

(論文)

# Ti-Fe合金のプレス成形性に及ぼす組織形態の影響

## Influence of Microstructure on Formability in Ti-Fe Alloy



工藤 健  
Takeshi KUDO



村上昌吾\*  
Shogo MURAKAMI



逸見義男\*\*  
Yoshio ITSUMI

The influence of microstructure on formability has been investigated in Ti-Fe binary alloy in order to achieve high strength and good formability in titanium sheets used in the Plate type Heat Exchanger (PHE). The formability of the CP Ti (Commercial Pure Titanium) generally used in the PHE depends on the grain size in the alpha phase, but the formability of Ti-Fe alloy increases as the size of prior beta phase regions decreases, and Ti-1.5mass%Fe alloy with uniform fine prior beta phase regions that has undergone a controlled annealing process shows higher strength and more excellent formability than JIS class 2.

ま え が き = チタンは軽量で高い比強度、優れた耐食性を示すことから、その優位性を発揮する熱交換器や航空機部材、自動車、2輪部材などの様々な用途に使用されている。とくに、日本におけるチタン展伸材の需要はプレート式熱交換器 (Plate Heat Exchanger:PHE) 用が多く、その板材にはプレス成形性が要求されるため、従来最も軟質な純チタンが使用されている。このPHE分野では適用分野の拡大に伴う耐圧強度の向上が求められており、これを実現するための素材特性として高強度化とさらなるプレス成形性の向上が求められている。

こうした要求にこたえるため、純チタンでは主要な不純物元素であるFeと酸素量を調整することによって、またチタン合金では合金元素を適正に添加することや金属組織を制御することによって改善が行われてきた。例えば $\alpha$ 単相の純チタンでは、 $\alpha$ 相の結晶粒径の適正化によって成形性の向上と成形品肌荒れ防止の両立が図られている<sup>1)</sup>。しかしながら、純チタンでは高強度化に伴って成形性が低下すること、チタン合金ではそもそも純チタンと同等のプレス成形性を得がたいことに加え、希少金属を数%オーダーで添加するため一般的にコストが増大するという課題<sup>2)</sup>がある。

そこで当社では、安価な $\beta$ 安定化元素であるFeに着目し、Ti-Fe合金における強度およびプレス成形性に及ぼす組織形態の影響について検討したので本稿で紹介する。

## 1. 実験方法

### 1.1 供試材作製方法

コールドクルーシブル誘導溶解炉 (CCIM) にて1.5mass%のFeを含有するTi-Fe合金約20kgの小形鋳塊を溶解し、スケール除去の工程を適時加えながら分塊鍛造、熱間圧延、冷間圧延、焼鈍を行って0.3mmの板材を

供試材として作製した。なお、熱間圧延および冷間圧延の圧延方向は同一方向で行うとともに、組織形態の制御を目的に冷延および焼鈍回数はそれぞれ1回および2回とした。そのほかの条件の詳細は適時文中に記載した。

### 1.2 特性評価方法

#### 1.2.1 引張試験

圧延方向を引張軸方向とする標点間距離50mm、平行部幅12.5mmの引張試験片を作製し、ストローク速度0.3mm/min一定で引張試験を実施した。

#### 1.2.2 エリクセン試験

プレス成形性の簡易指標として、ここではエリクセン値を採用した。供試材から90×90mmのブランクを切出し、JIS Z2247の規定に準拠するエリクセン試験を実施した。このとき、試験速度 (プレス工具の変位速度) は5mm/minとした。

#### 1.2.3 微小硬度試験

数 $\mu$ mオーダーの $\alpha$ 相ならびに旧 $\beta$ 領域の硬度を微小硬度試験により測定した。測定装置にAgilent Technologies社製Nano Indenter XP/DCMを使用し、荷重を押し込み深さから算出した圧子面積で除した値を硬度 (GPa) とした。

### 1.3 組織解析

#### 1.3.1 光学顕微鏡観察

供試材から切出したサンプルの板表面から板厚方向に板厚1/4深さの位置まで機械研磨した後エッチングにより観察面を仕上げ、光学顕微鏡によってマイクロ組織観察を実施した。また、撮影した写真から画像解析ソフトを用いて $\alpha$ 相の平均サイズを計測した。なお、サイズは円相当直径 (形状を円と仮定した上で実測面積から算出した直径) を採用した。

#### 1.3.2 EBSP解析

供試材から切り出したサンプルの板表面から板厚方向

\*技術開発本部 材料研究所 \*\*鉄鋼事業部門 チタン本部 チタン研究開発室

に板厚 1/4 深さの位置まで機械研磨した後電解研磨により観察面を仕上げ、SEM-EBSP (Scanning Electron Microscope-Electron Backscattered Pattern) 法を用いて  $\beta$  相の相面積率および平均サイズを求めた。なお、平均サイズは円相当直径を採用した。

## 2. 実験結果および考察

### 2.1 JIS class1 および Ti-Fe 合金における成形性の組織支配因子

図 1 に JIS class1 および Ti-Fe 合金の  $\alpha$  相における平均サイズとエリクセン値の関係を示す。JIS class1 は  $\alpha$  相の粗大化に伴ってエリクセン値は増大している。この結果は、純チタンにおける従来知見である  $\alpha$  相の粒径粗大化に伴う双晶変形頻度の増大、および加工硬化性 (n 値) の増加と一致する<sup>4)</sup>。一方、Ti-Fe 合金では  $\alpha$  相の粗大化によりエリクセン値は低下し、JIS class1 とは逆の傾向を示した。したがって、Ti-Fe 合金における成形性の組織支配因子は  $\alpha$  相とは異なると考えられる。

JIS class1 および Ti-1.5Fe 合金の 800°C 1 回焼鈍材の組織状態を図 2 に示す。JIS class1 はサイズ約 50  $\mu\text{m}$  の  $\alpha$  単相であるのに対し、Ti-Fe 合金は JIS class1 よりも微細な  $\alpha$  相 (薄い部分) および旧  $\beta$  領域 (残留  $\beta$  相と変態  $\alpha$  相の混在領域、濃い部分) から構成される。また Ti-Fe 合金は、焼鈍温度 800°C において焼鈍時間を 300 分まで長時間化することにより、 $\alpha$  相および旧  $\beta$  領域ともに粗大化した。

図 3 は、圧延方向に一軸引張を加えた後の破断部近傍のポイドの生成状態を示す。JIS class1 は破面近傍にお

いてもポイドはほとんど存在しないのに対し、Ti-Fe 合金では多数のポイドが観察された。また、組織が粗大な 800°C、300 分焼鈍材の方がポイドのサイズも大きかった。

図 4 に Ti-Fe 合金の 800°C、3 分 1 回焼鈍材の  $\alpha$  相と旧  $\beta$  領域との界面近傍における Fe 濃度変化を示す。また、表 1 に  $\alpha$  相および旧  $\beta$  領域の硬度測定結果を示す。Fe は主に旧  $\beta$  領域に濃化し、旧  $\beta$  領域の硬度は  $\alpha$  相の約 2 倍の値を示した。したがって Ti-Fe 合金では、 $\beta$  安定化元素である Fe を添加することによって  $\alpha$  相よりも硬質の旧  $\beta$  領域が形成され、その界面の硬度差に起因して変形時のポイドが生成したと考えられる。また、Ti-Fe 合金における成形性は、 $\alpha$  相および旧  $\beta$  領域の界面サイズの影響が大きいと推察される。

### 2.2 Ti-Fe 合金における組織制御と成形性

2.1 で述べたように、Ti-Fe 合金における成形性の組織支配因子は  $\alpha$  相および旧  $\beta$  領域の界面サイズであると推察されることから、成形性の向上のためには旧  $\beta$  領域の微細化が有効であると考えられる。そこでまず、Ti-Fe

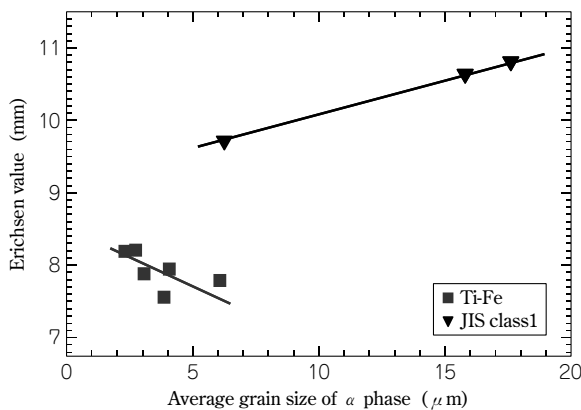


図 1  $\alpha$  相の平均サイズとエリクセン値の関係  
Fig. 1 Grain size dependence of alpha phase on erichsen value

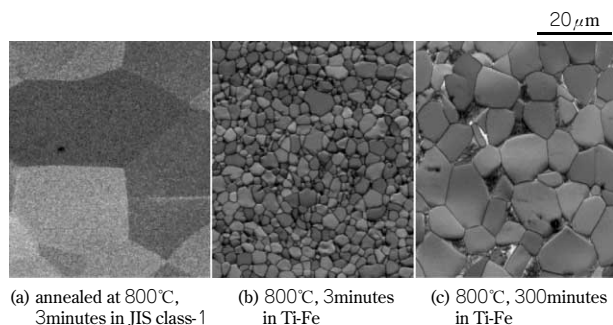


図 2 JIS class1 と Ti-Fe 合金の組織状態  
Fig. 2 Microstructures of JIS class1 and Ti-Fe alloy

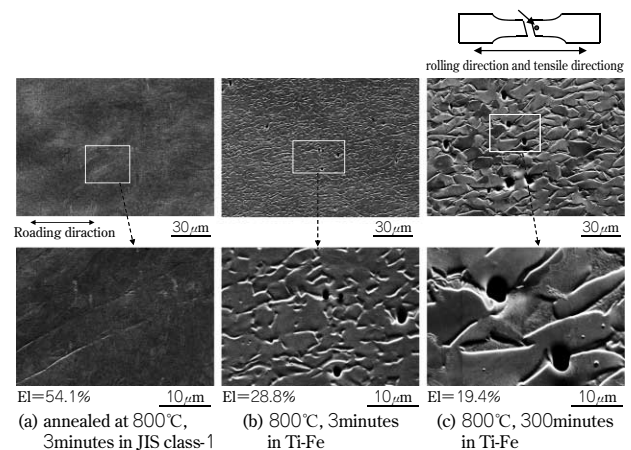


図 3 一軸引張後のポイドの組織状態  
Fig. 3 Microstructures after tensile of JIS class1 and Ti-Fe alloy

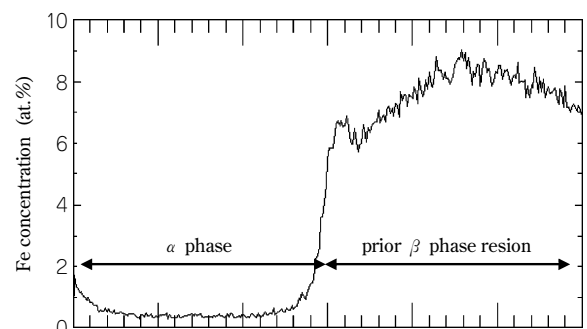


図 4 Ti-Fe 合金の Fe 濃度変化  
Fig. 4 Iron concentration profile around  $\alpha/\beta$  grain boundary of Ti-Fe alloy

表 1 Fe 合金の硬度測定結果  
Table 1 Hardness of Ti-Fe alloy

	alpha phase	prior beta phase region
Hardness (GPa)	2.518	4.709
Std. Dev (GPa)	0.519	2.818
Minimum (GPa)	2.004	1.505
Maximum (GPa)	3.568	9.809

合金の旧β領域の形態に及ぼす熱処理条件の影響を検討した。図5にTi-Fe合金を600℃で3分、および300分焼鈍したときの組織を示す。焼鈍前の冷延ままの状態では伸長した旧β領域が存在したが(図5(a)), 3分焼鈍後では伸長した旧β領域が分断され等軸化が進み(図5(b)), 焼鈍時間を300分に長時間化すると粗大化した旧β領域が多く分散していた(図5(c))。一方でα相は、600℃の焼鈍では焼鈍時間を300分まで長時間化しても等軸化していないことから、完全に再結晶していないと考えられる。すなわち、600℃の焼鈍のみではα相の延性は確保されないと考えられる。

そこで、α相が確実に再結晶する800℃での焼鈍条件の違いによる旧β領域の形態への影響を検討した。図6にTi-Fe合金の800℃焼鈍後の冷却速度が組織状態に及ぼす影響を示す。冷却速度が比較的大きい水冷材(冷却速度約1,000℃/s)および空冷材(同約100℃/s)では旧β領域が粗く残存したのに対し、徐冷後(同約0.1℃/s)の旧β領域は比較的微細に分散していた。

以上の検討から、1回目の600℃での短時間焼鈍によって伸長した旧β領域を分断し、続く2回目の800℃での焼鈍後、冷却速度を小さくして冷却中のβ→α変態を進めることによって旧β領域をより微細化するような2回焼鈍工程が有効であると考えられる。

Ti-Fe合金の1回焼鈍材および2回焼鈍材の旧β領域の分散状態を図7に示す。なお、1回焼鈍材の焼鈍条件は800℃3分である。また、2回焼鈍の1回目は旧β領域の分断、等軸化を目的に焼鈍条件を600℃3分とし、2回目

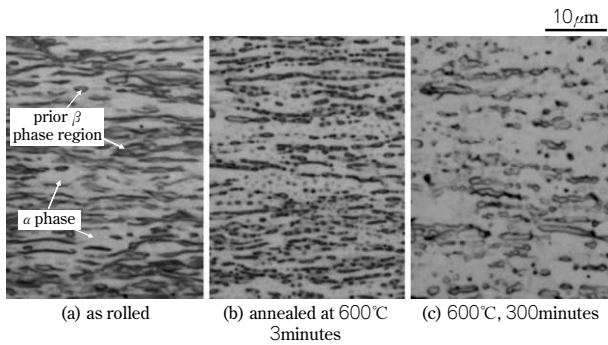


図5 Ti-Fe合金の600℃焼鈍による組織変化  
Fig. 5 Microstructures after annealed at 600°C of Ti-Fe alloy

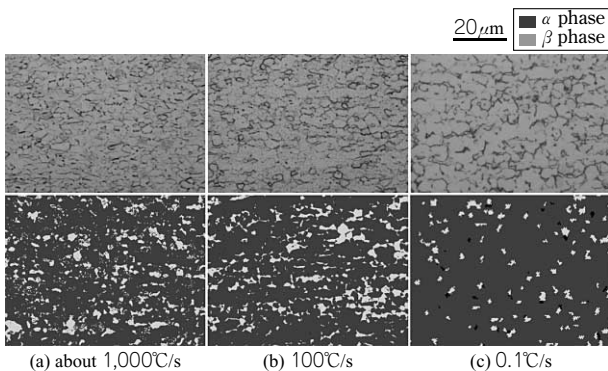


図6 Ti-Fe合金における800℃焼鈍後の冷却速度の違いによる組織変化  
Fig. 6 Change in microstructures with cooling rate after annealed at 800°C of Ti-Fe alloy

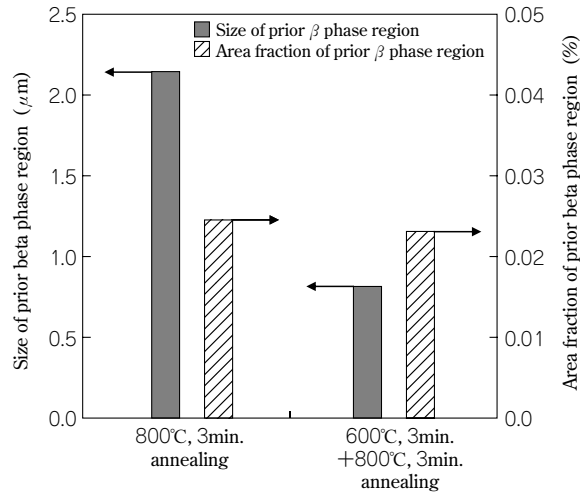


図7 Ti-Fe合金の旧β領域のサイズ、面積率  
Fig. 7 Size and area fraction of prior beta phase region of Ti Fe alloy

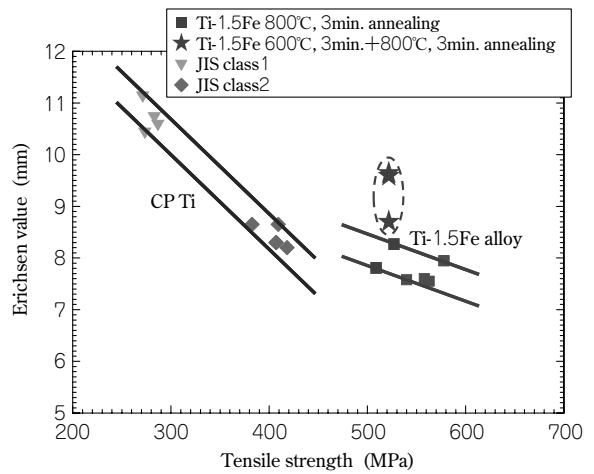


図8 CP TiとTi-Fe合金の強度とエリクセン値  
Fig. 8 Tensile strength and erichsen value of CP Ti and Ti Fe alloy

の焼鈍は800℃3分とした。冷却速度は、1回焼鈍材および2回焼鈍材の2回目の焼鈍後はいずれも徐冷とした。旧β領域の分散状態に着目すると、旧β領域の面積率は両者ともにほぼ同じであるが、サイズは2回焼鈍材のほうが1回焼鈍材よりも微細であった。

図8にJIS class1, JIS class2それぞれのCP Ti(Commercial Pure Titanium), およびTi-Fe合金の圧延方向の引張強度とエリクセン値との関係を示す。Ti-Fe合金は純チタンよりも高い強度・成形性バランスを示した。また、Ti-Fe合金においては、2回焼鈍材は1回焼鈍材よりも高い強度・成形性バランス特性を示し、JIS class2よりも20%以上高い強度にもかかわらずJIS class2を超えるエリクセン値を示した。

これらの結果から、Ti-Fe合金においては焼鈍を600℃および800℃の2回とし、それぞれの最終焼鈍後の冷却速度を徐冷とすることによって母相のα相が再結晶した状態で旧β領域を微細にすることができる。その結果、強度を維持したまま成形性が向上したと考えられる。

むすび=高価な純チタンよりも高強度で高いプレス成形性を兼備する安価な展伸材を開発することを目的に、安価なβ安定化元素であるFeを積極添加したTi-Fe合金に



おける強度、プレス成形性に及ぼす組織形態の影響を検討した。 $\alpha$ 相と $\beta$ 相の2相を有するTi-Fe合金における成形性は主に旧 $\beta$ 領域の分散状態に支配され、その形態は最終焼鈍条件の影響を強く受ける。また、焼鈍後の冷却速度を制御することによってTi-Fe合金における旧 $\beta$ 領域を微細化することができ、JIS class2よりも20%以上高い強度を持ちながらJIS class2を超える成形性が得られることがわかった。

なお、ここで行った実験・検討は、経済産業省のエネルギー使用合理化技術開発補助金「高機能チタン合金創製プロセス技術開発プロジェクト」の一環として進めた。

#### 参 考 文 献

- 1) 田村 信：プレス技術, Vol.42, No.2 (2004), p.30.
- 2) 新家光雄：社団法人日本鉄鋼協会第61回白石記念講座 (2009), p.1.
- 3) 蛭川伸吾ら：R&D 神戸製鋼技報, Vol.49, No.3 (1999), p.15.
- 4) 石山成志：チタン, Vol.54, No.1 (2006), p.42.