

オーステナイト系ステンレス鋼板表面の 粒界浸食溝の冷間圧延における平滑化挙動

剣持 一仁*・鏑田 征雄*・阿部 英夫*・小堀 克浩*²・吉岡 正浩*²・清野 芳一*²

Flattening of Grooves Formed of Intergranular Corrosion for Austenitic Stainless Steel Strip in Cold Rolling

Kazuhito KENMOCHI, Ikuo YARITA, Hideo ABE, Katsuhiko KOBORI, Masahiro YOSHIOKA and Yoshikazu SEINO

Synopsis : High-speed cold rolling of stainless steel strip are attempted in a cluster type mill with small-diameter work rolls, or in a tandem cold-rolling mill with large-diameter work rolls. Surface brightness of the strip deteriorates with high-speed rolling, or with large-diameter work rolls. Authors found that the surface brightness was strongly affected by micro-defects on the surface, and the brightness was improved with decreasing surface area ratio of micro-defects. A groove formed of intergranular corrosion is one of the micro-defects on SUS304 steel strip.

In this study, effect of conditions in annealing, pickling and cold rolling on occurrence of the grooves is investigated, and the mechanism for the occurrence of the grooves is discussed. The grooves by intergranular corrosion occurred in cooling of strip immediately after annealing, and the depth and width of the grooves were enlarged in pickling. Occurrence of the grooves was related to layer of insufficient chromium. The grooves flattening on the surface of cold rolled strip were affected by the diameter of work rolls, surface roughness of the roll, and the reduction in thickness. The effects of rolling speed and of viscosity of the rolling oil were little under the experimental conditions investigated.

Key words : stainless steel ; cold rolling ; surface brightness ; lubrication ; groove formed of intergranular corrosion ; rolling oil.

1. 緒言

ステンレス冷延鋼板の重要な品質の一つに表面光沢があり、従来より製造された鋼板の表面光沢に冷延直後の鋼板の表面性状が影響することが知られている¹⁾。ステンレス鋼板の冷間圧延において、高速で圧延したり、大径ロールを用いて圧延すると光沢は低下する^{2,3)}。したがって、ステンレス鋼板を高効率に生産するためには表面光沢を向上することが必要となる。

著者らは、表面光沢を左右する主要因子が鋼板表面に生成した微小な表面欠陥であり、これら欠陥によって平滑な表面が損なわれて光沢が低下することを見いだした³⁾。また、これらを形態により大別すると、冷延素材表面の大きな粗さが冷間圧延後にも残留したもの(以下、母板表面凹部と称する)、オイルピット、ロール粗さが鋼板表面へ転写し

延伸した圧延方向に長い線状痕(以下、スクラッチと称する)、熱延鋼板の焼鈍、酸洗において生成した粒界浸食溝が冷延後に残留したものの4種類であることを把握した⁴⁾。

本報では、オーステナイト系ステンレス鋼の代表的な鋼種であるSUS304鋼板に特有の微小な表面欠陥である粒界浸食溝に着目し、熱延鋼板の焼鈍、酸洗および冷間圧延におけるこの欠陥の挙動について検討する。

2. 実験方法

SUS304冷延鋼板は、熱間圧延の後にFig. 1に示す工程を経て製品になる⁵⁾。

SUS304冷延素材の表面における粒界浸食溝の生成挙動を調査するため、Table 1に示す条件により、実機設備を用いて熱延鋼板を焼鈍、酸洗し、通板中に鋼板を噛み止めて

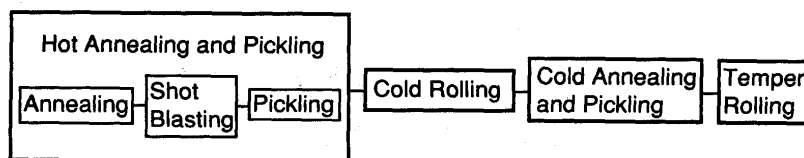


Fig. 1. Manufacturing process of SUS 304 cold rolled strip.

平成8年12月13日受付 平成9年4月11日受理 (Received on Dec. 13, 1996; Accepted on Apr. 11, 1997)

* 川崎製鉄㈱技術研究所 (Technical Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp., 1 Kawasaki-cho Chuo-ku Chiba 260)

* 2川崎製鉄㈱千葉製鉄所 (Chiba Works, Kawasaki Steel Corp.)

観察試料を採取し、焼鈍、酸洗の各装置出側における銅板表層断面をSEM (Scanning Electron Microscopy) およびAES (Auger Electron Microscopy) により調査した。

冷間圧延における粒界浸食溝の挙動を検討するため、Table 2 に示す条件により、2 段および 4 段切替式の実験室規模の圧延機を用いて 1 パスで低速圧延した。また、圧延速度および圧延油粘度の影響についてさらに詳細に検

Table 1. Annealing and pickling conditions of hot rolled strip.

Thickness (mm)		4.0
Annealing temperature (°C)		1200
Water cooling rate (°C/s)		≥25
Pickling in sulfuric acid	Temperature (°C)	83±3
	Concentration (%)	24~25
Pickling in nitric and fluoric acid	Temperature (°C)	60±2
	Concentration (%)	10~15 (Nitric acid) 2~3 (Fluoric acid)

Table 2. Rolling conditions on laboratory mill.

Thickness of mother sheet (mm)	4.0
Surface roughness on mother sheet (μm)	Ra : 2.0
Work roll diameters (mm)	75 , 200
Surface roughness on work rolls (μm)	Ra : 0.05 , Ra : 0.26
Reduction in thickness (%)	0~40
Rolling speed (m/min)	2
Rolling oil (Applied to strip)	Synthetic oil
Viscosity of rolling oil (mm ² /s at 50°C)	9

(— : Standard conditions)

Table 3. Rolling conditions on laboratory high speed mill.

Thickness of mother sheet (mm)	4.0
Surface roughness on mother sheet (μm)	Ra : 2.0
Work roll diameter (mm)	250
Surface roughness on work rolls (μm)	Ra : 0.24
Reduction in thickness (%)	0~40
Rolling speed (m/min)	20 , 500
Rolling oil (Applied to strip)	Synthetic oil
Viscosity of rolling oil (mm ² /s at 50°C)	9 , 50

(— : Standard conditions)

討するため、Table 3 に示す条件により、実験室規模の 2 段圧延機を用いて 1 パスで高速圧延した。これら圧延後の銅板表面を光学顕微鏡で観察して、粒界浸食溝を画像解析装置により明確に分離判別してその面積率を求めた。

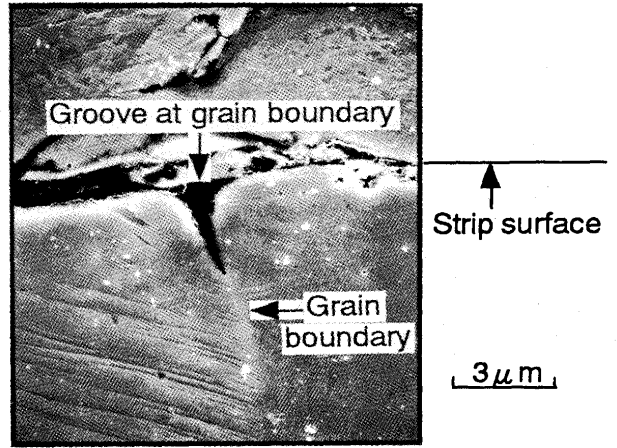


Fig. 2. SEM micrograph on cross section of strip surface.

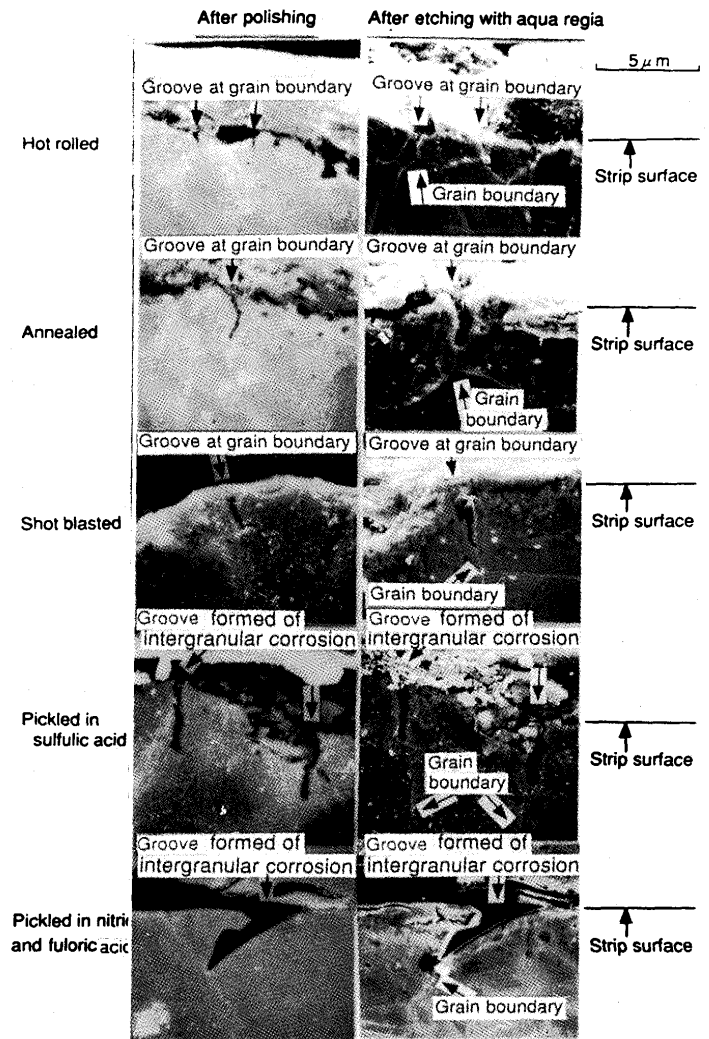


Fig. 3. SEM micrographs on cross section of strip surface at each process in annealing and pickling of hot rolled strip.

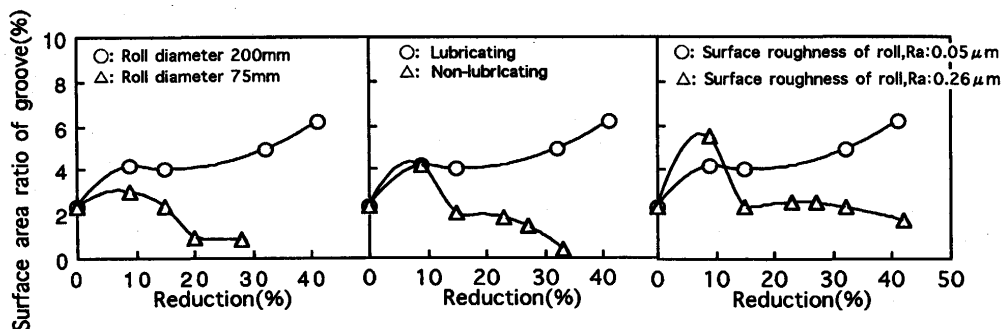


Fig. 4. Effects of rolling conditions on surface area ratio of groove formed of intergranular corrosion. [Roll dia. : 200 mm, Lubricating (Viscosity of oil : 9 mm²/s), Roll Ra : 0.05 μm, 20 m/min]

3. 実験結果

3.1 焼鈍，酸洗における鋼板表面断面の観察

SUS304熱延鋼板を焼鈍，酸洗中に噛み止めて，焼鈍炉出側で水冷された後の鋼板について，圧延方向の表面断面を王水でエッチングした後，SEMで詳細に観察した結果をFig. 2に示す。鋼板表面に生成する溝状の欠陥は粒界に沿って生成することがわかる。

焼鈍，酸洗時の各装置出側の鋼板について，圧延方向の表面断面を観察した結果をFig. 3に示す。熱延鋼板の表面には，深さ約1μmの結晶粒界に沿った溝(以下，粒界の溝と称する)が生成している。焼鈍炉出側で水冷された後には深さ約3μmの粒界の溝になり，この溝は熱延鋼板の場合より深く生成する。ショットブラストを投射した後の粒界の溝の深さは約3μmであり，焼鈍後の場合とほぼ同じ深さである。硫酸により酸洗するとこれは深さ3~4μmの溝(以下，この欠陥を粒界浸食溝と称する)となり，ショットブラストを投射した場合に比べて深さおよび幅ともに増加する。硝酸により酸洗すると粒界浸食溝は深さ4~5μmとなり，硫酸により酸洗した場合に比べて，深さおよび幅ともに増加する。

3.2 冷間圧延後の鋼板表面の観察

SUS304冷延素材を実験室規模の圧延機を用いて種々の条件で圧延し，鋼板表面に残留した粒界浸食溝を画像解析装置により明確に抽出分離してその面積率を求めた。結果をFig. 4に示す。ロール径が小さいと圧延後の粒界浸食溝は減少する。無潤滑の場合は圧延油を供給した場合より粒界浸食溝は減少し，ロール粗さが大きい場合にも減少する。圧延速度および圧延油の粘度を変化させた結果をFig. 5に示す。本実験条件の範囲では圧延速度および圧延油の粘度が変化しても，粒界浸食溝への影響は小さい。

これらの図において，圧下率が変化すると圧延後に残留する粒界浸食溝が大きく変化する。圧下率約10%以下の範囲では，各圧延条件ともに粒界浸食溝は増加し，圧下率約10%以上では，圧延条件によって粒界浸食溝の増減が左右される。

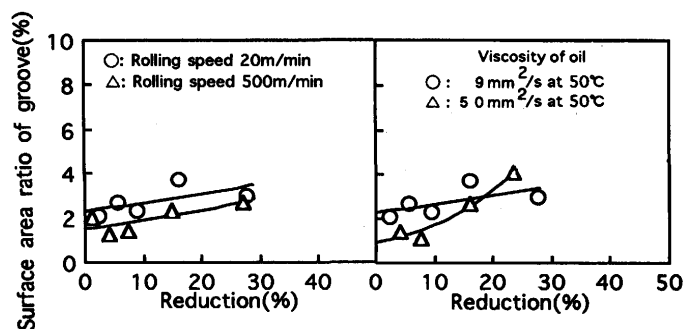


Fig. 5. Effects of rolling conditions on surface area ratio of groove formed of intergranular corrosion. [Roll dia. : 250 mm, Lubricating (Viscosity of oil : 9 mm²/s), Roll Ra : 0.05 μm, 20 m/min]

4. 考察

4.1 焼鈍，酸洗における粒界の溝の生成挙動

SUS304熱延鋼板を焼鈍し冷却した後の鋼板について，表面断面に生成した粒界の溝をそのままSEMで観察しAESで線分析した。結果をFig. 6に示す。粒界の溝を横断するNo. 1の線に沿って分析した場合と，粒界の溝より深いNo. 2の線に沿って分析した場合を示す。No. 1の線分析より，Feの減少する部分は粒界の溝に対応し，その近傍でCrも減少している。また，Crの減少割合はFeの場合より緩やかであり，粒界の溝の近傍にCr欠乏層が存在することがわかる。No. 2の線分析より，Feはほとんど変化しないが，鋼板表面の粒界の溝に沿って深さ方向に延長した位置においてCrが大きく減少している。これらの結果より，粒界の溝はCr欠乏層の中に存在することがわかった。Cr欠乏層の生成挙動については，オーステナイト系ステンレス鋼板を焼鈍し冷却する場合，鋼板温度が850°Cから400°Cの範囲で，粒界近傍にCr欠乏層が生成することが知られている⁷⁾。Cr欠乏層は高温での酸化が進みやすくFeとNiの酸化物が生成して⁸⁾腐食され溝になりやすくなると推定される。

4.2 粒界浸食溝の挙動におよぼす冷延条件の影響

圧下率を種々変更して圧延した後に，鋼板表面に残留した粒界浸食溝の状態を光学顕微鏡で観察し，Fig. 4に示す潤滑の有無により比較した結果をFig. 7に示す。

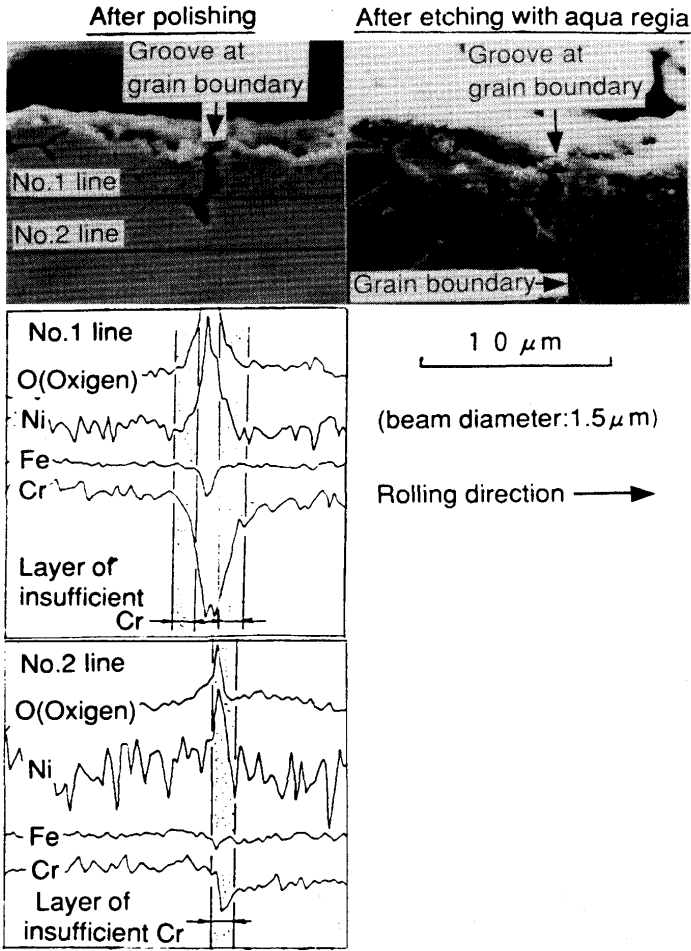


Fig. 6. AES analysis on groove at grain boundary on cross section of strip surface.

本図より、圧下率約10%以下において、素材表面では口を閉じていた粒界浸食溝が圧延により開口して、その面積が増加することがわかる。

圧下率約10%以上の場合、無潤滑状態で圧延すると圧下率の増加に伴って粒界浸食溝の面積は減少する。これは、圧下率の増加とともに粒界浸食溝が変形し平滑化することが原因であることがFig.7よりわかる。また、圧延油を供給すると圧下率の増加に伴って粒界浸食溝は増加する。これは、圧下率の増加とともに開口した粒界浸食溝は拡大し、また、口を閉じていた粒界浸食溝は開口して面積が増加することが原因であることがFig.7よりわかる。

無潤滑の場合、粒界浸食溝の内部には空気が存在し、圧延油を供給した場合、粒界浸食溝の内部には圧延油が存在する。空気等の気体の圧縮率は、圧延油等の液体の圧縮率に比較して著しく大きい⁹⁾。したがって、無潤滑の場合、粒界浸食溝は開口して圧下率により変形し平滑化しやすいため、圧下率の増加とともに減少する。これに対して、圧延油を供給すると粒界浸食溝は変形しにくくなるため、圧下率の増加とともにさらに拡大し増加すると推定される。

Fig.4に示すように、圧下率約10%以上における粒界浸食溝におよぼす圧延条件の影響については、ロール径、ロール粗さ、潤滑の有無、圧下率が大きく影響する。これは、母板表面凹部におよぼす圧延条件の影響⁹⁾とほぼ同じ挙動を示しており、粒界浸食溝への圧延油封入量の大小が圧延後の粒界浸食溝の残留量に影響すると推定される。

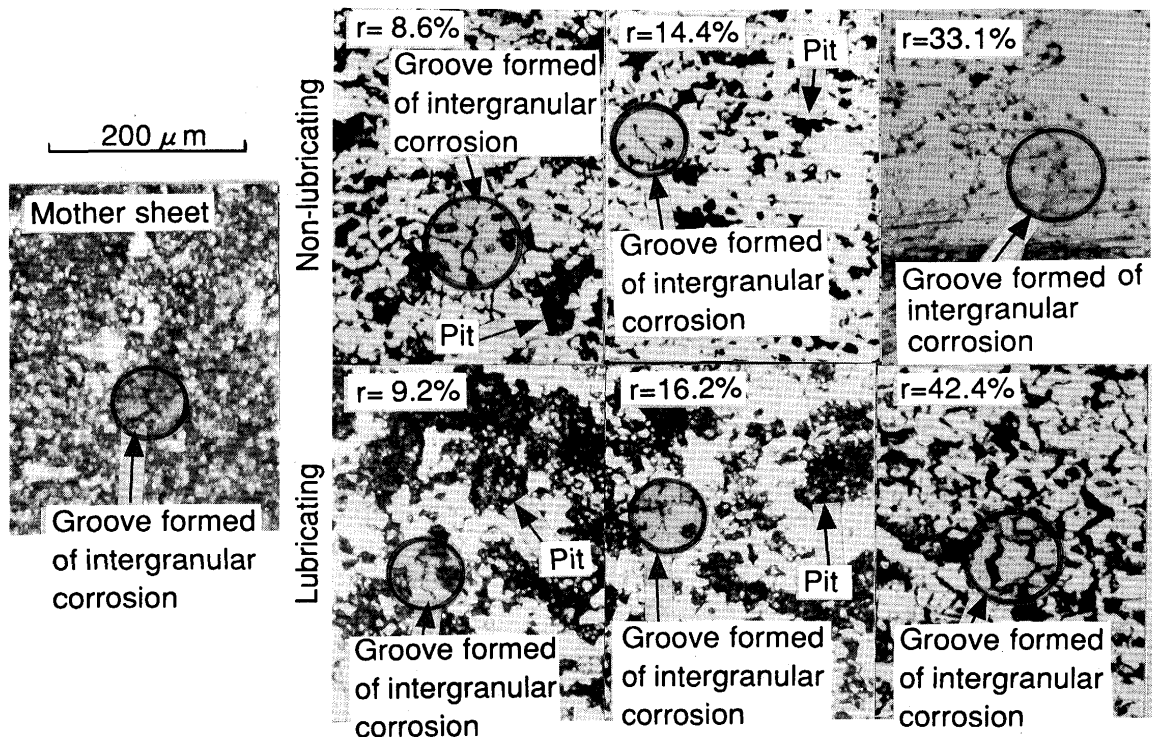


Fig. 7. Effects of reduction and lubricating condition on groove formed of intergranular corrosion.

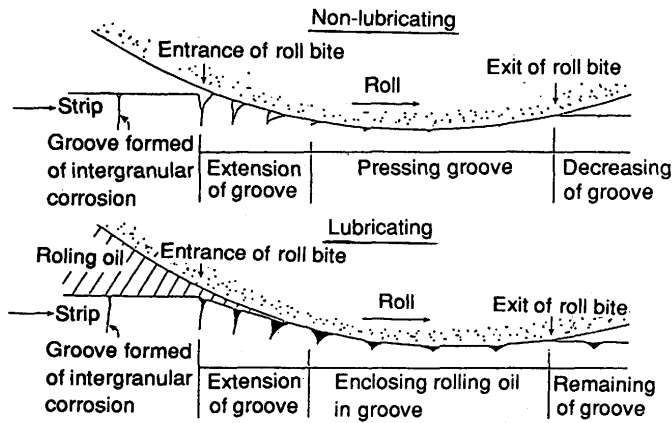


Fig. 8. Schematic diagram of condition on flattening groove formed of intergranular corrosion in roll bite.

4・3 冷延時のロールバイト内部における粒界浸食溝の挙動

ロールバイト内部では、圧下の進行に伴って圧下率が増加する。したがって、Fig. 4 に示す圧下率を変更した場合の粒界浸食溝の挙動は、ロールバイト内部においても同様に起きていると推定される。そこで、Fig. 8 に示すようなロールバイト内部における粒界浸食溝の挙動が推定される。圧下率が低いロールバイト入側においては、粒界浸食溝は口を開き拡大すると推定される。また、圧下率の大きいロールバイト中央から出側にかけて、無潤滑の場合は粒界浸食溝の内部に空気しかないために変形して平滑化しやすくなり、圧延油を供給した場合は粒界浸食溝は変形しにくくて、封入された圧延油の量によって、さらに拡大して増加する場合と変形して減少する場合があると推定される。

5. まとめ

SUS304鋼板に特有の微小な表面欠陥である粒界浸食溝について、熱延鋼板の焼鈍、酸洗および冷間圧延時の生成挙動について検討し、以下の結果を得た。

(1) 熱延鋼板の焼鈍、酸洗における鋼板表層の粒界浸食溝は、焼鈍後の鋼板冷却時に生成し、酸洗により深さおよび幅ともに拡大する。

(2) 粒界浸食溝の生成に鋼板表層のCr欠乏層が関係する。

(3) 冷間圧延後の粒界浸食溝の低減に、ロール径、潤滑の有無、ロール粗さ、および圧下率が大きく影響し、本実験条件の範囲では圧延速度および圧延油の粘度の影響は小さい。

(4) ロールバイト内部での粒界浸食溝の挙動について、ロールバイト入側では粒界浸食溝が口を開き拡大する。ロールバイト中央から出側にかけては、粒界浸食溝への圧延油封入量が影響し、少ない場合は粒界浸食溝が変形して平滑化しやすく、多い場合はさらに拡大するとして説明される。

文 献

- 1) 岩崎芳明, 水田次士, 梶間 透, 梁井和博: 第38回塑性加工連合講演会講演論文集(1987), 113.
- 2) 水野高爾: 塑性と加工, 12 (1971), 369.
- 3) 剣持一仁, 鏈田征雄, 阿部英夫, 福原明彦, 小松富夫, 垣内博之, 岸田 朗: 第42回塑性加工連合講演会講演論文集(1991), 869.
- 4) 剣持一仁, 鏈田征雄, 阿部英夫, 河澄英輔, 清野芳一, 小林 真, 岸田 朗: 材料とプロセス, 4 (1991), 1585.
- 5) 浦山精一, 神谷昭彦, 小西康夫: 川崎製鉄技報, 4 (1972), 49.
- 6) 宮崎 明, 柳澤 満, 古君 修, 齊藤文夫: 川崎製鉄技報, 21 (1989), 362.
- 7) 長谷川正義: ステンレス鋼便覧, 日刊工業新聞社, 東京, (1975), 220.
- 8) 小森正祐, 井上裕夫, 須永寿夫: 日本鉄鋼協会第84回講演大会講演概要集, 58 (1972), 322.
- 9) 機械工学便覧, A. 基礎編, 日本機械学会編, 丸善, 東京, (1990), A5-5.