

© 1986 ISIJ

 β rich α - β 型チタン合金 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo の組織と機械的性質

論文

伊藤 喜昌*・森口 康夫*²・西村 孝*³The Effect of Microstructures on Mechanical Properties of the β rich α - β Titanium Alloy Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo

Yoshimasa ITO, Yasuo MORIGUCHI and Takashi NISHIMURA

Synopsis :

The effect of microstructures in mechanical properties of β rich α - β titanium alloy Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo was investigated. The β phase formed at the solution temperature above 900°C transformed into the α'' (orthorhombic martensite) phase with retained β phase by quenching treatment, but transformed into the acicular α phase with the retained β phase after slow cooling. Solution treatment in the temperature range between 825°C and β transus temperature (952°C) and aging (STA) improved the tensile properties. But STA materials showed the lower fracture toughness than 80 kgf/mm^{3/2} on account of the presence of the fine acicular α grains between primary α grains. Double solution treatment and aging (STSTA) improved the fracture toughness. The volume fraction of primary α grains was optimized by first solution treatment and second solution treatment controlled the shape of the secondary acicular α grains. The higher fracture toughness in the STSTA materials appeared to be dependent upon the morphology of the secondary acicular α grains. The materials which were double solution treated at 940°C for 1 h oil quenching (OQ) and at 830°C for 2 h air cooling (AC) and aged at 590°C for 6 h AC, possessed the following properties.

Tensile strength : 121 kgf/mm²
 Tensile elongation : 14.4%
 Fracture toughness : 113 kgf/mm^{3/2}

1. 緒 言

Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo 合金は β 安定化元素として Mo を 6% 含有しており, 同じ α - β 型チタン合金でも Ti-6Al-4V 合金より β rich 側に位置しているため, 溶体化処理時に α'' マルテンサイト相 (斜方晶構造) の生成や準安定 β 相の残存が起こりやすい¹⁾²⁾. 一方, Ti-6Al-4V 合金では 800°C 近傍で溶体化急冷された場合にのみ α'' 相が変態生成され, β 変態点 (T_β) 以下の $\alpha+\beta$ 2相高温域および T_β 以上での溶体化急冷処理では $\beta \rightarrow \alpha'$ マルテンサイト相 (稠密六方晶構造) 変態が支配的となり, α'' 相は生じない³⁾. したがって時効過程では Ti-6Al-4V 合金の α' 相からの β 相析出とは異なり, 本合金では α'' 相および準安定 β 相から α 相が析出する β 型チタン合金タイプの析出であり, より大きな時効硬化が予想される.

そこで, Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo 合金の溶体化および時効処理における相変態およびマイクロ組織を調べ, 強

度, 延性, 靱性のバランスのよい熱処理条件を明らかにするため, ミクロ組織と機械的性質の関係を検討した.

2. 実験方法

供試材は消耗電極式二重アーク溶解法により溶製した 1.3t 铸塊を, β 鍛造および α - β 鍛造した 70 mm × 70 mm × l mm 角材ならびに 16 mm ϕ × l mm 丸棒を用いた. 供試材の化学組成を Table 1 に示す. 初析 α 晶の体積率の変化ならびに高温 β 相の変態挙動を調べるために, α - β および β 変態点 T_β (952°C) 以上の β 領域 750~1000°C の温度範囲で保持後水冷 (WQ), 油冷 (OQ), 空冷 (AC) の溶体化処理を行った. 時効条件は通常本合金で採用されている 590°C × 8 h 空冷とし

Table 1. Chemical composition of Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy (wt%).

Al	Sn	Zr	Mo	Fe	C	N	O	H
6.11	2.04	4.16	6.12	0.054	0.0085	0.0060	0.1280	0.0024

昭和 60 年 9 月 17 日受付 (Received Sep. 17, 1985)

* (株)神戸製鋼所材料研究所 (Materials Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., 1-3-18 Wakahama-cho Chuo-ku Kobe 651)

*² (株)神戸製鋼所筑波事務所 工博 (Tsukuba Research Office, Kobe Steel, Ltd.)*³ (株)神戸製鋼所材料研究所 工博 (Materials Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd.)

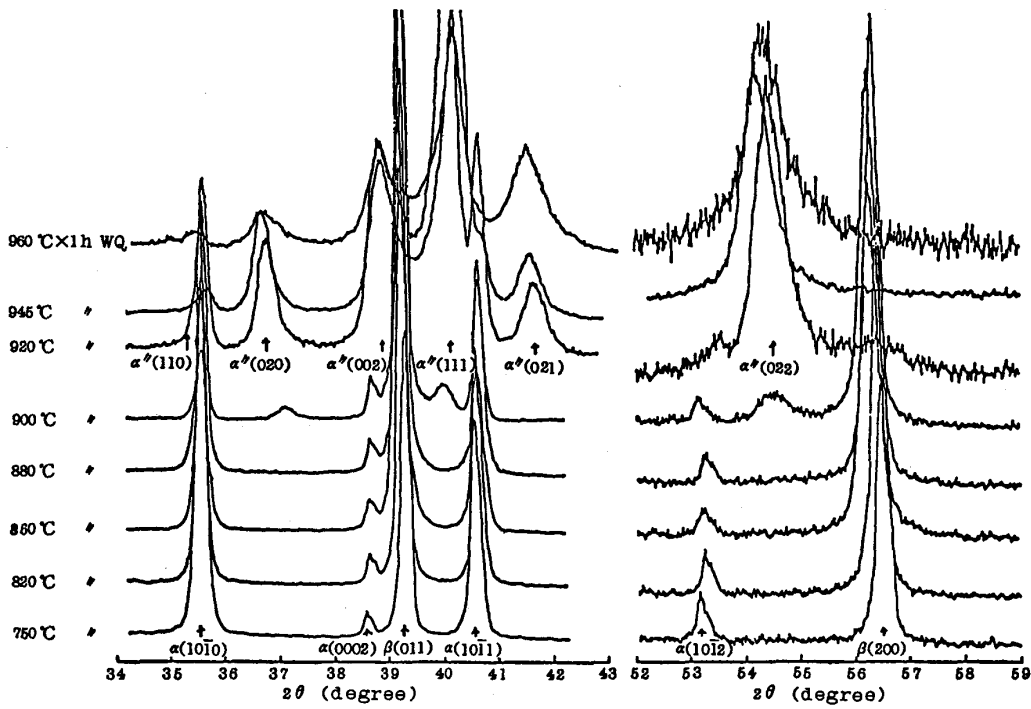


Fig. 3. X-ray diffraction profiles of solution treated and water quenched Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy.

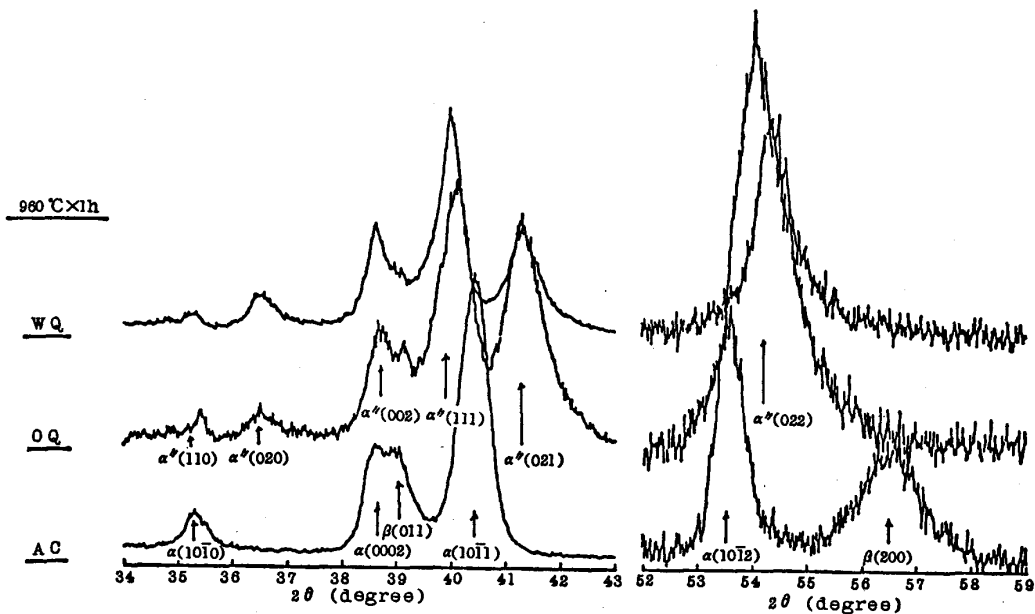


Fig. 4. X-ray diffraction profiles of Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy solution treated at 960°C and cooled at various cooling rates.

び α'' 相の各相量を模式的に Fig. 2 に示す。初析 α 晶量は焼鈍状態である 750°C で約 60% であり、温度上昇とともに減少し、 β 変態点 (T_β) の 952°C 以上で存在しなくなる。

次に、高温 β 相の冷却後の組織として 940°C 溶体化材のマイクロ組織を Photo. 1 に示す。940°C のように

T_β より低い温度の溶体化処理のマイクロ組織では、初析 α 晶の間に β 相からの変態相が存在するが、水冷および油冷の急冷材では Photo. 1 a) にみられるように針状生成物は観察されなかつた。 β 単相域の 970°C 水冷材のマイクロ組織でも β 粒界のみで、粒内には針状生成物は観察されなかつた。空冷材では Photo. 1 b) の 940

°C 溶体化処理材にみられるように初析 α 晶間に針状 α 晶が析出したが、850°C 以下の溶体化空冷材ではこの針状 α 晶の析出も認められなかった。

溶体化加熱時に存在した β 相が冷却により変態した相を明確にするため X 線回折で調べた。Fig. 3 に 750~960°C の温度領域で溶体化後水冷した材料の X 線回折結果を示す。880°C までは α および β の 2 相のみであるが、900°C 以上で α'' 相が認められるようになり、溶体化温度の上昇にしたがい α'' 相量が増加する。 T_β 以上の 960°C 溶体化では $2\theta=54^\circ$ の $\alpha''(022)$ 回折強度が明確であり、 α 相および β 相の回折強度が認められないことから、 α'' 相単相となつていと推定される。960°C で溶体化後水冷、油冷、空冷した材料の X 線回折結果を Fig. 4 に示す。冷却速度の大きい水冷材、油冷材では α'' 相のみがみられたが、空冷材では α 相と β 相のみで α'' 相は認められなかった。以上の X 線回折結

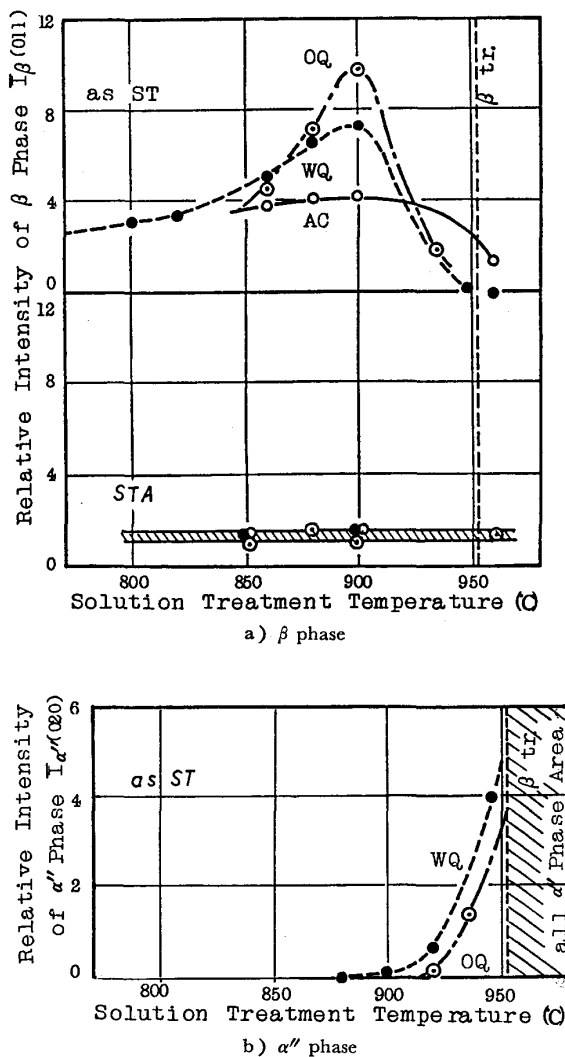


Fig. 5. Relative intensity of β phase and α'' phase in solution treated and cooled Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy.

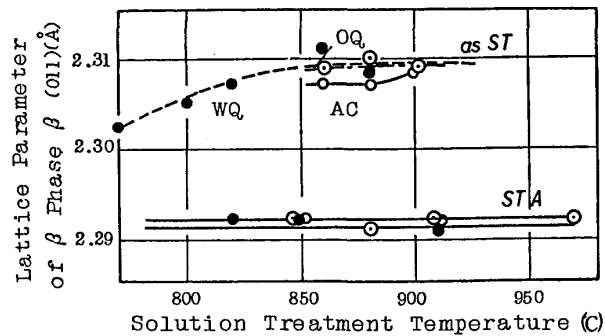
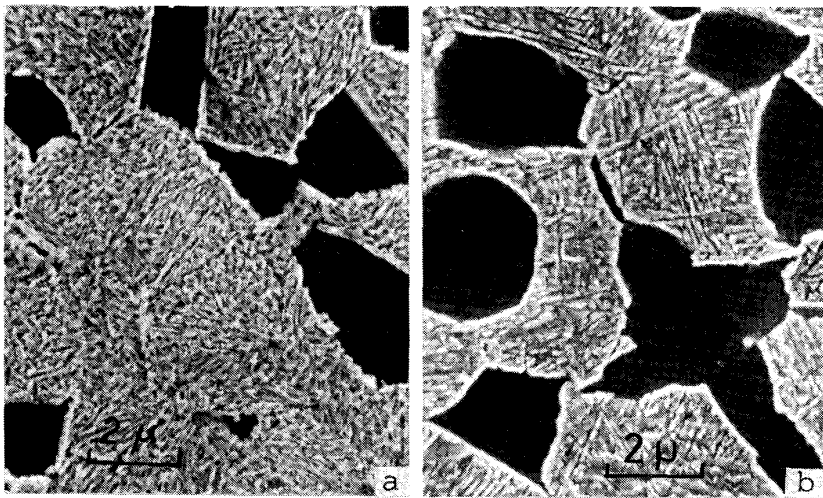


Fig. 6. Lattice parameter of β phase (011) plane in Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy.

果から、900°C 以上での溶体化急冷材において溶体化時に β 相であつた領域には、ミクロ組織では観察されなかつた α'' 相が存在していることがわかつた。

次に、X 線回折から β 相および α'' 相の相対強度を求めた結果を Fig. 5 に示す。溶体化後冷却した材料の β 相強度は、水冷材、油冷材では溶体化温度の上昇とともに増加し、 $T_\beta-50^\circ\text{C}$ (900°C) で最大値を示し、さらに高い温度で減少し、 T_β 以上では認められなかつた。高温 β 相が β 相として残留するためには β 相中の β 安定化元素濃度が所定量以上必要である。この β 相最大値を示す温度以上における高温 β 相はその相中の Mo 濃度が低くなるため不安定となり、急冷過程において $\beta \rightarrow \alpha''$ 変態が生じたと考えられる。Fig. 5 a) 溶体化処理材の β 相の残留には変態に対応した冷却速度の影響がみられる。すなわち、冷却中に相変態の生じない 880°C 以下では冷却速度の大きいほど β 相の残留は多い。しかし 880°C 以上では冷却速度の大きい場合 $\beta \rightarrow \alpha''$ 変態が起きるため、冷却速度がより大きい水冷材の β 相が油冷材より少ない。これに対して溶体化後の冷却速度が小さい空冷材では 900°C 前後まで β 相量には変化が少なく、水冷材、油冷材よりも少ない。このように溶体化処理材に存在する β 相は溶体化処理温度と冷却速度により、相としての安定性が異なる。Fig. 6 は溶体化まま及び時効後の β 相 (011) 面の面間隔に及ぼす溶体化条件の影響を示しており、VEGARD の法則⁶⁾ から β 相中の β 安定化元素濃度を推定しよう。Fig. 6 でわかるように、溶体化温度が高いほど、また溶体化後の冷却速度が大きい材料ほど β 相 (011) 面間隔は大きく、 β 相中の Mo 濃度は低くなつており、 β 相は不安定である。一方、Fig. 5 b) に α'' 相の相対強度を示す。溶体化後の冷却速度が大きい水冷材では Fig. 5 a) 溶体化処理材で示された β 相の減少し始める 900°C から α'' 相が生成しており、溶体化温度の上昇とともに α'' 相量は増加し T_β 以上では α'' 相のみが認められた。また



a) 910°C×1h WQ+590°C×8h AC
b) 910°C×1h AC+590°C×8h AC
Photo. 2. SEM microstructures of Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy solution treated at 910°C and aged at 590°C for 8 h.

油冷材では 920°C 以上の溶体化材で観察された。

以上のX線回折結果から、溶体化後の α , β , α'' 相量の関係を Fig. 2 に模式図で示した。

3.2 時効における相変態

溶体化時効 (STA) 後の β 相量は、Fig. 5 に示すように、溶体化温度と溶体化後の冷却条件に関係なくほぼ一定量を示し、 α'' 相は時効により消失した。時効後の β 相 (011) 面間隔は、Fig. 6 に示すとおり、溶体化条件に関係なく溶体化材と比較して低い一定値を示した。これは時効により、 β 相中の β 安定化元素濃度が高くなり、 β 相がより安定化されたことを示す。これらのことから、Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo 合金の時効処理では溶体化処理時に存在した β 相または α'' 相が分解し、時効温度における α - β 相量比に近づくことがわかる。910°C 溶体化時効材のミクロ組織を Photo. 2 に示す。初析 α 粒間には α 相と β 相が幅 0.1 μm 以下の針状形態で微細分布している。溶体化後の冷却速度が小さいほど、2次 α 相の針状の長さ方向が幅に比較して長い傾向を示した。これは 910°C 水冷材の場合、溶体化処理材の初析 α 粒間には残留 β 相と α'' 相のみが存在するのに対して、910°C 空冷材の場合溶体化処理ですでに初析 α 粒間に針状 α が生成しているためである。

3.3 溶体化処理材および時効材の機械的性質

1) 引張性質

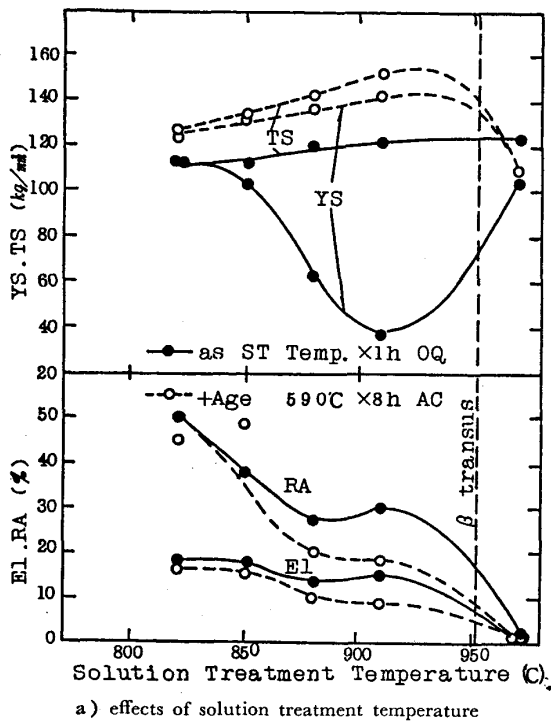
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo 合金の溶体化処理材および時効材の常温引張性質を Fig. 7 に示す。溶体化処理材の引張強さは溶体化温度の上昇とともに増加する傾向を示すのに対して、耐力は溶体化温度が高いほど低下して β 域温度で急激に増加した。900°C 溶体化処理材の耐力低下を相変態との関係からみると、Fig. 5 a) で示した β 相量の変化と良い対応を示している。すなわち、残留 β

相が多くなるにしたがい耐力は低下しており、最も β 相が多く残留した 900°C 近傍で耐力も最低値 38 kgf/mm² を示した。 α'' 相が出現する 900°C より高い溶体化処理材では、耐力はふたたび増加している。引張強さと異なるこの耐力の挙動は、準安定 β 相の応力誘起変態に起因するもので、同様の挙動は Ti-6Al-4V や Ti-6Al-6V-2Sn にもみられる⁷⁾⁸⁾。溶体化処理材の耐力低下に及ぼす溶体化後の冷却速度の影響をみると Fig. 7 b) にみられるように、910°C 溶体化の水冷材、油冷材では顕著に認められるものの空冷材ではみられなかった。空冷材で高い耐力を示すのは、冷却中に α 相が析出したためである。850°C 溶体化処理材ではいずれの冷却速度でも耐力の大きな低下は認められなかった。これは溶体化温度が低いため、 β 相量がより少なく、組成的にも安定な状態にあるためである。以上のように、これら溶体化材の機械的性質は Fig. 5 および Fig. 6 に示した β 相の挙動とよい一致を示す。

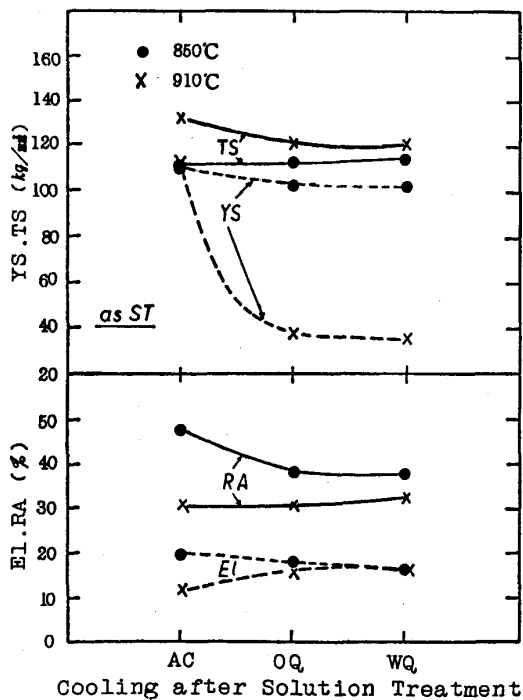
時効材の引張性質は、Fig. 7 a) に示すように溶体化温度の上昇とともに引張強さ、耐力ともに増加し、 β 域溶体化処理で低下した。伸び、絞りも強度の上昇とともに低下するが、 β 域溶体化では強度低下にもかかわらず劣化した。これらの結果から、強度・延性の組合せのよい時効材を得る溶体化温度は 825°C 以上 T_{β} より低い α - β 高温域であることが判明した。

2) 破壊靱性

時効材の中で最も強度が高く、延性も良かった 910°C 溶体化時効材について破壊靱性試験を行ったが、その結果を引張性質とともに Table 2 に示す。破壊靱性は溶体化後の冷却速度が大きいほど低く、油冷材で 60.3 kgf/mm^{3/2}、空冷材では 77.5 kgf/mm^{3/2} である。油冷材の引張強さは空冷材に比較して約 20 kgf/mm^{3/2} 高く



a) effects of solution treatment temperature



b) effects of cooling rate after solution treatment

Fig. 7. Tensile properties of Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy.

なっており、靱性と強度の負の相関がみられた。これは溶体化時効後のマイクロ組織と関係があり、Photo. 2で示したように、水冷材、油冷材の急冷材では初析 α 粒間に $0.1\mu\text{m}$ 以下の微細2次 α 粒が析出している。この微細2次 α 粒は強度に寄与するが靱性に対してはクラックのパスを容易にし、破壊靱性を低くすると考えられ

Table 2. Fracture toughness and tensile properties of solution treated and aged Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy.

Heat treatment	K_{Ic} ($\text{kgf}/\text{mm}^{3/2}$)	TS (kgf/mm^2)	YS (kgf/mm^2)	EI (%)	RA (%)
$910^\circ\text{C} \times 1\text{h OQ} + 590^\circ\text{C} \times 6\text{h AC}$	60.3	150.0	138.0	3.8	6.1
$910^\circ\text{C} \times 1\text{h AC} + 590^\circ\text{C} \times 6\text{h AC}$	77.5	130.0	118.0	9.6	17.3

る。これらの破壊靱性が同じ α - β 型チタン合金であるTi-6Al-4Vの破壊靱性に比較して低い値である原因は強度レベルが高いことに加えて、初析 α 粒間に存在する微細2次針状 α の大きさにも関係していると推定される。Ti-6Al-4V合金では溶体化後の冷却速度を水冷のように大きくしても初析 α 粒間の針状 α の幅は同じ冷却速度で熱処理したTi-6Al-2Sn-4Zr-6Mo合金より大きい。本合金でも初析 α 粒間に太くて長い針状 α を導入すれば破壊靱性は改善されると考えられる。そこで初析 α 粒間に大きい針状 α を出させる方法として二段溶体化時効処理を実施した。

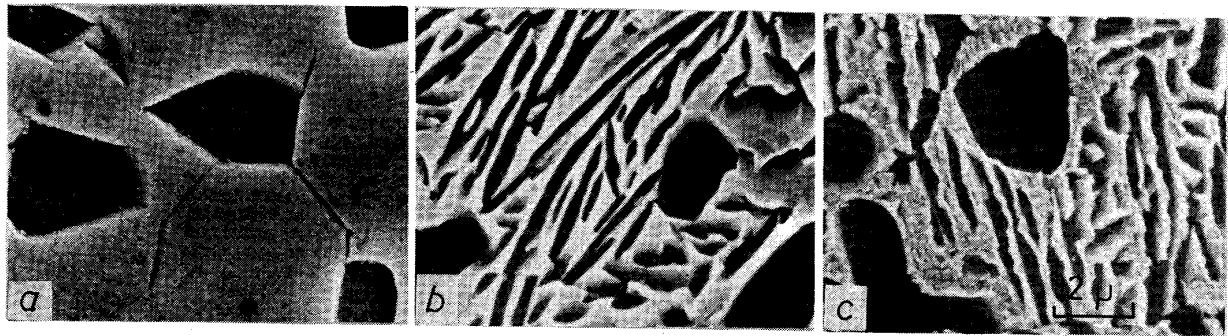
3.4 二段溶体化時効

二段溶体化時効処理は T_β に近い温度での一次溶体化処理と、これにつづく $T_\beta - 100^\circ\text{C}$ 前後での二次溶体化処理に特徴づけられる。時効は同一温度条件で行った。

1) 相変態

二段溶体化時効における各熱処理後のマイクロ組織SEM像をPhoto. 3に示す。940°C水冷一次溶体化処理材は初析 α 相約8%と α'' 相および残留 β 相からなり、Photo. 3 a)からわかるように初析 α 粒間に β 粒界が存在し、その粒内はほとんど α'' 相からなっており、針状生成物はみられなかつた。これに830°C空冷を行つた二次溶体化処理材は、 α 相、 β 相の二相からなっているが、初析 α 粒間に大きな針状 α 晶が成長していることがわかる。Fig. 2から830°Cにおける α 相量が約40%であるから、一次溶体化後の α 相量8%との差である約32%相当の α 相が、 α'' 相+残留 β 相から新たに析出したことになる。針状 α 晶間には β 相が存在し、その後の時効により β 相から更に微細な α 相が析出し、硬化に寄与すると考えられる。Photo. 3 c)にこれら時効析出 α が β 相の中に析出している様子が見える。二段溶体化時効材に存在する相をX線回折により調べたが、前述の通常の溶体化時効材と変わらなかつた。

このように、二段溶体化処理により、初析 α 粒間に比較的大きな2次針状 α 相を生成させることができた。



a) 940°C×1h WQ

b) 940°C×1h WQ+
830°C×2h AC

c) 940°C×1h WQ+
830°C×2h AC+
590°C×6h AC

Photo. 3. SEM microstructures of Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy, solution treated, double solution treated and aged.

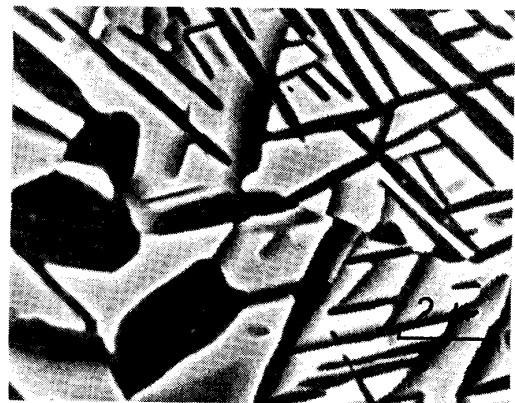
Table 3. Fracture toughness and tensile properties of Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy, double solution treated and aged.

No.	Heat treatment	K_{Ic} (kgf/mm ^{3/2})	TS (kgf/mm ²)	YS (kgf/mm ²)	El (%)	RA (%)
A	940°C×1h OQ+ 830°C×2h OQ+ 590°C×6h AC	101.9	124.9	118.1	10.0	24.1
B	940°C×1h OQ+ 830°C×2h AC+ 590°C×6h AC	113.0	120.7	114.7	14.4	24.7
C	940°C×1h AC+ 830°C×2h OQ+ 590°C×6h AC	87.8	124.4	114.1	8.4	11.5
D	940°C×1h AC+ 830°C×2h AC+ 590°C×6h AC	104.8	122.4	110.5	6.8	9.5

2) 二段溶体化時効材の破壊靱性

二段溶体化時効材の破壊靱性を引張性質とともに Table 3 に示す。破壊靱性は一次溶体化後の冷却速度が大きい方が、また二次溶体化後の冷却速度が小さい方が高い傾向にある。940°C×1h 油冷+830°C×2h 空冷+590°C×6h 空冷 (以下 ST, OQ/AC と略記号で示す) の二段溶体化時効材は Table 3 の B 材(ST, OQ/AC) に示すように 113 kgf/mm^{3/2} の高い靱性を有し、強度・延性ともバランスのよい機械的特性を示した。しかし、この破壊靱性値 113 kgf/mm^{3/2} は本材料と類似形状の Ti-6Al-4V 合金鍛造材の破壊靱値 160~180 kgf/mm^{3/2} に比較すると低い。破壊靱性値は通常強度と負の相関があり、この二段溶体化時効材の引張強さは、Ti-6Al-4V 合金鍛造材で得られる引張強さ 100 kgf/mm² に比較して 120 kgf/mm² と高いことから、破壊靱性値のレベルとしては Ti-6Al-4V 合金鍛造材のレベルより低下したと思われる。

最も破壊靱性値の高い Table 3 B 材 (ST, OQ/AC) と最小値を示した C 材 (ST, AC/OQ) をマイクロ組織から比較すると、二次溶体化処理時に析出生成する針状 α



940°C×1h AC+830°C×2h AC

Photo. 4. SEM microstructure of double solution treated Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy.

晶の形態に大きな差異が認められる。B 材 (ST, OQ/AC) については Photo. 3 b) を、また C 材 (ST, AC/OQ) については Photo. 4 に二次溶体化処理状態でのマイクロ組織を示す。すなわち、破壊靱性の高い B 材 (ST, OQ/AC) の二次溶体化処理で析出する針状 α 晶は短く、多数分布している。一方、破壊靱性の低い C 材

(ST, AC/OQ) では針状 α 晶は長く粗いため析出数も少ない。針状 α 晶が数多く析出して破壊靱性を改善する理由として、クラックの Branching に対する針状 α 晶の寄与が考えられる。内在クラックが応力下で進展する場合、針状 α 晶近傍では Branching を起こしやすく、クラック先端での応力拡大係数が減少し、結果として破壊靱性が改善されると報告されている⁹⁾。B材(ST, OQ/AC) のように針状 α 相の単位体積当たりの密度が高ければ Branching が連続的に生じるためクラックのパスに対して大きな抵抗を持つと考えられる。

以上のように、二次溶体化処理で析出する α 相は破壊靱性の改善に有効であるが、破壊靱性のみならず低サイクル疲労、疲労き裂伝播特性などの疲労特性にも有効であると考えられる。

5. 結 言

本研究では β rich α - β 型チタン合金である Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo 合金の熱処理時に起る相変態を明らかにし、ミクロ組織と機械的特性との関係を調べて、以下の結果を得た。

1) 溶体化処理後存在する相は、880°C 以下では冷却速度に関係なく α , β 2相であるが、900°C 以上の場合、急冷材では α'' 相が生成するようになり、 β 変態点以上ではすべて α'' 相となる。一方、空冷材では α , β 2相となる。 β 相の最も多い 900°C 溶体化急冷材では 38 kgf/mm² の低い耐力を示したが、これは準安定 β 相の α'' マルテンサイト組織への変態に起因する。

2) 強度・延性の組合せのよい溶体化時効材は、825°C 以上 β 変態点より低い α - β 高温域の溶体化により得られるが、初析 α 粒間の微細針状組織のため破壊靱性は 80 kgf/mm^{3/2} より低かつた。

3) 一次溶体化処理による初析 α 量の調整、二次溶体化処理による 2 次針状 α 晶の制御を行うことにより、強度・延性および破壊靱性の組合せの更により材料が二段溶体化時効処理で得られることが分かつた。940°C × 1 h 油冷 + 830°C 2 h 空冷 + 590°C × 6 h 空冷の処理により、引張強さ 121 kgf/mm², 伸び 14.4%, 破壊靱性 113 kgf/mm^{3/2} が得られた。

文 献

- 1) M. YOUNG, E. LEVINE and H. MARGOLIN: Metall. Trans., 5 (1974), p. 1891
- 2) M. YOUNG, E. LEVINE and H. MARGOLIN: Metall. Trans., 10A (1979), p. 359
- 3) 木材啓造, 笹野久興: 日本金属学会誌, 38 (1974), p. 201
- 4) ASTM-E8: Tension Testing of Metallic Materials
- 5) ASTM-E399: Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials
- 6) B. D. カリティ: X線回折要論(1980), p. 344 [アグネ]
- 7) 伊藤喜昌, 長谷川淳, 森口康夫: 日本金属学会講演概要 (1981・4月), p. 143
- 8) B. HOCHERD, C. FONTALIRAND and C. BEAUVAIS: Titanium Science and Technology (1973), p. 1609 [AIME]
- 9) D. EYRON and C. M. PIERCE: Metall. Trans., 7A (1976), p. 111