

Nb 添加熱延鋼板の機械的性質におよぼす Sol. Nb 量の影響

佐 藤 一 昭*・末 広 正 芳*²

Effect of Amount of Sol. Nb on Mechanical Properties of Nb Treated Hot Rolled Steel Sheet

Kazuaki SATO and Masayoshi SUEHIRO

Synopsis:

The precipitation behavior of Nb in deformed austenite and the effect of precipitation on rolling load and mechanical properties were studied in two Nb treated steels and a Nb free steel. The steel slabs were solution treated at 1250°C, hot rolled in a five pass schedule and cooled at 40°C/s. Precipitation treatment of Nb was performed between third and fourth passes at 950°C for 0~20 min. Nb(CN) was quantitatively analysed as Insol. Nb by using electrolysis method.

Sol. Nb(Total Nb-Insol. Nb), rolling load and tensile strength(TS) decrease with holding time at 950°C. The decreasing rate of these values measured for 0.03%Nb steel are larger than that for 0.02%Nb steel. This result shows that the amount of Nb dissolved in austenite accelerates the rate of precipitation. TS increase with increasing Sol. Nb and in case of 0.03%Nb steel the increment of TS depending on an increase in precipitation hardening in ferrite is estimated at 12 kgf/mm². These results show that Sol. Nb is able to be used for the prediction of the mechanical properties of Nb treated hot rolled steel sheet.

Key words: hot rolled steel sheet; hot rolling; precipitation; niobium; mechanical property; rolling load.

1. 緒 言

最近熱間圧延工程で目的の材質を自動的に造り込むことを最終目標とする熱間圧延鋼板の材質予測制御技術の開発¹⁾²⁾が盛んである。その基本となる材質予測技術についてオンラインでの検討が最も単純な Si-Mn 鋼³⁾について行われているが、本技術を工業的に有用なものとするためには、Si-Mn 鋼に次ぐ汎用鋼種である Nb 添加鋼についても検討を進める必要がある。

Nb は微量の添加で高強度が得られるため高強度熱延鋼板の製造に一般的に使われているが、これは鋼中に固溶した Nb の析出にともなう鋼の高強度化を主として利用したものである。したがって Nb 添加高強度熱延鋼板の材質予測を行うためには、熱間圧延各工程でおこる Nb の析出が組織の変化におよぼす影響、すなわちオーステナイト (γ) 再結晶の遅延⁴⁾⁵⁾とそれにとまなう熱延集合組織の形成⁶⁾⁷⁾、変態温度の低温化と組織の微細

化⁸⁾、フェライト (α) での析出強化⁹⁾などの現象を定量的に理解する必要がある。

Nb 添加熱延鋼板の機械的性質におよぼす製造条件の影響について多くの報告があるが Nb 添加量や熱延条件と機械的性質の相関関係⁸⁾を調査したものが多く、Nb 析出量と関連づけて調査⁵⁾¹⁰⁾されたものは少ない。一方 Nb 析出挙動は析出物を電顕により観察する直接的な方法¹⁾、または高温変形挙動¹²⁾や、焼もどし硬化¹³⁾を調べる間接的や方法などによって調査されているが、これらは γ 域での Nb 析出を明らかにしようとしたもので、材質との関連までは調べられてはいない。また Nb の γ 域の析出モデルは古典的核生成理論により作成¹¹⁾されているが、析出強化の生ずる α 域の析出挙動については取り扱われていないのでこれらのモデルと材質とを直接結びつけるのは難しい。したがってこれらの結果はスラブの加熱からコイルの巻取熱処理までの Nb 析出挙動を定量的に表現し、次にこの Nb 析出を材質と結びつけ

平成 2 年 2 月 26 日受付 (Received Feb. 26, 1990)

* 新日本製鉄(株)八幡技術研究部 (現: 愛知電機(株)変圧器事業部) (Yawata R & D Lab., Nippon Steel Corp., Now Transformer Division, Aichi Electric Co. Ltd., Aichimachi Kasugai 486)

*² 新日本製鉄(株)八幡技術研究部 (Yawata R & D Lab., Nippon Steel Corp.)

ようとする Nb 鋼材質予測モデルには一般的には利用できない。

本報告では熱間圧延中の Nb 析出挙動を定量的に表す指標として化学分析により求められる Sol. Nb を選び実験室熱間圧延機を使って、多パス圧延時の Nb 添加量および圧延途中での γ 域析出処理温度・時間が Sol. Nb と圧延荷重および引張試験値におよぼす影響を系統的に調査して熱延工程での Nb 析出挙動とそれが材質におよぼす影響を明らかにし、材質予測のための基礎データとすることを試みた。

2. 実験方法

Table 1 に試験材成分を示す。これらは 0.1%C-1.5%Mn 鋼に Nb を 0% (以下 0%Nb 鋼), 0.019% (0.02%Nb 鋼), 0.034% (0.03%Nb 鋼) 添加したものである。300 kg 真空溶解炉で溶製、鑄造した 100 kg 鋼塊を 1250°C 加熱後粗圧延して 25 mm 厚みのスラブにし、これから 150 mm 幅×200 mm 長さの熱間圧延用素材を切り出した。これを 1250°C, 1 h 加熱後、ワークロール径が 400 mm の 2 スタンド連続圧延できる実験用熱間圧延機¹⁴⁾ を使って 3 パス圧延して 10 mm 厚みにし、次に 950°C の加熱炉に 0~20 min 保持して γ 域での Nb 析出量を変化させた¹¹⁾¹³⁾。所定の温度と時間保持して Nb 析出処理を行った試験材を仕上温度 900°C で連続 2 パス圧延で 3 mm 厚みに仕上げ、次いで通常の連続熱間圧延後の冷却速度に相当する 40°C/s で 200°C まで連続冷却しその後空冷した。圧延材が加熱炉を出てから圧延、冷却を終了するまでの時間は Nb 析出処理のための保持時間を除くと約 150 s である。圧延速度はすべて 40 mpm である。圧延温度は 2 スタンド圧延機の入、出側、スタンド間および冷却装置出側に設置された 4 台の輻射温度計により測定した。

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

	C	Si	Mn	P	S	Al	N	Nb
0 Nb	0.10	0.11	1.50	0.004	0.004	0.019	0.0013	0.002
0.02 Nb	0.10	0.11	1.50	0.004	0.004	0.020	0.0015	0.019
0.03 Nb	0.10	0.11	1.50	0.004	0.004	0.021	0.0015	0.034

Table 2. Hot rolling conditions of laboratory mill.

Pass number	1	2	3	4	5
Thickness (mm)	18.0	14.0	10.0	6.0	3.0
Reduction in thickness (%)	28	22	29	40	50
Temperature of rolling steel sheets (°C)	1060	990	970	880	890
Mean strain rate $\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	6	6	8	12	19
Lapse of time from heating furnace (s)	60	100	103	130	133

一部の圧延材は仕上圧延後、上記冷却速度で 550°C まで冷却した後直ちに 550°C の加熱炉に 1 h 保持、炉冷してコイル巻取相当の熱処理を行った。また圧延途中の Nb 析出量を調査するために 1250°C 加熱直後、および 950°C での Nb 析出処理直後に圧延材を水中に焼き入れた。以上の圧延実験条件を Table 2 に示す。

圧延試験材の中央部から採取した試験片に 550°C, 1 h のコイル巻取相当の熱処理を加えてから引張試験 (圧延方向 JIS5 号) を行って、降伏点 (YP), 引張強さ (TS), 全伸び (El) を調べた。

本報告では Nb の析出挙動を定量的に表す指標として電解抽出分析による Sol. Nb を選んだが、Insol. Nb, Sol. Nb (Total Nb-Insol. Nb) の分析方法はいくつか報告¹⁵⁾¹⁶⁾ されているもののうち、予備試験により最も Insol. Nb の収率の高いことが認められた電解抽出法を用いた。電解抽出試料は圧延試験材の中央部から 40 mm×50 mm の試験片を切り出し、その表裏面を 0.5 mm ずつ研削して厚み 2 mm にしたものを使用した。電解液に 1% テトラメチルアンモニウムクロライド, 4% マレイン酸, 10% エチレングリコールのメタノール溶液を用い、10 mA/cm² の定電流下で試料を約 3 h かけて約 1 g 溶解した。残さは No. 5C ろ紙 2 枚+ろ紙パルプを使って吸引ろ過分離した。抽出分離残さを灰化後熔融し、プラズマ発光分析法により Nb を定量した。Total Nb の分析はカントバックにより行った。

3. 実験結果と考察

3.1 析出処理にともなう Sol. Nb の変化

Fig. 1 は 0.02%Nb 鋼と 0.03%Nb 鋼について調べた 3 パス圧延 950°C 保持による Nb 析出処理後、および

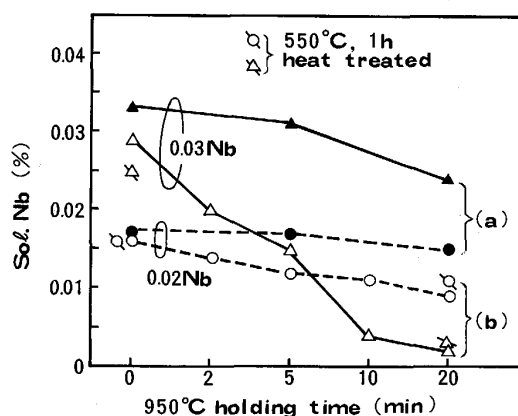


Fig. 1. Effect of holding time at 950°C on Sol. Nb.
(a) Quenched after holding
(b) Rolled and cooled (40°C/s) after holding

それに続く第 4, 5 パス圧延冷却後の Sol. Nb におよぼす析出処理時間の影響を示す. 0.02% Nb 鋼と 0.03% Nb 鋼はともに IRVINE ら¹⁷⁾ の NbC 溶解度積計算式により 1 250°C 加熱で全量が溶体化しているとみなした. この 1 250°C 加熱後焼入れ材の Nb は全量 Sol. Nb として分析された. Fig. 1 に示すように析出処理時間が 0 min の 3 パス圧延直後焼入れ材の Nb は 0.02% Nb 鋼, 0.03% Nb 鋼ともに全量 Sol. Nb として分析されるが, 析出処理時間が長くなると Sol. Nb は減少する. この Sol. Nb の減少速度は 0.03% Nb 鋼のほうが 0.02% Nb 鋼よりも大きい. 5 パス圧延冷却材は析出処理後焼入れ材よりさらに Sol. Nb は減少するが, 0.03% Nb 鋼の Sol. Nb 減少速度は析出処理後焼入れ材と同様に 0.02% Nb 鋼より大きい. 析出処理時間が 20 min の 0.03% Nb 鋼の Sol. Nb は 5 パス圧延冷却後に 0.002% にまで減少するが, この値は同じ条件の 0.02% Nb 鋼の値 0.009% よりも小さい. すなわち Nb の析出速度は Nb 添加量の多いもののほうが大きい. その結果, 析出処理時間が長くなると Nb 添加量の多い鋼の Sol. Nb は Nb 添加量の少ない鋼よりもかえって少なくなることがある.

Fig. 1 には 950°C, 0 min および 20 min 析出処理材について, 550°C まで冷却後, 550°C, 1 h 保持してから炉冷却してコイル巻取相当の熱処理をした圧延材の Sol. Nb を同時に示している. 550°C のコイル巻取相当の熱処理により α 域での Nb 析出とそれにとまう強化¹³⁾ が起こり, Sol. Nb が減少するはずであるが, 950°C の析出処理時間が同じであれば, 巻取相当熱処理の有無で Sol. Nb は変わっていない. これは 550°C の α 域で析出する Nb はそのサイズが微小なために電解抽出法では検出されていないためと考えられる. 以後 Sol. Nb は特にことわらないかぎり圧延冷却材の値である.

Fig. 2 は圧延冷却材の Nb 析出率 (Insol. Nb/Total Nb) におよぼす 950°C 析出処理時間の影響を示す.

0.03% Nb 鋼の方が析出率は大きく, 10 min で 90% 以上が析出するのに対して, 0.02% Nb 鋼では析出率は小さく 20 min で約 50% が析出するにすぎない.

以上 Fig. 1 と 2 に示した Nb 析出速度におよぼす Nb 量の影響は小林ら¹³⁾ が 540°C 時効処理後の硬さ変化を通して調べた結果, および赤松ら¹¹⁾ が熱間加工シミュレーターを使って, 抽出レプリカにより析出 Nb を直接観察する方法で調べた結果と一致する.

Fig. 1 の 0.03% Nb 鋼, 20 min 析出処理材では析出処理後と 5 パス圧延後冷却の約 40 s の間に Sol. Nb が 0.024% から 0.002% に急速に減少する. この現象を理解する目的でこれらの試料の析出物の電顕観察を薄膜透過法で行った. Photo. 1 は 0.03% Nb 鋼の 950°C, 0 min と 20 min 析出処理後の圧延冷却材について, 析出 Nb を比較観察した例を示す. 0 min 析出処理材には析出物

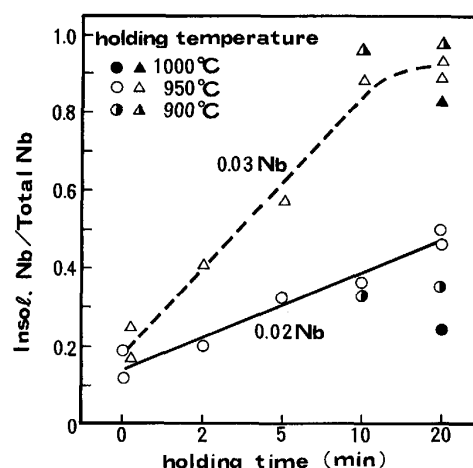


Fig. 2. Effect of holding time and temperature on precipitation of Nb in rolled and cooled conditions.

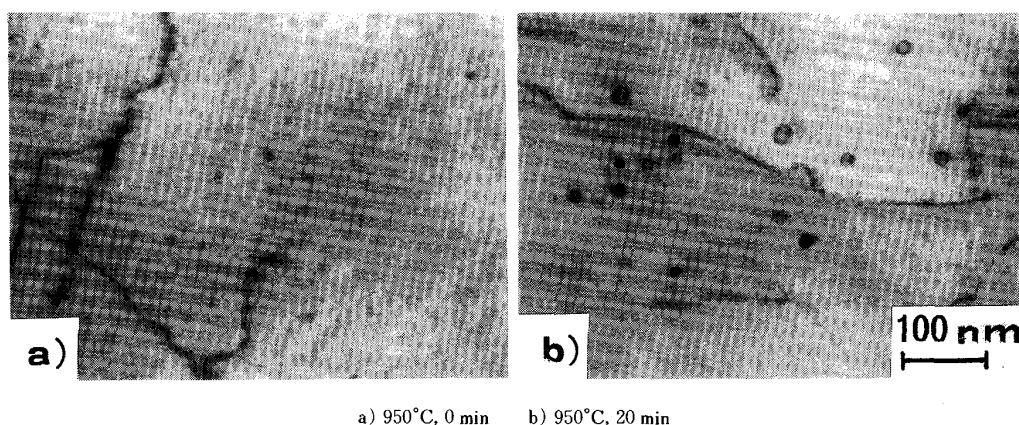


Photo. 1. Transmission electron micrographs showing the progress of precipitation of Nb with holding time at 950°C. (Five pass rolled and cooled to 200°C at 40°C/s).

はほとんど認められなかったが、20 min 析出処理材には Photo. 1 に示すように球状の析出物が数多く認められた。一方、析出処理後焼入れ材には析出処理時間の長短にかかわらず析出物はほとんど認められなかった。これらの各試験条件の析出 Nb の粒子径はいずれも 5~20 nm であり、Nb 添加量、析出処理時間、圧延パス回数による粒子径の差は認められなかった。そして Sol. Nb の少ないもの、すなわち Insol. Nb の多いもののほど電顕視野中の析出物出現頻度は高かった。したがって本報告の分析法による Insol. Nb はこの 5~20 nm の大きさの Nb 析出物を分別定量していると考えられる。これらの析出物はすでに報告⁸⁾¹⁸⁾ されているように電顕視野中に均等に分布しておらず、局所的に偏在していた。以上の電顕観察で認められた 950°C 析出処理後焼入れ材と圧延冷却材の析出物の量的な変化は Fig. 1 の Sol. Nb 分析結果と定性的に一致する。

以上のように 0.03% Nb 鋼、950°C、20 min 析出処理材では析出処理後とその後の圧延冷却終了の間に急激な Sol. Nb の減少が起きているが、この析出は第 4、5 パス圧延からその後の冷却の間の低温度の γ 域で生じたと考えられる。巻取熱処理中に Sol. Nb が減少することが考えられるが、Fig. 1 に示すように 550°C、1 h の巻取熱処理では Sol. Nb は変化していないので、 α 域では Sol. Nb の変化はないと考えられる。

以上の結果から圧延中析出処理にともなう圧延冷却材の Sol. Nb の変化は下のように考えられる。すなわち圧延中析出処理によって電顕観察では認められない、また分析ではその大部分は Sol. Nb に分別される微小な析出物が析出処理時間に比例して生成し（その可能性については次節で述べる）、次にこの微小析出物が第 4、5 パス圧延から冷却の間の低温度 γ 域において分析で Insol. Nb に分別される 5~20 nm の大きさに成長する。その結果析出処理後の焼入れ材では析出処理時間にともなう Sol. Nb の減少は少ないのに対し、5 パス圧延冷却材では析出処理時間に比例して Sol. Nb が大幅に減少すると考えられる。

小林¹³⁾ は γ 中の Nb 析出挙動を調べて、熱間加工のない場合は析出ノーズは 950°C 付近にあるのに対し、熱間加工のある場合は低温度になるほど Nb 析出速度が大きくなることを示した。また V 鋼¹⁹⁾、Nb 鋼⁸⁾⁹⁾ で γ - α 変態中に、特に冷却速度の遅い場合に γ 、 α 界面の進行にともなう V または Nb 析出物が列状に析出することが報告されている。これらの報告はいずれも Nb 析出が条件によっては主に低温度の γ 域で生ずることを示すと考えられるので、これらは Fig. 1 の結果と一

致し、上記の考え方を支持すると考えられる。

3.2 Nb 析出にともなう圧延荷重の変化

本実験に使用した実験用熱間圧延機の圧延板厚制御方式は圧延中に計測する圧延荷重とミル剛性により決まるロール・ギャップが常に設定値に近づくように、油圧压下装置を自動的に制御する方式であり、試験圧延材の板厚精度はかなり良い。たとえば 3.0 mm の仕上げ厚み設定に対し 8 回の圧延チャンスに分けて種々の条件で圧延した 32 枚の試験材中央部の実測板厚みは 3.00 mm~3.12 mm であった。熱間圧延における圧延荷重は圧延ロール径、压下率、圧延温度、材料板幅などの条件を一定にした場合、その圧延材の熱間変形抵抗と正比例する。したがって圧延荷重からその温度での圧延材の熱間変形抵抗を推定できる。

Fig. 3 は 0% Nb 鋼、0.02% Nb 鋼、0.03% Nb 鋼の第 3 パス圧延荷重を圧延温度で整理したもので、Nb が多いと、また圧延温度が下がると圧延荷重が大きくなることが分かる。第 3 パスの圧延温度は約 970°C で析出ノーズ近くの温度であるが、その滞留時間は約 10 s と短いのでこれらの試験材の Nb はほぼ全量固溶しており、また実測した 0.02% Nb 鋼、0.03% Nb 鋼の γ 結晶粒径はどちらも約 40 μm で大きな差は無く、さらに Nb 以外の成分および圧延条件は同じであるので、圧延荷重は固溶 Nb の増加にともなう大きくくなっていると考えられる。

Fig. 4 は 0.02% Nb 鋼と 0.03% Nb 鋼の両方ともに 950°C 析出処理時間が長くなるにしたがって第 4 パスと第 5 パスの圧延荷重が低下することを示すが、これは前述した析出処理直後および圧延冷却材の Sol. Nb の変化と対応している。この図に示す圧延荷重はその実測値はかならずしも一定の压下率、圧延温度での値ではなく設定压下率、圧延温度との間に微小な誤差があるので、あらかじめ 0% Nb 鋼で測定しておいた压下率および圧延

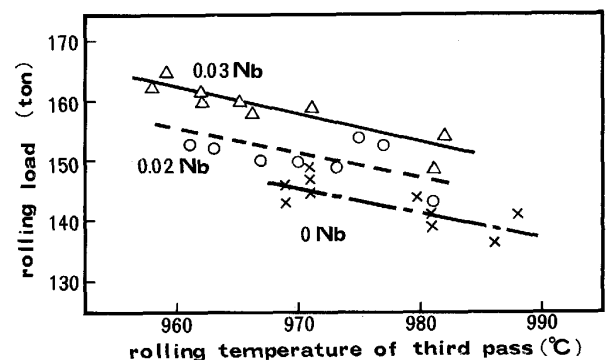


Fig. 3. Effect of Nb content and rolling temperature on the rolling load of the third pass.

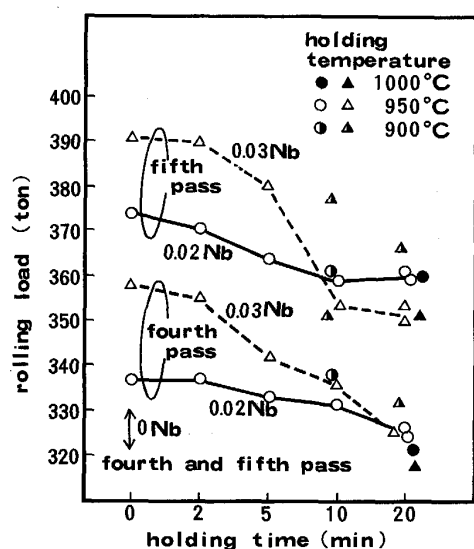


Fig. 4. Effect of Nb content, holding time and temperature on the rolling load of the fourth and fifth pass.

温度と圧延荷重との関係を使って、第4パス、第5パスの圧延温度と圧延荷重をそれぞれ 880°C, 40% および 890°C, 50% の場合に実測圧延荷重を補正したものである。

Nb 鋼の γ 域熱間変形抵抗には γ 組織（粒径および加工組織の回復と再結晶の進展度合いに応じた軟化度²⁰⁾）、析出強化²¹⁾、固溶強化¹²⁾などの材料要因が影響をおよぼすことが報告されている。0%Nb 鋼と 0.02% Nb 鋼および 0.03% Nb 鋼の加熱直後、第3パス圧延直後および 950°C に 5 min, 20 min 析出処理後の焼入試料について γ 組織を調査した。 γ 組織はいずれの場合も再結晶しておりその粒径は 0%Nb 鋼については 600 μm , 40 μm , 60 μm , 80 μm と変化し、3パス圧延による細粒化とその後の 950°C 保持による γ 粒成長を示した。これに対し、0.02%Nb 鋼と 0.03%Nb 鋼については 500 μm と 200 μm の初期 γ 粒径は 3パス圧延後 40 μm に細粒化しその後の析出処理では変化しなかった。したがって Fig. 4 に示す Nb 量と析出処理時間の違いにともなう圧延荷重の変化は γ 組織の変化によるものではない。Nb 析出にともなう熱間変形抵抗の増加が DUTTA ら²¹⁾により報告されているが、これは加工後 2 nm 以下の微小サイズの Nb が析出する 40~80 s の短時間内だけに認められるので、本実験条件外の現象と考えられる。一方 Nb 鋼の熱間変形抵抗は Nb 量に比例して大きくなることが例えば高温圧縮試験¹¹⁾で確かめられている。この結果と Fig. 3 に示した結果から考えて Fig. 4 に示す析出処理時間とともに圧延荷重、すなわち熱間変形抵抗が小さくなる理由は析出処理時間とともに Nb が析出し

て固溶 Nb が減少するためと考えられる。第4パスで析出処理時間が 20 min になると 0.02%Nb 鋼, 0.03%Nb 鋼ともに圧延荷重は 0%Nb 鋼とほぼ同じ値になる。すなわち 950°C, 20 min の析出処理により固溶 Nb は大部分が析出すると考えられる。ただし、この析出物の大きさは前節で述べたように Insol. Nb として分別できずまた電顕観察できない 5 nm 以下のサイズと考えられる。

次に 0%Nb 鋼では第4, 5パスの圧延荷重はどちらも 320~330 t でありほぼ同じ値であるのに対し、0.02% Nb 鋼と 0.03%Nb 鋼では第5パスの圧延荷重は第4パスよりも 20~40 t 大きくなっている。これは 0%Nb 鋼では第4パスで生じた γ 圧延加工組織が次の第5パスまでの 3 s の間に回復、再結晶²⁰⁾するので第5パスでは軟化した γ 組織を圧延するのに対し、0.02%Nb 鋼と 0.03%Nb 鋼では第4パスの圧延温度が 900°C 以下で本試料の Nb 含有量では加工 γ の再結晶が阻止⁷⁾²⁰⁾されるために、第5パスでは加工硬化している未再結晶 γ 組織を圧延するためである。

以上で述べたように Nb 添加熱延鋼板の熱間圧延荷重はその固溶 Nb 量の影響を受ける。従来報告されている Nb 鋼の熱間圧延荷重予測式²⁰⁾では、圧延荷重に影響をおよぼす圧延材料因子として、成分のほかに γ 粒径と γ 未再結晶温度域で生ずる残留歪みが考慮されているが、圧延中の析出にともなう変化する固溶 Nb については考えられていない。950°C~1000°C の Nb 析出ノーズ近くの温度で数分間以上圧延材料が滞留する厚板圧延や、仕上圧延前に温度低下待ちを行う連続熱間圧延などの場合は固溶 Nb 量の変化を考慮すればより正確な圧延荷重が予測できよう。

3.3 Nb 析出にともなう引張試験値の変化

Fig. 5 は 0.02%Nb 鋼と、0.03%Nb 鋼の圧延冷却材を 550°C, 1 h 熱処理したものの引張試験値におよぼす 950°C 析出処理時間の影響を示す。0.02%Nb 鋼, 0.03%Nb 鋼ともに析出処理時間が長くなるにしたがって YP, TS は低下し El は増大する。析出処理時間 0 min と 20 min との TS の差は 0.03%Nb 鋼の 12 kgf/mm² に対し、0.02%Nb 鋼では 5 kgf/mm² であり、0.03%Nb 鋼は 0.02%Nb 鋼に比べて析出処理時間にともなう YP, TS の低下量は大きい。このために析出処理時間が 10 min 以上になると 0.03%Nb 鋼の YP, TS は 0.02%Nb 鋼よりも逆に小さくなる。この関係は Fig. 1 の析出処理時間と圧延冷却材の Nb 析出量の関係および Fig. 4 の析出処理時間と圧延荷重の関係におよぼす Nb 添加量の影響と同じである。特に Fig. 1 と Fig. 5 には析出処理時間 2 min 以下と 10 min 以上で 0.02%Nb 鋼と 0.03%Nb

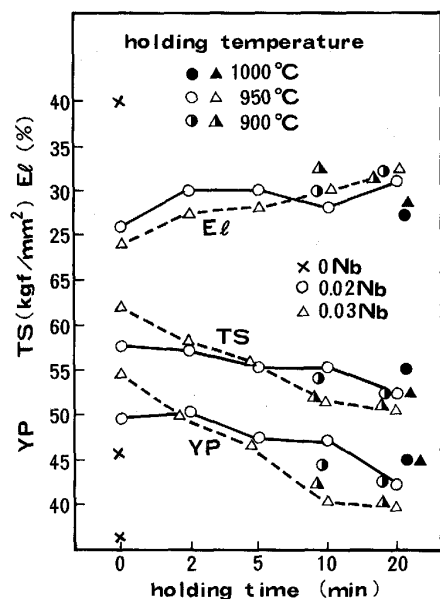
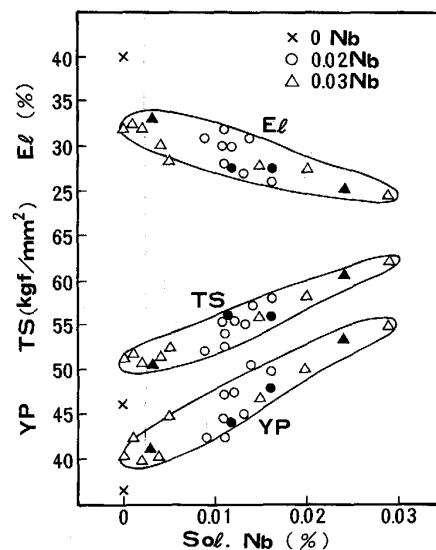


Fig. 5. Effect of Nb content, holding time and temperature on the mechanical properties of hot rolled steel sheet (550°C, 1 h annealed after cooling to 200°C at 40°C/s).

鋼の Sol. Nb と YP, TS とがそれぞれ逆転するという共通点があることが認められる。したがって析出処理時間とともに YP, TS が低下する理由は析出処理とその後の圧延冷却中の Nb 析出にともなって固溶 Nb が減少するためと考えられる。これは固溶 Nb が少なくなると α 域で析出してマトリックスを強化すべき Nb 析出物が少なくなり YP, TS が小さくなる¹⁰⁾ ためである。

熱延鋼板への Nb の添加は約 0.02% で強度が大幅に上昇するが、約 0.03% 以上になるとそれ以上の強度の上昇はほとんど望めなく^{5,8)} なり、さらに場合によっては Nb 添加量の大きいものの方が強度が小さくなる²²⁾ ことが知られている。その理由は Fig. 5 の結果から 0.03% 以上の Nb を添加すると圧延途中での Nb 析出量が大きくなり、強度の上昇に必要な固溶 Nb が減少するためと考えることができる。

Fig. 6 は 0.02% Nb 鋼と 0.03% Nb 鋼の引張試験値を Sol. Nb で整理したもので、引張試験値は Nb 添加量ではなく、圧延中の析出処理時間で変化する Sol. Nb と良い相関を持つことを示す。このような関係は CC-DR 工程で製造された Ti 添加高強度熱延鋼板²³⁾ の Sol. Ti と YP, TS との間にも認められている。Fig. 6 は圧延後の冷却を 550°C で停止し直ちに 550°C 加熱炉中で 1 h, コイル巻取相当の熱処理をした試験材と圧延後 200°C 以下まで冷却してから 550°C, 1 h 再加熱した試験材の Sol. Nb と引張試験値の関係は同じであることを

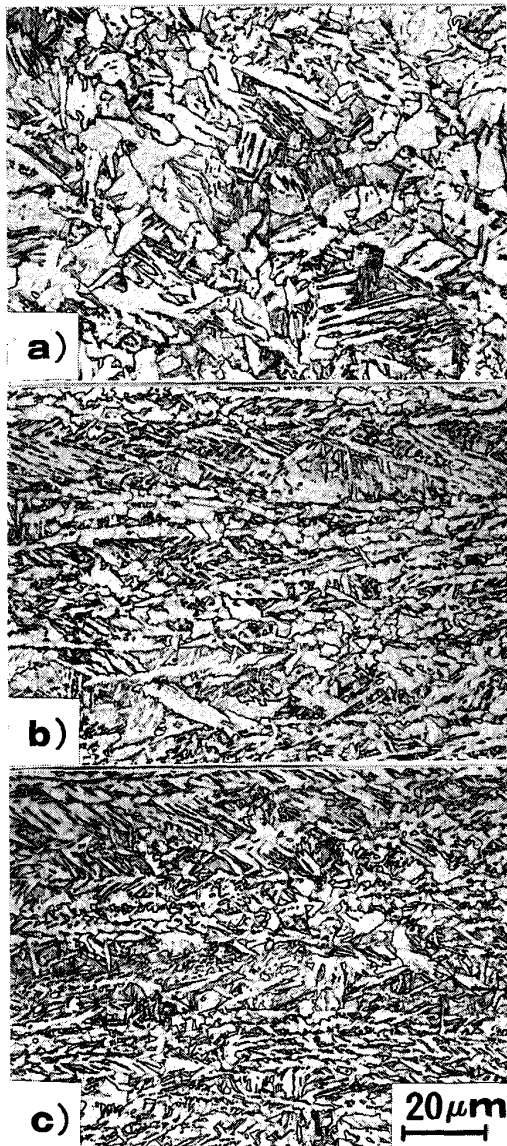


○△: 550°C, 1 h annealed after cooling to 200°C/s
●▲: 550°C 1 h heat treated after cooling to 550°C at 40°C/s
Fig. 6. Relationship between Sol. Nb and tensile test value.

示す。すなわちこれらの試験材の圧延後の熱履歴の違いである 200°C 以下までの冷却の有無は Sol. Nb と引張試験値の関係には影響をおよぼさないと考えられる。

Photo. 2 は 0% Nb 鋼および 0.03% Nb 鋼の 950°C, 0 min と 20 min 析出処理材の光学顕微鏡組織を示す。0% Nb 鋼の組織は結晶粒径が約 15 μ m の等軸粒で、仕上圧延後 40°C/s で 200°C 以下まで冷却されているためフェライト+ベイナイト組織である。0.03% Nb 鋼の組織は 0% Nb 鋼に比べて細かい針状フェライトとベイナイトよりなり、部分的に Nb 鋼特有の未再結晶 γ から変態したことを示す圧延方向に伸長した組織が認められる。0 min と 20 min の析出処理時間による組織の差は認められない。析出処理時間 0 min と 20 min では Fig. 4 の第 5 パス圧延荷重に示すように、変態前の固溶 Nb は異なるはずであるにもかかわらずこれが組織に影響を与えなかったのは、0 min と 20 min の固溶 Nb の差が本実験の圧延条件では γ 未再結晶圧延域圧下率の差を生じなかったためであり、さらに本試験材の C, Mn が高く、かつ圧延後の冷却速度も大きいので固溶 Nb が変態におよぼす影響⁸⁾ が相対的に小さくなったためと考えられる。ちなみに本調査材の第 4, 5 パスの圧延温度は 880°C と 890°C であり、この温度では、0.02% の Nb が添加されていれば γ 未再結晶域圧延⁷⁾ になる。

熱延鋼板に添加された Nb は圧延素材加熱時の γ 結晶粒粗大化防止²⁴⁾、圧延時の γ 未再結晶域圧下量の増大^{4,5)}、 γ - α 変態温度の低温化⁸⁾、 α 域での析出強化⁹⁾ などの諸作用を通してその機械的性質に影響を与える。こ



a) 0%Nb steel
 b) 0.034%Nb steel, 950°C, 0 min (Sol. Nb : 0.029%)
 c) 0.034%Nb steel, 950°C, 20 min (Sol. Nb : 0.002%)

Photo. 2. Optical micrographs of five pass rolled materials showing a difference in microstructure of a) from b) and no difference of b) from c).

これらの Nb の諸作用のうち加熱時の γ 粒粗大化防止については、本試験材の総圧下率が 88% で十分に大きいのでその圧延材組織に与える影響は小さい。 γ 未再結晶圧下率の増大と変態温度の低温化については Photo. 2 に示す 0%Nb 鋼と 0.03%Nb 鋼の組織を比較して分かるように、Nb は大きい影響を与えている。この 0%Nb 鋼と 0.03%Nb 鋼の組織の差にもとづく YP, TS の差は Fig. 6 に示す Sol. Nb が 0% の Nb 添加鋼の YP, TS と 0%Nb 鋼の YP, TS との差、約 4 kgf/mm² に相当すると考えられる。次に Fig. 6 で Sol. Nb が 0% と

0.029% との YP の差および TS の差は、それぞれ約 1.5 kgf/mm² と 12 kgf/mm² であり Sol. Nb に比例して YP, TS は大きくなっている。Photo. 2 に示すように Sol. Nb が 0.002% と 0.029% との間に組織の差は認められないので、これらの YP, TS に差が生じた理由は変態後に残された固溶 Nb 量に差があるため 550°C, 1 h の熱処理によるマトリックス析出強化量に差が生じたためと考えられる。以上から本成分鋼では Nb 添加による強度上昇量のうち、ペーナイトなど低温組織を通して生じた TS の上昇量は約 4 kgf/mm² であり、 α 域での析出強化により生じた TS の上昇量は 0.01% Sol. Nb 当たり約 4 kgf/mm² であると見積もられる。

以上、Nb 析出処理にともなう YP, TS の変化を Sol. Nb と関連させて述べた。Nb 添加鋼の強度を Insol. Nb 量と関連づけようとする報告⁵⁾と、これとは反対に Sol. Nb と関連づけようとする報告¹⁰⁾とがある。前者はマトリックスの強化に役立つ微細析出物は分析定量できるとする立場であろう。後者は反対にこの微細析出物は Insol. として分析できず Sol. に入るとする立場であり、著者らもこの考えかたである。この Sol. Nb は固溶 Nb と α 域で析出するマトリックスを強化するのに役立つ微細析出物との合計と考えられるが、Fig. 6 の関係があることから Sol. Nb を熱延鋼板の機械的性質を表す指標として考えることができる。さらに 3・1 と 3・2 で述べたように γ 域での Nb 析出挙動を Sol. Nb で表せることが分かった。したがって Nb 添加熱延鋼板の材質予測において Sol. Nb を指標として用いて、成分や圧延条件と機械的性質との関係をモデル化することができると考えられる。

4. 結 論

0.1%C-0.1%Si-1.5%Mn をベースとする 0~0.03% Nb 添加鋼を熱間圧延の途中で析出処理（温度；950°C、時間；0~20 min）した試験材を用い、電解抽出法により分析した Sol. Nb 量の変化からオーステナイト中における Nb の析出挙動を検討するとともに、Sol. Nb と圧延荷重および引張試験値との関係を調査した。

1) 圧延途中の析出処理時間が長くなるにしたがって析出処理直後およびその後さらに圧延、冷却した圧延冷却材の Sol. Nb は減少する。この傾向は後者の場合に顕著になる。

2) 析出処理による Sol. Nb の減少率は Nb 添加量の多い 0.03%Nb 鋼のほうが 0.02%Nb 鋼より大きく、析出処理時間 10 min 以上では 0.03%Nb 圧延冷却材の Sol. Nb は 0.02%Nb 鋼のそれよりも少なくなる。

3) 析出処理後の圧延冷却の過程で Sol. Nb が急激に減少するのは、圧延による析出サイトの導入と温度低下にともなう析出の駆動力の増加により、Nb の析出、成長が促進され、析出処理時には電顕で観察されず、Insol. Nb として分別されない微細な Nb 析出物が 5~20 nm の大きさの Nb 析出物となるためと考えられる。

4) 析出処理後の圧延荷重は析出処理時間が増すにしたがって低下し、これは Sol. Nb の減少と対応している。

5) 圧延冷却材の Sol. Nb と圧延冷却材に 550°C×1 h のコイル巻取相当熱処理を行った材料の引張強さとの間には良い相関関係が認められることから、Nb 添加熱延鋼板の材質予測において Sol. Nb を Nb 析出挙動を表す指標として使うことができると考えられる。

6) Nb 添加による引張強さの上昇量のうち、低温変態組織の生成による上昇量は約 4 kgf/mm²、 α 域での析出強化による上昇量は 0.01% Sol. Nb あたり約 4 kgf/mm² と見積もられた。

文 献

- 1) 矢田 浩: 第 131 回西山記念技術講座 (日本鉄鋼協会編) (1989), p. 151
- 2) M. SUEHIRO, K. SATO, Y. TSUKANO, H. YADA, T. SENUMA and Y. MATUMURA: Trans. Iron steel Inst. Jpn., **27** (1987), p. 439
- 3) 末広正芳, 佐藤一昭, 矢田 浩, 瀬沼武秀: 材料とプロセス, **2** (1989), p. 711
- 4) 大森靖也: 日本金属学会誌, **30** (1966), p. 1164
- 5) 関根 寛, 丸山忠克, 関口昭一, 大野剛正: 鉄と鋼, **56** (1970), p. 569
- 6) 稲垣裕輔, 栗原 極, 小指軍夫: 鉄と鋼, **63** (1977), p. 126
- 7) 松倉亀雄, 佐藤一昭: 鉄と鋼, **67** (1981) p. 764
- 8) 例えば W. B. MORRISON: J. Iron Steel Inst., **251** (1963), p. 317
- 9) J. M. GRAY and R. B. G. YEO: Trans. Am. Soc. Met., **61** (1968), p. 255
- 10) 合田 進, 権藤 永, 木村 勲: 鉄と鋼, **53** (1967), p. 629
- 11) 赤松 聡, 松村義一, 瀬沼武秀, 矢田 浩, 石川信二: 鉄と鋼, **75** (1989), p. 933
- 12) C. OUCHI and T. OKITA: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **22** (1982), p. 543
- 13) 小林 洋, 自在丸二郎: 日本金属学会誌, **40** (1976), p. 828
- 14) 松村義一, 河野 彪, 上田全紀, 中山 正, 浜渦修一, 福田敬爾: 鉄と鋼, **71** (1985), S1499
- 15) 川村和郎, 渡辺四郎, 鈴木節雄: 日本金属学会誌, **32** (1968), p. 180
- 16) 成田貴一, 宮本 醇, 松本 洋: 鉄と鋼, **57** (1971), p. 68
- 17) K. J. IRVINE, T. GRADMAN and F. B. PICKERING: J. Iron Steel Inst., **205** (1967), p. 161
- 18) 今井勇之進, 庄野凱夫: 鉄と鋼, **54** (1968), p. 1343
- 19) 谷野 満, 西田卓彦, 大岡耕之, 吉川克業: 日本金属学会誌, **29** (1965), p. 734
- 20) 例えば大内千秋, 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変形部会編) (1982), p. 190
- 21) B. DUTTA and C. M. SELLARS: Mater. Sci. Technol., **2** (1986), p. 146
- 22) K. J. IRVINE: J. Iron Steel Inst., **201** (1963), p. 944
- 23) 佐藤一昭, 長尾正喜, 松倉亀雄: 鉄と鋼, **74** (1988), p. 1478
- 24) 荻野喜清, 谷田英雄, 北浦正弘, 足立 彰: 鉄と鋼, **57** (1971), p. 533