

P09

固溶酸素量の異なる Ti-O 合金鑄造材のミクロ組織と力学特性

Microstructure and mechanical properties of Ti-O alloy castings with different amounts of solid solution oxygen

富山県立大学 (M2) 井端浩人, 伊藤 勉*, 物質・材料研究機構 戸田佳明

(M2) Hiroto IBATA, Tsutomu ITO* Toyama Prefectural University,
Yoshiaki TODA National Institute for Materials Science (NIMS)

ABSTRACT

The room and high temperature microstructures and room mechanical properties of Ti-O alloys with different oxygen solubilities are investigated. Microstructural observations show that a lamellar structure, thought to suppress dislocation motion, has developed within the very coarse antecedent β grains. Ti-0.05mass%O became equiaxed at 973K, while for Ti-1mass%O and Ti-2mass%O the lamellar grain size coarsened with increasing temperature. The high temperature microstructure, grain size coarsened with increasing temperature. Room temperature tensile tests, tensile stress and elongation to fracture decrease dramatically with increasing solid solution oxygen content. The degradation of room temperature mechanical properties with increasing oxygen concentration is thought to be due to solid strengthening by solid solution oxygen in the α -Ti grain.

1. 緒言

チタン (Ti) および Ti 合金は、優れた比強度、高耐食性、および生体適合性を有している。そのため、Ti および Ti 合金は、これらの特性を活かして、航空機、化学プラント、医療用機器などで活用されている。また、Ti および Ti 合金の力学特性の向上のため、種々のアプローチからの合金開発が盛んに進められている。

Ti 合金は、室温における構成相により、耐クリープ特性に優れた α 型合金、低剛性を発現可能な β 型合金、強度と延性に優れた $\alpha+\beta$ 型合金の3種類に分類される。Ti に対する各構成相の安定化元素として、B, Sc, Ga, La, Ce, Gd, Nd, Ge, Al, C, O, N は α 相安定化元素、Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Pd, Ag, W, Pt, Au, H, Be, Si, Sn, Pb, Bi, U, V, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, Re (Zr と Sn は中性元素とも分類される場合もある) β 相安定化元素として知られている。このように、Ti や Ti 合金の溶媒元素である Ti が高価であるとともに、添加元素によっては高価な元素が添加されるため、Ti 合金の更なる用途拡大を目的に、ユビキタス元素(資源的に豊富で不変に存在する安定供給が可能、かつ安価な元素)である酸素の活用を試みる。しかし、一般的には Ti に対する酸素添加は、室温における強度向上には大きく寄与するが、延性を著しく低下させることが報告されている²⁾。そのため、Ti および Ti 合金の精錬では酸素除去のためのコストが増加しているのが現状である²⁾。そこで、本研究では Ti への酸素添加は室温における脆化を招くが、高温部材としての Ti への酸素添加の効果に期待している。そこで本稿では、固溶酸素量の異なる Ti-0.05, 1.0, 2.0 mass%O 合金の高温引張試験直前の組織を観察するため熱処理を施した試料のミクロ組織観察と室温力学特性について調査した結果を報告する。

2. 方法

供試材として固溶酸素量の異なる Ti-O 合金鑄造材を用いた。酸素量は 0.05, 1.0, 2.0 mass%O である。これらの合金を超洗浄浮揚溶解炉で溶製し、鑄造インゴットを得た。Ti-0.05 mass%O 合金は日本工業規格における純チタンに相当する。これらの Ti-O 合金の高温引張試験直前組織のミクロ組織を観察するため、鑄塊から、 $\phi 10 \times 3$ mm の円盤状試料を放電加工機で切出した。観察試料を温度 873K, 973K に加熱した後、15 分間保持し、その後空冷した。観察面を自動研磨器(株式会社池上精機製 ISPP-1000)により、耐水エメリー紙(#400 と #1200)で粗研磨し、 $3 \mu\text{m}$ と $0.1 \mu\text{m}$ のアルミナ研磨剤とコロイダルシリカを用いてバフ研磨を行い、さらにマスターメットによる振動研磨(Buehler 社製 Vibriomet-2)を 2 時間施すことにより観察面を鏡面に仕上げた。この試料に対して、電解放出走査型電子顕微鏡(Field Emission Scanning Electron Microscopy: FE-SEM, 日本電子株式会社 JSM-7100F)と電子線後方散乱回折(Electron Backscattered Diffraction Pattern: EBSD, EDAX 社)を用いて組織観察を行った。EBSD 観察条件は、加速電圧 20 kV, 観察範囲 $1000 \mu\text{m} \times 1000 \mu\text{m}$, 電子線走査間隔 $0.3 \mu\text{m}$ で行った。さらに、各酸素固溶量の Ti-O 合金の力学特性を評価するため、室温引張試験を実施した。上述の鑄造インゴットから平行部長さ 10 mm, 平行部幅 4 mm, 板厚 2 mm にワイヤー放電加工機を用いて室温引張試験片を切出した。引張試験には、株式会社島津製作所 AGX-300kNV を用い、室温、大気中において初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ の試験条件で引張試験を行った。

3. 結果および考察

3.1 室温引張試験・高温引張試験直前の初期組織

Ti-0.05 mass%O 合金, Ti-1 mass%O 合金, および Ti-2 mass%O の室温と高温引張試験直前組織を観察するため、受入まま材と

高温引張試験温度 873 と 973 K で熱処理した試料の逆極点図 (Inverse Pole Figure: IPF)マップを Fig. 1 に示す。Ti-0.05mass%O 合金では温度 873 K においてラメラ組織は室温よりも微細化し、温度 973 K では再結晶によりラメラ組織から等軸組織となる。Ti-1mass%O 合金と Ti-2mass%O 合金の室温での初期組織は同一結晶方位のコロニー中にラメラ組織が観察されている。このラメラ幅は Ti-1mass%O 合金では約 10 μm , Ti-2mass%O 合金では約 50 μm である。間仁田らによると、同組成の Ti-O 合金の SEM 観察では、非常に粗大な結晶粒が観察されることが報告されていることから、 β 単相域からの冷却過程中に旧 β 粒内に α ラメラ組織が形成されたと考えられる。温度873 Kと973 Kではラメラ組織の幅はそれぞれ Ti-1mass%O合金では80 μm と108 μm , Ti-2mass%O合金では148 μm と 192 μm となり温度が上昇につれラメラ組織の粗大化が観察される。

3.2 室温環境下の Ti-O 合金の力学特性

各酸素固容量の Ti-O 合金の公称応力-公称ひずみ曲線を Fig. 2 に示す。各合金の引張強さは、Ti-0.05mass%O 合金で 367 MPa, Ti-1mass%O 合金で 126 MPa, Ti-2mass%O 合金で 74 MPa となり、酸素固容量が 1mass%以上では引張強さが劇的に低下する。一方、各合金の破断伸びは、Ti-0.05mass%O 合金では 15%, Ti-1mass%O 合金と Ti-2mass%O 合金で 2%となり、酸素固容量が 1mass%を超えると劇的に延性が低下する。特に、Ti-2mass%O 合金では、試験片を試験機に装着する際に破断してしまう場合もあり、チタンに対する酸素の添加は、室温においてチタンを脆化させることが改めて確認される。また、日本産業規格 (Japan Industrial Standards: JIS) の純チタン (JIS1 種) の引張強さと破断伸びは、それぞれ 270~410 MPa, 27%~である³⁾ことから、Ti-0.05mass%O 合金は JIS1 種の純チタン程度の力学特性を示している。

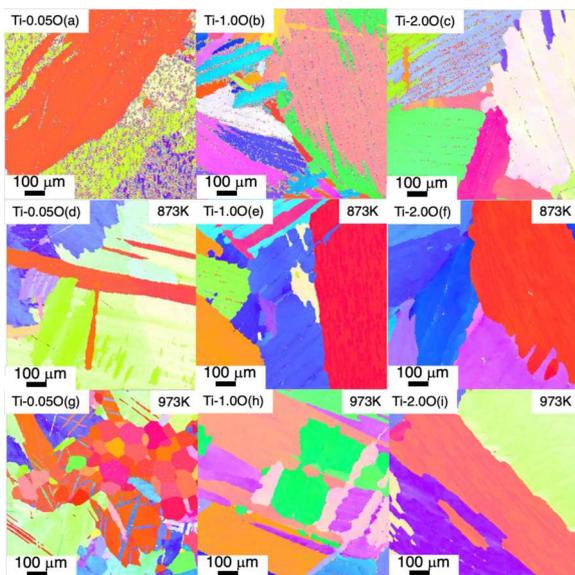


Fig. 1 IPF maps for Ti-0.05, 1.0, 2.0 mass%O alloys at room and high temperature.

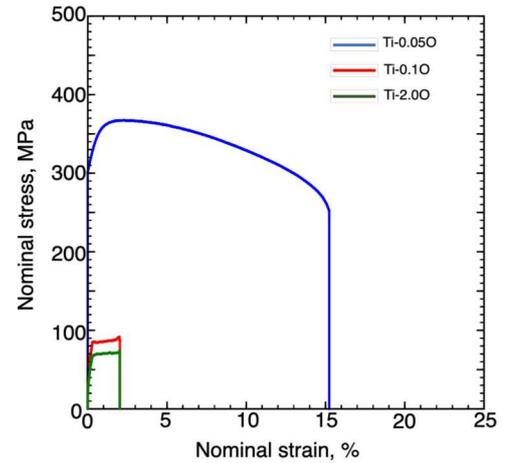


Fig. 2 Nominal stress vs. nominal strain curves for Ti-xmass%O (x=0.05, 1.0, and 2.0) alloys at room temperature.

4. 結言

酸素固容量の異なる Ti-O 合金の室温・高温マイクロ組織と力学特性を調査し、以下の結果を得た。

- [1] Ti-1mass%O, Ti-2mass%O の初期組織は同一結晶方位のコロニー中にラメラ組織が観察されている。このラメラの幅は Ti-1mass%O 合金では約 10 μm , Ti-2mass%O 合金では約 50 μm である
- [2] 本合金に形成したラメラ組織は、 β 単相域からの冷却過程中に旧 β 粒内に α ラメラ組織が形成されたと考えられる。
- [3] Ti-0.05mass%O では 973 K で再結晶により結晶粒が等軸化する。Ti-1mass%O 合金と Ti-2mass%O 合金では、温度が上昇するにつれラメラ幅は粗大化した。
- [4] 各合金の室温での破断伸びは、Ti-0.05mass%O 合金では 15%, Ti-1mass%O 合金と Ti-2mass%O 合金では 2%となり、酸素固容量が 1mass%を超えると劇的に延性が低下する。

参考文献

- 1) R. Boyer, G. Welsch, and E. W. Collings: Materials Properties Handbook: Titanium Alloys, ASM International, (2007), pp. 5-11.
- 2) Y. Chong, R. Gholizadeh, T. Tsuru, R. Zhang, K. Inoue, W. Gao, A. Godfrey, M. Mitsuhashi, J. W. Morris Jr., A. M. Minor, N. Tsuji: Nat. Commun., 10 (2023), pp.1-11
- 3) 日本チタン協会 HP: <http://www.titan-japan.com/technology/titanium.html>