

加工硬化と動的回復を考慮した 微量Nb添加鋼の熱間加工応力の定式化

吉江 淳彦*・藤田 崇史*・藤岡 政昭*・岡本健太郎*・森川 博文*²

Formulation of Flow Stress of Nb Added Steels
by Considering Work-hardening and Dynamic Recovery

Atsuhiko YOSHIE, Takashi FUJITA, Masaaki FUJIOKA, Kentaro OKAMOTO and Hirofumi MORIKAWA

Synopsis : Flow stress of Si-Mn steel and Nb added steels measured under the usual hot deformation conditions for the rolling of steel plates was formulated by taking strain hardening and dynamic recovery into consideration. The functions derived include variables of deformation conditions such as deformation temperature, strain and strain rate and metallurgical factors such as austenite grain size and Nb concentration. The calculated stress-strain relations and the stress-dislocation density relations show good correlation with experimental data. The increase in flow stress by Nb addition is due to the additional effects of the increase in strain hardening rate and the decrease in dynamic recovery rate leading to a high level of dislocation density just after deformation.

Key words : flow stress ; hot deformation ; stress-strain curves ; strain hardening ; dynamic recovery ; dislocation density ; Nb ; steel plate ; formulation ; high strength steel.

1. 緒言

の影響を分離することを試みた。

2. 供試鋼および実験条件

供試鋼の化学成分をTable 1に示す。0.10%C-1.37%Mn (mass%)を基本成分として真空溶解炉で溶製後、3つの鋳型に100kgずつ分湯し、その内の2つに0.009%と0.030%のNbを添加した。この100kg鋼塊より7mm^ø×12mm^tの円柱状の試験片を採取し、加工応力測定実験に供した。さらに同じ鋼塊から10mm^t×32mm^w×57mm^lの板状試料を採取し、加熱後のオーステナイト(以下γと略記する)粒径と析出Nb量の調査に供した。加工応力の測定は加工フォーマスター(富士電波(株)製)を用いて、Table 2に示す実験範囲

Table 1. Chemical compositions of steels tested. (mass%)

Steel	C	Si	Mn	Al	Nb	N
F0	0.10	0.20	1.37	0.027	0.0	0.0028
F1	0.10	0.20	1.37	0.027	0.009	0.0028
F3	0.10	0.20	1.37	0.027	0.030	0.0028

Table 2. Experimental conditions.

Reheating temperature	1000~1200°C
Deformation temperature	800~1000°C
Strain rate	0.02~50s ⁻¹

平成6年5月11日受付 平成6年9月2日受理 (Received on Mar. 11, 1994; Accepted on Sep. 2, 1994)

* 新日本製鉄(株)鉄鋼研究所 (Steel Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 20-1 Shintomi Futtsu 293)

* 2 新日本製鉄(株)先端技術研究所 (Advanced Materials & Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corp.)

で前述の円柱状試料を圧縮加工し、荷重、変位の測定値より真応力-真歪み曲線(以下SS曲線と略記する)を求めた。加熱温度までの昇温速度と加工温度までの冷却速度は5°C/sとし、加熱温度での保持時間は600sとした。加工の際には試料と台座との間に雲母箔を挿入して試料内の温度分布の均一化、試料のバルジング変形の抑制をはかることにより均一に近い変形を行った。圧縮加工中の歪み速度は一定に保った。加工直後に焼入れた試料を光学顕微鏡で観察することにより、今回の実験条件では γ の動的再結晶が生じなかつたことを確認した。また、同じ試料から採取した抽出レプリカを透過電子顕微鏡を用いて倍率4万倍で観察することにより、加工中にNbが析出していないことを確認した。

3. 実験結果

種々の加熱温度で600s保持後ただちに焼入れた板状試料を板厚方向に2等分し、それぞれを抽出残渣分析法による固溶Nb量の調査と切断法による γ 粒径の調査にあてた。両者の測定値と加熱温度の関係をFig. 1, Fig. 2にそれぞれ示す。固溶Nb量は、0.009%Nb添加鋼を1000°C加熱した場合を除いてNordberg¹³⁾のNbCの溶解度積の式による計算結果と良い対応を示したため、後述の定式化の際にはこの計算値を用いた。 γ 粒径はFig. 2の実測値を用いた。0.009%Nb鋼を1000°C加熱した場合は、固溶Nb量の計算値と実測値との間に0.0028%の誤差がある。この誤差を無視した影響については後述する。

加工応力に及ぼす固溶Nb量及び加工条件の影響をFig. 3～5に示す。加工応力の代表値として、真歪み $\varepsilon=0.1$ における真応力 σ の対数値を示した。また、固溶Nb量は前述の計算値を用いた。同一加熱温度でも添加Nb量が異なると加

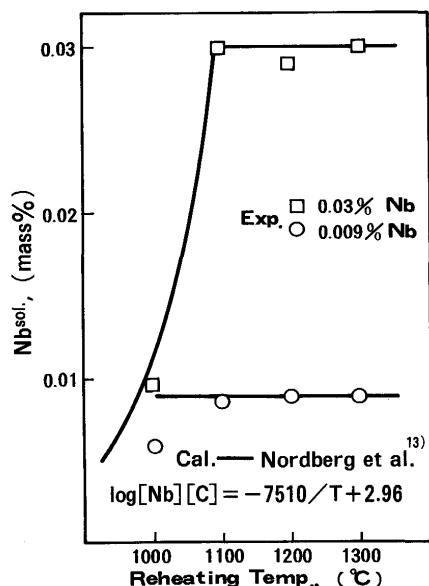


Fig. 1. Effect of reheating temperature on the amount of Nb in solution.

工前の γ 粒径が異なるため、これらの図では純粹な固溶Nb量と γ 粒径の影響が分離されていない。しかしこれらの図から、固溶Nb量の増加、加熱温度の低下(主として γ 粒径減

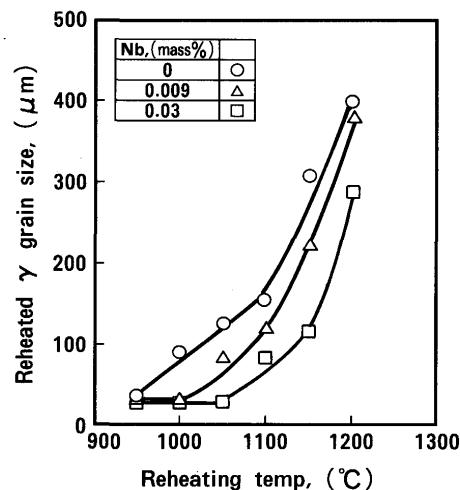


Fig. 2. Effect of reheating temperature on austenite grain size.

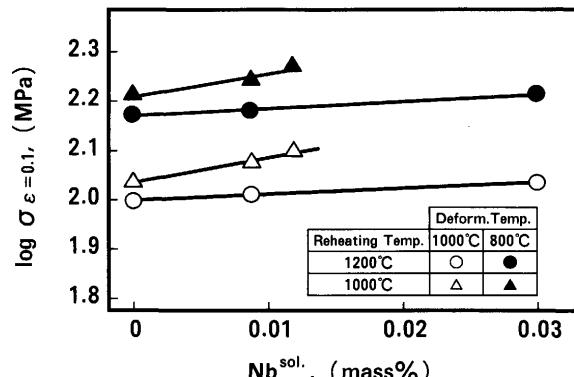


Fig. 3. Effect of solute Nb on flow stress under a constant strain rate of 5s⁻¹.

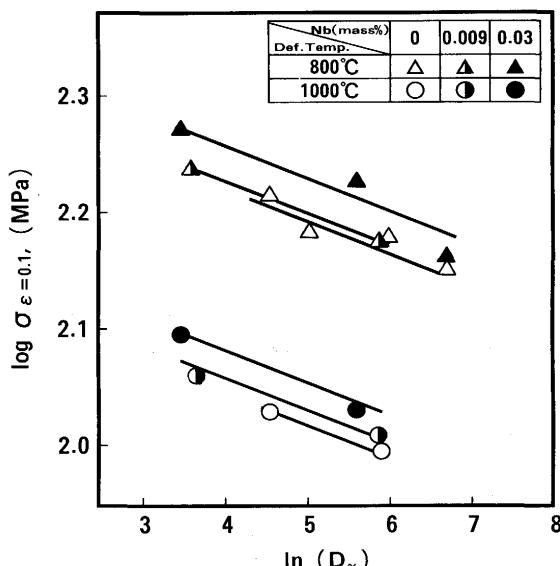


Fig. 4. Effect of austenite grain size on flow stress under a constant strain rate of 5s⁻¹.

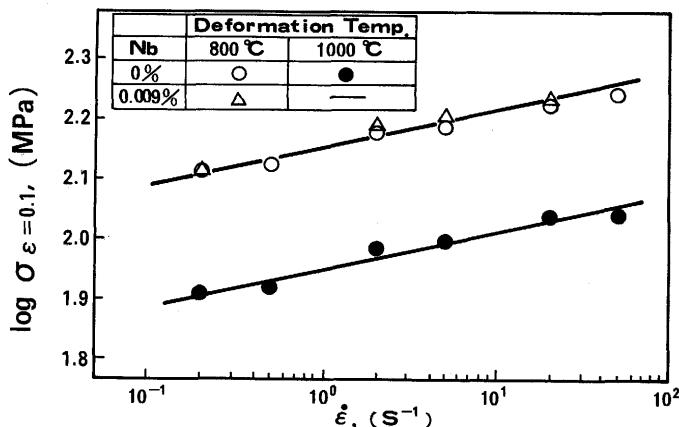


Fig. 5. Effect of strain rate on flow stress.

少の効果), 加工温度の低下, 歪み速度の上昇に従い σ の対数値がほぼ直線的に増加するという傾向は知られる。 σ の測定値を井上¹⁾が提案した重回帰式の型の変形抵抗式で整理すると(1)式が求まる。(1)式中の ϵ の指数や温度項の定数の値は, これまでに報告されている円柱の衝撃圧縮試験結果³⁾や熱間引張り試験結果¹⁵⁾に基づく変形抵抗式中の定数の値と比較的良好く一致するため, 今回の σ の測定値が他の試験法による測定値と比較して妥当であることが確認された。

$$\sigma = 22.7 \epsilon^{0.223} \dot{\epsilon}^{0.0480} D_r^{-0.070} \exp(2880/T) \exp(3.01 \times Nb) \quad (1)$$

ここで, σ ; 加工真応力(MPa), ϵ ; 真歪み, $\dot{\epsilon}$; 歪み速度(s^{-1}), D_r ; γ 粒径(μm), T ; 加工温度(K), Nb ; 添加Nb量(mass%)である。

4. 熱間加工応力の定式化

4・1 加工応力と転位密度との関係式

一般に, 加工応力は(2)式で表される。

$$\sigma = \sigma_i + \sigma_e \quad (2)$$

ここで, σ ; 加工応力, σ_i ; 内部応力, σ_e ; 有効応力である。定式化のためには, 実際の熱間圧延で測定される応力 σ に占める σ_i と σ_e の割合を知る必要がある。Al-Mg合金に関しては, 堀内と吉永⁸⁾が溶質雰囲気から離脱する転位の限界速度を理論的に示した。本実験条件では $\dot{\epsilon}$ が $2 \times 10^{-2} \sim 50 s^{-1}$, 加工温度が $800 \sim 1000 ^\circ C$ の範囲にある。この条件で溶質雰囲気が刃状転位に追従するために必要な転位密度を堀内らの手法で計算したところ, 1.37 mass% Mnの場合で $10^{14} m^{-2}$ 以上が必要となることが知られた。後述のFig. 7に示すように, 通常の熱間加工で転位密度がこのように高くなるとは考え難いため, 本実験範囲では転位が溶質雰囲気を離脱しており, σ は σ_i にほぼ等しいものと考えられる。そこで以後の解析では, σ_i を示す(3)式で σ を近似した。

$$\sigma = \sigma_i = \alpha G b (\rho - \rho_0)^{0.5} \quad (3)$$

ここで, α ; 定数, G ; 剛性率($8 \times 10^4 MPa$), b ; バーガースペクトル($2.6 \times 10^{-10} m$), ρ ; 平均転位密度, ρ_0 ; 初期転位密度($10^{12} m^{-2}$)である。通常は(2)式の右辺は $\rho^{0.5}$ に比例するが, 後述の式中の定数の値を極力解析的に求めるために(3)式の記述を行った。一般に $\rho > > \rho_0$ であるため(3)式の記述は特に問題を生じない。

4・2 歪みと転位密度との関係式

熱間加工を受ける金属の内部では転位の増殖による加工硬化と動的回復による転位の減少が同時に起こり, 加工応力は両者のバランスによって決定される¹⁴⁾。転位密度も同様に加工硬化過程での増加量と動的回復による減少量のバランスにより決まる仮定して, 転位密度を(4)式のように全微分の形で表す¹⁰⁾¹¹⁾。

$$d\rho = \left(\frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} \right) d\epsilon + \left(\frac{\partial \rho}{\partial t} \right) dt \quad (4)$$

加工度の増加に従って転位密度が一様に増加すると考えると右辺第1項の $(\partial \rho / \partial \epsilon)$ は(5)式のようにおくことができる。

$$\frac{\partial \rho}{\partial \epsilon} = b \cdot \epsilon^m \quad (5)$$

ここで, b は所定の歪みに対する転位密度の増加率を表す係数であり, 加工温度, γ 粒径, 歪み速度, 固溶Nb量, 析出Nb量の影響を受けると考えられる。 b の各因子に対する依存性は不明であるが, 加工硬化過程での転位密度の増加が温度に依存すること²¹⁾を考慮して(6)式で表した。また(1)式でNbの効果が比較的良好整理できたためNbの影響を(7)式で表した。ただし, 今回の実験範囲ではNb析出物は加熱時に溶け残った粗大な析出物のみであり, このNb析出物は σ に対して固溶Nbとは異なる寄与をすると予想されるため, 両者を分離して式に入れた。また, 歪みが比較的小さいうちは転位密度が歪みに比例すると考えられるとのJohnstonら¹⁶⁾の報告に従い, $m=0$ とおいた。

$$b = b_0 D_r^{m_b} \epsilon^{n_b} \exp(Q_b/RT) \quad (6)$$

$$b_0 = b_{00} \cdot \exp(A \cdot Nb^{sol} + B \cdot Nb^{pre}) \quad (7)$$

ここで, R ; ガス定数($8.31 J/mol \cdot K$), Nb^{sol} , Nb^{pre} ; それぞれ固溶Nb量, 析出Nb量, m_b , n_b , b_{00} , A , B , Q_b は定数である。一方, (4)式の右辺第2項の $(\partial \rho / \partial t)$ は一般に(8)式のようにおける。

$$\left(\frac{\partial \rho}{\partial t} \right) = -c \cdot (\rho - \rho_0)^n \quad (8)$$

ここで, n は転位の回復の機構によって以下の値をとる指標である¹⁷⁾。①転位が上昇運動によって粒界に吸収されて消滅する場合; $n=1$, ②異符号のバーガースペクトルを有する転位対が合体消滅する場合; $n=2$ 。①, ②の機構は同時に起こる可能性があるため, n は1と2の中間の値をとる可

能性がある。しかし γ -Fe のように積層欠陥エネルギーが低い面心立方金属では転位が交差すべりし難く②の機構は起これにくいため¹⁸⁾、今回は①の機構が支配的であると仮定して $n=1$ とおいた。(8)式中の c は回復による転位密度の減少速度の大きさを表す係数であり、加工温度、 γ 粒径、歪み速度、固溶Nb量、析出Nb量の影響を受ける可能性がある。 c の各因子に対する依存性は不明であるが、回復が熱活性化過程で生ずることや、(1)式で Nb の効果が比較的良く整理できたことを考慮して、(9)、(10)式の関数型を仮定した。

$$c = c_0 D_r^{mc} \dot{\varepsilon}^{nc} \exp(Q_c/RT) \quad \dots \dots \dots \quad (9)$$

$$c_0 = c_{00} \cdot \exp(C \cdot Nb^{sol} + D \cdot Nb^{pre}) \quad \dots \dots \dots \quad (10)$$

ここで、 m_c , n_c , c_{00} , C , D , Q_c は定数である。 $m=0$, $n=1$ として(4)式に(5), (8)式を代入し、加工中の歪み速度一定の条件で積分すると歪みと転位密度の関係式(11)式が得られる。

(3)式と(11)式により、任意の加工条件における $\sigma - \varepsilon - \rho$ の関係を求めることができる。

4・3 未定係数 α , b , c の値の決定法

次に σ の実測値をもとに未定係数 a, b, c の値を決定する。まず c の値を決定する。(3)式に(11)式を代入し、両辺を2乗すると(12)式が求まる。

ここで右辺の $\exp(-c\varepsilon/\dot{\varepsilon})$ を展開し、4次項以上を省略すると(13)式が求まる。

ここで、 $X_1 = ac/\dot{\varepsilon}$ 、 $X_2 = -1/2 \cdot a(c/\dot{\varepsilon})^2$ 、 $X_3 = 1/6 \cdot a(c/\dot{\varepsilon})^3$ 、 $a = (\alpha G b)^2 (b \dot{\varepsilon} / c)$ である。 X_1 、 X_2 から c は例えれば(14)式のように求まる。

以上のように、係数cの値は解析的に決定することができる。この手順で全てのSS曲線についてcの値を求め、これらの値と(9)、(10)式の計算値が一致するように式中の定数の値を定めた。

次に未定係数 α および b の値を決定する。(12)式中の未定係数 α および b は解析的には求まらず、数値計算により求められる。Takeuchiらのレビューによると¹⁹⁾、種々の面心立方金属の α の値は0.2~2.0の範囲にあるため、初期値として $\alpha=0.1$ を与えて収束計算を行ったところ、比較的容易に収束して α と b の値が同時に求まった。全ての応力-歪み曲線について求めた α の値は1.5~2.0の範囲にあり、その平均値は1.83であった。これは従来報告されている非鉄面心立方金属の値の範囲にある。そこで $\alpha=1.83$ と固定して、(12)式を用いて再計算することにより、全ての加工条件について b の値を求め、これらの値と(6)、(7)式の計算値が一致するよう定数の値を定めた。求まった全ての定数の値をTable 3に示す。Dの値は極めて小さかったため0とした。固溶Nb量の計算値と実測値で0.0028%の誤差があった0.009%Nb鋼を1000°C加熱した場合では、 b で約1%， σ で約0.6%の誤差が生ずる可能性があるが、この誤差は工業的に無視しうるほど小さいと考えられる。

加工温度、歪み速度、固溶Nb量を変化させた場合のSS曲線の計算結果と実験結果との比較をFig. 6 (a)～(c)に示す。いずれの場合も両者は比較的良好な対応を示しており、本定式化の有効性が確認された。

Table 3. Constants for equations (6) ~ (10).

b_{oo} (mm^{-2})	1.33×10^7	n_b	0.105	$D(\text{mass}\%^{-1})$	0.0
A ($\text{mass}\%^{-1}$)	0.92	$Q_b (\text{JK}^{-1}\text{mol}^{-1})$	34100	m_c	-0.182
B ($\text{mass}\%^{-1}$)	5.41	$c_{oo} (\text{s}^{-1})$	144	n_c	1.02
m_b	-0.207	C ($\text{mass}\%^{-1}$)	-4.30	$Q_c (\text{JK}^{-1}\text{mol}^{-1})$	-18200

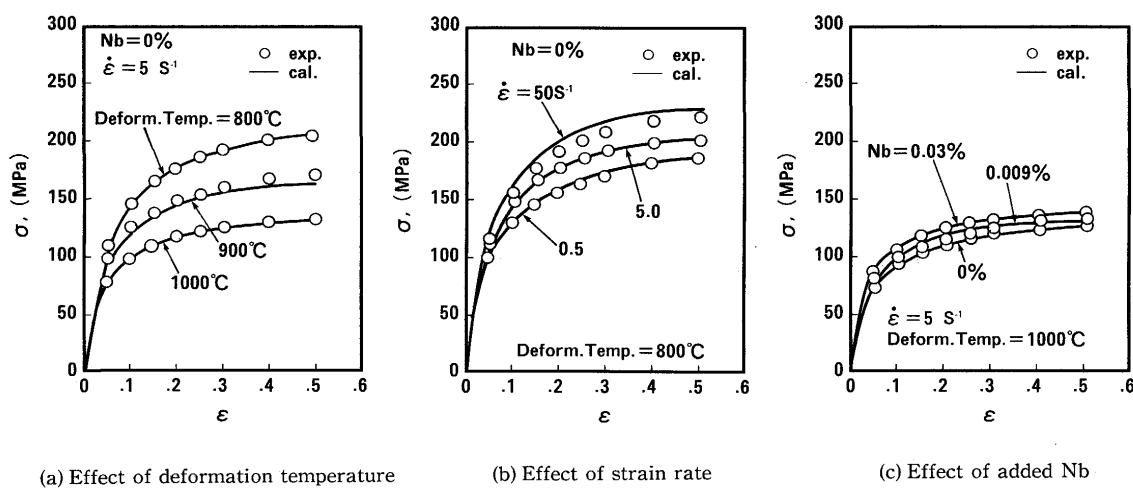


Fig. 6. Comparison of measured and calculated stress-strain curves.

5. 考察

5・1 転位密度に及ぼすNbの影響

熱間加工中の炭素鋼の転位密度の変化を直接観察した例は報告されていないが、変態のない非鉄金属では熱間変形応力と転位密度の関係が報告されている。Fig. 7は中島²⁰⁾によってまとめられた面心立方非鉄金属の熱間変形時の内部応力と転位密度の関係に、今回求めた転位密度の計算値を合わせて示したものである。これによると今回の計算値は従来の非鉄の報告値と良い対応を示し、結晶構造が同じであれば熱間加工応力と転位密度の関係は基本的に同様の傾向を示すことが示唆される。

Fig. 8は固溶Nb量をパラメーターとして ε と ρ の関係を計

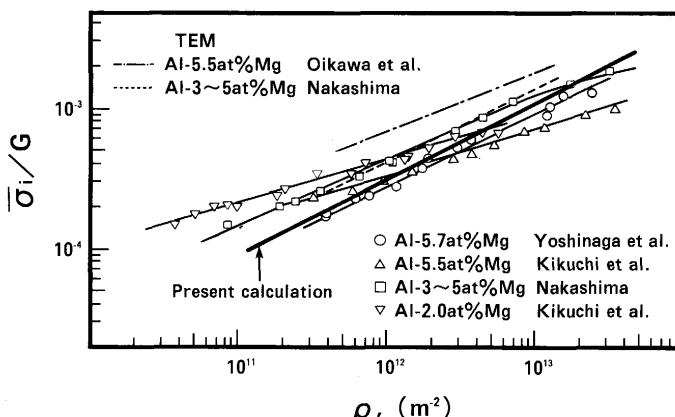


Fig. 7. Comparison of relation between dislocation density and internal stress based on Nakashima's work²⁰⁾.

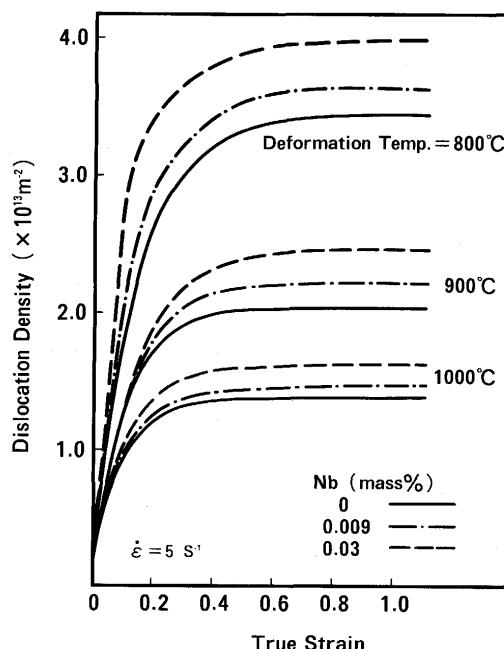


Fig. 8. Relation between true strain and calculated average dislocation density.

算した結果を示したものである。これによると ρ は圧延歪みが0.3程度で飽和するため、実際の圧延工程で未再結晶温度域での圧下率をある程度以上高めても ρ はあまり増加しないことが示唆される。 ρ を増加させるためには加工温度を低下させることが最も有効であるが、固溶Nb量の増加によっても同一の ε に対する ρ が高くなることがわかる。

5・2 動的回復および加工硬化に及ぼすNbの影響

動的回復の速さを表す係数cの値と加工硬化の大きさを表す係数bの値を加工温度の逆数で整理したものをそれぞれFig. 9, 10に示す。Fig. 9によると、cの値は加工温度が高く、

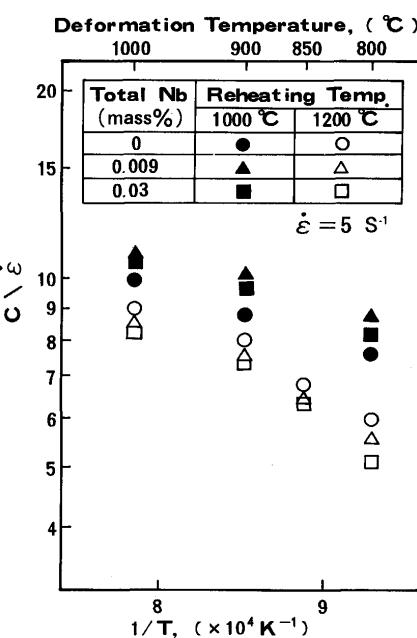


Fig. 9. Effect of deformation temperature on value of coefficient, c.

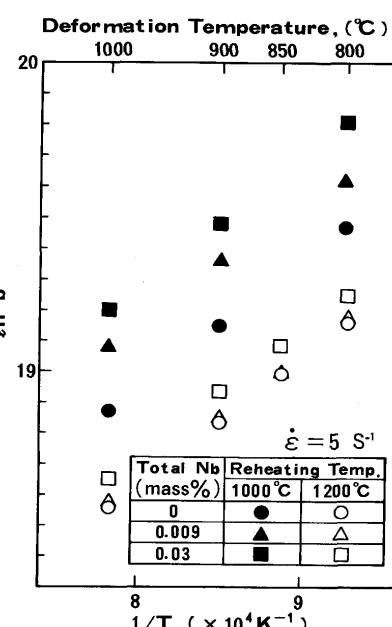


Fig. 10. Effect of deformation temperature on value of coefficient, b.

加熱温度が低い (γ 粒径が小さい) ものほど大きい。Nb量の影響は一見して明らかではないが、これはNbが直接動的回復の速さに影響を及ぼす効果とNb添加による加工前の γ 粒径の微細化効果が重畠したためと考えられる。今回の実験で γ 粒径が $380\mu\text{m}$ とほぼ同じであった図中の○印と△印では明らかに△印のcの値が小さく、Nb添加により動的回復が抑制されることがわかる。これは転位の運動がNbにより抑制されるためと考えられる。

Fig.10によると、bは加工温度が低く、 γ 粒径が小さく、Nb量が多いほど増加する。Nb析出物が存在する場合はOr-owanの機構による転位の増殖を通じて加工硬化率が増加する可能性はあるが、固溶Nbの存在により転位が増殖する機構は報告されていない。しかし固溶Nbによる加工硬化率の増加を考慮しなければ本手法による σ 、 ρ および動的回復の速さ等の計算値が妥当なものとならず、固溶Nbにより加工硬化率が増加すると考えざるをえない。固溶Nbが加工中の転位の増殖に影響を及ぼす機構としては、Nb原子により運動を抑制された転位が支柱転位となってFrank-Read機構で増殖することが考えられる。

以上の結果から、Nb添加による σ の増加は、加工中に ρ の増加を助長する効果と加工中に ρ の減少を抑制する効果の両者が重畠した結果、もたらされるものと考えられる。

6. 結論

(1) 従来クリープ変形のような低速変形で用いられる転位論に基づく記述式を $2 \times 10^{-2} \leq \dot{\epsilon} \leq 50\text{s}^{-1}$ の高速変形に拡張して適用し、Si-Mn系および微量Nb系厚鋼板の熱間圧延と同様の加工条件下における加工応力、真歪み、平均転位密度の関係を固溶/析出Nb量と加工条件の関数として定式化した。本手法による応力-歪み曲線の計算値は実測値と良

い対応を示し、本手法の妥当性を確認した

(2) 応力-歪み曲線の測定値から加工硬化率と動的回復速度を分離して定式化する手法を示し、各々に及ぼす固溶Nb量、析出Nb量、加工温度、歪み速度の影響を明らかにした。固溶Nbは加工中の転位密度の増加を助長する効果と加工中の転位密度の減少を抑制する効果をもたらし、両者の重畠効果により加工応力が増加すると考えられる。

最後に、本報告に関してご討論いただいた九州大学工学部 吉永日出男教授をはじめ日本鉄鋼協会特基研究会「変形特性の予測と制御部会」の委員各位に感謝する。

文 献

- 1) 井上勝郎：鉄と鋼，41 (1955), p.506
- 2) C.M.Sellars and W.J.M.Tegart : Mem. Sci. Rev. Met., 63 (1966), p.731
- 3) 美坂佳助、吉本友吉：塑性と加工, 8 (1967), p.414
- 4) 志田 茂：塑性と加工, 9 (1968), p.127
- 5) 五弓勇雄、木原謙二：塑性と加工, 6 (1965), p.403
- 6) 酒井 拓、大橋正幸：鉄と鋼, 67 (1981), p.2000
- 7) J.E.Bailey and P.B.Hirsch : Phil. Mag., 5 (1960), p.485
- 8) 堀内 良、吉永日出男：日本金属学会誌, 29 (1965), p.351
- 9) H.Oikawa and S.Nanba : Trans. ISIJ, 27 (1987), p.402
- 10) 濱沼武秀、矢田 浩、松村義一、濱渕修一、中島浩衛：鉄と鋼, 70 (1984), p.1392
- 11) A.Yoshie, H.Morikawa, Y.Onoe and K.Ito : Trans. ISIJ, 27 (1987), p.425
- 12) 中島英治、岩崎浩司、後藤正治、吉永日出男：日本金属学会誌, 52 (1988), p.180
- 13) H.Nordberg and B.Aaronson : JISI, 206 (1968), p.1263
- 14) K.Mitra and D.McLean : Proc. Roy. Soc., A295 (1966), p.288
- 15) Y.Saito : Trans. ISIJ, 27 (1987), p.419
- 16) W.G.Johnston and J.J.Gilman : J.Appl. Phys., 30 (1959), p.129
- 17) R.Sandström : Acta. Met., 25 (1977), p.897
- 18) 鈴木秀次：金属の強さ, (1981), p.154 [アグネ]
- 19) S.Takeuchi and A.S.Argon : J.Mater. Sci., 11 (1976), p.1542
- 20) 中島英治：九州大学学位論文, (1990)
- 21) H.Nakashima, M.Watase and H.Yoshinaga : Trans. JIM, 27 (1986), p.122
- 22) 例えば、C.Ouchi, T.Okita, T.Ichihara and Y.Ueno : Trans. ISIJ, 20 (1980), p.833