

© 1990 ISIJ

 ///////////////
 論 文
 ///////////////

極低炭素 Ti 添加冷延鋼板の再結晶集合組織に 及ぼす Mn と P の影響

岡 本 篤 樹*・水 井 直 光*²

Recrystallization Texture Control in Ultra-low Carbon Ti-added Sheet Steels Containing Mn and P

Atsuki OKAMOTO and Naomitsu MIZUI

Synopsis :

The textures and precipitates formed in ultra low carbon Ti-added sheet steels containing varied amounts of Mn, P and Nb, by processing through cold rolling and continuous annealing, have been investigated for the development of a high strength sheet steel with a high r -value. A Ti-added steel alloyed with 1.4% Mn and 0.08% P has been found to meet the required mechanical properties. In the steels containing both Ti and P, the recrystallization texture showed a characteristic heating rate dependence; that is, the faster the heating rate for annealing, the stronger the $\{111\}$ texture components after recrystallization. FeTiP precipitates were observed in the annealed steels but not in the hot rolled steels. An increase of Mn content suppressed the precipitation of Ti sulphide precipitates (TiS and $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$) in the hot rolled steel, by forming MnS precipitates, and influenced the FeTiP precipitation. It was thought that the precipitation of FeTiP during the recrystallization stage influenced the texture development. The roles of Mn, P and Ti in the recrystallization texture control through the formation of fine FeTiP precipitates were discussed.

Key words : cold rolled products; texture; precipitation; recrystallization; high strength low alloy steel; formability.

1. 緒 言

極低炭素 Ti 添加冷延鋼板は IF 鋼 (Interstitial-Free steel) と呼ばれ, r 値 (塑性ひずみ比) が高く, 深絞り性が良好なことは良く知られている¹⁾²⁾. Ti 添加冷延鋼板は一般には「前析出型」と分類され³⁾, Ti 添加により冷間圧延の前の段階で固溶 C, N が少ない状態あるいは TiC が適度に析出した状態が得られ, その結果冷間圧延後の再結晶過程で $\{554\} \langle 225 \rangle$ 方位が発達し, 高 r 値になると考えられている.

これと対照的なのが「途中析出型」³⁾と分類される Al キルド冷延鋼板で, この鋼板では冷間圧延前には Al と N が固溶状態であり, 冷延後の焼鈍過程で Al-N クラスタが形成され, その作用で再結晶時に $\{111\} \langle 110 \rangle$ 方位粒が優先的に発達し, 高 r 値になると考えられている.

上記の分類の基本は, 焼鈍の加熱速度の影響の有無にあり, 前者の Ti 添加冷延鋼板の再結晶集合組織は加熱速度の影響を受けないのに対し, 後者の Al キルド冷延鋼板のそれは加熱速度により大きく変化することに起因している. 著者らは極低炭素 Ti 添加冷延鋼板においても再結晶集合組織が焼鈍の加熱速度により変化する場合があります, 合金成分と加熱速度を制御することにより r 値を高めることが可能なことを見いだした.

一方実用的な視点からは, 特に自動車用に深絞り性が良好で引張強度の高い鋼板が望まれている. 従来より極低炭素 Ti 添加鋼に P を添加し高張力鋼板を製造する試みがなされてきたが, この場合再結晶完了温度が著しく上昇し r 値も低下するため実用化されなかった¹⁾. BRUN ら⁴⁾はこの原因を (Ti, Fe) P の析出とし, 熱延後低温で巻き取り, 冷間圧延後急速加熱焼鈍をすれば, 上記析出物の形成が抑制され, Ti-P 複合添加鋼板でも

昭和 63 年 4 月本会講演大会にて発表 平成元年 7 月 12 日受付 (Received July 12, 1989)

* 住友金属工業(株)鉄鋼技術研究所 工博 (Iron & Steel Research Laboratory, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Nishinagasu-hondori Amagasaki 660)

*² 住友金属工業(株)鉄鋼技術研究所 (Iron & Steel Research Laboratory, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

高 r 値が得られると報告している。本論文では、上記 Ti と P だけでなく Mn の複合添加により、非常に高い r 値の高張力冷延鋼板を連続焼鈍法で製造する方法を明らかにする。

2. 実験方法

17 kg 真空溶解炉にて Table 1 に示す化学成分の 9 種の極低炭素鋼を溶製した。鋼 1~6 は Mn を 3 水準に、P を 0.01 と 0.08% の 2 水準に変動させた Ti 添加鋼、鋼 7~9 は 1.4%Mn-0.08%P 鋼をベースに Ti を Nb に置き換えた鋼および Ti, Nb を含まない鋼である。

これらを 18 mm 厚スラブに鍛造し、1200°C に 30 min 加熱後 950°C 以上にて 3 パスで 6 mm 厚まで熱間圧延し、直ちに水スプレーにより室温まで冷却した。これら熱延板を 350°C に再加熱し 1 h 保持後 20°C/h で冷却した。これは熱間圧延後の 350°C 巻取りのシミュレーションである。比較として 600°C、1 h の高温巻取りシミュレーションも実施した。これらを 4 mm 厚まで面削後 1 mm 厚まで圧下率 75% で冷間圧延した。これらを赤外線加熱炉にて 10°C/s で加熱し、820°C × 60 s の均熱後、6°C/s で冷却する短時間焼鈍を施し、JIS 5 号試験片による引張試験、時効指数 (AI: Aging Index) の測定および X 線による集合組織の調査をおこなった。ここで AI は、焼鈍板を 0.5% の伸び率で調質圧延後、圧延方向に 8% の予歪みを与え、100°C、1 h の熱処理による降伏応力の上昇量である。 r 値は圧延方向、45° 方向 (2 倍)、幅方向の平均の値である。なお調質圧延は鋼 9 のみ 1.5% の伸び率で行った。

この他に、再結晶過程を調査するため、冷延板を 10°C/s で加熱する過程で種々の温度より冷却し再結晶率および集合組織を測定した。また、焼鈍の加熱速度の影響を調べるため、赤外線加熱炉および電気炉を使用し加熱速度をバッチ焼鈍に相当する加熱速度である 40°C/h から直火式加熱の連続焼鈍に相当する加熱速度である 60°C/s まで変え、最終的には 820°C × 60 s 焼鈍した後の集合組織を測定した。

Table 1. Chemical composition of steels (wt%).

Steel	C	Mn	P	Sol. Al	N	Ti	Nb
1	0.0013	0.02	0.011	0.026	0.0026	0.040	
2	0.0025	0.70	0.010	0.042	0.0034	0.043	
3	0.0009	1.39	0.011	0.036	0.0030	0.043	
4	0.0011	0.02	0.081	0.038	0.0027	0.046	
5	0.0012	0.68	0.080	0.045	0.0030	0.045	
6	0.0014	1.39	0.079	0.037	0.0033	0.044	
7	0.0027	1.41	0.079	0.047	0.0032	0.017	0.024
8	0.0017	1.41	0.079	0.041	0.0033	0.003	0.036
9	0.0010	1.38	0.077	0.029	0.0035	0.002	

Si=0.01% S=0.004%

3. 実験結果

3.1 熱延板の結晶粒径

350°C 巻取りのシミュレーションをした熱延板のフェライト粒度番号を Fig. 1 に示す。熱延板の結晶粒は Mn 量を増すと細かくなっているが、P の影響は小さい。また Mn 量が多くても Ti あるいは Nb が含まれていない鋼 9 では粒径は大きくなる。

3.2 焼鈍板の機械的性質と結晶粒径

10°C/s の加熱速度で 820°C × 60 s の短時間焼鈍した鋼板の引張特性と結晶粒径を Fig. 2 に示す。Mn 量、P 量が共に増加すると引張強度、降伏応力が上昇しかつ r 値も上昇する。Ti 量を減らし Nb を添加すると引張強度はやや上昇するが、 r 値は大きく低下する。高 r 値かつ高い引張強さの鋼板を得るには、Mn, P, Ti の共存が必要である。

一方、時効指数 (AI) は P の単独添加でも増加して

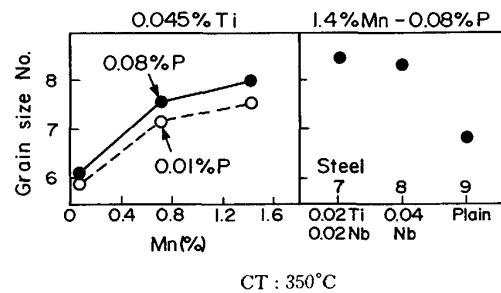


Fig. 1. Ferrite grain size of hot rolled steels.

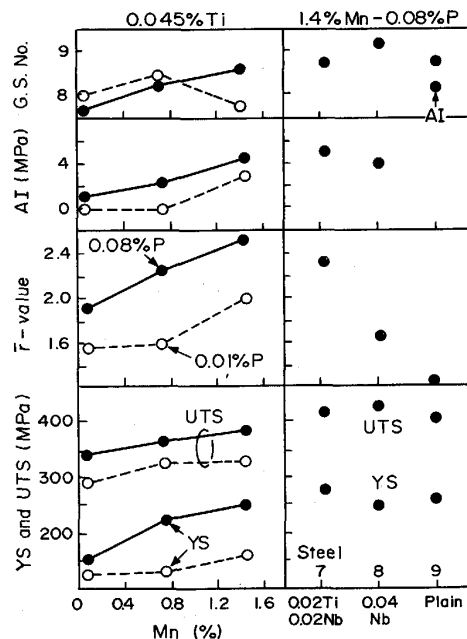


Fig. 2. Mechanical properties and grain size of steels cold rolled, heated to 820°C at a rate of 10°C/s and held for 60 s.

いるが、Mn との共存により大きく増加している。Ti, Nb を含まない鋼(鋼9)では固溶炭素が多いので非常に大きな AI の値になっている。

熱延の巻取り温度が 600°C の場合は r 値は多少低下するが同様な添加元素の効果が認められている。

結晶粒径は Mn の添加により細くなり、また Nb の添加によりさらに細粒化している。低 P で高 Mn 量の場合(鋼3)に結晶粒が粗大化しているのは、 α - γ 変態温度の低下に原因していると思われる。Mn 単独添加での r 値の向上はこの粒成長に起因しているのであろう。

3.3 再結晶集合組織

前述の短時間焼鈍板の集合組織の低指数面方位成分強

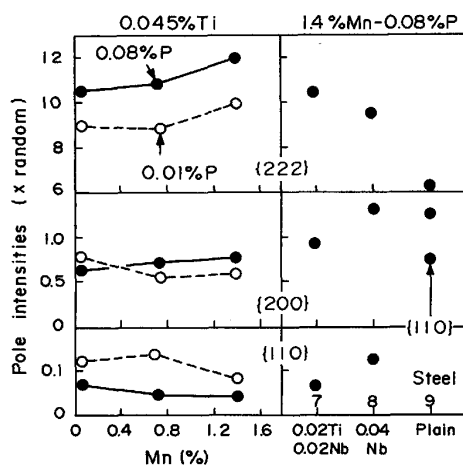
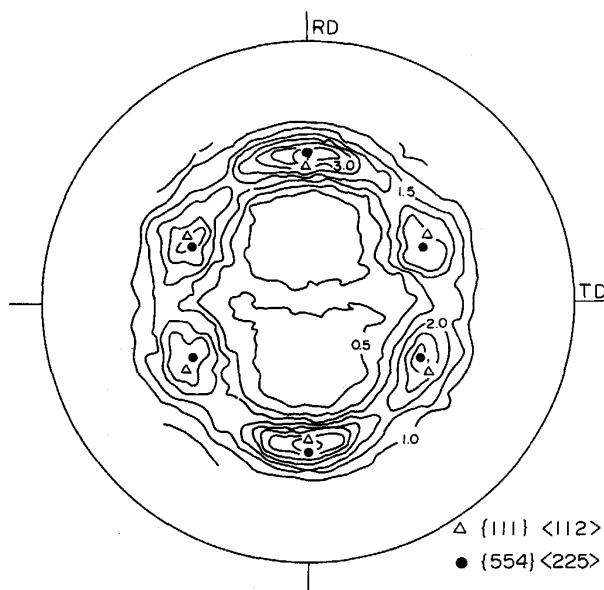


Fig. 3. X-ray pole intensities of steels cold rolled, heated to 820°C at a rate of 10°C/s and held for 60 s.



0.045%Ti-1.4%Mn-0.08%P Heating: 10°C/s

Fig. 4. [200] pole figure of steel 6 annealed at 820°C.

度を X 線にて測定した結果を Fig. 3 に示す。Mn と P の複合添加により {222} 成分が増し {110} 成分が低下している。また Ti を Nb で置き換えると {222} 成分が低下し {110} 成分が増加する。これらの結果は Fig. 2 の r 値の変化とよく対応している。

Ti, Mn, P を複合添加した鋼 6 の {200} 極点図を Fig. 4 に示す。{554} <225> および {111} <112> 方位に著しく集積した再結晶集合組織を示しており、前者の方位への集積の方がやや強い。他の鋼ではこのように鋭い集合組織は認められなかった。なお、{554} 方位は {111} 方位に対しわずか 5°C しか傾いていないため、X 線の {222} 回折強度に含まれていると考え、以下本論文では特に断らない限り、両方位を {111} あるいは {222} と総称することにする。

3.4 再結晶過程における方位成分の変化

冷延板を 10°C/s の一定速度で加熱する過程における {222}, {200}, {110} 回折積分強度および再結晶率の変化を Fig. 5 に示す。Ti を含まない高 Mn 高 P 鋼(鋼 9)は再結晶開始温度は低く、再結晶により {222} 成分が減少し、{110} 成分が増加する。{200} 成分の減少は比較的遅れて起こる。Ti を含み Mn, P の少ない鋼(鋼 1)は再結晶により {222} 成分はいったんわずかに減少し、その後増加する。{110} 成分の変化は小さく、{200} 成分は再結晶の進行により徐々に減少する。これに対し高 Mn 高 P の Ti 添加鋼(鋼 6)は再結晶開始温度が高く、

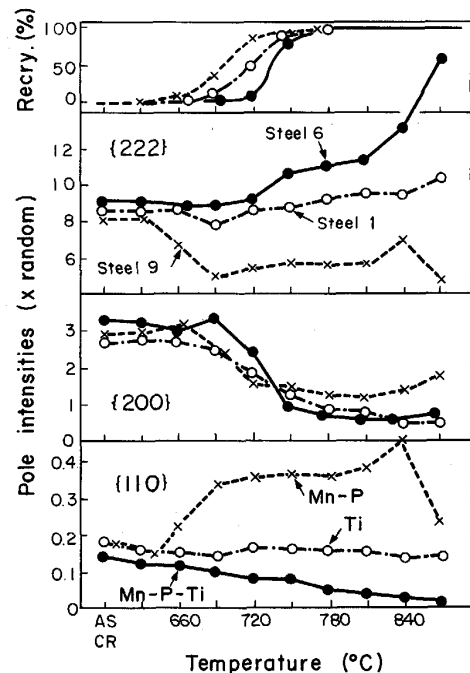


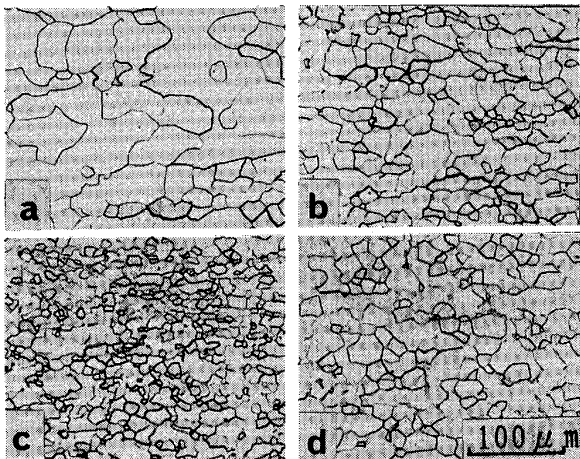
Fig. 5. Changes in X-ray pole intensities and fraction recrystallized during heating at a rate of 10°C/s.

急速な再結晶により {222} 成分が増加し, {200} 成分が大きく減少する. {110} 成分は焼鈍温度の上昇により徐々に減少する.

本研究において基本とする焼鈍条件 (820°C × 60 s) は, 鋼 6 の {222} 成分の大きな増加が起きる温度より低温であり, より高温で焼鈍すれば Fig. 2 に示した r 値はさらに高くなると推測される.

3.5 焼鈍加熱速度による集合組織の変化

鋼 1 と 6 を 40°C/h と 10°C/s の加熱速度で 820°C × 60 s の焼鈍した後のマイクロ組織を Photo. 1 に示す. 低



a : Steel 1(Ti), 40°C/h b : Steel 1, 10°C/s
c : Steel 6(Ti-Mn-P), 40°C/h d : steel 6, 10°C/s

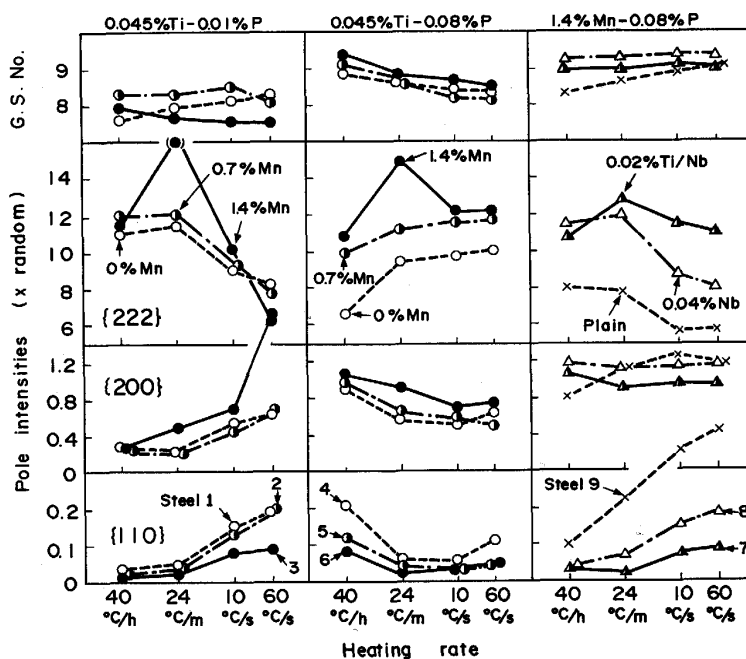
Photo. 1. Optical micrographs of steels 1 and 6 cold rolled and annealed at 820°C for 60s with two heating rates (Nital etch).

Mn 低 P の Ti 添加鋼 (鋼 1) は加熱速度が速くなると細粒組織になるが, 高 Mn 高 P の Ti 添加鋼 (鋼 6) では急速に加熱する方が粗粒組織になっている.

焼鈍後の集合組織の各方位成分の強度と結晶粒度番号の加熱速度依存性を Fig. 6 に示す. P 量が少ない Ti 添加鋼では通常の鋼と同様に加熱速度を速くすると {222} 成分が減少し {200} および {110} 成分が増加するが, P 量が多い Ti 添加鋼では逆に加熱速度を速くした方が {222} 成分が増加する. いずれの P 量においても Mn 量が多いほど {222} 成分と {200} 成分が多く {110} 成分が少なくなる. また 1.4%Mn-0.08%P 鋼で Ti を Nb で置換していくと, 前述の P 量が少ない場合と同様に, 加熱速度を速くすることにより {222} 成分が減少し, {110} 成分が増加するようになる. 結晶粒径は大略 {222} 成分の変化と対応しており, {222} 成分が多い鋼では粒径が大きい傾向がある.

なお, Mn 量が 1.4% でかつ加熱速度が 24°C/min の場合 {222} 成分が異常に高くなっているが, これは Fig. 5 で鋼 6 の {222} 成分が, 810°C から 870°C 間の焼鈍温度の上昇により急激に増加する特徴があることに原因しており, この加熱速度の場合だけより高い温度に相当する焼鈍がなされたためと思われる. 加熱速度を変える実験においては, 同時に焼鈍時間も変わるので, 焼鈍の均熱条件を揃えることは難しい.

以上のように, 再結晶集合組織および粒径は Ti と P が共存する鋼でのみ従来鋼では見られない加熱速度依存性を示し, 急速加熱焼鈍により大きな粒径と r 値に好



Final annealing : 820°C, 60 s

Fig. 6. X-ray pole intensities and grain size of steels annealed at various heating rates.

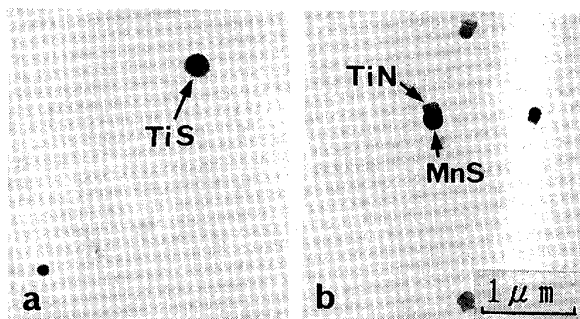
ましい集合組織が得られる。

3.6 析出物の観察

熱延板および焼鈍板の析出物を電子顕微鏡で抽出レプリカ観察し EDX および電子線回折像より析出物を同定した。

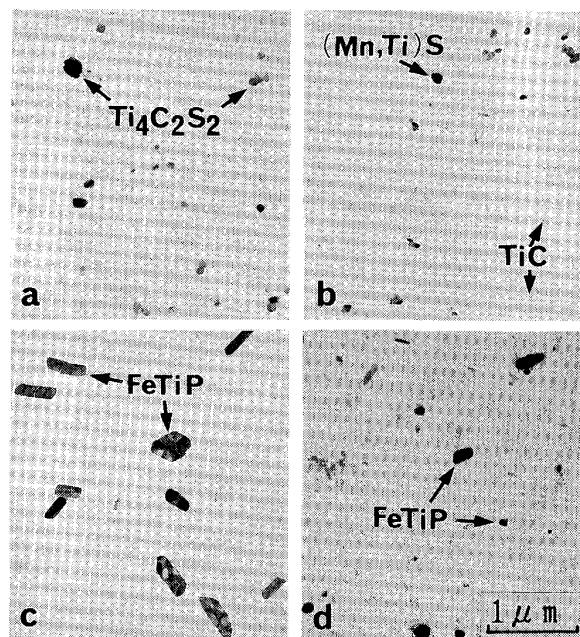
巻取り温度 350°C の熱延板での観察結果を Photo. 2 に示す。低 Mn 鋼 (鋼 4) では粗大な TiS が観察される。その組成は原子比でほぼ Ti/S = 45/55 であり S の方が多い。高 Mn 鋼 (鋼 6) では粗大な球状の MnS が単独にあるいは TiN を核として析出している。Mn, P 量にかかわらずいずれの鋼も P 系の析出物は認められない。

冷延板を 800°C にて 2 h 焼鈍した後の析出物の例を



a: Steel 4 (Ti-P) b: Steel 6 (Ti-Mn-P)

Photo. 2. TEM micrographs of hot rolled steels coiled at 350°C (Extraction replica).



a: Steel 1 (Ti) b: Steel 3 (Ti-Mn)
c: Steel 4 (Ti-P) d: Steel 6 (Ti-Mn-P)

Photo. 3. TEM micrographs of steels cold rolled and annealed at 800°C for 2h (Extraction replica).

Photo. 3 に示す。P 量の少ない鋼では $Ti_4C_2S_2$ や微細な TiC が観察されるが、P 量の多い鋼では Fe, Ti, P が原子比で等量の化合物が形成されている。これは Fe_2P 型六方晶の $FeTiP$ ⁵⁾ とと思われるが、著者らは結晶構造を確認していない。Mn が多い方がこの $FeTiP$ が微細に析出している。一方、Ti を含まない高 Mn 高 P 鋼では MnS と AlN のみで P 系析出物は観察されなかった。この他に 800°C × 3 min の焼鈍をした鋼板の析出物も観察しているが、この場合も高 P, Ti 添加鋼では 0.1 μm 前後の微細な $FeTiP$ が多数析出しており、またこの析出物の大きさは Mn の多い鋼の方が小さい傾向があった。

Ti 添加鋼に関し、熱延板および 800°C × 2 h の焼鈍板で観察された析出物を Table 2 にまとめた。TiN はすべての鋼にて観察されたので表中には示していない。熱延板において、本実験のようにスラブ加熱温度が 1200°C の場合は低 Mn 鋼では P 量によらず TiS が観察されるが、スラブ加熱温度を 1050°C にすると、析出物は $Ti_4C_2S_2$ に変化していた。一方 Mn が多い鋼では、粗大な MnS と微細な TiC が析出しており、析出物の種類はスラブ加熱温度の影響を受けない。

冷延板に 800°C × 2 h の焼鈍を施した後は、高 P 鋼では前述のように $FeTiP$ が析出し、それ以外の Ti 系析出物は減少する。低 P 鋼では、Mn が低い場合 $Ti_4C_2S_2$ と TiC が、Mn が多い場合 TiC が析出する。表中にはこの他にも観察された少量の析出物も記載しているが、低 P (0.01%) 鋼でも粒界に $FeTiP$ が観察された。

Mn と $FeTiP$ の析出との関係をより詳細に調べるため、350°C 巻取りの鋼 4 と鋼 6 相当の熱延板を 600°C から 800°C に加熱し 1 h 保持し析出物を抽出レプリカにより観察した。700°C × 1 h 焼鈍した熱延板の電顕写

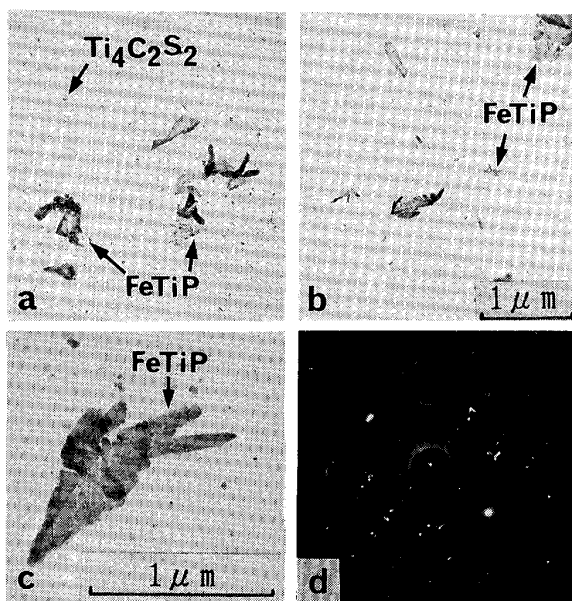
Table 2. Precipitates observed in 0.04% Ti steels as hot rolled or as cold rolled and annealed at 800°C for 2h.

	0% Mn	1.4% Mn
<u>As hot rolled</u> 0.01~0.08% P	TiS $Ti_4C_2S_2$ *	MnS+〈TiC〉
<u>HR-CR-Annealed</u> 0.01% P	$Ti_4C_2S_2$ +TiC	(Mn, Ti)S+TiC +〈FeTiP〉
0.08% P	FeTiP +〈 $Ti_4C_2S_2$, TiC〉	MnS+FeTiP +〈TiC〉

Slab heating: 1200°C, 30 min CT: 350°C

*: When slab heating temperature is 1050°C

〈 〉: Observed but a few



a : Steel 4(Ti-P) b, c : Steel 6(Ti-Mn-P)
d : Diffraction pattern of c

Photo. 4. TEM micrographs of hot rolled steels coiled at 350°C and heated at 700°C for 1h (Extraction replica).

Table 3. Ti-compounds observed in 0.04% Ti-0.08% P steels hot rolled and heated at various temperatures.

	Steel 4 (0%Mn)	Steel 6 (1.4%Mn)
As hot rolled	TiS	TiC
600°C, 1h	TiS+Ti ₄ C ₂ S ₂	TiC+FeTiP
700°C, 1h	Ti ₄ C ₂ S ₂ +FeTiP	FeTiP
800°C, 1h	FeTiP	FeTiP

真の例を Photo. 4 に、Ti 化合物の種類焼鈍温度による変化を Table 3 に示す。低 Mn 鋼では析出していた TiS の一部は 600°C 以上の熱処理によりいったん Ti₄C₂S₂ に変化した後 FeTiP が析出する。一方高 Mn 鋼では FeTiP の析出は 600°C から起りかつ微細である。また 600°C あるいは 700°C で析出した FeTiP はいずれの Mn 量でも Photo. 4c に示すように薄片状で回折像ではスポットはいくつかの方向に伸びているものが多かった。

このように高 Mn 高 P, Ti 添加鋼で高 r 値が得られたのは冷間圧延後の焼鈍中に FeTiP が析出し再結晶集合組織の形成に影響を及ぼした可能性がある。

4. 考 察

4.1 Ti 添加鋼中の析出物について

金子らにより報告されている鋼中の炭化物、硫化物お

Table 4. Forming tendency of precipitates in steel.

	← Strong
Carbide	Ti>Nb>V>Ta>W>Mo>Cr>Mn>Fe
Sulphide	Zr>Ti>Mn>Nb>V>Cr>Al>Mo>W>Fe
Phosphide	Mo>Nb>Zr>Ti>V>Cr>W>Ni>Fe
Nitride	Zr>Ti>Al>B>Nb>V>Cr

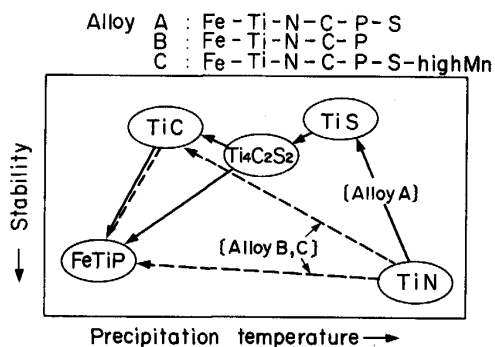


Fig. 7. Schematic illustration of stability and precipitation temperature of Ti compounds in iron alloys.

よびりん化合物の形成傾向⁵⁾を Table 4 に示す。窒化物の形成傾向はその標準生成エネルギーから求めた。表からわかるように、Ti は C, S, P, N との析出物形成傾向がいずれも強い。実用鋼にはこれらの元素が含まれているのでこれら析出物間での優先析出性および鋼中に必ず含まれている Mn との関係が非常に重要である。

本実験で得られた結果から析出物の低温での安定性と析出温度を Fig. 7 に定性的に示す。なお、本実験供試鋼の基本成分 (15ppmC-30ppmN-40ppmS-0.01%P) を Ti 当量に直すと、0.045% Ti に対し N は 0.01%, S は 0.006%, C は 0.006%, P は 0.015% となり、N, S, C, P がいずれも Ti と一原子ずつ結合するとして Ti 当量を合計しても 0.037% で Ti は余る。しかし 0.08% の P を含むと Ti は不足することになる。

高温から冷却する場合を考えると、まず TiN が析出する。これは非常に安定でその後の熱処理により変化しない。本実験のように過剰の Ti が含まれている場合、Mn を含まない鋼 (合金 A) では、スラブ高温加熱 (1200°C) では TiS (Ti : S = 45 : 55) が、低温加熱 (1050°C) では Ti₄C₂S₂ が析出する。このようなスラブ加熱温度と析出物との関係は 0.15% の Mn を含む商用極低炭素 Ti 添加鋼板でも報告されている⁶⁾⁷⁾。さらに低温になると TiC も多少析出するが 600~800°C に長時間保持することにより FeTiP が析出する。

黒沢ら⁸⁾は 0.01%C-0.14%Mn-0.014%P-0.16%Ti の極低炭素 Ti 添加鋼中の Ti-P 化合物は本結果と同様

700°C から 800°C で 1 h の保持で最も多量に析出すると報告している。ただし彼らはその化合物の組成は $Fe_{0.4}Ti_{1.2}P$ であったとしており、本実験で得られた 3 元素等量の析出物とは異なっている。

BRUN ら⁴⁾ は 0.01%C-0.1%Ti-0.002%S の組成で Mn および P 量がそれぞれ 0.11 と 0.55% および 0.002 と 0.07% に異なる鋼の熱延板中の析出物を観察し、Mn 添加は TiC の析出を抑制すること、750°C × 2 h の高温巻取りをすると高 P 鋼では (Ti, Fe) P が析出することを報告している。しかし、(Ti, Fe) P の結晶構造やこの析出に及ぼす Mn の影響については言及していない。

一方、S を含まない鋼 (合金 B) や Mn を多量に含む鋼 (合金 C) では TiS や $Ti_4C_2S_2$ の形成は無く、直接あるいは TiC を形成してから $FeTiP$ が形成される。TSUNOYAMA ら⁷⁾ は S 量が著しく少ない場合 Ti の硫化物を形成しないため Ti 炭化物の析出が遅れると報告しているが、Mn 添加で S を MnS として析出させた場合も同様である。

Fig. 2 にて Mn の増加により時効指数 (AI) が増加したが、これは MnS の形成により $Ti_4C_2S_2$ の析出が抑制されたためと思われる。また P の増加による AI の増加は、 $FeTiP$ の形成により $Ti_4C_2S_2$ および TiC 形成のための有効 Ti 量が減少したためと理解される。

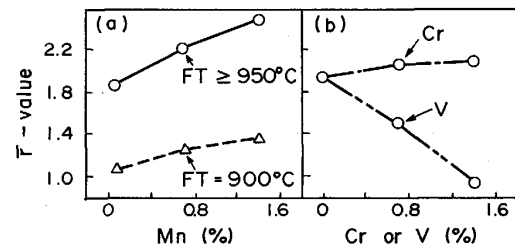
以上のように $FeTiP$ は少なくともフェライト域ではかなり安定な析出相であり、一方析出反応は遅いため、熱延後の急冷により溶体化され、冷間圧延後の焼鈍の加熱過程で微細に析出する可能性がある。これに対し、 TiS は Mn の少ない鋼では高温で形成されるが不安定で低温では $Ti_4C_2S_2$ に変化しやすい。

4.2 集合組織形成における Mn の役割

本実験において Ti と P の他に Mn 量を増すと r 値が著しく向上した。鋼中の Mn の作用には固溶 Mn そのものの効果他に次の三つが考えられる；① γ - α 変態温度を下げる、②炭素との親和力により Mn-C ダイポールを形成する⁹⁾、③ MnS を形成する。

Fig. 1 に示すように Mn の多い鋼では熱延板の結晶粒径が小さくなっていたのは①の作用の結果であろう。冷間圧延前の結晶粒径が小さいほど r 値が向上することは良く知られており、本研究における Mn の効果もこの変態温度を下げ冷延前の粒を細粒化する作用が寄与している。

冷間圧延前の粒径を小さくしてかつ揃えるため、鋼 4, 5, 6 を仕上げ温度 900°C 前後で熱間圧延を行い、本実験と同様の冷間圧延と急速加熱短時間焼鈍後の r 値



0.045%Ti-0.08%P Heating rate:10°C/s

Fig. 8. Effects of finish hot rolling temperature and Cr or V contents on r -values of steels cold rolled and annealed at 820°C.

を測定した。この結果を Fig. 8 (a) に示す。Mn 量の増加により熱延板の粒度番号は 7.6, 7.8, 8.5 とあまり変化しなかったが、 r 値は連続的に上昇している。 r 値のレベルが低いのは熱延時にフェライトが一部形成され圧延されていたためである。

次に②の作用を調べるため、Mn と同等に C と親和力のある Cr および V を極低炭素 Ti-0.08%P 鋼に添加し冷間圧延および焼鈍後の r 値を測定した。この結果を Fig. 8 (b) に示す。Cr 添加による r 値の上昇は小さく、また V の添加によっては r 値が低下している。すなわち Cr, V には Mn と同等な作用は認められない。

これらの結果より Mn 添加による r 値向上の原因として①による冷延前のフェライト粒の細粒化の効果は考えられるがそれだけでは十分でなく、また②の Mn と C との相互作用の効果は考えにくい。したがって、③の MnS 形成作用により Mn が Ti の硫化物形成を抑制し、その結果 $FeTiP$ の析出状況を変え r 値を向上させた可能性がある。

前述したように、Mn は TiS および $Ti_4C_2S_2$ の生成を抑え有効 Ti 量を増やし $FeTiP$ を生成させやすくするであろうことは容易に推測される。また Ti の硫化物から $FeTiP$ が生成するとすれば、Mn の少ない鋼では $FeTiP$ の析出物は、高温で粗大に生成した Ti 硫化物の分布の影響を受け、粗に分布すると推測される。Photo. 3 および 4 で Mn 量により $FeTiP$ の析出状況が異なっていたのはそのためであろう。このように Mn は冷延前の結晶粒径を小さくするだけでなく焼鈍中の $FeTiP$ の析出状態を変え、 r 値に好ましい再結晶集合組織を形成させる役割を果たしたものと思われる。

4.3 $FeTiP$ による再結晶集合組織制御

従来のいわゆる「途中析出型」冷延鋼板では加熱速度が遅い方があるいは最適の加熱速度で再結晶時に $\{111\} <011>$ 成分が発達し $\{100\}$ や $\{110\}$ 成分が減少する。この理由には諸説があるが、ひとつには本来優先的に再

結晶する $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位の再結晶を AlN クラスターが選択的に抑制し $\{111\}$ を発達させるためとされている¹⁰⁾。従って $\{110\}$ 方位の再結晶に間に合うように AlN を生成させるため低速加熱焼鈍が良い。

これに対し今回の結果は急速加熱焼鈍の方が $\{111\}$ の発達に望ましいので、再結晶集合組織制御の機構は従来の鋼板とは異なる。BRUN ら⁴⁾ は、この急速加熱の方が r 値が向上する理由として、りん化合物が析出する前に再結晶を完了させるためとしているが、これだけでは高 Mn 高 P 鋼の非常に高い r 値を説明できない。FeTiP は、 $\{111\}$ および $\{554\}$ 成分の発達に対し、抑制する作用だけでなく条件により促進する作用を持っていると思われる。

著者らは極低炭素 Ti 添加鋼では焼鈍時固溶炭素が著しく少ないので本来 $\{110\}\langle 001\rangle$ は再結晶しにくく、一方 $\{100\}$ 成分は「その場再結晶」により歪みを解放しやすい状況にあると考えている¹⁰⁾¹¹⁾。この場合には $\{110\}\langle 001\rangle$ の再結晶抑制はそれほど重要ではなく、 $\{100\}$ など冷延マトリックス中に多量に存在し再結晶しにくい方位の歪み解放が重要である。析出物がこれらの方位の歪み解放を抑制すれば先に再結晶した $\{554\}\langle 225\rangle$ あるいは $\{111\}\langle 112\rangle$ 成分がより発達する可能性がある。すなわち高 Mn 高 P、Ti 添加鋼を低速加熱焼鈍すると再結晶の初期から FeTiP の析出物があるため集合組織は発達しないが、急速加熱焼鈍した場合には、再結晶の後期のみ FeTiP が微細析出する可能性があり、その結果高い r 値が得られるものと推測される。このような推測に立てば、Fig. 6 の高 P 鋼で $\{222\}$ 成分強度が極大を示す加熱速度が存在するはずである。 $\{200\}$ や $\{110\}$ 成分には極小を示す加熱速度があるようであるが不明確である。検証には、さらに詳細な実験が必要である。

5. 結 言

極低炭素 Ti 添加鋼をベースに Mn, P, Ti, Nb 量を変えた鋼を溶製し冷間圧延、焼鈍後の r 値および再結晶集合組織を調査した。以下の結果が得られた。

1) 極低炭素 Ti 添加鋼に 1.4% の Mn と 0.08% の P を添加し、熱延後低温巻取り、冷延後急速加熱焼鈍をすることにより r 値が著しく向上する。再結晶集合組織の主方位は $\{554\}\langle 225\rangle$ および $\{111\}\langle 112\rangle$ である。

2) Ti と P が共存していると、再結晶集合組織は従来鋼板とは異なる焼鈍加熱速度依存性を示し、急速加熱の方が再結晶粒が大きく $\{222\}$ 成分が増加し、 $\{200\}$ および $\{110\}$ 成分が減少する。

3) Nb の添加では Ti と同様な上記の効果は認められない。

4) 析出物の調査によると Ti, P 添加鋼では FeTiP が 600~800°C の熱処理によって析出する。Mn は MnS の形成により TiS および $Ti_4C_2S_2$ の形成を抑え FeTiP を微細に析出させる作用がある。

5) 高 Mn 高 P の Ti 添加鋼では少量の歪み時効を示すが上記 MnS および FeTiP の析出による $Ti_4C_2S_2$ および TiC 形成抑制の結果と考えられる。

6) 高 Mn 高 P の Ti 添加鋼の急速加熱焼鈍で高 r 値が得られる理由は、冷延組織の再結晶過程の初期では FeTiP が析出せず、 $\{111\}$ や $\{554\}$ 成分の再結晶が完了した後に微細析出しそれら再結晶粒を優先的に発達させるためと思われるが、さらに検証が必要である。ここで、Mn は熱延板の細粒化と上記 FeTiP を有効微細析出させ r 値を上げる作用があると推測される。

7) 本研究の結果、実用的には引張強度が 400 MPa 前後で従来にない高 r 値の鋼板が連続焼鈍法にて得られることが明らかになった。

終わりに本研究をまとめるに当たり阿部秀夫東京大学名誉教授(住友金属工業顧問)に有益な助言、御指導をいただいた。ここに感謝の意を表します。

文 献

- 1) 福田宣雄, 清水峯男: 塑性と加工, 13 (1972), p. 841
- 2) 松岡 孝, 高橋政司: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1134
- 3) 寺崎富久長, 金子輝雄: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1674
- 4) C. BRUN, P. PATOU and P. PARNIERE: Metallurgy of Continuous-Annealed Sheet Steel, Proc., ed. by B. L. BRAMFITT and P. L. MANGONON, Dallas, Texas (1982), p. 173 [AIME]
- 5) 金子秀夫, 西沢泰二, 玉置維昭: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 159, 27 (1963), p. 299
- 6) 高橋延幸, 佐柳志郎, 田口 勇, 早川 浩, 河野 彪: 鉄と鋼, 71 (1985), S1361
- 7) K. TSUNOYAMA, K. SAKATA, T. OBARA, S. SATOH, K. HASHIGUCHI and T. IRIE: Hot and Cold Rolled Sheet Steels, Proc., ed. by R. PRADHAN and G. LUDKOVSKY, Cincinnati, Ohio (1987), p. 155
- 8) 黒沢文夫, 田口 勇, 松本龍太郎: 日本金属学会誌, 44 (1980), p. 539
- 9) 阿部秀夫: 低炭素鋼板研究委員会報告書(日本鉄鋼協会編)(1987), p. 203
- 10) 岡本篤樹: 東京大学学位論文(1983)
- 11) 岡本篤樹: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 1906