

冷間圧延作業ロールの電子顕微鏡組織 (I)*

安藤卓雄**・後閑敬也**・荒瀬健一**

ELECTRON-MICROSTRUCTURE OF THE WORK ROLL
FOR COLD ROLLING (I)

Takuo Ando, Keiya Gokan and Kenichi Arase

Synopsis:

The work rolls for cold rolling mills are usually forged from high-carbon-chromium steel, spheroidized, machined and finally heat treated to secure favorable rolling properties.

The electron microscopic structure at the surface layer of heat-treated roll consists of spheroidized carbides, martensite matrix and some amount of retained austenite. If considerable amount of austenite are retained and spherical carbides are few, the working character of the roll is insufficient.

To obtain properly spheroidized structure after forging, several experiments by small specimens were pursued. The results show that the most effective annealing methods are likely to be the types in which phase transformation are applied.

The cooling rate after holding at 780°C is quite important. The slower cooling rate produces the better carbide distributions. By repeated heatings and coolings between 700°C and 780°C, the carbides grow larger and pearlite lamellae develops remarkably.

I. 緒言

帯鋼の冷間圧延作業には通常4段圧延機が使用せられるが、これの作業ロール(work roll)は高い圧力の下で連続運転せられ、かつ十分な圧下を遂行しなければならぬので、鍛鋼焼入ロールが採用されている。その表面焼入硬化層はおおむね Shore 硬度 90 以上であることが必要であり、焼入れ硬化層の厚みは十分に厚くて圧延時の扁平変形や Tail Mark 等の表面変形に耐えるに足ることを要し、またロール中心部および頸部はねじり、撓み等に耐える強靱性が必要である。鋼種としては高炭素 Cr 鋼が賞用せられ、剝落や亀裂の原因となる有害介在物、ピンホール等の少いことも必要である。所定の素材寸法に鍛造を終えたロールは、球状化焼鈍を行った後、引続き表面焼入れを受けて硬化層を附与せられる¹⁾²⁾³⁾。

冷間圧延作業においては、圧延潤滑剤や圧延温度等の管理が重要であることはよく知られているが、1対の作業ロールを組み替えるたびに圧延特性が異なる事実が明らかとなつた⁴⁾ので、本報告ではロール焼入層の組織と圧延特性との関係の調査を行い、ついで良好な焼入組織をうるための基礎として高炭素 Cr 鋼の球状化焼鈍過程の観察を行った。焼鈍過程研究に使用した試料の提供およびその熱処理法の指導は、関東特殊鋼 K.K. の御好意によるものである。

II. 圧延作業におけるロールの特性

帯鋼の冷間圧延作業においては、まず圧延材料、目標厚みおよび使用潤滑剤を知り、これにつき、できるだけ高速で前後面張力を小さくし、かつ形状のよい製品がえられるよう圧延諸元を設定する。しかるに、作業ロールを組み替える毎に、おなじ圧延諸元でも圧延状況および成品の性状には優劣が生ずる。すなわちよいロール対の場合には、所定の圧延諸元で高速度運転され、ロール組替えまでの時間が長く、成品も平滑均質である。これに反し不良ロール対では、圧延所要圧力と前後面張力とをいちじるしく高めなければならず、時には薄物の圧延が不可能で、速度も上げられず、成品の形状も不良となる。Fig. 1 には (A) 良ロール、(B) 不良ロールを使用した際の 1 post 当りの所要圧力の測定値を例示した。このようなロール特性の優劣と表面硬化層の性状との関係を知るためつぎの検討をなした。

III. ロール焼入層の観察

電子顕微鏡により組織を観察することは、光学顕微鏡よりも精緻な像がえられるのみならず、実際使用中のロ

* 昭和 30 年秋季大会に発表

** 東洋鋼板株式会社, 下松工場

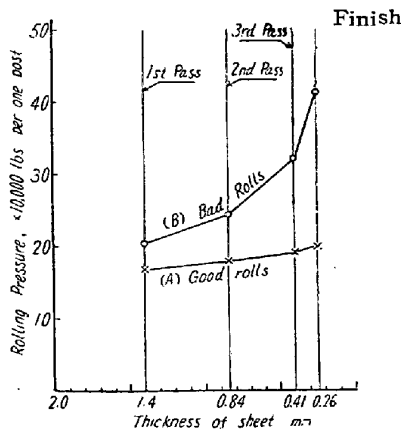


Fig. 1. Effect of work-roll quality on rolling pressure of the 4-high reversing cold mill.

ールを損傷することなく、これからレプリカを採取して組織の変化状況を追跡できるので、圧延工場における調査に適している。著者はこの方法により、圧延成績のそれぞれ異なる数対の作業ロールの表面をエメリー仕上げで酸化クロムによりバフ研磨し、2% nital+ze-phiran chloride によりエッチし、0.25% collodion-Al-Cr shadow 法によりレプリカを作り、これを電子顕微鏡により観察した。

電子顕微鏡によるマルテンサイトおよびオーステナイト組織の観察については既に報告がなされているが^{5,6)}、これらによれば上記の腐蝕液により残留オーステナイトはマルテンサイトと判然と区別せられる、ただし充分信頼性のあるレプリカの作製が必要である。本調査においては現場使用のロールよりのレプリカ作成であるので相当の困難を感じたが、一応よいレプリカをうることができた。Table 1 は代表的な 12 本のロールの組織および圧延性を記したものであるが、この内の典型的なものとして、不良ロール R-1 と良ロール R-11 との組織を Fig. 2 に示した。R-1 は Fig. 2 (a) のごとく大きなマルテンサイト葉の間隙に多量のオーステナイトが残留し、球状炭化物は僅少である。R-11 は Fig. 2 (b) にみるごとくマルテンサイトは緻密で残留オーステナイトは僅少であり、約 1μ 径の球状炭化物が均一に分布している。Table 1 によれば、炭化物の少ないものは必ずマルテンサイト葉が大きく、多量の残留オーステナイトがみられ、かつ圧延成績が不良である。これに反し圧延成績のよいロールの組織は緻密なマルテンサイトと均一分布せる炭化物とよりなる。しからば、優良ロールをうるためには、鍛造ロール素材の球状化焼鈍と焼入とを適切に行い、後者のごとき組織をうることを目標としなければならないと考えられる。

Table 1. Comparison of the electron-micrographic structures and the rolling conditions of various rolls.

Roll	Spherical carbide	Retained austenite	Size of martensite	Rolling condition
R-1	Few	Much	Large	Bad
R-2	None	Much	Large	Bad
R-3	None	Much	Large	Bad
R-4	None	Few	Large	Bad
R-5	None	Medium	Medium	Good
R-6	Few	Medium	Medium	Bad→Good*
R-7	Little	None	Medium	Good
R-8	Little	None	Small	Good
R-9	Large	Medium	Medium	Good
R-10	Small, many	None	Medium	Good
R-11	Large	None	Small	Good
R-12	Large	None	Small	Good

* This roll showed poor character at the initial use, but after being used several times, behaved satisfactorily.

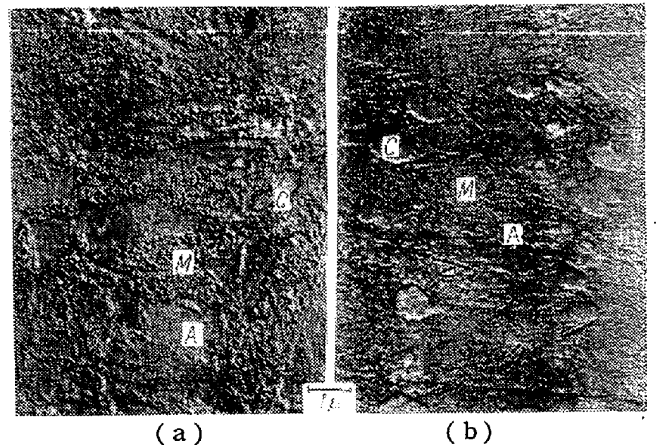


Fig. 2. Electron-microstructures of two types of work-rolls. (a) has bad character for cold rolling, (b) is good. A: retained austenite, M: martensite, C: cementite $\times 4,500$

IV. 球状化処理法の比較

高炭素 Cr 鋼の鍛造後における各種球状化焼鈍法を検討し、焼入の前工程として適する組織、すなわち適当な大きさの球状炭化物を均一に分布させた組織を得べき方法を知るため、つぎの実験を行つた。

試料は電炉鋼で、C 0.95%, Si 0.27%, Mn 0.28% Cr 1.36% および Mo 0.10% の組成を有し、おおむね作業ロール鋼に準ずるものであり、徐加熱、徐冷却により求めた変態温度はそれぞれ Ac_1 750°C, Ac_3 782°C, Ar_3 716°C, Ar_1 687°C である。ただし Ac_1 , Ac_3 , Ar_3 および Ar_1 は、正しくは $(\alpha+r+carbide)$ 区域⁷⁾

Table 2. Heat treatment for spheroidizing.

Sample	Heating process	Spheroidizing methods
I II	730°C×6h→f.c. Cool. 730°C×16h→f.c. Cool.	(a) Heat for a long time just under Ac ₁
III IV V	780°C×8h→(cooling at 10°/h)→650°C→f.c. cool. 780°C×16h→(cooling at 10°/h)→650°C→f.c. cool. 780°C×6h→(cooling at 20°/h)→720°C→f.c. cool.	(b) Heat for a long time above Ac ₁
VI VII	[780°C×1h→730°C×1h]→[780×1→730×1]→f.c. Cool. [[780°C×1h→730°C×1h]] ₄ →f.c.*	(c) Repeat heating above and under Ac ₁ , then slow-cooled
VIII IX	800°C×6h→720°C×3h→f.c. cool 800°C×16h→720°C×5h→f.c. cool.	(d) After heating for a long time above Ac ₃ , isothermally transformed at temp. under A ₁ .

* This unit treatment was repeated four times, then slow-cooled.

を通過する際の上, 下端に当る. これを鍛造後 30mmφ×15mmの円筒状試片を多数製作し, Table 2 に示すような9種の熱処理を行い, その球状化状況を電子顕微鏡で観察した. それぞれの組織は Fig. 3, 4 に示す. これを概述すればつきのとおりとなる.

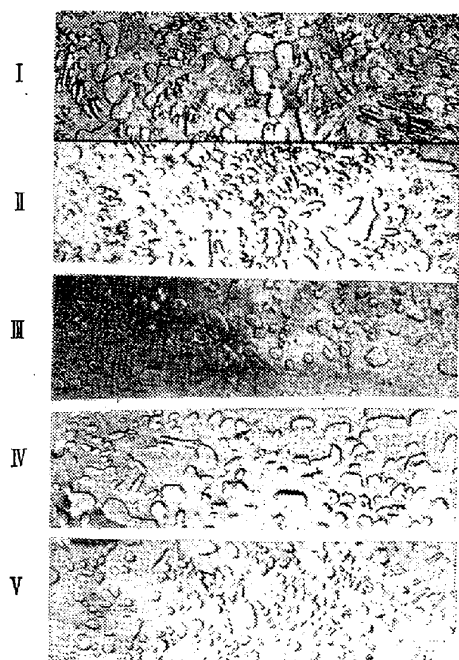


Fig. 3. Comparison of the structures of spheroidized samples Nos. I, II, III, IV and V. ×2,500

(a) Ac₁ 直下に長時間保持した場合:

730°C に 6h 保持して炉冷した試料 I では, 地鉄の粒界部に 1μ 程度の大きな炭化物が生じているが, 粒内のパーライトはわずかに球状化を開始したばかりである. 試料 II では保持時間を 16h とし, 粒内のパーライトを球状化せしめたが, いまだ微細であり配列にも方向性が存し, この方法では一様に分布した大きな球状炭化物をうることは困難である.

(b) Ac₁ 点の上に長時間保ち徐冷した場合:

試料 III は 780°C に 8h 保ち, 10°C/h の冷却速度で 650°C まで下げた後, 炉冷したもので, 球状化は完了しているが粒界の炭化物は大きく (径 1~5μ), 粒内の炭化物は小さく (径 0.3~0.6μ) 不揃いである. 試料 IV は 780°C の保持を 16h としたもので, さして変るところはないが粒界炭化物はよく発達している. 試料 V は 780°C×6h より 20°C/h の冷却速度で 720°C とし以下炉冷したもので, 粒内炭化物は試料 III よりさらに微細である. 以上の3者は球状化は良好であるが炭化物の大きさが均一でないといえる.

(c) Ac₁ を中心に温度を上下した場合:

試料 VI は 780°C×1h 保持の後 730°C に下げて 1h 保ち, さらにこれをもう 1 回繰り返した後に炉冷した. この組織では結晶粒内の炭化物は球状で大きさも結晶粒界の炭化物とあまり劣らず, よい分布を示している.

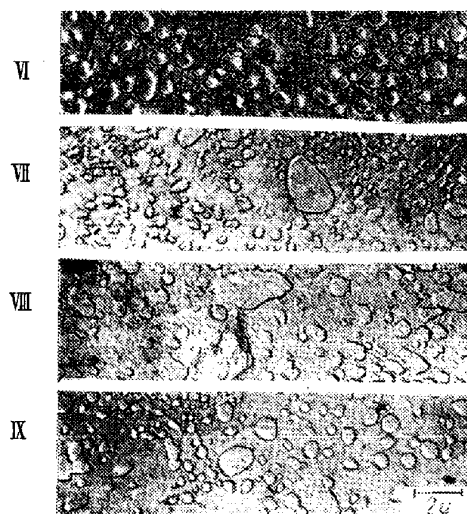


Fig. 4. Comparison of the spheroidized samples Nos. VI, VII, VIII and IX. ×2,500

0.2~0.3 $\mu\phi$ の微小炭化物もわずかに残存している。試料Ⅶは上述のサイクルをさらに2回増加し、総計4回にわたり温度を上下させたもので、2~3 μ の大きな径の炭化物も点在するがおおむね均一な球状炭化物分布を示す。

(d) Ac₃ 上に保持した後 Ac₁ 下で恒温変態を行わせた場合:

試料Ⅷでは 800°C に 3h 保つた後 720°C × 3h 保ち炉冷した。焼鈍時間の短い割には球状化は良好である。しかし結晶粒内にはやや球状化不完全な炭化物がみられる。試料Ⅸは 800°C に 16h, 720°C に 5h とそれぞれ時間を延長したもので、全試料の中で最も球状化が良好と認められる。

以上を総合して考察すれば、本鋼のごとく球状化の進み難い鋼種にあつては、(c) の Ac₁ 近傍を繰り返し上下する方法と、(d) の恒温変態法とが特に有効な球状化焼鈍法であると思われ、比較的均一な球状炭化物の分布をみる事ができる。

V. 球状化におよぼす保持時間および冷却時間の影響

前節では各種の方法により球状化焼鈍を行つた後に炉冷した試料につき、その組織を検したが、本節では Ac₁ の上に長時間保持した後に徐冷する場合の各過程において、球状化の状況がいかに変ずるかにつき、詳細に検討した。用いた試料の成分は、C 0.81%, Si 0.33%, Mn 0.27%, P 0.033%, S 0.005%, Cu 0.22%, Cr 1.81% であり、作業ロール鋼種に類するものである。球状化処理は Table 3 に示すごとく加熱保持温度は 780°C に一定し、保持時間は 6, 16, 32h と変じ、さらに冷却速度を種々に変え、冷却過程の途中から水焼き入れをも行つて、各過程の進行状況を推定した。各試料の電子顕微鏡組織を Fig. 5, 6, 7 に示す。

Fig. 5 の試料Aは、780°C に 16h 保持して後水焼入したもので、炭化物は稜角を有しており、長径 1 μ 程度の群と 0.2~0.3 μ 程度の群とより成る。マルテンサイト・マトリックスは微細で均一であり、780°C に長時間保持した際のオーステナイト中の炭素分布が一様であることを示す。試料Bは同様の均熱後 10°C/h の冷却速度で 720°C に下げて水焼入したもので、炭化物は丸味を増して大きさも発達し、径 1~1.5 μ の群と 0.5 μ 程度の群がみられる。地はマルテンサイトであつて、この温度でオーステナイトが存在していたことを知る。試料Cはおなじ冷却速度で 700°C まで徐冷後水焼入したも

Table 3. Heat treatment for spheroidizing.

Sample	Heat-treatment process
A	780°C × 16h → Quench in water
B	780°C × 16h $\xrightarrow{10^\circ/h}$ 720°C → Q in w
C	780°C × 16h $\xrightarrow{10^\circ/h}$ 700°C → Q in w
D	780°C × 16h $\xrightarrow{10^\circ/h}$ 675°C → Q in w
E	780°C × 16h $\xrightarrow{10^\circ/h}$ 650°C → Q in w
F	780°C × 16h $\xrightarrow{10^\circ/h}$ 650°C → Furnace-Cool
G	780°C × 6h $\xrightarrow{10^\circ/h}$ 700°C → F. C.
H	780°C × 16h $\xrightarrow{10^\circ/h}$ 700°C → F. C.
I	780°C × 32h $\xrightarrow{10^\circ/h}$ 700°C → F. C.
J	780°C × 16h $\xrightarrow{20^\circ/h}$ 700°C → F. C.
K	780°C × 16h $\xrightarrow{5^\circ/h}$ 700°C → F. C.
L	780°C × 16h $\xrightarrow{5^\circ/h}$ 700°C → Q in w
M	[780°C × 16h $\xrightarrow{10^\circ/h}$ 700°C → F. G.]
N	[" × 2 times repeated "]
O	[" × 4 times repeated "]
	[" × 6 times repeated "]

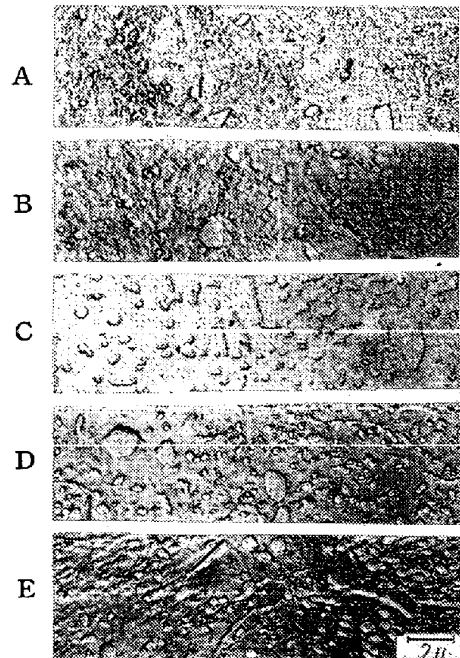


Fig. 5. Electron-microstructures of the samples A, B, C, D and E, showing the difference between spheroidizing processes. × 2,500

ので、地はフェライトとなつており A_i 変態を行つたことがわかる。上述の2群の炭化物の他に、少量の板状炭化物(パーライト)がみられる。またフェライトの粒界には

炭化物の壁がみられる (写真の部にはみえていない). 試料Dは 675°C まで徐冷を続けた後水冷したもので、パーライトの量は減少しており、この間に球状化が行われたことを示す. 試料Eは 650°C まで徐冷を続けたものであるが、水冷後の組織は各フェライト粒ごとに腐蝕の度が異なり、過飽和のフェライトから微少炭化物の析出がはじまっていることを示す. 650°C より炉冷した試料F (写真略) では、パーライトはさらに球状化されなくなり、微細析出物も既存の粒子に併合されて、フェライトはふたたびなめらかとなる. 700°C まで 5°C/h の割合でさらに緩冷して水焼入した試料L (写真略) では、試料Cよりもパーライトの発達はやや多い.

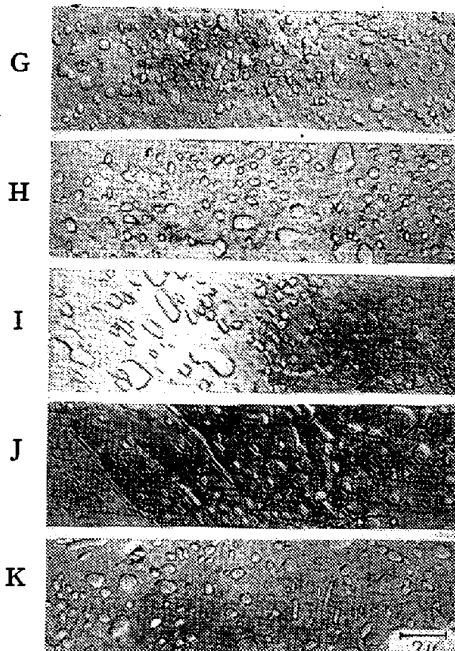


Fig. 6. Electron-microstructures of the samples G, H, I, J and K, comparing the effects of the spheroidizing conditions. $\times 2,500$

Fig. 6 に示した試料 G, H, I は、780°C における保持時間をそれぞれ 6, 16, 32h として、これを 10°C/h の速度で 700°C まで冷却し、その後は炉冷したものである。球状化は完全であるが、保持時間の長いほど炭化物が大きく生長している。おなじく試料 J, H, K を比較してみると、(780°C \times 16h よりそれぞれ 20°C/h, 10°C/h, 5°C/h で 700°C に達し以下炉冷)、緩冷のものほど炭化物の大きさおよび分布がよくなっている。

Fig. 7 の試料 M, N, O は、試料Hの処理 (780°C \times 16h \rightarrow 10°C/h で 700°C とし以下炉冷) をそれぞれ 2, 4, 6 回くり返したもので、反覆回数が増すにつれて炭化物は大きくなり、地の炭素量は次第に減じてパーライ

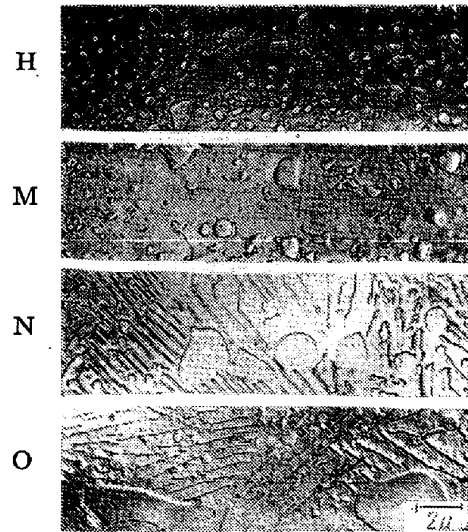


Fig. 7. Electron-microstructures of the samples H, M, N, and O, comparing the heat-treatment process.

$\times 2,500$

ト変態を多くみるようになる。

これらの観察を総合すれば、試料Aの状態のごとく Ac_1 点の上で長時間均熱してオーステナイトを均一とし、これを徐冷して A_1 点をすぎて試料Cのごとくわずかのパーライトを残して、大部分を球状炭化物としてフェライトに均一分布させ、さらに徐冷して (試料D, E, F) 残存パーライトを完全に球状化する方法が有効なことが知られる。

VI. 総 括

1. 冷間圧延用4段圧延機の作業ロールは、その焼入層の組織によつて圧延特性が異なるが、よいロールの組織は微細なマルテンサイトの地に球状炭化物が均一分布しており、不良ロールは球状炭化物が少なく、マルテンサイト葉は粗大で、残留オーステナイトが多量に存在している。

2. 焼入作業に先立つ球状化焼鈍は、良好な焼入組織をうるためには重要な工程である。よい球状化焼鈍組織は、 Ac_3 点の上から徐冷するか、あるいはこれに A_1 点下の恒温保持を加味した方法によりえられる。単に A_1 点直下で加熱を行うことは、拡散の遅い Cr 鋼には適した方法でない。 Ac_1 点の上より徐冷する途中の各種段階の電子顕微鏡組織を観察することにより、パーライトの出現およびその球状化の過程を知ることができた。

焼鈍組織を焼入れた際の観察は次報に記す予定である。以上の研究に種々の御援助を賜わつた関東特殊製鋼 K.K. の標 正, 小林一喜両氏ならびに当社上司, 同僚各

位の御好意を深謝申上げる。(昭. 31~6 月寄稿)

文 献

- 1) A. H. Waine; JISI, 165 (1950), July, p. 279
- 2) 足立: 電気製鋼, 26 卷, 3 号, p. 109, 同 26 卷 4 号, p. 166
- 3) 桑原: 鉄鋼の冷間圧延 (1955), p. 45, p. 107, p. 225
- 4) 桑原, 三輪, 有賀: 鉄と鋼, 43 (1957) p. 24
- 5) A.S.T.M. Committee E-4: ASTM Proceedings, 50 (1950) p. 444, 52 (1952) p. 543, p. 573
- 6) A. E. Austin: ASTM S.T.P. No. 155, p. 109
- 7) W. Tofaute, A. Sponheuer u. H. Bennek: Archiv. f. d. Eisenhüttenwesen. 8 (1934/1935) p. 499

炭素鋼の水素脆化と内部摩擦*

美 馬 源次郎** · 水 田 三千雄***

HYDROGEN EMBRITTLEMENT AND INTERNAL FRICTION OF CARBON STEEL

Genjirō Mima, Dr. Eng. and Michio Mizuta

Synopsis:

Hydrogen in steel is a harmful element which causes hydrogen-embrittlement phenomena; i. e. white spots, hair-line cracks and pickling embrittlement etc.

Therefore many investigations as to behaviors of hydrogen in steel were previously reported. However even at present, there are many unsolved problems.

Accordingly an experiment on some hypo-eutectoid carbon steels including pure iron and eutectoid steel was made. The authors measured amounts of evolved hydrogen, changes of internal friction as a structure-sensitive quantity and mechanical properties as a measure of actual embrittlement during the evolution (at room temperature) of electrically charged hydrogen, and then investigated the relationships among them.

The results obtained on these steels are summarized as follows. Microscopically speaking, diffusible hydrogen (at room temperature) was much absorbed in free ferrite than ferrite in pearlite, but macroscopically existed in uniform distribution of concentration. This hydrogen evolved with the diffusion process described with the Fick's formula, and the diffusion constant was calculated to be $D=3.7 \times 10^{-5}$ cm²/mn. (at room temperature). On the other hand decrease of the elongation and reduction of area in tensile testing, decrease of the impact value, and increase of the internal friction were caused by absorbed hydrogen, but each change took its own form of recovery by aging; i.e. though the recovery of ductility in tensile testing was parallel to hydrogen evolution, the one of internal friction was more rapid than the former and the one of impact value was far more rapid.

I. 緒 言

鋼の中の水素は白点, 毛割れ, 酸洗脆化等の脆化を起し材質を劣化さす重要な因子であると一般に考えられ, かゝる水素の挙動については多方面にわたり多数の研究結果が報告されている。しかしながら現在の所なお未解決の問題が多く残されている。

著者らは亜共析範囲の炭素鋼数種に電解法により水素を吸収せしめて後常温放置し, この水素の放出過程にお

ける放出水素量と構造敏感な量としての内部摩擦および実際の脆化の尺度としての機械的性質の変化を比較検討する目的にて測定した。以下えられた結果とその考察の結果について報告する。

* 昭和 31 年 5 月本会および日本金属学会関西支部共催京都講演会にて報告

** 大阪大学教授, 工博

*** 大阪大学大学院学生, 工修