

# 温間多パス溝ロール圧延による超微細フェライト組織鋼の創製

大森 章夫\*・鳥塚 史郎\*・長井 寿\*・小関 尚史\*<sup>2</sup>・向後 保雄\*<sup>3</sup>

Evolution of Ultrafine-grained Ferrite Structure through Multi-pass Warm Caliber-rolling

Akio OHMORI, Shiro TORIZUKA, Kotobu NAGAI, Naoshi KOSEKI and Yasuo KOGO

**Synopsis** : Ultrafine-grained steel bars with a cross section of 18 mm square were fabricated through a multi-pass warm caliber-rolling for a 0.15%C–0.3%Si–1.5%Mn steel. The average ferrite grain sizes of 0.43  $\mu\text{m}$ , 0.70  $\mu\text{m}$  and 1.2  $\mu\text{m}$  were obtained in the isothermal rolling processes at 773K, 823K and 873K, respectively. Despite of inhomogeneous strain distribution by the caliber-rolling, finally, large plastic strain more than 2 or 3 could be introduced into the whole region of the bar samples. Strain accumulation due to the multi-pass warm deformations was confirmed by comparing microstructural evolution through the multi-pass deformations with that through single-pass deformations. The hardness and the grain size of the ultrafine-grained structures formed through severe warm deformations depend on Zener–Hollomon parameter. These indicate that the formation process of the ultrafine-grained structures is “continuous recrystallization” or “*in-situ* recrystallization”. The similarity to single-pass deformations reveals the multi-pass warm rolling to be an effective method to obtain ultrafine-grained ferrite structures.

**Key words** : low carbon steel; caliber-rolling; warm deformation; multi-pass deformation; ultrafine grain; continuous recrystallization; *in-situ* recrystallization.

## 1. 緒言

近年、鉄鋼材料の結晶粒径をサブミクロンレベルにまで超微細化する研究が盛んに行われ、バルク材で1  $\mu\text{m}$ 以下の超微細フェライト( $\alpha$ )粒を得るための様々な新しい加工熱処理法が提案された<sup>1)</sup>。これらは、大歪加工した準安定オーステナイト( $\gamma$ )相からの $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態<sup>2-5)</sup>や加工誘起 $\alpha \rightarrow \gamma$ 逆変態<sup>6)</sup>など「相変態」を利用する方法と、 $\alpha$ 相の温間大歪加工によって変態を経ずに超微細 $\alpha$ 粒を得る方法<sup>7-11)</sup>に大別される。後者は、加工組織から同じ結晶系の新粒組織が形成される過程であり、広義の「再結晶」として捉えることができる。最近の研究によると、塑性変形によって大きな方位差を持つ境界が新たに導入され(deformation induced high-angle boundary), それによって初期粒がサブミクロンサイズに分断(subdivisionまたはfragmentation)される。さらに、加工中の動的回復あるいは加工後の静的回復過程を経ることによって、導入された境界がより平衡な構造を有する大角粒界に変化し、明瞭な超微細粒組織が形成される<sup>12-15)</sup>。この過程では、粒界の長距離移動を伴わずに、いわば核生成のみの1段階過程で新粒組織が形成されるため、従来からよく知られている古典的再結晶、すなわち再結晶粒の核生成と成長の2段階過程を経て新粒組織が形成される不連続再結晶(discontinuous recrystallization)とは区別して、連続再結晶(continuous recrystallization)<sup>10,13)</sup>あるいは

はその場再結晶(*in-situ* recrystallization)<sup>14,15)</sup>と呼ぶことが提案されている。

超微細粒組織形成のためには、一般に真歪で1ないし2を超える大歪加工が必要とされる。筆者らは、小サンプルに真歪で最大4程度に達する歪を導入することのできるアンビル圧縮試験法を用いて、 $\alpha$ 相の1パス温間大歪加工では、歪がおよそ3を超える領域で、連続再結晶あるいはその場再結晶と同様の機構により、1  $\mu\text{m}$ 以下の超微細粒組織が形成されることを明らかにした<sup>16)</sup>。

一方、大型バルク材でそのような1パス大歪加工を行うことは、圧延・加工設備能力の制約により現実的でない。工業的には、多パス加工による検討が不可欠である。温間加工では、従来のTMCPにおける熱間加工と比較すると、変形抵抗の増大は避けられないが、加工中あるいは加工後の復旧過程や結晶粒粗大化を抑えることができる。したがって、 $\alpha$ 相の温間大歪加工を利用すれば、1パスあたりの圧下率が小さい場合でも、超微細粒組織形成のために必要な大歪加工を多パス・累積大歪加工によって実現することが可能であると考えられる。これまでに、繰り返しせん断加工(ECAPまたはECAE)法<sup>8)</sup>、繰り返し重ね接合圧延(ARB)法<sup>7,14,15)</sup>、多方向多段圧縮<sup>10)</sup>、溝ロール圧延<sup>11,17,18)</sup>などの多パスの大歪加工プロセスを用いて、超微細粒組織を有するバルクの鉄鋼材料が得られている。

しかしながら、このような温間多パス加工における組織

平成15年1月6日受付 平成15年3月11日受理 (Received on Jan. 6, 2003; Accepted on Mar. 11, 2003)

\* 物質・材料研究機構 (National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen Tsukuba 305-0047)

\*<sup>2</sup> 東京理科大学大学院生 (Graduate Student, Tokyo University of Science)

\*<sup>3</sup> 東京理科大学基礎工学部 (Faculty of Industrial Science and Technology, Tokyo University of Science)

形成過程を1パス大歪加工と比較して議論した研究はほとんどない。本論文では、等温多パス溝ロール圧延によって超微細 $\alpha$ 粒組織を有する棒鋼を作製し、マイクロ組織と機械的特性を調べた。そして、多パス圧延における超微細組織形成過程を詳細に観察し、1パス圧縮試験の結果と比較することによって、温間多パス加工における歪累積効果と $\alpha$ 粒径決定因子を検証した。

## 2. 実験方法

Table 1に示した化学組成のSM490相当の真空溶解鋼を供試鋼とした。熱間鍛造によって $\phi 115$  mmの丸棒に成形した後、長さ600 mm (約50 kg)の圧延素材を採取して温間多パス溝ロール圧延を行った。圧延の概略をFig. 1に示す。まず圧延素材を1173Kに加熱して $\gamma$ 単相とした後、Ar3点付近の1023~993Kの温度範囲において、79 mm角の孔型まで10パスの圧延 (Stage I, 累積減面率40%)を行った。続いて、圧延材を温間圧延目標温度の823Kまで空冷し、70 mm角から最終17 mm角の孔型まで21パスの温間圧延 (Stage II, 累積減面率95%)を行った。Stage Iの圧延は組織調整のための熱間圧延である。主にStage I終了後の空冷中に進行する $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態とパーライト変態によって、Stage II直前のマイクロ組織を等軸フェライト( $\alpha$ )とパーライトの2相組織とした。続くStage IIの823Kにおける温間多パス圧延によって超微細 $\alpha$ 粒組織を形成した。 $\alpha$ 粒径に及ぼす圧延温度の影響を調べるために、同一パススケジュールで、Stage IIの圧延目標温度を50Kずつ上下させて873Kあるいは773Kとする圧延も別途行った。

Table 2に溝ロールの孔型形状と圧延パススケジュールの詳細を示す。ロール径は、No. 29パスまでが $\phi 500$  mm, No. 30および31パスでは $\phi 320$  mmであり、圧延速度はおよそ1 m/sであった。圧延材の断面形状をできるだけ正方形に近づけるため、孔型No. 1~10および18では、同じ孔型を2回ずつ通した。また、各パスごとに材料を回転させて圧下方向を90度ずつ変化させることにより、多方向加工を実現した。Table 2の孔型寸法から計算した各パスの減面率

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

C	Si	Mn	P	S
0.15	0.30	1.50	0.01	0.002

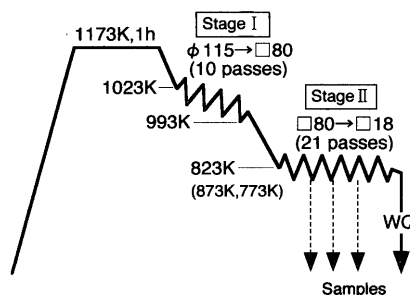


Fig. 1. Schematic illustration of the caliber-rolling process.

と、接触温度計によって実測した圧延中の鋼材表面温度をFig. 2に示す。Stage IIの多くのパスにおいて、減面率は10~20%であり、加工発熱により圧延パス直後の温度が10~20K上昇したが、パス間時間の調整によって材料温度

Table 2. Details of the caliber-rolling.

Stage	Pass No.	Caliber						Rolling temperature	
		No.	shape	a(mm)	b(mm)	c(mm)	$\theta$		R(mm)
I	1	1	diamond	141	162	108	98°	20	1023K ~993K
	2								
	3	2	diamond	129	148	98	98°	18	
	4								
	5	3	diamond	120	135	90	97°	16	
	6								
	7	4	diamond	118	140	90	100°	20	
	8								
	9	5	diamond	103	123	79	100°	18	
	10								
II	11	6	diamond	92	109	70	100°	17	823K (873K, 773K)
	12								
	13	7	diamond	81	97	62	100°	16	
	14								
	15	8	diamond	73	86	56	99°	14	
	16								
	17	9	diamond	65	76	50	99°	12	
	18								
	19	10	diamond	59	68	45	98°	11	
	20								
	21	11	diamond	54	62	41	98°	9.5	
	22	12	diamond	50	56	37	97°	8	
	23	13	diamond	46	51	34	97°	7	
	24	14	diamond	42	47	31	96°	6	
	25	15	diamond	39	44	29	96°	5.5	
	26	16	diamond	38	40	28	94°	5.5	
	27	17	diamond	36	38	26	94°	5.5	
	28								
	29	18	diamond	34	36	24	94°	5.5	
	30	19	oval	11	52	-	-	64	
	31	20	square	24	24	17	90°	2.5	

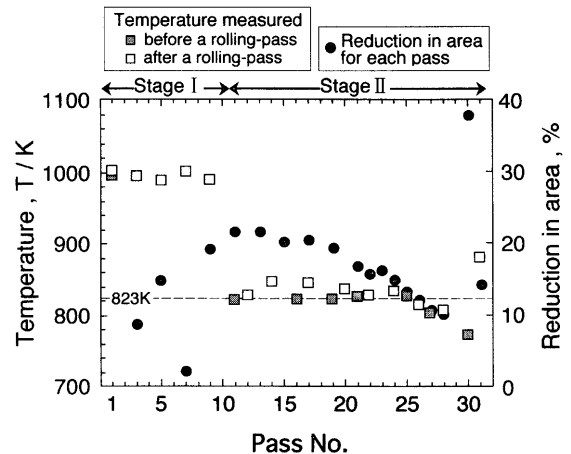
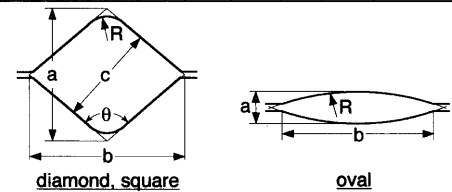


Fig. 2. Reduction in area for each pass calculated from Table 2 and the rolling temperatures measured on the surface of the specimen.

をおおむね目標温度±20Kの範囲内に制御することができた。ただし、オーバル形状の孔型を通すNo. 30パスでは、38%という他のパスよりも大きな減面率の影響により加工発熱が顕著となり、No. 30およびNo. 31の最終2パスの直後の鋼材表面温度は880K程度まで上昇した。

圧延を終えた棒材は直ちに水冷し、断面中央部から平行部長さ24.5mm、φ3.5mmの丸棒引張試験片とフルサイズの2mm Vノッチシャルピー試験片を圧延方向（棒長手方向）に採取した。さらに、圧延方向に垂直な断面（C断面）と平行な断面（L断面）について、1.5%ナイトールエッチングによるSEM観察とFE-SEMを用いたEBSP解析を行った。さらに、C断面内の硬さ分布を知るために、荷重4.9Nのピッカース硬さ試験を行った。

また、Stage IIの温間圧延途中の組織変化過程を観察するため、823K圧延材について、No. 22パス（孔型形状：37mm角）、No. 26パス（孔型形状：28mm角）、No. 29パス（孔型形状：24mm角）それぞれの直後に圧延材の一部を切断して水冷し、硬さ分布測定および組織観察のための試料を採取した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 ミクロ組織

圧延目標温度を823Kとした温間多パス圧延の途中および圧延終了後のC断面のSEM組織をFig. 3に示す。(a), (b)はNo. 22パス直後の組織で、断面実寸は40mm角であった。(c), (d)はNo. 25パス後の29mm角材、(e), (f)はNo. 29パス後の24mm角材、(g), (h)は最終No. 31パス後の18mm角材の組織である。Stage Iを終えた時点、すなわちStage II直

前の寸法は80mm角であったので、温間圧延(Stage II)の累積圧下率（減面率）は、それぞれ(a), (b) 75%, (c), (d) 87%, (e), (f) 91%, (g), (h) 95%となる。また、(a), (c), (e), (g)は圧延材C断面の正方形頂点付近の表面から1mmの組織を、(b), (d), (f), (h)はC断面中心部付近の組織を示す。

まず、圧延材中心部の組織(b), (d), (f), (h)を見ると、最も累積圧下率の小さい(b)では、初期α粒界のみが濃くエッチングされ、粒内には薄くエッチングされる亜粒界のみが認められた。Stage IIの圧延直前に存在していたパーライトは、既にこの段階で加工によって分断され、写真(b)の左下隅に観察されるような粒状のセメンタイトの集団に変化していた。累積圧下率が87%まで増加した(d)では、もはやエッチングの濃さでは初期粒界と区別できない明瞭な粒界に囲まれた等軸状の超微細α粒が一部に生成し始めていた。このような超微細粒の分率は累積圧下率が増加するにしたがって増加したが、平均粒径は圧下率に依存せずほぼ一定であった。累積圧下率95%の18mm角材では、(h)に示すようなほぼ全面が超微細α粒からなる平均粒径0.70μm（公称粒径）の組織が得られた。

次に、圧延材表面から1mm付近の組織(a), (c), (e), (g)を中心部(b), (d), (f), (h)と比較する。最も累積圧下率の小さい40mm角材では、中心部(b)で超微細粒の生成が認められないのに対して、表面付近(a)では既に等軸状の超微細粒が生成していた。累積圧下率が増加するにしたがって中心部と表面付近のミクロ組織の差は小さくなり、最終的に18mm角材では、(g)と(h)が示すように表面付近から中心部に至るまでほぼ均一の超微細α粒と粒状セメンタイトからなる組織が得られた。

Fig. 4には、18mm角材中心部の組織のEBSP解析結果を

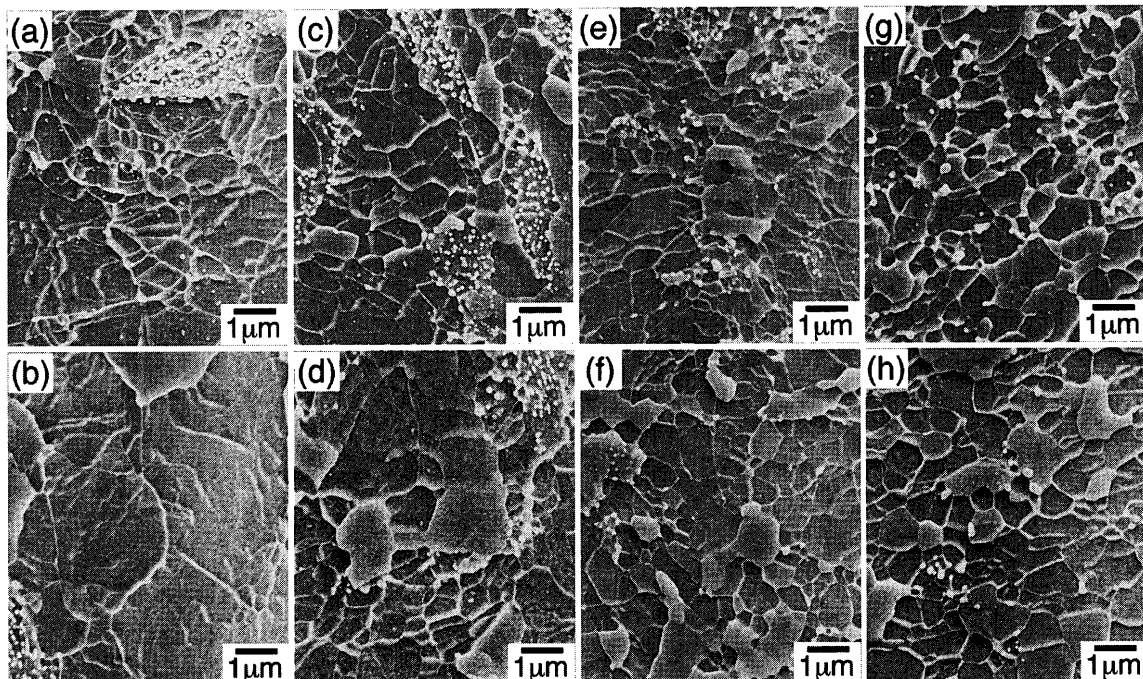


Fig. 3. SEM micrographs showing microstructures caliber-rolled at 823K with accumulative reduction of (a), (b) 75%, (c), (d) 87%, (e), (f) 91% and (g), (h) 95% in area. The observed area is 1 mm away from the surface for (a), (c), (e) and (g) or at the center on the cross section for (b), (d), (f) and (h).

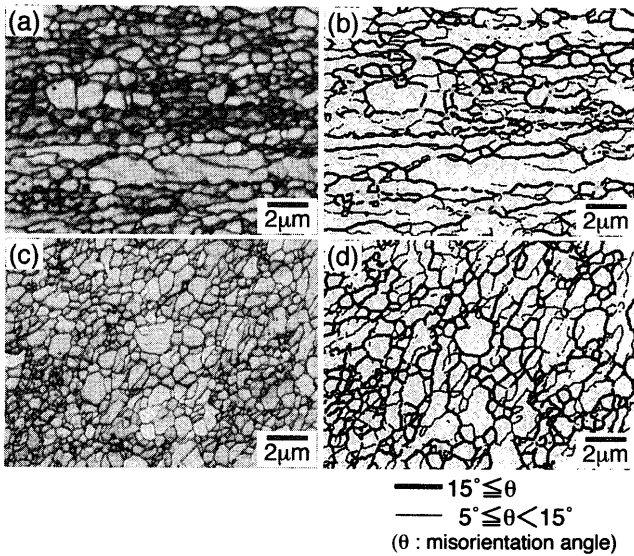


Fig. 4. EBSD analyses showing Image Quality maps (a), (c) and boundary maps (b), (d). The observed area is at the center on the longitudinal section (a), (b) or the cross section (c), (d) of the steel bar caliber-rolled at 823K with the accumulative reduction of 95% in area.

示す。(a), (c)はImage Quality像, (b), (d)は方位差角が5°以上の粒界のみを表示したboundary mapである。15°以上の大角粒界をは太線で示した。サブグレインや圧延方向に伸長したα粒も残存しているが、大角粒界に囲まれた1μm未満の等軸状超微細α粒がL断面でも多数認められる。初期α粒が伸延するだけでなく、大きな方位差を持つ界面(deformation induced high-angle boundary)が大歪加工によって新たに導入され、それが初期α粒を分断して超微細α粒を形成していることを示している。Image Quality像では5°未満の小角粒界も表示されているが、1.5°以上の方位差を持つ粒界のうち、15°以上の大角粒界と5°以上15°未満の比較的大きな方位差を持つ小角粒界は、それぞれ約35%ずつの長さを占めていた。さらに減面率を大きくしてより大きな歪を導入できれば、大角粒界の割合はさらに増加するものと考えられる。

圧延目標温度を873Kまたは773Kとした場合も、累積圧下率95%の18mm角材では、823K圧延材と同様の超微細α粒と粒状セメントイトからなるほぼ均一の組織が得られた。圧延材中心部のL断面組織をFig. 5に示す。圧延温度が低いものほど微細なα粒が得られた。C断面のSEM写真から測定した平均α粒径(公称粒径)は、873K圧延材で1.2μm, 773K圧延材で0.43μmであった。

### 3.2 ビッカース硬さ

Fig. 6に硬さ分布の測定結果を示す。断面内の硬さ分布および累積圧下率の増加に伴う硬さ変化は、マイクロ組織の変化を反映していた。中心付近の硬さは、累積圧下率91%までは圧下率の増加に伴って240程度まで増加し、累積圧下率95%では若干低下して230程度となった。また、圧延初期には表面近くと内部の硬さの差が大きく、累積圧下率75%の段階でHVで20以上の差があった。圧延材断面寸法

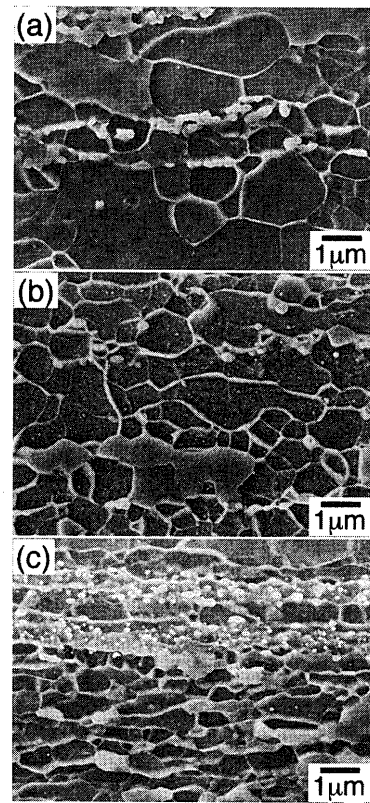


Fig. 5. Effect of rolling temperature on microstructure at the center on the longitudinal sections of the steel bars caliber-rolled at (a) 873K, (b) 823K and (c) 773K with the accumulative reduction of 95% in area.

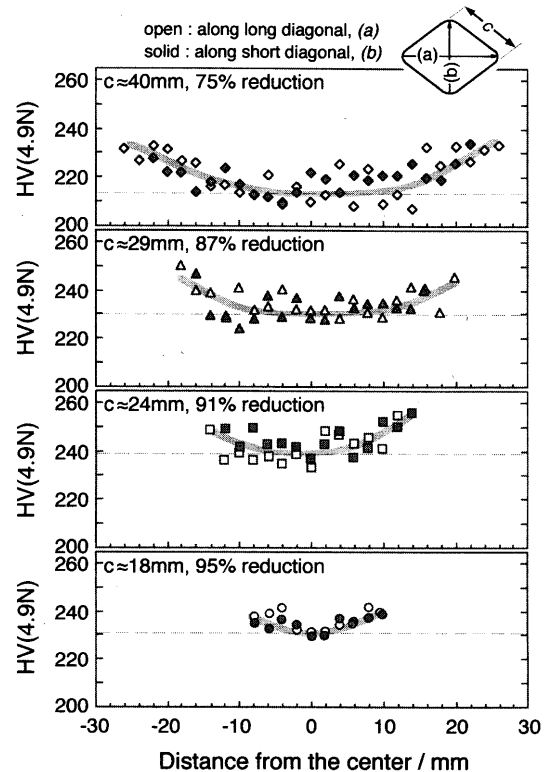


Fig. 6. Vickers hardness distributions on the cross sections of the steel bars caliber-rolled at 823K with various accumulative reduction in area.

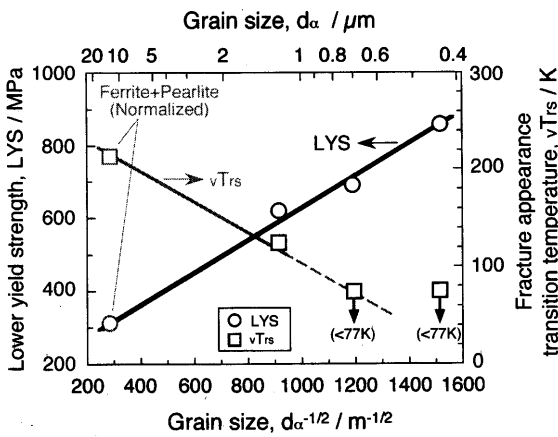


Fig. 7. Mechanical properties of the caliber-rolled steel bars.

の大きい圧延初期には表面付近に歪が集中し、中心部にまで導入される歪は小さいことが推定される。圧下率の増加に伴って表面付近と中心付近の硬さの差は小さくなり、累積圧下率95%ではHVの差は10程度となった。

### 3.3 機械的特性

圧延終了後の18mm角材の公称 $\alpha$ 粒径と降伏強さ(LYS)およびシャルピー破面遷移温度(vTrs)の関係をFig. 7に示す。同じ組成の鋼を焼きならししたフェライト+パーライト組織鋼のデータも合わせて示した。 $\alpha$ 粒径の微細化により、降伏強さは顕著に上昇した。粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒鋼においても降伏強さに関してHall-Petchの関係が成立することは、既にいくつかの研究によって検証されている<sup>11,19-21</sup>)。今回の結果もそれらにほぼ一致する傾向を示した。また、 $\alpha$ 粒径の微細化によりシャルピー破面遷移温度は低下し、 $1\mu\text{m}$ 未満の超微細粒組織が得られた823K圧延材および773K圧延材のvTrsは、液体窒素温度(77K)以下であった。

## 4. 考察

### 4.1 多パス圧延による歪蓄積効果

3.1節の組織観察結果から、温間多パス圧延の累積圧下率がある量を超えると、変形した初期 $\alpha$ 粒とは明らかに異なる超微細 $\alpha$ 粒が新たに生成し始めること、その超微細 $\alpha$ 粒は累積圧下率の増加とともに増加することが明らかになった。また、圧延材内部の不均一な歪分布により、歪増加に伴う組織変化の進行は、表面付近の方が中心部よりも早いことがわかった。

圧延材内部の歪分布に関しては、プラスチックを用いた実験による解析が行われている。豊島<sup>22</sup>)らは、厚肉材の板圧延において、表面近くの歪が材料中心部よりも大きくなること、特にせん断歪が表面近くで大きくなることを示した。また、青木<sup>23</sup>)は、スクエアダイヤモンド-スクエア方式の溝ロール圧延における歪分布を解析し、圧下率によって歪分布が大きく異なることを示した。そして、厚さ方向および幅方向の歪は、圧下率が大きい場合には材料中

心部で大きくなるが、圧下率が小さい(平均圧下率0.1程度、本研究の圧延条件に近い)場合には、ロールと接する断面上下端部などに集中する場合がある。また、圧下率に関わらず、せん断およびねじりによる歪は、中心部よりも端部の方が大きい。これらの結果は、材料表面近くに歪が集中していることを示唆する本研究の実験結果と定性的に一致する。しかしながら、溝ロール圧延(孔型圧延)では、ロール圧延一般に見られる材料とロール面との摩擦に起因した不均一変形に加え、圧下率やロールとの接触弧長が幅方向で不均一であること、孔型側壁により幅方向の変形が拘束されることなど孔型圧延固有の特徴により複雑さが増し、材料内部の歪分布を定量化することは一般に困難である。本論文では、溝ロール圧延に関しては各パスの減面率から圧延材全体に平均的に与えられる歪量を見積もるのみに留め、局所歪を定量化できる1パスのアンビル圧縮試験における組織変化を参照することにより、超微細粒組織形成の観点から多パス圧延における歪蓄積効果を検証した。

溝ロール圧延の解析には、便宜的に溝ロール圧延を平ロール圧延に置き換えて取り扱う矩形換算法が用いられ、圧延荷重やトルクの計算に活用されてきた<sup>24</sup>)。斎藤<sup>25</sup>)の方法を用いると、溝ロール圧延は、相当矩形断面材が幅広がりなしに圧下される平ロール圧延に置き換えられる。平ロール圧延による相当歪 $\epsilon_{eq}$ は、平面歪圧縮を仮定すれば、矩形換算した圧延前後の材料厚さ $H_0$ と $H_1$ 、あるいは圧下率(減面率) $r\%$ を用いて次の(1)式から求められる。

$$\epsilon_{eq} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left( \frac{H_0}{H_1} \right) = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left( \frac{1}{1-r/100} \right) \dots\dots\dots(1)$$

また、この時の歪速度 $\dot{\epsilon}_{eq}$ は、圧延速度を $v$ 、ロール半径を $R$ 、ロールと圧延材の平均投影接触長を $L$ として、(2)式から見積もられる。

$$\dot{\epsilon}_{eq} = \epsilon_{eq} \cdot \frac{v}{L} \approx \frac{\epsilon_{eq} \cdot v}{\sqrt{R(H_0 - H_1)}} \dots\dots\dots(2)$$

Table 2に示した孔型寸法から各圧延パスの減面率を求め、(1)式に代入することによって、各パスで材料中に導入される平均歪を見積もることができる。オーバル孔型を通すNo. 30パスの相当歪は0.55、それ以外のパスの相当歪は0.12~0.28(平均0.21)であった。また、歪速度はNo. 30パスで $14\text{s}^{-1}$ 、その他のパスでは $5\text{s}^{-1}$ 程度であった。Stage IIの温間圧延による歪が完全に材料内に蓄積されたとして、累積歪量の時間変化を見積もるとFig. 8が得られる。最終No. 31パスまで圧延した累積圧下率95%の18mm角材に蓄積される歪量は、およそ3.4と見積もられる。なお、図中には1パス圧縮における歪の時間変化を示す直線を加えた。本研究で実施した多パス圧延の歪変化をパス間時間も含めて平均すると、歪速度が $5 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ の1パス圧縮加工に近似できる。

アンビル圧縮試験では、試料内に0からおよそ4までの歪分布が生じる<sup>16,26</sup>)。この歪分布を利用することによって、歪の増加に伴うマイクロ組織や硬さの変化を知ることができ

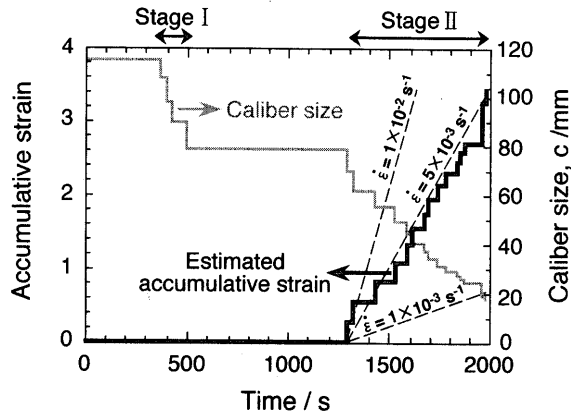


Fig. 8. Estimated accumulative strain during the multi-pass caliber-rolling in comparison with imaginary single-pass deformations represented by the broken lines.

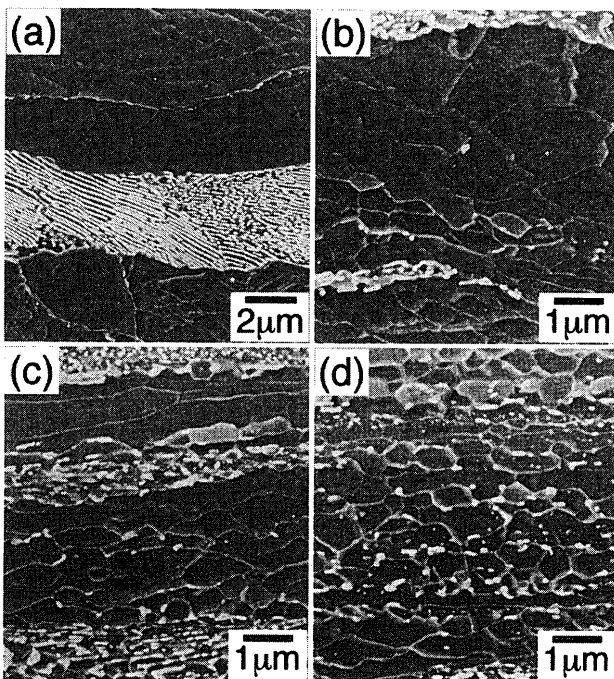


Fig. 9. Change in microstructure with strain through a single-pass deformation at 823K with a strain rate of  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (a)  $\epsilon_{\text{eq}} = 0.5$ , (b)  $\epsilon_{\text{eq}} = 1.5$ , (c)  $\epsilon_{\text{eq}} = 2.5$ , and (d)  $\epsilon_{\text{eq}} = 4$ .

る。まず、加工温度 823K、歪速度  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  の 1パスのアンビル圧縮試料のマイクロ組織に及ぼす歪の影響を SEM により観察した。Fig. 9 に示すように、相当歪  $\epsilon_{\text{eq}}$  が 1 未満の領域 (a) では、圧縮により扁平化した初期  $\alpha$  粒のみが認められた。 $\epsilon_{\text{eq}}$  が 1 を超えた (b) では、明瞭にエッチングされた粒界に囲まれた粒径  $0.5 \sim 0.8 \mu\text{m}$  程度の超微細  $\alpha$  粒が生成し始め、歪の増加に伴ってその数は増加した。歪がおおよそ 3 を超えると、(d) のような超微細  $\alpha$  粒を主体とする組織が得られた。加工によって生成した新粒の平均公称粒径は、歪に関わらずほぼ一定の  $0.65 \mu\text{m}$  であった。このような組織形成過程は、他の加工条件で温間 1 パス圧縮した場合に

も観察されており<sup>16)</sup>、連続再結晶あるいはその場再結晶によるものと考えられている。

3.1 節に示したように、今回の温間多パス圧延では、上述の 1 パス圧縮と見かけ上ほぼ同じ過程を経て超微細粒組織が形成された。Fig. 3 および Fig. 4 に示したとおり、圧延の各段階で観察された新粒の粒径は、周囲のサブグレインやセル径と同程度である。また、温間強加工材を再加熱焼鈍した際の組織変化を調べた実験によると、焼鈍温度が加工温度程度以下であれば粒径 (サブグレインを含む) はほとんど変化せず、急激な粒成長や静的再結晶は起きない<sup>13,27,28)</sup>。これらは、今回の多パス圧延における新粒形成機構が、核生成と成長の 2 段階過程からなる大角粒界の長距離移動を伴った (動的および静的) 不連続再結晶ではないことを示唆する。1 パス圧縮と同様に、連続再結晶あるいはその場再結晶が起きている可能性が高い<sup>11)</sup>。

今回の多パス溝ロール圧延材の組織が、1 パス圧縮と同じ過程を経て形成されたものとする、多パス圧延材の組織を Fig. 9 の 1 パス圧縮組織と比較することによって、材料中に蓄積された歪の大きさを推定することができる。例えば、累積圧下率 75% の溝ロール圧延材表面近くの Fig. 3(a) では超微細  $\alpha$  粒が生成し始めているのに対して、中心部 Fig. 3(b) では超微細粒がまだ認められないことから、表面近くの歪は 1 を超えているが、中心部の歪は 1 に満たないと推定できる。すなわち、累積圧下率 75% の段階では、圧延材表面近くには Fig. 8 から見積もられる歪とほぼ同程度の歪が蓄積しているが、材料中心部の歪はその半分程度にすぎない。しかしながら、累積圧下率が増加するにしたがって、中心部付近でも超微細粒は増加し、累積圧下率 95% の 18 mm 角材では、表面から中心部までほぼ均一の超微細粒組織が得られた。これは材料中心部に導入された歪が最終的には 3 程度にまで達したことを示唆する。圧延材の断面寸法が小さくなるにしたがって歪分布が変化し、材料中心部の蓄積歪が Fig. 8 で見積もられる歪量に近づくものと考えられる。特に、オーバル孔型によって材料断面形状が大きく変化する No. 30 および No. 31 の圧延パスによって、材料中心部への大歪の導入が実現されている。

次に、823K における 1 パスのアンビル圧縮試験から得た歪と硬さ HV (0.98 N) の関係を、同じ 823K を圧延目標温度とした多パス圧延材の硬さと合わせて Fig. 10 に示す。多パス圧延材の硬さには Fig. 6 のデータを用い、表面から 1 mm 付近の位置、表面と中心の中間位置 (1/4D 位置)、中心部 (1/2D 位置) に分けてプロットした。歪には Fig. 8 で見積もった累積歪 (以後、見積もり累積歪と呼ぶ) を用いた。1 パス圧縮の結果は、歪が 1 ないし 2 程度までは、歪とともに硬さが顕著に増加するが、歪が 2 を超えるとわずかにしか増加しないことを示している。多パス圧延材の表面近くの硬さの増加量が 1 パス圧縮の結果と同程度であるに対して、1/4D および 1/2D 位置の硬さ増加量は、明らかに 1 パス圧縮や多パス圧延材表面よりも大きい。歪が不均

11 いわば回復のみの 1 段階過程で微細粒組織が形成されるとされる連続再結晶、その場再結晶の機構から考えると、これらの“再結晶”を動的/静的に区別することは困難である。回復過程が静的であっても、塑性加工によって局所方位差が導入される過程は動的でしかあり得ないからである。

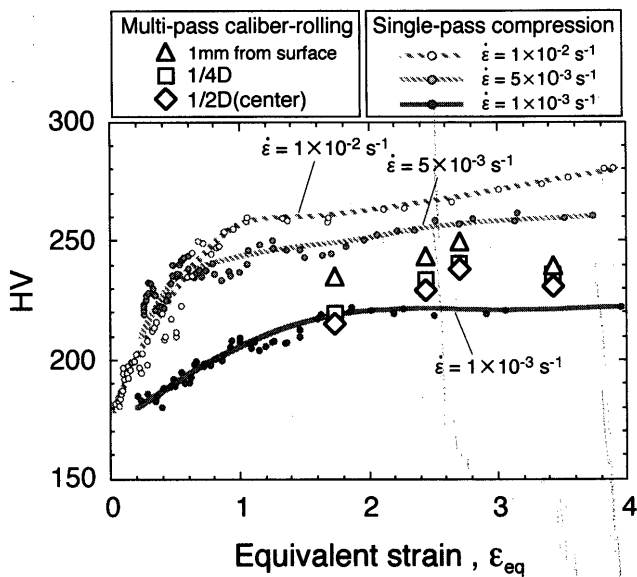


Fig. 10. Change in hardness with strain through the deformations at 823K.

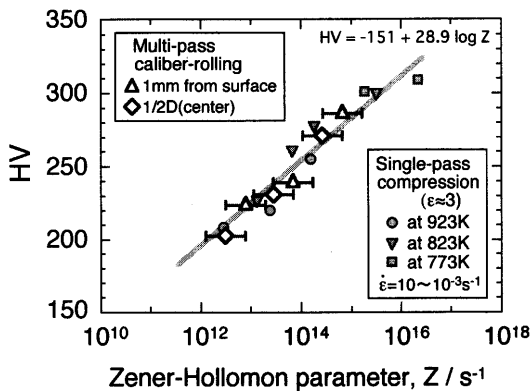


Fig. 11. Relationship between Z-H parameter and hardness.

一に導入されることにより、圧延初期における中心部付近の実際の蓄積歪量が Fig. 8 の見積もりより小さく、表面近くよりも遅れて増加していることを示唆する。しかしながら、圧延の進行とともに表面と内部の硬さの差は縮まり、18mm角まで圧延した試料（見積もり累積歪3.4）では、表面から中心部までほぼ10程度の範囲内に収束している。この段階では少なくとも2を超える歪が材料全域に導入されているものと考えられる。なお、見積もり累積歪2.7から3.4にかけて多パス圧延材の硬さが若干低下しているように見えるのは、Fig. 2の温度履歴からわかるように、No. 30およびNo. 31パスの加工発熱が大きかったことや、No. 27~28パスでの温度が目標より20K程度低下したことの影響によるものと考えられる。

また、Fig.10の1パス圧縮の結果は、加工温度が同じならば歪速度が大きいほど硬さが増加することを示している。そこで、種々の加工温度と歪速度で1パスのアンビル圧縮試験を行い、硬さと加工条件の関係を調べた。

Fig.11に、歪が3付近での硬さとZ因子<sup>12</sup>の関係を示す。

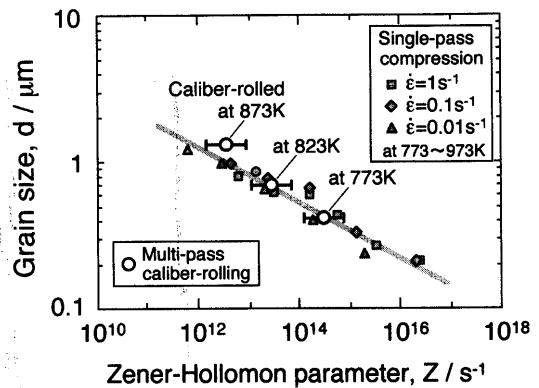


Fig. 12. Relationship between Z-H parameter and the average size of newly evolved ultrafine ferrite grains.

Z因子の算出の際に用いる活性化エネルギーQにはα-Feの自己拡散の活性化エネルギー254kJ/mol<sup>29)</sup>を用いた。硬さHVとlog Zの間には、 $HV = -151 + 28.9 \log Z$ の関係があった。

Fig.11には、773K、823Kおよび873Kを圧延目標温度とした多パス圧延材（18mm角材、見積もり累積歪3.4）の硬さも合わせて示した。多パス圧延のZ因子は、パス間時間も含めた平均の歪速度 $5 \times 10^{-3} s^{-1}$ の1パス加工に相当するものとして算出した。圧延材中心部の温度が表面より10~30K程度高かったことを考慮して、中心部の加工温度には圧延目標温度+20Kの値を用いた。また、Fig. 2に示したとおり、圧延中の材料表面温度は平均するとほぼ目標温度に保たれていたものの、厳密には一定でなく圧延中に変動していた。そこで、Fig.11では、目標温度±20Kの温度変動を見込んだ場合のZ因子の変化幅をエラーバーによって示した。Fig.11の結果は、多パス圧延の加工条件を相当する1パス圧縮加工に換算してZ因子で整理すると、今回の多パス圧延材の硬さが、1パス圧縮試料と見かけ上ほぼ等しくなることを示している。

#### 4.2 粒径支配因子

筆者らは、0.16%C-1.4%Mn鋼のアンビル圧縮試験により、1パスの温間加工によって形成される超微細α粒の平均粒径が、相当歪2ないし3以上の大歪領域では歪量に依存せず、加工温度と歪速度、すなわちZ因子によって決定されることを明らかにした<sup>16,30)</sup>。これは前節4.1に示したように、大歪領域では硬さがほぼZ因子のみに依存することとも関連する。Fig.12に、1パス圧縮および多パス溝ロール圧延によって得られた超微細α粒組織の公称粒径とZ因子の関係を示す。粒径の測定は、SEMの高倍率エッチング像により、1パス圧縮では相当歪が3を超える領域について、多パス圧延では18mm角まで圧延した見積もり累積歪3.4の材料中心部について行った。多パス圧延のZ因子とエラーバーに関してはFig.11と全く同様に扱った。1パス圧縮のデータは、ほぼ1本の直線上に乗り、高Z条件になるほど微細なα粒が形成されることを示している。そして、多パス圧延材のデータもほぼこれに一致した。多パ

<sup>12</sup> Z因子：Zener-Hollomon parameter, 温度補償歪速度因子 ( $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$ ),  $\dot{\epsilon}$ : 歪速度, Q: 活性化エネルギー, T: 加工温度, R: 気体定数)。

ス圧延によって形成される超微細 $\alpha$ 粒の粒径は、相当する1パス圧縮加工の $Z$ 因子から予想される粒径に近い。

本論文では、多パス圧延のパス間時間も含めた平均の歪速度を用いて、多パス圧延をその歪速度の1パス圧縮加工に換算して $Z$ 因子を算出し、大歪領域で形成される平均 $\alpha$ 粒径と硬さをその $Z$ 値によって整理した。その結果、今回の多パス圧延条件では、多パス圧延とそれに相当する1パス圧縮加工とをほぼ等価に扱うことができた。しかし、一般には多パス加工と1パス加工とを同等に扱うことはできない。今回のような取り扱いが成立するためには、Fig. 8に示したような多パス加工時の階段状の歪変化が、できるだけ細かなステップからなること、すなわち1パスあたりの導入歪が小さく（全パス数が多く）、パス間時間は短いことが前提となる。さらに厳密には、①パス間時間に急激な粒成長や静的不連続再結晶が起きないこと、②加工中に動的な不連続再結晶が起きないこと、③加工中あるいはパス間時間に組織形成のために必要な程度の回復過程が進行すること、④塑性加工によって導入される局所方位差が、歪のみに依存し、加工温度、歪速度、歪の経路などには依存しないこと、などが前提となるであろう。加工温度が高い場合など低 $Z$ 因子加工では、①や②が満たされなくなり、低温-高歪速度の高 $Z$ 因子加工では、③が満たされなくなる。本研究で行った温間多パス圧延の加工条件では、おおむねこれらの前提が満たされていたものと考えられる。

Fig.12を詳しく見ると、最も圧延温度の高い873K圧延材のデータは、エラーバーを考慮しても1パス圧縮のデータの直線より上の位置にプロットされている。圧延温度がさらに高くなると、パス間時間の粒成長などの組織変化の影響が無視できなくなり、多パス圧延と1パス加工を等価に扱うことができなくなっていくことを示唆する。

緒言において、 $\alpha$ 相の温間加工を利用する狙いの一つとして、超微細粒組織形成のために必要な大歪加工を多パス・累積大歪加工によって実現することを挙げた。本研究の条件範囲内の溝ロール圧延においては、その狙いはほぼ達成されており、 $\alpha$ 粒超微細化における温間大歪加工の有効性を実証することができた。

## 5. 結言

(1) 773~873Kにおける温間多パス溝ロール圧延によって、公称粒径0.43~1.2 $\mu\text{m}$ の超微細 $\alpha$ 粒組織が得られた。そして、 $\alpha$ 粒超微細化による降伏強さの上昇と延性脆性遷移温度の低下を確認した。

(2) 圧延材内部の歪分布が不均一であったにもかかわらず、多パス圧延の歪蓄積効果と多方向加工の効果により、少なくとも2を超える歪が圧延材全体にわたって導入され、ほぼ均一な超微細 $\alpha$ 粒組織を得ることができた。

(3) 多パス圧延においても、1パス圧縮加工と同様の過程を経て超微細 $\alpha$ 粒組織が形成されることが明らかになった。

(4) 本研究の温間大歪加工条件の範囲内においては、

形成される超微細 $\alpha$ 粒組織の硬さと平均粒径は、 $Z$ 因子によって整理できた。多パス圧延においては、相当する1パス圧縮加工の $Z$ 因子から予想される粒径に近い超微細 $\alpha$ 粒組織が得られた。ただし、圧延温度が高い場合には、パス間時間の組織変化の影響が無視できなくなり、多パス圧延組織の粒径は1パス加工組織よりも大きくなった。

(5) 超微細 $\alpha$ 粒組織形成のために必要とされる温間大歪加工を多パス・累積大歪加工によって実現することができる。

なお、本研究を遂行するにあたり、溝ロール圧延に関して新報国製鉄(株)の関係者各位に多大なご協力を頂いた。また、各種試験とデータ整理に関しては、野沢智子氏、土谷悦子氏の助力に負うところが大きい。ここに謝意を表する。

## 文 献

- 1) 牧 正志：第177-178回西山記念技術講座，日本鉄鋼協会，東京，(2002)，3。
- 2) Y.Adachi, T.Tomida and S.Hinotani: *Tetsu-to-Hagané*, **85** (1999), 620.
- 3) Y.Adachi, T.Tomida and S.Hinotani: Proc. 3rd Symp. on Super Metal, RIMCOM & JRCM, Tokyo, (2000), 73.
- 4) S.Torizuka, O.Umezawa, K.Tsuzaki and K.Nagai: *Mater. Sci. Forum*, **284-286** (1998), 225.
- 5) S.Torizuka, O.Umezawa, K.Nagai, K.Tsuzaki, S.Genda and Y.Kogo: Proc. Int. Conf. of Solid-Solid Phase Transformation '99 (JIMC-3), ed. by M.Koiwa, K.Otsuka and T.Miyazaki, JIM, Sendai, (1999), 1533.
- 6) T.Yokota, T.Shiraga, K.Sato and M.Niikura: *Tetsu-to-Hagané*, **86** (2000), 479.
- 7) N.Tsuji, Y.Saito, H.Utsunomiya and S.Tanigawa: *Scr. Mater.*, **40** (1999), 795.
- 8) A.Azushima, K.Aoki and T.Inoue: *Tetsu-to-Hagané*, **87** (2001), 762.
- 9) M.Fujioka, Y.Abe and S.Aihara: Proc. 4th Symp. on Super Metal, RIMCOM & JRCM, Tokyo, (2001), 143.
- 10) A.Belyakov, T.Sakai and H.Miura: *Mater. Trans. JIM*, **41** (2000), 476.
- 11) T.Hayashi, S.Torizuka, T.Mitsui, K.Tsuzaki and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 385.
- 12) T.Sakai, A.Belyakov and H.Miura: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 470.
- 13) A.Belyakov, T.Sakai, H.Miura, R.Kaibyshev and K.Tsuzaki: *Acta Mater.*, **50** (2002), 1547.
- 14) N.Tsuji, R.Uejii, Y.Ito and Y.Saito: Proc. 20th RISØ Int. Symp. on Materials Science, RISØ National Laboratory, Denmark, (2001), 607.
- 15) N.Tsuji, R.Uejii, Y.Saito and Y.Minamino: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 494.
- 16) A.Ohmori, S.Torizuka, K.Nagai, K.Yamada and Y.Kogo: *Tetsu-to-Hagané*, **88** (2002), 857.
- 17) H.Nakajima, T.Hayashi, N.Sakuma, T.Hanamura, S.Torizuka and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 454.
- 18) S.Torizuka: *Kogyo Zairyo*, **48** (2000) July, 64.
- 19) H.Hidaka, Y.Kimura and S.Takaki: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 357.
- 20) N.Tsuji, Y.Saito, Y.Utsunomiya, Y.Ito and R.Uejii: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 467.
- 21) S.Aihara: Proc. 4th Symp. on Super Metal, JRCM & RIMCOM, Tokyo, (2001), 17.
- 22) S.Teshima and M.Koga: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **16** (1975), 1124.
- 23) I.Aoki and S.Yanagimoto: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **9** (1968), 797.
- 24) 棒線・形・管圧延(塑性加工技術シリーズ8), 日本塑性加工学会編, コロナ社, 東京, (1991), 38.
- 25) Y.Saito, Y.Takahashi, M.Mriga and K.Kato: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **24** (1983), 1070.
- 26) T.Inoue, S.Torizuka, K.Nagai, K.Tsuzaki and T.Ohashi: *Mater. Sci. Technol.*, **17** (2001), 1580.
- 27) A.Ohmori, S.Torizuka and K.Nagai: Proc. 5th Workshop on Ultra-Steel, NIMS, Tsukuba, (2001), 186.
- 28) A.Ohmori, S.Torizuka and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 1128.
- 29) D.W.James and G.M.Leak: *Philos. Mag.*, **14** (1966), 701.
- 30) N.Koseki, Y.Kogo, A.Ohmori, S.Torizuka and K.Nagai: Proc. 6th Workshop on Ultra-Steel, NIMS, Tsukuba, (2002), 80.