

# 傾斜圧延法による純チタン継目無し管の製造条件の検討

黒田 篤彦\*・山川 富夫\*

Investigation on the Manufacturing Conditions of Commercially Pure Titanium Seamless Pipes by the Inclined Rolling Process

Atuhiko KURODA and Tomio YAMAKAWA

**Synopsis :** The manufacturing conditions of commercially pure titanium seamless pipes by inclined rolling process were investigated on laboratory scale. Elevated temperature torsion test was carried out to alpha forged and beta forged billets. Piercing condition was determined by a model piercing mill. A part of pierced shell was hot rolled and annealed to investigate the possibilities to attain equiaxed structure in the products.

The results were summarized as follows.

- (1) Piercing operation above 1223K is recommendable to avoid low piercing efficiency of the commercially pure titanium, while the material possesses sufficient deformability in beta phase region.
- (2) Equiaxed structure is obtainable by the piercing operation in beta phase region, followed by rolling in alpha phase region and annealing at 1023K. Piercing operation below 1373K is necessary to achieve equiaxed structure.
- (3) Fine grain alpha forged material possesses superior deformability at elevated temperature to coarse grain beta forged material. However, the beta forged material possesses sufficient deformability for the piercing operation in beta phase region.

**Key words :** commercially pure titanium ; plastic deformation ; seamless pipe ; inclined rolling process ; microstructure.

## 1. 緒言

チタンの継目無し管は軽量で耐食性に優れ、信頼性も高いことから、化学工業用配管やエネルギー開発などに用いられている<sup>1)</sup>。製造コストを引き下げることができればさらに大きな需要が期待される分野である。

従来、チタンの継目無し管はユージーンセジュールネ法に代表される熱間押し出し法により製造されている<sup>2)</sup>。この方法はチタンなど熱間変形能の乏しい材料の加工に適しているが、生産性や歩留が低く、製造コストが高くなる<sup>3)</sup>。

一方、マンネスマン方式による傾斜圧延法は高い生産性と歩留まりが期待できる。しかし中実の素材を中空の素管とする穿孔圧延において付加的なせん断歪が発生して素材が厳しい変形を受けるため、熱間変形能の乏しい材料の圧延は困難とされている<sup>4)</sup>。旧ソ連でチタン継目無し管を3ロールの穿孔圧延機で製造した例が報告されているが、その詳細は不明である<sup>4)</sup>。

継目無し管を傾斜圧延で製造する場合には、穿孔圧延工程で素材は厳しい変形を受けるため素材の熱間変形能が不足すると圧延中に割れなどの欠陥を生じる。また熱間変形抵抗が高いと圧延が不可能となる。このため、製管素材と

なるビレットの熱間加工性ができるだけ良好であることが必要である。チタンはインゴットからビレットまでの粗鍛造工程での熱加工履歴の違いによって組織が変化するが、特に組織の変化が熱間加工性に与える影響は明らかではない。また、最終製品において良好な機械的性質を得るため、圧延後に均一な等軸組織が形成されることが必要であるが、その製造条件も不明である。

本報告では傾斜圧延法で工業用純チタンの継目無し管を製造する事を目的として実施した基礎検討の結果を報告する。本検討ではまず工業用純チタンの熱間加工性を調査してビレットの最適な製造条件を検討した。次いで、モデル穿孔圧延機により穿孔圧延条件を検討した。さらに良好な機械的性質を持つ製品を製造するために、圧延と熱処理後に等軸組織を持つ工業用純チタン管の適正な製造条件を検討した。

## 2. 供試材と実験方法

### 2・1 熱間加工性の基礎調査

傾斜圧延法を前提として、工業用純チタン(以下純チタン)の熱間加工性の温度依存性を明らかにするために以下の調

平成8年7月23日受付 平成8年11月12日受理 (Received on July 23, 1996; Accepted on Nov. 12, 1996)

\* 住友金属工業(株)総合技術研究所 (Corporate Research & Development Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-8 Fuso-cho Amagasaki 660)

査を行なった。併せてビレット組織が熱間加工性に与える影響も調査した。

供試材はTable 1に示す組成の純チタンで、VAR法により製造した1000mm $\phi$ のインゴットから $\beta$ 域で410mm角まで粗鍛造後、 $\alpha$ 域で178mm $\phi$ まで圧延したビレットを素材とした。

この素材を2種類の条件で90mm $\phi$ まで鍛造した。一つは1323Kで7.2ks加熱後に $\beta$ 相温度域で鍛造した $\beta$ 鍛造材であり、もう一つは1123Kで7.2ks加熱後、 $\alpha$ 相温度域で鍛造した $\alpha$ 鍛造材である。

この2種類の鍛造材中心部から鍛造方向と平行な方向に平行部8mm $\phi$ ×30mm $l$ の試験片を採取し、ねじり試験を行ない、熱間加工性を評価した。ねじり試験を採用した理由は、試験中の変形様式が穿孔圧延と類似であることによる<sup>5)</sup>。

試験温度は973Kから1373Kの範囲で、所定温度に900s保持した後、試験を行なった。加熱雰囲気は大気中である。試験片表面は基本的に酸化状態としたが、加熱温度1273Kの条件について試験片表面に酸化防止剤を塗布し、表面酸化が変形能に与える影響を調査した。また歪速度は4.2s<sup>-1</sup>とした。

ねじり試験では試験片の破断までのねじり回数(捻回値)から熱間変形能を求めた。また試験片の固定端側でトルクを測定し、最大トルク値から変形抵抗を算出した。

## 2.2 モデルミルによる穿孔試験

傾斜圧延法における穿孔圧延の最適条件を求めるため以下の試験を行なった。

前記178mm $\phi$ の素材を1323Kで7.2ks加熱後70mm $\phi$ まで $\beta$ 相温度域で鍛造した。この鍛造材から60mm $\phi$ ×300mm $l$

の試験片を採取し、モデルミルでの穿孔試験に供した。試験は2ロールのモデル穿孔試験機を用いた。加熱温度は1123Kから1473Kの範囲で、また穿孔比(Fig. 1)を2.1から3.4の範囲で変化させて穿孔圧延挙動を調査した。ロールの傾斜角は12度とした。穿孔圧延中に傾斜ロールとプラグに作用する荷重をロードセルにより測定するとともに、穿孔素材と主ロール間のスリップ発生程度を表わす穿孔効率(Fig. 1)を測定した。さらに、穿孔圧延後の素管(ホローシェル)内面の欠陥発生の有無を調査した。

## 2.3 圧延試験

傾斜圧延法で等軸組織を得るための条件を求めるため、以下の試験を行なった。前記2.2の試験で穿孔比が2.1の条件で1123Kから1473Kの温度域で穿孔したホローシェルより厚み8mmの板状素材を採取した。これを穿孔圧延工程後の延伸圧延工程をシミュレートするため4mm厚まで熱間圧延し、さらに1023Kで1.8ks焼鈍した後の組織を調査した。穿孔圧延機と後段の圧延機間で150K程度の温度降下が発生することが予測されるため、この圧延試験での加熱温度は穿孔圧延の加熱温度からそれぞれ150K低い温度とした。

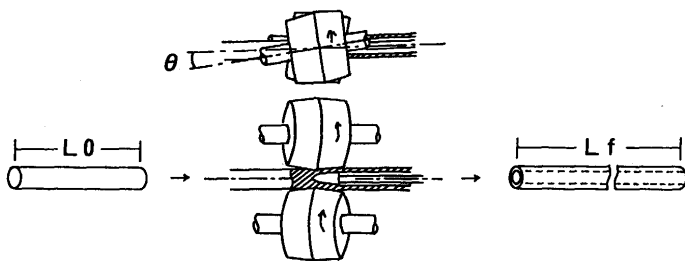
## 3. 実験結果と考察

### 3.1 熱間加工性に関する基礎試験結果

ねじり試験の捻回値測定結果をFig. 2に示す。捻回値が大きいほど熱間変形能が高い。捻回値は素材の $\beta$ 変態温度(=1188K)を境に急激に変化し、 $\alpha$ 相温度域では温度による変化が小さい。一方、 $\beta$ 相温度域では変態点直上で捻回値はもっとも高い値を示した後、急激に低下し、1250K以上ではほ

Table 1. Chemical composition of the material. (mass%)

Fe	C	H	O	N	Ti
0.06	0.008	0.002	0.228	0.01	Bal.



$$\text{Piercing Ratio} = L_f / L_0$$

$$\text{Piercing Efficiency} = V_b / (V_r \sin \theta) \times 100$$

$V_b$ : Billet velocity along the rolling direction.

$V_r$ : Roll surface velocity at the gorge section.

$\theta$ : feed angle

Fig. 1. Schematic diagram of the piercing operation. Definition of the piercing ratio and the piercing efficiency.

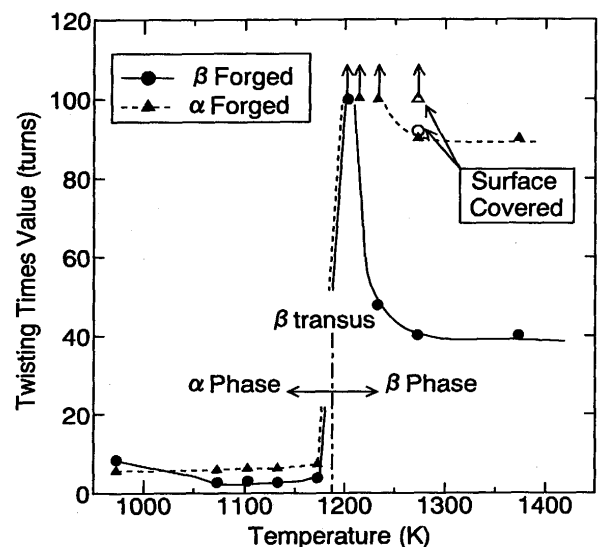


Fig. 2. Effect of forging conditions, test temperatures and surface conditions on the elevated temperature deformability of the commercially pure titanium. Materials were tested under the oxidized surfaces, except the blank marks.

ば一定の値を示す。

次に素材の加工履歴の影響では $\alpha$ 鍛造材が全体的に高い捻回値を示し、特に $\beta$ 相温度域では良好な変形能を示す。

また表面を酸化防止剤で保護すると酸化状態のものに比べて捻回値が向上するが、この場合でも $\alpha$ 鍛造材が高い捻回値を示す。

以上の結果のうち、変態点を境にして捻回値が $\beta$ 相側で向上する理由は結晶構造がHCPからBCCに変化するためである。

また素材の加工履歴が捻回値に影響を与える理由は以下の通りと考えられる。ねじり試験片のマイクロ組織をFig. 3に示す。試験前の状態で $\beta$ 鍛造材は約 $200\mu\text{m}$ の結晶粒径を持つ針状組織であり、 $\alpha$ 鍛造材は約 $45\mu\text{m}$ の等軸組織である。また $1373\text{K}$ で試験後のマイクロ組織は、 $\beta$ 相温度域から冷却されたために針状組織となっているが、 $\alpha$ 鍛造材のマイクロ組織が $\beta$ 鍛造材に比べて細かい。このことから、試験前に小さな結

晶粒径を持つ $\alpha$ 鍛造材ではねじり試験の時点においても結晶粒径が細かく、粗い結晶粒を持つ $\beta$ 鍛造材に比べて高い捻回値を示した。すなわち、素材の結晶粒径は純チタンの高温変形能に影響を与え、粒径の細かい条件のものほど高い捻回値を示すものと考えられる。

また表面を酸化防止剤により保護した条件で捻回値が高くなっている。純チタンは $\beta$ 域で酸化によりガス吸収するが、試験片の表面に生成したスケール層は脆いため、変形の初期段階で試験片表面に容易に割れが生じる。この割れのノッチ効果で試験片が早期破断するため、 $\beta$ 域高温側では捻回値が低下するものと考えられる。従って酸化防止剤で表面を保護すると表面の酸化が抑制され、 $\beta$ 域高温側で捻回値の低下する程度が小さい。

以上より、純チタンの高温変形能は結晶粒径に影響を受け、結晶粒径の小さい素材が高い変形能を持つことが判明した。さらに試験片表面の酸化により $\beta$ 温度域高温側で変形能が低下すると言える。

次にねじり試験での変形抵抗の測定結果をFig. 4に示す。 $\alpha$ 相温度域での変形抵抗は温度依存性が高く、試験温度が高温になるに従って変形抵抗が単調に低下する。一方、 $\beta$ 相温度域では変形抵抗の温度依存性は小さく、ほぼ一定の値を示す。

熱間での変形抵抗値は素材の熱加工履歴の影響を受けない。すなわち変形抵抗は素材の結晶粒径の影響を受けないことが判る。さらに純チタンの変形抵抗は炭素鋼の1/2以下と低い値であり、変形抵抗の面から純チタンの熱間加工性の問題は少ないものと判断される。

### 3.2 モデルミルによる穿孔試験結果

モデル穿孔試験機において純チタンの良好な穿孔圧延が可能でFig. 5に示す。健全な穿孔を行なうためには適正な加熱温度範囲が存在し、穿孔比の高い条件では、この加熱温度範囲が狭くなる。すなわち穿孔比が2.1では $1173\text{K}$ から $1473\text{K}$ の加熱温度範囲で穿孔圧延が可能であった。また穿孔比が3以上では $1223\text{K}$ から $1373\text{K}$ の範囲で穿孔圧延が可能であった。

またロールと素材間のスリップの指標となる穿孔効率の測定結果をFig. 6に示す。加熱温度が $1173\text{K}$ 以下および $1473\text{K}$ の条件では純チタンの穿孔効率が鋼よりも低く、穿孔圧延中にロールと素材がスリップしやすい傾向を持っている。すなわち、これらの加熱温度領域では純チタンでは穿孔圧延の安定性に問題がある。

穿孔圧延中にプラグに作用するプラグ荷重測定結果をFig. 7に、また傾斜ロールに作用する主ロール荷重の測定結果をFig. 8に示す。純チタンの圧延荷重は炭素鋼よりも低い値を示しており、圧延荷重の面から純チタンの穿孔圧延は問題が無いと言える。

以上のモデル穿孔試験の結果の内、適正な加熱温度よりも低温側の加熱温度ではビレットがロール内に噛み込まれ

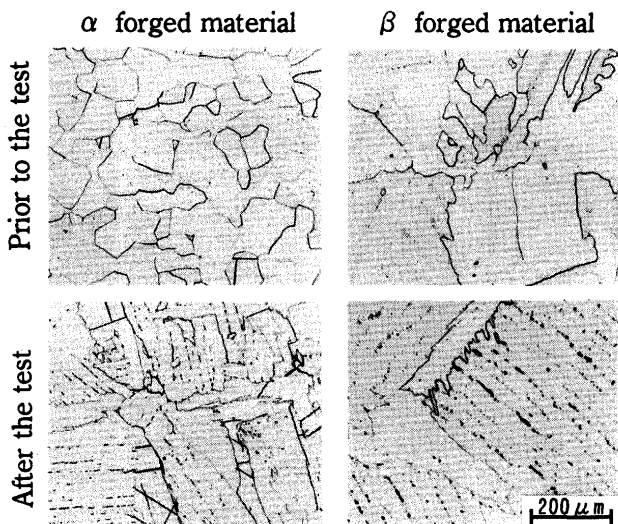


Fig. 3. Microstructure of undeformed portion of the twist test specimens.

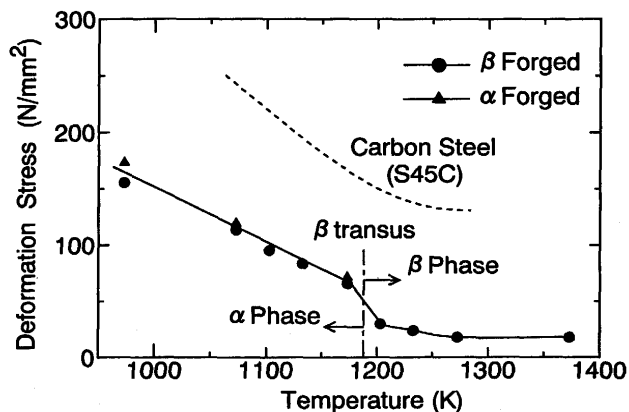


Fig. 4. Deformation stress of the commercially pure titanium (C.P. Titanium) at elevated temperature in comparison with a carbon steel (S45C).

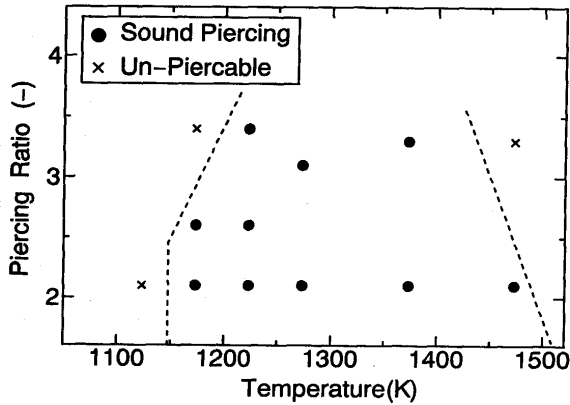


Fig. 5. The adequate range of temperature and piercing ratio where the piercing rolling were possible for the commercially pure titanium on a model piercing mill. Feed angle=12°, piercing Ratio=2.1.

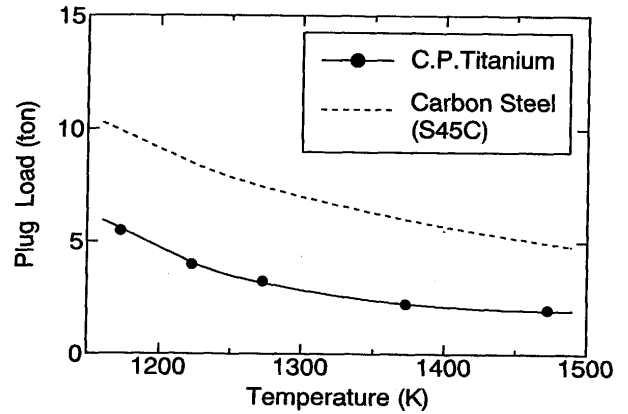


Fig. 7. Applied force on the plug during piercing rolling of the commercially pure titanium (C.P. Titanium) in comparison with a carbon steel (S45C). Feed angle=12°, piercing Ratio=2.1.

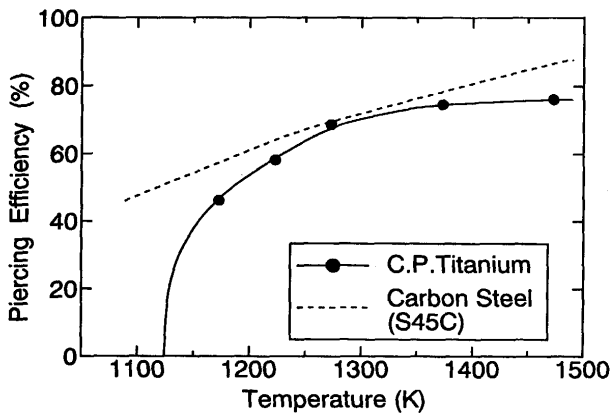


Fig. 6. Effect of temperature on the piercing efficiency of the commercially pure titanium (C.P. Titanium) in comparison with a carbon steel (S45C). Feed angle=12°, piercing Ratio=2.1.

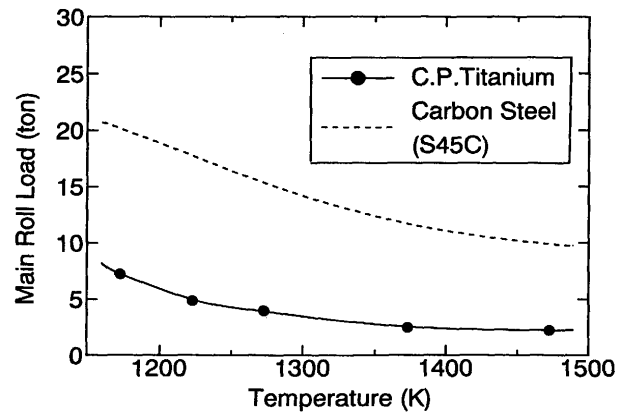


Fig. 8. Applied force on the main roll during piercing rolling of the commercially pure titanium (C.P. Titanium) in comparison with a carbon steel (S45C). Feed angle=12°, piercing Ratio=2.1.

ず穿孔圧延が不可能であった。特に1173K以下で穿孔圧延が不安定となる原因は、この温度以下では素材温度の低下による変形抵抗の増加が大きくなるためと考えられる。すなわち穿孔圧延中に穿孔プラグの前面領域はプラグで冷却され、プラグ前面領域の変形抵抗が高くなる。この結果1173K以下の温度でロールへの噛み込み不良が生じたと言える。また $\alpha$ 温度域の加熱で生成するスケール層は $\beta$ 温度域の加熱で生成するスケールに較べて剥離しにくい<sup>6)</sup>。このため、 $\beta$ 温度域では素材がロールに噛み込まれるとスケールは容易に剥離するが、 $\alpha$ 温度域ではスケールが素材表面に残留し、穿孔圧延中にスケールが潤滑材として作用する。このためロールと素材間の摩擦係数が低下し、1173K以下で穿孔効率が低下したものである。

また穿孔比3.3の条件で1473K加熱では穿孔圧延中にロールが素材とスリップして、完全な穿孔圧延は不可能であった。この理由は、穿孔比が高いために穿孔圧延中の素材には大きな前進力が必要となるが、高温の加熱によりスケール

の発生が多くなったためスケールの潤滑効果が強くなったためである。この結果穿孔圧延中に素材の前進が停止し、穿孔圧延が不可能となったものである。

純チタンは化学的に活性なため、穿孔圧延中に工具が圧延材と焼き付きを起こし、特に管内面側で欠陥となることが懸念された。しかし、穿孔圧延後のプラグ表面には穿孔圧延条件によらず焼き付きは認められなかった。また穿孔圧延後のホローシェル内面をショットブラストで脱スケールし観察した結果をFig. 9に示す。穿孔圧延後のホローシェル内面はプラグとの接触による螺旋状の痕が認められるが、管内面に割れなどの有害な欠陥は認められなかった。

以上のことから純チタンは穿孔圧延の効率が低い問題を有するが、加熱温度を適切に選べば傾斜圧延法により継目無し管の製造が基本的に可能である。

### 3・3 延伸圧延条件の検討結果

Fig.10にホローシェルを穿孔温度から150K低い温度で肉厚圧下率50%の圧延後、1023Kで1.8ks熱処理をしたマイクロ

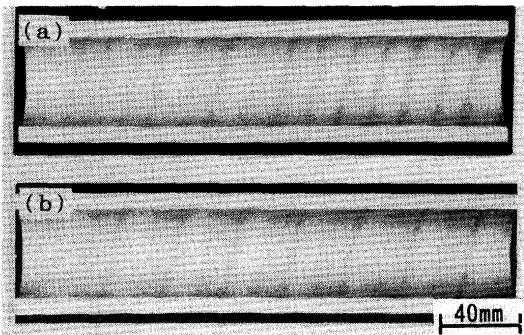


Fig. 9. Appearances on the inner surface of commercially pure titanium hollow shells.  
(a) Pierced at 1223K, piercing ratio=2.1.  
(b) Pierced at 1373K, piercing ratio=2.1.

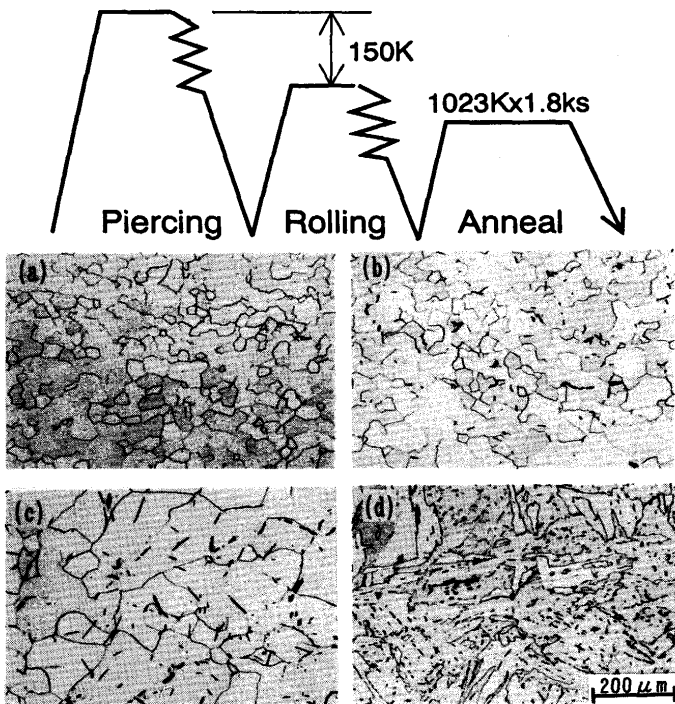


Fig. 10. Microstructure after annealed at 1023K for 1.8ks.  
(a) Pierced at 1223K and rolled at 1073K.  
(b) Pierced at 1273K and rolled at 1123K.  
(c) Pierced at 1373K and rolled at 1223K.  
(d) Pierced at 1473K and rolled at 1323K.

組織観察結果を示す。

穿孔温度が1223Kから1373Kのものは圧延、焼鈍後に等軸の組織が得られる。これは穿孔圧延後に $\alpha$ 域で圧延と熱処理を受けたため、等軸組織に再結晶したものである。一方、穿孔温度が1473Kでは圧延温度が1323Kで $\beta$ 変態温度以上であるため、圧延後に針状組織が残留し、熱処理により組織の等軸化ができなかった。

純チタンの針状組織では延性が若干低下することから、通常は等軸組織の状態が使われる<sup>7)</sup>。今回の検討結果から、穿孔圧延後の延伸圧延中に $\beta$ 変態温度以下となるように穿孔

前の加熱温度を選べば、傾斜圧延後の製品の結晶粒を等軸とすることが可能であることが判明した。すなわち製品の品質上、傾斜圧延法の適用に問題が無いと言える。

### 3・4 製造条件の検討

以上の結果を総合して、純チタン継目無し管を傾斜圧延法により製造する際の製造条件を検討する。

まずインゴットを鍛造により傾斜圧延の素材であるビレットを製造する。通常インゴットは $\beta$ 域での粗鍛造後に、仕上鍛造でビレットの寸法とする。そこで仕上鍛造に $\beta$ 鍛造が適用できればビレット仕上鍛造時の加熱条件を粗鍛造時と変更する必要がないため、製造上簡便である。

穿孔圧延の素材に必要な捻回値に関して統一した見解が得られていないが、オーステナイト系ステンレスの製管疵発生と捻回値の関係では、捻回値が30以上あれば製管時の疵発生を防止できると報告されている<sup>8,9)</sup>。

熱間変形挙動の調査結果から、純チタンの熱間変形能は素材の粒径の影響を受け、結晶粒径が細かい $\alpha$ 鍛造材が、結晶粒径の粗い $\beta$ 鍛造材よりも良好であることが判明した。しかし、穿孔圧延が行なわれる $\beta$ 相温度域では $\beta$ 鍛造材でも穿孔圧延に必要な高温変形能が確保できる。従って傾斜圧延に供するビレットの製造条件は、製造が容易な $\beta$ 鍛造で良いと結論できる。

次に穿孔圧延条件について検討する。純チタンの穿孔圧延は圧延荷重が鋼よりも低い。しかし加熱により発生するスケールが潤滑作用を示すことと、 $\alpha$ 相温度域では温度の低下により変形抵抗が大きく増加するために純チタンの穿孔効率が悪くなる問題点を有する。すなわち、1173K以下の温度では純チタンの穿孔効率が低下し、穿孔圧延の安定性に問題を残す。従って、純チタン穿孔圧延時の加熱温度は1223Kを下限とすべきである。

一方、1473K加熱で穿孔した場合、延伸圧延の温度が $\alpha$ 域まで低下せず $\beta$ 域圧延となるため、焼鈍後の製品が等軸組織とならない可能性が高い。この結果、1473K加熱で穿孔圧延すると低温穿孔材に較べて製品の延性が不足すると予想される。これらを考慮すると穿孔圧延の加熱温度上限は1373Kが適当である。

しかし、1273Kから1373Kの温度域における純チタンの穿孔効率は1473Kでの炭素鋼の穿孔効率よりも低い。従って、純チタンの継目無し管を傾斜圧延法により実製造する場合、ロールに付着するスケールを除去するなど、穿孔圧延の安定性を確保する対策を取ることがポイントとなる。

これらの条件を確保すれば圧延後の焼鈍により等軸の結晶粒を持つ純チタン継目無し管の製造が可能である<sup>10)</sup>。

## 4. 結論

工業用純チタンの継目無し管製造に傾斜圧延法を適用するため基礎検討を行ない、以下の結論を得た。

(1)穿孔圧延の加熱温度は高温変形能から $\beta$ 相温度域である必要があり、さらに穿孔圧延時の穿孔効率を考慮すると、1223K以上とするのが適当である。

(2) $\beta$ 相温度域で穿孔圧延後、引き続き $\alpha$ 相温度域で圧延を加えることにより、1023Kの焼鈍で等軸組織を得ることが可能である。このためには穿孔圧延の加熱温度を1373K以下とする必要がある。

(3)高温変形能は素材の結晶粒径の影響を受け、細粒の $\alpha$ 鍛造材が高い変形能を有する。しかし、結晶粒の粗い $\beta$ 鍛造仕上げによっても穿孔圧延での必要な高温変形能を確保することが可能である。

## 文 献

- 1) 例えば、金属チタンとその応用、日刊工業新聞社、(1983).
- 2) P.T.Finden: Sixth World Conference on Titanium, (1988), 1251.
- 3) 例えば、小島 浩: 第23・25回西山記念技術講座、最近の鋼管技術の進歩、日本鉄鋼協会、(1974), 65.
- 4) Y.M.Bashanov, V.Y.Manegin, Y.F.Luzin, I.N.Potapov and I. E.Musorina: Titanium and Titanium Alloy, Plenum Press, (1982), 313.
- 5) 両角不二雄: 鉄と鋼, **52** (1966), 1859.
- 6) 大野 隆, 新井 等, 木村啓造: チタニウム・ジルコニウム, **32** (1984) 1, 17.
- 7) 西村 孝, 福田正人: 鉄と鋼, **70** (1984), 1898.
- 8) 辻 正幸, 平野 豊, 佐山泰弘: 川崎製鉄技報, **17** (1975) 2, 77.
- 9) 森島達明: 鉄と鋼, **44** (1958), 552.
- 10) 特許 第1837005号他.