拘束強加工によるチタンの結晶粒微細化技術の開発およびその加工プロセスへの応用展開

鎌土　重晴*　　奥村　勇人*

Development of grain refining technique for titanium by sever working and its application to working process

by
KAMADO Shigeharu* and OKUMURA Hayato*

抄録

ゴルフクラブヘッドのパフォーマンス向上を目的として、フェース材に用いられる準安定?型Ti-20%V-4%Al-1%Sn合金に冷間クロス圧延および時効処理を行い、ミクロ組織および引張特性を評価した。クロス圧延した試料では結晶粒が等方的に変形し、引張特性の面内異方性が改善されるとともに、引張強さ、0.2%耐力も向上する。さらに、時効を行うことにより、0.2%耐力の平均値は1132MPaに達する。この試料をゴルフクラブのフェースに適用した場合、板厚は従来材の2.7mmから2.45mmまで薄肉化が達成できる。その結果､たわみは約16%増加し、より高反発のフェースが作製可能となる。

1. 緒言

チタンは、比強度や比剛性が高く､かつ耐食性に優れる等の特徴から、その用途が拡大しつつあり、介護用機器、産業用機器等の民生用部品に利用されている[1)]。最近ではゴルフクラブヘッドにチタンおよびチタン合金の適用が盛んである[1, 2)]。

従来、ゴルフヘッド用素材としては?+?型チタン合金である Ti-6%Al-4%V 合金が主流であったが[1)]、フェース部分には?型チタン合金が使われ始めている。?型チタン合金は高強度である上、結晶構造が bcc であるため冷間加工性に優れ、加工による強度の向上が容易である。また、αや?+?型に比べて弾性率が低く、大きなたわみが得られる。このような性質は、ゴルフクラブヘッド用のフェース材に適している。また、フェースは、板厚が薄いほどたわみが大きく高反発となり、飛距離が増す。したがって、フェース材の強度を向上させ、薄肉化することによって、さらなるパフォーマンスの向上が可能となる。

現在、フェースに用いられている?型チタン合金の結晶粒径は約 50?m 程度で、この材料では、フェースの肉厚は 2.7mm が限界となっている。本研究では、準安定?型 Ti-20%V-4%Al-1%Sn(SAT-2041CF)合金[3)]を供試材とし、圧延加工と熱処理を組み合わせた加工熱処理を行い、高強度、高靭性化を図り、フェース材としてのパフォーマンスの評価を従来材との比較により行った。

2. 実験方法

本検討合金には、市販の Ti-20mass%V-4mass%Al-1mass%Sn 準安定?型チタン合金板材を用いた。公称組成を表 1 に示す。供試材は冷間圧延後 850℃-15min の溶体化処理を施した 3mm 厚の板材である。また、比較材として、冷間圧延したままの試料を用いた。はじめに、厚さ 1.5mm まで冷間で一方向圧延およびクロス圧延を行った。1 パス毎の圧

*長岡技術科学大学工学部機械系

表1　SAT-2041CF 合金の公称組成 (mass%)

V	Al	Sn	O	Fe	Ti
19.0~22.5	3.0~3.6	0.8~1.2	~0.2	~0.2	bal.

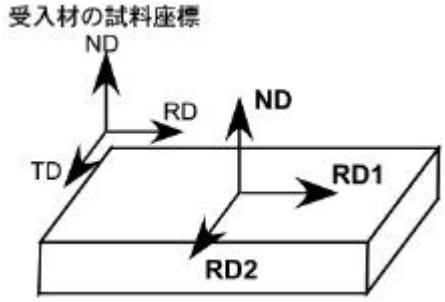
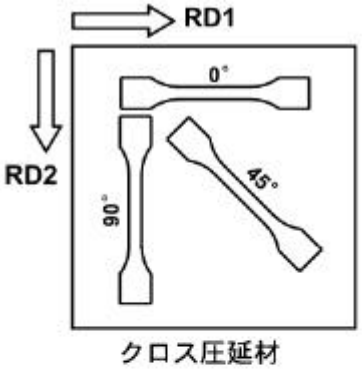
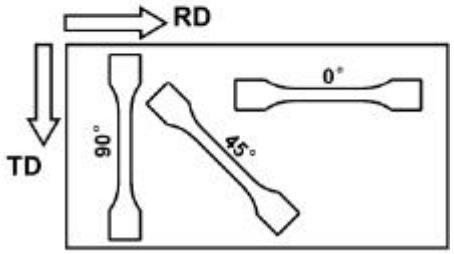


図 1　クロス圧延材の試料座標系



クロス圧延材



受入材、一方向圧延材

図 2　引張試験片採取方向

下率は 5%/ pass、最終圧下率は 50%である。また、一方向圧延の圧延方向は受入材の RD 方向と同じである。クロス圧延は、はじめに受入材の RD 方向と平行に圧延を行い、次のパスでは受入材の TD 方向と平行に行った。その後、この工程を交互に繰返し、最終圧延方向は、受入材の RD 方向と平行とした。クロス圧延材の試料座標系は図 1 のようになる。

本検討合金をクロス圧延および一方向圧延後、ソルトバス中にて時効処理を行った。温度は 500℃で、2、4、8、16h 保持した後、大気中にて空冷した。その後、時効特性を調べるため、各試料の硬さ試験を行った。

各試料のミクロ組織を光学顕微鏡により観察した。試料は、バフ研磨により鏡面仕上げした後、硝フッ酸液（2%フッ化水素酸-10%硝酸-88%蒸留水）を用いて、エッチングを 15s～30s 行った。

各試料の引張試験をインストロン型万能試験機を用いて、大気中、室温にて、ひずみ速度 $1\times10^{-3}s^{-1}$ の条件で行った。引張試験片は、図 2 に示すように、RD あるいは RD1 方向に対して 0°、45°、90°の各方向から板状試験片を切り出した。引張試験片の標点間の寸法は 20mm×4mm×1.5mm である。

3. 結果および考察

3.1　as-rolled 材のミクロ組織

図 3 に圧延前の溶体化処理材、一方向圧延およびクロス圧延したまま材のミクロ組織写真を示す。組織観察は各面の表面近傍と中央部にて行った。溶体化処理した試料のミクロ組織は?単相で、結晶粒は粒径 100?m 程度の等軸粒である。圧延後、両試料とも、結晶粒は押しつぶされ、加工組織を示す。一方向圧延材の組織中には、一部にひずみ量の多い箇所が存在する。また、一方向圧延材の TD 面(A)では、圧延方向に引き伸ばされた結晶粒が観察されるが、RD 面(B)の結晶粒は比較的球状である。一方、クロス圧延材では RD1(B)、RD2 面(A)の結晶粒はともに引き伸ばされ、パンケーキ状となる。さらに、クロス圧延材では、一方向圧延材より結晶粒の圧下量が大きい。これらのことから、クロス圧延では、高ひずみが均一に導入されていることが予想される。

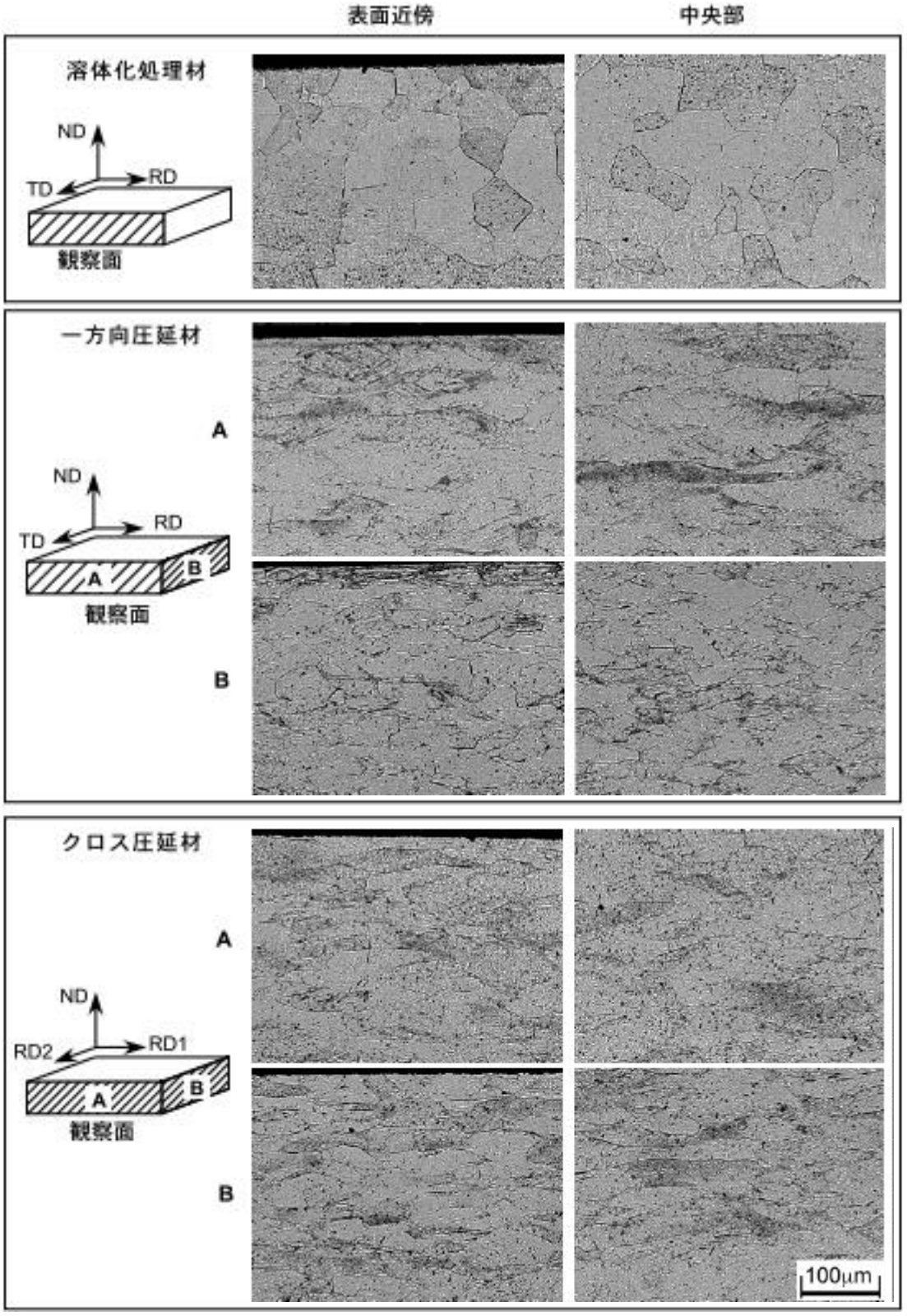


図 3　溶体化処理材および as-rolled 材のミクロ組織

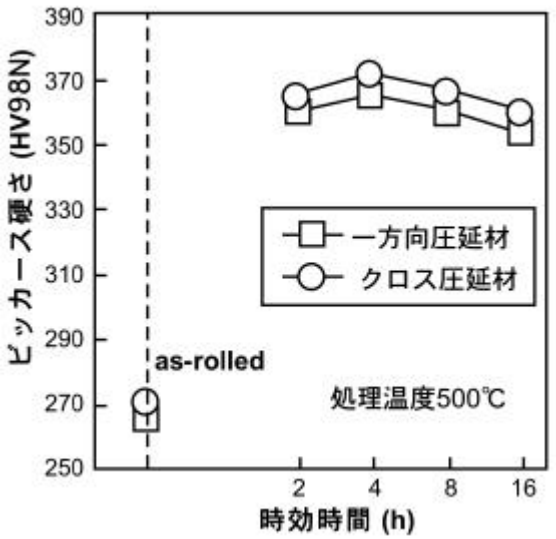


図 4　時効特性

3.2　時効特性

図 4 に時効特性を示す。一方向圧延およびクロス圧延したまま材の硬さはそれぞれ 265HV と 271HV であるが、時効を行うことで両材ともに硬さが大幅に上昇し、時効時間 4h で、一方向圧延材では 364HV、クロス圧延材では 376HV の最大硬さ値を示す。図 5 に一方向圧延およびクロス圧延後時効した試料のミクロ組織写真を示す。両材とも白色の ?相が析出し、一方向圧延材では、粒内で圧延方向とほぼ平行に線状に析出する。冷間圧延後時効した Ti-15-3 合金でも同様の組織になることが Boyer ら [4]によって報告されており、?相はすべり帯に沿って析出するとしている。これに対して、クロス圧延材では、試料中央部では比較的ランダムに析出し、特に中央部では、組織は白色の析出物で均一に占められる。前述の Boyer らの報告にあるように、析出はすべり帯のような転位堆積域において優先的に生じやすいと考えられる。本研究のクロス圧延材も、流動が一方向圧材より複雑で、いたるところで析出サイトとなるすべり帯が形成されるため、多量の微細な析出物が比較的ランダムに生じ、一方向圧延材より硬さ値が高くなるものと考えられる。

3.3　引張特性

図 6 に各試料の引張特性を示す。受入材の as-rolled 材は、非常に大きな引張特性の異方性を示す。溶体化処理後一方向圧延した試料では、引張特性の異方性は小さくなり、クロス圧延を行うことにより、異方性はさらに小さくなる。これは、クロス圧延材の結晶粒が圧延面内で等方的に引き延ばされるためと考えられる。また、as-rolled 状態では、ク

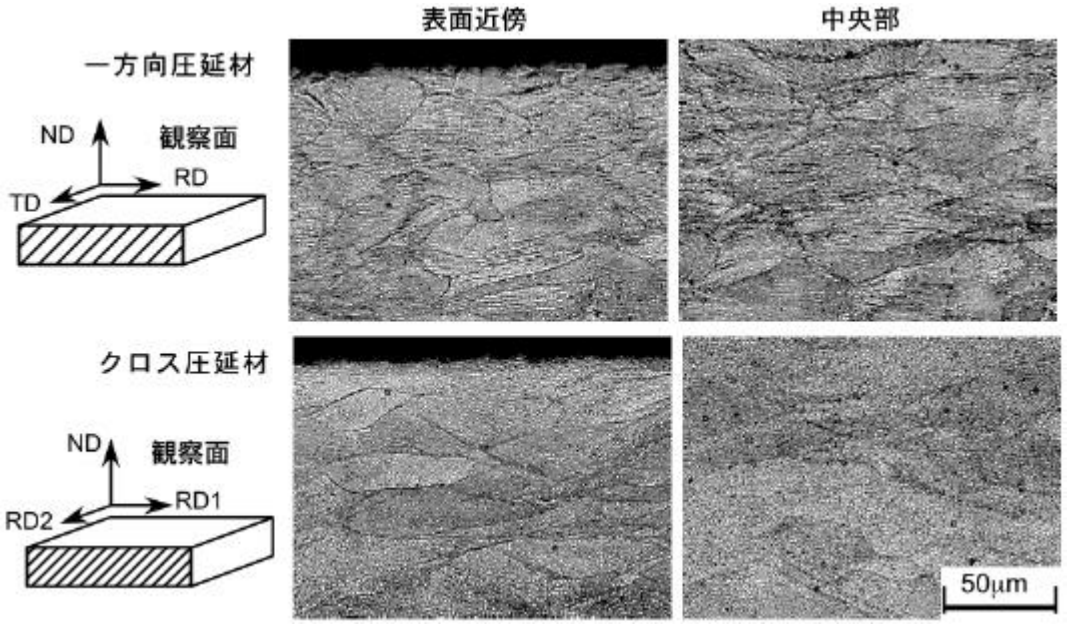


図 5　時効後のミクロ組織

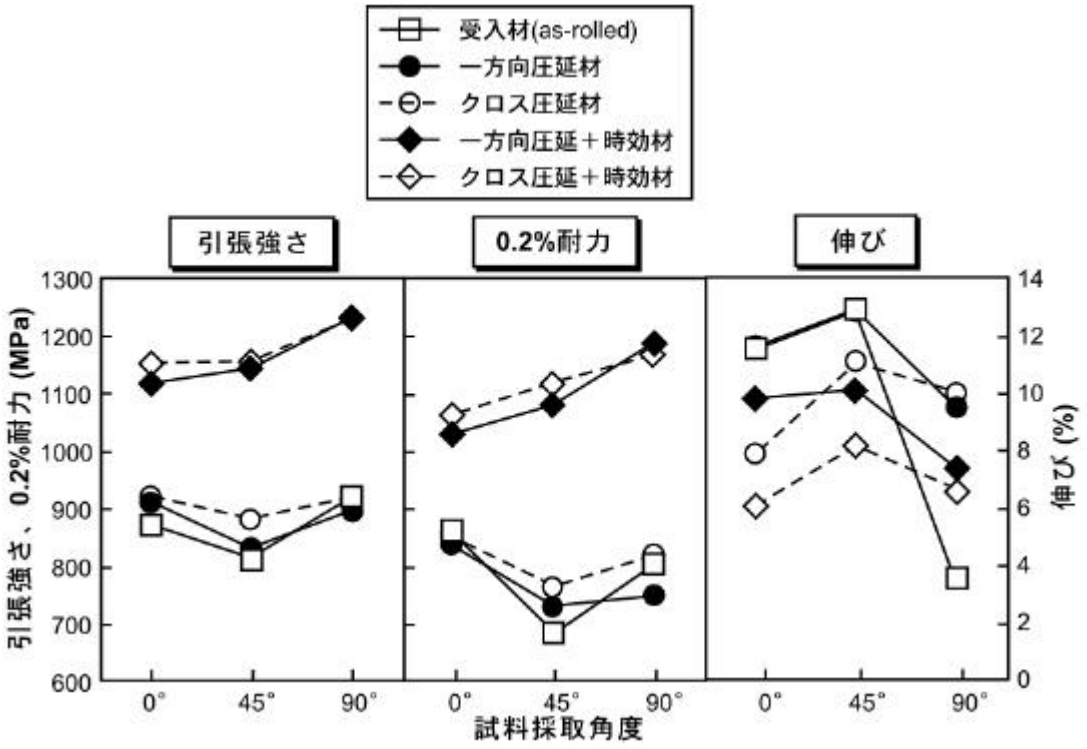


図 6　引張特性

ロス圧延材の方が、一方向圧延材より引張強さと 0.2%耐力が高く、伸びが小さい。これは、クロス圧延材では一方向圧延材よりひずみ量が大きいためと考えられる。圧延後、時効を行うことにより、両圧延材とも、引張強さ、0.2%耐力が大幅に上昇し、クロス圧延+時効材の 0.2%耐力は平均で 1132MPa に達する。また、両試料とも 0.2%耐力は SAT 2041CF 合金時効材の規格値の 930MPa より高い値を示す。時効材においても、クロス圧延材では、90°方向を除いて一方向圧延材より 0.2%耐力が高い。これは、通常圧延材では析出物に指向性があり、それらが 90°方向の変形に寄与する転位を妨げる向きに配向するため、90°方向の耐力が高くなるが、クロス圧延材では?相が各方向に均一微細に析出するため、0°および 45°方向の耐力も顕著に向上するものと考えられる。また、時効材は as-rolled 材と異なった引張特性の異方性を示し、0°方向の強度が最も低く、45°、90°の順に高くなる。

3.4　フェースのパフォーマンスの評価

本検討合金のクロス圧延+時効材をゴルフクラブヘッドのフェースに適用したときのパフォーマンスを従来材との比較により評価した。

ここでは Ti-15%Mo-5%Zr-3%Al　(Ti-15-5-3)合金のフェースと比較を行う。このフェースには市販圧延材が用いられており、製品の結晶粒径は 50?m 程度で、板厚は 2.7mm が限界となっている。

一般に金属材料の結晶粒径と降伏応力の関係は次の Hall-Petch の関係で表される。

$$\sigma_y = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad \cdots(1)$$

ここで、σ_y：降伏応力、d：結晶粒径、σ_0, K：定数である。

実験的に求められている、Ti-15-5-3 合金の σ_0 および K の値[5)]はそれぞれ 874MPa、340MPa・?$m^{1/2}$ であり、フェース材の結晶粒径 d=50?m とすると、降伏応力 σ_{yc} は

$$\sigma_{yc} = 922 \text{ MPa} \quad \cdots(2)$$

となる。また、本検討合金の降伏応力 σ_{yp} は、

本研究の引張試験結果より、0.2%耐力の平均値を用いる。

σ_{yp} = 1132 MPa　　･･･(3)

ショット時のフェースのたわみを計算するために、本検討合金の板厚を求める。ボールによってとフェースがたわむ状態を、全周固定円板の中央に集中荷重が加わった状態と仮定すると、板厚 h と応力 σ の関係は

$$h \propto \frac{1}{\sigma^{\frac{1}{2}}} \quad \cdots(4)$$

となる。

従来材の板厚を h_c(=2.7mm)、本検討合金の板厚を h_p とすると、式(2)、(3)、(4)より

$$h_p = \left(\frac{1}{\sigma_{yp}^{\frac{1}{2}}}\Big/\frac{1}{\sigma_{yc}^{\frac{1}{2}}}\right) h_c = 2.45\text{mm} \quad \cdots(5)$$

上記の荷重条件において、最大たわみ w は以下のように弾性係数 E と板厚 h の3乗の積に逆比例する。

$$w \propto \frac{1}{Eh^3} \quad \cdots(6)$$

ここで、従来材(α型)の弾性係数 E_c は80GPa、本検討合金時効材(α+β型)の弾性係数 E_p は引張試験結果より 92GPa であるので、本検討合金と従来材とのたわみの比 w_p/w_c は式(5)、(6)より

$$w_p/w_c = \left(\frac{1}{E_p h_p^3}\Big/\frac{1}{E_c h_c^3}\right) = 1.16 \quad \cdots(7)$$

となる。すなわち、本検討合金をフェース材として用いることにより、従来材の 2.7mm から 2.45mm に薄肉化可能で、その結果、約16%のたわみ増加が達成できる。

4. 結　言

本研究では、準安定β型 Ti-20％V-4％Al-1％Sn 合金に圧延加工と熱処理を組合せた加工熱処理法を用いて、材質を改善した試料のミクロ組織および引張特性を評価した結果、以下の結論を得た。

(1) 溶体化処理材に、一方向圧延を行うことにより、結晶粒は圧延方向に引き延ばされる。一方、クロス圧延材の結晶粒は、パンケーキ状に押しつぶされる。

(2) 圧延後 500℃にて時効を行うことにより、両材ともビッカース硬さ値は大幅に上昇し、保持時間 4h でピーク硬さを示す。このとき、硬さ値はクロス圧延材で 376HV に達する。

(3) 溶体化処理材に、クロス圧延を行うことにより、受入材の as-rolled 材に見られる圧延面内の異方性が改善されるとともに、引張強さ、0.2%耐力も向上する。圧延後に時効を行うことにより、強度は大幅に上昇し、クロス圧延＋時効材の 0.2％耐力は平均で 1132MPa に達する。

(4) 本検討合金のクロス圧延＋時効材をゴルフクラブのフェースに適用した場合、厚さは従来材の 2.7mm から 2.45mm まで薄肉化でき、その結果たわみは約16%増加することになる。すなわち、フェースの更なるパフォーマンスの向上が可能となる。

参考文献

1) 山本喜孝: 神戸製鋼技報, **49** No.3 (1999), pp. 68-70.
2) 霜鳥潤, 黒田篤彦, 石山成志: 住友金属, **49** No.4 (1997), pp. 25-31.
3) 高橋渉, 前田尚志, 永井博司, 福田隆: 住友金属, **41** No.2 (1994), pp. 55-62.
4) R. R. Boyer, H. J. Rack and V. Venkatesh: Mater. Sci. Eng. A, **A243** (1998), pp. 97-102.
5) 西村孝、西垣実、大谷四聰：日本金属学会誌, **40** (1976), pp.219-226.