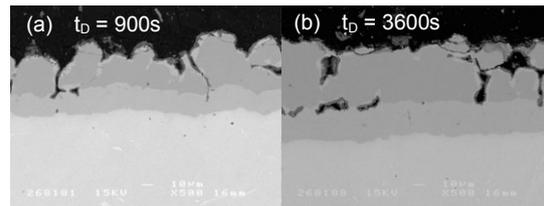


図9 酸化試験後のコーティング断面

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計4件)

- ① 八木崇弘、佐々木朋裕、渡辺健彦、柳沢敦、Oxidation Resistance of Al-rich Aluminide Coating on TiAl Based Alloy by Thermal Spray and Diffusion Treatment, Advanced Materials Research, 査読有, 2011, 印刷中.
- ② 八木崇弘、佐々木朋裕、渡辺健彦、柳沢敦、Oxidation Resistance of Al-rich Aluminide Coating on TiAl Based Alloy by Thermal Spray and Diffusion Treatment, Advanced Materials Research, 査読有, 2011, 印刷中.
- ③ 佐々木朋裕、八木崇弘、渡辺健彦、柳沢敦、Aluminizing of TiAl based alloy using thermal spray coating, Surface and Coating Technology, 査読有, Vol.205, 2011, pp.3900-3904.
- ④ 佐々木朋裕、八木崇弘、渡辺健彦 Aluminizing of TiAl based alloy using thermal spray coating, Materials Science Forum, 査読有, Vol.654-656, 2010, pp.1884-1887.

[学会発表] (計1件)

- ① 八木崇弘、佐々木朋裕、渡辺健彦、柳沢敦、アルミニウム溶射と拡散処理による TiAl 基合金への耐酸化コーティング, 金属学会 2010 年度秋季大会, 2010, 北海道大学.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

佐々木 朋裕 (SASAKI TOMOHIRO)

新潟大学・自然科学系・助教

研究者番号: 40432067