

## 技術論文



Technical Paper

# TiAl 合金のマイクロ組織およびき裂進展特性に及ぼす HIP 処理の影響

小柳禎彦<sup>\*1</sup>, 高林宏之<sup>\*1</sup>, Michael Sweeney<sup>\*2</sup>, Paul Bowen<sup>\*2</sup>

## Influence of HIP Treatment on Microstructure and Crack Propagation Behaviour in Titanium Aluminide Alloy

Yoshihiko Koyanagi, Hiroyuki Takabayashi, Michael Sweeney, and Paul Bowen

### Synopsis

A turbine wheel material for automotive application is required high temperature properties because of operating under high temperature over 900 °C and wide range of temperature. Therefore, it is important to recognize fracture mechanism at wide range of temperature. On the other hand, although HIP treatment is recommended for the titanium aluminide components as aircraft parts to enhance the reliability, it would influence the microstructure and mechanical properties because of the high temperature processing. However, there is not enough knowledge of the influence of HIP treatment on microstructure and crack propagation behaviour at wide range of temperature in casting TiAl alloys for turbine wheels of automobiles. In this study, the influence of HIP treatment in a casting TiAl alloy, DAT-TAl, for turbine wheels on microstructure and crack propagation behaviour up to 1000 °C was investigated. Equiaxed gamma ( $\gamma$ ) phases precipitate at lamellar colony boundary and alpha 2 ( $\alpha_2$ ) spacing increases by HIP treatment. The threshold of stress intensity range ( $\Delta K_{th}$ ) of HIPed condition is slightly lower than that of as-cast condition at high temperature even though it is not found the difference of crack growth rate in both conditions.

## 1. 緒言

TiAl 合金は、L1<sub>0</sub> 構造の TiAl ( $\gamma$ ) 相と D0<sub>19</sub> 構造の Ti<sub>3</sub>Al ( $\alpha_2$ ) 相で構成される金属間化合物であり、Ni 基超合金の約半分の密度で優れた高温特性を有するため、1980 年代から Ni 基超合金の代替耐熱材料として実用化が検討されてきた。現在、TiAl 合金鑄造材は、航空機用ジェットエンジンの低圧タービンプレードや自動車用ターボチャージャーのタービンホイールとして実用化されているが、実際には、用途に応じて使用環境が異なるため、使用されている TiAl 合金も異なっている。

航空機用ジェットエンジンの低圧タービンプレードは使用環境が 700 °C までであり、疲労特性および靱延性に優れた微細な Duplex (デュプレックス) 組織 (等軸  $\gamma$  相 + 微細ラメラ ( $\gamma / \alpha_2$ ) コロニー) 形態の TiAl 合金が用いられる。

一方で、自動車用ターボチャージャーのタービンホイールの使用環境は 900 °C 以上にも到達し、最大で毎分 20 万回転以上で高速回転するため、遠心力に対するクリープ特性がまず要求される。そのため、タービンホイールではデュプレックス組織より高温強度に優れた粗大な全面ラメラ組織 ( $\gamma / \alpha_2$  層状組織) 形態の TiAl 合

2015年5月29日受付

\* 1 大同特殊鋼(株)研究開発本部 (Daido Corporate Research &amp; Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

\* 2 School of Metallurgy and Materials, The University of Birmingham, Edgbaston, UK

金が用いられる。また、タービンホイールはアクセルのオンオフに伴い、排ガスの流量が変化するため、回転速度が変動し、回転運動に伴う負荷や環境温度が繰り返し変動する。TiAl 合金は全般に高温においても靱延性が低いため、繰り返し負荷や広範囲の温度域での破壊メカニズムを理解することが重要である。これまでTiAl 合金の破壊靱性やき裂進展特性に及ぼすラメラ組織の影響に関する研究は多数報告<sup>1)~3)</sup>されているものの、航空機用ジェットエンジンの低圧タービンプレード用途を想定したデュプレックス組織に関する報告が多く、タービンホイールのような粗大な全面ラメラ組織を有するTiAl 合金に関する報告は少ない。また、TiAl 合金の casting 材では内部欠陥発生を前提として、熱間等方圧加圧 (HIP: Hot Isostatic Pressing) 処理により内部欠陥を除去することがあるが、HIP 処理時に高温高圧環境に曝されるため、組織変化を伴うものの、タービンホイールに用いられている粗大な全面ラメラ組織を呈する casting TiAl 合金に HIP 処理を実施し、HIP 処理前後の組織変化とき裂進展特性との関係性を調査した報告はほとんどない。

そこで、本研究では、自動車用タービンホイールとして実用化されている casting TiAl 合金 DAT-TA1 において HIP 処理前後の組織および引張特性への影響を調査するとともに、HIP 処理が広範囲の温度域におけるき裂進展特性に及ぼす影響を調査した。

## 2. 実験方法

### 2. 1 供試材

Table 1 に供試材の成分組成を示す。供試材は、ディーゼルエンジンや比較的排ガス温度の低いガソリンエンジンのターボチャージャー用タービンホイールとして開発した TiAl 合金 (DAT-TA1) であり、Nb 添加による耐酸化特性の向上と、Si 添加によるクリープ特性改善を図った合金である。供試材をレビテーション溶解と減圧 casting 法を組み合わせたレビキャスト法<sup>4)</sup>により、Fig. 1 に示す  $\phi 14 \text{ mm} \times 90 \text{ mm}$  (平行部: 直径  $\phi 10 \text{ mm} \times$  長さ  $30 \text{ mm}$ ) のダンベル型試験片を casting した。マイクロ組織の影響を調査するため、 $150 \text{ MPa}$  の圧力下で  $1260 \text{ }^\circ\text{C}$  で 4 時間保持の HIP 処理を行い、 casting まま状態 (as-cast 材) および HIP 処理状態 (HIPed 材) で各種試験に供した。

Table 1. Chemical composition (mass%).

Material	Ti	Al	Nb	Cr	Si	O
DAT-TA1	Bal.	33.4	4.76	0.99	0.21	0.06

### 2. 2 試験方法

HIP 処理有無による組織への影響を確認するため、ダンベル型試験片のマクロ組織および平行部の  $1/4$  直径部を鏡面研磨後にフッ硝酸水溶液 (フッ酸水溶液: 硝酸水溶液: 水 = 2: 4: 100) で腐食し、マイクロ組織を観察した。また、引張特性への影響を確認するため、インストロン型試験機を用いて、室温、 $700 \text{ }^\circ\text{C}$  および  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  で引張試験を実施した。

Fig. 2 に示す試験方法および試験片形状の 4 点曲げ疲労試験により、き裂進展特性を調査した。き裂進展試験は油圧式サーボ試験機 (Instron 8501) を用い、室温、 $700 \text{ }^\circ\text{C}$  および  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  の大気中で周波数  $15 \text{ Hz}$ 、応力比  $R=0.1$  ( $R=K_{max}/K_{min}$ ) で実施した。試験は十分低い応力拡大係数範囲 ( $\Delta K=K_{max}-K_{min}$ ) から開始し、き裂進展が生じない場合は  $0.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  ずつ  $\Delta K$  を増加させ、き裂進展が開始する直前の  $\Delta K$  を下限応力拡大係数範囲 ( $\Delta K_{th}$ ) とした。き裂進展開始後は繰り返し負荷応力は一定とし、き裂進展に伴って自動的に  $\Delta K$  を増加させた。き裂の進展は ASTM E647 および ASTM E1457 に規定されているポテンシャル法 (電位差法) にて測定した。試験片は、ダンベル型試験片から板状試験片 (厚さ  $4 \text{ mm} \times$  幅  $8 \text{ mm} \times$  長さ  $70 \text{ mm}$ ) を採取し、中央部に  $\phi 30 \text{ }\mu\text{m}$  の放電ワイヤーでノッチを作製した。ノッチは Fig. 3 に示すように幅約  $0.1 \text{ mm}$ 、深さ約  $1 \text{ mm}$  である。TiAl 合金では、放電加工後の表面には  $10 \text{ }\mu\text{m}$  以下の微細クラックが形成されるため、放電加工のまま得られた  $\Delta K_{th}$  が予き裂を形成した場合と同等であることが報告<sup>4)</sup>されている。本研究においても Fig. 4 に示す通り放電加工後の表面で数  $10 \text{ }\mu\text{m}$  の微細クラックが確認されており、き裂進展試験前に予き裂を付与せず、放電加工のまま試験を実施した。しかし、本方法は一般的なき裂進展特性の評価手法ではなく TiAl 合金でのみ適用可能な点に注意が必要である。

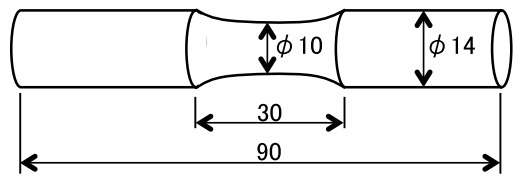


Fig. 1. Schematic drawing of bar specimen. unit : mm

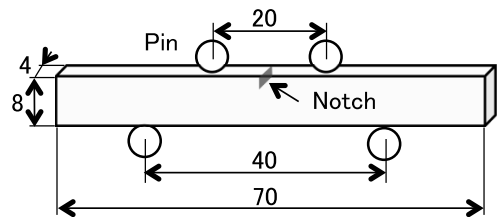


Fig. 2. Crack propagation test method and schematic drawing of square specimen. unit : mm

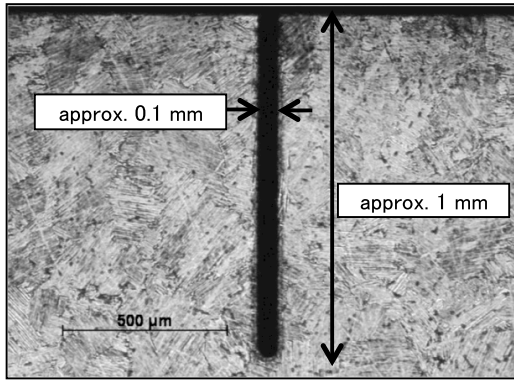


Fig. 3. Typical notch produced by EDM.

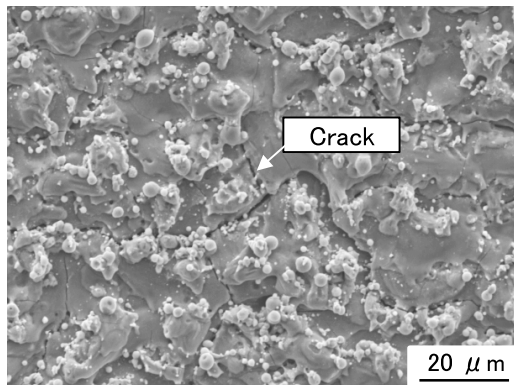


Fig. 4. Surface of specimen after EDM.

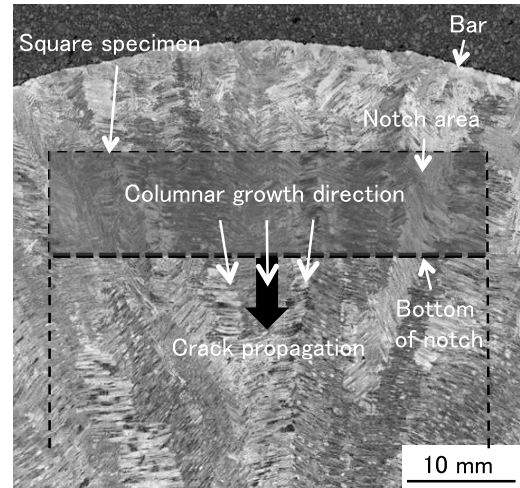


Fig. 6. Relationship between macrostructure and notch position.

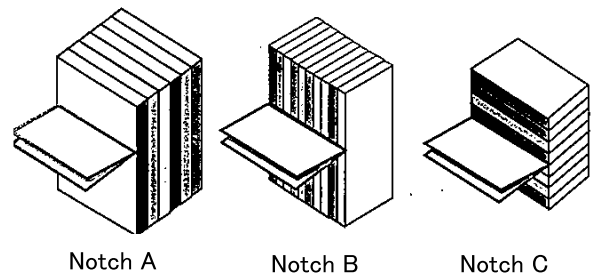


Fig. 7. Crack propagation type related with lamellar orientation<sup>5)</sup>.

### 3. 結果および考察

#### 3. 1 マクロ/マイクロ組織

Fig. 5 に、ダンベル型試験片のマクロ組織を示す。試験片のマクロ組織は、表層から内部に向けて発達した柱状晶が認められ、内部には等軸晶が認められる。なお、HIP 処理後においてもマクロ組織は変化しない。

Fig. 6 に、き裂進展試験片採取部のマクロ組織状態を示す。試験片はダンベル型試験片の中央から採取しており、切欠き部は表層から 1 mm 程度内部の柱状晶組織に該当する。同部は、Fig. 7 に示す TiAl 合金の種々のラメラ方位におけるき裂進展タイプの Notch A<sup>5)</sup> に近く、き裂進展方向とラメラ方位が 45 ~ 90 度の角度を成しており、ラメラコロニー内を横断するようにき裂が進展すると考えられる。

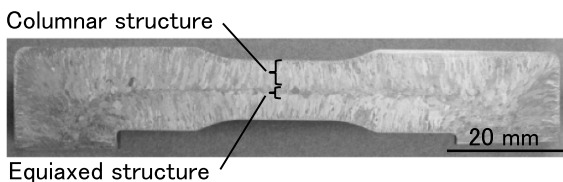


Fig. 5. Macrostructure of bar specimen.

Fig. 8 に、SEM によるマイクロ組織観察結果を示す。as-cast 材はほぼ全面ラメラ組織を呈しているが、HIPed 材では、ラメラコロニー間に等軸粒の形成が多く認められる。この等軸粒は SEM-EDX による組成比 (Ti : Bal, Al : 35.6, Nb : 4.8, Cr : 0.7, Si : 0.2, mass%) が (Ti, Nb, Cr) : Al = 1 : 1 (mol% 比) であり、 $\gamma$  相と考えられる。また、HIP 処理によらず柱状晶はラメラコロニーにより形成されており、各ラメラコロニーにおいてラメラ方位は同一であることがわかる。

Table 2 に as-cast 材と HIPed 材のラメラコロニーサイズ、ラメラ間隔として  $a_2$  相間隔の平均値、等軸  $\gamma$  相のサイズおよび面積率を示す。ラメラコロニーサイズは、as-cast 材と HIPed 材で 387  $\mu\text{m}$  および 379  $\mu\text{m}$  とほとんど変化しないが、ラメラコロニー内の  $a_2$  相間隔およびラメラコロニー境界部の等軸  $\gamma$  相の面積率は、as-cast 材で 1.08  $\mu\text{m}$  および 2.9 % だが、HIPed 材では 1.43  $\mu\text{m}$  および 25.4 % と、HIP 処理により  $a_2$  相間隔が広がり、ラメラコロニー境界部の等軸  $\gamma$  相が増加することが分かる。

Fig. 9 に状態図計算ソフト Thermo-Calc (TIAL-DATA ver. 1) により作成した, Ti-XAl-4.8Nb-1.0Cr-0.2Si 系における計算状態図を示すが, HIP 処理が実施される 1260 °C は ( $\alpha + \gamma$ ) 領域であり, HIP 処理中に等軸  $\gamma$  相が増加し,  $\alpha$  相間隔が増加することで最終的に  $\alpha$  相の規則化相である  $\alpha_2$  相間隔が増加することが明確となった. よって, HIPed 材で認められた等軸  $\gamma$  相は, HIP 処

理中に析出したと考えられる. なお, 航空機ジェットエンジン用低圧タービンブレードの組織形態であるデュプレックス組織 (等軸  $\gamma$  相 + 微細ラメラコロニー) では, HIP 処理により等軸  $\gamma$  相が 95 % 以上となることが報告<sup>6)</sup> されている. 一方で, 900 °C 以上の高温での使用を想定した供試材 DAT-TA1 は, HIP 処理後の等軸  $\gamma$  相が 25.4 % と HIP 処理による組織変化が比較的小さい.

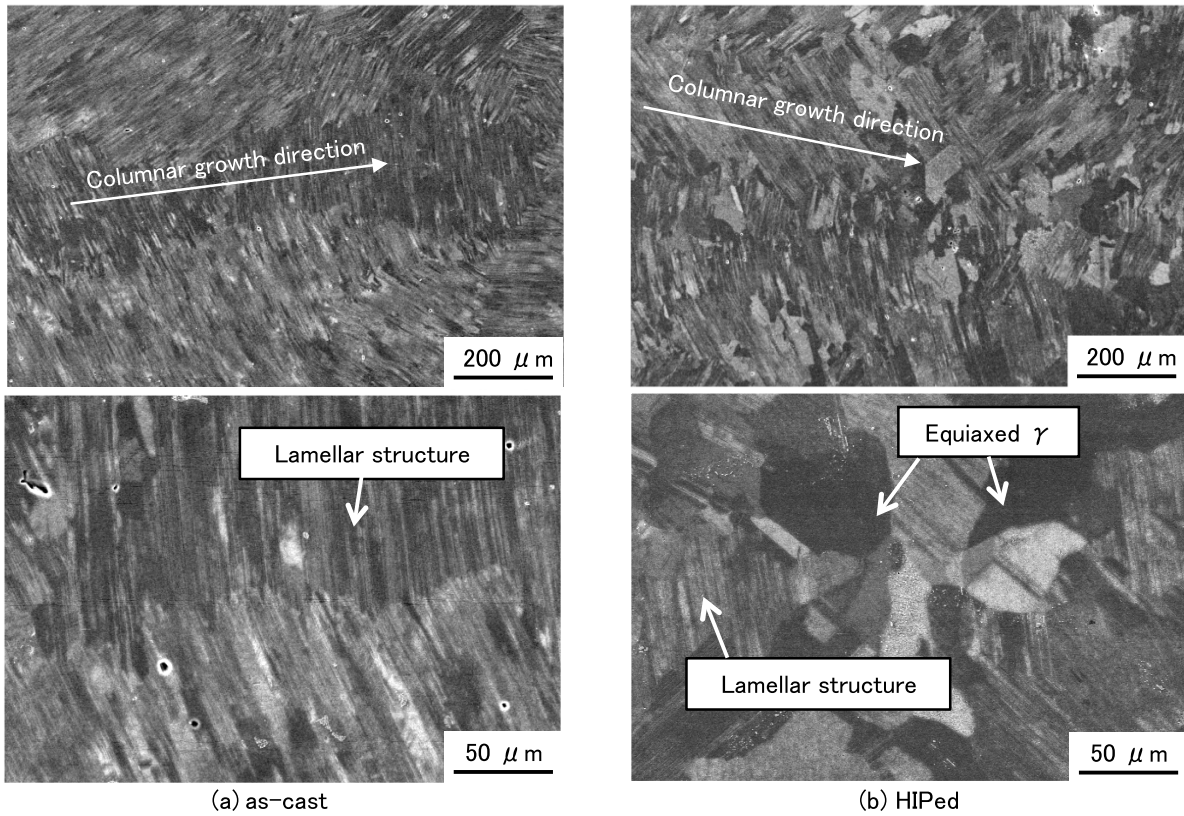


Fig. 8. Scanning electron micrographs of microstructure of as-cast (a) and HIPed (b).

Table 2. Characteristics of microstructure in as-cast and HIPed.

Condition	Micro-structure	Lamellar colony size ( $\mu\text{m}$ )	$\alpha_2$ spacing ( $\mu\text{m}$ )	Equiaxed $\gamma$ phase	
				Area fraction (%)	Size ( $\mu\text{m}$ )
as-cast	FL	387	1.08	2.9	16.8
HIPed	FL+Eq. $\gamma$	379	1.43	25.4	23.3

FL : Fully lamellar, Eq.  $\gamma$  : Equiaxed gamma

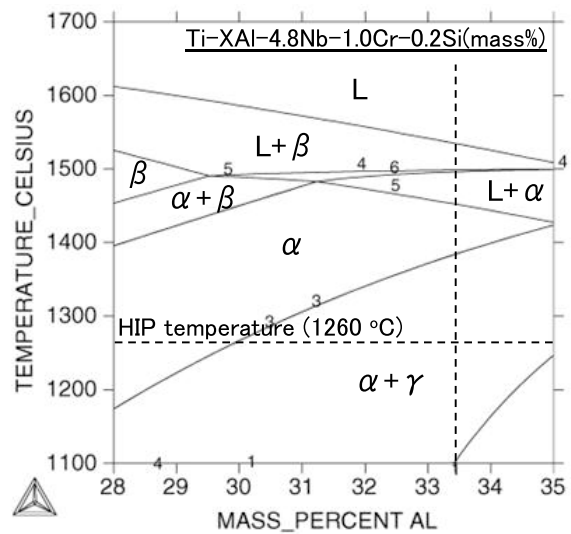


Fig. 9. Calculated phase diagram of Ti-XAl-4.8Nb-1.0Cr-0.2Si system by Thermo-Calc.

### 3. 2 引張特性

Table 3 に、室温、700 °C および 1000 °C での引張特性を示す。HIPed 材は 700 °C までは as-cast 材と引張強度は同程度で、0.2 % 耐力は低く、延性が高い。しかし、1000 °C では延性が急激に増加する一方で、引張強度は低下する。TiAl 合金の強度に及ぼす因子としてラメラコロニーサイズ) や  $a_2$  相間隔の影響は多数報告<sup>7-9)</sup> されており、いずれも Hall-Petch 則に従い、コロニーサイズが微細あるいは  $a_2$  相間隔が小さいほど強度が高いことが確認されている。本実験では、HIP 処理によりラメラコロニーサイズはほとんど変化しないが、 $a_2$  相間隔の広がり、強度低下に影響していると考えられる。さらに、供試材は HIP 処理により等軸  $\gamma$  相が析出しており、等軸  $\gamma$  相はラメラ組織より高温強度が低く、延性が高いことから、等軸  $\gamma$  相の析出も強度低下に影響したと考えられる。

Table 3. Tensile properties of as-cast and HIPed.

Condition	Temperature (°C)	0.2 % proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction in area (%)
as-cast	RT	416	420	0.7	1.4
	700	346	438	1.5	2.2
	1000	179	338	14.9	20.4
HIPed	RT	366	433	1.6	1.9
	700	332	442	2.9	3.2
	1000	162	283	57	58.5

### 3. 3 き裂進展特性

#### 3. 3. 1 き裂進展経路

Fig. 10 に一般的な金属材料のき裂進展挙動の模式図を示すが、き裂進展速度は進展開始直後に急激に上昇 (Region I) し、安定成長 (Region II) を経て急速破断 (Region III) に至る。しかし、本実験において特に室温では、 $\Delta K$  の増加とともにき裂進展開始初期から安定的に疲労き裂が成長する脆性材料の特徴が認められる。Fig. 11 に代表的なき裂進展初期の挙動を示すが、いずれの条件においても、き裂はラメラコロニー内を横断するようにき裂進展を開始する。

Fig. 12 に室温および 700 °C のき裂進展経路を示す。いずれの状態も室温では経路の蛇行が多いものの、700 °C では経路の蛇行は少なく、直線的に進展している。また、Fig. 13 に示すように、室温試験後の HIPed 材の破

面観察で、ファセット状の破面が認められる。HIPed 材のファセット状破面は、破面観察での面積率 (27.2 %)、粒サイズ (20.2  $\mu\text{m}$ ) および SEM-EDX による組成比 (Ti : Bal, Al : 36.6, Nb : 4.5, Cr : 0.9, Si : 0.1, mass%) から、マイクロ組織で特定した等軸  $\gamma$  相とよく一致し、ファセット状破面は等軸  $\gamma$  相を進展したものと考えられる。Fig. 14 に SEM による室温試験後の破面観察で認められたき裂進展部を示すが、き裂進展部で認められる凹凸間隔は as-cast 材で 1.14  $\mu\text{m}$ 、HIPed 材で 1.39  $\mu\text{m}$  と  $a_2$  相間隔とよく一致する。よって、き裂は  $\gamma$  相内を伝播して  $\gamma / a_2$  界面で一旦停留し、負荷の増大とともにき裂が進展したと考えられる。

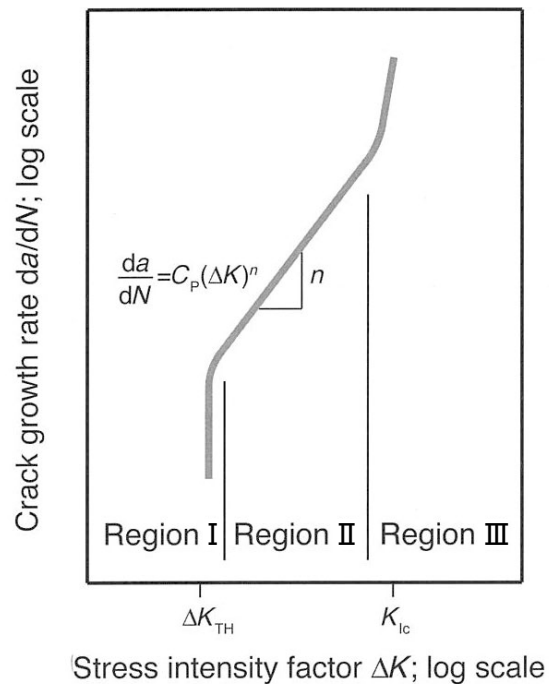


Fig. 10. Schematic representation of fatigue-crack-growth characteristics<sup>10)</sup>.

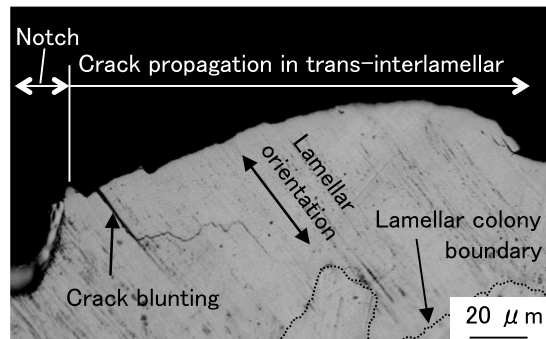
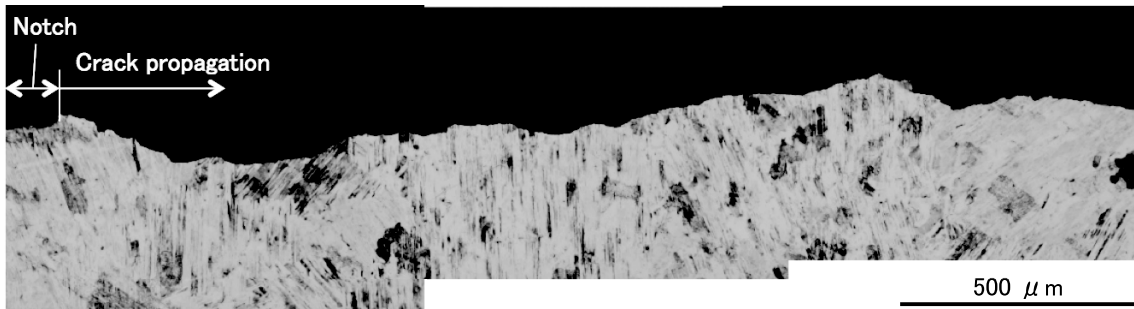


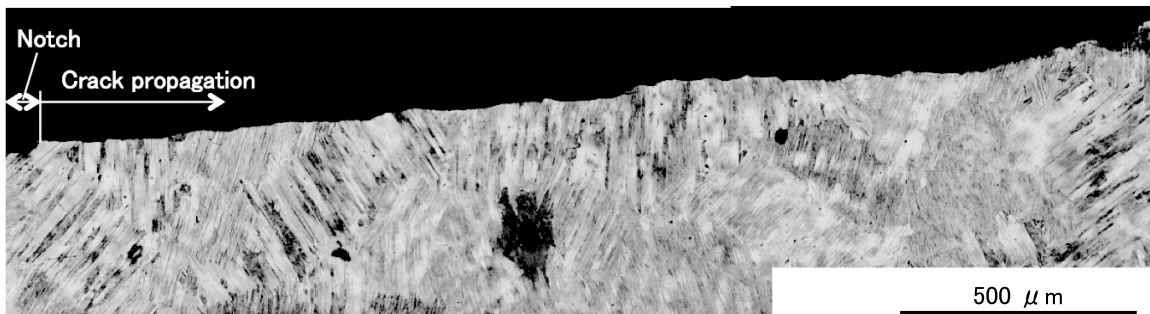
Fig. 11. Optical micrograph of typical crack propagation at initiation area in as-cast at room temperature.



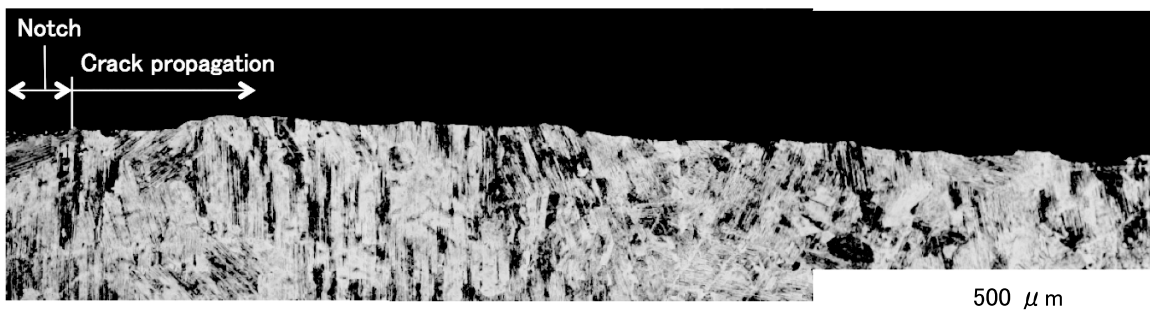
(a) as-cast (RT)



(b) HIPed (RT)



(c) as-cast (700 °C)



(d) HIPed (700 °C)

Fig. 12. Optical micrographs of crack propagation behaviour after fatigue test of as-cast (a), (c) and HIPed (b), (d) at RT and 700 °C, respectively.

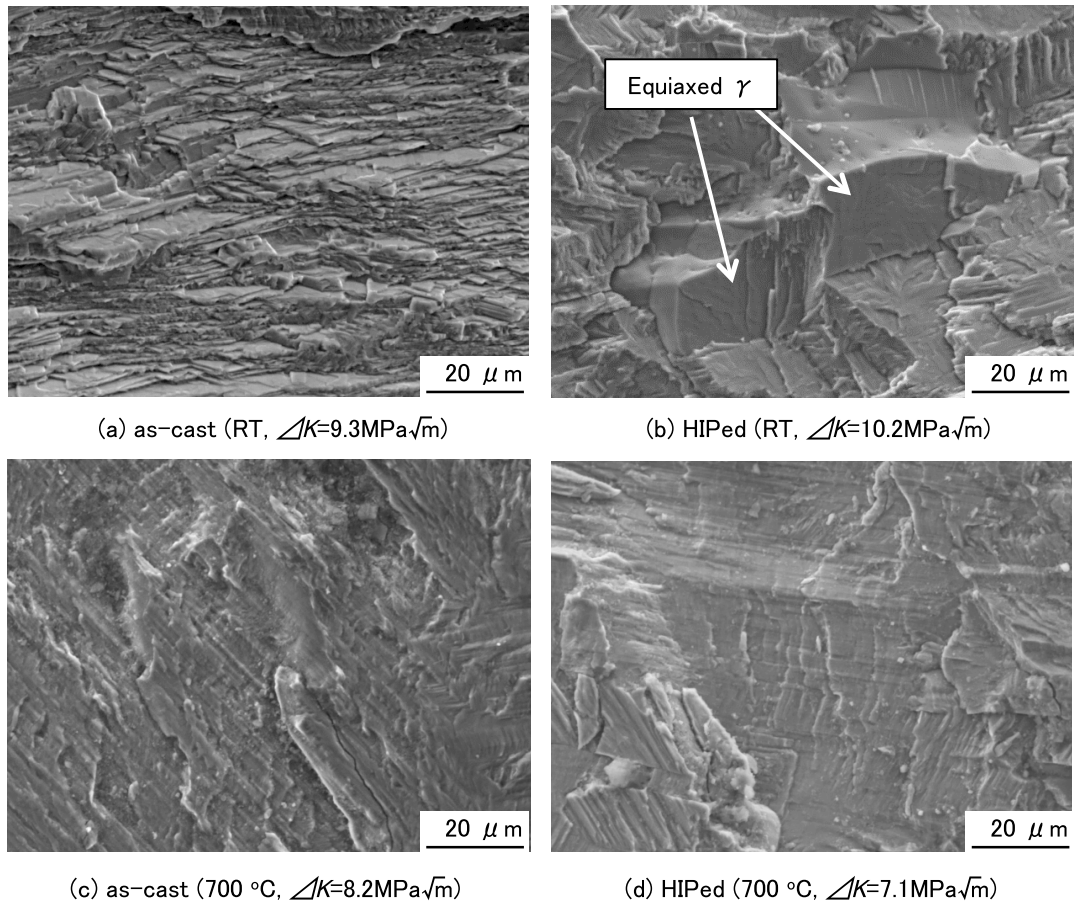


Fig. 13. Scanning electron micrographs of fracture after fatigue test of as-cast (a), (c) and HIPed (b), (d) at RT and 700 °C, respectively.

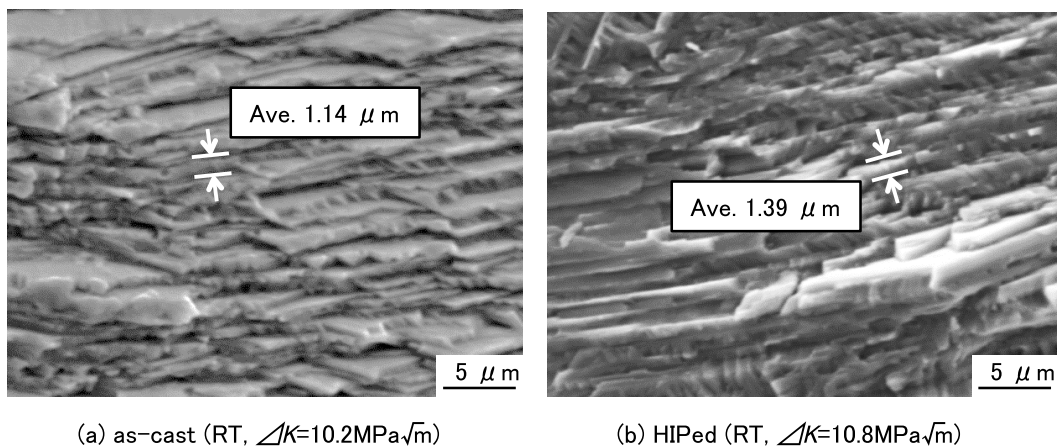


Fig. 14. Scanning electron micrographs of crack propagation area after fatigue test of as-casted (a) and HIPed (b) at RT.

### 3. 3. 2 き裂進展速度および $\Delta K_{th}$

Fig. 15 および Fig. 16 に, as-cast 材および HIPed 材の室温, 700 °C および 1000 °C でのき裂進展速度に及ぼす  $\Delta K$  の影響および  $\Delta K_{th}$  を示す. James らは, Ti-34Al-4.8Nb-2.7Mn (mass%) 合金において 700 °C 付近のき裂進展特性に及ぼすミクロ組織の影響を調査しており, 全面ラメラ組織が等軸  $\gamma$  単相よりき裂進展特性に優れることを報告している<sup>6)</sup>. これは, き裂は等軸  $\gamma$  相内を容易に進展するためであり, 供試材は HIP 処理により等軸  $\gamma$  相が析出することから, HIP 処理はき裂進展特性に影響すると考えられる. しかし, 室温では,  $\Delta K_{th}$  はそれぞれ as-cast 材で 8.8 MPa $\sqrt{m}$  および HIPed 材で 9.0 MPa $\sqrt{m}$  とほぼ同等であり, HIP 処理によるき裂進展速度の差異は認められない. 一方, 高温の  $\Delta K_{th}$  は 700 °C で 7.8 MPa $\sqrt{m}$  および 6.8 MPa $\sqrt{m}$ , 1000 °C で 8.3MPa $\sqrt{m}$  および 7.8 MPa $\sqrt{m}$  と, HIPed 材は as-cast 材より若干低いが, 室温と同様にき裂進展速度の顕著な差異は認められない.

ここで, 供試材のき裂進展挙動が式 (1) に示される Paris 則に従うと仮定し, き裂進展速度に及ぼす  $\Delta K$  の影響を評価した.  $da/dN$  (mm/cycle) はき裂進展速度であり 1 サイクルあたりにき裂が進展する長さを表わす. A, m は材料定数であり, m 値はき裂進展速度に及ぼす  $\Delta K$  の感受性を表わし, 値が大きいほど感受性が高くなる. Table 4 に as-cast 材および HIPed 材の各温度における m 値を示す. 室温では,  $m=12.2 \sim 21.3$  と高い値であり, き裂進展速度が  $\Delta K$  に大きく影響を受けることを示している. なお, 一般的な金属材料では室温で  $m=2 \sim 4$  程度であることを考えると, 高い値であることがわかる. これは, 室温では延性が低く脆性的なため, き裂先端で応力鈍化せず m 値が大きくなったものと考えられる.

$$\frac{da}{dN} = A\Delta K^m \dots \dots \dots (1)$$

一方, いずれの状態も高温では室温よりき裂進展速度は速く, Fig. 12 に示すように 700 °C のき裂進展経路および破面観察では, 室温と比較して経路の蛇行が少なく, 直線的に進展している. しかし,  $m=4.0 \sim 5.5$  であり, 室温と比較し高温ではき裂進展挙動に及ぼす  $\Delta K$  の影響が小さい. これは, Table 3 の引張特性が示しているように, 供試材は高温では延性が上昇するため, き裂先端の応力鈍化が生じたと考えられる. 特に 1000 °C では大きな延性を示すことから, 700 °C よりき裂先端の応力鈍化が大きいため, き裂進展速度が遅く,  $\Delta K_{th}$  が高いと考えられる.

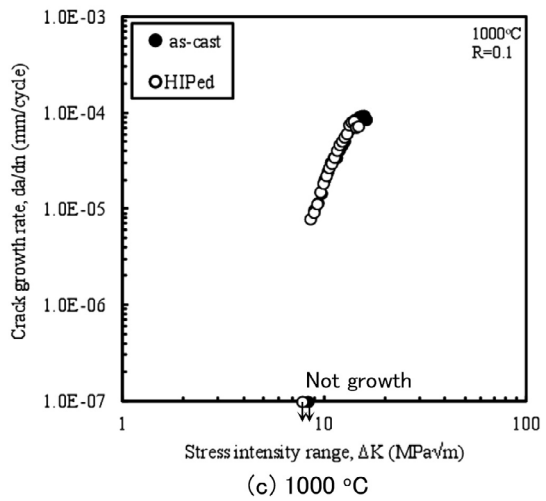
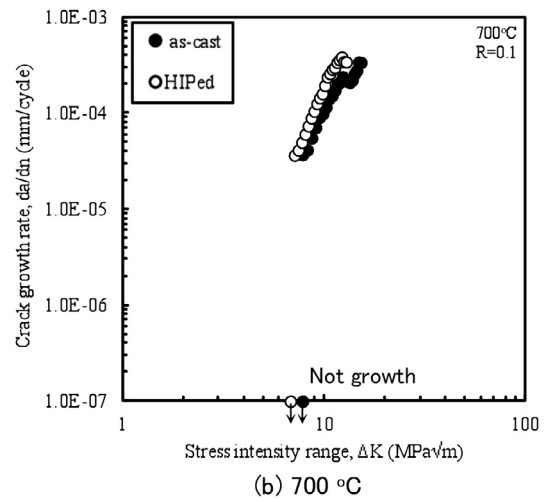
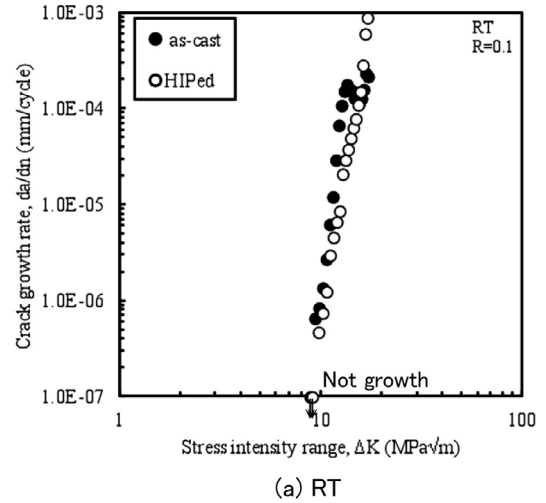


Fig. 15. Fatigue crack growth resistance curve obtained at elevated temperature.



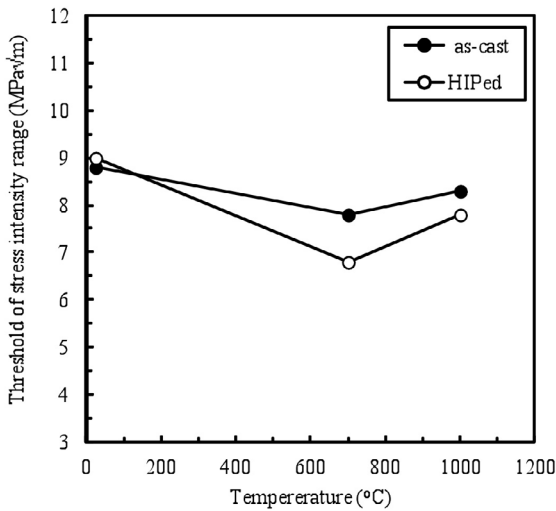


Fig. 16. Threshold of stress intensity range at elevated temperature.

Table 4. m values at each temperature.

Condition	m value		
	RT	700 °C	1000 °C
as-cast	21.3	4.2	4.0
HIPed	12.2	5.2	5.5

以上より、HIP 処理による  $\alpha_2$  相間隔、 $\gamma$  量の変化および引張特性への影響が認められ、き裂進展経路の差異が表れている。また、HIP 処理有無に関わらず、試験温度によりき裂進展挙動は変化し、これは高温では供試材の延性が上昇することに起因すると考えられる。しかし、高温で HIPed 材の  $\Delta K_{th}$  が若干低い傾向が認められるものの、いずれの温度でも HIP 処理有無による顕著なき裂進展挙動の差異は認められず、本実験での HIP 処理による組織変化がき裂進展挙動に及ぼす影響は小さいと考えられる。

## 4. 結 言

自動車用タービンホイールとして使用されている鑄造 TiAl 合金 DAT-TA1 の HIP 処理による組織および引張特性への影響を調査するとともに、この組織変化が広範囲での温度域におけるき裂進展特性に及ぼす影響を調査し、以下の結論を得た。

- 1) HIP 処理によりマイクロ組織は変化し、as-cast 材は全面ラメラ組織を呈するが、HIPed 材はラメラコロニー境界部に等軸  $\gamma$  相が析出し、 $\alpha_2$  相間隔が増大する。また、HIPed 材は as-cast 材より延性が高く、高温強度は同等以下となる。

- 2) 試験温度はき裂進展特性に影響し、高温では室温よりき裂進展速度が速いが、m 値は小さくなる。これは、高温では延性が高く、き裂先端で応力鈍化が生じるためと考えられる。
- 3) き裂はいずれもラメラコロニーを横断するように進展し、HIPed 材では等軸  $\gamma$  相での進展も認められる。また、室温試験後の破面で認められるき裂進展部の凹凸間隔は、 $\alpha_2$  相間隔とよく一致し、 $\gamma / \alpha_2$  界面がき裂進展を抑制すると考えられる。
- 4) 高温で HIPed 材の  $\Delta K_{th}$  が若干低い傾向が認められるものの、いずれの温度でも HIP 処理によるき裂進展速度の顕著な差異は認められない。以上より、き裂進展経路の差はあるものの、本実験での HIP 処理による組織変化がき裂進展挙動に及ぼす影響は小さいと考えられる。

### (文 献)

- 1) X. Wu and P. Bowen: Metall. Trans. A, A28(1997), pp. 1357.
- 2) X. Wu and P. Bowen: Mat. Sci. and Tech., 14(1998), pp. 206.
- 3) KWAI S. CHAN: Metall. Trans. A, 31A(1998), pp. 2000.
- 4) S. J. Trail and P. Bowen: Mat. Sci. And Eng., A192/193(1995), pp. 427.
- 5) G. Henaff, B. Bittar, C. Mabru, J. Petit and P. Bowen: Metall. Trans. A, A219(1996), pp. 212.
- 6) A. W. James and P. Bowen: Mat. Sic. and Eng., A153(1992), PP. 486.
- 7) Young-Won Kim: Intermetallics, 6(1998), pp. 623.
- 8) C. Mercer and W. O. Soboyejo: Scripta Materialia, 35(1996) 1, pp. 17.
- 9) F. Perdrix, M. F. Trichet, J. L. Bonnentien, M. Cornet and J. Bigot: Intermetallics, 7(1999), pp.1323.
- 10) F. Appel, J. D. H. Paul and M. Oehring: Gamma Titanium Aluminide Alloys, WILEY-VCH, 2011, pp. 405.