

0.3%C–9%Ni鋼の加工発熱誘起逆変態

横田 智之*・三宅 勝*²・曾谷 保博*²・新倉 正和*³

Spontaneous Reverse Transformation due to Adiabatic Deformation Heating in 0.3%C–9%Ni Steel

Tomoyuki YOKOTA, Masaru MIYAKE, Yasuhiro SODANI and Masakazu NIIKURA

Synopsis : A new concept for ultra refinement processing in austenite grain size; Spontaneous Reverse Transformation (SRT) due to adiabatic deformation heating has been proposed. The occurrence of SRT was verified using a 1000 ton laboratory mill. 0.3wt%C–9wt%Ni steels with configuration of 50×50×300 mm were heated to 550°C which is lower than cementite dissolution temperature. The microstructure was tempered martensite before rolling. Reheated steels were heavily rolled with a total reduction of 60%, 70% and 90% under a rolling speed of 50 m/min. Measured plate surface temperature rose up to 675°C which was higher than A_{e3} temperature in the case of 90% rolling reduction. SRT occurred only in the mid thickness region for 70% rolling reduction, while all through the thickness for 90% rolling reduction. The microstructure of the region in which SRT occurred consisted of a fresh and fine martensite with high dislocation density and cementite was no longer observed in this region. The size of grains surrounded by high angle boundaries was roughly estimated as around 0.5 μm , which was considered to be either prior γ grain size or martensite packet size. Deformation analysis incorporated with thermal analysis revealed that SRT occurrence behavior was well explained by temperature distribution along the plate thickness caused by adiabatic deformation heating and roll chill.

Key words : reverse transformation; deformation heating; Ni steel; martensite; austenite; grain refinement; warm deformation.

1. 緒言

鉄鋼材料の強度・韌性を最も効果的に向上させる手法として結晶粒微細化がある。近年、結晶粒微細化を極限まで追求することで鉄鋼材料の諸特性を飛躍的に向上させようとする動きが活発化し、超微細粒鋼に関する研究が国内外で広く取り上げられている¹⁻³⁾。結晶粒超微細化の試みはすでに1970年頃米国を中心にあったが⁴⁾、超微細化機構やその諸特性については不明な点が多く、また工業的規模での実用化には至っていない。

バルク材料の結晶粒超微細化を考える場合、これを実現するための具体的手段として低温大ひずみ加工後あるいは加工中の変態・再結晶がしばしば利用される⁵⁾。これは、低温大ひずみ加工により変態や再結晶の駆動力を最大限に引き出すとともに、新粒の核生成サイトを飛躍的に増大させることができるためである⁶⁾。一方これまであまり着目されてこなかったが、低温大ひずみ加工における大きな特徴として加工発熱がある。加工発熱は塑性仕事量に比例するので、塑性ひずみが多いほど、また加工時の変形抵抗が大きいほど大きくなる。従って低温大ひずみ加工は加工発熱を顕著にする加工であるともいえる。オーステナイト

(以下 γ)からの変態やオーステナイト、フェライト(以下 α)の再結晶を利用する場合、加工発熱は結晶粒微細化に対してマイナスに作用する要因となり得る。加工発熱が大きいと加工を受けた母相の回復が進行して変態や再結晶の駆動力が減少するうえ、新粒の粒成長を促進するためである。そのため、このような結晶粒超微細化プロセスにおいては加工発熱を少しでも抑制するような工夫がとられている⁷⁾。

ところが視点をかえて逆変態プロセスを考えると、大ひずみ加工により γ 粒超微細化に対して上述の冶金的效果が得られるに加え、外部からの加熱を必要とすることなく加工発熱で(α +セメントイト)の母相から γ 相に効率的に逆変態させることができる。すなわち逆変態過程においては、従来結晶粒超微細化に対してマイナス要因であった大ひずみ加工に伴う加工発熱を逆に効果的に活用することができる。また γ 粒の超微細化は冷却後の変態組織の超微細化に直接つながるため、化学成分等の条件に応じて種々の組織を有する超微細粒鋼が得られる可能性がある。 γ 粒超微細化に関しては、従来から冷間加工したマルテンサイトの逆変態を利用することが知られている。R. L. Miller⁸⁾、M. Enomotoら⁹⁾は低C–高Niを用いてこれに冷間加工を施

平成14年12月19日受付 平成15年3月18日受理 (Received on Dec. 19, 2002; Accepted on Mar. 18, 2003)

* NKK総合材料技術研究所 (現:ケンブリッジ大)(Materials & Processing Research Center, NKK Corp., now Dept. of Materials Science and Metallurgy, Univ. of Cambridge, Pembroke Street Cambridge CB2 3QZ U.K.)

* 2 NKK総合材料技術研究所 (Materials & Processing Research Center, NKK Corp.)

* 3 NKK技術開発本部 (Research & Development Div., NKK Corp.)

Table 1. Chemical composition of the examined steel (mass %).

(mass %)									
C	Si	Mn	P	S	Sol.Al	N	Ni	Ti	B
0.31	0.29	0.86	0.007	0.009	0.033	0.0032	9.33	0.019	0.0014

Table 2. Pass schedule for the rolling experiment.

No.	Aimed total reduction (%)	Total pass number	Pass schedule (mm)	Measured plate thickness (mm)	Net total reduction (%)
1	60	3	50→40→30→20	21.0	58
2	70	3	50→33→22→15	16.0	68
3	90	3	50→22→11→5	5.9	88
4	56	1	50→22	24.2	52
5	78	2	50→22→11	13.3	73

し、引き続き ($\alpha+\gamma$) 二相域に再加熱することにより $1\mu\text{m}$ 未満の超微細な ($\alpha+\gamma$) 二相組織が得られることを報告している。また、K. Tomimuraら¹⁰⁾は準安定 γ 系ステンレスにおいて、M. Tokizaneら¹¹⁾は中低炭素鋼・低合金鋼において精力的な研究を行い、これまでに $1\mu\text{m}$ 以下の γ 粒径が得られたことを報告している。

本研究の目的は、これら従来の γ 粒超微細化プロセス⁸⁻¹¹⁾とは異なる、大ひずみ加工に伴う加工発熱を利用した新しい γ 粒超微細化プロセス;「加工発熱誘起逆変態」を提案することである。従来の γ 粒超微細化プロセスと比較して加工温度が高いため加工時の変形抵抗が小さくなるのに加え、外部からの再加熱プロセスを省略できるメリットがあり、応用の仕方次第で γ 粒超微細化の実用化に道を拓く可能性があるプロセスであると考えられる。筆者ら¹²⁾はこれまでに、0.3wt%C-9wt%Ni鋼に対してセメントナイト固溶温度よりも低い温度で大ひずみ加工を行うと、再加熱逆変態をさせるまでもなく加工ままで逆変態を生じ、冷却後に $1\mu\text{m}$ 未満の粒径を有する超微細なマルテンサイト組織が得られることを小型加工熱処理シミュレータにより確認している。本研究では、超微細粒鋼の将来の大型化を視野に入れこの現象を圧延プロセスで再現するとともに、現象の発現に対する加工発熱の影響を変形・温度連成圧延解析を通して明らかにし、「加工発熱誘起逆変態」であることを実証する。

2. 実験方法

本研究においても供試鋼として0.3wt%C-9wt%Ni鋼を用いた。Table 1に供試鋼の化学成分を示す。熱力学計算ソフトウェア; Thermo-Calc (SGTEデータベース)により得られた平衡変態点は、セメントナイト固溶温度が 625°C 、 A_{e_3} 点が 665°C である。この供試鋼は非常に焼入れ性が高くいったん逆変態が生ずれば冷却後にマルテンサイト変態を

生ずるため、硬度の増大によって逆変態の進行度合いを容易に検出可能である。すなわち加工ままで生ずる逆変態の発現挙動を調べるのに最適なモデル材料である。

この鋼をロール直径720mmの実験室大型圧延機(最大荷重1000ton)による大ひずみ圧延実験に供した。圧延素材形状は $50\times 50\times 300\text{mm}$ 、その組織は旧 γ 粒径 $22\mu\text{m}$ のマルテンサイトであり、残留 γ を7%含んでいる。これをセメントナイト固溶温度よりも低い 550°C で30分加熱保持した後50m/minの圧延速度で圧延した。 550°C に加熱保持しているため、圧延直前組織は焼戻しマルテンサイトである。またこの加熱保持により残留 γ 量はほとんど変化しないことを確認している。Table 2に圧延パススケジュールを示す。No. 1~3で総圧下量を60, 70, 90%と変化させ、逆変態挙動に及ぼす圧下量の影響を調べた。いずれの場合においても圧延機への負荷を低減するためにパスを3回に分割した。パス間時間はおおよそ5秒である。No. 4および5ではNo. 3; 90%圧延材における圧延パス毎の逆変態挙動の推移を調べた。Table 2には実績の圧下量も示した。いずれにおいても概ね狙いどおりの圧下量が得られている。仕上げ圧延後ロールバイトを出てから約5秒後の鋼板表層温度を放射温度計によって測定し、加工発熱による温度上昇を求めた。温度測定後水冷によりただちに冷却した。圧下量増加による逆変態の進行度合いを評価するために、Fig. 1に模式的に示した圧延材TD面において全厚硬度分布を測定した。硬度分布測定はHV(1kgf)により0.5mmピッチで行った。組織観察は硬度分布測定を行った位置近傍において、光学顕微鏡および透過型電子顕微鏡(Philips CM30, 加速電圧200kV)により行った。

3. 実験結果

Fig. 2に圧延最終パス後の鋼板表層温度測定結果を示す。鋼板表層温度は圧延に伴う加工発熱により圧下量の増

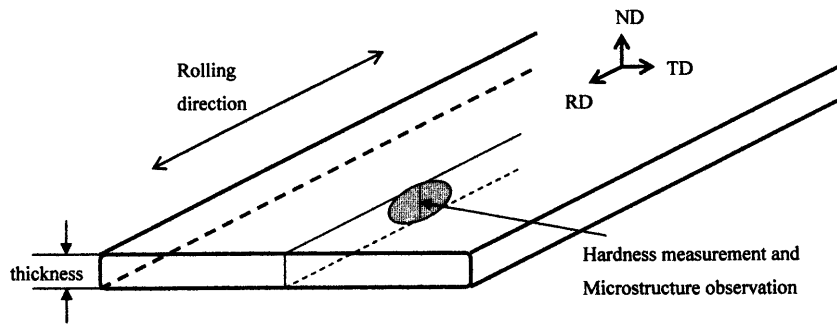


Fig. 1. Schematic illustration showing the location hardness measurement and microstructure observation were conducted.

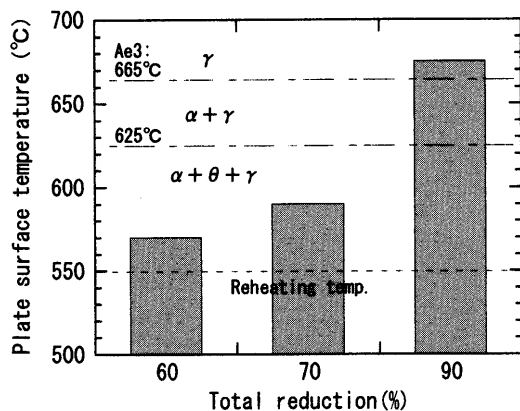


Fig. 2. Plate surface temperature observed after finish rolling (θ ; cementite).

大とともに上昇し、90%圧延材の場合には Ae_3 点よりも高い675°Cにも及んでいる。Fig. 3に圧延材TD面の板厚硬度分布測定結果を示す。Fig. 3(a)は硬度分布変化に及ぼす総圧下量の影響を示したものである。60%圧延材では全厚にわたって硬度はHv400に満たない程度であるのに対し、70%圧延材では板厚中心に向かうにつれて硬度が急激に上昇してきており、板厚中心部ではHv500まで増大している。さらに90%圧延材においては板厚全厚にわたってHv600前後の非常に高い硬度を示している。本供試鋼の焼入れままマルテンサイト硬さはおよそHv570であり、90%圧延材の場合これを上回る硬度となっている。これらの結果から、70%圧延材では板厚中心部で部分的に、90%圧延材では板厚全厚にわたって完全に逆変態を生じたことがわかる。また逆変態を生じさせるにあたって圧延パスの分割が十分可能であることを示している。Fig. 3(b)は90%圧延材におけるパス毎の硬度分布推移を示したものである。1パス目ですでに板厚中心部で逆変態を生じており、2パス目では板厚中心部に加え、表層近傍においても逆変態を生じている。

Fig. 4に70%圧延材および90%圧延材のTD面光学顕微鏡マクロ組織を示す。70%圧延材では板厚中心に近くなるにつれて、エッチングされにくい白いコントラストの領域が認められる。一方90%圧延材では全厚6mmにわたって

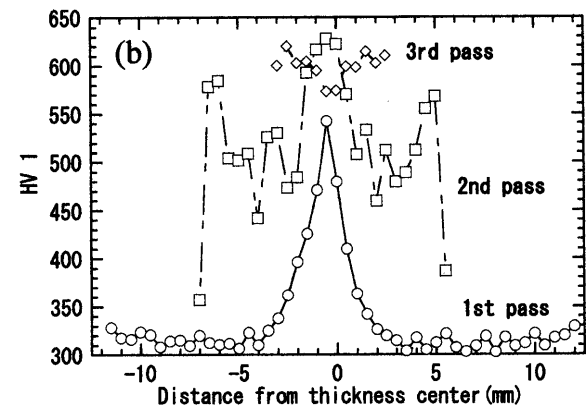
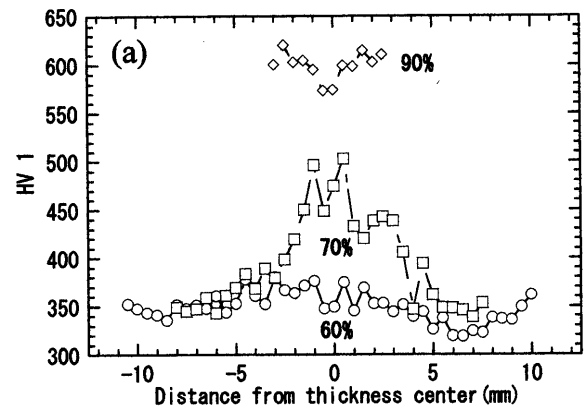


Fig. 3. Hardness distribution along the plate thickness.
(a) Effect of rolling reduction.
(b) Progress of reverse transformation with the number of rolling pass.

エッチングされにくい領域が観察された。ただし板厚中心の幅0.5mm程度の領域で若干コントラストの異なるところが認められる。後述のようにエッチングされにくい白いコントラストの領域は焼入れままマルテンサイトであり、圧延によって逆変態を生じた領域である。

Fig. 5に70%圧延材、90%圧延材の表層、1/4t、1/2tでのTD面光学顕微鏡マイクロ組織を示す。70%圧延材の表層と1/4tでは展伸した焼戻しマルテンサイトとなっているのに対し、1/2tでは黒いコントラストの展伸した焼戻しマルテンサイトと白いコントラストの焼入れままマルテンサイトが交互に混じった層状組織となっている。90%圧延材では、

表層, 1/4t, 1/2t のいずれにおいても展伸した加工組織は認められず, 焼入れままマルテンサイト組織を呈している。このように圧延材のマイクロ組織は硬度分布測定結果を反映している。圧延により逆変態を生じて焼入れままマルテンサイトとなった領域は組織が非常に細かいため, 光学顕微鏡による旧 γ 粒径の評価は不可能であった。

Fig. 6 に全厚にわたって逆変態を生じた90%圧延材の1/4t位置, 1/2t位置から得られたTEM組織を示す。いずれにおいても等軸で非常に微細な焼入れままマルテンサイト組織となっており, 圧延前に存在していたセメントライトはもはや観察されなかった。1/4t位置において周囲と大傾角をなす結晶粒の大きさは $0.5\mu\text{m}$ 程度と非常に微細であり, 明瞭なラス構造は認められない。この結晶粒の大きさは, 圧延による逆変態で生じた γ 粒径あるいは, その後のマルテンサイト変態で生じたパケット粒径であると考えられ

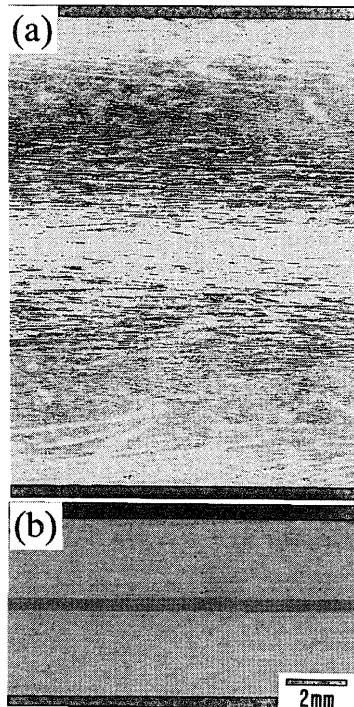


Fig. 4. Optical macrostructures of (a) the 70% rolled plate, and (b) the 90% rolled plate.

る。一般的にマルテンサイトのパケット粒径は旧 γ 粒径に比例し, パケット粒径に対する旧 γ 粒径の比は炭素鋼において2から3である¹³⁾。またこの比は γ 粒径が小さくなるにつれて1に近づくので¹³⁾, ここで観察された結晶粒が仮にパケット粒であったとしても, 圧延による逆変態で生じた γ 粒径はそれと同様に微細なものであったことが推察される。90%圧延材の1/2tではラス構造が観察され, 周囲と大傾角をなす結晶粒の大きさは $2\sim 3\mu\text{m}$ 程度であった。90%圧延材に限らず70%圧延材においても, 焼入れままマルテンサイトの領域では概ね, 大傾角をなす結晶粒の大きさが $0.5\mu\text{m}$ 程度であった。これらの結果から, 圧延で逆

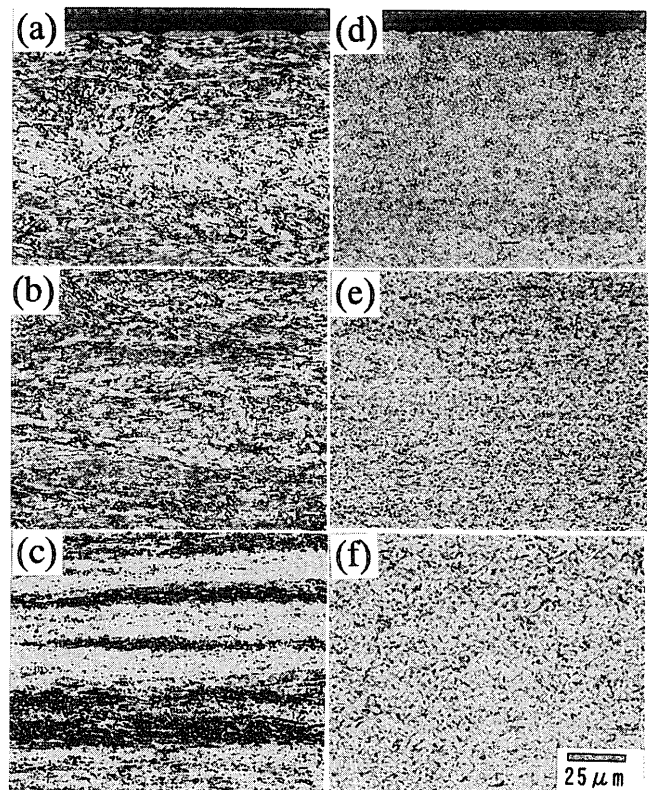


Fig. 5. Optical microstructures of the rolled plates. (a) Surface, (b) 1/4t, (c) 1/2t of the 70% rolled plate. (d) Surface, (e) 1/4t, (f) 1/2t of the 90% rolled plate.

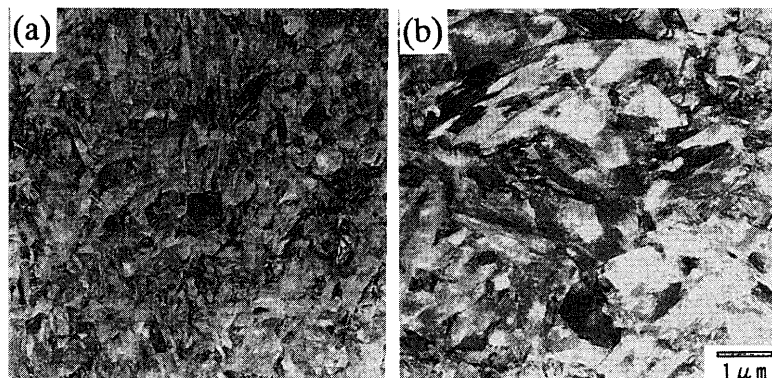


Fig. 6. TEM images taken from (a) 1/4t, (b) 1/2t of the 90% rolled plate.

変態を生じた領域は γ 粒が顕著に微細化していることが明らかになった。

4. 変形・温度連成圧延解析による逆変態挙動の解析

大ひずみ圧延実験により、70%圧延材では板厚中心部で部分的に、90%圧延材では板厚全厚にわたって完全に逆変態を生じることがわかった。圧下量増大に伴うこのような逆変態挙動の変化の支配要因を明らかにするため、変形・温度連成圧延解析^{14,15)}により大ひずみ圧延時の鋼板のひずみ分布、および温度分布を解析した。Table 3 および Table 4 にそれぞれ変形解析および温度解析に用いた条件を示す。計算では大ひずみ圧延実験を行った60%圧延、70%圧延および90%圧延の3水準をシミュレートした。

変形解析に使用する変形抵抗は次のように決めた。材料は剛塑性体とし、ひずみが0.01以下の範囲では変形抵抗は196 MPaの一定値とした。ひずみが0.01以上については、あらかじめ小型加工熱処理シミュレータで採取した各種加工温度、ひずみ速度での供試鋼の真ひずみ-真応力線図から、(1)式のように変形抵抗を定式化した。ただし加工温度が低く、真ひずみ0.1以上では加工発熱による応力の低下が著しいため、真ひずみ0.1までの真応力-真ひずみ線図でフィッティングした。また各圧延パスにて導入されるひずみはパス間で回復しないで100%残留すると仮定し、当該パスでのロールバイト出口面でのひずみ分布を次の圧延解析での初期条件に用いた。

$\varepsilon \geq 0.01$ の時

$$\sigma = 9.8(\varepsilon - 0.01)^{0.093} \dot{\varepsilon}^{0.04} \exp\left(1.676 + \frac{2150}{T + 273}\right) \quad [\text{MPa}] \quad \dots (1)$$

ε : Strain

$\dot{\varepsilon}$: Strain rate (s^{-1})

T : Temperature ($^{\circ}\text{C}$)

温度解析に関して、圧延中に発生する加工発熱率 \dot{Q}_p と摩擦発熱率 \dot{Q}_f は(2)式および(3)式により計算した。

$$\dot{Q}_p = \frac{\eta_p}{J} \int_V \bar{\sigma} \bar{\varepsilon} dV \quad \dots (2)$$

$$\dot{Q}_f = \frac{\eta_f}{J} \int_S \mu P |\Delta U| dS \quad \dots (3)$$

ただし、 J は熱の仕事当量、 $\bar{\sigma}$ と $\bar{\varepsilon}$ は相当応力、相当塑性ひずみであり、 μ 、 P 、 ΔU はそれぞれ摩擦係数、圧延圧力、材料とロール間の相対滑り速度である。また η_p は塑性仕事熱の変換割合、 η_f は摩擦仕事の材料への分配割合であり、ここでは各々0.85、0.50を用いた。本解析モデルは定常温度解析モデルであることから、圧延ロールの表面温度は無限長圧延時の熱的平衡状態のものであり、ロール

Table 3. Employed conditions for the rolling analysis.

Initial thickness	50 mm
Initial temperature	550°C (homogeneous inside the material)
Roll diameter	720 mm
Rolling speed	50 mpm
Pass schedule	50→40→30→20 mm (60 %)
(corresponds to No.1,2 and 3 in Table 2)	50→33→22→15 mm (70 %)
	50→22→11→5 mm (90 %)
Interpass time	5 s
Friction coefficient	0.25

Table 4. Employed conditions for the thermal analysis.

Thermal conductivity	34.9 W/m/K
Specific heat	711.6 J/kg/K
Heat transfer coefficient for air cooling	0.0233 kW/m ² /K
Heat transfer coefficient between work roll and plate	0.695P-34.4 kW/m ² /K (P: Roll pressure)
Emissivity	0.6
Ambient temperature	20°C

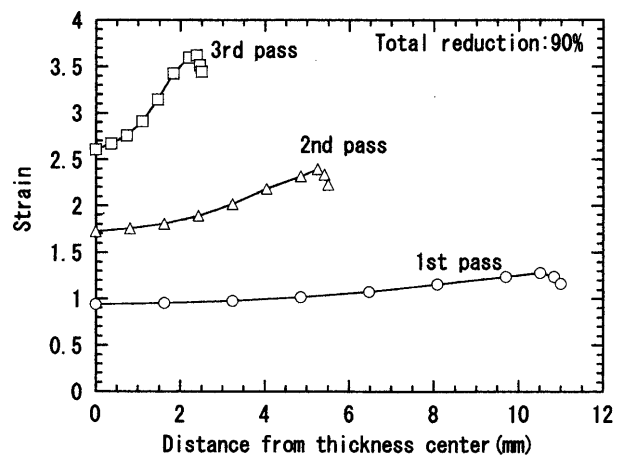


Fig. 7. Strain distributions along the plate thickness at an exit of roll bite.

温度が実際の値より高くなる。そこで今回はロール表面温度をロールバイト入口にて20°C、ロールバイト出口にて450°Cで近似した¹⁵⁾。またパス間での温度推移の解析は、変形解析によって求められたロールバイト出口面での温度分布を初期条件とし、非定常有限要素法にて行った。

Fig. 7に90%圧延の場合のロールバイト出口面での板厚方向相当塑性ひずみ分布を示す。板厚方向ひずみ分布はよく知られているように、板厚中心より表層近傍の方が大きくなっている。圧延パス数が多くなるにつれて、板厚表層と中心の相当塑性ひずみの差は大きくなり、3パス目では板厚表層のひずみが3.5以上と、中心部の約1.5倍となっている。相当塑性ひずみ分布は板厚方向ではロール表層より

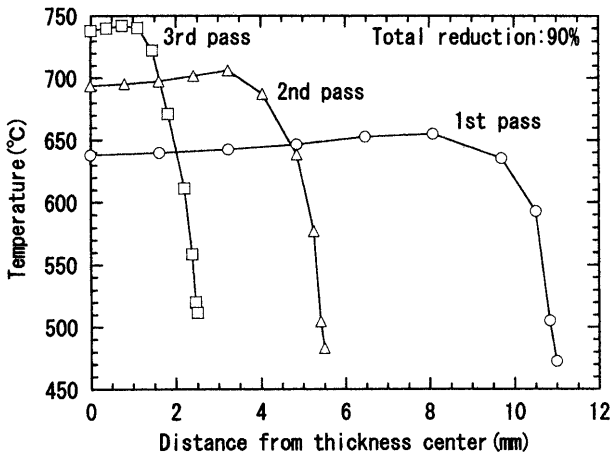


Fig. 8. Temperature distributions along the plate thickness at an exit of roll bite.

少し下部にて最大値をとっており、熱間圧延解析結果として妥当であるといえる。Fig. 8 に90%圧延の場合のロールバイト出口面での温度分布を示す。ロールバイト出口面での温度分布は、加工発熱・摩擦発熱とロール抜熱とのバランスを考慮した最終温度分布として板厚内部が高くなっており、ロール抜熱の影響で表層において急激に低下している。この傾向はパス数が増え、板厚が薄くなるほど大きくなる。加工発熱が最大となる位置がひずみ分布に依存しているため、板厚内部において温度が最も高くなる位置は板厚中心より表層側にずれている。60%圧延および70%圧延の場合にも、ロールバイト出口面での板厚方向ひずみ分布および温度分布は3パス90%圧延の場合と同様の挙動を示した。

Fig. 9 に60%圧延、70%圧延および90%圧延の場合の圧延パス間での温度推移を示す。Fig. 8 にも示したように、とくに90%圧延の場合にはロールバイト出口面で板厚中心と表層に大きな温度差が存在するが、圧延後数秒以内には復熱が概ね完了して板厚方向にほぼ均一な温度分布をとり、その後は圧延材内部の熱的平衡を保ちながら全体的にゆっくり温度が低下していく。復熱後の鋼板温度はトータル圧下量が大きくなるにつれて顕著に高くなり、3パス90%圧延の場合には3パス圧延5秒後の鋼板表層温度は670°Cとなっている。Fig. 2 に示したように、大ひずみ圧延実験の結果では、3パス90%圧延後の鋼板表層温度が675°Cであり、両者はほぼ一致している。このことから、変形・温度連成圧延解析結果は、その計算過程にいくつかの仮定があるものの、実体での温度分布を概ね再現していると思われる。

5. 考察

5.1 圧延により逆変態が進行するメカニズム

大ひずみ圧延に伴う組織変化と変形・温度連成圧延解析

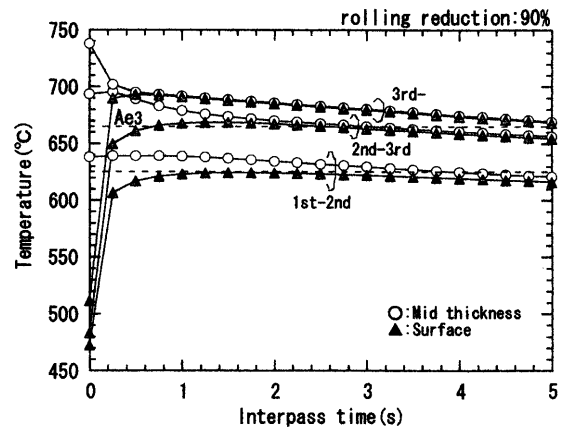
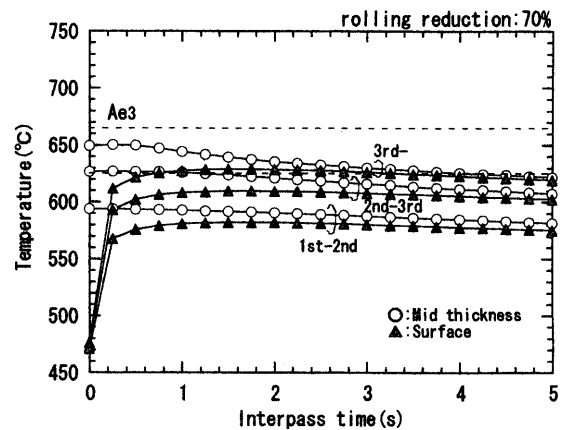
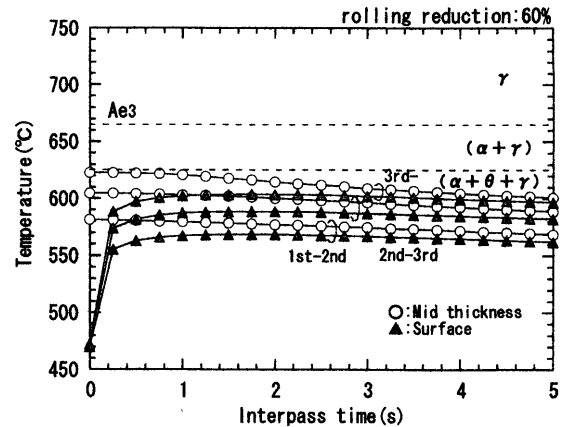


Fig. 9. Temperature changes at mid-thickness and surface of the plate as a function of interpass time.

結果の比較検討を行い、大ひずみ圧延により逆変態が進行するメカニズムを考察する。Fig. 3 より、逆変態は基本的に板厚中心部より進行していることが明らかである。圧延により逆変態が生ずる現象がひずみ主因で誘起されるものであれば、よりひずみの大きい板厚表層近傍から生ずるはずである。逆変態が板厚中心から進行するのは、加工発熱や摩擦発熱とロール抜熱のたしあわせによって決まる板厚方向温度分布が大きく影響しているためである。パス圧下量が大きくなり板厚表層近傍での局所的なひずみが大きくなると、それに伴う加工発熱が顕著となり Fig. 3(b) の90%圧延材2パス目で見られるように板厚中心部に加え表層近

傍においても逆変態を生ずると考えられる。

具体的に大ひずみ圧延による逆変態挙動と変形・温度連成圧延解析結果との比較検討をしてみる。Fig. 9より、60%圧延の場合3パス終了後に板厚中心部においてもセメンタイト固溶温度に到達していない。このことより、圧延終了後の組織が全板厚にわたって焼戻しマルテンサイトであったことが裏付けられる。70%圧延の場合2パス目までは板厚中心部においてもセメンタイト固溶温度に到達していないが、3パス目には板厚中心部がセメンタイト固溶温度と A_{e3} 点のほぼ中間の650°C程度まで上昇しており、Fig. 5の板厚中心部にて焼戻しマルテンサイトと超微細マルテンサイトが層状となっていた形態を定性的に説明できる。この場合にも板表面は A_{e3} 点には到達しておらず、Fig. 5にて板表層部組織が展伸した焼戻しマルテンサイトのままであったこととよく一致している。一方90%圧延の場合には1パス後にはすでに板厚中心部温度がセメンタイト固溶温度を超えており、3パス後には板表面においても A_{e3} 点を超えている。つまり90%圧延の場合には3パス後板厚全厚にわたって逆変態が発生する温度条件がととのっており、Fig. 3およびFig. 5の結果と非常によく一致している。

このように変態点直下の大ひずみ圧延により逆変態が生じるかどうかは、加工発熱と摩擦発熱、およびロール抜熱のたしあわせによって決まる板厚方向温度分布に強く依存している。摩擦発熱は鋼板の極表層でしか発生しないため、事実上加工発熱が逆変態の発現に対して支配的に関与している。さらに筆者ら¹⁶⁾は、変態点直下の加工により生ずる逆変態に関し、その発現に対するひずみ速度の影響を0.3wt%C-9wt%Ni鋼の小型試験片を用いて調べた。その結果、同じ量のひずみを加えてもひずみ速度が小さいと逆変態を生じないこと、すなわち現象の発現に対して大ひずみ加工に伴う加工発熱が重要であることを明らかにした。以上のことから、変態点直下の大ひずみ圧延により生ずる逆変態は、「加工発熱誘起逆変態」と呼ぶことができる。

5.2 90%圧延材のパス毎の組織変化

90%圧延材では全厚にわたって逆変態を生じ、変形・温度連成圧延解析の結果から3パス後には板厚全厚にわたって逆変態を生ずる温度条件がととのっていることが裏付けられた。しかし圧延中・圧延パス間を通して生ずる板厚方向温度分布の履歴は複雑である。実際に90%圧延材で加工発熱誘起逆変態が生じた過程を考える。

90%圧延材の板厚中心部の温度履歴と組織変化を考える。Fig. 9よりロールバイト出口面での板厚中心温度は1パス目で638°Cとすでに $(\alpha+\gamma)$ 二相温度域となっている。実際Fig. 3(b)に示すように板厚中心部では1パス目ですでに逆変態が部分的に進行している。ロールバイト内での時間は1sに満たないレベルであり、ロールバイト内で動的に逆変態が生じたかどうかは今回の結果からは判断ができない。次に2パス目の圧延は逆変態前の焼戻しマルテンサ

イトと逆変態後の γ の両相が存在した状態で行われる。ロールバイト出口面での板厚中心温度は2パス目で693°Cと A_{e3} 温度を超えている。Fig. 3(b)より板厚中心部では2パス目で焼入れままマルテンサイト硬さ：HV570を上回る硬度になっており、すでに逆変態が完了している。1パス目あるいは2パス目の逆変態で形成される γ は、Fig. 6(a)に示した90%圧延材の1/4tで観察された組織のように0.5 μm 程度の超微細粒組織を呈していたと推測される。Fig. 9より2パス目終了5秒経過しても、板厚中心部は660°C以上あり、その後引き続き行われる3パス目の圧延は、完全に γ の状態加工されたと考えられる。実際板厚中心部では未再結晶 γ 域で強い制御圧延を受けた後に変態した α の典型的な集合組織となっていた¹⁷⁾。このことは、板厚中心部では3パス目に γ の状態加工を受けたとする変形・温度連成圧延解析の結果を支持するものである。Fig. 4に示した90%圧延材のTD面マクロ組織写真において板厚中心の幅0.5mm程度の領域で若干コントラストの異なるところは、このように2パス目ですでに逆変態が完了して3パス目に未再結晶 γ 域で強加工を受けた領域であると推測される。

板厚表層については、ロールバイト出口面において1パス目で472°C、2パス目で483°Cである。しかし2パス目の後には加工発熱によって昇温した板厚内部からの復熱により圧延後数秒以内に668°Cまで温度が上昇して逆変態が生ずる。3パス目でロール抜熱に起因してロールバイト出口面での温度が再度511°Cまで低下するが、やはり板厚内部からの復熱により圧延後数秒以内に693°Cまで昇温する。このように表層部においてはロール抜熱による温度低下と加工発熱による復熱の繰り返しがあり、温度履歴は非常に複雑である。ロール抜熱があるのでロールバイト内で逆変態が動的に生ずることはなく、基本的に板厚内部からの復熱により静的に進行していると考えられる。板厚表層と中心の間の領域では、逆変態挙動は連続的に変化していると推測される。

5.3 加工発熱誘起逆変態による γ 粒微細化メカニズム

加工発熱が逆変態の発現を可能にする一方で、ひずみは材料中へ多くの欠陥を導入することによって拡散型逆変態を促進するとともに、超微細 γ 粒の形成に重要な寄与を及ぼす。母相 α においてあらかじめひずみを加えるとその後逆変態 γ 粒径が細くなることについては、そのメカニズムがこれまでに報告されている。従来報告¹¹⁾によれば、再加熱の際先に形成される微細な α サブグレイン境界から γ 粒が核生成することが基本的なメカニズムである。本研究においても基本的には同様のメカニズムが働いていると考えられる。0.3wt%C-9wt%Ni鋼の加工発熱誘起逆変態の場合、 γ の主な核生成サイトは α サブグレイン上のセメンタイトである¹²⁾。 α サブグレインが細くなることでより多くのセメンタイトが核生成サイトとして有効になる

と考えられる。

加工発熱誘起逆変態では従来の γ 粒超微細化手法⁸⁻¹¹⁾と比較して加熱速度が大きく加熱時間が短いため、逆変態の駆動力増大および γ の粒成長抑制を通して γ 粒微細化に対して有効に作用する。その反面、冷間で加工する従来手法と比べて加工温度が高く母相 α の回復が進行しやすい点は γ 粒微細化に対して不利な方向に作用する。結果として今回達成された γ 粒径は従来法⁸⁻¹¹⁾と比較して概ね同等となっているが、このような個々の作用についてはまだ明らかではない。

6. 結言

本研究では、大ひずみ加工に伴う加工発熱を利用した新しい γ 粒超微細化プロセス「加工発熱誘起逆変態」を提案した。初期組織がマルテンサイトの0.3wt%C-9wt%Ni鋼に対してセメントイト固溶温度よりも低い550°Cで総圧下量60~90%の大ひずみ圧延を行い、これに伴う逆変態挙動を調べた。

(1) 圧延最終パス後の鋼板表層温度は、圧延に伴う加工発熱により圧下量の増大とともに上昇し、90%圧延の場合には A_{e3} 点よりも高い675°Cに達した。

(2) 90%圧延材では板厚全厚にわたって完全に、70%圧延材では板厚中心部で部分的に逆変態を生じた。すなわち加工によって生ずる逆変態を工業的な鋼板製造プロセスである圧延により実現した。

(3) 逆変態を生じた領域では冷却後組織が著しく微細化しており、90%圧延材の1/4t位置における組織は、結晶粒(旧 γ 粒径あるいはパケット径)の大きさが0.5 μ m程度の超微細マルテンサイトであった。

(4) 変態点直下のひずみ圧延により逆変態が生じる

かどうかは、加工発熱と摩擦発熱、ロール抜熱のたしあわせによって決まる板厚方向温度分布に強く依存しており、この現象を加工発熱誘起逆変態と呼ぶことができる。

本研究は経済産業省、NEDOのご後援のもとに行われたものであり、ここに謝意を表します。また研究の遂行にあたり有益なご助言をいただきましたスーパーメタル(鉄系)研究体の皆様に謝意を表します。

文 献

- 1) Int. Symp. on Ultrafine Grained Steels (ISUGS 2001), ed. by S. Takaki and T. Maki, ISIJ, Tokyo, (2001).
- 2) 第177・178回西山記念技術講座, 日本鉄鋼協会編, 東京, (2002).
- 3) N. Tsuji: *Tetsu-to-Hagané*, **88** (2002), 359.
- 4) Ultrafine-Grain Metals, ed. by J.J. Burke and V. Weiss, Syracuse University Press, New York, (1970).
- 5) M. Niikura, Y. Hagiwara, K. Nagai, K. Tsuzaki and S. Takaki: Int. Symp. on Ultrafine Grained Steels (ISUGS 2001), ed. by S. Takaki and T. Maki, ISIJ, Tokyo, (2001), 26.
- 6) C. Ouchi: Proc. Int. Forum on Creation of Super Metallic Materials, NEDO&RIMCOF&JRCM, Tokyo, (1997), 31.
- 7) S. Nanba, M. Nomura, N. Matsukura and K. Makii: Proc. 4th Symp. on Super Metal, JRCM & RIMCOF, Tokyo, (2001), 115.
- 8) R.L. Miller: *Metall. Trans.*, **3** (1972), 905.
- 9) M. Enomoto and E. Furubayashi: *Mater. Sci. Eng.*, **24** (1976), 123.
- 10) K. Tomimura, M. Oku, S. Takaki and Y. Tokunaga: *Tetsu-to-Hagané*, **75** (1989), 1186.
- 11) M. Tokizane, K. Ameyama and K. Takao: *Scr. Metall.*, **22** (1988), 697.
- 12) T. Yokota, T. Shiraga, K. Sato and M. Niikura: *Tetsu-to-Hagané*, **86** (2000), 479.
- 13) T. Maki, K. Tsuzaki and I. Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **65** (1979), 515.
- 14) M. Miyake, I. V. Samarasekera and J.J.M. Too: *NKK Tech. Rep.*, **170** (2000), 22.
- 15) 三宅 勝, 曾谷保博, 横田智之: 第115回圧延理論部会, 圧理115-11, (2001).
- 16) T. Yokota, K. Sato and M. Niikura: Int. Symp. on Ultrafine Grained Steels (ISUGS 2001), ed. by S. Takaki and T. Maki, ISIJ, Tokyo, (2001), 116.
- 17) T. Yokota, M. Miyake, M. Niikura, K. Sato and Y. Shirota: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 505.