

論文

冷延鋼板の再結晶集合組織におよぼす炭素の影響

岡本篤樹*

Effects of Carbon on the Recrystallization Texture of Cold Rolled Sheet Steel

Atsuki OKAMOTO

Synopsis :

The effects of carbon content below 46 ppm on the recrystallization texture were examined with a de-carburized Al-killed steel of commercial purity. The carbon contents in the steel were varied by carburizing at 700°C before cold rolling or at 420°C after cold rolling, and then their recrystallization textures resulting from both cases were compared.

The carbon content during annealing influenced the recrystallization textures when it ranged between zero and 20 ppm. The increase in the carbon content increased the amount of {110} components and decreased that of {100} components. This effect was believed to be caused by the carbon in solution. The carbon content during cold rolling was also found to have an influence on the recrystallization texture, when it exceeded 20 ppm. The increase in the carbon decreased the amount of {111} components and increased that of {110} components. This effect was thought to be due to the presence of iron carbide particles during cold rolling.

1. 緒言

冷延鋼板の深絞り性は、その再結晶焼純により形成された集合組織と密接に関連しており、板面に平行な{111}方位粒が多く{100}方位粒が少ない方が深絞り性が良好となる。一般に製鋼段階で炭素量を低くして溶製し、熱間圧延、冷間圧延および焼純すると{111}方位粒の多い再結晶集合組織が得られるが、同じ炭素量でも冷間圧延前の熱処理により炭素の存在状態を変えてやると、得られる再結晶集合組織は大きく異なるため、以前から炭素の再結晶集合組織発達におよぼす機構に興味がもたれ、いくつかの考え方方が提案されている^{1,2)}。その主なものは、冷間圧延時に固溶炭素が作用し再結晶組織の母体となるべき冷間圧延組織を変えているとするものと^{3)~5)}、再結晶初期のみに固溶炭素が作用し再結晶集合組織の発達の仕方を変えているとするもの^{6,7)}であり、この他に冷間圧延時あるいは焼純時における鉄炭化物の作用を強調する考え方もある。冷延鋼板の再結晶集合組織制御における炭素の役割は、近年の製鋼技術の進歩による高純度鋼化および連続焼純技術の発達などとの関連で非常に重要であるにもかかわらず明確になつていないのは、上記のように炭素の存在状態が加工や熱処理により複雑に変化し、各存在状態の炭素の再結晶集合組織におよぼす

影響を分離して抽出できないからである。

以前に著者は、もう1つの侵入型固溶元素である窒素を冷間圧延後の鋼板に再結晶を起こさないような低温で添加し次いで再結晶焼純することにより、再結晶時の固溶窒素量は再結晶集合組織の発達に大きな影響をおよぼすことを明らかにした⁸⁾。本実験では、その際使用した手法を炭素の添加に適用し、冷間圧延時と再結晶時の炭素量を独立に変え、再結晶集合組織におよぼすそれぞれの炭素量の効果を比較することにより、従来から議論のあつた炭素の効果を明確にすることを試みた。

2. 供試鋼板

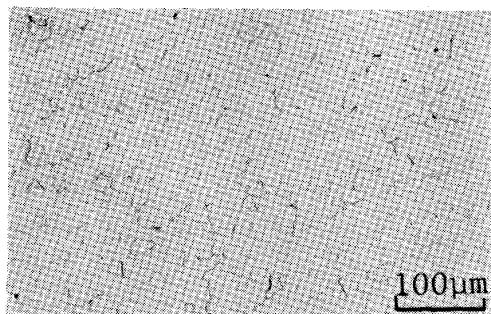
転炉、連続铸造法により製造された2.8mm厚の低炭素Alキルド熱延鋼板を入手し、2.0mm厚に研削後、910°C、15minの焼準処理を行つた。これを700°Cと750°Cで合計4日間湿水素中で脱炭焼純し、次いで750°C、2日間乾水素中で焼純した。このような脱炭処理板の化学分析値をTable 1に示す。炭素量は分析下限値まで減少している。窒素は含有されているが、すべてAlNとして析出していると想定される。光学顕微鏡組織はPhoto. 1に示すように粒径18μmの整粒組織である。この脱炭処理板を素材にして以下に示す2つの実験を行つた。

* 昭和56年11月日本会講演大会にて発表 昭和59年3月8日受付 (Received Mar. 8, 1984)

* 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Nishinagahondori Amagasaki 660)

Table 1. Chemical composition of decarburized Al-killed steel. (wt%)

C	Si	Mn	P	S	sol. Al	N
0.0003	0.02	0.18	0.008	0.012	0.087	0.0047

Photo. 1. Optical microstructure of decarburized Al-killed steel. ($\times 100$)

3. 冷間圧延前炭素量の影響

3.1 実験方法

実験方法を Fig. 1 に示す。脱炭処理板を種々の CO, H₂O および H₂ 混合雰囲気中で 700°C, 48 h 浸炭し、結晶粒径を変えることなく鋼中炭素量を最大 46 ppm まで変えた。雰囲気中の CO 分圧, P_{CO} , H₂O 分圧,

P_{H_2O} , すなわち露点は小西ら⁹⁾により提案された 704°C における平衡式

$$C(\text{wt}\%) = 0.0065 \times P_{CO} \cdot P_{H_2} / P_{H_2O} \dots\dots\dots(1)$$

より、Table 2 上部に示すように選択した。

以上のように種々のレベルに浸炭処理された鋼板をいつたん空冷後、350°C に 1 h 均熱し炉冷した。この熱処理はすべての炭素をセメントタイトとして析出させるためのものであるが、後述するように熱処理後も微量の炭素が固溶状態で残存していた。

鋼中炭素量の分析は LECO-CS144 を使用して行つた。本分析装置は従来のものより 1 析分析精度は良いが、信頼できるのは 6 ppm ぐらいまでであつたので、6 ppm 以下の分析値の鋼板に対しては、500°C にて 1 h 均熱後水冷し、炭素を固溶させた後、横振動型内部摩擦にてスネークピーク高さを求め、これより炭素量を計算した。

Table 2 には炭素量の上記平衡式から計算された値、化学分析結果および内部摩擦から計算された値を比較して示す。3 者の値は極微量域を除いて非常に一致を示す。本研究では表中 * 印の数値を炭素量とみなして実験結果を解析した。

Table 2 下部には冷間圧延前の鋼板の内部摩擦から

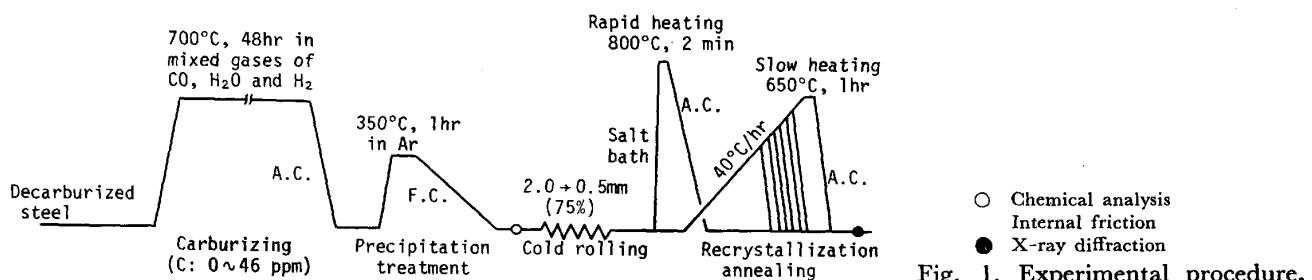


Fig. 1. Experimental procedure.

Table 2. Carburizing atmosphere, total carbon content and dissolved carbon content before cold rolling of steels.

Steel		A	B	C	D	E	F	G
Carburizing atmosphere (%)	CO	0	0.2	0.4	0.8	1.6	3.2	3.2
	H ₂ O (Dew point)				7.3 (+40°C)			4.2 (+30°C)
	H ₂				balance			
Total carbon content (ppm)	Calculated from equilibrium eq. (1)	0	1.6	3.2	6.6	13	25	46
	Chemical analysis (LECO-CS 144)	3	3	3	8*	12*	21*	46*
	Cal. from Snoek peak (W. Q. from 500°C)	0.6*	1.4*	3.5*				
Dissolved carbon content before cold rolling (ppm)								
	Cal. from Snoek peak (F. C. from 350°C)	0	—	—	—	0	0.6	1.9

* Total carbon content adopted in this study

求めた固溶炭素量を示す。鋼 A~E ではスネークピークが認められないが、炭素量の多い鋼 F および G ではわずかながらスネークピークが観察され、冷間圧延前試料において炭素は必ずしもすべて析出しているわけではないことがわかる。

これら炭素量の異なる鋼板を 0.5 mm 厚まで圧下率 75% で冷延し、次いで昇温速度 40°C/h にて 650°C まで加熱し 1 h 均熱する徐加熱焼鈍、あるいは 800°C の塩浴に 2 min 間浸漬する急熱焼鈍 (600°C での昇温速度約 40°C/s) を行い空冷した。これら焼鈍板に対して板厚の 1/4 まで化学研磨後、X線回折により集合組織を測定した。

3.2 実験結果

焼鈍板の光学顕微鏡組織を Photo. 2 に示す。いずれの焼鈍条件においても粒径は炭素量によりあまり変化していない。

炭素量と焼鈍板のX線積分強度比との関係を Fig. 2 に示す。いずれの焼鈍条件においても、{110} 面強度は炭素量の増加により単調に増加し、{200} 面強度は数 ppm の炭素の添加で急激に減少しそれ以上の添加での変化は小さい。一方 {222} 面強度は大略炭素量の増加により減少する傾向であるが、徐加熱焼鈍材では {200} 面強度の急激な減少に対応するように炭素の微量添加でいつたん増加し、それ以上では大きく減少する。これに対し {211} 面強度は炭素量によりあまり変化しないようみえる。著者は本実験以外にもいくつかの異なる素材を使用して同様の実験を行つてある。これらによる

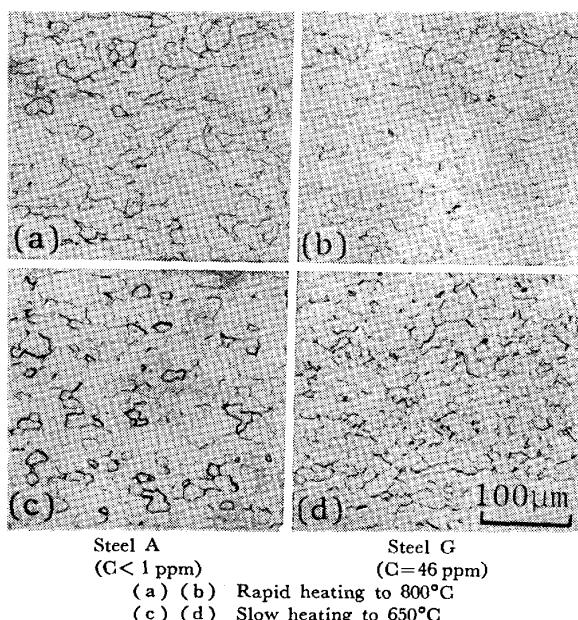


Photo. 2. Effect of carbon content before cold rolling on optical microstructures of annealed steels. ($\times 100$)

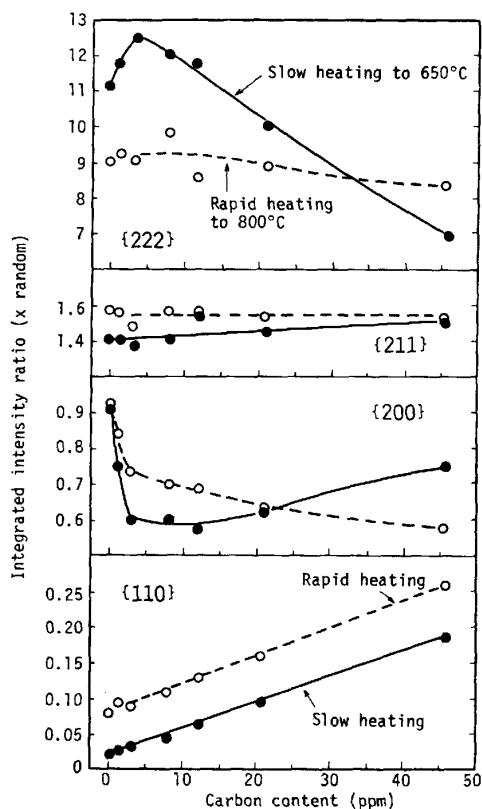


Fig. 2. Effect of carbon content before cold rolling on the recrystallization textures of annealed steels.

と、極微量炭素域での {222} や {211} 面強度の変化の様子は素材、おそらく冷延前の結晶粒径、により変わってくることもあつたが、炭素量の増加による {110} 面強度の増加と {200} 面強度の大きな低下は素材や焼鈍条件にあまり影響されなかつた。したがつて、これらの変化をより本質的なものと考える必要があろう。

徐加熱焼鈍材の {200} 極点図を Fig. 3 に示す。炭素量が少ない場合の再結晶集合組織の主方位は {111}<112> に近い方位であるが、炭素量が増すと {111}<011> 方位も強くなり、さらに炭素量が増すと集合組織自体が弱くなつてくる。このような極点図の変化は窒素量を変えた場合の結果⁸⁾ とよく似ている。

鋼 A, E, F, G に関し、冷延後 40°C/h の徐加熱過程でのX線積分強度の変化を調査した結果を Fig. 4 に示す。再結晶の進行により {110} 面強度が増加し、{200}, {222} および {211} 面強度が減少するが、炭素量の少ない鋼ほどその変化が小さい傾向にある。これも窒素量を変えた場合⁸⁾ とよく似ている。

4. 冷間圧延後炭素量の影響

4.1 実験方法

実験方法を Fig. 5 に示す。脱炭処理板を 0.5 mm 厚

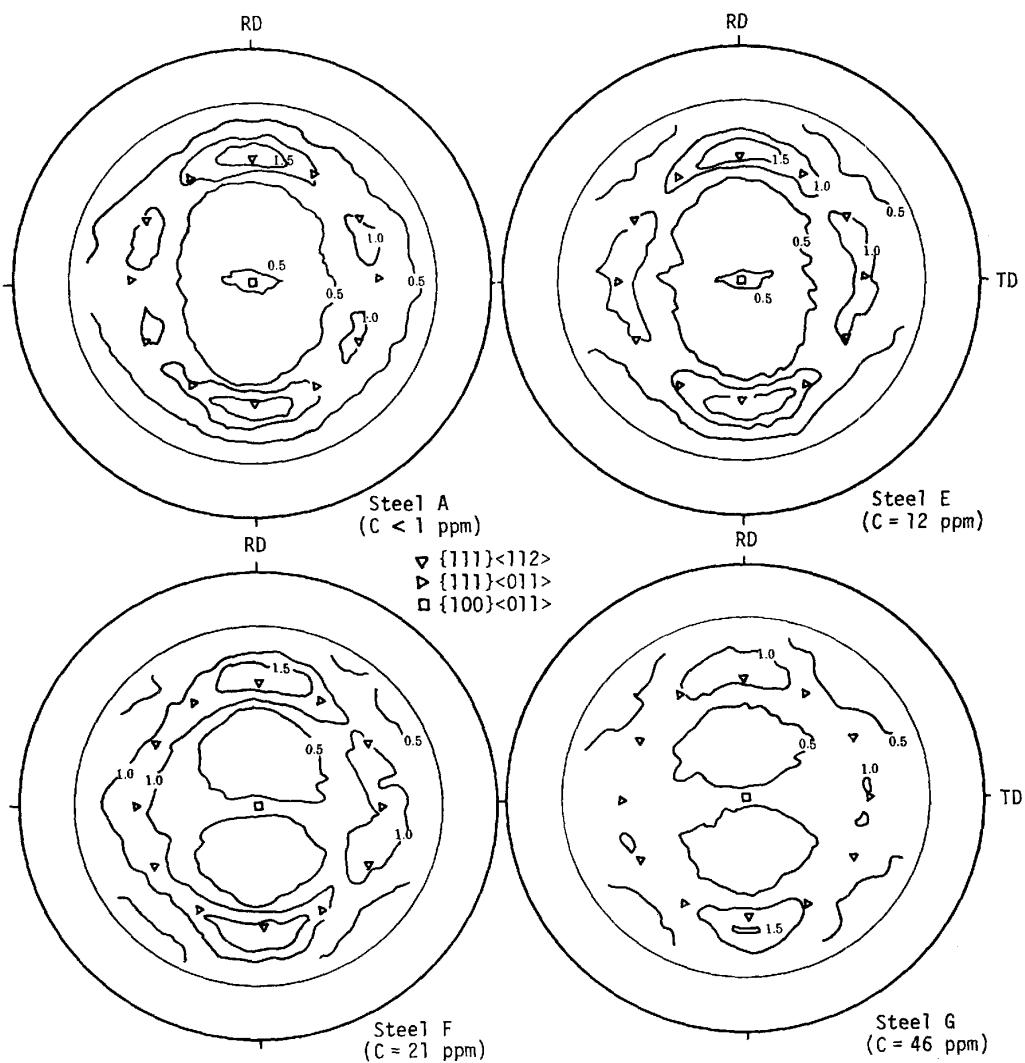


Fig. 3. Effect of carbon content before cold rolling on the {200} pole figures of steels annealed at 650°C by slow heating.

まで圧下率 75% で冷間圧延後、まず 440°C にて 10 min, 5% の H₂ を含む Ar 中で前焼鈍しある程度組織を回復させた後、それより低い 420°C にて炭素量が 0~38 ppm に変化するように浸炭処理した。浸炭雰囲気は 0.2%CO, 20%CO₂, 残り H₂ の組成に一定とし、420°C に 5~20 h 保持後表面に付着した黒鉛を化学研磨により除去し、次いで 420°C にて Ar 中 28 h 以上の均熱焼鈍を行い鋼中炭素量を均一化させた。なお 420°C での熱処理時間は両者合わせて 48 h に一定とした。上記浸炭雰囲気中の CO₂ は浸炭作用の調整のために加えている。以上の熱処理により X 線回折の半価幅は減少し、回復が起こっていることが確認できたが、以前の実験⁸⁾からそのような回復過程そのものは再結晶集合組織の発達に大きな影響をおよぼさないと予想される。次にこれら鋼板を Ar 中 40°C/h で 650°C まで徐加熱して再結晶させ集合組織を測定した。

鋼中炭素量は上記再結晶焼鈍前に LECO-CS 144 で測定した。全板厚および両面からの化学研磨により 1/2 の板厚にした鋼板の分析値には差が認められず、炭素は均一に添加されているものと考えられた。

4・2 実験結果

再結晶焼鈍前の炭素量と再結晶後の鋼板の X 線積分強度比との関係を Fig. 6 に示す。炭素量が 0 から約 20 ppm まで増加すると {110} 面強度は増し、{200} 面強度は急激に減少し、{222} 面強度はいつたん増加後減少するが、20 ppm 以上の炭素量ではあまり変化しない。冷間圧延前に炭素量を変えた前の実験結果 (Fig. 2) を比較すると、炭素量が 20 ppm 以上における {222} と {110} 面強度の差が大きく、それ以外は実験誤差範囲内の差とみなすことも可能である。なお微量炭素域での {200} 面強度の差違は、本実験の浸炭処理時 (420°C) における回復の進行に原因していると推測される。したがつて、

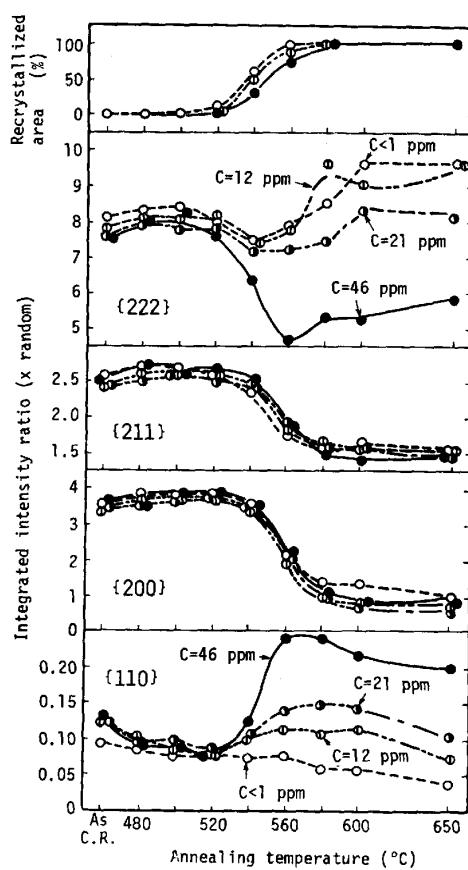


Fig. 4. Effect of carbon content before cold rolling on the recrystallization process by slow heating.

冷間圧延における炭素の存在の影響は炭素量が 20 ppm 以上の場合に現れ、それ以下の炭素量では回復・再結晶時に作用して再結晶集合組織を変えるとみなすことができる。

焼鈍材の {200} 極点図を Fig. 7 に示す。いずれも {111} $\langle uvw \rangle$ を主方位とした集合組織を示しているが、炭素量の増加により {111} $\langle 112 \rangle$ より {111} $\langle 011 \rangle$ 方位が強くなる傾向が認められる。

炭素量が 1 ppm 以下と 32 ppm の鋼板に関し、40°C/h の徐加熱過程でのX線積分強度の変化を調査した結果を Fig. 8 に示す。炭素が添加されていないと再結晶時に {222} 面強度が増し、{110} 面強度は低下するが、冷延後に炭素が 32 ppm 添加されていると、再結晶により {110} 面強度が増し {222} 面強度が減少する。

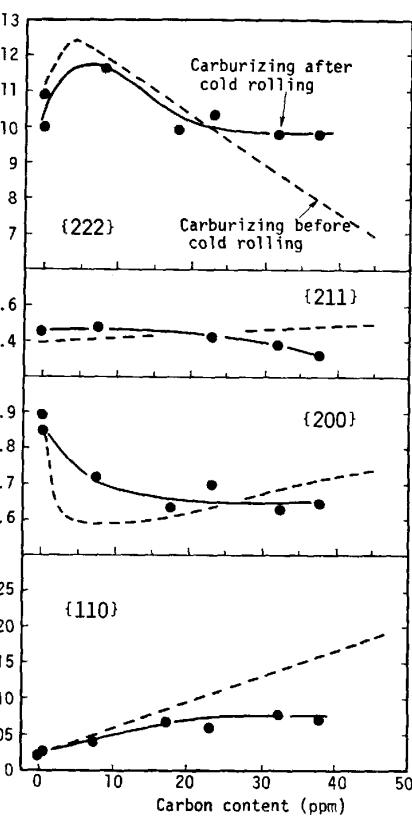
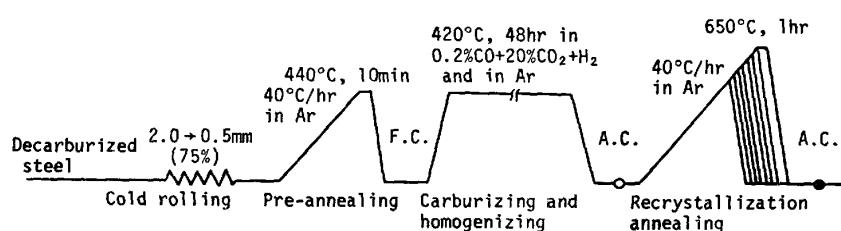


Fig. 6. Effect of carbon content after cold rolling on the recrystallization textures of steels annealed at 650°C by slow heating.

また {200} 面強度の低下も炭素量が少ない鋼ほど早く起るが、その低下量は少ないことがわかる。

再結晶途中および再結晶完了後の光学顕微鏡組織を Photo. 3 に示す。再結晶完了後の粒径は炭素量によりあまり変動していないが、再結晶初期では、炭素を含む鋼では細かい再結晶粒が数多く観察される傾向にある。これは冷延前に炭素量を変えた場合でも同じであった。

5. 考 察

5.1 炭素の存在状態と再結晶集合組織の変化

本実験の結果より、再結晶焼鈍時には約 20 ppm 以下の炭素が作用し、また冷間圧延時には約 20 ppm 以上の炭素が作用しそれぞれ再結晶集合組織を変えることがわかつた。しかし、これら炭素の効果が固溶している炭素によつているのか、あるいは析出している炭素によつて

○ Chemical analysis
● X-ray diffraction
Fig. 5. Experimental procedure.

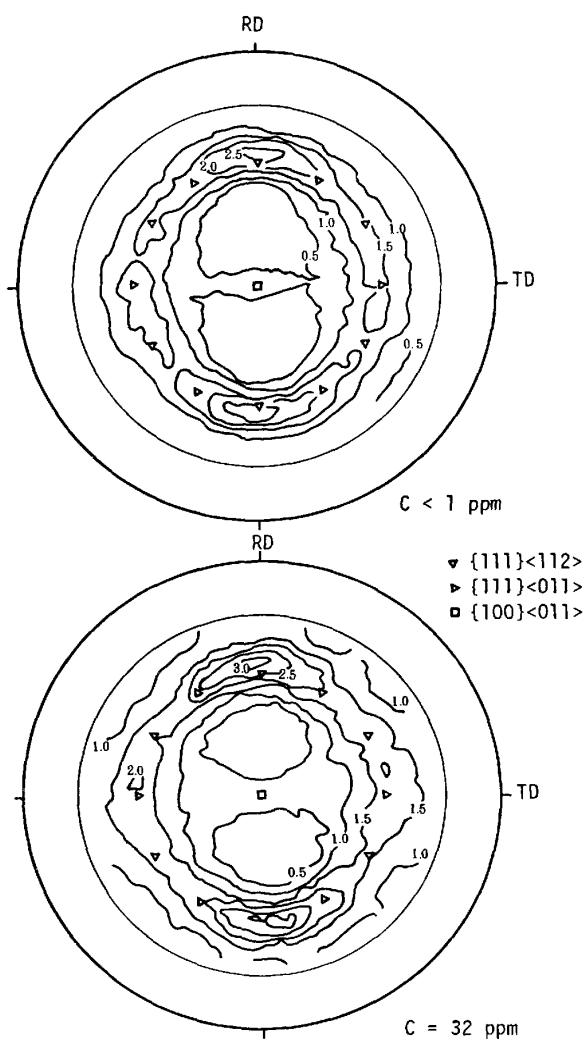


Fig. 7. Effect of carbon content after cold rolling on the $\{200\}$ pole figures of steels annealed at 650°C by slow heating.

いるのかは明らかではない。この点を考察する。

冷間圧延時(室温)および焼鈍の再結晶核発生時(500°C)における炭素の存在状態と鋼中総炭素量との関係を模式的に Fig. 9 に示す。

冷間圧延前の鋼板中には、内部摩擦で検出されたような微量の固溶炭素およびそれ以外に粒界などに偏析した炭素¹⁰⁾を含んでいるがそれらの量は少量ではほとんど炭素は鉄炭化物(セメンタイト)として析出しているであろう。したがつて総炭素量の増加によつて増加するのは主に鉄炭化物の量と推測される。

焼鈍時においては、再結晶核発生時期における炭素の存在状態が重要と思われる^{6), 8)}。WERT¹¹⁾の式によると 500°C での純鉄への炭素の固溶限は 46 ppm である。しかし、Mn を含む実用鋼ではこれより固溶限が低下することが報告されている。STEPHENSON¹²⁾によると 0.27% Mn を含む Al キルド鋼では 22 ppm の炭素が 500°C

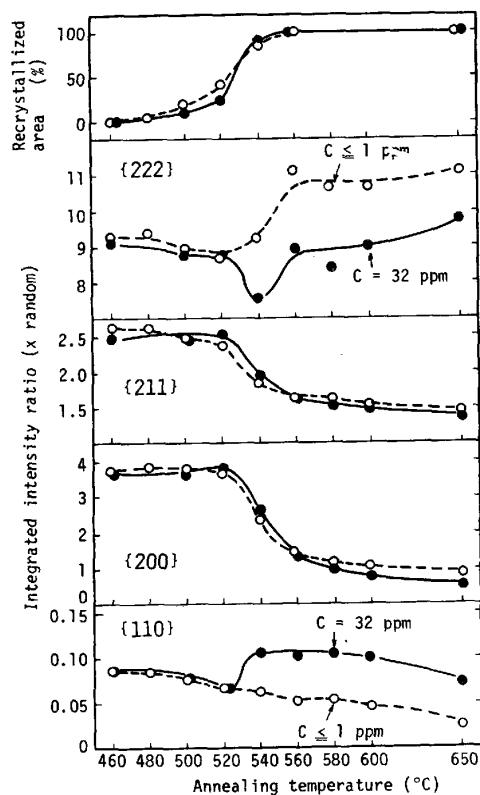


Fig. 8. Effect of carbon content after cold rolling on the recrystallization process by slow heating.

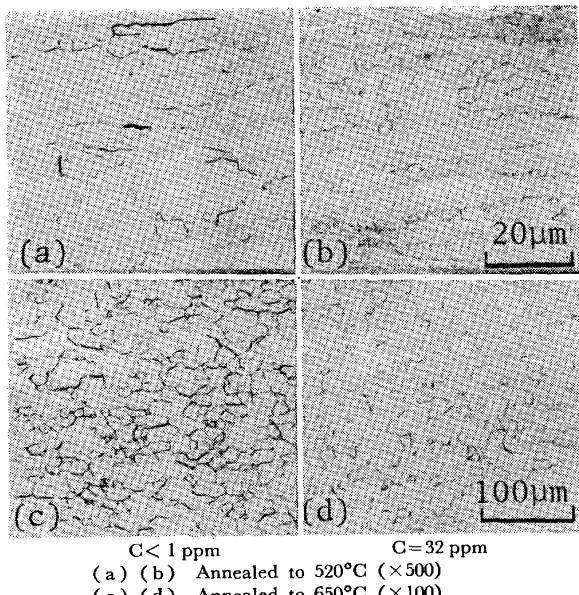


Photo. 3. Effect of carbon content after cold rolling on optical microstructures of annealed steels.

で固溶する。RICHARDS and BARRATT¹³⁾によると 0.35% の Mn を含むリムド鋼で同量の炭素が固溶すると報告されている。最近では阿部²⁾が電気抵抗率測定により $0.21\% \text{ Mn}$ の商用 Al キルド鋼における固溶限を測定し、下式を得ている。

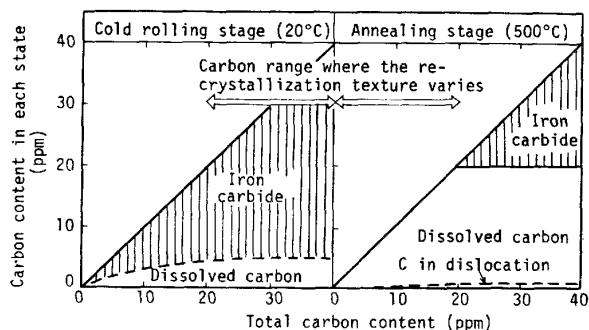


Fig. 9. States of carbon during cold rolling and annealing as a function of the total carbon content in steel.

$$\text{wt\%C} = 59.6 \exp(-16500/RT) \quad \dots \dots \dots (2)$$

これから 500°C での固溶限を計算すると 12.9 ppm になる。これらの結果からみて、0.18% の Mn を含む本実験供試鋼を 500°C に加熱した場合、鋼中総炭素量が 20 ppm 以下の範囲で変動しても固溶炭素量のみが変化するだけで鉄炭化物は形成されず、20 ppm を越えると総炭素量の増加により鉄炭化物の量のみが増加すると考えることも可能であろう。

以上の炭素の存在状態の変化と再結晶集合組織の変化とを対比させると、Fig. 6 において冷延後の炭素量の効果が 20 ppm で飽和することも納得でき、結局、再結晶時には固溶状態の炭素が作用し再結晶集合組織の形成に影響をおよぼし、一方、冷間圧延時にはおそらく析出状態の炭素が作用し再結晶集合組織を変えていると考えることができる。

低炭素リムド鋼において、冷間圧延における 24 ppm の窒素の有無は再結晶集合組織に影響をおよぼさないこと¹⁴⁾、また脱炭リムド鋼(粒径約 $40 \mu\text{m}$)において、100 ppm 以下の固溶窒素は再結晶焼純時に直接作用して再結晶集合組織に影響をあたえること⁸⁾を以前報告した。

冷間圧延における炭素と窒素の作用の差違はそれらの α 鉄中への固溶限に原因しており、窒素は析出物を形成しにくいため冷間圧延時に作用しなかつたと考えられる。一方、再結晶時における両元素の効果を比較すると定性的にはほとんど同じであり、同じ原子%で比較すると $\{200\}$ および $\{110\}$ 面強度への影響は窒素の方が大きい。これは後述するように転位との結合力が窒素の方が大きいためであろう。このように考えると鋼中侵入型元素の再結晶集合組織への影響を統一的に解釈することができる。

5.2 固溶炭素が再結晶に影響をおよぼす機構

著者は以前に、焼純時固溶窒素の作用として、転位線に偏析し冷延マトリックスのその場 (*in situ*) 再結晶を

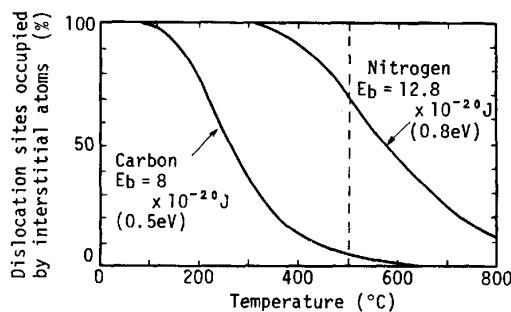


Fig. 10. Segregation of interstitial atoms to dislocations as a function of temperature. (dislocation density : 10^{11} lines/cm², amounts of interstitial elements : 20 wt ppm)

抑制するものと推定した。すなわち、焼純時固溶窒素量が多いと冷間圧延の安定方位である $\{111\}\langle112\rangle$ や $\{100\}\langle011\rangle$ 方位が再結晶しにくく、冷延マトリックスの不均一変形部に存在し大傾角粒界を形成しやすい $\{110\}\langle001\rangle$ ¹⁵⁾ や $\{111\}\langle011\rangle$ ¹⁵⁾¹⁶⁾ 方位などが優先的に再結晶するため前述のような再結晶集合組織の変化が生じる⁸⁾と考えた。

転位と炭素あるいは窒素原子との結合力は、それぞれ 8×10^{-20} J (0.5 eV)¹⁷⁾ あるいは 12.8×10^{-20} J (0.8 eV)¹⁸⁾ と報告されている。 10^{11} cm⁻² の転位密度を有した回復組織で上記の結合力を有した C, N 原子が転位に平衡偏析する量を計算した²⁾⁵⁾⁸⁾。ただし転位線上の偏析サイトは 1 原子面に 1 ケとし、また偏析による振動のエントロピー変化はないと仮定した。転位線上のサイトに C, N 原子が偏析している割合の温度による変化を Fig. 10 に示す。窒素の場合は結合エネルギーが高いので 500°C でもかなりの量の窒素が転位に偏析し転位どうしの合体消滅を抑制していると推測されるが、炭素の場合は 500°C で転位サイトの 5% にしか偏析しておらず転位に作用する力は弱い。

したがつて、再結晶におよぼす固溶炭素と窒素の共通した効果を単純に転位との強い結合力だけに求めるには無理があるようである。阿部らが提案しているように¹⁹⁾、C-Mn ペアとそれによる転位との相互作用を考える必要があるかもしれない。この点については Mn を含まない鋼にて調査してみる必要があろう。

一方、冷間圧延における鉄炭化物の作用としては、圧延時において炭化物近傍で塑性変形が不均一になり、その結果そのような領域からのランダム方位粒の再結晶頻度を増加させた⁴⁾と考えるのが最も妥当であろう。しかし冷間圧延時に作用する炭素の状態についてはまだ不確かさが残るのでこれ以上考察しない。

6. 結 言

脱炭処理した商用 A1 キルド鋼を素材にして、冷間圧延前あるいは冷間圧延後の低温で鋼中炭素量を最大 46 ppm まで変え、次いで再結晶焼純することにより、炭素が再結晶集合組織の形成に影響をおよぼす時期およびその存在状態について検討した。以下の結果が得られた。

1) 炭素量が 20 wt ppm 以下の場合、再結晶集合組織は主に再結晶焼純時の炭素量により影響を受ける。この炭素量が多いほど徐加熱焼純材の再結晶集合組織中の {100} 成分は減少し {110} 成分は増加し、{111} 成分はいつたん増加後減少する。このような炭素の効果は、再結晶核形成時（約 500°C）に固溶している炭素の作用によつていると推測された。

2) 炭素量が 20~46 wt ppm の場合、再結晶集合組織は上記 1) に加えて冷間圧延時の炭素量により影響を受け、これが多いほど {111} 成分が減少し {110} 成分が増加する。これは鉄炭化物としての炭素が冷間圧延時に作用したためと推測されるが、確証を得るにはさらに実験が必要である。

3) 再結晶集合組織の主方位は、いずれの炭素によつてもその増加により {111}<112> 方位から {111}<011> 方位に変化する傾向がある。

4) 焼純時の固溶炭素による再結晶集合組織の変化は固溶窒素による変化とよく似ており、炭素、窒素いずれも再結晶核形成時に固溶状態で転位と作用し、その結果再結晶核を形成しやすい方位を変えているものと推測される。ただし、機構の詳細については今後さらに検討が必要である。

終わりに本研究を遂行するに当たり有益な助言をいただいた住友金属工業東京本社高橋政司博士に感謝いたします。

文 献

- 1) 鉄鋼薄板の再結晶および集合組織（鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会編）(1974) [日本鉄鋼協会]
- 2) 阿部秀夫：第 88・89 回西山記念技術講座(1983) (日本鉄鋼協会編)
- 3) M. MATSUO, H. HAYAKAWA and S. HAYAMI: Textures of Materials, Proc. ICOTOM 5, Aachen, Vol. II (1978), p. 275
- 4) J. J. LAVIGNE, T. SUZUKI and H. ABE: Textures of Materials, Proc. ICOTOM 6, Tokyo, Vol. II (1981), p. 749
- 5) 阿部秀夫, 鈴木竹四, 池上雄二: 日本金属学会誌, 46 (1982), p. 835
- 6) 久保寺治朗, 中岡一秀, 荒木健治, 渡辺 韶, 岩瀬耕二: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 846
- 7) K. MATSUDO, T. SHIMOMURA and O. NOZOE: Textures of Cryst. Sol., 3 (1978), p. 53
- 8) 高橋政司, 岡本篤樹: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 2158, p. 2167, Trans. ISIJ, 19 (1979), p. 391
- 9) 小西元幸, 大橋延夫, 吉田 博: 川崎製鉄技報, 6 (1974), p. 305
- 10) D. McLEAN: Grain Boundaries in Metals (1957), p. 116 [Oxford]
- 11) C. A. WERT: J. Met., 188 (1950), p. 711
- 12) E. T. STEPHENSON: Trans. ASM, 55 (1962), p. 624
- 13) P. N. RICHARDS and K. V. BARRATT: JISI, 204 (1966), p. 380
- 14) 高橋政司, 岡本篤樹, 猪野信吾, 中田忠昭: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 52, Trans. ISIJ, 19 (1979), p. 144
- 15) M. MATSUO, S. HAYAMI and S. NAGASHIMA: Proc. ICSTIS, 1970, Tokyo, Suppl. Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 867
- 16) H. INAGAKI and T. SUDA: Texture, 1 (1972), p. 129
- 17) K. KAMBER, D. KEEFER and C. WEST: Acta Metall., 9 (1961), p. 403
- 18) W. R. THOMAS and G. M. LEAK: Proc. Phys. Soc., London, B68 (1955), p. 1001
- 19) H. ABE, T. SUZUKI and S. OKADA: Trans. JIM., 25 (1984), p. 215