

Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al熱間圧延ストリップの表層硬化層に及ぼす 加熱雰囲気の影響

Effect of Heating Atmosphere on Hardening Layer in Hot Rolled Strip of Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al



高橋 一 浩^{*(1)}
Kazuhiro TAKAHASHI



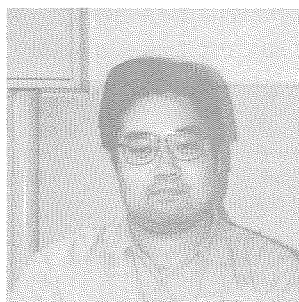
増岡 英 則^{*(2)}
Hidenori MASUOKA



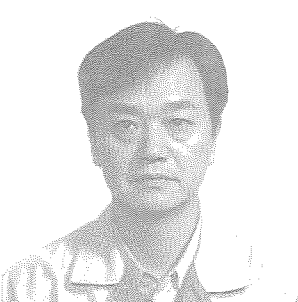
山崎 達 夫^{*(2)}
Tatsuo YAMAZAKI



伊 東 照 雄^{*(3)}
Teruo ITO



永 浜 裕 樹^{*(3)}
Hiroki NAGAHAMA



鹿 毛 和 哉^{*(4)}
Kazuya KAGE



正 木 基 身^{*(5)}
Motomi MASAOKI

抄 録

工業用純チタンに比べ熱間変形抵抗が高いβ型チタン合金は熱間圧延の際に高温に加熱されるため、酸化硬化が顕著であり熱間圧延後も表層に硬化層が存在し冷間加工性を低下させる場合がある。β型チタン合金であるTi-15V-3Cr-3Sn-3Alにおいて硬化層深さに及ぼす加熱雰囲気の影響を加熱ままと実機熱間圧延ストリップの両者にて評価した。その結果、加熱硬化層は1000℃の大気中で500μm深さであったが窒素ガス中では150μmと浅くなり硬さも減少した。熱間圧延後のストリップでは燃焼ガス雰囲気加熱の場合に90μm深さであった硬化層が、窒素ガス中の誘導加熱により40μm未満に軽減され、加熱硬化層の抑制に効果があった。

Abstract

Since beta alloys that possess higher hot deformation resistance than commercially pure titanium are heated at higher temperatures in hot rolling, they harden remarkably by oxidation. The hard layers that remain at surfaces after hot rolling often lower cold workability. The authors have evaluated the effects of heating atmospheres on the depth of harden layers using as heated and commercially hot rolled samples of beta alloy Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al. As a result, the depths of hard layers formed at approximately 1,000°C heating are 500micro meters in air and 150micro meters in nitrogen gas. In addition the hardness decreases in the latter case. In commercially hot rolling the samples heated in a combustion gas and induction heated in nitrogen gas show the hard layer depths of 90micron meters and less than 40micron meters respectively. In this case the effect of heating atmosphere on the hard layer depth is also confirmed.

*⁽¹⁾ 光技術研究部 主任研究員
山口県光市島田3-434 ☎7-43-8510 ☎(0833)71-5108
*⁽²⁾ ステンレス事業部 光製鐵所 生産管理部 マネジャー

*⁽³⁾ 広畑製鐵所 薄板工場
*⁽⁴⁾ 広畑製鐵所 生産技術部 グループリーダー
*⁽⁵⁾ チタン事業部 マネジャー

1. 緒 言

チタンは高温の酸化雰囲気中にさらすことにより、剥離しやすいスケールとその内側に酸素を固溶した深い硬化層が形成される¹⁾。熱間圧延の際、変形抵抗が高いチタン合金は工業用純チタンよりも高温に加熱されるため酸化による硬化が顕著であり、特にβ型チタン合金であるTi-15V-3Cr-3Sn-3Al(Ti-15-3)は、酸化を促進することが知られているVを多量に含有していることから^{2,3)}、熱間圧延後に表層を溶削して脱スケールした後も硬化層が残存し冷間加工性を低下させる場合がある。本報ではTi-15-3の硬化層深さに及ぼす加熱雰囲気、特に窒素ガス雰囲気の影響について、加熱ままの状態と新日本製鐵広畑製鐵所の実機ミルにて熱間圧延したストリップの両者において評価、比較した結果を報告する。

2. 実験方法

まず硬化層形成に及ぼす加熱の影響を検討するため、Ti-15-3の酸洗板(厚さ1.7mm×50mm×50mm)を用いて大気中あるいは窒素ガス中にて950、1 000及び1 050℃で30又は60分間保持し、その試料の加熱による重量増加を測定し、その断面で表層からのマイクロピッカース硬さ分布にて硬化層の深さを評価した。また一部の試料では表面のX線回折により加熱時に形成された相を同定した。

続いて実機の熱間圧延ストリップにおいて窒素ガス雰囲気加熱の効果を評価するため、Ti-15-3製の厚さ125mmのスラブを用いて新日本製鐵広畑製鐵所の実機ミルにて(a)通常の燃焼ガス雰囲気加熱と(b)窒素ガス雰囲気中の誘導加熱の両条件にて加熱後、厚さ4.6mmのストリップに熱間圧延し、その表面にて硬化層深さ(マイクロピッカース硬さ)と酸素、窒素及び炭素の濃度分布(グロー放電発光分光分析)を比較した。また脱スケール後に窒素濃度の分析も実施した。

3. 実験結果及び考察

3.1 加熱による硬化層形成

図1に加熱による重量増加を示す。ここで図中の曲線は放物線則(重量増加 $\propto \sqrt{t}$, t :時間)に従っている。大気中の加熱では30分保持で約15mg/cm²、60分保持で約27mg/cm²の重量増量があるのに対して窒素ガス中の加熱では図1の(b)に示すように0.4mg/cm²未満と大気中の十分の一程度しか重量増加せず、Ti-15-3は酸素に比べ窒素と反応しにくいことが分かる。

写真1に示すように加熱ままのTi-15-3板は外観に各々特徴がある。大気中で加熱した板(写真1の上段)は焦げ茶色のスケールが形成され、加熱温度が最も高い1 050℃ではスケールの剥離が生じ、剥離部分は金色に近い淡い茶色を呈している。これはSnを含有した

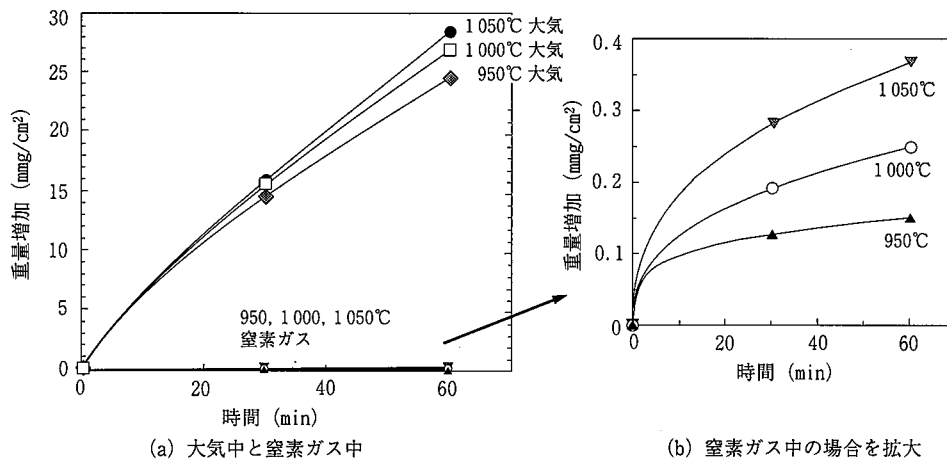


図1 大気中及び窒素ガス中の加熱による重量増加

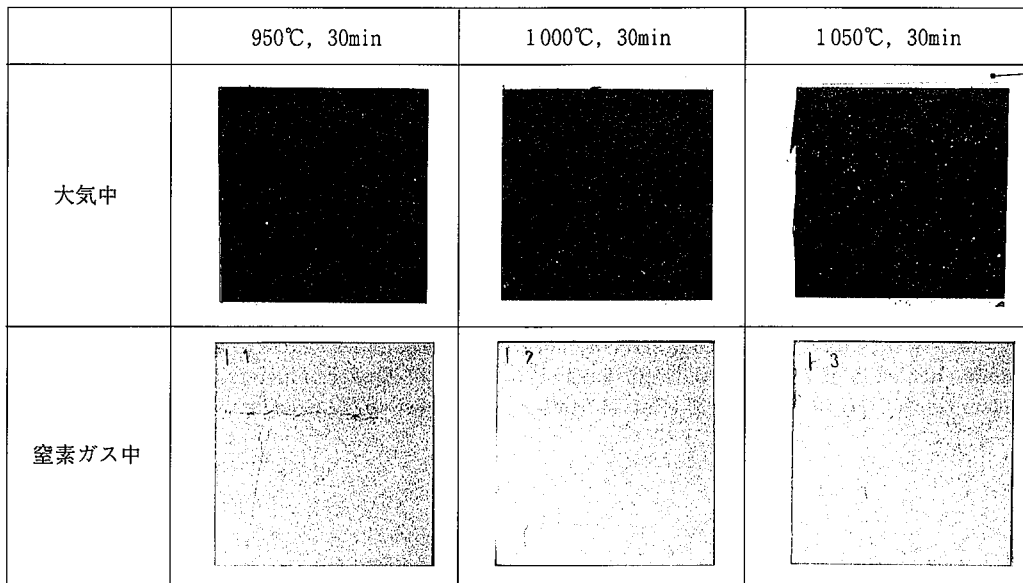


写真1 大気中及び窒素ガス中にて950, 1 000, 1 050℃で加熱したTi-15-3の外観

硬さ分布を示す。図中の硬さ260~290の帯は加熱していない原板ままの硬さレベルを表している。大気中の場合、400~600 μm 深さの硬化層が形成されておりマイクロビッカース硬さで400~650である。一方、窒素ガス中の場合、硬化層は150 μm と浅くマイクロビッカース硬さで350程度と硬化の程度も極めて低位である。以上より、窒素ガス中では950~1 050℃で30~60分加熱した場合、大気中よりも軽元素(窒素、酸素)の侵入量が約十分の一に減少し硬化層の深さは約三分の一に低減する。

図4に表層からのマイクロビッカース硬さ分布に及ぼす(a)大気中と(b)窒素ガス中の加熱温度と保持時間の影響を詳細に示す。図4よ

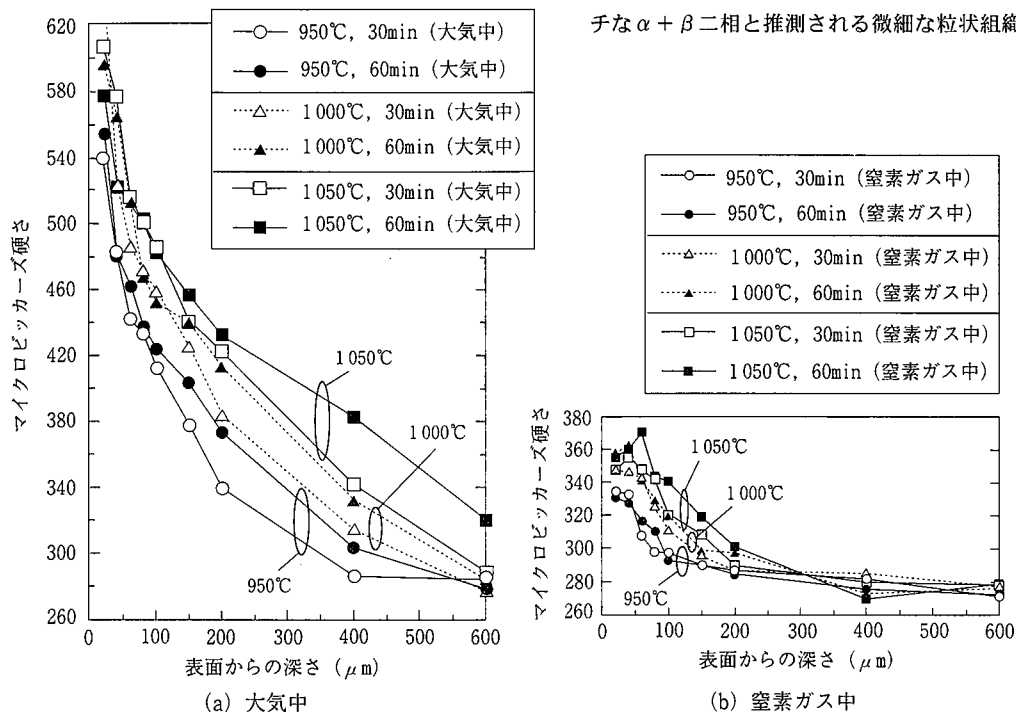


図4 表層からのマイクロビッカース硬さ分布に及ぼす大気中と窒素ガス中の加熱温度と保持時間の影響

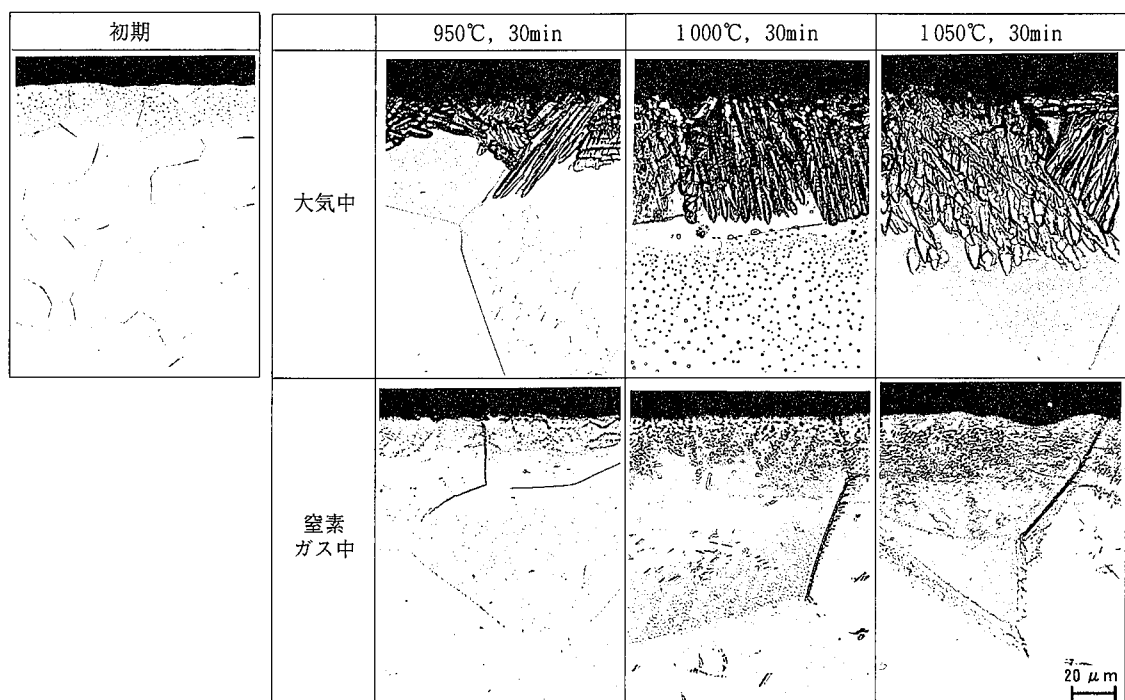


写真3 大気中及び窒素ガス中にて950, 1 000, 1 050℃で加熱したTi-15-3の表層断面組織の変化

る。表層の特徴ある組織の厚さは大気中と窒素ガス中で各々20~60 μm と10~20 μm であり、ピッカース硬さ分布にて評価した硬化層深さより一桁小さいことから、硬化層は酸素と窒素の固溶相が主体であることが分かる。

3.2 実機ミル熱間圧延ストリップの評価

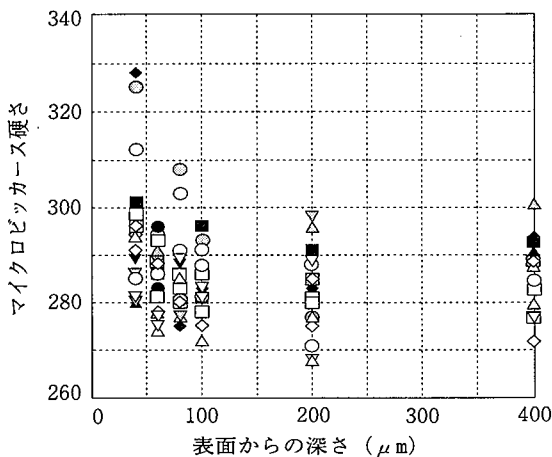
図5に実機ミルにて(a)通常の燃焼ガス雰囲気加熱と(b)窒素ガス雰囲気誘導加熱の両条件でスラブを加熱後、熱間圧延したストリップの表層からのマイクロピッカース硬さの分布を示す。熱間圧延ストリップの硬化層深さは、(a)では80~100 μm であるのに対して(b)では測定範囲(40 μm)未満であり、窒素ガス雰囲気での誘導加熱により熱間圧延後の硬化層は軽減されており、これは窒素ガス雰囲気による加熱硬化層の低減が有効に作用した結果と考えられる。また熱間圧延ストリップ(a),(b)の表面において、グロー放電発光分光分析の結果、図6の(a),(b)に示すように(a)の通常の燃焼ガス雰囲気

加熱後に熱間圧延したストリップの方が酸素が深く侵入しており、図5のマイクロピッカース硬さの結果とも一致する。

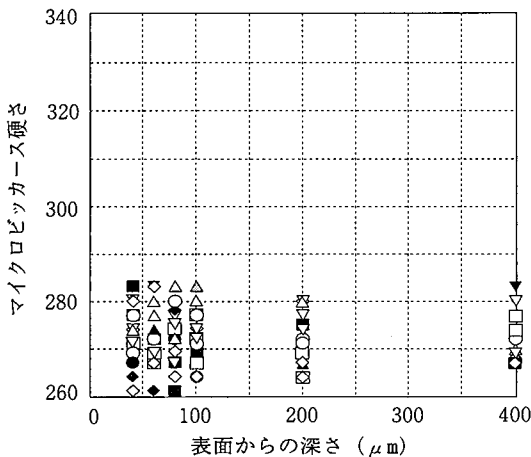
この(a),(b)試料を脱スケールした後、窒素濃度を分析した結果、表1に示すようにスラブ時の濃度からほとんど変わらず、(a),(b)とも0.02mass%前後であり、AMS 4914規格(Aerospace Material Specification)である0.05mass%以下を満足している。この結果、熱間圧延ストリップの硬化層低減に伴い、硬化層を除去するために実施する熱間圧延ストリップの酸洗にて、その溶剤量を低減することが可能となる。

図4の(a)と図5の(a)にて大気中加熱ままの試料と熱間圧延後の試料のマイクロピッカース硬さ分布を比較すると、熱間圧延後の硬化層は大気中加熱ままと比べて浅くなり且つ硬さが370超の硬い層が存在しないことが分かる。このことから熱間圧延にて表層硬化層は以下のように変化することが推定される。

加熱により形成された酸素や窒素などが富化した表層のうち、最表面に近い富化が激しい層は熱間での変形能がなく脆いため熱間圧延中に割れて除去されるが、その下部に存在するある程度の熱間変形能を有する層は熱間圧延により延ばされ薄くなり熱間圧延後も表層に残存すると考えられる。

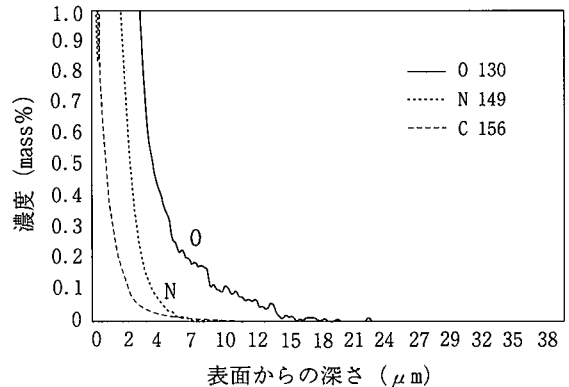


(a) 通常の燃焼ガス雰囲気加熱

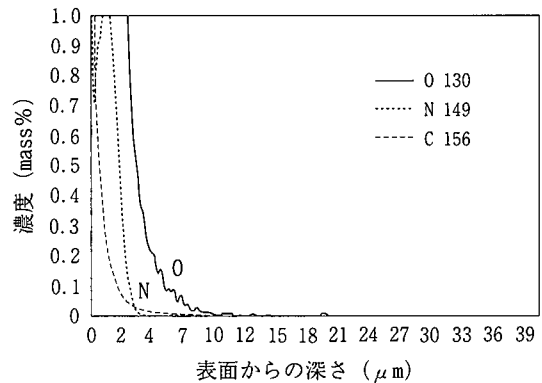


(b) 窒素ガス雰囲気誘導加熱

図5 実機ミルにて熱間圧延したTi-15-3ストリップの表層からのマイクロピッカース硬さ分布



(a) 通常の燃焼ガス雰囲気加熱



(b) 窒素ガス雰囲気誘導加熱

図6 実機ミルにて熱間圧延したTi-15-3ストリップ表面の深さ方向元素濃度分布(グロー放電発光分光分析の結果)

表1 実機ミルにて熱間圧延したTi-15-3ストリップの脱スケール後の窒素濃度

実機ミルのスラブ加熱条件	スラブ段階の窒素濃度 (mass%)	脱スケール後ストリップの窒素濃度 (mass%)
(a) 通常の燃焼ガス雰囲気加熱	0.02	→ 0.021
(b) 窒素ガス雰囲気誘導加熱	0.01	→ 0.016

AMS≤0.05

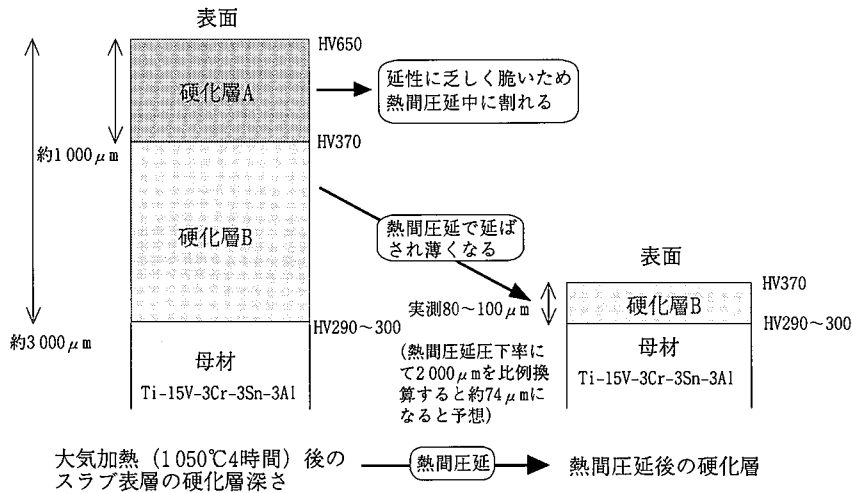


図7 熱間圧延によるTi-15-3の加熱表層硬化層の変化の模式図

図7に模式的に示すように、実機ミルの燃焼ガス雰囲気加熱に相当する大気加熱1050°C4時間保持を実施した場合、硬化層深さはマイクロピッカース硬さ370を境にすると370以下の硬化層Bの厚さは約2000 μm である(370超の硬化層Aが約1000 μm 深さ、総硬化層深さが約3000 μm)。また熱間圧延ストリップは125mm厚さのスラブを4.6mmにしていることから、370以下の硬化層も圧下に比例して延びて薄くなると仮定すると約74 μm (約2000 $\mu\text{m} \times 4.6/125$)になり、熱間圧延ストリップで実測した硬化層深さ80~100 μm (図5の(a))とオーダーがほぼ合致する。但し、熱間圧延中も温度が高いため、酸化やスケール再生の影響を考慮する必要があるが、圧延は短時間であることからその影響はほとんど無視できるものと考えられる。

4. 結 言

Ti-15-3の加熱時及び熱間圧延後の硬化層形成に及ぼす加熱雰囲気の影響について、窒素ガス雰囲気の効果を中心に検討し、以下の結論を得た。

- (1) 加熱硬化層の形成には雰囲気が非常に影響しており、1000°C前後の温度域では窒素ガス中の加熱により、大気中に比べ重量増加は約十分の一、硬化層深さは約三分の一(500 μm が150 μm)に低減する。
- (2) 大気中の加熱では温度が高い場合にはスケールが剥離し表面にはTiO₂のほかAl₂O₃やTiNも形成され、窒素ガス中の加熱では

スケールの剥離はなく金色を呈しており表面にTiNが形成される。

- (3) 実機ミルの熱間圧延ストリップにおいて、通常の燃焼ガス雰囲気中で加熱した場合にはストリップで約90 μm 深さの硬化層が存在するが、窒素ガス雰囲気で誘導加熱することにより測定範囲(40 μm)未満に低減でき、窒素濃度も約0.02 mass%でAMS 4914(0.05 mass%以下)を満足する。この効果により、硬化層を除去するために必要な溶剤量が低減できる。
- (4) 加熱硬化層は熱間圧延により、最表面に近い酸素や窒素などが富化した脆い層は圧延中に割れ除去されるが、その下部に存在する熱間変形能を有する層は延ばされて薄くなり圧延後も表層に残存すると考えられ、実測した硬化層深さの変化ともオーダーが合致する。

参考文献

- 1) 高山 勇：新日鉄技報.(352), 50(1994)
- 2) Coddet, R. et al.: Titanium '80 Science and Technology. Vol. 4. 1980, p.2755
- 3) Fanning, J. C.: Beta Titanium Alloys in the 1990's. 1993, p.397
- 4) 佐藤敏夫ほか：日本鉄鋼協会第140回秋季講演大会 材料の組織と特性部会チタン研究開発の新しい可能性フォーラムシンポジウム“チタン系合金開発の新しい展開”講演概要集. 2000, p.21
- 5) Neal, D. F., Garratt, P. S.: Titanium '95. Vol.III, UK, Institute of Materials. 1996, p.1951-1958