

(論文)

チタン合金鍛造材における局所集合組織領域の形態評価技術

伊藤良規*・高奈弘行 (博士(工学))・佐伯翔吾・辻 伸泰 (博士(工学))

Evaluation for Morphology of Regions Having Microtexture in Ti-6Al-4V Alloy Forging Products

Yoshinori ITO・Dr. Hiroyuki TAKAMATSU・Shogo SAEKI・Dr. Nobuhiro TSUJI

要旨

チタン合金鍛造材の内部には、 α 相の結晶方位が類似の局所集合組織領域が形成される。この局所集合組織領域は機械的特性の劣化を引き起こすため、その形態評価が重要である。本稿では、SEM/EBSD法との比較検討により、超音波測定による後方散乱信号を活用することで、局所集合組織領域の形態を評価できることを示した。

Abstract

Titanium alloys contain regions having microtexture in which the crystallographic orientation of the alpha phase is similar. Because the regions with microtexture deteriorate mechanical properties, it is important to evaluate their morphology. In this study, ultrasonic measurement was conducted and then compared with characterization results obtained by the SEM/EBSD method. It has been verified that backscattered signals by ultrasonic measurement can be used for the evaluation of the regions having microtexture.

キーワード

チタン合金, 局所集合組織, マクロゾーン, SEM/EBSD, 超音波, 後方散乱信号

まえがき=チタン合金は比強度に優れるため航空機産業用途で多く使用される。汎(はん)用性のあるチタン合金はTi-6Al-4Vである。その組織はhcp構造の α 相とbcc構造の β 相から成り、室温での α 相分率は約9割である^{1), 2)}。

チタン合金の機械的特性は、主に α 相の組織形態に依存する。そのため高い疲労強度と延性が求められる用途では α 相組織を粒状に制御している。そのプロセスの概略はつぎのとおりである。まず、 β 単相が安定な高温域から室温へ冷却する過程でラメラ状の α 相組織を形成させる。つぎに、 $\alpha + \beta$ の2相が安定な温度域での熱間鍛造を繰り返し、 α 相の形態を粒状 α とする。その後、必要に応じて $\alpha + \beta$ 域での溶体化熱処理と時効熱処理を施す。

光学顕微鏡観察で認められる熱間鍛造後の α 粒のサイズは10~20 μm 程度と微細である。しかし、数100 μm を超える範囲にわたって α 粒が類似の結晶方位を有する局所集合組織の形成が報告されており、このような領域はmacrozoneもしくはmicrotextured regionと呼ばれている^{3)~14)}。本稿ではこれを局所集合組織領域と称する。局所集合組織領域は一つの大きな結晶粒のように振舞い、疲労特性に悪影響を及ぼすといわれている^{3), 4)}。そのため、品質に優れるチタン合金鍛造材を提供するため

には、局所集合組織領域の形成状態の評価が重要である。

局所集合組織領域は一般的に、走査型電子顕微鏡内での電子線後方散乱回折(SEM/EBSD)法^{15), 16)}にて評価される。この方法には、広範囲の測定に長時間を要するうえに破壊評価が必要という欠点がある。そのため、超音波を活用した非破壊での評価方法が検討されている^{11), 12)}が、断面形状の評価にとどまっている。

局所集合組織領域(あるいは広義の意味の金属組織)は超音波の散乱挙動に影響を及ぼすといわれている。Gintyらは、Ti-5Al-6V-2Sn合金鍛造材を用いた検討において、マクロ組織で観察される平坦な粒界に対して垂直方向に超音波を入射させた場合、後方散乱信号(入射方向に対して逆方向に散乱する超音波の信号)強度が最大になると報告している¹⁷⁾。Humbertらは、IMI834合金鍛造材において、長く伸びた局所集合組織が平行に多数配列している組織形態を観察し、伸長方向に垂直な方向に超音波を入射した際、高い後方散乱信号強度が得られることを示した⁷⁾。その理由として、局所集合組織の配列に起因して結晶方位の擬周期的な変動(後述する弾性率の変動に相当する)が生じるため、と考察している。しかしながら、超音波の後方散乱挙動に及ぼす局所集合組織の影響について、定量的には不明な点が多い。

* 技術開発本部 材料研究所

そこで当社は、Ti-6Al-4V合金の円柱素材に対して局所集合組織の形成状態と超音波の後方散乱挙動に及ぼす影響を調査した¹⁸⁾。その結果、素材長手方向に伸びた局所集合組織領域が形成されており、超音波の入射方向による後方散乱信号強度の異方性を示した。さらにこの異方性は、局所集合組織に起因して形成される弾性率の変動で説明できることを示した。

本研究は、先の研究¹⁸⁾をさらに発展させたものである。すなわち、局所集合組織の3次元的な形態評価を行うべく、超音波の入射方向と入射角度が後方散乱信号強度に与える影響を明らかにすることを目的とした。対象とした素材は、 $\alpha + \beta$ 域で円柱形状に鍛伸し、粒状 α 組織を有するTi-6Al-4V合金鍛造材である。

1. 実験方法

1.1 供試材の作製

素材にはTi-6Al-4V合金を用いた。 β 単相域となる最低温度(β トランザス)は988℃である。直径405mmの円柱素材を β 単相域に加熱保持後、水冷した。表面の酸化スケールを除去した後、 $\alpha + \beta$ 域の熱間温度域で鍛伸加工とアップセット鍛造を複数回実施し、直径165mmの円柱素材を得た。なお、鍛造後は室温まで空冷した。この円柱素材から試験片を切り出して評価に供した。試験片の切り出し要領と円柱素材の座標系との対応を図1に示す。以後、円柱素材の接線方向(TD)に垂直な面を縦断面、長手方向(AD)に垂直な面を横断面と称す。

1.2 円柱素材の組織とSEM/EBSD測定

円柱素材の縦断面に対して観察した光学顕微鏡組織を図2¹⁸⁾に示す。図中、塊状に認められる灰色の領域が粒状 α であり、組織の大部分の領域を占めている。この倍率の写真では判別が難しいが、粒状 α の間げきは、板状の α 相と残留 β 相で構成されている。

本研究では、局所集合組織領域を評価するため、走査型電子顕微鏡内にて電子線後方散乱回折(SEM/EBSD)測定を行った。その際、3次元形態を評価するため、縦断面と横断面をそれぞれ評価した。

1.3 超音波測定

試験片の形状は半径方向(RD)、AD、TDの長さがそれぞれ52mm、35mm、57mmの直方体である。超音波

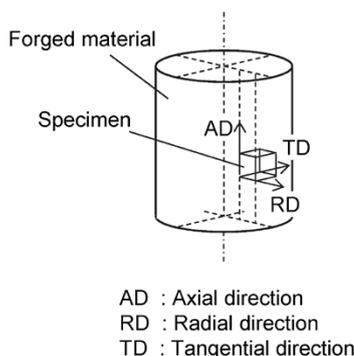


図1 円柱素材からの試験片採取位置と座標系
Fig.1 Schematic illustration of specimen position in forged material and coordinate system

測定には10MHzの周波数を用いた。チタン合金中を伝播する波長は約600 μ mである。フラット探触子を試験片とともに水に浸して探触子から超音波を送信し、素材内部からの後方散乱信号を同じ探触子で受信した。送信した超音波はパルス状の平面波である。入射波の送信方向は円柱素材のRDとADの2方向とした。RDからの測定においては、RDを基準(0°)に入射角度を傾斜させた測定を行った。ADに平行方向、およびTDに平行方向の2方向に沿って、探触子をそれぞれ傾斜させた。傾斜角度をそれぞれ-4°から+4°の範囲で、1°ピッチで傾斜させて測定した。解析に十分な信号強度を得るために、後方散乱信号は40dBのゲインで増幅させた。素材内部に超音波を伝播させた際に生じる後方散乱信号の強度を素材の深さ方向に対して平均化した値を求め、解析に用いた。以後、この平均化した値を後方散乱信号強度と表現する。

1.4 超音波測定の基本原理

超音波は素材内を伝播し、音響インピーダンスが異なる二つの領域の界面で散乱する。音響インピーダンスは式(1)と式(2)で表される。

$$Z = \sqrt{\rho \cdot V_L} \dots\dots\dots (1)$$

$$V_L = \sqrt{C/\rho} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 Z が音響インピーダンス、 ρ は素材の密度、 C は素材の弾性率、 V_L は縦波の音速である。

素材内部の密度は均一とみなすことができるため、素材内部に周囲とは弾性率が異なる不均質組織が存在するとその界面で散乱が生じる。

Ti-6Al-4V合金の主相は α 相であることから、本稿では α 相の弾性率に着目する。hcp格子から成る α 相のチタン単結晶における弾性定数は、 C_{11} 、 C_{33} 、 C_{12} 、 C_{13} 、 C_{44} 、がそれぞれ162.4GPa、180.7GPa、92.0GPa、69.0GPa、46.7GPaと報告されている¹⁹⁾。なお、 C_{11} 、 C_{33} はそれぞれhcp格子のc軸に垂直方向、およびc軸に平行方向の弾性定数を示す。hcp格子の対称性を考慮すると、弾性率は応力負荷方向に対するc軸のなす角 θ に依存し、c軸回りには等価である。 θ による弾性率の変化を図3¹⁸⁾に示す。このように、結晶方位変化は弾性率の変化を伴うため、超音波の散乱の原因となる。すなわち、局所集合組織領域が存在すると超音波の散乱発生が予想される。

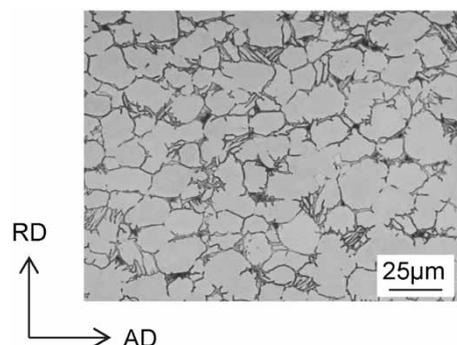


図2 $\alpha + \beta$ 域で鍛造を施したTi-6Al-4V合金の光学顕微鏡組織¹⁸⁾
Fig.2 Optical microstructure of Ti-6Al-4V material forged in $\alpha + \beta$ phase region¹⁸⁾

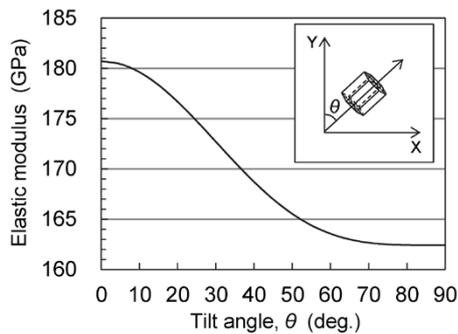


図3 hcp構造(α相)のc軸の傾斜角と弾性率との関係¹⁸⁾
 Fig.3 Relationship between elastic modulus and tilt angle of c-axis in hcp lattice(α phase)¹⁸⁾

2. 実験結果と考察

2.1 局所集合組織領域の形態

SEM/EBSDにより得た逆極点図方位マップ (Inverse pole figure: IPFマップ)^{15), 16), 20)}を図4に示す。図4(a)が縦断面、図4(b)が横断面での測定結果である。IPFマップの色付けは図中に併記する標準三角形を基に行い、各測定点のRDの結晶方位を示している。図5(A)~(H)は、図4(a)内に白色の長方形枠で示した

領域A~Hにおけるα相の(0001)正極点図^{15), 16), 20)}である。

まず、縦断面のIPFマップ(図4(a))に着目する。長手方向に伸びた局所集合組織領域が形成されているのが分かる。その厚さは数100μmで長さは1mmを超える。光学顕微鏡では、直径が20μm程度の粒状α組織が認められたが(図2)、SEM/EBSD測定の結果、多くの隣り合う粒状αは類似の結晶方位を有していることが分かる。横断面(図4(b))においても局所集合組織領域が認められるが、その形状は縦断面とは異なり、等軸状に近い形状である。すなわち、本研究で用いたTi-6Al-4V合金の円柱素材にはファイバ状の局所集合組織が形成されていることが明らかとなった。

縦断面で認められた局所集合組織の特徴を詳細に検討するため、図中に白色の長方形で示した枠内における結晶方位情報を正極点図^{15), 16), 20)}の形式で整理した(図5)。領域A~Gは、長方形の長辺が円柱素材のADに平行であり、領域Hはその垂直方向(RD)に長方形の長辺が平行である。領域A(図5(A))にはTDからRDに傾斜した方位にc軸の強い集積が認められ、その他の角度範囲への集積はほとんど認められない。これは、図4(a)

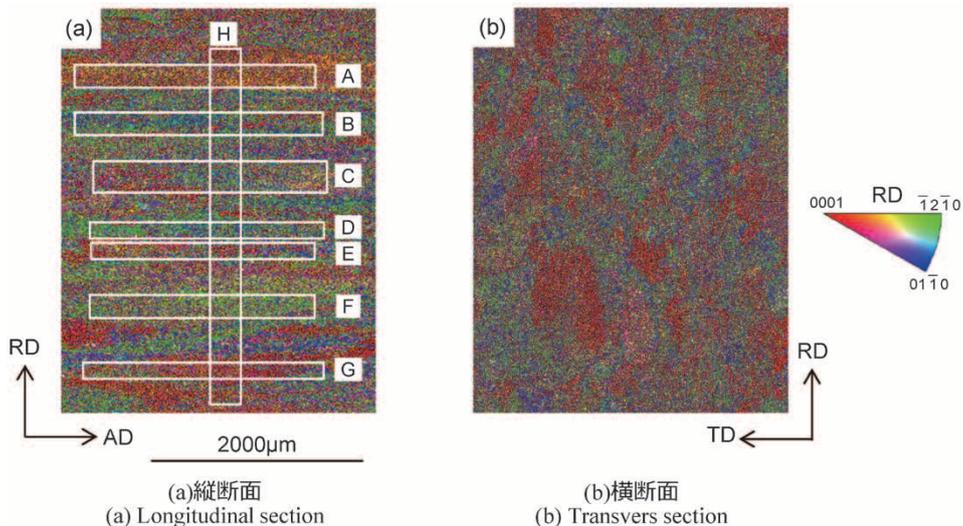


図4 α+β域で鍛造を施したTi-6Al-4V合金のEBSD IPFマップ
 Fig.4 EBSD IPF maps of Ti-6Al-4V material forged in α+β phase field

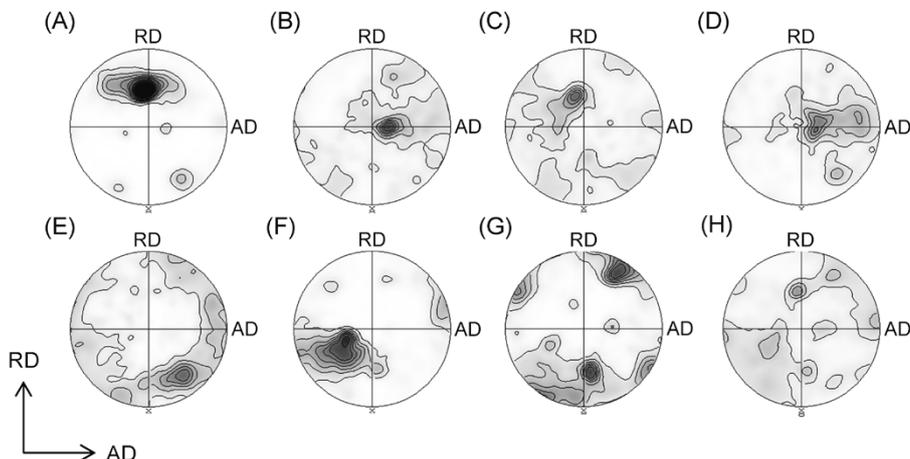


図5 図4(a)に示した領域A~Hにおけるα相の(0001)正極点図
 Fig.5 (0001) pole figures of α phase in region A through H shown in Fig.4 (a)

のIPFマップで、各測定点が主に赤色から黄色で表示されていることから想定されるとおり、白い長方形で囲んだ領域があたかも一つの結晶粒のように見なせることを示す。図5(B)~(F)も同様に、c軸はおおむね一箇所に集積している。しかし、集積する方位が互いに異なっている。例えば、領域Aに隣り合う領域B(図5(B))は、領域Aとは異なりTDに近い方位に集積が認められる。つぎに領域C(図5(C))と領域D(図5(D))はそれぞれ領域Aと領域Bに近い方位に強い集積を示す。領域E(図5(E))と領域F(図5(F))では、領域A~Dとは異なる方位に集積が認められ、領域Eでの集積方位は正極点図の外周部付近で、RDの逆側に近い。領域F(図5(F))はTDからADに平行に傾斜した方位近傍に集積が認められる。領域G(図5(G))においては、領域AからEとは異なり約3箇所に集積が認められた。図3に示したとおり、 α 組織の弾性率は θ に依存して変化する。図4(a)および図5(A)~(G)の結果から、Ti-6Al-4V合金の円柱素材にはADに伸びた局所集合組織領域が多数形成されており、各領域の結晶方位(なす角 θ)の違いに起因して、RDに沿って弾性率が数100 μm のピッチで変化していると考えられる。いっぽう、結晶方位情報を抽出した領域の長辺がRDと一致する領域H(図5(H))には特定の方位への集積は認められず、領域Aから領域Gと比較して集合組織の集積度は小さかった。図4(a)のIPFマップから、長方形の長辺をRDと一致させた場合、その領域に複数の局所集合組織領域が含まれるため、強い集合組織を示さないものと考えられる。

以上のように、 $\alpha + \beta$ 域で鍛造したTi-6Al-4V合金の円柱素材には、ADに長く伸びたファイバ状の局所集合組織領域が形成されており、その結晶方位(θ)は互いに異なっていた。その差異に起因して、RDに沿った弾性率の変動が生じると考えられる。いっぽうで、その垂直方向の領域における結晶方位の集積は顕著でなく、ADに沿った弾性率の変動は小さいと考えられる。

2.2 超音波測定で得られる後方散乱信号強度

円柱素材のRDおよびADに平行に測定した際に得られる後方散乱信号強度を図6に示す。先の検討結果¹⁸⁾と同様に、ADから測定した際に比べてRDから測定した際に大きな後方散乱信号強度を示し、測定方向による異方性が認められる。ニア α 型チタン合金鍛造材において、弾性率の周期的な変動は超音波の後方散乱を引き起こすと指摘されている⁷⁾。前節で示したとおり、本研究で用いたTi-6Al-4V合金の円柱素材にはADに伸びた局所集合組織領域が形成されている。本研究では周期性は評価していないものの、RDに沿って弾性率の変動が認められ、その変動のピッチは超音波の波長とオーダが近い数100 μm であった。いっぽうで、ADに沿った弾性率の変動は生じていないと考えられた。そのため、本研究において認められた後方散乱信号強度の異方性も、測定方向における弾性率変動の有無に起因していると考えられる。すなわち、後方散乱挙動は局所集合組織領域の形態を反映して変化しているといえる。

超音波の後方散乱信号強度が局所集合組織領域の形態

によって変化するという特徴に着目し、局所集合組織領域の形態評価への活用を検討した。RDからの測定について、入射角度を -4° から $+4^\circ$ の範囲で傾斜させ、後方散乱信号強度の変化を調査した結果を図7に示す。図7(a)はADに沿って傾斜させた場合、図7(b)はTDに沿って傾斜させた場合の結果である。横軸の 0° はRDと平行に超音波を送信したことを示す。図7(a)より、ADに沿って傾斜させた場合、後方散乱信号強度の変化は大きいことが分かる。傾斜角度が 1° で最大強度を示した後、プラス側とマイナス側のいずれの方向に傾斜させた場合でも後方散乱信号強度は急激に低下している。いっぽう図7(b)より、TDに沿って傾斜させた場合には後方散乱信号強度の変化はほとんど認められない。このように、後方散乱信号強度は入射角度に敏感に反応すること、および入射角度による後方散乱信号強度の変化は傾斜方向に大きく依存することが明らかとなった。

この挙動は、Ti-6Al-4V合金の円柱素材に形成される局所集合組織領域の形態に起因していると考えられる。すなわち、本研究ではADに伸びたファイバ状の局所集

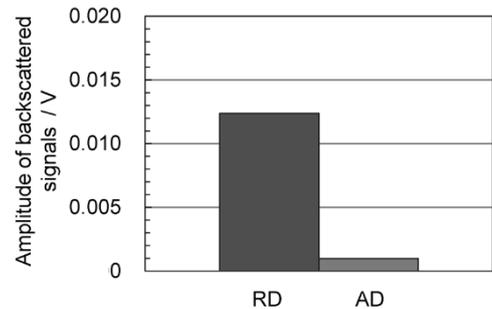


図6 $\alpha + \beta$ 域で鍛造を施したTi-6Al-4V合金に対する超音波測定においてRDおよびADから得られる後方散乱信号強度
Fig.6 Amplitude of backscattered signals obtained in RD and AD in ultrasonic measurements on Ti-6Al-4V material forged in $\alpha + \beta$ phase region

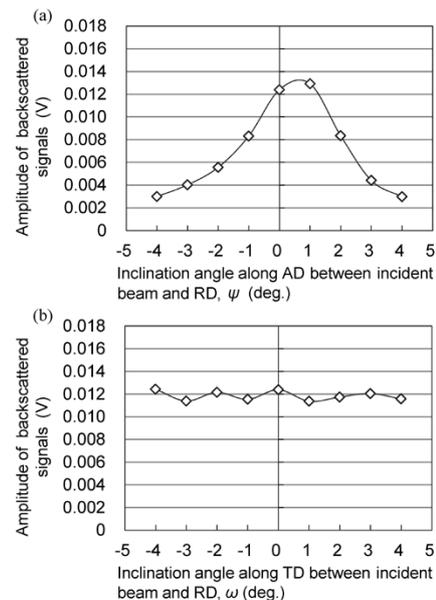


図7 超音波の入射角度と傾斜方向が後方散乱信号強度に及ぼす影響 ((a) ADに沿って傾斜させた場合、(b) TDに沿って傾斜させた場合)
Fig.7 Influence of incident angles and inclination direction on the amplitude of backscattered signals ((a) inclined along AD, (b) along TD)

合組織領域を対象に調査したため、ADに平行に局所集合組織領域の界面が形成されている。RDに沿って超音波が伝播する場合、局所集合組織領域に起因する弾性率の変動が生じ、高い後方散乱信号強度を示す。しかしながら、入射角度をADに沿って傾けるとそれに伴って局所集合組織領域の界面と入射方向との角度が変化し、超音波の伝播方向に沿った弾性率の変動が緩慢になる。そのため、後方散乱信号強度が急激に低下すると考えられる。なお、傾斜角度1°の測定で最大の後方散乱信号強度を示したが、これは局所集合組織領域の伸長方向がADに対して完全に平行ではなく、若干傾いていることが原因であると推定される。

いっぽう、TDに沿って入射角度を傾斜させた場合、後方散乱信号強度はほとんど変化しなかった。局所集合組織領域がファイバ状であり、TDには曲率を持った界面を有している。さらに、TDに沿って傾斜した場合でも、局所集合組織領域の伸長方向との関係性は変化しない。そのため、入射角度における弾性率変動の変化は小さく、後方散乱信号強度がほとんど変化しなかったと考えられる。

以上のように、Ti-6Al-4V合金の円柱素材を超音波測定した際に得られる後方散乱信号強度は、入射方向と入射角度に敏感に影響を受け、その挙動は局所集合組織領域の形態に対応していることが明らかとなった。

むすび = 本研究では、超音波の後方散乱信号強度はチタン合金鍛造材に形成された局所集合組織領域の形態に依存し、その入射方向と入射角度に対して敏感に変化することを示した。この現象を活用することにより、超音波による局所集合組織領域の形態評価が可能であると考えられる。本研究で取り扱った局所集合組織領域の形態はファイバ状であったが、他にもパンケーキ状や楕円（だえん）状などの形態があり得る。これらの形態に対しても同様の評価を行うことにより、より普遍的な形態評価技術を構築できると考える。機械的特性に対しては、局所集合組織領域の空間分布も影響していると考えられるため、今後検討を進めていきたいと考えている。

参 考 文 献

- 1) J. W. Elmer et al. Materials Science and Engineering A. 2005, Vol.391, p.104-113.
- 2) S. Kar et al. Metallurgical and Materials Transaction A. 2006, Vol.37, p.559-566.
- 3) A. P. Woodfield et al. Titanium 95 Science and Technology. 1995, p.1116-1123.
- 4) K. Le Biavant et al. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. 2002, Vol.25, p.527-545.
- 5) L. Germain et al. Acta Materialia. 2005, Vol.53, p.3535-3543.
- 6) L. Germain et al. Acta Materialia. 2008, Vol.56, p.4298-4308.
- 7) M. Humbert et al. Acta Materialia. 2009, Vol.57, p.708-714.
- 8) R. Whittaker et al. Materials Science and Technology, 2010, Vol.26, p.676-684.
- 9) L. Toubal et al. Metallurgical and Materials Transaction A. 2010, Vol.41, p.744-750.
- 10) N. Gey et al. Acta Materialia. 2012, Vol.60, p.2647-2655.
- 11) A. Moreau et al. Materials Characterization. 2013, Vol.75, p.115-128.
- 12) A. L. Pilchak et al. Metallurgical and Materials Transaction A. 2014, Vol.45A, p.4679-4697.
- 13) C. Buirette et al. Materials Science and Engineering A. 2014, Vol.A618, p.546-557.
- 14) S. L. Semiatin. Metallurgical and Materials Transaction A. 2020, Vol.51A, p.2593-2625.
- 15) 鈴木清一. まてりあ. 2001, Vol.40, p.612-616.
- 16) R. Yoda. Compendium of Surface and Interface Analysis, The Surface Science Society of Japan (ed.). Springer, 2018, p.127-132.
- 17) B. Ginty et al. Proceedings of the 14th World Conference on Titanium. 2020, 11021, p.1-4.
- 18) Y. Ito et al. MATEC Web Conferences. 2020, Vol.321, p.11021.
- 19) E. S. Fisher et al. Physical Review. 1964, Vol.135, p.482-494.
- 20) 稲垣裕輔ほか. 軽金属. 2002, Vol.52, p.494-499.



伊藤良規

技術開発本部 材料研究所



高峯弘行

技術開発本部 生産システム研究所



佐伯翔吾

素材材事業部門 高砂品質保証部



辻 伸泰

京都大学大学院 工学研究科