圧延加工したチタンの高温機械性質と組織について

山根 寿己* 上田 実彦*

Mechanical properties at high temperature and optical
electron microstructures of rolled titanium.

(UDC 669.224-12: 620.172.251)

YAMANE Toshimi* · UEDA Jitsuhiko*

Mechanical properties such as tensile strength, hardness, elongation, and Charpy impact value, as well as optical microstructures and thin foil electron microstructures of a commercial pure titanium plate were investigated to find the cause of ductility deterioration at the temperatures below 550°C.

The following results of experiments were obtained.

- (1) Densities and figures of deformation twins and dislocations caused by rolling at room temperature were different from those of at high temperatures.
- (2) Cell structures and twin-like figures were observed in specimens rolled at 250 and 400°C by transmission electron microscopy.
- (3) The cause of ductility deterioration at between room temperature and 550°C was considered to correspond to the relation of the occurrence of slip and deformation with temperature in various systems.

(Received Feb. 7, 1966)

1. 緒 言

稠密六方金属は立方晶の金属と比較してその機械的性質の温度依存性は特異な変化を示すといわれている。チタンはある温度範囲において伸びの低下する現象が観察され、またクリープ試験結果でも同様の伸びの低下が認められている¹⁻³⁾。この現象は不純物に著しく影響されるといわれており、ひずみ時効硬化⁴⁾、粒界すべり⁵⁾などもその原因であるといわれているが、現段階では解明しつくされたとはいえない。このチタンの高温機械的性質を不純物含有量の同じ試料について総合的に調べた研究、あるいは組織との関連性を調べた研究は筆者の知る限りではいまだ発表されていないように思われる。

本研究では工業用純チタンを試料とし室温から 800°C までの引張り性質と硬さと -100°C から 400°C までのシャルピー衝撃値を測定し、一方高温変形による組織の変化を調べて機械的性質との関連性を論ずることにした。

2. 実験方法

実験に用いたチタンは 6 mm 厚さの板でその化学組成を **Table 1** に示す。

Table 1 Chemical composition of specimen in weight %.

H	O	N	Fe	Si	C	Ti
0.0012	0.016	0.004	0.081	0.015	0.011	Bal.

この板から引張り試験片を切り出した。引張り試験片は幅 5 mm で前に報告したものと同じである⁶⁾。シャルピー試験片は 5mm×板厚、長さ 55mm で 2mm 深さの V ノッチを板厚面の圧延方向に平行な方向を面につけた。すべての試料はまず 750°C に 30 分間保持後空冷した。高温引張り試験片の加熱は大気中の電気炉で行ないシャルピー衝撃試験片の室温より高い温度保持はソルトバスで低温保持はアルコールとドライアイス混合物中で行ない高温硬さは真空中で測定した。

板の加工法は圧延を採用した。圧延加工を採用した理由は(1)圧延加工後の急冷が速やかに行なえる。(2)圧延および焼きなましに伴う組織変化のデーターが多い^{6,7)} (3)均一加工組織がえやすいためである。加工要領は試料をまず電気炉中で各加工温度に 30 分以上保持し、圧延した。圧延速度は 50cm/sec で圧延ロールのすぐ傍にバケツを用意しこの中に圧延直後直ちに試料を水焼入れした。

* 日立造船技術研究所

Technical Research Laboratory, Hitachi Shipbuilding & Engineering Co, Ltd

(a) 25% rolled at room temperature.

(b) 32.5% rolled at 250°C.

(c) 35.0% rolled at 450°C.

(d) 42.5% rolled at 700°C.

Photo. 1 Microstructures of specimens rolled at elevated temperatures and then quenched in water. $\times 200$ **Fig. 1** The relation between mechanical properties of titanium and temperature.

圧延開始から急冷までの所要時間は1秒以内であった。圧延は一回パスで所定の加工度を与えた。

顕微鏡観察は、この圧延急冷した試料の圧延面で行なった。組織観察のための腐食は前に報告したと同じ⁷⁾である。電子顕微鏡による直接観察は試料の圧延面を化学研磨により薄膜にして行なった。電子顕微鏡は日立製作所製のHu-10型を用い、75kVで操作した。

8. 実験結果

3.1 焼きなました試料の高温性質

焼きなました試料の機械的性質の温度依存性を **Fig. 1** に示す。引張り強さと硬さは温度が高くなると徐々に減少している。この試料の再結晶温度は約500°Cであるが⁶⁾この両者には再結晶の影響は特に認められない。

高温伸びと衝撃値の変化は特異な挙動を示している。室温から300°Cまでは試験温度の上昇につれて伸びと衝撃値が低下する。300~400°Cで衝撃値はさらに低下するが伸びは少し良くなり400~600°Cで再び温度上昇とともに減少する。600°C以上になると伸びは著しく良好となる。室温以下の衝撃値は-100°Cまで変化しない。600°C以上で伸びが大きいのは引張り変形と同時に再結晶がおきるためであろう。室温から500°Cの範囲で伸びと衝撃値が温度上昇とともに下るといふ特異な変化については後で考察する。

高温で加工するときに生ずる双晶の観察を圧延加工した試料について行なった。その結果を **Photo. 1** に示す750°Cで30分間焼きなました試料には別報⁹⁾のように双晶は見られず α 単一相の結晶粒が見られる。室温で25%圧延すると**Photo. 1** (a)のように多数の細い双晶が見ら

(a)

(b)

Photo. 2 Thin foil microstructure (by electron microscope) of specimen rolled to 25.0% at room temperature.

る。室温での圧延に伴う組織の変化はすでに発表⁹⁾したが約10%の圧延から多数の双晶が認められるようになり圧延率が增大するにつれて双晶も増加し、変形組織を示すようになる。**Photo. 1** (b), (c), (d) には250°Cで32.5%、450°Cで35%、700°Cで42.5%圧延して直ちに急冷した試料の組織を示している。**Photo. 1** (b), (c) は**Fig. 1** の伸びが特異な変化を示した温度に対応している。室温圧延の**Photo. 1** (a)と比較すると(b), (c)は、著しく異っている。すなわち、変形温度が高くなると室温加工(a)に比べて双晶の数が少なく、また冷間圧延で生成した双晶は幅がせまく細いのに対して**Photo. 1** (b), (c) では幅が広く大きい。圧延率は**Photo. 1** (b), (c)の方が大きい。この他圧延板の断面をすべて検鏡したがいずれの部分においてもこの傾向は認められた。室温で圧延をしてこれらの温度に加熱すると回復がおこるが⁹⁾ 回復は顕微鏡組織には変化をおよぼさないからこの現象は圧延加工温度のみの影響と考えられる。700°Cでの圧延は再結晶温度より高い温度であるため様子が他の温度での加工と違っている。この温度における試料の双晶は非常に細い。

(a)

(b)

Photo. 3 Thin foil microstructure (by electron microscope) of specimen rolled to 32.5% at 250°C and then quenched in water.

3.2 高温圧延板の薄膜観察

室温で圧延したチタンの薄膜直接観察によると多数の転位ループが形成され多くの曲った転位が生成する。室温で塑性加工した場合の詳細はすでに報告したので⁶⁻⁹⁾、ここでは一例のみを示す。**Photo. 2** は室温で25%圧延した試料の直接観察組織を示す。**Photo. 2** (a) には双晶と考えられる帯状の模様が存在しその地に多数の点が見える。この点は小さな転位ループと考えられる。**Photo. 2** には転位の線と点状に見える転位ループらしいものが存在する。転位の線は〔0002〕方向に並んでいるように見える。

250°Cで32.5%圧延し水焼入れした試料の直接観察組織は**Photo. 3** に示す通りである。**Photo. 3** (a) に平行な帯模様(双晶と考えられる)と地に転位の網が認められる。ここには示していないが〔1010〕方向に平行な幅が0.1 μm程度の帯状の模様も見られた。**Photo. 3** (b) には細い双晶らしいものの集合した縞模様が見られる。**Photo. 4** は450°Cで35.0%圧延した試料の直接観察組織を示す。この場合には(a)に見られるような小傾角境界、あるいは(b)のセル構造が存在するのが特長で(c)のような双晶は**Photo. 3** の場合と同様に観察された。**Photo. 5** は700°Cで15.0%圧延した試料の直接観察組織である。〔1010〕に平行な模様が見られているが加工中にすでに再結晶しているらしくセル構造および転位ループのようなものは認められていなかった。

(a)

(b)

(c)

Photo. 4 Thin foil microstructure (by electron microscope) of specimen rolled to 35.0% at 450°C and then quenched in water.

3.3 冷間予圧延板の高温性質

あらかじめ冷間圧延したあとの機械的性質の温度依存性を調べた結果を **Fig.2** ~ **Fig.5** に示す。**Fig.2** と **Fig.3** にはそれぞれ引張り強さと硬さの温度依存性を示す。室温の強度は圧延により高くなるが試験温度が高くなると軟化し 600°C をこえると焼きなまし材と同じになる。伸びは **Fig. 4** に示すように冷間圧延により低下し試験温度の上昇につれてわずかに回復する。550°C をこえると急激に増大するのは再結晶の影響のためであろう。室温から

Photo. 5 Thin foil microstructure (by electron microscope) of specimen rolled to 15.0% at 700°C and then quenched in water.

Fig. 2 The relation between tensile strength of cold rolled titanium and test temperature.

550°C までの伸びの増加は加熱による回復現象の影響であると考えられる。衝撃試験結果を **Fig. 5** に示す。10%冷間圧延の場合はほとんど温度依存性がなく、30%とか50%冷間圧延した試料は約 100°C から増大している。この変化は伸びと同じように回復の影響と思われる。

4. 考 察

純チタンの機械的性質の温度依存性を調べた報告は過去にかなりある¹⁻⁴⁾ が研究により異なった結果をえている。本研究でえられたと同じように100°Cから500°Cあたりの領域で延性低下を認めたものと単に温度上昇につれて伸びの増大を認めたものがある。これらの挙動は不純物に影響されることが特長である。クリープについても同じような延性低下が認められている。衝撃強さに関

Fig. 3 The relation between hardness of cold rolled titanium and test temperature.

Fig. 4 The relation between elongation of cold rolled titanium and test temperature.

しては二・三の報告があるが本研究のように焼きなまし材で温度の上昇とともに低下する(室温から400℃の間)ことを観察した研究はない。

本研究で観察されたような室温から再結晶温度までの領域における伸びの低下および衝撃値の低下する理由として可能性のあるのは、(1)結晶粒界すべり⁹⁾、(2)ひずみ時効⁴⁾、(3)すべり系の温度依存性、(4)双晶系の温度依存性である。これらを各項目別に検討してみる。

(1)結晶粒界すべり、再結晶温度以下では延性の低下現象はチタンの純度の高いほどこの傾向が大きいことは明らかにされている¹⁾。この延性低下の原因を Rhines と

Fig. 5 The relation between impact value of cold rolled titanium and test temperature.

Wray⁵⁾は結晶粒界すべりであると解釈している。しかしこの現象は再結晶に付随した現象であるという研究結果からして考えると本研究の室温から400℃の温度領域は粒界すべりにその原因を求めるのは無理であろう。

(2)ひずみ時効^{10,11)}、チタン格子間原子として侵入する不純物は炭素、窒素、酸素および水素等がある。この固溶不純物原子がひずみにより析出を促進させられるいわゆるひずみ時効により伸びが減少することは容易に考えられる。しかし高純度のチタンほどこの延性低下が著しいという事実¹²⁾はこの考えでは説明出来ない。

(3)すべり系の温度依存性、室温におけるチタンの主すべり系は柱面すべりであるが温度が高くなると他のすべり系たとえば底面すべりの臨界せん断応力が減少するために活性化することなどは十分考えられる。本研究では400℃で圧延した試料の直接観察組織に転位のセル構造が見られこの構造は室温圧延した試料には見られなかった事実からこの予想の可能性を裏付けている。この傾向と高温の延性低下が直ちに結びつくかどうか現段階では不明であるが、一応この考えは成立するものと考えられる。(4)双晶系の温度依存性、変形双晶は一般に低温でかつ変形速度が速いほどおこり易い。本研究において、Photo. 1に見られたように加工温度により観察しうる双晶の量と形態が異なっている。これは変形双晶の出来やすさの温度依存性のためであると考えられる。チタンが室温において延性に富むのは変形双晶が出来やすく変形双晶がすべりを助けるためであると考えられる。したがって高温変形で迂りを助けるべき双晶が生成し難くなると延性を

下げる可能性もあると考えられる。

5. 総 括

以上の実験結果を総括すると次のようになる。

- (1)工業的に純なチタンは室温から約 550℃において延性と衝撃値の低下を示す。それ以上の温度ではこれら両者の機械的性質は上昇する。
- (2)高温で圧延した試料に存在する変形双晶は顕微鏡組織で室温圧延で生成した双晶と密度と形状が異なっていた。
- (3)高温圧延した試料の薄膜直接観察をした結果 250℃と 400℃圧延のものに転位セル構造が観察された。また帯状の双晶と思われる模様も観察された。
- (4)室温から約 550℃までの延性低下の原因を検討しすべり系と変形双晶の生成しやすさの温度依存性に起因するのではないかという考察を行なった。

参 考 文 献

- 1) W. W. Suiter: J. Inst. Metals, Vol. 83, 1955, P. 460.
- 2) F. D. Rosi and F. C. Perkins: Trans. Amer. Soc. Metals, Vol. 45, 1953, P. 972.

- 3) W. R. Kiessel and M. J. Simott: Trans. Met. Soc. AIME, Vol. 197, 1953, P. 331.
- 4) A. D. McQuillan and K. K. McQuillan: Titanium (Butterworths, 1956). P. 351.
- 5) F. N. Rhines and P. J. Wray: Trans. Amer. Soc. Metals, Vol. 54, 1961, P. 117.
- 6) T. Yamane and J. Ueda: Trans. Jap. Inst. Metals, Vol. 4, 1963, P. 242.
- 7) T. Yamane and J. Ueda: Trans. Jap. Inst. Metals, Vol. 5, 1964, P. 214.
- 8) T. Yamane and J. Ueda: Trans. Jap. Inst. Metals, Vol. 7, To be published.
- 9) T. Yamane and J. Ueda: Trans. Jap. Inst. Metals, Vol. 5, 1964, P. 185.
- 10) H. A. Lipsitt and D. Y. Wang: Trans. Met. Soc. AIME, Vol. 221, 1961, P. 918.
- 11) A. T. Churchman: Acta Met, Vol. 3, 1955, P. 22.
- 12) R. T. Wasilewski: Trans. Amer. Soc. Metals, Vol. 56, 1963, P. 221.

(p.45 より)

modulus and internal friction of metals. S. S. Lanting and H. A. Waterman. J. scient. Instrum., **41** (10), 605-608, 1964. (Abstracted in Metall. Abstr., **32** (14), 1165, Oct., 1965).

- * Chemical effects on wear in the lubrication of aluminium. R. S. Montgomery. Wear, **8**(4), 289-302, Jul.-Aug., 1965. (Abstracted in Battelle tech. Rev., **14** (10), 293a, Oct., 1965).

* Use in industry of elasticity measurements in metals with the help of mechanical vibrations. GB radfield. National Physical Laboratory. Notes on Applied Science No. 30, 160 pp. 1964.

- * X-ray testing of thick joints in layers. A. P. Semenov and V. G. Shcherbinskii. Svar. Proizv., **12** (7), 18-19, Jul., 1965. (In Russian). (English translation Weld. Prod., (7), 33-34, Jul., 1965).