

# 熱間加工オーステナイトの再結晶粒の成長速度に及ぼす 未再結晶部の転位密度の影響

吉江 淳彦\*・藤田 崇史\*・藤岡 政昭\*・岡本 健太郎\*・森川 博文\*<sup>2</sup>・間瀬 秀里\*

Effect of Dislocation Density in an Unrecrystallized Part of Austenite on  
Growth Rate of Recrystallizing Grain

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

**Synopsis :** The growth rate of recrystallizing austenite grains of Si-Mn steels and Nb added steels after hot deformation was investigated by measurement of the fraction of recrystallized austenite and recrystallized austenite grain size. The fraction of recrystallized austenite (Xcr) at which the mechanism of recrystallization changed from nucleation and growth (NG) to site saturation (SS) was formulated as a function of Nb concentration and deformation conditions. According to the increase in deformation temperature and strain, Xcr increases while the increase in Nb in solution decreases Xcr.

The growth rate of recrystallizing austenite was also formulated as a function of strain energy (Fv) and Nb concentration. Strain energy, Fv is calculated with the dislocation density decreasing due to static recovery during holding time after deformation by the method shown in the previous reports. The growth rate decreases rapidly after deformation due to the decrease in Fv and is obviously restrained by Nb addition.

**Key words :** austenite ; dislocation density ; strain energy ; recovery ; recrystallization ; growth rate ; grain size ; steel plate ; Nb added steel ; formulation ; high strength steel ; nucleation and growth ; site saturation.

## 1. 緒言

鉄鋼材料の熱間圧延工程ではオーステナイト ( $\gamma$ ) の加工硬化、回復、再結晶等の現象が相互に影響しあう。 $\gamma$  は圧延終了後種々の組織に変態するが、その変態挙動は変態前の  $\gamma$  の組織状態に強く依存する<sup>1)2)</sup>。このため  $\gamma$  組織の変化と圧延条件の関係を明確にすることが重要である。著者らは前報<sup>3)9)</sup>で、厚板圧延と同様の条件で熱間加工した  $\gamma$  の加工硬化、静的回復に及ぼす Nb 添加量と加工条件の影響を定式化した。静的回復に引き続いて起こる  $\gamma$  の熱延再結晶挙動についてはこれまでに多くの報告があるが<sup>3)~7)</sup>、鋼の熱延再結晶の進行に伴う Nucleation & Growth (以下 NG) 機構から Site-Saturation (以下 SS) 機構への移り変わりや、再結晶粒の核生成速度 I や粒成長速度 G の変化等の基本的な現象は十分に検討がなされていない。再結晶率 X は Johnson-Mehl-Avrami の式<sup>13)14)</sup>に基づく簡易式<sup>3)~7)</sup>で良く整理されることが示されているが、これらの簡易式は上記の現象を無視しているため、適用範囲や計算精度に限界がある。本報では、まず再結晶の機構が NG から SS へ移り変わる再結晶率に及ぼす Nb 添加量と加工条件の影響を明らかにする。次に、前報<sup>3)9)</sup>までに示した手法で熱間加工および加工後の静的回復に伴

う転位密度  $\rho$  の変化を計算し、再結晶粒の粒成長速度 G を  $\rho$  の関数として定式化することを試みた。

## 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 を基本成分として添加 Nb 量を 0~0.03% の範囲で変化させた。300kg 真空溶解炉で溶製後 3 分鑄した 100kg 鋼塊より 10 (厚) × 18 × 150 (mm) の試験片を採取し、加工-焼入れ試験に供した。焼入れの際の冷却速度を高めるために、試験片の被熱間加工部のみを厚さ 5 mm に減厚した。

この試験片を、熱間加工シミュレーター<sup>10)</sup>を用いて所定の条件で熱間加工し、そのまま加工温度で所定の時間保持した後水焼入れにより急冷した。実験条件は Fig. 1 に示すように加熱温度 ( $\gamma$  粒径、固溶 Nb 量)、加工温度、歪みおよび加工後の保持時間を変化させた。焼入れた試料を幅方向に 2

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

Steel	C	Si	Mn	Al	Nb	N
T0	0.10	0.20	1.37	0.027	0.0	0.0028
T1	0.10	0.20	1.37	0.027	0.010	0.0028
T3	0.10	0.20	1.37	0.027	0.030	0.0028

平成 6 年 5 月 27 日受付 平成 6 年 9 月 2 日受理 (Received on May 27, 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.)

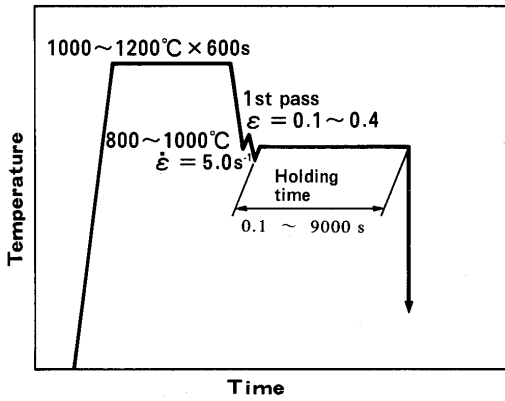


Fig. 1. Schematic illustration of experimental conditions.

等分し、切断面を鏡面研磨後ピクリン酸で腐食することにより変態前の $\gamma$ 粒界(旧 $\gamma$ 粒界)を現出させ、これを光学顕微鏡により観察した。さらに加工直後に焼入れた試料から抽出レプリカを採取し電子顕微鏡で観察した。その結果、今回の実験条件の範囲では $\gamma$ の動的再結晶、加工中のNbの析出ともに生じていないことが知られた。被加工部の旧 $\gamma$ 粒界の4視野連続写真(倍率50倍~200倍)をもとに、 $\gamma$ の再結晶率と再結晶粒の平均切断粒径をそれぞれポイントカウンティング法および切断法で測定した。さらに平均切断粒径をASTM公称粒径に換算した<sup>11)</sup>。

### 3. 実験結果

$\gamma$ の再結晶進行過程の例として、Si-Mn鋼を1200°Cで加熱

し、900°Cで真歪み $\epsilon=0.4$ の加工を施し、同温度で保持した場合の再結晶進行の様子をFig. 2に示す。再結晶は加工後約4sで開始し、まず旧 $\gamma$ 粒界に微細な再結晶粒が生成することがわかる。保持時間の増加に従って再結晶が進み、再結晶が完了するには加工後約1000sを要した。再結晶完了後の平均粒径は57 $\mu\text{m}$ であった。

加工後の保持時間と、前述の方法で測定した再結晶率との関係の例をFig. 3に示す。これは加工・保持温度T、 $\epsilon$ 、および添加Nb量を変化させた実験結果である。0.01%Nb鋼では加工・保持温度の高いものほど、また加工歪みの大きいものほど再結晶の進行が速い。また、同一の加工条件で比較すると、Si-Mn鋼に比して0.01%Nb鋼の再結晶が抑制されることがわかる。これらの結果は従来の報告と同様である<sup>12)</sup>。

通常の厚板圧延のパス間時間は10s程度であるので、横軸=10sの時点での再結晶率を見れば工業的な見地からパス間での再結晶/未再結晶の有無を概ね把握できる。加工温度=900°Cで $\epsilon=0.4$ の場合、Si-Mn鋼では再結晶率が95%であり、0.01%Nb鋼では23%であるため、微量のNb添加により十分に再結晶が抑制されることがわかる。

Fig. 4に再結晶率とASTM公称粒径で表した再結晶部の平均粒径 $D_{\text{rec}}$  ( $\mu\text{m}$ ) の関係を示す。いずれの $\epsilon$ の場合も再結晶率の増加に従い再結晶粒径は単調に増加し、再結晶完了後の粒径は加工温度やNb量にあまり依存せず $\epsilon$ の大きさによりほぼ決まることがわかる。Fig. 3に見られたように、加工温度や添加Nb量は再結晶の進行速度に大きな影響を及ぼすが、それらが再結晶粒径に及ぼす影響は $\epsilon$ に比べるとか

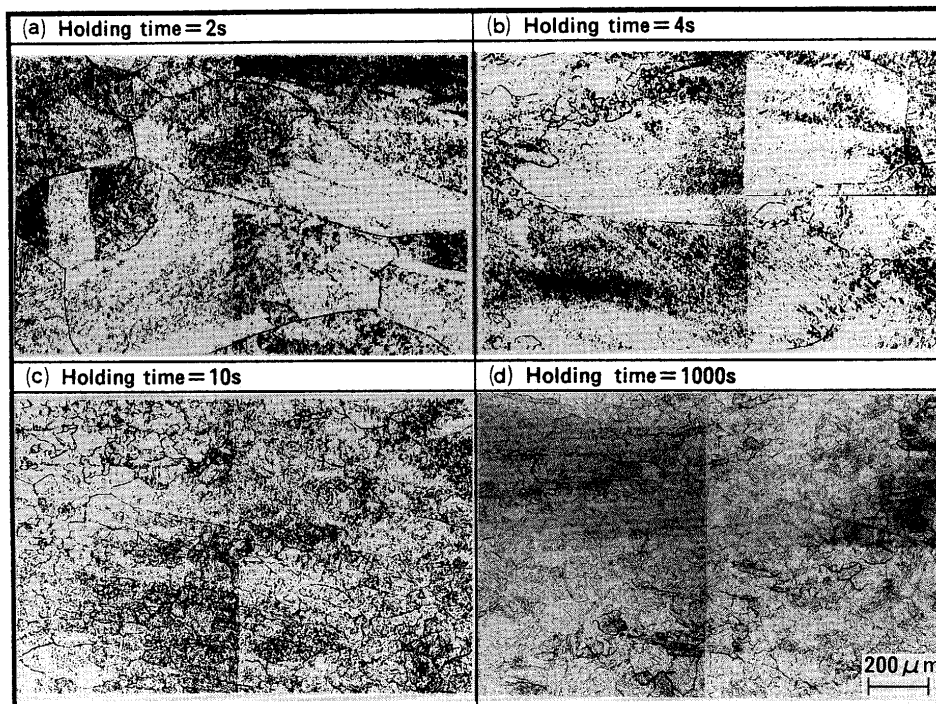


Fig. 2. Change in prior austenite structure during holding time (0.01mass%Nb, Reheating temp.=1200°C, Deformation temp.=900°C,  $\epsilon=0.4$ ).

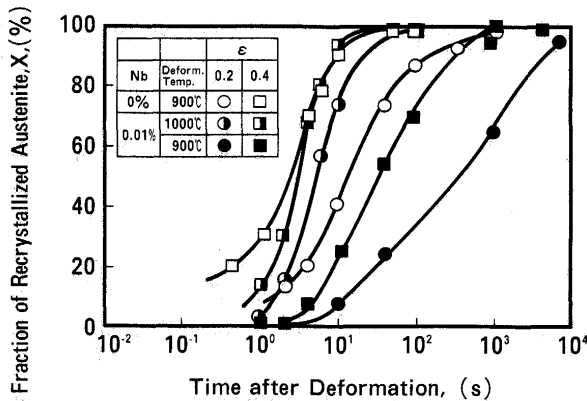


Fig. 3. Relation between holding time after deformation and fraction of recrystallized austenite (Reheating temp. = 1200°C).

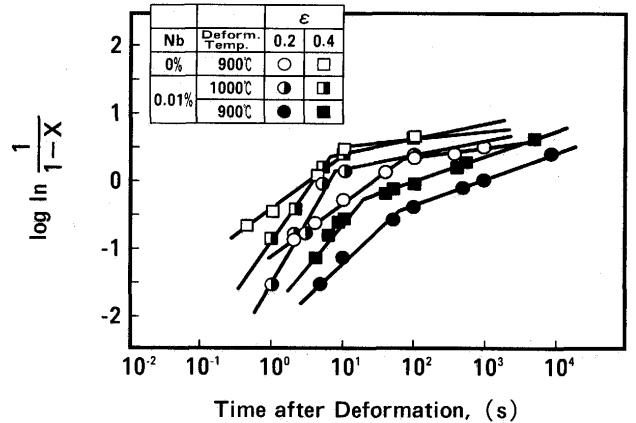


Fig. 5. Replot of relation between holding time after deformation and fraction of recrystallized austenite (Avrami plot, Reheating temp. = 1200°C).

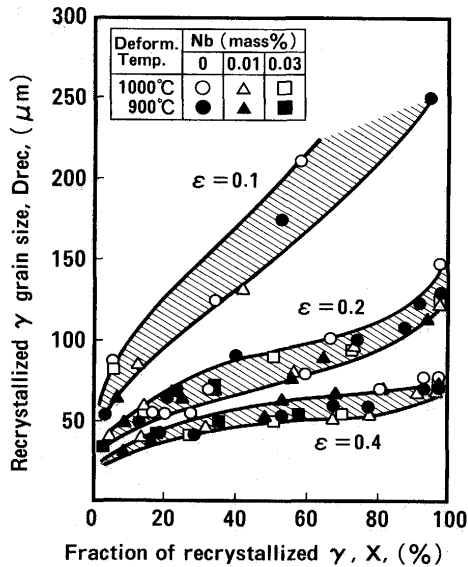


Fig. 4. Relation between fraction of recrystallized austenite and recrystallized austenite grain size (Reheating temp. = 1200°C).

Gや核生成速度Iを一定と仮定してCahn<sup>17)</sup>が導いた多結晶体の再結晶の速度式によると、再結晶がNGで進行する場合の時間指数は、核生成サイトが結晶の粒界面、稜、角隅にかかわらず4である。一方、再結晶がSSで進行する場合の時間指数は、核生成サイトが結晶の粒界面、稜、角隅の場合に、それぞれ1, 2, 3となり、いずれの核生成サイトの場合でもNGからSSに移り変わるにより時間指数が減少する。Avramiプロットでは、この時間指数の値が直線の勾配となるため、Fig. 5の直線の勾配の変化は再結晶の機構がNGからSSへ変化したためと予想される。ただし、これらの勾配はCahnの示した時間指数より小さい。これは、AlについてVandermeerら<sup>15)</sup>が示したように、未再結晶部の回復により再結晶粒のGやIが減少するためと考えられる。

次に単位面積（ここでは1 mm<sup>2</sup>とする）あたりの結晶粒の個数N<sub>γ</sub>を計算する。観察面が全て再結晶粒で占められている場合は、1 mm<sup>2</sup>あたりの再結晶粒の数は(D<sub>rec</sub>/1000)<sup>-2</sup>に等しい<sup>23)</sup>。再結晶率がXの時点では、再結晶粒で占められる面積はXmm<sup>2</sup>となるため、N<sub>γ</sub>は(3)式で表される。

$$N_{\gamma} = (1000/D_{rec})^2 X \dots\dots\dots (3)$$

Fig. 4と同じ加工条件の場合について、再結晶率XとN<sub>γ</sub>の関係を整理したものをFig. 6に示す。N<sub>γ</sub>はXがある値になった時点で飽和し、それ以上の再結晶率では逆に減少する場合もある。粒数が増加しない時点では核生成がほぼ終了していると考えられるため、粒数が最高値をとる再結晶率X<sub>crn</sub>の前後で再結晶の機構がNGからSSに変化すると予想される。X<sub>crn</sub>より大きい再結晶率でN<sub>γ</sub>が減少するのは、再結晶粒どうしが合体するためと思われる。しかし今回の実験範囲ではN<sub>γ</sub>の最高値に対して減少量が少ないため工業的には無視しうる範囲と考え、再結晶粒の合体については考慮しないこととする。

Fig. 5に示したAvramiプロットの勾配が変化する点の再結晶率X<sub>cra</sub>をFig. 6中に矢印で示した。また、X<sub>cra</sub>とX<sub>crn</sub>と

なり小さい。

## 4. 考察

### 4・1 再結晶の機構の変化

前述の再結晶率XをJohnson-Mehl-Avramiの型の式<sup>13)14)</sup>で示すと(1)式ようになる。この両辺を2回対数をとると(2)式となり、(1-X)の逆数と加工後の時間の対数値が直線関係となる(いわゆるAvramiプロット)。

$$X = 1 - \exp(-Bt^k) \dots\dots\dots (1)$$

$$\log\{\ln[1/(1-X)]\} = \log(B) + k \log(t) \dots\dots\dots (2)$$

ここで、B, kは定数、tは加工後の経過時間である。Xの測定値を(2)式に代入して図示した例がFig. 5である。いずれの添加Nb量や加工・保持温度の場合も直線の勾配が1~2から0.5以下に変化する点がある。再結晶粒の成長速度

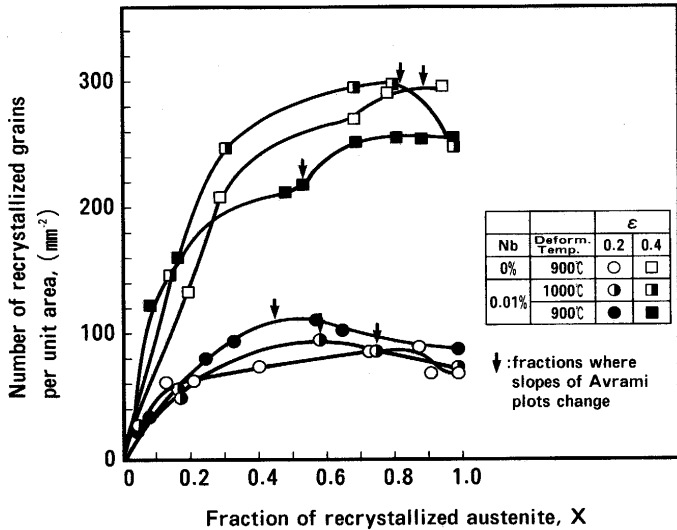


Fig. 6. Relation between fraction of recrystallized austenite and number of recrystallized grains per unit area (Reheating temp. = 1200°C).

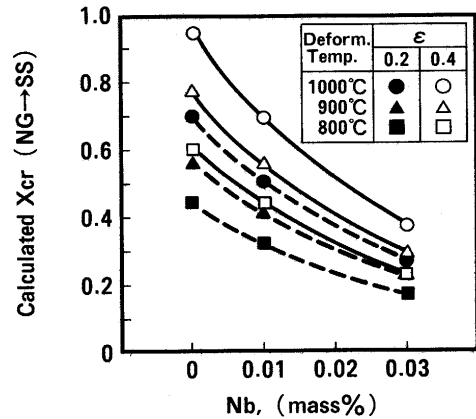


Fig. 8. Effects of Nb and deformation conditions on fraction of recrystallized austenite where mechanism of recrystallization changes from nucleation and growth to site-saturation, plot of equation (4).

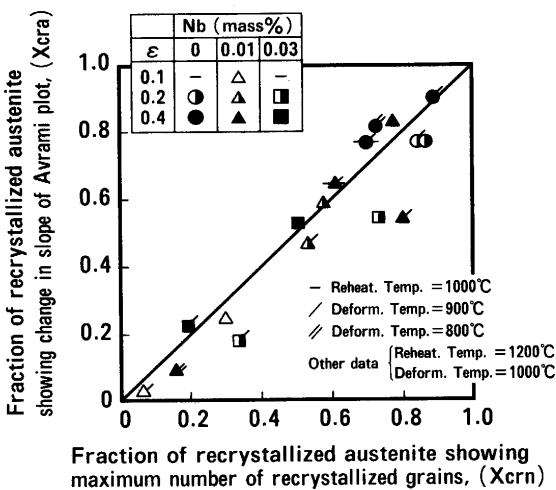


Fig. 7. Relation between fractions of recrystallized austenite showing maximum number of recrystallized grains (Xcrn) and that showing change in slope of Avrami plot (Xcra).

の比較をFig. 7に示す。両者は比較的良好一致を示し、 $X_{cra}$ 、 $X_{crn}$ ともに再結晶の機構がNGからSSへ変化する点での再結晶率に対応することが示唆される。ただし $X_{crn}$ はなだらかな勾配の曲線の最高値を測定したため誤差が大きいと思われるので、以下の解析では $X_{cra}$ の測定値を再結晶の機構が変化する再結晶率として用いる。 $X \geq X_{cra}$ で再結晶粒数がほぼ飽和することは、代表的な加工条件の場合について保持時間を変化させた試料のマイクロ組織を観察することにより確認した。 $X_{cra}$ は基本的に(1)式に従うはずであり、式中のBは加工前の $\gamma$ 粒径 $D_1$ 、加工・保持温度T、 $\epsilon$ およびNb量の関数となる。再結晶が熱活性化過程であることおよび従来の簡易式では $D_1$ や $\epsilon$ の影響を指数関数の型で表すと良く整理されること<sup>3)</sup>を考慮して、 $X_{cra}$ を $D_1$ 、T、 $\epsilon$ および添加Nb量( $Nb^T$ )

の関数として(4)式の関数型を仮定し、各因子の定数を $X_{cra}$ の全データを用いて重回帰により求めた。その結果を(4)式に示す。

$$X_{cra} = 22.3e^{0.463D_1^{-0.0347}} \times \exp(-32.6Nb^T - 3190/T) \dots \dots \dots (4)$$

ただし、 $D_1$ は $\mu m$ 、 $Nb^T$ はmass%、TはKの単位である。この式から高歪みの加工をするほど、高い再結晶率になるまでNGで再結晶が進行することが示唆される。これは、 $\gamma$ の未再結晶温度域で高い歪みを与えるほど生成するフェライトの核数が多いという従来の観察結果<sup>16)24)</sup>と共通する現象である。(4)式では、 $D_1$ の影響はあまり大きくないが、粗粒になるほど $X_{cra}$ が小さくなる傾向がある。これは粗粒なほど単位体積あたりの結晶粒界面積が小さいため、早い時点で粒界が再結晶粒で埋めつくされるためであろう。

(4)式から計算した $X_{cra}$ と $Nb^T$ との関係をFig. 8に示す。添加Nb量が多いほど小さい再結晶率でNGからSSへ移り変わることがわかる。

#### 4・2 再結晶 $\gamma$ の粒成長速度の定式化

再結晶率が $X \leq X_{cra}$ の場合にはNGで再結晶が進行し、 $X > X_{cra}$ の場合にはSSで進行すると考えられる。SSの場合の再結晶進行式は $\gamma$ 粒界に核生成した再結晶粒が粒成長すると考えると(5)式で表される<sup>17)</sup>。

$$X = 1 - \exp(-2S_\gamma Gt) \dots \dots \dots (5)$$

ここで $S_\gamma$ は単位体積あたりの $\gamma$ の結晶粒界面積で、結晶粒を回転楕円体と考えて $D_1$ と $\epsilon$ から(6)式で計算した<sup>6)</sup>。

$$S_\gamma = (24/\pi D_1) \{0.491e^\epsilon + 0.155e^{-\epsilon} + 0.143e^{-3\epsilon}\} \dots \dots \dots (6)$$

各添加Nb量および加工条件毎にtとXの実測値を用いて(5)式からGを計算すると、Gはtの増加にしたがって一様に減少する。これは未再結晶部の歪みエネルギーが回復によ

り減少するためと考えられる<sup>15)</sup>。古典理論に基づき、粒成長速度を未再結晶部の格子歪みエネルギー $F_v$ の関数として(7)式で表す<sup>18)</sup>。

$$G = (D_{GB}/kT) (F_v/N_0\lambda) \dots\dots\dots (7)$$

ここで、 $D_{GB}$ は粒界での自己拡散係数( $D_{GB} = D_{GB0} \exp(-Q_{GB}/RT)$ )、 $k$ :ボルツマン定数、 $N_0$ :アボガドロ数、 $\lambda$ :粒界の厚さである。また $F_v$ は(8)式で表される単位長さあたりの転位の自己エネルギー( $E_{disl}$ )<sup>19)</sup>を用いて(9)式で表した。ここでは刃状転位のエネルギーを用い、転位芯の半径はバーガースベクトル( $b$ )の1/4とした<sup>20)</sup>。

$$E_{disl} = [\mu b^2/4\pi(1-\nu)] \times \ln[(4r/b)] \dots\dots\dots (8)$$

ここで、 $\mu$ は剛性率であり、 $\gamma$ 系ステンレス鋼の常温でのデータ<sup>22)</sup>を参考に  $8 \times 10^4$  MPaとおいた。剛性率の温度依存性は考慮していない。 $b$ :バーガースベクトルの大きさ( $2.6 \times 10^{-7}$  mm)、 $\nu$ :ポアソン比(0.333)、 $r$ :転位の平均間隔(ここでは転位間距離として  $\rho_r^{0.5}/2$ を用いた)である。

$$F_v = E_{disl}\rho_r \dots\dots\dots (9)$$

ここで、 $\rho_r$ は未再結晶部の転位密度である。この $\rho_r$ は添加Nb量、加工条件、加工後の保持時間の関数として前報<sup>9)</sup>までに示した手法で計算した。

SSで再結晶が進行すると考えられる  $X \geq X_{cra}$  のデータを選び、上記の手法で計算した $F_v$ の値と、組織観察結果をもとに(5)式から計算した $G$ の関係を求めた。Fig. 9に加熱温度 = 1200°C、 $\epsilon = 0.4$ の場合を例として示す。両者は(7)式から予想されるようにほぼ直線関係にあり、直線の勾配も1に近い。これは加工後の $\gamma$ の未再結晶部の回復の進行(転位密度の減少)にしたがって $G$ が減少することを意味する。

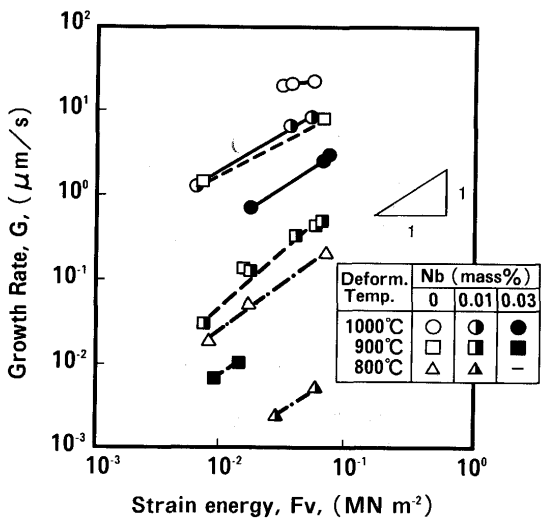


Fig. 9. Relation between estimated strain energy of the recrystallized part of deformed austenite and observed growth rate of recrystallizing grain (Reheating temp. = 1200°C,  $\epsilon = 0.4$ ).

Fig. 9によると、 $G$ は格子歪みエネルギーのみならず、加工・保持温度と添加Nb量の影響も強く受ける。そこで $G$ をこれらの関数として定式化することを試みる。(7)式中の定数をまとめて $A$ と置き、さらに $\gamma$ 粒径 $D_1$ とNbの影響を加味して前報<sup>9)</sup>で用いた関数型を用いることにより、 $G$ を(10)式の型に置く。

$$G = A (F_v/T) D_1^B \times \exp(C \cdot Nb^{so1} + D \cdot Nb^{pre} - E/T) \dots\dots\dots (10)$$

ここで、 $A = D_{GB0}/kN_0\lambda$ 、 $Nb^{so1}$ と $Nb^{pre}$ はそれぞれ固溶Nb量と析出Nb量 (mass%) である。 $Nb^{pre}$ は赤松ら<sup>21)</sup>の手法による計算値を用いた。また、 $A$ 、 $B$ 、 $C$ 、 $D$ および $E$ は定数である。前述の $F_v$ の計算値を用いて、 $G$ の実験値と(10)式に

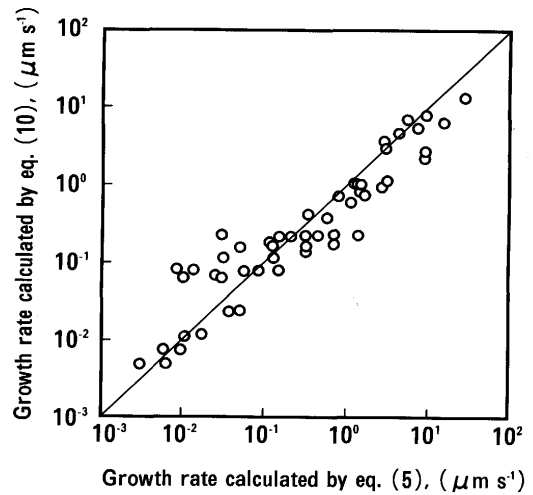


Fig. 10. Relation between growth rate of recrystallizing grain calculated by eq. (5) and growth rate calculated by eq. (10).

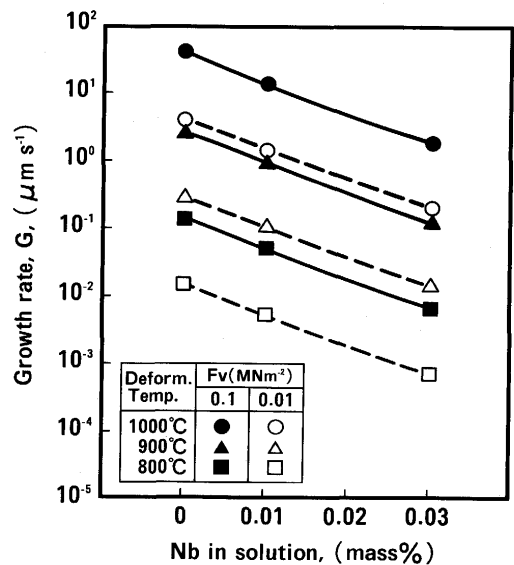


Fig. 11. Effects of Nb in solution and deformation conditions on calculated growth rate of recrystallizing grain (Reheating temp. = 1200°C, plot of equation (10)).

よる計算値の差が最小になるように定数A~Eの値を定めると、 $A=7.46 \times 10^{16} (\text{m}^3 \text{kMN}^{-1} \text{s}^{-1})$ ,  $B=-0.035$ ,  $C=-10.8$ ,  $D=-142.0$  (以上mass%<sup>-1</sup>),  $E=41000.0$  (K) が得られた。D<sub>1</sub>の影響は非常に小さい。また析出Nb (Nb<sup>pre</sup>) によるGの抑制効果は固溶Nb (Nb<sup>sol</sup>) による抑制効果よりやや大きい。

再結晶率の実測値を代入して(5)式から求めたGと(10)式から計算したGの比較をFig.10に示す。両者は比較的良好一致を示し、(10)式が有効であることを確認した。次に、(10)式を用いてGに及ぼす固溶Nb量と加工・保持温度の影響を計算した例をFig.11に示す。固溶Nb量の増加と加工・保持温度の低下に伴い、Gが顕著に低減することがわかる。

## 5. 結言

Si-Mn鋼および微量Nb鋼の熱間加工後の再結晶率および再結晶粒径を調査し、それを基に再結晶 $\gamma$ の粒成長速度に及ぼす未再結晶部の回復の影響を明らかにすることを試み、以下の知見を得た。

(1)再結晶の機構がNucleation & Growth (NG) からSite-Saturation (SS) へ変化する点での再結晶率 $X_{\text{cra}}$ を加工条件と添加Nb量の関数として定式化した。高歪みで加工し、高温で保持するほど高い再結晶率まで核生成が持続する。また加工前の固溶Nb量が増加すると、低い再結晶率で再結晶の機構がNGからSSへ移り変わる。

(2)再結晶の粒成長速度を $\gamma$ の未再結晶部の格子歪みエネルギー( $F_v$ )とNb量の関数として定式化した。 $F_v$ は加工後の $\gamma$ の回復の進行に伴い減少するため、粒成長速度は加工直後から急速に減少する。またNb添加により粒成長速度は顕著に抑制される。

最後に、本論文に関して有意義なご討論をいただきました九州大学総合理工学研究科 吉永日出男教授に感謝いた

します。

## 文 献

- 1) 例えば, H.Sekine, T.Maruyama and Y.Kawashima : Proc. Int. Conf. on Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, (1982), p.141 [AIME]
- 2) 梅本 実 : 材質の制御と予測, 日本鉄鋼協会熱延プロセス冶金研究委員会, (1988), p.116
- 3) C.M.Sellars : Proc. Int. Conf. on Working and Forming Process, (1980), p.3 [Metal Society]
- 4) 斎藤良行 : 熱間加工のシミュレーションとオーステナイトの変態シンポジウムテキスト, (1985), p.72 [日本鉄鋼協会]
- 5) W.Roberts, A.Sandberg, T.Siwecki and T.Werlefors : Proc. Int. Conf. on Technology and Applications of HSLA Steels, (1983), [ASM]
- 6) 瀬沼武秀, 矢田 浩, 松村義一, 二村 忠 : 鉄と鋼, **70** (1984), p.2212
- 7) P.Chouquet, A.Le Bon and Ch.Patrix : Proc. 7th Int. Conf. Strength of Metals and Alloys, (1985), p.1025
- 8) 吉江淳彦, 藤田崇史, 藤岡政昭, 岡本健太郎, 森川博文 : 鉄と鋼, **80** (1994), p.908
- 9) 吉江淳彦, 藤田崇史, 藤岡政昭, 岡本健太郎, 森川博文 : 鉄と鋼, **80** (1994), p.914
- 10) 矢田 浩 : 文献4), p.40
- 11) ASTM Designation : E112-88
- 12) 例えば, S.S.Hansen, J.B.Vander Sande and M.Cohen : Metall. Trans., **11A** (1980), p.387
- 13) W.A.Johnson and R.F.Mehl : Trans. AIME., **135** (1939), p.416
- 14) M.Avrami : J.Chem. Phys., **7** (1939), p.1103
- 15) R.A.Vandermeer and P.Gordon : Recovery and Recrystallization of Metals, (1963), p.211 [Interscience]
- 16) K.Amano, T.Hatomura, M.Koda, C.Shiga and T.Tanaka : Proc. Int. Conf. on Accelerated cooling of Steel, (1986), p.349 [AIME]
- 17) J.W.Cahn : Acta Met., **4** (1956), p.449
- 18) 例えば, 阿部秀夫 : 再結晶, (1969), [共立出版]
- 19) 新版転位論 (日本金属学会編), (1975), [丸善]
- 20) 梅本 実 : 文献4), p.24
- 21) 赤松 聡, 矢田 浩, 瀬沼武秀, 松村義一, 石川信二 : 鉄と鋼, **75** (1989), p.933
- 22) 第3版 鉄鋼便覧 I, 基礎 (日本鉄鋼協会編), (1981), p.492 [丸善]
- 23) 梅本 実, 田村今夫 : 熱処理, **24** (1984), p.334
- 24) A.Yoshie, M.Fujioka, H.Morikawa and Y.Onoe : Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and other Metals, (1988), p.799 [ISI]