

れるので、これらとあわせて今後研究を進めたい。

3. 結 言

0.1~1.0%の misch metal を純鉄に大気溶解後取鍋添加および真空溶解後炉内添加した。その結果を要約すると次のごとくである。

1. 大気中では脱酸効果は低い。真空の場合は脱酸効果が大きく、misch metal 1.0% 添加により  $Ce=0.032\%$ 、酸素量=19ppm となった。

2. 非金属介在は大気中の場合大型で酸化物が多い。真空の場合はかなり清浄となるが硫化物のしめる割合が増加する。

3. 脱硫効果は大気中の場合認められなかった。真空中の場合は0.3%以上添加したものに認められ、1.0%添加の場合  $[\% Ce] \cdot [\% S]=0.25 \times 10^{-3}$  となった。

4. misch metal の sol. [N] におよぼす影響はわずかである。

5. 真空中で misch metal を0.1~0.3% 添加したものは急激に脆くなるが、添加量を0.5%以上に増加させるとただちにこれが回復する。

文 献

- 1) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 504
- 2) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 51 (1965), p. 1091
- 3) R. H. SINGLETON: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., & Pet. Eng., 219 (1959), p. 675
- 4) F. C. LANGENBERG, J. CHIPMAN: Trans. Met. Soc., Amer. Inst., Min., & Pet. Eng., (1958), Jun., p. 290
- 5) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 42
- 6) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1815
- 7) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 49 (1963), p. 1472
- 8) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1812
- 9) 今井, 石崎: 学振報告, 第19委 5747, 5748(1960)

(107) 深絞り用冷延リムド鋼板の材質的改善

住友金属工業, 和歌山製鉄所

理博 藤井毅彦・小川三郎・日野貴夫

Metallurgical Improvements of the Quality of Cold Rolled Deep Drawing Quality Rimmed Steel Sheet.

Dr. Takehiko FUJII, Saburō OGAWA and Takao HINO.

1. 緒 言

優良な深絞り用冷延リムド鋼板を製造する場合には製鋼より出発して分塊圧延, 熱間圧延, 冷間圧延の各段階にわたって種々検討を加えなければならないが, 品質を改良するための要因としては, 主として転炉操作にもとづく材質的要因と, 熱間圧延のさいの圧下率および圧延温度条件, 冷間圧下率, 調質圧延圧下率などの機械的要因および焼鈍による熱処理的要因の3つに大別できる。ただ冷延鋼板は冷間圧延後必ず焼鈍を行なうから, 再結晶に影響する因子として材質的要因が最も重要なものである。当所においては冷延工場が稼動して以来これらの

Table 1. Chemical composition of steels.

Steel No.	Chemical composition (%)						Clean-ness (%)
	C	Mn	P	S	Cu	O	
1	0.08	0.35	0.009	0.013	0.04	0.026	0.21
2	0.04	0.31	0.009	0.013	0.06	0.038	0.18
3	0.06	0.37	0.013	0.019	0.08	0.041	0.36
4	0.05	—	0.016	0.018	—	0.084	0.30

要因に対して, 種々検討を加えてきた。

当所における深絞り用冷延鋼板の製造初期の問題点は鋼板の焼鈍感受性が悪く, 品質を表わす最も根本的な特性である結晶組織が細粒あるいは混粒になることであつた。この点に関して検討を加えた結果をここに報告する。

2. 焼鈍感受性に関する実験

焼鈍後の冷延鋼板の機械的性質および結晶組織に対する材質の影響を調べるために前後3回にわたって焼鈍実験を行なつた。その結果の概略を以下に示す。

2.1 供試材および実験方法

冷間圧延後焼鈍, 調質圧延を行なつた低炭素リムド冷延鋼板を小型圧延機にて50%冷間圧延を行なつた。圧延後の鋼板の厚みは0.8~0.4mmである。一部の供試材の化学成分と清浄度を, Table 1 に示す。

試料は700°Cに保つた管状エレマ炉に挿入後700°Cで, 2min~40hr均熱したのち空冷した。雰囲気はアルゴンガスである。各試料について硬度とマイクロ組織を調査した。

2.2 実験結果ならびに考察

硬度測定結果を Fig. 1 に示した。これから硬度が低いものは, Table 1 からわかるように, O<sub>2</sub>含有量あるいは非金属介在物が少ないものであることが明らかである。さらに結晶粒度がこれらによつて大きく影響されている。Fig. 2 に全供試材についてO<sub>2</sub>含有量と鋼板の清浄度, およびフェライト粒度との関係を示した。図中で\*印を付したものは混粒の傾向を示すものである。これから素材の介在物あるいはO<sub>2</sub>含有量が増すにつれて介在物が多くなりさらに再結晶粒度が細くなり, かつ混粒の傾向が増し, したがつて硬度も高くなることがわかる。

再結晶のメカニズムについては, 古くから研究されてきたが, その間再結晶が核生成頻度(N)と結晶成長速度(G)を用いて議論されてきた。たとえば再結晶終了時の結晶の大きさは, N/Gに反比例すると言われ<sup>1)</sup> N, Gなどが材質や加工条件あるいは熱処理の方法によつてどのように変化するか, が重要な問題になる。

従来の研究結果によれば, 再結晶の潜伏期に相当する時期のサブグレインの成長は次の3種の場所で起こると言われている。

- (A) フェライト結晶内部<sup>2)</sup>, (B) 大角結晶粒界<sup>3)</sup>, (C) 介在物または第二相粒子。

(C)の現象については幾度か観察されてきたが<sup>4)</sup>, 最近の研究によりこのことが, 明らかに認められるようになった。たとえば W. C. LESLIE, N. C. HICKS によ

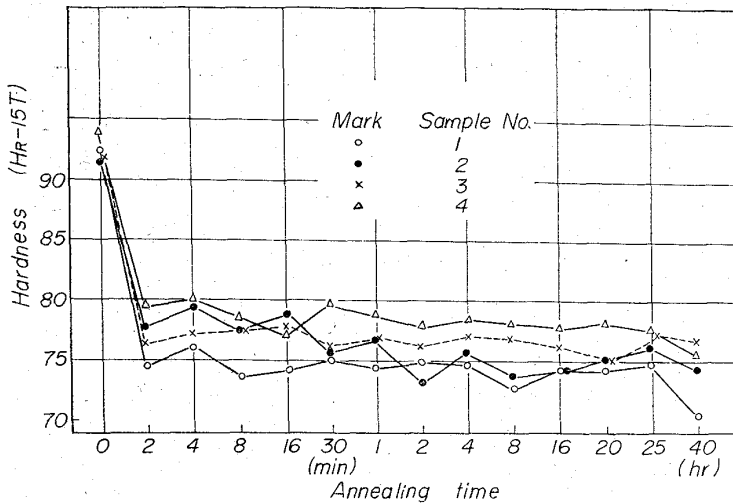


Fig. 1. Effect of time at 700°C on hardness of cold rolled sheet.

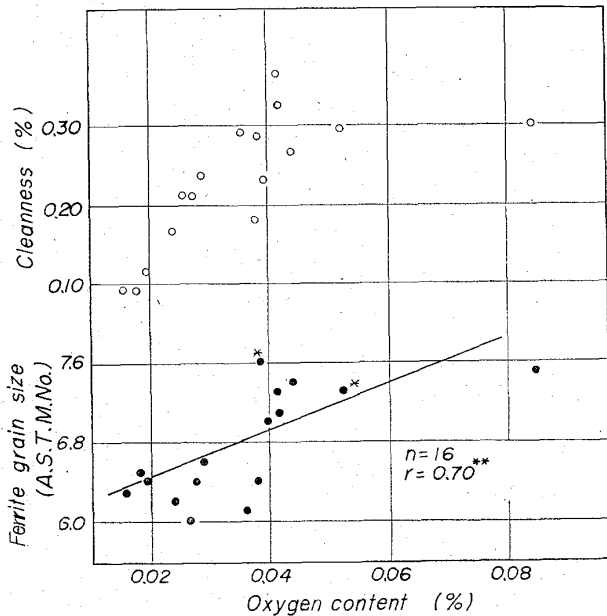


Fig. 2. Effect of oxygen content on ferrite grain size and cleanness. (Annealed 20 hr at 700°C in Ar gas. "\*" means mixed grain structure.

る一連のFe-O合金に関する実験<sup>5)</sup>によれば、O<sub>2</sub>量が多く介在物が増すにつれて再結晶粒度が細くなり、かつ介在物が再結晶核になることを示している。Fe-0.8% Cu合金についても酸化物系介在物から結晶の成長が始まることが報告されている<sup>6)</sup>。セメントナイトについても類似の現象が認められる。

再結晶粒の成長速度は、成分<sup>7)</sup>、結晶方位<sup>8)</sup>、焼鈍条件などによっても影響されるが、介在物または第二相粒子の影響も大きい。これらが粒界の移動を阻止する効果は第二相粒子の体積分率に比例し粒子の大きさに反比例すると言われる。

このように再結晶特性を左右する要素がいろいろある中で、人為的に最も容易に再結晶特性を変化しうるもの

は介在物または微細な第二相粒子に関してである。これら異相の介在物の大部分は低炭素リムド鋼においては、酸化物系介在物であるから、製鋼作業を検査し鋼中の酸素含有量を減少させることにより介在物を減少させ、結晶粒度を改良し、焼鈍感受性が良い冷延鋼板を製造することができる。

### 3. 工場実験結果

以上の調査により冷延鋼板の結晶組織、ひいては品質に対して非金属介在物が大きい影響を与えることが実験室的に明らかになったので、これを実際の生産面で確認した。

#### 3.1 鋼板の組織と機械的性質との関係

鋼板のフェライト粒度と降伏点、降伏点伸び、硬度との間に相関々係がある。非金属介在物が多いと結晶粒度が微細になり悪化するため、硬度やエリクセン値その他の機械的性質が劣化する。また張り出し成形にさいして点状亀裂の原因にもなる。セメントナイトも大きく凝集したものは同じような欠陥の原因となることが示されている。

#### 3.2 化学成分と機械的性質との関係

清浄度を良くするために O<sub>2</sub> 含有量を下げる必要があることは、前述のとおりであるが、S 含有量を下げること重要である。これを Fig. 3 に示した。

Table 2 は通常生産されている鋼板について化学成分と機械的性質との重相関分析を行なった結果であり、引張試験値と硬度に対しては O<sub>2</sub> 含有量と N<sub>2</sub> 含有量が、エリクセン値に対しては O<sub>2</sub> 含有量が有意である。結晶粒度に対しては O<sub>2</sub> 含有量、S 含有量の影響が著しい。

また時効による降伏点伸びの回復に対しては N<sub>2</sub> 含有量および結晶粒度が影響していることを確認した。

### 4. 結 言

冷延鋼板の品質におよぼす材質的要因について検討し

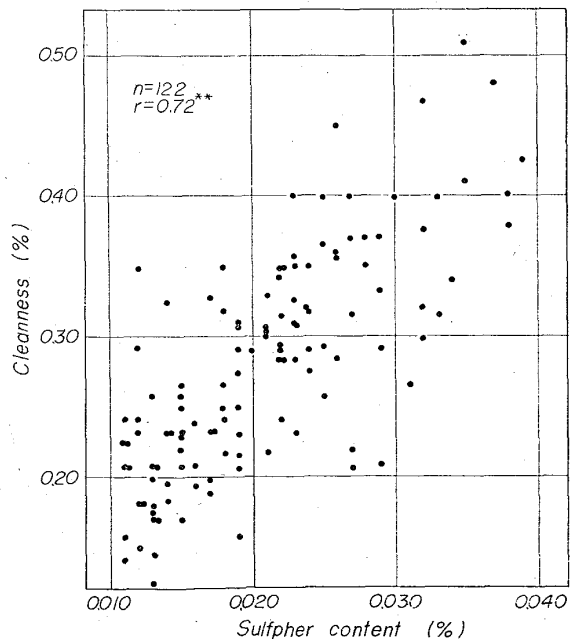


Fig. 3. Effect of sulphur content on inclusion cleanness.

Table 2. Partial correlation coefficient between chemical composition and physical properties.

	C	Mn	P	S	O	N	Multiple corr. coeff.
Range (%)	0.03~0.07	0.24~0.60	0.006~0.018	0.009~0.029	0.020~0.148	0.0021~0.0040	
Mean (%)	0.048	0.33	0.011	0.017	0.048	0.0029	
Y. S. (kg/mm <sup>2</sup> )	-0.20	-0.18	0.20	0.16	0.48**	0.53**	0.84**
T. S. (kg/mm <sup>2</sup> )	0.02	0.04	-0.15	-0.12	-0.23**	-0.51**	0.74**
El. (%)	0.02	0.04	-0.15	-0.12	-0.23**	-0.51**	0.74**
φ (%)	0.11	0.11	-0.16	0.06	-0.30**	-0.52**	0.75**
H <sub>R</sub> 30T	-0.12	-0.09	0.15	0.13	0.30**	0.43**	0.73**
Er. V.	-0.10	0.04	-0.01	-0.22*	-0.43**	-0.14	0.60**
C. C. V. (%)	-0.01	-0.02	0.16	-0.24*	-0.26*	-0.25*	0.49**
G. S. (ASTM)	-0.13	-0.26*	-0.22*	0.29**	0.31**	0.20	0.58**

次の結論を得た。

- 1) 鋼中 O<sub>2</sub> 含有量は非金属介在物の量に関係し、その量が多い場合には冷間圧延後の再結晶過程に影響をおよぼし、著しく焼鈍感受性を悪化させる。その結果結晶組織が細粒あるいは混粒となり鋼板の品質に対して非常に悪い影響を与える。非金属介在物そのものも加工にさいして欠陥の原因となる。
- 2) 鋼中 S 含有量が増すと非金属介在物が増加する。また鋼板の品質にとつても有害である。
- 3) 鋼中の N<sub>2</sub> は時効性に大きい影響がある。
- 4) 以上のことから冷延鋼板の結晶組織を改良し、品質を向上させ、時効性を良くするには鋼中の O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, S, などの不純物をできるだけ下げることが望ましい。

文 献

- 1) E. C. W. PERRYMAN: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng. 203 (1961), p. 369
- 2) H. HU, and A. SZIRMAE: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng. 221 (1961), 412
- 3) J. E. BAILEY: Phil. Mag., 5 (1960), p. 833
- 4) S. F. REITER: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng. 194 (1952), p. 972
- 5) W. C. LESLIE, J. T. MICHALAK & F. W. AUL: Iron and its Dilute Solution, (1963), p. 168 [Interscience Publishers]
- 6) J. E. BURKE and D. TURNBULL: Progr. in Metal Phys., 3 (1952), p. 220
- 7) W. C. LESLIE, J. PLECITY and J. T. MICHALAK: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng. 221 (1961), p. 691
- 8) T. S. TIEDEMA, W. MAY and W. G. BURGERS: Acta Crystallogr., 2 (1949), p. 151

(108) 純鉄および Fe-La 合金の窒素吸収値について

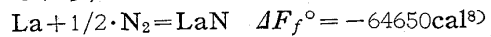
八幡製鉄, 東京研究所

工博 瀬川 清・理博 常富栄一・○和田 要  
Nitrogen Absorption of Pure Iron and Fe-La Alloys.

Dr. Kiyoshi SEGAWA, Dr. Eiichi TSUNETOMI and Kaname WADA.

1. 緒 言

鉄中における添加元素の窒化物析出平衡については、Al<sup>1)2)</sup>, B<sup>3)</sup>, Nb<sup>4)</sup>, Ti<sup>5)</sup>, V<sup>6)</sup> などについて研究が行なわれた。われわれは La の窒化物 LaN の熱力学的数値, すなわち,



より、鉄中において La が強力な窒化物生成元素ではないかと考え、La の窒化物の析出平衡について実験を行なつた。実験方法としては一つには Fe-La-N 系合金を用い、その窒化物を抽出、定量分析する方法もあるが、本実験では Fe-La 合金に窒素を吸収させ La 量と平衡窒素量との関係を求める方法をとつた。

2. 実験方法および装置

試料の溶製は外熱式 1 kg 真空溶解炉で行なつた。原材料には電解鉄 (分析値; Si, Mn, P < 0.005; C, S < 0.006; Cu < 0.0002) を使用し、純鉄および Fe-La 合金を溶製した。La の添加には La > 99.5% のクギ状金属ランタンを使用した。溶製した 1 kg のインゴットから厚さ 0.8 mm の薄片を切り出し、サンドペーパーで研磨し、次にアルコールまたはトリクロロエチレンで表面を洗滌して窒素吸収実験に供した。

窒素吸収装置の炉は堅型で、磁製の試料支持台の上記の試料をのせ、さらにこれを鉄線ですりつけた。炉芯管内を水素で置換した後、精製した N<sub>2</sub>+H<sub>2</sub> の混合ガスを流しながら所定の温度に上げる。混合ガス中の水素濃度は約 0.7 vol% で、ガスは炉芯管から直接大気中に排出される。次に所定時間経過した後、炉芯管下部のふたをあけ、試料を支持台ごと落して水で急冷した。この急冷した試料につき全窒素と全ランタンを分析した。窒素の分析は通常のキエルダール法で、また La の分析はアルセナゾ III 吸光光度法で行なつた。