

論 文

UDC 669.112.227.1 : 620.186.5 : 669.046.516 : 548.53

軟鋼のオーステナイト域での再結晶挙動に
およぼす合金元素の影響前原 泰裕*・邦武 立郎*²・藤野 允克*²The Effect of Alloying Elements on the Static Recrystallization
of Mild Steels in the Austenite Range

Yasuhiro MAEHARA, Tatsuro KUNITAKE, and Nobukatsu FUJINO

Synopsis:

The effects of addition of various alloying elements to a steel having base composition (0.1C-0.3Si-1.0Mn) on the static recrystallization in the austenite range have been studied by a high temperature double tension method.

It was observed that recrystallized grains nucleated at the grain boundaries and that recrystallization time increased linearly with increasing initial grain size. At 900°C, recrystallization after strained to 0.2 by the first tension was retarded by the addition of Si (≤ 1.0), Mn (≤ 2.5), Ni (≤ 1.0), Cr (≤ 1.0), Cu (≤ 0.3), Nb (≤ 0.04), V (≤ 0.1) and Mo (≤ 0.4). Among them the retardation effect of Nb was remarkable, and this was explained by precipitation of NbC. On the other hand, the role of other elements in the retardation was ascribed to substitutional solid solution effect. In the Nb added steel, the degree of retardation was found to be significantly influenced by the heating history before a double tension test. This can be explained by the difference in the dispersion of NbC precipitates in addition to the initial grain size. The contribution of individual effect of grain size or precipitation on recrystallization was separated in an analytical way. Recrystallization rate increased with increasing C content (0.002~0.07), but this was interpreted as due to the indirect effect of initial grain refinement by carbon.

1. 結 言

オーステナイト域での再結晶挙動は、製品の機械的性質との関連において、 γ 粒度あるいは熱延集合組織の制御の点で実用的に極めて重要である。再結晶挙動におよぼす化学成分の影響の研究については、従来、その影響が顕著に現れやすい Nb 添加の影響を調べたものに集中しており^{1)~9)}、その他、Ti¹⁰⁾¹¹⁾、Si¹⁰⁾¹¹⁾、Al⁴⁾、V⁶⁾¹⁰⁾¹¹⁾ などについて調査した例が若干見られる程度で、系統的なデータが十分得られているわけではない。

従来、オーステナイト域での再結晶挙動の観察に、加工後等温保持中の γ 粒組織を観察する方法が多く行われてきたが^{1)4)7)9)~13)}、この方法は多大の労力を要する欠点があつた。一方、近年加工を与えた後の変化を 2 回目の加工時までの強度低下の測定を行うことによつて、再結

晶挙動を解析する方法が試みられており、比較的簡便に再結晶挙動を調査できることが知られている(以下、この方法を変形方法が引張であれば二段引張法と呼ぶ)²⁾³⁾⁵⁾⁶⁾⁸⁾¹⁴⁾¹⁵⁾。

本実験では、低 C-Mn 鋼での再結晶挙動を二段引張法を用いて基本的に検討し、ついで再結晶挙動におよぼす化学成分の影響を、C, Si, Mn, Cu, Ni, Cr, Mo, V Nb について調査した。

2. 実 験

2.1 供試材

実験に用いた鋼の化学成分を Table 1 に示す。これらのうち B 鋼、2 B 鋼が本実験での基本成分であり、BP 鋼は旧 γ 粒界を現出しやすくするため特に P を増量したものである。C1~C4 は C 量を、S1~S4 は Si 量を、

昭和 54 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 55 年 4 月 15 日受付 (Received Apr. 15, 1980)

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

*² 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 (wt%) of materials used.

Steel	C	Si	Mn	P	S	N	Others	Remarks
B	0.110	0.270	0.99	0.004	0.008	0.005	—	Confirmative experiment
B P	0.090	0.240	1.19	0.038	0.004	0.0121	—	
C1*	0.069	0.013	1.54	0.003	0.006	0.003	—	Effect of C content
C2*	0.044	0.007	1.56	//	//	0.002	—	
C3*	0.011	0.008	//	//	//	//	—	
C4*	0.002	0.007	//	0.004	//	//	—	
S1	0.060	—	0.85	0.005	0.008	0.0042	—	Effect of Si content
S2	0.070	0.240	0.97	0.005	0.007	0.0045	—	
S3	0.100	0.490	1.04	0.005	//	0.0054	—	
S4	//	0.990	1.09	//	0.008	0.0056	—	
1A	0.069	0.260	0.49	0.003	0.006	0.0023	—	Effect of Mn content
1B	0.065	0.290	1.00	0.004	0.009	0.0031	—	
1C	0.063	//	1.54	0.005	0.010	0.0037	—	
1D	0.058	//	2.05	//	//	0.0038	—	
1E	0.046	//	2.54	//	0.011	0.0046	—	
2B	0.110	0.270	0.99	0.004	0.008	—	—	Base
N1	0.090	0.260	0.97	0.005	0.009	0.0033	0.48Ni	Effect of various alloying elements
N2	0.100	0.270	0.96	//	0.008	0.0030	0.98Ni	
CU1	0.110	0.260	0.97	0.006	0.007	0.0025	0.18Cu	
CU2	0.080	0.240	0.88	0.004	0.010	//	0.30Cu	
CR1	0.090	0.270	0.95	0.005	0.007	//	0.55Cr	
CR2	0.110	//	0.97	//	//	0.0023	0.94Cr	
NB1	0.080	//	1.02	//	0.008	0.0033	0.02Nb	
NB2	0.110	0.280	1.01	//	//	//	0.04Nb	
V1	//	//	1.03	//	0.007	0.0028	0.04V	
V2	0.090	//	1.01	//	//	0.0030	0.09V	
M1	0.110	0.270	0.98	0.004	//	0.0028	0.17Mo	
M2	//	0.260	//	0.005	0.010	0.0033	0.35Mo	

*'s denote steels 17 kg-vacuum melt, others were melt by the 50kg induction furnace.

1A~1E は Mn 量をそれぞれ変化させたものであり, N1~M2 は 2 B 鋼を基本成分として Ni, Cu, Cr, Nb, V, Mo をそれぞれ 2 レベルずつ単独に微量添加したものである. これらのうち C 量が低い C1~C4 鋼については 17 kg 真空溶製, その他のものは 50 kg 高周波炉で大気溶製した. 得られた鋼塊は鍛伸, 熱延を経て厚さ 12 mm の板としこれを素材とした.

2.2 方法

二段引張の方法は既に多くの報告があるように²⁾³⁾⁵⁾⁶⁾¹⁴⁾, 第 1 回目の引張りで所定の歪みを導入後除荷, その温度での等温保持中の再結晶による強度低下を第 2 回目の引張りにより知ろうとするものである. 方法の概念図を Fig. 1 に示す. 等温保持中の軟化を示すパラメータには次式を用いた.

$$X = (L1 - L2) / (L1 - Lf) \times 100 (\%)$$

ここで L1 は第 1 回目の引張りにおいて除荷直前の負荷,

L2 は第 2 回目の引張時の最大負荷であり, Lf は十分長い時間の等温保持後の L2 であり, 100% 軟化に相当するものである. この X は Fig. 1 (b) に示すように等温保持時間 t に対して S 字形曲線となることが知られており²⁾³⁾⁵⁾⁶⁾⁸⁾¹⁴⁾¹⁵⁾, これから再結晶過程の解析を行った.

試験には二段引張のためのプログラム機構をもたせた島津製精密負荷装置を用い, 加熱には昇温, 冷却が迅速に行える赤外線イメージ炉を用いた. 引張試験片は Fig. 2 に示す形状のものを素材の圧延方向と平行に採取した.

1 回目の引張りにおける除荷後 2 回目の引張りまでの等温保持時間は最小 0.1 s までの設定が可能であるが, 実際には機械的接続個所の応答の遅れなどから 0.3 s が限界と考えられた. 炉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つた. 温度制御の精度は約 $\pm 2^\circ\text{C}$ 以内であつた. なお雰囲気は大気である.

初期 γ 粒径は熱腐食法で γ 粒界を現出しこれを線分析

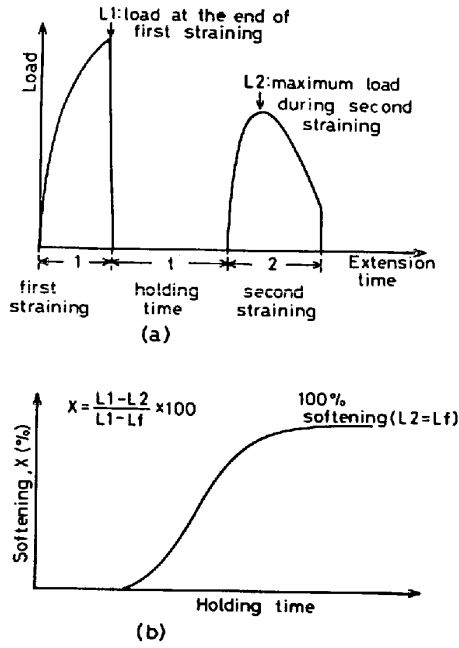


Fig. 1. Schematic description of stress-strain curve in a double tension test (a), and resultant softening curve (b).

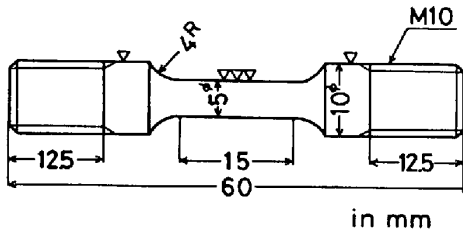


Fig. 2. Geometry of specimen.

して測定した。また一部軟化曲線と組織との対応を確認するため、等温保持終了後ただちに水冷し組織観察を行つて、再結晶の進行状況をチェックした。この場合の腐食にはピクリン酸飽和液に界面活性剤を少量加えた液を用いた。

二段引張に至るまでのヒートパターンは、B, BP 鋼を用いた予備調査では Fig. 3(c)に示すものであり、加熱温度 (T_A) は 900~1250°C, 引張りおよび等温保持温度 (T_D) は 900°C とした。第1回目の引張歪み量 (ϵ) は 0.20~0.31, 歪み速度 ($\dot{\epsilon}$) は $\sim 10^{-2} s^{-1}$ で行つた。化学成分の影響調査は Fig. 3(a) のパターンで統一して行い、一部熱履歴の影響をみるため Fig. 3(b) の 1250°C 溶体化後に試験片を採取、 $T_A=900^\circ C$ に加熱後 $T_D=900^\circ C$ で試験および Fig. 3(c) で $T_A=1250^\circ C$, $T_D=900^\circ C$ とするパターンをも併用した。この場合の ϵ , $\dot{\epsilon}$ はいずれもそれぞれ 0.20, $0.018 s^{-1}$ に統一した。

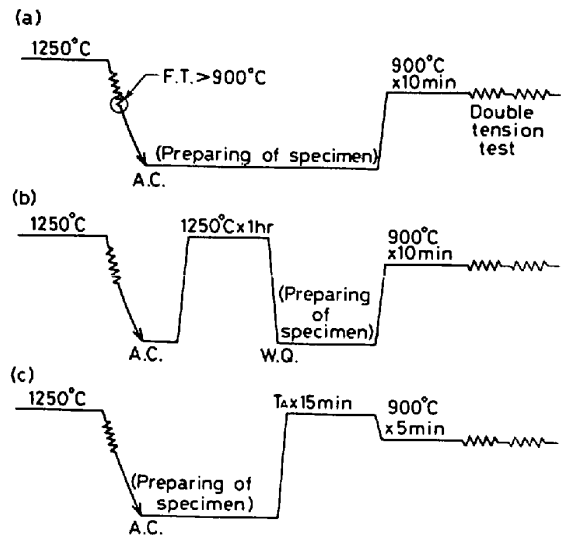


Fig. 3. Heat pattern before a double tension test.

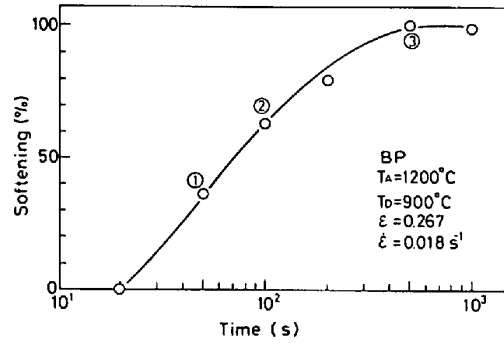
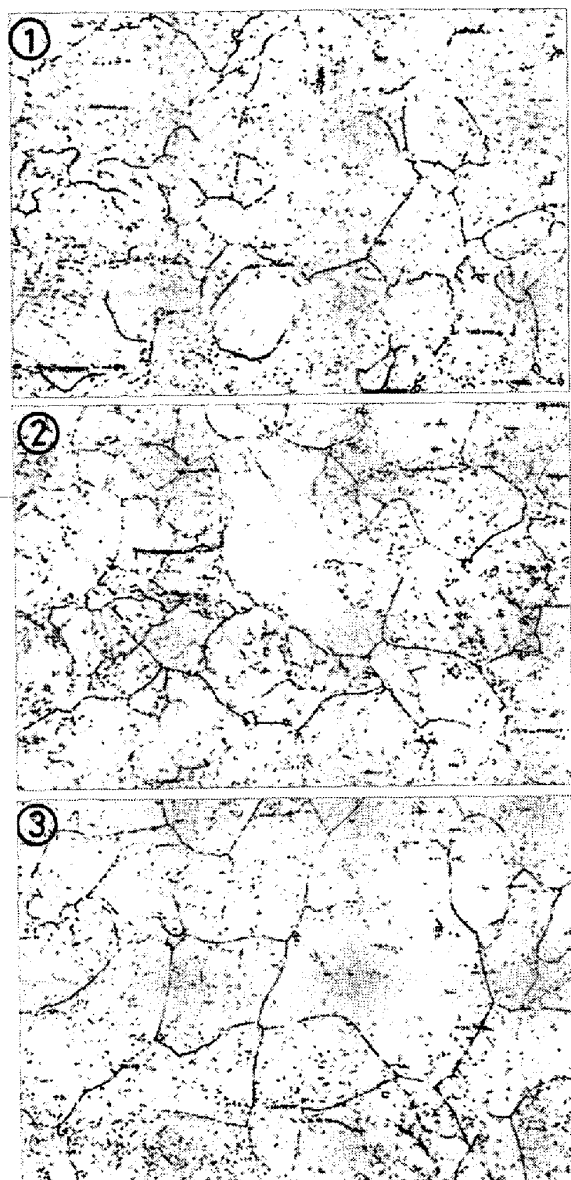


Fig. 4. The softening curve for steel BP. Refer the figure caption of Photo. 1 for the numbers.

3. 結果と考察

3.1 予備的検討結果

3.1.1 二段引張法での軟化曲線と再結晶率との対応
BP 鋼で $T_A=1200^\circ C$, $T_D=900^\circ C$ で $\epsilon=0.267$, $\dot{\epsilon}=0.081 s^{-1}$ としたときの軟化曲線の例を Fig. 4 に、これと対応する組織を Photo. 1 に示す。Fig. 4 中の番号は Photo. 1 の番号と対応している。軟化曲線の立ち上がり部分にあたる 50 s では粒界がジグザグ状になっており、部分的に粒界近傍に再結晶粒が認められる。100 s ではこれがさらに進行しており、再結晶の進行途上にあることがわかる。500 s では細かい粒はほとんど認められず、再結晶はほぼ終了している。また Photo. 1 からわかるように再結晶の核は粒界であることがわかる。この様子は少なくとも $\epsilon=0.15$ までは同様であり軟化の度合も高歪みの場合と比べて大差なかつた。これらのことから再結晶を起こすに要する歪みは少なくとも低 C-Mn 鋼では約 15% もあれば十分であり、軟化曲



← Tensile direction → x100

Photo. 1. Austenite grain structure corresponding to the number in the softening curve in Fig. 4. ① 50 s, ② 100 s, ③ 500 s.

線から再結晶の進行状況を解析できることがわかる。

再結晶を起こすに必要な歪量の下限については明らかでないが、たとえば W. B. MORRISON はやはり軟鋼を用いた実験で 6% の歪みでも再結晶は起こるとしており¹⁴⁾、上に述べた 15% は歪み量として十分な値と考えられるが、種々の合金元素を含むものについても十分な値となるように以後の実験では ϵ を 20% 以上とした。再結晶挙動を調べるための変形様式は、均一歪みを導入できるという意味で引張りが最もすぐれていると考えられるが、引張りではネッキングを生じやすいため再結晶を起こすに十分な歪みが導入できないのではないかとこの不安がもたれた。しかし、今回の検討結果では引張り

でも十分な歪みが導入できることが確認され、 $T_D=900^\circ\text{C}$ では少なくとも 35% までの変形がネッキングなしにできることが認められた。

軟化曲線のどの部分を再結晶時間のパラメータとするかについては議論のあるところである¹⁶⁾が、軟化を表すパラメータ X のとり方で状況は異なると思われる。今回の $L2$ (Fig. 3(a)) のかわりに第 2 回目の引張時の降伏応力をとつた場合は軟化の初期段階の様子がわかりやすく、軟化は初め回復により全軟化量の 20% 程度起こり、続いて再結晶による大幅な軟化が起こって全軟化に至るとされている¹⁶⁾。したがって、この場合には全軟化の 70% 程度に対応する時間を再結晶時間とするのが妥当であろう。今回のように $L2$ をとつた場合、回復のステージは現れにくく、軟化曲線はほとんど再結晶に対応しているものと考えられる。現に今回の軟化曲線には回復のステージは見られなかつた。なお X は L_f を用いて規格化した。最大軟化量 $L1-L_f$ は $L1$ の約 20~30% であつた。また保持時間が短いときは $L2$ が $L1$ よりも大きくなることもあつた。今回の調査では再結晶時間はあくまで相対的なものであるとの観点から、軟化曲線で最も勾配の急な全軟化量の 50% に相当する時間 $t_{0.5}$ を再結晶時間として定義した。

3.1.2 再結晶時間におよぼす初期粒度の影響

前項で再結晶の核は粒界で発生する可能性が大きいことを述べた。とすれば、初期粒度の違いによる粒界面積率の差が再結晶挙動に影響をおよぼすはずで、この関連を予備的に調査した。析出物等の影響が少ないと考えられる B, BP 鋼を用いて T_A をかえることにより初期 γ 粒径 (d) をかえ、 d の影響を調べた。 $T_D=900^\circ\text{C}$ 、 $\epsilon=0.267$ 、 $\dot{\epsilon}=0.018\text{ s}^{-1}$ としたときの $t_{0.5}$ は T_A が高くなるにつれて増加した。これは T_A を高くすると d が大きくなつていたことによると考えられた。そこで $t_{0.5}$ と d の関係について、再結晶速度 ($1/t_{0.5}$) と粒界面積率 ($1/d$) の関係を整理すると Fig. 5 のようになり、 $1/t_{0.5}$ と $1/d$ との間にほぼ比例関係が成立することがわかる。これは今回のような低歪みでの再結晶の核が粒界であることと対応しており、CAHN の理論¹⁷⁾と一致している。したがって今回のように ϵ が比較的 low、粒界からの核形成が主体である場合には $t_{0.5}$ と d との間に比例関係が成立するとしてもよいことがわかる。

3.1.3 再結晶挙動におよぼす加工歪みの影響

再結晶は加工により導入された歪みエネルギーを駆動力として起こるものであるから、再結晶に要する時間は ϵ に依存するはずである。本報告ではこの点の究明に主眼をおいてはいないが、一応 B, BP 鋼を用いて予備的に

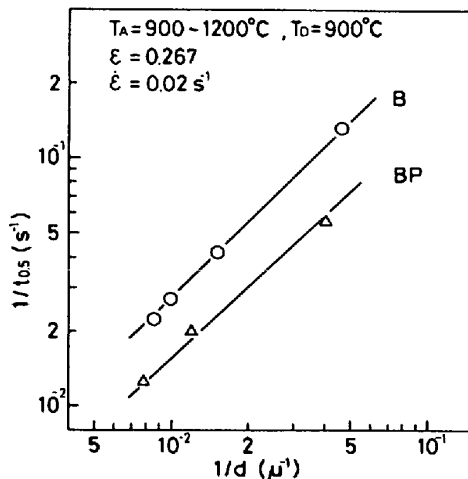


Fig. 5. Relation between recrystallization rate $1/t_{0.5}$ and grain boundary area ratio $1/d$.

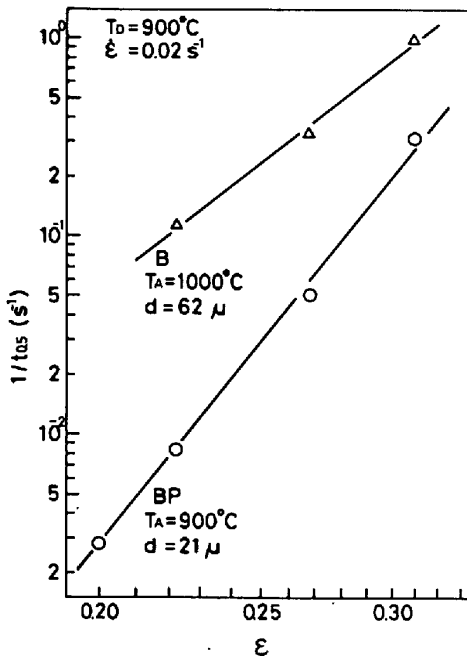


Fig. 6. Relation between recrystallization rate $1/t_{0.5}$ and strain ϵ .

検討した。

$T_D=900^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}=0.018\text{s}^{-1}$ で ϵ を 0.20~0.31 とかえたときの結果を Fig. 6 に示す。いずれも ϵ を増加することにより再結晶速度 ($1/t_{0.5}$) は速くなることがわかる。実験における ϵ の範囲は狭いが $1/t_{0.5}$ と ϵ の関係は両対数グラフではほぼ直線となっており、近似的に次の関係が成立することがわかる。

$$1/t_{0.5} = A\epsilon^n \quad (A, n \text{ は定数})$$

ちなみに n は B 鋼の $T_A=1000^\circ\text{C}$ で 6.5, BP 鋼の $T_A=900^\circ\text{C}$ で 10.9 となつた。W. B. MORRISON は低 C-Mn 鋼を用いた実験で ϵ を 0.06~0.24 の範囲でかえ、同様の整理をしているがこのときは $n=4$ を得てい

る¹⁴⁾。今回得られた n の値は約 2 倍大きい値である。この点に関してはさらに検討を要するところであるが、いずれにしても ϵ が再結晶速度におよぼす影響は非常に大きいことがわかる。このことが再結晶挙動を調べる際に最も大きな因子のひとつであり ϵ 量の制御が重要であることを示している。今回の試験での ϵ は全体の $\pm 2\%$ 程度に制御しており大きな問題とはならないと考えられる。

また Fig. 6 で T_A が低いため BP 鋼の方が初期粒度が細くなつていながらもかわらず、Fig. 5 の結果と同様に再結晶速度は遅くなつていいる。これも P の影響を考えなければ理解できない現象である。これらについては 3.2.1 でまとめて述べる。

3.1.4 動的再結晶との関連と今回の試験法の妥当性についての考察

W. B. MORRISON は前項で述べた検討結果の中で静的再結晶挙動には歪み速度は動的再結晶を起こさないような条件であれば影響しないとしている¹⁴⁾。動的再結晶の核は応力-歪曲線 (σ/ϵ 曲線) のピーク応力の 70% 程度のところで生成されることが作井らによつて報告されており¹⁵⁾、これを越える歪みを二段引張りの第 1 回目の歪み導入時に与えた場合には引き続いて起こる静的再結晶が、起こりやすいとされている¹⁶⁾。したがつて、 ϵ が σ/ϵ 曲線のどのあたりにあるかは重要な点であろう。今回の調査では低 C 鋼から、再結晶が非常に遅れることが知られている^{17)~19)} Nb 鋼までを含むので統一した条件を決定するのは困難であつた。そこで目安としていずれの鋼においても動的再結晶を起こさない条件を前提に、 $T_A=T_D=900^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}=0.018\text{s}^{-1}$ で ϵ を 0.20 に統一して行うこととした。

3.2 再結晶挙動におよぼす化学成分の影響

3.2.1 C および P の影響について

真空溶製によつて得た、C 量を 0.002~0.069% とかえた C1~C4 鋼についての結果を Fig. 7 に示す。C の増量により、再結晶は速くなつていいる。しかし、同時に C の増量によつて初期粒径も細くなつていいるため、初期粒度をそろえた実験を行わねば C 独自の効果については議論できない。そこで C1, C3 をそれぞれ 1050°C , 1000°C に加熱して C4 の 900°C 加熱の場合とほぼ粒度をそろえたところ、C4 とほぼ同じ $t_{0.5}$ が得られた。したがつて、Fig. 7 で見られた C の効果は C 独自の効果によるものではなく、初期粒度の違いによるみかけの効果であると考えられる。なお、0.1% 以上の C 域での実験も行つたが、同一加熱条件でも初期粒度の差も少なく $t_{0.5}$ もほとんどかわらなかつた。

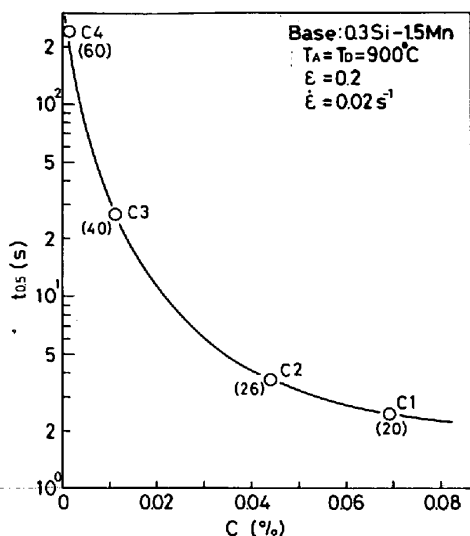


Fig. 7. Effect of carbon content on recrystallization. Numbers indicate initial austenite grain size (μ).

今までに再結晶挙動におよぼすC量の影響について調査した例は、フェライト域では冷延鋼板の焼なまし時の再結晶集合組織との関連でCの影響を示唆する報告があるが、オーステナイト域では見当たらない。今回調査したC量の範囲は状態図的にはCが十分固溶した状態であり、この状態でのCの拡散速度はこの条件での再結晶速度以上に速いため^{19)~20)}、再結晶にはほとんど影響しないものと考えられる。

Pはやや再結晶を遅延する効果があるようである。原因としては原子半径がCよりは大きく、固溶のしかたもCのように侵入型ではなく固溶型である可能性の方が強いと思われ、拡散速度も遅いため²¹⁾に再結晶の際の粒界移動あるいは転位の動きを妨害する効果があるのかもしれない。このことは、従来の加工、等温保持、水冷後 γ 粒界観察による再結晶の研究は、旧 γ 粒界を現出しやすくするためにPをBP鋼なみに増量した鋼を用いて行われていることが多いがこの方法には問題があることを示唆している。

3.2.2 Si, Mn

0.1C-1.0Mn をベースに Si を 0.06~0.99% 添加、および 0.1C-0.3Si をベースに Mn を 0.5~2.5% 添加したときの $t_{0.5}$ と含有量との関係を Fig. 8 に示す。Si, Mn とも約 1.0% ぐらいまではその添加量に応じて再結晶を遅らせるがそれ以上ではいずれもその効果は飽和してくることがわかる。このときの初期粒度の変化は Fig. 9 に示すようになっており、Si, Mn のいずれもその添加量に応じて d はやや小さくなっているがその変化は極めて小さい。もしこの差が効くとしても $t_{0.5}$ を

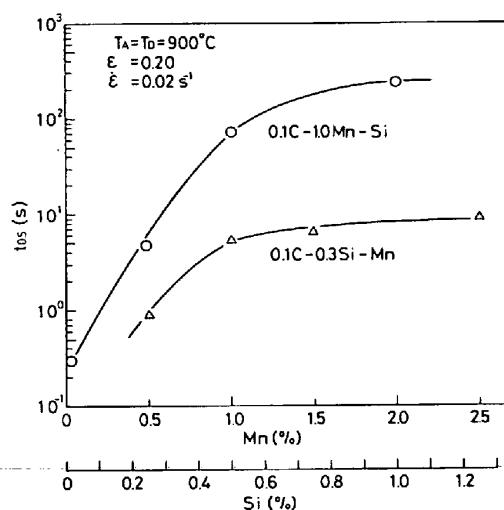


Fig. 8. Effect of Si, Mn on the recrystallization.

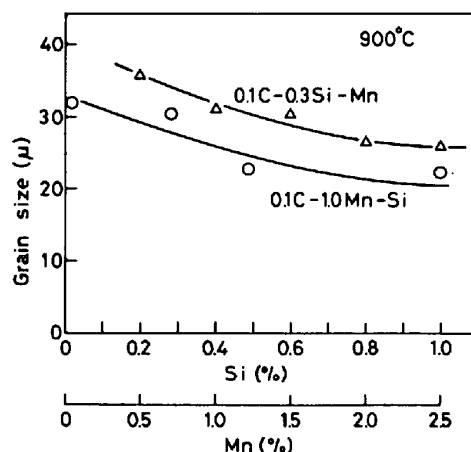


Fig. 9. Influence of Si, Mn on the austenite grain size.

小さくする方向に効くはずであり、 d をそろえた実験を行っても Fig. 8 の結果はあまりかわらないであろう。

Si の影響については一、二の報告例がある¹⁰⁾¹¹⁾が、それによると再結晶をやや促進するとある。しかしデータが不十分でもあり、その理由が Si が再結晶の核となるとしていることも証拠はなく疑問である。Fig. 8 で認められた Si の効果は置換型に固溶した異質の原子が再結晶の際の粒界移動あるいは転位の動きを妨害するためと考えるのが妥当であろう。

Mn についての調査例は見当たらないが本実験で認められた再結晶遅延効果のメカニズムは Si と同様に考えられる。

3.2.3 Cu, Cr, Ni, Mo, V, Nb

0.10C-0.30Si-1.0Mn をベースに、Cu, Cr, Ni, Mo, V, Nb をそれぞれ単独に微量添加したときの $t_{0.5}$ とそれぞれの添加量との関係を Fig. 10 にまとめて示す。い

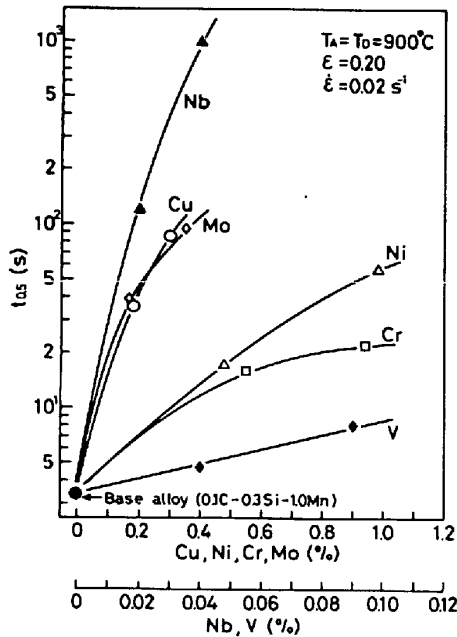


Fig. 10. Retardation effect of various alloying elements on the recrystallization of austenite.

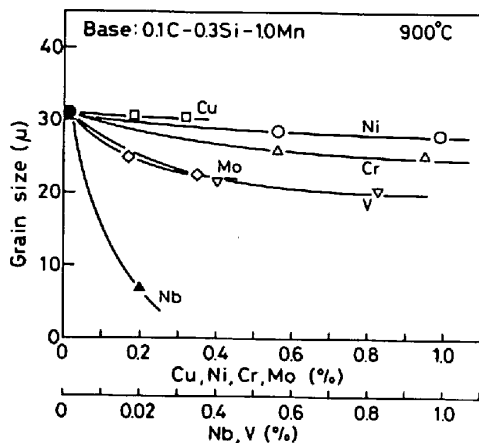


Fig. 11. Influence of various elements on the austenite grain size.

いずれも添加量に応じて再結晶の遅れが認められ、Nb 添加の効果が特に著しい。この場合の初期粒度は Fig. 11 のようになっており、Nb 添加でのみ著しく細粒化していた。Cu, Ni, Cr, Mo, V 添加鋼では初期粒度の影響は無視できる程度のものであると考えられる。Nb 添加鋼では、細粒であることにより Fig. 10 での $t_{0.5}$ は小さめに現れているはずで基本鋼である 2 B 鋼と粒度をそろえた実験を行えば $t_{0.5}$ はさらに大きくなるのが容易に予想される。

Nb 添加鋼でのこの大幅な再結晶抑制効果は Nb 炭窒化物の析出による再結晶の際の粒界移動の妨害あるいは転位の固着によるものと考えられる。Nb 添加による再結晶抑制効果については従来報告例が多い^{1)~9)}が、今回

の調査でも同様の結果が得られたことになる。析出物は、炭化物、窒化物あるいは炭窒化物であると考えられる。しかし Nb 添加量を 0.04% と一定にして C 量を下げたところ、 $t_{0.5}$ は小さくなる傾向が明らかに認められたこと、平衡溶解度曲線²²⁾からみて NbN の析出は考えにくいことからこの析出物の主体は NbC であるとしてほぼまちがいないと考えられる。

Nb 添加鋼と同様に歪促進析出の効果を考えれば炭化物を生ずることが予想された Mo 添加鋼、V 添加鋼での再結晶抑制効果は意外に小さく、析出物は平衡溶解度曲線²²⁾からみてもたぶん生成していないものと思われる。したがって、今回調査した範囲内での Mo, V の役割は Si, Mn と同様に固溶の効果であろうと考えられる。

Cu, Cr, Ni については析出物を生ずることは考えられずやはり同様に固溶の効果と考えられる。

3.3 再結晶抑制効果におよぼす熱履歴の影響

同一条件で試験を行つても、そこに至るまでの熱履歴により再結晶挙動は異なつてくることが予想される。考えられる主要原因としては、3.1.2 および 3.2.1 で述べた初期 γ 粒度の違い、すなわち再結晶の核生成サイトとしての粒界面積率の差、および 3.2.3 で再結晶挙動に大きく影響をおよぼすことが認められた炭窒化物等の析出挙動の違いがあげられる。前者についてはすでに述べたので、ここでは後者について検討する。

用いた鋼は再結晶挙動に大きく影響することが認められた Nb 添加鋼のうち Nb 量の少ない NB1 鋼、および析出の効果は認められなかったが、歪促進析出などを考慮すれば析出物が生成する可能性も考えられる²³⁾ V2 鋼、M2 鋼である。これらについて T_D , ϵ , $\dot{\epsilon}$ は 3.2 節と同一にして Fig. 3 に示したヒートパターン(a)に加えて (b), (c) ((c) での T_A は 1250°C) のパターンでの実験を追加して行つた。

得られた結果のうち NB1 鋼での例を Fig. 12 に示す。図中の黒丸で示す生データは (a) よりも (b), (c) で $t_{0.5}$ が大きくなっている。図中に初期粒径 d を合わせて示したが、(a) で 7μ であるのに対し、加熱から引張温度まで二回の変態を経た (b) では 3μ と小さくなつており、逆に (c) では 120μ と粗大化が著しいことがわかる。(a) に比して (b) では d が小さいにもかかわらず $t_{0.5}$ が大きくなっていることは興味深い。この原因は NbC の析出状態の差にあるものと予想された。(c) での再結晶の遅れは、初期 γ 粒の粗大化がその主な原因であると思われたが、析出の寄与もこれに加担していることも考えられこの点をさらに検討した。Fig. 5 に示したように、析出物が生成されないと考えられる鋼で

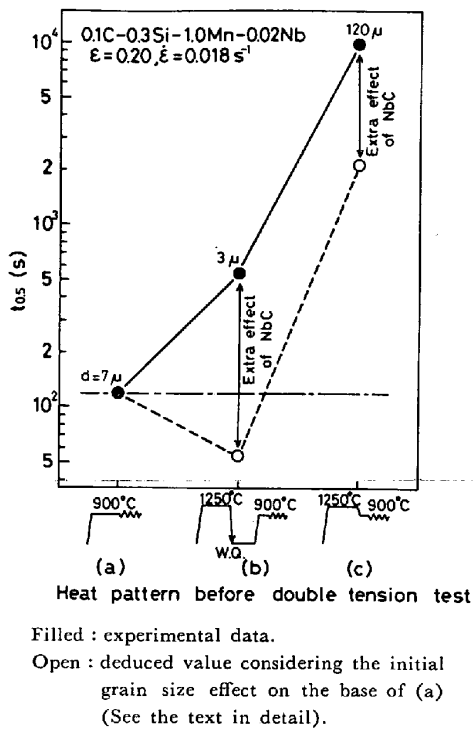


Fig. 12. Effect of heat pattern before a double tension test on recrystallization.

は、再結晶速度 $1/t_{0.5}$ は粒界面積率 $1/d$ の増加に伴い大きくなる。これらの間に直線関係が成立すると仮定すれば、Fig. 12 の(a)のパターンを規準にとつて、(b)、(c)ではそれぞれ図中に白丸で示した程度の $t_{0.5}$ を示すはずである。すなわち(b)では(a)よりも $t_{0.5}$ は減少し、(c)では増加する。生データからこの分を差し引いたものが、他の影響を考えなければ析出による寄与の増加分ということになる。再結晶を抑制する効果が初期粒度の効果と NbC の析出状況からの効果のみであるとしてそれぞれの再結晶に際しての活性化エネルギー(Q)の増加分 ΔQ_g 、 ΔQ_p を求め、それぞれの再結晶抑制への寄与分がどのくらいになるかを試算した。すなわち Q と再結晶速度 $1/t_{0.5}$ との間次式が成立するとして、

$$1/t_{0.5} = B \exp(-Q/RT) \quad (B \text{ は定数})$$

ヒートパターン(a)での活性化エネルギー、 Q_0 に対しての(b)あるいは(c)での増加分 ΔQ が Fig. 12 の生データからそれぞれ求まる。また初期粒度の差から予想された $t_{0.5}$ の値から ΔQ_g が求まる。NbC の析出状況の違いによると考えられる増加分 ΔQ_p は ΔQ から ΔQ_g を差し引いて求められる。得られた値を Table 2 にまとめた。今までに得られている活性化エネルギーの値はほぼ $\sim 100 \text{ kcal/mol}$ 程度であることからみて、Table 2 に示した値はもつともらしい値といえよう。これから(c)の方が(b)よりも ΔQ は3倍程度大きい、初期

Table 2. Activation energy difference (ΔQ , kcal/mol) between the case of (b) or (c) and (a).

	(b)	(c)
ΔQ	+3.49	+10.27
ΔQ_g	-1.85	+6.72
$\Delta Q_p = \Delta Q - \Delta Q_g$	+5.35	+3.56

ΔQ : calculated by the actual data in Fig. 13 by the relation $1/t_{0.5} \propto \exp\{-(Q_0 + \Delta Q)/RT\}$, where Q_0 is of the case (a).

ΔQ_g : calculated samely by the deduced value in Fig. 13.

ΔQ_p : $\Delta Q - \Delta Q_g$, extra effect of NbC.

粒度の効果と ΔQ_p の値をみれば(b)の方がやや大きい値を示している。

このようなヒートパターンによる再結晶抑制効果の差は NbC の分散状況に起因しているものと考えられる。すなわち(a)では熱延終了段階で平衡状態に達しない程の少量が析出しており、それらが冷却中(放冷)あるいは 900°C まで加熱する段階で成長し、二段引張のときは粗大な NbC がまばらに存在するような状況であつたものと推定される。一方(b)では 1250°C で一度溶体化されており、 900°C への再加熱時にたとえば 1250°C からの焼入時に導入された格子欠陥を核として NbC が細かく分散して析出し、(c)のパターンでは溶体化の後の析出でこれも細かく分散していたものと推定される。平衡溶解度曲線からみれば、(c)での NbC の析出は非常に少量であるかもしれないが、加工誘起析出を考えれば(b)と同程度に析出していてもおかしくないであろう。Table 2 の結果からは(b)と(c)とで析出状況に大きな差はないものと考えられる。NbC は析出の初期にはマトリックスと整合性をもつことが知られており²⁴⁾、このような状況では dislocation pinning との関連で再結晶抑制に大きく寄与するものと考えられるが、これが大きく成長した状況での効果は少ないものと思われる。固溶 Nb の効果は NbC の効果に比べれば無視できる程度のものである。

以上の結果から析出が再結晶挙動を支配している場合には、その熱履歴が大きな影響因子となることがわかる。

一方 V 2 鋼、M 2 鋼でもヒートパターン(a)に比べて(b)、(c)では $t_{0.5}$ に若干の差がみられ、炭窒化物の析出との関連で NB 1 鋼と同様の検討を行った。しかし、いずれの場合も初期粒度の効果と ΔQ_p を差し引けば残りほとんどなくなることが認められ、析出の効果はないことがわかつた。

3.4 再結晶挙動におよぼす化学成分の影響についての考察

今回の調査で Si, P, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Mo は再結晶をやや抑制する効果が認められた。抑制の程度を単位添加量 (at%) 当たり整理しなおすと大ざっぱに原子番号順になつている傾向が認められた。これらの元素は置換型に固溶しているといわれており、 γ 中の拡散速度も原子番号順であり、いずれも Fe の自己拡散係数と同程度かこれよりも大きい値となつている²²⁾。このような状況では再結晶の際の Fe の動きよりも合金元素の動きが遅くなるので、粒界あるいは転位の動きを妨害することにより再結晶を遅らせるものと思われる。したがってこの場合の再結晶抑制の程度は原子サイズでは整理できるのであろう。

一方 C では、初期粒度の効果を除けば再結晶にはほとんど影響しないことを 3.2.1 で述べた。その理由として Fe 中に侵入型に固溶するといわれており、Fe 中を移動する速度も非常に大きいため再結晶の際の粒界あるいは転位の動きに対してほとんど影響しないからであろうと思われる。

マトリックスと整合性をもつ析出物を生成する元素を添加すれば NbC のように 3.2.4 で述べた理由により再結晶抑制効果は桁違いに大きくなる。今回認められなかった V, Mo においても添加量、条件いかんではその可能性があり、V を 0.12% と添加した鋼で V_4C_3 に起因すると思われるかなり大幅な再結晶抑制効果が報告されている⁶⁾¹⁰⁾¹¹⁾。このことは Ti についても同様である⁶⁾¹⁰⁾¹¹⁾。

今回の調査結果のうちでは再結晶挙動におよぼす影響として Nb 添加による NbC の析出が最も顕著であつた。この場合には、3.2.4 で述べたようにヒートパターンによる析出の状況で影響が大きく異なつてくることが認められた。このことは実用的にみた場合に重要で、動的析出との関連で²²⁾さらに検討すべき問題であると思われる。

4. 結 言

0.10C-0.30Si-1.0Mn 鋼を用いて、オーステナイト粒界観察を併用することにより二段引張法で再結晶挙動を調査する方法を基本的に検討した。次に、これとほぼ同一成分を基本に C (0.002~0.07), Si (≤ 1.0), Mn (≤ 2.5) 量を変化させたもの、および Cu (≤ 0.3), Ni (≤ 1.0), Cr (≤ 1.0), Nb (≤ 0.04), V (≤ 0.1), Mo (≤ 0.4) をそれぞれ単独に微量添加した鋼を用いて、900°C $\epsilon = 0.2$ での再結晶におよぼす合金元素の影響を調査し

た。また Nb, Mo, V 添加鋼の一部について熱履歴の影響を調べ、その原因を検討した。得られた結果を以下に要約する。

(1) 二段引張法での軟化過程は組織観察による再結晶の進行状況とほぼ対応し、この方法の妥当性が確認された。また、再結晶の核は粒界であり、初期粒径 (d) の増加に伴い再結時間 ($t_{0.5}$) は増加し、再結晶速度 ($1/t_{0.5}$) は粒界面積率 ($1/d$) にほぼ比例した。

(2) C の増量によつて再結晶は促進された。しかし、これは C の増量による初期結晶粒の細粒化によるみかけの効果であると考えられ、初期粒度をそろえた実験では C 量の違いによる $t_{0.5}$ の差は認められなかつた。

(3) Si, Mn, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Nb はいずれも再結晶を抑制し、特に Nb の効果が顕著であつた。これは NbC の析出によると考えられ、他の元素の効果は置換型に固溶した異種元素によるものと考えられる。

(4) Nb 添加鋼では、熱履歴により再結晶挙動は大きく異なつてくることがわかつた。この原因は、初期粒度の効果の他に NbC の析出形態の差にあると考えられ、それぞれの抑制効果への寄与を分離した。

終わりに本研究の発表を許可された住友金属工業(株)中央技術研究所長、小田尚輝博士にお礼申し上げます。また本研究を遂行するにあたり、種々御指導いただいた住友金属工業(株)中央技術研究所の関係者各位に厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) 大森靖也: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 1164
- 2) G. A. WILBER, J. R. BELL, J. H. BUCHER, and J. W. CHILDS: Trans. Met. AIME, 242 (1968), p. 2305
- 3) J. N. CORDEA and P. E. HOOK: Met. Trans., 1 (1970), p. 112
- 4) I. KOZASU, T. SHIMIZU, and H. KUBOTA: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 367
- 5) T. L. CAPELETTI, L. A. JOCKMAN, and W. J. CHILDS: Met. Trans., 3 (1962), p. 789
- 6) H. WEISS, A. GITTING, G. G. BROWN, and W. J. McG. TEGART: JISI, (1973), p. 703
- 7) B. L. PHILLIPO and F. A. A. CRANE: JISI, (1973), p. 653
- 8) A. le. BON, J. ROFES-VERNIS, and C. ROSSARD: Met. Sci., 9 (1975), p. 36
- 9) T. T. TRAC: Bany koh Lapok, 109 (1976), p. 494
- 10) V. M. FARBER and V. N. DAVYDOV: Izv. VUZ Chern. Met., (1977), p. 99
- 11) V. M. FARBER and V. N. DAVYDOV: Steel in USSR, (1977), p. 470

- 12) G. T. CAMPBELL, JR., E. P. ABRAHAMSON, and N. J. GRANT: *Met. Trans.*, 5 (1974), p. 1875
- 13) D. HENGERER: *Radex Rundschau*, (1977), p. 72
- 14) W. M. MORRISON: *JISI*, (1972), p. 618
- 15) R. A. P. DJAIC and J. J. JONAS: 同上, p. 256
- 16) R. A. P. DJAIC and J. J. JONAS: *Met. Trans.*, 4 (1973), p. 621
- 17) J. W. CAHN: *Acta Met.*, 4 (1956), p. 449
- 18) S. SAKUI, T. SAKAI, and K. TAKEISHI: *Trans. ISIJ*, 17 (1977), p. 719
- 19) 邦武立郎: *日本金属学会報*, 6 (1967), p. 856
- 20) 邦武立郎: *日本金属学会報*, 7 (1968), p. 34
- 21) たとえば, 「*金属データブック*」(日本金属学会編), (1974), p. 24
- 22) 学振製鋼 19 委員会: *鉄鋼と合金元素*, (1966), p. 515 [誠文堂新光社]
- 23) I. WEISS and J. J. JONAS: *Met. Trans.*, 10 (1979), p. 118
- 24) 谷野 満: 「*鉄鋼における変態と析出*」(日本金属学会編), (1968), p. 118