

コントロールド・ローリングを構成する3段階について

Three Stages of Controlled Rolling

田 中 智 夫*

Tomoo Tanaka

波戸村 太根生**

Taneo Hatomura

田 畑 綽 久**

Nobuhisa Tabata

Synopsis:

The controlled rolling consists of three stages: the first stage is for deformation in the range of spontaneous recrystallization ($\geq 950^\circ\text{C}$), the second stage for deformation in the range of low temperature γ ($950^\circ\text{C} \sim \text{Ar}_3$) and the third stage for deformation in $(\gamma + \alpha)$ range. In the first stage, γ grains are refined by repetition of deformation-recrystallization. In the second stage, γ grains are elongated and a large number of dislocations are developed in the form of deformation band and so on, thus resulting in very fine α grains. In the third stage, strength is given to the plate by precipitation hardening and work hardening. As the first approximation, strength and transition temperature of the plate obtained after the second stage deformation depend mainly on α grain size. The addition of the third stage deformation is necessary to attain higher strength and lower transition temperature of the plate.

1. 緒 言

ラインパイプ用鋼板には高強度、強靱性、良好な溶接性の3要素が要求される。一般的には、これら3要素は互に排他的であり、1要素の満足は他要素の犠牲において達成される。しかし3要素を同時に満足させ得るほとんど唯一の方法があり、それは結晶粒を微細化することである。そして非調質鋼で結晶粒微細化を実現し得る最も有効で具体的な方法は、コントロールド・ローリングである。本報告ではコントロールド・ローリングの要素過程を解明することにより、適確なコント

ロールド・ローリング条件を選定し、ラインパイプ用鋼板の製造に適用する目的で研究を行ったものである。

従来からコントロールド・ローリングは2段階に分けて考えられている。すなわち、(i)再結晶が容易に起こる高温域での加工-再結晶の繰返しによりオーステナイト(γ)粒を細粒化する段階と、(ii)再結晶が著しく遅延し、実質的に再結晶が起こらなくなる低温域で γ 粒に多大の加工を与え、フェライト(α)変態核形成サイトの数を増加してやる段階である。このような考えでは、高温域圧下量を一定にした場合、コントロールド・ロールド材の諸性質は低温域での全圧下量で

* 技術研究所厚板研究室主任研究員・工博

** 技術研究所厚板研究室

ほぼきまることになる。強度を仕上温度のパラメーターとして表わしたり、遷移温度を低温域での全圧下量のパラメーターとして整理する方法が用いられるのも、上記の想定に基づくものである。

ところで、実験室的ないしは現場で行われるコントロールド・ローリングの低温域圧下は、ほぼ $950^{\circ}\sim 700^{\circ}\text{C}$ の温度範囲である。歪フリーの γ が α に変態する温度は 700°C 近辺であるから、 $950^{\circ}\sim 700^{\circ}\text{C}$ の温度範囲は γ 域に属すると思われる。しかし、変態前の γ が歪を含む場合は変態点が上昇する。この現象は歪誘起変態、あるいは加工誘起変態と呼ばれる。

低温域圧下時に歪誘起変態が起こるものであれば、 $950^{\circ}\sim 700^{\circ}\text{C}$ の温度範囲は単純に γ 域に属するものではなく、低温側では $(\gamma+\alpha)$ 域に属することになる可能性がある。コントロールド・ローリング材の諸性質が γ 域圧下および $(\gamma+\alpha)$ 域圧下により同質の影響を受けるものであれば、両者を区分して考える必要はない。しかし、圧下の効果が γ 域と $(\gamma+\alpha)$ 域で異質のものであれば、これは当然分離して考えなければならない。しかし、今日まで γ 域圧下と $(\gamma+\alpha)$ 域圧下を分離した実験および考察は皆無である。その主たる理由は、圧下の途上で起こるであろう歪誘起変態温度を測定することが著しく困難だからである。

γ 域圧下と $(\gamma+\alpha)$ 域圧下の効果が異質のものであるとすれば、コントロールド・ローリングは2段階から成り立つと考えるべきではなく、3段階、すなわち、

- (i) 再結晶の容易な高温域での圧下
- (ii) 実質的に再結晶の起こらない γ 域での圧下
- (iii) $(\gamma+\alpha)$ 域での圧下

から成り立つと考える方が妥当である。

本報告は、コントロールド・ローリングを上述の3段階に分けて実験を行ったものである。まず

第1段階についてであるが、高温域については加工によって再結晶が必ず起こるものと考えられている。しかし、加熱によって粗大化した γ 粒($\sim 200\mu$)は無条件に再結晶を起こすものではなく、圧下温度、圧下量、圧下前の結晶粒径、化学成分とくに再結晶遅滞効果の著しいNbの存在等の影響を受けるものと考えられる。本研究では、高温域での圧下についてはとくに上記項目について調べた。第2段階(低温 γ 域圧下)と第3段階($(\gamma+\alpha)$ 域圧下)の区分は最も困難を伴うものである。

本実験では、 α 相を再結晶温度以上の温度域で圧下させると、(100)集合組織が発達することに注目して、(100)集積度の変化から間接的に歪誘起Ar₃点を求める方法をとった。このように γ 域と $(\gamma+\alpha)$ 域を区分し、各域での圧下により組織、強度、靱性、析出物挙動がどのような影響を受けるものかを調べた。その上で各段階のコントロールド・ローリングに果たす役割を明確にすることを試みた。

2. 供試材と実験方法

本実験に用いた試験材は、Mnを主体としたSM50とNbを含有するパイプ用素材の2種類である。その化学成分をTable 1に示す。いずれも商用に溶製した鋼であり、粗圧延により130mm厚のスラブとしたものである。これら素材を用いて以下の実験を行った。

2.1 高温域圧下による再結晶挙動

高温域での圧下後の再結晶は極短時間に進行するため、冷間加工材の再結晶速度を調べる場合のように、時間対再結晶率曲線を求めることは不可能である。そこで時間対再結晶率曲線の時間軸上の1点を固定して観察した場合、圧下率に依存して未再結晶、部分的再結晶、再結晶の3つの場合

Table 1 Chemical compositions of steels (wt %)

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Nb	V	Al _{sol}	N _{total}
Nb-steel	0.11	0.24	1.35	0.014	0.006	0.30	0.035	0.038	0.034	0.0068
SM-steel	0.20	0.37	1.42	0.019	0.009	0.03	<0.005	0.008	0.023	0.0047

が生ずる。すなわち再結晶に必要な臨界圧下率が存在することになる。本実験では時間軸上の固定点を3 sec とし、この時点で再結晶を完了させるに要する臨界圧下率(歪量)が、i) 圧下温度、ii) 初期粒度、iii) Nbの有無、によってどのような影響を受けるかを調べた。また臨界圧下率以下の軽圧下を与えた場合、結晶粒がどのような変化を示すかを調べた。

2.1.1 再結晶に必要な臨界圧下率

再結晶に必要な臨界圧下率を求めるため、スラブより階段状試験片(Fig. 2 参照)を作成し、これを実験圧延機により1パス圧下した。この方法は圧下率のみを変化させ、ほかの条件を一定に保持し得る利点がある。圧下率は12~70%の範囲である。試験片の加熱、冷却方法としては2つの方法を用いた。すなわち Fig. 1 に示すように、一つは1150°C×60min 加熱後、圧下温度 $T^{\circ}\text{C}$ に設定した炉中に移し、ここで30min 保持してから1パス圧下を与えた。圧下後3 sec 経過してから試験片を水焼入れした。

ほかの一つは、1150°C×60min 加熱後空冷して圧下温度 $T^{\circ}\text{C}$ に到達したらただちに1パス圧下を与えた。圧下後3 sec 経過してから試験片を水焼入れした。これら2つの方法の基本的な相違は、圧下温度で30min 保持するか否かにある。この処理は圧下温度 $T^{\circ}\text{C}$ で Nb を析出処理することであり、圧下前の Nb の固容量の相違が圧下後の

再結晶にどのような影響を与えるかを調べるためのものである。圧下温度 $T^{\circ}\text{C}$ は1150~950°C の範囲で50°C 間隔とした。

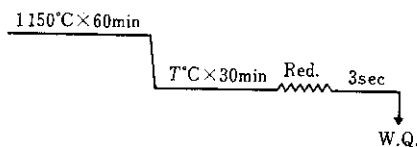
2.1.2 再結晶におよぼす初期粒度の影響

加熱時の γ 粒は、細粒(焼ならし時あるいはそれに近い温度での加熱で $\sim 10\mu$)か、あるいは粗粒(2次再結晶前の安定温度域で $\sim 200\mu$)であって、中間の粒度を熱処理で調整することはできない。そこで Fig. 2 に示すように1パス圧下で再結晶による粒度調整を行ったのち、次の圧下でどのような再結晶挙動を示すかを調べた。階段状試験片を1150°C×60min 加熱後ただちに1パス圧下により板厚12.5mmにした。この時の圧下率は13.8% ($t_0=14.5\text{mm}$)~50% ($t_0=25\text{mm}$)である。第1パスを与えた試験材を空冷し、圧下温度に到達したら第2パスを与えた。圧下後の板厚としては11.2mm (10.4%), 8.7mm (30.4%), 6.2mm (50.4%) の3種類を選んだ。

2.1.3 軽圧下圧延

再結晶の起こらないような軽圧下域での圧延の効果を見るために、Fig. 2 と同様の階段状試験片を用いた。この試験片を1150°C×60min 加熱後空冷し圧下温度に到達したところで1パス圧下を与えた。圧下率は2~10%の範囲である。この試験は Nb 材についてのみ行った。

(a) SM, Nb-steel



(b) Nb-steel

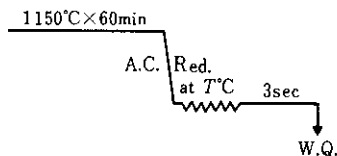


Fig. 1 Schematic test schedule of hot rolling

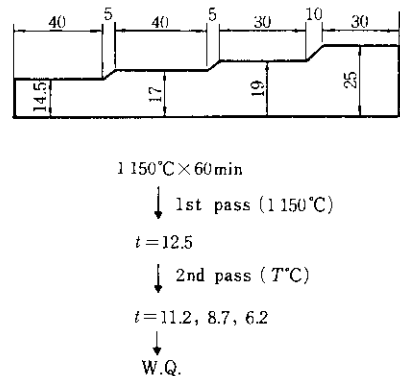


Fig. 2 Specimen dimension and processing schedule (t : Thickness (mm))

2.2 低温域圧下

γ および $(\gamma+\alpha)$ 域圧下の影響をみるためには、 Ar_3 温度を測定する必要がある。そのために以下の方法を用いた。試験材を $1150^{\circ}\text{C} \times 60\text{min}$ 加熱し、 $1150^{\circ}\text{C} \sim 950^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で3パス、50%の圧下を与えたのち 900°C 、 850°C 、 800°C 、 750°C 、 700°C 、 650°C の各温度で以下の圧下を付加した。

(i) 1パス、30%の圧下を与えた。この方法で通常の Ar_3 点(以下では静的 Ar_3 と書く)を測定できる。

(ii) 2パスで50%の圧下を与えた。すなわち第1パスで29%与えたのに引き続き第2パスで29%の圧下を与えた。この方法で歪誘起 Ar_3 を測定できる。

1パス圧下、2パス圧下からそれぞれ静的変態点と歪誘起変態点を推定し得る理由を述べる。

この方法の基礎は、再結晶温度以上の温度域で圧下を受けた α が、再結晶すると(100)集合組織が発達するというにある。

(i) 1パス圧下による静的 Ar_3 の測定

温度の低下に伴ない、組織の一部が α に変態した時点で圧下を与えると、組織は加工を受けた γ と圧下を受けた α になる。後者はただちに再結晶するが、この時(100)集合組織が発達する。したがって、1パス圧下によって(100)集合組織が発達するためには、圧下前に一部が自然発生的に α になっていることが前提条件になる。すなわち1パス圧下で測定し得る Ar_3 は静的変態点である。

(ii) 2パス圧下による歪誘起 Ar_3 の測定

第1パスで歪誘起変態により α が生成するとき、組織は加工を受けた γ と歪フリーの α から成り立つ。これに第2パスを付加すると前者は加工された γ (この時点で歪誘起変態により α が一部形成される可能性がある)、後者は加工を受けた α となる。加工を受けた α は再結晶により(100)集合組織を形成する。第2パスで歪誘起変態した α はランダム方位であり、かつ歪フリーであるから、再結晶による(100)集合組織の形成には関与しない。もしも第1パスで α が形成されなければ、たとえ第2パスで α が誘起されても(100)集

合組織は発達しない。したがって2パス圧下法から推定される変態点は歪誘起 Ar_3 である。

以上の2つの方法を用いて静的 Ar_3 と歪誘起 Ar_3 を求めた。いずれの場合も圧延終了時の板厚は7.5mmと一定である。この実験に用いたのはNb材のみである。

さらにSM材、Nb材の両鋼種を用い $1150^{\circ}\text{C} \times 60\text{min}$ の加熱をし、 $1150^{\circ}\text{C} \sim 950^{\circ}\text{C}$ の高温域で50%の圧下を与えたのち、 $950^{\circ}\text{C} \sim 700^{\circ}\text{C}$ の低温域でそれぞれ30%、50%、62.5%、70%の圧下を付加した。高温域圧下は5パスで各パスごとに13%の等量圧下を与えた。低温域圧下は仕上温度 800°C 、 700°C の2温度を選んだ。前者の場合、各パスごとの圧下率を等しくして3パス圧延で規定量の圧下を与えるようにした。後者の場合は、4パスで規定量の圧下を与えるようにした。この種の実験では Ar_3 点の測定はできないので、機械的性質の調査に力点をおいた。とくに圧下量とセパレーション、セパレーションと吸収エネルギー、セパレーションと遷移温度との関係に注目した。

2.3 析出Nb、V量の定量分析その他

圧延終了後ただちに圧延材の端部をガス切断して水冷した。この水冷材から丸棒を採取し電解分析法により析出Nb、Vの定量分析を行った。電解液は(7%塩酸+3%塩化第2鉄+エチレングリコール)である。

機械試験に必要な圧延材は仕上厚をすべて7.5mmとした。引張試験片は $5\phi \times 30\text{mm}$ (G.L.)であり、シャルピー試験片は $\frac{3}{8}$ サブサイズである。試験は圧延方向の試験片について行った。

シャルピー試験片破断面には板面に平行にセパレーションが発生する。セパレーションは衝撃試験時の3軸応力下で誘発されるものであり、その大きさは長短さまざまである。セパレーションの定量的評価法としては以下の方法を用いた。実体顕微鏡で撮影したあと、破断面の写真を用いてFig. 3に示すようにノッチに平行な0.5mm間隔の平行線をひき、これら平行線とセパレーションとの交点の総数をもってセパレーション数とした。

集合組織の測定は板厚中心から採取した試料を用いて逆極点図法により行った。

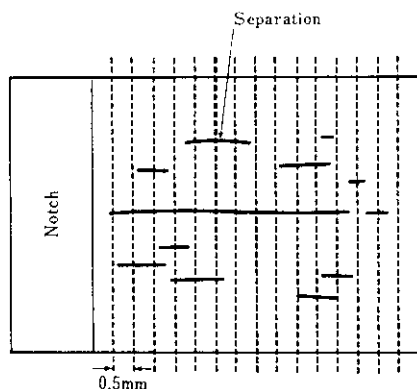


Fig. 3 Quantitative evaluation of separation appeared in a Charpy impact test specimen fractured

3. 実験結果

3.1 高温域圧下

3.1.1 再結晶に必要な臨界圧下率

Fig. 1 (a)の条件で圧下したNb材の光学顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。圧下率の増加につれて未再結晶域から部分的再結晶域、完全再結晶域へと推移する。すなわち再結晶に必要な臨界圧下率

が存在する。この臨界圧下率 $R_{crit.}$ は圧下温度の低下とともに高圧下率側に移行する。

Fig. 4 は SM 材, Nb 材の圧下温度と $R_{crit.}$ あるいは臨界歪量との関係を一括して示したものである。SM 材の $R_{crit.}$ が小さいのに反して, Nb 材の $R_{crit.}$ は著しく大きい。また前者の温度依存性が小さいのに比して後者の温度依存性は著しく大きい。Nb 材間で比較すれば, 析出処理材の $R_{crit.}$ よりも非処理材の $R_{crit.}$ の方が大きく, その温度依

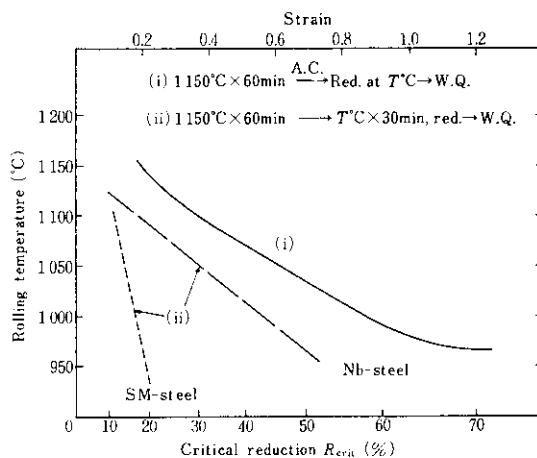


Fig. 4 Effect of precipitation treatment, rolling temperature and steel on critical reduction for recrystallization

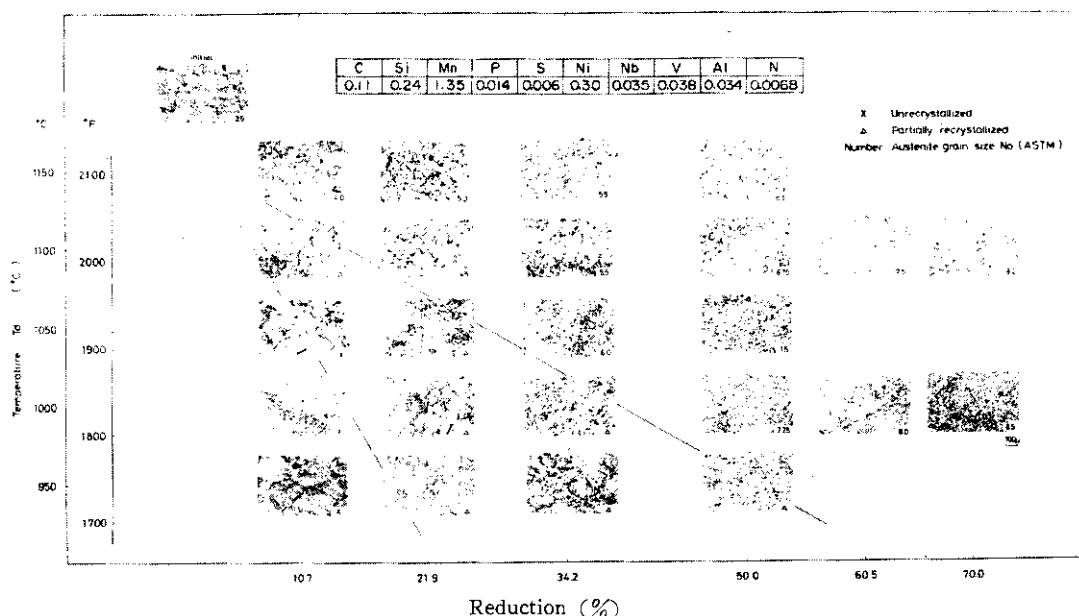


Photo. 1 Effect of reduction and rolling temperature on recrystallization of austenite in Nb-steel

存性も大である。ここで析出処理材について述べる。析出処理によって固溶 Nb の一部が析出する。全 Nb 量は 350ppm であるが、1150°C 加熱時には 45ppm が析出 Nb となっている。30min 保持した場合の析出 Nb 量は 1100°C で 109ppm、1050°C で 134ppm、1000°C で 86ppm、950°C で 76ppm である。したがって、析出処理材は固溶 Nb 量をいずれも 200ppm 以上含むにもかかわらず非処理材との間に前述のような相違を示す。要するに、固溶 Nb の存在によって 1150~950°C の高温でも再結晶はかなり遅滞化する。そして固溶 Nb 量の増大につれて再結晶の遅滞効果は増大する。

Fig. 5 は再結晶に必要な臨界圧下率 $R_{crit.}$ ある

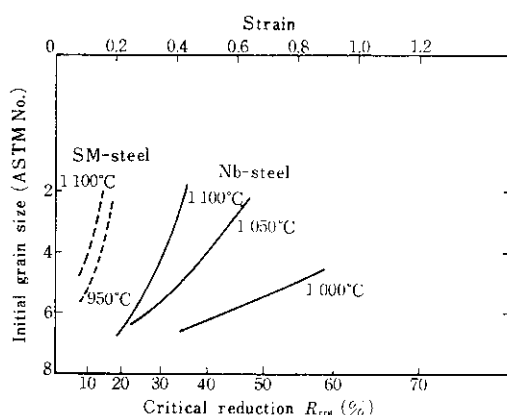


Fig. 5 Effect of rolling temperature, initial grain size and steel on critical reduction for recrystallization

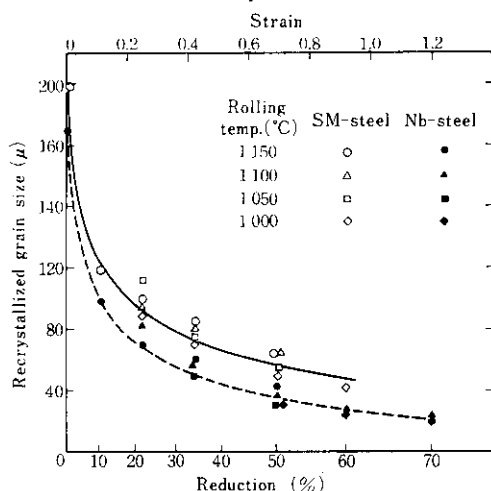


Fig. 6 Effect of reduction, rolling temperature and steel on recrystallized austenite grain size

いは臨界歪量と初期粒径との関係を示したものである。SM 材では再結晶におよぼす初期粒径、圧下温度の影響は顕著ではない。それでも初期粒径が大きいと $R_{crit.}$ の増加すること、圧下温度の低下とともに再結晶が困難になる傾向のあることがわかる。Nb 材では初期粒径が大きいと $R_{crit.}$ は非常に大きく、粒径の減少とともに $R_{crit.}$ は減少する。また圧下温度の効果が大きく、温度低下とともに $R_{crit.}$ は急激に増大する。実際に 950°C では再結晶は完全に抑制される。

3.1.2 圧下量と再結晶粒径との関係

圧下率あるいは歪量と再結晶粒径との関係を示したのが Fig. 6 である。ここで圧下条件は Fig. 1(b) に相当する。1150°C 加熱時の SM 材の結晶粒径は 200μ であるが、再結晶粒径は圧下量の増加とともに急速に減少する。Nb 材の場合も同様に圧下量の増加につれて再結晶粒径は急激に減少するが、圧下率 50% 以上では粒径の減少率は小さくなり、ついには一定値に収斂する。収斂値は約 20μ である。SM 材、Nb 材ともに同一圧下量で比較すれば、圧下温度の低いほど再結晶粒径は小さくなる傾向を示すが、その差は少ない。

Fig. 7 は再結晶粒径と初期粒径との比を圧下率あるいは歪量の関数として示したものである。圧下量の変化に伴う再結晶粒径の変化は、SM

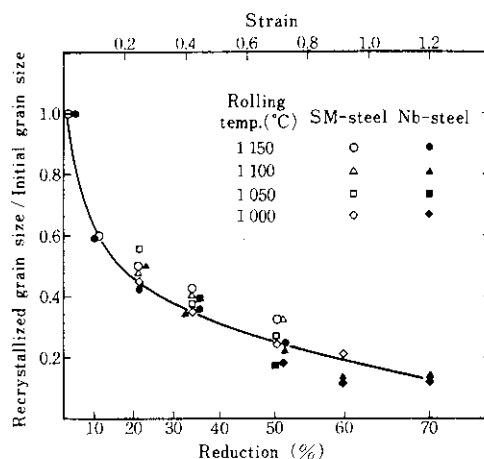


Fig. 7 Influence of reduction, rolling temperature and steel on ratio of recrystallized grain size to initial one



Photo. 2 Austenite grain structure of Nb-steel reheated to 1150 °C



Photo. 3 Both grain growth and grain refining occurred in Nb-steel reheated to 1150°C and 6% rolled at 1100°C

材と Nb 材の間に差がなく同一である。すなわち Nb の存在は再結晶速度に著しい影響を与えるが、再結晶した粒径に対する影響は僅少である。

以上要するに SM 材, Nb 材ともに再結晶粒径は第一義的に圧下量で決まり、圧下温度の影響は僅少である。また固溶 Nb の存在は再結晶粒径にはほとんど影響を与えない (Fig. 7 参照)。

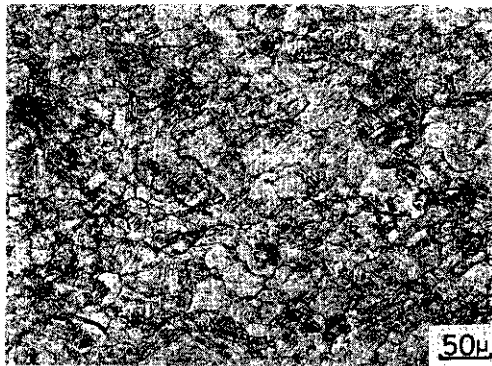
3・1・3 軽圧下による再結晶挙動

Photo. 2 は 1150°C 加熱時の Nb 材の粒径を示したものである。この時点ではほぼ整粒になっている。**Photo. 3** は 1150°C 加熱後 1100°C で 6% の圧下を与えた時の組織である。所々に著しく成長した粗大粒がみられるが、同時に再結晶した細粒もみられる。圧下前の γ 粒が約 170 μ であるのに対して粗大粒のあるものは 500 μ にも成長している。**Photo. 4** は 900°C で 6% の圧下を加えた場合の粒形を示す。真中の粗大粒は in situ recrystallization によって原形を維持した結晶粒に取り囲まれている。**Photo. 5** は 10% 圧下したときの結晶粒変化を示す。(a) は圧下温度 1150°C であるが、多くの粒は再結晶により微細化している。(b) は圧下温度 950°C の場合である。In situ recrystallization を起こしており、細粒化も粗大化も認められない。

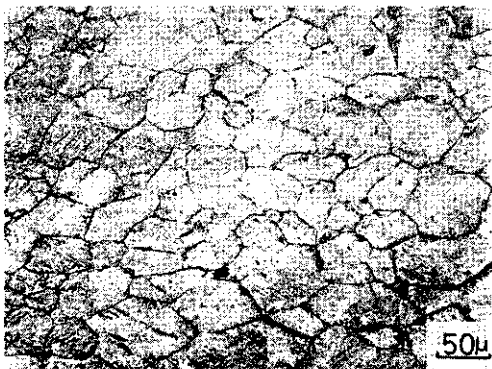
要するに 1150~950°C の温度範囲で軽圧下を与えると、歪誘起粒界移動が起こるために所々に大きく成長した粗大粒が生成する。粗大粒の生成



Photo. 4 A coarse grain produced by reheating to 1150°C and 6% rolling at 900°C in Nb-steel



(a) Recrystallized fine grains formed by 10% rolling at 1150°C



(b) In situ recrystallization occurred by 10% rolling at 950°C

Photo. 5 Austenite grain structures in Nb-steel

頻度は圧下率10%でかなり減少する。とくに圧下温度1150°Cの場合10%圧下で粗大粒の存在頻度は僅少になり、代りに再結晶した細粒が観察される。

3.2 低温域圧下

Fig. 8 に1パス圧下、2パス圧下によって発達した集合組織と圧下温度との関係を示す。圧下温度による集合組織の変化は(200)と(222)に明瞭に現われる。1パス、30%圧下の場合(200)強度は700°C以下の温度で上昇すること、750°C以上の温度範囲では(200)強度 ≈ 1 であることから、静的 Ar_3 点は700~750°Cの間にあることがわかる。2パス圧下(29%/パス、2パス合計50%)の場合、800°C以上の温度では(200)強度 ≈ 1 であり、750°C以下の温度で(200)強度が上昇することから歪誘起 Ar_3 は750~800°Cの間にあるこ

とがわかる。すなわち、29%の圧下によって Ar_3 点は約50°C上昇したことになる。

以上の結果から1パス、30%圧下の場合、750°C以上の温度では γ 相を圧下し、700°C以下では $(\gamma+\alpha)$ 相を圧下していることになる。また2パス、50%圧下の場合には、800°C以上の温度では γ 相を圧下し、750°C以下の温度では $(\gamma+\alpha)$ 相を圧下していることになる。

Photo. 6 に圧延材の光学顕微鏡組織を示す。2パス、50%圧下の場合、800°C以上の γ 域では混粒ではあるがほぼ polygonal grain になる。700°C以下の $(\gamma+\alpha)$ 域での圧下では elongated grain になる。750°Cは歪誘起変態点にかかる温度であるが、組織の大部分は polygonal grain であり、これに少量の elongated grain が混在している。1パス、30%圧下の場合、750°C以上の γ 域では polygonal grain になるが、700°C以下の $(\gamma+\alpha)$ 域では elongated grain になる。

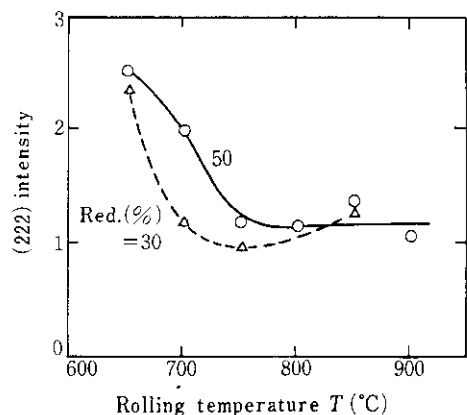
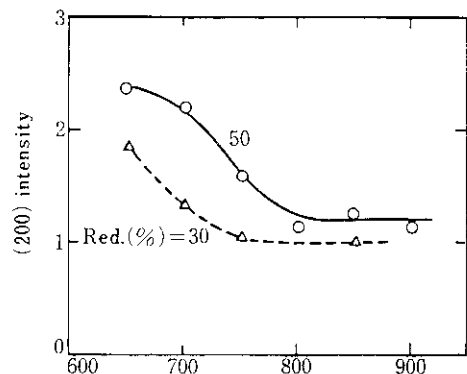


Fig. 8 Texture intensity plotted against rolling temperature in Nb-steel

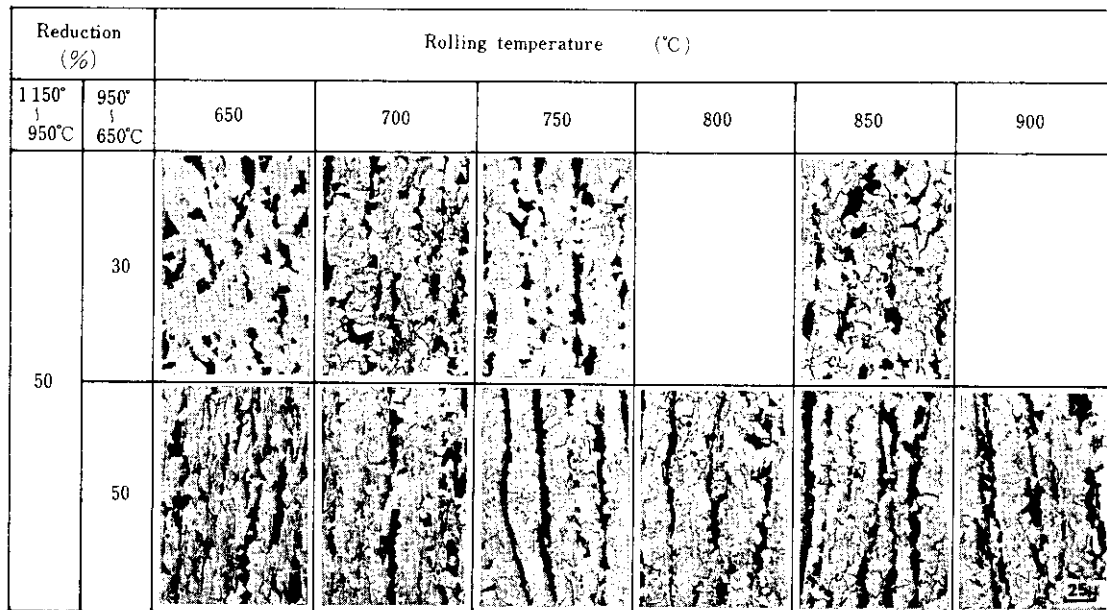


Photo. 6 Ferrite structures after rolling in Nb-steel

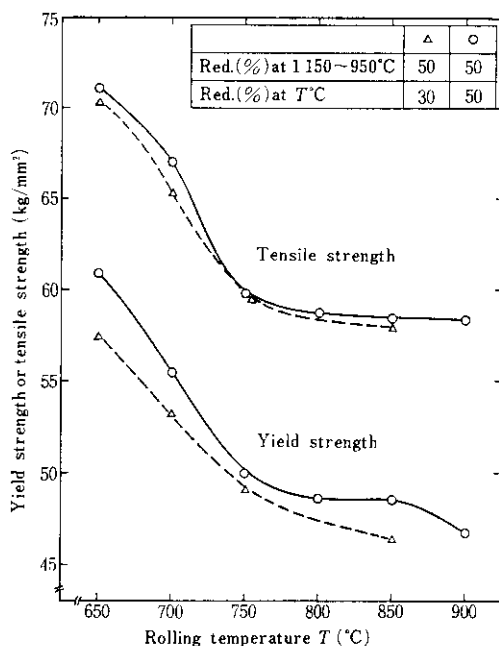


Fig. 9 Effect of rolling temperature on yield and tensile strength

650°Cで1パス、30%の圧下を与えたとき結晶粒は粗大化している。2パス、50%の圧下を与えたときは結晶粒は伸長しているが細かい。このことから α あるいは $(\gamma+\alpha)$ 域で軽圧下を加えると、粒成長が起こり結晶粒が粗大化する危険性の

あることがわかる。

Fig. 9は強度と圧下温度との関係を示す。降伏応力、引張強度は800°C以上の温度ではほぼ一定であるが、750°C以下の温度で急激に上昇する。650°C圧下では両者ともに著しく高い値を示す。

コントロールド・ロール材の切欠靱性は熱処理材のそれとは異なる特性を示す。1つは延性破面率100%になっても吸収エネルギーは増大を続けるために、飽和エネルギーを決めることが困難であること、ほかの一つはシャルピー試験片破断面にセパレーションの発生することである。したがって材料間のエネルギー値を比較する場合、飽和エネルギーよりも延性破面率100%のときのエネルギー E_{SA100} を用いる方が有効である。

Fig. 10に E_{SA100} およびセパレーションと圧下温度との関係を示す。2パス、50%圧下の場合、800°C以上の γ 域では E_{SA100} は高い値を示す。750°C以下の $(\gamma+\alpha)$ 域では圧下温度の低下とともに E_{SA100} は急激に減少する。1パス、30%圧下の場合には50%圧下の場合ほど顕著ではないが、圧下温度の低下とともに E_{SA100} は減少の傾向を示す。

シャルピー破断面には板面に平行なセパレーションが発生する。セパレーション数は延性破面率

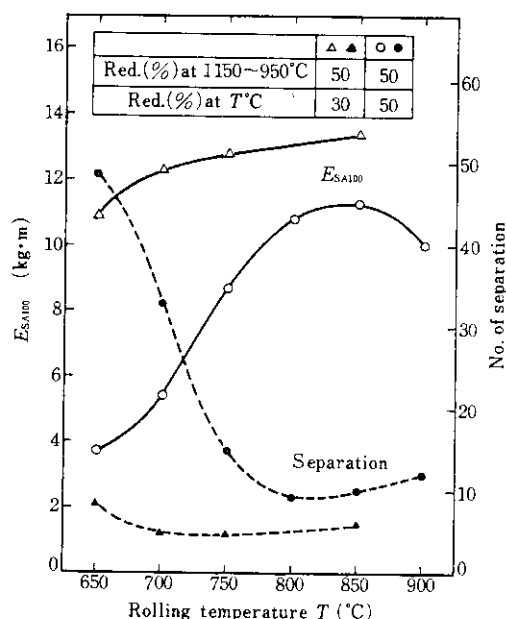


Fig. 10 Effect of rolling temperature on absorbed energy with shear area=100% and No. of separation

の増加につれて増大し、延性破面率100%近傍 (E_{SA100} に対応する温度) で最大値に達したあとは温度の上昇とともに減少する性質を有する。したがって、以下でセパレーション数について触れるときは、すべて延性破面率100%に対応したセパレーション数を示すものである。

Fig. 10 に示すように2パス、50%圧下の場合、800°C以上の γ 域ではセパレーション数は低い水準にある。750°C以下の($\gamma+\alpha$)域では圧下温度の低下とともにセパレーション数は急激に増大する。650°Cでのセパレーション数は著しく多い。30%圧下の場合、セパレーション数は全体的に少ない。650°Cでわずかに上昇する程度である。

電解分析法により析出Nb、析出Vの分析を行った結果をFig. 11に示す。ここで歪誘起による析出量を評価するために、全析出Nb量から1150°C加熱時の未固溶Nb量を差し引いた値をもって析出Nb量とした。析出Nb量は800°C以上の γ 域で低い値を示すが、750°C以下の($\gamma+\alpha$)域で急激に増加する。析出Vは800°C以上の γ 域では零であるが、750°C以下の($\gamma+\alpha$)域で始めて出現する。Nb、Vともに α 相では固容量が急激に減少するので、($\gamma+\alpha$)域での圧下で転位を核

として、あるいは γ/α 境界層に沿って、あるいはマトリックス中にNb、Vの析出が急速に起こるものと考えられる。

4. 検 討

4.1 高温域圧下

950°C以上の高温域での再結晶挙動に関するこれまでの研究は十分ではない。漠然とではあるが、再結晶が無条件に進行するものと考えられている。このことはNbを含まないSM材についてはだいたいにおいて正しい。しかし本実験が示すように、Nbは再結晶に必要な臨界圧下率を著しく増大させるので、Nb材の再結晶は必ずしも無条件に、また容易に進行するものではない。高温域での圧下の意義は加工-再結晶の繰返しによる γ 粒の細粒化にあるのであるから、Nb材の圧下については再結晶が進行するような条件を選択することが大切である。

再結晶におよぼすNbの効果としては、Nbの歪誘起析出による再結晶の遅延が提唱されている。これは加工によって導入された転位を析出サイトとして過飽和のNbが析出して転位を固着するために再結晶が遅れるとする考えである。この考えの妥当性は以下の実験事実によっても確認できる。すなわち、1250°C加熱-850°C圧下の場合Nb材の再結晶が著しく遅延するのに対して、1250°C加熱-850°C保持(Nbの析出処理)-850°C圧下の場合Nbによる再結晶遅延の効果が零になる²⁾。

未再結晶領域に属する軽圧下(圧下率<10%)では、in situ recrystallizationにより原形を保持した結晶粒、粗大化した粒、細粒化した粒が混在している(Photo. 2~4参照)。現場圧延では圧延初期の圧下率が6~8%/パスとなるが、これでは粗大粒を形成する過程となる危険性がある。コントロールド・ローリング材には微細粒と粗粒の混粒組織が見られるが、その一因は高温圧延時の軽圧下にあると考えられる。

圧下率が10%/パスになると粗大粒生成のチャンスが減少する。圧下率10%、圧下温度1150°C

の時、粗大粒はほとんど生成しないが、圧下温度の低下とともに粗大粒生成のチャンスは増大の傾向を示す。これは圧下温度の低下とともに再結晶が困難になることと同一の意味を持つものである (Fig. 4 参照)。

したがって、スラブの圧延においては10%/パス以上の圧下率での圧延が好ましい。最初の1, 2パスは特に留意して10%/パス以上を付与することが必要である。

再結晶後の γ 粒径は圧下量ではほぼ決まる。圧下量の増加につれて初期に著しい粒径の減少がみられるが、圧下率50%以上では粒径の減少は少なくなり一定値に収斂する。圧下率70%で収斂値 $\sim 20\mu$ に到達する。高温側の圧下量を70%以上にしても上記以下の粒径を得ることは不可能である。高温域圧下量は60%程度が妥当である。

4.2 低温域圧下

低温域圧下を一括して取り扱うべきではなく、 γ 域と $(\gamma+\alpha)$ 域に分離して考えるべきであるとの前提にたつて本実験を行った。Fig. 11に示すように、圧延材の諸性質におよぼす圧下の影響は γ 域と $(\gamma+\alpha)$ 域で質的に異なる。すなわち、 γ 域圧下では降伏応力は低く、析出Nb, Vは少なく、

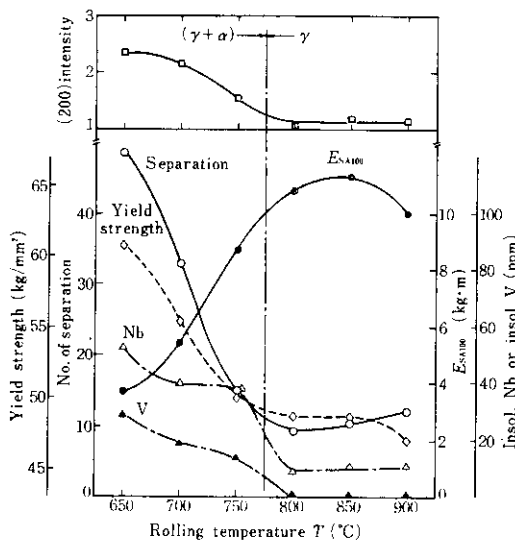


Fig. 11 (200) intensity, yield strength, No. of separation, absorbed energy and insoluble Nb and V are plotted against rolling temperature

セパレーション数は少なく、吸収エネルギーは高い。これに反して、 $(\gamma+\alpha)$ 域圧下では降伏応力は高く、析出Nb, Vは多く、またセパレーション数は多く、吸収エネルギーは低い。したがって低温圧下が γ 域から $(\gamma+\alpha)$ 域までまたがる場合、従来のように強度、靱性を仕上温度、あるいは低温域での全圧下量のパラメーターとして表現するのは正しい方法ではないことがわかる。以下ではなぜ圧下の影響が γ 域と $(\gamma+\alpha)$ 域で異なるかについて考察する。

まず強度変化について考えてみる。降伏応力は次式に示すようにHall-Petchの関係式で表わされる。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} = (\sigma_{sh} + \sigma_{wh} + \sigma_{ph}) + k_y d^{-1/2} \quad (1)$$

ここで σ_{sh} は合金成分による固溶硬化、 σ_{wh} は転位の残留による応力増加であり、ここでは加工硬化とよぶことにする。 σ_{ph} は析出硬化、 $k_y d^{-1/2}$ (d は α 粒径)は細粒化による硬化である。

2パス、50%圧下の場合、結晶粒径は650 $^{\circ}$ ~900 $^{\circ}$ Cの温度範囲で大きな変化はない (Photo. 6 参照)。しかし $(\gamma+\alpha)$ 域圧下により亜粒界の形成がおこり、亜結晶粒径は圧下温度の低下とともに減少する。亜粒界は強度に寄与しないと考えれば、 $(\gamma+\alpha)$ 域での強度増加に寄与する結晶粒の効果は小さいであろう。以下ではこの考えによって論を進める。

低温圧下、特に α 域での圧下では転位、変形帯、亜粒界が多分に残存しており、これが σ_{wh} に寄与することが考えられる。転位密度を ρ とすれば、降伏応力への寄与は $\alpha\mu b\sqrt{\rho}$ (α は常数、 μ は剛性率、 b はバーガース・ベクトル)の形で表現されるが、これは降伏応力への寄与のみで引張強度への寄与は本来零である。しかしFig. 9にみられるように、 $(\gamma+\alpha)$ 域での圧下により降伏応力のみならず引張強度も同程度に増大するのであるから、強度増加は転位の残存に帰因する加工硬化によるものではないと考えられる。

この問題を別の角度から検討してみよう。2パス、50%圧下した材料を焼なましした場合の強度変化を示したのがFig. 12である。ここで用いた引張試験片は3 ϕ ×10 (G.L.) mmのサブサイズである。焼なまし温度600 $^{\circ}$ Cに2次硬化的な効果が若

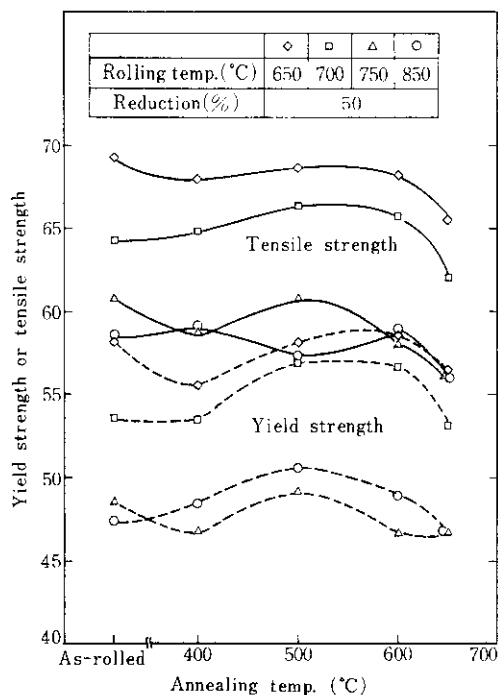


Fig. 12 Variation of yield and tensile strength with annealing temperature

干みられるが、全体的にはこの温度以下での強度変化は僅少である。650°C 焼なましでは降伏応力、引張強度ともに圧延のままの材料に比べて0~3kg/mm²の低下がみられる。本材料のAc₁点は675°Cであるから650°CはAc₁直下に相当する。650°C焼なましでは転位、亜粒界は消滅することのほかにNb, V析出物の凝集が起こるが、それでも強度低下が0~3 kg/mm²の範囲であることは、(γ+α)域圧下による強度増加のうち加工硬化 σ_{wh} による寄与が3 kg/mm²以下であることを示す。

上述のように、(γ+α)域圧下による強度増加は結晶粒径によるものではなく、また転位の残留に

Table 2 Variation of yield stress with rolling in (γ+α) range

Rolling temp.	750°C	700°C	650°C
Strength			
$\Delta \sigma_y$ (kg/mm ²)	1.4	6.9	12.2
σ_{wh} (kg/mm ²)	1.8	0.3	1.7
σ_{ph} (kg/mm ²)	~0	6.6	10.5

N.B σ_{wh} is assumed to be equal to decrease in yield stress due to annealing at 650°C
 σ_{ph} = Work hardening component = $\Delta \sigma_y - \sigma_{wh}$

よる加工硬化も3 kg/mm²以下とすれば、残りはNb, Vの析出硬化 σ_{ph} によるものであることになる。いまFig. 9の800°C圧延材の強度を基準にして、750°C, 700°C, 650°C圧延材の降伏応力増加 $\Delta \sigma_y$ を加工硬化 σ_{wh} と析出硬化 σ_{ph} に分けるとTable 2 のようになる。ここで σ_{wh} は650°C焼なましによる降伏応力の減少量を取り、 σ_{ph} としては $\Delta \sigma_y$ と σ_{wh} との差を用いた。圧下温度が700°C, 650°Cとなるにつれて降伏応力の増加は主に析出硬化によることになる。650°C圧下で $\sigma_{ph}=10.5$ kg/mm²は析出硬化量としては高すぎる値である。亜粒界の強度への寄与を無視した取扱いが当を得なかったのであり、加工硬化、析出硬化のほかに亜粒界硬化を考慮することが必要であろう。

(γ+α)域での圧下によって析出硬化が増加するのは主としてγ/α境界、αマトリックスに析出する析出物が微細であり、なおかつマトリックスとの整合歪を持つために、強度への寄与が大であるためと考えられる。なおγ域圧下によって生じた析出物は、γ/α変態中に母相との整合性を失うため強度への寄与が減少するのであろう。

γ域圧下では E_{SA100} が高く、セパレーション数が少ない。(γ+α)域圧下では E_{SA100} は低下し、セパレーション数は増大する。そこで切欠靱性におよぼすセパレーションの役割を評価してみよう。

Fig. 13 は E_{SA100} とセパレーション数との関係を

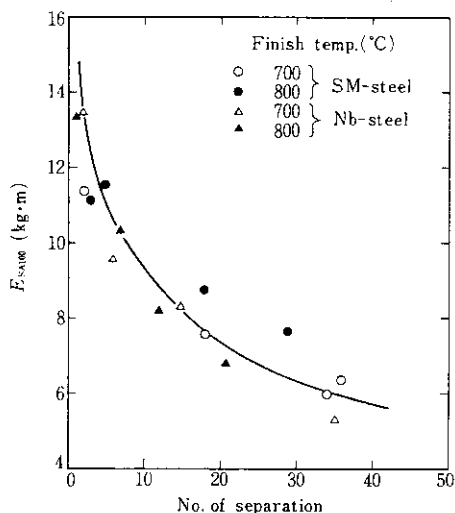


Fig. 13 Effect of No. of separation on absorbed energy with shear area=100%

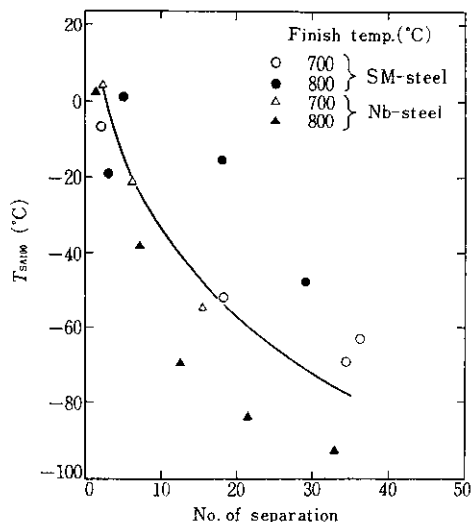


Fig. 14 Transition temperature with shear area =100% plotted against No. of separation

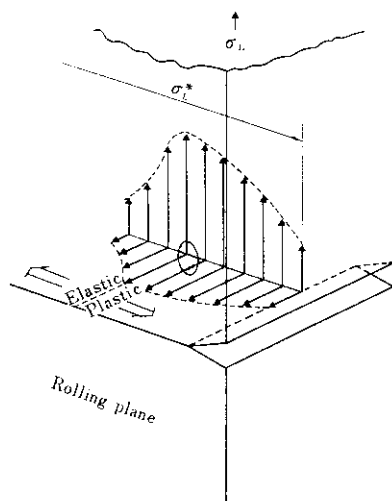


Fig. 15 Schematic representation of stresses at the notch in a tension-loaded plate showing a critical normal stress σ_L^* for brittle fracture

示したものである。鋼種 (Nb 材, SM 材), 仕上温度 (700°C, 800°C) の相違に関係なく一つの曲線上にのり, セパレーション数の増加とともに E_{SA100} は急激に減少することがわかる。Fig. 14 は延性破面率が100%になる温度 T_{SA100} とセパレーション数との関係を示す。 T_{SA100} はセパレーション数の増加とともに低温側に移行する。

セパレーションを介して E_{SA100} が減少し遷移温

度が低温側に移行する理由についてはKazinczy⁸⁾, Kapadia⁹⁾ および Knott¹⁰⁾ の説明がある。

その要点は以下のとおりである。Fig. 15 に示すようにノッチ付試験片に外部応力 σ_L が働くとき, 平面歪状態ではZ方向 (板厚方向) に引張応力 σ_z が誘起される。 σ_L , σ_z はノッチ直下の塑性変形域と弾性変形域との境界で最大値になる。このような応力分布状態において, σ_L が脆性破壊応力 σ_L^* に達すれば脆性破壊が発生する。もしも $\sigma_L < \sigma_L^*$ の条件下で σ_z がZ方向の破壊応力 σ_z^* に達すれば, セパレーションが起こりこの3軸応力が緩和されるために σ_L は減少する。したがって $\sigma_L = \sigma_L^*$ の条件, すなわち脆性破壊発生条件を満たすためには, さらに温度を低下させることが必要になる。すなわち遷移温度は低温側に移行する。また吸収エネルギー E_{SA100} は σ_z^* に依存し, 後者が減少すると前者も減少する。すなわちセパレーションが発生しやすくなると吸収エネルギー E_{SA100} も減少する。

それでは $(\gamma + \alpha)$ 域圧下によりなぜセパレーションが発生しやすくなるのであろうか。Fig. 11 から明らかなように, γ 域圧下では(200)強度 ≈ 1 であるのに対して, $(\gamma + \alpha)$ 域圧下では(200)強度が増大する。すなわち後者では σ_z (板厚方向の応力) に直角に劈開破壊面を有する結晶粒数が増加するために, σ_z^* が減少しセパレーションが発生しやすくなる。

板厚方向の破壊強度を低下させる要因はいずれもセパレーションを発生しやすくする。したがって(100)集合組織はセパレーションの有力な原因となるが, それ以外の原因によってもセパレーションは発生する。その一例はNによるセパレーションの誘発である。

0.1%C-1.35%Mn-0.06%Nb を主成分とし, これに N=0.0036~0.023% を含有する鋼を用いて熱間圧延を行い, 11.5mm 厚の板を得た。この時の仕上温度を900°C, 860°C, 730°C の3種類に分け, (100)集合組織の集積度を変化させた。Fig. 16 にN量とセパレーション数との関係を示す。(100)集合組織が発達しない場合でも, あるいは(100)集積度が同一の場合でも, N量の増加とともにセパレーション数が増大し, 他方 E_{SA100}

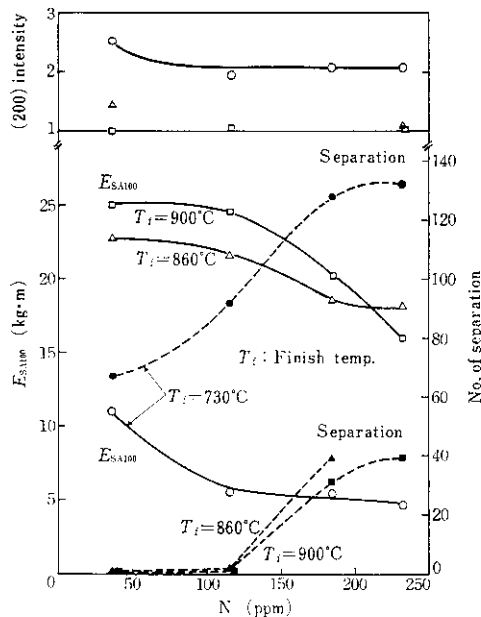


Fig.16 Influence of nitrogen content on (200) intensity, absorbed energy with shear area=100% and No. of separation: finished rolled at 900°C or 860°C or 730°C

が減少していく。したがって、 E_{SA100} を低下させないためにはN量を低くおさえることが大切である。

4.3 コントロールド・ローリングの3つの段階

これまでに、(i) γ 域圧下では低強度と高い吸収エネルギー値が得られ、(ii) $(\gamma+\alpha)$ 域圧下では高強度、低い吸収エネルギー、低い遷移温度が得られることを述べた。以上の結果を基礎にしてコントロールド・ローリングをもう一度考え直してみよう。コントロールド・ローリングは本質的には次に述べる3段階からなりたつ。

- (i) 第1段階; 加工-再結晶の繰返しにより γ 粒を微細化する段階で $\sim 950^{\circ}\text{C}$ 以上の温度範囲
- (ii) 第2段階; 安定 γ 域で多大の圧下を与えて γ 粒形を伸長化するとともに粒内に変形帯、転位を導入、蓄積する段階で $950^{\circ}\text{C} \sim \text{Ar}_3$ の温度範囲
- (iii) 第3段階; Ar_3 点以下の $(\gamma+\alpha)$ 域で圧

下を与える段階

第1段階はいわばコントロールド・ローリングのための準備段階であり、70%程度の圧下により $\sim 20\mu$ 程度の再結晶 γ 粒が得られる。この段階ではこれ以上の圧下を付加しても $\sim 20\mu$ 以下の細粒を得ることは不可能である。

第2段階はコントロールド・ローリングの最も重要な段階である。この段階で圧下を与えると、歪誘起析出の機構により転位を核形成サイトとしてNb (C, N) の析出が起こるために再結晶は実質上起こらなくなる。そのために γ 粒は伸長し粒内に変形帯その他の形で転位が多数蓄積される。加工された γ が α に変態するとき、 α 核は元の γ 粒界と変形帯に形成する。相対する γ 粒界から生成した α 粒は、中間点で衝突するとそれ以上成長できない。すなわち、 α 粒径は伸長した γ 粒の短径程度で成長を中止する。 γ 粒界のほかに変形帯からも α 粒が生成、成長するために α 粒径は伸長した γ 粒の短径以下になる。このように加工された γ 粒の変態によって得られる α 粒は著しく微細化するのである。

この段階で得られる材料の強度、靱性はもっぱら α 粒径に依存する。降伏応力は(1)式のように表わされる。第2段階では σ_{ph} は微少であり、また γ/α 変態に伴って転位の大部分が解放されるために σ_{wh} も零に等しい。したがって $\sigma_y \approx \sigma_{sh} + k_y d^{-1/2}$ となり、固溶硬化と結晶粒度で降伏応力は決定される。換言すれば、第2段階で得られる降伏応力は、結晶粒度で定まる値以上に大きくすることはできない。

遷移温度 T_c と結晶粒径との間には次式が成立する¹¹⁾。

$$\beta T_c = \sigma_0^* + C - \left(\frac{4q\mu'}{k_y} - k_y \right) d^{-1/2} \dots \dots \dots (2)$$

ここで β , C は常数である。また σ_0^* は内部応力、 q は3軸応力にかかわる因子、 μ は剛性率、 γ' は有効表面エネルギーである。前述のように第2段階の圧下では析出硬化、加工硬化の影響が微少であるから、遷移温度は得られた α 粒径によって一義的に決定される。

もしもセパレーションが発生すれば、セパレーション数に相当して遷移温度の低温側への移行が

起こるが、第2段階の圧下ではセパレーションはほとんど起こらないのでこの効果を考える必要はない。

第3段階は $(\gamma+\alpha)$ 域圧下である。この段階では第2段階で得られた以上の細粒化を達成することは困難であるが、析出硬化と加工硬化が強度に寄与する。すなわち(1)式の σ_{ph} (析出硬化)、 σ_{wb} (加工硬化)が増大するが第2項の $k_y d^{-1/2}$ に変化はない。

第3段階では(100)集合組織が発達するためにZ方向の破壊強度が減少してセパレーションが発生する。セパレーションが発生すると、セパレーションのない場合に比べてL、C方向の遷移温度が低温側に移行する。すなわち結晶粒径から期待される以上に遷移温度が低温側に移行する。ただしセパレーション数の増加とともに吸収エネルギー E_{SA100} は減少する。

以上要するに第2段階に第3段階の圧下を付加することにより、強度を上昇させ遷移温度を低温側に移行させ得るが、吸収エネルギー E_{SA100} は減少する。

本実験の結果と考察をまとめると Table 3 のようになる。したがって比較的強度の低い材料が要求される場合には、第2段階で圧延を終了することが望ましい。 α 結晶粒が微細化しているので、粒径に対応した強度、遷移温度が得られることのほかに高い吸収エネルギー E_{SA100} が得られ

る。さらに高い強度が要求される場合、あるいは極端に低い遷移温度が要求される場合には、第3段階の圧下を付加することが必要になる。

現場工程でどのような圧延スケジュールを選ぶべきであるかは、材料に要求される強度、遷移温度、吸収エネルギーの3要素の妥協点で決めるべきものである。

5. 結 論

コントロールド・ローリング過程を再結晶の容易な高温域($\geq 950^\circ\text{C}$)圧下、再結晶の困難な γ 域($950^\circ\text{C} \sim \text{Ar}_3$)圧下、 $(\gamma+\alpha)$ 域圧下の3段階に分け、各段階での圧下の意味を求めた。結果を要約すると以下ようになる。

第1段階 ($\geq 950^\circ\text{C}$)

- (i) この段階は、加工-再結晶の繰返しによる細粒化過程である。ただし再結晶は無条件に起こるものではなく、以下に述べるような限定条件がつく。
- (ii) 再結晶を起こさせるのに必要な臨界圧下率が存在する。この臨界圧下率は圧下温度の低下、初期粒径の増大、固溶Nb量の増大とともに増加する。
- (iii) 再結晶後の γ 粒径は主に圧下量で決まる。圧下温度の影響は僅少である。圧下率50%以上では細粒化効果は小さくなり70%で収

Table 3 Three stages of controlled rolling and variation of physical properties with each stage

	Temperature	Microstructure	Strength			Notch toughness			
			Yield stress	Work hardening	Precipitation hardening	Transition temperature	E_{SA100}	No. of separation	(100) texture
1st stage	$\geq 950^\circ\text{C}$ Recrystallized γ range	γ grain refining by repetition of recrystallization $d\gamma=20\sim 40\mu$	Low (depending on grain size)	~ 0	~ 0	High (depending on grain size)	High	No	No
2nd stage	$950^\circ\text{C} \sim \text{Ar}_3$ Unrecrystallized γ range	Elongation of γ grain and introduction of deformation band and dislocation, which make α grains fine	Low (depending on grain size)	~ 0	~ 0	Low (depending on grain size)	High	Little	No
3rd stage	$< \text{Ar}_3$ $(\gamma+\alpha)$ range	No more refinement of α grains. Precipitation hardening and formation of (100) texture	High (grain size and other effect)	Small	Large	Extremely low (grain size and other effect)	Low	Many	Formed

斂値に達する。この時点での粒径は $\sim 20\mu$ である。

- (iv) 第1段階のような高温でも固溶 Nb は再結晶を遅延する効果が大いだが、再結晶後の粒径に対する影響は僅少である。
- (v) 圧下率8%以下の軽圧下では歪誘起粒界移動が起こるため、所々に巨大に成長した粗大粒が形成される。またその存在頻度も大である。圧下率10%では粗大粒の生成頻度は減少する。したがって現場のスラブ圧延では初期の圧下に留意し10%/パス以上にすることが必要である。

第2段階 ($950^{\circ}\text{C} \sim \text{Ar}_3$)

- (vi) 第2段階では γ 粒を伸長化し、変形帯等の形で転位を多数導入する。この状態から γ/α 変態すると細粒が得られる。
- (vii) 第2段階の γ 域圧下では強度水準は比較的低い。セパレーション数が少ないために吸

収エネルギー $E_{\text{SA}100}$ は高い値を示す。

第3段階 ($(\gamma+\alpha)$ 域)

- (viii) $(\gamma+\alpha)$ 域圧下により高い強度水準が得られる。加工硬化(転位の残留による)と析出硬化、特に後者が大きく寄与するためである(その他亜粒界による硬化も寄与している可能性がある)。
- (ix) $(\gamma+\alpha)$ 域圧下により(100)集合組織が発達する。(100)集合組織は板厚方向の破壊強度を低下させることを通して、セパレーションを誘発する。セパレーションの発生はL, C方向の吸収エネルギーを低下させるが、遷移温度を低下させる効果を持つ。
- (x) 第2段階で細粒が得られるが、この時点では α 粒径で定められた強度、遷移温度が得られるに過ぎない。さらに高い強度、低い遷移温度を材料に付与するためには、第3段階の圧下を付加することが必要である。

参考文献

- 1) 田中智夫, 波戸村太根生, 上田修三, 榎並禎一: 鉄と鋼, 60 (1974), S296
- 2) 松原博義, 大須賀立美, 小指軍夫, 東田幸四郎: 鉄と鋼, 58(1972), 1848
- 3) W. H. Duckworth, R. Phillips and G. A. Chapman: JISI, 203 (1965), 1108
- 4) Y. E. Smith and C. A. Siebert: Met. Trans., 2 (1971), 1711
- 5) 関野昌蔵, 森直道, 田向陵: 鉄と鋼, 59 (1973), 1418
- 6) 福田実, 橋本保, 国重和俊: 鉄と鋼, 58 (1972), 1832
- 7) 榎並禎一, 波戸村太根生, 田中智夫: 未発表
- 8) F. D. Kazinczy and W. A. Backofen: Trans. ASM, 53 (1961) 55
- 9) B. M. Kapadia, A. T. English and W. A. Backofen: Trans. ASM, 55 (1962) 389
- 10) G. F. Knott: Effect of Second Phase Particles on the Mechanical Properties of Steel, (1971), 44, [ISI]
- 11) N. G. Petch: Fracture, (1959), 54, [MIT Press Massachusetts]