

純チタンの熱間圧延時の変形特性と組織解析

Recrystallization Behaviour of Commercially Pure Titanium
during Hot Rolling

林 正之^{*(1)} 吉村博文^{*(2)} 石井満男^{*(3)} 原田尚明^{*(4)}
Masayuki HA YASHI Hirofumi YOSHIMURA Mitsuo ISHII Hisaaki HARADA

抄 録

純チタンの熱延における回復、再結晶の復旧過程について調べた。熱延時の再結晶は、 α 域の高温域(1073K 付近) 進みやすく、かつ圧下率の増加とともにラメラ状変形双晶を含む加工組織から再結晶組織へと移行する。この再結晶は熱延直後の静的なものと考えられ、温度、歪み速度に加えて歪み量の影響を受ける。低温域(873K 付近) ではレンズ状変形双晶を含む変形帯が形成された加工回復組織を示す。粗大な鑄造組織をもつ素材を用いた場合も同様の挙動を示すが、回復、再結晶は進みにくくなる。

Abstract

The paper describes the results of a study on the restoration process, i.e., recovery and recrystallization of commercially pure titanium during hot rolling. During hot rolling, recrystallization proceeds with greater ease in the α -region (about 1 073K), and the deformed structure including the lamellar deformation twin, changes to the recrystallized structure as the rolling reduction increases. This recrystallization is considered to be static immediately after hot rolling and is affected by the strain and strain rate in addition to the rolling temperature. In the low-temperature region (about 873K), the deformed structure including the lenticular deformation twin, changes to the recovery structure. When a material with coarse cast structure is used, the similar behavior is exhibited but the recovery and recrystallization tend to be sluggish.

1. 結 言

純チタン製品は、一般に溶解インゴットを鍛造あるいは分塊圧延した後、熱間圧延(以後、熱延と記す)、焼鈍、酸洗、あるいは冷間圧延及び最終焼鈍という工程で製造されている。製造工程におけるチタン特有の課題としては、活性金属であるがゆえの酸化や焼きつきなど表面疵に関わるもの、又、六方晶金属であるがゆえの塑性異方性という力学的特性に関わるものが挙げられる。これらの課題は、スラブを大気中で加熱後強圧下を加える熱延工程で特に顕著であり、中でも特徴的な塑性異方性に関連した集合組織と変形双晶及び一般的なミクロ組織について、従来から多くの研究がなされている。

これら熱間加工に関する研究を大別すると、(1)変形様式と集合組織形成^{1,2)}、(2)変形強度^{3,4)}、(3)熱延板の材質⁵⁾、のように分類できる。しかしながら、冶金的に重要な熱間加工時の再結晶挙動についての研究の例は比較的少ないのが実状である。

そこで本報では、通常の工業用純チタンの分塊圧延材を用いた熱延実験により、熱延工程における回復・再結晶などの復旧過程について基礎的に調べた結果について述べる。

2. 実験方法

本研究に用いた供試材は、工業用純チタン JIS2種に相当する成分系を真空アーク溶解(VAR) 凝固した材料及びそれを分塊圧延した材料である。その代表的な化学成分例を表1に示す。素材の初期平均粒径としては、凝固まま材が約10000 μ m、分塊圧延材が約40 μ mである。

これらの材料を温間～熱間での圧延試験に供したが、その試験片形状及び圧延要領を図1に示す⁶⁾。試験片は図1(a)に示すように鑄造又は分塊圧延方向に平行に楔型に切り出した。これらを673～1373Kの温度でおのおの3.6ks 加熱後、図1(b)に示すように二段式圧延機により1パスで熱延した。熱延直後の組織の状態を凍結するために、熱延後直ちに水冷したが、この間 2～3s 要した。試験片の形状、圧延ロール径から圧延された試験片の各位置での圧下率及び歪み量を、又圧延速度を考慮して歪み速度を算出した。本試験片において得られた圧下率、歪み量及び歪み速度を図2に示す。なお歪み量については、熱延前の板厚を t としたとき $\ln t/6$ によって求めた。このようにして得られた熱延板の圧延方向に平行でしかも板面に垂直な断面

^{*(1)} 元 技術開発本部 光技術研究部 主任研究員

^{*(2)} 技術開発本部 光技術研究部 主幹研究員 工博

^{*(3)} 技術開発本部 鉄鋼研究所 ステンレス・チタン研究部

主任研究員

^{*(4)} 光製鐵所 ステンレス鋼板部 掛長

表 1 供試材の主な化学成分(mass %)

Fe	O	N	C	H
0.038	0.095	0.014	0.005	0.0006

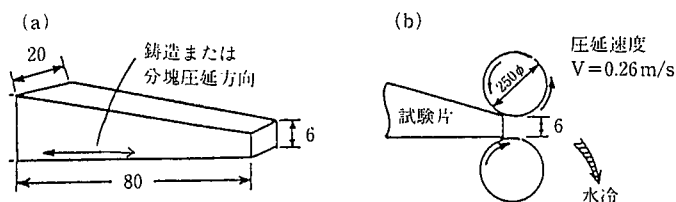


図 1 小型テーバ試験片形状 (a) と圧延要領 (b)

3. 実験結果

3.1 熱延後の硬度に及ぼす熱延温度、圧下率の影響

分塊圧延材について熱延板 L 断面の硬度に及ぼす加熱温度及び各加熱温度における圧下率の影響を図 3 に示す。硬度はかなりのばらつきがあるものの、全般的に次のような傾向を示している。温度の影響については、熱延加熱温度 1173K から 673K へと低くなるにつれて硬度が増加する傾向がある。又、圧下率の影響については、加熱温度が 1073~1173K の領域では圧下率が増しても硬度はほとんど変化しないか、やや低下する傾向があるのに対して、973K 以下 673K までの温度領域では圧下率の増加とともに硬度はやや増加する傾向を示している。

3.2 熱延後の組織に及ぼす熱延温度、圧下率の影響

まず分塊圧延材について、熱延の加熱温度及び圧下率による熱延板 L 断面の組織変化の代表例を写真 1 に示す。 β 域の高温側の領域では加工後の冷却時に $\beta \rightarrow \alpha'$ 変態による鋸歯状組織を呈すが、比較的低温側の 1173K では β 粒は圧延により伸展しその粒界にフリンジ状に再結晶粒が生成する (写真 1(a)~(d))。 α 域に相当する 1073K 以下では、まず変形双晶が導入されるが、973K 近傍を境に高温側ではラメラ状の変形双晶 (写真 1(f))、低温側ではレンズ状の変形双晶 (写真 1(j)) が主体であった。1073K にて圧下率が増すと、ラメラ状双晶が増えると同時にすべり変形が加わり、40%以上の圧下で部分的に再結晶組織が現れる (写真 1(e)~(h))。再結晶の起点は双晶部もしくは双晶の交差部など高転位密度となる部分であり、再結晶粒は均一微細でかつ等軸的であった。熱延温度が 873K まで低下すると、圧下率を増してもレンズ状双晶にすべり変形が加わっていくが再結晶粒は極めて局所的にしか観察されない (写真 1(i)~(l))。このように熱延温度が下がってくると、再結晶組織がなくなり変形組織となってくるが、これは前節図 3 に示した硬度変化の結果とも一致する。

このように、熱延温度と圧下率に応じて組織は変化するが、これらを再結晶率と再結晶粒径で定量的に示したのが図 4(a)である。ここで注目すべきことは、1073K ~ β 変態点の間、すなわち α 域の高温側に再結晶が最も進む領域、いわゆる再結晶ノーズが存在することである。これより温度が下がるにつれて、圧下を加えても再結晶が

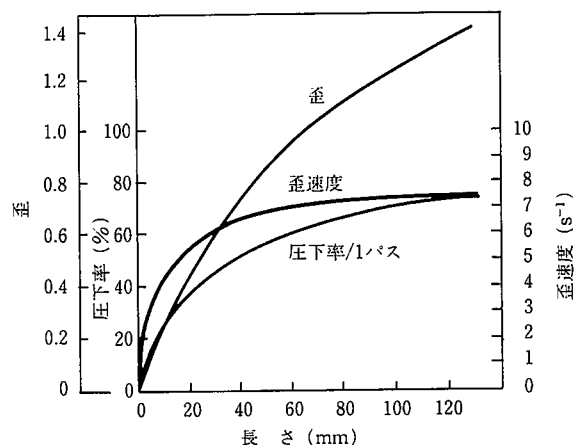


図 2 テーバ圧延材各位置での圧下率、ひずみ速度の推定

L 断面) について、室温における硬度測定及び光学顕微鏡 (光頭) 組織観察を行った。硬度は 5kg の荷重で板厚のほぼ中央部のビッカース硬度を測定した。光頭組織の観察は、硝酸と弗酸の混合水溶液にて腐食したものについて行い、変形組織、回復及び再結晶組織の観察を詳細に行った。特に再結晶粒に関しては、粒径と面積率を求めた。

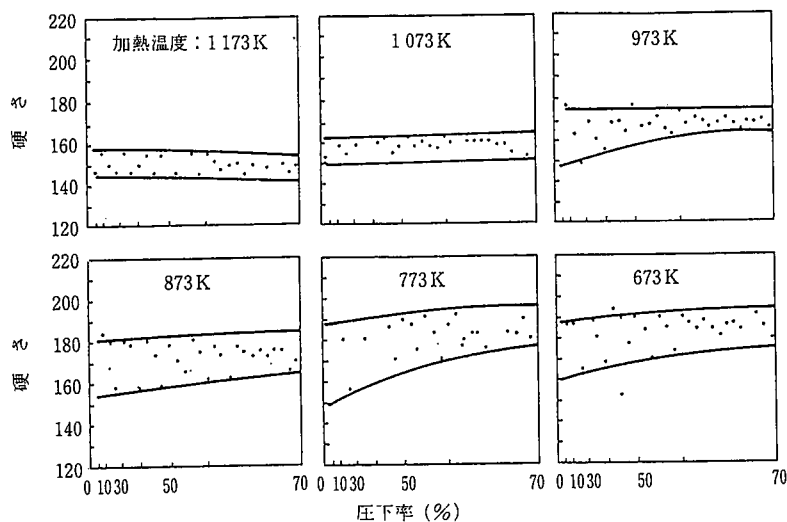


図 3 加熱温度・圧下率による硬度変化 (常温)

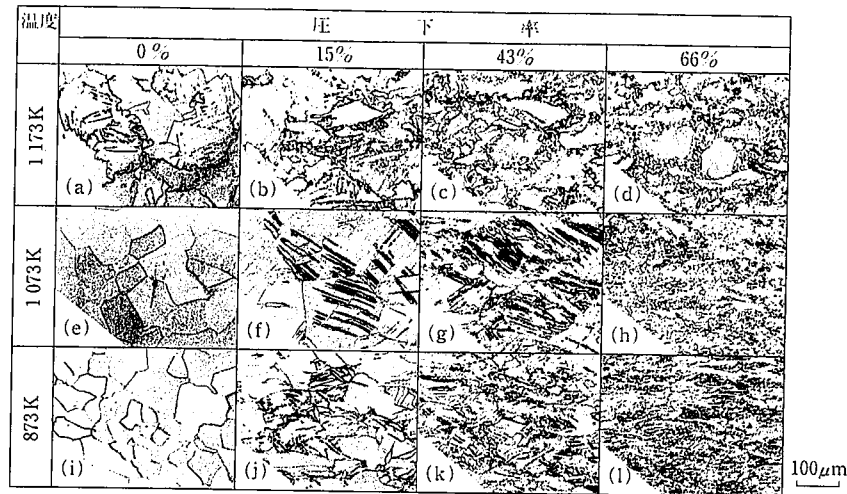


写真 1 熱延温度および圧下率による組織変化 (素材: 分塊圧延材)

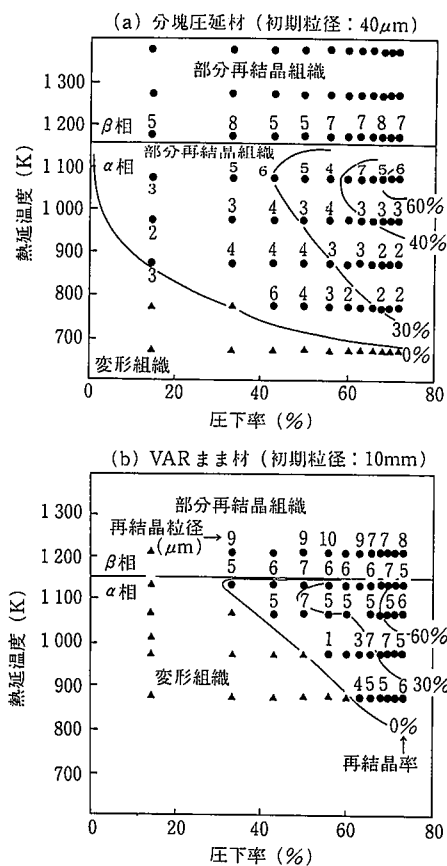


図 4 熱延温度・圧下率と再結晶率・粒径の関係

進みにくくなるが、再結晶粒径は細くなり、図4(a)からもわかるように873K以下では再結晶は起こりにくい。

次に凝固組織材について、上記分塊圧延材 (図4(a)) と同様に熱延組織を温度と圧下率で整理したのが図4(b)である。両者の比較により熱延素材組織の影響について見ると、初期粒径の比較的小さい分塊圧延材に比較して、粗大な铸造組織である VAR まま材では再結晶領域が高温高圧下側に移行しており、再結晶が起こりにくいことがわかる。又、再結晶粒径も比較的大きい。

4. 考 察

4.1 Zener-Hollomon 因子 Z による再結晶組織の解析

熱延時の再結晶挙動を詳細に解明するために、温度補償した歪み速度である Zener-Hollomon 因子 (下記式参照) がよく用いられる。

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$$

($\dot{\epsilon}$: 歪み速度, Q : 活性化エネルギー, R : ガス定数, T : 温度)

本実験で得られた再結晶粒径をこの Z 因子で整理してみると図5のようになる。ここで活性化エネルギー Q については、185 kJ/mol とした⁷⁾。動的再結晶の場合再結晶粒径が Z 因子により一義的に定まるが、本実験では図5のように Z 因子だけでは整理できないことがわかる。そこで、 Z 因子すなわち歪み速度と温度に加えて、歪み量 (ϵ) を考慮すると再結晶粒径 (d) は次式のように整理できる。

$$d = 10^{-0.102} \epsilon^{-0.917} Z^{-0.012} d_i^{0.357} \quad r^2 = 0.83$$

(但し、 d_i : 初期粒径)

このように、本研究で得られた再結晶組織は歪み量にも依存するという特徴を示すことから、動的再結晶によるものではなく、熱延直後の静的再結晶によるものと考えられる。これらの挙動は、フェライト系及びオーステナイト系ステンレス鋼の熱延時の再結晶挙動と良く似ている^{6,8)}。

4.2 変形双晶を含む加工組織

純チタンの熱延時の変形組織は変形双晶と変形帯から成っており、変形双晶は通常300K以下で顕著に発生し、その発生の様子が力学的性質に大きな影響を及ぼすことが知られている⁹⁾。しかしながら、加工温度を上昇させるにつれて、すべり変形が優勢となり双晶変形の役割は減少してくる。高温変形時の変形双晶の発生について、Paton & Backofen¹⁾ はチタンの単結晶 (沃化法) を用いて298~1073Kで圧縮試験を行っている。彼らの結果を図6に示す。すなわち573K以下で圧縮した場合に生成する双晶は $\{11\bar{2}2\}$ 双晶であり、673K以上で生成するものは $\{10\bar{1}1\}$ 双晶である。そして、この二種類の双晶の形態的特徴は前者が幅広のレンズ状、後者が幅狭のラメラ状である。

このような観点に立って、本実験で観察された変形双晶を分類する。通常、変形の様式が圧縮か引張かによって生成する変形双晶の種類が異なるが、本実験の場合は圧縮試験と同様の変形様式である

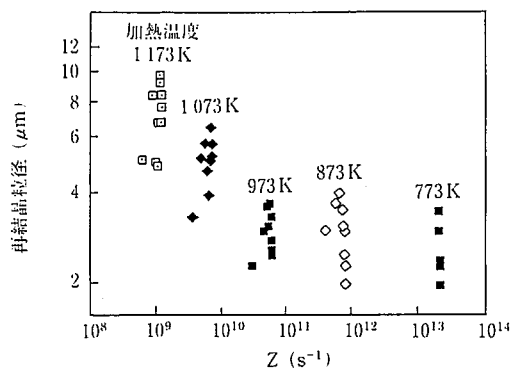
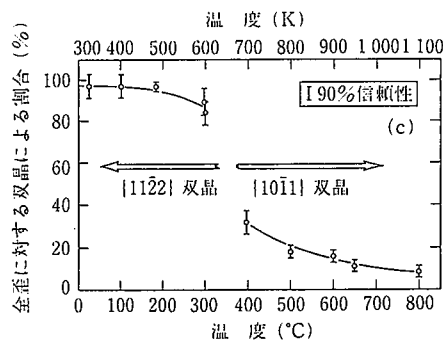


図5 Z因子と再結晶粒径との関係

図6 Ti結晶の圧縮試験時の双晶変形の寄与¹⁾ (圧縮方向C軸)

考え得るから、前述の Paton & Backofen のデータをそのまま用いることは差し支えないと言える。

分類結果を表2に示す。本実験では $\{11\bar{2}2\}$ 双晶と $\{10\bar{1}1\}$ 双晶間の境界温度はほぼ923K付近にある。これは Paton & Backofen の623Kとは大きく300Kもの差があるが、恐らく変形速度の違いによるものと考えられる。すなわち、Paton & Backofen の行った圧縮試験の歪み速度が $4 \times 10^{-4}/s$ であるのに対して、本実験では図2から圧下率15%の時に歪み速度が2/sであり、約 5×10^3 倍の歪み速度で行っているためと考えられる。

4.3 熱延時の回復、再結晶過程

本研究の熱延で得られた温度と圧下率による組織変化を、模式的に図示すると図7のようになる。 β 域で熱延した場合には、 β 粒界にフリンジ状に再結晶粒が現れるが、圧下率を高めても均一な再結晶組織は得られない。

α 域で熱延した場合には、高温側では加工によりラメラ状の $10\bar{1}1$ 変形双晶が導入された後、すべり変形が加わる→変形双晶の歪みなど転位密度アップ→静的に再結晶核生成→粒成長という過程の組織変化を示す。熱延温度が低くなるとレンズ状の $\{11\bar{2}2\}$ 変形双晶が導入された後、同様の過程を経るが、回復が支配的になり圧

表2 熱延時に生成する変形双晶の分類

熱延温度	変形双晶の分類
673~873K	$\{11\bar{2}2\}$ 双晶
973~1073K	$\{10\bar{1}1\}$ 双晶

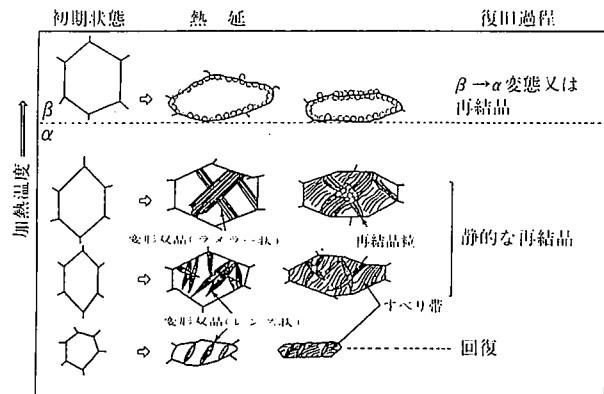


図7 熱延における組織変化の模式図

下率をかなり高めないと再結晶が起こらない。これらは、3.1節の図3に示した熱延板の硬度の熱延温度依存性とよく対応している。再結晶粒が認められる最低の温度は873Kであり、これは純チタンを焼鈍した場合の静的な再結晶開始温度とほぼ一致している¹⁰⁾。又、再結晶粒径の加熱温度依存性は熱延直後に起こる静的な再結晶過程における材料温度の差によると言える。

熱延素材組織が鑄造組織のように粗大な場合、基本的に同様の回復・再結晶挙動を示すものの、初期粒径が大きいために加工による変形双晶及びすべり帯導入が不均一となり、再結晶が進みにくいと考えられる。

5. 結 言

以上述べてきたように、純チタンの熱延時の再結晶挙動に関して、熱延後の硬度、組織を詳細に観察した結果をまとめると次のようになる。

- (1) 硬度に及ぼす熱延温度、圧下率の影響については、高温側(1073K付近)では圧下率が高くなっても硬度は殆ど変化しない。低温側(873~973K)では圧下率とともに硬度は若干高くなっていく。
- (2) 熱延での組織変化としては、 α 域の高温側(1073K付近)に再結晶ノーズが存在し、この温度領域で熱延されると圧下率の増加とともにラメラ状変形双晶を含む加工組織から次第に再結晶組織が現れてくる。低温(873K)側ではレンズ状変形双晶を含む変形帯が形成された加工回復組織を示す。これらの回復、再結晶は、熱延素材組織が粗大な場合進みにくい。
- (3) 本研究で観察された再結晶組織は、熱延直後の静的再結晶によるものと考えられ、温度、歪み速度に加えて歪み量の影響を受ける。

参 照 文 献

- 1) Paton, N.E., Backofen, W.A.: Metall Trans. 1, 2839 (1970)
- 2) McHargue, C.J., Hammond, J.P.: J Met. 5, 57 (1957)
- 3) Sargent, P.M., Ashby, M.F.: Scr Met. 16, 1415 (1982)
- 4) Bühler, H., Wagner, H.W.: Bänder Bläche Rohre. 6, 677 (1965)
- 5) 城田透 ほか: 塑性と加工. 25, 214 (1984)
- 6) 吉村博文, 石井満男: 鉄と鋼. 69, 1440 (1983)
- 7) 西村孝, 福田正人: 鉄と鋼. 70, 1898 (1984)
- 8) Towle, D.J., Gladman, T.: Met Sci. 3-4, 246 (1979)
- 9) Garde, A.M., Reed-Hill, R.E.: Met Trans. 2, 2885 (1971)
- 10) 林正之, 吉村博文: 日本鉄鋼協会中国四国支部講演大会概要. 16 (1986)