

論 文

Fe-P-C 合金の再結晶集合組織と深絞り性におよぼす P, C 量の影響

稲垣 裕輔*・ジャン・ジャック・ラヴィンニュ*²

Effects of P and C Contents on the Recrystallization Texture and Drawability of Fe-P-C Alloys

Hirosuke INAGAKI and Jean Jacques LAVIGNE

Synopsis :

Using the method of crystal orientation distribution function analysis, recrystallization textures of high purity Fe-P-C alloys having widely different P and C contents were studied quantitatively.

It was found that {554}〈225〉 and {100}〈011〉 components of the recrystallization texture exhibited similar dependence on P and C contents. At constant C content, both components increased with increasing P content. This increase occurred most markedly at 0.02% C. On the other hand, {110}〈001〉 components of the recrystallization texture decreased with increasing P content.

These changes in the recrystallization texture were found to depend strongly on the heating rate during annealing, this suggesting that some precipitation process was playing an important role in the texture formation. As a result of the formation of these recrystallization textures, the average Lankford's r value became maximum when P and C contents satisfied following conditions ; $0.1 \geq P \geq 0.01\%$ and $0.03 \geq C \geq 0.01\%$.

1. 緒 言

従来、低炭素鋼に P を添加すると強度と深絞り性の両者を同時に向上しうることが知られており^{1)~9)}、この知見をもとに近年深絞り性の良好な冷延高張力鋼板が製造されている。しかし深絞り性および再結晶集合組織におよぼす製造諸因子の影響に関しては未解明の点が多く、えられた結果にも不一致がみとめられる。ことに成分元素の影響に関してはもつともすぐれた深絞り性がえられる P 量が諸研究の間でいちじるしくことなっている。このような相異には、(1) P は α 相の結晶粒界サブバンドリーに偏析しやすいために、冷延前の試料履歴 (熱間圧延の仕上げ温度、熱間圧延後の冷却速度、再加熱処理の温度、冷却速度) および再結晶焼鈍の加熱速度がことなると回復再結晶に寄与しうる有効 P 量がことなってくる。こと。(2) このような P の偏析挙動に C^{10)~12)}、および不純物元素として共存する Ni, Cr, Mo, Mn¹²⁾ などの元素が影響を与える可能性があること、(3) Al を添加すると P の効果に AlN の効果が重畳する可能性があること、などが大きく関与しているものと思われる。本研究ではこの点を考慮して、できるだけ不純物レベルを下

げ、かつ P, C 量を広範囲に変えて溶製した高純度 Fe-P-C 合金をもちい、これらを同一条件で熱間、冷間圧延、再結晶焼鈍し、深絞り性、再結晶集合組織におよぼす P, C の影響を基本的、かつ系統的に明らかにすることをこころみた。

従来、Fe-P-C 合金の再結晶集合組織は、主として X 線面反射強度測定の結果にもとづいて論ぜられてきたが^{1)~9)}、この方法には、(1) 鉄の再結晶集合組織の主方位である 〈111〉//ND 繊維集合組織に属する方位群たとえば {111}〈112〉 と {111}〈110〉 の強度を弁別できない、(以下 ND, TD はそれぞれ圧延面法線方向、圧延直角方向をあらわす) (2) 主方位のまわりの方位分散をもとめがたいという難点がある。これらの問題点は三次元結晶方位解析法¹³⁾をもちいと、すべて解決しうるので、本研究ではこの方法をもちいて集合組織の主方位の強度と分散を正確に求めることをこころみた。

2. 実験方法

昭和電工製高純度電解鉄アトミロン XL を素材として不純物レベルをできるだけ下げた Fe-C-P 合金の 150 kg 鋼塊を真空溶解によつて溶製した。基本成分は

昭和 59 年 2 月 16 日受付 (Received Feb. 16, 1984)

* 日本鋼管(株)中央研究所 工博 (Technical Research Center, Nippon Kokan K. K., 1-1 Minamiwatarida-cho Kawasaki-ku Kawasaki 210)

*² IRSID, France

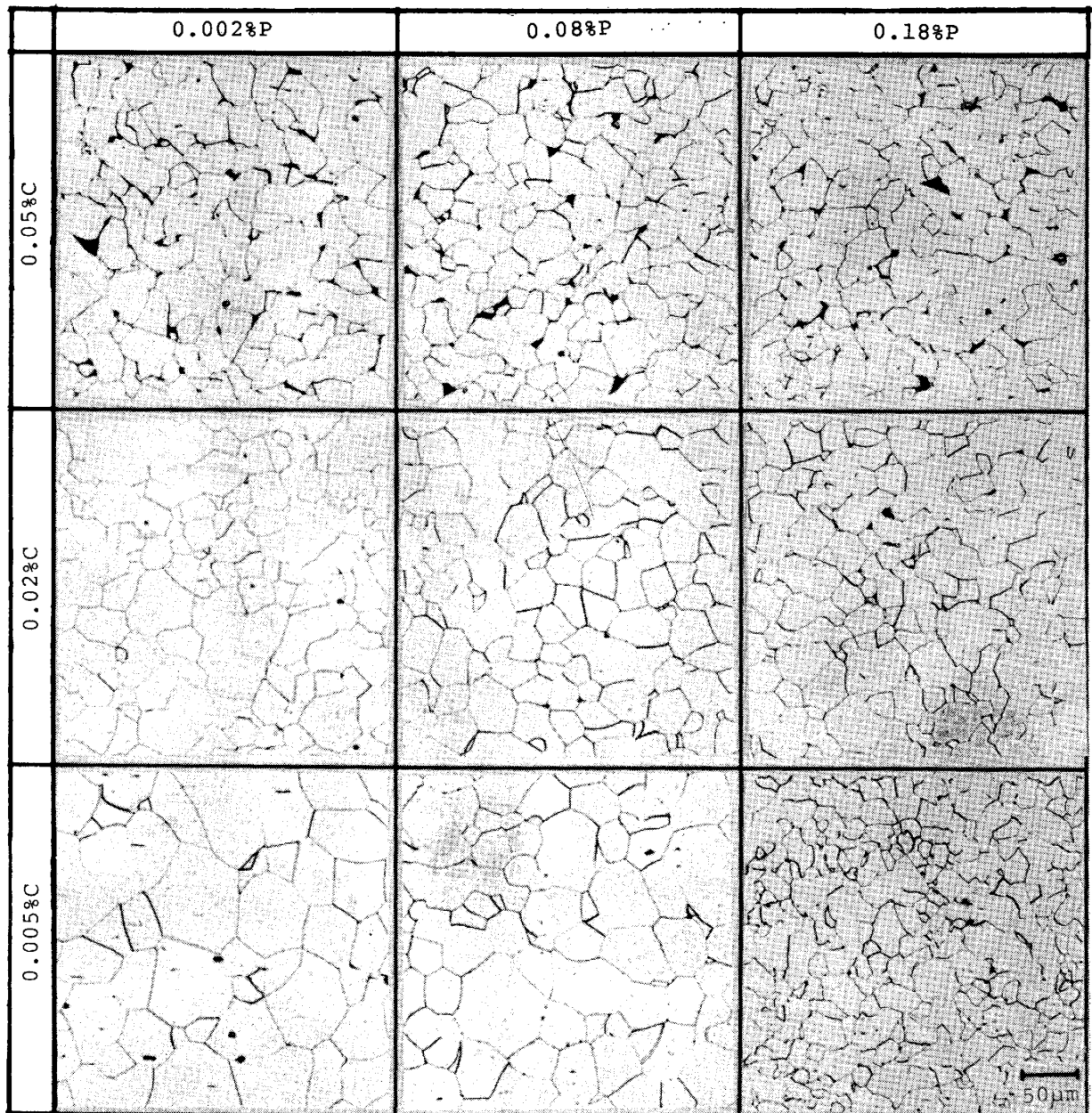


Photo. 1. Microstructures of the hot rolled Fe-P alloys.

Mn が 0.15%, N が 0.0015%, S が 0.001% で, C は 0.001~0.06%, P は 0.002~0.2% の範囲で変化させた. 酸素量はカーボン脱酸によつて 100 ppm 以下に下げ酸化物系介在物の影響を少なくした. また, AlN の影響をさけるために Al は添加しなかつた. これらの鋼塊を厚さ 30 mm に分塊圧延後 1250°C に加熱し板厚 3 mm に熱間圧延, 空冷した. 仕上げ温度は 950°C である. 次にこれらの熱延板を 70% または 80% 冷間圧延し 700 または 750°C で 3 h のバッチ焼鈍 (加熱速度 100 °C/h) および 700°C のソルトバス中で 90 s 保持の急速加熱焼鈍をおこなつた. これらの試料について (110) (211) (100) 極点図を測定し三次元結晶方位解析¹³⁾によ

つて集合組織を解析した. また \bar{r} 値の測定もおこなつた.

3. 結 果

P, C 量のことなる供試鋼熱延板の顕微鏡組織を Photo. 1 に示す. P, C 量の増加とともに結晶粒は細粒になつており, C 量が 0.05% の場合には粗大パーライトがみとめられる. Fig. 1 (a) は 70% 冷間圧延後 700°C で 3 h バッチ焼鈍した場合の \bar{r} 値と P, C 量の関係を示す. \bar{r} 値は P, C 量が $0.1 \geq P \geq 0.01\%$, $0.03 \geq C \geq 0.01\%$ という条件を満足する特定領域で最大となり, C 量が 0.03%, P 量が 0.1% を越すと \bar{r} 値は急激に

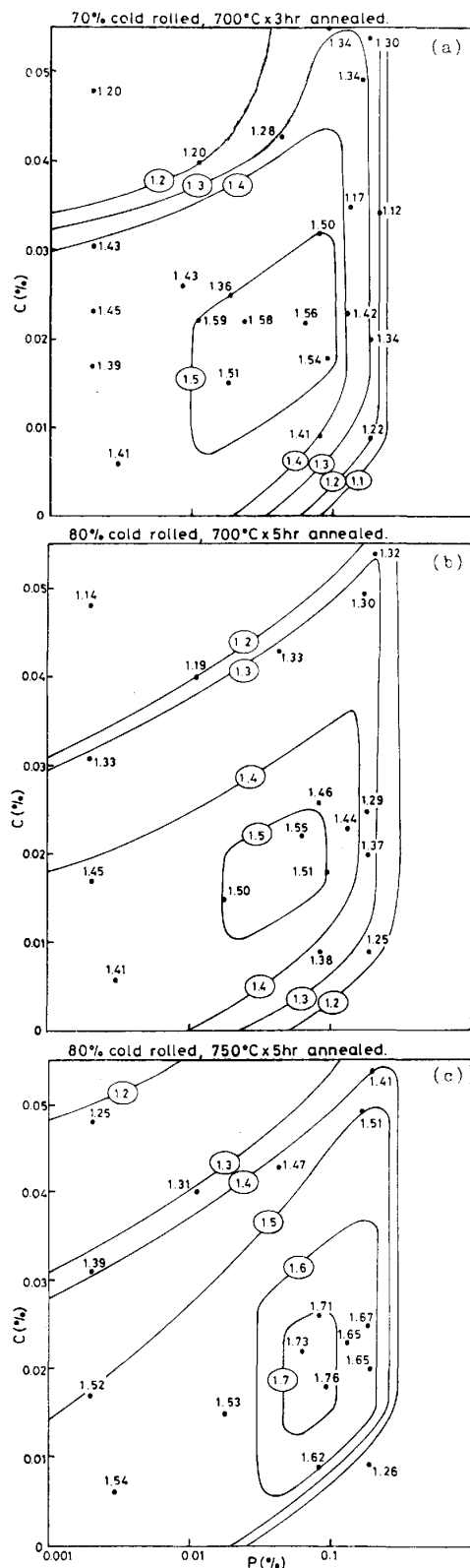


Fig. 1. Effects of C and P contents on the average \bar{r} value of the specimens (a) cold rolled 70% and annealed 3 h at 700°C, (b) cold rolled 80% and annealed 5 h at 700°C, and (c) cold rolled 80% and annealed 5 h at 750°C.

低下する. Fig. 1 (b) は冷間圧延率を 80% に高め, 700°C で 5 h 焼鈍した場合の \bar{r} 値と P, C 量の関係を示す. \bar{r} 値が最大になる領域は Fig. 1(a) の場合と同じであるが \bar{r} 値の絶対値がやや低い. Fig. 1 (c) は 80% 冷間圧延後 750°C で 5 h 焼鈍した場合の \bar{r} 値と P, C 量の関係を示す. 焼鈍温度をあげると低 P 領域では, \bar{r} 値はいちじるしく向上するが, 高 P 領域ではあまり上昇しない. 顕微鏡組織を見るとこの領域では粒成長がきわめて起こりにくいことがわかった.

Fig. 2 は 70% 冷間圧延後 700°C で 3 h 焼鈍した試料の再結晶集合組織を示す三次元結晶方位分布関数の $\phi=45^\circ$ 断面である. C 量が 0.009% の場合, 集合組織の主方位は, 0.002% P 合金では $\{110\}\langle 001\rangle$ ($\Psi=0^\circ$, $\theta=90^\circ$) と $\langle 111\rangle//ND$ 繊維集合組織 ($\Psi=0\sim 90^\circ$, $\theta=55^\circ$) であるが, P 量の増加とともに $\{110\}\langle 001\rangle$ は激減し, 後者の中でも $\{554\}\langle 225\rangle$ ($\Psi=0^\circ$, $\theta=60^\circ$) 方位がとくに発達する. また $\{100\}\langle 011\rangle$ ($\Psi=0^\circ$, 90° , $\theta=0^\circ$) 方位もかなり強くなる. C 量が 0.02% の場合, 0.002% P 合金では $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位はあまり強くない $\langle 111\rangle//ND$ 繊維集合組織が発達している. この場合も P 量を増すと $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位は弱くなり $\{554\}\langle 225\rangle$ 方位が発達する. しかし $\{100\}\langle 011\rangle$ 方位はあまり発達しない. このため, この領域で \bar{r} 値が最大になるものと考えられる. C 量が 0.05% の場合, 0.002% P 合金では $\langle 111\rangle//ND$ 繊維集合組織はあまり強くない, P 量を増しても $\{554\}\langle 225\rangle$, $\{100\}\langle 011\rangle$ 方位はあまり発達せず $\langle 111\rangle//ND$ 繊維集合組織が広い分散を示すようになる. その他の試料についても三次元結晶方位解析をおこない, えられた (110) [001], (554) [225], (100) [011] 方位の方位密度を P, C 量に対して示すと Fig. 3 のごとくなる. (554) [225] 方位と (100) [011] 方位は類似した P, C 量依存性を示し, P 量の増加とともに増加する. この増加は C が 0.02% のときにもつとも急激に起こるため C の字状の等高線がえられる. 一方 (110) [001] 方位は C 量が 0.02% 以上では, C 量に無関係に P 量の増加とともに減少するが, C 量が 0.02% 以下では, P 量の増加とともに減少するものの, C 量が低い方が減少しにくいという特徴がみとめられる.

Fig. 4 は 70% 冷間圧延後 700°C のソルトバス中で 90 s 焼鈍した場合の \bar{r} 値と P, C 量の関係を示す. この場合は, \bar{r} 値は P, C 量がともに低い方が高く, P, C 量の増加とともに激減する. Fig. 5 は C 量が 0.02% で P 量がことなる試料の再結晶集合組織を示す三次元結晶方位分布関数の $\phi=45^\circ$ 断面である. Fig. 2 に示し

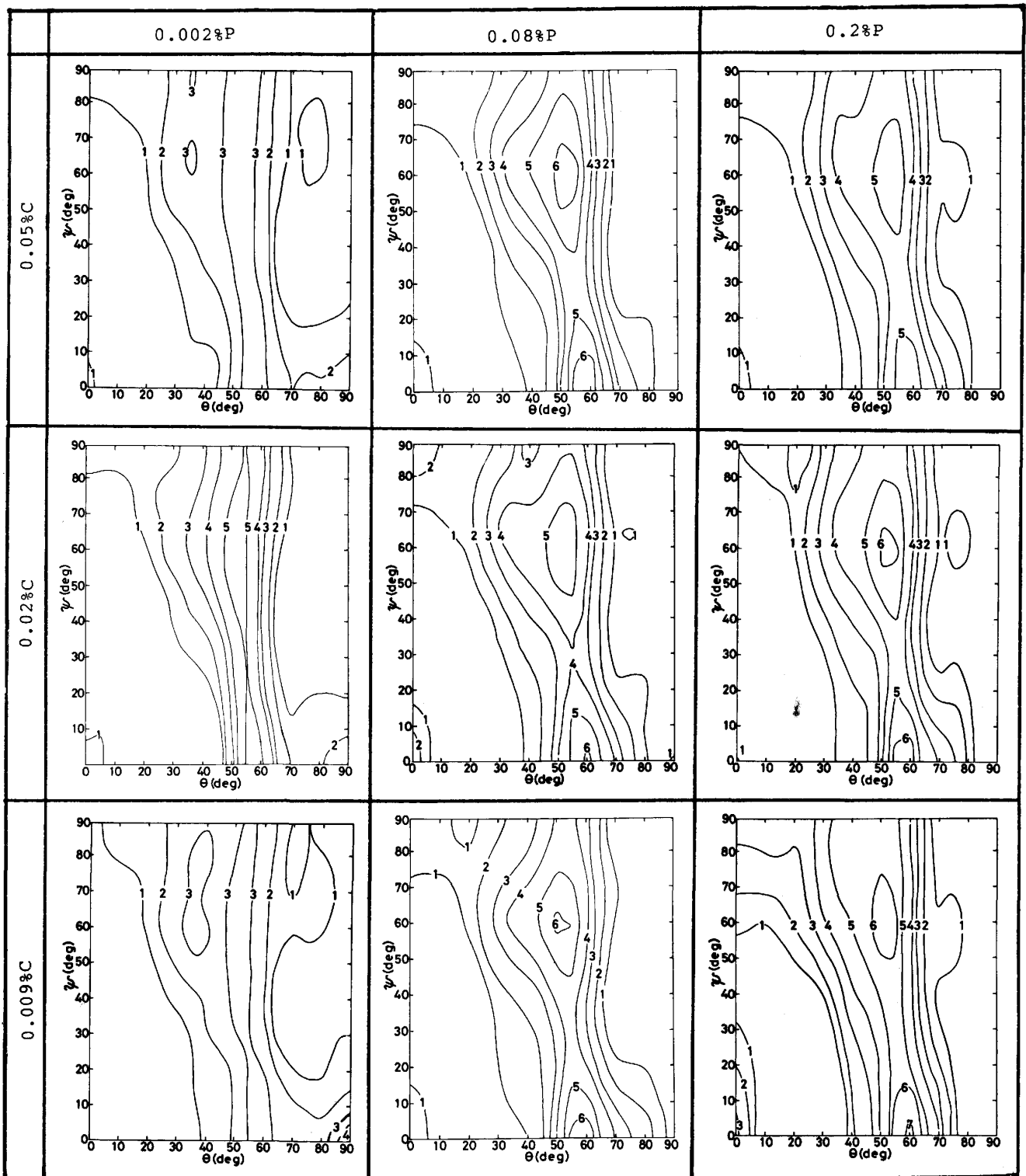


Fig. 2. $\phi=45^\circ$ sections of the crystallite orientation distribution functions describing the recrystallization textures of Fe-P alloys cold rolled 70% and annealed 3 h at 700°C .

たバッチ焼鈍の場合に比較し、P量が十分高くないと {110}<001> 方位の減少, {554}<225>, {110}<001> 方位の増加はみとめられない。

4. 考 察

4.1 バッチ焼鈍の場合

本研究では、P, C 量を広範囲に変えた高純度 Fe-P-C

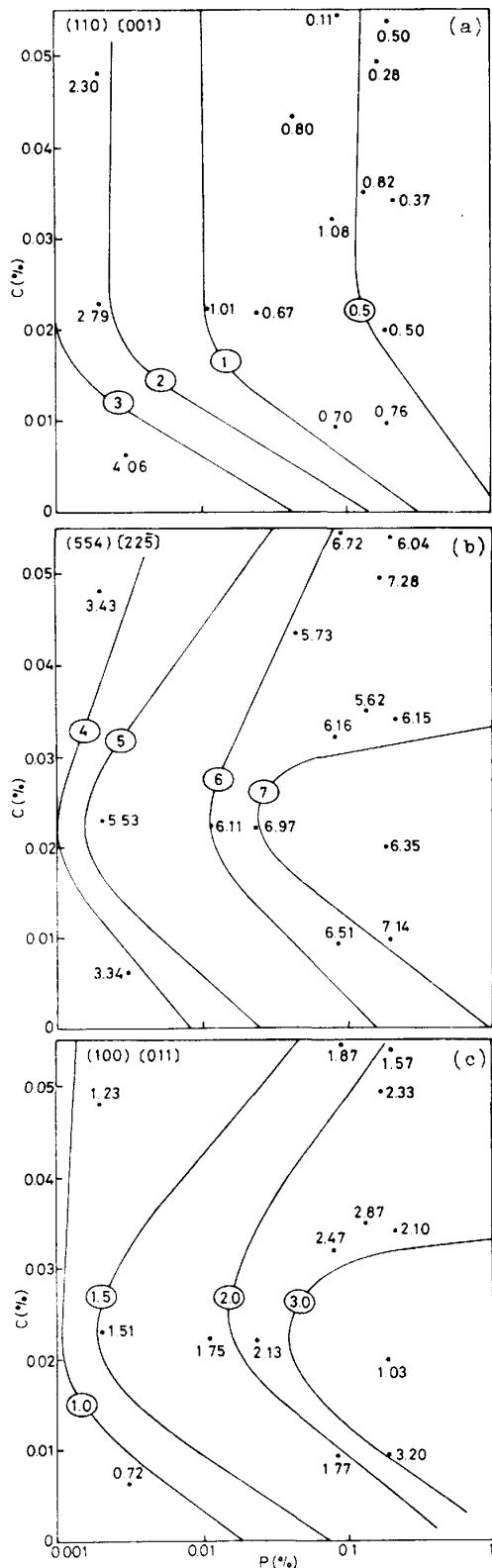


Fig. 3. Effects of P and C contents on the orientation densities of (110) [001], (554) [225] and (100) [011] orientations in the recrystallization textures of the specimens cold rolled 70% and annealed 3 h at 700°C.

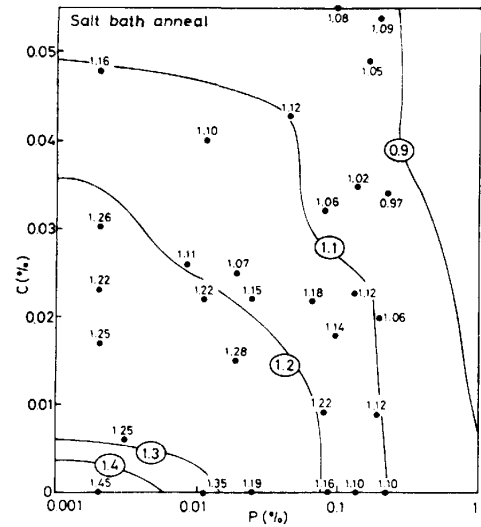


Fig. 4. Effects of P and C contents on the average \bar{r} value of Fe-P alloys cold rolled 70% and annealed 90 sec at 700°C in salt bath.

合金を供試材とし、それらの再結晶集合組織を三次元結晶方位解析をもちいて厳密に解析した結果、集合組織および \bar{r} 値におよぼすP, C量の影響を定量的かつ包括的に把握することができた。従来、Fe-P-C合金の \bar{r} 値、再結晶集合組織におよぼすP量の影響はC量によつてことなるものと考えられているので³⁾⁷⁾⁸⁾、以下のようなC量の領域にわけて、本研究でえられた結果と従来えられている知見とを対比し、 \bar{r} 値、再結晶集合組織におよぼすP, Cの影響の本質を考察することにする。

4.1.1 C ≤ 0.01% の場合

この領域ではP量をますと \bar{r} 値が低下することが知られているが³⁾⁷⁾⁸⁾、Fig. 3の結果もこれと一致する。この \bar{r} 値の低下はP量の増加にともない{111}方位の発達抑制され{100}, {211}方位すなわち圧延方位成分が増加するためであると説明されているが、本研究ではP量の増加とともに{110}〈001〉が減少し{554}〈225〉, {100}〈011〉方位が増加するという、これとことなつた結果がえられた。その原因としては、これらの研究では、本研究のごとく供試材を熱延ままで使用せず、C量をこの範囲におさえるために、700°Cで長時間脱炭焼鈍をおこなつていことがあげられる。このような熱処理をおこなうと、Fe-0.19%P合金ではりん化合物と思われる析出物が析出することが知られており¹⁴⁾、これらの研究ではこの析出物が{100}, {211}などの冷延方位を残存させる原因となつていたと考えられている。Fig. 6は、Fig. 2をもとに0.009%C合金の場合について{100}〈011〉から{110}〈001〉に至る〈110〉//TD繊維集合組織に属する方位群の方位分布をプロットした結果を

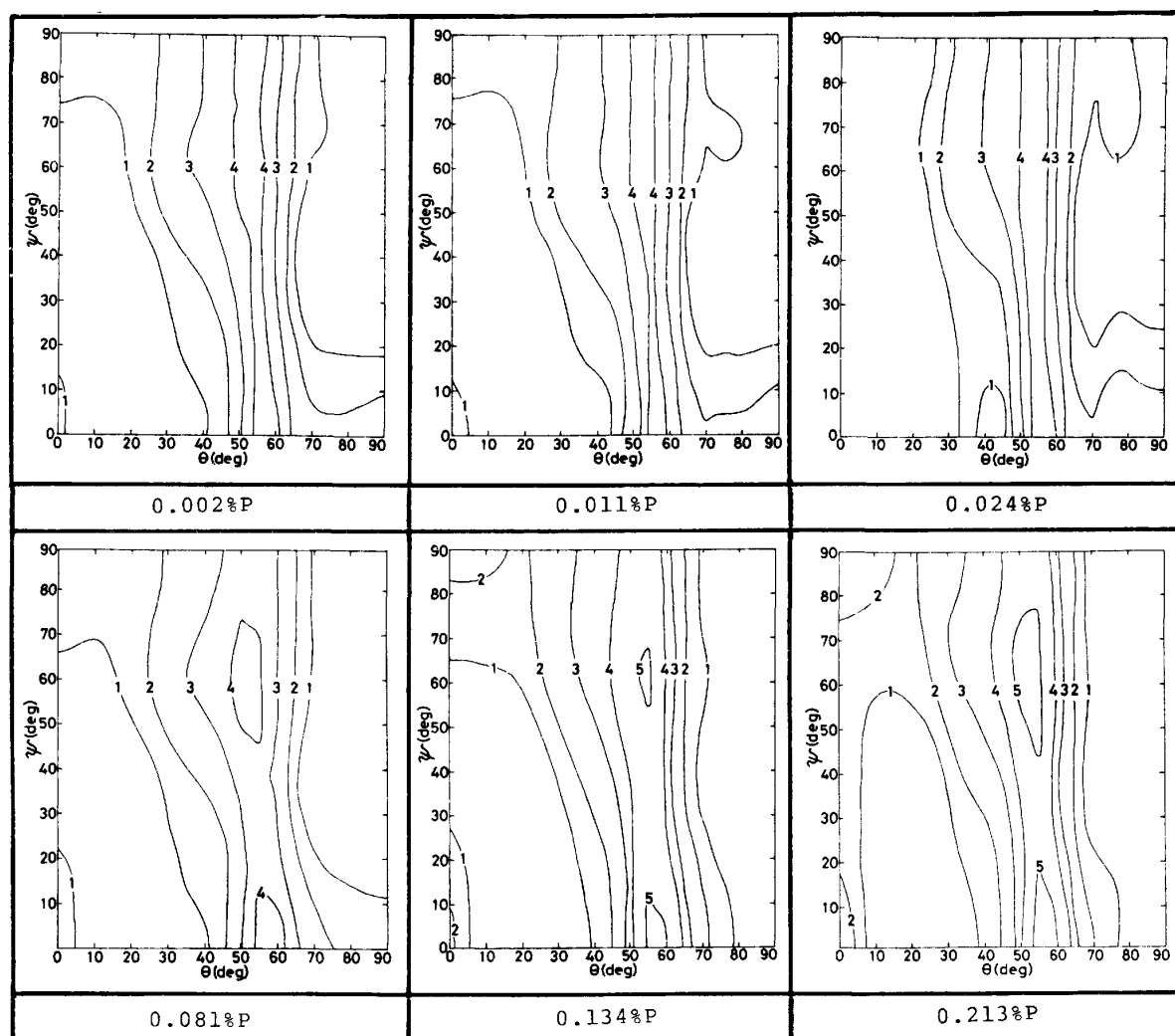


Fig. 5. $\phi=45^\circ$ sections of the crystallite orientation distribution functions describing the recrystallization textures of Fe-0.02% C-P alloys cold rolled 70% and annealed 90 s at 700°C in salt bath.

示す。なお θ は $\{100\}\langle 011\rangle$ 方位を基準としてはかつた TD 軸まわりの回転角である。0.002%P 合金の場合、従来 $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位成分を単一理想方位でおきかえて議論されてきたが、この方位成分は実は $\{110\}\langle 001\rangle$ から $\{554\}\langle 225\rangle$ にいたる $\langle 110\rangle\parallel\text{TD}$ 軸を共有する方位群が構成する幅広いピークであることがわかる。P 量が増加すると、この $\{110\}\langle 001\rangle$ を中心とした方位分散は消失し、 $\{554\}\langle 225\rangle$ 、 $\{110\}\langle 011\rangle$ を中心とした強いピークにおきかわることがわかる。このような再結晶集合組織の変化には P 量の増加とともに熱延板の組織が細粒化することも寄与しているであろうが、次にのべるような P そのものの効果がより本質的な役割りを果たしていると考えられる。

4.1.2 $0.03\% \leq C \leq 0.01\%$

集合組織に関しては、従来、この領域では P 量を増すと $\{110\}\langle 001\rangle$ が減少し、 $\{554\}\langle 225\rangle$ 、 $\{100\}\langle 011\rangle$ が

増加するという結果がえられているが¹⁾³⁾⁷⁾⁸⁾、この結果はこの領域および $C \leq 0.01\%$ の領域でえた本研究の結果とも一致する。従来 P の効果は C 量の領域において議論されてきたが Fig. 2 に示すように供試鋼を熱延ままで実験に供した場合には集合組織の主方位成分は P, C 量とともに連続的に変化しており、 $C \leq 0.03\%$ の領域を 2 つに分割し、それぞれに別の集合組織形成機構を考える必要がないことがわかる。Fig. 3 の結果を [P] と [C] の関係にプロットし直すと $C \leq 0.03\%$ の範囲では各主方位成分の強度は $[P] \times [C] = \text{一定の曲線}$ で整理しうることがわかる。このことは再結晶集合組織の形成が P, C 原子間の相互作用によって支配されていることを示唆している。従来 Fe-P-C 合金の再結晶集合組織形成機構についていろいろなモデルが提案されているが、これらのことを考えると、P の粒界偏析¹⁾や Fe_3P 、Fe-P クラスターの形成¹⁴⁾など、P が単独の形で関与す

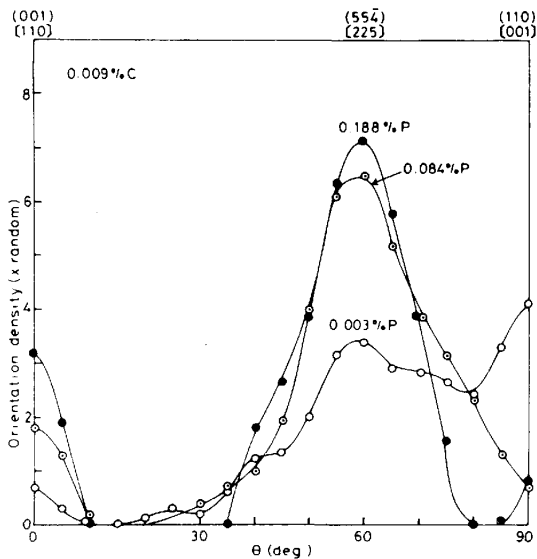


Fig. 6. Effect of P content on the orientation distribution of the fiber texture having $\langle 110 \rangle$ axes parallel to the transverse direction. θ is the angle of rotation about $\langle 110 \rangle$ fiber axes lying parallel to transverse direction measured from $\{100\}\langle 011 \rangle$ orientation.

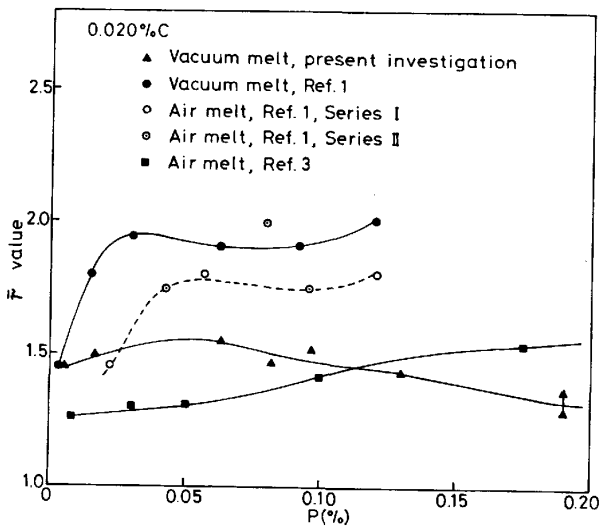


Fig. 7. Comparison of the results obtained by various authors on the effect of P content on the average \bar{r} value.

る機構が律速過程になっている可能性は小さいと思われる。一方、P, C 原子間の相互作用の可能性としては、冷延時に固溶Cが変形帯の形成を促進する効果をPが抑制するという可能性¹⁵⁾、Pがカーバイト周辺の固溶C濃度の高い領域からの $\{110\}\langle 001 \rangle$ 再結晶方位の生成を抑制するという可能性⁹⁾⁸⁾ が指摘されているが、P, C がどのような機構で相互作用をもち、P, C 量のバランスがどのような意味をもつのか明らかでない。本研究の結果、再結晶集合組織の発達に P, C 濃度依存性があるこ

とが明らかになった。Fe-P 合金の \bar{r} 値が加熱速度に依存する事実¹⁴⁾も考慮すると再結晶過程で P, C 両者が関係した析出が起こり再結晶核生成に影響を与えていることが考えられる。この析出により (554) [225] 方位から (110) [001] 方位にいたる $\langle 110 \rangle // TD$ 軸を共有する方位群中、(110) [001] 方位に近い方位ほど、その再結晶核生成時により強い抑制効果を受けるために、供試鋼の P, C 量および焼鈍時の加熱速度が適切な場合には、十分な析出が起こり、顕著な $\{554\}\langle 225 \rangle$ 集合組織が発達するものと考えられる。 $\{100\}\langle 011 \rangle$ 方位の場合には、この方位が本来再結晶しがたい上にこの析出によつてさらに再結晶が抑制されるために P量の増加とともに $\{100\}\langle 011 \rangle$ 方位が残存しやすくなるものと考えられる。高P合金の場合には、りん化合物の析出が起こり、これが $\{100\}\langle 011 \rangle$ 方位の残存に関与する可能性も考えられる。

一方、 \bar{r} 値におよぼすP量の影響に関しては、種々のことなつた結論がえられている。Fig. 7 に圧延率が75~80%、焼鈍温度が700~710°Cの場合について従来の研究の結果をまとめて示す。Hu¹⁾は大気溶解鋼 Series I, IIの間に相異を主張しているが、図に示すように両者はほぼ同一曲線上にのり、真空溶解鋼と類似のP量依存性を示すことがわかる。この場合の \bar{r} 値はP量が約0.05%までは急増し、それ以上では一定となっている。真空溶解鋼と大気溶解鋼の間で \bar{r} 値に一定のバイアスがあるが、これは後者の場合、Insol Al量が高くO₂量が600ppm近いことから考えて、Al₂O₃介在物が多量に存在し、710°C、20hの長時間焼鈍時の粒成長を抑制したためと考えられる。本研究の場合も \bar{r} 値はPが0.06%までは増加するがそれ以上では急激に低下する点がHuの研究とことなつている。一方松藤ら³⁾⁸⁾は \bar{r} 値はP量の増加とともに単調増加することを見出している。このような相異も熱延板の熱処理の有無と関連しているものと考えられる。Huは80%冷間圧延したFe-0.02%C合金の \bar{r} 値(ヤング率から推定)とP量の関係におよぼす熱間圧延の仕上げ温度、冷却速度の影響をしらべている¹⁾。彼のデータを要約するとFig. 8がえられる。ここでSCは熱間圧延後620°Cから炉冷する処理をあらわす。950°C仕上の場合には \bar{r} 値は冷却速度に関係なくFig. 7と同じP量依存性を示している。(ただし \bar{r} 値の絶対値ははるかに高い。)一方900°C仕上げ、空冷の場合には \bar{r} 値はいちじるしく低下する。しかしその低下量はP量に無関係で、低P合金でも低下はいちじるしい。これに対し、900°Cで仕上げた後620°Cから炉冷すると \bar{r} 値は低P領域をふくめて950°C仕上げのレベルにまで上昇しており、 \bar{r} 値はP量ととも

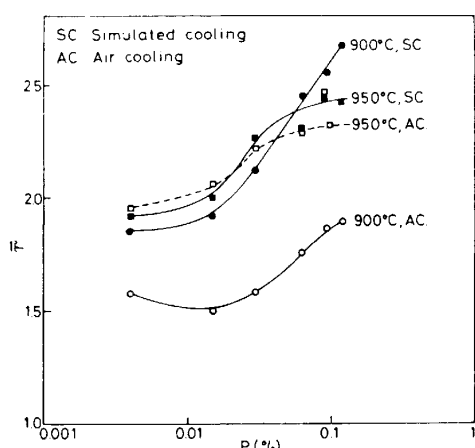


Fig. 8. Effects of finishing temperature and cooling rate on the r value of vacuum melted Fe-P alloys as estimated from Ref. 1.

に単調増加するようになる。このように低P領域でも冷却速度によつて \bar{r} 値が大きく変化することから、炭化物の分散の変化が \bar{r} 値に大きな影響を与えている可能性が考えられる。また供試鋼の純度がよくないことから考えて Hu²⁾も指摘するように Mn, C, O, S 間の相互作用が関与する可能性も否定できない。また高P合金では、炉冷によつてPの粒界偏析が促進されることが考えられる。したがつて熱間圧延後に熱処理をおこなうとその条件に応じて、炭化物の分散、Mn, S, C, O 間の相互作用、Pの粒界偏析の状態が各々独立に変化し、Fig. 7に示すような \bar{r} 値とP量の関係に大きな差異が生ずるものと考えられる。

4.1.3 C \geq 0.03% の場合

P量を 0.07% にたもち、C量を 0.02% 以上に増加させると、C量の増加とともに再結晶集合組織中の {111}<112> 方位が弱くなり \bar{r} 値が低下することが報告されている⁴⁾。Fig. 2の結果でも、C量の増加とともに {554}<225>, {100}<011> 方位がともに減少しこれらの方位のまわりの分散が増加しており、集合組織はランダム化する傾向にある。これはカーバイト粒子周辺にランダム方位の再結晶核が生成し⁴⁾、これらカーバイト粒子が粒成長を抑制するためであると考えられる。

4.2 急速加熱焼鈍の場合

再結晶温度域では、Pの拡散速度が小さいので、急速加熱の場合低P合金では再結晶核生成位置に高濃度のPの集積が起こることは考えがたい。むしろP原子は長距離移動する前に再結晶粒界にはぎ集められ、その易動度を低下する効果が考えられる。

一方、P量が十分高い場合には、Fig. 5に示すごとく、{110}<001> 方位が減少し {554}<225>, {100}<011> 方位が増加するというバッチ焼鈍と同じ現象がみとめら

れた。しかしこの現象がみとめられるP量はバッチ焼鈍の場合よりもはるかに高く、これらの方位の変化も小さい。おそらくすでにのべたようなP, Cの関与した析出が、十分起こりえなかつたためと考えられる。

5. 結 言

三次元結晶方位解析法をもちいて Fe-P-C 合金の再結晶集合組織におよぼす P, C 量の影響をしらべ次の結論をえた。

(1) 再結晶集合組織中の (554) [225], (100) [011] 方位同一の P, C 量依存性を示す。同一C量でみると、両方位ともP量とともに増加するが、その増加はCが 0.02% のときにもつとも急激である。

(2) 再結晶集合組織中の (110) [001] 方位は、P量の増加とともに減少する。

(3) これらの再結晶集合組織形成の結果として、 \bar{r} 値はバッチ焼鈍の場合、 $0.1 \geq P \geq 0.01\%$, $0.03 \geq C \geq 0.01\%$ という特定の P, C 量領域で最大となる。

(4) これらの結果は P, C 両者が関与した析出現象が再結晶集合組織形成を支配していることを示唆している。

文 献

- 1) H. Hu: Texture of Crystalline Solids, 2 (1976), p. 113
- 2) H. Hu: Metall. Trans., 8A (1977), p. 1567
- 3) 松藤和雄, 大沢紘一, 酒匂雅隆: 鉄と鋼, 64 (1978), S 722
- 4) H. Hu: Texture of Crystalline Solids, 3 (1979), p. 215
- 5) J. T. MICHALAK and H. Hu: Metall. Trans., 10A (1979), p. 975
- 6) H. Hu: Texture of Crystalline Solids, 4 (1980), p. 13
- 7) 小西元幸, 安田 顕, 坂田 敬, 入江敏夫: 鉄と鋼, 66 (1980), S 1124
- 8) 松藤和雄, 下村隆良, 大沢紘一, 小野 賢, 酒匂雅隆: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 1303
- 9) 下村隆良, 小野 賢, 大沢紘一, 松藤和雄: 鉄と鋼, 68 (1982), p. 1228
- 10) H. ERHART and H. J. GRABKE: Met. Sci., 15 (1981), p. 401
- 11) K. ABIKO, S. SUZUKI and H. KIMURA: Trans. JIM., 23 (1982), p. 43
- 12) M. GUTTMANN, Ph. DUMOULIN and M. WAYMAN: Metall. Trans., 13A (1982), p. 1693
- 13) H. INAGAKI and T. SUDA: Texture, 1 (1972), p. 129
- 14) 福田宣雄, 清水峰男: 塑性と加工, 13 (1972), p. 841
- 15) N. OHASHI, M. KONISHI, A. YASUDA, S. SATO and T. IRIE: Texture of Materials, ed. by G. GOTTSTEIN and K. LÜCKE (1981), p. 149 [Springer Verlag]