Ti-10V-2Fe-3Al 合金の強度と靱性におよぼす溶体化処理の影響*

宗木 政一** 河部 義邦** 高橋 順次**

J. Japan Inst. Metals, Vol. 51, No. 10 (1987), pp. 916-922

Effect of Solution Treatment on Strength and Toughness in Ti-10V-2Fe-3Al Alloy

Seiichi Muneki**, Yoshikuni Kawabe** and Junji Takahashi**

The effect of the solution treatment in the range from two phase ($\alpha + \beta$) to β -fields on the strength, ductility, and toughness of Ti-10V-2Fe-3Al alloy has been investigated. When the solution treatment was performed in the temperature range from 973 to 1173 K, the 0.2% yield strength showed a noticeable decrease at 1043 K or higher and was only about 450 MPa or less. In contrast with these variations the elongation showed a great increase.

It is considered that these variations of the 0.2% yield strength and elongation arise from the stress induced martensitic transformation due to the instability of the β phase matrix. After aging at 783 K for 28.8 ks, the 0.2% yield strength did not show any sharp decrease like that in the solution treated condition. Both elongation and reduction in area showed a considerable low values at 1073 K or higher. However, the detrimental effect of coarsening of β grain size was not detected from the mechanical properties because of their very small absolute values of ductility. On the other hand, the notch tensile strength and K_{IC} were not affected by the microstructural change at the same strength level. Notch tensile strength was not affected by the strength but K_{IC} showed a decrease with an increase of the strength level.

It was confirmed that the superior combination of strength, ductility, and toughness after aging treatment at 783 K for 28.8 ks was obtained with the solution treatment at sub-transus temperature of 1023~1043 K.

(Received April 9, 1987)

Keywords: titanium-vanadium-iron-aluminum alloy, solution treatment, instability of beta phase, elongation, reduction of area, yield strength, fracture toughness, notch tensile strength, lattice parameter of beta phase

I. 緒 言

航空・宇宙，海洋開発，原子力平和利用などの先端技術分野では，高比強度の構造材料が必要とされ，例えば航空機材料には超強力鋼，Ti 合金，Al 合金と複合材料がその特徴に応じて使い分けられている．そのなかで Ti 合金は，軽量，高強度で耐食性と耐熱性に優れた構造材料である．この Ti 合金には， α 型， α - β 型と β 型の 3 種があり，現在広く実用化されている Ti-6Al-4V 合金は， α - β 型に属する．この α - β 型合金は，焼入性，低温・中高温の機械的性質，溶接性などが平均的に優れ，バランスのとれた信頼性の高い合金とされている．ところが，チタンの低温安定相である α 相を母相とするため冷間加工がほとんどできず，また，時効硬化性が低い欠点がある．これに対して，V や Mo などを多量に添加すると，高温相の β 相の安定性が高められ，加工の容易な体心立方晶が室温にもち

きたされる．

本研究は，高強度で高靱性を示す Ti-10V-2Fe-3Al 合金について，組織と機械的性質におよぼす溶体化処理の影響を検討したものである．本合金は，鍛造性が優れ，破壊靱性が高く，Ti-6Al-4V 合金の一部に置き換わる材料として注目されている．また，他の β 型合金よりも β 安定化元素量が低く抑えられているため， α - β 型と β 型の中間に位置づけられて near β 型と呼ばれ， β 相の安定性が比較的低いのが特徴である．

一般に β 型合金は， β 変態点直下または直下の温度で溶体化処理され，引き続いて 773 K 近傍の温度で時効処理される．Ti-10V-2Fe-3Al 合金の場合，標準の熱処理⁽¹⁾として変態点直下の 1033-1053 K，3.6 ks 溶体化と 768-798 K，28.8 ks 時効の条件が示されている．そして，この標準に近い条件で熱処理された Ti-10V-2Fe-3Al 合金については，すでに幾つかの報告⁽²⁾⁻⁽⁴⁾がある．すなわち，本合金は上記のように他の β 型合金よりも β 安定化元素量が低く抑

** 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, Sakura-mura, Ibaraki)

* 1984 年 4 月日本金属学会習志野大会に発表

えられているため、溶体化材を室温で引張試験すると応力誘起マルテンサイト変態が発生⁽³⁾する。また、各温度での溶体化処理とその後の時効処理による組織変化⁽³⁾について、更に初析 α 相の量、形態と強度、延性ととの関係⁽⁵⁾などについてはすでに報告されている。

そこで、本研究は β 変態点の上下 100 K 範囲で溶体化処理を行ない、上記応力誘起マルテンサイトの生成挙動さらに初析 α 相や β 粒径などの組織変化と機械的性質、特に切欠靱性、破壊靱性などとの関係を検討することを目的として行われたものである。

II. 実験方法

供試材は、プラズマ・電子ビーム溶解炉による二重溶解により約 5.5 kg のインゴットを作製した。その化学分析結果は、Table 1 に示すようにほぼ目標どおりで、酸素は 0.078% であった。このインゴットを真空中 1273 K で 18 ks の均質化処理を行った後、大気炉中で 1273 K、3.6 ks 加熱してプレスで 60 mm 角にして室温まで冷却した。その後、1273 K に加熱して 1173 K から 1073 K の温度で総加工度 86% の熱間圧延を行い、11 mm 角棒を作製した。圧延終了後は直ちに水中に急冷した。溶体化処理は、この合金の β 変態点が 1073 K 近傍と報告⁽¹⁾⁽⁶⁾されているので、 β 変態点 ± 100 K の 973 K から 1173 K までの温度で 3.6 ks 行い水冷した。時効処理は、この合金の標準的

Table 1 Chemical composition of Ti-10V-2Fe-3Al alloy used(mass%).

V	Fe	Al	C	N	O	H	Ti
9.75	2.05	2.78	0.014	0.0155	0.078	0.013	Bal.

な熱処理条件の 783 K、28.8 ks の一条件のみを採用し、いずれの熱処理もすべてソルトバス中で行った。

組織観察用試料は、振動式自動研磨機を用いて研磨し、10% 硝酸・フッ酸水溶液で腐食した。なお、CuK α 線を用いた X 線回折により相の同定を行い、(200) β と (10 $\cdot$ 0) α の回折線を用いて α 相の体積率、そして (200) β の 2 θ から β 相の格子定数を求めた。

引張試験は、すべての熱処理が終了したのち平行部長さ 14 mm、直径 3.5 mm の丸棒引張試験片を作製し、溶体化材については 1.67×10^{-6} m/s、溶体化時効材については 1.67×10^{-5} m/s のクロス・ヘッド速度で大気中で試験した。

切欠引張と破壊靱性試験は、溶体化時効材についてのみ行った。なお、切欠引張試験は、 k_t 3.5 の円周切欠付丸棒試験片を用い、クロス・ヘッド速度 1.67×10^{-5} m/s、大気中で試験した。平面歪破壊靱性 (K_{IC}) 試験は、長さ 100 mm、厚さ 10 mm、幅 20 mm の三点曲げ試験片を用い、ASTM E399⁽⁷⁾に基づいて大気中で行った。

III. 結果

1. 溶体化材の組織と機械的性質

Fig.1 は、973 K から 1173 K までの温度で 3.6 ks 溶体化処理を行った際の光学顕微鏡組織の変化を示したものである。973 K の溶体化処理では、熱間圧延時の加工組織が残存した未再結晶組織である。1023 K になると、加工組織は消滅するが、再結晶はまだ部分的である。溶体化処理温度が 1043 K に上昇すると、ほぼ再結晶粒組織となるが、結晶粒径はすでに約 150 μ m である。溶体化処理温度が上昇すると、さらに粒径の粗大化が進行し、1173 K 溶体化

Fig.1 Optical micrographs of Ti-10V-2Fe-3Al alloy as solution treated for 3.6 ks at: (a) 973 K, (b) 1023 K, (c) 1043 K, (d) 1073 K, (e) 1123 K, and (f) 1173 K.

材では約 450 μm に達した。

Fig.2 は、相変化におよぼす溶体化処理温度の影響を示した X 線回折の結果である。973 K と 1023 K の溶体化処理では、 β 相と α 相の 2 つの相が同定された。ところが 1043 K になると、この 2 相のほかに斜方晶マルテンサイト (α'')⁽⁸⁾ も同定された。さらに、1073 K になると α 相が消滅し、 β と α'' の 2 相組織となっている。Fig.1 の 1073 K よりも高温側の溶体化材にみられる針状あるいはレンズ状組織が、このマルテンサイト組織である。

このように、本実験合金は溶体化処理温度が β 変態点近傍以上の場合、溶体化状態ですでに少量のマルテンサイトが生成しているのが特徴で、また β 変態点は 1073 K と 1043 K の間にある。

Fig.3 は、溶体化材の引張性質におよぼす溶体化処理温度の影響を示したものである。引張強さは、973 K において約 800 MPa を示し、温度の上昇とともに減少し、1043 K において約 700 MPa となるが、さらに温度が上昇してもほとんど変化しない。それに対して、0.2% 耐力は特異な挙動を示す。すなわち、973 K および 1023 K では引張強さとはほぼ同様の傾向を示すが、1043 K において急激に低下して約 450 MPa となる。この値は、1053 K で溶体化処理した Duerig ら⁽³⁾の結果(耐力: 468 MPa)に近い値である。さらに、温度が上昇すると、ばらつきが多少あるが、0.2% 耐力は引張強さと比べてやはり著しく低い値

Fig.2 X-ray diffraction profiles of Ti-10V-2Fe-3Al alloy as solution treated for 3.6 ks at: (a) 973 K, (b) 1023 K, (c) 1043 K, (d) 1073 K, and (e) 1173 K.

Fig.3 Effect of the solution treatment temperature on the mechanical properties of Ti-10V-2Fe-3Al alloy.

を示している。

延性については、伸びと絞りでその挙動が異なっている。すなわち、絞りは溶体化処理温度が上昇してもほぼ一定の 35-40% を示している。これに対して伸びは、973 K と 1023 K では 20-10% の低い値であるが、1043 K で 40% まで急激に増加し、さらに温度が上昇するとゆるやかに低下する傾向を示した。

このように、溶体化材では 0.2% 耐力と伸びにおいて溶体化処理温度の影響が顕著に認められた。

2. 溶体化時効材の機械的性質

Fig.4 は、各温度で溶体化処理後、783 K で 28.8 ks の時効処理を施した試料についての X 線回折による相同定結果である。いずれの溶体化処理温度の場合も、 β 相と α 相の 2 相が同定され、溶体化材で認められた α' 相は同定されない。また、Fig.5 に示したように、引張強さと 0.2% 耐力が同様の傾向を示し、溶体化材のような 0.2% 耐力の急激な低下は認められない。しかも、973 K から 1073 K にかけて強度は逆に約 200 MPa 上昇し、1073 K から 1173 K にかけてやや低下する。

また、伸びと絞りは同様の傾向がみられるが、特に変化の大きい絞りに注目すると、973 K から 1023 K にかけてゆるやかに減少し、1043 K を経て 1073 K にかけては急激に低下し、1073 K 以上ではほぼ一定となり、1173 K でわずかに低下している。

切欠引張強さは、1600 MPa 以上の非常に高い値を示し、

Fig.4 X-ray diffraction profiles of Ti-10V-2Fe-3Al alloy which was solution treated for 3.6 ks at: (a) 973 K, (b) 1023 K, (c) 1043 K, (d) 1073 K, and (e) 1173 K, and were aged at 783 K for 28.8 ks.

Fig.5 Effect of the solution treatment temperature on the tensile and notch tensile properties of Ti-10V-2Fe-3Al alloy after aging at 783 K for 28.8 ks.

溶体化処理温度による変化も少ない。

Fig.6 は、 K_{IC} におよぼす溶体化処理温度の影響を示したものである。973 K のみ invalid の値を示し、1023 K と 1043 K で約 $70 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、そして 1073 K よりも高温側では約 $60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった。このように K_{IC} は β 変態点以下では溶体化処理温度の上昇にともなって低下し、 β 単相域ではほぼ一定となる。

結局、 β 変態点直下の温度の溶体化処理で強度、伸び、切欠引張強さと K_{IC} の優れた組合せが得られた。また、絞りは溶体化処理温度に極めて敏感で、 β 変態点直下の温度のなかでも 1043 K よりも 1023 K で高い値が得られた。

Fig.6 Effect of the solution treatment temperature on the fracture toughness of Ti-10V-2Fe-3Al alloy after aging at 783 K for 28.8 ks.

IV. 考 察

1. 応力誘起マルテンサイト変態の生成と消滅

Fig.3 の溶体化材の引張試験結果において、1023 K から 1043 K にかけて 0.2% 耐力の急激な低下と伸びの著しい上昇を示した。これは、Fig.2 の相同定結果からも明らかのように、1043 K 以上の溶体化材の β 相がやや不安定なため、引張試験中に応力誘起マルテンサイト変態が発生⁽⁵⁾したことに起因している。

これらの溶体化材を 783 K で 28.8 ks 時効処理すると、0.2% 耐力は引張強さと同様の傾向を示し、また伸びも絞りと同様の傾向となり、マルテンサイト変態の発生を示唆する徴候が見られなくなる。このことから、溶体化時効材では応力誘起マルテンサイト変態は発生していないと思われる。

Fig.7 は、X 線回折の結果をもとに溶体化処理のままの状態と、時効処理後における α 相の総量と、 β 相の格子定数の変化を示したものである。 β 相の格子定数は、 α 相 0% の 1073 K 以上の高温溶体化材ではほぼ一定の約 0.325 nm である。溶体化処理温度が低下し、初析 α 相が析出するようになると β 相の格子定数は減少する。さらに、時効によって多量の α 相が析出すると、 β 相の格子定数が著しく減少する。Mo, V, Cr, Fe, Mn などの原子半径の小さい β 安定化元素量が増加すると、 β -Ti の格子定数は

Fig.7 Effect of the solution treatment temperature on the lattice parameter of β phase which was calculated from 2θ of (200) β and the volume fraction of α phase in Ti-10V-2Fe-3Al alloy. Open mark : as solution treated condition. Solid mark : after aging at 783 K for 28.8 ks.

小さくすると報告⁽⁹⁾されている。したがって、本実験の低温溶体化材で格子定数が減少したのは、溶体化処理温度が β 変態点よりも低いため、初析 α 相の析出により β 相に β 安定化元素の濃縮が生じ、 β 単相域溶体化の場合に比べて β 相の溶質元素濃度が高くなったためである。このような格子定数の減少に伴う β 相の安定性の増加が、低温溶体化材における応力誘起マルテンサイト変態が生じなくなる理由である。それに対して、783 K, 28.8 ks 時効材では、Fig.7 から明かなように時効による α 相の析出により β 相の安定性が著しく高められるので、応力誘起マルテンサイト変態がすべての溶体化処理温度で生じなくなったと考えられる。なお、973 K 溶体化時効材で β 相の格子定数が若干高くなったのは、かなりの量の初析 α 相が析出しており β 相の安定性を高め、時効の際、平衡状態図に基づく量比の α 相の析出が抑制され、時効後の β 相の溶質元素の濃化が十分に進行していないためと思われる。

2. 強度、延性、靱性におよぼす溶体化処理温度の影響

溶体化材の引張強さは、Fig.3 に示したように、1043 K 溶体化材から高温側ではほぼ一定の約 800 MPa を示し、低温側の 1023 K と 973 K では約 100 MPa 高くなっている。これは、低温で溶体化処理すると、Fig.7 に示すように初析 α 相が析出するとともに、溶体化前の加工の影響

が残っているためと考えられる。この両者の影響を分離することはできないが、783 K で 28.8 ks 時効すると、溶体化状態でやや高い強度を示した低温溶体化材が高温溶体化材よりも 100~200 MPa 低い値を示し、Fig.5 に示すように強度が逆転する。これは、Fig.7 に示すように 973 K の低温溶体化材では、溶体化処理状態ですでに初析 α 相が 10% も析出し、母相の β 相の溶質濃度が高まり、時効処理における α 相の析出が抑制されたことによるものと考えられる。

次に、溶体化時効材の伸び、絞り、切欠引張強さ、 K_{IC} の溶体化処理温度による変化が、強度変化に起因するのか、あるいは同一強度水準での組織変化に起因したものであるのかを把握するため、引張強さとの関係として示したのが Fig.8 である。この図において、伸びと絞りは同じ傾向を示すのでその変化が大きい絞りに注目すると、1023 K から 1043 K にかけて強度がまったく変化していないにもかかわらず、絞りが 55% から 30% まで低下し、さらに 1073 K の約 10% へと低下している。このように、1023 K から 1073 K にかけては強度はほとんど変わらないが、絞りは約 55% から 10% まで急激に低下し、組織変化に起因する影響が明瞭に認められる。Fig.9 は、1023 K と 1073 K の溶体化時効材の引張破面である。1023 K ではディンプル破面を呈しているが、1073 K になると粒界割れの混在した破面に変化している。このように、延性におよぼす溶体

Fig.8 Relationship between tensile strength and elongation, reduction of area, notch tensile strength, and K_{IC} of Ti-10V-2Fe-3Al alloy after aging at 783 K for 28.8 ks.

Fig.9 Scanning electron fractographs of the tensile specimens after aging at 783 K for 28.8 ks in solution treated materials at: (a) 1023 K and (b) 1073 K.

Fig.10 Relationship between yield strength and K_{IC} .

化処理温度の影響としては粒界破壊を促進する組織変化があげられる。しかしながら、 β 単相で結晶粒径が粗大化する領域では、すでに延性値が低く、明瞭な粒径依存性を認めることはできなかった。

切欠引張強さと K_{IC} は、延性の場合とは異なる挙動を示す。すなわち、切欠引張強さは、強度が上昇してもほぼ一定であるのに対し、 K_{IC} は強度の上昇にともない低下する。しかし、同一強度水準では延性にみられるような組織変化の影響は現れていない。また、本実験の K_{IC} と 0.2% 耐力の関係は、Wolf⁽¹⁰⁾ の収録した値と比較すると、Fig.10 に示すように強度の上昇にともない K_{IC} が低下する傾向のほぼ上限にプロットされる。

このように、靱性を表す両者が異なる挙動を示すことか

ら、材料を総合的に評価するには切欠引張強さと K_{IC} のいずれか一方だけで靱性を判断することなく、両特性を求める必要があるであろう。

V. 結 論

($\alpha+\beta$) 2 相域から β 単相域の種々の温度で溶体化処理を施した Ti-10V-2Fe-3Al 合金について、組織と機械的性質の関係を検討した。その結果、次のことが明らかとなった。

(1) 973 K から 1173 K までの温度で溶体化処理すると、 β 変態点よりも低温の 973 K と 1023 K では ($\beta+\alpha$) の 2 相、 β 変態点直下の 1043 K で ($\beta+\alpha+\alpha'$) の 3 相、そして β 変態点よりも高温の 1073 K から 1173 K の溶体化処理では ($\beta+\alpha'$) の 2 相組織であった。 β 相の結晶粒径は、1073 K 溶体化処理で約 150 μm 、1173 K で約 450 μm であった。

(2) 溶体化材の引張強さは、973 K の約 800 MPa から 1043 K の約 700 MPa へと低下するが、さらに溶体化処理温度が上昇しても変化しない。ところが、0.2% 耐力は、973 K から 1023 K にかけてはゆるやかに低下するが 1043 K になると急激に低下し、約 450 MPa となる。そして、この耐力の低下と対照的に、伸びが大きく増加する。

(3) この 0.2% 耐力と伸びの急激な変化は、 β 相の安定性の低下に基づく応力誘起マルテンサイト変態の発生によるものである。

(4) 溶体化時効材の引張強さは、973 K から 1073 K にかけてはやや低下している。0.2% 耐力は、引張強さと同様の傾向を示し、溶体化材のような特異な変化は示さない。そして、延性は伸び、絞りともに 973 K から 1023 K で高く、1073 K にかけて急激に低下し、1073 K 以上の高温ではゆるやかに低下する。この 1023 K から 1073 K につ

での延性の急激な低下は、粒界破壊を促進する組織変化に起因するが、1073 K 以上の高温では延性の絶対値が低く、 β 粒径粗大化の悪影響は認められない。

(5) 一方、切欠引張強さと K_{IC} は、同一強度水準下では組織の影響を受けない。そして、切欠引張強さは、強度変化の影響も受けないのに対して、 K_{IC} は強度水準のみに依存する変化を示す。

(6) 最後に、強度、伸び、絞り、切欠引張強さおよび K_{IC} の優れた組合せは、 β 変態点直下の温度の溶体化処理で得られることが明らかとなった。

文 献

- (1) *ASM Metals Handbook*, 9th ed., (1981), vol.4, p.330.
- (2) 外山和男, 前田尚志: 鉄と鋼, 72(1986), 617.
- (3) T.W.Duerig, G.T.Terlinde and J.C.Williams: *Metall. Trans.*, 11A(1980), 1987.
- (4) T. W. Duerig, J. Albrecht, D. Richter and P. Fischer: *Acta Metall.*, 30(1982), 2161.
- (5) G.T.Terlinde, T.W.Duerig and J.C.Williams: *Metall. Trans.*, 14A(1983), 2101.
- (6) W. A. Reinsch and H. W. Rosenberg: *Metal Prog.*, 117(1980), 64.
- (7) *ASTM Annual Book of ASTM Standards*, Vol.03-01(1983), 518.
- (8) T.W.Duerig, R.M.Middleton, G.T.Terlinde and J.C.Williams: *Titanium '80 Science and Technology*, Ed. by H.Kimura and O.Izumi, AIME, (1980), 1503.
- (9) W.B.Pearson: *A Handbook of Lattice Specings and Structures of Metals and Alloys*, Pergamon Press, London, (1958), 876.
- (10) *Aerospace Structural Metals Handbook No.4*, Ed. by Mechanical Properties Data Center, Traverse, (1984).