工業用純チタンの圧延並びにその再結晶組織*

五 弓 勇 雄** 鈴 木 寿** 関 文 男**

Isao Gokyu, Hisashi Suzuki and Fumio Seki : Studies on Rolled and Annealed Textures in Commercially Pure Titanium. The textures for cold-rolled and annealed commercially pure titanium may have never been reported, for all the informations on iodide titanium. Here preferred orientations developed in this material are, in detail, investigated and are compared with the results already shown. The experimental results obtained in five specimens having different reductions are a little different from those in iodide titanium, as follows : (1) Cold-rolled texture is such shown $25\sim 30^\circ$ rotated $\{0002\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ texture about the axis of rolling direction. In the basal plane pole figure, there develops the texture like that from compression, spread approximately 15° and $25\sim 30^\circ$ about the rolling and the cross direction respectively. These textures are mainly explained by the twinned orientations of the first order. (2) Annealing texture at less than 600° retains the cold-rolled texture, and at 700° shows a component explained by the cold-rolled and recrystallized one already noticed in the cold-rolled. Recrystallized texture is shown by approximately 25° rotation of $\{0002\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ texture about the axis before mentioned and is clearly described by a 30° rotation about the $\langle 0002 \rangle$ direction held with cold-rolled texture. Recrystallized and its basal plane double texture become more pronounced the higher the reduction and the annealing temperature. The recrystallized texture is the same as the high temperature annealed, even after the transformation.

(Received November 10, 1953)

I. 緒 言

チタンは軸比 $c/a=1.587$ であつて、最稠密の場合の $c/a=1.633$ より小なる軸比を持つ六方晶金属の一つである。 $c/a>1.633$ である一般の六方晶金属の亜鉛及びカドミウムの場合は、常温にて $\bar{1}1\bar{2}$ 面は $\{0002\}$ 底面、双晶面は $\{10\bar{1}2\}$ 面であることは周知の事柄である。チタンにおいては底面による $\bar{1}1\bar{2}$ を行わず、 $\{10\bar{1}0\}$ 柱面及び $\{10\bar{1}1\}$ 錐面が $\bar{1}1\bar{2}$ 面となり双晶面としては $\{10\bar{1}2\}$ 面に加うるに $\{11\bar{2}1\}$ 及び $\{11\bar{2}2\}$ 面があると報告されている⁽¹⁾。軸比 c/a の値が 1.633 の値より大きい小さいかにより、 $\bar{1}1\bar{2}$ 面及び双晶面がこのように変化することは、六方晶金属の変

形聚合組織が c/a の大小により変化して、変形組織が二大別されるであろうことは予想に難くないことである。亜鉛及びカドミウムにおける圧延組織は六方晶底面が圧延方向に分散するのに反し、ベリリウム及びジルコン等においては横方向の分散となり而も圧延方向に第二種対角線 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方向が平行となつており、明らかに変形機構の相違を裏書している。沃度法によるチタンについての聚合組織の結果は既に報告されている⁽²⁾⁽³⁾が、これによればチタンの組織もベリリウム及びジルコンの系列に属して、亜鉛及びカドミウムとは対比的であつた。本報には国産のクロール法による工業用純チタンについての圧延並びにその再結晶組織を詳細に述べるが、実験の主旨はこの種のチタンに関する報告が現在なおなされていないからばかりでなく

** 東京大学工学部冶金学教室

* 五弓, 鈴木, 関, 1953年10月本会仙台大会に発表

(1) F. D. Rosi, C. A. Dube and B. H. Alexander, J. Metals, Feb (1953), 257.

(2) H. T. Clark, Jr, J. Metals, Sep. (1950).

(3) C. J. McHargue and J. P. Hammond, J. Metals, Janu. (1953), 57.

Cold-rolled (a)

{0002} planes

{10 $\bar{1}$ 0} planes{10 $\bar{1}$ 1} planes

Fig. 1. Cold-rolled 84.0 % in specimen A.

• ...{0002} <10 $\bar{1}$ 0
rolling direction.
× ...{0002} <11 $\bar{2}$ 0
rolling direction.

Fig. 2. Cold-rolled 88.0 % in specimen B.

• ...{0002} <10 $\bar{1}$ 0
R. D.
× ...{0002} <11 $\bar{2}$ 0
R. D.

Fig. 3. Cold-rolled 91.6 % in specimen X.

• ...{0002} <10 $\bar{1}$ 0
R. D.
× ...{0002} <11 $\bar{2}$ 0
R. D.

Fig. 4. Cold-rolled 75.0 % in specimen Y.

• ...{0002} <10 $\bar{1}$ 0
R. D.
× ...{0002} <11 $\bar{2}$ 0
R. D.

Fig. 5. Cold-rolled 55.4 % specimen Z.

• ...{0002} <10 $\bar{1}$ 0
× ...{0002} <11 $\bar{2}$ 0

Fig. 1~5 Pole figures for commercially pure titanium

cold-rolled to various degrees and annealed 30 min at 700°.

$c/a < 1.633$ の金属としてのチタンが如何なる挙動を示すものであるか、そして圧度法によるチタンとどのような異同があるかを明らかにすることにある。

II. 試料及び実験方法

試料は Table 1 に示した通りであり、A は焼結後熱間鍛造、熱間圧延を経て 80.5% の冷圧後、中間焼鈍 (700°

Table 1 Specimens.

Specimens	Cold-rolling reduction (%)	Thickness (mm)
A	84.0	0.012
B	88.0	0.033
X	91.6	0.200
Y	75.0	0.600
Z	55.4	0.970

×1hr 真空中) を行つて最終冷間圧延度 84.0% としたものである。B, X, Y, Z は電弧熔融後同一操作を経て、B は真空中で $700^\circ \times 1\text{hr}$, X, Y, Z は KNO_3 中で

$700^\circ \times 30\text{min}$ の中間焼鈍後、Table 1 に示した圧延度の圧延を施したものである。各試料は何れも大阪チタン KK 製のスポンジチタンを用い純度は 99.0~99.5% の範囲にあり、A 以外は住友金属工業伸銅所で熔製した。

焼鈍組織を検討するための熱処理は、各試片とも 600, 700, 800 及び 950° にて 5, 10 及び 30 分、 KNO_3 の塩浴中で行い試料の酸化を防止した。 950° 焼鈍は焼鈍組織に及ぼす六方→体心→六方の変態の影響を調べるためであつた。

上記の各試料は弗酸で両面を腐蝕し、X, Y, Z 試片は 1/10 mm 以下の厚みとなし X 線用試片とした。X 線撮影は $\text{CuK}\alpha$ を使用し電圧 40 kV, 管球電流 6 mA, 1 hr 露出にて行つた。各試料とも圧延方向及び横方向の両軸に関してそれぞれ 10° 宛、また必要の場合は所定の角度だけ回転しこの位置において廻折写真を撮影した。写真に対しては試片による吸収の補正を行い {0002}, {10 $\bar{1}0$ } 及び {10 $\bar{1}1$ } 極点図を描記しこれ等三極点図から圧延及び再結晶組織の検討を行つた。なおこの際使用したチタンの格子常数は H. T. Clark の報告⁽⁴⁾によつた。

III. 実験結果及び考察

始めに各試料の圧延組織及びこれ等試料を $700^\circ \times 30\text{min}$ 焼鈍した場合の組織について順次説明し、その他の焼鈍試料についてはその後に要約して述べることにする。紙面の制約上これら後者の極点図は省略した。

A. 試料: Fig. 1(a) に本試料の冷圧組織の {0002}, {10 $\bar{1}0$ } 及び {10 $\bar{1}1$ } 極点図を掲げた。底面の極点図から直ちに判ることは横方向の分散が大きいことであり、またこれ等分散は縦方向の分散 (凡そ 15°) と連続して、チタンにおける圧縮聚合組織⁽⁶⁾が横方向に伸びた形状になつていることである。

McHargue⁽⁹⁾の発表した圧度法によるチタンと異り冷圧状態で横方向に極点の分離が認められない。Fig. 1(a) の柱面の極点図を見れば冷圧組織として {0002} <10 $\bar{1}0$ > 組織が圧延方向を軸として 30° の回転をした組織であることが判る。この事は同図の錐面の極点図からもいい得ることであり、錐面の極点図も McHargue のものとかなり相違している。

$700^\circ \times 30\text{min}$ 焼鈍を行つた組織は Fig. 1(b) に示した。底面の極点図は焼鈍により横方向に分離するが、僅か圧延方向の分散があつて二次黒化部分によつて連続している。この場合 McHargue の結果では完全に分離している。同図の柱面及び錐面の極点図からは再結晶組織として {0002} <11 $\bar{2}0$ > 組織が圧延方向を軸として 27° の回転位置にある組織を生じなお冷圧組織の残留が認められている。

B 試料: 焼結した A 試料における上記の結果は B 以下の各試料についても略々同様であるが多少の相違点もある。即ち本試料の Fig. 2(a) を検討すれば、圧延状態における底面及び柱面の極点図は略々 A 試片と同料であるが、錐面の極点図に形状の相違を認める。冷圧組織は {0002} <10 $\bar{1}0$ > 組織が圧延方向を軸として 30° 回転した組織であり A 試料と同様であつた。なお圧延方向の分散は凡そ 16° であつた。錐面の極点図から観察される {0002} <11 $\bar{2}0$ > 25° 回転組織が僅かみられるの A は試料より高圧延度である本試料において特徴的であつた。

焼鈍後の組織は Fig. 2(b) に示したが、底面の極点図は A 試片と同様に二次黒化部によつて連続する 2 極点に変化し横方向の分散は不連続になつてい。以下の X, Y, Z 試料にても本試片と同一傾向にあつた。柱面及び錐面の極点図より焼鈍組織は冷圧組織の残留に {0002} <11 $\bar{2}0$ > 25° 回転組織の共存することが認められる。なお錐面の極点図は A 試片と異なり横方向の分散が著しい。また圧延組織中に再結晶聚合組織と同一の結晶方位を持つ結晶の存在が僅かながら認められた。

X 試料: 上記 A 及び B についての結果は細部において既報告結果と相違しているので、X 以下の試料は更に定量的結果を得るため、同一経歴を有する素材から調製したものである。高圧延度 91.6% を持つ X 試料の冷延組織は Fig. 3(a) に示す如くやはり前記試料と略々同一傾向にあるが、就中冷延度 88.0% の B 試料に類似している。集積度は他の試料よりも良く、例えば底面の極点図の中央は完全に空白となつてい。組織は {0002} <10 $\bar{1}0$ > 26° 回転のものであり圧延方向に凡そ 15° の分散がある。この聚合組織中には B 試料と同様再結晶聚合組織の要素を含むが、これ等は高加工度において生ずると思われる。

焼鈍組織は Fig. 3(b) に示した。底面の極点図における分離した 2 極点間の距離即ち分離度は A, B 試料と同程度である。柱面及び錐面の極点図から焼鈍組織は {0002} <11 $\bar{2}0$ > 26° 回転の典型的再結晶組織を示していることが判る。またかかる組織と冷圧組織とは <0002> 軸 30° 回

(4) H. T. Clark, Jr., J. Metals, Sep. (1949), 588.

(5) D. N. Williams and D. S. Eppelsheimer, J. Metals, June, (1952), 615.

転関係によつて説明出来ることは明らかである。沃度法によるチタンの結果とは極点図の形状にやや差違がある。即ちこの場合、柱面の極点図において上下の極点は横方向に連続しており、錐面の極点図においては極点が個々に存在して連続していない点等である。これ等再結晶聚合組織は B 試片の場合と同様に加工中に生じた新方位と関連があると考えられる。

Y 試料： 圧延及び再結晶組織は Fig. 4 (a), (b) に示した。冷圧状態で同じく $\{0002\} \langle 10\bar{1}0 \rangle 26^\circ$ 回転の組織及び縦方向分散凡そ 14° を示すが集積度は各試料に比して悪く就中焼鈍組織において著しい。また底面の極点図における極点の分離度は悪く両極点は前記の何れの試料よりも近接している。焼鈍組織は冷圧組織の残留に $\{0002\} \langle 11\bar{2}0 \rangle 26^\circ$ の回転組織が共存している。

Z 試料： 低圧延度 55.4% のものでその極点図を Fig. 5 (a), (b) に示したが集積度は更に悪い。冷圧組織は依然 $\{0002\} \langle 10\bar{1}0 \rangle 25^\circ$ 回転の組織であり、焼鈍組織は略これ等の残留と推定される。 $\{0002\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 組織が僅か存するが、これは中間焼鈍及び試料の経歴に依存していると考えられる。

次に各試料を 600, 800 及び 950° の各温度にてそれぞれ 30 分、10 分及び 5 分焼鈍を行つたが実験結果を既述の 700° 焼鈍の場合と比較して要約する。各場合の極点図は質的に既述の結果と大差無いので掲載を省略した。

$600^\circ \times 30 \text{ min}$ 焼鈍では、回復によるものと思われるが各試片とも冷圧組織が鮮鋭に残留した。 $800^\circ \times 10 \text{ min}$ 焼鈍では、A, B, X, Y 試片は 700° 焼鈍の場合より $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向を圧延方向に平行とする再結晶組織が優越して来た。この際 Z 試片には冷圧組織が残留した。 $950^\circ \times 5 \text{ min}$ 焼鈍の結果は一層再結晶組織を生じ易く高温焼鈍の効果を示すのみであつた。チタンにおける六方密格子より体心立方格子の変態機構はジルコン⁽⁶⁾における同様 $\{110\}$ 体 $\parallel \{0002\}$ 面； $\langle 111 \rangle$ 体 $\parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 面になると推測されるが、本実験結果によれば変態点以上の熱処理を行つてもなお再結晶組織が鮮鋭化するだけで聚合組織に根本的な変化がな

い故、この場合の変態は結晶学的に可逆的に特定方向へ行われる極めて簡単な機構によると考えられる。

圧延度と焼鈍条件とを変化させた場合は、以上の結果より焼鈍条件が一定であれば高圧延度のも程、また圧延度が一定であれば高温焼鈍を行う程 $\{0002\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 型の再結晶組織を鋭く生じ易いことが判る。

以上の如き工業用純チタンの冷圧聚合組織の発生機構として、その横方向への分散は Zn の場合⁽⁷⁾ と同様に一次の双晶方位により説明出来、チタンは亜鉛と異なり一次双晶が迂り回転を行い方位変化をすることは容易でないためにかかる分散を示すと推定された。また底面の極点図が円環状となるのは $\{11\bar{2}2\}$ 型双晶による双晶方位に依存すると考えられ、更に $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ が圧延方向に平行になる問題は圧延方向に $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向を平行とするよりも $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方向を平行にする方がより圧延変形が容易であり、従つて $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方向が最終安定方向となり得ることから説明出来る。これ等の詳細については後報にゆずることとする。

VI. 総 括

国産の工業用純チタンについて、X 線的に圧延及び再結晶聚合組織を調べた結果は次の通りであつた。

(1) 冷間圧延聚合組織は $\{0002\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ 組織が圧延方向を軸として $25 \sim 30^\circ$ 回転した組織であつて、沃度法によるチタンと略く同一結果である。

(2) 底面及び錐面の極点図は沃度法によるチタンの場合と相違し、就中底面の極点図が圧縮組織に類似し、圧延方向へも底面の分散（凡そ 15° ）のある点の特徴的であつた。

(3) 冷圧組織は一次の双晶方位等より説明出来る。

(4) 再結晶聚合組織は $\{0002\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 組織が圧延方向を軸として凡そ 26° 回転した組織であつて、冷圧組織と $\langle 0002 \rangle$ 軸 30° 回転関係により関連づけることが出来る。

(5) 高圧延度の試料程、また高温焼鈍を行う程かかる再結晶を生じ易く、そして底面の極点図は極点が横方向に分離し易く、分離した極点の距離が大となる。

(6) 再結晶組織に及ぼす変態の影響は認められなかつた。

(7) 再結晶聚合組織は高加工中に生ずる結晶方位と関連があると考えられた。

(6) W. G. Burgers, Physica, **1** (1934), 561.

(7) 五弓, 鈴木 本誌, **18** (1954), 3号予定.