

## 論 文

UDC 621.785.6 : 620.192.5 : 669.14-422.1-156

低炭素アルミニウムキルド鋼の再結晶集合組織に及ぼす  
中間析出処理の効果\*

阿 部 秀 夫\*\*・高 木 甲子雄\*\*\*

Effect of Intermediate Precipitation-Annealing on the Recrystallization  
Texture of an Aluminum-Killed Steel Sheet

Hideo ABE and Kineo TAKAGI

## Synopsis:

The maximum enhancement of  $\{111\}\langle 110 \rangle$  plus  $\{554\}\langle 225 \rangle$  components in the recrystallization texture of a low-carbon aluminum-killed steel sheet is attained when the process is so controlled that gives the minimum nucleation rate of recrystallization in the final annealing.

Precipitation-annealing at an intermediate stage of cold rolling is found to be effective to give the minimum nucleation rate. It is concluded that the nucleation rate of recrystallization depends on the size and distribution of fine aluminum-nitride particles that precipitate preferentially on dislocations and the dislocation density of the matrix is an important factor to attain an appropriate state of precipitation for the inhibition of nucleation of recrystallized grains.

(Received March 19, 1974)

## 1. 緒 論

低炭素アルミニウムキルド鋼の薄板の再結晶集合組織については、すでに多数の研究が行なわれ<sup>1)~20)</sup>、その再結晶集合組織に特有な優先結晶方位は  $\{111\}\langle 110 \rangle$  方位であり、その方位成分が発達する原因については、再結晶の初期段階において微細な析出粒子が subboundary にそつて析出し、再結晶核生成度を低減する作用によると推定されてきた。W. JOLLEY<sup>11)</sup> は、それを pre-precipitation cluster とよび、J. T. MICHALAK, R. D. SCHOONE<sup>13)</sup> は、それを Al と N の clustering と述べている。

花井、竹本、水山、佐直<sup>16)17)</sup> は、 $\{111\}\langle 110 \rangle$  方位の再結晶粒の発達を促す作用をもつ AlN 析出粒子は、その安定構造として知られている六方晶 wurtzite 型結晶構造ではなく、立方晶 NaCl 型の準安定構造であると結論した。

定義上では、一般に cluster とは、面心立方構造の合金における Guinier-Preston zone のように、過飽和固溶体の結晶格子 (溶媒結晶格子) の上で溶質原子の単原子層ないしは数原子層の集合帯を生じた状態であり、その集合帯の結晶構造は溶媒結晶格子と同じである。したが

つて、W. JOLLY<sup>11)</sup>, J. T. MICHALAK, R. D. SCHOONE<sup>13)</sup> が cluster とよんでいる析出粒子は、cluster とよぶのは適切ではなく、それは花井らの準安定析出相と同じものであると推定されている (文献 (17) 討論)。

阿部、鈴木<sup>18)</sup> は、再結晶初期段階の多数の電顕観察によつて、R. H. GOODENOW<sup>9)</sup> の示唆と一致した結論、すなわち、 $\{111\}\langle 110 \rangle$  方位の再結晶粒は、 $\{111\}\langle 112 \rangle$  方位から  $\{111\}\langle 110 \rangle$  方位に及ぶ方位分布をもつ変形結晶領域から成長を始めることを示したが、それが発達するためには、析出粒子が転位の再配列を部分的に阻止し、 $\{111\}\langle 112 \rangle$  方位変形領域からの  $\{110\}\langle 001 \rangle$  方位の再結晶粒の発達が抑制されることを要するという見解を述べた。しかし、そのような阻止作用によつて  $\{111\}\langle 110 \rangle$  方位の再結晶粒の優先的な発達を促す析出粒子は、「転位へ優先析出している準安定析出粒子」であるのか、または「転位とは関係なく、溶媒結晶格子上に集合した溶質原子 cluster」であるかは未確定である。いままでの電顕観察では、この問題に対する明確な情報はほとんど与

\* 昭和 48 年 10 月 本会講演大会にて発表 昭和 49 年 3 月 19 日受付

\*\* 東京大学工学部 工博

\*\*\* 東京大学工学部

えられていない。しかし、再結晶温度がかなり高いことから、再結晶温度付近における析出段階は前者である可能性のほうが大きい。

松岡、寺崎<sup>19)</sup>が述べているように、従来の深絞り用低炭素鋼板は、その製造工程における炭化物、窒化物の析出処理を行なう段階の上から、Ti 添加鋼、Nb 添加鋼、Ta 添加鋼、リムド鋼などは「前析出型」、アルミニウムキルド鋼は「後析出型」または「昇温途中析出型」として分類される。「前析出型」の再結晶集合組織には {554} <225> 方位、「後析出型」の再結晶集合組織には {111} <110> 方位が多く含まれている。

「後析出型」のもつ意味の中には、冷間圧延後の高い転位密度の変形マトリクス内での析出が重要な意味をもつという考えが含まれている。一方、「前析出型」のもつ意味の中には、微細析出粒子が存在する状態で冷間圧延した後の格子ひずみ状態が、過飽和固溶状態で冷間圧延した場合とは相異しているという問題<sup>20)</sup>を含んでいる。

アルミニウムキルド鋼が「後析出型」であるということには、冷間圧延によつて増殖された多数の転位への Al と N の優先析出が重要な意味をもつという考えが含まれるが、最近この問題に対して重要な示唆を与えるとされる実験が、吉田、古林、遠藤<sup>22)</sup>、寺崎、金子<sup>23)</sup>、によつて行なわれた。それらの実験では、熱間圧延鋼帯で析出処理を行なうか（「前析出型」としての処理）、あるいは低圧延率の1次冷間圧延（予備ひずみ）を与えてから析出処理を行なつた後、冷間圧延を行ない、最終焼鈍後の {222} 極密度/{200} 極密度の比を高めることを試みている。しかし、これらの実験では、1次圧延率が0~30%の低い範囲に限定され、また1次圧延を与えたことが全圧延率を増したことになつており、その影響も考慮を要することなど、考察を与える上で不十分な点が残されていた。

著者らは、前述のような、転位への優先析出がアルミニウムキルド鋼の再結晶において果たしている役割、さらには「後析出型」の意味を明確にするため、中間析出処理を挟む2段冷間圧延工程について実験を行なつた。そのさい全冷間圧延率は一定(70%)とし、1次圧延率と2次圧延率は、吉田ら<sup>22)</sup>、寺崎ら<sup>23)</sup>の範囲よりも拡張し、全圧下率範囲(0~70%)にわたつて実験した。中間析出処理の温度は低く、再結晶はさせないので、迫田、柴井、森下<sup>24)</sup>がリムド鋼について行なつた中間再結晶焼鈍を含む2段冷間圧延工程とはまったく意味が異なる。

## 2. 試料および実験方法

試料は、Table 1 に示す化学組成のアルミニウムキルド

Table 1. Chemical composition of the hot-strip (in wt %).

C	Si	Mn	P	S	Sol. Al	Insol. Al	Sol. N
0.045	0.01	0.33	0.02	0.02	0.052	0.012	0.0059

ド鋼の板厚約 2.9 mm の熱間圧延鋼帯である。

実験計画には、次の4項目の考えを基礎とした。

(1) 析出粒子の分散状態（析出粒子の平均の大きさと平均分布間隔）は、析出が起こるマトリクスの転位密度、析出処理の温度および時間によつて変わる。

(2) 析出粒子の分散状態は、再結晶核生成数に影響する。

(3) 1次再結晶完了直後の「単位面積あたりの再結晶粒数」は、近似的に再結晶核生成数に比例する。この仮定は、1次再結晶進行過程に再結晶粒相互間での成長選択がないことを意味する。

(4) 再結晶核生成数が極小を示す場合に、{111} <110> 方位再結晶粒の発達量が極大となる。

これらには仮定または粗い近似が含まれているので、実験結果の解釈の上で矛盾が生じたときは、その結果から逆にこれらの前提を再考することを要する。

そこで、Fig. 1 に概略図を示す工程による実験を行なつた。

図中に示したように1次および2次圧延率を選定し、全冷間圧延率は70%一定とし、昇温速度 25°C/hr で 425°、475°、520° または 550°C で 1 hr の析出処理を、冷間圧延前（1次圧延率=0%）、中間圧延率の各段階（0<r<sub>1</sub><70）、冷間圧延後（1次圧延率=70%）のいずれかの段階で行ない、最終焼鈍を急熱\*で 600°C × 5hr 行なうとき、工程の各段階におけるピッカース硬さ、最終焼鈍後の「単位面積（1 mm<sup>2</sup>）あたりの再結晶粒数」および再結晶粒の平均伸長比を測定した。

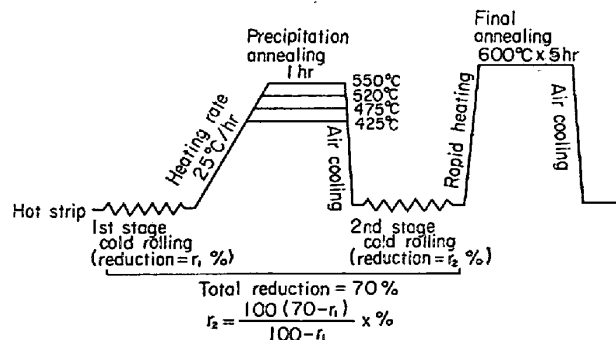


Fig. 1. Schematic diagram of process.

\* 600°C に保ちアルゴン気流を通じた筒状電気炉内に試料を挿入して急熱

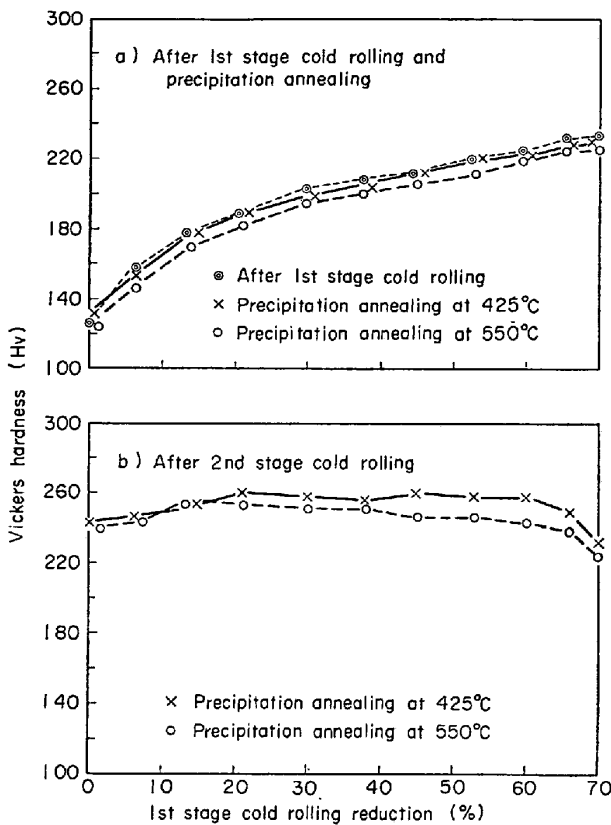


Fig. 2. Values of hardness at various stages of process.

最終焼鈍を  $600^{\circ}\text{C} \times 5\text{hr}$  としたのは、阿部、鈴木<sup>14)</sup>の2段階焼鈍法に関する実験結果を参考とし、1次再結晶完了直後の組織を対象とするためである。1次圧延率 = 70%の工程は、いわゆる「2段階焼鈍法」の工程である。

この実験結果から、前述の4項目の前提に基づいて、「単位面積あたりの再結晶粒数」が極小を示す点およびそのほかのいくつかの参考点に対する{200}極点図の測定を行なった。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 ビッカース硬さ測定結果

Fig. 2には、横軸に1次圧延率をとり、1次冷間圧延後、析出処理後および2次冷間圧延後のビッカース硬さの測定結果を示した。

1次冷間圧延後の硬さは、圧延率が高くなるほど、加工硬化により増加している。析出処理後の硬さは、析出処理温度が  $425^{\circ}\text{C}$  のときはほとんど軟化していないが、析出処理温度が  $550^{\circ}\text{C}$  のときは明りような軟化がみられる。

2次冷間圧延後の硬さは、1次圧延率が20~45%の範囲に弱い極大があり、1次圧延率約60%以上ではやや低い値になっている。

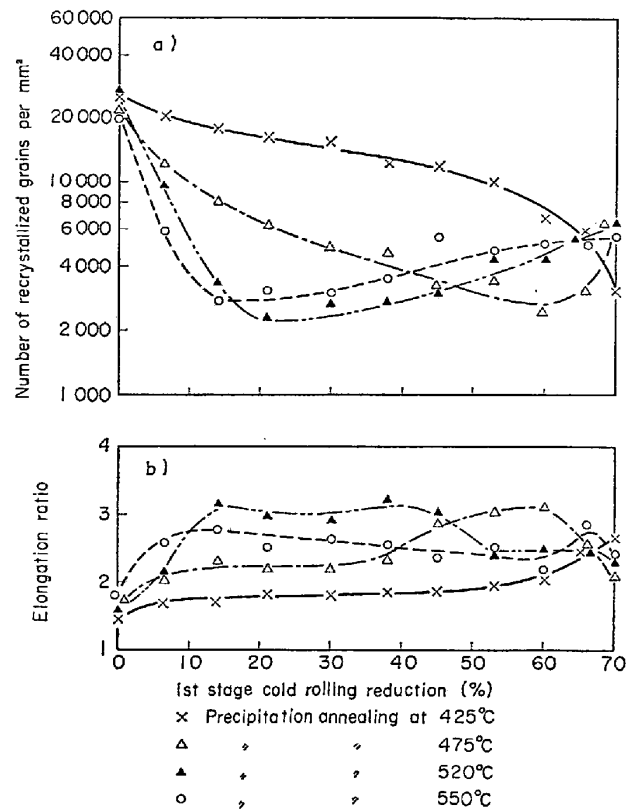


Fig. 3. Grain size and elongation ratio after final annealing of  $600^{\circ}\text{C} \times 5\text{hr}$ .

#### 3.2 最終焼鈍後の「 $1\text{mm}^2$ あたりの再結晶粒数」および伸長比

Fig. 3に、 $600^{\circ}\text{C} \times 5\text{hr}$ の最終焼鈍後の、(a)  $1\text{mm}^2$ あたりの再結晶粒数と、(b)再結晶粒の伸長比を示す。

前述のように、Fig. 3(a)の  $1\text{mm}^2$ あたりの再結晶粒数が近似的に再結晶核生成数に比例すると仮定すれば、再結晶核生成数は、析出処理温度  $425^{\circ}\text{C}$  のときは1次圧延率70%;  $475^{\circ}\text{C}$  のときは60%;  $520^{\circ}\text{C}$  のときは21%;  $550^{\circ}\text{C}$  のときは14%; でそれぞれ極小を示すことになる。このFig. 3(a)で再結晶粒数が最小値を示しているのは、析出処理温度  $520^{\circ}\text{C}$  — 1次圧延率21%の場合である。その場合に析出粒子の分散状態が再結晶核生成を最も強く抑制することを意味する。

Fig. 3(b)の伸長比は、析出処理温度  $520^{\circ}\text{C}$  の場合に広い範囲にわたって最も高い値を示している。

#### 3.3 {200}極点図の測定結果

Fig. 4(a)~(d)に析出処理温度  $520^{\circ}\text{C}$  の場合について、最終焼鈍後の再結晶集合組織の{200}極点図を示した。(a)は1次圧延率0% (「前析出処理」)、(b)は1次圧延率21%、(c)は1次圧延率66%、(d)は1次圧延率70% (「2段階焼鈍法」に該当する)の場合である。

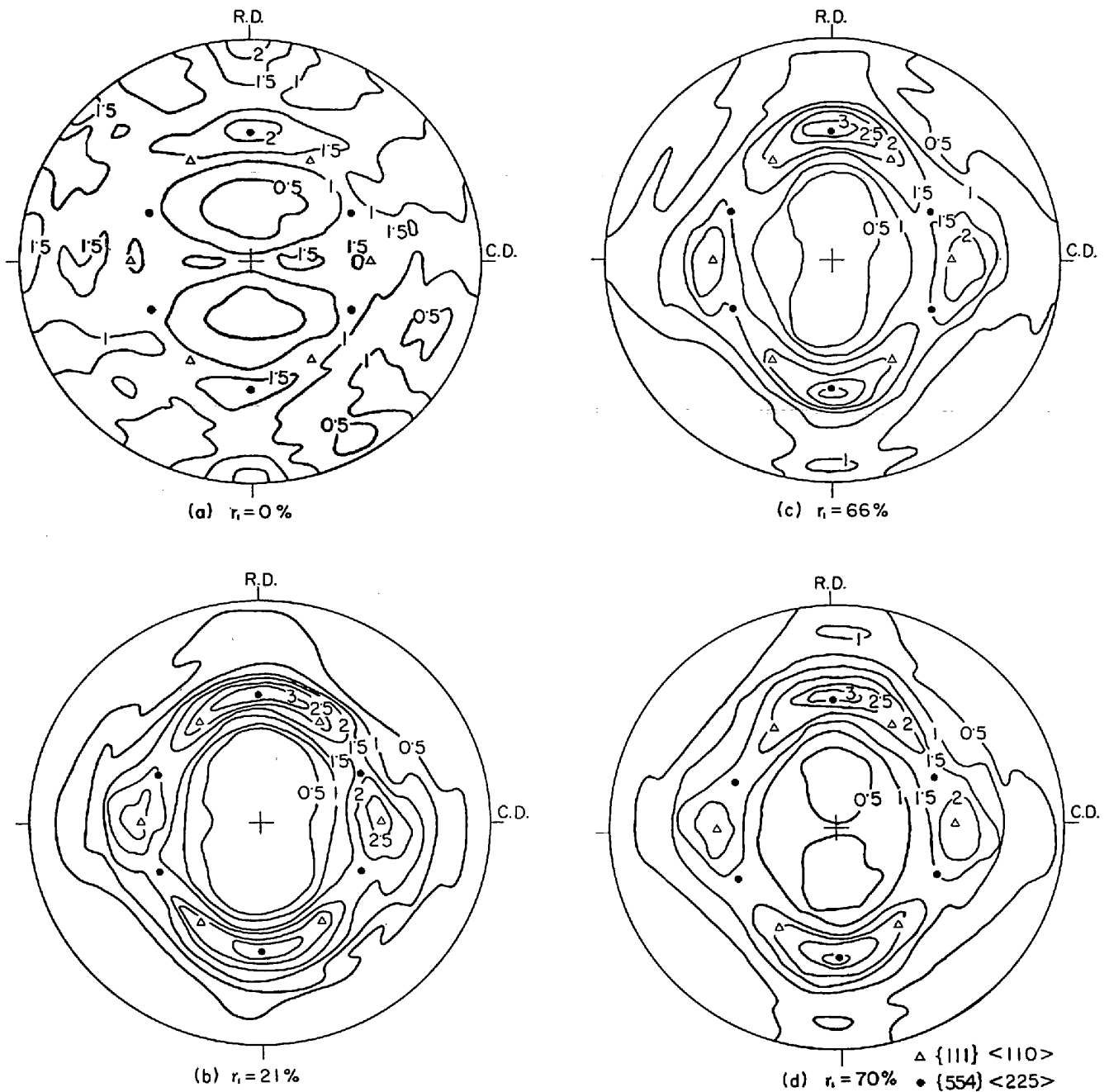


Fig. 4.  $\{200\}$  pole figures for the recrystallization textures of the finally annealed sheets. The 1st stage cold rolling reductions are (a) 0%, (b) 21%, (c) 66%, and (d) 70%, and the precipitation annealing is at 520°C for 1hr.

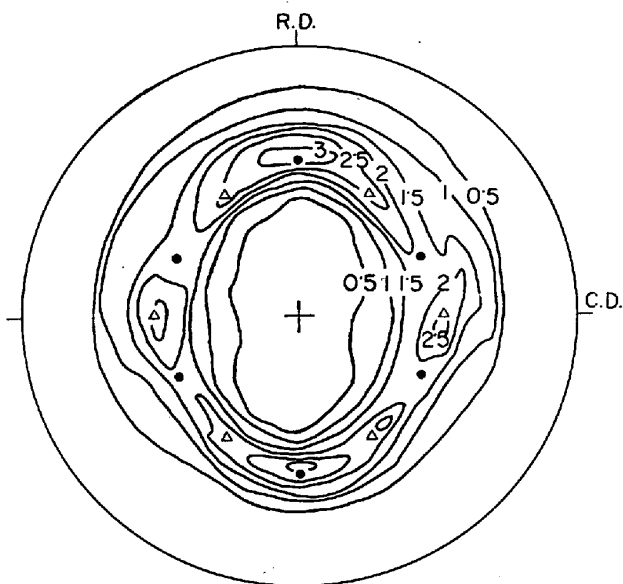
熱間圧延鋼帯で「前析出処理」を行なった Fig. 4(a) では、再結晶集合組織の集積度は弱い、優先方位として  $\{554\}\langle 225 \rangle$  と  $\{hk0\}\langle 001 \rangle$  の2方位が含まれている。それらの2方位の各  $\{200\}$  極点のうち最高の極密度はいずれも2よりやや高い程度である。

Fig. 4(b) の1次圧延率 21% の場合は、(a) よりもはるかに強い集積を示し、優先方位は  $\{554\}\langle 225 \rangle$  と  $\{111\}\langle 110 \rangle$  の2方位である。それらの優先方位の各  $\{200\}$  極点のうち最高の極密度は前者が3以上、後者が

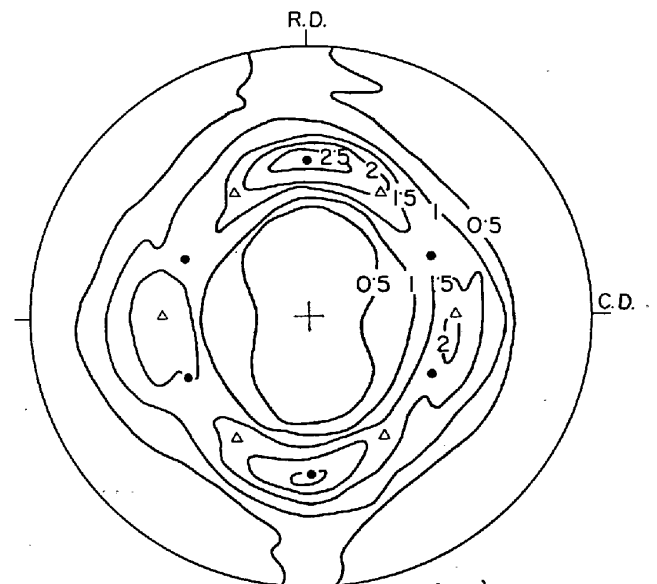
2.5 以上である。

Fig. 4(c) の1次圧延率 66% の場合も、優先方位として  $\{554\}\langle 225 \rangle$  と  $\{111\}\langle 110 \rangle$  の2方位が含まれているが、(b) よりも  $\{111\}\langle 110 \rangle$  方位の極点の最高極密度が低く(約2)、また全体として方位分散が大きく、弱い  $\{hk0\}\langle 001 \rangle$  方位が含まれている。

Fig. 4(d) の「2段焼鈍法」の場合は、 $\{554\}\langle 225 \rangle$  と  $\{111\}\langle 110 \rangle$  各方位への集積状態は(c) とほぼ同様であり、 $\{hk0\}\langle 001 \rangle$  方位は(c) よりもやや弱いとその分布

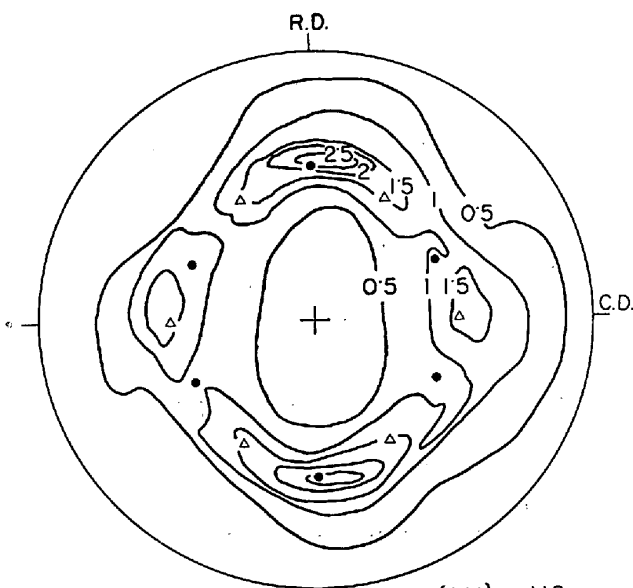


(a)  $r_1=14\%$



$\Delta \{111\} \langle 110 \rangle$   
 $\bullet \{554\} \langle 225 \rangle$

Fig. 6.  $\{200\}$  pole figure for the recrystallization texture of a sheet subjected to a standard process in which the hot strip is cold rolled to 70% reduction and finally annealed with a heating rate of 35°C/hr to 600°C and kept for 5hr.



(b)  $r_1=53\%$

$\Delta \{111\} \langle 110 \rangle$   
 $\bullet \{554\} \langle 225 \rangle$

Fig. 5  $\{200\}$  pole figures for the recrystallization textures of the finally annealed sheets. The 1st stage cold rolling reductions are (a) 14%, and (b) 53%, and the precipitation annealing is at 550°C for 1hr.

範囲が異なっている。

Fig. 5(a) および (b) に、析出処理温度 550°C の場合について、最終焼鈍後の再結晶集合組織の  $\{200\}$  極点図を示した。

Fig. 5(a) の 1 次圧延率 14% の場合は、前述の Fig. 4(b) と比較していつそう分散の少ない  $\{554\} \langle 225 \rangle + \{111\} \langle 110 \rangle$  優先方位を示しているが、 $\{111\} \langle 110 \rangle$  方位の強度は Fig. 4(b) よりもわずかに低い。

Fig. 5(b) の 1 次圧延率 53% の場合は、(a) よりも  $\{554\} \langle 225 \rangle$  および  $\{111\} \langle 110 \rangle$  各方位への集積度は弱くなっている。

Fig. 6 は、標準的な工程、すなわち熱間圧延鋼帯に対して 70% の冷間圧延を行ない、35°C/hr の昇温速度で 600°C × 5hr の最終焼鈍を行なったときの再結晶集合組織の  $\{200\}$  極点図である。

この図の  $\{554\} \langle 225 \rangle + \{111\} \langle 110 \rangle$  優先方位は、Fig. 4(b), Fig. 5(a) などの極点図よりもむしろ弱く、またわずかの  $\{hk0\} \langle 001 \rangle$  方位成分を含んでいる。

### 3.4 考察

Fig. 4 の各極点図と、Fig. 3(a) の析出処理温度 520°C の曲線を比較すると、再結晶粒数が極小を示す 1 次圧延率 21% のときに  $\{554\} \langle 225 \rangle + \{111\} \langle 110 \rangle$  優先方位、とくに  $\{111\} \langle 110 \rangle$  優先方位が最も顕著に発達していることがわかる。このことは実験方法の項で述べたように、再結晶粒数が核生成度に比例すると仮定すれば、析出粒子による再結晶核生成の抑制効果が最も大きい場合に、 $\{111\} \langle 110 \rangle$  優先方位が最も顕著に発達することを明確に示している。さらに Fig. 5(a) も、Fig. 3(a) の析出処理温度 550°C の曲線の極小点に対応し、この場合も、析出粒子による再結晶核生成の抑制効果が最も大きいときに  $\{111\} \langle 110 \rangle$  優先方位が発達することを示

している。

Fig. 3(a) と Figs. 4 および 5 の実験結果によれば、「前析出型」「後析出型」という分類方法は適切なものといえない。しかし前述のように「前析出型」とは冷間圧延状態の格子ひずみ状態を変え、再結晶後に {554}〈225〉方位を発達させること、「後析出型」とは析出粒子による再結晶核生成抑制効果により、再結晶後に {111}〈110〉方位を発達させることを意味するという考えの上に立てば、アルミニウムキルド鋼のように {554}〈225〉方位と {111}〈110〉方位の両方が発達する場合は、「前析出型」でも「後析出型」でもなく、むしろ「中間圧延率析出型」であるともいえる。また、Fig. 3(a)によれば、最も強い再結晶核生成抑制作用は、それぞれの析出処理温度について、適度に高い転位密度の変形マトリクスで析出を起こさせるばあいに現われる。したがってこの場合の析出粒子は cluster ではなく、転位へ優先析出した微小析出粒子であることを示唆している。

Fig. 3(b) の伸長比も、Figs. 4 および 5 の再結晶集合組織とある程度の対応はあるが、Fig. 3(a) の再結晶粒数ほど明確な対応は示していない。このことは、伸長比が大きくなる原因と {111}〈110〉方位再結晶粒の発達の原因とは相違していることを示唆する

#### 4. 総 括

低炭素アルミニウムキルド鋼について

- (1) 析出粒子の分散状態は、マトリクスの転位密度、析出処理の温度および時間によつて変わる。
  - (2) 析出粒子の分散状態は、再結晶核生成数に影響する。
  - (3) 1次再結晶完了直後の「単位面積あたりの再結晶粒数」は、近似的に再結晶核生成数に比例する。
  - (4) 再結晶核生成数が極小を示す場合に、{111}〈110〉方位再結晶粒の発達量が極大となる。
- の4つの基礎的な考えに立脚して、冷間圧延率 70%一定として 425°~550°C × 1 hr の中間析出処理の効果について実験した。その結果、本実験の条件範囲内において上述の4つの考えが適用できること、1次圧延率 21%一中間析出処理温度 520°C-2次圧延率 62%のときに最も集積度の高い {554}〈225〉+{111}〈110〉方位再結晶集合組織が得られることを示した。また「前析出型」「後析出型」の意味について考察し、アルミニウムキルド鋼

における {111}〈110〉方位再結晶粒の発達には、転位へ優先析出する析出粒子の再結晶核生成抑制作用が重要な意味をもつと推定した。

#### 文 献

- 1) R. S. BURNS and A. S. McCABE: U. S. Patent 1238, 1435 (Aug. 7, 1945)
- 2) R. L. RICKETT, S. H. KALIN and J. T. MACKENZIE: Trans. Met. Soc. AIME, 185 (1949), p. 242
- 3) R. S. BURNS and R. H. HEYER: Sheet Metal Ind., 35 (1958), p. 261
- 4) R. H. HEYER, D. E. McCABE, and J. A. ELIAS: Flat Rolled Products, II(1962), p. 29 [Interscience pub.]
- 5) R. L. WHITELEY and D. E. WISE: Flat Rolled Products, II (1962), p. 47 [Interscience Pub.]
- 6) 清水, 松倉, 高橋, 品川: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 2094
- 7) 松藤, 塑性と加工, 7 (1966), p. 376
- 8) R. H. GOODENOW: Trans. ASM, 59 (1966), p. 804
- 9) C. A. STICKELS: Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966), p. 1295
- 10) I. L. DILLAMORE and S. F. H. FLETCHER: Recrystallization, Grain Growth and Textures, (1965), p. 448 [ASM]
- 11) W. JOLLEY: JISI, 205 (1967), p. 321
- 12) 花井, 秋末: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 345
- 13) J. T. MICHALAK and R. D. SCHOONE: Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1149
- 14) 阿部, 鈴木: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 869
- 15) 白岩, 寺崎, 小玉: 日本金属学会誌, 35 (1971), p. 21
- 16) S. HANAI, N. TAKEMOTO and Y. MIZUYAMA: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 24
- 17) 花井, 竹本, 水山, 佐直: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 386
- 18) H. ABE and T. SUZUKI: Trans. ISIJ, 11(1971), p. 201;  
阿部, 鈴木: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 241
- 19) 松岡, 寺崎: 鉄と鋼, 57 (1971), S. 276
- 20) 寺崎, 高橋, 金子: 住友金属, 24 (1972), p. 230
- 21) 阿部, 高木: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1123
- 22) 吉田, 古林, 遠藤: 第5回再結晶部会資料, 鉄再 29 (1972)
- 23) 寺崎, 金子: 第6回再結晶部会資料, 鉄再 39 (1972)
- 24) 迫田, 柴井, 森下: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 2093