

© 1989 ISIJ

論文

中炭素鋼のオーステナイト結晶粒微細化に及ぼす
熱間加工条件の影響及び超微細粒鋼の特性金築 裕^{*}・勝亦正昭^{*2}・佐藤始夫^{*3}・李 付真^{*4}Effect of Hot Deformation Condition on Austenite Grain Refinement in
Medium Carbon Steel and Related Properties of Ultrafine Grain Steel

Yutaka KANETSUKI, Masaaki KATSUMATA, Motoo SATO and Fuzhen LI

Synopsis :

Hot deformation conditions to obtain ultrafine grain austenite, the effect of austenite grain size on transformation behavior, and mechanical properties and the spheroidizing behavior of ultrafine grain medium carbon steels were studied by uniaxial compression and laboratory rolling of 0.45 C-0.71 Mn, 0.48 C-0.75 Mn-0.03 Nb, 0.44 C-1.58 Mn and 0.26 C-1.35 Mn steels.

Manganese suppressed the recrystallization of austenite. Niobium addition or reduction of carbon content also slightly suppressed the recrystallization. Ultrafine austenite grains under 10 µm were obtained by hot deformation of medium carbon-low manganese steels with an initial grain size of about 20 µm at deformation temperature of 850°C under a strain rate of 10 s⁻¹. This suggests that a fine austenite grain of about 20 µm by rolling on the rough and the intermediate trains, low rolling temperature on the finishing train and appropriate strain rate are necessary conditions to obtain ultrafine austenite grain in practical rolling. The refinement of austenite grains induced an increase in the volume fraction of ferrite and a refinement of ferrite grains and pearlite nodules. Consequently, toughness and yield strength increased and better spheroidized microstructure was obtained in the ultrafine grain steels.

Key words: ultrafine grain; medium carbon steel; hot deformation; recrystallization; transformation; mechanical property; spheroidizing.

1. 緒 言

制御圧延、制御冷却技術は強度、靭性及び溶接性を向上させた厚鋼板の製造方法として発展してきた¹⁾。制御圧延、制御冷却による特性改善は主にフェライト組織の微細化によっている^{1,2)}。制御圧延・制御冷却技術の条鋼への適用は、最近まで行われなかつたが、これは条鋼が通常冷間鍛造、冷間伸線、機械加工などの二次加工工程とその後の熱処理工程を経て機械部品などに供されるためである。一般に冷間鍛造性や被削性を改善するために、前熱処理が施される。最近、条鋼への制御圧延、制御冷却が強度、靭性の改善と同時に前熱処理の省略や簡略化のために行われている³⁾。これは、制御圧延、制御冷却

によるオーステナイト粒の微細化は焼入性を低下させるため、条鋼によく使用される中炭素鋼の軟化に有効に働くためである。

通常、条鋼の熱間圧延工程において、中炭素鋼のオーステナイト粒径を約 20 µm (粒度番号 8) 以下にするのは困難である。(株)神戸製鋼所では中間冷却帯及び仕上冷却帯を有する棒鋼圧延機を設置した⁴⁾ので、制御圧延・制御冷却法を有効に活用し、オーステナイト粒径 10 µm (粒度番号 10) 以下の熱間圧延条鋼を製造できる可能性がある。そこで、オーステナイト粒径を微細化するための圧延、冷却条件および微細オーステナイトのフェライトへの変態挙動を調査した。また、微細組織鋼の機械的性質や軟化処理の一つである球状化処理に伴う

昭和 63 年 6 月本会加工熱処理の物理冶金に関する国際会議にて発表 平成元年 3 月 30 日受付 (Received Mar. 30, 1989)

* (株)神戸製鋼所鉄鋼技術研究所 (Iron & Steel Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd.)

*2 (株)神戸製鋼所鉄鋼技術研究所 工博 (Iron & Steel Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd., 1-3-18 Wakinohama-cho Chuo-ku Kobe 651)

*3 (株)神戸製鋼所鉄鋼技術研究所 (現: (株)神戸製鋼所加古川製鐵所) (Iron & Steel Research Laboratories, Now Kakogawa Works, Kobe Steel, Ltd.)

*4 (株)神戸製鋼所鉄鋼技術研究所 (現: 中華人民共和国雲南省機械工業庁) (Iron & Steel Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd., Now Bureau of Machine Building Industry of the Province of Yunnan, China)

組織変化についても調査した。

2. 実験方法

Table 1 に用いた供試材の化学成分を示す。鋼 A は JIS S45C 相当鋼である。鋼 B と C は鋼 A をベース鋼として Nb 添加及び Mn 量の影響を調査するために用いた。また、鋼 C, D を用いて C 量の影響を調査した。供試材は 155 mm 角の商用ビレットを熱間鍛造及び機械加工により直径 8 mm, 高さ 12 mm の加工フォーマスター試験片と 10 mm 厚の熱間圧延試験片とした。

Fig. 1 に加工フォーマスター試験の実験条件を示す。熱間圧縮加工中の応力-歪み曲線及び加工後水冷した試験片の旧オーステナイト組織または加工後放冷した試験片の組織を調べた。また、鋼 B に関しては加工後の連続冷却変態曲線を作成した。旧オーステナイト組織は試験片を表面活性剤を含む飽和ピクリン酸水溶液で腐食し、光学顕微鏡で観察した。加工後放冷した試験片については、走査形電子顕微鏡を用いて、フェライトの体積率及びパーライトのラメラー間隔を測定した。

板厚 10 mm に加工した鋼 A, B を用いて実験室圧延を行った。圧延条件は加工フォーマスター試験によりオーステナイト粒径が最も微細化する条件として得られた加熱温度 950°C, 圧延温度 850°C, 圧下率 70%, 圧延歪み速度 10 s^{-1} とした。また、圧延歪み速度の影響を調査するために、圧延歪み速度を $10 \sim 700 \text{ s}^{-1}$ に変化させた実験も行った。圧延後の試験片は水冷または空冷した。比較のための通常圧延は 1100°C 加熱後、圧延

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

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Al	Nb
A	0.45	0.21	0.71	0.020	0.013	0.12	0.033	—
B	0.48	0.24	0.75	0.022	0.017	0.15	0.030	0.031
C	0.44	0.23	1.58	0.015	0.015	0.05	0.028	—
D	0.26	0.26	1.35	0.018	0.017	0.05	0.030	—

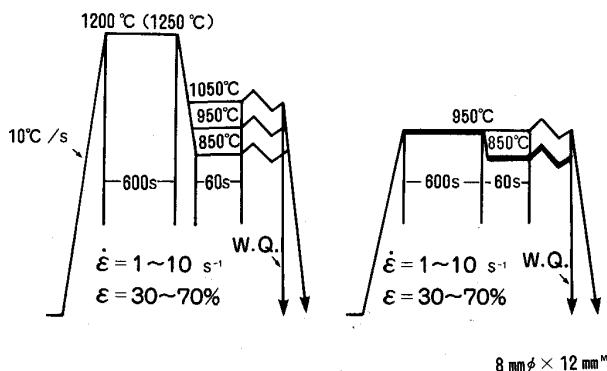


Fig. 1. Hot deformation condition of uniaxial compression.

下率 70%, 圧延歪み速度 10 s^{-1} で行った。

水冷した試験片については旧オーステナイト組織を光学顕微鏡で観察した。空冷した試験片については圧延方向に沿って直径 2.5 mm, ゲージ長 15 mm の引張試験片を切り出し、室温で引張試験を行った。また、厚さ 2.5 mm のサブサイズの 2 mm V ノッチシャルピー衝撃試験片を圧延方向に沿って切り出し、種々の温度で試験し、衝撃遷移曲線を作成した。

球状化焼なまし処理後の組織に及ぼす圧延条件の影響を調査するために、圧延後空冷した試験片を 740°C に 30 min 加熱後 680°C まで $25^\circ\text{C}/\text{h}$ で徐冷する球状化焼なまし処理を行った。球状化の程度は光学顕微鏡観察結果を標準組織図と比較することにより決定した。

3. 実験結果及び考察

3.1 オーステナイトの再結晶挙動

Fig. 2 に熱間加工中の応力-歪み曲線の例として鋼 A の結果を示す。1200°C 加熱の場合、初期オーステナイト粒は粗粒であり、応力-歪み曲線は 1050°C , 1 s^{-1} を除いて加工硬化タイプである。 1050°C 加工において歪み速度を 1 s^{-1} から 10 s^{-1} に低下させると、応力-歪み曲線は加工硬化タイプから動的再結晶タイプに変化する。950°C 加熱の場合、初期オーステナイト粒は細粒であり、応力-歪み曲線は加工温度が 850, 950°C と低温である場合にも動的再結晶タイプである。しかしながら、動的再結晶の応力-歪み曲線のピーク応力と定常状態の応力の差は小さい。

Table 2 に変形前の初期オーステナイト粒径、応力-歪み曲線のタイプ、動的再結晶の応力-歪み曲線のピーク応力に対応する歪み (ϵ_p) と組織観察によるオーステナイトの状態を示す。Photo. 1 に典型的なオーステナ

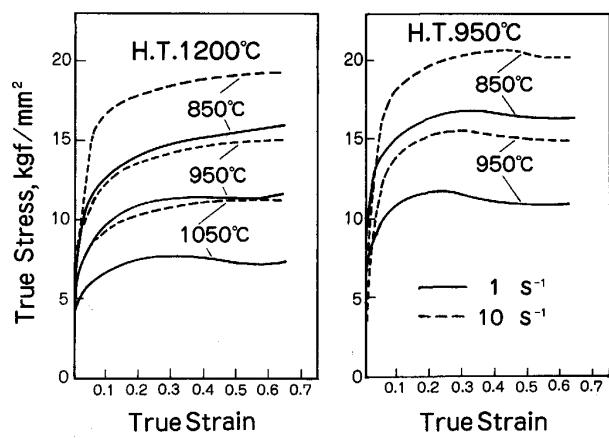
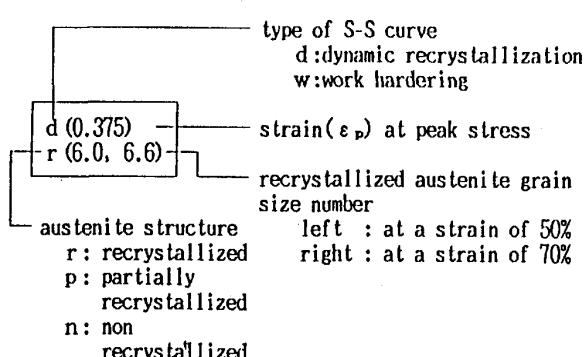


Fig. 2. Examples of stress-strain curves (Steel A).

Table 2. Recrystallization behavior of tested steels.

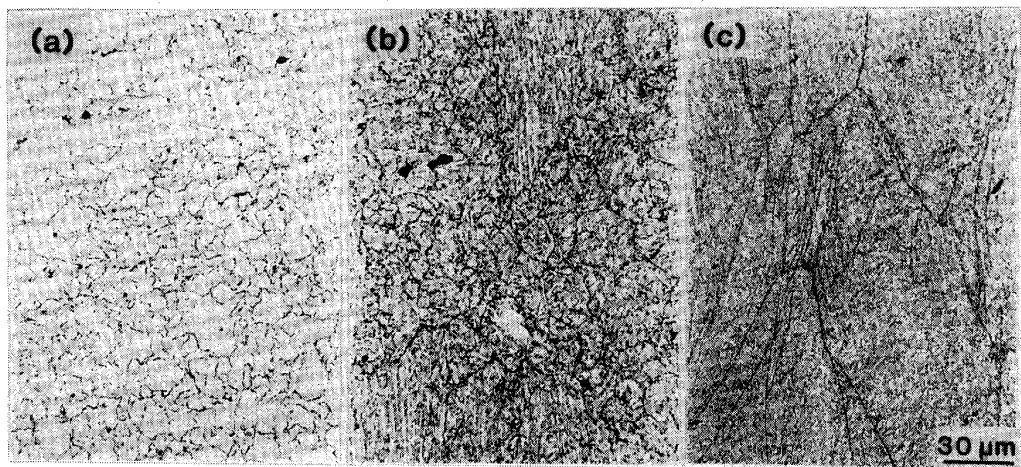
Steel	R.T. °C	γ_{GS} No.	$\log \dot{\epsilon}$	Compression					
				1050		950		850	
				1	10	1	10	1	10
				10.54	11.54	11.40	12.40	12.42	13.42
A	1200	0.1	d (0.325)	w	w	w	w	w	w
			r (7.1, 8.1)	p	p	p	p	n	
B	1250	-0.4	w	w	w	w	w	w	w
			r (6.7, -)	p	p	p	p	n	
C	950	8.6			d (0.225)	d (0.35)	d (0.375)	d (0.45)	
					r (9.1, 9.5)	r (9.9, 10.0)	r (10.8, 11.4)	r (11.4, 11.7)	
D	1200	-0.4	d (0.375)	w	w	w	w	w	w
			r (6.0, 6.6)	p	p	p	p	n	
D	950	7.3			d (0.325)	d (0.425)	d (0.425)	w	
					r (8.5, 8.4)	r (8.4, 8.6)	p	p	
D	1200	2.2	d (0.35)	w	w	w	w	w	w
			r (6.6, -)	r (6.4, 7.2)	r (7.2, 8.5)	p	p	p	p
D	950	7.8			d (0.425)	w	w	w	w
					r (8.6, 9.1)	p	p	p	p

R.T.:reheating temperature (°C) γ_{GS} No.:initial austenite grain size number Z:Zener-Hollomon parameter $\dot{\epsilon}$:strain rate (s^{-1}) D.T.:deformation temperature(°C)

イトの状態を示す。再結晶したオーステナイト粒の粒界は波状であり、動的再結晶の特徴を示している。応力-歪み曲線が加工硬化タイプの試験材の大部分は部分的に再結晶しており、加工後水冷までの間に静的再結晶が進んだものと考えられる。

Table 2 には加工フォーマスター試験による再結晶

オーステナイト粒径も示してある。オーステナイト粒径は加工温度の低下と歪み速度及び歪みの増加により微細化する。応力-歪み曲線が一定応力の定常状態変形の領域において、動的再結晶粒径は歪みに依存しないことが知られている⁵⁾。本実験では歪みが 50% から 70% の場合定常状態変形領域であったが、歪みが増加すると再結



(a) Dynamically recrystallized : reheated at 950°C, deformed at 950°C, strain 70%, strain rate 10 s^{-1}
 (b) Partially recrystallized : reheated at 1250°C, deformed at 950°C, strain 70%, strain rate 10 s^{-1}
 (c) Non recrystallized : reheated at 1250°C, deformed at 850°C, strain 70%, strain rate 10 s^{-1}

Photo. 1. Typical austenite structures (Steel B).

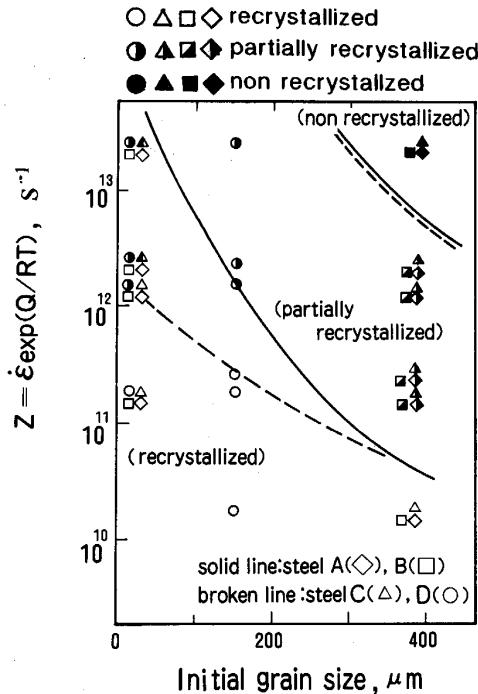


Fig. 3. Effect of initial austenite grain size and deformation condition on recrystallization behavior.

晶オーステナイト粒径はわずかに微細化した。詳細な検討はしていないが、これは、冷却中の準的再結晶が関係していると考えられる。

Fig. 3 にオーステナイトの再結晶挙動に及ぼす初期オーステナイト粒径と Zener-Hollomon パラメーター ($Z = \dot{\varepsilon} \exp(Q/RT)$, $Q = 63\,800\text{ cal/mol}$ ⁶⁾) で表した変形条件の影響を示す。再結晶挙動は応力-歪み曲線の形と組織観察結果から決定した。初期オーステナイト粒径と Z パラメーターの低下とともにオーステナイトの

再結晶は促進される。

Nb はオーステナイトの再結晶を抑制することが知られている。しかしながら、Table 2, Fig. 3 から Nb 添加の明瞭な効果はみられなかった。鋼 A と B を Nb がオーステナイト中に固溶する $1200\sim1250^\circ\text{C}$ に加熱し、 1 s^{-1} の歪み速度で加工したときの応力-歪み曲線は、Nb を添加していない鋼 A では動的再結晶タイプであるが、Nb を添加した鋼 B では加工硬化タイプであり、Nb 添加によりオーステナイトの再結晶は抑制されていることがわかる。しかしながら、組織観察によると両鋼ともオーステナイトは再結晶していた。これは、鋼 B は熱間加工後静的再結晶が起こったためと考えられる。加熱温度が 950°C で Nb がオーステナイト中にほとんど固溶しない場合、鋼 A, B ともに応力-歪み曲線は動的再結晶タイプであるが、 ε_p は Nb を添加した鋼 B の方が大きく、Nb 添加により動的再結晶は遅滞する傾向にある。中炭素鋼において、Mn 量を 0.7% (鋼 A) から 1.6% (鋼 C) へ増加させるとオーステナイトの再結晶は抑制されることがわかる。Mn 量增加の影響は初期オーステナイト粒径が小さくなると顕著になる。Mn によるオーステナイトの再結晶抑制効果は低炭素鋼において認められており^{7,8)}、Solute drag 効果により Mn がオーステナイト中における粒界移動や転位の動きを妨害することにより再結晶を遅らせるためと報告されている。

再結晶挙動に及ぼす C 量の影響はあまりみとめられなかった。しかし、Table 2 と Fig. 3 から、鋼 D (0.26% C) において、初期オーステナイト粒径が約 $20\text{ }\mu\text{m}$ のとき、 $Z=10^{12}\text{ s}^{-1}$ で部分的再結晶が起こるが、鋼 C (0.44%

C) では、初期オーステナイト粒径、Zパラメーターがほぼ同じ場合、完全に再結晶が起こっている。酒井と大橋⁹⁾によると、炭素鋼の動的再結晶はC量が増すと促進されると報告しており、1.5% Mn鋼においても同様な現象が生じていることがわかる。Cの動的再結晶促進効果は、Cが空孔の拡散速度を増大させるためと考えられている⁹⁾。

Fig. 4 に完全に再結晶した試料について再結晶オーステナイト粒径とZパラメーターの関係を示す。オーステナイト粒径はZパラメーターの増加とともに微細化する。しかしながら、実験室圧延において圧延歪み速度を10~700 s⁻¹の間で変化させたとき、Zパラメーターが増大するにもかかわらず、再結晶オーステナイト粒は微細化しなかった。これは、歪み速度が増大したため、圧延中に発熱し、圧延温度が上昇したためと予測される。本実験で得られた最小のオーステナイト粒径は約5 μm(粒度番号12)であり、加熱温度950°C、加工温度850°C、歪み速度10 s⁻¹で得られる。

Table 2あるいはFig. 3, 4から、中炭素鋼で10 μm以下のオーステナイト粒径を得るためにには初期オーステナイト粒径を20 μm、Zパラメーターを10¹³ s⁻¹とする必要がある。また、Mn量を高くすると10 μm以下の超微細オーステナイト粒を得るのは困難となる。加工中の温度上昇によるオーステナイト粒径の粗大化を抑えるために、歪み速度は10 s⁻¹程度とすることが好ましい。実機圧延においては、粗列及び中間列の圧延においてオーステナイト粒径を20 μm程度の細粒にし、仕上列

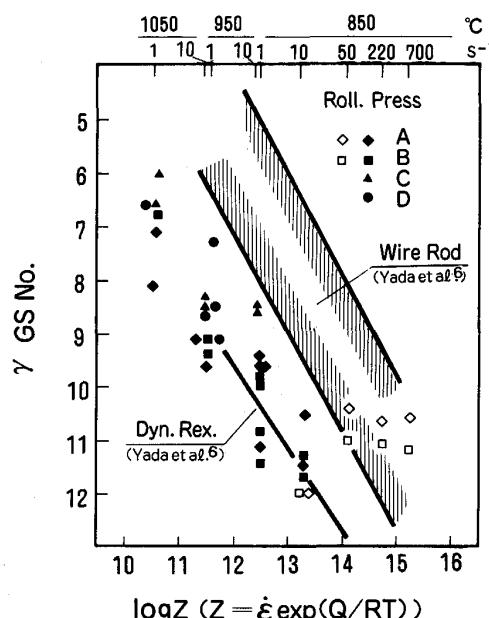


Fig. 4. Relationship between recrystallized austenite grain size and Z parameter.

圧延において、約850°Cで圧下することにより超微細オーステナイトが得られるであろう。

また、別報¹⁰⁾において示したように、熱間圧延後フェライト変態開始までの冷却速度を約10°C/sに速めないと、冷却途中でオーステナイト粒の成長が起こり、超微細粒は得られにくくなる。

3・2 超微細オーステナイトからのフェライト変態

Fig. 5は鋼BのCCT曲線を示す。オーステナイトからフェライトへの変態は加工により促進されることがわかる(ただし、オーステナイトは変態前に完全に再結晶している)。フェライト変態開始温度は加工量とともに上昇するが、終了温度への影響はほとんど見られない。また歪み速度を1 s⁻¹と10 s⁻¹に変化させても変態挙動に変化はみられない。

Photo. 2に変態後の組織を示すが、熱間加工を加えることにより初析フェライト量が増加するとともに、フェライト粒やパーライト粒が微細化する。パーライトのコロニーサイズは加工によりほとんど変化しない。

Fig. 6は初析フェライトの体積分率とパーライトのラメラ間隔に及ぼすオーステナイト粒径の影響を示す。オーステナイト粒の微細化に伴い初析フェライトの体積分率は増加するが、パーライトのラメラ間隔は変化しない。

Fig. 6及びPhoto. 2に示したようにオーステナイト粒を微細化すると、初析フェライトの体積率が増加するとともにフェライト粒が微細化したが、これは、オーステナイト粒の微細化はフェライト変態の核生成サイトの増加をもたらしたためと考えられる。一方、フェライト変態の核生成サイトの増加はフェライト/オーステナイト界面の面積を増加させパーライト変態を促進する。しかし、初析フェライト体積率の増加は未変態オーステナイト中へのMnの濃化をもたらし、パーライト変態を

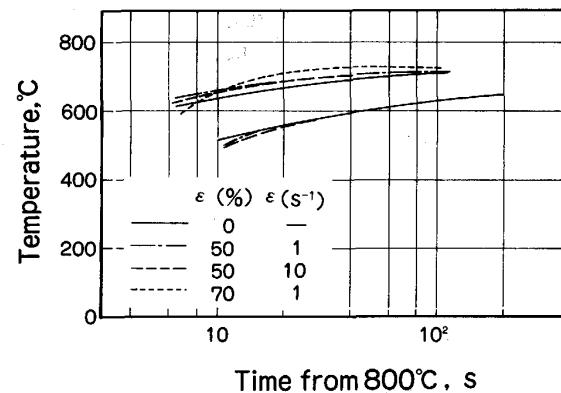
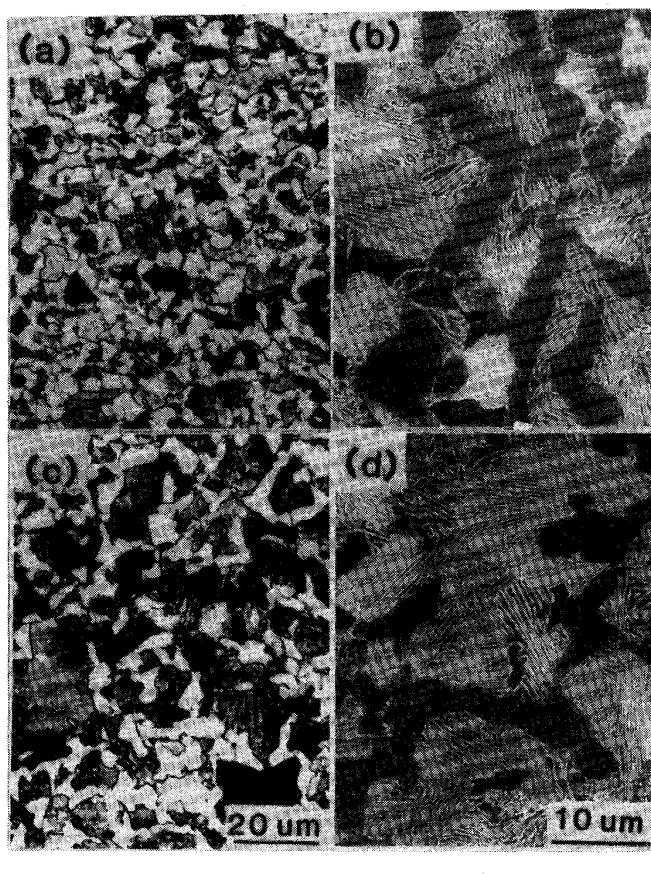


Fig. 5. CCT diagrams after deformation of 850°C in Steel B reheated at 950°C.



(a)(b) Deformed at 850°C (50%, 1 s⁻¹)
(c)(d) Non deformed

Photo. 2. Typical transformed structures (Steel B).

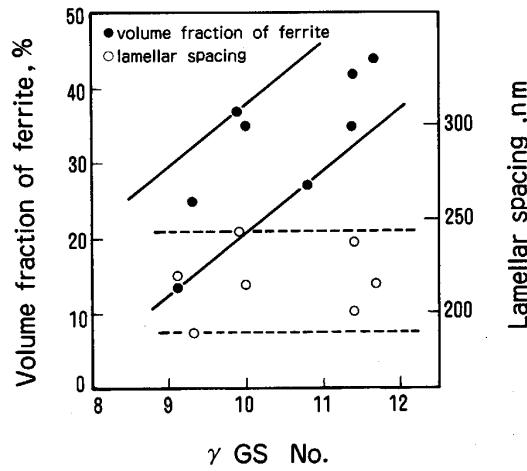
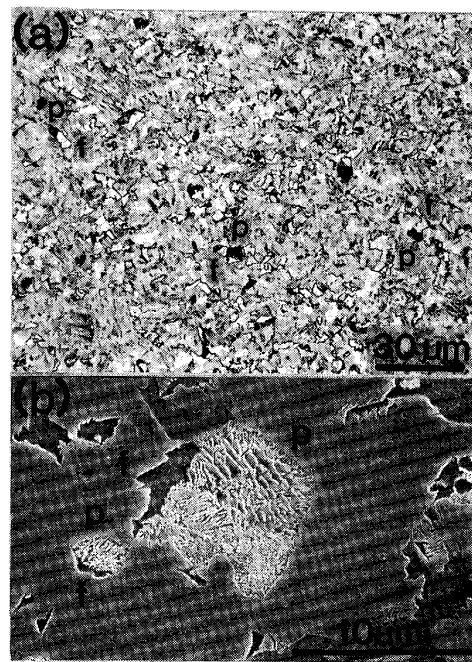


Fig. 6. Effect of austenite grain size on volume fraction of polygonal ferrite and pearlite lamellar spacing (Steel B).

遅滞させる。この両者の効果が打ち消しあってパーライト変態温度はオーステナイト粒径により変化しなかったため、Fig. 5 に示した CCT 曲線の終了温度やパーライトのラメラー間隔に変化がみられなかつたと予測され



(a) Optical micrograph (b) Scanning electron micrograph
Photo. 3. Pearlite (p) formed on proeutectoid ferrite (f) at the early stage of transformation in Steel B.

る。

Photo. 3 にオーステナイトからフェライトへの変態途中の試験片を急冷した組織を示す。パーライトは少量の初析フェライトが析出した段階で観察され、初析フェライトとパーライトは同時に析出する可能性を示している。このことはオーステナイト粒の微細化はパーライト変態も促進することを示している。しかし、パーライトのラメラー間隔がオーステナイト粒径によって変化しないのは、高温で析出する粗いラメラー間隔のパーライトは少量で、大部分のパーライトはフェライト粒径によらず比較的低温で生成するためと考えられる。

3・3 超微細粒組織鋼の機械的性質

Fig. 7 に鋼 A, B のオーステナイト粒径とフェライト・パーライト変態後の機械的性質との関係を示す。靭性はオーステナイト粒の微細化とともに改善される。オーステナイト粒度番号 7 の通常圧延材の破面遷移温度に比較すると、超微細粒鋼の破面遷移温度は約 60°C 低下する。引張強さはオーステナイト粒径によりほとんど変化しないが、降伏強さはオーステナイト結晶粒の微細化により上昇する。伸び、絞りはオーステナイト粒径によりほとんど変化しなかつた。

3・4 球状化挙動に及ぼすフェライト・パーライト変態組織の影響

Photo. 4 は鋼 B の球状化焼鈍後の組織を示してい

る。通常圧延タイプでは再生パーライト組織が認められるのに対して、超微細粒鋼の場合、良好な球状化状態が得られ、圧延条件の制御によって得られる組織変化が大きな効果を示していることがわかる。

本実験で用いた球状化処理の方法はフェライト・オーステナイト二相域加熱でパーライトを部分的にオーステナイト化することにより炭素をオーステナイト中へ固溶させ、その後の徐冷中に残存したセメンタイトを核にしてセメンタイトを球状に析出させる方法である。この方法で問題となるのはセメンタイトが球状化せず再びパーライト変態が起こる場合である。球状化処理時間を簡略化する際にこの再生パーライトの出現を阻止することは重要である。

JEONGとKIM¹¹⁾によれば、中炭素鋼のフェライト・パー

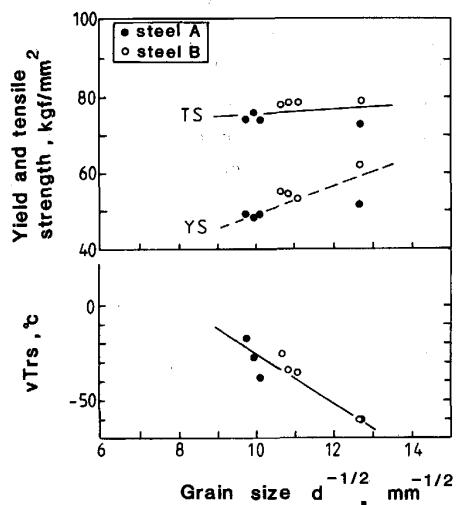


Fig. 7. Relationship between mechanical properties and austenite grain size in Steels A and B hot rolled at 850°C.

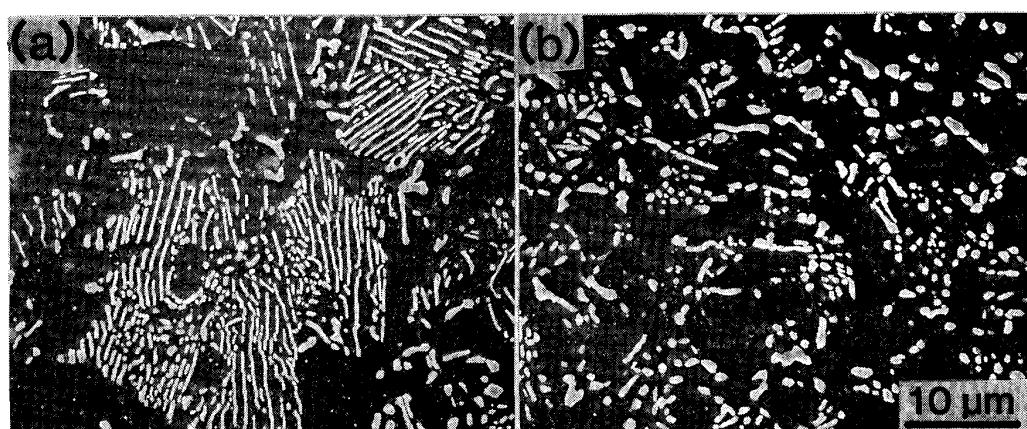
ライト組織のオーステナイト化は初めフェライト・パーライト界面、続いてパーライト中のコロニー界面より起り、その後コロニー中のセメンタイトが分解により薄くなり、さらに分断しながらオーステナイト化が進行することを示している。微細粒組織ではフェライト・パーライト界面が多いため、比較的均一でかつ急速にオーステナイト化が終了すると考えられる。一方、粗粒組織の場合、フェライト・パーライト界面が少ないため、オーステナイト化は不均一であり、その速度は遅い。

徐冷中に球状セメンタイトを析出させるためには、オーステナイト化の後も微小セメンタイトが残留していることが重要である。したがって、二相域でのオーステナイト相の平均炭素濃度よりもパーライトの炭素濃度が低い場合には、全セメンタイトが固溶してしまうため、できるだけ共析組成に近づけることが重要である。微細粒組織ではフェライトの体積率が大きいことによりパーライト中の炭素濃度が共析組成に近くなっている。粗粒組織の場合、フェライト体積率が小さいため、パーライト中の炭素濃度が低く、二相域に加熱されたとき、全セメンタイトが固溶する可能性が大きくなり、冷却中にパーライトが生成すると考えられる。

また、別報¹⁰⁾で示したように、オーステナイト結晶粒の微細化による球状化組織の改善さらには冷間鍛造性の改善が実機圧延機で確認された。

4. 結 言

中炭素鋼を用いて、オーステナイトの再結晶挙動及びフェライト・パーライト変態組織に及ぼすC, Mn, Nb及び加工、冷却条件の影響を検討し、さらに、制御圧延・制御冷却材の機械的性質、球状化挙動を調査し、次



(a) Conventional rolling (Austenite grain size number : 7)
(b) Controlled rolling (Austenite grain size number : 11)

Photo. 4. Microstructures after spheroidizing annealing in Steel B.

の結果を得た。

(1) Mn は中炭素鋼のオーステナイトの再結晶を抑制する。

(2) C, Nb 量のオーステナイトの再結晶挙動に及ぼす影響は小さい。

(3) 中炭素-低 Mn 鋼において、初期オーステナイト粒 20 μm の材料に加工温度 850°C, 歪み速度 10 s^{-1} の熱間加工を加えることにより、10 μm 以下の超微細オーステナイト粒が得られる。

(4) (3)の結果から実機圧延において超微細粒を得るには、ビレットの加熱温度を低くし、仕上列圧延入側の温度を低くし、適切な圧延速度で圧延することが必要であることがわかる。

(5) オーステナイト粒の微細化により初析フェライトの体積率の増加、フェライト粒径、パーライト粒径の微細化が起こる。

(6) オーステナイト粒の微細化により、靭性の向上、降伏強さの上昇が起こる。

(7) 超微細オーステナイトから変態した微細フェライト・パーライト組織の簡略球状化熱処理後の球状化状態は通常圧延材と比べ良好である。

文 献

- 1) I. KOZASU: Accelerated Cooling of Steels, ed. by P. D. SOUTHWICH (1986), p. 15 [AIME, New York]
- 2) I. KOZASU, C. OUCHI, T. SAMPEI and T. OKITA: Micro Alloying 75 (1977), p. 120 [Union Carbide Corporation, New York]
- 3) 中島浩衛: 第 98・99 回西山記念技術講座 (日本鉄鋼協会編) (1984), p. 57
- 4) H. SAWADA, J. KOARAI, M. UEMURA and T. OHSHIRO: Accelerated Cooling of Steels, ed. by P. D. SOUTHWICK (1986), p. 589 [AIME, New York]
- 5) T. SAKAI, M. G. AKBEN and J. J. JONAS: Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, ed. by A. J. DEARDO *et al.* (1982), p. 237 [AIME, New York]
- 6) 矢田 浩, 森 俊道, 村上雅昭, 富永治朗, 落合征男: 製鉄研究, 310 (1982), p. 264
- 7) 大内千秋, 大北智良: 鋼の熱間加工の金属学 (鉄鋼基礎共同研究会高温变形部会編) (1982), p. 115
- 8) 前原泰裕, 邦武立郎, 藤野允克: 鉄と鋼, 67 (1981), p. 362
- 9) 酒井 拓, 大橋正幸: 鉄と鋼, 67 (1981), p. 2000
- 10) 金築 裕, 勝亦正昭, 澤田裕治: 鉄と鋼, 75 (1989), p. 1178
- 11) W. C. JEONG and C. H. KIM: J. Mater. Sci., 20 (1985), p. 4392