

© 1991 ISIJ

技術報告

Ti-5Al-2.5Sn ELI 鑄造材の機械的性質に
及ぼすミクロ組織の影響

浜 井 升 平*・杉 浦 幸 彦*

Influence of the Microstructure on the Mechanical Properties
in Ti-5Al-2.5Sn ELI Casting

Shohei HAMAI and Yukihiro SUGIURA

Synopsis :

Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy is one of the most promising cryogenic material whose use is expected to spread in near future. The alloy has been used for cryogenic application. But, cast parts are scarcely applied, and no data is available of mechanical properties of Ti-5Al-2.5Sn ELI cast material. Casting techniques is a part of the most important things to produce the complicated shapes and to save cost of titanium parts. The present work reports of the mechanical properties of the alloy tested both at room temperature and under cryogenic conditions. The materials were casted in rammed graphite mould and HIP'ed and heat treated under some conditions.

Key words : Ti-5Al-2.5Sn ELI ; titanium casting ; rammed graphite mould ; hot isostatic pressing.

1. 緒 言

Ti-5Al-2.5Sn ELI は、低温用材料として開発・実用化され、その常温及び低温域での静的特性についてはおおむね明らかである。また低温域での疲労特性については石川¹⁾ら、破壊形態に関しては R. H. van STONE²⁾らの報告がある。けれども、これらは、いずれも板材、棒材あるいは鍛造材を使用したものである。

近年、航空・宇宙関連分野において、構造部材として、チタン合金鑄造材の適用拡大が推進され、特に 1980 年代中期以降の鑄造部材の成長率は、Wrought 材の成長率を抑えて、急激な増加を示している。

これは、チタン精密鑄造技術の発展はもちろんであるが、Hot Isostatic Pressing (HIP と略す) 処理技術の発達による鑄造材の信頼性向上が主要原因と考えられる。

低温用 Ti-5Al-2.5Sn ELI は、現在注目されている宇宙および超伝導関連技術の実用化に伴い、その適用拡大は明らかであり、また、これらの構造用部材の鑄造化は、加工性の悪いチタン合金の複雑形状な部品でも一体化製造できるため、従来の機械加工と溶接で組み合わせ

るよりも、軽量化はもちろん、機能向上、コスト低減においても重要な材料技術の一つとなっている。

しかしながら、現在、低温用チタン合金材料の鑄造材の機械的特性に関する報告は非常に少なく、特に Ti-5Al-2.5Sn ELI 鑄造材についての報告はほとんどない。

ここでは、Ti-5Al-2.5Sn ELI 鑄造部品を試作するに当たり、本材料の基礎的特性を把握するため、グラファイト粒にバインダーを混ぜ焼成したラムド・グラファイト・モールドに鑄込んだ 20 φ の鑄造棒材を用いて、HIP 処理条件を検討し、常温での機械的性質、疲労特性とミクロ組織の関係を把握し、ミクロ組織とこれらの特性について検討した。更に、低温域での機械的性質について鍛造棒材と比較検討した結果について報告する。

2. 試 験 方 法

2.1 供試材

Ti-5Al-2.5Sn ELI のマスターヒート材を電極として、スカル溶解法で再溶解後、遠心鑄造法によって、ラムド・グラファイト・モールドに鑄込み、20 φ × 200 l (mm) の棒状供試材を作製した。

平成元年 9 月本会講演大会にて発表 平成 2 年 4 月 12 日受付 (Received Apr. 12, 1990)

* 三菱重工業(株)名古屋航空宇宙システム製作所 (Nagoya Aerospace Systems Works, Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., 10 Oye-cho Minato-ku Nagoya 455)

Table 1. Chemical composition (mass%).

	Sample		Reference (AMS 4924) *
	Ingot	Test piece	
Al	4.90	4.78	4.7~5.6
Sn	2.50	2.38	2.0~3.0
Fe	0.079	0.09	0.25
C	0.003	0.014	0.05
O	0.089	0.071	0.12
H	0.0020	0.0017	0.0125
N	0.0084	0.022	0.035
Ti	Remainder	Remainder	Remainder

* AMS 4924; Titanium alloy bars, forging and rings
5Al-2.5Sn extra low interstitial; Annealed

Table 1 にマスターヒートと棒状供試材の化学成分を鍛造材の規格値³⁾と合わせて示す。なお、供試材の β -transus は約 1303 K であった。

2.2 HIP 処理条件の検討

供試材は、As cast 状態のものを除き、内部欠陥除去のため全数 HIP 処理を実施した。

HIP 処理条件を設定するに当たり、圧力を 70 MPa, 100 MPa および 130 MPa とし、処理温度を 1200 K, 1250 K および 1320 K のおのおの 3 水準とした。

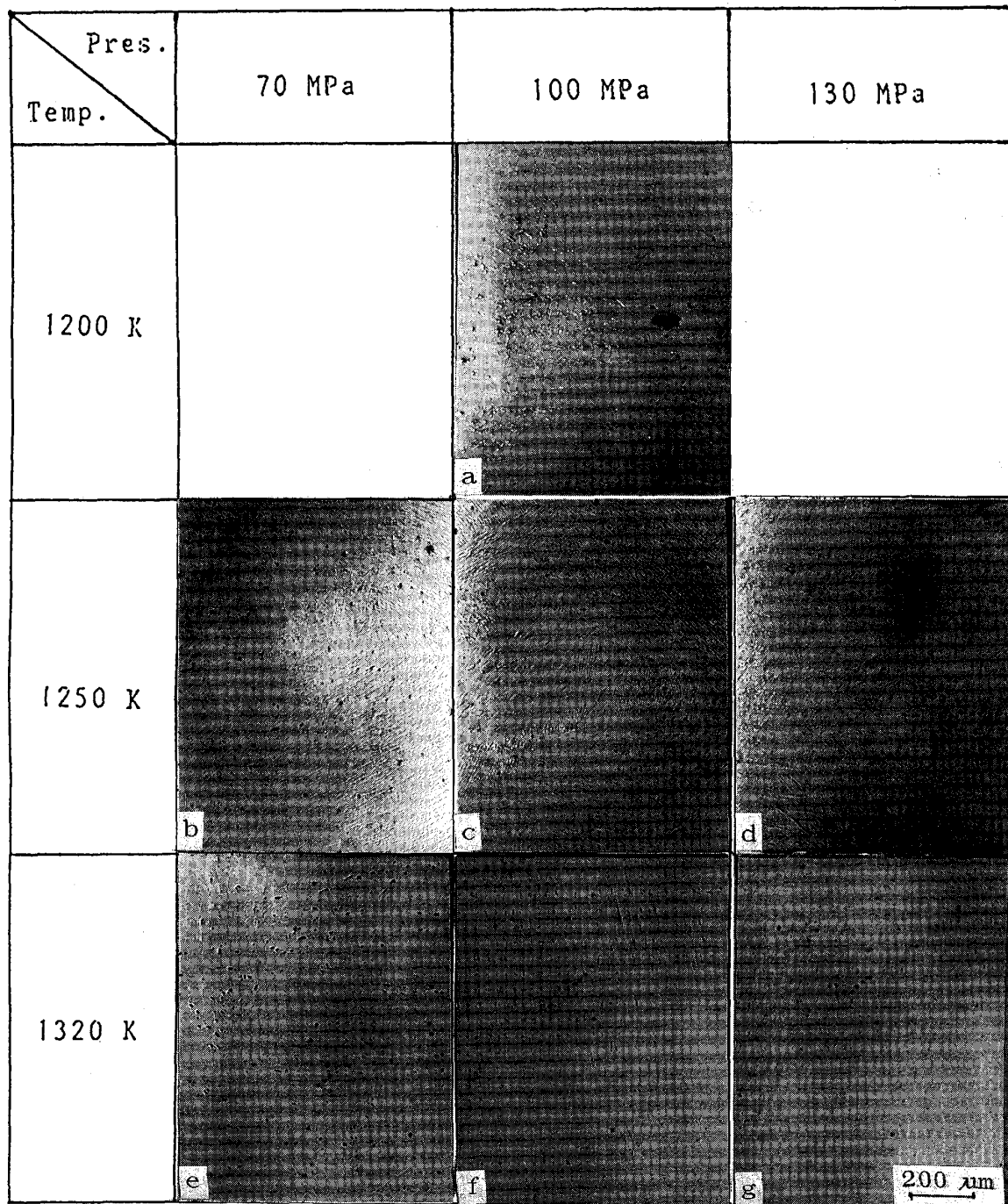


Photo. 1. Macro view of cut up section (no etching) as influenced by HIP conditions (7.2 ks).

その結果, Photo. 1 に示すように, 圧力を 70 MPa で処理温度を 1250 K と 1320 K とした場合では, これよりも圧力の高い 100 MPa 及び 130 MPa のものに比べて微細なポロシティーがやや認められた. これらは, 浸透探傷検査では確認できたが, X線検査では, 確認できなかったものである. また, 圧力が 100 MPa, 処理温度 1200 K の HIP 処理を行ったものでは, まだ铸造欠陥が残存していた.

これらの結果より, 以下の試験に使用する供試材の HIP 処理条件として, 圧力: 100 MPa, 処理温度: 1250 K とし, 処理時間はいずれも 7.2 ks で行うこととした.

なお, 本条件で HIP 処理を行った供試材について X線検査及び蛍光浸透探傷検査(試験片に加工後)を行った結果, 铸造欠陥はすべて消滅していたことを確認した.

2.3 供試材の熱処理

HIP 処理は高温下で長時間加熱され, かつ徐冷されるため, ミクロ組織や機械的性質を調整するために一般的に熱処理が施される.

ここでは, α 相の幅をコントロールするために, Ti-5Al-2.5Sn 鍛造材の熱処理条件 (1063 K $\times$ 3.6 ks) を適用し, 冷却速度を空冷 (AC) および水冷 (WQ) の二種類について行い調整した. また, 低温引張試験, 疲労試験において, 比較として用いた鍛造材の熱処理条件も同じ 1063 K $\times$ 3.6 ks AC とした.

2.4 引張試験

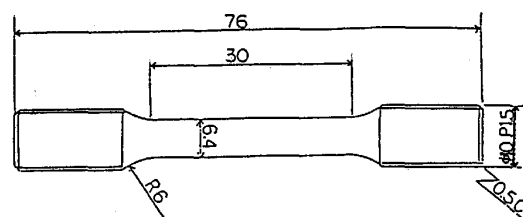
常温引張試験は, As cast 材 (A 材と略す), Cast+HIP 材 (B 材と略す), Cast+HIP+1063 K $\times$ 3.6 ks+空冷材 (C 材と略す) および Cast+HIP+1063 K $\times$ 3.6 ks+水冷材 (D 材と略す) の 4 種類の試料について試験を実施した.

試験片は Fig. 1 に示すとおり, 平行部径: 6.4 ϕ mm, 平行部長さ: 25.4 mm のものを使用した. また, 引張試験は ASTM E8 に従って耐力値までは 0.005 mm/mm/min の速さで引張り, それ以降は約 1 min で破断するような条件で試験を行った.

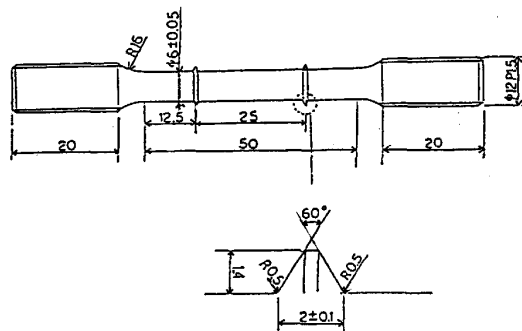
低温引張試験は, 後述する常温引張試験の結果, 値の最も低かった C 材を供試材として Fig. 1(2)に示した試験片を用いて 77 K (液体窒素温度) 及び 20 K (液体水素温度) のおのこの温度下で行った.

また, 低温引張試験は C 材の他, Ti-5Al-2.5Sn ELI 鍛造材 (AMS 4924) についても実施し比較した.

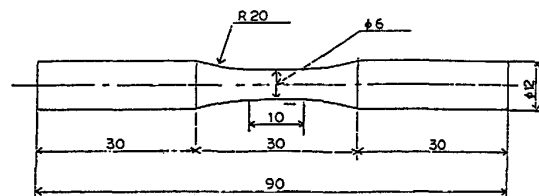
なお, 低温引張試験方法は, おのこの試験片が試験温度に十分達したのを確認後, 常温引張試験に順じて実施した.



(1) Room Temperature Tensile Test



(2) Low Temperature Tensile Test



(3) Fatigue Test

Unit:mm

Fig. 1. Schema of test pieces.

2.5 疲労試験

疲労試験は, Fig. 1(3)に示した試験片により, C 材について小野式回転曲げ疲労試験機を用い, 回転数: 1800 回/min で試験を行った.

更に, A 材, B 材および D 材についても疲労試験を行い, $N_f=10^7$ サイクルでの疲労限を求め, おのこの供試材について比較検討した.

2.6 ミクロ組織及び破面観察

ミクロ組織の観察は, A 材, B 材, C 材および D 材のおのこの引張試験片端部の L 断面について実施した.

顕微鏡試料の調整は, 湿式エメリー紙にて #240 から順次 #1200 まで研磨した後, 粗研磨は, 3 μ m 粒の Al_2O_3 , 仕上げ研磨は 0.5 μ m の Al_2O_3 とおのこのナイロクロスを用いて行い顕微鏡観察に供した.

なお, エッチング液はクロール液を使用した.

また, 破面の観察は引張試験片の任意のものを用いて, 走査型電子顕微鏡で行った.

3. 試験結果及び考察

3.1 引張試験結果

A材, B材, C材およびD材のおおのの常温引張試験結果を Fig. 2 に示す. A材は耐力, 引張強さとともに高く, 次いでB材, D材, C材の順となり, C材 (HIP

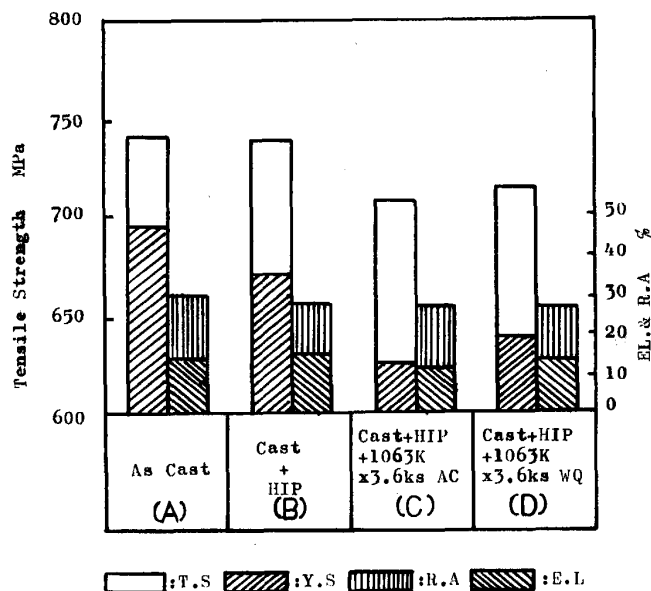


Fig. 2. Tensile properties as influenced by thermal history (at room temperature).

+熱処理後空冷) が最も低い値を示した.

また, 伸び, 絞りも同様の傾向を示し, A材が最も高く, C材が最も低い値を示した.

これらの供試材のマイクロ組織の写真を Photo. 2 に示す.

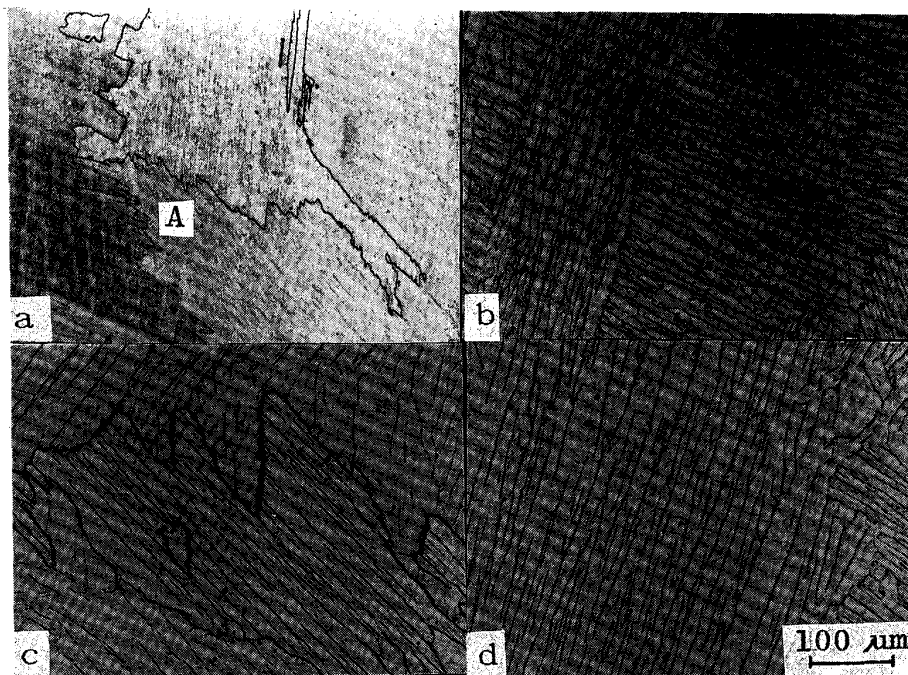
各供試材のマイクロ組織の形態とコロニー内の板状 α 相の幅を測定し, その結果を Table 2 に示す. 板状 α 相の測定は, 写真において α 相と直交する線を引き, この線上でその幅を測定し, その平均値を用いた. いずれの供試体もコロニー状を呈するが, A材では, Photo. 2(a)のAに示すごとく, コロニー内に, ウィドマンステッテン状と思われる α 相が部分的に認められる組織を呈しており, 他の供試体では, 幅の広い板状 α 相が支配的なマイクロ組織を呈している.

この板状 α 相の幅はA材が最も狭く, 約平均 $26 \mu\text{m}$ であり, D材 (HIP+熱処理後空冷) が約平均 $48 \mu\text{m}$ であって, A材の約2倍の幅を示した.

板状の α 相の幅と引張強さの関係は, Fig. 3 に示すとおり, 板状 α 相の幅が広くなるほど引張強さは低下し, 耐力の低下は更に著しくなっている.

板状 α 相の幅と伸び, 絞りの関係を Fig. 4 に示す.

伸び, 絞りの値もまた, 板状 α 相の幅が広くなるほど低下し, 先述した引張強さと α 相の幅の関係と同じ傾向が認められた.



a: As cast b: As cast+HIP c: As cast+HIP+1063 K $\times$ 3.6 ks AC
d: As cast+HIP+1063 K $\times$ 3.6 ks WQ

Photo. 2. Microstructure of test specimens.

Table 2. Microstructural features of cast Ti-5Al-2.5Sn ELI.

Thermal history	General morphology	Typical alpha plate thickness (μm)	Grain boundary alpha
As cast	Widmanstätten/Colony	25.6	Substantially none
Cast+HIP	Colony	32.6	Substantially none
Cast+HIP+1 063 K $\times$ 3.6 ks AC	Colony	47.6	Substantially none
Cast+HIP+1 063 K $\times$ 3.6 ks WQ	Colony	34.1	Substantially none

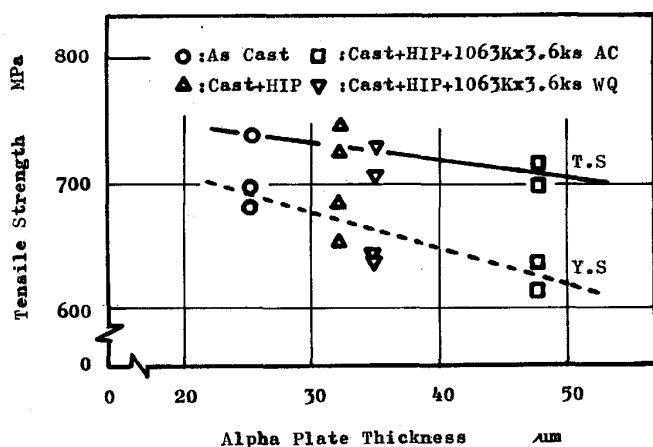


Fig. 3. Effect of alpha plate thickness on tensile strength.

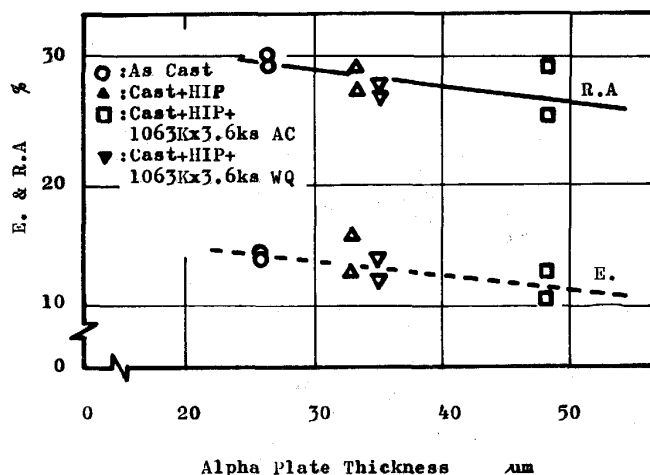
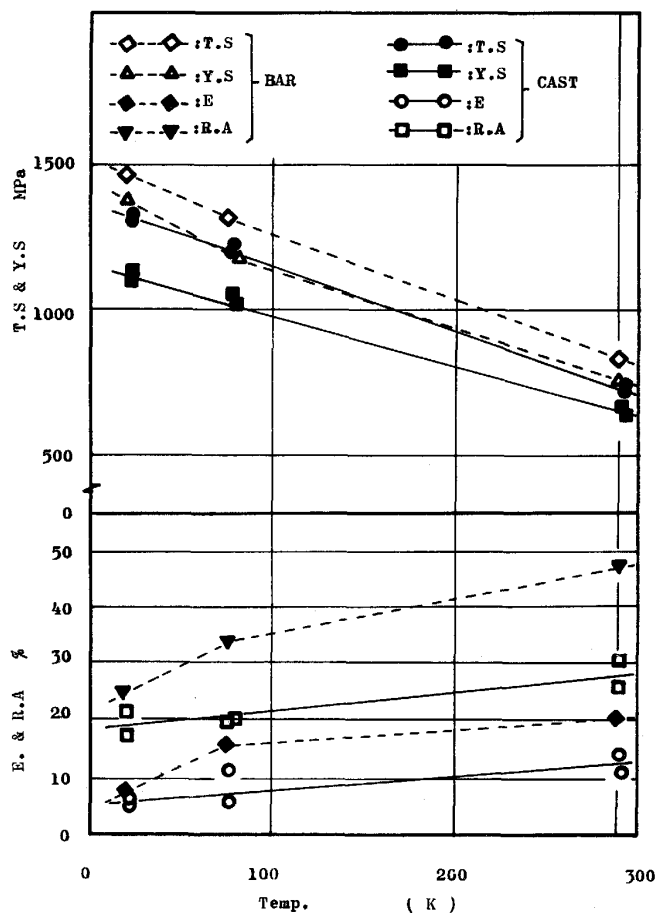


Fig. 4. Effect of alpha plate thickness on Elongation (E) and Reduction of Area (RA).

HIP 処理や熱処理等のくり返しによる熱履歴によって、結晶粒が粗大化し材質劣下するのは鍛造材でもしばしば経験することである。本供試材は casting 材であるため、HIP 処理や熱処理等の鍛造材以上の加熱歴を受けている。そのため Photo. 2 に示したごとく、空冷材が最も低い機械的性質を示したことから板状 α 相の幅が機械的性質に影響を及ぼすことは明らかである。なお、各供試材のコロニーの大きさは、観察位置によりかなりの



Bar : Forged (AMS 4924)

Cast : Cast+HIP+1 063 K $\times$ 3.6 ks AC

Fig. 5. Tensile properties as influenced by test temperatures.

大、小があるがおよそ 10 個のコロニーの縦、横の長さを測定し、その平均値を求めると A 材が約 0.9 mm、B~D 材が約 1.1 mm であり、コロニーの大きさと常温引張強さは明瞭な関係は認められなかった。

鑄造品の検討に当たっては、最も安全側のデータを取得しておく必要がある。そのため、低温引張試験は、先述した常温引張試験の結果、最も低い値を示した C 材 (Cast+HIP+1 063 K $\times$ 3.6 ks, AC) について行い、その結果を Fig. 5 に示す。なお、Fig. 5 には比較のため実施した Ti-5Al-2.5Sn ELI 鍛造材 (AMS 4924 材)

の低温引張試験結果も合わせて示す。

鍛造材の低温引張特性は太刀川ら⁴⁾⁵⁾の報告と同じ傾向を示していることから妥当な試験結果と思われる。

鑄造材の低温下での耐力および引張強さは、常温から 77 K, 20 K へと試験温度が低下するに従い、鍛造材の値とはほぼ平行して、耐力、引張強さとも上昇する。

これに対して、伸び、絞り値は試験温度の低下につれて減少する。これは、Fig. 5 に示した鍛造材と同じ傾向を示すが、耐力、引張強さ、伸び、絞り値は、どの試験温度においても鍛造材の方が鑄造材に比べて約 10% 高い値を示した。

なお、鑄造材の伸び、絞りは 77 K 以下では鍛造材に比べて低下傾向は小さかった。

3.2 疲労試験結果

鑄造部品を検討する場合、最も製造条件の悪い場合を考えておけば安全側になり得る。そのため、疲労試験は、低温引張試験に使用した供試材と同様 C 材 (Cast + HIP + 1063 K × 3.6 ks, AC) を使用し、その結果を Fig. 6 に示す。

また、先述した低温引張試験に使用したのと同じ Ti-5Al-2.5Sn ELI 鍛造材の疲労曲線も合わせて示す。

鑄造材では $N_f = 10^7$ での疲労限が 300 MPa であるのに対して鍛造材では 430 MPa を呈し、鍛造材に比べて、約 2/3 程度の低い疲労限を呈した。これは、Photo. 2 に示した鍛造材の粒径と Photo. 3 に示す鍛造材の粒径を比べた場合、鍛造材の方が細粒であることに対応している。

D. EYLON⁶⁾⁷⁾らは Ti-6Al-4V 精密鑄造材の各種熱処理を与えた疲労試験において、熱処理により粗大な板状 α 相を呈した組織のものについて、 α 相と β 相の粒界で発生したき裂は、 α 相と β 相の粒界や粗大な α 相を横切っ

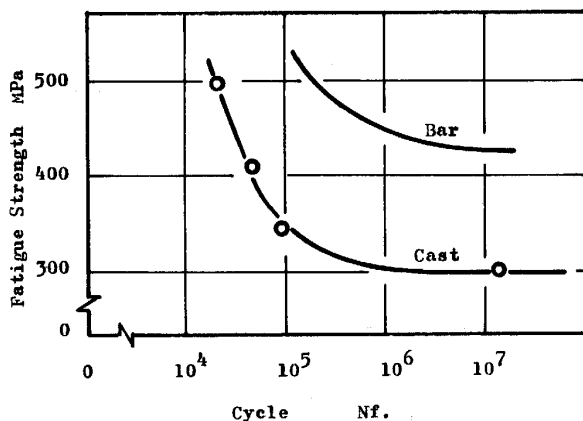


Fig. 6. Fatigue life curves obtained by rotating beam test with 1800 r.p.m at room temperature (bar and cast are the same as Fig. 5).

てき裂が進展しやすく、疲労強度は低下するとしている。

これと同様に鑄造材は鍛造材に比べ粗大な板状 α 相を呈しており、後述するとおり、板状 α 相の間に β 相形成元素である Fe 等が局部的に観察されたこともあり、疲労限の低下が大きかったものと考えられる。

そのため、先述した引張試験結果と板状 α 相の幅との関係を求めたのと同様に、A 材、B 材および D 材のおおのについて $N_f = 10^7$ における疲労限を求め、その結果を Fig. 7 に示す。

ここに示したとおり、B 材では 340 MPa を示したのに対して、他の供試材の疲労限はすべて 300 MPa であった。B 材の板状 α 相の幅は D 材のそれに比べて約 1/2 程度の幅の α 相であり、常温引張特性も良いことから疲労特性も当然高いことが推察される。

A 材は C 材および D 材と同程度の値を示したが、これは HIP 処理をしてないため、X 線検査では欠陥検出できなかったが、X 線検査の検出限界は被検査物の 2% であることから、0.4 mm 以下の微細な鑄造欠陥の影響

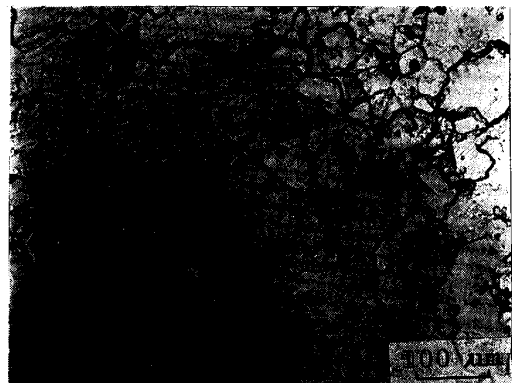


Photo. 3. Microstructure of forged Ti-5Al-2.5Sn ELI (AMS 4924).

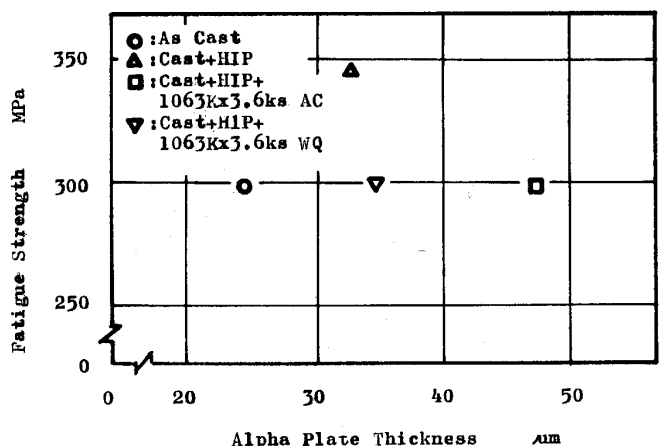


Fig. 7. Effect of alpha plate thickness on fatigue strength (at room temperature).

と考えられる^{8)~10)}。

従って、常温引張試験では A 材, B 材が高い値を示したが、疲労試験においても、粗大な板状 α 相の幅の

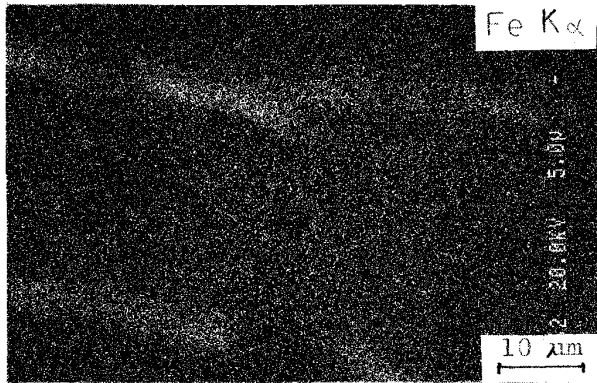
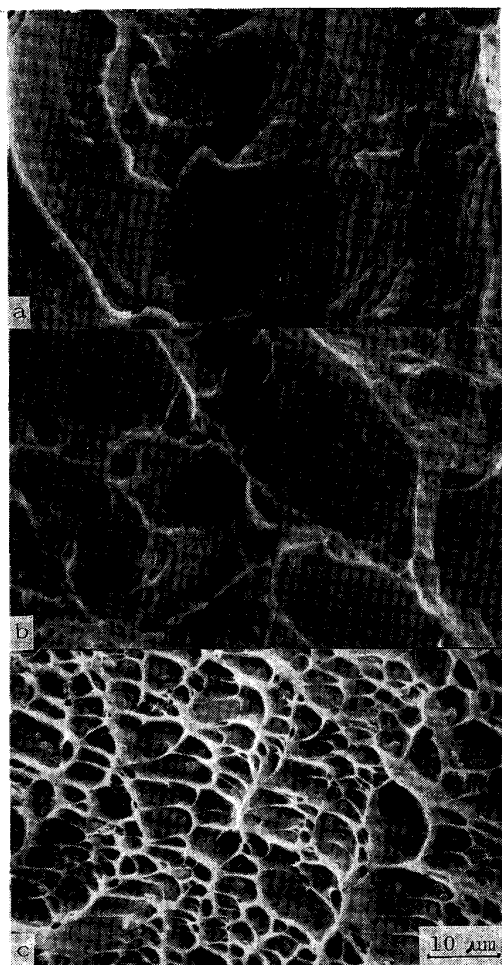


Photo. 4. EPMA analysis of Fe-segregation of as cast+HIP'ed specimen.



a : As cast+HIP+1063 K×3.6 ks AC tested at 293 K
b : As cast+HIP+1063 K×3.6 ks AC tested at 77 K
c : As cast+HIP+1063 K×3.6 ks AC tested at 20 K

Photo. 5. Fractography of tensile test specimen of casting.

狭い B 材が高い疲労限を示したものと考えられる。

各供試材の疲労限界比は, A 材 : 0.40, B 材 : 0.46, C 材 : 0.42 および D 材 : 0.41 となり, 疲労限界比の低下は A 材が最も大きく, B 材が最も高い値を示した。

板状 α 相の幅の最も狭い A 材が最も大きな低下率を示したのは, 先述したとおり, HIP 処理をしていないため casting 欠陥の影響によると推察される。

低温下での疲労試験の場合, 破壊の起点域は粒界に偏析した Fe 偏析域がなりやすいとの報告があるが, 当試験は常温試験であるためか, B 材の疲労試験片において, Photo. 4 に示すとおり Fe 偏析が確認されたが, その影響は確認できなかった。

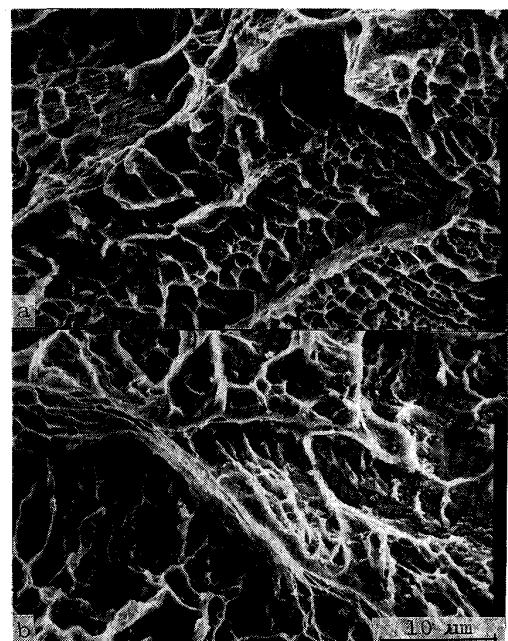
3.3 破面観察結果

破面の観察は Fig. 5 に示した Cast+HIP+1063 K×3.6 ks AC 材につき常温の他 77 K および 20 K で行った低温引張試験片についても観察し Photo. 5 に示す。

常温引張試験を行った HIP 処理材の破面は大きなディンプルパターンが支配的な破面を呈し, かつすべり線の多い破面を呈する。

一方, 77 K, 20 K の低温での破面は, 一様にディンプルパターンであるが, 試験温度の低い 20 K の方が細かいディンプルパターンを形成しており, すべり線は認められず, 一部に粒界でのディンプルパターンと思われる破面が観察された。

また, 比較として用いた鍛造材の常温および 77 K で



a : Tested at 293 K b : Tested at 77 K

Photo. 6. Fractography of tensile test specimen of forged bar (AMS 4924).

の引張試験片の破面観察結果を Photo. 6 に示すが、鑄造材に比べて比較的細かく均一なディンプルパターンを呈し、鑄造材では多数のすべり線が混在していたのに対して、鍛造材ではこの傾向は少なかった。

この傾向は、Fig. 5 に示した低温引張試験結果において、鑄造材の方が鍛造材に比べ低温側での伸びの低下率が少なかったことを裏付けるものと推察させる。

また、低温での引張試験片の破面観察において、R. H. van STONE らは溝状破面 (Groove) が出現すると報告しているが、本試験では確認できなかった。

4. 結 論

Ti-5Al-2.5Sn ELI 鑄造材に HIP 処理および熱処理を行い、これら供試材について常温から 20 K までの機械的性質とマイクロ組織、また常温での疲労試験を行った結果、下記の結論を得た。

(1) 常温引張試験は A 材 (As cast) が最も強く、次いで B 材 (Cast+HIP), D 材 (Cast+HIP+1 063 K×3.6 ks WQ), C 材 (Cast+HIP+1 063 K×3.6 ks AC) の順に低下した。

これは、粗大な板状の α 相の幅が大きくなることと一致し、コロニーの大きさと明瞭な関係は認められなかった。粗大板状 α 相の成長は加熱後の冷却速度に依存するものと考えられる。

(2) 鑄造材の低温引張特性は、鍛造材の引張特性と同じ傾向を示すが、77 K 以下の伸び、絞りでは鍛造材での低下率が大きいものに対して、鑄造材ではスムーズな低

下を示す。

なお、鑄造材 (C 材) の耐力、引張強さは鍛造材に比べて約 10% ほど低い値を示した。

(3) 回転曲げ疲労試験は、常温引張試験と同様に粗大な板状 α 相の幅の狭い方が高い疲労限界を示すことが明らかになった。

ただし、HIP 処理をしなかった A 材は、 α 相の幅は最も狭いにもかかわらず疲労限界は低かった。これは微細な内部欠陥の影響によると考えられる。

文 献

- 1) 石川圭介, 梅沢 修, 長井 寿: 鉄と鋼, 75 (1989), p. 159
- 2) R. H. van STONE, J. R. LOW, Jr. and J. L. SHANMAN, Jr.: Metall. Trans. A, 9 (1978), p. 539
- 3) AMS 4924 (1976)
- 4) 太刀川恭治, 石川圭介, 長井 寿, 平賀啓二郎, 緒形俊夫, 中曽根祐司, 由利哲美, 溝口孝遠, 伊藤喜昌, 佃 淳二, 富阪 泰, 堀内健文, 嶋田雅生: 金属材料技術研究所報告集, 7 (1986), p. 187
- 5) 西村 孝, 溝口孝遠, 伊藤喜昌: 神戸製鋼技報, 34 (1982) 3, p. 63
- 6) D. EYLON, W. J. BARICE and F. H. FROES: SAMPE Journal (1986) Jan/Feb, p. 24
- 7) D. EYLON, F. H. FROES and L. LEVIN: Titanium (1984), p. 179
- 8) D. EYLON, F. H. FROES and R. W. GARDINER: J. Met. (1983) Feb, p. 35
- 9) W. J. BARICE: Titanium Net Shape Technology (1984), p. 179
- 10) D. EYLON and F. H. FROES: Titanium Net Shape Technology (1984), p. 155