

機関番号：16301

研究種目：若手研究 (B)

研究期間：2009～2010

課題番号：21760559

研究課題名 (和文) β 型 Ti 合金の β' 相および Ti-Al のウィドマンシュテッテン組織形成機構の解明研究課題名 (英文) Formation of β' phase in a β Ti alloy and Widmanstätten structure in a Ti-Al alloy

研究代表者

阪本 辰顕 (SAKAMOTO TATSUAKI)

愛媛大学・大学院理工学研究科・講師

研究者番号：80403848

研究成果の概要 (和文)： β 型 Ti 合金 Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al (mass%) については、2段階の時効処理を施すことにより、1段階の時効では生成しない β' 相が生成する新たな相変態経路が見出され、新たな組織制御法につながる成果が得られた。Ti-48.5at%Al については、ウィドマンシュテッテン組織 (W 組織) の構成相の体積分率や晶癖面などの結晶学的性質を詳細に調べ、組織の微細化につながる W 組織の生成機構の基礎的なデータが得られた。

研究成果の概要 (英文)：As for β -type Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al (mass%) alloy, a new path of phase transformation was found. Two-step aging gives rise to precipitation of β' phase which does not precipitate during single-step aging. This result is important for controlling microstructure in β -type Ti alloys. As for Ti-48.5at%Al, crystallographic data of Widmanstätten structure, such as habit plane and volume fraction of constituent phases, were obtained. These results are important for clarifying mechanism of formation of Widmanstätten structure.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,500,000	750,000	3,250,000
2010年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：材料組織学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：チタン合金、時効析出、相分解、透過型電子顕微鏡

1. 研究開始当初の背景

(1) Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al (mass%) について
準安定 β 型 Ti 合金は、高温の β 相 (bcc) 領域で溶体化処理後、室温の (α + β) 2 相領域へ急冷すると、室温で β 相が準安定に凍結され、その後の時効処理により α 相 (hcp) を微細析出させることにより強度と靱性を制御することができる。そのため、 β 相の相分解過程に関する研究が種々の準安定 β 型 Ti 合金について行われている。 α 相を微細

析出させるために、核生成サイトとして転位や準安定相の利用が試みられている。準安定相として β' 相 (bcc) および ω 相 (hexagonal or trigonal) が報告されており、ともに α 相の核生成サイトとして機能することが報告されている。本研究の予備実験として、近年開発された Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al において溶体化処理を施した後 300°C で時効し、その後 500°C で時効すると β' 相が生成することがわかった。本合金においては β' 相が生

成することは報告されていない。

(1) Ti-48.5at%Al について

Ti-48.5Al 合金は 1400°C の α 相 (hcp) 領域で溶体化処理後、冷却速度に依存して α_2 相 (D019) (α 相と平行な方位関係を持つ) と γ 相 (L1₀) の析出形態が変化し、種々の微細組織が形成されることが知られている。これらはマッシュ組織 (M 組織)、ウィドマンシュテッテン組織 (W 組織)、ラメラ組織 (L 組織) と呼ばれている。M 組織、L 組織に比べて W 組織の生成機構に関して報告は少ない。W 組織は、L 組織と同様に α_2 相と γ 相とが並んだ組織をしており、 γ 相は α_2 相との間に Blackburn の方位関係を有する。しかしながら両組織において γ 相と α 母相との間の晶癖面が異なり、他方向に生成する。そのため組織微細化に利用できる可能性がある。L 組織においては α 母相の底面 (0001) が晶癖面となっているが、W 組織では明らかにされていない。L 組織は α 相においてショックレーの部分転位が 2 原子面ごとに走ることによりせん断的に hcp から fcc に相変態するといわれており、W 組織の内部でもそうなっている可能性が高い。

2. 研究の目的

(1) Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al について

2 段時効したときに生成する β' 相の生成機構を調べるとともに、 β' 相が α 相の核生成サイトとして働くかを調べる。

(2) Ti-48.5Al について

W 組織の組織学的性質 (晶癖面、構成相およびその体積分率、表面起伏) を明らかにすることにより、W 組織の形成機構を調べる。

3. 研究の方法

(1) Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al について

直径 12mm の丸棒から試料を 2mm の厚さに切り出し、次の熱処理を施した。850°C で 1.5ks 溶体化処理を施したのち、300°C で 1 段目の時効処理を行い、500°C で 2 段目の時効処理を行い氷塩水に焼入れた (2 段時効)。比較材として 300°C での 1 段目時効のみで氷塩水に焼入れた試料、および 1 段目に 500°C で時効したのち氷塩水に焼入れた試料を作製した。これらの試料を用いて、ビッカース硬度測定、光学顕微鏡観察、透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察を行った。

(2) Ti-48.5Al について

純 Ti と純 Al をアーク溶解で合金化し、Ti-48.5Al を作製した。10×5×1mm³ の直方体状試料を切り出し、石英管にアルゴン封入した。1400°C で 3.6ks 溶体化処理したのち空冷

した試料を作製した。これらの試料の上面と側面を光学顕微鏡観察し晶癖面の 2 面解析を行った。2 面解析には、ラウエ写真を併用した。また構成相の同定および晶癖面の観察を TEM 観察で行った。干渉顕微鏡により表面起伏の観察を行った。

4. 研究成果

(1) Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al について

溶体化処理のみを施した試料は β 相に焼入れ ω 相が生成していた。300°C で 1 段時効を施した試料は 2ks から硬度が増加し始め、これは時効 ω 相が析出しているためであることが TEM 観察から分かった。2 段時効において 500°C で時効した試料と 1 段時効で 500°C で時効した試料とを比較すると、2 段時効を施した試料の方が、硬度が早く増加し始めた。500s 後の硬度に大きな差が見られたので、TEM 観察を行った結果、2 段時効を施した試料のほうが多くの α 相が析出していた。このため 2 段時効の硬度が 1 段時効より高かったと考えられる。

2 段時効において α 相析出が促進された原因を調べるために、時効初期の試料の TEM 観察を行った。2 段目時効の 500°C で 50s の資料において、母相の {100} 面に沿って生成する析出物が見られた。制限視野電子回折図形においては β 相単相のようであるため、析出

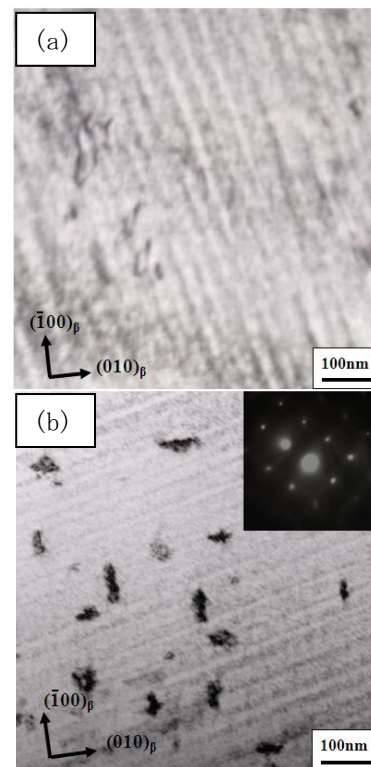


図 1 (a) 1 段時効 (溶体化処理 → 500°C 50s) および (b) 2 段時効 (溶体化処理 → 300°C 2ks → 500°C 50s) した Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al の明視野像。

物は母相と結晶構造が同じで格子定数がわずかに異なる β' 相であると考えられる(図1)。 β' 相を高分解能TEM観察すると、 β' 相は母相と整合していることが分かった。1段時効で500°Cで時効した場合、 β' 相は観察されず β 単相であった。時効時間を100sに伸ばすと、2段時効においては α 相が微細に析出し β' 相から核生成したと考えられる。そのため2段時効では α 相の析出が促進されたと考えられる。

β' 相は2段時効においてのみ観察されるため、1段目の ω 相析出が必要条件であると考えられる。そこで、1段目の300°C時効の時効時間を変化させた。300°Cで2ksおよび500ks時効した試料を500°Cで50s保持すると、ともに β' 相が析出したが、1段目の時効が長い試料の方が β' 相の析出が促進されていた。1段目の ω 相析出量が β' 相生成に影響を及ぼしていることが分かった。

以上の結果をもとに、 β' 相の生成機構を考察した。 ω 相は β 安定化元素の濃度が低いという過去の報告から、1段目の ω 相が析出することにより β 相中に β 安定化元素が分配されると考えられる。続いて2段目の500°Cに保持した場合、 ω 相は β 相に逆変態する。逆変態直後は β 相中の濃度が揺らいでいると考えられる。濃度の高い領域において β' 相が2相分離により生成したと考えられる。 β' 相が生成するためには、その前に ω 相が生成している必要があることが分かった。本合金において、 β' 相は初めて見出され、新たな相変態経路が見いだされた。

(2) Ti-48.5Al について

光学顕微鏡観察の結果、ラメラ組織(L組織)の中に多方向に生成したウィドマンシュテッテン組織(W組織)が観察された。W組織の晶癖面を光学顕微鏡とラウエ写真による2面解析にて調べた。L組織の晶癖面が α 相の(0001)であることから解析すると、W組織の晶癖面は(10 $\bar{1}$ 1)であることがわかった。晶癖面はTEMのトレース解析でも行い、同じ結果が得られた。他の研究者の報告では{55 10 8}という報告があるが、組成が異なることにより格子定数に違いあるためと考えられる。

TEM観察の結果、W組織はL組織と同様、 α_2 相と γ 相が並んでできていることが分かった。しかしながら、W組織においては α_2 相の幅がL組織と比較して狭く、体積分率が小さかった。また、W組織を挟むL組織は連続しておらず、先にW組織が生成したのちL組織があとから生成したと考えられる。状態図上では、 α_2 相と γ 相の共析温度の近傍で α_2 相の体積分率が低くなっていることから、この温度付近でW組織が生成したのち、温度が下がってからL組織が生成したと考えられ

る。

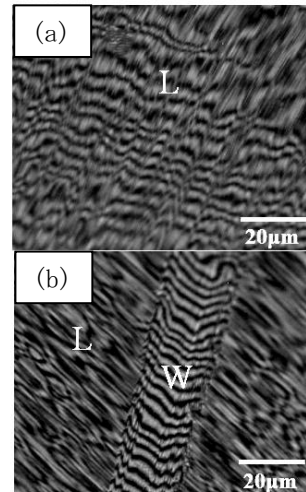


図2 (a)ラメラ組織(L)および(b)L組織中のウィドマンシュテッテン組織(W)の干渉顕微鏡写真.W組織の方が起伏が低い。

干渉顕微鏡で表面起伏の観察を行った結果、L組織にもW組織にも起伏が生成されていた。しかしながらW組織の起伏はL組織に比べて低かった(図2)。すなわち、W組織中の α_2 相の幅が狭いため、 α_2 相がせん断的に生成されたときに生じる起伏が小さいと考えられる。

晶癖面の異なる理由が生成温度域が異なることと考え、 α_2 相と γ 相の熱膨張率から格子定数を算出した。このときの晶癖面である α_2 相/ γ 相界面での原子配列はL組織のほうが整合性がよかった。したがって、晶癖面が異なる理由は α_2 相と γ 相の熱膨張率の違い以外にも存在すると考えられるが現在調査中である。

以上より、W組織の形成過程を考察した。1400°Cでは α 相単相であり、空冷すると共析点近傍でW組織が α 相の(10 $\bar{1}$ 1)に沿って生成し始め、続いてL組織が(0001)に沿って生成すると考えられる。W組織の生成する温度域において α_2 相の生成する体積分率が低いために α_2 相の幅が狭く起伏が低いと考えられる。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計2件)

1. T. Sakamoto, Y. Higaki, S. Kobayashi and K. Nakai, Precipitation of β' phase in a low cost beta titanium alloy, Mater. Sci. Forum, 査読有, 638-642 (2010) pp. 461-464.
2. Tatsuaki Sakamoto, Yuri Higaki, Sengo

Kobayashi and Kiyomichi Nakai,
Precipitation Behavior in a Low Cost
Beta Titanium Alloy During Aging, J.
the Japan Society for Heat Treatment,
査読有, 49 (2009) pp.800-803.

[学会発表] (計 12 件)

1. 阪本 辰顕, 桧垣 侑里, 仲井 清真,
小林 千悟, 準安定 β 型チタン合金
Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al の β' 相生成過
程, 軽金属学会秋期大会 (第 119 回),
2010 年 11 月 14 日, 長岡技術科学大学
2. 阪本 辰顕, 桧垣 侑里, 仲井 清真, 小
林 千悟, Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al におけ
る 2 段時効に伴う相分離, 軽金属学会中
国四国支部 第 2 回 講演大会, 2010 年
7 月 10 日, 岡山理科大学
3. 阪本 辰顕, 福留 裕太, 仲井 清真, 小
林 千悟, Ti - 48.5 at% Al 合金におけ
るウイドマンシュテッテン組織形成過
程, 日本金属学会春期講演大会 (第 146
回), 2010 年 3 月 29 日, 筑波大学
4. 阪本 辰顕, 福留裕太 (学部生), 仲井 清
真, 小林 千悟, Ti-48.5at%Al に生成し
たウイドマンシュテッテン組織の微細
組織解析, 軽金属学会秋期大会 (第 117
回), 2009 年 11 月 14 日, 東京電気通信
大学

6. 研究組織

(1) 研究代表者

阪本 辰顕 (SAKAMOTO TATSUAKI)
愛媛大学・大学院理工学研究科・講師
研究者番号: 80403848