

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 24 日現在

機関番号：33302

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560895

研究課題名(和文) 熱間圧延加工中の酸化スケールの変形挙動可視化と動的挙動解析による有効利用法の研究

研究課題名(英文) Effective utilization method of oxide scale during hot rolling process by deformation behavior visualization and dynamic behaviour analysis

研究代表者

瀬川 明夫 (Segawa, Akio)

金沢工業大学・工学部・准教授

研究者番号：10298325

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：熱間圧延工程における酸化スケールの変形挙動は不明な点がある。そこで、真空圧延機を用いた直接観察法であるScale Transfer法を用いて、酸化スケールが圧延に及ぼす影響を解明することを目的とする。生成する酸化スケール厚の定量化に向け、必要な酸素量と生成する酸化スケール厚の関係について検討した結果、校正曲線の作成とともに、生成する酸化スケール厚算出式が導出できた。また、鋼板と酸化スケールの変形特性について先進率測定、酸化スケールの表面観察や断面観察などから鋼板と酸化スケールの展伸状態の違いを検討した結果、酸化スケール厚が厚く、高圧下率時には鋼板の表面性状の悪化が見られることがわかった。

研究成果の概要(英文)：There is unclear point on the deformation behavior of oxide scale in the hot rolling process. Then, it is made that the effect of the oxide scale on the rolling is clarified to be a purpose using Scale Transfer method which is the observation method using vacuum hot rolling mill directly. For the quantification of forming oxide scale thickness, forming oxide scale thickness formula for computation was able to be deduced with the preparation of the calibration curve as a result of examining the relation of oxide scale thickness which was created with the necessary oxygen content. And, as a result of forward slip measurements, surface observation of oxide scale and cross-sectional observation examining the difference of extension condition between steel plate and oxide scale, in case of thick oxide scale thickness and the high pressure, there was the deterioration of the surface quality of steel plate.

研究分野：塑性加工

キーワード：熱間圧延 酸化スケール 変形挙動 先進率 スケール厚

1. 研究開始当初の背景

酸化スケールを対象とした研究としては、岡田（例えば、引用文献①）、串田ら（例えば、引用文献②）による剥離挙動の推定、KRZYŻANOWSKI ら（例えば、引用文献③）による数値解析での圧延中の酸化スケールの状態を推定などがあるが、特に圧延前の2次スケールの状態に関して、状態はそれぞれ異なり、実験後のスケールの保持が困難とされる。

本研究で用いる Scale Transfer 法は、加熱温度が実機操業温度を維持できることに加え、真空雰囲気化での反応であり、スケールの生成から外乱を排除し、圧延前後でスケールに状態を保持できる点が優位である。

本研究の成果は、鉄鋼材料生産の上工程である熱間圧延に歩留向上と高品質化の指針を与えるものであり、広義でとらえるならば、生産ラインの効率化によるエネルギー削減による地球環境改善にも寄与できると考えている。

2. 研究の目的

鉄鋼の熱間圧延工程では、鋼板表面に生成される酸化スケールが仕上表面に巻き込まれることで生じる疵が原因の表面性状悪化による歩留低下が大きな問題である。熱間圧延での酸化スケールの変形・剥離挙動は、大気中では再酸化によって所望の酸化スケールの再現が困難であり、特に加工中の酸化スケールの変形・剥離挙動について未解明な点が非常に多い。本研究では熱間圧延中に生成される酸化スケールをモデル化し、圧延中の酸化スケールの変形・剥離挙動を可視化するため独自に発案した真空圧延機を利用した Scale Transfer 法により、生成されるスケール組成および厚みの表面性状への影響を明解にするとともに、潤滑膜としての有効性も検証する。

3. 研究の方法

(1) Scale Transfer 法により生成される酸化スケールと Fe₂O₃（ヘマタイト）質量変化の定量評価

本研究で対象の酸化スケールは2次スケールである。これは、FeO（ウスタイト）単層の非常に薄いスケールである点が特徴的である。

Scale Transfer 法は、真空圧延機（図1参照）の真空炉内に配置されたヘマタイトから解離した酸素分子によって新たな酸化スケールを母材側（図2参照）に生成させる方法である。所定の真空度、加熱温度である限り、反応は不可逆的なものである。従来は、黒皮材を酸素供給源としていたが、ヘマタイトの量が定量的ではなく、実験条件によっては、スケールの厚みのばらつきが大きい場合があった。このため、酸素供給源としてヘマタイト粉末を固めたビレットを用いて、ビレットの質量減少量と、生成されるスケール厚み

の相関を求め、校正曲線を作成する。また数式化も行い、必要なヘマタイト量を迅速に決定できるようにする。

目標とするスケール厚は、これまでの実績も含め、1μm～30μmの範囲とし、2次スケールの厚みから範囲を広げ、本手法の適用範囲の拡大を図る。表1に実験条件を示す。



図1 真空圧延機外観

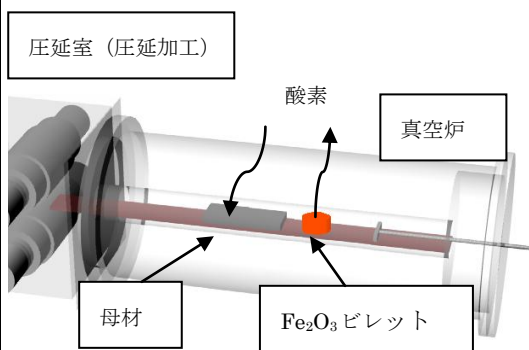


図2 Scale Transfer 法の原理

表1 酸化スケール厚定量実験条件

試料 No.	1	2	3	4	5	6	7
材料	SPHC						
試料寸法	6 _t × 50 _w × 200 _l						
初期スケール厚 /μm	0						
Fe ₂ O ₃ ビレット量 /g	0	1	2	3			
真空度 /Pa	0.133						
加熱温度 /K	1273						
加熱時間 /h	1.5						
保持時間 /h	0.5						

(2)しきい値同定に向けた先進率測定による動的変形挙動評価

これまでの成果で、薄いスケールと厚いスケールで圧延中の変形挙動が異なることがわかってきた。厚いスケールの場合、圧下の影響を受け易く変形量も大きくなり、結果、鋼材表面に与える影響も大きくなる。一方、薄いスケールの場合、圧下がスケール-鋼板界面にまで及ぶため、スケールそのものへの影響は小さいことが推察される。これは、鋼材表面に与える影響の大小と密接な関連があり、スケールの潤滑膜としての利用の可否を探索したい。これを有効利用のための“しきい値”として明確化する。

真空圧延機での先進率測定に向けた実験遂行のため、現有のロールを用いてロール表面に凹状ディンプルを成形した先進率測定用ロール（図3参照）を製作し、加工中に被加工材表面に転写された圧痕間隔より先進率を算出する。



図3 先進率測定用ロール外観

先進率は、ロール回転周速に対して、加工後半で被加工材の速度がロール回転周速を上回る程度を表した指標であり、動的変形挙動解明に向けて指針を与えるものである。

表2に先進率測定実験条件を示す。

表2 先進率測定条件

試料 No.	1	2	3	4
初期スケール厚 /μm	0	0	21.5	21.5
加熱温度 /K	1273			
加熱時間 /h	2.0			
圧下率 /%	20	40	20	40
圧延速度 /m・min ⁻¹	1.4			

なお、本実験は真空圧延機を用いた実験の予備的実験の意味もあり、スケール生成量は

これまでの実験に比較して厚くなっている。

4. 研究成果

(1) Scale Transfer 法により生成される酸化スケールとヘマタイト質量変化の定量評価

①理論酸化スケール厚の推定

ヘマタイトビレットから生成される理論酸化スケール厚は化学反応式およびmol質量計算を基に計算を行う。(1)式より生成される酸化スケール厚を求める。

$$t_{\text{scale}} = \frac{1}{\rho S} \cdot \frac{m_{\text{FeO}}}{m_{\text{Fe}_2\text{O}_3}} \cdot w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} \quad (1)$$

ここで、

t_{scale} : 酸化スケール厚 /cm,

ρ : ウスタイトの密度 /g・cm⁻³

S : 鋼板面積 /cm²,

$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$: ビレット質量 /g

m_{FeO} : ウスタイトの mol 比 /-

$m_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$: ヘマタイトの mol 比 /-

である。

②校正曲線の導出

図4に各ヘマタイトビレット質量における断面観察写真を示す。ここで断面観察箇所は、圧延ロール側を前方、加熱炉入口側を後方とし、鋼板全体に酸化スケールが生成されているかを観察、比較する。図5にヘマタイトから放出された酸素量と酸化スケール厚の関係を表す校正曲線を示す。

図4よりヘマタイトビレットの量を増やすことで酸化スケールの生成を確認できた。1gで酸化スケールが生成されなかったのは、酸化スケールが薄く、母材界面との密着度が低くスケールがはがれ落ちたことなどが考えられる。2g以上のときに酸化スケールの生成を確認できた。これは、ヘマタイトビレットから放出される酸素量が多くなったことで、安定的な酸化スケールの生成が起こったためと考えられる。そのため、Scale Transfer法では酸素量が0.04g以下では酸化スケールの生成が難しい。また、図5より酸化スケールの生成量は測定箇所により差はあるものの、放出量が前方では0.03g付近から、後方では0.04g付近から前方後方ともにヘマタイトビレットの量に比例して酸化スケールが厚くなっていることがわかる。放出量が少ないときに酸化スケールが付着しなかった原因としては酸化スケールが生成するために十分な量の酸素量が真空加熱炉内に存在しなかったことやヒーターとの位置関係により設定加熱温度より低い温度での反応となっていたことが考えられる。

また、酸素放出量が0.08gまでは酸化スケールは試験片の後方の方が厚く生成している。これは、後方は酸素供給源からの距離が近いいため安定的な酸化スケールの生成にな

ったと考えられる。さらに、0.08g を超えた部分で前方部分の方が厚くなっていることがわかる。このときに真空加熱炉内が酸素で満たされた状態となり、前方の酸化スケール厚が厚くなったと考えられる。

図 4 断面観察結果

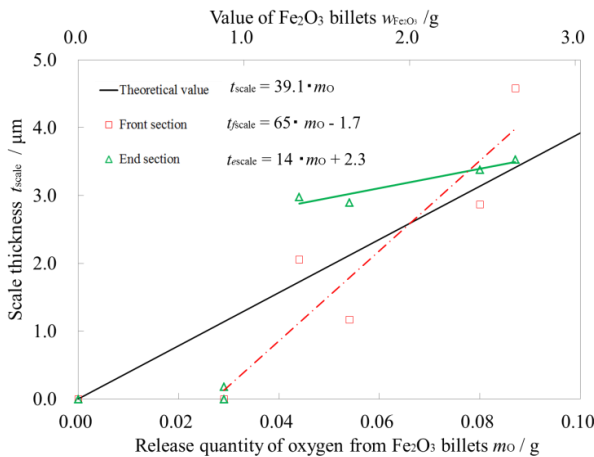
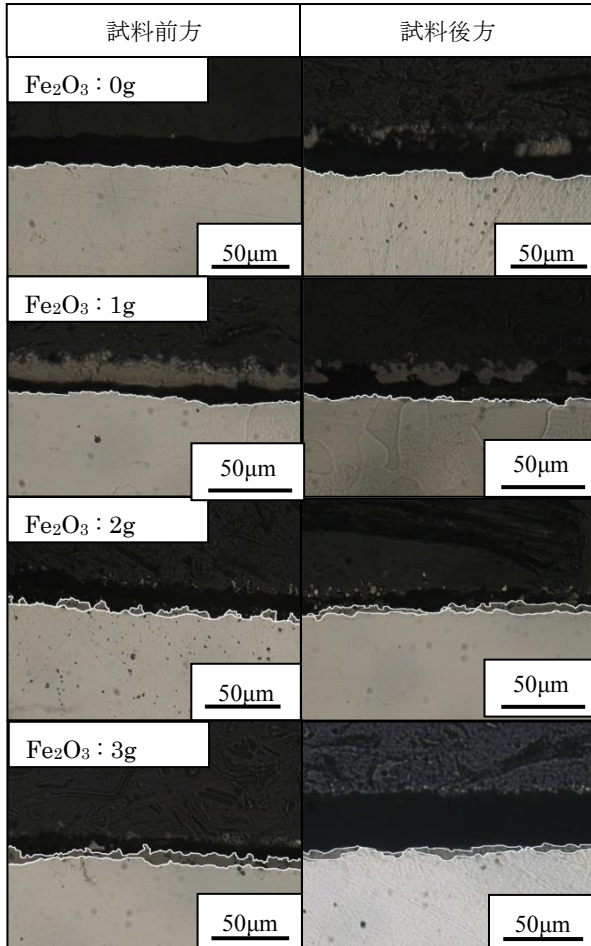


図 5 生成する酸化スケール厚の校正曲線

図 5 中に示した数式は、酸化スケールが安定生成した部分で酸化スケール厚 t_{scale} とヘマタイトビレットから放出された酸素量 m_o

の関係から、前方、後方共に近似線を取った結果式である。これより、Scale Transfer 法で再現可能な保証酸化スケール厚さを求めることができるようになった。また、保証スケール厚とした酸化スケール厚は実際の熱間仕上圧延工程で生成される酸化スケール厚と同等な厚みになっていることから、ヘマタイトビレットを用いた酸化スケールの再現方法は有効な方法だといえる。

しかしながら、スケール厚の厚い領域 ($8 \mu m$ 以上) での再現性には、実験データのばらつきによる不十分な点があり、更にヘマタイトの分量を調整するとともに、検討を進める。また、ヘマタイトからの放出酸素量での定量化は、ヘマタイト質量換算に相当すると思われるが、生成される酸化スケールの厚みのみの指標となっており、本来鋼板全面での生成酸化スケール体積より、上面、下面、側面のそれぞれの厚みを推定することが精度向上に繋がると思われる。よって、生成する酸化スケール体積からスケール厚みを想定することの検討も必要であろう。

(2)しきい値同定に向けた先進率測定による動的変形挙動評価

先進率 f の定義式を(2)式に示す。

$$f = \frac{l - l_0}{l_0} [\times 100] \quad (2)$$

ここで、

f : 先進率 /%

l : 圧延後の圧痕距離 /mm

l_0 : 基準圧痕距離 /mm

である。

図 6、図 7 にそれぞれ、圧下率 20%、40% での先進率測定結果を示す。

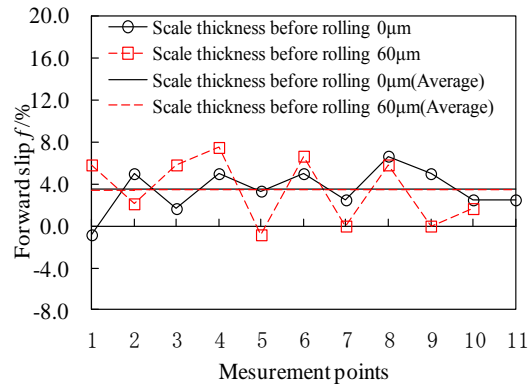


図 6 圧下率 20% (低圧下) における先進率測定結果

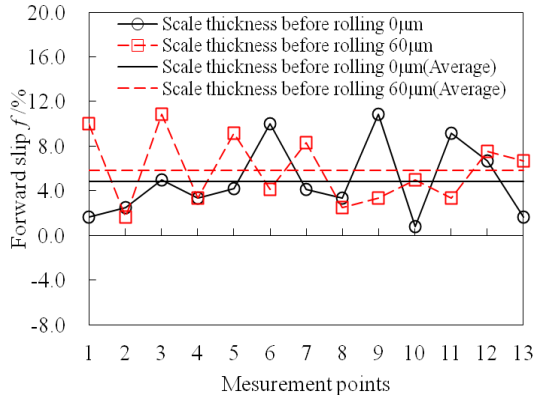


図7 圧下率40%（高圧下）における先進率測定結果

これらより、圧下率が低い場合（20%）では先進率は酸化スケールの厚さに関わらず、同様な値となり、圧下率が高い場合（40%）には、スケール厚が厚いほど先進率も高くなることわかる。このことから、酸化スケールと母材の展伸が異なることわかる。また、酸化スケール厚が同じ場合、圧下率が高くなるほど先進率が大きくなることもわかる。さらに各試料において先進率に低い部分と高い部分とばらつきがあることがわかる。

酸化スケール厚が $0\mu\text{m}$ の鋼板を圧延した場合、鋼板の伸びは圧下の影響に依存する。酸化スケール厚 $60\mu\text{m}$ の鋼板では、酸化スケールの展伸性が鋼板よりも良いとされているが、圧下率20%のときに先進率が同様な値になっている。これは、酸化スケールが鋼板と同等に展伸したことが考えられる。酸化スケールはある程度の展伸性を有しており、圧下率20%のときには酸化スケールが均一に変形したことが先進率に表れたと考えられる。

一方で、圧下率が40%のときは、酸化スケールの先進率が鋼板表面を上回る結果となった。これは、鋼板表面より酸化スケールの変形が大きいことを示しており、鋼板表面と酸化スケール界面ではく離が生じることを示唆している。よって、はく離した脆弱な酸化スケールは、圧下の影響により破碎されるが、再び塊状になり鋼板表面へ押し込まれ、疵となる。

以上より、酸化スケールの動的な変形挙動は、先進率測定によって、鋼板そのものと変形度合が異なることが明らかとなった。

<引用文献>

- ① 岡田 光,
熱間圧延におけるスケールの挙動, 塑性と加工, Vol.44, No.505, (2003), pp.94-99.
- ② 串田 仁, 前田恭志,
スケールの高温密着性評価手法,
材料とプロセス, Vol.19, No.2, (2006),

p.398.

- ③ Mical KRZYZANOWSKI,
Modelling the behaviour of oxide scale in hot rolling, ISIJ International, Vol.46, No.11, (2006), pp.1533-1547.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 2件)

- ① Takuya KUROTSU, Akio SEGAWA,
Evaluation of Deformation Behavior of Oxide Scale in Hot Rolling Process by Vacuum Hot Rolling Mill, Procedia Engineering, Vol.81, (2014), pp.126-131. 査読有
DOI : 10.1016/j.proeng.2014.09.138
- ② Akio SEGAWA,
Evaluation of Deformation Behavior of Oxide Scale in Hot Rolling by Visualization using Vacuum Rolling Mill, steel research international, Vol.83, No.9, (2012), pp.995-998.
査読有

[学会発表] (計 8件)

- ① 東木谷翔, 阿部卓也, 黒津卓弥, 瀬川明夫,
熱間圧延中の酸化スケールの動的変形挙動解明,
一般社団法人日本塑性加工学会北陸支部 第24回北陸支部講演会, 2015年3月9日, 福井大学(福井県福井市) .
- ② Takuya KUROTSU, Akio SEGAWA,
Evaluation of Deformation Behavior of Oxide Scale in Hot Rolling Process by Vacuum Hot Rolling Mill, 11th International Conference on Technology of Plasticity (ICTP 2014), 2014年10月19日~10月24日, Nagoya Congress Center (Nagoya, Aichi) .
- ③ 黒津卓弥, 酒井文徳, 加藤哲朗, 瀬川明夫,
Scale Transfer 法におけるスケール生成量の定量的評価,
一般社団法人日本塑性加工学会北陸支部 第23回北陸支部講演会, 2014年3月13日, 金沢工業大学(石川県白山市) .
- ④ 黒津卓弥, 瀬川明夫,
熱間圧延中の酸化スケールの動的変形挙動の評価,
一般社団法人日本鉄鋼協会 第166回秋季講演大会, 2014年9月17日~9月19日

日, 金沢大学 (石川県金沢市).

- ⑤ 瀬川明夫, 近藤泰光,
先進率測定による熱間圧延中の酸化スケールの
変形挙動評価,
一般社団法人日本鉄鋼協会 第 165 回春季
講演大会, 2013 年 3 月 27 日~3 月 29
日, 東京電機大学 (東京都足立区).
- ⑥ 瀬川明夫, 黒津卓弥, 平木彬博,
熱間圧延中の酸化スケールの動的変形挙
動評価,
一般社団法人日本塑性加工学会北陸支部
第 22 回北陸支部講演会, 2013 年 3 月 13
日, 富山大学 (富山県富山市).
- ⑦ 瀬川明夫,
熱間圧延中の酸化スケールの動的変形挙
動,
一般社団法人日本金属学会北陸信越支
部・一般社団法人日本鉄鋼協会北陸信越
支部 平成 24 年度連合講演会, 2012 年
12 月 8 日, 福井工業大学 (福井県福井市).
- ⑧ Akio SEGAWA,
Evaluation of Deformation Behavior of
Oxide Scale in Hot Rolling by
Visualization using Vacuum Rolling
Mill,
Metal Forming 2012, Kraków (Poland)

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
国内外の別:

○取得状況 (計 0 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
取得年月日:
国内外の別:

[その他]

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

瀬川 明夫 (SEGAWA, Akio)
金沢工業大学・工学部・准教授
研究者番号: 10298325

(2) 研究分担者

()

研究者番号:

(3) 連携研究者

高野 則之 (TAKANO, Noriyuki)
金沢工業大学・工学部・教授
研究者番号: 10236250