工業用純チタン板材の連続繰返し曲げ加工による 表面組織制御と曲げ性

高山 善匡*・仲村 耕太**・加藤 一*・渡部 英男*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 55, No. 11 (2005), pp. 587-591

Surface-layer microstructure control and bendability of a commercial purity titanium sheet using continuous cyclic bending

Yoshimasa TAKAYAMA*, Kota NAKAMURA**, Hajime KATO* and Hideo WATANABE*

Microstructural control in surface layers using continuous cyclic bending (CCB) and its bendability in a commercial purity titanium sheet have been investigated. The sheet of the titanium worked by CCB with little dimensional change showed 1.2 times higher hardness than that before CCB on the surface. The microstructure was controlled by CCB and the subsequent annealing for grain refinement leading to better formability in microscopic level. There was a remarkable difference in softening behavior after annealing between the samples continuous-cyclic-bent in rolling and transverse directions. This is attributable to formation of the microstructure where recrystallization does not occur easily after CCB in transverse direction. The fine grained samples showed smooth surfaces after a bending formability test, while the coarse grained one had a lot of microscopic cracks on the surface, especially for the CCB in transverse direction.

(Received May 2, 2005)

Keywords: titanium, grain size, surface, continuous cyclic bending, formability, scanning electron microscopy

1. 緒 言

工業用純チタンは容易に曲げ加工やプレス加工ができるので、チタン材料の中でも成形加工品の素材として最もよく用いられる。一般に、純チタンの成形性は結晶粒が大きい方がよい^{1)~3)}とされている。例えば、エリクセン値は結晶粒度が15 μm から70 μm に増加することにより20%程度増加することが報告されている¹⁾。しかしながら、結晶粒度が80 μm 程度より大きくなると、成形時の極度の肌荒れや、それによる張出性の劣化を招く²⁾。また、結晶粒が80 μm より小さい場合でも、成形後の表面のミクロな凹凸が製品の意匠性を損なうことがある。よって、純チタンの結晶粒度は、マクロ的な成形性には大きい方がよいが、表面の微細な凹凸にかかわるミクロ的な成形性にはむしろ小さい方がよいことになる。

著者らは、新しい組織制御プロセスとして、板材表面を超強加工、内部を低加工し得る「連続繰返し曲げ加工 (Continuous Cyclic Bending; 以下、CCBと略記することがある)⁴⁾」を提案している。CCBとその後の熱処理を組合せることにより、Al-Mg系合金板材⁴⁾、工業用純チタン板材⁵⁾などにおいて表面の粗粒層から内部の細粒層へ傾斜的にひずみを与えられ、傾斜的に組織制御できることを明らかにしている。よって、表面層の大きいひずみにより多くの再結晶核が形成されれば、CCB/熱処理の条件を適切に選ぶことにより、純チタン板材の組織を既報⁵⁾とは逆に表面層が微細であり内部が比較的大きい、成形に適した結晶粒組織に制御できる可能性

がある。また、前報⁶⁾において、高純度チタン板材に圧延方向 (RD) と板幅方向 (TD) に CCB を施した後焼なますと、後者においてより優先方位が発達することが明らかになっており、その結晶粒微細化への影響も興味を持たれる。

そこで本研究では、工業用純チタン板材に対し圧延方向および板幅方向に連続繰返し曲げ加工を施した後焼なまして板材表面層の微細組織制御を試み、その後の曲げ性との関係を検討した。

2. 実験方法

供試材には、板厚1.0mmの工業用純チタンJIS1種圧延板材を用いた。試料の化学組成をTable 1に示す。板材は冷間圧延の後、1073Kで焼なまされたものである。この板材より、圧延方向 (RD) と長さ方向が平行あるいは垂直となるように、長さ500mmあるいは600mm、幅20mm、厚さ1.0mmのワークピースを切出した。これらを以下それぞれRD材、TD

Table 1 Chemical composition of a commercial-purity titanium (Grade 1). TOP and BOT refer to the top and bottom of an ingot, respectively

(mass%)

	O	N	H	Fe	C	Ti
TOP	0.041	0.002	0.0024	0.031	0.009	Bal.
BOT	0.043	0.002	0.0022	0.018	0.007	Bal.

* 宇都宮大学工学部 (〒321-8585 栃木県宇都宮市陽東 7-1-2)。Faculty of Engineering, Utsunomiya University (7-1-2 Yoto, Utsunomiya-shi, Tochigi 321-8585). E-mail: takayama@cc.utsunomiya-u.ac.jp

** 宇都宮大学大学院生 (宇都宮市)。Graduate Student, Utsunomiya University (Utsunomiya-shi, Tochigi).

Fig. 1 Roll driven CCB machine.

Fig. 2 Bending test.

材と呼ぶ。これらのワークピースを Fig. 1 に示すロール駆動型 CCB 装置⁶⁾により、ロール回転速度 20rpm で最大 200 パスまでの連続繰返し曲げ加工を施した。曲げ加工の際、両面に導入されるひずみが同程度となるように、各パスごとに板材の裏表を反転させて加工した。CCB 1 パスにより与えられる板材表面における真ひずみは、単純な曲げ理論より次のように与えられる。

$$\varepsilon = 2 \left\{ \ln \left(1 + \frac{1}{2R_1/t+1} \right) + \ln \left(1 + \frac{1}{2R_2/t+1} \right) \right\} \quad (1)$$

ここで、 R_1 , R_2 はそれぞれ曲げ加工における板材の内表面の曲率、 t は板厚であり、本研究では R_1 , R_2 および t はそれぞれ、80.75mm, 40.5mm および 1.0mm である。式 (1) により 1 パスにより与えられる板材表面における真ひずみは 0.0365 となる。したがって、曲げ加工の真ひずみが加算的であるとすれば、連続繰返し曲げ加工回数 $N_{CCB}=200$ では 7.3 となる。このとき、平面ひずみ圧縮の相当ひずみ $\bar{\varepsilon}$ は次式に当てはめれば、99.82% の圧縮ひずみに相当する強加工となる。

$$\bar{\varepsilon} = (2/\sqrt{3}) \ln(h_0/h) \quad (2)$$

ここで、 h_0 , h は、圧縮前後の素材厚さである。なお、板材中央層は低加工され、工業用純チタンでは受入材の硬さ 138HV が本研究の 145 パス相当ひずみを加えると 7HV 程度増加する⁵⁾ ことがわかっている。

CCB の後、ワークピースより長さ 20mm、幅 10mm、厚さ 1.0mm の組織観察および硬さ試験用小試験片ならびに長さ 20mm、幅 60mm、厚さ 1.0mm の曲げ成形性試験片を切出し

た。試験片は、603K から 923K の温度においてソルトバス中あるいはアルゴンガス雰囲気中で熱処理を行った。また、連続繰返し曲げ加工、熱処理の前後には板材表面 (RD-TD 面) のビッカース硬さ試験を行った。そして、さらにエメリー紙研磨、電解研磨、腐食を行い、光学顕微鏡による組織観察を行った。また、一部の試験片については、SEM/EBSP (Scanning electron microscope/Electron backscatter diffraction pattern) 法⁷⁾ により結晶方位分布を解析した。

曲げ成形試験は、次のように行った。まず、Fig. 2 (左図) に示すように、90° 曲げ用のダイスとパンチ (先端面取り C0.05mm) を用意し、試験片中央をパンチで押すことにより、約 90° まで曲げた。次に、Fig. 2 (右図) のように約 90° に曲げた試験片の両端を 180° 曲げまで圧縮した。この際、90° 曲げおよび 180° 曲げ (密着曲げ) 時の最大荷重はそれぞれ 4.9 kN および 9.8 kN、治具移動速度は 3.3×10^{-4} m/s (20mm/min) と一定にした。なお、両曲げ時の荷重は、それぞれに十分な荷重である。180° 曲げた後、板材凸部を SEM により観察し、曲げ成形性を評価した。

3. 実験結果および考察

3.1 連続繰返し曲げ加工特性

Fig. 3 に RD 材の連続繰返し曲げ加工による板材表面のビッカース硬さの変化を示す。硬さ試験における押込み荷重は 0.49N である。硬さは CCB を 50 パス行ったあたりまで大きく増加するが、それ以降の増加はわずかである。この傾向は、5083 アルミニウム合金⁴⁾、高純度チタンなど⁶⁾ でも見られたものであるが、転位密度が飽和したためであると考えら

れる。CCB パス回数 N_{CCB} が 100 での硬さは、加工硬化により受入材の約 1.2 倍に達していることが確認される。また、 N_{CCB} が 100 と 150 では、硬さの変化は見られないが、200 になると、若干硬さが減少している。これは、 N_{CCB} が 200 になると板材表面に微小なき裂が観察されるようになることから、き裂発生による表面層の圧縮残留応力の解放にかかわるものではないかと考えられる。

前報⁶⁾において、ロール駆動型 CCB 装置による板材のサイズ変化は、ロール移動型 CCB 装置によるそれに比べて非常に小さいことがわかっている。比較的強度の低い高純度チタン板材の例でも、長さ変化は 100 パスの CCB で 2.0% に過ぎない。本研究における工業用純チタンの CCB による長さ変化は、100 パスの CCB で 0.86% であり、非常に小さいことが確認された。

3.2 連続繰返し曲げ加工/焼なましによる組織制御

3.2.1 100 パスまでの CCB と焼なまし

チタンでは柱面すべり $\{10\bar{1}0\}\{10\bar{2}0\}$ ⁸⁾ と変形双晶の形成により変形が起こるため、連続繰返し曲げ加工により表面層に大きなひずみが蓄積される際にすべりと双晶形成が複雑に絡み合って多数の再結晶核が生成され、焼なましにより微細粒組織が形成されることが期待される。そこで、既報⁵⁾の等時焼

Fig. 3 Relation between Vickers hardness and number of passes of continuous cyclic bending.

なましによる硬さ変化の結果から、圧延方向 (RD) に CCB を 10, 50 および 100 パス施し、ソルトバスによる焼なまし温度が 723K, 773K および 823K, 焼なまし時間 600s, 1.8ks および 3.6ks の計 27 条件を設定し、CCB/焼なまし実験を行った。しかしながら、切片法 (linear intercept method)^{9),10)}により得られた結晶粒度は受入材の $37\mu\text{m}$ に対して、 $34\mu\text{m}$ から $52\mu\text{m}$ とほぼ同等かそれ以上の結晶粒度を示した。723K と 773K で焼なました試料ではパス回数とともに増加する双晶が観察され、また両温度における差は明確ではなかった。823K で焼なましすると、加工度の高い 50 パスおよび 100 パスの試料で、またより長時間の焼なましで粒成長が確認された。典型的な CCB/焼なまし前後の光学顕微鏡組織を Fig. 4 に示す。Fig. 4 (a) は受入材、Fig. 4 (b) は 50 パス CCB の後 823K-3.6ks の焼なましを施した試料の結晶粒組織である。受入材の結晶粒組織は等軸であり、また比較的直線的な粒界を持つ単相組織を示している。これに対し、CCB/焼なまし後の組織は、本実験の範囲では、図のように CCB により生じた変形双晶の一部が残存する組織を呈している場合が多くみられた。 α -チタン合金では双晶境界が結晶粒界と同様に転位運動の障害となり加工硬化率が大きくなると報告されており¹¹⁾、成形性に影響を及ぼす可能性がある。

3.2.2 150 および 200 パスの CCB と焼なまし

前項のように、100 パスまでの CCB では微細化に十分な再結晶核が形成されず、焼なまし後に微細結晶粒が得られなかったため、150 パスおよび 200 パス CCB を施すことにした。また、多数の再結晶核が同時に働き、かつ一部の優先的な粗大化を抑える急速短時間焼なましとして 60s の焼なましを設定した。さらに、CCB 方向が圧延方向と平行な RD 材に加えて、異なる変形方向により再結晶核を増す可能性がある、圧延方向に垂直に CCB を加える TD 材も用意した。このような CCB/熱処理条件で処理した試料の組織を系統的に調査した。

Fig. 5 は、150 パスおよび 200 パス CCB 後等時焼なましした試料の硬さと焼なまし温度の関係である。150 パス CCB した試料 (Fig. 5 (a)) をみると、CCB ままでは TD 材の方が RD 材に比べて 3HV 程度高い硬さを示している。この差は、焼なまし後も維持され、むしろ差が広がる傾向を示している。RD 材の硬さの変化は通常の回復・再結晶に伴う軟化曲線を示し、600K 付近から開始して 800K 付近で終了している。再結晶温度の目安として $1/2$ 軟化温度¹²⁾を求めてみると、696K となる。一方、TD 材は CCB ままの硬さがやや高いにもかか

Fig. 4 Optical micrographs of as-received sample and the sample subjected to annealing at 823K for 3.6ks in a salt bath after 50-pass CCB. Grain sizes measured in former and latter samples were $37\mu\text{m}$ and $42\mu\text{m}$, respectively.

Fig. 5 Change in Vickers hardness as a function of annealing temperature in (a)150- and (b)200-pass continuous-cyclic-bent samples.

わらず 863K の焼なましによっても軟化が終わっていない。このような傾向は 200 パス CCB した試料 (Fig. 5 (b)) においても同様である。ここで、150 パス材、200 パス材両試料の結果において、CCB ままで硬さの高い TD 材の方が復旧過程の進行が遅いことが注目される。このことは、引張試験において RD では変形双晶の発生が多いのに対し TD ではほとんど認められない¹⁾ という変形機構の違いに関係していると推察される。引張変形と CCB では変形モードが異なることを考慮すべきであるが、TD-CCB 材の方が再結晶しにくい変形組織を持つと考えられる。

曲げ成形試験に供するため、軟化曲線をもとに、ほぼ再結晶が完了した組織として、RD 材の 763K-60s 焼なまし試料を選んだ。比較材として、同じ焼なまし条件の TD 材を選定した。Fig. 6 は、受入材と両 CCB/焼なまし材の SEM/EBSP 法による結晶方位マップである。受入材 (Fig. 6 (a)) は、大角粒界で形成される通常の結晶粒組織を示していることが確認される。RD-CCB/焼なまし材 (Fig. 6 (b)) には、受入材に比べてやや多くのノイズあるいは解析不能点が認められる。これは、この試料が部分的に CCB によるひずみが残っているためと考えられる。結晶粒度は受入材に比べて幾分小さい。TD-CCB/焼なまし材 (Fig. 6 (c)) はさらに解析不能点が多く明確ではないが、RD 材以上に大きいひずみが残っていることは明らかである。これらのマップをもとにして、EBSP 解析ソフトのクリーンアップ処理を施し、切片法により結晶粒

Fig. 6 Orientation maps representing microstructures in as-received and continuous-cyclic-bent/annealed samples: (a) as-received, and annealed at 763K for 60s after 150-pass CCB in (b) rolling and (c) transverse directions.

度を測定した結果、受入材で $31\mu\text{m}$ 、RD-CCB/焼なまし材で $28\mu\text{m}$ 、TD-CCB/焼なまし材で $33\mu\text{m}$ となった。なお、次節ではこれらの結晶粒度の値を採用する。

曲げ成形性に及ぼす結晶粒度の影響をより明確に調べるため、比較的大きな結晶粒を有する試料も用意した。検討の結果、150 パス CCB した RD 材、TD 材について 923K-1.8ks のアルゴンガス雰囲気中で焼なましした試料を用意した。RD 材および TD 材の結晶粒度はそれぞれ $79\mu\text{m}$ および $82\mu\text{m}$ であった。

3.3 曲げ成形性試験後の SEM 観察

受入材、前節で示した RD-CCB/焼なまし材および TD-CCB/焼なまし材を、RD 材は圧延方向に、TD 材は板幅方向に、 180° 曲げ成形試験を行った。すべての試料について、曲げ成形は可能でありマクロ的には割れは観察されなかった。圧延方向および板幅方向に 180° 曲げた板材表面凸部の SEM 写真をそれぞれ Fig. 7 および Fig. 8 に示す。

受入材の圧延方向に曲げた板材表面 (Fig. 7 (a), (a')) は、比較的平坦であり、高倍率において結晶粒に対応すると思われる微小な凹凸が観察されている。結晶粒が比較的小さい CCB/763K-60s 材 (Fig. 7 (b), (b')) でも表面状況はほぼ同等であり、受入材と差はみられない。これらに対し、結晶粒が大きい CCB/923K-1.8ks 材においては、低倍率 (Fig. 7 (c)) で肌荒れが目立っており、高倍率 (Fig. 7 (c')) で結晶粒内に多数の微小き裂が観察される。き裂は曲げ方向 (RD) にほぼ垂直であるものが多く、最大 $15\mu\text{m}$ 程度の開口が見られる。隣接するき裂はほぼ平行に形成されているのが観察できる。

板幅方向に曲げた場合も受入材は、平坦な表面を呈している (Fig. 8 (a), (a'))。圧延方向の場合と比較すると、凹凸が

Fig. 7 SEM micrographs representing surface features of as-received and RD-CCB samples after 180 degree bending in rolling direction.

少なくより平坦にみえる。CCB/763K-60s材は、低倍率 (Fig. 8(b)) では比較的滑らかにみえるが、高倍率 (Fig. 8(b')) では $50\mu\text{m}$ 以上開いた亀裂が多数観察される。これは、曲げ成形試験前の段階でひずみが残っていることに起因するものかもしれない。受入材と CCB/763K-60s 材は結晶粒度がほぼ同じであるから、結晶方位分布も大きく異ならないと仮定すれば、多数のき裂は CCB の影響によると考えることができる。一方、結晶粒が大きい CCB/923K-1.8ks 材では、低倍率 (Fig. 8(c)) において $100\mu\text{m}$ 以上開口したき裂が多数認められる。高倍率 (Fig. 8(c')) でみると、全面的に大小のき裂が覆っており、微視的に評価した曲げ成形性に劣ると言える。

4. 結 言

本研究では、工業用純チタン板材に連続繰返し曲げ加工と熱処理を施して、板材表面層の微細組織制御を試み、その後の成形性との関係を検討した。得られた結果は、以下のようにならめられる。

(1) ロール駆動型連続繰返し曲げ加工 (CCB) 装置により、工業用純チタン板材表面層を強加工した結果、100パスの CCB により、表面の硬さは受入材の約 1.2 倍に増加した。

(2) 異なる温度における等時焼なましの結果、TD 材は RD 材に比べて焼なましによる軟化の進行が遅いことがわかった。

(3) 180° 曲げ成形試験後、表面を SEM 観察した結果、細粒材では平滑な表面を示すのに対し、粗粒材では微小なき裂が発生し、微視的に評価した曲げ成形性に劣ることが明らか

Fig. 8 SEM micrographs representing surface features of as-received and TD-CCB samples after 180 degree bending in transverse direction.

となった。また、粗粒材は、圧延方向よりも板幅方向に CCB し、かつ曲げた方が大きく、しかも多くのき裂が発生した。

おわりに、試料をご提供いただきました株式会社神戸製鋼所に心より感謝致します。また、実験に協力された川口通広君ならびに阿久津智也君に感謝致します。

参 考 文 献

- 1) 鋸屋正喜, 私市 優, 石山成志: 鉄と鋼, **72** (1986), 649-656.
- 2) 日本チタン協会編: チタンの加工技術, 日刊工業新聞社, (1992), pp. 69-100.
- 3) 松本 啓: チタン, **24** (2004), 204-208.
- 4) Y. Takayama, M. Yamaguchi, T. Tozawa, H. Kato, H. Watanabe and T. Izawa: Proc. fourth Intern. Conf. on Recrystallization and Related Phenomena (JIMIS10), The Japan Institute of Metals, (1999), pp. 321-326.
- 5) 高山善匡, 西郷宜恭, 高橋隆一, 加藤 一: 軽金属, **52** (2002), 566-571.
- 6) Y. Takayama, T. Miura, H. Kato and H. Watanabe: Materials Transactions, **45** (2004), 2826-2831.
- 7) B. L. Adams, S. I. Wright and K. Kunze: Metall. Trans., **24A** (1993), 819-831.
- 8) F. D. Rosi, C. A. Dube and B. H. Alexander: Trans. AIME, **197** (1953), 1191.
- 9) E. Hyne: Metallographist, **6** (1903), 37-64.
- 10) 高山善匡: 軽金属, **44** (1994), 48-56.
- 11) 笹野久興, 木村啓造: 日本金属学会誌, **41** (1977), 933-939.
- 12) 大内千秋: まてりあ, **37** (1998), 22-26.