

Ti-6Al-4V の機械的性質におよぼす β 域溶体化条件の影響

浜井 升平*・杉浦 幸彦*

Effect of β -region Heat Treatment Conditions on Mechanical Properties of Ti-6Al-4V

Shohei HAMAI and Yukihiro SUGIURA

Synopsis :

This paper is concerned with the relation between the mechanical properties and β -grain size on the β -region solution heat treatment and over aging of Ti-6Al-4V alloy.

When the delayed time was less than 20s on the β -STOA, tensile and yield strength showed constant values regardless of grain size. Elongation and reduction of area decreased gradually until the β -grain size grew up about 0.8 μ m. They showed a tendency to be constant when the grain size was more about 0.8 μ m.

When the time was over 20s and the β -grain size was less than about 0.8 μ m, tensile strength, yield strength, elongation and reduction of area had a tendency to be constant.

On the other hand, when the grain size grew up about 0.8 μ m over, tensile and yield strength showed a tendency to decrease gradually.

These elongation and reduction of area showed a tendency to increase gradually.

Key words : Ti-6Al-4V; β -region heat treatment; β -grain size; delayed time.

1. 緒 言

Ti-6Al-4V は α 相と変態 β 相 (Transformed β) が共存するいわゆる $\alpha + \beta$ 相組織の状態で使用するのが一般的である。チタンの鋳塊製造過程では、鋳塊の分塊工程において、 β 域鍛造を行ったり、中間段階で組織の均一化を図るために β 域熱処理を行うこともあるが、それ以外では、すべて $\alpha + \beta$ 域で鍛造、圧延、熱処理を行い、製品段階で β 域加熱組織のものは通常使用されていない。しかしながら、Ti-6Al-4V をいわゆる焼鈍材よりも高強度、高靱性さらには高疲労強度の状態で使用しようとする場合には、 β 域で溶体化処理を行ってから焼鈍を行う熱処理方法¹⁾がある。チタンを β 域で加熱すると結晶粒の粗大化が急激に進行し、その後の焼入処理によって、微細な針状 α 相が生成し、クリーブ特性やき裂伝播特性が改善されるために^{2)~4)}耐熱性に優れた Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo 等ではこのような組織状態で航空機用部品などに、使用されることがある。しかし、Ti-6Al-4V では、鋳造品を除き、このような針状組織

で使用することはほとんどない。チタン合金、特に $\alpha + \beta$ 型合金の熱処理においては、溶体化処理温度、溶体化処理時間および溶体化処理後焼入れするまでの時間、つまり焼入遅延時間等に対しては最大の配慮が必要である。Ti-6Al-4V における β 域溶体化処理に関してはほとんど実績がなく、不明な点が多いため、先述したチタン合金での熱処理時に必要な処理条件を中心にして、これに対するミクロ組織、特に β 結晶粒径が機械的性質におよぼす影響について検討した結果を報告する。

2. 試 験 方 法

2.1 供試材

本試験に使用した Ti-6Al-4V の化学成分を Table 1 に、また機械的性質を Table 2 にそれぞれ示す。

供試材は $100 \times 100 \times L$ (mm) の鍛造材であり、 $\alpha + \beta$ 域での鍛錬比は約 6.1 のものを使用した。

供試材のミクロ組織は Photo. 1 に示すとおりである。

本試験において、 β 域熱処理を行うため焼入れし、

Table 1. Chemical composition (%).

| | Al | V | Fe | O | C | N | H | Ti |
|--------|------|------|-------|-------|-------|--------|--------|------|
| Sample | 6.22 | 4.15 | 0.185 | 0.161 | 0.005 | 0.0073 | 0.0038 | Rem. |

Table 2. Mechanical properties.

| | T. S (MPa) | Y. S (MPa) | E. L (%) | R. A (%) |
|--------|------------|------------|----------|----------|
| Sample | 927 | 856 | 15 | 26 |

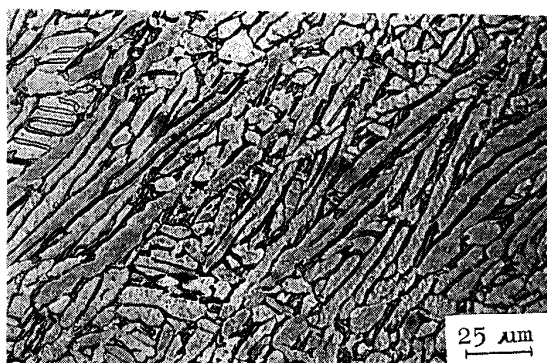


Photo. 1. Microstructure of test sample annealed.

β -Transus の測定を行った。熱処理は急速焼入炉により焼入れし、供試材のマイクロ組織観察によって β -Transus を求めた結果 $T_{\beta} = 1273 \text{ K} \pm 5$ であった。

2.2 供試材の熱処理

供試材の熱処理は焼入速度のコントロールのできる縦型の急速焼入炉を使用した。引張試験片用供試材は、 $15 \times 15 \times 100 \text{ (mm)}$ 、破壊靱性試験片用供試材は $70 \times 70 \times 35 \text{ (mm)}$ の形状に切断し、以下の熱処理を行い、それぞれの試験片に加工した。

本試験では、 1300 K と 1330 K の温度で β 域溶体化処理を行った。また、溶体化処理時間は 30 s から 3.6 ks の範囲で変化させた。溶体化処理後、供試材を炉から取り出して水中に没するまでの時間、つまり焼入遅延時間は 1 s から 30 s の範囲に変化させた。比較のために、長時間の例として空冷および炉冷についても検討した。

なお、本試験における機械的性質は、それぞれの β 域溶体化処理を行った後、一般的に行われる $1000 \text{ K} \times 7.2 \text{ ks}$ の焼鈍¹⁾を行ったものを使用して求めた。

2.3 機械的性質

(1) 引張試験

引張試験は平行部径 6.4 mm 、平行部長さ 25 mm の試験片を使用し、ASTM E8 に従って 0.2% 耐力 (Off set)

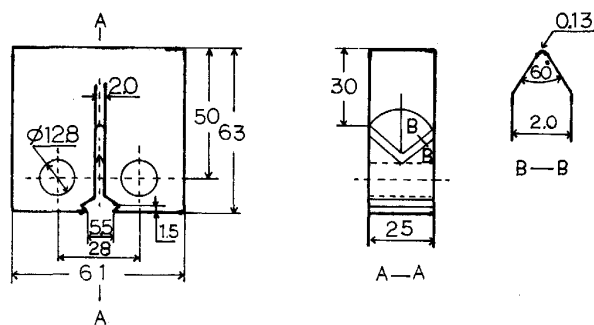


Fig. 1. Fracture toughness test specimen (mm).

値までは 0.005 mm/mm/min の速さで引張り、耐力値以降は約 60 s 以内で破断するように速度を変えて引張試験を行った。

(2) 破壊靱性試験

破壊靱性試験は Fig. 1 に示すとおり厚さ 25 mm のものを使用し、ASTM E399 に従って試験を行った。破壊靱性値の計算および Validity の判定も ASTM E399 に準拠して行った。なお、破壊靱性値 (K_{Ic}) の計算は次式によった。

$$K_Q = (P_Q / BW^{1/2}) f(a/W) \dots \dots \dots (1)$$

$$f(a/W) = (2 + a/W)(0.886 + 4.64a/W - 13.32a^2/W^2 + 14.72a^3/W^3 - 5.6a^4/W^4) / (1 - a/W)^{3/2}$$

P_Q : 荷重変位曲線より求めた荷重, B : 試験片板厚, W : 試験片板幅, a : 初期き裂長さ

2.4 ミクロ組織および β 結晶粒径の観察

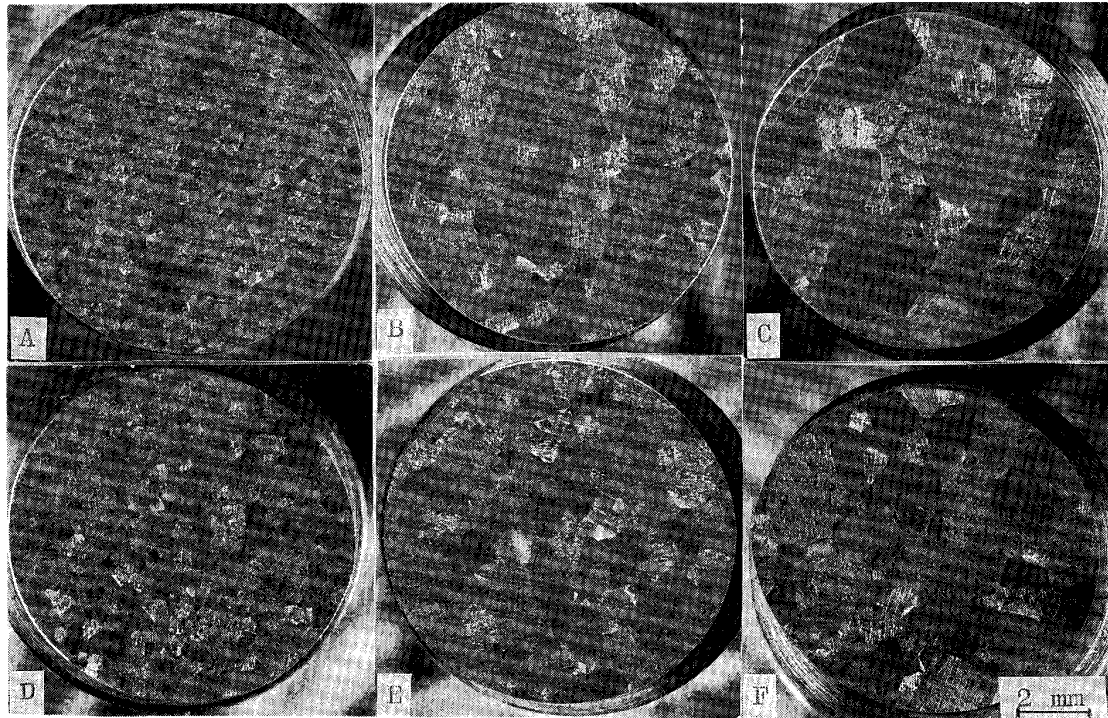
ミクロ組織の観察は引張試験片の端部を使用した。ミクロ組織片は、SiC 研磨紙により #800 まで研磨した後、初めに $3 \mu\text{m}$ 粒の Al_2O_3 研磨材を用いて粗研磨を行い、さらに $0.5 \mu\text{m}$ 粒の Al_2O_3 研磨材によって仕上げ研磨を行って組織観察に供した。またミクロ組織観察のためのエッチングにはクロール氏液を使用した。 β 結晶粒径の測定は、一定長さの線分が切る結晶粒の数を測定し、この結晶粒の数で線分の長さを除して求めた。なお測定はそれぞれの供試材について5回以上測定し、これらの平均値を求め β 結晶粒径とした。

2.5 X線回折試験

X線回折試験は β 溶体化処理による相変化の状況を確認するため、 $1300 \text{ K} \times 1.8 \text{ ks}$ WQ 材、 $1300 \text{ K} \times 1.8 \text{ ks}$ WQ + $1000 \text{ K} \times 7.2 \text{ ks}$ AC 材および比較のために $\alpha + \beta$ 熱処理材 (焼鈍) についても試験を行った。

使用した X線回折装置は島津製作所製の XD-610 型を用いた。なお X線回折条件は下記のとおりである。

X線管球: $\text{CuK}\alpha$ (モノクロ使用), 管電圧: 30 kV ,



A: 1300 K×0.3 ks WQ+1000 K×7.2 ks AC B: 1300 K×1.8 ks WQ+1000 K×7.2 ks AC
 C: 1300 K×3.6 ks WQ+1000 K×7.2 ks AC D: 1330 K×0.3 ks WQ+1000 K×7.2 ks AC
 E: 1330 K×1.8 ks WQ+1000 K×7.2 ks AC F: 1330 K×3.6 ks WQ+1000 K×7.2 ks AC

Photo. 2. Microstructure of β -STOA heat treated samples for the six conditions.

管電流 : 20 mA, 走査速度 : 0.4 deg/min

3. 試験結果

3.1 溶体化処理による β 結晶粒径の成長

供試材を 1300 K と 1330 K の β 域でそれぞれ 0.3 ks, 1.8 ks および 3.6 ks の β 域溶体化処理を行い, その時のミクロ組織を Photo. 2 に示す. Photo. 2 に示したごとく β 域溶体化処理温度の高い方および β 域溶体化時間の長い方がいずれも β 結晶粒径は大きくなっている. この β 結晶粒径と β 域溶体化処理時間の関係を Fig. 2 に示す. 図に示したごとく, 例えば 1300 K で β 域溶体化処理を行うと β 域溶体化時間が 0.3 ks の時 β 結晶粒径は 0.38 mm であるが, 1.8 ks では約 2 倍の 0.76 mm に粗大化し, さらに 3.6 ks では 0.97 mm と非常に大きく成長している.

3.2 β 結晶粒径と機械的性質の関係

供試材を 1300 K と 1330 K の β 域溶体化処理を行い, β 結晶粒径と引張強さの関係を調べた結果を Fig. 3 に示す. 引張強さは β 結晶粒径が粗大化してもほぼ一定の値を示すが, 伸び, 絞りは β 結晶粒径の粗大化につれて減少し, β 結晶粒径が約 0.8 mm 以上になるとほぼ一定の値を示した.

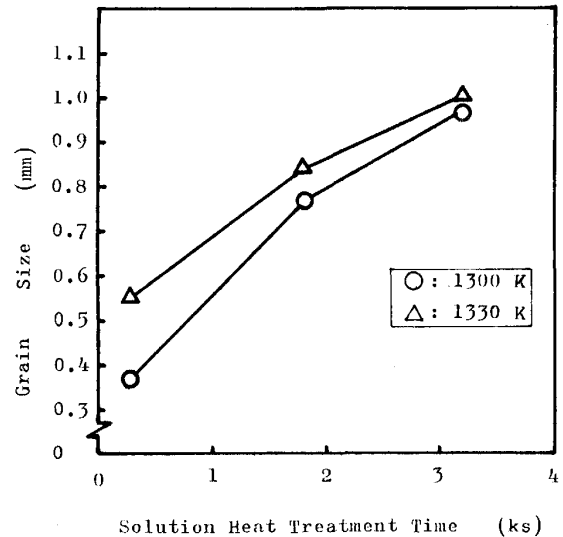


Fig. 2. Relationship of solution heat treatment time and grain size.

3.3 焼入遅延時間が β 結晶粒径と機械的性質におよぼす影響

β 域溶体化処理条件を 1300 K×1.8 ks と一定にして, 焼入遅延時間をそれぞれ 1 s, 10 s, 20 s, 30 s および比較のため AC (空冷: 573 K までの冷却速度は約

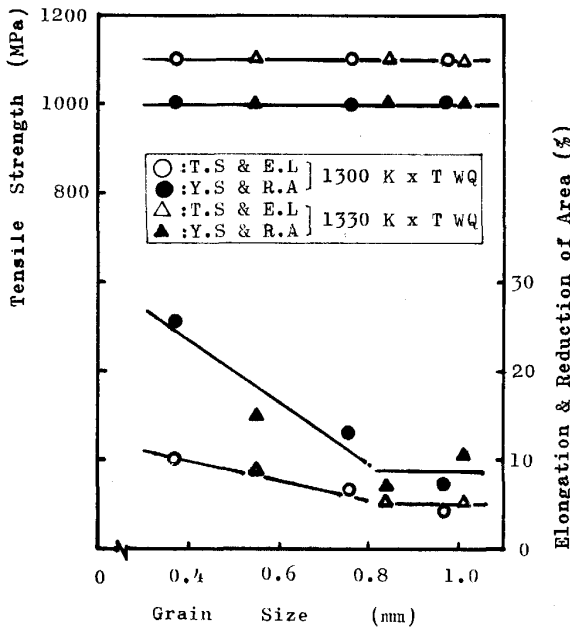


Fig. 3. Effect of grain size at solution heat treatment time on tensile strength, elongation (E. L) and reduction of area (R. A).

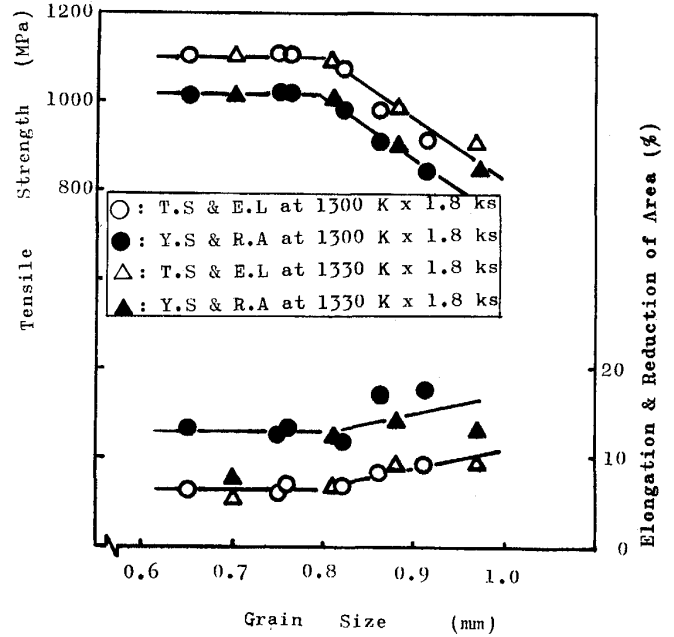
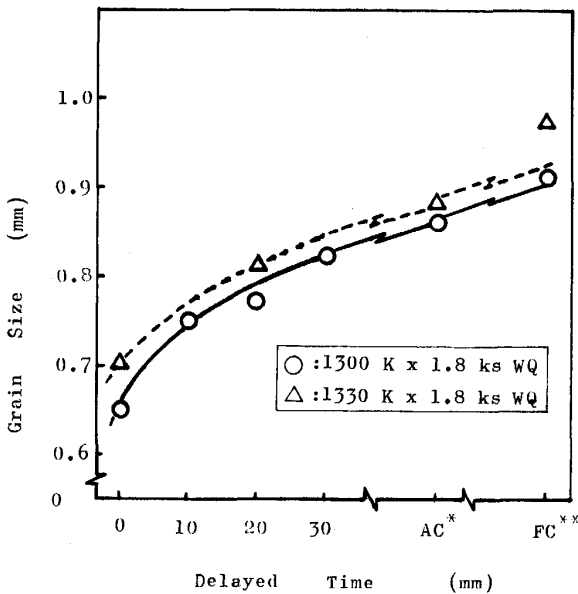


Fig. 5. Effect of grain size on tensile strength (T. S), elongation (E. L) and reduction of area (R. A).



AC*: Average cooling rate to 573 K: 29 K/s
 FC**: Average cooling rate to 573 K: 0.15 K/s

Fig. 4. Effect of delayed time at solution heat treatment on grain size.

29 K/s) と FC (炉冷: 573 K までの冷却速度は約 0.15 K/s) の 6 条件について検討した。それぞれの β 結晶粒径と焼入遅延時間の関係を Fig. 4 に示す。焼入遅延時間が長くなるにつれて β 結晶粒径はしだいに増大する。この時の引張強さと β 結晶粒径の関係は Fig. 5 に示すとおり、引張強さ、耐力、伸び、絞りとも β 結晶粒径

が約 0.8 mm まではほぼ一定の値を示しているが、 β 結晶粒径が約 0.8 mm 以上になると引張強さ、耐力は低下し、伸び、絞りは増加する傾向が認められる。またこの傾向は β 域溶体化処理温度による差異は認められなかった。

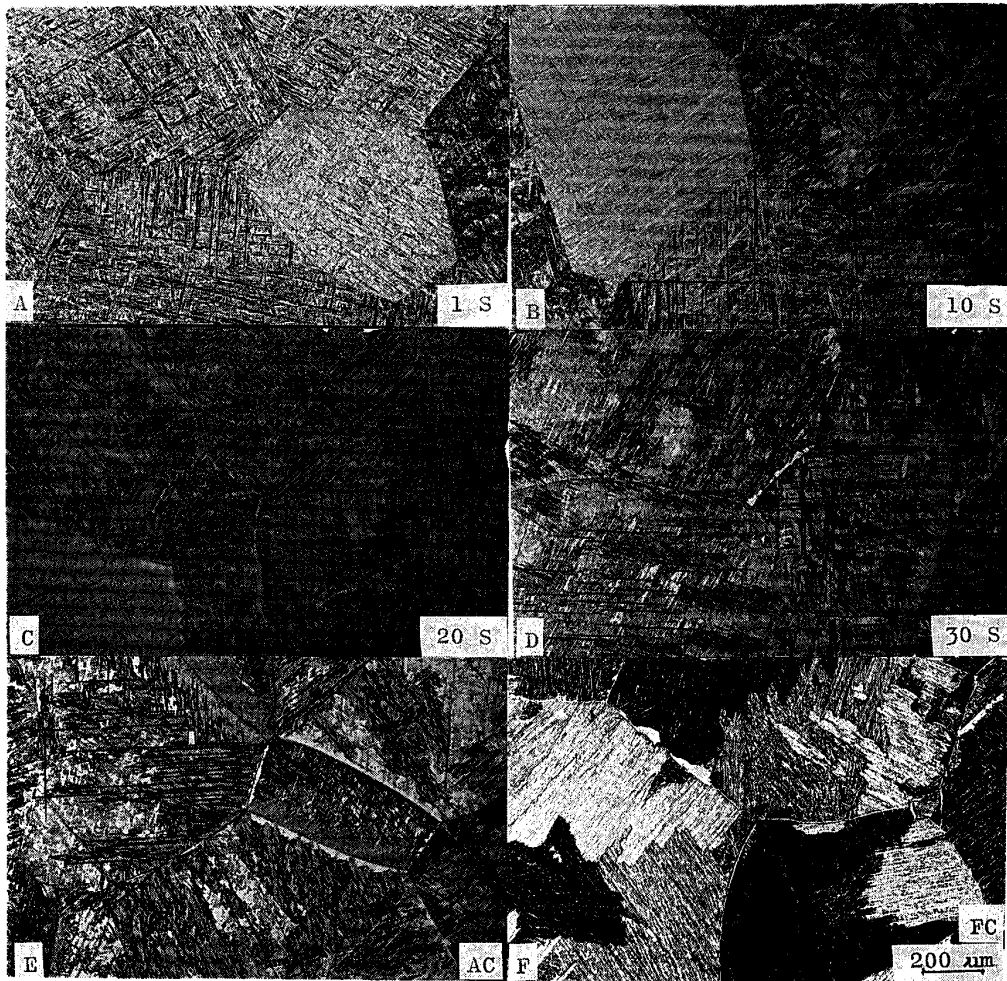
それぞれの焼入遅延時間に対するマイクロ組織の状況は Photo. 3 に示すとおりである。焼入遅延時間が長くなるにつれて、焼入れによって生ずる微細な針状 α 相は粗大化の傾向が認められ、かつ結晶粒界に α 相が出現し、この傾向は AC, FC ほど顕著になっている。

3.4 β 結晶粒径と破壊靱性の関係

Fig. 2 に示した β 結晶粒径と β 域溶体化処理時間の関係より、 β 結晶粒径を 0.5 mm, 0.6 mm および 0.7 mm を目標にして供試材をそれぞれ 1300 K x 0.6 ks WQ, 1300 K x 1.2 ks WQ および 1300 K x 1.8 ks WQ の β 域溶体化処理を行い所定の焼鈍を行ったものについて破壊靱性試験を行った。それぞれの目標粒径に対する実測値は、0.5 mm 目標に対して 0.52 mm, 0.6 mm 目標に対しては 0.63 mm, 0.7 mm 目標に対しては 0.75 mm であった。これらの β 結晶粒径に対する破壊靱性試験結果は Fig. 6 に示すとおり、 β 結晶粒径が成長すると破壊靱性値も高くなる傾向が認められた。

3.5 X 線回折試験

X 線回折試験は焼鈍材 (1000 K x 7.2 ks AC), β 域溶体化処理材 (1300 K x 1.8 ks WQ) および β 域溶体化処理 + 焼鈍材 (1300 K x 1.8 ks WQ + 1000 K x 7.2



A: Delayed time: 1 s B: Delayed time: 10 s C: Delayed time: 20 s D: Delayed time: 30 s
 E: AC (Average cooling rate to 573 K: 29 K/s) F: FC (Average cooling rate to 573 K: 0.15 K/s)

Photo. 3. Effect of delayed time in solution heat treatment on microstructure.

ks AC) の供試材につき試験を行い、これらの結果を Fig. 7 に示す。

焼鈍材 (Fig. 7(A)) では、 $2\theta = 39.5$ 付近に β 相と思われる (110) のピークが認められるが、 β 域溶体化処理材 (Fig. 7(B)) ではこのピークは検出されていない。さらに β 域溶体化処理後焼鈍を行った供試材 (Fig. 7(C)) ではこのピークが現れてくるが、その強度は焼鈍材に比べてやや低くなっている。

4. 考 察

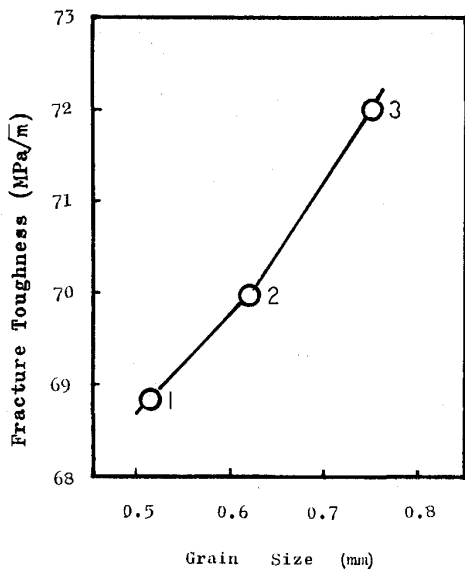
Fig. 2 に示した β 結晶粒径の粗大化は、高温加熱により結晶粒界の面積が減少し総表面エネルギーが低下するいわゆる再結晶による結晶粒粗大化⁵⁾⁶⁾と考えられる。

Fig. 4 に示した焼入遅延時間と β 結晶粒径の関係においては、供試材を炉から出してもまだ高温の状態にあるため、焼入遅延時間がある程度長くても β 結晶粒径

が成長し得る温度条件を保持しているため、結晶粒の成長はつづくが、温度はしだいに低下することから、Fig. 2 の成長に比べてその程度は小さい。

Fig. 3 の焼入遅延時間を伴わない場合、引張強さ、耐力は β 結晶粒径に関係なくほぼ一定の値を示したのに対し、伸び・絞りも β 結晶粒径が約 0.8 mm 付近までは低下し、それ以上粗大化するとほぼ一定な値を示した。

一方、Fig. 5 に示した焼入遅延時間を伴う場合は、 β 結晶粒径が約 0.8 mm 程度以上になると引張強さ、耐力は低下しはじめ、逆に伸び・絞りは増加する傾向を示した。Fig. 3 においては、 β 結晶粒径と引張強さ、耐力は相関せず、Fig. 5 においても β 結晶粒径が約 0.8 mm 付近になるまでは β 結晶粒径と引張強さ、耐力との相関が認められず、この条件下では Hall-petch の関係式⁷⁾⁸⁾は成立していない。これは、Fig. 3 におけるマイクロ組織が、Photo. 3A の状態のものであり、 β マトリッ



1: 1300 K × 0.6 ks WQ + 1000 K × 7.2 ks
 2: 1300 K × 1.2 ks WQ + 1000 K × 7.2 ks
 3: 1300 K × 1.8 ks WQ + 1000 K × 7.2 ks

Fig. 6. Relation between grain size at 1300 K solution treatment and fracture toughness.

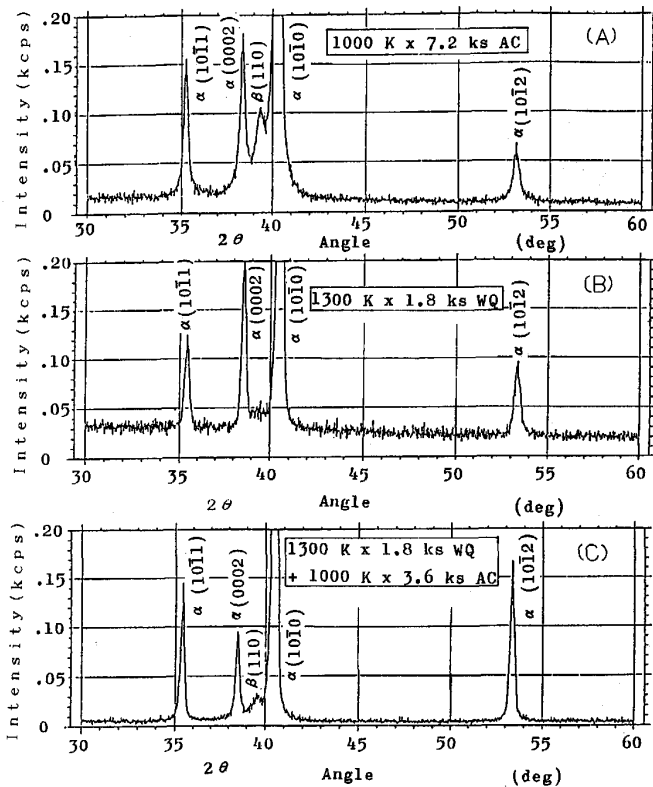


Fig. 7. Difference of X-ray diffraction analysis for annealed (1000 K × 7.2 ks AC), β -ST (1300 K × 1.8 ks WQ) and β -STOA (1300 K × 1.8 ks WQ + 1000 K × 7.2 ks AC).

クス中に非常に微細な針状 α 相を呈するものであり、 β 域溶体化温度あるいは時間が増加してもこの組織状態は

変わらず、粒内及び粒界での α 相の析出はあまり変化が認められないことから推察される。従って、ここでは、 β 結晶粒径の粗大化は再結晶により成長が生じているものと考えられ、伸び・絞りの低下は、先述した粒界面積の減少により、総表面エネルギーの低下することにもとづくものと思われる。

一方、Fig. 5 における機械的性質の変化は、Photo. 3 に示したとおり、焼入遅延時間が 20 s (Photo. 3C) までは β 結晶粒界 α が局部的に現れはじめる程度であるが、焼入遅延時間が 30 s (Photo. 3D) になると全体的に粒界に α 相が現れはじめており、この傾向は焼入遅延時間の長い AC 材 (Photo. 3B)、FC 材 (Photo. 3F) ではより顕著になっている。マイクロ組織においては焼入遅延時間が長くなるにつれて、 β マトリックス中の微細な針状 α 相もウイドマン・ステッテン状 α 相および幅を持った板状 α 相へと変化^{9)~11)}する徴候を示している。このことから焼入遅延時間が 20 s 以上、つまり β 結晶粒径が約 0.8 mm 付近から機械的性質が変化しはじめ、 β 結晶粒径が粗大化すると引張強さが低下することから、ここでは Hall-petch の関係式は成立つことが、マイクロ組織の変化からも推察される。

β 結晶粒径が約 0.8 mm 付近で機械的特性が変化することは、Fig. 2 および、Fig. 4 に示したとおり、 β 結晶粒径の成長が約 0.8 mm 付近から低下し、緩慢になっていることから、本実験では、Hall-petch の関係式の成立する領域と成立しない領域がこの付近に相当したものと推察される。

本試験の供試材は鍛錬比 ($F.R$) 約 6.1 を使用したものである。 β 結晶粒径が約 0.8 mm での機械的性質に屈折点が生ずることを確認するため、Table 1 に示した化学成分と同じものを使用し、鍛錬比を変えた供試材、つまり A 材 (鍛錬比: 約 3) C 材 (鍛錬比: 約 12.7) を用いて、同じ熱処理をほどこしたのものを使用して引張試験を行った結果を Fig. 8 および Fig. 9 に示す。

Fig. 8 は引張強さ、降伏強さと β 結晶粒径の関係を示すものであり、Fig. 9 は伸び、絞りとは β 結晶粒径の関係をそれぞれ示すものであるが、これは Fig. 3 に示した鍛錬比: 約 6.1 (B 材) の機械的性質と同じ結果を示している。このことから、 β 域溶体化処理を行った Ti-6Al-4V 鍛造材の機械的性質は、 β 結晶粒径と非常に良い相関を示すことが明らかになった。

また、 β 結晶粒径と破壊靱性の関係については、き裂の進展は主として結晶粒界に沿って進むことから、結晶粒径が小さいとき裂は直線的に進行するが、結晶粒径が大きくなると粒界沿いにジグザグに進展¹²⁾する。この

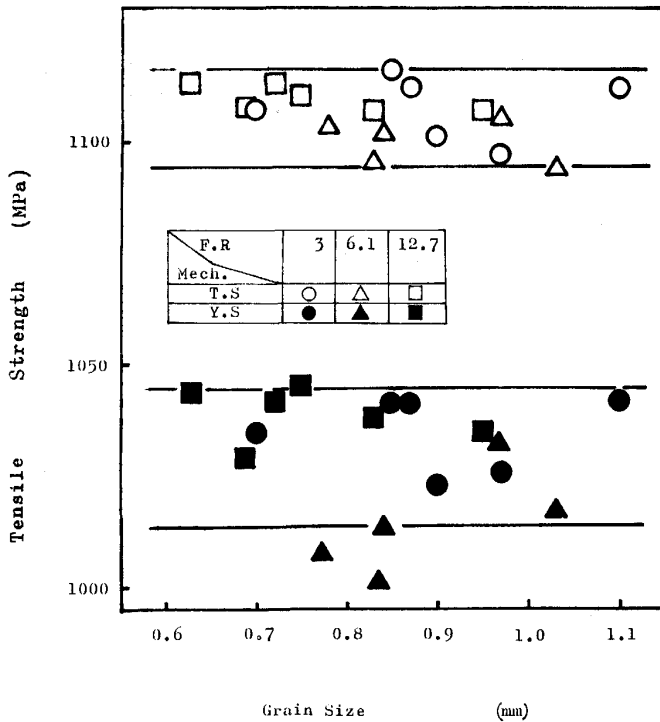


Fig. 8. Relation between the grain size and tensile strength (T. S) and yield strength (Y. S) at $1300\text{ K} \times 1.8\text{ ks} + 1000\text{ K} \times 7.2\text{ ks}$.

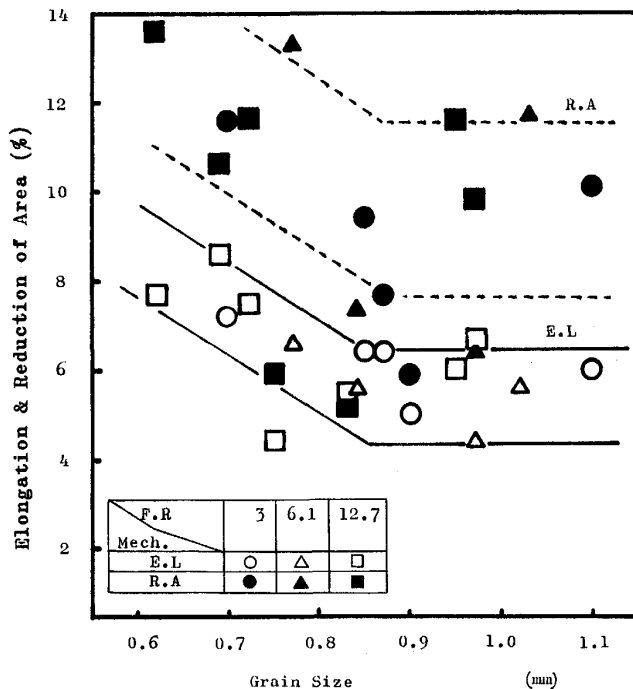


Fig. 9. Relation between the grain size and elongation (E. L) and reduction of area (R. A) at $1300\text{ K} \times 1.8\text{ ks} + 1000\text{ K} \times 7.2\text{ ks}$.

ため β 結晶粒径の大きな約 0.75 mm の方が高い K_{Ic} 値を示したものと考えられる。

Fig. 7 に示した X 線回折試験では、 β 域溶体化処理材 (Fig. 7(B)) では β 相のピークが検出されなかった。

これは、 β 域から急冷したため $\beta \rightarrow \alpha'$ 相に変化したものと推察され、これに焼鈍を与えた Fig. 7(C) では β 相が検出されていることから、焼鈍過程において $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ に分解したものと考えられ、 $\alpha + \beta$ 相の焼鈍材 (Fig. 7(A)) と光学顕微鏡での形態は異なるが、同じ相形態を示すものと考えられる。

5. 結 言

Ti-6Al-4V 鍛造材に β 域溶体化処理 + 焼鈍処理を行う場合、 β 域溶体化処理温度、 β 域溶体化処理時間および焼入遅延時間によって β 結晶粒径は著しく変化する。この β 結晶粒径と機械的性質の関係について検討した結果、以下のことが明らかになった。

(1) β 域溶体化処理の初期においては、 β 結晶粒径の成長は速いが、約 0.8 mm 付近より粒成長は緩慢になる。

(2) 焼入遅延時間の影響のない場合、引張強さ、耐力は β 結晶粒径が粗大化してもほとんど影響を受けないが、伸び、絞り、 β 結晶粒径が約 0.8 mm 付近までは低下の傾向を示すが、これ以上粗大化するとほぼ一定の値を示した。

(3) 焼入遅延時間が 20 s 以上の場合、 β 結晶粒径が約 0.8 mm 付近で引張強さ、耐力は低下の傾向を示し、伸び、絞りは増加する傾向が認められた。

これはマイクロ組織変化とよく対応し、 β マトリックス中に微細な針状 α 相を呈するいわゆる、マルテンサイト状組織の場合は、伸び、絞りの方が β 結晶粒粗大化の影響を受けやすいが、焼入遅延時間が長くなると針状 α 相は板状 α 相に変化し、かつ β 結晶粒の粒界に α 相が現れ始め、引張強さ、耐力は低下し、また伸び、絞りは増加する傾向が認められ、この時の β 結晶粒径は約 0.8 mm 付近であった。

なお、これらの状況は鍛錬比の異なる供試材においても同じ結果を示したことから、 β 域溶体化処理材の機械的性質は、 β 結晶粒径の測定により推察可能であることが分かった。

文 献

- 1) Titanium, A Technical Guide, ed. by M. J. DONACHIE, Jr. (1988), p. 57 [ASM International]
- 2) 草道英武, 村上陽太郎, 木村啓造, 和泉 修: 金属チタンとその応用 (1983), p. 133 [日刊工業新聞社]
- 3) J. C. CHESNUTT, C. G. RHODES and J. C. WILLIAMS: ASTM STP600 (1976), p. 99
- 4) M. A. IMAN and C. M. GILMORE: Metall. Trans. A, 14 (1983), p. 233

-
- 5) 金属物性基礎講座 (日本金属学会編), 第 17 卷 (1975), p. 95 [丸善]
 - 6) 材料科学入門 (ジョンウルフ編, 永宮健夫監訳), 第 2 卷 (1970), p. 117 [岩波書店]
 - 7) 材料科学入門 (ジョンウルフ編, 永宮健夫監訳), 第 3 卷 (1972), p. 116 [岩波書店]
 - 8) 合金の析出 (幸田成康監修) (1972), p. 335 [丸善]
 - 9) 徳田祥一, 河原弘道: 日本金属学会誌, **35** (1971), p. 865
 - 10) 辻本得蔵: 日本金属学会誌, **32** (1968), p. 970
 - 11) 木村啓造: 日本金属学会誌, **10** (1972), p. 620
 - 12) *J. P. HIRTH and F. H. FROES: Metall. Trans. A, 8* (1977), p. 1165
-