

時間分解 X 線イメージングによるチタン合金の
凝固・固相変態のその場観察
**In-situ Observation of Solidification and Solid State Transformation in
Ti-based Alloy using X-ray Imaging**

西村 友宏^a, 堀口 元宏^a, 桂 翔生^a, 小森 康平^a, 福田 一徳^b, 森 拓弥^b
Tomohiro Nishimura^a, Motohiro Horiguchi^a, Sho Katsura^a, Kohei Komori^a, Kazunori Fukuda^b,
Takuya Mori^b

^a(株)神戸製鋼所, ^b(株)コベルコ科研
^aKobe Steel, Ltd., ^bKobelco Research Institute, Inc.

X 線イメージングによる凝固その場観察は、金属材料の凝固過程を理解する上で有力な手法となっている。しかし、チタン合金は活性金属であるためにその場観察の成功例は少ないが、これまでの研究にて TiAl 合金の凝固その場観察に成功した(等軸晶での凝固)。今回、その手法を用いて、冷却条件を変えた条件で実験を行ったところ柱状晶で凝固する過程が観察された。

キーワード： TiAl 合金、X 線イメージング、凝固その場観察

背景と研究目的：

産業界に対する二酸化炭素の排出抑制の要求は今後も高まってくるため、輸送機(自動車や航空機など)の軽量化技術の開発が求められている。特に、航空機の軽量化に対しては、低圧タービン翼(LPT)や高圧圧縮機翼(HPC)での TiAl 合金の適用拡大が期待されている。

TiAl 合金の特性を最大限発現させるためには、組織制御が必要となる。凝固過程では、偏析や割れなどの casting defect が不可避免的に発生し、材料特性低下の要因となる。そこで、 casting process における凝固組織制御が必要となるが、そのためには凝固過程の実証的理解が不可欠である。

放射光を用いた時間分解 X 線イメージングによる凝固その場観察が、凝固過程を実証的に把握する上で有益な手法として確立されている。その一方で、TiAl 合金は活性金属であることが原因で、これまで観察例は少ない。

以前成功した観察では、試料が過冷される条件で実験を実施したため、準安定相の選択が生じていた。そこで本研究では、過冷を防ぐ条件で実験を実施した場合の凝固過程の理解を目的として実験を行った。

実験：

観察に用いた試料は Ti-48Al-2Cr-2Nb(at%) であり、通称 4822 合金と呼ばれる汎用の鍛造用合金である。4822 合金は既に航空機向けエンジン部品に実装されている。

これまでの観察と同様に、試料形状は 10 mm × 10 mm × 0.2 mm とした。実験は BL20XU にて行った。X 線の上流側から、1)光源、2)モノクロメーター、3)X 線シャッター・スリット、4)吸収板、5)真空チャンバー(炉+試料)、6)検出器(透過像)を配置した。

今回観察に用いたカメラは、最大で 2 mm × 4 mm 程度の領域を観察でき、ピクセルサイズは 6.45 μm/pixel である。また、最大で 200 fps 程度の時間分解で、凝固過程を撮影できる。今回の実験では、所定の温度から 1.67 K/s の速度で冷却した際の凝固過程を、1 fps の時間分解で観察した。

TiAl 合金の凝固その場観察には、十分な透過強度を確保できる高輝度で高平行度な単色光が必要となる。これらの単色光は SPring-8 以外では使用できないため、他の放射光施設での実施は行っていない。

結果および考察：

試料を室温から一定速度で昇温し、透過像中で試料中に固相が残っている状態で昇温を停止した。その温度から、1.67 K/s で冷却したときの凝固過程を図 1 に示す。観察領域は 1.5 mm × 4 mm 程度

である。実験に用いた炉内では温度勾配は殆ど生じていないため、試料中の温度はほぼ均一であると見なせる。

図 1(a)は冷却直前であり、試料左下に固相が残っている。図 1(a)の直後から冷却を開始し、9 秒後の透過像が図 1(b)である。残っていた固相から柱状晶が成長している過程を観察できた。更に、柱状晶の前方では等軸晶の生成が生じていた。

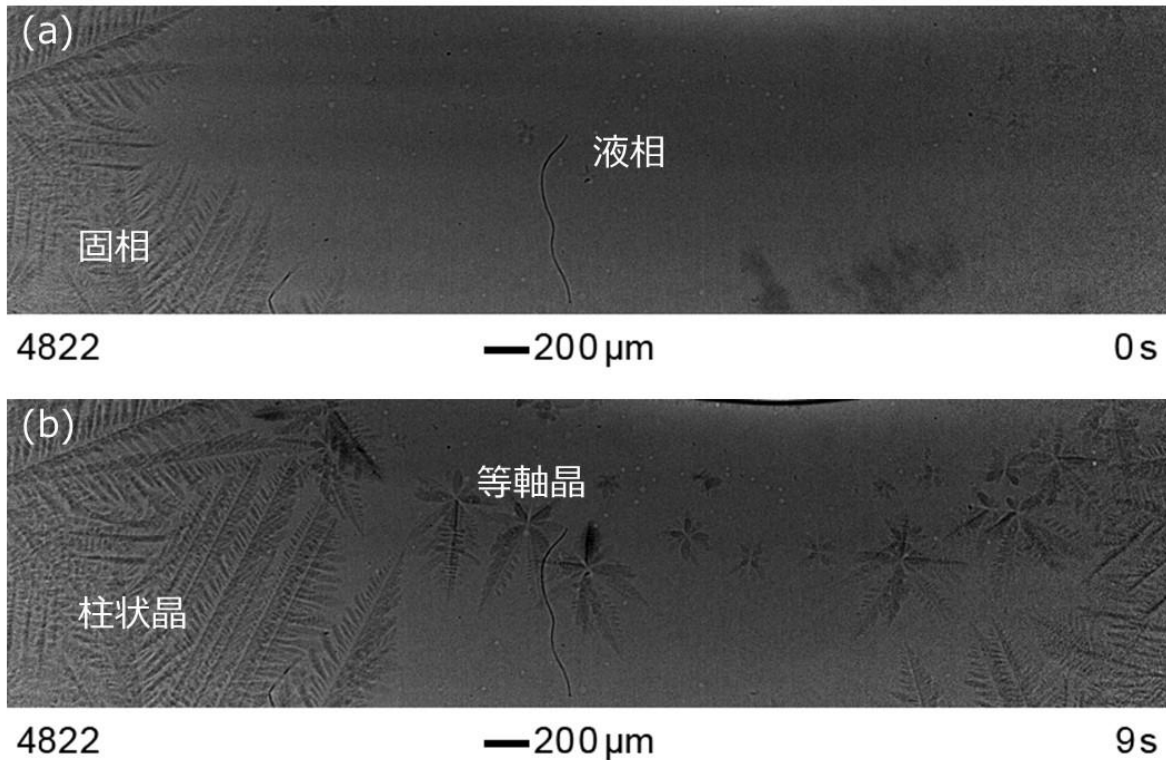


図 1 TiAl 合金の凝固過程 (a)冷却開始直前の透過像 (b)柱状晶での凝固過程の透過像

前回の観察では、試料を完全に熔融させた状態から冷却を開始しており、凝固時に過冷が生じる条件であった。試料と保持容器とが反応した結果、実験後の試料中の酸素濃度が増加していることが確認できている。酸素は α 安定化元素であるため、平衡状態では初晶が β 相であるにも関わらず、準安定相である α 相が初晶として選択された。

今回の観察では、固相を残して冷却を開始したため、凝固時の過冷を防ぐことが可能な条件である。加熱過程では平衡状態が成り立つため、冷却開始時に残っていた固相は β 相であると考えられる。そのため、固相から成長した柱状晶は β 相であると考えられる。