

β トランザス温度以下で加工熱処理による 純チタンの $\alpha \rightarrow \beta$ 加工誘起動的相変態の発生メカニズムの解明

公立小松大学 生産システム科学部
准教授 朴 亨原
(2022 年度 一般研究開発助成 AF-2022005-B2)

キーワード：純チタン, β トランザス温度以下, 高速熱間加工, 動的冶金現象, 曲げ特性

1. 研究の背景と目的

純チタンは、安定した化学的特性を有し、安価で成形性も良好であるため、産業界全般で広く使用されている。しかし、強度が低いため、高強度が求められる構造部材への適用は難しい。この問題を解決するために、Multi-pass ECAP(Equal-Channel Angular Pressing)¹⁾や Mechanical milling + SPS(Spark Plasma Sintering)²⁾による高強度化研究が進められてきたが、いずれの方法も量産化は難しい。

一方、1 パス加工熱処理によって低炭素鋼の相変態($\gamma \rightarrow \alpha$)を促進し、約 1 μm の微細な結晶粒径を持つ高強度・高延性の低炭素鋼を得ることが可能である³⁾。この1 パス加工熱処理プロセスは、実用的な大量生産プロセスである押出・鍛造・圧延などに適用可能である。純チタンについても約 900°C付近で $\beta \rightarrow \alpha$ の相変態が起こるため、1 パス加工熱処理により超微細粒化できると考えられる。また、900°C以下では α 相の動的再結晶により、さらなる超微細粒化による高強度化も期待される。そこで先行研究では、純チタンを対象として、加工温度 700–1000°C、ひずみ速度 0.1–10 s^{-1} 、圧下率 50–85% の条件で圧縮後に水冷を行った。その結果、 β トランザス(910°C)以下の温度域では動的再結晶が、 β トランザス付近では動的再結晶と加工誘起動的相変態($\beta \rightarrow \alpha$)が複合的に発生し、微細組織が形成された。特に超微細粒組織を得るために、圧下率 70%以上、高いひずみ速度(10 s^{-1})、低い加工温度(700–800°C)が有効であることが明らかとなった^{4–6)}。さらに、加工温度 800–900°Cでは動的再結晶、動的回復、および加工誘起動的相変態($\alpha \leftrightarrow \beta$)が同時に進行する傾向が観察された。 β 相は低弾性係数を示すとともに、加熱時に $\alpha \rightarrow \beta$ 変態を経て冷却すると粗大粒を形成し、機械的特性を低下させる、 β トランザス以下の温度域で起こる熱間加工中の $\alpha \rightarrow \beta$ 相変態メカニズムの解明が重要である。

純チタン製品の製造には熱間圧延が広く利用されているが、従来の研究では高速熱間加工や大圧下加工時の変形メカニズムが十分に明らかにされていない。また、生産性向上と高強度化を達成するためには、高速ひずみ速度(10–300 s^{-1})における純チタンの変形挙動および組織形成メカニズムを詳細に把握することが不可欠である。

本研究では、高速熱間圧延プロセスを想定し、加工温度を 800°Cに固定して、平均ひずみ速度を 43, 128, 297 s^{-1} に変化させ、純チタンの流動応力と組織形成の関係を調査した。さらに、V 曲げ試験を用いて、加工熱処理を施した純

チタンの機械的特性を評価し、変形、組織形成メカニズム、機械的特性の関係について考察を行った。

2. 実験方法

2・1 高速熱間圧縮試験

圧縮試験には、JIS 2 種純チタンを使用した。試験片の寸法は高さ 12 mm、直径 8 mm であり、平均結晶粒径は 14 μm 、結晶方位はランダムに近い集合組織を有している⁴⁾。圧縮試験は高歪速度付与試験装置(15 ton)を用い、N₂ガス雰囲気下で行った。試験温度は 800°Cで、目標温度到達後、2 分間保持して試験を開始した。目標圧下率は 70%，平均ひずみ速度はそれぞれ 43 s^{-1} , 128 s^{-1} , 297 s^{-1} である。圧縮後は試料内部の組織を凍結するため、急冷した。各条件における平均ひずみ速度は、ひずみ速度–ひずみ線図より求めた(Fig. 1(a))。また、ひずみ速度と加工時間との関係を明確にするために、ひずみ速度–時間線図を Fig. 1(b)に示し、その数値を Table 1 にまとめた。

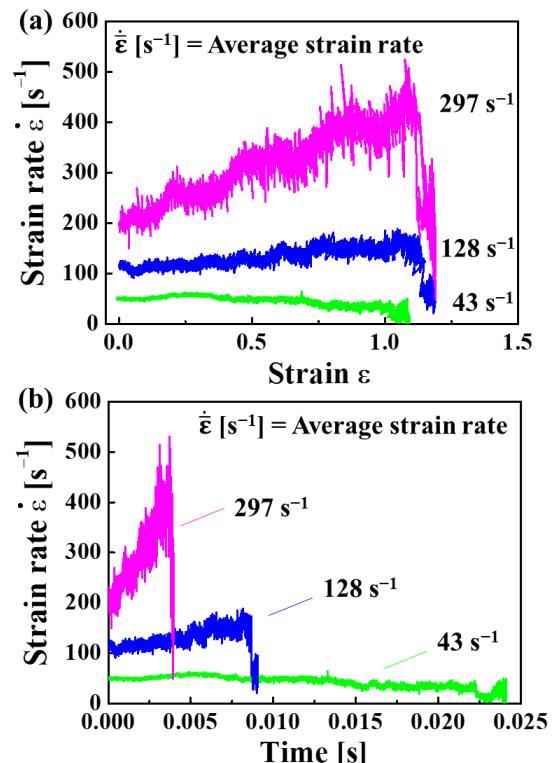


Fig. 1 Relationships of (a) strain rate–strain and (b) strain rate–time during compression at 800 °C at different strain rates.

Table 1 Time for deformation according to average strain rate.

| Average strain rate [s ⁻¹] | Time for deformation [s] |
|--|--------------------------|
| 43 | 0.02413 |
| 128 | 0.00904 |
| 297 | 0.00395 |

2・2 金属組織の分析

金属組織の分析には、光学顕微鏡(HIROX RX-100)およびFE-SEM-EBSD(JSM-7100F)を用いた。光学顕微鏡観察では、加工後の試験片の中心部から圧縮方向に沿って切り出した試料を用いた。試料はエメリー紙で機械研磨した後、コロイダルシリカ懸濁液で仕上げ研磨を行い、Kroll溶液を用いてエッティング処理した。

EBSD分析には、機械研磨または電解研磨により仕上げた試料を使用した。機械研磨試料は、光学顕微鏡観察に使用した試料をさらにエメリー紙で研磨後、コロイダルシリカ懸濁液と過酸化水素水の混合液で仕上げ研磨した。電解研磨試料は、エメリー紙による機械研磨後、メタノールと過塩素酸の混合液(体積比9:1)を-40°Cに冷却し、35Vの電圧を印加して30-40秒間電解研磨を行った。EBSD測定は、Titanium(α , β)相を対象とし、ステップサイズを0.12 μm として分析した。

2・3 V曲げ試験

V曲げ試験には、加工温度800°C、ひずみ速度1 s⁻¹および平均ひずみ速度43, 128, 297 s⁻¹で圧縮加工した試料を用いた。試験片の寸法は l 6 mm × w 3 mm × t 1 mmとした。加工材の中心部から内部組織が均一な領域をワイヤカットにより各条件につき2枚ずつ切り出し、計4枚の試験片を作製した。曲げ用金型は、曲げ半径(R/t)が1になるように、上部パンチの先端半径(R)を1 mm、下部ダイの角度を90°として製作した。

曲げ試験は、万能試験機(島津製作所製 AGX-100 kN)に金型を装着し、室温、大気中で実施した。試験中のクロスヘッド速度は1 mm/sとし、試験片が幾何学的下死点に到達後、そのまま3秒間保持した後に荷重を除去した。曲げ試験時のセットアップ状況をFig. 2に示す。

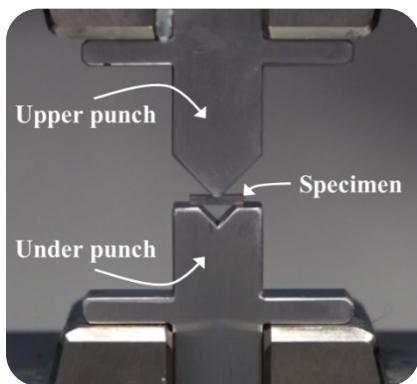


Fig. 2 Experimental setup for the V-bending test.

3. 実験結果及び考察

3・1 ひずみ速度による流動応力の挙動

実験で得られた荷重-変位データから、式(1)を用いて流動応力曲線を求め、その結果をFig. 3に示す。

$$\begin{cases} \sigma = \frac{F}{A} \cdot \frac{L_0 - \Delta L}{L_0} \\ \dot{\varepsilon} = -\ln\left(\frac{L_0 - \Delta L}{L_0}\right) \end{cases} \quad (1)$$

平均ひずみ速度が43 s⁻¹の流動応力は動的回復(DRV)型を示し、128 s⁻¹および297 s⁻¹では加工硬化型の流動応力を示した。128 s⁻¹および297 s⁻¹の条件では、変形の進行に伴い、ひずみ速度が徐々に増加した。一般に、ひずみ速度が増加すると流動応力も増加することから、128 s⁻¹および297 s⁻¹の条件で得られた流動応力も、DRV型である可能性が高いと考えられる。高速変形させた純チタンの流動応力曲線は、積層欠陥エネルギーが高いアルミニウム合金を高温加工した際の流動応力曲線と類似しており、ひずみ速度の増加に伴って流動応力が増加する傾向も確認された。

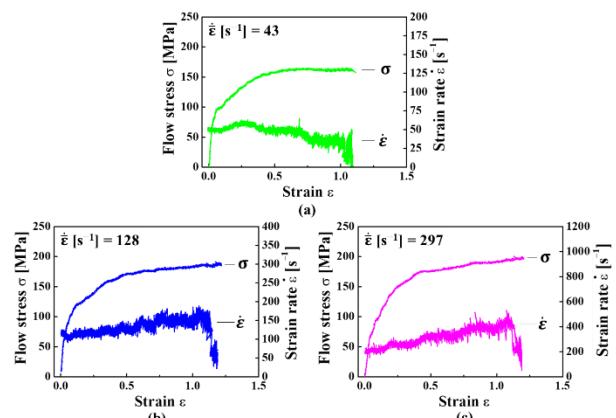


Fig. 3 Experimental flow curves and strain rate-strain curves of CP titanium subjected to compression at 800 °C and average strain rates of (a) 43, (b) 128, and (c) 297 s⁻¹.

3・2 ひずみ速度による金属組織の変化

Fig. 4は、平均ひずみ速度ごとの加工材の光学顕微鏡によるマクロ組織観察結果である。観察部位は圧縮試験片の中心断面部である。平均ひずみ速度に関わらず、金属組織は全体的に均一で、微細な粒状組織が形成されていることが確認された。さらに詳細な解析を行うため、圧縮試料の中心部をEBSD法で観察した。機械研磨による観察結果をFig. 5に、電解研磨による観察結果をFig. 6に示す。先行研究では、機械研磨後のEBSD分析により β 相とスマアーリング(smearing)現象が確認された。この結果を検証するため、電解研磨後のEBSD分析も実施し、両者の結果を比較した。機械研磨の場合、数 μm サイズの領域とそれらを繋ぐスマアーリング領域が観察されたが、電解研磨ではスマアーリングが軽減された。しかし、完全な除去には至らなかったため、電解研磨条件のさらなる最適化が必要である。

機械研磨および電解研磨した試験片の金属組織を観察した結果、延伸組織および数 μm サイズの等軸晶では、主に $<11\bar{2}3>$ (赤色) の集合組織が発達しており、平均ひずみ速度が増加するにつれて局所的に $<11\bar{2}0>$ (緑色) の集合組織が発達した。 $<11\bar{2}3>$ 集合組織は、チタンの圧縮変形時に主に形成される錐面すべり $\{10\bar{1}1\}<11\bar{2}3>$ に由来し、連続再結晶(continuous recrystallization)が生じていることを示唆している。一方、 $<11\bar{2}0>$ 集合組織は、 β 相が圧縮変形時に $<111>$ または $<100>$ 方向に配向した後、冷却過程で α 相へと変態する際に形成されることが知られている⁷⁾。したがって、高速加工時の加工発熱によって局所的にエネルギーが集中した領域において $\alpha \rightarrow \beta$ 相変態が生じ、加工後の冷却過程で $\beta \rightarrow \alpha$ への再変態が起こることで、これらの集合組織が形成されたものと考えられる。

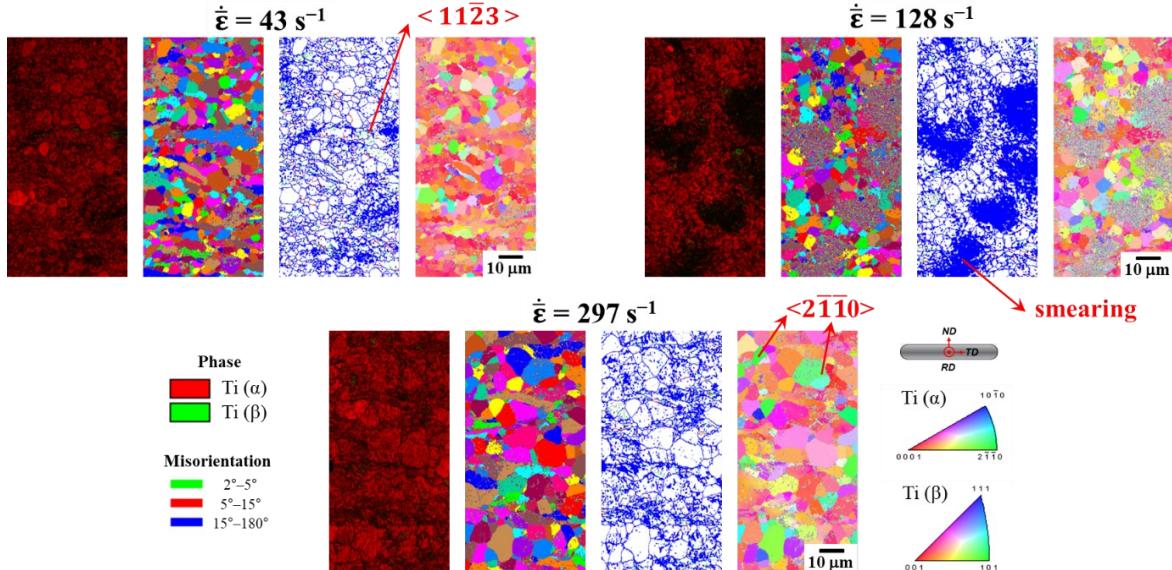


Fig. 5 Phase maps, unique grain maps ($15^\circ < \theta$), misorientation maps, and inverse pole figure maps ($// \text{ND}$) of CP titanium subjected to hot compression at 800°C , prepared by mechanical polishing.

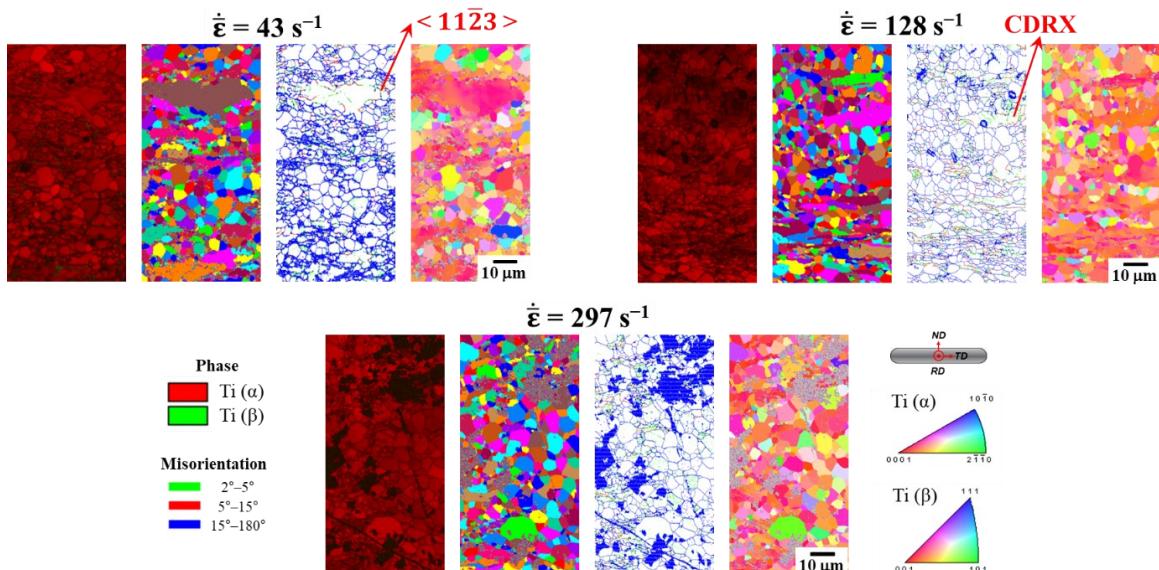


Fig. 6 Phase maps, unique grain maps ($15^\circ < \theta$), misorientation maps, and inverse pole figure maps ($// \text{ND}$) of CP titanium subjected to hot compression at 800°C , prepared by electrochemical polishing.

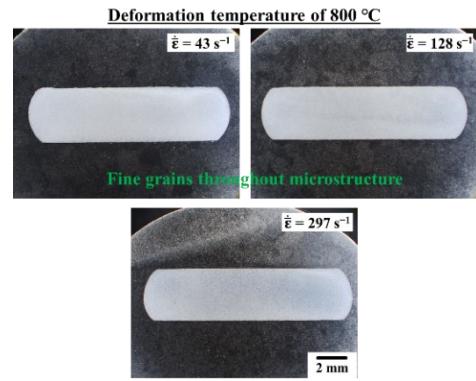


Fig. 4 Macrostructures of cross-sections parallel to the compression direction in CP titanium subjected to hot compression at different average strain rates.

また、平均ひずみ速度が増加すると、等軸晶の平均結晶粒径は約 4 μm から約 9 μm へと增加了。この粒径增加の原因としては、(1) 高速加工時の加工発熱による動的回復(DRV)の促進、(2) 相変態($\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$)に伴う軟化現象、(3) 加工終了から冷却開始までの短時間(約 1 秒間)における軟化の 3 つが考えられる。特に(1)と(2)によって、流動応力が DRV 型の挙動を示した可能性が高い。この現象をより明確にするためには、加工温度および冷却開始時間を厳密に制御した追加的な検証が必要である。

式(2)および得られた流動応力を用いて加工発熱量を算出し、その結果を **Table 2** に示した。

$$\Delta T = \frac{Q}{\rho C_p} = \frac{\eta \int_0^{\varepsilon_f} \sigma(\varepsilon) d\varepsilon}{\rho C_p} \quad (2)$$

ここで、 ΔT は温度上昇、 η は塑性変形仕事の熱への変換率、 ρ は密度、 C_p は比熱容量である。

平均ひずみ速度 43, 128, 297 s^{-1} の加工発熱量はそれぞれ 65.5°C, 81.4°C, 83.4°C であり、塑性加工時の熱変換効率(0.9)を考慮すると、59.0°C, 73.3°C, 75.0°C となる。また、ひずみ速度 43 s^{-1} 条件で DEFORM-3D を用いた有限要素解析の結果 (**Fig. 7**, 1/4 対称モデル) によると、試料中心部の温度上昇量は約 64°C であった。この純チタンの α/β 二相領域(dual-phase zone)は 882–910°C であるため、ひずみ速度 128 および 297 s^{-1} 条件では、加工中に局所的に $\alpha \rightarrow \beta$ 相変態が生じた可能性があると考えられる。

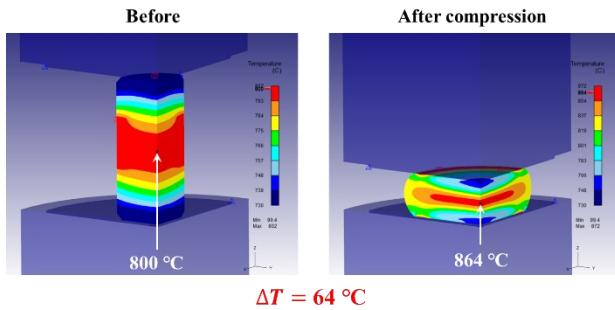


Fig. 7 Temperature change at the center before and after compression at an average strain rate of 43 s^{-1} and a 70 % reduction ratio (1/4-axis symmetric model).

3・3 ひずみ速度による曲げ挙動

800°C でひずみ速度を変化させながら純チタンを圧縮した試験片を用いて曲げ試験を実施し、降伏荷重およびス

プリングバックの結果を **Fig. 8** に示す。降伏荷重は、荷重–ストローク線図において 0.02 mm のストロークを移動させた点で、弾性変形の傾きに基づいて測定した。ひずみ速度 1, 43, 128, 297 s^{-1} における降伏荷重は、それぞれ 491, 504, 462, 437 N であり、ひずみ速度が 1 から 43 s^{-1} に増加するにつれて降伏荷重は 13 N 増加した。しかし、その後ひずみ速度が 297 s^{-1} まで増加するにつれて降伏荷重は徐々に減少し、ひずみ速度 297 s^{-1} では 437 N となり、ひずみ速度 1 s^{-1} と比較して約 11% の減少が確認された。

スプリングバックについては、ひずみ速度が 1 から 43 s^{-1} に増加するにつれて 5.8° から 6.7° へと 0.9° 増加した。しかし、ひずみ速度が 43 から 128 s^{-1} に増加すると 6.0° に減少し、ひずみ速度 297 まで 6.0° を維持した。ひずみ速度 128–297 s^{-1} の範囲では類似したスプリングバック値を示した。

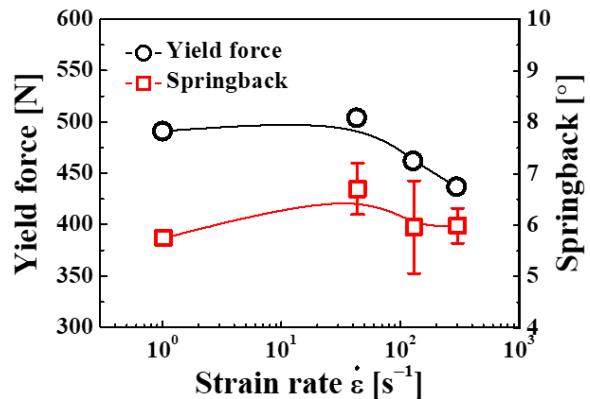


Fig. 8 Yield force and springback variations of CP titanium subjected to compression at 800 °C with different strain rates.

Fig. 9 に、曲げ試験後の試験片の曲げ面の金属組織を示す。ひずみ速度 1 および 49 s^{-1} では、延伸組織を含む数 μm サイズの細粒が観察され、ひずみ速度が 49 から 297 s^{-1} へと増加するにつれて、結晶粒サイズが増加する傾向が確認された。これは EBSD の結果とも一致した。

弾塑性材料におけるスプリングバックは、式 (3) の関係を持つことが知られている。

$$\Delta\theta = \frac{3}{4} \left\{ \frac{3R\sigma_Y}{Et} - 4 \left(\frac{R\sigma_Y}{Et} \right)^3 \right\} \theta \quad (3)$$

ここで、 $\Delta\theta$ はスプリングバックの量、 R は曲げ半径、 σ_Y

Table 2 Deformation heat generation results at different average strain rates.

| Strain rate (s^{-1}) | Work (MJ/m ³) | Density (kg/m ³) | Specific heat capacity (J/kg K) | ΔT (°C) | Plastic deformation work converted into heat (η) | $\Delta T \times \eta$ (°C) |
|---------------------------------|---------------------------|------------------------------|---------------------------------|-----------------|---|-----------------------------|
| 43 | 156.4 | 4509.5 | 529.21 | 65.5 | 0.9 | 59.0 |
| 128 | 194.4 | | | 81.4 | | 73.3 |
| 297 | 199.0 | | | 83.4 | | 75.0 |

は降伏強度, E は弾性係数, t は板厚, θ は曲げ角度である。

スプリングバックが増加する要因としては、高い降伏強度、低い弾性係数、薄い材料厚さ、および大きな曲げ半径が挙げられる。本研究では、板厚と曲げ半径が一定であるため、スプリングバックに影響を与える主な因子は降伏強度と弾性係数である。ひずみ速度 $128\text{--}297\text{ s}^{-1}$ の範囲において、降伏荷重はひずみ速度 1 s^{-1} よりも低いにもかかわらず、スプリングバックが大きくなったのは、弾性係数が低い $<11\bar{2}0>$ 集合組織の発達および局所的に存在する β 相の影響によるものと考えられる。

したがって、 β トランザス直下の温度領域において高速圧縮加工を行うと、加工発熱により局所的に α から β への相変態が発生し、さらに $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ の相変態過程や、水冷時に残留する β 相の影響が複合的に作用したと考えられる。

4. 結言

加工温度 800°C 、圧下率 70%に固定し、平均ひずみ速度を $43, 128, 297\text{ s}^{-1}$ に変化させ、純チタンの流動応力と金属組織の変化を検討した。さらに、4種類の純チタンを用いて 90°V 曲げ試験を実施し、曲げ荷重、スプリングバック、V曲げ部の金属組織を分析し、以下の知見を得た。

- (1) 平均ひずみ速度 43 s^{-1} では、流動応力は動的回復型を示し、 128 s^{-1} より 297 s^{-1} では加工硬化型を示した。しかし、 128 s^{-1} より 297 s^{-1} のひずみ速度では、ひずみの増加に伴いひずみ速度が徐々に上昇する傾向が見られたことから、DRV型の特性を有する可能性が高い。
- (2) 平均ひずみ速度が 43 s^{-1} から 297 s^{-1} に増加するにつれて、等軸晶の平均結晶粒径は約 $4\text{ }\mu\text{m}$ から $9\text{ }\mu\text{m}$ に増大した。主な集合組織は $<11\bar{2}3>$ であり、ひずみ速度の増加

に伴い局所的に $<11\bar{2}0>$ の集合組織の発達や β 相の形成が確認された。

(3) β トランザス直下の温度領域における高速圧縮加工時には、加工発熱により $\alpha \rightarrow \beta$ の相変態が誘発され、その後の $\beta \rightarrow \alpha$ の相変態過程や、水冷時に残留する β 相の影響が複合的に作用した可能性がある。

(4) 平均ひずみ速度 $128\text{--}297\text{ s}^{-1}$ の範囲では、降伏荷重が低いにもかかわらずスプリングバックが大きくなつた。これは、弾性係数の低い $<11\bar{2}0>$ 集合組織の発達および局所的に存在する β 相の影響によるものと考えられる。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団の一般研究開発助成 (AF-2022005-B2) と科研費基盤研究 C(22K04762) の支援を受けて実施されたものである。ここに記し、深甚なる謝意を表す。

参考文献

- 1) Y.G. Ko, D.H. Shin, K.T. Park, C.S. Lee, *Scripta Mater.* 54 (2006) 1785–1789.
- 2) M. Kubota, T. Ohno, *Mater. Sci. Forum*, 667–669 (2010) 559–564.
- 3) 朴 亨原, 柳本 潤: 塑性と加工 58 (2017) 361–365.
- 4) H.W. Park, K. Kim, H.W. Park, Y. Shimomura, T. Kitajima, J. Yanagimoto, *Mater. Sci. Eng. A* 873 (2023) 145032.
- 5) 朴 亨原, 朴 賢祐, 金 効賢, 柳本 潤, 令和 4 年塑加秋講論 (2022) 307.
- 6) 朴 亨原, 朴 賢祐, 下村 勇貴, 朴 明駿, 柳本 潤, 令和 5 年塑加秋講論 (2023) 613.
- 7) Z. Wei, P. Yang, X. Gu, Y. Onuki, S. Sato, *Mater. Charact.*, 164 (2020) 110359.

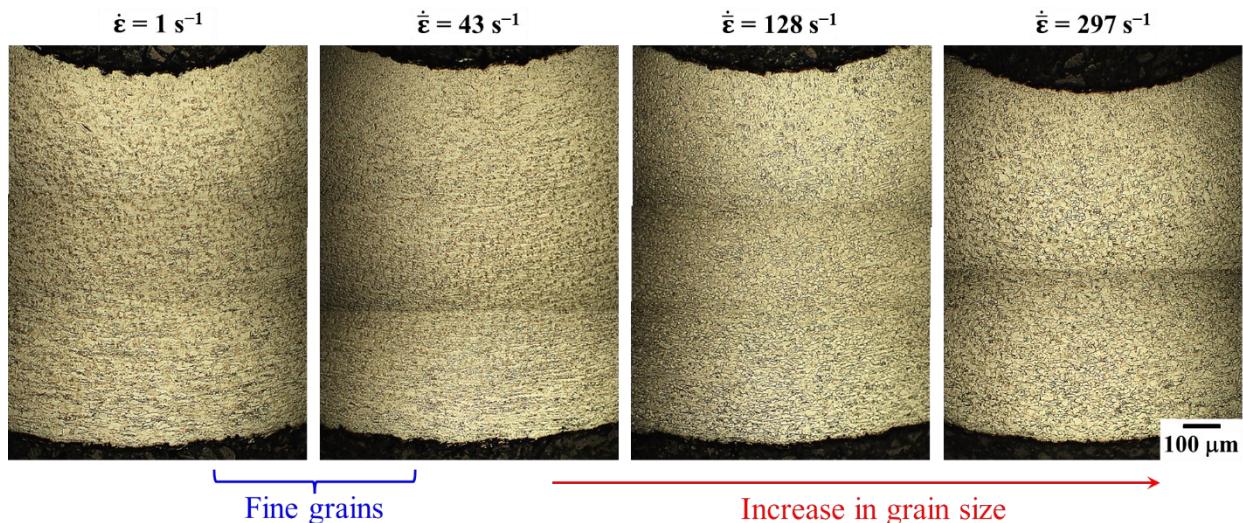


Fig. 9 Microstructures of V-bent zones in CP titanium specimens subjected to compression at $800\text{ }^\circ\text{C}$ with different strain rates.