

論文 低炭素薄鋼板表層の再結晶に及ぼす熱延組織の影響

内田 尚志*・澤井 巖*・神坂 栄治*

Influence of Hot Rolled Microstructure on the Recrystallization at Surface Layer of Cold Rolled Low Carbon Steel Sheets

Shōji UCHIDA, Iwao SAWAI and Eiji KAMISAKA

Synopsis :

Influence of hot rolled microstructure on the recrystallization behavior at surface layer of cold rolled low carbon steel sheets was studied by optical microscopic and X-ray reflection techniques. The main results obtained are as follows. 1) Recrystallization at surface layer delays in comparison with interior region, and it depends mainly on $\{001\}\langle 110 \rangle$ developed at the surface layer by cold rolling. 2) Delay of recrystallization is more remarkable at coarser grains in hot rolled steel sheets. It is considered that the delay is attributed to the effect grain size on the recrystallization and the promotion of formation of $\{100\}$ in coarse grains. 3) The surface texture of cold rolled sheet forms in very thin layer, about 2.5% from surface in thickness, and the formation of $\{100\}$ is faster than that of $\{111\}$.

1. 結 言

低炭素薄鋼板の冷延再結晶については、既に数多くの研究があるが¹⁾、その多くは板中央層を対象としたものであり、板表層に関する研究は比較的少ない^{2)~4)}。

HELD²⁾は、低炭素アルミキルド鋼板に潤滑条件を変えて冷間圧延を施し、箱焼鈍後の機械的性質および集合組織を調べ、塑性歪み比 (r 値) に対する最適な圧下率が潤滑条件によつて異なること、それが板厚方向の集合組織の変化に影響されていることを明らかにした。更に、潤滑圧延の場合、板厚方向の集合組織は表面直下の薄い層を除いて均一であり、無潤滑圧延では板厚方向の不均一性が増し、 $\{111\}$ および $\{110\}$ 方位の変化が大きいとしている。

STICKELS³⁾は、高圧下・無潤滑圧延の冷延集合組織が表層で $ND\parallel\langle 110 \rangle$ 繊維組織であり、中央層とは異なること、および軽圧下・潤滑圧延では表層の集合組織が中央層とほぼ同じであるが、その集積強度が低いことを報告している。

松藤ら⁴⁾も潤滑条件の影響を調べ、無潤滑圧延では不均一性が増すとしているが、再結晶集合組織は表層で $\{110\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ が形成されるとしている。

しかし、これらの研究は集合組織を中心としたもの

で、表層の再結晶挙動についてはほとんどふれていない。

著者らは、低炭素鋼の冷延板に焼鈍を施した場合、表層の再結晶が中央層より遅れる場合があることを見出し、この原因を明らかにするために、表層の再結晶挙動におよぼす熱延板の組織および冷延条件の影響について検討した。

2. 供試材および実験方法

供試材として生産ラインで製造した板厚 2.0 mm の真空脱ガス処理低炭素熱延鋼板を用いた。熱延仕上げ温度は表層組織を変えるために A_r 変態点前後で 4 水準変えた。供試材の化学成分、熱延条件、結晶粒径ならびに板厚に対する粗粒部の割合を Table 1 に、光学顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。これら供試材は酸洗を施した後、切削加工により幅 50 mm の試験片とし、冷延実験に供した。冷延には実験用冷間圧延機 (4 段, ワークロール径 130 mm ϕ , 圧延速度 24 m/min) を用いた。

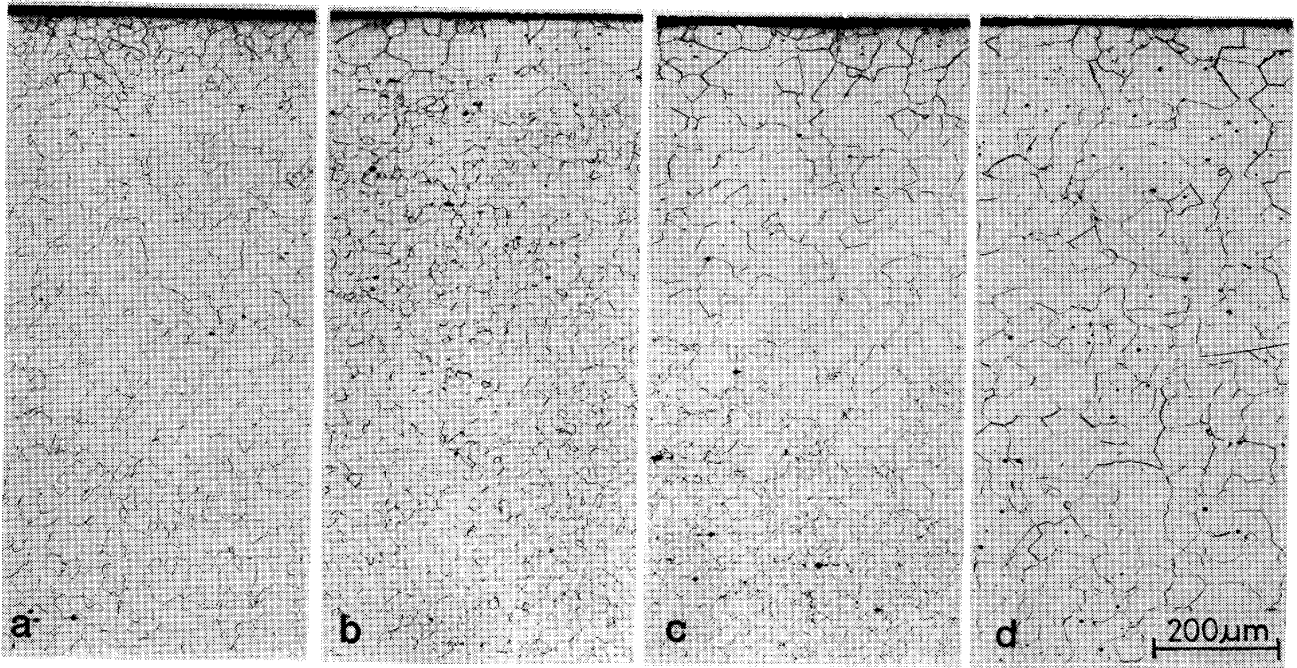
熱延組織の影響をみる実験では、4 種類の供試材に冷延率 87% の冷延を施し、次いで 550°C~700°C の焼鈍を施し再結晶挙動を調べた。冷延には鉱油系の潤滑油 (粘度 3.8 cSt (40°C)) を用いた。各パスごとの圧下率は特に規制しなかつたが、パス回数は 10~12 回の範囲

昭和 58 年 11 月本会北海道支部講演会にて発表 昭和 59 年 3 月 8 日受付 (Received Mar. 8, 1984)

* 新日本製鉄(株)室蘭技術研究部 (Muroran Technical Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 12 Nakamachi Muroran 050)

Table 1. Chemical composition, hot rolling condition and grain size factors of specimens.

Steel	Chemical composition (wt%)							Hot rolling condition		Grain size (μm)		Coarse grain Ratio (%)	
	C	Mn	Si	P	S	Al	N	O	Finishing temp. ($^{\circ}\text{C}$)	Coiling temp. ($^{\circ}\text{C}$)	Surface		Center
A	0.009	0.43	0.004	0.018	0.008	0.002	0.0031	0.0231	890	615	20.4	21.4	0
B	0.008	0.43	0.003	0.017	0.009	0.002	0.0027	0.0252	855	595	34.5	16.9	13
C	0.008	0.43	0.004	0.016	0.009	0.002	0.0026	0.0259	845	580	39.5	13.2	63
D	0.008	0.44	0.002	0.017	0.009	0.002	0.0029	0.0293	830	590	45.1	42.9	100



a) Steel A b) Steel B c) Steel C d) Steel D

Photo. 1. Microstructures of hot rolled sheets.

におさまった。焼鈍は塩浴炉で行い、保持時間は各温度とも 1 min とした。

冷延条件に関する実験では典型的な細粒および粗粒組織を有する試料 A および D を用い、潤滑および無潤滑圧延の影響を検討した。潤滑圧延では前述の実験と同じ鉱油系潤滑油をロールおよびサンプル双方に塗油した。無潤滑圧延は界面活性剤およびアセトンを用いてロールおよびサンプルを洗浄した状態で行った。圧下率は各パスとも初期板厚に対して 10% になることを目標とし、冷延率 90% まで行った。

光学顕微鏡組織は圧延方向に平行な断面 (L 断面) および表面 (S 断面) について、ナイトール腐食を施し観察した。集合組織は SHULZ⁵⁾ の反射法による {200} 極点図およびランダム試料に対する (110), (200), (211), (222) 面の X 線反射強度比により判定した。表層については研磨しない状態で、中央層については所定の厚さまで化学研磨を施し、測定に供した。また、結晶粒ごとの方位を判定するためにマイクロfacetピット⁶⁾を走査型電子顕微鏡により観察した。硬度測定にはマイクロビッカース硬度計 (荷重 200 g) を用いた。

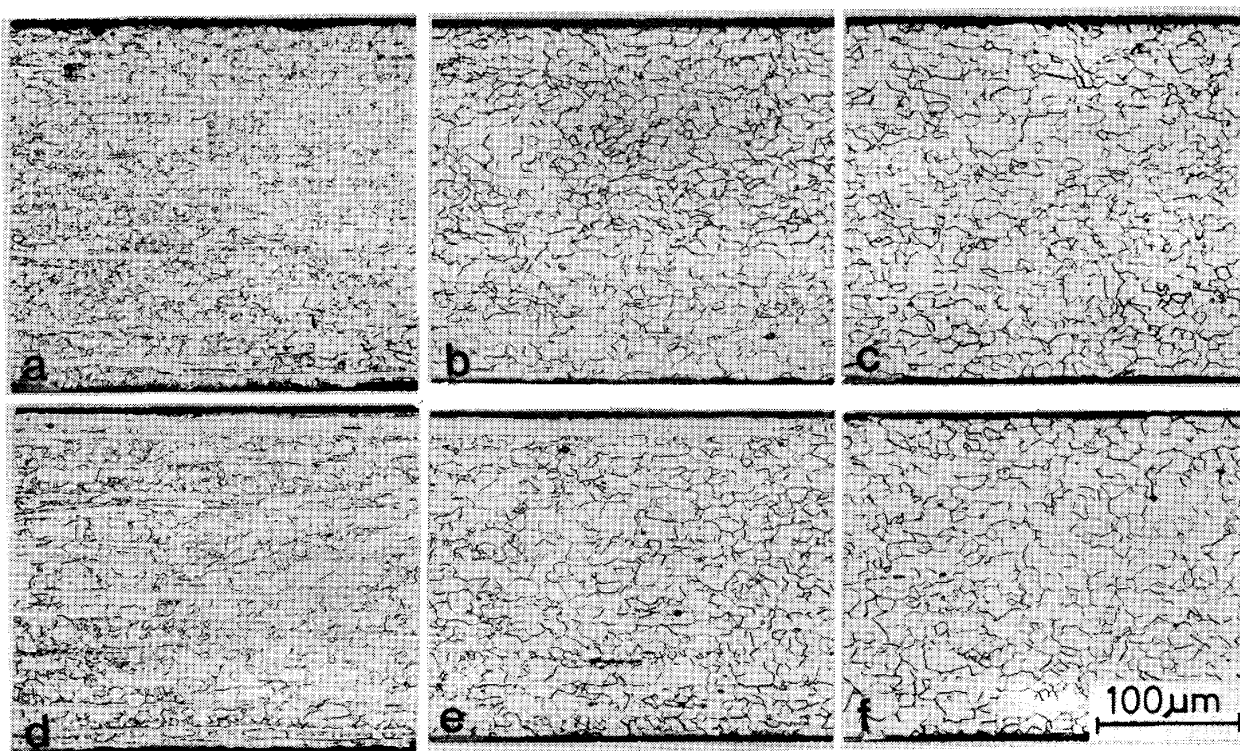
3. 実験結果

3-1 再結晶組織に及ぼす熱延組織の影響

冷延板に焼鈍を施した場合の焼鈍温度と硬度の関係を図 1 に示す。硬度変化からは、各試料とも 625 $^{\circ}\text{C}$ で再結晶が終了していると判断される。

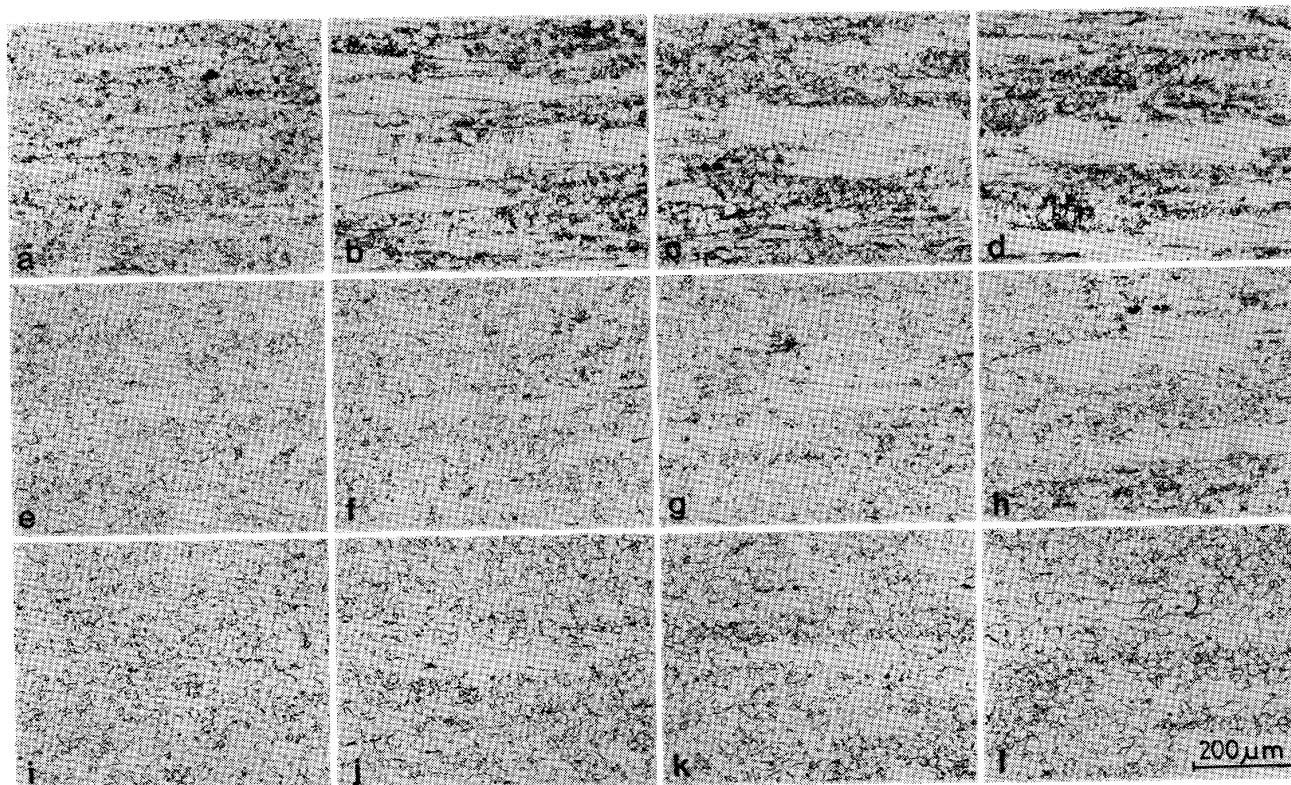
Photo. 2 に試料 A, D の L 断面の、また Photo. 3 に 4 試料の S 断面の光学顕微鏡組織を示す。L 断面で見ると、焼鈍温度 600 $^{\circ}\text{C}$ では両試料とも板厚方向全面に再結晶粒の他に展伸粒が認められる。625 $^{\circ}\text{C}$ では中央層における展伸粒はほぼ完全に消失しているが、試料 D の表層で展伸粒が認められ、650 $^{\circ}\text{C}$ では両試料とも表層での展伸粒は認められない。この展伸粒は、焼鈍温度が高くなるに従い少なくなることから、明らかに未再結晶粒である。表層での再結晶は、中央層と比べ遅れる傾向にある。

この表層における再結晶状態は S 断面の組織でより明瞭に認められ、未再結晶粒は焼鈍温度 625 $^{\circ}\text{C}$ 以上で熱延板表層が細粒である試料 A で比較的少なく、粗粒である試料 B ~ D で顕著に認められる。なお、L 断面ではほ



a) Steel A, 600°C b) Steel A, 625°C c) Steel A, 650°C
 d) Steel D, 600°C e) Steel D, 625°C f) Steel D, 650°C

Photo. 2. Microstructures of annealed specimens in longitudinal section. (87% cold rolled, annealed for 1 min)



a) Steel A, 600°C b) Steel B, 600°C c) Steel C, 600°C d) Steel D, 600°C
 e) Steel A, 625°C f) Steel B, 625°C g) Steel C, 625°C h) Steel D, 625°C
 i) Steel A, 650°C j) Steel B, 650°C k) Steel C, 650°C l) Steel D, 650°C

Photo. 3. Microstructures of annealed specimens in surface layer. (87% cold rolled, annealed for 1 min)

とんど認められなかつた焼鈍温度 650°C においても、試料 B~D で展伸粒の痕跡が認められる。

以上の結果は冷延板の再結晶が中央層に比べて表層で遅れること、しかも、この表層での再結晶の遅滞は熱延板表層の組織が粗粒であるほど顕著であることを示している。

3.2 冷延および再結晶集合組織に及ぼす熱延組織の影響

熱延板および冷延板の X 線反射強度を Fig. 2 に、冷延板の {200} 極点図を Fig. 3 に示す。

Fig. 2 によれば熱延板表層の集合組織の集積度は小さく、試料間の相違はほとんど認められない。これに対し、中央層では熱延仕上げ温度が低い試料ほど (200) が増加している。これは既に知られているように仕上げ温度が低下して Ar₃ 以下で圧延されるようになると RD//<110> 繊維組織が増加するためである⁷⁾。

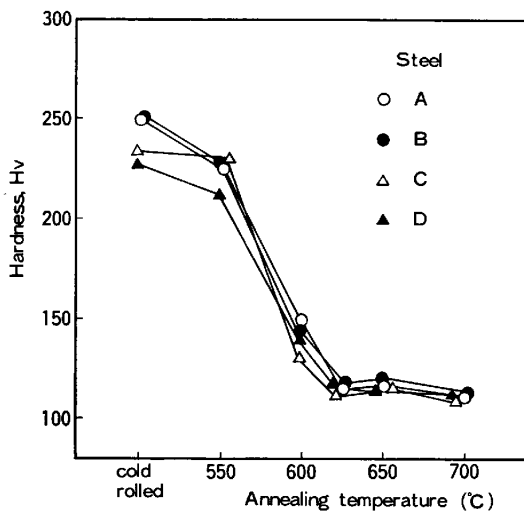


Fig. 1. Change in hardness with annealing. (87% cold rolled, annealed for 1 min)

冷延集合組織は Fig. 2 に示すように (200) が中央層よりも表層において著しく高くなり、しかも、熱延板表層が粗粒である試料 B, C, D においてこの傾向が強いというきわめて特徴ある挙動を示す。Fig. 3 に示した {200} 極点図では粗粒材(試料 D)の表面で RD//<110> 繊維組織の集積度が最も強い。

焼鈍材の X 線反射強度を Fig. 4 に示す。(200) に着目すると、冷延板表層で (200) が高い試料では焼鈍に伴う (200) の減少傾向が高温側に移動している。焼鈍温度 625°C での {200} 極点図を Fig. 5 に示すが、RD//<110> 繊維組織の残存が中央層に比べ表層で顕著

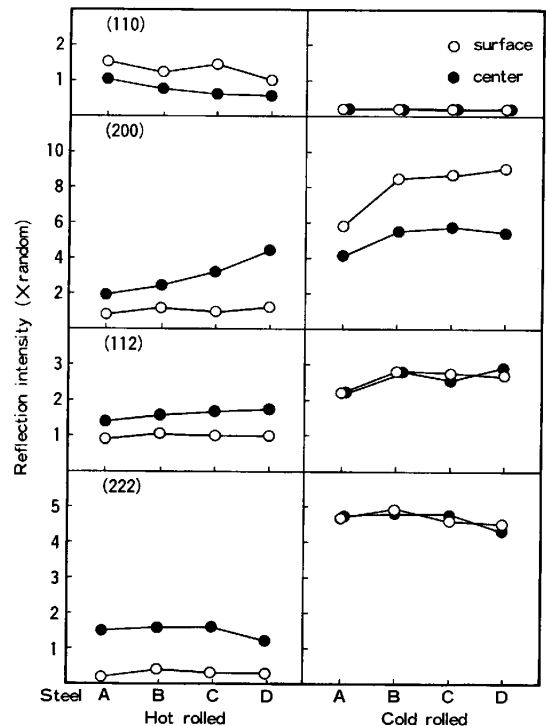
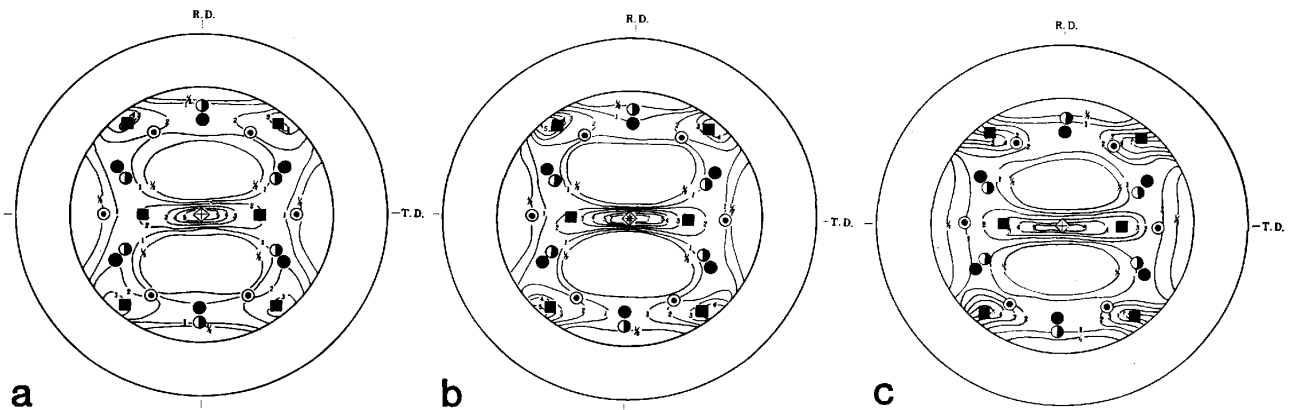


Fig. 2. X-ray reflection intensity of hot rolled and 87% cold rolled sheets.



a) Steel A, surface b) Steel D, surface c) Steel D, center
 ◇ {001}<110> ■ {112}<110> ● {111}<110> ● {111}<112> ● {554}<225>

Fig. 3. {200} pole figures for surface and center layers of 87% cold rolled specimens.

であり、また熱延組織が粗粒であつたものほど強い。

以上の結果から、冷延によつて (200) は中央層よりも表層でより発達し、しかも発達の程度は熱延組織が粗粒であるほど顕著であること、また焼鈍時 (200) は冷延での発達が著しいほど高温まで残存することが明らかである。

3.3 表層の冷延集合組織 および 再結晶組織に及ぼす冷延条件の影響

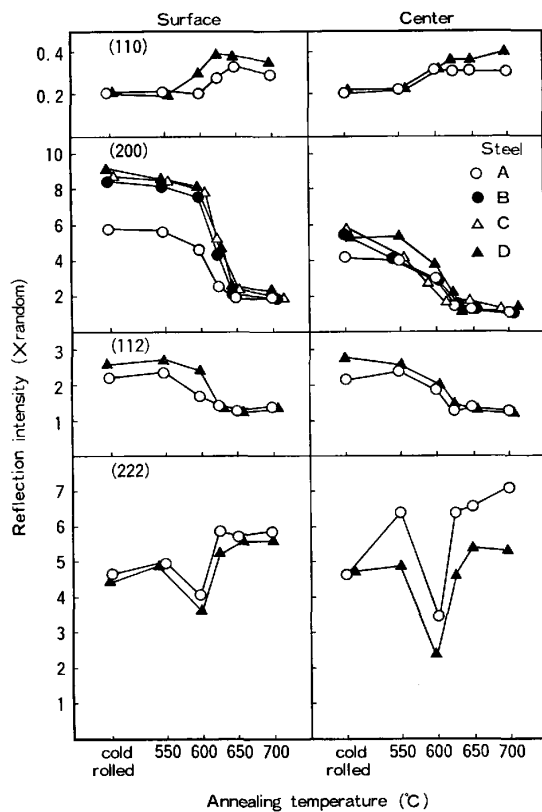


Fig. 4. Changes in X-ray reflection intensity of annealed specimens. (87% cold rolled, annealed for 1 min)

冷延集合組織に及ぼす潤滑条件の影響を Fig. 6 に示す。中央層と表層を比較すると、中央層での (200) は潤滑条件によらず、増加が少ない。これに対し、表層の (200) は潤滑および無潤滑圧延ともに冷延率 50~60% まではほぼ直線的に増加し、その勾配は潤滑圧延の方が大きい。それ以上の冷延率では潤滑圧延の場合、(200) は若干の増加が認められるのに対し、無潤滑圧延では減少している。更に、潤滑圧延の場合、熱延組織が粗粒である試料Dで (200) の発達がより強い。しかし、強度的には熱延組織よりも潤滑条件の相違による影響の方が大きい。一方、図に示すのは省略したが、(222) は冷延率に比例して増加する。

板厚方向の集合組織に及ぼす潤滑条件の影響を Fig. 7 に示す。(200) および (222) は表面から約 2.5% までのきわめて薄い層において変化が大きく、それ以上の深さでは中央層とほぼ同じ強度レベルである。冷延率 50% から 80% への増加にともなう (200) の変化は、中央層では潤滑、無潤滑圧延の場合ともに増加するのに対し、表層では潤滑圧延で増加し、無潤滑圧延では逆に減少する傾向にある。

無潤滑圧延表層の (200) 極点図を Fig. 8 に示すが、RD//<110> 繊維組織が TD まわりにわずかに回転しており、非対称性が増している。Fig. 6 に示した潤滑圧延および無潤滑圧延における (200) の強度差は、主にこの非対称性に起因していると考えられる。

Photo. 4 に潤滑および無潤滑圧延による冷延率 80% の冷延板に 650°C の焼鈍を施した場合の表層の光学顕微鏡組織を示す。再結晶組織に対しては潤滑条件の影響よりもむしろ熱延組織の影響が強く認められる。

4. 考 察

3.1 で述べたように表層の再結晶は中央層に比べて遅

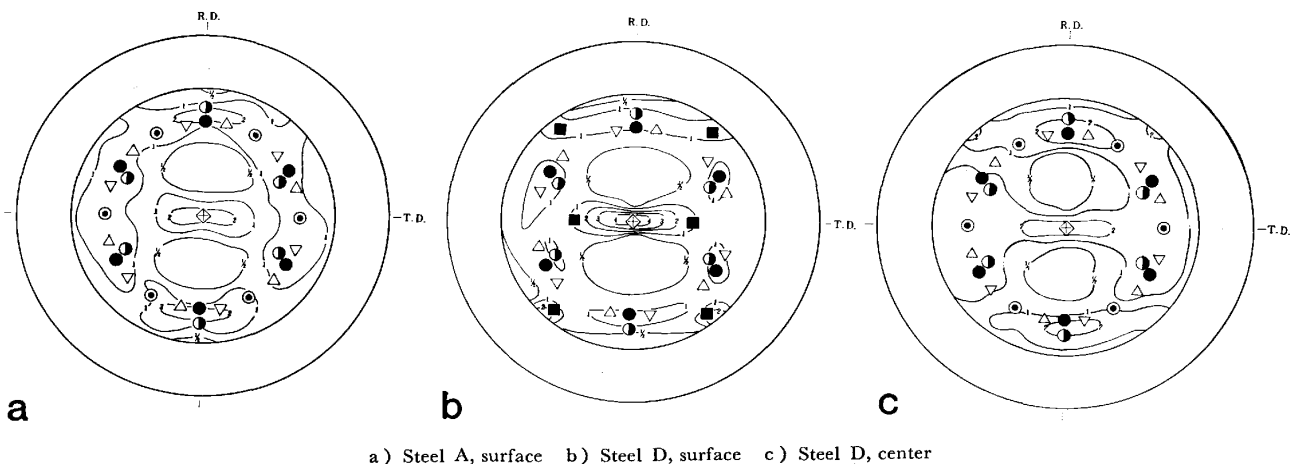


Fig. 5. {200} pole figures for surface and center layers of annealed specimens. (87% cold rolled, annealed for 1 min at 625°C)

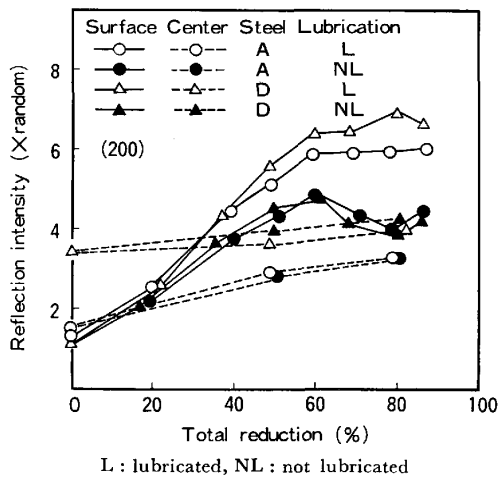


Fig. 6. Effect of lubrication on X-ray reflection intensity of cold rolled specimens.

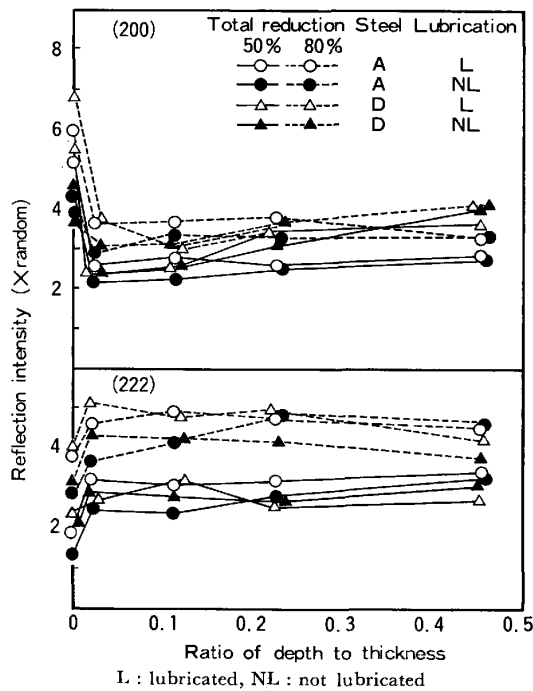


Fig. 7. Changes in X-ray reflection intensity through the thickness of cold rolled specimens.

れ、この傾向は熱延組織が粗粒であるほど顕著であった。また、Fig. 2 および Fig. 3 に示したように熱延組織が表層で粗粒な試料（試料B, C, D）は冷延により表層の(200)面反射強度が著しく高くなり、この(200)は焼鈍を施すことにより減少するが、前述の(200)の強い試料の表層では中央層や細粒材（試料A）の表層に比べ減少傾向が高温側にずれる。これらの結果から表層の再結晶が(200)および熱延組織に影響されていることがわかる。

表層における(200)の方位を確定するため表層に残存した未再結晶粒の方位をマイクロファセットピットで調べたところ Photo. 5 に示すように{001}<110>方位

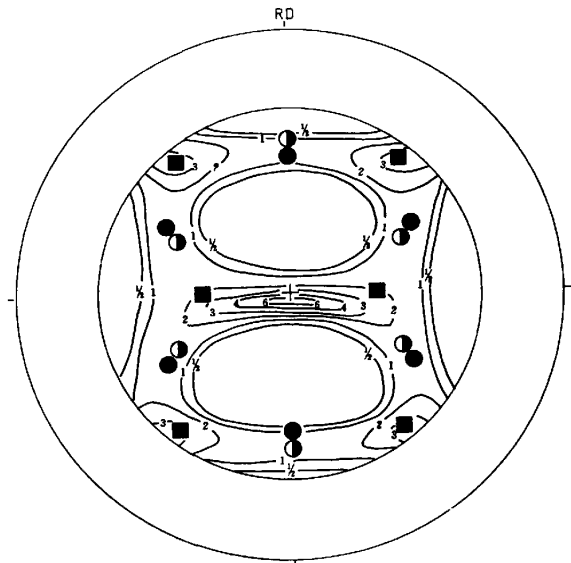


Fig. 8. {200} pole figure for surface layer of 80% cold rolled specimen. (Steel D, not lubricated)

であった。{001}<110>方位は再結晶が非常に遅いことがSi鉄⁹⁾¹⁰⁾および純鉄¹¹⁾¹²⁾で知られている。従つて、冷延板表層の再結晶が中央層に比べ遅れるのは表層で{001}<110>方位が顕著に発達することに原因があると考えられる。

また、再結晶に対しては集合組織の他に結晶粒径も影響することが知られている¹¹⁾。粒径が大きくなると再結晶核生成サイトの減少、再結晶粒成長距離の増加により再結晶が遅れる。本実験においても、熱延板表層が粗粒である試料の再結晶の遅れはこの粒径効果が影響しているものと考えられる。すなわち、冷延により難再結晶方位{001}<110>が表層に発達し、これに再結晶に対する結晶粒径効果に加わるために表層が粗粒なものほど再結晶がより遅れると考えられる。

表層の再結晶遅滞の主要因である{100}方位の冷延における発達は前述のとおり粗粒材で顕著であるが、その発達の様子は Fig. 6 に示したように冷延率約60%を境にして傾向が変わる。この増加傾向の異なる冷延率50%および80%で板厚方向の集合組織の変化を見たのが Fig. 7 である。表面から2.5%までの極めて薄い層において内層とは異なつた集合組織が形成され、これを表層集合組織と見ることができ、その表層集合組織が形成される深さに冷延率および潤滑条件の違いによる差がほとんど認められない。また、潤滑圧延および冷延率50%の無潤滑圧延における表層集合組織は内層に比べ(200)が高く、(222)が低い傾向にあり、これが表層で{001}<110>方位の強いことに対応している。これに対し、冷延率80%の無潤滑圧延の表層では(200)

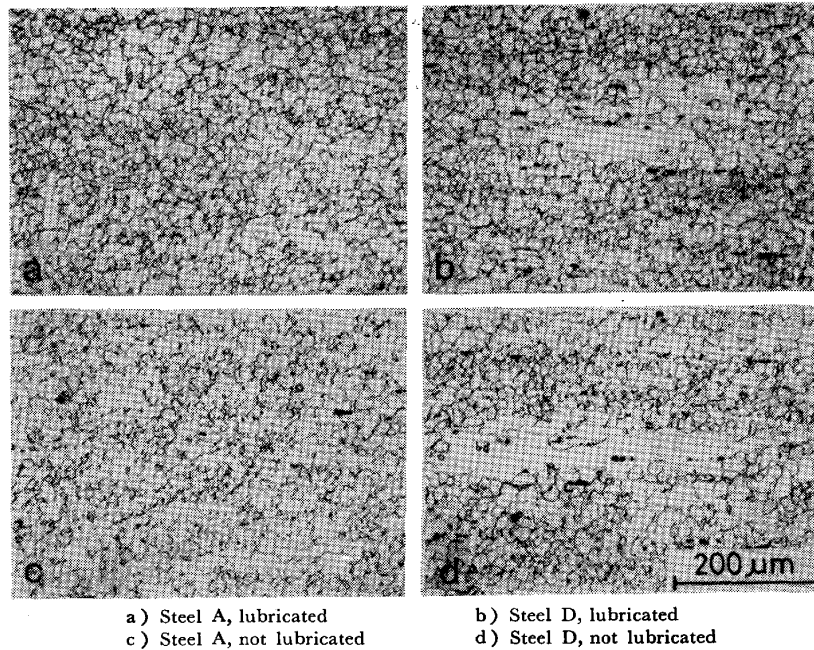


Photo. 4. Microstructures of annealed specimens in surface layer. (80% cold rolled, annealed for 1 min at 650°C).

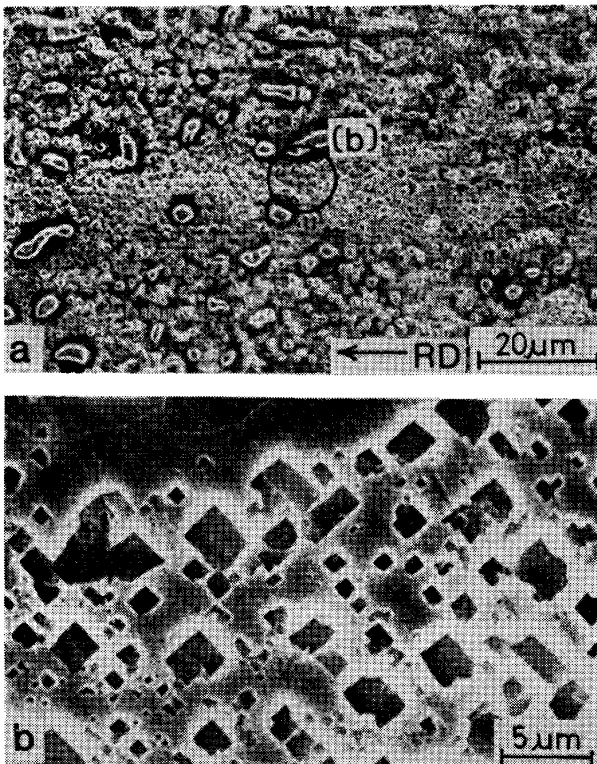


Photo. 5. Microfacet pit on elongated grain in surface layer of Steel D. (87% cold rolled, annealed for 1 min. at 625°C)

がやや低下しているが、これは Fig. 8 に示したように TD まわりの集合組織の非対称に影響されていると考えられる。しかし、Photo. 4 に示したように潤滑条件を変えた冷延材の再結晶組織では潤滑条件の影響がほとんど認められない。従つて、この程度の集合組織の非対称

性は再結晶におよぼす影響が小さいと考えられる。

従来、圧延材表層はせん断応力が作用するため {110} 方位が形成されると報告されている^{13)~16)}。潤滑条件を変えた冷延実験における松藤ら⁴⁾の結果も {110} 方位が形成されるとしており、本実験とは異なる。表層の {100} 方位の形成機構に関しては、まだ十分な知見が得られておらず今後の検討が必要である。

5. 結 言

低炭素薄鋼板の冷延再結晶挙動におよぼす熱延組織および冷延条件の影響について検討した。その結果、以下のような知見を得た。

1) 低炭素薄鋼板の表層は中央層に比べ再結晶が遅れる。この再結晶の遅滞は主として表層に発達する {001} 〈110〉 方位に起因している。

2) 再結晶の遅滞は熱延板表層の結晶粒が大きいほど顕著である。これは {001} 〈110〉 方位の効果に加えて、更に次の二つが再結晶の遅滞を助長している。

i) 結晶粒が大きいことによる再結晶の遅れ。

ii) 結晶粒が大きいことによる冷延での {100} 方位のより一層の発達。

3) {100} 方位がより発達する表層集合組織は表面から約 2.5% までの極めて薄い層において形成される。

おわりに、本研究をまとめるにあたり御指導いただいた当社、中央研究本部の武智薄板研究センター所長、阿部次長研究員、集合組織の確認および御教示をいただいた松尾主任研究員に深く感謝いたします。

文 献

- 1) 例えば, 鉄鋼薄板の再結晶及び集合組織 (鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会編) (1974) [日本鉄鋼協会]
- 2) J. F. HELD: Trans. Metall. Soc. AIME, 239 (1967), p. 573
- 3) C. A. STICKELS: Trans. Metall. Soc. AIME, 239 (1967), p. 1857
- 4) 松藤和雄, 内田恭彦: 日本金属学会講演概要, (1969・10月), p. 143
- 5) L. G. SHULTZ: J. Appl. Phys., 20 (1949), p. 1030
- 6) G. BASSI: Z. Metallkd. 51 (1960), p. 357
- 7) H. TAKECHI, H. KATOH and S. NAGASHIMA: Trans. Metall. Soc. AIME, 242 (1968), p. 56
- 8) S. R. GOODMAN and H. HU: Metall. Trans., 1 (1970), p. 1629
- 9) 田岡忠美, 古林英一, 竹内伸: 鉄と鋼, 54 (1968), p. 162
- 10) 和田敏哉, 松本文夫, 黒木克郎: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 767
- 11) 純鉄の精製と性質 (鉄鋼基礎共同研究会純鉄部会編) (1971), p. 1971 [日本鉄鋼協会]
- 12) 阿部光延, 小甲康二, 林征夫, 速水哲博: 日本金属学会誌, 44 (1980), p. 84
- 13) 関根和喜, 吉村修: 日本金属学会誌, 46 (1982), p. 100
- 14) R. A. VANDERMEER and J. C. OGLE: Trans. Metall. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1317
- 15) R. A. VANDERMEER and J. C. OGLE: Trans. Metall. Soc. AIME, 245 (1969), p. 1511
- 16) D. S. HODDINOTT and G. J. DAVIES: JISI, 210 (1972), p. 624

コ ラ ム

岩石の再結晶

鉄鋼をはじめ種々の金属の変形, 再結晶・粒成長, それらにともなう集合組織形成に関する最新の研究成果が本特集号に盛られている。これと同じ主題の研究は金属学だけでなく, 地質岩石学でも重要である。岩石の変形, 再結晶, 優先方位の研究は地殻構造や地殻変動の解析に役立ち, 地震現象の解明にもつながる。

金属で集合組織を表す texture は, 同じ織物生地を意味する fabric とともに, 岩石学では造岩鉱物の種類, 結晶の形態, 大きさ, 配列など岩石の分類を特徴づける「組織」を表す言葉として使われる。金属組織に対応する structure はもつと巨視的な「構造」を表す。

岩石が外力や熱によつて変形, 再結晶するのが変成作用である。再結晶により新しい鉱物が生まれ, 組織が変化して変成岩となる。金属と同じように, 再結晶は固体である岩石内で起こる作用であつて, 古い鉱物が融解して新しい鉱物ができるのではない。再結晶の

程度は温度と圧力によつて決まり, 鉱物組成や組織の相違として認められる。逆にこの変成相から変成作用の状態が推定できる。また優先方位は外力の作用の解析に有効である。

日本列島の中央構造線の南側に連なる三波川変成帯は代表的な広域変成帯であり, 日本列島の生い立ちと深いかわりをもつ。この変成帯は変成度が高く, 別子銅山をはじめ多くの鉱物資源を生む鉱床にも恵まれている。したがつてこの変成岩に関する研究は多いが, 岩石中の石英の優先方位から変成作用を解析した報告¹⁾は興味深い。

このように結晶の変形, 再結晶・粒成長; 集合組織形成は金属から岩石におよぶ共通の研究課題であり, これらの研究成果はまた今後の新しい材料の開発にとつても有用な知見となるであろうことが期待される。

文 献

- 1) I. HARA and P. PAULITSCH: Texture, 1 (1972), p. 111
(新日本製鉄(株)第一技術研究所 松尾宗次)