

論 文

UDC 669.14-122.2-415 : 669.293 : 539.22

極低炭素ニオブ添加冷延鋼板の面内異方性におよぼす 熱延後の冷却速度の影響*

赤 松 泰 輔**・坂 本 徹**

田 海 幹 生**・渡 辺 国 男***

Effects of Cooling Rates after Hot Rolling on the Planar Anisotropy of Extremely Low Carbon Niobium Cold Rolled Steel Sheets

Taisuke AKAMATSU, Tetsu SAKAMOTO,
Mikio TAUMI, and Kunio WATANABE

Synopsis:

The effects of the cooling rates after hot rolling on the planar anisotropy of cold-rolled Nb steel sheets with extremely low C ($C \sim 0.004\%$, $Nb \sim 0.12\%$) were examined. The specimens were hot-rolled to 3.2 mm and cooled with various cooling rates; quenching in water, rapid cooling with water spray, air cooling and furnace cooling.

The sheets were cold-rolled to 0.8 mm and annealed at 780°C for 5 hr. The direction of earing at conical cup test varied from diagonal to rolling-transverse according to the decrease of cooling rate after hot-rolling.

To clarify this phenomenon, specimens were exposed in air for several kinds of interval after hot-rolling and quenched in water.

Specimens quenched from γ state showed the earing of diagonal direction and those quenched from α state showed the earing of rolling-transverse direction.

At conical cup test after cold-rolling and annealing, the textures of the sheets of diagonal earing were (554)[225] and those of rolling-transverse directional earing were (111) $[\bar{1}10]$ and (111) $[11\bar{2}]$.

The difference of earing direction can be attributed to the difference of texture formation which is affected by the particle size of precipitated Nb carbonitride in hot-rolled sheets.

(Received Mar. 1974)

1. 緒 言

鉄鋼の諸性質におよぼす Nb の影響としては、細い析出物あるいは固溶体効果による硬化作用など高張力鋼板としての利用であつたように思われる。常温または高温における強度、特に降伏点を高める例として、セミキルド鋼に対して Nb を添加した英国の GLX-W 系の冷延鋼板があり、著者の一人は LPG 容器用薄鋼板を試作し、 $0.15\%C$, $0.28\%Nb$ のセミキルド鋼の冷延焼鈍材で、引張強さ 51.1 kg/mm^2 , 降伏点 39.8 kg/mm^2 , 伸び率 31.0% (いずれも圧延方向の引張り試験値) のものを得ている¹⁾。しかしながら文献を詳細に見れば、C 量の

数倍の添加はかえつて降伏点を低下させる例として、BEEKET ほかの米国特許の中に $0.10\%C$, $0.65\%Nb$ の熱延板で降伏点が約 16.0 kg/mm^2 のものが得られた例があり²⁾、ひずみ時効に対する例として、EDWARDS ほかは 0.025% 以下の C の軟鋼に 0.28% の Nb を添加すれば、 250°C でのひずみ時効は減少し、 0.36% でひずみ時効も降伏点も消失することを報告している³⁾。MORRISON は $0.15\%C$, $0.005\%N$ の軟鋼に 0.15% までの Nb を添加し、焼準または熱延のままで、 100°C におけるひずみ時効は、 $0.10\%Nb$ でかなり減少し、さらに 650°C , 30 min の加熱でひずみ時効はなお減少することを認めている⁴⁾。これらのデータより、Nb を冷延鋼板に添加

* 昭和 49 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 49 年 3 月 8 日受付

** 新日本製鉄(株)製品技術研究所 (Products R & D Laboratories, Nippon Steel Corp., Fuchinobe, Sagamihara 5-10-1)

*** 新日本製鉄(株)堺製鉄所 (Nippon Steel Corp.)

することにより、興味ある特性を付与できることが推測される。

近年、冷延鋼板に炭窒化物生成元素を添加した深絞り性の優れた冷延鋼板の研究が相次いで発表されているが^{5)~12)}、そのなかで特に集合組織の変化について述べたものとして、Goodenow ほかは Ti 添加冷延鋼板の研究で深絞り試験時に 6 つ耳が現われることを報告し、集合組織としては、(111) [12 $\bar{3}$] であろうとしている⁷⁾。これは圧下率のみによつて集合組織が変化するとする考え方である。松岡ほかは Ti 添加冷延鋼板の研究において、スラブ加熱温度によつて集合組織が変化することを認め、析出物サイズの変化を認めている⁸⁾。Nb 関係のものとして秋末ほかは、Nb 添加冷延鋼板の再結晶集合組織に関して、0.003% C, 0.039% Nb の場合、冷延圧下率が 85% 以下の場合 (111) [1 $\bar{1}0$], (554) [22 $\bar{5}$], (111) [11 $\bar{2}$] より成りリムド鋼に似ているが、90% 以上の圧下率では (554) [22 $\bar{5}$] であり、0.015% C, 0.126% Nb の場合は (554) [22 $\bar{5}$] および、これより圧延方向から板面法線に 60° 傾いた <110> 軸のまわりの回転により示される方位を生ずるとしている。これは微細な Nb 炭窒化物の量の差によるものであり、また Nb 炭窒化物の作用としてはある程度は冷延集合組織の (111) 面の発達に有利なものとしている¹⁰⁾。この結果は一定の熱延条件の下で成分の影響について調査したものである。著者は Nb 添加冷延鋼板の一環として、0.004% 程度の C, 0.12% 程度の Nb の成分の鋼種について、熱延条件の検討を行ない、そのなかで特に熱延仕上後の冷却速度と Nb 炭窒化物の析出との関係を調査し、Nb 炭窒化物の粒子径によつて再結晶集合組織が変化することを見いだしたので、以下に報告する。

2. 試料および熱延後の冷却速度に関する実験

2.1 供試材実験方法

電解鉄を主原料とする 3 本の 100 kg 鋼塊を高周波電気炉により大気溶解した。これら試料は 0.004% 程度の C, 0.12% 程度の Nb で、脱酸剤として Al, Al-Si,

Si の 3 種としたもので、その化学成分を Table 1 に示す。この鋼塊を約 1200°C にて鍛造し、厚さ 15 mm, 幅 90 mm, 長さ 150 mm の鋼片とし、加熱炉で 1300°C, 15 min の加熱後、1 パスで 3.2 mm に熱延した。熱延仕上温度は 900, 850, 800°C の 3 種類とし、加熱炉から抽出後熱延開始まで空冷することにより仕上温度を目標温度に合わせた。熱延仕上温度および熱延後の冷却過程での温度測定は、輻射高温計を用い、ペン書きマルチレコーダーに記録した。なお輻射高温計はあらかじめ Pt-Pt-Rh 熱電対により校正してある。

熱延後の冷却方式としては、熱延後直ちに水焼き入れ (W. Q.), 急冷 (熱延板両面に冷却水を圧搾空気にて噴射: R. C.), 空冷 (A. C.), 炉冷 (F. C.) の 4 種類で冷却し、水焼き入れ材以外は 500°C (熱延コイル巻取相当温度) 以下の冷却は蛭石系の保温材中にて徐冷した。熱延に用いた圧延機はロール径 200 mm, 胴長 200 mm で、圧延速度は 10 m/min である。熱延での代表的冷却曲線を Fig. 1 に示す。試験項目として、熱延板は Nb の状態分析, Nb 炭窒化物の析出状況の電子顕微鏡観察, X線反射面強度, 顕微鏡組織, 硬度測定などを調査した。熱延板は酸洗後 3.2 mm より 0.8 mm に冷延し、焼鈍は室温より 400°C までは 1 hr で加熱、以後 780°C までは 25°C/hr で加熱し、780°C, 5 hr 均熱後炉冷した。焼鈍板のテストとして引張り試験, コニカル・カップテスト, Nb の状態分析, Nb 炭窒化物の電子顕微鏡観察, X線反射面強度, 顕微鏡組織, 硬度測定などを調査した。

2.2.1 試験結果ならびに検討

熱延板については冷却速度が大きいほど硬度は高くなる。冷延焼鈍板の引張り試験結果では、引張り強さ、降伏点、降伏比、 n 値などは圧延方向、直角方向、45° 方向の個々の点についてもまた平均値についても特別はつきりした傾向は見られない。しかし、全伸び率については冷却速度が小さいほど大きくなっている。熱延仕上温度、冷却速度による r 値、コニカル・カップの耳の形の変化状況を Fig. 2 に示す。図は圧延方向を基準とし、実測値を 4 分の 1 半円ごとに冷却速度に応じて、すなわ

Table 1. Chemical compositions of specimens (wt%).

Specimen	Type of deoxidation	C	Si	Mn	P	S	Tot. Nb	Sol. Nb	Sol. Al	Insol. Al	Sol. N	Insol. N
1	Al	0.0059	0.003	0.41	0.003	0.005	0.12	0.065	<0.002	0.003	0.0036	<0.001
2	Al-Si	0.0041	0.020	0.13	0.009	0.007	0.11	0.051	0.003	0.003	0.0049	<0.001
3	Si	0.0037	0.140	0.22	0.010	0.007	0.14	0.096	—	—	0.0028	0.001

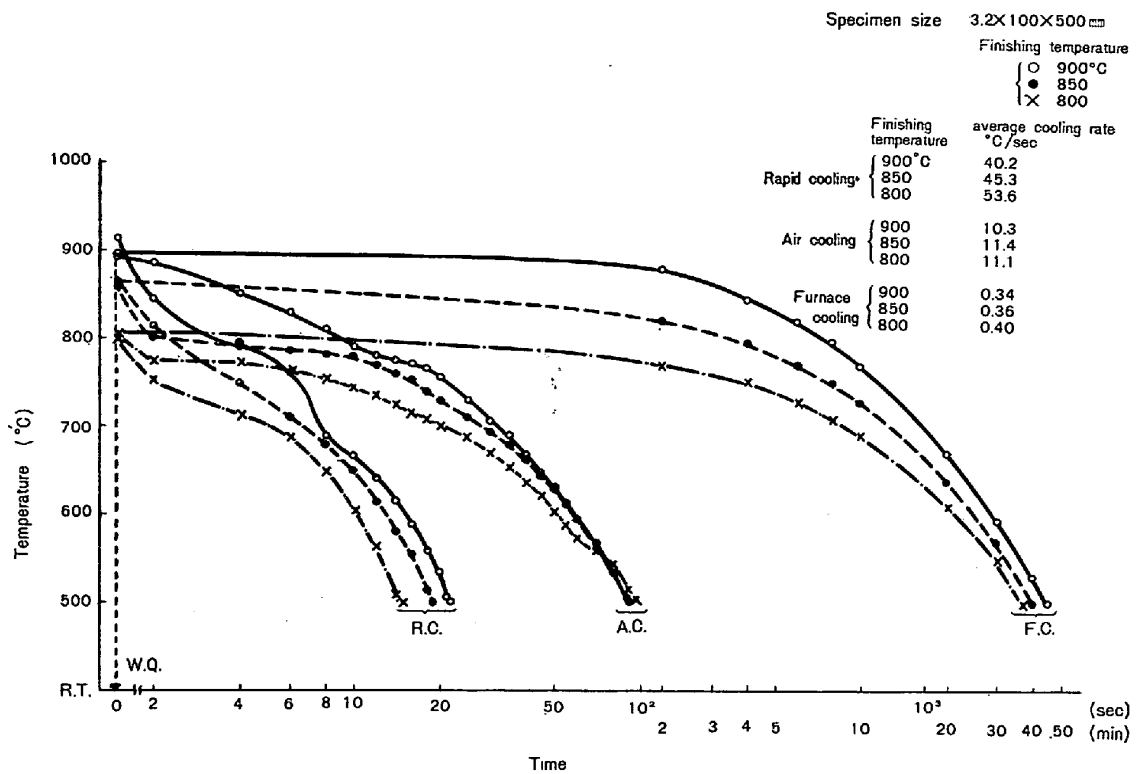


Fig. 1. Typical cooling curves after hot rolling.

Table 2. Changes in $\bar{r}$ value of cold rolled-annealed sheets with cooling rates after hot rolling.

Specimen	Finishing temperature	$\bar{r}$			
		Water quenched	Rapid cooled	Air cooled	Furnace cooled
1	900°C	1.68	1.82	1.92	1.94
	850	1.75	1.89	2.08	1.93
	800	1.75	2.44	1.95	2.24
2	900°C	1.45	2.14	2.36	1.96
	850	1.76	2.34	2.58	1.94
	800	2.58	2.29	2.35	2.36
3	900°C	2.27	2.28	2.14	2.16
	850	2.01	2.37	2.11	2.09
	800	2.36	2.40	2.21	2.05

ち各冷却速度の試料の圧延方向より右まわりに $0^\circ \rightarrow 90^\circ$ 方向の実測値について記入した。ただし $\bar{r}$ 値については HILL の異方性降伏条件式¹³⁾を利用し、圧延方向、直角方向、 45° 方向の $\bar{r}$ 値の実測値より $\bar{r}$ 値の面内分布を計算して CCV と同様に表示した。

以上の結果より次のことが判明した。

(1) 熱延後の冷却速度によつてコニカル・カップの耳の出方が異なる。すなわち面内異方性が変化する。

(2) Al 脱酸の試料 1 と Al-Si 脱酸の試料 2 ではコニカル・カップの形状は、熱延後の冷却速度が小さくな

ると、 45° 方向耳より 0° - 90° 方向耳と変化する。

(3) この場合、 $\bar{r}$ 値の大小と耳の形とは直接的には対応しない。

(4) Si 脱酸の試料 3 では 6 つ耳を示すものが多い。(これは原則的に 45° 方向の 4 つ耳に圧延方向の 2 つ耳が加わつたものである。) 特にこの図において、コニカル・カップの耳形状と $\bar{r}$ 値の分布が対応していないが、これは HILL の式で $\bar{r}$ 値を計算したためで、このような複雑な場合には HILL の式は適用できない。

(5) Table 2 に各試料について熱延仕上温度と冷却

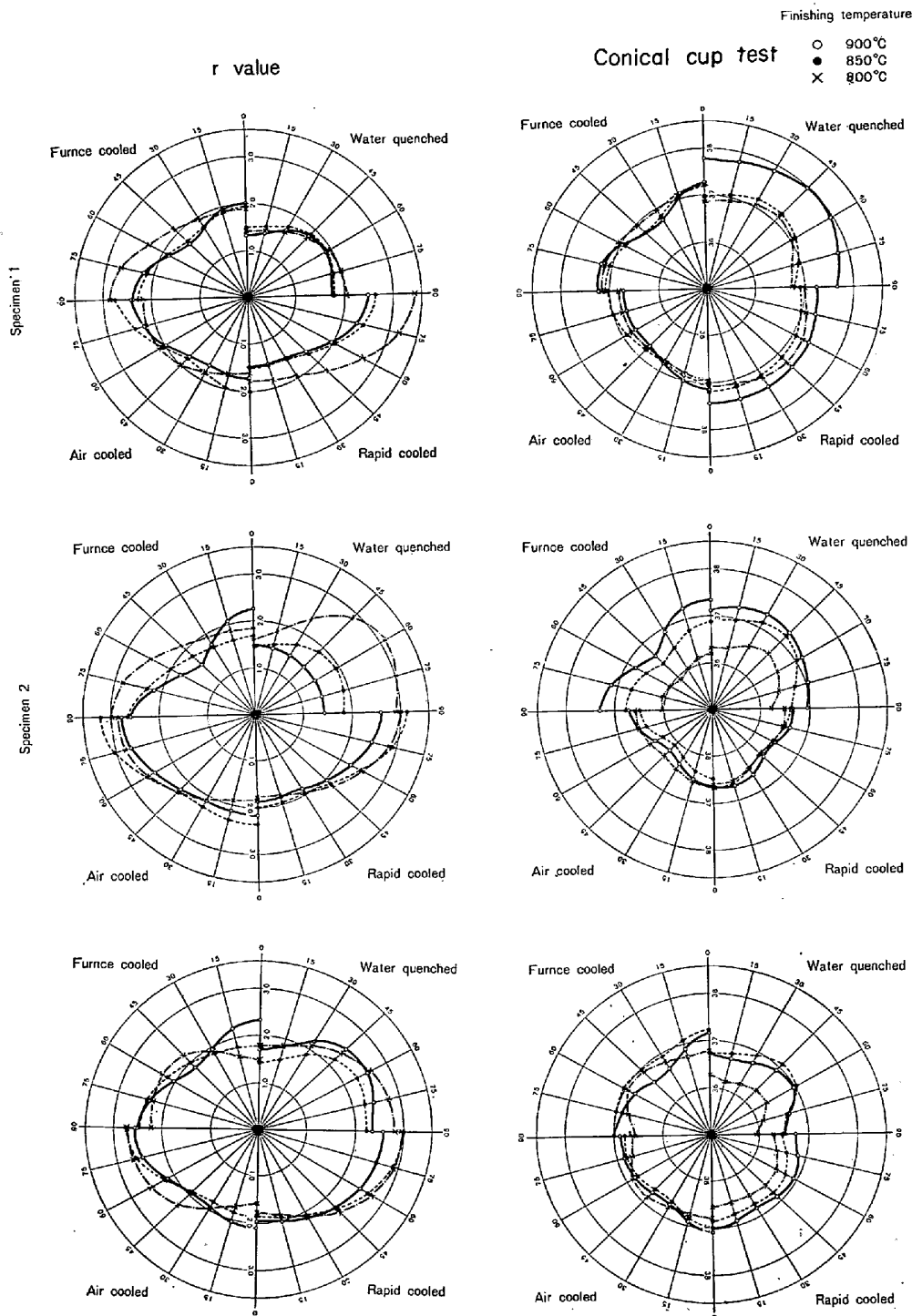


Fig. 2. Changes in r value and earing at conical cup test of cold rolled-annealed sheets with cooling rates after hot rolling (Specimens were annealed $780^{\circ}\text{C} \times 5 \text{ hr}$).

条件と r 値との関係を示した。一般に 800°C 仕上の時が r 値、CCV とともに優れた傾向を示す。すなわち低温仕上の方がよいが、その差は小さい。冷却速度については、その差は明らかでない。

2.2.2 Nb炭窒化物の析出状況ならびにX線反射面強度

Fig. 3 に各試料の冷却速度と Nb 炭窒化物 (insol. Nb, 試料と 6N HCl で室温溶解した残渣より得られる Nb) との関係を示す。熱延板は冷却速度が遅くなるほど, insol. Nb は増加する。熱延仕上温度については、冷却速度が大きい時は仕上温度が高い方が insol. Nb は少ない傾向を示す。これら熱延板を冷延焼鈍することに

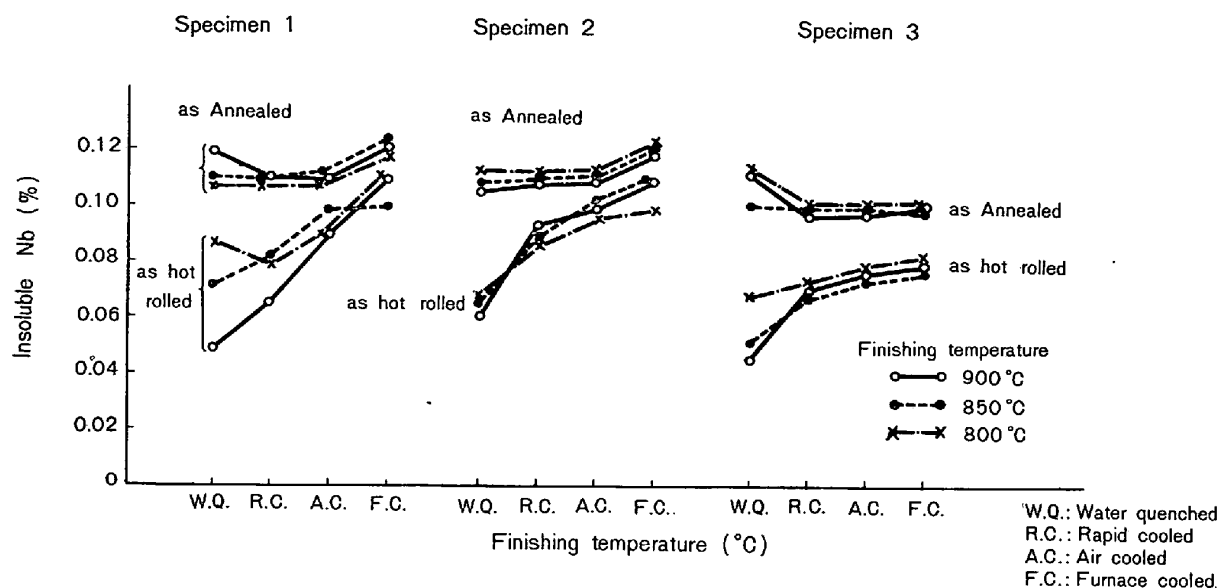


Fig. 3. Changes in insoluble Nb with the cooling rates after hot rolling.

より, insol. Nb は増加し, その量は熱延履歴に関せずほとんど一定となる. すなわちその差は焼鈍の過程で凝集, 析出したものである. Fig. 4 に試料 2 の冷延焼鈍後の各結晶面における X 線反射面強度を示す. 図から水焼き入れより空冷と冷却速度が遅くなるにしたがつて (222) 面強度は増加し, (200) 面強度は低下している. しかし空冷より遅い炉冷での (222) 面強度は急冷や空冷の場合に比較して低い値を示している. なお試料 1, 3 についても傾向としては同様であるが, 試料 1 の場合はやや冷却速度が遅い方が (222) 面強度が高くなる傾向を示し, 試料 3 は割合に冷却速度による変化が少ない傾向となつている. なおこれらの結果は今までの $\bar{r}$ 値, CCV の結果と完全には対応していない.

熱延仕上温度および熱延後の冷却速度が異なつていると, 熱延板の結晶粒自体が変化していることは明らかであるが, Nb 炭窒化物の形状も変化している. 炭窒化物の変化の状況を試料 2 の熱延板について, Carbon extraction replica 法で電顕観察した結果を Photo. 1 に示す. 写真によれば水焼き入れの場合は非常に細い析出物がほぼ均一に分散し, 急冷では析出物は若干凝集し, 仕上温度が高いほど凝集が進行している. 空冷では一部のものは凝集が進行している段階と思われる場所があるが, 大部分は成長の段階にある. 成長は仕上温度が高いほど進んでいる. 炉冷では 900°C 仕上でほとんど成長を完了しているが, 850°C 仕上では成長を完了した大型析出物のほかに, 一見列状になつた微少析出物が見られ, 800°C 仕上では凝集によつてある程度まで成長した析出物自体が再び凝集している様子が見える. 仕上温

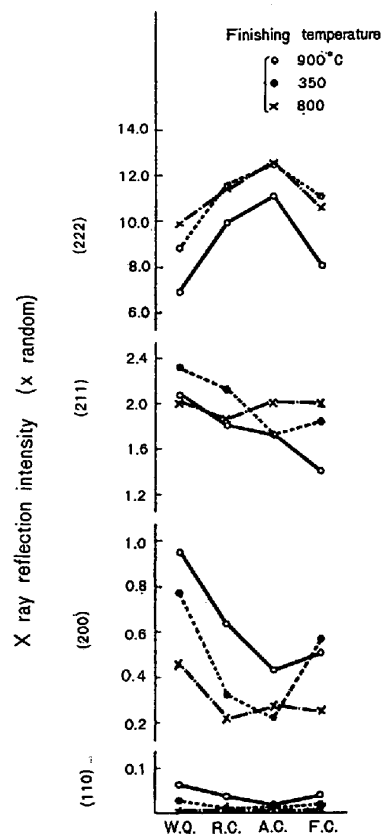


Fig. 4. Changes in X ray reflection intensities of cold rolled-annealed sheets with cooling rates after hot rolling (Specimen 2).

度については水焼き入れ以外の冷却速度では温度が高いほど析出物サイズが大きいのは, それだけ高温での滞留している時間が長いからである. 以上のことは, 同一試

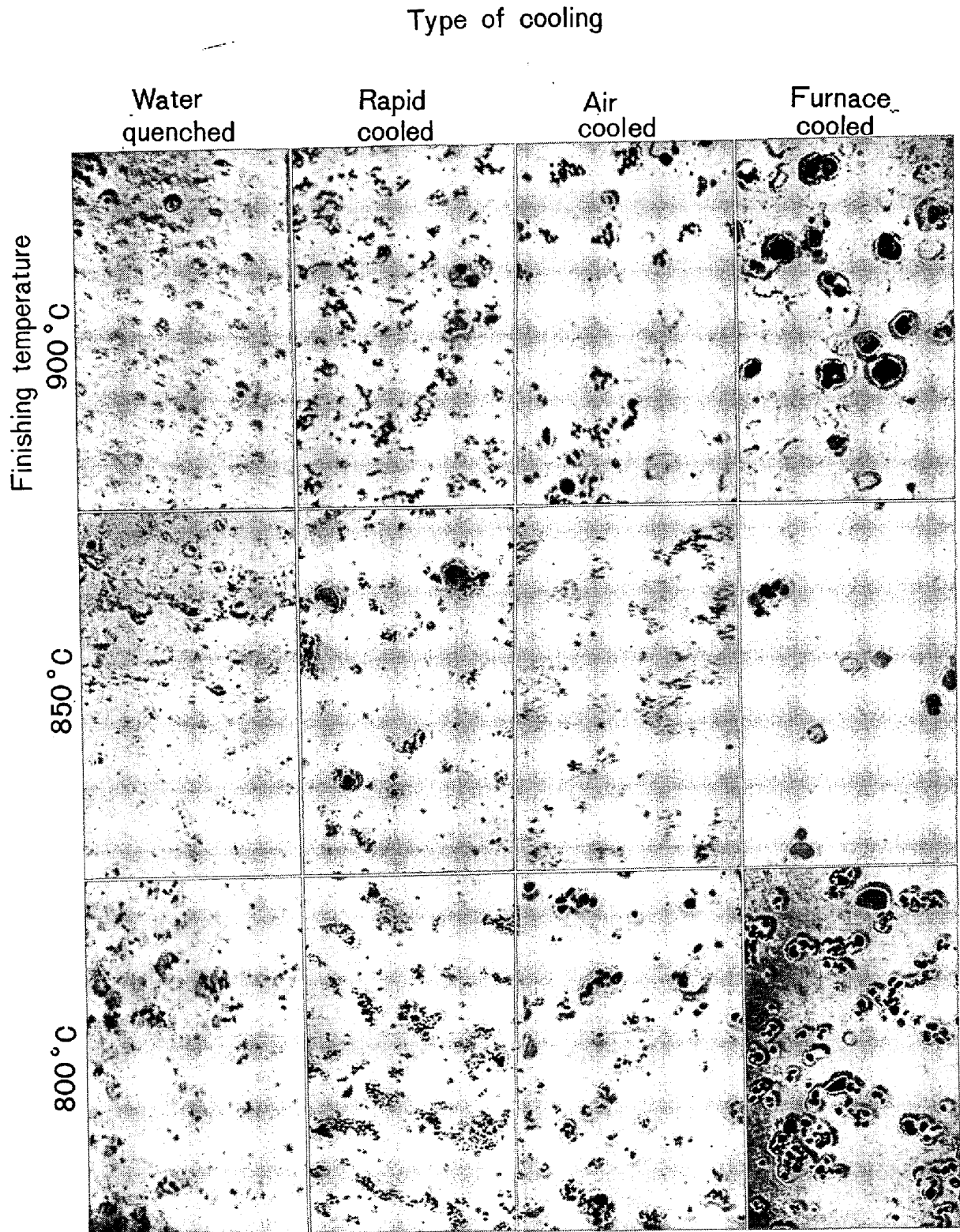


Photo. 1. Electron microscopic photographs of Nb carbonitride in hot rolled sheets (Specimen 2, carbon replica, $\times 60\,000$)

料の薄膜による透過電顕観察でも確められた。

冷延焼鈍板の薄膜による透過電顕観察の結果をPhoto. 2に示す。写真によつて析出物の違いを見ると、仕上温度が 850°C と 800°C とでは、析出物の形状が一部に

ついて異なり、850°C 以上には析出物中に角状のものが数多く認められるが、800°C ではほとんど認められない。その差は特に水焼き入れしたものと炉冷したものに著しい。

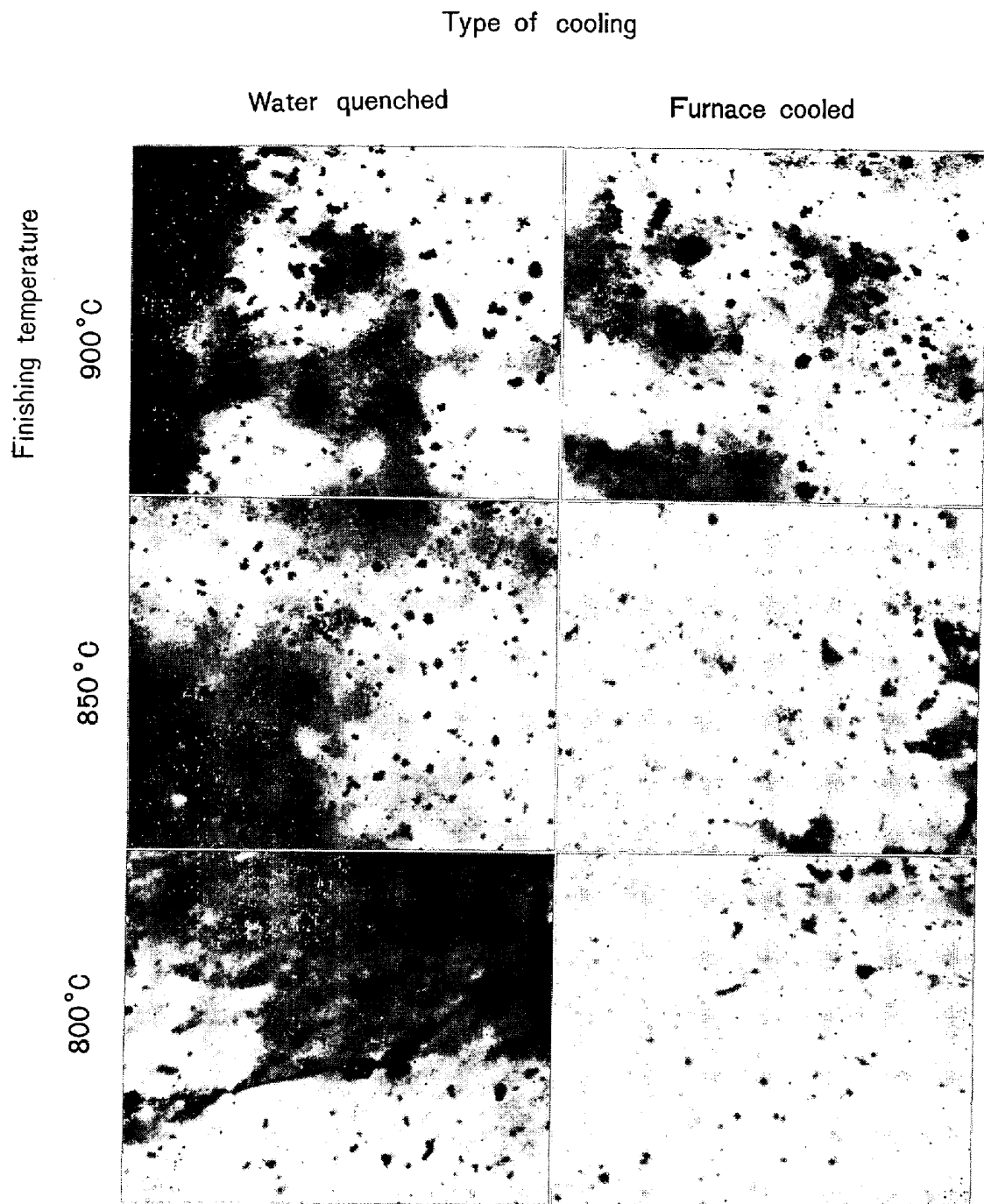


Photo. 2. Transmission electron microscopic photographs of Nb carbonitride in cold rolled annealed sheets (Specimen 2. $\times 15\,000$).

Fig. 5 に再結晶軟化温度について調査した結果の一部を示す。加熱速度は 25°C/hr である。同一冷却速度であれば仕上温度が異なつていても、再結晶軟化挙動はほとんど変わらないが、仕上温度が同じでも冷却速度が異なると回復の段階に変化が見られる。特に仕上温度が 900°C および 850°C ではその変化が大きく、冷却速度が小さくなるにしたがつて回復、軟化の進行の度が速くなる。一方仕上温度が 800°C の場合は図に示すように

冷却速度による差は少ない。これらの事実は熱延板中に析出した Nb 炭窒化物粒子が冷延後の焼鈍中に凝集、成長し、再結晶直前の回復時、または再結晶時に集合組織の変化に影響を与えることを示唆している。

以上の実験により、熱延仕上温度およびその後の冷却速度により、特に冷延焼鈍板の r 値の面内異方性とコンカル・カップルの耳の方向が変化すること、これは特に熱延板の Nb 炭窒化物の量または分布により強く影響さ

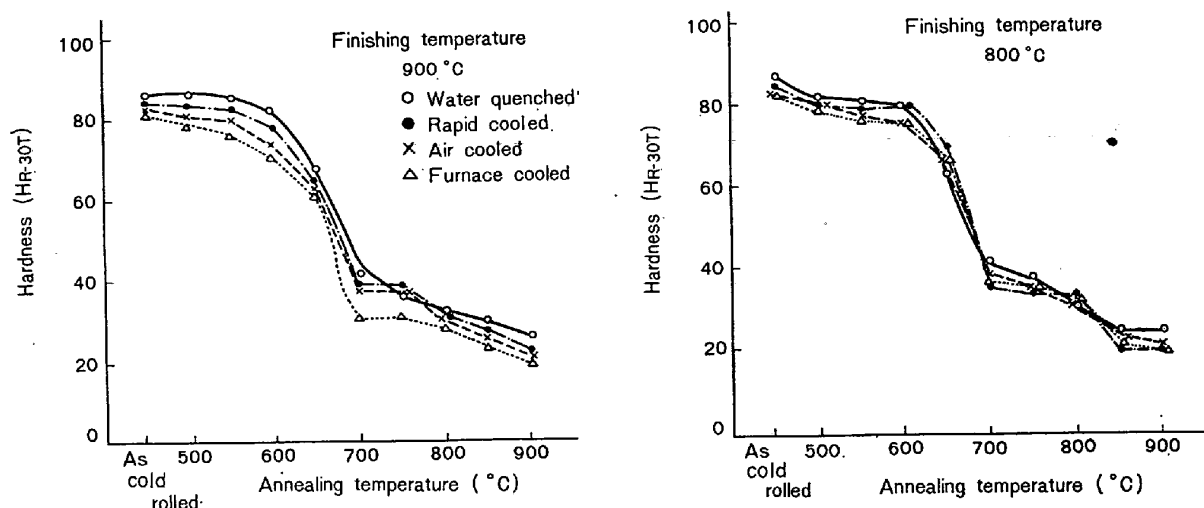


Fig. 5. Changes in recrystallization (hardness reduction) curves at annealing with finishing temperature and cooling rates after hot rolling (Heating rate, 25°C/hr).

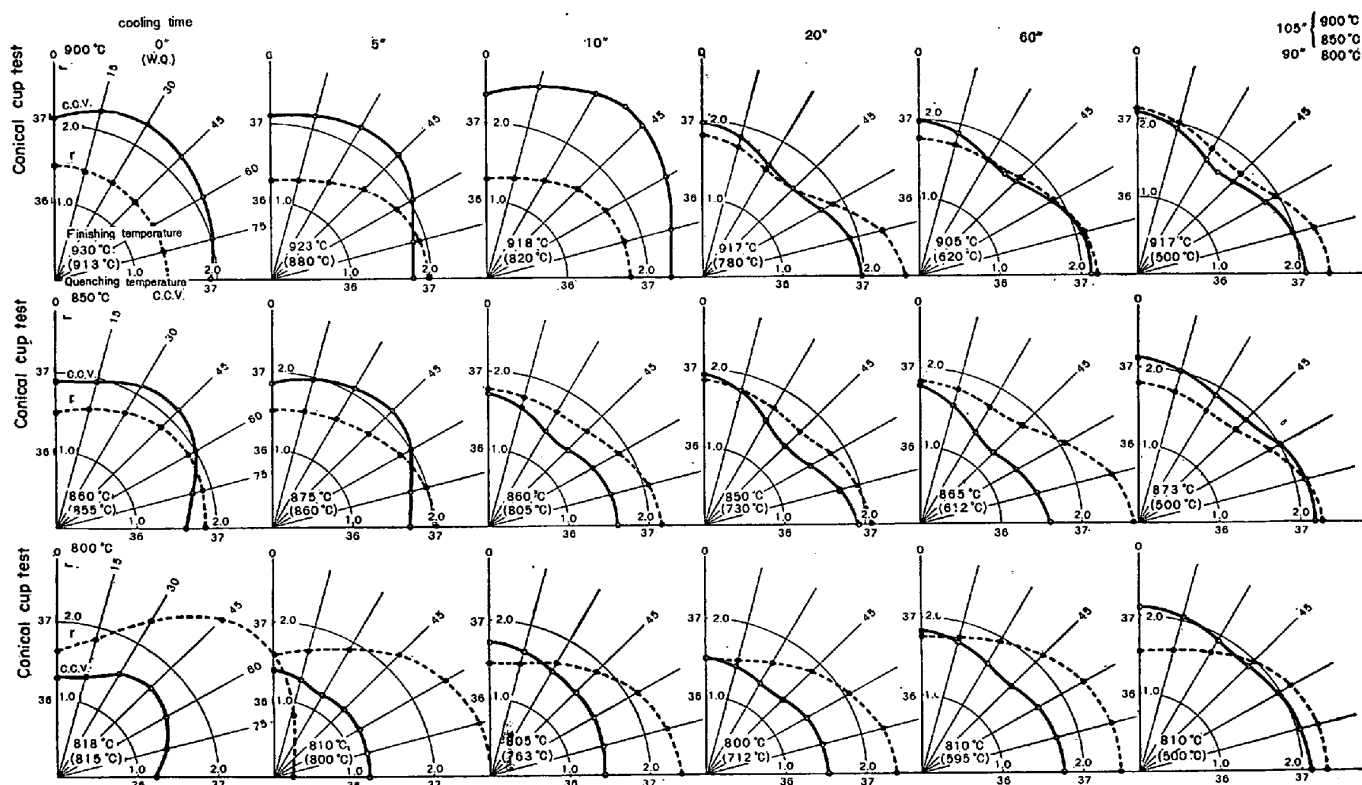


Fig. 6. Changes in earing in conical cup test and r value of cold rolled-annealed sheets with the cooling time (sec) before water quench after hot rolling (Specimen 2).

れるらしいことが明らかとなった。

3. 熱延仕上温度と熱延後の冷却時間にともなう面内異方性の変化

3.1 実験方法

以上の事実を確認するために、Al-Si 脱酸の試料 2 について、熱延仕上温度を 900, 850, 800°C とし、熱延

仕上直後より空冷し、途中各種の時間経過後に水焼き入れし、これを酸洗、冷延、焼鈍を前節の実験と同様に行なった。

3.2 試験結果および検討

r 値の面内異方性とコンカル・カップルテストの耳の変化状況を示したのが Fig. 6 である。ただし r 値については前節と同様に、圧延方向、直角方向、45° 方向の

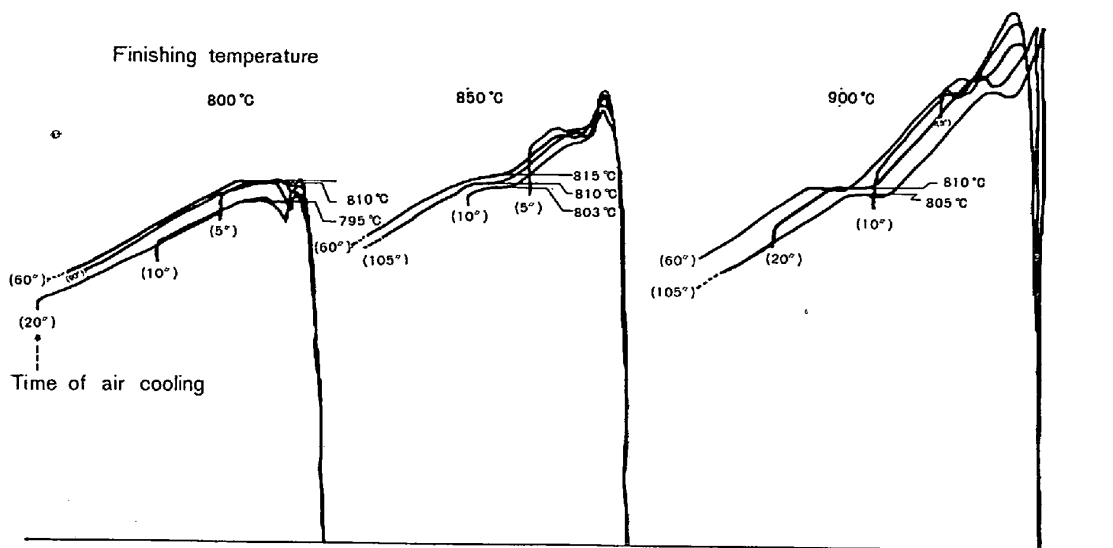


Fig. 7. Cooling curves after hot rolling (Specimens were hot rolled, air cooled and water quenched).

r 値より, HILL の異方性降伏条件式で導いたものである. この場合コニカル・カップの耳ははじめは 45° 方向であつたものが, 冷却時間の経過にともなつて 0° – 90° 方向の耳に変化している. 900°C 仕上では 10~20 sec, 850°C 仕上で 5~10 sec, 800°C 仕上では 0~5 sec の間を境として耳の出方が異なつてゐることが認められる. Fig. 7 に熱延に際して記録した熱延仕上直後からの冷却曲線をチャートよりトレースしてまとめた結果を示す. この図から各仕上温度とも $800\sim 815^\circ\text{C}$ のところに温度の停滞点が見られる. この停滞点を通らずに水焼き入れされた試料は, 熱延仕上温度 900°C では 10 sec 空冷まで, 850°C では 5 sec 空冷まで, 800°C では熱延後ただちに水焼き入れを行なつたものだけである. このように, この温度範囲を通過するか, しないかで面内異方性が変わることが示されたが, この $800\sim 815^\circ\text{C}$ の温度は α - γ 変態点である. それはこの熱延板より 2.0 mm 径の試料を削り出して, フォーマスターで $10^\circ\text{C}/\text{min}$ (空冷での冷却速度)の冷却速度による測定の結果確かめられた. (フォーマスターでの結果は 810°C であつた).

3.3 Nb 炭窒化物の析出状況

以上の実験により, 熱延工程の γ 中のみで Nb 炭窒化物を析出させた場合はコニカル・カップの耳は 45° 方向に, γ から α に通過したものは 0° – 90° 方向に生ずることが確かめられた. このことは前節の熱延後の冷却速度の実験で, 水焼き入れ, 急冷などでは Nb 炭窒化物の析出は γ 中でおもに進行し, α 中では冷却速度が速いために析出量は少なく, γ 中の析出物も非常に細くほぼ均一に分散していること, また炉冷のような場合は熱延終了後平衡に近い状態で進行し, γ または α で析出したものが

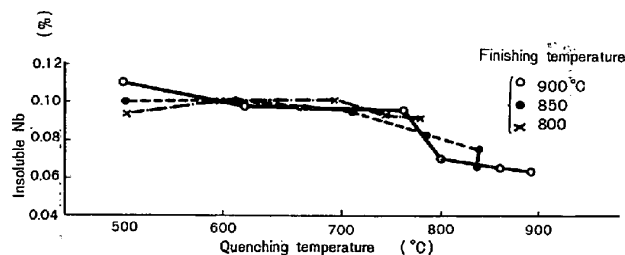


Fig. 8. Relation between insoluble Nb in hot rolled sheets and quenching temperature after hot rolling.

おのおの凝集し成長してゆくことと関連している. 水焼き入れ, 急冷の場合で熱延工程で十分析出しなかつたものが焼鈍工程で析出凝集している. Fig. 8 に本実験における insol. Nb のデータを, また Photo. 3 に熱延板中の Nb 炭窒化物を Carbon extraction replica 法によつて電顕観察した結果を示す. 写真から γ 中では析出物は非常に細くほぼ均一に分散しているのに対し, α - γ 変態点直上か直下あたりで析出物の凝集しているのが見られる. 冷却が進み温度が下がるにしたがい凝集の程度が盛んとなり, 粒子も大きく成長するのが見られる. なお同じ試料による薄膜での透過電顕での観察結果も同様であつた.

3.4 熱延後の冷却時間にともなう異方性の変化について

このように面内異方性が変化する理由として

- (1) 変態点を通ることにより熱延板の集合組織が変化し, これによつて冷延焼鈍板の集合組織が変化する.
- (2) Nb 炭窒化物の溶解度は γ と α で異なつており, したがつて γ と α とでは析出物の析出状況が変化

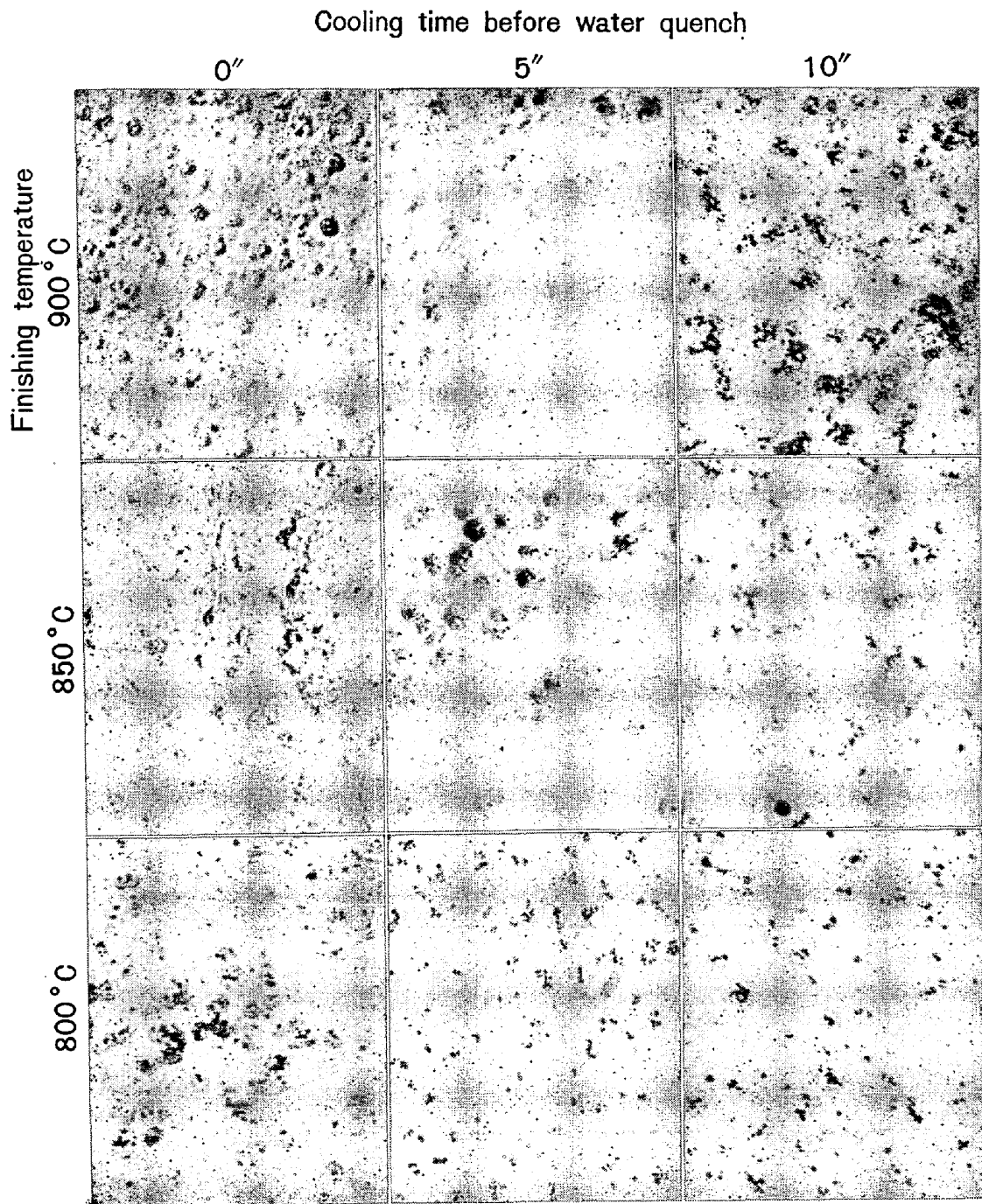


Photo. 3. Electron microscopic photographs of Nb carbonitride in water quenched hot rolled sheets after various cooling time before water quench (Specimen 2, carbon replica, $\times 60\,000$).

し、これが再結晶集合組織を変化させる。

以上2つの考え方があがるが、(1)について検討すると、Fig. 9に熱延後の焼き入れ温度と熱延板、冷延板、焼鈍板のX線による反射面強度の関係を各熱延温度別に示す。図から熱延板の集合組織は各面とも非常に弱く、主方位の(200)面についても800°Cあたりの焼き入れ温度で強度の変化があるとは言えないし、あとに示す極

点図によつても変態点を通つたからと言つて熱延板の集合組織が根本的に変化したとは言えない。(2)の原因として、熱延板のNb炭窒化物の析出状況を示すパラメーターとして、ASHBYほか¹⁴⁾の方法によつて、平均粒子数、平均粒子間隔、平均粒子径、単位長さ当たりの粒子数などを測定した。Fig. 10に各熱延条件における平均粒子径、平均粒子数を示す。変態点を越えると平均粒

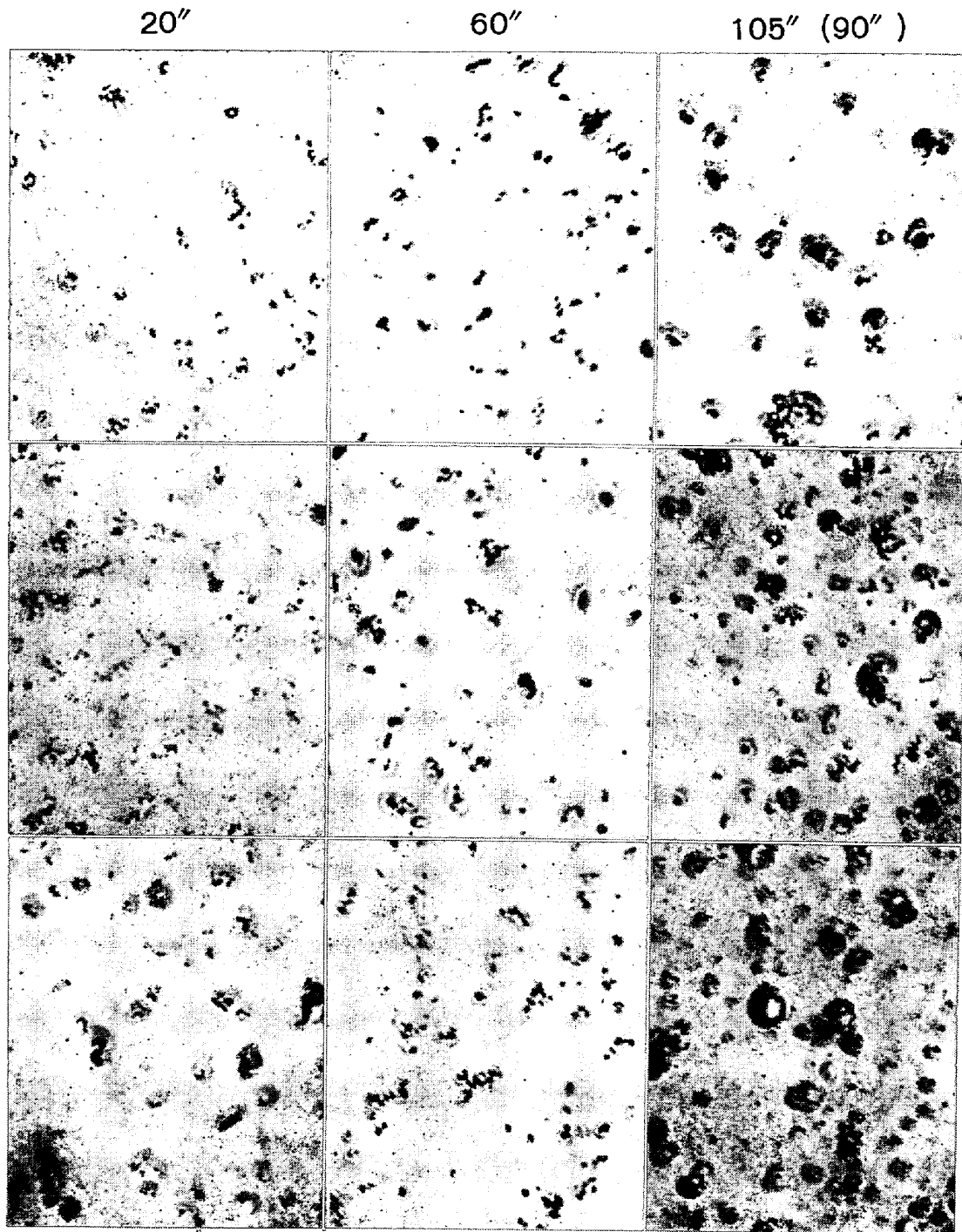


Photo. 3. Continued.

子径が大きくなり、平均粒子数は小さくなるが、これは α 中における Nb 炭窒化物の溶解度が γ に比して小さいために、すでに析出していた小さい粒子が核となつて急激に成長するためであろう。

Fig. 11 にコニカル・カップの耳の発生状況を調査した結果を示す。縦軸に 45° 方向の外径の値 X mm と圧延方向の外径 L mm との差 $(X-L)$ mm と平均粒子径との関係を示したが、平均粒子径が約 $140\text{\AA}$ の値で耳が

なくなるのが図から見られる。また同図に $\Delta r[\Delta r = (r_L + r_C)/2 - r_{45}]$ 、ただし r_L , r_C , r_{45} はそれぞれ圧延方向、直角方向、 45° 方向の r 値を示す.] と平均粒子径との関係からも、前述と同様な関係が見られる。平均粒子径と X 線反射面強度との関係については Fig. 12 に示すが、 $180\sim 200\text{\AA}$ の平均粒子径で (222) 面強度は最高、 (200) 面強度は最低、 $(222)/(200)$ の最高が示されている。

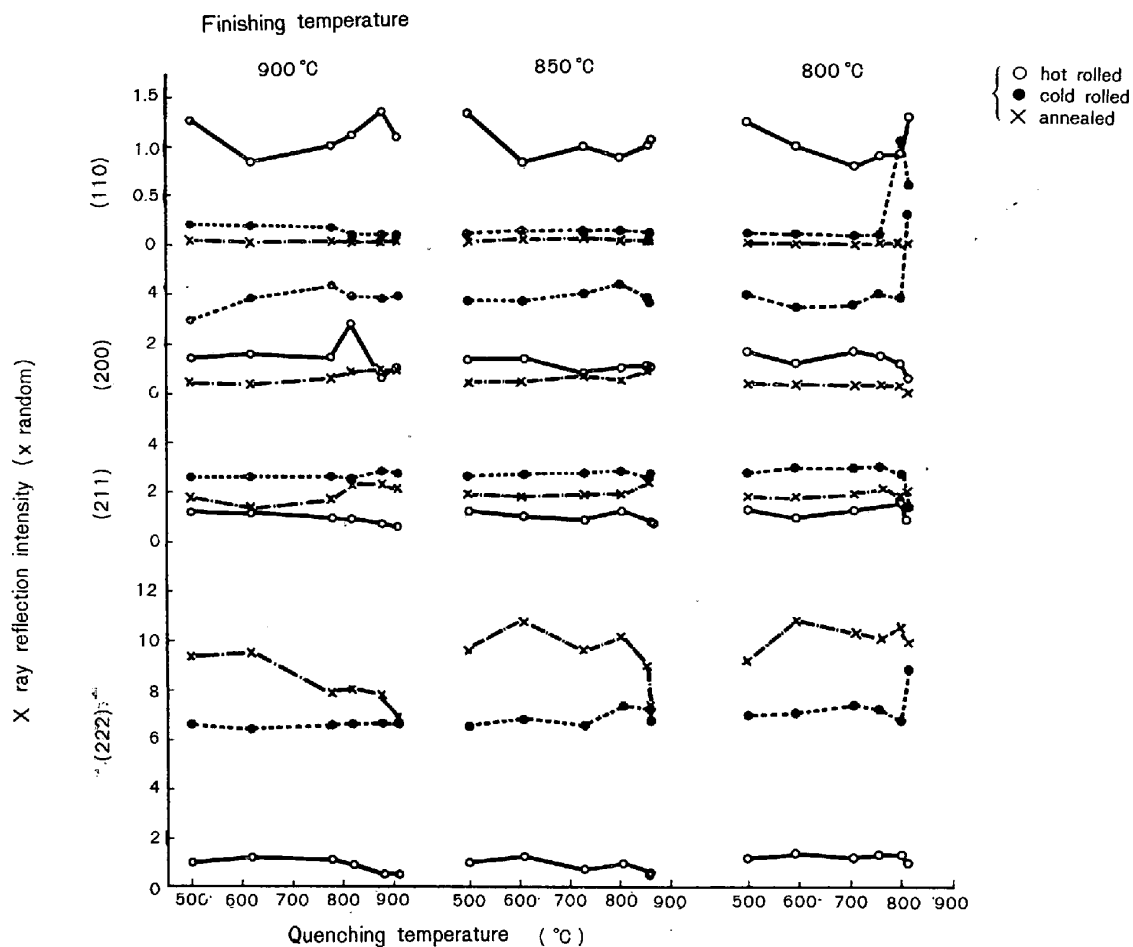


Fig. 9. Changes in X ray reflection intensities of hot rolled, cold rolled and annealed sheets with quenching temperature after hot rolling (Specimen 2).

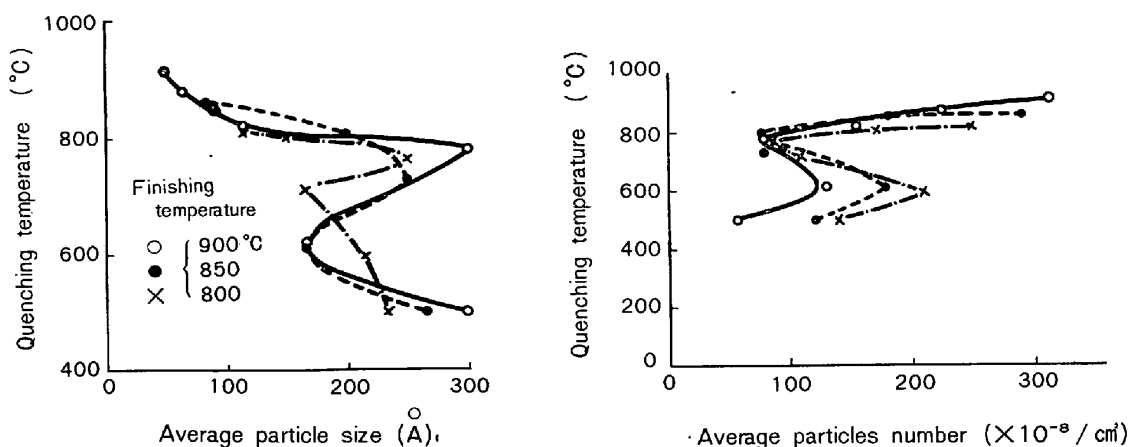


Fig. 10. Relations between average particle size, particle number in hot rolled sheets and quenching temperature after hot rolling.

3.5 集合組織

Fig. 13 に試料 2 および 3 の熱延板、冷延板、焼鈍板の集合組織の (200) 極点図を示す。図の (a) は Fig. 6 に示した目標 800°C 熱延仕上後直ちに水焼き入れしたもので、この系列の実験で最も高い $\bar{r}$ 値を示したもの

であり、(b) は目標 900°C 仕上で 10 sec 空冷後水焼き入れしたもの、(c) は熱延仕上温度は (b) と同じであるが 20 sec 空冷後水焼き入れしたものである。この (b) と (c) の間にコニカル・カップで 45° 方向より 0°-90° 方向に耳が変わっているが、これら集合組織よ

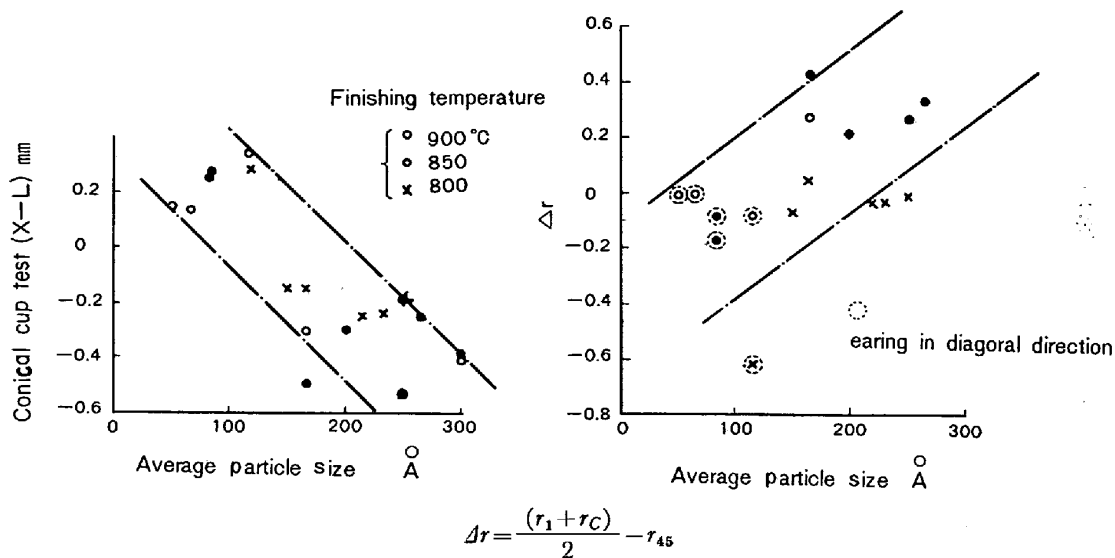


Fig. 11. Relations between the average particle size in hot rolled sheet and the difference in earring of conical cup test and between Δr of cold rolled-annealed sheets.

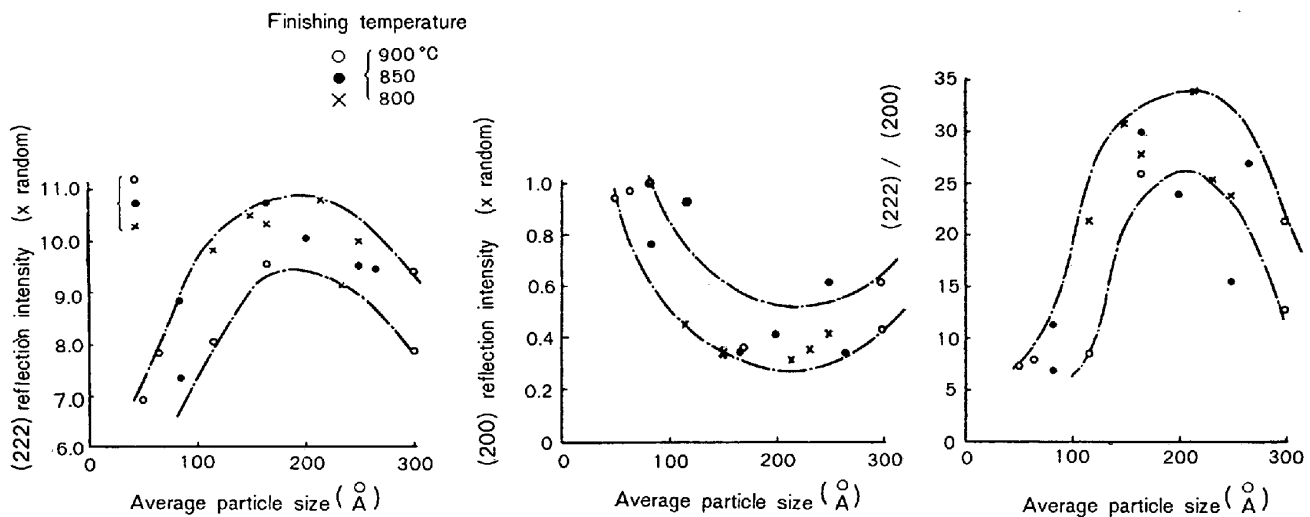


Fig. 12. Relations between X ray reflection intensity and average particle size.

り判断すると、(b)と(c)を比較して熱延集合組織はほとんど変わらず、変態点による差は認められない。また冷延集合組織も同様である。しかし再結晶集合組織は45°方向の耳を示した(a)、(b)は主方位は(554)〔225〕であり、0°-90°方向の耳を示した(c)は主方位は(111)〔110〕と(111)〔112〕であることが示されている。一方コニカル・カップテストで典型的な6つ耳を示したSi脱酸の試料3の(d)は強い(554)〔225〕の主方位を示した。

なお試料2の(a)は α - γ 変態点を通りながら熱延されたためか、その熱延板の集合組織はほとんどランダムであり、冷延板、焼鈍板の集合組織は(b)と大きな差はないのに $\bar{r}$ 値、CCVが優れた値を示しているが、

その理由は明らかでない。他試料1, 3の800°C仕上げ後、ただちに水焼き入れしたものは、冷延焼鈍板はこれほど優れた値を示していない。

なお約0.01%CのNbを含まない鋼種について、 γ 状態、 α 状態よりそれぞれ水焼き入れし、冷延焼鈍板のコニカル・カップテストを行なったが、ともに0°-90°方向の耳を示し、CCVも特に優れた値を示さなかった。

4. 総 合 考 察

一般にNb炭窒化物の析出はGREYほかの恒温析出曲線¹⁵⁾によつて説明されるが、これも熱延などの内部応力が加わった場合は明らかでない。今回の実験結果で熱延後の冷却時間とともに熱延直後の γ 領域では非常に細か

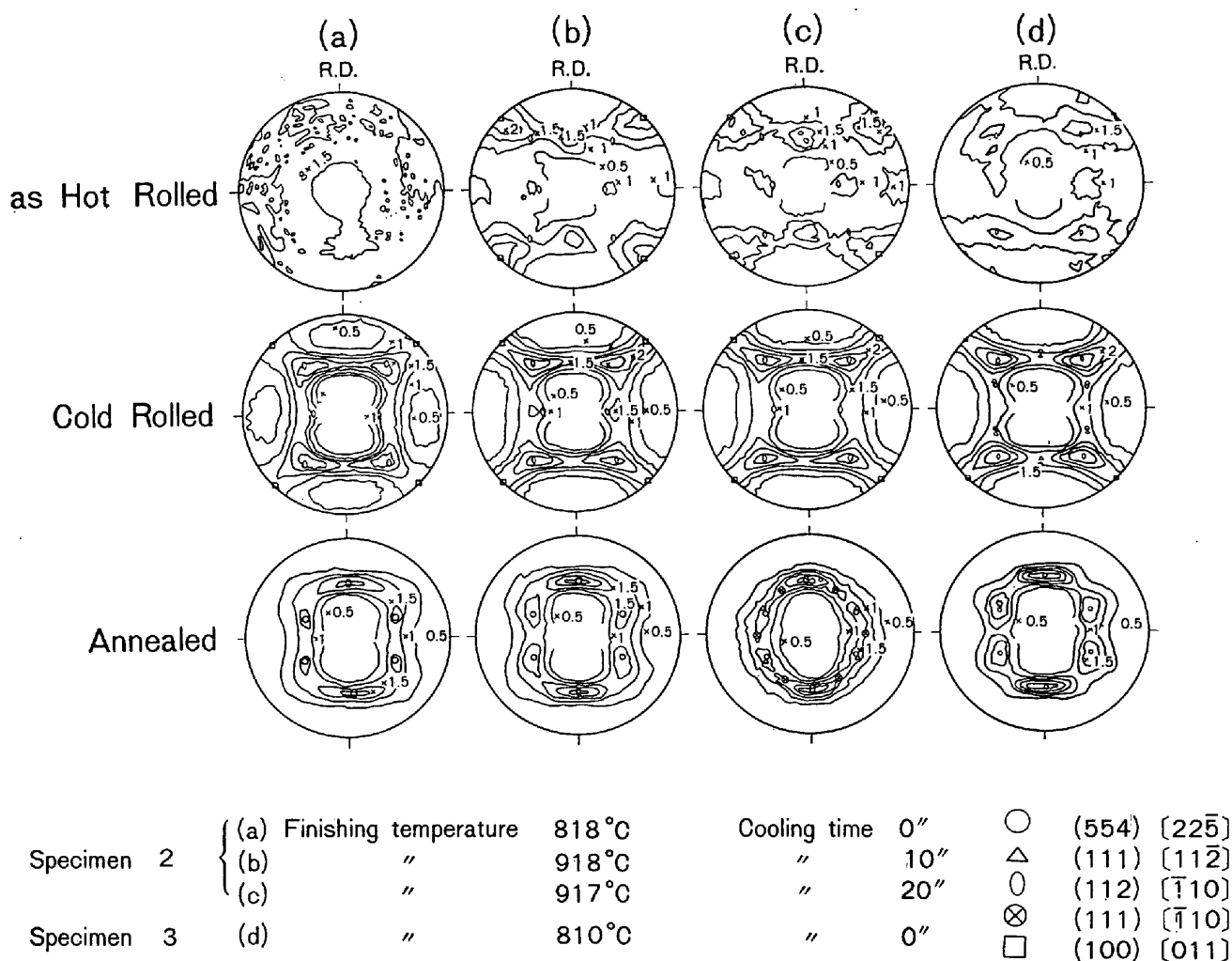


Fig. 13. Changes in (200) pole figures of hot rolled, cold rolled and annealed sheets with hot rolling conditions.

くしかも多量に存在していた Nb 炭窒化物の粒子が、冷却に伴って凝集、成長し粒子径は大きく粒子数は減少してくる。しかし α - γ 変態点通過後ふたたび α 領域で多量に細かい析出物が現われるために、一見見かけ上平均粒子径は小さくなり、それに対して粒子数は増加し、冷却にともない析出物自体の凝集、成長の繰返しにより、ふたたび粒子は成長し粒子径は大きくなる。このことは Photo. 3 により定性的に、Fig. 10 によりかなり定量的に説明される。また Photo. 1 に示した炉冷試料の中に大きな析出物以外に微細な列状の析出物が見えるが、これらは面内異方性に影響を与えていないことから、 α 中に新たに析出した微細な析出物粒子は冷延、再結晶集合組織にほとんど影響を与えていない。

これまでの粒子径の違いによる面内異方性の変化の説明は Photo. 1 および Fig. 2 の結果と矛盾しない。

Fig. 14 に 0.011%C, 0.14%Nb の試料について、熱延後 γ 状態より水焼き入れした試料と α 状態より水焼

き入れした試料を冷延後 25°C/hr の加熱速度で加熱途中のもの、780°C で 5 hr 均熱したもの、(200) 集合組織を示す。 γ 状態より水焼き入れしたものは (554) [225] に近い主方位が発達してゆく様子が、 α 状態より水焼き入れしたものは (111) [110] と (111) [112] の主方位が発達してゆく様子が見える。再結晶集合組織の発達に関しては、阿部¹⁶⁾の詳細なる解説があり、Fig. 15 の {112} <110> の <110> 軸のまわりの回転による near {111} <110> すなわち {554} <225> の発達、Fig. 16 の {111} <112> の <111> 軸のまわりの回転による {111} <110> の発達の機構が述べられているが、 γ 状態より水焼き入れしたものが前者に、 α 状態より水焼き入れしたものが後者に相当するように思われるが、これらの詳細なる機構の説明には別途の研究が必要である。

5. ま と め

(A) 0.004% 程度の C, 0.12% 程度の Nb を含み、

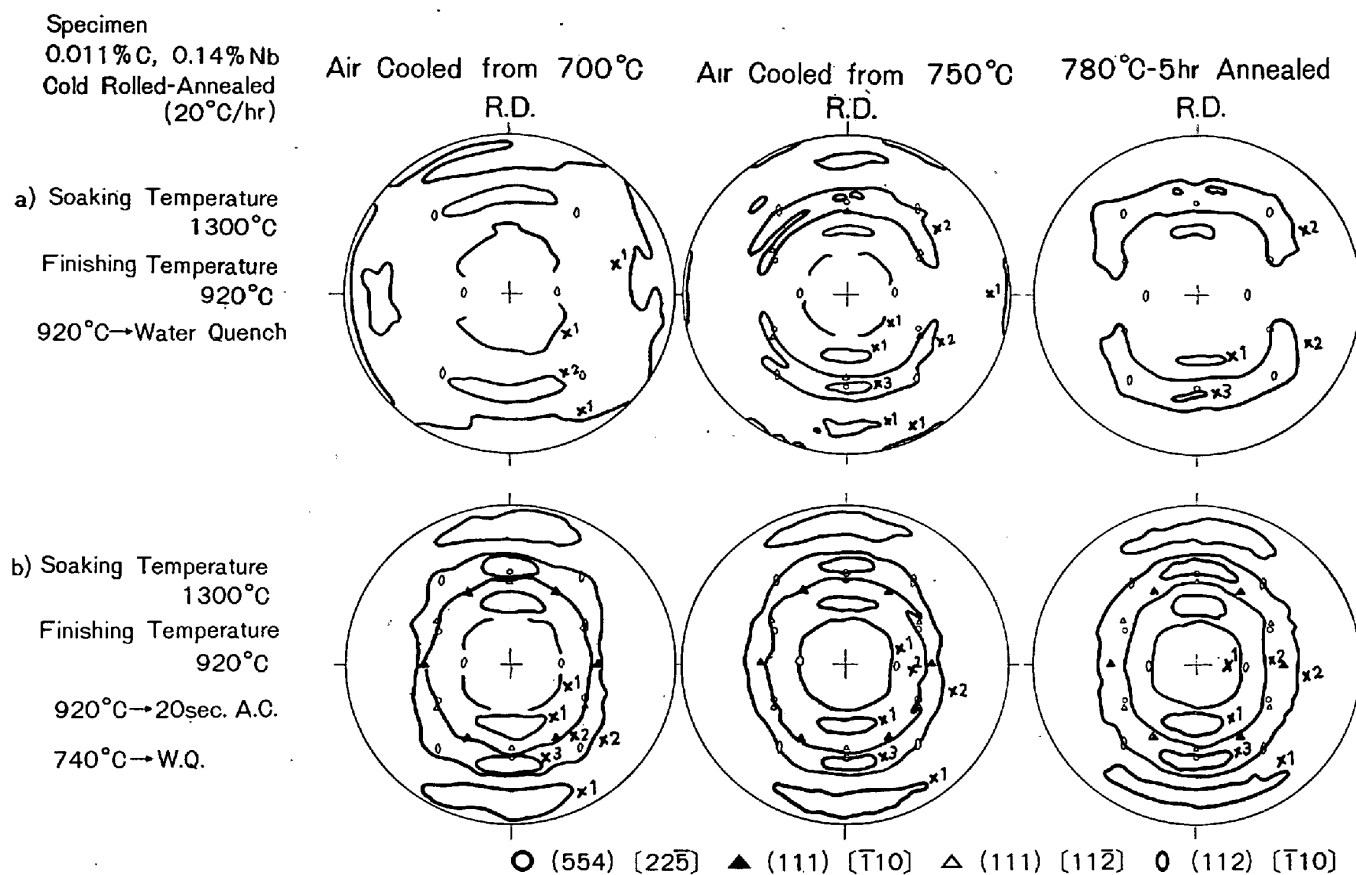


Fig. 14. Changes in (200) pole figures of cold rolled-annealed sheets with hot rolling conditions.

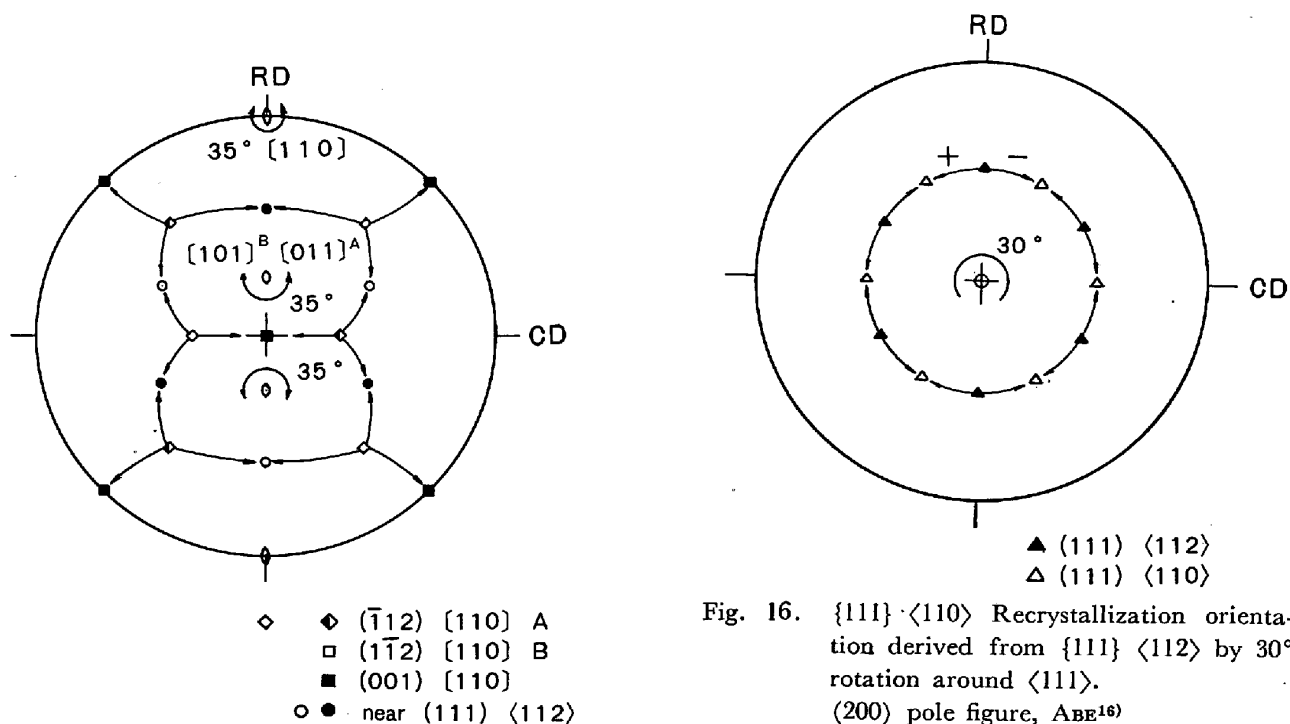


Fig. 15. Recrystallization orientation derived from {112} <110> deformation matrix by 35° rotation around <110>. (200) pole figure, ABE¹⁶⁾

Fig. 16. {111} <110> Recrystallization orientation derived from {111} <112> by 30° rotation around <111>. (200) pole figure, ABE¹⁶⁾

Al, Al-Si, Si 脱酸した 100 kg 鋼塊を約 1200°C で鍛造し、厚み 15 mm の鋼片とし、1300°C、15 min 加熱後、仕上温度が 900、850、800°C となるように 1 パス

で 3.2 mm に熱延し、その後の冷却速度を水焼き入れ、急冷、空冷、炉冷とし、熱延板を酸洗後 0.8 mm に冷延し、780°C、5 hr の焼鈍を行なった。

これら試料のコンカル・カップテストで熱延後水焼き入れしたものは 45° 方向に耳を発生し、熱延後の冷却速度が小さくなるほど、0°-90° 方向の耳に移る傾向を示した。

(B) 以上の現象を明確にするために、900、850、800°C で熱延仕上後種々の時間空冷して水焼き入れし、(A) と同様な実験を行なった。

(1) その結果約 810°C 以上の温度で水焼き入れしたものは 45° 方向の耳を、約 810°C 以下の温度で水焼き入れしたものは 0°-90° 方向の耳を発生した。この 810°C の温度は α - γ 変態点であることがフォーマスターによる測定で確かめられた。

(2) この原因として α - γ 変態点を通つたために熱延板の集合組織が変化し、ひいては冷延、焼鈍集合組織が変化したものか、熱延板中に析出した Nb 炭窒化物の析出粒子径の違いによるものかを調査したが、熱延、冷延集合組織は変態点を通つたからと言つて根本的な変化を示しておらず、焼鈍板の集合組織は 45° 方向の耳を発生したものは (554) $[\bar{2}2\bar{5}]$ の主方位を、0°-90° 方向の耳を発生したものは (111) $[\bar{1}10]$ と (111) $[\bar{1}1\bar{2}]$ の主方位を示した。

(3) Carbon extraction replica 法による熱延板の Nb 炭窒化物の観察の結果、平均粒子径の違いによつて整理できることを見出した。すなわち γ 状態から α 状態に移ると急激な粒子の成長が見られ、約 140 Å の平均粒子径より小さい場合は 0°-90° 方向の耳を、それ以上

の平均粒子径の場合は 0°-90° 方向の耳を発生することが示された。

(4) 冷延焼鈍板の X 線反射面強度の (222)/(200) の値は約 180~200 Å の平均粒子径で最高値を示した。

(5) 以上の平均粒子径の違いによるコンカル・カップの耳の発生状況の違いは (A) の熱延板の冷却速度による耳の発生状況と矛盾しない。

文 献

- 1) 赤松, ほか: 富士製鉄技報, 13 (1964), 4, p. 47
- 2) F. M. BEEKET, et al.: U. S. Patent 2, 264, 335, Dec. 2 (1941)
- 3) C. A. EDWARDS, et al.: JISI, 142 (1940), p. 199
- 4) W. B. MORRISON: JISI, 201 (1963), p. 317
- 5) 福田: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 231
- 6) 福田, ほか: 塑性と加工, 13 (1972), p. 841
- 7) R. H. GOODENOW, et al.: Met. Trans., 1 (1970), p. 2507
- 8) 松岡, ほか: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1134
- 9) 寺崎, ほか: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1674
- 10) 秋末, ほか: 日本金属学会誌, 36 (1972),
- 11) 小久保, ほか: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 469
- 12) アームコ・スチール・コーポレーション: 日本公開特許公報, 特開昭 46-2658
- 13) R. HILL: The Mechanical Theory of Plasticity, (1950), p. 323 [Oxford Press]
- 14) M. F. ASHBY, et al.: Trans. AIME, 236 (1966), p. 1396
- 15) J. F. GREY, et al.: Trans. ASM, 61 (1968), p. 255
- 16) 阿部: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 882