

論 文

UDC 669.14-122.4-418 : 620.191.33 : 620.192.43 : 669.779

高靱性熱延コイルのセパレーションの研究*

福田 実**・国重 和俊***・杉沢 精一****

Separations Occurring at the Fracture Surfaces of
Controlled Rolled Hot-Strips

Minoru FUKUDA, Kazutoshi KUNISHIGE, and Seiichi SUGISAWA

Synopsis:

Using a laboratory simulation method for producing coiled-strips and plates, a study has been made on the separations occurring at the fracture surfaces of tensile and Charpy specimens of high strength low alloy steel containing 0.04%Nb and 0.09%V. Main results are summarized as follows:

(1) Even by the same rolling process with a finishing temperature of 780°C, the separations of coiled-strips on Charpy specimens are more remarkable than those of plates. Also, separations occur at the fracture surfaces of tensile specimens for coiled-strips, although they can hardly be observed in case of air-cooled plates.

(2) The plates which are air-cooled to room temperature and then tempered at the temperature similar to that of coiling, show the separations on tensile specimens.

(3) The separations in coiled-strips are accelerated by temper-embrittling elements such as phosphorus or manganese, and are reduced by molybdenum which is known to be the suppressing element for temper-brittleness.

(4) For coiled-strips, the separations are found to closely correlate with the layer of segregation of phosphorus, and the cracks are mainly through the grain boundary of the ferrite.

(5) From these results, it is concluded that the separations of coiled-strips are caused by temper-brittleness during the slow cooling after coiling i.e., phosphorus in a segregated layer moves to ferrite grain and deteriorates the toughness of the boundaries.

1. 緒 言

苛酷な低温靱性が要求されるラインパイプ用鋼材として、制御圧延 (CR) で製造された厚板とホット・コイルがある^{1)~5)}。これらの鋼材のシャルピー破面あるいは引張り破面上に、板面に平行な特異な割れが観察されることがある。この割れは一般にセパレーション (又はデラミネーションあるいはスプリット) と呼ばれ、ラインパイプの破壊特性に関連して、CR の研究に従事する技術者達に大きい関心を呼んでいる^{6)~10)}。

セパレーションの原因として、まず①圧延方向に伸展した大形介在物¹¹⁾と②偏析に基づく異常 (低温変態生成) 組織¹²⁾が考えられるが、厚板のシャルピー破面に見られるセパレーションについては、その大部分がオーステナ

イトとフェライトの二相共存域の低温圧延 (実際的には 800~700°C 間の圧延) により板面に平行に発達した {100} 集合組織 (原因③) に基づくこと⁶⁾が筆者らの一人を含むグループによつて解明された。

しかし、ホット・コイルについては、連続式仕上圧延機の制約により、約 800°C 仕上の CR が実施され、仕上温度が高いため集合組織が弱いにもかかわらず、低温圧延した厚板に匹敵する顕著なセパレーションがシャルピー破面上に見られる。さらにまた通常、厚板ではほとんど観察されない引張り破面上にもセパレーション状の割れが見られること等厚板の場合とは大いに異なり、コイルのセパレーションについては、不明な点が多かつた。

しかしながら、今回筆者らは厚板と比較しながらホット・コイルのセパレーションの原因を解明し、また材質

* 昭和 51 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 52 年 9 月 19 日受付 (Received Sept. 19, 1977)

** 住友金属工業(株)中央技術研究所 工博 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

*** 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Nishinagasu-hondori Amagasaki 660)

**** 住友金属工業(株)鹿島製鉄所 (Kashima Works, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

Table 1. Chemical composition of steels (wt%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Nb	V	Mo	Al	Remarks
low C-low S	0.07	0.29	1.47	0.003 0.054	0.006	0.19	0.30	0.04	0.09	*	0.024	First 50 kg melt (variable ; phosphorus)
low C-high S	0.08	0.28	1.51	0.007 0.024	0.011	0.21	0.31	0.04	0.09	*	0.026	
high C-low S	0.13	0.30	1.46	0.007 0.024	0.005	0.20	0.30	0.05	0.09	*	0.030	
high C-high S	0.14	0.30	1.45	0.011 0.024	0.014	0.21	0.29	0.04	0.09	*	0.032	
low C-low S-Mo	0.07	0.32	1.50	0.009 0.027	0.006	0.21	*	0.04	0.09	0.0 0.51	0.036	Second 100 kg melt (variable ; phosphorus, molybdenum & manganese)
low C-low S-low Mn	0.07	0.33	0.57 & 1.05	0.025	0.008	0.20	*	0.04	0.09	*	0.040	

* indicates "not added"

特性に及ぼすセパレーションの影響をも明らかにしたので本報でそれを報告する。

2. 実験方法

2.1 供試鋼種

高周波試験溶製炉により、大気中鋳込みで Table 1 に示す化学組成を有する 50 kg 鋼塊あるいは 100 kg 鋼塊を 2 回にわけて、溶製した。第 1 回目は C 量、S 量を各 2 水準変化させた 4 系統における P 量の影響を調査したシリーズである。他方第 2 回目では、後述することく、コイルのセパレーションは、P 偏析層内での焼戻し脆性に基づくことがわかったので、これを確認するため、焼戻し脆性の抑制元素である Mo およびその促進元素である Mn の影響を調査したシリーズである。

2.2 加工熱処理条件

コイルと厚板の製造工程を比較した場合、冶金的な見地からは、圧延後の熱履歴が大いに異なる。つまり厚板

では単に空冷されるのに対して、コイルの場合は、ホット・ランアウト・テーブル上にて急冷を受け、その後巻取られて、徐冷される。これを実験的にシミュレートするため、Fig. 1 に示す加工熱履歴を採用した。いずれの場合も、 $1150^{\circ}\text{C} \times 20 \text{ min}$ の均熱処理後、 780°C 仕上の圧延を実施し、仕上板厚を 11 mm とした。

2.3 セパレーションの測定方法

セパレーション発生状況の度合を評価するため、シャルピー破面に関しては、JIS 4 号シャルピー試片を用いて、その破面上で貫通した約 8 mm 長のものを 1 本と数える大略的な測定方法を行なった。他方引張り破面に関しては、Fig. 5 の図中に示すとおり、JIS 5 号試片を用い、破断した試片をつぎ合せて、両面の割れ長さの平均を求めた。

いずれも特にことわらないかぎり圧延方向に試片を採取して調査した。

3. 第 1 回目溶製鋼種を用いた実験結果

3.1 シャルピー特性に及ぼす P 量の影響とセパレーション

Fig. 2 に 0°C のシャルピー吸収エネルギーに及ぼす P 量の影響を示す。厚板では、P 量の影響が少ないが、コイルでは、C 量、S 量の水準にかかわらず同等の傾きで、低 P 化により、大巾な吸収エネルギーの向上が認められる。換言すれば、衝撃延性に及ぼす低 P 化の効果は、低 C 化、低 S 化の効果とは独立であると言える。またここでは、コイルのシャルピー破面は全て 100% 延性破面率を示していた。

この現象をよりよく理解するため、シャルピー試験の

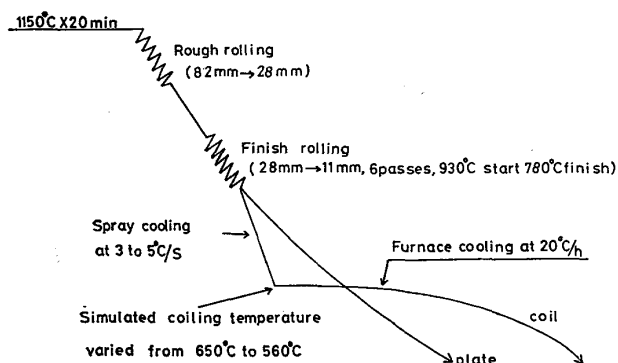


Fig. 1. Laboratory simulation of rolling and heating process of coiled-strip and plate.

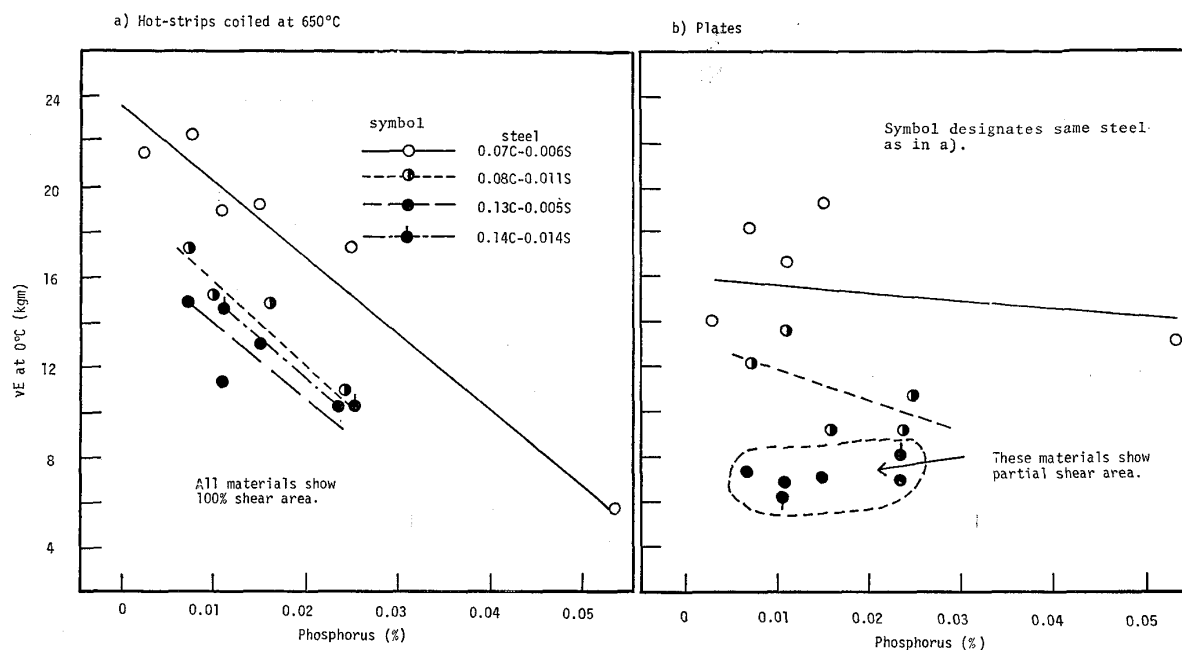


Fig. 2. The effect of phosphorus on Charpy absorbed energy (vE).

各種特性値の温度変化を Fig. 3 に示す。Fig. 3-a), b) から、吸収エネルギー遷移曲線に及ぼす P 量の影響は、厚板では変化が少なく、ホット・コイルでは大きいことがわかる。しかもこのコイルでの P 量の影響は常温から約 -60°C までの間で著しいものである。他方同図に示した通り低 C 化、低 S 化による吸収エネルギーの向上は、 $+100^{\circ}\text{C}$ などの高温域まで認められ、低 P 化による向上とは異質である。

厚板とコイルにおける P 量の影響のこの相違は、Fig. 3-c), d) に示すとおり、破面遷移温度曲線の変化からは説明できない。Fig. 3-e), f) に温度とセパレーションの本数との関係を示す。100% 脆性破面率を呈する約

-100°C の低温試験あるいは、約 $+100^{\circ}\text{C}$ の高温試験では、コイル、厚板ともこの本数はほとんど皆無であるが、 0°C を含む中間温度域で、P 量の増加により特にホット・コイルでの本数が急増しているのが認められる。Photo. 1 にコイルとプレート の 0°C のシャルピー破面に生じたセパレーション発生状況を示す。

同写真の破面状況からも推定されるとおり、セパレーションが顕著なほど、シャルピー破面の絞られ方が少なく吸収エネルギーが低下する。これを確認したのが Fig. 4 である。なお 0.054% P 含有鋼のエネルギーが、直線より大きく下方に位置するのは、数えきれない微細なセ

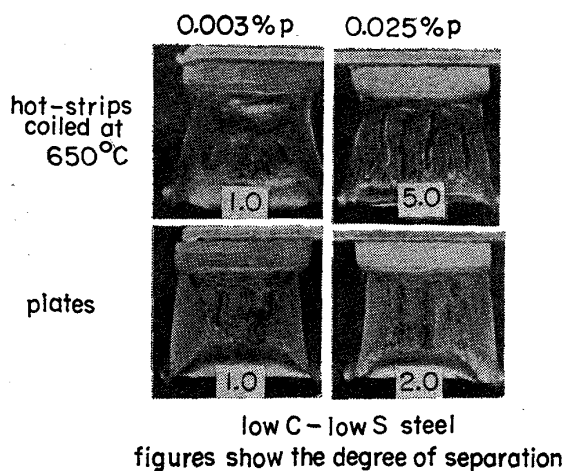


Photo. 1. Appearance of separations on Charpy fracture surface tested at 0°C .

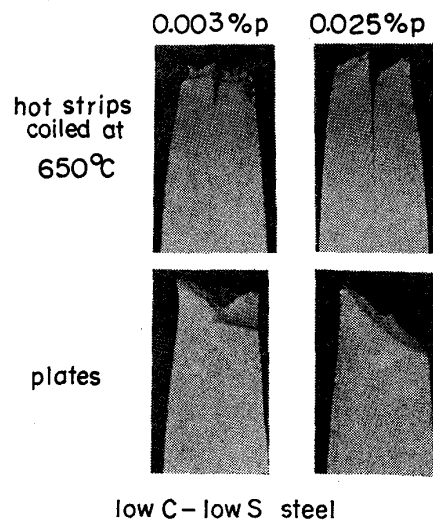


Photo. 2. Appearance of separations which occur in tensile specimens.

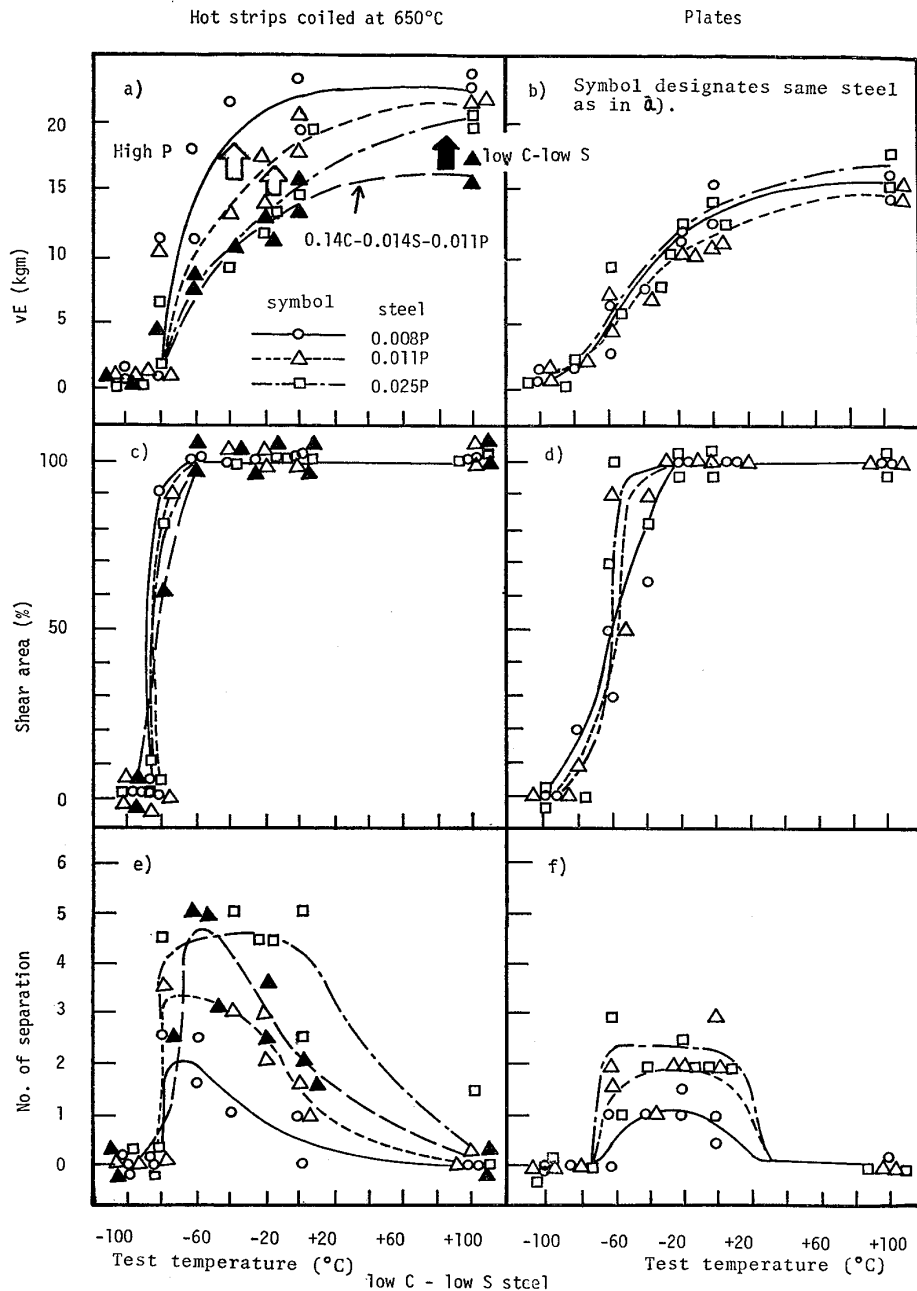


Fig. 3. The effect of phosphorus on Charpy transition curves.

パレーションを多数ともなっていたためである。

以上の結果より、厚板に比して、コイルでは中間温度領域でセパレーションが顕著であり、さらにPの増量によりセパレーションの本数が増加し、これが原因で、吸収エネルギー遷移曲線に大きい影響を与えることが判明した。

3.2 引張り破面のセパレーションに及ぼすP量の影響

Fig. 5に引張り破片においてセパレーションの長さを測定した結果を示す。厚板では高P含有鋼でもこの割れは全く認められないが、ホット・コイルではこの割れがあり、しかもPの増量とともに極めて顕著となる。また

この割れ長さは、低C化、低S化によりむしろ大きくなることが注目される。この割れの特徴は、Photo. 2からもわかるように、ほぼ厚板中心位置にて板面に平行となっている。

4. 第2回目溶製鋼種を用いた実験結果

Fig. 6にコイルのシャルピーおよび引張り破片におけるセパレーションに及ぼすMo量の影響を示す。Mo量の増加によりセパレーションが著しく減少する。特に引張り破片に関しては、Fig. 6-b)に示す通り、P含有量が少ないとこの割れ長さが零になる限界のMo量が少

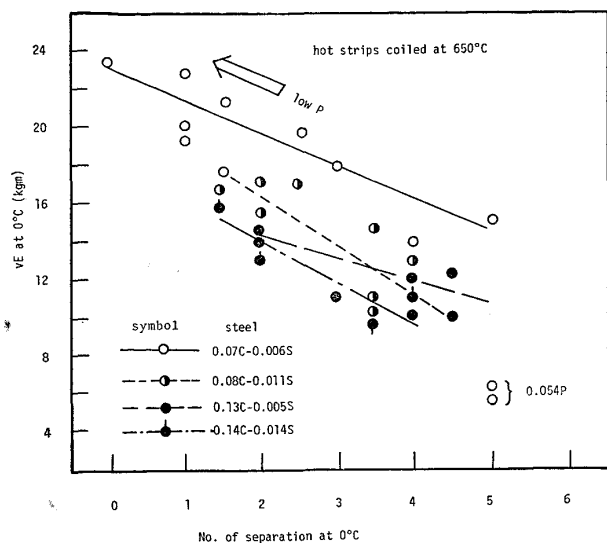


Fig. 4. The relationship between the number of separations and the Charpy absorbed energy at 0°C.

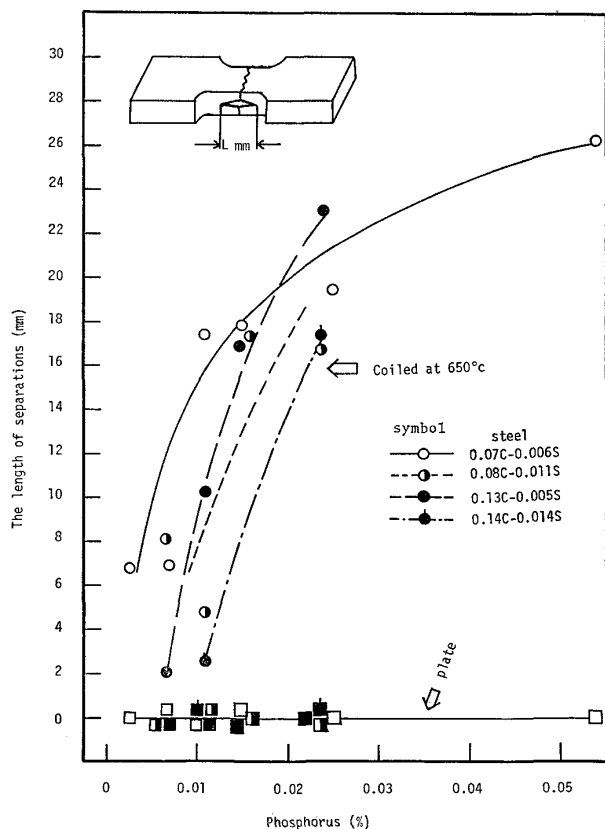


Fig. 5. The effect of phosphorus on the degree of separation occurring in tensile specimens.

なくてよい。実験データは少ないが、この結果から Mo 量/P 量 ≥ 10 にてこの割れが零になると見なされる。

また Mn 量を低下させると、コイルの引張り破片のセパレーションが著しく減少した。低 Mn 鋼である 1.05% Mn 鋼, 0.57% Mn 鋼では, Mo を添加しなくてもホ

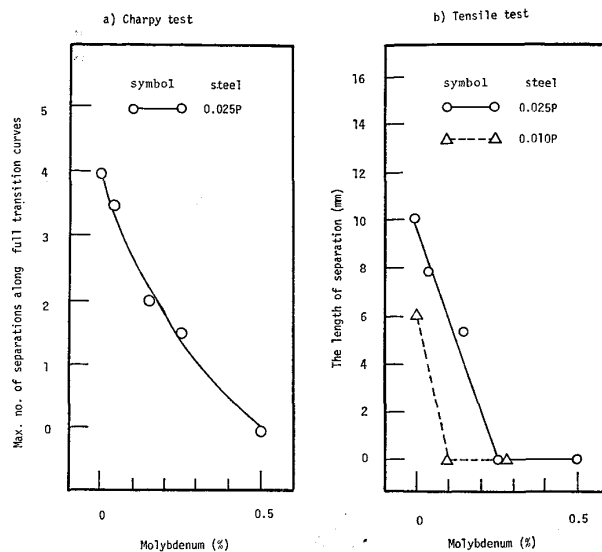


Fig. 6. The effect of molybdenum on the degree of separations occurring in Charpy and tensile specimens.

ット・コイルでのこの割れが認められなかった。

5. 考 察

5.1 セパレーションの発生形態

セパレーションつまり板面に平行な割れが生じるためには、その面ははく離しやすいと同時に、板面方向の応力が必要である。引張り試験の場合、局部収縮が始まると、この形状と対応して、板厚方向に応力が発生することが知られており丸棒試片に関しては、BRIDGMAN らの式¹³⁾がある。この式は、板厚方向の応力は、板厚中心位置で最も大きく、また局部収縮が大きいほどこの応力は大きくなることを示している。

以上の理由で、Photo. 2 に示すように、ほぼ板厚中心位置で割れを生じ、また鋼種別には、局部延性の優れた低 C 化、低 S 化の清浄鋼にて、顕著な割れを生じたと見なされる。試片の方向に関しても、局部延性の優れた圧延方向の方が圧延方向に対して直角方向より、この割れが顕著であることを筆者らは確認している。

シャルピー破面のセパレーションは、引張り破片の割れと様相が相当異なるが、山口ら⁸⁾は、この場合でも、最大荷重を過ぎた破断寸前にて、セパレーションが発生することを見出している。

引張り破片では、通常 1 本しかセパレーションが見られないのに対して、シャルピー破片で多数同時に見られるのは、試験時の歪速度が大きいと、板厚方向の靱性劣化の影響が大きく、より小さい三軸応力でも破壊する

上に1つのセパレーション発生に伴う応力緩和が他の部分の発生を防止するのに間に合わないからと推定される。

5.2 セパレーションと材質特性の関係

シャルピー破面上にセパレーションが生じると、同一の延性破面率であっても、吸収エネルギーが低下することは、進行する割れの先端の塑性領域が多層に分割されて減少することにより説明される⁷⁾。この理由で、Fig. 2-a) に示すとおり低C化、低S化による第2相の粒子の減少に基づくシャルピー吸収エネルギー向上効果¹⁴⁾とコイルの場合の低P化によるシャルピー吸収エネルギー向上効果は異質のものであることがわかる。

他方Pの増量にて、セパレーションが顕在化する時の破面遷移温度への影響は複雑である。というのは、セパレーションが生じると割れの先端の三軸応力が減少し、遷移温度は低下するはずであり、事実厚板ではそうなることが多数報告されている⁷⁾。しかしコイルの場合、後述するとき粒界脆化に基づく遷移温度の上昇が面内方向にも影響を及ぼす。Fig. 3-c) でP量の増加で、遷移温度が変化しなかつたのは、この両者の影響が相殺されたためと思われる。

5.3 引張り破片におけるセパレーション発生条件

厚板では、0.054%の高P含有鋼でさえ観察されなかつた引張り破片におけるセパレーションがコイルにて生じたことより、この点を重視し、コイルのセパレーション割れの発生条件を更に詳しく把握するために、圧延条件はFig. 1と同一であるが、圧延後の熱履歴を大きく変化させる追試験を行なつた。供試鋼種として、Table 1の low C-low S-0.025% P 鋼を用いた。その結果、Photo. 3 の例に示すとおり、コイルのこの割れは、200°Cより高温領域における巻取後の徐冷が原因である

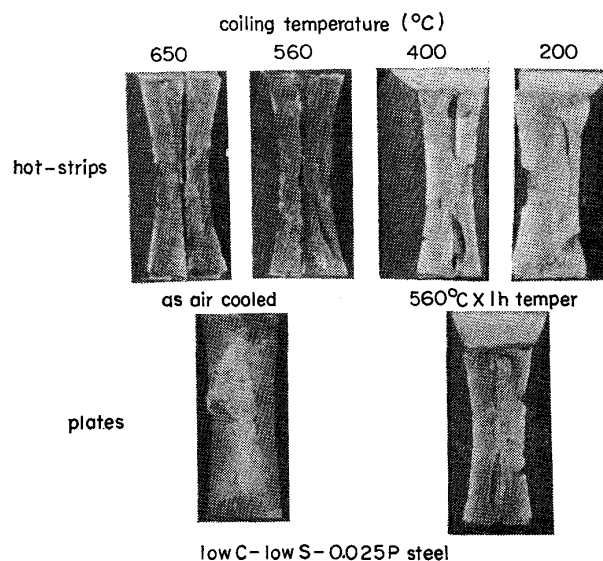
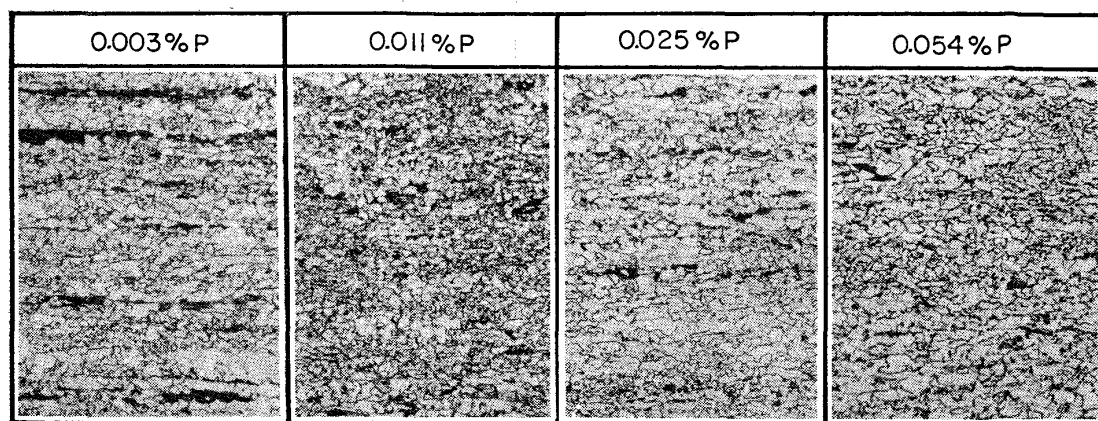


Photo. 3. The effect of various thermal conditions for coiled-strips and plates on separations in tensile specimens.

こと、圧延後空冷する厚板でも、コイルの巻取温度と同じ温度にて焼戻し処理を行なうと、わずかであるがセパレーションが発生することを認めた。

5.4 ホット・コイルのセパレーションの原因

コイルでのセパレーションがP量の増加で顕著になつたので、先ずコイルのマイクロ試料にナイトル腐食を施し、フェライト・パーライト組織に及ぼすP量の影響を調査した。Photo. 4に結果を示す。P量の増加により、異常組織が認められるということはなかつた。またPによりパーライトが带状構造を生じる¹⁵⁾といわれるが、本実験結果はこの傾向も示さなかつた。つまりP量の増加によるセパレーションの顕在化はマイクロ組織の変化からは説明できない。



low C-low S steel, hot-strips coiled at 650°C

Photo. 4. Microstructures of hot-strips with various amount of phosphorus (etched by 2% nital reagent).

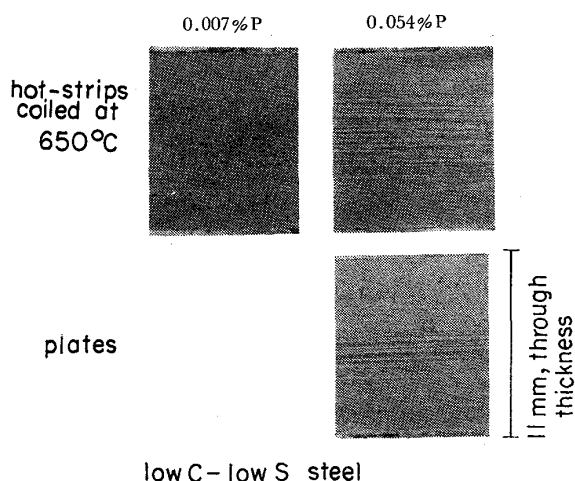


Photo. 5. Banded-structure etched by Oberhoffer reagent.

次に P の偏析層の状態を調査する目的で、前述と同一ミクロ試料に、Oberhoffer 腐食¹⁶⁾を施した。Photo. 5 は、P 量の増加で偏析層が明確化してくることを示す。ここで、白い帯状組織部に P が濃厚に偏析していることまた 1 本の偏析層の巾は約 50μ であることを EPMA 線分析にて、確認した。これらの結果から P の含有量とセパレーションとの関係が強く示唆されるが、同写真だけでは、コイルも厚板も同じ偏析状態を示し、コイルでなぜセパレーションが顕著であるかは、説明できない。

そこで、コイルで発生したセパレーションの個所を直接調査するため、low C-low S-0.054 P 鋼のシャルピー破片および引張り破片を切断し、介在物、P の偏析層とセパレーションとの対応関係を観察した。その結果は、供試鋼の S 量が低いため介在物の量も極少で、介在物に起因する割れではなく、P の偏析層内で割れていることが認められた。その割れの先端を光顕あるいは電顕により、観察した結果を Photo. 6, 7 に示す。フェライト粒界で優先的に割れ、しかもセパレーション先端周辺におけるフェライト粒はほとんど塑性変形を受けておらず、ボイドの形成を伴う延性破壊機構¹¹⁾とは全く異なる。これは、コイルの場合、高 P 含有鋼では非常にフェライト粒界が脆化することを暗示している。なお、この場合でも、厳密に言えば、試験時の歪速度の差に基づき、シャルピー試片と引張り試片では、その割れの機構が異なるつまり Photo. 6, 7 からわかるとおり、前者では、割れの発生が粒界であり、後者では、割れの発生、伝播とも粒界に沿っている。

以上の粒界割れの観察また Mo 量/P 量の増加によりセパレーションが減少したことさらに 200°C 以上の徐冷履歴によりセパレーションが生じることなどの事実

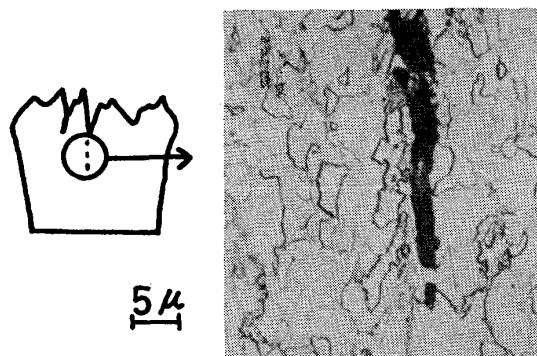


Photo. 6. Optical micrograph around the top of separation cracks occurring in Charpy specimen of low C-low S-0.054 P steel coiled at 560°C .

より、ホット・コイルのセパレーションは P の偏析層の焼戻し脆性に基づくものではないかと判断される。

厚板とコイルでは、Oberhoffer 腐食液により見られるかなり巨視的な意味での P の偏析層に関しては、相違が認められないが、偏析層内に含まれるフェライト粒の粒界への P の微視的な意味での移動に差があることは十分に考えられる。つまりコイルでは、約 50μ の偏析層の巾に含まれる約 10μ の平均直径を有するフェライト粒の粒界に巻取り後の徐冷により P の濃厚偏析が生じて、粒界が脆化したものと判断される。厚板と比較して、コイルのセパレーションの発生機構を Fig. 7 に模式的に示す。

なお一般的には、焼戻し脆性が観察される事例は、焼入れ焼戻し材で、旧オーステナイト粒界への P の偏析が原因とされている¹⁸⁾が、フェライトの粒界も旧オーステナイトの粒界と同じく結晶構造上不規則な部分であり、

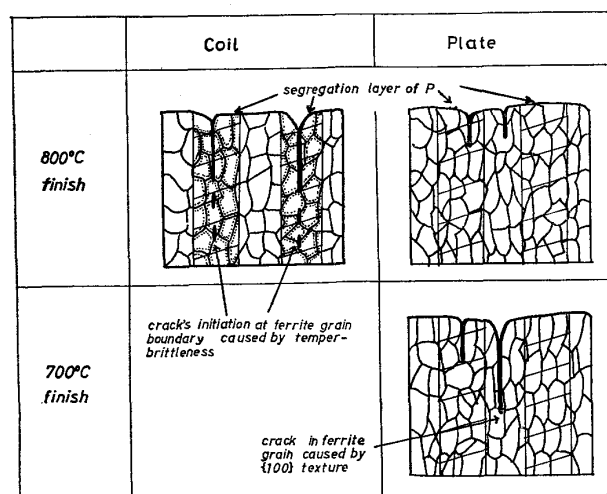


Fig. 7. Schematic interpretation on the mechanism of separation which occurs in Charpy specimens of coiled-strips and plates.

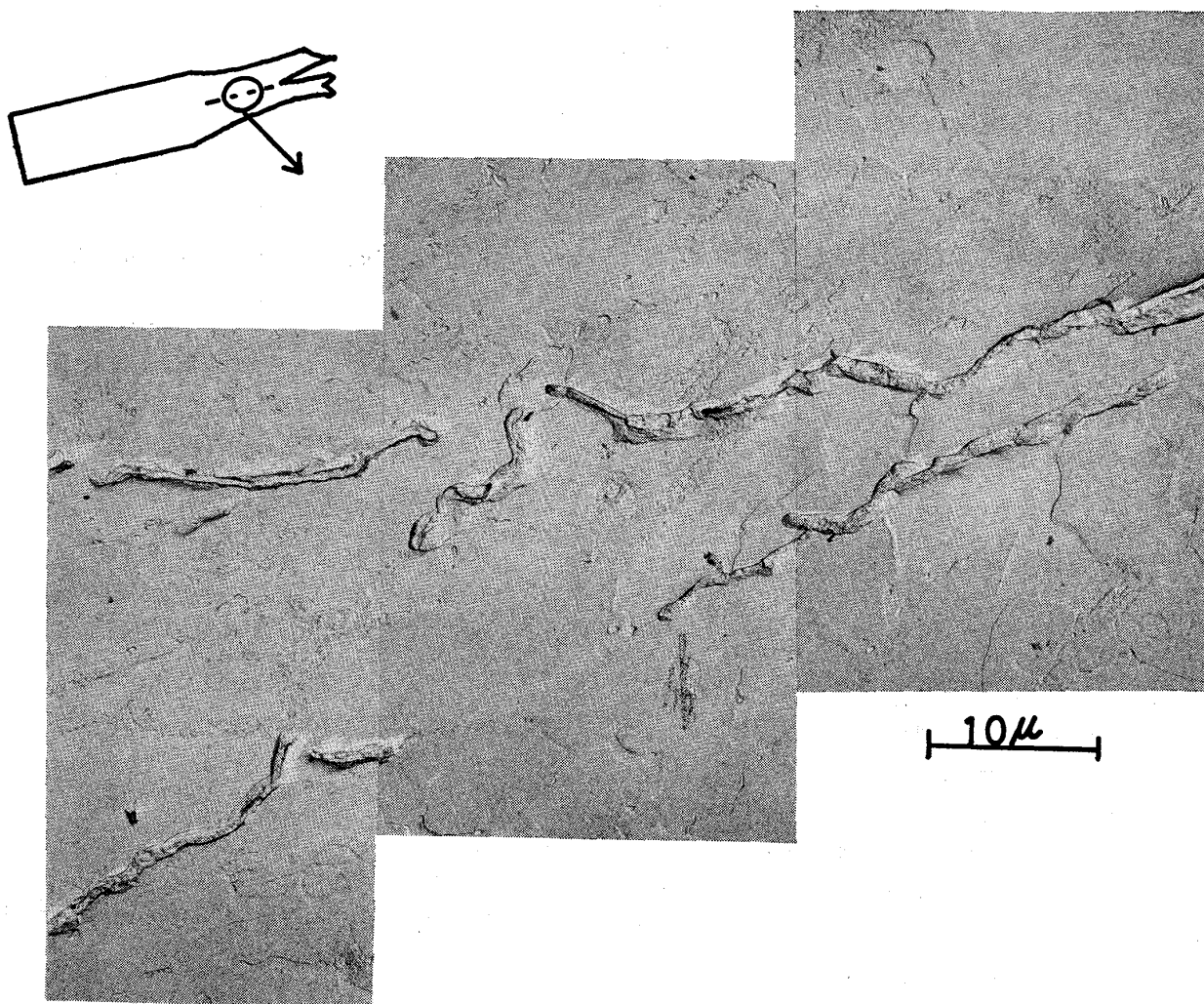


Photo. 7. Electron micrograph around the top of separation cracks in tensile specimen of low C-low S-0.054 P steel coiled at 560°C.

Pの濃厚偏析が焼戻し温度で生じることは充分考えられる。

5.5 セパレーション発生分類

セパレーションが一般に観察される事例は、冒頭で述べたごとく、シャルピー破面上と引張り破面上である。シャルピーと引張りでは、割れの様相が異なるように、両者は全く同一には論ぜられない。この理由は主に試験時の歪速度の相違に基づくと考えられる。換言すると、シャルピー試験では、歪速度が大きいので、板厚方向の靱性劣化が顕著にあらわれ、他方引張り試験では、歪速度が小さく靱性劣化が軽度であるため板厚方向の延性劣化としてあらわれるためであると思われる。それ故セパレーションの発生原因が異なれば、それら両者に及ぼす影響も違つて当然である。Table 2に、P偏析層の焼戻し脆性をも含め従来から知られている発生のおののセパレーションに及ぼす影響を分類した結果を示す。

6. 結 言

ホット・コイルと厚板の製造工程を比較した場合、冶金的な見地からは、圧延後の熱履歴が大いに異なる。この点に着目し、NbとVの両者を含有する低合金高張力鋼を対象に、実験室的なシミュレーション圧延を行ない、厚板と比較しながら、コイルのシャルピー破面および引張り破面に観察されるセパレーションの原因と材質特性に及ぼす影響を明らかにした。

得られた主要な結果は次のとおりである。

(1) 同一の 780°C 仕上圧延でも、圧延後空冷した厚板に比較して、巻取後の徐冷過程を有するコイルでは、シャルピー破面上のセパレーションが顕著であり、それに加えて、通常プレートでは、全く観察されない引張り破片にも顕著なセパレーションが認められた。

Table 2. Classification of mechanisms of separations.

mechanism	example	Specimen	Charpy	tensile
{100} texture ⁶⁾		plate finish rolled at two phases region	strong effect	no effect
temper-brittleness		hot coils	strong effect	strong effect
anomalous structure ¹²⁾		center segregation	some effect	some effect
elongated inclusion ¹¹⁾		unclean steel	some effect	some effect

(2) 空冷したプレートでも、巻取温度と同温度まで再加熱する焼戻し処理を行なうと、若干ではあるが引張り破片にもセパレーションが発生してくる。

(3) コイルのセパレーションは、焼戻し脆性促進元素である P, Mn の増量で顕著となり、焼戻し脆性抑制元素である Mo の増量と共に著しく減少する。

(4) セパレーションとの関連で、コイルのシャルピー吸収エネルギー遷移曲線に及ぼす P の悪影響は大きい。つまりセパレーション発生温度域（本実験では常温以下約-60°C まで）にて、P の増量によりセパレーションが多発して、そのため吸収エネルギーが著しく低下する。この現象は C, S などシュルフ・エネルギーに及ぼす原因および影響とは全く異なる。

(5) コイルで発生したセパレーションの原因を調査するために、介在物、ナイトル腐食液によるミクロ組織および Oberhoffer 腐食液による P の偏析を調べた。その結果、セパレーションは P の偏析層と対応がよいことが判明した。また光顕、電顕により微視的にセパレーションを調査したところ、優先的にフェライトの粒界割れが認められた。

(6) 以上により、コイルのセパレーションは、P の偏析層内に含まれるフェライト粒の粒界への、巻取後の徐冷中に生じた P の微視的な移動に基づく焼戻し脆性に起因すると判断された。

終りに、本論文の発表を許可された住友金属工業(株)取締役中央技術研究所長小田尚輝博士に深く感謝致します。また本研究を遂行するにあたって、激励を賜った本研究所次長行俊照夫博士および有益な助言をいただいた主任研究員大谷泰夫博士ならびに鹿島製鉄所技術管理室長野崎徳彦氏に厚く御礼申し上げます。また強力に実

験を推進して下さった小南幸一氏に深謝します。

文 献

- 1) K. J. IRVINE: 'Strong Tensile Structural Steel' Proceeding of Joint Conf. Organized by BISRA and ISS, April (1967), p. 1
- 2) 福田 実, 橋本 保, 国重和俊: 鉄と鋼, 58 (1972) 13, p. 1832
- 3) 前川静弥, 宮野樺太男, 島崎正英: 鉄と鋼, 58 (1972) 13, p. 1861
- 4) 関根 寛, 丸山忠克: 製鉄研究, 289 (1976), p. 43
- 5) 西田 稔, 加藤俊之, 大橋延夫, 森 耐介: 鉄と鋼, 63 (1977) 7, p. 1116
- 6) 三好栄次, 寺崎富久長, 福田 実, 金子輝雄: 鉄と鋼, 60 (1974) 4, S 219
- 7) E. MIYOSHI, M. FUKUDA, H. IWANAGA, and T. OKAZAWA: 'Conference on crack propagation in pipe lines', UK Institute of Gas Eng. (1974)
- 8) 山口哲夫, 平 忠明, 平林清照, 松本重康: 日本鋼管技報, 66 (1975), p. 9
- 9) D. S. DABKOWSKI, P. J. KONKOL, and M. F. BALDY: Metals Engineering Quarterly, February (1976), p. 22
- 10) E. HORNBÖGEN und K. BECKMANN: Arch. Eisenhüttenw., 47 (1976) 9, p. 553
- 11) I. KOZASU and H. KUBOTA: Trans. ISI, 11 (1971) 5, p. 321
- 12) 白岩俊男, 藤野允克, 山中和夫, 原田武男: 鉄と鋼, 62 (1976) 4, S 84
- 13) たとえば B. JAOUOL (諸住正太郎, 舟久保熙康共訳): 金属の塑性, (1964), p. 152 [丸善]
- 14) 福田 実, 橋本 保, 北川善康: 住友金属, 27 (1975) 1, p. 55
- 15) たとえば 宮川大海: 基礎鉄鋼材料学, (1976), p. 10 [朝倉]
- 16) R. BUHR and WEINBERG: JISI, 205 (1967), p. 1161
- 17) 寺崎富久長: 塑性と加工, 13 (1972) 133, p. 139
- 18) D. MCLEAN and L. NORTHCOTT: JISI, 158 (1948) p. 169