

論文

UDC 669.14.018.295-413 : 669.14-462.2 : 669.112.227 : 620.186.82 :
669.293 : 669.292 : 621.771.237.016.2ラインパイプ用高張力熱延鋼板のオーステナイト粒度と
材質におよぼすホットストリップミル圧延条件の影響*

西田 稔**・加藤 俊之**

大橋 延夫***・森 耐介****

Effects of Hot-rolling Conditions on Austenite Grain Size and
Mechanical Properties of Hot-rolled Coil for High Test Line Pipe

Minoru NISHIDA, Toshiyuki KATO

Nobuo OHASHI, and Taisuke MORI

Synopsis:

Effects of processing variables on the properties of high-strength, high-toughness hot rolled coils for high-test linepipe have been studied. Through laboratory and trial production tests using low C-high Mn-Nb-V and low C-high Mn-Nb-Mo steels, it has been confirmed that by the combination of lowering the slab reheating temperature to 1 140~1 170°C at which some amount of Nb-carbonitrides is undissolved, and rough rolling of more than 85% reduction, an austenite grain size after rough rolling is refined to the ASTM 8. These conditions are essential to obtain final products with fine grained ferrite structure free from bainite and accordingly low ductile to brittle transition temperature, especially when the total reduction during finish rolling is limited to less than 50% due to a heavy thickness of the products.

By controlling coiling temperature below 600°C, the yield strength is increased without impairing the transition temperature.

1. 結 言

高級ラインパイプに用いられる高強度と低温靱性をかねそなえた鋼板を製造するには、成分元素の調整はもちろんのこと、制御圧延による結晶粒の微細化がきわめて有力な方法である。そのため今日までにスラブ加熱条件や圧延圧下率-温度-時間の組み合わせで定まる圧延条件の影響について多くの研究がなされてきた^{1)~11)}。これらの研究の多くはUOEパイプ製造を目的とする厚板圧延に関するものであるが、それらによると制御圧延は、(1)再結晶が容易に起こる高温域での圧延-再結晶の繰返しによりオーステナイト(γ)粒を微細化する段階と、(2)再結晶が著しく遅延あるいは起こらなくなる低温域で γ 粒に大きな圧延歪を加え、 α 変態核の数を増加させる段階の2つに大別できるとされている⁶⁾⁹⁾。厚板圧延の場合には、低温域で多数回の圧延を繰返すことができるので、 γ 粒の再結晶が起こらないような低温域たとえば900°C

以下の温度での合計圧下率を増加させることにより、 α 粒を効率的に細粒化しそしてシャルピー破面遷移温度を低下させることが明らかにされている⁶⁾⁷⁾。

しかし、このような制御圧延の方法を連続式ホットストリップミルにより製造される高張力熱延コイルに応用することは、仕上圧延過程の低温化に限度があることおよび粗圧延後のシートバーの最大板厚がクロップシャーと仕上圧延スタンドの能力により制限されることから一般に非常に困難である。したがって厚物コイルを製造する場合は仕上スタンドでの合計圧下率が小さくなり、十分に γ 粒を細粒化することがむずかしく、このようなものでは仕上圧延終了後コイル巻取温度までスプレー冷却装置により急冷されるとベイナイト状組織が発生しやすいことも重なって靱性が劣化し勝ちである。

そこでこのような制限下で靱性が十分に良好な高級ラインパイプ用熱延鋼板を得るためには、改めて種々の角度から制御圧延技術の基礎を検討する必要がある。本報

* 昭和48年10月本会講演大会にて発表 昭和51年8月30日受付 (Received Aug. 30, 1976)

** 川崎製鉄(株)技術研究所 (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp., 1 Kawasaki-cho Chiba 280)

*** 川崎製鉄(株)技術研究所 工博 (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp.)

**** 川崎製鉄(株)千葉製鉄所 (Chiba Workes, Kawasaki Steel Corp.)

Table 1. Chemical compositions of steels used for examination of austenite grain growth and for simulated rolling at high temperatures (wt%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Sol. Al	Nb	V	Mo	Total N	Nb × [C + (12/14)N]
A	0.18	0.05	0.70	0.011	0.026	0.001	—	—	—	0.0037	—
B	0.13	0.05	1.06	0.012	0.007	0.036	0.016	—	—	0.0056	2.16×10^{-3}
C	0.13	0.21	1.25	0.011	0.009	0.025	0.044	—	—	0.0042	5.88×10^{-3}
D	0.08	0.08	1.52	0.014	0.006	0.014	0.042	0.064	—	0.0064	3.59×10^{-3}
E	0.07	0.07	1.48	0.015	0.007	0.006	0.035	—	0.170	0.0068	3.00×10^{-3}

告では、まず現場工程のスラブ加熱段階に相当する高温での γ 粒の成長、粗圧延およびその後の仕上スタンドまでの移送段階に相当する高温圧延時およびその後の γ 粒の成長挙動を実験的にシミュレートして確かめた。つぎに現場ホットストリップミルを用いて試作した API5 LSX65 および X70 材について、粗圧延後のシートバーの γ 粒度を調べ、実験室研究結果と対比した。さらに仕上圧延の合計圧下率を 50% と一定にしたときの製品の機械的性質について、圧延条件の影響を検討した。

2. ホットストリップミル圧延のシミュレート実験

2.1 高温加熱によるオーステナイト粒の成長

スラブ加熱炉での温度および保持時間と γ 粒度の関係を求めるため、Table 1 に示す成分の現場材スラブ片のうち、Nb を含有する鋼 B, C, D および E を用いて実験を行なった。まずスラブ片を 25 mm 厚に熱間鍛造したあと、 $25^h \times 15^w \times 25^t$ mm³ の寸法の小試片を切り出した。これらの小試片を実験炉で Ar ガス中 1150, 1200 および 1250°C の各温度に急速に加熱した。各温度での保持時間はそれぞれ 0.5, 1.0, 2.5 および 5.0 h とした。その後水焼入れし、界面活性剤を添加したピクリン酸飽和水溶液でエッチングを行ない、焼入れ前の γ 粒界を現出させた。そして、それぞれの粒度に応じた倍率の検鏡写真からリニアインターセプト法により平均 γ 粒径を求めた。

各鋼の平均 γ 粒径 (d) と加熱温度および保持時間 (t) の関係を Fig. 1 に示す。いずれの鋼においても γ 粒は加熱温度および時間の増加に伴って粗大化し、

$$d = kt^n \dots\dots\dots (1)$$

なる関係¹²⁾ が成り立つことがわかる。Fig. 1 には n の値を併記したが、1250°C ではいずれの鋼も $n = 1/6$ となつている。しかし鋼 C と鋼 E は、1200 および 1150°C でも $n = 1/6$ であるのに対し、鋼 B と鋼 D は 1150°C では 1/6 より大きな値をとつている。

HANNERZ ら¹³⁾ は種々の γ 粒の成長挙動について調べているが、Nb や Al などの細粒化作用を有する元素を

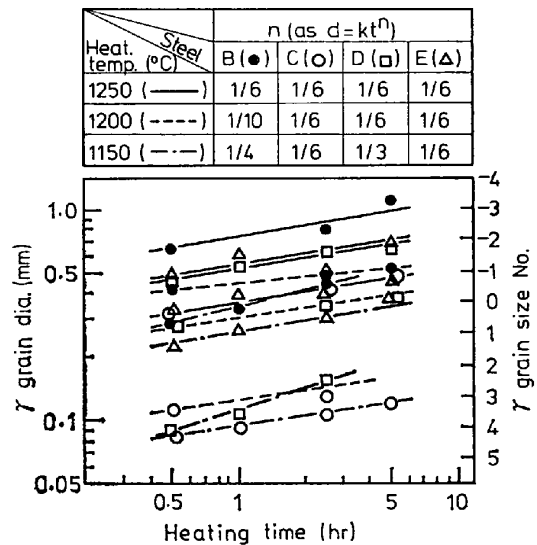


Fig. 1. Growth of austenite grain in several steels isothermally heated at 1150, 1200, and 1250°C. [$d = kt^n$, d : diameter of grain (mm), t : heated time (h), k, n : constants]

含む鋼の場合、低温では Nb(C, N) や AlN の析出により加熱初期での粒成長が抑制されている。しかしいつたん粒成長が始まると $n = 1$ のような急激な粒成長 (異常成長) が起こるが、この異常成長が完了するとその粒度で成長が一時停滞したのち、ふたたび $n = 1/6$ の緩慢な粒成長が始まる。一方、高温では異常成長がごく短時間で完了するので、本実験の場合と同様に初めから $n = 1/6$ の緩慢な粒成長が起こつていのようにみえることが報告されている。したがって、本実験の 1150°C の場合鋼 D と鋼 B の n 値がそれぞれ約 1/3 と 1/4 であつたのは、この異常成長域に相当するためと考えられる。しかし、初期段階に $n = 1$ となるような急激な成長域があつたかどうかは測定点が少なく確かではない。

各鋼に含まれる Nb 量と C および N 量の積の値と γ 粒径の関係を Fig. 2 に示す。なおここでの γ 粒径は加熱時間 2.5 h におけるものである。同一温度では (Nb%) × (C% + 12/14N%) の値が大きいほうが γ 粒径が小さい傾向がある。また図中には 1150, 1200 および 1250°C における Nb(C, N) の平衡溶解度積を示した。この

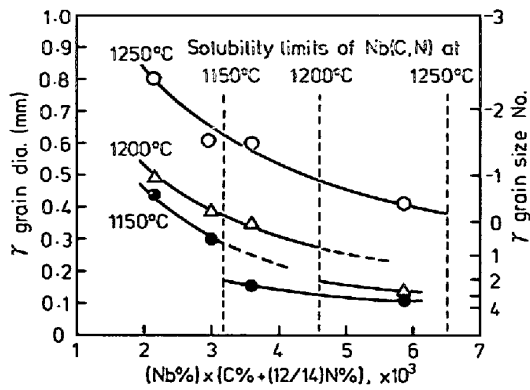


Fig. 2. Relation between $(\text{Nb}\%) \times [\text{C}\% + (12/14)\text{N}\%]$ and austenite grain size in steels heated at 1150, 1200 and 1250°C for 2.5 h.

平衡溶解度積は、IRVINE ら¹⁴⁾の式

$$\log[\text{Nb}\%][\text{C}\% + 12/14\text{N}\%] = -6770/T + 2.26 \quad \dots\dots\dots (2)$$

に基づくものである。 $(\text{Nb}\%) \times (\text{C}\% + 12/14\text{N}\%)$ の値が各温度での平衡溶解度積より大きい場合、すなわち鋼中の Nb が完全には溶解せず一部は Nb(C, N) として残留しているときには、これがすべて溶解している場合に比べて明らかに γ 粒径が小さく、析出 Nb (C, N) による γ 粒の成長抑制効果が現われているものと認められる。また Nb (C, N) が完全に固溶している場合でも $(\text{Nb}\%) \times (\text{C}\% + 12/14\text{N}\%)$ の大きい鋼のほうが γ 粒の成長が小さいことが注目される。

2.2 高温圧延によるオーステナイト粒の成長挙動

Table 1 に示した成分の現場材スラブ片のうち、鋼 A ~ E の計 5 鋼種を 25 mm 厚まで予備鍛造した。これらの鋼を $25^t \times 30^w \times 37^l$ mm³ のブロックに切断し、各鋼種 1 個ずつを溶接して 1 個のシートバーに組立てた。これは各試片の圧延を同一の機会に行なうことによつて圧延条件を一定に保ち 5 鋼種間の比較を正確にするためである。

まず 1200°C に 1 h 加熱後炉から取り出し、冷却過程の 1200, 1150, 1100°C および 1050°C の各温度で 1 パスずつ計 4 パス圧延を行ない 8.4 mm 厚に仕上げた。各パスでの圧下率はそれぞれ 20, 20, 25, 30% で 4 パス合計圧下率は 66% である。圧延途中の γ 粒組織は、別の組立シートバーを各パスで圧延後つぎのパス直前の温度まで空冷したのち水中に急冷して調べた。また 4 パス圧延後の試片については、圧延直後水冷したもののほか、1000°, 1050°C および 1100°C のバッチ炉中に挿入して最高 300 sec まで保持したのち水冷するものを加えて実験した。組織中の γ 粒界の現出は前項と同様の

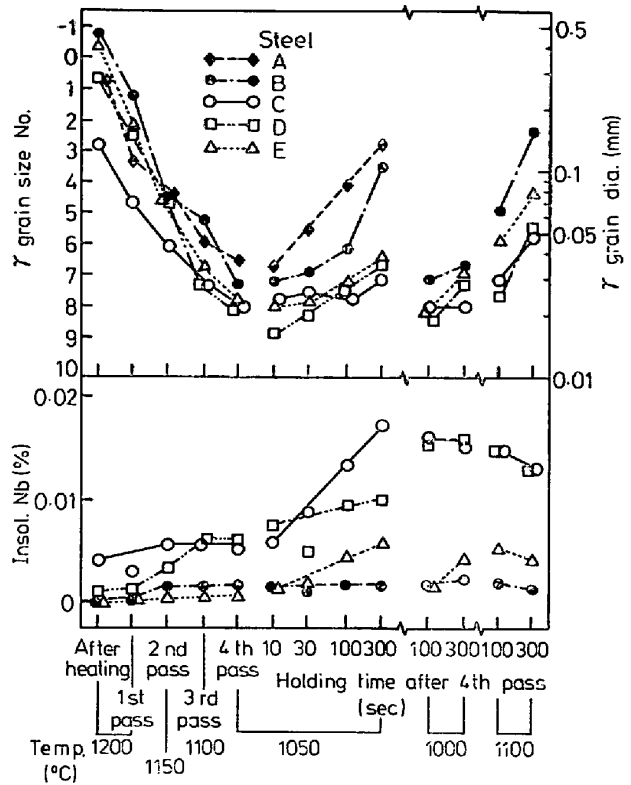


Fig. 3. Changes in austenite grain size and content of acid insoluble Nb in steels accompanying simulated high temperature rolling.

方法で行なつた。また H₃PO₄ 水溶液 (2:1) 室温溶解法により酸不溶 Nb を定量した。

圧延途中および 4 パス圧延後の γ 粒はその組織形態からみていずれの鋼も再結晶がすでに完了していると判断されたので、これらの平均粒径をリニアインターセプト法により求めた。各条件における再結晶 γ 粒度および酸不溶 Nb 量の変化を Fig. 3 に示す。加熱時の初期 γ 粒は鋼種により結晶粒度番号で 3 から 1 まで大きく変化している。関野ら¹⁵⁾と同様に圧延途中の γ 粒は初期 γ 粒が大きいほど粗い傾向があるが、やはりパス回数が増すに従い微細化し、初期 γ 粒度の影響は小さくなる。そして本実験の場合、合計圧下率が 66% に相当する 4 パス圧延後では、鋼 C, D, E で結晶粒度番号が約 8 とほぼ一定になり、加熱時の初期 γ 粒度の影響はほとんど消失する。しかし、鋼 A と鋼 B では 4 パス圧延直後の γ 粒度がそれぞれ 6.5 および 7.5 と粒が粗い。一方、Nb(C, N) としての析出 Nb に相当する酸不溶 Nb は圧延回数とともにわずかに増加するが、その量は非常に少ない。

つぎに 1050°C で 4 パス圧延後、ただちに同温度の 1050°C に保持したときの γ 粒の成長は鋼 A がもつとも速い。鋼 B は 100 sec までにはゆるやかな粒成長を起こす

が、300 sec で急激に成長し γ 粒径は鋼 A のそれに近づく。鋼 C, D および E の粒成長は遅く、100 sec 保持しても粒度番号は約 8 でほとんど変化せず、300 sec 後でも約 7 と小さい。このような粒成長挙動は、析出 Nb 量と密接な関係がある。すなわち、粒成長速度が大きい鋼 B では析出 Nb 量が少なく、恒温保持中の増加量も小さいのに対して、粒成長速度の小さい鋼 C, D および E では保持時間とともに析出 Nb 量が増加する。とくに粒成長が緩慢な鋼 C では析出 Nb の増加が著しい。

4 パス圧延後 1000°C に保持した場合、鋼 B も鋼 C, D および E と同様に緩慢な粒成長挙動を示し、少量の Nb (C, N) が析出しただけで粒成長が強く抑制されている。これに対して 4 パス圧延後 1100°C に保持した場合、析出 Nb 量は 100 sec より 300 sec のほうがむしろ減少し 300 sec で Nb (C, N) が再溶解しており鋼 C, D および E も急激な粒成長を起こす。

3. 現場ホットストリップミルによる試作実験

3.1 圧延実験の概要

千葉製鉄所 No. 2 ホットストリップミルを用いて 12.4 ~ 12.7 mm 厚 API5LSX65 および X70 グレードの高張力熱延鋼帯の試作実験を Table 1 の D 鋼と E 鋼に類似した成分の Nb-V 鋼と Nb-Mo 鋼について行なった。

まず 180 ~ 200 mm 厚スラブを 1140 ~ 1250°C に加熱し、計 6 パスの粗圧延を行ない 26 mm 厚のシートバーとした。この粗圧延の合計圧下率は 85 ~ 87% である。その後テーブル上でとくに仕上圧延温度調整のための待ち時間を設けることなくただちに仕上スタンドまで移送し、F1 ~ F3 スタンドで計 3 パスの仕上圧延を行なった。この仕上圧延の合計圧下率は 50% である。粗圧延終了から F1 スタンド直前のクロープシャーまでのテーブル上の移動時間は、ストリップのリーディングエンド (LE) 部で約 35 sec, テールエンド (TE) 部で約 90 sec である。そして F3 スタンドでは仕上圧延終了後、仕上スタンド間およびホットランテーブル上でシャワー冷却を行ない、約 600°C で巻取った。これらの圧延スケジュールの代表例を Fig. 4 に示す。

3.2 スラブ加熱温度の影響

3.2.1 粗圧延後のシートバーのオーステナイト粒度

スラブの加熱温度が 1140 ~ 1250°C の範囲にあつた API5LSX65 および X70 材について、仕上圧延スタンド直前のクロープシャーで切断された LE 部と TE 部のクロープを水張りしたピット内に落して急冷した。スラブ加熱温度の相異によるシートバー γ 粒度の変化を Fig. 5 に示す。スラブ加熱温度が 1250 ~ 1170°C まで

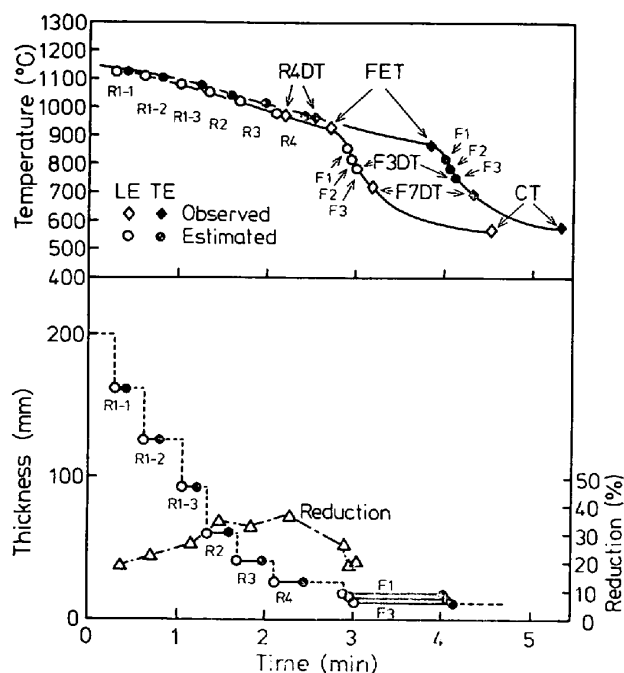


Fig. 4. Typical processing schedule of hot rolling (Thickness : 12.4 mm).

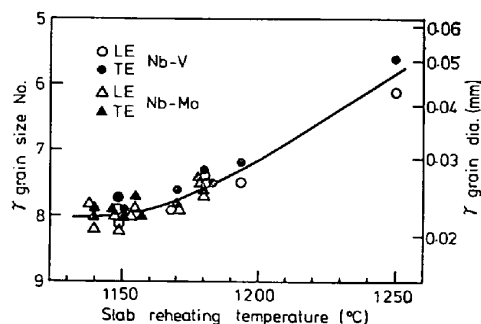


Fig. 5. Effect of slab reheating temperature on austenite grain size in sheet bar (LE: Leading end, TE: Tail end).

低下するにつれて、シートバー γ 粒は粒度番号約 6 から約 8 まで顕著に微細化する。1170°C 以下では γ 粒の微細化の程度は小さく、粒度番号 8 の一定値に収れんする傾向が認められる。またスラブ加熱温度が 1190°C 以上では、その温度が高いほど TE 部の γ 粒が LE 部のそれより大きくなる傾向があるが、1180°C 以下の場合にはこのような差はほとんどなくなる。この結果からも本実験条件のもとでは粗圧延後仕上圧延までの移動時間中における γ 粒の成長はほとんど無視できるといえる。

3.2.2 熱延コイルの組織および衝撃特性

Nb-Mo 鋼および Nb-V 鋼の熱延コイルの組織内にみられる塊状の上部ベイナイト組織 (3.3 項の Photo. 1 参照) はスラブ加熱温度が低下するにつれて減少し、Nb-V 鋼では 1170°C 以下の加熱、Nb-Mo 鋼では 1150

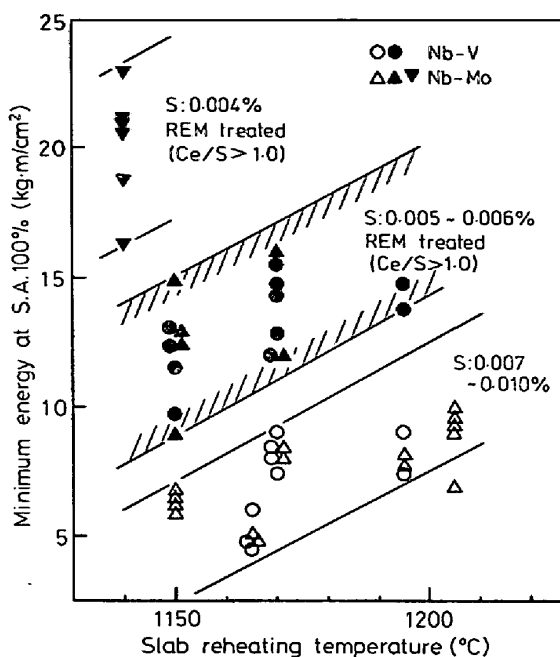


Fig. 6. Effect of slab reheating temperature on Charpy V-notch minimum energy at shear area 100% in control-rolled high strength hot coils (Transverse direction).

°C以下の加熱でほとんど発生しなくなる¹⁶⁾。この結果を上述のFig. 5と併せて考えると、両鋼種とも粗圧延後のシートバーの γ 粒度を粒度番号8の収れん値まで微細化すれば、仕上圧延圧下率が50%と少なくともベイナイトの発生がほとんどなくなることがわかる。また熱延コイルの α 粒度は、Nb-Mo鋼およびNb-V鋼の両者ともスラブ加熱温度の低下とともに微細化し、両鋼種間の差はほとんど認められない。シャルピー試験の50%破面遷移温度($vTrs$)は、Nb-Mo鋼およびNb-V鋼の両者ともスラブ加熱温度が低いほど低温側へ移行する傾向が認められる。このようにスラブ低温加熱や高温域での大圧下により再結晶 γ 粒を微細にすると、製品中のベイナイトの発生が少なく靱性が向上することはこれまでも多くの報告がある^{17)~20)}。

つぎにFig. 6には、シャルピー試験の100%延性における最小エネルギー値*とスラブ加熱温度の関係を鋼中S量と硫化物形状調整のため稀土類元素(REM)の添加の有無により分類して示す。

一般に再結晶が抑制される低温 γ 域での圧下率が大きいほど、衝撃破面には板面に平行な亀裂いわゆるセパレ

ーション(separation)が生じやすく、吸収エネルギーが低下する傾向がある²⁴⁾²⁵⁾。本実験では仕上圧延の合計圧下率を50%と少なくできるのでセパレーションの発生は少ない。しかしFig. 6に示したように、スラブ加熱温度の低下に伴ないやはり100%延性における最小のエネルギー値はわずかながら低下する。したがって遷移温度が低くてかつこのエネルギー値をさらに高めるためには、S量の減少およびREM添加による硫化物の形状制御が有効である。

3.3 組織と機械的性質におよぼすコイル巻取温度の影響

Nb-Mo鋼を1140~1205°Cに加熱して12.7mm厚に圧延したときのコイル巻取温度(C.T.)による組織の変化の代表例をPhoto. 1に示す。C.T.が650°Cと高い場合、コイル内の大部分は通常のポリゴナルフェライト・パーライト組織(P組織)となり、巻取り後急冷されるTE部ではこのP組織とベイナイト(B組織)の混合組織(P+B組織)となる。しかしC.T.が550°Cと低温になるとコイル内のすべての位置においてP組織にアシキュラーフェライト状の組織(A組織)が混在する微細組織(P+A組織)が生ずる傾向がある。これらの組織を薄膜法で電顕観察した結果、P組織はサブグレインサイズが大きく転位密度が低いものに対して、A組織はサブグレインサイズが微細で転位密度も高いこと、そしてB組織は針状組織となり転位密度が高いという特徴をもつことが明らかとなった。そこで引張性質とC.T.の関係を上記組織の違いにより分類したところ、約600°C以下でP組織からP+A組織へと変化し、それに対応して降伏強さおよび引張強さが増加すること、シャルピー試験の破面遷移温度はC.T.の低下とともにY.S.が増すにもかかわらず若干向上する傾向すら認められることがわかった¹⁶⁾。

つぎに、Nb-V鋼ではC.T.が550°Cと低下してもNb-Mo鋼のようなP+A組織はまったく生成せず、通常のP組織を呈するにすぎない。しかしC.T.が低いほうがフェライト粒が微細化し、かつより微細なNb(C,N)やV(C,N)が析出するため、強度の増す傾向がやはり認められる。

3.4 Nb炭窒化物の析出におよぼす熱延条件の影響

まずスラブを1140~1170°Cに加熱して12.7mm厚

* 材料の不安定延性破壊の起こりやすさを推定するための尺度として、MAXEYとEIBERが提案したCVI(Charpy V-notch Intercept)エネルギー値がある²¹⁾。MAXEYとEIBERが初めに実施した実際のパイプでの破壊試験(Athens test)の結果、このCVI値が高い材料は不安定延性破壊に対して抵抗が大きいことが報告されている²¹⁾。しかし不安定延性破壊の起こりやすさの尺度として、このCVI値が適当かどうかについては理論上あるいは実験結果から疑問とする見解もある²²⁾。さらにMAXEYらの最近の調査²³⁾でも、さきの試験結果と異なつて材料の不安定延性破壊の評価にCVI値を用いることに対して疑問を生じている。このように不安定延性破壊の起こりにくさをあらわす基準はまだ明らかにされていない。そこでFig. 6ではあくまで材料の吸収エネルギーの大きさを判断する1つの目安として100%延性における最小のエネルギー値を用いたものである。

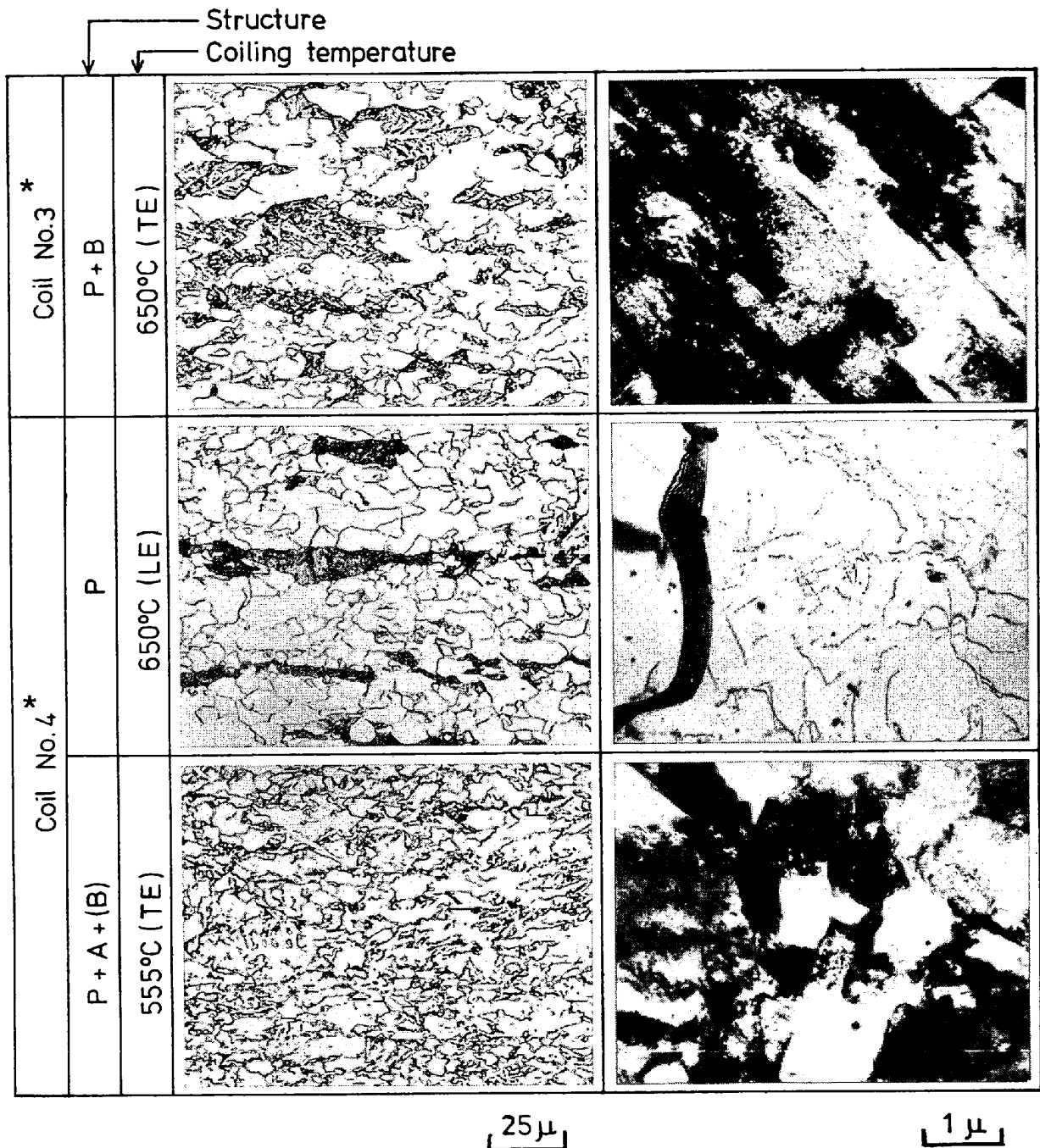


Photo. 1. Effect of coiling temperature on microstructures of Nb-Mo steels. (P : polygonal ferrite-pearlite structure, B : bainitic and A : acicular ferrite structure, * : see Table 2)

まで圧延した Nb-V 鋼と Nb-Mo 鋼について、粗圧延後急冷したシートバークロップの Nb(C, N) 析出量および最終圧延コイルの Nb(C, N) と V(C, N) の析出量を化学分析により求めた。その結果を Table 2 に示す。なお Nb(C, N) 析出物に相当する酸不溶 Nb は H_3PO_4 水溶液 (2 : 1) 室温溶解法、そして V(C, N) 析出物に相当する酸不溶 V は HCl 水溶液 (1 : 1) 室温溶解法により求めた。

シートバーでの酸不溶 Nb は両鋼種ともスラブ加熱温

度が低いほど増加する。また TE 部の酸不溶 Nb 量は LE 部のそれに比べてわずかながら多い傾向も認められる。しかし、スラブ加熱温度が $1140^{\circ}C$ と低温でもシートバーの酸不溶 Nb 量は 0.010% 以下であり、約 0.028% 以上の Nb は固溶している。これは鋼中 Nb 量 (0.033 ~ 0.040%) の約 75% 以上に相当する。

つぎに最終コイルでの酸不溶 Nb 量は C.T. が高いほど多く、また C.T. が同じレベルでは TE 部よりも LE 部が多い傾向がある。これは LE 部に比べて TE 部

Table 2. Relation between slab reheating temperature and contents of acid-insoluble Nb and V in sheet bars and hot coils.

Coil No.	Slab reheating temp. (°C)	Coil location	Chemical composition (wt%)				Seel bar		Hot coil		
			C	Total Nb	Total V	Total Mo	Insol. Nb (wt%)	CT(°C)	Insol. Nb (wt%)	Insol. V (wt%)	Δ insol(2) Nb (wt%)
1	1170	L E T E	0.11	0.040	0.044	—	0.0048	Mid. 585	0.0139	0.0036	(0.0091)
			0.10	0.039	0.042	—	0.0054				
2	1170	L E T E	0.11	0.042	—	0.180	0.0026	Mid. 580	0.0078	—	(0.0052)
			0.10	0.038	—	0.193	0.0044				
3	1150	L E T E	0.12	0.037	—	0.214	0.0094	620 650	0.0175 0.0155	—	0.0081 —
			0.11	0.035	—	0.210	N.D.(1)				
4	1150	L E T E	0.12	0.038	—	0.213	0.0089	650 555	0.0205 0.0100	—	0.0116 —
			0.11	0.036	—	0.210	N.D.(1)				
5	1140	L E T E	0.11	0.037	0.054	—	0.0076	630 535	0.0200 0.0160	0.0061 0.0014	0.0124 0.0075
			0.11	0.036	0.055	—	0.0085				
6	1165	L E	0.09	0.038	—	0.194	0.0047	Miss roll	0.0059	—	0.0012

Note (1) N.D.: Not determined

(2) Δ insol. Nb = Insol. Nb in hot coil - Insol. Nb in sheet bar

のほうがか巻後の冷却速度が大きいためである。しかしこの析出傾向は、C.T. が低いほうが両鋼種とも強度が高いことと一致しない。

そこで、Table 2 の No. 5 コイルの T E 部と No. 6 コイルの L E 部について、Nb などの炭窒化物の析出処理を施し、これらの炭窒化物の析出挙動と機械的性質の変化を調べた。No. 5 コイル T E 部は C.T. が 535°C で鋼塊ボトム相当部、そして No. 6 コイルはホットランテーブル上でスプレー冷却後常温まで空冷された鋼塊トップ部に相当する。まずこれらの供試鋼について、550~700°C の温度範囲でそれぞれ 2h の析出処理を行なつて空冷した。そして引張試験とシャルピー試験を行なつた。引張試験には平行部径 6 mm ϕ 、標点距離 25 mm の丸棒試験片を用い、インストロン型試験機で 2.5 mm/min で引張つた。

析出処理温度によるコイル No. 5 と No. 6 の降伏強さとシャルピー試験の破面遷移温度および酸不溶の Nb, V, Mo の変化を Fig. 7 に示す。降伏強さはスラブ加熱温度が高く、かつベイナイト状組織を含む No. 6 コイルのほうが No. 5 より全般に高いが、両鋼種とも析出処理温度の上昇に伴って増加し、600°C で最大となる。しかし、600°C より高温ではふたたび減少する。

破面遷移温度は両鋼種ともほぼ同じレベルであり、いずれも 650°C の析出処理温度でもつとも高くなる。これは強度がピークを示す温度より高温である。なお、No. 6 コイルでは析出処理温度が 700°C の場合に遷移

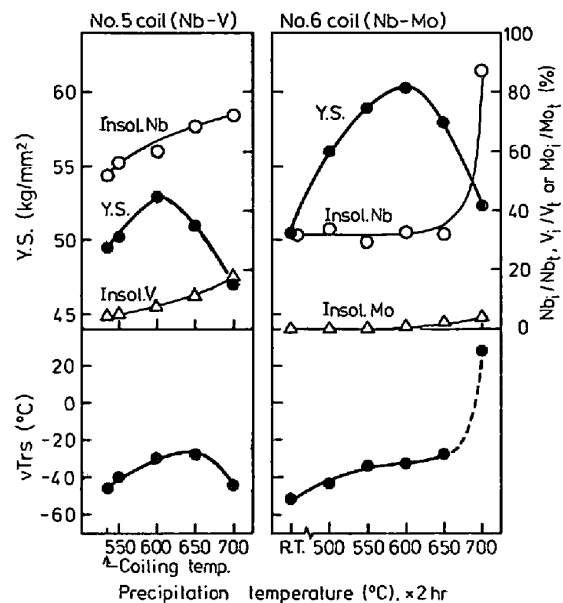


Fig. 7. Relation between the mechanical properties in transverse direction, acid insoluble Nb, V or Mo and precipitation temperatures after control-rolling in coils No. 5 and No. 6 (Nb_i, V_i or Mo_i: insoluble Nb, V or Mo, Nb_t, V_t or Mo_t: total Nb, V or Mo).

温度が常温まで上昇している。これは析出処理の際に $\alpha + \gamma$ 2 相領域にまで加熱されたためであることが組織観察により確認された。

一方、化学分析により求めた酸不溶 Nb 量は、Nb-Mo 鋼では 500~650°C の間で有意差がなく、強度増加に対

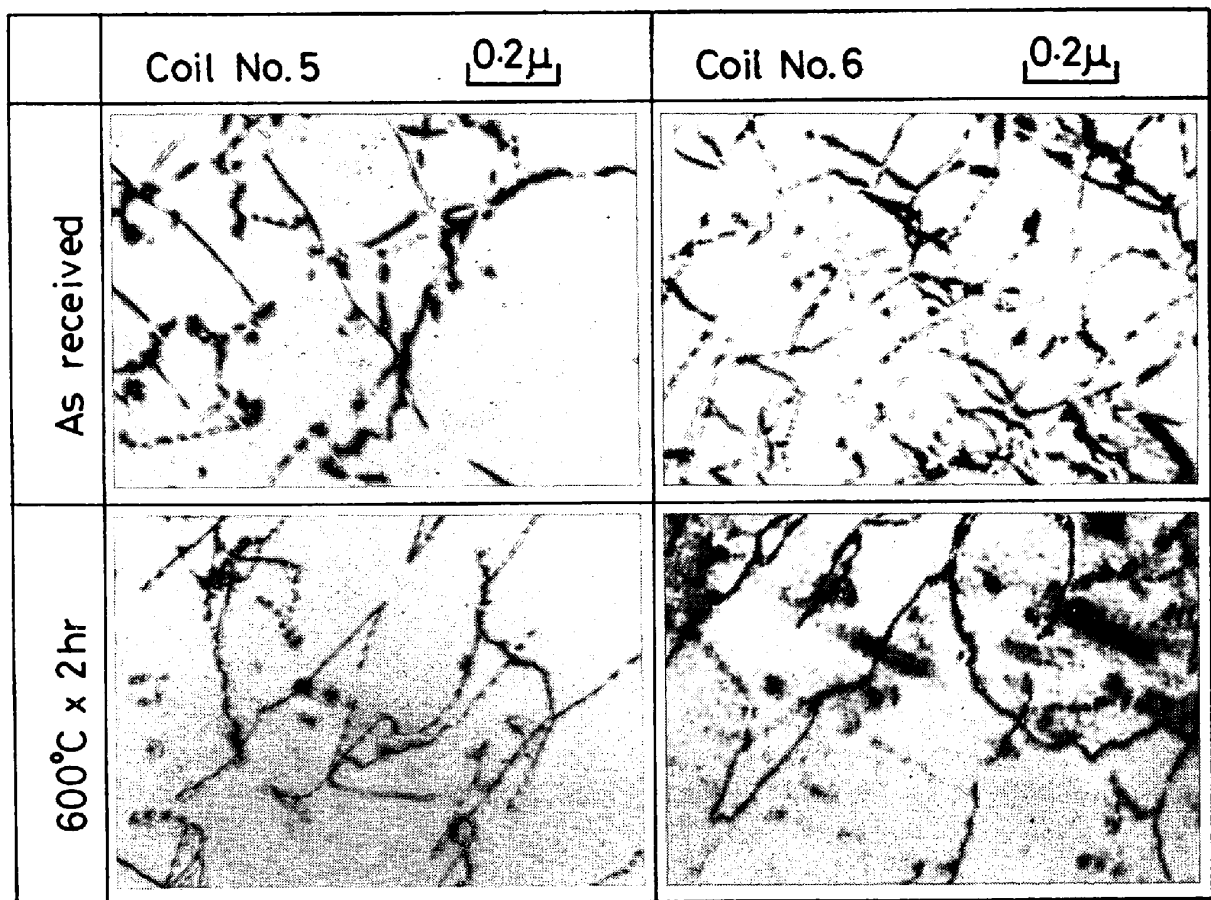


Photo. 2. Electron transmission micrographs of coils No. 5 and No. 6.

応したピークは認められない。Nb-V 鋼の酸不溶 Nb 量はスラブ加熱温度が 1140°C と低いこともあつて、コイルのままの状態でも Nb-Mo 鋼に比べて多く、かつ析出処理温度の上昇とともに増加する傾向を示す。しかし、この場合もやはり強度がピークを示す 600°C よりも 650°C および 700°C のほうが酸不溶 Nb 量が多い。また酸不溶の Mo や V は析出処理温度の上昇とともに徐々に増加するが、その量は酸不溶 Nb 量に比べて少ない。

つぎに強度がもつとも高かつた 600°C の電顕組織を析出処理なしのものと比較して Photo. 2 に示す。両鋼とも 600°C の析出処理温度において微細析出物やさらに微細な析出物によると思われる転位線上のコントラストがもつとも多く認められる。しかし、Nb-V 鋼よりも Nb-Mo 鋼のほうがこれらの微細析出物、とくに微細な析出物が多く観察される。

以上の結果からも、MEYER ら²⁶⁾が述べているように析出硬化にもつとも効果のある析出物は高倍率の電顕写真でやつとその存在がわかるような非常に微細なものであることがわかる。

4. 考 察

4.1 粗圧延後のシートバーのオーステナイト粒度におよぼす熱延条件の影響

仕上圧延の合計圧下率がたかだか 50% と少なくとも製品コイルにベイナイト状組織を発生させず靱性を向上させるためには、粗圧延後のシートバーの γ 粒を粒度番号 8 まで微細化させることがもつとも重要であること、そしてこのためにはスラブ加熱温度および粗圧延の条件を厳密に管理する必要のあることが明らかとなつた。

まずスラブ加熱温度は Nb(C, N) が 100% 固溶する温度より低いことが望ましい。しかし、加熱温度をあまり低下させると固溶 Nb 量が減少して後工程段階での析出硬化能が小さくなるため、下限の温度も制限される。結局、本実験材のように、C : 0.08~0.12%, N : 約 0.005%, Nb : 0.035~0.040% を含有する鋼では Nb(C, N) の平衡固溶温度は 1170~1200°C である¹⁴⁾からスラブ加熱温度は 1140~1170°C が最適範囲と考えられる。この温度範囲に加熱された鋼では、Fig. 5 に示したように、粗圧延後のシートバーの γ 粒が粒度番号 8 まで微細化している。これは溶解しきれなかつた Nb(C,

N) 析出物が γ 粒の成長を阻止し加熱時の γ 粒を微細に保っているという低温加熱の効果と、次に述べるような低温圧延の効果の2つが基本的に貢献していると考えられる。すなわち本実験では圧延途中で待ち時間を設けずに圧延しているため、スラブ加熱温度が低いほど粗圧延温度も低い。そして Fig. 4 に示したようにとくに粗圧延後段では圧下率が大きく再結晶粒も細かいため、動的再結晶²⁰⁾が起こっている可能性がある。なぜならば細粒ほど動的再結晶の臨界歪量が下がるからである²⁰⁾²⁷⁾。動的再結晶により得られる結晶粒径は温度と歪速度に依存するが、粗圧延歪速度は約 15/sec とほぼ一定であるため、シートバー γ 粒度は主として粗圧延最終スタンドの圧延温度により決まると考えてよく、粗圧延出側温度が低いほど細粒となる²⁷⁾。実際にも大圧下の粗圧延を行ないその途中での待ちにより最終粗圧延温度を低下させ動的再結晶を起こさせることによつてシートバー γ 粒を微細化させるという応用例が報告されている²⁸⁾。

さて小型圧延機によるシミュレート実験と現場圧延ではシートバー γ 粒を粒度番号 8 まで微細化するのに必要な合計圧下率が異なっていた。両者とも圧延初期の高温での 1 パスあたりの圧下率は 20% 以上で、再結晶を起こすに必要な圧下率²⁹⁾³⁰⁾より大きい。事実小型圧延機によるシミュレート実験では 1 パス目から γ 粒の微細化が進んでいた。しかし現場圧延ではスラブ厚がシミュレート実験の場合より 7~8 倍も厚いため、圧延初期では圧延歪がスラブ内部まで均一に与えられず再結晶に必要な臨界圧下率以下であったため、スラブ内部の細粒化に寄与しなかつたことが原因と考えられる。

4.2 製品コイルの材質におよぼす熱延条件の影響

仕上圧延の合計圧下率が 50% と一定な場合、スラブ加熱温度はたとえ 1170°C 以下であつてもそれが低いほどベイナイト組織が発生しにくくなり、かつフェライト粒が微細化しその結果破面遷移温度が低下する。これはスラブ加熱温度が低いほど仕上圧延温度も低下するため、 γ 粒の再結晶が抑制されて圧延ひずみは回復することなく蓄積され、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時に発生する α 核の数が増加するためと考えられる。

さて Fig. 8 は Nb-V 系と Nb-Mo 系 (いずれもの 0.12~0.13% C, 1.37~1.45% Mn, 0.015~0.017% P, 0.007~0.009% S) の 2 鋼種について、スラブを 1205°C と 1165°C に加熱し、それぞれ 12.7 mm と 9.5 mm の厚みに圧延したときの仕上圧延の合計圧下率が製品の vTrs におよぼす影響を示したものである。また Fig. 8 には、松原ら¹¹⁾が 0.13% C-0.20% Si-1.30% Mn-0.02% Nb-0.06% V の Nb-V 鋼を厚板ミルで圧延したときの

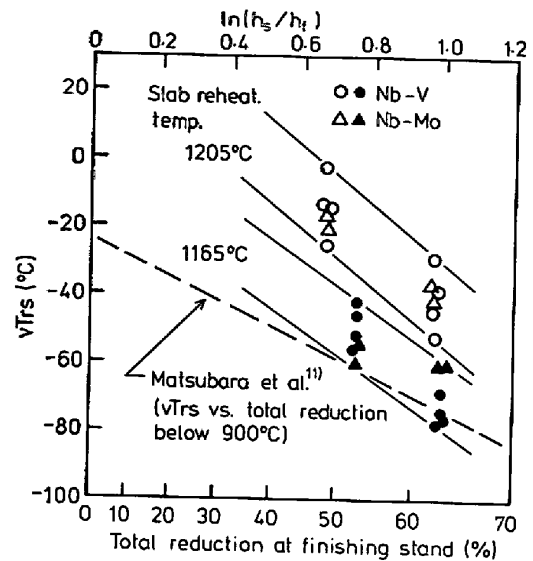


Fig. 8. Effect of total reduction at the finishing stands on vTrs of high strength hot rolled coils (h_s : thickness of sheet bar, h_f : thickness of final coil).

900°C 以下の合計圧下率と vTrs の関係を示した。シートバー厚み (h_s) は 25.0~26.5 mm であるから、仕上圧延の合計圧下率は製品厚み (h_f) が 9.5 mm では約 63%, 12.7 mm では約 50% である。シートバー γ 粒度は Fig. 5 から推定して 1205°C 加熱材では約 7, 1165°C 加熱材では約 8 であり、仕上圧延機入側温度 (FET) は 1205°C 加熱材で 970~980°C, 1165°C 加熱材で約 945°C である。

仕上圧延の合計圧下率が等しい場合にはスラブ加熱温度が高いほど vTrs が高温になっているが、松原らの結果と同様にいずれのスラブ加熱温度でも仕上圧延の合計圧下率が増加するにつれて vTrs は低下する。1250°C に加熱して 9.5 mm まで圧延した場合の vTrs は、1165°C に加熱して 12.7 mm に圧延した場合のそれより若干高めのレベルになっている。スラブ加熱温度が高いことなどによりシートバー γ 粒度が収れん値である 8 まで微細化していなくても、仕上圧延の合計圧下率を 50% よりも一段と増加させることが可能ならば再結晶が抑制される温度域での圧下率が増すため vTrs を低下させることができる。しかしホットストリップミル圧延のシートバー厚みはミル仕様により定められたある厚み以上にすることはできないので、製品厚みが厚いほど仕上圧延の合計圧下率を大きくとることが困難となる。一方、ホットストリップミルのほうが厚板ミルよりも粗圧延の各圧下の圧下率を大きくとることができるので、その点で再結晶 γ 粒を微細化するのに有利である²⁰⁾²⁷⁾²⁹⁾³⁰⁾。したが

つてホットストリップ圧延では本実験のようにスラブを低温加熱しかつ低温大圧下の粗圧延を行ないシートバー γ 粒度8に収れんさせるといふ粗圧延での制御圧延が重要となつてくる。

5. ま と め

(1) まずシミュレート実験の結果、スラブ加熱段階に相当する高温での γ 粒は鋼中のNbが完全には溶解せず一部はNb(C, N)として残留しているときのほうが完全に溶解している場合よりも一段と小さく、析出Nb(C, N)による γ 粒の成長抑制効果が認められる。

(2) Nb含有鋼を1200°Cに加熱して1050°C以上の温度で圧延したときの γ 粒は圧延回数が増すにしたがい微細化し、合計圧下率が66%に相当する4パス圧延後では粒度番号8のほぼ一定値まで微細化する。

(3) 1050°Cで圧延終了後直ちに1050°Cおよび1000°Cに保持した場合いずれの保持温度においても100secまでの γ 粒の成長はほとんど無視できる。

(4) つぎに現場ミルによる試作実験の結果、スラブを1170°C以下の低温に加熱しかつ低温大圧下の粗圧延を行なえばシートバー γ 粒が粒度番号8の収れん値まで微細化する。

そして仕上圧延の合計圧下率が50%と少なくとも製品には上部ベイナイト状組織は出現せず、製品の α 粒は微細化し遷移温度は低下する。

(5) スラブ加熱温度が1140°Cと低い場合でも、鋼中全Nb量(0.033~0.040%)の約75%以上は固溶している。したがって、コイル巻取温度を550~600°Cに制御すればNb(C, N)が製品コイル中に微細析出し、また α 粒は成長を抑制され微細であるので良好な靱性を維持したまま降伏強さを高レベルにすることができる。

(6) 以上の結果から、製品厚みが厚い場合には仕上圧延の合計圧下率がたかだか50%程度しかとれない場合が多いが、そのようなときは粗圧延後の γ 粒を粒度番号8まで微細化させることがとくに重要である。そしてこのためには、スラブ加熱温度をNb(C, N)が完全には固溶しない1140~1170°Cの低温とし、大圧下の粗圧延を行なうことが必要である。

文 献

- 1) W. E. DUCKWORTH, R. PHILLIPS, and J. A. CHAPMAN: JISI, 203 (1965) 11, p. 1108
- 2) J. W. THOMPSON: Strong Tough Structural Steels, ISI publication, 104 (1967), p. 73
- 3) J. J. IRANI, D. BURTON, J. D. JONES, and A. D. ROTHWELL: *ibid.*, p. 110
- 4) R. M. JEMIESON and J. W. THOMAS: *ibid.*, p. 167
- 5) R. G. B. YEO, A. G. MELVILLE, P. E. REPAS, and J. M. GRAY: J. Metals, 20 (1968) 6, p. 33
- 6) 久保田広行, 小指軍夫, 清水輝彦, 村井茂樹, 金子康弘: 日本鋼管技報, No. 46 (1969), p. 205
- 7) K. J. IRVINE, T. GLADMAN, J. ORR, and F. B. PICKERING: JISI, 208 (1970) 8, p. 717
- 8) J. M. GRAY and W. G. WILSON: Mechanical Working and Steel Processing X, ed. by F. E. Richardson et al., (1972), p. 174 [AIME]
- 9) J. D. BAIRD and R. R. PRESTON: Processing and Properties of Low Carbon Steel, ed. by J. M. Gray (1973), p. 1 [AIME]
- 10) 福田 実, 橋本 保, 国重和俊: 鉄と鋼, 58 (1972) 13, p. 1832
- 11) 松原博義, 大須賀立美, 小指軍夫, 東田幸四郎: 鉄と鋼, 58 (1972) 13, p. 1848
- 12) O. O. MILLER: Trans. ASM, 43 (1951), p. 260
- 13) N. F. HANNERZ and F. de KAZINCZY: JISI, 208 (1970) 5, p. 475
- 14) K. J. IRVINE, F. B. PICKERING, and T. GLADMAN: JISI, 205 (1967) 2, p. 161
- 15) 関野昌蔵, 森直道, 田向 陵: 鉄と鋼, 58 (1972) 8, p. 1044
- 16) 西田 稔, 加藤俊之, 大橋延夫, 森 耐介, 田中史雄: 川崎製鉄技報, 6 (1974) 4, p. 549
- 17) F. de KAZINCZY, A. AXNAS, and P. PACHEITNER: Jernkont. Ann., 147 (1963) 4, p. 408
- 18) 合田 進, 権藤 永, 木村 勲, 日吉末広, 米井 澁, 榎本弘毅: 特許公報, 特公昭 40-28242
- 19) 三好栄次, 大森靖也: 特許公報, 特公昭 44-27139
- 20) 関根 寛, 丸山忠克: 鉄と鋼, 59 (1973) 2, A45
- 21) W. A. MAXEY and R. J. EDBER: Final Report on Ductile Behavior in 48 in-diameter Pipe to A.G.T.L., 1972, [Battelle Columbus Lab.]
- 22) E. MIYOSHI, M. FUKUDA, H. IWANAGA, and T. OKAZAWA: Crack Propagation in Pipelines (March 1974), Newcastle Upon Tyne, England, Paper 4 [The Institution of Gas Engineers]
- 23) W. A. MAXEY, F. A. SYLER, and R. J. EIBER: Final Report on Fracture Propagation Experiments on 48 inch \times 0.720-inch \times 70 Line Pipe for Northern Engineering service Ltd. (Jan. 1976), [Battelle Columbus Lab.]
- 24) F. de KAZINCZY and W. A. BACKOFEN: Trans ASM, 53 (1961), p. 55
- 25) B. M. KAPADIA, A. T. ENGLISH, and W. A. BACKOFEN: Trans ASM, 55 (1962), p. 389
- 26) L. MEYER, F. SCHMIDT, and C. STRASZBUGER: Stahl u. Eisen, 89 (1969) 22, p. 1235
- 27) 関根 寛, 丸山忠克, 川島善樹果: 鉄と鋼, 59 (1973) 11, S636
- 28) 花井 論, 高松利男, 山田勝利, 小野 武, 関根 寛, 丸山 忠克, 影山英明: 鉄と鋼, 60 (1974) 4, S138
- 29) 田中智夫, 波戸村太根生, 田畑綽久: 川崎製鉄技報, 6 (1974) 4, p. 522
- 30) I. KOZASU, C. OUCHI, T. SAMPEI, and T. OKITA: Microalloying 75 (Oct. 1975), Washington DC