

論 文

UDC 669.15'293-194 : 621.771.016.2 : 620.186.5

含 Nb 低炭素鋼における熱延時オーステナイト
の再結晶抑制効果*

関 根 寛**・丸 山 忠 克***

Retardation of Recrystallization of Austenite during Hot Rolling
of Nb-Containing Low-Carbon Steel

Hiroshi SEKINE and Tadakatsu MARUYAMA

Synopsis:

An investigation was made of the effect of Nb on the refinement of ferrite grain size in hot-rolled low-carbon steels.

Experiments of hot-rolling by 2-passes were performed using 11 vacuum-melted steels with various C, N, Nb, and V contents. The main results are as follows:

(1) In Si-Mn steels not containing such special elements as Nb, the coarse grains of austenite at soaking temperature are recrystallized into fine grains during hot-rolling. The relation between the austenite grain size just above A_{r3} and the transformed ferrite grain size is similar whether the process contains hot-rolling or not.

(2) In the steels containing comparatively large amounts of Nb or, when hot-rolled at relatively low temperatures, in the steels containing small amounts of Nb, the austenite can not recrystallize during cooling from finish-rolling temperature to A_{r3} and transforms to ferrite of finer grains. Ferrite grains nucleate around the deformation bands in unrecrystallized austenite grains as well as at the austenite grain boundaries. Mixed grain and/or upper-bainitic structures sometimes appear after transformation.

(3) The retardation of recrystallization of austenite during hot-rolling process in Nb-containing steels is due to NbC(N) which has been in solution at soaking temperature and finely precipitates during hot-rolling. Hot-rolling accelerates such precipitation. Therefore, when finish-rolled at a higher temperature, the austenite of steels containing small amounts of C, N, and Nb recrystallizes completely.

(4) When the austenite recrystallizes completely during cooling to a temperature just above A_{r3} , the presence of precipitates, as NbC(N) or VN, can contribute to the refinement of ferrite grain size, probably by retarding the growth of ferrite grains.

(Received Sept. 29, 1971)

1. 結 言

フェライト・パーライト組織をもつ非調質鋼において、強度（とくに降伏強度）を高めつつその靱性をも高めうる唯一の方法は、フェライト(α)粒を細粒化することである。

低炭素鋼熱延材の α 粒度が、微量の Nb の添加によって細粒化することはよく知られている¹⁾²⁾³⁾。先の研究³⁾に用いた中で代表的な鋼種について、熱延に先立つ均熱時のオーステナイト(γ)粒度を測定し、その熱延材の α 粒度との関係を調べた結果が Table 1 である。この結果は、細粒の α が得られる含 Nb 鋼においても、その均

熱時の γ 粒度は Base 鋼とほぼ同じ程度に粗粒化していることを示している。したがって、含 Nb 熱延材における α の細粒化は、必ずしも細粒 γ 域からの熱延に基づく⁴⁾ものではなく、主として粗粒 γ 域からの熱延過程に進行すると考えるべきである。

また、含 Nb 熱延材の α 粒度は、熱延仕上がり温度を低くすることによつて、一層顕著に細粒となる²⁾⁵⁾⁶⁾。一方、含 Nb 鋼においては、熱延時の γ の再結晶が著しく

* 昭和 44 年 3 月本会講演大会にて発表

昭和 46 年 9 月 29 日受付

** 新日本製鉄(株)基礎研究所 理博

*** 新日本製鉄(株)基礎研究所

Table 1. Relation between austenite grain size at soaking temperature and ferrite grain size of hot-rolled 0.05% C steels.

Steel	C (%)	Nb (%)	V (%)	γ -grain size (ASTM No)	α -grain size (ASTM No)
5C·Base-I	0.065	<0.010	<0.010	2.4	7.0
5C·20V	0.073	<0.010	0.189	1.0	8.4
5C·5Nb-I	0.048	0.041	<0.010	2.4	10.7
5C·10Nb	0.072	0.113	<0.010	2.9	11.2

Si: 0.25%, Mn: 1.2% fixed.

Hot-rolling process. Soaking; 1200°C, 2 hr.

Pass schedule; 70→60→50→40→30→20→15→10→7 mm

↑
1060°C↑
900°C

抑制されることが知られており、低温熱延の効果も含めた Nb による α の細粒化作用は、この再結晶を抑制された加工組織の γ から α に変態することと深い関係がある⁵⁾⁶⁾とされている。Nb 添加による加工 γ の再結晶抑制は、固溶 Nb の効果⁵⁾⁷⁾とも γ 中に析出した NbC(N) の効果⁸⁾⁹⁾ともいわれており、どちらにも十分な実験的証拠はないが、いずれにしても熱延に先立つ均熱中に、いつたんは γ 中に固溶した Nb であることは、ほとんど確実と思われる⁷⁾。

この熱延時の γ の再結晶抑制効果の主因がもし固溶 Nb であるならば、均熱時に γ 中に固溶した Nb は、 γ 中では固溶状態のまま熱延材の細粒化に役立ち、さらに変態後には α 地に析出してその強化に寄与するという、二重の役割を果たしうることになる。これに対してその主因が熱延時に γ 中に析出した NbC(N) にあるならば、全添加 Nb 量のうち γ 中に析出して α の細粒化に寄与した分は、もはや変態後の α 地の強化には、無効になると考えるべきである⁹⁾¹⁰⁾。

本研究は、少量添加される Nb を、熱延材の強度上昇と細粒化の両方に有効利用するための製造条件および成分系の検討に役立つよう、まず熱延時の γ の再結晶を抑制する主因が固溶 Nb と析出 Nb のいずれであるか、ついで熱延材の α 細粒化における熱延後変態直前 γ の再結

晶状態の意義について調べたものである。

2. 試料および実験方法

2.1 供試鋼

実験に用いたのは Table 2 に示す 11 鋼種である。これらは、いずれも 0.25% Si と 1.2% Mn を共通に含む C-Mn 鋼、C-Mn-Nb 鋼および比較用の C-Mn-V 鋼である。全鋼種とも電解鉄を真空溶解し合金鉄を加えて、20 kg のインゴットに鑄造した。これらのうちの大部分は、先に報告した「含 Nb/V 熱延材の強度と炭化物分離分析」に関する研究⁹⁾ で用いたものである。インゴットは 1150°C 以上で 1 hr 加熱後、鍛造によつて、70×135×250 mm に加工して実験用素材とした。

なお Table 2 の 11 鋼種のうち、 α 粒度を問題とする実験には 0.05% C 系の 7 鋼種 (5C·Base-II, 5C·Base-III, 5C·5VN, 5C·5Nb-II, 5C·5NbN, 5C·10Nb, 5C·10NbN) の中から適当な鋼種を選んで使用した。C 量が 0.05% より高い 3 鋼種 (10C·5Nb, 18C·Base, 18C·5Nb) と 5C·5Nb-III は、熱延時の γ の再結晶に関する実験に用いた*。

* 各供試鋼の、7 mm 厚への熱延後放冷時の変態開始温度 (A_{r3}) は、0.05% C 系各鋼種が 780/760°C、0.1% C 系鋼種が 750°C、0.18% C 系鋼種では 710°C であつた。

Table 2. Chemical compositions of steels (wt%).

Steel	C	Si	Mn	Nb	V	N	O
5C·Base-II	0.040	0.23	1.18	<0.010	<0.010	0.0021	0.0032
5C·Base-III	0.054	0.25	1.20	<0.010	<0.010	0.0015	0.0030
5C·5VN	0.058	0.24	1.24	<0.010	0.054	0.0094	<0.0010
5C·5Nb-II	0.041	0.24	1.18	0.049	<0.010	0.0026	0.0037
5C·5Nb-III	0.040	0.26	1.20	0.043	<0.010	0.0017	<0.0010
5C·5NbN	0.056	0.25	1.16	0.051	<0.010	0.0134	0.0024
5C·10Nb	0.059	0.24	1.17	0.092	<0.010	0.0032	0.0016
5C·10NbN	0.043	0.24	1.20	0.105	<0.010	0.0143	<0.0010
10C·5Nb	0.11	0.24	1.19	0.050	<0.010	0.0023	0.0010
18C·Base	0.19	0.27	1.26	<0.010	<0.010	0.0017	0.0020
18C·5Nb	0.18	0.26	1.24	0.048	<0.010	0.0021	0.0010

2.2 熱延実験

熱延に先立つ均熱処理は、C-Mn-Nb鋼、C-Mn-V鋼の未溶解析出物をできるだけ少なくするために1250°C、2hrとした。ただし、C-Mn鋼については、均熱時の γ 粒度がとくにC-Mn-Nb鋼と同程度となるように、1100°C、2hrとした。

素材から作製した熱延実験用の小試片(21×60×60mm)には、その一端の小穴にPt:Pt-Rh熱電対をとりつけ、熱延時の温度履歴を連続的に記録した。試料は、アルゴン中で上記均熱処理を施した後、40%ずつの2圧下(全圧下率64%)で7mm厚に熱延した。熱延仕上がり温度は、1000°Cと900°Cの2通りを標準とした。それらの場合の、熱延時の試料の温度変化の例をFig. 1に示す。なお、0.18%C系鋼種に対しては、より低温の820°C仕上がりも追加した。

1鋼種の1仕上がり温度熱延に対して、最低2個ずつの試料を用意し、同一条件で7mm厚に熱延した2試料のうち的一方は室温まで大気中放冷し、他の試料は、熱延後のその鋼種の A_{r3} 直上から氷食塩水中に焼入れた。熱延後放冷材では α 粒度を、また、熱延後 A_{r3} 直

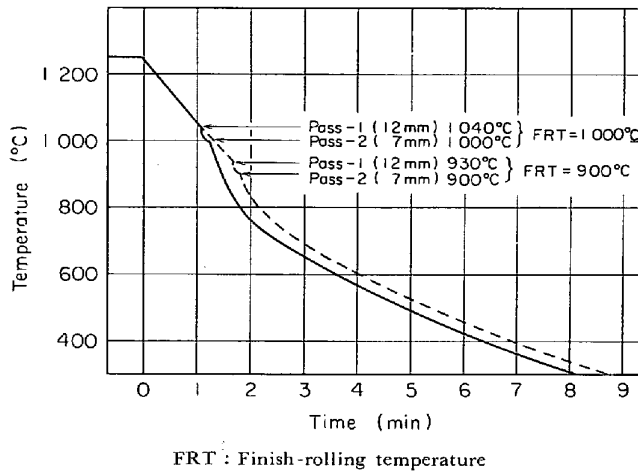


Fig. 1. Time-temperature curves of hot-rolling.

Table 3. Relation between austenite grain size at austenitizing temperature and ferrite grain size after cooling without hot-rolling, and its experimental procedure (5 C-Base-II).

State of specimen before heating	Austenitizing		γ -grain size (ASTM No)	α -grain size (ASTM No)
Forged	1200°C × 2hr		0.8	5.1
	1100°C × 2hr		2.2	5.7
	1000°C × 2hr		2.6	5.4
As-rolled	Rapid heating (25°C/sec)	890°C × 20 sec	8.1	8.5
		900°C × 10 sec	8.0	8.5
30% cold rolled	Rapid heating (25°C/sec)	870°C × 35 sec	8.0	8.5
		850°C × 300 sec	7.0	8.2

上からの焼入れ材では、 γ 粒度または γ の再結晶分率と析出Nb量とを、それぞれ測定した。

なお熱延実験用試料を切り出した同一素材から、あらかじめ10mm立方の小試片を作製しておき、この小試片を熱延時と同じ均熱処理の後焼入れて、 γ 粒度と析出Nb量を測定した。

2.3 単純冷却実験

熱延などの加工をおこなわない、一定の冷却過程における変態直前の γ 粒度と、室温まで冷却後の α 粒度との関係を、C-Mn鋼について調べた。試料としては5C-Base-IIを用いた。 γ 粒度を広範囲に変えるためにおこなった処理をTable 3に示す。熱延実験の場合と同様に、1処理方法に対して2試料ずつを用意し、同じ均熱処理を施した後、1個は変態点直上から焼入れし、他の1個は7mm厚板の大気中放冷曲線と等しくなるように制御しながら、室温付近(すくなくとも300°C以下)まで冷却した。焼入れ材では γ 粒度、冷却材では α 粒度を測定し、結果はTable 3にまとめて示した。

また、C-Mn-Nb鋼の一部鋼種については、各素材から作製した小試片に、熱延時と同じ熱履歴を与えて変態点直上から氷食塩水焼入れし、析出Nb量の定量分析をおこなった。

2.4 結晶粒度および再結晶分率の測定

α および γ 粒度は、それぞれ下記の方法で粒界現出後、適当に倍率を選定した光学顕微鏡に、標準粒度図の印刷された粒度測定用接眼レンズをとりつけ、比較法によつて結晶粒度番号を判定した。1試料について10視野の平均値を得たのち、これに倍率補正を加えて、試料の結晶粒度とした。また、 γ が未再結晶部分(巨大伸長粒)を含んでいる場合には、低倍率(×50または×100)の光学顕微鏡上で再結晶面積分率を判定し、10視野の平均値をとつて γ の再結晶分率を定めた。

粒界現出方法としては、熱延材および冷却材の α 組織については、硝酸入り飽和ピクラール液による腐食をお

こなつた。一方、焼入れてマルテンサイトが主組織となっている試料については、エメリー 600 番まで粗研磨し、電解研磨と電解腐食によつて旧 γ 粒界を現出させた。電解研磨にも電解腐食にも、電解液としてはリン酸 1000 cc と無水クロム酸 500 g の溶液を用いた。

なお、結晶粒度、 γ の再結晶分率とも、試料の検鏡位置は熱延方向に対する垂直断面(C断面)に統一した。また、熱延をおこなつた場合の組織は、板厚 7 mm のうちの上下表面付近(最大の場合でも 1.5 mm 以下)は、中央部と異なる結晶粒度、再結晶分率を示すことがあるので、上下各 1.5 mm ずつの表面層は、測定対象から除外した。

2.5 析出 Nb 量の定量分析

熱延実験と単純冷却実験のなかで焼入れ処理した試料については、6 N 塩酸での室温溶解法によつて、析出 Nb の抽出定量をおこなつた¹¹⁾。なお、析出物のろ別にあつては、前報³⁾と同じく、10 m μ (100A) のミリポアフィルターを使用した。また、定量結果の Nb は真空溶解鋼についての分析であるので、すべてが NbC または NbN であると評価した。

3. 実験結果

3.1 均熱時 γ 粒度と熱延材 α 粒度

熱延前均熱時の γ 粒度と、熱延後放冷した熱延材の α 粒度との関係を Fig. 2 に示す。この結果は、前掲の Table 1 と同様に、ほぼ同一の γ 粒度から一定条件の熱延をおこなつても、熱延材の α 粒度は、C-Mn 鋼、C-Mn-V 鋼、C-Mn-Nb 鋼の順に細粒となることを示している。また同図上には、各鋼種とも、熱延仕上がり温度の低い場合に α 粒度がより細粒になることも明らかに示されている。

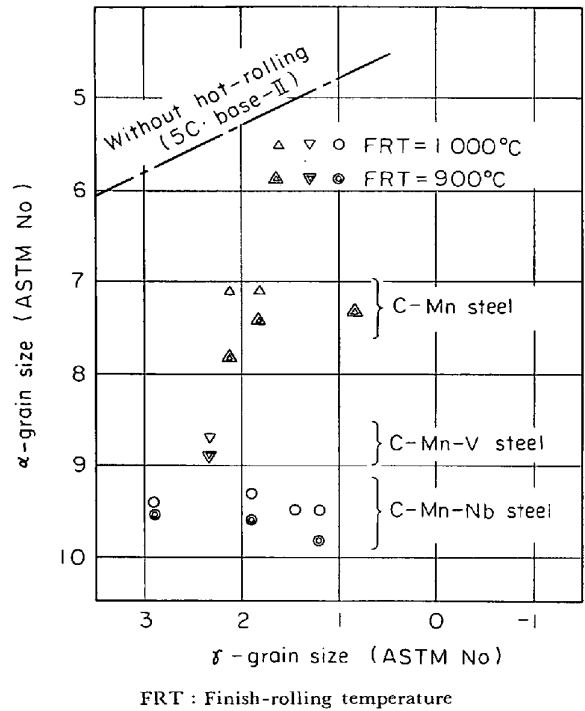


Fig. 2. Relation between austenite grain size at soaking temperature and ferrite grain size of hot-rolled 0.05% C steels. (Plate thickness 7 mm)

3.2 熱延後変態直前の γ と熱延材 α 粒度

3.2.1 変態直前の γ

Fig. 3 は、熱延材の α 粒度を、熱延前均熱時の γ 粒度によつて整理したものである。しかしながら均熱時の γ 粒度は、熱延開始温度まではそのまま維持されるであろうが、熱延過程を経過する間に著しく変化するものである。したがつて、熱延材の α 粒度と直接の関係を有する状態としては、熱延によつて変化した後の変態直前の γ に注目する必要がある、この変態直前 γ の粒度または

Table 4. Effect of quenching temperature on grain size and fraction of recrystallized austenite after hot-rolling.

Steel	A_{r3} ($^{\circ}$ C)	Finish-rolling temperature ($^{\circ}$ C)	Quenching temperature ($^{\circ}$ C)	γ -grain size (ASTM No)	Fraction of recrystallized austenite (%)
5 C-Base-III	775	895	875	7.7	100
		895	780	7.4	100
		985	900	7.2	100
		980	780	6.9	100
5 C-5Nb-III	700	900	780	—	0
		910	750	—	0
		1010	980	7.5	44
		990	900	7.6	45
		990	750	7.8	25
		1000	730	7.6	53

組織の特徴と、熱延材の α 粒度との関係を調べなければならぬ。変態直前の γ は、均熱時の γ が熱延によつて加工され、引続いて回復再結晶過程の一部または全過程を経たものと考えることができるが、この過程の進行には、鋼種による著しい差のあることが予測されるからである。

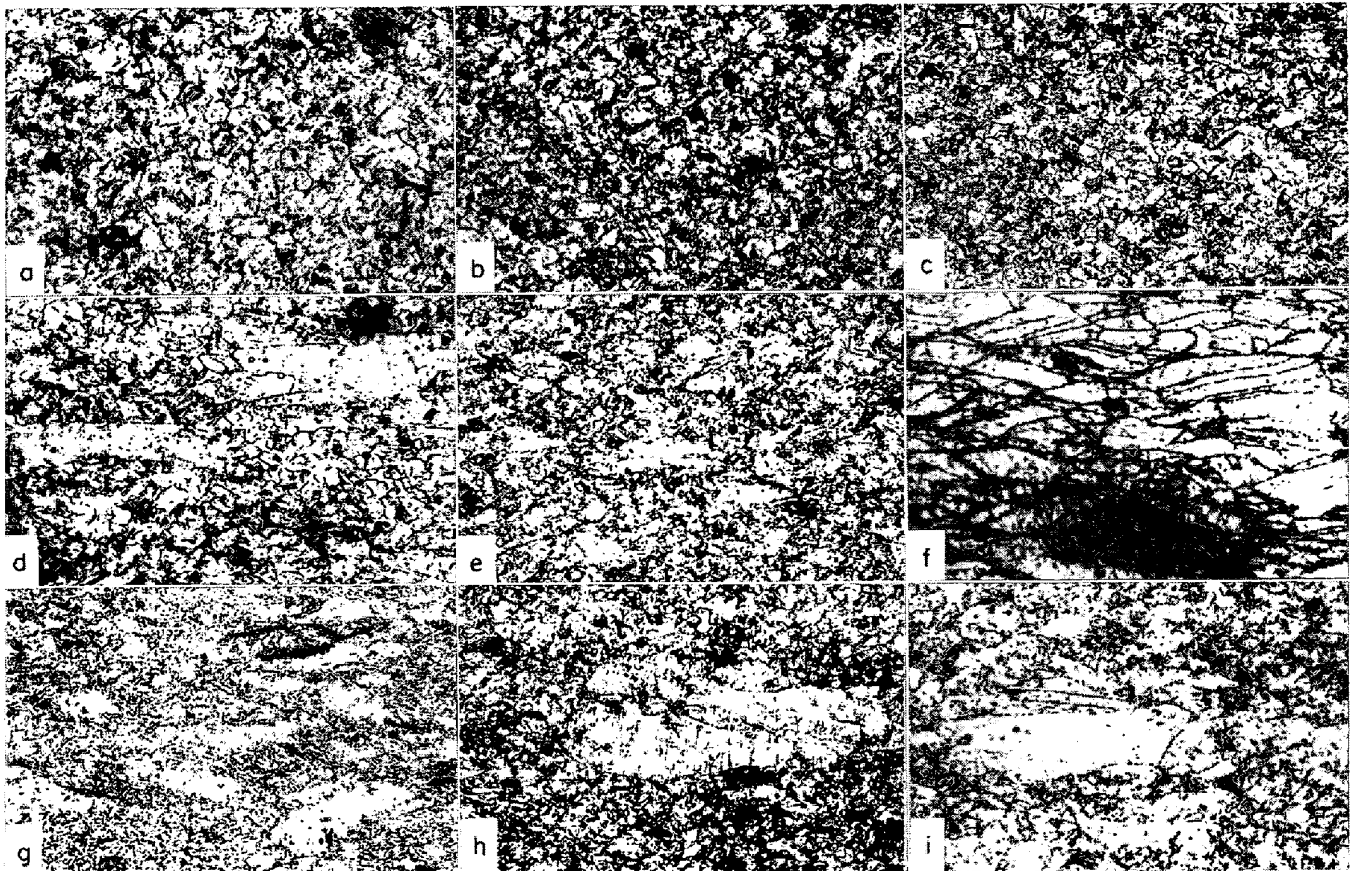
熱延実験における変態直前 γ を各鋼種について調べる前に、以下の予備実験をおこなつた。すなわち熱延実験での熱延終了から変態開始に至る冷却中に、 γ 粒の成長または γ の再結晶の進行がどの程度生じうるかを調べた。もしこれらの変化がとくに変態点近傍においても顕著に起こるものであれば、変態直前の γ 状態を実験的に求めることは困難になる。

予備実験には、5C·Base-Ⅲと5C·5Nb-Ⅲを用いた。所定の熱延実験条件にしたがつて熱延したのち、冷却過程の途中から焼入れて γ 粒を観察した。一定の熱延条件に対して、焼入れ温度だけを最低2段階以上に変え、それらの間での γ 粒のちがいを調べた結果をTable 4に示す。この結果は、熱延後の冷却中には、 γ の再結晶

の進行も粒成長も、実験誤差の範囲以上には生じないことを示している。なお上記結果のうち、とくに γ の再結晶分率についても冷却中の増加が認められなかつたことは、熱延時の γ の再結晶は圧下中または圧下直後に終了してしまうとする見解¹²⁾と一致する。

以上の結果は、熱延後変態直前の γ の状態を確認するためには、その焼入れ温度が A_{r3} 直上より幾分高くはなくても実際上の問題はないとみてよいことを示す。そこで、各熱延実験の場合についても、熱延後できるだけ A_{r3} 直上の焼入れとすることを目標として変態直前の γ を調べた。仕上がり温度1000°Cのときの変態直前の光学顕微鏡組織写真をPhoto. 1に、またその熱延材組織をPhoto. 2に示す。同様に、仕上がり温度が900°Cの場合の両者をPhoto. 3, Photo. 4に示す。Photo. 1およびPhoto. 3の変態直前 γ には、鋼種による顕著な差異が認められる。すなわち、

(1) C-Mn鋼とC-Mn-V鋼では、仕上がり温度によらず、 γ 粒はすべて再結晶完了状態とみられる等軸粒となつている。



(a) : 5C·Base-Ⅲ (f=100%, γ GS=6·9) (b) : 5C·5VN (f=100%, γ GS=7·6) (c) : 5C·5Nb-Ⅰ (f=100%, γ GS=7·2)
 (d) : 5C·5Nb-Ⅲ (f= 53%) (e) : 5C·5NbN (f=90%) (f) : 5C·10Nb (f= 0%)
 (g) : 5C·10NbN (f= 0%) (h) : 10C·5Nb (f=94%) (i) : 18C·5Nb (f=30%)

In parentheses : f; fraction of recrystallized austenite(%). γ GS; austenite grain size(ASTM No).

Photo. 1. Austenite grain structures, quenched from just above A_{r3} after finish-rolling at 1000°C.



×60

- | | | |
|------------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|
| (a) : 5C·Base-Ⅲ (α GS=7·1) | (b) : 5C·5VN (α GS=8·7) | (c) : 5C·5Nb-Ⅱ (α GS=9·4) |
| (d) : 5C·5Nb-Ⅲ (α GS= ?) | (e) : 5C·5NbN (α GS=9·5) | (f) : 5C·10Nb (α GS=9·3) |
| (g) : 5C·10NbN (α GS=9·5) | (h) : 10C·5Nb (α GS=9·5) | (i) : 18C·5Nb (α GS=9·3) |

In parentheses: α GS; ferrite grain size (ASTN No).

Photo. 2. Ferrite grain structures air cooled after finish-rolling at 1000°C.

(2) C-Mn-Nb 鋼では、仕上がり温度 900°C については、全鋼種が未再結晶状態とみられる伸長粒である。また仕上がり温度 1000°C については、添加C量とNb量が少ない 5C·5Nb-Ⅱ で再結晶完了状態となつているほかは、未再結晶状態か、再結晶粒と未再結晶粒の混在した状態（以下部分的再結晶状態とよぶ）となつている。

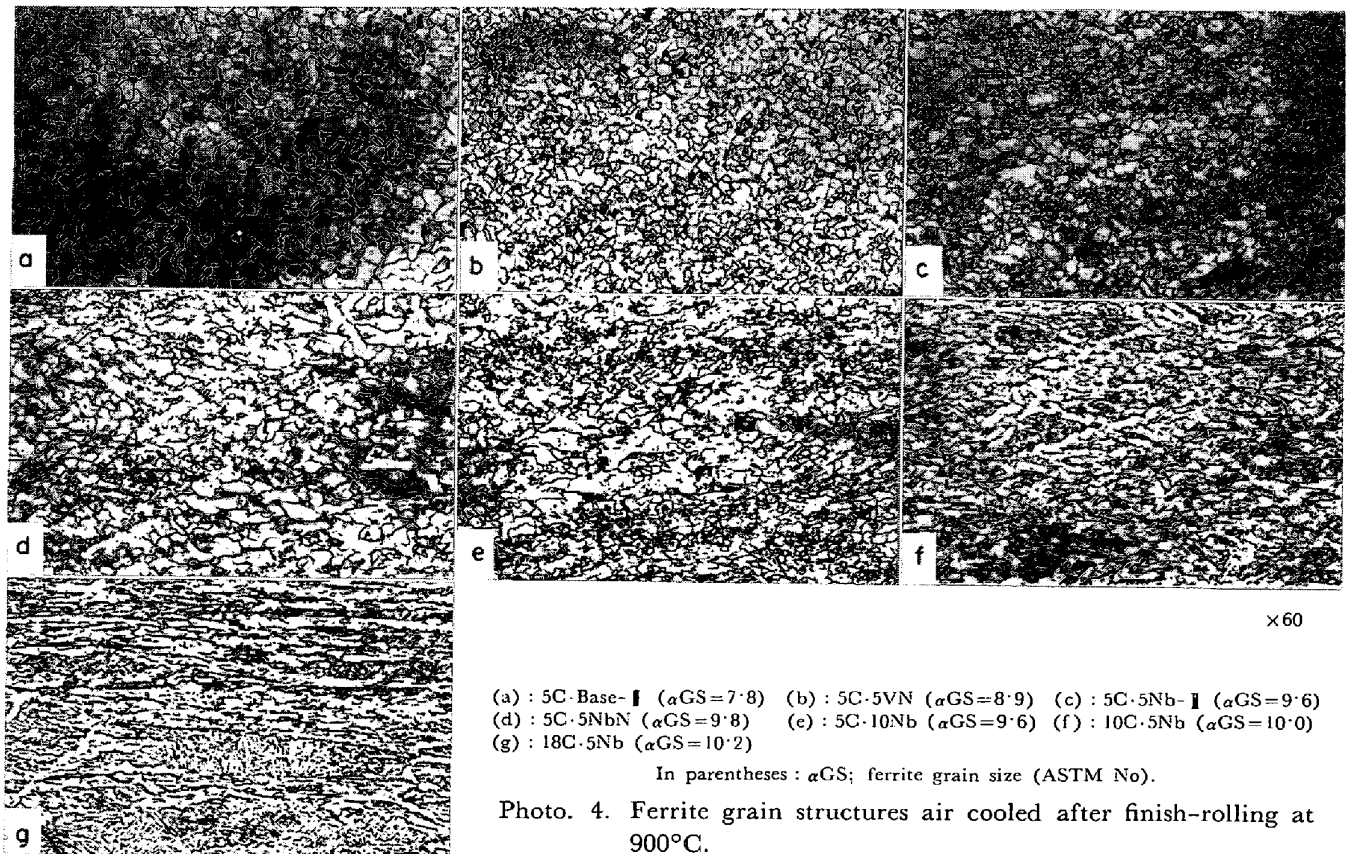
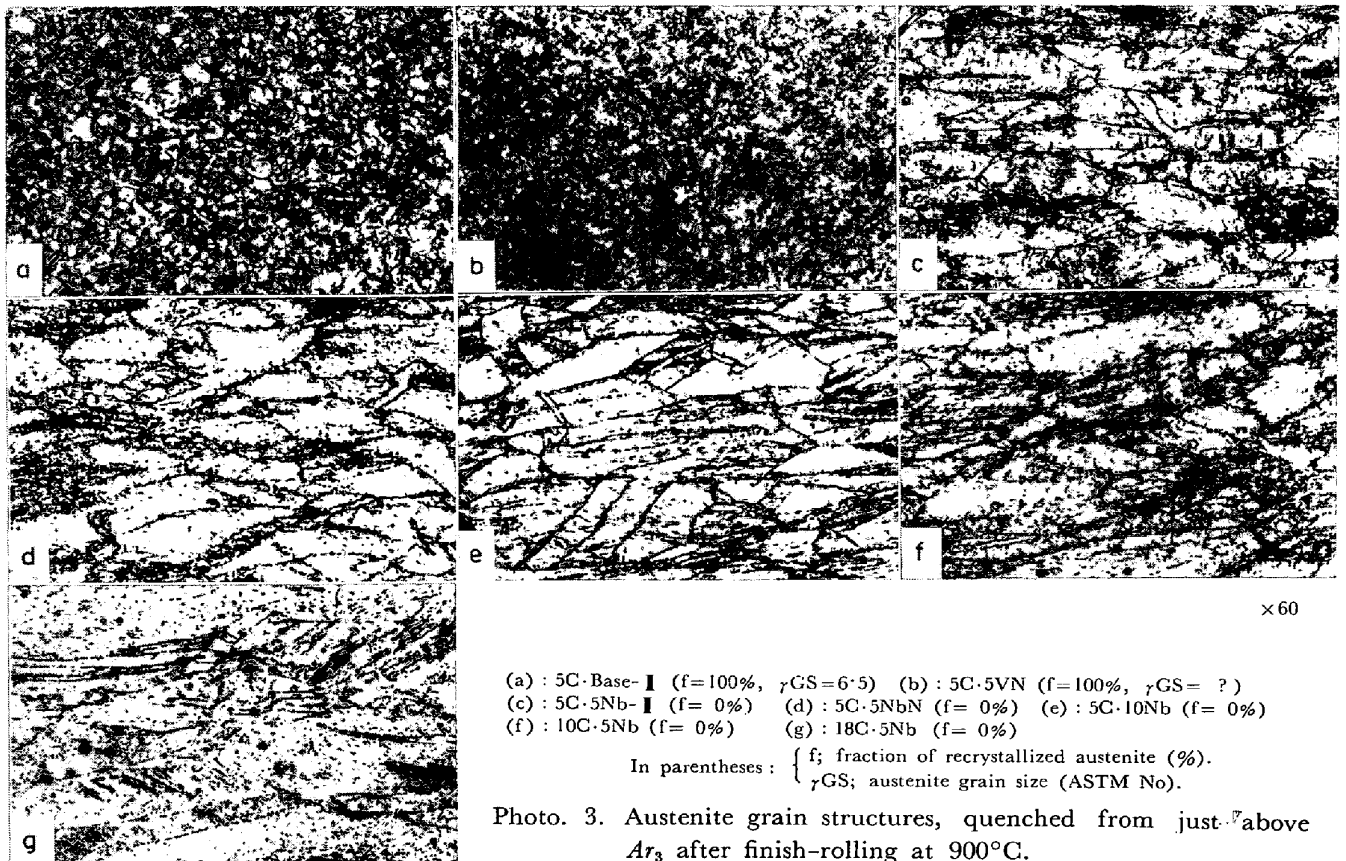
以上の観察結果は、鋼中添加 Nb による著しい γ の再結晶抑制効果を明りように示している。これらの結果にもとづいて、変態直前の γ の状態と熱延材の α 組織との関係をさらに詳細に検討することとした。

3.2.2 変態直前 γ が再結晶完了状態の場合

熱延などの加工をしない普通の冷却過程では、冷却速度を一定とする限り、 γ 粒度の細かいものほど変態後の α も細粒になることが一般に認められている¹³⁾¹⁴⁾。熱延という加工をおこなつた場合でも、変態点直前で γ の再結晶が完了していれば、その再結晶 γ の粒度と熱延材の α 粒度との間には、加工なしの上記の場合と本質的には変わらない関係の成立することが期待される。そこで、

さきの単純冷却実験で得られた C-Mn 鋼に関する結果 (Table 3) と、同鋼種についての熱延実験結果とにおいて、変態直前の γ 粒度と冷却材または熱延材の α 粒度との関係を調べてみた。この結果は Fig. 3 に示されるように、 γ 粒度と α 粒度の間には γ 域での加工の有無によらず、ほぼ一定の関係が成立しているものと理解できる。すなわち、熱延後変態直前までに γ の再結晶が完了しているような鋼種ならびに熱延条件では、熱延材の α 粒度はその変態直前の γ 粒度を与えるような低温度での γ 化の後に、熱延をせずに冷却された場合の α 粒度とほぼ同一になることを意味する。

前掲の Fig. 2 に一点鎖線で示した直線は、Fig. 3 で C-Mn 鋼に関して得られた変態直前の γ 粒度と熱延材および冷却材 α 粒度との関係をそのまま移したものである。両図の関係から、Nb も V も含まない普通鋼の熱延材 α 粒度の決定に対する熱延過程の役割は、均熱時に粗大化した γ 粒を細粒に再結晶させる点にあると考えてよいであろう。



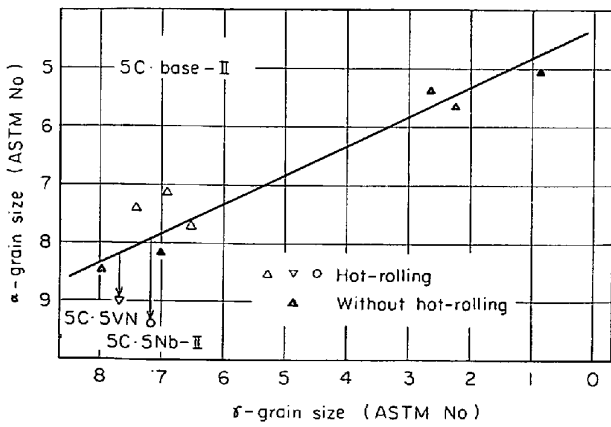


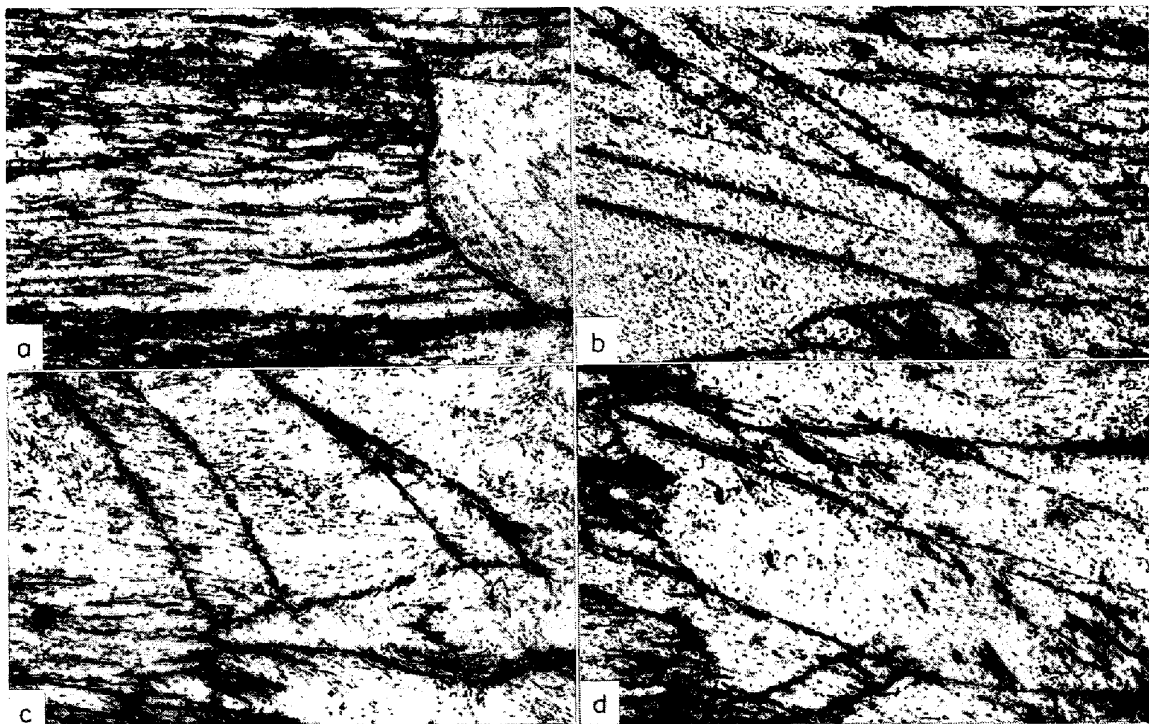
Fig. 3. Relation between austenite grain size at temperature just above A_{r3} and ferrite grain size. (Plate thickness 7 mm)

しかしながら、変態直前の γ が再結晶完了状態となつていても、C-Mn-Nb 鋼や C-Mn-V 鋼では C-Mn 鋼とやや異なつている。これらの結果は C-Mn 鋼についての Fig. 3 に異なる記号によつて示されているように、これらと同一 γ 粒度の C-Mn 鋼で得られる α 粒度よりもかなり細粒の α に変態していることがわかる。供試材の 5C-5Nb-II も 5C-5VN も、熱延実験時の A_{r3} 点は、5C-Base-II と同じく 780°C を示した。この事実は Nb や V を含む非調質材における細粒化作用の一要素として、Nb や V の析出物が変態中または変態後の

α 粒の成長を抑制する¹⁵⁾か、これらの析出物が変態時の α 析出サイトとして働くとかの機構の存在を推測させる。

3.2.3 変態直前 γ が未再結晶または部分的再結晶状態の場合

熱延後未再結晶状態の伸長した γ 粒内には、ほかの研究者によつて予測⁷⁾¹⁶⁾¹⁷⁾または確認¹⁸⁾されているとおり、変形帯¹⁹⁾²⁰⁾が観察される。この変形帯の境界は、電解腐食によつて大傾角の主粒界と等しいコントラストをもつて現出し、前掲の Photo. 1, Photo. 3 の一部にも明りように認めることができる。変形帯の形態は変化に富むが、その代表的なものは、Photo. 5 に示すように粒内の小領域で波状にわん曲するもの、1 粒内を貫通して直線的なものと大きく弓状に曲がつたものなどである。またいずれの形態を有するものも、2 本以上が平行してみられるのが普通である。このような変形帯は場所による分布密度の不均一性が激しく、同一試料内にも、まったく変形帯を形成していない粒さえ存在する。以上はいずれも C-Mn-Nb 鋼の未再結晶 γ 粒を調べて得た知見であるが、Nb を含まない普通鋼であつても、熱延によつて未再結晶 γ 粒が得られれば変形帯も存在することを確認した。Photo. 6 は、18C-Base について 810°C 仕上がり低温熱延をおこなつて得られた部分的再結晶状態のうちの未再結晶 γ 粒内をみたものである。ただしこの場



×200 (6/7)

Photo. 5. Various types of deformation bands in austenite grains. 18C-5Nb, finish-rolled at 820°C .

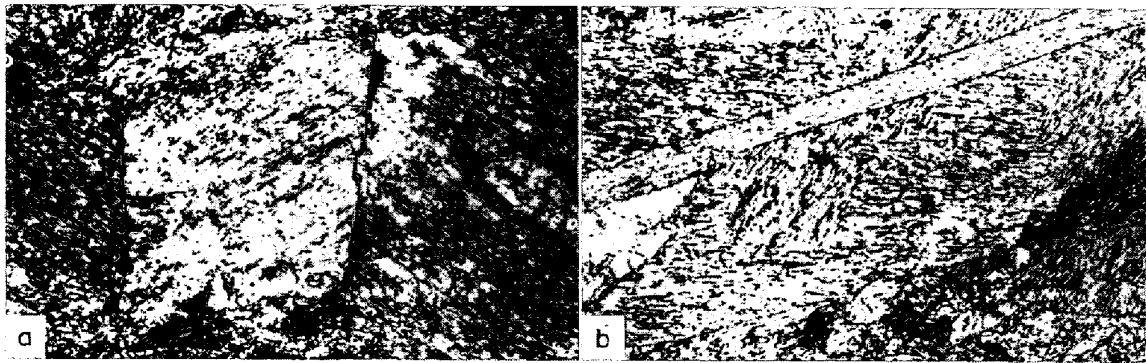


Photo. 6. Deformation bands in C-Mn steel. 18C-Base, finish-rolled at 810°C.

合には、変形帯の観察される頻度は C-Mn-Nb 鋼の場合にくらべてかなり少なかった。

つぎに、このような変形帯を有する未再結晶 γ から変態した場合の、 α 粒度について検討する。Photo. 2 および Photo. 4 に示した熱延材の組織のうち、変態直前の γ が未再結晶であった鋼種では、 α 粒がかなり著しい混粒となつている。しかし、これらについて平均 α 粒度を求めると、変態直前 γ が再結晶状態の、5C-5Nb-II についての 1000°C 仕上りの場合とほぼ同じである。未再結晶 γ 粒は均熱時の粗大粒が圧下率にしたがつて圧縮・伸長したものであつて、個々の γ 粒体積をとるならば均熱時の粗大粒にほぼ等しいと考えることができる*。

このように、実質的には粗大粒である未再結晶 γ から、細粒に再結晶した γ からの変態で得られるのと変わらない細粒 α が生じていることは、注目すべきことである。

つぎに、変態直前 γ が部分的再結晶状態の場合であるが、Photo. 1 の d, e, h, i, がこれに相当する。これらの写真に認められるように、部分的再結晶状態の組織のう

ちで再結晶せずに残っている部分は、試料中に均一に分散しているわけではなく、比較的大きな部分全体が未再結晶領域として残存し、それらは細粒の再結晶粒の海の中の島状を呈している。部分的再結晶状態であつても、再結晶分率が 100% にごく近い場合には未再結晶部分として残存する島が小さい場合もあるが、大部分の場合には、均熱時の粗大粒 1 個全体がそのまま伸長して残っているとと思われる程度の大きさとなつている。また、未再結晶部分には変形帯のみられることもあるが、その密度はあまり高くはない。また、部分的再結晶状態の γ から変態した α 組織も混粒である。

3.3 γ 中の析出 Nb 量

Table 5 は、C-Mn-Nb 鋼の単純冷却実験および熱延実験における下記処理材について、 γ 中析出 Nb を定量した結果である。①熱延実験での均熱完了からの焼入れ材、②均熱後熱延はせずに冷却して 880°C からの焼入れ材、③均熱後仕上がり温度 900°C または 1000°C の熱延をして 880°C からの焼入れ材。

均熱温度を 1250°C としたにもかかわらず、一部の Nb は均熱時に未溶解析出物として残っている。しかし、その量の多い N 添加鋼においても、添加量の 90% 以上の Nb は、1250°C × 2 hr の処理によつて γ 中に固溶したものと評価できる。

Table 5. Amount of precipitated Nb at soaking temperature and at 880°C cooled from the temperature with or without hot-rolling (wt%).

Steel	Quenched from 1250°C after soaking	Quenched from 880°C		
		Without hot-rolling	Finish-rolled at 900°C	Finish-rolled at 1000°C
5C-5Nb-II	0.0007	0.003	0.004	0.003
5C-5NbN	0.0019	0.001	0.011	0.006
5C-10Nb	0.0013	0.006	0.013	0.024
5C-10NbN	0.010	0.005	—	0.035
10C-5Nb	0.003	0.001	0.007	0.009
18C-5Nb	0.006	0.005	0.016	0.013

* この関係は、すくなくとも本実験材の C 断面については、実験的に確認できた。すなわち、5C-10Nb の 1000°C 仕上がり材の C 断面上では、60 個の未再結晶粒の長径および短径の平均は、それぞれ 340 μ と 107 μ であつた。この試料の均熱時の γ 粒径の平均値は、ほぼ 300 μ であるから、熱延の圧下率と、それともなう板幅増 (60→70 mm) を考慮して計算すると、均熱時の直径 300 μ の等軸粒は、熱延後には長径 350 μ 、短径 100 μ の伸長粒に変わるものと考えられる。この単純な計算結果は、上記測定結果と良好な一致を示した。

つぎに、均熱後 880°C まで冷却してから焼入れた場合の結果は、以下のことを示している。析出 Nb 量は、冷却過程における熱延の有無によつて著しく異なっている。そして、熱延をおこなわない場合の析出量は、冷却開始点に相当する均熱完了時の未溶解析出物量とほぼ同程度である。これに対して熱延をおこなった場合の析出 Nb 量は、未溶解析出物量や熱延なしの場合にくらべて、明らかに増加している。このように、NbC(N) の γ 中析出が熱延によつて促進される現象は、以前から予測されていたように、加工で導入される欠陥が Nb 原子の拡散を促進すること⁸⁾、および、または、NbC(N) の析出サイトを用意すること、に基づくものと考えられる。

3.4 熱延時の γ の再結晶と Nb 量の関係

すでに述べたように、仕上がり温度 900°C の熱延では、変態直前の γ は、すべての C-Mn-Nb 鋼が未再結晶状態となつていた。一方、仕上がり温度 1000°C の場合には、変態直前の γ の再結晶程度は鋼種によつて大幅に異なつていた。1000°C 仕上がり熱延において再結晶分率にこのような差異を生ずるのは、各鋼種が γ の再結晶抑制に有効な形の Nb をどれだけ有していたかによるものと考えることができよう。また 900°C 仕上がり熱延で差が生じなかつたのは、再結晶の進行は γ 域の低温度ほど困難であるから、供試鋼のうちで再結晶抑制力の最も弱い鋼種でも、未再結晶状態をもたらしたためであると理解できる。

ところで、熱延時の γ の再結晶に関係しうる Nb の存在形態としては、次の 3 種類が考えられる。①固溶状態の Nb。②均熱時に未溶解で存在していた NbC(N)。③均熱時には固溶して熱延中またはその直後に新しく析出した NbC(N)。これらのうちで、②の未溶解析出物は、直径 1000 Å 程度の粗大粒子となつており、その

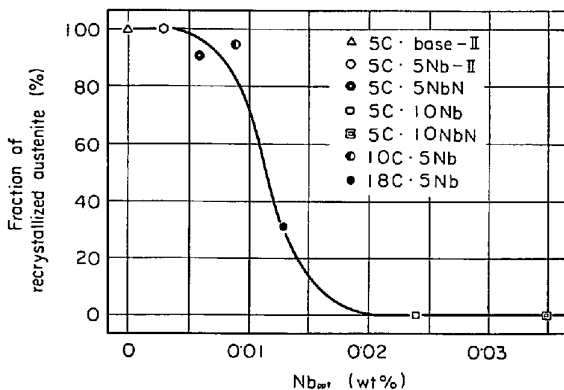


Fig. 4. Relation between amount of Nb precipitates in γ -matrix and austenite recrystallization after hot-rolling finished at 1000°C.

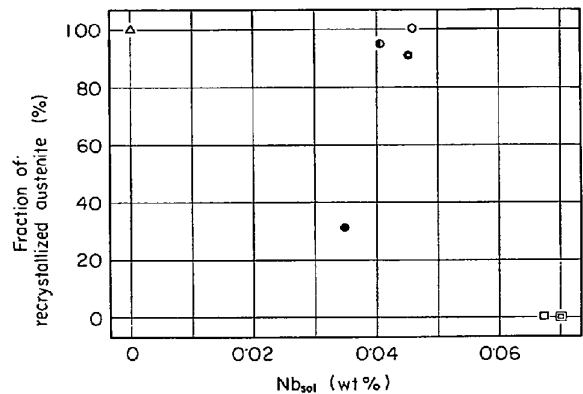


Fig. 5. Relation between amount of free Nb in γ -matrix and austenite recrystallization after hot-rolling finished at 1000°C.

個数も少ないので⁹⁾、加工 γ の再結晶過程に対して大きな効果をもつことは不可能であると考えられる⁷⁾。そこで、1000°C 仕上がり熱延実験における変態直前の γ の再結晶分率と析出 Nb 量の定量結果とを用いて、 γ の再結晶抑制に有効な Nb の形態としては、①および②のいずれが妥当であるかの検討をおこなつた。Fig. 4 は、1000°C 仕上がり熱延後変態直前の γ の再結晶分率と析出 Nb 量の関係であり、Fig. 5 は、同じく γ の再結晶分率と、鋼中添加 Nb 量から析出 Nb 量を差し引いた固溶 Nb 量との関係を示している。両図の比較によつて、 γ の再結晶は γ 中の析出 Nb 量と良好な関係を有することがわかる。また、Fig. 4 の横軸の析出 Nb 量のうちには、均熱時の未溶解析出物量も含まれていることになるが、Table 5 に与えられている未溶解析出物量を差し引いて横軸を補正しても、Fig. 4 の本質的な関係は変わらない。

4. 考 察

4.1 Nb 添加による熱延時 γ の再結晶抑制過程

JONES および ROTHWELL¹⁶⁾ は、熱延した γ の再結晶が Nb の添加によつて抑制されるのは、熱延時に γ の亜粒界および主粒界上に NbC(N) が析出し、これらによつて各粒界の移動がさまたげられる結果であると説明している。彼らはこの機構の妥当性を示す根拠として、 α 粒界を横切る点列状析出物や、セル状下部組織の境界に連なる析出物を、抽出レプリカの電顕観察によつて見いだしており、これらが変態前の γ 粒界や加工によつて γ 中に導入された欠陥上への析出であるとしている。これと同様な析出物は、著者らが以前におこなつた、8 パスの熱延実験⁹⁾における熱延材中にも見いだされた。Photo. 7 は、室温まで冷却された 8 パス熱延材の、初析

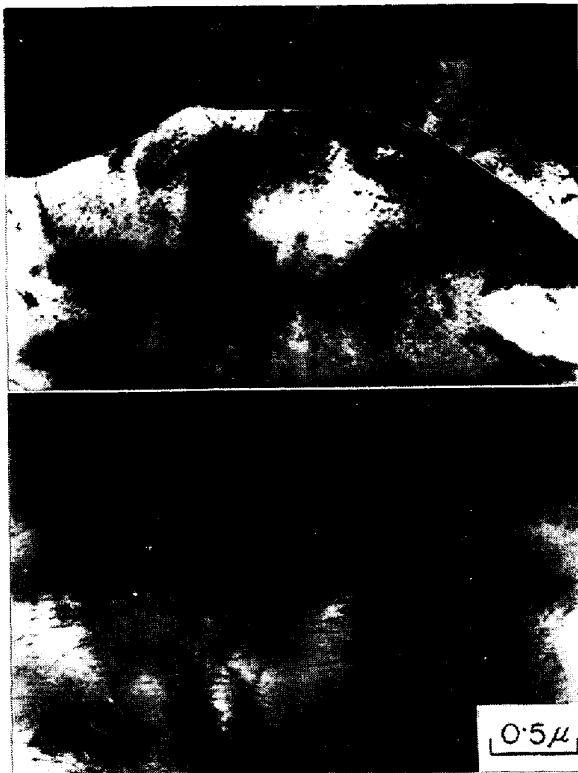


Photo. 7. Two types of NbC, cellular arrangement precipitated during hot-rolling in austenite and lines precipitated during cooling in ferrite. 5C·10Nb, hot-rolled to 7 mm thickness between 1060°C and 890°C in 8 passes after soaking at 1200°C.

α 部分の透過電顕写真である。この中には、 α の析出硬化に寄与する列状析出物³⁾¹⁰⁾²¹⁾のほかに、長径1~2 μ 内外の細長い網目状に配列された析出物が観察される。この網目状の境界をなす析出物の列は明らかに α 粒界を横切っており、変態前の γ 中に存在していた下部組織上への析出であることが推測される。また、これらの網目はJONESらの見いだしたものより縦横比は大きく鋭角的ではあるが、その大きさはほぼ等しい。この相違は、彼らの観察が熱延後 γ 域で保持後焼入れた試料に関するものであるのに対し、Photo. 7は、普通に連続圧延された熱延材について得られたことによるもので、本質的には同種のものと考えられる。著者らの観察では、この種の析出物は熱延なしの冷却材では見いだしえなかつたものであり、また熱延材の中でも、5C·5Nb-IIと5C·10Nbとでは、当然ながら後者において頻度高く観察されている。

以上のように、Photo. 7に認められた網目状に連なる析出物の析出サイトは、加工、回復、再結晶の過程で γ 中に存在したcell wallまたは亜粒界のような欠陥であると考えることができる。これらの網目状をなした欠陥

が、回復再結晶過程のいずれの段階に相当するものであるかは不明である。しかし再結晶過程は主粒界および/または亜粒界の移動をとまなうと考えられ、これらの界面の移動が微細なNbC(N)の析出によつて妨害されれば、再結晶の進行は抑制を受けることになるだろう。前掲のFig. 4は、基本成分系と熱延条件を一定におさえた場合には、熱延後の γ の再結晶分率が各鋼種の γ 中析出Nb量によつて定まることを示していたが、上記考察内容に有力な根拠を与えるものと評価してよいであろう。

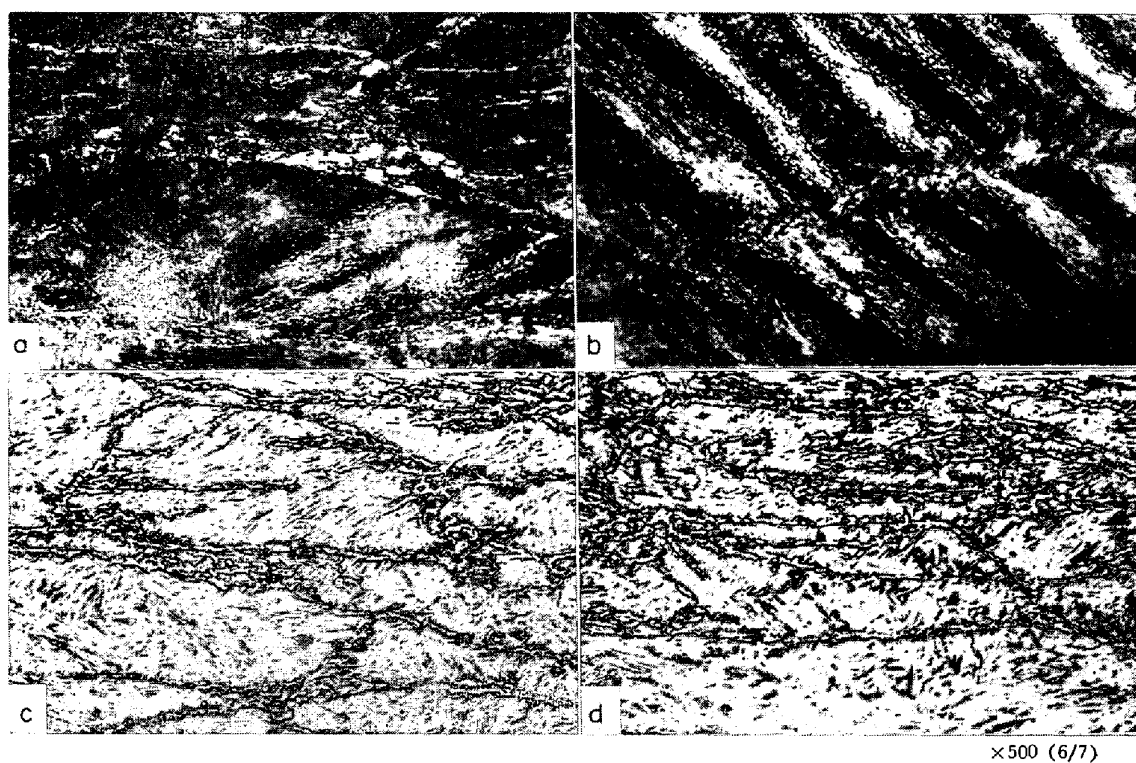
かくして、含Nb鋼において、熱延時の γ の再結晶を抑制する主因は、均熱時にはいつたん γ 中に固溶し⁷⁾、熱延時に微細に再析出したNbC(N)である、とすることができる。この結果、鋼中に添加されたNb量のうちで、熱延時に γ 地に析出し、 γ の再結晶抑制を通じて α 細粒化に一定の貢献をした部分は、変態後の α 地との整合性を欠くために、熱延材の強化とは無縁になるもの³⁾⁹⁾¹⁰⁾と考えなければならない。

4.2 未再結晶 γ からの変態と α 細粒化

40% ずつの2パスをおこなつた熱延実験の結果として、熱延後変態直前の γ が細かく再結晶していなくても、細長く伸びた未再結晶状態から α に変態させることによつて、その平均 α 粒度は、前者から変態した場合と変わらぬ程度の細粒となることがわかつた。この結果は熱延材の細粒化には低温熱延が有効であるとしている諸結果²⁾⁵⁾⁶⁾と、同一の内容をもつものと理解できる。

低温熱延による細粒化過程については、Nbを含まない低C鋼についてではあるが、 γ 粒内に導入された転位もしくは他の欠陥が変態時における α の核生成に寄与するという解釈¹⁷⁾がある。著者らも、未再結晶 γ からの変態の場合には、再結晶状態や、熱延などを加えない単なる冷却時の、polygonalな γ の中には存在しない、付加的な α 核生成サイトの寄与があるものと考えた。そこで熱延実験における未再結晶 γ からの焼入れ材のうち、焼入れが不完全となつていた試料について、詳細な組織観察をおこなつた。Photo. 8に、その一例を示す。これらの写真には、焼入れ中に生じた微細な α 粒が認められるが、このように焼入れによつても α の生じうる個所は、冷却時の変態においても、 α の優先析出サイトとして働くものと考えることができる。

熱延などの加工をしない通常の冷却時の変態においては、 α の核生成サイトを与えるものは、 γ 粒界であることが認められている²²⁾。焼入れ材の腐食によつて γ 粒界の現出が困難な場合には、意識的に不完全焼入れすることにより、 α 粒の生成状況から γ 粒界を推測する手法



(a)(b) : 18C-5Nb finish-rolled at 820°C, (c)(d) : 5C-10Nb finish-rolled at 1000°C

Photo. 8. Ferrite grains nucleated at boundaries of austenite grains and of deformation bands in unrecrystallized austenite.

が用いられるが¹²⁾, これは上記の事実を根拠とするものである。これに対して, 未再結晶 γ からの不完全焼入れ組織である Photo. 8 では, 微細 α 粒の生成は, γ 粒界のみに限られているとして解釈することはできず, γ 粒界よりはるかに存在の頻度が高く, 形態的にも粒界とは異なる部分からの生成が重畳されているものと理解できる。しかしながら, 同写真上で γ 粒界以外からの生成とみなされる α 粒も, γ 粒内の任意の部分に不規則的に生じているのではなく, 生成した α 粒は, 連続した線状の軌跡を描き出していることが認められる。観察されたこのような特徴から判断して, 未再結晶 γ からの変態において, γ 粒界以外の部分に生成している α 粒の析出サイトを与えているものは, Photo. 5 に示したような, 各種の形態を有する変形帯の境界であると結論できる。

未再結晶 γ から変態させることが α の細粒化に有効である根拠としては, 上記のほかにもいくつかの可能性を考慮することができる。たとえば, 伸長している未再結晶粒は, 同一体積で球状の再結晶粒にくらべて, より大きな粒界面積を持つことを指摘できる。また Fig. 3 において, Nb や V を含む鋼種では, 再結晶 γ から変態する場合にも, 同一 γ 粒度の普通鋼より細粒 α となることを示したが, これと同様の効果が, 未再結晶 γ からの変態においても寄与していることは, ほぼ確実である*。し

かし本実験結果において, 未再結晶 γ から変態した α が細粒となつている点に関しては, これらはいずれも副次的な要素にすぎず, 主要な原因は, 前述した変形帯境界からの α の生成にあるものとして説明可能である。

4.3 熱延材における混粒 α 組織の発生について

Photo. 2 および Photo. 4 に示した熱延材組織には, α 粒の混粒となつているものが認められ, これらが未再結晶粒を有する γ から変態した場合に得られたことはすでに述べた。また JONES および ROTHWELL¹⁶⁾, は部分的再結晶状態の γ からの変態が α の混粒を生ずる原因となることを示している。これらはいずれにしても, 未再結晶 γ の存在が, 熱延材における混粒発生と密接な関係をもつものと理解される。

前節において, 未再結晶 γ から細粒 α の得られる最大の根拠は変形帯境界からの核発生にあることを述べた。このことは, 未再結晶 γ から変態した α の組織は, 変態前の γ 粒内に存在した変形帯の場所的な不均一性を強く反映することを意味する。ところで, 本熱延実験で得られた未再結晶 γ 粒では, 変形帯の形成は著しく不均一

* Fig. 3 におけるこの効果の原因として考慮したうちで, Nb や V などの析出物を核とする α の生成については, すくなくとも本実験の結果からは, その寄与は少ないものと考えられる。なぜならば, もしこのような α の生成頻度が多いとすれば, Photo. 8 上で, at random に分散する形で α の生成が, 認められるはずだからである。

であつた (Photo. 5). C量が低く変態点の高い鋼種において、変態時の核発生サイトとなる変形帯の密度が場所によつて異なつていれば、その変態挙動は以下に述べるようになるであろう。変形帯密度の高い部分では、別々の核から成長してきた α 粒が衝突して互いの成長を停止しあうので、変態後の α 組織は細粒となる。一方、変形帯密度の低い部分では、少数の核が広大な γ 粒内に向かつてどんどん成長できるので、変態後の α 組織は粗粒化する。これらの結果として熱延材の混粒がもたらされるのである。

ここで、核発生サイトの密度に場所的な不均一が存在する場合でも、C量を0.1%以上含む鋼においては、やや異なる組織を呈する。Photo. 2のiやPhoto. 4のf, gにみられるように、初析 α の領域が狭くなり、ごく粗大な上部ベイナイト相の存在が認められる。このベイナイト部分の個々の大きさは、変態直前の γ 組織上で γ 粒界も変形帯も欠除している部分にほぼ対応している。C含有量がこの程度に多くなると変態点も低くなり、変態挙動は以下のようにになると考えられる。すなわち、 α 核発生サイトの密な領域では、前述の低Cの場合とほとんど同じであり、ただC量に応じてパーライトに変態する部分が増加するのみである。しかし、 α 核発生サイトの密度が粗な部分では、 Ar_3 から Ar_1 までの冷却中に成長した初析 α は、まだ多量の未変態 γ 部分を残しているのので、その残存 γ の一部分はパーライトに、大部分の領域は上部ベイナイトへと変態するものと考えられる。

以上のように、熱延材組織中に局部的に混入する粗大 α 粒または上部ベイナイトは、いずれも、圧延後変態直前 γ 地内の、 α 核発生サイト密度が低い領域からの変態によつて生成したものと考えられる。

4.4 熱延材 α 粒度に対する熱延温度の影響

本熱延実験では、熱延仕上がり温度を1000°Cと900°Cとした場合とで、熱延材の α 粒度にはそれほど大きな差は生じなかつた。しかし、差はわずかではあつても熱延温度の低い900°C仕上がり材が、各鋼種とも例外なく細粒になつていることは、Fig. 2にみられるとおりである。

この場合、Fig. 2の実験結果は、その内容によつて下記の3つに分類することができる。

- (1) 1000°C, 900°C仕上がりとも、変態直前の γ が再結晶を完了した状態となつたのちに、 α に変態している場合。
- (2) 1000°Cと900°C仕上がりとも、変態直前の γ の再結晶分率が異なつている場合(900°C仕上がりでは未再結晶で、1000°C仕上がりでは再結晶または部分的

再結晶となる場合)。

- (3) 1000°C, 900°C仕上がりとも、変態直前 γ が未再結晶となつている場合。

以上のすべての場合について、本実験結果は、低温度での熱延が熱延材の α 粒の細粒化に有利であることを示している。この傾向は実際の熱延材において、Nbなどの特殊元素を含まない普通鋼についても²³⁾、含Nb鋼についても²⁵⁾⁶⁾、広く認められている。これらの事実は、本研究結果から考察すると、以下のことを予測させるに十分である。すなわち、①熱延後変態開始までに γ の再結晶が完了する場合には、低温仕上がり材ほど細粒の γ になり、②変態直前の γ が未再結晶の場合には、 γ 中の変形帯密度は、低温仕上がり材ほど高くなるのであろう。このうち、後者の変形帯に関しては、変形帯形成に対する熱延条件の影響とともに、いつたんは形成された変形帯のうちの一部が、変態点までの冷却中に消失する可能性も考慮せねばならず、今後の検討が必要である。

5. 総 括

低炭素鋼熱延材に微量添加されるNbを、析出硬化と α 細粒化との両方に有効に利用する条件を検討する目的で、C, N, Nb, V量を変えた11種の真空溶解鋼について熱延実験を行ない、以下の結論を得た。

- (1) Nbのような特殊元素を含まない鋼では、均熱時の粗大化した γ 粒は、熱延によつて再結晶し細粒となる。このとき、変態直前の γ 粒度と変態後の α 粒度の関係は、熱延の有無によつてほとんど変わらないので、熱延材の α 粒度は、同じ均熱状態からの放冷材より細粒となる。
- (2) 高Nb鋼や、低温熱延された低Nb鋼では、熱延後の γ は未再結晶のまま α に変態し、細粒 α 組織を与える。これは α が、伸長した γ 粒界のほかに、粒内の変形帯境界からも核発生するからである。しかしながら、熱延時に形成される変形帯はその密度が不均一であつて、熱延材の組織に、 α の混粒化や上部ベイナイトの混入をもたらし危険性がある。
- (3) 含Nb鋼において熱延時の γ の再結晶が抑制されるのは、均熱時には γ 中に固溶していて、熱延時の加工によつて γ 地に微細に再析出した微量のNbC(N)の作用による。したがつて、低C低N系の低Nb鋼では、高温熱延をすれば γ は完全に再結晶する。
- (4) 変態直前に γ が再結晶している場合にも、NbC(N)やVNなどの析出物の存在は、 α の細粒化に一定の貢献をする。この効果は、これらの析出物が、変態中または変態後の α 粒の成長を、抑制することにもとづく

可能性が大きい。

終わりに、本研究を遂行するにあたり懇切な助言と支援をいただいた、青木宏一博士、長島晋一博士、ならびに谷野満、西田卓彦の両氏に深く感謝の意を表わすとともに、析出物の分離定量にあたって強力な支援をいただいた、田口勇博士ならびに同僚諸氏に、厚く御礼申し上げます。

文 献

- 1) C. A. BEISER: ASM Preprint, No 138 (1959), p. 1
- 2) E. E. VAN VORIS: Metal Prog., 82 (1962), p. 84
- 3) 関根, 丸山, 関口, 大野: 鉄と鋼, 56 (1970) 5, p. 569
- 4) F. De KAZINCZY, A. Axnäs, and P. PACHLEITNER: Jernkont. Ann., 147 (1963) 4, p. 408
- 5) R. PHILLIPS, W. E. DUCKWORTH, and F. E. L. COPLEY: JISI, 202 (1964) 7, p. 593
- 6) J. J. IRANI, D. BURTON, J. D. JONES, and A. B. ROTHWELL: Iron Steel Inst. Spec. Rep., No 104 (1967), p. 110
- 7) 関野, 森, 田向: 日本金属学会, 1968年9月(仙台)講演
- 8) 大森: 日本金属学会誌, 30 (1966) 12, p. 1164
- 9) K. J. IRVINE, F. B. PICKERING, and T. GLADMAN: JISI, 205 (1967) 2, p. 161
- 10) W. B. MORRISON: JISI, 201 (1963) 4, p. 317
- 11) 神森, 田口, 小野: 日本金属学会, 1967年4月(東京)講演
- 12) R. PRIESTNER, C. C. EARLEY, and J. H. RENDALL: JISI, 206 (1968) 12, p. 1252
- 13) R. PHILLIPS and J. A. CHAPMAN: JISI, 204 (1966) 6, p. 615
- 14) 盛, 時実, 岡本: 鉄と鋼, 55 (1969) 6, p. 485
- 15) D. WEBSTER and J. H. WOODHEAD: JISI, 202 (1964) 12, p. 987
- 16) J. D. JONES and A. B. ROTHWELL: Iron Steel Inst. Spec. Rep., No 108 (1968), p. 78
- 17) Y. OHMORI: Trans. JIM, 7 (1966) 3, p. 153
- 18) I. KOZASU and T. SHIMIZU: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 359
- 19) C. S. BARRETT: Structure of Metals, (1952), p. 372 [McGraw-Hill]
- 20) B. JAOUŁ (諸住・舟久保訳): 金属の塑性, (1969), p. 214 [丸善], (原著: Etude de la Plasticité et Application aux Métaux, (1965), [Dunod])
- 21) M. TANINO and K. AOKI: Trans. ISIJ, 8 (1968) 5, p. 337
- 22) W. HUME-ROTHERY: The Structures of Alloys of Iron, (1966), p. 194 [Pergamon Press]
- 23) R. H. FRAZIER, F. W. BOULGER, and C. H. LORIG: Iron Steel Eng., 33 (1956) 10, p. 67