

# $\beta$ Ti-Fe 合金の等温時効挙動

井上 幸一郎\*, 池田 勝彦\*<sup>2</sup>, 小松 伸也\*<sup>2</sup>, 杉本 隆史\*<sup>2</sup>, 亀井 清\*<sup>3</sup>

Isothermal Aging Behavior of  $\beta$  Ti-Fe Alloys

Koichiro INOUE, Masahiko IKEDA, Shin-ya KOMATSU, Takashi SUGIMOTO and Kiyoshi KAMEI

**Synopsis** : The isothermal aging behavior of Ti-5, 8 and 10 mass%Fe alloys at 673K, 723K and 773K was investigated by resistivity and hardness measurements, X-ray diffractometry and transmission electron microscopy. The Time-Temperature-Transformation diagram of the alloys was determined. In Ti-5 mass%Fe and Ti-8 mass%Fe, the isothermal  $\omega$  phase precipitated by aging at all of the aging temperatures. Because the isothermal  $\omega$  phase did not precipitate by 773K aging in Ti-10 mass%Fe, the upper temperature limit for precipitation of isothermal  $\omega$  phase in Ti-10 mass%Fe will situate between 723K and 773K. Incubation period prior to nucleation of  $\alpha$  phase is shortened with elevating aging temperature. The influence of Fe content on the time for nucleation of  $\alpha$  phase was not clear. Only at 723K, resistivity and hardness of all specimens show second abrupt decrease by more than 600 ks aging, which suggests the precipitation of TiFe.

**Key words**: titanium-iron alloy; metastable  $\beta$  alloy; isothermal aging; resistivity; hardness;  $\omega$  phase;  $\alpha$  phase.

## 1. 緒言

$\beta$ 型チタン合金は高い比強度と優れた冷間加工性を示し、航空宇宙産業を中心に用いられてきた<sup>1)</sup>。近年では自動車部品<sup>2)</sup>やゴルフクラブ<sup>3)</sup>のような身近な製品にも適用されている。しかし、Ti-15V-3Cr-3Sn-3AlやTi-15Mo-5Zr-3Alを代表とする $\beta$ 型チタン合金にはバナジウム、モリブデンなどの高価な元素が多量に添加されているため、上述のような優れた特性にもかかわらず、素材コストが高く、用途拡大が進んでいない。このような状況から $\beta$ 型チタン合金の低コスト化が検討されている<sup>4)</sup>。

著者らは $\beta$ 安定化元素のなかで最も安価な鉄に注目し、Ti-Fe二元合金の焼入れ組織と比抵抗の関係を調査し、鉄含有量が4 mass% (以後at. %と表記しない限り%はmass%を示す) 以上で $\beta$ 相が残留することを確認した<sup>5)</sup>。また、 $\beta$ Ti-Fe二元合金の比抵抗、硬さ、組織の時効による変化を373Kから50K毎に1173Kまでの各温度で、順次1.8 ks保持する累積等時時効により調査した<sup>6)</sup>。その結果、4~10%Feで時効 $\omega$ 相析出による硬化と $\alpha$ 相析出の開始にともなう時効 $\omega$ 相の再固溶・消滅による軟化が認められた。4~6%Fe合金の過時効軟化状態では、焼入れ状態より硬さが大きく低下した。Ti-V二元合金<sup>7)</sup>の累積等時時効でも焼入れ状態よりもわずかに軟化することがあるが、Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al<sup>8)</sup>、Ti-15Mo-5Zr<sup>9)</sup>、Ti-15Mo-5Zr-3Al<sup>10)</sup>などの合金には、このような過時効軟化は見られず、 $\beta$ Ti-Fe合金の特徴の一つである。

8, 10%Fe合金では時効温度523Kまで、 $\beta$ 相の濃度分離または時効 $\omega$ 相の前駆段階<sup>11)</sup>と考えられる室温の比抵抗増加と、液体窒素温度の比抵抗を室温の比抵抗で除した抵抗比の低下が認められた。

累積等時時効は少量の試料で多くの情報が得られるが、より詳細に時効挙動を検討するためには等温時効による調査が必要である。本研究では前報<sup>6)</sup>に引き続き、 $\beta$ Ti-Fe二元合金の等温時効挙動を比抵抗と硬さ、X線回折による相同定および透過型電子顕微鏡(TEM)観察により調査した。

## 2. 実験方法

本研究に用いた試料は前報<sup>6)</sup>と同一で、鉄の含有量が5, 8, 10% (以下各々T5Fe, T8Fe, T10Feと記す) のものである。化学分析組成はT5Feが5.10%Fe-0.097%O, T8Feが8.16%Fe-0.137%O, T10Feが9.98%Fe-0.103%Oである。

約2×2×60 mmの比抵抗と硬さ測定用試験片、約2×10×10 mmのX線回折用試験片は石英ガラスのカプセルに3 mPa以下に減圧封入し、1173Kに加熱した炉内に3.6 ks保持して溶体化処理した。その後、カプセルをできるだけ速く氷水中に浸漬して破碎し、急冷した。この状態を以下STQ状態と表記する。

等温時効処理温度は、前報<sup>6)</sup>の累積等時時効の結果から選んだ。前報の累積等時時効の結果、673Kで時効 $\omega$ 相の析出、723Kではそれらの一部再固溶と $\alpha$ 相の析出が起こり、773Kでは時効 $\omega$ 相は消失し、 $\alpha$ 相のみの析出が起こ

平成10年3月12日受付 平成10年8月20日受理 (Received on Mar. 12, 1998; Accepted on Aug. 20, 1998)

\* 関西大学大学院生 (Graduate Student, Kansai University, 3-3-35 Yamate-cho Suita 564-8680); 大同特殊鋼 (株) 技術開発研究所 (Research and Development Laboratory, Daido Steel Co., Ltd.)

\* 2 関西大学工学部 (Faculty of Engineering, Kansai University)

\* 3 関西大学工学部 (現: 関西大学名誉教授) (Faculty of Engineering, Kansai University, now, Professor Emeritus)

った。したがって、本試料の時効の相とα相の析出挙動を検討する場合に673, 723, 773Kが最適な時効温度であると判断してこれを採用した。

Fig. 1のように各等温時効温度の塩浴中で時効した後に氷水中に焼入れ、各種測定を実施した。その後、再び所定の温度に加熱し、累積的に時効した。試料表面からの酸素汚染を防止するため、673Kでは600ks, 723Kでは120ks, 773Kでは60ks時効後、酸化膜を研磨除去した。その後は溶体化処理と同様にカプセル封入して時効した後、氷水中でカプセルを破碎して焼入れた。

室温と液体窒素温度で直流四端子法により電気比抵抗を測定した。荷重4.9Nでのピッカース硬さを測定し、CuKα線によるディフラクトメータ法でのX線回折を室温で実施した。一部の試料についてはTEMで組織を観察した。TEM観察用には、厚さ約0.1mmまで機械的に研磨した後、液温約230Kの6 Vol%過塩素酸+35 Vol% n-ブタノール+59 Vol%メタノール液を用いて、ツイングジェット法で電解研磨した試料を用いた。

### 3. 結果および考察

#### 3.1 等温時効による比抵抗と硬さの変化

Fig. 2に各試料の673, 723, 773Kでの等温時効による液体窒素温度での比抵抗( $\rho_{LN}$ )、室温での比抵抗( $\rho_{RT}$ )、抵抗比( $\rho_{LN}/\rho_{RT}$ )および硬さ(HV)の変化をまとめて示す。図中の矢印は0.06 ks以降で抵抗比の急減が認められる時効時間を示している。

STQ状態では抵抗比が1より大きい見かけの負の温度依存性が認められる。これは、室温以下への冷却と加熱によ

る非熱的の相の可逆的な生成消滅で説明されている<sup>5,12-14</sup>。

等温時効による比抵抗, 抵抗比, 硬さの変化を以下にまとめる。

1) T5Fe, T8Feでは最短の0.06ksの時効で比抵抗, 抵抗比はSTQの値から大きく減少する。この減少は鉄含有量が低く, 時効温度が高いほど顕著で, T10Feでは時効開始直後の抵抗比と比抵抗の減少は小さい。

2) 白矢印で示したように, T5Fe, T8Feでは673Kで300ks, 723Kで6ks, 773Kで0.3ksから, またT10Feでは673Kで300ks, 723Kで6ks, 773Kで0.6ksから比抵抗, 抵抗比の急減が認められる。この比抵抗, 抵抗比の急減は高時効温度ほど短時間で現われる。

3) 黒矢印で示したように, 723K時効ではすべての試料で600ksから再び比抵抗, 抵抗比の急減が認められる。

4) T5Fe, T8Feは, すべての時効温度でSTQから0.06ksにかけて大きく硬化する。T10Feは673KではT5Fe等と同様に硬化するが, 723K以上ではこの硬化は見られない。

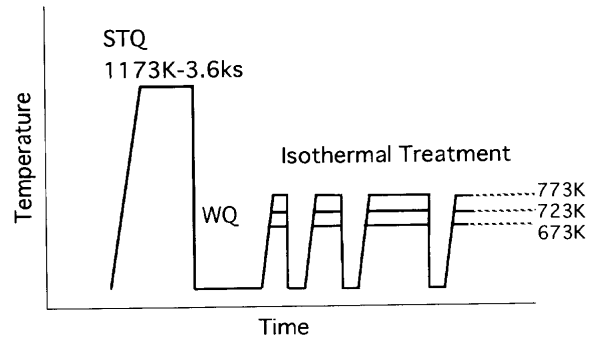


Fig. 1. Schematic diagram of solution treatment and accumulative isothermal aging.

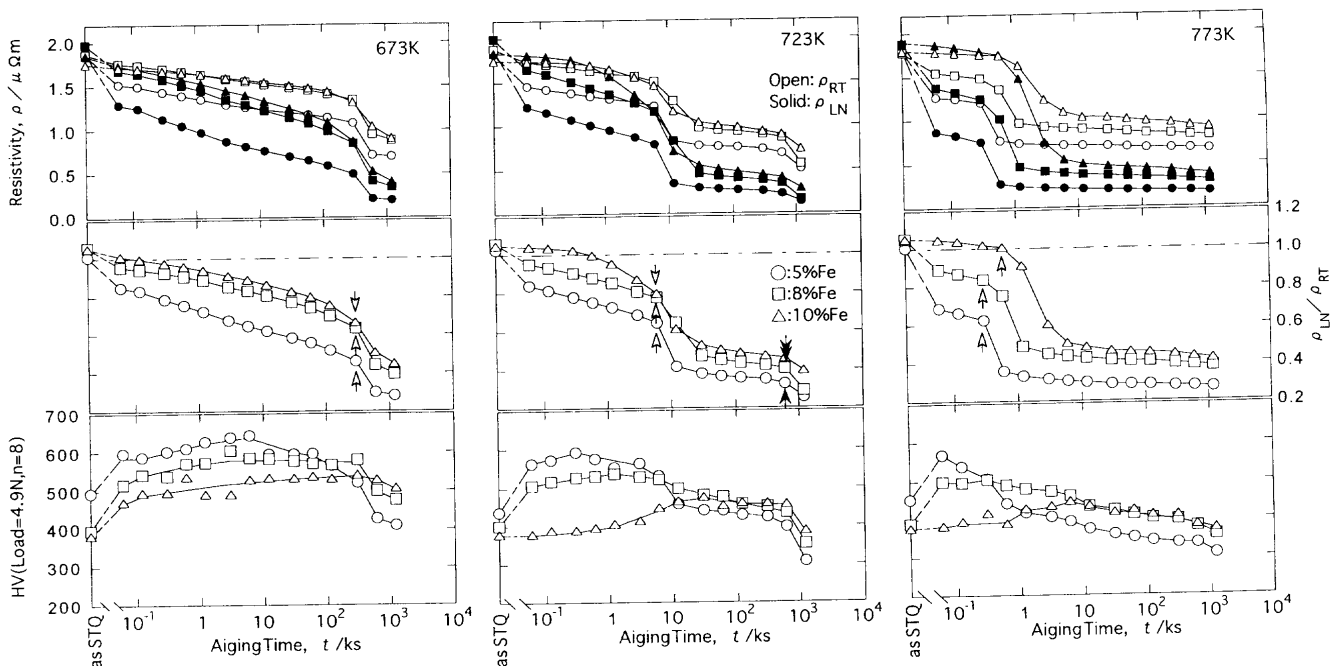


Fig. 2. Influence of Fe content and aging temperature on isothermal aging behavior. White arrows show first abrupt decrease in resistivity ratio, or start of α precipitation. Black arrows show second abrupt decrease suggesting TiFe precipitation.

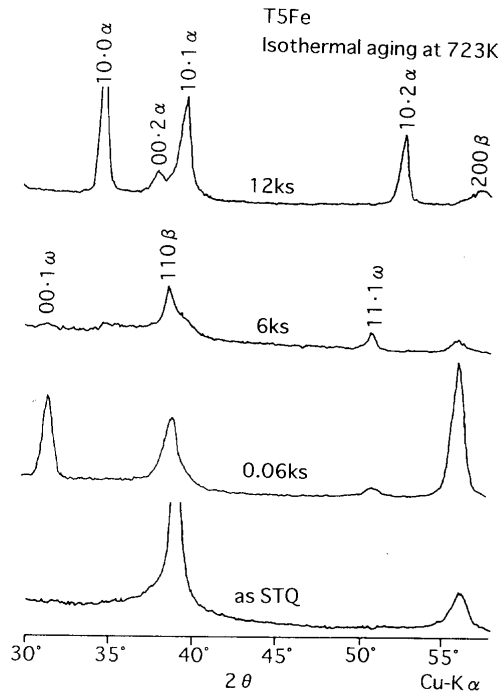


Fig. 3. Change in X-ray diffraction profile of T5Fe with isothermal aging at 723K.

5) T5Fe, T8Feのすべての時効温度とT10Feの673K時効では白矢印の比抵抗, 抵抗比急減開始時効時間から急激な軟化が認められる。T10Feの723, 773K時効ではこの時間以降で小さな硬化が始まる。

6) 723K時効の黒矢印で示される600ksから1.2Msにかけてすべての試料で軟化が見られる。

### 3.2 比抵抗, 硬さ変化と組織の関係

Fig. 2に示した等温時効挙動の鉄含有量と温度による変化を説明するために, 時効後の相構成をX線回折で同定した。また, 一部の試料についてはTEM組織を観察した。

Fig. 3に723K時効で変化したT5FeのX線回折図形を示す。STQ状態ではβ相の回折線のみが明瞭に認められる。STQ状態では不明瞭だったω相の回折線は0.06~6ks時効で明瞭になる。STQ状態で時に検出されるω相の回折線は非熱的ω相で, 短時間の時効で急に明確になるものは粒子内の鉄濃度減少をともなった不可逆的な時効ω相と考えられる。

Fig. 2で比抵抗と抵抗比が急減した12ks時効ではω相の回折強度は急落して, α相の回折線が出現し, X線回折で同定される相構成はα+βになる。

Fig. 3と同様にすべての試料と時効温度について, X線回折で同定した相構成の変化をFig. 4にまとめて示す。図中の実線は各温度でFig. 2の白矢印で示した抵抗比の急減が始まる時間を結んだものである。また, 黒矢印で示した723K-600ksからの急減は点線で記入した。一点鎖線はT10Feで時効ω相の回折線が検出される上限温度の推定値である。

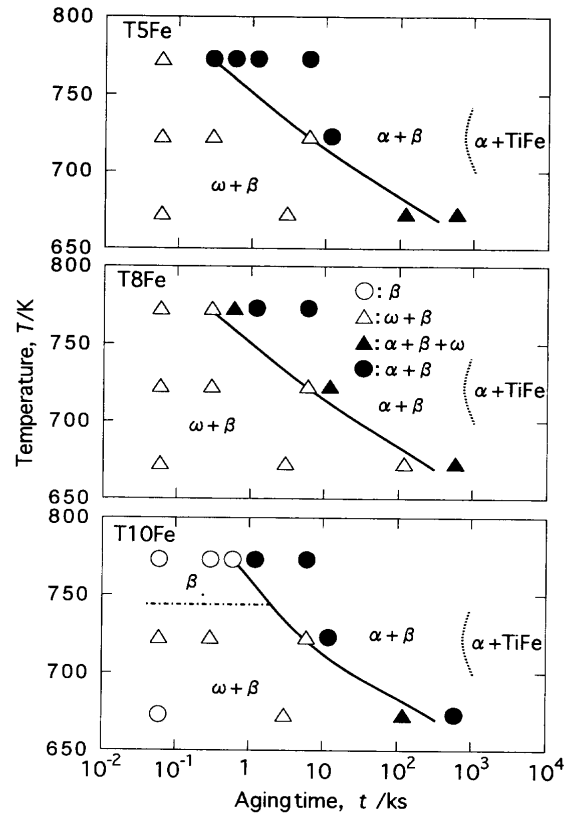


Fig. 4. Change in phase constitution by X-ray diffraction with isothermal aging. Limited Time-Temperature-Transformation diagrams, but extended about iron content.

T5Fe, T8Feの実線より短時間側では, 同定された相構成はほとんどがω+βである。すでに報告したようにTi-5~15%Fe合金のSTQ状態では非熱的ω相が, ある程度の体積率存在すると考えられるが, X線回折では明瞭な相の回折線は検出されない<sup>5)</sup>ことからT5Fe, T8FeのSTQから0.06ksにかけての比抵抗と抵抗比の減少および硬化は時効ω相の析出による。T5Feの全時効温度とT8Feの723K時効での硬さ変化は, 実線までに極大を示した後にわずかに低下している。竹元ら<sup>15)</sup>はTi-14%Mo合金を623Kで時効し, ω相のみが析出する場合にも1Ms以降で過時効軟化を報告している。実線より短時間側で生じるわずかな軟化はTi-14%Moと同様なω相の過時効軟化によると考えられる。

実線で示した時効時間付近から, X線回折でα相の析出が確認される。これらの時間とほぼ同時に始まる比抵抗, 抵抗比, 硬さの急減はα相の析出開始, すなわちそれまでの硬化を担ってきた時効ω相からα相に析出相が順次変化することによると考えられる。βTi-Fe合金の累積等時時効<sup>6)</sup>でも時効ω相からα相への析出相の変化にともなう軟化が認められており, 等温時効でもこの解釈は成立すると考えられる。

T10Feの673K-0.06ks時効では明確な硬化が見られるのにω相の回折線が検出できなかった。しかし, 6ksまで時

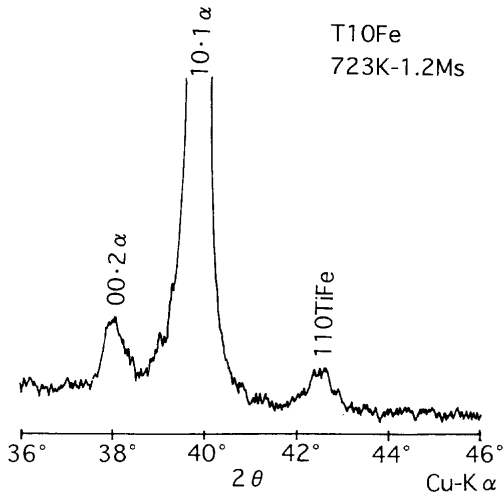


Fig. 5. X-ray diffraction profile of T10Fe for resistivity measurement aged at 723K for 1.2 Ms.

効すると  $\omega$  相の出現が確認されるので、673K-0.06 ks でも時効  $\omega$  相が析出していたと推定される。T5Fe, T8Fe より鉄含有量が多く、 $\beta$  相の安定度が高い T10Fe では時効  $\omega$  相の析出量が少なく、0.06 ks という短時間時効では  $\omega$  相の体積率が小さくて回折線強度が低く、検出できなかったためと推定される。

T10Fe の 723K 時効でも時効開始直後の 0.06 ks 時効での  $\omega$  相の回折線が出現することは T5Fe, T8Fe と同様であったが、硬さは 0.3 ks から 6 ks にかけて緩やかに増加し、他の試料で見られる  $\omega$  相析出による硬化とは様子が異なる。T10Fe では  $\beta$  安定化元素である鉄含有量が多いことと時効温度の上昇が  $\omega$  相析出の駆動力を低下させ、723K では時効  $\omega$  相の析出量が低下したと推測される。

T10Fe も 673, 723K 時効では、STQ から実線までの領域は  $\omega$  相の析出により比抵抗、抵抗比および硬さが変化したと考えられる。また、実線以降では X 線回折により  $\alpha$  相が確認され、 $\alpha$  相析出により Fig. 2 の比抵抗、抵抗比、硬さ変化は説明できる。

T10Fe の 773K 時効では STQ から実線までの時効時間で  $\omega$  相の回折線は認められなかった。また、比抵抗、抵抗比および硬さの変化も非常に小さく、時効  $\omega$  相は析出していないか、仮に析出していても非常に少量であると考えられる。

$\beta$ Ti 合金では一般に、 $\beta$  安定化元素の母相中濃度が増加すると時効  $\omega$  相の析出上限温度は低下する<sup>16)</sup>。T10Fe では等温時効での  $\omega$  相析出の上限温度が 723~773K の間にあり、773K 時効では  $\beta$  相から直接  $\alpha$  相が析出している可能性がある。

723 K-1.2 Ms 時効後の T5Fe, T8Fe および T10Fe の比抵抗測定用試料で X 線回折を実施した。一例として T10Fe の結果を Fig. 5 に示す。TiFe からの明確な規則反射は確認できないが、110TiFe からの反射と考えられる明確な回折線が認められた。また、同様な回折図形が T5Fe, T8Fe でも確

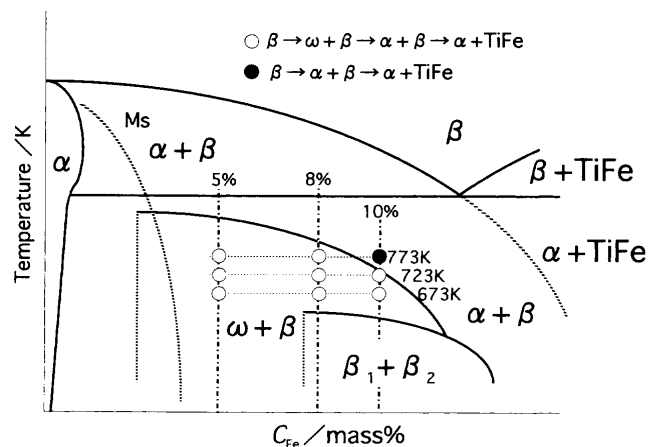


Fig. 6. Schematic representation of metastable phase diagram in Ti-Fe system.

認された。Franti<sup>17)</sup> は 1273K で溶体化処理した Ti-5.2%Fe および Ti-15%Fe の部分的な T-T-T 曲線を組織観察で作成し、723K では Ti-5.2%Fe で 500 ks, Ti-15%Fe で 1 Ms 付近から共析変態が始まるとしている。以上のことから 723K-600 ks から現われる比抵抗、抵抗比の急減も TiFe の析出によると考えられ、比抵抗、抵抗比の変化は相構成変化によく対応している。

前報<sup>6)</sup>の累積等時時効は少ない試料で比較的多くの情報が得られ、時効  $\omega$  相、 $\alpha$  相の析出温度範囲の見当をつけるには効果的な方法である。しかし各相の析出開始時間に関する情報を得ることができず、例えば 723K 時効後の値は 673K までの時効の影響を受けている。本研究の等温時効によって Ti-5, 8, 10%Fe 合金の 673, 723, 773K での時効  $\omega$  相と  $\alpha$  相の析出開始時間が明確になり、Fig. 4 は  $\beta$ Ti-Fe 合金の局所的な T-T-T (Time-Temperature-Transformation) 図とみなすことができる。これは、工業的にも重要なデータであろう。

各相の生成領域と時効温度の関係を模式的に Fig. 6 に示す。T5Fe, T8Fe では 773K まで、全時効温度が  $\omega + \beta$  領域内にあり、時効による相変化は  $\beta \rightarrow \omega + \beta \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha + \text{TiFe}$  である。一方、T10Fe は 723K 以下では T5Fe, T8Fe と同様だが、773K では時効温度が  $\omega$  相析出上限温度以上になり、時効による相変化は  $\beta \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha + \text{TiFe}$  になる。

累積等時時効では T8Fe, T10Fe で 523K まで  $\beta$  相の濃度分離または時効  $\omega$  相析出の前駆段階によると考えられる  $\rho_{RT}$  の増加と抵抗比の減少が認められている<sup>6)</sup>。本実験の時効温度範囲内では確認されていないが、T8Fe, T10Fe では 673K 以下に  $\beta$  相の濃度分離領域 ( $\beta_1 + \beta_2$ ) が存在し、相変化は  $\beta \rightarrow \beta_1 + \beta_2 \rightarrow \omega + \beta \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha + \text{TiFe}$  になると予想される。

$\alpha$  相の析出開始時間は 673, 723K では鉄含有量の明確な影響は見られないが、773K 時効では  $\beta$  相の安定度が高い、高鉄含有量の試料で遅くなる。

Fig. 4 の 723K 時効で実線より短時間側の 0.3 ks 時効した

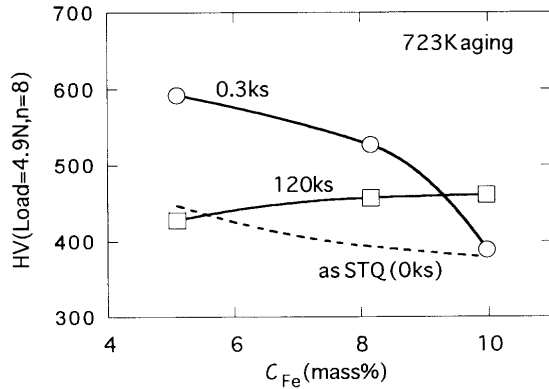


Fig. 7. Relationship between Fe content and hardness change by 723K aging.

場合と、実線より長時間側で $\omega$ 相から $\alpha$ 相への変化が完了した120ks時効の場合の硬さに及ぼす鉄含有量の影響をFig. 7に示す。0.3ksでは、鉄含有量が低いほど硬さは高く、鉄含有量の低いT5Fe、T8FeではSTQ状態から150HV程度硬化する。一方、鉄含有量の高いT10Feではわずかに約10HVの硬化が見られる程度である。これは鉄含有量の低い試料ほど時効 $\omega$ 相の析出量が多いためと推定される。

$\alpha$ 相による析出硬化の極大に近い120ksでは、0.3ksの場合とは逆に鉄含有量が高いほど硬さは高く、T10FeでSTQ状態より80HV程度硬化している。T5Feの723K-120ks時効は、累積等時時効<sup>6)</sup>でも見られた過時効軟化で、STQ状態よりも硬さが低下する。このような過時効軟化は時効温度の高い773Kではさらに顕著になる。

723Kで0.3ks時効したときのT5FeとT10FeのTEM組織をそれぞれFig. 8とFig. 9に示す。T5Fe、T10Feのどちらも10~20nmの析出物が観察される。この析出物は電子線回折<sup>18)</sup>では $\omega$ 相である。また、これらの析出物は電子線の入射角を変えて観察すると試料全面に析出していた。試料膜厚は測定しておらず、Fig. 8、9の暗視野像は一つのバリエーションのみなので、直接的な $\omega$ 相体積率の比較はできないが、T5FeではT10Feに比べて $\omega$ 相からの回折電子線強度が強く、T5Feの $\omega$ 相析出量がT10Feより多いと推定される。この観察は、先のFig. 7で述べた鉄含有量の増加により時効 $\omega$ 相の析出量が減少するという説明を支持している。

723K-120ks時効のT5Fe、T10FeのTEM組織をFig.10とFig.11に示す。T5FeとT10Feのどちらの試料でも、長径0.1~0.3 $\mu$ mの粗大な長楕円形に析出した多量の $\alpha$ 相が観察される。両試料の $\alpha$ 相の析出状態には顕著な相違は認められず、どちらもOrowan型の析出強化機構しか適用できない過時効状態であると推測される。

STQでの硬さと過時効状態の硬さにおよぼす鉄含有量の影響をFig.12に模式的に示す。STQ状態では $\beta$ 相本来の硬さは図中のAのように鉄の固溶硬化作用により鉄含有量とともに緩やかに増加する。しかし、 $\beta$ 相中に生成する非熱的 $\omega$ 相がBのように硬さに寄与し、実際に測定される硬さ

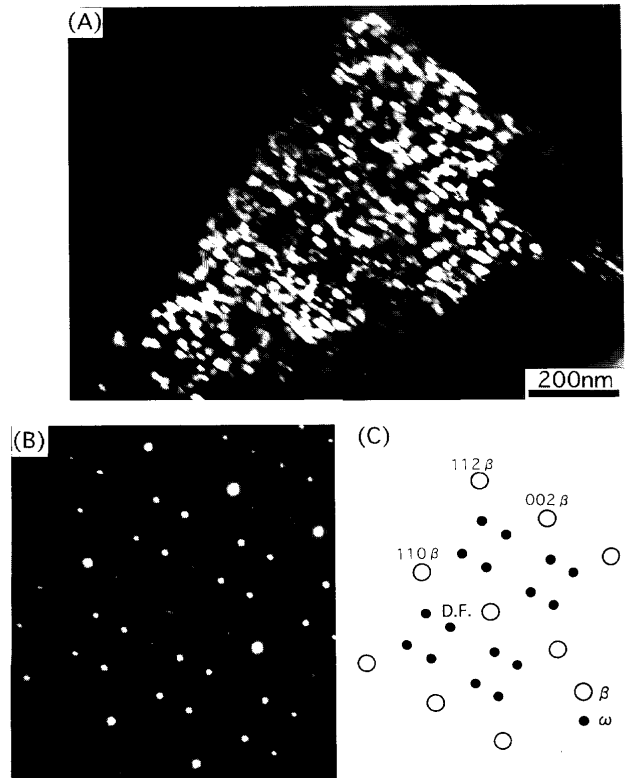


Fig. 8. TEM micrographs of T5Fe aged at 723K for 0.3 ks. A) Dark field image, B) SAD pattern, beam direction is  $[110]_{\beta}$  and C) Key diagram of SAD pattern in B).

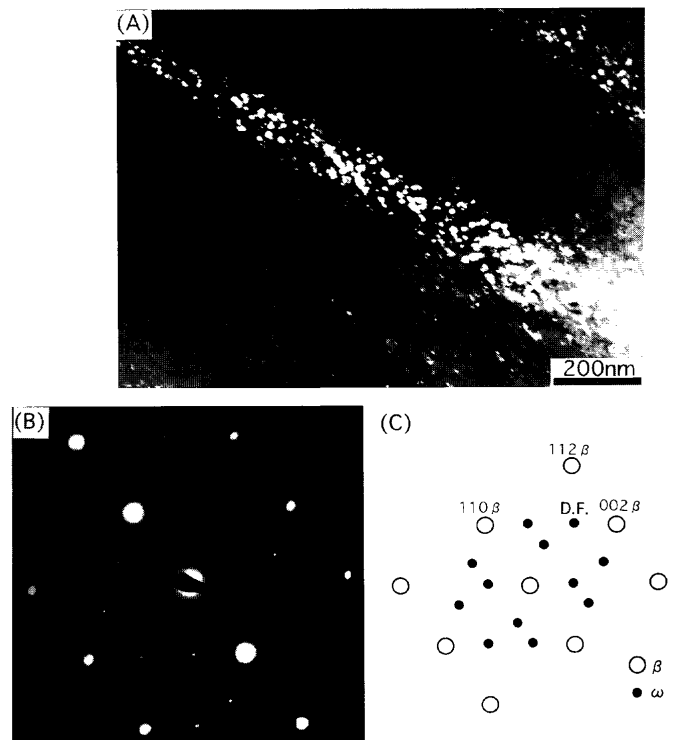


Fig. 9. TEM micrographs of T10Fe aged at 723K for 0.3 ks. A) Dark field image, B) SAD pattern, beam direction is  $[110]_{\beta}$  and C) Key diagram of SAD pattern in B).

はβ相本来の硬さと非熱的ω相による硬化の和A+Bで表わされる。このため非熱的ω相が室温でも多量に存在する10%Fe以下では鉄含有量が低い試料ほど硬さは高い<sup>9)</sup>。

過時効状態では抵抗比が1以下になり、非熱的ω相は既に消滅している。時効による硬さ変化はβ相中の溶質原子の濃縮とα相の析出により生じる。β相中の鉄濃度は、Fig. 6の状態図のβ変態温度曲線を時効温度まで延長した組成まで濃縮して、鉄含有量によらずほぼ一定となり、固溶体硬化量もCで示されるようにSTQ状態よりはるかに高いが、合金組成とは無関係にほぼ一定になる。

析出α相は Figs.10~11に示したように Figs. 8~9に示し

た時効ω相に比べてはるかに粗大化しており、分散状態からくる析出硬化量は時効ω相に比べて非常に小さいと考えられる。また、析出α相の大きさや析出形態に鉄含有量の顕著な影響は認められなかった。しかしながら723K-120ksでのρ<sub>LN</sub>は全試料で0.27~0.48 μΩmの範囲にあり、その値は鉄含有量の低い試料ほど低い。これは比抵抗の低いα相の体積率が低鉄含有量の試料ほど多いことを示唆している。さらにT5Feの723K-12ks時効後のX線回折結果を示したFig. 3からも明らかのように、α相の回折線強度に比べてβ相の回折線強度は非常に弱い。この現象はT8Fe、T10Feでも同様に認められ、723K-6ks時効から開始される比抵抗、抵抗比の急減が完了した以降の時効時間ではすべての試料でα相の体積率がβ相の体積率より多く

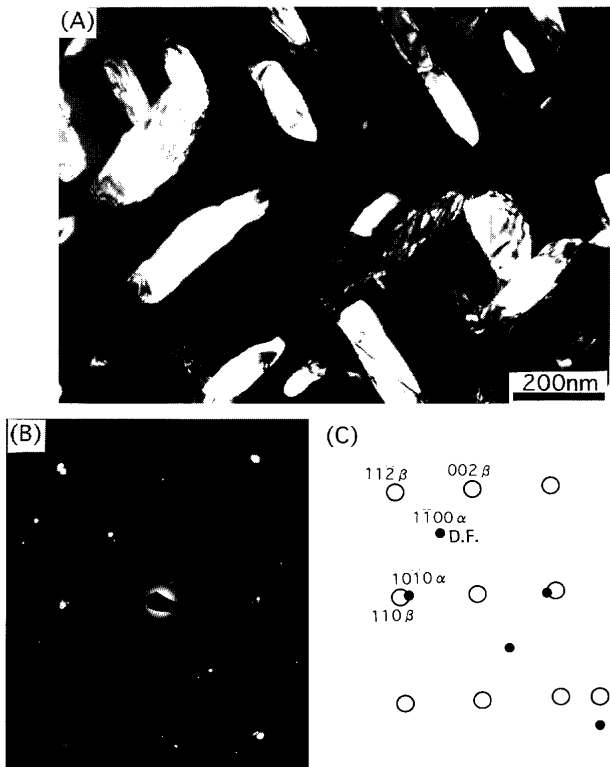


Fig. 10. TEM micrographs of T5Fe aged at 723K for 120 ks. A) Dark field image, B) SAD pattern, beam direction is [110] β and C) Key diagram of SAD pattern in B).

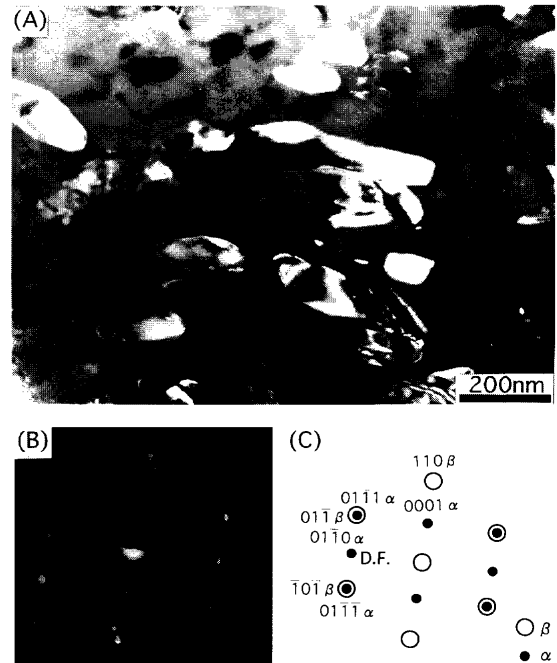


Fig. 11. TEM micrographs of T10Fe aged at 723K for 120 ks. A) Dark field image, B) SAD pattern, beam direction is [111] β and C) Key diagram of SAD pattern in B).

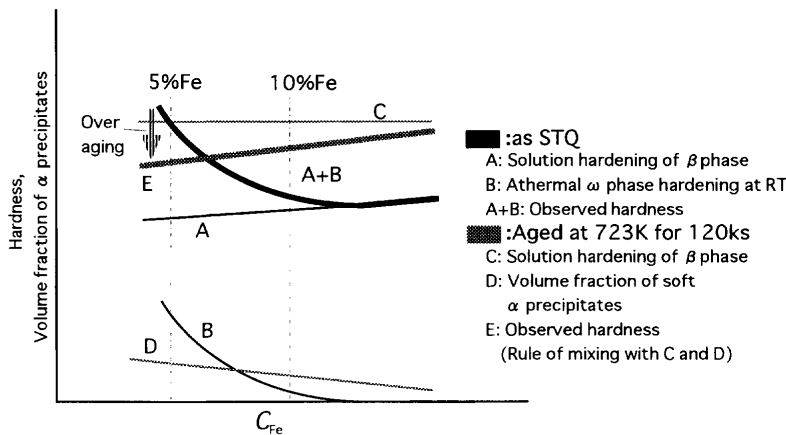


Fig. 12. Schematic representation of hardness change with Fe content, comparing the solution treated and quenched (STQ) state with the overaged condition.

なっていると推定される。

アルミニウムや酸素などを添加していない本研究の試料ではTi-Fe二元系状態図<sup>19)</sup>からも明らかのように、 $\alpha$ 相には723Kで100ppm以下の鉄しか固溶せず、純チタンに近い硬さを有していると考えられる。また、不純物として混入した酸素が $\alpha$ 相に濃縮されて固溶している可能性もあるが、0.2%まで固溶してもその硬さは200HV以下であろう<sup>20)</sup>。このため $\alpha$ 相自体の強度はマトリックスである $\beta$ 相より低いと推定される。

以上のように、析出相の大きさが時効 $\omega$ 相に比べて粗大化している723K-120ks時効後の試料では、 $\alpha$ 相による析出硬化量は極めて小さいと推定される。また、X線回折からは析出 $\alpha$ 相の体積率がマトリックスである $\beta$ 相よりも多くなっていると考えられ、硬さは $\alpha$ 相体積率変化による複合則的硬化が支配的である。

すなわち、実際に観察される試料の硬さはFig.12に示すように、鉄が濃縮して各試料同程度に硬化した $\beta$ 相と柔らかい $\alpha$ 相に複合則を適用したEのようになると考えられる。高鉄含有量の試料ではSTQ状態の硬さより硬化するが、T5FeのようにSTQ状態では室温で非熱的 $\omega$ 相が多量に生成している試料の場合、 $\beta$ 相への鉄の濃縮による硬さ増加から $\alpha$ 相の析出による軟化を差し引いた硬化量よりも非熱的 $\omega$ 相の消滅による軟化量の方が大きく、Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al<sup>8)</sup>、Ti-15Mo-5Zr<sup>9)</sup>、Ti-15Mo-5Zr-3Al<sup>10)</sup>などでは認められないTi-Fe合金に特徴的な過時効軟化が生じたのであろう。Fig. 7のSTQ状態と0.3ks時効状態では、鉄含有量の増加とともに硬さは低下するが、120ks時効のように $\alpha$ 相が析出した状態では鉄含有量の高い試料の方が硬さが高いことも上記の解釈で矛盾なく説明できる。

#### 4. 結論

Ti-5, 8, 10%Fe合金の673, 723, 773K等温時効による比抵抗と硬さ変化の追跡およびX線回折による析出相の同定とTEMによる組織観察から以下のことが明らかになった。

1. Ti-5, 8%Fe合金の等温時効による組織変化は $\beta \rightarrow \omega + \beta \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha + \text{TiFe}$ である。Ti-10%Fe合金では723K以下の時効温度ではTi-5, 8%Fe合金と同様だが、773Kでは $\beta \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha + \text{TiFe}$ であり、時効 $\omega$ 相の析出上限温度は

723Kと773Kの間にあると考えられる。

2.  $\alpha$ 相の析出開始は時効温度の上昇とともに早くなる。673, 723K時効では $\alpha$ 相析出開始は鉄含有量によってほとんど変わらない。773K時効では明らかに鉄含有量が高いほど遅くなる。

3. 723Kでは600ksからTiFeの析出に起因すると思われる比抵抗、抵抗比および硬さの低下が認められる。

4. Ti-Fe合金で認められる顕著な過時効軟化は、軟らかい $\alpha$ 相析出物の体積増加と焼入れ時には存在した非熱的 $\omega$ 相の消滅による軟化で定性的に説明できる。

#### 文 献

- 1) 例えば“Beta Titanium Alloys and Their Role in the Titanium Industry”, Beta Titanium Alloys in the 1990's, ed. by D. Eylon, R. R. Boyer and D. A. Koss, TMS, Warrendale, (1993), 333.
- 2) 山川 良: チタン, **45** (1997), 105.
- 3) 上龍洋明: チタン, **45** (1997), 133.
- 4) チタンにおける低コスト化材料学の可能性を探る, 日本鉄鋼協会編, 東京, (1997), 8.
- 5) 小松伸也, 池田勝彦, 杉本隆史, 亀井 清, 井上幸一郎: 日本金属学会誌, **55** (1991), 491.
- 6) 井上幸一郎, 池田勝彦, 小松伸也, 杉本隆史, 亀井 清: 鉄と鋼, **84** (1998), 206.
- 7) 池田勝彦, 小松伸也, 杉本隆史, 亀井 清: 軽金属, **44** (1994), 35.
- 8) N.Niwa, T.Demura and K.Ito: ISIJ Int., **30** (1990), 773.
- 9) S.Komatsu, T.Sugimoto and K.Kamei: Titanium Science and Technology, ed. by H.Kimura and O.Izumi, Met. Soc. AIME, New York, (1980), 1353.
- 10) M.Ikeda, S.Komatsu, T.Sugimoto and M. Hasegawa: Mater. Sci. Eng., **A243** (1998), 140.
- 11) 池田勝彦, 小松伸也, 杉本隆史, 亀井 清: 日本金属学会誌, **53** (1989), 664.
- 12) 池田勝彦, 小松伸也, 杉本隆史, 亀井 清: 日本金属学会誌, **54** (1990), 743.
- 13) 池田勝彦, 小松伸也, 杉本隆史, 亀井 清: 日本金属学会誌, **52** (1988), 144.
- 14) 池田勝彦, 小松伸也, 杉本隆史, 亀井 清: 日本金属学会誌, **52** (1988), 1206.
- 15) 竹元嘉利, 飛田守孝, 榎原 精: 日本金属学会誌, **57** (1993), 261.
- 16) B.S.Hickman: Trans. Met. Soc. AIME, **245** (1969), 1329.
- 17) G.W.Franti, J.C.Williams and H.I.Aaronson: Metall. Trans. A, **9A** (1978), 1641.
- 18) 大塩英世, 吉賀章政, 足立正雄: 日本金属学会誌, **33** (1969), 437.
- 19) J.Matyka, F.Faudot and J.Bigot: Titanium science and technology, ed. by H.Kimura and O.Izumi, Met. Soc. AIME, New York, (1980), 2941.
- 20) Titanium; A Technical Guide, ed. by Matthew J.Donachie, Jr., ASM Int., Materials Park, (1988), 162.