

© 1991 ISIJ

論 文

Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al 合金の高温引張特性と
変形中の組織変化久保木 功*・本橋 嘉信*²・今林 守*³High Temperature Tensile Properties of Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al Alloy
and Its Microstructural Changes during the Deformation

Isao KUBOKI, Yoshinobu MOTOHASHI and Mamoru IMABAYASHI

Synopsis :

Effects of an initial structure and deformation temperature on high temperature tensile properties of the Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alloy have been investigated by carrying out microstructural observations and tensile tests in a temperature range which is straddling the β -transus temperature being about 1015 K. The main results obtained can be summarized as follows.

1) The specimen which was in an as cold-rolled state showed a larger total elongation, in particular than other specimens in which recrystallizations had already been finished.

2) The initial microstructure of the specimen in the as cold-rolled state was seen to change, during tensile deformation below the β -transus temperature, into a fine grained ($\alpha + \beta$) structure in which granular α phases were uniformly dispersing. As the result, the total elongation and flow stress of the specimen deformed below the β -transus temperature were found to be much more improved than those of the specimens already having fine recrystallized microstructures before heating to the test temperature.

3) The present experimental results suggest that the main deformation processes of this alloy at high temperatures would be both superplastic flow and dynamic recovery which would be accompanied by a continuous recrystallization.

Key words : titanium alloy ; high temperature deformation ; elongation ; flow stress ; fine grained structure ; superplastic flow ; dynamic recovery ; continuous recrystallization.

1. 緒 言

準安定 β 型チタン合金は β 相領域から急冷した溶体化状態では bcc- β 相であり、一般に冷間加工性に優れている。また、その後の時効によって hcp- α 相を析出させ高強度とすることができるので、航空・宇宙分野などで注目され、現在その用途が拡大しつつある。なかでも Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al 合金（以後、Ti-15-3 と略記する）は、冷間加工性、製品の均質性などを重視して開発された高強度高靱性合金であり、最近特に注目されている¹⁾。しかし、Ti-15-3 の熱間加工性については、 β 変態温度以上での急激な粒成長による変形応力の増大のため、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金よりも困難であることが知られている²⁾。

現在までに準安定 β 型チタン合金の高温変形特性について調べた報告^{3)~7)} は少なくないが、変形応力の増大が粒成長に関係する現象にもかかわらず、初期結晶粒を微細化した場合の高温引張特性、特に伸びについて系統的に検討した報告はほとんどない。準安定 β 型チタン合金の高温加工性を向上させるためには、結晶粒を微細化することが特に有効であると考えられる。

そこで、著者らは材料の使用環境下では高強度であり、しかも良好な冷間及び熱間加工性を合わせ持つような塑性加工性に優れたチタン合金を得る条件を見出すことを目的として、準安定 β 型チタン合金 Ti-15-3 を供試材に用い、その結晶粒を微細化して高温加工性を向上させるための加工熱処理方法の検討を進めている。

本論文ではその初段階として、初期組織の異なる 3 種

平成 2 年 10 月 11 日受付 (Received Oct. 11, 1990)

* セイコー電子工業(株)生産技術開発部 (Engineering Development Department, Seiko Instruments Inc., 563 Takatsukashinden Matsudo 271)

*² 茨城大学工学部 理博 (Faculty of Engineering, Ibaraki University)

*³ 茨城大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Ibaraki University)

類の Ti-15-3 について、 β 変態温度上下温度域における高温引張特性を調べた結果について報告する。

2. 実験方法

供試材の化学組成 (wt%) は、V: 15.06, Cr: 3.31, Sn: 3.00, Al: 3.31, Fe: 0.203, C: 0.008, N: 0.008, O: 0.131, H: 0.010, Ti: Bal. である。供試材は、1223 K から圧下率約 58% の熱間圧延を 1 パスで施し、さらに機械加工によって厚さ 15 mm とした板材である。その組織は β 粒が圧延方向に伸長した β 単相組織であり、 α 相の析出がごくわずかに認められる⁸⁾。

この供試材に次のような加工熱処理を施して、初期組織の異なる 3 種類の引張試験片を作成した。具体的には、まず熱間圧延したままの供試材を 17~18 パスで厚さ約 1.5 mm (圧下率約 90%) まで冷間圧延した。このとき試料を 1 パスごとに水中に浸漬させ、加工熱を取り除いた。ついで、この冷間圧延材から引張り軸が圧延方向と平行な平行部長さ 15 mm、幅 3 mm の引張試験片を切り出した。採取した試料の一部は再結晶処理を行った。次に、この再結晶した試料と残りの冷間圧延したままの試料を表面状態をそろえるため約 0.1 mm 研磨した。再結晶処理は、試料を所定の温度に加熱保持してある電気炉中 (N_2 気流雰囲気) に挿入し、所定の時間保持後水冷することによって行った。ここで、再結晶温度は別報⁸⁾で示したように約 1015 K であるので、試料の寸法効果を考え、均一な微細再結晶粒組織を得るために、この温度より多少高い 1023 K で再結晶させた。なお、 β 変態温度 (約 1015 K) は再結晶温度とほぼ一致する。このようにして得られた試料は、(1) 1023 K、0.6 ks で再結晶処理させて細粒状態とした試料 (FG)、(2) 1098 K で 3.6 ks 再結晶処理し結晶粒を粗大化させた試料 (CG)、そして (3) 冷間圧延したままの試料 (AR) の 3 種類である。なお、試料 FG と CG の初期粒径は、それぞれ約 15 μm および約 75 μm であった。

高温引張試験は、試料を真空中において、923~1098 K の所定の温度まで約 15 min で加熱し、その温度に達してから 0.6 ks 保持後、一定クロスヘッド速度で試料の破断まで行った。変形後の組織を調べるために、破断後はすみやかに N_2 気流で約 870 K まで冷却した後水冷した。

結晶粒径は、組織写真上で線分法により、 $\bar{d} = 1.128 \bar{L}$ の関係から求めた⁹⁾。ここで $\bar{d}$ は平均結晶粒径、 $\bar{L}$ は平均切片長さである。

3. 実験結果および考察

3.1 試験片 AR の変形開始直前の粒径

試料 AR は冷間圧延したままの組織であるが、再結晶以上の変形温度まで加熱した場合には再結晶により等軸粒組織となる。そしてその組織の変形直前の粒径は、変形温度での保持時間が一定であるので変形温度にともなって変化する。つまり、変形温度が高いほど変形直前の粒径は大きくなる。実際に、再結晶温度以上の引張試験における AR の変形直前の粒径は、約 15 μm (試験温度が 1023 K の場合) から約 42 μm (1098 K の場合) の範囲にあった。これら AR 加熱材の粒径は、AR が試験温度への加熱保持中に再結晶するので、すでに再結晶している FG の変形直前の粒径 (試験温度 1023 K のとき約 18 μm) よりも微細である。

3.2 真応力-真ひずみ曲線

再結晶温度以下の 973 K で各試料を変形させると、Fig. 1 (a) に示すように、すでに再結晶が終了している FG および CG では、変形初期 (真ひずみ 0.05 以下) に応力の鋭いピークが生じた後急激に応力が減少し (高温降伏現象)、真ひずみ 0.1~0.2 ほどで定常状態になる S-S 曲線を示す。しかし、この温度においてまだ再結晶が終了しない AR の S-S 曲線は、高温降伏現象を示さず、除々に応力が増加 (加工硬化) し定常状態に達する。このときの最大応力は、 $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} s^{-1}$ ($\dot{\epsilon}_0$:

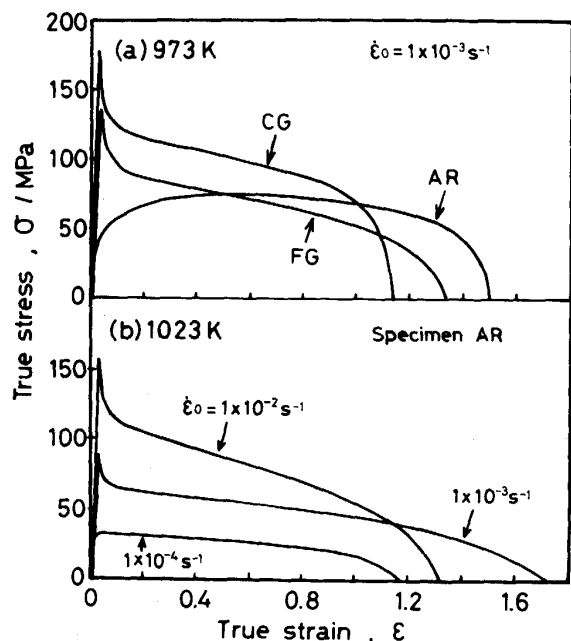


Fig. 1. True stress-true strain curves of (a) specimens AR, FG and CG deformed at $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} s^{-1}$ at 973 K and (b) a specimen AR deformed at different initial strain rates at 1023 K.

初期ひずみ速度)において真ひずみ 0.5 付近とかなり高ひずみ領域で生じ、以後除々に見かけの応力が低下しながら、引き続き大きな変形が進行する。

次に再結晶温度以上の 1023 K における変形は、AR も変形前にはすでに等軸化しており、Fig. 1(b) に示すように $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以上において、FG および CG と同様に高温降伏現象がみられる S-S 曲線を示す。しかし低ひずみ速度の $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ではこの現象は生じない。このような高温降伏現象は β 相に固溶した合金元素と転位の相互作用により生じるものと考えられている³⁾。高温降伏現象を示した S-S 曲線は、Ti-10V-2Fe-3Al などの Near β 型チタン合金でみられる典型的な動的回復型のそれ³⁾ とほぼ同一であり、Ti-15-3 の動的復旧組織は等軸性の高い亜結晶粒組織であることが予想される。

3.3 流動応力の温度依存性

各試料における流動応力の温度依存性を Fig. 2 に示す。ここで、FG、CG および高温降伏現象を示す AR (998 K 以上) については真ひずみ 0.1 での応力を、また高温降伏現象を示さない AR (983 K 以下) では最大応力の値を定常応力 σ_s として示した。また高温降伏時の最大応力をピーク応力 σ_p として示した。なお、真ひずみ 0.1 での応力を用いたのは、これが定常状態初期

のひずみ点であるためである。

FG および CG の σ_s と σ_p は温度の上昇にともなって単調に減少し、いずれの温度においても初期結晶粒の微細な FG のほうが CG よりも小さな応力値を示す。しかし AR では、再結晶温度以下において、実験を行った温度点の範囲内であるが、 $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ どちらのひずみ速度においても σ_s は 973 K で極小値、983 K で極大値を示し、 σ_p は 983~998 K 間で認められるようになり、1008 K で極大値を示す。またこの AR の σ_s は、いずれの試料よりも小さな値となる。特に 923~983 K においてこの傾向は強い。すなわち、流動応力は $\text{CG} > \text{FG} > \text{AR}$ の順に小さい。なお、別報⁸⁾で示した再結晶挙動と比較すると、 σ_s の極大値を示す温度と σ_p が認められるようになる温度は再結晶が開始する温度 (約 985 K) と、 σ_p の極大値を示す温度は再結晶が終了する温度 (約 1015 K) とほぼ対応している。したがって AR についてみられた、高ひずみ域まで加工硬化する S-S 曲線から変形初期に高温降伏現象を示す S-S 曲線への変化は、回復・再結晶過程に深く関係し、この S-S 曲線の変化から回復・再結晶過程の進行状況ある程度推定できるものと思われる。

さて、一般に高温変形の状態方程式には定常クリーブに関する次の Dorn 式がよく用いられる。

$$\dot{\epsilon} = K \sigma^n d^{-p} \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

ここで $\dot{\epsilon}$ はひずみ速度、 σ は流動応力、 d は結晶粒径、 T は絶対温度、 Q は活性化エネルギー、 R はガス定数、 $n (= 1/m)$ は応力指数、 p は粒径指数、 K は定数である。(2) 式は粒径、ひずみ速度が一定の条件下では、

$$\ln \sigma = K' + mQ/RT \quad (2)$$

となる。ここで m はひずみ速度感受性指数であるが、(2) 式を考えている温度範囲では σ , T に依存せず $m = \text{一定}$ と仮定する。また K' は定数である。AG および再結晶温度以下の FG では[†]、Fig. 3 に示すように $\ln \sigma_s$ および $\ln \sigma_p$ と $1/T$ の関係は直線関係にある。(2) 式よりこの直線の傾きは mQ を表し、 Q が求まれば m 値が得られる。ここで β 型チタン合金の高温変形は、Ashby-Verall モデル¹⁰⁾ に従うとする報告⁶⁾¹¹⁾ が多く、比較的高ひずみ速度では転位のすべりと上昇 (転位クリーブ) による動的回復律速であると推定されるので、本合金の高温変形過程は体拡散支配であると考えられる。また S-S 曲線の形状 (高温降伏現象) から転位は粘性的なすべり運動をしていると考えられ、この場合に

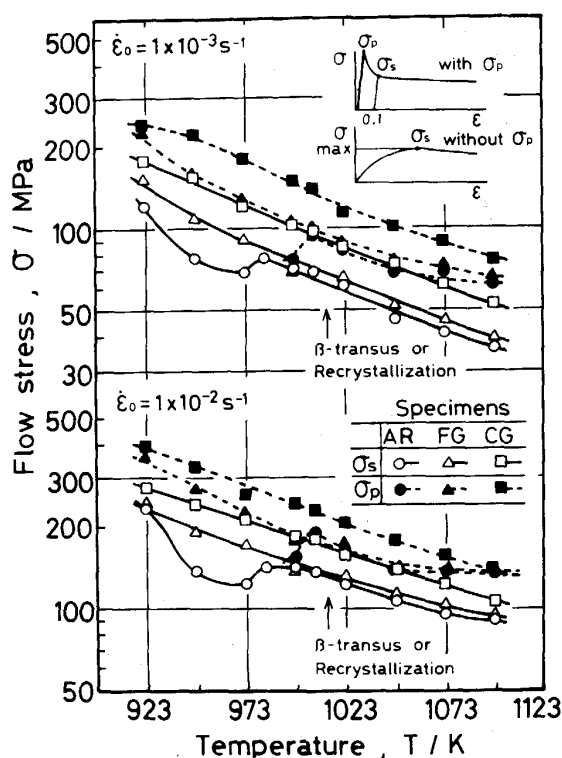


Fig. 2. The dependence of a deformation temperature on flow stresses of specimens AR, FG and CG at $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

[†] CG および再結晶温度以下の FG では試験温度への加熱中、並びに変形開始までの保持中の粒成長はほとんど無視できる。また、これらの試料は変形前後に α 相の析出があまり認められないことから (Photo. 2 参照)、これが流動応力に大きな影響を及ぼさないものと考えられる。

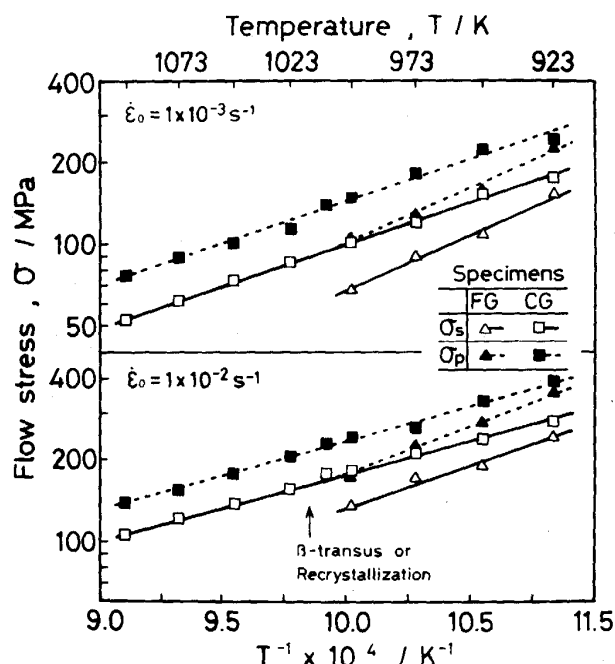


Fig. 3. The relationship between the logarithmic plots of flow stresses, σ_s and σ_p , and the reciprocal of a deformation temperature for specimens FG and at $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

は転位を固着する雰囲気を作っている元素の中で、最も引きずり効果が大いとい予想される元素の拡散がピーク応力 σ_p に最も大きな影響を及ぼしていると考えられる。合金元素および不純物元素の中で β -Ti 中の体拡散の活性化エネルギーが最も大きいと考えられる元素は Cr であり、その値は β -Ti の体積自己拡散の活性化エネルギー (153 kJ/mol) の値とほぼ等しい¹²⁾。したがって、 Q の値としては、本合金の中に含まれる元素の中で最も β -Ti 中における拡散の活性化エネルギーの大きい Ti の体拡散の活性化エネルギーの値を用いた。FG および CG とも、 $\ln \sigma_s$ 対 $1/T$ と $\ln \sigma_p$ 対 $1/T$ の関係から求めた m 値はほぼ一致しており、 $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ では FG が $m = 0.53$ 、CG が $m = 0.39$ を、また $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ では FG が $m = 0.38$ 、CG が $m = 0.31$ を示した。 m 値は、低ひずみ速度ほど、また微細粒ほど大きな値となる。また、 Q 値を用いない別の実験手法によって m 値を求める検討を進めている。これについては別報で報告する予定である。一般に、 m 値は超塑性現象の目安として用いられ、 $m = 0.3$ 以上のときに超塑性が発現したと考える場合が多い。本結果はこの $m = 0.3$ 以上を示しており、この領域における変形は、粒内の転位運動による動的回復によって完全には支配されておらず、超塑性流動 (粒界すべり) も重要な役割を果たしているものと推定される。

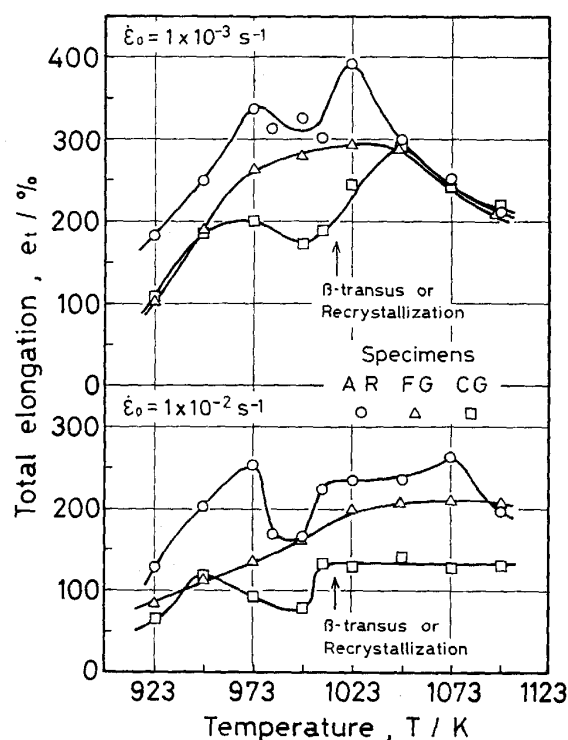


Fig. 4. The dependence of a deformation temperature on total elongations of specimens AR, FG and CG at $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

3.4 全伸びの温度依存性

Ti-15-3 は変形前に粗大粒組織であっても、微細粒組織を有する材料の超塑性現象でみられるような 100~200% 程度の比較的大きな伸びを示すことが知られている⁴⁾。このような大きな伸びを示す高温変形中には、前述したように等軸性の高い亜結晶粒が形成されると考えられ、これが伸びに大きな影響を与えるとする報告⁵⁾もある。しかし、大傾角粒界および α 相の析出が伸びに与える影響については不明瞭な点が多い。

そこで初期組織の異なる各試料 (微細粒、粗大粒および加工組織) について全伸びの温度依存性を調べた (Fig. 4)。AR および CG の全伸びは、 β 変態温度直下の 998~1008 K を谷間 (極小値) として、その前後の二つの山 (極大値)、低温 Hump と高温 Hump、に分かれる傾向がみられる。高温 Hump の極大値は β 変態温度付近 1008~1048 K に、低温 Hump の極大値は 948~973 K に存在する。また $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の場合の 1043 K 以上では、AR と CG の全伸びがほぼ一致するが、他の条件ではいずれも AR のほうが CG よりも大きな値をとる。

一方 FG は、 $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ において β 変態温度付近で最大全伸びを示し、AR や CG のような二つの極大値はみられない。このときの 1048 K 以上の変形では、

FG の全伸びも AR および CG とほぼ一致する。しかし $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ では、温度の低下にともなう徐々に全伸びが減少していく傾向がみられ、このときの β 変態温度以上の変形では、結晶粒径が微細なほど全伸びが大きい ($\text{AR} > \text{FG} > \text{CG}$)。

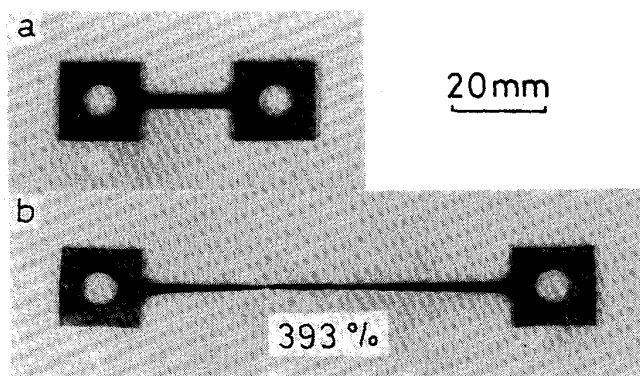
また FG と AR の全伸びは、AR が極小値を示す温度においてはほぼ一致するが、この温度以下では AR のほうが低温 Hump により FG よりも全伸びが大きい。ところが CG では、これとほぼ等しい温度範囲において、全伸びの谷間となり FG よりも全伸びが小さくなる。すなわち、 β 変態温度以下では、特に 948~998 K において、試料による全伸びの差が大きい ($\text{AR} > \text{FG} > \text{CG}$)。以上から、比較的低ひずみ速度 ($\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以下) かつ高温変形 (1048 K 以上) においては、結晶粒を微細化しても全伸びの向上は得られないようであるが、比較的高いひずみ速度、低温変形では全伸びの向上に結晶粒の微細化や変形前の加工組織が大きく影響するものと考えられる。

各試料の最大全伸びは、 $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の場合の β 変態温度直上付近でみられ、AR では 1023 K で約 400% にも達する (Photo. 1 参照)。また AR では、最大全伸び値より多少値は減少する傾向を示すが、それを示す温度より 50 K 程度低い温度 (973 K 付近) で現れる低温 Hump によって、350% 近くの全伸びが生じる。この条件では変形初期に高温降伏現象が現れず、流動応力は試験温度が低下したにもかかわらず、大きく増加しない (Fig. 2 参照)。このような傾向はより高ひずみ速度 ($1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) においてさらに顕著となり、最大全伸びが 1073 K で約 260% であるのに対して、この温度より 100 K も低温の 973 K において、約 250% もの全伸びを示す。これは FG および CG の 2 倍近くの値である。流動応力も同様に、温度が低下してもほとんど増加しない。

以上のように、冷間圧延したままの AR において、 β 変態温度以下の比較的低温で大きな全伸びが得られ、等軸粒組織の AR、CG よりも小さな流動応力での変形が可能であることがわかった。これは、高温加工において Ti-15-3 溶体化処理工程を省略できることを意味し、工業的にも非常に有用と考えられる。

3.5 破断形態

AR を破断まで変形させたときの引張試験片の形状の例を Photo. 1 に示す。破断形態は、試験片平行部の断面減少率が肩部から徐々に大きくなり、破断部近傍で最大となる形状を示す。また後述の Photo. 2~4 に示すように、破断後の組織にキャビテーションがみられない。



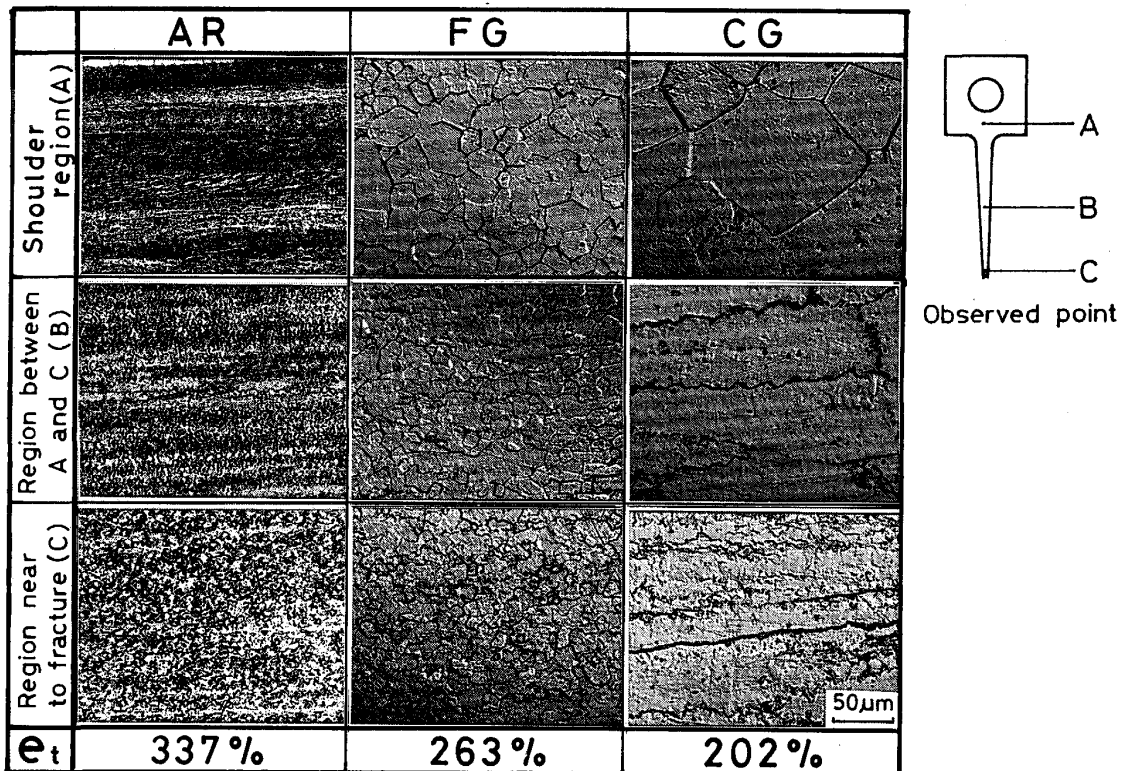
a : Undeformed b : Deformed to fracture

Photo. 1. An appearance of a specimen AR deformed to fracture at $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at 1023 K.

したがって、高温変形による破断はキャビテーションの連結（この場合くびれが小さくせん断的に破壊する）によるものではないと考えられる。破断部近傍の組織は変形がかなり進行した組織であり、そこから肩部に近づくにしたがい、変形をあまり受けてない組織になると考えてよい。したがって、破断後の組織を平行部全体にわたって観察することによって、ひずみ量が異なる組織をそれに至る変形時間が一定の場合として比較することができ。そこで、 β 変態温度付近の上下で各試料間の全伸びの差が最も大きくなる温度、973 K および 1023 K において、各試料を破断まで変形後急冷し、組織観察を行った。

3.6 β 変態温度以下での変形後の組織

Photo. 2 に、各試料を β 変態温度以下 (973 K) で破断まで変形させたときの肩部 (A)、破断部近傍 (C) およびそれらの間の領域 (B) における光学顕微鏡組織を示す。AR では、変形領域 B と C 部に再結晶温度以下の変形にもかかわらず、 β 相の粒界が明瞭にエッチングされた微細な再結晶粒が観察される。C 部では再結晶がより進行しており、A および B 部で見られる加工組織がほとんど崩壊し、粒状の α 相が均一に分散した微細 ($\alpha + \beta$) 組織となっている。FG では、未変形領域 A 部と比較して、変形が進んだ C 部ほど結晶粒は微細化している。これはこれらの結晶粒が再結晶によって生じたことを示唆している。また変形領域 B と C の結晶粒界は、A 部の直線的な粒界と比較してゆがんだ曲線的な粒界を示している。次に、CG では、変形領域に微細な再結晶粒がほとんど観察されず、粒界が凹凸状を示し、引張方向に大きく伸長した粗大粒が見られる。この凹凸は亜結晶粒界に対応するものと考えられ、伸長した粗大粒内には亜結晶粒ネットワークが形成されているものと推定される。 α 相は、FG および CG では粒界のみに析出している。

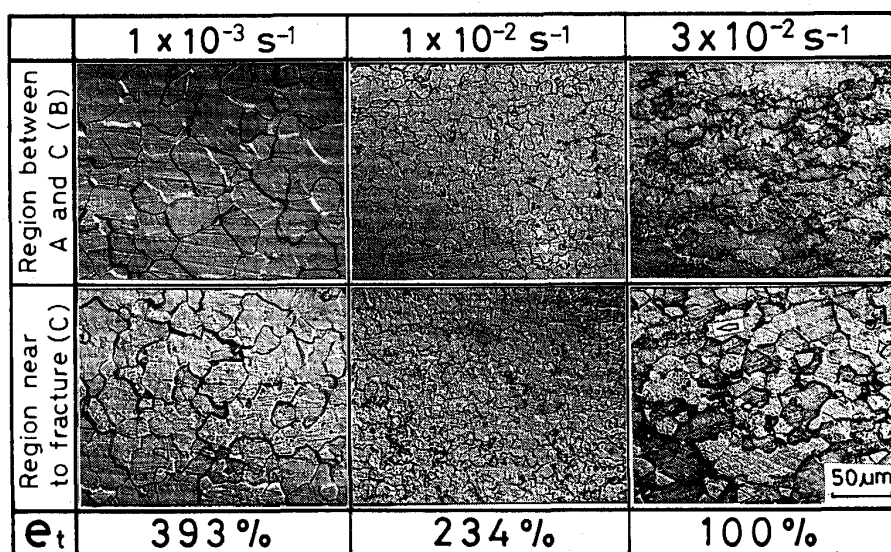
Test condition : 973 K, $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ Photo. 2. Optical microstructures of specimens AR, FG and CG deformed to fracture at $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at 973 K.

以上のように、微細な再結晶粒は AR および FG のみで観察されるので、変形前に初期結晶粒が微細であること、あるいは加工組織であることによって再結晶が生じやすいものと考えられる。変形後の結晶粒は AR のほうが FG より微細になるが、これは、AR のほうが α 相が短時間で析出するので、この α 相が粒界をピン止めし、再結晶後の粒成長を抑制するためと考えられる。後述するが、再結晶による微細化は変形中に生じているものと考えられ、973 K において全伸びが $\text{CG} < \text{FG} < \text{AR}$ の順で大きくなる (Fig. 4 参照) のは、結晶粒が微細で変形中に粒成長しにくいことと変形中に再結晶が生じやすいことに起因するものと考えられる。

3.7 β 変態温度以上での変形後の組織

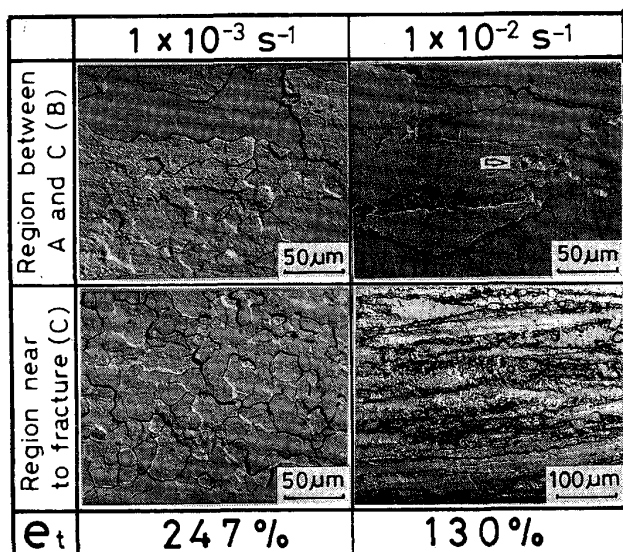
次に、各試料を β 変態温度以上 (1023 K) で変形させたときの破断後の組織について検討する。まず、AR について述べる (Photo. 3)。変形直前の組織は再結晶によって等軸粒となっており、その粒径は前述したように約 $15 \mu\text{m}$ であった。 $\dot{\epsilon}_0 = 3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ という高ひずみ速度変形における B 部では、引張方向に伸びた結晶粒内に軽くエッチングされた亜結晶粒ネットワークが観察され、ほとんど再結晶粒はみられない。ところが、同じ B 部においてひずみ速度がより低い場合には、肩部よ

り微細な再結晶粒がみられる (図中に肩部の結果は示していない)。ここでひずみ速度の大きい $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ほど再結晶粒は微細である。高ひずみ速度変形ほど破断後の静的再結晶の駆動力となる蓄積エネルギーが大きいと考えられるので、高ひずみ速度の $3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 変形で再結晶粒がほとんどみられず、蓄積エネルギーがより小さい低ひずみ速度変形で再結晶粒がみられたことは、この再結晶粒が破断後の静的再結晶によって生じたものではなく、変形中に生じたものであることを示唆していると考えられる。またこの再結晶粒は、Photo. 2 で示した FG と同様にゆがんで曲線的な粒界となっている。これも変形中に再結晶が生じていることを示すものであろう¹³⁾¹⁴⁾。一方 $\dot{\epsilon}_0 = 3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 変形の C 部では、直線的な粒界を持つ粗大粒がみられる。このような結晶粒は静的再結晶によって生じたものであると考えられる。 β 型チタン合金は動的回復しやすく、変形が進行しても静的再結晶の駆動力となるエネルギーが蓄積しにくいいため、破断後即時に再結晶 (メタダイナミック再結晶) せず、潜伏期において再結晶するものと考えられる¹⁴⁾。したがって、本研究では破断後即時に冷却を開始しているので、組織観察でみられる再結晶粒は、一部を除いては変形中に生じたものといえよう。しかし、高ひずみ速



Specimen : AR Test temperature : 1023 K

Photo. 3. Optical microstructures of a specimens AR deformed to fracture at different initial strain rates at 1023 K.



Specimen : CG Test temperature : 1023 K

Photo. 4. Optical microstructures of a specimens CG deformed to fracture at $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ at 1023 K.

度変形のような、動的回復がひずみエネルギーの蓄積に追いつかない場合には、 $3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 変形の C 部のように静的再結晶するものと考えられる。なお、この領域の一部には、粒内に亜結晶粒ネットワークがみられる未再結晶粒 (矢印で示す) も存在する。

次に CG について述べる (Photo. 4)。 $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 変形の B, C 部および $\dot{\epsilon}_0 = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 変形の B 部では、亜結晶粒に対応して凹凸化した粒界を持つ粗大

粒が観察される。 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 変形の場合の凹凸の幅は $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 変形のそれよりも小さく、AR で形成される再結晶粒同様、亜結晶粒もひずみ速度が大きいほど微細化すると考えられる。 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 変形の B 部では、このような凹凸粒界を持つ粗大粒の他に、粒界が軽くエッチングされた微細粒も存在する。さらに変形が進んだ C 部では粗大粒がみられず、粒界が明瞭にエッチングされた微細粒のみの組織となっている。これより再結晶は、変形が進むほど進行することがわかる。AR の $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 変形においても、変形が進んだ C 部ほど再結晶が進行している (Photo. 3)。したがって、Ti-15-3 の動的復旧過程は、S-S 曲線が動的回復型を示し、亜結晶粒ネットワークや再結晶粒が破断後の組織に認められることから、変形初期に形成された熱的に安定な亜結晶粒が変形の進行にともない、徐々に傾角を増しながら再結晶する連続再結晶¹⁵⁾、あるいはその場再結晶¹⁶⁾ する過程であるものと考えられる¹²⁾。しかし、亜結晶粒が傾角を増していく過程の詳細については明確でない。なお同様な現象は、フェライト鉄の高温変形などにおいても認められている¹³⁾。

¹²⁾ 通常、再結晶といえば、核生成と粒成長 (大傾角粒界移動) からなる不連続再結晶のことであり、オーステナイト鋼や純ニッケルなどでみられる動的再結晶は、この不連続再結晶をさす。ところが、粒界の掃引によらず転位の再配列、すなわち回復のみでマトリックスの欠陥密度が低下する場合があります。連続再結晶あるいはその場再結晶と呼ばれている¹⁵⁾。フェライト鉄などの動的復旧過程である動的回復は、この連続再結晶をさす場合が多いようである。したがって、動的回復過程においても再結晶 (連続再結晶) する場合がありますので、本研究では、連続再結晶をとらえる動的回復と不連続再結晶による動的再結晶の区別を明らかにするため、変形中に起こる再結晶のことを動的再結晶と呼ぶことは意識的に避けた。

粒界，特に粒界三重点近傍には Photo. 4 の矢印で示すような微細な再結晶粒が確認できる．この再結晶粒も粒界が曲線的であることから変形中に連続再結晶によって生じたものと考えられる．この結果は，核生成をともしなわなない連続再結晶も，不連続再結晶同様，大傾角粒界近傍で生じやすいことを示すものといえよう．したがって，前述したように変形前の結晶粒径が微細なほど，変形中に再結晶が進行しやすいのは，微細粒ほど連続再結晶粒が生じやすい粒界の面積が大きいためであると考えられる．

Fig. 4 で示したように， β 変態温度以上の 1023 K 変形では，973 K での変形同様，変形前の粒径が微細 (AR < FG < CG) なほど全伸びが向上している．変形前の粒径が大きく異なっても，変形温度とひずみ速度が等しければ変形中に生じる連続再結晶粒の粒径があまり変わらない ($1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ における AR と CG の比較)．したがってこのような変形前の微細粒化による全伸びの向上は，変形中の結晶粒の微細化に影響されず，変形前に結晶粒が微細であることに起因した再結晶のしやすさによって生じたものと考えられる．連続再結晶しやすいほど全伸びが向上する詳細については，今後の検討課題である．

4. 結 論

結晶粒を微細化した状態 (FG)，結晶粒を成長させ粗大化した状態 (CG) および冷間圧延したままの状態 (AR) の 3 種類の Ti-15-3 について， β 変態温度上下の温度域における高温引張試験および組織観察を行い，以下の結論を得た．

(1) 再結晶させた試料 (FG, CG) では S-S 曲線にいわゆる高温降伏現象が認められる．一方，冷間圧延したままの試料 AR の S-S 曲線では，温度の上昇にともしない，再結晶温度付近において，高ひずみ領域まで加工硬化するタイプから変形初期に高温降伏現象を示すタイプへの変化が認められる．これは，この変化点の温度付近から回復・再結晶過程が急速に変化するためと考えられる．

(2) 全伸びは，比較的 low ひずみ速度 ($1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以下) かつ高温 (1048 K 以上) の変形条件下では変形前の粒径にあまり依存しないが，他の変形条件では変形前の粒径に依存し，この結晶粒が微細なほど全伸びが向上する．

(3) 試料 AR は， β 変態温度直上の 1023 K において，

400% 近くの最大全伸びを示すが，より低温の β 変態温度以下の 973 K 付近においても全伸びの向上 (極大値) がみられ，その全伸びは β 変態温度直上のそれに近い値を示す (約 350%)．この場合の流動応力は，温度が低下するにもかかわらずほとんど増加しない．これは変形中に粒状 α 相が均一に析出した微細 ($\alpha + \beta$) 組織になるためと考えられる．したがって，本合金の高温加工性を向上させるためには，冷間加工したままの状態で用いることが実用的に有用と考えられる．

(4) 肩部から破断部近傍まで徐々に断面減少率が大きくなる破断形態を示し，また破断後の組織にキャビテーションが見られなかった．このことから，本合金の破断はキャビテーションの連結によるものでないと考えられる．

(5) 本合金の動的復旧過程は，動的回復，すなわち変形中に亜結晶粒ネットワークが形成され，その形成された亜結晶粒が傾角を増し連続再結晶する過程と考えられる．この連続再結晶は結晶粒が微細なほど生じやすい．しかし， m 値が 0.3 以上を示すので，本合金の高温変形は粒内の転位運動による動的回復 (連続再結晶をともしなう) によって完全には支配されておらず，超塑性流動も重要な役割を果たしているものと推定される．

文 献

- 1) 例えば，W. A. REINSCH and H. W. ROSENBERG: *Met. Prog.*, Mar. (1980), p. 64
- 2) R. TRICOT: *Mem. Etud. Sci. Rev. Metall.*, Oct. (1989), p. 609
- 3) 大内千秋: 日本金属学会会報, **25** (1986), p. 672
- 4) C. H. HAMILTON: *Conf. Proc. 'Superplastic Forming'*, ed. by S. P. AGRAWAL (1984), p. 13 [ASM]
- 5) P. GRIFFITH and C. HAMMOND: *Acta Metall.*, **20** (1972), p. 935
- 6) G. C. MORGAN and C. HAMMOND: *Mater. Sci. Eng.*, **86** (1987), p. 159
- 7) M. YAVIN and A. ROSEN: *Scr. Metall.*, **20** (1986), p. 833
- 8) 久保木功, 本橋嘉信, 今林 守: 茨城大学工学部研究集報, **37** (1989), p. 155
- 9) 梅本 実, 田村今男: 熱処理, **24** (1984), p. 334
- 10) M. F. ASHBY and R. A. VERRALL: *Acta Metall.*, **21** (1973), p. 149
- 11) C. H. HAMILTON, A. K. GHOSH and M. M. MAHONEY: *Adv. Process Methods Titanium*, USA (1982), p. 129
- 12) *Smithells Metals Reference Book-6th ed.*, ed. by E. A. BRANDES (1983) [Butterworth & Co. Ltd.]
- 13) 作井誠太, 酒井 拓, 沢田裕治: 日本金属学会誌, **40** (1976), p. 1284
- 14) 牧 正志, 田村今男: 鉄と鋼, **70** (1984), p. 2073
- 15) 村松尚国, 洪 倫義, 遠藤孝雄: 軽金属, **39** (1989), p. 789
- 16) 古林英一: 鉄と鋼, **70** (1984), p. 1814