

# 高温から低温への二段時効処理による Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al合金TIG溶接継 手の機械的性質の改善

丹羽直毅\*・梅田高照\*

## Improvement of Mechanical Properties of Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al TIG Weldment by High-low Two-step Aging

Naotake NIWA and Takateru UMEDA

### Synopsis:

High-low two-step aging treatment was applied to a Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy TIG weldment in order to improve the mechanical properties of it. Strength of a fusion zone and base metal is rather different after aging at a single temperature because of aging enhancement in the fusion zone. In the first high temperature aging of the two-step aging, coarse alpha particles which strengthen little and suppress strengthening by fine alpha precipitation in following low temperature re-aging, precipitate in the fusion zone more than in base metal because of the enhancement of aging in the fusion zone. Hence, strengthening of the fusion zone in re-aging is less than in the base metal and comparable strength between the fusion zone and the base metal is obtained through the two-step aging. Bi-modal microstructure of coarse and fine alpha precipitates in beta matrix produced by this aging treatment improves the fracture toughness of the fusion zone of the weldment.

**Key words:** Ti alloy; heat-treatment; weldment; TIG; strength; fracture toughness; microstructure control; bi-modal microstructure; step aging.

## 1. 緒 言

$\beta$ 型チタン合金は、優れた加工性と時効処理により高強度が得られることを特徴としている<sup>1)</sup>。その中でも、とりわけ Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al 合金（以下、Ti-15-3 と略記する）は、優れた特性により注目されている<sup>2)</sup>。

また、TIG 溶接は、真空槽を用いることなく溶接が可能のため、チタンおよびチタン合金の溶接法としては、工業的に有用な加工法である。しかし、Ti-15-3 に TIG 溶接を適用した場合、溶接の際の熱影響部では時効反応が促進されるため<sup>3)4)</sup>時効後の継ぎ手部には強度の不均一が生じること、また、溶融部では、低い破壊靱性値しか得られないことが問題とされている<sup>5)</sup>。

本研究では、Ti-15-3 の TIG 溶接継手に高温から低温への二段時効法（以下、STDA と略記する）<sup>6)</sup>を適用し、溶接の熱影響部と母材部の  $\alpha$  相の析出速度の違いを利用することにより継ぎ手全体を均一な強度とすると

ともに、 $\beta$  母相に粗大な  $\alpha$  相と微細な  $\alpha$  相を析出させた bi-modal 組織を形成させることにより溶融部の破壊靱性値を向上させることを目的とした。

## 2. 実験方法

TIG 溶接継手に、STDA を適用した際の効果の概略を、溶融部と母材部を例に、Table 1 に示す。一段目の高温時効では、時効反応が促進される溶融部などの領域で  $\alpha$  相の析出が進む。しかし、析出  $\alpha$  相が粗大であるため強化に対する寄与は少ない。一方、母材部でも粗大な  $\alpha$  相が析出するが、溶融部などに比較して少量であると考えられる。二段目の低温の時効では、高温の時効により析出した粗大な  $\alpha$  相の量が少ない領域ほど、微細な  $\alpha$  相の析出が進行し高強度が得られる。すなわち、強化に対する寄与の少ない高温の時効を加え、時効反応が促進される領域の後段の時効反応を抑制することにより、溶接継手をより均一な強度にすることが可能である

Table 1. Outline of the effect of high-low two-step aging on the strength and fracture toughness of a Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy TIG weldment.

	First aging at high temperature	Second aging at low temperature	After high-low two-step aging
Strengthening	Fusion zone > Base metal	Fusion zone < Base metal	Fusion zone = Base metal
Size of alpha precipitates	Strengthening effect Coarse alpha << Fine alpha		Bi-modal microstructure ↓
Amount of alpha precipitates	Fusion zone > Base metal	Fusion zone < Base metal	Improvement of fracture toughness

Table 2. Chemical composition of Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy (mass%).

V	Cr	Sn	Al	Fe	N	H	O	C	Ti
15.29	3.18	3.24	2.87	0.03	0.0137	0.0248	0.09	0.010	Bal.

と考えられる。また、得られる組織は、高温時効による粗大  $\alpha$  相と低温時効による微細  $\alpha$  相の bi-modal 組織となることから、破壊靱性の向上が期待できる<sup>6)</sup>。

供試材は、Ti-15-3 の熱間圧延材で、その成分を Table 2 に示す。供試材を、溶体化処理後溶接した。溶体化処理は、973 K で 1.8 ks 保持、さらに 1061 K で 1.2 ks 保持後アルゴンガス冷却によりおこなった。溶接条件は、以下のとおりである。溶接法：手動 TIG，電流：100~120 A，電圧：11~12 V，速度：(2.0~2.5)  $\times 10^{-3}$  m/s，継ぎ手形状：両側 V 字開先，層数：片側約 15 層，溶接棒：直径  $8 \times 10^{-3}$  m で、表面温度が約 473 K 以下になってから次の溶接を繰り返した。溶接の方向は、圧延方向と直角、板幅方向である。

溶接後 723 K から 923 K までの 50 度間隔の単一の温度で時効（以下、STA と略記する）し、継ぎ手各部分の硬化曲線を求めた。それに基づき、STDA の条件を決定した。STA および STDA 後の試料についてビッカース硬度の測定、組織観察、一軸引張試験、破壊靱性試験および破面観察をおこなった。ただし、破壊靱性試験は、溶融部についてだけおこなった。引張試験および破壊靱性試験は、クロスヘッド移動速度  $1.7 \times 10^{-5}$  m/s で、すべて室温でおこなった。引張試験片形状は、平行部直径  $4.0 \times 10^{-3}$  m，標点間距離  $5.0 \times 10^{-3}$  m の丸棒試験片である。破壊靱性試験片の形状は、板厚は  $1.0 \times 10^{-2}$  m であるが、他の寸法は 1T-CT 試験片と同一である。試験片採取方向は、LT 方向すなわち溶接ビードに沿ってき裂が進展する方向とした。平面歪み破壊靱性値 ( $K_{IC}$ ) は、ASTM-E399<sup>7)</sup>にもとづいて決定した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 時効硬化

Photo. 1 は、溶接後 873 K  $\times$  3.6 ks の時効をおこな

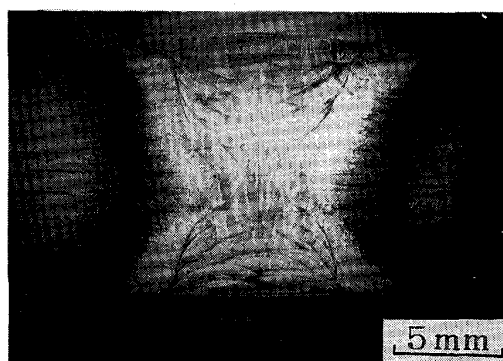


Photo. 1. Macroscopic aspect of a Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy TIG weldment after aging at 873K for 3.6 ks.

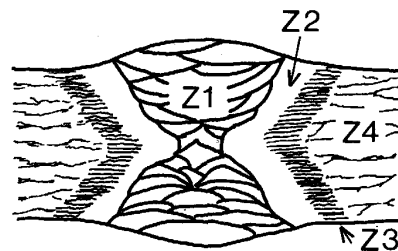


Fig. 1. Schematic diagram of four parts (Z1, Z2, Z3 and Z4) in the Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy TIG weldment on the basis of the macroscopic observation of the weldment shown in Photo. 1.

い腐食後観察した溶接継手の巨視的様相を示す。この巨視的な様相により、以後、Fig. 1 に模式的に示したように、Z1, Z2, Z3, Z4 の 4 領域に分け硬度の測定をした。

Fig. 2 は、溶接後溶融部中心から母材部まで、 $5 \times 10^{-4}$  m 間隔で硬度を測定した結果を示す。溶融部でわずかに高い硬度を示す傾向があるものの、それほど大きな差はないといえる。

Fig. 3 に、773 K の STA にともなう各領域の硬度変

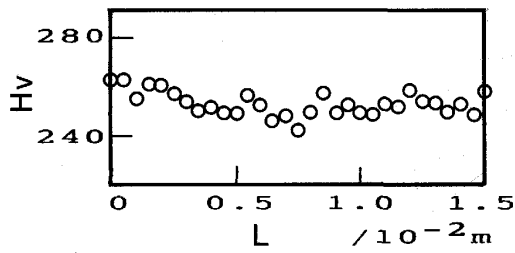


Fig. 2. Variation of micro-hardness with distance ( $L$ ) from the center of the fusion zone of the weldment to the base metal after welding.

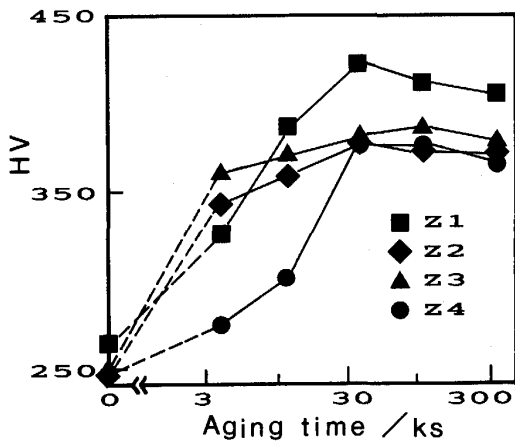


Fig. 3. Variations of hardness in the four parts of the weldment shown in Fig. 1 with aging time in aging at 773 K.

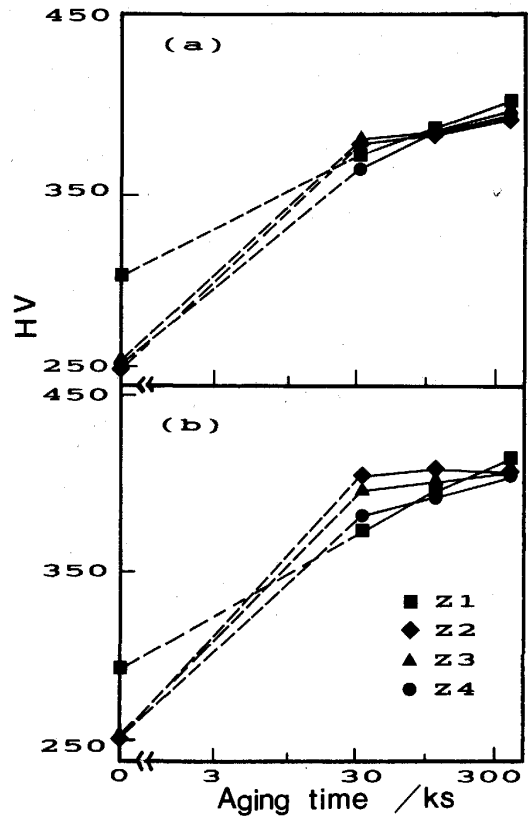


Fig. 4. Variations of hardness in the four parts of the weldment shown in Fig. 1 with aging time in re-aging at 723 K. The specimens were aged at 873 K for 10.8 ks (a) and 923 K for 10.8 ks (b) before re-aging respectively.

化の例を示す。領域 Z1, Z2, Z3 は、時効時間 10.8 ks まではほぼ同様の硬化を示すが、到達硬度は、溶融部 (Z1) が最も高くなる。母材部 (Z4) は、硬化が最も遅く、溶融部に比較し到達硬度も低い。他の温度で時効した試料でも同様の傾向がみられた。これら STA の硬化曲線から、STDA 後の硬度 HV390~420、強度にしてほぼ 1.3~1.4 GPa を目標として、一段目時効温度を 923 K と 873 K、および、二段目時効温度を 723 K とし、STDA の条件を設定した。

Fig. 4 に、STDA で二段目の時効を加えた際の硬度の変化の例を示す。一段目に、(a) は、873 K で 10.8 ks、(b) は、923 K で 10.8 ks でおのおの時効した後、二段目 723 K で時効した際の硬度の変化を測定した結果である。図中時効時間零の点の硬度は、一段目の高温時効後の硬度を示している。一段目時効後の硬度は、溶融部が、他の領域に比較して約 50 ほど高い値を示している。二段目の時効では、他の領域に比較して溶融部の硬化が緩やかになり、図に示したいずれの時効条件でも、二段目の時効時間 108 ks 以降で各領域の硬度差は小さく、溶接継手全体にわたり均一かつ HV390~420 ほどの硬

度が得られている。また、一段目時効後の硬度は、873 K で時効した試料でわずかに高く、反対に到達硬度は、923 K で時効した試料でわずかに高くなっているが、本実験の時効時間内では一段目の時効温度の影響は大きくなかった。

### 3.2 組織

Photo. 2 に、溶接後の溶融部の組織を示す。(a) は、鏡面研磨後、弗硝酸水溶液により腐食をおこなった組織である。時効前にも関わらず  $\beta$  母相に析出物が観察される。(b) は、この析出物を、EPMA により線分析した結果を示している。写真中に示されているように、析出物に対応して Sn によるピークが検出されたが、他の元素は検出されなかった。また、プラズマ溶解により Ti-15-3 のボタン状試料を溶製し、観察、分析をおこなった結果、全く同様の組織および分析結果を得た。したがって、この析出物は、溶接の際の溶融により Sn が晶出したものと考えられる。この晶出した Sn は、Fig. 1 の領域 Z1 と Z2 に観察されたが、時効の進行とともに消失した。また、溶接後の溶融部の引張試験結果は、

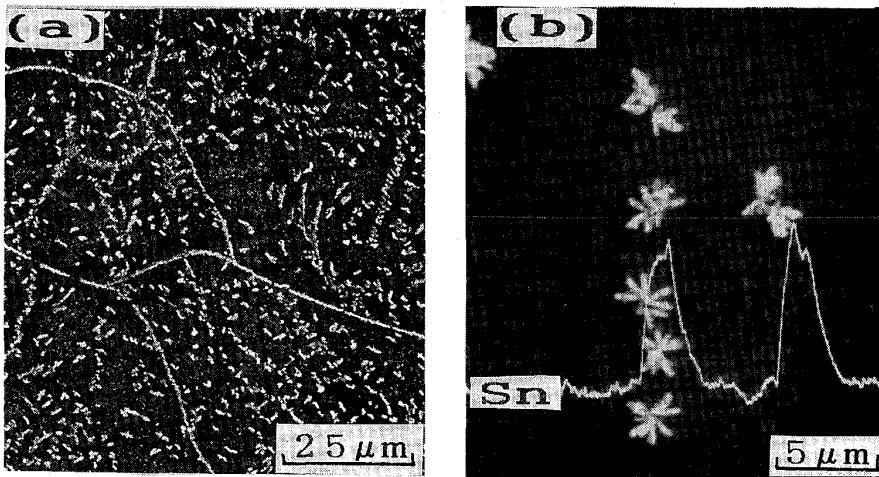
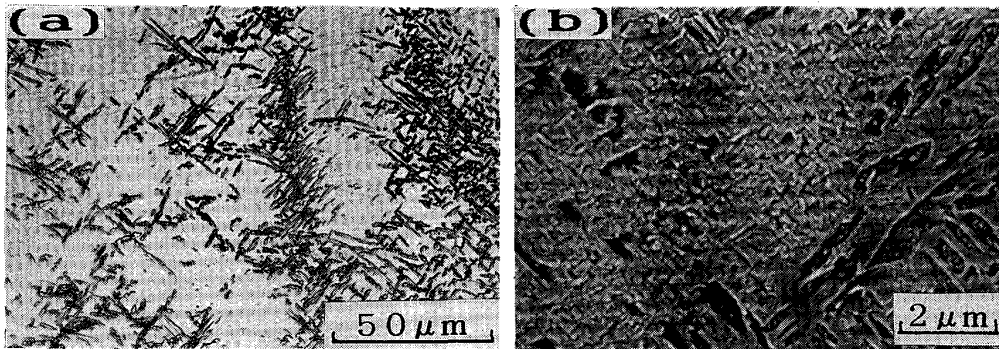


Photo. 2. Microscopic aspects of the fusion zone of the weldment after welding. Precipitates observed in (a) were proved to be tin precipitates by the line analysis of EPMA shown in (b).



(a) Coarse alpha precipitates by aging at 873 K for 10.8 ks  
 (b) Bi-modal microstructure of coarse and fine alpha precipitates by re-aging at 723 K for 360 ks after aging at 873 K for 10.8 ks

Photo. 3. Aged microstructures of the fusion zone of the weldment.

引張強度 80.9 MPa, 断面減少率 61.9%, 母材部の引張強度は, 80.1 MPa, 断面減少率は, 63.0% であった。したがって, 引張試験の結果においては, 晶出した Sn による影響はほとんどないものと考えられる。

Photo. 3 に, 溶融部の典型的な時効組織を示す。(a) は, 873 K × 10.8 ks の一段目時効後の組織を示している。溶融により生じた粗大な結晶粒の粒界への α 相の優先的な析出やコロニー状の α 相の析出が観察され, 析出 α 相は粗大であり, 非常に粗い時効組織となっていた。(b) は, (a) の時効組織に, 723 K × 360 ks の二段目の時効を加えた STDA 後の組織を示している。β 母相に, 873 K の時効による粗大な α 相と 723 K の時効による微細な α 相が析出した bi-modal 組織が観察された。

3.3 機械的性質

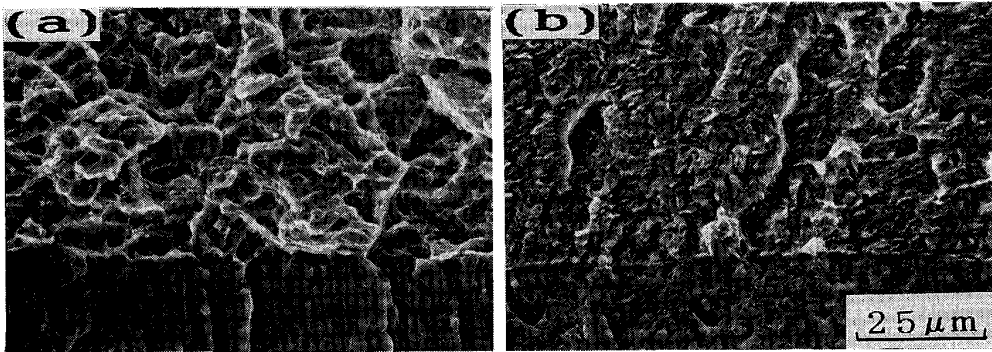
Table 3 に, 引張試験および破壊靱性試験をおこなった時効条件とその略号を示す。STA は, A で, STDA は, D で表した。

Table 3. Outline and names (A1 ~ D6) of aging treatments after welding.

	$T_1/K$	$t_1/ks$	$T_2/K$	$t_2/ks$	
STA	723	36			A1
		108			A2
		360			A3
STDA	873	10.8	723	108	D1
		10.8		360	D2
		10.8		108	D3
	923	10.8	360	D4	
		3.6	360	D5	
		3.6	360	D6	

STA : Aging at  $T_1$  for  $t_1$   
 STDA : Re-aging at  $T_2$  for  $t_2$  after aging at  $T_1$  for  $t_1$

Fig. 5 に, 引張試験における引張強度と断面減少率の関係を, 溶融部と母材部とを比較して示した。全体的に強度の増加にともない断面減少率は低下する傾向がみられる。STA 材では, 同一時効条件での母材部と溶融部の強度が大きく異なっていることが分かる。一方, STDA 材においては, 同一時効条件で溶融部の断面減少率は, 母材部に比較し低い値を示すが, 強度に関して



(a) : STDA(D5) (b) : STA(A2)

Photo. 4. Fracture surfaces ahead of fatigue precrack of compact tension specimens.

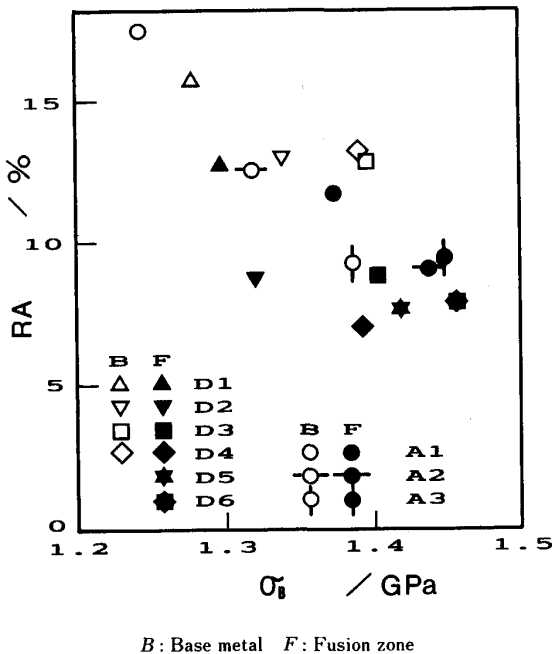


Fig. 5. Relation between the reduction of area (RA) and the ultimate tensile strength ( $\sigma_B$ ) of the fusion zones and the base metals as influenced by the aging conditions listed in Table 3.

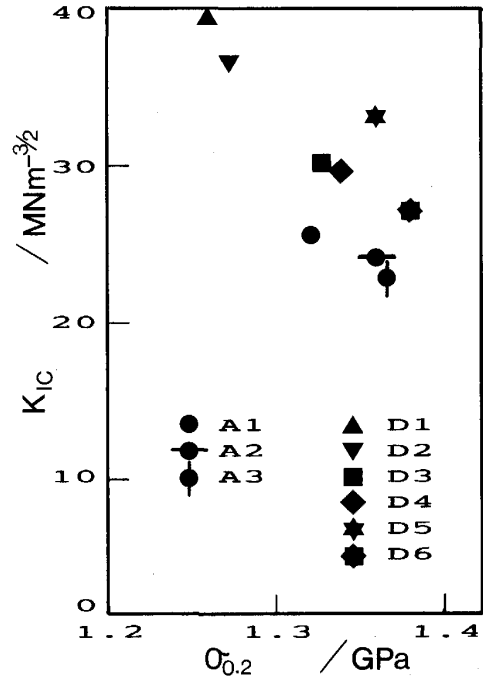


Fig. 6. Relation between the plane strain fracture toughness ( $K_{IC}$ ) and the 0.2% proof stress ( $\sigma_{0.2}$ ) of the fusion zone as influenced by the aging conditions listed in Table 3.

は、両者でほぼ近い値が得られている。したがって、STDAにより均一な強度を持った継ぎ手部を得るといふ本研究の目的の一つは、ほぼ達成されたといえるのではないと思われる。

STDAの時効条件の中で、一段目の時効温度だけが異なるD1とD3およびD2とD4を比較してみると、一段目の時効温度923Kの試料の方が高い強度を示している。これは、Ti-15-3のTTT曲線<sup>8)</sup>の形から、時効時間が同じであれば、873Kで時効した試料に比較し、より高温の923Kで時効した試料では粗大 $\alpha$ 相の析出量が少ないと考えられる。したがって、後段の時効で微

細 $\alpha$ 相の析出を抑制する効果が少なく、より高い強度が得られたのではないかと考えられる。このことは、一段目の時効温度が同じで、時効時間が異なるD2とD5およびD4とD6を比較してみるとより明らかである。すなわち、おのおのの時効温度で、一段目の時効時間が少なく粗大 $\alpha$ 相の析出量が少ないと考えられるD5とD6においてより高い強度が得られている。また、本実験のSTDAの条件の中では、二段目の時効時間の強度に及ぼす影響は、あまり大きくはなかった。

Fig. 6に、溶融部の平面歪み破壊靱性値と0.2%耐

力の関係を, STA 材と STDA 材とを比較して示した。全体的に, 強度の増加にともない破壊靱性値が低下する傾向がみられる。この図から, STDA が, STA に比較してより優れた強度と破壊靱性値の関係を与えるといえる。したがって, 本研究の第二の目的である STDA による溶融部の破壊靱性値の改善に対しても, その可能性が明らかになったのではないかと思われる。

Photo. 4 に, D5 と A2 の破壊靱性試験片の疲労予き裂近傍の破面を示す。Fig. 6 に示されているように D5 と A2 の試料は, 両者ともほぼ 1.36 GPa の 0.2% 耐力をもつが, 破壊靱性値はおおの 33.4  $\text{MNm}^{-3/2}$  と 24.3  $\text{MNm}^{-3/2}$  と大きく異なり, STDA 材が高い値を示す。両破面は, いずれもディンプル破面であるが, STA 材のディンプルは, STDA 材に比較し, 大きさも小さく深さも浅い。このことは, 予き裂先端からき裂が進展する際に, STDA 材の方がより大きな塑性変形量を要したことを示唆しているものと思われる。

本研究では, 継ぎ手部が均一な強度を持つことを一つの目標として設定したが, TIG 溶接を用い実際の構造体を製作する際には, 溶融部の強度を母材部より低めに設定することも設計上可能であるとされる<sup>5)</sup>。一方, Ti-15-3 の STDA において, 粗大  $\alpha$  相の量を増すことにより, 得られる強度は低下するものより高い破壊靱性が得られる傾向があることが明らかとなっている<sup>6)</sup>ことから, Ti-15-3 の TIG 溶接継手に関して, 一段目の時効時間を増し, 粗大  $\alpha$  相の量を増すことにより, 溶融部の破壊靱性値をさらに改善できる可能性があるものと思われる。

#### 4. 結 論

Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al 合金 TIG 溶接継手に, 高温から低温への二段時効処理を適用し, 溶接の熱影響部と母

材部の  $\alpha$  相の析出速度の違いを利用することにより, 継ぎ手全体を均一な強度とするとともに,  $\beta$  母相に粗大な  $\alpha$  相と微細な  $\alpha$  相を析出させた bi-modal 組織を形成させ, 溶融部の破壊靱性値を向上させることを目的として, 実験をおこなった結果以下の結論を得た。

1) 溶接後単一の温度で時効した試料においては, 母材部と溶融部の強度は大幅に異なるが, 本二段時効処理によりほぼ等しい強度を得ることができた。

2) 溶融部に関して, 二段時効処理により, 溶接後単一の温度で時効した試料に比較し, より高い破壊靱性値を得ることができた。

おわりにあたり, 供試材のご提供をいただいた NKK 中央研究所の大内千秋氏, 末永博義氏, 試料の溶接および実験を進める際にご助言をいただいた日産自動車宇宙航空事業部の佐藤博氏, 石本誠二氏, また, 本論文をまとめる際に, ご討論いただいた Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris の Andre PINEAU 教授に, 感謝いたします。

#### 文 献

- 1) Beta Titanium Alloys in the 1980's, ed. by R. R. BOYER and H. W. ROSENBERG (1984) [The Metallurgical Society of AIME]
- 2) H. W. ROSENBERG: J. Met., **35** (1983), p. 30
- 3) D. W. BECKER and W. A. BASELACK III: Welding Research Supplement (1980) Mar., p. 85
- 4) 白砂洋志夫, 野末 章, 大久保忠恒, 栗林一彦, 堀内 良, 石本誠二, 佐藤 博: 材料とプロセス, **1** (1988), p. 1366
- 5) 佐藤 博, 石本誠二 (日産自動車宇宙航空事業部): 私信
- 6) 丹羽直毅: 鉄と鋼, **78** (1992), p. 155
- 7) ASTM E399-83, Annual Book of ASTM Standards (1983) [ASTM]
- 8) N. NIWA, T. DEMURA and K. ITO: ISIJ Int, **30** (1990), p. 773