

論 文

UDC 669.15'293-194 : 621.771.01 : 536.425 : 620.186.5

含 Nb 低炭素鋼の圧延における再結晶, 変態挙動*

関野 昌蔵**・森 直道***・田向 陵**

Behaviours of Recrystallization and Transformation Observed by Hot-Rolling of Nb-containing Steels

Shozo SEKINO, Naomichi MORI, and Shinogu TAMUKAI

Synopsis:

The recrystallization behaviour of austenite of Nb steel at 1-pass or 4-pass rolling was compared with that low carbon steel. The relation between austenite grain size and ferrite grain size was also investigated.

The recrystallization was greatly influenced by the very fine Nb(C, N) precipitates which precipitated during rolling. When Nb(C, N) remained unresolved, the recrystallization behaviour was the same as that of Si-Mn steel. The recrystallization was more difficult at 1-pass rolling than 4-pass rolling especially in the case of higher reduction. The influence of austenite grain size upon ferrite grain size was found to be small. The main factor controlling ferrite grain size was cooling rate after finishing pass.

(Received Aug. 18, 1971)

1. 緒 言

組織がフェライト-パーライトで圧延ままで 50~60 キロ級の強度をもち, しかも高靱性を示す鋼の製造は高張力パイプ材などの需要を考えるときわめて重要である。フェライト-パーライト鋼で強度, 靱性をともに向上させるためにはフェライト粒を微細にするのが有効なことがわかっているが, フェライト粒の決定因子, ことに γ 粒度との関係についてははつきりしない。最近 Nb が圧延ままで使う鋼に広く用いられるようになり, Nb の効果が加工された γ 粒の再結晶を阻止する点にあることがわかってきた。Nb 鋼の研究は BISRA で徹底的に行なわれてきた。わが国でも大森によつて Nb 鋼の 1 パス圧延時の再結晶挙動が研究されている²⁾。しかし γ 粒の再結晶挙動, γ 粒度と α 粒度の関係についてはかならずしもはつきりしない。本研究は Nb 鋼について圧延過程における γ 粒の再結晶挙動, γ 粒度と α 粒度の関係について調べたものである。

2. 実 験

実験に用いた試料の分析値を Table 1 に示す。いずれも大型転炉で溶製した商用鋼である。この 2 種の鋼のデータを比較することによつて Nb の影響を明らかにしよう。

実験は以下の項目について行なつた。

2.1 多重圧延時における γ 粒度と γ/α 変換比

圧延条件は以下のとおりである。

加熱温度: 1 250°C, 1 100°C × 1 hr
 仕上げ温度: 1 050°C, 1 000°C, 950°C, 900°C, 850°C
 焼入温度: 仕上げ直後焼入と仕上げ後空冷し, 900°C, 800°C に達したとき焼入
 最終圧下率: 15%, 43%

パススケジュールは 4 パス圧延で以下のとおりである。

仕上げ 43% 圧下の場合:
 50 → 33 → 28 → 23 → 13 (mm)
 (mm) (mm) (mm) (mm) (mm)
 仕上げ 15% 圧下の場合:
 50 → 25.4 → 20.4 → 15.4 → 13 (mm)
 (mm) (mm) (mm) (mm) (mm)

この中で 1~3 パスまでは抽出後ただちに連続圧延しており, 3 パス出口温度は 1 250°C 加熱の場合に 1 115~1 185°C, 1 100°C 加熱の場合に 1 000~1 050°C であった。3 パス後仕上げ温度までは空冷待ちした。

圧延仕上げ後の冷速によつて γ/α 変換比 (1 つの γ 粒から変態で生ずる α 粒の数) が変わることが考えられたので, 仕上げ後空冷のほかにはアスベストにはさんで冷却するアスベスト徐冷, または保熱炉中に入れての徐冷を行

* 昭和46年8月18日受付

** 新日本製鉄(株)技術研究所

*** 新日本製鉄(株)製品技術研究所

Table 1. Chemical composition of samples.

	C	Si	Mn	P	S	Nb	sol N	insol N	sol Al	insol Al	Remarks
A	0.12	0.28	1.33	0.012	0.015	—	0.0050	0.0015	0.020	0.0003	Without Nb
B	0.16	0.26	1.30	0.014	0.014	0.04	0.0048	0.0007	0.020	0.0003	With Nb

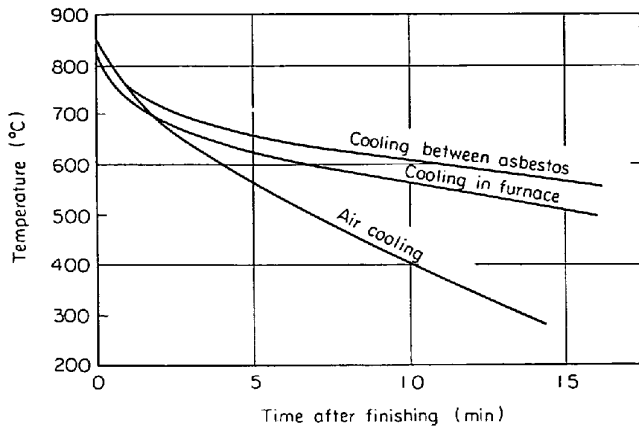


Fig. 1 Cooling curves after finishing pass.
Finishing temp. : 900°C
Thickness : 13 mm

なつた。各方法の冷速は以下のとおりである。Fig. 1にはこのときの冷速を図示する。

空冷：冷速は 800°C と 500°C 間の平均で約 50°C/min
 炉冷：圧延材を 500°C の炉に挿入。冷速は 25°C/min
 アスベスト冷：予熱しておいたアスベストにはさんで冷却。冷速は約 15°C/min

2.2 1パス圧延時における γ 粒度

多重圧延時の γ 粒の再結晶挙動と比較するために1パス圧延を行なつた。加熱、圧延条件は以下のとおりである。

加熱温度：1 250°C, 1 100°C×1~1.5 hr
 圧延仕上温度：1 050°C, 1 000°C, 950°C, 900°C, 850°C
 圧下率：43, 25, 15%
 圧延前恒温保持：保持なしと仕上温度で 1.5 hr, 24 hr 保持後圧延

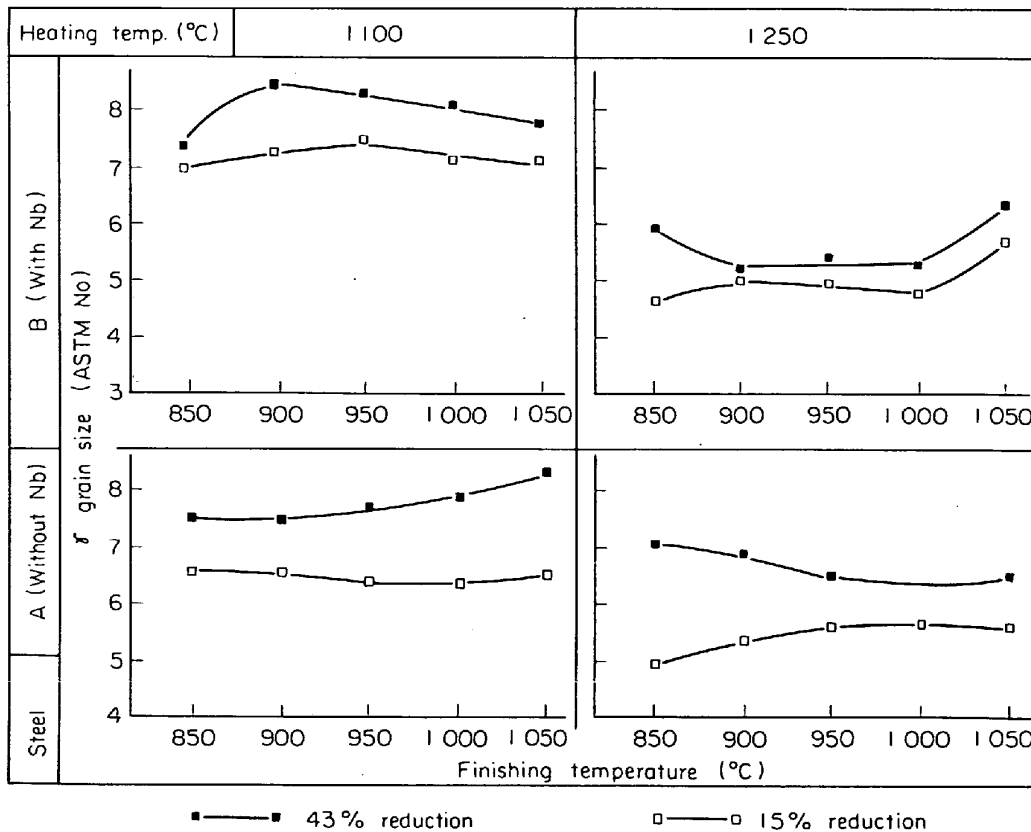


Fig. 2 Relation between rolling conditions and γ grain size after 4-pass rolling. Quenched immediately after finishing.

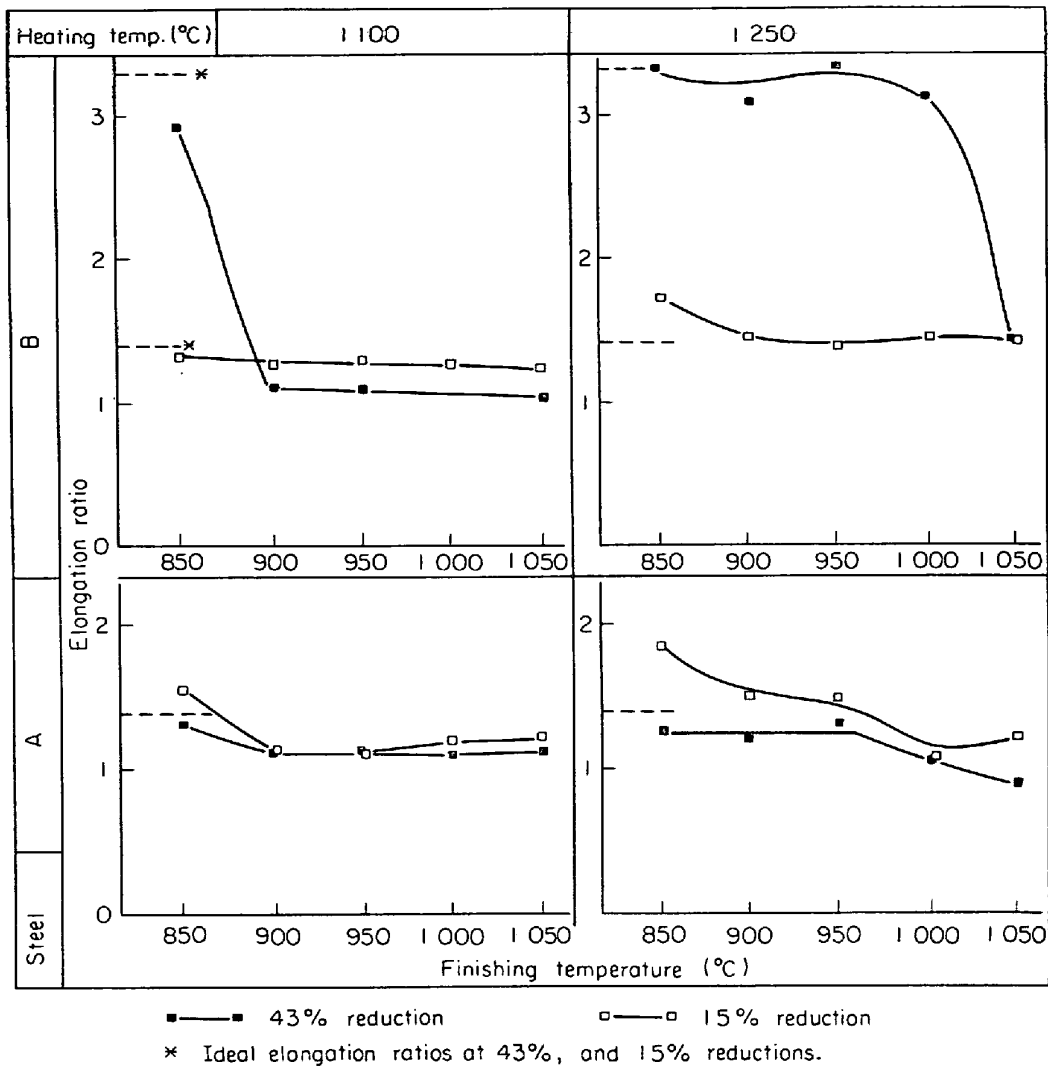


Fig. 3 Relation between rolling conditions and elongation ratio after 4-pass rolling. Quenched immediately after finishing.

2.3 粒度測定法

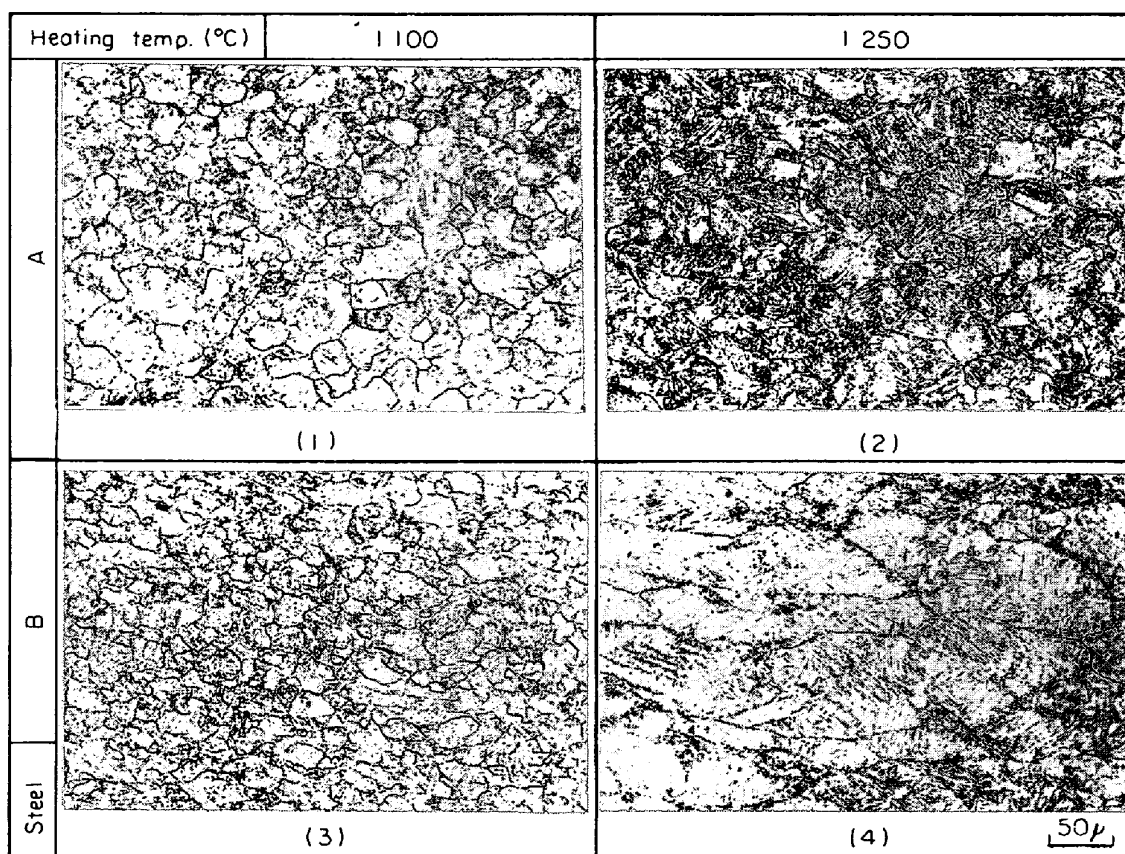
焼入試料を表面活性剤を加えたピクリン酸でエッチして γ 粒界をはつきりとだした。試料のL断面で、250粒界を横切る長さを求めて、板厚方向の粒径 d_x 、それに直角なL方向の粒径 d_y を求め、真の平均粒径として $d = 1.15\sqrt{d_x \cdot d_y}$ を、また伸長粒の尺度として d_y/d_x を求めた。

3. 実験結果

3.1 多重圧延時の γ 粒度と形状

Fig. 2, 3には多重圧延後の γ 粒度と伸長度を示す。ここではデータは省略するが、 γ 粒度は圧延直後焼入れた試料と空冷してから焼入れた試料間であまり変わらないことから、 γ 粒は圧延直後ではほぼ再結晶を完了しておりその状態で安定化しているといえる。ただ鋼Bについては仕上後から900°C焼入までの間で伸長粒は等軸粒

に変わっていた。加熱温度の影響については、加熱温度が高いほど粗粒化しており1250°Cと1100°Cでは1~2番の差がでる。鋼種の影響は1250°C加熱ではNb鋼のほうが粗粒化しており、1100°C加熱では逆である。圧下率は大きい方が細粒になり再結晶しやすい。Photo. 1には一例として、43%仕上圧下率で900°C仕上の場合の代表的組織を示す。(3)では γ 粒はかなり細粒化していることがわかるが γ 粒界に小さい γ 粒がとり残されており、これが(1)との相違点である。未溶解の炭窒化物が、小さい γ 粒が大きい γ 粒にくわれるのをさまたげている例である。Nb(C, N)を溶かして、低温仕上をした場合の組織(4)では γ 粒は再結晶せず伸長粒であり、その粒界にはフェライトの微細粒の析出が認められる。このように未再結晶の γ 状態から焼入れたときには焼入性は γ 粒界からのフェライトの析出によつて損なわれる。一方鋼Aは(2)に示すように完全に再結晶して



Finishing temp.: 900°C Reduction of finishing pass: 43%

Photo. 1 γ structure after 4-pass rolling and quenching.

いる。

Fig. 4 には 4 パス圧延中における γ 粒度の変化を示した。1 100°C 加熱の場合には Nb ありなしにかかわらず、2 つの鋼の γ 粒度の変化過程はほとんど同じである。1 250°C 加熱で Nb の炭窒化物を溶かした場合は、2 つの鋼の γ 粒度の変化過程は大きく違ってくる。この図から γ 粒度の微細化には強圧下が有効なこと、その決定要因は仕上温度や圧下率のほかに、加工前の γ 粒度もあげられること、加熱温度によつて、抽出直後の γ 粒度は非常に違い、その後の圧延過程で差は縮まるものの、結局差が残ることがわかる。

Photo. 2 にはこのときの代表的組織を示す。950°C 仕上直後から 800°C まで空冷される間にわずかに再結晶、もしくは粒成長が進行するのが認められる。

次に抽出分析によつて、Fig. 4 の工程中で γ 中に溶け残っているか、 γ 中に炭窒化物として析出した Nb 量を求めた結果を Fig. 5 に示す。抽出条件はすでに発表されている条件にしたがった³⁾。1 250°C 加熱では 0.01% ほど溶け残り、4 パス圧延から 800°C までに空冷される間に 0.007% ほど析出している。一方 1 100°C 加熱では 0.007% ほど溶けるが、これは圧延から 800°C ま

での空冷の間にほとんど析出しない。結局圧延中 γ 域で析出する 0.003~4% の Nb が再結晶過程に大きな影響を及ぼし再結晶を阻止しているといえる。

3.2 多重圧延時の γ/α 変換比

γ/α 変換比とは 1 つの γ 粒から変態でできる α 粒の数をいう。Fig. 6 には仕上温度、冷却速度を変えたときの γ 、 α 粒度の関係を示す。変換比は仕上温度が低くなれば大きくはなるが、 γ 粒の大きさにはあまり影響されなくなる。900°C 仕上では変換比は鋼 A、B でほぼ同じ値になることがわかる。冷速の影響についていえば、変換比は γ 粒度よりも冷速で大きく変わり、冷速が速ければ α 粒は微細になる。

Photo. 3 には鋼 B の代表的フェライト-パーライト組織を示す。1 250°C 加熱、15% 圧下で空冷の場合はパーライトの部分が上部ベーナイト状の組織になりこのような場合には一般に靱性はよくない。1 250°C 加熱、43% 圧下、アスベスト冷却材ではフェライトはかなりの混粒である。この中で細かいフェライト粒の並んでいるところが最初に変態が生じた旧 γ 粒界である。ここで変態が起こると C は粒内へ押しやられて、粒内は比較的粒の大きなフェライト-パーライト組織となる。

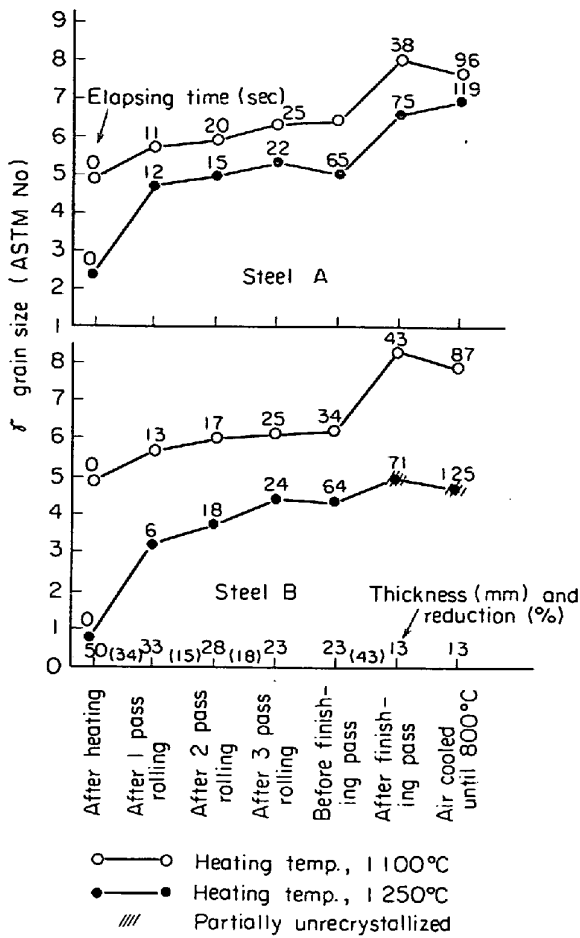


Fig. 4 Change of γ grain size during 4-pass rolling. Finishing temp., 950°C.

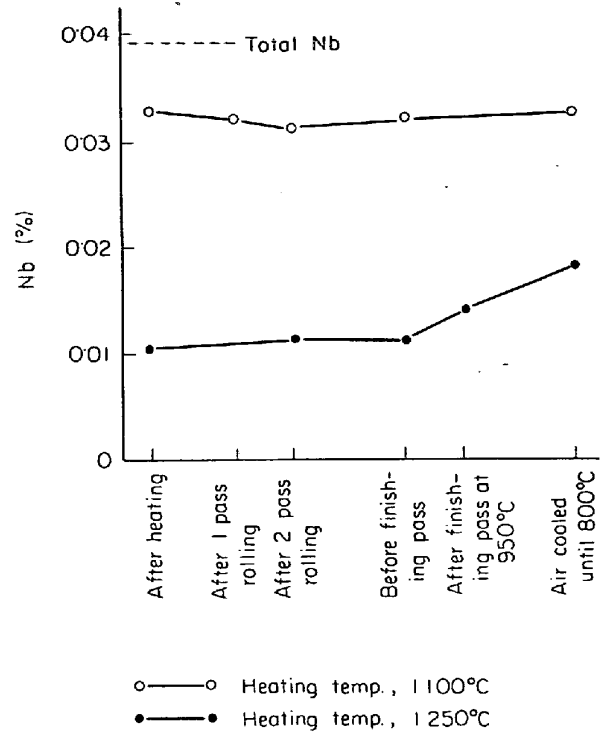
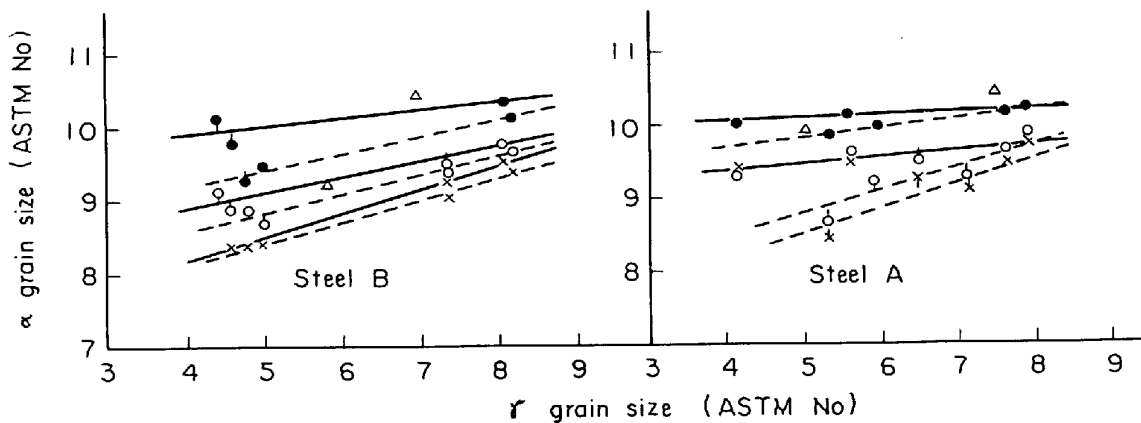
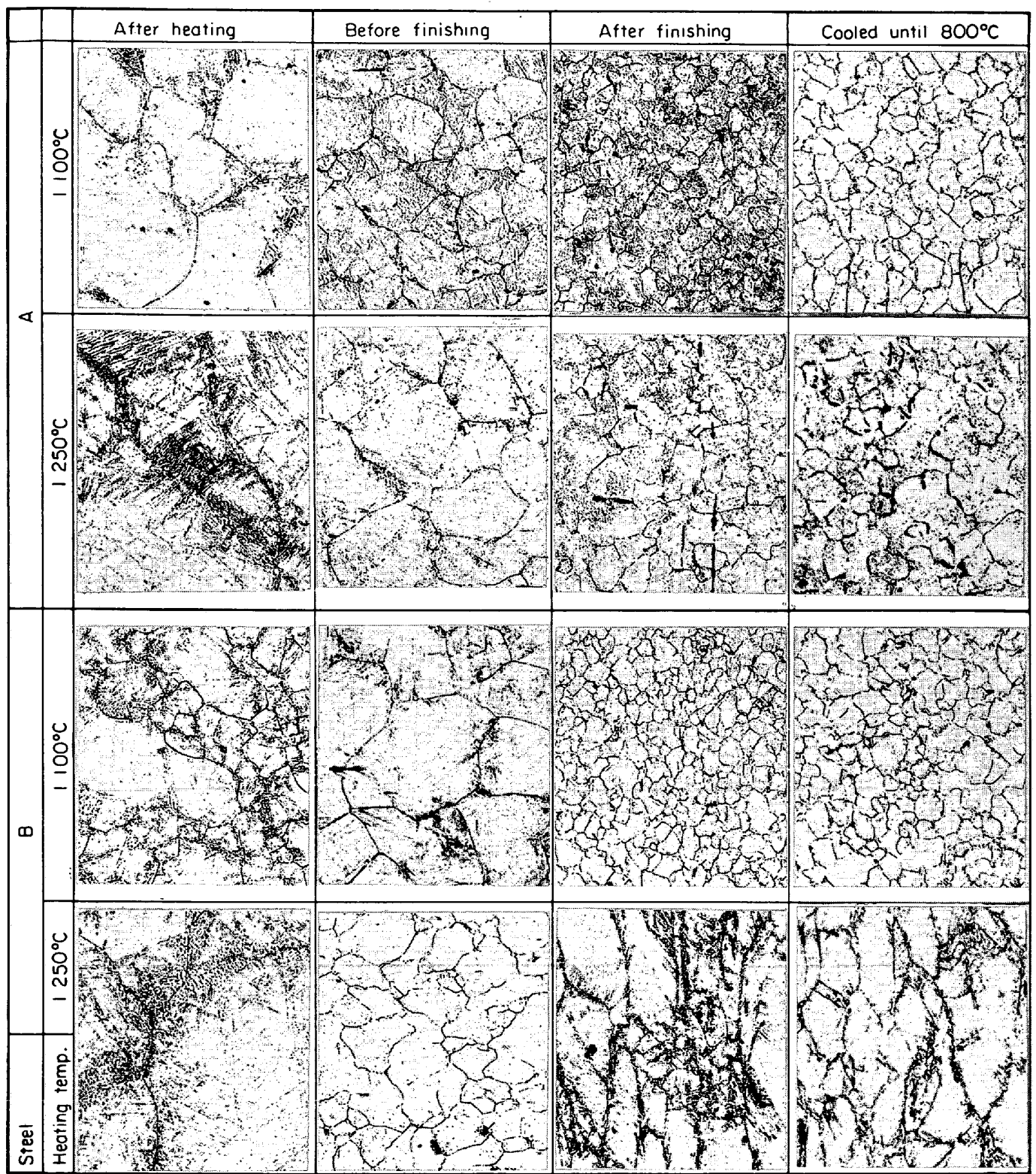


Fig. 5 Change of unresolved and precipitated Nb in γ . Steel B.



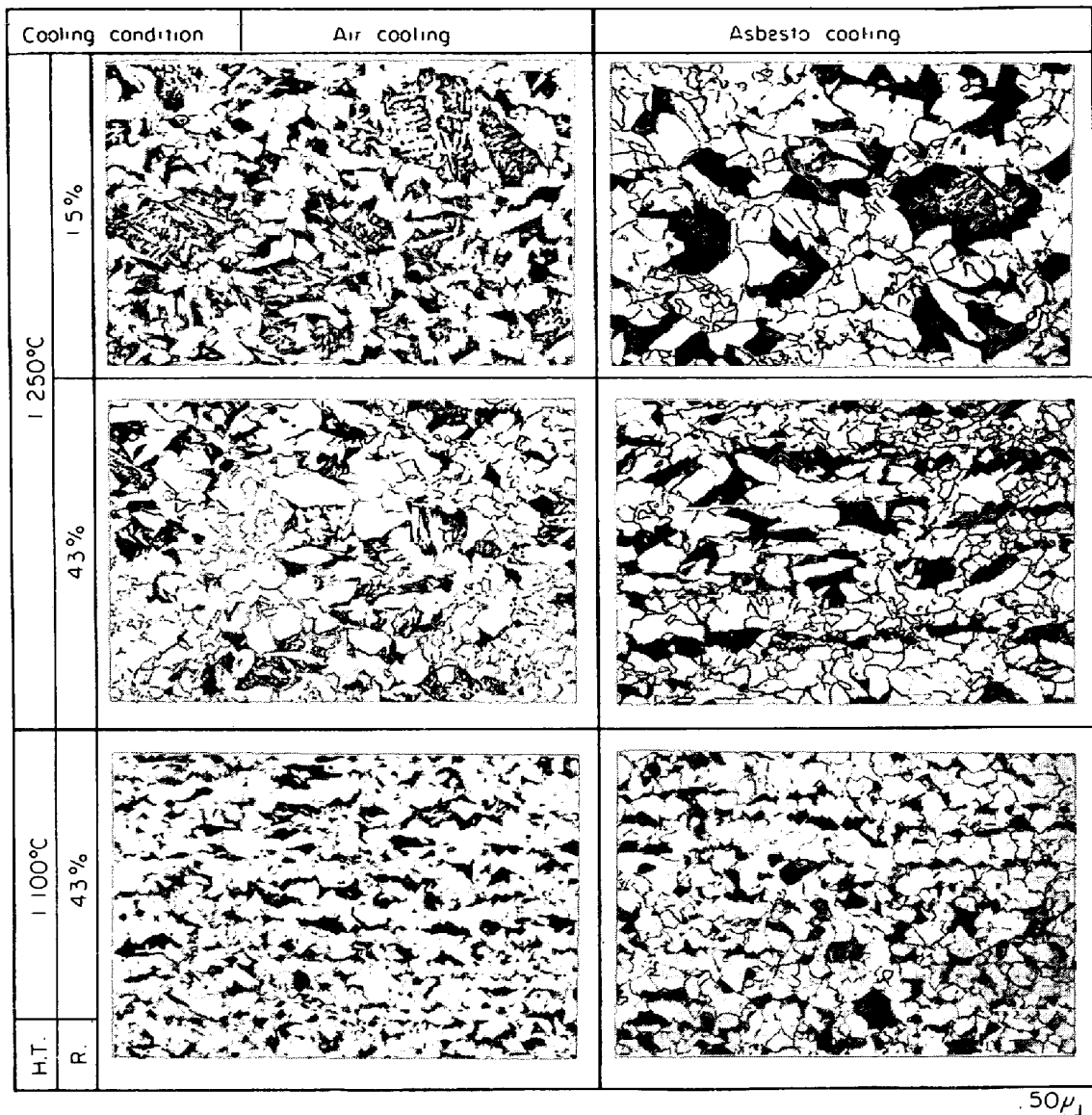
Finishing temp.	1000°	900°	800°
Air cooling	●---●	●---●	△
Furnace cooling	○---○	○---○	
Asbestos cooling	x---x	x---x	

Fig. 6 Relation between γ grain size and α grain size in the case of different cooling rates. Heating temp., 1100° and 1250°; reduction at finishing pass, 15% and 43%.



50μ

Finishing temp., 950°C; Reduction of finishing pass, 43%
 Photo. 2 Change of γ structures during 4-pass rolling.



Finishing temp.; 900°C

Photo. 3 Typical ferrite-pearlite structure of steel B.

3.3 1パス圧延時の γ 粒度と形状

Fig. 7には、鋼Bについて1パス圧延での圧延温度と再結晶率との関係を示す。再結晶率は伸長粒と等軸粒の面積から求めた。1250°C加熱の場合は圧下率を大きくとるほど再結晶しにくくなること、圧延前にその温度で24hr保持すると再結晶しやすくなることがわかる。1100°C加熱の場合には圧下率の大きいほうが再結晶しやすく、これはNbを含まない一般的な鋼の傾向と同じである。

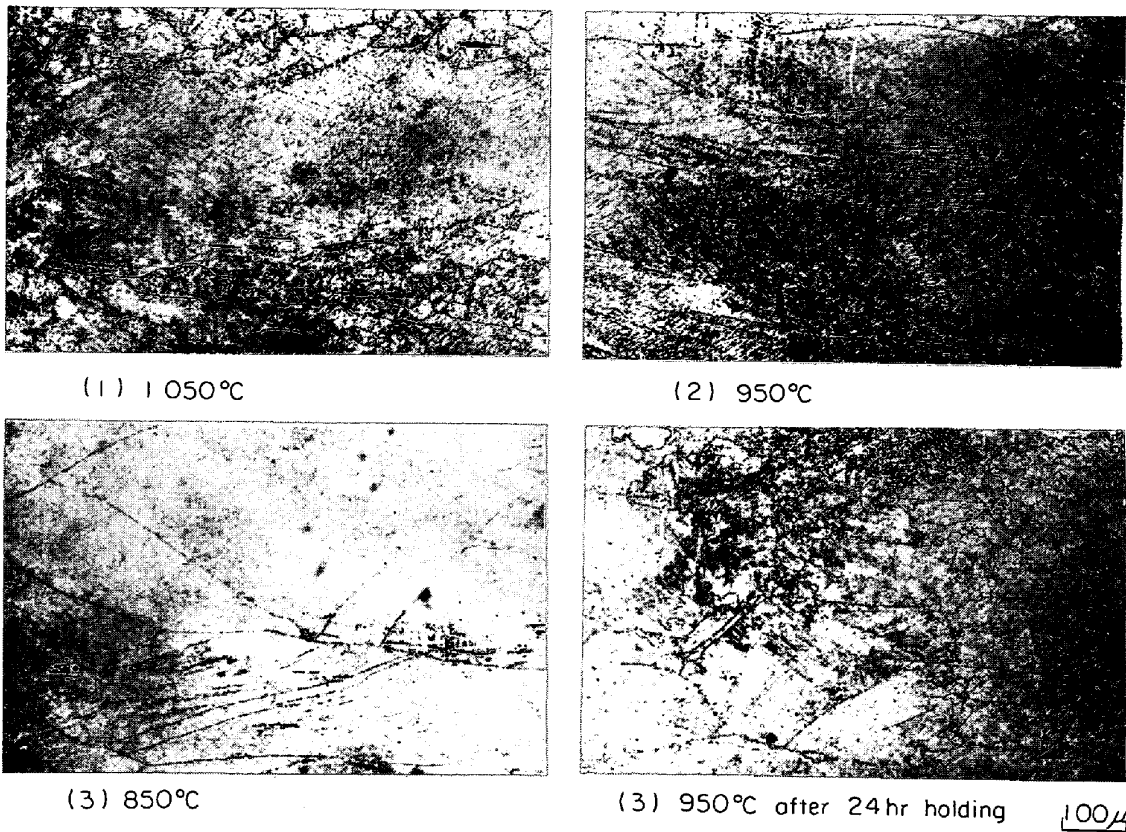
Fig. 8には鋼Bの1パス圧延時の圧延直後のNbの析出挙動を示す。圧延前に24hr保持すればNbはほぼ完全に析出しているが、1100°C加熱の場合と比べてまだかなり再結晶しがたいことがわかる。Photo. 4には鋼B

を1250°Cに加熱して1パス圧延をしたときの組織を示すが γ の再結晶は旧 γ 粒界から起こること、950°C以下の低温圧延では再結晶は起こらないが変形双晶によって γ 粒は実質的に微細化されることがわかる。

4. 考 察

4.1 回復、再結晶挙動

Nb鋼の γ 粒の回復再結晶挙動を知るためには、NbCの溶解、析出挙動を知る必要がある。Fig. 9はC, 0.16%; Nb, 0.047%; N, 0.0055%; Al, 0.023%の鋼のNbC, AlNの平衡溶解度曲線を平衡恒数から計算した結果である⁴⁾。これからAlNは約1000°C, NbCは約1300°Cで完全に溶解し、1000°Cではほぼ析出を完了



Heating temp., 1250°C: Finishing temp., shown in Photo.
Photo. 4 γ structures of steel B in 1-pass rolling.

することがわかる。

Nb 鋼では析出物は正確には $Nb_x(C, N)_y$ といわれているが、ひとたび $Nb(C, N)$ を完全に固溶させてしまうと γ 粒はかえつて粗大化することから、溶け残りの $Nb(C, N)$ は粒成長を阻止していること、固溶 Nb は固溶 Al と同じように γ 粒を粗大化させる傾向のあることがわかる。ひとたび $Nb(C, N)$ を溶かしこむと次に温度が下がったときに $Nb(C, N)$ は析出しやすい状態になるが Fig. 8 にみられるように 1.5 hr 保持しても析出は遅々として進まない。このことから γ 中での析出速度は遅いことがわかる。ここで加工が加わると転位を核として析出は促進されて、このときできる微細な析出物が再結晶を効果的に阻止すると考えられる。1100°C 加熱した Nb 鋼の再結晶挙動は Fig. 3 に示すように高温では Nb を含まない鋼の再結晶挙動と似ていることから溶け残りの $Nb(C, N)$ には再結晶阻止能はないといえる。Fig. 8 で圧延前に 24 hr 保持したものは $Nb(C, N)$ が析出しているにもかかわらず再結晶しやすいことから、加工前に析出した $Nb(C, N)$ の再結晶阻止能も弱いことがわかる。1パス圧延と多重圧延のちがいはつぎのようなことがあるといえよう。多重圧延であれば各パスごとに

$Nb(C, N)$ の析出が促進されているので、再結晶が問題になる最後のパスでの圧延時に析出する $Nb(C, N)$ の量は少ないと考えられる。一方1パス圧延であれば過飽和に溶けこんでいた Nb が、そのパスの圧延で一気に析出するためにより高温で圧延しても再結晶は効果的に阻止されると考えられる。再結晶阻止の役割を果たす Nb の量は 0.005~0.003% 以下のきわめて微量なものである。1パス圧延のような特別の場合を除けば強加工するほど再結晶は起こりやすい。これは圧延によつてより大きなエネルギーが貯わえられると考えれば当然といえる。

再結晶が起こらなかつたときは回復が起こるが、その結果粒度は変わらず、粒はいくらか丸味を帯びてくる。圧延温度が 950°C から下がるにしたがつて、ことに圧下率が大きい場合に変形双晶が生じ、これによつて実質的な細粒化が行なわれる。

4.2 γ/α 変換比

γ/α 変換比については本実験の範囲ではほとんど γ 粒度によらないし、鋼種の影響も少なく、最も影響の大きいのは冷速である。 α 粒度で材質がほぼきまることを考えるとパススケジュールを変えて γ 粒を小さくすること

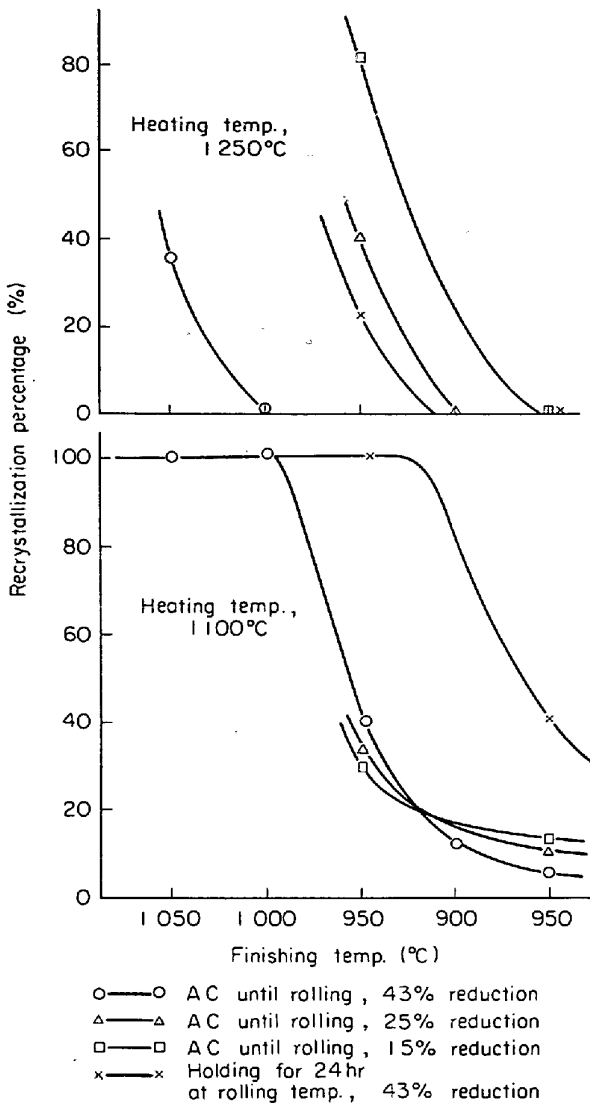


Fig. 7 Relation between recrystallization percentage and finishing temperature in 1-pass rolling.

よりも冷速をあげて α 粒を微細化することのほうが効果的である。

γ/α 変換比は仕上温度が低いほうが大きい。仕上温度が低いことはそれだけ未再結晶状態にあるといえることから、一般には未再結晶状態からの変態のほうが γ/α 変態比は好ましいほうにいくといえよう。未再結晶 γ から変態させれば α 粒の変態核は γ 粒界から発生しやすく、この場合冷速をはやめれば変態核の成長が阻止されることからより微細な α 粒がえられると考えられる。ただ Fig. 6 で鋼 A と B を比較した場合に、 α 粒度の絶対値では、 γ が未再結晶状態にある鋼 B のそれが、ほぼ再結晶している鋼 A のそれとあまり変わらないことから、 α 粒度の決定要因としては、再結晶程度のほかに鋼種も関係しているといえる。

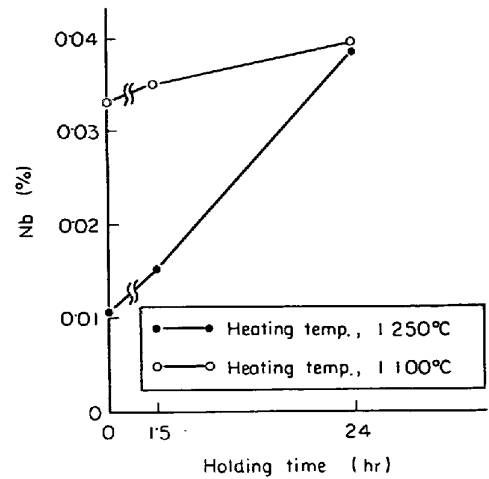


Fig. 8 Unresolved and precipitated Nb in γ immediately after 1-pass rolling. The specimens were held at rolling temperature before rolling. Finishing temp. : 850°C

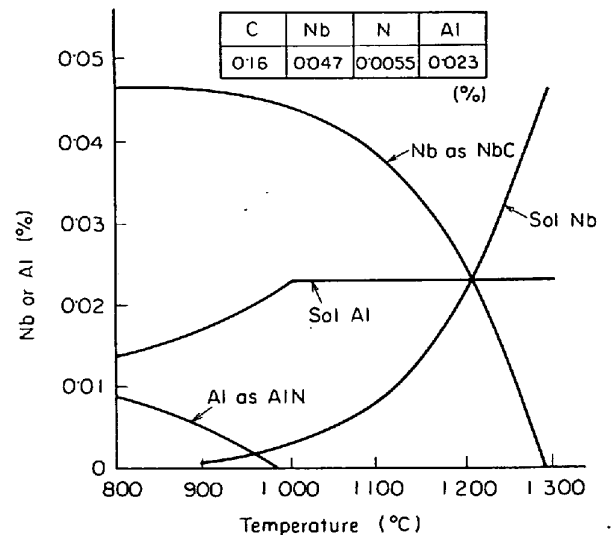


Fig. 9 Solubility curves of Nb and Al in C-Nb-Al-N system.

5. 結 論

Si-Mn 系低炭素鋼で、Nb のありなしの場合について圧延過程での γ 粒の再結晶挙動と、 γ 粒度と α 粒度の関係 (γ/α 変換比) について調べて以下の結論を得た。

(1) γ 粒度

- i) 固溶 Nb は γ 粒を粗大化させる。
- ii) 溶けた Nb(C, N) は圧延中に析出して再結晶を著しく阻止する。このときの Nb 量は 0.005% 以下で十分である。
- iii) 1250°C 加熱と 1100°C 加熱では加熱ままの γ 粒度には大きな差があり、その後の圧延過程でこの差は

大幅に縮まるものの結局粒度番号 1 番以上の差が残る。

iv) 4 パス圧延と 1 パス圧延の違いは，後者の方がより高温，高圧下率まで再結晶が阻止される。

Nb(C, N) が溶けこんでいない場合は Nb(C, N) の析出物があつても，Si-Mn 系低炭素鋼の再結晶挙動とほぼ同じ再結晶挙動を示す。

v) 多重圧延では仕上圧延時の圧下率が大きいほど再結晶を起こしやすく，かつ再結晶後の γ 粒は微細になる。

vi) 低温圧延では再結晶しない場合でも，双晶変形が起こり実質的な γ 粒は微細化される。

(2) α 粒度

i) γ/α 変換比に対する γ 粒度の影響は大きくない。

ii) γ/α 変換比に対する冷速の影響は大きく，冷速が速いほどより微細な α 粒がえられる。

iii) 低温での圧延により， γ の未再結晶状態からの変態は， γ/α 変換比に好影響をもたらす。

文 献

- 1) J. J. IRANI, D. BURTON, J. D. JONES, and A. B. ROTHWELL: Iron Steel Inst, Spec. Rep. P 104, (1967), p. 110
- 2) 大森靖也: 日本金属学会誌 30 (1966), p. 1164
- 3) 関根 寛ほか: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 569
- 4) 武井格道ほか: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 497