

高炭素冷延鋼板の材料特性に及ぼす黒鉛,
セメントタイトの影響福 井 清*・岡 本 篤 樹*²Effect of Graphite, Cementite on Mechanical Properties of Cold
Rolled High Carbon Steels

Kiyoshi FUKUI and Atsuki OKAMOTO

Synopsis :

Either ferrite-cementite or ferrite-graphite mixed microstructure was developed after cold rolling and annealing in 0.65%C steels containing different amounts of Mn and Cr. These steels were again cold rolled and annealed in order to examine the effect of the kind of 2nd phase on the recrystallization process, texture development and the mechanical properties after annealing.

In the ferrite-cementite steel, recrystallization started at a lower temperature, but the ferrite grain growth was limited. The {111} and {100} textures formed by cold rolling were maintained even after the completion of the primary recrystallization and finally a sharp {111} <112> recrystallization texture was obtained. Whereas, in the ferrite-graphite steel, recrystallized grains grew markedly with large decreases of the {111} and {100} texture components, finally forming rather random texture after recrystallization. The difference in the recrystallization process was thought to be caused by differences in the volume fraction and the distribution of the second phase. The mean r -value after full annealing was high in both steels, but the planer anisotropy of the r -value was inverse. The high r_{45} -value obtained in ferrite-cementite steel could be attributed to the strong {111} <112> plus {100} <011> texture.

Key words : high carbon sheet steel ; graphitization ; recrystallization texture ; distribution of the second phase ; r -value ; planer anisotropy.

1. 緒 言

低炭素冷延鋼板は自動車のパネルなどにプレス成形して多量に使用されるため、その深絞り性を向上させるための研究が多くなされている¹⁾。しかし、冷延高炭素鋼板の深絞り性の向上についてはほとんど研究されておらず、その再結晶集合組織については BYRNE²⁾³⁾らによる研究があるにすぎない。この理由は、高炭素鋼板では強い集合組織が発達しにくいと考えられ、深絞り性の向上への期待が薄いためであろう。しかし、冷延高炭素鋼板においても、特殊な形状へのプレス成形が要求される場合があり、その深絞り性の向上が求められてきている。

以前に、著者の一人は、P, S を低減した低炭素 Al キルド鋼を冷延後 600~650°C で焼鈍すると焼鈍時にセメントタイトの黒鉛化が生じて鋼板の強度が低下し、伸びが向上すると報告している⁴⁾⁵⁾。本研究はこの黒鉛化を

冷延高炭素鋼板に利用し、その加工性の向上を図るとともに、冷延高炭素鋼板の再結晶挙動、集合組織および機械的性質に対して第2相、すなわちセメントタイト相あるいは黒鉛相の与える影響について検討を行ったので報告する。

2. 実 験 方 法

2.1 供試鋼

供試鋼はいずれも 50 kg の高周波真空炉で溶製したもので、化学組成を Table 1 に示す。基本組成は C を

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

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Sol. Al	N
C	0.61	0.21	0.14	0.001	0.002	0.24	0.089	0.0055
G	0.65	0.20	0.14	0.001	0.003	Tr.	0.097	0.0045
C*	0.65	0.20	0.74	0.021	0.005	0.19	0.092	0.0043
G*	0.66	0.20	0.17	0.021	0.005	Tr.	0.090	0.0044

昭和 63 年 11 月本会講演大会にて発表 平成元年 11 月 13 日受付 (Received Nov. 13, 1989)

* 住友金属工業(株)鉄鋼技術研究所 (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 (現:住友金属工業(株)研究開発本部) 工博 (Iron & Steel Research Laboratory, Now Research and Development Division, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

0.65%含有するAlキルド高炭素鋼で、鋼Gは黒鉛化を目的に商用高炭素鋼より低Mn、極低P、極低Sの組成とし、一方、鋼Cは黒鉛化の抑制を目的としてCrを0.24%添加している。この他に考察の目的で一般実用鋼レベルのP量でMnとCr量の異なる鋼C*、G*も準備した。

鋼塊を15mm厚まで熱間鍛造した後、1100°C、30min加熱し、3パスの圧延で仕上げ温度850°Cにて5.5mm厚に熱延を実施した。熱延後は巻取りを模擬するため600°Cまでスプレー冷却し、600°Cの炉中に投入し、1h保持した後、室温まで20°C/hで徐冷した。これら熱延板の両面を機械研削して4.0mm厚に仕上げた後、Fig. 1に示すように50%の圧下率で2.0mm厚まで冷延し、乾燥Ar雰囲気中にて670°C、24hの1次焼鈍を行った。この時の加熱、冷却速度は、箱焼鈍を模擬するため40°C/hとした。後述するようにこの焼鈍で鋼Gは主としてフェライトと黒鉛の2相組織、鋼Cはフェライトとセメンタイトの2相組織となった。

これら焼鈍材に対して、さらに65%の圧下率で0.7mm厚まで冷延し、ついでこの冷延板を乾燥Ar中にて680°C、24h均熱する2次焼鈍を行った。この焼鈍も、箱焼鈍を模擬するため加熱、冷却速度を40°C/hとした。

2.2 試験方法

各冷延前の試料と2次焼鈍時の加熱過程および焼鈍完了後の試料について圧延方向に平行な断面について、光学顕微鏡によりミクロ組織を観察した。また2次焼鈍の加熱過程における組織変化については、2段レプリカによる電子顕微鏡観察も行った。

集合組織については、表面より0.175mm(1/4板厚)の位置で{110}、{200}、{211}、{222}の4面について、Mo-K α 線の回折線の積分強度を測定し、ランダム試料強度との比を求め、さらに、一部の試料については{200}極点図の3次元方位解析⁶⁾により集合組織を調査した。この他、再結晶完了温度を調査する目的で、これら試料の{211}、{200}、{222}面回折線プロフィールから I_{min}/I_{max} 法⁷⁾で回折線幅の大きさ(幅広がり指数)を評価した。ここで I_{max} は $K_{\alpha 1}$ の回折線極大強度、 I_{min} は $K_{\alpha 1}$ 、 $K_{\alpha 2}$ 回折線間の極小強度の値である。

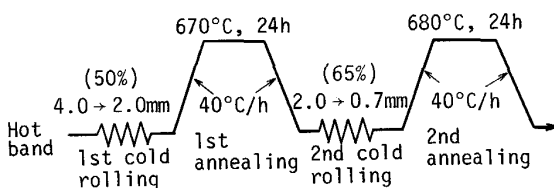


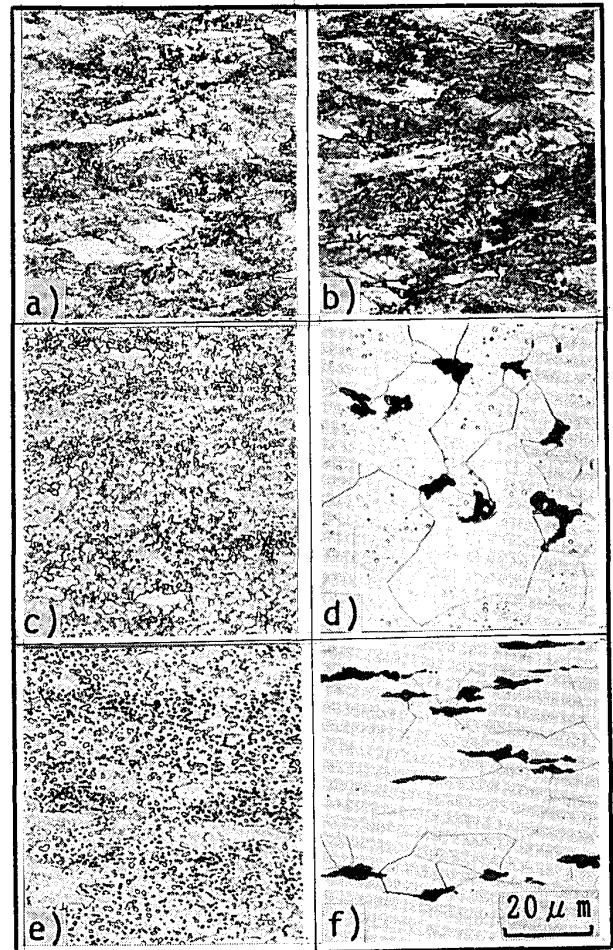
Fig. 1. Processing.

2次焼鈍後の冷延鋼板の機械的性質については、圧延方向に対して0°、45°、90°方向のJIS5号引張試験片を採取して測定を行った。 r 値は20%伸びでの幅縮みから求め、 \bar{r} 値(3方向平均値)は $(r_0 + 2 \cdot r_{45} + r_{90})/4$ 、 Δr 値(面内異方性)は $(r_0 - 2 \cdot r_{45} + r_{90})/2$ で求めた。

3. 実験結果

3.1 ミクロ組織の変化

Photo. 1に1次、2次冷延前、および2次焼鈍後の光顕ミクロ組織を示す。1次冷延前においては各鋼共に微細なフェライト-パーライト混合組織であった。2次冷延前においては鋼Gは、一部セメンタイトの残留が認められるものの、主にフェライト-黒鉛の2相混合組織となっていたのに対し、鋼Cはフェライトと微細な球状セメンタイトの2相混合組織となっていた。2次冷



a) Steel C (Prior to 1st CR) b) Steel G (Prior to 1st CR)
c) Steel C (Prior to 2nd CR) d) Steel G (Prior to 2nd CR)
e) Steel C (After 2nd annealing) f) Steel G (After 2nd annealing)

Photo. 1. Optical micrographs of steels prior to 1st and 2nd cold rolling process and after 2nd annealing.

延及び 680°C, 24 h 焼鈍後の組織は鋼 G ではセメンタイトが完全に消失し、フェライト-黒鉛の 2 相混合組織となっており、この時の黒鉛組織は冷延により扁平化した形態を示している。一方、鋼 C はフェライトと微細な球状セメンタイトの 2 相混合組織のままである。この時のフェライト平均結晶粒径は鋼 G では約 20 μm であり、鋼 C では約 2 μm であった。なお鋼 C におけるセメンタイトの体積分率は C 含有量より 9.7% と計算される。一方、フェライト-黒鉛の 2 相混合組織の場合は、黒鉛の体積分率は 3.0% と計算される。

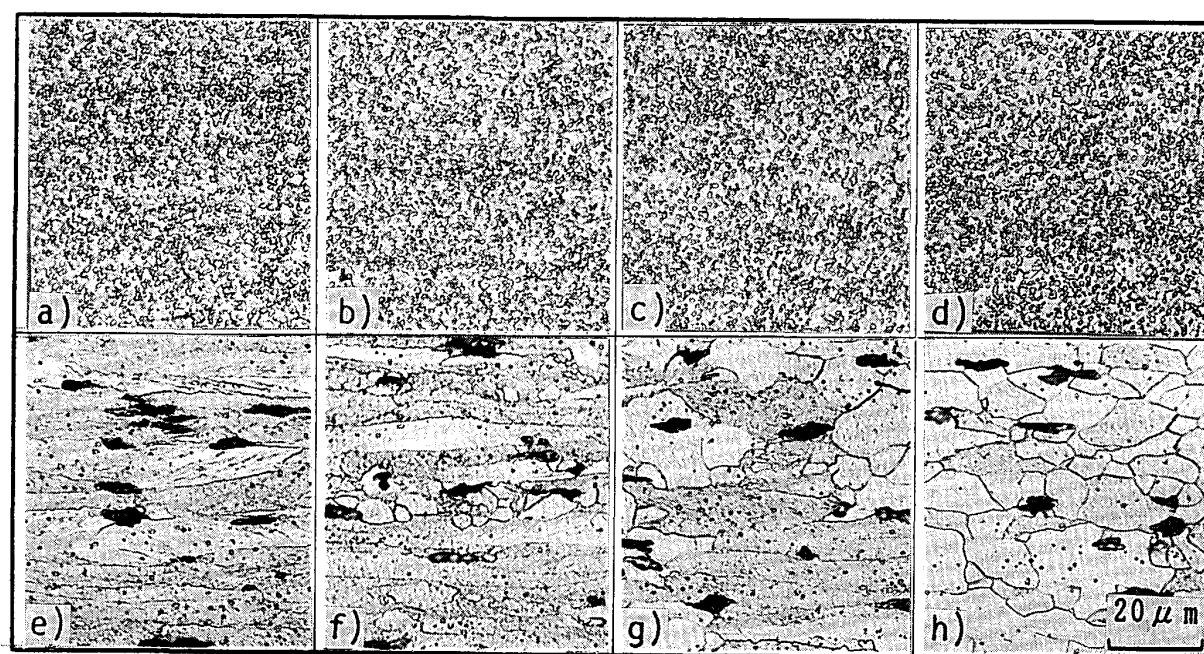
つぎに 2 次冷延後の焼鈍の加熱過程における光顕ミクロ組織を Photo. 2 に示す。特に鋼 C においては光顕に

よる再結晶粒の観察が困難であるので、2 段階レプリカ法による電顕組織を Photo. 3 に示す。

鋼 G は 520°C において加工組織の中より再結晶粒が形成され始め、540°C ではほぼすべて再結晶組織となる。これに対して、鋼 C は Photo. 3 からわかるように 500°C より再結晶粒が観察され始め、520°C でほぼすべて再結晶組織になっており、再結晶の開始および完了温度はともに鋼 G よりも約 20°C 低い。

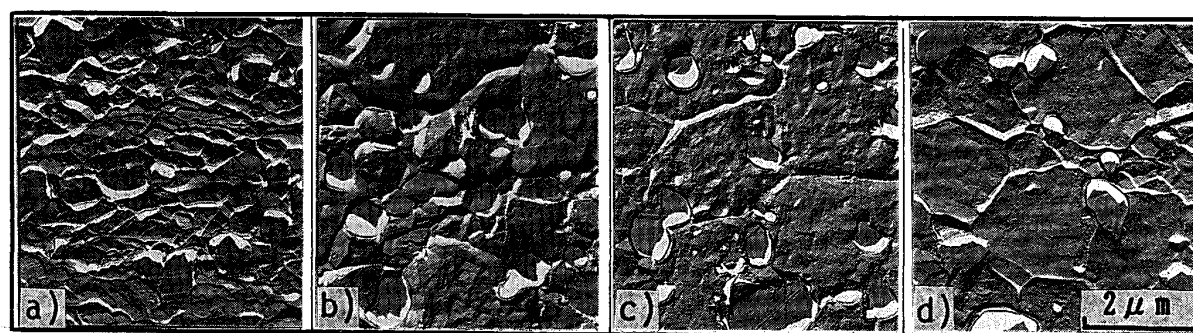
3.2 冷延板及び焼鈍板の集合組織

2 次焼鈍過程における主要方位の回折 X 線幅広がり指数 (I_{min}/I_{max}) の変化を Fig. 2 に示す。各回折線幅広がり指数は冷延状態では鋼 G より鋼 C の方が大きい



a) Steel C, 480°C b) Steel C, 500°C c) Steel C, 520°C d) Steel C, 540°C
e) Steel G, 480°C f) Steel G, 500°C g) Steel G, 520°C h) Steel G, 540°C

Photo. 2. Optical micrographs of steels heated to various temperatures after 2nd cold rolling (Heating rate : 40°C/h).



a) 480°C b) 500°C c) 520°C d) 540°C

Photo. 3. Electron micrographs of steel C heated to various temperatures after 2nd cold rolling (2 stage replica, heating rate : 40°C/h).

焼鈍温度が上昇すると鋼Cの方が早く低下する。鋼Cで回折線幅広がり指数が冷延状態で大きいのは、鋼Gより大きな格子歪みが加工により与えられた結果と思われる。

この時の回折X線積分強度比の変化を Fig. 3 に示す。

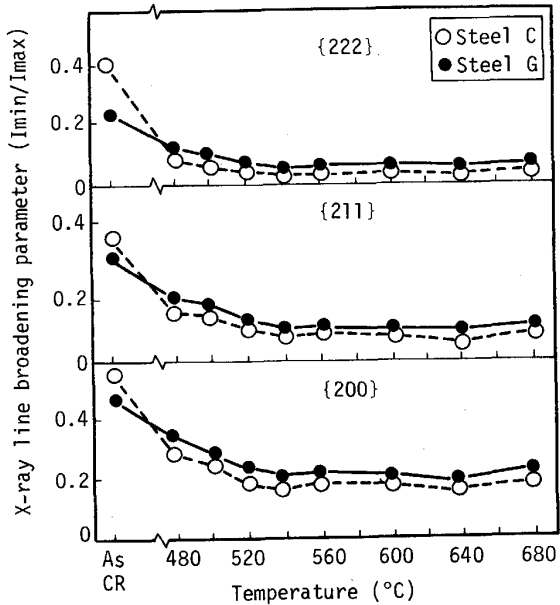


Fig. 2. Changes in X-ray line broadening parameter during heating after 2nd cold rolling.

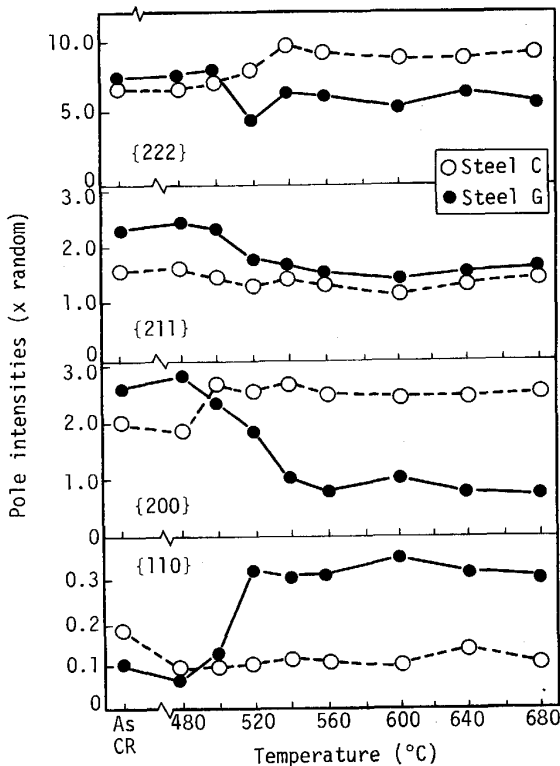


Fig. 3. Changes in X-ray pole intensities during heating after 2nd cold rolling.

冷間圧延前の状態では、鋼Gは鋼Cに比べ{222}、{200}方位成分が弱く、{110}方位成分が強くなっている。すなわち冷延前では鋼Cよりもランダムに近い集合組織を示していたが、冷間圧延により、鋼Gは鋼Cに比べ集合組織がよく発達したものとなる。また再結晶開始後、鋼Gでは{222}、{200}の低下、{110}の増大といった低炭素鋼⁸⁾とよく似た変化を示すのに対し、鋼Cでは冷間圧延で発達した{222}、{200}方位成分が再結晶後も維持され、またより強くなっている。

次に2次冷延後および2次焼鈍後の集合組織の3次元方位分布の $\phi = 45^\circ$ 断面を Fig. 4 に示す。このとき冷延状態での集合組織は、鋼G、鋼C共にRD \parallel $\langle 011 \rangle$ 方位群とND \parallel $\langle 111 \rangle$ 方位群からなる集合組織であり、このうち特に{111} $\langle 112 \rangle$ 方位が強い。また鋼Cでは

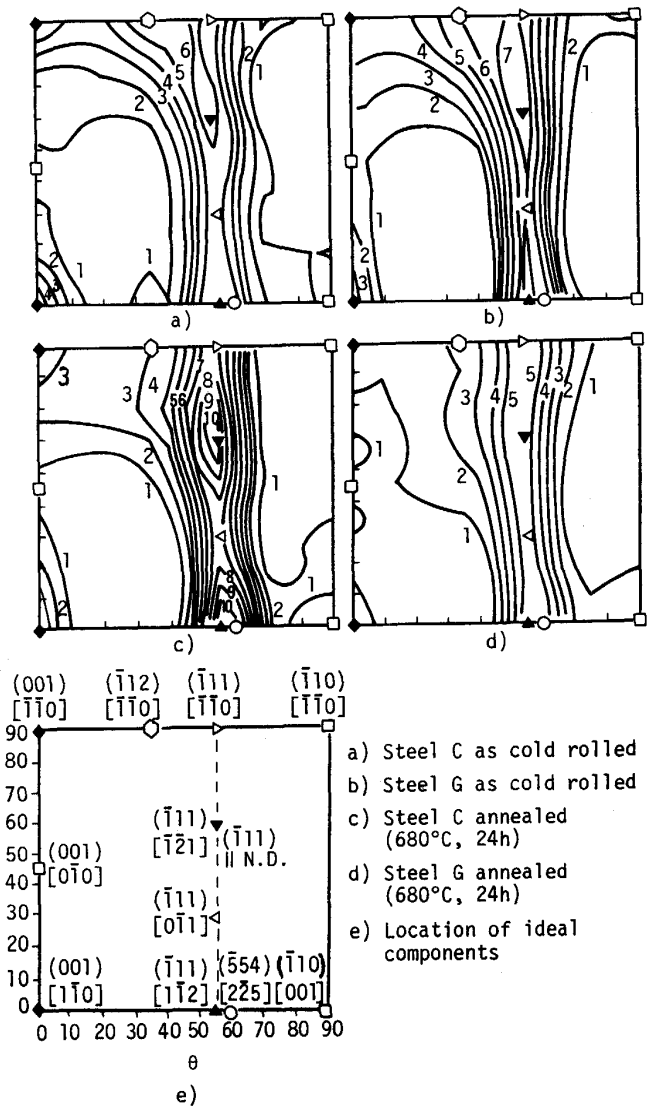


Fig. 4. Crystallite orientation distribution on $\phi = 45$ deg. section for steels, as cold rolled or as annealed at 680°C for 24 h.

{100}<011>方位も多少強い特徴があり、このような結果は回折X線積分強度比の変化にも示されている。また680°C, 24hの2次焼鈍後には、鋼GではND∥<111>方位群はやや残るが、かなりランダムとなるのに対して、鋼Cでは{111}<112>方位成分が冷延状態よりもさらに高く、また{100}<011>も冷延状態よりも多少低下するが、鋼Gよりもまだ高い値を示している。

3.3 焼鈍板の機械的性質に及ぼす第2相の影響

2次焼鈍後の鋼C、鋼Gの機械的性質に及ぼす第2相の影響をFig. 5に示す。

r 値は、平均値では鋼G、鋼Cともあまり変わらないが、面内異方性は逆に鋼Gでは通常の低炭素鋼と同様 $r_{90} > r_0 > r_{45}$ であるが、鋼Cでは $r_{45} > r_{90} > r_0$ となっている。このように鋼Cは45°方向の r 値が高いため平均の r 値は意外と高い。

伸びは、鋼Gでは第2相が黒鉛化することで大きく向上する。ただ、この場合も面内異方性については r 値と同様に鋼CとGで異なる。また降伏伸びは鋼Cの方が鋼Gよりも大きい。これは、第2相が異なる以外に鋼Cのフェライト粒径が非常に微細なことが原因していると考えられる。平均降伏強度、平均引張強さともに、鋼Gは鋼Cよりも小さくなり、第2相の黒鉛化およびフェライト結晶粒径の粗大化による軟質化傾向が認められる。

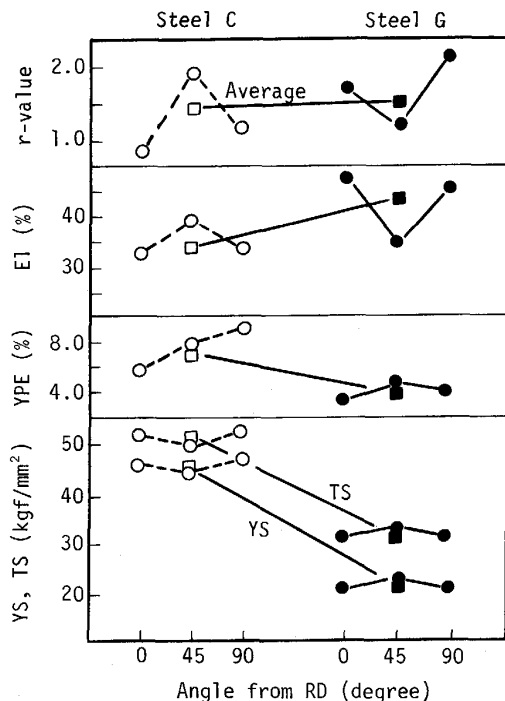


Fig. 5. Tensile properties of steels comprised of different 2nd phases after 2nd annealing at 680°C.

4. 考 察

4.1 再結晶集合組織に対する第2相の影響

セメンタイトの黒鉛化のメカニズムはこれまでもSiやNiを多量に添加した鋼において報告されている⁹⁾¹⁰⁾。著者の一人の研究⁴⁾⁵⁾によると、鋼が冷間加工されるとセメンタイト粒内またはセメンタイト-フェライト間にポイドが形成され¹¹⁾、P, S含有量が著しく少なく、かつMn, Cr等の黒鉛化阻害元素の量が少ない場合、適当な焼鈍温度においてそれらポイド中に黒鉛が析出すると考えられている。

本実験では、この冷間圧延と焼鈍によりいったん第2相を黒鉛あるいはセメンタイトとして析出させた後、冷間圧延および焼鈍過程での集合組織の変化について調査を行ったものである。このため冷延前の状態での集合組織は、鋼Gと鋼Cでは集合組織に差があるが、ここでは冷間圧延及び焼鈍過程での集合組織に与える第2相の差異の影響が大きいと考えて本結果を考察する。

鋼Cにおける冷間圧延および再結晶焼鈍後の2段レプリカ写真および模式図をPhoto. 4に示す。フェライト、セメンタイトおよび黒鉛の硬度を比較した場合、セメンタイトはHB=820 (HV=950)で¹²⁾フェライト、黒鉛に比べ著しく硬度が高い。HUMPHREYS¹³⁾は硬度の異なる第2相が存在する鋼を冷間圧延した後加熱すると、フェライト-第2相界面から優先的に再結晶が生じるとしている。したがって第2相がセメンタイトの場合、冷間圧延時フェライトとセメンタイトの変形に差が生じ、それらの界面近傍のフェライトには高い歪みが蓄積されるものと考えられる。これに対し、第2相が黒鉛の場合、黒鉛の硬度がフェライトより低いことから、上記のような高歪み域は生じないと考えられる。このような第2相-フェライト界面でのフェライト歪みの相違により、鋼Cと鋼Gでは、再結晶挙動が異なり、鋼Cでの冷間圧延後の回折線幅広がり指数は大きく、低い温度から再結晶が開始、完了したものと思われる。

また冷間圧延集合組織は鋼Cの方が発達弱い傾向にある(Fig. 4 a, b))が、これは鋼Cの場合、異相近傍でのマトリクスでは、歪みの連続性を保つために多重すべりが起こり、結晶方位変化が起こりにくいためと考えられる。

再結晶時の集合組織の発達にはフェライトの粒成長性が特に大きな影響を及ぼしている。鋼Gでは、第2相が粗大かつ粗に分散した黒鉛であるためフェライトの粒成長が容易であり、低炭素鋼と同様に、先に再結晶した{110}方位粒が他方位の加工組織を蚕食し成長し得

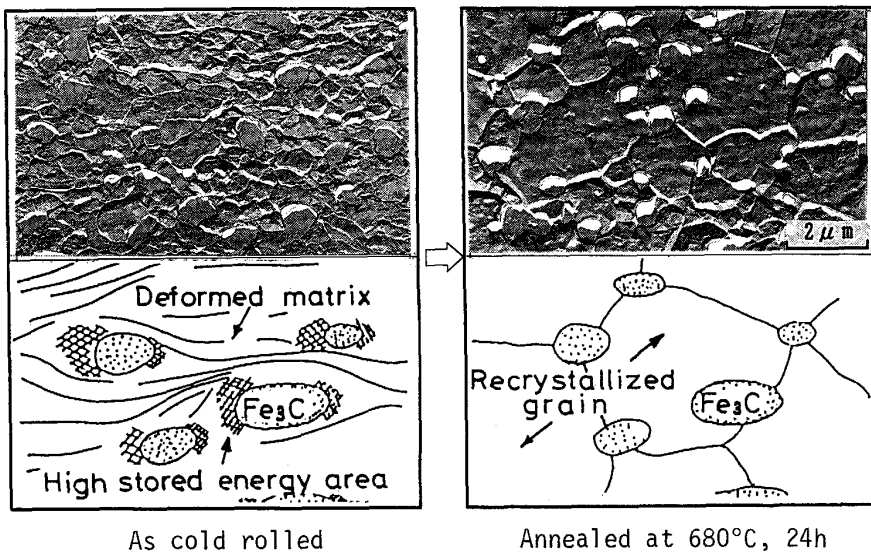


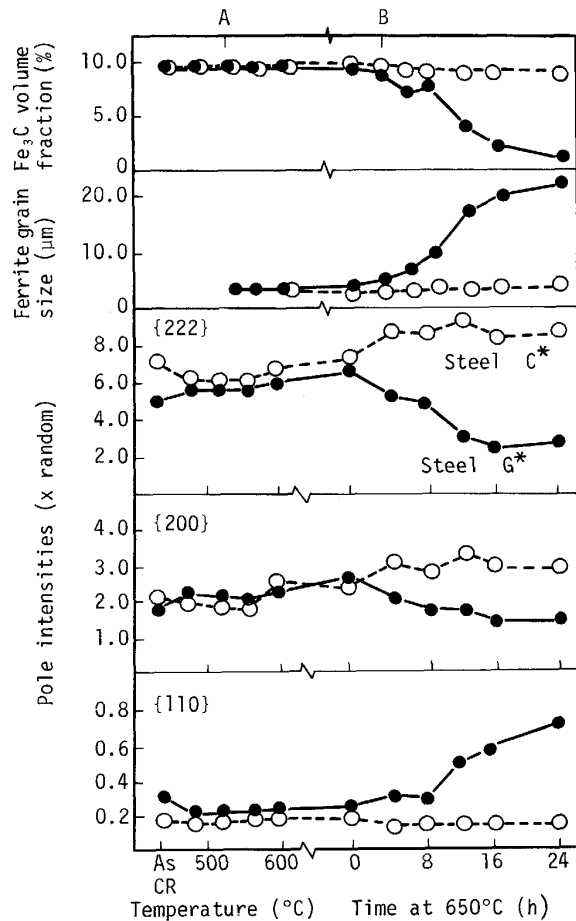
Photo. 4. Electron micrographs (2 stage replica) and their schematic illustrations of steel C after 2nd cold rolling and after annealing (heated 680°C, 24 h).

る。この結果 {200}, {222} 方位成分は再結晶により弱くなる。これに対して鋼 C のように微細かつ多量のセメンタイト粒子が存在する場合, ONEL¹⁴, ZENER¹⁵, GLADMAN¹⁶, 西沢¹⁷ が報告しているように, 第 2 相であるセメンタイトがフェライト粒成長を抑制するものと考えられる。

このセメンタイト粒子によるフェライト粒成長抑制のために {110} 方位の再結晶核が形成されたとしても, それがお方位の加工組織を蚕食して成長することができず, 冷間圧延で形成された {222}, {200} 方位成分がその場 (*in-situ*) 再結晶¹⁸) により歪みを解放し, そのまま再結晶組織として発達する傾向が強いと考えられる。

その場 (*in-situ*) 再結晶については, 析出物を多量に含む金属, および C, N 量の著しく少ない鋼でも提案されている¹⁹⁾²⁰⁾ が, ここに示した微細なセメンタイトを多量に含む鋼においては {200} 成分の減少はなく, むしろ増加するため, 従来のその場再結晶とも異なるものである。

このセメンタイトによるフェライトの粒成長粗止効果および再結晶集合組織への影響をより詳細に調べるため, 焼鈍均熱中にセメンタイトが黒鉛に変化する状況下での実験を行った²¹). Table 1 に示す一般冷延高炭素鋼板と同じ Mn, P 組成 (Mn = 0.74%, P = 0.021%) の鋼 C* と, 鋼 G に対して P を一般冷延高炭素鋼板と同水準 (P = 0.021%) に増大した鋼 G* を準備し熱延後 50% の圧下で冷延し, ついで 40°C/h の加熱・冷却速度で 670°C, 24 h 均熱する焼鈍を行った。この時の集合組織の変化を Fig. 6 に示す。これら 2 種の鋼は冷延前はフェライト-セメンタイト 2 相組織であり, 鋼 G* でのみ焼鈍の均熱過程において黒鉛化が進行するような成



A : Start of recrystallization in steel C* and G*
 B : Start of graphitization in steel G*
 Fig. 6. Changes in X-ray pole intensities of steels during annealing.

分となっている。

冷間圧延で形成されたフェライトの {200}, {222} 方位成分は, 焼鈍過程において再結晶を起こしても変化し

ない。しかし鋼 G* では焼鈍中の 650°C, 3 h の保持から黒鉛が析出を開始し、セメンタイトの体積分率が減少するとフェライトが粒成長を示す。このとき $\{200\}$, $\{222\}$ 強度の減少, $\{110\}$ 強度の上昇を示すことが確認された。このようにセメンタイトの分散状況がフェライトの粒成長を支配し、かつ粒成長における集合組織の発達に影響していることは明らかとなった。

4.2 成形性に対する第 2 相組織の影響

鋼 G, 鋼 C での第 2 相の差異はフェライトの再結晶挙動に影響を与え、これにより集合組織が異なる。Fig. 5 に示した強度, 延性の差は主に第 2 相の硬度に原因するが, r 値の面内異方性の差異は, この集合組織の差異によるものである。福田らによる単結晶の r 値計算²²⁾によると, $\{111\} \langle uvw \rangle$ 単結晶はどの方向の r 値も高く, 面内異方性は示さないが, $\{100\} \langle 011 \rangle$ 単結晶は, r 値は $0^\circ, 90^\circ$ 方向で $r=0$, 45° 方向で $r=1.0$ を示す。これに対して, $\{110\} \langle 001 \rangle$ 単結晶はすべりの条件により異なるが, 0° 方向で $r=1.0$, 90° 方向で無限大, 45° 方向において最小値を示す。鋼 C では通常の冷延低炭素鋼板と異なり高 r 値でかつ r_{45} の高い面内異方性を示したのは $\{111\} \langle 112 \rangle$ 成分が強い上に, $\{100\} \langle 011 \rangle$ 成分が強く, $\{110\} \langle 001 \rangle$ 成分が弱かったためと思われる。

5. 結 論

高炭素鋼の第 2 相を黒鉛あるいはセメンタイトに変え冷延, 焼鈍し, 再結晶挙動および焼鈍後の機械的性質について調査し, 次のような知見が得られた。

1) 第 2 相がセメンタイトの場合, 再結晶温度は低く再結晶後の粒成長は小さい。これに対し第 2 相が黒鉛の場合, 再結晶粒の成長が大きい。

2) 集合組織は, 第 2 相がセメンタイトの場合, 冷間圧延で形成された集合組織が再結晶を通じてあまり変化せず $\{111\} \langle 112 \rangle$ および $\{100\} \langle 011 \rangle$ 成分の強度が高いものとなる。これに対し黒鉛を第 2 相とした場合は, 再結晶粒の成長により $\{222\}$, $\{200\}$ の強度が大きく低下し $\{110\}$ 強度が上昇して強い集合組織は得られない。

3) この再結晶挙動の差異は, 以下に示す理由により生じるものと考えられる。第 2 相がセメンタイトの場合, 第 2 相の体積分率が大きくかつ多数分散しているために

フェライトの結晶粒成長が抑制され, その場 (*in-situ*) 再結晶をとり, 各面方位の強度が維持されるか, あるいは冷延の主方位成分が成長するものと考えられる。これに対し第 2 相が黒鉛の場合は, 粒成長を阻害する第 2 相の体積分率が少ないため, 再結晶粒の成長が容易であるため低炭素鋼と同様 $\{110\}$ 方位などが $\{111\}$, $\{100\}$ 方位を蚕食して成長するものと考えられる。

4) 焼鈍後の機械的性質については第 2 相がセメンタイトから黒鉛に変化することにより強度・硬さが低下し伸びが向上する他に r 値の面内異方性にも差が生じる。第 2 相がセメンタイトの場合では圧延方向に対して 45° の方向の r 値が最高となるのに対し, 第 2 相が黒鉛の場合では同方向の r 値が最低となり通常の低炭素鋼板と同様の面内異方性を示す。この r 値の面内異方性の差異は得られた再結晶集合組織により説明される。

終わりに, 本研究遂行に際し有益なご意見を賜った東京大学名誉教授阿部秀夫博士に厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) 例えば阿部秀夫: 低炭素鋼板研究委員会報告書 (日本鉄鋼協会編) (1987), p. 203
- 2) M. H. CHANG and J. G. BYRNE: *Met. Sci.*, **17** (1983), p. 475
- 3) A. QUERALES and J. G. BYRNE: *Metall. Trans. A*, **11** (1980), p. 255
- 4) 岡本篤樹: 日本金属学会シンポジウム講演予稿集 (1986), p. 102
- 5) A. OKAMOTO: *Metall. Trans. A*, **20** (1989), p. 1917
- 6) R. J. ROE: *J. Appl. Phys.*, **37** (1966), p. 2069
- 7) 白岩俊男, 寺崎富久長: 住友金属, **23** (1971), p. 54
- 8) 金子輝雄, 寺崎富久長: 鉄と鋼, **58** (1972), p. 1674
- 9) 藤平昭男: 日本金属学会誌, **43** (1979), p. 640
- 10) 末吉秀一, 末永勝郎: 日本金属学会誌, **42** (1978), p. 676
- 11) 井上明久, 小倉次夫, 増本 健: 日本金属学会会報, **13** (1974), p. 653
- 12) 金属術語辞典 (金属術語辞典編集委員会編) (1976), p. 168 [アグネ]
- 13) F. J. HUMPHREYS: *Met. Sci.*, **13** (1979), p. 136
- 14) K. ONEL and J. NUTTING: *Met. Sci.*, **15** (1981), p. 89
- 15) C. ZENER: C. SMITH が *Trans. AIME*, **175** (1948), p. 47 に引用
- 16) T. GLADMAN: *Proc. Roy. Soc.*, **A294** (1966), p. 298
- 17) 西沢泰二: 鉄と鋼, **70** (1984), p. 1984
- 18) 古林英一: 鉄と鋼, **70** (1984), p. 1816
- 19) 松岡 孝, 高橋政司: 鉄と鋼, **61** (1975), p. 2350
- 20) 高橋政司, 岡本篤樹: 鉄と鋼, **64** (1978), p. 2167
- 21) 福井 清, 岡本篤樹: 日本金属学会第 104 回講演概要集 (1989), p. 354
- 22) 岡本豊彦, 白岩俊男, 福田 実: 住友金属, **14** (1962), p. 211