

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 8 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560915

研究課題名(和文)異周速圧延法によるチタン板材の集合組織制御と高性能化

研究課題名(英文)Texture control and enhancement of performance for pure titanium sheets using differential speed rolling

研究代表者

黄 新ショウ (HUANG, XINSHENG)

独立行政法人産業技術総合研究所・構造材料研究部門・主任研究員

研究者番号：80415679

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000円

研究成果の概要(和文)：JIS2種の純チタンに対して異周速圧延を行い、プロセス条件が圧延材の集合組織に及ぼす影響を調査し、また、成形性に与える影響を調査した。また、異なる不純物濃度を持つJIS1種、2種と3種の純チタンに対して、等速圧延と異周速圧延を行い、不純物濃度が材料組織、成形性と機械的特性に与える影響を調査した。その結果、適正なプロセス条件を突き止め、集合組織の形成メカニズムを明らかにした。異周速圧延材は比較的等方な集合組織を示し、面内異方性が相対的に低いため、すべての純度の純チタンにおいて、より高い張出し成形性を示した。

研究成果の概要(英文)：Differential speed rolling was carried out on pure titanium (grade 2) to investigate the influences of processing conditions on texture and formability. In addition, for pure titanium with different purities (grades 1-3), normal symmetric rolling and differential speed rolling were carried out to investigate the influence of purity on microstructure, formability and mechanical properties. As a result, proper processing conditions were obtained and the mechanism of texture formation during differential speed rolling was revealed. The sheets processed by differential speed rolling exhibited improved stretch formability for all grades due to relatively isotropic texture and thus weakened planar anisotropy.

研究分野：工学

キーワード：異周速圧延 純チタン 組織制御 成形性

1. 研究開始当初の背景

チタン(Ti)は耐食性、耐久性、軽量性、高比強度、生体適合性などの面で優れた特性を持つため、Ti板材は発電プラント、海水淡水化プラント、船舶、化学工業、輸送機器、建築、生体などの分野で使用されている。今後、新グリーンエネルギー(海洋温度差発電、地熱発電、ごみ発電等)が本格的に利用されれば、厳しい使用環境に耐えられるTi板材の需要は格段に増えると予想される。Tiは地表部付近で豊富に存在するが、還元精錬の難しさが高純度Ti板材の高コスト化を招いている。現在、製錬分野では、カルシウム還元を利用した連続精錬法に関する研究が進められているが、現行のバッチ式のクロール法に比べて純度低下の問題点がある。

Ti中の代表的な不純物としては鉄と酸素が挙げられる。これらは、固溶効果により強度向上に寄与するものの、延性の劣化、成形性の劣化を招く要因となっている。JIS3種低純度Ti(99.3%)はJIS1種高純度Ti(99.6%)に比べて倍程度の高い機械的強度を示すが、張出し成形性の指標であるエリクセン値は半分程度である¹⁾。Ti素材の国内需要は、純Ti板材の需用が大半を占め、その主要な用途として、プレート式熱交換器板が挙げられる。本部材を作製するためには、高い張出し成形性が要求され、現状では、JIS1種の高純度軟質純Ti板材が使われている。仮に、板材の高強度化が達成できれば、板を薄くすることができ、伝熱効率を高めつつ、原材料の節約を達成することができる。すなわち、材料組織・集合組織の制御により、JIS3種低純度Tiに現状のJIS1種高純度軟質Tiと同等の成形性を付与することができれば、高比強度、高成形性、低コストを同時に実現することができ、Ti板材の用途・需用を飛躍的に向上させることができると期待される。

通常の等速圧延法で作製したTi板材は、六方晶(HCP構造)のc軸が板垂直方向から板幅方向に30°~40°傾いた集合組織を示す。この集合組織がTi板材の変形に大きな面内異方性を誘発し、張出し成形の限界を低めるだけでなく、曲げ成形性の面内異方性と深絞り変形の耳発生などの問題を招く。

一方、異周速圧延法は板厚方向全体に渡ってせん断ひずみを導入するプロセスであり、従来の圧延法と全く異なった塑性流動を板材に付与することができ、抜本的な板材の集合組織制御・結晶粒制御が可能である。筆者らは、これまでにTiと同じ結晶構造を示すマグネシウム(Mg)合金に対して異周速圧延を行い、汎用Mg合金(AZ31B)の室温張出し成形性を、集合組織制御により、アルミ合金並みに向上させることに成功している²⁾。この結果は、結晶異方性の大きいHCP金属の成形性が集合組織に強く影響されることを示唆している。筆者らは、JIS2種のTiに対する異周速圧延を試み、温間異周速圧延により、通常と異なる板面に垂直するc軸配向を示

す底面集合組織を形成することを発見し、張出し成形性の向上に効果があることを見出している³⁾。しかし、集合組織の形成メカニズムや、再結晶粒の生成メカニズムはいまだ明らかになっていないのが現状である。また、不純物が組織形成に及ぼす影響もまだ不明のままである。

参考文献:

- 1) 「チタンの加工技術」、(社)日本チタン協会編、日刊工業新聞社発行、79~86頁
- 2) X.S. Huang, K. Suzuki, N. Saito, *Scripta Materialia*, Vol.61 (2009) pp.445-448.
- 3) X.S. Huang, K. Suzuki, Y. Chino, *Scripta Materialia*, Vol.63 (2010) pp.473-476.

2. 研究の目的

本研究の目的は、集合組織制御により、低純度Tiに高純度軟質Tiと同等の成形性を付与することにある。そこで本研究では、異なる純度を有するTi板材を異周速圧延法により作製し、板材に導入されるせん断ひずみ、圧延集合組織と再結晶集合組織の形成に及ぼす影響を調査した。また、上記集合組織の形成メカニズムを調査した。

さらに、易成形性、高強度、低コストを兼ね備えた高性能純Ti板材を開発するための基礎的知見を導出するために、材料純度が集合組織、面内異方性、機械的特性、張出し成形性に与える影響を系統的に調査した。

3. 研究の方法

はじめに、JIS2種の純Tiに対して異周速比1.36の異周速圧延を行い、プロセス条件が材料組織と張出し成形性に与える影響を調査した。また、板材の集合組織形成過程を調査した。

次に、異なる不純物濃度を持つJIS1種、2種と3種の純Tiに対して、等速圧延と異周速圧延(異周速比1.36)を行い、不純物濃度が材料組織と張出し成形性に与える影響を調査した。その際の圧延温度は500~700とした。

さらに、異なる純度の純Ti(JIS1種、2種、3種)の等速圧延材と異周速圧延材の機械的特性を調査するとともに、引張変形中の組織変化を調査した。

張出し成形性の評価に際してはエリクセン試験を実施した。また、機械的特性と面内異方性の評価に際しては、引張試験を実施した。いずれも、焼鈍後の圧延材を対象とした。圧延、焼鈍および引張変形に伴う組織・集合組織の変化を調査するために、電子線後方散乱回折(EBSD)による測定を行った。

4. 研究成果

4-1. 異周速圧延プロセスの適正化と集合

組織形成過程の解明

はじめに、JIS2種の純Tiを異周速圧延(異周速比:1.36)するための圧延条件を調査した。具体的には、試料温度(室温~700)およびロール温度(室温~300)の最適化を行った。その結果、高い張出し成形性を得るための適正な圧延温度は、材料とロールの温度が同じ場合では300であり、また、ロール温度が150以下の場合、材料温度を500に設定すべきであることがわかった。なお、上記の条件で圧延を行うと、圧延後に面内異方性の小さい底面集合組織が形成される傾向があることを確認した。

また、焼鈍条件の最適化を行ったその結果、500では残留歪みの除去が不十分であること、700では結晶粒が粗大化すること、650で焼鈍すると最も優れた張出し成形性が発現することを明らかにした。

次に、異周速圧延(圧延温度500)を行った際の板材の集合組織の変化をEBSDにより測定した。その結果、c軸が板幅方向に約40°傾く初期集合組織が、すべり変形により誘起される変形結晶の格子回転により、徐々にc軸が板面に垂直する集合組織に変化することを明らかにした(図1参照)。この集合組織の変化は、底面すべりの活動が活発化したことを示唆している。

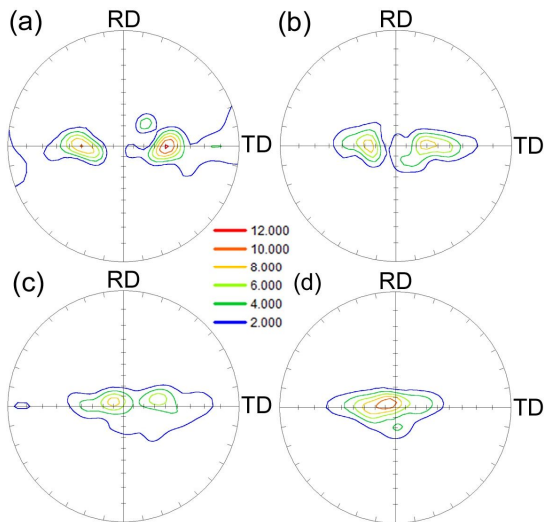


図1 (a)0パス、(b)4パス、(c)8パス、(d)12パスの異周速圧延により作製したJIS2種純Ti板材の(0001)面集合組織((a)は供試材の集合組織)

なお、異周速圧延材は、焼鈍を経ると通常の集合組織(板幅方向にc軸傾斜した集合組織)に戻る傾向がある。そこで、異周速圧延材の焼鈍前後の集合組織変化をEBSDにより調査した。その結果、圧延後の試料のせん断帯領域に、板幅方向に方位分散を持つ1 μ m程度の動的再結晶粒が存在し、それが、焼鈍中に優先的に成長することにより、板幅方向にc軸傾斜を示す集合組織を形成すること

を明らかにした。

Ti板材の成形性を改善するためには、焼鈍後も底面集合組織を維持することが重要であり、そのためには、圧延せん断帯の組織形成を制御することが重要であることが以上の結果から示唆された。

4-2. 不純物濃度が材料組織と成形性に与える影響の解明

異なる純度を持つ純Ti(JIS1種、2種、3種)に対して、等速圧延と異周速圧延を行い、EBSD測定を実施することにより、純度が集合組織形成に及ぼす影響を調査した。

圧延まま材に関しては、等速圧延、異周速圧延に関係無く、純Tiの純度の低下に伴って板幅方向へのc軸の傾斜角度が減少し、c軸が圧延面の垂直方向に配向する傾向があることがわかった。この集合組織の変化は底面すべりの活動が活発化することに起因するものと考えられる。

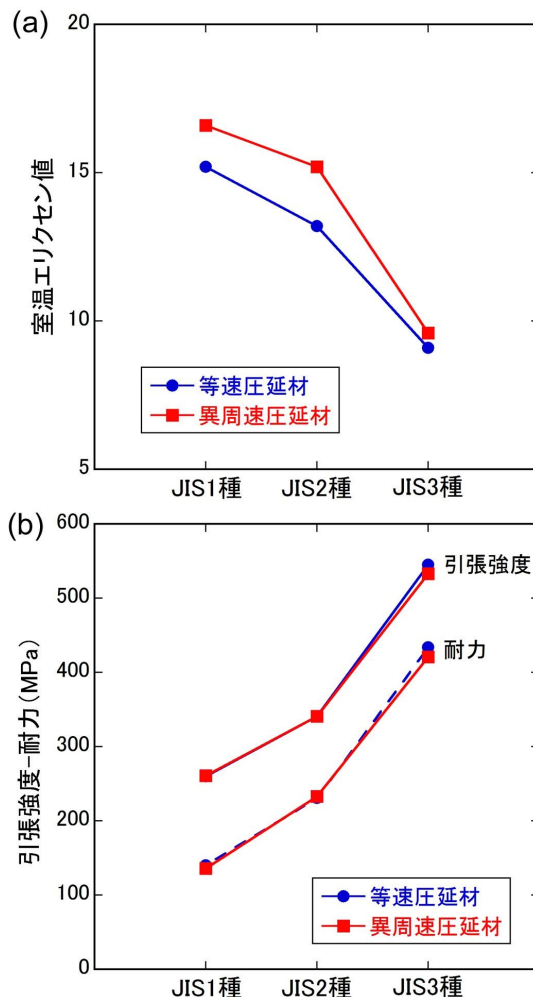


図2 JIS1種、2種、3種の純Tiの等速圧延材と異周速圧延材の(a)室温エリクセン値、(b)引張強度と耐力

いずれの種類純 Ti も、異周速圧延を適用すると、せん断歪みの導入により c 軸が相対的に圧延面の垂直方向にシフトすることを確認した。その結果、純度に関係無く、面内異方性の低減した集合組織が得られることを確認した。

なお、異周速圧延を適用すると、焼鈍を経ても、板幅方向への c 軸の傾斜角度が比較的に小さく、相対的に弱い面内異方性を示すことを明らかにした。また、不純物の濃度の増大に伴って、焼鈍中の結晶粒成長が遅れ、焼鈍材の結晶粒径が小さくなることわかった。

一連の実験より、JIS3 種材は高い強度を示すものの、低い延性を示すため、圧延時の割れを抑制するために、適切な条件（高い試料温度等）で異周速圧延を行う必要があることがわかった。圧延欠陥のない健全な板を対象としてエリクセン試験を行った（図 2 (a) 参照）。その結果、純度の低下に従って、等速圧延材の室温エリクセン値は JIS1 種、2 種、3 種の順で 15.2、13.2 と 9.1 と低下した。一方、異周速圧延材の室温エリクセン値は、16.6、15.2 と 9.6 であった。この様に、せん断歪み導入により、JIS2 種の張出し成形性を JIS1 種と同等まで改善することができることを明らかにした。

4 - 3 . 異なる純度の Ti 圧延材の機械的特性と引張変形中の組織変化の解明

異なる純度の純 Ti (JIS1 種、2 種、3 種) の等速圧延材と異周速圧延材の機械的特性および引張変形中の組織変化を調査した。その結果を図 2 (b) に示す。強度および耐力は、圧延方向に対して 0° 、 45° 、 90° の方向に引張試験を行った結果の平均値 $(= (X_{0^\circ} + 2X_{45^\circ} + X_{90^\circ}) / 4)$ である。等速圧延材と異周速圧延材の両方の試料共に、純度の低下に伴って (JIS1 種、2 種と 3 種の順に)、引張強度は 260MPa 程度から 540MPa 程度まで、耐力は 140MPa 程度から 430MPa 程度まで向上した。一方、破断伸びは 70% 程度から 30% 程度に、均一伸びは 40% 程度から 10% 程度に低下した。また、純度の低下に伴い、r 値は約 9 から約 5 に、n 値は約 0.2 から約 0.1 に低下した。なお、機械的特性の面内異方性は、材料純度の低下に伴って小さくなった。

異周速圧延材と等速圧延材の特性（強度、伸び、r 値と n 値の平均値）を比較した結果、双方に顕著な差は確認されなかった。なお、異周速圧延材は、等速圧延材よりも等方的な集合組織を示すため、面内異方性に関しては有意の差が現れ、異周速圧延材の方がより小さい面内異方性を示した。例えば、JIS2 種の場合、等速圧延材は 90° 引張方向の r 値が 0° 引張方向の r 値の 2.8 倍で、大きな面内異方性を示すのに対し、異周速圧延材は 1.6 倍まで低減した。

図 2 (a) に示す通り、JIS2 種異周速圧延材は JIS 1 種等速圧延材と比較して同等の張出し

成形性を示した。一方、図 2 (b) に示す通り、引張強度と耐力は、JIS2 種異周速圧延材の方が高い値を示した。異周速圧延材は比較的に等方的な集合組織を示し、耐力と r 値の面内異方性が相対的に低いため、純度が低い材料においても優れた張出し成形性が発現したと考えられる。

次に、9% の引張歪みを加えた純 Ti の等速圧延材と異周速圧延材を対象として、EBSD を用いた組織解析を行った。その結果、JIS1 種合金には、 85° 引張双晶と 65° 圧縮双晶が同程度に発生し、JIS 3 種合金には 85° 引張双晶が主に発生することを確認した。なお、等速圧延材と異周速圧延材の両方とも、引張変形に伴う顕著な集合組織変化が確認できず、面内異方性は引張変形前後で大きく変化しないことが示唆された。

以上のように、異周速圧延によるせん断ひずみ導入は集合組織制御に有効であり、面内異方性を低減することができ、その結果、純 Ti の張出し成形性を顕著に改善できることを明らかにした。

5 . 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 1 件)

X.S. Huang, K. Suzuki, M. Yuasa, Y. Chino, Microstructural and textural evolution of pure titanium during differential speed rolling and subsequent annealing, JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE, 査読有、49 巻、2014、pp. 3166-3176
DOI:10.1007/s10853-014-8019-4

[学会発表](計 1 件)

X.S. Huang, K. Suzuki, M. Yuasa, Y. Chino, Microstructure and stretch formability of pure titanium sheets processed by differential speed rolling, The international conference on processing and manufacturing of advance materials (THERMEC2013)、2013 年 12 月 03 日、Rio Hotel (ラスベガス、アメリカ)

6 . 研究組織

(1) 研究代表者

黄 新ショウ (HUANG, Xinsheng)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・構造材料研究部門・主任研究員

研究者番号：80415679