

© 1984 ISIJ

低炭素鋼線の焼鈍における異常粒成長に およぼす AlN の析出状態の影響

論文

落合 征雄*・大羽 浩*・飛田 洋史*・南雲 道彦*²

Effect of Precipitation Behavior of AlN on Abnormal Growth of Ferrite Grains in Low-carbon Steel Wires

Ikuo OCHIAI, Hiroshi OHBA, Yooji HIDA and Michihiko NAGUMO

Synopsis :

Abnormal growth of ferrite grains in low-carbon steel wires ($C < 0.04\%$) was studied from the viewpoint of AlN precipitation during annealing after cold drawing of 70.2% in reduction.

(1) Abnormal grain growth occurred when Al/N ratio of steel wires decreased to the range from 1 to 6.

(2) AlN precipitation in wire rod within above range of Al/N ratio was delayed in the course of cooling after the hot rolling, followed with fine AlN precipitations during recrystallization and grain growth at annealing stage after drawing. Such precipitates generated a large restraining force on the grain boundary movement and grain growth was completely depressed. In the case of the isothermal annealing at 800°C, however, abnormal grain growth occurred in accordance with decrease in the restraining force as a result of the coalescence of AlN precipitates immediately after the precipitation had been completed.

(3) The critical conditions investigated for the abnormal grain growth initiating in the restrained grains were in good agreement with HILLERT's theoretical expectations.

(4) The restraining force of the fine precipitates on the grain boundary movement can be evaluated as follows :

$$s = \frac{f(1 - \log f^2)\sigma}{3r}$$

where s is the restraining force ; r and f are radius and volume fraction of the second phase particles, respectively ; σ is the grain boundary energy.

1. 緒 言

Al を含有する低炭素鋼線材を冷間伸線加工後、再結晶焼鈍する場合、再結晶組織の中に巨大なフェライト結晶粒（以下、異常粗大粒という）の発達を見ることは日常経験することである。異常粗大粒の存在は焼鈍鋼線の加工性を低下させ、焼鈍後の伸線工程における断線、あるいは冷間鍛造加工後の材料表面の肌荒れなどをひきおこす。また、同様な現象は低炭素冷延鋼板の箱焼鈍時にも見られることがあり、加工用冷延鋼板として用いた場合、プレス加工時の肌荒れをまねくため、その発生を防止することは工業的にきわめて重要なことである。これらの現象は、いずれも異常粒成長あるいは二次再結晶（以下、異常粒成長という）の範疇に含まれ、また、粗大粒の生成過程は第二相粒子である窒化アルミニウム (AlN) の存在状態に強く依存していると考えられる。

異常粒成長におよぼす AlN の影響に関しては、従来、

肌焼鋼のオーステナイト粒の異常粒成長¹⁾、あるいは方向性電磁鋼板の最終仕上げ焼鈍工程におけるフェライト粒の二次再結晶²⁾に関して、すなわち、主として高温領域における AlN の再固溶と関連させた多くの研究がある反面、比較的低温領域における AlN の微細な析出がからんだ低炭素アルミキルド鋼の焼鈍過程の異常粒成長に関しては、現象が早くからみとめられているにもかかわらず、ほとんど報告されていない。さらに、近年、連続鋳造が鉄鋼製造プロセスの主流となるにともなつて、従来のリムド鋼あるいはキャップド鋼の大部分は Al 含有量の少ないキルド鋼に置きかえられつつあるが、このような低 Al 領域では、Al 含有量の高いいわゆるアルミキルド鋼にくらべて異常粗大粒の発生傾向が高いとされている³⁾⁴⁾にもかかわらず、その理由については不明な点が多い。

このようなことから、低炭素鋼の異常粒成長現象を解明するためには、まず、製造工程を追って AlN の析出

昭和 58 年 10 月本会講演大会にて発表。昭和 59 年 3 月 9 日受付 (Received Mar. 9, 1984)

* 新日本製鉄(株)君津技術研究部 (Kimitsu Technical Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 1 Kimitsu Kimitsu 299-11)

*² 新日本製鉄(株)君津技術研究部 理博 (Kimitsu Technical Research Laboratories, Nippon Steel Corp.)

状態を調査し、析出挙動におよぼす Al と N 含有量の影響を明確にする必要があり、特に粒成長過程における析出状態の変化を詳細に把握することが重要である。そこで、本報告では、はじめに異常粗大粒の発生におよぼす AlN の析出状態の影響を調べ、ついで AlN の粒成長抑制力を定量化した。これらの結果と結晶粒成長理論から、焼鈍初期に析出する微細 AlN がその後の異常粒成長の原因となることを明らかにした。

2. 実験方法

供試材の C は粗大粒の発生しやすい 0.04% 以下、Al と N は AlN の析出状態を変えるために、量と相互の比率を系統的に変え、他の成分は一定とした。Table 1 に示す化学成分の供試鋼を 50 kg 真空炉で溶製し、1200°C に加熱後熱間鍛造によって 117 mm 角断面のビレットとした。線材圧延時のビレットの加熱は、オーステナイト中への AlN の完全固溶を考慮に入れて 1100°C とし、引きつづき連続式圧延機によって直径 5.5 mm の線材に圧延し、ステルモア (Stelmor) 冷却設備により空冷した。仕上げ温度は 1000°C、巻取温度は 850°C、巻取り後 500°C までの平均冷却速度は約 4°C/s である。以上の工程で製造した線材を単頭伸線機を用いて 5 パスで直径 3 mm (断面減少率 70.2%) の鋼線とし、これを供試材とした。

実験で用いた再結晶焼鈍の熱サイクルは実際の焼鈍の場合と異なるが、現象を単純化して理解しやすくするために Fig. 1 に示すような 2 段焼鈍を行った。第 1 段焼鈍は再結晶を完了させることを目的とし、すべて鉛浴中に 560°C × 1 h 浸漬とした。第 2 段焼鈍は再結晶粒の成

Table 1. Chemical composition of specimens (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Al	N	O
0.004					0.004	0.0013	0.0022
0.038	0.01	0.30	0.017	0.0004	0.060	0.0129	0.0076

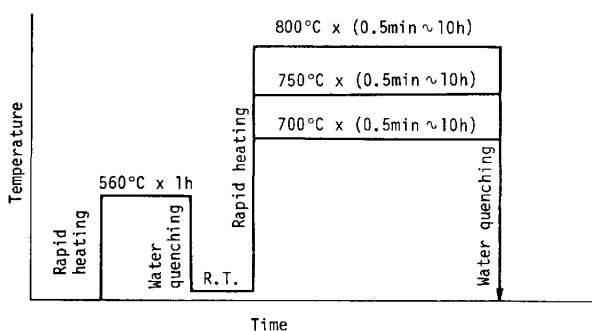


Fig. 1. Schematic representation of annealing cycles.

長挙動を調査することを目的に、温度と時間を変えて行つた。昇温は、いずれも誘導加熱あるいはソルトバス中浸漬による約 50°C/s の急熱であり、長時間の恒温保持を要する場合は、試料を雰囲気炉に移して表面脱炭を防止しながら焼鈍した。

フェライト結晶粒度の測定は、ASTM 法の Planimetric procedure⁵⁾ に準拠した。また、フェライト粒の結晶方位はフェセットピット (Facet pits) 法⁶⁾ により判定した。AlN の分析はハロゲンアルコール法によつて行つたが、本実験のように微細な AlN の析出を問題とする場合には、化学分析では誤差が大きくなると予想されるために、逆に、固溶 N 量の測定をあわせて行つた。固溶 N 量は次に述べるひずみ時効試験により間接的に求めた。すなわち、予備処理として 200°C × 48 h の析出処理を行つて固溶 C を十分に析出させた試料⁷⁾ に、引張試験機で 8% の引張ひずみを与えたのち、100°C × 1 h の時効処理を行い、その後、再度引張試験を実施して次式で示す時効指数⁸⁾ を求め、あらかじめ求めてある時効指数と固溶 N 量との関係曲線より固溶 N 量を決めた。

$$\text{時効指数} = (\text{時効処理後の降伏応力}) - (\text{時効処理前、} 8\% \text{ ひずみに対応する変形応力})$$

いうまでもなく、2つの方法は精度の点では必ずしも満足のいく方法ではなく、相互に補完すべき性格のものである。さらに AlN の析出状態の観察および粒子の大きさを測定するために、10% アセチルアセトン-1% テトラメチルアンモニウムクロライド-メチルアルコール溶液中での定電位電解⁹⁾ によつてエッチングした面より抽出レプリカをとり、電子顕微鏡観察を行つた。AlN の同定はエネルギー分散 X 線分光分析法 (EDX) により、また、粒径は最大径と最小径の幾何平均をとつた。

3. 実験結果

3.1 異常粒成長におよぼす Al と N の影響

700°C および 750°C ではいずれの試料とも異常粒成長は発生しなかつたのに対し、800°C では一部の試料に Photo. 1 (a) に示すような異常粗大粒が観察された。800°C × 10 h 焼鈍における異常粒成長と試料の Al 量および N 量の関係を調べると Fig. 2 のようになり、試料の Al と N の wt% 比 (以下、Al/N 比という) で粒成長挙動が変わり、Al/N 比が比較的小さい領域、すなわち 1.3 から 6.3 の範囲で異常粒成長が起きやすいことがわかる。なお、粗大粒の結晶方位はいずれもほぼランダムである。

第 2 段焼鈍後の試料を電子顕微鏡で観察すると、粒内および粒界に多数の AlN が観察される。ここで、0.1

μm 以下の微細な AlN に注目し、その数と Al/N 比との関係を調べると、Fig. 3 (a) のように異常粒成長の生じた Al/N 比 2~6 の試料には微細な AlN が多量に存在することがわかる。次に、 $0.1 \mu\text{m}$ 以下の微細 AlN の量と一次再結晶粒径との関係を示すと Fig. 3(b) のようになり、異常粒成長を起こすものは再結晶粒の成長が抑制されていることがわかる。

3.2 熱延線材における AlN の析出状態

鋼線製造の各工程における AlN の析出挙動を調査す

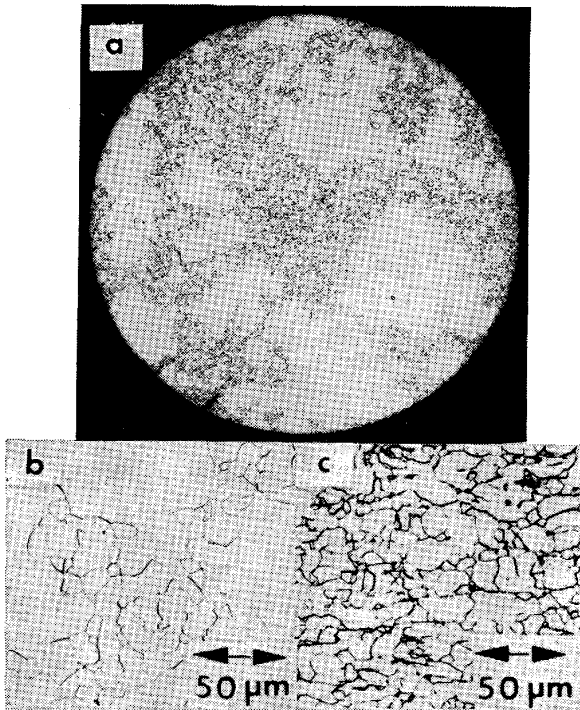


Photo. 1. (a), (b) Abnormal grain growth observed in 0.02%C steel wire (3mm), annealed for 10h at 800°C after 70.2% cold drawing and subsequent $560^\circ\text{C} \times 1\text{h}$ pre-annealing. (c) Recrystallized grains observed in the same steel, pre-annealed for 1h at 560°C after 70.2% cold drawing.

るために、まず、熱間圧延直後の線材について AlN の析出状態を調査した。Fig. 4 は線材の固溶 N 量におよぼす Al/N 比の影響を調べた結果で、Al/N 比が 10 以下では全 N 量に占める固溶 N 量の割合が高く、AlN の析出の遅滞がみとめられる。また、この傾向は析出物の大きさにもみとめられ、Al/N 比 2~6 で $0.1 \mu\text{m}$ 以下の微細 AlN が多く、粒径分布は細粒側にシフトしている。

3.3 焼鈍過程における AlN の析出

再結晶過程における AlN の析出におよぼす Al と N の影響を調べるために、伸線後の鋼線を $450 \sim 650^\circ\text{C}$ の各温度に保つた鉛浴中に 1h 浸漬したのち硬度測定を行った。その結果、Fig. 5 に示すように硬度変化の最大となる温度 (T_R) は Al/N 比 2~6 の範囲で高く、再結晶の遅滞がみとめられる。

再結晶後の各温度における AlN の析出状況を Fig. 6 に示す。 800°C 以下の各温度では Al/N 比の低いも

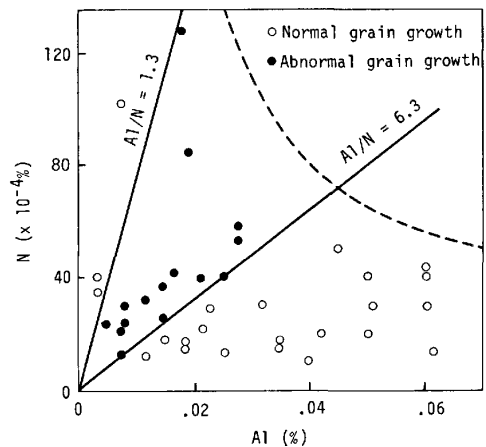


Fig. 2. Effect of Al and N contents on grain-coarsening characteristics for low-carbon steel wires, annealed for 10 h at 800°C . Dotted line represents solubility product of AlN at 1100°C .

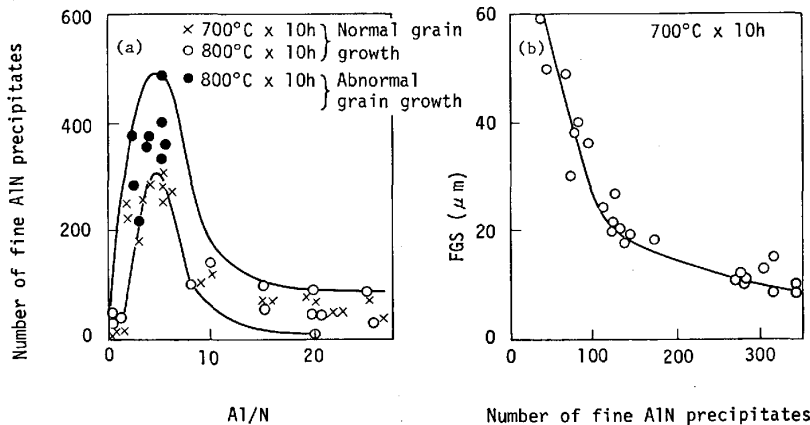


Fig. 3. (a) Variation in number of fine AlN precipitates ($\leq 0.1 \mu\text{m}$) per $320 \mu\text{m}^2$ with ratio of Al to N (Al/N) (b) Relation between ferrite grain size (FGS) and number of fine AlN precipitates ($\leq 0.1 \mu\text{m}$) per $320 \mu\text{m}^2$.

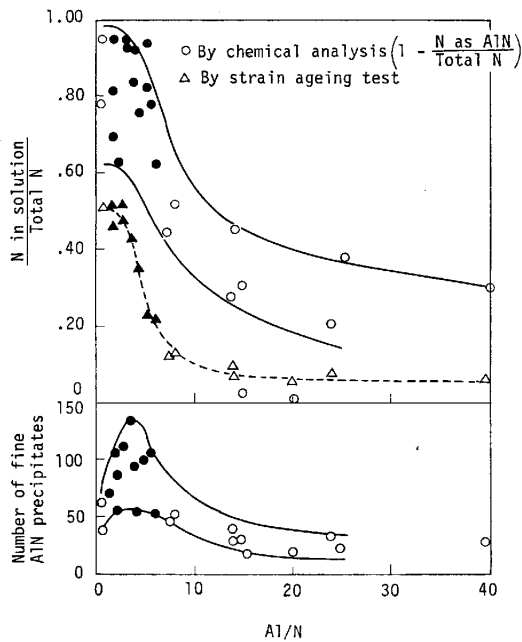


Fig. 4. Effect of Al/N ratio on N in solution and number of fine AlN precipitates ($\leq 0.1\mu\text{m}$, $/320\mu\text{m}^2$) of as-rolled wire rod. Specimens represented by solid marks exhibit abnormal grain growth at 800°C .

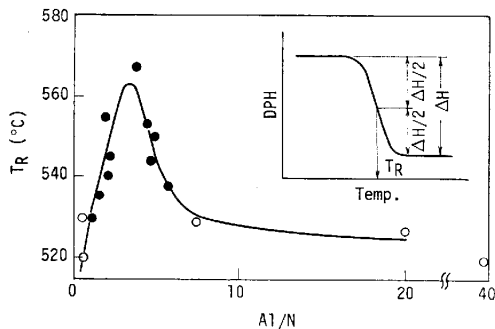


Fig. 5. Effect of Al/N ratio on changes in Diamond Pyramid Hardness (DPH) of specimens annealed for 1h at various temperatures. Specimens represented by solid circles exhibit abnormal grain growth at 800°C .

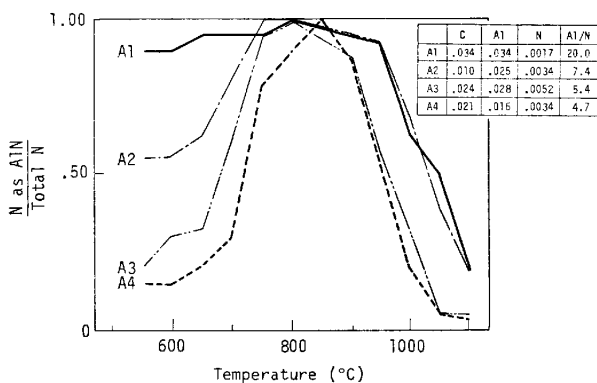


Fig. 6. N as AlN content in drawn wires heated for 1h at different temperature, after annealing for 1h at 560°C .

のほど析出が遅れている。 850°C 以上では、フェライトにくらべて Al と N の溶解度積の大きいオーステナイト¹¹⁾が増加するにともなつて AlN の析出率は低下する。

3.4 再結晶粒の成長と AlN の析出の関係

再結晶後の粒成長挙動におよぼす AlN の析出の影響を調べるために、Al/N 比の異なる 5 種類の試料を第 1 段焼鈍後、 700°C および 800°C で恒温焼鈍した。Fig. 7 および Fig. 8 はそれぞれ 700°C および 800°C 焼鈍における粒成長挙動とそれに対応する AlN の析出状況を示すが、いずれも Al/N 比の影響が大きい。粒成長挙動を調べるために、 $R \propto t^{1/n}$ (R : フェライト粒半径, t : 時間)¹²⁾¹³⁾ とおいて両対数プロットより n を求めると、Al/N 比が 7.4 以上の試料は、 700°C ではほぼ $R \propto t^{1/4}$ にしたがつて成長する。また、 800°C では 2 min から 4 h にかけて、 $R \propto t^{1/2}$ ないしは $R \propto t^{1/3}$ にしたがつて粒成長を起こすがそれ以後は成長がきわめて緩慢となる。これに対して、Al/N 比が 5.4 以下の試料は、 700°C では粒成長がほとんどみとめられず、 800°C でも異常成長の開始まで粒成長は停滞している。

次に、AlN の析出挙動について述べると、Al/N 比が 7.4 以上の試料では、 700°C 焼鈍における恒温保持時間

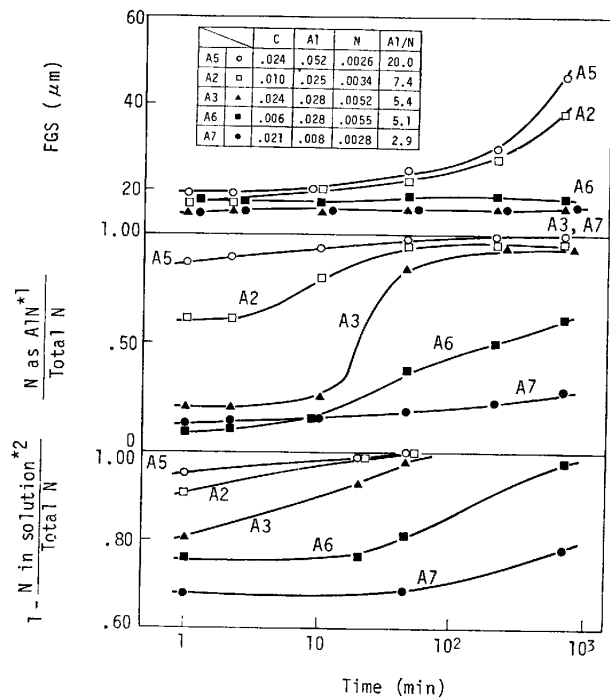


Fig. 7. Changes in ferrite grain size (FGS) and ratio of N as AlN to total N during isothermal grain growth at 700°C , after pre-annealing for 1h at 560°C (*1 By chemical analysis, *2 By strain ageing test). Specimens represented by solid marks exhibit abnormal grain growth at 800°C .

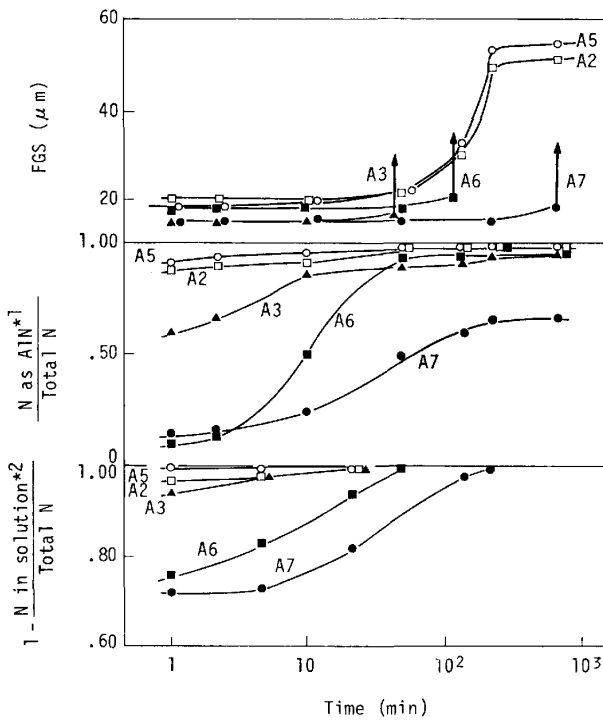


Fig. 8. Changes in ferrite grain size (FGS) and ratio of N as AlN to total N during isothermal grain growth at 800°C, after pre-annealing for 1h at 560°C. Steels and marks are same as those in Fig. 7. Arrows indicate initiation of abnormal grain growth.

Table 2. Average size of AlN precipitates (μm).

Steel	A7	A3	A2	A5
Annealing Al/N	2.9	5.4	7.4	20.0
560°C × 1h → 700°C × 10h	0.014	0.015	0.123	0.117
560°C × 1h → 800°C × 10h	0.023	0.030	0.126	0.118

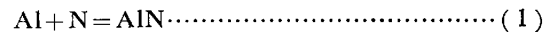
により AlN の析出率に若干の変化がみとめられるものの、析出率はほとんど飽和しており、大部分の AlN が線材圧延後の冷却過程で析出を完了していると考えられる。これに対して Al/N 比 5.4 以下の試料は、700°C では焼鈍時間の経過とともに AlN の析出が続くが、800°C ではいずれも 2h 以内に析出完了し、その後一定時間経過して異常粒成長が始まる事実は注目される。次に、恒温焼鈍にともなう析出物のサイズの変化を電子顕微鏡で測定した。Table 2 に 700°C および 800°C で 10h 焼鈍した後の析出物の平均粒径を示す。この結果は次のように要約される。(1) Al/N 比が 7.4 以上では、5.4 以下にくらべて析出物のサイズはかなり大きい、逆に温度依存性は小さい。(2) 700°C × 10h 焼鈍

の場合、Fig. 7 から推定すると、A7 の試料は明らかに析出途中であり、一方、A3 の試料は析出完了後約 8h 経過しているにもかかわらず両者の析出物サイズがほぼ等しいことは、700°C では析出物の凝集体による成長は無視し得る程度である。(3) これに対して 800°C × 10h 焼鈍の場合、A7 と A3 で析出物サイズに差があり、Fig. 8 より両者の析出完了後の経過時間の差を考慮すると、析出完了後、析出物の凝集による成長が起きていると推定される。

4. 考 察

4.1 AlNの析出におよぼす Al/N 比の影響

まず、線材圧延後の冷却過程における AlN の析出について考察する。ピレット加熱および線材圧延を通じて AlN はオーステナイト中にほぼ完全に固溶した状態にあるが、圧延後の連続冷却過程で一部の AlN は析出を開始する。Al/N 比が小さい場合、Fig. 4 に示すように、線材圧延後の冷却過程で AlN の析出が遅滞することは、反応機構や核生成機構に関して不明な点があるとはいえ、AlN の生成反応



が速度論的にみて二次反応であると仮定することにより¹⁴⁾、定性的には以下のように説明される。

固溶 Al および N の初濃度をそれぞれ a, b (at%), 時間 t のちにおのおの x (at%) だけ減少したとすれば、 K を速度定数として、

$$-\frac{d(a-x)}{dt} = -\frac{d(b-x)}{dt} = K(a-x)(b-x) \dots \dots \dots (2)$$

これを解いて、

$$Kt = \frac{1}{(a-b)} \ln \frac{b(a-x)}{a(b-x)} \quad (a \neq b) \dots \dots \dots (3)$$

ここで、 $b-x=C$ (時間 t における固溶 N の濃度) とおくと(3)式は、

$$c/b = \frac{(a/b) - 1}{a/b \exp Kbt \{(a/b) - 1\} - 1} \dots \dots \dots (4)$$

ここで、線材圧延後の冷速は同一であるので t は一定と考え、 Kbt を 10^{-1} 程度のパラメータにとつて(4)式を図示すると Fig. 9 のようになる。Fig. 9 は Al/N 比を下げることにより固溶 N 比率が上がることを示し、Fig. 4 の傾向と一致する。

次に、焼鈍過程における AlN の析出挙動について考えることとする。Fig. 5 にみられるところの Al/N 比 2~6 の範囲での T_R の上昇は、回復ならびに再結晶初期段階でセル境界や亜粒界に析出する AlN が、特にこ

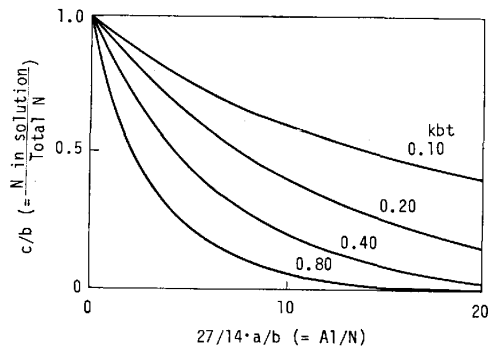


Fig. 9. Variation of c/b with a/b , according to Eq. (4).

の組成領域で多いことを示していると思われる。このような状況下で析出した AlN は再結晶を遅滞させ¹⁵⁾、また、再結晶直後から強い粒成長抑制効果を発揮して正常粒成長を阻害するものと考えられる。(たとえば, Photo. 1 で (b) の細粒部と (c) の比較)。

粒成長過程での AlN の析出も, Fig. 7, Fig. 8 および Table 2 に示したように Al/N 比の影響を強く受け, これが以下に述べるように異常粒成長の直接原因となつている。すなわち, Al/N 比の大きい場合は, 熱間圧延後の冷却段階での析出が多いために粒成長過程における AlN の析出は少なく, サイズも大きく, かつ安定している。一方, Al/N 比の小さい場合は, 粒成長過程で多量の AlN が析出し, サイズは微細かつ温度依存性が強く, 800°C では析出完了後析出物の凝集体が進む。Al/N 比の違いにもとづくこれら AlN の析出状態の差異は, AlN の粒成長抑制力の変化として把握することができる。粒成長抑制力 (s) については次の 4.2 節で定量化して詳しく述べるが, s は第二相粒子の体積分率 (f) と粒子半径 (r) との比 f/r に依存すると考えられる。Al/N 比が 5.4 以下の試料では 700°C において, 焼鈍中 r がほとんど変わらないにもかかわらず f が増加するために s が増大する結果粒成長は生じない。一方, 800°C 焼鈍では, AlN の析出完了までは f が増加するために s も増大するが, 析出完了後は f が一定であるのに対し r が増大するために s は単調に減少を続ける結果, 所定時間経過後, 臨界点に達して異常粒成長が発生すると考えられる。これに対して, Al/N 比が 7.4 以上の試料では, いずれの温度でも f/r は相対的に小さく, また, 変動も小さいために上述の粒成長挙動を示さないと考えられる。

4.2 AlN の粒成長抑制力

正常粒成長と異常粒成長を総合して粒成長に関する統一的な理論を構築したのは M. HILLERT¹⁶⁾ であるが, その理論を実証した報告は少ない¹⁷⁾¹⁹⁾。そこで前節 4.1

で述べたことをさらに定量化して考察するために, 本実験の結果を HILLERT の理論で説明できるか否か以下に述べるような検討を行つてみた。

結晶粒成長に関する HILLERT の一般式は次のように表される¹⁶⁾。

$$\frac{dR}{dt} = \sigma M \left\{ \alpha \left(\frac{1}{R_{Cr}} - \frac{1}{R} \right) \pm Z \right\} \dots\dots\dots (5)$$

ここで, R : 結晶粒の半径, R_{Cr} : 結晶粒の臨界半径, M : 結晶粒界の易動度, σ : 結晶粒界の界面エネルギー, α : 係数 (3次元系では, $\alpha \cong 1$), Z : 第二相粒子による粒成長抑制力 (s) の大きさをきめる因子で, $s = \sigma Z$ の関係を有す。

(5)式にあらわれる諸量のうち, R および R_{Cr} は実験的に求まり, また, M と σ は粒界構造で定まるが, Z は析出物の析出状態や粒界形状に依存した冶金的な量であるため定量化しにくい, 粒成長理論においては最も問題となる量である。すなわち, HILLERT のいわゆる欠陥模型 (Defect model) によれば, R_{Cr} には 2 つの臨界値が存在し, それぞれ R_{Cr}^* および R_{Cr}^{**} であらわせば, 3次元系の場合は¹⁷⁾,

$$R_{Cr}^* = 1/3Z \dots\dots\dots (6)$$

$$R_{Cr}^{**} = 1/Z \dots\dots\dots (7)$$

となり, \bar{R} の大きさにより粒成長挙動は次の 3 つの領域に分けられる。

- (I) $\bar{R} < R_{Cr}^*$ 正常粒成長の領域
- (II) $R_{Cr}^* < \bar{R} < R_{Cr}^{**}$ 異常粒成長の領域
- (III) $R_{Cr}^{**} < \bar{R}$ 粒成長が起きない領域

つまり, 粒成長特性を支配する R_{Cr}^* および R_{Cr}^{**} が Z とともに変わる。そこで, 以下, Z の定量化の検討を行つた。

いま仮に, AlN を半径 r の球とみなしその体積分率を f とすると, 平均自由行程 (Mean free distance) は近似的に r/f に比例するので¹⁸⁾, Z は次式のようにあらわされる。

$$Z = k \cdot f / r \dots\dots\dots (8)$$

ここで, k は定数であるが, 以下に述べるように, R_{Cr} の実測値より Z を求めることにより決定される。

- (1) R_{Cr}^* より k を求める方法

Fig. 8 の 800°C における恒温粒成長曲線より, 正常粒成長が停止する臨界粒径 R_{Cr}^* が求められる。正常粒成長を示すいくつかの試料について, R_{Cr}^* と r/f を測定して Fig. 10(a) にプロットし, その勾配と (6) および (8) 式より k を求めると, $k = 2.8$ を得る。

- (2) R_{Cr}^{**} より k を求める方法

Fig. 8 の恒温粒成長曲線は, また, 異常粒成長の開始

する限界を示しているの、異常粒成長を示すいくつかの試料について、 R_{cr}^* と r/f を測定して Fig. 10(b) にプロットし、その勾配と(7)および(8)式より k を求めると、 $k=3.3$ を得る。

(1)および(2)という互いに独立した試算にもかかわらず k の値はほぼ近い。そこで、両者の平均をとつて $k \cong 3$ とおいた場合、Fig. 7 に示す 700°C における2つの対照的な粒成長挙動が説明できるか否かを調べた。その結果、Fig. 11(a) に示すように、Al/N 比の小さい場合の \bar{R} の実測値は R_{cr}^* より大きく、領域(III)に位置するため粒成長は起きない。一方、Al/N 比の大きい場合、Fig. 11 (b) に示すように、 \bar{R} の実測値は R_{cr}^* より小さく、領域(I)に位置するため、正常粒成長が起こる。これらはすべて理論と実験結果の一致を示すものである。

次に、従来の研究結果^{17)~21)}を(6)式にあてはめて Z をきめたのち(8)式の形で整理し、 k の値を比較した結

果を Table 3 に示す。いずれも k は定数となるが、値はかなりばらついている。この原因は次のように考えられる。すなわち、本実験であつた程度の狭い範囲の f では、 k に対する f や r の影響はほとんど無視し得るが、例えば f が大幅に減少したような場合は、仮に析出物の平均自由行程すなわち r/f が一定であつたとしても、 f の低下にともなう r の減少は析出物近傍の粒界の曲率半径を減少させるために、粒成長抑制力は増加すると考えられる。これを確認するために、Table 3 の k を f に対してプロットすると Fig. 12 のようになり、 k は f が小さいほど大きい。すなわち、同一平均自由行程でも、微量かつ微細な析出物の方が粒成長抑制力が大きいことを示す。Fig. 12 の関係を数式化すると、

$$k = 1/3 \cdot (1 - \log f^2) \dots\dots\dots (9)$$

となり、析出物による粒成長抑制力は、従来の結果も含

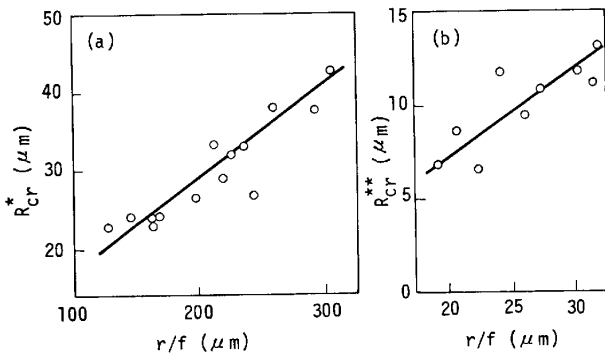
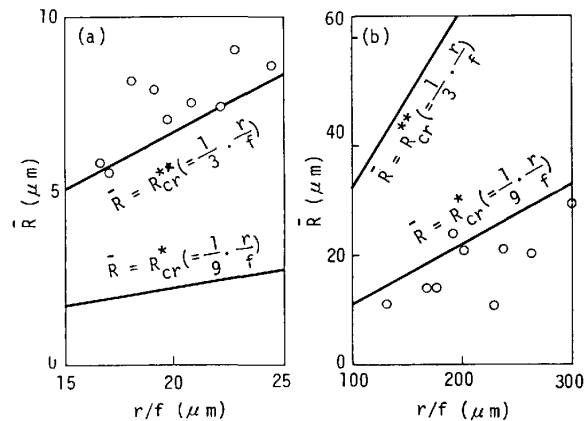


Fig. 10. Correlation between r/f and critical radii of grains (R_{cr}^* , R_{cr}^{**}). r and f are radius and volume fraction of AlN precipitates respectively.



(a) Al/N=2.9~6.3, (b) Al/N=7.4~40.0

Fig. 11. Relationship between average grain radius (\bar{R}) and r/f for specimens annealed for 10h at 700°C .

Table 3. Critical radii of grains (R_{cr}^* , R_{cr}^{**}) for normal and abnormal grain growth, and correlation factor for back stress against grain boundary movement (k).

Authors	Steel	Second phase particles	f	R_{cr}^* , R_{cr}^{**}	k
1. C. ZENER ²⁰⁾	—	—	—	$R_{cr}^* = \frac{4}{3} \cdot \frac{r}{f}$	$\frac{3}{4}$
2. P. HELLMAN et al. ¹⁷⁾	18-4-1 high speed steel (γ) Decarburized surface layers 0.20%C (α) 0.38%C (α) 0.80%C (α)	Carbides Cementite Cementite Cementite	0.10	$R_{cr}^{**} = \frac{4}{9\beta} \cdot \frac{r}{f}$ $\beta = 0.125 \ln \frac{\rho}{r}$ ρ : Radius of undisturbed boundary	0.75 2.0 1.6 0.9
			0.03		
			0.057		
			0.120		
3. T. GLADMAN et al. ²¹⁾	Medium carbon steel (γ)	Nb(CN), AlN	0.0012	$R_{cr}^* = \pi \left(\frac{1}{4} - \frac{1}{3Z} \right) \cdot \frac{r}{f}$ $Z = \frac{R_{cr}^*}{\bar{R}}$	2.0 ($Z=1.7$)
4. Y. OGINO et al. ¹⁹⁾	Medium carbon steel (γ)	Nb(CN)	0.00031	$R_{cr}^* = 0.13 \cdot \frac{r}{f}$	2.5
5. Present work	Low carbon steel (α)	AlN	0.00015	$R_{cr}^* = \frac{1}{9} \cdot \frac{r}{f}$	2.8
			0.0004	$R_{cr}^{**} = \frac{1}{3} \cdot \frac{r}{f}$	

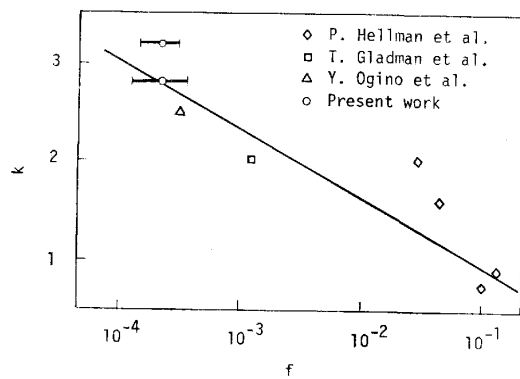


Fig. 12. Dependence of correlation factor (k) on volume fraction of second phase particles (f).

めて次式のように一般化される。

$$s = 1/3 \cdot (1 - \log f^2) \cdot f/r \cdot \sigma \dots\dots\dots (10)$$

以上の結果をまとめると、低炭素鋼線の異常粒成長は焼鈍初期における微細な AlN の析出とその後の凝集、すなわち(10)式の f と r の変化にともなつて発生すると考えられる。

5. 結 言

C : 0.04% 以下の低炭素鋼線の再結晶焼鈍時にあらわれる、フェライト結晶粒の異常粒成長におよぼす AlN の析出状態の影響を調査した結果、以下のことが明らかとなった。

(1) 異常粒成長は Al/N 比の低い領域、すなわち Al/N 比 1~6 の領域で発生する。

(2) 上記領域の組成の線材では、熱間圧延後の冷却過程における AlN の析出が遅滞し、そのために冷間伸線加工後の焼鈍過程を通じて微細な AlN の析出が続く。その結果、大きな粒成長抑制効果が生じて正常粒成長は停滞するが、800°C では析出の終了にともなつて析出物が凝集成長する結果、粒成長抑制力の減退とともに異常粒成長が始まる。

(3) 粒成長の停滞した再結晶粒が異常粒成長を開始する臨界条件は、HILLERT の理論で、微細な AlN によ

る粒成長抑制力を次式とおくことにより、理論と実験がよく一致する。

$$s = 3 \cdot f/r \cdot \sigma$$

(4) 第二相粒子による粒成長抑制力は、一般的には次式であらわすことができる。

$$s = 1/3 \cdot (1 - \log f^2) \cdot f/r \cdot \sigma$$

文 献

- 1) たとえば, C. E. SIMS: Trans. Metall. Soc. AIME, 162 (1945), p. 734
- 2) たとえば, 岩山健三, 田中 取, 和田敏哉, 小島寛治: 鉄と鋼, 66 (1980), S 424
- 3) 早野 成, 江坂一彬, 勝山憲夫: 鉄と鋼, 65 (1979), S 1025
- 4) 山崎一正, 秋末 治: 鉄と鋼, 66 (1980), S 1246
- 5) 1983 Annual Book of ASTM Standard (E 112-82) [ASTM]
- 6) 早川 浩, 今村 淳: 日本金属学会会報, 18 (1979), p. 282
- 7) J. CHIPMAN: Metall. Trans., 3 (1972), p. 55
- 8) J. F. ENRIETTO: JISI, 204 (1966), p. 252
- 9) 黒沢文夫, 田口 勇, 松本龍太郎: 日本金属学会誌, 43 (1979), p. 1068
- 10) L. S. DARKEN, R. P. SMITH and E. W. FILER: J. Met., 3 (1951), p. 1174
- 11) 沢村 宏, 盛 利貞: 鉄と鋼, 41 (1955), p. 1082, p. 1175
- 12) D. G. COLE, P. E. FELTHAM and E. GILLAM: Proc. Phys. Soc., B67 (1954), p. 131
- 13) P. E. FELTHAM: Acta Metall., 5 (1957), p. 97
- 14) 八木芳郎, 福家淑郎, 小川睦郎: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 978
- 15) たとえば, R. H. GOODENOW: Trans. ASM, 59 (1966), p. 804
- 16) M. HILLERT: Acta Metall., 13 (1965), p. 227
- 17) P. HELLMAN and M. HILLERT: Scand. J. Metallurgy, 4 (1975), p. 211
- 18) R. L. FULLMAN: Trans. Metall. Soc. AIME, 197 (1953), p. 447, p. 1267
- 19) 荻野喜清, 谷田英雄, 北浦正弘, 足立 彰: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 533
- 20) C. Zener: Private communication to C. S. SMITH. Trans. Amer. Inst. Min. Metall. Engrs., 175 (1949), p. 15
- 21) T. GLADMAN and F. B. PICKERING: JISI, 205 (1967), p. 653