

Fig. 5. Comparison of maximum hardness of weld heat affected zone between PZ-80 and HT-80.

して溶体化した後の冷却条件によって、どのように変化するかということが、次の問題点である。この点を明らかにするため、Nb を 0.03% 含む 100 kg/mm^2 級高張力鋼を用いて、はじめに 1250°C でオーステナイト化した後、種々の冷却速度で室温まで冷却し、これを 600°C で 30 min 間焼戻しを行ない、析出硬化をしらべてみた。その結果が Fig. 4 に示されたもので、図中 II の領域で示されるように、焼戻し後の硬さは As cool の時より却つて高くなつており、冷却速度がかなりおそく、冷却途中で中間段階組織やフェライトが析出するような冷却条件でも、なお、焼戻時に析出硬化現象が現われることを示している。このことは、冷却速度がかなり小であつても、なお、Nb が過飽和のまま室温に持ちきたされることを示している。

次に、Nb 处理高張力鋼の溶接熱影響部の最高硬さについてしらべた結果を報告する。Fig. 5 に示したもののがその結果であるが、Nb を含有した鋼は、同強度の従来鋼より、その最高硬さがかなり低く、溶接性のよいことを示している。この理由としては、炭素当量の低いこと Nb 炭化物が高温で難溶性のため完全に溶体化せず一部の炭素を固定していること、固溶 Nb による炭素の活量の低下などが考えられる。

3. 結 言

溶接性のすぐれた高張力鋼を開発するために、析出硬化現象を利用して鋼の強度を上げることを考え、その基礎となる析出硬化現象と溶接性に関する問題につき実験結果を報告した。

文 献

- 1) 長沢、他：富士製鉄技報、31 (1964), p. 415

(討-14) 微細組織より みたニオブの 析出強化機構 について

八幡製鉄、東京研究所

○谷野 満

The Strengthening Mechanism of Small Niobium Additions on the Basis of Microstructures.

Mitsuru TANINO.

1. 緒 言

構造用鋼に Nb を添加してその機械的性質を改善しようとする試みは古くからなされているが、工業的な大量生産鋼種への

応用は比較的新しく、1958 年米国の Great Lakes Steel Corp. が Nb 入り溶接性高張力鋼として GLX-W 系の鋼を開発した時に始まる¹⁾。米国においてはその後 JLX-W, Yollooy-W, Ex-Ten などが製造され、またわが国においても YES, FNB, HICON などの鋼が開発された。この種の鋼の主な特徴は熱延のままで比較的高い降伏点が得られること、焼準を行なうと Al キルド鋼に匹敵する細粒組織になり^{2,3)}、切欠衝撃特性が良くなること、C および Mn を減らしてもなお高い強度レベルを維持し得るため溶接性が改善されること、Nb と O の親和力が弱いためセミキルド鋼として製造できることなどである。英国では BISRA を中心にして Nb 处理鋼の研究が大規模に進められ BS 962 : 1962 として規格化された。彼らは Nb 添加による諸性質向上の現象論的な面だけでなく、強化機構解明のための基礎研究にも力を注ぎ、多数の論文を発表している。さらにまた彼らはペーライト量、熱延仕上温度等の因子が鋼の機械的性質におよぼす影響を調べ、これと Nb (または V, Ti) の強化作用を組合せることによって溶接性および衝撃性に優れた低炭素強靭構造用鋼を開発した^{4,5)}。このような意味から鋼中の Nb の役割をあらためて整理してみると重要な意義があると考える。

本報では、熱延ままあるいは焼準した C 鋼ならびに C-Mn 鋼の強度におよぼす Nb の影響に関する従来の研究結果を整理し、またフェライト中の NbC の透過電子顕微鏡観察の結果からその析出機構ならびに強化機構について考察を加える。

2. 従来の研究結果の概要

Nb による強化の原因としてこれまで多数の研究者によつて提案された幾つかの因子のうち、結晶粒微細化作用と析出硬化作用の 2 つがもつとも重要である。

2・1 結晶粒微細化による強化

軟鋼の下部降伏点は通常 Petch の方程式⁶⁾,

$$\sigma_{lyp} = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$$

にしたがう。ここで σ_0 は摩擦応力項と呼ばれ、フェライトの塑性変形の難易に関する目安を与え、 k_y は溶質原子による転位の固着作用の強さを表わす係数であり、

d はフェライト結晶粒のサイズである。上式から σ_0 および k_y が一定であれば結晶粒が微細化されるほど材料の降伏点が高くなることが期待される。

Nb 鋼が高い降伏点を持つ原因是その微細なフェライト結晶粒によるという説明が最初考えられた¹⁷⁾⁸⁾。事実 Nb の細粒化作用は熱延材ではそれほど強くないが、低温で焼準すると非常に顕著に現われる^{2)8)~10)}。しかしながら Nb 添加による降伏点增加は前者のほうが大である。

これは細粒化のみによる降伏点增加が比較的少ないことを意味する。また一般に細粒鋼ほど衝撃遷移温度が低下することが期待される⁶⁾が、熱延ままの Nb 处理鋼は Nb を含まない鋼に比べてやや細粒であるにもかかわらず、遷移温度は逆に上昇する⁸⁾¹¹⁾。これに対して焼準材では期待のとおり遷移温度が低下する。それゆえ、熱延ままの Nb 处理鋼においては細粒効果以外の強化因子が主要な役割を果しているものと考えられる。

2・2 析出硬化

MORRISON and WOODHEAD¹²⁾ および MORRISON¹³⁾ は Petch の方程式による解析を行ない、Nb 添加による降伏点の増加は主として σ_0 の増加によること、溶体化処理の際に固溶する Nb 量が増すにつれて σ_0 も増加することを明らかにした。焼準を行なうと σ_0 の値は下り、細粒効果だけが残る。 k_y 項は Nb 添加によつてはほとんど影響されない。Phillips et al¹⁰⁾、鈴木ら¹⁴⁾も Petch の方程式を用いて同様の解析を行なつてゐる。

硬化の原因をなすもの、すなわち転位の運動に対する障害となり σ_0 を増加せしめるものとして NbC 分子¹⁵⁾、Nb-C-N cluster¹⁴⁾ なども提案されているが、一般には NbC、NbN または Nb(C, N) が考えられており^{12)13)16)~24)}、電子顕微鏡観察によつて実際に確認された⁹⁾¹³⁾¹⁶⁾²⁴⁾。粒界炭化物が熱延材の強度を増加するという報告もある⁸⁾が、降伏点增加には寄与しない¹⁶⁾。

顕著な析出硬化の起る熱延材または高温溶体化処理材と、析出硬化のほとんどない低温焼準材では NbC (炭窒化物、窒化物を含む。以下同様) のサイズ、分布状態が明らかに相違する。すなわち前者においてはマトリックスと coherent な非常に微細な NbC 粒子 (直径 50 Å 以下) がフェライト粒内に均一に、あるいは平行な直線状に並んで存在する¹⁸⁾¹⁶⁾。粒子の形状は coherency stress によるコントラスト効果のため明確でない。奇妙な特徴はこのような NbC がすべてのフェライト粒内に観察されるのではなくて、かなり局在していることである¹³⁾¹⁵⁾¹⁶⁾が、その理由もまだ説明されていない。これらの coherent な NbC は安定であり、650°~700°C で長時間加熱しても凝集、成長しない¹⁶⁾し、硬化作用も失わない¹³⁾。これに対し加熱温度が α - γ 変態点をこえる (焼準時) と均一に分散した立方体の NbC が明瞭に観察されるようになる。約 1100°C 以下では加熱温度の上昇とともに粒子は次第に成長し、その数は減少する¹⁸⁾。これらの粒子は incoherent であり、細粒化に対しては有効に働くが析出硬化の原因にはならない。加熱温度が約 1100°C をこえると NbC はふたたび分解し始め、細粒化作用が失なわれると同時に析出硬化作用が現われるようになる。

NbC の析出する温度範囲についてはオーステナイト中だけ¹⁶⁾¹⁸⁾、オーステナイト中およびフェライト中に引続いて¹⁰⁾、オーステナイト中ではまったく起こらず、 γ - α 変態と同時にフェライト中に起こる^{13)19)~24)}と報告されているが、いろいろな証拠から考えると最後に挙げた考え方方がもつとも確かなようである。

NbC が平行な列をなして存在することも Nb 处理鋼の特徴の一つであるが、その析出機構は明らかにされていない。析出サイトとしてこれまでに報告されているのは、旧オーステナイト粒内の格子欠陥¹⁶⁾、熱延時の亜粒界¹⁶⁾、旧オーステナイト粒界¹⁶⁾、 γ - α 境界¹⁶⁾、双晶界面¹⁸⁾、 γ - α 変態時に導入された転位¹⁸⁾などである。

3. Nb 炭化物の直接観察と析出のメカニズム

Nb 炭化物の析出状態については若干の観察がなされているとはいゝ、まだ解明されていない点が多い。とくに同一試料中でも場所によつて析出物が均一に分散していたり、あるいは平行な直線状に並んでいたりする原因是まったく分つていない。以下に真空溶解した Nb 鋼の連続冷却材および焼準材について著者らが行なつた初析フェライト下部組織の直接観察の結果をもとにして、上記のような炭化物の析出メカニズムを考察する。

観察に用いた試料の化学分析値は次のとおりである、 $C \approx 0.18\%$, $Nb = 0.04, 0.10$ および 0.56% , $N \approx 0.0015\%$ 、これらの試料 (熱延後 0.3 mm まで冷延) を 1200°C で 2 hr 溶体化した後 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の速度で室温付近まで等速冷却した。また一部は上記冷却後 900°C, 1 hr の焼準を行なつた。典型的な析出物の分布状態を Photo. 1~3 に示す。Photo. 1, 2 はそれぞれ $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で冷却した 0.04% Nb 鋼の初析フェライト中に観察された直線状、および均一に分布した NbC を示す。Photo. 3 は焼準後に観察された形状のはつきりした NbC 粒子を示す。

このような組織を説明するため著者らはその析出サイトとしてフェライト中の転位ダイポールおよび転位ループを考えた。転位が析出初期の核生成サイトとして重要な役割を果すことは周知の事実であり、鋼の焼戻においてもしばしば観察されている²⁵⁾²⁶⁾。しかしながら単なる転位上への析出では、Photo. 1 のごとく綺麗な直線状に並んだ NbC の形成理由を説明することはむずか

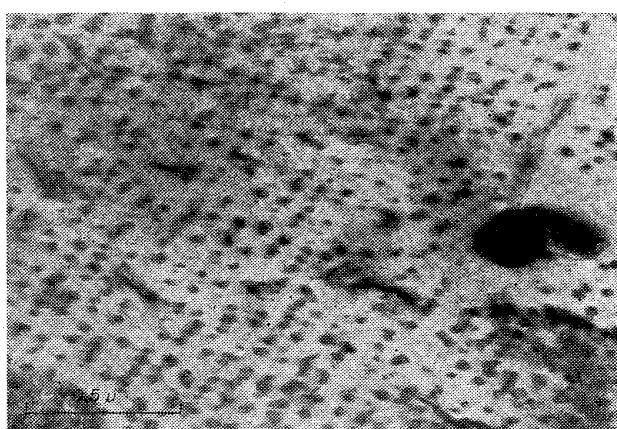


Photo. 1. Niobium carbide particles arranged in rows, observed in the 0.04% niobium steel cooled at the rate of $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

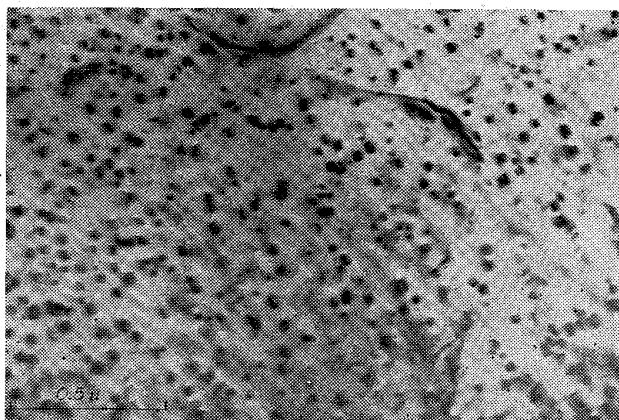


Photo. 2. Dispersed niobium carbide particles observed in the same specimen as shown in photo. 1.

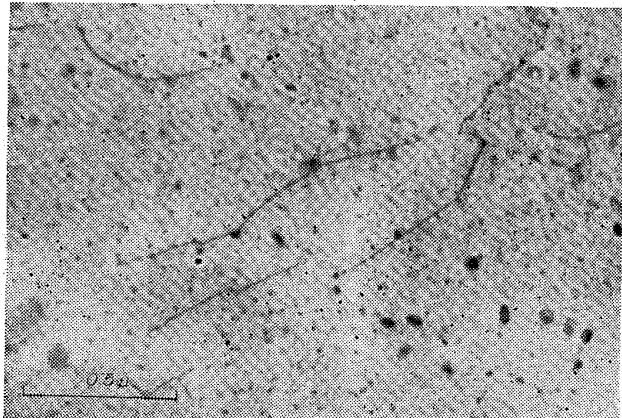


Photo. 3. Niobium carbide particles with distinct shape observed in the 0.56% niobium steel normalized at 900°C.

しい。分散した NbC 粒子も転位とは無関係のように思われる。

直線状に並んだ NbC の析出サイトは多分、転位ダイポールあるいは転位ループの列であろう。これは γ - α 変態の際に変態応力によって転位が活発に運動し、交叉しあつた結果形成すると考えられる。また運動している転位の一部が障害物によって引き留められるとき、あるいは super jog²⁷⁾, extended jog²⁸⁾ を持つラセン転位が運動する場合にもその背後に転位ダイポールが形成される。これらの転位ダイポールは空孔との相互作用により転位ループの列を形成することもある²⁹⁾。Nb 鋼ではダイポールそのものは観察し得なかつたが、Nb とよく似た挙動を示す V 鋼ではその存在が確認されている²⁴⁾³⁰⁾。

フェライト中に均一に分散した NbC 粒子の析出サイトとしては転位ループが考えられる。fcc 金属と異なり bcc 金属においては過飽和な空孔の集合によって転位ループが形成される例は非常に少ない³⁰⁾³¹⁾が、 γ - α 変態のごとく激しい状態変化が起こる場合には粒界の移動、転位の切合いなどのために空孔濃度が熱平衡状態のそれよりもかなり高くなる可能性が強い。これらの過飽和空孔の一部は転位と反応して、または粒界などに吸収されて消滅するが、一部はマトリックス中で集合して転位ループを形成するであろう。このループは恐らく prismatic であり、その上に析出する物質がないときにはそのまま消

滅すると考えられる。Fe-C 合金において転位ループ（およびダイポール）が観察されない³⁰⁾のはそのためである。

しかしながら、NbC の析出はこれらの欠陥の形成とほぼ同時に起こるので上記のような分布状態が容易に生じると考えられる。このメカニズムによれば、これらの欠陥の形成温度 (γ - α 変態温度) と大体同じ温度範囲で析出物を作るような合金元素はすべて同様な直線状の析出物分布を持つことが可能であり、事実著者らは V 鋼²⁴⁾³⁰⁾および Mo 鋼³²⁾の初析フェライト中でも直線状に並んだ炭化物粒子の列を観察した。

高温から冷却したままの試料中の NbC 粒子は明瞭な形状を示さない (Photo. 1)。それはその周囲に coherency stress field が存在するためである。しかし 900°C 付近の低温で焼準すると coherency は失なわれ、粒子の形状は明確になる (Photo. 3) が、それと同時に降伏強度は顕著に低下する。それゆえ、熱延のままあるいは高温溶体化処理した Nb 鋼の降伏強度増加は主として特異な分布を示す微細な coherent Nb 炭化物の析出によりフェライトが強化されるためであることが結論される。

4. まとめ

微量の Nb 添加による強化現象について従来の研究結果を整理し、また析出物の直接観察の結果からその析出機構および強化機構について考察した。結論は以下のとおりである。

1. 強度におよぼす Nb の影響は大別すると析出硬化作用と細粒化作用の 2 つである。前者は微細な coherent Nb 炭化物（または炭窒化物）の析出による σ_0 の増加が原因であり、後者は incoherent な粒子によるものである。強化作用は前者のほうがはるかに大きい。

2. 析出硬化作用をもたらす NbC 粒子は特異な分布状態を示す。すなわち熱延材または高温溶体化処理材の初析フェライト中には平行な直線状に並んだ NbC 粒子、およびかなり均一に分散した NbC 粒子が観察される。前者は γ - α 変態にともなう変態応力により活発な運動を起こした転位が切合つた結果生じた転位ダイポールまたは転位ループの列の上に NbC が析出したものである。後者は変態時に過剰に形成された空孔の集合によつて生じた転位ループの上に析出したものと考えられる。

3. 電子顕微鏡の回折コントラストから、これらの NbC 粒子の周囲には強い coherency stress field の存在することが確実であり、これが Nb の析出硬化作用の主要な原因をなすと考えられる。このような coherency は NbC とフェライト格子の方位関係、格子の相対的な大きさなどから説明できそうである。低い温度で焼準すると NbC 粒子は incoherent になり強化作用は顕著に減少する。

4. 転位ダイポールや転位ループのような欠陥が析出サイトとして有効に働くか否かは、その形成温度と炭化物の析出温度の相対的関係によつて決まり、その差が少ないほど有利であると考えられる。

文 献

- 1) Great Lakes Steel Corp.: Steel, 146 (1960) April, 11, p. 102
- 2) L. MEYER, C. STRABBURGER and D. SCHAUWINKHOLD: Arch.Eisenhüttenw., 35 (1964), p. 541

- 3) I. M. MACKENZIE: Iron and Steel Inst., Spec. Rep., No. 81, (1963), p. 30
 4) J. A. CHAPMAN, R. PHILLIPS and R. L. CRAIK: NML Tech. Journal, 7 (1965), p. 27
 5) BISRA: Belgian Patent, No. 662269, (1965)
 6) N. J. PETCH: "Fracture", p. 54~67, (1959) [John Wiley and Sons, New York.]
 7) F. W. STARRATT: J. Metals, 10 (1958), p. 799
 8) C. A. BEISER: Amer. Soc. Metals Preprint, No. 139, (1959), p. 1
 9) K. J. IRVINE and F. B. PICKERING: J. Iron and Steel Inst., 201 (1963), p. 944
 10) R. PHILLIPS, W. E. DUCKWORTH and F. E. L. COPLEY: ibid., 202 (1964), p. 593
 11) F. E. van VORIS: Metal Progress, 82 (1962), p. 84
 12) W. B. MORRISON and J. H. WOODHEAD: J. Iron and Steel Inst., 201 (1963), p. 43
 13) W. B. MORRISON: ibid., p. 317
 14) 鈴木, 金田, 新名, 梶: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 2014
 15) D. MCLEAN: J. Iron and Steel Inst., 201 (1963), p. 764
 16) W. C. LESLIE: Proc. Symposium No. 15, NPL, (1963), p. 333
 17) 盛, 時実, 岡本: 鉄と鋼, 51 (1965), p. 2034
 18) W. S. OWEN: Iron and Steel Inst., Spec. Rep., No. 81, (1963), p. 1
 19) F. B. PICKERING and T. GLADMAN: ibid., p. 10
 20) T. GLADMAN: ibid., p. 21
 21) J. H. WOODHEAD: ibid., p. 22
 22) F. B. PICKERING: ibid., p. 22
 23) W. E. DUCKWORTH: ibid., p. 23
 24) M. TANINO, T. NISHIDA, T. ŌOKA and K. YOSHIKAWA: Proc. Symposium on Micro-Metallurgy, (1965), Jamshedpur. (to be published.)
 25) 西田, 谷野: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 728
 26) 谷野, 西田: 日本金属学会講演概要 (1965), p. 94
 27) J. J. GILMAN and W. G. JOHNSTON: Solid State Physics, 13 (1962), p. 147
 28) R. SIEMS, P. DELAVIGNETTE and S. AMELINCKX: Phil. Mag., 9 (1964), p. 121
 29) P. B. PRICE: J. APPL. Phys., 32 (1961), p. 1750
 30) 谷野, 西田, 大岡, 吉川: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 734
 31) E. HORNBØGEN: J. Appl. Phys., 32 (1961), p. 135
 32) 谷野: 未発表データ

(討-15) 微量ニオブ添加圧延鋼材の再加熱による強度低下の防止

八幡製鉄、技術研究所

工博 合田 進・工博 権藤 永
○木村 熱・米井 滉

Prevention of Softening by Reheating in As-Rolled Steel Containing Small Amount of Niobium.

Dr. Susumu GOHDA, Dr. Hisashi GONDOH,
Isao KIMURA and Akira YONEI.

1. 緒 言

低炭素鋼に 0.03~0.05% 程度の微量の Nb を添加すると圧延まま材の降伏強さ、引張強さが著しく向上することは衆知の事実である¹⁾。しかしながら、そのあと焼準とか需要家における熱間加工などで、 Ac_1 ~ Ac_3 点以上の温度に加熱されると著しい軟化を生じ、Nb による高張力化の効果は消失する²⁾。この事実は本鋼種の欠点の 1 つになっている。一方逆に Nb による高張力化の機構を検討する上では、非常に興味深い現象ともいえる。

本研究は強度低下防止策として加熱温度、加工の有無、加熱後の冷却速度などの効果について検討したものである。

2. 実験方法

Table 1 に供試材の化学成分および機械的性質を示した。いずれも熱間圧延した 800×300×38 の H 形鋼 (ワイドフランジ) で、供試材はこれのフランジ部から採取した 38 mm 厚の板状試料であり、実験は供試材を局部的に加熱した場合と、全体加熱した場合について加熱後の加工の有無、冷却速度が強度低下におよぼす効果を調べた。

Table 2 にこれらの実験手順を一括表示した。

3. 実験結果

3.1 局部再加熱の場合

Table 2 の 1 に示した実験要領にしたがつて、厚さ 38 mm の圧延素材の中央部を鍛造用火床で 900~1200 °C・2 min 間加熱後、加熱部分をエアーハンマーで 28 mm 厚に鍛造し、(仕上 900 °C)，その後 3 通りの冷却速度で冷却した。

Fig. 1 は冷却後の供試材から JIS 1 号引張試験片を切り出し、引張試験を行なった結果である。引張破断位置は、空冷材は熱影響部内で切断しているが、加熱温度の高くなるほど熱影響部と母材の境界に近づいてくる。シャワー水冷材は加熱温度の高低にかかわらず熱影響部と母材の近傍、浸漬水冷材は完全に母材部で切断した。いずれの場合も圧延素材に比べて降伏点、引張強さの低下はほ

Table 1. Chemical analysis and mechanical properties of samples (as rolled).

Mark	Chemical analysis (%)						Plate thickness	Yield stress (kg/mm²)	Tensile strength (kg/mm²)	Elongation (%)	Impact value $2U_{E_0}$ (kg·m/cm²)
	C	Si	Mn	P	S	Nb					
A	0.19	0.07	1.07	0.014	0.016	0.03	38 mm	37.7	52.5	24.9	17.0
B	0.19	0.02	1.16	0.022	0.026	0.05	38 mm	40.5	59.0	32.5	12.5