

準安定 Ti-Mo 合金の延性と応力誘起生成物 に関する研究

長 川 明 弘*・横 張 幸 男**・
助 台 栄 一***・飛 田 守 孝****

*岡山理科大学附属高等学校

**岡山工業高等学校

***岡山理科大学理学部機械理学科

****岡山大学工学部

(昭和55年9月29日受理)

I. 緒 言

Ti 合金は軽量かつ高温強度に優れており加工性の向上とともに今後需要がますます高まるところから、その種々の基本的性質を明らかにするために多数の研究がなされている¹⁾。

Ti 合金のうち Ti-Mo 合金は β 型 Ti 合金の代表であり、その基本的な種々の性質が調べられている²⁾ が広い温度域にわたる機械的性質については必ずしも十分でないようである。特に Mo の添加量とともに変化する変形様式の解明、水焼入れ後の熱的不安定性による ω 相の形成とその機械的性質への寄与および熱的不安定性におよぼす加工の影響については金属組織学的な観点にもとづく検討が必要であろう。

本研究では熱的不安定性が Mo 添加量により影響をうけること^{3,4,5)}、から Ti-5, 14, 20wt%Mo 合金を試料とし、種々の不安定性と ω 相の形成および機械的性質との関連性を明らかにするために77Kから 823K の温度域で硬さ試験をおこない、さらに77Kから 300K の温度域における変形様式および加工性を明らかにするために引張試験をおこなった。なお、Ti-14wt%Mo 合金は熱的不安定性が大であり、Ti-20wt%Mo 合金は比較的熱的に安定があるので、この両者の結果を中心に報告する。

II. 実 験 方 法

Table 1 Chemical composition of Ti (wt%)

C	Fe	N	H	O	Ti
0.004	0.030	0.030	0.0014	0.036	bal.

Table 2 Chemical composition of Mo (wt%)

Mo	Fe	P	S	C
99.95	0.01	0.005	0.005	0.003

表1に示すELIレベルTiと表2に示すMoを素材としArガス雰囲気中で非消耗電極式アーク溶解により5, 14, 20wt%MoのTi-Mo合金のボタンインゴットを作成し、真空($<3\times10^{-3}$ Pa)中で1173Kで、345.6ksの均質化焼鈍後、熱間圧延により厚さを2~2.5mmとし、冷間圧延と真空焼鈍を繰返し厚さ0.6mmの板材を作成した。この板材から打ち抜きおよび機械加工により引張試験片^③を作成した。試料平行部は15mm×3.6mm×0.5mmである。また、硬さ測定用試料は8mm×10mm×0.6mmである。

試験片は石英管に真空封入($<1.3\times10^{-4}$ Pa)し、1223Kで、4.5ksの溶体化処理後氷水中で急冷し、エメリー紙で酸化膜を除去し、約220Kで電解研磨を施した。研磨液組成は70%過塩素酸1:nブチルアルコール6:メチルアルコール10(容積比)であった。

硬さ測定は、77Kから300Kまでは低温槽を設けた明石製微小硬度計を用い、300Kから823Kについてはニコン製高温用微小硬度計を用いて、負荷荷重300gでおこなった。さらに、77Kから823Kまでの各温度に1.2ks間保持後硬さ測定し、また77Kから823Kの各温度に1.2ks間等時時効後室温における硬さ測定をおこなった。

引張試験は島津製オートグラフIS-5000を用い、歪速度 5.3×10^{-4} s⁻¹でおこなった。試験温度は190Kから300K間では液体窒素とエチルアルコールを用い、77Kから173K間では液体窒素をふりかける方法により設定した。試験中の温度変動は±2Kにおさえた。

III. 結果および考察

3-1 硬さ試験

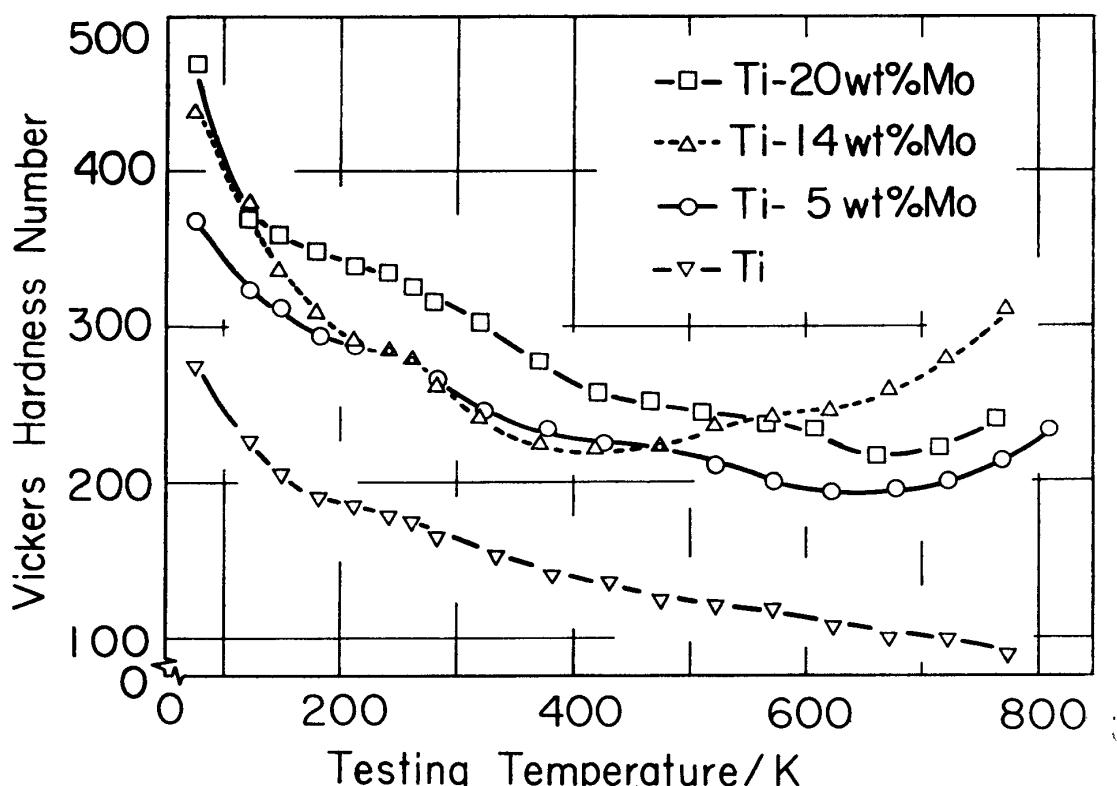


図1 Hardness changes of Ti-Mo alloys tested at each temperature

図1は溶体化処理後急冷された Ti-5, 14, 20wt%Mo 合金（以後、それぞれ 5Mo, 14Mo, 20Mo 合金と略記する）を 77K から 823K の温度域で、約 30K 間隔の各温度で硬さ試験をおこなった結果である。純 Ti の結果もあわせて示した。純 Ti では測定温度が 77K から上昇するにつれて硬度値が $H_v = 280$ から約 90 に単調減少している。5Mo, 20Mo 合金では、約 700K までは同様に単調減少しているが、その後は増加する傾向にあることがわかる。14Mo 合金では 77K から 400K の温度域で $H_v = 450$ から 230 までほぼ単調減少しているが、それ以上の温度域では硬度値が増加しており、780K 付近では $H_v = 310$ まで達している。

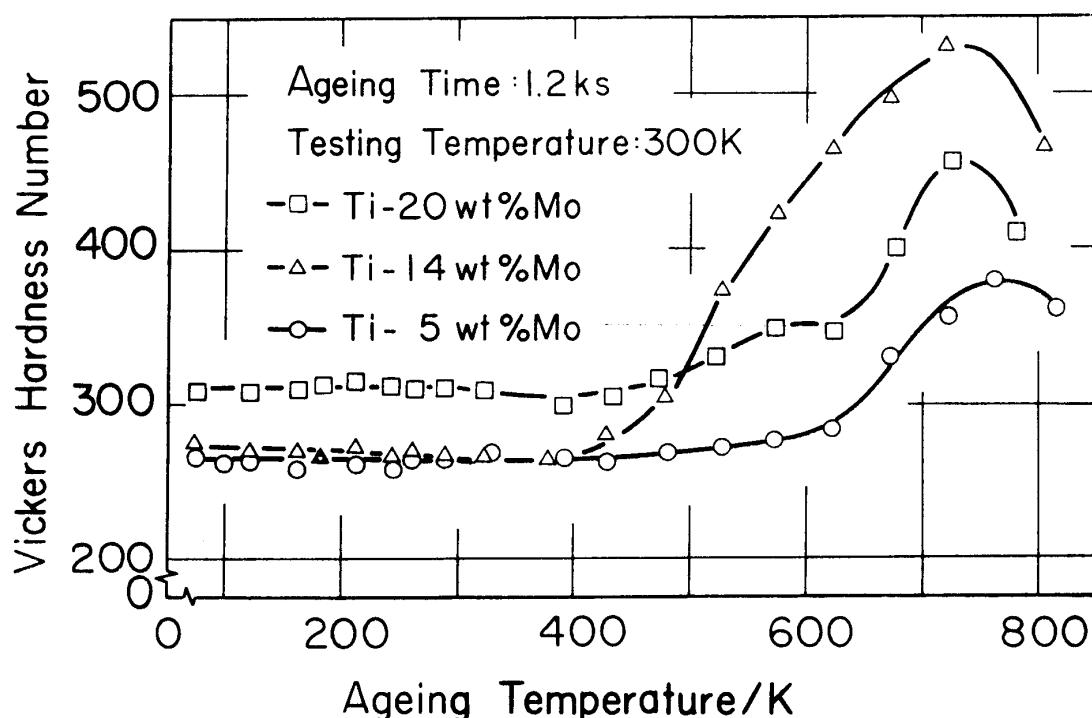


図2 Hardness changes of Ti-Mo alloys isochronal-aged at each temperature for 1.2 ks

図2は 77K から 823K までの各温度に 1.2ks 間等時時効後、室温における硬さ測定の結果である。各合金とも 400K から 500K 以上の時効温度において硬度値の上昇がみられ、700K 付近にピークが存在する。硬度値の上昇率は 14Mo, 20Mo, 5Mo 合金の順である。14Mo 合金では 420K 付近から硬度値の上昇があり、この温度域および従来報告されている³⁾ Ti 合金の硬度上昇の原因から推定して ω 相の形成されていると考えられる。20Mo 合金では硬度値の上昇が 500K 付近から始まるが、プラトー部分および上昇率の大きい部分の 2 段階に分かれることがわかる。Ti-Mo 合金において β 相を安定化させる Mo 元素が多い場合、 ω 相が形成される以前に β 相が β_1 相と β_2 相に分かれると報告されている^{7,8)} ことから、2 段階に分かれた硬度上昇は ω 相の形成によるものと考えられる。14Mo 合金の硬化開始温度が 20Mo 合金よりも低いこと、および 14Mo 合金の硬度上昇が 20Mo のそれよりも高いことから、14Mo 合金が最も熱的に不安定であると考えられる。

各種 Ti 合金は加工・変形をうけると応力誘起生成物の生ずることが報告されている^{9~12)}が、Ti 合金は応力の作用により熱的不安定性が増し、その不安定状態は転位の発生や相の形成等をともなう状態変化によって緩和され、その際応力誘起生成物が形成されるも

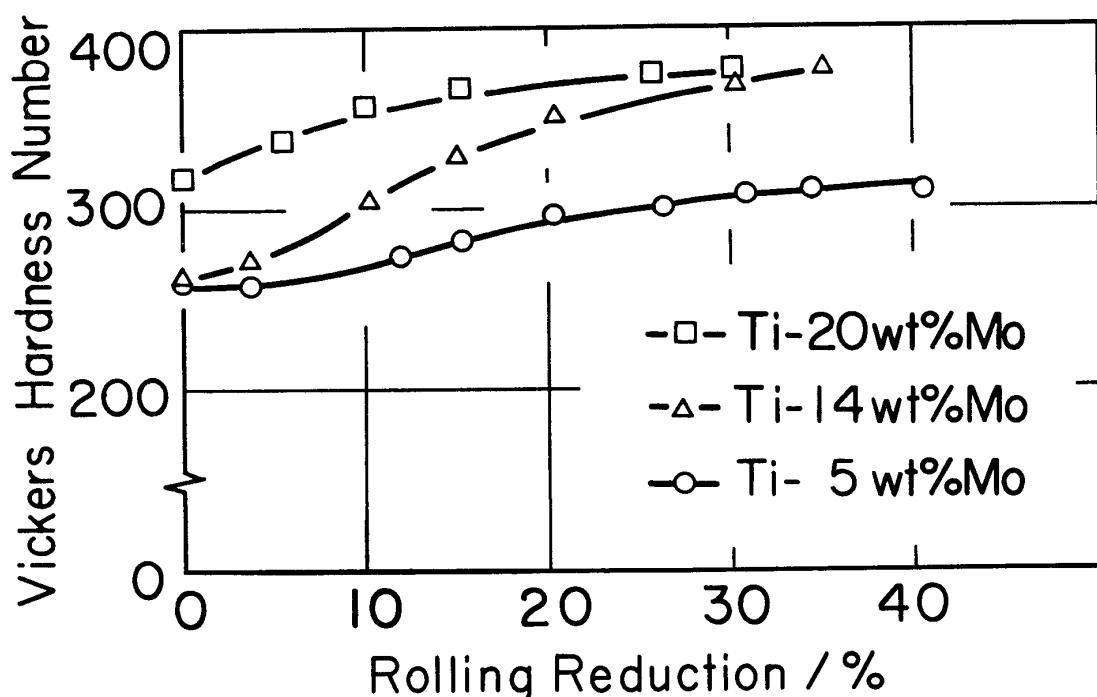
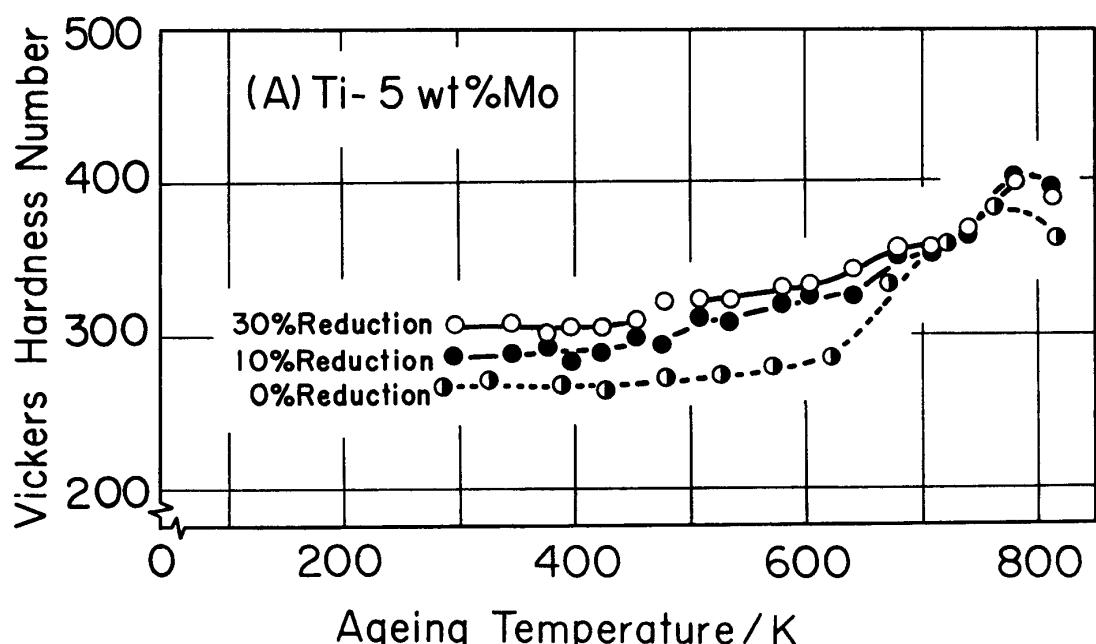


図3 Hardness changes of Ti-Mo alloys reduced by rolling

のと考えられる。Ti-Mo 合金について加工および加工後の時効が熱的不安定性に およぼす影響を調べるために圧延加工後および圧延加工後等時時効した各合金の硬さ試験をおこなった。図3は圧延加工後の硬度測定の結果である。5Mo, 20Mo 合金では加工量の増加とともに硬度値はゆるやかに上昇している。14Mo 合金では15%までの加工による硬度値



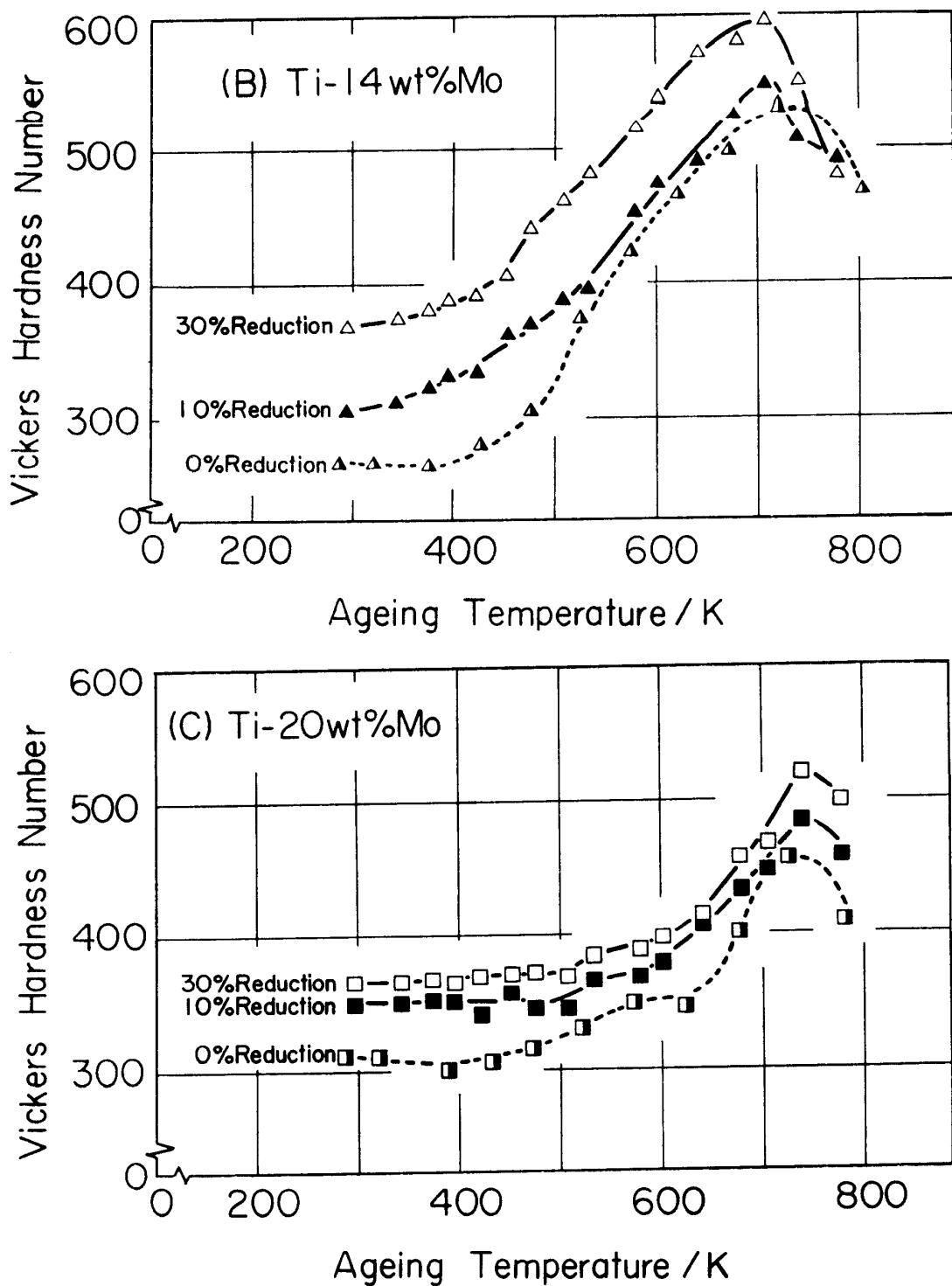


図4 Hardness changes of Ti-Mo alloys rolled to 0, 10 and 30% reduction and isochronal-aged for 1.2ks: (A) Ti-5wt% Mo, (B) Ti-14wt% Mo and (C) Ti-20wt% Mo

の上昇率が高く、その後ゆるやかに上昇している。30%までの加工による硬度値の上昇率は14Mo合金が最も高い。図4(A)(B)(C)はそれぞれ5, 14, 20Mo合金を圧延加工後等時効し室温で硬度測定した結果である。圧延率は10%, 30%であり、時効時間は1.2ksである。各合金の室温における圧延率のちがいによる硬度差は加工硬化によるものと考えられる。図4(A)(B)(C)における10%と30%圧延率による曲線の差は全温度域においてほぼ一定に保た

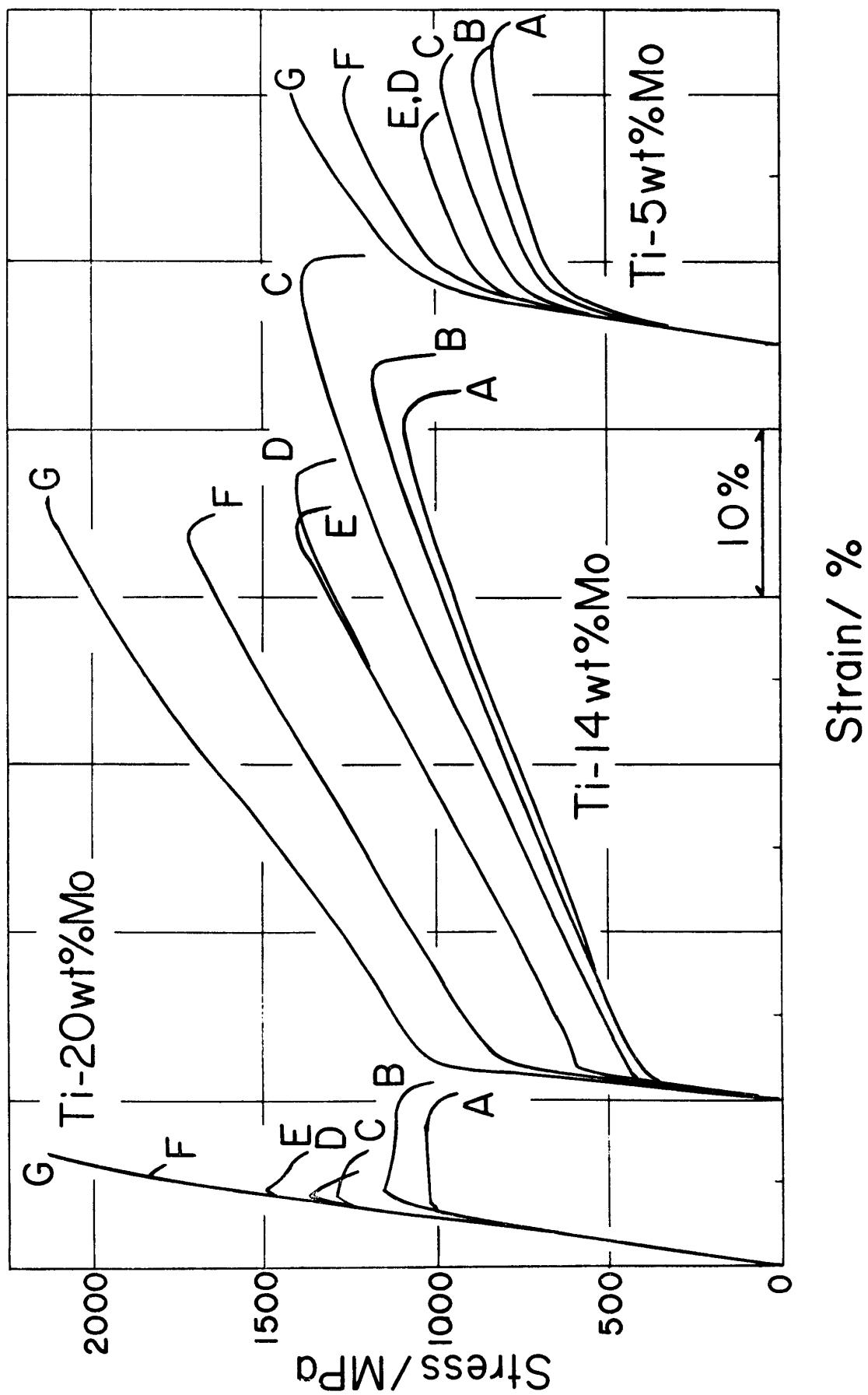


図 5 Stress-strain curves of Ti-Mo alloys deformed in tension at 300K (denoted in A),
253K (B), 223K (C), 193K (D), 163K (E), 123K (F) and 77K (G)

れ、曲線の形状は類似しているがとがわかる。14Mo 合金では加工をうけない場合、硬化の開始が 420K であったが、加工後は 300K 付近で硬化が始まり、時効による硬化が促進されることがわかる。5, 20Mo 合金にはこの傾向はほとんど認められなかつた。これらの結果から、14Mo 合金では加工によって、より低温で thermal な ω 相の形成が促進されていることがわかる。したがつて、14Mo 合金は熱的不安定性が最も大きいと考えられる。また、図 3 および図 4 (B) から 14Mo 合金では 10% 压延までの加工により thermal な ω 相の形成が促進され、それ以上の加工は硬度値の増加をもたらすだけであると考えられる。

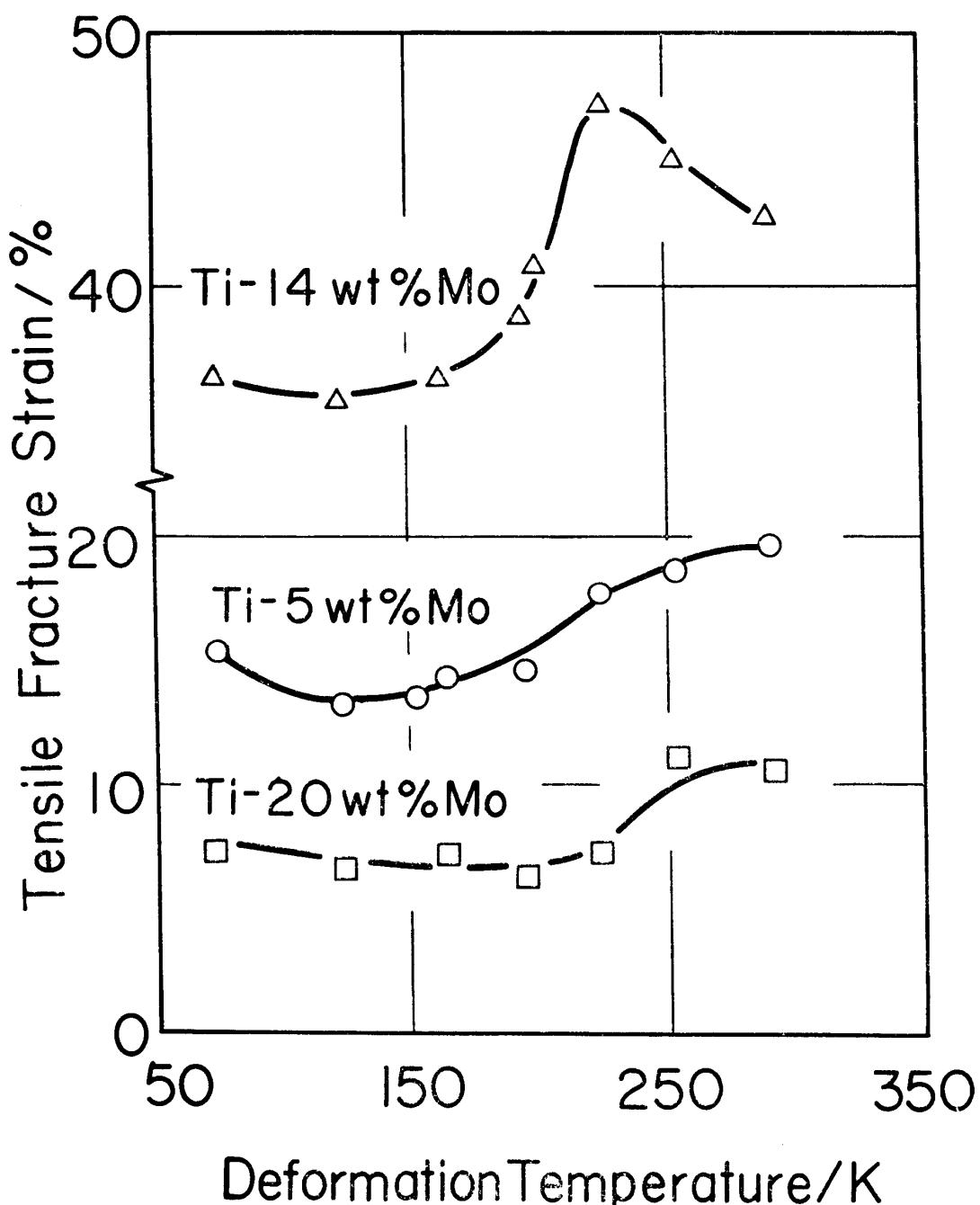


図 6 Dependence of tensile fracture strain of Ti-Mo alloys upon the deformation temperature.

3-2 引張試験

Ti-Mo 合金の加工性の良否を調べるために引張試験をおこなった。この種の合金についてはこれまで室温から高温度域を中心に調べられている¹³⁾ので、本研究では 77K から室温までの低温度域に着目し、約 30K 間隔の 7 種の温度で真応力一真ひずみ曲線を得た。

図 5 はその結果である。0.2% 耐力、引張強さは変形温度の低下とともに著しく上昇することがわかった。図 6 は各合金の破断までの伸び量を各温度について示したものである。14Mo 合金において 223K で伸びの最大値を示すが、各合金とも変形温度の低下とともに伸びは減少し、77K 付近では逆に上昇する傾向のあることがわかった。図 7 は各合金の加

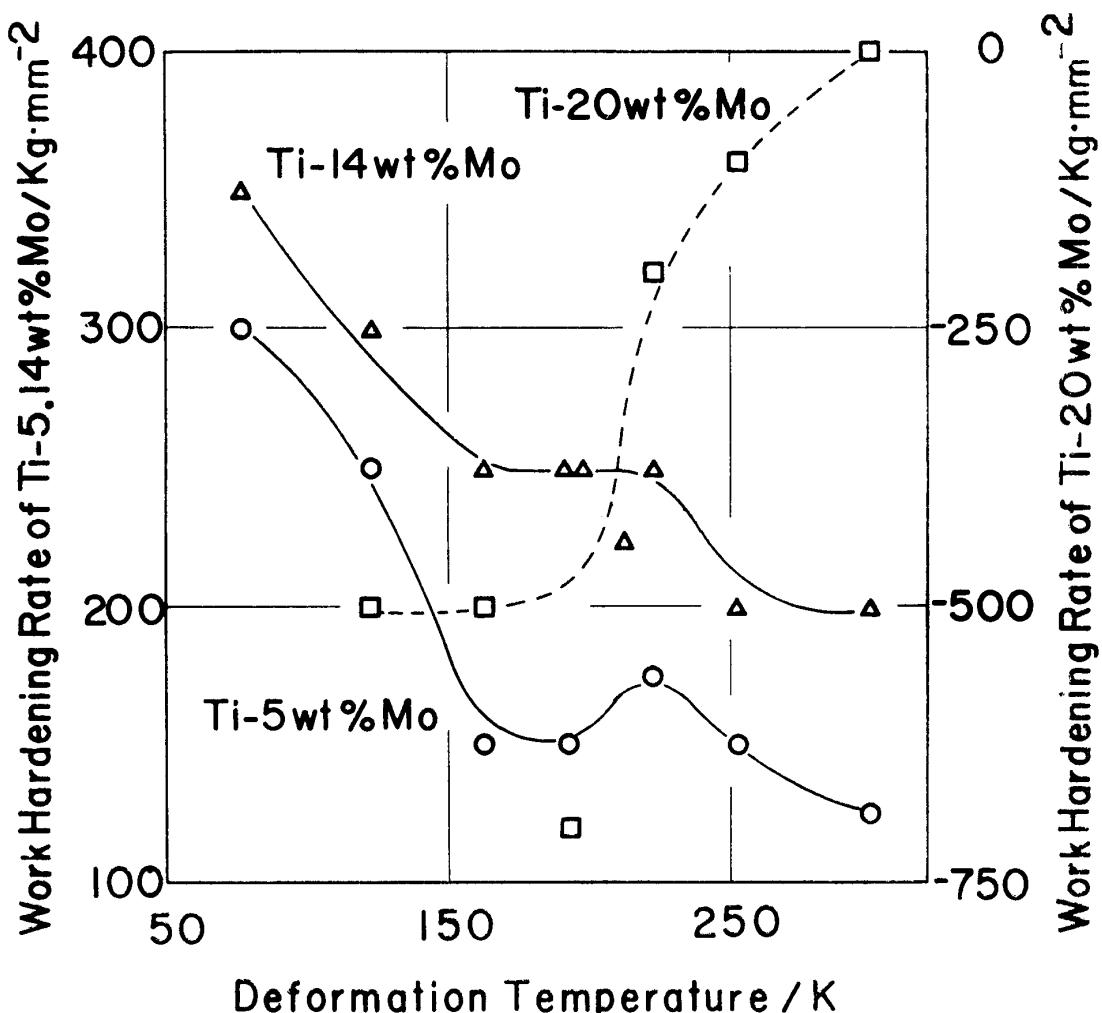


図 7 Work hardening rate of Ti-Mo alloys at each deformation temperature.

工硬化率 $(\frac{d\sigma}{d\varepsilon})_{\varepsilon=\text{一定}}$ を各温度について示したものである。5, 14Mo 合金では $\varepsilon=0.1$ についての値であり、20Mo 合金については曲線のピークから破断直前までのひず量 $d\varepsilon$ について求めたものである。

これらの結果を各合金について比較すると、0.2% 耐力は 20Mo 合金が最も高く、77K を除き 5, 14Mo 合金の順であった。また、引張強さは 14, 20Mo 合金は各温度において

ほぼ等しく、5Mo 合金のそれが最も低い。破断伸びは 14Mo 合金で最も大きく 223K で最大値 51% を示し、77K においてさえ 37% の伸びを示した。つづいて 5, 20Mo 合金の順である。加工硬化率は 14Mo 合金が最大であり、5Mo 合金では 14Mo 合金の約 $\frac{1}{2}$ であった。20Mo 合金では 300K を除き加工硬化率は負であった。

以上の結果から、14Mo 合金は低温度域において 0.2% 耐力が低く、伸びが著しく大きいことがわかり、延性に富んだ優れた機械的性質を有することがわかった。また、加工硬化率が高いことは加工後の製品の強度が大となり一つの特性と考えられる。14Mo 合金の数 % 引張変形後の透過電顕観察写真には多数の双晶がみられ⁶⁾、変形様式は双晶変形であり、また変形にともなう試験片表面観察から変形は試験片全体に一様に生ずることがわかった。これらのことから 14Mo 合金では変形初期に試験片全面に双晶変形が生じ、双晶帯の交叉や ω 相の形成⁶⁾ 等により加工硬化すると、その後は強加工された Ti-Mo 合金において観察された⁹⁾ ように二次双晶帯が発生し変形が進行するものと考えられる。さらに変形が進むと二次双晶は試験片全体に発生し、それにともなう加工硬化により別の双晶が発生し、順次加工硬化率が上昇しながら変形が進行するものと考えられる。なお、双晶変形とともに athermal な ω 相の形成が考えられている⁶⁾ が、現在実験的に確認する研究を進めている。一方、20Mo 合金は 0.2% 耐力が極めて高い特徴を有する。変形様式は辺り変形である⁶⁾ が、変形にともなう試験片表面観察からわずかな均一変形の後、局所的な変形が生じ、45°型剪断変形に至ることがわかった⁶⁾。また、20Mo 合金の破断面を走査型電顕観察すると延性破壊を示す dimple がみられ、脆性的な破壊の生じていないことがわかった⁶⁾。これらの結果から、20Mo 合金では降伏応力に達すると初め試験片全面にわずかな辺り変形が生じ、そのうちの一部で局所的な変形が進行する。この変形が生じたところで加工硬化が生ずるならば、別の加工硬化の生じていない個所での変形が始まることであろう。ところが 20Mo 合金では変形の進行による加工硬化よりも回復現象が大きく、そのため材料のくびれを阻止するネッキング抵抗が小さくなり局所的変形が進行し、断面収縮が生じ破断に至るものと考えられる。なお、20Mo 合金の単結晶における引張試験においても伸びは小さく、この現象は粒界の影響によるものではないと考えられる。

5Mo 合金では変形はマルテンサイト変態と密接に関連することが明らかにされた⁶⁾ が、変形挙動全体については今後検討を加える予定である。

IV 結 言

Ti-5, 14, 20wt% Mo 合金について急冷後の熱的不安定およびその加工の影響を明らかにするために硬さ試験をおこない、また各合金の加工性および変形挙動を明らかにするために引張試験をおこないつぎの結果を得た。

(1) 77K から 823K の温度域および同温度域の等時時効後の硬さ測定より 14Mo 合金が最も熱的に不安定であり、14, 20Mo 合金で thermal な ω 相が形成されることがわかった。

- (2) 14Mo 合金では10%までの圧延加工により thermal な ω 相の形成が促進されることが認められ、それ以上の加工は ω 相の形成にあまり影響しないものと考えられる。
- (3) 77K から 300K の温度域における引張試験により、14Mo 合金では双晶が試料全体に均一に生じ、20Mo 合金では辺りによる変形が局所的に生ずることがわかった。
- (4) 14Mo 合金は著しい伸びと高い加工硬化率を示し、優れた機械的性質を有し、20Mo 合金では0.2%耐力は高いが伸びは小さいことがわかった。

引用文献

- 1) Japan Institute of Metals : Extended Abstracts, 4th International Conference on Titanium (1980).
- 2) F. C. Holden, H. R. Ogden and R. I. Jaffe : J. Metals, **8** (1956), 1388.
- 3) B. S. Hickman : J. Inst. Metals, **96** (1968), 330.
- 4) A. Gysler, W. Bunk and V. Gerold : Z. Metallk., **65** (1974), 411.
- 5) R. M. Wood : Acta Met., **11** (1963), 907.
- 6) 飛田守孝, 助台栄一, 横張幸男, 長川明弘 : 日本金属学会誌, **44** (1980), 436.
- 7) E. L. Harmon and A. R. Troiano : Trans. ASM, **53** (1961), 43.
- 8) 寺内俊太郎, 松本弘司, 杉本隆史, 亀井清 : 日本金属学会誌, **41** (1977), 632.
- 9) 岡宗雄, 谷口芳幸 : 日本金属学会誌, **43** (1978), 814.
- 10) J. A. Roberson, S. Fujishiro, V. S. Arunachalam and C. M. Sargent : Met. Trans., **5** (1974), 2317.
- 11) M. K. Koul and J. F. Breedis : Acta Met., **18** (1970), 579.
- 12) M. J. Blackburn and J. A. Feeny : J. Inst. Met., **99** (1971), 132.
- 13) 徳田祥一, 大西四聴, 西垣実 : チタン研究会成果報告, (1977), 23.

The Study about the Ductility and the Stress Induced Products in the Metastable Ti-Mo Alloys

Akihiro NAGAKAWA*, Yukio YOKOHARI**

Eiichi SUKEDAI*** and Moritaka HIDA****

*Okayama University of Science Senior High School, Okayama

**Okayama Technical High School, Okayama

***Department of Mechanical Science, Faculty of Science, Okayama

University of Science, Okayama

****School of Engineering, Okayama University, Okayama

(Received September 29, 1980)

The relationships between the mechanical properties and the thermal instability, and the influence of the rolling on Ti-5, 14 and 20wt% Mo alloys quenched are studied by hardness testing. The deformation behaviours on these alloys are done in tensile testing at the temperature-range from 77K to 300K. The results obtained are as follows;

- (1) It is appeared from the dependence of hardness changes upon the isochronal ageing temperature that in Ti-14wt% Mo alloy the thermal instability is the largest and the ω phase is formed.
- (2) By the rolling, the formation of ω phase in Ti-14wt% Mo alloy is apparently promoted, and this phenomenon is recognized up to 10% reduction but not for 30% reduction.
- (3) In tensile testing, it is appeared that Ti-14wt% Mo alloy is homogeneously deformed in twinning, and Ti-20wt% Mo alloy is locally done in slipping.
- (4) Ti-14wt% Mo alloy has the excellent mechanical properties having remarkable elongation and linear work hardening rate, however Ti-20wt% Mo alloy has small elongation.