

## 論 文

高温巻取りをした低炭素アルミキルド  
熱延鋼板に発生する粗大粒

© 1984 ISIJ

徳永 良邦\*・水山弥一郎\*<sup>2</sup>・乾 峰明\*<sup>3</sup>・山田 正人\*<sup>2</sup>Occurrence of Coarse Grains in Hot-rolled Low Carbon Aluminium  
Killed Steel Sheets Coiled at High Temperature

Yoshikuni TOKUNAGA, Yaichiro MIZUYAMA, Mineaki INUI and Masato YAMADA

## Synopsis :

The occurrence of coarse grains in hot-rolled low carbon aluminium-killed steel sheets coiled at high temperature was studied.

The relation between microstructures and hot rolling conditions was investigated on the basis of hot rolling experiments in the laboratory.

Fine grain bands form by finish-rolling below the  $A_{r3}$  temperature, and they change to coarse grain bands by abnormal grain growth. They form at the surface of sheet when the finishing temperature is close to  $A_{r3}$ , and extend to its center in thickness with lowering the finishing temperature.

Aluminum nitride begins precipitating rapidly at grain boundaries after finish-rolling. This compound is the main precipitate pinning grain boundary. But the abnormal grain growth proceeds mostly before the grain boundaries are pinned firmly by the precipitation of AlN.

These results were confirmed in the hot rolling experiments in the shop.

## 1. 緒 言

約 690°C 以上の高温で巻取つた低炭素熱延鋼板に粗大粒が発生することは、既に知られている<sup>1)2)</sup>。低炭素リムド鋼を用いた HONEYMAN<sup>1)</sup> の報告では、その発生形態は仕上げ温度によつて異なり、仕上げ温度が  $A_{r3}$  点以上では整粒組織、約 830°C~ $A_{r3}$  点では表面に巨大な粗大粒、830°C 以下では全板厚が巨大な粗大粒になるとしている。粗大粒の発生機構としては、歪み焼鈍<sup>3)</sup>、すなわち歪み誘起型粒界移動の可能性を示唆している。この点、アルミキルド鋼では、AlN 析出物と粒界との相互作用で、リムド鋼とは異なる結果になる可能性があるが、報告例はない。

熱延鋼板の仕上げ圧延は、巻取温度によらず  $A_{r3}$  点以上で行われるのが一般的である。その理由は、熱延鋼板の機械的性質、特に延性は、低温仕上げによつて発生する圧延方向に延伸した粗大粒によつて劣化する<sup>4)</sup>ためであるとされる。

冷延鋼板用の熱延板では、 $A_{r3}$  点以下の圧延によつて生ずる (110) <001> 集合組織が冷延再結晶焼鈍後の  $r$  値を劣化させる<sup>5)</sup>ために、 $A_{r3}$  点以上で仕上げ圧延され

る。しかし、これらの性質は、仕上げ温度にそれほど敏感な性質ではないので、実際の操業では  $A_{r3}$  点以上の制限が厳密に守られているとは言えない。

近年、連続焼鈍をした冷延鋼板が広く使用されつつある。高温巻取りをした低炭素鋼は、連続焼鈍処理によつて良好な成形性を持つ冷延鋼板として使用しうることが知られている<sup>6)7)</sup>。しかし、この種の冷延鋼板にはしばしば粗大粒が混入して、それがプレス成形時に肌荒れ (Orange peel) を発生することがある。一般的に、熱延板の結晶粒の分布状態は、冷延、再結晶焼鈍後の分布状態と一致する<sup>2)</sup>と言われている。BLICKWEDE<sup>8)</sup> は、連続焼鈍をした冷延鋼板の結晶粒度やセメントタイトの分布は、熱延板のそれと密接に関係していることを示した。このような観点からも、熱延板の組織は冷延鋼板の材質を知る上で重要な意味を持つている。

本研究では、低炭素アルミキルド鋼を使用して、実験室の熱間圧延 (以下、熱延と称す) 実験によつて、熱延板の結晶粒の分布状態、とりわけ粗大粒の発生機構について研究した。更に、その結果に基づいて工場の熱間圧延機による熱延実験を行つて、実験室で得た結果を確認した。

昭和 59 年 3 月 5 日受付 (Received Mar. 5, 1984)

\* 新日本製鉄(株)名古屋技術研究部 (現: 新日本製鉄(株)名古屋製鉄所) (Nagoya Technical Laboratories, Now Nagoya Works, Nippon Steel Corp., 5-3 Tokai-cho Tokai 476)

\*<sup>2</sup> 新日本製鉄(株)名古屋技術研究部 (Nagoya Technical Laboratories, Nippon Steel Corp.)

\*<sup>3</sup> 新日本製鉄(株)名古屋製鉄所 (Nagoya Works, Nippon Steel Corp.)

Table 1. Chemical composition (wt%) of laboratory hot-rolled specimens.

C	Si	Mn	P	S	Al	N
0.02	0.01	0.19	0.014	0.004	0.062	65ppm

Table 2. Laboratory hot-rolling conditions.

Items	Experimental condition
Heating temp. of slab	1 250°C, 1 100°C
Roll diameter	400 mm (Single roll)
Rolling pass schedule	30 mm→15 mm→8 mm→4.5 mm
Finishing temp.	900°C 850°C 800°C 750°C
Cooling methods	Air cool (8°C/s), Spray cool (25°C/s)
Coiling simulation	730°C×3h in furnace

## 2. 実験方法

### 2.1 実験室での熱延実験

転炉で溶製した Table 1 に示す化学成分の低炭素アルミキルド鋼の連続铸造スラブを採取して、100 mm 幅×30 mm 厚×100 mm 長の鋼片を切り出し、1 スタンドの実験用圧延機による熱間圧延に供した。熱間圧延条件を Table 2 に示す。熱間圧延前の鋼片の加熱温度は、AIN の溶体化が完全に起こる 1 250°C と、それが不十分である 1 100°C を選んだ。1 100°C で溶体化している N 量は、たとえば LESLIE<sup>9)</sup> の式で計算すると約 24 ppm になる。実験の主眼は、仕上げ温度を 750°C から 900°C まで変えた時の組織の変化と AIN を中心にした析出物の状態を調べることである。熱間圧延によつて降下する温度は約 50°C なので、仕上げ圧延前で目標温度より約 50°C 高い温度になるまで待つてから圧延を行つて、目標温度に近い仕上げ温度を得た。温度の測定は、熱延板の表面を光高温計で測定することにより行つた。

高温巻取りのシミュレート処理として、熱延板をあらかじめ 730°C に加熱した炉に入れて 3 時間保持し、その後炉冷をした。仕上げ圧延から炉中に装入するまでの試料の冷却方法は、空冷により 8°C/s で冷却したものと、散水により 25°C/s で冷却したものの 2 条件を行つた。また、一部の試料は、仕上げ圧延後直ちに散水により室温まで急冷して組織を調べた。

AIN の析出が粗大粒の発生におよぼす影響を調べるために、850°C の仕上げ温度から室温まで急冷した試料に Fig. 1 の熱処理を加えて、AIN の析出状態と組織を調べた。

AIN の析出状態は、しゅう酸と過酸化水素の腐食<sup>10)</sup>によつて作成した抽出レプリカ膜を 200 kV の電子顕微鏡により観察した。

### 2.2 工場の連続圧延機による熱延実験

実験室の実験結果を確認するために、7 スタンドの連

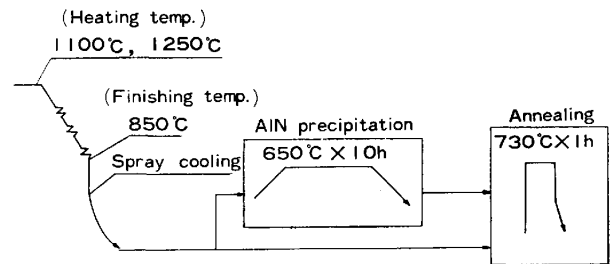


Fig. 1. Preparation of specimens to test the formation of coarse grain bands.

Table 3. Chemical composition (wt%) of slabs used for hot-rolling experiment.

C	Si	Mn	P	S	Al	N
0.025	0.01	0.16	0.010	0.002	0.073	40ppm

Table 4. Results of the laboratory hot-rolling experiment.

Slab heating temp. (°C)	Finishing temp.				
	900	850	800	750	
1 100	Dispersed ACG <sup>*1)</sup>	ACG bands	ACG bands	Uniform	CG <sup>*2)</sup>
1 250	Uniform grains	ACG bands	ACG bands	Uniform	CG

\*1) ACG: Abnormally coarse grains

\*2) CG: Coarse grains

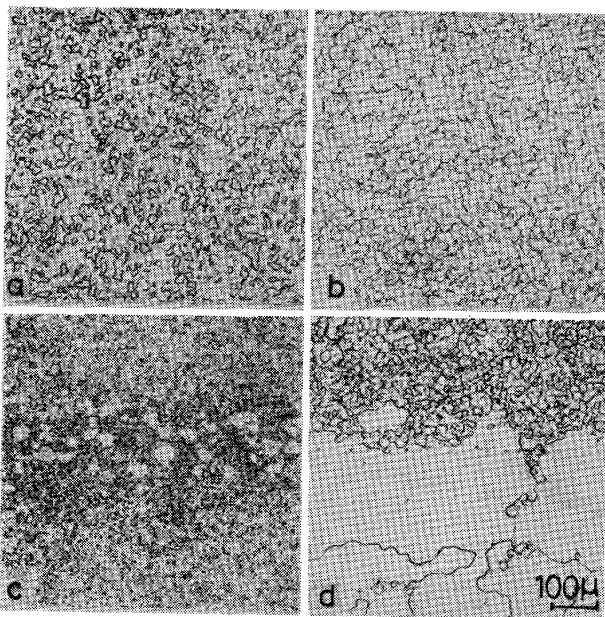
続(タンデム)圧延機により実験を行つた。供試鋼は Table 3 に示す化学成分の連続铸造スラブである。スラブの加熱温度は約 1 200°C で、仕上げ圧延温度を 850°C から 900°C まで変えて、約 700 mm 径のロールにより最終板厚 2.8 mm に熱延を行つた。巻取温度は、その目的によつて 700°C から 770°C に変えた。その熱延コイルの長手方向の中心部から試料を採取して板厚断面の組織を調査した。

## 3. 実験結果

### 3.1 実験室での熱延実験

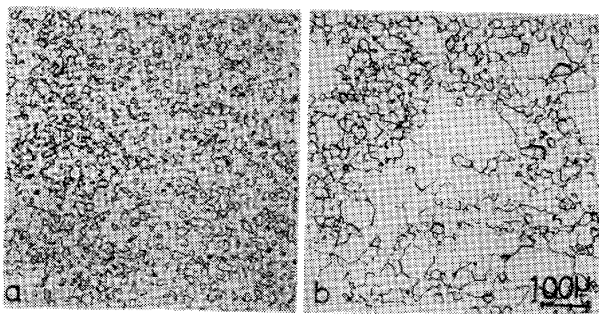
Table 4 は、仕上げ温度とスラブ加熱温度による 730°C、3 時間保持後の板断面の結晶粒形態を示したものである。これらの結果は、圧延直後空冷をしたものも、散水冷却をしたものも同様な結果になつたので、以下は主に散水冷却をした場合のデータに基づいて述べる。

Photo. 1 は、スラブ高温加熱材の 900°C と 850°C の仕上げ圧延を行つた熱延板について、圧延直後と 730°C、3 時間保持後の組織を示したものである。900°C 仕上げ材は、全体が様な組織である。圧延直後は角ばつた結晶粒が、730°C の保持中に丸味を帯びて一樣に成長し、粒度番号約 9.0 の整粒組織になつている。850



a) Rapidly cooled after finish-rolling at 900°C  
 b) Kept at 730°C×3h after finish-rolling at 900°C  
 c) Rapidly cooled after finish-rolling at 850°C  
 d) Kept at 730°C×3h after finish-rolling at 850°C

Photo. 1. Microstructure of the laboratory hot-rolled specimens. (Slab heating temp.: 1250°C. The surface is located just outside the upper edge of each photograph.)



a) Rapidly cooled after finish-rolling  
 b) Kept at 730°C×3h after finish-rolling

Photo. 2. Microstructure near the surface of the specimens finish-rolled at 900°C in the laboratory. (Slab heating temp.: 1100°C)

C°仕上げ材は、仕上げ直後には約 10.3~10.8 の粒度であるが、その中に、表面から約 0.3 mm の深さに粒度約 12.5 の微細粒帯が形成されている。その帯の中には、写真では白く見える約 50 μm 径の大粒が発生し始めている。

730°C の保持後には、同じ場所に粗大粒の帯ができることから、これらの大粒が異常粒成長を起こして写真に示すような粗大粒帯を形成するものと考えられる。また、粗大粒帯の幅は、微細粒帯の幅よりもいくらか広いものもあるので、粗大粒は微細粒帯が形成された後にその両側の結晶粒を蚕食して成長する傾向があると考えられる。こうした異常粗大粒が発生するのは、スラブ加熱

温度が 1250°C, 1100°C の場合とも、800~850°C の仕上げ温度の場合である。また、1100°C の低温スラブ加熱では、仕上げ温度が 900°C の場合でも、Photo. 2 に示すように、圧延直後は全体に整粒ができるにもかかわらず、730°C の保持によって全体に分散して粗大粒化が起こり始めている。

この圧延直後にできる微細粒帯、および同じ場所に 730°C 保持によって形成される異常粗大粒帯の板表面からの深さを仕上げ温度との関係で示すと Fig. 2 のようになる。異常粗大粒帯 L<sub>1</sub>~L<sub>2</sub> は、仕上げ温度が低くなると板表面から板厚中心部へ移動する。しかし、800°C 近くの仕上げ温度では、両側の微細粒帯が連結して板厚中心部を占めるために、板厚中心側の境界 L<sub>2</sub> は大部分の試料には存在しなかった。

仕上げ温度が 750°C では、Photo. 3 に示すように圧延直後室温へ冷却した試料には、板厚中心部付近で粒度番号約 7.5 の大きな組織が形成される。730°C の保持によって一様粒成長を起こし、平均約 6.5 の結晶粒に

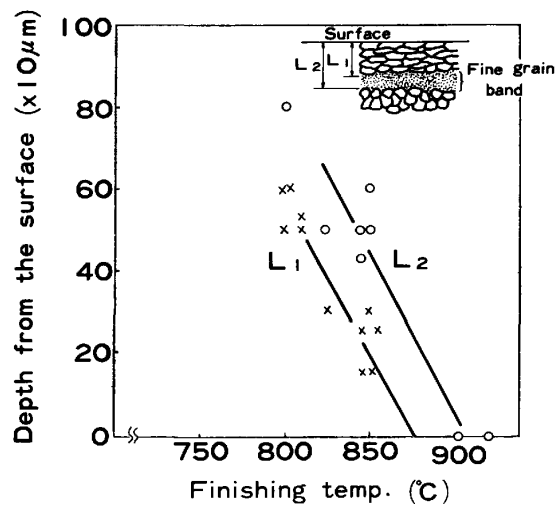
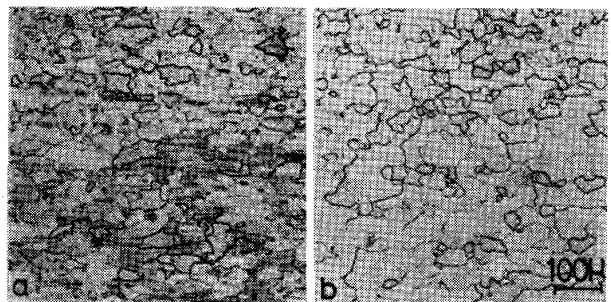


Fig. 2. Depth of fine grain bands related to the finishing temperature.



a) Rapidly cooled after finish-rolling  
 b) Kept at 730°C×3h after finish-rolling

Photo. 3. Microstructure at mid-thickness of the specimen finish-rolled at 750°C in the laboratory. (Slab heating temp.: 1250°C)

成長する。板表面の近くは、730°C 保持後の粒度は約 8.0 で、中心部に比べると小さい。しかし、800~850°C の仕上げ温度の場合には、表面から  $L_1$  までに存在する結晶粒 (Photo. 1 d) の細粒部) は約 9.3 の粒度であり、これに比べると、750°C の仕上げ温度の場合は格段に大きな整粒組織である。スラブ加熱温度が 1100°C の場合も同様の結果になつて、800~850°C の仕上げ圧延の場合に異常粗大粒が形成される場合とは明らかに異なつていた。

Photo. 4 は、抽出レプリカ法により 730°C に保持後の熱延板の析出物を調べたものの一例である。1250°C のスラブ加熱温度で、900°C 仕上げのものは、a) の写真のように粒内の AlN 析出が少ない割に、結晶粒界には AlN が群落になつて優先析出している。1100°C 加熱材でも同様の傾向であるが、粒界の析出物は 1250°C のそれに比べて少なかつた。

850°C 仕上げ圧延の場合も、全般的には 900°C 仕上げ圧延と同様に、粒界に AlN が優先析出を起こす傾向がある。また、結晶粒界がない粗大粒帯に相当すると考えられる場所には、c) の写真のように帯状につながつたひも状の AlN が散見された。しかし、この場所には結晶粒界が見られないことから、AlN の粒界析出がある程度進んだ段階で、Photo. 1 d) に示すような異常粒成長によつて、粒界移動が起こつたものと考えられる。900°C 仕上げ圧延の場合と比較して異なる点は、一部の

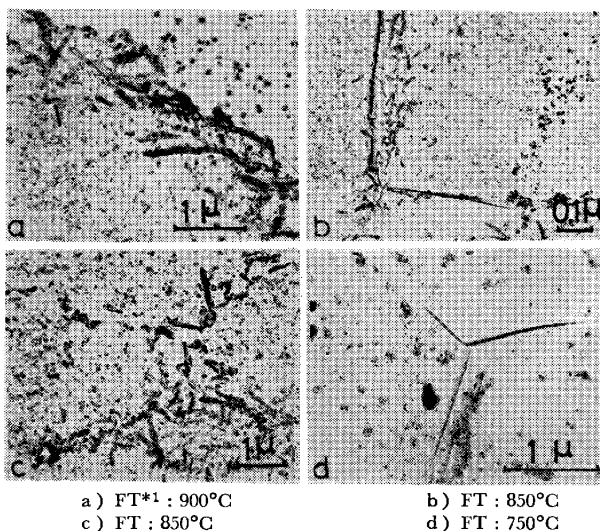
場所で b) の写真のように AlN が粒内に微細析出するのが見られることである。しかし、この場所が板厚断面のどの部分に相当するかは、特定できなかつた。

750°C の仕上げ圧延の場合は、d) の写真のように、全体的に AlN 等の析出物分布は粒内、粒界ともに疎であつた。この傾向は、1250°C、1100°C の加熱材ともに同様である。

次に、850°C の仕上げ圧延後直ちに室温へ急冷した試料について、Fig. 1 の熱処理を行つて、AlN の析出と熱延板の異常粗大粒の発生の有無を調べた結果について記す。異常粗大粒帯の発生は、スラブ加熱温度と 650°C、10 時間の前処理の有無によつて、Table 5 のようになる。供試材は、どちらのスラブ加熱温度の熱延板も圧延直後に微細粒帯が形成され、その中に粗大粒が形成

Table 5. Results of the experiment shown in Fig. 1 regarding the formation of abnormally coarse grain bands.

Pre-treatment before annealing at 730°C × 1 h	Slab heating temp.	
	1250°C	1100°C
No pre-heating	Formed	Formed
Pre-heating at 650°C × 10 h	Not formed	Formed

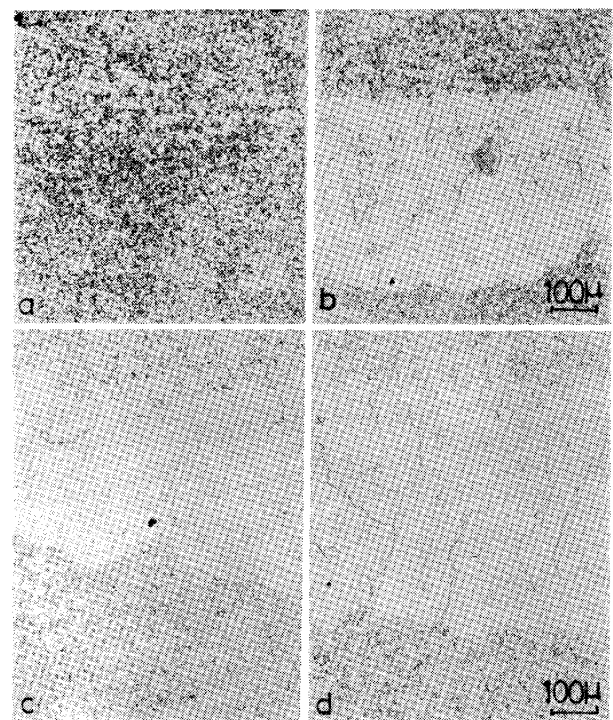


a) FT\*1 : 900°C  
b) FT : 850°C  
c) FT : 850°C  
d) FT : 750°C

Photo. 4. Carbon extraction replicas of laboratory hot-rolled steel sheets kept at 730°C for 3h after finish-rolling showing the effect of finishing temperature on the morphology of AlN precipitates. (Slab heating temp. : 1250°C)

Note : Fringes surrounding the precipitates in some photographs are supposed to occur due to the unsuitable etching condition.

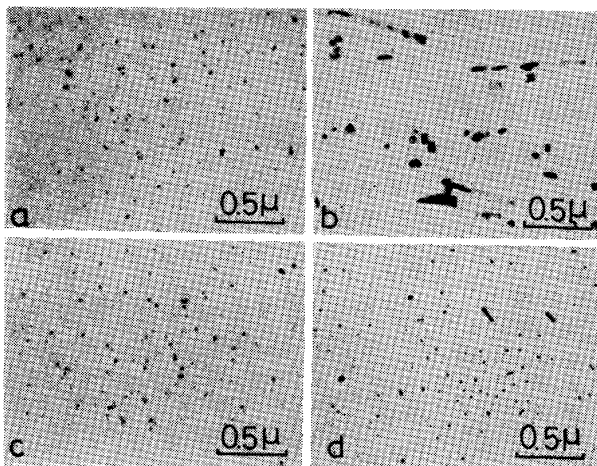
\*1) Finishing temp.



a) HT\*1 : 1250°C Pre-heating at 650°C × 10h  
b) HT : 1250°C No pre-heating  
c) HT : 1100°C Pre-heating at 650°C × 10h  
d) HT : 1100°C No pre-heating

Photo. 5. Microstructure of the specimens in correspondence with Table 5 (The surface is located just outside the upper edge of each photograph.)

\*1) Slab heating temp.



a) HT : 1 250°C, After 650°C×10h  
 b) HT : 1 100°C, After 650°C×10h  
 c) HT : 1 250°C, After 730°C×1h (Pre-heating at 650°C 10h)  
 d) HT : 1 250°C, After 730°C×1h (No pre-heating)

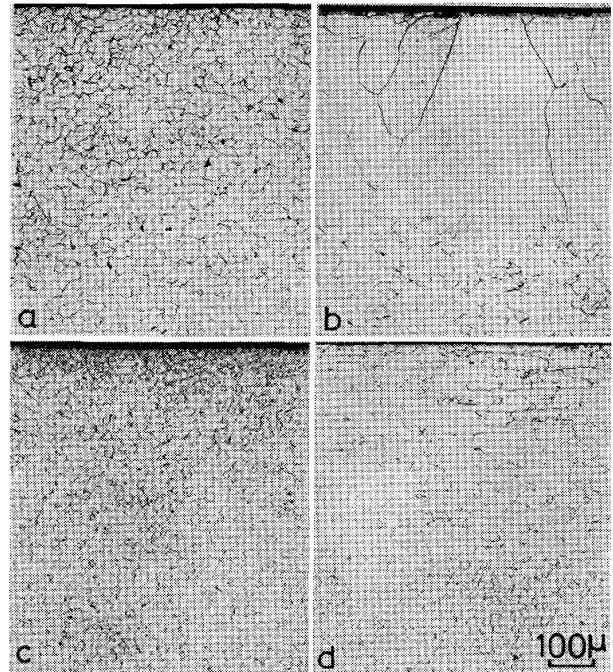
Photo. 6. Carbon extraction replicas of the specimens made in the experiment shown in Fig. 1 showing the morphology of AlN precipitates.

され始めているものである。1 250°C の加熱温度の試料では、730°C、1時間の保持前に650°C、10時間の前処理をすると異常粗大粒帯は発生していない (Photo. 5 a)。これに対して、前処理を行わずに730°C保持したものは、異常粗大粒帯が形成される (Photo. 5 b)。1 100°Cの加熱温度の場合には、Photo. 5 c), d) に示すように、650°C、10時間の前処理の有無に関係なく顕著な異常粗大粒帯が形成される。しかし、650°Cの前処理をしない方が粗大粒帯の幅が広くなっており、微細粒帯だけでなくその両側の結晶粒をかなり蚕食している。前処理をしない場合の方が異常粗大粒化しやすい傾向にあることは、1 250°Cの加熱温度の場合と同じである。

抽出レプリカによって調べた AlN 析出物の分布状態について述べる。スラブ加熱温度 1 250°C で仕上げ直後室温へ急冷した試料には、観察にかかる AlN はほとんど見られない。しかし、650°C、10時間の処理の後には、組織には変化は起こらないが、Photo. 6 a) に示すように AlN は粒内、粒界ともに均一微細に析出している。しかし、730°C、1時間の保持後では、Photo. 6 c), 6 d) に示すように、AlN は前処理を行った試料も、行わない試料も同様な析出状態であり、顕著な差は見られない。1 100°Cの加熱温度のものは、Photo. 6 b) のようにスラブ加熱時に未溶解であつたと思われる棒状の粗大な析出物が残っており、熱延後に析出すると考えられる微細な AlN は少ない。

### 3.2 工場の連続圧延機による熱延実験結果

工場における熱延実験では、Photo. 7 に示すような組織が得られた。すなわち、898°Cの仕上げ圧延材



(a) FT\*1 : 898°C CT\*2 : 760°C (b) FT : 888°C CT : 770°C  
 (c) FT : 885°C CT : 700°C (d) FT : 857°C CT : 720°C

Photo. 7. Change of microstructure in the thickness direction near the surface of hot-rolled coils showing the effect of hot rolling conditions.

\*1) Finishing temp. \*2) Coiling temp.

(Photo. 7 a)) は全板厚にわたって粒度 8.5 の整粒を得たが、888°Cの仕上げ圧延材 (Photo. 7 b)) では、板表面から 0.5 mm の厚さにわたって異常粗大粒帯が出現した。ちなみに、表面粗大粒は、たとえばスケールとの反応で脱炭が起こつて発生する<sup>11)</sup>ことも考えられるので、EPMA で炭素量の分布を調べたが脱炭が起こっている様子はなかつた。ほぼ同温度の仕上げ圧延の 700°C 巻取りのコイル (Photo. 7 c)) では、板表面が細粒になつている。これが実験室熱延でみられた微細粒帯にあたるものと考えられる。

さらに仕上げ温度が低い 857°C (Photo. 7 d)) では、表層にある圧延方向に延伸した結晶粒帯の内側に、細粒の結晶粒帯が板厚中心部まで形成されていた。その中に粗大粒がいくつか出現したものの、巻取温度があまり高くなかつたこともあつてその成長は途中で止まつていた。Photo. 7 a) の試料の AlN の析出を調べたところ、Photo. 4 の結果と同様に AlN が粒界に優先析出していることが確認された。また、Photo. 7 b) の試料の粗大粒部には、粒界に析出したと考えられる列状の AlN が観察された。しかし、その場所には粒界は見られず、粗大粒化によつて粒界が移動したのと考えられる。

## 4. 考 察

高温巻取りをした熱延板に発生する粗大粒帯は、仕上

げ圧延直後に形成されている微細粒帯が異常粒成長<sup>12)13)</sup>を起こして形成されると考えられる。異常粒成長の理論としては、HILLERT<sup>12)</sup>、荻野<sup>14)</sup>のものが統一的理論として知られている。この理論では、大粒の粒径  $R$  と平均粒径  $R_m$  との比  $k=R/R_m$  が異常粒成長の臨界値  $3^{14)}$  を越える必要がある。かつ、大粒の成長速度は(1)式で示される。

$$\frac{dR}{dt} = M \cdot \sigma \cdot \left( \frac{1}{R_m} - \frac{1}{R} - 2Z \right) \dots\dots\dots (1)$$

ただし、 $M$  は粒界の移動度、 $\sigma$  は粒界の界面張力である。  $Z$  は、 $Z=f/r$  で  $f$  は均一分散析出物の体積比、 $r$  はその半径であり、析出物による粒界のピン止め力の指標である。異常粒成長が起こるには、正常粒成長を抑制する析出物の存在が必要であるが、本研究の場合には、Table 5 の実験結果や、Photo. 4 の写真から明らかのように、その主体は  $\text{AlN}$  である。圧延後室温へ急冷した試料を再加熱した Fig. 1 の実験では、粒界への優先析出は顕著ではなく、均一微細な析出が起こる。一方、圧延後直接  $730^\circ\text{C}$  に保持したものや、工場熱延材では、粒界に優先析出する違いがある。しかし、同じ  $Z$  値であつたとすれば、粒界に優先析出した  $\text{AlN}$  の場合には均一分散時に比べてその粒界のピン止め効果は著しく大きい。従つて、高温巻取りをしたコイルでは  $\text{AlN}$  は有効に粒界移動の抑制に使われていると考えられる。

(1)式によると、異常粒成長は(2)式の条件になるとその成長を停止する。

$$R_m \geq \frac{1}{2Z} \cdot \left( 1 - \frac{R_m}{R} \right) \dots\dots\dots (2)$$

従来の異常粒成長の報告は、(2)式の関係を満たした状態から析出物のピン止め力(すなわち  $Z$  値)が減じていく過程で発生するものが多い。たとえば、一度析出した粒子が溶体化する温度域で発生する場合<sup>15)</sup>や、オストワルド成長による凝集粗大化の過程で発生する<sup>16)</sup>ものがある。しかし、本研究の場合に発生する異常粗大粒は、(i)熱延によつて形成された不安定な微細粒組織の熱力学的変化、(ii)  $\gamma$  相から  $\alpha$  相への変態により急速に  $\text{AlN}$  の析出が進行する<sup>17)</sup>、という二つの反応の遅速関係が重要であり、(ii)の反応が十分進まないうちに(i)の反応が進むことによつて起こる現象と考えられる。なぜならば、Table 5 の結果では、 $650^\circ\text{C}$ 、10 時間の前処理をして  $\text{AlN}$  の微細析出を先に起こすと、 $730^\circ\text{C}$  の保持によつても微細粒帯は変化しない。これは、 $R_m$  がかなり小さいにもかかわらず、 $\text{AlN}$  の微細析出により  $Z$  値の増大を通じて(2)式の関係が満足されたことを示

している。従つて、 $\text{AlN}$  の析出処理をせずに  $730^\circ\text{C}$  の保持をした Photo. 5 b) の粗大粒帯は、Photo. 6 d) に示す  $\text{AlN}$  の析出が起こるまでの間に発達したものと考えることは妥当である。実際、工場の熱延コイルを  $600 \sim 650^\circ\text{C}$  で巻取つて、そこから採取した試料を約  $750^\circ\text{C}$  に加熱処理しても異常粗大粒は非常に発生しにくいことを知見しているが、これも同じ理由によると考えられる。

$1100^\circ\text{C}$  の低温加熱材の場合には、Table 5 の結果が示すように  $\text{AlN}$  の析出処理の有無にかかわらず異常粗大粒が発生したり、Photo. 2 b) のように微細粒帯が発生しない  $\text{Ar}_3$  点以上の仕上げ温度でも異常粗大粒が分散して発生している。これらの事実は、 $\text{AlN}$  のピン止め力が弱いことを示している。このことは、粒界のピン止めにも有効に働く熱延後に微細析出する  $\text{AlN}$  が少ない低温加熱材や、 $\text{N}$  含有量の少ない鋼では、 $\text{AlN}$  の析出が十分起こつた後も継続して異常粒成長は進む可能性があることを示している。実際、工場熱延材の経験では、 $\text{N}$  含有量が  $30 \text{ ppm}$  前後のものや、低温加熱材に顕著な異常粗大粒が発生する率が高いことを知見している。

さて、実験室の熱延では顕著な微細粒帯が形成されたが、工場の熱延コイルでは Photo. 7 でみる限り微細粒化はそれほど著しくはない。その場合には、(1)式から大粒の成長速度は小さくなると共に、(2)式から、より少ない析出物の析出で異常粒の成長限界に達することになる。すなわち、異常粒成長が起こりにくくなる。しかし、Photo. 7 では、巻取り時に一樣粒成長を起こして細粒帯が目立たなくなつたことも考えられるので、圧延直後の組織を調べないと、工場の熱延の場合に微細粒化が弱いとは言えない。また、微細粒化は特に最終段近くでの圧下率の影響が大きいと考えられるので、各スタンドの圧下配分によつても変化すると考えられる。

以上、異常粒成長の観点から考察したが、以下に仕上げ温度と結晶粒組織の分布状態について考察する。

熱延板では、仕上げ圧延時に板表面部と板厚中心部では温度差が生じて、当然板表面部の温度は低くなる。仕上げ温度が下がると、微細粒帯 (Fig. 2 の  $L_1 \sim L_2$ ) は板厚中心部へ移動する。微細粒帯の発生する場所は、仕上げ圧延温度が  $\text{Ar}_3$  変態点に当たる場所と考えられる。実際に、板表面に微細粒帯が形成される温度は、Fig. 2 の実験室の結果からは  $890^\circ\text{C}$  前後、Photo. 7 の工場の熱延板の組織では  $885 \sim 890^\circ\text{C}$  であり、一方、ANDREWS<sup>18)</sup> の式から  $\text{Ae}_3$  変態点を Table 1, Table 3 の供試材の鋼成分について計算すると、実験室で用いた試料は  $890.6^\circ\text{C}$ 、工場の熱延で用いたスラブは  $883.4^\circ\text{C}$  とな

つて、微細粒帯が板表面に形成される温度とほぼ一致する。C, Mn 量が低いこと、加工により変態が促進される<sup>19)</sup>ことを考慮すれば、 $Ar_3 \approx Ac_3$  と考えられ、上記の考えは妥当と言える。

$L_1 \sim L_2$  が他の組織に比べて非連続的に微細粒化していることを考慮すると、 $Ar_3$  点で仕上げ圧延が行われた時の変態の機構として、 $\gamma$  相中に圧延により導入された変形帯から、加工誘起変態により  $\alpha$  相の結晶粒が密に発生することが推定される。この機構により  $\alpha$  相が微細化するという考えは、Nb, V を含有する低炭素キルド鋼のコントロールド・ローリングに関して福田ら<sup>20)</sup>により述べられている。本報では、再結晶抑制元素を含まない鋼でも、上記の微細化機構が  $Ar_3$  点近くで仕上げ圧延された場所では起こるものと考えたが、更に今後の検討を要する。

Fig. 2 の  $L_2$  板厚中心部は、仕上げ圧延後に回復、再結晶した  $\gamma$  相の粒界から  $\alpha$  相が核発生して変態すると考えられる。この場合には、発生する核の数が多くないので、前述の場合に比べて結晶粒が大きくなり、また AlN は粒界に優先析出を起こす。

板表面から  $L_1$  までの間は二相域で圧延された場所である。くり返し圧延を受ける工場熱延材では、1パスの実験室熱延材に比べて、圧延方向への延伸度が大きく、粒度も大きい。Photo. 4 b) のように AlN が粒内に均一微細な析出をするのは、この場所ではないかと考えられる。なぜならば、 $\alpha$  相内での歪み誘起核生成<sup>21)</sup>により均一微細な析出が起こると考えられるからで、この析出物分布は粒界移動を抑制するのに有効である。更に、工場熱延材は Photo. 7 d) のように結晶粒が大きいので異常粒成長を起こしにくいと考えられる。仕上げ温度が 800°C の場合にも、ほぼ同様の考え方で説明できる。

工場の熱延結果と実験室の熱延実験結果とは、以下の点で一致している。

- i) 微細粒帯が形成され、それが異常粒成長を起こす。
- ii) 微細粒帯が板表面に形成される温度は、鋼板の  $Ar_3$  点にほぼ一致する。
- iii) 仕上げ温度が低下するにつれて、微細粒帯は板厚中心部へ移動する。
- iv)  $Ar_3$  点以上の仕上げ温度では、整粒の組織になる。その場合、AlN は粒界に優先析出を起こす傾向がある。

工場の熱延では、857°C の仕上げ温度で板厚中心部まで微細粒化していたが、実験室の結果では、そうなるのは約 800°C の仕上げ温度のものである。これは、仕上げ板厚の差、試験条件の違いで板厚方向の温度分布に違

いができるためであると考えられる。

さて、本研究の結果では、HONEYMAN<sup>1)</sup> の結果と比較すると、表面に異常粗大粒が発生する温度域は極めて狭い。この違いは、主に HONEYMAN の用いた試料と本研究で用いた試料の違いにあると考えられる。本研究で用いた試料は AlN の粒界移動抑制作用により、基本的には微細粒帯が表面に形成された場合のみ異常粗大粒が形成される。しかし、HONEYMAN の用いた低炭素リムド鋼は、粒界移動の抑制は粒界の炭化物が主になると考えられる。高温では、炭素の溶解度が高いこと、拡散速度が速いことから粒界のピン止め作用は強くないと考えられる。従つて、(1)式より粒界の移動速度も速く、圧延残留歪みや巻取り時の曲げ変形による歪み誘起型の粒界移動も起こりやすいと考えられる。すなわち、微細粒帯が異常粒成長を起こすと、板表面～ $L_1$  間の延伸粒帯を蚕食して容易に表面に達するので、広い温度範囲で表面粗大粒になると考えられる。

## 5. 結 論

低炭素アルミキルド鋼を用いた実験室の 1 スタンドの圧延機による熱延実験と、工場の連続圧延機による熱延実験から、次の結論を得た。

- i) 高温巻取材に出現する異常な粗大粒帯は、熱間圧延によつて形成される微細粒帯と関係しており、これが異常粒成長を起こしたものである。
- ii) この微細粒帯は、仕上げ温度が下がるにつれて板表面から板厚中心部へ移行する。微細粒帯は、仕上げ圧延温度が  $Ar_3$  点に一致した所で生ずると考えられる。
- iii) 異常粒成長の機構において、粒界移動抑制の主体は、粒内および粒界に析出した AlN である。
- iv) 異常粒成長は、仕上げ圧延後 AlN の析出が進行するまでの間に起こっている部分が大きいと考えられる。

## 文 献

- 1) A. J. K. HONEYMAN: Sheet Metal Industries, (1957) Jan., p. 51
- 2) H. H. ASCOUGH: Proceedings to the International Symposium on the Annealing of Low Carbon Steel, Cleveland (1958), p. 95 [Lee Wilson Engineering Company]
- 3) G. A. EDWARDS and L. B. PFEL: JISI, 109 (1924), p. 129
- 4) 久保寺治朗: 第 9 回西山記念技術講座 (1970) (日本鉄鋼協会編)
- 5) R. L. WHITELEY and D. E. WISE: Flat Rolled Products III, 16 (1962), p. 47 [Interscience]
- 6) 久保寺治朗, 中岡一秀, 荒木健治, 渡辺 馨, 岩瀬耕二: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 846

- 7) K. TODA, H. GONDOH, H. TAKECHI and M. ABE: *Stahl Eisen*, **96** (1976), p. 1320
- 8) D. J. BLICKWEDE: *Flat Rolled Products*, **1** (1959), p. 91 [Interscience]
- 9) W. C. LESLIE: *Trans. ASM*, **46** (1954), p. 1470
- 10) 花井 論, 竹本長靖, 水山弥一郎, 佐直康則: *鉄と鋼*, **57** (1971), p. 386
- 11) J. E. STEAD: *JISI*, **1** (1898)
- 12) M. HILLERT: *Acta Metall.*, **13** (1965), p. 227
- 13) T. GLADMAN: *Proc. Roy. Soc.*, **294** (1966), p. 298
- 14) 荻野喜清, 谷田英雄, 北野正弘, 足立 彰: *鉄と鋼*, **57** (1971), p. 533
- 15) P. A. BECK, M. L. HOLZWORTH and P. R. SPERRY: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **180** (1949), p. 163
- 16) T. GLADMAN and F. B. PICKERING: *JISI*, **205** (1967), p. 653
- 17) 札幌和彦, 秋末 治: *鉄と鋼*, **69** (1980), S 362
- 18) K. W. ANDREWS: *JISI*, **203** (1965), p. 721
- 19) W. LEHNERT: *Neue Hütte*, **15** (1970), p. 355
- 20) 福田 実, 橋本 保, 国重和俊: *鉄と鋼*, **58** (1972), p. 82
- 21) J. W. CAHN: *Acta Metall.*, **5** (1957), p. 16

## コ ラ ム

### 結 晶 粒 界 は 宝 の 山

金属工学を学んだけれども、それまで鉱山を見学したことがなかった。ヨセミテ国立公園へ行く途中ゴールドラッシュに沸いた 1849 年が想像できるような雰囲気のカリフォルニアのとある金鉱山跡を家族 4 人で尋ねたのは今から 10 年も前である。金髪のお嬢さんの案内で鉱道に入り、説明を受けた。金が集中して産出したであろういわゆる脈 (dike) は延々と上つたり下つたり、枝分かれして奥へつづいていた。金含有量の多い部分が薄い板状になつていることを知ったのはたいへんな驚きであつた。ゆつくりと凝固していつた岩石中の不純物としての金が粒界に偏析したのだからと想像させられた。偏析が著しいほど人間にとって有効な資源となるのだというあたり前のことに感心している。今、結晶粒界について思いを巡らすうちにこのような昔のことを思い出していた。

粒界とは原子配列がたいへん乱れており、はきだめのような所であると漠然と学び、材料の特性にとつて

あまり良く言われないことが多い。微少・微量分析技術や微視的な構造解析技術が進み、最近では粒界や界面にたいして目を向ける研究者が多くなると同時に、また材料の特性・機能を高め新しい材料を作り出すためにも表面科学・界面科学は欠くことのできないものとなつてきている。この学問領域はまさに宝の山・金の脈石であると言つてもよい。どこに宝があるかを探し出すのは個々の研究者の英知と努力と独創性にかかわつていることは 49 年の人々 (forty-niners) と同じであろう。

日本人旅行者の常で早々ところ鉱山跡を引き上げつぎの予定地へ向かうつもりがすつかり狂つてしまつた。砂金を採る皿 (panning) と集めた金を入れる小瓶に 1 ドル投資した結果、息子と娘が金の亡者となつて、はなれようとしなくなつたからである。ヨセミテに着いたのはその日の夜おそくなつてからであつた。子供達の机には今でも彼らの宝が小瓶の中に飾つてぶら下げたである。

(東京工業大学精密工学研究所 鈴木朝夫)