

熱延に起因した薄鋼板の表面欠陥に関する研究

著者	木津 太郎
号	54
学位授与機関	Tohoku University
学位授与番号	工博第4213号
URL	http://hdl.handle.net/10097/61710

氏 名 きづたろう
木津太郎
授与学位 博士(工学)
学位授与年月日 平成21年9月9日
学位授与の根拠法規 学位規則第4条第1項
研究科, 専攻の名称 東北大学大学院工学研究科(博士課程)金属フロンティア工学専攻
学位論文題目 熱延に起因した薄鋼板の表面欠陥に関する研究
指導教員 東北大学教授 藤田 文夫
論文審査委員 主査 東北大学教授 藤田 文夫 東北大学教授 進藤 裕英
東北大学教授 原 信義

論文内容要旨

薄鋼板は自動車や家電製品など身近な製品に幅広く使用されており、表面欠陥の無いことは重要な特性の一つである。さらに、表面性状に対する要求レベルは年々高まっており、表面の均一性を高めることは益々重要になってきている。一方で、薄鋼板の製造には高効率化が求められ、連続铸造、熱延などの製造ラインの高速化や、熱延でのサイジングプレスによるサイズ制約の緩和がおこなわれるなど製造方法の進歩は著しいが、このような製造方法の変更が表面欠陥の増加を招くことも多い。また、高成形性や高強度化などに対するニーズも大きく、新しい成分組成を有する鋼板も多く開発されているが、表面欠陥の発生により製造方法が見直される場合もある。さらに、薄鋼板に発生する表面欠陥対策では、経験に基づいておこなわれることもあるが、製造方法の変更や新しい成分に起因した欠陥には対応できないことも多い。したがって、欠陥発生の原因を解明した上で本質的な対策をおこなうことが重要である。

本論文では、表面性状に対する要求レベルの向上や、生産の高効率化のために、とくに問題となった熱延起因の表面欠陥に対し、熱延工程でのスケール生成挙動や熱間脆化挙動を調査し、欠陥発生のメカニズムを明らかにするとともに、対策の方向性を明示した。

第1章「緒言」では、薄鋼板の各製造工程に起因して発生する表面欠陥について概説するとともに、熱延に起因した表面欠陥に関する従来研究を説明した。製鋼に起因した表面欠陥は、おもに介在物やブローホールに起因するものとスラブ割れに起因するものにわけられ、前者は、スラグ改質や電磁石による溶鋼表面流速制御などの対策がとられ、後者は熱履歴制御などによって回避されることを示した。熱延に起因した表面欠陥は、スケールの噛み込みが原因であるものが多く、デスケーリング能力を高めるなどの対策がとられることを説明した。さらにSi添加鋼に特有の赤スケールと呼ばれる表面欠陥もあり、低温加熱による対策がおこなわれること、その他、ロール疵、搔き疵など機械的な欠陥も多いことなども示した。冷延、焼鈍に起因した欠陥は、擦り疵、押し疵、ロール疵などの機械的なものが多く、降伏伸びの大きい材料で発生する腰折れや、圧延時の張力不良による絞り

疵などもあることを述べた。溶融亜鉛めっきに起因した欠陥には、ドロスと呼ばれる浴中の亜鉛酸化物の付着や、不めっき、合金化むらなどの欠陥が多いことを述べた。熱延に起因した表面欠陥に関する従来研究では、高温でのスケール生成に関し、スケール中の鉄イオンの拡散による生成機構を説明するとともに、鋼の熱間脆化について、溶融温度域での液膜脆化と、オーステナイト低温域での粒界脆化、および、フェライト域でのフィルム状フェライト脆化の三つの温度域に分類されることを述べた。第1章の終わりには、本研究をおこなうに際し問題となった三つの表面欠陥について説明した。一つ目は、表面品質の厳しい自動車用 GA 鋼板で発生した極低炭素鋼に特有の線状欠陥で、欠陥断面にスケールとともに内部酸化物が観察されることが特徴であり、加熱炉で生成する内部酸化物が原因と推定されることを述べた。二つ目は、生産性向上のため加熱温度を高めて加熱時間を短くした場合に、とくに Mn 量の少ない鋼で発生したエッジ割れや表面割れで、粗圧延での熱間脆化に起因することを述べた。三つ目は、コスト低減のため仕上圧延ロールを耐摩耗性に優れたハイスロールに変更した際に問題となったうろこスケールで、仕上圧延内でのスケールの浮き上がりに起因したスケール噛み込み欠陥ではあり、圧延サイクルの増加にともないハイスロール表面に現れる MC 炭化物の微細な突起がスケール破壊を助長することを述べた。

第2章「加熱炉での粒界および内部酸化物生成挙動に関する研究」では、極低炭素鋼の線状欠陥対策に関連して、スケール/地鉄界面での粒界および内部酸化物の侵入深さにおよぼす加熱温度、時間と酸素分圧の影響を調査し、侵入深さにおよぼす加熱条件の影響を定量化した。極低炭素鋼では、Si 量が 0.01 mass% と不純物レベルであるにも関わらず、Fe-Si-O 複合酸化物の侵入による粒界酸化が認められることを説明するとともに、粒界酸化は 1473 K で Fe-Si-O 複合酸化物が溶融するため非常に深くなるが、さらなる酸化温度の上昇と酸化時間の低下、および、酸素分圧の増加により地鉄の焼き減り速度が大きくなることで、浅くなることを明らかにした。また、共焦点型レーザー高温顕微鏡を用いた粒界観察より、粒界酸化は、溶融酸化物がフェライト粒の跡と考えられる擬オーステナイト粒界へ侵入することで生成することを述べるとともに、粒径に相当するおよそ 150 μm 侵入したのちは、地鉄の焼き減りにより消失するというように、侵入と消失を繰り返すことを説明した。一方、内部酸化は、粒界酸化物が侵入した先に生成する深さの評価をおこない、酸化温度の低下により地鉄中への酸素の拡散速度が低下することで侵入深さが小さくなることを明らかにした。さらに、酸化時間の低下と酸素分圧の増加も、地鉄の焼き減り速度を高めることで粒界酸化の消失時間を早め、内部酸化の生成時間を短くすることにより、侵入深さを小さくすることを述べた。欠陥発生を抑制するには、粒界および内部酸化層の合計深さを小さくすることが重要であり、酸素分圧を高くして低温短時間の酸化をおこなうことが有効であることを明らかにするとともに、粒界酸化、および、内部酸化層の深さを、それぞれ酸化温度と時間、酸素分圧のパラメータを用いて定式化することで合計深さの評価式を構築した。

第3章「粗圧延での熱間延性におよぼす Mn および S 量の影響に関する研究」では、Mn 量の少ない鋼の熱間

脆化割れ対策に関連して、粗圧延を模擬した高歪速度での熱間延性におよぼす Mn、S 量と加工、熱履歴の影響を調査し、熱間脆化が生じる臨界条件を定量化した。熱間延性は、オーステナイト低温域で、粒界に微細な硫化物が増加することで、析出物界面におけるマイクロボイドの生成が促進され、連結が助長されるために低下することを明らかにした。また、抽出した析出物の TEM 観察より、硫化物は(Fe,Mn)Sであることを示すとともに、Mn 量の増加で、硫化物が粗大化することを明らかにした。さらに、硫化物のサイズは、拡散速度の遅い Mn の拡散に律速され、Mn 量の増加により、Mn の総拡散距離が長くなることで硫化物が大きくなることを説明した。そして、S 量の減少により、硫化物の析出量が少なくなることで、ボイドの発生が抑制されることや、Mn 量の増加により、硫化物が粗大化し、ボイドの間隔が大きくなり連結が抑制されることで、延性が向上することも明らかにした。また、再加熱温度の低下は、粗大な硫化物の再固溶を抑制し、引張り前の保持時間の増加は、硫化物を粗大化することで、熱間延性は向上することも述べた。さらに、粗圧延での脆化割れの原因である粒界脆性は、絞り比が 40%以下のときに認められることを示した。そして、析出 S 量を Thermo-Calc で評価するとともに、硫化物のサイズを Mn 量と拡散距離の積でパラメータ化することで、熱間延性におよぼす Mn、S 量、および、加工温度と保持時間の影響を定式化し、熱間脆化の臨界条件式を構築した。

第 4 章「仕上圧延でのスケール密着性におよぼす鋼成分と温度の影響に関する研究」では、うろこスケール対策に関連して、スケールの浮き上がりにおよぼす C、Si、Mn、P、S、solAl 量と酸化温度の影響を調査し、スケール浮き上がりが最も促進される温度と浮き上がり時間を明らかにした。また、X 線によるスケール方位とスケール内の応力測定から、スケールは FeO であり、主方位である{100}に対して{111}、{110}の方位が増加することでスケールの剥離力が増大することを説明するとともに、EPMA、SIMS によるスケール/地鉄界面の元素分析より、Si、P がスケール/地鉄界面のスケール側に濃化することを明らかにした。そして、Si は Fe_2SiO_4 の生成によりスケール/地鉄界面の非整合比が小さくなることで密着性を向上させ、P はその酸化物の溶融により密着性を低下させることを述べた。さらに、界面での CO ガス発生も密着性を低下させることを述べた。その上、スケールの浮き上がりは、スケールの結晶方位とスケール/地鉄界面での元素濃化で整理されることを説明した。スケールの浮き上がりが最も促進される温度は、ベースとした低炭素鋼で 1223 K であり、C は促進温度を変えることなく、CO ガス発生によりスケールの浮き上がりを促進する一方、S は促進温度を変えることなく、主方位以外の方位を減少させることでスケールの浮き上がりを抑制することを述べた。さらに、Mn は低温域で主方位以外の方位を増加させることで、P は低温域で界面での P 濃化を促進させることで、促進温度を下げるとともに浮き上がりを促進する一方、Si は低温域では界面での Si 濃化を促進させることで浮き上がりを抑制し、高温域では主方位以外の方位を増加させることで浮き上がりを促進することも明らかにした。また、solAl はスケールの浮き上がりに影響をおよぼさないことも述べた。

第 5 章「本論文の研究成果の実操業への展開」では、本研究成果で得られた知見を、実機での操業条件に反映

し、表面欠陥発生率の低減にまで結びつけた活動の内容を紹介した。加熱炉に起因した極低炭素鋼の線状欠陥対策では、欠陥発生状況の把握と分類のために、表面検査装置やレーザー ICP 分析を活用して問題となる欠陥を絞り込んだことを述べた後に、本研究成果から加熱温度の低減が最も効果的であることを予測し、加熱炉内の熱総括伝達係数からスラブ表面の温度予測式を構築した上で、再び粒界、内部酸化深さを計算し、低温加熱を中心とした対策をおこない欠陥発生率をほぼ半減させた内容を説明した。また、粗圧延での熱間脆化に起因した欠陥対策では、Mn、S 量と熱履歴について脆化の臨界条件から、S 量に対して Mn 量の下限を規制し、欠陥発生をほぼゼロとした内容を説明した。さらに、仕上圧延でのスケール噛み込みに起因したうろこスケール対策では、化学組成の違いによるうろこスケールの発生状況が、スケールの浮き上がり促進傾向に対応し、本研究で求めたスケール浮き上がり開始時間が 10 s 以下の温度域でうろこスケールが発生し易くなることを明らかにした上で、仕上スタンド間の温度履歴を測定し、スケールの浮き上がり促進温度域を回避するようにスタンド間の冷却制御をおこない、欠陥発生をほぼ 1/3 と低減することができた内容を説明した。

第 6 章「総括」では、各章の結論を総括した。

論文審査結果の要旨

本論文は工業製品の素材として広く用いられている薄鋼板の要求レベルが高くなってきている表面性状を左右する表面欠陥の発生原因と、その防止策に関して、基礎的な検討から、実操業への適用までを検討した研究に関するものである。

第1章「緒言」では、薄鋼板の各製造工程に起因して発生する表面欠陥について概説するとともに、熱延に起因した表面欠陥に関する従来研究を説明した。種々の表面欠陥のうち、本論文で検討した欠陥として3種類を取り上げた。1つ目は、表面品質の厳しい自動車用亜鉛めっき鋼板で発生した極低炭素鋼に特有の線状欠陥を、2つ目は、生産性向上のため加熱温度を高めて加熱時間を短くした場合に、とくにMn量の少ない鋼で発生したエッジ割れや表面割れを、3つ目は、コスト低減のため仕上圧延ロールを耐摩耗性に優れたハイスロールに変更した際に問題となったうろこスケールを取り上げた。

第2章では極低炭素鋼の線状欠陥対策に関連して、スケール/地鉄界面での粒界および内部酸化物の侵入深さにおよぼす加熱温度、時間と酸素分圧の影響を調査し、侵入深さにおよぼす加熱条件の影響を定量化した。粒界酸化は、粒径に相当するおよそ150 μm 侵入したのちは、地鉄の焼き減りにより消失するというように、侵入と消失を繰り返すことを初めて明らかにした。一方、内部酸化は、粒界酸化物が侵入した先に生成する深さの評価をおこない、酸化温度の低下により地鉄中への酸素の拡散速度が低下することで侵入深さが小さくなることを明らかにした。さらに、粒界酸化、および、内部酸化層の深さを、それぞれ酸化温度と時間、酸素分圧のパラメータを用いて定式化することで合計深さの評価式を構築した。

第3章「粗圧延での熱間延性におよぼすMnおよびS量の影響に関する研究」では、Mn量の少ない鋼の熱間脆化割れ対策に関連して、粗圧延を模擬した高歪速度での熱間延性におよぼすMn、S量と加工・熱履歴の影響を調査し、熱間脆化が生じる臨界条件を定量化した。熱間延性は、オーステナイト低温域で、粒界に微細な硫化物が増加することで、析出物界面におけるマイクロボイドの生成が促進され、連結が助長されるために低下することを明らかにした。S量の減少により、硫化物の析出量が少なくなることで、ボイドの発生が抑制されることや、Mn量の増加により、硫化物が粗大化することで、ボイドの間隔が大きくなり連結が抑制されること、再加熱温度の低下は、粗大な硫化物の再固溶を抑制することにより、延性が向上することも明らかにした。

第4章「仕上圧延でのスケール密着性におよぼす鋼成分と温度の影響に関する研究」では、うろこスケール対策に関連して、スケールの浮き上がりにおよぼすC、Si、Mn、P、S、sol.Al量と酸化温度の影響を調査し、スケール浮き上がりが最も促進される温度と浮き上がり時間を明らかにした。X線によるスケール方位とスケール内の応力測定から、スケールの浮き上がりは、スケールの結晶方位とスケール/地鉄界面での元素濃化で整理されることを説明した。

第5章「本論文の研究成果の実操業への展開」では、本研究で得られた知見を、実機での操業条件に反映し、表面欠陥発生率の低減にまで結びつけた成果の内容を紹介した。

以上のように、酸化スケール、熱間での析出物の挙動に対する鋼成分、温度の影響を定量的かつ、理論的に分析し、いくつかの新しい知見を明らかにした。本研究は、表面欠陥発生を減少させた実操作的な成果とともに、表面欠陥の形成メカニズムを明らかにするなどの基本的な成果も評価でき、他の材料における欠陥に対する検討への展開も期待できるものであり、工学的に大いに評価できる。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。