

論 文

UDC 669.15' 71' 786-194 : 620.186.5 : 548.53 : 548 : 23 : 669.784

Fe-Al-N 合金の一次再結晶集合組織におよぼす炭素量の効果*

市山 正**・吉田育之***・江島瑞男****・松村 理*****

Effects of Carbon Content on Primary Recrystallization Texture in Fe-Al-N Alloys

Tadashi ICHIYAMA, Ikushi YOSHIDA, Mizuo EJIMA, and Osamu MATSUMURA

Synopsis:

Fe-Al-N alloys investigated contained $<0.005\% \sim 0.06\%$ Al, $<0.002\% \sim 0.02\%$ N and $0.001\% \sim 0.04\%$ C. Effects of C content on primary recrystallization texture, AlN precipitation, grain size and drawability in these alloys were studied.

With increasing C content, the amount of grains with {111} lattice plane parallel to the sheet plane decreases, the main component of primary recrystallization texture changes from {111}〈110〉 to {554}〈225〉, grain size decreases, grain shape changes from the "pancake" to the equiaxial type, and the drawability markedly decreases.

These effects of C content on various properties of Fe-Al-N alloys are rather inconspicuous for the C content up to 0.01% but become extremely remarkable when it exceeds 0.01% and are explained by the effect of C content on AlN precipitation during precipitation treatment prior to cold rolling and during heating to (and at) the annealing temperature.

(Received March 11, 1971)

1. 結 言

著者らは、すでに報告¹⁾²⁾したごとく、Fe-Al-N 合金の再結晶挙動およびこれにおよぼす Al 量、N 量の影響を検討した。その結果、Fe-Al-N 合金もしくはアルミキルド鋼板において、強い {111} 再結晶集合組織が発達する機構として、焼鈍時の昇熱過程における地鉄の回復・再結晶挙動と析出する AlN の時期的、量的関連から 2 種類の機構があることを知った。すなわち、第 1 は通常アルミキルド鋼板と同程度の Al 量および N 量を含有した鋼板における機構であり、焼鈍の昇熱過程で析出する AlN により、方位依存性を持った回復抑制効果が生じ、その結果、とくに回復抑制効果の著しい {111} 未再結晶部に再結晶核発生の頻度が高くなり、ここで生じた {111} 再結晶核が回復の進んでいない未再結晶部を蚕食して急激に成長する機構である。その結果、最終的には {111}〈110〉方位の強い {111} 再結晶集合組織となる。第 2 の機構は、Al 量および N 量が第 1 の場合よりも少ない材料において生ずるものであり、焼鈍時の AlN による回復抑制効果が不十分な場合で、再結晶核生成には方位選択性はないが、Al または AlN が発生した再結晶核

の成長を抑制し、種々の方位を持った再結晶核のうちで、冷延組織中に高頻度で存在する {112}〈110〉方位および {111}〈110〉方位のマトリックスと優先成長関係にある {554}〈225〉方位の再結晶核が優先的に成長し、最終的には {554}〈225〉方位の強い {111} 再結晶集合組織が形成される機構である。Fe-Al-N 合金の再結晶機構が、これらのいずれの機構をとるにしても、地鉄が回復・再結晶する過程における AlN 析出の時期的・量的にきわめて微妙な挙動が重要であることはいうまでもない。

市山ら³⁾は、 α 鉄の機械的性質におよぼす AlN の効果を検討した際に、鋼中の C 量により、AlN の析出挙動が異なることを指摘している。このことから、C を添加した Fe-Al-N 合金では、熱間圧延および焼鈍時の AlN の析出量が C 量により異なり、その結果、一次再結晶集合組織が影響を受けることが予想される。

また、阿部⁴⁾らは、集合組織に対する C の直接的な効

* 昭和45年10月本会講演大会にて発表

昭和46年3月11日受付

** 新日本製鉄(株)製品技術研究所 工博 現在同社基礎研究所

*** 新日本製鉄(株)製品技術研究所 理博 //

**** 新日本製鉄(株)製品技術研究所 現在同社本社

***** 新日本製鉄(株)製品技術研究所 現在同社基礎研究所

果として、低炭素リムド鋼中のセメンタイト粒子が、アルミキルド鋼における AlN と同様に一次再結晶集合組織に効果を示すことを報告している。さらに、清水⁵⁾らは、極低炭素鋼板の一次再結晶集合組織が通常の低炭素鋼板のそれとは異なり、極低炭素にすることにより、{554}〈225〉方位の強い集合組織となり、その原因として、冷延状態における集合組織の方位成分の差異を指摘している。

以上のように、Fe-Al-N 合金の一次再結晶集合組織形成に対する C の直接的、間接的影響が予想されるため、著者らはできるだけ純粋な Fe-Al-N 合金に数種の水準で C を添加し、その影響を検討した。

2. 実験方法

2-1 試料および実験工程

電解鉄を真空溶解し、C, Al および N を添加し、7 kg 鋼塊とした。鋼塊の Al および N 量は、Al が 0.005% 以下、0.02% および 0.06% の 3 水準、N が 0.002% 以下、0.005% および 0.02% の 3 水準のなかでのこの水準の組み合わせに相当するものであり、C 量は 0.003% 以下から 0.04% の範囲で変化させた。これらの鋼塊を 20 mm 厚に鍛造し、面削によつて 15 mm 厚まで落とし、熱間圧延により 2.8 mm 厚とした。熱間圧延の条件は次のとおりである。すなわち、アルゴン雰

囲気中で、1350~1300°C で 1 hr の溶体化処理を施したのち、2 パス圧延によつて、2.8 mm 厚に仕上げたが、このときの仕上り温度は 1060°C であつた。熱間圧延後の AlN の析出状態をかえるため、各材料につき次のような 4 種の析出処理を施した。①熱間圧延後、直ちに、水中 (10% NaCl 溶液中) に急冷する。②熱間圧延後 600°C まで空冷し、あらかじめ 600°C に保持されている炉中に挿入し、30 min 保定した後、水中へ急冷する。なお、熱間圧延後の空冷に要する時間は 45 sec である。③熱間圧延後 700°C まで空冷し、700°C の炉中で 30 min 保定した後、水中へ急冷する。なお、熱間圧延後の空冷に要する時間は 23 sec である。④熱間圧延後 800°C まで空冷し、800°C の炉中で 30 min 保定した後、水中へ急冷する。なお、空冷時間は 10 sec である。以下にこの 4 種の析出処理を施した試料を区別するために、①を水冷材、②を 600°C 処理材、③を 700°C 処理材、④を 800°C 処理材と呼ぶ。析出処理を終えた試料を 70% の圧下率で冷間圧延し、仕上がり厚を約 0.8 mm とした。Table 1 に冷延板の化学組成の例として、名材料の水冷材の化学分析値を示す。Table 1 に示された材料のうち、A0~A8 は C 水準が 0.003% 以下、すなわち C を添加しない材料であり、B0~B8 は C 水準が 0.01% のものであり、C1~C8 は C 水準が 0.03% の材料である。実験に供した材料は主として Table 1 に示され

Table 1. Chemical composition of materials.

Material	Chemical composition (wt%)									
	C	Si	Mn	P	S	sol. Al	insol Al	sol. N	insol. N	O
A0	0.0025	0.005	<0.001	0.002	0.004	<0.005	<0.001	0.0010	<0.001	0.0080
A1	0.0028	0.009	<0.001	0.002	0.004	0.018	0.004	0.0010	<0.001	0.0065
A2	0.0031	0.011	<0.001	0.002	0.004	0.062	0.005	0.0010	<0.001	0.0048
A3	0.0020	0.005	<0.001	0.002	0.003	<0.005	0.001	0.0048	<0.001	0.0076
A4	0.0026	0.008	<0.001	0.002	0.005	0.020	0.006	0.0048	<0.001	0.0060
A5	0.0024	0.009	<0.001	0.002	0.005	0.061	0.007	0.0047	<0.001	0.0062
A6	0.0025	0.005	<0.001	0.002	0.006	<0.005	0.001	0.0194	0.0010	0.0079
A7	0.0015	0.005	<0.001	0.002	0.004	0.024	0.005	0.0183	<0.001	0.0066
A8	0.0027	0.005	<0.001	0.002	0.004	0.054	0.008	0.0195	<0.001	0.0040
B0	0.0092	0.006	<0.001	0.002	0.006	<0.003	0.001	0.0016	<0.001	—
B1	1.0138	0.003	<0.001	0.002	0.005	0.027	0.003	0.0019	<0.001	—
B2	1.0131	0.008	<0.001	0.002	0.005	0.062	0.004	0.0016	<0.001	—
B3	1.0173	0.007	<0.001	0.002	0.006	0.004	0.001	0.0074	<0.001	—
B4	0.0120	0.008	0.002	0.002	0.005	0.018	0.007	0.0053	<0.001	—
B5	0.0090	0.008	<0.001	0.002	0.005	0.048	0.006	0.0066	<0.001	—
B6	0.0065	0.004	<0.001	0.002	0.005	0.003	0.001	0.0141	<0.001	—
B7	0.0098	0.009	<0.001	0.002	0.005	0.011	0.006	0.0185	<0.001	—
B8	0.0102	0.010	<0.001	0.002	0.005	0.050	0.007	0.0180	<0.001	—
C1	0.0344	0.004	0.001	0.002	0.005	0.026	0.003	0.0021	<0.001	—
C2	0.0317	0.003	0.001	0.001	0.005	0.057	0.005	0.0016	<0.001	—
C4	0.0307	0.003	0.001	0.001	0.005	0.023	0.004	0.0070	<0.001	—
C5	0.0307	0.004	0.001	0.001	0.005	0.064	0.004	0.0064	<0.001	—
C7	0.0323	0.007	0.001	0.001	0.006	0.025	0.003	0.0178	<0.001	—
C8	0.0270	0.004	<0.001	0.001	0.005	0.055	0.004	0.0179	<0.001	—

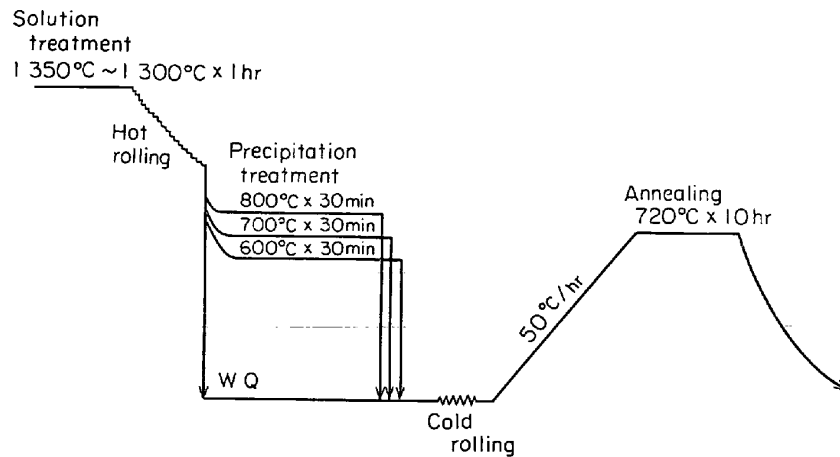


Fig. 1. Schematic diagram of procedure.

た材料であるが、必要に応じて、C量をさらに細かく変化させた材料をも付け加えている。ただし、その場合でも、C, Al およびN以外の元素の含有量は Table 1 に示されている材料と同程度である。冷延板を $N_2 + 2\% H_2$ 雰囲気中で、 $50^\circ C/hr$ の昇熱速度で $720^\circ C$ まで昇熱し、この温度で 10hr 保定したのち炉冷した。Fig. 1 に溶体化処理後最終の焼鈍までの材料の受ける温度履歴を作図的に示す。

2.2 測定方法

2.1 に示した実験工程により作った試料につき、光学顕微鏡観察、X線反射強度の測定、極点図の作成、引張り試験、コニカルカップテストなどを行ない、再結晶集合組織におよぼすC量の効果につき検討した。測定方法の主なものはつぎのとおりである。

(1) X線反射強度の測定

M_oK_α X線により、 2θ が 100° 以内の低指数面につき測定した。測定に際し、同一試料より3箇の試片を切り出し、表面層をエメリー研磨および化学研磨により $30 \sim 40 \mu$ 落とし、各試片につき表裏両面を測定し、その平均値を反射強度とした。

(2) 極点図の作成

焼鈍板の中心層より採取した約 50μ 厚の試片を用い M_oK_α X線により透過法で (200) 極点図を作成した。

(3) 引張り試験

平行部 $10 mm \times 50 mm$ 、全長 $105 mm$ の小型試験片により行なつた。同一試料より圧延方向、 45° 方向、 90° 方向におおの3枚の試験片を打抜き、この3枚の試験片の測定値の平均をおおの方向の測定値とした。なお、引張り速度は $10 mm/min$ である。測定値のうち、 n 値は 10% および 20% 歪のときの応力から算出し、 r 値は 15% 歪のときの平行部の幅より算出した。 \bar{r} 値および Δr は次式により算出した。

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

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

ここで r_0 は圧延方向の r 値、 r_{45} は 45° 方向の r 値、 r_{90} は 90° 方向の r 値である。

(4) 内部摩擦の測定

一部の試料につき、焼鈍時の AlN の析出挙動を知るために、内部摩擦法により固溶 [N] 量を測定した。測定は約 $1.5 cycle/sec$ のねじり振動法により行ない、固溶 [C] 量と固溶 [N] 量を最小自乗法により分離定量した。

3. 実験結果

3.1 C 添加しない ($C < 0.003\%$) Fe-Al-N 合金の一次再結晶集合組織

Fig. 2 に C 添加しない Fe-Al-N 合金の (110), (200) および (222) 反射強度と析出処理との関係を示す。Fig. 2 から明らかなように、材料中の Al および N 量により、析出処理と反射強度の関係が異なっている。(222) 反射強度の挙動をみると、Al 水準 0.005% 以下の材料 (A0, A3 および A6) は析出処理のいかんにかかわらず、(222) 反射強度は 5~7 倍で一定であるが、Al 水準 0.02% および 0.06% で N 水準 0.002% 以下および 0.005% の材料 (A1, A2, A4 および A5) については、(222) 反射強度は析出処理条件に敏感であり、析出処理温度の低いものほど (222) 反射強度は高く、とくに水冷材においては 10 倍以上というきわめて高い値を示している。このグループの材料の (222) 反射強度の変化をさらに詳細にみると、N 水準 0.002% 以下の材料 (A1 および A2) では、水冷材と $600^\circ C$ 処理材との (222) 反射強度はあまり大きな差はないが、N 水準 0.005% の材料 (A4 および A5) では、 $600^\circ C$ 処理材でも水冷材に比べ (222) 反射強度が著しく低下しており、N 量の差に

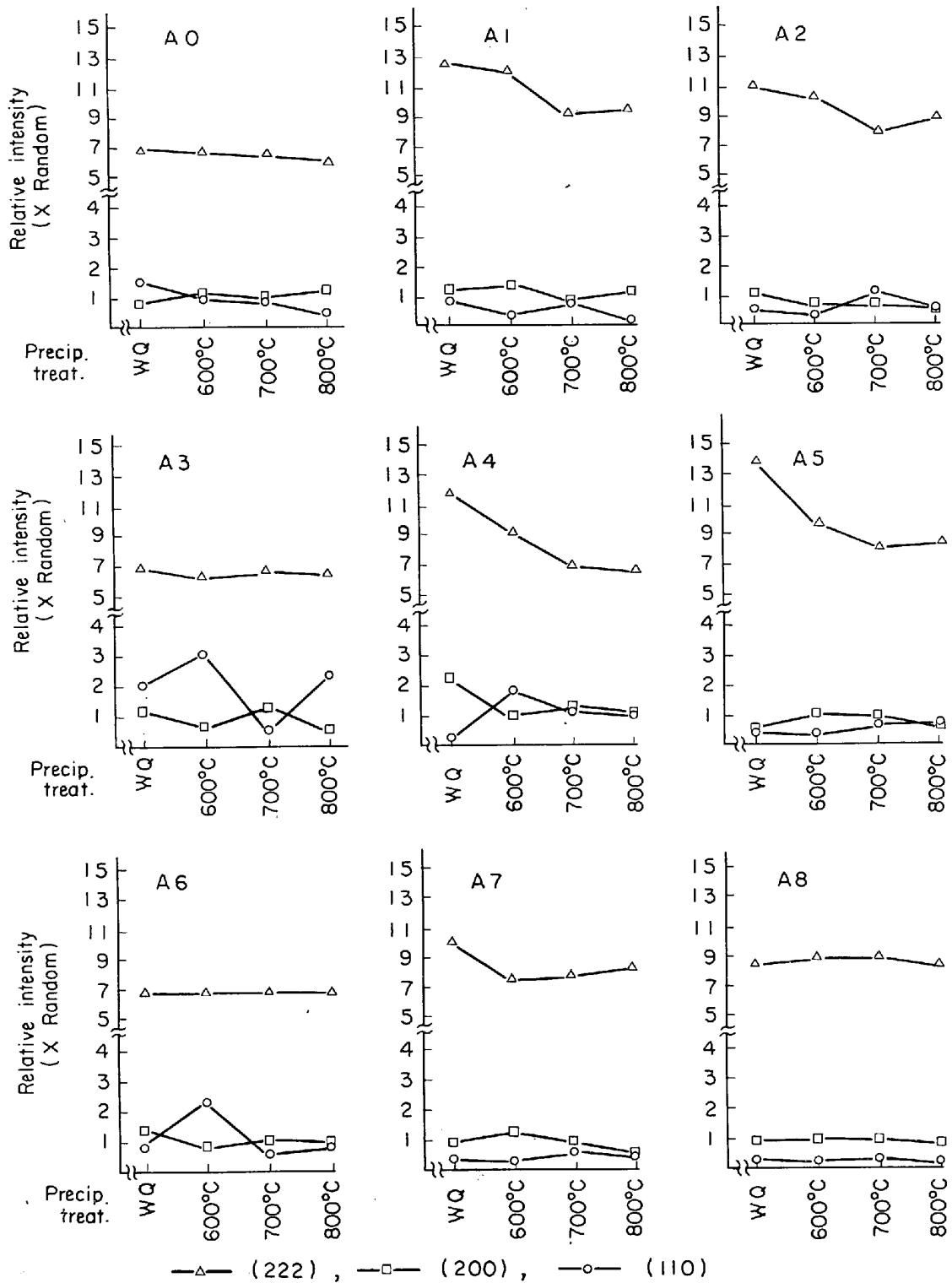


Fig. 2. Effect of precipitation treatments on relative intensities of the finally annealed sheets from materials without C addition.

より、析出処理条件に対する敏感性が異なっていることがわかる。A1水準が0.02%および0.06%でN水準がさらに高く0.02%になった材料(A7およびA8)では、水冷材においてさえも、(222)反射強度はあまり高くなり、N水準が高すぎると、かえってアルミキル

ド鋼的な{111}再結晶集合組織が発達しにくくなることがわかる。

(222)以外の面の反射強度についてみると、(110)および(200)反射強度は材料の成分および析出処理との関連は薄く、ほとんどの材料について1倍以下の低い値で

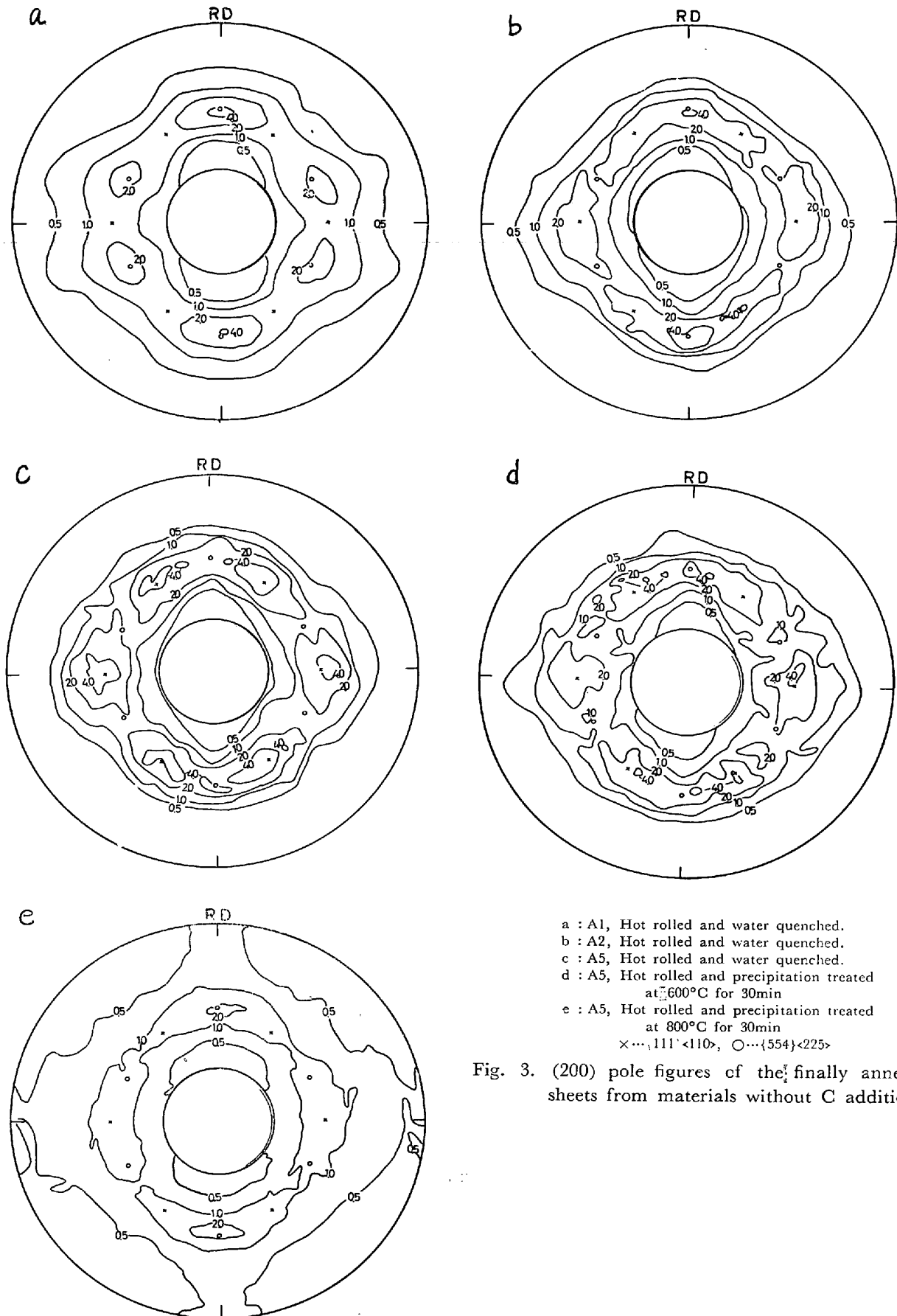


Fig. 3. (200) pole figures of the finally annealed sheets from materials without C addition.

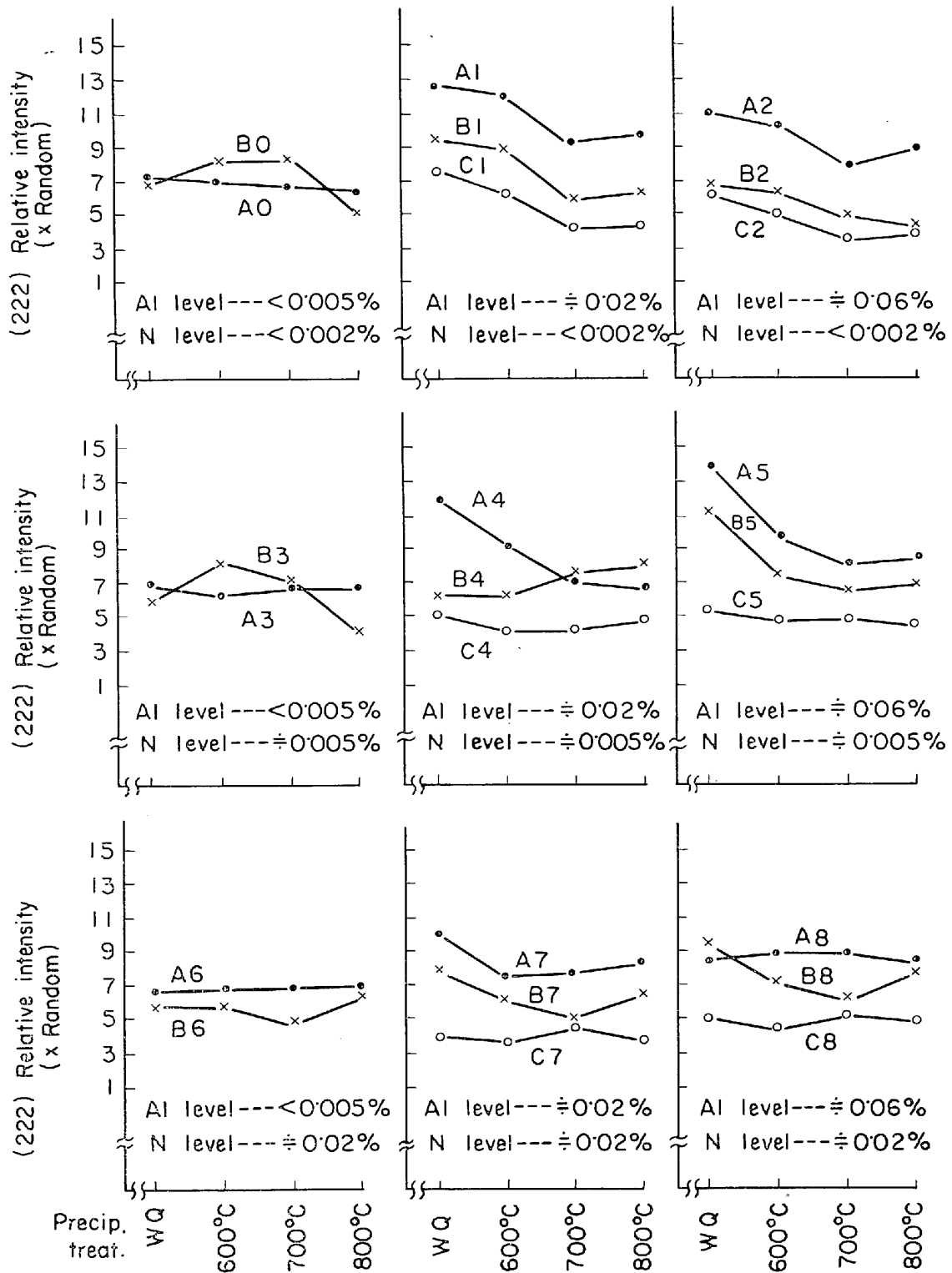


Fig. 4. (222) Relative intensities of the finally annealed sheets showing difference between materials with and without C addition.

ある。また、Fig. 2には示してはいないが、(211) 反射強度はすべての材料について1~2倍で、測定した反射強度のうちで最も変化の少ないものである。さらに、(332) など(222)に近い方位の面の反射強度は、絶対値では(222)反射強度よりはるかに低いが、材料の成分お

よび析出処理条件との関係は(222)反射強度に類似の挙動を示している。

Fig. 3に、材料 A1, A2 の水冷材および A5 の水冷材, 600°C 処理材, 800°C 処理材の(200)極点図を示す。通常のアリキルド鋼板とほぼ同程度の Al および

N量を含有する A5 の水冷材の集合組織 (Fig. 3, c) は、板面に平行な {111} 成分への集積がきわめて高く、しかもその主方位は {111}<110> 方位である。これに対し、A5→A2 (Fig. 3, b)→A1 (Fig. 3, a) と N 量および Al, N 量の両方が減少するに伴って、その主方位が {111}<110> 方位から {554}<225> へ移行している。このことは、前報²⁾ で詳細に説明したことであるが、同様の現象が A5 の水冷材→600°C 処理材 (Fig. 3, d)→800°C 処理材 (Fig. 3, e) についても観察される。すなわち、同一材料内においても、析出処理温度が高くなるに伴って、{111} 成分への集積が弱くはなつて行くが、その主方位の変化は、Al および N 量を減らして行く場合と同様に、{111}<110> 方位から {554}<225> 方位へ移行する現象が観察される。

3.2 一次再結晶集合組織におよぼす C 量の効果

Fig. 4 に、C 水準 0.01% および 0.03% の材料の (222) 反射強度を前述した C 添加しない材料の (222) 反射強度と比較し示す。反射強度のうちで最も C 量の効果が明瞭にあらわれるのは、ここに示した (222) 反射強度であり、なかでも、Al 水準が 0.02% および 0.06% の材料においてきわめて顕著である。すなわち、Al 水準が 0.02% および 0.06% の材料では、C 量が増加するに伴って、(222) 反射強度は低下し、しかもその低下の割合は析出処理温度が低温のものほど大きい。その結果 C 添加しない材料では析出処理条件と明瞭な相関を持っていた (222) 反射強度は、C 添加した材料においては析出処理との相関が不明瞭になり、とくに C 水準 0.03% の材料においては、ほとんど析出処理とは無関係に (222) 反射強度はおしなべて低くなっている。

(222) 以外の反射強度についてみると、(110), (200) および (211) 反射強度に関しては、C 量の添加により若干高くなる傾向にあるが大きな変化は認められない。(332) など (222) に近い方位の反射強度に関しては、(222) 反射強度と同様に、C 量の増加に伴って低下するが、その効果は、(222) 反射強度ほど顕著ではない。

このような反射強度に対する C 量の効果が、どの程度の C 量まで顕著にあらわれるかを検討するため、A5, B5 および C5 と C 量以外の成分は同程度で C 量のみ 0.001%~0.04% の範囲で異なる各種の C 量の材料を溶製し、前述の実験工程と同一工程で作った水冷材につき、(222) 反射強度を測定し、C 量の効果をさらに詳細に検討した。Fig. 5 にその結果を示す。Fig. 5 から明らかなように、C 量が 0.01% 以下であれば、C 添加した材料も添加しない材料でも (222) 反射強度の値は大差ないが、C 量が 0.01% を超えると、急激に C 量の効果が顕

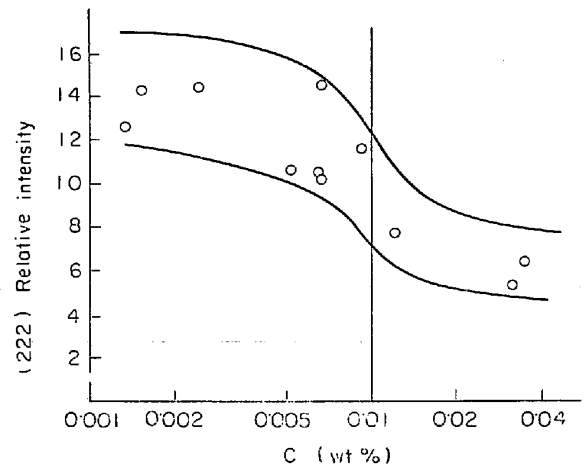


Fig. 5. Effect of C content on (222) relative intensity in materials containing about 0.06% Al and about 0.005% N.

著になり、(222) 反射強度は著しく低下する。いいかえれば、Fe-Al-N 合金の一次再結晶集合組織に顕著な効果をおよぼす C 量の臨界値は約 0.01% であるといえる。

Fig. 6 に C を 0.006%, 0.009%, 0.012%, 0.030% 含有し、C 以外は A5 とほとんど同程度の成分である材料の水冷材の (200) 極点図を示す。Fig. 3, c に示した C を添加しない材料 A5 の水冷材の極点図と、これらと比較すると、C 量の増加に伴って、前述の (222) 反射強度の変化に対応して、板面に平行な {111} 成分の集積が低下していることが観察される。しかも、各材料の主方位についてみると、C を添加しない材料において、Al および N 量を少なくして行く場合の主方位の変化および同一材料で析出処理温度を高めて行く場合の主方位の変化と同様に、C 量を増加するに伴って、その主方位は {111}<110> 方位から {554}<225> 方位へ移行していることがわかる。

3.3 AlN 析出におよぼす C 量の効果

冷延板における AlN の析出量を Beeghly 法により分析した。Al 水準 0.005% 以下の全ての材料および Al 水準が 0.02% および 0.06% で N 水準が 0.002% 以下の材料においては、析出処理条件および C 量のいかんにかかわらず AlN の析出量は分析限界以下であつた。これらの材料のうちには、成分的にもまた析出処理条件から考えても、当然、AlN の析出があると考えられる材料も含まれているが、これらには Beeghly 法の分析に寄与するような大型の AlN が存在せず、比較的的微細な析出物のみであつたため、このような結果になつたものと思われる。Al 水準 0.02% および 0.06% で N 水準が 0.005% および 0.02% の材料については、析出処理条

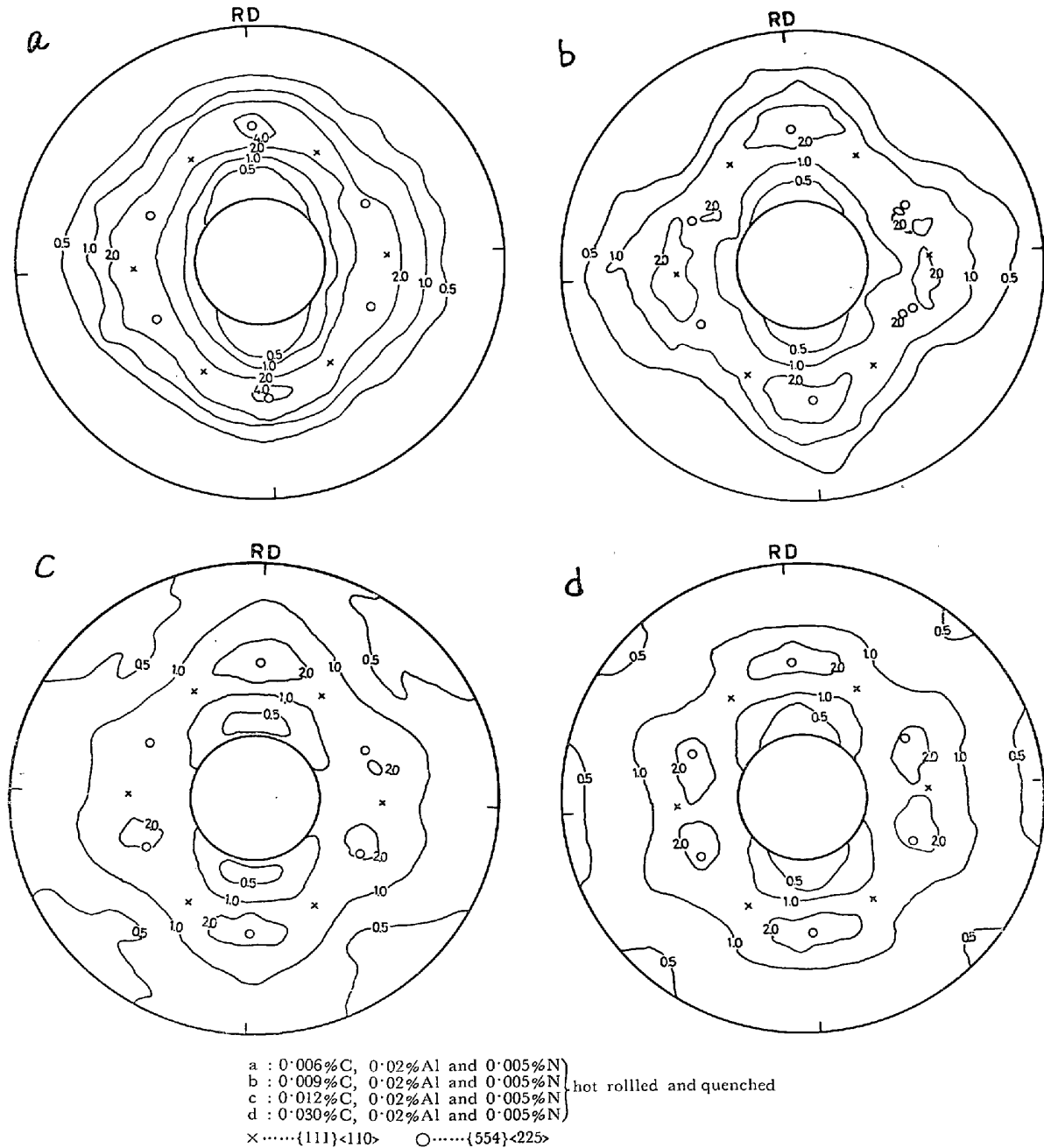


Fig. 6. (200) Pole figures of the finally annealed sheets from materials with C addition.

件と鋼中のC量により AlN の析出が異なつて来ることが Beeghly 法の分析で確認された。Fig. 7 に、これらの材料の冷延板における AlN 析出量 ($N_{AIN}/sol.N$) と C 量の関係を示す。Fig. 7 a) は Al 水準 0.02%, N 水準 0.005% で C 量のみ異なる材料 A4, B4 および C4 について、b) は Al 水準 0.06%, N 水準 0.005% で C 量のみ異なる A5, B5 および C5 について、c) は Al 水準 0.06%, N 水準 0.02% で C 量のみ異なる材料 A8, B8 および C8 について示したものである。ここに示したいずれの材料についても、水冷材では Beeghly 法による分析に寄与するような大型の AlN

の析出はほとんど認められないが、析出処理温度を高くすることにより、しだいに析出量は増加し、800°C × 30 min の析出処理では計算量の 70~80% に相当する大型の AlN が析出している。また、Al および N 量と析出量の関係についてみると、LESLIE⁶⁾らや青木⁷⁾らが指摘したごとく、同一 N 水準ならば Al 量の多いものほど析出しやすいことがわかる。鋼中の C 量がどのような効果をおよぼすかについてみると、Fig. 7 a) の 700°C 処理材についての析出曲線、Fig. 7 b) の 600°C 処理材および 700°C 処理材についての析出曲線、Fig. 7 c) の 600°C 処理材および 700°C 処理材についての析出曲

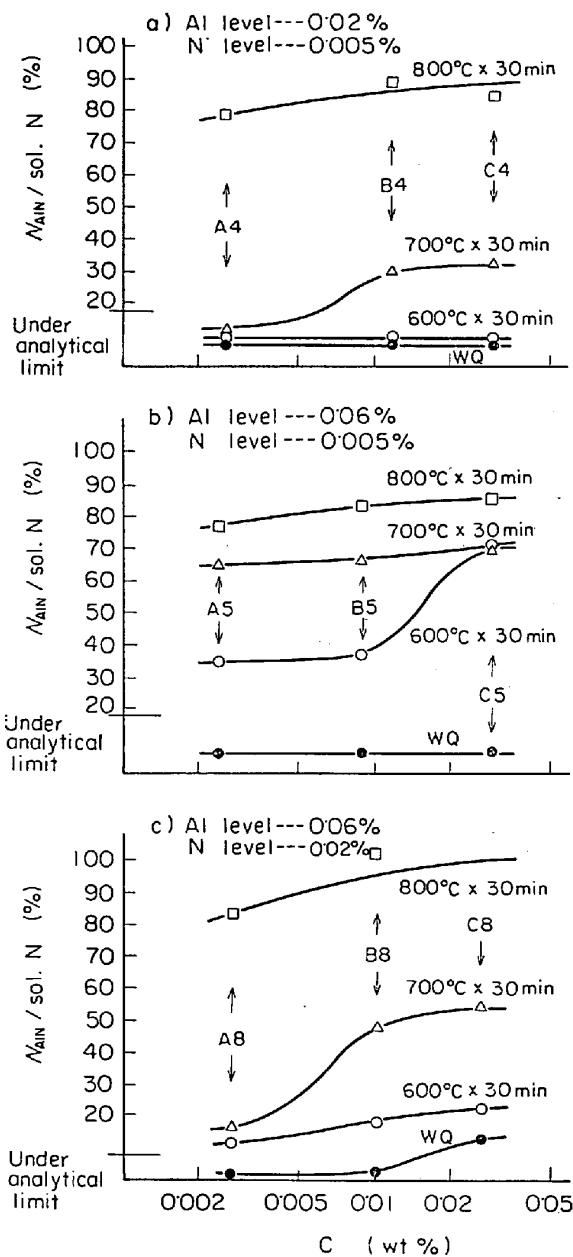


Fig. 7. Effect of C content on AlN precipitation during precipitation treatment.

線から明らかなごとく、C量の増加に伴って、低温(700°C以下)での析出が増加することがわかる。すなわち、本実験の溶体化処理から析出処理までの工程のごとく、溶体化後高温から冷却する過程でのAlNの析出は、C量の増加により促進されていることがわかる。

本実験工程において、AlNが析出する過程として、第1は、上記の溶体化処理から析出処理までの過程であり、第2は、冷延後の焼鈍の昇熱過程である。この第2の過程でのAlNの析出挙動は、アルミキルド鋼板の集合組織形成に決定的な影響を与えるものである。最近、花井⁹⁾らは商用アルミキルド鋼板につき、この過程で析

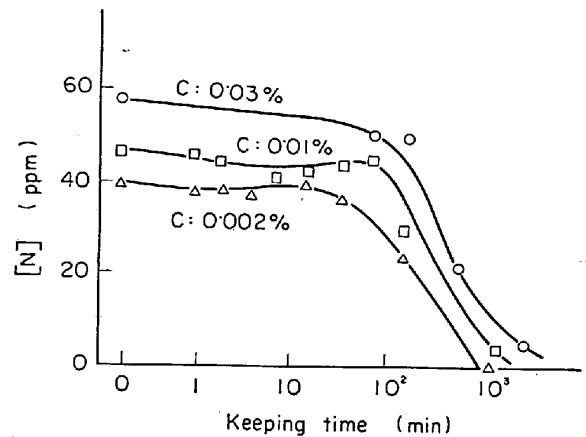
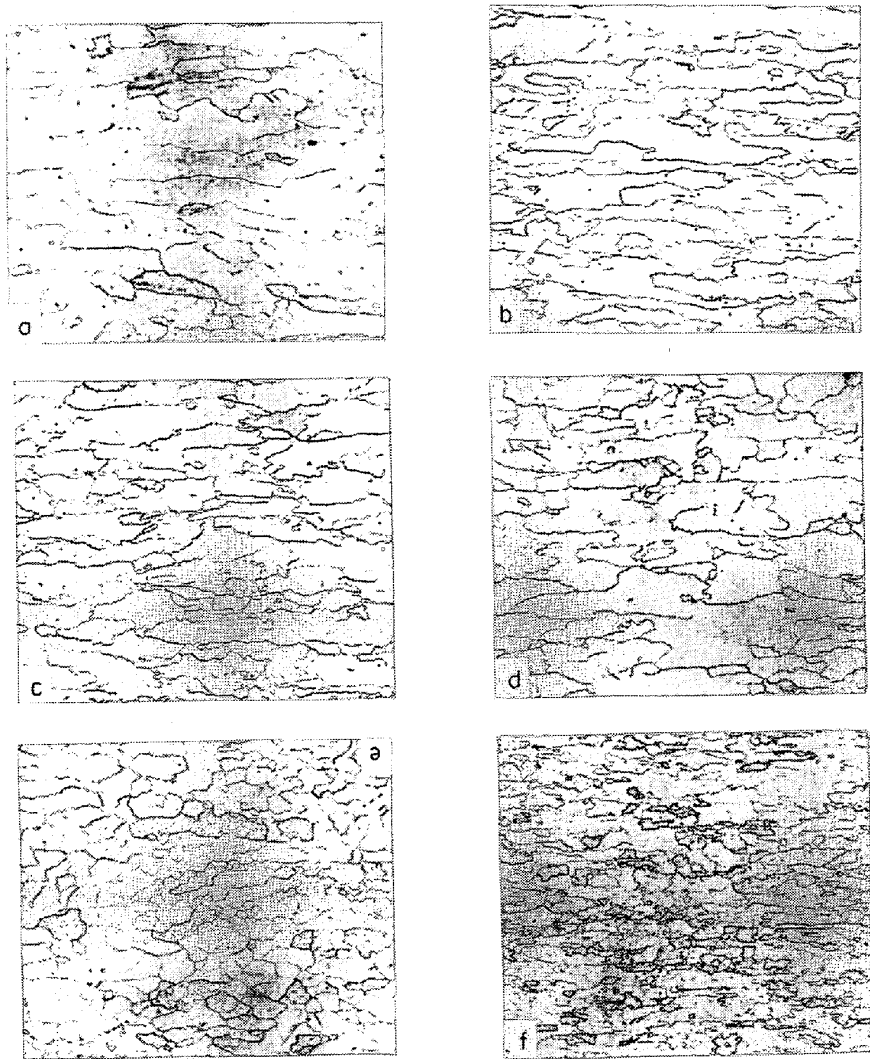


Fig. 8. Relationship between soluble [N] and aging time at 500°C.

出する微細な立方晶 AlN が集合組織形成に重要な意味を持つことを報告しており、また、阿部⁹⁾らは商用アルミキルド鋼板の2段焼鈍と集合組織の関係を検討し、析出以前の状態にあるクラスターまたはエンブリオも集合組織形成に重要な役割を演じていることを推論している。本実験はこれらをさらに詳細に検討しようというものではないが、集合組織形成に重要な意味を持つこれらの微細な AlN の析出またはクラスターの形成がC量によりどのように影響されるかについて検討した。

Fig. 7, b) に示した材料 (A5, B5 および C5) の冷延板を再度 1350°C で 15分間溶体化し、ただちに水冷した後、500°C で時効し、固溶 [N] 量の時効時間に対する変化を内部摩擦法で測定した。Fig. 8 にその結果を示す。Fig. 8 において、時効時間の増加に伴って固溶 [N] 量が低下する現象は、微細な AlN の析出またはクラスターの成形に対応するものと考えられるが、この固溶 [N] 量が低下する時期は材料により異なり、C量の多い材料ほど遅れている。したがって、500°C の時効処理においては、C量の増加に伴って、AlNの析出(クラスターの形成をも含めた意味での AlN 析出)の速度は小さくなるものと考えられる。花井⁹⁾らは微細な立方晶 AlN の析出挙動を検討した際に、熱延板のごとき比較的に歪の少ない材料を加熱した場合と、冷延板のごとき歪の多い材料を加熱した場合とでは、AlN の析出速度が異なり、歪の多い冷延板のほうが著しく析出速度が大きいことを指摘している。したがって、本実験の Quench-Aging の場合と、冷延板を実際に焼鈍する場合とでは、AlN の析出速度はかなり異なるものと思われれるが、析出に対するC量の効果そのものは保持されるであろうから、焼鈍の昇熱過程においては、前述の高温から冷却される場合とは逆に、C量の増加に伴って、AlN の析出速度は小さくなっているものと考えられる。



×100(2/3)

- a : A2, Hot rolled and water quenched.
 b : A5, Hot rolled and water quenched.
 c : A5, Hot rolled and precipitation treated at 600°C for 30min.
 d : A5, Hot rolled and precipitation treated at 700°C for 30min.
 e : A5, Hot rolled and precipitation treated at 800°C for 30min.
 f : A8, Hot rolled and water quenched.

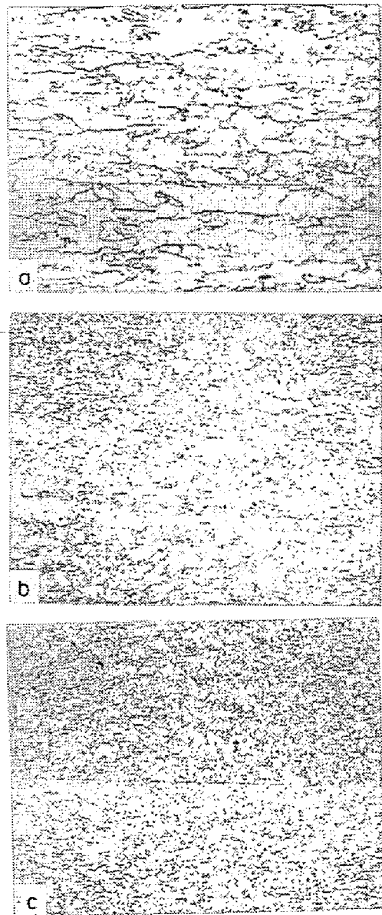
Photo. 1. Microscopic structures of the finally annealed sheets from materials without C addition.

4.3 結晶粒形状におよぼすC量の効果

焼鈍した材料の圧延方向に平行な板面垂直断面につき光学顕微鏡観察し、結晶粒形状と成分および析出処理の関係を検討した。

Photo. 1にC添加しない材料の光学顕微鏡組織の一部を示す。Photo. 1中のaはAl水準0.06%でN水準0.002%以下の材料A2の水冷材、bはAl水準0.06%でN水準0.005%の材料A5の水冷材、cは材料A5の600°C処理材、dは材料A5の700°C処理材、eは材料A5の800°C処理材、fはAl水準0.06%でN水準0.02%の材料A8の水冷材について示したものである。C添加しない材料の結晶粒形状はAl、N

量および析出処理条件により影響される。すなわち、Al水準0.005%以下の材料では析出処理条件に[関係なく]等軸粒組織になるが、Al水準0.02%および0.06%の材料では、析出処理温度が低温のものほど(たとえば、Photo. 1 a, bおよびfに示されているごとく)、典型的なパンケーキ組織になり、析出処理温度が高くなるに伴って(たとえばPhoto. 1のb→c→d→eの順に)、粒径そのものはあまり変化しないが、結晶粒の形状は等軸粒に近くなる。とくに800°C処理材(たとえばPhoto. 1 e)ではほとんど完全な等軸粒組織になっている。このことは前述の(222)反射強度の変化とよく対応するものであり、析出処理温度が高くなると冷延板における固



×100(2/3)
 a : 0.006% C, 0.06% Al and 0.005% N, hot rolled quenched
 b : 0.009% C, 0.06% Al and 0.005% N, hot rolled and quenched
 c : 0.030% C, 0.06% Al and 0.005% N, hot rolled and quenched

Photo. 2. Microscopic structures of the finally annealed sheets from materials with C addition.

溶[N]量が減少することにもとづくものと考えられる。また、Al 水準および析出処理条件が同一で N 水準のみ異なる材料の組織（たとえば、Photo. 1 の a, b および f）についてみると、N 量が増加するに伴って、結晶粒径が小さくなっていることがわかる。とくに、この N 量の効果は N 水準が 0.02% の材料（たとえば Photo. 1 f）において著しくあらわれている。

Photo. 2 に C 量が 0.006%、0.009% および 0.030% で Al および N 水準は Photo. 1 b に示した材料 A5 と同一の材料の水冷材について光学顕微鏡組織を示す。また、Table 2 に、材料 A5 および Photo. 2 に示した材料につき、圧延方向の平均結晶粒径、板厚方向の平均結晶粒径および軸比を示す。これらの図表からも明らかなごとく、C 量の増加に伴って、結晶粒径は小さくなり、しかも、水冷材であるにもかかわらず、結晶粒の形

Table 2. Effect of C content on grain size and axial ratio.

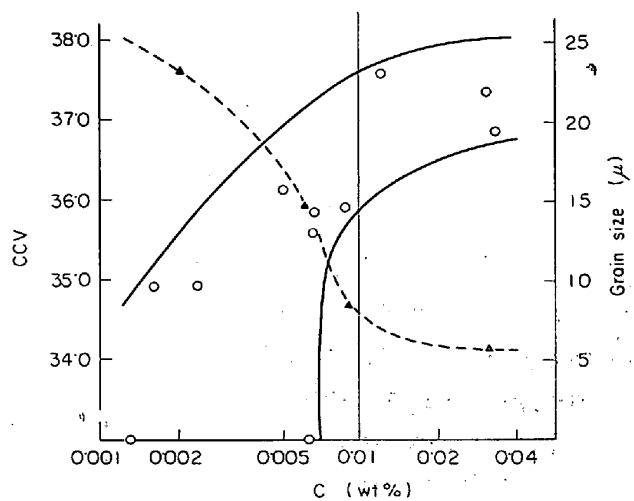
Grain size \ C (%)	0.002	0.006	0.009	0.030
Grain size (Rolling direction, μ)	52.0	37.3	10.5	7.7
Grain size (Normal direction, μ)	23.1	14.7	8.2	5.6
Axial ratio	2.3	2.5	1.3	1.4

状は等軸化し、軸比は 1 に近づく。この C 量の増加に伴う光学顕微鏡組織の変化は、C 量が約 0.01% までは著しく、それ以上では飽和したような傾向を示している。

3.5 深絞り性におよぼす C 量の効果

Table 3 に Fe-Al-N 合金の深絞り性およびこれに関連を持つ機械的性質を例示する。

まず、C 添加しない材料（たとえば、Table 3 中の材料 A1, A2, A5 および A8）についてみると、これらの材料の深絞り性およびこれに関連を持つ機械的性質に影響を与えるものとして、析出処理条件と N 量とがあげられる。析出処理条件と深絞り性の関係についてみると、析出処理温度が低温のものほど r 値および CCV で示される深絞り性が良好であり、これは 3.1 で記述した一次再結晶集合組織と析出処理条件の関係と一致するもので (222) 反射強度が 10 倍以上の試料では r 値が 2.0 以上、CCV が 36.5 以下という非常にすぐれた深絞り性を有している。また、N 量は、焼鈍時に Al と結合し、{111} 集合組織形成に有効な AlN となり深絞り性を向上することはもちろんのことではあるが、その反面、N 量が増加すると、結晶粒径は小さくなり、降伏点、引張



○— Conical cup value, --▲-- Grain size (normal direction)
 Fig. 9. Effect of C content on conical cup value and grain size.

Table 3. Drawability and mechanical properties.

Material	Precipitation treatment	Yield point (kg/mm ²)	Yield elongation (%)	Tensile strength (kg/mm ²)	Total elongation (%)	n value	r value		Conical cup value
							\bar{r}	Δr	
A 1	WQ	10.7	0.0	25.1	57.3	0.303	2.31	0.27	36.41
	600°C × 30 min	10.5	0.2	24.9	57.0	0.306	2.73	0.30	36.03
	800°C × 30 min	10.9	0.0	24.8	49.0	0.290	1.82	0.06	37.02
A 2	WQ	10.0	0.2	24.4	61.7	0.320	2.53	0.78	35.34
	600°C × 30 min	10.6	0.0	25.6	54.3	0.299	2.03	0.50	36.37
	800°C × 30 min	9.8	0.2	23.7	56.8	0.294	1.37	0.29	37.54
A 5	WQ	14.0	0.1	26.4	57.3	0.265	2.88	0.41	35.68
	600°C × 30 min	14.5	0.3	26.1	54.5	0.270	2.70	0.46	36.01
	800°C × 30 min	12.9	0.2	27.6	53.8	0.275	1.59	0.34	37.35
A 8	WQ	19.8	0.0	31.9	41.8	0.201	1.68	0.55	37.62
	600°C × 30 min	21.1	2.6	30.7	46.7	0.212	1.91	0.39	37.56
	800°C × 30 min	15.8	0.2	28.8	51.8	0.262	1.80	0.43	37.26
B 1	WQ	27.0	13.2	29.7	49.3	—	—	—	37.24
B 2	WQ	26.6	14.0	29.8	54.5	—	—	—	37.18
B 5	WQ	28.0	18.0	29.8	52.0	—	1.53	0.48	37.58
B 8	WQ	28.8	14.7	31.0	40.8	—	2.48	0.93	37.32
C 5	WQ	29.9	18.0	31.8	47.0	—	—	—	37.32

り強さが増加し、全伸びが減少し、 n 値が小さくなることから、深絞り性に悪影響をおよぼす。N水準 0.02%の材料(たとえば、Table 3中の材料 A8)ではこの悪影響が顕著にあらわれている。

つぎに、深絞り性におよぼすC量の効果についてみると、Table 3中の材料 A5, B5 および C5のCCVを比較しても明らかなように、C量の増加に伴って、深絞り性が著しく悪化している。このC量の効果をさらに詳細に検討するため、C量以外は A5と同程度の成分で、C量のみ 0.001~0.04%の範囲で変化させた各種の材料の水冷材につき、C量とCCVの関係を検討した。Fig. 9にその結果を示す。なお、Fig. 9中の▲印はTable 2に示した板厚方向の平均結晶粒径を参考のため挿入したものである。この図から明らかなように、C量が増加するに伴ってCCVは悪くなっているが、C量が0.01%以上ではその効果が飽和したような傾向を示している。これは同図においてみられるごとく、結晶粒径の変化とよく対応するものであり、また3.2で記述した(222)反射強度の変化とも対応するものである。また、C量の増加に伴って、深絞り性に関連を持つ機械的性質は、N量が増加した場合と同様に変化し、降伏点、引張り強さが増加し、全伸びが減少する。これらの変化は主に結晶粒度の変化に対応するものであるが、深絞り性を悪化させている原因のひとつでもある。

以上総合すると、深絞り性におよぼすC量の効果は、一次再結晶集合組織および結晶粒径におよぼすC量の効

果を相乗したものと見える。

4. 考 察

一次再結晶集合組織、光学顕微鏡組織および深絞り性におよぼすC量の効果を整理すると、次のようになる。

(1) 鋼中のC量が増加するに伴って、焼鈍板の板面に平行な{111}成分が減少する。

(2) C添加しない場合、主方位が{111}<110>方位であり、{111}成分への集積がきわめて強い集合組織を持つようなAlおよびN水準の材料でも、C添加することにより、{111}成分への集積が弱くなるだけではなく、その主方位が{554}<225>方位へ移行する。

(3) C量が増加するに伴って、結晶粒径は小さくなる。しかも、C添加しない場合パンケーキ組織になるようなAlおよびN水準の材料でも、C添加により、等軸粒組織になる。

(4) 降伏点、引張り強さはC量の増加に伴って増加し、伸びが減少し、深絞り性が低下する。

(5) このC量の効果は、0.01%以上できわめて顕著にあらわれる。

Fe-Al-N合金の性質におよぼすこれらC量の効果は、軟鋼の性質におよぼすC量の一般的な効果も含まれているが、主たるところは、AlN析出におよぼすC量の効果に起因するものと考えられる。上記のC量の効果が、C添加しない材料における析出処理温度の効果ときわめてよく一致することもこのことを支持するものである。

う。3.3 で述べたごとく、溶体化処理→析出処理工程における AlN の析出は、C 量の増加により促進される。したがって、同一温度で析出処理された材料でも、C 量の多い材料では、みかけ上、C 量の少ない材料をより高温で析出処理した場合と同様に多量の AlN 析出があり、その結果、焼鈍時に集合組織コントロールに有効な AlN となるべき冷延板中の固溶 [N] 量が C 量の少ない材料にくらべ少なくなっている。さらに、C 添加により、焼鈍の昇熱過程における微細な AlN の析出が遅くなることから、この効果を一層助長する結果になつていられる。したがって、C 量の多い材料では、焼鈍の昇熱過程で十分な回復抑制効果を生ずることなく、回復・再結晶にあたり、緒言および前報²⁾ で述べた N 量の少ない Fe-Al-N 合金での再結晶挙動またはリムド鋼の再結晶挙動を示し、そのため板面に平行な {111} 成分が弱く {554}〈225〉を主方位とした集合組織となる。結晶粒形状を等軸化する原因もまさにこの理由によるものと考えられる。

次に、溶体化処理→析出処理の工程で、C 量が AlN の析出を促進する理由について考察すると、すでに市山³⁾ らは、C 量の異なる Fe-Al-N 合金において、C 量のちがひにより AlN の析出のピーク温度 (最も AlN が析出しやすい温度) が異なり、C 量の多い材料の方がピーク温度が低温になり、しかも Al 量が 0.01% 程度の材料では、ピーク温度における析出速度は C 量の多いもののほうが大きいことを報告している。本実験の場合、熱延後析出処理温度まで空冷する方法を採用しているが、この方法によると、熱延から析出処理までの冷却速度は低温になるほど遅くなるはずである。したがって、C 量の多い材料ほど、ピーク温度を通過するときの冷却速度は遅く、通過に際して一部の AlN が析出を開始し、ここで生じた析出物が後の恒温の析出処理での析出核となり析出を促進することが考えられる。また、別の理由として、C 量の AlN 析出におよぼす効果が A_1 変態点以下 (600°C および 700°C) の析出処理において最も顕著であること、C 量の効果が顕著になるための C 量の臨界値が 0.01% であり、Al を含んだ Fe-C 系における 600°C ~ 700°C における C の固溶限がほぼこの値に近いことなどから、AlN に先立ち析出する微細なセメンタイトが析出核となつて、AlN の析出を促進していることも考えられる。本実験結果からは、上記のいずれの機構によるものかを決定することはできないが、堀田、岩間¹⁰⁾ らの Fe-Al-C 合金における snoek peak の測定からも、 α -Fe 中の Al と C が比較的強い相互作用を持っているものと考えられ、このことから Al の拡散速度は

C の存在によりかえつて小さくされているものと思われるので、本実験の析出処理において C 量により AlN 析出が促進されている事実は、むしろ、C 量が AlN 析出のためのなんらかの析出核を作り出す効果を持つていると考えるのが妥当であろう。

AlN の析出挙動におよぼす C 量のもうひとつの効果として、焼鈍の加熱過程において AlN の析出を遅らせることを指摘した。この効果は、おそらく、上記の Al と C の相互作用により Al の拡散速度が小さくされていることを示すものであり、低温において AlN 析出が完全に Al の拡散律速になつている場合には、この Al と C の相互作用が無視できないのであろう。

5. 結 言

電解鉄を素材とし、C 量 0.001% ~ 0.04% の Fe-Al-N 合金につき、一次再結晶集合組織、AlN の析出挙動、結晶粒形状および深絞り性におよぼす C 量の効果を検討した。その結果、次のような結論を得た。

(1) Al 水準 0.005% 以下の材料では、一次再結晶集合組織におよぼす C 量の効果は明りようではないが、Al 水準 0.02% および 0.06% の材料では、C 量が増加するに伴つて、板面に平行な {111} 成分への集積が弱くなる。

(2) C 添加しない場合に、{111}〈110〉方位を主方位とし、{111}成分への集積がきわめて強くなるような Al および N 水準の材料でも、C 添加すると {111} 成分への集積が弱くなるばかりでなく、その主方位は {554}〈225〉へ移行する。

(3) C 添加しない場合に、アルミキルド鋼的ないわゆるパンケーキ組織を示すような Al および N 水準の材料でも、C 量の増加に伴つて、結晶粒径が小さくなると同時に、結晶粒形状が等軸粒にかわる。

(4) C 量の増加に伴つて、一次再結晶集合組織および結晶粒径の変化の相乗の効果により深絞り性は著しく悪化する。

(5) AlN の析出挙動におよぼす C 量の効果についてみると、溶体化処理→析出処理の工程のごとく高温から冷却される過程においては、AlN の析出は C 量により促進され、焼鈍の昇熱過程のごとく常温から加熱される過程においては、AlN の析出は C 量により遅らされる。

(6) これらの C 量の効果は、C 量が 0.01% 以下ではあまり明りようではないが、0.01% を超えるときわめて顕著になる。

おわりに、本論文の投稿を許可された渡辺省三所長に深く感謝いたします。

文 献

- 1) 市山, 吉田, 中川, 江島, 松村: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 1726
 - 2) 市山, 吉田, 中川, 江島, 松村: 鉄と鋼, 57 (1971), p.2242
 - 3) 市山, 小泉, 吉田, 渡辺, 西海: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 1229
 - 4) 阿部, 高木: 鉄と鋼, 55(1969), p. 1220
 - 5) 清水, 武智, 高橋: 鉄と鋼, 56(1970), S 142
 - 6) W. C. LESLIE, R. L. RICKETT, C. L. DOTSON, and C. S. WALTON: Trans. ASM, 46(1954), p. 1470
 - 7) 青木, 関野, 藤島: 鉄と鋼, 26(1962), p. 437
 - 8) 花井, 竹本, 水山, 佐直: 鉄と鋼, 57(1971), p. 386
 - 9) 阿部, 鈴木: 鉄と鋼, 56(1970), p. 869
 - 10) 堀田, 岩間: 学振 133 委, Jan. 1968
-