

UDC 669.14-157.97 : 669.112.228.017.3

論 文

制御圧延過程でのオーステナイトからフェライト への変態温度の測定*

田 中 智 夫**・田 畑 綽 久***

Measurement of Austenite to Ferrite Transformation Temperatures in Niobium-Bearing Steels during Controlled Rolling

Tomoo TANAKA and Nobuhisa TABATA

Synopsis:

For the purpose of measuring austenite-to-ferrite transformation temperatures in niobium-bearing steels during controlled rolling, various methods were investigated. The change in texture intensity as well as those in microstructure and strengths produced by deformation in the austenite-ferrite region was found to be useful for this purpose, those giving the same Ar_3 temperature.

Ar_3 temperature rises with the increase in the amount of deformation in non-recrystallization region. The increment is, however, much larger for a coarse austenite grain structure than for a fine one. Regardless of the difference in initial austenite grain sizes, Ar_3 temperature reaches the same value when the deformation in non-recrystallization region is increased to $\sim 70\%$. The rise in Ar_3 temperature is due to strain-induced transformation and grain fragmentation caused by deformation bands.

1. 緒 言

制御圧延は低温靱性のすぐれた高強度鋼板を圧延のままで製造する技術であり、原油および天然ガス輸送用大径ラインパイプ用厚板の製造などに広く用いられている。

制御圧延による材質改善の理由については多くの研究が報告されている^{1)~12)}。著者は制御圧延工程が3つの段階からなること、および各段階での圧延の冶金学的意味を明らかにして、この方法の生産への適用法を明確にした⁶⁾⁹⁾¹³⁾。3段階とは(i)高温域での圧延-再結晶の繰返しによるオーステナイト粒の細粒化、(ii)未再結晶域での圧延によるオーステナイト粒の伸長化と粒内への変形帯の導入、および(iii)オーステナイト+フェライト2相域での圧延である。ところで2相域で圧延した場合、強度の上昇と延性-脆性遷移温度の低下、衝撃エネルギーの減少が顕著に起こる⁶⁾⁹⁾¹³⁾。このように Ar_3 点以下での圧延により材質が大きく変化するので、これを利用して目的に応じた強度-靱性の組合せを制御圧延材に付与することが可能である。しかしそのためには Ar_3

点を知らなければならない。

一般に Ar_3 点は小試験片を再加熱後、冷却過程でおこる熱膨張の変化から求められる。しかしこのようにして求めた Ar_3 点は熱間圧延過程、とくに制御圧延過程での Ar_3 点とは異なるものである。制御圧延では変態前の γ 粒に転位および変形帯の形で歪が多量に蓄積されるため、歪に促進されて変態が進行し、 Ar_3 点が上昇するからである⁴⁾。(以降ではこれを便宜的に歪誘起変態とよぶ。)したがって Ar_3 点を知るためには制御圧延過程で直接 Ar_3 を測定するか、あるいは制御圧延をシミュレートし得る条件下で Ar_3 を測定することが必要である。

制御圧延過程で起こる歪誘起変態点を、以降では歪誘起 Ar_3 と呼び、歪フリーの γ から生ずる Ar_3 を単に、 Ar_3 と呼び両者を区別する。歪誘起 Ar_3 の測定例としては、今日までに冷却曲線¹⁵⁾¹⁶⁾、加圧式変態点測定装置¹⁴⁾¹⁷⁾、ミクロ組織変化による¹⁸⁾方法が報告されている。しかしながらこれらは測定装置上の制限あるいは困難から制御圧延過程を十分反映した条件で測定したものとはいえない。さきに著者は $(\gamma+\alpha)$ 域圧延の際、圧下を受

* 昭和49年11月本会講演大会にて発表 昭和52年9月7日受付 (Received Sep. 7, 1977)

** 川崎製鉄(株)技術研究所 工博 (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp., 1 Kawasaki-cho Chiba 280)

*** 川崎製鉄(株)技術研究所 (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp.)

けた α 相に発達する集合組織を利用することにより歪誘起 Ar_3 を測定し得ることを示した⁶⁾⁹⁾¹³⁾¹⁹⁾.

本論文はまず集合組織の変化から Ar_3 点を測定する方法を詳細に検討した. ついで冷却曲線, ミクロ組織, 熱膨張, 機械的性質の変化⁶⁾⁹⁾¹³⁾ の諸方法を用いて制御圧延過程での歪誘起 Ar_3 点測定の可能性を検討した. これら諸方法を併用していくつかの鋼の歪誘起 Ar_3 点を測定し, 測定法相互間の比較検討を行なった.

2. 予 備 実 験

集合組織の変化による Ar_3 点測定の原理は α 相を熱間圧延すると $\{100\}$ および $\{111\}$ 集合組織が発達することを以て, これらの極密度が急激に増加する圧延温度をもって Ar_3 点とするものである⁶⁾⁹⁾¹⁹⁾. まずこの方法による Ar_3 点の測定を検討する.

2.1 Ar_3 点の測定方法

Ar_3 点測定の模式図を Fig. 1 に示す. 歪フリ γ の

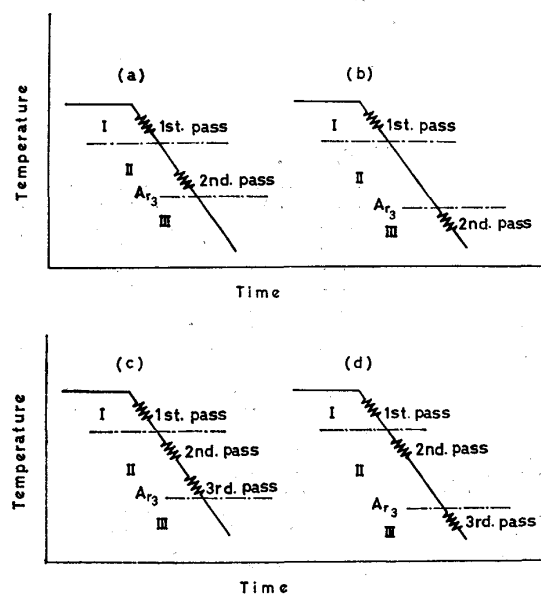


Fig. 1. Schematic illustration showing measurement of γ to α strain-free (a and b) and strain-induced (c and d) Ar_3 transformation temperatures: I, II and III represent recrystallization region, non-recrystallization region and $\gamma+\alpha$ region, respectively.

変態点 (Ar_3) は (a) と (b), 歪誘起 Ar_3 は (c) と (d) の圧延スケジュールによつて求められる. まず, 前者について説明しよう. 再結晶域 (I) での第 1 パスにより γ 粒を細粒化したのち第 2 パスを未再結晶 γ 域 (II) で付加する場合が (a), $(\gamma+\alpha)$ 域 (III) で付加する場合が (b) である. (a) では γ 相が圧延されるだけであるから集合組織は微弱である. (b) では γ のほかに α が圧延されるため集合組織が発達する. したがつて第 2 パス付加温度を変えることにより, 集合組織の変化から (a) から (b) への移行, すなわち Ar_3 点を推定することができる.

つぎに歪誘起 Ar_3 点の測定法について述べよう. 再結晶域での第 1 パスにより γ 粒を細粒化したのち未再結晶 γ 域で第 2 パスを付加して歪の蓄積された変形 γ を形成させる. 第 3 パスを未再結晶 γ 域で付加する場合が (c), $(\gamma+\alpha)$ 域で付加する場合が (d) である. (c) では γ 相が圧延されるだけであるから集合組織の発達は無弱である. (d) では α 相が圧延されるために集合組織が発達する. すなわち第 3 パス付加温度を変えることにより (c) から (d) への変化, すなわち Ar_3 点を求めることができる. しかもこの場合は第 2 パス圧下による歪蓄積を前提とした Ar_3 点であるから歪誘起 Ar_3 である. この際の歪誘起による Ar_3 の上昇量は (a), (b) で決定される Ar_3 点との差に相当する.

上記の方法で Ar_3 点を測定する場合, つぎの 2 点を明確にしておく必要がある. (i) 未再結晶 γ 域圧延によつて形成される圧延集合組織は $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態後 α 相に継承される可能性がある. したがつて未再結晶 α 域圧延による集合組織と $(\gamma+\alpha)$ 域圧延によつて発達する集合組織を明確に区別し得ることが必要である. (ii) 圧延によつて発達する集合組織の集積度が α 相の圧延に起因するものであると判定し得る, すなわち, $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が開始したと判定し得るに必要な圧下量を明確にする必要がある. Fig. 1 でいえば (a), (b) の第 2 パス, (c), (d) の第 3 パスを何パーセントにすべきかを明確にすることである.

2.2 供試鋼および実験方法

供試材は Table 1 の D 鋼である. 実験用小型スラ

Table 1. Chemical compositions of steels used (wt%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo	Nb	V	Al
A	0.11	0.24	1.62	0.017	0.005	—	0.12	0.025	0.024	0.025
B	0.06	0.21	1.62	0.008	0.003	0.30	—	0.041	0.028	0.032
C	0.11	0.31	1.47	0.024	0.005	0.02	—	0.030	0.025	0.039
D	0.12	0.24	1.43	0.014	0.006	0.30	—	0.036	0.040	0.038

ブを 1150°C で 60 min 加熱後再結晶 γ 域に属する 1070°C と 1020°C で 2 パス, 合計 62.5% の圧下を付与して γ 粒を細粒化した. つぎに未再結晶 γ 域に属する 850°C で 50% あるいは 75% の圧下を付加後空冷した. このスケジュールにより未再結晶 γ 域圧延に起因する集合組織を知ることができる. また $(\gamma+\alpha)$ 域圧延による集合組織の発達を調べるためには, 上記の圧延スケジュールに加えるに 710°C ($<A_{r3}$ 点) で 0~60% の 1 パス圧延を付加後空冷した.

温度測定は板厚中心にとりつけたアルメル・クロメル熱電対により行なつた. 以上の各圧延条件においては仕上板厚をいずれも 7.5 mm とした. 集合組織の測定は板厚中心面について正極点図, 逆極点図法により行なつた. 集合組織のほかは機械的性質, ミクロ組織についても調べた.

2.3 実験結果

再結晶 γ 域で 62.5%, 未再結晶 γ 域で 50%, $(\gamma+\alpha)$ 域で 0~60% の圧下を受けた試験材の集合組織を Fig. 2 に示す. またこれらの 3 次元結晶方位解析の結果を Fig. 3 に示す. 2 相域 0% 圧延材では $\{112\}\langle 110 \rangle$ および $\{554\}\langle 225 \rangle$ を主方位とした集合組織が微弱ながら発達する. なお未再結晶 γ 域 75% 圧延材の場合, 50% 圧延材に比して集積度が若干高くなる程度で集合組織の基本的特徴はまったく同一である. 2 相域 10% 圧延材では $\{112\}\langle 110 \rangle$ および $\{554\}\langle 225 \rangle$ のほかに $\{001\}\langle 110 \rangle$ がわずかながら発達する. 2 相域圧下率が 30% 以上になると集合組織は, 明りようになり集積度は高まる. 2 相域圧延材の特徴を 60% 圧下材についてみれば $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 繊維集合組織, $(223) [110]$ を中心に $(001) [110]$ から, $(332) [110]$ 近傍に至る $\langle 110 \rangle // \text{RD}$ 部分的繊維集合組織

および $\langle 100 \rangle // \text{ND}$ 繊維集合組織から成りたつている. 2 相域圧延材に発達する集合組織が 3 つの繊維集合組織の重畳であることは 2 相域圧下率が 30%, 50% の場合もまったく同様である.

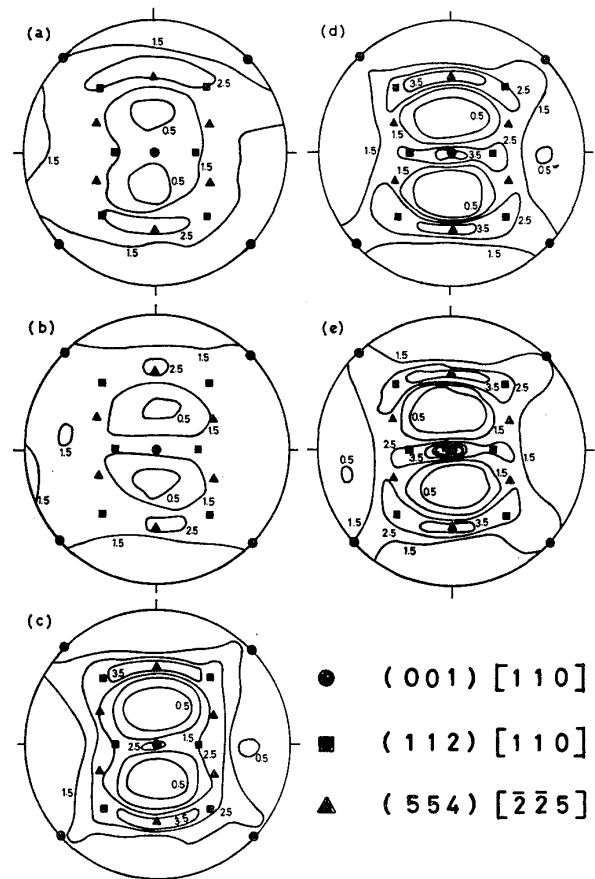


Fig. 2. (200) pole figures showing textures produced by deforming steel D in $\gamma+\alpha$ region: (a) 0%, (b) 10%, (c) 30%, (d) 50% and (e) 60%.

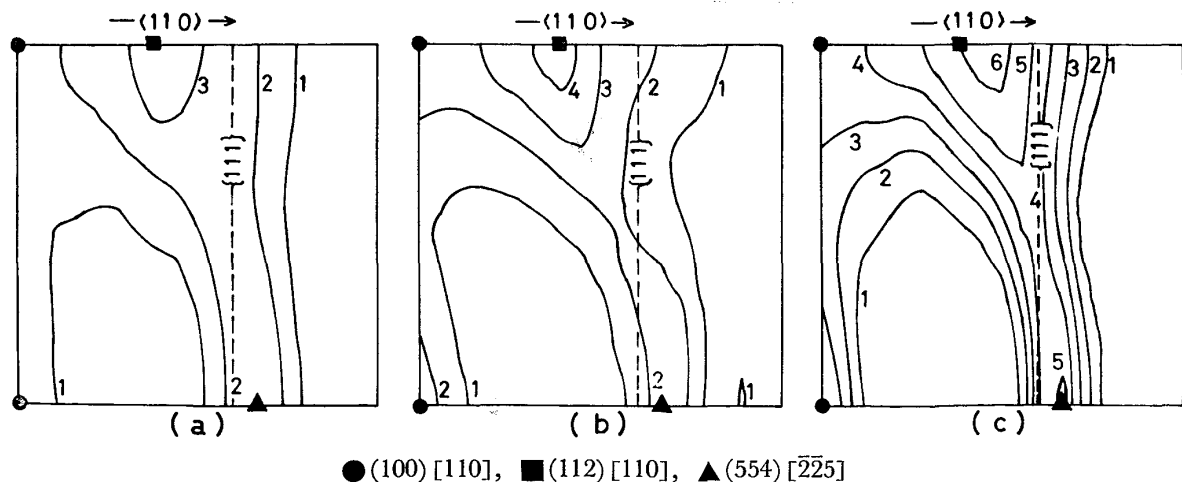


Fig. 3. $\phi=45^{\circ}$ section of crystallite orientation distribution function for steel D deformed in $\gamma+\alpha$ region: (a) 0%, (b) 10% and (c) 60%.

上述から明らかなように γ 域圧延材の集合組織は微弱であるが、 $(\gamma + \alpha)$ 域で 30% 以上の圧下を与えると集合組織は顕著に発達する。2 相域圧延材に発達する集合組織の中では $\{100\}$ と $\{111\}$ 極密度が著しく上昇する。このことは試片の調製も測定法も容易な逆極点図法を用いて $\{100\}$, $\{111\}$ 極密度を測定することにより $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態点を測定し得るものであることを示す。Fig. 4 は逆極点図法により求めた $\{100\}$, $\{111\}$ 極密度と 2 相域圧下率との関係を示す。極密度は圧下率 10% 以下では低いが 30% では著しく増大し、50% 以上では飽和する傾向にある。すなわち $\{100\}$, $\{111\}$ 極密度は 2 相域で 30% 以上圧延すると顕著に発達し、 γ 域圧延材のそれと明りように区分し得る。

Fig. 4 には極密度の他に機械的性質もあわせてプロットしてある。降伏強度、引張強度は 2 相域圧延により急激に増加する。しかもこれらの増加量は圧下率 ~10% でとくに大であり、それ以上では漸増の傾向を示す。シャルピー衝撃試験の破面遷移温度と吸収エネルギー（ここでは延性破面率 100% を示す最低温度における吸収エネルギーを用いこれを E_{SA100} と表示した）は 2 相域圧下率 30% 以上で大きく低下する。

Photo. 1 は 2 相域圧延が 0% 材と 30% 材のマイクロ組織を示す。0% 材はよく発達した大傾角粒界で区分され

たポリゴナル α 粒から成り、粒内の転位密度は著しく低い ((a) (b) 参照)。他方 30% 圧延材のマイクロ組織はまったく異なった様相を呈する。光学顕微鏡写真 (c) が示すごとく、粒組織はポリゴナル α 粒と伸長した α 粒から成りたつ。前者は圧延後 $\gamma \rightarrow \alpha$ に変態した粒であり、

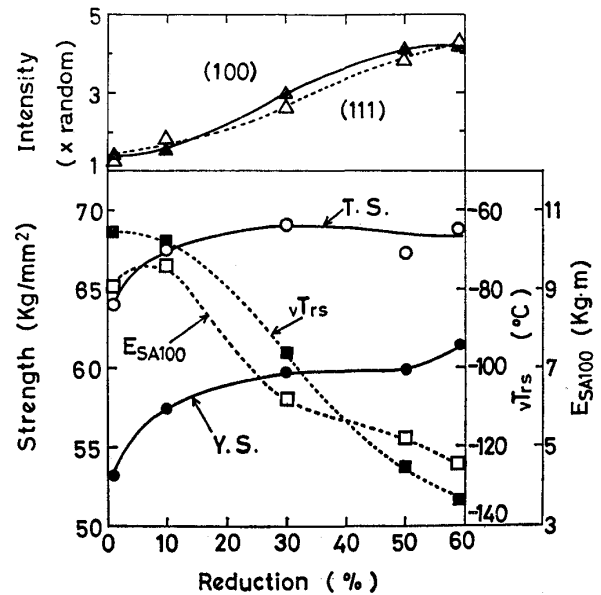


Fig. 4. Pole intensity, yield and tensile strengths, transition temperature and impact energy plotted against amount of deformation in $\gamma + \alpha$ region in steel D.

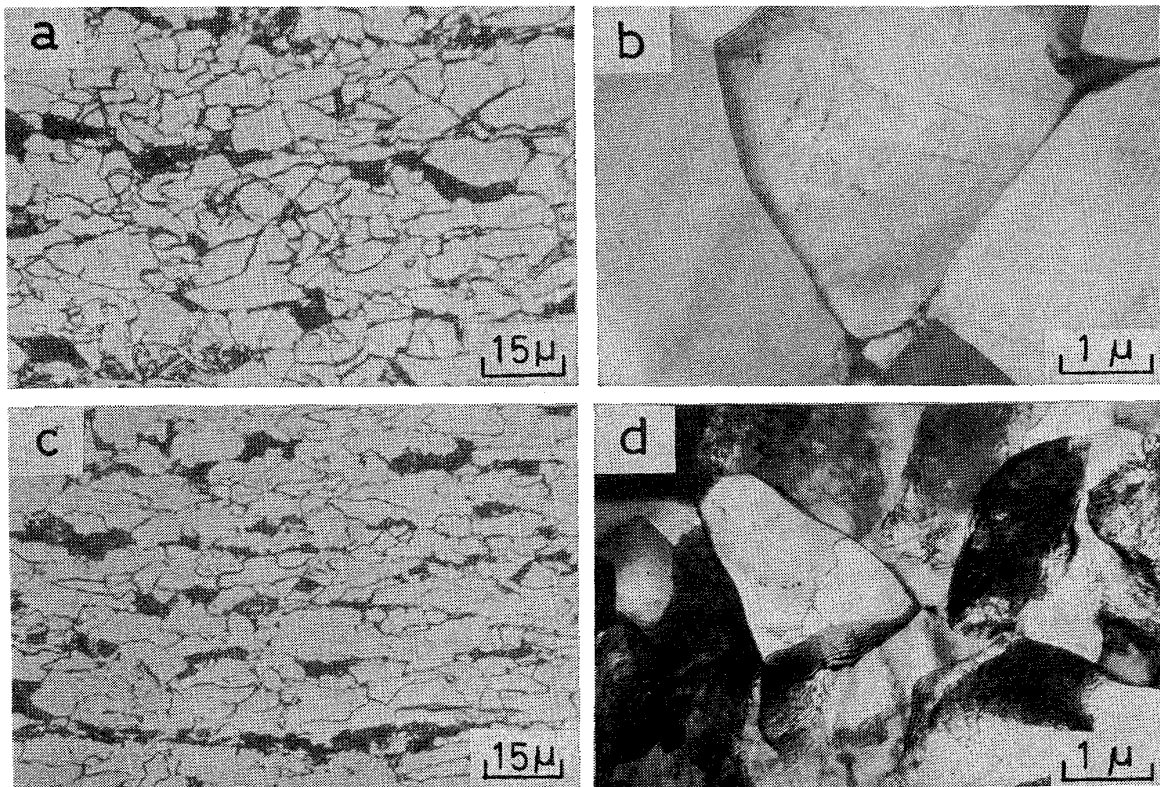


Photo. 1. Optical and electron micrographs of steel D 0% deformed (a and b) and 30% deformed (c and d) in $\gamma + \alpha$ region.

後者は変態後圧延された粒である。伸長粒内には“温間加工組織”に特有な条痕が観察される。これを電子顕微鏡で観察すれば(d)に示すごとく、伸長化した α 粒はサブグレインから成りたち多数の転位を有することがわかる。すなわち2相域圧延により変形を受けた α 粒は回復状態にとどまるため、多数のサブグレインと高い転位密度を保持する。このことが光学顕微鏡的には“温間加工組織”を示すことになる。

以上を要するに、($\gamma + \alpha$)域で30%以上の圧延を付加すると{100}、{111}集合組織が著しく発達するのでこれらの極密度変化を用いて $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態点を測定することができる。また2相域圧延により強度、遷移温度、吸収エネルギーが顕著に変化するので、これらを用いて、 Ar_3 点を測定することも可能である。さらに2相域圧延により α 粒が伸長化し、粒内に光学顕微鏡的には“温間加工組織”が、電子顕微鏡的にはサブストラクチャが観察されることも変態点の測定を可能にする。

3. $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態点の測定

3.1 供試材および実験方法

本実験に用いた材料はTable 1のA, B, Cの3鋼種である。これらから目的に合致した実験用スラブを作

成して圧延に供した。再結晶域、未再結晶 γ 域に続く Ar_3 点上下での圧延を以下では仕上圧延と呼ぶことにする(Fig. 1参照)。 Ar_3 点(歪フリー γ からの変態点)測定のためにはスラブを1150°Cで60min加熱後再結晶域で0%, または62.5% (1070°C, 1020°Cで各々1パス, 合計62.5%)の圧延を付加し, ついで800~600°Cの温度範囲で20°Cの間隔で1パス, 40%の仕上圧延を付加した。歪誘起 Ar_3 点測定のためには未再結晶域圧延として850°C, 820°Cで合計0~70%の圧延を付加するほかは上記とまったく同様のスケジュールで圧延した。上記の再結晶域圧延は γ 粒の調整を, 未再結晶域圧延は, 歪エネルギーの蓄積を, 仕上圧延は{100}, {111}集合組織の発達をそれぞれ目的として付加したものである。その他の条件は予備実験の場合とまったく同様である。なお可能な圧延スケジュールについては富士電波(株)製加圧式変態温度測定装置²⁸⁾を用いて熱膨張法による変態点の測定を行なった。すなわち1150°C加熱後850°Cに冷却し, この温度で0~30%の圧縮変形を与えた後, 圧延板と同一の冷却速度で冷却して変態点を求めた。また板厚中心に熱電対を挿入して圧延板の冷却曲線を求め変態点を測定することも試みた。

3.2 実験結果

鋼Bを用いて Ar_3 を測定した4つの代表例を以下に示す。

(1) 粗粒 γ (粒径=150 μ m)の Ar_3 : 再結晶域0%→仕上40%の圧延スケジュールにより Ar_3 点(歪フリー γ の変態点)を測定した。Fig. 5に極密度, 強度を仕上温度の関数としてプロットした。極密度は640°C以上では低い値を示すが620°C以下では高い値を示し, しかも温度低下とともに上昇する。極密度から判断すれば Ar_3 点は620°Cと640°Cの間に存在すると推定できる。中間値をとって $Ar_3=630^\circ\text{C}$ が得られた。

強度は660°C以上では低く, かつほぼ一定であることからこの温度域では γ 相であることがわかる。また, 620°C以下では強度水準が高く, かつ温度低下に伴って漸増する。640°Cは両温度域の中間にあること, なおかつこの温度の強度に若干の上昇が見られることから, 強度変化から得られる Ar_3 点=640°Cである。Photo. 2に仕上温度に伴うマイクロ組織の変化を示す。640°C仕上材(a)は上部ベイナイトとベイナイト間にはさまれた初析 α を示す。 α 粒内には“温間加工組織”は認められないので, これは圧延後に変態生成したものであることがわかる。620°C仕上材(b)の初析 α の粒内には“温間加工組織”が認められ, 明らかに変態した α 粒が圧延されたものであることを示す。したがってマイクロ組織からは,

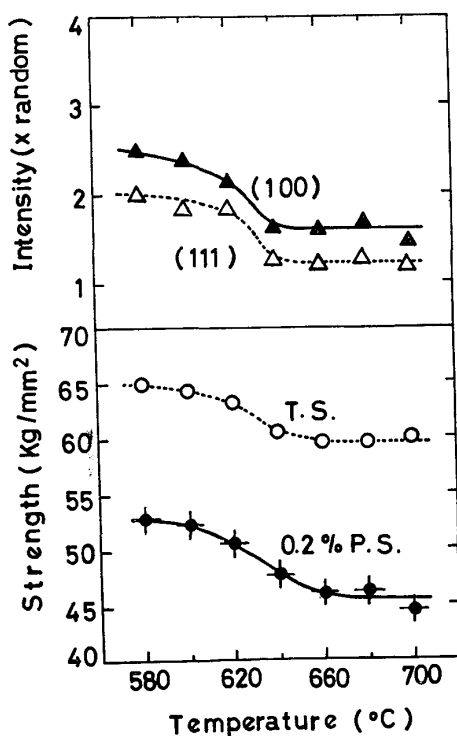


Fig. 5. Pole intensity and yield and tensile strengths plotted against finish temperature in steel B 0% rolled at 1020°C, 0% rolled at 820°C and 40% finish rolled.

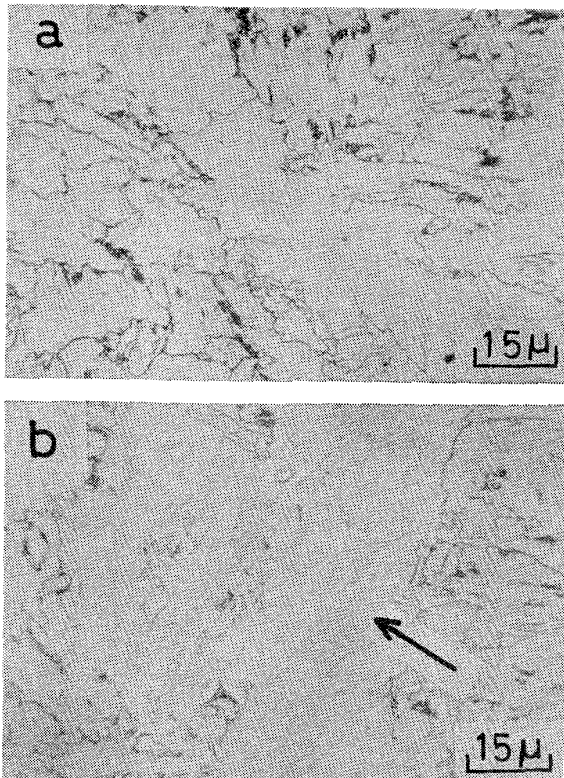


Photo. 2. Microstructures of steel B finish rolled at 640°C (a) and at 620°C (b); arrow indicates "warm-worked structure".

$Ar_3=630^\circ\text{C}$ と推定される。加圧式変態点測定装置による変態点の測定を圧延材と同一冷却条件にて行なった結果は Ar_3 点 $=635^\circ\text{C}$ である。

以上の結果をまとめれば、集合組織、強度、ミクロ組織、および熱膨張法で得られた $Ar_3=640^\circ\text{C} \sim 630^\circ\text{C}$ と非常によい一致を示す。

(2) 粗粒 γ (粒径 $=150\mu\text{m}$) の歪誘起 Ar_3 : 再結晶域 0% → 未再結晶域 60% → 仕上 40% のスケジュールで圧延した場合の極密度、強度と仕上温度との関係を Fig. 6 に示す。極密度は 760°C 以上では低い 740°C 以下では温度低下とともに急激に上昇することから Ar_3 点 $=750^\circ\text{C}$ と推定される。一方、強度は 760°C では低い 720°C 以下では高く、 740°C では両者の中間位置にある。したがって $Ar_3=740^\circ\text{C}$ が得られる。光学顕微鏡組織によれば 740°C 仕上材に“温間加工組織”を有する α 粒が認められることから Ar_3 点 $=750^\circ\text{C}$ と測定される。加圧式変態点測定装置による Ar_3 点の測定も試みたが、この圧延スケジュールでは変形抵抗が過大であるため測定が不能であった。

(3) 細粒 γ (粒径 $=20\mu\text{m}$) の Ar_3 点: 再結晶域 62.5% → 未再結晶域 0% → 仕上 40% のスケジュールで圧延した場合の極密度、強度と仕上温度との関係を Fig. 7

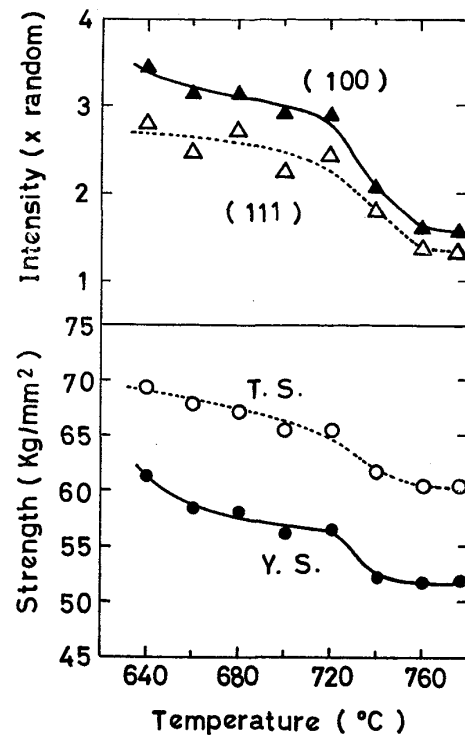


Fig. 6. Pole intensity and yield and tensile strengths plotted against finish temperature in steel B 0% rolled at 1020°C, 60% rolled at 820°C and 40% finish rolled.

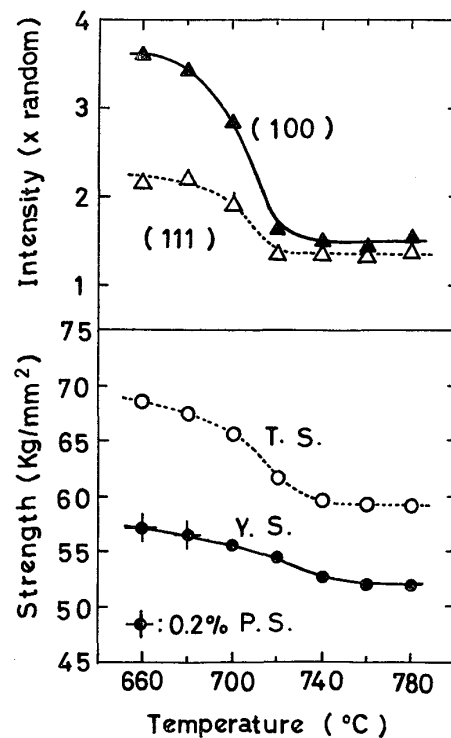


Fig. 7. Pole intensity and yield and tensile strengths plotted against finish temperature in steel B 62.5% rolled at 1020°C, 0% rolled at 820°C and 40% finish rolled.

に示す。極密度は 720°C で増大し始めており、 700°C では高い値を示すので $\text{Ar}_3=720^{\circ}\text{C}$ と推定される。強度変化からは $\text{Ar}_3=730^{\circ}\text{C}$ が得られる。ミクロ組織および熱膨張法からはそれぞれ 730°C 、 740°C が得られた。

(4) 細粒 γ の歪誘起 Ar_3 : 再結晶域 62.5%→未再結晶域 60%→仕上 40% のスケジュールで圧延した場合の極密度、強度と仕上温度との関係を Fig. 8 に示す。極

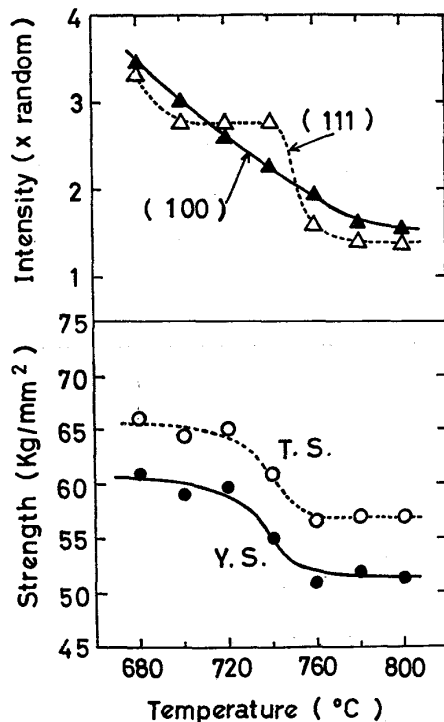


Fig. 8. Pole intensity and yield and tensile strengths plotted against finish temperature in steel B 62.5% rolled at 1020°C , 60% rolled at 820°C and 40% finish rolled.

密度は 760°C でやや高く、 740°C では著しく高くなるので歪誘起 $\text{Ar}_3=760^{\circ}\text{C}$ あるいは $770\sim 760^{\circ}\text{C}$ と測定される。強度変化からは歪誘起 $\text{Ar}_3=750^{\circ}\text{C}$ が得られる。ミクロ組織変化からは歪誘起 $\text{Ar}_3=750^{\circ}\text{C}$ が得られる。

上述と同一の方法を用い歪誘起 Ar_3 におよぼす未再結晶域圧下量の影響を調べた。その結果をまとめて Table 2 に示す。いずれの測定方法によつてもほぼ同一の歪誘起 Ar_3 点を得られるが、場合によつては測定方法により Ar_3 点が著しく相違することがある。とくに再結晶域圧下が 0 でベイナイトが生成しやすい条件下で Ar_3 点に不一致が起こる傾向を示す。Table 2 には圧延材の冷却曲線から求めた Ar_3 も記載した。冷却曲線およびその微分曲線からの Ar_3 点の測定はかなりの不明確を伴った。

鋼 A, C についても B と同様の圧延スケジュールにより歪誘起 Ar_3 点を測定した。その結果を一括して Fig. 9 に示す。未再結晶 γ 域圧下率の増加に伴い Ar_3 点の上昇が起こる。とくに粗大 γ 粒組織 (高温域圧下率=0%) を未再結晶域で圧延する場合に Ar_3 点の上昇が著しい。これに反して γ の細粒組織 (高温域圧下率=62.5%) を未再結晶域で圧延した場合には圧下に伴う Ar_3 点の上昇は比較的小さい。さらに興味深いことは未再結晶域での圧下率が 60~70% になると、未再結晶圧下前の γ 粒径に依存せず Ar_3 は $\sim 770^{\circ}\text{C}$ と一定値に近づくことである。

4. 検 討

制御圧延のように再結晶域圧延に未再結晶域圧延を重畳させる場合、後者による変態点上昇への寄与を集合組

Table 2. Austenite to ferrite Ar_3 transformation temperatures measured by various methods in steel B.

Amount of deformation in recrystallization region (%)	Amount of deformation in non-recrystallization region (%)	Austenite to ferrite Ar_3 transformation temperature ($^{\circ}\text{C}$)					
		By strength	By micro-structure	By (200) intensity	By (111) intensity	By cooling curve	By dilatometer
0	0	640	630	630	630	680	635
	10	640	680	630	630	720	660
	30	650	690	650	650	650	710
	50	730	730	730	730	735	—
	60	740	740	750	750	755	—
	70	770	750	770	770	775	—
62.5	0	730	730	720	720	730	740
	10	750	710	750	730	740	—
	30	750	750	750	750	750	—
	50	750	750	760	750	755	—
	60	750	750	760	760	770	—
	70	750	750	770	770	780	—

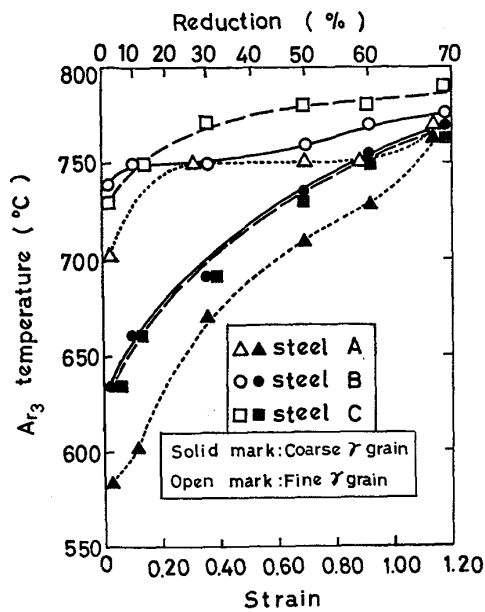


Fig. 9. Effects of amount of deformation in non-recrystallization region and initial grain size on γ to α A_{r3} temperature measured by texture development in Nb-bearing steels.

組織の変化を用いて定量的に評価するためには Fig. 1 のような実験が必要になる。著者によるこのような実験方法の考案によつて初めて A_{r3} 点に与える γ 粒径、圧下量の影響を定量的に把握することができた。

($\gamma + \alpha$) 域圧延により $\langle 111 \rangle // ND$ 繊維集合組織、 $\langle 110 \rangle // RD$ 部分的繊維集合組織および $\langle 100 \rangle // ND$ 繊維集合組織の重畳組織が発達するが、これは Fe-3%Si の冷間圧延集合組織に似ている。²⁰⁾ 2 相域で圧延された α 粒は内部にサブストラクチャを有し、圧延のままあるいは高々回復段階にある粒組織である (Photo. 1 参照)。これは、Nb 炭化物による転位の固着および運動妨害のために回復、再結晶が困難になるためである。つまり Nb 鋼を 2 相域で圧延したときに発達する集合組織は圧延集合組織であるため冷延集合組織に酷似し、 $\{100\}$ および $\{111\}$ 集合組織が著しく発達するのである。ただし合金成分、とくに Mn, Ni の含有量が高い (おのおの $\sim 2\%$ 以上) 場合、 γ 域圧延により near $\{100\}$ 集合組織の高まる可能性がある^{21)~25)}。したがつてこのような成分系に対して本法が適用できるか否かは検討を要する。

極密度変化から A_{r3} 点を測定する場合には、仕上温度を変化させて圧延する必要がある。したがつて変態点測定の精度は仕上温度設定の間隔に依存する。本実験では 20°C 間隔で仕上圧延を行なっているので A_{r3} の精度は $\pm 10^\circ\text{C}$ ということになる。 γ 粒の大小にかかわらず、歪フリーの γ から α に変態する場合、極密度は明りよう

にかつ狭い温度範囲でおこるために A_{r3} 点を一義的に測定できる (Fig. 5, 7 参照)。これに反して未再結晶 γ から α に変態するときは極密度の変化する遷移領域が拡大し、 A_{r3} 点が曖昧になるようにみえる (Fig. 6, 8 参照)。これは実は測定方法の曖昧さに由来するものではなく、歪を蓄積した未再結晶 γ の α への変態が広い温度範囲にわたつて徐々に起こることを示すものであり、むしろこの方法が α 変態を感度よくとらえていることを意味する。

($\gamma + \alpha$) 域圧延による強度増加は圧下を受けた α 粒内にサブストラクチャが形成されることによるものである²⁶⁾²⁷⁾。再結晶粒とサブグレインを有する粒との混合組織の降伏強度について BRAMFITT ら²⁶⁾ は次式を提唱している。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k \left[d^{-1/2} (1 - f_s) + d_s^{-1/2} (f_s) \frac{k_s}{k} \right] \quad (1)$$

ここで σ_0 は内部応力、 f_s はサブグレインの体積率、 k は大傾角粒のみからなる場合の Hall-Petch 関係式における σ_y の粒径依存係数、 k_s は全組織がサブグレインからなる場合の σ_y のサブグレインサイズ依存係数、 d_s はサブグレインサイズである。2 相域で圧延されたか否かは σ_y の 1.5 kg/mm^2 の上昇量で判定できるものとして、 1.5 kg/mm^2 の上昇を引き起こすに必要な f_s を (1) 式によつて求めてみよう。 $d_s \approx 2 \mu\text{m}$ (Photo. 1 参照)、 k_s としては MANGONON ら²⁷⁾ の $1.4 \text{ kg/mm}^{3/2}$ を用い、なおかつ 2 相域圧下によつても σ_0, k, d が変化しないものと仮定すれば $\Delta\sigma_y = 1.5 \text{ kg/mm}^2$ に対応する $f_s \approx 0.17$ となる。この計算結果によれば γ 相の 17% が α に変態した時点で、初めて変態点を告げることができる。変態開始の温度範囲が狭く爆発的に起こるときは、この程度の感度で十分変態点を精度よく測定できる。しかし変態が緩慢に起こるために広い温度範囲にわたるときは、測定される変態開始点は真の開始点よりも低温側にくることはさけ難い。実際には 2 相域圧延による転位硬化、 α 粒の伸長化による有効粒径減少の寄与がサブグレイン硬化に重畳するので測定感度はもつと上昇するものと考えられる。強度増加から A_{r3} 点を測定する方法はサブグレインの形成による強度増加を前提にしている。したがつて変態後の組織が初析 α ではなくて、ベイナイトのようにサブストラクチャを含む組織である場合は、この方法の適用が困難になる。

圧延された α 粒は高々回復状態にあることは前に述べた。したがつて、透過電子顕微鏡でサブストラクチャ存在の有無を調べるのはもつとも直接的な変態点の測定法

である。ただしこの機器の性質上、観察領域が極く微小域であるため、局所的情報に傾く危険がある。光学顕微鏡による“温間加工組織”はナイタルエッチングによりかなり明りように現出されるので、変態点の測定には便利な方法である。

本実験では冷却曲線から Ar_3 点を判定することは著しく困難であつた。熱分析により Ar_3 を測定するためには測温位置において温度勾配が零であることが前提条件である。この条件はたぶん測温を板厚中央で行なえば可能と思われる。しかし実際には板の上面と下面では冷却条件が異なるので温度勾配の零である位置が板厚中心とはならないむずかしさがある。この方法のみから Ar_3 を決定するのは困難であり他の方法との併用が望ましい。

熱膨張法は変態開始点のみでなく、各温度での変態相の体積率、変態速度を正確に把握することができる。残念ながら加圧力が不十分のため本実験装置では加工条件は著しく限定され、Table 2 に示すような測定値しか得られなかつた。加圧式変態点測定装置のもう 1 つの問題点は、変形の不均一性にある。すなわち圧縮試験片では中央で最大、両端で最小の歪が形成される。 α 変態核は歪の蓄積個所に優先的に発生するので変態開始は試験片の中央でまず起こり、順次試験片端に移行する。このような状況下では変形量と Ar_3 との関係を正しく把握できない恐れがある。

制御圧延をシミュレートし得る条件下での Ar_3 点測定の諸方法の中で、絶対に他に優位するという方法はない。各方法は互に相補的である。しいて序列をつければ極密度変化とミクロ組織変化法が優れており、強度変化により判定する方法は若干の曖昧さを有する。

Fig. 9 から明らかなように歪誘起 Ar_3 点は再結晶域圧下の有無により著しく異なる。再結晶域 0% 圧延の粗粒材 (γ 粒径 $\approx 150 \mu m$) を未再結晶域で圧延すると、 Ar_3 点は急激に上昇し 70% の圧延では上昇量が $\sim 150^\circ C$ にも達する。これに対して再結晶域 62.5% 圧延の細粒材 (γ 粒径 $\approx 20 \mu m$) の場合、未再結晶域圧延 0% で Ar_3 点はかなり高く、70% 圧延によつて Ar_3 点は $30 \sim 40^\circ C$ 上昇するだけである。しかし、未再結晶域圧下率 $\sim 70\%$ では粗粒材、細粒材はともにほぼ同一の Ar_3 点に到達する。 Ar_3 点の未再結晶域圧下量依存性が両材料でこのように大きく異なるのは、粒径の効果に帰せられる。

γ を未再結晶域で圧延する場合、圧下率が $\sim 20\%$ 以下では変形帯はほとんど形成されない¹⁴⁾、転位はおもに結晶粒界近傍に堆積する。この場合粗粒では粒界に堆積する転位数が多くなり、粒界近傍のエネルギーが増加するので、変態に必要な活性化エネルギーはその分だけ

低下して α 核形成の頻度が高まる。すなわち Ar_3 が上昇する。他方、細粒では堆積する転位数は少なく、したがつて粒界近傍のエネルギーの増加量もそれほど大きくないので、 Ar_3 の上昇量も顕著ではなくなると考えられる。未再結晶域圧下率が 30% 以上では変形帯の形成により結晶粒の実質的な分割化が起こる。したがつて 30% 以上の圧下による Ar_3 点の上昇はおもに変形帯による γ 粒の実質的な細粒化によるものと考えられる。ところで Ar_3 点の γ 粒径依存性は粗粒のときに大きく、細粒になるにしたがつて減少するので¹⁴⁾、粗粒材でより大きな、 Ar_3 点の上昇が起こつたと考えられる。あるいは粗粒材の Ar_3 点は平衡変態点からのずれが大きく、過冷度が大きいであるため、転位の導入により Ar_3 点が大きく上昇する。これに対して細粒材では過冷度が小であるから転位の導入による Ar_3 点の上昇が小であるとも考えられる。

Table 1 に示すような化学成分の鋼を再結晶域で、62.5%、未再結晶 γ 域で 70% 圧延したときの Ar_3 点は $\sim 770^\circ C$ である。制御圧延に供される鋼の化学成分は、Table 1 に近いものが多く、また再結晶、未再結晶域の累積圧下率はそれぞれ 62.5%、70% に近い値である。したがつて $\sim 770^\circ C$ は制御圧延材の Ar_3 点を代表する 1 つとみなすことができる。

2 相域圧下の 1 つの目的は強度の増加にある。しかし Ar_3 点以下の過度の低温で圧延すると転位硬化による低温靱性の劣化が起こる。これを避けるためには Ar_3 点直下で圧延することが必要である。このように Ar_3 点を正確に測定することは制御圧延材に高強度と低温靱性を付与するために必須の前提条件となる。

5. 結 論

制御圧延を完全にシミュレートした条件下で $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態温度を測定する方法を種々検討した。集合組織を利用して Ar_3 点を測定する方法を確立するとともに、強度、ミクロ組織の各方法によつても Ar_3 点を推定し得ることを確かめた。これらの諸方法を用いて Ar_3 点におよぼす各種の因子の影響を調べた。以下にその概要を示す。

i) 集合組織、強度変化、ミクロ組織、熱膨張のいずれの方法によつてもほぼ同一の Ar_3 点が得られる。各方法は互に相補的で絶対的優位性はみられないが、しいて序列をつけるならば集合組織、ミクロ組織が精度よくまた便利であり、強度変化がこれに続く。

ii) Ar_3 点は未再結晶域圧下量の増加につれて上昇する。すなわち、歪誘起変態が起こる。しかし Ar_3 点もその上昇量 ΔAr_3 も圧下前の γ 粒径に大きく依存する。粗

大 γ 粒では Ar_3 点の上昇量は大きい、細粒では上昇量は小さい。

iii) γ 粒径の大小にかかわらず未再結晶域圧下量が $\sim 70\%$ では Ar_3 点はほぼ同一の値に到達する。

iv) 本実験結果により制御圧延過程で起こる Ar_3 点を知ることができた。これによつて Ar_3 点上、下での圧延の組合せにより強度と靱性を意識的に変化させることが可能になり、材質の選択範囲が拡大され得るようになった。

文 献

- 1) R. PHILLIPS and J. A. CHAPMAN: JISI, 204 (1966) 6, p. 615
- 2) J. J. IRANI, D. BURTON, J. D. JONES and A. B. ROTHWELL: ISI Publication, 104 (1967), p. 110
- 3) J. D. JONES and A. B. ROTHWELL: ISI Publication, 108 (1969), p. 78
- 4) 関根 寛, 丸山忠克: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1424
- 5) J. D. BAIRD and R. R. PRESTON: Processing and Properties of Low Carbon Steel (1973), p. 1 [AIME]
- 6) 田中智夫, 波戸村太根生, 田畑綽久: 川鉄技報, 6 (1974), p. 522
- 7) I. KOZASU, C. OUCHI, T. SAMPEI, and T. OKITA: Microalloying 75 Proceedings (1977), p. 120 [Union Carbide Corporation]
- 8) M. FUKUDA, T. HASHIMOTO, and K. KUNISHIGE: ibid, p. 136
- 9) T. TANAKA, N. TABATA, T. HATOMURA, and C. SHIGA: ibid, p. 107
- 10) A. B. LEBON and L. N. de SAINT-MARTIN: ibid, p. 90
- 11) T. GLADMAN and D. DULIEU: Metal Science, 8 (1974), p. 167
- 12) 関根 寛, 丸山忠克: 製鉄研究, 289 号 (1976), p. 43
- 13) 田中智夫, 波戸村太根生, 田畑綽久: 鉄と鋼, 60 (1974), S 561
- 14) 斎藤良行, 田中智夫: 鉄と鋼, 61 (1975) 4, S 211
- 15) C. R. MACKENZIE and R. W. YOUNG: JISI, 209 (197) 11, p. 918
- 16) 小指軍夫, 大内千秋, 三瓶哲也, 大北智良: 鉄と鋼, 61 (1975) 4, S 212
- 17) Y. E. SMITH and C. A. SIEBEST: Met. Trans., 2 (1971) 6, p. 1711
- 18) 福田 実, 橋本 保, 国重和俊: 鉄と鋼, 58 (1972) 13, p. 1832
- 19) 田畑綽久, 田中智夫, 波戸村太根生: 鉄と鋼, 60 (1974), S 560
- 20) 長島晋一: 金属学新書, 集合組織, 金属学会 (1966), p. 26
- 21) 小指軍夫, 稲垣裕輔, 栗原 極, 三瓶哲也: 鉄と鋼, 61 (1975), S 209
- 22) 寺崎富久長, 金子輝雄: 鉄と鋼, 61 (1975), S 208
- 23) 小指軍夫, 稲垣裕輔, 栗原 極, 三瓶哲也: 鉄と鋼, 61 (1975), S 210
- 24) 稲垣裕輔, 栗原 極, 小指軍夫: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 991
- 25) 小指軍夫, 稲垣裕輔: 金属学会報, 15 (1976), p. 261
- 26) R. L. BRAMFITT and A. R. MARDER: Proceedings of the Conference: Processing and Properties of Low-Carbon Steel (1973), p. 191 [AIME]
- 27) P. L. MANGONON and W. E. HEITMAN: Microalloying 75 Proceedings (1977), p. 59 [Union Carbide Corporation]
- 28) 関野昌蔵, 森 直道, 田向 陵: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 1418