

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3054696号
(P3054696)

(45)発行日 平成12年6月19日(2000.6.19)

(24)登録日 平成12年4月14日(2000.4.14)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I
C 2 2 C 14/00		C 2 2 C 14/00 Z
1/00		1/00 Q
1/02	5 0 1	1/02 5 0 1 A
	5 0 3	5 0 3 E
C 3 0 B 17/00		C 3 0 B 17/00

請求項の数 2 (全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平10-183979	(73)特許権者	391012442 京都大学長 京都府京都市左京区吉田本町36の1番地
(22)出願日	平成10年6月30日(1998.6.30)	(72)発明者	山口 正治 京都府京都市左京区北白川上別当町24-403
(65)公開番号	特開2000-17359(P2000-17359A)	(72)発明者	乾 晴行 大阪府高槻市野田3丁目31-21
(43)公開日	平成12年1月18日(2000.1.18)	(72)発明者	デイビッド レイ ジョンソン 京都府宇治市五ヶ庄京大職員宿舎713号
審査請求日	平成10年6月30日(1998.6.30)	(74)代理人	100059258 弁理士 杉村 暁秀 (外8名)
		審査官	長者 義久

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 Ti - Al - Si系合金の製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 Al : 43at%以上およびSi : 1at%以上を、Al + Si : 47at%以下の下に含み、さらにCr、Mo、W、V、Nb、Ta、MnおよびReから選ばれる1種または2種以上を合計で1.0 ~ 5.0at%含有するTi溶湯を、種結晶を用いて一方向凝固させたのち、相単相領域にて加熱し、その後徐冷することを特徴とするTi - Al - Si系合金の製造方法。

【請求項2】 Al : 43at%以上およびSi : 1at%以上を、Al + Si : 47at%以下の下に含み、さらにCr、Mo、W、V、Nb、Ta、MnおよびReから選ばれる1種または2種以上を合計で1.0 ~ 5.0at%、並びにC、NおよびREMから選ばれる1種または2種以上を合計で0.05 ~ 1.0at%、含有するTi溶湯を、種結晶を用いて一方向凝固させることを特徴とするTi - Al - Si系合金の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、主にTiAlおよびTi₃Alの金属間化合物と微細に分散するTi₅Si₃とから成る、Ti - Al - Si系合金の製造方法に関する。このTi - Al - Si系合金は、ジェットエンジンおよび陸上タービンのコンプレッサー並びにタービンのブレードおよびペーンその他、自動車エンジンの排気バルブおよびピストンや、ロケット、超音速航空機および宇宙航空機のエンジン並びに耐熱構造材、さらにはボイラーの耐熱管並びに耐熱構造材など、新しい軽量耐熱材料としての用途が期待される。

【0002】

【従来の技術】例えば、ガスタービン用単結晶ブレードおよびペーンについて、Ni基超合金の一方向凝固技術が

よく知られている。すなわち、図1に示すように、種結晶を用いることなく、ブレードあるいはベーンとなる熔融金属1の下部に複雑な凝固経路2を設け、成長する結晶を1つに絞ることによって、熔融金属1を単結晶3化する、技術が知られている。なお、図1において、符号4は高周波コイルである。ここに、Ni基超合金を構成するNi合金相と金属間化合物であるNi₃Al相は<001>方向に成長する傾向が強いため、単結晶材の成長方向は自動的に<001>となる。この<001>方向は、耐クリープ性の高い方位であるため、Ni基超合金の一方凝固単結晶材は、必然的に優れたクリープ強度を有することになる。

【0003】このように、一方凝固単結晶技術によって得られるNi基超合金は、とりわけ優れたクリープ強度を有することから、近年、この一方凝固単結晶技術を、主にTiAlおよびTi₃Alの金属間化合物から成るTi-Al系合金についても適用することが検討されている。

【0004】すなわち、このようなTi-Al系合金では、Ni基超合金と同様に一方凝固による単結晶化を、図1に示した単純な手法で実現するのは不可能であり、予めラメラ方位に制御した種結晶を用いることが必須になる。この種結晶を用いた一方凝固によって、Ti-Al系合金の単結晶材を育成することが可能である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、Ti-Al系合金に、種結晶を用いる一方凝固による単結晶化を所期してSiを添加した組成、とりわけSiを1at%以上含有する組成においては、粗大なチタンシリサイドが生成、そして分散するために、図2に示すように、常温延性が著しく低下する不利がある。なお、図2は、Al+Si:47at%以下の下にAlおよびSiを含む、Ti-Al-Si系合金のSi含有量と常温延性との関係を示したものである。同図において、および印は、それぞれ引張試験を大気中と真空中にて行った場合の結果である。ここで、Siの増加と共に常温延性が低下するのは、Siの増加と共にチタンシリサイドが粗大化することが原因である。

【0006】従って、Siを1at%以上で含有するTi-Al-Si系合金では、生成するチタンシリサイドを単結晶の成長方向に配向させつつ微細化することが実現されれば、常温延性と高温クリープ特性とを両立させることが可能であるが、未だ実現されていない。

【0007】そこで、この発明は、Siを1at%以上で含有するTi-Al-Si系合金のラメラ界面が凝固方向に沿って配向した単結晶を育成し、その単結晶中に分散する針状あるいは板状のチタンシリサイドを微細化すると共に、ラメラ界面に平行に配向させる、一方凝固技術を確認することによって、優れた常温延性および高温強度特性を併せ持つTi-Al-Si系合金を提供しようとするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】この発明の要旨構成は、次のとおりである。

(1) Al:43at%以上およびSi:1at%以上を、Al+Si:47at%以下の下に含み、さらにCr、Mo、W、V、Nb、Ta、MnおよびReから選ばれる1種または2種以上を合計で1.0~5.0at%含有するTi溶湯を、一方凝固させたのち、相単相領域にて加熱し、その後徐冷することを特徴とするTi-Al-Si系合金の製造方法。

【0009】(2) Al:43at%以上およびSi:1at%以上を、Al+Si:47at%以下の下に含み、さらにCr、Mo、W、V、Nb、Ta、MnおよびReから選ばれる1種または2種以上を合計で1.0~5.0at%、並びにC、NおよびREMから選ばれる1種または2種以上を合計で0.05~1.0at%、含有するTi溶湯を、一方凝固させることを特徴とするTi-Al-Si系合金の製造方法。

【0010】

【0011】

【0012】

【発明の実施の形態】さて、Siを1at%以上含むTiAl基合金から、ラメラ界面が凝固方向に平行な単結晶を一方凝固により育成すると、粗大なTi₅Si₃が分散して生成する。このTi₅Si₃相は、当該単結晶材の代表的組織を図3に示すように、凝固方向に沿って配向するが、ところによっては図4に示すように、凝固方向に沿って配向しない部分も存在する。このチタンシリサイドのうち、凝固方向に沿って配向するチタンシリサイドは、高い高温クリープ強度をもたらす要因となるものの、部分的に生成する粗大なチタンシリサイドは常温延性を著しく損なう要因となる。このような粗大なチタンシリサイドは、共晶凝固過程にて生ずるものである。そして、常温延性および高温強度特性を両立するには、この共晶シリサイドを微細化することが、肝要であり、共晶シリサイドを微細化する手法について、以下に詳細に説明する。

【0013】まず、この発明のTi-Al-Si系合金は、Al:43at%以上およびSi:1at%以上を、Al+Si:47at%以下の下に含み、さらにCr、Mo、W、V、Nb、Ta、MnおよびReから選ばれる1種または2種以上を合計で1.0~5.0at%含有する、成分組成を基本とする。

【0014】すなわち、Al:43at%以上およびSi:1at%以上を、Al+Si:47at%以下の下に含有させるのは、図5に示す斜線部の組成を有する種結晶を用いる一方凝固によって、上記の基本成分組成のTi-Al-Si系合金を、単結晶化することを可能ならしめるためである。

【0015】また、Cr、Mo、W、V、Nb、Ta、MnおよびReから選ばれる1種または2種以上を合計で1.0~5.0at%含有するのは、Ti-Al-Si系合金の常温延性を適正に保ちつつ、優れた高温強度および耐酸化性を確保するためである。

【0016】さらに、上記の成分になるTi溶湯に、液相と平衡し得る組成(図5の斜線部)を有するTi-Al-Si

系種結晶を用いて、昇温中に(+Ti₅Si₃) 2相領域に入ることなく(+Ti₅Si₃) 2相領域に入る、凝固過程を与えることによって、(+₂ +Ti₅Si₃) なる相構成を持ち、かつラメラ界面が凝固方向に沿って成長した単結晶中に、針状あるいは板状のチタンシリサイドが分散して生成した、組織が得られる。そして、以上の基本成分または製造工程において、次のいずれかの手法にてチタンシリサイドの微細化を達成することが、肝要である。

【0017】すなわち、上記基本成分を有するTi溶湯にて一方向凝固を行うに当たり、上記基本成分に加えて、C、NおよびREM から選ばれる1種または2種以上を合計で0.05~1.0at%含有することによって、得られる一方向凝固材は、共晶シリサイドが微細化しかつラメラ界面に沿って配向した、組織となる。なぜなら、C、NおよびREM から選ばれる1種または2種以上を合計で0.05at%以上含有することによって、共晶シリサイドの核生成サイトが多数導入されるために、共晶シリサイドの微細化が達成される。一方、含有量が1.0at%をこえると、粗大なC、NおよびREM とTiとの化合物が出現し、常温延性を著しく阻害するためである。

【0018】また、上記基本成分にC、NおよびREM から選ばれる1種または2種以上を添加しないと、一方向凝固によって粗大なチタンシリサイドを含む単結晶材が得られるが、この場合は、この単結晶材を、相単相領域にて加熱して、粗大シリサイドを相中に一旦溶解させ、その後徐冷することによって、過飽和のSiを微細なチタンシリサイドとして、ラメラ界面に沿って配向析出させると、図6に示す、組織が得られる。

【0019】ここで、相単相領域の加熱とは、状態図の(+)相境界の直上の相単相領域における加熱を意味し、具体的には、合金組成にもよるが、1350程度の温度に対応する。また、加熱時間は1時間以上必要である。さらに、微細なチタンシリサイドをラメラ界面に沿って配列させるためには、その後の徐冷は、1300~1100の間を5~20/hの冷却速度で行うことが、好ましい。

【0020】なお、上記の熱処理を、上記基本成分にC、NおよびREM から選ばれる1種または2種以上を添加した場合にも適用すると、共晶シリサイドのさらなる微細化が達成できるのは勿論である。

【0021】以上の方法によって得られる、Siを1at%以上含み、微細なチタンシリサイドがラメラ界面に平行に配向している単結晶は、ラメラ界面と平行に負荷される引張応力に対して、数%の常温延性と共に、非常に優れたクリープ抵抗を示す。

【0022】例えば、従来報告されているTi-Al基合金の760における最小クリープ速度を負荷応力の関数としてプロットした図に、Ti-43at%Al-3at%Si系合金

およびTi-45at%Al-2at%Si系合金の750における最小クリープ速度をプロットした結果を、図7に示す。従来の合金の最小クリープ速度は、760におけるものであり、Ti-43at%Al-3at%SiおよびTi-45at%Al-2at%Si系合金のそれは、750における値である。従って、両者を直接比較できないが、従来のTiAl基合金の場合、一定応力下で最小クリープ速度を1桁大きくするためには、少なくとも50以上の温度上昇が必要であるから、この発明に従う単結晶は、従来のTi-Al基合金を凌駕するクリープ強度を有することがわかる。

【0023】なお、図7における従来報告されているTi-Al基合金に関するデータは、「Creep of a fine-grained, fully-lamellar two-phase TiAl alloy at 760」(J.N.Wang, A.J.Schwartz, T.G.Nieh, C.T.Liu, V.K.Sikka and D.Clements著, Gamma Titanium Aluminides Edited by Y-W.Kim, R.Wagner and M.Yamaguchi, The Minerals, Metals and Materials Society, 1995, 第949~957頁)を出典とする。

【0024】

【発明の効果】この発明によって、Siを1at%以上で含有するTi-Al基合金において、ラメラ界面が凝固方向に沿って配向した単結晶を育成し、その単結晶中に分散する針状あるいは板状のチタンシリサイドを微細化すると共に、ラメラ界面に平行に配向させる、一方向凝固技術が確立するために、優れた常温延性および高温強度特性を併せ持つTi-Al系合金の提供が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】Ni基超合金における単結晶の育成技術を示す図である。

【図2】Ti-47at%Al-Si系合金におけるSi含有量と伸びとの関係を示す図である。

【図3】Ti-43at%Al-3at%Si合金の組織を示す顕微鏡写真である。

【図4】Ti-43at%Al-3at%Si合金の組織を示す顕微鏡写真である。

【図5】Ti-Al-Si系種結晶の組成範囲を示す図である。

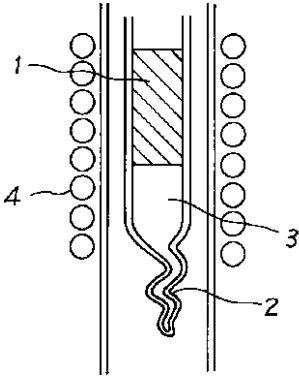
【図6】この発明に従うTi-43at%Al-3at%Si合金の組織を示す顕微鏡写真である。

【図7】従来報告されているTi-Al基合金の760における最小クリープ速度と負荷応力との関係と、この発明によるTi-43at%Al-3at%SiおよびTi-45at%Al-2at%Si単結晶の750における最小クリープ速度とを示す図である。

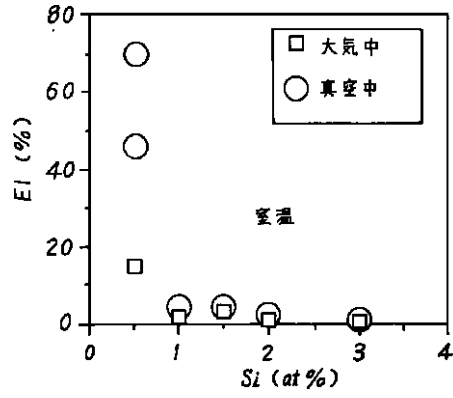
【符号の説明】

- 1 溶融金属
- 2 凝固経路
- 3 単結晶
- 4 高周波コイル

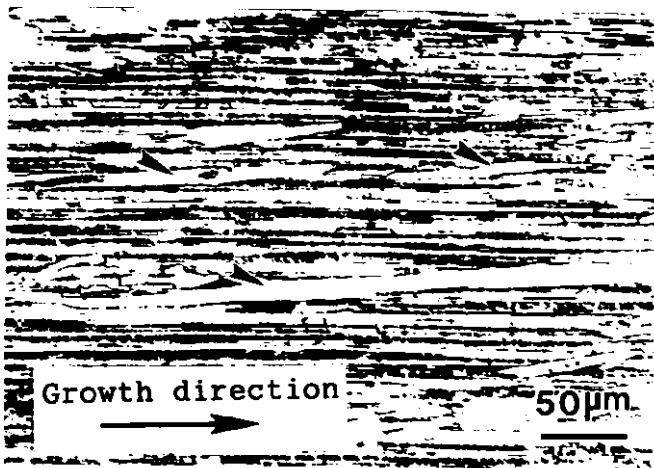
【図1】



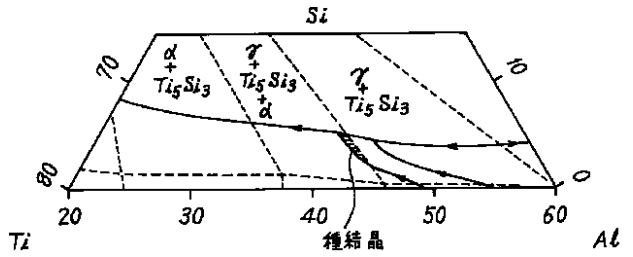
【図2】



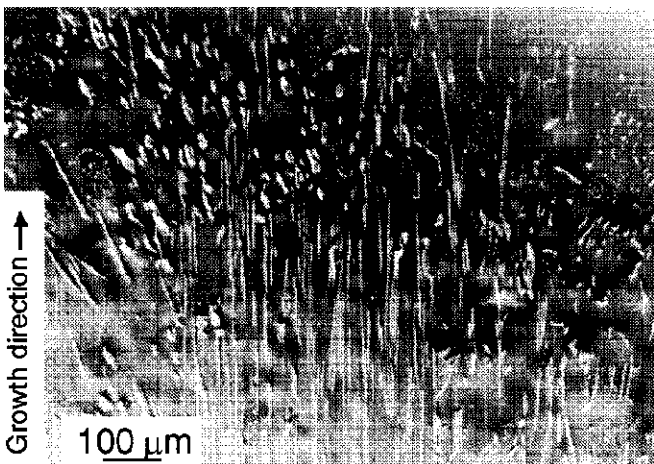
【図3】



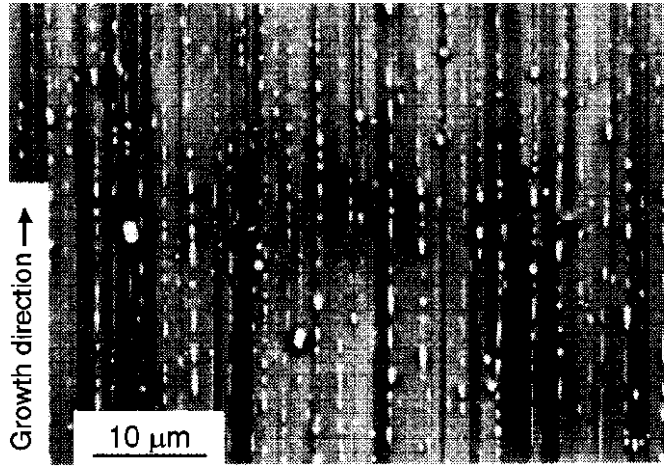
【図5】



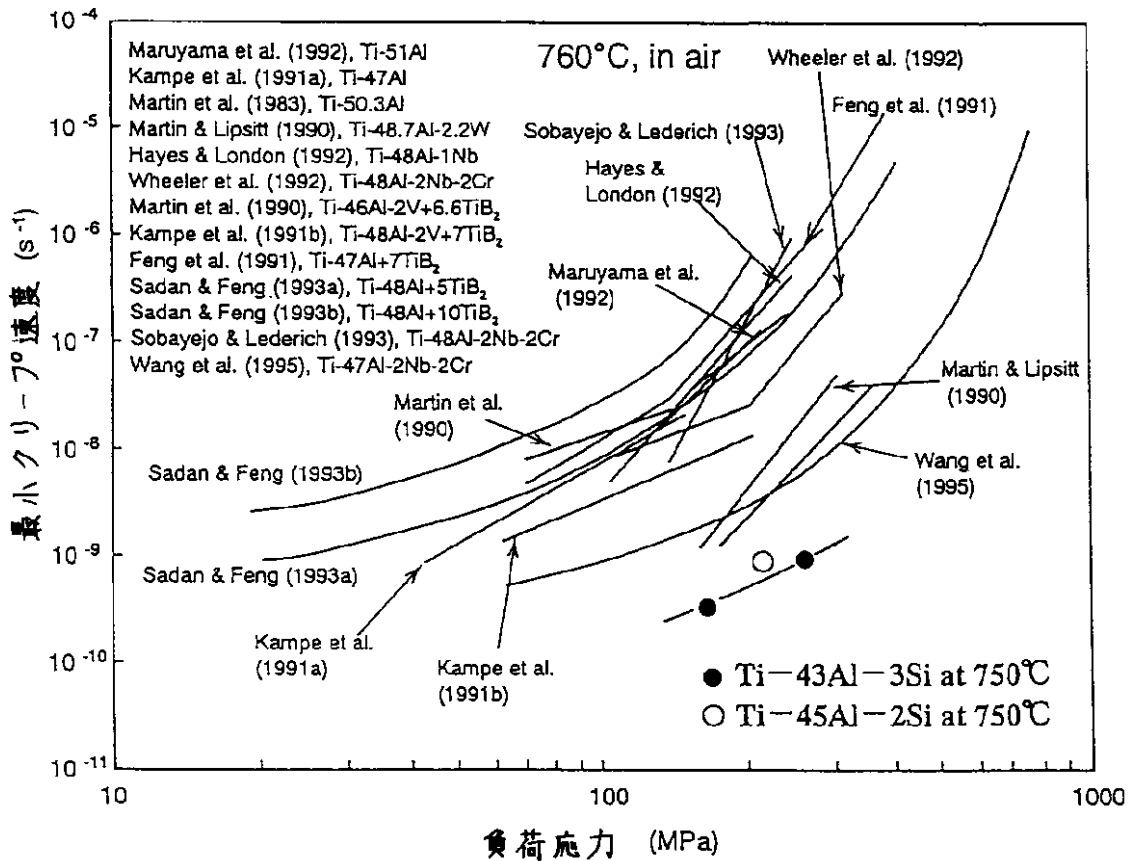
【図4】



【図6】



【図7】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開 平5 - 230568 (J P , A)
特開 平8 - 283890 (J P , A)
STRUCTURAL INTERM
ETALLICS 1997 , p p . 287 -
294 (1997)
材料 , V o l . 47 , N o . 5 , p p .
540 - 541 (1998)
金属 , V o l . 1990 , N o . 7 , p
p . 34 - 40
- (58)調査した分野(Int.Cl.7 , D B 名)
C22C 14/00
C22C 1/00
C22C 1/02