

連铸鑄片の α 相析出制御による高温延性改善

伊藤 義起*・加藤 徹*・山中 章裕*・渡部 忠男*

Improvement of Hot Ductility in Continuously Cast Strand by Ferrite Precipitation Control

Yoshiki ITO, Toru KATO, Akihiro YAMANAKA and Tadao WATANABE

Synopsis : In order to clarify the correlation between susceptibility to transverse cracking and microstructure of slab surface, an apparatus and a method of new hot tensile test were designed. Tensile specimens in a cold crucible type heater were *in-situ* remelted preceding the deformation. Two thermal history for simulating solidification process, mild cooling and SSC (Surface Structure Control) cooling, were examined. Mild cooling means gradual cooling after solidification corresponding to conventional secondary cooling. SSC cooling is a trial cooling pattern aimed at microstructure control which provides rapid cooling until the γ - α duplex phase region and reheating up to γ region.

The results obtained are summarized as follows.

- (1) It was possible to evaluate hot ductility of slab surface with microstructures by means of this hot tensile tests simulating the solidification process.
- (2) By SSC cooling, the ductility is significantly improved and the fracture mode changes into transgranular ductile, because film-like ferrite is restrained.
- (3) Susceptibility to transverse cracking could be reduced with this microstructure.
- (4) Decrease of transverse cracking susceptibility and microstructure control result from fine precipitates dispersion, such as (Ti, Nb)(C, N), caused by SSC cooling.
- (5) By utilizing carbonitride precipitation, film-like ferrite along γ grain boundary could be restrained and idiomorphic ferrite could be formed throughout the matrix.
- (6) Remelting of specimen before deformation is indispensable to evaluate cracking susceptibility on the hot tensile test.

Key words: continuous casting; hot ductility; transverse cracking; film-like ferrite; hot tensile test; cold crucible; secondary cooling; SSC cooling.

1. 緒言

鋼の連続鑄造から熱延にかけてのプロセスにおいて、省エネルギーや工程省略による更なるコスト低減を図るために、熱片装入(Hot Charging)や直送圧延(Hot Direct Rolling)が行われてきているが、鑄片の無手入化が必須条件である。しかしながら、厚板やラインパイプに用いられる低炭素・低合金鋼の鑄片では曲げあるいは矯正時に発生する横ひび割れが問題となるために、上記プロセスの大きな障害となっており、横ひび割れの抜本的防止策が切望されている。

横ひび割れは $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態温度域における低歪み速度変形に伴う高温脆化に起因することがよく知られている¹⁻⁵⁾。 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態に伴い γ 粒界へフィルム状の α 相が析出し、歪みがこの α 相に集中することに加え、低歪み速度変形時にNbCやAlNなどが動的析出して粒内を硬化するため、さらに歪みの集中が助長される。 γ 粒界に沿う無析出帯やフィルム状の α で界面剥離を起こし、これによって生じたボイドが連結して γ 粒界延性破壊に至る^{6,7)}。そのため従来は避けられない脆化として、矯正帯などにおいては、鑄片表面

の脆化温度域を回避するように鑄造速度、冷却条件を制御する必要があり、操業上の制約が大きく問題となっている。また、この脆化は γ 粒を細かくすることで軽減できる^{8,9)}が、連続鑄造時に γ 粒径を顕著に微細化する方法を確立するのは困難である。これに対して、2次冷却条件を適正に選択すれば、横ひび割れが防止可能となるマイクロ組織が生成することが報告¹⁰⁾されている。筆者らは、鑄片表面を高温領域からいったん $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態点以下まで急冷却し、極短時間で γ 域まで復熱させることで、鑄片表層をフィルム状 α の生成を抑制した組織に制御でき、その結果、横ひび割れを防止できることを明らかとした¹¹⁾。

本研究では、その手法に関する高温脆化挙動の変化を明らかにするために、実際の連铸鑄片表層組織を再現可能とする、試験片をいったん溶融させた後に凝固できるコールドクルーシブル型の高温引張試験手法を新たに考案し、高温延性に及ぼす鑄造まま組織の影響について検討した。

2. 横ひび割れ防止可能な温度履歴

筆者らが行ったNbを含有する低炭素低合金鋼(0.07%C-

平成15年4月25日受付 平成15年6月11日受理 (Received on Apr. 25, 2003; Accepted on June 11, 2003)

* 住友金属工業(株) 総合技術研究所 (Corporate Research & Development Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 16-1 Oaza-Sunayama Hasakimachi Kashima-gun Ibaraki-ken 314-0255)

1.5%Mn-Nb)を対象とした、連続鋳造中の鋳片曲げ試験¹¹⁾における鋳片表層の温度履歴実績をFig. 1に示す。現状の連続鋳造操業を模擬した徐々に冷却する条件(徐冷却)と、鋳型を出た直後にいったん急冷却し、その後短時間で復熱する条件(急冷却)で試験を行った。その結果、急冷却条件とすることで、鋳造二次組織が変化し横び割れが防止できていることを確認した。

冷却制御(SSC cooling: Surface Structure Control cooling)により明白な横び割れ防止効果が認められることから、高温延性が向上したことが考えられる。そこで、鋳造まま組織を考慮して高温延性を明らかとするために、以下に述べる引張試験による評価を行った。

3. 試験方法

引張試験装置の概略をFig. 2に示す。加熱機構として高周波誘導加熱方式のコールドクルーシブルを採用することで、磁場浮揚により非接触状態で溶融部を保持できる。また、その後の冷却速度を制御することで、連続鋳造時の凝固過程を再現可能とした。本手法の特徴としてはFig. 3に示すように、既存のコイル加熱方式^{9,12)}では困難であった試験片径に対して約4倍という37mmの長さで、直径が概ね10.2mm均一となる溶融凝固部を形成できる。また非接触であるため、シリカチューブを使った方法で問題となるガス発生による引け巣の残存はなく、精度の高い延性評価が可能となる。

コールドクルーシブルの内径は10.5mm、加熱範囲は40mmで、クルーシブル直上に放射温度計を設置し、事前に温度検量線を作成することで、溶融凝固部温度を検定する方式を採用した。試験は溶融凝固時の酸化を防止する目的で、Ar雰囲気中で実施した。本研究における冷却速度制御は誘導加熱コイルの出力調整のみによって行ったが、装置機構としてHe等の冷却ガス吹きつけも併用でき、さらに速い冷却速度での試験が可能である。

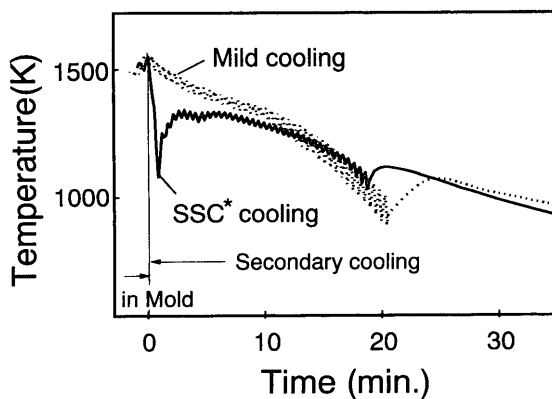


Fig. 1. Two representative temperature profiles measured at 5 mm below the surface.
(*: Surface Structure Control (SSC) cooling)

試験条件をFig. 4に示す。試験は温度履歴の影響と凝固過程の影響を調査するために3種類の条件で行った。Fig. 1に示した連続鋳造中の鋳片曲げ試験¹¹⁾での鋳片表層温度

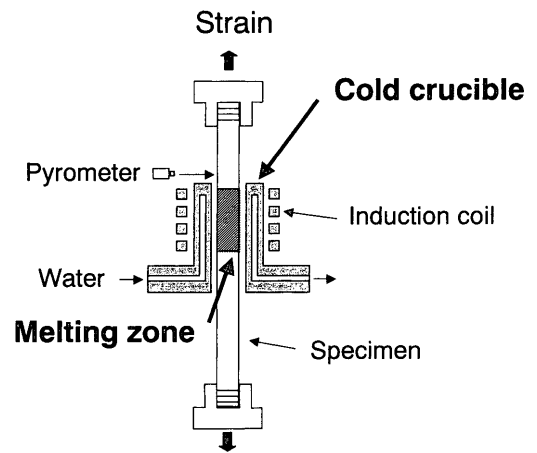


Fig. 2. Schematic diagram of the apparatus.

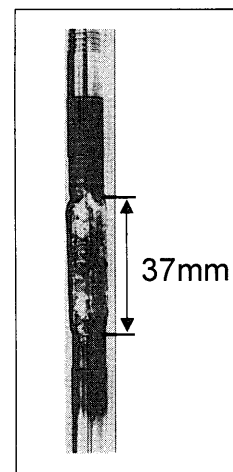


Fig. 3. Shape of the specimen after solidification.

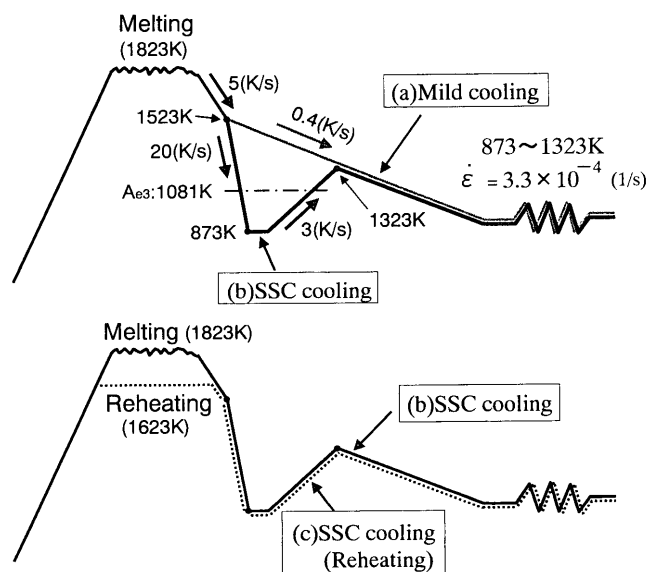


Fig. 4. Schematic illustration of temperature profile.

Table 1. Chemical composition of steel (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cu	Nb	Ti	Al	N
0.06	0.15	1.5	0.01	0.001	0.8	0.3	0.01	0.02	0.03	0.006

履歴を再現するように、試験片（液相温度：1794K、固相温度：1767K、Ae3変態温度¹³⁾：1081K）をいったん熔融した後、1523Kまでは同一速度で冷却し、その後、徐々に冷却する条件（Fig. 4(a), 徐冷却）と、いったん急冷却しその後短時間で復熱する条件（Fig. 4(b), 急冷却）、熔融しないことを除き急冷却とすべて同じ条件（Fig. 4(c), 再加熱急冷却）になるように、冷却速度、温度履歴を変化させた。873~1327Kの所定の温度で2分間保持した後、 $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の歪み速度で破断に至るまで等温引張変形した。引張を終了した試験片から破断面直径を測定し、断面収縮率(R.A.)を以下の定義により(1)式から算出した。

$$\text{R.A. (\%)} = (A_0 - A_f) / A_0 \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

A0：引張前試験片の断面積 (mm²)

・ 熔融凝固試験

$$A_0 = \pi(d_{01}/2)^2$$

d01：熔融凝固部10箇所の平均直径 (mm)

・ 再加熱試験

$$A_0 = \pi(d_{02}/2)^2$$

d02：加工後試験片の直径 (mm)

Af：引張破断試験片の断面積 (mm²)

$$A_f = \pi(df/2)^2$$

df：破断面10箇所の平均直径 (mm)

熔融凝固試験では、溶解により試験片径が変化するため、各条件の温度履歴を経過させたのち、引張を行うことなく室温まで冷却させたサンプルを作製し、熔融凝固部周方向の10箇所で測定した直径の平均値d01により、引張前試験片の断面積A0を算出した。再加熱試験では、加工後試験片の直径d02により、A0を算出した。引張破断試験片の断面積Afについては、熔融凝固、再加熱試験のいずれの場合も、破断面周方向の10箇所で測定した直径の平均値dfを求めることで算出した。

破断面の測定を終了した試験片は、切断、研磨後にニイタル液腐食による光学顕微鏡組織観察、透過型電子顕微鏡（以下TEM）による析出物観察を行い、高温延性との関連について検討した。試験片の化学組成をTable 1に示す。試験片は真空溶解炉で溶解して得た铸塊を鍛造と圧延により直径10mm、長さ190mmに加工した。

4. 熔融凝固部温度の制御方法

4.1 温度分布状況調査

放射温度計による熔融凝固部温度の検定を精度良く行うためには、加熱範囲における温度分布状況を把握する必要

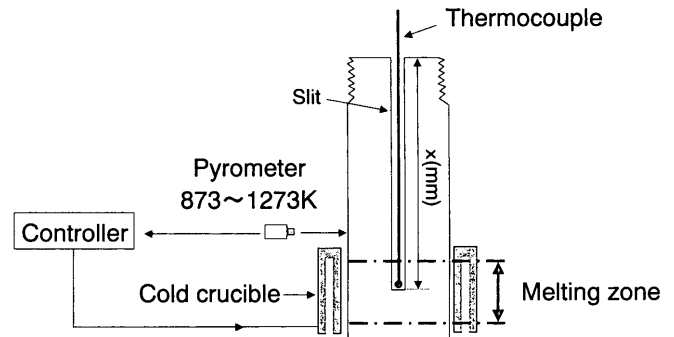


Fig. 5. Measurement of temperature profile in melting zone.

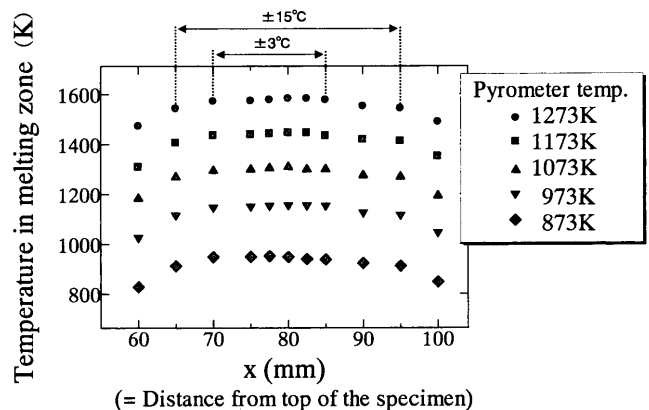


Fig. 6. Temperature profile in melting zone.

がある。そこで、Fig. 5に示すように試験片に加工したスリットにPt-13%Rh熱電対を挿入し、スリット底部に熱電対を押し付けた状態で温度測定を行った。温度測定は、試験片長さ方向の熱電対位置（試験片上端からの距離x）を変化させ、各位置において放射温度計の制御温度を変化させながら行った。その結果をFig. 6に示す。試験片長さ方向30mmの範囲で±15°C以内、15mmの範囲で±3°C以内であり、概ね様な温度分布であることが確認された。また、後述する引張試験においては、この15mmの範囲内で破断していることを確認している。

4.2 温度検量線の作成

加熱範囲の試験片温度分布調査結果より判明した均一温度分布領域において、試験片内温度と、放射温度計による制御温度を対比して温度検量線を作成した。均一温度分布領域中心に熱電対を設置し、放射温度計の測定位置における温度を673~1533Kの範囲で変化させ、試験片内温度を測定した。測定は計2回行い、その結果をFig. 7に示す。最小二乗法により各温度範囲において、熔融凝固部温度が検定可能となる回帰式[1]~[4]式を導出し、引張試験に

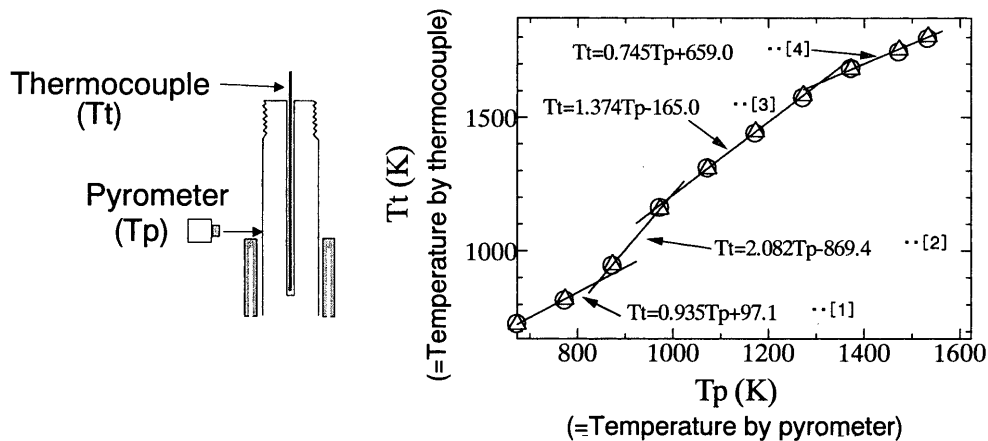


Fig. 7. Relation between temperature by thermocouple and temperature by pyrometer.

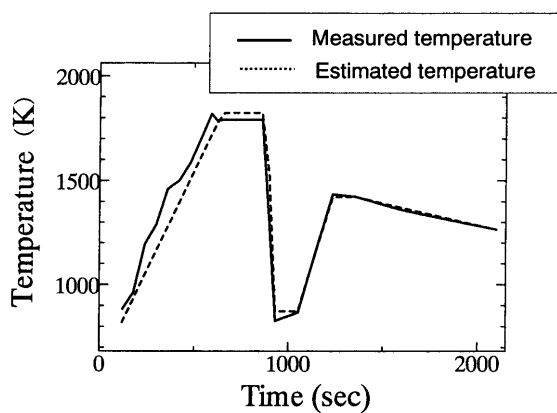


Fig. 8. Comparison between measured temperature and estimated temperature.

おける温度制御に使用した。

4.3 温度検定精度の検証

試験片を所定の冷却条件で溶融、凝固する際に、試験部を熱電対により直接測定した温度と、温度検量線による算出温度とを対比させ、検定精度を検証した。溶融状態から急冷却させ、再び温度上昇させる温度履歴で測定を行った。温度検量線による算出値と、熱電対による実測値の比較を Fig. 8 に示す。昇温過程では、実測値との若干の差が認められるが、凝固組織に影響を及ぼす凝固過程においては、急冷後は目標温度より低下するが、冷却速度、復熱後の温度はよく一致している。以上の結果、十分な精度で放射温度計により制御可能であることが確認された。

5. 試験結果

5.1 温度履歴の影響

試験片をいったん溶融し、凝固過程での温度履歴を変化させた条件 (Fig. 4(a), (b)) における引張温度と断面収縮率 (R.A.) の関係を Fig. 9 に示す。徐冷却と比較して急冷却条件では、同一温度域においても延性値が大きく向上する。従来報告されている $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態温度近傍の脆化温度域⁴⁾に

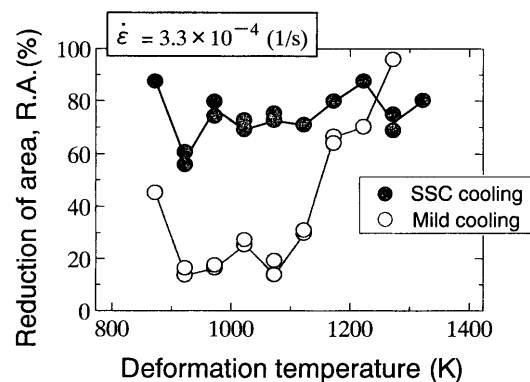


Fig. 9. Effect of temperature profile on the hot ductility.

においても R.A. 値 60% 以上と高い値が得られ、脆化そのものが解消できることが明らかとなった。

R.A. 値が異なる引張温度 1073K の場合を 1 例として、引張破断サンプルの断面組織観察結果を Fig. 10 に示す。Fig. 10(a) に示す徐冷却条件では、 γ 粒界に沿ってフィルム状 α が生成しており、そのフィルム状 α に沿った粒界延性破壊となっている。一方、Fig. 10(b) に示す急冷却条件では、粒界に沿ったフィルム状 α は生成しておらず、破壊形態も粒内延性破壊となっている。

5.2 凝固過程の影響

溶融しないことを除き急冷却とすべて同じ条件 (Fig. 4(c)) での引張温度と断面収縮率の関係を、試験片をいったん溶融した条件 (Fig. 4(b)) と比較して Fig. 11 に示す。凝固過程を含まない再加熱条件では延性の向上はみられず脆化域が存在した。

1073K における引張破断サンプルの破断面および断面組織観察結果を Fig. 12 に示す。 γ 粒界に沿った明瞭なフィルム状 α は生成していないが、破断面は粒界延性破壊となっている。

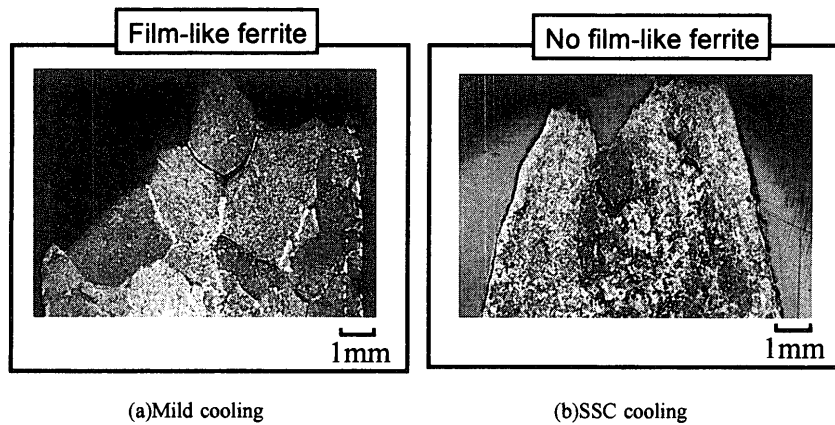


Fig. 10. Macrostructure of specimens deformed at 1073K. (a) Mild cooling, (b) SSC cooling.

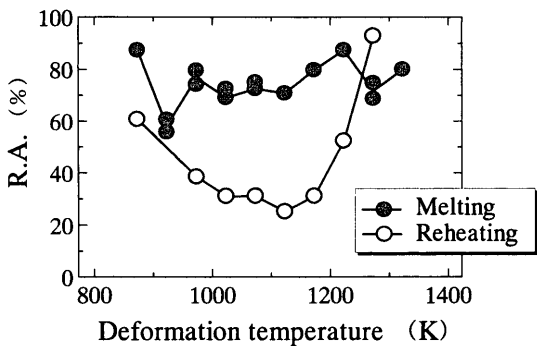


Fig. 11. Effect of remelting process on the hot ductility with SSC cooling.

6. 考察

6.1 急冷却法時の高温延性向上の機構

Fig. 9に示したように急冷却条件では延性が大きく向上する。延性が向上する理由として、Fig.10(b)に示したように、 γ 粒界へのフィルム状 α 抑制による粒界脆化の低減による効果、もしくは急冷却に伴う γ 粒径の微細化による効果が考えられる。 γ 粒径の影響を調査するため、Fig. 4(a), (b)に示す各冷却条件の温度履歴により 1073Kまで経過させたのち、引張を行うことなく室温まで冷却させたサンプルを作製した。そして、切断面を飽和ピクラール溶液により腐食させ、光学顕微鏡による組織観察を行った。その結果をFig.13に示す。いずれの冷却条件においても γ 粒径は2~4mm程度で、差は認められなかった。本試験ではFig. 4に示したように、1523Kまでは同一冷却速度で完全凝固させている。凝固まま鋳片の γ 粒径は γ 単相化温度直後にほぼ決まることが知られている¹⁴⁾。1523K以下では拡散速度も小さくなり、 γ 粒の成長もほぼ完了しているため、それ以降に冷却条件を変更しても γ 粒径にほとんど影響しないためと考えられる。また、 γ 粒径に差が認められないことから、急冷却中に再結晶していないことを示している。以上の結果、急冷却による延性の向上はフィルム状 α が抑制された組織となることで、破壊形態が粒内延性破壊とな

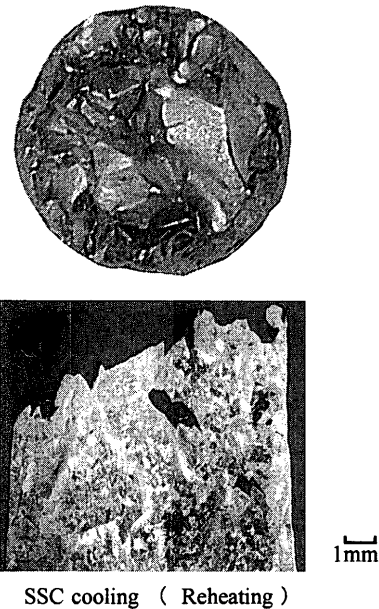


Fig. 12. Macrostructure and surface fracture of specimen deformed at 1073K.

り、粒界脆化そのものが解消されたためと推察される。

Fig.13に示すように本試験装置で溶融凝固したサンプルの γ 粒径が2~4mmであるのに対して、連続鋳造中の鋳片曲げ試験の表層部を模擬した γ 粒径調査¹¹⁾においても、 γ 粒径は2~4mmと同程度であることから、本試験装置により連続鋳造における鋳造まま組織を再現でき、高温延性評価が可能になると考えられる。以上のことから、連続鋳造中の鋳片曲げ試験¹¹⁾において、横び割れが防止可能となるのは、Fig.14に示すように鋳片表層組織内のフィルム状 α を抑制したマイクロ組織に制御することで、低歪み速度変形時においても高いR.A.値が確保でき、脆化そのものが解消されるためと考えられる。

6.2 高温延性値評価における凝固過程の重要性

Fig.11に示したように、同じ急冷却条件でも試験片をいったん溶融し凝固させる場合と異なり、凝固過程を含まない再加熱条件では延性値は向上しない。再加熱条件によ

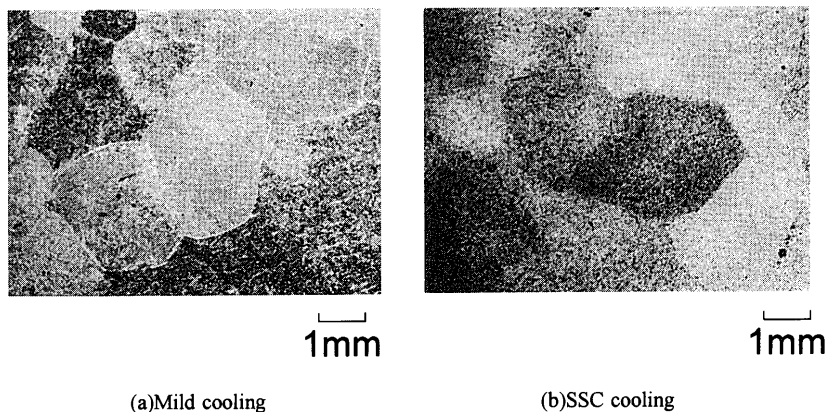


Fig. 13. Revealing of γ grain. (a) Mild cooling, (b) SSC cooling.

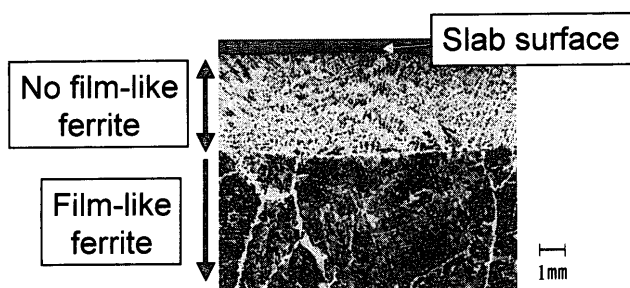


Fig. 14. Microstructure of slab surface in continuous casting test.

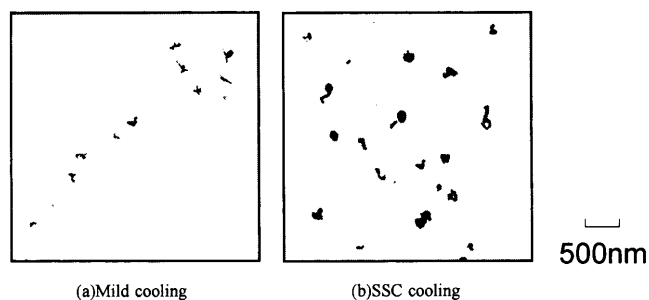


Fig. 15. Precipitates at γ grain boundary and matrix by TEM. (a) Mild cooling, (b) SSC cooling.

る高温延性値については、鋼種、冷却速度の違いはあるが、従来の報告例^{7,15)}においても $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態温度域まで冷却した後、再び γ 単相温度域まで復熱させる類似の温度履歴では、延性値の向上が確認されていない。すなわち、凝固過程を含まない再加熱条件では、連続鋳造中の鋳片曲げ試験¹¹⁾でのマイクロ組織制御による横び割れ防止結果と対応しない。再加熱条件では溶体化処理により γ 単相化され、炭窒化物は概ね再固溶されるため、凝固過程を含んで生成する γ 粒や炭窒化物の析出状況を再現できていない。特に本研究のように急冷却を伴う場合には、急冷する直前の状況によって、炭窒化物の析出挙動が大きく変化してしまうと推察される。以上の点から、鋳造まま組織の高温延性評価には凝固過程が重要であり、急冷却を伴う鋳片表層のマイクロ組織制御には凝固過程を含んだ γ 粒、炭窒化物の析出挙動が深く関与していると考えられる。

しかしながら、従来のシリカチューブを使用する実験^{9,12)}では、凝固過程を含んでいるにもかかわらず、急冷却条件に類似した温度履歴において脆化域が存在しており、本研究の結果とは一致していない。鋼種、冷却速度が異なるため、鋼中の析出物挙動が異なることも一因ではあるが、従来手法では本研究の実験手法と比較して、熔融凝固可能な範囲が短いため、引張温度によっては熔融凝固部以外で破断してしまう場合があり、鋳造まま組織の延性評価とならないことや、引け巣発生などの組織均質性不良が

発生しやすいことが問題となっている。鋳造まま組織の高温延性評価には凝固過程に加え、マイクロ組織を精度良く均一に再現することが重要であると考えられる。

6・3 ミクロ組織生成機構

組織生成メカニズムを検討するために、TEMによる析出物の観察を行った。その結果をFig.15に比較して示す。Fig.15(a)に示すフィルム状 α 生成組織では、粒界に列状に析出物が生成しているのに対して、Fig.15(b)に示すフィルム状 α の生成が抑制された組織では、粒内に析出物が分散しているのが確認された。分析の結果、Fig.16に示すようにTi, Nbの炭窒化物であることが判明した。生成組織による析出状況の違いは、連続鋳造中の鋳片曲げ試験における鋳片表層の析出物観察¹⁶⁾においても同一の析出形態であることを確認している。

以上の結果をもとに推定した、マイクロ組織生成機構の模式図をFig.17に示す。急冷却し過冷度を確保することで、TEM写真で示すように、微細な析出物が分散されると考えられる。また、急冷却時には、いったん α 析出温度以下となるために、粒界および粒内に多数の α 粒が析出すると考えられる。その後、復熱した際に α はいったん消失し、再度 γ 単相となるが、一度析出したTi, Nbの炭窒化物は、溶解度積から考えても再固溶できない。そのため、そのまま分散した状態で残存し、 α 再析出時には、粒界のみでなく粒内に分散した炭窒化物も α 析出の起点となり、粒界に

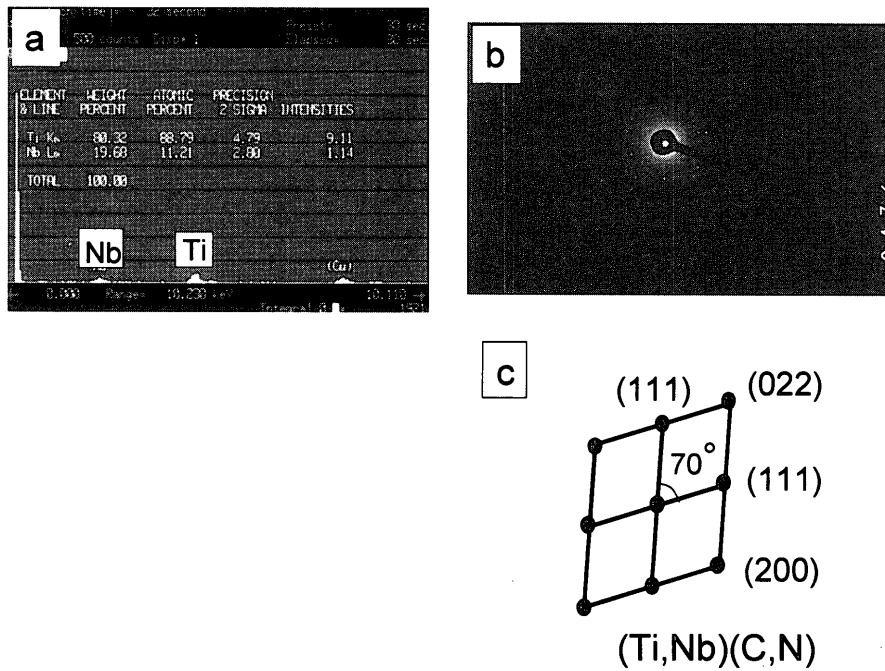


Fig. 16. Precipitates extracted from matrix treated intensive cooling. (a) EDS spectra, (b) electron diffraction pattern, (c) its schematic representation.

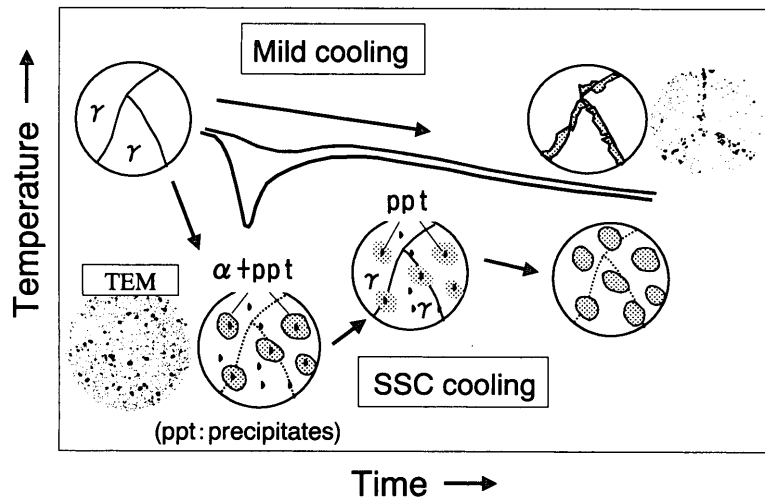


Fig. 17. Schematic illustration of mechanism forming microstructure.

沿ったフィルム状 α の生成が抑制されたと考えられる。

7. 結言

連続铸造鋳片の横ひび割れ感受性を実験室的に評価する方法として、コールドクルーシブル型の溶融凝固引張試験装置を製作した。溶融後の凝固過程での温度履歴を変化させ、铸造まま組織を再現した上で、生成組織と高温延性の関係を調査し以下の結論を得た。

(1) 連続铸造における铸造まま組織の高温延性を評価可能となる溶融凝固引張試験手法を確立した。

(2) 凝固完了直後の冷却速度制御により、 γ 粒径微細化を伴うことなくフィルム状 α の生成を抑制できることが

明らかとなった。フィルム状 α 生成を抑制した組織にすることで、従来の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態に伴う脆化温度域においても高いR.A.値が得られ、脆化そのものを解消できることが明らかとなった。

(3) 凝固完了直後に急冷却することで、 γ 粒内に炭窒化物が微細分散される。また、急冷却時には、 γ/α 2相温度域まで冷却を行うため、分散した炭窒化物が析出サイトとして作用することで、 γ 粒界のみならず粒内にも α 粒が析出するものと推定される。その後、短時間で γ 単相域まで復熱させることで、炭窒化物のみ微細分散した状態で残存でき、 α 再析出時には粒内に分散した炭窒化物が再び α 析出の起点となりうるため、粒界に沿ったフィルム状 α の生成が抑制可能となると考えられる。また、以上のミクロ

組織制御には凝固過程からの γ 粒，炭窒化物の析出の履歴が深く関与していることが明らかとなった。

文 献

- 1) B.Mintz and J.M.Arrowsmith: *Met. Technol.*, **6** (1979), 24.
- 2) H.G.Suzuki, S.Nishimura and S.Yamaguchi: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **22** (1982), 48.
- 3) C.Ouchi and K.Matsumoto: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **22** (1982), 181.
- 4) Y.Maehara and Y.Ohmori: *Mater. Sci. Eng.*, **62** (1984), 109.
- 5) K.Yamanaka, F.Terasaki, H.Ohtani, M.Oda and M.Yoshihara: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **20** (1980), 810.
- 6) H.G.Suzuki, S.Nishimura, J.Imamura and Y.Nakamura: *Tetsu-to-Hagané*, **67** (1981), 1180.
- 7) Y.Maehara, K.Yasumoto, H.Tomono and Y.Ohmori: *Tetsu-to-Hagané*, **73** (1987), 1373.
- 8) G.Walmag, A.Schmitz and C.Marique: Proc. 4th European Continuous Casting Conf., IOM Communications Ltd., London, (2002), 840.
- 9) T.Revaux, P.Deprez, J.P.Bricout and J.Oudin: *ISIJ Int.*, **34** (1994), 528.
- 10) K.Marukawa, M.Kawasaki and T.Watanabe: Final Report of Committee on Mechanics Related Behavior in Continuous Casting, ISIJ, Tokyo, (1985), 191.
- 11) T.Kato, A.Yamanaka and T.Watanabe: 1997 Steelmaking Conf. Proc., the Steelmaking Division of the Iron & Steel Society, Warrendale, PA, (1997), 345.
- 12) A.M.El-wazri, F.Hassani and S.Yue: *Iron Steelmaker*, **25** (1998), 37.
- 13) K.W.Andrews: *J. Iron Steel Inst.*, **203** (1965) July, 721.
- 14) Y.Maehara, K.Yasumoto, Y.Sugitani and K.Guniji: *Tetsu-to-Hagané*, **71** (1985), 1534.
- 15) G.I.S.I.Cardoso, B.Mintz and S.Yue: *Ironmaking Steelmaking*, **22** (1995), 365.
- 16) T.Kato, Y.Ito, M.Kawamoto, A.Yamanaka and T.Watanabe: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 28.