

熱間圧縮時の薄型円板試験片内部空隙閉塞の放射光X線ラミノグラフィー法による逐次観察およびFEM解析

Sequential observation of porosity closure during hot compression of thin disk specimen by Synchrotron X-ray laminography and FEM analysis

渡邊 啓介*1 井手 洋文*2 中崎 盛彦*3

Keisuke WATANABE, Hirofumi IDE and Morihiko NAKASAKI

Synopsis: The shape change of the porosities due to hot compression formed inside ingots of carbon steel S25C and stainless steel SUS316L was sequentially, nondestructively and three-dimensionally observed by synchrotron X-ray laminography. As the result, it was revealed that closure of porosities was easier in SUS316L than in S25C. In addition, when the compression ratio increased, originally high aspect ratio porosities (length/width ratio, $l/w > 2.5$) became decoupled. Larger porosities were more readily closed than small ones with small compression ratio. As the result of verifying the difference in closure behavior between S25C and SUS316L by Finite Element Method (FEM), it was demonstrated that the hydrostatic integration was larger for SUS316L of which work hardening coefficient was smaller. This result was consistent with the experiment result that porosities of SUS316L tended to close easily.

Key words: porosity; hot compression; synchrotron X-ray analysis; laminography; FEM; S25C; SUS316L

1. 緒言

棒鋼およびピレットを製造する際に、連続鋳造などのプロセスにおける鋼塊凝固時の熱収縮による中心空隙の残存が懸念される。これを回避するためには、凝固条件の適正化により鋳造での生成を極力抑制するとともに、圧延あるいは鍛造などの塑性加工条件を適正化する必要がある。塑性加工条件の適正化には、数値解析と実験的検証が用いられている。数値解析においては、静水圧積分に着目したFEMによる評価が一般的である^{1)~4)}。しかし、数値解析のみでは、塑性加工条件設定の際の不確定要素が残ることから、実験との対比が不可欠である。中崎らはFEM解析とプラスチック実験を比較し、塑性加工工程における空隙閉塞を予測する手法を確立した⁵⁾。しかし、これまでの研究ではミリオーダーの空隙を対象にしており、ミクロンオーダーの空隙の閉塞挙動を、実験的に連続観察した研究例はない。

最近、空隙の一種であるポイドの引張変形における発生-成長-連結に関し、一般的なX線よりも輝度、指向性がともに高い放射光X線を用いて連続的に観察した研究成果

が報告されている^{6)~7)}。従来の放射光X線を用いたCT法では、非破壊で三次元的に試料内部を観察することが出来るが、試験片形状が直径1.0mm以下の球状あるいは円柱状である必要がある。一方、星野らの開発した放射光X線ラミノグラフィー法は、板厚が1.2mm以下の平板試験片に適用可能である⁸⁾。両者の測定方法の違いとしては、CT法は試料をX線に対して垂直な回転軸で測定するのに対し、ラミノグラフィー法は回転軸を数十度傾けて測定する点である。これにより、十分なX線透過強度を得ることが出来るため、平板状の試験片の内部欠陥を非破壊で観察できる。以上述べた放射光X線ラミノグラフィー法は、熱間圧縮時の空隙の変形挙動を三次元かつ連続的に解析するのに極めて有用である⁹⁾。

そこで、本報告では、空隙形状および鋼種が空隙の閉塞挙動に及ぼす影響を明らかにすることを目的として、熱間圧縮試験によりひずみを逐次かつ連続的に付与し、放射光X線ラミノグラフィー法により非破壊で三次元的に空隙の閉塞挙動をその場観察した。さらに、鋼種による空隙閉塞性の差について、FEM解析で検証した結果を述べる。

*1 研究・開発センター 新商品・技術開発室 プロセス開発グループ
*2 技術企画管理部 軸受・構造用鋼グループ
*3 研究・開発センター 新商品・技術開発室長、博士(工学)

2. 実験方法

2.1 放射光X線ラミノグラフィー法による圧縮変形における空隙閉塞の観察

Table1に示す化学組成の炭素鋼S25Cおよびステンレス鋼SUS316Lを供試材とした。平均断面径180mmの実験用小型鋼塊に鋳造し空冷後、中心部より径8mm,厚さ1mmの円板状試験片を旋盤にて切り出した。試料組成において十分な放射光X線透過強度を得られるように、試験片の厚さを1mmとした。本実験には、大型放射光施設であるSPring-8のビームラインBL20XUにおいて、試料の回転軸傾き角45°、voxelサイズ0.51μmの条件下、検出器に可視光変換型高解像度X線イメージングユニット（浜松ホトニクス社製、BM-AA50およびSCMOS:ORCA FLASH4.0）を用いた。その際、ラミノグラフィー法⁷⁾によりFig.1に示す試験片中心1mm四方の空隙透過画像データを露光時間600msの条件で取得した。その後、熱間加工シミュレーター（富士電波工機製、Thermec mastor Z）にて所定の温度（S25C: 1200℃, SUS316L:1250℃）に加熱保持し、加工速度1.0mm/sの条件で同一の試験片について10%の圧縮加工を施した後に除荷冷却し、鋳造材と同様にX線ラミノグラフィー法により空隙の透過画像データを取得した。さらに、圧縮率を逐次20%,30%と増加して測定を繰り返した。得られた透過データをメジアンフィルター処理した後に、二次元断層像をフィルタ補正逆投影法により再構成した。さらに、2048枚の二次元断層像から画像解析ソフト（Avizo9.1.1）により三次元画像を構築し¹⁰⁾、圧縮による空隙の形状変化を調べた。

Table 1 Chemical composition of S25C and SUS316L. (mass%)

Specimen	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
S25C	0.27	0.18	0.42	0.01	0.011	0.06	0.18	0.02
SUS316L	0.02	0.43	1.24	0.02	0.003	12.03	16.69	2.14

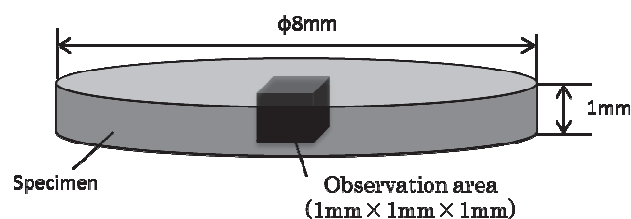


Fig.1 Observation area of hot compression test specimen.

2.2 FEMによる空隙閉塞性の解析手法

鋼種間の空隙閉塞性の差を明らかにするため、FEMにより静水圧積分、 G_m^+ を以下の式（1）に従い計算した。⁵⁾

$$G_m^+ = \int_0^\varepsilon \left(-\frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} \right) d\varepsilon + C \dots \dots \dots (1)$$

ここで、 ε は相当塑性ひずみ、 σ_m は静水圧応力（MPa）、 σ_{eq} は相当応力（MPa）、Cは定数項（=0.024）である。定数項Cは、過去に行われたミリオーダーの人工欠陥での実験結果と、中実モデルFEMの解析結果より算出された値である。本報において空隙は除外し、過去の研究より得られたパラメータCを用いて、中実モデルFEMにて評価した。FEM解析条件をTable2に示す。解析ソフトにはDEFORM 3D™を用いた。解析モデルをFig.2に示す。解析試験片の形状を、放射光X線実験の試験片と同様に直径8mm、厚さ1mmとし、1/16モデルを用いた。要素分割は四面体とし、要素数は7844とした。

Table 2 FEM analysis conditions.

FEM code	DEFORM 3D™
Compression temperature	S25C : 1200℃ SUS316L : 1250℃
Flow stress / MPa	S25C : $\sigma = 51.1 \varepsilon^{0.161} \sigma_0^{0.161}$, SUS316L : $\sigma = 73.4 \varepsilon^{0.062} \sigma_0^{0.106}$
Type of elements	4 node tetra hedral element
Friction coefficient	m=0.50 (shear)
Velocity / mm·s ⁻¹	1.0

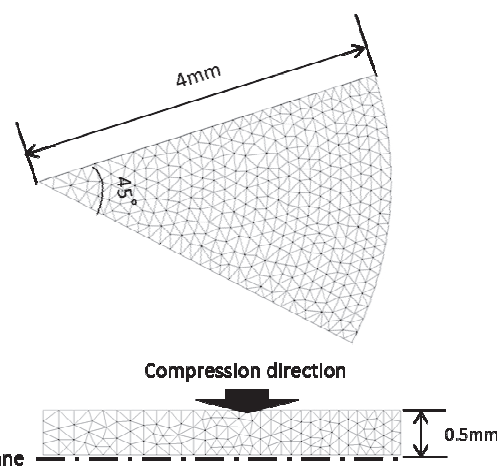


Fig.2 FEM model for hot compression test analysis. (1/16 model)

3. 実験結果および考察

3.1 放射光X線ラミノグラフィー法による空隙観察

S25CおよびSUS316Lについて、熱間圧縮率を0、10、20、30%と変化させた時の空隙形状変化を放射光X線ラミノグラフィー法で空隙観察した結果を、それぞれFig.3およびFig.4に示す。図中では、ひとつの空隙ごとに色分けしてある。いずれの鋼種でも、圧縮率の増加とともに空隙が縮小している様子が捉えられた。空隙の形状は楕円形状に近かったことから、長軸/短軸長さ比、 l/w をパラメータとして圧縮率に伴う形状変化を解析した。 l を三次元画像解析で測定された最大長とし、 w を測定した空隙の実体積と l から楕円回転体近似した際の短径とした。本報告

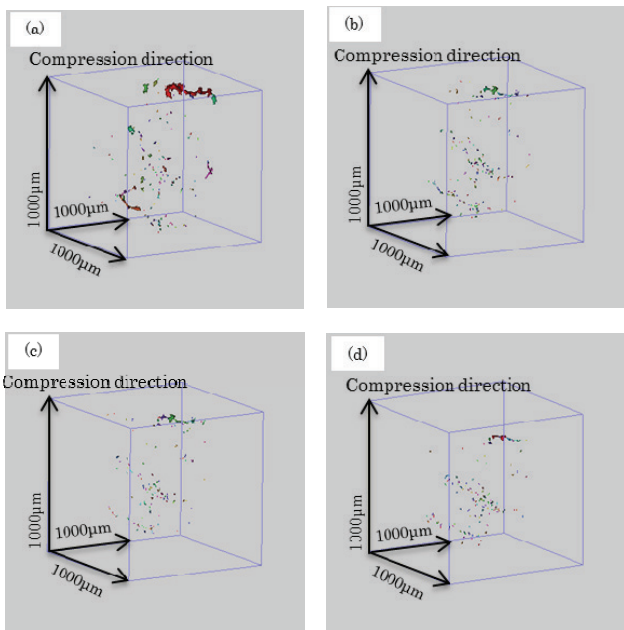


Fig.3 3D constructed images of porosities obtained by Synchrotron X-ray Laminograph method at the compression ratios of 0%(a), 10%(b), 20%(c), 30%(d) for S25C.

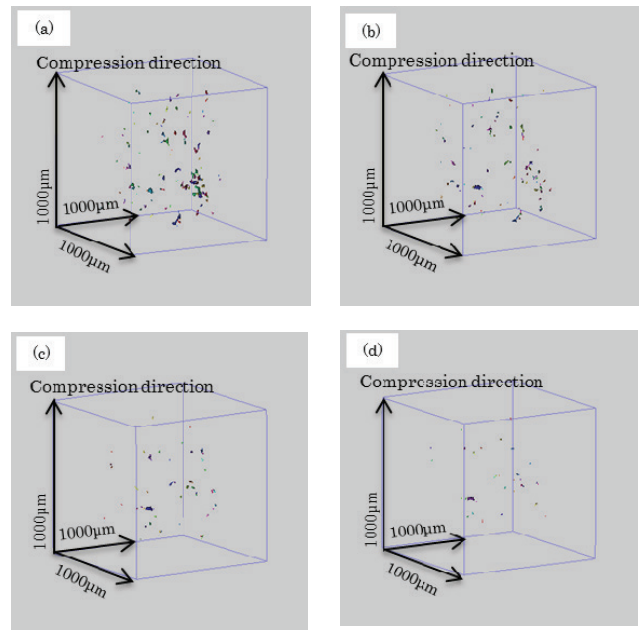


Fig.4 3D constructed images of porosities obtained by Synchrotron X-ray Laminograph method at the compression ratios of 0%(a), 10%(b), 20%(c), 30%(d) for SUS316L.

	Initial (0%)	10%	20%	30%
S25C (initial $\ell/w=1.9$) porosity A	$\ell/w = 1.9$ 	$\ell/w = 1.4$ 	$\ell/w = 1.4$ 	$\ell/w = 1.5$ 50µm
SUS316L (Initial $\ell/w=1.4$) porosity B	$\ell/w = 1.4$ 	$\ell/w = 1.8$ 	$\ell/w = 1.4$ 	$\ell/w = 1.8$ 50µm

Fig.5 Configuration change of low aspect ratio porosity in compression for S25C and SUS316L .

	Initial (0%)	10%	20%	30%
S25C (initial $\ell/w=4.3$) porosity C	$\ell/w = 4.3$ 	$\ell/w = 3.8$ 	$\ell/w = 2.8$ 	$\ell/w = 2.4$ 50µm
SUS316L (Initial $\ell/w=5.4$) porosity D	$\ell/w = 5.4$ 	$\ell/w = 3.0$ 	$\ell/w = 2.8$ 	$\ell/w = 2.1$ 50µm

Fig.6 Configuration change of high aspect ratio porosity in compression for S25C and SUS316L .

では、 l/w が2.5未満の空隙を低アスペクト比空隙、2.5以上を高アスペクト比空隙と定義し、一つ一つの空隙に着目して形状変化を解析した。S25CおよびSUS316Lの、低アスペクト比空隙（空隙A、B）の形状変化をFig.5に、高アスペクト比空隙（空隙C、D）の形状変化をFig.6に示す。低アスペクト比の空隙A、Bについて見ると、加工後の l/w がほとんど変化することなく、初期の形状を保ったまま縮小している。それに対し、高アスペクト比の空隙C、Dに関しては、加工により l/w の小さな複数の空隙へ分断されていた。S25CならびにSUS316Lの低アスペクト比空隙（空隙A、B）および高アスペクト比空隙（空隙C、D）の加工による体積 V_p の変化をFig.7に示す。初期体積の大きい空隙Dの体積減少が著しく、初期体積の小さい空隙A、Bの体積変化が小さかった。この結果は、先に述べたように大きな空隙ほど分断されやすいことを示唆する。この大きな空隙ほど分断されやすい現象は、大きな空隙ほど加工によるエネルギーの流入が起こりやすいことに起因すると考察される。なお、分断後の形状変化は、S25Cの方がSUS316Lに比較して小さかった。

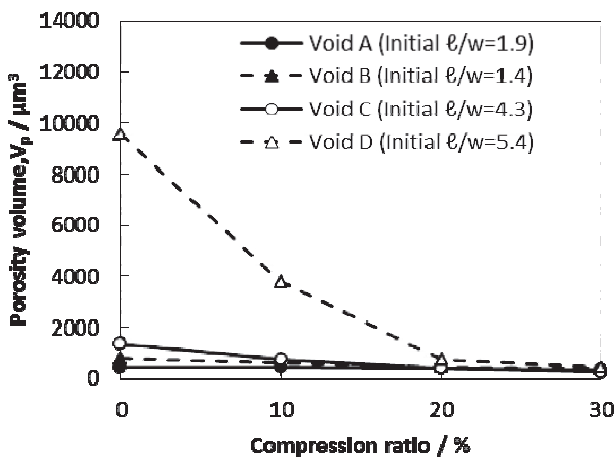


Fig.7 Porosity volume changes during hot compression for low aspect ratio and high aspect ratio.

つぎに、三次元構成画像より得られた圧縮量0%の初期を基準とした空隙の総体積比および総数比の加工量による変化をFig.8に示す。S25C、SUS316Lともに、総体積は加工量の増加に伴い減少した。一方、総数について見ると、SUS316Lでは30%加工後に約30%まで減少したが、S25Cでは加工量が20%~30%の範囲で約90%の一定値を示した。この現象については、後にFEMで解析した結果をもとに考察する。

S25CおよびSUS316Lについて、0%および30%圧縮時における l/w と空隙体積の関係性を、それぞれFig.9および10に示す。S25CおよびSUS316Lともに、0%の初期状態では l/w が2.5未満の空隙が多数を占めた。また、 l/w が大きくなるに従い V_p が大きくなる傾向となった。この傾向は、S25Cで顕著に認められた。SUS316Lを30%

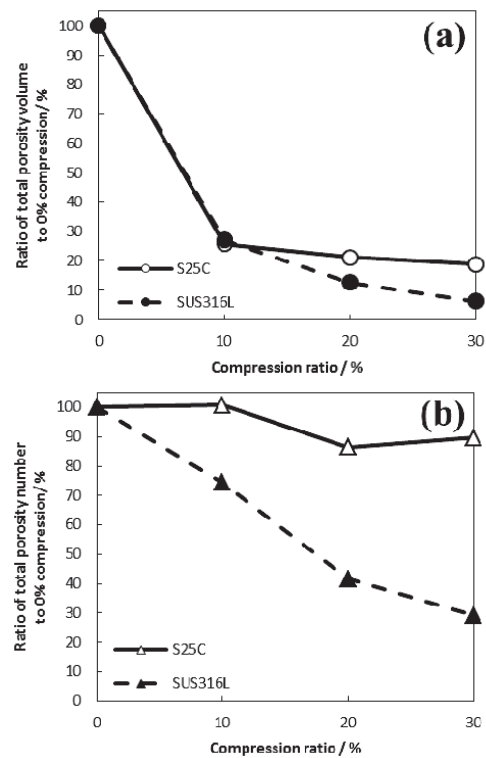


Fig.8 Changes in the total volume (a) and the number (b) of porosities for S25C and SUS316L.

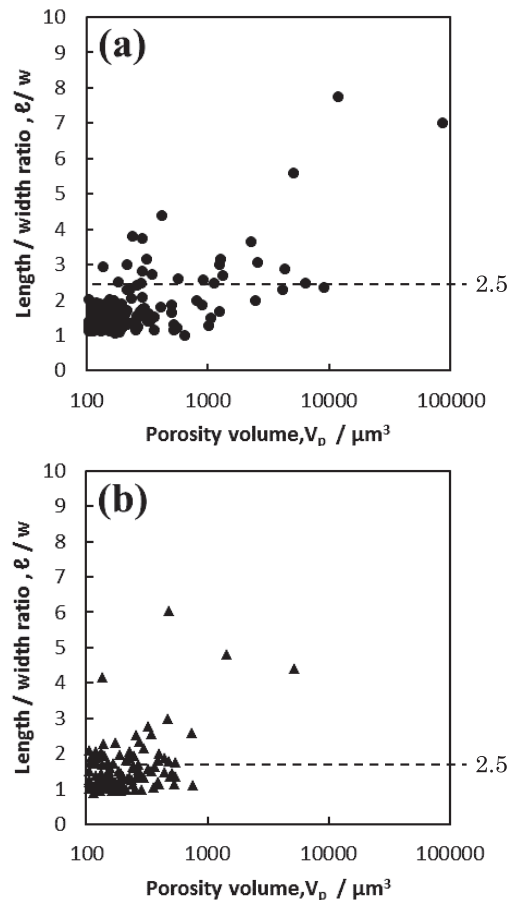


Fig.9 Relationships between porosity length/width, l/w and total porosity volume, V_p at 0% compression for S25C(a) and SUS316L(b).

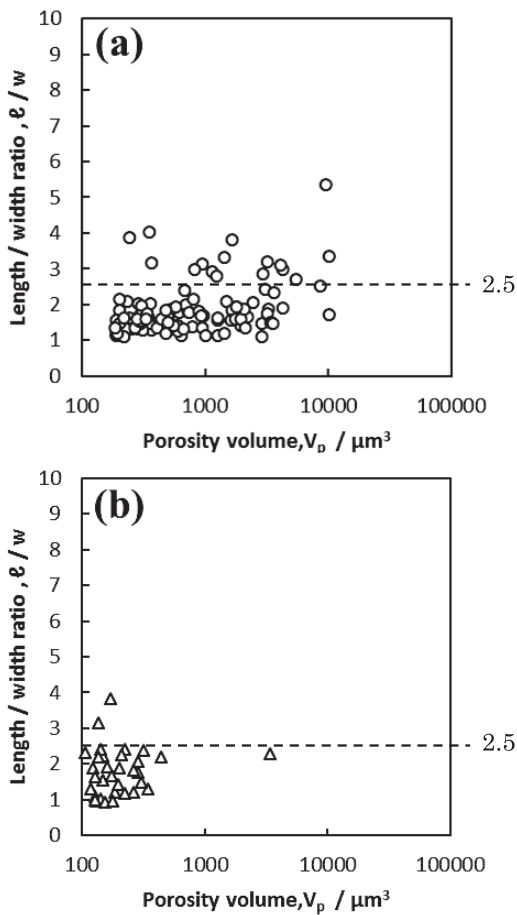


Fig.10 Relationships between porosity length/width, l/w and total porosity volume, V_p at 30% compression for S25C(a) and SUS316L(b).

圧下した試料では、初期に見られた l/w および体積が大きい空隙はほとんど見られず、 l/w が 2.5 未満の低アスペクト比空隙が多数を占めた。一方、S25C では 30% 圧下後でも l/w および体積が大きい空隙が残存していた。

次に、S25C と SUS316L の各圧下率における、低アスペクト比空隙 ($l/w < 2.5$) ならびに高アスペクト比空隙 ($l/w \geq 2.5$) の個数を Fig.11 に示す。S25C については、低アスペクト比空隙の数は、加工量が 0~30% でほとんど変化がない。加工量 0~10% で、低アスペクト比空隙がわずかに増加しているのは、高アスペクト比空隙が、低アスペクト比空隙に分断されたためと推定される。一方、SUS316L については、加工量が増えるにつれ低アスペクト比空隙が減少している。

3.2 空隙閉塞に及ぼす影響因子

前節に示した S25C および SUS316L 材のラミノグラフィー法により観察した空隙の加工率による変化について、FEM を用いて数値解析を行い実験結果と比較した。被加工材中心部について計算した静水圧積分値 G_m^+ を、Fig.12 に示す。S25C に比較して SUS316L における静水圧積分値が大きかった。この結果から、空隙は S25C よりも SUS316L のほうが閉塞しやすいと結論され、前章の観

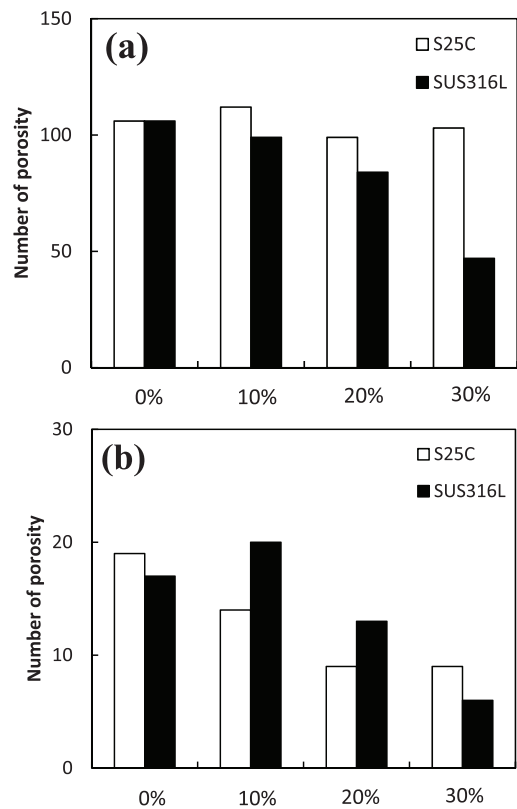


Fig.11 Number of low aspect ratio porosity(a) and high aspect ratio porosity(b) for S25C and SUS316L.

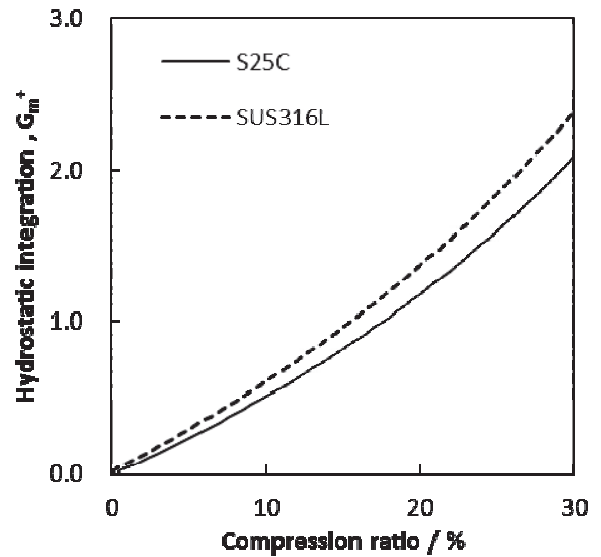


Fig.12 FEM analysis results of hydrostatic integration, G_m^+ during hot compression for S25C and SUS316L.

察結果とも一致した。

次に、被加工材中心部の相当塑性ひずみ ε_{eq} ならびに応力三軸度 σ_m / σ_{eq} の解析結果を Fig.13 に示す。S25C と SUS316L を比較すると、相当塑性ひずみ、圧縮の応力三軸度は SUS316L のほうが大きい。静水圧積分 G_m^+ はこれらの積分値であることから、S25C と SUS316L で静水圧積分 G_m^+ に差が表れたと考えられる。30% 加工時の相当塑

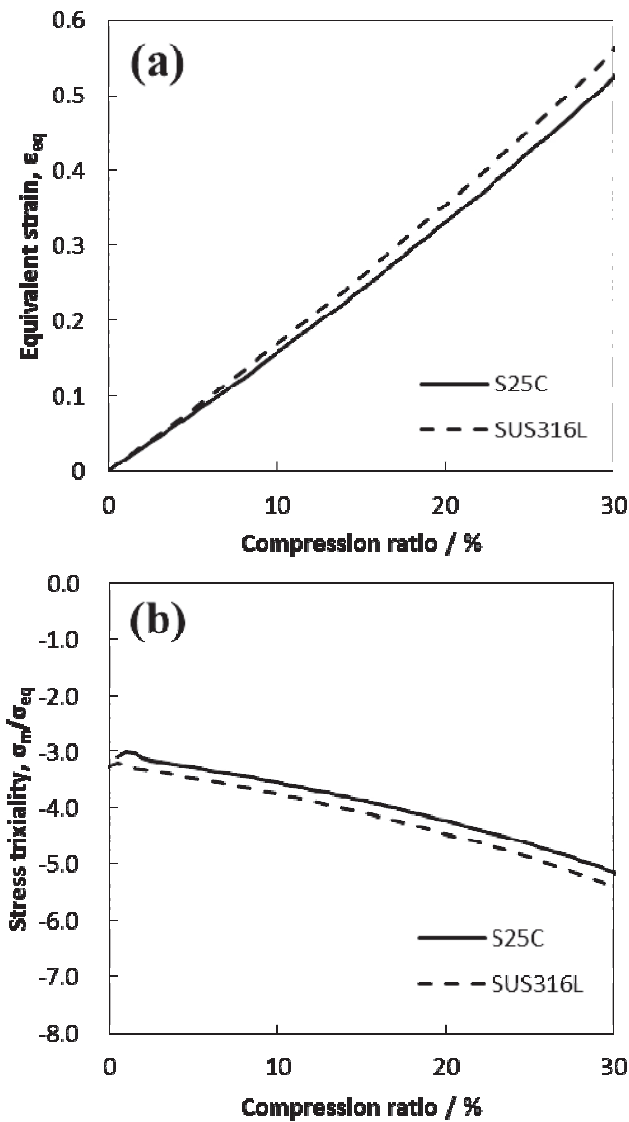


Fig.13 FEM analysis results of equivalent strain, ϵ_{eq} (a) and stress triaxiality, σ_m/σ_{eq} (b) during hot compression for S25C and SUS316L.

性ひずみ分布解析結果をFig.14に示す。中心の相当塑性ひずみが、S25Cが0.53に対し、SUS316Lが0.56と高い。これは、SUS316Lの加工硬化指数がS25Cよりも小さく加工硬化しにくいいため試験片中心へのひずみの集中が起こりやすいことに起因すると考えられる。

4. 結論

空隙形状および鋼種が空隙の閉塞挙動に及ぼす影響を明らかにすることを目的として、熱間圧縮試験によりひずみを逐次かつ連続的に付与し、放射光X線ラミノグラフィー法により非破壊で三次元的に空隙の閉塞挙動をその場観察し、さらに、鋼種による空隙閉塞性の差について、FEM解析で検証した結果、以下の知見を得た。

(1) 熱間圧縮時の空隙の加工量による形状変化を三次元観察した結果、高アスペクト比空隙ほど加工により

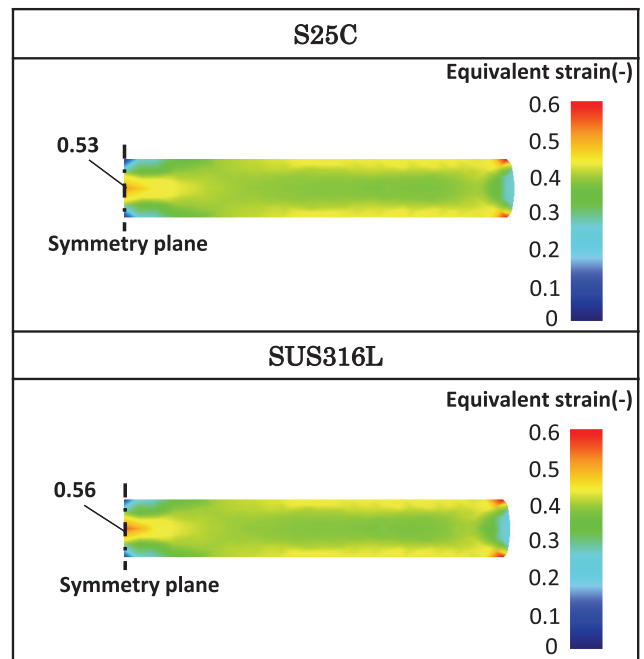


Fig. 14 FEM analysis results of equivalent strain, ϵ_{eq} at 30% compression for S25C and SUS316L.

分断されやすく、体積の大きい空隙ほど縮小が起こりやすいことがわかった。

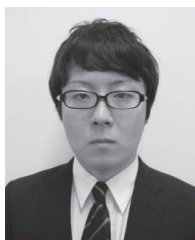
(2) FEM解析にて鋼種による空隙閉塞性の差について検証を行った結果、SUS316Lで静水圧積分値が大きく、S25Cに比べSUS316Lでポイドが閉塞しやすい実験結果と一致した。これは、S25Cに比べSUS316Lの加工硬化指数が小さく、中心へのひずみの集中が起こりやすいためと推定される。

参考文献

- 1) M. Tanaka, S. Ono and M. Tuneno: J. Jpn. Soc. Technol. Plast., 28 (1987) 238.
- 2) S. Ono, K. Minami, T. Ochiai, T. Iwadate and S. Nakata: Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. Ser. C, 61 (1995) 2141.
- 3) K. Kakimoto, T. Arikawa, Y. Takahashi, T. Tanaka and Y. Imada: J. Jpn. Soc. Technol. Plast., 50 (2009) 343.
- 4) K. Mouri, T. Arima, M. Fukuya, and T. Terasaki: J. Jpn. Soc. Technol. Plast., 56 (2015) 47.
- 5) M. Nakasaki, I. Takasu and H. Utsunomiya: Tetsu-to-Hagané, 94 (2008) ,284.
- 6) H. Toda, F. Tomizato, R. Harasaki, D. Seo, M. Kobayashi, A. Takeuchi and K. Uesugi: ISIJ Int., 56 (2016) , 883.

- 7) O. Furukimi, Y. Takeda, M. Yamamoto, M. Aramaki, S. Munetoh, A. Takeuchi, H. Ide and M. Nakasaki: Tetsu-to-Hagané, 103 (2017) ,475.
- 8) M. Hoshino, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki and N. Yagi: J. Jpn. Soc. Synchrotron Radiat. Res. , 26 (2013) 257.
- 9) K. Watanabe, H. Ide, M. Nakasaki, A. Takeuchi, M. Aramaki and O. Furukimi: Tetsu-to-Hagané, 104 (2018) 2,65.
- 10) M. Hoshino, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki and N. Yagi, AIP Conf. Proc. 1365 (2011) 250.

■ 著者



渡邊 啓介



井手 洋文



中崎 盛彦