

© 1986 ISIJ

工業用純チタンの熱間変形抵抗と熱間加工後の再結晶挙動

論 文

瀬沼 武秀*・矢田 浩*²・吉村 博文*³
 原田 尚明*⁴・進藤 卓嗣*⁵・浜渦 修一*⁶

Deformation Resistance and Recrystallization of Commercially Pure Titanium in the High Strain Rate Hot Deformation

Takehide SENUMA, Hiroshi YADA, Hirobumi YOSHIMURA,
 Hisaaki HARADA, Takuji SHINDO and Shuichi HAMAIZU

Synopsis:

In this paper, the deformation resistance and recrystallization behavior in high temperature working (600–850°C) with high strain rates (2–150 l/s) which covers the most hot rolling conditions have been investigated.

In the usual hot rolling condition the dynamic recrystallization does not occur and the resistance to hot deformation is determined by the balance between strain hardening and dynamic recovery. The flow stress sharply increases with increase in the impurity content at higher purity condition while the hardening rate due to the increase in the impurity content becomes smaller if the range exceeds a certain value. The recrystallization and grain growth behavior of commercially pure titanium is similar to that of plain carbon steels in austenite phase. In commercially pure titanium deformation bands, which act as nucleation site for recrystallization, are more easily formed than in plain carbon steels.

The activation energy for hot deformation and recrystallization lies in a range between 220–260 kJ/mol which is nearly the same for low strain rate deformation.

1. 緒 言

純チタンの熱間変形挙動に関する研究は古くからなされ、ZWICKER¹⁾、CONRAD²⁾らが従来の知見をまとめて報告している。しかし、これらの報告にもみられるように従来の熱間加工の研究はクリーブを中心とした低ひずみ速度の変形が主体で熱間圧延条件 ($\dot{\epsilon}=1\sim 500\text{ s}^{-1}$) のような高速変形のデータはほとんど報告されていない。

ところが最近、需要の増加に伴い工業用純チタンの加工に鉄鋼用の熱間圧延設備を用いた大量生産方式が採用され始め³⁾、製品の寸法精度の向上および材質の最適製造技術の確立に、高速加工時の変形抵抗ならびに再結晶、粒成長、回復などの物理冶金の基礎現象を十分理解する必要性が高まった。

そこで、本報では、高速熱間加工シミュレーターおよび実験用圧延機を用いて、熱間圧延条件下で工業用純チ

タンの変形抵抗および再結晶、粒成長挙動を調べたので、その結果を考察を加え報告する。

2. 実験条件

2.1 供試材

Table 1 に本実験で用いたチタン材の化学成分を示す。表中の O* は CONRAD ら⁴⁾が提案した相当酸素量で常温での侵入型元素の強度に及ぼす影響を整理する時に使われる。材料の履歴は E3, E7, E8 材がホットストリップ圧延の粗圧延後のクロップ材、T1, T2, T3 は厚板圧延の仕上材、そして残りの材料は鍛造あるいは分塊圧延されたスラブからの切り出し材である。

2.2 実験条件

本実験は大別して4実験より成り立ち、実験1では、熱間変形抵抗を、実験2では再結晶挙動を熱間加工シミュレーターを用いて調べた。また、実験3と4は実験用

昭和 60 年 4 月 本会講演大会にて発表 昭和 60 年 7 月 1 日 受付 (Received July 1, 1985)

* 新日本製鉄(株)薄板研究センター Dr.-Ing. (Sheet & Coil Research Lab., Nippon Steel Corp., 1-1-1 Edamitsu Yahatahigashi-ku Kitakyushu 805)

*² 新日本製鉄(株)薄板研究センター 工博 (Sheet & Coil Research Lab., Nippon Steel Corp.)

*³ 新日本製鉄(株)光技術研究部 工博 (Hikari R & D Lab., Nippon Steel Corp.)

*⁴ 新日本製鉄(株)光技術研究部 (Hikari R & D Lab., Nippon Steel Corp.)

*⁵ 新日本製鉄(株)素材第2研究センター (Materials Research Lab.-II, Nippon Steel Corp.)

*⁶ 新日本製鉄(株)塑性加工研究センター (Material Forming Process Lab., Nippon Steel Corp.)

Table 1. Chemical compositions of c.p. titanium used in the experiments.

material	unit : wt % (at %)					
	O	Fe	N	C	H	O*
E 1	0.044 (0.132)	0.019 (0.016)	0.004 (0.014)	0.005 (0.020)	0.0007 (0.034)	0.056 (0.175)
E 2	0.049 (0.147)	0.024 (0.021)	0.004 (0.014)	0.004 (0.016)	0.0007 (0.034)	0.060 (0.187)
E 3	0.062 (0.186)	0.038 (0.033)	0.007 (0.024)	0.004 (0.016)	0.0009 (0.043)	0.079 (0.246)
E 4	0.103 (0.309)	0.042 (0.036)	0.004 (0.014)	0.004 (0.016)	0.0005 (0.024)	0.114 (0.349)
E 5	0.108 (0.324)	0.040 (0.034)	0.006 (0.021)	0.004 (0.016)	0.0004 (0.019)	0.123 (0.378)
E 6	0.114 (0.342)	0.040 (0.034)	0.009 (0.031)	0.006 (0.024)	0.0008 (0.038)	0.137 (0.422)
E 7	0.120 (0.360)	0.044 (0.038)	0.010 (0.034)	0.007 (0.028)	0.0007 (0.034)	0.145 (0.447)
E 8	0.133 (0.399)	0.046 (0.039)	0.008 (0.027)	0.005 (0.020)	0.0010 (0.048)	0.153 (0.468)
E 9	0.202 (0.606)	0.032 (0.027)	0.007 (0.024)	0.004 (0.016)	0.0005 (0.024)	0.219 (0.666)
T 1	0.050 (0.150)	0.035 (0.030)	0.005 (0.017)	0.006 (0.024)	0.0012 (0.058)	0.065 (0.202)
T 2	0.113 (0.339)	0.035 (0.030)	0.010 (0.034)	0.005 (0.020)	0.0006 (0.029)	0.136 (0.422)
T 3	0.190 (0.570)	0.057 (0.049)	0.008 (0.027)	0.007 (0.028)	0.0005 (0.024)	0.211 (0.645)

$$O^* = O + 2N + 0.75C$$

圧延機を用いて圧延後の再結晶および粒成長挙動を調べた。下記にそれぞれの実験条件の詳細を述べる。

実験 1 : Table 1 に示す材料を室温から 950°C に加熱し, 3 min 間保持した後 2.5°C/s の冷速で所定の加工温度 ($T=600\sim 850^\circ\text{C}$) に降温し, 30 s 保持した後ひずみ速度 $2\sim 150\text{ s}^{-1}$ の範囲で加工し, 応力-ひずみ曲線を求めた。なお, 熱間加工シミュレーターの詳細な説明は別報⁵⁾に報告しているのでここでは省略する。

実験 2 : 材料 T1, T2, T3 を用いて再結晶挙動に及ぼす成分, 初期粒径 ($d_0=80\sim 500\ \mu\text{m}$), ひずみ ($\epsilon=0.35, 0.7, 1.7$), 加工温度 ($T=650\sim 800^\circ\text{C}$) の影響を調べた。ひずみ速度は 10 s^{-1} と一定値を用い, 初期粒径は焼鈍温度と時間を調整して変化させた。加工に到るまでの温度履歴は実験 1 と同様で, 加工後の保持温度は加工温度と同じとした。なお, 再結晶率および粒径は point count 法および linear intercept 法で測定した。また, 動的再結晶の起こる可能性を調査するために, 860°C で加熱した材料を 830°C で $\epsilon=4.0$, $\dot{\epsilon}=10\text{ s}^{-1}$ で加工し, 組織観察を行った。

実験 3 : 本実験は β 域で加熱された粗大粒組織の材料と α 域加熱された細粒組織の材料の圧延再結晶挙動の相違を E7 の材料を用いて調べた。用いた圧延機のロール径は 250 mm で回転数は 100 rpm である。また, 試料寸法は $10\times 20\times 100$ の小試片で, これを 1050°C および 870°C で 1 h 加熱した後 (加熱後の粒径はそれぞれ $d_0=1000\ \mu\text{m}$ と $d_0=200\ \mu\text{m}$), 2 パス圧延を行い, 1 パス目で $10\rightarrow 4\text{ mm}$, 2 パス目で $4\rightarrow 2\text{ mm}$ に圧延した。その際, 1 パス目の圧延温度を 1050°C 加熱材については 1000°C, 900°C, 825°C と変え, 1 パス目の圧延温度が仕上げ後の再結晶挙動に及ぼす影響について調べた。

また, 2 パス目の加工は 775°C で行った。試片は圧

延後数秒以内に 625°C あるいは 700°C に設定した電気炉に装入し, 所定時間 (5, 10, 60, 180, min) に保持した後水冷した。

実験 4 : この実験は熱延板の粒成長挙動を求めるもので, T1 と T2 材を 860°C に 1 h 加熱した後, 825°C で $10\rightarrow 4\text{ mm}$ に圧延し, 引き続き 700°C で $4\rightarrow 1.7\text{ mm}$ に仕上げた空冷材を 700°C の塩浴炉に入れ所定時間 ($10\sim 5000\text{ s}$) 保持した後水冷して粒径を測定した。

3. 実験結果

(実験 1 の結果) Fig. 1 および Fig. 2 に Table 1 に示した材料を 750°C で加工した時のひずみ $\epsilon=0.4$ の時の変形応力値を, 横軸に酸素量と鉄量をとつて整理した結果を示す。両図にみられるように, 不純物元素の少ない領域では不純物元素の増加に従い変形応力は顕著に増加するが, 酸素量 0.15 at%, 鉄量 0.25 at% 以上になると成分依存性は小さくなる。

Fig. 3 と Fig. 4 は不純物の少ない E1 材と比較的不純物の含有している E5 材の応力-ひずみ曲線を加工温度をパラメーターとして示した。また, Fig. 5 は E5 材をひずみ速度をパラメーターとして 700°C で加工した時の応力-ひずみ曲線を示す。図中の実線は実測値で

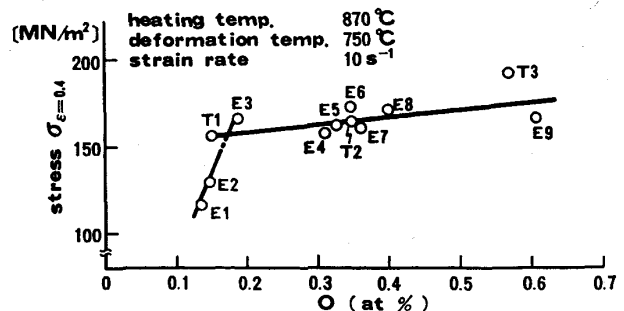


Fig. 1. Influence of oxygen content on the resistance to hot deformation of c.p. titanium.

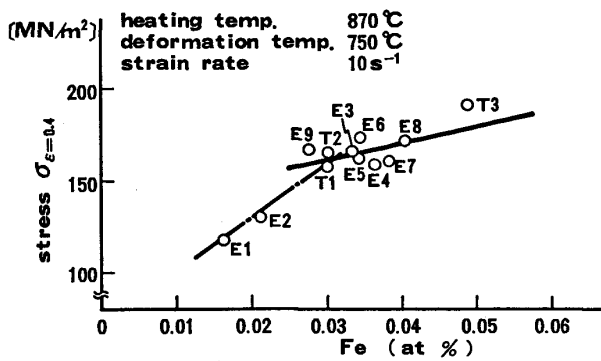


Fig. 2. Influence of Fe content on the resistance to hot deformation of c.p. titanium.

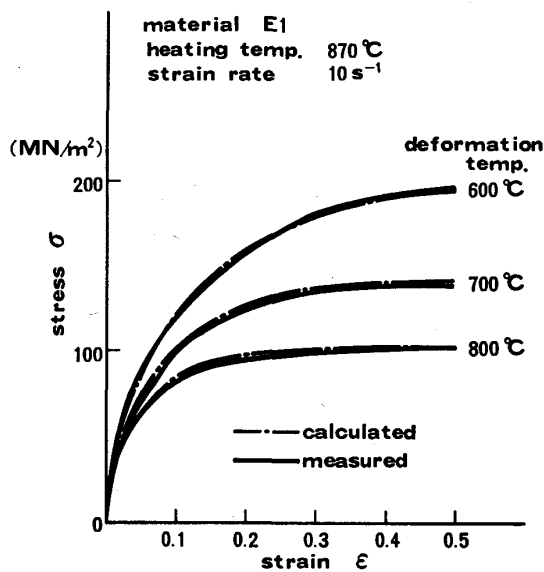


Fig. 3. Stress-strain curves of material E1 as function of deformation temperatures.

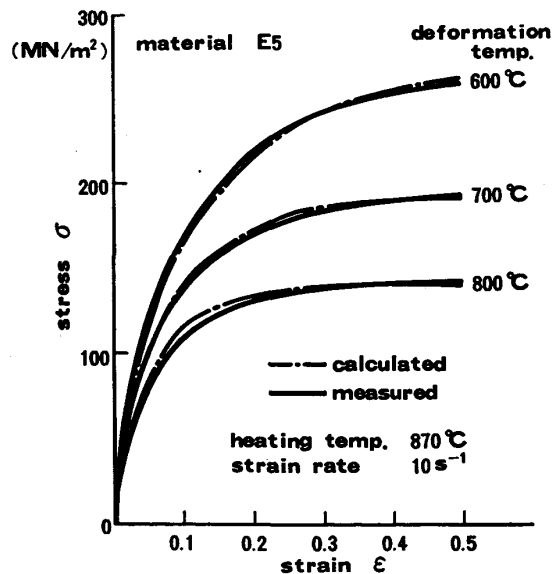


Fig. 4. Stress-strain curves of material E5 as function of deformation temperatures.

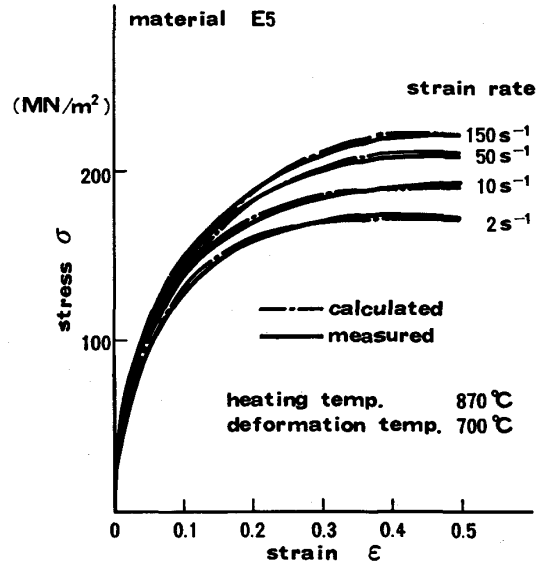


Fig. 5. Stress-strain curves of material E5 as function of strain rate.

一点鎖線は後述する計算モデルの算出結果である。Fig. 3 と Fig. 4 の比較より、不純物元素の含有量により応力の絶対値は大きく異なるが、PORTEVIN-LECHATLIER効果の有無のような応力-ひずみ曲線の本質的な相違はみられない。同様に、Fig. 5 に示したひずみ速度依存性も動的ひずみ時効が起る時見られるひずみ速度依存性の逆転を含む大きな変化やセレーションなどの特異な挙動^{7,8)}は示さなかつた。

一方、初期粒径を $40 \mu\text{m}$ から $500 \mu\text{m}$ まで変化させ 700°C の加工で変形応力の初期粒径依存性を求めたが、この実験条件では初期粒径の影響はほとんどみられなかつた。

(実験2の結果) Fig. 6 は加熱温度を 1000°C と 860°C に変え、初期粒径 d_0 を $500 \mu\text{m}$ と $80 \mu\text{m}$ に調整した材料 T1 をひずみを変えて加工した時の再結晶挙動の一例を示す。この結果より明らかなように再結晶の進行はひずみが大きいほど速く、初期粒径が大きいと遅れる。しかし、初期粒径の影響はひずみが大きくなるほど小さくなり、 $\epsilon = 1.7$ ではその影響はほとんどみられなくなる。Fig. 7 と Fig. 8 は Fig. 6 の実験結果を整理したもので、50% 再結晶した時の時間 $t_{0.5}$ は粗粒材の方が細粒材よりひずみ依存性が大きい、Fig. 7。また、再結晶粒径のひずみ依存性も粗粒材の方が細粒材より強い、Fig. 8。

Fig. 9 は再結晶挙動の温度依存性を示す一例で、加工温度を $650, 700, 750^\circ\text{C}$ と変え、その温度で保持した時の T1 材の再結晶率 X の変化を Avrami plot したもので、この結果より、純チタンの再結晶挙動は式(1)の

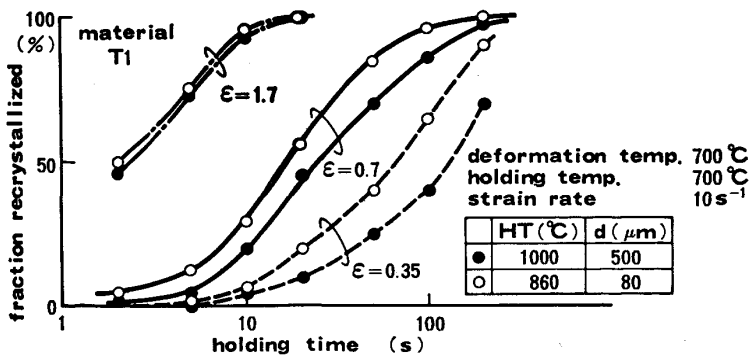


Fig. 6. Influence of strain and initial grain size on the fraction recrystallized.

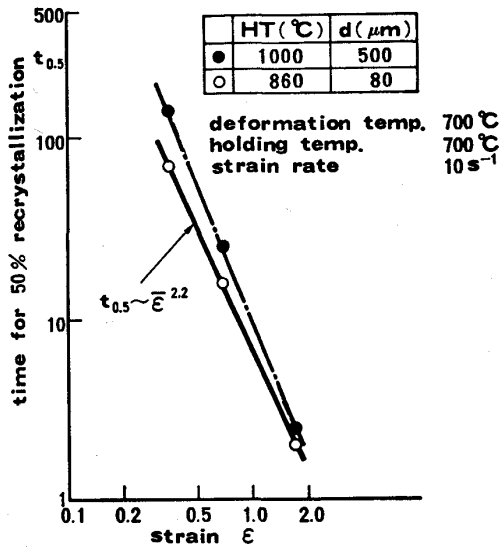


Fig. 7. Influence of strain and initial grain size on the time for 50% recrystallization.

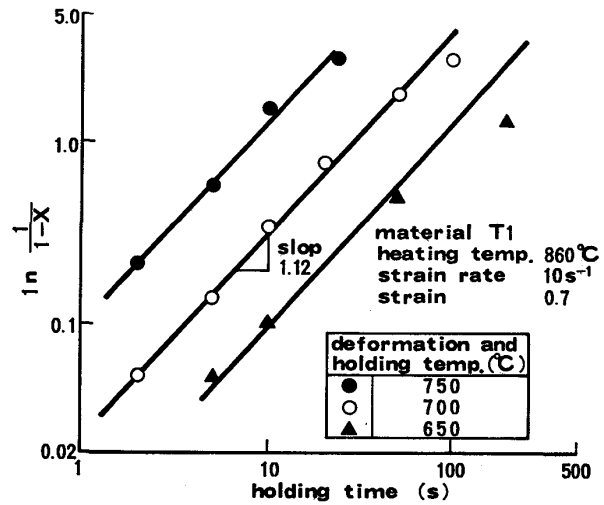


Fig. 9. Avrami curves as function of deformation and holding temperatures.

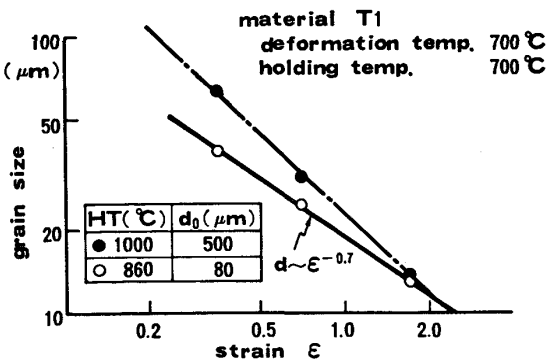


Fig. 8. Influence of strain and initial grain size on the grain size at the stage of 95% recrystallization. (strain rate $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$)

形で比較的良好に表現できることが分かる

$$X = 1 - \exp(-at^{1.12}) \dots\dots\dots (1)$$

ここで、時間の指数が1に近いことは、CAHNの計算モデル⁹⁾によると本再結晶挙動が、再結晶核が結晶粒の面に生成しその生成サイトが saturate した条件で再結晶が進行した挙動と類似することを示唆する。

Fig. 10 は再結晶が 50% 進行した時の時間を保持温

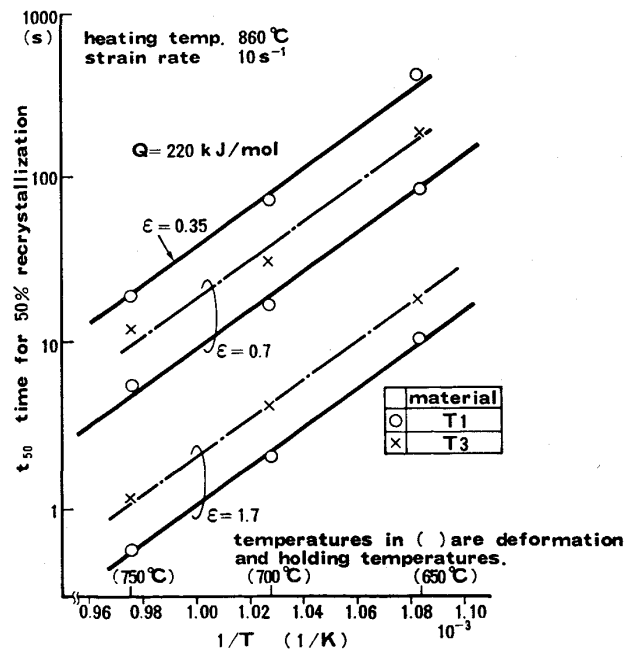


Fig. 10. Temperature dependence of time for 50% recrystallization as function of the strain for material T1 and T3.

度の逆数 $1/T$ を横軸に整理したもので、これより再結晶の活性化エネルギーを求めることができる。図中の直

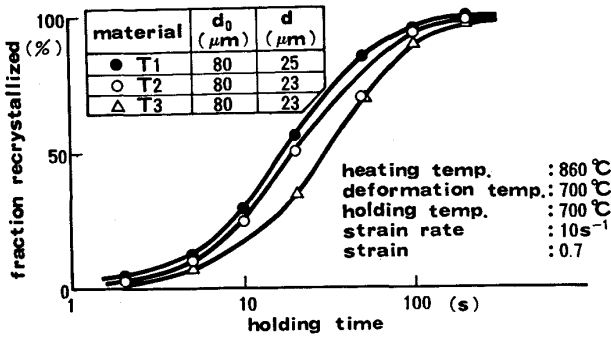


Fig. 11. Comparison of recrystallization behavior among T1, T2 and T3.

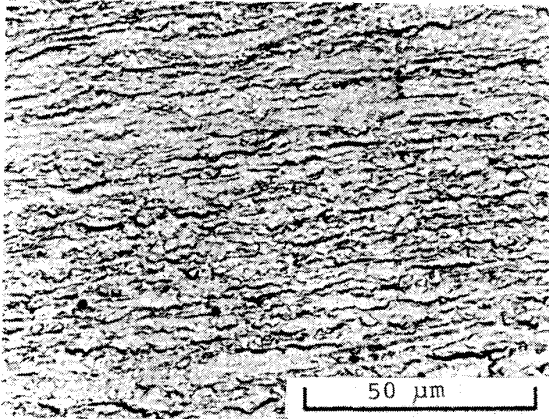


Photo. 1. Microstructure of c.p. titanium E7 heated and deformed at 830°C, $\epsilon=4.0$, $\dot{\epsilon}=10\text{s}^{-1}$, WQ immediately after deformation.

線の傾きより活性化エネルギーは T1, T3 材共に加えたはずみ量にほとんど依存せず約 220 kJ/mol であった。

Fig. 11 は, T1, T2, T3 材の再結晶挙動の比較を示す。初期粒径はいずれも 80 μm 前後で T2 材は T1 材と鉄量は同じであるが, 酸素量は約 2 倍含んでいる。また T3 材は T1 材に比較して酸素量は 4 倍, 鉄量は約 1.6 倍含んでいる。この図にみられるように酸素, 鉄量の増加に従って再結晶は遅れる。また, Fig. 1 に示したように変形応力の比は T1 : T2 : T3 = 1 : 1.04 : 1.23 と不純物が多いほど大きく, 再結晶の駆動力となる加工後に存在する転位密度も高いので, もし駆動力が同じ場合は, 再結晶の進行に及ぼす不純物元素の影響はより大きくなると考えられる。

Photo. 1 は初期粒径 80 μm の材料を 830°C で $\epsilon=4.0$ の強加工した直後水冷した組織写真で, 全面に微細な SUBSTRUCTURE が観察されるが, 動的再結晶の存在は確認できなかった。

(実験 3 の結果) ここでは, 実験 2 の結果を参考に, 熱間圧延による細粒化条件について検討した。Fig. 12 は 1 パス目の 60% の圧延を β 域高温, β 域低温, α 域高温で行い, 2 パス目の圧延を 775°C で 50% 行つた後の 625°C および 700°C に恒温保持した時の再結晶率と粒径の変化を示す。ただし, 870°C 加熱材の圧延はすべて α 域で行つた。ここで 700°C 保持材は圧延後 5 min 以内にすでに再結晶を完了しており, 再結晶粒径に及ぼす 1 パス目の圧延温度の影響は比較的小さく, 保

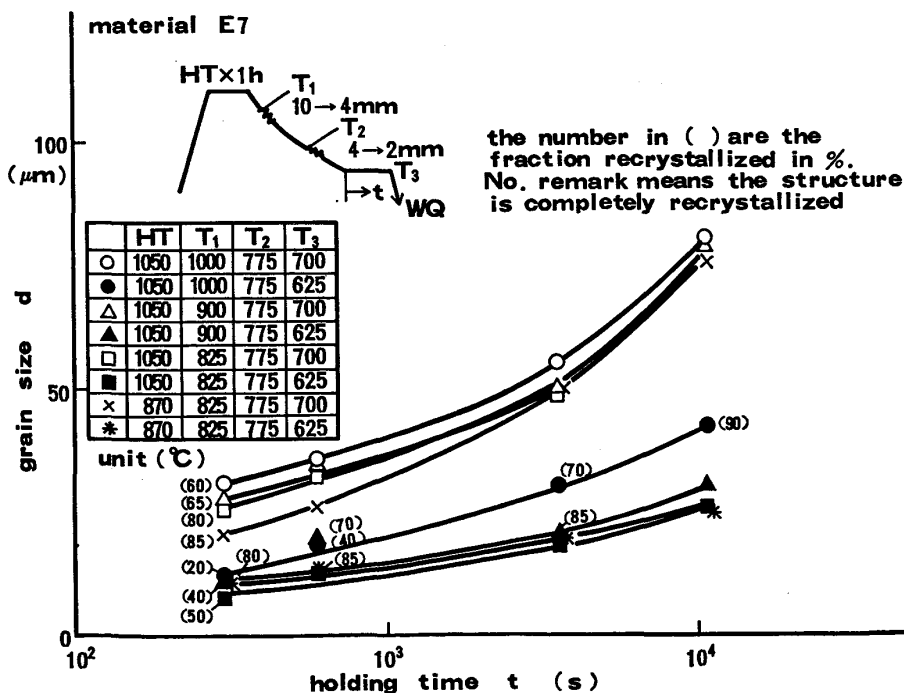


Fig. 12. Influence of rolling conditions on the recrystallization behavior.

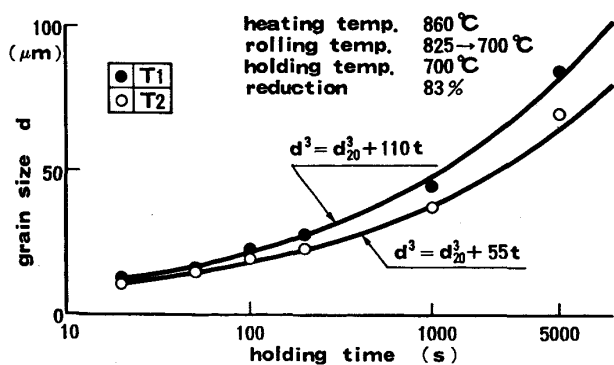


Fig. 13. Comparison of the grain growth behavior between materials T1 and T2.

持時間が長くなると粒成長が進み、前加工の影響はほとんど認められなくなる。一方、625°C 保持材は 1 パス目の圧延を高温で行ったものほど再結晶が遅れ粗粒になっている。

また、1050°C 加熱材と 870°C 加熱材を 1 パス目 825°C、2 パス目 775°C の温度でトータル 80% (ε = 1.61) の圧延をした後、625°C および 700°C で恒温保持した時の再結晶挙動を比較すると、保持温度にかかわらず加熱温度の違いによる初期粒径の影響は実験 2 の ε = 1.7 の結果と同様、ほとんど認められない。また、その後の粒成長も初期粒径の影響を受けない。なお、図より明らかなように恒温保持温度は粒径に非常に大きな影響を及ぼす。

(実験 4 の結果) Fig. 13 は T1 と T2 材の粒成長挙動を示すもので、酸素含有量の少ない T1 材は T2 材より成長が速い。また、図中の実線は $d^3 = d_{20}^3 + a't$ の形で粒径変化を整理したもので実測値と比較的よい一致をみる。ここで d_{20} は保持時間 $t = 20$ s の時の粒径を表す。

4. 考 察

4.1 変形抵抗

変形応力は一般に式(2)に示すように内部応力 σ_i と有効応力 σ_a の和として表現できる¹⁰⁾。

$$\sigma = \sigma_i + \sigma_a = \alpha \mu \vec{b} \sqrt{\rho} + \left\{ Q_a - kT \ln \frac{A^*}{\dot{\epsilon}} \right\} / V \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 μ は剛性率でチタンの場合は強い温度依存性を持つ。 \vec{b} はバーガースベクトルである。また、hcp 構造ではパイエルの力は小さいので、有効応力としては結晶中の障害物の抵抗だけを考え、 Q_a は転位が障害物を通過するための活性化エネルギー、 A^* は障害物の密度などに依存する係数、 V は活性化体積を示す。有効応力

は式の形から分かるように温度が高くなるほど小さく、ひずみ速度の増加に従い大きくなる。しかし、活性化体積も温度上昇と共に大きくなり¹¹⁾、有効応力は強い温度依存性をもつて、温度上昇に伴い減少するので、たとえ熱間圧延のようなひずみ速度の大きい加工でも内部応力と比較するとかかなり小さいと考えられる。また、動的ひずみ時効による応力上昇も認められなかつたので、本モデルでは $\sigma_i \gg \sigma_a$ と仮定し、変形応力を式(2)の第1項だけで表すことにした。

純チタンの α 域での熱間加工では Photo. 1 で確認したように動的再結晶は非常に起きにくい。そこで、通常の加工条件では、加工中の転位密度の変化は加工硬化と動的回復の釣り合いより近似的に式(3)のように表現できる⁵⁾。

$$\rho = \frac{c}{b} (1 - e^{-b\dot{\epsilon}}) + \rho_0 e^{-b\dot{\epsilon}} \dots\dots\dots (3)$$

$$b = b_0 (\dot{\epsilon} \exp(Q/RT))^{-m} = b_0 Z^{-m} \dots\dots\dots (4)$$

ここで、 c はひずみの増加による転位密度の増加係数である。 b は動的回復速度を表す係数、 ρ_0 は初期転位密度を意味する。また、 Z は Zener-Hollomon のパラメーターである。式(2)と式(3)を用いて、Fig. 4 および Fig. 5 の E5 材の実験値に合うように式中の諸係数を求めた。この際、 c は E5 材とほぼ同成分の材料で CONRAD ら¹²⁾ が行つた転位密度の観測結果を参考に $c = 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ とし、剛性率 μ は FISHER ら¹³⁾ が単結晶について報告している値を崔ら¹⁴⁾ が定式化した $\mu = 4920 - 2.58 T [\text{kg/mm}^2]$ を用いた。Fig. 4 と Fig. 5 の計算値は $\alpha = 2.32$ 、 $Q = 260 \text{ kJ/mol}$ 、 $m = 0.16$ 、 $b_0 = 16000$ を代入して得られた。

ここで $\alpha = 2.32$ は CONRAD ら¹⁵⁾ の値とほぼ一致する。また、活性化エネルギー Q は DONER ら¹⁶⁾ の求めた高温変形の活性化エネルギー $Q_s = 242 \text{ kJ/mol}$ に近い。一方、式(3)で定常状態 ($\dot{\epsilon} = \infty$) に達した時の転位密度の平衡値は $\rho_\infty = c/b$ となり、これを式(2)に入れると応力は $\sigma \sim Z^{0.08}$ の形で整理でき、低ひずみ速度域で DONER ら¹⁶⁾ が $\sigma > \mu/200$ の条件で求めた $\sigma \sim Z^{0.078}$ に非常に近い。この結果はひずみ速度の大小にかかわらず変形の素過程が同じであることを示唆する。

この変形応力予測モデルを用いてチタンの厚板圧延の変形抵抗を予測したところ実績値と良い一致がみられ、実用的に十分使用できることを確認した¹⁷⁾。

次に、Fig. 3, 4 に見られる不純物元素の添加量の違いによる変形応力挙動の相違について検討する。Fig. 14 は、図中の条件で加工した時の E1 材と E5 材の実測の応力-ひずみ曲線と、式(3)の動的回復速度 b およ

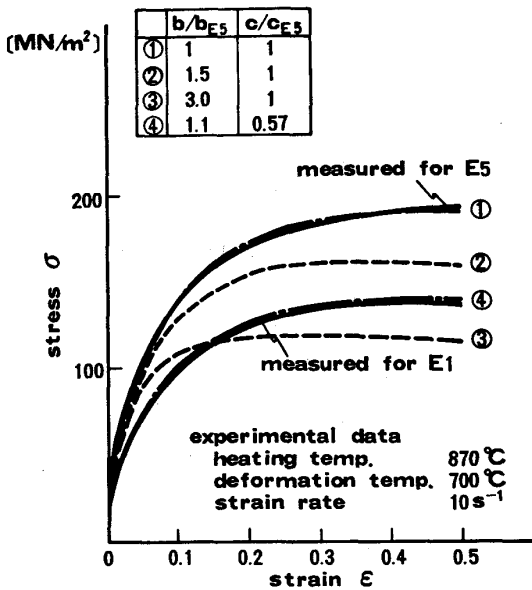


Fig. 14. Influence of chemical compositions of p.c. titanium on the stress-strain curves and fitting procedure of calculated values to the measured results.

び転位の増殖率 c を変化させて得られた計算結果を示す。この結果より推測されるように E1 材と E5 材の変形挙動の違いは、主に転位の増殖率の相違によると考えられる。

Fig. 1, 2 にみられる変形応力の成分依存性が不純物の量の少ない領域で大きく、含有量が多くなると比較的小さくなる現象は CONRAD ら¹⁸⁾ も報告している。本実験結果を重回帰解析すると、酸素量の影響は小さく、工業用純チタンの熱間変形応力は Fe 量の平方根で比較的よく整理できることが明らかになった。酸素量が高温の変形応力に大きな影響を及ぼさないことは、鉄量を一定にし、酸素量を単独に変化させた進藤ら¹⁹⁾ の実験でも示されている。

4.2 再結晶, 粒成長挙動

粒界が主な核生成サイトの時の再結晶挙動は、再結晶率、粒径共に ϵ^n の形で整理でき、 n は初期粒径に依存しない定数であることが知られている²⁰⁾²¹⁾。しかし、本実験結果は Fig. 7, Fig. 8 にみられるように、初期粒径によってひずみの依存性が異なっている。この理由は、Ti がすべり系が少ないため不均一変形が起きやすく、加工の増加と共に粒内核生成が助長され (Photo. 2), 全体として核生成サイトが増え、見掛け上初期粒径が加工と共に小さくなったのと同様の効果が現れたためと考えられる。 $d_0 = 80 \mu\text{m}$ の材料の $t_{0.5}$ と d_0 のひずみ依存性および、粒界近傍が主な核生成サイトとなつていた低ひずみ加工 ($\epsilon = 0.35$) の時のデータより整理した



Photo. 2. Recrystallization behavior of c.p. titanium of coarse grain structure. (material T1, heating temp, 1 000°C, deformation temp, 700°C, holding time 2 s, $\epsilon = 1.0$, $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$)

初期粒径依存性を定式化すると式(4)(5)のように表される。

$$t_{0.5} \sim \epsilon^{-2.2} \cdot d_0^{0.4} \dots\dots\dots (4)$$

$$d \sim \epsilon^{-0.7} \cdot d_0^{0.28} \dots\dots\dots (5)$$

これを低炭素鋼のオーステナイト域での熱間再結晶挙動の研究より得られた結果²¹⁾, $t_{0.5} \sim \epsilon^{-2.0} \cdot d_0^{0.5}$ および $d \sim \epsilon^{-0.6} \cdot d_0^{0.6}$ と比較するとチタンの熱間再結晶挙動の方が、ひずみ依存性が大きく、初期粒径依存性が小さい。これはチタンの六方晶構造によるすべり系の限定に基づく不均一変形による粒内での再結晶核生成の容易さによると考えられる。

ところで、Fig. 9 に示した再結晶挙動は、加工温度とその後の再結晶進行温度を同じにしているため、再結晶の駆動力となる加工後の転位密度が Fig. 3, 4 の応力-ひずみ曲線より分かるように低温ほど大きくなっている状態での挙動で、もし、加工後の転位密度を同じにした場合、再結晶の温度依存性はより強くなる。すなわち、再結晶の真の活性化エネルギーは、Fig. 10 の $Q = 220 \text{ kJ/mol}$ より大きな値となり、変形応力の時求めた活性化エネルギー $Q = 260 \text{ kJ/mol}$ に近づく。この活性化エネルギーは LIBANITI ら²²⁾ や DYMENT ら²³⁾ が求めた α -チタンの自己拡散の活性化エネルギー $Q_{sd} = 127 - 169 \text{ kJ/mol}$ よりかなり高い。しかし、HU ら²⁴⁾ や REINBACH²⁵⁾ は再結晶の活性化エネルギーが $125 \text{ kJ/mol} \sim 330 \text{ kJ/mol}$ と広範囲の値を持つことを報告している。本実験結果は HU ら²⁴⁾ が冷延板を高温焼鈍した時得られた活性化エネルギー $Q = 303 \text{ kJ/mol}$ に比較的近く、熱間加工後の再結晶も、冷間加工材の再結晶とほぼ同様の熱的活性化過程に従うと考えられる。

Fig. 11 の T1 材と T2 材の再結晶挙動の比較より、チタンにおける酸素は再結晶挙動に顕著な影響を与えな

いことがわかる。これは加工による再結晶の駆動力が酸素原子による粒界移動の抑制力よりはるかに大きいことを示唆する。しかし、チタン内の酸素の拡散速度は比較的遅いので²⁶⁾²⁷⁾、界面移動の駆動力が再結晶のそれより1オーダー以上小さい粒成長過程では、Fig. 13 にみられるように、酸素原子は粒界面の移動を抑制するものと思われる。

また、粒成長則が $d^3 = d_0^3 + a't$ の形で表現できることは、HU ら²⁴⁾や OKAZAKI ら²⁸⁾の結果を支持するもので、NIELSEN ら²⁹⁾が報告しているように、不純物元素が粒成長の進行中に徐々に粒界に集積したり、粒成長により各結晶粒間の整合性が変化したことが、このような粒成長挙動が現れた原因と思われる。

5. 結 言

熱間加工シミュレーターと実験用圧延機を用いて、高速熱間加工時の工業用純チタンの変形抵抗および再結晶粒成長挙動を調べ、次の結果を得た。

1. 工業用純チタンは通常の熱延条件下では動的再結晶は起こさない。

2. 加工硬化と動的回復による加工中の転位密度の変化を定式化し、変形応力予測モデルを作成した。これを用いて変形応力のひずみ速度、温度依存性を求め、変形の活性化エネルギーとして $Q = 260 \text{ kJ/mol}$ を得た。

3. 工業用純チタンの熱間での固溶硬化は、鉄原子の影響が強く、酸素元素の影響は小さい。

4. 工業用純チタンの再結晶率および再結晶粒径は、炭素鋼のオーステナイトのそれらより、ひずみ依存性が強く、初期粒径依存性が小さい。

5. 熱間加工の再結晶の活性化エネルギーは加えたひずみに依存せず $Q = 220 \text{ kJ/mol}$ で、再結晶挙動は $X = 1 - \exp(-at^n)$ の形で整理でき、 $n = 1.12$ であつた。

6. 酸素が再結晶の進行に及ぼす影響は比較的小さいが、粒成長には明瞭な影響がみられる。

7. 粒成長則は $d^3 = d_0^3 + a't$ の形で表現できる。

8. β 域に加熱された粗大粒組織も、 α 域で強加工することにより細粒化し、 α 域加熱材とほぼ同等の粒径が得られる。

終わりに、本研究を遂行するにあたり、実験に惜しめない協力をして下さつた当所の田中毅氏、永家東司氏、二村忠氏、矢野峰行氏に深く感謝いたします。

文 献

- 1) U. ZWICKER: Titan und Titanlegierungen (1974) [Springer Verlag]
- 2) H. CONRAD: Progress in Materials Science, 26 (1981) 2~4 [Pergamon Press]
- 3) 西村 孝, 児山佑二: 公開特許公報 昭 53-112246
- 4) H. CONRAD: Acta Metall., 14 (1966), p. 1631
- 5) 瀬沼武秀, 矢田 浩, 松村義一, 浜渦修一, 中島浩衛: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 1392
- 6) H. YADA, N. MATSUZU, K. NAKAJIMA, K. WATANABE and H. TOKITA: Trans. ISIJ, 23 (1983), p. 100
- 7) A. M. GARDE, A. T. SANTHANAM and R. E. REED-HILL: Acta Metall., 20 (1972), p. 215
- 8) 箕西靖秀, 吉永日出男, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 1000
- 9) J. W. CAHN: Acta Metall., 14 (1956), p. 449
- 10) 日本金属学会編: 転位論 (1981) [丸善]
- 11) K. OKAZAKI, K. MORINAKA and H. CONRAD: Trans. JIM., 14 (1973), p. 474
- 12) H. CONRAD, K. OKAZAKI, V. GADGIL and M. JON: Electron Microscopy and Strength of Materials (1973), p. 438 [Univ. Calif. Press, Berkeley]
- 13) E. S. FISHER and G. J. RENKEN: Phys. Rev., 135 (1964), A 482
- 14) 崔明 勲, 及川 洪: 日本金属学会誌, 49 (1985), p. 195
- 15) 文献 2) の p. 350
- 16) M. DONER and H. CONRAD: Metall. Trans., 4 (1973), p. 2809
- 17) 瀬沼武秀, 矢田 浩, 浜渦修一: 日本金属学会講演概要 (1985.4 月), p. 358
- 18) 文献 2) の p. 241
- 19) 進藤卓嗣, 堀谷貴雄, 内藤浩光: 日本金属学会講演概要 (1985.4 月), p. 355
- 20) C. M. SELLARS: Sheffield Int. Conf. on Hot Working and Forming Processes (1979), p. 3
- 21) 瀬沼武秀, 矢田 浩, 松村義一, 二村 忠: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 2112
- 22) C. M. LIBANATI and S. F. DYMENT: Acta Metall., 11 (1963), p. 1263
- 23) S. F. DYMENT: Tifanium-80 TMS-AIME (1980), p. 519
- 24) H. HU and R. S. CLINE: Trans. Metall. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1013
- 25) R. REINBACH: Z. Metallk., 51 (1961), p. 24
- 26) J. PRATT, W. BRATINA and B. CHALMER: Acta Metall., 2 (1954), p. 203
- 27) R. J. WASILEWSKI and G. L. KEHL: J. Inst. Met., 83 (1954-55), p. 94
- 28) K. OKAZAKI, K. MORINAKA and H. CONRAD: Trans. JIM., 14 (1973), p. 208
- 29) J. P. NIELSEN: Recrystallization, Grain Growth and Texture (1966), p. 286 [ASM, Metals Park Ohio]