

© 1988 ISIJ

技術報告

制御圧延低合金鋼の機械的性質，ミクロ組織 におよぼすホットチャージ圧延の影響

村田正彦*・西岡 潔*²・為広 博*³

Effects of Hot Charge Rolling on the Mechanical Properties and Micro-structure of Controlled-rolled High Strength Low Alloy Steel

Masahiko MURATA, Kiyoshi NISHIOKA and Hiroshi TAMEHIRO

Synopsis :

A study was made on effects of hot charge rolling (HCR) on the mechanical properties and microstructures of the plate, in relation to the behaviors of austenite (γ) grains and precipitates.

In this process, it becomes very difficult to refine γ grains by conventional controlled-rolling, because of the coarse as-cast γ grains before rolling.

Therefore, low-temperature toughness remarkably deteriorates. In order to improve low-temperature toughness of HCR plate, the optimum rolling method of γ grains was examined in the recrystallization and non-recrystallization regions of γ .

On the other hand, it is possible to get higher strength in HCR process, compared with that in conventional process, because precipitation-hardening elements such as Nb are fully dissolved. The strength of HCR plate, however, strongly depends on the processing conditions.

Furthermore, it was found that a microalloyed Ti of about 0.01% remarkably raises the strength by the precipitation-hardening in HCR process.

Key words : strength ; toughness ; hot charge rolling ; hot direct rolling ; high strength low alloy steel ; controlled-rolling.

1. 緒 言

近年、熱間圧延工程での省エネルギーのため高温 (A_{r3} 変態点以上) の鋳片を再加熱圧延するホットチャージ圧延 (HCR) や鋳片を再加熱せずに直接圧延するホットダイレクト圧延 (HDR) が実用化され、この技術の適用は低合金高張力鋼にまで拡大されつつある^{1)~3)}。しかし、これらの工程ではオーステナイト (γ) 組織や析出物の挙動が従来の再加熱圧延法と比較し著しく変化し、鋼の性質も異なってくるため、その適用に当たってはこれらの変化を十分に把握しておく必要がある。とくに、初期 γ 粒径が大きくなり低温靱性が著しく劣化することがあるので、制御圧延 (加速冷却を含む) ままで用いられるラインパイプ用厚鋼板などでは、この改善が重要な課題である。本報告では、制御圧延低合金鋼の機械的性質、ミクロ組織におよぼすホットチャージ圧延の影響を

γ 組織、析出物の観点から検討した。また γ 再結晶域圧延および γ 未再結晶域圧延の強化による鋳造ままの粗大な γ 組織の微細化法についても検討を行い、適正な圧下条件を明らかにした。

2. 実験方法

300 kg 真空溶解炉で溶製した鋼を 50 kg 鋼塊 (125 mm × 125 mm × 370 mm) あるいは 150 kg 鋼塊 (190 mm × 190 mm × 490 mm) に分注し、これを加熱 (保熱)、圧延して機械的性質、ミクロ組織などを調査した。Table 1 に鋼の化学成分を示す。このとき鋼成分のほか、加熱炉への鋼塊装入温度 (表面温度)、加熱温度 (あるいは保熱温度) と保持時間などを変化させた (Fig. 1)。標準的な保熱圧延条件は、装入温度 : 900°C, 保熱温度 : 1200°C × 1 h, 900°C 以上の累積圧下量 60% 各パス圧下率 60%, 800°C 以下の累積圧下量 : 75%, 圧延終

昭和 61 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 62 年 10 月 21 日受付 (Received Oct. 21, 1987)

* 新日本製鉄(株)君津技術研究部 (現:新日本製鉄(株)君津製鉄所) (Kimitsu R&D Lab., Now Kimitsu Works, Nippon Steel Corp., 1 Kimitsu Kimitsu 299-11)

*² 新日本製鉄(株)君津技術研究部 (Kimitsu R&D Lab., Nippon Steel Corp.)

*³ 新日本製鉄(株)君津技術研究部 工博 (Kimitsu R&D Lab., Nippon Steel Corp.)

Table 1. Chemical compositions of laboratory steels (wt%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Nb	Ti	B	Al	N
NB	0.05	0.26	1.55	0.005	0.001	0.045	0.022	0.0011	0.030	0.0023
NT	0.09	0.25	1.50	0.001	0.001	0.041	0.010	—	0.030	0.0015
N1	0.09	0.25	1.50	0.002	0.001	0.045	—	—	0.033	0.0012
N2	0.09	0.25	1.50	0.002	0.001	0.020	—	—	0.033	0.0012
T	0.09	0.25	1.50	0.001	0.001	—	0~0.072	—	0.033	0.0018

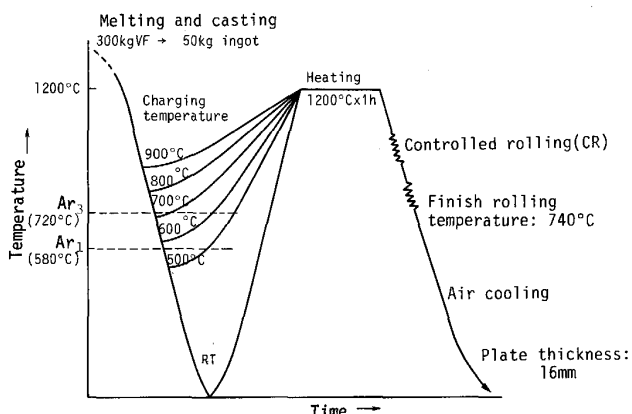


Fig. 1. Experimental procedure on effect of charging temperature.

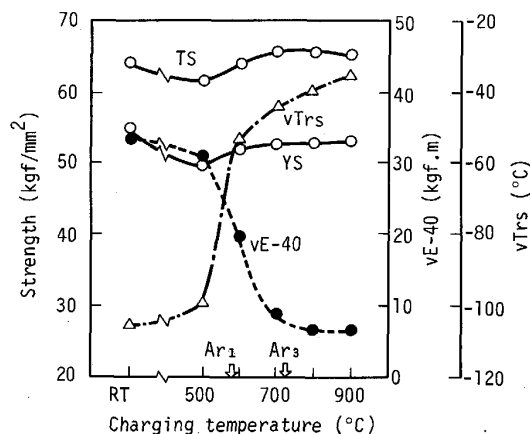


Fig. 2. Effect of charging temperature on mechanical properties of Steel NB plates.

了温度：740°C，仕上板厚：16 mm である。また， γ 再結晶域における圧下条件と γ 組織の関係を明らかにするために累積圧下量を60%の一定とし，最終3圧下の温度（約900~1050°C），圧下率（5~25%）を変化させて γ 組織を観察した。この際最終3圧下以外の圧下率は5%とした。さらに， γ 未再結晶域の圧下条件が材質に及ぼす影響を検討するため， γ 未再結晶域の圧下条件，未再結晶域の圧下温度を一定とし，累積圧下量（75，87%），圧下率（10，20%）を変化させて調査した。そして，実際にこの結果を厚板工場でHCR材に適用してその効果を確認した。

機械的性質は圧延と直角方向において全厚引張試験，2 mm V ノッチシャルピー試験，DWTТを行って調査した。光学顕微鏡によるマイクロ組織の観察，電子顕微鏡による析出物の観察と電子線回折による同定，Fission Track Etching (FTE) 法を利用したB分布からの γ 組織観察，鋼板におけるNbの状態分析⁴⁾を行った。さらに，グリーブル試験機（試験片サイズ：10 mm ϕ × 120 mm l）を用いて0.01% Ti 鋼（Steel：NT）におけるTiの析出挙動を調査した。試験片はAr雰囲気において約1450°Cで溶融させ，冷却速度5°C/sで所定の温度まで冷却した後0~90 min 保持後焼入れてTiの状態分析を行った⁴⁾。Nb，Tiの状態分析にあたっては0.1 μ mのフィルターでろ過しSoluble (Sol.)，Insoluble (Insol.)を定量した。

3. 実験結果および考察

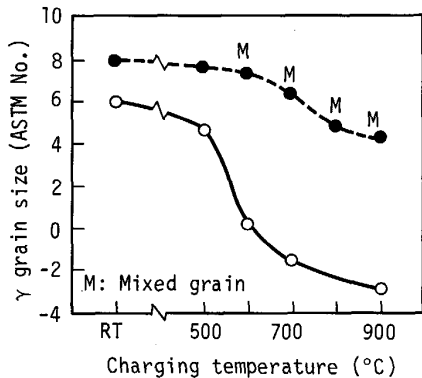
3.1 加熱炉への鋼塊装入温度の影響

Fig. 2にNb-Ti-B鋼（Steel：NB）のHCR材の機械的性質におよぼす加熱炉への鋼塊装入温度の影響を示す。図中の Ar_3 ， Ar_1 変態点は連続铸造スラブの中心部の冷却速度を模し，Formaster-Fによつて測定した。本実験における冷却速度は連続铸造スラブのそれとほぼ一致するようにした。引張強度（TS）は装入温度によつて大きく変化しないが， Ar_3 点以上の装入温度では室温まで冷却して再加熱圧延したコールドチャージ（CCR）材よりも若干高い値を示す。一方，低温靱性の装入温度による変化は大きく， Ar_1 点以上になると急激に劣化し，この傾向は装入温度が高いほど著しい。このような低温靱性の変化とマイクロ組織はよく対応しており，組織は装入温度が高くなると粗大，不均一化し，ベイナイトの割合が増加する。

Fig. 3に保熱直後および γ 再結晶域で圧延後（累積圧下量60%，圧下率約10%）の γ 粒の装入温度による変化を示す。保熱直後の γ 粒は， Ar_1 点以下の装入温度では4.4~6.0と微細であるが， Ar_1 点以上では0~2.9と著しく大きい（板厚の1/4位置）。これは装入温度が Ar_1 点以上であると変態による γ の微細化効果が得られないためである。初期 γ の大小は圧延終了後の γ 組織に受け継がれる。したがつて低温靱性が Ar_1 点以

上の装入温度で劣化するの初期 γ 粒が大きく、これが通常の圧延では完全に微細化せず、鋼板の組織が粗大、不均一になり、ベイナイトの割合が増加するためである。

Fig. 4 は 0.045% Nb (Steel : N1), 0.020% Nb (Steel : N2) 添加の鋼において強度, Sol. Nb 量によらず加熱炉への鋼塊装入温度の影響を示したものである(この場合 Sol. は析出硬化に寄与するような微細な析出物を含むと考えられる)。保熱条件はいずれも 1000°C で 120 min 保熱した後、制御圧延したものである。両鋼共に装入温度が高いほど Sol. Nb が増加して強度が上昇する。とくに、0.045% Nb 鋼においてその傾向が強い。Nb-Ti-B 鋼 (Steel : NB) においては、装入温度による強度への影響は小さかったが、これは、ベイナイト組織の Nb-B 複合添加鋼では、0.02% 程度以上の Nb で強度の上昇は飽和する傾向にあること⁵⁾、および保熱温度が 1200°C と高いことによるものと考えられる。



○ : After heating
● : After rolling in recrystallization region of γ

Fig. 3. Change in austenite grain size of Steel NB with charging temperature.

3.2 Nb, Nb-Ti 系 HCR 材の機械的性質におよぼす保熱条件の影響

Fig. 5 に HCR 材の機械的性質におよぼす保熱温度とその温度での保持時間の影響を示す。この実験では、加熱炉の温度は鋼塊装入温度と等しく設定した。両成分系ともに強度は 1000°C 保持なしの (1000°C 圧延開始) のとき最も高く、保熱温度 (装入温度) の低下や保持時間の延長は強度を低下させるが、Nb 系 (Steel : N1) は Nb-Ti 系 (Steel : NT) に比較してこの傾向は小さい。30 min 以上保持した HCR 材の強度は CCR 材よりも低くなるが、靱性は必ずしも改善されない。また同じ強度でも Nb-Ti 系の v_{Trs} は Nb 系よりも低いが、これは Ti 添加による γ 組織の細粒化効果に起因すると考えら

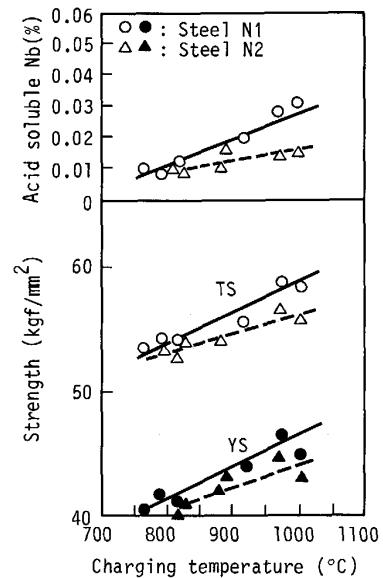


Fig. 4. Effect of charging temperature on strength and acid soluble Nb content of Steel N1 and N2.

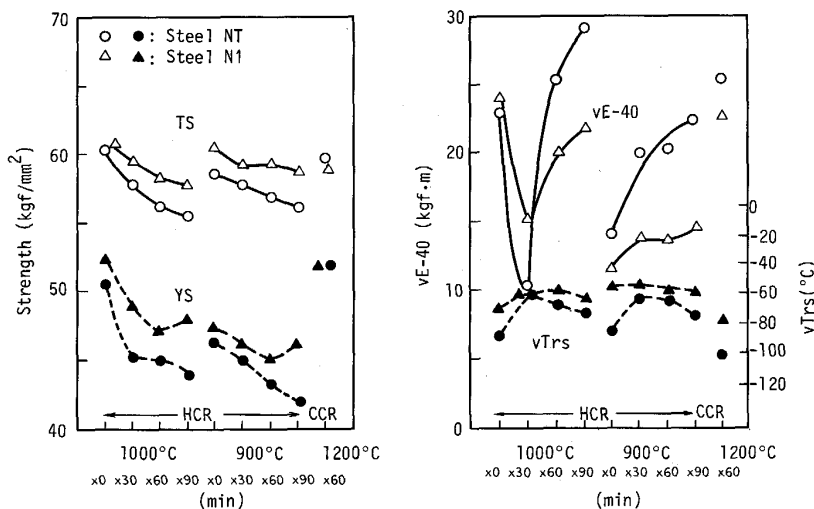
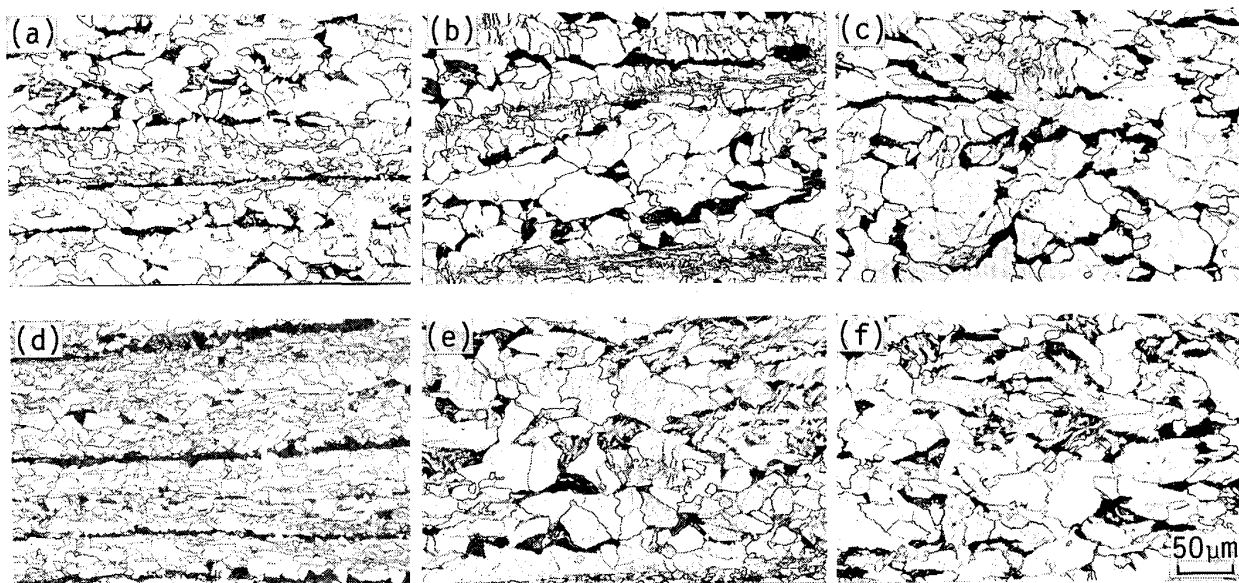
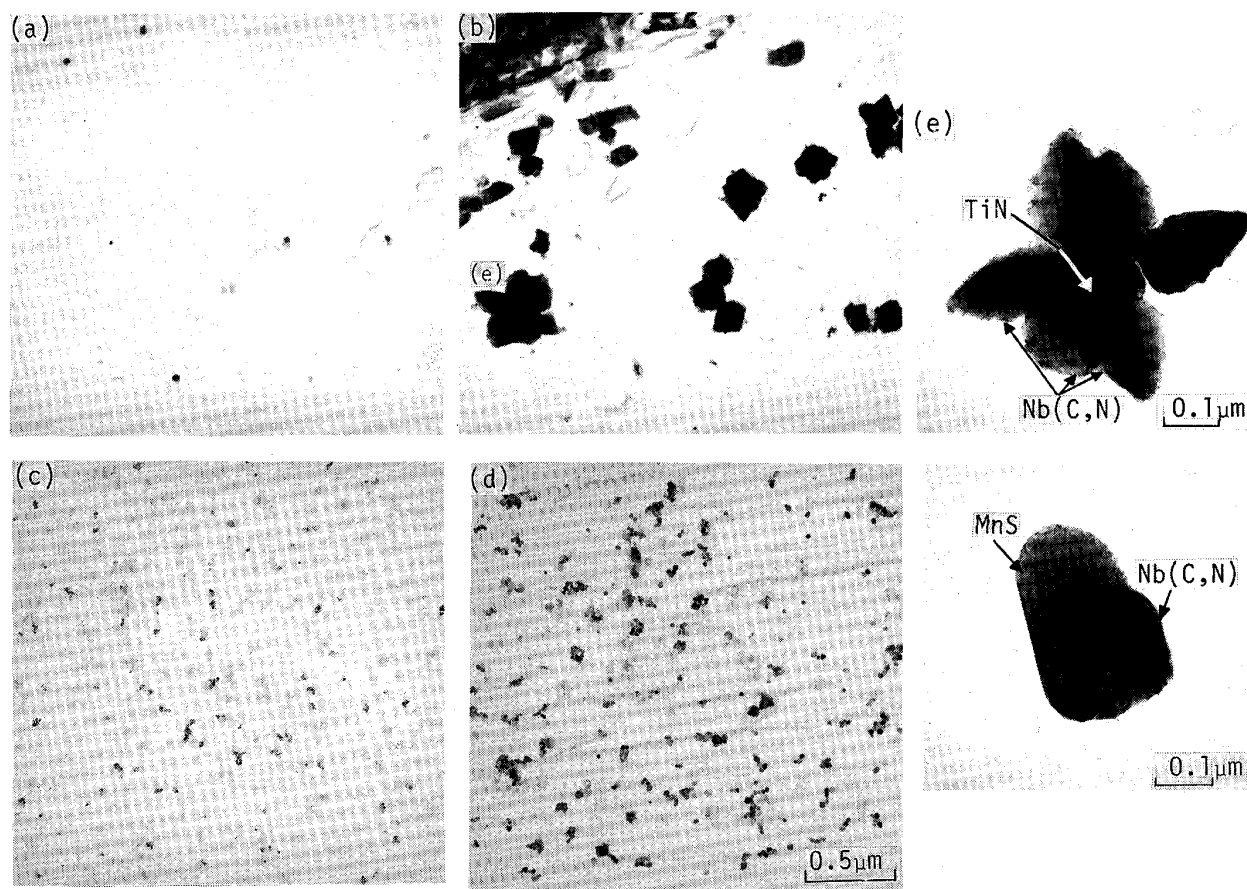


Fig. 5. Effect of heating conditions in HCR on mechanical properties of Steel NT, N plates.



(a), (b), (c) : Steel NT
 (d), (e), (f) : Steel NI
 (a), (d) : 1 000°C×0 min (HDR)
 (b), (e) : 1 000°C×60 min
 (c), (f) : 1 000°C×90 min

Photo. 1. Microstructural changes of Steel NT and Steel NI plates with holding time at 1 000°C.



(a) 1 000°C×0 min
 (c) 900°C×0 min
 (b) 1 000°C×90 min
 (d) 900°C×90 min

Photo. 2. Transmission electron micrographs of Nb, Ti precipitates of Steel NT plates in HCR.

れる⁶⁾. HCR材の組織はCCR材に比べて粗大であるが、保熱温度の低下、保持時間の延長にともなつてさらに粗大化する (Photo. 1). この理由は鋼塊の冷却中や保熱中に Nb が炭窒化物として析出し、制御圧延時に Nb の再結晶抑制作用にもとづく γ 組織の微細化効果が低下するためと考えられる. Nb-Ti系鋼板の析出物の抽出レプリカによる透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察結果を Photo. 2 に示す. 析出物は Nb (C, N), Nb-Ti (C, N), MnS-Nb (C, N), MnS-Nb (C, N) および TiN, MnS であり、とくに、TiN, MnS を核として析出した複合析出物が多く観察された. その代表例を写真下段に示す. また、Nb 析出物は 1000°C 保熱では保持時間の延長とともに凝集粗大化するが、900°C 保熱では析出物の大きさによりも数が増加する傾向が認められた. これらの結果から Nb-Ti 系の強度が Nb 系に比較して保熱温度、時間の影響を受けやすいのは、TiN を核として Nb 炭窒化物が析出するためと考えられる. なお CCR 材においても数は少ないが、500 Å 程度の比較的大きな Nb-Ti (C, N) が観察されたが、これは 1200°C の再加熱時に Nb, Ti が完全に固溶しなかつたためと考えられる. 一方、Nb 系で観察される Nb 析出物は Nb (C, N), MnS-Nb (C, N), MnS であつた. Nb (C, N) は 1000°C 保熱では保持時間の延長とともに急速に粗大化し、90 min 保持で約 2000 Å の大きさになる. これは Nb-Ti (C, N) に比較して成長速度がかなり大きく、Nb-Ti (C, N) が Nb (C, N) よりも高温で安定であることを意味している.

3.3 Ti系HCR材の機械的性質におよぼすTi量、保熱条件の影響

Fig. 6 に HCR 材の機械的性質におよぼす Ti 量の影

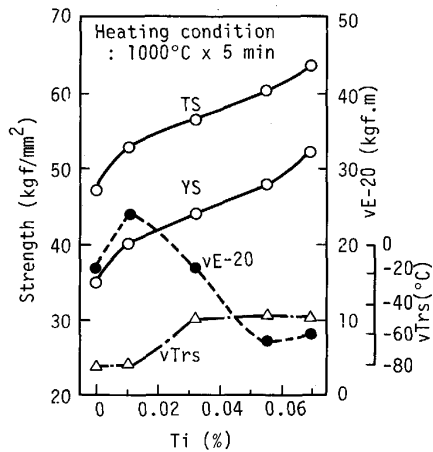


Fig. 6. Effect of Ti content on mechanical properties of Steel T plates in HCR.

響を示す (装入温度 1000°C). Ti 量の増加にともなつて強度が上昇し、低温靱性が劣化する. 鋼板のマイクロ組織は Ti 量 0.03% 以下では比較的整粒であるが、Ti 量が増加すると微細なフェライト粒が増加して混粒度が著しくなる. 平均的なフェライト粒径は Ti 量とともに小さくなる. 注目すべきことは 0.01% の極微量 Ti 添加で約 6 kgf/mm² の強度上昇が得られ、また低温靱性も良好なことである^{7,8)}. 再加熱圧延の場合、微量 Ti は TiN として固定され高温でも容易に溶解しないため強度の上昇はほとんど期待できない.

Fig. 7 に 0.01% Ti 添加 HCR 材の機械的性質におよぼす 1000°C 保熱時の保持時間の影響を示す (装入温度 1000°C). 保持時間の延長とともに強度はやや低下する傾向にある⁹⁾. これは Fig. 8 に示すように Ti の析出 (Ti (C,N)) ノーズが 1000°C 付近にあり固溶 Ti が減少するためである. しかし、1000°C に 60 min 保

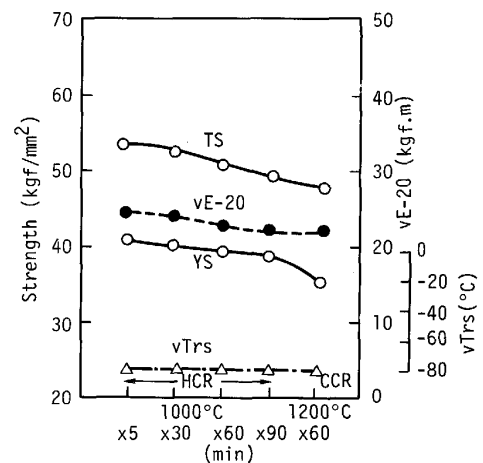


Fig. 7. Effect of holding time at heating in HCR on mechanical properties of 0.01% Ti plates (Steel T).

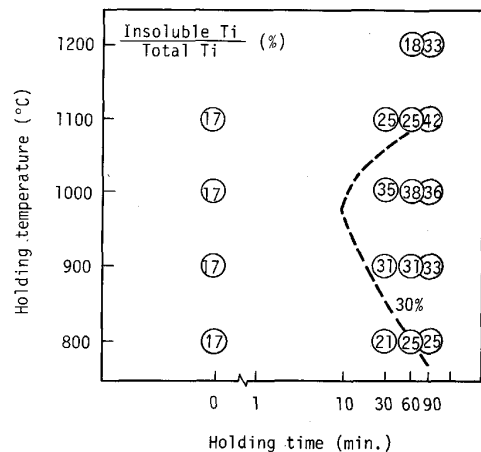


Fig. 8. Effects of holding temperature and time on precipitation behavior of Ti in 0.01%Ti steel.

持しても冷却速度: 5°C/s の場合 Sol. Ti は 60% 程度残っており, その析出速度は遅い. HCR 材における強度の上昇は電子顕微鏡による析出物の観察結果から微細な Ti (C, N) によるフェライトの析出硬化に基づく

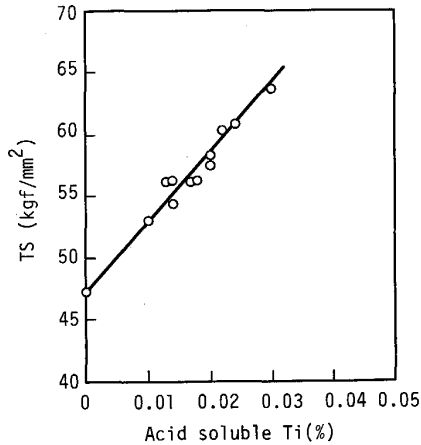


Fig. 9. Effect of acid soluble Ti content on tensile strength (Steel T).

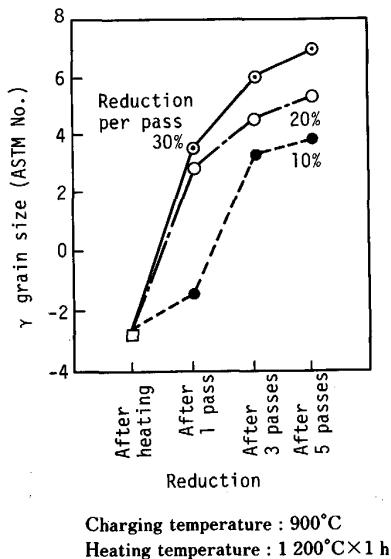


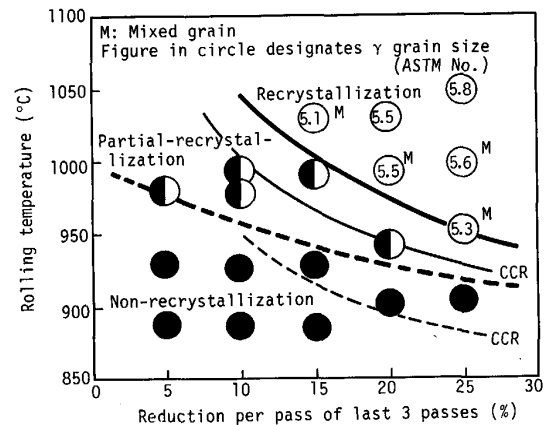
Fig. 10. Change in austenite grain size of Steel NB with rolling reduction per pass at 1050°C.

考えられる.

Fig. 9 に TS におよぼす Sol. Ti 量の影響を示す. Sol. Ti 量の増加にともない TS は上昇する. Ti 量が多いところでは TiC, 少ないところでは Ti (C, N) による析出強化であると考えられる.

3.4 再結晶域圧延による粗大 γ 組織の微細化の検討

HCR 材の低温靱性を改善するため, γ 再結晶域圧延による鑄造 γ 粒の微細化を検討した^{10)~12)}. まず圧延初期において γ 粒度-2.9 の鑄造 γ が圧下率によつていかに変化するかを検討した. Fig. 10 に 1050°C 圧延時における γ 粒の圧下率, パス回数による変化を示す. γ 粒は圧下率にかかわらず 1 パス圧延でも部分的再結晶により微細化する. この場合, 圧下率が高いほど平均的な γ 粒径は小さくなる傾向にあるが, パス回数が増えるとその差は小さくなる. なお 5 パス後でいずれの圧下率においても γ 粒は混粒であった. この実験結果は, 粗大 γ 粒を微細化するにあつて圧延初期において低圧下率圧延でも多パス圧延すれば高圧下率圧延とあまり差が



HCR: Charging temperature: 1000°C
Heating temperature: 1200°C×1 h
CCR: Heating temperature: 1200°C×2 h
Rolling condition: Cumulative reduction: 60%

Fig. 11. Recrystallization behavior of austenite (Steel NB).

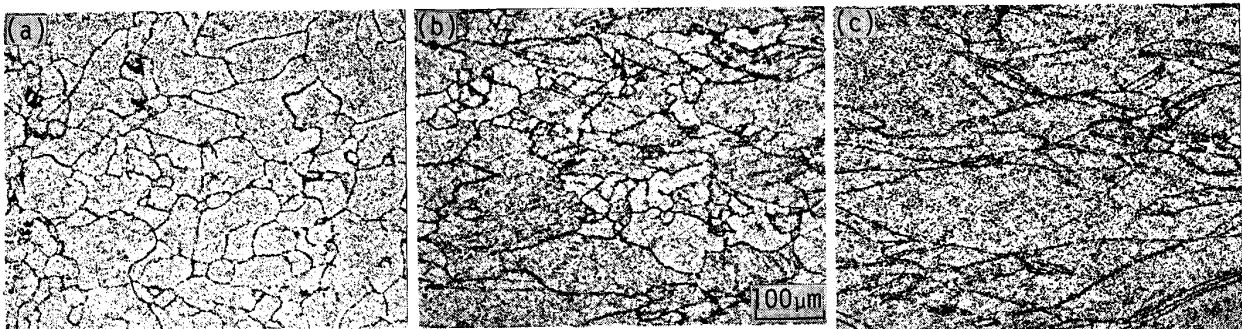
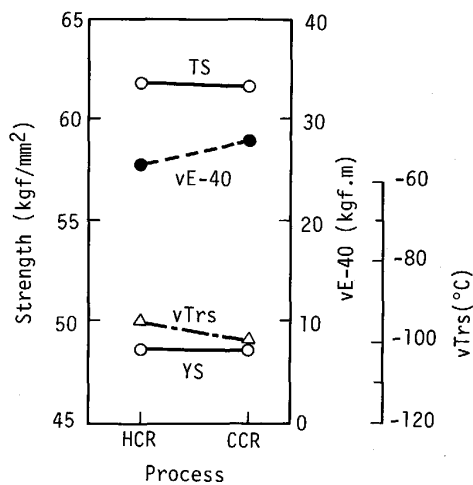


Photo. 3. Austenite structures revealed by FTE method in Steel NB plates.

ないことを示している。厚板工場での圧延を考慮すると圧延初期から厚いスラブを高圧下率圧延することは困難であり、あらかじめ低圧下率圧延で γ 粒をある程度小さくし、続いて高圧下率圧延で均一化するのが得策と考えられる。そこで累積圧下量を60%の一定として、最終3パスのみを高圧下率圧延することとし、ここでの適正な圧下率、圧下温度を検討した。Fig. 11に最終3パスの圧下率、圧下温度による γ 再結晶挙動の変化を示す。またPhoto. 3にFTE法で得られた γ 組織の一例を示す。この実験では累積圧下量を60% (125 mmから50 mmまで圧延)の一定としているため、最終3パスの圧下率が大きいほどこれ以前のパス回数(圧下率5%の一定)は少なくなる。図中には細線でCCR材(初期 γ 粒度2.0)の γ 再結晶挙動も同時に示した。圧下率10%以下では1050°Cにおいても γ は部分的にしか再結晶せず、完全な再結晶 γ 粒は得られない。これに対して20%以上の高圧下率圧延では1000°Cでも微細な再結晶 γ 粒が得られ、圧下率が同じなら1050°Cの高温の方が均一な粒となる。またHCR材の再結晶温度はCCR材に比較して20~30°C高いが、これは初期 γ 粒の大きさあるいは固溶Nb量の違いによると考えられる。以上の実験結果から、Nb鋼の粗大な鑄造 γ 粒を再結晶域圧延によって微細化するための条件(累積圧下量60%一定の場合)は(1)圧延初期において低圧下率圧延し、部分的再結晶によって γ 粒をある程度小さくする、(2)ついで最終3パス、1050°C程度の高温で高圧下率圧延(圧下率15%以上)することである。この圧下条件によるHCR材の低温靱性改善効果をFig. 12に示す。ここでHCR材、CCR材ともに γ 再結晶域累積圧



Charging temperature : 900°C Heating temperature : 1200°C×1 h
Fig. 12. Improvement in low temperature toughness of HCR plate by high reduction rolling in recrystallization region of austenite (Steel NB).

下量は65%, 800°C以下の γ 未再結晶域累積圧下量は75%である(190 mmから16 mmまで圧延)。なお γ 再結晶域におけるHCR材の最終3パスの圧下率は20%, そのほかの圧下およびCCR材の圧下率はすべて約10%である。高圧下率圧延したHCR材の低温靱性はCCR材と同等程度であり、強度も変わらない。したがってこの圧延法はHCR材の低温靱性改善に有効であることが確認された。

3.5 未再結晶域圧延による低温靱性改善の検討と現場への検討

Fig. 13は γ 未再結晶域圧延での累積圧下量(75%から87%)および各パス圧下率(10%から20%)の増加の機械的性質への影響を示す。累積圧下量、各パス圧下量によつて強度はほとんど変わらない。累積圧下量87%, 各パス圧下率20%に増大すると、ミクロ組織が微細化されるため低温靱性は著しく改善される。各パス圧下率10%として累積圧下量を87%に上げたときにもわずかながら低温靱性は改善される¹³⁾。 γ 再結晶域および未再結晶域での高圧下率圧延は大容量の圧延機を必要とし容易に現場に適用できるものではない。設備上の制約により加熱炉へのスラブの装入温度も最高700°C程度(表面)である現状においては γ 未再結晶域での累積圧下量を増加させることにより、ミクロ組織を微細化し低温靱性を改善できる可能性もあると考えられる。このため実際に君津製鉄所厚板工場においてNb-Ti-B鋼(Steel NBとほぼ同一成分)のHCR材に適用して調査した。この場合においては種々の装入温度のスラブを

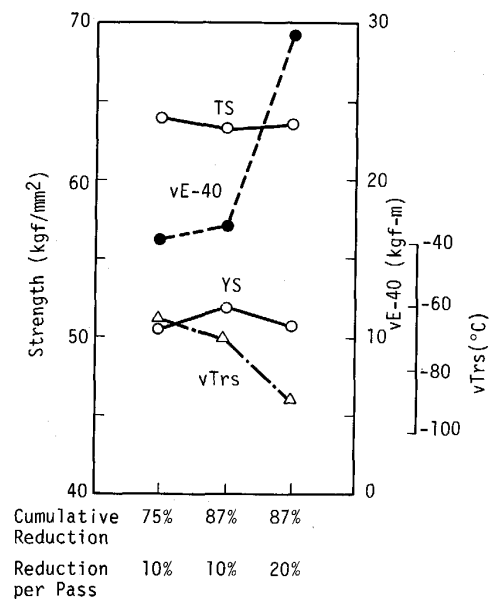


Fig. 13 Effect of rolling conditions in non-recrystallization region of austenite on mechanical properties in Steel NB plates.

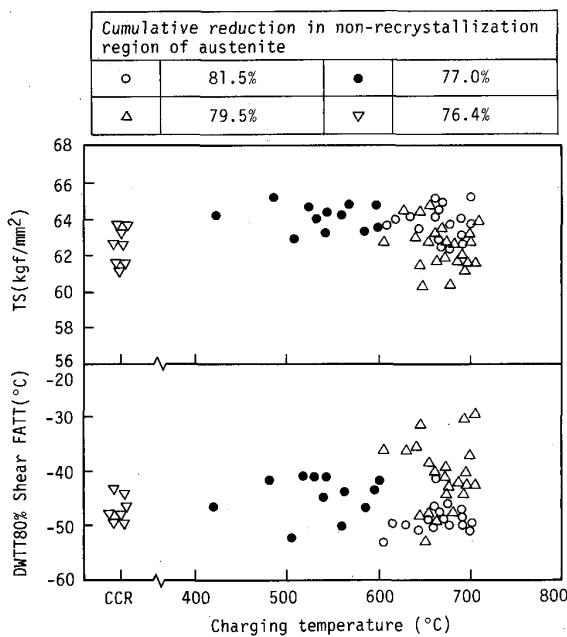


Fig. 14. Effect of charging temperature on plates manufactured in heavy plate mill.

1 150°C に加熱後制御圧延を行い, 圧延終了温度: 740°C で仕上板厚: 19 mm とした. 800°C 以下の累積圧下量は 76.4~81.5% と変化させた. Fig. 14 に示すように引張強さは実質的に装入温度による変化はほとんどない. DWTT 試験の延性破面遷移温度 (DWTT 80% Shear FATT (°C)) は装入温度が 600°C を超えると劣化するが, 累積圧下量を 79.5% から 81.5% へと上げるにより 600°C 以下なみに改善されることがわかる. したがって, 装入温度が 700°C 程度までは未再結晶域の圧下量増大により低温靱性の改善が可能である.

4. 結 論

制御圧延鋼の機械的性質, ミクロ組織におよぼす HCR の影響および γ 再結晶域, 未再結晶域圧下の適正化による HCR 材の低温靱性改善法について検討し, 以下の結論を得た.

(1) HCR 材の低温靱性は加熱炉への鋼塊装入温度が A_{r1} 点以上になると急激に劣化しはじめ, この傾向は装入温度が高いほど強い. これは初期 γ が铸造ままの粗大 γ となり, この影響が圧延によっても消えず, 鋼板のミクロ組織も混粒, 不均一になるためである.

(2) Nb, Ti 添加 HCR 材の強度は保熱温度が低く, 保持時間が長いほど低くなる. この理由は鋼塊冷却時あるいは保熱中に Nb, Ti の粗大な炭窒化物が析出するためである. Nb, Ti が析出すると圧延再結晶抑制効果が失われ, ミクロ組織の粗大化が起こるので強度が低下しても靱性は改善されない.

(3) 微量 Ti 添加した Nb 鋼の HCR では鋼塊の冷却時あるいは保熱中に TiN を核として Nb 炭窒化物が析出しやすくなり, 強度の低下が起こりやすくなる. しかし適切な条件下では同一強度でも Ti の細粒化効果によって低温靱性が改善される.

(4) HCR における C-Mn 鋼への極微量 Ti 添加 (0.01% Ti) は Ti (C, N) の析出硬化によって強度を大幅に上昇させ, また低温靱性も良好である.

(5) 铸造ままの粗大 γ 粒を微細化して HCR 材の低温靱性を改善するには, ①圧延初期に高温域で圧延し部分的再結晶によつてある程度 γ を小さくし, ついで γ 再結晶域の高温で数パス高圧下率圧延すること, ② γ 未再結晶域で圧下率あるいは累積圧下量を増大させることが有効である.

文 献

- 1) 田口喜代美, 西 忠彦, 宮野治夫, 小沢貞夫, 松田一男, 堀内好浩: 鉄と鋼, **69** (1983), S 1169
- 2) 松永 久, 吉井正孝, 貞広真二, 斎藤 実, 福田武幸: 製鉄研究 (1984) 313, p. 1
- 3) 東田幸四郎: 第104・105 回西山記念技術講座 (日本鉄鋼協会編) (1985), p. 89
- 4) 渡部四郎, 田口 勇, 佐藤公隆: 製鉄研究 (1976) 287, p. 93
- 5) H. TAMEHIRO, M. MURATA, R. HABU and M. NAGUMO: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **27** (1987), p. 120
- 6) 権藤 永, 中杉 甫, 松田浩男, 為広 博, 千野博孝: 製鉄研究 (1979) 297, p. 66
- 7) 森川博文, 土井直己, 吉江淳彦, 長谷川俊永, 尾上泰光: 鉄と鋼, **73** (1987), S 606
- 8) 国重和俊, 長尾典昭: 鉄と鋼, **71** (1985), S 571
- 9) 栗原一久, 川島善樹果, 今野敬治: 鉄と鋼, **73** (1987), S 1399
- 10) 田中智夫: 日本金属学会会報, **17** (1978), p. 104
- 11) 小指軍夫: 第 36・37 回西山記念技術講座 (日本鉄鋼協会編) (1975), p. 63
- 12) H. SEKINE, T. MARUYAMA, H. KAGEYAMA and Y. KAWASHIMA: Proc. International Conference on Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, Pittsburgh (1981) Aug., p. 14 [AIME]
- 13) 関根 寛, 丸山忠克: 製鉄研究 (1976) 289, p. 50