β 型 Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al チタン合金の溶接熱影響部の 硬度特性に及ぼす時効処理の影響*

黒田 敏雄**, 松田 福久**, 岩城 勇***

Effect of Aging Treatment on Hardening Characteristics in HAZ
of β Type Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al Titanium Alloy Welds.*

by Toshio Kuroda**, Fukuhisa Matsuda** and Isamu Iwaki***

Effect of aging treatment on hardening characteristics in HAZ of Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al titanium alloy was investigated by means of transmission electron microscopy and X-ray diffraction technique.

As the aged Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy was welded by using DCRP-TIG welding procedure, the decrease of the hardness occurred in the heat-affected zone, because of the solution of α phase. The hardness in the HAZ was considerably higher than that of the base metal, as the welded sample was aged at 773 K after welding.

Maximum hardness after aging treatment increased with increasing solution treatment temperature. The precipitation of α phase occurred, as the specimens were aged at 573, 673, 773 K after solution treatment. The precipitation amount of α phase increased with increasing solution temperature at any aging temperature.

The high solution treatment temperature also caused homogeneous precipitation and fine precipitation of α phase during aging by means of transmission electron microscopy.

Consequently, the high hardness was due to the fine precipitation of α phase.

Key Words: Beta titanium alloy, HAZ, Microstructure, X-ray diffraction, Transmission electron microscopy, Solution temperature, Age hardening

1. 緒 言

超高強度 β 型 Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al チタン合金は溶体化状態で冷間加工性に優れるため、複雑な形状の製品を低コストで生産できる可能性を有している。さらに溶体化処理後、熱処理時効を施すことにより α 相が析出し、チタン合金中、最高の1400 MPaの引張強度を得る事が出来る¹⁾。

このような事から従来の $\alpha + \beta$ 型の Ti-6Al-4V 合金^{2)~4)} にかわり次世代の航空宇宙材料として注目されている。そのため本合金の溶接部の特性や組織を十分把握しておく必要がある。しかるに本合金を溶接した場合の溶接部の組織および溶接後の時効処理による組織変化については未だほとんど明らかになっていない。

そこで本研究は上記 β 型チタン合金の溶接熱影響部(以後 HAZ)の組織を透過電子顕微鏡観察およびX線回折によって詳細に調べ、溶接部の時効処理による材質強化機構を検討したものである。

2. 実験方法

本研究に用いた β 型チタン合金は板厚 5 mm の Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al 合金であり、その化学組成を Table 1 に示す。溶接は DCRP ティグ溶接 (60 A, 15 V, 1.5 mm/sec ビード溶接)を行った。なお、母材および HAZ の溶体化処理および時効処理は真空熱処理炉を用いて行い、

Table 1 Chemical compositions of Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy (mass%).

V	Cr	Sn	Al	Fe	O	N	H
15.27	3.05	3.03	3.06	0.165	0.112	0.0055	< 0.0010

処理後水冷した。

さらに上記 HAZ の硬さとミクロ組織変化を基礎面から検討するため母材を使用し、溶体化処理温度を種々変化 (1073, 1273, 1573 K) させ、その後、時効処理 (573, 673, 773 K) を行い、時効硬化特性を組織的に調べた。

組織検討はX線回折により α 相の体積率を、また α 相の析出分布形態は薄膜による透過電子顕微鏡観察により行った。

3. 実験結果および考察

3.1 溶接 HAZ の硬さ分布と組織との関係

β 型チタン合金は通常溶体化処理後、773 K で時効処理を行って高強度および高硬度化をはかっている^{5),6)}。

Fig. 1 は1073 K で3.6 ks 溶体化処理後、773 K で86.4 ks 時効処理を行って高強度および高硬度化した母材をティグ溶接した時の溶接まま (○印) と溶接後時効処理 (773 K, 86.4 ks, ●印) をした場合の HAZ の硬さ分布を示す。また上部には同時に HAZ の最高到達温度分布を示す。

母材の硬さは Hv 400 であったが、溶接ままではボンド部から約 2 mm の位置までの領域において硬さが約 Hv 230 まで低下している。この軟化領域の存在は溶接構造物においては強度不足を起こすことが予想される。

そこで溶接後、母材と同様の時効処理をもう一度溶接部に行った。その結果、軟化領域は逆に母材に比してか

*原稿受付 平成3年3月28日 平成2年8月 溶接冶金研究委員会で発表

**正 員 大阪大学 Member, Osaka Univ.

***学 生 員 大阪大学 Student Member, Osaka Univ.

Fig. 1 Hardness distributions of as-welded sample and aged sample after welding for Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy.

Fig. 3 Volume fraction of α phase in weld heat-affected zone for as-welded samples and aged samples after welding.

Fig. 2 Optical microstructures of weld heat affected zone of as-welded sample and aged sample after welding.

Aging condition: 773 K, 86.4 ks.

(a): 1 mm from fusion line (As welded), (b): 1 mm from fusion line (Aging), (c): 2.5 mm from fusion line (As welded), (d): 2.5 mm from fusion line (Aging), (e): Base metal (As welded), (f): Base metal (Aging).

なり高い硬さ (Hv 470-530) が得られた。特にボンド部近傍では約 Hv 530 と β 型合金では最高の硬さが得られた。

本合金は溶体化処理状態では β 単相の組織であるが、時効処理を行うことによって α 相が析出し、それにより硬さが増加する¹⁾。

したがって溶接ままの HAZ の硬さ低下つまり軟化領域は α 相の固溶によるものと考えられる。そして溶接後、時効処理を行うと、 α 相が析出し、硬さが増大したと考えられる。そこで HAZ 各部について組織観察を行った。

Fig. 2 は HAZ および母材の溶接まま [(a), (c), (e)] と時効処理後 [(b), (d), (f)] の光学顕微鏡組織を示す。溶接ままの状態では母材(e)は β 相中に微細な α 相が析出している。ボンド部から 2.5 mm 離れた HAZ (c) では黒く観察される微細な α 相がかなり固溶し、そしてボンド部から 1 mm 離れた HAZ (a) では β 単相組織となり α 相はほとんど見られない。

したがって時効した β 合金の HAZ の硬さの軟化領域は α 相の固溶によるものであることがわかる。

これに対し、時効処理を行った場合、母材(f)は時効処理前の組織とほとんど変化がない。しかし時効処理により HAZ 各部 [(d), (b)] は微細な α 相が多量に析出している。

この α 相は母材に比べてさらに微細で多量に析出していると思われたので、HAZ 各部の α 相および β 相の体積率について検討した。

Fig. 3 は母材および HAZ 各部について X 線回折を行い²⁾、その図形において回折角 2θ が 50° - 70° における 1012α , 002β , 1120α の回折ピークの積分強度をもとに α 相および β 相の体積率を求めたものである²⁾。縦軸は溶接ままおよび溶接後時効処理をした試料についての α 相の体積率を示す。

母材の場合、溶接後時効処理の有無にかかわらず α 相

Fig. 4 Relation between hardness and aging time, when the specimens were solution-treated at various temperatures and then aged at various temperatures.

の体積率は約33% (β 相の体積率約67%)であった。溶接ままの場合、ボンド部から2.5 mmの領域においては α 相の体積率は約10%そして1 mmの領域においては0%であった。しかし時効処理を行うと α 相の体積率は約78%と約94%となり母材よりもはるかに α 相が多く析出していた。したがって溶接部の軟化域は溶接後、時効処理を行うことによって α 相の析出が多くなることがわかった。

3.2 時効特性に及ぼす溶体化処理温度の影響

3.1項において HAZ とくにボンド部近傍の領域は溶接後、773 K での時効処理により、1073 K で溶体化し、773 K で時効した母材にくらべ時効硬化が著しいことを示した。

そこで本項ではこれらの現象を基礎面から検討するため、この時効特性における溶体化処理温度の影響をさらに詳細に検討した。

Fig. 4 は母材を1073, 1273および1573 K で溶体化処理後、水冷し、573, 673および773 K で時効した時の硬さ変化と時効時間の関係を示す。573 K 時効の場合は時効にともなわずかに硬さ増加があるものの、溶体化処理温度の影響はあまり大きく認められない。

673 K 時効では時効時間の増加とともに硬さは増加し、時効時間が約300 ks でほぼ一定となる。そして1073 および1273 K 溶体化材の場合は Hv 240が340程度にまで増加するのに対して、1573 K 溶体化材の場合は約 Hv

Fig. 5 Relation between volume fraction of α phase and aging time.

540にまで硬さが増加する。

773 K 時効の場合は硬化の速度はさらに速く、約50 ks でほぼ一定の硬さとなる。そして溶体化処理温度の増加とともに時効硬化は著しい。

このように673および773 K 時効においては溶体化処理温度が高いほど時効硬化が顕著となることが判明した。このことは Fig. 1 で示した HAZ での時効による硬化現象をよく説明できるものである。

そこで1573および1073 K 溶体化および時効材に対し、X線回折を行い、 β 相中の α 相の体積率を求めた。この結果を Fig. 5 に示す。

いずれの時効温度の場合でも1573 K で溶体化処理した試料における α 相の体積率の増加が顕著であり、Fig. 4 の硬さ変化とほぼよく対応している。すなわち、いずれの時効温度においても溶体化処理温度が高いほど α 相の析出量が多く、しかも短時間で析出がおこることが判明した。

Fig. 6 (a), (b), (c)は1073, 1273, 1573 K で溶体化処理した試料の光学顕微鏡組織を示す。いずれの溶体化処理温度においても β 単相組織を示し、溶体化処理温度の増加とともに結晶粒径は著しく大きくなっている。なお本合金の β 変態温度は1033 K であった。

Fig. 7 は1073 K [(a), (c), (e)] および1573 K [(b), (d), (f)] で溶体化処理後、673 K で種々の時間時効した時の組織を示す。1073 K 溶体化材の場合は時効時間の増加 [(a)-(c)-(e)] とともに多くの α 相が析出し、不均一に分布しているのに対して、1573 K 溶体化処理材の場合は微細な α 相が析出し、そして時効時間の増加 [(b)-(d)-(f)] とともに密に析出している。また粒界には無析出帯があり、

Fig. 6 Optical microstructures for the specimens solution-treated at 1073 K (a), 1273 K (b) and 1573 K (c).

溶体化処理温度が高いとその幅も小さくなる。

このように溶体化処理温度はその後の時効処理における α 相の析出量とその分布状態に影響する。これが Fig. 4 の硬さ変化に寄与しているものと考えられる。

一般に溶体化温度の増加とともに原子空孔濃度が増加し、焼入れにより過飽和の空孔濃度が室温にもちたされる。そして時効処理によりその空孔を析出核として微細な α 相が密に析出するものと考えられる⁸⁾⁻¹⁰⁾。

なお、空孔の寄与を確かめるために、1573 K で溶体化処理後、さらに 1073 K で再度溶体化処理した試料を時効した場合の α 相の析出状況を検討した。結晶粒径は最初の 1573 K での溶体化処理により粗大化しているものの、Fig. 4 の単一の 1073 K で溶体化処理し、673 K および 773 K で時効した試料と同様の時効硬化特性になることを確認した。

したがって、溶体化処理温度の増加にともなう原子空孔濃度の増加が時効過程での α 相微細化、均一化に大き

Fig. 7 Optical microstructures for the specimens solution-treated at 1073 K (a), (c), (e) and 1573 K (b), (d), (f), and aged at 673 K for various times.

(a), (b): 21.6 ks aging, (c), (d): 86.4 ks aging, (e), (f): 302.4 ks aging.

Fig. 8 Transmission electron micrographs of the specimens solution-treated at 1073 K (a) and 1573 K (b) and aged at 673 K for 302.4 ks.

Fig. 9 Transmission electron micrographs of the specimens solution-treated at 1073 K (a) and 1573 K (b), and aged at 773 K for 86.4 ks.

く寄与していると考えられる。さらには溶体化処理温度が高いほど、V, Cr, Sn および Al の拡散がはやく、均一分布することも時効特性を早める一要因と考えられる。

次に α 相の析出形態について透過電子顕微鏡 (TEM) により検討した。

Fig. 8 (a), (b) は 1073 および 1573 K で溶体化処理後、673 K で時効 (302.4 ks) した試料の薄膜による TEM 組織を示す。(a) の 1073 K 材の場合は白く観察される β 相中に黒く観察される針状の α 相が粗に析出している。一方、(b) の 1573 K 材の場合は微細な針状の α 相が密に析出している。

また Fig. 9 (a), (b) は 1073 および 1573 K で溶体化処理後、773 K で時効 (86.4 ks) した試料の薄膜による TEM 組織を示す。黒く観察される粗大な針状の α 相が観察されている。773 K 時効では溶体化処理温度の増加とともに針状の α 相はその幅にはあまり変化がないが、長さがかなり長くなっていた。このことから、 α 相の形態は時効温度そのものの影響をも受けていると考えられる。

そして溶体化処理温度の増加はその後の 673 K 時効のように低い温度での時効処理における α 相の析出形態および密度ならびに速度に大きな影響をおよぼすことが判明した。

4. 結 言

本研究は良好な冷間加工性を有する超高強度 β 型チ

タン合金 Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al の溶接部の HAZ の硬さ低下に対し、溶接後の時効処理による材質改善の可能性を検討したものである。得られた結果を要約すると次のようになる。

(1) 時効し $\alpha + \beta$ 組織を持つ本合金をティグ溶接した場合の HAZ の材質変化を調べた。HAZ において、 β 変態温度 (1033 K) 以上に加熱された領域においては再溶体化され、 β 相組織となり母材より軟化した領域を生じる。このためこの領域では強度低下が生ずることが考えられる。

(2) この領域の材質改善を行うために溶接後、773 K で 86.4 ks の熱処理時効を行った。その結果、HAZ の硬度は母材よりも充分高くなることがわかった。これは時効処理を行うことによって HAZ の α 相析出量が母材に比し多いためであることが判明した。

(3) 上記の HAZ 組織を基礎面より検討するため本合金を 1073~1573 K で溶体化処理し、573~773 K (<450 ks) で時効処理し、その組織を検討した。その結果、1573 K での溶体化処理材は従来の 1073 K 溶体化処理材に比し、時効硬化特性が加速され、673 および 773 K 時効においては溶体化処理温度が高いほど時効硬化が顕著となることが判明した。

(4) いずれの時効温度においても溶体化処理温度が高いほど α 相の析出量が多く、しかも短時間で析出がおこった。これは電子顕微鏡観察の結果、微細なラス状の α 相の析出量が多いためであり、1073 K 溶体化処理材の場合は時効時間の増加とともに粗大な α 相が析出し、不均一に分布しているのに対して、1573 K 溶体化処理材の場合は微細な α 相が析出して、そして時効時間の増加とともに密に析出していた。

謝 辞

本研究の遂行にあたりご協力を得た堀之内力技官に感謝いたします。また本研究の一部は文部省科学研究費によったことを記し謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) R.R. Boyer, H.W. Rosenberg: Beta Titanium Alloy in the 1980's, AIME (1984).
- 2) 圓城敏男, 黒田敏雄: $\alpha + \beta$ 型 Ti-6Al-4V 合金の水素化物の析出挙動, 日本金属学会誌, 49-5, (1985), 320-326.
- 3) 圓城敏男, 黒田敏雄: Ti-6Al-4V 合金の水素化物の析出挙動におよぼす金属組織の影響, 日本金属学会誌, 50-1, (1986), 20-27.
- 4) 圓城敏男, 黒田敏雄, 三井貴之: Ti-6Al-4V 合金の水素誘起割れに及ぼす金属組織の影響, 材料, 36-404, (1987), 495-499.
- 5) W.A. Reinsh, H.W. Rosenberg, Metal Progress, (1980), 64.
- 6) 津森芳勝, 松本年男, 児山祐二: β 型チタン合金 Ti-15-3Cr-3Sn-3Al の加工性及び熱処理特性, 鉄と鋼, 72-6, (1986), 603-609.
- 7) B.D. Cullity, 松村源太郎訳: X線回折要論, アグネ社 (1953).
- 8) G.F. Pittinato, and W.D. Hanna: Metall. Trans., 3, (1972), 2905.
- 9) 岡田稔, 杉本由仁, 志田善明: β 型チタン合金の α 析出による機械的性質の変化, 材料とプロセス, 1-2, (1988), 348-351.
- 10) 村上陽太郎: チタン合金の相変態と熱処理, 鉄と鋼, 73-3, (1987), 420-426.