

© 1989 ISIJ

論 文

## 15V-3Cr-3Al-3Sn チタン合金板の圧延・析出・再結晶集合組織

伊 藤 邦 夫\*・関 史 江\*<sup>2</sup>

## Cold Rolling-, Precipitation-, and Recrystallization Textures of 15V-3Cr-3Al-3Sn Titanium Alloy Sheet

Kunio ITO and Fumie SEKI

## Synopsis :

A hot rolled metastable  $\beta$  phase 15 V-3 Cr-3 Al-3 Sn titanium alloy plate was cold rolled to 90% reduction. The sheet was aged prior to recrystallization, recrystallization annealed, and aged after recrystallization. Crystallographic textures of both  $\alpha$  and  $\beta$  phases were followed during the process by a pole figure method. Both cold rolling and recrystallization textures of the  $\beta$  phase are similar to those of  $\alpha$ -iron treated similarly. Effects of the precipitation ageings on recrystallization textures are not observed in the experimental conditions applied. There are orientations derived from  $\beta$  mother orientations through Burgers' lattice relationship in the textures of the  $\alpha$  phase precipitated in the cold worked matrix, which vary a little with ageing temperatures. A comparison of the present results of  $\alpha$  phase texture with those reported on hot rolled  $\alpha$  and  $\alpha + \beta$  titanium alloys suggest that the textures of  $\alpha$  phase in hot rolled sheets are affected by a selection of variants of the lattice relationship characteristic of the phase transformation during plastic working. A texture of  $\alpha$  phase precipitated in recrystallized  $\beta$  matrix coincides qualitatively with orientations derived through Burgers' relation without variants selection. The results indicate that a majority of  $\alpha$  phase precipitated in both cold worked and recrystallized matrices is so-called orientation related type 1 $\alpha$ .

**Key words :** beta titanium alloy ; cold rolling ; precipitation ; recrystallization ; texture.

## 1. 緒 言

準安定  $\beta$  相チタン合金は溶体化焼鈍状態では体心立方晶相 ( $\beta$  相) であり、時効によって最密六方晶相 ( $\alpha$  相) が析出する。これらの合金は一般には  $\alpha$  相の析出による時効硬化状態で使用される<sup>1)</sup>。15V-3Cr-3Al-3Sn チタン合金 (以下 15・3・3・3 チタン合金と略記) は溶体化状態で十分な加工性を有するので板として冷間成形することが可能である。板の成形性および強度の異方性が結晶集合組織に依存する<sup>2)</sup> ことはよく知られているから、この合金においても集合組織を制御するためにその形成過程を調べる必要があると考えられる。

本研究では、この合金のほとんど優先方位のない材料に比較的高い加工度の冷間圧延を行った後、析出時効と再結晶焼鈍を行い、 $\alpha$  相および  $\beta$  相の基本的集合組織を極点図法によって測定した。

## 2. 方 法

出発材料は 105 mm から 12 mm まで仕上がり温度 1223 K で圧延されたものであり、その組成は Table 1 に示されている。これを片面 1 mm ずつ切削した後、前処理として 1075 K 1 h の再結晶焼鈍、50% 冷間圧延、1075 K 1 h の再結晶焼鈍をした。これから (1)90% 冷間圧延した試料 (加工材)、(2)(1)に 775 K 1 h の析出時効した試料 (加工-775 K 析出材)、(3)(1)に 975 K 1 h 析出時効した試料 (加工-975 K 析出材)、(4)(1)に再結晶焼鈍 (1075 K 1 h) した試料 (加工-焼鈍材)、(5)(2)に再結晶焼鈍 (1075 K 1 h) した試料 (加工

Table 1. Chemical composition (mass%).

V	Al	Cr	Sn	O	Fe	C	N	H
14.90	3.47	3.29	2.95	0.145	0.19	0.006	0.007	0.0052

昭和 61 年 10 月本会講演大会にて発表 平成元年 4 月 27 日受付 (Received Apr. 27, 1989)

\* 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku, Tokyo 113)

\*<sup>2</sup> 東京大学工学部 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo)

-775 K 析出-焼鈍材), (6)(3)に再結晶焼鈍 (1075 K 1 h) した試料 (加工-975 K 析出-焼鈍材), (7)(4)に 775 K 10 h の析出時効した試料 (加工-焼鈍-775 K 析出材) を作製した. 前処理における焼鈍には真空炉を用い, 冷却は空冷とした. 冷間圧延後の析出および再結晶焼鈍は, 所定の温度に保ったアルゴン雰囲気炉に試料を装入, 所定時間保った後空冷することによって行った. 圧延には実験室用 2 段圧延機を用いた.

極点図は X 線を用い試料板厚の中心層について主として反射法で測定した.  $\beta$  相の極点図の強度は粉末試料を基準とし,  $\alpha$  相の場合はそれぞれの極点図ごとに規格化<sup>3)</sup>してある.

### 3. 結果および考察

本試料の焼鈍過程における板面に平行な結晶面からの X 線回折強度の変化を Fig. 1 に示す.  $\beta$  相の (200) 強度の 825 K から 975 K にかけての増加はマトリックスの回復に, 975 K から 1025 K にかけての減少は再結晶に対応することが顕微鏡観察によって確認されている<sup>4)</sup>. すなわち, 775 K では  $\alpha$  相は加工組織の  $\beta$  相マトリックスに析出し, 975 K では  $\beta$  相マトリックスの回復と  $\alpha$  相の析出が並行して生じている. X 線回折強度比の測定によれば, 本実験条件において  $\alpha$  相の集合組織を測定したときの  $\alpha$  相の析出量は 20 vol% 程度である.

出発材料の熱間圧延板には強い加工集合組織が発達していた (Fig. 2) が, 前処理によって優先方位への集積は弱まった (Fig. 3). この熱間圧延集合組織は, 進藤ら<sup>5)</sup>によって報告されたものと本質的に同じである. なお, 熱間圧延板は延伸粒組織を示していた. 前処理の最

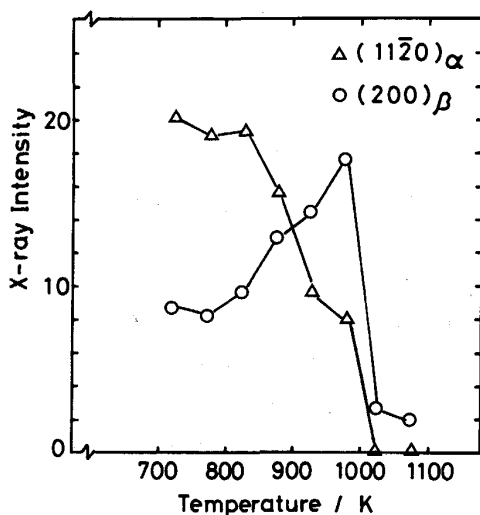


Fig. 1. Isothermal annealing process for 1 h presented by changes in relative X-ray diffraction intensities.

初の焼鈍により等軸粒組織となるとともに加工集合組織は弱まった. 前処理後の結晶粒径 (平均切片長) は 140  $\mu\text{m}$  であり, 再結晶焼鈍後には加工-焼鈍材, 加工-775 K 析出-焼鈍材, 加工-975 K 析出-焼鈍材とも約 70  $\mu\text{m}$  となった.

圧延集合組織を Fig. 4 に示す. これは体心立方晶鉄で知られている<sup>6)</sup>ものに類似している. すなわち, これらの極点図は  $\{100\}\langle 011\rangle \sim \{211\}\langle 011\rangle // \text{R. D.}$  の繊維組織と  $\{211\}\langle 011\rangle \sim \{554\}\langle 225\rangle // \text{R. D.}$  または  $\{111\} // \text{N. D.}$  の繊維組織の存在によって説明される. Fig. 5(a), (b), Fig. 6(a), (b) に加工-焼鈍材, 加工-775 K 析出-焼鈍材, 加工-975 K 析出-焼鈍材の再結晶集合組織を示す. これらの再結晶集合組織も体心立方晶鉄で知られている<sup>7)</sup>ものに類似していて, これらの極点図は  $\{554\}\langle 225\rangle$  と  $\{114\}\langle 481\rangle$  成分によって説明される. 再結晶集合組織は熱処理条件に敏感に依存し<sup>7)</sup>,

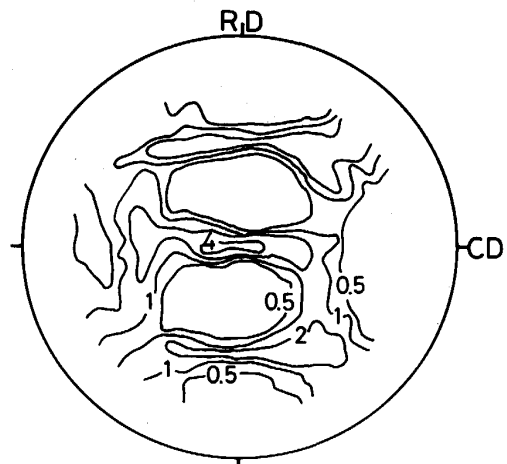


Fig. 2. (100) pole figure of hot rolled  $\beta$  phase.

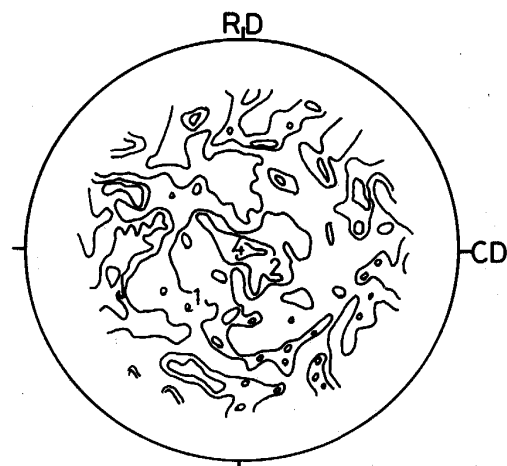


Fig. 3. (100) pole figure of  $\beta$  phase after pre-processing.

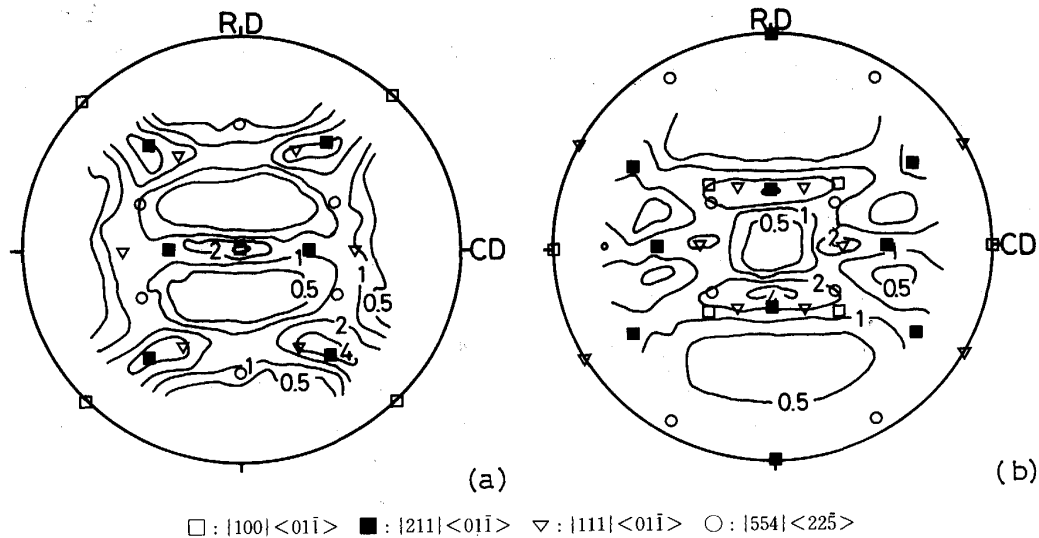


Fig. 4. Pole figures of 90% cold rolled  $\beta$  phase. (a)(100) and (b)(110).

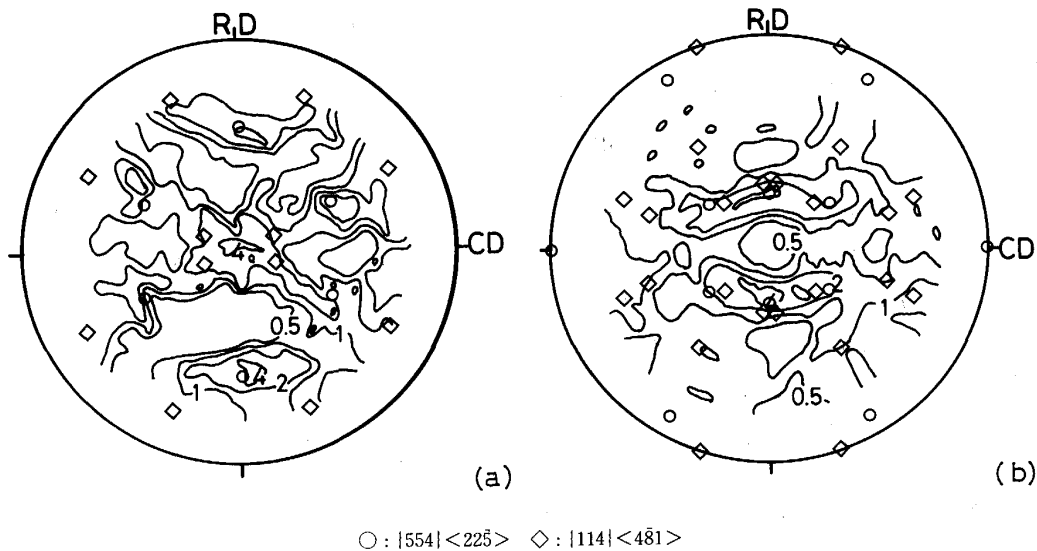


Fig. 5. Pole figures of recrystallized  $\beta$  phase, 90% cold rolled and annealed for 1 h at 1075 K. (a)(100) and (b)(110).

例えば含銅低炭素鋼板では析出処理後に再結晶を行うと直接再結晶した場合は異なる優先方位が生成することが知られている<sup>8)</sup>。本研究では再結晶焼鈍前の $\alpha$ 相の析出処理はその後で生成する $\beta$ 相の再結晶集合組織にほとんど影響していない。これは低炭素鋼板の再結晶集合組織における熱処理条件に敏感な成分は $\{111\}$ 面が板面に平行な方位成分、とくに $\{111\}\langle 110\rangle$ であることと矛盾していない。成形性の点では $\{111\}$ 面が板面に平行な成分が重要であるので、今後この成分を発達させるためには中程度の圧延率の場合について熱処理条件の影響を調べる必要があると考えられる。

加工マトリックスからの析出 $\alpha$ 相の集合組織を Fig. 7(a), (b) に示す。純チタンにおける $\beta \rightarrow \alpha$ 格子変態で

は、両相の結晶の間いわゆる Burgers の方位関係

$$\{110\}_{\beta} // (0001)_{\alpha}, \langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 1120 \rangle_{\alpha}$$

が成立することが知られている<sup>9)</sup>。Burgers の関係に従うと、一つの $\beta$ 相の方位から 12 とおりの $\alpha$ 相の方位が生成する、すなわち方位関係のバリエントは 12 ある。ただし、互いに近い方位が二つずつあるので、集合組織変化を考えるうえでの実際上のバリエントは 6 である。溶体化焼鈍した準安定 $\beta$ チタン合金の等温析出処理の場合には、Burgers の関係に従う $\alpha$ 相 (Type 1 $\alpha$ ) とこの関係を満たさない $\alpha$ 相 (Type 2 $\alpha$ ) が析出すると報告<sup>10)</sup>されている。

稲垣<sup>11)12)</sup>によって報告された $\alpha$ チタン合金および $\alpha + \beta$ チタン合金の熱間圧延-冷却後の $\alpha$ 相に生成した代

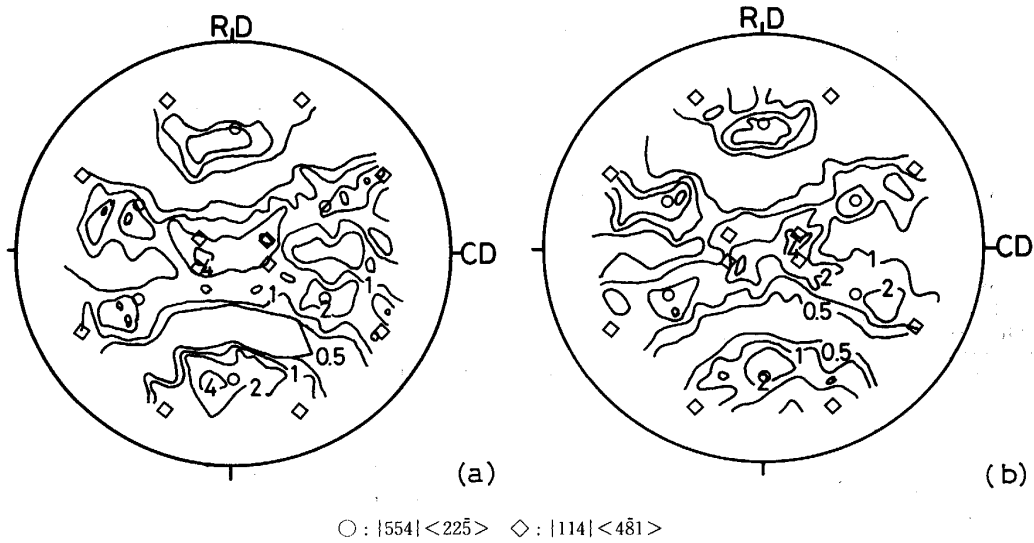


Fig. 6. (110) pole figures of recrystallized  $\beta$  phase, (a)90% cold rolled, aged for 1 h at 775 K and annealed for 1 h at 1075 K, (b) 90% cold rolled, aged for 1 h at 975 K and annealed for 1 h at 1075 K.

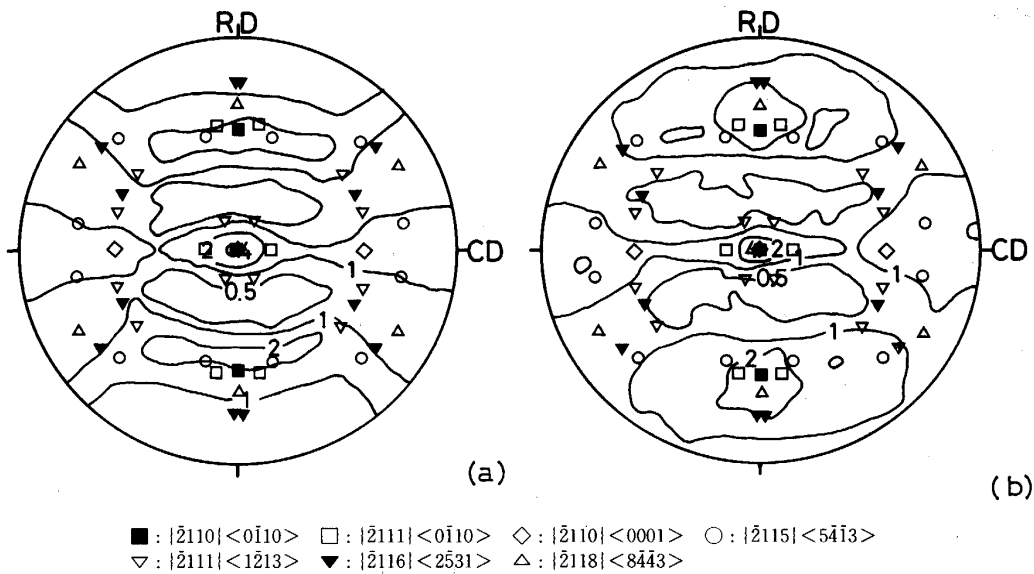


Fig. 7. (1120) pole figures of precipitated  $\alpha$  phase, (a)90% cold rolled and aged for 1 h at 775 K, (b)90% cold rolled and aged for 1 h at 975 K.

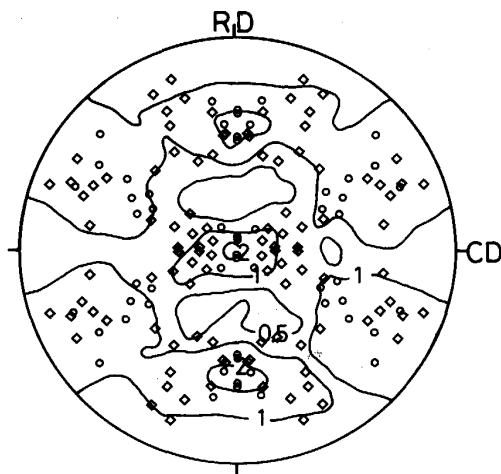
表的優先方位について、本研究の極点図(Fig. 7(a), (b))との比較、および $\beta$ 相の圧延方位との Burgers の関係を Table 2 にまとめた。(1)(100)[01 $\bar{1}$ ] $\sim$ (211)[01 $\bar{1}$ ] $_{\beta}$ 方位と Burgers の関係を満たす $\alpha$ 方位、(2 $\bar{1}$ 10)[0 $\bar{1}$ 10], (2 $\bar{1}$ 10)[0001], (2 $\bar{1}$ 11)[0 $\bar{1}$ 10], (2 $\bar{1}$ 15)[54 $\bar{1}$ 3], は本研究の極点図中に強く存在する。このことは、本実験の場合 Type 1 $\alpha$ も析出したことを示す。(2)(554)[225] $_{\beta}$ 方位とのみ Burgers の関係を満たす $\alpha$ 方位、(2 $\bar{1}$ 18)[8443]は本研究では弱い。この $\alpha$ 方位は $\alpha+\beta$  2相域での圧延後に観察されるので、本実験の場合に強くは観察されな

いということは、この方位の $\alpha$ 相の生成には圧延中の変態におけるバリエーション選択も重要な役割を果たすことを示唆している。(3)報告された $\alpha$ 方位のうちで「BCC 圧延方位と Burgers の関係をよく満たさない」方位、(2 $\bar{1}$ 11)[1213], (2 $\bar{1}$ 16)[2531], は本研究の極点図では弱い。これらの方位がいわゆる Type 2 $\alpha$ と呼ばれるべきものであるか否かは本研究では述べられない。(4)加工組織から(Fig. 7(a))と回復組織から(Fig. 7(b))の析出で極点図が多少とも異なる原因としては、次の3点が考えられる。 $\beta$ 母相の回復(あるいは連続再結晶)過

Table 2. Comparison of reported preferred orientations of  $\alpha$  phase in hot rolled  $\alpha$  and  $\alpha+\beta$  alloys<sup>10)11)</sup> with present results of cold rolled and aged  $\beta$  alloy.

Preferred orientations of $\alpha$ phase	Presence in Fig. 7		Coincidence with orientations obtained through Burgers' relation from			
	(a)	(b)	(100) [011]	(211) [01 $\bar{1}$ ]	(111) [01 $\bar{1}$ ]	(554) [225]
(2110)[0110]	○	◎	○	×	×	○
(2110)[0001]	○	○	○	×	△	×
(2111)[0110]	○	◎		○	×	×
(2111)[1213]	△	△	×	×	×	△
(2115)[5413]	○	○	×	○	○	×
(2116)[2531]	△	△	×	×	×	△
(2118)[8443]	△	△	×	×	×	○

× : Very poor coincidence   △ : Poor presence or coincidence   ○ : Strong presence or good coincidence   ◎ : Stronger presence



○ : Derived through Burgers' relation from  $\{554\} \langle 225 \rangle$   
◇ : From  $\{114\} \langle 481 \rangle$

Fig. 8. (1120) pole figure of precipitated  $\alpha$  phase, 90% cold rolled, recrystallized for 1 h at 1075 K, and aged for 10 h at 775 K.

程での方位変化 (Fig. 1 における (200) 回折強度の変化参照). 母相の回復に伴うバリエント選択の変化. 析出温度による Type 1 $\alpha$  と Type 2 $\alpha$  の生成比率の変化. 本研究ではこれらを定量的に解析するには至っていない.

RATH ら<sup>13)</sup> は, Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr 合金を冷間圧延後, 一部再結晶が開始する程度に焼鈍し, 783 K で析出処理した. 析出  $\alpha$  相の集合組織は, 圧延集合組織の  $\beta$  相からバリエントの選択なしで Burgers の関係に従って  $\alpha$  相が析出したとして説明できると報告している. 彼らの (10 $\bar{1}0$ ) 極点図には, (2110)[01 $\bar{1}0$ ], (2110)[0001], (2111)[01 $\bar{1}0$ ], (2115)[54 $\bar{1}3$ ]とは一致しないピークが存在することから, 彼らの結果と本実験の結果とは定性的にも一致しない点があると推定される. この違いの原因は主として加工-熱処理履歴の違いによるバリエント選択の違いにあると考えられる.

再結晶マトリックスからの析出  $\alpha$  相の集合組織を

Fig. 8 に示す. ○および◇印は  $\{554\} \langle 225 \rangle$  および  $\{114\} \langle 481 \rangle$  方位から 12 のバリエントの Burgers の関係によって得られる  $\alpha$  相の方位を示す. 本実験の条件では, 再結晶マトリックスからの析出において  $\alpha$  相の大部分は Type 1 $\alpha$  として析出し, バリエントの選択も行われなかったと結論されるであろう.

#### 4. 結 言

準安定  $\beta$  相 15.3.3.3 チタン合金板の集合組織の基礎知識を得るために, この合金を 90% 冷間圧延後, 加工後析出処理, 再結晶処理, 再結晶後析出処理し,  $\beta$  相および  $\alpha$  相の集合組織を極点図法によって調べた.

(1)  $\beta$  相の圧延集合組織, 再結晶集合組織とも, 同様の加工-熱処理を受けた  $\alpha$  鉄の集合組織に類似している. 再結晶集合組織におよぼす加工後析出処理の影響は本実験の条件では認められない.

(2) 加工  $\beta$  相に析出した  $\alpha$  相の集合組織には, 母相と Burgers の関係を満たす方位がある. 析出処理温度によって  $\alpha$  相の優先方位には多少の違いがある.

(3)  $\alpha$  チタン合金あるいは  $\alpha+\beta$  チタン合金の熱間圧延集合組織の報告と本研究の結果を比較すると, これらの熱間圧延集合組織の形成には, 加工中の変態に特徴的な方位関係のバリエント選択が影響していることが示唆される.

(4) 再結晶  $\beta$  相に析出した  $\alpha$  相の集合組織は, 母相からバリエント選択なしで Burgers の関係によって得られる方位と定性的に一致する.

(5) (2) および (4) の結果は, 本合金の場合には析出  $\alpha$  相の大部分は母相と Burgers の関係を満たすいわゆる Type 1 $\alpha$  であることを示す.

実験に協力された佐原政司君 (当時東京大学工学部学生, 現:(株)日立製作所), 岩木克之君 (当時東京大学工学部学生, 現:東急車輛製造(株)) および試料を提供して下さった日本鋳業株式会社に感謝します.

## 文 献

- 1) 丹羽直毅: 金属, **58** (1988) 2, p. 4
- 2) 松尾宗次: 鉄と鋼, **67** (1981), p. 1439
- 3) 阿部秀夫, 伊藤邦夫, 福元亮一: 日本金属学会誌, **31** (1967), p. 37
- 4) 新井 聖, 竹本 聡, 丹羽直毅, 伊藤邦夫, 高取英夫, 作山秀夫: 材料とプロセス, **1** (1988), p. 1364
- 5) 進藤卓嗣, 鈴木洋夫, 長嶋晋一: 鉄と鋼, **72** (1986), S1644
- 6) H. INAGAKI: Z. Metallkd., **78** (1987), p. 431
- 7) 伊藤邦夫: 鉄と鋼, **70** (1984), p. 1878
- 8) 阿部秀夫, 鈴木竹四, 戸川史江, 宮坂直樹: 鉄と鋼, **60** (1974), p. 1496
- 9) A. J. WILLIAMS, R. W. CAHN and C. S. BARRETT: Acta Metall., **2** (1954), p. 117
- 10) C. G. RHODES and J. C. WILLIAMS: Metall. Trans. A, **6** (1975), p. 2103
- 11) 稲垣裕輔: 材料とプロセス, **1** (1988), p. 1342
- 12) 稲垣裕輔: 材料とプロセス, **2** (1989), p. 329
- 13) B. B. RATH, J. S. KALLEND, C. L. VOLD, R. A. MASUMURA and M. A. IMAM: Proc. 7th Int. Conf. on Textures of Materials, Netherlands Society for Materials Science (1984), p. 339