

低炭素鋼のオーステナイト組織変化の予測

脇田 淳一*・高橋 学*²・土師 純治*・河野 治*・江坂 一彬*³

Prediction of Structure Change of Austenite of Low Carbon Steels

Jun-ichi WAKITA, Manabu TAKAHASHI, Junji HAJI, Osamu KAWANO and Kazuyoshi ESAKA

Synopsis : Dynamic and static recrystallization behavior of γ grains of low carbon steels have been studied by means of hot working simulator. The obtained results are the following. Dynamic recrystallization is initiated after some critical degree of deformation ϵ_c which decreases as the temperature increases and the initial grain size becomes finer. Dynamically recrystallized fraction increases as increasing the strain, the strain rate and the temperature. On the other hand, statically recrystallized grain size becomes finer with decreasing the initial grain size and with increasing the strain, and statically recrystallized fraction increases markedly after deformation as increasing the temperature and the strain. On the basis of these results, a prediction model of γ structure changes after deformation is developed and its availability in the case of hot mill rolling was certified.

Key words : dynamic recrystallization ; static recrystallization ; recrystallization ; austenite ; grain size ; modelling ; low carbon steel.

1. 緒言

熱延鋼板のフェライト(α)粒径は鋼板の材質を決定する主要因の1つであり、その予測は材質予測技術のなかでも重要な位置を占める。この α 粒径を精度良く制御するためには、まずは変態前のオーステナイト(γ)粒径の制御が不可欠であり、加熱時に形成された初期 γ 粒がその後の圧延により細粒化していく過程を精度良く追跡できるモデルの開発が必要である。 γ の組織変化については多くの研究があり¹⁻⁴⁾、そのモデル化についてもすでにいくつかの報告がある⁵⁻⁷⁾。これらはいずれも熱間加工に伴う組織変化を、再結晶、粒成長、ひずみの静的回復といった要素現象に分解し追跡可能にしたモデルである点で共通する。しかし、ホットストリップミルへの適用も視野に入れて、高速連続圧延に特有のひずみの蓄積効果や高ひずみ速度領域での適用信頼性という観点に応えるモデルは非常に少なく、また実機ミルにお

ける十分な検証を経ているともいい難い。

そこで本報告では、大分製鐵所で独自に開発された γ の組織変化予測モデルの中核となる動的再結晶モデルと静的再結晶モデルについて報告するとともに、粗圧延工程を使った本予測モデルの検証結果についても述べる。

2. 実験方法

実験はTable 1に示す化学成分のインゴットを真空溶解炉で作成し、50%の熱間圧延後サンプルを切り出し、熱間加工シミュレーター⁸⁾を用いて行った。動的再結晶実験としては、サンプルを1050°Cで10min加熱後空冷し、750°Cから1000°Cまで50°C間隔で温度を変えて圧下率を10%から最大75%まで変化させた1パス圧下をし、即水焼入れ(加工後50ms)を行った。なお、ひずみ速度は10s⁻¹、100s⁻¹の2水準に変えて行った。一方静的再結晶実験としては、再結晶粒径の時間変化を調べるために、サンプルを同様に1050°Cで10min加熱後空冷し、780°Cから950°Cまでの温度で恒温保持しつつ圧下率を20%、30%、50%と変えた1パス圧下をし、加工後0s、から10sまで保持時間を変えて水焼入れした。この場合、ひずみ速度は10s⁻¹、100s⁻¹の2水準で行った。また、再結晶占積率の変化を調べるために、サンプルを1050°Cで10min加熱後空冷し、780°Cから950°Cまでの温度で恒温保持しつ

Table 1. Chemical compositions of steels tested for modellization of dynamic and static recrystallization. (mass %)

	C	Si	Mn	P	S	T.Al	T.N
steel G	0.176	0.015	1.28	0.014	0.002	0.021	0.0021
steel H	0.156	0.056	0.56	0.014	0.008	0.021	0.0033

平成7年12月21日受付 平成8年3月4日受理 (Received on Dec. 21, 1995; Accepted on Mar. 4, 1996)

* 新日本製鐵(株)大分技術研究部 (Oita R & D Lab., Nippon Steel Corp., 1 Oaza-Nishinosu Oita 870)

* 2 新日本製鐵(株)大分技術研究部 (現:技術開発企画部) (Oita R & D Lab., now Technical Development Bureau, Nippon Steel Corp.)

* 3 新日本製鐵(株)大分技術研究部 (現:(財)日本品質保証機構) (Oita R & D Lab., Nippon Steel Corp., now Japan Quality Assurance Organization)

つ、圧下率を20%、30%と変えて圧下した後パス間時間を0.3s、0.5s、1.0s、1.5s、2.0sと変えて2パス目を圧下率10%の軽圧下とする2段圧下をし軟化度⁹⁾を測定した。熱間加工シミュレーター実験において再結晶を観察した部位は圧下部の板厚中心部であるが、この位置の実質ひずみ(相当ひずみ ϵ_{ep})については、この中心部に同一材を針金状に加工して埋め込み、これを圧下して針金の径の変化より相当ひずみを計算してこれを用いた。再結晶粒径と再結晶占積率の定量化は、ピクリン酸腐食により組織を現出させた後画像解析装置により行った。

3. 実験結果と考察

3.1 動的再結晶予測モデル

熱間加工組織の復旧過程には大きく分けて回復と再結晶がある。以下では後者の再結晶挙動の定式化について述べるが、再結晶には一般に動的再結晶と静的再結晶があることが知られている¹⁰⁾。加工度を上げていくとある限界のひずみ ϵ_c 以上で動的再結晶が起こる²⁾。すなわち ϵ_c 以下のひずみでは静的再結晶あるいは回復しか起きないが、それ以上ではこれらとともに動的再結晶が競合するという限界のひ

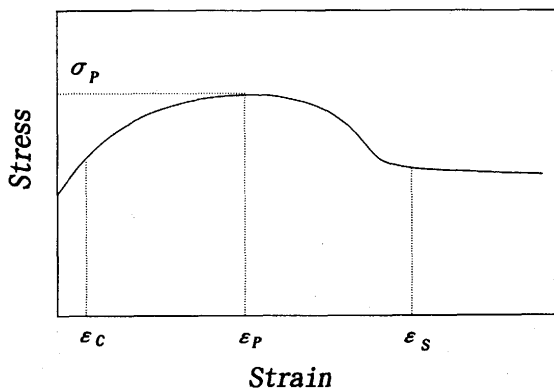


Fig. 1. Schematic illustration of S-S curve for dynamic recrystallization.

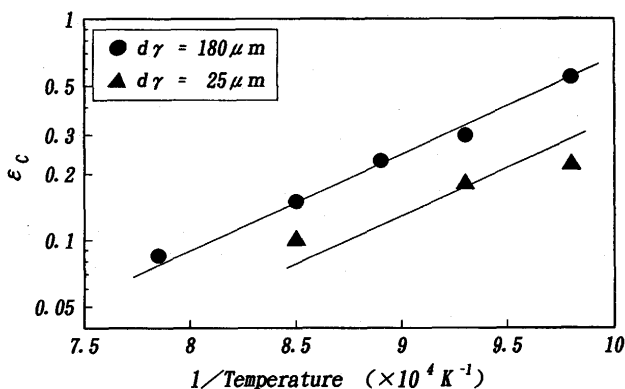


Fig. 2. Effect of initial grain size (d_γ) on critical strain for dynamic recrystallization ϵ_c .

ずみが存在する。Fig. 1 に動的再結晶が起きている場合の典型的な応力-ひずみ線図を示す。応力はひずみとともに増加するが、ひずみが ϵ_p でピーク応力(σ_p)をとり、さらにひずみが増加すると ϵ_s 以上では一定の応力値をとるようになる。この図中の ϵ_c が前述の動的再結晶開始ひずみである。 ϵ_c 以上ではひずみが増加するとともに動的再結晶占積率も増加し、 ϵ_s 以上では動的再結晶占積率が100%になるため応力が飽和する。ここではこの ϵ_c と動的再結晶粒径、動的再結晶占積率の定式化について述べる。

Fig. 2 に光学顕微鏡観察により求められた ϵ_c の値を示す。 ϵ_c は加工温度が低いほど、初期 γ 粒径が大きいほど大きくなるが、ひずみ速度の影響はほとんどないことがわかり、その予測式として式(1)が得られた。

$$\epsilon_c = 1.43 \cdot 10^{-5} \cdot d_0^{0.22} \cdot \exp(18800/RT) \dots\dots\dots (1)$$

ここで ϵ_c に初期 γ 粒径依存性があるかどうかは今まであまり明確にはされていない。従来から ϵ_c と ϵ_p の間には $\epsilon_c = a \cdot \epsilon_p$ (ここで a は定数)の関係がある²⁾といわれており、 ϵ_p は初期 γ 粒径の1/2乗に比例することが示されている⁶⁾。この結果からは、 ϵ_c が粒径依存性を持つことが推定されるが、瀬沼ら⁷⁾はそれに対して否定的な結果を示している。一方ここで得られた結果は、指数の大きさに違いはあるが、 ϵ_c に初期 γ 粒径依存性があることを示している。この相違が何によるものかは明確でないが、動的再結晶が γ 粒界から起こる⁸⁾ことを考えると、 ϵ_c には γ 粒径依存性があるとするのが妥当であろう。Fig. 3 はG鋼を用い、ひずみ速度一定で加工温度とひずみ量を変えた1パス圧下後即水焼入れした組織の平均 γ 粒径を示したものである。加工ひずみの量が増加するにつれて、平均 γ 粒径は細くなることわかる。前述したように動的再結晶は ϵ_c 以上のひずみで起こり、これ以上ではひずみ量が増すと動的再結晶占積率が増加し、ひずみが ϵ_s で占積率は100%となる。占積率が100%、すなわち全面で動的再結

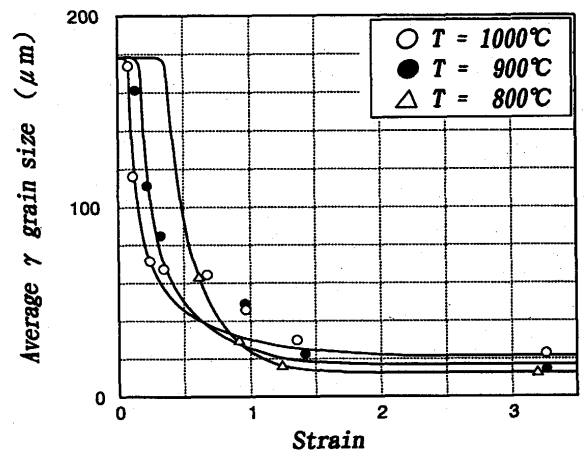


Fig. 3. Relation between strain and average grain size of the specimens quenched immediately after deformation (steel G, strain rate = $10s^{-1}$). lines: values calculated by eq. (4)

晶が起こるようになるとFig. 3に示されているように平均 γ 粒径も一定値に収斂する。この収斂した値がいわゆる動的再結晶粒径(d_{AD})である。この動的再結晶粒径は温度とひずみ速度で決定され、加工ひずみ、初期粒径には依存せず、いわゆるZener-Hollomonパラメータ($Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp(Q/RT)$)で整理できるといわれている⁹⁾。Fig. 4にG鋼, H鋼について動的再結晶粒径をZで整理した結果を示す。これらの結果を定式化して式(2)が得られた。

$$d_{AD} = (3490 - 6285 \cdot C_{eq}) \cdot Z^{-0.155} \dots\dots\dots (2)$$

$$C_{eq} = C + Mn/6$$

ここで C_{eq} はmass%の単位を使用する。また、Zの中の活性化エネルギーQは前述の熱間加工の応力-ひずみ線図の σ_p を $Z = A \cdot \sigma_p^n$ と仮定して¹¹⁾ σ_p の温度、ひずみ速度依存性を求めることにより得られる。Fig. 5にH鋼の σ_p のひずみ速度依存性を、またFig. 6にG鋼, H鋼の σ_p の温度依存性を示す。これらの結果からQは式(3)のように決定された。

$$Q = 72600 - 52200 \cdot C_{eq} \dots\dots\dots (3)$$

Qの値がC量とともに減少するのは酒井ら¹²⁾の結果と一致す

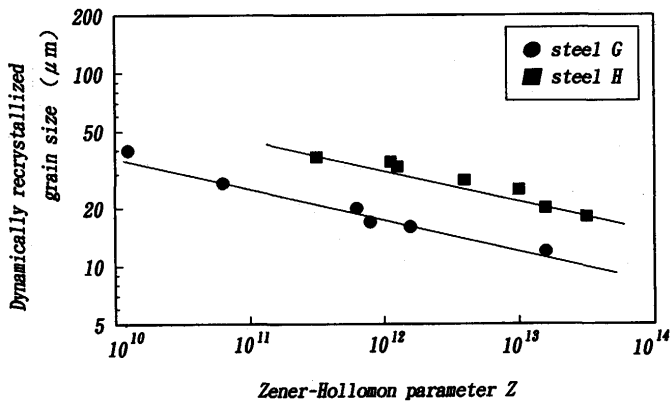


Fig. 4. Relation between dynamically recrystallized grain size and Zener-Hollomon parameter.

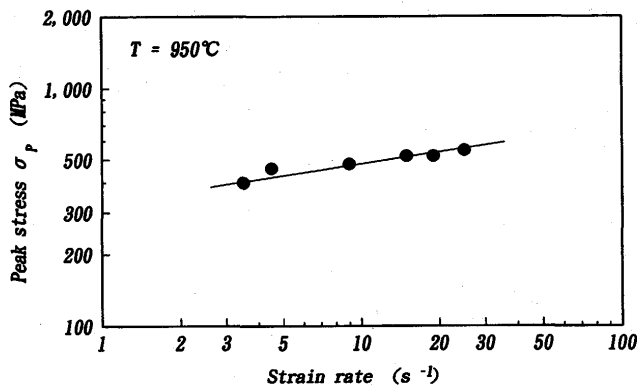


Fig. 5. Relation between peak stress and strain rate (steel H).

る。酒井らはC量とともに空孔の拡散速度が増加し、動的再結晶過程が促進されると述べている。

次に動的再結晶占積率であるが、これは加工ひずみが ϵ_c で0、 ϵ_s で1をとる関数形として式(4)を仮定した。

$$f_{AD} = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{\epsilon - \epsilon_c}{\epsilon_s - \epsilon_c}\right)^m\right\} \dots\dots\dots (4)$$

まず ϵ_s の γ 粒径依存性と温度依存性を調べるために2パス実験を行い、その1パス目で初期 γ 粒径を変化させて ϵ_s への影響を見たのがFig. 7である。これからわかるように、 ϵ_s に対する温度の影響は粗粒域では小さく、細粒域では大きくなる。細粒域で見ると高温ほど ϵ_s は小さくなるのがわかる。これらの結果は、式(5)に示す関数系を仮定するとよく整理できることがわかった。

$$\epsilon_s = 2.25 \cdot \{1 - \exp(-d_0/K_A)\} \dots\dots\dots (5)$$

$$K_A = 472 \cdot \dot{\epsilon}^{-0.0723} \cdot \exp(-2960/T)$$

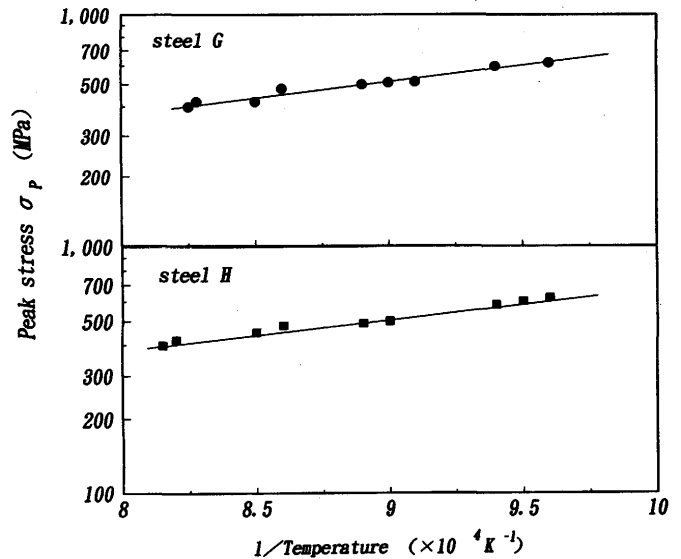


Fig. 6. Temperature dependence of peak stress (strain rate = 10s⁻¹).

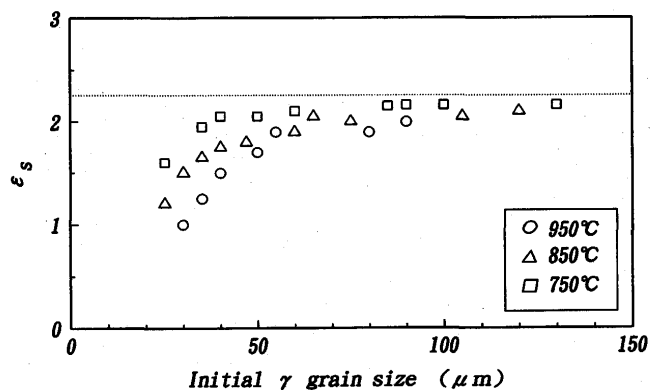


Fig. 7. Effect of initial γ grain size on ϵ_s .

なお K_A のひずみ速度と温度依存性はFig. 8の結果を定式化したものである。1050°Cで10min加熱し γ 粒径を180 μ mに調整し、その後1パス圧下後の平均 γ 粒径を調査したFig. 3の実験では、Fig. 7より ϵ_s は温度によらず2.25をとるとして、残りの未知数である m の値はFig. 3の結果から合わせ込みで決定することができる。この場合、平均 γ 粒径 d_{ave} と d_{AD} 、 f_{AD} および初期粒径 d_0 (この場合は180 μ m)の間には式(6)の関係が成立するとして計算をした。

$$\frac{1}{d_{ave}^2} = \frac{f_{AD}}{d_D^2} + \frac{1-f_{AD}}{d_0^2} \quad \dots\dots\dots (6)$$

m の値はFig. 9に示すように温度 T (K)の関数として記述でき、式(7)が得られた。

$$m = 0.026 \cdot \exp(4600/T) \quad \dots\dots\dots (7)$$

式(7)による計算値をFig. 3に実線で示したが、実験値を良く説明している。

3・2 静的再結晶予測モデル

動的再結晶の起こらない ϵ_c 以下のひずみでは、加工組織の復旧は静的回復と静的再結晶によるものである。このうちひずみの静的回復現象の定式化は既に述べたが、静的再結晶占積率(f_{AS})も回復と同様の関数形である式(8)で記述で

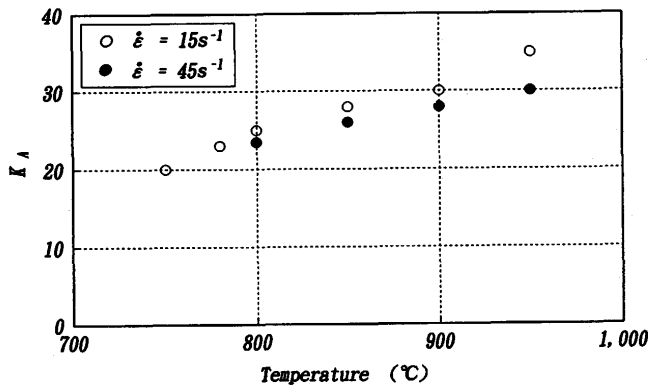


Fig. 8. Effects of strain rate and temperature on K_A (steel G).

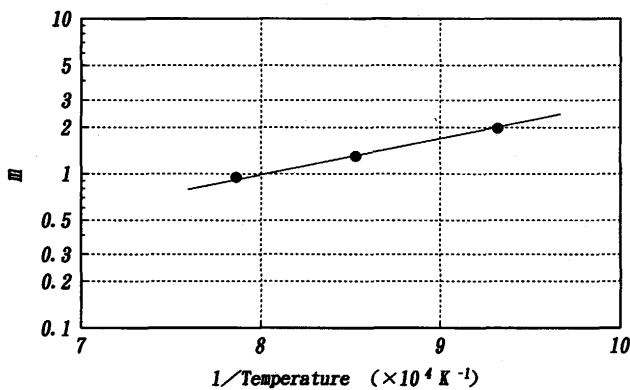


Fig. 9. Temperature dependence of m .

きると仮定した。

$$f_{AS} = 1 - \exp\{- (t/\tau_{AS})^{SA}\} \quad \dots\dots\dots (8)$$

ここで t は加工後の保持時間(s), τ_{AS} は静的再結晶速度係数, SA は時間係数である。静的回復と静的再結晶が同時進行する場合の軟化度($N(t)'$)は式(9)と書ける。

$$N(t)' = 1 - \exp\{- (t/\tau_{AR})^{PA} - (t/\tau_{AS})^{SA}\} \quad \dots\dots\dots (9)$$

軟化度の実測結果をFig.10, Fig.11に示す。これらの実験結果より静的再結晶による部分のみを抽出して式(8)中の τ_{AS} , SA は式(10)と定式化できた。

$$\tau_{AS} = 9.11 \cdot 10^{-15} \cdot \epsilon^{-2.36} \cdot \exp(67670/RT) \quad \dots\dots\dots (10)$$

$$SA = 1/3$$

Fig.10, Fig.11には以上で求めた係数を使って式(2-17)の計算値を実線で示したが、実測値を精度良く説明していることがわかる。

次に静的再結晶粒径であるが、1パス加工後一定時間恒温保持した後水焼入れした組織は、加工ひずみにもよるが

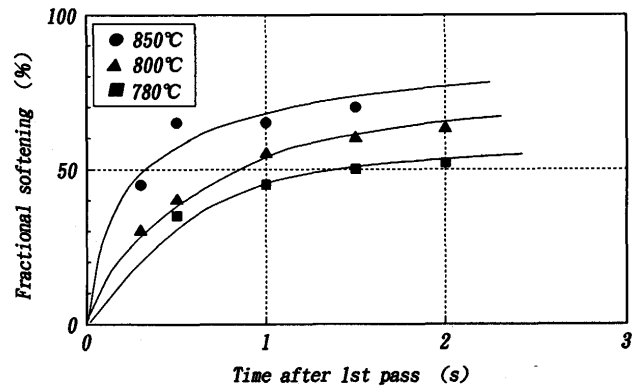


Fig. 10. Relation between fractional softening and time after 1st pass (steel H, $r=20\%$). lines: values calculated by eq. (9)

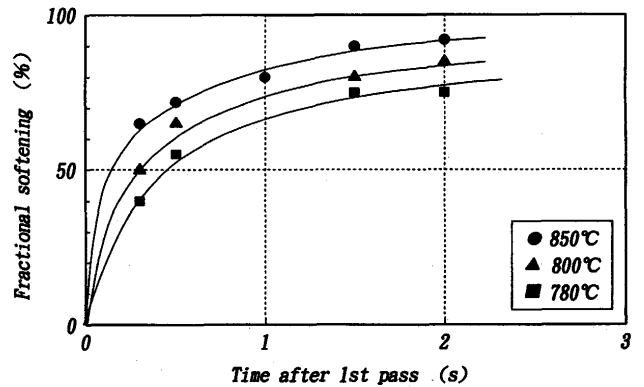


Fig. 11. Relation between fractional softening and time after 1st pass (steel H, $r=30\%$). lines: values calculated by eq. (9)

一般的には動的再結晶、静的再結晶、未再結晶組織の混合である。この場合に観察される平均粒径(d_{ave})は式(11)と書ける。

$$\frac{1}{d_{ave}^2} = \frac{f_{AD}}{d_{DG}^2} + \frac{f_{AS}}{d_{SG}^2} + \frac{f_{AN}}{d_N^2} \dots\dots\dots (11)$$

ここで $f_{AN}(1-f_{AD}-f_{AS})$ は未再結晶占積率、 d_N は未再結晶粒の円相当径であり、 d_{DG} 、 d_{SG} は恒温保持中に粒成長した動的再結晶粒径と静的再結晶粒径である。 d_N は加工前の粒径 d_0 とひずみ ϵ を使って式(12)と書けるとした⁸⁾。

$$d_N = d_0 \cdot \exp(-\epsilon/4) \dots\dots\dots (12)$$

ところで f_{AD} 、 f_{AS} 、 f_{AN} 、 d_N は以上述べた式により計算でき、 d_{DG} 、 d_{SG} も別途報告している式⁸⁾により計算できるので、実測 d_{ave} から静的再結晶粒径(d_{AS})を求めることができる。H鋼を用いて初期 γ 粒径 d_0 を $180\mu\text{m}$ に調整し、1パス圧下後の静的再結晶粒径を付加ひずみ量で整理したのがFig.12である。また静的再結晶粒径に及ぼす初期粒径の効果を明確化するため、2パス圧下実験も行った。その結果を示したのがFig.13であり、静的再結晶粒径は最終的に式(13)と定式化された。

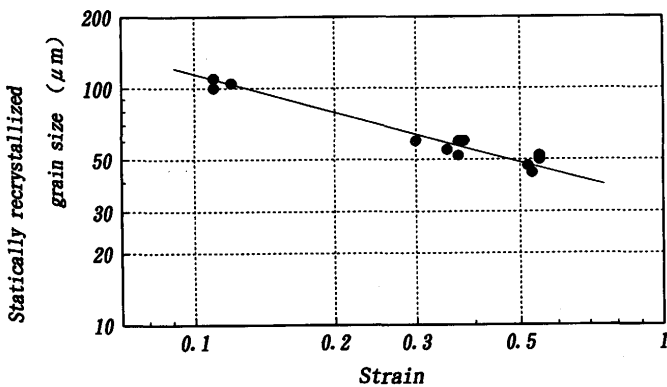


Fig. 12. Effect of strain on statically recrystallized grain size(steel H, $d_0=180\mu\text{m}$).

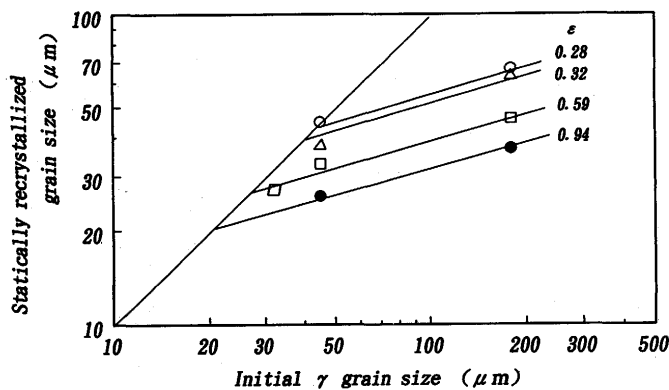


Fig. 13. Effect of initial grain size on statically recrystallized grain size (steel H).

$$d_{AS} = 9.71 \cdot d_0^{0.25} \cdot \epsilon^{-0.5} \dots\dots\dots (13)$$

Fig.13からわかるように、付加ひずみが小さい場合、あるいは初期粒径が小さい場合に、式(13)で計算された静的再結晶粒径は初期粒径より大きくなる場合がある。本モデルではこの場合には $d_{AS}=d_0$ として計算することになっている。静的再結晶粒径は一般には再結晶が完了した時の粒径として扱うことが多い。しかし静的再結晶はある程度の時間にわたって進行するのでその間に当然粒成長も起こる。即ち再結晶の初期に生成した粒と後期に生成した粒とはおのずからその粒径が異なる。再結晶完了時の粒径とはこれらの混合組織の平均粒を意味するが、この粒径を定式化しても再結晶の途中で次の圧下加わるホットストリップミルでの圧延においては余り意味がない。そこで瀬沼ら⁷⁾はSahら¹³⁾の取扱いにならない静的再結晶占積率を用いた補正式を提案している。再結晶中ではこの補正式で計算される粒径を持った粒が生成し、その後粒成長するという取扱い方法をとっている。本モデルでは前述した実験の結果、求められた静的再結晶粒径に明瞭な占積率依存性は認められなかった。そこで静的再結晶粒径は式(13)で計算される一定値をとるとした。

ところで最近徐ら¹⁴⁾は、動的再結晶後の静的軟化過程では古典的回復と再結晶に加えて、メタダイナミック回復と再結晶の4つの独立した軟化機構が働いていることを示した。これに対して本モデルでは動的再結晶後の粒成長は簡単な1つの実験式で記述しており⁸⁾、モデルの精度向上のためにはこれらの知見に基づいた更なる研究が必要となろう。

3.3 実機プロセスでの検証

γ の組織変化予測モデルは、以上に述べた動的再結晶モデルと静的再結晶モデルに加えて、それぞれの粒成長モデル⁸⁾と静的回復モデル⁸⁾により構成される。ここではこのモデルの実機プロセスでの検証実験結果について述べる。実験は大分製鐵所の加熱炉出側から仕上圧延前までの粗圧延を挟む工程間で行った。供試材の化学成分をTable 2に示す。実験条件はTable 3に示す様に、加熱温度を高温加熱と低温加熱の2水準、粗圧延はいずれも6パスであるが、粗圧延の全圧下量を高圧下と低圧下の2水準とした。加熱出側での初期 γ 粒径であるが、これは予めスラブ中にピンサンプルを埋め込みそのままスラブと一緒に加熱し、加熱炉を出たところでこのピンサンプルを引き抜き水焼入れして測定した。その結果、高温加熱の場合は $400\mu\text{m}$ 、低温加熱の場合は $200\mu\text{m}$

Table 2. Chemical compositions of steels tested for model verification by hot mill rolling. (mass %)

	C	Si	Mn	P	S	T.Al	T.N
A1102	0.178	0.017	1.22	0.017	0.002	0.015	0.0027
Q3104	0.166	0.006	1.31	0.018	0.003	0.026	0.0024

Table 3. Hot mill rolling conditions.

	coil	RHT(°C)	SLT(mm)	BT(mm)	RT4(°C)	FTo(°C)
A	1	1230	252	48.0	1067	980
B	2	1213	252	29.0	1079	991
B	3	1222	252	29.0	1051	963
B	4	1220	252	44.0	1009	965
B	5	1077	252	29.0	998	931
B	6	1074	252	49.0	962	942
B	7	1077	252	49.0	968	920

RHT : Re-heating temperature

SLT : Slab thickness

BT : Bar thickness

RT4 : Finish temperature of rough rolling

FTo : Start temperature of finish rolling

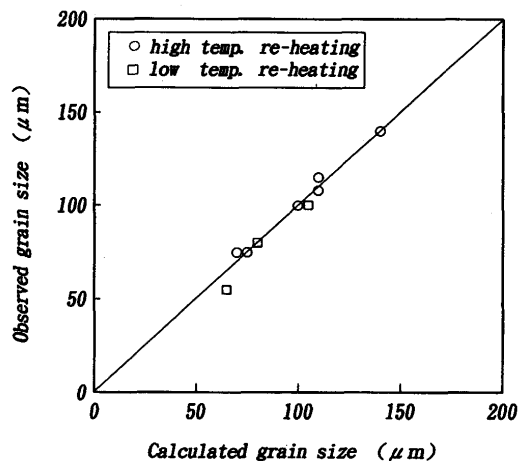


Fig. 14. Comparison between observed grain size and calculated grain size.

μm であった。この粒径を初期粒径としてその後の粗圧延での再結晶、粒成長を計算により追跡し、仕上圧延機の入り側のクランプシャーでバーサンプルを切断、水焼入れし測定された γ 粒径との対比を行った。加熱抽出から仕上圧延までのスラブの熱履歴は大分製鐵所で開発された温度モデルを用いて計算したが、温度の計算値と最終粗圧延機出側位置での温度計の実測温度(RT4)とは $\pm 10^\circ\text{C}$ の精度で一致した。Fig.14に計算値と実測値の対応を示すが、両者は精度良く一致している。

なお、本モデルの適用範囲であるが、実機実験で検証済

みという観点ではC量が0.2mass%以下の低炭素鋼に限定される。しかし、本モデルは上述のごとく熱間加工シミュレーターを用いた実験室実験により組み立てたものであり、いわゆるミル独自のパラメーターというものはない。よって、大分製鐵所だけでなく広く適用が可能な汎用性を持っていると考えている。

4. 結言

低炭素鋼の γ 域での再結晶挙動を熱間加工シミュレーターを用いて調べた結果以下の知見が得られた。

(1) 動的再結晶はある限界のひずみ ϵ_c 以上で起こり、この ϵ_c は温度が高いほど、初期粒径が細かいほど小さくなる。

(2) ϵ_c 以上のひずみでは、ひずみ量が大きいほど、ひずみ速度が大きいほど、温度が高いほど動的再結晶占積率は大きくなる。

(3) 静的再結晶粒径は初期粒径が小さいほど、ひずみが大きいほど細粒になる。また、静的再結晶占積率は温度が高いほど、ひずみが大きいほど加工後の増加率が大きくなる。

これらの知見を基に熱間加工後の組織を予測するモデルを作成した。モデルは実機プロセスでの検証実験により、実測値を精度よく予測できることが確認された。

文 献

- 1) 鋼の熱間加工の金属学, 鉄鋼基礎共同研究会高温変形部会編, (1982).
- 2) Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals, ed. by I.Tamura, Iron Steel Inst. Jpn., (1988).
- 3) Recrystallization '90, ed. by T.Chandra, AIME, (1990).
- 4) C.Ouchi and T.Okita : Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **23** (1983), 128.
- 5) C.M.Sellars and J.A.Whiteman : Met.Sci., **13** (1979), 187.
- 6) C.M.Sellars : Sheffield Int. Conf. on Working and Forming Process, (1979), 3.
- 7) 瀬沼武秀, 矢田 浩, 松村義一, 二村 忠 : 鉄と鋼, **70** (1984), 2112.
- 8) 江坂一彬, 脇田淳一, 高橋 学, 河野 治, 原田慎三 : 製鐵研究, **321** (1986), 92.
- 9) 田村今男 : 日本金属学会報, **21** (1982), 523.
- 10) 牧 正志, 田村今男 : 鉄と鋼, **70** (1984), 2073.
- 11) 作井誠太, 酒井 拓 : 鉄と鋼, **63** (1977), 285.
- 12) 酒井 拓, 大橋正幸 : 鉄と鋼, **67** (1981), 2000.
- 13) J.P.Sah and C.M.Sellars : Proceedings Hot Working and Forming Processes, Metals Soc., London, (1979), 62.
- 14) 徐 洲, 酒井 拓 : 鉄と鋼, **77** (1991), 462.