

強せん断変形によるニオブ管の集合組織改善と高成形性化

同志社大学 機械システム工学科
教授 宮本 博之
(2018 年度 一般研究開発助成 AF-2018007-B2)

キーワード：強ひずみ加工，集合組織，成形性，リジニング

1. 研究の目的と背景

高エネルギー加速研究機構 (KEK) が主体となる次世代型直線衝突加速器「国際リニアコライダー (ILC)」計画では数万個が連結された高純度ニオブ製の超伝導加速空洞が使用される [1]。この超伝導ニオブ空洞はこれまで板からプレス加工により碗状の半セルに成形して、向かい合わせた 1 組の半セルを電子ビーム溶接 (ERW) により単一セルを作製して、さらに連結させていく製造が検討されている。しかし、この方法では生産性の低さと莫大な製造コストが課題となっている。そこで、長尺のニオブ管から液圧成形により多数のセル連結体を一機に製造する方法が検討されている。 [1]

一方、フェライト系ステンレス鋼は耐食性や耐熱性、加工性に優れ、オーステナイト系に比べると安価であり、Ni を使用しない省資源に寄与する材料であるため、自動車の排気ガス用鋼管や工場等の配管用のベローズ型継ぎ手管などに多く用いられている。従来の製法ではプレス成形や曲げ加工、溶接など多くの工程を要するので省エネルギーおよび製造コストの観点から、単一工程で複雑な形状への成形が可能な液圧成形への需要が高まっている。それに伴って、加工難度の高い形状への成形や、素材の成形性不足の問題がある。その中には組織の不均一性が原因と考えられる成形性不足によって加工中に破断する事例がある。

ニオブと上記のフェライト系ステンレス鋼に共通するのは共に変態点をもたない BCC 金属であり、不均一組織が残留しやすく、これが原因と考えられる成形性不足が問題となる。特にフェライト系ステンレス鋼はリジニングと呼ばれる成形時に生じる圧延方向のしわ状の欠陥が問題となる場合が多い。 [2]組織の不均一性はコロニーと呼ばれる類似の結晶方位を有する結晶粒群が存在し、その塑性変形挙動の差に基づいて発生するものと考えられている。 [3]コロニーが形成される原因としては、変態点を持たないこと、BCC 構造であるので、加工後の回復 (連続動的再結晶) が早く、交差すべりにより転位密度が低いために、その後の熱処理により再結晶が起こりにくくなるためである。 [4]これにより、加工時にリジニングが生じ、成形性が劣ることが問題となっている。さらにニオブは高融点でありながらヤング率が鉄の半分であるため、加工硬化性が低いこと成形性が低いことが予想される。 [5]

近年、強ひずみ加工によりせん断帯を導入することで再結晶を促進してリジニングの低減に効果があることが報告されている。 [6] 実際に SPD 法の一つである ECAP 法

により、フェライト系ステンレス鋼の熱延板を 1 パスのみ加工して、加工組織に再結晶の駆動力となるせん断帯 (シアバンド) を高密度に導入して、その後の冷間圧延と熱処理を加えることにより、集合組織を制御して、板の成形性の指標である r 値とリジニング性が改善できた報告がある。 [6, 7]一方、Tube channel pressing (TCP) 法と呼ばれる ECAP 法を管材用に適用した手法が発明され、金属管に対する結晶粒超微細化の効果が報告されている。 [8]

そこで、本研究ではニオブおよびフェライト系ステンレス鋼 409L の管材に TCP 法を適用して集合組織を制御することでリジニングを軽減させ、成形性を向上させることを目的とした。なお、著者らが知る限り、管材の集合組織に着目して、加工プロセスによりその集合組織を制御させ、管材の成形性を高める試みは例がない。

2. 実験方法

純度ニオブおよび 10%Cr フェライト系ステンレス鋼 SUS409 の溶接管を使用した。管の寸法は外径 42.7 mm、肉厚 1.0 mm、長さ 25 mm である。TCP 法の模式図と本研究で使用した金型の外観写真を図 1 に示す。TCP 法とは、管状の経路を有する金型に管を挿入して、経路中央部の屈曲部においてせん断変形を加えることにより金属組織を微細化する加工法であり、側方押出または ECAP 法を管に適用した加工法である。 [8] TCP 加工を最大 3 パスまで加えた、押し出し速度 2 mm/min、金型を 423 K まで加熱して行った。その後、再結晶させるために焼きなましを行った。ビッカース硬さ試験、引張試験、組織観察、XRD 解析、EBSD による結晶方位解析を行った。硬さ試験は島津社製マイクロビッカース硬さ試験機 (HMV-1: 島津微小硬度計) を用いて硬さ試験を行った。荷重 980.7 mN、荷重保持時間 15 s とし、10 回測定し、平均値を試験片のビッカース硬さとした。TCP1 パス材、2 パス材を熱処理したものに対してそれぞれ引張試験を行った。引張試験機として島津製作所製 Autograph AGS-10kND を用いて、初期ひずみ速度 $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で試験を行った。引張試験片は 2-2 で示したものをを用いた。15%の伸びひずみを与えた後 r 値を算出した。組織観察は日本電子製: JSM-7001FD 型 FE-SEM および Oxford Instruments 社製の電子線後方散乱回折 (EBSD) 法により結晶方位分布測定を行った。成形性の評価はステンレス鋼についてのみ液圧バルジ試験により実施した。

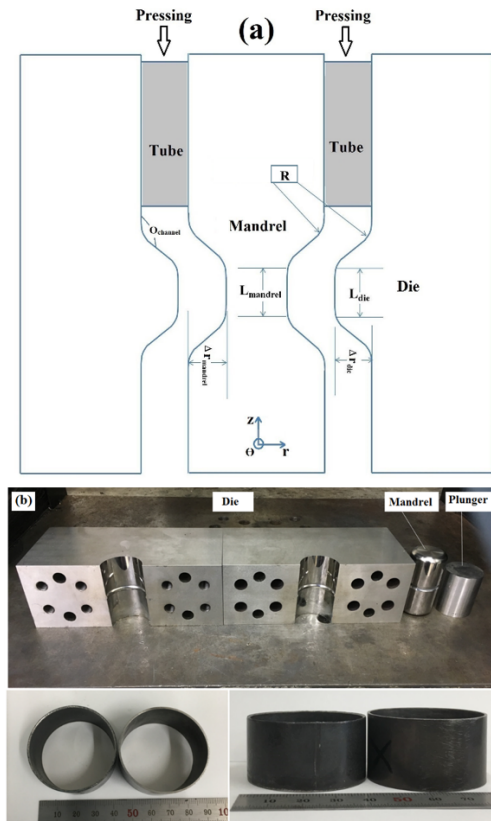


図1. TCP 加工法における金型の概略図(上段)と金型と試験片の外観写真(左は加工後, 右は加工前)

3. 結果および考察

3.1 微細組織の比較

純ニオブおよびステンレス鋼の AS 材と TCP 加工を 1~3 パスした後焼鈍したものを光学顕微鏡で観察した組織を図 2 にしめす。後述するように成形性を評価するにあたり, 結晶粒径の影響を排除するために, TCP 加工のパス数により結晶粒径に大きな変化がないことが確認できた。再結晶が促進され, 結晶粒が等軸化したことが確認できる。

TCP 加工による 1 パス加工後の光学顕微鏡組織を図 3 に示す。図中の矢印で示すように結晶粒内にシアーストリップが確認できる。これらは Micro-shear band または Grain-scale shear band と呼ばれるもので[9], 炭素鋼など BCC 系の材料で確認されている。図中の A および C は ECAP 法と同様にチャンネル角によって生じるせん断変形によって形成されたシアーストリップであり, B および D は金型中央部での管材の直径の減少および, 増加によって形成されたシアーストリップであると考えられる。組織観察から明らかにステンレス鋼よりもニオブの方がより高密度かつ広範囲にシアーストリップが導入されていることが確認できる。これは, ニオブがステンレス鋼に比べて加工硬化性が低いこと, すべり面が少ないことに起因すると考えられる。シアーストリップも変形が局部に集中する塑性不安定現象であるため, 加工硬化性が低いニオブに多く

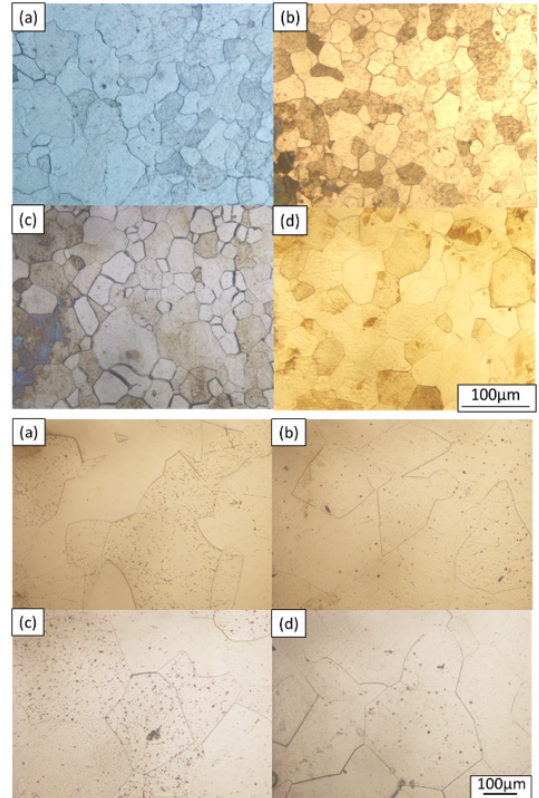


図2. TCP 加工および熱処理後の組織(上段: 409L 鋼, 下段: 純ニオブ) (a)As, (b)1, (c)2, (d)3 パス材

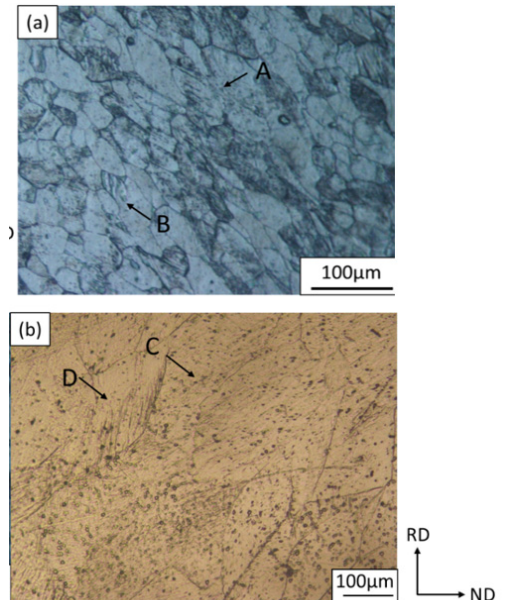


図3. TCP 1 パス後の断面組織 (a)409L 鋼, (b)ニオブ

シアーストリップが導入されたと考えられる。

次に, TCP 1~3 パス後に EBSD により測定した結晶方位マップを図 4 に示す。まず $\langle 100 \rangle // ND$ 粒に $\langle 110 \rangle$ および $\langle 111 \rangle // ND$ のシアーストリップが導入されていることが確認できる。これによって $\langle 100 \rangle$ 粒の再結晶が促進されたことが示唆される。また, 図 4 (c) においては $\langle 100 \rangle // ND$ 粒だ

けではなく最も回折強度の高い $\langle 111 \rangle$ 粒にもシアーブンドが導入され、前述したように集合組織がランダム化したことがわかる。1~3パス材を焼鈍した材料の方位マップを図5に示す。AS材で多く存在していた成形性を低下させる $\langle 100 \rangle // ND$ 粒がパス数の増加につれて減少していることが確認できる。一方で $\langle 110 \rangle // ND$ 粒がAS材で全く見られないのに対してTCP加工を施すと $\langle 110 \rangle$ 粒が増加していることが確認できる。また、3パス時には成形性を向上させる $\langle 111 \rangle // ND$ 粒が減り、集合組織がランダム化していることがわかる。以上よりTCP加工を施すことにより $\langle 100 \rangle$ 粒に集中的にシアーブンドが導入されることで再結

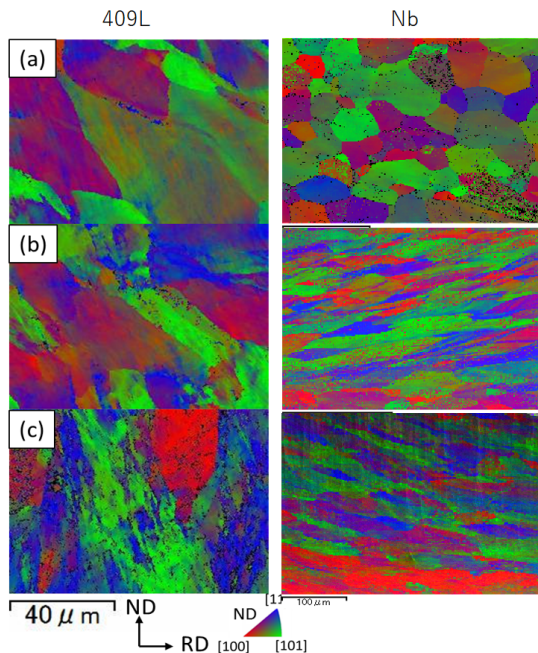


図4. TCP加工後の断面方位マップ (a)1パス, (b)2パス, (c)3パス後

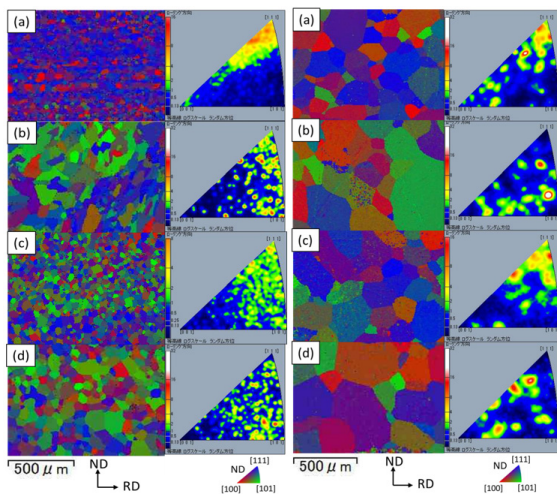


図5. TCPおよび焼鈍し後の方位マップ (左: 409L, 右: ニオブ) (a)As, (b)1, (c)2, (d)3パス

晶が促進され、 $\langle 100 \rangle$ 粒から $\langle 110 \rangle$ または $\langle 111 \rangle$ 粒が再結晶

過程で形成したと考えられる。

3.2 TCP加工による再結晶挙動の変化

TCP加工のパス数と再結晶挙動の関係を調べるために50 Kずつ温度を変えて熱処理を行った。熱処理温度と硬さの関係を図6に示す。まず、ステンレス鋼では急激に軟化する軟化温度がパス数の増加により明らかに低下しているのに対して、ニオブではその差が小さい。一方、軟化後の硬さはパス数の増加により低下しているが、その差はニオブの方が大きい。これは3.1節で述べたように、1パス時のシアーブンドの導入数の差に起因していると考えられる。

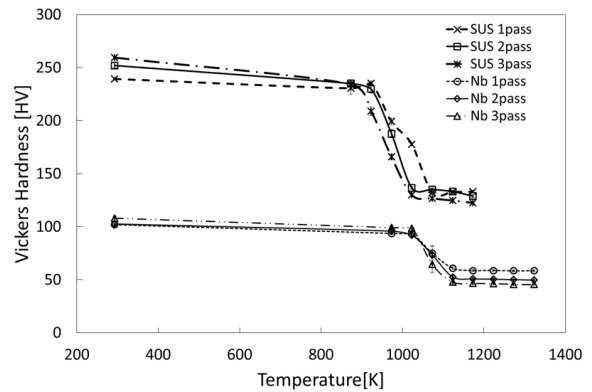


図6. TCP加工後の焼鈍し温度と硬さの関係

3.3 成形性に及ぼす影響

TCP加工によって実際に成形性が向上するかどうかを調査するために管の軸方向および円周方向について引張試験を行った。ニオブ管から長手方向および円周方向についての公称応力-ひずみ線図を図7に示す。伸びに及ぼすパス回数の効果は軸方向に比べて円周方向で顕著に高いことが明らかとなった。円周方向の引張試験後の試験片の外観図を図8に示す。AS材は溶接部で破断していたのに対して、TCP加工材は溶接部以外の箇所破断していた。このことはTCPとその後の熱処理により溶接組織が消失したと考えられる。r値はステンレス鋼およびニオブ管ともにパス回数の増加により向上していた(図9)。その効果はニオブ管の円周方向で特に大きいことが明らかになった。

ステンレス鋼について引張試験で伸びひずみを15%与えたときの引張試験片の外観写真を図10に示す。さらにその試料表面を共焦点顕微鏡を用いて表面粗さを測定した。測定方向は引張方向に対して垂直な方向で行った。その結果を図11に示す。AS材でははっきりと見えるリジリングが1pass材では明らかに軽減されていることが確認できる。さらにパス数を増やすことでわずかではあるがリジリングが軽減されていることがわかる。これは $\langle 100 \rangle // ND$ 粒にシアーブンドを導入することでリジリング

の原因となるコロニーを分断でき、 $\langle 100 \rangle$ の再結晶が促進されたことでリジングの軽減につながったのではないかと考えられる。

ステンレス鋼管についてAS材およびTCP1パス材を液圧バルジ試験によりその成形性を評価した。AS材では早期に溶接部で破断が生じたのに対して、TCP1パス材では所定の直径まで成形することができた(図12)。液圧試験後に長手方向の板厚分布を測定すると、AS材に比較して1パス材は板厚の分布が均一であった(図13)。

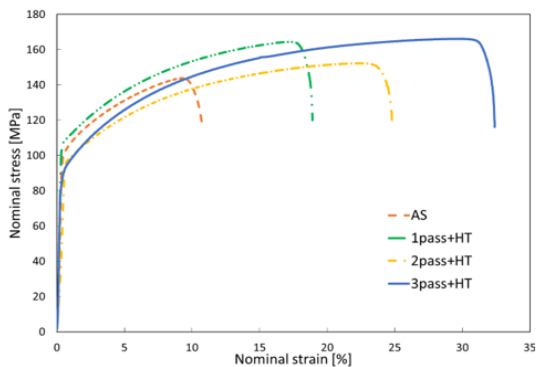
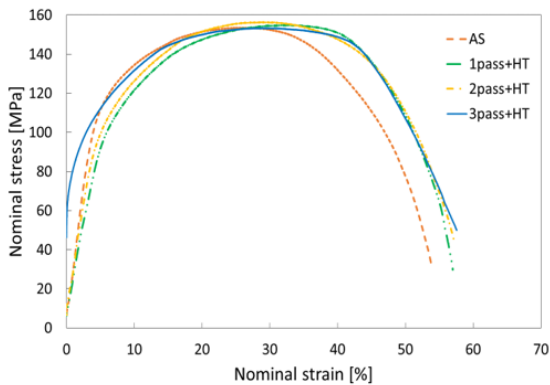


図7. ニオブ管のTCPおよび熱処理後の応力ひずみ線図 (a) 軸方向, (b) 円周方向

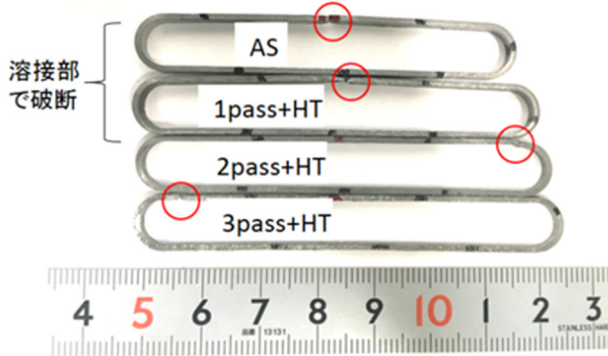


図8. ニオブ管の円周方向の引張試験後の外観写真

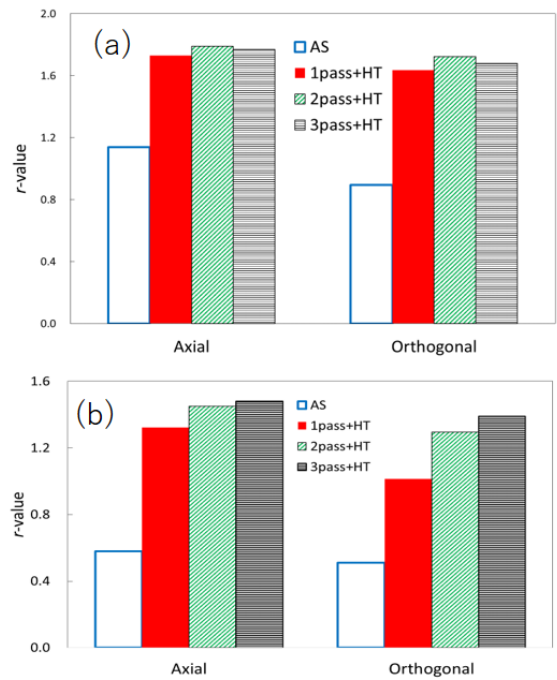


図9. 軸方向および円周方向のr値 (a) 409L鋼, (b) ニオブ管

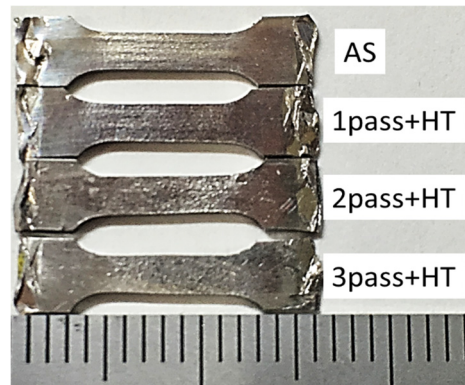


図10. 409L鋼のリジング試験結果

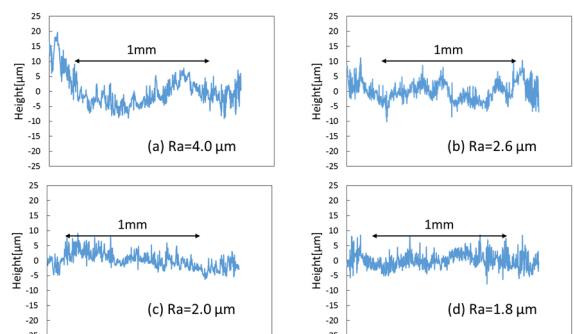


図11. 409L鋼のリジング試験後の幅方向の断面粗さプロフィール



A S材 (破裂) T C P 1パス材 (破裂せず)

図 1 2. 409L 鋼管の液圧バルジ試験後の外観写真

4. 結 論

高純度ニオブおよびフェライト系ステンレス鋼 SUS409L 鋼の管の液圧成形性の向上を目的として TCP 加工とその後の熱処理が管の集合組織と成形性に及ぼす影響を調査した結果、以下のことが明らかになった。

- (1) TCP 加工によりシアバンドが形成されていることが確認された。
- (2) TCP 加工およびその後の熱処理により集合組織がよりランダムに変化した。
- (3) TCP 加工および熱処理により管の伸びが増加した。特に円周方向の伸びへの効果が大きい。また r 値も増加した。
- (4) ステンレス鋼管に対してはリジングが低減した。
- (5) ステンレス鋼管の液圧バルジ成形性が増加した。

謝 辞

本研究は 2018 年度天田財団研究助成を受けたものであり、謝意を表します。研究全般を通して支援いただいた高エネルギー加速器研究機構の山中将教授、また、液圧バルジ成形試験にご協力いただいた日本ニューロン株式会社 西勇也氏に感謝します。

参考文献

[1] 井上均, 田島健, 山中将, 上野健治, シームレス空洞の製作, 第 13 回高エネルギー研メカ・ワークショップ報告集 (2012) 77-78.

[2] 大橋延夫, 17%Cr ステンレス熱延鋼帯のリジング発生原因, 日本金属学会誌 31 (1967) 519-525.

[3] 武智弘, 加藤弘, 角南達也, 中山正, 17%Cr ステンレス鋼のリジング現象の発生機構, 日本金属学会誌 31 (1967) 717-723.

[4] 松尾宗次, ステンレス鋼のリジングとその対策, 日本金属学会会報 19 (1980) 192.

[5] 山口裕太, 泉拓水, 湯浅元仁, 宮本博之, 山中将, 超伝導加速空洞用高純度ニオブの再結晶挙動と集合組織, 日本金属学会誌 82 (2018) 262-268.

[6] 足立光明, 湯浅元仁, 宮本博之, 藤原弘, 秦野正治, ECAP・冷間圧延の二段プロセスにより作製したフェライト系ステンレス鋼板のリジングと成形性におよぼす熱延板の初期結晶粒径の影響, 日本金属学会誌 82(2) (2018) 52-57.

[7] H. Miyamoto, T. Xiao, T. Uenoya, M. Hatano, Effect of simple shear deformation prior to cold rolling on texture and ridging of 16% Cr ferritic stainless steel sheets, ISIJ International 50(11) (2010) 1653-1659.

[8] M.H. Farshidi, M. Kazeminezhad, Deformation Behavior of 6061 Aluminum Alloy Through Tube Channel Pressing: Severe Plastic Deformation, Journal of Materials Engineering and Performance 21(10) (2012) 2099-2105.

[9] M.R. Barnett, Role of in-grain shear bands in the nucleation of $\langle 111 \rangle$ ND recrystallization textures in warm rolled steel, ISIJ International 38(1) (1998) 78-85.