



低温 γ 域における動的再結晶を利用した Ti添加低炭素鋼の α 結晶粒微細化

安原 英子*・瀬戸 一洋*・坂田 敬*

Ferrite Grain Refinement of Ti-added Low Carbon Steel through Dynamic Recrystallization in Austenite Region

Eiko YASUHARA, Kazuhiro SETO and Kei SAKATA

Synopsis : Effect of grain size and deformation condition on dynamic recrystallization behavior of Ti-added low carbon steel in austenite region was studied mainly through hot-compression test. When initial austenite grain size was smaller than $50\ \mu\text{m}$, a peak of true stress, which is characteristic of dynamic recrystallization, was observed even in high Z (Zener-Hollomon parameter) region such as at 1123K and at the strain rate of 0.4/s. The small austenite grain can be obtained when more than 0.15% Ti is added and the steel is reheated at the temperature of lower than 1423K. In this case, it is considered that TiC precipitates should prohibit the grain growth of austenite during heating. The peak stresses in various deformation conditions were expressed by Z parameter, from which the apparent activation energy was calculated as 340 kJ/mol. The typical final grain size of ferrite after dynamic recrystallization and transformation at the cooling rate of 50K/s was $2\sim 5\ \mu\text{m}$. It is estimated that the effect of solute C and solute Ti on dynamic recrystallization was very limited.

Key words : dynamic recrystallization; Ti added steel; low carbon; deformation condition; austenite region; temperature; strain rate; grain size.

1. 緒言

自動車の衝突安全性や環境問題に対する車体軽量化の観点から、近年、自動車用鋼板の高強度化に対する要求が高まっている。しかし、一般に鋼板強度が高くなると伸びや穴抜け性などのいわゆる成形性が低下するという問題があり、高強度鋼板の適用を妨げる要因の1つとなっている。

鋼板の強化法としては固溶強化¹⁾・析出強化²⁾・組織強化³⁾・粒界強化などが知られている。これまでは固溶強化・析出強化・組織強化に関する研究が中心であったが、結晶粒の微細化は高強度化と同時に局部延性を向上させるという報告⁴⁾もあり、他の強化法と比較して成形性の低下を抑制できる可能性がある。また、低合金成分で高強度化できることから、経済的な面でも利点があると考えられる。このような理由で、近年粒界強化を利用した微細粒鋼が注目されつつある⁵⁻¹¹⁾。

結晶粒微細化の手段として、温間多軸加工、過冷 γ 域圧延、逆変態⁸⁾、大歪み加工⁹⁾、2相域圧延¹⁰⁾などによる方法が提案され、 $1\ \mu\text{m}$ 以下のフェライト粒が得られるとの報告がある。しかしこれらの方法を薄鋼板製造プロセスに適用するには加工度、加工温度、冷却速度などの点で困難な点が多い。著者らは現有の圧延設備で容易に実施できるフェライト組織微細化の手法を検討し、熱間圧延中の動的再結晶を利用することにより $2\ \mu\text{m}$ 以下のフェライト粒からなる熱延鋼板が得られることを明らかにした。

動的再結晶は、高温変形中、加工と同時に新結晶粒の生成と成長を生じる現象で¹²⁾、純鉄や炭素鋼¹³⁻¹⁷⁾、銅、ニッケル¹⁸⁾、18-8ステンレス鋼、マルエージング鋼¹⁹⁾などで観察される。一般に動的再結晶粒は微細・等軸で、特に低温・高歪み速度領域で得られた結晶粒は比較的長時間粒成長せずに安定して存在できる¹²⁾ことから、結晶粒微細化の有効な手段であると考えられる。動的再結晶は、比較的積層欠陥エネルギーの低いfcc鋼や合金鋼で起こる事が知られており、その発現は加工温度、加工度、歪み速度の外的変形因子の影響を受ける。

本研究では、種々の成分系、熱延条件において動的再結晶を検討し、低炭素鋼に適量のTiを添加し加工前の γ 粒徑を制御することにより、薄鋼板製造プロセスで可能な圧下率、圧延温度において動的再結晶が発現することを確認した。

2. 実験方法

Table 1に示すTi量を変化させた化学成分の低炭素鋼を真空中で溶製し、厚さ30mmのスラブに鍛造した。この鍛造材より、直径8mm、高さ12mmの単軸圧縮用試験片を、高さ方向が鍛造材の板厚方向となるように採取した。試験片は加熱・冷却が可能な単軸圧縮試験機(富士電波社製; Thermec Master Z)を用いて室温から昇温速度30K/sで所定の温度に加熱し、1423Kから1523Kで900s間加熱した

後、1123Kで減厚率50% ($\epsilon=0.69$)で加工し、50K/sで室温まで冷却した。単軸圧縮の歪み速度は0.4/sと一定である。なお、各試料を1273Kで加熱後、20K/sで冷却時の膨張測定から供試鋼の変態点(Ar3)を求めた結果、Ti量によらずほぼ1073K一定であった。よって、いずれの鋼種においても1123Kは γ 単相域である。圧縮中の応力、歪み変化を測定し、真応力-真歪み曲線の形状から、動的再結晶発現の有無を調べた。一般に、動的再結晶が生じている場合Fig. 1に示すような真応力-真歪み曲線を示すことが知られている²⁰⁾。すなわち、 ϵ_p までの歪み量まで応力は増加し、 ϵ_p で σ_p の最大応力を示したあと、 ϵ_p 以上の歪みでは応力が減少し σ_s の定常応力を示す。動的変態が生じた場合にも最大応力が観察されるが、最大に達した後の応力が直線的に減少することが知られており²¹⁾、今回試験した限りにおいてはいずれも動的再結晶型のみが観察された。

Table 1. Chemical composition of steels used (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Ti	N
A	0.070	0.50	0.61	0.009	0.001	0.052	0.0023
B	0.067	0.50	0.62	0.009	0.001	0.105	0.0022
C	0.074	0.50	0.62	0.009	0.001	0.156	0.0021
D	0.068	0.50	0.60	0.011	0.001	0.217	0.0021

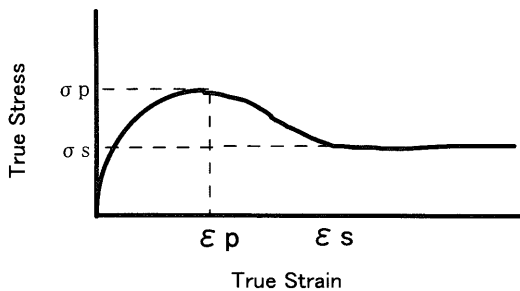


Fig. 1. Schematic illustration showing the relation between true stress and true strain in dynamic recrystallization.

圧縮試験後、試験片中央部を圧縮軸に平行に切断し、ナイタルで腐食した後、切断面の中心部を光学顕微鏡により組織観察した。まず切断法による平均切片長さLを求め、これを1.12倍してフェライト公称粒径とした²²⁾。

また、各加熱温度における γ 粒径とTi析出物量を調べるため、加熱後直ちに水冷し、組織観察および析出物分析を行った。

3. 実験結果

3.1 熱間加工時の応力-歪み曲線に及ぼす加熱温度およびTi量の影響

Fig. 2に圧縮試験時の真歪み-真応力曲線を加熱温度、Ti量の変化と合わせて示す。加熱温度が1473K、1523Kと高温の場合は歪み量とともに応力が上昇する加工硬化型の变形曲線を示した。一方加熱温度1423Kでは、低Ti量(Ti=0.05%)のA鋼を除くといずれもひずみ量が増加しても変形応力は増加せず、定常変形状態もしくはいったん極大応力を示した後軟化する傾向を示した。変形中に応力が軟化する傾向はTi量が増加するに従って顕著となった。

このように0.1%以上のTi添加鋼を1423Kに加熱した場合には、Fig. 1に示した現象と同様の变形応力の変化を示したことから、動的再結晶が生じたものと考えられる。

3.2 動的再結晶挙動に及ぼす加工前組織の影響

Ti添加低炭素鋼ではこれまで低温 γ 域での動的再結晶はほとんど報告されていないが、上記のようにTi添加量と加熱温度を適正化することによって動的再結晶が促進される可能性が示唆された。動的再結晶には加工前の結晶粒径が影響する²⁰⁾ことが知られており、詳細を議論するにはTi添加量と加熱温度が加工前の結晶粒径に対してどのように影響しているかを明らかにしておく必要がある。

そこでA, C, D鋼について1423K, 1523Kに加熱後直ちに

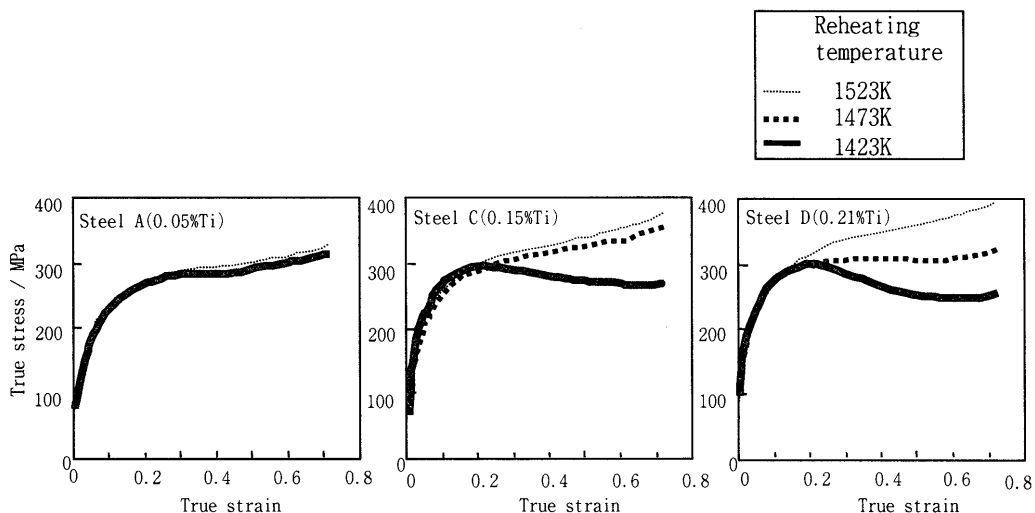
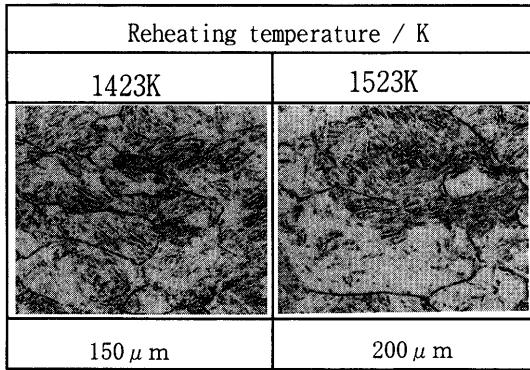
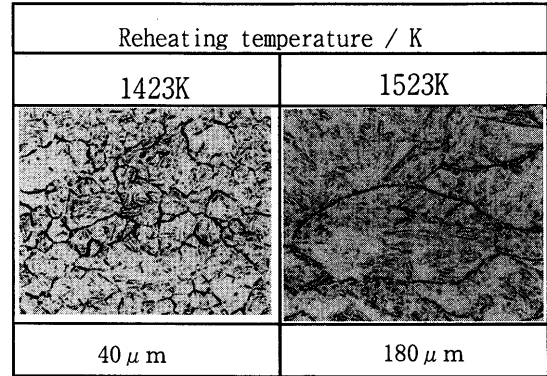


Fig. 2. Effect of reheating temperature and Ti content on hot compression flow curves of low C steel sheet deformed at strain rate 0.4/s.

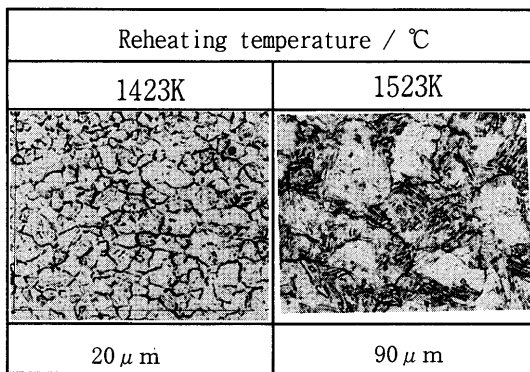
Steel A (0.05%Ti)



Steel C (0.15%Ti)



Steel D (0.21%Ti)



50 μm

Fig. 3. Effect of reheating temperature and Ti content on initial austenite grain size of steels.

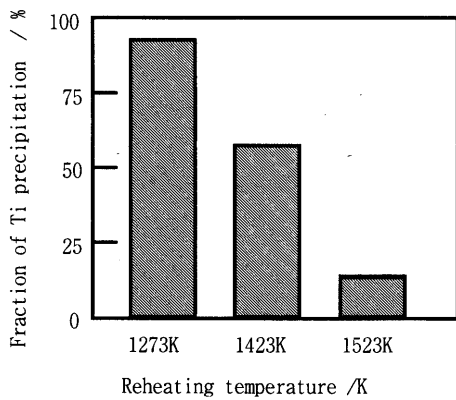


Fig. 4. Effect of reheating temperature on fraction of Ti precipitation in steel D.

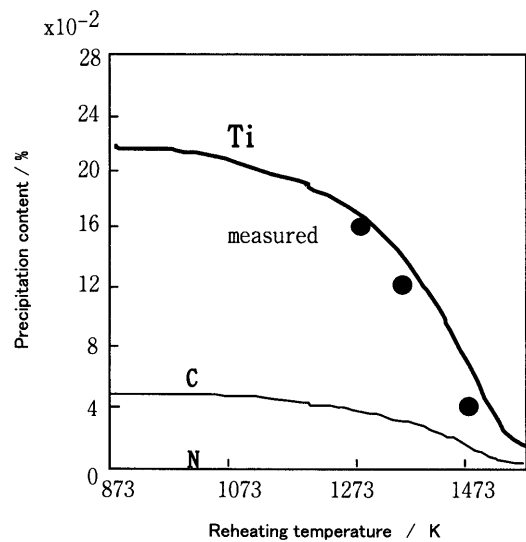


Fig. 5. Comparison of progress of precipitation between thermocalc evaluation and measured result in steel D.

水冷して加工前の初期γ組織を観察した。その結果を Fig. 3 に示す。1523K の高温加熱では、Ti 添加量の増加により γ 粒径は微細となるものの、各鋼とも 90 μm 以上の粗大な γ 粒である。1423K に加熱温度を低下させた場合には、低 Ti 添加鋼 (A 鋼) の γ 粒径は 200 μm から 150 μm に微細となるものの、その程度は小さい。しかし、Ti 量の増加に従い γ 粒組織は微細となり、Ti 量の影響が顕著である。Ti を 0.2% 添加した D 鋼の γ 粒径は 20 μm と微細であった。

3.3 γ 粒径に及ぼす Ti 析出物の影響

1423K での低温加熱において加工前の初期 γ 粒径がもっとも微細であった D 鋼について加熱温度と Ti 析出量の関

係を調べた。D 鋼を 1273~1523K で 900 s 保持後直ちに水冷し、Ti 析出量を定量した結果を Fig. 4 に示す。1273K 加熱では添加した Ti 量の 90% 以上が加熱時に Ti(C, N) として析出しているのに対して、1523K 加熱では添加量の 10% が析出しているに過ぎない。各温度での Ti(C, N) の析出挙動を ThermoCalc. により計算した結果を実測値とあわせて Fig. 5 に示す。加熱温度による析出量の変化は計算値と実測値で

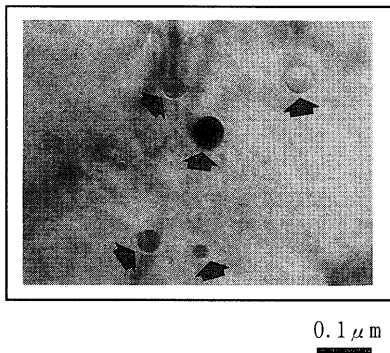


Fig. 6. TEM image of Ti precipitation of hot band as reheating temperature at 1423K in steel D.

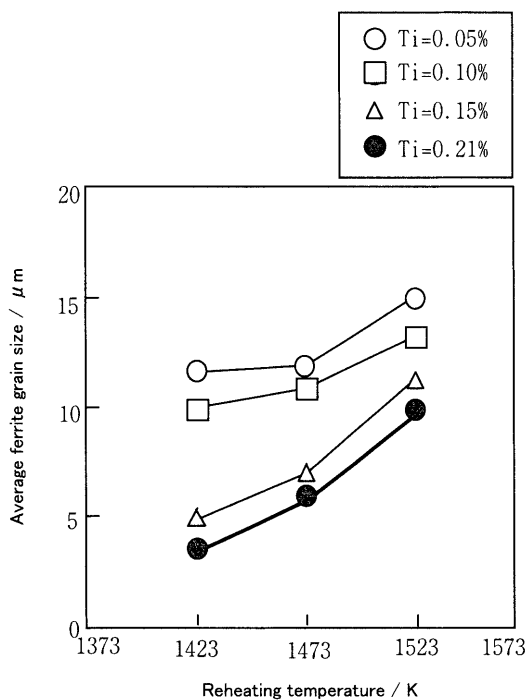


Fig. 7. Effect of reheating temperature and Ti content on ferrite grain size of steels after hot compression at strain rate 0.4/s and true strain 0.69.

よく一致し、ほぼ平衡状態であることを示している。このように加熱段階でのTi(C,N)析出量の差が、加工前の初期 γ 粒径の微細化に寄与することが明らかとなった。また、Ti析出物のTEM観察結果をFig. 6に示す。主として図中矢印で示す $0.1\ \mu\text{m}$ 以下の微細なTi(C,N)が観察された。Ti析出物は γ 粒成長の抑制に加えて $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態の促進や再結晶時のフェライト粒の粒成長抑制にも効果があると言われており、これらが相乗して最終的なフェライト粒微細化に寄与している可能性がある。この点についてはさらに検討を進めている。

3.4 フェライト粒径に及ぼす動的再結晶の影響

加熱温度1423~1523Kで900s間加熱後、歪速度0.4/s、減厚率50% ($\epsilon=0.69$)で圧縮試験後のフェライト粒径を光学顕微鏡で観察し、平均結晶粒径を求めた結果をFig. 7に

示す。なお、圧縮試験後の冷却速度は50 K/sとした。Ti量の増加、あるいは加熱温度の低下にともなって粒が微細化する傾向が認められる。加熱温度が1523Kの場合、鋼中Ti量を0.21%まで増加しても平均粒径は $10\ \mu\text{m}$ 以上と大きく、しかも混粒組織であった。一方、Ti=0.21%のD鋼を1423Kで加熱した場合の粒が最も微細で、かつ均一であった。すなわち動的再結晶が発現した場合、変態後には微細で等軸な α 粒が得られることがわかる。

4. 考察

4.1 Ti添加鋼の動的再結晶による見かけの活性化エネルギー

低炭素鋼に0.1%以上のTiを添加し低温に加熱した鋼では上述のように低温 γ 域でも動的再結晶が生じることが明らかとなった。そこで、C-Ti鋼の動的再結晶挙動をZener-Hollomon因子 $Z (= \dot{\epsilon} \exp(Q/RT))$ 、以下Z因子と記載)で整理することを考える。

酒井らは動的再結晶に伴って現れる典型的な応力-ひずみ(σ - ϵ)曲線は低Z変形では多重ピーク型、高Zになるに従い単一ピーク後滑らかに加工軟化し、高ひずみではいずれも変形応力がほぼ一定となる定常状態変形を示すようになる²⁴⁾と結論している。今回Ti添加鋼で動的再結晶が起きた場合に得られた σ - ϵ 曲線はいずれも単一ピーク形状であることから、今回の動的再結晶は比較的高Z領域で生じたものと考えられる。

動的再結晶のkineticsはZ因子で代表される加工温度(T)と歪み速度($\dot{\epsilon}$)によって決定される。加工温度が低くなるほど、歪み速度が大きくなるほど、すなわちZ因子が大きくなるほど、動的再結晶を生じる臨界歪量は大きくなり、動的再結晶は生じにくくなる。一方、牧ら²⁵⁾は、動的再結晶後の γ 粒径はZ因子が大きいほど小さくなること、初期 γ 粒径(D_0)が小さくなるほど動的再結晶の生じる変形条件が高Z側に拡大すること、を明らかにしている。本実験においてTi添加および加熱温度の低温化は、加工前の初期 γ 粒径の粒成長を抑制して微細する効果があり、これにより動的再結晶が起こり易くなったこと、また動的再結晶粒は粒成長が抑制されることから、微細な γ 粒組織が得られた結果、変態後の微細な α 粒が得るのに効果的であったものと考えられる。

また、実際の熱間圧延工程を考えた場合、本実験の結果は上圧延に相当する低温 γ 域・高歪速度域での動的再結晶が可能であることを示しており、工業的な観点からも有利である。

ところで、本鋼においてZ因子を決定するためにはみかけの活性化エネルギー Q の値が必要となる。一般に極大応力 σ_p と変形条件($T, \dot{\epsilon}$)の間には通常 $\dot{\epsilon} = A\sigma_p^n \exp(-Q/RT)$ が成立することが知られている。そこで、化学組成が

C/0.12%-Si/0.7%-Mn/1.4%-Ti/0.16%の鋼を用いて、加工フォーマスターにより、加熱温度を1423Kとし、歪み速度=0.01/s, 0.1/s, 1/s, 変形温度=1273K, 1373K, 1423K, 歪み量=0.69で変形させた圧縮加工実験を行った。この時の初期γ粒径は40μmであった。すべての実験条件において変形途中にピーク応力を示す真応力-真歪み曲線を示した。実験結果からみかけの活性化エネルギーQを求めた結果、本鋼においてQ=340kJ/molを得た。この値は鉄の自己拡散エネルギー(285kJ/mol)より若干大きく、Nb添加鋼について牧らが報告²⁵⁾した327kJ/molにほぼ等しい値となった。すなわち、活性化エネルギーの点からも本鋼において高Z領域まで動的再結晶が生じたことを傍証する結果が得られた。Fig. 8にσ_pとZの関係を示す。Z=Aσ_pⁿの関係が成立している。

以上のようにTi添加低炭素鋼で初期γ粒径を微細化(50μm以下)することにより低温γ域まで動的再結晶が生じる。本鋼の動的再結晶はこれまで研究されたC-Mn鋼、

Nb鋼より低温、高歪み速度で生じるため、より高Z変形となり、γ粒の微細化には効果的である。

4.2 動的再結晶挙動に及ぼす固溶Cの影響

Ti添加低炭素鋼の動的再結晶挙動が主として初期γ粒径に依存しているかどうかを明らかにするには、固溶Cの影響を明確にしておく必要がある。そこで、種々のC量(C=0.04~0.20 mass%)を含有するTi無添加鋼を用いて、動的再結晶挙動に及ぼす加工前γ粒径の影響を検討した。

0.04%C-0.5%Si-0.6%Mn-Ti無添加鋼および0.12%C-0.5%Si-0.6%Mn-Ti無添加鋼を加工フォーマスターにより、1273K, 1323K, 1373Kに加熱後、1173Kで歪み速度0.4/s-歪み量0.69の圧下を施した。C=0.04%鋼およびC=0.12%鋼の真歪み-真応力曲線をFig. 9に示す。C=0.04%鋼では1273K, 1323Kに加熱後圧縮した場合に動的再結晶型の応力歪み曲線を示した。C=0.12%鋼ではすべての加熱温度において、動的再結晶型の応力歪み曲線を示した。動的再結晶の有無を初期γ粒径で整理してFig.10に示す。固溶C量に関わらず加工前のγ粒径を80μm以下に微細化することにより、動的再結晶が発現する。すなわち、動的再結晶発現に対して、固溶C量はほとんど影響しないことがわかる。

次に、固溶Tiの影響について考察する。動的再結晶型の応力-歪み曲線が観察されたC鋼、D鋼におけるTiは、平衡溶解度積からの計算ではいずれも1150°CでTiCとして析出し、固溶Tiとしては存在しない。実験的には十分平衡に達していたかどうか疑問はあるが、供試鋼はいずれもTi/C<4であり、Ti量に対してC量を過剰に添加した成分系である。従って動的再結晶が観察された温度域ではTiはTiCとして十分析出し、固溶Tiは無視できる程度であったと推定してもよいであろう。

以上の結果から、Ti添加鋼の動的再結晶に対する固溶Cの影響はなく、本論文成分では主として初期γ粒径の微細化によって動的再結晶を生じ易くなったものと考えられる。しかし、固溶Tiの影響については、本実験では明確

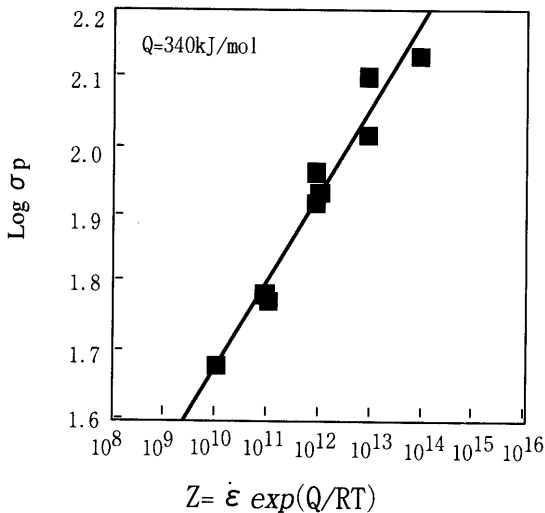


Fig. 8. Relation between flow peak (σ_p) stress due to dynamic recrystallization and Zener-Hollomon parameter (Z) in Ti added low C steels.

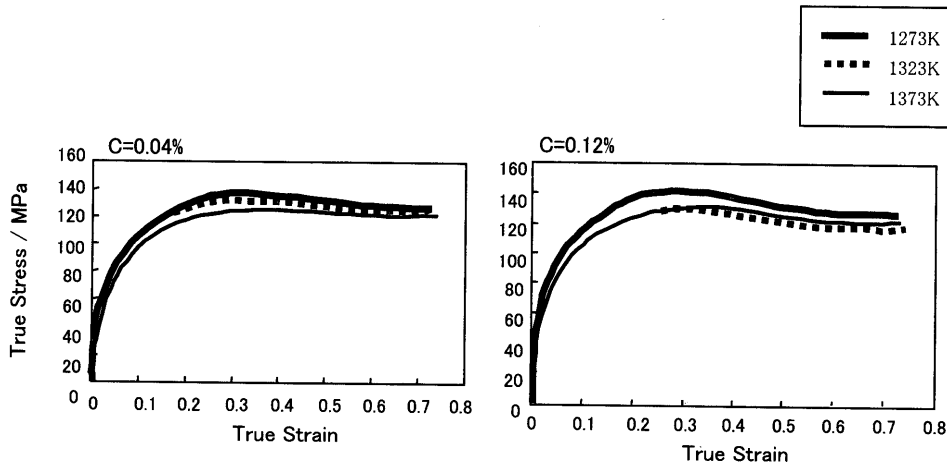


Fig. 9. Effect of C content and reheating temperature on hot compression flow curves of at strain rate 0.4/s.

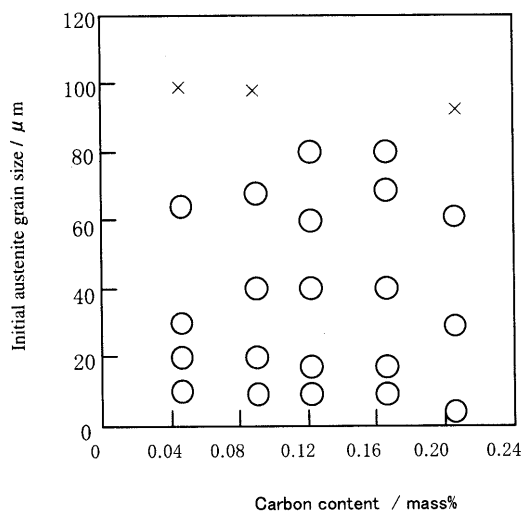


Fig. 10. Effect of C content and initial austenite grain size on dynamic recrystallization in low C steels.

になっておらず、今後さらにTi/C>4の成分系実験を行って検討を進める予定である。

5. 結論

低炭素Ti添加鋼の γ の動的再結晶挙動について研究し、以下の結論を得た。

(1) 加熱温度、鋼中のTi量によって熱間圧縮時の応力-歪み曲線は影響を受け、初期 γ 粒径を $50\mu\text{m}$ 以下とした場合に、加熱温度 1423K 、歪み速度 $0.4/\text{s}$ で動的再結晶に特徴的な応力-歪み曲線を示す。

(2) 初期 γ 粒径は加熱時に析出するTi(C,N)量と対応しており、初期 γ 粒の微細化にはTi(C,N)による γ 粒界のピンニングが重要であることが示唆される。またTi無添加鋼においても初期 γ 粒径を $80\mu\text{m}$ 以下にすることにより、動的再結晶型真ひずみ-真応力曲線を示すことから、動的再結晶の発現は初期 γ 粒径を微細化することが重要でありことがわかる。動的再結晶に及ぼす固溶Cや固溶Tiの影響は小さいものと考えられる。

(3) 種々の加工条件下で得られたピーク応力はZ因子

を用いてよく整理され、これより求めた見かけの活性化エネルギーは 340kJ/mol である。この値は γ 中の鉄の自己拡散における活性化エネルギー(285kJ/mol)より若干大きく、Nb添加低炭素鋼で牧らが報告している値(327kJ/mol)に近い。

文 献

- 1) N. Ohashi, T. Irie, S. Satoh, O. Hashimoto and I. Takahashi: SAE Technical Pap. #810027, (1981).
- 2) M. Morita, N. Kurosawa, S. Masui, T. Kato, T. Higashino and N. Aoyagi: *CAMP-ISIJ*, **3** (1992), 1863.
- 3) H. Abe and S. Sato: *Kawasakiseitetsu Tech. Rep.*, **213** (1989), 62.
- 4) H. Shirasawa, H. Kobayashi and J. Jizaimaru: *Tetsu-to-Hagané*, **67** (1981), 2208.
- 5) 鳥塚史郎, 梅澤 修, 津崎兼彰, 長井 寿: 平成9年度フロンティア構造材料研究センタープログレスレポート, 金属材料技術研究所, つくば, (1999), 26.
- 6) E. Yasuhara, A. Tosaka, O. Furukimi and M. Morita: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 377.
- 7) 足立吉隆, 富田敏郎, 日野谷重春: 第2回スーパーメタルシンポジウム講演集, JRCM & RIMCOF, 東京, (1999), 135.
- 8) 横田智之, 佐藤 馨, 新倉正和: 第4回スーパーメタルシンポジウム講演会, JRCM & RIMCOF, 東京, (2001), 171.
- 9) 藤岡正昭, 阿部義男, 荻原行人: 第3回スーパーメタルシンポジウム講演会, JRCM & RIMCOF, 東京, (2001), 79.
- 10) 難波茂信, 野村正裕, 忝倉功和, 槇井浩一: 第4回スーパーメタルシンポジウム講演集, JRCM & RIMCOF, 東京, (2001), 115.
- 11) M. Fujioka, Y. Abe, Y. Ogiwara, Y. Adati, T. Hosoda and H. Mabuchi: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 458.
- 12) 酒井 拓: 再結晶・集合組織とその組織制御への応用—再結晶研究の最前線—, 日本鉄鋼協会, 東京, (1999), 106.
- 13) R. A. P. Djaig and J. J. Jonas: *J. Iron Steel Inst.*, **210** (1972), 256.
- 14) C. M. Sellars and W. J. McG. Tegar: *Int. Met. Rev.*, **17** (1972), 1.
- 15) M. Nakamura and M. Ueki: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **23** (1974), 182.
- 16) S. Sakui, T. Sakai and K. Takeishi: *Tetsu-to-Hagané*, **62** (1977), 856.
- 17) T. Sakai and J. J. Jonas: *Acta Metall.*, **32** (1984), 189.
- 18) M. Ohashi, T. Endo and T. Sakai: *J. Jpn. Inst. Met.*, **54** (1990), 435.
- 19) T. Maki, K. Akasaka, K. Okuno and I. Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **66** (1980), 1659.
- 20) T. Maki and I. Tamura: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **30** (1981), 211.
- 21) 矢田 浩, 瀬沼武秀, 松村義一: 鉄鋼の結晶粒超微細化, 日本鉄鋼協会, 東京, (1991), 9.
- 22) M. Umemoto: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **2** (1997), 731.
- 23) T. Maki and I. Tamura: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **30** (1981), 211.
- 24) T. Sakai: *Tetsu-to-Hagané*, **81** (1995), 1.
- 25) T. Maki, K. Akasaka and I. Tamura: Proc. Int. Conf. on Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, AIME, Pittsburgh, (1981), 217.