

氏名	くろだ あつひこ 黒田 篤彦
授与学位	博士(工学)
学位授与年月日	平成15年12月10日
学位授与の根拠法規	学位規則第4条第2項
最終学歴	昭和58年3月 東北大学大学院工学研究科金属加工学専攻 博士課程前期課程修了
学位論文題目	傾斜圧延法によるチタン継目無管の製造に関する研究
論文審査委員	主査 東北大学教授 花田修治 東北大学教授 池田圭介 東北大学教授 大内千秋

## 論文内容要旨

### 1. 緒言

チタンは軽量で優れた耐食性を有し、かつ合金化することで高強度が得られるなどの特徴を持つ金属であるが、チタンの適用分野を拡大するためには製造コストの低減が重要な課題である。

チタンの継目無管は尿素製造プラントなどの化学工業用の配管あるいは航空機の油圧配管などに用いられている。また軽量でヤング率が低い特長を生かして、海底油田から海上のリグへ原油を輸送する油井管としての利用も期待されている。チタンの継目無管はこれまでユジーンセジュールネ法と呼ばれる熱間押し法により製造されてきた。熱間押し法は変形能の低い材料には適する方法であるが、傾斜圧延法に比べて生産性・歩留まりが劣る欠点を持っている。

傾斜圧延法(マンネスマン法)とは穿孔圧延、延伸圧延および定径圧延の各圧延工程から構成されており、中実のピレットを加熱して穿孔圧延で中空素管とした後、延伸圧延および定径圧延で肉厚および外径を仕上げる方法である。本方式は熱間押し法に比べて生産性と歩留まりが高い。このため傾斜圧延法でチタン継目無管が製造出来ればコストの低減が可能となり、工業的に有意である。しかし傾斜圧延法は穿孔圧延の過程で厳しい変形を受けるため、高温変形能が不足する材料には不向きである。チタンは難加工材と考えられているため熱間押し法で製造されているものである。

さて傾斜圧延の各工程で加工を連続して受けるために任意に圧延中の温度制御が出来ない。一方、チタンは熱加工履歴により製品のマイクロ組織と機械的性質が大きく変化する。従って、チタン継目無管の製造に傾斜圧延法を適用するためには、変形能および変形抵抗の観点からの圧延可否を検討するだけでなく、製品の特性を確保する観点から製造条件を決定することも必要である。特に製造条件では穿孔圧延前の加熱温度と定径圧延前の再加熱温度の決定が必要である。

本研究では以上の背景に基づき、工業用純チタン(以下、純チタン)と代表的なチタン合金であるTi-6Al-4V合金を対象として実験室規模で傾斜圧延法による継目無管の製造可否と製造条件を検討した。これらについては以下の2. および3. に詳述する。さらに実験室規模での検討結果を基にして実機における製造試作を行い実生産レベルでの製造可否を調査するとともに、報告例の乏しい熱間押し法材と特性を比較した。これらについては4. および5. に詳述する。

## 2. 純チタン継目無管の製造に関する基礎検討

傾斜圧延法による純チタン継目無管の製造可否と製造条件を実験室規模で検討した。検討では純チタン材の熱間変形挙動(変形能、変形抵抗)をねじり試験で調査して穿孔圧延の可能性を調査した。またモデル穿孔圧延機により穿孔圧延の最適条件(温度、加工度)を把握した。さらに組織制御の観点から穿孔圧延工程の熱加工履歴を模擬し、製品での等軸組織の実現可否について検討した。

検討の結果、熱間変形挙動ではチタンは高温相である $\beta$ 相温度域において良好な変形能を有しており、穿孔圧延が可能であることが判明した。また変形抵抗も炭素鋼に比べて十分低いことが判明した。この点から基本的に純チタンの穿孔圧延が可能である。

穿孔圧延は1173K以上の加熱で可能で、内外面ともに健全な圧延が可能であることを確認した。ただし純チタンは加熱により生成した酸化スケールが潤滑作用を示すためロールとスリップしやすくなり、1223K~1373Kの温度範囲における穿孔圧延が推奨されると判明した。

組織制御の観点では $\beta$ 相温度域で穿孔圧延したのちに、 $\alpha$ 相温度域で延伸圧延を加えることで、焼鈍後に狙いである等軸組織を有する製品の製造が可能と判明した。

## 3. Ti-6Al-4V合金の製造に関する基礎検討

前章と同様にTi-6Al-4V合金を対象として傾斜圧延による継目無管の製造可否とその最適条件を実験室規模で検討した。

検討ではTi-6Al-4V合金の高温変形挙動をねじり試験で調査した。またモデル穿孔圧延機により穿孔圧延性を確認するとともに穿孔圧延後の組織と引張性質を調査した。さらに組織制御の観点から傾斜圧延工程の熱加工履歴を模擬し、傾斜圧延後のマイクロ組織と引張性質を予測して、最適な製造条件(加熱温度と再加熱温度)を検討した。また引張変形を受ける際にチタン合金で問題となるSIP(Strain Induced Porosity)の発生条件を調査し、定径圧延前の再加熱温度を決定した。

検討の結果、Ti-6Al-4V合金は1173K以上の高温域で良好な変形能を有しており、また変形抵抗も低いために穿孔圧延が基本的に可能であることが明らかとなった。またこのことはモデル穿孔圧延機での圧延試験後に管内面に欠陥がないことから裏付けられた。

組織制御の観点では穿孔圧延は $\beta$ 相温度域で行うため圧延後の組織は針状組織となる。しかし、穿孔圧延では連続的に加工を受けるために加工後の組織が細くなり延性に優れることが判明した。一方、傾斜圧延工程では工程の制約上、延伸圧延と定径圧延において $\alpha+\beta$ 相温度域で十分な加工度を与えることが出来ない。このため穿孔圧延後に生成した針状組織を等軸組織に再結晶させることが出来ないが、組織自体は細かいために規格値を満足する良好な特性を持つ製品が製造可能と予測された。

変形能、熱加工後の引張性質調査結果およびSIPの発生回避を考慮すると、穿孔圧延工程の条件として1373Kの加熱と1223Kでの再加熱が最適と判明した。

## 4. 純チタン継目無管の特性に与える製造条件の影響

2.の実験室規模における検討結果を基に実製造設備で試作した。

試作では外観の観察から欠陥の有無を確認することと引張性質を調査することで、傾斜圧延法の適用可否を検討した。また再加熱温度が製品の特性に与える影響を調査するために $\alpha$ 相温度域と $\beta$ 相温度域で再加熱して試作を行い比較した。さらに従来の製造法である熱間押し材とマイクロ組織、集合組織などを調査して比較した。

試作の結果から、傾斜圧延法により表面欠陥のない良好な外観を持つ純チタン継目無管の製造が可能であることを実証した。また再加熱温度としては $\alpha$ 相温度域で再加熱して定径圧延したも

のが管内面の表面品質の点から望ましいと判明した。また傾斜圧延法による製管材は、再加熱温度によらず規格値を満足する良好な引張性質を有していることを確認した。以上から、純チタン継目無管の製造に傾斜圧延の適用が可能であると言える。

傾斜圧延の製管材における集合組織は板圧延材と類似の方位を持つことを見いだした。とくに最終工程である定径圧延では肉厚方向の加工が加わらないが、集合組織の発生状況は肉厚方向に加工の加わる板圧延と同様の挙動を示すことが判明した。一方、押出し管は長手方向と円周方向にチタン $\alpha$ 相のC軸が強く集積した集合組織を有することが判明した。

#### 5. Ti-6Al-4V 合金継目無管の特性に与える製造条件の影響

3.の検討結果に基づき、Ti-6Al-4V 合金継目無管を実製造設備で試作して傾斜圧延の適用可能性を検討するとともに、熱間押し出し法による製管材と特性を比較した。熱間押し出し法としては $\alpha+\beta$ 押し出し材と $\beta$ 押し出し材の両者を調査対象とした。3.の結果から傾斜圧延法では、鍛造材などで規定されている微細な等軸組織が得られないため、熱処理による組織改善の可能性について検討した。

試作の結果から傾斜圧延法によって外観上、欠陥のないTi-6Al-4V 合金継目無管の製造が可能であると判明した。さらに熱処理後の引張性質は規格値を満足していることも確認した。さらに40本の引張試験結果から、引張試験値のばらつきが十分小さく、機械的性質が均質であった。以上から傾斜圧延法によりTi-6Al-4V 合金継目無管の製造が可能であると結論できる。

引張性質のうち、0.2%耐力と伸びのバランスの関係で整理すると、良好な側から傾斜圧延法製管材、 $\alpha+\beta$ 押し出し材、 $\beta$ 押し出し材の順で順位付けられ、マイクロ組織の大きさと関連が認められた。また傾斜圧延材では熱処理条件を変化させても鍛造材で得られるような微細な等軸のマイクロ組織を得ることが出来なかった。航空機用の鍛造材などでは延性を確保する観点から製品は等軸組織であることが義務づけられている。傾斜圧延では連続的に加工が加えられるため針状組織であるが微細であり、針状組織といえども微細化すれば十分な延性の得られることを明らかにした。

傾斜圧延法の集合組織は板圧延と類似の方位を持ち、弱い集合組織が形成された。また $\beta$ 押し出し材も傾斜圧延材と同様の集合組織であったが、 $\alpha+\beta$ 押し出し材では管の長手方向と円周方向に $\alpha$ 相の(0002)面が強く集積した。傾斜圧延材と $\beta$ 押し出し材は集合組織の集積度が低いため管長手方向と円周方向においては等方的な強度特性を示した。一方、 $\alpha+\beta$ 押し出し材は円周方向の強度が高く、これは集合組織の集積が強いことと関連づけられた。そして製造方法によらずTi-6Al-4V 合金継目無管の引張性質における異方性比率は、(0002)面の集積強度よりも分布割合を示すf値によって関連づけられることを見いだした。

#### 6. まとめ

傾斜圧延によって純チタンおよびTi-6Al-4V 合金継目無管の製造が工業的に可能であることを見いだした。これにより製品歩留まりと生産性の向上が期待できる。

本法による純チタン継目無管は化学工業用の配管として利用されている。また海底油田開発の進展に伴い、本方式により製造されたチタン合金油井管の適用が期待される。

以上

## 論文審査結果要旨及び学力確認結果の要旨

論文提出者	黒田篤彦
論文題目	傾斜圧延法によるチタン継目無管の製造に関する研究
審査委員	主査 教授 花田修治 教授 池田圭介 教授 大内千秋
論文審査結果の要旨	
<p>工業用純チタンおよびチタン合金の継目無管は、優れた耐食性と比強度特性を有することから多方面で利用されている。また最近では、低ヤング率特性を生かした新たな適用も検討されている。しかし、従来の継目無管には製造コストが高いという欠点があり、これがより広範な応用を制限していた。本論文は、高品質で生産性に優れた、チタンおよびチタン合金継目無管の製造方法として傾斜圧延法の適正を評価したもので、6章よりなる。</p> <p>第1章は緒言であり、本研究の背景および目的を述べている。</p> <p>第2章では、工業用純チタンの継目無管を傾斜圧延法で製造するために、工業用純チタンの熱間変形能と変形抵抗を調査した結果に基づいて、モデル穿孔圧延機により製造した中空素管について圧延試験を行い、組織制御の観点から傾斜圧延法による継目無管の製造条件を検討している。</p> <p>第3章では、Ti-6Al-4V合金の継目無管を傾斜圧延法で製造するために、Ti-6Al-4V合金の高温変形挙動を調査した結果に基づいて、傾斜圧延法による製造条件を実験室規模で検討するとともに、組織制御により穿孔圧延後に良好な機械的性質が得られることを示している。</p> <p>第4章では、第2章で得られた結果に基づいて、傾斜圧延法の実機製造設備において工業用純チタン継目無管の製造試作を行い、従来の製造プロセスによる継目無管と比較しながら製造品の評価を行なった結果、工業用純チタンの継目無管の製造方法として傾斜圧延法を工業的に適用することが可能であることを明らかにしている。</p> <p>第5章では、第3章で得られた結果に基づいて、傾斜圧延法の実機製造設備においてTi-6Al-4V合金継目無管の製造試作を行い、熱処理が製造品の機械的性質に与える影響を考慮しつつ、熱間押し出し法により製造したTi-6Al-4V合金継目無管と比較しながら製造品の評価を行なった結果、Ti-6Al-4V合金の継目無管の製造方法として傾斜圧延法を工業的に適用することが可能であることを明らかにしている。</p> <p>第6章は結論であり、各章の成果をまとめている。</p> <p>以上要するに、本論文は、高品質で生産性に優れた、工業用純チタンおよびTi-6Al-4V合金の継目無管製造に傾斜圧延法が適用可能であることを実験的に明らかにしたもので、材料加工プロセス学の発展に寄与するところが少なくない。</p> <p>よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。</p>	
学力確認結果の要旨	
<p>平成15年11月11日、審査委員ならびに関係教官出席のもとに、学力確認のための試問を行った結果、本人は材料加工プロセス学に関する十分な学力と研究指導能力を有することを確認した。</p> <p>なお、英学術論文に対する理解力から見て、外国語に対する学力も十分であることを認めた。</p>	

## 論文審査結果の要旨

工業用純チタンおよびチタン合金の継目無管は、優れた耐食性と比強度特性を有することから多方面で利用されている。また最近では、低ヤング率特性を生かした新たな適用も検討されている。しかし、従来の継目無管には製造コストが高いという欠点があり、これがより広範な応用を制限していた。本論文は、高品質で生産性に優れた、チタンおよびチタン合金継目無管の製造方法として傾斜圧延法の適正を評価したもので、6章よりなる。

第1章は緒言であり、本研究の背景および目的を述べている。

第2章では、工業用純チタンの継目無管を傾斜圧延法で製造するために、工業用純チタンの熱間変形能と変形抵抗を調査した結果に基づいて、モデル穿孔圧延機により製造した中空素管について圧延試験を行い、組織制御の観点から傾斜圧延法による継目無管の製造条件を検討している。

第3章では、Ti-6Al-4V合金の継目無管を傾斜圧延法で製造するために、Ti-6Al-4V合金の高温変形挙動を調査した結果に基づいて、傾斜圧延法による製造条件を実験室規模で検討するとともに、組織制御により穿孔圧延後に良好な機械的性質が得られることを示している。

第4章では、第2章で得られた結果に基づいて、傾斜圧延法の実機製造設備において工業用純チタン継目無管の製造試作を行い、従来の製造プロセスによる継目無管と比較しながら製造品の評価を行なった結果、工業用純チタンの継目無管の製造方法として傾斜圧延法を工業的に適用することが可能であることを明らかにしている。

第5章では、第3章で得られた結果に基づいて、傾斜圧延法の実機製造設備においてTi-6Al-4V合金継目無管の製造試作を行い、熱処理が製造品の機械的性質に与える影響を考慮しつつ、熱間押し法により製造したTi-6Al-4V合金継目無管と比較しながら製造品の評価を行なった結果、Ti-6Al-4V合金の継目無管の製造方法として傾斜圧延法を工業的に適用することが可能であることを明らかにしている。

第6章は結論であり、各章の成果をまとめている。

以上要するに、本論文は、高品質で生産性に優れた、工業用純チタンおよびTi-6Al-4V合金の継目無管製造に傾斜圧延法が適用可能であることを実験的に明らかにしたもので、材料加工プロセス学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。