

© 1989 ISIJ

 ///////////////
 論文
 ///////////////

低炭素鋼線材のひずみ時効におよぼす Ti 添加の影響

落合 征雄*・大羽 浩*²

Effect of Titanium Addition on Strain Aging of Low-Carbon Steel Wire Rod

Ikuo OCHIAI and Hiroshi OHBA

Synopsis :

A study has been made on the effect of the addition of titanium to reduce strain aging of low-carbon steel wire rod during cold forming. The effects of the conditions of wire rod rolling and subsequent cooling on the precipitation behavior of TiC and also the effect of the reduction of strain aging on both flow stress and work hardening have been investigated by adding titanium to low-carbon steels of carbon contents of 0.005 and 0.02 mass%. The results obtained are as follows.

(1) The precipitation rate of TiC in ferrite phase is highest at approximately 1 073K. The precipitates observed are pure TiC and the complex precipitates of TiC nucleated on $Ti_4C_2S_2$ or Ti_2S precipitates.

(2) When a small amount of titanium is added to the low-carbon steel wire rod, the strength of the wire rod is increased by the precipitation hardening caused by TiC.

(3) In the case of ordinary rolling, the minimum amount of titanium for the prevention of strain aging is over three times more than the stoichiometric amount for 0.005 mass% carbon steels, and is approximately twice as much as the stoichiometric amount for 0.02 mass% carbon steels. The minimum amount of titanium is remarkably reduced by controlled rolling.

(4) The amount of work hardening by wire drawing and flow stress in the high-speed compression test were reduced by approximately 27% and 15%, respectively, by the prevention of strain aging.

Key words : strain aging ; low-carbon steel ; wire rod ; titanium ; precipitation ; work hardening ; flow stress.

1. 緒 言

低炭素鋼線材は強度が低く加工性に富むため、極細鋼線や複雑な形状の冷間鍛造部品の製造に多く使用されている。近年、この分野においては加工速度の上昇が著しく、このため加工熱にともなう冷間加工中のひずみ時効が問題となつている。すなわち、高速連続伸線加工中のひずみ時効は鋼線の加工硬化を増幅し製品の軟質化を阻害している。また、高速多段冷間鍛造加工においては、被加工材の変形抵抗の上昇は工具寿命の低下を惹起している。これに対する対策としては、従来、加工前の線材を焼鈍することが経験的に行われている。しかし、Tiのような炭窒化物形成元素を積極的に添加することにより非時効化を検討した例は、低炭素鋼線材ではこれまで

報告されていない。

Tiは強力な炭窒化物形成元素であるが、低炭素鋼のひずみ時効の原因であるフェライト中の固溶CおよびNを完全に固定し得るTi量については必ずしも明確ではなく、化学量論上必要なTi量で十分であるとする報告¹⁾がある一方、薄鋼板の場合のように、高い r 値を確保するためには、その2倍以上必要であるとする報告²⁾もある。これらは溶体化状態からのTi炭化物の析出が冷却条件に強く依存していることを示している。線材は熱延鋼板の場合と異なり、熱間圧延後の冷却は連続冷却であり、巻取り後の徐冷がない。また、冷却速度も約2K/s以上と大きい。このような冷却条件下でのTi炭化物の析出挙動についてはこれまで報告されていない。

昭和63年7月7日受付 (Received July 7, 1988)

* 新日本製鉄(株)君津技術研究部 工博 (Kimitsu R & D Lab., Nippon Steel Corp., 1 Kimitsu Kimitsu 299-11)

*2 新日本製鉄(株)君津技術研究部 (Kimitsu R & D Lab., Nippon Steel Corp.)

著者らは、低炭素鋼線材のひずみ時効を低減化するために、炭窒化物形成元素の一つである Ti の添加を検討した。以下、線材圧延および冷却過程における Ti 炭化物の析出挙動、および、ひずみ時効の抑制が変形抵抗や加工硬化特性におよぼす影響について報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材

TiC の析出挙動を調べるために、C 量の目標を 0.005 mass% (グループ A) および 0.02 mass% (グループ B) とし、それぞれについて Ti 量を変えた供試鋼を 300 kg 真空溶解炉で溶製し 100 kg 鋼塊に铸造した。Table 1 に供試鋼の化学成分を示す。Ti は酸化物、硫化物、および窒化物を生成しやすいため、S および N の量は低く、かつ、一定とし、また、Al 脱酸後に Ti を添加した。鋼塊を 1473 K に加熱後、熱間鍛造により 122 mm 角断面のピレットとし空冷した。線材圧延条件は、通常圧延の場合はピレットを 1373 K に加熱後、連続式熱間圧延機により直径 5.5 mm および 8 mm の線材に圧延し、ステルモア (Stelmor) 冷却設備により空冷した。仕上温度は約 1273 K、巻取り温度は 1123 K、巻取り後 773 K までの平均冷却速度は約 2 K/s である。一方、TiC の析出におよぼす線材圧延条件の影響を調べるために、グループ A の試料については通常圧延のほかには制御圧延を行った (5.5 mm)。制御圧延は、ピレット加熱温度を 1173 K に下げることにより圧延中の鋼材温度を 1053~1173 K に制御した。この場合、仕上温度は約 1093 K、巻取り温度は 1053 K で、冷却条件等は通常圧延の場合と同じである。

2.2 ひずみ時効の測定

ひずみ時効の測定は、時効指数 (Aging Index)³⁾ を測定する方法で行った。すなわち、引張試験機で線材試片に 8% の予ひずみを与えたのち除荷し、373 K×1 h の時効処理を施した。時効処理後の試片の引張試験を行い、(1)式により時効指数を求めた。

$$AI = \sigma_2 - \sigma_1 \dots \dots \dots (1)$$

ここで、AI は時効指数 (MPa)、 σ_2 は時効処理後の降伏強さ (MPa)、 σ_1 は時効処理前、8% 予ひずみに相当する変形抵抗 (MPa) である。

2.3 TiC の析出挙動の調査

線材圧延後の冷却過程における TiC の析出挙動を調査するため、線材を真空中で 1473 K×20 min の溶体化処理後、1173 K から 873 K までの各温度に保持した鉛浴中で恒温析出処理を行った。TiC の析出量は、よう素アルコール法で抽出した残渣中に含まれる TiC を硝酸で溶解する方法で測定した。

2.4 伸線試験

伸線加工時の加工硬化特性におよぼすひずみ時効の影響を調べるために、連続伸線機を用いて伸線実験を行った。伸線は前段と後段に分けて行い、前段は 5.5 mm より 2.75 mm まで、また、後段は 2.75 mm より 1.4 mm までそれぞれ 6 パスで伸線した。各ダイスの伸線減面率は 20~21%、総減面率 r は 93.5% (真ひずみ ϵ : 2.74) とした。伸線速度は前段が 350 m/min、後段が 500 m/min である。

2.5 圧縮試験

高速冷間鍛造加工時の変形抵抗を測定するために圧縮試験を行った。試験機は油圧式で、同心円溝付ダイス⁴⁾を使用した。試片は 8 mm 線材より切削加工で製作した直径 7 mm、高さ 10.5 mm の円柱状試片⁴⁾である。ひずみ速度は 10/s とし、試験は室温で行った。

2.6 温間変形抵抗の測定

試料の温間変形抵抗を調べるために、8 mm 線材について室温から 973 K の各温度で変形抵抗を測定した。試験機は横型の高温引張試験機である⁵⁾。ひずみ速度は、2.5 節同様、高速冷間鍛造加工時のひずみ速度に相当する 10/s とした。オシログラフ上に応力-ひずみ曲線を記録し、くびれの発生前、真ひずみ 0.2 における変形抵抗を求めた。なお、試片の加熱は直接通電加熱である。

Table 1. Chemical composition of steels (mass %)

Group	Steel No.	C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	N	O	Ti-ratio*
A	1	0.0053	0.011	0.24	0.020	0.004	0.020	—	0.0027	0.0020	0
	2	0.0057	0.011	0.24	0.019	0.004	0.022	0.034	0.0029	0.0021	0.67
	3	0.0052	0.012	0.24	0.019	0.004	0.022	0.053	0.0027	0.0021	1.36
	4	0.0051	0.012	0.25	0.019	0.004	0.021	0.075	0.0028	0.0019	2.10
	5	0.0050	0.013	0.24	0.019	0.004	0.021	0.090	0.0028	0.0022	2.64
	6	0.0055	0.015	0.25	0.017	0.005	0.022	0.105	0.0029	0.0020	2.91
B	7	0.022	0.014	0.24	0.018	0.005	0.025	—	0.0032	0.0019	0
	8	0.017	0.013	0.26	0.018	0.004	0.027	0.052	0.0023	0.0021	0.53
	9	0.019	0.014	0.25	0.019	0.004	0.027	0.093	0.0024	0.0019	0.96
	10	0.019	0.014	0.24	0.015	0.004	0.020	0.125	0.0029	0.0020	1.31
	11	0.019	0.014	0.24	0.015	0.004	0.021	0.189	0.0028	0.0020	2.07

* Eq. (2)

3. 実験結果

3.1 線材の機械的性質および結晶粒度

鋼中に含まれるCおよびNをTiの炭化物および窒化物として固定するために実際必要とするTi量と化学量論上必要なTi量との比を、以下Ti比(Ti-ratio)といい、(2)式で定義することとする。

$$\text{Ti-ratio} = \frac{[\text{Ti}] - 96/32[\text{S}]}{48/12[\text{C}] + 48/14[\text{N}]} \dots\dots\dots(2)$$

ここで、[Ti]、[S]、[C]、および[N]は各元素の含有率(mass%)をあらわす。Tiの硫化物は3.5節の実験結果にもとづいて、Ti₄C₂S₂あるいはTi₂S₃、また、炭化物および窒化物はTiCおよびTiNと仮定する。なお、溶製時、Alで脱酸後Tiを添加しているため、Tiの酸化物については無視できるものとする。

線材の機械的性質におよぼすTi添加の影響をFig. 1に示す。引張強さおよび0.2%耐力はTi比の増加にともないはじめは上昇するが、グループAの試料ではTi比が2.64、また、グループBの試料では0.96を超えると低下傾向を示す。絞り値は、グループAの試料ではTi比によらず約94%と高い。これに対して、グルー

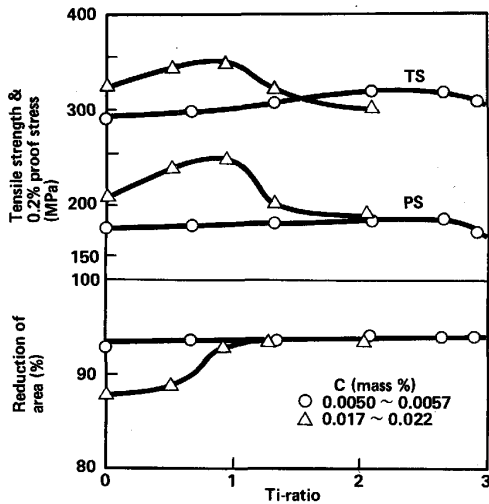


Fig. 1. Effect of titanium addition on mechanical properties of wire rod (5.5 mm).

Table 2. Ferrite grain size and strength of wire-rod.

Steel No.	Ti-ratio	Rolling condition	Ferrite grain size number	0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)
4	2.10	Ordinary	7.5	180	318
		Controlled	7.9	121	288
6	2.91	Ordinary	7.8	162	307
		Controlled	8.2	107	278

プBの試料の絞り値はTi比0.96まではTi比とともに増加するが、1.31以上ではTi比によらずグループAの試料とほぼ同等の高い値を示す。

グループAのTi添加鋼線材(5.5mm)のフェライト結晶粒度、0.2%耐力、および引張強さにおよぼす圧延条件の影響をTable 2に示す。フェライト結晶粒はTi比の増大により、また、制御圧延を行うことにより細粒化する。いずれの場合も整粒である。強度におよぼす線材圧延条件の影響は0.2%耐力で顕著にみとめられ、制御圧延材の0.2%耐力は通常圧延材に比べて約57MPa低い。

3.2 線材のひずみ時効

線材の時効指数におよぼすTi比の影響をFig. 2に示す。時効指数はTi比の増加にともなつて減少するが、減少傾向は試料のC量によつて異なる。すなわち、グループAの試料は減少傾向が緩慢であり、Ti比を2.91に上げてなお8MPaの時効指数が存在する。これに対して、グループBの試料はTi比が0.96を超えると時効指数は急激に低下し、Ti比2.07で2MPa残るのみとなる。

グループAの線材の時効指数におよぼす線材圧延条件

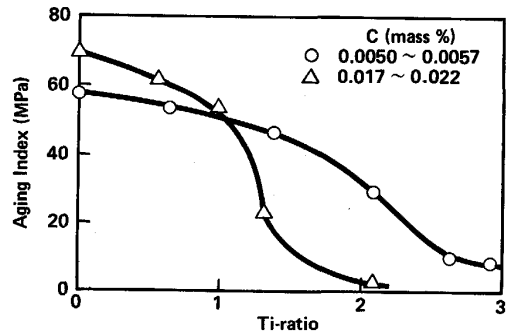


Fig. 2. Effect of titanium addition on aging index of wire rod (5.5 mm).

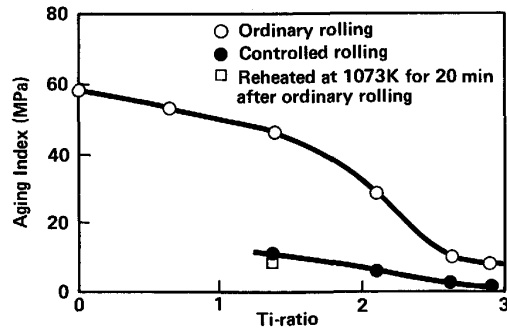


Fig. 3. Effects of rolling condition and reheating treatment on aging index of wire rod (C: 0.0050~0.0057 mass%).

の影響および通常圧延材 (No. 3) を 1073 K で 20 min 保持した場合の時効指数の変化を Fig. 3 に示す。制御圧延を行うことにより時効指数は大幅に低下し、Ti 比 2.64 以上では 1 MPa 以下となりひずみ時効はほぼ消滅する。また、制御圧延においても、通常圧延の場合と同様、時効指数の Ti 比依存性がみとめられる。通常圧延後の恒温保持はひずみ時効の低減化効果が大きい、このような析出処理にもかかわらず、なお 8 MPa の時効

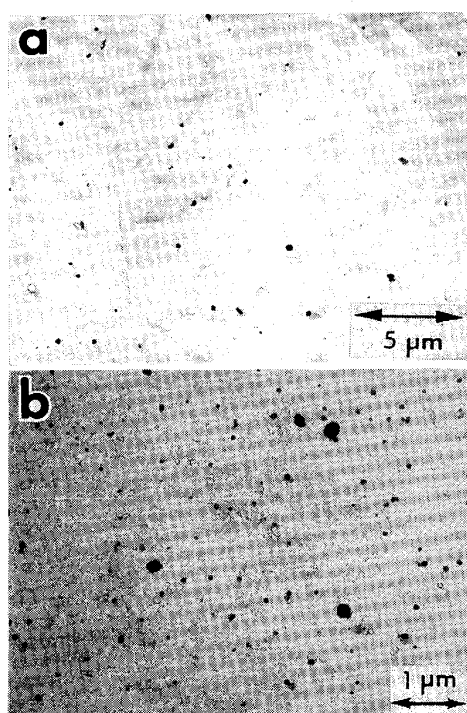
指数が存在する。

3.3 線材の析出物

抽出レプリカ法により線材の析出物の透過電子顕微鏡観察を行った。試料 No. 6 および No. 9 の通常圧延材における観察結果を Photo. 1 に示す。低倍率で観察すると、いずれの試料とも 0.1~0.3 μm の比較的大型の析出物が多数観察される。これらは、Photo. 2 に示すように、複合析出物であり、EDX 分析および電子線回折の結果、いずれも Ti の硫化物を核として TiC の析出したものであることが判明した。しかし、硫化物が $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ ないしは Ti_2S であることは明らかになったが、そのいずれであるかは同定できなかった。観察された複合析出型の TiC はほとんどがこのタイプであり、TiN を核とする複合析出物はみとめられなかった。単体としての TiC 析出物は、No. 6 の通常圧延材においては高倍率 (64 000 倍) で観察してもみとめられなかった。一方、制御圧延材には 0.01 μm 以下の微細析出物が観察されたが、電子線回折による同定はできなかった。No. 9 の通常圧延材には、Photo. 1b に示すように、粒内および粒界に 0.05 μm 以下の単体の TiC が多数観察された。なお、いずれの試料においてもビレットを加熱する段階で析出したと考えられる大型の TiC はみとめられなかった。また、MnS は検出されなかった。

3.4 TiC の析出挙動

化学分析法で測定した TiC の恒温析出曲線を Fig. 4 に示す。フェライト域における TiC の析出速度は約



a : Steel No. 6 (Ordinary rolling)
b : Steel No. 9 (Ordinary rolling)

Photo. 1. Transmission electron micrographs of precipitates in wire rod.

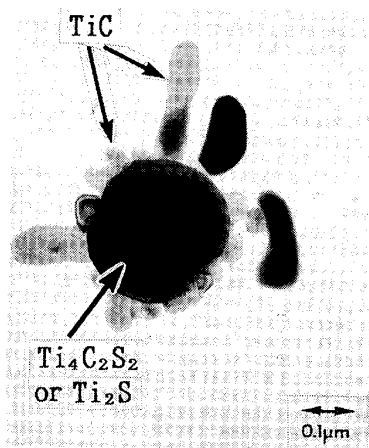
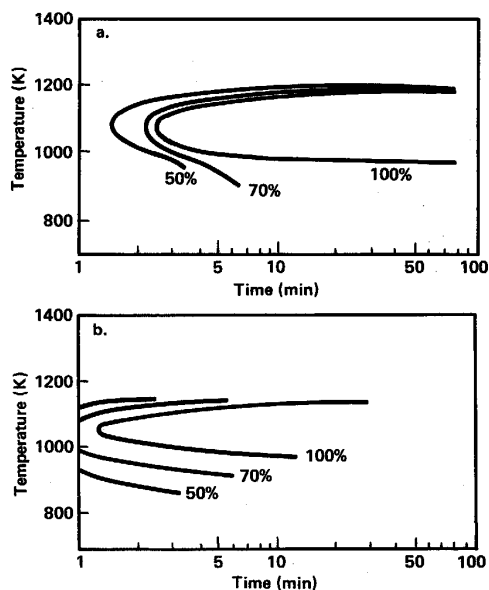


Photo. 2. Transmission electron micrograph of complex precipitate (Steel No. 6, controlled rolling).



a : Steel No. 6
b : Steel No. 11

Fig. 4. Isothermal precipitation diagrams of TiC (Solution treatment : 1 473 K \times 20 min).

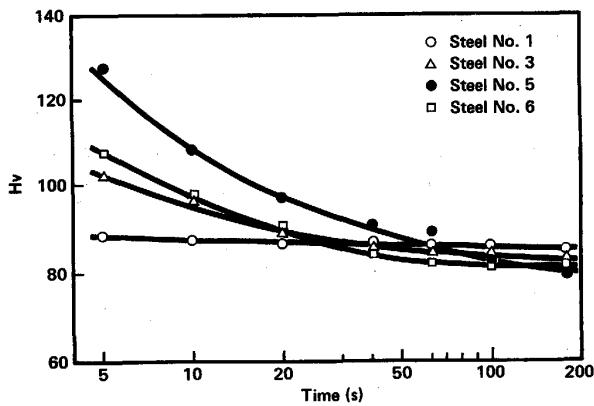


Fig. 5. Change in Vickers hardness number by isothermal precipitation treatment at 1073 K (Solution treatment : 1473 K × 20 min).

1073 K で最大となる。1073 K で 20 min 恒温析出させた No. 11 の試料の析出物を透過電子顕微鏡で観察した。その結果、粒内および粒界には測定できない微細析出物が無数に観察された。Debye-Scherrer 法で同定した結果、析出物は TiC 単体であり、Ti(CN) 型析出物はみとめられなかつた。また、恒温析出処理後の試料にも、圧延後の線材と同様、 $Ti_4C_2S_2$ ないしは Ti_2S を析出核とする TiC の複合析出物が観察された。

化学分析法ではわからない析出初期の状況を調べるため、グループ A の 4 種類の試料を恒温析出曲線の Nose に相当する 1073 K で恒温析出処理したのち水冷し、硬さの変化を測定した。保持時間と硬さの関係を Fig. 5 に示す。20 s 以下では Ti 添加鋼の硬さは非添加鋼に比べて高いが、その差は保持時間の経過とともに減少する。保持時間 5 s における硬さを比較すると、Ti 量の増加にともなつて硬さは上昇するが、0.090 mass% (試料 No. 5) を超えると低下する。

3.5 伸線中の加工硬化

5.5 mm 線材を 2.75 mm まで伸線した場合の鋼線の機械的性質の変化を Fig. 6 に示す。伸線中の加工硬化は Ti 添加により減少し、2.75 mm 鋼線の引張強さを比較すると、No. 6 は No. 1 に比べて約 8%，また、No. 11 は No. 7 に比べて約 16% 低い。Fig. 7 は、5.5 mm 線材を 1.4 mm まで伸線した場合の加工硬化量 (ΔTS) を線材の時効指数に対してプロットしたものである。 ΔTS はほぼ時効指数に依存し、C 量の影響は弱い。これより、時効指数を 69 MPa から 2 MPa に減らすことにより ΔTS は約 27% 減少することがわかる。

3.6 圧縮試験における変形抵抗

ひずみ速度 10/s の高速圧縮試験における相当ひずみ

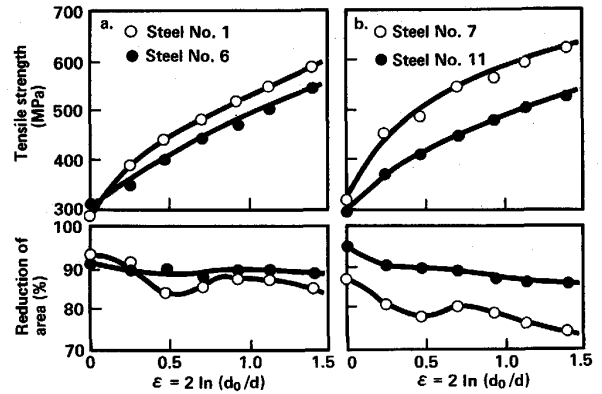


Fig. 6. Changes in mechanical properties of wires by drawing.

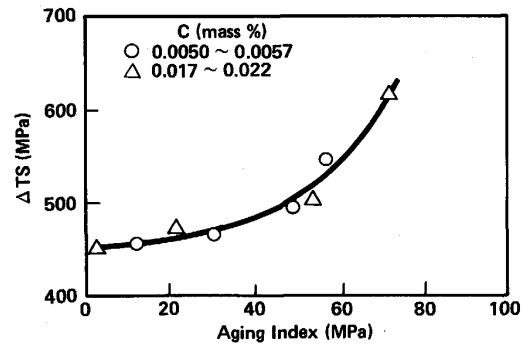


Fig. 7. Relation between aging index of wire rod and amount of work hardening (ΔTS) by drawing ($r = 93.5\%$, $\epsilon = 2.74$).

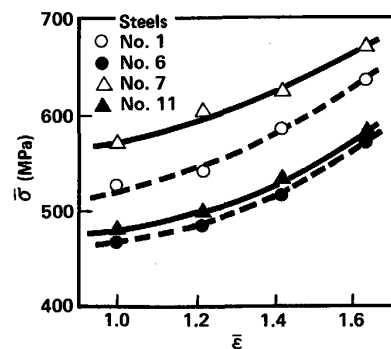


Fig. 8. Relation between equivalent strain ($\bar{\epsilon}$) and equivalent stress ($\bar{\sigma}$) in compression test of wire rod ($\dot{\bar{\epsilon}} = 10/s$).

と相当応力の関係を Fig. 8 に示す。冷間鍛造における平均的なひずみは約 1.5 であるが、Ti 添加による変形抵抗の低減量は、グループ A では最大 66 MPa (約 9%) であるのに対して、グループ B では最大 96 MPa (約 15%) と変形抵抗低減効果はグループ B の方が大きい。

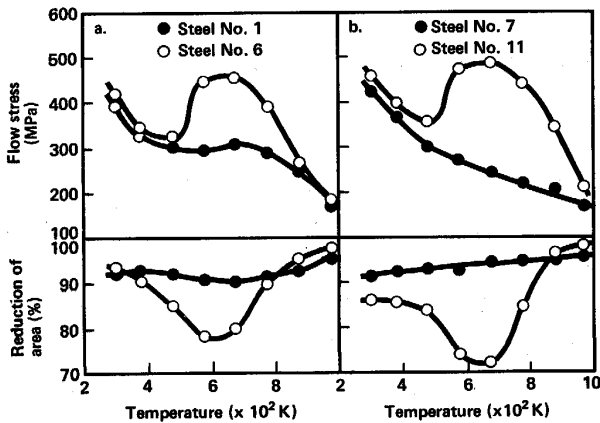


Fig. 9. Effect of temperature on flow stress and reduction of area (Tensile test, $\epsilon = 0.2$, $\dot{\epsilon} = 10/s$).

3.7 温間変形抵抗

高速多段冷間鍛造加工においては加工発熱が大きく、接触式温度計で測定した被加工材の温度は 580 K 前後になるためいわゆる温間変形抵抗が問題となる。そこで、A, B 各グループの試料のうち、Ti を含まないもの (No. 1 および No. 7) と、Ti 比の高い No. 6 および No. 11 について、高速引張試験機を用いて変形抵抗を測定した。結果を Fig. 9 に示す。青熱脆性温度領域における変形抵抗は Ti 添加により大幅に低下する。すなわち、試料 No. 6 (時効指数 8 MPa) では変形抵抗のピークが若干残るが、試料 No. 11 (時効指数 2 MPa) ではほとんど消滅する。

4. 考 察

4.1 TiC の析出挙動

鋼中の Ti 化合物のうち、酸化物、硫化物、および窒化物はいずれも析出温度が高いため、鑄造からビレット製造までの工程でほとんど安定化合物として析出を完了し、その後の線材圧延および冷却過程における析出は無視し得る。これに対して、TiC はオーステナイト中での析出温度が低い、オーステナイトにおける TiC の溶解度積式はいくつか報告されているが⁶⁾⁷⁾、析出温度が比較的低い(3)式⁸⁾が本実験結果と良い整合性を有している。

$$\log [Ti] \cdot [C] = -7000/T + 2.75 \dots\dots\dots (3)$$

ここで、[Ti] および [C] はそれぞれの元素の含有率 (mass%)、T は絶対温度 (K) を示す。

線材圧延の場合、[Ti] は鋼中の全 Ti 量より硫化物および窒化物を形成している Ti の量を差し引いた値をとるのが妥当と考えられる。このようにして、Table 1

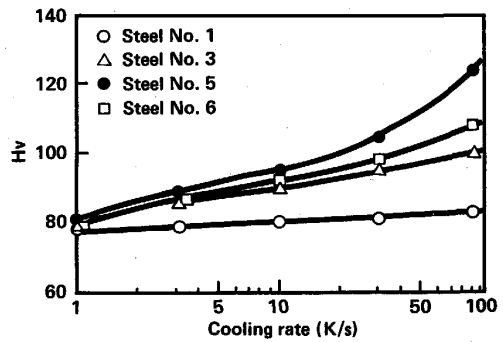


Fig. 10. Effect of cooling rate after solution treatment of 1473 K x 20 min on Vickers hardness number.

のグループ A の試料のオーステナイト域における TiC の析出温度を計算すると、Ti 量の最も多い No. 6 の試料でも 1149 K となる。これより、グループ A の試料においては、TiC はオーステナイト域では析出せず、フェライト域まで冷却されて始めて析出する。すなわち、通常圧延では圧延中に析出することはなく、冷却中にのみ析出すると考えられる。一方、グループ B の試料は、No. 8 を除いて、オーステナイト域の圧延中に TiC は析出を開始する。Fig. 2 において、グループ B の試料は Ti 比 0.96 以上で時効指数が急激に減少するが、これは、オーステナイト域の圧延中に TiC の析出が始まり、冷却時、それが析出核となつてフェライト域における TiC の析出が促進されるためと考えられる。

従来、オーステナイト域における TiC の析出挙動は研究されているものの、フェライト域における TiC の析出挙動に関しては報告されていない。Fig. 4 に示すように、フェライト域における TiC の恒温析出曲線は約 1073 K を Nose とする C 曲線をえがき、Nose 温度における析出開始時間は 5 s 以下と短い。また、Fig. 5 に示すように、グループ A の試料では、保持時間約 20 s 以下の場合、明瞭な析出硬化がみとめられる。熱延鋼板の場合は巻取り温度からの冷却速度が小さいために析出物が成長し、従来、TiC による析出硬化現象はほとんどみとめられていない。しかし、線材の場合は圧延後の冷却は連続冷却であり、冷却速度も熱延鋼板の場合に比べて大きいいため、TiC の微細析出に有利な条件が形成される。Fig. 5 の 4 種類の試料を 1473 K の溶体化処理温度から連続冷却した場合の冷却直後の硬さを Fig. 10 に示す。冷却速度の低下にともない析出物の成長が進むため Ti 添加の影響は減少するが、圧延後の線材の冷却速度 (徐冷の場合) に相当する 2~3 K/s でも HV にして最大 10 程度の析出硬化がみとめられる。析

出硬化は、Fig. 5 の恒温析出の場合と同様、Ti 0.090 mass% で最大となり、それを超えると TiC の析出駆動力が増大し析出物の成長が促進されるため逆に低下する。Fig. 1 における線材の引張強さや 0.2% 耐力の Ti 比依存性は、このように、析出硬化を生ずる微細析出物の増加および析出物の成長として理解することができる。また、グループ B の方がより低い Ti 比で強度がピークに達し、その後急激に低下する理由は、C および Ti の含有率が高いことから TiC の析出駆動力の差に加えて、前述したように、Ti 比 0.96 以上では線材圧延中に TiC の析出が始まるためと考えられる。

いま、時効指数 5 MPa 以下を実用上非時効化された状態とすると、Fig. 2 に示すように、C を約 0.005 mass% 含有する線材を非時効化するためには Ti 比を 3 以上に上げる必要がある。したがって、より低い Ti 比で非時効化する方法としては線材圧延後の冷却速度をより小さくすることが考えられる。しかし、Fig. 3 に示したように、恒温析出曲線の Nose に相当する 1073 K で 20 min 保持したにもかかわらず、依然として 19 MPa の時効指数が存在する。この結果は、フェライト域における TiC の析出速度が小さいために、圧延後の恒温保持は工業的には成り立たないことを示している。このため、グループ A の成分系のように、固溶 C の固定を圧延後の冷却過程にのみ依存しているような場合には非時効化は困難である。したがって、非時効化するためには、グループ B の成分系のように C 量を増して圧延中に TiC の析出を開始させることによりフェライト域における析出核を導入するか、あるいは、恒温析出曲線の Nose 附近の温度で圧延し、変形により導入された格子欠陥により TiC の析出を促進させてやる必要がある。

制御圧延は、Fig. 3 に示したように、ひずみ時効低減効果が大きく、同一 Ti 比における時効指数をグループ B の通常圧延材と比較すると両者はほぼ等しい。また、Table 2 に示すように、制御圧延材は通常圧延材に比べ強度、特に 0.2% 耐力が低い。これは、制御圧延により TiC の析出に加えて析出物の成長が促進され、その結果、析出硬化が消滅したことを示すと考えられる。制御圧延のようなフェライト域における圧延は、通常、結晶粒の粗大化を生じやすい。しかし、Ti 添加鋼の場合、圧延中に TiC が析出するため粒成長が抑制され、その結果、通常圧延材に比べて細粒化されている。制御圧延材はフェライト結晶粒が小さいにもかかわらず引張強さが低い。その理由としては、析出硬化量の差があるが、Ti の Scavenging 効果によるフェライト強度の低下も寄与していると考えられる。同様なことは Fig. 1 の線材

の引張試験結果でもみとめられ、Ti 比 2.07 の試料 (No. 11) の引張強さは Ti 非添加鋼に比べて約 20 MPa 低い。

TiC の析出形態については、Ti(CN) という全率固溶体を形成する場合¹⁹⁾¹⁰⁾ と、TiN を核としてその上に TiC が析出する場合¹¹⁾¹²⁾ が報告されているが、本実験ではそのいずれも観察されなかった。従来の研究は、いずれもオーステナイト域で長時間保持し析出物が 0.5~10 μm 程度に成長した段階で調査しているため、本実験のようにフェライト域における微細析出物とは析出の様相が異なっていると考えられる。また、本実験結果では MnS がみとめられず、すべて Ti₄C₂S₂ あるいは Ti₂S であつたが、従来の報告¹³⁾ では MnS が検出されている。これは両者で Mn 含有率に差があり、Mn 含有率の低い本実験試料では上記の Ti 硫化物が MnS に優先して析出したためと考えられる¹⁴⁾。Ti の硫化物の同定およびその析出挙動の解明が今後の課題である。

4.2 冷間加工中のひずみ時効

冷間加工中のひずみ時効については、それが加工発熱にともなう静的なひずみ時効であるか、温度とひずみ速度が関与する動的ひずみ時効であるかを区別しておく必要がある。いま、可動転位密度を \bar{N} 、C あるいは N 原子のフェライト中の拡散係数を D 、ひずみ速度を $\dot{\epsilon}$ とすると、動的ひずみ時効の発生する条件は(4)式¹⁵⁾で与えられる。

$$\dot{\epsilon} \approx D\bar{N} \dots\dots\dots(4)$$

ここで、 \bar{N} を全転位密度の $1/10^{16}$ 、すなわち、加工末期で約 $10^{10}/\text{cm}^2$ と仮定し、また、C および N の拡散係数 D_C および D_N が次式で与えられるとして(3)式が成立する条件があるかを検討してみる。

$$D_C = 0.02 \exp(-20100/RT)^{17)} \dots\dots\dots(5)$$

$$D_N = 0.014 \exp(-17700/RT)^{18)} \dots\dots\dots(6)$$

(i) 伸線の場合

伸線時の平均ひずみ速度は(7)式で与えられる。

$$\dot{\epsilon} = \frac{\ln(d_i/d_{i+1})^2}{(d_i - d_{i+1})/(2 \tan \alpha \cdot v_i)} \dots\dots\dots(7)$$

ここで、 d_i および d_{i+1} は i 番めのダイスのそれぞれ入口および出口の鋼線径、 v_i はそのときの平均伸線速度(入側と出側の線速の平均値)、 α はダイス半角である。(7)式より、前段の伸線における $\dot{\epsilon}$ は $1.4 \times 10^2 \sim 9.8 \times 10^2/\text{s}$ 、後段の $\dot{\epsilon}$ は $3.9 \times 10^2 \sim 2.8 \times 10^3/\text{s}$ となる。伸線中の鋼線表面温度の最高値を実測すると、前段は 333 K、後段は 473 K であるため、 D_C および D_N はそれぞれ 1.2×10^{-11} および $1.0 \times 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}$ 以下である。したがって、 $D\bar{N}$ は $\dot{\epsilon}$ の $1/10^3$ 以下となり、伸線

中に動的ひずみ時効が起こることはない。高速伸線時には加工発熱によりダイス間の線温が高いため、伸線加工は冷間加工と静的ひずみ時効のくりかえしであると考えられる¹⁹⁾。したがって、Ti添加は各パス間の静的ひずみ時効を減少させることによつて転位の増殖を抑制し、最終ダイスを出た鋼線の転位密度を下げていると考えられる。

(ii) 圧縮試験の場合

圧縮試験の場合、試片温度の実測値は最高 623 K に達するため、 D_C および D_N はそれぞれ 2.0×10^{-9} および $9.0 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{s}$ となる。平均ひずみ速度は 10/s であるため、変形中の試片の一部、あるいは変形のすすんだ段階では試片の大部分で(7)式を満足する条件が形成されると考えられる。Fig. 8 に示すように、Ti添加の変形抵抗低減効果はグループBの方が大きい。これは、グループBの方が固溶C量が少ないために動的ひずみ時効が減少しているためと解釈される (Fig. 9)。

5. 結 言

低炭素鋼線材の冷間加工中のひずみ時効の低減化を目的としてTi添加を行い、Ti炭化物の析出挙動およびひずみ時効の低減化が変形抵抗ならびに加工硬化特性におよぼす影響について調査した。

(1) フェライト域におけるTiCの析出速度は約 1073 K で最大となる。析出物は単体のTiCおよび $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ ないしは Ti_2S を析出核とする複合析出物である。

(2) Ti添加量が少ない場合、圧延後の線材には析出硬化がみとめられる。

(3) 通常圧延の場合、非時効化に要するTi量は0.02 mass% C鋼では化学量論上必要なTi量の約2倍である。一方、0.005 mass% C鋼では、2.91倍のTiを添加してもなお8 MPaの時効指数が残存する。

(4) 制御圧延により時効指数は大幅に低下する。

(5) 時効指数を69 MPaより2 MPaに下げることにより、高速連続伸線時の加工硬化量は約27%、また、高速圧縮変形時の変形抵抗は約15%減少した。

終わりに、本研究の遂行上、多くの御協力を賜りました新日本製鉄(株)厚板条鋼研究センター三木武司博士および戸田正弘氏、君津製鉄所品質管理部荒木正樹氏、および君津製鉄所条鋼部小菅泰夫氏に深く感謝の意を表します。

文 献

- 1) G. F. COMSTOCK: Titanium in Iron and Steel (1955), p. 163 [John Wiley]
- 2) 福田宜雄, 清水峯男: 塑性と加工, 13 (1972), p. 841
- 3) J. F. ENRIETTO: J. Iron Steel Inst., 294 (1966), p. 252
- 4) 日本塑性加工学会冷間鍛造分科会: 塑性と加工, 22 (1981), p. 139
- 5) 鈴木洋夫, 西村 哲, 山口重裕: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 2038
- 6) 盛 利貞, 時実正治, 烏谷 徹: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 2004
- 7) 千野博孝, 和田 要: 製鉄研究 (1965) 251, p. 5817
- 8) K. J. IRVINE, F. B. PICKERING and T. GLADMAN: J. Iron Steel Inst., 205 (1967), p. 161
- 9) H. J. BEATTIE, Jr. and F. L. VERSNYDER: Trans. Am. Soc. Met., 45 (1953), p. 397
- 10) B. R. BANERJEE, J. J. HAUSER and J. M. CAPENOS: Trans. Am. Soc. Met., 57 (1964), p. 856
- 11) T. SHIRAIWA, N. FUJINO and J. MURAYAMA: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 10 (1970), p. 406
- 12) 黒澤文夫, 田口 勇, 谷野 満, 松本龍太郎: 日本金属学会誌, 45 (1981), p. 63
- 13) 国重和俊, 長尾典昭: 鉄と鋼, 74 (1988), p. 1486
- 14) E. T. TURKDOGAN, S. IGNATOWICZ and J. PEARSON: J. Iron Steel Inst., 180 (1955), p. 349
- 15) A. H. COTTRELL: Dislocations and Plastic Flow in Crystals (1953), p. 136 [Oxford]
- 16) 幸田成康: 金属物理学序論 (1964), p. 304 [コロナ社]
- 17) C. A. WERT: Trans. AIME, 188 (1950), p. 1242
- 18) C. A. WERT and C. ZENER: Phys. Rev., 76 (1949), p. 1169
- 19) 五弓勇雄, 橋本健治: 日本金属学会誌, 31 (1967), p. 352