

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2019-167621

(P2019-167621A)

(43) 公開日 令和1年10月3日(2019.10.3)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C 2 2 C</b> 14/00 (2006.01)	C 2 2 C 14/00 Z	
C 2 2 F 1/18 (2006.01)	C 2 2 F 1/18 H	
C 2 2 F 1/00 (2006.01)	C 2 2 F 1/00 6 1 2	
	C 2 2 F 1/00 6 2 4	
	C 2 2 F 1/00 6 3 0 A	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 22 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2018-181358 (P2018-181358)  
 (22) 出願日 平成30年9月27日 (2018. 9. 27)  
 (31) 優先権主張番号 特願2018-56543 (P2018-56543)  
 (32) 優先日 平成30年3月23日 (2018. 3. 23)  
 (33) 優先権主張国・地域又は機関 日本国 (JP)

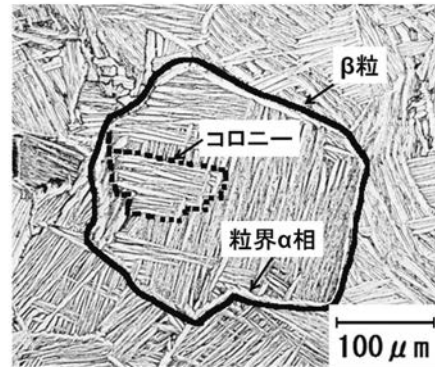
(71) 出願人 000006655  
 日本製鉄株式会社  
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号  
 (74) 代理人 110000637  
 特許業務法人樹之下知的財産事務所  
 (72) 発明者 西山 真哉  
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新  
 日鐵住金株式会社内  
 (72) 発明者 白井 善久  
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新  
 日鐵住金株式会社内  
 (72) 発明者 奥井 利行  
 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新  
 日鐵住金株式会社内

(54) 【発明の名称】  $\alpha + \beta$  型チタン合金押出形材

(57) 【要約】

【課題】 Ti - Al - V に比べて高強度な Ti - Al - Fe 系 + 型チタン合金を素材に、針状組織を有するが、反りが小さく、先行技術と同等の強度・延性を有する + チタン合金押出形材を提供する。

【解決手段】 成分組成が、質量%で、Al : 4 . 4 ~ 6 . 5 %、Fe : 0 . 5 ~ 2 . 9 % を含有し、O : 0 . 2 5 % 以下 ( 0 % であることを含む )、C : 0 . 0 8 % 以下 ( 0 % であることを含む )、N : 0 . 0 5 % 以下 ( 0 % であることを含む ) に制限し、残部が Ti および不可避的不純物であり、金属組織が針状組織からなり、旧粒径の平均が 3 0 0  $\mu$ m 以下である、 + 型チタン合金押出形材。



【選択図】 図 2

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

成分組成が、質量%で、Al：4.4～6.5%、Fe：0.5～2.9%を含有し、O：0.25%以下（0%であることを含む）、C：0.08%以下（0%であることを含む）、N：0.05%以下（0%であることを含む）に制限し、残部がTiおよび不可避免的不純物であり、金属組織が針状組織からなり、旧粒径の平均が300μm以下であることを特徴とする+型チタン合金押出型材。

## 【請求項2】

さらに、質量%で、Feの一部に代えて、Ni：0%以上～0.15%未満、Cr：0%以上～0.25%未満、Mn：0%以上～0.25%未満の1種または2種以上含有することを特徴とする請求項1に記載の+型チタン合金押出型材。

10

## 【請求項3】

さらに、質量%で、Si：0.50%以下（0%であることを含む）を含有することを特徴とする請求項1または請求項2に記載の+型チタン合金押出型材。

## 【請求項4】

旧粒径の平均が200μm以下であることを特徴とする請求項1～請求項3のいずれか1項に記載の+型チタン合金押出型材。

## 【請求項5】

粒界相の平均最大幅が5μm以下であることを特徴とする請求項1～請求項4のいずれか1項に記載の+型チタン合金押出型材。

20

## 【請求項6】

押出型材の押出方向に垂直なある一断面の旧粒の平均粒径 $d_1$ （m）と、前記一断面に平行で、前記一断面から押出方向に距離L（m）離れた押出型材の別の一断面の旧粒の平均粒径 $d_2$ （m）によって計算される下記（1）式の値が、25以下であることを特徴とする請求項1～請求項5のいずれか1項に記載の+型チタン合金押出型材。

$$|(d_1 - d_2) / L| \times 10^6 \quad (1)$$

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、+型チタン合金押出型材に関する。

30

## 【背景技術】

## 【0002】

チタン合金は高い比強度と優れた耐食性を活かして、航空機の骨材や構造部材、ゴルフフェースクラブヘッドやメガネのフレーム等の民生品用途、インプラント等の医療用途等、様々な分野で使用されてきている。

## 【0003】

その中でも、+型チタン合金は強度、延性バランスが良く、破壊靱性に優れることから、宇宙航空機産業を中心に多用されてきた。特に、+型チタン合金は、このような航空機向け用途の中で、骨材やシートレール等の型材として更なる品質の向上が期待される。

40

## 【0004】

このような+型チタン合金は、最も使用量の多いTi-6Al-4Vをはじめとして、主に航空機分野を主用途として長年使用されている。最近、更なる低燃費化のために機体への炭素繊維強化複合材（CFRP）の適用比率が高まってきたことに伴い、チタン合金の使用割合も上昇しており、今後もさらに上昇することが見込まれている。これは、従来、航空機分野で使用されていたアルミニウム合金では、CFRPとの接触で異種金属接触腐食が生じる、CFRPとの熱膨張率の差が大きく、飛行中と地上での温度差（約100）に起因してずれや緩み等を生じやすいという問題があるのに対して、チタン合金は、CFRPと接触しても異種金属接触腐食は起こらず、熱膨張率もアルミニウム合金に比べてCFRPに近いためである。

50

## 【0005】

+ 型チタン合金は、このような航空機向け用途の中で骨材やシートレール等の形材として使用されることもある。形材には複雑な断面形状を有するものもあり、従来は、大断面の鍛造品や極厚材を切削加工することにより製造されてきた。+ 型チタン合金について、鍛造後に切削加工を行う場合、変態点温度以下で強加工を行うことにより、金属組織を、高い強度・延性バランスを有する等軸組織とし、必要とする引張特性、特に高い耐力を実現していた。

## 【0006】

しかし、最近、航空機向け部品の製造コスト削減ニーズが高まる中、最終製品に近い断面形状で長尺の形材を製造することにより、歩留り、生産性の向上が期待され、熱間での押出加工による形材の製造技術が開発されてきている。

10

## 【0007】

押出加工には、間接押出法、静水圧押出法等の方法があり、ユージンセジュールネ法はその一つである。この方法では、インゴットを鍛造して製造した丸ビレットを素材とする。図1のようにコンテナ1に素材(ビレット5)を挿入し、ステム2に油圧による荷重を付与してダミーブロック3を介してビレット5を押し出し方向11に押し、ダイス4を通過させて様々な断面形状に成形することで、長尺の形材6を得ることが可能となる。

## 【0008】

ところで、+ 型チタン合金の金属組織は、前述のように、高い強度・延性バランスを必要とする用途向けには、変態点温度以下(+ 温度域)で鍛造等により強加工を行い、金属組織を等軸組織に制御することで、必要とする高い引張強度を実現してきた。一方、押出成型で金属組織を等軸組織に制御する場合、+ 型チタン合金は変態点温度( $T$ )を200以上回る温度域では熱間変形抵抗が著しく高くなるため、高い押出荷重を付加できる大型の押出プレスが必要となり、設備コストが高くなるとともに、押出不能になる場合がある。さらに押出可能であった場合でも、押出中の加工発熱により、形材断面内の一部の温度が変態点温度を超えた場合、形材の断面内に等軸組織と、変態点温度以上での加工で得られる針状組織が混在し、断面内で著しい機械特性差が生じる。そのため、一般に+ 型チタン合金の押出では、低い押出荷重で製造でき、表面欠陥が生じにくいように、ビレットを変態点温度以上に加熱して押し出し、押し出後の形材の組織を針状組織に制御している。

20

30

## 【0009】

しかしながら、ビレットを変態点温度以上に加熱して押し出した場合、押し出後の形材は針状組織を有し、その強度・延性バランスは、等軸組織に比べて劣るという問題がある。さらに、ビレットの加熱温度が変態点温度に比べて高すぎる(変態点温度+200超)場合、押し出後に変態点温度以上で保持される時間が長くなり、粒が成長するため、強度・延性バランスや疲労強度が劣るという問題がある。よりエンジンに近い部位に使用するためには、エンジン回転数の上昇に伴う慣性重量の増加による強度不足は深刻な問題である。

## 【0010】

一方、ビレット加熱温度が変態点温度近傍、もしくは変態点温度より低すぎれば、コンテナやダイス等の押出工具との接触による抜熱も影響して、表層の加工温度が変態点温度以下に低下するため、表層に等軸組織が混入する。さらに表層は温度低下のため延性が低下し、押し出中に割れや疵などの欠陥が生じる可能性がある。

40

## 【0011】

このように、押し出加工を行って得られる針状組織を呈する+ 型チタン合金押し出形材は、押し出温度の制御が難しく、押し出温度が高すぎれば引張特性が低下する、押し出温度が低すぎれば表面欠陥や、押し出荷重が高く押し出不能になるという問題がある。これらの問題を解決すべく、以下のような先行技術が開示されている。

## 【0012】

特許文献1には、+ 型チタン合金であるTi-6Al-4V合金を+ 温度域に

50

加熱して押出加工し、高強度、高靱性で、かつ長手方向の寸法変動の小さく表面疵が少ない形材を製造する方法が記載されている。

【0013】

特許文献2には、 $\alpha$ 型チタン合金を $\beta$ 温度域もしくは単相温度域に加熱して押出加工を施した後、 $\beta$ 温度域に加熱してから強制冷却する溶体化処理を行い、次いで、時効処理を行う2段階の熱処理を施して、強度、延性ともに優れた形材を製造する方法が記載されている。

【0014】

特許文献3には、微細な等軸 $\beta$ 組織を呈する $\alpha$ 型チタン合金ビレットを変態点温度以上で押出加工し、5 /秒以上で急冷した後、焼鈍することで $\beta$ 域で押出加工を行った形材と同等の強度、延性を有する押出形材を製造する方法が記載されている。

10

【0015】

特許文献4には、 $\alpha$ 型チタン合金ビレットを変態点温度以上に加熱した後、表面層を $\beta$ 域まで冷却してからビレットを押出加工する方法が提案されている。この方法では、押出時、ビレット内部が $\beta$ 変態点温度以上に加熱されているために熱間変形抵抗が小さく、小さい押出力で押出加工が可能であり、かつ、得られる形材は表面層が等軸 $\beta$ 組織を有するため高強度であるとされる。

【0016】

特許文献5には、 $\alpha$ 型チタン合金ビレットを、押出比を含む一次式によって計算される $\beta$ 域の温度範囲に加熱して押出加工を行うことにより、押出中に生じる加工発熱によって後続の熱処理を省略可能な製造方法が開示されている。

20

【0017】

特許文献6には、 $\alpha$ 型チタン合金ビレットを、押出比を含む一次式により計算される $\beta$ 域の温度で押出加工を行うことで組織制御を行い、強度や伸びに優れた形材を製造する方法が記載されている。

【0018】

一方、Vを含まない成分組成を検討し、機械的特性を向上あるいは調整させた合金として、特許文献7、8には、4.4%以上5.5%未満のAl、1.4%以上2.3%未満のFe、1.5%以上5.5%未満のMoを含有し、不純物として、Siは0.1%未満、Cは0.01%未満を満たし、残部チタンおよび不可避免的不純物からなる $\alpha$ 型チタン合金が開示されている。

30

【0019】

特許文献7には、引張強度が1000MPa級以上の $\alpha$ 型チタン合金のヤング率を所定のものに調整するために、所定の温度範囲の加熱と、それに対応する所定の冷却速度を組み合わせた熱処理を施す旨記載されている。

【0020】

特許文献8には、各構成成分の種類と量を所定の範囲とすることにより、引張強度、伸び、成形性、高温高速引張試験の絞りが向上する旨記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

40

【0021】

【特許文献1】特開昭61-193719号公報

【特許文献2】特開昭61-284560号公報

【特許文献3】特開昭63-223155号公報

【特許文献4】特公平5-2405号公報

【特許文献5】特許第2932918号公報

【特許文献6】特開2012-52219号公報

【特許文献7】特開2007-314834号公報

【特許文献8】特開2005-320618号公報

【発明の概要】

50

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0022】

上記先行技術に挙げた特許文献1～6による + 型チタン合金押出型材は、いずれも押出後に強制冷却を行って組織制御を行うか、針状組織以外の組織に制御して強度・延性の向上を行っている。

## 【0023】

強制冷却による組織制御を行った型材は、高い強度・延性バランスを有する。これは冷却速度の上昇に従って、針状組織中のサイドプレート相や粒界相の、冷却中の成長が抑制されるためである。しかしながら、長尺材や断面積が大きい型材は、強制冷却した際に全長および型材内外で冷却速度がばらつき、目的とする組織や材質特性が得られない部位が発生するという問題がある。さらに、冷却過程では、熱収縮により型材内部に応力が発生する。このため、冷却速度差が著しく、応力が大きい場合には、塑性変形により型材に反り等の形状不良が生じる、もしくは、冷却後も残留応力が残る場合もあるため好ましくない。

10

## 【0024】

型材の組織を針状組織以外とする方法では、ピレットの一部および全域を + 温度域に制御する必要がある。しかしながら、 + 型チタン合金は、加工温度が変態点温度以下に下がると熱間変形抵抗が高く、大きなプレス力が必要である。また、 + 温度域では加工発熱量が大きいいため、押出中の加工発熱により加工温度が変態点温度を超える場合がある。その結果、均一な組織の型材が得られず、機械的特性が均一でないという問題がある。さらに、ピレット断面内で温度勾配を設けて加熱する方法では、わずかな断面内の温度の違いにより変形の程度がばらつくために、安定した形状が得られないという問題がある。

20

## 【0025】

また、特許文献7～8は、1.5%以上5.5%未満のMoを含有するため、高価なMoを必要とする。

## 【0026】

そこで本発明は、Ti-Al-Vなどに比べて比較的廉価で高強度なTi-Al-Fe系 + 型チタン合金を素材に、針状組織を有するが、先行技術と同等の強度・延性バランスを有する + チタン合金押出型材を提供することを目的とする。

30

## 【課題を解決するための手段】

## 【0027】

かかる課題を解決するために、本発明の要旨とするところは以下のとおりである。

## [1]

成分組成が、質量%で、Al: 4.4～6.5%、Fe: 0.5～2.9%を含有し、O: 0.25%以下(0%であることを含む)、C: 0.08%以下(0%であることを含む)、N: 0.05%以下(0%であることを含む)に制限し、残部がTiおよび不可避的不純物であり、金属組織が針状組織からなり、旧粒径の平均が300μm以下であることを特徴とする + 型チタン合金押出型材。

## [2]

さらに、質量%で、Feの一部に代えて、Ni: 0%以上～0.15%未満、Cr: 0%以上～0.25%未満、Mn: 0%以上～0.25%未満の1種または2種以上含有することを特徴とする[1]に記載の + 型チタン合金押出型材。

40

## [3]

さらに、質量%で、Si: 0.50%以下(0%であることを含む)を含有することを特徴とする[1]または[2]に記載の + 型チタン合金押出型材。

## [4]

旧粒径の平均が200μm以下であることを特徴とする[1]～[3]のいずれか1つに記載の + 型チタン合金押出型材。

## [5]

50

粒界相の平均最大幅が5 μm以下であることを特徴とする[1]~[4]のいずれか1つに記載の+型チタン合金押出型材。

[6]

押出型材の押出方向に垂直なある一断面の旧粒の平均粒径 $d_1$  (m)と、前記一断面に平行で、前記一断面から押出方向に距離 $L$  (m)離れた押出型材の別の断面の旧粒の平均粒径 $d_2$  (m)によって計算される下記(1)式の値が、25以下であることを特徴とする[1]~[5]のいずれか一つに記載の+型チタン合金押出型材。

$$|(d_1 - d_2) / L| \times 10^6 \quad (1)$$

【発明の効果】

【0028】

本発明によれば、特定の組成からなる+型チタン合金型材について、金属組織が針状組織からなり、旧粒径の平均が300 μm以下であることにより、0.2%耐力が830 MPa以上、伸びが15%以上の押出型材とすることができる。

本発明の+型チタン合金押出型材は、優れた強度および伸びを有し、かつ、大量生産が可能であることから、航空機用構造部材をはじめ、自動車や二輪車の部材等を低コストで製造できるようになる。本発明によれば、産業上の用途が拡大するとともに、その軽量、高強度な特性により、航空機や自動車等の燃費向上等の効果を得ることが可能になる。

【図面の簡単な説明】

【0029】

【図1】ユージンセジュールネ法における押出プレス機の模式図である。

【図2】+型チタン合金押出型材の針状組織を示す顕微鏡写真である。

【図3】(a)~(d)は、いずれも本発明の+型チタン合金押出型材の製造方法を例示した熱履歴を示すグラフである。

【図4】実施例で製造した押出型材の断面形状の模式図である。

【図5】実施例で測定した押出型材の「反り」の説明図である。

【発明を実施するための形態】

【0030】

本発明が対象とする+型チタン合金は、変態点温度以下では、HCP構造を持つ相と、BCC構造をもつ相からなり、変態点温度以上では、相は相に変態して相のみからなる。針状組織は、変態点温度以上の温度での加工後に生じる形態であり、その組織形態を図2に示す。変態点温度以上の温度で1つの粒であった旧粒の境界に粒界相が生成している。即ち、変態点温度以上で存在していた粒(旧粒)の粒界には、冷却中に粒界相が形成される。変態点温度以上で存在していた粒(旧粒)の粒界である粒界相で囲まれた領域を本発明では「旧粒」と呼ぶ。旧粒内には複数のコロニーと呼ばれる相と相が層状に並んだ組織が形成されている。以降、コロニー中の相はサイドプレート相、相はサイドプレート相と呼ぶ。

【0031】

また、金属は一般的に冷却時に熱収縮して体積が減少する。部位によって冷却速度に差がある場合、冷却中のある時間では熱収縮量が異なるため、型材内部に応力が発生する。さらに、押し出し型材は、押し出し後の温度が均一でない。このように部位によって放冷前の温度が異なる場合、部位ごとに冷却中の総収縮量が異なるため、この応力は増加する。空冷や炉冷など、型材の冷却速度が遅い場合には、このような応力は型材に弾性変形を与えるのみに留まる。しかしながら、従来技術では、押出直後の強制冷却、もしくは押出後の熱処理における溶体化処理(高温域から強制冷却)により、組織や組成を制御することで、高い強度・延性バランスを得る。これら強制冷却では、冷却速度の差が大きいため著しい応力が生じ、型材に反り等の塑性変形を与える。また、冷却時には形状不良が生じなくても、型材内部に残留応力を生じ、型材の加工、切削時等に反り等の形状不良を与える。

【0032】

10

20

30

40

50

そこで本発明者らは、特定の組成からなる + 型チタン合金について、加熱条件を種々変更して熱間押出を行い、型材の引張特性と針状組織の関係について検討を行った。その結果、形状不良の原因となる強制冷却を用いなくとも、金属組織が針状組織からなり、旧 粒径の平均を  $300\ \mu\text{m}$  以下とすることにより、等軸組織を有する  $\text{Ti}-6\text{Al}-4\text{V}$  と同等以上の  $0.2\%$  耐力を有し、延性が実用上問題ない程度の + 型チタン合金押出型材とすることができることを見出した。

【0033】

本発明において、成分組成を決定した意義について述べる。以下の成分組成の%は、すべて質量%である。

【0034】

本発明は、Al、Feを主要含有元素としたチタン合金、すなわち、 $\text{Ti}-5\text{Al}-1\text{Fe}$  対象とする。以下、各成分の限定理由について説明する。

【0035】

Al :  $4.4 \sim 6.5\%$

Alは安定化元素であり、相の分率を増加するために添加する元素である。その含有量が  $4.4\%$  未満であれば相に比べて強度の高い相の分率が過少になり、一般的な  $\text{Ti}-6.0\text{Al}-4.0\text{V}$  相当の十分な強度が得られず、優れた  $0.2\%$  耐力が得られない。一方、その含有量が  $6.5\%$  を超えて過多になると、積層欠陥エネルギーを上げ、双晶変形を抑制するために熱間および室温延性が劣化するとともに、 $\text{Ti}_3\text{Al}$  が析出することで靱性も劣化し、加工性が低下する。さらに、その含有量が  $6.5\%$  超になると、平滑な局所すべりを誘発するため、局所すべりが生じた場所でき裂が発生しやすくなり熱間加工性が低下する。従って、Alの含有量は、その下限を  $4.4\%$  とし、その上限を  $6.5\%$  とする。好ましくは、 $5.5\%$  以下である。

【0036】

Fe :  $0.5 \sim 2.9\%$

Feは安定化元素であり、添加することで変態点温度を低下させる作用がある。また、固溶強化により  $0.2\%$  耐力を向上させる作用を持つため、 $0.5\%$  以上のFeを添加する。一方、その含有量が  $2.9\%$  を越えて過多になると、凝固偏析のため、押出型材の表層と中心で機械的性質のばらつきを生じ、安定した値が得られない。さらに、伸びが劣化し、加工性の低下を招くことになる。従ってFeの含有量の上限を  $2.9\%$  とする。好ましくは、 $1.4\%$  以下である。

【0037】

O :  $0.25\%$  以下 ( $0\%$  であることを含む)、C :  $0.08\%$  以下 ( $0\%$  であることを含む)、N :  $0.05\%$  以下 ( $0\%$  であることを含む) に制限

O、C、Nは、不可避免的に + 型チタン合金に含まれるが、安定化元素であり、ある程度添加することで相の分率を増加するとともに、 $0.2\%$  耐力を向上させる作用を持つ。しかしながら、それぞれの元素の含有量が増加すると、延性が低下し、加工性が低下する。従って、O :  $0\%$  超  $0.25\%$  以下、C :  $0\%$  超  $0.08\%$  以下、N :  $0\%$  超  $0.05\%$  以下とする。もちろん、O、C、Nは、 $0\%$  (検出限界未満) であっても構わない。

【0038】

残部 : Tiおよび不可避免的不純物

残部は、Tiおよび不可避免的不純物である。不可避免的不純物の元素として、チタンの精錬工程で混入するCl、Na、Mg、およびスクラップから混入するZr、Sn、Cu、Mo、Nb、Taなどの不純物が例示される。いずれの不純物も、含有量が増加するとTiと化合物を生成して靱性が低下し、その結果加工性が低下する。また、不純物の総含有量が過多になると、延性が低下するために加工性が劣化する。これらの元素は、各々  $0.1\%$  以下、総量で  $0.4\%$  以下含まれていても、本発明の効果を阻害しない。

【0039】

さらにFeの一部に代えて、質量%で、Ni :  $0\%$  以上  $\sim 0.15\%$  未満、Cr :  $0\%$

10

20

30

40

50

以上～0.25%未満、Mn：0%以上～0.25%未満の1種または2種以上

本発明の+型チタン合金押出型材は、任意添加元素として、さらにFeの一部に代えて、質量%で、Ni：0%以上～0.15%未満、Cr：0%以上～0.25%未満、Mn：0%以上～0.25%未満の1種または2種以上を含有しても良い。これらは、Feの一部を、Feと同様の働きをする安価な元素で置換するものである。すなわち、Ni、Cr、Mnを添加する場合は、0.5%以上のFeを含んだうえで、Fe、Ni、Cr、Mnの総量が、1.4%以下となるように、Ni：0.15%未満、Cr 0.25%未満、Mn：0.25%未満で添加する。

#### 【0040】

ここで、Ni、Cr、Mnの添加量の上限をそれぞれ、0.15%未満、0.25%未満、0.25%未満としたのは、これらの元素は、上記上限値以上添加すると、平衡相である金属間化合物( $Ti_2Ni$ 、 $TiCr_2$ 、 $TiMn$ )が生成し、室温延性(伸び)が劣化するからである。なお、Ni、Cr、Mn、Feの総量は、0.5%以上、1.4%以下とする必要がある。これは、0.5%未満であると、室温引張強度が小さくなるためであり、また、1.4%超では、Ni、Cr、Mn、Feが単独ではなく協力的に凝固偏析を生じ、室温延性が低下するためである。

10

#### 【0041】

Si：0.50%以下

Siは固溶強化に有効な元素であり、添加することで0.2%耐力、引張強度を向上させる作用を持つので、含有しても良い。しかしながら、その含有量が0.50質量%を超えて過多になると、析出物を形成し、室温延性や冷間加工性を低下させる。そこで、析出物が析出しない添加量として、Siの含有量の上限は0.50質量%とする。

20

#### 【0042】

次に、本発明において、旧粒径を限定した意義について述べる。針状組織では、一部の転位は/相境界を容易に伝播するため、一部の転位の堆積距離はコロニーサイズの半分で与えられる。また、コロニーサイズは旧粒径の減少に伴って減少する。そのため、旧粒径の減少に伴い、コロニー境界での転位の堆積による応力場が減少し、組織微細化強化により0.2%耐力が上昇する傾向にある。逆に言えば、旧粒径が大きくなると、転位の堆積距離が増加してコロニー境界で生じる応力集中が増加するために、0.2%耐力が低下する。さらに、旧粒径が小さくなると、コロニーサイズが小さくなり、旧

30

#### 【0043】

針状組織では、粒界相の平均最大幅が増加するに従い、延性が低下する。粒界相は、加工中に転位の堆積しやすい旧粒界に生成する。そのため、加工中のポイドも粒界相界面に発生しやすいが、粒界相の平均最大幅が増加すると、ポイドが粒界に沿って進展しやすくなる。そこで、本発明において、通常の放冷で得られる最大の粒界幅である5 $\mu m$ を粒界の平均最大幅の上限とすることが好ましい。一方、下限については必ずしも限定されるものではないが、押出型材の反りの発生を抑制するためには、1 $\mu m$ 以上が好ましい。それ以上小さくするには、水冷やファン空冷などの強制冷却を行う必要があり、型材内部の温度差を大きくするために、内部応力に起因した形状不良や、空冷後の残留応力の発生の原因となるため、上記の下限が好ましい。

40

#### 【0044】

粒界相の平均最大幅について測定方法を述べる。図4に示された押出型材断面において、顕微鏡による組織観察位置で確認される旧粒を任意に5つ選び、各々の粒界相の

50

最大幅を測定する。なお旧 粒を選択する際、隣接し合う旧 粒を選択することは避ける。5つの最大幅の平均値を粒界 相の平均最大幅と定義する。

【0045】

ところで、押出型材の旧 粒の平均粒径は、通常、押出型材の押出方向で、均一とならない。その理由は押し出す工程にある。押し出す際に、最初に押出の型に接触する、ピレット5の先頭である先端部は、ダイス4との接触により抜熱し、温度が下がりやすい。一方、押し出しの後端部は、ダミーブロック3と接触するために抜熱するとともに、先端部に比べてコンテナ1との接触時間が長いために抜熱量が大きい。これらの抜熱の程度が、先端部と後端部では、異なるために、先端部と後端部では、押出温度が均一とならず、旧 粒の平均粒径の差となって現れる。

旧 粒の平均粒径の差は、そのまま、各部の強度の差として現れる。そのため、押出方向に均一な機械的強度を有する押出型材とするためには、下記(1)式によって計算される値が、2.5以下であることが好ましい。(1)式は、一断面の旧 粒の平均粒径 $d_1$ (m)と別の断面の旧 粒の平均粒径 $d_2$ (m)の差を、 $L$ (m)によって除した値の絶対値である。より好ましい(1)式の値は、1.5以下、さらに好ましくは1.0以下である。

$$|(d_1 - d_2) / L| \times 10^6 \quad (1)$$

$d_1$  : 押出型材の押出方向に垂直なある一断面の旧 粒の平均粒径(m)

$d_2$  : 一断面から押出方向に距離 $L$ (m)離れた押出型材の別の断面の旧 粒の平均粒径(m)

$L$  : 一断面と別の断面の押出方向の距離(m)

なお、距離 $L$ は、0.3m以上が好ましく、1m以上がより好ましい。そのため、押出型材の長さは、この $L$ より長い2m以上が好ましく、3m以上がより好ましい。

【0046】

次に本発明の + 型チタン合金押出型材の製造方法を図3に例示して説明する。図3において、(a)は、変態点温度( $T$ )以上の温度域で熱間押出を行って針状組織を得る製造方法、(b)は、変態点温度( $T$ )以上の温度域で熱間押出を行って針状組織を得た後、歪とり焼鈍を行う製造方法、(c)は、変態点温度( $T$ )未満の温度域で押出を行った後、針状組織を得るために単相域熱処理を行う製造方法、(d)は、変態点温度( $T$ )未満の温度域で押出を行った後、針状組織を得るために単相域熱処理を行い、歪とり焼鈍を行う製造方法である。なお、これらはいくまでも例示であり、本発明の + 型チタン合金押出型材はこれらの製造方法で得られるものには限定されない。

【0047】

図3(a)(b)に示すような、押出温度を 変態点温度以上とし、押出後に 単相域熱処理を施さない製造方法では、チタン合金ピレットを 変態点温度以上まで加熱して熱間押出を行う際、ピレットの表面も中心も含めて 変態点温度以上の所定の温度に均熱化していることが必要である。

【0048】

最初に押出後に焼鈍を施さない図3(a)に示す製造方法について説明する。

チタンは熱伝導率が低いので、チタン合金ピレットを所定温度に均熱化するためには、加熱時の昇温速度を低速とし、あるいは加熱炉の在炉時間を長くして、ピレット中心まで含めて目標温度に到達させている。このようにしてピレットの中心を目標温度に到達させようとすると、ピレット表面については、中心よりも早く 変態点温度以上となるので、 変態点温度以上に到達してからの滞在時間が長くなる。その結果、ピレット表面については 粒の成長が促進され、押出前の 粒径が増大する。押出前の 粒が粗大化すると、押出後の 粒の再結晶核生成サイトが少ないために押出後の 粒も粗大化し、旧 粒径の平均が300 $\mu$ mを超えることとなり、0.2%耐力が低下する。

【0049】

そこで、ピレットを 変態点温度以下の所定の温度にて均熱化する予加熱を行い、その

10

20

30

40

50

後に急速加熱を行ってピレット全体を 変態点温度以上の所定温度とし、 変態点温度以上の温度保持時間を短縮して熱間押出を行う方法を着想した。予加熱においては、 変態点温度以下の温度でピレットを均熱化するので、 粒の粗大化は発生しない。予加熱を行っているので、その後急速加熱を行うことが可能となり、ピレット中心が 変態点温度以上の所定温度に到達したとき、ピレット表面の 変態点温度以上の保持時間を短い時間とすることが可能となる。その結果、ピレットの表面を含め、押出前の 粒粗大化を防止し、押出後の 粒粗大化をも防止することができ、旧 粒径の平均を  $300\ \mu\text{m}$  以下とすることを可能とした。

#### 【0050】

予加熱においては、ピレット表面および中心の温度を  $(T - 500) \sim (T - 800)$  に、表面と中心の温度差が  $50$  以下になるように予加熱を行う。

ピレット表面の温度測定は、放射温度計で行うとよい。一方、ピレット中心の温度測定は、加熱に先立ってピレット底面である円の中心位置をドリルで穿孔し、ピレットの中心に至るまでドリル穴をあけ、絶縁管で保護された熱電対を挿入することによって行うとよい。

#### 【0051】

予加熱後のピレット温度が低すぎると、その後急速加熱を行う際、ピレット中心まで所定の 変態点温度以上とするためには、急速加熱後の保持時間を増加する必要が生じ、その結果としてピレット表面の 変態点温度以上での保持時間が増加して 粒が粗大化することとなる。本発明においては、予加熱温度下限を  $(T - 500)$  とすることにより、急速加熱後の保持時間を短縮し、押出後の旧 粒径の平均を  $300\ \mu\text{m}$  以下とすることが可能となった。

#### 【0052】

チタンは大気中で加熱すると酸化しやすく、ある温度以上に加熱すると ケースと呼ばれる硬化層を表面に形成し、その厚さは加熱温度が高くなるほど厚くなる。 ケースは硬く、延性に乏しいため押出中のクラックの起点となり、押出製品に割れを生じる。また表面硬化層の研磨作用によりダイスが著しく摩耗するため、押出材長手方向で断面寸法の変動が大きくなる。そこで、 ケースの形成が著しくない  $(T - 800)$  をピレットの予加熱温度の上限とした。

#### 【0053】

チタンは熱伝導性が悪く、予加熱後に十分にピレットが均熱化されない状態でピレット表面から急速加熱を行ったのでは、ピレット全体が均等に加熱されない。そこで、急速加熱時にピレットの一部が 変態点温度に達してから、ピレット全体が 変態点温度に達するまでの時間が短く、押出後の旧 粒径が、旧 粒径の断面内の平均の上限である  $300\ \mu\text{m}$  を超えないよう、予加熱時のピレット表面と中心の温度差の上限を  $50$  とした。実際の操業では、温度差は  $20$  以下が好ましい。

#### 【0054】

ピレットを予加熱した後、通電加熱もしくは誘導加熱により  $1.0 / \text{s}$  以上の昇温速度で  $T \sim (T + 200)$  に加熱し、その後、押出加工を行う。

#### 【0055】

急速加熱後のピレット温度が高いほど旧 粒径は増加する。これは、押出中に加工を受けた 粒が、押出後に 変態点温度以上に保持されている間に再結晶するが、押出前ピレット温度が上昇するに伴い、押出後に 変態点温度以上に保持される時間が増加し、再結晶後の粒成長時間が長くなるためである。急速加熱後のピレット温度が  $(T + 200)$  を超えると、型材の旧 粒径の平均が  $300\ \mu\text{m}$  超となり、 $0.2\%$  耐力が  $830\ \text{MPa}$  を下回ることを見出した。

#### 【0056】

また、チタンは大気中で加熱すると酸化しやすく、ある温度以上に加熱すると ケースと呼ばれる硬化層を表面に形成し、その厚さは加熱温度が高くなるほど厚くなる。 ケースは硬く、延性に乏しいため押出中のクラックの起点となり、押出製品に割れを生じる。

10

20

30

40

50

また表面硬化層の研磨作用によりダイスが著しく摩耗するため、押出材長手方向で断面寸法の変動が大きくなる。そこで、旧 粒径の平均が  $300 \mu\text{m}$  以下となり、かつ、ケースの形成が著しくない ( $T + 200$ ) をピレット急速加熱温度の上限とした。

【0057】

一方、急速加熱後の温度が 変態点温度 ( $T$ ) 近傍では、形材表層部は、押出の際にダイスと接触した際の抜熱により加工温度が  $T$  以下まで低下するため、等軸組織を有する。押出の進行に伴い、ダイス温度は上昇するため、形材表層も加工温度が上昇し、定常部では針状組織を有するが、安定して針状組織を有する形材を製造するためには、急速加熱後の温度は ( $T + 50$ ) 以上が好ましい。

【0058】

押出前のピレット急速加熱時の昇温速度が遅いと、ピレット表面は、 変態点温度以上の温度に保持される時間が長くなり、押出前の旧 粒径が粗大化し、押出後の旧 粒径が増加する。そこで、押出前のピレット表面の 粒の成長を抑制し、押出後の旧 粒径の平均が  $300 \mu\text{m}$  以下となる  $1.0 / \text{s}$  を、昇温速度の下限とした。

【0059】

チタンは熱伝導性が悪いので、通電加熱や誘導加熱による急速加熱を行った際、ピレット全体が均等に加熱されるためには急速加熱後に所定の保持時間を設けると好ましい。ピレット全体が 変態点温度以上の温度に加熱されるためには、急速加熱後に 20 秒以上保持するのが望ましい。一方、急速加熱後の保持時間が長すぎると、保持時間中に 粒が粗大化し、押出後の 粒も粗大化することとなって好ましくない。本発明では、急速加熱後の保持時間を 20 分以下とすることにより、形材の旧 粒径の平均を  $300 \mu\text{m}$  以下とすることができる。

【0060】

押出加工を行った後、  $5 / \text{秒}$  未満の冷却速度で室温まで放冷することが好ましい。ここでいう冷却速度は、  $500$  までの冷却速度を指す。押出後に  $5 / \text{秒}$  以上の強制冷却を行うと、冷却速度が不均一となり、形材内部の温度差に起因した応力が形材内部に生じ、反りや曲り等の塑性変形が生じる。また、塑性変形が生じなくても、室温まで冷却した後に形材内部に残留応力が生じ、形材の加工、切削時等に反り等の形状不良を与える。そのため、押出加工後は、  $5 / \text{秒}$  未満の冷却速度で放冷することが好ましい。また、冷却速度が遅いと冷却中に 粒径が増大するとともに、粒界 相が成長して強度および延性が低下する。そのため、押出加工後の冷却速度は、  $0.5 / \text{秒}$  以上で放冷することが好ましい。実際の操業では、放冷 (約  $1 / \text{秒}$ ) が好ましい。

【0061】

以上が図 3 ( a ) に示す製造方法の説明であるが、それに加えて、図 3 ( b ) に示す製造方法のように、放冷後、 ( $T - 500$ ) ~ ( $T - 200$ ) で歪とり焼鈍を行っても良い。

【0062】

押出後は放冷であっても、冷却中に、形材内部における温度差により、内部応力が発生する。そこで、本発明では、放冷後の形材について、内部の歪を除去し、内部応力を減少させるのに十分な時間の焼鈍を行うことにより、切削時等に生じる曲りを小さくできる。

【0063】

一方、焼鈍温度の上昇に伴いコロニー中の 相 (サイドプレート 相) の幅が増加して、一部の転位の堆積距離が増加するため、  $0.2\%$  耐力、および強度が低下する。そこで、サイドプレート 相の幅が増加しはじめる ( $T - 200$ ) を焼鈍温度の上限とした。

【0064】

図 3 ( a ) ( b ) に示す製造方法とは異なり、図 3 ( c ) ( d ) に示すように、 変態点温度未満で押出しても本発明は製造することができる。

この図 3 ( c ) ( d ) に示す製造方法では、 変態点温度 ( $T$ ) 未満の温度域で押出加工が行われるため、押出加工後の組織は、等軸組織となる。そこで、等軸組織部を針状組織にするために、次に 単相域熱処理を行う。以下に 単相域熱処理の条件について詳

10

20

30

40

50

しく述べる。

【0065】

単相域熱処理後に焼鈍を施さない図3(c)に示す製造方法について説明する。

+ チタン合金は、通常、熱間押出型材の断面形状が複雑である場合、押出の加工率が高い場合等は、加工発熱が大きくなり、発熱を利用できるので組織が針状組織となりやすいが、断面形状が単純である場合や、押出の加工率が低い場合は、ダイスやコンテナとの接触により奪われる熱が加工発熱量を上回るため、押出加工にて特に全体を針状組織とすることが難しい。

【0066】

そこで、押出加工後に、変態点温度 $T$ 以上に加熱することで全体が相に変態し、冷却後に針状組織が得られるようになる。そのため、押出加工後に、 $T$ を下限温度とする単相域熱処理を行う。

10

【0067】

但し、単相域熱処理温度が上昇するに伴い、原子の拡散速度が上昇して粒の成長速度が上昇するとともに、変態点温度以下まで冷却するのに必要な時間が増加し、粒の成長が促進される。その結果、単相域熱処理が高すぎると、粒径(旧粒径)が $300\mu\text{m}$ を超えて成長し、転位の堆積距離が増加してコロニー境界で生じる応力集中が増加するために、 $0.2\%$ 耐力が大きく低下する。そこで、単相域熱処理の上限温度は、粒の成長速度が著しくなく、変態点温度以下までの冷却時間が短い( $T + 200$ )とした。

20

【0068】

また、針状組織部の粒径(旧粒径)を粗大に変化させることを防止するには、単相域熱処理の加熱時間も重要である。単相域熱処理時間が長くなるに従い、粒径(旧粒径)は増加する。これは、変態点温度以上の保持時間が長いと、粒の界面エネルギーを低下させるため、粒が合体を始めるためである。また、チタンは大気中で加熱すると酸化しやすく、ある温度以上に加熱するとケースと呼ばれる硬化層を表面に形成し、その厚さは加熱温度が高くなるほど厚くなる。ケースは硬く、延性に乏しいためクラックの起点となり、製品に割れを生じる。そこで、粒径(旧粒径)の平均が $300\mu\text{m}$ 以下となり、かつケースの形成が著しくない、 $T$ 以上で型材を $1000$ 秒以下保持(単相域熱処理温度)することで、針状組織部の旧粒径を粗大に変化させることなく、等軸組織部をすべて針状組織にできる。一方、単相域熱処理時間の下限は、型材の肉厚にも依存するが、型材の中央部までの伝熱時間を考慮すると、全体が変態点温度以上まで加熱される $10$ 秒程度が好ましい。

30

【0069】

また、このように単相域熱処理を行う場合も、熱間押出型材の表面も中心も含めて変態点温度以上の所定の温度に均一化していることが必要である。そこで、図3(c)(d)に示す製造方法において、熱間押出する前に変態点温度以上に加熱する場合と同様に、変態点温度以上に加熱する単相域熱処理を行う場合も、熱間押出型材を変態点温度以下の所定の温度(表面および中心の温度( $T - 500$ )~( $T - 80$ ))、表面と中心の温度差 $50$ 以下)にて均熱化する予加熱を行い、その後急速加熱(昇温速度 $1.0/s$ 以上)を行って熱間押出型材全体を変態点温度以上の所定温度とし、変態点温度以上の温度保持時間を短縮して単相域熱処理を行う。これにより、旧粒径の平均を $300\mu\text{m}$ 以下とすることが可能となる。

40

【0070】

そして、単相域熱処理を行った後、 $5/s$ 未満の冷却速度で室温まで放冷することが好ましい。これにより、反りや曲り等の塑性変形が防止され、型材内部に残留応力が生じなくなる。

【0071】

以上が図3(c)に示す製造方法の説明であるが、それに加えて、図3(d)に示す製造方法のように、放冷後、( $T - 500$ )~( $T - 200$ )で歪取り焼鈍を行って

50

も良い。これにより、内部に発生した歪を除去することができ、切削等の二次加工時に発生する曲りを抑制することができる。

【0072】

なお、上述したように、本発明の + 型チタン合金押出材はこれらの製造方法のみで得られるものではない。例えば、図3(c)、(d)に示す製造方法において、押出加工を 変態点温度以上で行っても良い。また、拡散焼鈍は、押出加工後の冷却中や 単相域熱処理後の冷却中に連続して行っても良い。

【0073】

押出材において、(1)式の値を25以下とするためには、先端部、後端部の抜熱を勘案して、ピレット5が接触するコンテナ1、ステム2、ダミーブロック3、ダイス4の温度や接触時間、熱容量から、抜熱量を計算し、抜熱量により低下する温度分を予め補償する加熱を先端部、後端部において行い、両者に温度勾配を付与する。

10

【実施例】

【0074】

(実施例1)

押出材の成分組成の影響を確認するために、成分を種々変化させ、同一の製造方法により押出材を製造し、各々の押出材について、0.2%耐力、引張強度、伸び、反り、金属組織を測定した。

【0075】

この際、真空アークで2回溶解して得られる 700mm、重さ5トンで、表1に示すように、成分を種々変化させて溶解したチタン合金のインゴットを、 + 温度領域で面積減少率60%まで熱間鍛造し、得られたピレットの表面酸化層を切削して、押出用ピレットとした。なお、表1の合金No.1~12は、いずれも、O:0.25%以下、C:0.08%以下、N:0.05%以下の範囲内を満たしていた。

20

【0076】

【表1】

合金 No.	合金成分(質量%)							$\beta$ 変態点 温度/°C
	Al	Fe	Ni	Cr	Mn	V	Si	
1	5.0	1.2	-	-	-	-	-	1010
2	5.0	1.0	0.13	-	-	-	-	1010
<u>3</u>	5.0	1.0	<u>0.17</u>	-	-	-	-	1000
4	5.0	1.0	-	0.22	-	-	-	1010
<u>5</u>	5.0	1.0	-	<u>0.27</u>	-	-	-	1000
6	5.0	1.0	-	-	0.22	-	-	1010
<u>7</u>	5.0	1.0	-	-	<u>0.27</u>	-	-	1000
8	5.0	0.8	0.10	0.2	0.2	-	-	1000
<u>9</u>	5.0	<u>1.1</u>	<u>0.10</u>	<u>0.2</u>	<u>0.2</u>	-	-	1000
10	6.0	1.00	-	-	-	-	-	1030
11	6.0	2.90	-	-	-	-	-	1005
12	5.0	1.20	-	-	-	-	0.5	1015

下線は本発明範囲外

30

40

【0077】

このピレットを、製造方法b(図3(b)に示す方法)を用いて、誘導加熱により、Arガス雰囲気中で700(表面と中心の温度差が5)に予加熱した後、昇温速度1.3/sで昇温し、表2に示す製造条件(押出温度)で凸型断面形状に押出加工を行った後

50

、室温まで放冷（冷却速度  $1.5 / s$ ）した。その後、この熱押形材を表 2 に示す条件で歪取り焼鈍した。

【0078】

< 引張試験 >

この熱押形材の図 4 に示す位置から ASTM E 8 ハーフサイズ引張試験片（平行部  $6.35 \text{ mm}$ 、ゲージ長  $25 \text{ mm}$ ）を得た。引張試験により、 $0.2\%$  耐力、引張強度、破断伸びを測定した。

【0079】

< 組織観察試験 >

引張試験片の採取位置と同一の位置から組織観察試験片を採取し、L 断面について、光学顕微鏡観察写真を用いて組織観察を行った。

旧 粒径は、切断法で円相当直径を測定し、 $3 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ （粒数最小約  $200$  個）の平均を求めた。

粒界 相の平均最大幅についても、前述のように、図 4 に示された押出形材断面において、光学顕微鏡による組織観察位置で確認される旧 粒を任意に 5 つ選び、各々の粒界相の最大幅を測定する。旧 粒を選択する際、隣接し合う旧 粒を選択することは避ける。そして、5 つの最大幅の平均値を粒界 相の平均最大幅として求めた。

【0080】

< 組織分布 >

等軸組織部と針状組織部はマクロ組織観察により判断できる。マクロ組織は二つの領域に分けられ、金属光沢の強い領域と、白く見える光沢の低い領域である。いずれの領域も、マクロエッチングにより生じた表面の凹凸で光が反射して金属光沢が生じる。しかしながら、細粒の等軸 粒を含む領域では、針状組織の領域に比べて表面に生じる凹凸が細かく、光が乱反射する。そのため、等軸組織の領域は、針状組織の領域に比べて白く見える。組織分布は、全体長さ  $4000 \text{ mm}$  の形材を  $200 \text{ mm}$  ごとに分割した断面（最先端部の端面を含む）を調査した。

【0081】

< 反り >

反りは、図 5 に示すように、形材長手方向  $4 \text{ m}$ （ $4000 \text{ mm}$ ）の長さの押出形材において、形材長手方向の両端を結ぶ直線に対して、形材中央部における距離を反りと定義した。なお、実際の測定は、形材両端の A 点（図 4）に紐を取り付けて実施した。

【0082】

10

20

30

【表 2】

試験番号	分類	合金 No.	製造方法	誘導加熱	押出温度 /°C	冷却速度 /°C・s <sup>-1</sup>	歪とり焼鈍		β 粒径の平均 /μm	粒界 α 相の平均幅の平均 /μm	0.2%耐力 /MPa	引張強度 /MPa	伸び (%)	反り /mm
							温度 /°C	時間 /h						
1	本発明	1	b	あり	1010	1.5	600	1	205	1.8	845	910	17.2	8.0
2	本発明	2	b	あり	1010	1.5	600	1	210	1.5	840	915	16.8	8.6
3	比較例	3	b	あり	1000	1.5	600	1	210	1.8	848	921	14.5	7.1
4	本発明	4	b	あり	1010	1.5	600	1	195	2.1	842	908	17.0	7.2
5	比較例	5	b	あり	1000	1.5	600	1	200	1.8	848	917	14.3	8.1
6	本発明	6	b	あり	1010	1.5	600	1	195	1.9	840	905	17.5	8.0
7	比較例	7	b	あり	1000	1.5	600	1	205	2.2	842	910	14.8	7.5
8	本発明	8	b	あり	1000	1.5	600	1	210	1.6	856	945	16.5	7.6
9	比較例	9	b	あり	1000	1.5	600	1	205	1.8	858	951	14.8	8.5
10	本発明	10	b	あり	1030	1.5	600	1	205	1.8	895	980	16.9	7.5
11	本発明	11	b	あり	1005	1.5	600	1	207	1.7	1050	1130	15.6	8.2
12	本発明	12	b	あり	1015	1.5	600	1	188	1.5	1120	1195	11.2	6.8

下線は本発明範囲外

10

20

30

40

## 【0083】

表 2 中の下線が付されたものは本発明の範囲外であり、また、表 2 において、製造方法のパターンは図 3 の (b) で固定し、冷却速度は図 4 に示す A の位置で測定した。なお、0.2% 耐力は 830 MPa 以上、伸びは 15% 以上、反りは、9 mm (1000 mm あたり 2.25 mm) 以下を好ましい範囲とした。

結果についても、表 2 に示した。試験番号 1 ~ 12 の押出形材は、いずれも、金属組織

50

が均質な針状組織となっていた。

比較例の試験番号3は、Ni量が規定を超えているので、伸びが不十分である。

比較例の試験番号5は、Cr量が規定を超えているので、伸びが不十分である。

比較例の試験番号7は、Mn量が規定を超えているので、伸びが不十分である。

比較例の試験番号9は、Ni、Cr、Mn、Feの総量が規定を超えているので、伸びが不十分である。

#### 【0084】

それに対して、本発明例である試験番号1、2、4、6、8、10、11、12は、成分組成および旧 粒径の平均が本発明に適合しているため、反りが防止され、十分な0.2%耐力、伸びを実現できた。

#### 【0085】

(実施例2)

押出型材の金属組織の影響を確認するために、実施例1と同様の方法により同一組成(合金No.1の組成)の押出用ピレットとし、このピレットを用い、押出条件を変更することにより金属組織を種々変化させて押出型材を製造し、各々の押出型材について、0.2%耐力、引張強度、伸び、反り、金属組織を測定した。測定方法は、実施例1と同様である。

表3に、各試験番号について、製造方法と押出型材の金属組織と特性の測定結果を示した。製造方法a~dは、それぞれ図3の(a)~(d)に対応している。表3の製造方法「-」は、予加熱を行わずにピレットの昇温を実施している。

ここで、製造方法a、bについては、ピレットを、誘導加熱により、Arガス雰囲気中で700(表面と中心の温度差が5)に予加熱した後、昇温速度1.3/sで昇温し、表3に示す製造条件(押出温度)で凸型断面形状に押出加工を行った後、室温まで放冷した。製造方法bについては、その後、この熱押型材を表3に示す条件で歪取り焼鈍した。

製造方法c、dについては、表3に示した押出温度に加熱し、凸型断面形状に押出加工を行った後、いったん室温まで放冷した。その後、誘導加熱により、Arガス雰囲気中で700(表面と中心の温度差が5)に予加熱した後、昇温速度1.3/sで昇温し、表3に示した単相域熱処理を行った。製造方法dについては、その後、この熱押型材を表3に示す条件で歪取り焼鈍した。

表3中の誘導加熱「あり」とは、a、bの場合は、押出加工前の予加熱において誘導加熱を行ったことを意味し、c、dの場合は、単相域熱処理前の予加熱において、誘導加熱を行ったことを意味する。単相域からの冷却速度は、表3に示すとおりである。試験番号13~25の押出型材は、いずれも、金属組織が均質な針状組織となっていた。

#### 【0086】

10

20

30

【表 3】

試験番号	分類	合金 No.	製造方法	予加熱後のβ相領域への誘導加熱	押出温度 /°C	β相領域からの冷却速度 /°C・s <sup>-1</sup>	β相領域熱処理		歪とり焼鈍		β粒径の平均 /μm	粒界α相の幅の平均 /μm	0.2%耐力 /MPa	引張強度 /MPa	伸び (%)	反り /mm
							温度 /°C	時間 /s	温度 /°C	時間 /h						
13	本発明	1	a	あり	1090	1.5	-	-	-	220	1.6	843	911	15.7	6.8	
14		1	b	あり	1090	1.5	-	600	1	215	1.4	861	910	17.2	7.1	
15		1	c	あり	900	1.5	1030	-	-	205	1.8	845	910	15.5	8.5	
16		1	d	あり	900	1.5	1030	5	600	1	210	2.0	847	906	16.5	6.2
17		1	b	あり	1030	1.5	-	-	600	1	180	1.4	870	925	16.7	7.1
18		1	d	あり	900	1.5	1030	240	600	1	295	1.6	831	905	15.1	7.2
19		1	b	あり	1030	4.8	-	-	600	1	245	4.5	835	890	15.0	5.4
20		1	b	あり	1030	1.5	-	-	900	5	180	6.0	831	901	15.0	7.0
21		1	b	あり	1090	300	-	-	600	1	160	0.5	854	950	17.1	75.0
22		比較例	1	a	あり	1300	1.5	-	-	-	450	1.5	790	880	14.2	8.1
23	1		c	あり	900	1.5	1300	300	-	350	2.2	815	884	14.4	8.5	
24	1		-	なし	1050	1.5	-	-	-	340	2.2	791	875	13.4	8.4	
25	1		a	あり	1050	0.05	-	-	-	430	11.2	821	880	14.0	5.1	

下線は本発明範囲外

表3中の下線が付されたものは本発明の範囲外であり、また、表3において、製造方法のパターンは図3の(a)~(d)のいずれかを示し、冷却速度は図4に示すAの位置で測定した。なお、0.2%耐力は830MPa以上、伸びは15%以上、反りは、9mm(1000mmあたり2.25mm)以下を好ましい範囲とした。

【0088】

比較例の試験番号22は、誘導加熱後のピレット温度が( $T + 200$ )を超えたため、比較例の試験番号23は、単相域熱処理の温度が( $T + 200$ )を超えたため、いずれも押出後に $T$ 以上の温度に保持されている間に粒が成長した。その結果、押出後の再結晶核生成サイトが減少し、旧粒径の平均が300 $\mu$ mを超え、0.2%耐力が830MPaを、伸びが15%を下回った。

10

比較例の試験番号24は急速加熱(予熱)を行わずにピレットの加熱を行ったため、押出前に粒が粗大化し、押出後の再結晶核生成サイトが少なかったために、押出後の旧粒径の平均も300 $\mu$ mを越えた。このため、0.2%耐力が830MPaを、伸びが15%を下回った。

試験番号25は、押出後の冷却速度が遅く、旧粒径の平均が300 $\mu$ mを超え、粒界相の平均最大幅が5 $\mu$ mを超えたため、0.2%耐力は830MPaを下回るとともに、伸びも15%を下回った。

【0089】

一方、本発明例である試験番号13~21は、いずれの合金成分においても、0.2%耐力が830MPa以上、伸びが15%を上回り、良好な特性を有した。加えて、試験番号13~20は、粒界の幅の平均が好適なため、反りも小さかった。

20

【0090】

それに対し、本発明である試験番号21は、変態点温度以上で押出後、水冷による強制冷却を施して製造した。その結果、単相域熱処理後の冷却速度が過剰に速く、粒界相の平均最大幅が好適範囲を外れて小さいために型材の反りが大きく、実際の使用にあたっては矯正などの後処理が必要である。

【0091】

(実施例3)

次に、押出型材において、押出方向での旧粒の大きさの差を低減させ、押出方向での機械的特性の均一化を試みた。

30

製造条件と、結果を表4に示した。試験番号26~31では、a~dの製造方法を遵守しつつ、押出前のピレット加熱の際に、ピレットの先端と後端で温度勾配を与え、ダイス等による抜熱の補償を行った。これらは、ピレット先後端の温度勾配「あり」と記載した。一方、試験番号32、33は、aの製造方法を遵守したものの、抜熱分の熱の補償を行わなかった。これらは、ピレット先後端の温度勾配「なし」と記載した。

先端部、後端部の旧粒径の平均の測定、先端部、後端部の耐力、伸びを測定するための試験片の採取は、先後端よりそれぞれ300mmの位置で行った。試験番号26~33の押出型材は、いずれも、金属組織が均質な針状組織となっていた。

【0092】

## 【表 4】

試験番号	合金 No.	製造方法	ピレット 先後端の 温度勾配	誘導 加熱	押出 温度 /°C	冷却 速度 /°C・s <sup>-1</sup>	β 单相域熱 処理		歪とり焼鈍		押出 長さ L /m	押出形材のβ粒 径の平均 / × 10 <sup>-6</sup> m		$(d_1 - d_2) / L$ × 10 <sup>6</sup>	押出形材の0.2% 耐力 /MPa		押出形材の伸び /%	
							温度 /°C	時間 /s	温度 /°C	時間 /h		形材の 先端部 d <sub>1</sub>	形材の 後端部 d <sub>2</sub>		形材の 先端部	形材の 後端部	形材の 先端部	形材の 後端部
26	1	a	あり	あり	1090	1.5	-	-	-	4	240	195	11.25	831	840	15.1	15.7	
27	1	b	あり	あり	1090	1.5	-	600	1	4	235	180	13.75	861	868	15.2	15.4	
28	1	c	あり	あり	900	1.5	1030	5	-	4	225	200	6.25	834	841	15.3	15.8	
29	1	d	あり	あり	900	1.5	1030	5	600	1	220	195	6.25	858	872	15.2	15.9	
30	1	a	あり	あり	1090	1.5	-	-	-	7	220	155	9.29	845	855	15.3	16.1	
31	1	a	あり	あり	1090	1.5	-	-	-	1	225	205	20.00	833	838	15.3	15.7	
32	1	a	なし	あり	1090	1.5	-	-	-	1	225	155	70.00	835	851	15.2	16.2	
33	1	a	なし	あり	1090	1.5	-	-	-	1	210	160	50.00	836	853	15.4	16.4	

試験番号 26 ~ 31 では、表 4 に示したように、抜熱による温度低下を補償するために、先端部と後端部の押出加熱温度に勾配を付与したことにより、押出型材の先端部と後端部の旧 粒径の平均の差を小さくすることができた。その結果、押出型材の押出方向の機械的特性を均質化することができた。一方、試験番号 32、33 は、各部での耐力、伸びともに好ましい値を上回ったものの、押出方向の旧 粒径の平均の差が大きく、機械的特性に差が現れた。

なお、試験番号 1 ~ 25 は、先端部と後端部の押出加熱温度に勾配を付与していない。

【産業上の利用可能性】

【0094】

本発明によれば、型材の金属組織を旧 粒径が 300 μm 以下の針状組織に制御することで、実用上で問題のない引張特性を備え、かつ、強制冷却をおこなった場合に比べて、形状の良好な型材をえることができる。従って、冷却装置や形状矯正コストを削減できるので、産業上特に有用である。また、本発明の + 型チタン合金押出型材は、高強度と良好な伸びを兼ね備え、必要に応じて、反りを小さくすることも可能であり、組織のばらつきがないため、機械加工中の曲りが小さいため、航空機等の用途に有用である。

10

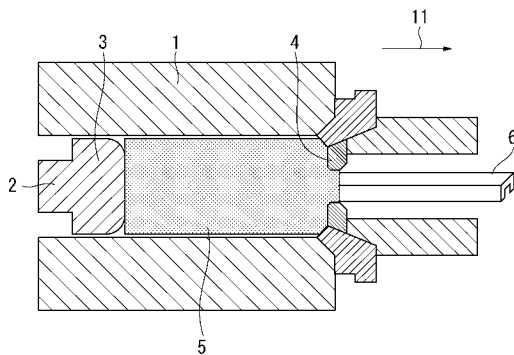
【符号の説明】

【0095】

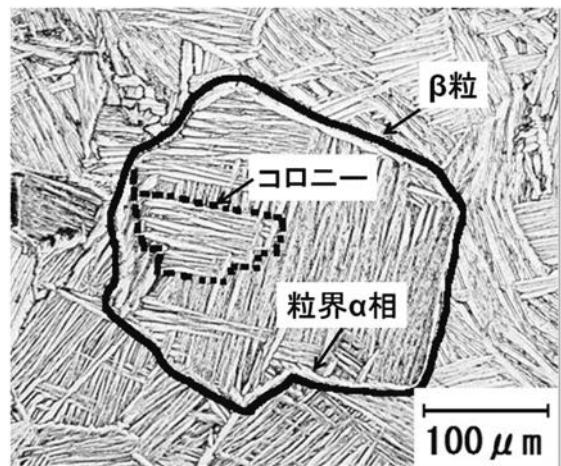
- 1 コンテナ
- 2 ステム
- 3 ダミーブロック
- 4 ダイス
- 5 ビレット
- 6 型材
- 11 押出方向

20

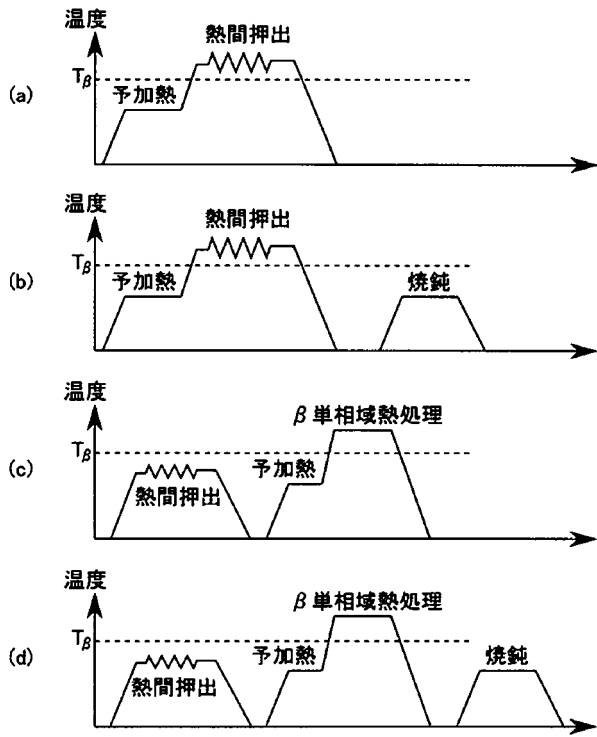
【図 1】



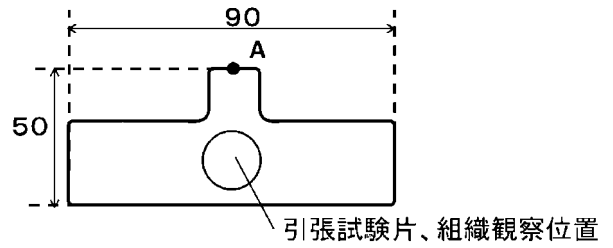
【図 2】



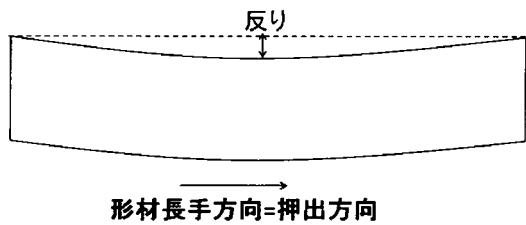
【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 5 】



---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

テーマコード(参考)

C 2 2 F	1/00	6 3 0 K
C 2 2 F	1/00	6 3 1 A
C 2 2 F	1/00	6 8 2
C 2 2 F	1/00	6 8 3
C 2 2 F	1/00	6 9 1 B
C 2 2 F	1/00	6 9 1 C
C 2 2 F	1/00	6 9 1 A
C 2 2 F	1/00	6 9 2 A
C 2 2 F	1/00	6 9 2 B
C 2 2 F	1/00	6 9 4 B
C 2 2 F	1/00	6 0 4