

.....  
 論 文  
 .....

# Ti 添加冷延鋼板の $r$ 値の面内異方性および再結晶集合組織\*

松 岡 孝\*\*・高 橋 政 司\*\*\*

## Effect of Titanium Addition on Planar Anisotropy and Recrystallization Texture of Low Carbon Steel Sheets

Takashi MATSUOKA and Masashi TAKAHASHI

### Synopsis:

Planar anisotropy of  $r$  value in 75% cold-rolled and annealed steel sheets was largely affected by the contents of carbon and titanium and the slab heating temperature on hot rolling. Planar anisotropy which was closely related to texture was classified into three types: namely, type I,  $r_{45} < r_0 < r_{90}$ , with a texture similar to that of usual rimmed steel sheet, type II,  $r_0 < r_{45} < r_{90}$ , with (111)  $[11\bar{2}]$  (near (111)  $[11\bar{2}]$  or (554)  $[22\bar{5}]$ ) preferred orientation, and type III,  $r_0 < r_{90} < r_{45}$ , with a texture similar to that of as cold rolled sheet. In the case of Ti/C atomic concentration ratio being less than about 1, type I was obtained, and in the case of Ti/C ratio being considerably higher than 1, type II was obtained, while it was not so much varied even though slab heating temperature was changed. When Ti/C ratio was about 1, the anisotropy was widely varied from type I or II to type III, as the slab heating temperature was increased. Mechanism of the development of the above recrystallization textures was discussed in relation to TiC fine precipitates which affected recovery and recrystallization processes.

(Received Oct. 13, 1970)

### 1. 緒 言

冷延鋼板の深絞り加工性を示す一つの指標として、引張り試験における幅方向の歪に対する厚さ方向の歪の比  $r$  値が一般に用いられているが、この  $r$  値は引張り試験片の採取方向によって異なり、通常の深絞り用リムド鋼ないしはアルミニウムキルド鋼においては、圧延方向に対して  $90^\circ$  の方向に採取した場合が最も高く、次いで  $0^\circ$  方向が高く、 $45^\circ$  方向が最も低い。この  $r$  値の圧延面内の異方性は冷間圧延の圧下率によって大きく変化し、冷延前の熱間圧延の仕上温度も影響することが WHITELEY ら<sup>1)</sup> によって確かめられており、また少量の Cu, Ti, P, W などの添加元素によっても変化することが報告されている<sup>2)3)4)</sup>。  $r$  値が板の集合組織と密接な関係を有することは BURNS および HEYER の研究<sup>5)</sup>以来、理論的にも実験的にも確かめられており、 $r$  値の面内異方性についても当然集合組織との関連が予想される。

少量の添加元素により再結晶集合組織が影響される例としてアルミニウムキルド鋼は実用価値の高い点からそ

の集合組織の形成機構に関し以前より数多くの研究が行なわれ、Cu の少量添加の効果については LESLIE らにより詳細な研究が行なわれている<sup>6)7)</sup>。これらはいずれも AlN や Cu などの析出物の、再結晶過程における析出挙動や分散状態が再結晶集合組織に大きく影響するためと推定されており、最近では低炭素鋼において  $Fe_3C$  も同様な作用を示す場合のあることが報告されている<sup>8)</sup>。

Ti の少量添加は、再結晶集合組織を変え  $r$  値を高くすること<sup>9)10)</sup>、深絞り性を改良すること<sup>11)12)</sup>、などの報告はあるが、その場合の Ti の作用ないしは再結晶集合組織の形成機構については、P や W の場合と同じくほとんど明らかにされていない。しかしながら、AlN などの例から見て Ti 添加の効果は、一つには TiC の析出挙動が関与していると考えられた。そこで TiC の析出状態を変えるため、冷間圧延前の熱間圧延の条件を種々変えて  $r$  値の面内異方性を調べた結果、熱間圧延時の素材の加

\* 昭和44年3月、44年10月本会講演大会にて発表  
 昭和45年10月13日受付

\*\* 住友金属工業(株)中央技術研究所 工博

\*\*\* 住友金属工業(株)中央技術研究所

熱温度が大きく影響することがわかった。本研究はまず初めにこの素材加熱温度の効果を明らかにするため、Ti および C 量を変えて種々の素材加熱温度で熱延を行ない、冷延焼鈍後の  $r$  値の面内異方性におよぼす影響を調査し、これら異方性と集合組織との関係を検討した。次にこのような Ti の少量添加の再結晶挙動におよぼす影響を調べ特異な  $r$  値の面内異方性ないしは再結晶集合組織の成因について 2, 3 の検討を行なった。

## 2. 試料および実験方法

真空溶解炉により、電解鉄をベースとしこれに C, Mn および Ti を添加して約 15 kg の鋼塊を 8 種溶製した。これらの鋼塊は厚さ 25 mm, 幅 200 mm に鍛造後、加熱温度 1250°C 以上、圧延温度 950°C 以上として厚さ 6 mm, 幅 200 mm のスラブに圧延した。分析結果を Table 1 に示すが、これらの試料により次の 2 種の実験を行なった。

### (1) $r$ 値の面内異方性の検討

熱延の加熱温度の影響を調べるため、No 1 から No 7 までの試料を用い、スラブを分割してそれぞれ 1000°, 1070°, 1140°, 1210° および 1280°C の各温度に 1 hr 均熱し、炉から取出して 980°C まで空冷後 3.2 mm 厚に 2 パスで圧延し、床上にて放冷した。これらの熱延板は酸洗後 75% の冷間圧延を行なって 0.8 mm 厚に仕上げ、アルゴン雰囲気中にて 750°C, 6 hr 焼鈍した。この焼鈍は 750°C に保持した炉に被焼鈍材を投入し、所定時間後冷却帯へ引出して放冷しており特に徐熱徐冷は行なっていない。焼鈍後標点距離 50 mm の JIS 13号 B 型 (ASTM 型) 引張り試験片を圧延方向に対し 0°, 45° および 90° の 3 方向から採取して引張り試験を行ない、 $r$  値を測定した。 $r$  値の測定は川鉄製  $r$  値測定装置を利用し、20% 伸びにおける値を求めた。

### (2) 等温焼鈍による再結晶挙動の検討

試料 No 8 を用い、スラブの加熱温度を 1000° および 1250°C の 2 種とし、他の試料の場合と同様に 980°C にて 3.2 mm 厚に熱延後 0.8 mm 厚に冷延して、塩浴

炉により 550°, 620°, 690° および 760°C にて 15 sec ~ 64 hr の等温焼鈍を行ない、硬さ変化の測定、光学顕微鏡観察により再結晶の進行を検討し、集合組織の変化を調査した。

上記の各実験の諸試料に対し、集合組織の調査は HF H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 混合液による化学研磨で板厚を 1/2 まで落としてから (200) の X 線反射極点図の作製、および圧延面に平行な結晶面の反射強度比の測定を行なった。また熱延、冷延および焼鈍の各段階において、6N-HCl による抽出残査中の Ti 分析、抽出レプリカによる析出物の電子顕微鏡観察などを行ない、さらに化学研磨および酢酸一過塩素酸混合液による電解研磨で薄膜を作り、加速電圧 200kV の電子顕微鏡により直接観察も行なった。

## 3. $r$ 値の面内異方性

### 3.1 $r$ 値の測定結果

熱間圧延時のスラブ加熱温度と冷延焼鈍後の  $r$  値の測定値との関係を Fig. 1 に示す。図中各加熱温度に対応する 3 方向の  $r$  値を 0°, 45°, 90° の順に V 字形に結んで表わし、各方向の実測値を  $r_0$ ,  $r_{45}$  および  $r_{90}$  としたときの次式による平均値  $\bar{r}$  を破線で表わしてある。

$$\bar{r} = (r_0 + 2r_{45} + r_{90}) / 4$$

試料 No 1 の Ti を添加していない場合は通常の冷延鋼板と同様  $r_{45} < r_0 < r_{90}$  (I 型) の異方性を示し、熱延のスラブ加熱温度が変化してもこの傾向はほとんど変わらない。しかし、C 含有量が同程度で Ti を 0.11% 含む試料 No 2 では  $r_0$  が相対的に小さくなつてほとんどの場合  $r_0 < r_{45} < r_{90}$  (II 型) の異方性になり、しかも各方向の  $r$  値間の差が小さい。そして通常の冷延鋼板で用いられる  $r$  値の面内異方性  $\Delta r$  の表示法

$$\Delta r = (r_0 + r_{90} - 2r_{45}) / 2$$

では  $\Delta r$  が 0 に近い値を示す。Ti 量がらさに増した試料 No 3 は、 $r$  値の面内異方性は試料 No 2 の場合と同じく II 型であるが、 $\bar{r}$  は No 1 および No 2 より高くなつており、すでに報告されているように Ti 添加によって  $\bar{r}$  値が改良されることがわかる<sup>3)10)11)</sup>。これら 3

Table 1. Chemical composition of steels (%).

| No | C     | Mn   | Si    | P     | S     | O     | N      | Ti    | Ti/C |
|----|-------|------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|------|
| 1  | 0.030 | 0.23 | <0.01 | 0.003 | 0.006 | 0.025 | 0.0016 | <0.01 | —    |
| 2  | 0.022 | 0.31 | <0.01 | 0.003 | 0.006 | 0.006 | 0.0020 | 0.11  | 5.0  |
| 3  | 0.024 | 0.29 | <0.01 | 0.003 | 0.006 | 0.007 | 0.0014 | 0.52  | 23   |
| 4  | 0.053 | 0.31 | <0.01 | 0.003 | 0.006 | 0.003 | 0.0016 | 0.07  | 1.3  |
| 5  | 0.056 | 0.30 | <0.01 | 0.003 | 0.006 | 0.005 | 0.0016 | 0.26  | 4.6  |
| 6  | 0.054 | 0.31 | <0.01 | 0.002 | 0.006 | 0.005 | 0.0014 | 0.52  | 9.6  |
| 7  | 0.12  | 0.30 | <0.01 | 0.003 | 0.006 | 0.006 | 0.0018 | 0.56  | 4.7  |
| 8  | 0.06  | 0.30 | <0.01 | 0.003 | 0.006 | 0.003 | 0.0015 | 0.35  | 5.8  |

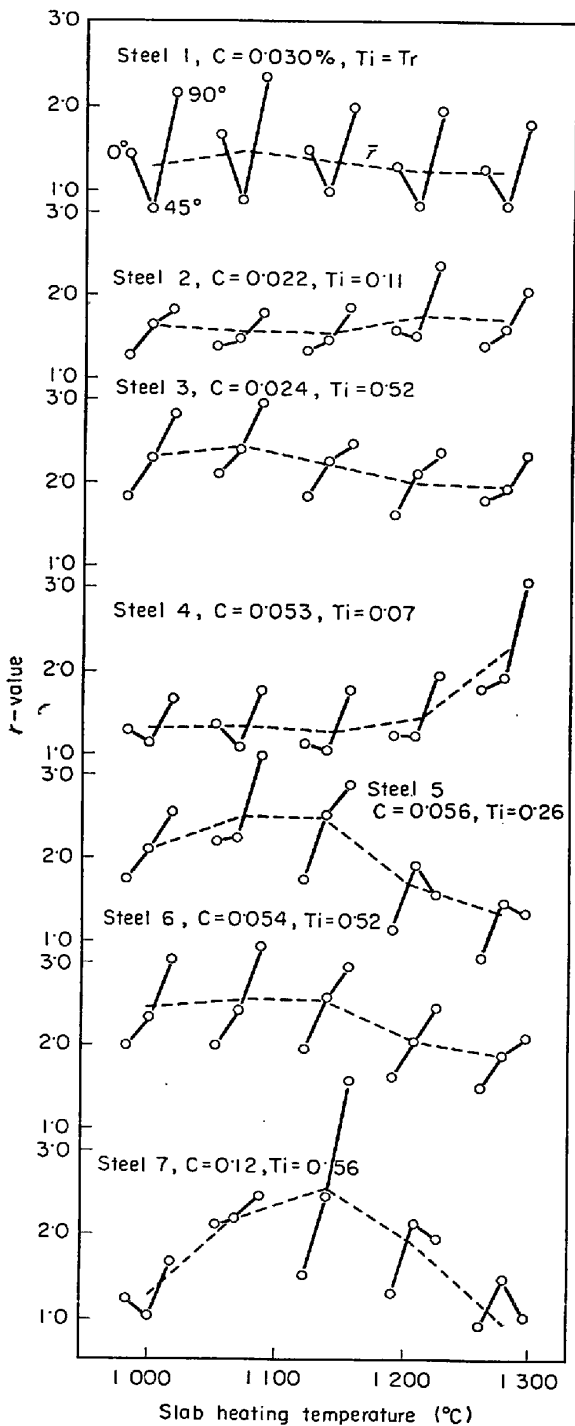


Fig. 1. Effect of slab heating temperature on  $r$  value of cold rolled sheets annealed at 750°C for 6 hr.

試料はいずれも熱延時のスラブ加熱温度による異方性の変化は小さい。

次にC量がやや高く、Ti量の少ない試料 No 4 では、熱延のスラブ加熱温度が低い場合は通常のTiのないときのI型の異方性に近いが、スラブ加熱温度が高くなるとII型の異方性に移行していく。この場合I型の異

方性を示していても  $\Delta r$  は試料 No 1 に比較してはるかに小さい。試料 No 4 とほぼ同じC量でTi量の増した試料 No 5 は、スラブ加熱温度の低い間はII型の異方性を示すが、温度が高くなると  $r_0 < r_{90} < r_{45}$  (III型) のI型とは逆の異方性を示すようになり、 $\bar{r}$  が低下する。さらにTiの多い試料 No 6 になるといずれもII型の異方性を示し全体に $\bar{r}$ が高くなっており、スラブ加熱温度の影響は高くなれば $\bar{r}$ がやや低下する程度で大きくない。Ti量は試料 No 6 とほぼ同じであるが、C量の多い試料で No 7 では、試料 No 5 と同じくスラブ加熱温度によって異方性は大きく変わり、温度が高くなるにしたがつてI型からII型、さらにIII型へと移行し、 $\bar{r}$ も大幅に変化して最高値を示すスラブ加熱温度が認められる。

試料 No 4, No 5 および No 6 の比較から、C含有量が約0.05%一定でTi添加量が変わった場合、Tiの少ないときはI型ないしはII型の異方性であつて $\bar{r}$ が低く、Tiが増して  $[\%Ti]/[\%C]$  が約4、すなわち原子濃度比が1に近くなると加熱温度の影響を大きく受け、低温ではII型、高温ではIII型の異方性を示し、さらにTiが高くなるとスラブ加熱温度の影響が小さくなり、いずれもII型の異方性を示し、 $\bar{r}$ が高くなるのがわかる。またTiが約0.5%一定でC量が変わった場合は、試料 No 3, No 6 および No 7 を比較すれば、C量が少ない間はII型の異方性でスラブ加熱温度の影響が小さく $\bar{r}$ が高いが、C量が多くなり  $[Ti]/[C]$  が4に近くなると  $r$  値の面内異方性はスラブ加熱温度により大きく変化しIII型の異方性が現われる。このスラブ加熱温度の影響は、試料 No 2, No 5 および No 7 の比較からTiおよびC量の高いほどその影響は著しいといえる。

このように冷延鋼板の  $r$  値面内異方性の変化におよぼすTi少量添加の効果は、C量によって大きく変動し、 $[Ti]/[C]$  が約4より小さい場合はI型ないしはII型の異方性を示し、Tiを添加しない場合よりも $\bar{r}$ を低くするが、 $[Ti]/[C]$  が4よりかなり大きいときはII型の異方性となり  $r$  が改良される。そして  $[Ti]/[C]$  が約4、すなわち原子濃度比で約1の場合はスラブ加熱温度によって異方性が大幅に変化している。

### 3.2 集合組織

上記の試料の代表的な集合組織を以下に示す。

まずTiを添加していない試料 No 1 の、冷延後の再結晶集合組織の一例としてスラブ加熱温度1210°Cのときの(200)極点図を Fig. 2 に示すが、通常の70~80%の冷間圧延したリムド鋼の集合組織と同様であり、スラブ加熱温度が変わってもほとんど変化しない。スラブ加熱温度1210°Cのときの冷延焼鈍板のX線反射強度の

Table 2. Intensity of X-ray diffraction peaks of cold rolled sheets ( $\times$  random).

| Condition                     | Annealed at 750°C |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       | As rolled |       |
|-------------------------------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------|-------|
|                               | 1                 | 4     | 5     |       |       |       | 6     |       |       |       | 5     |       |           |       |
| Steel No                      | 1                 | 4     | 5     | 5     | 5     | 5     | 6     | 6     | 6     | 6     | 6     | 5     | 5         |       |
| Slab heating temperature (°C) | 1 210             | 1 210 | 1 000 | 1 070 | 1 140 | 1 210 | 1 280 | 1 000 | 1 070 | 1 140 | 1 210 | 1 280 | 1 000     | 1 210 |
| {110}                         | 0.53              | 0.56  | 0.07  | 0.04  | 0.05  | 0.16  | 0.11  | 0.01  | 0.01  | 0.02  | 0.05  | 0.06  | 0.11      | 0.15  |
| {200}                         | 0.76              | 1.30  | 0.67  | 0.48  | 0.50  | 2.04  | 1.90  | 1.00  | 1.02  | 0.98  | 1.06  | 0.96  | 2.39      | 2.94  |
| {211}                         | 1.61              | 1.58  | 2.28  | 2.43  | 2.80  | 2.47  | 2.43  | 1.97  | 1.97  | 2.78  | 2.21  | 1.99  | 1.60      | 1.79  |
| {310}                         | 0.64              | 0.91  | 0.21  | 0.16  | 0.13  | 0.34  | 0.32  | 0.09  | 0.10  | 0.11  | 0.19  | 0.17  | 0.19      | 0.19  |
| {222}                         | 5.28              | 4.00  | 8.60  | 10.35 | 7.56  | 4.84  | 6.03  | 11.50 | 11.80 | 10.60 | 8.78  | 9.10  | 4.77      | 5.67  |
| {321}                         | 0.92              | 0.85  | 0.49  | 0.31  | 0.33  | 0.54  | 0.49  | 0.33  | 0.35  | 0.36  | 0.42  | 0.45  | 0.35      | 0.29  |
| {420}                         | 0.54              | 0.71  | 0.20  | 0.13  | 0.08  | 0.30  | 0.23  | 0.14  | 0.07  | 0.09  | 0.12  | 0.11  | 0.09      | 0     |
| {332}                         | 2.65              | 2.11  | 2.81  | 3.02  | 2.71  | 2.28  | 2.60  | 3.10  | 3.12  | 3.19  | 3.32  | 3.72  | 1.95      | 1.95  |
| {521}                         | 1.00              | 1.36  | 0.59  | 0.40  | 0.49  | 0.81  | 0.58  | 0.30  | 0.26  | 0.28  | 0.45  | 0.44  | 0.41      | 0.31  |
| {541}                         | 0.86              | 0.69  | 0.27  | 0.13  | 0.16  | 0.38  | 0.23  | 0.06  | 0.12  | 0.07  | 0.17  | 0.18  | 0         | 0     |
| {622}                         | 1.78              | 2.13  | 1.76  | 1.51  | 1.87  | 2.56  | 1.96  | 1.00  | 1.23  | 1.32  | 1.33  | 1.25  | 0.82      | 0.85  |
| {631}                         | 0.93              | 1.09  | 0.33  | 0.25  | 0.23  | 0.39  | 0.23  | 0.10  | 0.13  | 0.20  | 0.21  | 0.25  | 0.18      | 0.16  |

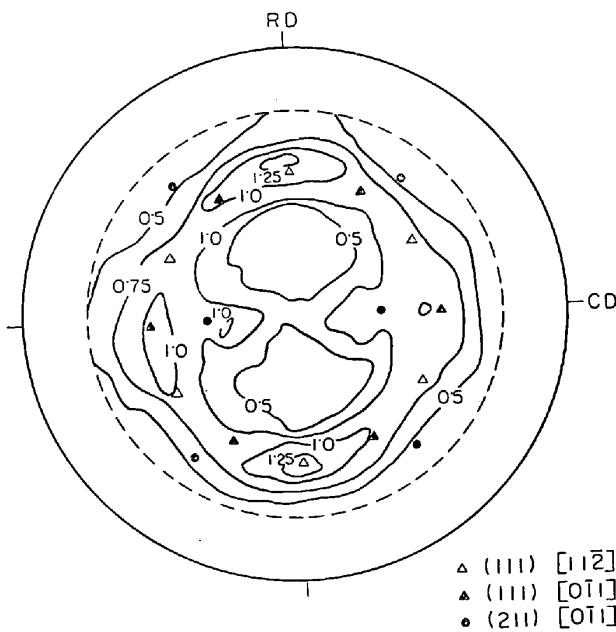


Fig. 2. (200) pole figure of steel 1, slab heated at 1 210°C on hot rolling, 75% cold rolled and annealed at 750°C for 6hr.

測定結果を Table 1 中に示しておく。

C量に比較して Ti 量の少ない試料 No 4 の、スラブ加熱温度 1 210°C のときの冷延焼鈍板の (200) 極点図を Fig. 3 に示す。Fig. 2 に比較すれば (511) [011] ないしは (311) [011] 方位への集積が認められ、冷間圧延のままの集合組織、すなわち (100) [011] 方位から [011] 軸のまわりに約 35° 回転する優先方位の系列が残っていると考えられる。一般に  $r$  値の高い鋼板は圧延面に平

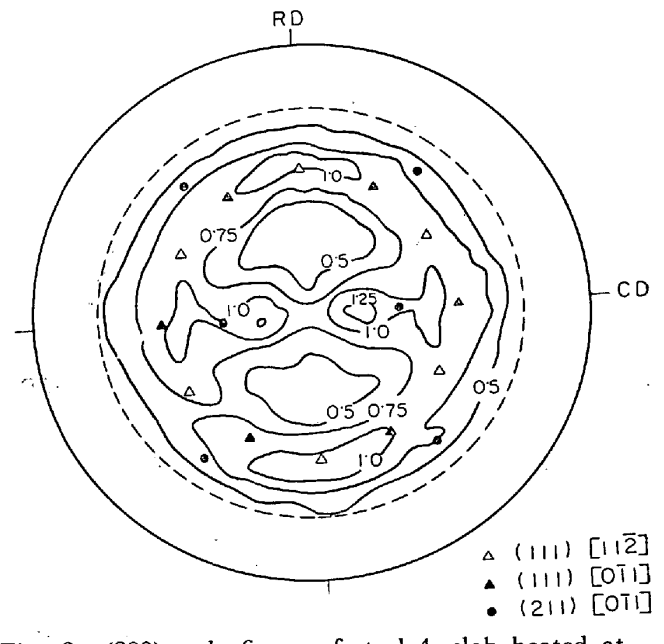


Fig. 3. (200) pole figure of steel 4, slab heated at 1 210°C on hot rolling, 75% cold rolled and annealed at 750°C for 6hr.

行な {111} 成分が多く、{100} 成分が少ないことが知られているが、試料 No 1 に比較して低い  $r$  値を示す試料 No 4 は Table 2 中に見られるように {200} 強度が高く {222} 強度が低くなっている。

[Ti]/[C] が 4 に近い場合の例として試料 No 5 のスラブ加熱温度 1 000° および 1 210°C のときの極点図をそれぞれ Fig. 4 および Fig. 5 に示す。スラブ加熱温度の低い 1 000°C のときは (111) [112] ((554) [225] または near (111) [112]) を主方位、(111) [011] を副方位

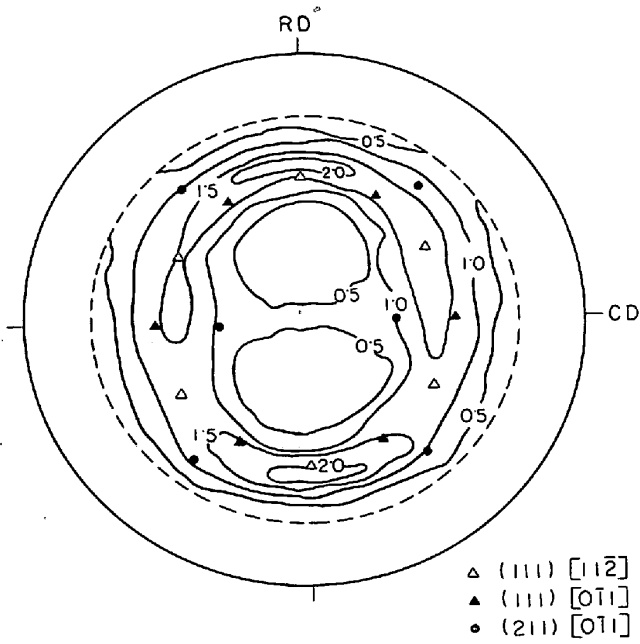


Fig. 4. (200) pole figure of steel 5, slab heated at 1000°C on hot rolling, 75% cold rolled and annealed at 750°C for 6hr.

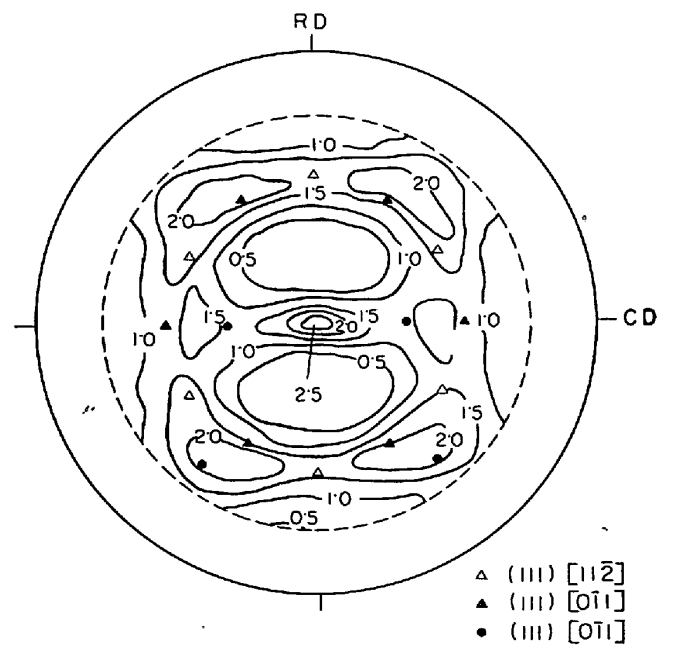


Fig. 6. (200) pole figure of steel 5, slab heated at 1210°C on hot rolling, 75% cold rolled.

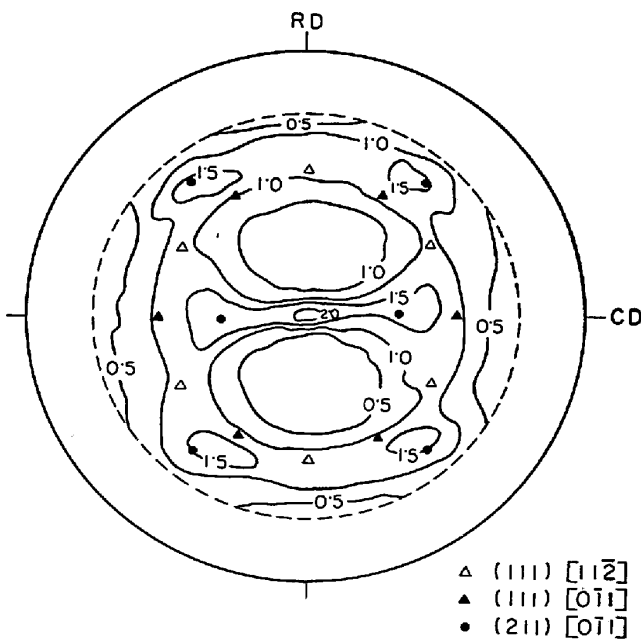


Fig. 5. (200) pole figure of steel 5, slab heated at 1210°C on hot rolling, 75% cold rolled and annealed at 750°C for 6hr.

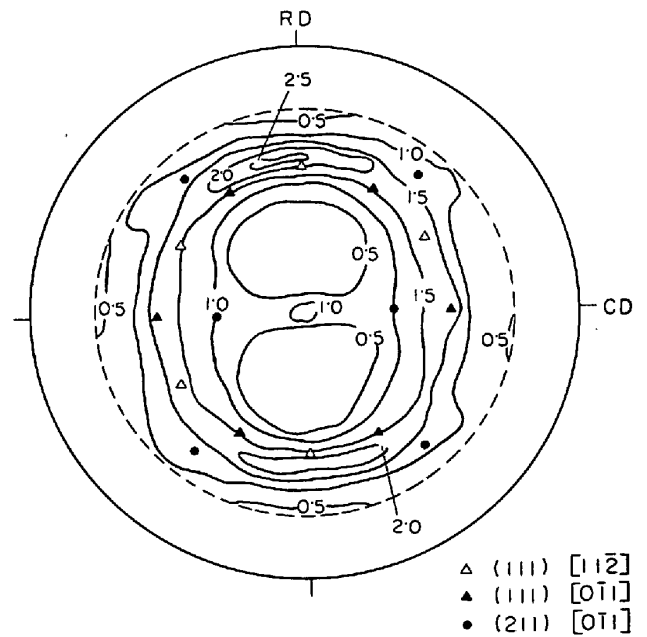


Fig. 7. (200) pole figure of steel 6, slab heated at 1210°C on hot rolling, 75% cold rolled and annealed at 750°C for 6hr.

とする {111} 成分の多い再結晶集合組織を示しているのに対し、スラブ加熱温度の高い 1210°C のときは Fig. 5 に見られるように (100) [010] 方位および (211) [011] 方位などへの集積が高く、集合組織は冷延のままの状態に近い。スラブ加熱温度上昇にともなう反射強度の変化は、Table 2 中に見られるように {200}, {110}, {310} などが加熱温度上昇により増加し、{222}, {332} などが

減少しており、{211} はほとんど変化しない。スラブ加熱温度 1070°C にて {200} が最低 {222} が最高の値を示し、これは  $\bar{r}$  が最高になる条件と一致する。なお試料 No 5 の冷延のままの集合組織の例としてスラブ加熱温度 1210°C のときの (200) 極点図を Fig. 6 に、加熱温度 1000°C および 1210°C のときの反射強度を Table 2 中にそれぞれ示すが、スラブ加熱温度による相違はほ

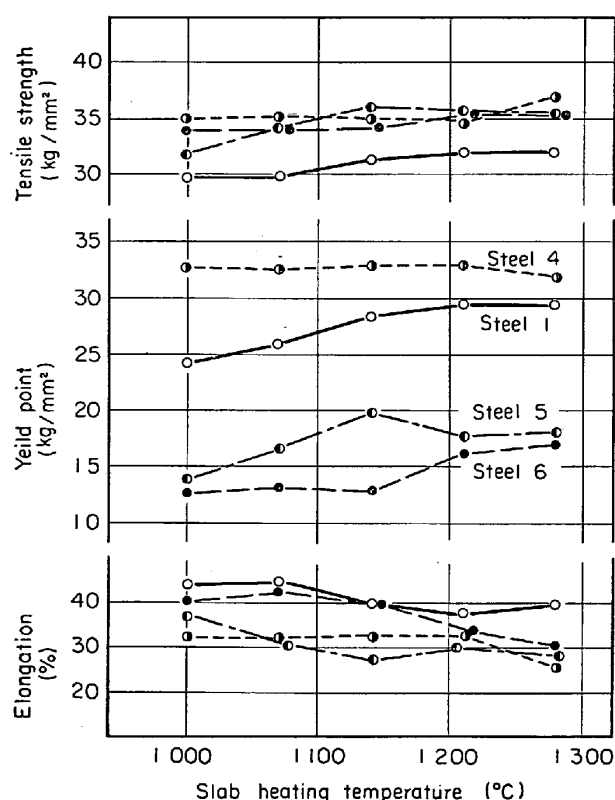


Fig. 8. Effect of slab heating temperature on mechanical properties of steel 1, 4, 5 and 6, 75% cold rolled and annealed at 750°C for 6 hr.

とんどなく、いずれも Ti を添加していない場合と同様な冷延集合組織であった。

C量に比し Ti 量の多い場合の再結晶集合組織の例として試料 No 6 のスラブ加熱温度 1210°C のときの極点図を Fig. 7 に示すが、試料 No 5 のスラブ加熱温度の低い場合に似た(111)[112]への強い集積のある組織が認められ、スラブ加熱温度が変化しても大きくは変わらない。反射強度の測定結果を Table 2 中に示すが、{222}強度はスラブ加熱温度が高くなるといくらか低下するけれども Ti を添加しないものより著しく高くなっている。

これらの集合組織と  $r$  値の面内異方性との関係を、Ti を添加していない試料 No 1 の場合に対比させてみると I 型の異方性ではあるが  $dr$  が小さく  $\bar{r}$  の低い試料 No 4 は {200} への集積がやや高く {222} が低い。II 型の異方性を示す場合は {110} やそれに近い {541}, {631}, {420} などへの集積が低く、{222} がやや高い。そして III 型を示す試料 No 5 のスラブ加熱温度の高い場合は {200}, {211} が高く、{222} が低く、(100)[011] や (211)[011] などへの集積が大きい。

### 3.3 引張り試験結果および顕微鏡組織

試料 No 1, 4, 5 および 6 におけるスラブ加熱温度

と引張り強さ、降伏点および伸びの関係を Fig. 8 に示す。これらの値は  $r$  の平均値と同じ方法による方向の平均値である。これから C 量をほぼ一定としたとき引張り強さは Ti 添加により 3~5 kg/mm<sup>2</sup> 上昇するが、本実験範囲での Ti 量の影響は小さいといえる。これに対し、降伏点は Ti 量により大きく異なり、[Ti]/[C] が約 4 より小さい場合は Ti を添加しないものより高くなるが、約 4 より大きい場合は逆に大幅に低下している。また伸びはスラブ加熱温度によりやや異なるが、Ti 添加によりいつたん低下し Ti が増すと高くなっている。全般にスラブ加熱温度が上昇すると引張り強さおよび降伏点が上がり、伸びが低下するようである。

これら 4 種の試料の焼鈍後の顕微鏡組織の例としてスラブ加熱温度が 1000°, 1140° および 1280°C の場合を Photo. 1 に示す。Ti を添加しない試料 No 1 は粒径 20~80  $\mu$  程度の等軸粒であるが、Ti を添加した場合は C 量およびスラブ加熱温度により組織が異なる。

[Ti]/[C] が小さい試料 No 4 は結晶粒が微細で展伸粒が多く、スラブ加熱温度が高くなると粗くなっている。試料 No 2 の場合もこの No 4 と似ているが、展伸度が大きい。試料 No 5 は結晶粒がこれより大きく、スラブ加熱温度が変わっても粒度はあまり変わらない。温度が高くなると粒界が乱れてくるが、一応再結晶は完了しているようである。[Ti]/[C] が大きい試料 No 6 はスラブ加熱温度が低いとき等軸粒であるのに、温度が高くなると展伸粒となるが、このような変化は試料 No 3 においても認められた。

アルミニウムキルド鋼の場合、展伸粒組織が現われる製造条件と高い  $\bar{r}$  値を得る製造条件とが一致しているが、この Ti 添加の場合、試料 No 4 では展伸粒でも  $\bar{r}$  値は低く、試料 No 5 は熱延のスラブ加熱温度により  $\bar{r}$  値が大きく変わり  $r$  値の面内異方性も変化するにもかかわらずいずれも展伸粒である。試料 No 6 は  $\bar{r}$  値は高いが等軸であり、スラブ加熱温度が高くなり展伸粒になると  $\bar{r}$  値は逆に低下する。したがって結晶粒の形状と  $\bar{r}$  あるいは  $r$  値の面内異方性は直接関係はないといえる。

### 3.4 Ti 析出物の分析

Ti を添加すると熱延のスラブ加熱温度により冷延焼鈍板の  $r$  値の面内異方性、 $\bar{r}$  値、集合組織、ミクロ組織などが大きく変化するのはこの温度範囲における Ti の挙動が影響していると予想された。固溶 Ti そのものの影響は Ti のオーステナイトおよびフェライト領域における溶解度が本実験の添加量範囲より十分大きいのであまり考えられず、成分的に存在しうる TiN, TiS, TiO などの析出物は N, S および O 量が少なく、その上本実

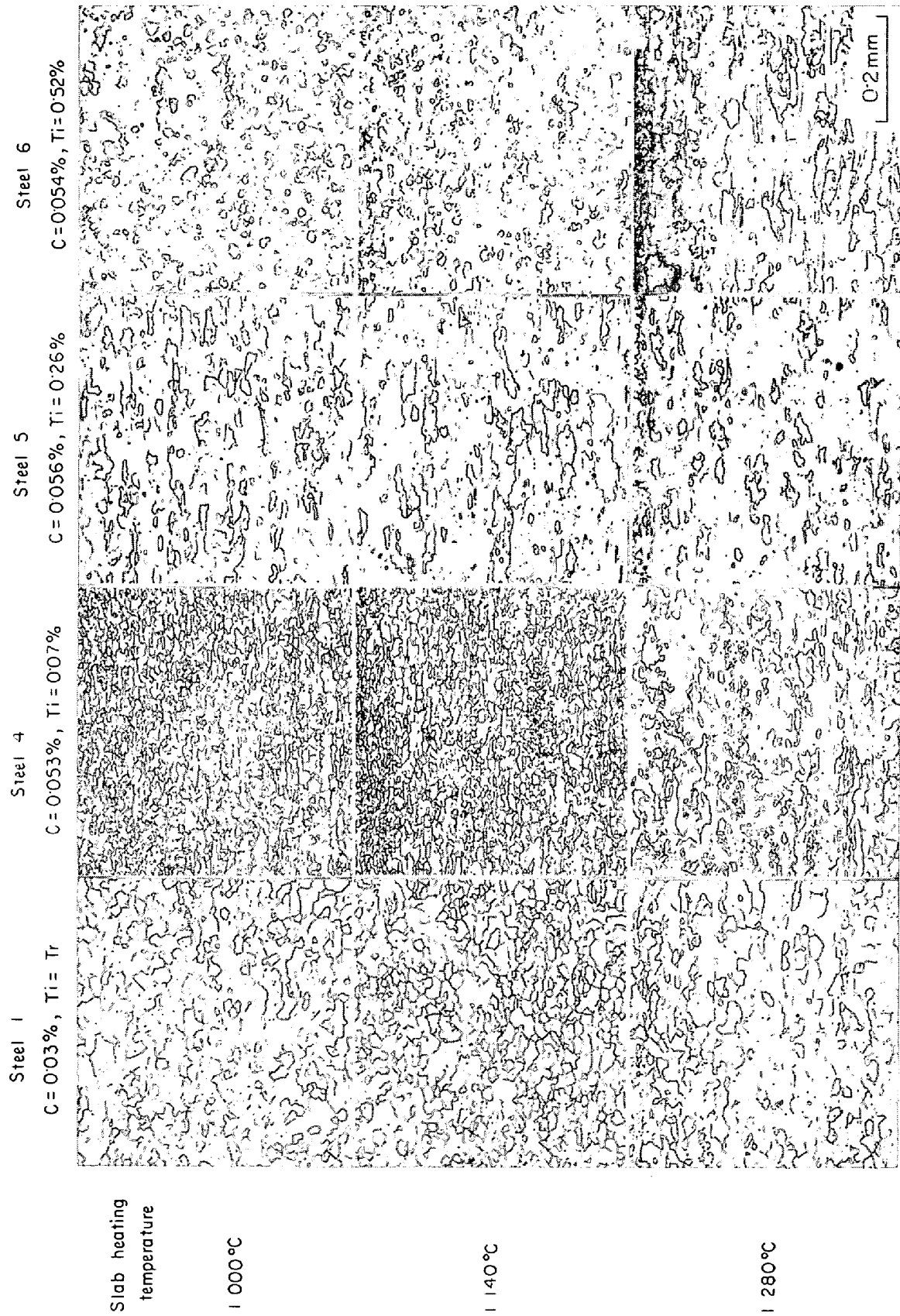


Photo. 1. Microstructures of cold rolled sheets annealed at 750°C.

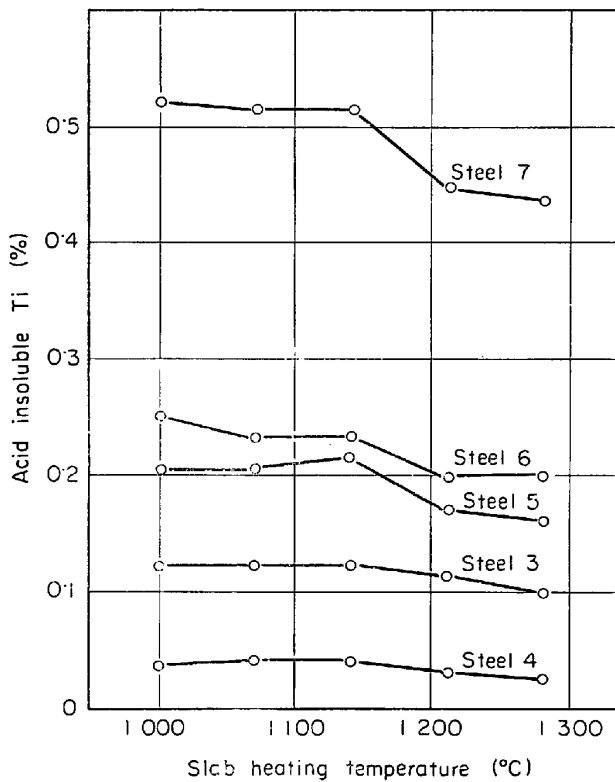


Fig. 9. Effect of slab heating temperature on acid insoluble Ti in hot rolled steels.

験のスラブ加熱温度範囲では比較的安定であり、影響は小さいと推定される。そして上記の結果に見られるように Ti 添加の効果が C 量によつて変化し、しかもスラブ加熱温度の範囲で固溶、析出量が変化する点で、TiC の挙動が大きく影響していることは容易に推察できる。

そこでこの TiC の析出状態を知る目的で、冷延前の熱延板について 6N-HCl による抽出残渣中の Ti を分析した結果を Fig. 9 に示すが、Ti 量の多い試料 No 3 が Ti の少ない No 5 よりも低く、試料 No 3, 6 および 7 を比較すると Ti がほぼ一定でも C 量が多くなれば析出物中の Ti が増すことから、これらの析出物は TiC が主であり、Ti および C 量のいずれかが高いほど多くなることがわかる。またスラブ加熱温度が高くなるといずれの試料も酸不溶 Ti の減少が認められる。

熱延板の析出物を抽出レプリカにより電子顕微鏡観察を行なった結果では、スラブ加熱温度が低い場合は析出物の大きさが  $0.1 \sim 0.5 \mu$  程度であるのに対し、加熱温度が高くなると  $0.04 \sim 0.06 \mu$  ないしはそれ以下の微細な析出物となっている。これらの析出物の量や大きさは Ti 量や C 量によつて異なる。析出物のスラブ加熱温度による相違の観察例は、後述の試料 No 8 における Photo. 3 に示すとおりである。Fig. 9 においていずれの試料もスラブ加熱温度上昇により酸不溶性の減少が認め

られるのは、固溶 TiC の増加のほかに、析出物が微細化により抽出不能あるいは酸に溶解しやすくなったことによる可能性がある。

#### 4. 等温焼鈍による再結晶挙動の検討

Ti の少量添加により通常の冷延鋼板とは異なつた種々の  $r$  値の面内異方性あるいは再結晶集合組織が現われることは以上に示したとおりであるが、その代表的なものは Fig. 4 に示す  $(111)[11\bar{2}]$  を主方位とする集合組織の II 型の  $r$  値面内異方性を示す場合および Fig. 5 に示す冷延のままに近い優先方位を持つ III 型の異方性を示す場合の 2 種である。この 2 種の集合組織は  $[Ti]/[C]$  が原子濃度比で 1 に近い組成であれば同一試料においてスラブ加熱温度を変えることによつて得られる。そこで試料 No 8 を用いスラブ加熱温度が異なる場合の再結晶挙動と集合組織に関して 2, 3 の検討を行なつた。

##### 4.1 硬さおよび顕微鏡組織の変化

試料 No 8 のスラブ加熱温度  $1000^\circ$  と  $1250^\circ$  の熱延板を 75% 冷延加工し、塩浴炉を用いて等温焼鈍を行ない硬さの変化を調べた結果を Fig. 10 に示す。スラブの加熱温度が  $1000^\circ$  の場合に比較して、 $1250^\circ$  の場合は軟化が著しく遅れており、たとえば  $760^\circ$  の焼鈍で、熱延時の加熱温度が  $1000^\circ$  では 1 min でほぼ軟化が完了しているのに対し、 $1250^\circ$  では 16hr 後もま

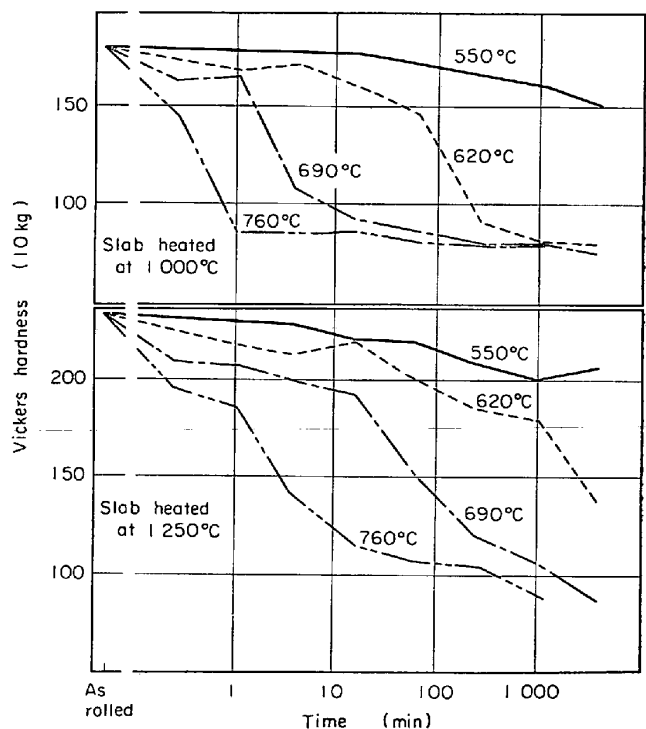


Fig. 10. Change in hardness of 75% cold rolled steel 8 during isothermal annealing.



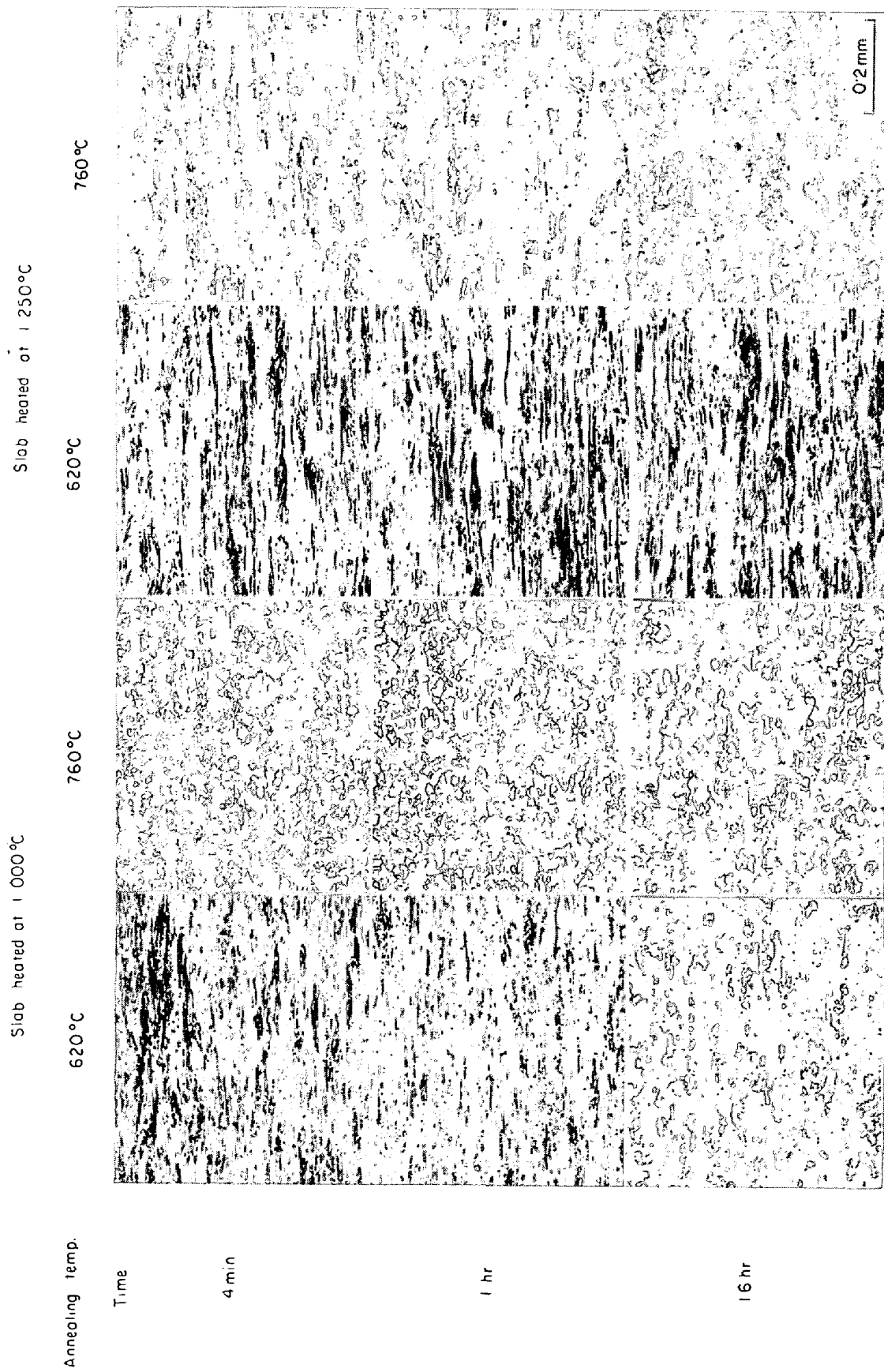


Photo. 2. Microstructures of 75% cold rolled steel 8 isothermally annealed.

だ完全に軟化していない。また冷延のままの状態における硬さは  $1250^{\circ}\text{C}$  のほうが高い。通常のリムド鋼では  $550^{\circ}\text{C}$  で 10 min 以上加熱すればほとんど完全に軟化するが、この Ti 添加材はスラブ加熱温度が  $1000^{\circ}\text{C}$  の場合でも  $550^{\circ}\text{C}$  の焼鈍では 64hr 保持してもわずかし軟化せず、再結晶が著しく阻害されている。そして熱延時のスラブ加熱温度を変えればさらに阻害の度合いが異なることがわかる。

等温焼鈍中の顕微鏡組織の変化の一例を Photo. 2 に示す。スラブ加熱温度  $1000^{\circ}\text{C}$  の場合は再結晶粒は等軸であるが、 $1250^{\circ}\text{C}$  の場合は展伸粒となる、この  $1250^{\circ}\text{C}$  加熱の場合、高温長時間の焼鈍で硬さが最低値に達したと考えられる状態でも粒界の乱れが認められる。顕微鏡観察から再結晶率の変化を測定してみた結果を Fig. 11 に示すが、一般に認められているのと同様硬さの変化よりやや遅れる傾向がある。

#### 4.2 析出物の状態

焼鈍途中のものについて 6N-HCl による抽出残査中の Ti の分析を行なった。焼鈍温度  $620^{\circ}\text{C}$  の場合と  $760^{\circ}\text{C}$  の場合の結果を Fig. 12 に示すが、焼鈍前の状態においてはスラブ加熱温度が  $1250^{\circ}\text{C}$  の高温の場合には  $1000^{\circ}\text{C}$  の低温の場合に比較して抽出残査中の Ti が低いことは先の実験結果と同様である。析出物の分散状態

の抽出レプリカによる観察結果を Photo. 3 に示すが、焼鈍前の状態ではスラブ加熱温度  $1000^{\circ}\text{C}$  のとき  $0.1 \sim 0.3 \mu$  程度の析出物が散在しているのに対し、 $1250^{\circ}\text{C}$  加熱では  $0.01 \sim 0.06 \mu$  の微細な析出物が分散している。焼鈍時間の経過とともに抽出残査中の Ti は増加し、スラブ加熱温度  $1000^{\circ}\text{C}$  の場合は大きな析出物のほかに、地の部分に微細な析出物があらわれ、 $1250^{\circ}\text{C}$  加熱の場合は析出物が全体に粗大化してくる。これらの現象は焼鈍温度が高く、時間の長いほど顕著になる。析出物の電子線回折結果では TiC または TiN に相当する回折像が現われ、いずれとも区別はできなかつたが、成分的に見て TiC が主と考えられた。

熱延板について内部摩擦測定を行なった結果は、いずれのスラブ加熱温度の場合も固溶 C および N は検出できなかった。したがって、熱延板にて C がほとんど析出してしまつているとすれば、電子顕微鏡では観察不能で、分析も困難な、いわゆる pre-precipitation cluster のような微細な TiC が冷延の前にすでに存在しており、冷延後の焼鈍の過程でこれらが凝集し、検出可能な大きさになつていくと推定される。このように、熱延時のスラブ加熱温度は、電子顕微鏡などで検出可能な析出物の大きさや分布を変えるばかりでなく、pre-precipitation cluster の量や分布にも影響をおよぼすと考えられ、抽出残査中の Ti の少ないことからスラブ加熱温度の高いほど冷延前の熱延板中にこのようなものが多く存在すると推定される。

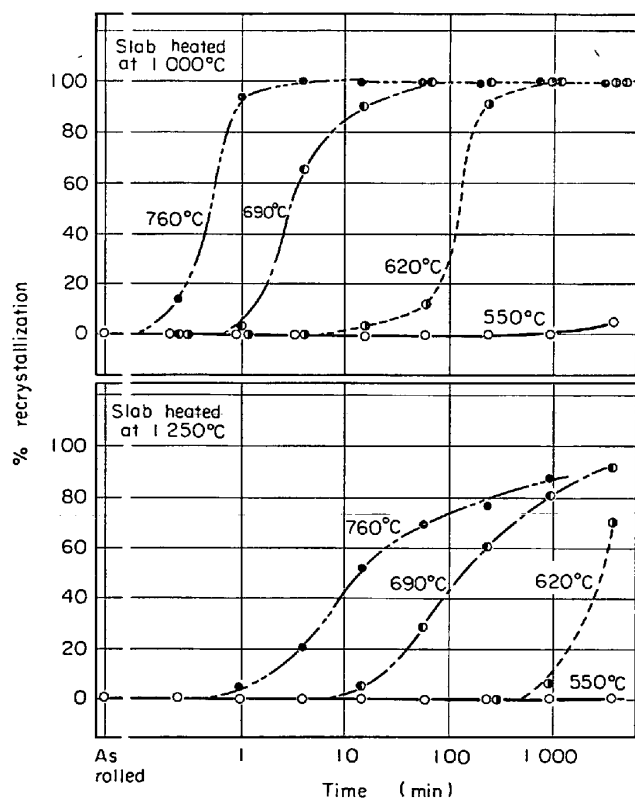


Fig. 11. Recrystallization of 75% cold rolled steel 8 during isothermal annealing.

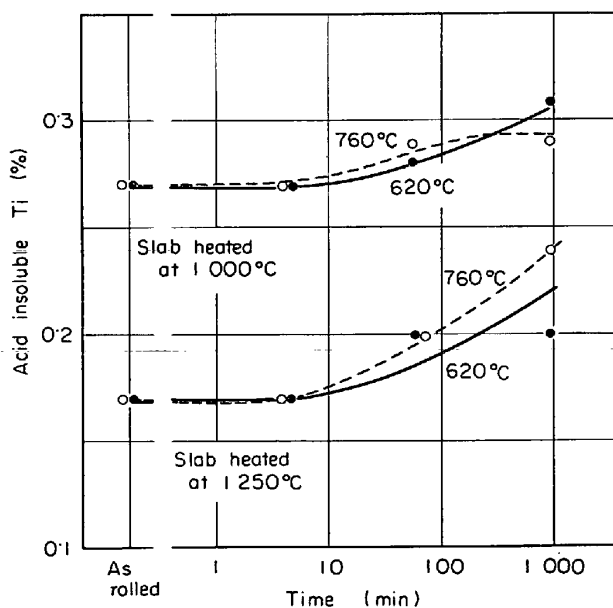


Fig. 12. Change in acid insoluble Ti of 75% cold rolled steel 8 during isothermal annealing at  $620^{\circ}$  and  $760^{\circ}\text{C}$ .

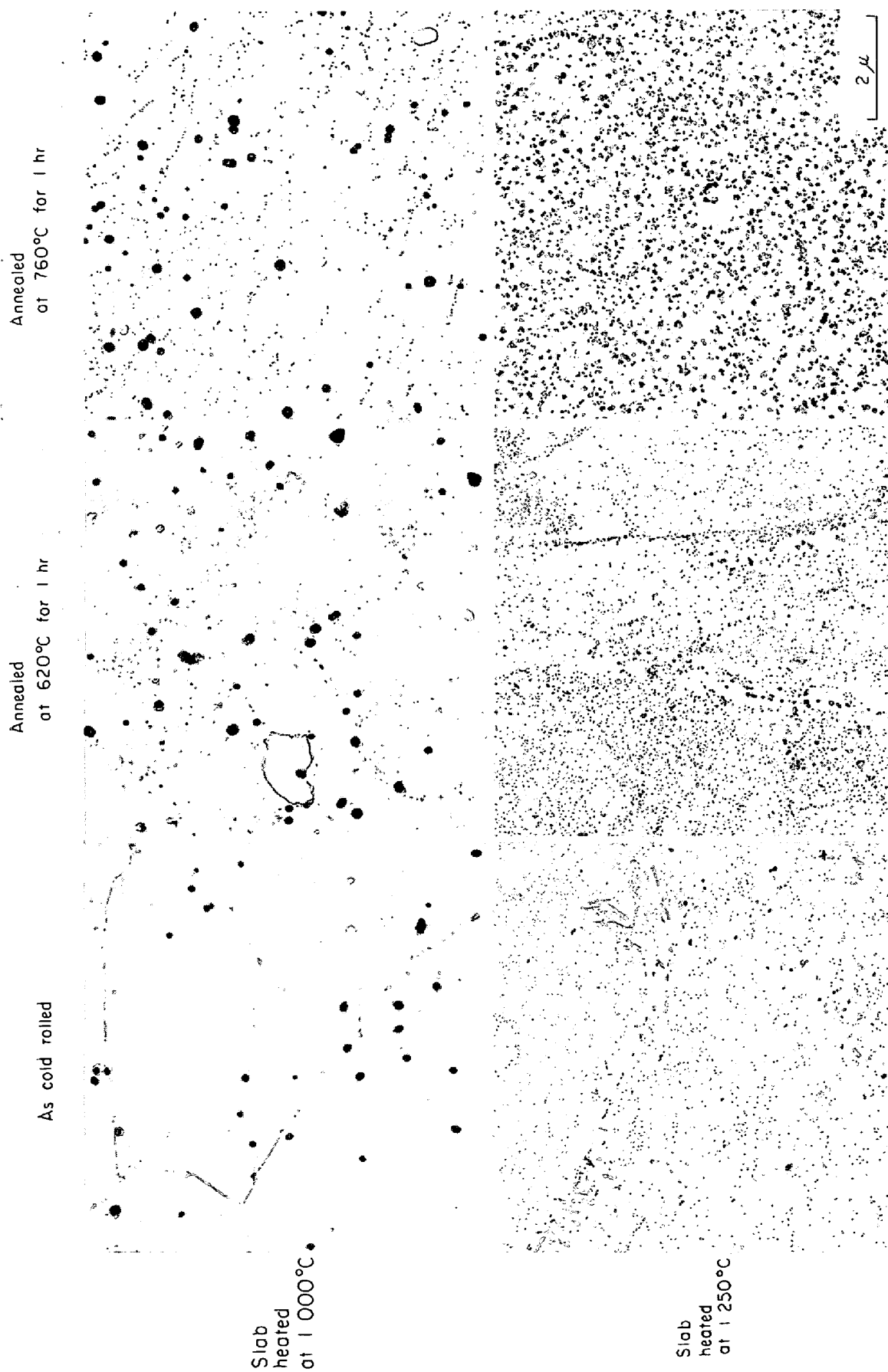


Photo. 3. Extraction replicas of 75% cold rolled steel 8.

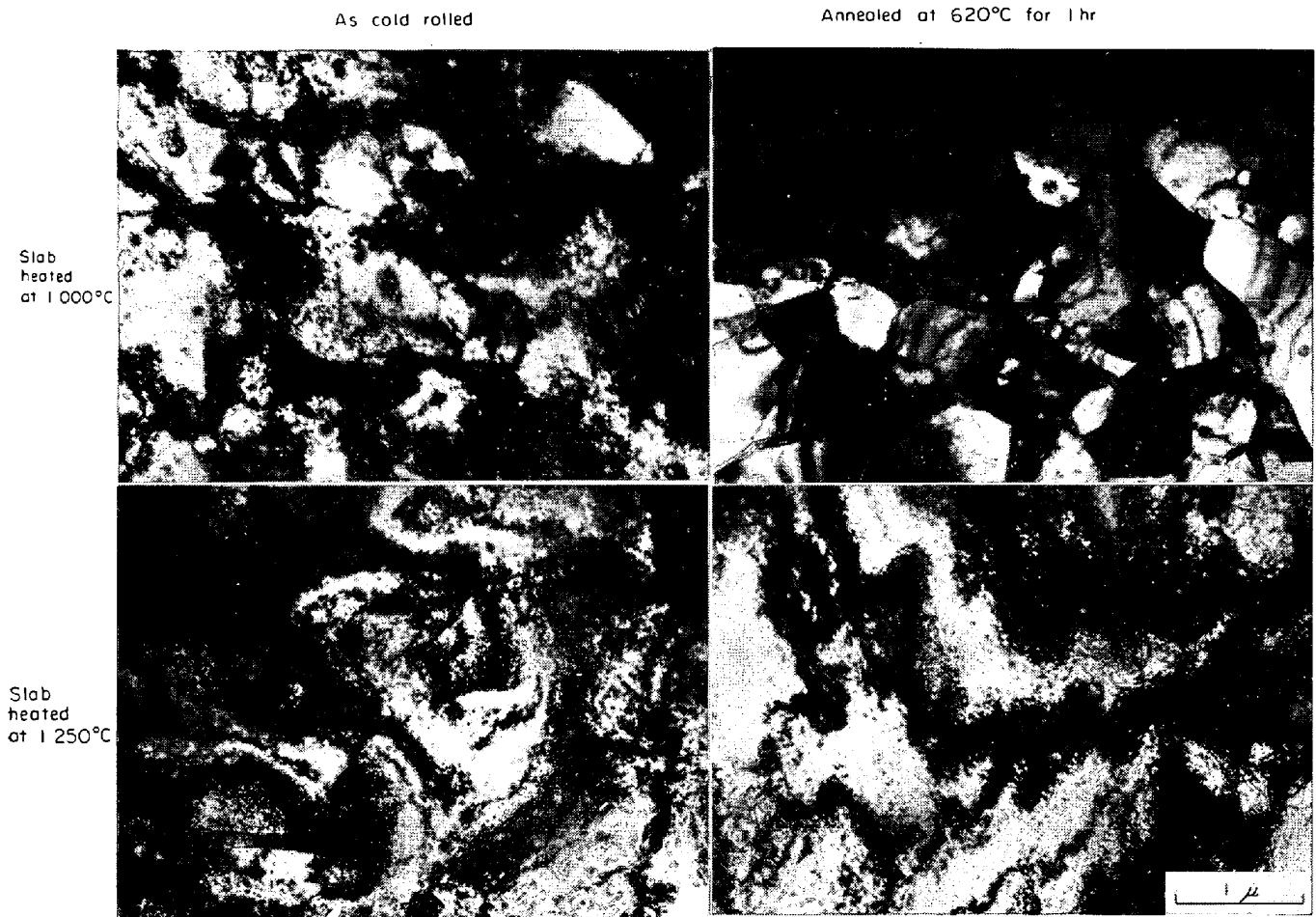


Photo. 4. Electron transmission micrographs of 75% cold rolled steel 8.

#### 4.3 薄膜の直接観察結果

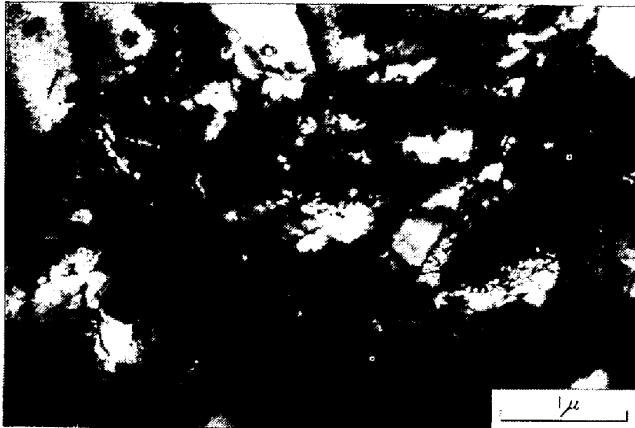
再結晶の進行の障害の原因を知るため薄膜により直接観察を行なった観察結果の例を Photo. 4 に示すが、冷延のままの状態では、Ti を添加しない場合に比較してセル構造がやや不明りようであり、スラブ加熱温度 1000 のものより 1250°C のほうがこの傾向は強いようであった。620°C にて 1 hr 焼鈍後の観察例では、スラブ加熱温度 1000°C の場合は回復のかなり進行した部分が多く転位密度の低いサブグレインが見出されるのに対し、スラブ加熱温度 1250°C の場合はほとんどの部分が加工のままの状態に近く、転位の再配列も始まっていないようであった。

スラブ加熱温度 1000°C の場合、620°C で 64hr 焼鈍後の光学顕微鏡観察からは再結晶が完了しているように見えるが、直接観察では Photo. 5 (a) に示すように、再結晶粒に接して回復がまだ十分完了していない部分が残っていることが認められる。スラブ加熱温度 1250°C の場合の 760°C、4 hr 焼鈍後の例を Photo. 5 (b) に示すが、再結晶粒に接した未再結晶部は転位の再配列さ

えほとんど起こっていないものから再結晶核を形成しつつあるものまで様々であった。これらの再結晶粒および未再結晶部の方位を電子線回折により調べたが、これら隣接各部の方位は種々のものがあり、調査範囲内では特定の方位が他の方位より優先的に回復、再結晶するとは判定できなかった。このように再結晶の進行は回復の過程で転位の再配列が阻止され遅滞しているといえるが、さらに後出の Photo. 6 に例示するように粒成長の過程においても粒界移動が析出物によつて阻害されていることが観察される。

#### 4.4 集合組織の変化

$\tau$  および  $r$  値の面内異方性に関係ある低指数の代表的な面として、圧延面に平行な {200}, {222}, {110} および {211} の 4 つの面について等温焼鈍中の X 線反射の積分強度比を測定した。620°C 焼鈍の場合 Fig. 13 をに示すが、スラブ加熱温度 1000°C では焼鈍時間の経過とともに {222} の強度が増加し、{200}, {110} および {211} が減少する。そして {222} および {110} は焼鈍時間が 15 min を越えると大きく変化するのに対し、{200} および



(a) Annealed at 620°C for 6hr; slab heated at 1000°C



(b) Annealed at 760°C for 4hr; slab heated at 1250°C

Photo. 5. Electron transmission micrographs of unrecrystallized regions in 75% cold rolled steel 8 after annealing.

{211} は 1 hr 以上で大幅な変化を生じており、等温焼鈍時の反射積分強度の変化する時期が面によつて異なっている。スラブ加熱温度が 1250°C の場合は {110} が焼鈍時間 4 hr を越えると減少しはじめるのに対し、他の面は 64hr 焼鈍で若干低下する程度でほとんど変化が見られない。

760°C 焼鈍の場合を Fig. 14 に示すが、スラブ加熱温度 1000°C のものは短時間で変化が完了し、その後はほとんど変わらない。そして {222} は増加し、他の面はいずれも減少する点は 620°C 焼鈍のときと同様であるが、強度のレベルは異なる。スラブ加熱温度が 1250°C のものでは、いずれの面も焼鈍により減少するが、変化の開始時期および強度の最低値に達する時間は {110} が最も速く、{200} および {211} は強度の減少が 16hr の焼鈍時間中継続している。これに対し、{222} は 15 min で強度の最低値に達するがその後増加して行く傾向が認められる。

回復の進行の目安としてそのさいの回折線のライン

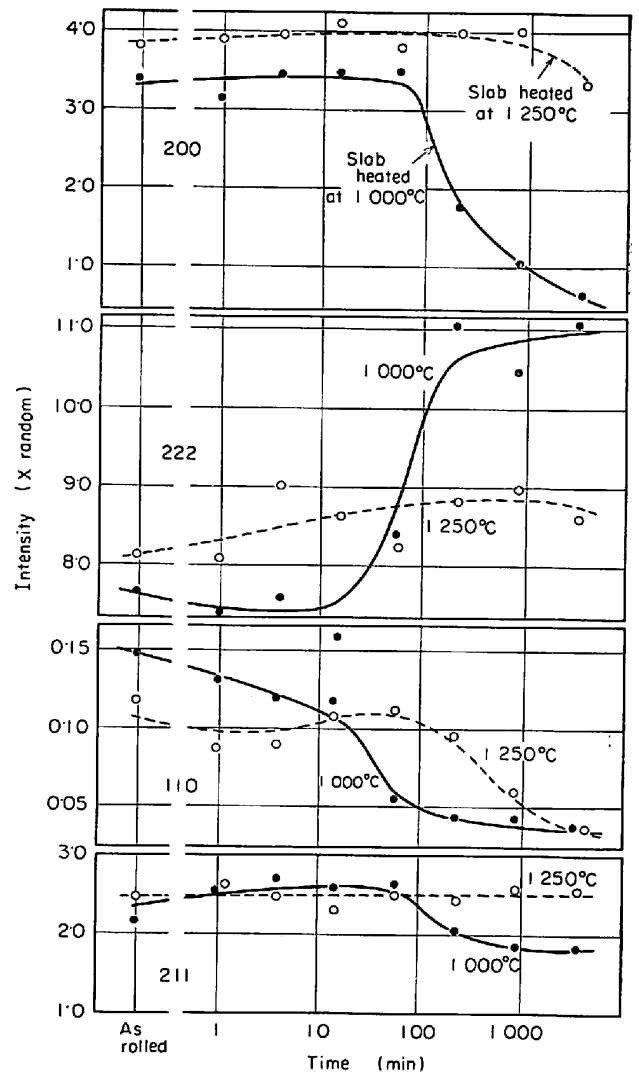


Fig. 13. Change in X ray reflection intensities of 75% cold rolled steel 8, isothermally annealed at 620°C.

プロフィールから幅拡がり率変化を調べた<sup>12)13)</sup>。測定の方法は  $K_{\alpha_1}$  と  $K_{\alpha_2}$  の反射の分離度を利用し、 $K_{\alpha_1}$  のピーク強度  $I_{\max}$  と  $K_{\alpha_1}$  と  $K_{\alpha_2}$  のピーク間の最少値  $I_{\min}$  を測定して

$$B = (I_{\min} - I_b) / (I_{\max} - I_b)$$

を求め、( $I_b$  はバックグラウンド)、冷延のままの  $B$  を  $B_C$ 、スラブ加熱 1000°C で 760°C 焼鈍により  $B$  がほぼ一定値になったときの値を  $B_R$  として、焼鈍途中の場合の  $B$  から回折線の幅拡がり率を次式により求めた。

$$\text{幅拡がり率} = (B - B_R) / (B_C - B_R) \times 100$$

この回折線の幅拡がり率の変化を Fig. 15 に示す。これから同一焼鈍温度であればスラブ加熱温度 1250°C の場合は 1000°C に比較していずれの面についても回復の進行が遅れることがわかる。また面によつても回復の速さが異なり、{110} が最も速く回復し、次いで {222}、{211}

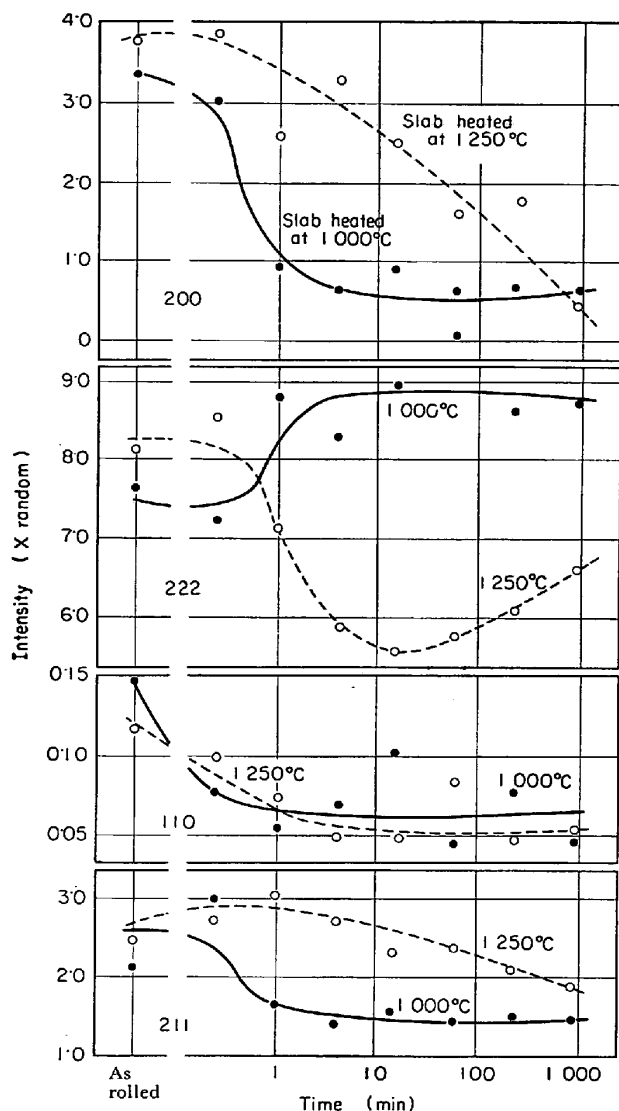


Fig. 14. Change in X-ray reflection intensities of 75% cold rolled steel 8, isothermally annealed at 760°C.

および{200}の順になつており、{110}および{222}に比較して{211}および{200}はかなり遅れる。

焼鈍温度 620°C ではいずれの面も時間の経過とともに徐々に回復が進行しており、スラブ加熱温度 1000°C の冷延板の{110}面を除いてはいずれも 64hr 後もまだ完全には回復が完了してないようである。そしてスラブ加熱温度 1000°C の場合、各面の積分強度は焼鈍時間 10~100 min の間で大きく変化したが、これに対応するような幅拡がり率の大幅な変化は認められない。

焼鈍温度 760°C では、{110}および{222}はいずれも比較的短時間で回復が完了しているが、スラブ加熱温度 1250°C の場合、{211} および{200}は回復がかなり遅れる。そしてスラブ加熱 1250°C の場合、{222}は焼鈍時間 15 min を越えると回復は完了してしまうが、Fig.

14に示した積分強度はこの後で増加しはじめている。

このように同一焼鈍温度において、回折の幅拡がり率から推定した面による回復の速さの相違は、積分強度の変化時期の面による順位とほぼ一致するが、多くの場合幅拡がり率が 0 になる前に積分強度の変化がはじまっている。

冷延のままの板の極点図は Fig. 6 のものと大差はなく、Ti 添加の影響およびスラブ加熱温度の影響は明りようには認められない。等温焼鈍後の板の極点図の例として 620°C, 64hr 後の場合を Fig. 16 および Fig. 17 に、760°C, 16hr 後の場合を Fig. 18 および Fig. 19 にそれぞれ示す。620°C, 64hr 焼鈍後の場合、スラブ加熱温度 1000°C では (111)[11 $\bar{2}$ ] に集積の高い集合組織であるのに対し、スラブ加熱 1250°C のものは冷延のままに近い集合組織を示す。しかし 760°C, 16hr 焼鈍ではいずれも Fig. 4 に似た (111)[11 $\bar{2}$ ] の優先方位を有する集合組織となる。この Fig. 16, 18 および 19 に見られる集合組織は、先の実験で示したように、 $r_0 < r_{45} < r_{90}$  すなわち I 型の面内異方性を示す  $\bar{r}$  の良好なものであり、Fig. 17 に見られる冷延の方位の残った集合組織は通常  $r_0 < r_{90} < r_{45}$  の III 型の面内異方性を示すものである。このようにスラブ加熱温度 1250°C の場合、焼鈍温度を高くし十分長時間保持すると 1000°C の場合と同様な再結晶集合組織を示すようである。

## 5. 考 察

### 5.1 集合組織と面内異方性

通常の冷延鋼板に現われる代表的な優先方位と  $r$  値の面内異方性の関係は、単結晶モデルによる計算結果によれば<sup>14)</sup>、(1) (111) 面方位の場合面内異方性が小さく、(2) (100)[01 $\bar{1}$ ] および (211)[01 $\bar{1}$ ] は逆 45° 異方性すなわち III 型の異方性となり、(3) (110)[001] では正 45° 異方性すなわち I 型の異方性が強くあらわれることが示されている。通常の冷延加工度 70% 前後のリムド鋼焼鈍板の場合、I 型の面内異方性を示すが、(110)[001] は弱くこの計算結果からは十分説明できない。しかし Ti 添加により III 型の異方性を生ずる場合は (100)[011] および (211)[01 $\bar{1}$ ] 近傍への集積が強く、上記の計算結果と定性的に一致する。II 型の異方性を示す集合組織は、Ti を添加しない I 型の異方性を示す集合組織と比較すれば{110}が非常に低く{200}が相対的に高い。このことは I 型を示す要因の減少および III 型を示す要因の増加が II 型を示す結果になると考えられ、単結晶モデルによる関係は多結晶の場合にも適用できるようであり、 $r$  値の面内異方性と集合組織の関係を定性的に説明でき

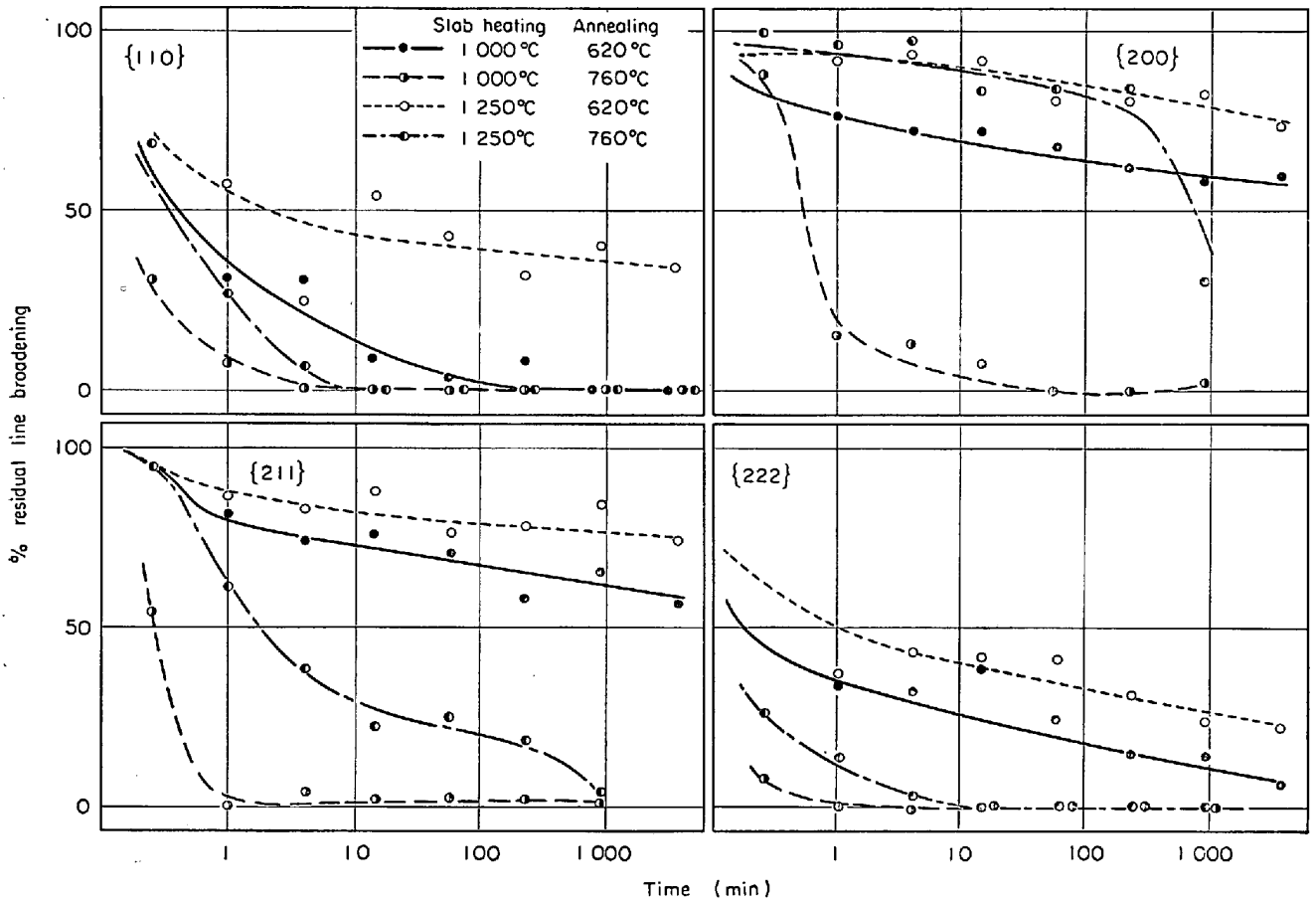


Fig. 15. Change in line broadening of X-ray reflections of 75% cold rolled steel 8 during isothermal annealing.

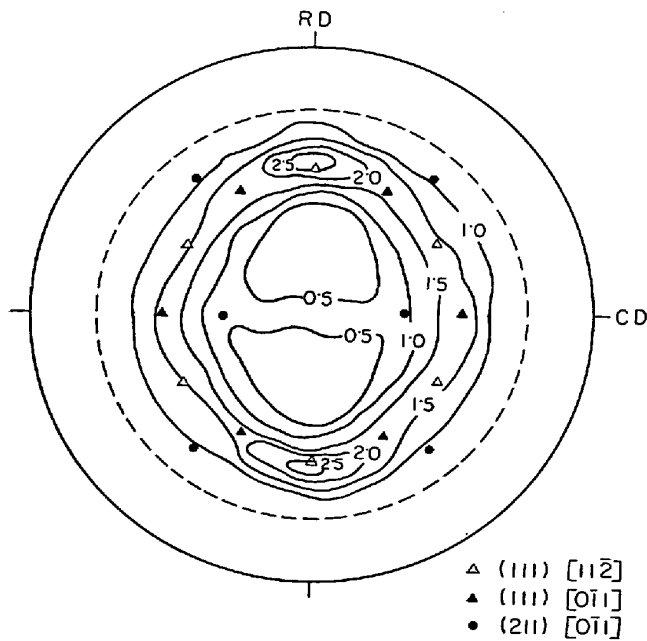


Fig. 16. (200) pole figure of steel 8, slab headed at 1000°C on hot rolling, 75% cold rolled, and annealed at 620°C for 64hr.

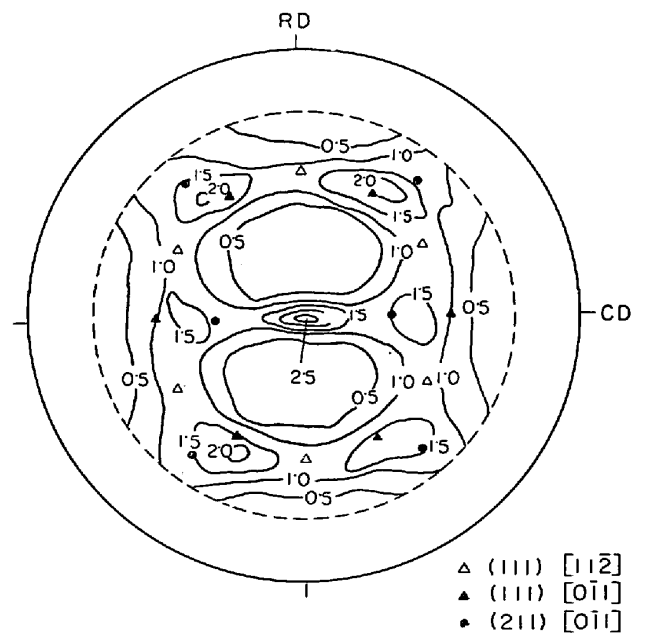


Fig. 17. (200) pole figure of steel 8, slab heated at 1250°C on hot rolling, 75% cold rolled and annealed at 620°C for 64hr.

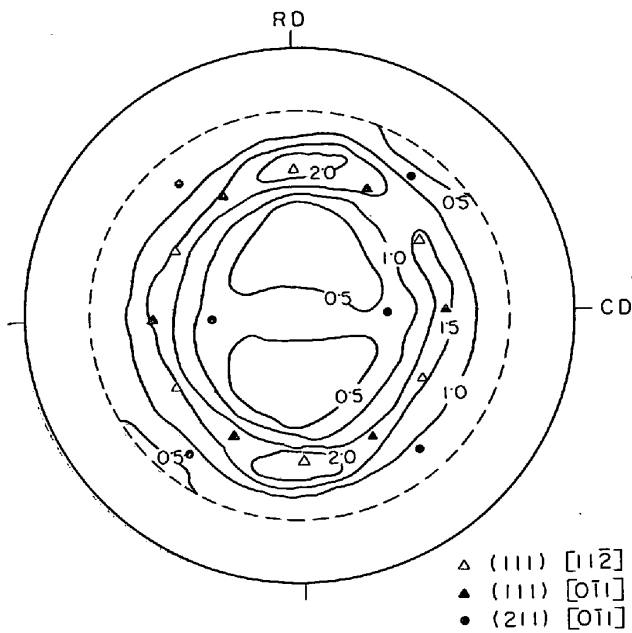


Fig. 18. (200) pole figure of steel 8, slab heated at 1000°C on hot rolling, 75% cold rolled and annealed at 760°C for 16hr.

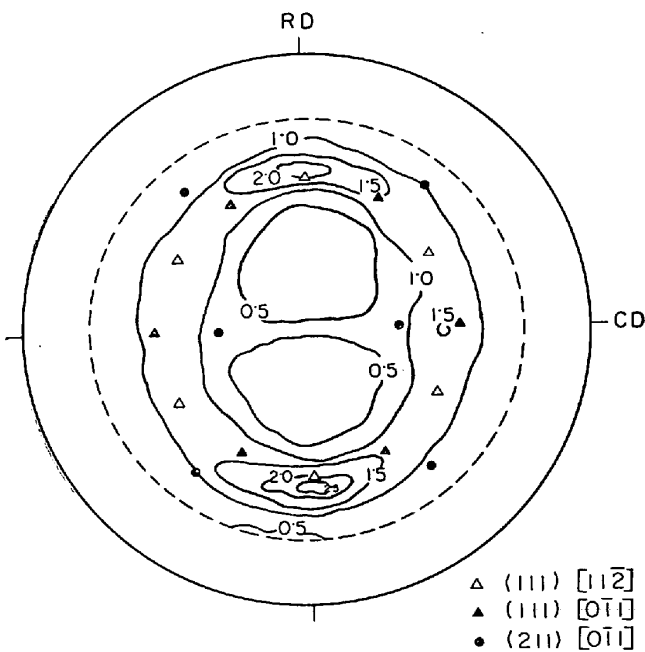


Fig. 19. (200) pole figure of steel 8, slab heated at 1250°C on hot rolling, 75% cold rolled, and annealed at 760°C for 16hr.

る。したがってこの Ti 添加によつて現われる冷延鋼板の種々な  $r$  値の面内異方性は集合組織の変化によることがわかる。

### 5.2 スラブ加熱温度と TiC の固溶

熱延時のスラブ加熱温度が TiC の析出状態、さらには冷延後焼鈍時の再結晶挙動に影響することがわかったが、この TiC の析出、分散状態にスラブ加熱時の TiC

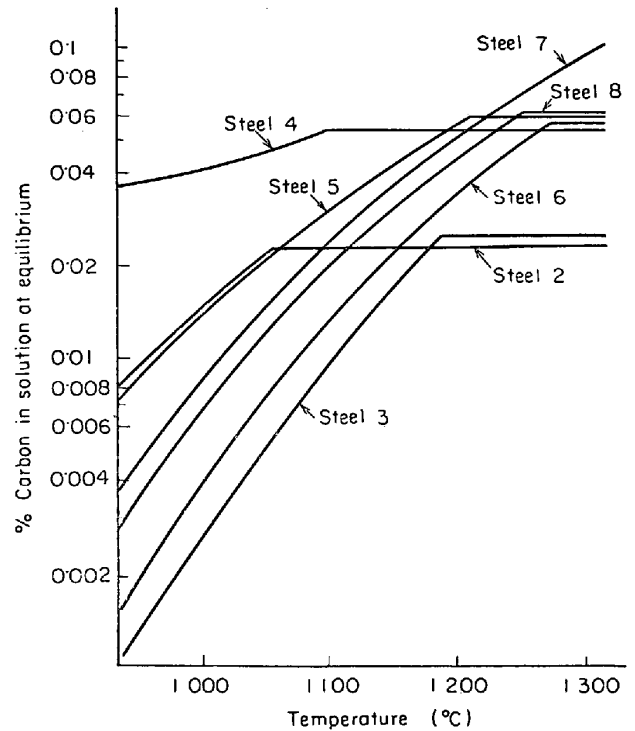


Fig. 20. Calculated solubility of carbon in steels.

固溶量に関係していることは容易に推察される。そこでスラブ加熱時の TiC の固溶状態を推定するため、オーステナイト中の TiC の平衡溶解度積<sup>15)</sup>

$$\log K = -10300/T + 5.12$$

から本実験に用いた各試料の加熱時の C の平衡固溶量を計算した結果を Fig. 20 に示す。これは Ti および C の分析値から計算したもので、Ti および C はすべて TiC の固溶、析出に参与していると仮定し、TiS, TiN, TiO などの存在は無視した。試料 No 4 の場合は Ti に比し C が過剰に存在するため、固溶 C は高くても TiC の固溶量は低いが、他の試料ではいずれも Ti が過剰に存在するので固溶 C はそのまま TiC の固溶量に対応するとみてよい。

スラブ加熱時にほぼ固溶、析出の平衡状態に達していると仮定すれば、この図から試料 No 2, No 3 および No 4 は、本実験の範囲内では固溶量変化の幅、あるいは固溶している TiC の量が少ないため、スラブ加熱温度の影響が小さいと考えられる。[Ti]/[C] が 4~5 の試料 No 5 および No 7 は、スラブ加熱温度による  $r$  値面内異方性や  $\bar{r}$  の大幅な変化が TiC の固溶量変化に対応しており、固溶 C 量が約 0.01% 以下では通常の I 型の異方性、0.01% から約 0.04% の範囲では II 型の異方性で  $\bar{r}$  が高く、0.04% 以上では III 型の異方性を示すというように大略区分できる。しかし C 量に比較して Ti の多い試料 No 6 では、固溶 C 量が大きく変化し、



高温では試料 No 5 や No 7 と同程度の TiC が固溶するにもかかわらず  $r$  値の面内異方性は常に II 型で III 型は現われず、 $\bar{r}$  もあまり変化しない。この場合固溶量増加によると思われる変化は結晶粒が等軸粒から展伸粒に変化する点である。C を少なくして Ti を相対的に多量に添加すると {111} 面強度の大きい  $\bar{r}$  の高い冷延鋼板が得られるが、この場合 TiC の固溶あるいは析出量のほかに過剰の Ti の存在が TiC の大きさや分散を再結晶時の {111} の発達に好ましい状態にするためであろう。

このようにスラブ加熱温度により TiC の固溶量は大きく変化し、組成によつてこれが冷延焼鈍板の再結晶集合組織その他の性質に影響をおよぼすと考えられるが、単に熱延時のスラブ加熱時の TiC の固溶量、あるいはそれ以降の工程で析出する TiC の量だけですべて冷延焼鈍後の  $\bar{r}$  や集合組織が決まるものではないといえる。

### 5.3 再結晶の阻害

純鉄あるいは軟鋼に少量の Ti を添加すると再結晶温度が著しく高くなること<sup>16)17)</sup>は以前より知られているがその理由についてはほとんど明らかにされていない。再結晶温度を上昇させる原因の一つに Ti 原子の固溶が考えられるが、オーステナイトおよびフェライトへの限界固溶量を下まわる添加量で、スラブ加熱温度により再結晶温度が変化する現象をこれからは説明できない。しかしこのスラブ加熱温度の範囲で TiC の溶解度が大幅に変化し、析出物の大きさや分布状態が変わっている点から、析出物の存在も再結晶温度の上昇に大きく影響していると考えられる。

再結晶温度あるいは再結晶集合組織に影響をおよぼす析出物は通常非常に微細なものとされており<sup>18)</sup>、冷延前の熱延板中にすでに析出している場合と、冷延後の焼鈍再結晶の過程で析出する場合の二通りが考えられる。特有の再結晶集合組織が微細な析出物の影響によるとされているアルミニウムキルド鋼では、冷延の前には固溶して焼鈍の過程で AlN が析出するようにしなければその効果のないことはよく知られており、焼鈍時の昇温条件によつて再結晶集合組織は大幅に変化する<sup>19)</sup>。また Cu 添加の場合も冷延前の固溶、焼鈍時の析出により通常とは異なつた再結晶集合組織が現われ、再結晶温度が上昇する<sup>6)7)</sup>。しかし、極低炭素鋼への Ti 添加による  $r$  値の向上効果は焼鈍時の昇温速度にはほとんど影響されず<sup>11)</sup>、再結晶集合組織の (111) [11 $\bar{2}$ ] 優先方位は 50°C/hr で昇温しても<sup>10)</sup>、本実験のように加熱した炉への投入あるいは塩浴炉使用によつても同様に現われる。これは Ti 添加の効果が析出物の作用であるとすれば、析出の

時期が再結晶の進行と無関係であることを示す。また再結晶の進行に影響をおよぼす微細析出物が TiC であり、AlN のように冷延前の熱延板中に固溶しているとすれば、固溶 C が存在するはずであるが内部摩擦の測定結晶では固溶 C も N も検出できなかった。さらに、冷延加工の前に微細な析出物が緻密に、均一に分布している場合、冷延加工後の転位が比較的均一に分散しセル構造が発達しがたいとされているが<sup>18)</sup>、Ti 添加材の冷延状態の薄膜直接観察結果はセル構造がやや不明りようで転位がかなり分散していた。これらの事実は、再結晶温度を高くし再結晶集合組織に影響をおよぼすのに有効な微細析出物が、冷延前の熱延板中にすでに析出していることを示していると考えざるをえない。

再結晶途中の薄膜直接観察から Ti の添加は、転位の再配列を著しく阻害し、回復を遅らせていることが認められたが、これは一つには上記の微細析出物が転位の移動を拘束しているためと考えられる。このような回復の遅滞は核生成頻度を低下させ再結晶を遅らせる原因となるが、さらに再結晶核成長の過程において、微細析出物は粒界の移動を阻害する。析出物が粒界移動を阻害している観察例として試料 No 5 のスラブ加熱温度 1210°C の場合の、冷延焼鈍後 III 型の異方性を示したのみに見出された未再結晶部を Photo. 6 に示す。ZENER のモデルにしたがえば<sup>20)</sup>、析出物の粒界の拘束力はその量に比例し半径に反比例するが、スラブ加熱温度 1250°C の場合の熱延板は 1000°C の場合に比較し、抽出レプリカ観察による析出物は微細である。さらに内部摩擦測定で固溶 C が検出できないにもかかわらず、スラブ加熱温度が高い場合抽出残査中の Ti が少ないことは、電子顕微鏡



Photo. 6. Electron transmission micrograph showing inhibition of grain boundary migration by precipitates. Steel 5, slab heated at 1210°C, hot rolled at 980°C, cold rolled 75% and annealed at 750°C for 6hr.

や分析で検出できない、いわゆる pre-precipitation cluster がより多く存在すると考えられる。したがって熱延時のスラブ加熱温度を高くすることは、熱延板中の析出物、すなわち転位の移動を拘束し、粒界移動の阻に効果の大きい微細析出物を増加させ、それによつて冷延加工後の再加熱温度を高くするといえよう。

以上のように Ti 添加による再結晶温度上昇の原因は Ti 原子の固溶もあるが、冷延前の熱延板中に存在する微細な析出物による再結晶時の転位の移動の拘束および粒界移動の阻害によると考えられる。一方この微細析出物ないしは pre-precipitation cluster は、焼鈍の過程において凝集、粗大化が認められるが、転位の拘束力および粒界移動の拘束力は析出物の粗大化にともない低下するであろう。したがって微細析出物の拘束力が非常に強い場合、析出物凝集が回復および再結晶の進行を律速している可能性もある。

#### 5.4 III 型の面内異方性を示す再結晶集合組織

Fe-0.8 Cu 合金において Cu を冷延前には固溶させておき、焼鈍の過程で析出させると、再結晶後も冷延の集合組織が残る事実を LESLIE が報告しているが<sup>7)</sup>、試料 No 5 および No 7 のように  $[Ti]/[C]$  が約 5 で Ti も C も多く、スラブ加熱温度の高い場合、冷延後の 750°C、6 hr 焼鈍後でも冷延の集合組織が残存しており、III 型の面内異方性を示した。このような焼鈍後の冷延集合組織の残存の理由は二つ考えられ、一つは通常の再結晶集合組織の形成が析出物などによつて阻害され、冷延の方位のままいわゆる recrystallization in situ のような機構で再結晶した場合であり、もう一つは再結晶が完全に終わっていない場合である。

Ti 添加において III 型の異方性を示す場合はいずれも再結晶が著しく阻害される製造条件のものであり、光学顕微鏡観察や機械的性質の測定からは一見再結晶が完了しているように思われたが、薄膜の直接観察からは未再結晶部の存在が認められた。その一例は Photo. 5 に示したとおりである。これから III 型の異方性は主として再結晶が完全に終わっていないことによる冷延集合組織の残存のためではないかと思われる。

通常リムド鋼の再結晶過程を特定方位の面について、回折線幅拡がりおよび積分強度の変化で追跡した場合、幅拡がり率がほとんど 0 まで低下してしまつた後、積分強度の変化が始まると推定され<sup>21)</sup>、これは回復が完了後再結晶核の成長が始まることに対応していると考えられる。しかしながら Ti 添加の場合、たとえばスラブ加熱温度 1000°C の、620°C 焼鈍における積分強度の変化と幅拡がり率の変化を Fig. 13 および Fig. 15 から比較し

てみると、積分強度はある時期に顕著に変化するのに対し、幅拡がり率にはそれに対応する変化は認められず、時間とともに徐々に低下しているだけである。これは回復が完了する前に再結晶核の成長が始まり、再結晶がかなり進んだ後でも未回復部が残ることを示していると考えられ、再結晶粒の粒界が転位の再配列のまだ完了していない未回復の部分に接している薄膜の直接観察結果と一致している。そしてこれらの結果は再結晶が不均一に進行し、少数の成長可能な再結晶核が未回復部へ、主に粒界移動によつて成長していくという過程で進行することを示しているように思われる。

このように、焼鈍後の冷延集合組織の残存は、転位の移動および粒界移動の著しい阻害によつて、全体の回復が完了する前に一部では粒成長が進むという不均一な状態で再結晶が進行し、硬さおよび光学顕微鏡観察では再結晶が完了しているようでも実際には未再結晶部が残っていることが一つの原因であるといえよう。スラブ加熱温度 1250°C の場合、620°C、64hr 焼鈍後の光学顕微鏡観察結果では、かなり再結晶が進んでいるように見えるが、集合組織は Fig. 17 に示したようにほとんど冷延のままである。しかし同じ冷延材を 760°C で 16hr 焼鈍すると Fig. 19 に示すように、スラブ加熱 1000°C の場合と同様な (111)[11 $\bar{2}$ ] 優先方位を持つ集合組織となる。これから、III 型の異方性の、冷延方位の残つた再結晶集合組織を示す場合、さらに長時間または高温で焼鈍を行なえば、II 型の異方性の (111)[11 $\bar{2}$ ] 優先方位になると考えられる。しかし、焼鈍温度の低い場合、著しい再結晶阻害による冷延方位のままの再結晶も同時に起こっている可能性もあり、この点については今後の検討を要する。

#### 5.5 II 型の面内異方性を示す再結晶集合組織

II 型の面内異方性を示す Ti 添加冷延鋼板の再結晶集合組織の特徴は、同様な条件で作られた Ti を添加しない軟鋼、ないしは普通のリムド鋼冷延板の場合と比較すると、(111)[11 $\bar{2}$ ] 優先方位が顕著で板面に平行な {111} 面強度が高く、{110} が著しく低いことである。また {112} は Ti を添加しない場合と同程度で {100} はやや高い。そして C 量をできるだけ低くし、Ti を添加すると {111} 面強度の高い  $r$  値の高い II 型の面内異方性を示す鋼板が得られる。このような Ti 添加によつて得られる特有の再結晶集合組織の成因について二、三の推察を行なつてみることにする。

武智らは多結晶体の極軟鋼を 70% 冷間圧延したときの板面に平行な面の歪エネルギーの差を回折線幅拡がりから測定し、{110} > {111} > {211} > {100} の順になるこ

とを報告している<sup>22)</sup>. そして歪の多いところが優先的に回復し、再結晶核になるという CAHN の考え方<sup>20)</sup>を適用し、冷延の優先方位に対する再結晶後の  $\{110\}$  の増加および  $\{100\}$  の大幅な減少を説明しようとしている.

本実験の場合、冷延の加工度は 75% で、等温焼鈍における回折線幅拡がりには、Fig. 15 にみられるように、 $\{110\}$  と  $\{222\}$  は場合により順位が入れかわるが、 $\{110\} \approx \{222\} > \{211\} > \{200\}$  の順に大幅な減少が起こっており、武智らの歪エネルギー順位と大略一致する. またこれら各面の積分強度変化は、Fig. 13 および Fig. 14 に見られるように大幅な変化の開始時期がこの順位に一致している. したがって歪エネルギーの高い面が優先的に回復し、再結晶がはじまるという考え方に合っており、その順位も一致している. ところが得られた再結晶集合組織は、武智らの結果あるいは通常のリムド鋼と異なり、 $\{110\}$  が著しく低く  $(111)[11\bar{2}]$  優先方位のものである.

冷延の集合組織内の方位成分と、再結晶集合組織内の主要な方位成分との間には、一般に次のような関係のあることが知られている<sup>20)</sup>.

| 冷延方位                             | 再結晶方位   |
|----------------------------------|---|
| (1) $\{111\}\langle 112 \rangle$ | $\{110\}\langle 001 \rangle$ , $\{111\}\langle 011 \rangle$   |
| (2) $\{111\}\langle 011 \rangle$ | $\{111\}\langle 011 \rangle$ , その他  |
| (3) $\{211\}\langle 011 \rangle$ | $\{111\}\langle 112 \rangle$ (near $\{111\}\langle 112 \rangle$ )<br>または $\{554\}\langle 225 \rangle$ |

武智らの冷延時の板面に平行な面の歪エネルギー順位にしたがえば、 $\{110\}$  は最も早く回復し再結晶核ができる. しかし、70~75%の冷延圧下率のとき、板面に平行な  $\{110\}$  は他の  $\{111\}$ ,  $\{112\}$  および  $\{100\}$  などと比較して非常に少なく、その上冷延のままの板の  $\{110\}$  面からできた再結晶核の方位はすべて同じとは考えられない. したがってリムド鋼における再結晶時の  $\{110\}$  の増加は、冷延組織中の  $\{110\}$  からの回復、核成長もあろうが、多くは次の歪エネルギー順位でしかも圧倒的に多く存在する  $\{111\}\langle 112 \rangle$  から生ずる  $\{110\}\langle 001 \rangle$  によつていと推定される. そして歪エネルギー順位および上記その他の方位回転関係などの要因によりリムド鋼の再結晶集合組織が形成されるのであろう.

これに対し、Ti 添加の場合は、(1) 微細析出物存在のため、転位の再配列および粒界移動が阻害され、再結晶核の生成頻度が低下すること、(2) 前述の ZENER のモデルあるいはこれを発展させた久保寺らの計算<sup>24)</sup>によれば、微細に分散した析出物は、大傾角粒界の移動を強く抑制し、in situ 的な再結晶を優先させること、(3) このような微細析出物は焼鈍の過程で、凝集、粗大化が進

むので、転位および粒界の拘束力は焼鈍の進行にしたがって減少していくと推定されること、などの点でリムド鋼と異なっている. そして回復および再結晶は次のような過程で進行するのではないかと思われる.

まずリムド鋼と同様加工組織の  $\{110\}$  が他より早く回復し始めるが、微細析出物の存在により in situ 的に核生成する傾向が強いとすれば、存在量が非常に少なく同じ方位の領域がせまいため、成長しうる再結晶核の大きさに達するものが制限されその上大傾角粒界の移動が拘束される. したがって、回復は早くても再結晶の初期は増加しえない. これに対し、次のエネルギー順位の  $\{111\}$  は存在量のはるかに多いので in situ 的な核生成では、生成しうる核の生成頻度が  $\{110\}$  の同じ体積に対するより高く、できた核はより速く成長すると考えられる. さらに、 $\{111\}\langle 112 \rangle \rightarrow \{110\}\langle 001 \rangle$  の関係にある再結晶が大傾角粒界の移動によつて進行するとすれば、微細析出物の存在はこのような粒界移動を強く抑制するので  $\{110\}$  は増加しえない. そして初めに回復した  $\{110\}$  は結局は  $\{111\}$  など他方位の大きな結晶粒に吸収されてしまう. このような理由で、再結晶集合組織の  $\{110\}$  が著しく低くなると推測される.

$(111)[0\bar{1}1]$  に比較して  $(111)[11\bar{2}]$  のほうが集積が高い理由は一つには冷延組織中の  $(111)[11\bar{2}]$  が高いことがあるかも知れない. さらにまた  $\{111\}$  に引き続いて進行する  $\{211\}$  の回復、核生成および成長は、 $\{110\}$  や  $\{111\}$  の場合に比較して析出物がかなり凝集粗大化してくるため、in situ 的なもののほかにある程度の大傾角粒界移動が加わり、 $\{211\}\langle 011 \rangle \rightarrow \{111\}\langle 112 \rangle$  の再結晶が進み、これによつて  $(111)[11\bar{2}]$  への集積が高くなることも考えられる.

最も回復、再結晶の遅れる  $\{100\}$  は、時間の経過にしたがって析出物の粗大化により粒界移動が容易になつてくるので、他の方位のすでに成長しつつある再結晶粒に蚕食され、少なくなると考えられる. しかし  $\{100\}$  が Ti のない場合よりやや高いのはやはり in situ 的な再結晶もあるためと思われる. Fig. 14 に示すスラブ加熱温度  $1250^\circ\text{C}$  の場合の積分強度変化は、 $\{200\}$  および  $\{211\}$  が時間とともに低下しているのに  $\{222\}$  はいつたん低下の後増加する. 回折線幅拡がり率の減少をみるとこの場合  $\{200\}$  および  $\{211\}$  はまだ回復が十分終わっていない間に  $\{222\}$  は回復が完了しており、積分強度はその後徐々に増加しはじめている. これは  $\{111\}$  の再結晶粒が  $\{100\}$  あるいは  $\{211\}$  などの未再結晶部を蚕食し成長しているためと考えられる. これから、スラブ加熱温度  $1000^\circ\text{C}$  の場合の  $\{111\}$  の大幅な増加も  $\{111\}$  再結晶粒

の他方位未再結晶部への成長によるのではないかと思われる。

このようにリムド鋼と異なつた集合組織の成因は、主に熱延後冷延前に析出している微細析出物によると考えられるが、この微細析出物の分散状態に熱延条件のほか成分が影響する。深絞り成形性については一般に  $\{111\}$  面強度の高いことが好ましいが、スラブ加熱温度  $1000^{\circ}\text{C}$  のほうが  $1250^{\circ}\text{C}$  のものより本実験の焼鈍の範囲では  $\{111\}$  が高い。抽出レプリカの観察からスラブ加熱温度の高いほど微細析出物が多いと推定され、したがつて  $\{111\}$  を高くするには微細析出物は多すぎてもよくないのであろう。実用的には C をできるだけ低くし、Ti を TiC の生成当量よりかなり多く添加することによつて  $\{111\}$  が高く、 $\bar{r}$  値の高い冷延鋼板が得られているが、これは通常の熱延条件において、このような組成が、 $\{111\}$  の発達を強調するよう析出物の量、大きさおよび分散状態を適当にするためであらう。

焼鈍時の昇温速度が異なつても同じような再結晶集合組織の得られることは、Ti 添加の場合の一つの特徴であるが、この理由は微細析出物が冷延の前にすでに析出しているためと推定された。この場合、微細析出物の転位および粒界の拘束力が非常に強く、析出物の凝集が普通のリムド鋼などの再結晶温度より高い温度で進行し、しかも凝集が方位に無関係に均等に進むとすれば、前述のように析出物の凝集速度が律速段階となつて回復、再結晶が進行するであらう。もしこの仮定が成立するならば、昇温速度が異なつても同じ過程で再結晶が進み、同じ再結晶集合組織が得られ、また析出物の多少は再結晶温度に影響するが、再結晶の過程は同様で、最終的には似たような再結晶集合組織になるのではないかと思われる。これは、スラブ加熱温度  $1000^{\circ}\text{C}$  でも  $1250^{\circ}\text{C}$  でも  $760^{\circ}\text{C}$  の焼鈍では同じような再結晶集合組織になる理由の説明にならう。

したがつて、Ti 以外の元素でも、上記の条件を満足するような微細析出物を熱延板中に存在させることができれば、十分に再結晶をさせるに要する時間や温度は異なるであらうが、同じ冷延加工度に対し、最終的には  $\{110\}$  の少ない  $(111)[11\bar{2}]$  優先方位の再結晶集合組織が得られるのではないかと思われる。

以上のように Ti 添加によつて現われる特異な再結晶集合組織の成因は、(1)冷延後の歪エネルギーの高い方位から優先的に回復、再結晶が始まる。(2)冷延前の熱延板にすでに微細な析出物が存在し、(3)これによる転位および粒界の移動の拘束のため、in situ 的な再結晶が優先する。という過程によつて定性的には説明できる

と考えられるが、今後さらに詳細なあるいは定量的な検討が必要であらう。

## 6. 総 括

冷延鋼板への少量 Ti 添加の  $r$  値の面内異方性におよぼす効果が、素材の熱延条件により大きく変化することを確かめる目的で、まず初めに Ti 量および C 量のそれぞれ異なる試料により、スラブ加熱温度を変えて熱延し 75% の冷延および焼鈍後、 $r$  値の面内異方性および集合組織などの変化を検討して次のような結果を得た。

(1) Ti 量、C 量および熱延時のスラブ加熱温度により冷延焼鈍後の  $r$  値の面内異方性は大きく変化し、Ti を添加しない場合は普通のリムド鋼同様  $r_{45} < r_0 < r_{90}$  (I 型) であるのに対し、 $r_0 < r_{45} < r_{90}$  (II 型) や  $r_0 < r_{90} < r_{45}$  (III 型) の異方性が現われる。

(2)  $[\text{Ti}]/[\text{C}]$  が約 4 より小さいときは I 型ないしは II 型の異方性で  $\bar{r}$  は低く、4~5 よりかなり大きいときは I 型の異方性を示し  $\bar{r}$  は高いが、これらの場合、スラブ加熱温度の影響は小さい。しかし  $[\text{Ti}]/[\text{C}]$  が 4~5 すなわち原子濃度比で約 1 のときスラブ加熱温度により面内異方性は大きく変化し、低温では I 型から II 型、高温では III 型の異方性を示す。

(3) I 型の異方性を示す場合の集合組織に比較して、II 型の場合は  $\{110\}$  面強度が低く  $(111)[11\bar{2}]$  優先方位を示し、III 型の場合は  $(100)[011]$  および  $(211)[0\bar{1}1]$  への集積の高い冷延のままに近い集合組織を示す。

(4) 組成および熱延条件により等軸粒や展伸粒があらわれるが、これらの粒形状と  $r$  値の面内異方性あるいは  $\bar{r}$  との直接の関連は認められなかつた。

次にこの特異な面内異方性ないしは再結晶集合組織の成因を知る目的で、C 量と Ti 量が原子濃度比で 1 に近い材料によりスラブ加熱温度を変えて熱延し、75% 冷延加工後等温焼鈍を行なつて再結晶挙動を検討した。実験結果を要約すると次のとおりである。

(5) Ti の少量添加は再結晶を阻害するが、熱延時のスラブ加熱温度を高くすると阻害効果はさらに大きくなる。

(6) 熱延板中の析出物はスラブ加熱温度が高くなると微細化し、Ti 化合物の析出相の分析値は低下するが、いずれも固溶 C、N は検出できなかつた。冷延後の焼鈍により析出物は凝集粗大化する。

(7) 薄膜の直接観察では焼鈍時の転位の再配列、粒界移動が強く拘束されており、また成長する再結晶粒に接して未回復部の存在が認められた。

(8) X線の回折線幅拡がり、および積分強度の測定では $\{110\} \approx \{111\} > \{112\} > \{100\}$ の順に回復および再結晶が進行し、回復が完全に完了する前に再結晶粒の成長が始まる。

(9) スラブ加熱温度が低い場合、再結晶により $\{111\}$ は増加するが、高い場合、 $\{111\}$ は減少する。

これらの結果から次のことが推論された。

(10) Ti 添加による再結晶温度の著しい上昇の原因の一つは、冷延前の熱延板中に析出している微細な析出物による。この微細析出物は再結晶集合組織の形成に大きな影響をおよぼす。

(11) III型の面内異方性の原因の一つは再結晶不十分による冷延組織の残存である。

(12) I型の異方性は、微細析出物による転位および粒界移動の強い拘束により、in situ 的な再結晶が優先し、 $\{110\}$ が少なく $\{111\}$ 優先方位の集合組織ができたためと考えられた。

(13) Ti 添加による $\{111\}$ の増加あるいは $r$ 値の向上には、冷延前の微細析出物が適当な大きさおよび量で分散しているのが必要と推定された。

終わりに本研究の発表を許可された当社中央技術研究所所長住友元夫博士、研究の遂行にあたり種々有益な助言をいただき実験上の便宜をはかつて下さった寺崎富久長博士および実験に協力下さった白石博巳氏に深甚なる謝意を表す。

#### 文 献

- 1) R. L. WHITELEY and D. E. WISE: Flat Rolled Products, II, (1962), p. 47 Interscience Publ.
- 2) P. WACQUEZ and R. Van DAELE: Sheet Metal Ind., 44(1967), p. 21
- 3) 清水, ほか: 特許公告, 昭42-12348(1967)

- 4) 清水, ほか: 特許公告, 昭43-19474(1968)
- 5) R. S. BURNS and R. H. HEYER: Sheet Metal Ind., 35(1958), p. 261
- 6) R. L. RICKETT and W. C. LESLIE: Trans. ASM, 51(1959), p. 310
- 7) W. C. LESLIE: Trans. Met. Soc. AIME, 221 (1961), p. 752
- 8) 阿部, 高木: 鉄と鋼, 55(1969), p. 1219
- 9) 五弓, 阿部, 伊藤: 日本金属学会誌, 29(1965), p. 171
- 10) P. R. V. EVANS, J. C. BITCON, and I. F. HUGHES: JISI, (1969), p. 331
- 11) 清水, ほか: 特許公告, 昭44-18066(1969)
- 12) H. HU: Recovery and Recrystallization of Metals (1963), p. 311 [Gordon and Breach], New York
- 13) J. T. MICHALAK and R. D. SCHOONE: Trans. Met. Soc. AIME, 242(1968), p. 1149
- 14) 岡本, 白岩, 福田: 住友金属, 14(1962), p. 123
- 15) 盛, 時実, 烏谷: 鉄と鋼, 50(1964), p. 2004
- 16) 佐藤, 西沢, 本田: 鉄と鋼, 40(1954), p. 1115
- 17) E. P. ABRAHAMSON, I and B. S. BLAKENEY, Jr.: Trans. Met. Soc. AIME, 218(1960), p. 1101
- 18) W. C. LESLIE, J. T. MICHALAK, and F. W. AUL: Iron and Its Dilute Solutions, (1963), p. 119 [Interscience Publ.]
- 19) 松藤: 塑性と加工, 7(1966~7), p. 376
- 20) 阿部: 鉄と鋼, 52(1966), p. 882
- 21) C. DASARATHY and R. C. HUDD: Z. Metallk., 60(1969), p. 853
- 22) H. TAKECHI, H. KATO, and S. NAGASHIMA: Trans. Met. Soc. AIME, 242(1968), p. 56
- 23) R. W. CAHN: Proc. Phys. Soc., 63A (1950), p. 323
- 24) 久保寺, 稲垣: 日本金属学会会報, 7(1968), p. 383