

Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の析出 および再結晶挙動

久保木 功*, 本橋嘉信*², 今林 守*³, 大森宮次郎*²

(平成元年 8 月 31 日受理)

Precipitation and Recrystallization Behaviors in Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn Alloy

Isao KUBOKI*, Yoshinobu MOTOHASHI*², Mamoru IMABAYASHI*³, and Miyajirou OHMORI*²

Abstract—The cold-deformability, precipitation and recrystallization behaviors in Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn alloy have been investigated. The main results obtained are as follows :

(1) The amount and the shapes and sizes of the precipitated α phase in the alloy depend strongly on a degree of working, aging temperature and aging time. And the hardness of the alloy varies from about Hv250 to about Hv500, depending on the precipitation behaviors.

(2) A microduplex structure in which fine round α phase particles are uniformly dispersing in β phase matrix can be obtained by means of aging at relatively high temperatures below β transus temperature after a severe cold-rolling.

(3) In order to obtain a fine-grained and an equiaxed recrystallized structure, the cold-rollings of the percentage reduction in thickness above 85% and the annealing treatments which complete recrystallization are required for the alloy. The annealing treatments must be made at annealing temperatures as low as possible above the β transus temperature of 1015K for annealing times as short as possible.

概要

Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の冷間変形能, 析出挙動および再結晶挙動について研究した。得られた主な結果は次のようである。

(1) α 相の形態, 大きさおよび析出量は加工度, 時効温度および時効時間に強く依存する。そして, それらの析出挙動に依存して硬さが約 Hv250 から約

Hv500 まで変化する。

(2) 冷間強圧延後, β 変態温度以下の比較的高い温度で時効することによって, 母相 β 相中に微細粒状の α 相が均一に分散した二相微細組織が得られる。

(3) 等軸微細な再結晶組織を得るためには, 85%以上の圧下率および β 変態温度 (1015K) 以上のなるべく低温, 短時間で再結晶を終了させる必要がある。

* セイコー電子工業(株)生技開発部(松戸市高塚新田)

Engineering Development Department, Seiko Instruments Inc., Matudo 271, Japan

* 2 茨城大学工学部機械工学科(日立市中成沢町)

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Ibaraki University, Hitachi 316, Japan

* 3 茨城大学工学部金属工学科(日立市中成沢町)

Department of Metallurgy, Faculty of Engineering, Ibaraki University, Hitachi 316, Japan

1. 緒 言

Ti-6Al-4V に代表される ($\alpha + \beta$) 型チタン合金は、強度と延性のバランスがとれ、軽量、強靱かつ高耐食性を有するため、航空機部品、歯科用材料等として現在最も広く用いられているチタン合金である。しかし、この合金は α 相の強い集合組織形成のため異相性が強く、一般に冷間加工がほとんど不可能である。さらにマルテンサイト変態を強化に利用しているために厚肉品では厚み方向に均一な強度が得られない等の問題が生じている⁽¹⁾⁽²⁾。

このような問題点を解決するために、冷間加工が可能な高比強度構造材料として準安定 β 型チタン合金が開発されている。なかでも Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金は、溶体化状態では冷間加工性が非常に優れており、しかも時効処理によって高い強度が得られるため、($\alpha + \beta$) 型合金より大幅な製造コストの低減が可能であり、高強度チタン合金として最近特に注目を集めている⁽³⁾。

Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金において、時効により析出する α 相の形態、分布状態および析出量がこの合金の機械的性質に大きな影響をおよぼすとされている⁽⁴⁾⁽⁵⁾。しかし、ミクロ組織と機械的性質の対応関係を系統的に調べた研究報告はあまりない。また、準安定 β 型チタン合金が有効に利用されるためには良好な冷間加工性が必要であり、部品素材として使用するには成形時の肌荒れ防止、時効後の材料特性の向上などの観点から微細な再結晶組織とすることが重要である⁽⁶⁾。さらに、微細な等軸組織が得られれば、高温において超塑性が発現する可能性もある。

本研究は、Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の冷間加工性、高硬度の得られる時効条件および冷間加工と再結晶による結晶粒微細化条件を明らかにするために冷間変形能、析出挙動および再結晶挙動について検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材および試料

供試材は約1223K から圧下率58%の熱間圧延を1パスで施し、さらに機械加工によって厚さ15mmとした板材として入手した。供試材の化学組成および受け入れたままの光学顕微鏡組織をそれぞれ Table 1 および Fig. 1 (a) に示す。供試材の組織は β 粒が圧延方向に

伸長した β 単相組織であり、 α 相の析出が極くわずかに認められる。この α 相は熱間圧延途中で析出したものと考えられる。伸長した β 粒の厚さ方向および、圧延方向の粒径はそれぞれ約250 μ m, 1100 μ m であり、硬さは Hv265であった。

Table 1 Chemical composition of material.

										(wt%)
V	Cr	Sn	Al	Fe	C	N	O	H	Ti	
15.06	3.31	3.00	3.31	0.0203	0.008	0.008	0.131	0.010	bal.	

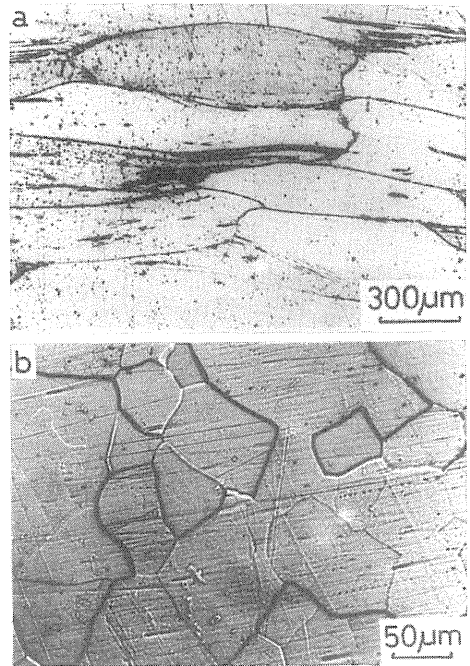


Fig. 1 Optical microstructures of (a) an as-received Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn alloy and (b) the received Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn alloy annealed at 1073K for 1.8ks after 30% cold-rolling.

この供試材から、受け入れ前の加工・熱履歴を取り除くため、圧下率約30%まで冷間圧延した後、真空中1073Kで1.8ks間溶体化処理を行い、続いてArガスファン冷却を行った。このようにして得た試料の組織を Fig. 1 (b) に示す。粒径74 μ mの等軸な β 単相組織であり、後述の Fig. 4 (a) のX線回折結果からも分かるように α 相の析出はほとんど認められなかった。このときの硬さは Hv262 であった (Fig. 2)。

2.2 時効処理

時効処理は, 溶体化処理したままの試料を, N_2 気流中673~973Kの所定の温度に加熱してある電気炉中に挿入し, 0.3~432ks間加熱保持後水冷することによって行った。このような時効処理を行った試料について光学顕微鏡組織観察, ビッカース硬さ測定およびディフラクトメーターによるX線回折を行った。組織観察にはHF3%- HNO_3 10%水溶液を腐食液として用いた。硬さ測定はマイクロビッカース硬さ計(荷重500gf, 時間15s)を使用し, 3個の測定値の平均をとった。

また圧下率30%と90%の冷間圧延を行った試料についても973Kで同様の時効処理を行い, 光学顕微鏡組織観察を行った。

2.3 再結晶処理

Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn合金の結晶粒微細化には, この合金の非常に大きな変形能を利用し, 冷間強圧延と再結晶処理を組み合わせた方法を用いた。

結晶粒微細化のための再結晶条件^{*4}(圧下率と焼鈍温度, 焼鈍時間の適切な組合せ条件)は, 溶体化処理したままの試料を30~90%冷間圧延後, 時効処理と同様の電気炉を用い, N_2 気流中993~1068Kで0.12~72ks間保持, 水冷した試料について光学顕微鏡, 走査型電子顕微鏡(SEM)による組織観察およびビッカース硬さ測定を行うことによって決定した。同時に, 結晶粒の高温安定性に深く関係していると考えられる β 変態温度(β transus temperature)の決定も組織観察により行った。ここで再結晶率は全組織中の再結晶 β 粒の占める面積比で評価し, 再結晶 β 粒の平均粒径 \bar{D} はASTM切断法により $\bar{D}=1.128 \times \ell$ (ℓ は平均切片長さ)を用いて求めた。

3. 実験結果および考察

3.1 冷間変形能

厚さ15mmの溶体化処理したままの試料について, 中間焼鈍なしに圧下率95%まで16~18パスで冷間圧延を行った。試料は加工熱を取り除くために1パス毎に水冷した。使用した圧延機は無負荷状態でロール回転数21.4rpm, ロール周速度10m/minの二段ロール圧延機である。Fig. 2に冷間圧下率の増加にともなう硬

さの変化と圧下率30, 60, および90%のマイクロ組織および圧下率95%の試料の外観写真を示す。95%の冷間圧延がほとんど耳割れなしに可能であり(Fig. 2(d)), 冷間変形能が非常に良好であることが確認される。硬さは圧下率の増加にともない上昇し, 圧下率85%以上ではほぼ飽和(Hv345)する。また β 粒は圧下率の増加にともない圧延方向に伸長し, 圧下率90%では元の結晶粒界がまったくわからないほど変形している(Fig. 2(a)(b)(c))。

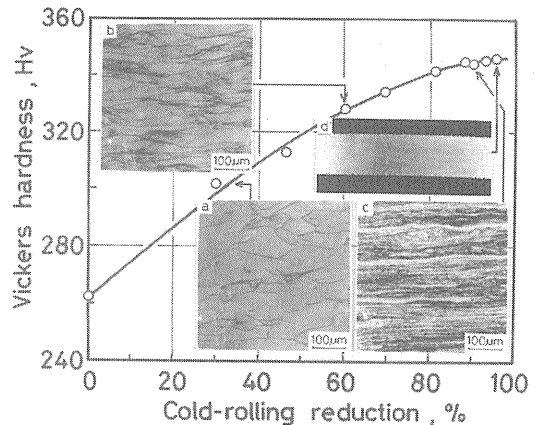


Fig. 2 Change in hardness with cold-rolling reduction of a solution-treated specimen, and optical microstructures of (a) 30% cold-rolled, (b) 60% cold-rolled and (c) 90% cold-rolled specimens and (d) the aspect of edge cracking of a 95% cold-rolled specimen.

3.2 析出挙動

溶体化処理したままの試料あるいは冷間圧延した試料について時効処理を行い, 硬さの変化および析出状態を調べ, 高硬度の得られる時効条件および析出 α 相を利用した結晶粒微細化の可能性について検討した。

Fig. 3に, 種々の温度で時効した試料の時効時間にともなう硬さの変化を示す。時効温度が低いほど到達硬さが高くなる傾向を示し, 673K時効ではHv500近くにも達している。時効温度が773~873Kでは78ksではほぼ硬さが飽和するが, より低温の723K以下, より高温の923Kでは未飽和状態で硬さは上昇傾向にある。673Kでは432ks以上まで時効しないと硬さは飽和せず, 973Kでは180ksにおいても硬さの上昇は見られない。したがって, 高硬度を得るにはより低温で長時間時効させる必要があることがわかる。しかし, 極端な長時間時効では実用的ではなく, 比較の実用的な時効条件で高硬度を得るためには723Kで78ks以上時

* 4 本研究では再結晶を目的とした熱処理を焼鈍と呼ぶこととする。

効するのが適当であると判断される。

Fig. 4 に、溶体化処理したままの試料と時効処理した試料*⁵の X 線回折結果を示す。溶体化処理したままの試料では bcc- β 相の回折線が明瞭に認められ、hcp- α 相による回折線はほとんど見られない。しかし、時効処理した試料では β 相のほかに α 相による回折線が強くあらわれており、 α 相と β 相の回折線以外は認められない。すなわち 673K 以上の時効では α 相以外は析出しないものと考えられる。次に 673K と 873K で時効した試料を比較すると、より低温で時効した試料では α 相の回折線強度が強く*⁶、また $\beta(211)$ 回折線が認められないことがわかる。したがって低温で時効するほど α 相の析出量が多くなるものと考えられる。

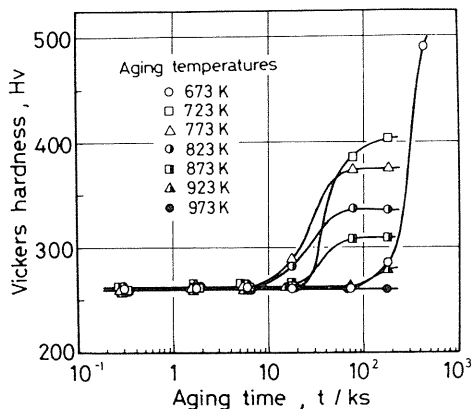


Fig. 3 Changes in hardness with aging time of the specimens aged at different temperatures.

* 5 各試料の時効時間は、析出がほぼ完了すると思われる硬さが飽和に達したときの時間とした。

* 6 Fig. 5 (b)に見られる $2\theta = 40^\circ$ 付近の回折線は(a), (c)の $\beta(110)$ 回折線の半値幅とくらべ 2 倍以上も広く、 $\beta(110)$ $\alpha(011)$ の回折線の間に見られることから、673K 時効では α 相析出量の増加により $\alpha(011)$ 回折線の強度が増加し、 $\beta(110)$ と $\alpha(011)$ の回折線が重なったものであると予想される。

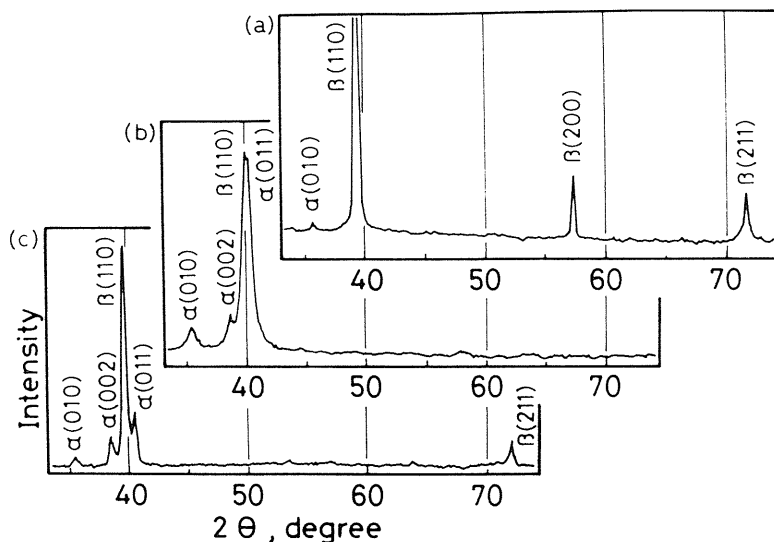


Fig. 4 X-ray diffraction line profiles of the specimens (a) as solution-treated, (b) aged at 673K for 432ks and (c) aged at 873K for 180ks.

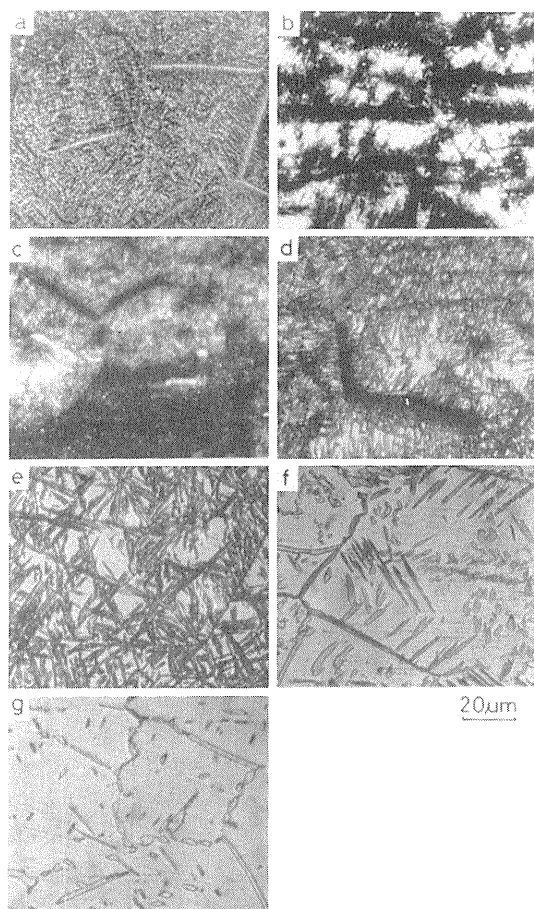


Fig. 5 Optical microstructures of the specimens aged at different temperatures for times required for saturating their hardnesses.

(a) aged at 673K for 432ks (b) aged at 723K for 78ks
(c) aged at 773K for 78ks (d) aged at 823K for 78ks
(e) aged at 873K for 78ks (f) aged at 923K for 180ks
(g) aged at 973K for 180ks

次に、到達硬さと組織との関係を明らかにするために、種々の温度において硬さがほぼ飽和するまで時効した試料のマイクロ組織を観察した(Fig. 5)。 α 相はウッドマンステッテン状に板状析出し、高温で時効するほど粗大化している⁽⁶⁾⁽⁷⁾。また α 相の析出量が少なく、 α 相が粗大な973K時効では、析出が見られてもFig. 3で示したように硬さの上昇は認められない。したがって、低温ほど到達硬さが高くなるのはX線回折と組織観察の結果から α 相の微細析出と析出量の増加に起因するものと考えられる⁽⁵⁾⁽⁷⁾。

673Kと923Kにおいて硬さが飽和に達しない初期で時効を中断した試料のマイクロ組織をFig. 6に示す。

α 相は粒状に析出し、低温で時効するほど微細である。このように粒状析出した α 相も、さらに時効することによって、硬さの上昇が認められるようになると、板状になる(Fig. 5(a)(f))。

この析出過程をさらによく調べるため、873Kで時効した試料の時効時間ともなうマイクロ組織の変化を観察した(Fig. 7)。 α 相は0.3ksという短時間時効でまず粒界に沿って板状に析出する(Fig. 7(a))。次に粒界近傍に優先的に核生成し、その α 相は粒界から粒内に向かって板状に成長していく(Fig. 7(b))。粒内には粒状に析出した α 相も見られる。さらに時効続けると α 相は粗大化し、粒内の粒状 α 相も板状となる(Fig. 7(c))。すなわち α 相は時効初期において粒状に析出するが、さらに時効すると晶へき面に沿って成長し、析出がほぼ完了するころには板状へと形態が変化するものと考えられる。

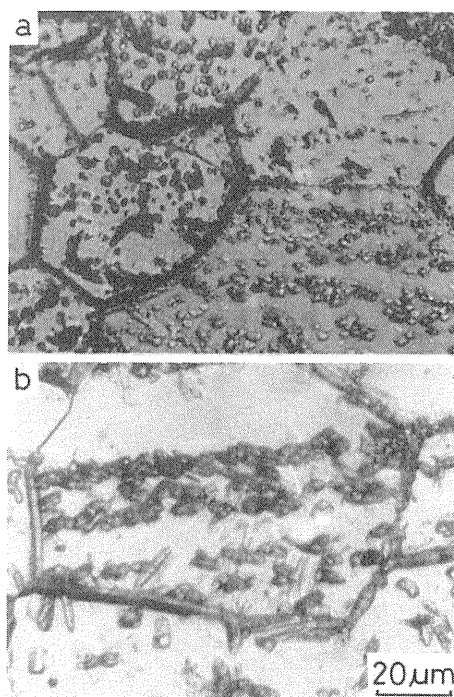


Fig. 6 Optical microstructures of the specimens in which an aging was stopped at an early stage where their hardnesses have not yet been saturated.

(a) aged at 673K for 180ks
(b) aged at 923K for 18ks

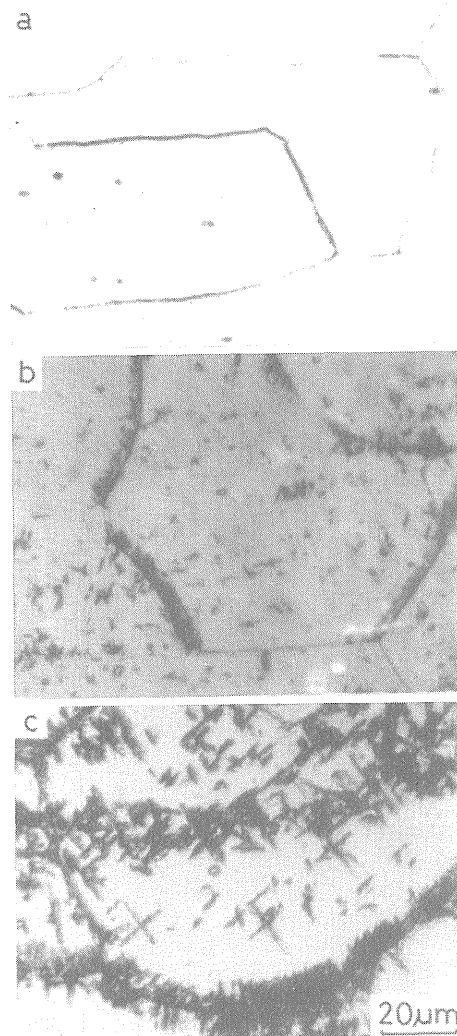


Fig. 7 Optical microstructures of the specimens at 873K (a) for 0.3ks, (b) for 6ks and (c) for 18ks.

Fig. 8 に、30%および90%冷間圧延後、973K で時効した試料のマイクロ組織を示す。 α 相は、30%程度の低圧下率の冷間圧延では粒界とすべり帯に沿って板状に析出するが、粒界がすでに明らかでない高圧下率90%では変形帯に沿って粒状に析出している⁽⁷⁾。90%冷間圧延後、86.4ks時効した試料において、粒状に析出した α 相は0.9ks時効と比較してかなり粒成長し、粒状の α 相が変形帯に連なって析出している様子が明瞭に確認される。また α 相は均一に分布している。これは冷間強加工を施した後($\alpha+\beta$)二相温度領域で時効することによって、粒状 α 相が均一分散した二相

微細組織が得られることを示唆するものであろう。準安定 β 型チタン合金 Ti-15Mo-5Zr-3Al においても、70%以上の冷間圧延を施し時効した場合に、同様な組織が得られることが知られている⁽⁸⁾。

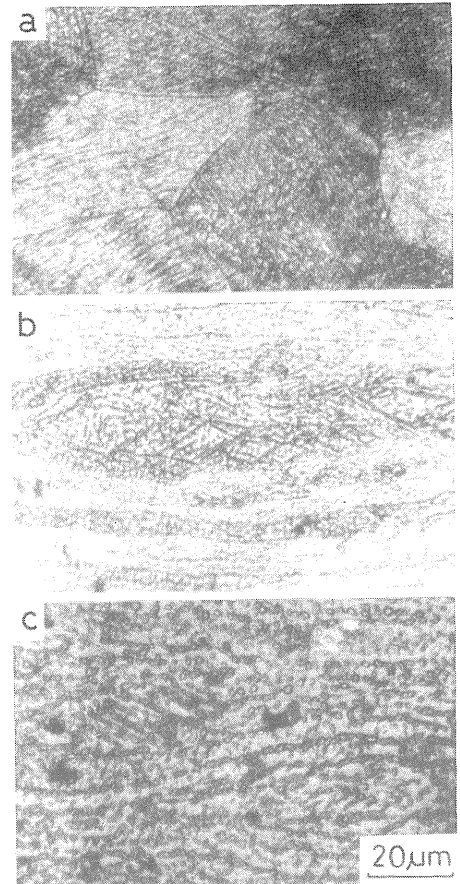


Fig. 8 Optical microstructures of the specimens aged at 973K (a) for 1.8ks after 30% cold-rolling, (b) for 0.9ks after 90% cold-rolling and (c) for 86.4ks after 90% cold-rolling.

Fig. 9 は、溶体化処理したままの試料について、 α 相の析出状態を時効温度と時効時間との関係で表わした図(TTP線図)である。光学顕微鏡での確認において○は粒内析出、⊙は粒界析出、×は未析出状態を示す。 β 変態温度は後述するように1015Kである。図より、粒内析出が最も短時間で開始するノーズ温度は、873K付近に存在するものと考えられる。823K以上の時効では、0.3ks程度の短時間で粒界析出は見られるが、粒内析出はノーズ付近においても長時間時効(6ks以上)しなければ認められず、かなり β 相安定度が高いこと

がわかる。また 773K 以下の時効では、粒界析出が見られる条件も長時間側に移行するようになり、723K 以下の時効では、粒界析出が粒内析出に先立って生じなくなり、粒界析出と粒内析出がほぼ同時に認められる。

以上の析出挙動から、析出した α 相の形態、大きさ、析出量は加工度、時効温度、時効時間に強く依存し、それによって硬さが大きく変化することが明らかとなった。また、冷間強圧延後、 β 変態温度以下 ($\alpha + \beta$ 二相領域) で高温時効することによって、 α 相が均一分散した二相微細組織が得られることがわかった。

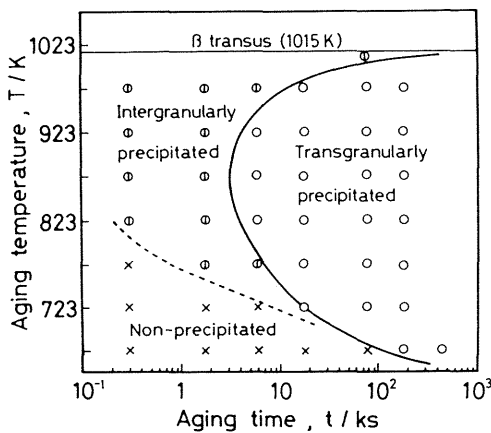


Fig. 9 The TTP diagram of α phase in a solution-treated specimen.

3.3 再結晶挙動と結晶粒微細化

Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の再結晶挙動を調べ、結晶粒微細化条件を明らかにした。

Fig. 10 に、冷間圧延後種々の温度で 0.3ks 間焼鈍した試料における、冷間圧下率の増加にともなう β 結晶粒径の変化を示す。このときの β 結晶粒径は再結晶が終了した試料について測定した。再結晶した β 相の粒径は圧下率の増加にともない減少(結晶粒が微細化)し、約 85% 以上でほぼ一定となり、最小値に達する。この圧下率は Fig. 2 に示したように硬さが飽和する圧下率とほぼ一致しており、圧下率の増加にともなう微細化傾向は再結晶の駆動力 (driving force) となる stored energy の増大、すなわち転位密度の増大に起因するものと考えられる。得られた最小粒径は、保持時間が一定であるので高温ほど大きくなっている。再結晶が終了するため必要な圧下率も、低温ほど高圧下率としなければならない。

次に、 β 粒の微細化が飽和に達する圧下率 90% で冷

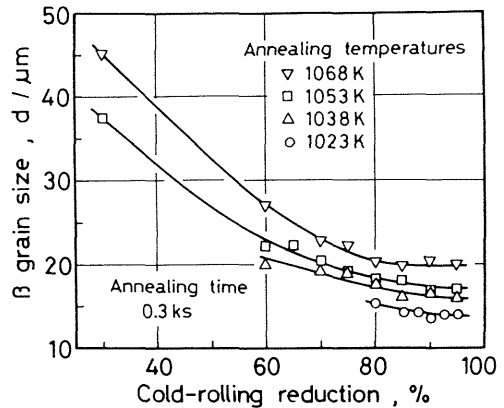


Fig. 10 Changes in β grain sizes with cold-rolling reduction of the specimens having an initial β grain size of $74\mu\text{m}$. The cold-rolled specimens were annealed at different temperatures for 0.3ks.

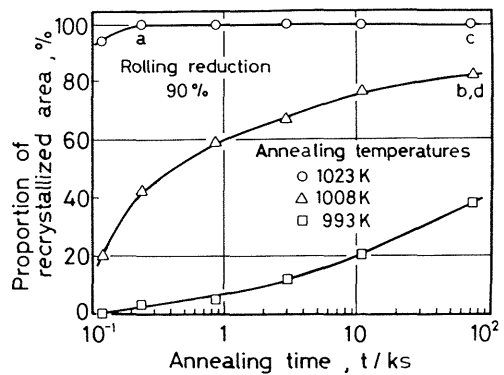


Fig. 11 Changes in the proportion of the recrystallized-area to the total area with annealing time of the specimens annealed at 1023K, 1008K and 993K after 90% cold-rolling.

間圧延した試料の、種々の温度における焼鈍時間にもなう再結晶率の変化を Fig. 11 に示す。また、Fig. 11 中の (a)~(d) の焼鈍条件における試料のマイクロ組織をそれぞれ Fig. 12 (a)~(d) に示す。1023K 焼鈍では、0.24ks 保持で全域が等軸粒となり再結晶は終了する (Fig. 12 (a))。一方、1008K 以下の焼鈍では 72ks 保持しても再結晶は終了せず、圧延方向に β 粒が伸張した加工組織が確認される (Fig. 12 (b))。このとき、Fig. 12 (a) と (b) の等軸化した再結晶粒同士を比較すると、その粒径がほぼ同じであることが分かる。これは 1023K より低温、長時間で再結晶を終了させても、得られる再結晶

粒の粒径がほとんど変わらないことを示唆している。また Fig. 10 において、高圧下率領域では粒径が圧下率に影響されずほぼ一定であったことから、溶体化処理後の冷間加工と再結晶によって得られる微細結晶粒には最小の粒径が存在し、これ以上の微細化は困難であると思われる。1023K×0.24ks 焼鈍(Fig. 12 (a))では、Fig. 10 でも分かるように、13.3 μ m まで微細化していた。再結晶が終了する温度は焼鈍時間 3.6ks で100%再結晶する温度と定義する場合が多いようであるので、Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の再結晶終了温度は、(以下、再結晶温度と呼ぶ)、Fig. 11 より 1008~1023K の間に存在し、約 1015K であると考えられる。

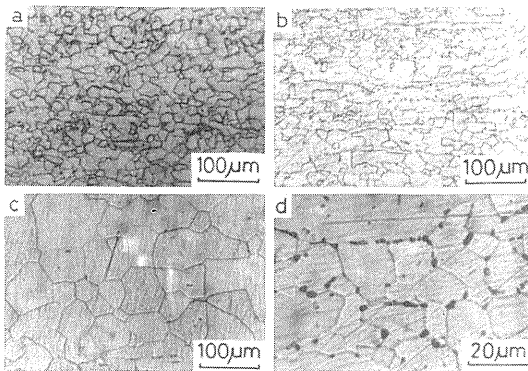


Fig. 12 Optical microstructures of the specimens annealed at different conditions after 90% cold-rolling.
(a) annealed at 1023K for 0.24ks
(b), (d) annealed at 1008K for 72ks
(c) annealed at 1023K for 72ks

次に Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の β 変態温度について検討する。1023K では、72ks 保持しても α 相の析出は認められない(Fig. 12 (c))。ところが 1008K では、粒界に粒状の α 相の析出が認められる(Fig. 12 (d))。また Fig. 13 に示すように、析出している α 相(873K×180ks 時効)は 1023K での溶体化処理によって、まず 0.18ks で母相との界面が不明瞭となり、次に 1.8ks で粒内にわずかに残存する以外はほとんど固溶し、3.6ks では完全に固溶する。したがって、Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の β 変態温度も 1008~1023K の間に存在し、約 1015K であると考えられる。この値は Paul⁽⁹⁾が整理した β 変態温度 1022~1039K と近い値を示しているが必ずしも良い一致を示しているわけではない。これは、焼鈍前の圧延などの間に、試料中に水素が固溶し、 β 変態温度を低下させたためである

と推定される。以上のように本合金では、再結晶温度と β 変態温度がほぼ一致していた。

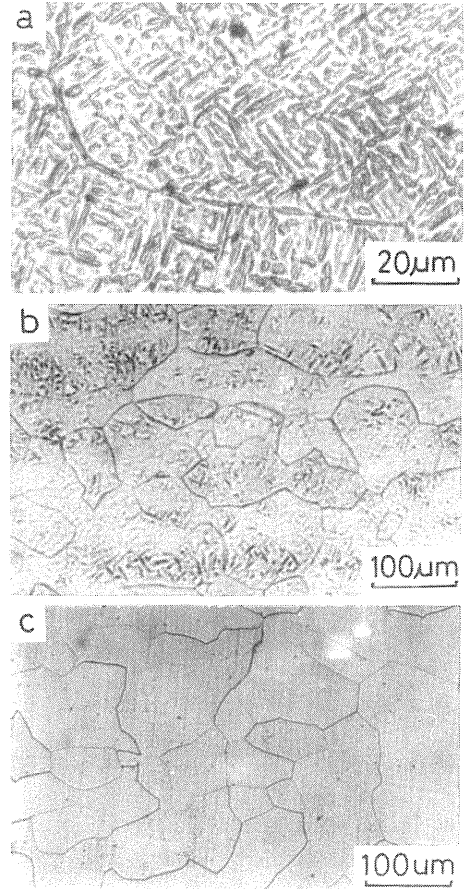


Fig. 13 Optical microstructures of the specimens solution-treated at 1023K (a) for 0.18ks, (b) for 1.8ks and (c) for 3.6ks.

Fig. 14 に、60%冷間圧延後 1008K で 1.8ks 焼鈍した試料の光学顕微鏡組織および SEM 組織を示す。 α 相の析出が見られない部分が転位密度が小さい再結晶した β 粒である。再結晶粒は、粒界およびその近傍に形成されている。これは、粒界が再結晶核の生成サイトになっていることを示唆するものである⁽⁹⁾。したがって、優先的な再結晶核生成サイトとなり得る粒界面積を増大させること、つまり結晶粒を微細化させることにより再結晶を起こしやすくすることが可能であると考えられる。しかし、元の結晶粒界が判別できず、転位密度の増大による stored energy が飽和に達する 85%以上の高圧延では、初期粒径の影響が小さく、こ

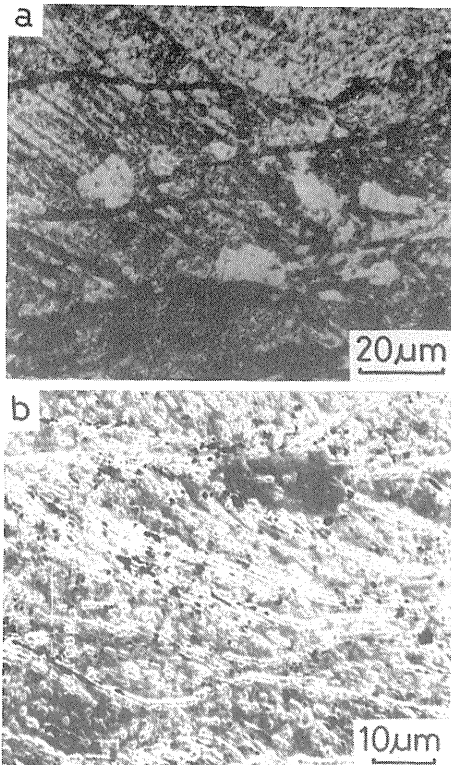


Fig. 14 Microstructures of a specimen annealed at 1008K for 1.8ks after 60% cold-rolling.
(a) Optical micrograph
(b) SEM micrograph

のような効果はあまり期待できないであろう。

Fig. 15 に, 粒径 $74\mu\text{m}$ の溶体化処理したままの試料と, 冷間圧延と再結晶によって結晶粒を微細化し粒径 $14\mu\text{m}$ とした試料を, 60%冷間圧延後 1023K で 0.3ks 間焼鈍した後のミクロ組織を示す。粗大粒($74\mu\text{m}$)の試料では再結晶が終了していないが, 微細粒($14\mu\text{m}$)の試料ではすでに再結晶が終了している。これより結晶粒の微細化によって再結晶しやすくなることは明らかである。しかし, 微細粒の試料に再び冷間圧延と再結晶処理を行っても, 圧下率60%程度ではさらに微細化することは不可能であった。かえって粒径は $16.9\mu\text{m}$ と大きくなる傾向を示した。微細粒試料における60%以上の冷間圧延は圧延機の関係から不可能であったが, これ以上圧延しても, 前述したように, さらなる微細化は困難であるものと予想される。

Fig. 16 に, 90%冷間圧延した試料を再結晶温度をはさむ種々の温度で 1.8ks 間焼鈍したときの焼鈍温度にともなう硬さの変化を示す。冷間圧延したままの硬さ

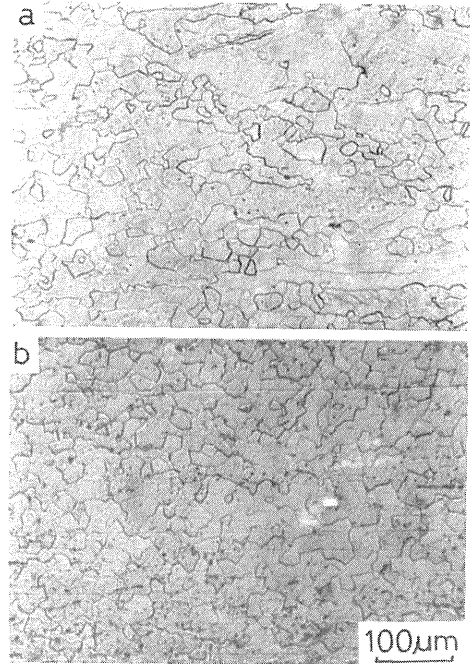


Fig. 15 Optical microstructures of the specimens, having initial grain sizes of (a) $74\mu\text{m}$ and (b) $14\mu\text{m}$, annealed at 1023K for 0.3ks after 60% cold-rolling.

はHv345であるが, 再結晶温度(あるいは β 変態温度)以上に加熱することによってHv270程度まで軟化する。しかし軟化は再結晶によって急激に生じるわけではなく, 再結晶温度以下においても焼鈍温度が高くなるとともに徐々に軟化する傾向を示していることがわかる。加工組織状態にある供試材(Fig. 1 (a))が溶体化処理した試料(Fig. 1 (b))と硬さがほぼ同じであることはこの結果から理解できる。Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn合金は分散強化型合金によく見られるように, 母相の復旧(restoration)が析出相によって妨げられ, 回復・再結晶過程が広い温度範囲になるものと考えられる。ところで, 加工組織中に等軸な再結晶粒が形成され, 全域がその再結晶粒でおおわれるまでの領域, すなわち再結晶過程はFig. 11における 0.24ks 間保持したときの再結晶率から知られるように約 30K とせまい温度範囲である。この β 変態温度直下の温度範囲では, 析出する α 相量が少なくなり, 回復によって生じた亜結晶粒界の移動が容易に行われるため, 亜結晶粒が再結晶の核となりやすくなり, 再結晶が急激に進行するのであろう。再結晶温度と β 変態温度がほぼ一致するに

はこのためであると考えられる。一方、硬さの変化が組織による再結晶の急激な進行に対応せず、加工組織であるにもかかわらず、より低温から徐々に軟化傾向を示す領域、すなわち回復過程が約 130K と広い温度範囲にわたっている。これは回復過程において転位の上昇運動が容易に起こり、粒界移動がなくとも転位の再配列および消滅により軟化が急激に進行したためであると考えられる。この結果は、Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の積層欠陥エネルギーは不明であるが、この合金が一般に積層欠陥エネルギーが大きい bcc 構造を持つことにも対応している。積層欠陥エネルギーが大きい材料は回復しやすいために、再結晶以下の温度でも軟化傾向を示し、再結晶のための駆動力が小さくなり、再結晶しにくいことがよく知られている。また、回復中に α 相の析出も見られるため、急激な回復によって生じた亜結晶粒は α 相の析出量が比較的多いあいだは正常成長を示し、特定の亜結晶粒が成長の暴走を起こしにくいと考えられる⁽¹⁰⁾。すなわち、 α 相の析出によって、再結晶の核となるための臨界寸法の条件を満たす亜結晶粒が形成されにくい。この亜結晶粒が形成されるのは β 変態温度近くになるため、それまで亜結晶粒は正常成長を続ける。したがって、再結晶の核となるための臨界寸法が大きくなるものと推定される。冷間加工と再結晶によって得られる最小粒径(約 13 μm)が存在し、それ以上の微細化が困難であることは、このように回復しやすいことと α 相の析出に起因するものと考えられる。

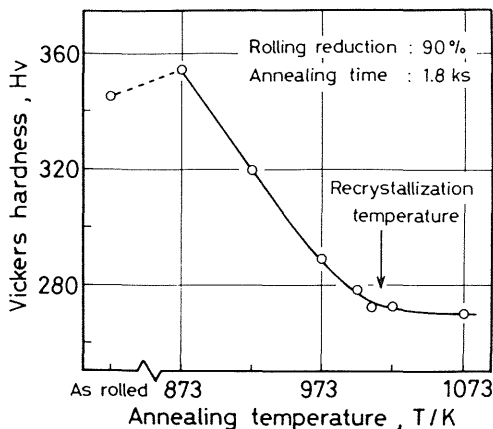


Fig. 16 Change in hardness with annealing temperature of the specimens annealed for 1.8ks after 90% cold-rolling.

以上のことから、Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金を等軸微細な結晶粒組織とするためには、圧下率85%以上、焼鈍温度 1015K 以上なるべく低温、短時間で再結晶を終了させる必要があることがわかった。1015K 以下においても再結晶は開始するが、再結晶を終了させるためには長時間の焼鈍が必要である。しかしその割には、これ以上の結晶粒の微細化をはかることが困難であるものと考えられる。1015K 以上では α 相が固溶し、粒成長が著しいので、短時間で再結晶させる必要がある。

4. 結 言

Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の溶体化処理材に冷間圧延および各種熱処理を施し、冷間変形能および析出挙動、再結晶挙動を調べた結果、以下の結論を得た。

- (1) 圧下率95%の冷間圧延が耳割れの発生をほとんどもなわずに可能であり、冷間変形能が非常に良好であることが確認された。このとき加工硬化によって硬さは上昇し、圧下率85%以上ではほぼ飽和(Hv345)に達する。
- (2) 低温で長時間時効させるほど到達硬さは高くなる。これは α 相の微細析出と析出量の増加に起因するものと考えられる。
- (3) 冷間強圧延後、 β 変態温度以下($\alpha + \beta$ 二相領域)で高温時効することによって α 相が均一分散した二相微細組織が得られる。
- (4) 再結晶温度と β 変態温度はほぼ一致しており、約 1015K である。
- (5) 等軸微細な結晶粒組織を得るには圧下率85%以上、焼鈍温度 1015K 以上なるべく低温、短時間で再結晶を終了させる必要がある。これによって約 13 μm までの微細化が可能であったが、溶体化処理後の冷間加工と再結晶の組合せによって、これ以上微細化させることは困難であると考えられる。

参 考 文 献

- 1) 西村 孝：日本航空宇宙学会誌，32(1984)，433
- 2) 岡田 稔，西川富雄：日本金属学会誌，50(1986)，555
- 3) P. J. Bania：Titan 1986，1 (1987)，56.
- 4) M. Okada, D. Barerjee and J. C. Williams：Titanium Science and Technology, ed. by G.

- Lützering, U. Zwicker and W. Bunk, (1985), 18.
- 5) 阪本光紀, 佐藤敬司, 北野皓嗣, 丹羽直毅, 伊藤邦夫: 鉄と鋼, 71 (1985) S755.
- 6) 津森芳勝, 松本年男, 児山祐二: 鉄と鋼, 72 (1986), 603.
- 7) 郡司牧男, 丹羽直毅, 伊藤邦夫: 鉄と鋼, 72 (1986), S697.
- 8) 山下公彦, 飴山 恵, 時実正治: 日本金属学会講演概要, (1988. 11), 389.
- 9) 大山英人, 芦田喜郎: 材料とプロセス, 1 (1988), 336.
- 10) 伊藤邦夫: 軽金属, 31 (1981), 497.