

(技術資料)

異方性が小さく低温超塑性を示す高強度ニアα型チタン合金Ti-2111S

High-strength Near α Type Titanium Alloy, Ti-2111S, with Less Anisotropy and Low-Temperature Super-Plasticity



逸見義男*¹
Yoshio ITSUMI



今野 昂*²
Takashi KONNO



佐々木啓太*²
Keita SASAKI



大山英人*³ (博士(工学))
Dr. Hideto OYAMA

Once hot rolled unidirectionally at around β -transus temperature, $\alpha + \beta$ type titanium alloys exhibit strong planar anisotropy in tensile properties; the anisotropy is caused by a texture in which (0001) α is strongly oriented transverse to the rolling direction. On the other hand, α -type titanium alloys and CP titanium, which are based primarily on α phase, have a texture in which (0001) α is oriented in directions ranging from the normal direction of the sheet surface to a direction transverse to the rolling direction, resulting in planar anisotropy smaller than that of $\alpha + \beta$ type titanium alloys. Taking these facts into consideration, this study aimed at developing an alloy that is rollable, as strong as Ti-6Al-4V alloy, has less anisotropy and is capable of being super-plastically formed at a low temperature. As a result, a near α type titanium alloy, Ti-2Al-1Sn-1Fe-1Cu-0.5Cr-0.3Si, was obtained. This alloy has an anisotropy smaller than that of $\alpha + \beta$ type titanium alloys and exhibits excellent super-plasticity at relatively low temperatures not exceeding 850°C.

まえがき = 航空機の機体材料に汎用されている $\alpha + \beta$ 型合金のTi-6Al-4V薄板は、1,000MPaクラスの高強度と10%強の延性を併せ持つ合金であるが、冷間圧延性に乏しく、鋼板の量産ラインでの圧延が困難である。このため、薄板製造においては、スラブを鋼板でパックし保温しながら熱間圧延を行うバッチ方式を採用している。またこの合金は、900°C付近の高温で優れた超塑性を示すが、表面酸化に起因する不具合や高価な耐熱金型の使用が必要なことから、より低温で超塑性成形ができる薄板材料が望まれている¹⁾。

Ti-6Al-4Vと同等の機械的特性を有しながら、熱間圧延あるいは冷間圧延にて薄板コイル製品を製造できる α

+ β 型チタン合金は、当社のKS Ti-9をはじめ、これまでもいくつかの合金が開発されてきた^{2)~4)}。ところがこれらの合金は、熱間加工が容易な変態点近傍、とくに変態点直下の $\alpha + \beta$ 相域において熱間圧延を行うと、機械的特性において強い面内異方性が現れる。これは、熱間圧延温度域別に形成される集合組織(図1¹⁾)に示すように、結晶構造が六方晶である α 相の底面(0001) α が圧延方向と板面法線方向に垂直な板幅方向(T方向)に強く集積したT textureと呼ばれる集合組織の形成に起因する。より低温側で圧延すると、(0001) α が板面法線方向に集積するB textureも混在する集合組織を形成する。しかしながら、変形抵抗が高くなり熱間加工が困

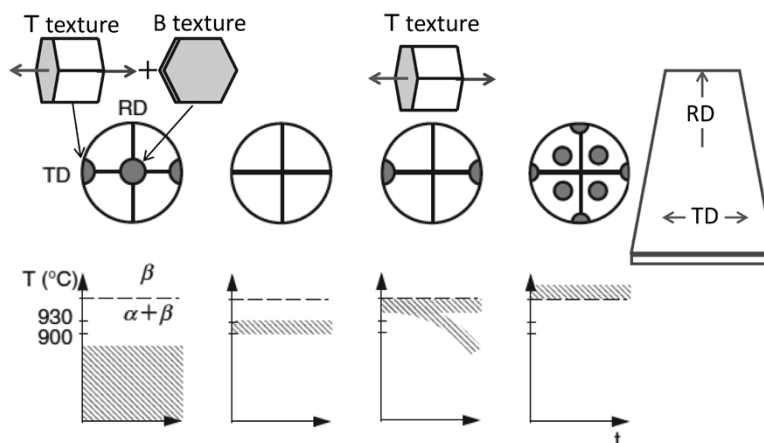


図1 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の(0001) α 極点図および熱間圧延温度と集合組織の関係¹⁾

Fig. 1 Schematics of (0001) α pole figures and relationship between hot rolling temperature and texture of $\alpha + \beta$ type titanium alloy¹⁾

*¹ 鉄鋼事業部門 チタン本部 チタン研究開発室 *² 鉄鋼事業部門 チタン本部 チタン工場 *³ 鉄鋼事業部門 チタン本部

表 1 Ti-2111Sの合金組成
Table 1 Chemical compositions of Ti-2111S (mass%)

Element	Al	Sn	Fe	Cu	Cr	Si	O	N	Ti
Nominal	2.0	1.0	1.0	1.0	0.5	0.3	0.3	-	Bal.
Composition	2.2	1.0	0.97	0.93	0.42	0.29	0.31	0.003	Bal.

難な温度域となるため、熱間圧延そのものが困難になる。一方、純チタンや α 型チタン合金のように α 相が変形を担う場合は、(0001) α が板面法線方向に集積する上記のB texture、あるいは板面法線方向から圧延方向と垂直な方向に傾いた方向に集積するTD-splitと呼ばれる集合組織が形成され、面内異方性は、上述のT textureが支配的な集合組織を持つ $\alpha + \beta$ 型チタン合金に比べ小さい。

そこで当社では、室温での強度はTi-6Al-4V並みの強度を有しつつ、 α 相が変形の主たる担い手になるように室温から中高温域における α 相の塑性変形能を高め、かつ β 変態点を下げることにより比較的低温でも超塑性が発現できる成分設計を行った。具体的には、Ti-6Al-4Vよりも室温での強度は低いが、高温での熱間加工性が良く安価な元素で構成されるTi-3Al-1Feをベース合金とした。Alは、 α 相を効果的に固溶強化するが熱間加工性を損ねる元素である。このため、 α 相、 β 相の双方に固溶強化し、熱間加工性を比較的損ねない元素で、かつ β 相量を増やさないSn,Cu,Siを選定した。一方、 β 相強化には、Feに加えてCrを加えた元素構成とした。Ti-6Al-4Vと同等の機械的特性が得られるよう、適正な配合量を検討した結果、表1に示す組成で代表されるニア α 型チタン合金Ti-2Al-1Sn-1Fe-1Cu-0.5Cr-0.3Si (Ti-2111S)を見出した。本稿では、その引張特性および超塑性特性について調査した結果を報告する。

1. 試験方法

表1に示す組成の合金を真空アーク溶解 (VAR炉)にて溶製し、300kgの鑄塊を用意した。図2に示す工程で分塊鍛造、熱間圧延を行い、板幅250mm、板厚4.5mmの熱延板を作製した。つづいて800°Cで5分間の焼鈍・酸洗を施して熱延焼鈍板を作製し、特性評価試験に供した。さらに、熱間圧延と同じ方向に冷間圧延を施し、同

様の焼鈍・酸洗を3回繰り返して板厚を1.0mmに仕上げ、最後に、800°Cで5分間の焼鈍を施した。これを冷延焼鈍材として特性評価試験に供した。

作製した板材から圧延方向 (L方向)、および、それに垂直な板幅方向 (T方向)に試験片を切り出し、引張試験を実施した。また、強度の面内異方性は、T方向の値をL方向の値で除した数値によって定義した。また、超塑性特性は、JIS H 7501に準拠したひずみ速度急変法にて評価した。

試験片の形状は板厚1.0mm、ゲージ部の幅6.0mm、標点間距離18.0mmとし、800, 825, 850, および900°Cの大気雰囲気で行った。真ひずみ0.05を加えるごとにクロスヘッド速度を2倍に上げて引っ張る操作を6回繰り返した後、破断するまで試験を継続した。

$9 \times 10^{-5} \sim 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の各ひずみ速度で測定した流動応力値から超塑性特性の代表的指標となるひずみ速度感受性指数 (m値)を求めた。また、Schulzの反射法による正極点図、SEM-EBSDによるIPF (Inverse Pole Figure) マップ、および結晶粒内のひずみ分布を示すKAM (Kernel Average Misorientation) マップを用いて組織を評価した。

2. 組織と引張特性

4.5mm厚の熱延焼鈍板、および1.0mm厚の冷延焼鈍板の圧延方向に平行な断面のマイクロ組織と(0001) α の正極点図を図3に示す。熱延焼鈍板では回復組織が、冷延焼鈍板では再結晶が一部進んだ組織となっている。また、熱延焼鈍板の集合組織は、(0001) α 法線のピークが板面法線方向からT方向に約65°傾いたTD-splitである(図3左)。これをさらに冷間圧延すると約50°まで板面法線方向に近づいた集合組織を示し、純チタンの冷延集合組織に近い様相を示している(図3右)。

図4に引張特性とその強度の面内異方性を示す。いず

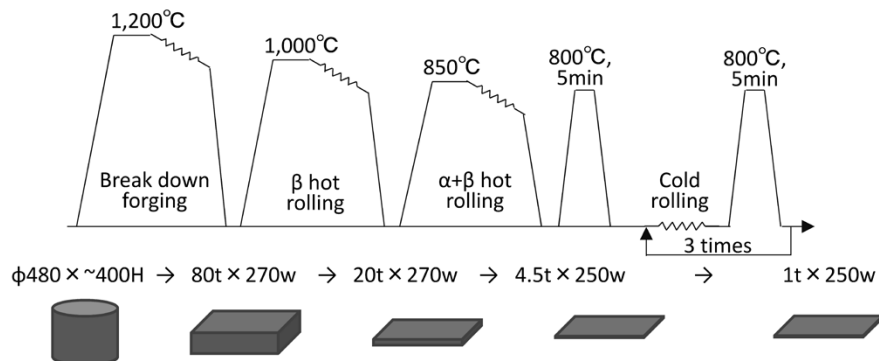


図2 Ti-2111S 熱延焼鈍材および冷延焼鈍材の製造工程
Fig. 2 Manufacturing process of hot/cold rolled Ti-2111S sheet

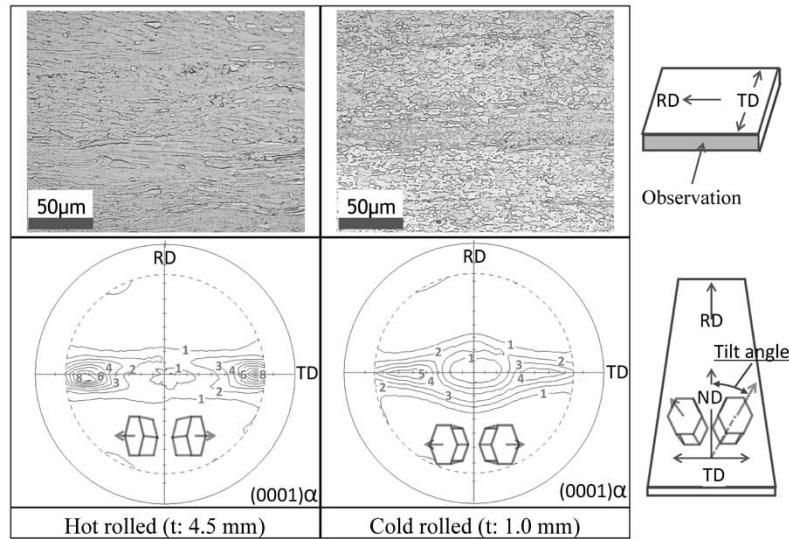


図3 Ti-2111S 熱延焼鈍材および冷延焼鈍材のマイクロ組織と(0001) α 部分極点図
Fig. 3 Microstructures and (0001) α partial pole figures of hot/cold rolled Ti-2111S sheet

AMS 4911M : YS \geq 866MPa, TS \geq 920MPa, El \geq 8%(\leq 1.6mmt),10%(>1.6mmt)

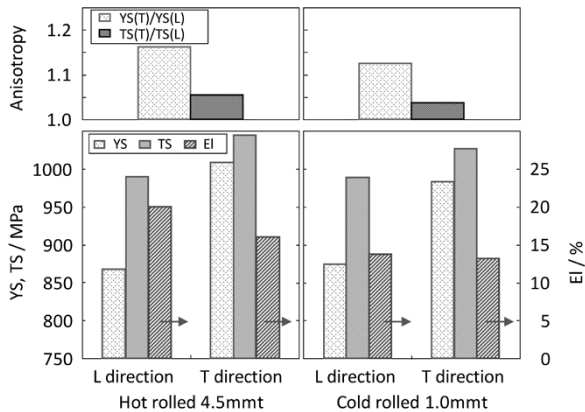


図4 Ti-2111S熱延焼鈍材および冷延焼鈍材の引張特性とその強度異方性

Fig. 4 Tensile Properties and their planar anisotropies in hot and cold rolled sheet Ti-2111S

れの供試材もTi-6Al-4V焼鈍板の航空宇宙材料規格AMS4911を満足しており、ほぼ同等の引張特性を有している。また、面内異方性の値は、熱延焼鈍板の0.2%耐力が1.16、引張強度が1.06であった一方で、冷延焼鈍板ではさらに改善されて0.2%耐力が約1.12、引張強度が1.04となっている。Ti-6Al-4V合金は一方向圧延で薄板を製造できないため比較できないが、Ti-6Al-4V合金並みの強度で一方向圧延が可能で、最近開発された $\alpha + \beta$ 型チタン合金板の引張強度の面内異方性は、 β 域からの熱延や2段熱処理などで改善されたものでも1.10以上^{4)~6)}ある。本合金はこれらよりもさらに小さいことが分かった。

面内異方性は集合組織に起因しており、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金において1方向圧延した場合に見られるT方向に強い集積を示すT textureとは異なり、図3に示すとおり純チタンに比較的近いTD-splitにすることで小さい面内異方性が得られたと考えられる。

3. 超塑性特性

800~900 $^{\circ}$ Cの温度域で実施したひずみ速度急変試験に

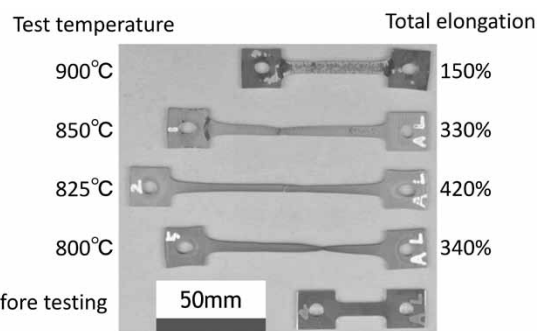


図5 ひずみ速度急変法にて高温引張試験した後の試験片外観と破断伸び

Fig. 5 Sheet test pieces after superplastic deformation test at various temperatures

より冷延焼鈍材の超塑性特性を調べた。図5に引張試験後の試験片概観を示す。800~850 $^{\circ}$ Cの試験温度では300%を超える大きな伸びを示すが、900 $^{\circ}$ Cでは150%程度の伸びで破断した。また、破断形態に着目すると、825 $^{\circ}$ C以上では均一に伸びた後、くびれずに破断したのに対して、800 $^{\circ}$ Cではほぼ100%くびれが生じた。

各試験温度でのひずみ速度と流動応力、およびm値の関係を図6に示す。ひずみ速度が速くなるに従って流動応力は高くなるが、m値は小さくなる。超塑性発現の目安は一般に、m値0.3以上、伸び200%以上とされている。本合金は800 $^{\circ}$ Cから850 $^{\circ}$ Cまでの $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の比較的速いひずみ速度条件までm値0.3以上を確保できている。

超塑性の要件を満たす試験材の変形機構を調べるため、組織観察を行った。図7に、試験前および試験後のつかみ部と破断部近傍における断面SEM組成像を示す。試験前の冷延焼鈍材の組織は、圧延によって延ばされた扁平な初析 α 相(暗灰色、以下 α 相という)、その周りに分散する β 相(明灰色)、および微細な微粒子(点状の暗黒色)から成っている。800 $^{\circ}$ C、5分の熱処理はライン焼鈍を想定した短時間の焼鈍のため、再結晶までには至っていないものと考えられる。試験後は、全ての試験条件において α 相、 β 相はともに等軸化し、かつ、高温の条件ほど組織は粗大化していることが分かる。数百%

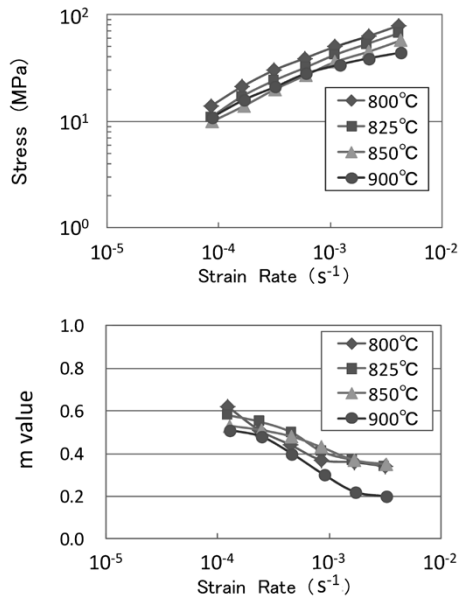


図6 各引張温度における流動応力とひずみ速度感受性指数 (m 値) に及ぼすひずみ速度の影響
 Fig. 6 Influence of strain rate on flow stress and m value at various temperatures

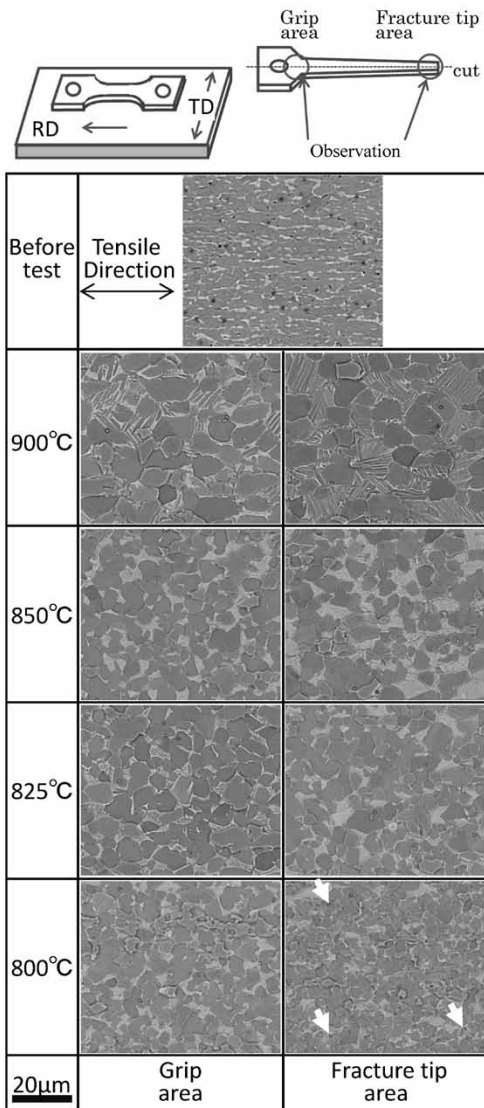


図7 超塑性引張試験後の試験片の掴み部と破断部近傍の断面マイクロ組織
 Fig. 7 Cross sectional microstructures of test specimens at grip area and vicinity area of fracture after superplasticity testing at various temperatures

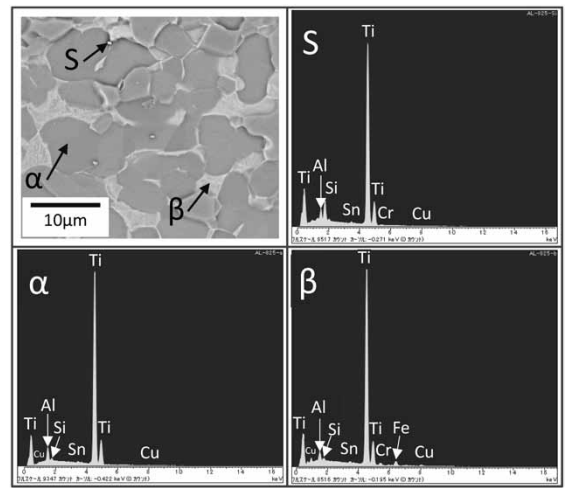


図8 825°C引張試験片のSEM像と各相のポイント分析
 Fig. 8 SEM and EDX spot analysis in 825°C test specimen

以上の変形を受け続けてきたにもかかわらず α 相は等軸粒を維持しており、超塑性特有の界面すべりによる変形が支配的であると考えられる。

また、825°C以上の破断部近傍の α 相のサイズは、変形を受けていないつかみ部のそれと比べてほぼ同じである。超塑性変形中の α 相はひずみに誘起されて粗大化しやすく、引張試験片の変形部の α 相は、つかみ部に比べて大きくなるのが知られている^{7), 8)}が、本試験材では両者の違いはほとんど認められない。これは、図7の矢印で観察されるように、 α/β 相界面や α/α 相界面に微細な点状の微粒子が界面の移動を抑えるため、目視上に認められるほどの違いにならなかったものと考えられる。図8に示すSEM-EDXによる定性分析では、Siのピークは、 α 相(図中 α と表示)や β 相(図中 β と表示)に比べて微粒子(図中Sと表示)の方が高くなっていることから、微粒子はSiが濃化した化合物と考えられる。この微粒子の同定には至っていないが、2輪、4輪のマフラ材に適用されているSiを添加した耐熱 α 型チタン合金では、微細な Ti_5Si_3 化合物が析出し、結晶粒の成長を抑制していることが報告^{9), 10)}されており、この微粒子も同様の効果を持つと考えられる。

一方、800°Cの試験片では逆に、破断近傍における粒径がつかみ部よりも小さくなっている。これは、変形中に動的再結晶が起こっているものと推察される。粒界すべりが支配的な超塑性を示す温度域においては、結晶粒が小さくなるほど流動応力は低くなることが報告⁶⁾されていることから、再結晶粒が生成した領域では流動応力がより小さくなることで変形が加速し、さらに動的再結晶が誘発されたと考えられる。図5の800°Cにおける試験片が100%近くまでくびれて破断したのはこのためと考えられる。

最後に、超塑性の変形機構を調べるために、本試験の中で最も大きく伸びた825°Cにおける試験片断面のSEM-EBSDによる観察を行った。図9に α 相のIPFマップを示す。SEM観察でも述べたとおり、破断部近傍の α 相は数百%の変形を受けているにもかかわらず等軸形状で、ほとんど変形していないつかみ部と比べほぼ同

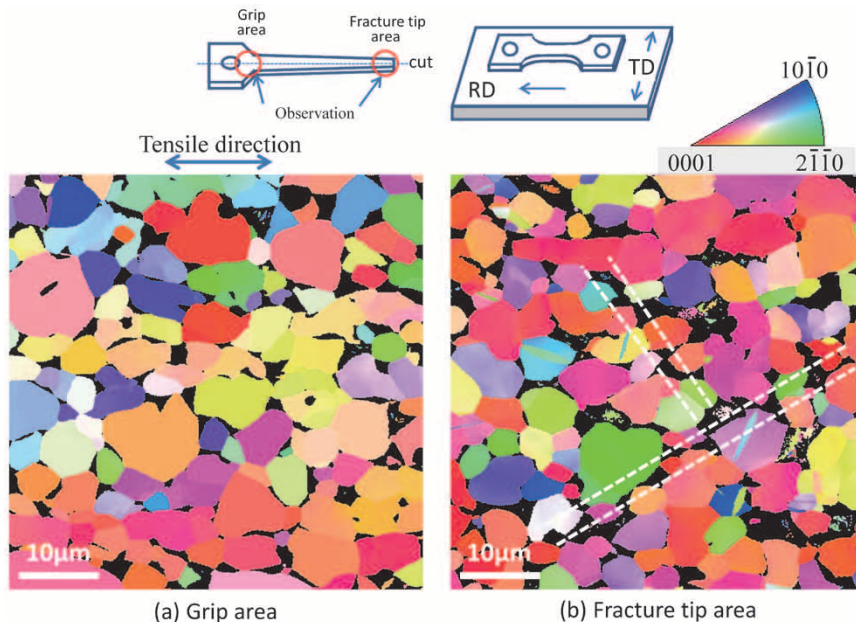


図9 825℃引張試験片の (a) つかみ部および (b) 破断部近傍における逆極点図マップ
 Fig. 9 Inverse pole figure maps of alpha phase at (a) grip area and (b) fracture tip area in 825℃ test specimen

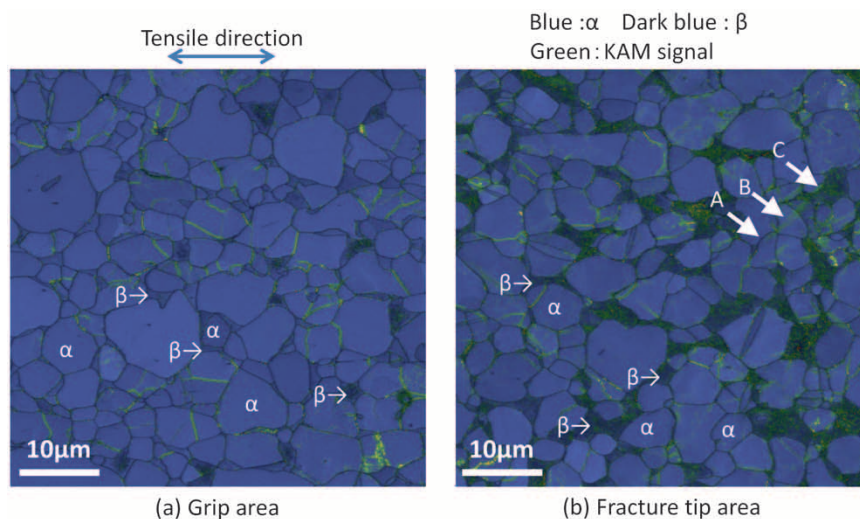


図10 825℃引張試験片の (a) つかみ部および (b) 破断部近傍におけるフェーズマップを重ね合わせたKAMマップ
 Fig.10 KAM map superimposed on phase map at (a) grip area and (b) fracture tip area in 825℃ test specimen

じサイズを維持している。また、結晶方位は比較的ランダムである。一方、 β 相（黒色）は、つかみ部ではほとんどが α 相の3重点に存在するが、破断部近傍では変形中に変化して α 相を取り囲むように凝集しているものが多数存在する。

さらに、破断部近傍において、白色の点線で挟んだ部分において、引張方向に対して45°に近い傾き、すなわちせん断方向に α/β 相界面および α/α 相粒界面がほぼ直線上に並んでいる組織帯が、いくつも見つけることができる。これらは、 α/β 相界面や α/α 相粒界面が同時に集団的にすべった痕跡と推測できる。

つぎに、隣接する測定点間の局所方位差であり、微小領域の塑性ひずみ勾配の分布を表すKAMマップを図10に示す。本図には、どの場所にひずみが集積しているかも分かるように α/β 相の相マップを重ね合わせた。

図中の矢印A, B, Cが並んだところに着目すると、左

下の α/α 相粒界面（矢印A）と、その延長線上の3重点から粒内をまたいだ形でひずみが直線状に分布（矢印B）し、さらにその右上の α/β 相界面（矢印C）が直線上に並んでいる。これは、 α/α 相粒界面と、隣接する α 相内で転位の集積を引き起こし、その先の α/β 相界面が連動してすべることを示唆しており、界面が連動・協調してすべる超塑性の変形機構のBall & Hutchinsonモデル^{11), 12)}にあたるものと考えられる。

また、破断部近傍における β 相には相対的に塑性ひずみが集中しており、 α 相よりも大きな変形を受けていることが示唆され、 α/β 相界面のすべりに引きずられる形で変形を受けたものと考えられる。

なお、いずれの条件においても破断部近傍を含む試験片全長において目立った空洞の形成は観察されなかった。

むすび=汎用のTi-6Al-4Vとほぼ同等の強度を有するニア α 型チタン合金Ti-2Al-1Sn-1Fe-1Cu-0.5Cr-0.3Si (Ti-2111S) の特性試験を行った結果、以下のことが分かった。

- 1) チタン合金を熱間と冷間で一方向に圧延する場合、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金では、T texture成分が残るのに対して、ニア α 型合金は、純チタンに近い(0001) α がほとんどTD-splitに集積する傾向を示し、比較的案内異方性の少ない薄板の製造が可能である。
- 2) Ti-6Al-4V合金板よりも比較的低い850°C以下の温度で良好な超塑性変形を示す。

今後、実機規模でコイルを製造してその性能を検証し、航空機部材をはじめとする様々な用途への適用を試みる考えである。

参 考 文 献

- 1) G. Lütjering et al. Titanium. 2003, p.97-102, p.177-190.
- 2) 大山英人ほか. R&D神戸製鋼技報. 1999, No.3, Vol.49, p.53-56.
- 3) T. Takechi et al. Ti-2007 Science and Technology. 2007, Vol.2, p.985-988.
- 4) 川上 哲ほか. 新日鉄住金技報. 2013, No.396, p.69-75.
- 5) 逸見義男ほか. R&D神戸製鋼技報. 2010, Vol.60, No.2, p.50-54.
- 6) T. Akahori et al. Materials Transactions. 2013, Vol.54, No.5, p.783-790.
- 7) 佐藤英一ほか. 鉄と鋼. 1992, Vol.78, No.9, p.1414-1421.
- 8) A.K. Ghosh et al. Metall. Trans. A. 1982, Vol.13A, p.733-743.
- 9) T. Yashiki. Ti-2007 Science and Technology. 2007, Vol.2, p.1387-1390.
- 10) Y. Kosaka et al. Ti-2007 Science and Technology. 2007, Vol.2, p.1403-1406.
- 11) 東 健二. 粉体工学学会誌. 1988, Vol.25, No.8, p.528-536.
- 12) J. Sieniawski et al. J. of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. 2007, Vol.24, p.123-130.