

論 文

V 微量添加および無添加の低炭素鋼の高温ねじり変形における動的再結晶

© 1986 ISIJ

植木 正憲*・服部 昌隆*²・堀江 史郎*³・中村 正久*⁴

Dynamic Recrystallization in High Temperature Torsional Deformation of Low Carbon Steel and Vanadium-Microalloyed Steel

Masanori UEKI, Masataka HATTORI, Shiro HORIE and Tadahisa NAKAMURA

Synopsis :

Low carbon steel and vanadium-microalloyed steel were deformed by torsion in the temperature range from 900° to 1200°C and the strain rate range about 10⁻³ to 10 s⁻¹.

A characteristic type of deformation with dynamic recrystallization, which has either single or multiple peaks in the stress-strain curve, was observed in both steels under all the experimental conditions. The dynamic recrystallization behavior was analyzed with a special emphasis on the transition from multiple to single peak deformation. The size of the dynamically recrystallized grain was also measured. It was able to be presented as a function of ZENER-HOLLOMON parameter, Z, and it did not exhibit any dependences on the initial grain size.

The condition for transition of the deformation behavior was investigated in detail from the following two view points (i) effect of the relative magnitude of the critical strains for recrystallization on the transition behavior, and (ii) effect of the initial grain size on the transition.

1. 結 言

鉄鋼の熱間加工に含まれる金属学的挙動である回復や再結晶などの動的レストレーション過程と力学的な変形の相互作用を把握するという観点から、著者らはさきに0.06% C 極軟鋼の高温変形挙動を力学的及び金属組織学的に調査し、この鋼のオーステナイト域に相当する温度での高温変形中に再結晶が起こることを報告している^{1)~3)}。この変形中の再結晶つまり動的再結晶に関しては、国内においても、その後鉄鋼ばかりでなく種々の非鉄金属および合金も含めた多くの材料において学問的観点から活発な研究^{4)~7)}が行われるとともに、Nb および V を微量添加した鋼の制御圧延技術との関連からも多くの研究^{8)~11)}が進められ、この現象の理解および利用に関して格段の進歩が遂げられてきた。

特に最近、酒井¹²⁾及び SAKAI と JONAS¹³⁾¹⁴⁾ は、動的再結晶に特有な多重ピーク型と単一ピーク型のそれぞれの変形応力挙動と、動的再結晶の結果として得られる微視組織との関係を、初期結晶粒径依存性の観点から論ずるとともに、動的再結晶機構のモデルを提案している。

本研究は、動的再結晶の現象理解における前述のよう

に進歩した状況の理解の上に立ち低炭素鋼および V 微量添加鋼の高温変形中の動的再結晶を、特にそれらの変形応力挙動の遷移に注目して検討するものである。

Table 1. Chemical composition of test steels.

Steel	C	Si	Mn	P	S	V	Al	N
Low carbon	0.16	0.28	1.22	0.008	0.008	—	0.032	0.0099
V microalloyed	0.11	0.31	1.26	0.007	0.011	0.07	0.034	0.0111

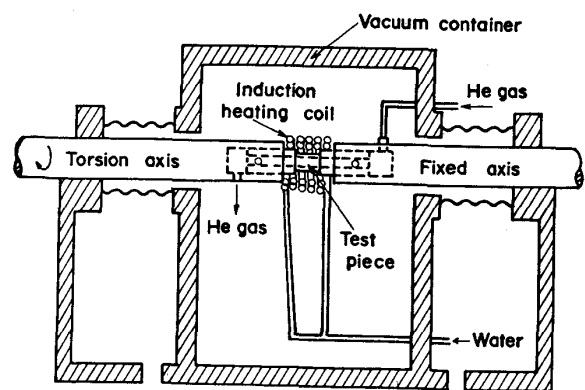


Fig. 1. Schematic illustration of quenching apparatus installed in the torsion machine.

昭和 60 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 60 年 6 月 3 日受付 (Received June 3, 1985)

* 金沢工業大学 工博 (Kanazawa Institute of Technology, 7-1 Ohgigaoka Nonoichi-machi P. O. Kanazawa South, Ishikawa pref. 921)

*² 金沢工業大学大学院 (Graduate School, Kanazawa Institute of Technology)

*³ 東京工業大学 工博 (Tokyo Institute of Technology)

*⁴ 長岡技術科学大学 工博 (The Technological University of Nagaoka)

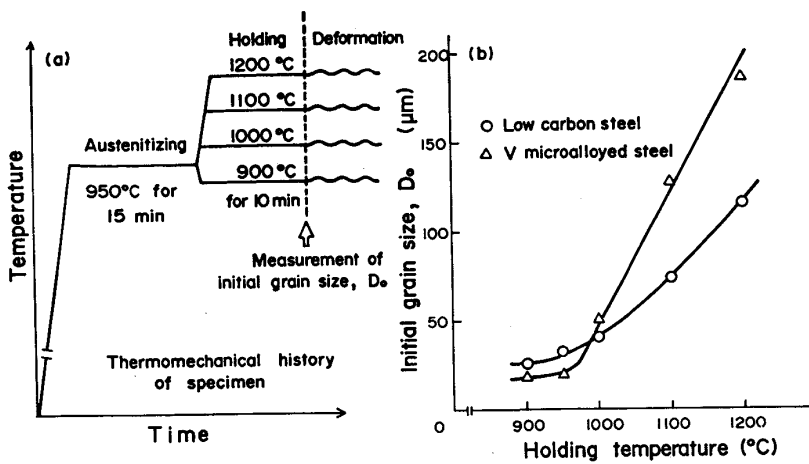


Fig. 2. Thermo-mechanical history of specimen (a) and changes in initial grain size with holding temperature before torsion test (b).

2. 実験方法

供試材料は、低炭素キルド鋼と、それにVを微量添加した鋼の2種類であり、それらの素材は、1000~1100°Cで21mmφまで熱間鍛造したのち、800°Cで2hの均質化処理を施した状態で受け入れられた。両鋼の化学分析の結果をTable 1に示している。これらの素材より、ゲージ部長さ10mm、ゲージ部外径および内径がそれぞれ14および10mmの中空円筒状ねじり試験片を切削加工した。

実験に用いたねじり試験機の詳細は既に他に記述¹⁵⁾したので省略するが、この試験機は、高周波加熱装置とともにFig. 1に示すような真空容器とHeガスおよび水の両方による急冷装置を備えている。この装置においては、高温変形中断後ただちに試験片固定軸を通して中空円筒状試験片の内面から圧力10kgf/mm²のHeガスを噴射するとともに、試験片ゲージ部外面から水を噴射することによつて急冷操作を行うことが可能である。またこの装置の冷却能¹⁶⁾は、変形後の静的再結晶の生起を阻止するのに十分なほど大きいものであつた。

次に試験条件であるが、各試験片は、Fig. 2(a)に模式的に示しているように、変形前に950°Cで15min間のオーステナイト化処理を施したのち試験温度である900~1200°Cの各温度に10min間保持し、約10⁻³から10s⁻¹の範囲の5種類のひずみ速度でねじり試験を行った。また変形直前の各温度での初期オーステナイト粒径を測定したところFig. 2(b)に示すように温度とともに変化した。また溶解度限¹⁷⁾より算出した供試V鋼における炭、窒化物の固溶温度はVNが995°CそしてV₄C₃が857°Cであつた。従つて1000°C以上の試験温度でVは固溶状態にあるものと考えられる。ねじり試験によつて得られたトルク-ねじれ角データは、

既に他に記述²⁾³⁾した方法でせん断応力-せん断ひずみ関係に変換し、さらにvon Misesの関係を用いて真応力-真ひずみ関係へと変換して表示した。

3. 実験結果

3.1 変形応力挙動

Fig. 3(a)および(b)にそれぞれ低炭素鋼とV微量添加鋼のねじり試験による代表的な真応力-真ひずみ曲線を、それぞれ一定温度でひずみ速度の(上側)そして一定ひずみ速度で温度の(下側)関数として示してい

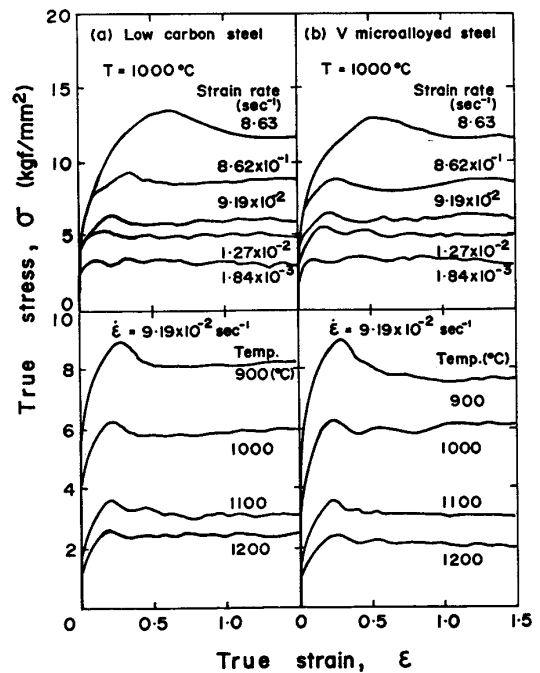


Fig. 3. Typical torsional stress-strain curves for (a) low carbon steel and (b) V microalloyed steel, showing the variation with strain rate at constant temperature in upper side and the variation with temperature at constant strain rate in bottom side.

る。両鋼において試験した範囲のいずれの条件における応力-ひずみ曲線とも、初期加工硬化領域ののち一つあるいはそれ以上のピークを有する典型的な動的再結晶型曲線²⁾⁴⁾であつた。これらの図において応力-ひずみ曲線の形状における単一ピークから多重ピーク型への遷移は、おおむねひずみ速度の低下あるいは温度の上昇によつて起ることが観察できる。

次に上述した各変形曲線において、一定ひずみ速度でのピーク変形応力、 σ_p の温度依存性から、変形に対するみかけの活性化エネルギー、 Q を測定したところ、低炭素鋼とV微量添加鋼のそれぞれに対して74.8及び71.9 kcal/molという値が得られた。そこで σ_p の温度、 T およびひずみ速度、 $\dot{\epsilon}$ への相互依存性を調べるために、次のべき法則関係式：

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

を用い、さらにこの式を、次の(2)式の形に変換し、

$$A \sigma_p^n = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) \equiv Z \dots\dots\dots (2)$$

ピーク変形応力、 σ_p と右辺のZENER-HOLLOMON因子、 Z の関係として整理した。なお、ここで A および n は材料定数でありそして R はガス定数である。結果は両鋼に対してFig. 4に示しているように、 σ_p と Z の関係は、 σ_p が10 kgf/mm²以下の範囲で最小自乗法によりほぼ1本の直線として表すことができた。

図には前述した変形応力挙動の Z による変化の状況

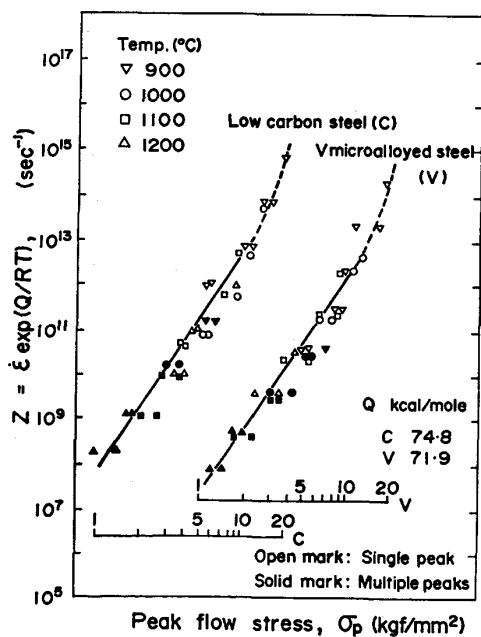


Fig. 4. Correlation of the peak flow stress, σ_p with strain rate, $\dot{\epsilon}$ and temperature, T of deformation through ZENER-HOLLOMON parameter, Z for both steels, indicating also the transition of flow stress behavior.

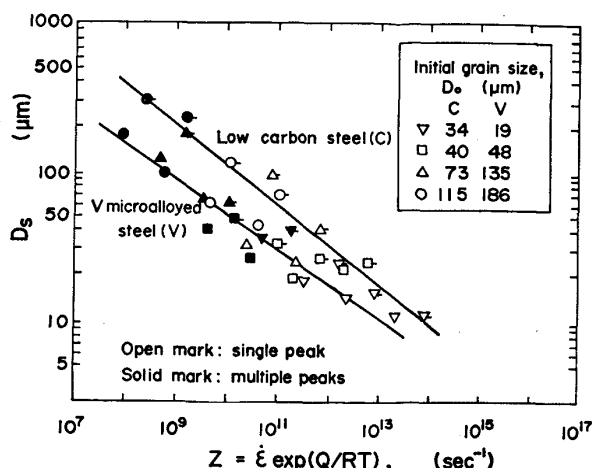


Fig. 5. Relation between dynamically recrystallized grain size, D_s and ZENER-HOLLOMON parameter, Z for both steels, indicating also the transition of flow stress behavior.

を同時に示しており、この変化が、ある幅をもつた Z の値にわたつて起こり、その幅より低い Z の変形条件においては多重ピークが、またそれより高い Z においては単一ピークが生じていることがわかる。

3.2 動的再結晶粒徑

前述した変形応力挙動から、これらの鋼の高温変形中のレストレーション過程として動的再結晶が起こっていると判断できる。そこで、前述した急冷装置を用いて定常状態変形中の組織を凍結し、オーステナイトの動的再結晶粒徑、 D_s を測定した。これをそれぞれの鋼ごとにZENER-HOLLOMON因子、 Z に対してプロットしたところ、Fig. 5に示すように、 D_s は初期結晶粒徑、 D_0 によらず Z の一義的な関数として整理できた。このことは他の研究者たち¹⁸⁻²⁰⁾によつても観察されており、変形および動的再結晶がいずれも熱的に活性化される過程であることを反映するものである。すなわち、高い Z に伴われる単位ひずみあたりの少ない熱活性化事象により、高い変形応力(Fig. 4参照)と微細な動的再結晶粒徑がもたらされると考えることができる²¹⁾。

低炭素鋼とV微量添加鋼の D_s を比較すると、同一の Z (変形条件)に対してV鋼の方が、わずかに微細なオーステナイト粒徑をもたらしうことが示されており、オーステナイトの細粒化に対してVの微量添加がわずかに有効性を持つことを示している。また図には、Fig. 4と同様に変形応力挙動の遷移の状況も同時に示している。

4. 考 察

4.1 動的再結晶に至る臨界ひずみ

LUTON と SELLARS²²⁾は、応力-ひずみ曲線におけるピ

ークの出現が、変形中の再結晶の生起と密接な関係を有していることに注目し、前述した単一ピークから多重ピーク型への変形応力挙動の遷移が、ピークに至るひずみ、 ϵ_p と定常状態あるいは多重ピークが生ずる際の変形応力における最初の最小値に至るまでのひずみ、 ϵ_s との相対的大きさによつて決定されるものであるとした。

ピーク変形応力、 σ_p に対する ϵ_p および $\epsilon_x (= \epsilon_s - \epsilon_p)$ 両曲線は、ある値の σ_p で交差することから、 $\epsilon_p > \epsilon_x$ のような低い σ_p で多重ピーク型の応力-ひずみ曲線が生じ、 $\epsilon_p < \epsilon_x$ のような高い σ_p で単一ピーク型の応力-ひずみ曲線が生ずることを議論している。

中空円筒状試験片によるねじり試験を行つた本研究においては、試験中の塑性不安定がなくひずみ速度一定が保証できることから、さらに動的再結晶自体が温度とひずみ速度に敏感に影響を受ける現象であるという観点から、ピーク変形応力、 σ_p ではなく、前述した ZENER-HOLLOMON 因子、 Z を用いて、 ϵ_p および ϵ_x を整理²³⁾した。両鋼に対して Fig. 6 に示すように最小自乗法によつて算出した ϵ_p-Z および ϵ_x-Z 両直線は、試験の範囲内で交差しており、交差点よりわずかに低 Z 側のある Z の値において多重ピーク型の変形応力挙動が見られ、それより高 Z 側で単一ピークが見られることがわかる。このようなことから、LUTON と SELLARS の予測は、ほぼ正しいことがわかるが、この図においては交差点より低 Z 側でも単一ピークが生じており、全体としてデータのばらつきが大きく、交差点、 $Z_{int.}$ を決定することが困難である。その一因として、変形温度に伴う

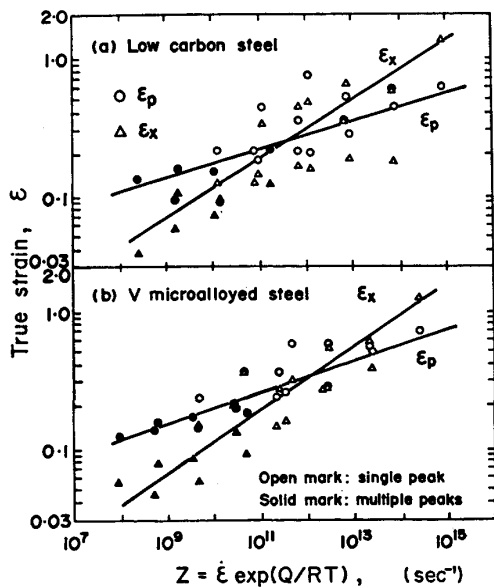


Fig. 6. Dependence of strains, ϵ_p and ϵ_x on Z for (a) low carbon steel and (b) V microalloyed steel.

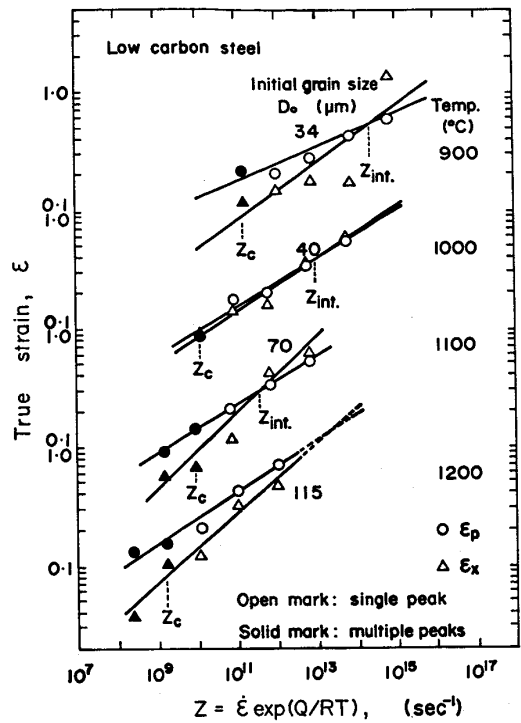


Fig. 7. Dependence of strains ϵ_p and ϵ_x on Z for each initial grain size (deformation temperature) in low carbon steel, indicating the intersection, $Z_{int.}$ and the Z values corresponded to the real transition, Z_c .

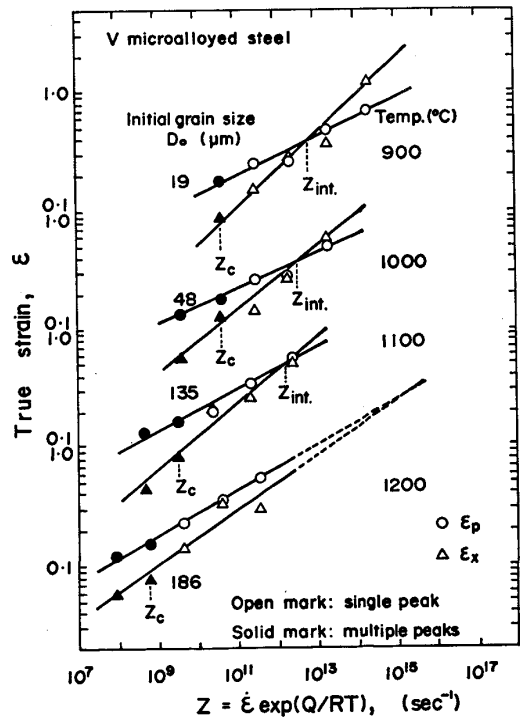


Fig. 8. Dependence of strains ϵ_p and ϵ_x on Z for each initial grain size (deformation temperature) in V microalloyed steel, indicating the intersection, $Z_{int.}$ and the real transition, Z_c .

初期結晶粒径の違いの影響が考えられる。そこで、この関係を、低炭素鋼と V 微量添加鋼のそれぞれについて各初期結晶粒径ごとにプロットしたのが Fig. 7 および Fig. 8 である。図に見られるように、最小自乗法による ϵ_p -Z および ϵ_x -Z 両直線は、ほとんどの場合に交差しており、その交差点、 Z_{int} . よりも低い値の Z_c で、変形応力挙動の遷移が観察されている。また、ここで示した Z_{int} . 及び Z_c は、いずれも D_0 依存性を示しており、このことは次節で検討する。

多重ピークか単一ピークのどちらが現れるかを決定するためには、応力-ひずみ曲線に第 2 のピークが現れるかどうかを検討せねばならず、この点を考慮して酒井¹²⁾ は、変形応力挙動の遷移条件を LUTON と SELLARS²²⁾ による前述した $\epsilon_x = \epsilon_p$ (または $\epsilon_x = 2\epsilon_{c1}$) ではなく

$$\epsilon_x = 2\epsilon_{c2} \dots\dots\dots (3)$$

で表すべきであることを述べている。ここで ϵ_{c1} は焼なまし材における再結晶粒の核生成に要するひずみであり、 ϵ_{c2} は動的再結晶材における第 2 の再結晶の核生成に要するひずみである。そしてすでにひずみを内在している動的再結晶材の方が当然のことにこのひずみは小さく、両者の関係は $\epsilon_{c1} \gg \epsilon_{c2}$ であり、これらのひずみの定性的な相互関係は Fig. 9 のように示すことができる。つまり ϵ_x と $\epsilon_p (\cong 2\epsilon_{c1})$ との交差点である Z_{int} . と変形応力挙動の遷移に対する真の変形条件、 Z_c との間には $Z_c < Z_{int}$. の関係がある²⁴⁾。Fig. 7 および Fig. 8 に示した本研究の結果は、このことを裏付けるものであると考えることができる。

4.2 変形応力挙動の遷移と初期結晶粒径

作井と酒井¹⁸⁾ および SAKUI ら²⁵⁾ は、0.16% C 鋼に対

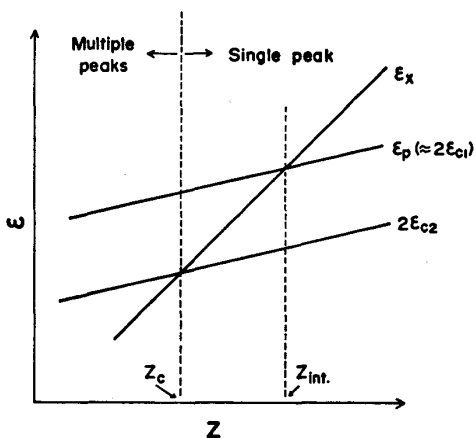


Fig. 9. Schematic representation of the correlations of ϵ_x with $\epsilon_p (\cong 2\epsilon_{c1})$ and $2\epsilon_{c2}$, where ϵ_{c1} is the strain needed for recrystallization in an annealed material, and ϵ_{c2} is that in dynamically recrystallized material.

して変形応力挙動の遷移が起こる臨界の変形条件、 Z_c の初期粒径、 D_0 依存性に着目し、これが Z - D_s 関係において D_s を 2 倍した Z - $2D_s$ 関係とほぼ一致することから $Z_c = D_0$ を $Z = 2D_s$ と等価とみなし¹³⁾,

$$D_0 = 2D_s \dots\dots\dots (4)$$

なる変形応力挙動の遷移条件式^{12)~14)} を提唱している。上式の意味することは、 $D_0 > 2D_s$ の粗大初期結晶粒を用いた場合、動的再結晶による結晶粒の微細化と単一ピーク型の変形応力挙動が、逆に $D_0 < 2D_s$ のような微細初期結晶粒を用いた場合、動的再結晶による結晶粒の粗大化と多重ピーク型の変形応力挙動が観察されるとするものである。

(4) 式の本研究結果への適用性を検討するために、供試両鋼における動的再結晶粒径、 D_s と初期粒径、 D_0 の関係を整理したところ、Fig. 10 に示すように、条件式はある限定された範囲でのみしか成立せず、両鋼に対して点線および一点鎖線で示すように遷移条件式は、(4) 式で示される直線とはならない。

そこで、 $Z_c = D_0$ と $Z = 2D_s$ の等価性に関して本研究における 2 種類の鋼において再検討することを試みた。Fig. 7 および 8 に示した Z_c を初期結晶粒径、 D_0 に対してプロットした結果ならびに Fig. 5 の $Z = D_s$ 関係を Fig. 11 にそれぞれの鋼について示している。これらの Z_c - D_0 関係は、低炭素鋼においては、JONAS と SAKAI¹³⁾ の結果と反対に Z - D_s 関係よりも低 Z 側に位置しており、 Z_c の初期粒径依存領域と依存性が乏しい領域の両方が存在する傾向を示している。さらに V 微

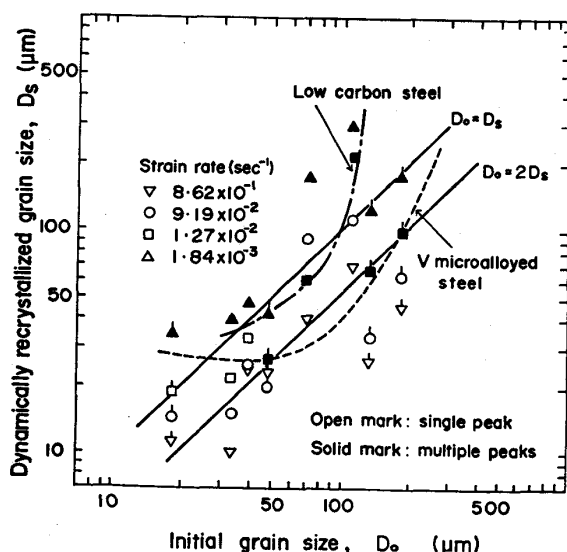


Fig. 10. Demonstration of the applicability of $D_0 = 2D_s$ criterion proposed by Sakai and Jonas in low carbon (0.16% C) steel and V microalloyed steel.

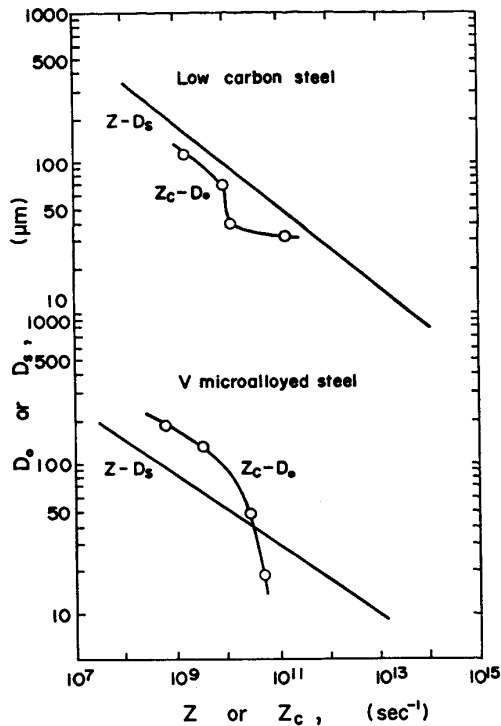


Fig. 11. Initial grain size, D_0 dependence of Z_c , and comparison with $Z-D_s$ relation in both low carbon and V microalloyed steels.

量添加鋼においては、細粒側で Z_c の D_0 依存性が乏しくなる傾向を示すとともに、 $Z-D_s$ 関係との実験範囲内での交差を示した。以上のように Z_c-D_0 および $Z-2D_s$ (あるいは D_s) に等価性が見出だされないことから、(4)式はある限られた範囲の初期粒径に対してのみ適用妥当性を有するものと考えざるを得ない。

Fig. 4 あるいは Fig. 5 において見られるように Z の低下とともに最初の多重ピークが出現する点と、最後に単一ピークが消失する点の間には Z の値における幅があり、この幅を通して、変形応力挙動の完全な遷移が起こると考えられる。

4.3 動的再結晶組織と変形応力挙動の相互関係

$Z_c=D_0$ と $Z=2D_s$ の等価性を根拠として酒井¹²⁾ および JONAS と SAKAI¹³⁾¹⁴⁾ は、動的再結晶生起時の組織-機構領域図を提唱している。しかし本研究結果のように両式に等価性が見出せない場合、この図は適用できず、動的再結晶による微視組織の挙動と変形応力挙動の相互関係はさらに複雑なものとなる。すなわち、Fig. 11 に示した実験事実を考慮して修正した組織-機構領域図は、多重ピークと粗大化および単一ピークと微細化の二つの領域のみからなるのではなく、それぞれの鋼に対して Fig. 12 に示すような状況であると考えることが妥当である。

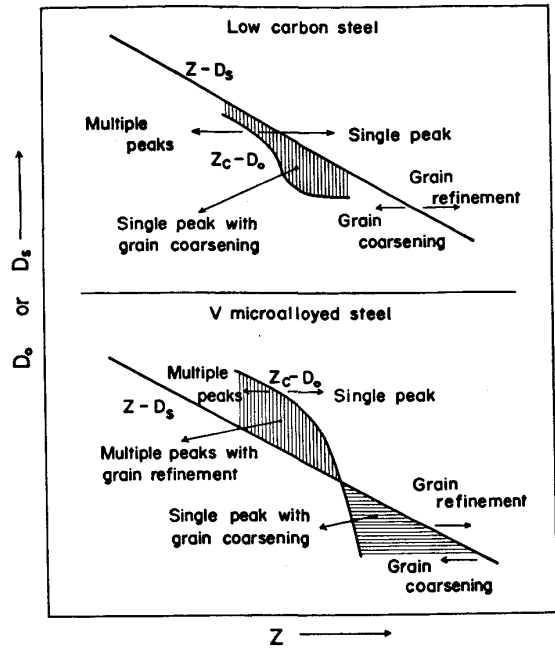


Fig. 12. Schematic representation of dynamic recrystallization behavior in both low carbon steel and V microalloyed steel.

5. 結 言

低炭素鋼およびV微量添加鋼の高温変形中の動的再結晶挙動を調査した結果を以下のようにまとめることができる。

(1) 供試両鋼は、本研究の試験条件の範囲内において典型的な動的再結晶型変形応力挙動を呈した。

(2) 動的再結晶粒径、 D_s は初期結晶粒径によらず変形条件 (ZENER-HOLLOMON) 因子、 Z の一義的関数であり、同一 Z に対しては、低炭素鋼よりV微量添加鋼においてわずかに細かいオーステナイト再結晶粒が得られた。

(3) 多重ピークから単一ピーク型への変形応力挙動の遷移条件の決定に対して、LUTON と SELLARS によって提案された $\epsilon_p = \epsilon_x$ なる条件式は、おおむね良好な目安となるが、真の遷移は、この条件式で決定される Z よりも低い値において生じていた。

(4) 変形応力挙動遷移に対する臨界の変形条件、 Z_c の初期結晶粒径、 D_0 依存性に関しては、 $Z-2D_s$ (あるいは D_s) 関係との等価性が見出されなかつた。このことから、SAKAI と JONAS による遷移条件式 $D_0 = 2D_s$ は限られた範囲にしか適用できないことが明らかとなつた。

(5) 変形応力挙動の遷移条件は、 Z を用いて表すことが妥当であるが、これを単一の値として表すことはで

きず, ある幅をもつた Z の領域を経て, 変形応力挙動の完全な遷移が起こった.

(6) 動的再結晶による微視組織的挙動と変形応力挙動との相互関係については, 多重ピークと粗大化そして単一ピークと微細化の組合せのみではなく, 多重ピークと微細化そして単一ピークと粗大化の二つの組合せを含めた四つの挙動が考えられる.

文 献

- 1) 中村正久, 植木正憲, 大宝雄蔵: 鉄と鋼, 58 (1972), p. A87
- 2) 中村正久, 植木正憲: 材料, 23 (1974), p. 182
- 3) T. NAKAMURA and M. UEKI: Trans. ISIJ., 15 (1975), p. 185
- 4) 酒井 拓: 日本金属学会会報, 17 (1978), p. 195
- 5) 牧 正志, 田村今男: 同上, 19 (1980), p. 59
- 6) 牧 正志, 田村今男: 材料, 30 (1981), p. 211
- 7) 田村今男: 日本金属学会会報, 21 (1982), p. 523
- 8) 関根 寛, 丸山忠克: 鉄と鋼, 59 (1973), p. A45
- 9) 関根 寛, 丸山忠克: 製鉄研究 (1976) 289, p. 11920
- 10) C. OUCHI and T. OKITA: Trans. ISIJ., 22 (1982), p. 543
- 11) 大内千秋: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 2081
- 12) 酒井 拓: 日本金属学会会報, 22 (1983), p. 1036
- 13) J. J. JONAS and T. SAKAI: Les Traitements Thermomécaniques, 24ème Colloque de Metallurgie, INSTN, Saclay (1981), p. 35
- 14) T. SAKAI and J. J. JONAS: Acta Metall., 32 (1984), p. 189
- 15) Y. OHTAKARA, T. NAKAMURA and S. SAKUI: Trans. ISIJ., 12 (1972), p. 36
- 16) 堀江史郎: 博士論文 [東京工業大学] (1979) p. 46
- 17) W. C. LESLIE: The Physical Metallurgy of Steels (1981), p. 135 [McGraw-Hill]
- 18) 作井誠太, 酒井 拓: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 285
- 19) 牧 正志, 赤坂耕一, 奥野耕次, 田村今男: 同上, 66 (1980), p. 1659
- 20) 矢田 浩, 松津伸彦, 松村義一, 富永治郎: 同上, 70 (1984), p. 2128
- 21) 中村正久, 植木正憲: 学振耐熱材料 123 委研究報告, 18 (1977), p. 243
- 22) M. J. LUTON and C. M. SELLARS: Acta Metall., 17 (1969), p. 1033
- 23) M. UEKI, S. HORIE and T. NAKAMURA: Scripta Metall., 19 (1985), p. 547
- 24) I. WEISS, T. SAKAI and J. J. JONAS: Met. Sci., 18 (1984), p. 77
- 25) S. SAKUI, T. SAKAI and K. TAKEISHI: Trans. ISIJ., 17 (1977), p. 718