

論 文

UDC 621.983.3.011 : 548.23 : 669.15-194.2-415-122.2 : 661.665

炭化物形成元素を添加した低炭素鋼板の
深絞り性および再結晶集合組織について*小久保一郎**・須藤 正俊**・亀野 克己**
橋本 俊一**・塚谷 一郎**・岩井 隆房**On the Drawability and Recrystallization Texture of Low Carbon
Sheets Containing Carbide Forming ElementsIchiro KOKUBO, Masatoshi SUDO, Katsumi KAMENO,
Shun'ichi HASHIMOTO, Ichiro TSUKATANI, and Takafusa IWAI

Synopsis:

An investigation has been carried out to clarify the effect of carbide forming elements as Ta, Nb and Zr on the drawability and the recrystallization texture of cold-rolled low carbon steel sheets. Prior to cold rolling, a reheating treatment of hot bands is given so that C and N in solution in steel may precipitate as carbide and nitride.

The results obtained are as follows:

1. The addition of Ta, Nb, Ti, and Zr is so effective to improve r value of low carbon steel sheets.
2. When a proper reheating treatment is given prior to cold rolling, the r value increases remarkably with an increase of the atomic ratio of Ta to (C+N) and shows a maximum at the ratio of about 1:1.
3. As to the recrystallization texture, the (111) fiber texture develops remarkably in the sheet containing no carbon in solution while the (111) texture becomes weak with an increase of carbon content. A study of the effect of carbide size on the recrystallization texture shows that carbide larger than about 500 Å increases (200) and decreases (222) pole intensities.
4. The cold rolling texture has a close relationship with the concentration of carbon in solution. The absence of carbon and tantalum in solution develops in the cold-rolled sheet the {211}<011> texture which is considered preferable for the development of the near {111}<112> texture during the recrystallization process.
5. It is concluded that the high r value obtained in Ta bearing low carbon steel sheets is attributed mainly to the absence of carbon in solution by means of the reheating treatment prior to cold rolling.

(Received June 15, 1972)

1. 緒 言

冷延鋼板の深絞り性と r 値 (plastic strain ratio) とは密接な関係があり、 r 値の向上に伴い限界絞り比はほぼ直線的に向上すること、および r 値は再結晶集合組織によりほぼ完全に説明でき、圧延面に平行に {111} 成分が多く、{100} 成分が少ない再結晶集合組織を得ることにより深絞り性が向上することが実験的にもまた理論的にも多くの研究者達により明らかにされている¹⁾²⁾。

その後深絞り性を向上させるための研究が数多くなされておき、つぎのようなことにより深絞り性が顕著に向上することが明らかとなつている。

- 1) C 量の減少³⁾⁴⁾
- 2) 熱延板での鉄炭化物などの析出^{5)~7)}
- 3) 熱延板フェライト粒度の微細化⁸⁾⁹⁾
- 4) 回復、再結晶の初期段階における微細な AlN または Cu の析出⁸⁾
- 5) Ti, W, Mo など置換型元素添加^{10) 12)}
- 6) 2 回冷延法 (中間または最終焼鈍時の脱炭)¹³⁾¹⁴⁾ とくに置換型元素添加効果については数多くの実験が行なわれ、Ti キルド鋼というすぐれた鋼板が開発され

* 昭和46年4月本会講演大会にて発表
昭和47年6月15日受付

** (株)神戸製鋼所中央研究所

た¹⁵⁾。しかしながら Ti 添加効果は析出物自身¹⁶⁾、または固溶 Ti¹⁵⁾ によるとされているが、まだ完全に明らかにされたとはいえない。著者らは前述の現象を総合的に考え、項目 1), 2), 3) をおもにねらい、冷延前に存在する C を完全に固着することを目的とし、強力な炭窒化物形成元素を添加し、熱延板にて炭化物析出処理(以下ときに析出処理と略記する)を行なつた。安定炭化物析出処理により冷延前にセメントを析出させた場合には焼鈍過程での再固溶現象が重畳し、現象が複雑化し考察が困難となる欠点を除去した。ねらつたおもなる効果はつぎに記す 4 つであり、いずれの因子の r 値向上への寄与が最大であるかを明らかにする実験を行なつた。

- a) 析出物形成にともなう C, N のはき集め効果(C, N の悪影響除去)
- b) 炭化物自身の効果
- c) 副次的因子としての熱延板フェライト粒度粗大化防止効果
- d) 置換型固溶原子の効果

再結晶集合組織形成機構に関する詳細な考察が数多くなされているが、実用鋼に関する現象は複雑であり、現時点において機構を云々するにはデータが不足しており、数多くの情報を蓄積することが先決と考えられる。本実験においては、マクロ的現象を明確にすることを第一義

とし、添加元素の種類、析出物の大きさおよび量、添加元素と (C+N) との原子濃度比などの r 値および再結晶集合組織におよぼす影響を調べた。なお強力な炭窒化物形成元素添加低炭素鋼板におよぼす 2 回冷延の効果についても付記する。

2. 供試材および実験方法

100 kg 真空溶解炉にて溶製した 90 kg 鋼塊を試験に供した。電解鉄に C, Mn, P, S を適量添加したものを基本成分とし、これに Ta, Ti, Zr など強力な炭窒化物形成元素を添加した。Ta 添加鋼については Ta と (C+N) との原子濃度比の影響を明らかにするため Ta 添加量を大幅に変えた。1 回冷延法では鋼塊を皮削り後、厚さ 10 mm, 幅 110 mm に鍛造、厚さ 4.3 mm まで熱延(均熱処理 1200°C×3 hr, 3 パス)し床上に放冷した。熱延板は必要に応じ、ソルトバス中にて析出処理を行なつた。酸化皮膜除去および板厚調整を目的とし 3.2 mm または 2.7 mm まで両面を機械切削した。化学分析用試料は熱延板より採取し、C, N, O のみは冷延焼鈍板にて分析した。分析結果を Table 1 に示す。これら熱延板を Ta 添加鋼については 75%(3.2 mm)、他元素添加鋼については 70%(2.7 mm 厚)の冷延を行ない 0.8 mm とし真空焼鈍を行なつた。焼鈍板には 1~

Table 1. (a) Chemical composition (wt%).

Steel	C	N	O	Ta	Si	Mn	P	S	Ta/(C+N)*
T-01	0.008	0.0018	0.0065	0.04	0.013	0.22	0.016	0.018	0.27
-02	0.009	0.0018	0.0047	0.07	0.016	0.22	0.016	0.016	0.47
-03	0.009	0.0043	0.0092	0.14	0.010	0.22	0.018	0.022	0.73
-04	0.009	0.0011	0.0058	0.13	0.025	0.21	0.016	0.018	0.86
-05	0.008	0.0023	0.0075	0.14	0.008	0.22	0.018	0.019	0.93
-11	0.014	0.0020	0.0061	0.04	0.012	0.22	0.016	0.020	0.17
-12	0.013	0.0016	0.0063	0.07	0.012	0.21	0.016	0.020	0.32
-13	0.013	0.0012	0.0054	0.10	0.016	0.22	0.016	0.019	0.46
-14	0.013	0.0022	0.0090	0.19	0.008	0.24	0.018	0.022	0.85
-15	0.014	0.0011	0.0033	0.25	0.006	0.22	0.014	0.014	1.11
-16	0.012	0.0022	0.0068	0.24	0.009	0.22	0.018	0.020	1.15
-17	0.014	0.0025	0.0075	0.31	0.006	0.23	0.017	0.021	1.42
-18	0.012	0.0022	0.0079	0.38	0.007	0.21	0.016	0.019	1.81

* Atomic percent ratio of Ta to (C+N)

Table 1. (b) Chemical composition.

	No	C	Si	Mn	P	S	O	N	Zr	Cr	Mo	V	Ti	Nb	M/(C+N)*
Zr	1	0.018	<0.01	0.28	0.011	0.019	0.0015	0.0052	0.12						0.68
	2	0.017	0.015	0.30	0.014	0.019	0.0048	0.0051	0.21						1.23
	3	0.016	0.04	0.32	0.015	0.019	0.0048	0.0070	0.24						1.44
	4	0.018	0.014	0.30	0.015	0.018	0.0024	0.0054	0.28						1.63
	5	0.015	0.011	0.30	0.016	0.017	0.0033	0.0054	0.23						1.47
Cr	1	0.009	<0.005	0.33	0.015	0.014	0.0044	0.0040		0.18					3.37
Mo	1	0.013	<0.005	0.31	0.016	0.016	0.0029	0.0050			0.32				2.24
V	1	0.023	0.008	0.34	0.015	0.018	0.0015	0.0044				0.33			2.94
Ti	1	0.020	<0.005	0.11	0.015	0.015	0.0020	0.0043					0.12		1.24
Nb	1	0.013	0.006	0.29	0.015	0.016	0.0090	0.0052						0.16	1.19

* Atomic percent ratio of carbide forming element to (C+N)

1.5% のスキンプラスを行ない r 値測定に供した。本実験の主目的の1つである熱延板析出処理条件は実験目的により異なり、さらに焼鈍温度、加熱速度は鋼種によりことなるので実験結果の項に記す。なお焼鈍はすべて真空中で行なつた。2回冷延法についても同様に後述する。

実施した試験項目は r 値、集合組織、等時焼鈍にともなう硬度変化測定および光学および電子顕微鏡組織観察である。圧延方向に対し 0° 、 45° 、 90° の3方向から幅10 mm、長さ100 mmの短柵型 r 値測定用試験片を各3本採取し、標点間距離を30 mmとし15%引張加工したときの r 値を測定した。各方向の r 値をそれぞれ r_0 、 r_{45} 、 r_{90} とし、平均の r 値 (\bar{r} 値) および面内異方性の大きさを示す Δr を次式により求めた。

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

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

冷延板の等時焼鈍にともなう硬度変化 (ときに軟化曲線と称する) は冷延板をバイコール管に真空封入しエレマ炉にて所定温度に各1 hr保持空冷した試料の顕微鏡組織観察面のピッカース硬度を測定し求めた (測定荷重10 kg)。光学顕微鏡組織は圧延方向に平行で板面に垂直な断面を3% Nital 液にて腐食して調べた。析出処理に伴う析出物の変化および冷延板での転位分布状態を調べるため、機械的または化学研磨法により0.1 mm前後まで薄くし、Bollmann法により薄膜試料を作成し透過電顕観察を行なつた。集合組織は機械研磨により減厚し電解研磨により仕上げた板厚中心面について測定した。極密度は MoK_α 線を用いシンチレーション計数管にて積分強度を測定し、ランダム標準試料の積分強度との比から求めた。極点図は極密度測定用試料を流用し CoK_α 線を用い Schulz 反射法により (200) 面について求め

た。一部試料については両面より減厚し約0.07 mmにしたものについて MoK_α 線を用い透過法により極点図の外周部を測定した。

3. 実験結果

3.1 熱延板析出処理の影響

Ta と (C+N) との原子濃度比 (以下、 $\text{Ta}/(\text{C}+\text{N})$ と記す) が1.1すなわちCおよびNを完全に固着するに十分なTa量を添加した鋼T-15に600、700および800°Cで各3 hrの熱延板析出処理を行ない、冷延焼鈍後の集合組織、 r 値におよぼす析出物などの影響を調べた。焼鈍条件は800°C×3 hrで加熱速度は50°C/hr (450~750°C間)である。鋼T-15の熱延板粒は他鋼種にくらべ微細である (Photo. 1参照) と同時に粒形状は典型的な等軸粒ではなく鋭角的な粒界を有している。析出処理温度が高くなるにつれ粒は丸みを帯びわずかに粗大化する。焼鈍板粒は熱延板析出処理なしのときもつとも展伸度が高く、処理温度が高くなるほど等軸粒に近づく。熱延板析出処理による r 値および代表的低指数面極密度の変化を Fig. 1に示す。600°C処理のとき \bar{r} 値はいくぶん向上し、700°Cにて最高の \bar{r} 値に達し、より高温の800°C処理では逆に若干低下しており、700°C近傍の析出処理が最適であることを示している。 r 値向上に寄与する (222) 極密度は処理温度とともに増加し、 r 値向上に悪影響を与える (200) は700°C処理で最少となり800°Cでは逆に増加している。この結果 r 値とよい相関関係にあるとされる (222) と (200) の極密度比は700°C処理で最高値に達し r 値の変化とよい対応を示す。また固溶炭素量、熱延板粒度と関係があるとされる (110) は析出処理により減少する。

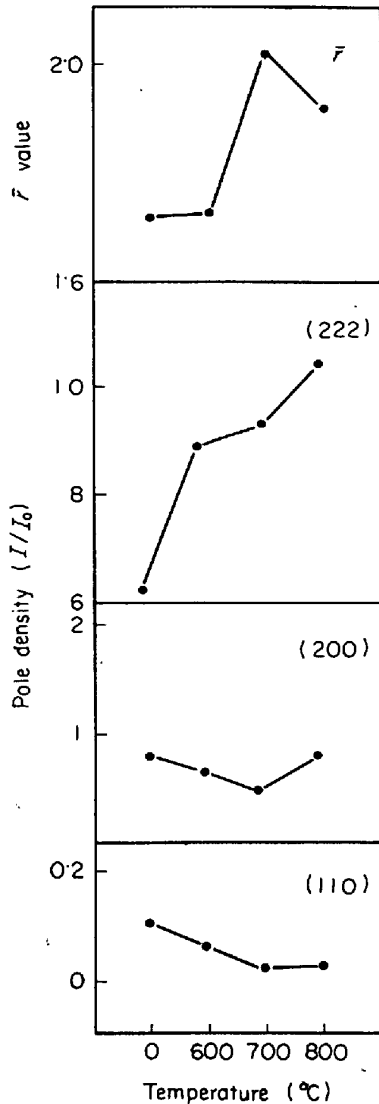


Fig. 1. Effect of reheating temperature of hot bands on the average plastic strain ratio (\bar{r}) and the texture of steel T-15, hot rolled at 1200°C, reheated, 75% cold rolled and annealed at 800°C for 3hr. Reheating treatment: 3hr in salt bath at each temperature.

熱延板析出処理に伴う冷延板 (200) 極点図の変化を Fig. 2 に示す。冷延集合組織の主方位は析出処理温度によらず $\{211\}\langle 011\rangle$ であるが、その集積度は析出処理温度に依存し、700°C 処理のとき最高となる。焼鈍板集合組織は全処理温度において板面に平行に $\{111\}$ 面を有しそれを板面に垂直な $\langle 111\rangle$ 軸のまわりに回転分散させた方位が圧倒的なものであり、すぐれた深絞り性を示すことが明らかであるが、仔細に検討すれば優先方位に若干の相違が認められる。すなわち 600, 700°C 処理においては $\{111\}\langle 110\rangle + \text{near}\{111\}\langle 112\rangle$ が優先方位であるが、800°C 処理では $\text{near}\{111\}\langle 112\rangle$ が顕著となり、かつ極

点図中心部に $\{100\}$ 方位を圧延方向に平行な軸のまわりに回転させた成分が増加している。以上の結果より熱延板析出処理を最適条件で行なえば r 値が顕著に向上し、再結晶集合組織が変化することが明らかとなった。

参考までに鋼 T-15 とほぼ同一成分である T-16 の熱延板を室温から 750°C までの適当な温度で 3hr 加熱したときの硬度変化を測定した。100°C で鉄炭化物の微細析出による第 1 の硬度ピークが観察され、固溶炭素 (C) の存在が間接的に確認された。より高温側では鉄炭化物の凝集、溶解により硬度は徐々に低下し、その後 TaC の析出による硬度増大および固溶 Ta の減少および整合または非整合析出物の粗大化による硬度低下効果の重畳により 600°C 付近に第 2 のピークが存在する。なお、熱延状態ですでに微細析出物が一部形成されている。また鋼 T-15 とほぼ同一成分である鋼 T-16 の冷延板の等時焼鈍にともなう硬度変化を Fig. 3 に参考までに示す。熱延板析出処理温度が高くなるにつれ硬度軟化温度は低温側に移行しており、固溶 Ta および微細 TaC 析出物の回復および再結晶抑制効果の大きいことがわかる。

3.2 Ta と (C+N) との原子濃度比の影響

熱延板析出処理により予想通り冷延焼鈍板の r 値が大幅に向上した。最適析出処理温度の存在する理由、析出処理時の TaC の析出挙動などを調査するまえに、Ta は N とついで C とのみ反応し、他元素との結合はないと仮定し、 $Ta/(C+N)$ と r 値との関係を明らかにする。析出処理の意義が C, N の固着作用にあるとすれば $Ta/(C+N) \geq 1$ のとき最高の r 値が得られるはずである。0.013% C を含む鋼に $Ta/(C+N) = 0.17 \sim 1.8$ となるように Ta を添加し、熱延板析出処理を行ない r 値、集合組織の変化を調べた。0.008% C 鋼についても $Ta/(C+N) < 1$ ではあるが同様な実験を行なった。焼鈍条件は 800°C × 3hr (加熱速度 50°C/hr) である。

熱延板中心部の粒径は Photo. 1 に示されるように C 量によりことなり C 量の少ないものでは Ta 量によらず粗大化する傾向にあり、一方 0.013% C 鋼では Ta 量の少ない鋼 T-11 においても粒形は 0.008% C 鋼より小さく C の粒度微細化効果の大きさを示している。析出処理に伴う熱延板粒成長は 0.008% C 鋼においてわずかに認められるのみである。鋼 T-15 はとくに微細であるが、これは加熱温度を一定に設定しても、実際の熱延温度に多少の差異の生ずるためであろう。焼鈍板の顕微鏡組織は省略するが、C, Ta 量の多い場合は展伸粒で、それらが少ないときは等軸粒である。粒度は C 量によりほぼ定まり、0.008% C 鋼では 0.013% 鋼よりも粒径が大きく、

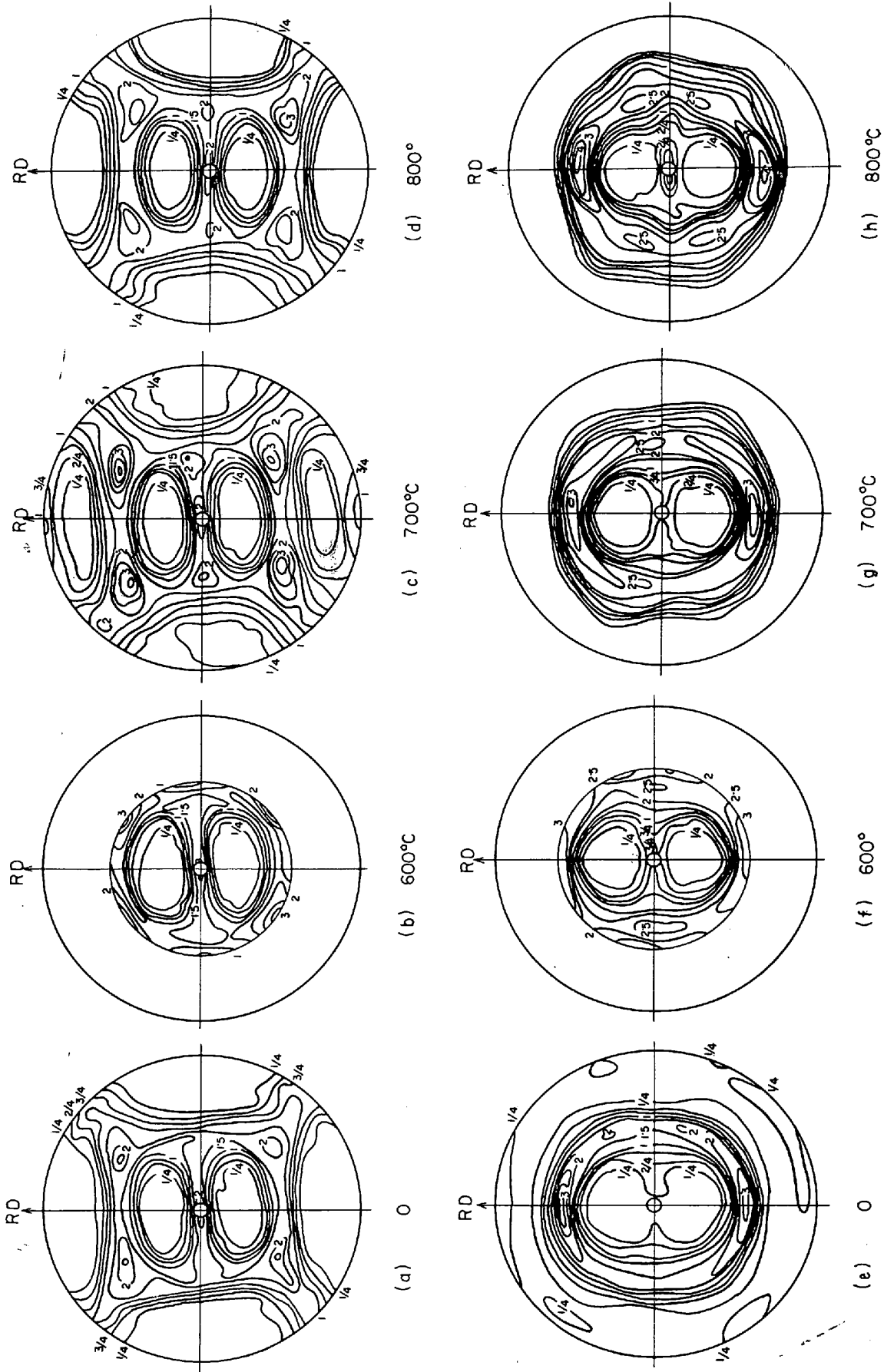
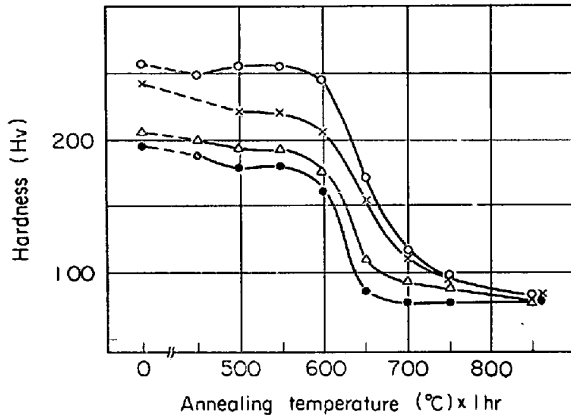


Fig. 2. Effect of reheating temperature of hot bands on the cold-rolling and annealing textures determined from the half-thickness planes of steel sheets T-15. (200) pole figure.

Reheating treatment : 3hr in salt bath at each temperature 0 means no reheating treatment
 (a) to (d) as cold-rolled 75% (e) to (h) as annealed at 800°C for 3hr



○ : No reheated, then cold rolled
 × : Reheated at 600°C for 3hr, then cold rolled
 △ : Reheated at 700°C for 3hr, then cold rolled
 ● : Reheated at 800°C for 3hr, then cold rolled

Fig. 3. Effect of reheating temperature on the change in hardness on annealing steel T-16, 75% cold-rolled.

Ta 量の多少にはほとんど依存しない。

熱延板集合組織は完全にランダムではなく、Ta 量の

多い鋼 T-16 では優先方位が認められ、(111) および (200) 極密度が増加し (110) 成分が減少している。Ta/(C+N) < 1 では Ta 量によらずランダム方位に近い集合組織であり、C 量の多少には影響されない。これらの差異は固溶 Ta 量および熱延中の TaC 析出量とも関係があるろう。

0.013% C 鋼の r 値測定結果を Fig. 4 に示す。鋼 T-18 を除き全鋼種において熱延板析出処理により r 値が向上している。Ta 添加量の増加とともに処理なしの状態での r 値が向上し、それに伴い析出処理効果が減少し、ついには T-18 のように処理なしのとき最高の r 値を示すようになる。これは熱延中の TaC 析出量が Ta 量とともに多くなるためである。0.008% C 鋼についても同様な実験を行なったが 0.013% C 鋼と同一傾向にあり、いくぶんのバラツキはあるが、Ta/(C+N) とともに r 値は向上している。0.013% C 鋼ではその比が約 1 のとき最高値に達し、1 以上では r 値はやや低下しみである。すなわち (C+N) を安定な化合物として固着するのに必要十分な Ta 量を添加することが r 値向上に必要不可欠で

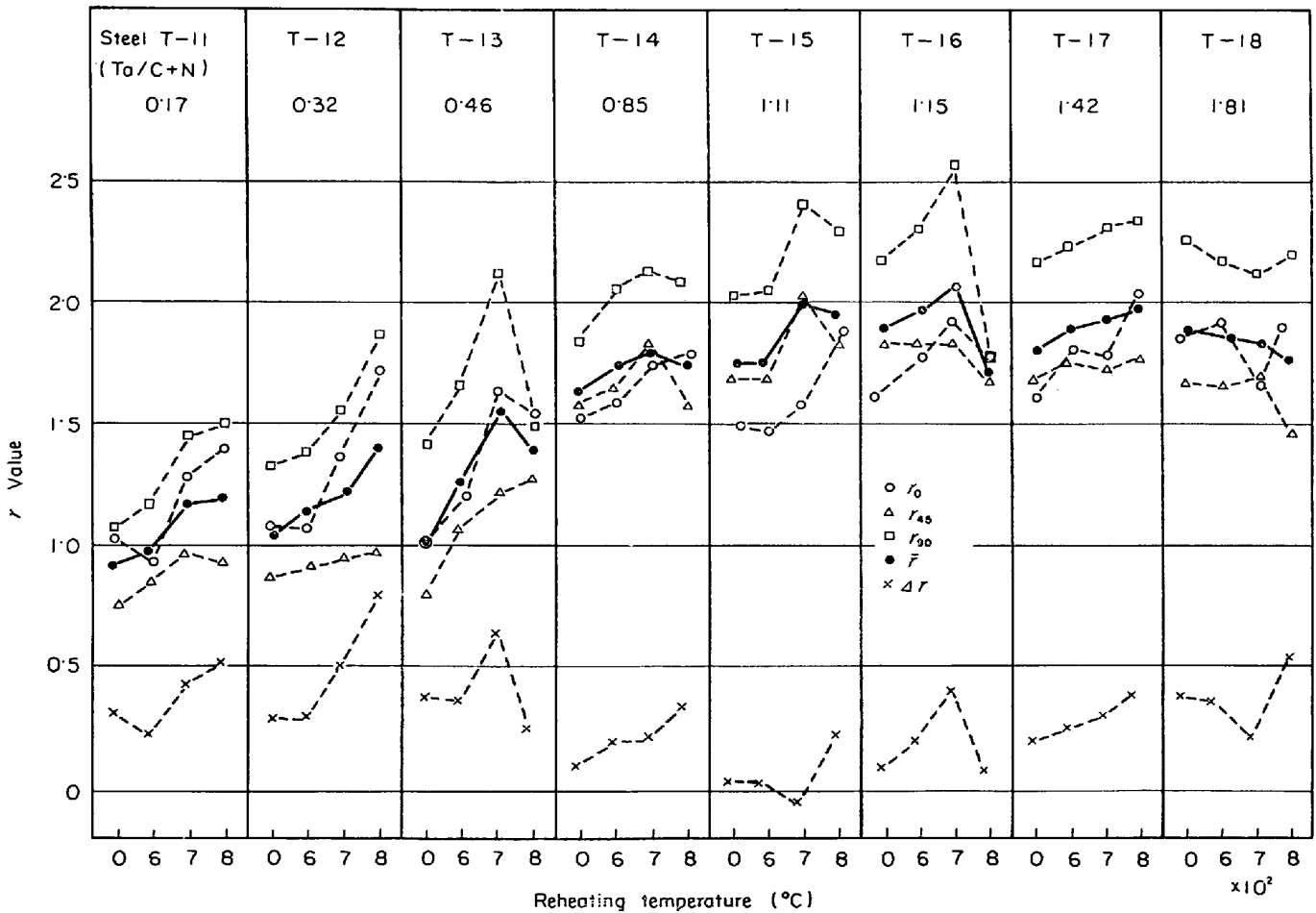
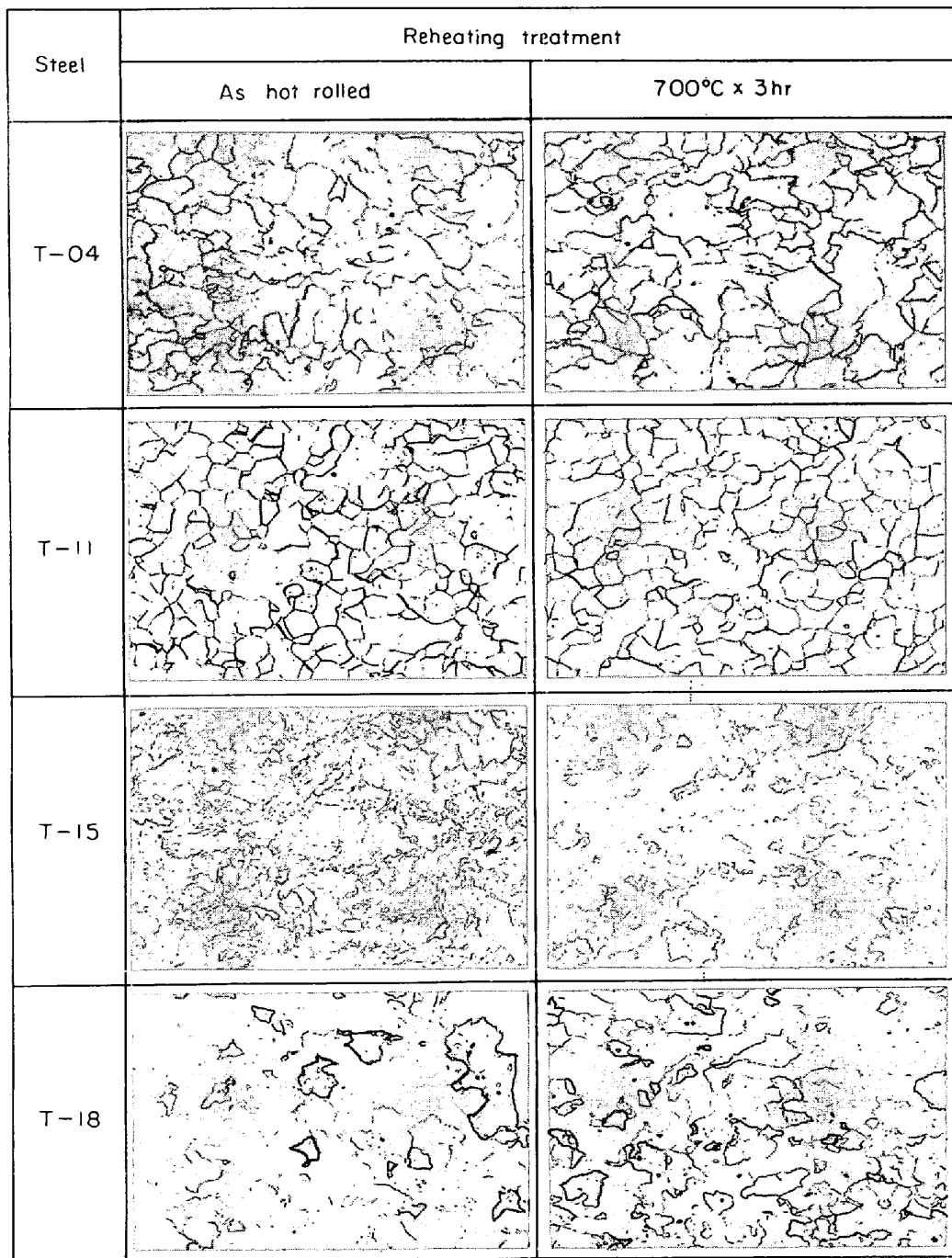


Fig. 4. Effect of reheating temperature on the r values of 0.013% C steel sheets, cold rolled 75% and annealed at 800°C for 3hr. Reheating treatment: 3hr in salt bath at each temperature.

Photo. 1. Microstructures of hot bands of 0.013% C steels. $\times 200(2/3)$

ある。いいかえれば固溶 Ta は r 値向上に対して少なくとも正の効果はない。

\bar{r} 値のみならず r 値の面内異方性も $Ta/(C+N)$ とともに変化する。C 量の少ない 0.008% C 鋼では r_{45} が最少となるリムド鋼型であるのに対し、0.013% C 鋼では $Ta/(C+N)$ が 1 に近づくとつれ、 r_{45} が大きくなり $r_0 \approx r_{45}$ となる。このような差異は 0.008% C 鋼では熱延板粒度差がいくぶん大きいことおよび $Ta/(C+N)$ が 1 より

小さいときには固溶 C が多いことと関係がある⁹⁾¹⁷⁾。

代表的低指数面の極密度と $Ta/(C+N)$ との関係を、TaC として析出すべきものは完全に析出させた (3.3 および 3.4 参照) 700°C 処理材について Fig. 5, 6 に示す。冷延状態 (Fig. 5) では、(222) 極密度は $Ta/(C+N)$ とともにほぼ直線的に増加する。(211) は $Ta/(C+N)$ が約 1 のとき最高となり、その後低下する。(200) も (211) とほぼ同一挙動であるが、C 量の低い方が低い極

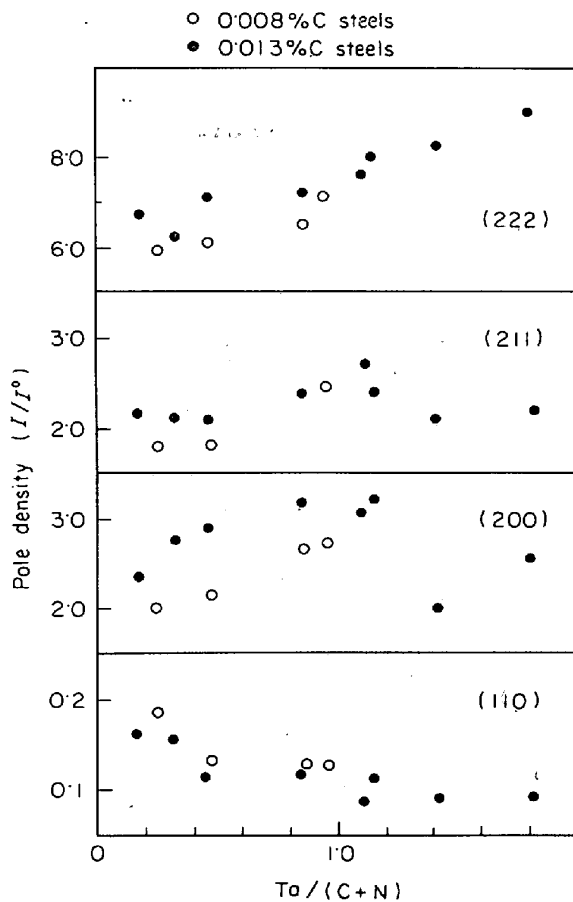


Fig. 5. Effect of atomic ratio of Ta to (C+N) ($Ta/(C+N)$) on the pole densities of several reflections of steel sheets reheated at 700°C for 3hr and then cold rolled 75%.

密度を示す。(110)は $Ta/(C+N)$ の増加にともない逆に低下する。0.008% C 鋼の (200) のみならず (211), (222) 極密度の低いのは熱延板粒度が大きく, TaC 析出物量の少ないことと関連がある。すなわち (222), (211), (200) 極密度はすべて冷延集合組織の安定方位と関係があるが, 熱延板粒度の小さいまたは $Ta/(C+N)$ が 1 付近のときこれら安定方位への集積度が高くなる。(200) 極密度の増加は固溶 C 量のみならず TaC 量と密接な関係がある (3.5 参照)。

焼鈍板では 0.008, 0.013% C 鋼ともに同一挙動を示し, Fig. 6 に示されるように r 値向上に寄与する (222) 極密度は $Ta/(C+N)$ とともに増加し, 1 付近で最高値となる。(310), (200) および (110) 極密度は逆に $Ta/(C+N)$ とともに減少し, その比が 1 付近で最低値となる。 $Ta/(C+N)$ が 1 以上では (222) は減少し, (200) は増加し, $Ta/(C+N) \approx 1$ のとき最高の r 値が得られるとの結果と一致する。

700°C 析出処理を行なった 0.013% C 鋼の冷延および

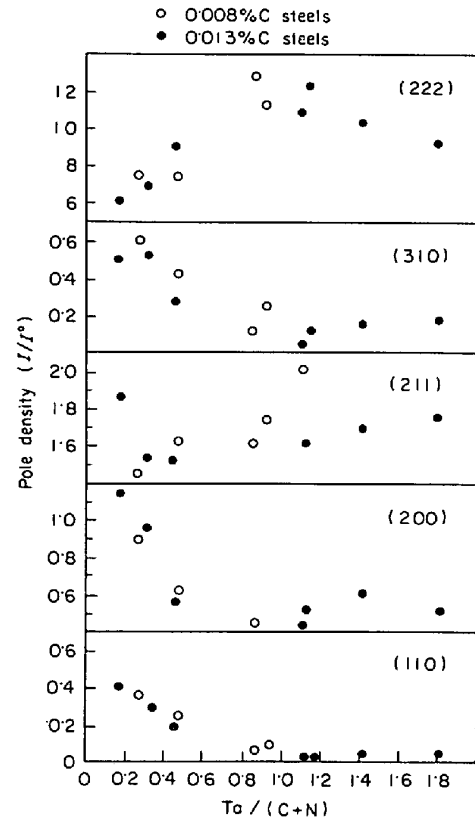


Fig. 6. Effect of $Ta/(C+N)$ on the pole densities of several reflections of steel sheets reheated at 700°C for 3hr, cold rolled 75%, then annealed at 800°C for 3hr.

再結晶集合組織の代表例を Fig. 7 に示す。冷延集合組織も $Ta/(C+N)$ とともに顕著に変化し, $Ta/(C+N)$ が 1 に近づくとつれ, 冷延安定方位の 1 つである {211} <011> 方位への集積が顕著になり, とくに r 値が最高となる鋼 T-15 でのその集積度が最高となり, Ta 量がそれ以上になると T-18 に示されるように逆にその集積度は減少する。これらの傾向はすでに示した熱延板析出処理温度が最適のとき {211} <011> への集積が最大となったことと対応しており, 極点図の中心部 (200) 方位への集積も同一傾向にあり, Fig. 5 の結果と一致する。

再結晶集合組織もこれら冷延集合組織の変化に対応し, $Ta/(C+N)$ とともに near {111} <112> 成分が増加し, 熱延板粒度が微細であり r 値の面内異方性が小さく $r_0 \leq r_{45} < r_{90}$ となっている鋼 T-15 では {111} <011> 成分も増加しており, {111} を板面に垂直な <111> 軸のまわりに回転分散した方位が顕著となつている。松藤ら¹⁸⁾は Al キルド鋼の階段焼鈍による面内異方性の変化を調べ, {111} 成分を板面に垂直な <111> 軸のまわりに回転分散させた方位が顕著になると, r 値の面内異方性が減少することを示しており, われわれの結果と

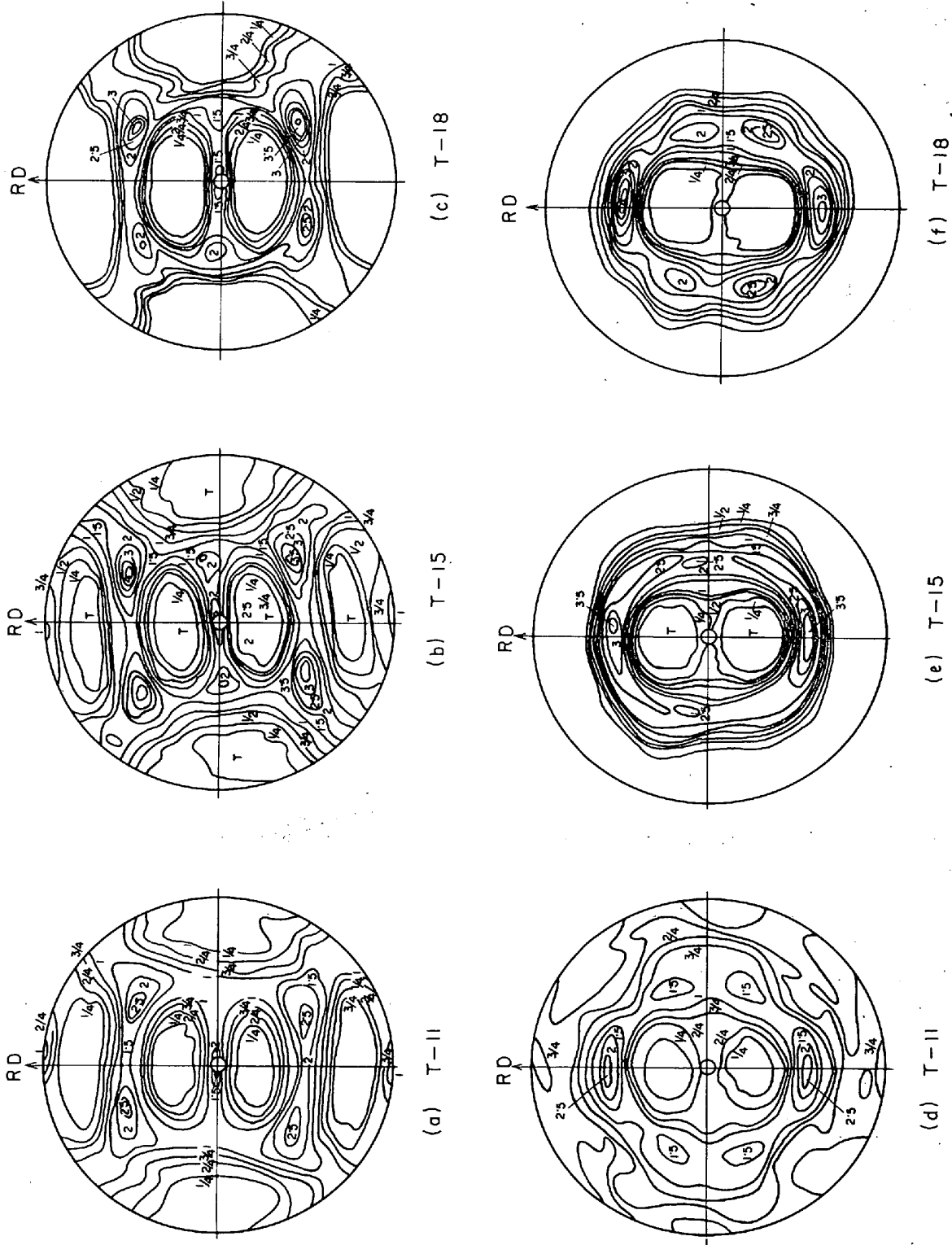


Fig. 7. The cold rolling and annealing textures of steel sheets reheated at 700°C for 3hr, cold rolled 75%, then annealed at 800°C for 3hr. (a) to (c) as cold rolled (d) to (f) as annealed

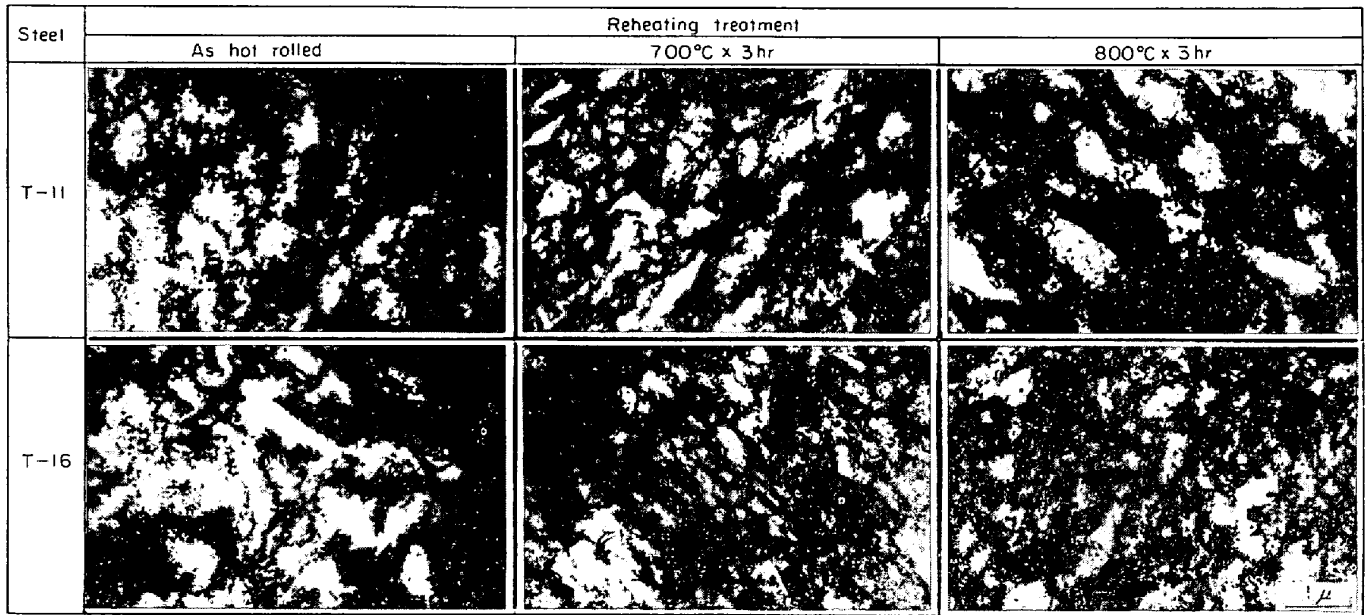


Photo. 2. Change in cell structures in 75% cold rolled steel sheets as a function of reheating treatment.

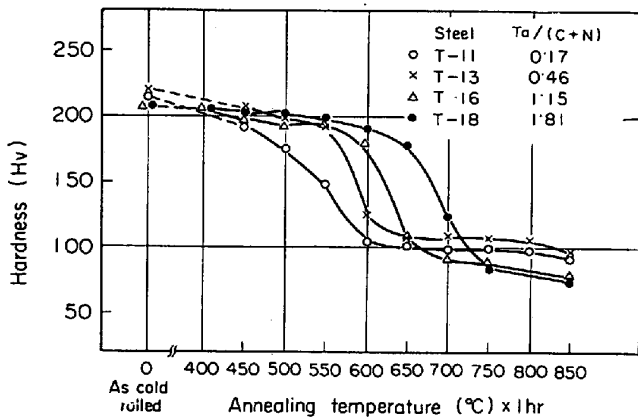


Fig. 8. Change in hardness on annealing steel sheets reheated at 700°C for 3hr then cold rolled 75%.

一致する。さらに Ta 量の多い鋼 T-18 では near {111} <112> 方位がまた顕著になる。0.008% C 鋼の場合も同様な傾向にあり、 $Ta/(C+N) \approx 1$ に近づくと $\{111\}$ <011> が増加している。

冷延板を等時焼鈍したときの硬度変化を $Ta/(C+N)$ のことなる 0.013% C 鋼について Fig. 8 に示す。700°C x 3hr 析出処理材の再結晶温度は明らかに $Ta/(C+N)$ の関数であり、Ta 添加量の増加につれ再結晶温度は高温側へ移行し、固溶 Ta および TaC の再結晶抑制効果は大きい。

固溶 Ta, C および TaC 量の変化は冷間加工時の転位の運動に対する障害物の量、分布を変え、したがって冷延状態での転位分布を異なるものにする可能性があ

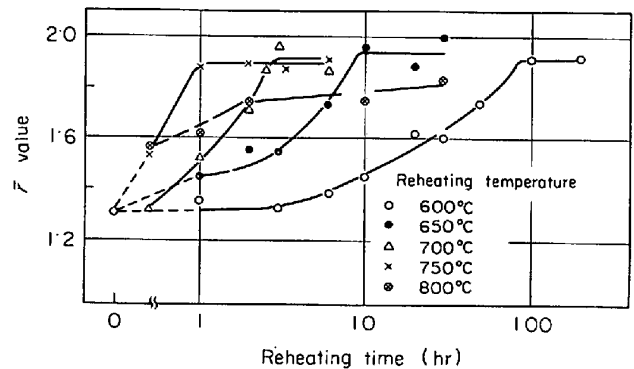


Fig. 9. Change in \bar{r} values of steel T-04, cold rolled 75%, then annealed at 800°C for 3hr as a function of reheating treatment of hot bands.

る。75%冷延時の鋼 T-11 および T-16 の粒内の転位構造におよぼす 700°C 処理の影響を Photo. 2 に示す。析出処理にともなう転位分布状態の変化は Ta 添加量の多い T-16 においてより明りようであり、析出処理によりセルが微細化し、セル壁が鮮鋭となる。700°C 処理後のセルの大きさは析出物の多い鋼 T-16 の方がより小さい。800°C 処理により析出物は粗大化しセル内に容易に認められるようになる。セル径は一般には加工度の関数であり加工度とともに微細化するが、本実験では析出処理により高加工率と同様にセルは微細化している。同一加工率での析出処理温度、 $Ta/(C+N)$ による転位分布状態の変化は粒内および粒界近傍における方位分散に影響を与え、冷延板極密度の変化、ひいては再結晶集合組織の特定方位の優先核発生をもたらすものと考えられ

る。析出処理による析出物の変化は 3.3 および 3.4 に示す結果と大差ないので省略する。

3.3 熱延板等温析出処理の影響

3.1 および 3.2 において等時間熱延板析出処理を行ない冷延焼鈍板の r 値, 集合組織の変化を調べ, r 値向上のための最適処理条件が存在することを明らかにした。しかしながら 700°C 処理が最適析出物形状, 分布を与えるためか, 600°C 処理は析出を完了させるには短時間すぎるためか, 最適処理条件の存在する理由は明らかでない。その点を追求すべく, つぎのごとき実験を行なった。なお本実験の焼鈍条件は 800°C×3 hr (加熱速度 50°C/hr) である。

まず鋼 T-04 について熱延板における等温析出処理温度, 時間と冷延焼鈍後の r 値との関係を調べた。Fig. 9 に示されるように各温度における処理時間が長くなるにつれ r 値は増加する。処理温度 600°C では約 100 hr, 650°C では 10 hr, 700°C では 2.5 hr, 750°C では 1 hr の処理により r 値は最高値 ($\bar{r} \approx 1.9$) に達する。すなわち 600°C×3 hr の析出処理は不十分であり, 600°C においても長時間析出処理を行なえば r 値は向上する。析出処理温度, 時間によらず得られる最高の r 値がほぼ一定であることは興味深い。ただし 800°C 処理では $r \approx 1.9$ には達しない。

熱延板処理にともなう r 値の変化が TaC の析出によるものとすれば, Ta の拡散が律速段階となるはずであ

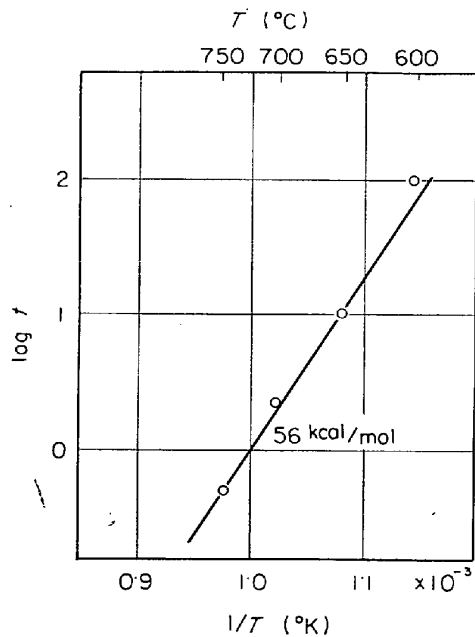
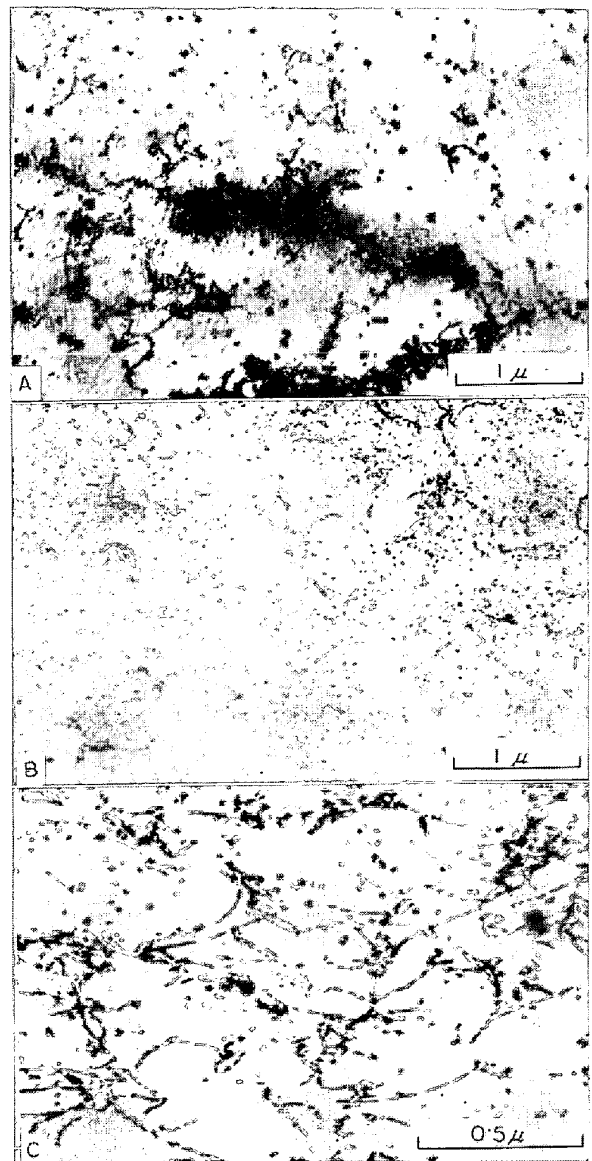


Fig. 10. Log t vs. $1/T$ plotting from the data shown in Fig. 10. t means reheating time when \bar{r} value reaches maximum at each reheating temperature (T).

る。いま r 値が最高に達する時間 (t) を析出完了に相当すると仮定し, $\log t$ と処理温度 (T °K) の逆数との関係を求めると Fig. 10 に示すようにほぼ直線関係にあり, その勾配から得られる活性化エネルギーは $H \approx 56$ kcal/mol となる。600°C 処理のみが直線にのらずより長時間側にある。得られた活性化エネルギー値は α -Fe 中の置換型原子の拡散の活性化エネルギーとして妥当なものである。さらに電気抵抗変化により析出挙動を調べた鋼 T-04 を 1 mm ϕ まで伸線後 Vycor 管に封入し 1200°C にて溶体化処理後空冷し, 600, 650, 700°C にて析出処理したときの電気抵抗変化を液体窒素温度にて測定した。析出完了時点の判定困難なものもあるが, r 値が



A) reheated at 750°C for 50 hr
B) reheated at 600°C for 100hr
C) reheated at 600°C for 50 hr

Photo. 3. TaC precipitates in hot bands of steel T-04 after reheating treatment.

Table 2. Effect of reheating treatment on the r values of steel T-04, cold rolled 75%, then annealed at 800°C.

Reheating	r	r_0	r_{45}	r_{90}
0	1.30	1.26	1.16	1.64
600°C×50 hr	1.66	1.74	1.44	2.08
600°C×100 hr	1.91	2.06	1.60	2.37
750°C×30 hr	1.97	2.07	1.67	2.46

Table 3. Effect of reheating treatment on the r values of T-16 and T-05, cold rolled 75%, then annealed at 800°C.

Steel	Reheating	r	r_0	r_{45}	r_{90}
T-16	0	1.85	1.62	1.81	2.17
	600°C×3 hr	1.95	1.76	1.84	2.34
	700°C×3 hr	2.04	1.91	1.83	2.57
	800°C×3 hr	1.73	1.76	1.69	1.78
	800°C×3 hr+700°C×1 hr	1.86	1.92	1.66	2.20
T-05	0	1.47	1.28	1.41	1.79
	600°C×3 hr	1.39	1.31	1.30	1.65
	700°C×3 hr	1.83	1.95	1.70	1.95
	800°C×3 hr	1.68	2.04	1.33	2.03
	800°C×3 hr+700°C×1 hr	1.88	2.15	1.60	2.15

最高となる時間よりわずかに短時間側にて析出が完了し、とくに 600°C 処理にてその傾向が強い。電気抵抗測定による析出完了時間と \bar{r} 値が最高となる時間は試料作製条件の相違もあり完全には一致しないが、両者の傾向は一致し、 r 値の変化は TaC の析出によるものであり、少なくとも 750°C 以下での処理では完全に C を析出させることにより r 値は最高値に達するといえる。

\bar{r} 値が最高となる析出処理温度のうち最高と最低の処理温度 (750°C×50 hr, 600°C×100 hr) で処理したとき、および $\bar{r}=1.66$ とやや低い値となる 600°C×50 hr 処理時の析出物の状態を Photo. 3 に示す。600°C×100 hr 処理後の析出物の析出物の大きさは 200 Å 以下であるが、750°C×50 hr 処理後は 550 Å 程度である。 r_{45} が最少となる r 値の面内異方性を示す鋼 T-04 ではこの程度の大きさの変化は r 値には影響をおよぼさない (Table 2)。ただし 600°C×50 hr 処理材では 600°C×100 hr 処理材よりも析出物は微細であるが、coherent strain のあるものもあり、このような coherent strain の存在と Fig. 10 に示されるような 600°C における \bar{r} 値を最高するための最少時間の長時間側へのずれとの関係は未確認ではあるが興味深い。800°C 処理では必ずしも \bar{r} 値は最高値に達しない。その理由として、① 800°C では固溶量が増し完全には TaC として析出しない、② 析出物が粗大化し、その悪影響をうける、の 2 つが考えられる。

第 1 の推論が正しいとすれば 800°C 処理後さらに 700°C にて再処理することにより 800°C での固溶 Ta, C が析出し r 値が向上するはずである。C 量のことなる鋼 T-05 および T-16 についてえられた結果を Table 3 に記す。700°C 再処理により r 値は明らかに向上するが、その向上度は鋼種によりことなり 0.008% C 鋼では 700°C×3 hr 析出処理材の値に達するが、0.012% C の T-16 では完全にその値には達しない。いずれにせよ 800°C 処理後 700°C にて再処理することによる \bar{r} 値の向上は析出物の大きさでは説明できず、析出が不完全であるとする第 1 の推論の妥当性が立証された。しかしながら鋼 T-16 の結果は析出物の大きさの影響の存在する可能性を示している。

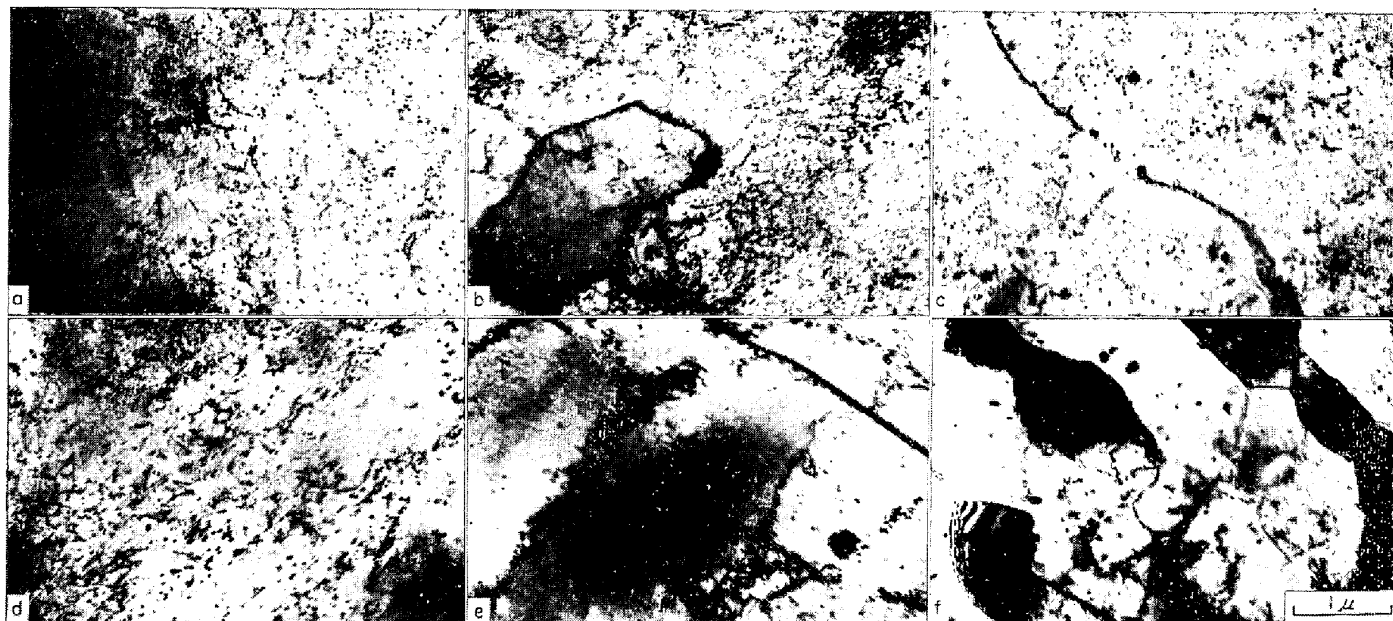
3.4 熱延板多段析出処理の影響

3.3 において析出物の大きさ、分布状態の影響を一部明らかにしたが、析出処理温度の相違が析出物分布状態などの相違を惹起している恐れがある。本項ではつぎの処理により r 値その他におよぼす析出物形状の影響をより純粋に抽出することを目的とした。すなわち C 量のことなる 2 鋼種を用い、650×10 hr の析出処理により析出すべきものをすべて析出せしめたのち、さらに各温度 (650~800°C) で 3 hr の析出物粗大化処理を行ない、最後に 700°C×1.5 hr の処理により 800°C 処理などにより再固溶した固溶 C を析出させ固溶 C 量を全処理条件において一定とした。

鋼 T-16 の熱延板析出処理にともなう熱延板粒成長は認められないが、粒は丸味を帯びてくる。焼鈍板では析出物量が多いため全処理温度において展伸粒であるが、その展伸度は処理温度の高温化にともない減少する。なお C 量の少ない鋼 T-05 の熱延、焼鈍板ともに等軸粒であり処理温度が高くなるにつれ粒成長がいくぶん認められる。

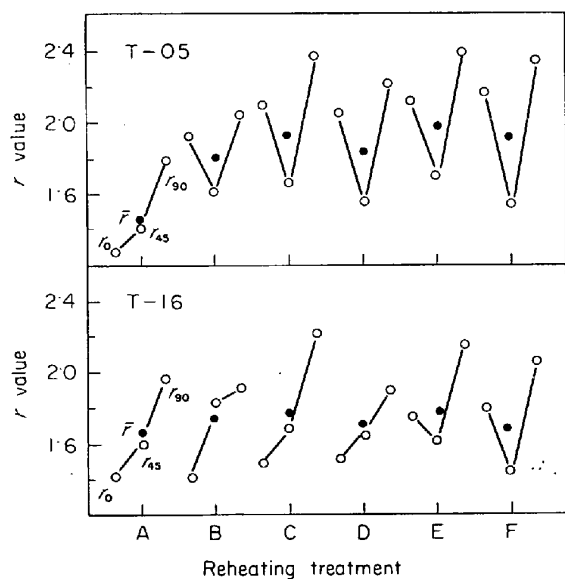
析出物量の多い鋼 T-16 の析出物形状と処理温度との関係を透過電顕観察により調べた。Photo. 4 に示されるように処理なしの状態ですでに析出物が一部形成されている不安定状態にある。析出処理温度の上昇とともに析出物は粗大化し、まず処理 C (650°C, Fig. 11 参照) に示されるように粒界に存在する析出物が粗大化し、ついで処理 E (750°C) において粒内の析出物も成長する。処理 F (800°C) において、さらに析出物は粗大化するとともに析出物数は見かけ上減少する。

r と析出処理条件との関係を Fig. 11 に示す。650°C×10 hr の析出処理により両鋼種の r 値は大幅に向上するとともに \bar{r} 値はその後の処理温度によらずほぼ等しい。すなわち 650°C×10 hr の処理は析出に十分であ



a) Reheating Treatment (R.T.) A b) R.T. B c) R.T. C d) R.T. E e, f) R.T. F

Photo. 4. Effect of reheating treatment on the precipitate distribution in hot bands of steel T-16.



Reheating treatment A : as hot rolled
 B : 650°C×10hr
 C : 650°C×10hr+650°C×3hr+700°C×1.5hr
 D : " +700°C×3hr "
 E : " +750°C×3hr "
 F : " +800°C×3hr "

Fig. 11. Effects of various reheating treatments of hot bands on the \bar{r} values of steel sheets T-16, cold rolled 75%, then annealed at 800°C for 3hr.

り、かつ析出物の粗大化にもかかわらず \bar{r} 値に大差ないことが明らかとなり、3.3 の結果と合わせ少なくとも本実験の範囲内では \bar{r} 値は非整合析出物の大きさにはほとんど依存しないという。

r 値の面内異方性をみると C 量の少ない鋼 T-05 では処理なしを除き r_{45} の最少となるリムド鋼型であるが(ただし $Ta/(C+N) < 1$ のため固溶 C が存在する), C 量いいかえれば, 析出物量の多い鋼 T-16 では処理温度の低い処理 D (700°C) までは $r_0 \leq r_{45} < r_{90}$ という面内異方性を示し, 析出物の粗大化が顕著となる高温処理では $r_{45} < r_0 < r_{90}$ のリムド鋼型の面内異方性を示すようになる。以上の結果より, Ta, C を完全に析出させても析出物量の多い鋼では析出物形状が r 値の面内異方性に影響を与えることは明白である。

析出処理にともなう鋼 T-16 鋼の軟化曲線の変化を Fig. 12 に示す。処理温度が高くなるにつれ, 硬度が軟化する温度は低温側へ移る。鋼 T-05 についても同様な結果が得られている。一方 700°C×1.5hr の処理を行なわない T-04 の軟化曲線を参考のために Fig. 13 に示すが, 高温処理により軟化温度が逆に上昇している。すなわち 700°C×1.5hr の最終処理により C が完全に析出し, 析出物が粗大化するにつれ軟化温度が低下するが, それなしではとくに C 量の少ないとき, 800°C 処理などの高温析出処理で一部再固溶し, 固溶 Ta 量, およびそれに伴う焼鈍過程での微細 TaC の析出量の増加により軟化温度が上昇することが示唆される。

鋼 T-16 の析出処理による再結晶集合組織変化を測定した。処理 F ではやや (200) 方位が増加しているが, 集合組織のみからは高温処理による r 値の面内異方性の変化は説明しにくい。代表的低指数面の極密度変化を Fig. 14 に示す。処理 C, E において (222) は最高, (200),

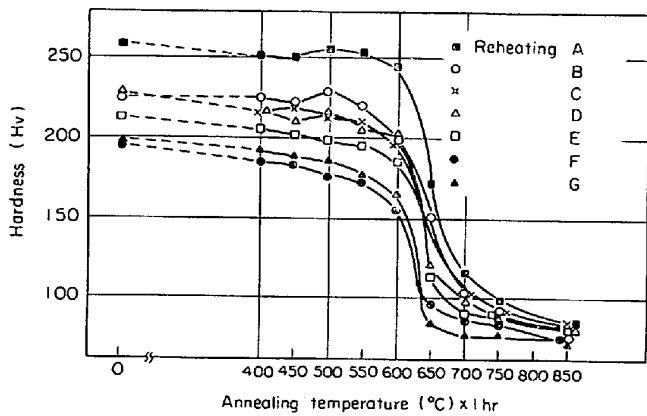


Fig. 12. Effect of reheating treatment of hot bands on the change in hardness on annealing 75% cold rolled steel sheets T-16. Treatments A, B, ..., F are the same as in Fig. 11.

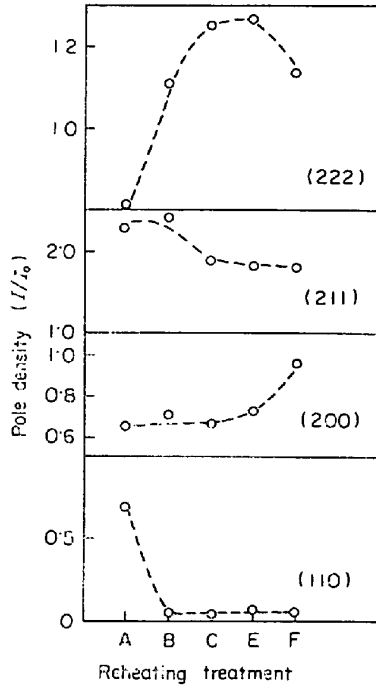


Fig. 14. Effect of reheating treatment of hot bands on the pole densities of several reflections of steel T-16, cold rolled 75%, then annealed at 800°C for 3hr. Reheating treatments A, B, ...F are the same as in Fig. 11

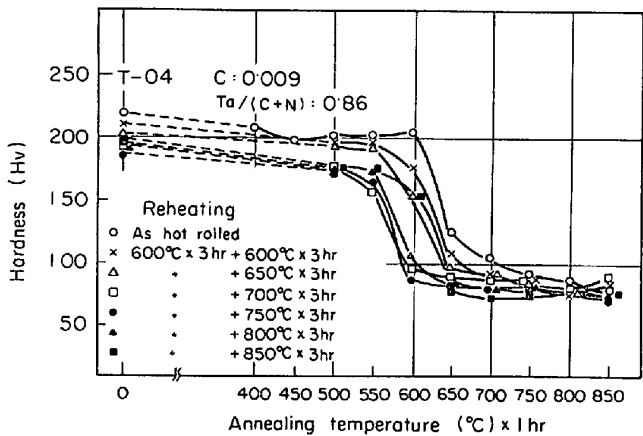


Fig. 13. Effect of reheating temperature of hot bands on the change in hardness on annealing 75% cold rolled steel sheets T-04.

(110) は最少となる. より高温処理 (800°C 処理) により析出物が粗大化すると (222) は減少し (200) は増加する.

3.5 熱延板脱炭処理の影響

3.1 および 3.2 において析出処理および Ta 添加量の影響を明らかにし, free C の重要性が認められたが, これらの実験では TaC とならない free C と Ta 量が同時に変化し, また冷延前の固溶 TaC は回復再結晶の段階で微細 TaC として析出し現象を複雑化しており, それらの単独の影響は抽出されていない. さらに析出処理後空冷のため free C の存在状態はかならずしも明白でない. また Ta, C 添加量により熱延板集合組織, 粒度も若干変化している. 本項においては実験条件をできるだけ単純化し, 上述のような副次的因子の影響を排除し free C の影響を明確にするため, まず Ta/(C+N)

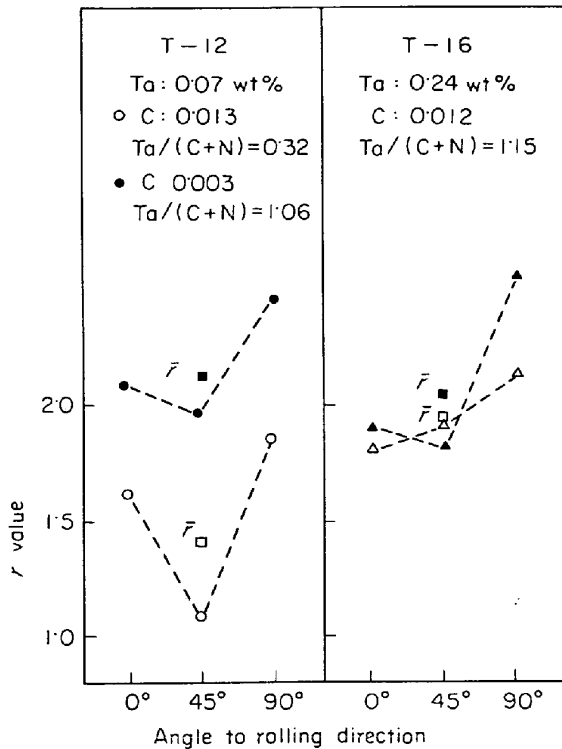
=0.37 と free C 量の多い鋼 T-12 を選び, 熱延板析出処理 (750°C x 3 hr) 後水焼入し, できうるかぎり free C を固溶 C とした熱延板を 2 等分し, 1 つはそのまま, ほかは free C を完全に脱炭し (700°C x 20 hr 湿潤水素中), 固溶 C の影響を調べた. 冷延後の焼鈍条件は 750°C x 3 hr (加熱速度 100°C/hr) である. 他鋼種についても同様な実験を行なった. なお TaC の存在状態は脱炭処理によりほとんど影響されない.

熱延板脱炭により r 値は大幅に向上し高橋ら¹⁹⁾の結果とも一致する. Fig. 15 にも示されるように r 値のみならず r₄₅ の向上が顕著である. 参考のため併記した鋼 T-16 の結果と比較すると r₄₅ の低下は固溶 C 量の影響を強くうけ, TaC 量の影響の小さいことが明らかである. 熱延板および焼鈍板における脱炭処理による粒成長は認められない.

熱延板脱炭処理による再結晶集合組織の変化を Fig. 16 に示す. 優先方位はほぼ同じであるが, 固溶 C のない脱炭材では near {111} <112> への集積がより顕著である.

鋼 T-12 の固溶 C 量を最大限に変えた水冷材およびその脱炭材について冷延率と極密度との関係を冷延および焼鈍状態についてそれぞれ Fig. 17 および 18 に示す. 冷延状態での (222), (211) および (200) 極密度は圧下率

とともに増加し、(222) はほぼ直線的に増加している。(110) 極密度は逆に減少している。熱延板脱炭処理の有無により各方位の極密度に差異が生じ、脱炭処理により



- : reheated at 750°C for 3hr, then cold rolled
- : reheated at 750°C for 3hr, decarburized at 700°C in wet hydrogen, then cold rolled
- △ : no reheated, then cold rolled
- ▲ : reheated at 700°C for 3hr, then cold rolled

Fig. 15. Effect of reheating and decarburization of hot bands on the r value of steel sheets, cold rolled 75%, then annealed at 750°C for 3hr.

(211)極密度は増加し、(110) は減少し、(200) には差が認められない。すなわち固溶Cが存在しないとき同一圧下率では冷延安定方位への集積が強まる¹⁹⁾²⁰⁾。Fig. 5 に示された Ta 添加量に伴う (200) の増加は固溶Cの減少よりも、TaC の増加によるものであろう。

焼鈍板においては (Fig. 18), (222) 極密度は圧延率とともに増加し、(211)および(200)は減少している。リムド鋼では 90% など高圧延率では (200) が増加するといわれているが、鋼T-12ではこのような傾向が認められない。(110) 極密度は低圧延率にて極大となりその後圧延率とともに減少している。固溶Cの有無は各極密度を大きく変え、とくに固溶Cがほぼ零のときの(222)の増加、(110)の減少は顕著である。

他鋼種についても同様な実験をしたときの極密度変化を Fig. 19 に示す。脱炭処理により (222) は顕著に増加し(200)および(110)が減少している。その差は固溶C量の多少とほぼ一致する。脱炭による r_{45} の増加 (Fig. 17) は (110) の減少と関係がある。熱延板および焼鈍板粒度を Table 4 に示す。脱炭による熱延板粒成長はわずかであり、焼鈍板粒度も鋼 T-11 の脱炭材を除きほぼ一定である。

Fig. 19 は脱炭効果を示すのみならず TaC の影響を抽出している。Ta 量いかにえれば TaC 量が減少するにつれ、とくに $Ta \leq 0.1\%$ では(222)が増加し、一方(200)は顕著に、(110)はわずかに減少している。Table 4 から明らかなように、鋼 T-11 の熱延板脱炭処理による冷延焼鈍板極密度の大幅な変化は粒成長に伴う集合組織変化も考慮に入れねばならず、本実験範囲内では冷延

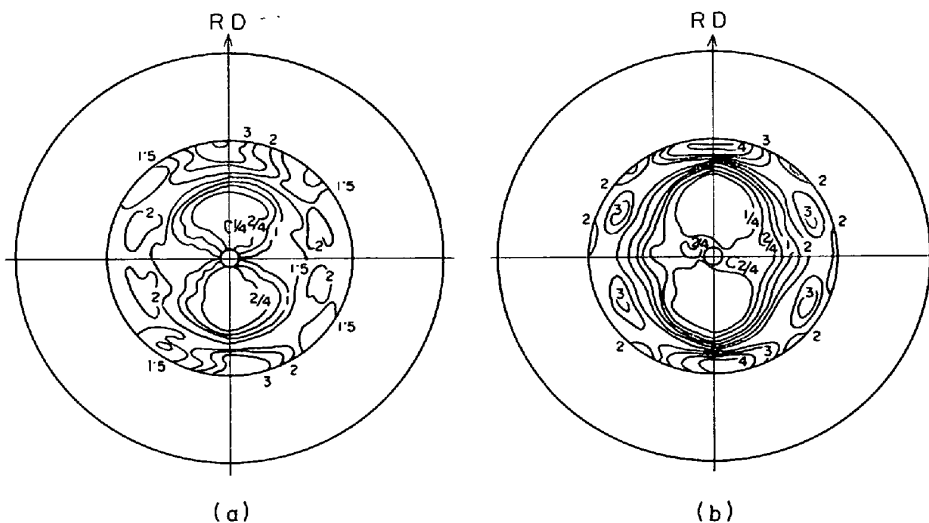
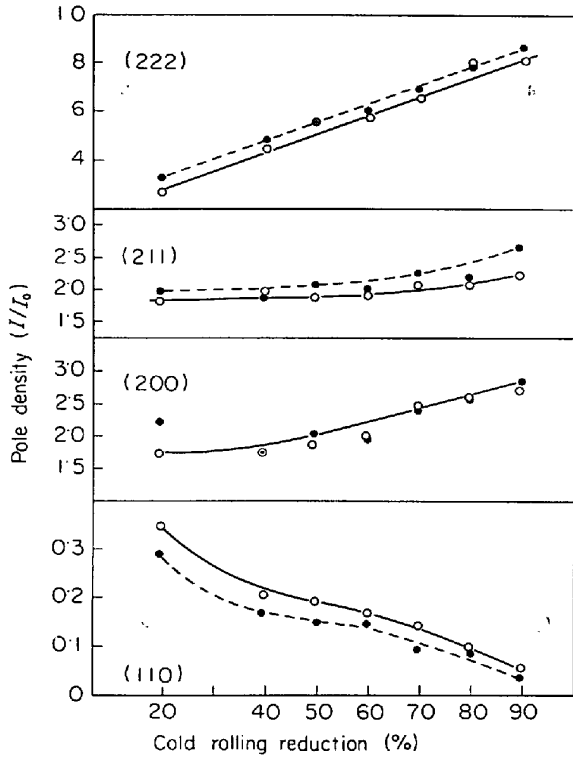
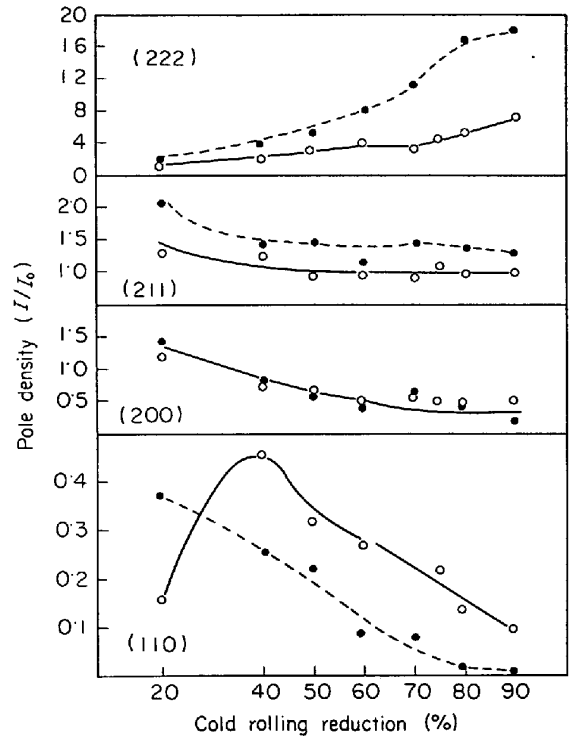


Fig. 16. Effect of decarburization of hot bands on the annealing textures of steel T-12, reheated at 750°C for 3hr: water quenched, cold rolled 75%, then annealed at 750°C for 3hr. (200) pole figure. (a) reheating (b) reheating and decarburization.



○ : reheated at 750°C for 3hr, then cold rolled
● : reheated at 750°C for 3hr, decarburized at 700°C for 20hr in wet hydrogen, then cold rolled

Fig. 17. Effect of decarburization of hot bands on the change in cold-rolling textures of steel T-12 with cold rolling reduction (%).



Marks ○, ● are the same as in Fig. 17

Fig. 18. Effect of decarburization of hot bands on the change in annealing texture of steel T-12 annealed at 750°C for 3hr with cold rolling reduction (%).

Table 4. Effect of decarburization treatment on the grain sizes of hot bands and of cold rolled and annealed sheets.

Steel	Hot rolled bands		Annealed sheets	
	Non-decarburized	Decarburized	Non-decarburized	Decarburized
T-11	9.1	9.1	9.1	7.8
T-12	9.1	8.4	9.6	9.4
T-13	10.3	9.6	9.3	9.1
T-14	8.4	8.1	9.0	9.1

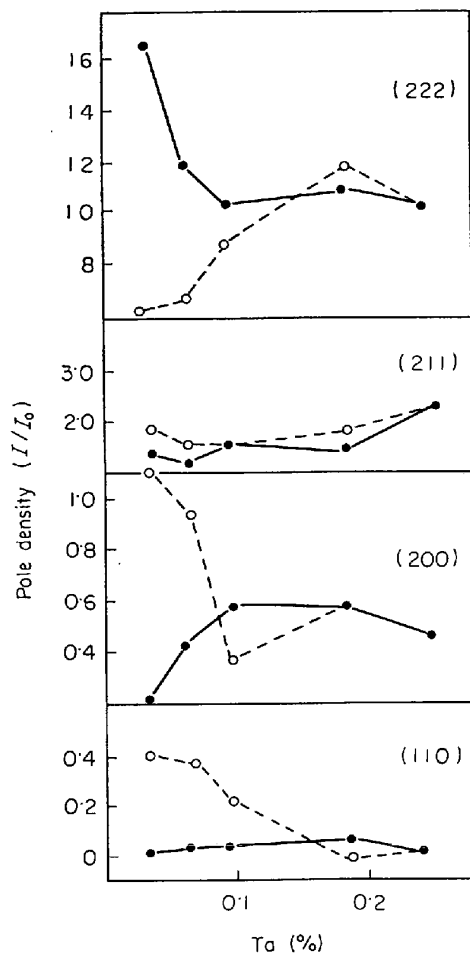
前に存在する TaC 量の再結晶集合組織におよぼす影響はそれほど小さくなく、どちらかといえば TaC 量の少ない方がわずかながら(222)を増加させ(200)を減少させる傾向にあり、深絞りの性の観点からはTaC量の少ない方がよい効果を与えると結論できる。

脱炭処理は熱延板析出処理と同様に冷延板のセル状態に影響を与える。固溶Cがないときにはセルは明りようとなりセル内の転位密度は小さく、セル壁はシャープとなる。転位分布状態は粒界近傍と粒内でことなり、粒界近傍は一般にセルが形成されやすい。粒内でも固溶Cが零に近いときには Photo. 5 (a) に示すように回復状態に近い転位配列をとる領域もある。方位により転位配列はことなるが、Photo. 5 (b), (c) に示すように粒界近傍で、ともに (111) 面を膜面に有する場合にも固溶Cの有無によりセル形状に大差が認められる。粒界近傍では粒界拘束のため圧延面に (111) 面を有し、圧延面に垂直な <111> 軸のまわりに回転させた方位分散が形成されるが、脱炭材だけでなく、Photo. 5 (c) に示されているように固溶Cの存在する場合にも見うけられる。

3.6 各種炭化物形成元素添加効果

3.6.1 1回冷延法

C, Nのはき集め効果が r 値向上に対して有効なものとすれば、Ta 以外の強力な炭窒化物形成元素添加により Ta と同様な r 値の顕著な向上が期待される。各種元素添加鋼で得られた r 値と熱延板析出処理温度との関係の代表例を Fig. 20 に示す。Ta 添加鋼と同様に析出処理による r 値の向上が認められる。しかもすぐれた r 値を示すのは炭化物溶解度積のきわめて小さい (Fig. 21)²¹⁾



○ : reheating of hot bands (750°C×3 hr)
 ● : reheating and decarburization of hot bands
 Decarburization : 700°C×20hr in wet hydrogen

Fig. 19. Effect of decarburization of hot bands on the annealing textures of steel sheets with various amounts of Ta (%), reheated at 750°C for 3hr, water quenched, cold rolled 75%, then annealed at 750°C for 3hr.

Ti, Zr, Nb, Ta であり, C, N を固着するうえにきわめて好都合なものである。なお Ti, Zr, Nb, Ta の炭化物はすべて NaCl 型構造である。

Nb, Ta 添加鋼においては添加元素と (C+N) の原子濃度比が約 1 のとき最高の r 値が得られたが, Ti, Zr 添加鋼では S, O との反応性が強く, 比が 1 より相当大きいときに最高の r 値が得られている。

集合組織の変化は Ta 添加鋼の場合と同一傾向にある。一例として Zr 添加鋼の Zr 添加量を変えたときの焼鈍集合組織 (ただし熱延板析出処理なし) の変化を Fig. 22 に示す。集合組織の様相は Zr 量とともに変化し, (222) への集積度が増している。

3.6.2 2回冷延法

Zr-5 を供試材とし, 冷延率の組合せにより熱延板板

厚を適当に調整し最終焼鈍板板厚を 0.8 mm にそろえた。中間焼鈍条件は 800°C×1 hr (加熱速度: 200°C/hr), 最終焼鈍条件は 850°C×3 hr (50°C/hr) である。得られた \bar{r} 値と 1 次, 2 次冷延率との関係を Fig. 23 に示す。最高の r 値が得られた冷延率の組み合わせは 1 次冷延率が高く, 2 次冷延率のそれが低いときであり, 松藤ら²²⁾ がリムド鋼で最高の r 値が得られたとする冷延率の組み合わせ (1 次 80%-2 次 80%) のときには $\bar{r}=1.52$ と逆に悪い値となる。本実験の 2 次冷延率の低いときには顕著な粒成長が認められ, 選択的粒成長による r 値の向上と考えられる。高 r 値を与える冷延率の組み合わせ (75%-36%) のさいの集合組織変化を Fig. 24 に示す。1 次冷延率 75% では軟鋼板の典型的な冷延集合組織が得られ, 中間焼鈍板ですでに $\{111\}$ 成分の顕著な増加が認められる。2 次冷延 (36%) では 1 次冷延集合組織とはまったくことなり再結晶集合組織に類似した $\{111\}$ $\langle 112 \rangle$ を主成分とする集合組織が形成され, 最終焼鈍板ではそれを板面に垂直な $\langle 111 \rangle$ 軸のまわりの 30° 回転関係にある $\{111\}$ $\langle 011 \rangle$ を主成分とする集合組織が形成されている。

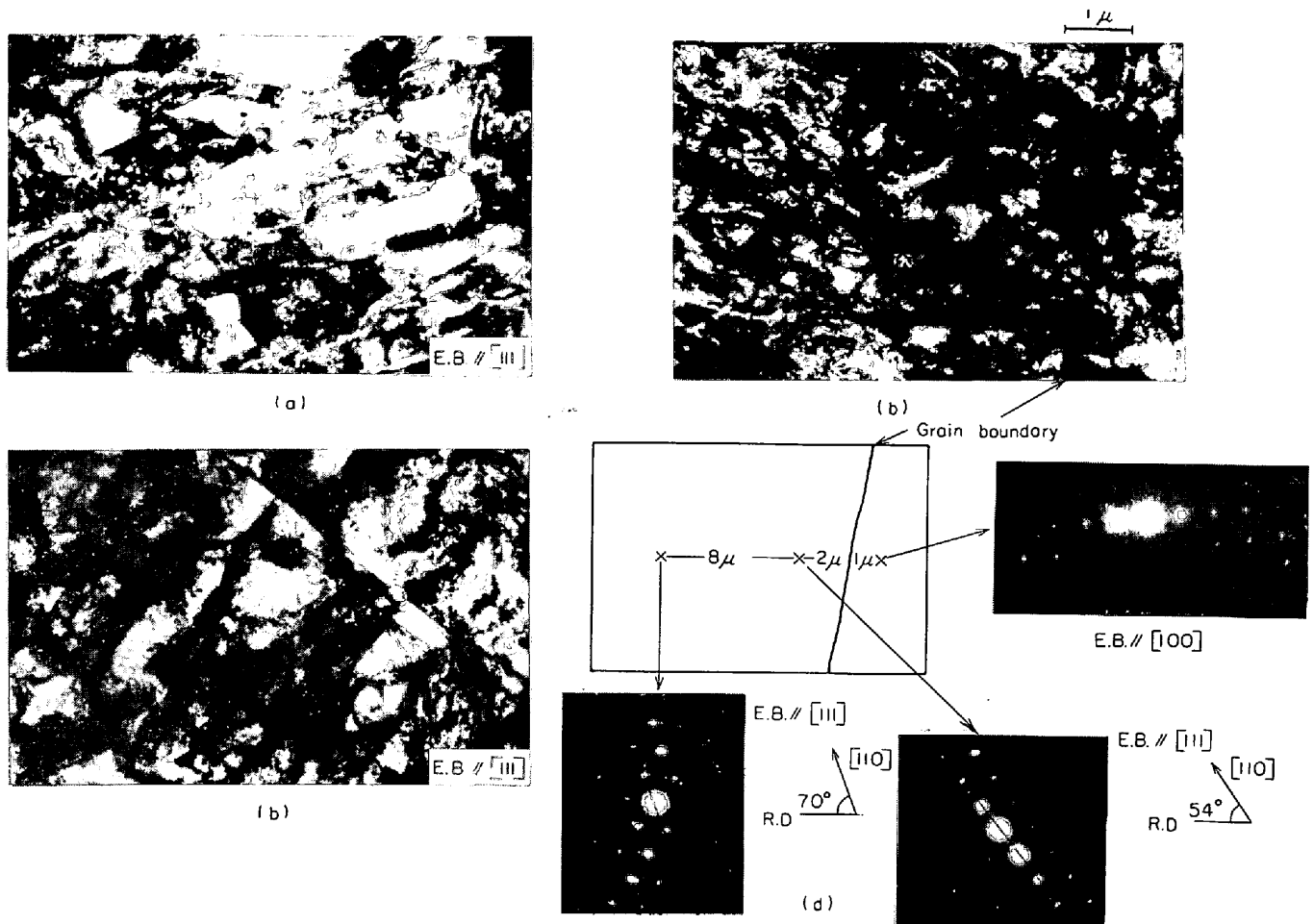
Fig. 24 とは逆の冷延率の組み合わせ (1 次 35%-2 次 75%) では中間焼鈍板では冷延安定方位の 1 つである $\{211\}$ $\langle 011 \rangle$ が主成分である特異な集合組織となる (Fig. 25)。2 次冷延板は通常の冷延集合組織 (Fig. 24) とは異なり, 圧延方向に沿った $\langle 110 \rangle$ 軸のまわりの回転関係にある $\{100\}$ $\langle 011 \rangle \rightarrow \{211\}$ $\langle 011 \rangle$ への方位分散が認められず, 圧延面に垂直な $\langle 111 \rangle$ 軸を有する繊維組織が形成され, 最終焼鈍板でも同じ繊維組織が形成されているがその優先方位は near $\{111\}$ $\langle 112 \rangle$ である。

両者を通じ興味深い点を列挙すると

- ① 1 次, 2 次冷延を問わず, 35% と低い冷延率の場合には冷延および再結晶集合組織の優先方位の間にはある特定軸のまわりの回転関係が認められる。
- ② 2 次冷延集合組織は 1 次冷延集合組織とはことなり圧延方向に平行な $\langle 110 \rangle$ 軸のまわりの回転関係にある冷延安定方位 $\{211\}$ $\langle 011 \rangle$ と $\{100\}$ $\langle 011 \rangle$ 間の方位はほとんど認められず, $\langle 111 \rangle$ 繊維組織が顕著となる。このため最終焼鈍板集合組織に $\{111\}$ 成分が顕著に存在するようになる。
- ③ リムド, アルミキルド鋼と同様に中間焼鈍にて粒が粗大化することは好ましくない。

4. 考 察

軟鋼板の r 値および再結晶集合組織におよぼす Ta 等炭化物形成元素添加の影響に関する実験結果をもとにし



a), b) reheated at 750°C for 3 hr, decarburized at 700°C for 20hr in wet hydrogen, then cold rolled
 c) reheated at 750°C for 3 hr, water quenched, then cold rolled
 d) Electron diffraction patterns obtained in the same field as in Photo 5(c), a schematic illustration and the patterns show that the difference in orientation due to crystal rotation reaches about 16° between 2 points in the left side grain.

Photo. 5. Effect of carbon in solution on the cell structure of steel T-02, cold rolled 75%

r 値向上に寄与する因子についてまず考察する。

- イ) 熱延板析出処理により C を TaC として冷延前に析出させることが r 値向上の必須条件である。
- ロ) Ta 添加量を変え、また熱延板脱炭処理により Ta/(C+N) を約 1 にするとき最高の r 値が得られる。
- ハ) 炭化物溶解度積のきわめて小さい Zr, Ti, Nb が Ta と同様に r 値を大幅に向上させる。
- ニ) 冷延前に析出物が多量に存在し、かつ粗大化すると \bar{r} 値がわずかに低下し r 値の面内異方性が変化する。

上記の実験事実から C, N を地中に存在させないことが r 値向上の必要条件であるとする。ただし 3.1~3.3 に記した実験においては固溶 Ta, C 量および TaC 量が同時に変化しており両因子は完全には分離されていない。しかも冷延前に存在する固溶 Ta, C は焼鈍過

程で析出し、現象をより複雑なものとしている。しかしながら C, N のはき集め効果の重要性はつぎの事実からも支持される。

もしも \bar{r} 値の向上がおもに析出物自身によるものとするれば r 値は析出物量、大きさの関数のはずである。 \bar{r} 値は一見 Ta 量いかにえれば TaC とともに増加するが (Fig. 26), 同一 Ta 量で比較すれば C 量の少ない 0.008% C 鋼の \bar{r} 値がすぐれ、さらに熱延板脱炭により ×印で示すように TaC 量は一定にもかかわらず r 値は大幅に増加し、しかも本実験範囲内では TaC 量によらずほぼ同一 \bar{r} 値になることおよび TaC が非整合状態にあり、150~500Å の大きさにあるときにはその \bar{r} 値におよぼす影響は無視しうるほどであることなどから free C 量の影響の大きいことが明らかである。 r 値のみならず集合組織の上からも、free C を完全に除去すれば焼鈍状態にて (222) 極密度が大幅に増加し、(110), (200) は激減し、

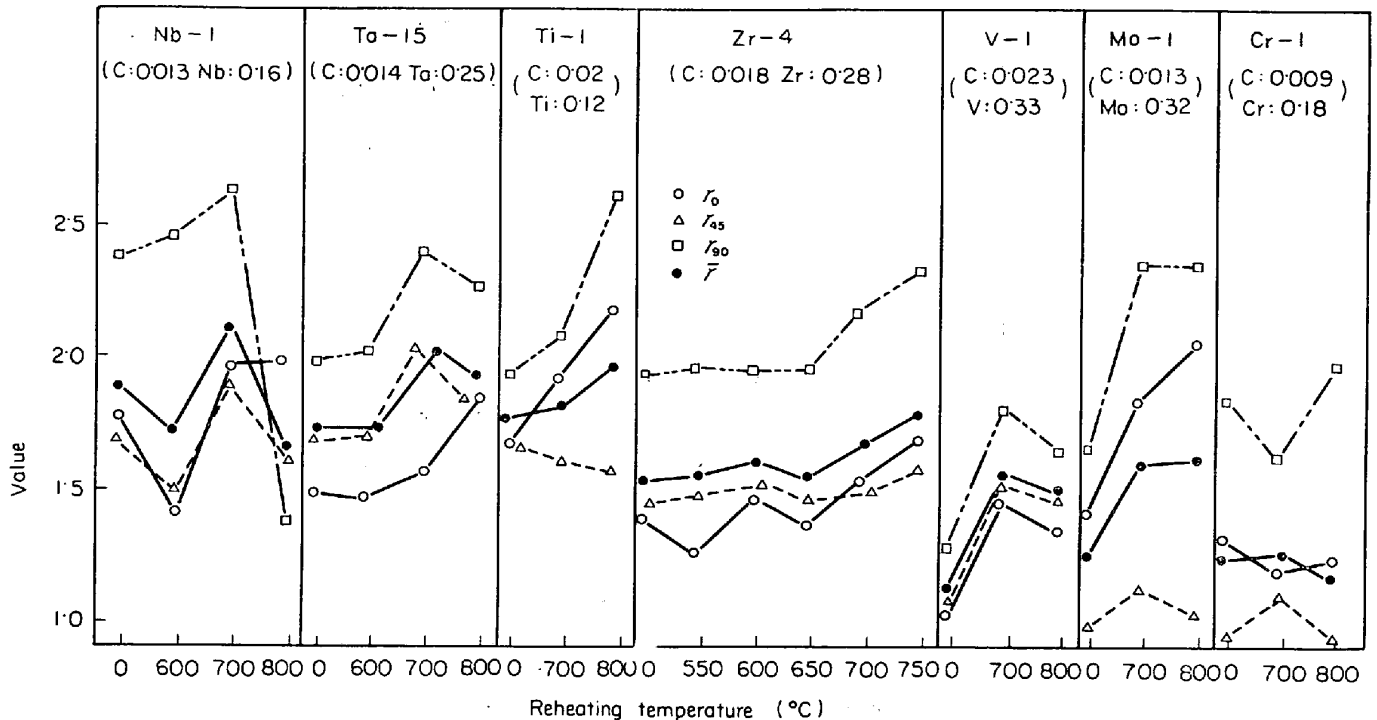


Fig. 20. Effect of reheating temperature of hot bands on the r values of steel sheets reheated, cold rolled, then annealed at various temperatures; Nb-1 : 850°C, Ta-15 : 800°C, Ti-1 : 720°C, Zr-4 : 850°C, V-1 : 750°C, Mo-1 : 750°C, Cr-1 : 720°C
Reheating treatment: 3hr in salt bath at each temperature

その値は TaC 量の影響をうけにくく、TaC 量の少ない方がややよい傾向にある (Fig. 21). Free C がいかなる状態で存在するかが残された問題である。すなわち熱延板析出処理後空冷したときの C の存在状態が固溶 C、クラスター、微細析出物のいずれの状態にあるかは不明である。しかしながら析出処理後水冷すれば空冷材よりも焼鈍状態での (222) 極密度が減少し、(110)が増加すること²³⁾、セメント析出処理により(222)が増加し、(110)が減少すること²⁴⁾およびリムド鋼において微細炭化物は(222)極密度を増加させ⁷⁾、固溶 C は(110)を増加させる¹⁷⁾効果があるとされていることから固溶 C は r 値に対してもつとも悪影響を有し、(222)極密度を減少させ、(110)極密度を増加させるとするのが妥当である。

冷延前に存在する析出物が再結晶集合組織の様相を左右することはすでに多くの研究者により明らかにされており⁵⁾、低炭素鋼における TiC などの微細分散相は転位や粒界移動を拘束し、in situ 的な再結晶が優先し、{111}<112>優先方位の再結晶集合組織が形成され¹⁶⁾、リムド鋼における微細鉄炭化物は冷延地の変形組織に影響を与え、この結果、(110)方位を減少させ、(222)を増加させる効果が大きい⁷⁾²⁴⁾とされている。本実験においても析出物形状により再結晶温度が変化し、TaC が冷延

時または回復、再結晶時に影響を与え、 \bar{r} 値、 r 値の面内異方性を変化させ、とくに多量の TaC 粗大析出物は \bar{r} 値をやや低下させ、 r 値の面内異方性も変化させる。しかしながら r 値向上へのまたは<111>繊維組織形成への寄与の有無は本実験結果のみからは断定できず、むしろ 200~500 Å の TaC は本実験範囲内では少量の方が、焼鈍板での(222)極密度を増し、(110)、(200)をわずかに減少させる傾向にある。

熱延板処理なしの状態で存在する固溶 Ta、C は冷延後焼鈍過程で微細な析出物として析出し、冷延時のみならず回復、再結晶の段階で作用する。焼鈍板と比較すれば冷延前に析出させた TaC よりも焼鈍過程で形成された析出物の方がはるかに微細である。この途中析出型析出物²⁵⁾の r 値および再結晶集合組織におよぼす効果は本実験では未解明のままである。置換型固溶原子も再結晶温度を上昇させ²⁶⁾、再結晶集合組織に影響をおよぼす、たとえば純鉄への Al 添加は {554}<225>を増加させ²⁷⁾、逆に再結晶温度を上げる Cr は(222)を減少、(200)および(110)を増加させる²⁹⁾ともいわれている。本実験においても固溶 Ta が再結晶温度を高め、再結晶集合組織の様相を変えているが、 r 値向上に対する寄与の観点からは Cr と同じく正の効果があるとはいえない。

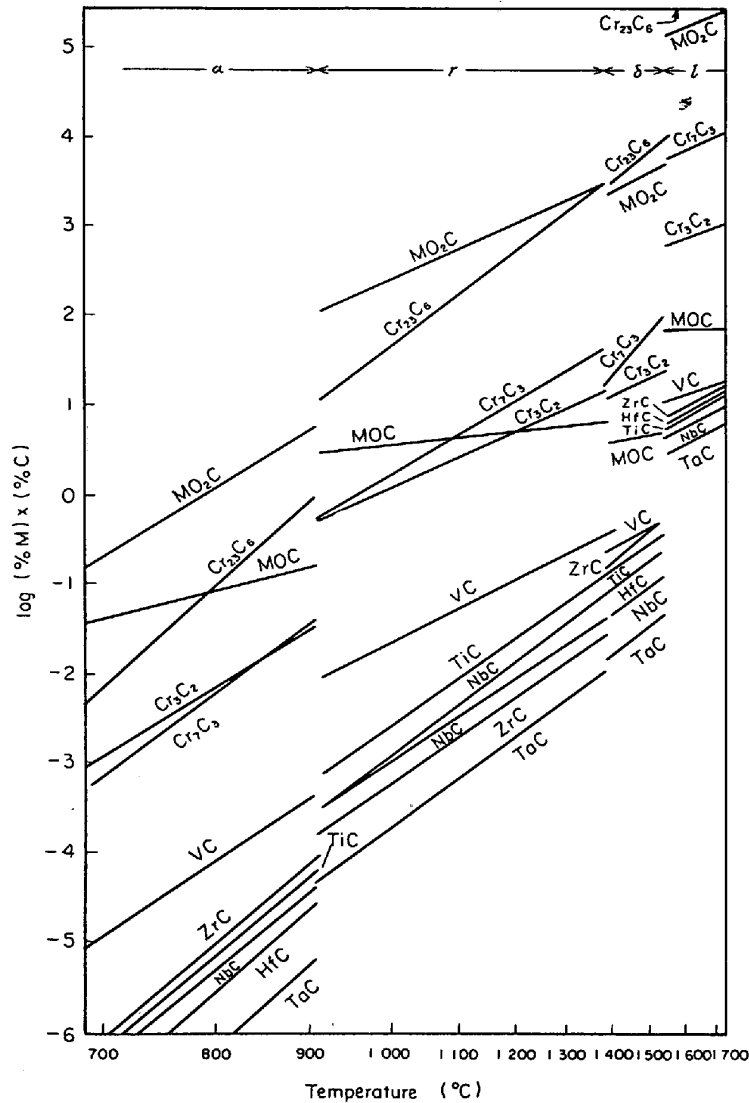


Fig. 21. Solubility products of carbides in steel²¹⁾.

以上の議論は熱延板粒度、集合組織は一定と仮定したうえの議論であり、TaCなどの熱延板粒度微細化効果および熱延板集合組織におよぼす影響²⁶⁾も副次的因子として考慮しなければならない。また熱延板析出処理はMnSの存在状態を変え、その影響があらわれる懸念があるが、少なくとも750°C析出処理後脱炭処理したときにはMnS存在状態には変化はなく、その影響は無視しうる。

以上の考察よりTa添加鋼における r 値の顕著な向上は析出物の効果も考慮せねばならないが、第1にはC、Nを完全にTaC(N)として固着し、C、Nの悪影響を除去することにあるといえる。

本実験は緒言に記したとおり、各因子の影響を現象論的に明らかにすることを目的としており、再結晶機構を考察するに十分なデータはない。しかしながら熱延板析

出処理、Ta/(C+N)などを最適条件にすれば、固溶Cが多量に存在する場合に比較し(冷延集合組織の優先方位に大差はないが)、(222)、(211)等冷延安定方位の増加および(110)の減少が認められ、とくに(211)極密度が最高るとき、最終焼鈍板の r 値および(222)と(200)の極密度比が最高となることは注目に値する。低炭素リムド鋼板においてもTa添加鋼の熱延板析出処理の場合と同様に200°Cにおけるセメントイト析出処理により冷延安定方位への集積が強まり焼鈍板の(222)極密度が最高になることが見いだされている⁷⁾。

鉄または軟鋼の冷延集合組織についてはきわめて多くの研究があり、その結果冷延集合組織は3つの安定方位{100}<011>、{211}<011>、{111}<112>からなる混合組織、または3つの繊維組織すなわち圧延方向に平行な<011>軸のまわりの回転関係にある部分的繊維組織、圧

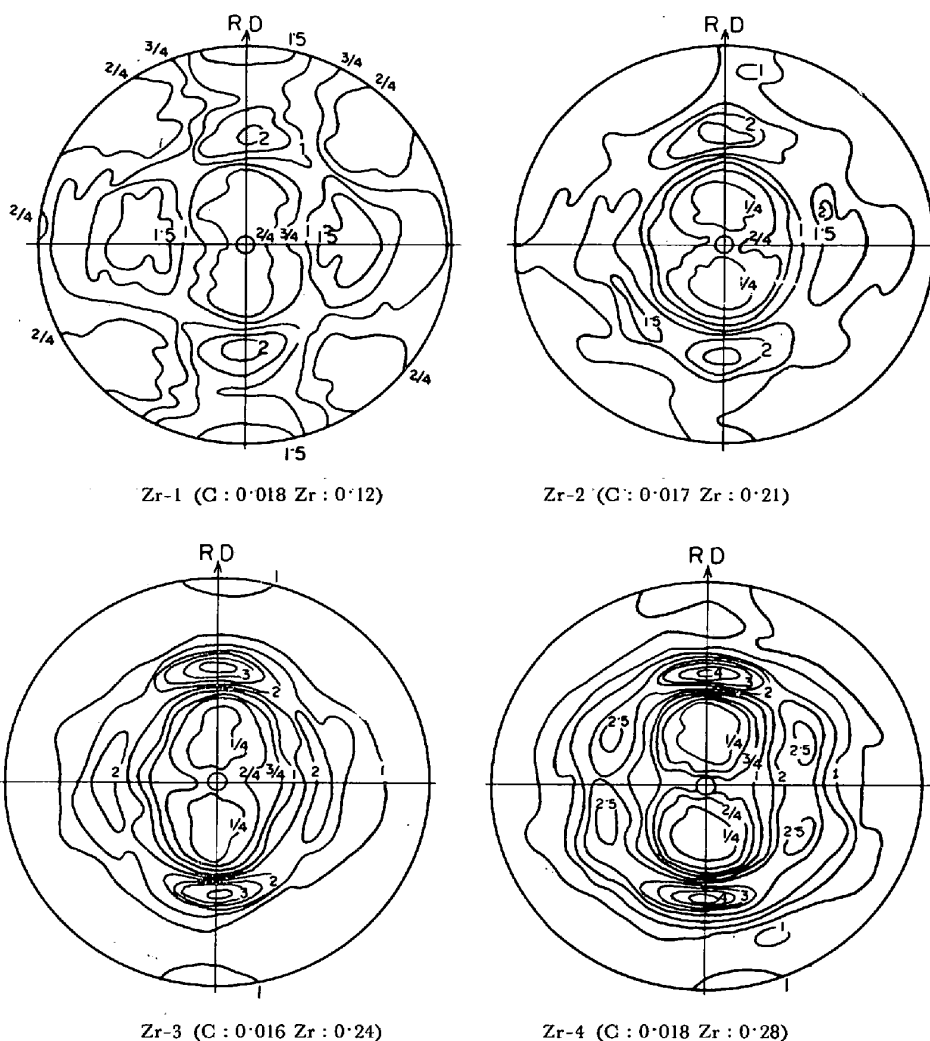
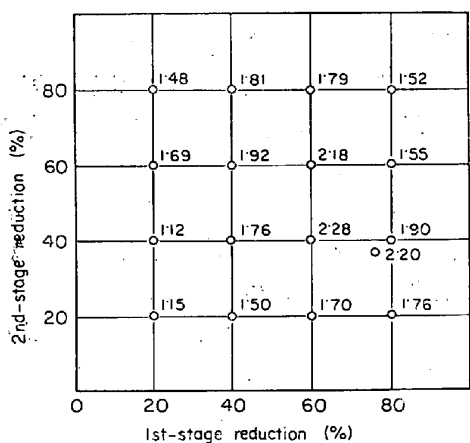


Fig. 22. Effect of zirconium content on the annealing textures of steel sheets, no-reheated, cold rolled 70%, then annealed at 850°C for 3hr. (200) pole figure



Intermediate annealing : 800°C × 1 hr
Final annealing : 850°C × 3 hr

Fig. 23. Effect of first and second stage cold reduction percent on the $\bar{\gamma}$ value of steel Zr-5.

延方向から圧延面法線に向かつて約 60° 傾いた $\langle 011 \rangle$ 軸のまわりの回転関係で示される部分的繊維組織ならびに

$\langle 111 \rangle$ 方向が圧延面に垂直に配列した組織によつて記述できることが明らかとなつている³⁰⁾。

上城の理論³¹⁾は上記3つの繊維組織の生成過程を $\{011\} \langle 111 \rangle$, $\{123\} \langle 111 \rangle$, $\{112\} \langle 111 \rangle$ の3種のすべり系の活動により精密に説明している。たとえば $\{110\} \langle 001 \rangle$ 近傍の方位は圧延直角方向のまわりの回転により near $\{111\} \langle 112 \rangle$ 方位になる。そこで $\{011\} \langle 111 \rangle$ すべり系の共役すべりが広範囲におこるとすれば最終安定方位 $\{112\} \langle 110 \rangle$ へ向かつて徐々に移動し、圧延方向から圧延面法線に約 60° 傾いた $\langle 110 \rangle$ を繊維軸とする部分的繊維組織が形成される。ところが方位関係あるいは粒界近傍の拘束により $\{112\} \langle 111 \rangle$ すべり系が同時に働くとなれば圧延面法線が $\{112\}$ へ向かつて回転することが困難となり、圧延方向のみが $\langle 110 \rangle$ 方向へ移動し、圧延面に垂直な $\langle 111 \rangle$ 軸を有する繊維軸が形成される。圧延方向に平行な $\langle 011 \rangle$ 軸を有し、 $\{111\} \langle 011 \rangle$ から $\{211\} \langle 011 \rangle$

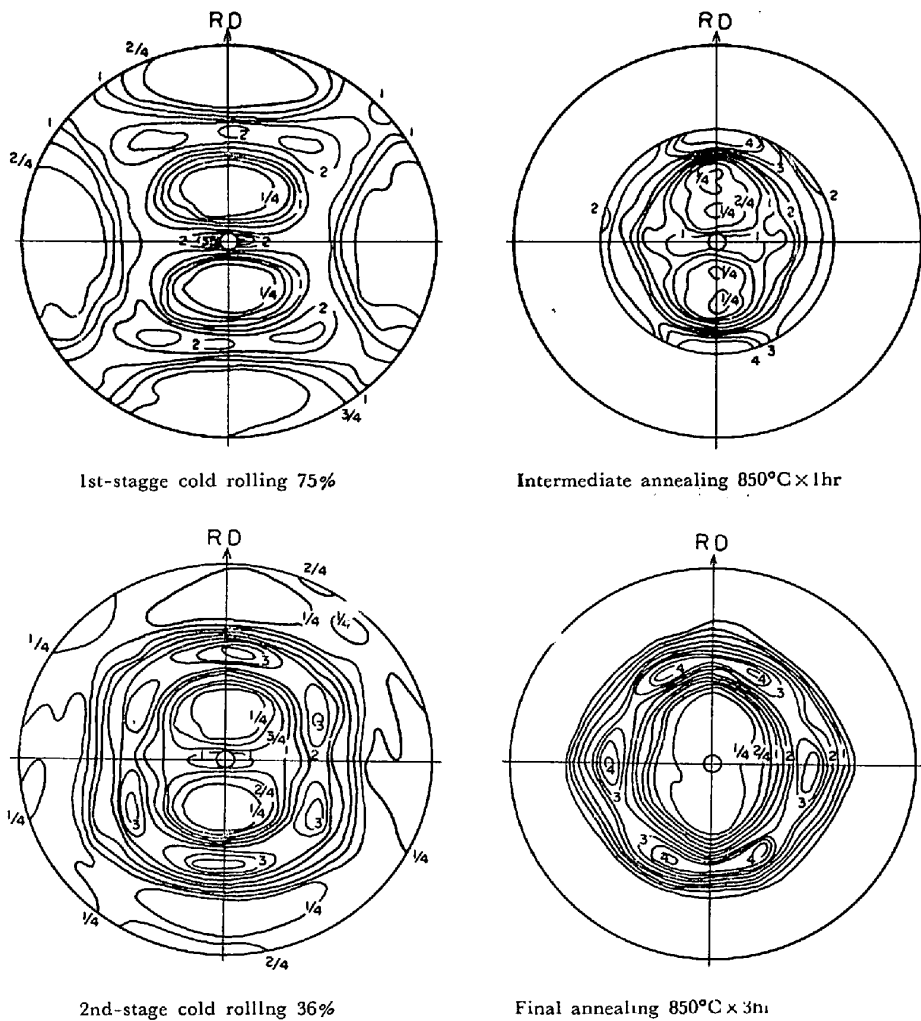


Fig. 24. Change in texture of steel Zr-5 processed by two stages of cold rolling. (200) pole figure

をへて $\{100\}\langle 011\rangle$ までの間に広がる部分的繊維組織の発達も同様に説明されている。すべりに伴うこのような格子の回転関係を考えれば冷延安定方位と再結晶集合組織の優先方位とはある特定の回転関係にあることがわかる。すなわち $\{211\}\langle 011\rangle$ 方位へ回転しているものの方角 $\text{near } \{111\}\langle 112\rangle$, また冷延安定方位 $\{100\}\langle 011\rangle$, $\{211\}\langle 011\rangle$ と圧延方向に平行な $\langle 110\rangle$ 軸のまわりの回転関係にある, あるいは他の安定方位 $\{111\}\langle 112\rangle$ と圧延面法線 $\langle 111\rangle$ 軸のまわりの回転関係にある $\{111\}\langle 011\rangle$ などが再結晶集合組織の優先成分である。これら方位は冷延安定方位にくらべ冷間圧延による歪蓄積量も多く, 優先核が発生しやすかつこれら冷延安定方位と特定軸のまわりの回転関係にある方位粒は優先的に成長する³⁰⁾と考えられる。 $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位は微弱となり, 格子回転関係からも再結晶核となる確率が低下する。固溶 C は転位の運動に対し障害となり, 交叉すべりまたは他す

べり系の活動をうながし冷延安定方位への集積を弱め, したがって上述のような機構にもとづく再結晶集合組織での $\langle 111\rangle$ 繊維組織への集積が弱められると考えられる。ただし極密度変化のようなマクロ的現象だけでは説明は不十分であり, 極密度変化をもたらすような格子回転または彎曲の相違, 転位分布状態の相違が冷延時の粒内および粒界近傍の方位変化⁹⁾, したがって再結晶核とその周囲の冷延地との方位関係の相違および冷延地とある特定軸のまわりの回転関係にあるような再結晶核となりうる方位の格子歪の相違を生じ²³⁾, これが再結晶核生成過程での方位依存性あるいは再結晶核の選択成長性に影響を与え, ひいては再結晶集合組織の相違をももたらすものと考えられる。

固溶 C が冷延状態に影響を与え, ひいては再結晶集合組織を変化させる機構を上記のごとく提案したが, 固溶 C の有無による再結晶集合組織の相違のすべてをこの機

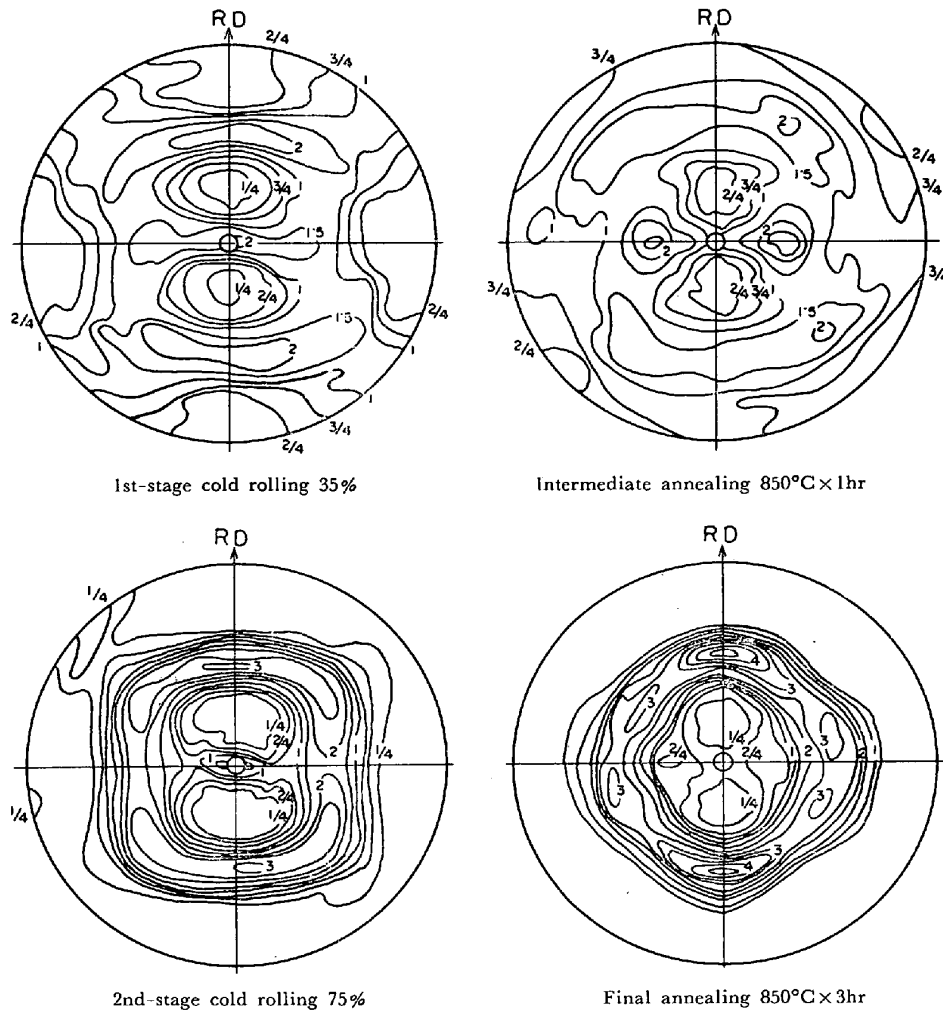


Fig. 25. Change in texture of steel Zr-5 processed by two stages of cold rolling. (200) pole figure

構のみで説明することはできず、他の機構も考慮しなければならない。たとえば中岡³²⁾らの主張するように回復再結晶過程での固溶 C が直接的に作用することも固溶 C, N は回復を抑制するとの ANTONIONE ら³³⁾の結果を考慮すれば可能なことと考えられる。このほか冷延前に存在する微細セメンタイトは回復過程で固溶し、再析出し (222) を増加させるとの説もある³⁴⁾。セメンタイト自身の冷延状態におよぼす効果については次報においてふれる。

5. 結 言

Ta その他炭化物形成元素を含む低炭素鋼板の r 値および再結晶集合組織におよぼす熱延板析出処理、添加元素と (C+N) との原子濃度比などの影響について調べ、つぎの結果を得た。

(1) 熱延板脱炭または Ta 添加量を変え、 $Ta/(C+N)$ を 1 強にし最適熱延板析出処理を行なうことによ

り、地中に存在する C, N をすべて $TaC(N)$ として固着すれば、 r 値は大幅に向上し、再結晶集合組織に $\langle 111 \rangle$ 繊維組織が圧倒的となり、(222) 成分が増加し、(110), (200) 成分が減少する。

- (2) 再結晶集合組織の変化に対応し、冷延集合組織に顕著な差異が認められる。地中の固溶 Ta, C が減少すると冷延安定成分、(222), (211) が増加し、(110) 成分が減少する。固溶 C をほぼ零にすればセル境界はシャープとなり、セル内の転位密度は減少し、ときには回復状態に類似した組織も観察された。
- (3) 冷延前に粗大化した TaC が多量に存在すると再結晶集合組織の (222) は減少、(200) は増加する。整合歪を有する微小 TaC の影響は未解明である。
- (4) Ti, Zr, Nb など強力な炭化物形成元素も Ta と同様な効果があり、またこれらの添加鋼については 2 回冷延法が有効で、 r 値は大幅に向上する。

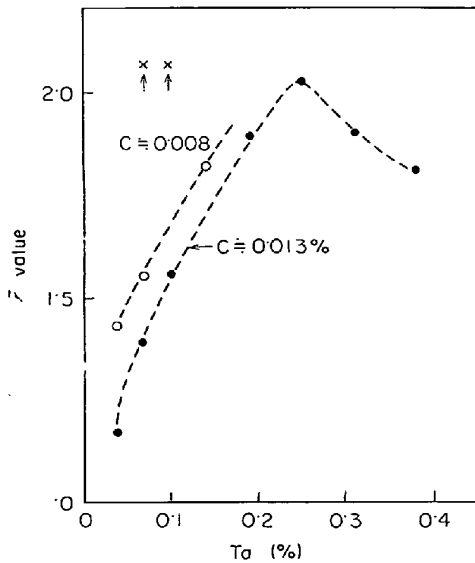


Fig. 26. Relation between the content of tantalum and carbon and the \bar{r} value of steel sheet reheated at 700°C for 3hr, cold rolled 75% then annealed at 800°C×3hr (heating rate 50°C/hr).
Mark × shows \bar{r} values of 0.013% C steels reheated, decarburized at 700°C for 20hr in wet hydrogen, then cold rolled.

(5) 本研究結果を集約すると、 r 値を向上させ、再結晶集合組織の (222) 成分を増加、(110)、(200) 成分を減少させるには、鋼中に存在する C, N を固着するに必要十分な量の強力な炭化物形成元素を添加し、熱延板における析出処理により完全にそれを固着することが第1である。固溶炭素はまず冷延状態に影響を与え冷延安定方位への集積度を弱め選択的核生成および粒成長に影響をおよぼしついで回復、再結晶段階で作用し再結晶集合組織に影響を与えると考えられる。

文 献

- 1) 福田: 塑性と加工, 5(1964), p. 3
- 2) 長島, 武智: 鉄と鋼, 54(1968), p. 1152
- 3) 福田: 鉄と鋼, 53(1967), p. 559

- 4) 松藤, ほか: 鉄と鋼, 56(1970), p. 28
- 5) 久保寺, ほか: 日本金属学会報, 7(1968)p. 383
- 6) 川崎製鉄: 日本特許公告, 昭39-24216
- 7) 阿部, 高木: 鉄と鋼, 55(1969), p. 1219
- 8) 松藤, ほか: 鉄と鋼, 55(1969), S. 536
- 9) MATSUO, et al.: Proc. ICSTIS, (1970, Tokyo) Suppl. Trans. ISIJ, 11(1971), Part II, p. 867
- 10) H. YOSHIDA, et al.: 3rd. Int. Colloq., IDDRG, (1964)
- 11) 伊藤, ほか: 川鉄技報, 11(1969), p. 33
- 12) 日本特許多数
- 13) 松藤, ほか: 塑性と加工, 8(1967), p. 381
- 14) 松藤, ほか: 鉄と鋼, 57(1971), S 280
- 15) 八幡製鉄: 日本特許公告, 昭 44-18066, 昭 42-12348
- 16) 松岡, 高橋: 鉄と鋼, 57(1971), p. 1134
- 17) 五弓, 阿部, ほか: 日本金属学会誌, 28(1964), p. 542
- 18) 松藤: 塑性と加工, 7(1966), p. 376
- 19) 高橋, 武智, 清水: 日本金属学会, 昭和46年度秋期大会講演予稿集, p. 104
- 20) 武智, 高橋, 長田, 長尾: 鉄と鋼, 56(1970), S 475
- 21) 成田, ほか: 私信
- 22) 松藤, 下村: 日本金属学会, 昭和45年度秋期大会講演予稿集, p. 91
- 23) 須藤, ほか: 日本鉄鋼協会第83回講演大会発表
- 24) 阿部, 高木: 鉄と鋼, 57(1971), p. 1123
- 25) 松岡, 寺崎: 鉄と鋼, 57(1971), S 276
- 26) G. ANTONIONE, G. DELLA GATTA, et al.: Acta Met., 18(1970), p. 1169
- 27) 市山, 吉田, ほか: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 2243
- 28) 高階, 秋末: 日本金属学会, 昭和45年秋期大会講演予稿集, p. 87
- 29) S. R. GOODMAN: Met. Trans., 2(1971), p. 2051
- 30) 阿部: 鉄と鋼, 52(1966), p. 882
- 31) 上城: 鉄と鋼, 54(1968), p. 681
- 32) 荒木, 渡辺, 中岡: 日本金属学会, 昭和46年度秋期大会講演予稿集, p. 107
- 33) G. VENTURELLO and C. ANTONIONE et al.: Trans. AIME, 227(1963), p. 1433
- 34) 小西, 大橋, 有馬: 鉄と鋼, 58(1972), S 271