



## チタン材料における再結晶

西村 孝\*・福田 正人\*2

## Recrystallization Behavior of Titanium and Its Alloys

Takashi NISHIMURA and Masahito FUKUDA

## 1. 緒 言

純チタンは室温で稠密六方晶 ( $\alpha$  相) であるが  $882^\circ\text{C}$  以上では体心立方晶 ( $\beta$  相) に変態する。これに対してチタン合金では添加元素の種類および量によりこの変態温度 ( $\beta$  変態点) が変化するとともに、室温における相状態も変化し  $\alpha$  型、 $\alpha+\beta$  型および  $\beta$  型の 3 種類に大別される。 $\alpha$  型チタン合金は状態図において  $\alpha$  相領域を拡大させる元素 ( $\alpha$  安定化元素; Al, C, O, N など) を含有しており室温において  $\alpha$  単相でありその組織は純チタンとほぼ同じである。 $\beta$  型チタン合金は  $\beta$  相領域を拡大させる元素 ( $\beta$  安定化元素; Mo, V, Fe, Cr, Mn など) を含んでおり室温で  $\beta$  単相である。 $\alpha+\beta$  型合金は一般に上記 2 種類の元素を含んでおり、室温で  $\alpha$  相および  $\beta$  相が共存するとともに熱処理条件によってマイクロ組織の形態を種々変化させることができる。合金の機械的性質はマイクロ組織によって左右されることからマイクロ組織におよぼす加工・熱処理条件の影響を把握しておくことが重要である。

本稿では純チタン、 $\alpha+\beta$  型および  $\beta$  型チタン合金の再結晶挙動について述べる。

## 2. 純チタンの再結晶挙動

2.1  $\alpha$  相温度域における再結晶

十分に加工された純チタンの軟化曲線を図 1 に示す。再結晶開始温度は約  $450^\circ\text{C}$  であり、この温度以上でかつ  $\beta$  変態点 ( $882^\circ\text{C}$ ) 以下の温度に加熱すると写真 1 に示すような方向性のない等軸の再結晶組織が得られる。純チタンは主として酸素含有量により強度レベルを調整するが、酸素含有量が増加すると再結晶温度は上昇する。再結晶温度以上に加熱すると粒成長が起こる。そのときの平均結晶粒径は加熱時間に対して放物線則に従い加熱時間のほぼ  $1/3$  乗に比例する<sup>1)</sup>。また温度に対しては Arrhenius の式に従い結晶粒成長のための活性化エネルギーは、酸素含有量の増加とともに低下するが、通

常の工業用純チタン (酸素含有量 400~3000 ppm) では 40~55 kcal/g-atom 程度である<sup>1)</sup>。すなわち高温ほど結晶粒径は大きくなるが、 $850^\circ\text{C}$  以上になると逆に結晶粒が微細化する場合がある。その例を図 2 に示す。これは

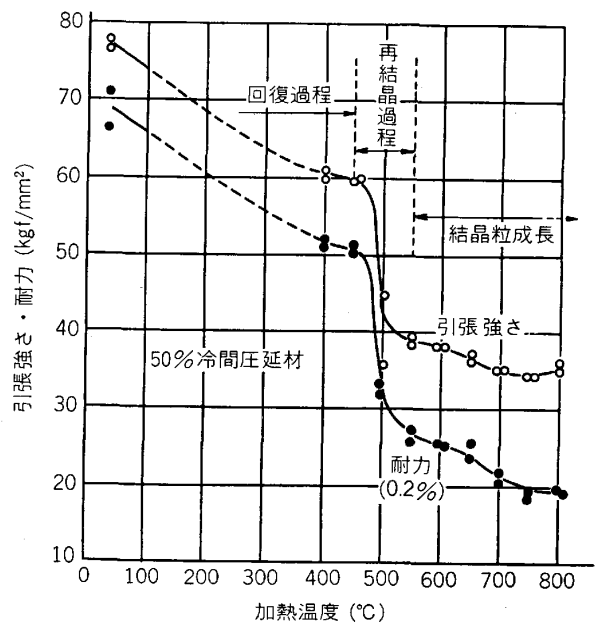
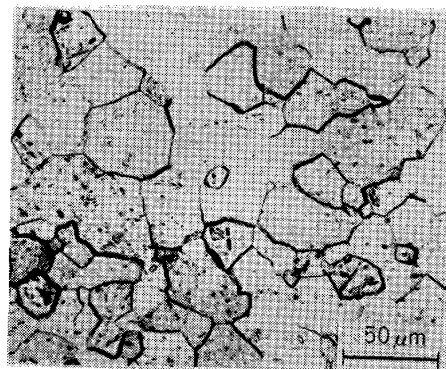


図 1 純チタンの軟化曲線

写真 1 純チタンの  $\alpha$  域加熱材の組織

昭和 59 年 3 月 14 日受付 (Received Mar. 14, 1984) (依頼技術資料)

\* (株)神戸製鋼所中央研究所 工博 (Central Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd.)

\*2 (株)神戸製鋼所中央研究所 (Central Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., 1-3-18 Wakinohama-cho Chuo-ku Kobe 651)

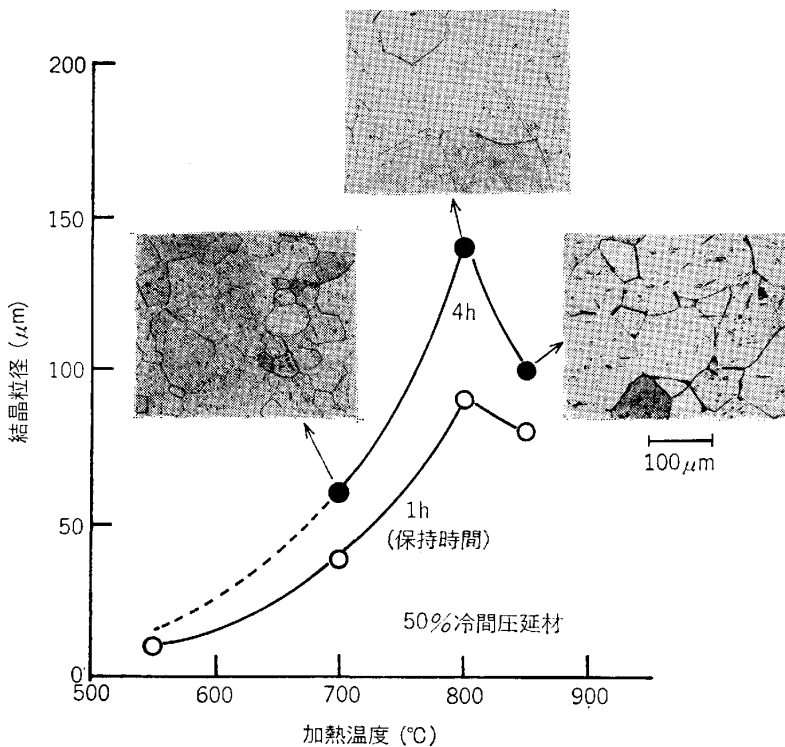
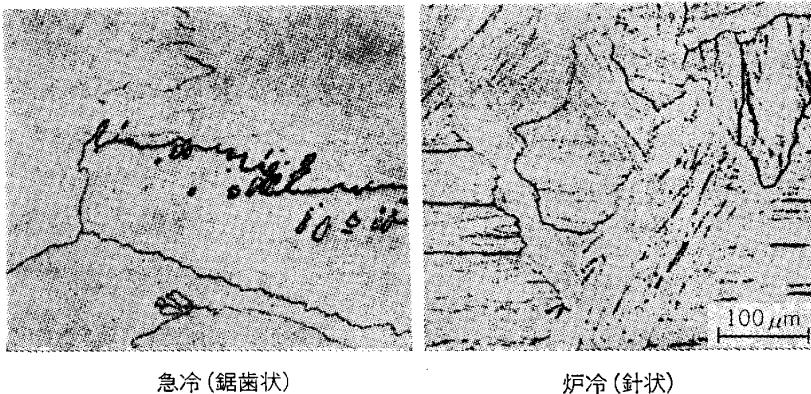


図 2 純チタンの粒成長挙動

写真 2 純チタンの  $\beta$  域加熱材の組織

工業用純チタンが共析型  $\beta$  安定化元素である Fe を不純物として含有する (通常 2000 ppm 以下) ため、 $850^{\circ}\text{C}$  以上になると  $\beta$  相が析出し  $\alpha$  粒の成長を抑制するためと考えられる。純チタン板の成形性は結晶粒径により大きく変化する<sup>2)</sup> ためそのような目的の場合には上述した粒成長挙動を考慮して最適な熱処理条件が選ばれる。

## 2.2 $\beta$ 相温度域における再結晶組織

等軸組織は  $\alpha$  相領域で加工して再結晶させたときに得られるが、 $\beta$  域 ( $882^{\circ}\text{C}$  以上) に加熱して冷却するとまったく異なった組織になる。その例を写真 2 に示す。これは加熱時の  $\beta$  相 (このときは等軸の  $\beta$  粒が形成されている) が冷却中に  $\alpha$  相に変態するため、冷却速度によつて鋸歯状あるいは針状の組織になる。このような組織になつても機械的性質は等軸組織材とほとんど変わらないが延性がいくらか低下する<sup>3)</sup> ため通常は等軸組織

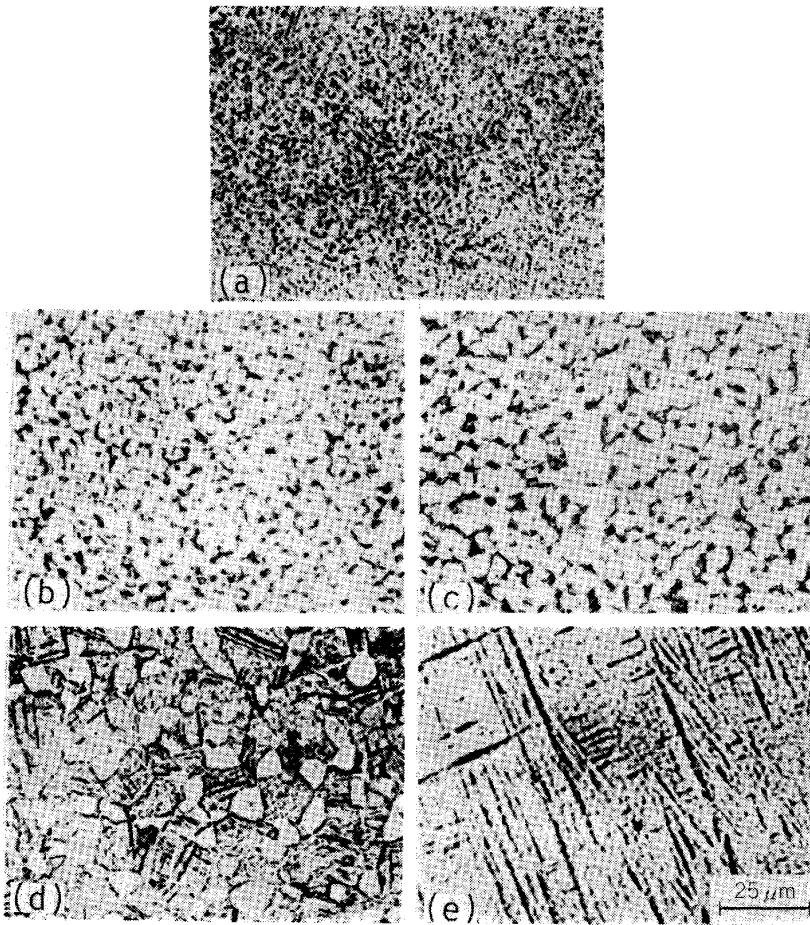
材が使用される。

## 3. $\alpha+\beta$ 型チタン合金の再結晶挙動

$\alpha+\beta$  型合金は添加元素の種類と量により  $\alpha$  および  $\beta$  相の量比が変化し、特性も大きく変化するために合金の種類がもつとも多い。代表的なものが Ti-6Al-4V であり、すぐれた強度と延性の組み合わせを有するとともに、加工や溶接などの製造性においてもすぐれているためもつとも多用されている。 $\alpha+\beta$  型合金は 2 相が共存するため熱処理条件によつてマイクロ組織が複雑に変化する。ここでは Ti-6Al-4V を例にその特徴について述べる。

### 3.1 ミクロ組織におよぼす溶体化条件の影響

$\alpha+\beta$  型合金においては  $\alpha+\beta$  域で加工して等軸組織にした後  $\beta$  変態点 (Ti-6Al-4V では約  $995^{\circ}\text{C}$ ) 以下の高温域で溶体化処理を行い、その後より低い温度で時効



(a) 素材 (b) 850°C 溶体化 (c) 900°C 溶体化  
(d) 950°C 溶体化 (e) 1000°C 溶体化  
写真 3 Ti-6Al-4V のマイクロ組織におよぼす溶体化処理温度の影響

するのが一般的な熱処理法である。その場合得られるマイクロ組織は溶体化処理条件によつて変化する。写真3にマイクロ組織におよぼす溶体化温度の影響を示す。なおいずれの試料も溶体化後 700°C で 2h の焼鈍が行つてある。素材は 99% 以上の加工を受けた圧延棒できわめて微細な等軸  $\alpha$  組織を有している。ここで白色部が  $\alpha$  相であり黒色部が  $\beta$  相である。 $\alpha + \beta$  域においては溶体化温度の上昇とともに素材の等軸  $\alpha$  粒 (初析  $\alpha$  粒) が成長するとともに初析  $\alpha$  粒間には細長い針状の組織が形成されるようになる。この針状組織部は溶体化温度に保持したとき  $\beta$  相であつた領域であり、その後の冷却と焼鈍によつて生成したもので針状  $\alpha$  相 (白色部) とその粒界  $\beta$  相 (黒色部) とから構成されており、初析  $\alpha$  粒と区別する意味でここでは変態  $\beta$  組織と呼ぶ。溶体化温度が 1000°C と  $\beta$  域になると変態  $\beta$  組織が 100% になる。初析  $\alpha$  粒の粒成長について田上ら<sup>4)</sup> は平均結晶粒径が加熱時間のほぼ 1/4 乗に比例することおよびその活性化エネルギーが 56 kcal/g-atom と純チタンの場合より粒成長しにくい結果を報告している。これは上述した変態  $\beta$  相の生成と成長により初析  $\alpha$  粒の成長が抑制されるためと考えられる。写真3のマイクロ組織を有する材料の引張り性質を図3に示す。強度は 850°C の溶体化処理によりいつたん低下するが溶体化温度の上昇とともに増加し 975°C で最大値を示している。延性

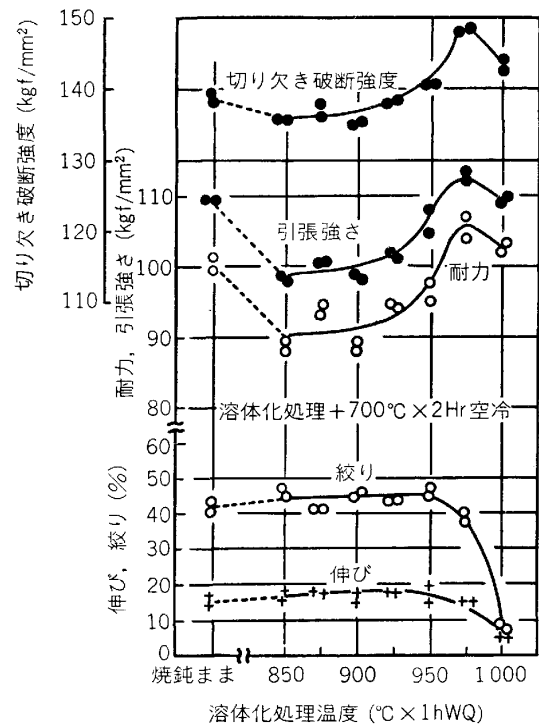
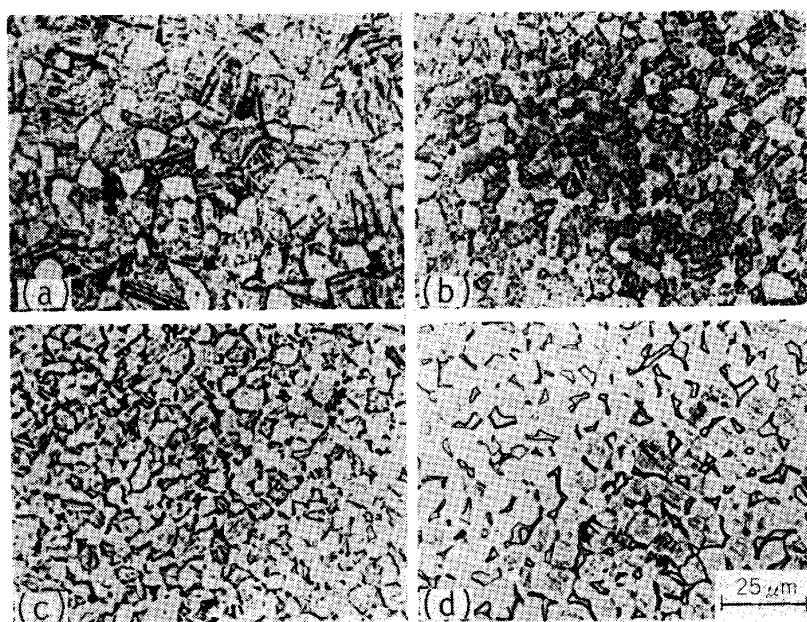


図 3 Ti-6Al-4V の機械的性質におよぼす溶体化処理温度の影響



(a) 水冷 (b) 油冷 (c) 空冷 (d) 炉冷  
 写真 4 Ti-6Al-4V のマイクロ組織におよぼす溶体化処理後の冷却速度の影響

は溶体化温度 950°C まではほとんど変化しないが高温ほどわずかに上昇する程度であるが、 $\beta$  域の 1000°C になると伸び、絞りともに 10% 以下に低下している。以上のことから 950°C 付近で溶体化処理を施すことにより強度と延性の最適な組み合わせが得られることがわかる。なお素材においてすぐれた機械的性質を示しているがこれは微細な等軸組織を有するためである。しかし鍛造加工のように  $\alpha + \beta$  域における加工と熱処理が不十分になりやすい場合は粗大な等軸  $\alpha$  組織となり強度および延性のいずれも低下する場合がある。したがって溶体化処理前の履歴にかかわらず安定してすぐれた機械的性質が得られるのは初析  $\alpha$  相および変態  $\beta$  相が共存した (初析  $\alpha$  相量が 10~40%) 組織の場合である。

溶体化処理・焼鈍後のマイクロ組織におよぼす溶体化処理直後の冷却速度の影響を写真 4 に示す。冷却速度が速いほど初析  $\alpha$  粒が小さく、変態  $\beta$  相が多くなるとともにその中に存在する針状  $\alpha$  相が微細になることがわかる。これらの材料の機械的性質を図 4 に示すが冷却速度が速いほどすぐれた強度と延性が得られることがわかる。また素材において高強度を有するのは図 3 の場合と同様微細な等軸組織のためであり、溶体化処理により初析  $\alpha$  粒が粗大化すると強度は低下する。しかし写真 4 の急冷 (WQ) 材のように初析  $\alpha$  粒がある程度大きくなつても微細な変態  $\beta$  組織が 50% 以上存在すると素材の微細な等軸組織と同等の高強度を示すようになる。

ところでチタン合金が航空機エンジン部材として使用される場合、機械的性質としては引張り、疲労、クリープ強度および破壊じん性などが重要視される。チタン合金においては、一般に引張性質および低サイクル疲労には等軸組織が、クリープ強度および破壊じん性には針状組織がすぐれている<sup>5)</sup>。筆者らは引張性質および破壊じん性におよぼす組織の影響を定量的に評価し<sup>6)</sup>、微細な

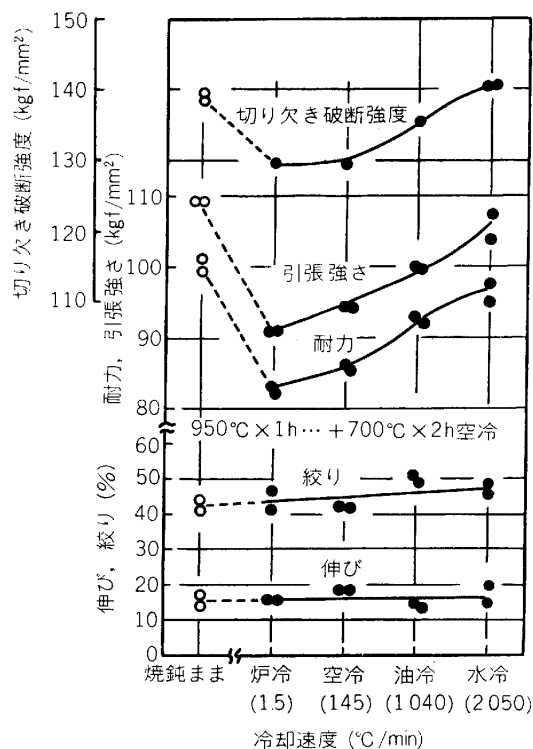


図 4 Ti-6Al-4V の機械的性質におよぼす溶体化処理後の冷却速度の影響

初析  $\alpha$  相と変態  $\beta$  相の共存した組織が強度、延性およびじん性のいずれをも満足させるのに効果的であることを明らかにした。すなわち微細な初析  $\alpha$  組織により高い強度と延性が、また針状の変態  $\beta$  組織により高いじん性が得られるためである。この場合溶体化処理前にいたん等軸組織にしておくことが必要となる。またその等軸組織も微細なほど好ましい。

### 3.2 針状組織の等軸化

$\beta$  域で加工あるいは加熱されて形成された針状組織は

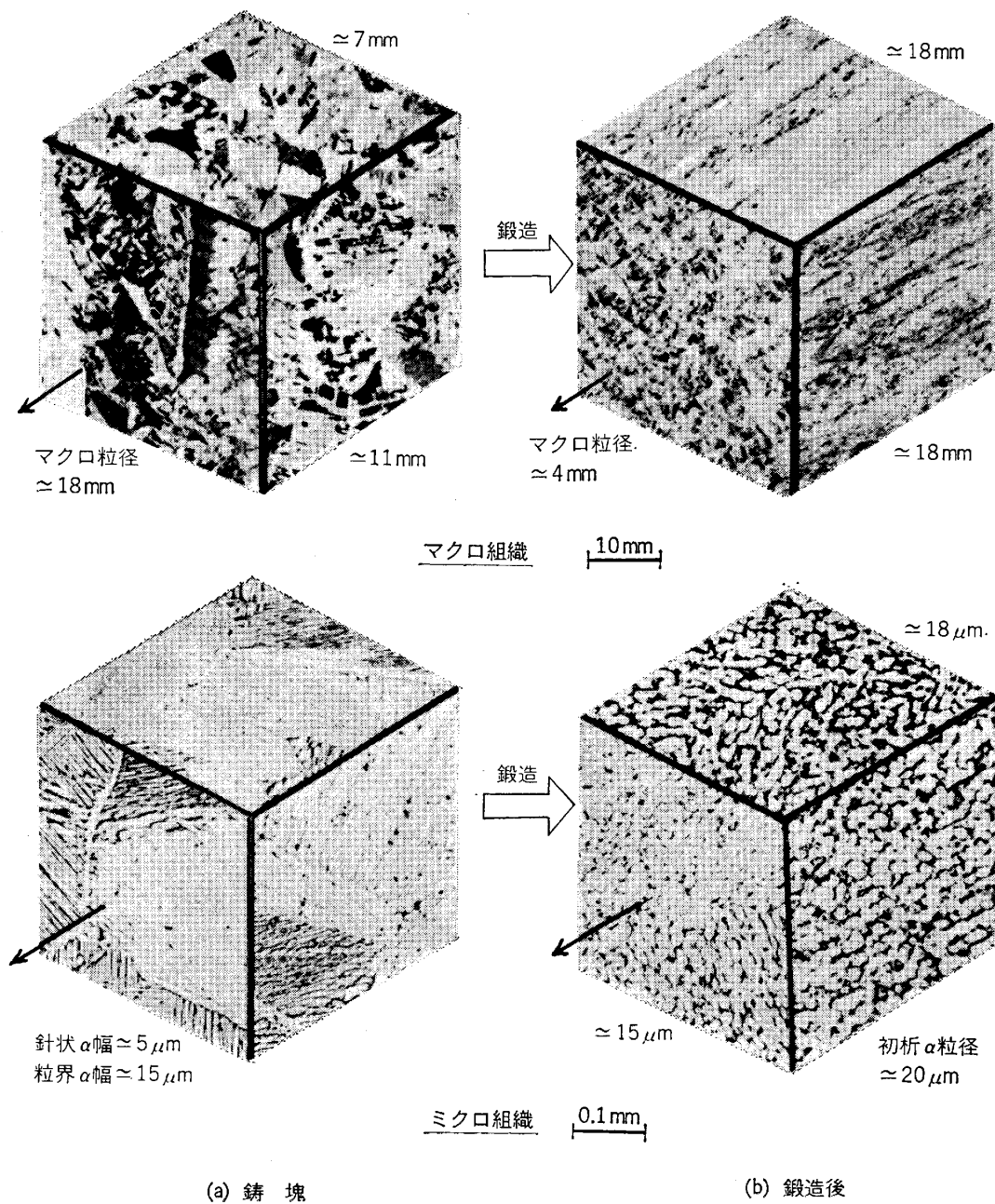


写真5 Ti-6Al-4V 鋳塊の鍛造によるマクロおよびミクロ組織の変化

$\alpha + \beta$  域で加工することにより等軸化させることができる。針状  $\alpha$  粒の幅と長さの比を等軸化率と定義(1のとき完全な等軸となる)し、それと  $\alpha + \beta$  域における加工量との関係を図5に示す。図5より  $\epsilon = 1.5$  (鍛造比にすると 4.5) 以上の加工によりほぼ等軸化することがわかる。鋳塊を  $\beta$  域および  $\alpha + \beta$  域で鍛造(鍛造比はそれぞれ 2.0 および 1.7)した後の組織を写真5に示す。ミクロ組織において鋳塊の針状組織は粒状に等軸化している。いつぼう初析  $\alpha$  粒径は  $15 \sim 20 \mu\text{m}$  とまだ十分微細化していないとともに鋳塊のマクロ組織(前  $\beta$  粒)も十分微細化せずに残存している。

### 3.3 ミクロおよびマクロ組織の微細化

加工量が多いほど組織が微細になるのはチタン合金においても同様であるが通常の鍛造加工においては写真3に示した素材のような微細組織にし得るほどの加工量を確保するのは容易でない。さらに写真5に示したように鋳塊のマクロ組織も容易に消失しない。このような場合  $\beta$  域加熱処理( $\beta$  処理)を行うことがきわめて有効である。その例を図6に示す。素材は  $\beta$  処理前の  $\alpha + \beta$  鍛造量を変えてあるものの写真5の(b)とほぼ同じマクロおよびミクロ組織である。図6から短時間の  $\beta$  処理によりマクロ粒(前  $\beta$  粒)は約  $1/10$  に微細化されると

ともに  $\beta$  処理前の  $\alpha + \beta$  域における加工量あるいは  $\beta$  処理温度の影響をあまり受けないことがわかる。 $\beta$  処理前の加工ひずみのため  $\beta$  域加熱時に再結晶核が多く発生して微細化すると考えられる。

写真 5-(b) 材に対してこのような  $\beta$  処理を施したところ方向性のあるマクロ組織が消失するとともにマクロ粒は 0.4mm にまで微細化した。その後  $\alpha + \beta$  域で鍛造したところマクロ粒はさらに微細化し、写真 6 に示すように約 0.2mm になった。またミクロ組織においても  $\beta$  処理前に 15~20  $\mu\text{m}$  であった初析  $\alpha$  粒は  $\beta$  処理前と比較してさらに等軸化が進むとともに 7~8  $\mu\text{m}$  の大きさにまで微細化した。

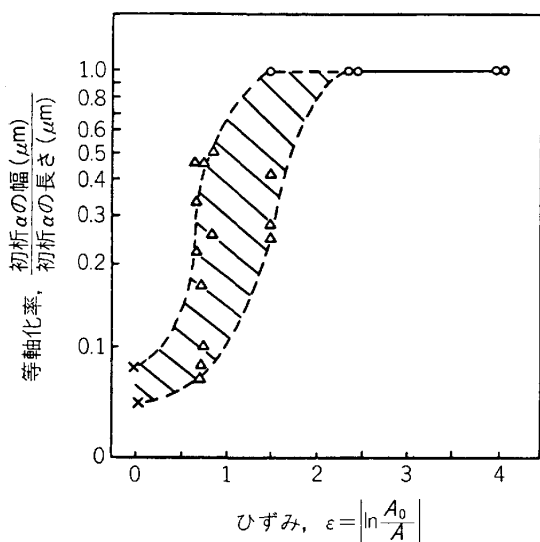


図 5 Ti-6Al-4V における針状  $\alpha$  粒の等軸化と  $\alpha + \beta$  域加工量の関係

以上のように鑄塊からの加工・熱処理条件を適切に選ぶことにより微細な等軸  $\alpha$  組織が得られ、3・1 節で述べた溶体化・焼鈍処理を付加することにより強度、延性およびじん性のすぐれた材質を得ることが可能になる。

#### 4. $\beta$ 型チタン合金の再結晶挙動

工業合金として開発された  $\beta$  型合金はいずれも室温における平衡状態では  $\alpha + \beta$  の 2 相であるが、比較的速く冷却することによつて  $\beta$  相を残置させている準安定相の合金である。したがつて  $\alpha + \beta$  型合金と同様の溶体化時効処理を行うと  $\alpha$  相が析出して高い強度を得ることができる。それにくわえて熱間および冷間における加工性がすぐれているため近年特に注目されている。ここではすぐれた耐食性をも有している Ti-Mo 系  $\beta$  合金について再結晶組織の特徴を述べる。

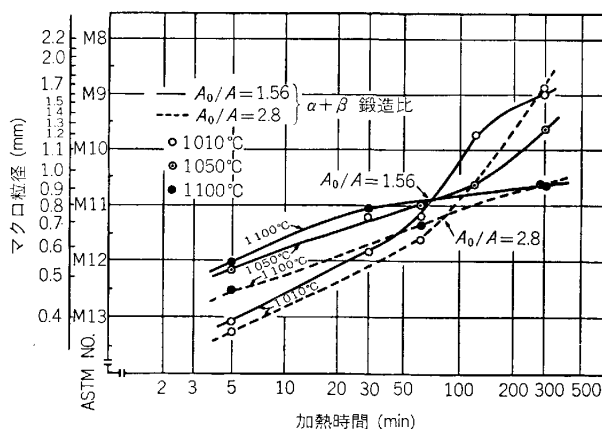


図 6 Ti-6Al-4V のマクロ粒径におよぼす  $\beta$  処理条件の影響

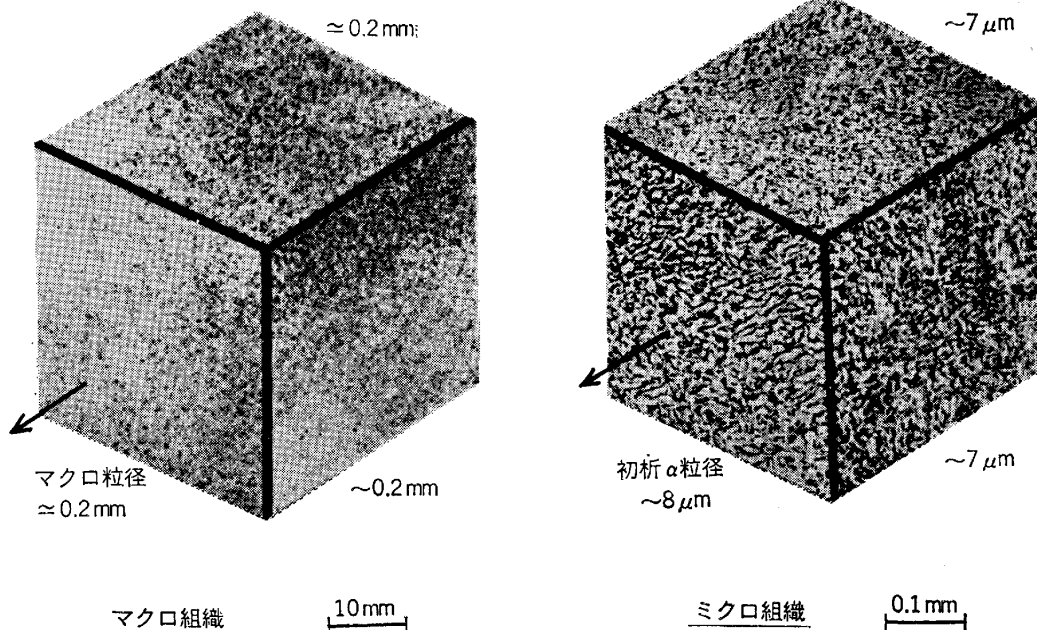
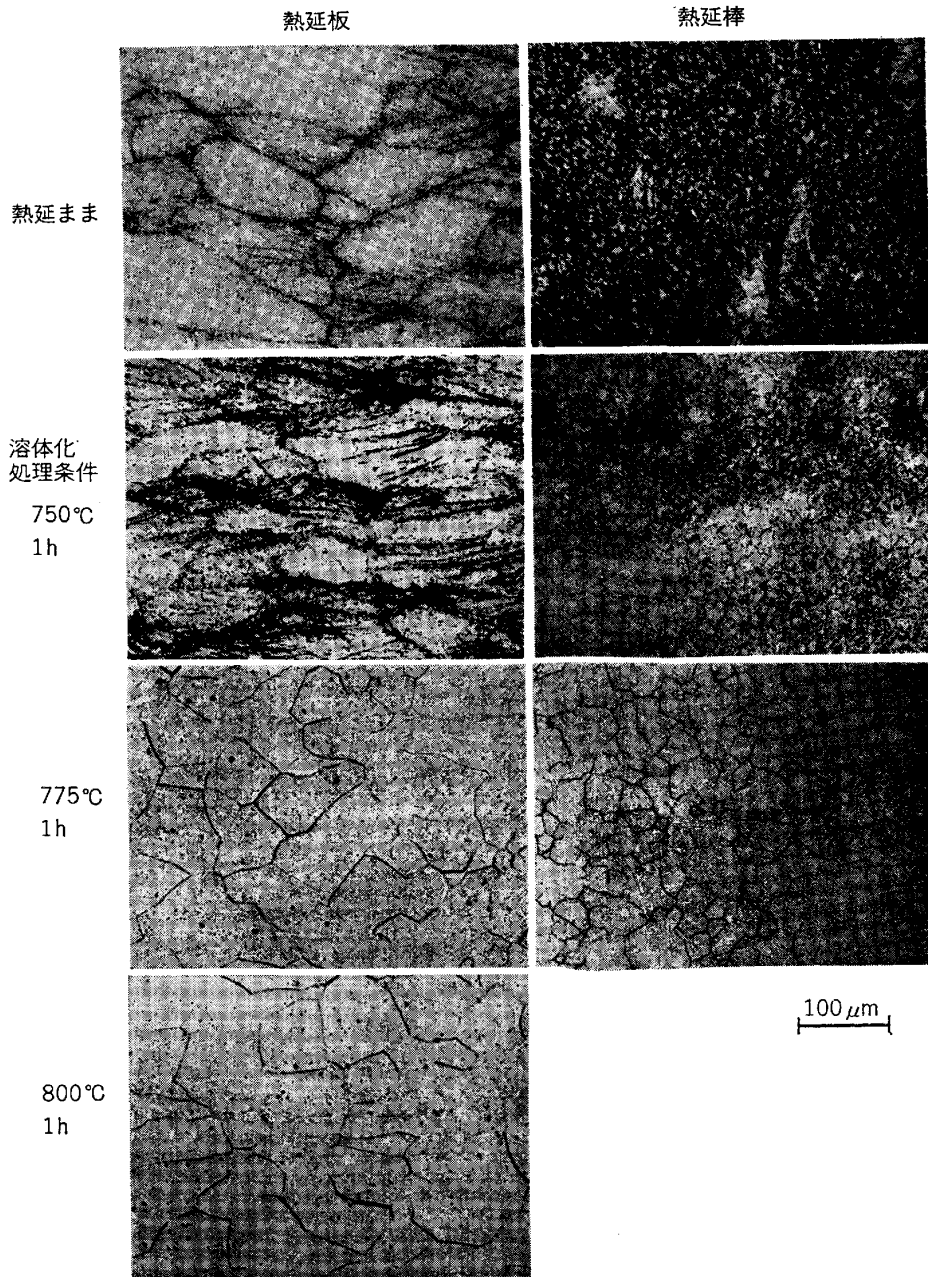


写真 6  $\beta$  処理材における鍛造後のマクロおよびミクロ組織 (写真 5 の鍛造材を  $\beta$  処理後  $\alpha + \beta$  鍛造)

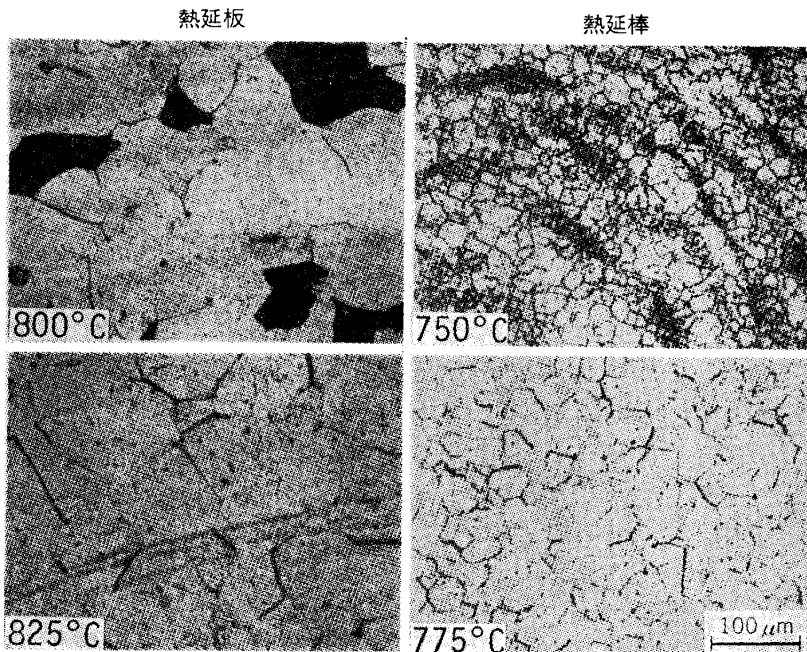


熱延板：950°C 加熱，700°C 仕上げ，圧下率 56%    熱延棒：880°C 加熱，600°C 仕上げ，圧下率 98%  
 写真 7 初期組織の異なる Ti-15Mo-5Zr 溶体化処理材のマイクロ組織

初期組織の異なる 2 種類の Ti-15Mo-5Zr ( $\beta$  変態点 730°C) を各種温度で溶体化処理 (各温度に保持後急冷) した場合のマイクロ組織を写真 7 に示す。いずれも 775°C 以上で等軸の  $\beta$  粒に再結晶している。本合金においても強度および延性の点から  $\beta$  粒径は小さいほど好ましい<sup>7)</sup> ので溶体化温度は低温ほど望ましい。したがって写真 7 からわかるように初期組織は微細なほど有利である。溶体化処理後 500°C で 100 分時効した後の組織を写真 8 に示す。なお 500°C という時効温度は本合金において  $\alpha$  相が最も多く析出する温度である<sup>8)</sup>。写真 8 において溶体化温度が低い場合は黒色粒と白色粒が混在する不均質な組織であるのに対し、溶体化温度が高くな

ると均一になることがわかる。そして時効後の組織が均一になるのは熱延板では溶体化温度が 825°C の場合であり、熱延棒では 775°C と素材により異なっている (インゴットは同一であり以降の加工履歴のみ変えてある)。黒色粒は優先的に腐食された粒で  $\alpha$  相が優先的に析出していることを示している。その理由は Ti-Mo 系合金において  $\alpha$  相は Mo 量が少なく耐食性が劣るからである。

結晶粒によつて  $\alpha$  相が析出しやすいものとそうでないものがあることは写真 7 および 8 の結果から次のように考えることができる。再結晶の核は塑性変形により導入されたひずみや欠陥の集中したところから生じ、塑性



表示温度：溶体化処理温度  
 写真 8 溶体化処理後 500°C, 100 min  
 時効処理した Ti-15Mo-5Zr のマイクロ組織

変形量が大きいかほど再結晶核は多く生成するとともに低い温度で再結晶が開始する。写真7の初期組織をみると熱延板は熱延棒と比較するとはるかに粗大な結晶粒を有している。したがって熱延板ではいずれの粒も変形はしているもののひずみ（貯えられているひずみエネルギー）および欠陥は個々の粒によつて大きな差があるものと予想される。その場合大きなひずみあるいは多くの欠陥を有している粒が優先的に、より低い温度で再結晶すると考えられる。すなわち熱延板の 775°C 溶体化まま材においてはあたかも再結晶が完了しているように見えるが、新しく再結晶した粒とひずみおよび欠陥の少ない未再結晶粒が混在しており、500°Cでの時効によりひずみおよび欠陥が残留している後者の粒において優先的に $\alpha$ 相が析出したものと考えられる。そして 800°Cでの溶体化処理によりはじめてすべての結晶粒が再結晶を完了したため時効後の $\alpha$ 相の析出が均一になったものと推定される。

いつばう熱延棒においては熱延板よりも低温で強加工を受けているため組織が微細であるとともにすべての粒に十分なエネルギーが貯えられており、775°Cでの溶体化処理により再結晶が完了したものと考えられる。

以上のように Ti-Mo 系  $\beta$  合金においては加工履歴に起因する初期組織によつては溶体化処理時に2段階の再結晶過程が存在することを示した。このような2段階の再結晶過程をとる場合は、その段階によりみかけの再結晶状態は同じであっても、機械的性質が変化するので注意することが必要である。また本稿ではふれなかつたが Ti-Mo 系合金においては時効温度が低いと  $\beta \rightarrow \alpha$  変態時の中間相である  $\omega$  相が析出して脆化するので最

適な時効条件を選ぶことが重要である<sup>9)</sup>。

## 5. 結 言

純チタン、 $\alpha + \beta$  型および  $\beta$  型チタン合金における再結晶の特徴について説明した。チタンおよびチタン合金においては単に熱処理のみでなく加工と熱処理の組み合わせがマイクロ組織および機械的性質などの材質に大きな影響を与えるため、それらの相互関係を明確にしておくことが必要である。特に  $\alpha + \beta$  型合金 (Near  $\alpha$  および Near  $\beta$  合金を含む) における等軸および針状組織の挙動あるいは  $\alpha$  相と  $\beta$  相およびそれらの境界層の特性についてはいまだ十分に解明されたとはいえず、今後の研究によりさらにすぐれた加工・熱処理が見出されることが期待される。

## 文 献

- 1) K. OKAZAKI, K. MORINAKA and H. CONRAD: Trans. JIM., 13 (1972), p. 198
- 2) 森口康夫, 長谷川 淳, 西村 孝, 谷口三男: 神戸製鋼技報, 32 (1982), p. 24
- 3) 園井英一, 西垣 実: チタニウム・ジルコニウム, 22 (1974) 3, p. 143
- 4) 田上耕司, 岡崎謙二: 日本金属学会誌, 37 (1973), p. 535
- 5) 金属チタンとその応用 (「金属チタンとその応用」編集委員会編) (1983), p. 56 [日刊工業新聞社]
- 6) 西村 孝, 伊藤喜昌, 杉村 泰: 日本金属学会講演概要 (1972・10月), p. 129
- 7) 西村 孝, 伊藤喜昌: 日本金属学会講演概要 (1973・10月), p. 322
- 8) 西村 孝, 西垣 実, 大谷四聰: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 219
- 9) 大谷四聰, 西垣 実: 日本金属学会誌, 36 (1972), p. 346