

論 文

UDC 621.771.016.2 : 669.14.017.3 : 669.112.312 : 621.787.4

熱間圧延後のフェライト変態開始温度に及ぼす
圧延条件と化学成分の影響大内 千秋*・三瓶 哲也*・小指 軍夫*²The Effect of Hot Rolling Conditions and Chemical Compositions on
the Onset Temperature of γ - α Transformation after Hot Rolling

Chiaki OUCHI, Tetsuya SAMPEI, and Isao KOZASU

Synopsis :

The effects of hot rolling condition and chemistry of the steels on the onset temperature of γ - α transformation after hot rolling were investigated using the thermal analyzer developed for measurement of A_{r3} temperature after hot rolling. The changes of A_{r3} temperature and austenitic microstructure with the reheating temperature, the rolling temperature and the rolling reduction were investigated in the Si-Mn and Nb-bearing steel. These results were analyzed based on the changes of the effective interfacial area per unit volume (S_v) that included the recrystallized or unrecrystallized γ grain boundary and deformation band as a nucleation site for ferrite. Although the S_v value increased with the refinement of recrystallized γ grain or the increase of rolling reduction below recrystallization temperature of austenite, the latter resulted in much greater rise of A_{r3} temperature in Nb steel. This was considered to be due to the reduction of the amount of dissolved Nb atom around the grainboundary or deformation band through the strain induced precipitation of Nb(CN).

The effects of chemistry and the plate thickness on A_{r3} temperature after controlled rolling were studied in the large number of the steels with the different chemistry, and the relation of A_{r3} temperature and each element was quantitatively established based on the multiple regression analysis.

1. 緒 言

制御圧延は Nb などの微量元素の機能を活用することによりオーステナイト(γ)の再結晶を遅滞させ、オースフォーミングと同様に未再結晶 γ から変態させることを特徴としているために一種の加工熱処理と考えられている。しかしオースフォーミングの場合と異なり、制御圧延後の冷却は空冷ないしは制御冷却であり、得られる変態組織は微細なフェライト・パーライトあるいはフェライト・ベイナイトなどの拡散型の変態に基づいている。歪みエネルギーを蓄えた未再結晶 γ からの拡散変態は、制御圧延で得られる微細な変態組織と密接に関係しているが、その詳細な変態挙動や各種合金元素の変態開始温度(A_{r3} 点)に及ぼす影響などについては十分な研究がなされていない。制御圧延の個々の制御因子は、鋼材に要求

される諸特性や板厚などにより広範囲に変化するが、それに伴い γ - α 変態挙動、特に A_{r3} 点も変動する。最近の厚板ミルでの制御圧延では圧延仕上がり温度が700°C前後までに低下しており、多くの鋼種において A_{r3} 点以下で一定の圧下がなされている。このような γ + α の二相域圧延で得られる強度や靱性を厳密に制御するには、各鋼種について制御圧延時の A_{r3} 点を正確に把握する必要がある^{1)~3)}。また制御圧延後の加速冷却を行う場合にも、その強靱化効果を達成する上で A_{r3} 点について正確な情報を得ておくことが重要である⁴⁾。

鋼の変態点や変態の kinetics は基本的には化学成分、冷却速度、 γ 粒径に依存しており、C.C.T. 曲線、T.T.T. 曲線、あるいは Ms 点や Bs 点と化学成分の関係など広く調査、研究されている。しかし熱間圧延後の変態挙動や A_{r3} 点は、圧延条件に伴う γ 組織の変化

昭和 55 年 2 月 5 日受付 (Received Feb. 5, 1980)

* 日本鋼管(株)技術研究所 (Technical Research Center, Nippon Kokan K. K., 1-1 Minamiwatarida-cho, Kawasaki-ku Kawasaki 210)

² 日本鋼管(株)技術研究所 (現: 本社鉄鋼技術部) (Technical Research Center, Now Iron and Steel Technology Department, Nippon Kokan K. K.)

に大きく影響されること、 γ 組織の定量化法が確立されていないこと、さらには熱間圧延後の変態点を直接測定する機器が開発されていない、などの理由から従来この分野での系統的な研究は少ないのが実情である。本研究では熱間圧延後の Ar_3 点を正確に測定しうる機器を試作した上で、特に制御圧延後の Ar_3 点の把握を主目的に実施した。検討項目として、(イ)Nb 添加鋼を主体に圧延条件に伴う γ 組織変化の把握と Ar_3 点の変化の測定、(ロ)実用鋼及び実験室材を含め 170 余りの鋼種の制御圧延後の Ar_3 点の測定、 Ar_3 点と各化学成分の間の定量的関係式の確立、が含まれる。得られた結果は、 γ 組織の定量化法として筆者らが提唱してきた圧延方向に伸展した γ 粒界と変形帯を定量化した有効界面面積 (S_V 値) に基づいて考察を行った⁵⁾⁶⁾。

2. 実験方法

2.1 供試鋼と実験方法

熱間圧延条件に伴う Ar_3 点の変化の検討は Table 1 に示す Si-Mn-Nb 鋼と Si-Mn 鋼の 2 鋼種を用いた。工場出鋼材をスラブで入手後予備圧延し、種々の厚さの小鋼板を切り出し圧延材とした。 γ 組織を広範囲に変えるために、加熱温度、圧延温度、圧下率を変化させたが、基本的には 1 パス圧延で仕上がり板厚は 8 mm である。加熱温度は 1050°C から 1250°C、圧延温度は 880°C から 1200°C、パス圧下率は最大 70% の範囲で変化させた。以上の 1 パス圧延実験の他に、再結晶 γ 粒径の調整及び未再結晶 γ 域での累積圧下率の影響の検討のために、2 パス以上の多パス圧延実験を実施した。また未再結晶 γ 域での圧延温度の影響の調査のために、圧延温度は 750°C から 900°C の間で変化させた。1 パス及び多パス圧延材とも圧延仕上がり後、空冷時の変態開始

温度の測定を行うと同時に、圧延後水焼入れして γ 組織の観察を行った。圧延温度の制御や Ar_3 点の測定は鋼片中心部に挿入した CA 熱電対により行った。板厚 8 mm の空冷時の冷却速度は 1.0°C/s である。

一方、制御圧延材の Ar_3 点に及ぼす化学成分の影響を検討する実験では、化学組成が異なる 173 鋼種を用いた。それらの各化学成分範囲の上、下限値を Table 2 に示す。本実験での simulative controlled rolling の方法は、上記の圧延条件に伴う γ 組織の変化及び Ar_3 点の変化の検討結果に基づく圧延法である。すなわち小鋼片 (24 mm 厚さ) を 1250°C に 20 min 加熱後、1150°C で 33% の圧下率で予備圧延し再結晶 γ 粒を微細化し、引き続き未再結晶 γ 域 (Nb 鋼での) の 880°C で 50% (16 mm→8 mm) の圧下率で圧延した後空冷した。得られた結果をもとに重回帰分析により化学成分と Ar_3 点の間の定量的関係を求めた。さらに制御圧延材の板厚に伴う Ar_3 点の変化の測定実験は Table 1 の鋼 A~D を用いて行った。いずれも工場出鋼材であり、スラブを入手、実験室圧延材により板厚を 8 mm から 30 mm まで変化させて圧延し、 Ar_3 点の測定を行った。圧延条件は 1200°C 加熱で、いずれの板厚の場合とも 900°C 以下 65% の累積圧下率、圧延仕上がり温度は 790°C と一定にした。

2.2 熱間圧延後の Ar_3 点の測定機器と測定方法

熱間加工後の変態点の測定機器としては加工フォーマスターが知られているが⁷⁾、本機器では実際の制御圧延の諸条件を考慮すると多くの制約がある⁸⁾。圧延後の鋼板の熱膨張変化を実測する機器を試作して Ar_3 点を求める試みがなされている一方⁹⁾、制御圧延材の集合組織や機械的性質の変化から間接的に Ar_3 点を把握する研究も行われてきた¹⁰⁾¹¹⁾。しかしいずれの方法とも、測定

Table 1. Chemical compositions of the steels. (wt%)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Nb	V	sol. Al	T. N.
No.	0.16	0.36	1.41	0.018	0.017					0.031		0.020	0.0054
No.	0.16	0.36	1.32	0.018	0.020							0.039	0.0062
A	0.16	0.27	1.30	0.018	0.007					0.028		0.018	0.0046
B	0.06	0.33	1.46	0.012	0.007		0.23		0.13	0.040	0.072	0.028	0.0055
C	0.10	0.30	1.55	0.013	0.004	0.14		0.25		0.041	0.057	0.020	0.0086
D	0.05	0.27	1.61	0.013	0.003		1.85			0.047		0.037	0.0060

Table 2. Ranges of chemical compositions of the steels. (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Nb	V	sol. Al	T. N.
Lower	0.03	0.15	0.80	0.010	0.005	0	0	0	0	0	0	0.010	0.0020
Upper	0.16	0.45	2.22	0.022	0.015	1.2	2.3	0.8	0.8	0.17	0.30	0.050	0.0090

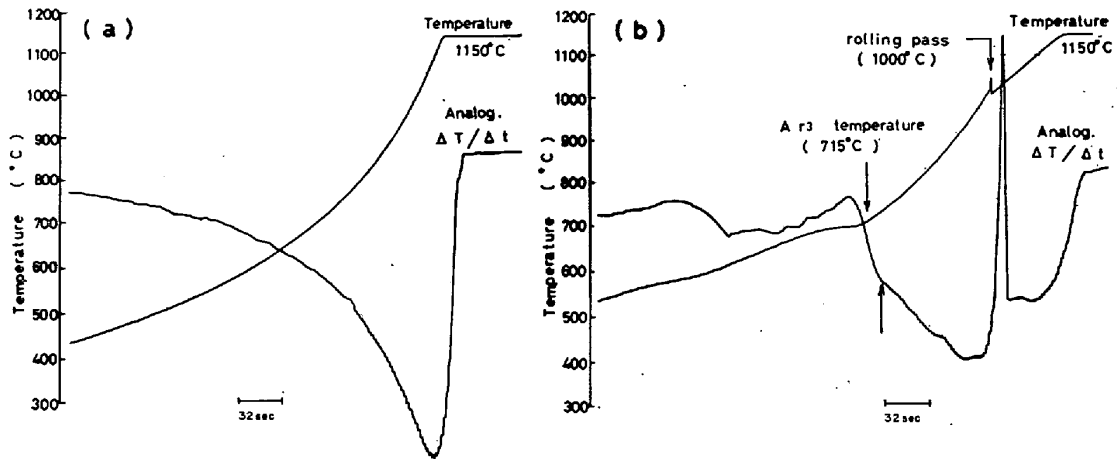


Fig. 1. Conventional (T v. t) and differential (dT/dt v. t) cooling curves after hot rolling. (a) 18-8 stainless steel, (b) Si-Mn-Nb steel.

方法の簡便さ、精度、はん用性などの面から十分確立された機器、手法とはいいがたい。ここで試作して用いた変態点測定機器は、変態に伴う潜熱発生によつて生じる微小の鋼板の冷却曲線の変化を精度よく解析して求める熱分析法に基づいている。製作した解析機器 (thermal analyser と称する) は MACKENZIE ら¹²⁾ が採用した方法を改良したものであり、出力が熱電対からの熱起電力の時間微分となるように組まれている。すなわち熱電対からの入力、ローパスフィルター、増幅器、差電圧検出回路、積分回路を経てアナログ信号として出力されるが、特に改良した点は増幅器の後に sampling 装置を組み入れ、微小時間 Δt を冷却速度に応じて適正に選択できるようにした点である。その結果、微小の冷却曲線 (温度-時間曲線) の変化が明瞭に $\Delta T/\Delta t$ 曲線の変化として検出される。

Fig. 1 には実測例として、8 mm 板厚に熱間圧延した後、空冷した場合の時間-温度、出力の曲線を示した。18-8 ステンレス鋼の出力はなめらかな曲線を示す一方、低合金鋼では変態に伴う出力曲線の急激な変化を示しており、 Ar_3 は容易に検出しうる事がわかる。thermal analyser から求まる変態点が熱膨張法による変態点に一致するか否かを調べるために、Formaster-F を使用してその熱電対の出力を thermal analyser に入れ、圧延材と同一冷却速度での変態点を求めた。その結果、thermal analyser から求めた変態点は熱膨張変化からのそれと極めてよい一致が得られた。さらに、熱間圧延後変態開始温度付近から水焼入れし、組織観察によるフェライト生成の有無の確認による変態開始温度の推定との対応も検討した。これら一連の実験から本機器による Ar_3 点の測定精度は $\pm 5^\circ\text{C}$ 以内であることが明らかとなった。

3. 実験結果

3.1 変態開始温度に及ぼす圧延条件と γ 組織の影響

本節では加熱温度、圧延温度、圧下率を広範囲に変化させた時の Si-Mn 鋼及び Nb 添加鋼の Ar_3 点の変化についての結果を述べ、 Ar_3 点の変化を圧延後の焼入れ実験で得た γ 組織の変化との対応で整理、検討を行う。Fig. 2 は Si-Mn 鋼の 1 パス圧延実験で、各圧延温度での圧下率を変えた時の Ar_3 点の変化を示す。本鋼の場合、各圧延条件で得られる γ 組織はすべて再結晶 γ 組織である。圧延条件に伴う Ar_3 点の変化は軽微であり、 1250°C 加熱ままでの 720°C から圧下率の増大とともに上昇するが、 750°C 前後で飽和する傾向を示す。

一方 Fig. 3 には Nb 鋼での 1250°C 、 1150°C 加熱の場合の同様な結果を示す。圧延温度、圧下率の変化に伴って Ar_3 点は広範囲に変動しており、特に圧延温度の低下に従い圧下率に伴う Ar_3 点の著しい上昇が特徴

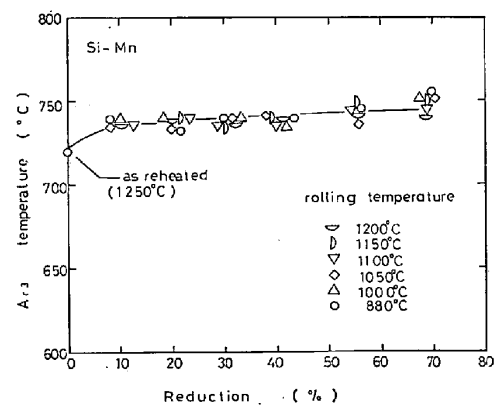


Fig. 2. The effects of rolling temperature and a pass reduction on Ar_3 temperature in Si-Mn steel.

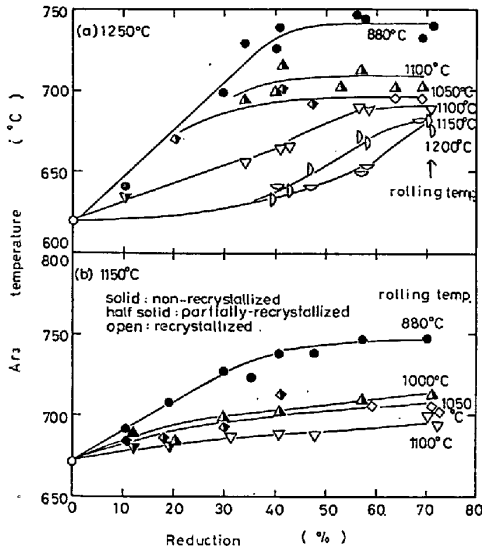


Fig. 3. The effects of rolling temperature and a pass reduction on Ar₃ temperature in Nb-bearing steel. (The reheating temperature was 1250°C in (a) and 1150°C in (b))

的である。本図の各測定値は焼入れ実験から求めた各圧延条件で得られるγ組織に基づいて、完全再結晶(Open mark)、部分再結晶(half solid mark)、及び未再結晶(solid mark)の各組織に分類して表示したが、880°Cの圧延温度の場合はいずれの圧下率の場合とも未再結晶γ組織からの変態である。1150°C加熱の場合のAr₃点は加熱ままとを含めて全般に1250°C加熱の結果よりも上昇しており、また880°Cの圧延温度では圧下率の増大に伴うAr₃点の飽和する温度もやや高く、Si-Mn鋼の結果に近づいている。

以下では再結晶γ粒と未再結晶γ粒の組織に分けてAr₃点の変化を整理する。Fig. 4は各圧延温度、圧下率

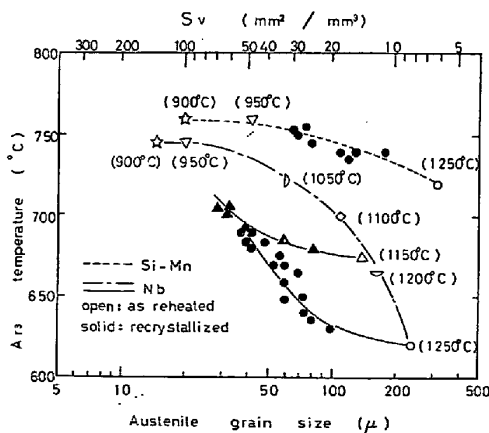


Fig. 4. The effect of γ grain size on Ar₃ temperature in Si-Mn and Nb steel. γ grain size was varied by changing reheating temperature or recrystallization.

の組み合わせで完全再結晶した場合のγ粒径を測定し、Ar₃点とγ粒径の関係を示した。図中の温度は加熱温度を示す。Si-Mn鋼のAr₃点の変化はγ粒径のみの変化に基づくが、Nb鋼の場合には加熱温度に伴う固溶Nb量の変化がγ粒径の変化と同時に生じており、図中の一点鎖線はそれらが重複した時のAr₃点を示していると考えられる。1250°Cあるいは1150°C加熱後、圧延によりγ再結晶粒を微細化した場合には、実線で示されるように細粒化により徐々にAr₃点が上昇する。

Fig. 5は未再結晶γ組織からの変態の場合の未再結晶γ域での圧下率とAr₃点の関係を示している。圧延温度(750°C~850°C)を1パス圧延で変化させたものと、900°Cから800°Cの温度域での多パス(2~5パス)

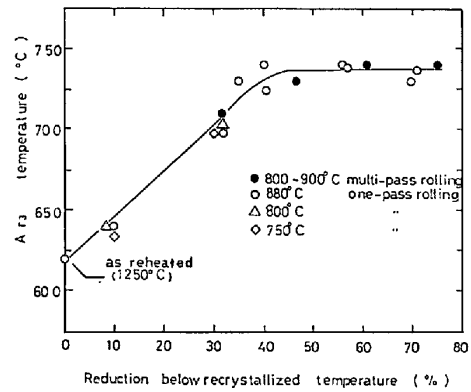


Fig. 5. The effect of rolling reduction below recrystallization temperature of austenite on Ar₃ temperature in Nb steel.

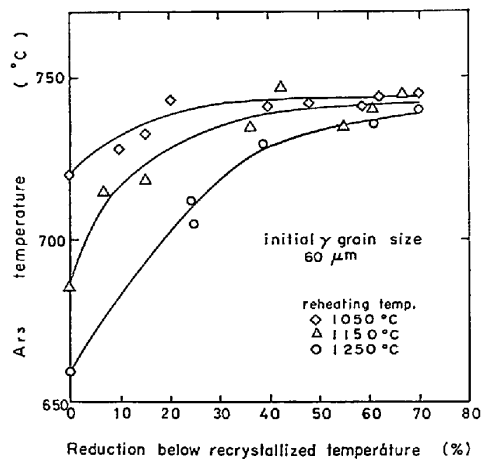


Fig. 6. The effect of a rolling reduction below recrystallization temperature of austenite on Ar₃ temperature in Nb steel with a given initial γ grain size of 60 μm. (the initial γ grain size was controlled in 60 μm under the various reheating temperatures)

により累積圧下率を変化させたものを含んでいる。Ar₃点は40%の圧下率まで急上昇し、その後飽和する傾向を示している。またAr₃点は未再結晶域での圧延温度に依存せず、さらに1パスの圧下率と多パス圧延時の累積圧下率が同等であるならばAr₃点もほぼ同一であることがわかる。このことは制御圧延で得られる変態組織の細粒化や機械的性質が主として未再結晶γ域での累積圧下率に支配されることと対応している¹³⁾。Fig. 6は同じく未再結晶γ域での圧下率とAr₃点の関係を加熱温度を1050°Cから1250°Cの間で変化させて調べたものである。この場合1150°C、1250°C加熱材については未再結晶域での圧延の前に、それぞれ1100°C、1150°Cで1パスの予備圧下を加えて再結晶γ粒径を60μm(1050°C加熱の場合の加熱粒径)に調整しており、この図の加熱温度の影響は単に固溶Nb量のみが変化しているととらえられる。加熱温度により軽圧下率側でのAr₃点の上昇は異なるが、いずれも圧下率が50%以上ではAr₃点の飽和傾向を示しており、加熱温度によるAr₃点の差は数°Cに収束している。

以上で得られた諸結果の中で重要な点は、制御圧延材のAr₃点が未再結晶γ域で50%以上の累積圧下率を採用する条件が満たされる場合には、圧延条件のいかんによらずほぼ鋼の化学成分で決まるAr₃点に達する点である。Nb鋼を主体にした実際の厚板ミルでの制御圧延では、優れた低温靱性が要求される場合には未再結晶γ域で数10%以上の累積圧下率が採られるのが一般的である。次節ではこれらの知見に基づいたsimulative controlled rollingによりAr₃点に及ぼす化学成分の影響を検討する。

3.2 制御圧延材のAr₃点に及ぼす化学成分の影響

C, Mn, Cu, Ni, Cr, Mo, Nb, V量が広範囲に変化している全173鋼種につき、制御圧延後のAr₃点を測定し、Ar₃点と化学成分の間の定量的関係を求めた。全供試鋼の中で最もAr₃点が高い鋼で約800°C、最も低い鋼では約650°Cであった。各鋼の変態組織の観察からAr₃点が低い場合でもフェライトの生成が確認され、本実験で得られたAr₃点はフェライトの変態開始温度に対応している。

Ar₃点に及ぼす合金元素の影響の例としてFig. 7にMn, Ni量の影響を示す。0.06%CでMnを1.25%から1.90%まで、また0.06%-1.25%MnでNi量を3.4%まで変化させているが、Nb, Vの添加の有無によらずAr₃点はMn, Ni量に伴って比例的に低下している。一連の供試鋼のAr₃点測定結果から化学成分の影響として特徴的なことは、Nb, Vの添加の有無、添加

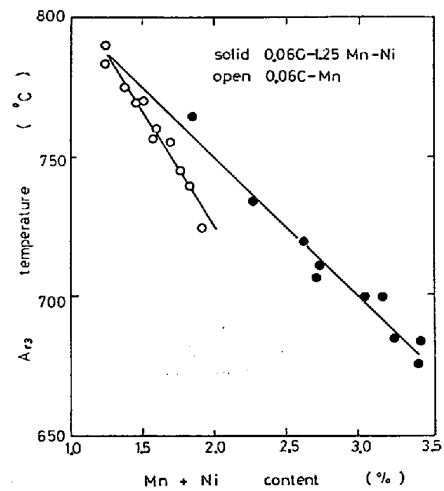


Fig. 7. The effect of Mn or Ni content on Ar₃ temperature.

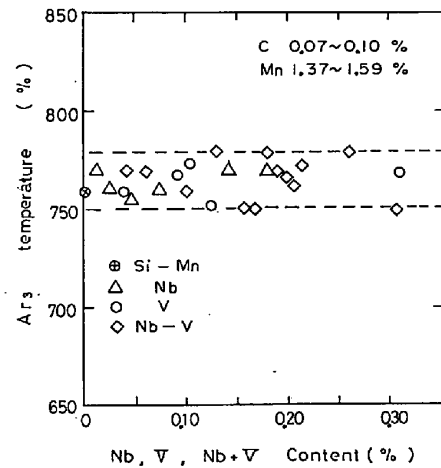


Fig. 8. The effect of Nb or V content on Ar₃ temperature.

量はほとんど制御圧延後のAr₃点に影響を及ぼさない点である。Fig. 8はNbまたはVを単独ないしは複合添加で最大0.30%前後まで変化させた時のAr₃点への影響を示すが、添加量に伴う系統的な変化は認められない。図中の点線内の変動は主として、C, Mn量の変動に基づくものである。このことは先に示したFig. 3のNb鋼のAr₃点が未再結晶γ域(880°C)で十分な圧下を加えた時、Si-Mn鋼のAr₃点(Fig. 2)に近づいていることとも対応している。

全173鋼種のAr₃点の測定結果から各化学成分とAr₃点の関係を重回帰分析により求めたが、有意な成分のみを取り出すとAr₃点は(1)式の関係で示される。

$$Ar_3(^{\circ}C) = 910 - 310C - 80Mn - 20Cu - 15Cr - 55Ni - 80Mo(\text{wt}\%) \dots (1)$$

各元素の有意性は99%以上であり、全寄与率は91.4%である。Si, P, S, Alなどは変動範囲も狭く有意性

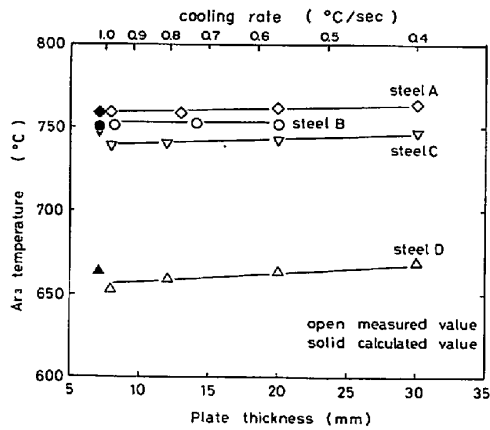


Fig. 9. The changes of A_{r3} temperature after controlled rolling with plate thickness.

は非常に小さかった。 A_{r3} 点を顕著に低下させる元素は C, Mn, Mo, Ni であり, Cu, Cr は相対的に影響が小さい。また前述のように, Nb, V は A_{r3} 点に影響を与えていない。

以上の諸結果はいずれも圧延仕上がり板厚が 8 mm の場合の A_{r3} 点であるが, 実際的には板厚に伴う A_{r3} 点の変化も重要になる。 Fig. 9 には板厚 30 mm までの A_{r3} 点の変化を示す。板厚 8 mm 材については (1) 式による計算値の A_{r3} 点を併せて示したが, 実測値との差は $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 前後である。各鋼とも板厚 30 mm までの A_{r3} 点の上昇は比較的小さく, 平均して板厚 1 mm 当

り 0.35°C の A_{r3} 点の上昇である。

4. 考 察

4.1 未再結晶 γ からの変態挙動と γ 組織の定量化

熱間加工後の変態挙動を各種の実験手法により検討した最近の研究結果^{9)~10) (14) (15)} の中で共通している点は, 未再結晶 γ 組織すなわち歪みエネルギーを蓄えた γ からの変態により, γ - α 変態挙動が顕著に変化する点を強調していることであり, 歪み誘起変態とも呼ばれている。反面, これらの研究で欠如している点は, (イ) 現象的に称している歪み誘起変態において, 蓄積歪みエネルギーがフェライトの核生成速度にどのように影響しているか不明である。(ロ) 実際の制御圧延では Nb 添加鋼が主体であることから多くの研究が Nb 鋼で検討されているが, Nb の固溶, 析出が変態に及ぼす影響が明確にされていない, (ハ) γ 組織が系統的に変化, 把握されていない上に, その組織の定量化がなされていない, などが挙げられる。 γ - α 変態挙動は γ 粒径に大きく影響されるが, 熱処理の場合と異なり熱間加工後の γ 組織は γ 粒径自体が広範囲に変わる。また再結晶 γ 粒と未再結晶 γ 粒の A_{r3} 点の相違は実質的に同一粒径になる条件で比較して初めてその本質的な違いの検討が可能となる。以下では未再結晶 γ からのフェライトの生成, 成長挙動を組織的に把握し, フェライトの生成サイトに対応した γ 組織の定量化を行い, それに基づいて A_{r3} 点の再整理を行う。

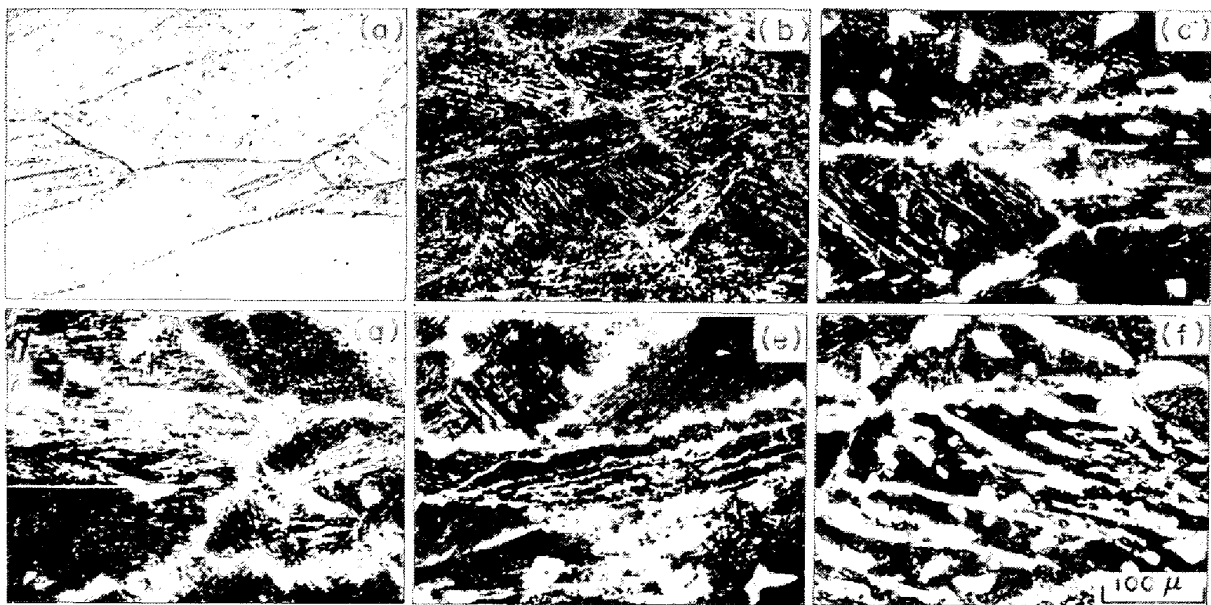


Photo. 1. The feature of ferrite nucleation and growth during isothermal holding from non-recrystallized austenite. Rolling with 40% reduction was given at 880°C . Holding temperature was 700°C . (a) non-recrystallized austenite. (b) 20s (c) 80s (d) 300s (e) 600s (f) 1200s. (a) was etched by saturated picric acid solution and (b)~(f) were etched by 3% nital.

γ からのフェライトの生成状況観察のために、圧延後変態途中からの焼入れ実験と圧延後の恒温保持、焼入れ実験を行った。Photo. 1は880°Cで40%の圧下率で圧延後、700°Cのソルトバス中で恒温変態させた時のフェライト変態の進展の様子を示す。未再結晶 γ 組織は圧延方向に進展した γ 粒界と粒内での変形帯の形成が観察され、フェライトはこれら界面に沿って生成している。フェライトの形状は通常の粒界 allotrimorph や side plate と称される分類に該当し¹⁶⁾、特に未再結晶 γ 組織特有の形状は観察されない。 γ 粒界、変形帯に沿ったフェライトの生成、成長速度は非常に速い一方、恒温保持の長時間側の観察からフェライトの厚さ方向の成長速度は相対的に遅いことがわかり、これも等軸 γ 組織からの変態の場合と同様である¹⁷⁾。長時間の恒温保持では粒内に孤立した形状のフェライトの生成が観察されるが¹⁴⁾、より詳細に観察するとフェライト内部には介在物を含んでいる場合が多く、基本的には界面を核生成サイトとしていると考えられる。

その他の空冷途中からの焼入れ実験や再結晶 γ 粒からのフェライト生成状況の観察などからも、 Ar_3 点に対応するフェライトの生成サイトは γ 粒界、ないしは変形帯であることが確認された。以下では未再結晶 γ 組織の定量化を行い、 Ar_3 点との対応を検討する。圧延方向に伸展した γ 粒界の単位体積当たりの界面面積(S_V)は以下の式に基づいて実測値より計算される¹⁸⁾。

$$S_V(g \cdot b) \text{ deformed} = 0.429(N_L)_{//} + 1.571(N_L)_{\perp} \quad (2)$$

ここで $(N_L)_{//}$ 、 $(N_L)_{\perp}$ は各々板厚面にて圧延方向、圧延直角方向で伸展した γ 粒界の単位面積当たりの切片数である。(2)式の値は圧下前の初期粒径(d_0)と未再結晶 γ 域での圧下率に依存するが、Nb鋼を用いて実測した結果をFig. 10に示す*。初期 γ 粒径を1200°C加熱及び1150°C加熱後1100°Cで33%の圧下、あるいは1100°C加熱後1050°Cで40%の圧下により、おのおの174, 60, 20 μm の等軸再結晶粒に調整した後(S_V 値でおのおの12, 33, 100 mm^2/mm^3)、850°Cで最大70%までの圧下率で圧延し、直ちに水焼入れして求めたものである。 $S_V(g \cdot b) \text{ deformed}$ 値は圧下率が20%から70%までほぼ直線的に上昇し、70%の圧下率ではほぼ初期 γ 粒径に対応する $S_V(g \cdot b) \text{ initial}$ 値の2倍の値に達している。また S_V 値の変化は圧下率のみに依

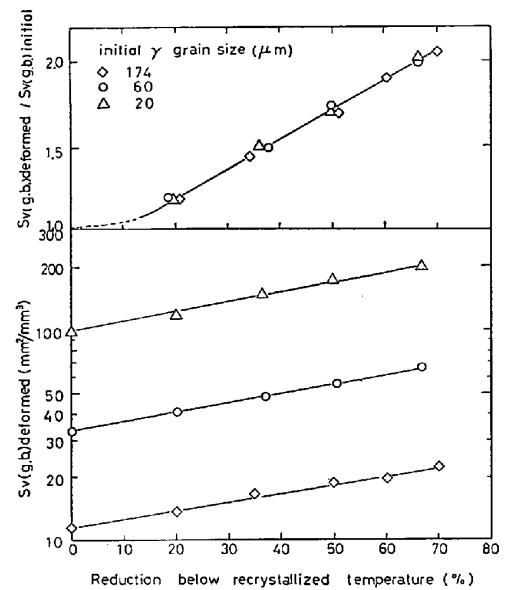


Fig. 10. The change of S_V values of deformed γ grain boundary with a rolling reduction below recrystallization temperature of austenite.

存し、初期 γ 粒径や未再結晶 γ 域での圧延温度の影響は認められなかつた。

一方、未再結晶 γ 組織が有する変形帯密度はやはり圧下率のみに依存して変化するが、既報の結果¹⁶⁾と同様に圧下率(ϵ)が30%以上で変形帯密度が増加し、 $S_V(d \cdot b)$ の値は $63(\epsilon - 0.30)$ の関係が得られた。従つて未再結晶 γ 組織のフェライト生成に有効に寄与する界面面積はFig. 10の結果と $S_V(d \cdot b)$ の和として以下の関係が示される。

$$S_V = \{k(\epsilon - \epsilon_1) + 1.0\} S_V(g \cdot b) \text{ initial} + k_2(\epsilon - \epsilon_2) \\ = \{1.67(\epsilon - 0.10) + 1.0\} (2/d) + 63(\epsilon - 0.30) \quad (3)$$

(mm^2/mm^3)

d は等軸 γ 粒径、 ϵ は未再結晶 γ 域での圧下率であり、上式は $\epsilon \geq 0.30$ で成立する。 d はスラブ加熱温度や粗圧延条件で決まる未再結晶 γ 域圧延に入る直前の再結晶 γ 粒径である。

4.2 S_V 値と Ar_3 点の関係

等軸 γ 粒の場合の粒径 d と S_V は $S_V = 2/d$ の関係で示されるため $\log S_V \propto -\log d$ になる。従つて等軸 γ 粒の場合の Ar_3 点と S_V 値の関係はFig. 4の上部横軸に γ 粒径に対応して S_V 値を表示して示した。また未再結晶 γ 組織の場合の S_V 値と Ar_3 点の関係はFig. 11に示す。本図はNb鋼でのFig. 3, 6の結果に基づくが、併せて加熱温度、再結晶 γ 粒径に伴う Ar_3 点の変化(Fig. 4より)を示している。

Fig. 4のSi-Mn鋼の結果は、加熱まま、再結晶 γ 粒

* 既報¹⁶⁾で報告した S_V 値の実測値の中で、未再結晶 γ 粒界の $S_V(g \cdot b) \text{ deformed}$ の圧下率に伴う変化の結果は、採用した実験条件では圧延による板幅の幅広がりか25~30%生じていたため、 S_V 値がかなり低く実測された。そこでここでは圧延による板幅の幅広がりか5%前後になる条件下で再度 S_V 値を求めた。

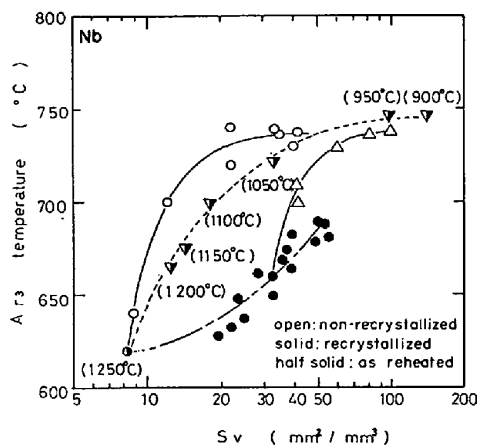


Fig. 11. The relation of S_V value and A_{r3} temperature in Nb steel.

の場合とも S_V 値に伴う A_{r3} 点の変化は同一線上で生じ、 S_V 値の増大とともに徐々に A_{r3} 点の上昇を示している。加熱温度の変化は AlN の γ 幅での固溶-未固溶の変化を伴っているが、 A_{r3} 点への Al, N の影響は小さいため $Si-Mn$ 鋼の A_{r3} 点は γ 粒径のみに依存して変化を示すと考えられる。一方 Nb 鋼での等軸 γ 粒の A_{r3} 点の変化は加熱ままと再結晶 γ 粒では同一線上の変化ではなく、同じ S_V 値で比較すると加熱ままの方が再結晶 γ 粒の A_{r3} 点よりも高温になっている。これは γ 中に固溶した Nb が A_{r3} 点を著しく低下させていることに基づいており、加熱ままの A_{r3} 点は加熱温度の低下に伴う細粒化による S_V 値の上昇と固溶 Nb 量の低減を同時に反映しており、このため再結晶 γ 粒の A_{r3} 点よりも高温になると推察される。

未再結晶 γ 組織からの A_{r3} 点は再結晶 γ 粒に比較して、同一 S_V 値で著しく高い A_{r3} 点を示している。特に 1250°C 加熱後、未再結晶 γ 域で圧延した時の S_V 値に伴う A_{r3} 点の変化は加熱ままの A_{r3} 点の変化以上に急激な上昇を示している。この原因として、(イ) Nb (CN) の歪誘起析出による γ 中での固溶 Nb 量の減少、(ロ) 未再結晶 γ 組織が有する蓄積歪みエネルギー、の 2 点が考えられる。前者の影響に関しては前述の通り、 γ 中の固溶 Nb 量が A_{r3} 点に顕著な影響を及ぼすことから容易に推察しうることである。Fig. 11 の結果は未再結晶 γ 域で 50~70% の圧下率を付与した時の A_{r3} 点が、950°C 以下に加熱した時の等軸 γ 粒からの A_{r3} 点とほぼ一致していることを示している。(このような γ 低温域加熱時に γ 中に固溶する Nb 量は Nb(CN) の溶解度積¹⁹⁾から求めると 0.005% 以下になる。) しかしこの A_{r3} 点の一致のみから、 γ の低温域 (未再結晶 γ 域) での圧延による Nb(CN) の歪み誘起析出により、1250°C

加熱時に固溶していた Nb の大部分が析出したとは考え難い。制御圧延材の薄膜電顕観察で認められる Nb(CN) の列状析出は $\gamma-\alpha$ の変態過程で析出することが明らかにされている²⁰⁾、Nb 添加鋼の高降伏点化の一因子は変態終了後フェライト地への Nb(CN) の析出に基づいている。歪み誘起析出により γ 低温域で析出する Nb(CN) の量は固溶 Nb 量のごく一部と推察される。

そこで次に蓄積歪みエネルギーがフェライト変態に及ぼす影響について考察する。 γ 粒界からフェライトが生成する時の核生成速度 (\dot{N}) は次式で示される¹⁷⁾。

$$\dot{N} = C \exp \left\{ - \left[\frac{\pi (3\sigma_{T\alpha} - \sigma_{T\gamma})^3}{3(\Delta F + W)^2} + F_D \right] / RT \right\} \quad \dots \dots \dots (4)$$

ここで C は定数、 $\sigma_{T\alpha}$ 、 $\sigma_{T\gamma}$ は各々 $\gamma-\alpha$ 、 $\gamma-\gamma$ の界面自由エネルギー、 ΔF は自由エネルギー変化、 W は変態に付随した体積歪みエネルギー、 ΔF_D は γ 中の C の拡散の活性化エネルギーである。

実測される A_{r3} 点はフェライトの核生成速度と有効界面面積 S_V の積 $\dot{N} \cdot S_V$ に対応して変化する。上式には未再結晶 γ 組織が有する蓄積エネルギーは考慮されていない。鋼の冷間加工により蓄積されるエネルギーは数 cal/mol から数 10 cal/mol のオーダーである²¹⁾。鉄鋼の高温変形挙動の研究結果²²⁾に基づいて未再結晶 γ 組織が有する蓄積エネルギーを推察すると、熱間加工時の動的回復の影響により、同一加工度の冷間加工の蓄積エネルギーの 1/3 以下に低下しているものと思われる、さらに多パス圧延中のパス間の静的回復が重複するため、蓄積エネルギーは 10 cal/mol ないしはそれ以下と推定される。この値は相変態の駆動力である自由エネルギー変化 (ΔF) に比較してかなり低く¹⁷⁾²³⁾、歪み硬化した γ 組織が有する蓄積エネルギーが直接フェライトの生成速度に大きな影響を及ぼすことは考えにくい。

本研究の結果から明白なことは $Si-Mn$ 鋼と Nb 鋼の A_{r3} 点の相違からわかるように、固溶 Nb が著しく γ 粒界からのフェライトの生成速度を遅滞させていることである。Nb 量のごく微量であることを考慮すると、核生成速度に及ぼす Nb の影響は (4) 式中の ΔF の項よりも $\sigma_{T\alpha} - \sigma_{T\gamma}$ の項への強い影響が考えられる。すなわち γ 粒界やその近傍での Nb 原子が γ 粒界エネルギー ($\sigma_{T\gamma}$) を低下させることにより、フェライトの核生成速度の低下が生じていることが推察される。未再結晶 γ 組織では、 γ 粒界や変形帯あるいはそれらの近傍で優先的な Nb(CN) の析出が生じ、界面を安定化していた固溶 Nb 量が減少するためフェライトの核生成速度が急激に上昇する。この場合 γ 粒内の転位などへの Nb(CN) の顕著

な析出は生じる必要はなく、その後の γ - α 変態過程以後に析出しうる。すなわち未再結晶 γ 組織からの変態では、加熱温度が高く S_V 値が小さい場合でも、 γ の値の急激な上昇を通して Ar_3 点の顕著な上昇が生じることになる。一方再結晶 γ 粒の微細化は再結晶 γ 域では Nb (CN) の析出が起こりにくいことから \dot{N} は一定であり、 Ar_3 点の上昇は S_V のみの変化に基づいてゆるやかに生じる。また加熱温度の低下は、 γ 中の固溶 Nb 量の減少に伴う \dot{N} の増加と細粒化による S_V の上昇により Ar_3 点が増加する。

Ni-Cr-Mo 鋼でのオーステナイト形成では、加工により伸展した γ 粒界への炭化物の優先析出が加工時に生じることが明らかにされている²⁵⁾。AARONSON らの報告では²⁴⁾、Mo は Mn や Ni と異なり ΔF よりも $\sigma_{\gamma\alpha}$ - $\sigma_{\gamma\gamma}$ の項を通してフェライトの生成を抑制している。SMITH ら⁷⁾ の Mn-Mo-B 鋼でのフェライト生成の加速は、未再結晶 γ 組織の粒界、変形帯への Mo や B の炭、窒化物の優先析出が起因と考えられる。これらのことから Nb 添加鋼での制御圧延時に、Nb(CN) が γ 粒界や変形帯に優先析出することは十分推察しうる。 Ar_3 点に及ぼす化学成分の影響の検討結果では Nb が Ar_3 点に関与しないことが示されたが、上述のとおり未再結晶 γ 域圧延時に、フェライトの生成サイトに対応した界面で固溶 Nb 量が急激に減少することによると思われる。

4.3 制御圧延後の Ar_3 点と化学成分の関係

本実験で採用した simulative controlled rolling 法と実際の厚板ミルなどで採られている制御圧延での γ 組織の相違を S_V 値で比較してみる。実際の制御圧延では未再結晶 γ 域での累積圧下率や圧延仕上がり温度以外に、スラブ加熱温度や粗圧延中の圧延条件などの制御を行っている。これらの高、中温域での圧延条件の適正化では再結晶 γ 粒の微細化を意図しており、従来の研究結果では未再結晶 γ 域の圧延に入る直前の再結晶 γ 粒径 ((3) 式の d) は $20\sim 30\ \mu\text{m}$ まで微細化する²⁶⁾²⁷⁾。従つて未再結晶 γ 域で 70% の累積圧下率を採る制御圧延で得られる S_V 値は、(3) 式から計算すると $170\sim 240\ \text{mm}^2/\text{mm}^3$ になる。一方、本研究で採つた制御圧延法では 1250°C 加熱、 1150°C での 1 パス圧下により Nb 鋼での d は $90\ \mu\text{m}$ になる。その後 880°C で 50% 圧下した時の S_V 値は $56\ \text{mm}^2/\text{mm}^3$ になり、実際の制御圧延での S_V 値と比較して著しく低い値である。しかしすでに明らかにしたように、未再結晶 γ 域で 50% 以上の圧下率を採ることにより d の値のいかによらず、ほぼ化学成分と板厚により決まる Ar_3 点になることから、本研究で得られた Ar_3 点と化学成分の関係式により実際の制御

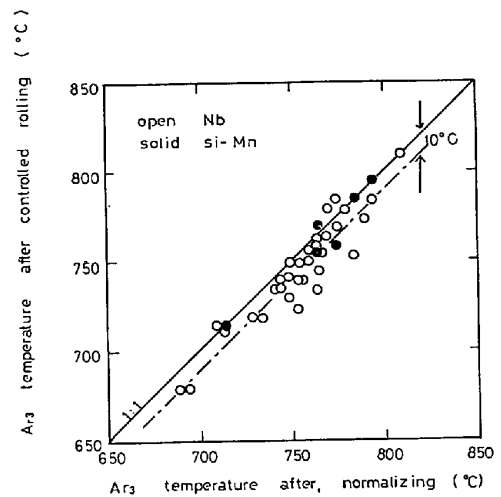


Fig. 12. The correlation of Ar_3 temperature after controlled rolling and after normalizing in the various steels.

圧延の場合の Ar_3 点の予測は十分可能と考えられる。

Fig. 11 からわかるように、 900°C に再加熱後空冷時の Ar_3 点は同じ板厚の制御圧延時の Ar_3 点にはほぼ一致している。Si-Mn 鋼や Nb 添加鋼の 900°C に再加熱した時の γ 粒径は $10\sim 20\ \mu\text{m}$ であり、 S_V 値として $100\sim 200\ \text{mm}^2/\text{mm}^3$ になる。すなわち焼準処理時の S_V 値は実際の制御圧延時の S_V 値に近くなり、また Nb 添加鋼でも固溶 Nb 量が全体的に極めて低くなる。このことから (1) 式の妥当性をチェックするために、 Ar_3 点と化学成分の関係を検討した供試鋼の中から 38 鋼種を選び、 900°C で 20 min 加熱後空冷時の Ar_3 点を測定した。Fig. 12 は本熱処理と simulative controlled rolling によるおのおの Ar_3 点の対応関係を示している。両者の Ar_3 点はほぼよい対応を示している一方、平均的にみると制御圧延の方が 10°C 程低い Ar_3 点を示している。これは本圧延法の加熱温度が 1250°C であるため、Fig. 6 に示したように未再結晶 γ 域で 50% の圧下率を採つた場合でも圧下率に伴う Ar_3 点の飽和値が加熱温度により 10°C 前後の差が認められている。すなわち実際の制御圧延で採られる低温加熱で未再結晶 γ 域で 50% 以上の圧下率を採るような圧延条件での Ar_3 点は同一板厚の焼準処理時の Ar_3 点にはほぼ一致するところになる。この知見は各種鋼材の制御圧延時の Ar_3 点を簡便に知る方法として工業的にも有益と考えられる。

5. ま と め

熱間圧延後の γ - α 変態開始温度 (Ar_3 点) の測定が可能な thermal analyzer を試作、用いて、熱間圧延条

件を広範囲に変化させた時の Ar_3 点の変化と制御圧延後の Ar_3 点に及ぼす化学成分と板厚の影響について検討したが、以下の結果が得られた。

(1) Nb 鋼では加熱、圧延温度、圧下率などの熱間圧延条件に伴う Ar_3 点の変化は 100°C 以上になるが、Si-Mn 鋼では 30°C 前後である。

(2) 熱間圧延による再結晶 γ 粒の微細化に伴う Ar_3 点の上昇は緩やかであるのに対して、Nb 鋼での未再結晶 γ 域での圧下率の上昇による Ar_3 点の上昇は急激であり、50% 以上の圧下率で化学成分と板厚により決まる Ar_3 点に飽和する傾向を示す。

(3) オーステナイトからのフェライトの生成は再結晶、未再結晶 γ 組織の場合とも γ 粒界、変形帯から始まり、未再結晶 γ 組織の場合でも変態初期では粒内からのフェライトの生成は認められない。

(4) Ar_3 点に関与するこれら γ 組織を定量化する方法として単位体積当たりの有効界面面積 (S_V 値) を導入したが、未再結晶 γ 組織の S_V は未再結晶域圧延に入る直前の等軸 γ 粒径を d 、未再結晶 γ 域での圧下率を ϵ とすると次式で示される。

$$S_V = \{1.67(\epsilon - 0.10) + 1.0\} (2/d) + 63(\epsilon - 0.30) \quad (\text{mm}^2/\text{mm}^3)$$

(5) γ 中に固溶した Nb が Ar_3 点を著しく低下させる機構は、Nb 原子が γ の界面エネルギーを低下させているためであり、未再結晶 γ 域での圧延により Ar_3 点が急激に上昇するのは γ 粒界や変形帯での Nb(CN) の歪み誘起析出により界面での固溶 Nb 原子の減少を通してフェライトの核生成速度が増加するためであると考えられた。すなわち未再結晶 γ 組織が有する蓄積歪みエネルギーに起因するものではない。

(6) 制御圧延後の Ar_3 点に及ぼす化学成分と板厚 (t) の影響は次式の関係式で示される。

$$Ar_3(^\circ\text{C}) = 910 - 310C - 80Mn - 20Cu - 15Cr - 55Ni - 80Mo + 0.35(t - 8)$$

上式は未再結晶 γ 域で 50% 以上の圧下率を採る圧延条件の場合に適合するが、この条件下では Nb, V は Ar_3 点に影響しない。

終わりに本研究の発表を許可いただいた技術研究所所長鈴木驥一博士に深く感謝致します。

文 献

- 1) 橋本 保, 沢村武彰, 大谷泰夫: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 71
- 2) T. TANAKA, N. TABATA, T. HOTOMURA, and C. SHIGA: Proceedings of Microalloying, 75 (1977), p. 107, [Union Carbide]
- 3) 山本定弘, 大北智良, 大内千秋: 鉄と鋼, 64 (1978), A223
- 4) 大北智良, 大内千秋, 山指軍夫: 鉄と鋼, 63 (1977), S798
- 5) 小指軍夫, 大内千秋, 大北智良, 三瓶哲也: 鉄と鋼, 61 (1975), S213
- 6) I. KOZAS, C. OUCHI, T. SAMPEI, and T. OKITA: Proceedings of Microalloying, 75 (1977), p. 120 [Union Carbide]
- 7) Y. E. SMITH and C. A. SIEBERT: Met. Trans., 2 (1971), p. 1711
- 8) 関野昌蔵, 森 直道, 田向 陵: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 1418
- 9) T. M. HOOGENDOORN and M. J. SPANRAFT: Proceedings of Microalloying, 75 (1977), p. 75 [Union Carbide]
- 10) 田中智夫, 田畑紳久: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 1353
- 11) 柚島登明, 小川陸郎: 鉄と鋼, 64 (1978), S344
- 12) C. R. MACKENZIE and R. W. YOUNG: JISI, 209 (1971), p. 918
- 13) I. KOZASU and T. OSUKA: Processing and Properties of Low Carbon steel, (1973), p. 47 [AIME]
- 14) R. PRIESTNER and M. S. BIRING: Metal Sci. J. 7 (1973), p. 60
- 15) 福田 実, 国重和俊: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1833
- 16) H. I. AARONSON, C. LAIRD, and K. R. KINSMAN: Phase Transformation, (1968), p. 313 [ASM]
- 17) H. I. AARONSON, H. A. DOMAIN, and G. W. POND: Trans. AIME, 236 (1966), p. 768
- 18) E. E. UNDERWOOD: Quantitative Microscopy, (1968), p. 115, [McGraw-Hill]
- 19) K. J. IRVINE, F. B. PICKERING and T. GLADMAN: JISI, 205 (1967), p. 161
- 20) J. M. GRAY and R. B. YEO: Trans. ASM Quart., 61 (1968), p. 255
- 21) M. B. BEUER, D. L. HOLT, and A. L. TITCKENER: Progress in Material Science, 17 (1973), p. 48
- 22) 大北智良, 大内千秋: 鉄と鋼, 65 (1979), S877
- 23) J. W. CHRISTIAN: The Theory of Transformations in Metals and Alloys, (1965), p. 711 [Pergamon Press]
- 24) H. I. AARONSON and H. A. DOMAIN: Trans. AIME, 236 (1966), p. 781
- 25) A. J. McEVILY and R. H. BUSH: Trans. ASM, 55 (1962), p. 654
- 26) W. B. MORRISON and J. A. CHAPMAN: BSC Open report, No. Prod/MISC/107/75/C, (1975)
- 27) 大内千秋, 大北智良, 三瓶哲也, 小指軍夫: 鉄と鋼, 63 (1977), A53