

## X線イメージングによるTiAl合金の凝固その場観察 In-situ Observation of Solidification in Ti-Al Alloy using X-ray Imaging

西村 友宏<sup>a</sup>, 山口 勝弘<sup>a</sup>, 堀口 元宏<sup>a</sup>, 桂 翔生<sup>a</sup>, 北村 智之<sup>a</sup>, 福田 一徳<sup>b</sup>, 森 拓弥<sup>b</sup>  
Tomohiro Nishimura<sup>a</sup>, Katsuhiko Yamaguchi<sup>a</sup>, Motohiro Horiguchi<sup>a</sup>, Sho Katsura<sup>a</sup>, Tomoyuki Kitamura<sup>a</sup>,  
Kazunori Fukuda<sup>b</sup>, Takuya Mori<sup>b</sup>

<sup>a</sup>(株)神戸製鋼所, <sup>b</sup>(株)コベルコ科研  
<sup>a</sup>Kobe Steel, Ltd., <sup>b</sup>Kobelco 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、TiAl合金は活性金属であるために、その場観察の成功例はない。そこで、TiAl合金の凝固その場観察を目的に実験を行った。BL20XUの高輝度単色光を用い、毎秒1枚の時間分解で凝固過程を撮影した。今回、TiAl合金の凝固その場観察に成功し、等軸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、自動車や航空機などの輸送機軽量化技術の開発が求められる。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合金の適用が既に始まっており、今後も堅調に適用が拡大すると予測されている。

TiAl合金の凝固過程では、偏析や引け巣などの铸造欠陥が形成する。また、材料組織は材料特性を決定する。そこで、铸造欠陥低減や材料特性向上のためには、凝固過程での組織制御が必要となる。

放射光を用いたX線イメージングによる凝固その場観察は、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[1]。しかし、TiAl合金は活性金属であるため、技術上の課題からこれまでその場観察は行われていない。また、鉄鋼材料などと同様に、観察には高輝度で高平行度の単色光が必要となる。

そこで本研究では、X線イメージングによるTiAl合金の凝固その場観察を可能とする技術確立し、Ti-48Al-2Cr-2Nb(at%)合金の凝固過程を把握することを目的としている。

### 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で使用されている汎用合金である。

試料形状は10 mm × 10 mm × 0.2 mmの薄膜状とした。この形状にすることで、十分な透過強度を確保でき、固液界面のコントラスト差を検出することが可能となる。

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)フラットパネル(回折像)、7)検出器(透過像)を配置する。透過像用の検出器と回折像用のフラットパネルの2種類を用いることで、透過X線と回折X線の両面から凝固過程をその場観察できる。つまり、本課題では、透過X線イメージングとX線回折を組み合わせて、TiAl合金の凝固その場観察を試みた。透過像からは組織の時間発展に関する情報を、回折像からは結晶粒の数や方位の時間変化の情報を得ることができる。

試料を透過し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：

試料を室温から昇温し、透過像中で試料が完全に熔融した際の温度から、更に20 K過熱した温度で昇温を停止した。その温度から、0.83 K/sで冷却した結果を図1に示す。観察領域は2 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。図 1(a)は冷却前であり、試料全体が液相である。図 1(a)の 10 秒後に冷却を開始した。冷却開始後、図 1(b)に示す様に、等軸晶での凝固が観察された。今回の実験では、試料の左下から右上へ向かって凝固が進行した。

0.83 K/s で冷却を行い、冷却開始から 20 秒経過しているため、図 1(b)の時点で温度は 17 K 程度低下している。過熱度は 20 K であったため、今回は過冷は殆ど生じずに凝固が開始したことになる。

今回は示していないが、回折像においても、凝固時に回折点の変化を検出できたため、透過像と回折像の両面から凝固過程を観察できたことになる。

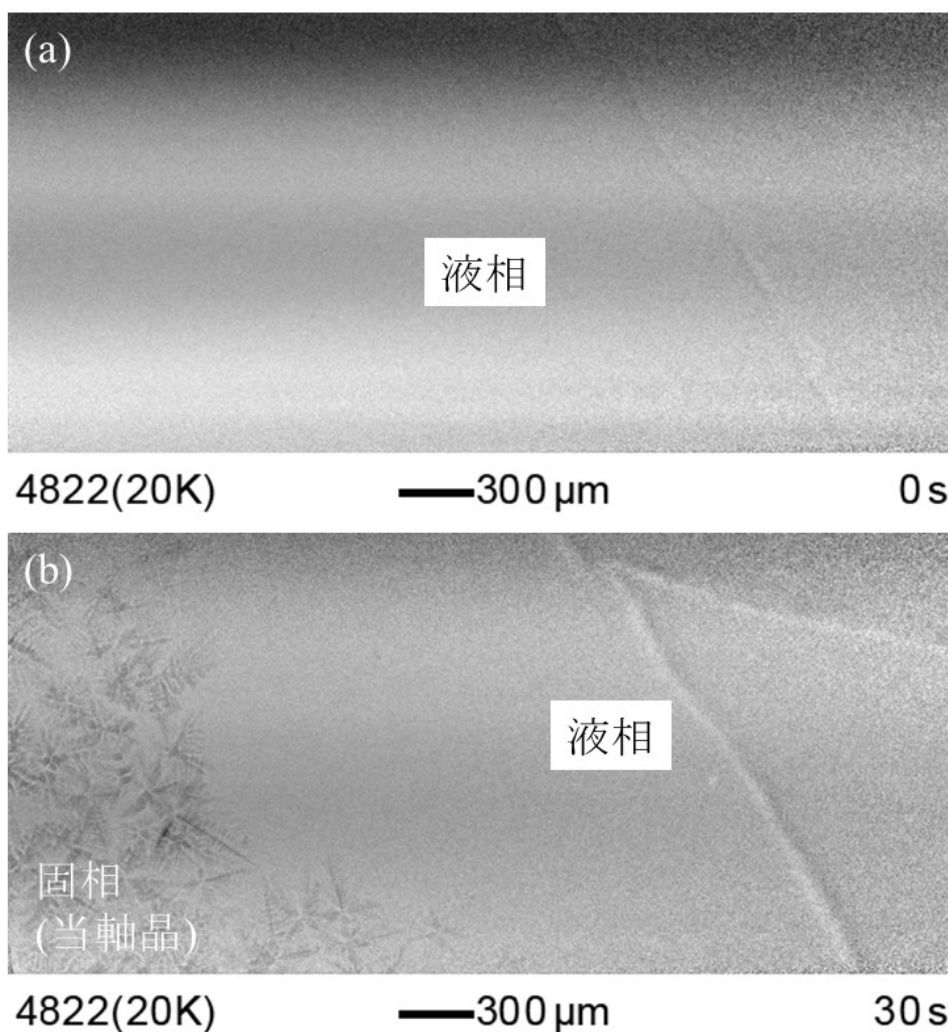


図 1. TiAl 合金の凝固過程 (a)冷却開始前の透過像 (b)等軸晶での凝固過程の透過像

今回、活性金属である TiAl 合金の凝固その場観察に成功した。今回の実験では、保持容器と試料との反応が生じており、実験の成功率は高くない。そのため、その場観察を行う上での技術課題はまだ存在している。

その一方で、観察自体には成功したことから、他の Ti 合金でも同様に観察できる可能性がある。例えば、Ti-64 合金などの汎用合金においても観察できれば、凝固過程(デンドライト形状など)に関する情報を獲得でき、組織制御に対する有益な知見となる可能性がある。

更に、Ti 合金に限らず他の活性金属においても、凝固その場観察ができる可能性がある。そのため、今回の観察結果の意義は、広く活性金属を対象として凝固その場観察ができる可能性があることが示された点にもある。

参考文献：

[1] 柳楽知也、安田秀幸、吉矢真人、まてりあ、53-10 (2014)、467-470.