

## 論 文

UDC 669.15'293-194 : 548.53 : 669.293 : 539.419 : 539.374

## Nb 添加鋼における高温変形中の再結晶と析出挙動の検討

前原 泰裕\*・邦武 立郎\*<sup>2</sup>・藤野 允克\*<sup>2</sup>

## Recrystallization and Precipitation in Nb Bearing Steels during Hot Deformation

Yasuhiro MAEHARA, Tatsuro KUNITAKE, and Nobukatsu FUJINO

## Synopsis :

The dynamic recrystallization behavior of austenite was studied using an 0.11C-1.0Mn steel (B) and two Nb steels containing 0.02Nb-0.10C-1.0Mn (K8) and 0.02Nb-0.01C-1.0Mn (K12) by analyzing stress-strain ( $\sigma/\epsilon$ ) curves obtained by hot tensile deformation at temperatures ( $T$ ) of 850~1100°C and at strain rates ( $\dot{\epsilon}$ ) of  $10^{-4}$ ~ $10^{-1}$  s $^{-1}$ . The peak stress ( $\sigma_P$ ) in the  $\sigma/\epsilon$  curve, observed under the dynamic recrystallization, was larger in the order of the steels K8, K12 and B. In the steels B and K12,  $\sigma_P$  was correlated with  $T$  and  $\dot{\epsilon}$  by the following equation;  $\dot{\epsilon} = A \sigma_P^n \exp(-Q/RT)$ . The value of  $Q$  was 59.3 and 69.3 kcal/mol for the steel B and K12, respectively and that of  $n$  was about 5.0 for both steels. In the steel K8, the Arrhenius plot had two slopes, in which larger one in the lower temperature range gave  $Q=85.6$  kcal/mol. These phenomena can be explained by the precipitation behavior of Nb(C, N). Strain to peak stress ( $\epsilon_P$ ), which is usually taken to be the strain for the dynamic recrystallization, increased by Nb addition. In the steel K8, the recrystallization of the specimen deformed after solution treatment was remarkably retarded at a specific strain rate for a given deformation temperature, e.g.  $10^{-3} \leq \dot{\epsilon} \leq 10^{-1}$  s $^{-1}$  at 900°C. This can be explained by the precipitation of fine Nb(C,N) particles during deformation. It was observed that the retardation was much smaller in the case of the steel K12. This was ascribed mainly to solid solution of niobium.

## 1. 緒 言

オーステナイトの動的再結晶挙動については今までに種々の検討がなされ<sup>1)~21)</sup>, 高温変形時の応力-歪み曲線 (以後  $\sigma/\epsilon$  曲線と書く) と組織変化との対応がつき<sup>9)~12)20)21)</sup>,  $\sigma/\epsilon$  曲線を解析することにより再結晶挙動に関する種々の情報が得られるようになってきた. この方法を用いての検討で, 固溶した Ni, Cr などの合金元素は動的再結晶抑制効果をもつことが明らかとなっている<sup>12)18)</sup>. Nb は, Nb(C, N) の析出によつて静的再結晶を大きく抑制することがよく知られており<sup>22)~28)</sup>, 実用的には非常に重要な元素である<sup>29)~33)</sup>. 動的再結晶におよぼす Nb 添加の効果については二, 三の報告があり<sup>13)14)17)</sup>, Nb 添加により再結晶が抑制されることが指摘されている. しかしその詳細の多くは必ずしも明らかではない. その原因として, 動的再結晶挙動の研究が本格的に行われるようになってまだ日が浅いことに加え

て, Nb 添加鋼の高温変形中には Nb(C, N) の動的な加工誘起析出と動的な再結晶とが互いに作用し合い, 現象を複雑にしていることが挙げられる. 最近, I. WEISS と J. J. JONAS は  $\sigma/\epsilon$  曲線の解析から, 動的再結晶挙動に加えて Nb(C, N) の析出挙動についても情報が得られることを報告しており<sup>34)</sup>, 注目される. 動的な現象を凍結して観察することは非常に困難で, とりわけ, 変形中の Nb(C, N) の動的析出を TEM 等で直接観察することは, 変態を経ていること, 重要な意味をもつ Nb(C, N) は直接観察が極めて困難な程細かいことなどから, 非常に困難であると思われ, この方法は間接的な方法ではあるが多くの重要な点を含んだものと考えられる.

そこで, 本実験では Nb(C, N) の析出挙動に注目して, Nb 添加鋼の高温変形挙動, 動的再結晶挙動を高温引張変形によつて調べ, Nb 添加の影響とその役割について検討した.

昭和 55 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 55 年 12 月 8 日受付 (Received Dec. 8, 1980)

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

\*<sup>2</sup> 住友金属工業(株)中央技術研究所 理博 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

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

Steel	C	Si	Mn	P	S	Nb	O	N
B	0.11	0.34	1.00	0.010	0.009	—	0.009	0.005
K8	0.10	0.29	1.00	0.008	0.008	0.017	0.009	0.008
K12	0.011	0.23	0.88	0.006	0.007	0.021	0.012	0.006

## 2. 実験

実験に用いた鋼は、Table 1 にその化学組成を示すように、0.1C-0.3Si-1.0Mn 鋼 (B鋼) を基本成分として、これに Nb を 0.02% 添加した K8 鋼、および同様に Nb を添加し、C 量を 0.01% と低減した K12 鋼の 3 種類である。これらはいずれも実験室的に 50 kg 高周波炉で大気溶製したもので、得られた鋼塊を鍛伸、熱延を経て厚さ 12 mm の板とし、これを素材とした。これより圧延方向と平行に平行部の直径 5 mm、長さが 15 mm の丸棒引張試験片を採取した。

引張試験には島津製精密負荷装置 DSS-2000 型を用い、加熱には温度の昇降が迅速に行える赤外線イメージ炉を用いた。まず所定の温度 ( $T_A$ ) に加熱、15 min 保持した後、約 500°C/min の冷却速度で 850~1100°C の所定の温度 ( $T$ ) に降温し、原則として 1 min の均熱化を行ってから  $10^{-4}$ ~ $10^{-1}$ /s の歪み速度 ( $\dot{\epsilon}$ ) で破断に到るまで引張り、負荷-伸び曲線を得た。このときの温度測定および制御は試験片の平行部に点溶接した熱電対により行なった。その精度は約  $\pm 2^\circ\text{C}$  以内であった。得られた負荷-伸び曲線から、試験片の平行部だけが一樣に伸びたと仮定して真応力、真歪みを算出し、 $\sigma/\epsilon$  曲線を求めた。

引張変形前のオーステナイト粒径は熱腐食法により現出した粒を線分析により測定した。加熱時の Nb (C, N) の溶解の程度は、所定の加熱を終了後水冷、650°C で 2 h の時効による硬度上昇から見積つた<sup>14)</sup>。また、一部抽出レプリカ法によつて析出物を採取し、電顕観察、および同定を行なった。

## 3. 結果および考察

### 3.1 予備調査結果

#### 3.1.1 $\sigma/\epsilon$ 曲線におよぼす初期粒度の影響

まず Nb を含まない B 鋼を用いて、加熱温度 ( $T_A$ ) をかけて初期オーステナイト粒径 ( $d$ ) をかえ、その影響を調べた。Fig. 1 は、 $T_A=900\sim 1200^\circ\text{C}$  として  $d=22\sim 102\ \mu$  としたときの  $900^\circ\text{C}$ 、 $\dot{\epsilon}=1.1\times 10^{-2}/\text{s}$  での  $\sigma/\epsilon$  曲線の  $d$  の違いによる差を示した例である。なお、Fig. 1 からわかるように、引張変形ではネッキングを

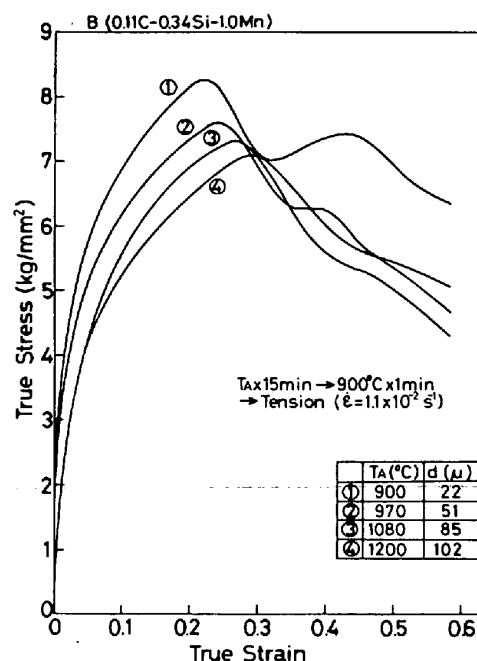


Fig. 1. Effect of initial austenite grain size on the stress-strain curve at  $900^\circ\text{C}$ .

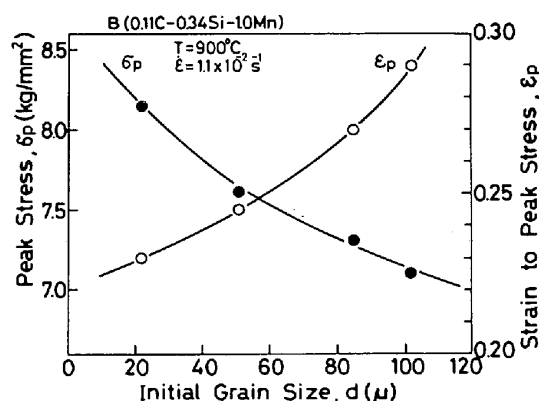


Fig. 2. Peak stress and strain to peak stress vs initial grain size.

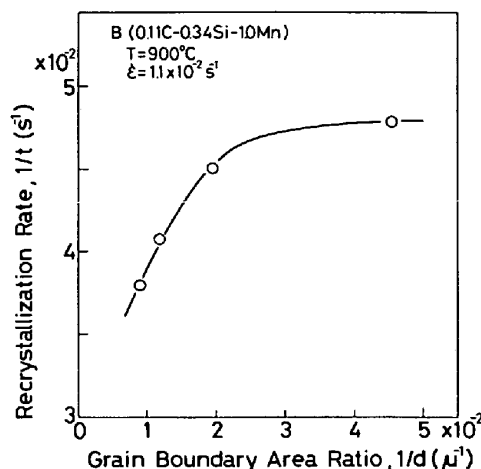


Fig. 3. Relation between dynamic recrystallization rate ( $1/t$ ) and grain boundary area ratio ( $1/d$ ).  $t$  corresponds recrystallization time obtained from stress-strain curve by using strain rate and strain to peak stress.

生ずるので 50~60% までしか  $\sigma/\epsilon$  曲線は得られなかつた。  $\sigma/\epsilon$  曲線はいずれも再結晶型<sup>1)20)21)</sup>を示しており、応力にピークがみられ、その大部分に第1回目のピークを示した後もうねりが認められる。  $T_A$  が高いと第1ピーク応力 ( $\sigma_p$ ) は低くなり、  $\sigma_p$  と対応する歪 ( $\epsilon_p$ ) は大きくなっている。  $\sigma_p$ ,  $\epsilon_p$  を初期粒径に対してプロットすると Fig. 2 となる。 すなわち、  $d$  が大きくなるにつれて変形抵抗と対応する  $\sigma_p$  は減少し、動的再結晶のしやすさと密接に関係することが知られている  $\epsilon_p$  は大きくなる。  $\epsilon_p$  が  $d$  の減少とともに小さくなるのは、静的再結晶の場合<sup>29)</sup>から類推して粒界が動的再結晶の核生成サイトになるからであろうことが予想される。 Fig. 3 は  $\epsilon_p$  と  $\dot{\epsilon}$  から求めた再結晶時間 ( $t$ ) の逆数、すなわち再結晶速度と粒界面積率 ( $1/d$ ) との関係を示したもので、全域で比例関係は成立していないが、  $1/d$  の増加につれて  $1/t$  は大きくなっており、動的再結晶の場合も再結晶の核生成サイトは粒界が主体であることがわかる。 この結果は、作井ら<sup>9)11)</sup>、牧ら<sup>12)</sup>が、それぞれ低C鋼、Ni-Cr 鋼で変形途中から組織を凍結して観察した結果と一致している。 したがって動的再結晶挙動を調べる場合は、初期粒度の影響を十分考慮する必要があり、以後の実験は初期粒度をそろえて行つた。

### 3.1.2 溶体化温度の決定

Nb 添加鋼では、引張変形前の Nb(C, N) の析出状況を把握しておくことが重要である。 本実験では変形中の析出挙動に注目したため、とくに断わらない限り、変形前には Nb(C, N) のほとんどが溶解していることを前提とした。 Fig. 4 は K 8 鋼を 800~1200°C の各温度に 15 min 加熱後水冷、650°C × 2 h の時効時の硬度を  $T_A$  に対してプロットしたものである。  $T_A \cong 900 \sim 1100$  °C では 650°C 時効による硬度上昇は少ないが、  $T_A \geq$

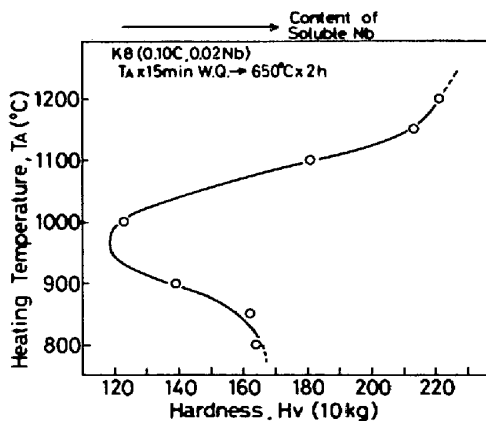


Fig. 4. Relation between pre-heating temperature and hardness after aging for 2 hours at 650°C. Decrease in hardness around 900°C is due to precipitation of Nb (C, N) in austenite.

1150°C では硬度上昇が大きく、800°C 付近でも硬度が大きい。 これらはオーステナイトに加熱したときの Nb の析出、固溶挙動と関係していると考えられる。 すなわち  $T_A \cong 900 \sim 1100$  °C では、予備加熱の時点で多量の Nb(C, N) が析出しており、650°C での時効で新たに析出して硬度上昇に寄与する固溶 Nb がその分だけ減つたためと解釈される。 オーステナイトでの析出は変態後のフェライトではもはや硬化にほとんど効がないことが知られている<sup>14)</sup>。 これに対し、  $T_A \geq 1150$  °C では 650°C 時効での硬度上昇が著しく、ほとんどの Nb(C, N) が溶解していたと考えられる。 また  $T_A = 800 \sim 850$  °C での硬度上昇は Nb(C, N) の析出が 900~1000°C 付近に比べれば少なく、その分固溶 Nb が多かつたためと考えられる。 これらの結果は従来の Nb(C, N) の再固溶に関する研究結果とも一致している<sup>35)</sup>。

以上の検討結果および初期粒径があまりにも大きくなりすぎることを避ける意味から、K 8 鋼の引張変形前の加熱は 1150°C × 15 min とした。 同様に Nb を添加した K 12 鋼でも K 8 鋼と同様の検討を行い、Nb(C, N) を溶解した K 8 鋼と初期粒径をそろえるため加熱は 1110°C とした。 B 鋼では初期粒度の効果のみ考え、K 8 鋼と揃えるため 1080°C とした。 これらの平均粒径はいずれも約 85  $\mu$  であつた。 また降温後引張変形前の均熱は 1 min を基本とした。 従来知られている Nb(C, N) の析出曲線<sup>14)34)36)</sup>からすれば、最も析出が速いとされている約 900°C でも析出開始までに約 2 min 以上を要するので、冷却速度と合わせ考えても引張変形開始時点では Nb(C, N) はほとんど生じていないと考えられる。 また一部変形前の析出の影響を調べるため、十分静的析出が起こる条件<sup>14)34)36)</sup>として、2 h の均熱をも併用した。

### 3.2 動的再結晶挙動におよぼす Nb 添加の影響

#### 3.2.1 $\sigma/\epsilon$ 曲線の形状、 $\epsilon_p$ と $\dot{\epsilon}$ 、 $T$ との関係

基本条件である、所定の温度に加熱後、850~1100°C の所定の温度 ( $T$ ) に降温、  $T \times 1$  min の均熱を行つた後、  $10^{-4} \sim 10^{-1}$  /s の種々の歪み速度 ( $\dot{\epsilon}$ ) で引張変形を行い、  $\sigma/\epsilon$  曲線を得た。  $T = 950$  °C での例を Fig. 5 に示す。 同一の鋼でみれば  $\dot{\epsilon}$  の増加につれて  $\sigma_p$ ,  $\epsilon_p$  とも大きくなっている。 また同一条件では Nb 添加によつて  $\sigma_p$ ,  $\epsilon_p$  は増加していた。  $\sigma/\epsilon$  曲線の形状は、今回の引張試験で均一変形することが認められた少なくとも 50% 変形までの範囲で、第1ピーク応力に達した後うねりを生じないで一定応力に到る I 型とうねりを生ずる II 型に分類できた。 これを各鋼について分類したものを Fig. 6 に示す。 なお Nb 添加鋼の一部で高  $\dot{\epsilon}$ 、低い  $T$  時に引張試験でネッキングを生ずるまでにピーク応力に到らない

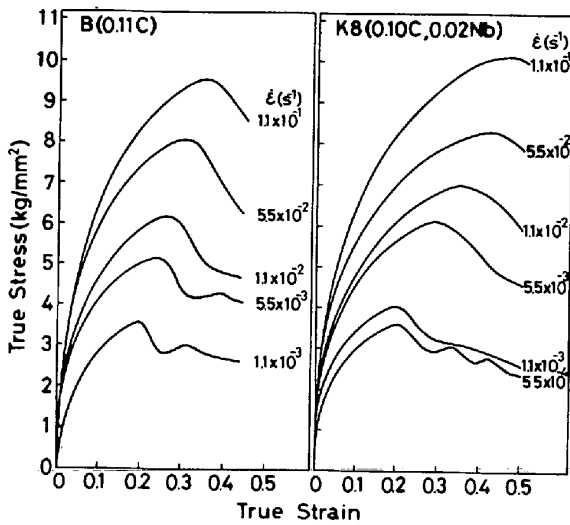


Fig. 5. Influence of strain rate ( $\dot{\epsilon}$ ) on stress-strain curves at 950°C for a plain C steel (B) and a Nb containing steel (K8).

ものもあつたが、これは従来のデータから<sup>1)~21)</sup>類推してI型に入れた。いずれも同一温度では高 $\dot{\epsilon}$ 側でI型、同一 $\dot{\epsilon}$ では低温側でI型となる傾向を示す。Nbを含まないB鋼ではその境界線が $\dot{\epsilon}$ の対数と $T$ のグラフではほぼ直線となるが、Nbを添加したK8鋼では1000°C以下の低温部で同一温度でみた場合低 $\dot{\epsilon}$ 側へ大きくシフトしていることがわかる。K8鋼の高温部ではB鋼とあまり大きな差はみられない。このK8鋼での振舞はNb(C, N)の析出挙動と密接に関係していると考えられ、次項以下で詳しく述べる。Nbを添加しCを減量したK12鋼での挙動はB鋼とK8鋼の中間的なものであり、K8鋼にみられた低温部で境界線の低 $\dot{\epsilon}$ 側へのシフトはみられない。しかしその境界線はB鋼に比し低 $\dot{\epsilon}$ 、高温側へ移行している。

各鋼とも動的再結晶を起こすに要する歪みと密接に関係することが知られている $\epsilon_p$ <sup>9)11)12)</sup>は高 $\dot{\epsilon}$ 、低温程大きくなる傾向を示し、同じ条件ではK8, K12, B鋼の順に大きくなり、Nb添加による動的再結晶抑制効果が認められた。Fig. 6と同様に $\dot{\epsilon}$ の対数と $T$ のグラフ上にこれらの $\epsilon_p$ の値の等高線を描くことができる。 $\epsilon_p = 0.2, 0.3$ および $0.4$ の等高線の鋼種による変化を示したのがFig. 7である。この等高線の形状はK8鋼では $\epsilon_p = 0.2$ の場合と $\epsilon_p = 0.3, 0.4$ の場合とで異なっており、Nb(C, N)の析出挙動との関連が考えられる。Fig. 7(a)の $\epsilon_p = 0.2$ の等高線の形状は、Fig. 6と類似しており、やはりK8鋼では低温部で低 $\dot{\epsilon}$ 側へのシフトが認められる。この現象はFig. 6の場合と同様にNb(C, N)の析出挙動によつて説明されるべきものと考えられる。Fig. 6の境界線は、Fig. 7での $\epsilon_p = 0.25$ の等高線

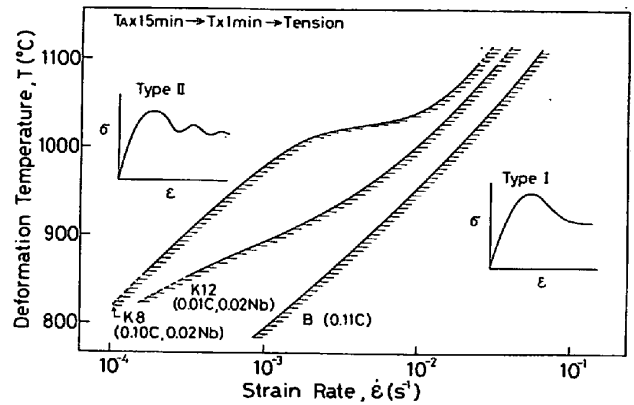


Fig. 6. Boundary conditions for deformation temperature and strain rate, dividing the stress-strain ( $\sigma/\epsilon$ ) curves into two types of I and II described typically in the figure.

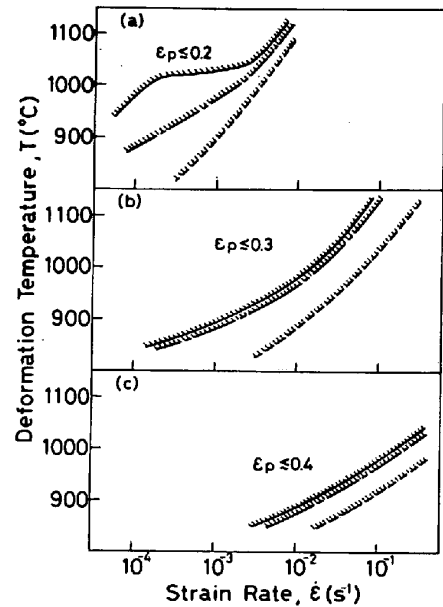


Fig. 7. The ranges of deformation temperature and strain rate, where strain to peak stress ( $\epsilon_p$ ) showed a value of (a)  $\leq 0.2$ , (b)  $\leq 0.3$  and (c)  $\leq 0.4$  for steels B, K8, and K12.

とほぼ対応していた。Fig. 7(b), (c)の比較的高歪みで同様の整理をした場合は、3鋼の差はあるが比較的小さく、Nb添加鋼での変形温度による変化はみられず、Fig. 7(a)での高温部と類似している。このあたりの挙動は、Nb(C, N)の析出とは直接関係していないものと思われ、Nb添加による効果は固溶Nbにその原因を求めねばならない。すなわち、Nb-freeなB鋼で大きな歪をかけなければ動的再結晶しないような低温高歪み速度領域では、Nb添加鋼においても、変形速度が速いためにNb(C, N)の析出する余裕がなく、Fig. 7(b), (c)のような結果になったと考えられる。

### 3.2.2 $\epsilon_p$ の $\dot{\epsilon}$ 依存性と Nb(C, N) の析出挙動との関連について

前項で述べたように、Nb 添加により同一条件で動的再結晶するのに要する歪み、 $\epsilon_p$  は大きくなり、Nb は多かれ少なかれオーステナイトの動的再結晶を抑制することがわかった (Fig. 7)。しかも Nb 添加による再結晶抑制効果はある温度、 $\dot{\epsilon}$  の条件下で顕著である。これは Nb(C, N) の析出に起因するものであると思われ、他の比較的小さい効果は固溶 Nb の効果などによるものであることが予想された。変形前には Nb(C, N) の析出はほとんどないと考えられることから、Nb(C, N) の析出を考える場合、変形中の析出が重要である。

Fig. 8 は、Nb(C, N) が最も析出しやすいと思われる  $900^\circ\text{C}$  での  $\epsilon_p$  と  $\dot{\epsilon}$  の関係を整理したものであり、変形前に Nb(C, N) を析出させるために  $900^\circ\text{C} \times 2\text{h}$  の保持を行ったものも併記した。K8 鋼の  $900^\circ\text{C} \times 2\text{h}$  保持および Nb を含まない B 鋼では、 $\epsilon_p$  は  $\dot{\epsilon}$  の増加につれてゆるやかに増加しているのに対し、K8 鋼の  $900^\circ\text{C} \times 1\text{min}$  保持材では B 鋼との  $\epsilon_p$  の差が低  $\dot{\epsilon}$  域では小さいが  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}/\text{s}$  付近で急に大きくなっており、さらに高  $\dot{\epsilon}$  側では B 鋼との差が漸近的に小さくなっている。 $\epsilon_p = 10^{-3}/\text{s}$  付近での  $\epsilon_p$  の差の増加は変形中の細かい Nb(C, N) の析出によるものと考えられる。すなわち変形により析出核としての格子欠陥が増加し、それらが回復しないうちに連続的に析出の核形成および成長が行われるいわゆる動的析出が起こって、細かい析出物を多数生じたために大きな再結晶抑制効果を示したと考えられる。これに対し同じ K8 鋼で変形前に  $900^\circ\text{C} \times 2\text{h}$  保持したものでは変形前に Nb(C, N) の静的な析出がほとんど終了してしまっているため、この現象が現れなかったものと考えられる。K8 鋼で、保持時間をかえたとき

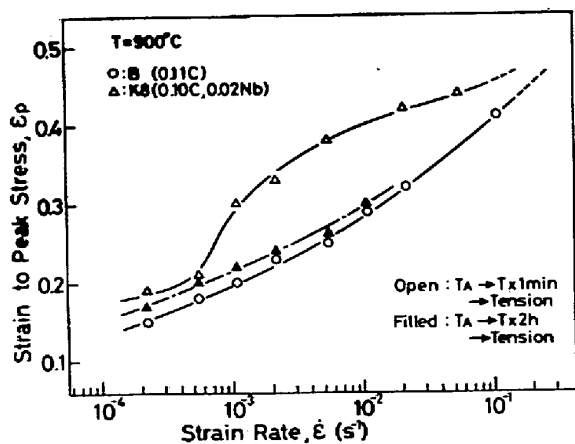


Fig. 8. Relation between strain to peak stress and strain rate at  $900^\circ\text{C}$  for a plain C steel (B) and a Nb containing steel (K8).

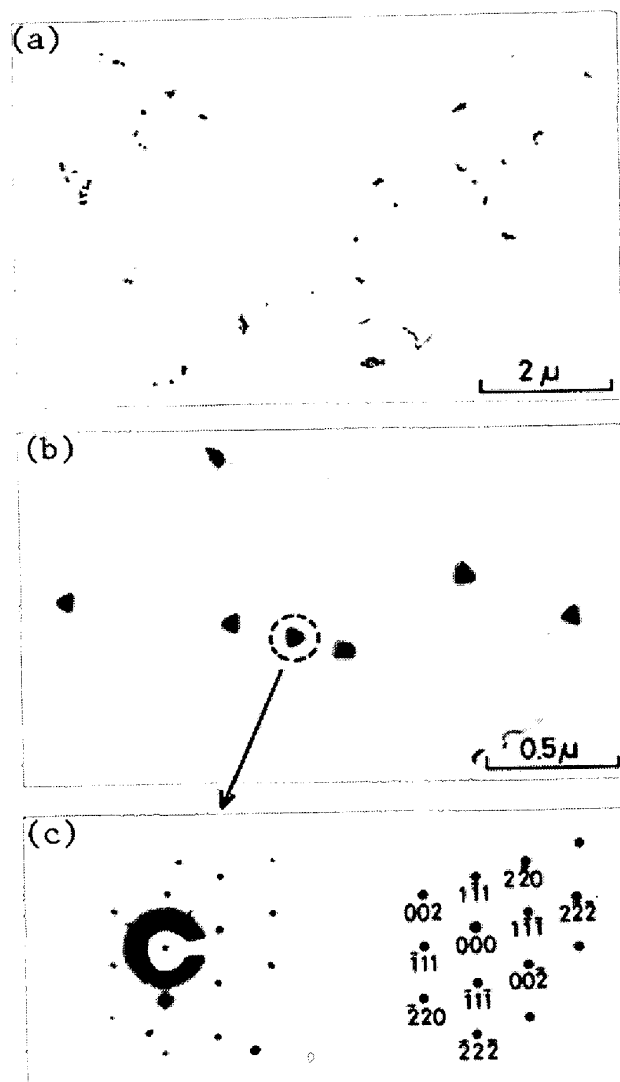


Photo. 1. Electron micrograph of Nb(C, N) precipitates ((a), (b)) and its electron diffraction pattern ((c)) in steel K8 after holding for 2 hours at  $900^\circ\text{C}$ .

の変形前の Nb(C, N) の析出状況を電子顕微鏡で観察した結果を Photo. 1 に示すが、 $900^\circ\text{C} \times 1\text{min}$  では析出物はほとんど認められなかったのに対し、 $900^\circ\text{C} \times 2\text{h}$  では、粗大な析出物が数多く観察され、電子線回折により Nb(C, N) であることが確認された。K8 鋼と同様に Nb を添加しながら C 量が低い K12 鋼では  $\epsilon_p$  の  $\dot{\epsilon}$  依存性は B 鋼とほぼ同じであり、K8 鋼でみられたある  $\dot{\epsilon}$  の範囲で  $\epsilon_p$  が大きくなる現象はほとんどみられなかった。また K8 鋼と他の化学成分をほとんど同じにし、Nb を 0.05% と増量にした鋼を用いて同様の実験を行ったところ、K8 鋼と同様の現象がみられ、 $\epsilon_p$  の B 鋼のそれとの差は K8 鋼での場合よりも 2 倍程度大きく、非常に大きな再結晶抑制効果が認められた。以上のことから、Fig. 8 にみられたような Nb 添加による著しい再結晶抑制効果は Nb(C, N) の動的析出に起因するもので

あることはまちがいないと思われる。

K 8 鋼の変形前 900°C × 1 min 保持材の低  $\dot{\epsilon}$  側でも、 $\epsilon_p$  はやはり B 鋼のものよりも大きく、程度は小さいが再結晶抑制効果が認められる。この領域では析出の核を導入する速度が小さく、析出の核形成は行われるが、析出核が少ないためにその数は少なく、それらが成長して比較的粗大な析出物となつたために再結晶抑制の効果が小さくなつたと考えられる。しかし、その程度は 900°C × 2 hr 保持して静的な析出を生じたものに比べればやや大きい。この原因は、やはり Nb(C, N) の析出状況の差にあると考えられる。静的な析出では析出核はさらに少なく、したがって動的析出の場合よりも粗大な析出物を形成しやすいものと考えられる。A. le. BON らは 0.04 Nb 添加鋼で同じ静的析出でも、前歪みを導入したものの方が細かく分散しやすいことを電顕観察で確かめている<sup>14)</sup>。今回の調査では、確認はしていないがやはり同様のことが考えられる。

また Fig. 8 の高  $\dot{\epsilon}$  側で K8 鋼と B 鋼での  $\epsilon_p$  の差が小さくなつてきているのは、歪み速度が大きいために、析出速度がこれを下回り変形中に析出し得なかつたためと考えられる。しかしここでも Nb 添加の効果は認められるが、これは固溶 Nb の効果を考えねば説明できない。900°C 以外の 1000°C 以下の変形温度においても Fig. 8 と同様の現象が観察された。

一方、1050°C、1100°C の変形温度では 1000°C 以下とは様子が異なつていた。Fig. 9 に 1050°C での  $\epsilon_p$  と  $\dot{\epsilon}$  の関係を示すが、Fig. 8 の場合とは異なつて B、K8 鋼とも  $\epsilon_p$  は  $\dot{\epsilon}$  の増加に伴つてゆるやかに増加している。Nb(C, N) の析出は極めて遅い領域である<sup>36)</sup> のでこの範囲での変形中の析出は考えられない。しかしやはり、Nb 添加により  $\epsilon_p$  は増加しており、Nb の再結晶抑制効果が認められる。これは、Fig. 7 の高  $\dot{\epsilon}$  領域と同様に固溶 Nb の影響と考えられる。作井ら<sup>18)</sup>および牧ら

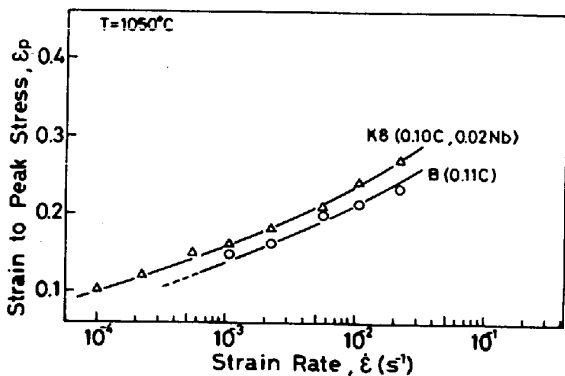


Fig. 9. Relation between strain to peak stress and strain rate at 1050°C for a plain C steel (B) and Nb containing steel (K8).

<sup>12)</sup>も Cr, Ni による再結晶抑制効果を認めている。

### 3.3 $\sigma_p$ と $\dot{\epsilon}$ , T との関係

各鋼について  $\epsilon_p$  と  $\dot{\epsilon}$  との関係を各変形温度で整理すると Fig. 10 が得られた。各鋼とも  $\dot{\epsilon}$  の増加につれて  $\sigma_p$  はほぼ連続的に上昇しており、また温度を上げれば  $\sigma_p$  は下る傾向にある。前節の  $\epsilon_p$  と同様に K8 鋼では 1000°C と 1050°C の間を境として現象が不連続となつている。また K8 鋼の 900°C では  $\epsilon_p$  の場合と同様に、 $\dot{\epsilon} \cong 10^{-3}/s$  のあたりで  $\sigma_p$  が急激に増加する現象も見受けられる。これらはやはり Nb(C, N) の析出挙動と関連しているものと思われる。いずれも  $\sigma_p$  は  $\dot{\epsilon}$  と T によつて変化しており、これらの変数の関係が、一般によくいわれている<sup>1)10)-12)20)21)</sup> 次の変形方程式

$$\dot{\epsilon} = F(\sigma_p) \exp(-Q(\sigma_p)/RT) \dots \dots \dots (1)$$

で結びつけられるとすれば、 $\dot{\epsilon}$  と  $1/T$  のプロットから変形のためのみかけの活性化エネルギー、 $Q(\sigma_p)$  が求まる。Fig. 10 である一定応力 ( $\sigma_p$ ) での  $\dot{\epsilon}$  と T を読みとりアレニウスプロットすると Fig. 11 となる。 $\dot{\epsilon}$  と  $1/T$  の関係は Nb を含まない B 鋼では全域で直線となり、しかもその勾配は  $\sigma_p$  によらないことがわかる。この様子は Nb を添加し C 量を下げた K12 鋼でも同様である。それぞれの傾きから、 $\sigma_p$  に依存しないと思われる活性化エネルギーを  $Q_0$  として求めると 59.3, 69.3 kcal/mol が得られた。 $Q_0$  の値は Nb 添加により増加し

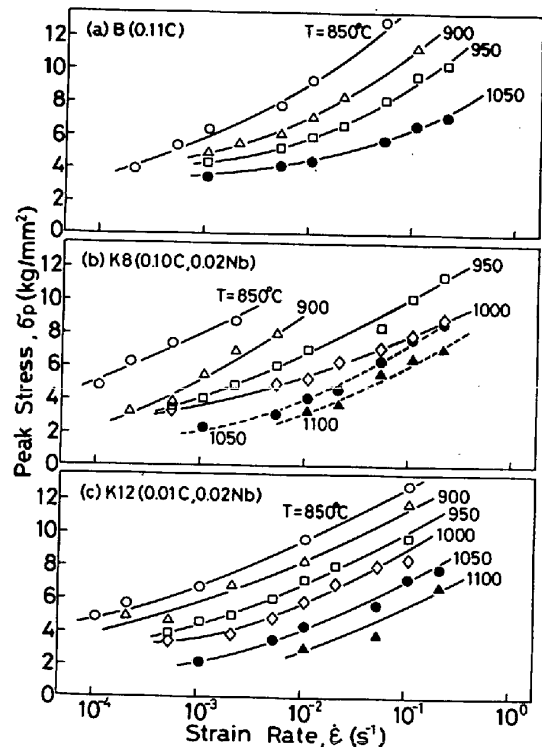


Fig. 10. Relation between peak stress and strain rate at various deformation temperatures for each steel.

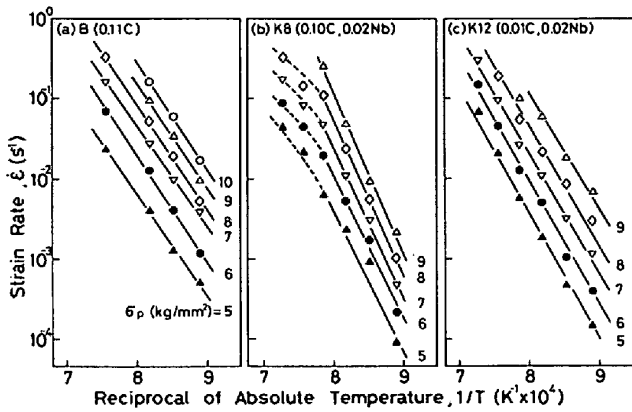


Fig. 11. Relation between strain rate and reciprocal of absolute temperature at various stress levels for each steel.

ており、これは主として固溶 Nb の効果と考えられる。一方、Nb を添加した K 8 鋼ではアレニウスプロットが 1050°C 以上の高温部で傾きが小さくなる折れ曲がりを生じており、B、K12 鋼のように全温度域にわたる直線関係は成立していない。これも Nb(C, N) の析出挙動と関係していると思われ、Nb(C, N) が析出しないと思われる高温部では傾きが小さく、Nb(C, N) が析出する低温部では急勾配になったと考えられる。Nb 添加鋼の静的再結晶の活性化エネルギーについても、やはり同様なことが報告されている<sup>22)</sup>。K8 鋼の低温部から、B、K12 鋼と同様に  $Q_0$  を求めると概略として約 85.6 kcal/mol と大きな値が得られた。これは明らかに前節で述べた Nb(C, N) の動的析出に起因するものと考えられる。 $\sigma_p$  におよぼす Nb(C, N) の析出とその役割については、おそらく  $\epsilon_p$  の場合と同様に主として変形中に生じた細かい Nb(C, N) が  $\sigma_p$  を上昇させたものと考えられる。

得られた  $Q_0$  の値を用いて温度補償された歪み速度、Zener-Hollomon のパラメータ<sup>1)20)21)</sup>、 $Z = \dot{\epsilon} \exp(-Q/RT)$ 、を用いて  $\sigma_p$  との関係を整理することを試みた。結果を Fig. 12 に示すが、B 鋼と K12 鋼においては  $\sigma_p$  と  $Z$  とが両対数グラフ上で直線関係となり、これらの関係が次式で整理できることがわかる。

$$Z = A \sigma_p^n,$$

$$\text{あるいは、} \dot{\epsilon} = A \sigma_p^n \exp(-Q_0/RT) \dots\dots (2)$$

ここで、 $A$ 、 $n$ 、 $R$  は定数である。(2)式は、作井らが 0.16C 鋼を用いて得たものと一致している。ちなみに  $n$  の値は両鋼とも同じ約 5.0 となり、作井らが求めた 0.16C 鋼での値  $n=5.2$  あるいは他の研究結果ともほぼ一致している。一方 K8 鋼については、 $\sigma_p$  と  $Z$  との相関があまりよくない。この原因は、すでに述べたように Nb

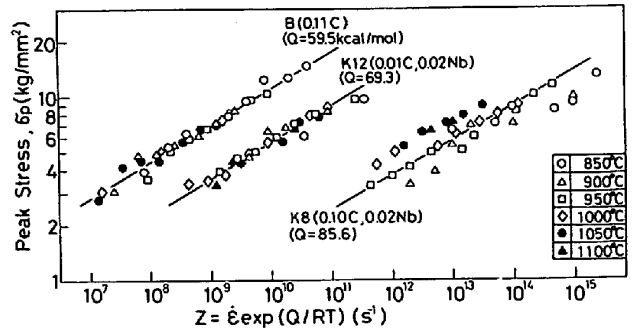


Fig. 12. Relation between peak stress and Zener-Hollomon Parameter ( $Z$ ) for each steel, where activation energies  $Q$  were obtained from Arrhenius plots in Fig. 11.

(C, N) の析出による  $\sigma_p$  の増加は、当然のことながら Nb(C, N) の析出挙動と密接に関係しており、Nb(C, N) の析出が  $\dot{\epsilon}$ 、 $T$  によつて大きく異なつてくるため、上記 B、K12 鋼のような単純な整理ができないためであろう。

### 3.4 Nb(C, N) の析出挙動とその役割

以上の検討結果から、Nb を添加すればオーステナイトの動的再結晶が抑制され、変形抵抗が増加することが明らかとなった。そのメカニズムとしては、(1)固溶 Nb の格子欠陥との相互作用、(2)変形前に生じていた Nb(C, N)、および (3) 変形中に析出する Nb(C, N) が考えられ、析出物は大別すると (a) 適当な条件下 ( $\dot{\epsilon}$ 、 $T$ ) で生成される細かいものと、(b)核形成速度よりも成長速度の方が大きい場合に生成する粗大な析出物の 2 とおりが考えられる。このうち大きな再結晶抑制効果をもつのは上記 (3)-(a) の細かい析出物であり、他の効果は比較的小さいことがわかる。K 8 鋼において (3)-(a) のタイプの細かい Nb(C, N) が動的析出する条件を Fig. 8 に例を示したような  $\epsilon_p$  の  $\dot{\epsilon}$  依存性から決定

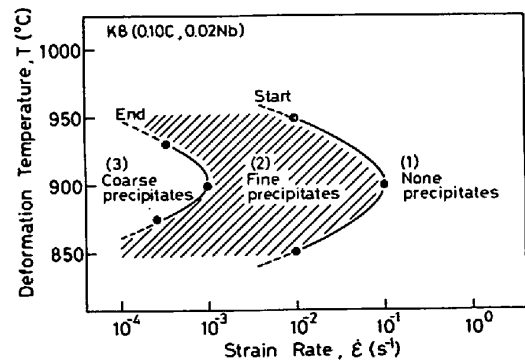


Fig. 13. The range of deformation temperature and strain rate, where remarkable retardation effect for dynamic recrystallization was observed (range (2) in the figure). See the text in detail for the size and distribution of the precipitates and their effects on the dynamic recrystallization.

すると Fig. 13 のごとくとなる。900°Cでは Fig. 8 に示したように動的析出の開始と終了とに対応すると考えられる  $\dot{\epsilon}$  が比較的明瞭であつたが、それ以外では析出範囲が今回の実験条件をはずれていたためかその両方がはつきりとは認められなかつた。I. WEISS と J. J. JONAS は 0.05C-0.035Nb 鋼を用いた実験で、Fig. 8 と同様の解析を行い、T. T. P 曲線を得ており<sup>34)</sup>、Fig. 13 の結果はこれと矛盾しない。C量を下げた K12 鋼においては K8 鋼に見られたような明らかに Nb(C, N) の析出に起因すると考えられる現象はほとんど認められなかつた。しかし、その溶解度積からは析出の可能性は十分考えられ、適当な温度条件下での  $\dot{\epsilon}$  の小さい領域では上記 (3)-(b) のタイプの粗大な析出物が生じている可能性はあり得ると考えられる。

Fig. 13 からすれば、細かい Nb(C, N) の動的析出が起こる  $\dot{\epsilon}$  と  $T$  の条件範囲は極めて狭く、しかもかなり低  $\dot{\epsilon}$  側にあることがわかる。実際の熱間加工では  $\dot{\epsilon}$  が今回の実験条件よりもはるかに大きいため、加工中に Nb(C, N) が析出する可能性は少ないと思われ、Nb による動的再結晶抑制効果は固溶 Nb による効果のみが現れているのかもしれない。しかし既に述べたように、固溶 Nb の効果に比べて析出 Nb の効果は非常に大きいものであり、動的析出の可能性についてさらに検討する必要がある。すなわち、Fig. 13 の結果は引張加工で  $\dot{\epsilon}$  が  $\epsilon_p$  に達するまでの比較的低温領域でのもので、実際の熱間加工時に高歪みが与えられた場合は現象がさらに複雑になるものと考えられる。

#### 4. 総 括

0.10C-0.30Si-1.0Mn 鋼 (B)、これとほぼ同じ組成に 0.02Nb を添加した K8 鋼、および同じく Nb を添加し、Cを 0.01% と低減した K12 鋼を用いて初期粒度をそろえ、変形前の Nb(C, N) を分解、固溶させる目的で所定の温度に加熱後、 $10^{-4} \sim 10^{-1}/s$  の歪み速度 ( $\dot{\epsilon}$ )、850~1100°C の温度 ( $T$ ) での高温引張変形によつて得られた応力-歪 ( $\sigma/\epsilon$ ) 曲線を解析することによつて、オーステナイトの変形挙動、動的再結晶挙動、Nb(C, N) の析出挙動とその影響について検討した。得られた結果を以下に要約する。

(1) 動的再結晶でみられる  $\sigma/\epsilon$  曲線のピーク応力 ( $\sigma_p$ ) は  $T$  が低く、 $\dot{\epsilon}$  が大きい程大きくなる傾向を示し、 $\sigma_p$ 、 $\dot{\epsilon}$ 、 $T$  の関係は B, K12 鋼では、

$$\dot{\epsilon} = A\sigma_p^n \exp(-Q/RT)$$

で整理でき、それぞれ  $Q=59.3, 69.3 \text{ kcal/mol}$  が得られた。 $n$  はいずれも約 5.0 となつた。K8 鋼のアレニウ

スプロットは  $T \geq 1050^\circ\text{C}$  の高温部で傾きが小さくなる折れ曲がりを生じた。低温部 ( $T \geq 1000^\circ\text{C}$ ) から得られた  $Q$  は 85.6 kcal/mol 程度と K12 鋼よりもさらに大きくなつた。K8 鋼で見られたこれらの現象は Nb(C, N) の析出に起因するものと考えられた。

(2)  $\sigma_p$  に対応する歪み、すなわち動的再結晶を起こすに要する歪みと密接に関係することが知られている。 $\epsilon_p$  も  $\dot{\epsilon}$  と  $T$  に対して  $\sigma_p$  と同様の傾向を示した。その大きさは同一条件では、K8, K12, B の順となり、Nb 添加による再結晶抑制効果が認められた。K12 鋼でみられた再結晶抑制効果は、かなり小さく、その程度が  $\dot{\epsilon}$ 、 $T$  によつてほとんど変化しなかつたことから固溶 Nb による効果のみが現れたものと考えられた。K8 鋼での再結晶抑制効果は、 $T$  と  $\dot{\epsilon}$  のある条件下で極めて顕著であり、その他の条件下では小さく、K12 鋼と大差なかつた。この顕著な再結晶抑制効果は、析出後の導入と析出が連続的に行われる動的析出によつて生じた細かい Nb(C, N) によるものと考えられた。Nb(C, N) の析出温度範囲でも、 $\dot{\epsilon}$  が小さい場合は析出の核形成の数が少なく、それらが成長して比較的粗大となつたために同じ動的析出でも再結晶抑制効果が小さかつたものと考えられる。逆に  $\dot{\epsilon}$  が大きすぎる場合は Nb(C, N) が析出する時間的余裕がないため、K12 鋼と同様に固溶 Nb の効果しか示さなかつたものと考えられる。なお変形前に静的な析出をさせたものでは動的な再結晶抑制効果はほとんど認められず、変形前の固溶 Nb の存在が重要であることを確認した。

終わりに本研究の機会を与えられ、発表を許可された住友金属工業(株)中央技術研究所長、西岡邦男博士に感謝いたします。また実験の遂行に御尽力いただいた同研究所、藤田猛氏に厚くお礼申し上げます。

#### 文 献

- 1) J. J. JONAS, C. M. SELLARS, and W. J. McG. TEGART: Met. Rev., 14 (1969), p. i
- 2) M. J. LUTON and C. M. SELLARS: Acta. Met., 17 (1969), p. 1033
- 3) Y. OHTAKARA, T. NAKAMURA, and S. SAKUI: Trans. ISIJ, 12 (1972), p. 36, p. 208
- 4) G. GLOVER and C. M. SELLARS: Met. Trans., 4 (1973), p. 765
- 5) J. P. SAH, G. J. RICHARDSON, and C. M. SELLARS: Met. Sci., 8 (1974), p. 325
- 6) T. NAKAMURA and UEKI: Trans. ISIJ, 15 (1975), p. 185
- 7) P. J. WRAY and M. F. HOLMES: Met. Trans., 6A (1975), p. 1189
- 8) P. J. WRAY: Met. Trans., 6A (1975),



- p. 1197
- 9) 作井誠太, 酒井 拓, 武石和夫; 鉄と鋼, 61 (1976), p. 856
  - 10) 作井誠太, 酒井 拓; 鉄と鋼, 63 (1977), p. 285
  - 11) S. SAKUI, T. SAKAI, and K. TAKEISHI: Trans. ISIJ, 17 (1977), p. 719
  - 12) 牧 正志, 赤阪耕一, 奥野耕次, 田村今男: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 1659
  - 13) 大内千秋, 大北智良, 小指軍夫: 鉄と鋼, 62 (1976), S208
  - 14) A. le BON, J. ROFES-VERNIS, and C. ROSSARD: Met. Sci., 9 (1975), p. 36
  - 15) 大北智良, 大内千秋: 鉄と鋼, 65 (1979), S877
  - 16) 山本定弘, 大内千秋: 同上, S878
  - 17) 山本定弘, 大内千秋: 鉄と鋼, 66 (1980), S598
  - 18) 酒井 拓, 大橋正幸, 和田重伸: 同上, S441
  - 19) 田村今男: 日本金属学会報, 16 (1977), p. 877
  - 20) 酒井 拓: 日本金属学会報, 17 (1978), p. 195
  - 21) 大内千秋: 熱処理, 18 (1978), p. 298
  - 22) 大森靖也: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 1164
  - 23) G. A. WILLER, J. R. BELL, J. H. BUCHER, and J. W. CHILDS: Trans. Met. AIME, 242 (1968), p. 2305
  - 24) J. N. CORDEA and P. E. HOOK: Met. Trans., 1 (1970), p. 112
  - 25) I. KOZASU, T. SHIMIZU, and H. KUBOTA: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 367
  - 26) B. L. PHILLIPO and F. A. A. CRANE: JISI, 211 (1973), p. 703
  - 27) H. WEISS, A. GITTING, G. G. BROWN, and W. J. McG. TEGART: 同上, p. 703
  - 28) 前原泰裕, 邦武立郎, 藤野允克: 鉄と鋼, 67 (1981), p. 362
  - 29) H. SEKINE and T. MARUYAMA: Trans. ISIJ, 16 (1976), p. 427
  - 30) 関野昌蔵, 森 直道, 田向 陵: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1044
  - 31) 梶 晴男, 町田正弘, 勝亦正昭: 鉄と鋼, 64 (1978), A215
  - 32) 福田 実, 橋本 保, 国重和俊, 沢村武彰: 同上, A219
  - 33) 山本定弘, 大北智良, 大内千秋: 同上, A223
  - 34) I. WEISS and J. J. JONAS: Met. Trans., 10A (1979), p. 831
  - 35) H. NORBERG and B. ARONSSON: JISI, 206 (1968), p. 1263
  - 36) H. WATANABE, Y. E. SMITH, and R. D. PEKLE: The Hot Deformation of Austenite, AIME, New York (1976), p. 140