

# マイクロ材料試験技術を用いた 耐熱チタン合金の塑性変形機構の解明

産業技術総合研究所 工学計測標準研究部門

主任研究員 田中 幸美

(2021年度 奨励研究助成 (若手研究者枠) AF-2021031-C2)

キーワード：チタン合金，微小材料試験，ナノインデンテーション

## 1. 研究の目的と背景

近年、地球温暖化の原因であるCO<sub>2</sub>の削減に向けて、輸送機器の軽量化が推進されているが、チタン合金は軽量で比強度が高いためその利用が増加している。チタン合金を構成する主要素は、最密六方構造の $\alpha$ 相および体心立方構造の $\beta$ 相である。チタン合金は添加元素や熱処理過程によってミクロな組織構造が変化し、それに伴って力学特性も大きく変化する<sup>1~2)</sup>。近年では、Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si (Ti-6242S)やTi-5.8Al-4.0Sn-3.5Zr-0.7Mo-0.5Nb-0.35Si-0.06C (IMI 834)など、耐熱性を向上させたチタン合金も開発されており、航空機エンジンの高圧コンプレッサ部品に適用されている<sup>3~4)</sup>。それらの合金は高温クリープ特性など巨視的な材料強度試験により高温下での有用性が評価されている。一方で、室温下においては、Dwell fatigue (応力保持を追加した場合の疲労特性)強度の低下が指摘されており、実際の疲労試験により実証されている<sup>5)</sup>。このように、室温下であっても高温下であっても、耐熱チタン合金の材料強度特性に関して巨視的な材料強度試験により検証されてはいるものの、変形挙動や強化機構については、いまだ不明確な部分が多い。耐熱チタン合金の塑性変形挙動のメカニズムを解明するには、微視的な領域に着目し、単一の結晶粒および粒界の影響や固溶元素の分布等を考慮する必要がある。

本研究では、微小試験片を用いた材料試験により、耐熱チタン合金であるTi-6242SおよびIMI 834の局所的な力学特性を評価し、塑性変形メカニズムを解明することを目指す。収束イオンビーム (FIB) 装置を用いて数十マイクロメートルサイズの微小試験片を作成し、引張試験や曲げ試験を行い、結晶粒のすべり系や粒界等の微細組織の影響について評価する。また、ナノインデンテーション試験により単一結晶粒の機械特性について評価する。本研究では、室温下および高温下での耐熱チタン合金の塑性変形挙動の違いについて検討する。また、室温下における耐熱チタン合金のDwell fatigue強度低下のメカニズムについて、微視的な観点から検討する。

## 2. 実験方法

### 2・1 微小試験片の作製

FIB装置を用いて、複数個の結晶粒を含む数十 $\mu\text{m}$ サイズの微小試験片を作成した<sup>6)</sup>。図1に作成した微小曲げ試

験片および微小引張試験片を示す。曲げ試験片は、断面が正三角形状であり、幅が10 $\mu\text{m}$ 、長さが40 $\mu\text{m}$ の試験片を作成した。また、引張試験片は、長さおよび幅がそれぞれ30 $\mu\text{m}$ と10 $\mu\text{m}$ になるよう作成し、グリップ部は微小引張試験機のグripper部にはめられるような形状を作成した。

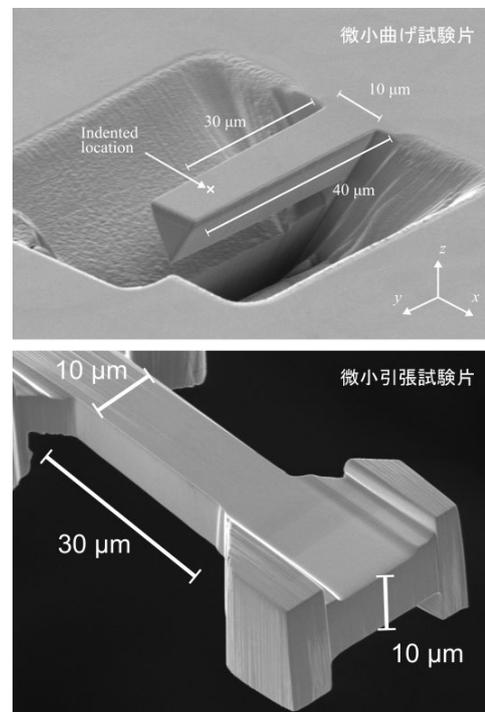


図1 作成した微小試験片<sup>6)</sup>

### 2・2 微小材料試験

微小試験片を作成後、チタン合金の微小曲げ試験および微小引張試験を行った。微小曲げ試験は、室温下では、保有のナノインデンテーション試験機 (ELIONIX, ENT-2100) を、高温下では、大阪産業技術研究所で借用したナノインデンテーション試験機 (Bruker, TI950 Triboindenter) を使用し、曲げ試験片の基部から30 $\mu\text{m}$ の位置で押し込み試験を行うことにより、曲げ試験を実施した。応力ひずみ曲線を取得するため、曲げ試験により得られた荷重変位曲線および曲げ試験片の形状から、応力とひずみを推定した。また、微小引張試験は、研究室が開発した微小引張試験機を利用して引張試験を行った。試験装置は変位制御方式で

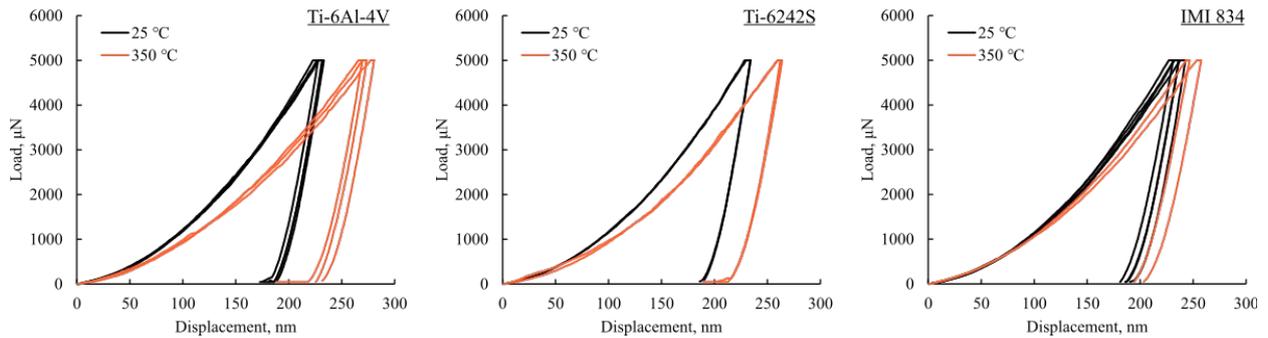


図2 ナノインデンテーション試験によるチタン合金の荷重変位曲線<sup>7)</sup>

あり、試験片位置を制御する xyz ステージ、荷重を測定するロードセル、変位制御が可能なピエゾアクチュエータおよび試験片をグリッパするグリッパ部から構成されている。引張試験においては、試験装置のグリッパ部に微小引張試験片をはめ込み、試験を実行した。

### 2・3 ナノインデンテーション試験

各結晶粒の弾性率および硬さ値を検証するために、ナノインデンテーション試験を行った。温度変化による結晶粒の機械特性を評価する際には、大阪産業技術研究所で借用したナノインデンテーション装置 (Bruker, TI950 Triboindenter) を用いて測定を行った。また、各結晶粒の機械特性のひずみ速度依存性を評価する際には、ひずみ速度を変更できるナノインデンテーション装置 (Nanomechanics, iMicro) を用いて測定を行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3・1 高温下でのチタン合金の変形機構<sup>6, 7)</sup>

耐熱チタン合金である Ti-6242S および IMI 834、および比較として一般的なチタン合金である Ti-6Al-4V に対して、室温下および高温下において微小材料試験を行い、温度による塑性変形挙動の違いについて検討した。

まず、結晶粒の機械特性の温度依存性を評価するため、25 °C および 350 °C においてナノインデンテーション試験を行った<sup>7)</sup>。図 2 にナノインデンテーション試験によって得られた荷重変位曲線を示す。なお、温度依存性のみに着目するため、C 軸が 70° 以上である  $\alpha$  結晶粒のみのデータを示している。全てのチタン合金において、25 °C よりも 350 °C の方が、最大押し込み深さが大きくなっているが、Ti-6Al-4V が一番大きい差を示した。また、図 3 に、測定された硬さ値の平均を示す。こちらも、温度依存性のみに着目するため、C 軸が 70° 以上である  $\alpha$  結晶粒に限定した場合の平均値を示している。硬さ値は、すべての合金において 350 °C の方が低い値を示していたが、その差は、Ti-6Al-4V が一番大きく、その後 Ti-6242S、IMI 834 と差が小さくなった。

次に、結晶粒のすべり挙動や粒界の影響に関する温度依存性を考慮するため、結晶粒を複数含む試験片による曲

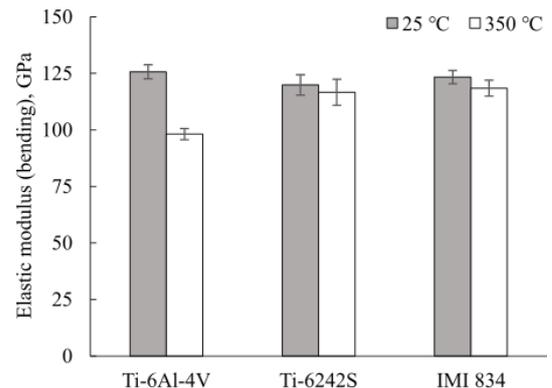


図3 硬さ値の温度依存性<sup>7)</sup>

げ試験を行った<sup>7)</sup>。図 4 に各チタン合金で生じたすべりを示す電子顕微鏡 (SEM) 画像および電子線後方散乱回折法 (EBSD) により解析した結晶方位を示す逆極点図方位 (IPF) マップを示す。 $\alpha$  結晶粒のすべりと温度の関係を検証するために、各合金において 25 °C と 350 °C でそれぞれ実験した試験片を比較して、同様の C 軸傾斜角を持つ結晶粒を例として示した。すべての合金において、25 °C および 350 °C で生じたすべりは同様であり、活性化されたすべり面が室温と高温の間で変わらなかった。また、図 5 に曲げ試験から得られた応力ひずみ線図から得た 0.2 % 耐力の結果を示す。すべての合金において、0.2 % 耐力は 350 °C での値が 25 °C よりも低い値を示していた。25 °C での 0.2 % 耐力は 3 つの合金全てを比較して大きな違いがなかったのに対し、350 °C では Ti-6Al-4V の 0.2 % 耐力が Ti-6242S や IMI 834 よりも明らかに低かった。

単一の結晶粒に対する評価が可能であるナノインデンテーション試験および結晶粒界を含んだ評価が可能である微小曲げ試験において、どちらも高温での塑性変形に対する耐性が IMI 834、Ti-6242S、Ti-6Al-4V の順で大きいという傾向を得た。したがって、高温環境下において、IMI 834 および Ti-6242S 合金では、チタン合金の複雑な微細構造に関係なく、各結晶粒が強化されていることが示唆された。Ti-6242S や IMI 834 では、固溶強化により高温環境下における  $\alpha$  結晶粒内のすべりの活動が抑制されたと考えられる。

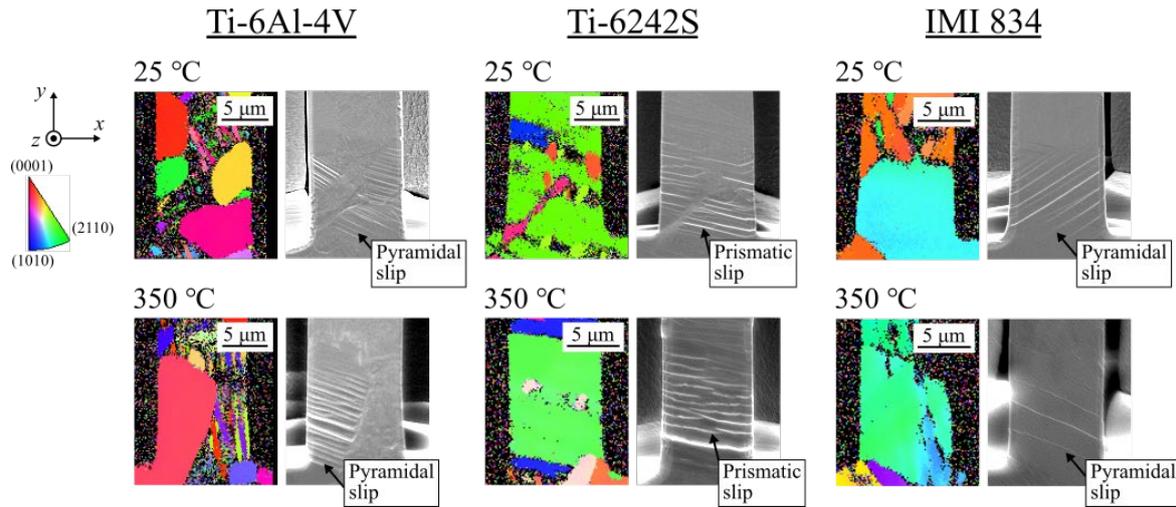


図4 25 °Cおよび 350 °Cでの微小曲げ試験結果の一例<sup>7)</sup>

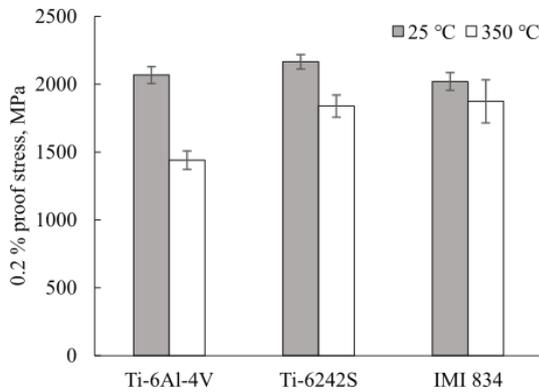


図5 微小曲げ試験から得た 0.2%耐力<sup>7)</sup>

### 3・2 耐熱チタン合金における室温下での Dwell fatigue 低下に関する検討<sup>6, 8)</sup>

耐熱チタン合金である Ti-6242S および IMI 834 は荷重保持を伴う室温環境下での疲労試験 (Dwell fatigue 試験) を行った場合、通常の疲労試験よりも疲労強度が大幅に低下することが指摘されている<sup>9, 10)</sup>。Dwell fatigue 強度低下の要因として、 $\alpha$  結晶粒の高い異方性により、硬い結晶粒と柔らかい結晶粒の境界で転位が蓄積し、硬い結晶粒側に応力集中が生じることで、破壊しやすくなることが推測されている<sup>5, 11)</sup>。また、Dwell fatigue 強度が低下するチタン合金の場合、結晶方位で区別された硬い結晶粒と柔らかい結晶粒のひずみ速度依存性が異なることが指摘されている<sup>12~13)</sup>。一方で、その多くがシミュレーションによる検討であり、実験的に評価されている例は少ない。また、ナノインデンテーション試験によるひずみ速度依存性の評価については Dwell fatigue 強度低下を引き起こす Ti-6242 と低下しない Ti-6246 での評価に限られており、その他のチタン合金では行われていない。したがって、本研究では、Dwell fatigue 強度の低下に影響を与える要因について明らかにすることを目的として、Dwell fatigue 強度の

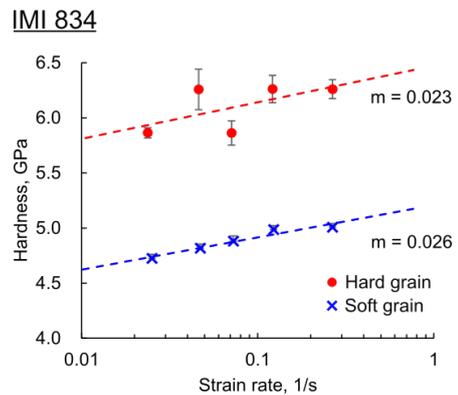
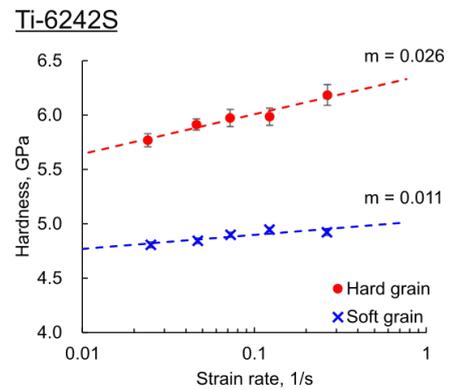
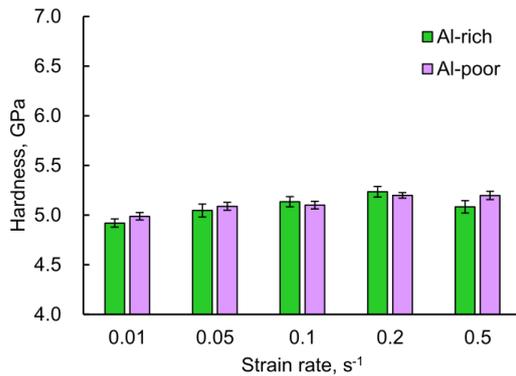


図6 ナノインデンテーションによるひずみ速度依存性評価 (C 軸角度で分けた場合)<sup>8)</sup>

低下を引き起こす Ti-6242S および IMI 834 に対して微小材料試験を行った<sup>6, 8)</sup>。

図6に、ナノインデンテーション試験によって得られた Ti-6242S と IMI 834 における各結晶粒のひずみ速度依存性を示している。先行研究では、六方晶の C 軸角度により硬い結晶粒と柔らかい結晶粒を区別していたため、本研究においても C 軸角度が  $30^\circ$  以下の結晶粒を硬い結晶粒、 $60^\circ$  以上の結晶粒を柔らかい結晶粒と定義して評価を行った。

### Ti-6242S



### IMI 834

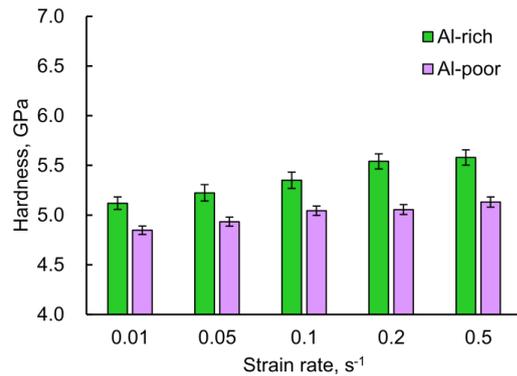
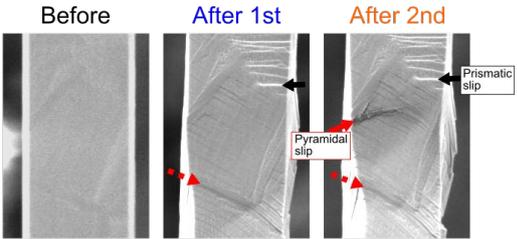
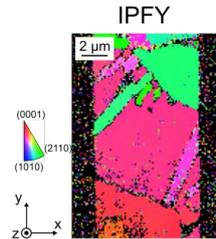
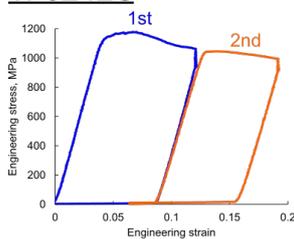


図7 ナノインデンテーション試験によるひずみ速度依存性の評価 (Al 濃度で分けた場合) <sup>8)</sup>

### Ti-6242S



### IMI 834

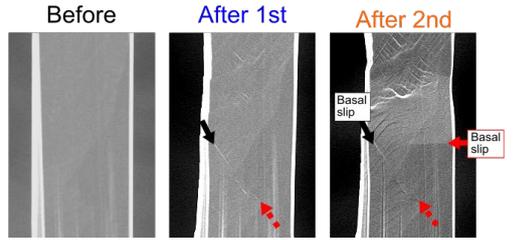
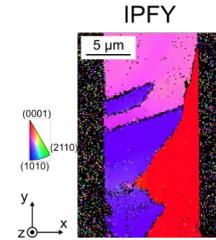
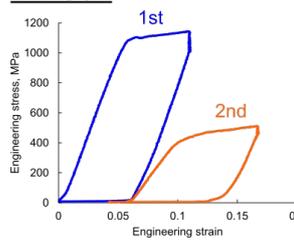


図8 荷重保持を伴う微小引張試験結果 <sup>6)</sup>

図6から、ひずみ速度依存性を表す指数  $m$  値は、Ti-6242S 合金においては硬い結晶粒と柔らかい結晶粒で違いがみられたのに対し、IMI 834 合金では  $m$  値に違いがほとんど見られなかった。同じ dwell fatigue 強度の低下を表す合金であっても、ひずみ速度依存性は異なる傾向を示した。そこで、単一結晶粒の硬さに影響を及ぼす要因として考えられる固溶元素に着目して評価を行った。図7は、エネルギー分散型X線分光 (EDS) 分析によって得られる元素マッピングを基に、結晶粒を Al 濃度の高い結晶粒と低い結晶粒に分けて評価した場合のひずみ速度依存性を示している。Ti-6242S においては、Al-rich 領域と Al-poor 領域の間で硬さ値はほとんど変わらなかったのに対し、IMI 834 においては、Al-rich 領域と Al-poor 領域で硬さ値に明確な違いが見られた。したがって、Al 濃度の違いによる硬さ値の違いが、図6で示したひずみ速度依存性の違いにも影響すると考えられる。Dwell fatigue 強度低下の要因となる各結晶粒のひずみ速度依存性の違いについて考慮するとき、単に結晶方位による違いだけではなく、固溶元素

濃度の分布による違いについても影響する可能性が考えられる。

また、実際に Ti-6242S および IMI 834 において、荷重保持によって引き起こされる実際の変形を評価するために、荷重保持を伴う微小引張試験を行った。変形過程を調査するため、120 秒間の荷重保持 (試験機の都合上、実際には変位保持) を伴う引張試験を2回行った。図8に荷重保持を伴う微小引張試験の応力ひずみ線図および SEM 像を示す。Ti-6242S および IMI 834 とともに1回目よりも2回目の方が降伏する応力が低くなっていることが分かる。また、結晶方位を表す IPFY マップおよび SEM 像を比較すると、引張試験2回目後では、柔らかい結晶粒 (IPF 図では緑や紫で示されている) から硬い結晶粒 (IPF 図では赤で示されている) にかけて大きく亀裂が生じているように確認される。柔らかい結晶粒で発生した変形により硬い結晶粒での変形が誘導されたように確認され、今までシミュレーションで考えられてきた理論と同様の変形挙動が実験的にも生じることが示唆された。

#### 4. 結論

本研究では、航空機用エンジン材料として用いられている耐熱チタン合金を対象に、微小材料試験を用いて、微細構造の影響を考慮した変形機構を明らかにすることを目的とした。ナノインデンテーション試験を用いて、各結晶粒の機械的特性を評価するとともに、微小曲げ試験および微小引張試験を用いて、数個の結晶粒を含む試験片に対して材料力学試験を行い、微細構造の不均一性を考慮に入れた変形挙動評価を行った。これらの試験、評価で得られた知見を総合し、耐熱チタン合金の塑性変形メカニズムに関する知見を得た。

#### 謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団 2021 年度奨励研究助成（若手研究者枠）により遂行されたものであり、ここに記して深甚なる謝意を表します。また、本研究の遂行にあたり、多大なご助言、ご協力を頂いた産業技術総合研究所の原田祥久博士、服部浩一郎博士に心より御礼申し上げます。さらに、実験に際しご協力いただいた産業技術総合研究所の名越貴志博士、大阪産業技術研究所の小島淳平博士に御礼申し上げます。

#### 参考文献

- 1) I. Polmear, D. StJohn, J.-F. Nie, M. Qian: Light Alloys, fifth ed. (2017) Elsevier
- 2) C. Leyens, M. Peters: Titanium and titanium alloys: fundamental and applications (2003) Wiley-VCH
- 3) 小柳禎彦：まてりあ, 58 (2019) 188-192
- 4) R.R. Boyer: Materials Science and Engineering A, 213 (1996) 103-114
- 5) M.R. Bache: International Journal of Fatigue, 25 (2003) 1079-1087
- 6) 田中幸美：微小力学試験を用いたチタン合金の変形機構解明に関する研究 (2022) 筑波大学博士論文
- 7) Y. Tanaka, K. Hattori, Y. Harada: Metallurgical and Materials Transactions A, 53 (2022) 3827-3832
- 8) Y. Tanaka, K. Hattori, Y. Harada: Materials Characterization, 190 (2022) 112055
- 9) M.D. Zhang, J.X. Cao, X. Huang: Scripta Materialia, 186 (2020) 33-38
- 10) K.U. Yazar, S. Mishra, A. Bhattacharjee, S. Suwas: Metallurgical and Materials Transactions A, 51 (2020) 5036-5042
- 11) A.J. Ready, P.D. Haynes, B. Grabowski, D. Rugg, A.P. Sutton: Proceedings of the Royal Society A, 473 (2017) 20170189
- 12) T.-S. Jun, D.E.J. Armstrong, T.B. Britton: Journal of Alloys and Compounds, 672 (2016) 282-291
- 13) Z. Zheng, D.S. Balint, F.P.E. Dunne: Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 96 (2016) 411-427