

# 高冷間加工性 $\beta$ 型チタン合金「SAT-2041CF」の製造プロセス適正化

Manufacturing Process Development of SUMITOMO Beta Titanium Alloy "SAT-2041CF" with Excellent Cold Formability

霜鳥 潤/Jun Shimotori・総合技術研究所 ステンレス・チタン研究部

黒田篤彦/Atsuhiko Kuroda・総合技術研究所 ステンレス・チタン研究部 主任研究員

石山成志/Seishi Ishiyama・総合技術研究所 ステンレス・チタン研究部 部長 工博

## 要 約

$\beta$ 型チタン合金「SAT-2041 CF」が今後も様々な分野と用途で用いられるためには、本合金の特性の優位さに加えてプロセスの合理化による経済性にも注目する必要がある。本報では本合金の高冷間加工性を維持するために製造プロセスの適正化を検討し、以下の知見を得た。i) 本合金の冷間加工後の溶体化処理には、再結晶の完了と粒成長の抑制において適切な条件が存在し、板厚3 mmの冷延板において、1173 Kでは40 sの保持で再結晶が完了したが、1023 Kでは1160 sでも冷延組織が残留した。ii) Vを多く含む本合金は大気加熱において酸化されやすく、純チタンの5-9倍の酸化増量を示した。iii) 本合金は熱間加工後の残留歪によって時効硬化が促進され、熱間加工後の冷却速度が0.1 K/s以下となる場合に硬化が認められた。

## Synopsis

In this paper, several properties of beta titanium alloy "SAT-2041 CF" are described for manufacturing process development. The results are as follows: 1) Solution treatment condition of this alloy should be determined to consider recrystallization and grain growth. Recrystallization of the cold rolled sheet is completed within 40 s at 1173 K. However, the rolled structure remains even after 1160 s at 1023 K. 2) Serious oxidization occurs in atmosphere heating due to the high vanadium content. Oxidizing weight gain of this alloy is 5-9 times as much as that of Commercial pure titanium. 3) Residual strain after hot working promotes hardening in aging treatment around 673-873 K. 4) When the cooling rate after hot working is slower than 0.1 K/s, hardening takes place.

## 1. 緒 言

チタン材料は高耐食性を利用した化学プラント(純チタン)、高比強度を利用した航空機部品(チタン合金)などで大きな需要を得てきたが、近年ではめがねフレームや時計側(がわ)など、人が装着する製品に広く使用されている。これらの製品はチタン材料の「金属アレルギーを起こさない」という特徴を利用したもので、チタンがより身近な金属となってきたことを示す例である。めがねフレームに適したチタン合金としては、SAT-10 CF (Ti-10 Zr)が報告されている<sup>1)</sup>。

更に、チタン材料はスポーツ、レジャー用具の素材として注目され始めた。機能性を追求するこれらの製品にはデザインの多様性が要求され、従来のチタン材料を凌ぐ次のような特徴をもったチタン合金の開発が急務となった。

- i) 常温で複雑形状の製品に加工できること  
(高冷間加工性を有すること)
- ii) 加工後に製品を高強度とすることができること  
(冷間加工後に時効処理で強化が可能なこと)

iii) 素材価格がリーズナブルであること

(薄板、線などの大量生産が可能なこと)

$\beta$ 型チタン合金 SAT-2041 CF (Ti-20 V-3.5 Al-1 Sn)は上記の特徴を余すところなく有するとして開発されたチタン合金であり<sup>2)</sup>、既に種々の製品が実用化されている。本報では本合金の特徴である高冷間加工性を発揮させるのに重要となる製造プロセスの適正条件について検討した。

## 2. $\beta$ 型チタン合金 SAT-2041 CF の位置づけ

チタン合金は $\alpha$ 型(純チタン、Ti-10 Zrなど)、 $\alpha+\beta$ 型 (Ti-6 Al-4 Vなど)、 $\beta$ 型に大別される。すべてのチタン材料は高温で体心立方晶 (bcc,  $\beta$ 相)の単相となるが、 $\alpha$ 型および $\alpha+\beta$ 型は冷却過程で稠密六方晶 (hcp,  $\alpha$ 相)に変態し、常温で $\alpha$ 単相組織( $\alpha$ 型)または二相組織( $\alpha+\beta$ 型)となる。一方、 $\beta$ 型は限界の冷却速度以上で冷却した場合には常温でも、変形に有利な bcc 構造のみによる $\beta$ 単相組織となる。更にこの $\beta$ 相は準安定(非平衡状態)であるため

第1表 各種チタン材料の常温引張特性

Table 1 Room temperature tensile properties of several commercial titanium alloys

Type	Alloy	Annealed or solution treated		Solution treated and aged	
		Tensile strength	Elongation	Tensile strength	Elongation
$\alpha$	Commercial pure Ti (JIS grade 2)	~ 400 MPa*	~25 %*	—	—
$\alpha$	SAT-10 CF (Ti-10 Zr)	~ 600 MPa*	~20 %*	—	—
$\alpha + \beta$	Ti-6 Al-4 V	~1 000 MPa*	~20 %*	~1 200 MPa	~15 %
$\beta$	Ti-15-3	~ 800 MPa	~25 %	~1 300 MPa	~10 %
$\beta$	SAT-2041 CF	~ 700 MPa	~30 %	~1 200 MPa	~10 %

\*: Annealed

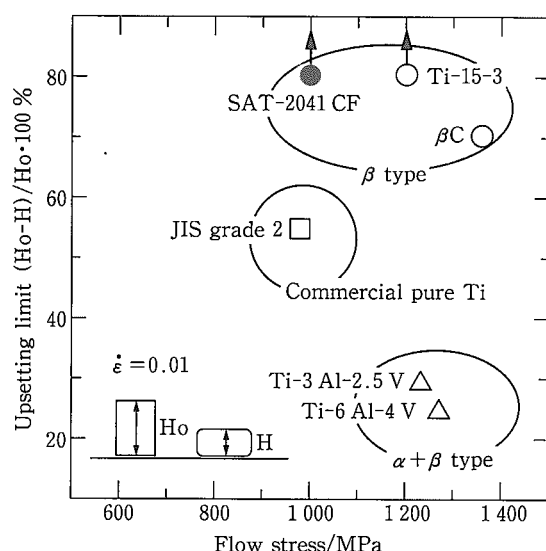
第1図 冷間圧縮試験における変形抵抗と加工限界の関係<sup>1)</sup>

Fig.1 Correlation between flow stress and upsetting limit in cold compressive test

に、長時間の時効処理によって  $\alpha$  相を析出させ高強度化することが可能である。

$\alpha$  型チタン合金は冷間加工は可能であるが低合金となるので高強度が必要な製品には不向きであり、 $\alpha + \beta$  型チタン合金は高強度ではあるが一部の組成の合金を除いて冷間加工は実質的に不可能である。すなわち、両者の利点を兼ね備えていることが  $\beta$  型チタン合金の利用価値を高めている理由である。

高冷間加工性の  $\beta$  型チタン合金としては Ti-15-3 (Ti-15 V-3 Cr-3 Al-3 Sn) が以前から知られているが、固溶強化作用の大きい Cr を合金成分としているために冷間での変形抵抗が高いという欠点がある。そのため、プレス金型やポンチへの負担が大きく加工コストを増大させていた。その欠点を克服するべく開発された合金が SAT-2041 CF である。本合金は冷間変形抵抗を低下させるために Cr フリーとし、 $\beta$  相安定化のために固溶強化作用の比較的小さい V を増加している。Al は時効処理で  $\alpha$  相の析出による強化に寄与する。しかし、固溶強化作用も大きく冷間変形抵抗を増大させるため、最終製品で強度が維持できる必要最小量であることが望ましい。そこで本合金では合金成分として Al

と同様に時効析出強化に寄与する Sn を加えた。Sn は Al よりも固溶強化作用が小さいので、Al を代替しかつ冷間変形抵抗を低下させることが可能である。

第1表に各種チタン材料の常温引張特性を示す。これによれば SAT-2041 CF は溶体化処理で高延性となり時効処理で高強度となる材料であることがわかる。また、第1図に冷間圧縮における変形抵抗と加工限界の関係として各種チタン材料の冷間加工特性の比較を示す<sup>1)</sup>。ここでも SAT-2041 CF は低い変形抵抗と高い加工限界を示しており優れた冷間加工特性を有していることを示している。

しかし、こうした高冷間加工性を維持し、より過酷な条件における冷間加工の要求に応えるためには冷間加工以前のプロセスを適正化し、弊害となる要因を排除する必要がある。そのためには諸特性に及ぼすプロセス条件の影響を把握することが重要であり、本報ではこれを主眼においた検討を試みた。

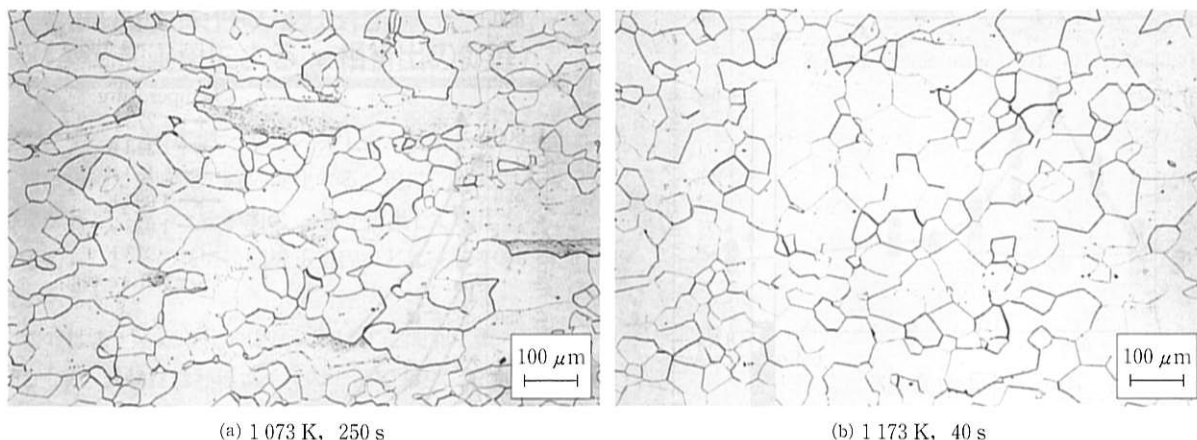
### 3. 溶体化処理条件の適正化

#### 3-1 再結晶挙動

冷間加工材は溶体化処理によって加工組織が除去され均一な等軸組織とすることによって再び高加工度の冷間加工が可能となる。しかし、不適切な溶体化処理は加工組織の残留や結晶粒の粗大化の原因となり冷間加工性を劣化させるため、溶体化処理の適正条件を把握しておく必要がある。ここでは溶体化処理における加熱条件とミクロ組織の関係および結晶粒径と常温引張特性の関係について調査した。

板厚 5 mm の熱延板を溶体化処理 (1023 K, 1.8 ks) した後、板厚 3 mm まで冷延した。これを Ar ガス雰囲気とした輻射式電気炉により加熱保持した。保持条件は温度 1023—1173 K、時間 40—1160 s の範囲とした。また、昇温速度は 8 K/s、加熱終了後の冷却速度は 573 K まで 1 K/s とした。溶体化処理後の断面ミクロ組織については板厚中央部における圧延組織の残留の有無を観察し、その結果再結晶の完了が確認された試験材については交線法によって平均結晶粒径を測定した。

結果を第2図に示す。これによれば保持温度 1023 K では保持時間 1160 s においても冷延組織が残留し再結晶が完

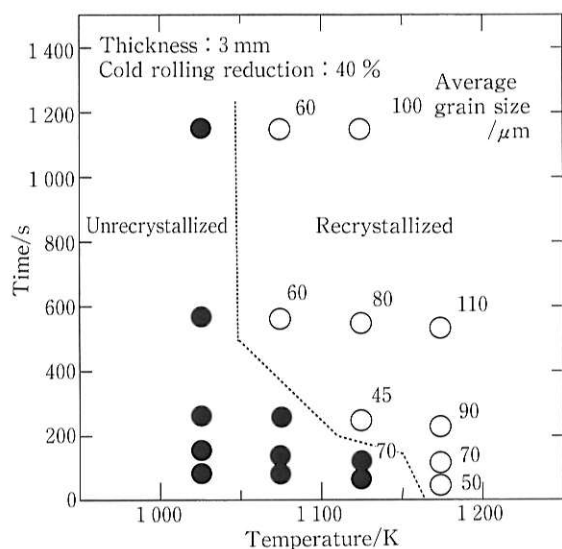


(a) 1073 K, 250 s

(b) 1173 K, 40 s

写真1 SAT-2041 CFの溶体化処理後の断面マイクロ組織

Photo 1 Microstructure after solution treatment of SAT-2041CF

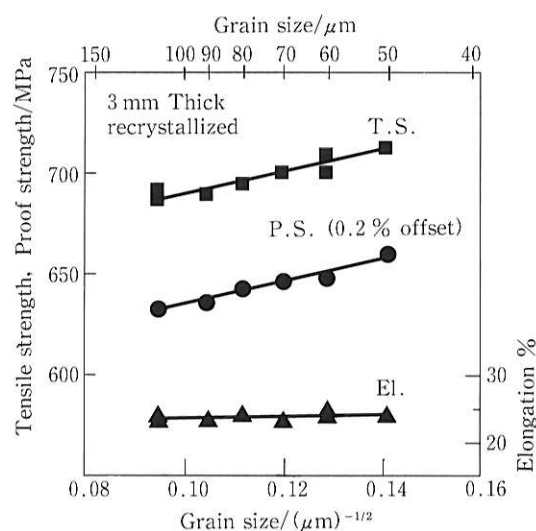


第2図 SAT-2041 CFの溶体化処理における再結晶挙動  
Fig.2 Recrystallization behavior in solution treatment of SAT-2041CF

了しないが、保持温度が1073 Kを超えると再結晶が促進され次第に短時間で再結晶が完了するようになる。保持温度1173 Kではわずか40 sの保持で冷延組織は消失した。また、保持温度が高温となるほど結晶粒が急速に粗大化しており、保持温度1173 Kでは特に著しい。写真1にマイクロ組織の一例として冷延組織の残留した組織(1073 K, 250 s)と再結晶が完了した組織(1173 K, 40 s)をそれぞれ示す。

再結晶が完了し均一な等軸組織となった試験材については常温引張試験によって機械特性を評価した。試験条件はASTMに準拠し、試験片は板厚3 mm、平行部の板幅6.25 mm、標点間距離25 mmのハーフサイズとした。

第3図はこの結果を結晶粒径と引張特性の関係として整理したものである。結晶粒が微細となるほど高強度となり、耐力はHall-Petchの関係に従う。また、延性に及ぼす結晶粒径の影響は比較的小さい。このため冷間加工前の溶体



第3図 SAT-2041 CFの常温引張特性に及ぼす結晶粒径の影響

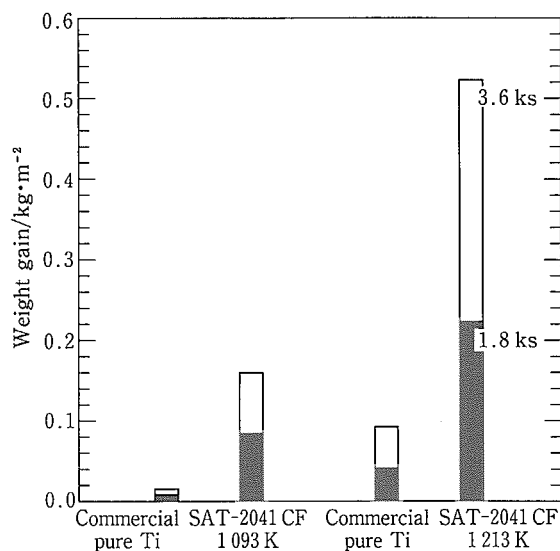
Fig.3 Effect of grain size on room temperature tensile properties of SAT-2041CF

化処理において変形抵抗を下げるためには、肌荒れが生じない程度にまで結晶粒を粗大化させることも有効である。

### 3-2 高温大気酸化挙動

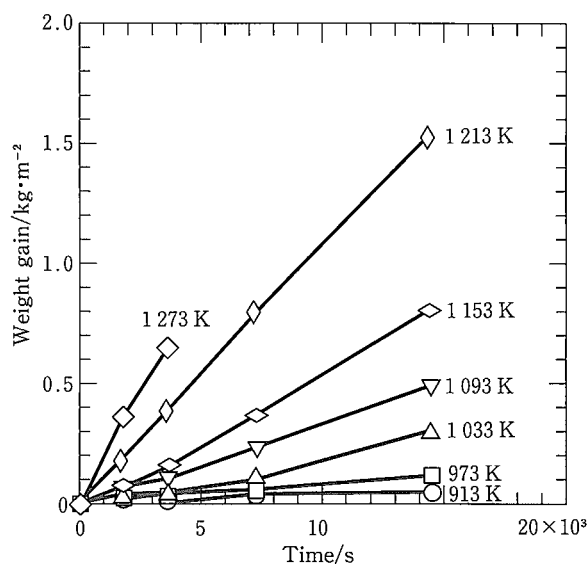
Vを多く含む $\beta$ 型チタン合金は高温で酸化されやすいので<sup>3)</sup>、溶体化処理あるいは熱間加工のための加熱には特別の配慮が必要である。特に加熱が大気中となる場合は酸化特性を事前に把握し酸化スケールの生成による後工程への負担を極力低減することが重要である。更に、酸化スケールが除去しきれていない場合や酸素の侵入による表面硬化層が残留した場合は、冷間加工による亀裂の発生や金型の損傷を招く恐れがある。こうした意味からも酸化を抑制する意義は大きい。

ここではまず酸化特性を純チタンと比較するため大気加熱前後の重量変化を調査した。板厚10 mmの熱延板から切り出して表面を研磨した(#150)板状試験片(2 mm×20



第4図 大気加熱後の酸化増量

Fig.4 Oxidation weight gain after heating in atmosphere

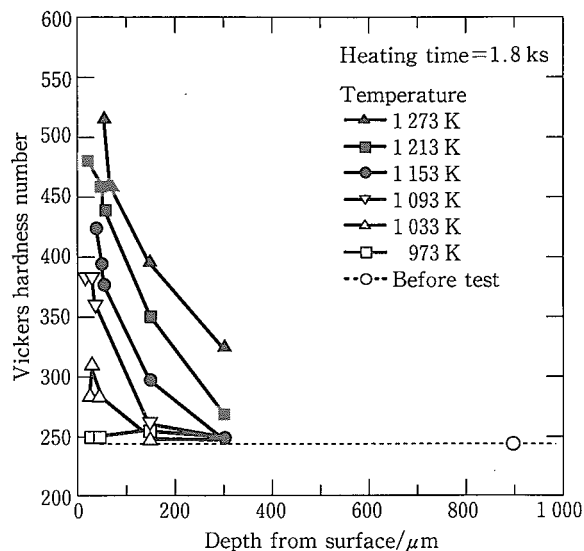


第5図 SAT-2041 CFの各温度における酸化増量の時間変化

Fig.5 Oxidation weight gain curves at various temperatures of SAT-2041CF

mm×25 mm, 表面積=1180 mm²)を発熱体式電気炉で加熱保持した。保持条件は温度1093および1213 K, 時間1.8および3.6 ksとした。加熱前後で試験片重量を測定し, その差を酸化増量とした。

結果を第4図に示す。これによればSAT-2041 CFの酸化増量は純チタンに比べてかなり大きく, 保持温度1093 Kでは純チタンの約9倍, 1213 Kでは約5倍となっている。 $\beta$ 型チタン合金がこのような酸化特性を示す原因は, 酸化の進行にともなって低融点の $V_2O_5$  (M.P.=943 K)が揮発することにより, 剝離しやすく酸素の侵入が容易な多孔性のスケールが生成して更に酸化を促進するためであると考えられる。



第6図 SAT-2041 CFの大気加熱後の断面深さ方向の硬度分布

Fig.6 Hardness distribution after heating in atmosphere of SAT-2041CF

次に本合金の酸化増量に及ぼす大気中の保持温度および保持時間の影響を調査した。板厚10 mmの熱延板から切り出し表面を研磨した(#800)板状試験片(2 mm×10 mm×15 mm, 表面積=400 mm²)を発熱体式電気炉で加熱保持した。保持条件は温度913—1273 K, 時間1.8—14.4 ksの範囲とした。加熱前後で試験片重量を測定し, その差を酸化増量とした。

第5図は各温度ごとの酸化増量の時間変化を示す。酸化増量はいずれの保持温度においても時間に対して直線的に推移し, 加熱温度を1150 K以下とすることによって比較的低位となる。よって酸化の低減には過昇温および過剰な加熱時間の防止が有効な手段であると言える。

更にここでは大気加熱後の断面深さ方向の硬度分布を調査し, 酸素の侵入による表面硬化層の深さを評価した。酸化増量の測定を終えた試験片の断面においてピッカース法により測定荷重50—150 gで硬度を測定した。酸化スケールと金属母材の界面を表面(深さ0)とし, 測定深さは20—300 μmの範囲とした。

第6図に保持時間1.8 ksの場合の各温度ごとの硬度分布を示す。保持温度の上昇にともなって表面近傍の硬度は上昇し硬化層も深くなっている。硬化層の成長は酸素の熱拡散に依存しており酸素が高濃度となって $\alpha$ 相化した場合は冷間加工において容易に割れを誘発する。また硬化層を残留させたまま冷間加工した場合も加工限界の大幅な低下が予想されるので, 表面硬化層のないことがSAT-2041 CFの冷間加工性を維持するには不可欠である。

#### 4. 熱間加工条件の適正化 (熱間加工歪による $\alpha$ 相析出の促進)

$\beta$ 型チタン合金の特性として、加工歪を残留させた熱間加工材は極めて短時間で時効硬化する。更に、熱間加工後の冷却が著しく遅いとその間に $\alpha$ 相が析出して硬化することと考えられ、その後の冷間矯正工程などに支障をきたす場合がある。

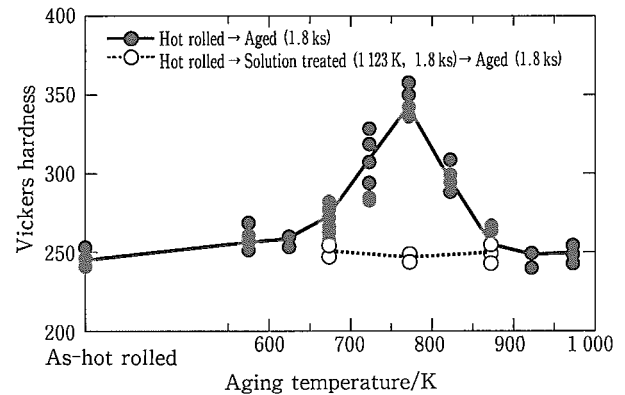
ここではまず時効硬化の促進に及ぼす熱間加工歪の影響を調査した。試験材は熱延コイルの一部であり、1223 Kに加熱したビレットを連続圧延によって板厚5 mmとした後、巻き取り直前にスプレー水冷によって急冷した。巻き取り温度は600 K以下となっていると予想され、熱延による加工歪が残留している。これを温度573–973 Kの範囲で時効処理し(1.8 ks)、断面中央部の硬度をビッカース法(測定荷重300 g)により測定した。比較のために溶体化処理(1123 K, 1.8 ks)によって加工歪を除去した後に時効処理した場合についても同様に硬度を測定した。

この結果を第7図に示す。溶体化処理によって加工歪を除去した場合はいずれの温度でも硬化は認められず1.8 ksの保持時間が時効硬化するのに十分ではないことを示している。一方で加工歪が残留する場合は時効析出の促進によって1.8 ksにおいても温度673–873 Kの範囲で硬化が認められた。このときの最高硬度は773 Kで約 Hv 350を示した。

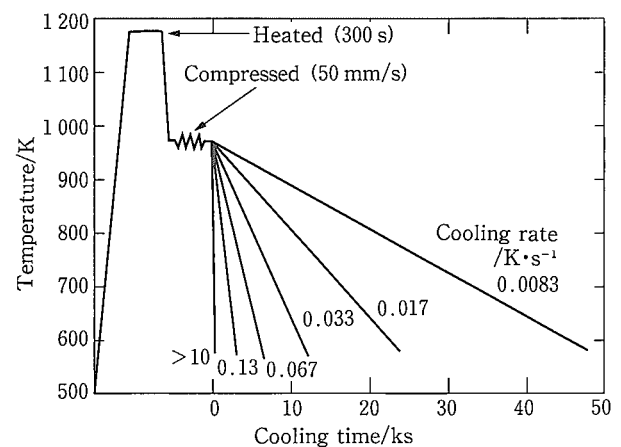
更に、熱間加工後の冷却途中における $\alpha$ 相析出を検討するために、熱間加工後の硬化挙動に及ぼす冷却速度の影響を調査した。試験には直径8 mm、高さ12 mmの円柱状試験片を用いた。これを高周波加熱による熱間加工シミュレータを用いて1173 Kで加熱保持(300 s)し、1 K/sで加工温度973 Kまで低下させ圧縮した。試験片はそのまま一定の冷却速度で冷却した。圧縮加工の速度は50 mm/s(平均歪速度5.5/s)、圧下率は50% (歪0.6)とした。第8図に加熱圧縮および冷却速度条件を示す。常温まで冷却した試験片は断面中央部についてマイクロ組織を観察し、ビッカース法により測定荷重300 gで硬度を測定した。

結果を第9図に示す。これによれば熱間加工しない場合は冷却速度0.033 K/sまで硬化は認められなかったが、熱間加工した場合は0.1 K/sで硬化が認められるようになった。冷却速度0.033 K/sでは Hv 350に達することがわかった。試験後のマイクロ組織の例を写真2に示す。これによれば $\alpha$ 相は加工組織であるすべり線に沿って析出しており、残留する加工歪が析出を促進していることがわかる。

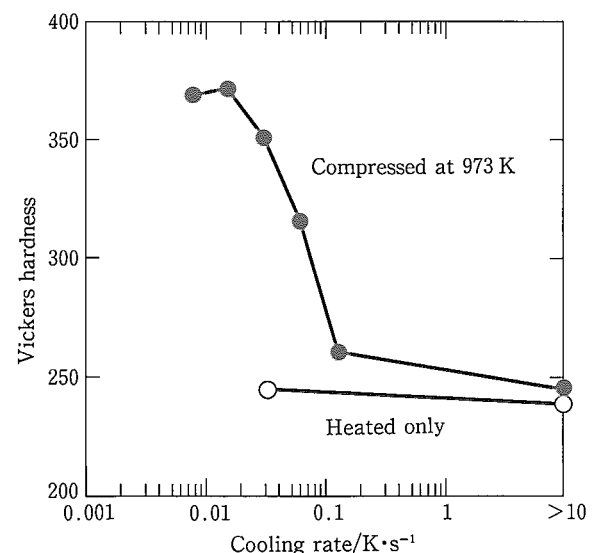
以上のように熱間加工材は $\alpha$ 相の析出において極めて鋭敏であるので、熱間加工後の急冷によって $\alpha$ 相の析出を抑制することが要求される。また、 $\alpha$ 相がわずかも析出している熱間加工材は冷間加工性が著しく劣化するので冷間加工前の溶体化処理が必要である。



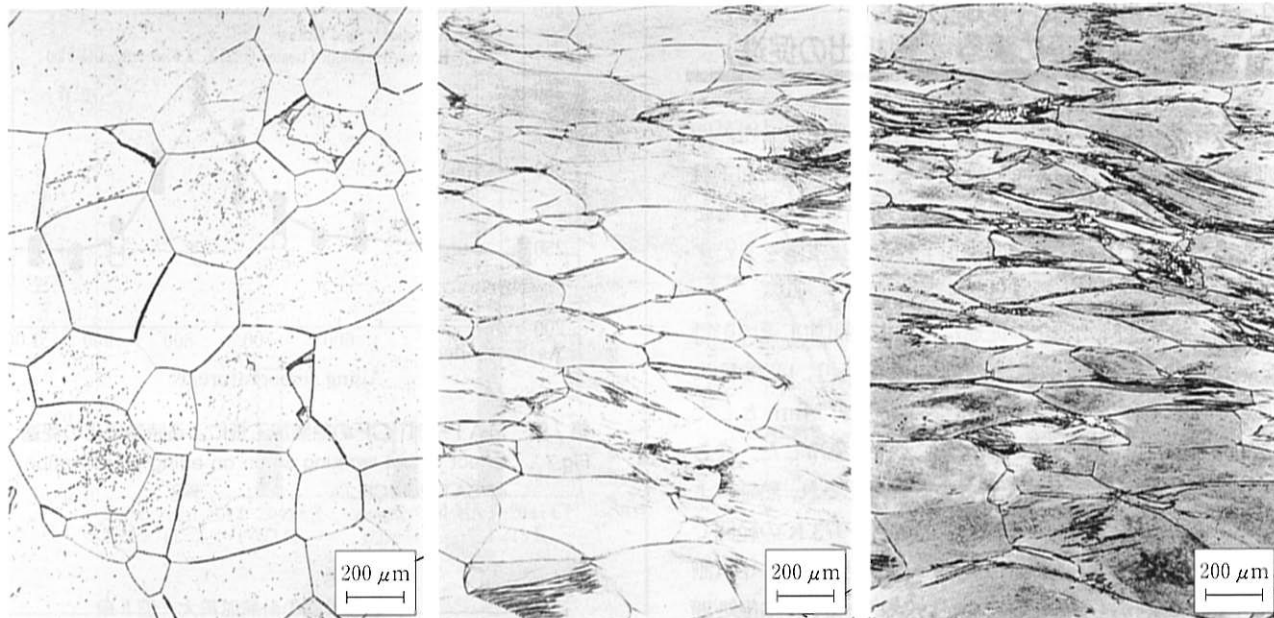
第7図 SAT-2041 CFの熱間加工歪による時効硬化の促進  
Fig.7 Effect of hot working strain on aging acceleration of SAT-2041CF



第8図 SAT-2041 CFの熱間圧縮後の冷却速度条件  
Fig.8 Cooling rate condition after hot compression of SAT-2041CF



第9図 SAT-2041 CFの熱間加工後の硬度に及ぼす冷却速度の影響  
Fig.9 Effect of cooling rate on hardness after hot working of SAT-2041CF



(a) Heated only, CR &gt; 10 K/s

(b) Heated only, CR = 0.033 K/s

(CR : Cooling rate)

(c) Compressed, CR = 0.033 K/s

写真2 SAT-2041 CFの熱間圧縮冷却後の断面マイクロ組織

Photo 2 Microstructure after hot compression and cooling of SAT-2041CF

## 5. SAT-2041 CF の適用例

SAT-2041 CF が開発された当初、その用途はレーシングカーのエンジンバルブリテーナー<sup>5)</sup>などの特殊な製品に限られていた。しかし、最近ではごく一般の人々が入手して使用できるゴルフのドライバーヘッド(写真3)や競技用自転車の変速ギア部品などへと適用範囲の拡大が著しい。特にゴルフクラブヘッドについては、鍛造チタンドライバー(主

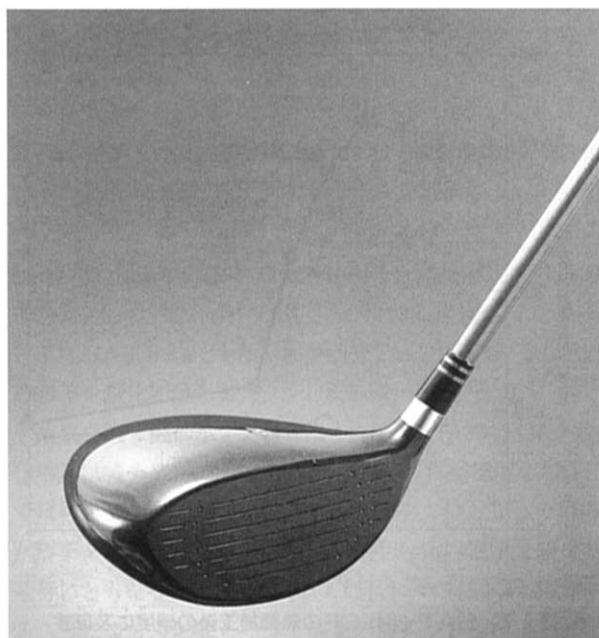


写真3 チタンドライバーヘッド

Photo 3 Golf club head made of "SAT-2041CF"

に Ti-6 Al-4 V) とともに鍛造チタンドライバー(主に  $\beta$  型チタン合金)が発売され、今後も多くの生産量が期待される。

このように SAT-2041 CF に代表される  $\beta$  型チタン合金がより身近に多量に用いられるようになった背景は、素材の供給能力の向上と製品の加工技術の進歩によってもたらされたコストダウンの成果によるところが大きい。

## 6. 結 言

$\beta$  型チタン合金 SAT-2041 CF が今後も様々な分野と用途で用いられるためには、本合金の特性の優位さに加えてプロセスの合理化による経済性にも注目する必要がある。本報では本合金の高冷間加工性を維持するために、製造プロセスの適正化を検討し、以下の知見を得た。

- i) 本合金の冷間加工後の溶体化処理には、再結晶の完了と粒成長の抑制において適切な条件が存在し、板厚 3 mm の冷延板において、1173 K では 40 s の保持で再結晶が完了したが、1023 K では 1160 s でも冷延組織が残留した。
- ii) V を多く含む本合金は大気加熱において酸化されやすく、純チタンの 5—9 倍の酸化増量を示した。
- iii) 本合金は熱間加工後の残留歪によって時効硬化が促進され、熱間加工後の冷却速度が 0.1 K/s 以下となる場合に硬化が認められた。



霜島 潤 / Jun Shimotori

総合技術研究所  
ステンレス・チタン研究部

(問合せ先 : 06(489)5754)

## 参考文献

- 1) 岡田 稔, 中筋和行, 永井博司, 桑山哲也, 高島昌樹 : 住友金属, **46**(1994), 52
- 2) 高橋 渉, 前田尚志, 永井博司, 福田 隆 : 住友金属, **41**(1994), 181
- 3) C. Coddet, et al : TITANIUM'80, (1980), 2755
- 4) チタン協会 : チタンの加工技術, (1992), 26
- 5) 高橋 渉, 永田辰夫, 岡田 稔, 志田善明, 桑山哲也 : 住友金属, **44**(1992), 58