

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6965986号  
(P6965986)

(45) 発行日 令和3年11月10日(2021.11.10)

(24) 登録日 令和3年10月25日(2021.10.25)

(51) Int.Cl.	F I
C 2 2 C 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 0 4
	C 2 2 F 1/00 6 2 4
	C 2 2 F 1/00 6 2 5
	請求項の数 5 (全 36 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2020-504735 (P2020-504735)	(73) 特許権者	000006655
(86) (22) 出願日	令和1年10月7日(2019.10.7)		日本製鉄株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2019/039473		東京都千代田区丸の内二丁目6番1号
(87) 国際公開番号	W02020/075667	(74) 代理人	100101557
(87) 国際公開日	令和2年4月16日(2020.4.16)		弁理士 萩原 康司
審査請求日	令和2年1月29日(2020.1.29)	(74) 代理人	100096389
(31) 優先権主張番号	特願2018-191179 (P2018-191179)		弁理士 金本 哲男
(32) 優先日	平成30年10月9日(2018.10.9)	(74) 代理人	100167634
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		弁理士 扇田 尚紀
(31) 優先権主張番号	特願2018-191180 (P2018-191180)	(74) 代理人	100187849
(32) 優先日	平成30年10月9日(2018.10.9)		弁理士 齊藤 隆史
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)	(74) 代理人	100212059
			弁理士 三根 卓也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】  $\alpha + \beta$  型チタン合金線材及び  $\alpha + \beta$  型チタン合金線材の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

質量%で、

- A l : 4 . 5 0 ~ 6 . 7 5 %
- S i : 0 ~ 0 . 5 0 %
- C : 0 . 0 8 0 % 以下
- N : 0 . 0 5 0 % 以下
- H : 0 . 0 1 6 % 以下
- O : 0 . 2 5 % 以下、
- M o : 0 ~ 5 . 5 %
- V : 0 ~ 4 . 5 0 %
- N b : 0 ~ 3 . 0 %
- F e : 0 ~ 2 . 1 0 %
- C r : 0 ~ 0 . 2 5 % 未満
- N i : 0 ~ 0 . 1 5 % 未満
- M n : 0 ~ 0 . 2 5 % 未満

を含有し、残部が T i 及び不純物からなり、更に、A l、M o、V、N b、F e、C r、N i 及び M n の含有量が下記式(1)を満足し、

- 結晶粒の平均アスペクト比が、1 . 0 ~ 3 . 0 であり、
- 結晶粒の最大結晶粒径が、3 0 . 0  $\mu$ m 以下であり、

結晶粒の平均結晶粒径が、 $1.0\ \mu\text{m} \sim 15.0\ \mu\text{m}$ であり、  
 線材の長軸方向の直交断面における結晶粒のうち、前記長軸方向に対して結晶粒を構成する稠密六方結晶のc軸方向の傾斜角度が $15^\circ \sim 40^\circ$ の範囲にある結晶粒の面積率が、 $5.0\%$ 以下であり、  
単位面積あたりの内部欠陥の個数が、 $0\ \text{個}/\text{mm}^2 \sim 13\ \text{個}/\text{mm}^2$ である、 + 型チタン合金線材。

$$-4.0\ [\text{Mo}] + 0.67\ [\text{V}] + 0.28\ [\text{Nb}] + 2.9\ [\text{Fe}] + 1.6\ [\text{Cr}] + 1.1\ [\text{Ni}] + 1.6\ [\text{Mn}] - [\text{Al}] \quad 2.0 \quad \dots (1)$$

10

ここで、上記式(1)において、[元素記号]の表記は、対応する元素記号の含有量(質量%)を表し、含有しない元素記号については、0を代入するものとする。

## 【請求項2】

質量%で、

$$\text{Al} : 5.50 \sim 6.75\%$$

$$\text{V} : 3.50 \sim 4.50\%$$

$$\text{Fe} : 0.40\% \text{以下}$$

を含有する、請求項1に記載の + 型チタン合金線材。

## 【請求項3】

質量%で、

$$\text{Al} : 4.50 \sim 6.40\%$$

$$\text{Fe} : 0.50 \sim 2.10\%$$

を含有する、請求項1に記載の + 型チタン合金線材。

## 【請求項4】

請求項1～3の何れか1項に記載の + 型チタン合金線材を製造する方法であって、  
 請求項1～3の何れか1項に記載の化学成分を有するチタン合金材を、 $0 \sim 500$ の範囲の加工温度において、1回又は2回以上の加工を行う工程であり、1回あたりの加工時の減面率を $10 \sim 50\%$ とし、合計減面率を $50\%$ 以上とする第1の工程と、

前記第1の工程後のチタン合金材に対して、熱処理温度 $T$ を $700 \sim 950$ の範囲とし、熱処理時間 $t$ を下記式(2)を満足する熱処理時間とする最終熱処理を施す第2の工程と、

を含む、 + 型チタン合金線材の製造方法。

$$21000 < (T + 273.15) \times (\log_{10}(t) + 20) < 24000 \quad \dots (2)$$

ここで、上記式(2)において、

$T$  : 前記第2の工程における熱処理温度( )

$t$  : 前記第2の工程における熱処理時間(hr)

である。

## 【請求項5】

前記第1の工程において、前記加工を複数回行う場合、各加工の間で中間焼鈍を施す、請求項4に記載の + 型チタン合金線材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、 + 型チタン合金線材及び + 型チタン合金線材の製造方法に関する。

## 【背景技術】

50

## 【 0 0 0 2 】

チタンは、航空機や自動車のボルトなどの締結部材（ファスナー）に適用され、また、医療関連部材にも適用されているが、これらの用途では疲労強度が重要である。高疲労強度を得るためには、材料強度を高強度化することが重要であり、上記各部材としては、強度に優れる + 型チタン合金が要求される。また、疲労特性と金属組織には密接な関係があり、針状組織よりも等軸晶組織の方が疲労特性に優れる。そのため、チタンにおいて疲労特性が要求される場合は、+ 型チタン合金で等軸晶組織を作り込むことが求められる。

## 【 0 0 0 3 】

汎用の + 型チタン合金である Ti - 6 Al - 4 V は、室温での加工性に乏しく難加工材であることから、一般に、加工は 単相域又は + 二相高温域での熱間加工が行われる。しかしながら、+ 型チタン合金を 単相域で熱間加工すると、高温安定相である 相から 相への変態時に、針状組織が形成されてしまう。そのため、等軸晶組織を有するチタン合金を得るためには、最終加工を + 域二相高温域で行うのが一般的である。

10

## 【 0 0 0 4 】

しかしながら、+ 二相高温域で熱間加工を行う場合、最終の熱間加工前までに形成した 相（初析 相）は、粗大になりやすい。また、+ 域二相高温域で熱間加工を行っても、最終の熱間加工時の加工量が少なかったり、加工時間が長くなったりすると、加工時のひずみに起因し、粗大な等軸結晶組織、又は、粗大及び微細等軸粒との混粒組織になる場合がある。疲労特性は結晶粒径が細かいほど優れるため、混粒又は粗大粒が形成する場合は、疲労特性が悪化することがある。

20

## 【 0 0 0 5 】

また、チタンは加工発熱し易いため、+ 二相域で加工する際に高ひずみ速度で加工すると、加工発熱により 域まで加熱されることがある。 域まで加熱されると、相から 相へ変態する際に、針状組織が形成されてしまう。従って、+ 二相域で熱間加工する際は、比較的低ひずみ速度で加工する必要があり、このため加工に要する時間が増大し、コスト増の要因となっている。

## 【 0 0 0 6 】

以下の特許文献 1 では、600 以上、トランザス（+ / 相領域境界）温度以下の温度で 70% 以上の熱間加工し、更に、15 / s 未満の冷速で冷却して 相中に 5 μm 以下の 相を微細分散析出させることで超微細粒組織とし、靱性、疲労特性に優れる + 型チタン合金を提案している。

30

## 【 0 0 0 7 】

以下の特許文献 2 では、変態温度が 860 以上 920 以下のチタン合金において、等軸 相と等軸 組織からなる組織であって、平均結晶粒径が 1 μm であるチタン合金棒線材を提案している。

## 【 0 0 0 8 】

以下の特許文献 3 では、5 Mo 等量 = [ Mo ] + 0.67 × [ V ] + 1.67 × [ Cr ] + 2.86 × [ Fe ] 15、2.5 Al 等量 = [ Al ] + 0.33 × [ Sn ] + 0.17 × [ Zr ] 7.5、からなるチタン合金において、溶体化処理し、次いで、転造によるネジ加工を施し、そして、時効処理を施すことを特徴とする、疲労特性に優れたチタン合金製ファスナー材の製造方法を提案している。

40

## 【 0 0 0 9 】

以下の特許文献 4 では、チタン合金の棒状素材を、 相域温度及び + 相域温度での圧延の場合は 1 パス当りの減面率を 5% 以上、40% 以下、また 相域温度での圧延の場合は 1 パス当りの減面率を 5% 以上、85% 以下として、熱間で 3 個又は 4 個のロールを有する傾斜圧延機にて傾斜圧延をして、チタン合金棒を製造する方法が提案されている。

## 【 0 0 1 0 】

以下の特許文献 5 では、+ 型チタン合金線材のミクロ組織を、6 μm 以上 25 μm

50

以下の粒径の等軸 晶組織、もしくは、針状 晶組織の何れか、又は、これらの混合した組織としたことを特徴とする、バルブ製造に適したチタン合金線が提案されている。

【 0 0 1 1 】

以下の特許文献 6 では、チタン又はチタン合金の素材を所定断面寸法の線材とする圧延工程と、上記線材を焼鈍する焼鈍工程と、その後に行う上記線材の表面疵を切削して除去する表面疵除去工程と、上記線材を棒材とする切断工程と、を含み、上記焼鈍工程は、真空中又は不活性ガス雰囲気において、800 ~ 830 に加熱・保持する条件で行うことを特徴とする、チタン又はチタン合金製棒材の製造方法が提案されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

【 0 0 1 2 】

【特許文献 1】特開昭 6 1 - 2 1 0 1 6 3 号公報

【特許文献 2】特開平 1 0 - 3 0 6 3 3 5 号公報

【特許文献 3】特開 2 0 0 4 - 1 3 1 7 6 1 号公報

【特許文献 4】特開昭 5 9 - 8 2 1 0 1 号公報

【特許文献 5】特開平 6 - 8 1 0 5 9 号公報

【特許文献 6】特開 2 0 0 2 - 3 0 2 7 4 8 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 1 3 】

20

特許文献 1 では、相中に 5  $\mu\text{m}$  以下の相を微細析出させている。しかしながら、+ 二相高温域で加工しているため、相を分断させ難く、相微細化の効果が小さい。また、加工温度が高いため、集合組織が集積しづらく、疲労試験においてファセットが形成し易くなっている可能性がある。

【 0 0 1 4 】

特許文献 2 では、平均結晶粒径を 1  $\mu\text{m}$  以下と非常に微細にしている。しかしながら、結晶粒径が細かくなり過ぎると、強度が著しく上昇して切欠き感受性が高くなってしまい、かえって疲労特性が低下する場合がある。また、細粒化しすぎると延性が低下し、室温での加工性が低下する場合がある。

【 0 0 1 5 】

30

特許文献 3 について、溶体化処理後に時効処理を施すと相内に相が析出する。しかしながら、析出挙動にばらつきを生じ、結晶粒ごとの強度にばらつきを生じることがある。結晶粒ごとに強度のばらつきを生じると、疲労特性が低下する場合がある。

【 0 0 1 6 】

特許文献 4 では、傾斜圧延機にて傾斜圧延によりチタン合金丸棒を製造している。しかしながら、傾斜圧延の場合では、マンネスマン効果により線中央部でのボイド形成を助長する。

【 0 0 1 7 】

特許文献 5 及び特許文献 6 では、熱間圧延のみで製造を行っている。その場合、平均結晶粒径が細かくても、粗大化した初析相が残存する可能性がある。

40

【 0 0 1 8 】

以上のように、従来のチタン合金では、一定程度の疲労特性を発揮できるものの、高レベルで安定した疲労特性を発揮することが困難な場合があった。そのため、高い疲労強度を安定して発揮できるチタン合金が望まれていた。

【 0 0 1 9 】

そこで、本発明は、上記問題に鑑みてなされたものであり、本発明の目的とするところは、より優れた疲労特性を有する + 型チタン合金線材及び + 型チタン合金線材の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 2 0 】

50

上記課題を解決するためになされた本発明の要旨は、以下の通りである。

[ 1 ] 質量%で、Al : 4 . 5 0 ~ 6 . 7 5 %、Si : 0 ~ 0 . 5 0 %、C : 0 . 0 8 0 %以下、N : 0 . 0 5 0 %以下、H : 0 . 0 1 6 %以下、O : 0 . 2 5 %以下、Mo : 0 ~ 5 . 5 %、V : 0 ~ 4 . 5 0 %、Nb : 0 ~ 3 . 0 %、Fe : 0 ~ 2 . 1 0 %、Cr : 0 ~ 0 . 2 5 %未満、Ni : 0 ~ 0 . 1 5 %未満、Mn : 0 ~ 0 . 2 5 %未満を含有し、残部がTi及び不純物からなり、更に、Al、Mo、V、Nb、Fe、Cr、Ni及びMnの含有量が下記式(1)を満足し、結晶粒の平均アスペクト比が、1 . 0 ~ 3 . 0であり、結晶粒の最大結晶粒径が、30 . 0 μm以下であり、結晶粒の平均結晶粒径が、1 . 0 μm ~ 1 5 . 0 μmであり、線材の長軸方向の直交断面における結晶粒のうち、前記長軸方向に対して結晶粒を構成する稠密六方結晶のc軸方向の傾斜角度が15° ~ 40°の範囲にある結晶粒の面積率が、5 . 0 %以下であり、単位面積あたりの内部欠陥の個数が、0個/mm<sup>2</sup> ~ 13個/mm<sup>2</sup>である、 + 型チタン合金線材。

10

$$- 4 . 0 [ Mo ] + 0 . 6 7 [ V ] + 0 . 2 8 [ Nb ] + 2 . 9 [ Fe ] + 1 . 6 [ Cr ] + 1 . 1 [ Ni ] + 1 . 6 [ Mn ] - [ Al ] \leq 2 . 0 \quad \dots (1)$$

ここで、上記式(1)において、[ 元素記号 ]の表記は、対応する元素記号の含有量(質量%)を表し、含有しない元素記号については、0を代入するものとする。

[ 2 ] 質量%で、Al : 5 . 5 0 ~ 6 . 7 5 %、V : 3 . 5 0 ~ 4 . 5 0 %、Fe : 0 . 4 0 %以下を含有する、[ 1 ]に記載の + 型チタン合金線材。

[ 3 ] 質量%で、Al : 4 . 5 0 ~ 6 . 4 0 %、Fe : 0 . 5 0 ~ 2 . 1 0 %を含有する、[ 1 ]に記載の + 型チタン合金線材。

20

[ 4 ] [ 1 ] ~ [ 3 ]の何れか1つに記載の + 型チタン合金線材を製造する方法であって、[ 1 ] ~ [ 3 ]の何れか1つに記載の化学成分を有するチタン合金材を、0 ~ 500の範囲の加工温度において、1回又は2回以上の加工を行う工程であり、1回あたりの加工時の減面率を10 ~ 50%とし、合計減面率を50%以上とする第1の工程と、前記第1の工程後のチタン合金材に対して、熱処理温度Tを700 ~ 950の範囲とし、熱処理時間tを下記式(2)を満足する熱処理時間とする最終熱処理を施す第2の工程と、を含む、 + 型チタン合金線材の製造方法。

$$21000 < ( T + 273 . 15 ) \times ( \log_{10} ( t ) + 20 ) < 24000 \quad \dots (2)$$

ここで、上記式(2)において、T : 前記第2の工程における熱処理温度( )、t : 前記第2の工程における熱処理時間( hr )である。

30

[ 5 ] 前記第1の工程において、前記加工を複数回行う場合、各加工の間で中間焼鈍を施す、[ 4 ]に記載の + 型チタン合金線材の製造方法。

#### 【発明の効果】

##### 【0021】

以上説明したように本発明によれば、安定的に微細等軸晶組織を形成させることができ、疲労特性により優れた + 型チタン合金線材及び + 型チタン合金線材の製造方法を提供可能である。そのため、産業上の効果は計り知れない。

##### 【図面の簡単な説明】

40

##### 【0022】

【図1A】 + 型チタン合金線材の結晶粒に生じうる非等軸晶組織の一例を模式的に示した説明図である。

【図1B】 + 型チタン合金線材の結晶粒に生じうる混粒組織の一例を模式的に示した説明図である。

【図1C】 + 型チタン合金線材の結晶粒に生じうる等軸晶組織の一例を模式的に示した説明図である。

【図2】本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材の結晶粒を構成する稠密六方結晶のc軸方向の傾斜角度を説明する模式図である。

【図3】同実施形態に係る + 型チタン合金線材の結晶粒を構成する稠密六方結晶の

50

c 軸方向の傾斜角度を説明する模式図である。

【図 4】長軸方向からみた (0 0 0 1) の正極点図の模式図である。

【図 5 A】 + 型チタン合金線材の結晶粒に生じうる、再結晶が不十分な組織の一例を模式的に示した説明図である。

【図 5 B】 + 型チタン合金線材の結晶粒に生じうるバイモーダル組織の一例を模式的に示した説明図である。

【発明を実施するための形態】

【0023】

以下に添付図面を参照しながら、本発明の好適な実施の形態について詳細に説明する。なお、本明細書及び図面において、実質的に同一の機能構成を有する構成要素については、同一の符号を付することにより重複説明を省略する。

10

【0024】

(本発明者らによる検討)

上記課題を解決するために、本発明者らは鋭意検討を行い、以下で詳述する本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材とその製造方法を完成するに至った。以下では、まず、本発明者らが行った検討について、その概略を簡単に説明する。

【0025】

上述したように、従来、Ti-6Al-4V に代表される + 型チタン合金線材では、等軸晶組織にする場合、最終加工を + 二相高温域で行うため、相を微細粒にするにも限界がある。加えて、+ 二相高温域で加工を行う際に、加工によるひずみが不足する場合には、図 1 A に模式的に示したような非等軸晶組織になりやすい。また、+ 二相高温域で加工を行う際に、加工温度が高すぎる場合には、初析相やひずみによる粒成長促進もあり、図 1 B に模式的に示したような混粒組織になりやすい。疲労は材料の最も弱い部分で破断するため、疲労特性を向上させるためには、微細粒にすることに加えて、均一組織とすることが重要である。そのため、本発明では、疲労特性向上のため、+ 型チタン合金の金属組織を、図 1 C に模式的に示したような、均一かつ微細粒を有する等軸組織にすることを目指した。

20

【0026】

+ 型のチタン合金の疲労強度を高めるためには、微細な結晶粒を有し、かつ、粗大な結晶粒を含まない等軸結晶組織を備えることが好ましい。このような等軸結晶組織を得るために、従来は、チタン合金を熱間加工することによって等軸結晶組織を形成していた。しかしながら、+ 型のチタン合金を熱間加工したとしても、必ずしも好ましい等軸結晶組織が得られなかった。そこで、本発明者らが、+ 型のチタン合金に対して、これまであまり検討されていなかった冷間又は温間での加工を施すことを試みたところ、所定の条件を組み合わせることで、微細な結晶粒を有し、かつ、粗大な結晶粒を含まない等軸結晶組織が得られることを見出した。冷間加工又は温間加工によって得られる等軸結晶組織は、熱間加工では得られない程度に極めて優れた等軸結晶組織となる。

30

【0027】

ここで、本明細書において「温間加工」とは、200~500 程度までの温度範囲内で加工を行うことを意味する。また、「熱間加工」とは、700~1000 程度の温度範囲内での加工を意味する。

40

【0028】

(+ 型チタン合金線材)

本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材は、質量%で、Al: 4.50~6.75%、Si: 0~0.50%、C: 0.080%以下、N: 0.050%以下、H: 0.016%以下、O: 0.25%以下、Mo: 0~5.5%、V: 0~4.50%、Nb: 0~3.0%、Fe: 0~2.10%、Cr: 0~0.25%未満、Ni: 0~0.15%未満、Mn: 0~0.25%未満を含有し、残部がTi及び不純物からなり、更に、Al、Mo、V、Nb、Fe、Cr、Ni及びMnの含有量が下記式(1)を満足し、結晶粒の平均アスペクト比が、1.0~3.0であり、結晶粒の最大結晶粒径が、3

50

0.0 μm以下であり、結晶粒の平均結晶粒径が、1.0 μm ~ 15.0 μmであり、線材の長軸方向の直交断面における結晶粒のうち、前記長軸方向に対して結晶粒を構成する稠密六方結晶のc軸方向の傾斜角度が15° ~ 40°の範囲にある結晶粒の面積率が、5.0%以下である。

#### 【0029】

なお、本発明の各実施形態において、線材とは、直径が15mm以下であるものをいう。また、例えば航空機業界において、需要が多い線材は、直径が4mm ~ 10mm程度のものである。

#### 【0030】

<化学成分>

まず、本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材の化学成分について、説明する。以下の説明では、「質量」%を、単に「%」と略記する。また、「A ~ B」(A及びBは、含有量、粒径、温度等の数値)は、A以上、B以下を意味する。

#### 【0031】

[Al: 4.50 ~ 6.75%]

アルミニウム(A1)は、固溶強化能の高い元素であり、含有量を増やすと室温での引張強度が高くなる。所望の引張強度を得るとともに、得られる集合組織の結晶方位を所望の範囲内に制御するために、A1の含有量の下限を、4.50%とする。A1の含有量は、4.60%以上であることが好ましい。一方、A1を6.75%を超えて含有させると、引張強度への寄与度が飽和する上に、熱間加工性及び冷間加工性を低下させる。そのため、A1の含有量の上限を、6.75%とする。A1の含有量は、6.50%以下であることが好ましい。

#### 【0032】

[Si: 0 ~ 0.50%]

シリコン(Si)は、安定化元素であるが、相中にも固溶して高い固溶強化能を示す。そのため、本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材では、必要に応じて、Siの固溶強化により高強度化してもよい。Siは、任意添加元素であることから、含有量の下限は、0%であってもよい。また、Siは、適正量のSiをOと複合含有させることにより、高い疲労強度と引張強度を両立することが期待できる。このような効果は、Siの含有量を0.05%以上とすることで、確実に発現させることが可能であるため、Siを含有させる場合、Siの含有量は0.05%以上とすることが好ましい。Siの含有量は、より好ましくは0.10%以上である。一方で、Siを含有させ過ぎると、シリサイドと称する金属間加工物を形成し、疲労強度が低下する。0.50%を超えるSiを含有させると、製造過程で粗大なシリサイドが生成し疲労強度が低下する。そのため、Siの含有量の上限は、0.50%とする。Siの含有量は、0.45%以下であることが好ましく、0.40%以下であることがより好ましい。

#### 【0033】

本実施形態に係る + 型チタン合金線材では、式(1)を満たすことを前提として、Mo、V、Nb、Fe、Cr、Ni及びMnからなる群から選択される1種又は2種以上を含有する。これらの元素はいずれも、安定化させる一般的な元素であり、適切な量を含有させることで強度と成形性をともに向上させる効果がある。添加量が少なすぎると上記のメリットが得られず、多すぎると偏析、延性低下及び金属間化合物形成などの問題を引き起こすため、含有量は以下の通り規定する。

#### 【0034】

[Mo: 0 ~ 5.5%]

モリブデン(Mo)は、任意元素であり、含有されなくてもよい。つまり、Mo含有量は、0%であってもよい。また、Moは、式(1)を満たすことを前提として、含有できる。Moが少しでも含有されれば、上記効果はある程度得られる。しかしながら、Mo含有量が高すぎれば、偏析が生じ疲労特性が低下する。したがって、Mo含有量の上限は、5.5%とする。上記効果をより有効に高めるためのMo含有量の好ましい下限は、2.

10

20

30

40

50

00%であり、より好ましくは2.50%である。Mo含有量の好ましい上限は、3.7%であり、より好ましくは3.5%である。

【0035】

[V: 0~4.50%]

バナジウム(V)は、任意元素であり、含有されなくてもよい。つまり、V含有量は、0%であってもよい。また、Vは、式(1)を満たすことを前提として、含有できる。Vが少しでも含有されれば、上記効果はある程度得られる。しかしながら、V含有量が高すぎれば、強度が上がりすぎて冷間及び温間加工性が低下する。したがって、V含有量の上限は4.50%とする。上記効果をより有効に高めるためのV含有量の好ましい下限は、2.00%であり、より好ましくは2.50%である。V含有量の好ましい上限は、4.40%であり、より好ましくは4.30%である。

10

【0036】

[Nb: 0~3.0%]

ニオブ(Nb)は、任意元素であり、含有されなくてもよい。つまり、Nb含有量は、0%であってもよい。また、Nbは、式(1)を満たすことを前提として、含有できる。Nbが少しでも含有されれば、上記効果はある程度得られる。しかしながら、Nb含有量が高すぎれば、偏析が生じ疲労特性が低下する。したがって、Nb含有量の上限は、3.0%とする。上記効果をより有効に高めるためのNb含有量の好ましい下限は、0.5%であり、より好ましくは0.7%である。Nb含有量の好ましい上限は、2.7%であり、より好ましくは2.5%である。

20

【0037】

[Fe: 0~2.10%]

鉄(Fe)は、任意元素であり、含有されなくてもよい。つまり、Fe含有量は、0%であってもよい。また、Feは、式(1)を満たすことを前提として、含有できる。Feが少しでも含有されれば、上記効果はある程度得られる。しかしながら、Fe含有量が高すぎれば、偏析が生じ疲労特性が低下する。したがって、Fe含有量の上限は、2.10%とする。上記効果をより有効に高めるためのFe含有量の好ましい下限は0.10%であり、より好ましくは0.80%である。Fe含有量の好ましい上限は2.00%である。

【0038】

[Cr: 0~0.25%未満]

クロム(Cr)は、任意元素であり、含有されなくてもよい。つまり、Cr含有量は、0%であってもよい。また、Crは、式(1)を満たすことを前提として、含有できる。Crが少しでも含有されれば、上記効果はある程度得られる。しかしながら、Cr含有量が高すぎれば、平衡相である金属間化合物( $TiCr_2$ )が生成し、疲労強度及び室温延性が劣化する。したがって、Cr含有量は、0.25%未満とする。上記効果をより有効に高めるためのCr含有量の好ましい下限は、0.05%であり、より好ましくは0.07%である。Cr含有量の好ましい上限は、0.20%であり、より好ましくは0.15%である。

30

【0039】

[Ni: 0~0.15%未満]

ニッケル(Ni)は、任意元素であり、含有されなくてもよい。つまり、Ni含有量は、0%であってもよい。また、Niは、式(1)を満たすことを前提として、含有できる。Niが少しでも含有されれば、上記効果はある程度得られる。しかしながら、Ni含有量が高すぎれば、平衡相である金属間化合物( $Ti_2Ni$ )が生成し、疲労強度及び室温延性が劣化する。したがって、Ni含有量は、0.15%未満とする。上記効果をより有効に高めるためのNi含有量の好ましい下限は、0.05%であり、より好ましくは0.07%である。Ni含有量の好ましい上限は、0.13%であり、より好ましくは0.11%である。

40

【0040】

50

[ Mn : 0 ~ 0 . 2 5 % 未 満 ]

マンガン ( Mn ) は、任意元素であり、含有されなくてもよい。つまり、Mn含有量は、0%であってもよい。また、Mnは、式(1)を満たすことを前提として、含有できる。Mnが少しでも含有されれば、上記効果はある程度得られる。しかしながら、Mn含有量が高すぎれば、平衡相である金属間化合物 ( Ti Mn ) が生成し、疲労強度及び室温延性が劣化する。したがって、Mn含有量は、0.25%未満とする。上記効果をより有効に高めるためのMn含有量の好ましい下限は、0.05%であり、より好ましくは0.07%である。Mn含有量の好ましい上限は、0.20%であり、より好ましくは0.15%である。

【 0 0 4 1 】

10

[ 式 ( 1 ) について ]

本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材の化学成分においては、更に、Al、Mo、V、Nb、Fe、Cr、Ni及びMnの含有量が、下記式(1)を満たす。

【 0 0 4 2 】

$$- 4 . 0 [ Mo ] + 0 . 6 7 [ V ] + 0 . 2 8 [ Nb ] + 2 . 9 [ Fe ] + 1 . 6 [ Cr ] + 1 . 1 [ Ni ] + 1 . 6 [ Mn ] - [ Al ] \geq 2 . 0 \quad \dots ( 1 )$$

【 0 0 4 3 】

なお、式(1)において、[ 元素記号 ] の表記は、対応する元素記号の含有量 ( 質量% ) を表し、含有しない元素記号については、0を代入するものとする。

20

【 0 0 4 4 】

$$A = [ Mo ] + 0 . 6 7 [ V ] + 0 . 2 8 [ Nb ] + 2 . 9 [ Fe ] + 1 . 6 [ Cr ] + 1 . 1 [ Ni ] + 1 . 6 [ Mn ] - [ Al ]$$

【 0 0 4 5 】

ここで、上記式(1)の右辺で表されるMo当量Aは、式中に記載された各安定化元素Mo、V、Nb、Fe、Cr、Ni、Mnによる相の安定化度合いを数値化するために、用いられるものである。この際に、Moによる相の安定化度合いを基準として、Mo以外の安定化元素による相の安定化度合いを、正の係数によって相対化している。一方、Alは安定化元素であるため、上記のMo当量Aにおいて、Alに関する係数は、負の値となっている。

30

【 0 0 4 6 】

[ Mo 当量 A の 範 囲 : - 4 . 0 \leq A \leq 2 . 0 ]

本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材は、上記式(1)で表されるMo当量Aの値が-4.0以上2.0以下の範囲内となるように、Mo、V、Nb、Fe、Cr、Ni、及び、Mnからなる群より選択される少なくとも何れか1つ以上の元素を含有する。上記Mo当量Aの値が-4.0未満である場合には、相の面積率が高くなりすぎて加工性が低下する。Mo当量Aの下限は、好ましくは-3.5であり、より好ましくは-3.0である。一方、Mo当量Aの値が2.0を超える場合には、相が硬くなりすぎて加工性が低下する。Mo当量Aの上限は、好ましくは1.8、より好ましくは1.1である。

40

【 0 0 4 7 】

[ C : 0 . 0 8 0 % 以下 ]

[ N : 0 . 0 5 0 % 以下 ]

[ H : 0 . 0 1 6 % 以下 ]

[ O : 0 . 2 5 % 以下 ]

炭素 ( C )、窒素 ( N )、水素 ( H )、酸素 ( O ) は、いずれも多量に含有すると、延性、加工性を低下させてしまう場合があるため、Cの含有量は、0.080%以下、Nの

50

含有量は、0.050%以下、Hの含有量は、0.016%以下、Oの含有量は0.25%以下にそれぞれ制限する。なお、C、N、H、Oは、不可避免的に混入する不純物であるため、その含有量はそれぞれ低ければ低いほど好ましい。また、C、N、H、Oは、不可避免的に混入する不純物であるが故に、含有が避けられないことから、実質的な含有量の下限は、通常、Cで0.0005%、Nで0.0001%、Hで0.0005%、Oで0.01%である。

#### 【0048】

本実施形態に係るチタン合金線材は、上述の元素以外（残部）は、Ti及び不純物からなる。ただし、以上説明した各元素以外の元素を、本発明の効果を損なわない範囲で含有させることができる。なお、本実施形態における「不純物」とは、チタン合金を工業的に製造する際にスポンジチタンやスクラップ等の原料をはじめとして製造工程の種々の要因によって混入する成分であり、不可避免的に混入する成分も含む。かかる不純物としては、例えば、スズ(Sn)、ジルコニウム(Zr)、銅(Cu)、鉛(Pd)、タングステン(W)、ホウ素(B)等が挙げられる。Sn, Zr, Cu, Pd, W, Bが不純物として含まれる場合、その含有量は、例えば、それぞれ0.05%以下であり、合計0.10%以下である。

#### 【0049】

##### [ 相の面積率 ]

本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材の金属組織は、相が主体であり、相中に少量の相が存在したものとなっている。ここで、相が「主体」とは、相の面積率が80%以上であることを意味する。本発明の各実施形態において、相の面積率は、おおよそ5%~20%程度となる。なお、本発明の各実施形態で着目するチタン合金線材では、相の面積率の測定が難しく、許容される測定誤差は±5%である。

#### 【0050】

##### [ 結晶粒の平均アスペクト比 ]

疲労強度は、ミクロ組織や結晶粒径に大きく依存する。金属材料では、針状組織に比べ等軸晶組織の方が、疲労強度が高い。そのため、疲労特性向上のためには、等軸晶組織を有することが重要である。等軸晶組織であるかどうかは、結晶粒の平均アスペクト比(長軸方向長さ/短軸方向長さ)に基づき評価することができる。本実施形態に係る + 型チタン合金線材では、結晶粒の平均アスペクト比が1.0以上3.0以下であれば、等軸晶組織であると判断できる。結晶粒の平均アスペクト比が3.0を超えると、いわゆる針状組織となるため、結晶粒の平均アスペクト比は3.0以下とする。結晶粒の平均アスペクト比は、好ましくは2.5以下であり、更に好ましくは2.3以下である。

#### 【0051】

##### [ 結晶粒の平均結晶粒径 ]

次に結晶粒の平均結晶粒径について説明する。

金属材料では、結晶粒径が細かいほど、繰り返し応力下での有効Slip長さが減少し、すべり変形が均一化する。これにより、き裂発生抵抗が著しく向上し、疲労特性が向上する。従来のも + 二相域での圧延では、旧結晶粒内の組織は、変態と加工で比較的微細になるものの、初析相部が残存して、粗大な結晶粒が残存する。そのため、き裂発生抵抗の低減に対しては(1)平均結晶粒径を微細にする、こと以外に、(2)混粒にならないよう均一組織にする、ことが重要である。

#### 【0052】

ここで、結晶粒の平均結晶粒径が15.0µm以下であれば、き裂発生に対して十分な効果が得られる。そこで、本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材では、結晶粒の平均結晶粒径を15.0µm以下とする。結晶粒の平均結晶粒径は、好ましくは12.0µmであり、更に好ましくは10.0µmである。細粒であるほど効果があるため、結晶粒の平均結晶粒径の下限は特に定めない。ただし、1.0µm未満の平均結晶粒径の組織を作製することは製造上困難であるため、1.0µmを結晶粒の平均結晶粒径の下限としてよい。

## 【 0 0 5 3 】

## [ 結晶粒の最大結晶粒径 ]

一方、金属材料の疲労は、部材の最も弱い部分で生じるため、一部分の疲労強度が強くとともに疲労強度は向上せず、逆に低下してしまう。そのため、上記の通り、結晶粒の平均結晶粒径を微細にするだけでなく、組織全体が均一組織であることが重要である。すなわち、最大の結晶粒径が粗大過ぎると、粗大な結晶粒が起点となり破断に至る。最大結晶粒径が  $30.0 \mu\text{m}$  以下であれば疲労強度低下に大きく影響しないことから、本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材では、結晶粒の最大結晶粒径を  $30.0 \mu\text{m}$  以下とする。結晶粒の最大結晶粒径は  $25.0 \mu\text{m}$  以下であることが好ましく、 $20.0 \mu\text{m}$  以下であることがより好ましい。

10

## 【 0 0 5 4 】

## [ 相の面積率の測定方法 ]

相の面積率は、後述する熱処理後のチタン合金棒線部材より切断した L 断面を、電解研磨もしくはコロイダルシリカ研磨により鏡面にした後、電子マイクロアナライザ (EPMA: Electron Probe Micro Analyzer) を用いて測定する。具体的には、鏡面化後の L 断面において、大きさ  $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$  の領域を、ステップ  $0.5 \sim 2 \mu\text{m}$  で、加速電圧  $10 \text{ kV}$ 、電流  $50 \sim 100 \text{ nA}$  で  $2 \sim 10$  視野程度測定する。固溶している安定化元素が周りと比較して 5 倍以上濃化している領域を、相と見做し、定義された相領域の面積と、 $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$  の全面積とから、相の面積率を算出する。

20

## 【 0 0 5 5 】

## [ 結晶粒の平均アスペクト比の測定方法 ]

結晶粒の平均アスペクト比は、後述する熱処理後のチタン合金棒線部材より切断した L 断面を、電解研磨もしくはコロイダルシリカ研磨により鏡面にした後、電子線後方散乱回折法 (EBSD: Electron Back Scattering Diffraction Pattern) を用いて測定する。具体的には、鏡面化後の L 断面において、大きさ  $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$  の領域を、ステップ  $0.5 \sim 1 \mu\text{m}$  で、 $2 \sim 10$  視野程度測定する。その後、 $5^\circ$  以上の方位差を生じる場合を粒界と見做し、各結晶粒の長軸方向と長軸に直交する方向の最大長さの比 (長軸 / 短軸)、すなわちアスペクト比を算出し、全ての結晶粒の平均値 (平均アスペクト比) を算出する。

30

## 【 0 0 5 6 】

## [ 結晶粒径の測定方法 ]

結晶粒径は、平均アスペクト比の測定方法と同様にして、鏡面化後の L 断面において、大きさ  $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$  の領域を、ステップ  $0.5 \sim 1 \mu\text{m}$  で、 $2 \sim 10$  視野程度測定する。その後、 $5^\circ$  以上の方位差を生じる場合を粒界と見做し、結晶粒面積  $A$  より円相当粒径  $D$  を求める (結晶粒面積  $A = \pi \times (D/2)^2$ )。平均結晶粒径は、測定範囲内の全ての結晶粒径の平均値とする。また、最大結晶粒径は、測定範囲内における結晶粒径の最大値とする。

## 【 0 0 5 7 】

なお、結晶粒と結晶粒等の他の結晶粒とは、EBSD 上で技術的に容易に識別することが可能である。

40

## 【 0 0 5 8 】

## [ 集合組織 ]

+ 型チタン合金線材における疲労による破断は、ファセットと呼ばれる部分からき裂が発生し、このき裂が進展して破断に至る。特に高サイクル疲労では、この傾向が顕著となる。ファセットは、相の結晶構造である稠密六方構造 (hcp) の (0001) 面に対し、ほぼ平行に形成する。疲労の場合、ファセットが、応力負荷方向に対し  $15^\circ \sim 40^\circ$  の角度に傾くと、ファセットとなる (0001) 面のシュミット因子が高くなり、高度にファセットを形成する。そのため、ファセットを形成し難くすることが、疲労特性向上に有効である。

50

## 【0059】

そこで本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材では、線材の長軸方向の直交断面における 結晶粒のうち、長軸方向に対して 結晶粒を構成する稠密六方結晶の c 軸方向の傾斜角度が  $15^{\circ} \sim 40^{\circ}$  の範囲にある 結晶粒の面積率を、 $5.0\%$  以下とする。この条件を満たせば、ファセット形成を抑制でき、疲労特性に優れる。稠密六方結晶 (hcp) の c 軸と、 + 型チタン合金線材の長軸方向とのなす角度が、 $15^{\circ}$  以上  $40^{\circ}$  以下である 結晶粒の面積率は、低い分には問題ないため、下限は  $0\%$  であることが好ましい。

## 【0060】

ここで、なす角  $15^{\circ} \sim 40^{\circ}$  とは、図 2 ~ 図 4 に示すような、長軸方向から見た (0001) の正極点図において、輪状となる領域内すべてを指している。ここで、図 2 において、符号 L は、棒線部材の長軸方向を示す直線である。また、符号 A は、長軸方向 L に対する角度が  $40^{\circ}$  を示す境界面であり、符号 B は、長軸方向 L に対する角度が  $15^{\circ}$  を示す境界面である。図 3 は、図 2 の長軸方向 L と交差する方向から見た図であり、図 4 は図 2 の長軸方向 L の方向から図であり、図 4 は長軸方向から見た (0001) の正極点図を表している。

## 【0061】

図 2 及び図 3 において、長軸方向 L を表す直線上に点 O を設定したとき、長軸方向 L に対して境界面 A は点 O において  $40^{\circ}$  の角度をなしており、境界面 B は点 O において  $15^{\circ}$  の角度をなしている。

## 【0062】

本発明の各実施形態に係るチタン合金の金属組織に含まれる 結晶粒の c 軸の方向は、その大部分が、長軸方向 L とのなす角が  $15^{\circ}$  未満の範囲 (境界面 B の内側の範囲) に入っている。そして、長軸方向 L とのなす角が  $15^{\circ} \sim 40^{\circ}$  の範囲 (境界面 B と境界面 A の間の範囲) にある 結晶粒の面積率は、 $5.0\%$  以下である。長軸方向 L とのなす角が  $15^{\circ} \sim 40^{\circ}$  の範囲 (境界面 B と境界面 A の間の範囲) にある 結晶粒の面積率は、好ましくは  $4.0\%$  以下であり、より好ましくは  $3.0\%$  以下である。

## 【0063】

## [ 集合組織の測定方法 ]

上記の集合組織は、次のようにして観察ことができる。

上記の結晶粒径の測定方法と同様に、後述する熱処理後の + 型チタン合金線材より切断した L 断面 (棒線部材の長軸方向の直交断面) を、電解研磨もしくはコロイダルシリカ研磨により鏡面にした後、電子線後方散乱回折法 (EBSD: Electron Back Scattering Diffraction Pattern) を用いて測定する。具体的には、大きさ  $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$  の領域を、ステップ  $0.5 \sim 1\mu\text{m}$  で  $2 \sim 10$  視野程度測定し、各視野における稠密六方結晶 (hcp) の c 軸と + 型チタン合金棒線部材の長軸方向との成す角度が  $15^{\circ}$  以上  $40^{\circ}$  以下である 結晶粒の面積率を求める。その後、各視野において得られた 結晶粒の面積率の平均を算出する。計算された面積率は、L 断面全面に対する面積率である。

## 【0064】

## ( + 型チタン合金線材の製造方法の概略 )

上記のように、等軸 組織であっても、結晶粒の c 軸の方向と長軸方向 L とのなす角が  $15^{\circ} \sim 40^{\circ}$  の範囲内となると、疲労特性が低下する。相は、伸線を繰り返すことで、c 軸の方向と長軸方向 L とのなす角は  $0^{\circ}$  に集積していく。しかしながら、従来のように + 二相高温域で熱間加工を行った場合、冷却の過程で、相から 相が無作為方向に析出する。この影響で、結晶粒の c 軸の方向と長軸方向 L とのなす角が  $15^{\circ} \sim 40^{\circ}$  の範囲内となる 相の割合が多くなってしまう。

## 【0065】

一方、本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材は、先だって言及したように、従来とは異なり  $0 \sim 500$  の温度域において冷間加工又は温間加工を行うことで、

10

20

30

40

50

結晶粒を等軸化させている。冷間加工又は温間加工を行うことで、金属組織における相分率が、常温（室温）と同程度となるため、熱間加工で生じるような相変態による相の方位分散を抑制することができる。更に、冷間加工又は温間加工という低温加工を行うことで、低温加工による転位増加により、より微細で等軸な組織をより均一に生成させることが可能となる。加えて、従来の熱間加工と比較して、結晶粒のc軸が0°方向により集積しやすくなる。これにより、本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材は、より疲労特性に優れるものとなる。また、冷間～温間という温度域で加工が可能であるため、コスト削減に非常に有利である。

【0066】

また、本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材の製造方法では、以下で改めて詳細に説明するように、0～500の温度域において、冷間加工又は温間加工を行う際に、複数回の加工を行うことが可能である。また、複数回の加工を行う際には、n回目（nは、1以上の整数。）の加工と（n+1）回目の加工との間に、中間焼鈍を実施することが好ましい。

10

【0067】

かかる中間焼鈍において、相分率が増加しても、冷却時に相から析出する相は、焼鈍開始時の方位となる。そのため、15°～40°に傾いている相の割合は、5.0%以下と低くなる。ただし、冷間～温間で加工を行うことで、集合組織の結晶方位は揃うものの、方位が100%揃うということではなく、ランダムで残留するものが存在する。

20

【0068】

上記のような特徴を有する、本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材の製造方法については、以下で改めて詳細に説明する。

【0069】

以下では、上記のような特徴を有する本発明の実施形態に係る + 型チタン合金線材及び + 型チタン合金線材の製造方法について、より具体的な化学成分を挙げながら、より詳細に説明する。

【0070】

（第1の実施形態）

以下では、本発明の第1の実施形態である + 型チタン合金線材及びその製造方法について、詳細に説明する。本実施形態に係る + 型チタン合金線材は、上記のようなM<sub>0</sub>当量Aを用いて化学成分が規定されるチタン合金線材のうち、V及びFeを含有するチタン合金線材である。

30

【0071】

< + 型チタン合金線材 >

本実施形態に係る + 型チタン合金線材は、質量%で、Al：5.50～6.75%、V：3.50～4.50%、Fe：0.40%以下、C：0.080%以下、N：0.050%以下、H：0.016%以下、O：0.25%以下を含有し、残部がTi及び不純物からなり、結晶粒の平均アスペクト比が1.0～3.0であり、結晶粒の最大結晶粒径が20.0μm以下であり、結晶粒の平均結晶粒径が1.0～10.0μmであり、線材の長軸方向の直交断面における結晶粒のうち、長軸方向に対して結晶粒を構成する稠密六方結晶のc軸方向の傾斜角度が15°～40°の範囲にある結晶粒の面積率が5.0%以下である。

40

【0072】

まず、本実施形態の + 型チタン合金線材の化学成分について、以下で改めて説明する。以下の説明では、「質量%」を、単に「%」と略記する。

【0073】

[Alの含有量]

Alは、固溶強化能の高い元素であり、含有量を増やすと室温での引張強度が高くなる。より確実に所望の引張強度を得るとともに、得られる集合組織の結晶方位をより確実に所望の範囲内に制御するために、Alの含有量を5.50%以上とすることが好ましく、

50

5.70%以上とすることがより好ましい。一方、Alを6.75%を超えて含有させると、引張強度への寄与度が飽和する上に、熱間加工性及び冷間加工性を低下させる。そのため、Alの含有量の上限を、6.75%とする。Alの含有量は、6.50%以下であることが好ましい。

【0074】

[Vの含有量]

Vは、固溶強化能の高い元素であり、含有量が高くなると室温での引張強度が高くなる。また、室温で加工性の良好な相を維持する必要がある。そのため、Vの含有量は、3.50%以上とすることが好ましく、3.60%以上であることがより好ましい。一方、Vを4.50%を超えて含有させると、強度が高くなりすぎ、冷間及び温間加工性を低下させる。そのため、Vの含有量は、4.50%以下とすることが好ましい。Vの含有量は、4.30%以下であることがより好ましい。

10

【0075】

[Feの含有量]

Feは、偏析を生じさせて均質性を低下させる場合があるため、含有量を0.40%以下に制限することが好ましく、0.25%以下に制限することがより好ましい。Feは、固溶強化能があり、室温での強度向上に寄与する効果があるため、0.10%以上含有させることが好ましい。

【0076】

[C、N、H、Oの含有量]

C、N、H、Oは、いずれも多量に含有すると、延性、加工性を低下させてしまう場合があるため、Cの含有量は、0.080%以下、Nの含有量は、0.050%以下、Hの含有量は、0.016%以下、Oの含有量は0.25%以下にそれぞれ制限することが好ましい。なお、C、N、H、Oは、不可避免的に混入する不純物であるため、その含有量はそれぞれ低ければ低いほど好ましい。また、C、N、H、Oは、不可避免的に混入する不純物であるが故に、含有が避けられないことから、実質的な含有量の下限は、通常、Cで0.0005%、Nで0.0001%、Hで0.0005%、Oで0.01%である。

20

【0077】

本実施形態に係る + 型チタン合金線材は、上述の元素以外（残部）は、Ti及び不純物からなる。ただし、以上説明した各元素以外の元素を、本発明の効果を損なわない範囲で含有させることができる。

30

【0078】

[相の面積率]

本実施形態に係る + 型チタン合金線材の金属組織についても、相が主体であり、相中に少量の相が存在したものとなっている。本実施形態において、相の面積率は80%以上であり、おおよそ80~97%程度である。本実施形態において、相の面積率は、おおよそ3~20%程度となる。

【0079】

[結晶粒の平均アスペクト比]

先だって言及したように、疲労特性向上のためには、等軸晶組織であることが重要である。そのため、本実施形態に係る + 型チタン合金線材では、結晶粒の平均アスペクト比が1.0以上3.0以下とすることが好ましい。結晶粒の平均アスペクト比は、より好ましくは2.5以下であり、更に好ましくは2.3以下である。

40

【0080】

[結晶粒の平均結晶粒径]

また、本実施形態に係る + 型チタン合金線材では、き裂発生低減効果をより確実に得るために、+ 型チタン合金線材における結晶粒の平均結晶粒径を、上記の通り15.0 $\mu$ m以下とすることが好ましい。本実施形態において、結晶粒の平均結晶粒径は、より好ましくは12.0 $\mu$ m以下であり、更に好ましくは10.0 $\mu$ m以下である。

【0081】

50

## [ 結晶粒の最大結晶粒径 ]

また、疲労強度の低下をより確実に抑制するために、本実施形態に係る + 型チタン合金線材では、結晶粒の最大結晶粒径を、上記の通り  $30.0 \mu\text{m}$  以下とすることが好ましい。結晶粒の最大結晶粒径は、 $25.0 \mu\text{m}$  以下であることがより好ましく、 $20.0 \mu\text{m}$  以下であることが更に好ましい。

## 【 0 0 8 2 】

なお、相の面積率、結晶粒の平均アスペクト比、結晶粒の測定方法は、先だって説明した測定方法を用いればよいため、以下では詳細な説明は省略する。

## 【 0 0 8 3 】

## [ 集合組織 ]

本実施形態に係る + 型チタン合金線材においても、線材の長軸方向の直交断面における結晶粒のうち、長軸方向に対して結晶粒を構成する稠密六方結晶の c 軸方向の傾斜角度が  $15^\circ \sim 40^\circ$  の範囲にある結晶粒の面積率は、 $5.0\%$  以下とすることが好ましい。長軸方向 L とのなす角が  $15^\circ \sim 40^\circ$  の範囲 (境界面 B と境界面 A の間の範囲) にある結晶粒の面積率は、より好ましくは  $4.0\%$  以下であり、更に好ましくは  $3.0\%$  以下である。稠密六方結晶 (hcp) の c 軸と、+ 型チタン合金線材の長軸方向とのなす角度が、 $15^\circ$  以上  $40^\circ$  以下である結晶粒の面積率は、低い分には問題ないため、下限は  $0\%$  であることが好ましい。なお、集合組織の測定方法は、先だって説明した測定方法を用いればよいため、以下では詳細な説明は省略する。

## 【 0 0 8 4 】

## [ 内部欠陥 ]

上述したように Ti - 6 Al - 4 V に代表される高強度な + 型チタン合金は、室温 ~ 温間での加工性に乏しく、変形加工時に内部欠陥が発生し易い。ここで内部欠陥とはポイドまたはクラックを指す。一方で、後述の疲労特性は、内部欠陥が多量に存在すると劣化する可能性がある。

## 【 0 0 8 5 】

本実施形態に係る + 型チタン合金線材において、内部欠陥の発生量 (すなわち、単位面積あたりの内部欠陥の個数) は、通常は、 $0 \text{ 個} / \text{mm}^2$  となる。ただし、鋭意検討した結果、内部欠陥の発生量が  $13 \text{ 個} / \text{mm}^2$  以下の範囲内であれば、本実施形態に係る + 型チタン合金線材に発現する疲労特性に対して、影響を与えるものではない。

## 【 0 0 8 6 】

## [ 内部欠陥の測定方法 ]

内部欠陥の発生量は、後述する熱処理後のチタン合金棒線部材より切断した C 断面をエメリー紙及びバフ研磨により鏡面にした後、光学顕微鏡にて測定する。倍率を  $50 \sim 500$  倍として、 $10 \sim 20$  視野を撮影し、各視野中に存在するポイドやクラックなどの欠陥の数を測定し、観察面積で除して、単位面積あたりの内部欠陥の個数を求め、その平均値とする。なお、内部欠陥は、最大寸法が  $5 \mu\text{m}$  以上のものとする。

## 【 0 0 8 7 】

## [ 0.2% 耐力 ]

後述するが、疲労強度は、引張特性の  $0.2\%$  耐力や引張強度と相関がある。そのため、 $0.2\%$  耐力や引張強度を高めた方が、疲労強度が高くなる。加えて、+ 型チタン合金は、高強度である特性を活用し様々な部材に用いられることから、 $0.2\%$  耐力は、ある程度高い値を有していることが好ましい。本実施形態に係る化学成分系では、 $0.2\%$  耐力が  $850 \text{ MPa}$  以上であれば、疲労強度と共に、部材として使用する際の強度を満足することができる。そのため、本実施形態に係る + 型チタン合金線材において、 $0.2\%$  耐力は  $850 \text{ MPa}$  以上であることが好ましい。本実施形態に係る + 型チタン合金線材の  $0.2\%$  耐力は、より好ましくは  $860 \text{ MPa}$  以上である。一方、 $0.2\%$  耐力の上限は、特に定めるものではない。ただし、 $0.2\%$  耐力が高くなり過ぎると、切欠き感受性が高くなり、疲労強度の低下を招く。 $1200 \text{ MPa}$  以上となると切欠き感受性が顕著となることから、本実施形態に係る + 型チタン合金線材の  $0.2\%$  耐力は、1

10

20

30

40

50

200 MPa未満であることが好ましい。本実施形態に係る + 型チタン合金線材の0.2%耐力は、より好ましくは1100 MPa以下である。

【0088】

なお、ここでいう0.2%耐力とは、チタン合金線材の長軸方向（長手方向、長尺方向と同義）が引張り方向となるように引張試験を行った場合の0.2%耐力である。

【0089】

[0.2%耐力の測定方法]

着目する + 型チタン合金線材から、長手方向が圧延方向に対して平行であるASTMハーフサイズ引張試験片（平行部幅6.25 mm、平行部長さ32 mm、標点間距離25 mm）を採取し、ひずみ速度を、ひずみ1.5%までを0.5%/min、その後破断までを30%/minで行う。このときの0.2%耐力を測定する。

10

【0090】

[疲労強度]

本実施形態に係る + 型チタン合金線材は、高疲労強度であることを特徴している。上述したように、組織形状や結晶粒径は疲労特性に大きく影響し、結晶形状の場合、針状組織では疲労特性が大幅に低下する。また、等軸晶組織であっても、組織が粗大である（すなわち、結晶粒径が大きい）と疲労特性は低下する。本実施形態に係る + 型チタン合金線材の化学成分系では、下記に示す回転曲げ疲労において、450 MPa以上であることが好ましく、470 MPa以上であることがより好ましい。

【0091】

20

[疲労強度の測定方法]

本実施形態に係る + 型チタン合金線材の疲労特性は、回転曲げ疲労時の疲労特性を採用することとし、下記の方法で測定した際の疲労特性とする。

すなわち、製造した線材を用いて、平行部の表面粗さが研磨紙#600以上となるよう研磨された丸棒試験片を作製する。この丸棒試験片を用い、小野式回転曲げ試験により、応力比 $R = -1$ として、 $1 \times 10^7$ 回まで応力負荷を繰り返しても疲労破壊しない最大応力を求め、疲労強度とする。

【0092】

< + 型チタン合金線材の製造方法 >

続いて、本実施形態に係る + 型チタン合金線材の製造方法について、詳細に説明する。

30

【0093】

本実施形態に係る + 型チタン合金線材の製造方法は、(a)上述の化学成分を有するチタン合金材を、0~500 の範囲の加工温度において、1回又は2回以上の加工を行う工程であり、1回あたりの加工時の減面率を10~50%とし、合計減面率を50%以上とする第1の工程と、(b)第1の工程後のチタン合金材に対して、熱処理温度 $T$ を700~950 の範囲とし、熱処理時間 $t$ を下記式(2)を満足する熱処理時間とする最終熱処理を施す第2の工程と、を含む。ただし、下記式(2)において、 $T$ は、第2の工程における熱処理温度( )であり、 $t$ は、第2の工程における熱処理時間(hr)である。

40

【0094】

$$21000 < (T + 273.15) \times (\log_{10}(t) + 20) < 24000 \dots (2)$$

【0095】

以下、本実施形態に係る + 型チタン合金線材の製造方法における各工程について、詳細に説明する。

【0096】

第1の工程

50

第1の工程では、0～500の範囲の加工温度において、1回又は2回以上の加工を行う。これにより、+型チタン合金線材の組織における結晶粒の平均結晶粒径を小さくし、かつ、最大結晶粒径を小さくすることで、等軸結晶組織を形成する。なお、複数回の加工を行う場合は、加工の間で中間焼鈍を行ってもよい。かかる第1の工程は、冷間加工、又は、温間加工に区分される加工である。また、加工温度は、+型チタン合金線材の表面における温度とする。

【0097】

なお、上記のような第1の工程に供される前（冷間加工又は温間加工に供される前）の+型チタン合金は、どの断面で切断したとしても、平均粒径3.0µm程度であり、かつ、平均アスペクト比が1.5µm以下である、微細な球状組織を有している。

10

【0098】

[加工温度]

本実施形態に係る+型チタン合金線材の製造方法において、加工温度が500以下の範囲内となる室温～中温域で加工を行うことで、上述の集合組織を形成し易くなる。また、室温～中温域において圧延や伸線等の加工を加える（すなわち、冷間加工又は温間加工を行う）ことで、粗大な初析相の形成を防ぎつつ、かつ、転位の蓄積、及び、下記の熱処理（中間焼鈍及び最終焼鈍）時の再結晶により、微細かつ均一な等軸粒を得ることができる。これらのことから、本実施形態に係る+型チタン合金線材の製造方法における第1の工程では、加工温度を0以上とする。加工温度は、好ましくは20以上であり、より好ましくは200以上である。一方、加工温度が高くなりすぎると、転位の蓄積が困難となる可能性があるため、加工温度は、拡散しにくく転位が蓄積できる500以下とする。

20

【0099】

[加工と減面率]

本実施形態では、上記のように、0以上500以下の温度で加工することとしている。加工の種類としては、例えば、カリバー圧延加工、ローラーダイス伸線加工、孔ダイス伸線加工等が挙げられる。加工量については、高いほど転位の集合組織が発達し易く、また再結晶により組織が微細化し易い。ただし、0以上500以下の温度域では加工性が劣るため、加工し過ぎるとポイド等の内部欠陥を形成し、疲労特性の低下を招く。一回あたりの減面率（加工率）が10%以上であれば、集合組織の発達及び再結晶に有効である。そのため、本実施形態に係る第1の工程において、1回あたりの加工時の減面率を10%以上とする。更なる効果を得るために、第1の工程における1回あたりの加工時の減面率は、15%以上であることが好ましく、20%以上であることがより好ましい。一方、1回あたり50%を超える加工を行うと、ポイド等の内部欠陥が形成されてしまう。そのため、第1の工程における1回あたりの加工時の減面率は、50%以下とする。

30

【0100】

更に、より確実に均一かつ微細な等軸晶組織とするためには、加工と焼鈍を繰り返し合計の減面率を大きくすることが有効である。すなわち、1回あたりの減面率を10～50%として加工した後に中間焼鈍を施し、再び10～50%の減面率で加工し中間焼鈍を行う、といったサイクルを繰り返すことが有効である。また、1回あたりの減面率が低い場合は、繰り返し回数を多くすることで均一かつ微細組織にできる。一方、一回あたりの減面率が高い場合は、繰り返し回数が少なくても均一かつ微細組織となる。

40

【0101】

また、本発明者らが種々試験した結果、1回又は複数回の加工を施す場合に、合計の減面率が50%以上であれば、均一かつ微細な組織を得ることができる。そのため、本実施形態に係る第1の工程において、合計の減面率は50%以上とする。本実施形態に係る第1の工程において、合計の減面率は、好ましくは60%以上であり、より好ましくは70%以上である。一方、加工すればするほど再結晶し易くなるため、合計の減面率の上限は、特に規定するものではない。ただし、加工及び中間焼鈍の回数が増加するとコストが高くなることから、合計の減面率は90%未満とすることが好ましい。また、複数回の加工

50

を行う場合の各回の減面率は、全て同じ減面率になるように加工してもよく、各回毎に異なる減面率になるように加工してもよい。

【0102】

なお、減面率は、加工前の断面積  $S_1$  と加工後の断面積  $S_2$  から、 $100 \times (S_1 - S_2) / S_1$  で求める。複数回の加工を行う場合の合計の減面率は、1回目の加工前の断面積  $S_3$  と最終回の加工後の断面積  $S_4$  から、 $100 \times (S_3 - S_4) / S_3$  で求める。

【0103】

中間焼鈍及び第2の工程である最終熱処理

本実施形態では、前述の中間焼鈍、及び、最終熱処理を、700 以上950 以下の温度範囲で行うこととする。熱処理温度  $T$  が700 未満である場合には、ひずみが十分に回復しなかったり、最終焼鈍時の再結晶が不十分となって、図5Aに模式的に示したように、延伸粒や針状組織が残存したりする。一方、熱処理温度  $T$  が950 を超える場合には、高温過ぎるために組織が粗大化したり、熱処理時の相が不安定になって、冷却時に相内に針状組織が形成されたりする結果、図5Bに模式的に示したような、針状組織と等軸組織とが混在する組織であるバイモーダル組織が形成される。また、温度を上記範囲にしたとしても、温度に合わせた保持時間を確保しないと、十分なひずみ除去や再結晶をさせることができない。

10

【0104】

本発明者らが鋭意検討した結果、熱処理温度  $T$  ( ) と、加熱及び保持を含めた熱処理時間 ( hr ) と、の関係が、下記の式 ( 2 ) の範囲内であれば問題が生じずに、図1Cに模式的に示したような、均一かつ微細な等軸晶組織を得られることが判明した。そのため、本実施形態では、下記の式 ( 2 ) を満足するように、中間焼鈍及び最終熱処理を行うこととする。ここで、熱処理温度  $T$  ( ) は、 + 型チタン合金線材の表面における温度とする。

20

【0105】

$$21000 < (T + 273.15) \times (\log_{10}(t) + 20) < 24000 \dots (2)$$

【0106】

上記式 ( 2 ) の関係を満足するように、熱処理温度  $T$  及び熱処理時間  $t$  を制御して中間焼鈍及び最終熱処理を実施することで、ひずみ除去及び再結晶を促進させることができる。(  $T + 273.15$  )  $\times$  (  $\log_{10}(t) + 20$  ) の値は、好ましくは24000以下である。

30

【0107】

[昇温速度]

なお、中間焼鈍及び最終熱処理における、熱処理温度  $T$  までの昇温速度は、速ければ速いほど、上記熱処理温度  $T$  での保持時間が長くなり、また、安定したひずみ除去及び再結晶が可能となる。具体的な昇温速度は、特に規定するものではないが、昇温速度が1.0 / s 以上であれば、十分な保持時間が確保可能であり、好ましい。昇温速度は、より好ましくは、2.0 / s 以上である。

40

【0108】

以上、本実施形態に係る + 型チタン合金線材の製造方法について、詳細に説明した。

【0109】

(第2の実施形態)

以下では、本発明の第2の実施形態に係る + 型チタン合金線材及びその製造方法について、詳細に説明する。本実施形態に係る + 型チタン合金線材は、上記のようなM o 当量  $A$  を用いて化学成分が規定されるチタン合金線材のうち、Fe 及びSi を含有するチタン合金線材である。かかる + 型チタン合金線材は、冷間伸線性に優れ、第1の実

50

施形態に係る + 型チタン合金線材のようにVを含有しないため安価であり、かつ、切削・切断が容易である。

#### 【0110】

本実施形態に係る + 型チタン合金線材は、質量%で、Al : 4.50 ~ 6.40 %、Fe : 0.50 ~ 2.10 %、Si : 0 ~ 0.50 %、C : 0.080 %未満、N : 0.050 %以下、H : 0.016 %以下、O : 0.25 %以下を含有し、残部Ti及び不純物からなり、結晶粒の平均アスペクト比が1.0 ~ 3.0であり、結晶粒の最大結晶粒径が30.0 μm以下であり、結晶粒の平均結晶粒径が1.0 ~ 15.0 μmであり、線材の長軸方向の直交断面における結晶粒のうち、長軸方向に対して結晶粒を構成する稠密六方結晶のc軸方向の傾斜角度が15° ~ 40°の範囲にある結晶粒の面積率が5.0 %以下である。

10

#### 【0111】

まず、本実施形態に係る + 型チタン合金線材の化学成分について、以下で改めて説明する。以下の説明では、「質量%」を、単に「%」と略記する。

#### 【0112】

##### [Alの含有量]

Alは、固溶強化能の高い元素であり、含有量を増やすと室温での引張強度が高くなる。より確実に所望の引張強度を得るとともに、得られる集合組織の結晶方位をより確実に所望の範囲内に制御するために、Alの含有量を4.50 %以上とすることが好ましい。Alの含有量は、4.80 %以上であることがより好ましく、5.00 %以上であることが更に好ましい。一方、Alを6.40 %を超えて含有させると、変形抵抗の増大により加工性の低下をもたらすとともに、凝固偏析などにより相を過度に固溶強化して局部的に硬い領域が生成され、疲労強度の低下をもたらし、更には、衝撃靱性の低下をもたらす可能性がある。そのため、Alの含有量は、6.40 %以下とすることが好ましい。Alの含有量は、5.90 %以下であることがより好ましく、5.50 %以下であることが更に好ましい。

20

#### 【0113】

##### [Feの含有量]

Feは、安定化元素の中でも安価な添加元素であり、更に、固溶強化能の高い元素である。また、含有量を増やすと室温での引張強度が高くなる。必要な強度を得ることと、室温で加工性の良い相を維持するために、本実施形態においてFeの含有量は、0.50 %以上であることが好ましい。本実施形態においてFeの含有量は、より好ましくは0.70 %以上であり、更に好ましくは0.80 %以上である。一方、Feは非常に凝固偏析し易い添加元素であるため、含有させ過ぎると性能のばらつきが大きくなり、場所によっては疲労強度の低下が低下する可能性がある。そのため、本実施形態においてFeの含有量は、2.10 %以下であることが好ましい。本実施形態においてFeの含有量は、より好ましくは1.80 %以下であり、更に好ましくは1.50 %以下である。

30

#### 【0114】

##### [Siの含有量]

Siは、安定化元素であるが、相中にも固溶して高い固溶強化能を示す。上記のように、Feは、偏析という観点から2.10 %を超えて含有させないことが好ましいことから、必要に応じて、Siの固溶強化により高強度化してもよい。そのため、Siは、任意添加元素であり、その含有量は、0 %を下限とする。また、Siは、下記のOと逆の偏析傾向にあり、更に、Oほどには凝固偏析し難いことから、適正量のSiをOと複合含有させることにより、高い疲労強度と引張強度を両立することが期待できる。このような効果は、Siの含有量を0.05 %以上とすることで、確実に発現させることが可能であるため、Siを含有させる場合、Siの含有量は0.05 %以上とすることが好ましく、0.10 %以上とすることが好ましい。ただし、先だって言及したように、Siを含有させ過ぎると、シリサイドと称する金属間加工物を形成し、疲労強度が低下する。そのため、本実施形態では、Siの含有量を0.50 %以下とすることが好ましい。本実施形態にお

40

50

いて、Siの含有量は、より好ましくは0.45%以下であり、更に好ましくは0.40%以下である。

【0115】

[C、N、H、Oの含有量]

C、N、H、Oは、いずれも多量に含有すると、延性、加工性を低下させてしまう場合があるため、Cの含有量は、0.010%未満、Nの含有量は、0.050%以下、Hの含有量は、0.016%以下、Oの含有量は0.25%以下にそれぞれ制限することが好ましい。なお、C、N、H、Oは、不可避免的に混入する不純物であるため、その含有量はそれぞれ低ければ低いほど好ましい。また、C、N、H、Oは、不可避免的に混入する不純物であるが故に、含有が避けられないことから、実質的な含有量は、通常、Cで0.0005%、Nで0.0001%、Hで0.0005%、Oで0.01%である。

10

【0116】

本実施形態に係る + 型チタン合金線材は、上述の元素以外（残部）は、Ti及び不純物からなる。ただし、以上説明した各元素以外の元素を、本発明の効果を損なわない範囲で含有させることができる。

【0117】

[Ni、Cr、Mnの含有量]

本実施形態に係る + 型チタン合金線材では、必要に応じて、残部のTiの一部に換えて、0.15%未満のNi、0.25%未満のCr、0.25%未満のMnのうちの1種又は2種以上含有しても良い。ここで、Ni、Cr、Mnの含有量を、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、上記上限を超えて含有させると、平衡相である金属間化合物(Ti<sub>2</sub>Ni、TiCr<sub>2</sub>、TiMn)が生成し、疲労強度及び室温延性が劣化するためである。Niの含有量は、より好ましくは0.13%以下であり、更に好ましくは0.11%以下である。Cr及びMnの含有量は、より好ましくは0.20%以下であり、更に好ましくは0.15%以下である。

20

【0118】

[相の面積率]

本実施形態に係る + 型チタン合金線材の金属組織についても、相が主体であり、相中に少量の相が存在したものとなっている。本実施形態において、相の面積率は85%以上であり、おおよそ85~99%程度である。本実施形態において、相の面積率は、おおよそ1~15%程度となる。

30

【0119】

[結晶粒の平均アスペクト比]

先だって言及したように、疲労特性向上のためには、等軸晶組織であることが重要である。そのため、本実施形態に係る + 型チタン合金線材では、結晶粒の平均アスペクト比が1.0以上3.0以下とすることが好ましい。結晶粒の平均アスペクト比は、より好ましくは2.5以下であり、更に好ましくは2.3以下である。

【0120】

[結晶粒の平均結晶粒径]

また、本実施形態に係る + 型チタン合金線材では、き裂発生低減効果をより確実に得るために、+ 型チタン合金線材における結晶粒の平均結晶粒径を、上記の通り15.0µm以下とすることが好ましい。本実施形態において、結晶粒の平均結晶粒径は、より好ましくは12µm以下であり、更に好ましくは10µm以下である。

40

【0121】

[結晶粒の最大結晶粒径]

また、疲労強度の低下を抑制するために、本実施形態に係る + 型チタン合金線材では、結晶粒の最大結晶粒径を、上記の通り30.0µm以下とすることが好ましい。結晶粒の最大結晶粒径は、25.0µm以下であることがより好ましく、20.0µm以下であることが更に好ましい。

【0122】

50

なお、相の面積率、結晶粒の平均アスペクト比、結晶粒の測定方法は、先だって説明した測定方法を用いればよいため、以下では詳細な説明は省略する。

【0123】

[集合組織]

本実施形態に係る + 型チタン合金線材においても、線材の長軸方向の直交断面における結晶粒のうち、長軸方向に対して結晶粒を構成する稠密六方結晶のc軸方向の傾斜角度が $15^{\circ} \sim 40^{\circ}$ の範囲にある結晶粒の面積率は、 $5.0\%$ 以下とすることが好ましい。長軸方向Lとのなす角が $15^{\circ} \sim 40^{\circ}$ の範囲(境界面Bと境界面Aの間の範囲)にある結晶粒の面積率は、より好ましくは $4.0\%$ 以下であり、更に好ましくは $3.0\%$ 以下である。稠密六方結晶(hcp)のc軸と、+型チタン合金線材の長軸方向とのなす角度が、 $15^{\circ}$ 以上 $40^{\circ}$ 以下である結晶粒の面積率は、低い分には問題ないため、下限は $0\%$ であることが好ましい。なお、集合組織の測定方法は、先だって説明した測定方法を用いればよいため、以下では詳細な説明は省略する。

10

【0124】

[内部欠陥]

上述したようにTi-6Al-4Vに代表される高強度な + 型チタン合金は、室温～温間での加工性に乏しく、変形加工時に内部欠陥が発生し易い。ここで内部欠陥とはポイドまたはクラックを指す。一方で、後述の疲労特性は、内部欠陥が多量に存在すると劣化する可能性がある。

【0125】

本実施形態に係る + 型チタン合金線材において、内部欠陥の発生量(すなわち、単位面積あたりの内部欠陥の個数)は、通常は、 $0$ 個/ $\text{mm}^2$ となる。ただし、鋭意検討した結果、内部欠陥の発生量が $13$ 個/ $\text{mm}^2$ 以下の範囲内であれば、本実施形態に係る + 型チタン合金線材に発現する疲労特性に対して、影響を与えるものではない。なお、内部欠陥の測定方法は、先だって第1の実施形態で説明した測定方法を用いればよいため、以下では詳細な説明は省略する。

20

【0126】

[0.2%耐力]

先だって言及しているように、疲労強度は、引張特性の0.2%耐力や引張強度と相関がある。そのため、0.2%耐力や引張強度を高めた方が、疲労強度が高くなる。加えて、+型チタン合金は、高強度である特性を活用し様々な部材に用いられることから、0.2%耐力は、ある程度高い値を有していることが好ましい。本実施形態に係る化学成分系では、0.2%耐力が $700\text{MPa}$ 以上あれば、疲労強度と共に、部材として使用する際の強度を満足することができる。そのため、本実施形態に係る + 型チタン合金線材において、0.2%耐力は $700\text{MPa}$ 以上であることが好ましい。本実施形態に係る + 型チタン合金線材の0.2%耐力は、より好ましくは $720\text{MPa}$ 以上である。一方、0.2%耐力の上限は、特に定めるものではない。ただし、0.2%耐力が高くなり過ぎると、切欠き感受性が高くなり、疲労強度の低下を招く。 $1200\text{MPa}$ 以上となると切欠き感受性が顕著となることから、本実施形態に係る + 型チタン合金線材の0.2%耐力は、 $1150\text{MPa}$ 未満であることが好ましい。本実施形態に係る + 型チタン合金線材の0.2%耐力は、より好ましくは $1050\text{MPa}$ 以下である。

30

40

【0127】

なお、ここでいう0.2%耐力とは、チタン合金線材の長軸方向(長手方向、長尺方向と同義)が引張り方向となるように引張試験を行った場合の0.2%耐力である。なお、0.2%耐力の測定方法は、先だって第1の実施形態で説明した測定方法を用いればよいため、以下では詳細な説明は省略する。

【0128】

[疲労強度]

本実施形態に係る + 型チタン合金線材は、高疲労強度であることを特徴している。上述したように、組織形状や結晶粒径は疲労特性に大きく影響し、結晶形状の場合、針状

50

組織では疲労特性が大幅に低下する。また、等軸晶組織であっても、組織が粗大である（すなわち、結晶粒径が大きい）と疲労特性は低下する。本実施形態に係る + 型チタン合金線材の化学成分系では、下記に示す回転曲げ疲労において、400MPa以上であることが好ましく、420MPa以上であることがより好ましい。なお、疲労強度の測定方法は、先だって第1の実施形態で説明した測定方法を用いればよいため、以下では詳細な説明は省略する。

#### 【0129】

< + 型チタン合金線材の製造方法 >

なお、上述してきた + 型チタン合金線材の製造方法であるが、製造に用いるチタン合金材を上記の第2の実施形態に係る化学成分とする以外は、第1の実施形態に係る + 型チタン合金線材の製造方法と同様にして、実施することが可能である。そのため、以下では、詳細な説明は省略する。

10

#### 【0130】

以上、本発明の各実施形態に係る + 型チタン合金線材及びその製造方法について、詳細に説明した。

#### 【実施例】

#### 【0131】

以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明する。本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、本発明の趣旨に適合し得る範囲で適宜変更を加えて実施することが可能であり、それらは何れも本発明の技術的範囲に含まれる。

20

#### 【0132】

(試験例1)

以下に示す試験例1では、主に、本発明の第1の実施形態に係る + 型チタン合金線材及びその製造方法に着目し、より具体的に説明する。

#### 【0133】

スポンジチタン、スクラップ及び所定の添加元素を溶解原料とし、真空アーク溶解炉を用いて、以下の表1に示す各成分組成を有するチタンインゴットを鑄造した。

#### 【0134】

鑄造したチタン鑄塊を用いて、熱間鍛造を行った。得られた熱間鍛造材から100mmの丸棒を採取し、1050 で熱間圧延を行い 20mm程度の熱延棒を得た。その後、得られた熱延棒に対し、脱スケールを施した。得られた熱延棒の組織を確認したところ、どの断面で切断した場合においても、平均粒径3.0 $\mu$ m程度であり、かつ、平均アスペクト比が1.5 $\mu$ m以下である、微細な球状組織を有していた。

30

#### 【0135】

その後、第1の工程として、以下の表2に示した加工温度及び減面率で伸線を行い、次いでAr雰囲気にて、均熱温度850、均熱保持時間1.00時間の条件で中間焼鈍を施した。かかる中間焼鈍の処理条件は、均熱温度までの昇温速度を考慮しても、上記式(2)で表した関係を満足するものである。その後も、伸線と中間焼鈍とを繰り返し行って、表2に示した合計減面率まで伸線した。ここで、以下の表2における「減面率」は、n回目の中間焼鈍と(n+1)回目の中間焼鈍との間での減面率を表しており、中間焼鈍は、上記のように、所定の減面率での伸線加工を実施する毎に実施した。その後、第2の工程として、表2に示す条件で最終熱処理を施すことで、+ 型チタン合金線材を製造した。得られた + 型チタン合金線材から各種の試験片を作製した。

40

#### 【0136】

+ 型チタン合金線材の製造条件を、表2に示した。また、表3には、表2におけるパターンA~Fの減面率を示した。表3に示す減面率は、第1の工程における加工の減面率を加工の回数毎に変化させた場合の各回の減面率である。各加工の合間に、上記の条件にて中間焼鈍を行った。

#### 【0137】

【表 1】

表1

素材	合金成分(mass%)										Mo当量 A (mass%)	
	Al	V	Fe	O	N	C	H	Ti				
A	6.37	4.22	0.18	0.18	0.003	0.003	0.002	0.002	Bal.			-3.0
B	6.39	4.24	0.17	0.12	0.002	0.005	0.001	0.001	Bal.			-3.1
C	6.75	3.69	0.10	0.16	0.003	0.001	0.001	0.001	Bal.			-4.0
D	5.50	4.18	0.18	0.15	0.002	0.001	0.002	0.002	Bal.			-2.2
E	5.71	4.50	0.17	0.25	0.003	0.004	0.002	0.002	Bal.			-2.2
F	6.41	3.51	0.16	0.20	0.001	0.003	0.001	0.001	Bal.			-3.6

【表 2】

表2

No.	素材	製造方法						
		加工温度 (°C)	減面率 (%)	中間焼鈍	合計の減面率 (%)	最終熱処理		
						熱処理温度 T (°C)	熱処理時間 t (hr)	式(2) 中辺の値
実施例1	A	20	10	有り	72	850	2.00	22801
実施例2	B	20	10	有り	72	850	2.00	22801
実施例3	B	20	15	有り	73	850	2.00	22801
実施例4	B	20	30	有り	74	850	2.00	22801
実施例5	B	20	パターンA	有り	72	850	2.00	22801
実施例6	B	20	パターンB	有り	72	850	2.00	22801
実施例7	B	20	10	有り	72	700	39.00	21011
実施例8	B	20	10	有り	72	850	0.05	21002
実施例9	B	20	10	有り	72	850	23.00	23992
実施例10	B	20	10	有り	72	950	0.40	23976
実施例11	A	200	20	有り	74	850	2.00	22801
実施例12	B	200	10	有り	72	850	2.00	22801
実施例13	B	200	20	有り	74	850	2.00	22801
実施例14	B	200	35	有り	68	850	2.00	22801
実施例15	B	200	パターンC	有り	75	850	2.00	22801
実施例16	B	200	パターンD	有り	75	850	2.00	22801
実施例17	B	200	20	有り	59	850	2.00	22801
実施例18	B	200	20	有り	74	700	39.00	21011
実施例19	B	200	20	有り	74	850	0.05	21002
実施例20	B	200	20	有り	74	850	23.00	23992
実施例21	B	200	20	有り	74	950	0.40	23976
実施例22	B	500	50	有り	75	850	2.00	22801
実施例23	B	500	パターンE	有り	69	850	2.00	22801
実施例24	B	500	パターンF	有り	69	850	2.00	22801
実施例25	B	500	50	-	50	850	2.00	22801
実施例26	C	200	20	有り	74	850	2.00	22801
実施例27	D	200	20	有り	74	850	2.00	22801
実施例28	E	200	20	有り	74	850	2.00	22801
実施例29	F	200	20	有り	74	850	2.00	22801
比較例1	B	200	20	有り	72	850	<u>0.04</u>	<u>20893</u>
比較例2	B	200	20	有り	72	850	<u>50.00</u>	<u>24371</u>
比較例3	B	200	20	有り	72	950	<u>2.00</u>	<u>24831</u>
比較例4	B	<u>550</u>	30	有り	72	850	2.00	22801
比較例5	B	200	20	有り	72	700	<u>35.00</u>	<u>20966</u>
比較例6	B	<u>900</u>	50	有り	75	850	2.00	22801
比較例7	B	200	<u>60</u>	有り	84	850	2.00	22801
比較例8	B	200	20	有り	<u>36</u>	850	2.00	22801
比較例9	B	200	20	有り	72	<u>650</u>	<u>560.00</u>	<u>21000</u>
比較例10	B	200	20	有り	72	<u>1000</u>	<u>0.08</u>	<u>24066</u>

【 0 1 3 9 】

10

20

30

40

【表3】

表3

パターン	加工回数					
	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	6回目
パターンA	10	10	15	15	30	30
パターンB	30	30	15	15	10	10
パターンC	10	20	20	35	35	—
パターンD	35	35	20	20	10	—
パターンE	10	30	50	—	—	—
パターンF	50	30	10	—	—	—

10

## 【0140】

得られた試験片について、ミクロ組織観察、各特性（0.2%耐力、疲労強度）の測定を行った。

## 【0141】

（結晶粒の平均アスペクト比）

20

+型チタン合金線材より切断したL断面（線材の長軸方向の直交断面）を、電解研磨又はコロイダルシリカ研磨により鏡面にした後、EBSD（TSLソリューションズ製のOIM Analysisソフトウェア）を用いて測定した。具体的には、鏡面化後のL断面において、大きさ500 $\mu$ m $\times$ 500 $\mu$ mの領域を、ステップ0.5~1 $\mu$ mで、2~10視野程度測定した。その後、5°以上の方位差を生じる場合を粒界とみなし、各結晶粒の長軸方向と長軸に直交する方向の最大長さの比（長軸/短軸）、すなわちアスペクト比を算出し、全ての結晶粒の平均値（平均アスペクト比）を算出した。

## 【0142】

（結晶粒の平均結晶粒径及び最大結晶粒径）

30

結晶粒径は、得られた試験片のL断面を電解研磨又はコロイダルシリカ研磨により鏡面にした後、EBSD（TSLソリューションズ製のOIM Analysisソフトウェア）を用いて測定した。具体的には、鏡面化後のL断面において、大きさ500 $\mu$ m $\times$ 500 $\mu$ mの領域を、ステップ0.5~1 $\mu$ mで、2~10視野程度測定した。その後、5°以上の方位差を生じる場合を粒界とみなし、結晶粒面積Aより結晶粒毎の円相当粒径Dを求めた（結晶粒面積A =  $\pi \times (D/2)^2$ ）。平均結晶粒径は、測定範囲内の全ての結晶粒径の平均値とした。また、最大結晶粒径は、測定範囲内における最大値とした。なお、結晶粒と結晶粒等の他の結晶粒とは、EBSD上で技術的に容易に識別することが可能であった。

## 【0143】

（長軸方向とc軸とのなす角が15~40°である結晶粒の面積率）

40

上記の結晶粒径の測定方法と同様に、得られた試験片のL断面を電解研磨又はコロイダルシリカ研磨により鏡面にした後、EBSD（TSLソリューションズ製のOIM Analysisソフトウェア）を用いて測定した。具体的には、大きさ500 $\mu$ m $\times$ 500 $\mu$ mの領域を、ステップ0.5~1 $\mu$ mで、2~10視野程度測定し、各視野における稠密六方結晶（hcp）のc軸と+型チタン合金線材の長軸方向との成す角度が15°以上40°以下である結晶粒の面積率を求めた。その後、各視野から得られた面積率の平均を算出した。

## 【0144】

なお、ミクロ組織観察においては、EBSDの測定結果に基づき、解析ソフトウェア（株式会社TSLソリューションズ製OIM Analysis）を用いることで、結晶

50

粒も含む個々の結晶粒の面積と、長軸及び短軸の長さ、アスペクト比と、を算出した。

【0145】

(内部欠陥)

内部欠陥は、+型チタン合金線材より切断したC断面をエメリー紙及びバフ研磨により鏡面にした後、光学顕微鏡にて測定した。倍率を50～500倍として、10～20視野を撮影し、各視野に存在するボイドやクラックなどの欠陥の数を測定し、観察面積を除いて、単位面積あたりの内部欠陥の個数を求め、その平均値を内部欠陥数とした。なお、内部欠陥は最大寸法が5μm以上のものとした。

【0146】

(0.2%耐力)

得られた+型チタン合金線材から、長手方向が圧延方向に対して平行であるASTMハーフサイズ引張試験片(平行部幅6.25mm、平行部長さ32mm、標点間距離25mm)を採取し、ひずみ速度を、ひずみ1.5%までを0.5%/min、その後破断までを30%/minで行った。このときの0.2%耐力を測定した。本試験例では、得られた0.2%耐力が850MPa以上1200MPa未満である場合を、合格とした。

【0147】

(疲労強度)

疲労特性は、回転曲げ疲労時の疲労特性を採用することとし、下記の方法で測定した際の特性とした。得られた+型チタン合金線材から、平行部の表面粗さが研磨紙#600以上となるよう研磨された丸棒試験片を作製した。この丸棒試験片を、小野式回転曲げ試験により、応力比 $R = -1$ として、 $1 \times 10^7$ 回まで応力負荷を繰り返しても疲労破壊しない最大応力を、疲労強度とした。本試験例では、得られた疲労強度が450MPa以上である場合を、合格とした。

【0148】

得られた結果を、以下の表4にまとめて示した。実施例1～29は、本発明例である。実施例1～29の+型チタン合金棒線部材は、いずれも優れた疲労強度を有していることが分かる。

【0149】

一方、比較例1～3、5、9及び10は、最終熱処理の熱処理時間が本発明の製造条件を満たさないため、平均アスペクト比、平均結晶粒径又は最大結晶粒径が発明範囲から外れ、疲労強度が450MPaを下回った。比較例4及び6では、加工温度が高すぎるため、結晶粒を構成するhcpにおけるc軸の結晶方位を所定の範囲に制御できず、疲労強度が450MPaを下回った。比較例7は、1回あたりの減面率が50%を超えて高すぎるため、疲労強度が450MPaを下回った。また、内部欠陥についても、増加していることが明らかとなった。比較例8は、合計の減面率が50%未満のため、疲労強度が450MPaを下回った。

【0150】

なお、表2及び表4における下線は、本発明の範囲外であることを示している。

【0151】

10

20

30

【表4】

表4

No.	素材	ミクロ組織					特性		
		$\beta$ 相面積率 (%)	平均アスペクト比	結晶粒径( $\mu\text{m}$ )		c軸と棒線長手方向の成す角 $15\sim 40^\circ$ 以内の面積率 (%)	内部欠陥 (/mm <sup>2</sup> )	0.2%耐力 (MPa)	疲労強度 (MPa)
				平均	最大				
実施例1	A	5.6	2.3	3.1	9.1	1.2	0	912	500
実施例2	B	4.8	2.3	3.3	7.8	1.3	1	870	470
実施例3	B	5.3	2.1	2.8	7.5	0.9	5	862	455
実施例4	B	5.5	1.9	2.7	6.3	0.8	13	875	450
実施例5	B	6.1	1.9	2.7	6.5	0.8	2	868	465
実施例6	B	5.8	2.0	3.1	6.4	0.7	8	866	450
実施例7	B	3.0	2.4	3.7	9.6	1.5	0	865	475
実施例8	B	4.1	2.6	3.0	7.2	1.2	1	860	465
実施例9	B	20.0	1.6	3.1	11.8	0.9	1	857	470
実施例10	B	9.8	1.6	3.2	7.9	0.8	0	865	470
実施例11	A	4.5	2.3	3.2	9.3	0.7	0	908	505
実施例12	B	4.8	2.2	3.5	7.1	1.3	0	863	455
実施例13	B	5.1	2.2	3.0	7.8	0.7	1	865	465
実施例14	B	4.9	1.8	1.5	6.6	0.9	10	872	450
実施例15	B	5.2	1.9	1.7	6.4	0.9	1	877	465
実施例16	B	5.3	1.8	1.9	6.6	1.0	8	856	450
実施例17	B	4.9	2.9	6.5	18.2	4.5	1	853	460
実施例18	B	3.2	2.3	3.6	9.6	0.8	0	861	465
実施例19	B	3.9	2.6	3.2	7.5	0.9	1	855	470
実施例20	B	18.5	1.5	3.4	11.9	0.7	2	863	470
実施例21	B	11.1	1.5	3.4	8.4	1.2	0	862	465
実施例22	B	5.1	1.2	1.0	4.8	2.6	2	882	480
実施例23	B	4.9	1.3	7.0	7.0	2.2	1	882	475
実施例24	B	5.3	1.1	6.5	8.0	2.3	1	885	465
実施例25	B	4.9	1.4	8.5	20.0	4.1	3	876	455
実施例26	C	4.1	2.3	3.2	9.3	0.7	0	898	505
実施例27	D	5.1	4.8	3.1	8.5	0.9	0	850	480
実施例28	E	6.3	1.4	3.3	8.7	1.1	8	940	460
実施例29	F	3.1	1.6	3.6	10.2	0.6	3	935	455
比較例1	B	3.9	<u>3.5</u>	6.2	18.6	<u>8.4</u>	1	852	440
比較例2	B	22.5	2.4	10.5	19.7	<u>8.7</u>	0	854	445
比較例3	B	21.3	2.9	9.8	22.3	<u>9.8</u>	1	848	430
比較例4	B	5.2	1.8	8.9	15.3	<u>16.3</u>	0	862	435
比較例5	B	3.2	<u>3.2</u>	3.6	9.6	0.8	0	861	445
比較例6	B	4.9	<u>15.0</u>	12.3	25.6	<u>15.4</u>	0	871	440
比較例7	B	4.7	1.3	3.3	7.6	0.8	15	898	380
比較例8	B	5.1	<u>14.0</u>	8.6	29.0	<u>16.0</u>	1	845	420
比較例9	B	4.8	<u>13.2</u>	9.1	21.0	1.1	0	846	430
比較例10	B	3.0	<u>100.0</u>	<u>25.0</u>	<u>35.0</u>	<u>27.0</u>	2	835	400

【0152】

(試験例2)

以下に示す試験例2では、主に、本発明の第2の実施形態に係る + 型チタン合金線材及びその製造方法に着目し、より具体的に説明する。

【0153】

スポンジチタン、スクラップ及び所定の添加元素を溶解原料とし、真空アーク溶解炉を

10

20

30

40

50

用いて、以下の表5に示す各成分組成を有するチタンインゴットを鋳造した。

【0154】

鋳造したチタン鋳塊を用いて、熱間鍛造を行った。得られた熱間鍛造材から100mmの丸棒を採取し、1050で熱間圧延を行い20mm程度の熱延棒を得た。その後、得られた熱延棒に対し、脱スケールを施した。得られた熱延棒の組織を確認したところ、どの断面で切断した場合においても、平均粒径3.0 $\mu$ m程度であり、かつ、平均アスペクト比が1.5 $\mu$ m以下である、微細な球状組織を有していた。

【0155】

その後、第1の工程として、以下の表6に示した加工温度及び減面率で伸線を行い、次いでAr雰囲気にて、均熱温度850、均熱保持時間1.00時間の条件で中間焼鈍を施した。かかる中間焼鈍の処理条件は、均熱温度までの昇温速度を考慮しても、上記式(2)で表した関係を満足するものである。その後も、伸線と中間焼鈍を繰り返し行って、表5に示した合計減面率まで伸線した。ここで、以下の表6における「減面率」は、n回目の中間焼鈍と(n+1)回目の中間焼鈍との間での減面率を表しており、中間焼鈍は、上記のように、所定の減面率での伸線加工を実施する毎に実施した。その後、第2の工程として、表5に示す条件で最終熱処理を施すことで、+型チタン合金線材を製造した。得られた+型チタン合金線材から各種の試験片を作製した。

10

【0156】

+型チタン合金線材の製造条件を、表6に示した。また、表7には、表6におけるパターンA~Fの減面率を示した。表7に示す減面率は、第1の工程における加工の減面率を加工の回数毎に変化させた場合の各回の減面率である。各加工の合間に、上記の条件にて中間焼鈍を行った。

20

【0157】

【表 5】

No.	合金成分(mass%)											Mo当量 A (mass%)		
	Al	Fe	Si	Ni	Cr	Mn	Mo	Nb	C	N	O		H	Ti
a	4.80	1.00	-	-	-	-	-	-	0.007	0.009	0.12	0.002	Bal.	-1.9
b	5.30	1.10	-	-	-	-	-	-	0.008	0.007	0.15	0.001	Bal.	-2.1
c	5.10	1.00	-	-	-	-	-	-	0.007	0.005	0.23	0.002	Bal.	-2.2
d	4.70	2.00	-	-	-	-	-	-	0.005	0.005	0.12	0.001	Bal.	1.1
e	5.20	1.50	0.25	-	-	-	-	-	0.007	0.008	0.15	0.001	Bal.	-0.9
f	5.10	1.30	0.35	-	-	-	-	-	0.008	0.007	0.13	0.001	Bal.	-1.3
g	5.30	0.90	-	0.14	-	-	-	-	0.005	0.007	0.15	0.002	Bal.	-2.5
h	4.60	0.70	-	-	0.24	-	-	-	0.006	0.007	0.15	0.003	Bal.	-2.2
i	5.10	0.80	-	-	-	0.24	-	-	0.008	0.008	0.15	0.002	Bal.	-2.4
j	5.10	0.80	-	0.11	0.21	-	-	-	0.007	0.008	0.17	0.002	Bal.	-2.3
k	6.10	1.10	-	-	-	-	-	-	0.007	0.008	0.18	0.003	Bal.	-2.9
l	5.00	0.50	-	-	-	-	-	3.00	0.007	0.008	0.17	0.001	Bal.	-2.7
m	5.00	-	-	-	-	-	-	-	0.005	0.005	0.12	0.001	Bal.	-0.5
n	6.10	0.90	-	-	-	-	-	-	0.007	0.008	0.17	0.002	Bal.	-3.5
o	4.50	2.00	-	-	-	-	-	-	0.008	0.007	0.15	0.002	Bal.	1.8

表5

【 0 1 5 8 】

10

20

30

40

【表6】

表6

No.	素材	製造方法						
		加工温度 (°C)	減面率 (%)	中間焼鈍	合計の減面率 (%)	最終熱処理		
						熱処理温度 T (°C)	熱処理時間 t (hr)	式(2) 中辺の値
実施例30	a	20	10	有り	72	850	1.00	22463
実施例31	b	20	15	有り	72	850	1.00	22463
実施例32	c	20	20	有り	73	850	1.00	22463
実施例33	d	20	25	有り	74	850	1.00	22463
実施例34	e	20	パターンA	有り	72	850	1.00	22463
実施例35	f	20	パターンB	有り	72	700	40.00	21022
実施例36	g	20	15	有り	73	850	1.00	22463
実施例37	h	20	15	有り	73	850	1.00	22463
実施例38	i	20	15	有り	73	950	0.20	23608
実施例39	j	20	15	有り	62	950	0.20	23608
実施例40	k	20	15	有り	62	950	0.20	23608
実施例41	a	200	20	有り	74	850	1.00	22463
実施例42	e	200	10	有り	72	850	1.00	22463
実施例43	e	200	20	有り	74	850	1.00	22463
実施例44	a	200	35	有り	73	850	1.00	22463
実施例45	e	200	パターンC	有り	75	850	1.00	22463
実施例46	a	200	パターンD	有り	75	700	40.00	21022
実施例47	a	200	20	有り	59	850	1.00	22463
実施例48	a	200	25	有り	76	950	0.20	23608
実施例49	k	200	25	有り	76	950	0.20	23608
実施例50	a	500	50	有り	75	850	1.00	22463
実施例51	e	500	50	-	50	850	1.00	22463
実施例52	a	500	パターンE	有り	69	700	40.00	21022
実施例53	a	500	パターンF	有り	69	850	1.00	22463
実施例54	l	200	20	有り	74	850	1.00	21022
実施例55	m	200	20	有り	74	850	1.00	21022
実施例56	n	200	20	有り	74	850	1.00	21022
実施例57	o	200	パターンA	有り	74	850	1.00	21022
比較例11	a	200	20	有り	72	850	<u>0.04</u>	<u>20893</u>
比較例12	a	200	20	有り	72	850	<u>50.00</u>	<u>24371</u>
比較例13	a	500	<u>70</u>	-	70	850	2.00	22801
比較例14	a	<u>900</u>	50	-	50	850	1.00	22463
比較例15	a	200	20	有り	<u>36</u>	700	<u>1.00</u>	<u>19463</u>
比較例16	a	200	20	有り	74	<u>650</u>	1.00	22463
比較例17	a	200	20	有り	74	<u>1000</u>	1.00	22463

10

20

30

40

【表7】

表7

パターン	加工回数					
	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	6回目
パターンA	10	10	15	15	30	30
パターンB	30	30	15	15	10	10
パターンC	10	20	20	35	35	—
パターンD	35	35	20	20	10	—
パターンE	10	30	50	—	—	—
パターンF	50	30	10	—	—	—

10

## 【0160】

得られた試験片について、ミクロ組織観察、各特性（0.2%耐力、疲労強度）の測定を行った。

## 【0161】

（結晶粒の平均アスペクト比）

20

+型チタン合金線材より切断したL断面（線材の長軸方向の直交断面）を、電解研磨又はコロイダルシリカ研磨により鏡面にした後、EBSD（TSLソリューションズ製のOIM Analysisソフトウェア）を用いて測定した。具体的には、鏡面化後のL断面において、大きさ500 $\mu$ m $\times$ 500 $\mu$ mの領域を、ステップ0.5~1 $\mu$ mで、2~10視野程度測定した。その後、5°以上の方位差を生じる場合を粒界とみなし、各結晶粒の長軸方向と長軸に直交する方向の最大長さの比（長軸/短軸）、すなわちアスペクト比を算出し、全ての結晶粒の平均値（平均アスペクト比）を算出した。

## 【0162】

（結晶粒の平均結晶粒径及び最大結晶粒径）

30

結晶粒径は、得られた試験片のL断面を電解研磨又はコロイダルシリカ研磨により鏡面にした後、EBSD（TSLソリューションズ製のOIM Analysisソフトウェア）を用いて測定した。具体的には、鏡面化後のL断面において、大きさ500 $\mu$ m $\times$ 500 $\mu$ mの領域を、ステップ0.5~1 $\mu$ mで、2~10視野程度測定した。その後、5°以上の方位差を生じる場合を粒界とみなし、結晶粒面積Aより結晶粒毎の円相当粒径Dを求めた（結晶粒面積A =  $\pi \times (D/2)^2$ ）。平均結晶粒径は、測定範囲内の全ての結晶粒径の平均値とした。また、最大結晶粒径は、測定範囲内における最大値とした。なお、結晶粒と結晶粒等の他の結晶粒とは、EBSD上で技術的に容易に識別することが可能であった。

## 【0163】

（長軸方向とc軸とのなす角が15~40°である結晶粒の面積率）

40

上記の結晶粒径の測定方法と同様に、得られた試験片のL断面を電解研磨又はコロイダルシリカ研磨により鏡面にした後、EBSD（TSLソリューションズ製のOIM Analysisソフトウェア）を用いて測定した。具体的には、大きさ500 $\mu$ m $\times$ 500 $\mu$ mの領域を、ステップ0.5~1 $\mu$ mで、2~10視野程度測定し、各視野における稠密六方結晶（hcp）のc軸と+型チタン合金線材の長軸方向との成す角度が15°以上40°以下である結晶粒の面積率を求めた。その後、各視野から得られた面積率の平均を算出した。

## 【0164】

なお、ミクロ組織観察においては、EBSDの測定結果に基づき、解析ソフトウェア（株式会社TSLソリューションズ製OIM Analysis）を用いることで、結晶

50

粒も含む個々の結晶粒の面積と、長軸及び短軸の長さ、アスペクト比と、を算出した。

【0165】

(内部欠陥)

内部欠陥は、+型チタン合金線材より切断したC断面をエメリー紙及びバフ研磨により鏡面にした後、光学顕微鏡にて測定した。倍率を50～500倍として、10～20視野を撮影し、各視野に存在するボイドやクラックなどの欠陥の数を測定し、観察面積で除して、単位面積あたりの内部欠陥の個数を求め、その平均値を内部欠陥数とした。なお、内部欠陥は最大寸法が5μm以上のものとした。

【0166】

(0.2%耐力)

得られた+型チタン合金線材から、長手方向が圧延方向に対して平行であるASTMハーフサイズ引張試験片(平行部幅6.25mm、平行部長さ32mm、標点間距離25mm)を採取し、ひずみ速度を、ひずみ1.5%までを0.5%/min、その後破断までを30%/minで行った。このときの0.2%耐力を測定した。本試験例では、得られた0.2%耐力が700MPa以上1200MPa未満である場合を、合格とした。

【0167】

(疲労強度)

疲労特性は、回転曲げ疲労時の疲労特性を採用することとし、下記の方法で測定した際の特性とした。得られた+型チタン合金線材から、平行部の表面粗さが研磨紙#600以上となるよう研磨された丸棒試験片を作製した。この丸棒試験片を、小野式回転曲げ試験により、応力比 $R = -1$ として、 $1 \times 10^7$ 回まで応力負荷を繰り返しても疲労破壊しない最大応力を、疲労強度とした。本試験例では、得られた疲労強度が400MPa以上である場合を、合格とした。

【0168】

得られた結果を、以下の表8にまとめて示した。実施例30～57は、本発明例である。実施例30～57の+型チタン合金棒線部材は、いずれも優れた疲労強度を有していることが分かる。

【0169】

一方、比較例11～12、15は、最終熱処理の熱処理時間が本発明の製造条件を満たさないため、平均アスペクト比又は結晶粒径が本発明の範囲外となり、疲労強度が400MPaを下回った。比較例13は、1回あたりの減面率が50%を超えて高すぎるため、伸線中に破断してしまい、詳細な評価を行うことができなかった。比較例14では、加工温度が高すぎるため、結晶粒を構成するhcpにおけるc軸の結晶方位を所定の範囲に制御できず、疲労強度が400MPaを下回った。比較例15は、合計の減面率が50%未満であったため、疲労強度が400MPaを下回った。比較例16は、最終熱処理の熱処理温度が700未満であったため、平均アスペクト比が本発明の範囲外となり、疲労強度が400MPaを下回った。比較例17は、最終熱処理の熱所温度が950超であったため、平均アスペクト比及び結晶粒径が本発明の範囲外となり、疲労強度が400MPaを下回った。

【0170】

なお、表6及び表8における下線は、本発明の範囲外であることを示す。

【0171】

10

20

30

40

【表 8】

表8

No	素材	マイクロ組織					特性		
		$\beta$ 相面積率 (%)	平均アスペクト比	結晶粒径( $\mu\text{m}$ )		c軸と棒線長手方向の成す角15~40° 以内の面積率 (%)	内部欠陥 (/mm <sup>2</sup> )	0.2%耐力 (MPa)	疲労強度 (MPa)
				平均	最大				
実施例30	a	4.1	2.3	7.1	18.1	1.2	0	710	430
実施例31	b	4.2	2.3	7.3	14.8	1.3	1	760	430
実施例32	c	3.9	2.1	6.8	14.5	0.9	5	830	440
実施例33	d	2.1	1.9	6.7	13.3	0.8	12	750	410
実施例34	e	4.3	2.8	11.5	24.3	5.0	0	830	420
実施例35	f	3.2	2.4	7.7	16.6	1.5	0	800	450
実施例36	g	4.1	2.6	7.0	14.2	1.2	1	750	420
実施例37	h	1.8	2.6	7.0	14.2	1.2	1	720	420
実施例38	i	7.4	1.6	7.1	14.9	0.8	0	740	420
実施例39	j	1.9	1.6	14.5	28.5	1.2	2	740	410
実施例40	k	3.9	1.6	14.5	28.5	1.2	2	865	440
実施例41	a	3.9	2.3	7.2	16.3	0.7	0	710	430
実施例42	e	4.5	2.2	7.5	14.1	1.3	0	830	440
実施例43	e	4.3	2.2	7.0	14.8	0.7	1	830	430
実施例44	a	4.1	1.8	5.5	13.6	0.9	13	710	400
実施例45	e	4.2	2.9	7.5	19.5	4.5	1	830	450
実施例46	a	1.5	2.3	7.6	16.6	0.8	0	710	420
実施例47	a	4.1	2.6	10.5	25.2	4.5	1	710	410
実施例48	a	4.1	1.5	5.3	11.0	1.2	0	710	420
実施例49	k	3.9	1.5	5.3	11.0	1.2	0	865	440
実施例50	a	4.2	1.2	7.0	11.8	2.6	10	710	400
実施例51	e	5.6	1.4	14.5	28.5	4.1	3	820	410
実施例52	a	1.0	2.8	10.5	18.5	5.0	0	710	420
実施例53	a	4.1	2.7	11.3	21.3	4.8	0	710	420
実施例54	l	4.3	2.2	7.1	14.6	0.7	2	870	430
実施例55	m	4.1	2.4	8.5	15.2	0.5	1	830	420
実施例56	n	1.0	2.4	6.8	12.4	0.9	5	875	400
実施例57	o	15.0	2.2	6.2	15.9	1.1	0	720	400
比較例11	a	0.8	<u>4.5</u>	10.2	23.6	<u>8.4</u>	1	710	390
比較例12	a	13.0	2.4	<u>16.5</u>	<u>33.0</u>	<u>8.7</u>	0	700	380
比較例13	a	4.4	伸線中に破断						
比較例14	a	4.2	<u>15.0</u>	<u>16.3</u>	<u>30.6</u>	<u>15.4</u>	0	710	360
比較例15	a	2.8	<u>14.0</u>	14.5	<u>40.0</u>	<u>16.0</u>	1	710	380
比較例16	a	2.4	<u>3.8</u>	6.8	14.8	0.7	1	830	390
比較例17	a	1.9	<u>105.0</u>	<u>25.0</u>	<u>32.0</u>	<u>27.0</u>	0	835	370

## 【0172】

以上、添付図面を参照しながら本発明の好適な実施形態について詳細に説明したが、本発明はかかる例に限定されない。本発明の属する技術の分野における通常の知識を有する者であれば、特許請求の範囲に記載された技術的思想の範疇内において、各種の変更例または修正例に想到し得ることは明らかであり、これらについても、当然に本発明の技術的範囲に属するものと了解される。

## 【符号の説明】

## 【0173】

A、B 境界面

10

20

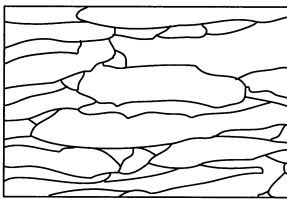
30

40

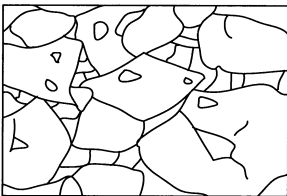
50

L 長軸方向

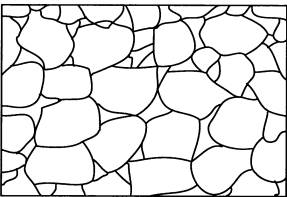
【図 1 A】



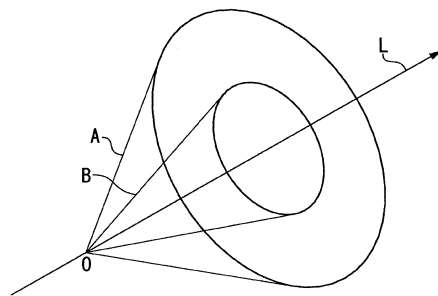
【図 1 B】



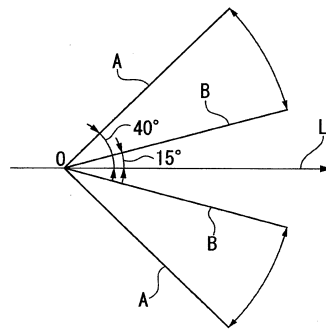
【図 1 C】



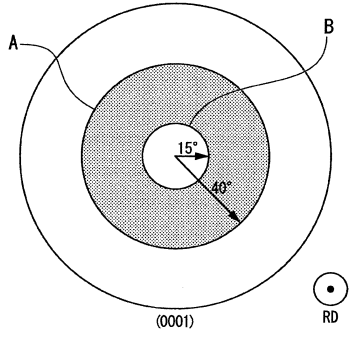
【図 2】



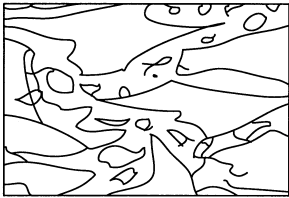
【図 3】



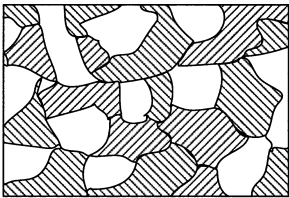
【 図 4 】



【 図 5 A 】



【 図 5 B 】



## フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I		
	C 2 2 F	1/00	6 3 0 A
	C 2 2 F	1/00	6 3 0 G
	C 2 2 F	1/00	6 3 1 A
	C 2 2 F	1/00	6 7 5
	C 2 2 F	1/00	6 8 3
	C 2 2 F	1/00	6 8 4 C
	C 2 2 F	1/00	6 8 5 A
	C 2 2 F	1/00	6 8 5 Z
	C 2 2 F	1/00	6 8 6 A
	C 2 2 F	1/00	6 9 1 A
	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 4 A
	C 2 2 F	1/00	6 9 4 B

- (72)発明者 三好 遼太郎  
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内
- (72)発明者 國枝 知徳  
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内
- (72)発明者 高 橋 一浩  
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内
- (72)発明者 山 崎 達夫  
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内
- (72)発明者 川上 哲  
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内

審査官 橋本 憲一郎

- (56)参考文献 特表2013-533386(JP,A)  
特表2007-501903(JP,A)  
特開昭60-046358(JP,A)  
ZENG L. et al., Effects of working, heat treatment, and aging on microstructural evolution and crystallographic text, Materials Science and Engineering A, 2005年, Vol.392, p.403-414

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- |         |           |
|---------|-----------|
| C 2 2 C | 1 4 / 0 0 |
| C 2 2 F | 1 / 0 0   |
| C 2 2 F | 1 / 1 8   |