

論 文

UDC 669.14-413-194.2 : 621.785.01 : 539.55.096 : 539.4.016 : 539.4.016.3

極厚低合金鋼板の圧延と熱処理*

中尾 仁二**・山場 暁太**・青木 至**
川合 亜之**・間淵 秀里**・高石 昭吾***

Rolling and Heat Treatments of Heavy Section Low Alloy Steel Plates

Hitoji NAKAO, Ryota YAMABA, Itaru AOKI,

Tsuguyuki KAWAI, Hidesato MABUCHI, and Shogo TAKAISHI

Synopsis:

The heavy section low alloy steel plates are used for pressure vessels for nuclear reactor, desulfurizer of crude oil and so on. The integrity in quality, therefore, is required for those plates.

The factor affection the internal soundness and notch toughness of heavy section low alloy steel plates are discussed in relation to the rolling process from ingot to plate and the heat treatment after rolling.

Theoretical analysis concerning constrained yield stress in rolling direction was applied for the rolling of extremely thick plate and it is concluded that adapting high "shape factor", that is, high reduction in the stage of final pass in the rolling process is effective to reduce internal defects in plates.

Precipitation behavior of aluminum nitride in A553B steel plate during heat treatment after rolling is discussed in relation to the austenite grain size and notch toughness of plate after final rolling, and cooling down to 400°C before normalizing is recommended for obtaining good notch toughness.

Selection of temperature and time for dehydrogenation at ferrite region is discussed and it is shown that the optimum temperature for dehydrogenation must be determined by taking the microsegregation in the plate into consideration.

1. 緒 言

原子炉および重油の脱硫リアクターなどの圧力容器は大型鋼塊から、いわゆるリングフォーミングにより製作されることもあるが、最近では極厚低合金鋼板を熱間で曲げ加工後、溶接施工により製作される場合が多い¹⁾。そして圧力容器の大型化と溶接施工の工数を減らすために、極厚低合金鋼板はより厚くなり (~300 mm) そして製品の重量はより大きくなる傾向にある。これらの極厚低合金鋼板はその用途の特殊性のために特に安全性が要求され、その溶製の段階から各工程にわたって完全な品質の保証体制のもとに製造が行なわれている²⁾が、要求される品質特性のうち特に重要なものは内質の均一性と低温靱性とである。この内質の均一性と低温靱性とは、溶鋼の化学組成や、大型鋼塊の造塊技術により定まる要素が大きい。しかしそのうえさらに、通常の板厚の厚鋼板では問題にならないことでも、極厚鋼板なるがゆ

えに圧延や熱処理の工程が内質の均一性および低温靱性に大きな影響をおよぼすことが多い。そこで極厚低合金鋼板の内質の均一性と低温靱性におよぼす圧延条件と熱処理条件の影響、ならびにそれらの工程に関する問題点を明らかにすることにした。

圧延工程では、大型鋼塊の微小空隙欠陥（いわゆる鋼塊のザク性欠陥とよばれるもの）の圧着に関する理論的検討と実際の結果について述べる。また圧延後の熱処理工程は加工組織の均一化や脱水素熱処理の点から必要であるが、特に低温靱性に大きな影響をおよぼす熱処理中の AlN の挙動の問題と、低合金鋼中のミクロ偏析部に着目した脱水素熱処理温度の選定とをとりあげて論ずる。

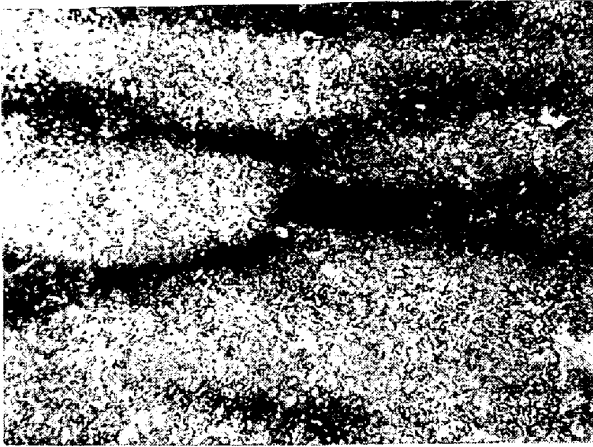
2. 極厚低合金鋼板の圧延

鋼塊が大型化していくと凝固の際に樹枝状晶と等軸晶が接触する間隙に 0.2~1.0 mm 程度の微小空隙欠陥が、鋼塊の V 偏析ならびに逆 V 偏析、特に両者がまじわる鋼

* 昭和 50 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 51 年 2 月 13 日受付 (Received Feb. 13, 1976)

** 新日本製鉄(株)名古屋製鉄所 (Nagoya Works, Nippon Steel Corp., 5-3 Tokai-cho Tokai 476)

*** 新日本製鉄(株)名古屋製鉄所 Dr.-Ing. (Nagoya Works, Nippon Steel Corp.)



(×26)

Photo. 1. Example of microcavity in 300 mm thick low alloy steel plate detected by ultrasonic test.

塊の頭部から中央部にかけて顕著に生じ、これにはかならずデンドライト樹枝間の溶質元素のマイクロ偏析をともなっている場合が多い。これらの大型鋼塊に生じる微小空隙は鋼塊の形状をくふうしたり、凝固条件を変えたりすることによりその大きさや分布を改善することは可能であり、これに関する高石らの研究³⁾があるが、まったく微小空隙のない大型鋼塊を経済的に製造することは現在の技術では困難と思われる。そこでこのような鋼塊の微小空隙を完全に圧着し、また巨大な1次樹枝状晶を完全に破壊して、製品に内部欠陥を残さずに均質性を保証するためには鋼塊を鍛造工程をとおしてスラブにし、そのスラブを圧延工程で鋼板に仕上げるという方法²⁾がとられている。しかしながら鍛造工程を経ることは設備上の制約や製造コストの点で問題があり、大型鋼塊から圧延工程だけで極厚低合金鋼板を製造する方法がしだいに広まりつつある。また鍛造工程を経たスラブからの鋼板においても、Photo. 1 に示したように微小空隙は完全に圧着されないこともあり、これは特に鋼板の板厚が厚い場合に起こりやすい。

極厚鋼板の製造上、このような鋼塊の微小空隙の圧着に関する研究は少なく、わずかに田中らの研究⁴⁾⁵⁾があるのみである。そこで以下に鋼塊の微小空隙の圧着に関する理論的な検討ならびに実際の圧延工程への応用結果について述べる。

2.1 微小空隙の圧着に関する理論

極厚鋼板のように圧延ロールの直径に比較して板厚が著しく厚い場合の材料内部の不均一変形に関しては、TARNOVSKII らに研究⁶⁾がある。板厚とロールの直径の比が0.5前後の圧延においてはロールと材料の投影接触弧

長と、材料の平均厚みの比（以下形状比, shape factor⁶⁾という）は通常0.5以下であり、圧延後の材料の断面はつぶみ形となる。このように板厚の厚い材料の圧延変形は薄い場合と著しく異なり、ロールとの接触面直下の非塑性変形くさび域に続いて圧縮と幅広がり変形がもつとも顕著に生じる領域が存在する。板厚の中央部では幅広がりほとんどなく、圧延方向にひき延ばされる変形が支配的となる。すなわち極厚鋼板の圧延の場合は、拘束降伏応力に対するロール下の応力分布状態が重要となる。幅広がりを無視すれば、拘束降伏応力 σ_s は降伏条件により、

$$\sigma_s = 2/\sqrt{3} \sigma_0 - \sigma_1 - \sigma_3 \dots \dots \dots (1)$$

ここで σ_0 : 単純圧縮変形応力

σ_1 : 圧下方向の圧縮応力 (最大主応力)

σ_3 : 圧延方向の圧縮応力 (最小主応力)

となり、圧延方向の圧縮応力 σ_3 は降伏条件により、

$$\sigma_3 = \sigma_1 - \sigma_s \dots \dots \dots (2)$$

と表わされる。

圧下方向の不均一変形はロールと材料の間の固着摩擦および塑性変形域の両側の剛体領域の存在に起因すると考えられる。固着摩擦により非塑性変形くさびが形成され、そのくさびの周辺に著しいせん断応力が発生して変形が不均一となる。また剛体領域の存在により塑性変形は拘束を受けると圧下方向の圧縮応力 σ_1 は拡散して、中心部での平均圧縮応力は拘束降伏応力 σ_s よりも低くなる。ロール接触面に近くなるにつれて σ_1 が大きくなり、ある位置から $\sigma_1 > \sigma_s$ となる。このように圧下方向の圧縮応力はロール接触面から遠いほど小さくなる。このような現象を概念的に示したのが Fig. 1 である。ロール直下では $\sigma_3 > 0$ で圧延方向に圧縮応力が加わり、中心部では $\sigma_3 < 0$ で引張応力が付加される。したがってある応力条件下では圧延時に中心部に亀裂が発生すること

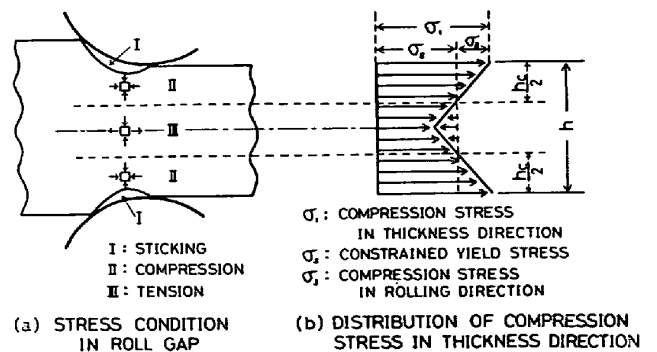
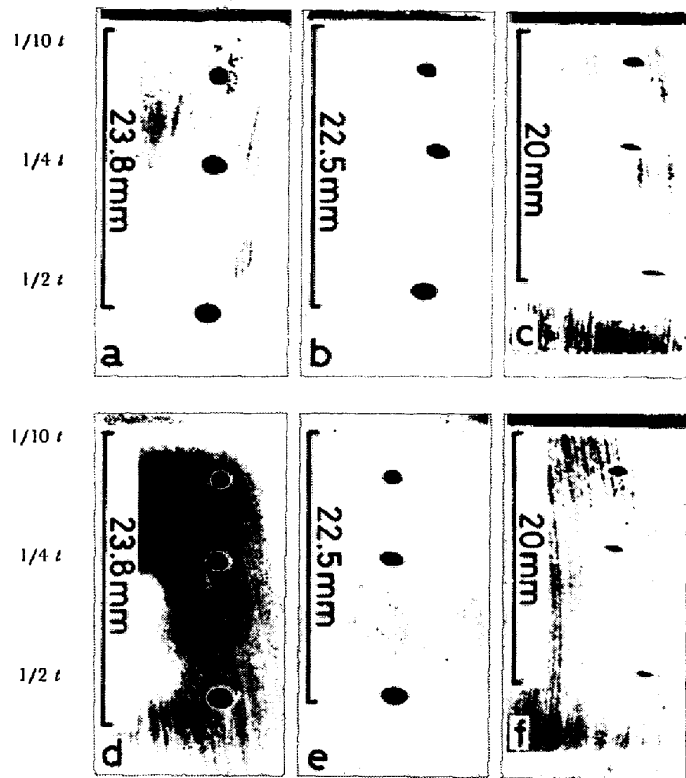


Fig. 1. Schematic drawings of stress distribution in roll gap during rolling of heavy section plate⁶⁾.



Rolling temperature a, b, c: 1200°C, d, e, f: 900°C,
 Shape factor a, d: 0.36, b, e: 0.53, c, f: 0.79,
 t: thickness 1/10 t etc.: location of void in thickness direction.

Photo. 2. Effect of shape factor on the deformation of artificial voids in plate. Photograph shows a half of thickness.

Roll diameter: 125 mm, Roll velocity: 15 m/min.
 Width of specimen: 100 mm, length of specimen: 200 mm.

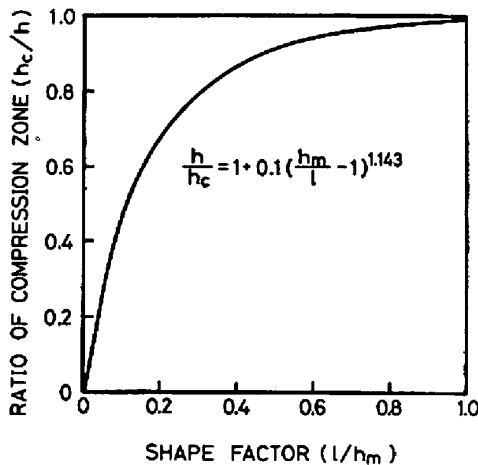


Fig. 2. Effect of shape factor on the ratio of compression zone in thickness direction.

がある。

極厚鋼板の圧延に際しては、Fig. 1 の引張応力の働く領域Ⅱを減少させることが鋼塊の微小空隙の圧着に必要である。MUZALEVSKII の実験²⁾によれば、形状比と板厚

に対する Fig. 1 の圧縮応力領域Ⅰの占める割合、すなわち h_c/h は次のように表わされる。

$$\frac{1}{h_c/h} = 1 + 0.1 \left(\frac{1}{l/h_m} - 1 \right)^{1.143} \dots\dots\dots (3)$$

ここで l/h_m : 形状比

l : ロールの投影接触弧長

h_m : ロールの入側および出側の平均板厚

そして圧縮応力の領域の割合 h_c/h と形状比 l/h_m の関係を図示すれば Fig. 2 のようになり、形状比を 1 に近づければ圧縮応力の割合が 1 に近づくことを示している。ここでロールの半径を R 、入側板厚を h_0 、出側板厚を h_1 とすれば、形状比 l/h_m は

$$l/h_m = 2\sqrt{R \cdot \Delta h / (h_0 + h_1)} \dots\dots\dots (4)$$

ここで $\Delta h = h_0 - h_1$ 、 $h_m = 1/2 (h_0 + h_1)$

となる。(4)式から、形状比 l/h_m を大きくするためにはロール径を大きくするか、または圧下量 Δh を大きくすればよい。

そこで形状比と板厚方向における微小空隙の圧着との関係を調べるために、2 1/4 Cr-1 Mo 鋼を用いて試験片

に 2 mmφ の人工欠陥をあけておき、実験用圧延機でこれを熱間圧延した。板厚方向の人工欠陥が圧着される様子を Photo. 2 に示した。形状比が小さい場合には、板厚中心部においては板厚方向に圧縮応力がほとんど働かず、圧延方向にのみ引張応力が働いていることがわかる。形状比が大きくなると板厚方向に圧縮応力が働き、人工欠陥が圧着する。写真では形状比が大きい場合に板厚中心部で人工欠陥は板厚方向にのみ圧着され、圧延方向にはひきのばされていないことに注目する必要がある。この傾向は圧延温度にはほとんど影響されないが、圧延温度が低下すれば材料の変形抵抗が大きくなるために圧延荷重が増大し、結果的に形状比を大きくできないことになる。

2.2 極厚低合金鋼板の圧延形状比と内部欠陥の発生について

極厚低合金鋼板における鋼塊の微小空隙の圧着には、前述のように形状比を大きくすることが必要である。しかし実際の極厚鋼板の圧延ではロール径は現有の設備仕様から定まっておき、現実には形状比を大きくしようとすれば圧下量を大きくする必要がある。ところが圧延の初期の段階、すなわち板厚が非常に厚いところでは、この圧下量を大きくすることはかみ込み角およびモーターの能力の限界から事実上不可能といえる。したがって微小空隙の圧着には、終期の圧延で圧延機のモーター能力を最大限に使って圧下量を大きくとり、圧延することが有効な手段といえる。

また Fig. 1 の圧延方向に引張応力が働く領域Ⅲの絶対値は、板厚が異なれば当然異なってくる。同じ形状比をとつても板厚が厚くなれば、領域Ⅲの部分は大きくなることになり、製品の板厚が厚くなるにしたがって形状比を大きくする必要がある。微小空隙の圧着の程度や内質の均一性は超音波探傷で検査される。Fig. 3 に低合金鋼板について、製品の板厚、圧延終期において形状なら

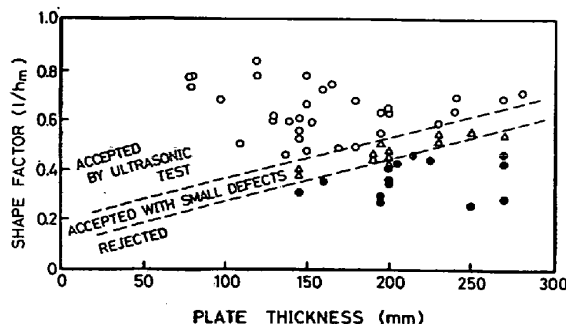


Fig. 3. Effect of the shape factor at final stage of rolling and plate thickness on the internal soundness of heavy section low alloy steel plates.

びに寸法調整などのための軽圧下のパスを除いた主なパスにおける形状比および超音波探傷検査の結果との関係を示した。製品の板厚が厚くなるほど内質の均質化を確保するための必要形状比が大きくなることを物語っている。

実際の圧延ではこの形状比のほかに、圧延温度が低下するにしたがって変形抵抗が増加するために圧延荷重が増大し、形状比を大きくできなくなること、微小空隙の形状と大きさおよび分布状態や鋼中の水素濃度、ならびに田中ら⁹⁾ によるように鋼板表面と中心部の温度差、さらにロール周速度などの影響も考慮する必要がある。

3. 極厚低合金鋼板の圧延後の熱処理

圧延を終了した極厚低合金鋼板の表面と中心部の温度差による割れの防止、圧延組織の均一化、脱水素、針状フェライトの残留による超音波探傷検査の妨げの防止⁹⁾ などの目的で熱処理が行なわれる。このような大型鋼材の熱間加工後の熱処理に関する報告は鍛鋼品についてはある⁹⁾ が、極厚鋼板の圧延後の熱処理が鋼板の最終製品における材質におよぼす影響を検討したものはみあたらない。

ここで内質の均一性の確保を目的に提案された熱処理の一例は Fig. 4(a) に示したように圧延後一度オーステナイト領域に再加熱して組織を均一化し、局部的に偏析した水素を均一に分散させ、以後の脱水素を容易にする熱処理方法である。この組織の均一化には熱経済の点からは圧延後直ちにオーステナイト化するのが好都合と思われる。しかしながらこの種の熱処理は低合金鋼中の AlN の析出挙動に大きな影響をおよぼし、これが結晶粒、ひいては低温靱性に著しい影響をおよぼすことが考えられるので、それらの関係について調べた。さらにその後続くフェライト域における脱水素熱処理に関しての理論的検討および低合金鋼に特有なマイクロ偏析部に着目した脱水素熱処理の検討を行なった。

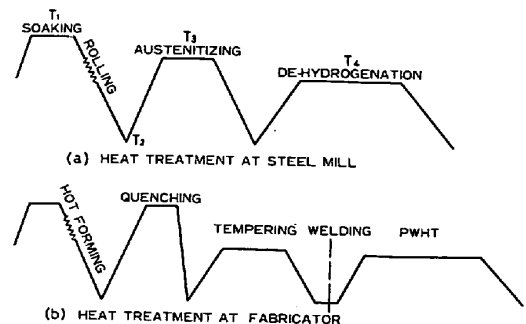


Fig. 4. Schematic drawings of heat treatments of heavy section low alloy steel plates.

Table 1. Chemical composition of steels for the heat treatment experiments at laboratory (wt %).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	sol. Al	N	N as AIN
A	0.20	0.29	1.38	0.006	0.006	0.04	0.62	0.11	0.52	0.023	0.0070	0.0058
B	0.18	0.25	1.30	0.006	0.007	0.02	0.64	0.05	0.54	0.024	0.0080	0.0004

3.1 圧延後の熱処理における AIN の挙動および低温靱性への影響

通常の板厚の厚鋼板で、通常の Al と N の含有量の場合は、圧延のままでは AIN はほとんど析出せず過飽和に固溶しており、焼ならしあるいは焼入れの段階で析出する。鋼の AIN の挙動に関しては従来から多くの研究が行なわれており、低炭素溶接構造用鋼に関しては Al と N を多量に含有する場合の AIN の析出量と機械的性質への影響に関する研究¹⁰⁾¹¹⁾や、溶接構造用鋼における AIN の挙動および機械的性質への影響に関する研究¹²⁾がある。しかしながら原子炉圧力容器用鋼板のように板厚が厚いために圧延後の冷却速度が遅く、しかも Fig. 4 (a) のように圧延とそれに引き続いた熱処理工程がある場合の AIN の析出挙動に関する研究はみあたらない。またこの AIN の析出挙動は Fig. 4 (b) のように圧力容器の製作時に受ける熱処理後の低温靱性に当然影響をおよぼすことが予想されるので、以下のような検討を行なった。

3.1.1 実験方法

(1) 工場熱履歴のシミュレート実験

実験に用いた鋼は原子炉圧力容器用の ASTM A533, Type B 鋼 (以下 A533B 鋼という) であり、その化学組成を Table 1 に示した。鋼 A および B はいずれも電気炉で溶製されたが、鋼 A は 70 t 鋼塊から鍛造により、また鋼 B は 40 t 鋼塊から圧延により、それぞれ 500 mm 厚のスラブにして、試料はそのスラブから採取したものである。鋼 A がスラブに鍛造後脱水素熱処理のためにフェライト域で長時間保持したために AIN が十分に析出しているのに対して、鋼 B はスラブに圧延後空冷したために AIN はほとんど析出してない。このように両者にはスラブに加工後の熱処理の相違にもとづいた AIN 量の差があり、このスラブにおける AIN 量の影響を調べるために両者を選んだ。

まず供試鋼の AIN 固溶温度を調べるために、850~1250°C の各温度に 30 min から 4 hr 保持後水冷を行ない、AIN の化学分析を行ない AIN の固溶温度を求めた。

ついで供試鋼 A および B について、板厚 160 mm の鋼板の板厚の 1/4 相当部における熱履歴を想定して、Fig. 4 (a) の熱処理を行なった。ただし実験の都合上

圧延の工程は省略した。試片は AIN の析出挙動を調べるための 25 mm 角と衝撃試験用としての 25×100×150 mm の板とからなり、いずれも $T_1=1170^\circ\text{C}$ で 1 hr 保持後、 200°C/hr で T_2 まで冷却を行なった。 T_2 には 800, 600, 400, 200 および 150°C 以下の 5 つの温度を選んだ。 T_3 の温度は一般の焼ならし温度の 900°C として、1 hr 保持後 200°C/hr で室温まで冷却を行なった。さらに実際の圧力容器の製作時の熱処理 (Fig. 4 (b)) を想定して、 880°C で 1 hr 保持後、 45°C/min で冷却 (焼入れ) 後、 665°C で 9.2 hr 焼もどし、そのあと炉冷した。以下この熱処理を焼もどし+溶接後熱処理 (post weld heat treatment, 以下 PWHT) という。25 mm 角の試片は熱処理の各段階で水冷を行ない、AIN の析出量の分析および電子顕微鏡観察に供し、また焼入時のオーステナイト粒の測定を行なった。AIN の観察については、花井ら¹³⁾の方法により抽出レプリカを作製し、その析出粒の大きさおよび分布を電子顕微鏡で観察した。25×100×150 mm の試片はシャルピー衝撃試験に供した。

(2) 工場における熱処理実験

(1) のシミュレート実験では熱履歴のみで実際の圧延工程が含まれていない。そこで AIN の析出挙動におよぼす熱間加工の影響を検討することと、(1) の実験結果を実際の工場の工程で確認するために、90 t 鋼塊からの鍛造スラブを 3 分割して、Fig. 5 に示したように (1) のシミュレート実験と同様に T_2 温度を 600, 400 および 300°C の 3 水準に変化させて、その後 (1) とほぼ同様の試験を行ない両者の結果を比較した。

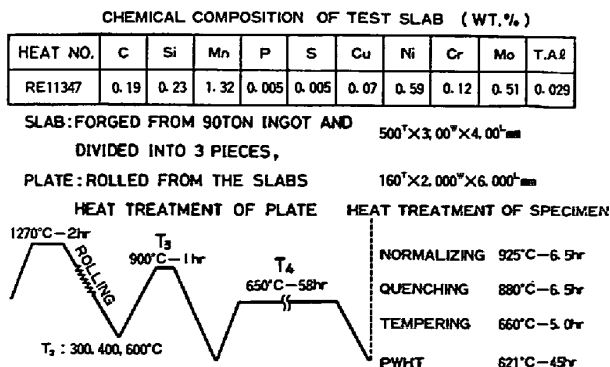


Fig. 5. Conditions of heat treatment experiments at mill.

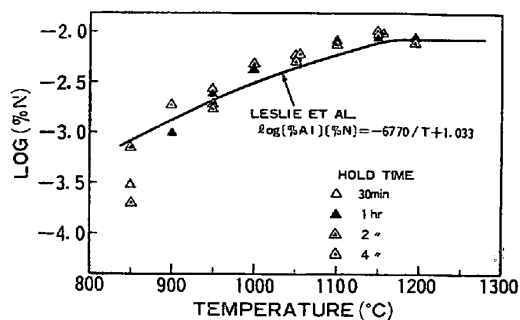
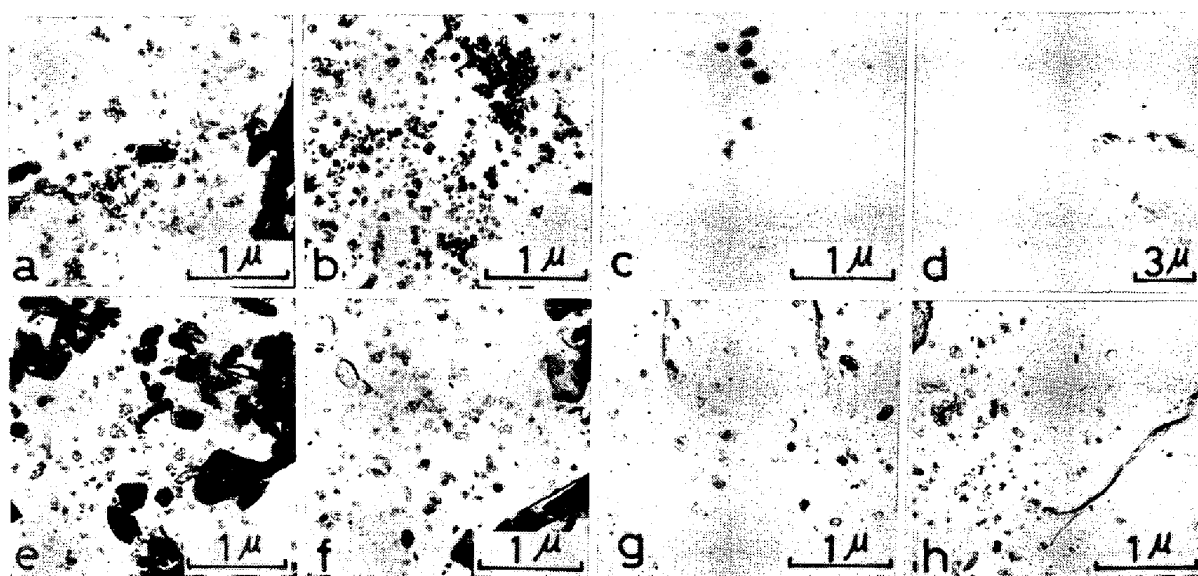


Fig. 6. Solution temperature of aluminum nitride in steel B.

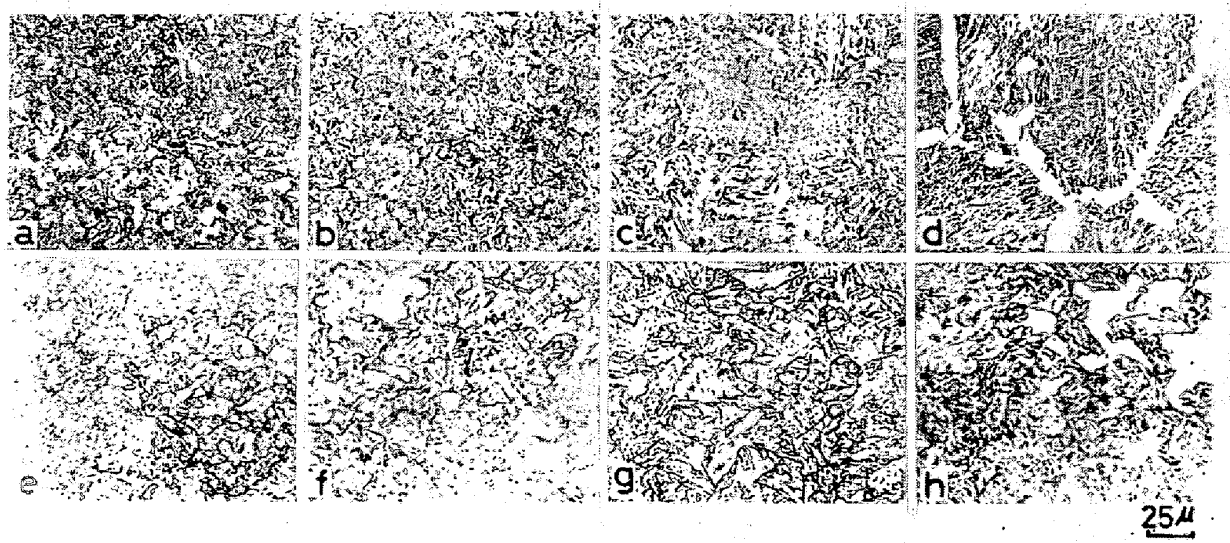
3.1.2 実験結果および考察

(1) AlN の固溶温度

供試鋼Bについてオーステナイト化温度と N as AlN 量との関係を Fig. 6 に示した. 当供試鋼の場合, AlN の固溶温度は 1150°C 付近であり, 供試鋼Aについてもほぼ同様の結果であり, スラブにおける AlN 量の影響は認められなかつた. 3.1.1 の (1) の実験で T_1 温度を 1170°C としたのはこの結果にもとづくものである. 図中に LESLIE, et al.¹⁴⁾ による平衡定数から得た計算値を示した. この平衡定数は低炭素鋼で得られた値であるが, 当鋼種では 850~900°C の低温側を除いて LESLIE,



(a) Electron micrograph of extraction replica



(b) Microstructure

Heat treatment a, b, c, d: before quenching, e, f, g, h: after tempering+PWHT
 T_2 temperature a, e: 200°C, b, f: 400°C, c, g: 600°C, d, h: 800°C.

Photo. 3. Effect of T_2 temperature on the precipitation behavior of aluminum nitride and microstructure in steel B at laboratory heat treatment experiments.

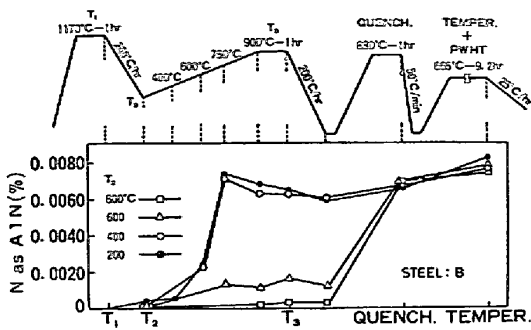


Fig. 7. Precipitation behavior of aluminum nitride in steel B at various laboratory heat treatments.

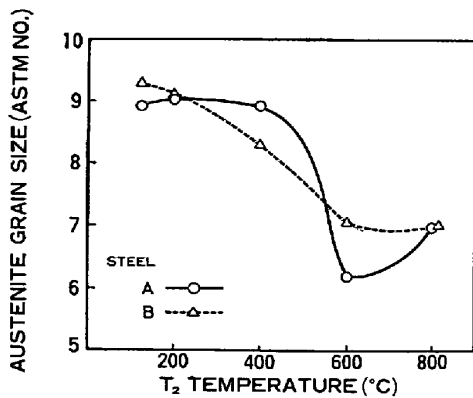


Fig. 8. Effect of T_2 temperature on the austenite grain size before quenching.

et al. の平衡定数による計算値で比較的良好に整理できることがわかる。

(2) 圧延後の冷却温度が AlN の析出挙動および低温靱性におよぼす影響

供試鋼 B について、熱履歴途中において小試験片を水中に焼入れて、AlN の析出量の定量的な挙動を求めた結果が Fig. 7 である。T₂ 温度が 400°C 以下では、AlN は次の昇温時に 600°C 以上で急速に析出し、750°C 付近でピークを示して、それ以上の温度ではむしろ固溶する傾向にある。T₂ 温度が 600°C を越えると昇温時に析出する AlN はわずかで、次の焼入れへの昇温時に大量の AlN が析出する。また焼もどし+PWHT 時にさらに AlN の析出が起こる。供試鋼 A でも AlN の析出挙動はほぼ同様である。このようにして析出した AlN の大きさおよび分布状態を示したのが Photo. 3 である。T₂ 温度が 400°C 以下で得られる AlN は非常に微細に分散しているが、T₂ 温度が 600°C になると焼入れ熱処理前に大きな AlN が散在するようになる。そして焼もどし+PWHT 後に得られる AlN もかなり大きくなってくる。T₂ 温度が 800°C では、焼入れ前の AlN は電子顕微鏡の倍率を 40,000 倍にしてもほとんど認めら

れない。このように T₂ 温度が 400°C 以下では次の焼入れ熱処理のための昇温前にフェライト中で多くの AlN が微細に析出するが、T₂ 温度が 600°C では焼入れ熱処理への昇温前に少量の AlN が粗大に析出し、以後の工程を通じて AlN は粗大のままとなる。T₂ 温度が 800°C では AlN はほとんど析出せず、次の焼入れ熱処理のための昇温時に微細に析出する。このように T₂ 温度と以後の熱処理過程において析出した AlN の大きさと分布状態の電子顕微鏡による観察結果は、Fig. 7 の AlN の析出量の定量分析の結果とよく一致して、AlN の挙動をよく説明できる。

以上の AlN の析出挙動にあわせて観察した顕微鏡組織を Photo. 3(b) に示した。T₂ 温度が 400°C 以下では微細なフェライト+ベイナイト組織が得られている。これは T₂ 温度が 400°C 以下ではオーステナイトからフェライト+ベイナイトへの変態が完了するが、600°C 以上ではこの変態が十分完了しないからと考えられる。焼入れ、焼もどし+PWHT 後の顕微鏡組織も、T₂ 温度が 600°C 以上では組織がやや粗くなっている。焼入れ時のオーステナイト粒度におよぼす T₂ 温度の影響を示したのが Fig. 8 である。顕微鏡組織に対応してオーステナイト粒は T₂ 温度が 400°C 以下で細粒となり、T₂ 温度が 600°C 以上の場合は粗粒となっている。

以上のほかに焼入れ、焼もどし+PWHT 後のシャルピー衝撃試験の結果について述べる。Fig. 9 はシャルピー衝撃試験の 0°C と -20°C とにおける吸収エネル

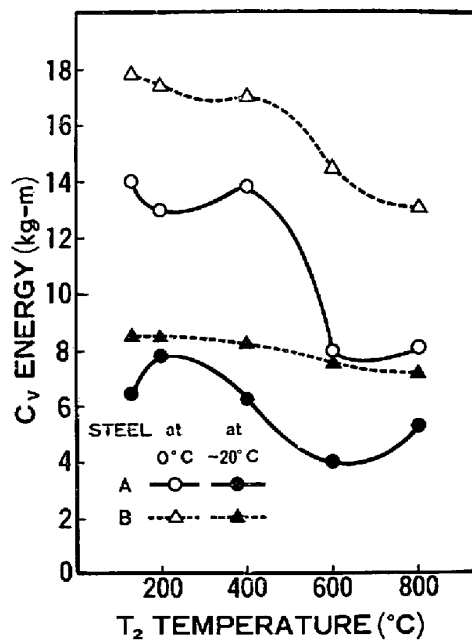


Fig. 9. Effect of T_2 temperature on the V-notch Charpy energy after tempering+PWHT.

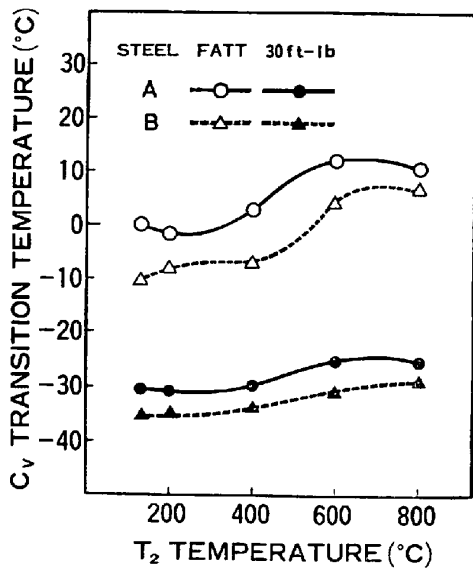


Fig. 10. Effect of T_2 temperature on the transition temperature of V-notch Charpy impact tests after tempering + PWHT.

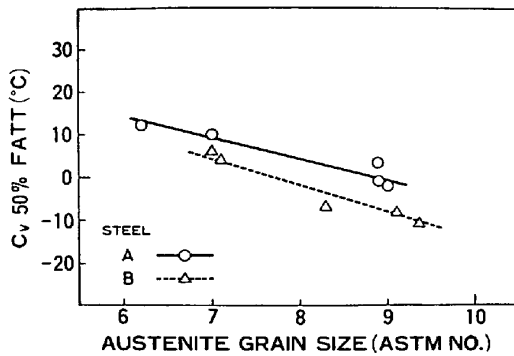


Fig. 11. Effect of austenite grain size on the V-notch Charpy fracture transition after tempering + PWHT.

ギーの変化を、Fig. 10 は破面遷移温度と 30 ft-lb 遷移温度の変化を示したものである。AIN の析出挙動、顕微鏡組織およびオーステナイト粒度に対応して、 T_2 温度が 400°C 以下ではシャルピー衝撃特性が非常に良好であるが、 T_2 温度が 600°C 以上では低温靱性が低下していることがわかる。

以上要約すると、 T_2 温度を 400°C 以下にしてオーステナイト→フェライト+ベイナイト変態を完全に起こさせると、次の昇温時にフェライト中で微細な AIN が多く析出し、オーステナイト⇌フェライト+ベイナイトの変態で細粒のオーステナイトが得られる。これに対して T_2 温度 600°C では、部分的に変態したフェライト中に少量の AIN が析出し、それが昇温時にオーステナイト中で粗大に成長する。また T_2 温度が 800°C では焼入れ熱処理前には AIN の析出はほとんど起こらず、

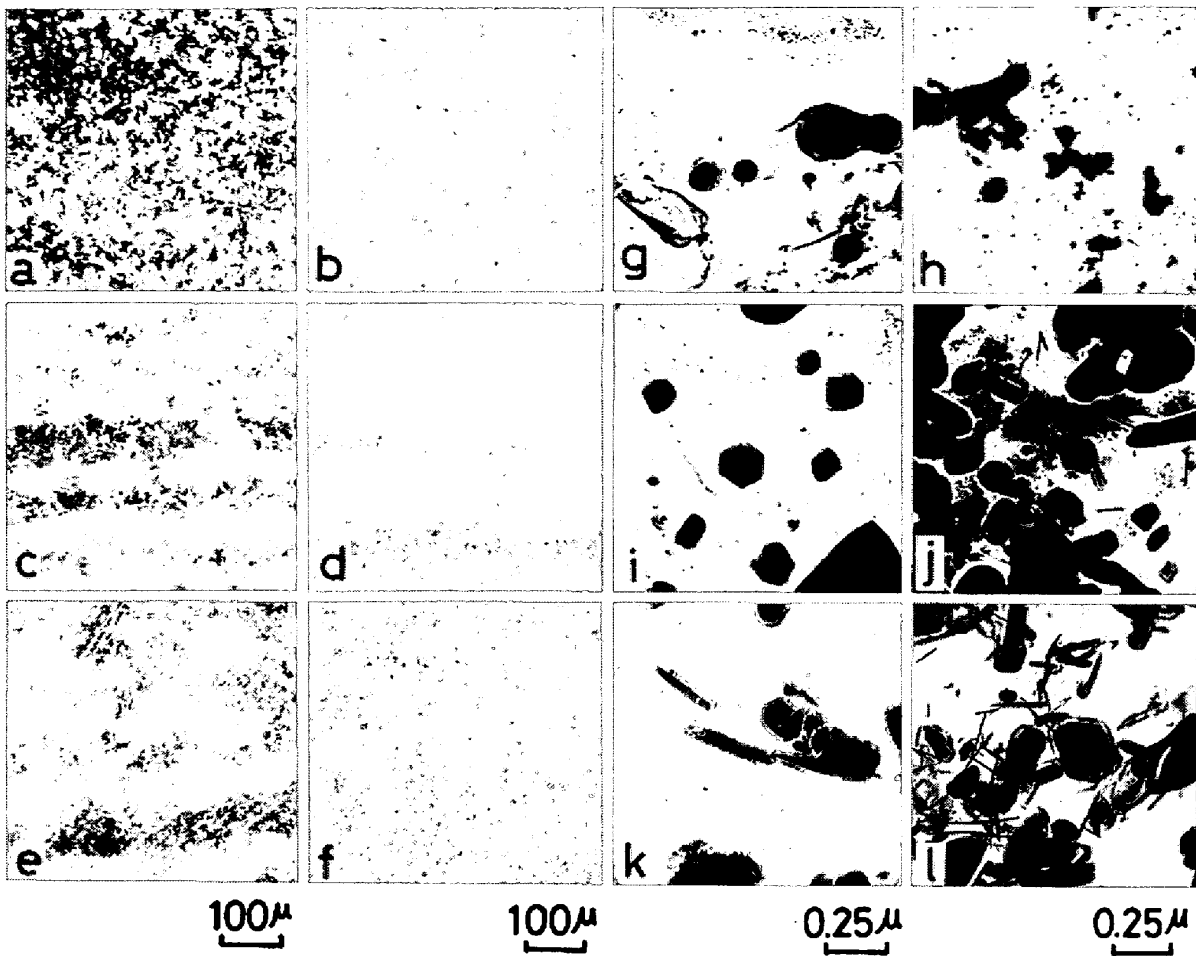
次の昇温時のフェライト域で微細な AIN が析出するが、変態点を通過する回数が少ないために、あまり細粒のオーステナイト粒は得られない。しかし 600°C の場合よりもやや細粒となつている。

このように本供試鋼の低温靱性を良好にするためには、圧延後に変態を十分完了させたフェライト中で微細な AIN を析出させることが重要であり、オーステナイトからフェライト+ベイナイトへの変態途中で AIN の析出を起こさせるような熱処理は避けるべきである。

本鋼種の低温靱性については、焼入れ冷却速度や焼もどしパラメーターの影響¹⁵⁾および化学組成の影響¹⁶⁾¹⁷⁾に関する研究がある。しかし同一の化学組成で、焼入れおよび焼もどしの熱処理が同一であつても、鋼板の製造時の熱処理条件に起因するオーステナイト粒の変化により Fig. 11 のように低温靱性が影響をうけることがわかる。PAVLIDIS, et al.¹⁸⁾ は St-52-3 鋼および 0.05%Nb 添加鋼において、圧延後焼ならし熱処理に移る際の鋼板の冷却温度が機械的性質におよぼす影響を調べているが、本研究の T_2 相当温度を St-52-3 鋼では 650°C 以下に、Nb 添加鋼では 600°C 以下にすることによりマイクロ組織が微細になり、良好な機械的性質が得られるとしている。本研究の極厚鋼板の場合は、さらに次の焼入れ熱処理時のオーステナイト粒が前の熱処理の影響を受けることを問題にしており、さらに複雑である。また彼らは窒化物の析出状況についての調査は行なつていないが、窒化物がオーステナイト粒の細粒化の核になると推定している。本供試鋼の場合もオーステナイトからの変態の状況によつて次の熱処理時のオーステナイト粒の細粒化が左右されるのは、PAVLIDIS らの考えにしたがえば、フェライト中で微細に析出した AIN がオーステナイト粒の核になるからと考えられ、さらに微細に析出した AIN によるオーステナイト粒の成長抑制の効果によるものと考えられる。

(3) 熱間加工の影響

圧延を含み実際に工場で行なつた実験結果について、脱水熱処理および PWHT 後における組織写真ならびに AIN の析出状況を Photo. 4 に示した。圧延を含まない実験室的熱処理と全く同様に、 T_2 温度が 400°C 以下では AIN が微細に分散しており、脱水素熱処理および PWHT 後の組織も細いのに比較して、 T_2 温度が 600°C の場合は AIN が粗大になり、組織も粗くなつていることがわかる。また PWHT 後の機械的性質を Table 2 に示した。引張試験値は T_2 温度の影響をほとんど受けないが、シャルピー衝撃試験および落重試験の結果は T_2 温度により大きな影響を受けて、 T_2 温度が 600°C では



Heat treatment a, c, e, g, i, k : after dehydrogenation
 b, d, f, h, j, l : after PWHT
 T₂ temperature a, b, g, h : 300°C, c, d, i, j : 400°C, e, f, k, l : 600°C.

Photo. 4. Effect of T₂ temperature on the microstructure and precipitation behavior of aluminum nitride in A533B steel at mill heat treatment experiments.

Table 2. Mechanical test results of the heat treatment experiments at mill.

T ₂ Temperature (°C)	Tensile test			V-notch charpy test				NDT** (°C)
	Trans.*			C _v Energy at -12°C (kg·m)		50% FATT (°C)		
	YS (kg/mm ²)	UTS (kg/mm ²)	EL (%)	Long.*	Trans.*	Long.*	Trans.*	Trans.*
300	52.0	62.9	30.2	15.7	14.6	-34	-28	-30
400	50.6	63.4	29.4	12.5	11.8	-16	-8	-20
600	48.6	61.9	28.6	10.8	9.2	-2	0	-10

* Specimen orientation, Long. : Longitudinal, Trans. : Transverse

** NDT by drop weight test

低温靱性が著しく低下している。

Al と N 量の高い炭素鋼で AlN の析出におよぼす熱間加工の影響について調べた MORGAN, et al. の報告¹⁹⁾では、熱間加工そのものは AlN の大きさに影響をおよぼさないが、AlN 析出粒の分布に影響をおよぼし粗大化温度を低下させるのではないかと推定している。また木

下ら²⁰⁾は Cr-Mo 鋼において熱間加工は AlN 析出粒の大きさに影響しないとしている。本研究では厳密な意味での熱間加工の影響を検討したわけではないが、熱間加工の有無にかかわらずほぼ同様な結果が得られたことから、熱間加工の影響はほとんどないと考えられる。

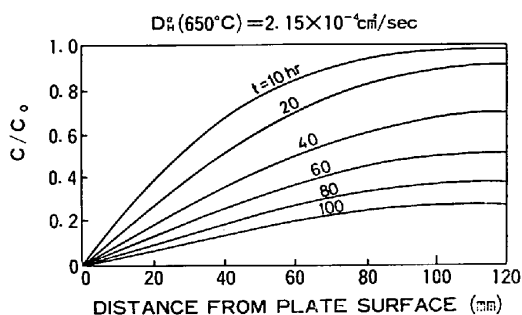


Fig. 12. Variation of hydrogen concentration during dehydrogenation heat treatment of heavy section steel plate.
Plate thickness : 240 mm
Dehydrogenation temperature : 650°C.

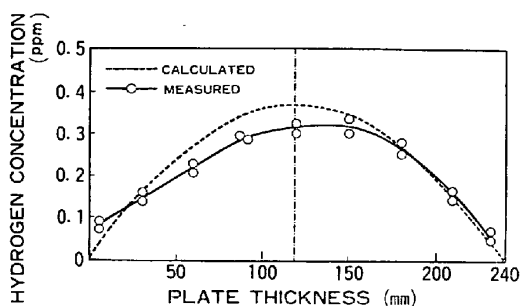


Fig. 13. Distribution of hydrogen concentration in heavy section steel plate after dehydrogenation heat treatment.
Dehydrogenation temperature : 650°C
Dehydrogenation time : 96 hr
Initial hydrogen concentration : 1.29 ppm.

3-2 脱酸素熱処理

極厚低合金鋼板は圧延後オーステナイト化の熱処理を経た後、Fig. 4(a)における T_4 温度で脱酸素熱処理が行なわれる。そこで T_4 温度における脱酸素熱処理に際し、マイクロ偏析の影響を考慮しつつ脱酸素熱処理温度および時間の最適範囲について検討を行なった。

3-2-1 脱酸素熱処理温度および時間の選定

固体鋼中における脱酸素は酸素の溶解度と拡散速度を考慮してフェライトの高温域で行なうのが効率的である。そこでフェライト中の脱酸素熱処理温度と時間は酸素の拡散に関する理論式により選定できる。ここで酸素は鋼中を体拡散のみにより拡散するものとして、鋼板の板厚方向の酸素濃度の変化を Fick の第2法則から次のように求めることができる。

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \dots \dots \dots (5)$$

(5)式は初期および境界条件を定めることにより、次のようになる²⁾。

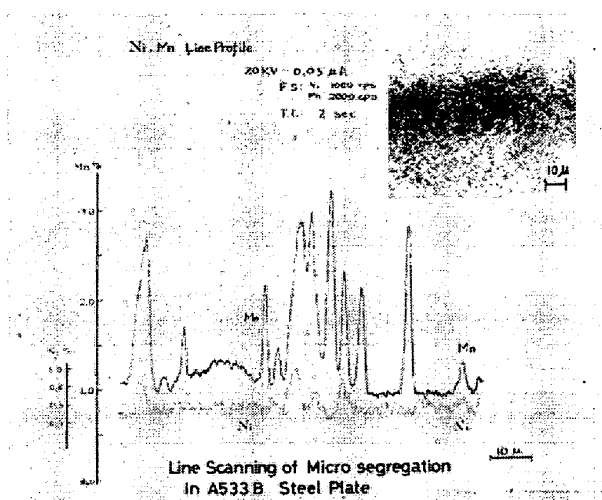


Photo. 5. Example of microsegregation of A533 B steel.

$$\frac{c}{c_0} = \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{(2n+1)} \exp \left\{ \frac{-D(2n+1)^2 \pi^2 t}{4l^2} \right\} \cos \frac{(2n+1)}{2l} \pi x \dots \dots \dots (6)$$

ここで c : 板厚の中心からの距離 x , 時間 t における水素濃度

c_0 : 水素の初期濃度, l : 鋼板の 1/2 の厚さ

D : 水素の鉄中の拡散速度 = $1.4 \times 10^{-3} \exp(-3200/RT)$ cm²/sec²²⁾

Fig. 12 は(6)式で板厚 240 mm の鋼板について板厚方向の水素濃度の変化を c/c_0 で表わしたものである。Fig. 13 は初期水素濃度 1.29 ppm, 650°C で 96 hr の脱酸素熱処理を行なった際の水素濃度の(6)式による計算値と実測値を比較したものであり、比較的よい一致を示している。このように脱酸素熱処理後の板厚方向の水素濃度分布が計算により推定できることを示している。

3-2-2 ミクロ偏析部を考慮した脱酸素熱処理温度の選定

フェライト領域における脱酸素熱処理温度および時間は前述のように任意に選定できるが、ここで留意すべきことは、Photo. 5 に示したように低合金鋼中には溶質元素が富化したマイクロ偏析部が存在することである。例えば A533B 鋼中には C, Mn および Mo などが強く偏析している。このような合金元素の偏析部は A_{c1} および A_{c3} 温度が地のそれらよりも低く、したがってある温度で地がフェライト領域であつても、偏析部がフェライト+オーステナイトあるいはオーステナイト領域になつている場合がある。またこのような C および合金元素の濃化部は水素に対する割れ感受性が高いことが予想される。そこでこのマイクロ偏析部に着目して以下のような

Table 3. Test results of hydrogen induced crack susceptibility at the interface of matrix and microsegregation of A533B steel.

Temperature (°C)	640	660	680	700	720	740	760	780	800	820
Observation of crack	Without crack		Crack						Without crack	



Photo. 6. Example of microcracks due to hydrogen and transformation induced stress during heat treatment at ferrite+austenite region in artificial microsegregation of low alloy steel.

実験を行なった。

Photo. 5 に示した A533B 鋼中のマイクロ偏析部に類似した化学組成の人工偏析部を正常部に埋めこみ、鍛造後 925°C で 2 hr の焼ならし処理を行なって、人工偏析部を中心に有する 25 mmφ×300 mm の試片を作製し実験に供した。試片の人工偏析部と正常部との境界は密着しており、結晶学的に連続していることが顕微鏡観察により確認された。この試片を Ar 気流中で 100°C/hr で昇温し、640°C から 820°C の間で水素気流中にて 2 hr 保持後、水冷を行なった。そして 24 hr 室温に放置後断面の割れを観察した。640°C と 820°C の間の保持温度と割れの発生との関係を Table 3 に示した。保持温度が 680~780°C では Photo. 6 に示したように正常部と人工偏析部の境界から割れの発生が認められた。680~780°C の温度範囲でのみ割れの発生が観察されたのは、この温度範囲では正常部と人工偏析部のオーステナイト量の違いのため、冷却後の変態応力差が水素による応力で助長されて、割れが発生したものと考えられる。また両者のオーステナイト化量の差が少ないと考えられる 800°C 以上では割れが発生していない。このことからマイクロ偏析部を有する低合金鋼においては、脱水素熱処理温度のいかんにより、地がフェライト域でマイクロ偏析部が一部オーステナイト化している場合には、正常部とマイクロ偏析部の境界において、正常部からマイクロ偏析部への水素の拡散と、変態のずれによる体積変化とにもとづく局部応力の集中が起こり、内部割れが発生すると考えられる。Photo. 6 の A533B 鋼中のマイクロ偏析部

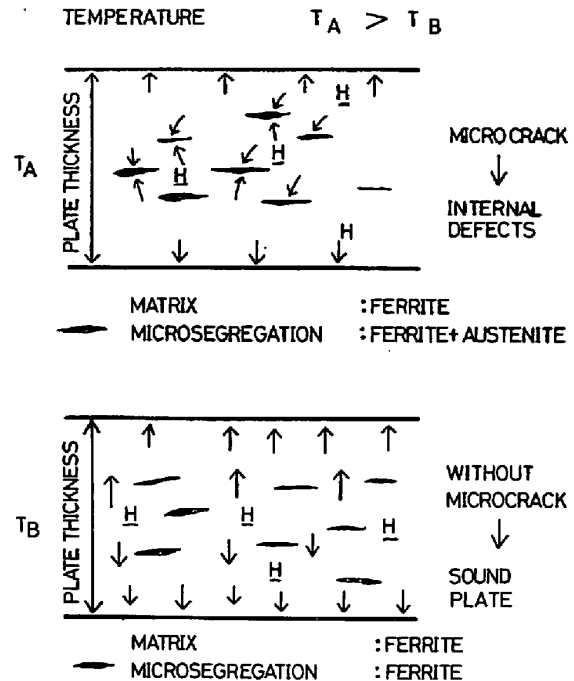


Fig. 14. Schematic drawings of hydrogen movement during dehydrogenation heat treatment in low alloy steel plate.

の化学組成による A_{c1} の低下を三好ら²³⁾による計算式から推定すると約 30~50°C の A_{c1} の低下が予想される。したがって脱水素熱処理は Fig. 14 に模式的に示したように、マイクロ偏析部も含めて均一なフェライト領域で行なうように十分注意をする必要がある。

4. 結 言

原子炉および重油の脱硫リアクターなどの圧力容器に用いられる極厚低合金鋼板に要求される内質の均一性と低温靱性の確保を目的として、極厚低合金鋼板の圧延と熱処理の問題点の検討を行なった。得られた結論を要約すると次のようになる。

(1) 極厚鋼板の圧延に際してはローのル接触弧長とロールの入側および出側の平均板厚の比“形状比”をできるだけ大きくすること、すなわち鋼板の圧延終期で1回の圧下量をできるだけ大きくすることが、大型鋼塊の微小空隙の圧着や巨大樹枝状晶の消滅に有効であり、鋼板の内質を均一にするために必要である。

(2) 極厚鋼板では圧延にひきつづいて、組織を均一にしたり、超音波探傷検査での支障を除くために焼ならし処理が行なわれる。この圧延から焼ならし処理に至る熱処理工程での A533B 鋼中の AlN の析出挙動の検討を行なった結果、圧延後 400°C 以下に冷却してフェライトあるいはベイナイト変態を完了させてから焼ならしのためのオーステナイト処理を行なうと、AlN が微細に析出し、以後の圧力容器製作時の各種熱処理後も低温靱性が確保されることがみいだされた。また本鋼種の AlN の析出挙動は熱間加工には影響されない。

(3) 極厚鋼板は内部欠陥の防止のために、圧延後フェライトの高温域で脱水素熱処理を行なうが、脱水素量と温度および時間の関係は、水素の拡散理論で整理できる。ただし低合金鋼中のマイクロ偏析部の化学組成を考慮して、すべての部分がオーステナイト域に入らない温度を選ぶ必要がある。

終りに臨み、本研究の遂行にあたり懇切な御指導をいただいた新日本製鉄(株)名古屋製鉄所の國武隼人氏、花井諭博士および齊藤晟氏に厚くお礼を申し上げます。

文 献

- 1) 沢田: 日本鉄鋼協会, 第 11 回西山記念技術講座 (1971), p. 63
- 2) 國武, 齊藤, 中尾, 菊竹, 小菅, 五弓: 製鉄研究, 282 (1974), p. 11085
- 3) 高石, 村田: 未発表
- 4) 田中, 田川, 平沢, 角南: 鉄と鋼, 60 (1974) 11, S 671
- 5) 田中, 平沢, 田川, 角南: 鉄と鋼, 61 (1975) 4, S 166
- 6) I. YA. TARNOVSKII, A. A. POZDEYEV, and V. B. LYASHKOV: Deformation of Metals during Rolling, (1965), p. 16, [Pergamon Press]
- 7) O. G. MUZALEVSKII: Stal in Eng. (1970) June, p. 455
- 8) 佐藤: 非破壊検査, 20 (1971) 5, p. 253
- 9) 長尾, 浜崎, 大谷: 熱処理, 15 (1975) 4, p. 205
- 10) 中村, 栗山, 雑賀, 深川: 石川島播磨技報, 3 (1963), p. 7, p. 14, p. 117, p. 128
- 11) 田地本, 雑賀, 深川: 鉄と鋼, 58 (1972) 13, p. 1791
- 12) 長谷部: 溶接学会誌, 33 (1964) 11, p. 969
- 13) 花井, 竹本, 水山, 佐直: 鉄と鋼, 57 (1971) 2, p. 386
- 14) W. C. LESLIE, R. L. RICKETT, C. L. DOTSON, and C. S. WALTON: Trans. ASM, 46 (1954), p. 1470
- 15) 薄田, 安藤: 三菱重工技報, 3 (1966) 1, p. 36
- 16) 中尾, 菊竹, 五弓: 鉄と鋼, 61 (1975) 12, S 747
- 17) 齊藤, 中尾, 菊竹: 鉄と鋼, 61 (1975) 12, S 748
- 18) C. PAVLIDIS, K. FERIER and J. PETERSEN: Stahl u. Eisen, 95 (1975) 6, p. 215
- 19) M. J. MORGAN, G. H. J. BENNETT, and A. T. MALE: JISI, 207 (1969) 5, p. 598
- 20) 木下, 上田, 鈴木: 日本金属学会誌, 36 (1972) 5, p. 403
- 21) J. CRANK: The Mathematics of Diffusion, (1961), p. 17, [Oxford University Press]
- 22) M. L. HILL: Hydrogen Embrittlement in Metal Finishing, (1961), p. 46, [Reinhold]
- 23) 三好, 邦武, 岡田, 加藤: 鉄と鋼, 51 (1965) 11, p. 2006