

© 1986 ISIJ

# Ti-10V-2Fe-3Al の機械的性質に及ぼす 熱処理の影響

論文

外山和男\*・前田尚志\*

## The Effect of Heat Treatment on the Mechanical Properties of Ti-10V-2Fe-3Al

Kazuo TOYAMA and Takashi MAEDA

### Synopsis :

The effect of heat treatment on strength and fracture toughness of Ti-10V-2Fe-3Al, a near  $\beta$  titanium alloy, was studied. Fatigue properties were also investigated using heat treated specimens specified by Aerospace Material Specifications.

(1) Aging at 490°C for 8 h after solution treatment at 760°C gives the best combination of strength and fracture toughness. However, aging under the same conditions after solution treatment at 785°C decreases ductility. This is considered to have occurred because the treatment at 785°C produces small amounts of primary  $\alpha$  phase, which contributes to ductility, than that at 760°C, resulting in a larger amounts of secondary  $\alpha$  phase, which contributes to strength.

(2) Agings treatments at 400°C for 8 h and 600°C for 8 h after solution treatment at 760°C cause embrittlement and overaging, respectively. The embrittlement caused by 400°C aging may not come from  $\omega$  phase but rather from the existence of very fine secondary  $\alpha$  particles.

(3) Fracture toughness obtained under as-solution treated condition is lower than that estimated from the relationship between strength and fracture toughness for materials produced with aging after solution treatment. Therefore, an adequate aging is indispensable for obtaining the high strength and high fracture toughness expected from this alloy.

(4) By aging at 490°C for 8 h, a fatigue strength as high as 666 MPa can be obtained. Low cycle fatigue strength is given by the equation;

$$\Delta \epsilon_f = 4.58(N_f)^{-1.24} + 0.0514(N_f)^{-0.136}$$

Fatigue crack growth rate is given by the equation

$$da/dN = 3.54 \times 10^{-9} (\Delta K)^{3.62}$$

and  $\Delta K_{th}$  is 4.4 MPm.

## 1. 緒 言

Ti-10V-2Fe-3Al は Near  $\beta$  の  $\alpha + \beta$  型合金であり高強度高靱性チタン合金として最近注目されている<sup>1)~4)</sup>。特に破壊靱性値が高く、Aerospace Material Specification (AMS) に平面ひずみ破壊靱性値 ( $K_{Ic}$ ) の下限値が規定されている唯一の合金である<sup>5)</sup>。代表的な  $\alpha + \beta$  型合金である Ti-6Al-4V も強度と靱性に優れたチタン合金として知られているが通常引張強さ 1100~1200 MPa が実用に供せられる限界であり、より高い比強度を得るため高強度のチタン合金の開発が望まれている。本合金はこのような目的から開発された合金であり、高強度であると同時に V, Fe といった  $\beta$  安定化元素を大量に含有するため鍛造性<sup>6)</sup> や熱処理性に優れており機械構造用材料として広範囲な応用が期待されている。

しかし新しい合金であるため実用に供するには製造方法の確立を図るとともに破壊靱性や疲労強度等の強度データを整備していく必要がある。

本研究はこのような観点から Ti-10V-2Fe-3Al の引張特性、破壊靱性に及ぼす熱処理の影響について基礎的な調査を行うと同時に代表的な熱処理条件についてはさらに疲労特性を調べたものである。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

供試材は真空アーク炉で溶解された 300 kg インゴットである。本合金は合金元素を多量に含有し偏析が生じやすいことが知られているため三重溶解によりインゴットを製作した。インゴットは 1000°C に加熱し粗鍛造した後、AMS 規格に従い  $\beta$  変態点以上の 850°C に再加熱し、鍛造終了温度が  $\alpha + \beta$  領域となるようにして直

昭和 60 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 60 年 7 月 11 日受付 (Received July 11, 1985)

\* 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Nishinagashondori Amagasaki 660)

Table 1. Chemical composition of alloy used (wt%).

V	Fe	Al	O	N	H	C
10.09	1.99	2.98	0.127	0.0132	0.0031	0.012

Table 2. Condition of heat treatment.

Specimen	Solution treatment	Aging
A	760°C×1h, WQ	-----
B	760°C×1h, WQ	400°C×8h, AC
C	760°C×1h, WQ	490°C×8h, AC
D	760°C×1h, WQ	600°C×8h, AC
E	785°C×1h, WQ	-----
F	785°C×1h, WQ	490°C×8h, AC

径 60 mm の丸棒に仕上鍛造した。この時赤外放射温度計により表面温度を測定し、800°C になった時の寸法測定から 800°C 以下での加工量を計算すると約 40% であった。供試材の化学成分を Table 1 に示す。なお本供試材の  $\beta$  変態点は焼入法<sup>†</sup>により約 795°C と測定された。

この丸棒に Table 2 に示す 6 種類の熱処理を実施した。ここで熱処理条件 C が AMS 規格を満足するものである<sup>†2</sup>。

## 2.2 試験方法

組織観察は光学顕微鏡及び透過型電子顕微鏡 (TEM) により行った。光学顕微鏡観察にはふつ酸 1.5%, 硝酸 7%, 残り水よりなる腐食液を用いた。TEM 用薄膜試料はジェット法により作製した。この時用いた研磨液は酢酸 94%, 6% 過塩素酸 (60%) 混合液である。使用した電頭は JEM 200 CX である。

引張試験は直径 6.25 mm, G·L 25 mm の試験片を用いオートグラフによりひずみ速度を 0.2% 耐力までは  $8.3 \times 10^{-5} s^{-1}$ , それ以降は  $2.5 \times 10^{-3} s^{-1}$  として実施した。

硬度測定はピッカース硬度計にて試験荷重 98 N で行った。

破壊靱性試験は厚さ 16 mm のコンパクト型引張試験片 (CT 試験片) を用い、ASTM E-399<sup>9)</sup> に準じて実施した。

低サイクル疲労試験は電気油圧式クローズドループ疲労試験機 (容量 98 KN) により試験部直径 7 mm, G·L 20 mm の試験片を用い軸方向ひずみ制御にて繰返速度

<sup>†</sup> 供試材より 15×15×15 の小片を採取し、予想される  $\beta$  変態点 (約 800°C) の前後で 5°C ( $\pm 2^\circ C$ ) 間隔で 15 min 保持した後に水焼入れした。熱処理後、試験片を 2 等分し中心部のマイクロ組織を観察し、 $\alpha$  相の存在状態から  $\beta$  変態点を測定する。

<sup>†2</sup> AMS 規格では通常  $\beta$  変態点より 15~40°C 低い温度に 30 min 以上保持後水焼入れし 480~510°C に 8 h 以上時効するように規定している。

0.5~1 Hz にて実施した。高サイクル疲労試験は小野式回転曲げ疲労試験機 (容量 98N-m) により繰返速度 3 400 rpm にて実施した。疲労き裂進展試験は厚さ 12 mm の CT 試験片を用い荷重制御にて繰返速度は 25 Hz にて実施した。このとき裂長さは 50 倍の読み取り顕微鏡により目視にて測定した。試験は応力拡大係数範囲 ( $\Delta K$ ) が 22 MPa $\sqrt{m}$  に達するまでは定荷重で行い、その後  $\Delta K$  を約 10% ずつ低下させ疲労き裂進展速度 (da/dN) が  $10^{-8}$  mm/回のオーダーとなるまで行い、その後再び荷重を上げ定荷重にて破断するまで続けた。疲労試験は C 材についてのみ実施した。試験雰囲気はすべて室温大気中である。

## 3. 実験結果

### 3.1 組織観察

光学顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。いずれの熱処理においても組織は  $\beta$  粒を基本的な単位とし、かつその大きさは試験した溶体化温度では大差なく約 300  $\mu m$  である。A, E 材では初析  $\alpha$  相, B, C, D, F 材では初析  $\alpha$  相と時効により析出した 2 次  $\alpha$  相である。

### 3.2 引張特性

引張試験結果を Table 3 に示す。引張特性は時効条件によつて非常に大きく変化しており、Ti-6Al-4V に比べると本合金は熱処理により大きな強化が可能な合金であることがわかる。

溶体化のままの A 材と E 材を比較するとその引張特性の差は小さい。ただ溶体化温度の低い A 材の方が少し強度が高く、伸び絞りが小さい。B 材の強度が低いのは非常に脆く弾性内破断したためであり、伸び絞りはいずれも 0% である。C 材は約 5% 程度の伸び絞りを示している。さらに時効温度を上げると過時効状態となり強度の低下、伸び絞りの増加が著しい。F 材も B 材と同様伸び絞りが 0% で破断している。

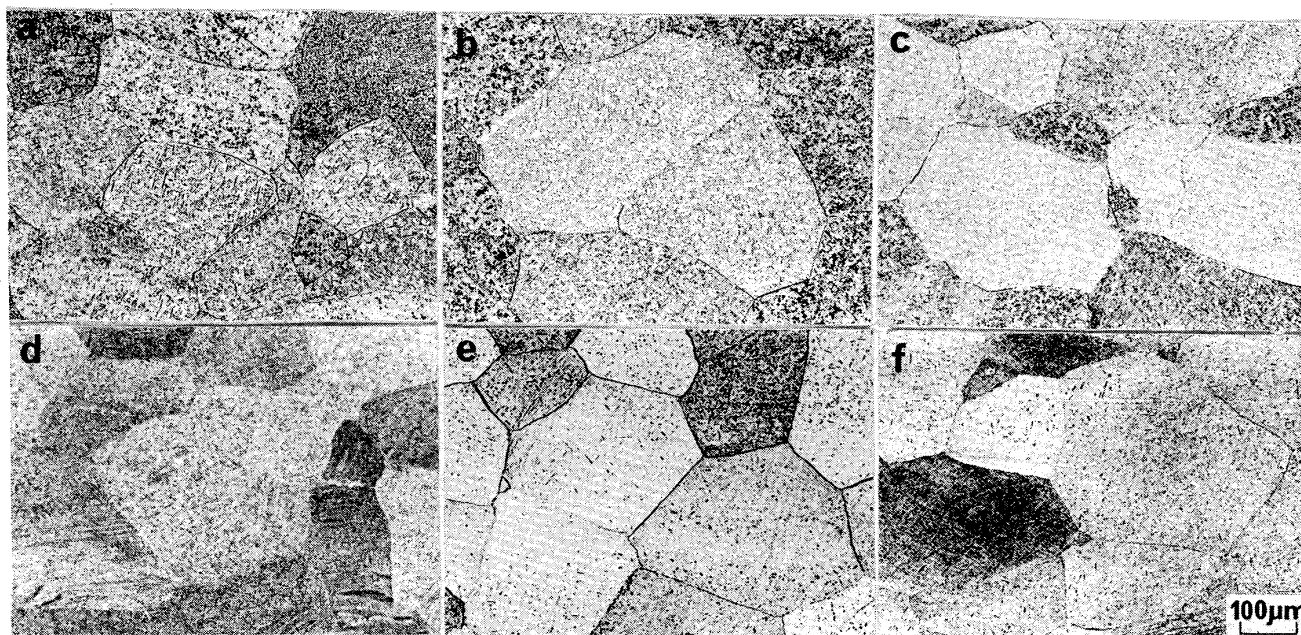
### 3.3 硬 度

硬度測定結果を Table 3 に示す。硬度は溶体化のままでは低く約 300 HV であり、時効すると高くなる。時効温度が低いほど高く 400°C 時効では 450 HV に達する。

### 3.4 破壊靱性

破壊靱性試験結果を Fig. 1 に示す。同図には AMS に規定される範囲<sup>9)</sup> と Ti-6Al-4V の結果<sup>9)</sup> を併せて示した。これより次のことがわかる。

(1) 溶体化のままの A, E 材の破壊靱性値は 84~95 MPa $\sqrt{m}$  である。これは Ti-6Al-4V の強度と破壊靱性の関係に比べ低強度側に位置している。



(a) As solution treated at 760°C, (b) Aged at 400°C after (a), (c) Aged at 490°C after (a)  
 (d) Aged at 600°C after (a), (e) As solution treated at 785°C, (f) Aged at 490°C after (e)

Photo. 1. Optical micrographs of heat treated specimens.

Table 3. Tensile properties and hardness of heat treated specimens.

Specimen	0.2%PS (MPa)	TS (MPa)	El. (%)	R. A. (%)	Hardness (HV)	
A	696	839	30.6	28.1	306	
B	—	1 202	0	0	450	
C*	C1	1 270	1 380	5.0	5.7	—
	C2	1 228	1 353	4.4	5.7	401
D	928	984	17.5	32.7	340	
E	617	804	35.6	36.3	309	
F	—	1 404	0	0	409	
AMS 4983	≥1 100	≥1 250	≥4	To be reported	—	

\* Two heat charges were performed. Fatigue tests were performed on C2 charge.

(2) 490°C 時効した C, F 材の破壊靱性値は 44~55 MPa√m であり AMS 規格を満足している。

(3) 600°C 時効した D 材の破壊靱性値は 115~120 MPa√m に達する。

(4) すなわち溶体化後時効することにより同じ強度の Ti-6Al-4V よりもはるかに高い破壊靱性を得ることができる。

また B 材は疲労き裂導入時に脆性破壊し破壊靱性試験することができなかつた。ΔK<sub>f</sub>=11 MPa√m であつたことを考えると B 材の破壊靱性値は非常に低いと推定される。

以上より本合金に要求される高強度・高靱性という点からは溶体化後の時効は不可欠であり、またこの時 400°C のような低い時効温度は避けなければならないこと

がわかる。時効温度を上げることは破壊靱性改善に極めて有効であるが強度の低下も大きいので限界がある。

### 3.5 高サイクル疲労強度

C 材の回転曲げ疲労試験結果を Fig. 2 に示す。疲労限度 ( $\sigma_w$ ) は 666 MPa と非常に高いことがわかる。しかし耐久比 ( $\sigma_w/\sigma_B$ ) は 0.49 でありこれはチタン合金としては一般的な値である<sup>10)</sup>。疲労破面の SEM 写真を Photo. 2 に示す。Photo. 2-(a) より疲労き裂は起点のごく近傍を除いて  $\beta$  粒界の影響を受けジグザグに進んでいることがわかる。Photo. 2-(b) は起点部の拡大であり起点部は非常に平坦な特徴のない破面であり、疲労き裂は固執すべり帯より発達したことがわかる。Stage I き裂は結晶粒界で止まり Stage II へ移行している。これらは  $\alpha$ -チタンで見られる特徴<sup>11)</sup> と同じである。

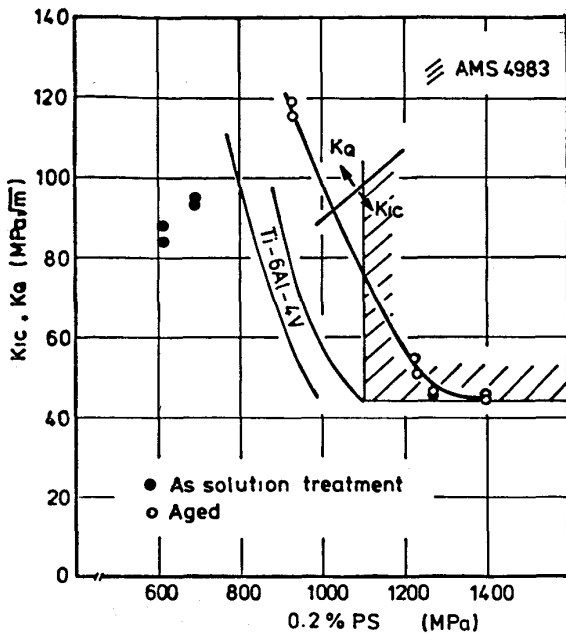


Fig. 1. Relationship between fracture toughness and 0.2% proof stress.

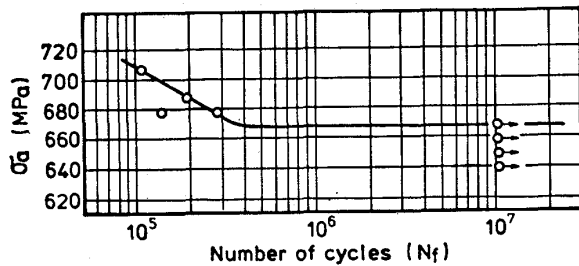


Fig. 2. Result of rotating bending fatigue test.

3.6 低サイクル疲労強度

C材の繰返応力-ひずみ曲線及び繰返しに伴う応力の変化を Fig. 3, 4 に示す。Fig. 3 には Fig. 4 より各ひずみ振幅における  $1/2N_f$  時の応力を読み取りプロットする Companion 法による応力-ひずみ線図も示した。本合金は繰返しひずみが約 0.65% 以上になると繰返し軟化するがその程度は小さく繰返しに対し比較的安定していることがわかる。軟化はほぼ巨視的な(応力-ひずみ線上で)塑性ひずみが発生するひずみに対応している。繰返しに伴い応力は破断に至るまで連続的にゆるやかに減少している。 $\Delta\epsilon_f \sim N_f$  線図を Fig. 5 に示す。同図には引張特性より MANSON の Universal slope法<sup>12)</sup> によつて推定した結果及び比較のために行つた Ti-6Al-4V の STA 材の疲労強度<sup>13)</sup>を併せて示した。C材の低サイクル疲労強度は

$$\Delta\epsilon_f = 4.58(N_f)^{-1.24} + 0.0514(N_f)^{-0.136} \dots\dots (1)$$

で表される。破面は高サイクル疲労と本質的な相異はな

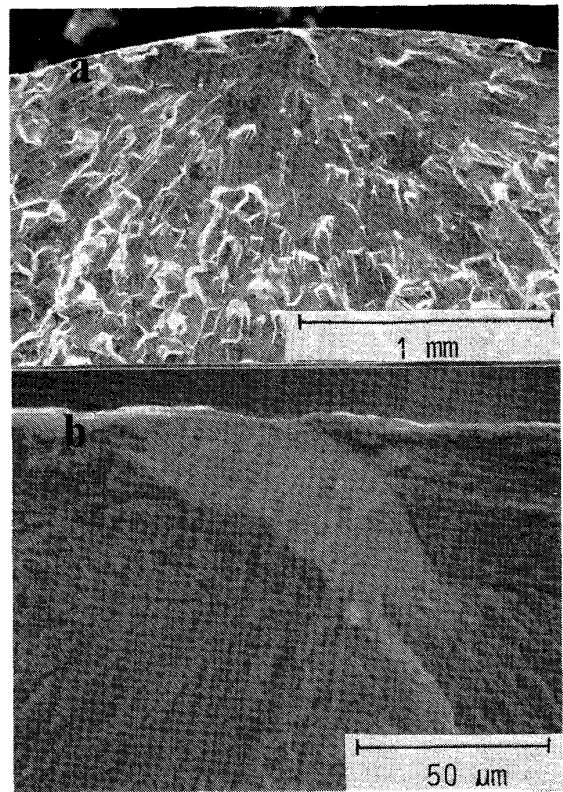


Photo. 2. SEM micrographs showing (a) fatigue fracture surface and (b) higher magnification of crack initiation area. ( $\sigma_a = 676$  MPa).

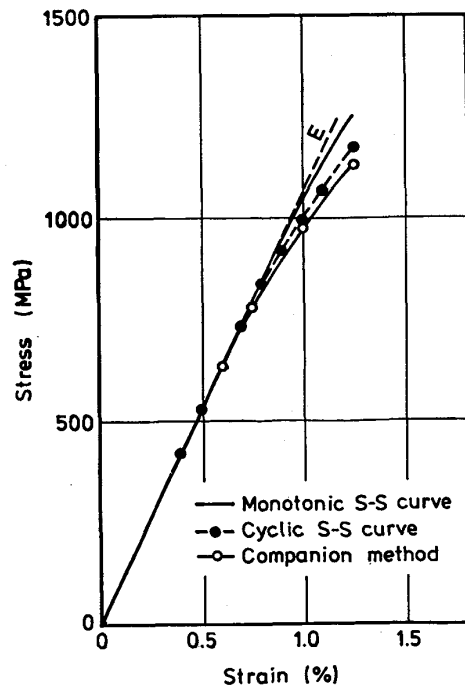


Fig. 3. Comparison between monotonic and cyclic stress-strain curves.

かつた。

3.7 疲労き裂進展特性

C材の疲労き裂進展特性試験結果を比較のために行つ

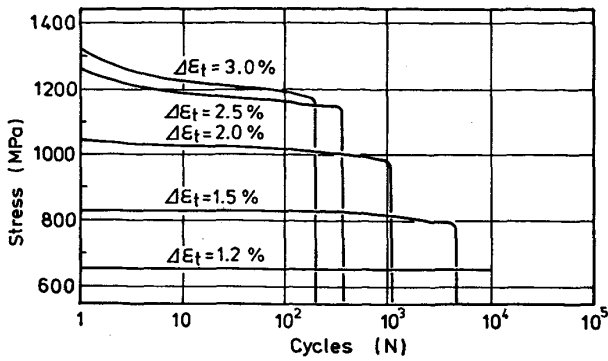


Fig. 4. Change in stress during cyclic strain.

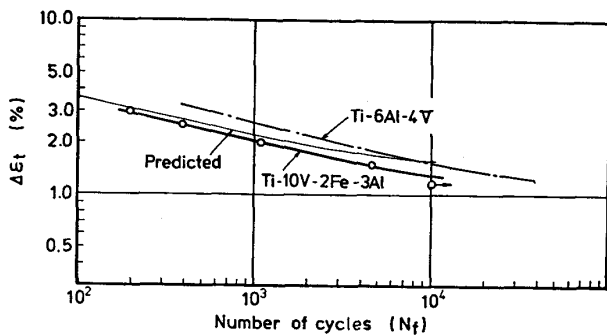


Fig. 5. Result of strain control low cycle fatigue test.

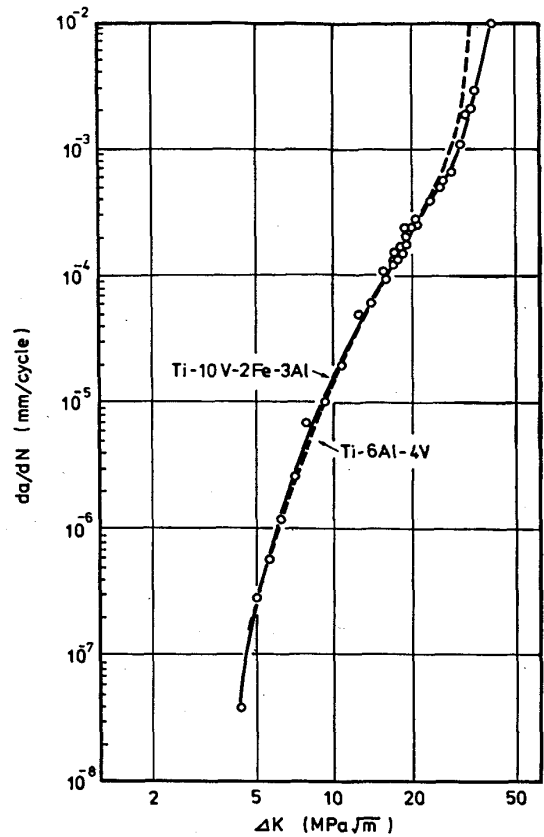


Fig. 6. Result of fatigue crack growth rate test.

た Ti-6Al-4V STA 材のそれ<sup>15)</sup>とともに Fig. 6 に示す. これより疲労き裂進展に対する下限界値 ( $\Delta K_{th}$ ) は  $4.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  であり, 第 2 段階の疲労き裂進展速度は  $da/dN = 3.54 \times 10^{-9} (\Delta K)^{3.62}$  ..... (2) で表される.

#### 4. 考 察

##### 4.1 引張特性に及ぼす組織の影響

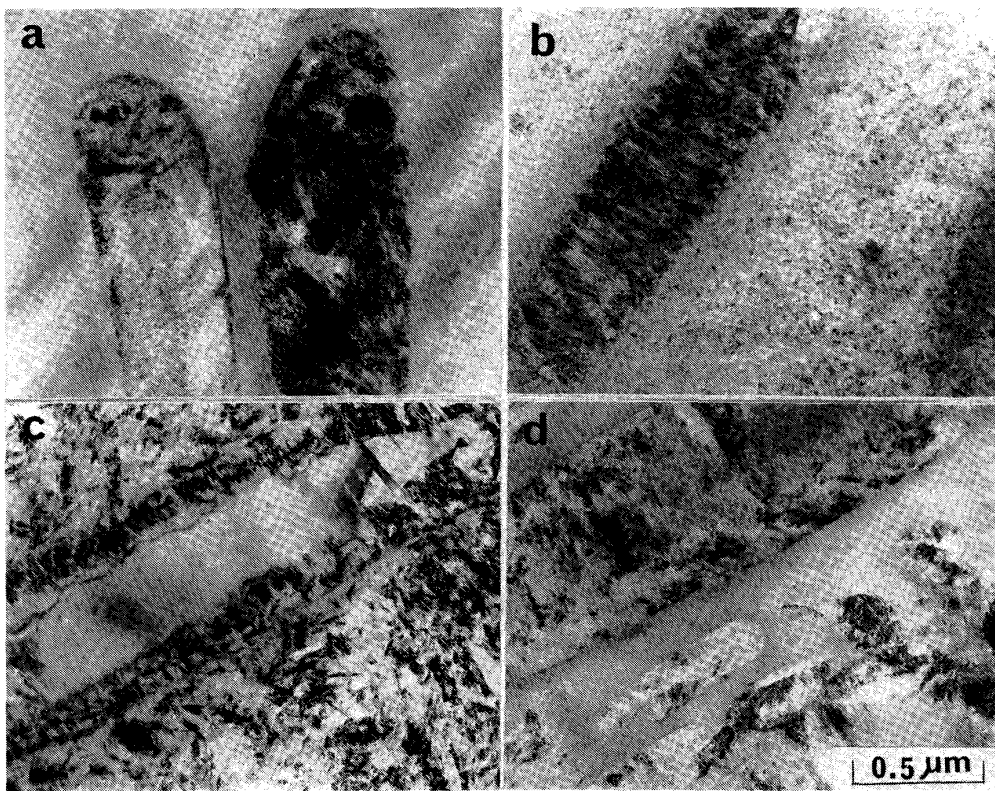
本合金は 3.1 に述べたように時効条件により引張特性は非常に大きく変化する. これは時効に伴い析出物の形態や分布状態が変化するためである. Photo. 1 及び Photo. 3 に示す TEM 観察結果をもとに考察した.

溶体化のまま (A, E 材) では初析  $\alpha$  相とマトリックスである  $\beta$  相よりなり,  $\beta$  相中には転位や析出物はほとんど認められない. このため溶体化のままでは強度が低く, 伸び絞りが大きい. E 材に比べ A 材の方が強度が高いのは溶体化温度が低いので初析  $\alpha$  相の量が多くこれが分散強化に寄与したことによると考えられる. また  $\beta$  相は引張試験中に応力誘起変態することが知られており<sup>14)~16)</sup>, このため A, E 材の降伏比は時効材に比べ小さくなっている.

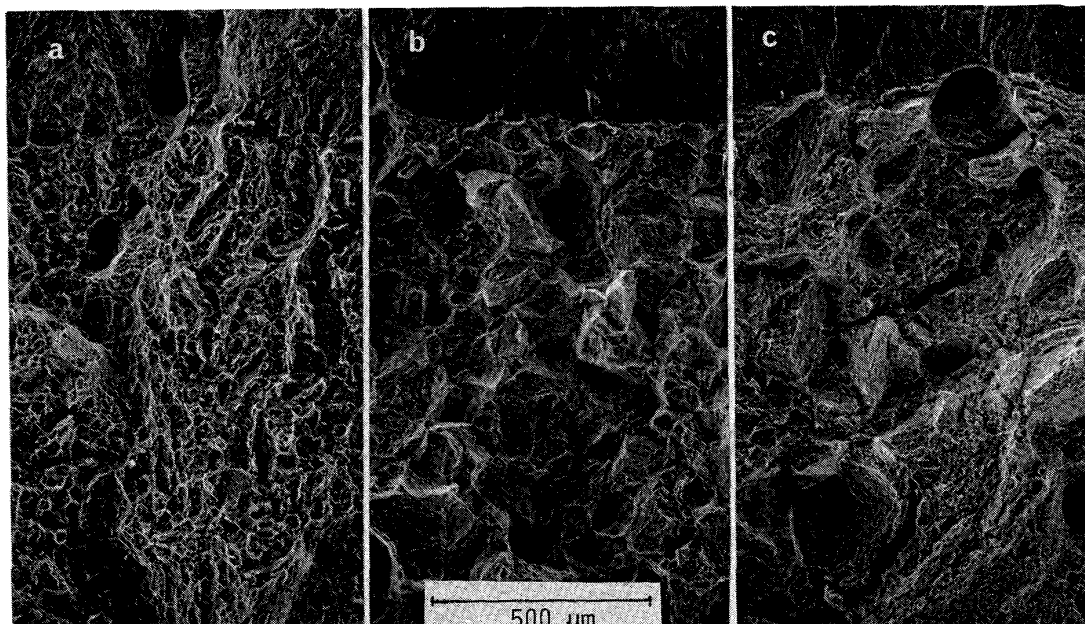
400°C で時効する (B 材) と  $\beta$  相中に非常に微細な析出物が生じる. このため強度は飛躍的に増加し, 伸び

絞りが完全に消失する. このような低温域での時効によるチタン合金の脆化は  $\beta$  相から  $\alpha$  相への変態途中に生じる  $\omega$  相脆化として知られ, 本合金についても Due-Rig ら<sup>15)</sup>が  $\omega$  相の存在を指摘している. しかし Photo. 3-(b) の Diffraction pattern 解析でこれら析出物は  $\omega$  相ではなく  $\alpha$  相であることを確認している. これは本研究においては TORAN ら<sup>17)</sup>の TTT 曲線より  $\omega$  相析出領域を避けるため時効時間を十分長くとしたことによる. したがって  $\omega$  相が存在しなくても本合金をこの条件で時効することは著しい脆化を招くことが明らかとなった.

490°C で時効する (C, F 材) と Photo. 3-(c) からわかるように 400°C 時効材と比較して 2 次  $\alpha$  相はかなり成長し, B 材のように硬度から期待される応力に比べはるかに低い応力で破壊することはなくなる. しかし  $0.1 \sim 0.2 \mu\text{m}$  程度の大きさではまだ延性を回復させるには不十分である. C, F 材を比較すると溶体化温度が高い F 材の方が初析  $\alpha$  量が少ないので時効により析出する 2 次  $\alpha$  相の量が多くなり, C 材よりも強度が高くなる. 2 次  $\alpha$  相の析出した  $\beta$  相の強度は高く, 初析  $\alpha$  相は先に述べた溶体化のままの場合と逆に延性を高める因子として作用し, このため初析  $\alpha$  相の多い C 材の方



(a) As solution treated at 760°C, (b) Aged at 400°C, (c) Aged at 490°C, (d) Aged at 600°C.  
Photo. 3. TEM micrographs of heat treated specimens.



(a) As solution treated at 760°C, (b) Aged at 490°C, (c) Aged at 600°C  
Photo. 4. Comparison of fracture surface among different heat treated CT specimens.

がF材よりも延性に優れると考えられる。従つて溶体化  
温度を $\beta$ 変態点に近づけることは初析 $\alpha$ 量を減少させ  
時効後の高強度域での延性を低下させるので好ましくな

い。

600°Cで時効する(D材)と2次 $\alpha$ 相はPhoto. 3-  
(d)に見られるように非常に大きくなり過時効状態とな



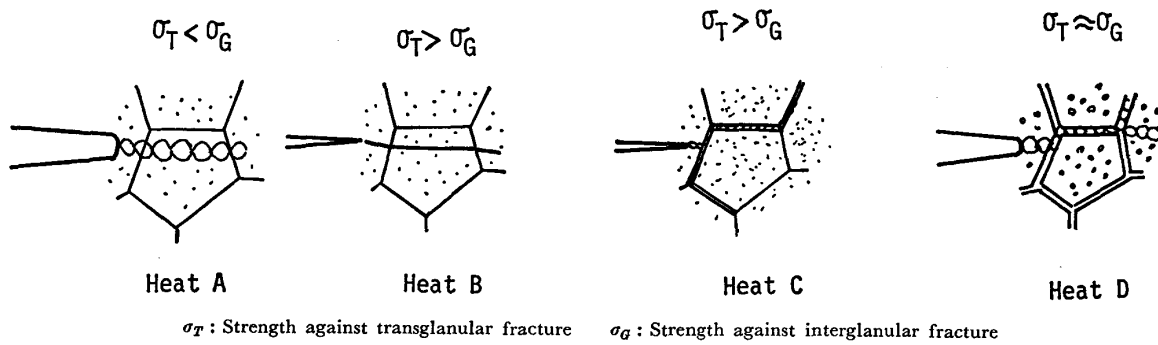


Fig. 7. Schematic illustration of crack extension.

る。このため強度は低下し、延性が回復する。

#### 4.2 破壊靱性に及ぼす組織の影響

本合金は高強度高靱性の確保の点からは必ず適当な温度域で時効することが必要であることを明らかにした。これらについて破面観察より考察した。Photo. 4にCT試験片のSEM写真を示す。溶体化のままでは全面ディンプルであり粒内延性破壊であること、時効すると粒界-粒内混合破壊となり時効温度が低いと粒界破面の比率が高く2次き裂は少ないことがわかる。粒界破面も全面ディンプルであり粒界延性破壊である。このようなディンプルによる破壊靱性はき裂先端の塑性鈍化に必要なエネルギーとき裂先端近傍の微小領域での空孔の発生と合体に必要なエネルギーによつて決まる。A材は粒内強度が低く、き裂は直進し、塑性鈍化と空孔の発生合体にエネルギーが消費される。C材は粒内強度が高く、粒界に初析 $\alpha$ 相がより多く析出しているため、き裂は粒界を優先的に進む。き裂先端の塑性鈍化も小さく変形域も粒界 $\alpha$ 相に限定されるためディンプルは浅く消費されるエネルギーは小さい。D材では粒内、粒界に成長した2次 $\alpha$ 相が共に変形するようになるためき裂は粒内粒界いずれも伝播し、かつ多くの分岐を伴うようになる。このため大きなエネルギーが消費される。なお予き裂導入時に脆性破壊したB材はへき開破壊しており400°Cで析出した微細な $\alpha$ 相は転位により切断されたものと考えられる。ここに述べた破壊の様相を模式的にFig. 7にまとめて示す。

#### 4.3 疲労強度

C材の低サイクル疲労強度はTi-6Al-4V STA材に比べるとかなり低い。これはUniversal Slope法で近似されることからわかるように両者の破断延性が大きく異なり、Ti-6Al-4Vが0.486に対し本合金が0.054しかないことによる。従つてTi-10V-2Fe-3Alの強度を低下することなく低サイクル疲労強度を改善するには熱処理条件だけでなく時効条件を含めさらに製造方法を

検討していく必要がある。一方疲労き裂進展特性をTi-6Al-4V STA材と比較すると $\Delta K_{th}$ を含む第1領域及び第2領域はほとんど変わらず $K_f$ を含む第3領域のみ異なっている。 $K_f$ が異なるのは破壊靱性値がTi-6Al-4V STA材の $45 \text{ MPa}\sqrt{m}$ に対し本合金は $53 \text{ MPa}\sqrt{m}$ と高いことによると思われる。しかし化学成分、組織、強度が大きく異なるにも拘らずなぜ疲労き裂進展特性があまり変わらないのかは今後の検討課題である。

## 5. 結 言

Near  $\beta$ 型の $\alpha+\beta$ 合金であるTi-10V-2Fe-3Alの強度、靱性に及ぼす熱処理の影響を調査し、併せてAMS規格内の熱処理条件のものについて疲労試験を行い下記の結論を得た。

(1) 溶体化温度760°C、時効時間8hとし時効温度を変化させたところ、400°Cでは脆化がおり、600°Cでは過時効となり強度が低下した。490°Cでは引張強さ1353~1380 MPa、伸び4.4~5.0%、絞り5.7%、破壊靱性値46~55  $\text{MPa}\sqrt{m}$ が得られた。

(2) 400°C×8h時効では $\omega$ 相は観察されず、上記脆化は $\omega$ 相によるのではなく2次 $\alpha$ 相の成長が不十分ため生じたと考えられる。

(3) 溶体化温度を $\beta$ 変態点直下の785°Cとすると490°C×8h時効に於ても延性は低い。これは延性に寄与する初析の $\alpha$ 量が少なく、強度に寄与する2次 $\alpha$ 量が多くなるためと考えられる。

(4) 溶体化のままでは破壊靱性値はその強度から期待される程には高くなく、本合金に要求される高強度高靱性という点からは必ず適当な時効をする必要がある。

(5) 490°C×8h時効材の疲労限度は666 MPaと非常に高い。

低サイクル疲労強度は

$$\Delta \epsilon_f = 4.58(N_f)^{-1.24} + 0.0514(N_f)^{-0.136}$$

疲労き裂進展速度は

$$da/dN = 3.54 \times 10^{-9} (\Delta K)^{3.62}$$

と表わせる。  $\Delta K_{th}$  は  $4.4 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  である。

終わりに本研究の発表を許可された住友金属工業(株) 常務取締役中央技術研究所長西岡邦夫博士に深く感謝致します。

#### 文 献

- 1) H. W. ROSENBERG: Int. Conf. Forg. Aerosp. Mater., 1977 (1978), p. 279
- 2) D. K. PEACOCK: Metallurgia, 49 (1982), p. 259
- 3) R. R. BOYER: J. Met., 32 (1980) March, p. 61
- 4) Met. Prog., 123 (1983) Jan, p. 25
- 5) Aerospace Material Specification 4983
- 6) G. W. KUHLMAN and T. B. GURGANUTS: Met. Prog., 118 (1980) July, p. 30
- 7) "Standard Test Method for Plain-Strain Fracture Toughness on Metallic Materials", E-399-81, Annual
- 8) 外山和男, 前田尚志: 日本金属学会講演概要 (1984・10月), p. 388
- 9) T. KISHI, H. S. PARK, R. HORIUCHI, T. KAKIM, and M. NAKANOSE: Titanium '80 Science and Technology, ed. by H. KIMURA and O. IZUMI (1980), p. 1709
- 10) 例えば M. HEMPEL: Draht, 17 (1966), p. 206, p. 332
- 11) 小林英男, 川田幸男, 中沢 一: 材料, 27 (1978), p. 859
- 12) S. S. MANSON: Experimental Mechanics, (1965) July, p. 193
- 13) 外山和男, 前田尚志: 未発表
- 14) T. W. DUERIG, J. ALBERCHT, D. RICHER and P. FISHER: Acta Metall. (1982), p. 2116
- 15) T. W. DUERIG, G. T. TERLINDE and J. C. WILLIAMS: Metall. Trans., 11A (1980), p. 1987
- 16) 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 (1980), p. 1503
- 17) J. R. TORAN and R. R. BIEDERMAN: 同上 p. 1491