

チタニウム冷間圧延板の再結晶に関する研究(第3報)

再結晶圖について***

大日方一司* 西村敬三**

Ichiji Obinata and Keizô Nishimura: On the Recrystallization of Cold-Rolled Titanium (Report 3). Recrystallization Diagram. Studying the change in hardness, micro-structures and X-ray diffraction patterns due to annealing of cold-rolled titanium under various rates of reduction, the recrystallization-temperature as well as the mean grain-size after recrystallization have been determined and thus a recrystallization-diagram of titanium is proposed as shown in Fig 2. The effect of the annealing time as well as the initial grain-size on the size of the recrystallized grains has also been studied: Although, with prolonged annealing time, the grain-size becomes generally large, especially, when the temperature is high, the attainable grain-size seems to be almost constant. The initial grain-size showed very little or atmost no effect on the grain-size after recrystallization.

(Received May 4, 1955)

I. 緒 論

多くの實用金屬材料については加工度—焼鈍温度—再結晶粒度の三者の關係を示すいわゆる“再結晶圖”が求められているが、チタニウムについては部分的にこれに關した報告⁽¹⁾があるのみで完成されたものはない。本報告はチタニウムの再結晶圖を得ようとして行われた實驗の結果であるが、再結晶粒度におよぼす焼鈍時間および加工前の結晶粒度の影響に關する研究結果についてもあわせて報告する。

II. 實驗方法

試料は第1報⁽²⁾および第2報⁽³⁾の實驗に用いたものと同じである。すなわち公稱純度 >99.5% の國産スポンジをアーク熔解して得た鑄塊(重量約 1kg, 平均硬度ブリネル 146)を鍛造および熱間壓延して厚さ 4mm の板にした後冷間壓延によつて厚さ 2mm の板とした。この厚さ 2mm 板の半分は 700°×15 min の焼鈍を行つてから厚さ 1mm まで冷間壓延し、2mm のまゝ残した他の半分の板と共に 50°×30min の真空焼鈍を行つて結晶粒度それぞれ 0.035 および 0.038 mm の焼鈍板を得た。次に 1mm の焼鈍板には 40% 以下、2mm 板には 50% 以上の冷間壓延を行つて壓延率をそれぞれ 2, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 65, 80% の試料とし、これらを真空中で 950° までの種々なる温度に種々なる時間加熱して再結晶の進行状態、再結晶粒子の大きさなどを調べた。上記の試料製作過程においては坩取り脱銹および酸洗を入念に行い、最後に試料面をエメリー紙で充分研磨して、試料表面のガス吸収による實驗誤差を極

力防ぐようにした。

再結晶温度の決定は 30 min 焼鈍試料の硬度、X 線回折像、および顯微鏡組織の變化によつた。顯微鏡試料の製作方法はさきに⁽²⁾⁽³⁾ 示したものと同じである。結晶粒度の測定は Heyn 法により行い、平均直径(mm)をもつて表わした。なお第2報⁽³⁾に述べたように再結晶完了時の結晶粒度は均一な分布を示さないで、低焼鈍温度の試料の場合には同一温度でさらに焼鈍を續け、一應均一な粒度分布になつたと目される段階で始めて粒度の測定を行つた。X 線の撮影は背面反射法により、撮影條件は Cu 特性 X 線 41 kV, 40mA, 2.5 hr であつた。

III. 實驗結果

1. 再結晶温度

Fig. 1 は種々なる加工度のチタニウム板を種々なる温度

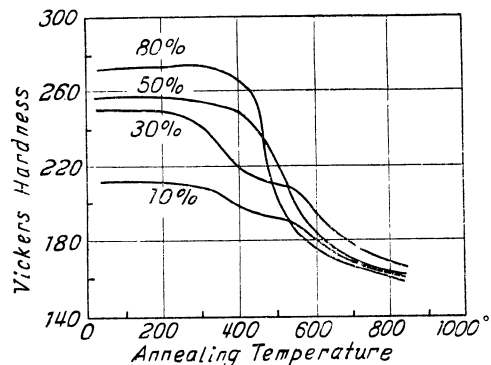


Fig. 1 Hardness versus annealing temperature curves of the cold-rolled titanium sheet. (Time of annealing was 30 min and the rate of reduction by rolling is given in the figure).

で 30 min 焼鈍した場合の代表的軟化曲線を示す。壓延率 30% 以下では軟化が 2 段階で起つてゐるが、最初の軟化は X 線回折像の鮮鋭化から考えて回復によるものと思われる。X 線回折像の焼鈍による變化は他の金屬の場合と大

* 東北大學金屬材料研究所

** 古河電工 日光電氣精銅所

*** 1954 年 10 月本會新居濱大會に發表

(1) 近藤豊, 1954 年 10 月本會新居濱大會に發表

(2) 大日方, 西村, 本誌, 19(1955), 549.

(3) 大日方, 西村, 本誌, 19(1955), 552.

差なく、加工状態においては圧延率が大きいほど回折環のボケが甚だしいが、加熱と共に次第に明瞭となり、軟化開始温度付近では $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ が分離する。再結晶の開始を示す spot の出現は圧延率 30% では 550°, 50% と 80% では 500° の焼鈍で認められる。Photo. 1 a および b に

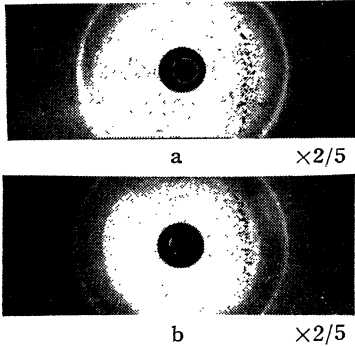


Photo. 1 X-ray back reflection patterns of annealed titanium. (Rate of reduction by rolling: 50%)
a. annealed at 400° for 30 min.
b. annealed at 500° for 30 min.

は 50% 圧延試料をそれぞれ 400° および 500° に各 30 min 間焼鈍した場合の X 線背面寫眞を示した。Photo. 1b の回折環は細い点の集合より成り明らかに再結晶終了状態であることがわかる。

以上のベタ硬

度と X 線回折像の變化と顯微鏡組織の觀察とによつて再結晶温度を決定した。すなわち再結晶開始温度は顯微鏡組織においては加工組織の崩れ始める温度、硬度變化においては軟化の始め

Table 1 Beginning and ending temperature of recrystallization of cold-rolled titanium (Time of annealing: 30min).

Reduction by rolling (%)	Recrystallization temperature (°C)	
	Beginning	Ending
10	575~600	650~700
20	550~575	625~650
30	500~550	"
40	"	"
50	450~500	"
65	"	about 625
80	"	600~625

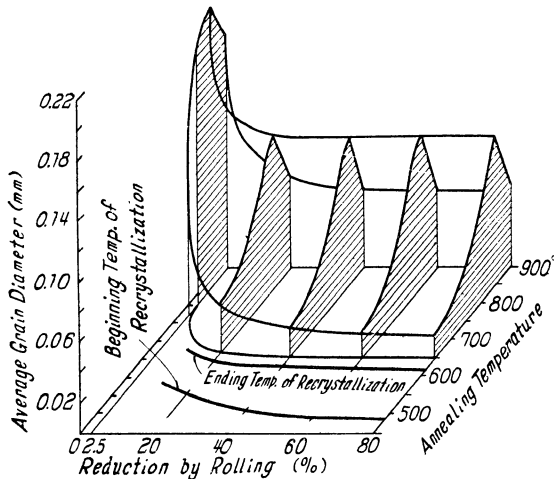


Fig. 2 Recrystallization diagram for commercially pure titanium.

る温度、X 線回折像においては回折環中に spot の出現し始める温度とし、再結晶終了温度は顯微鏡組織においては加工組織が完全に消失し、全體がほぼ均一な新結晶粒になる温度、硬度變化においては急激な軟化から緩やかな軟化に移る温度とすれば、これらは良く一致して Table 1 および Fig. 2 に示すような結果が得られる。これによると同一焼鈍条件では加工率が大きいほど再結晶温度が低いという金屬の一般的傾向がチタニウムの場合にも見られる。

2. 再結晶圖

Fig. 2 は各種温度に 30min 焼鈍した場合の再結晶粒度と加工度、焼鈍温度の關係を示すもので、すなわち再結晶圖である。金屬の一般的傾向としては同一焼鈍条件では圧延率が小さいほど再結晶粒度が大きく、また同一圧延率では焼鈍温度が高いほど再結晶粒度が大きいという金屬の通性が認められる。しかし加工度 30~40% 以上の圧延率の範圍では、再結晶粒度におよぼす加工度の影響はきわめて少い。他の金屬ではこの圧延率の範圍でも一般に加工率の増大と共に結晶粒度が小さくなるから、この點はチタニウム再結晶圖の特徴である。變態温度をわづかに越えた 900° 焼鈍では、變態の影響が現われて、顯微鏡組織は 850° 焼鈍の場合ほどきれいな均等結晶組織を示さないが、粒度の測定はなお可能であつた。その結果は、圖示のように變態の影

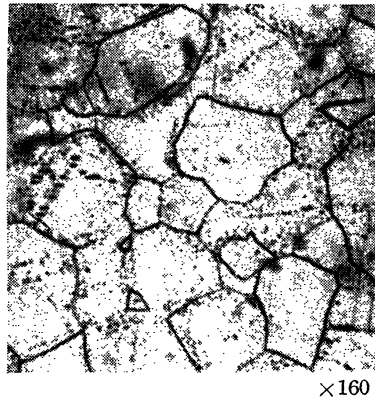


Photo. 2 Microstructure of the specimen annealed at 900° for 30min. (Reduction by rolling: 50%)

響を受けて 850° 焼鈍の場合よりかえつて小さくなる。950° 焼鈍では冷却時の $\beta \rightarrow \alpha$ のマルテンサイトの變態の結果粗大な針狀組織となり、粒度の測定は不可能であつた。

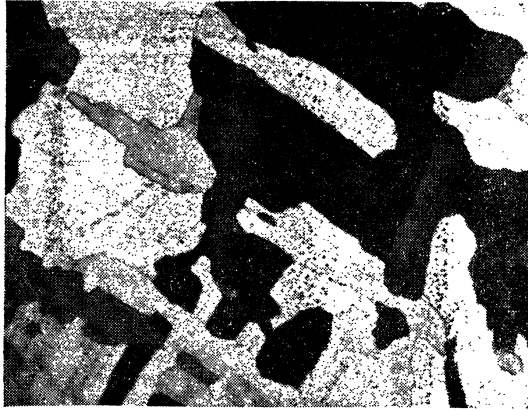
Photo 2 と 3 はそれぞれ

50% 圧延後 900° と 950° に焼鈍した場合の顯微鏡寫眞である。

3. 再結晶粒度におよぼす加熱時間の影響

Fig 3 には種々なる加工度の試料を種々なる温度に 1hr および 3hr 焼鈍した場合の再結晶粒度の變化を示す。曲線の型は Fig. 2 に示した 30 min 焼鈍の場合とほぼ同じであるが、焼鈍時間の増大に應じてそれだけ粒度が大きくなっている。Fig. 4 には再結晶粒度におよぼす焼鈍時間の影響を示す。これをみると結晶粒の成長速度は高温ほど大きいことが知られ、850° の曲線が最も急な傾向を示している。700° の焼鈍では成長速度はほとんど零で、曲線は水平に近く、800° の焼鈍では兩者の中間である。なお加工度のひくい 2.5% 圧延板では、850° に 1 hr 焼鈍しても、3 hr

焼鈍しても再結晶粒度はいずれも 0.245 mm で、結晶粒の成長はほとんど見られなく、さらに同じ 2.5 % 壓延板を 850° に 10 hr 焼鈍したが、その結晶粒度は 0.26 mm で



×80

Photo. 3 Microstructure of the specimen annealed at 950° for 30 min. (Reduction by rolling: 50%)

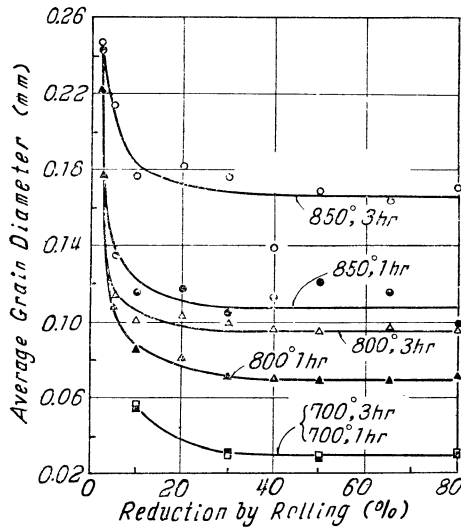


Fig. 3 Relation between the reduction and the grain-size after annealing at various temperatures for various times.

あつた。このことはチタニウムは比較的小さな再結晶粒度で早くも結晶粒成長能力がほとんどなくなることを示している⁽¹⁾⁽⁴⁾⁽⁶⁾。

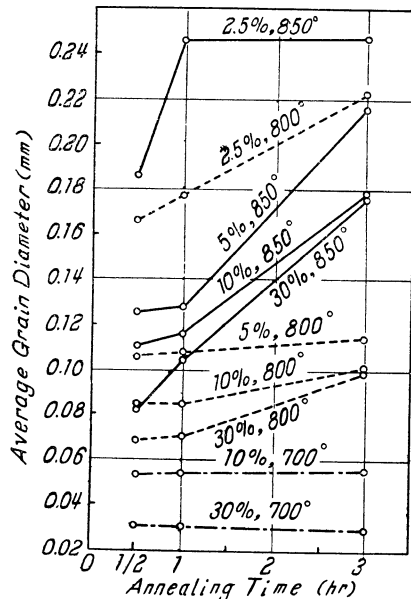
4. 再結晶粒度におよぼす加工前の結晶粒度の影響

次に加工前の結晶粒度が再結晶粒度におよぼす影響を調べるために、結晶粒の平均直径が各々 0.210, 0.089, 0.038 mm である 3 種の板を作成し、これに 40 % の壓延を行った後、750° と 800° で各々 30 min 焼鈍を行った。その結果

- (4) F. C. Holden, H. R. Ogden, & R. I. Jaffee, J. Metals, 5(1953), 238.
- (5) F. D. Rosi, C. A. Dube, & B. H. Alexander, J. Metals, 5(1953), 257

を Table 2 に示す。これを見ると加工前の結晶粒度の影響はほとんど見られないようである。

IV. 実験結果の考察



以上のべたようなチタニウムの再結晶粒度の示す特徴は第 1 報⁽²⁾にのべたところのチタニウムが冷間加工の際顯著に双晶變形を行うという事実から説明することができる。すなわち、一つの結晶粒内に双晶が生成すれば、その結晶は双晶境界によつて分断されること

Fig. 4 Effect of annealing time on the grain-size.

Table 2 The effect of initial grain-size on the recrystallized grain-size (Reduction by rolling: 40%)

Grain-size before rolling (mm)	Grain-size after annealing (mm)	
	750° × 30min	800° × 30min
0.210	0.036	0.059
0.089	0.037	0.059
0.038	0.038	0.054

になる。従つて加工の進むと共に結晶粒はますます微細な結晶細片に粉砕される。このような双晶境界は結晶格子の變形に對して障害となるであろうから、結局チタニウムにおいては冷間加工を加えるに従つて極めて微細な結晶粒度の材料を加工する状態に近づく。

ところで従來の再結晶に関する知識として、變形の激しいところ、すなわち加工歪の大きい場所に再結晶粒子が選擇的に發生すること、および加工度が大きいほど加工歪の大きい場所が多くなるので再結晶粒子の發生が多く、従つて再結晶粒度が小さくなることが知られている。また同一加工度では、材料の結晶粒度が小さいほど變形の障害となる結晶境界面が大きいので、強い加工歪の場所が多くなり、従つて再結晶粒子の發生数が多く、再結晶粒度が小さくなることが知られている。すなわち加工を受ける材料の結晶粒度を小さくすることは、加工率を大きくすることと同様の効果を再結晶粒度に對して有するわけである。従つてチタニウムが加工率の増大と共に急速に微細結晶粒の材料を加工する状態になるということは、双晶變形を起さないか

あるいは起しても、チタニウムのように著しくない金属材料にくらべると、チタニウムにおいては同じ加工度であつても再結晶粒度を小さくする点において他の金属材料より一層大きい効果を有する。すなわち他の金属材料におけるよりも早く高加工率の場合の再結晶粒度に近づくと考えてよいであろう。かく考えれば 30~40% 以上の壓延率の範囲でチタニウムの再結晶の曲線の傾きが他の金属の場合よりも小さく、ほとんど水平となる傾向が理解される。

また加工前の結晶粒度の大小が再結晶粒度に影響しないという前述の實驗結果も、最初の結晶粒度の大小に無關係に、加工の際双晶變形によつて組織が微細化されるという考え方から説明し得よう。

V. 總 括

(1) 種々なる加工度を與えたチタニウム板を焼鈍した場合の硬度、顯微鏡組織および X 線回折圖形の變化から再

結晶開始温度および再結晶粒度を定め、チタニウムの再結晶圖を作成した。

(2) 上記の再結晶圖において、加工度 30~40% 以上の範圍では再結晶粒度におよぼす加工度の影響はほとんど見られなくなる特徴があるが、その理由をチタニウムの變形が主として双晶變形によつて行われるからであると説明した。

(3) 再結晶粒度におよぼす焼鈍時間の影響は高温ほど一般に大ではあるが、低加工度の場合には短時間内に極大値に達する。

(4) 加工前の結晶粒度の大小は再結晶粒度にほとんど影響を與えない。

終りに本研究の遂行に當り終始援助を與えられた鳥羽研究室の各位ならびに古河電工の星野寛人、湯澤信芳の兩君に謝意を表す。またこの研究の遂行には文部省機關研究費の一部が充當されたことを附記する。