

## 論 文

UDC 669.14.018.262 : 669.15'294-122.2-415 : 548.53 : 621.77.016

Ti 添加冷延鋼板の熱延板処理と  $r$  値の面内異方性\*

松 岡 孝\*\*・高 橋 政 司\*\*\*

Effect of Hot Band Heat Treatment on Planar Anisotropy of  $r$  Value of Titanium Stabilized Steel

Takashi MATSUOKA and Masashi TAKAHASHI

## Synopsis:

Effects of heat treatments of hot rolled bands prior to cold rolling on the recrystallization texture and planar anisotropy of  $r$  value have been investigated for 0.04%C-0.2%Ti steel sheets. The steels were hot rolled to the bands with slab heating temperature of 1000°C and 1250°C. The bands were heat treated at 600°C~1000°C for 1 hr, then 75% cold rolled and annealed.

The heat treatments affected the preferred orientation of recrystallized texture and planar anisotropy of  $r$  value, depending on the heating temperature of hot rolling. It seemed that the intensities of  $\{110\}\langle 001\rangle$ ,  $\{100\}\langle 011\rangle$ , and  $\{211\}\langle 011\rangle$  components of recrystallized steel sheets contributed to the planar anisotropy. Electron microscopic studies revealed that the size and distribution of TiC fine particles in the bands prior to cold rolling were markedly affected by the heat treatment as well as the heating temperature of hot rolling. It was suggested that these fine particles had an important effect on the development of the recrystallization texture.

## 1. 結 言

冷延鋼板の深絞り性向上法として、極低炭素鋼への少量の Ti 添加は、深絞り性の指標の1つである  $r$  値を著しく高め、リムド鋼やアルミキルド鋼とは異なる再結晶集合組織を示すことが知られている<sup>1)~4)</sup>。この  $r$  値の測定値は、試験片の採取方向によつて異なり、圧延方向に対し、0°, 45°, および 90° 方向を引張軸とした試験片の  $r$  値をそれぞれ  $r_0$ ,  $r_{45}$  および  $r_{90}$  とすれば、通常の 70% 前後の冷延圧下率によるリムド鋼やアルミキルド鋼は  $r_{90} > r_0 > r_{45}$  の面内異方性を示す。これに対し、同じ冷延率において、極低炭素の Ti 添加鋼は  $r_{90} > r_{45} > r_0$  の面内異方性を示すが、Ti 量、C 量および熱延時の素材加熱温度を変えると、冷延焼鈍後の  $r$  値の面内異方性はさまざまに変化することを先に報告した<sup>5)</sup>。また V を添加した場合も、C 量あるいは N 量との関連で同様な現象が認められる<sup>6)</sup>。この  $r$  値の面内異方性は、再結晶集合組織とよい対応があり、その変化は冷延前の熱延板中

にすでに析出している、熱延の過程で生じた微細な炭・窒化物の大きさや分布状態に影響されると推定された<sup>5)6)</sup>。

また、Ti や V と同様な炭・窒化物形成元素である Nb や Ta を添加した低炭素冷延鋼板においても再結晶集合組織におよぼす効果が検討され<sup>7)~9)</sup>、特に熱延後の冷却条件や巻取温度<sup>8)</sup>、あるいは熱延後の再加熱<sup>9)</sup> など熱延後の熱履歴によつて再結晶集合組織や  $r$  値の面内異方性が変化することが報告されている。Ti 添加鋼の場合も熱延後、冷却前の板を熱延温度までのより低い範囲の温度で再加熱することにより、先の熱延時の素材加熱温度を変えた場合と同じく、再結晶集合組織や  $r$  値の面内異方性が変化することを確認したので、その検討結果を報告する。

## 2. 試料および実験方法

真空溶解炉により、電解鉄を原料とし、C, Mn および Ti を添加して重量約 15 kg の鋼塊を溶製し、加熱

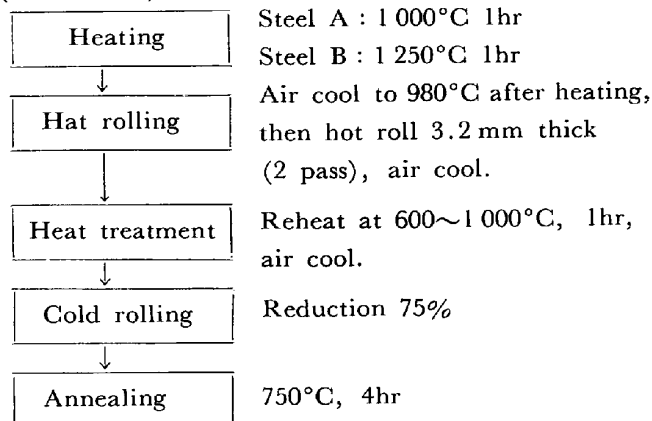
\* 昭和 46 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 49 年 10 月 31 日受付 (Received Oct. 31, 1974)

\*\* 住友金属工業(株)中央技術研究所 工博 (Central Research Laboratory, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

\*\*\* 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratory, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Nishinagasu Hondori Amagasaki 660)

Table 1. Chemical composition and procedure of specimen.

| C     | Mn   | Si    | P     | S     | N      | Ti   |
|-------|------|-------|-------|-------|--------|------|
| 0.046 | 0.30 | <0.01 | 0.004 | 0.005 | 0.0016 | 0.21 |

Hot rolled specimen  
(6 mm thick)

温度 1 250°C 以上として鍛造および圧延を行ない、厚さ 6 mm、幅 200 mm の素板とした。分析結果および処理工程を Table 1 に示すが、この素板を 2 分割し、1 000°C または 1 250°C の温度でそれぞれ 1 hr 加熱後、炉より取出して 980°C まで空冷し、3.2 mm の厚さまで 2 パスで圧延後放冷した。以下 1 000°C 加熱の熱延材を A 材、1 250°C 加熱の熱延板を B 材とする。これら 2 種の熱延板は、冷間圧延の前に 600~1 000°C の範囲で塩浴炉中にて 1 hr 加熱後放冷の処理を行なった。熱延のままおよび熱処理後の熱延板について、圧延方向に平行な断面にて光学顕微鏡組織観察、あるいは板面に平行な研磨面にてブランクレプリカによる析出物の電子顕微鏡観察を行なった。

これら熱延板は酸洗後 75% の冷間圧延により 0.8 mm 厚に仕上げ、アルゴン雰囲気中にて 750°C、4 hr 焼鈍した。この焼鈍は 750°C に保持した炉に被焼鈍材を投入し、所定時間後冷却帯へ引出して放冷している。焼鈍後の冷延板に対しては、圧延方向に平行な断面の光学顕微鏡組織観察、引張試験、JIS 17 型試験片によるコニカルカップ試験および X 線による集合組織調査などを行なった。引張試験は JIS 5 号試験片を用い、同一試料より引張方向が圧延方向に対し、0°、45° および 90° となる 3 種の試験片をとり、20% 変形時の値の  $r$  測定、引張強さおよび伸びなどの測定を行なった。なおこれらの試験値は各方向の実測値を  $x_0$ 、 $x_{45}$  および  $x_{90}$  としたとき、次式により平均値を求めた。

$$\bar{x} = (x_0 + 2x_{45} + x_{90}) / 4$$

X 線による集合組織調査は弗酸-過酸化水素混合液により板厚を 1/2 まで落としてから圧延面に平行な結晶面の積分強度比の測定、および {200} 極点図の作製を行なった。また冷延のままの状態の組織の差をみるため、化学研磨および酢酸-過塩素酸混合液による電解研磨で薄膜を作り、200 kV の電子顕微鏡により直接観察を行なった。さらに再結晶挙動を知るため、冷延板を塩浴炉を用いて等温焼鈍し、硬さ変化を調査した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 コニカルカップ試験値および引張試験結果

絞り性あるいは  $r$  値変化の傾向を知る簡便な方法として、コニカルカップ試験を行なった。熱延板の処理温度と冷延焼鈍後のコニカルカップ試験値の関係を Fig. 1 に示す。熱延時の素板加熱温度が 1 000°C の A 材の場合、熱延板処理温度 900°C までは大きな変化はなく、温度が高くなるにつれてやや小さくなる程度であるが 900°C を越えると大きくなっている。これに対し、熱延時の素板加熱温度が 1 250°C の B 材では、熱延のままの場合 A 材に比し、著しく大きいが、熱延板処理の温度上昇とともに大きく低下し、850~900°C の処理にて最小となり、900°C を越えると A 材と同じく大きくなる。このように 900°C までの熱延板処理では、B 材は温度が高くなるほど改良されるが、A 材の値までには到達しない。

熱延のままおよび熱処理を行なった熱延板の冷延焼鈍後の引張試験結果のうち、熱延のまま、700°C 処理、850°C 処理および 1 000°C 処理の場合を Fig. 2 に示す。A 材の場合、熱延板処理による冷延焼鈍板の強度変化はあまりなく、伸びは熱延のままから 700°C 処理、

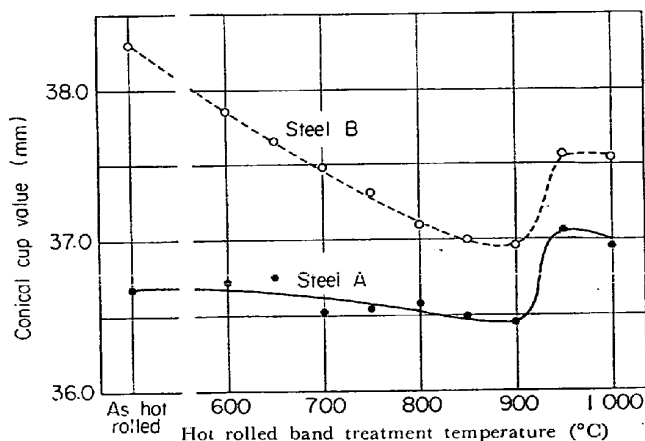


Fig. 1. Effect of hot rolled band treatment on conical cup value of steels after cold-rolling and annealing.

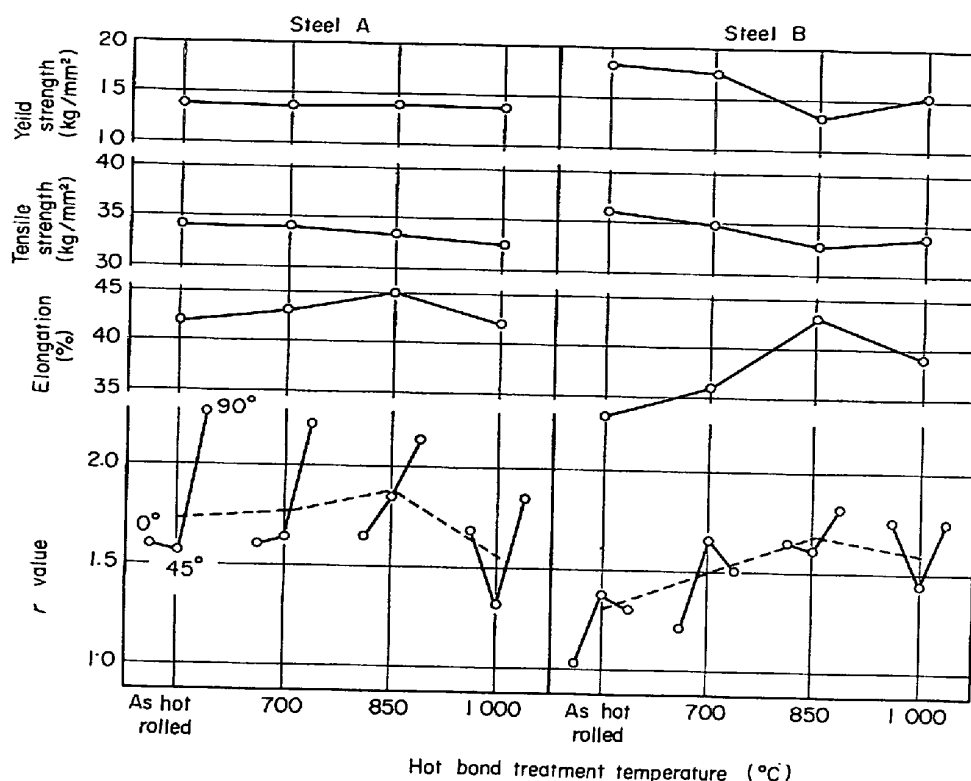


Fig. 2. Effect of hot band treatment on mechanical properties and  $r$ -value of steels after cold rolling and annealing.

850°C 処理となるにつれて大きくなり、1000°C 処理になるとやや下る。B材の場合、熱延のままではA材に比較し、引張強さは高く伸びは悪いが、熱延板処理により変化し、850°C 処理のとき引張強さは最低、伸びは最高となる。

$r$  値は Fig. 2 中に圧延方向に対し 0°, 45° および 90° の方向の  $r$  値を結んだものと 3 方向の平均値を示す。 $r$  値の平均値の熱延板処理による変化はほぼコンカルカップ値の変化に対応しており、A材B材のいずれも 850~900°C の熱延板処理にて極大値を示している。しかしながら  $r$  値の面内異方性の変化は、A材とB材では異なり、A材では熱延のままから 850°C 処理までは  $r_{90} > r_{45} > r_0$  ないしはこれに近い面内異方性（以下Ⅱ型の異方性とする）であるに対し、1000°C 処理では  $r_{90} \geq r_0 > r_{45}$  の通常のリムド鋼冷延鋼板に見られる面内異方性（以下Ⅰ型の異方性とする）となる。B材では熱延のままから 700°C までは  $r_{45} > r_{90} \geq r_0$  の逆 45° 異方性（以下Ⅲ型の異方性とする）があるが、熱延板処理温度 800~900°C の最も  $r$  値の高い範囲ではⅡ型ないしはⅡ型に近いⅠ型の面内異方性を示し、900°C をこえるとⅠ型の異方性となる。

### 3.2 集合組織

冷延焼鈍後の板の板面に平行な {110}, {200}, {211}

および {222} 各面のX線回折線積分強度比の、熱延板処理温度による変化を Fig. 3 に示す。{110} はA材では処理温度 900°C をこえると大幅に増加し、B材では熱延のままから 850~900°C まで少しずつ減少し、900°C をこえるとやや増加する。{200} はA材の場合熱延のままから 800°C までやや増加し、それ以上の温度では一定かやや減少している。B材の場合 800~900°C までは大きく減少し、900°C をこえると再び増加する。{211} の変化はA材、B材とも処理温度上昇により少しずつ減少する。{222} については測定値のばらつきが大きい、だいたいの傾向として、A材は熱延のままから 850°C 位まではほぼ一定で、900°C 以上では高温になるほど減少し、B材は熱延のままから 900°C 位までは増加しそれ以上では減少する。冷延鋼板の絞り性は一般に {111} が高く、{100} が低いほど良好とされているが、この積分強度比の熱延板処理による変化は、 $r$  値の平均値あるいはコンカルカップ値の変化とよく対応している。

次にA材およびB材の熱延のまま、700°C 処理、850°C 処理および 1000°C 処理の冷延焼鈍後の {200} 極点図を Fig. 4 および Fig. 5 にそれぞれ示す。A材の場合、熱延のまま、700°C 処理および850°C 処理は少しずつ差はあるが、ほとんど同じ傾向のものと見られ、

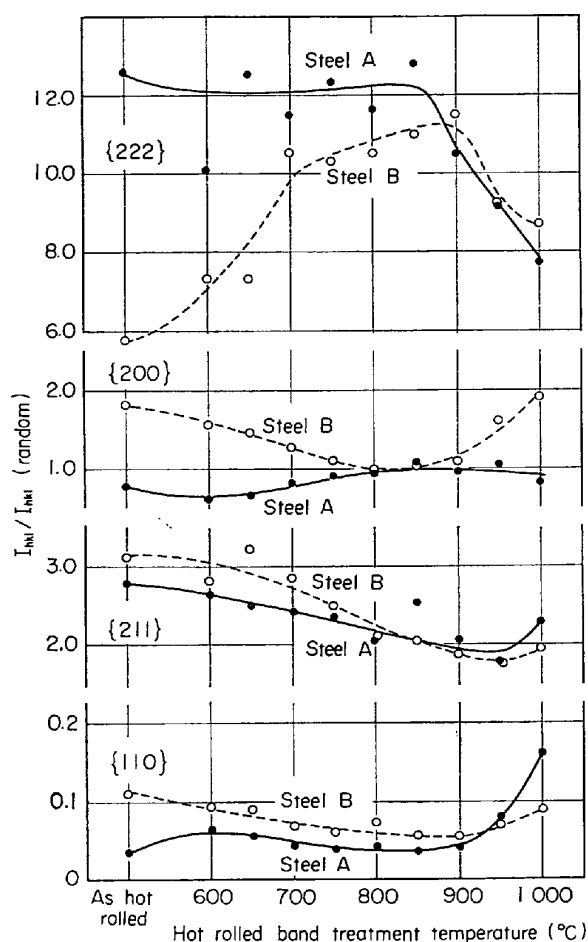


Fig. 3. Effect of hot rolled band treatment on X-ray intensity of steels after cold rolling and annealing.

いずれも 70~75% 冷延した極低 C の Ti 添加鋼に通常認められる,  $\{111\}$  方位の板面垂直軸まわりの分散成分が高い,  $\{554\}\langle 225 \rangle$  優先方位の再結晶集合組織である.  $1000^{\circ}\text{C}$  処理になると  $\{554\}\langle 225 \rangle$  優先方位の鮮鋭度は低下し,  $\{110\}\langle 001 \rangle$  や  $\{211\}\langle 011 \rangle$  などが現われている. B 材の場合, Fig. 5a に見られるように, 熱延のままで冷延焼鈍板では  $\{211\}\langle 011 \rangle$  が強く,  $\{100\}\langle 011 \rangle$  も残っており, 冷延のままの集合組織に近い. これが  $700^{\circ}\text{C}$  処理になると  $\{554\}\langle 225 \rangle$  への集積がやや強くなつて,  $850^{\circ}\text{C}$  処理は  $\{554\}\langle 225 \rangle$  優先方位となり, A 材の熱延のままないしは  $850^{\circ}\text{C}$  以下の処理での再結晶集合組織にほぼ等しいものが得られる. さらに  $1000^{\circ}\text{C}$  処理になると  $\{554\}\langle 225 \rangle$  は減少し,  $\{110\}\langle 001 \rangle$ ,  $\{211\}\langle 011 \rangle$  および  $\{100\}\langle 011 \rangle$  などが増し, A 材の  $1000^{\circ}\text{C}$  処理と似た鮮鋭度の低い集合組織になる. このように  $\{200\}$  極点図で示される集合組織の優先方位も, コニカルカップ値,  $r$  値および回折面の積分強度と同じく, 熱延板の処理条件に応じて変化していることがわかる.

### 3.3 光学顕微鏡組織

熱延板処理により冷延前のフェライト結晶粒径が変化し, 冷延焼鈍後の再結晶集合組織に影響をおよぼすこと<sup>10)~12)</sup>が予想されたので, 処理後の熱延板の光学顕微鏡組織を調査した. 熱延のまま,  $850^{\circ}\text{C}$  処理および  $1000^{\circ}\text{C}$  処理の例を Photo. 1 に示す. A 材の場合, 熱延のままでは平均粒径  $15\mu$  程度の細粒であるが, 処理温度  $900^{\circ}\text{C}$  までは温度上昇とともに少しずつ大きくなり,  $900^{\circ}\text{C}$  をこえると急に粗大化し, Photo. 1 の  $1000^{\circ}\text{C}$  処理に見られるような粒径  $40\mu$  程度の組織となる. B 材の場合, 熱延のままでは A 材より平均粒径が大きく  $40\sim 60\mu$  程度であるが, 粒形状が不定であり, 熱延板処理による変化は小さい.

冷延焼鈍後の光学顕微鏡組織について, 熱延のまま,  $850^{\circ}\text{C}$  処理および  $1000^{\circ}\text{C}$  処理の例を Photo. 2 に示す. A 材では熱延のままから  $900^{\circ}\text{C}$  処理まではほとんど差はなく,  $900^{\circ}\text{C}$  をこえるとやや平均粒径が大きくなる. B 材の場合, 熱延のままでは圧延方向に伸びた粒が多く, 熱延板処理温度が  $900^{\circ}\text{C}$  位までは伸びた粒が少なくなつて平均粒径がやや小さくなり,  $1000^{\circ}\text{C}$  処理では大きくなる. これらの観察結果の範囲では, いずれもほぼ完全に再結晶していると推定された.

### 3.4 電子顕微鏡組織観察

熱延板処理にともなう微細析出物の状態変化をブランクレプリカ法により調査した. A 材および B 材の熱延のまま, 熱延板処理温度  $850^{\circ}\text{C}$  および  $1000^{\circ}\text{C}$  の場合の観察例を Photo. 3 に示す. A 材の場合 Photo. 3 に見られるように熱延のままの状態では  $300\sim 1500\text{\AA}$  析出物が分散しており, 熱延板処理によつて粒界への凝集なども観察されるが, 析出物の大きさはあまり変わらない. これに対し B 材の場合, 熱延のままでは  $50\sim 200\text{\AA}$  の微細な析出物が地全面に分散しており, 熱延板処理の温度が高くなるにしたがつて, 析出物は  $200\sim 1000\text{\AA}$  と大きくなり, 粒界などへの凝集が観察される. これら析出物の大部分は, 電子線回析の結果 TiC ないしは  $\text{TiC}(\text{N})$  と同定された.

以上のように熱延板処理によつて, 冷延前の熱延板中の微細析出物の状態が大きく変化することがわかったが, 冷延加工中のこれら析出物の存在は, 加工によるセル形成の傾向を阻害する<sup>13)</sup>とされているので, 75% 冷延後の冷延のままの状態における薄膜の直接観察を行なつた. 観察例を Photo. 4 および 5 に示すが, セルの形成傾向は方位により差があつて,  $\{111\}$  は  $\{100\}$  に比較してセル構造が発達しやすい傾向がある<sup>14)</sup>. 熱延のままの A 材と B 材の場合を比較すると, A 材ではかな

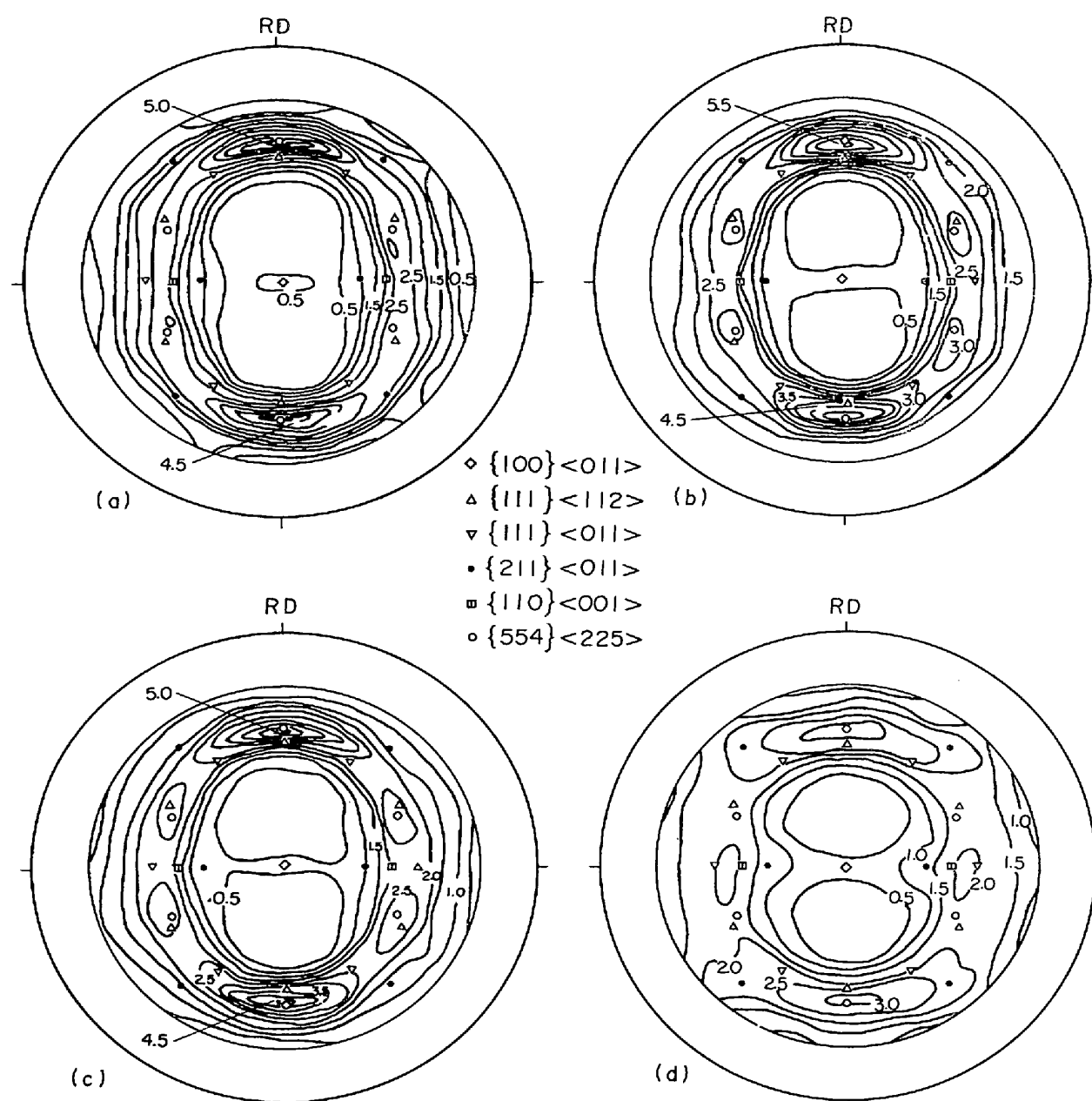


Fig. 4. {200} pole figures of steel A after cold rolling and annealing. Hot rolled band treatment : (a) As hot rolled, (b) 700°C, (c) 850°C, and (d) 1000°C.

りセルの形成が認められるが、B材ではセル構造の発達の阻害が著しい。A材の熱延のままと1000°C熱延板処理の冷延状態を比較するとPhoto. 4に見られるように、1000°C処理の方がセル構造は発達しており、セルがやや小さい。B材の850°C処理した後の冷延状態は、Photo. 5に見られるようにセル構造が鮮明になっている。熱延板処理による冷延状態のこのような変化は、レプリカ観察における微細析出物の粗大化や凝集に対応しているといえる。

### 3.5 等温加熱焼鈍による硬さ変化

熱延板処理による状態変化の影響を知るため、熱延の

まま、700°C、850°Cおよび1000°Cの熱延処理の場合について、75%冷間圧延後、700°Cの等温焼鈍を行ない、軟化挙動を調査した。結果をFig. 6に示すが、熱延のままの場合、A材に比較してB材は軟化がかなり遅れる。熱延板処理温度が700°Cでは熱延のままと大差はないが、850°Cの処理ではA材、B材のいずれも軟化が大幅に促進される。しかし、1000°Cの熱延板処理では、850°Cの場合よりも逆に軟化が遅くなっている。軟化によりほぼ一定値に達した後の硬さは、A材ではいずれの熱延板処理でもほぼ同一レベルであるが、B材では硬さのレベルがかなり異なっている。

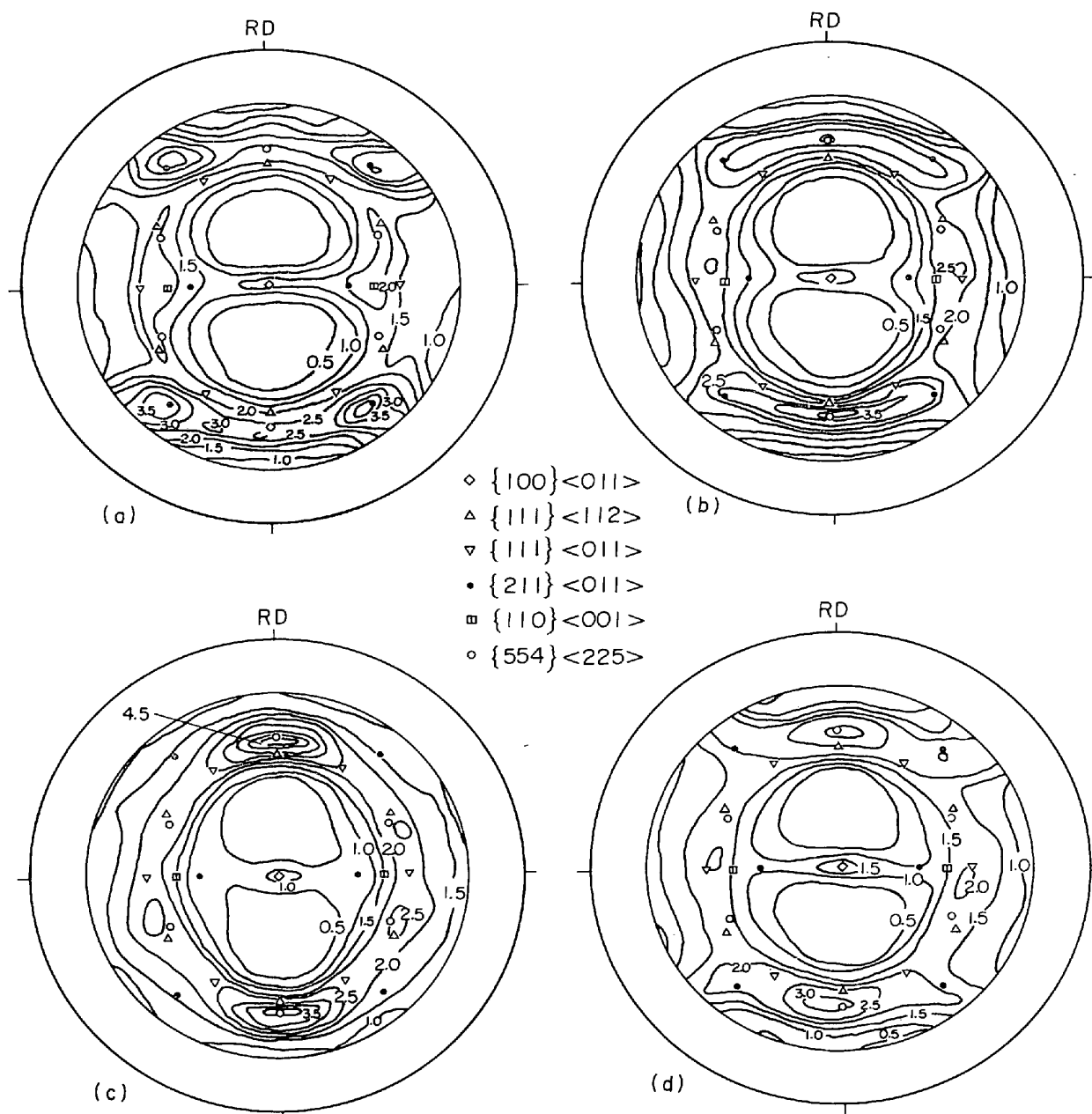


Fig. 5.  $\{200\}$  pole figures of steel B after cold rolling and annealing. Hot rolled band treatment: (a) As hot rolled, (b) 700°C, (c) 850°C, and (d) 1000°C.

このように熱延処理は冷延後の焼鈍時の軟化速度に影響をおよぼし、熱延板処理温度が高くなるにつれて軟化速度は速くなり、約 850°C で最も速く、それ以上の処理温度では逆に遅くなっている。

#### 4. 考 察

##### 4.1 熱延板処理と微細析出物

炭窒化物形成元素を添加した冷延鋼板の再結晶集合組織が冷延前の熱延板の熱履歴により変化することを Nb 添加鋼について Mould ら<sup>8)</sup>化学的に Nb とよく似た Ta 添加鋼について小久保ら<sup>9)</sup>が検討している。この熱

延板の熱履歴の効果を、Mould らは炭・窒化物の微細析出物の大きさや分布状態を変化させることにありとし、これが冷延後焼鈍時の回復再結晶過程に影響するためと考えているのに対し、小久保らは熱延時に充分析出できずに固溶している C や N を充分固着せしめることにありと考え、これにより地が純化され、冷延状態が変化するためとしている。

本実験の場合、C に比較し N は少ないので TiC の固溶析出に関連して C および Ti の状態を推測すれば、まず C の固溶量の温度変化を平衡溶解度の熱力学データ<sup>15)16)</sup>から計算すると Fig. 7 のごとくなる。Ti は

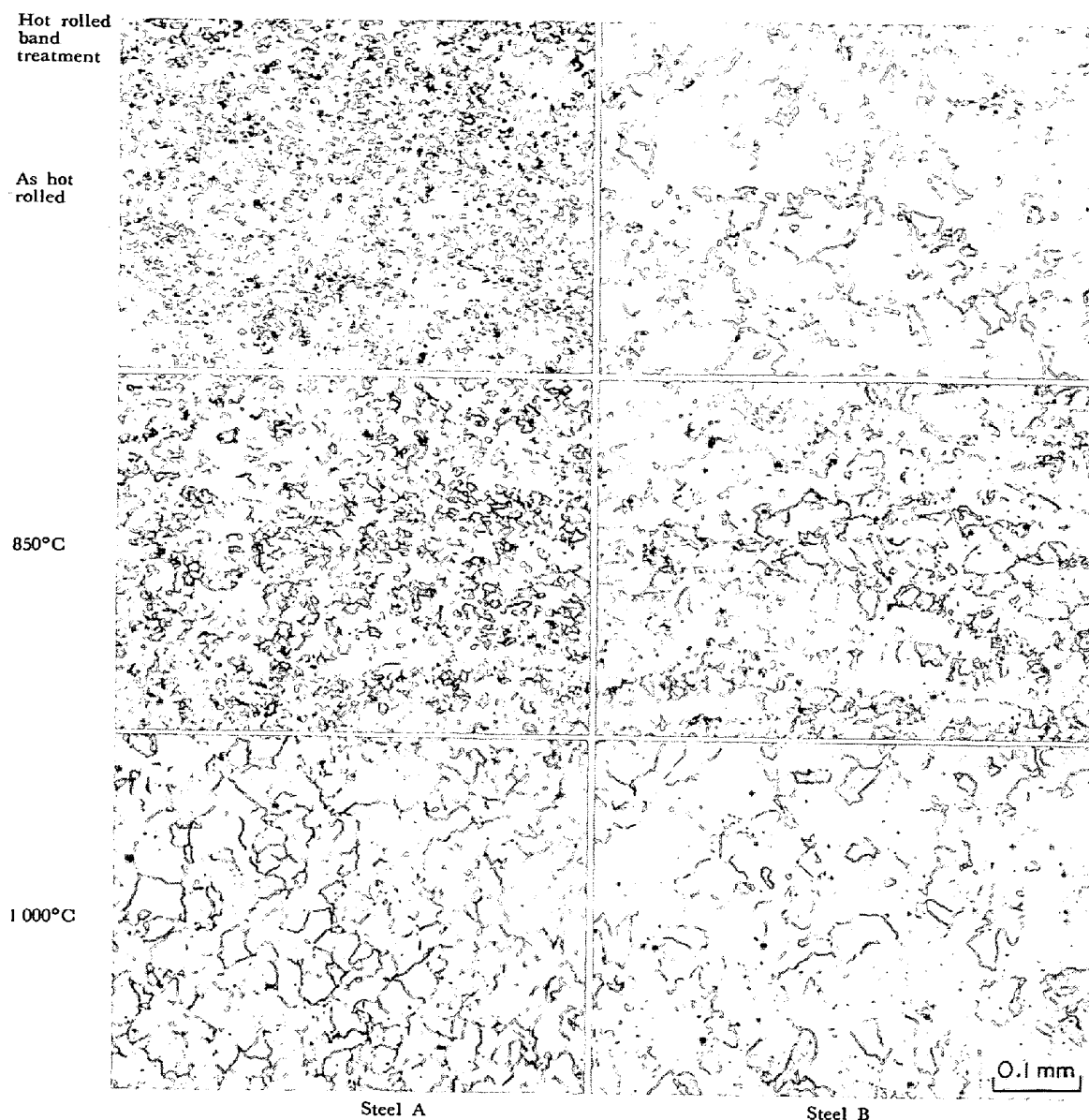


Photo. 1. Microstructure of hot rolled band before cold rolling.

Cに対し十分な量存在しており、平衡状態においては常温での溶解度は非常に小さいので、この図の固溶Cは冷却時に析出する  $\text{TiC}$  に対応し、熱延を行なった場合には極めて微細に析出する分と考えられる。低Cの場合の  $\text{Fe-C-Ti}$  系の変態温度ははつきりしないが、Fig. 7 から  $850^\circ\text{C}$  位までの  $\alpha$  域では平衡固溶C量は 1 ppm 以下であり、 $\gamma$  域では  $850^\circ\text{C}$  にて約 20 ppm、 $1000^\circ\text{C}$  にて約 0.013% 固溶し、約  $1150^\circ\text{C}$  にてほぼ完全に固溶する。しかし、原子濃度比で  $\text{Ti/C}$  が1より大きい場合、内部摩擦の測定によれば、熱延板中には固溶CおよびNは検出できず<sup>9)10)</sup>通常の熱延、放冷の条件では、これらの原子はほとんど  $\text{TiC}$ 、 $\text{TiN}$  となつて析出していると推定される。

熱延板を適当な温度で加熱処理することにより、冷延

加工にともなつて発達するセル構造が鮮明化するという薄膜の直接観察結果は、Ta 添加鋼の実験結果<sup>9)</sup>と一致するが、小久保らはこの理由を固溶Cの減少によるとしている。本実験の場合、前述のごとく熱延のままの状態では固溶Cはほとんどないと推定され、熱延板処理によつて微細析出物の粗大化や凝集が観察された。この微細析出物の状態変化と、LESLIE ら<sup>13)</sup>の少量の Cu を添加した純鉄において Cu を冷延前微細に析出させるとセル構造の発達が阻害されるという実験結果を考え合わせれば、セル構造の鮮明化は、微細析出物の状態変化によりセル形成阻害が緩和されたためとする方がよいと思われる。

回復再結晶の進行への微細析出物の影響は、一般にその量が多く、径の小さいほど転位や粒界の移動に対する

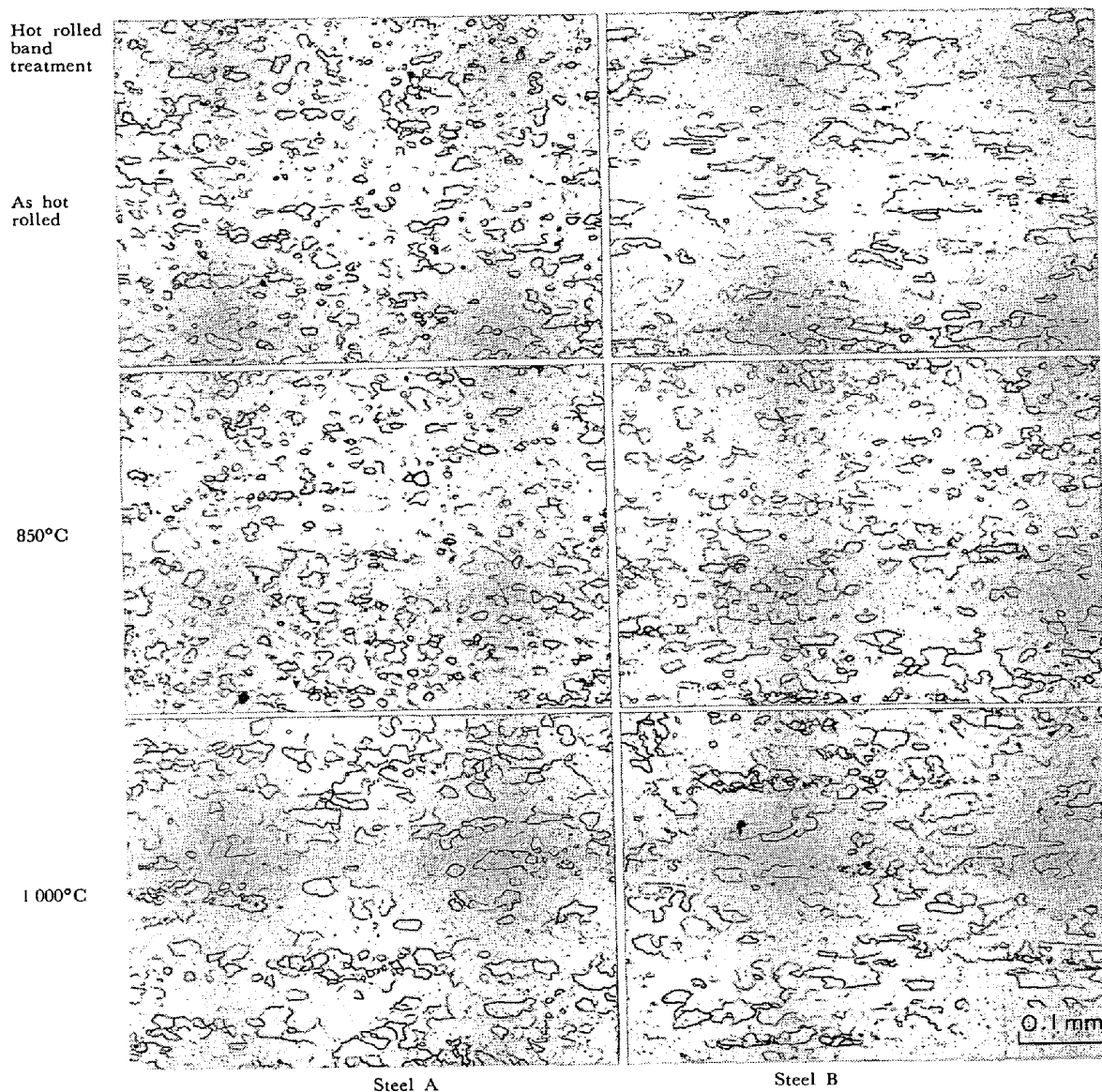


Photo. 2. Microstructure of steel after cold-rolling and annealing.

拘束力が大きいことはよく知られており、それによつて回復再結晶の進行が抑制される。熱延のままの場合、冷延後の等温焼鈍においてA材がB材より再結晶速度が速いのは、熱延の素材加熱時の固溶C量の相違にもとづく微細析出物の量の差によるものであり、約850°Cまでは熱延板処理温度が高いほど軟化が速くなるのは、微細析出物が凝集、粗大化し、その回復再結晶抑制効果が減退するためと推定される。さらに1000°Cの処理でふたたび軟化が遅くなるのはCの再固溶量が増し冷却時に微細な再析出物が増加し、回復再結晶を阻害するためであろう。以上のように熱延板処理のおもな効果は、冷延前の材料中の微細析出物の大きさや分散状態の変化にあると考えられる。

#### 4.2 $r$ 値の面内異方性と再結晶集合組織

リムド鋼あるいはアルミキルド鋼において、冷延圧下

率を変えれば焼鈍後の板の  $r$  値の面内異方性が大きく変わることはよく知られており<sup>20)</sup>、通常冷延圧下率 70% 前後では 45° 方向の  $r$  値が最も低い I 型の面内異方性を示す。これに対し本実験の場合、同じ冷延圧下率で I 型ばかりでなく II 型、III 型の異方性が現われ、熱延板処理によつて変化した。

集合組織と  $r$  値が密接な関係にあることが明らかにされて以来、結晶方位と  $r$  値の関係を定量的に求めようとする試みがいくつか報告されている。例えば多結晶体について、主要方位と  $r$  値の関係のモデルを用いた計算結果<sup>21)</sup>、(222) 極点図を利用して直接  $r$  値を算出する方法<sup>22)</sup>、あるいは反極点図の軸密度分布を用い  $r$  値を計算によつて求める試み<sup>23)</sup> などがある。これらの結果はいずれも  $r$  値に対して、板面に平行な {111} 面が多く、{100} 面が少ないことが好ましい結果を示しているが、 $r$  値の引張

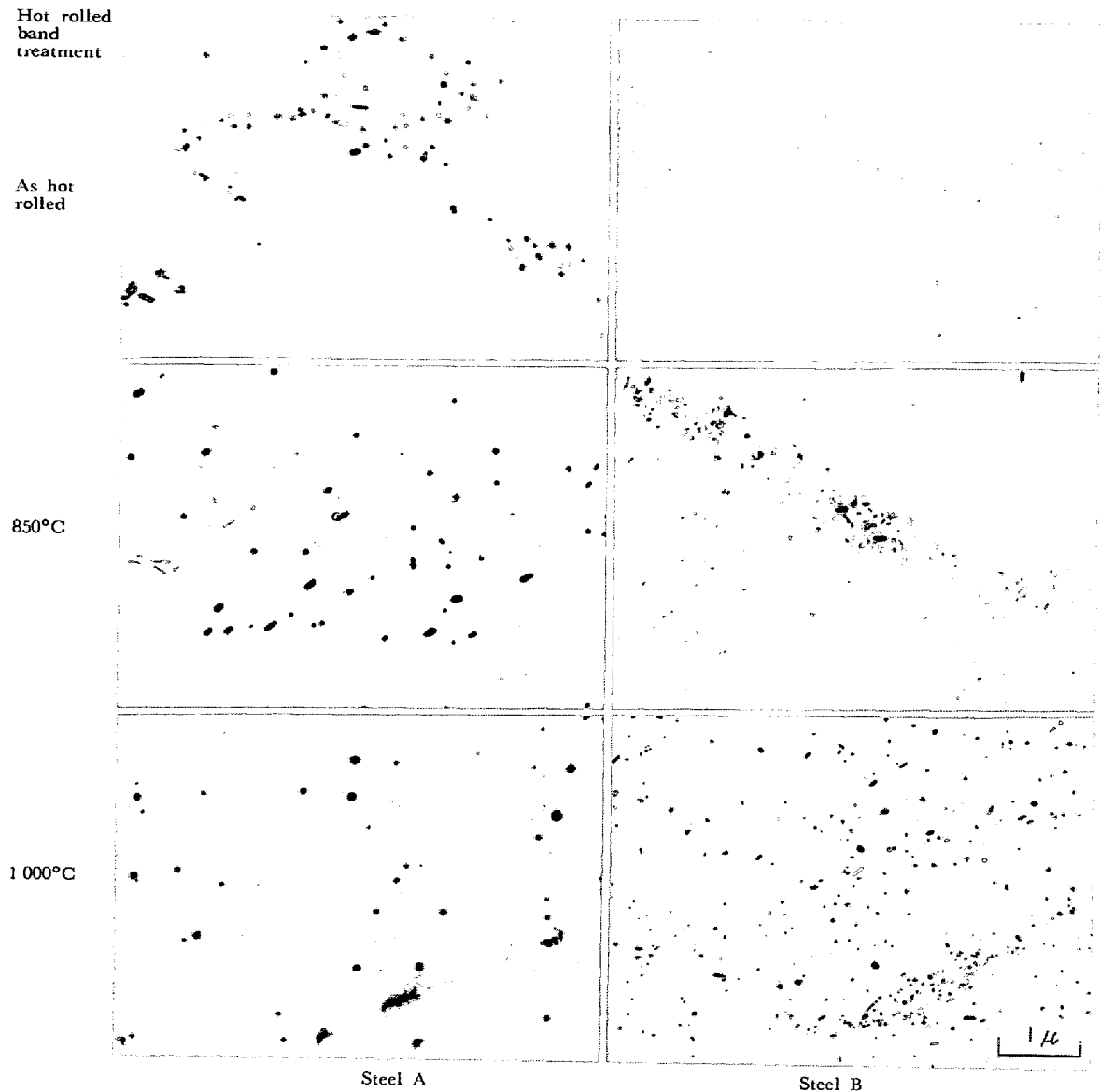


Photo. 3. Electron micrograph of carbon replicas showing precipitation in hot rolled band before cold rolling.

方向による面内異方性が集合組織に大きく依存していることも示している。この面内異方性と代表的な方位の関係は次の通りである<sup>21)</sup>。

- (1)  $\{111\}$  面方位は面内異方性が小さい。
- (2)  $\{110\}\langle 001 \rangle$  は強い正  $45^\circ$  異方性 (I 型) を示す。
- (3)  $\{100\}\langle 011 \rangle$  は逆  $45^\circ$  異方性 (II 型),  $\{211\}\langle 011 \rangle$  はこれに近い異方性をそれぞれ示す。

これらの結果だけからは、種々の面内異方性の出現を充分には説明できないが、通常の冷延リムド鋼板の強い I 型の面内異方性とその再結晶集合組織の関係を対比させて、本実験の Ti 添加の場合を見ると、上記の結果から次のようなことがいえる。

A 材の場合、熱延板処理温度が  $850^\circ\text{C}$  までは、 $\{554\}$

$\langle 225 \rangle$  優先方位で、各面の積分強度は大きくは変わらず  $r$  値の面内異方性は II 型に近い I 型から、II 型へ移行している。 $\{554\}\langle 225 \rangle$  は  $\{111\}\langle 112 \rangle$  と約  $6^\circ$  しか差はなく、 $\{111\}$  面方位と同様面内異方性におよぼす影響は小さいと考えられる。そしてリムド鋼に比し  $\{110\}$  が非常に低く、 $\{200\}$  がやや高いことが II 型の異方性を示す理由ではないかと思われる<sup>5)</sup>。この A 材を  $1000^\circ\text{C}$  処理したとき  $\{110\}$  面強度が増加し、極点図は全体に鮮鋭度が低下するが  $\{110\}\langle 001 \rangle$  は相対的に高くなっており、I 型の異方性に対応する。

B 材の場合、熱延のままおよび処理温度の低い場合の再結晶集合組織は  $\{200\}$  が高く、 $\{211\}\langle 011 \rangle$  優先方位である。 $\{200\}$  はおもに  $\{100\}\langle 011 \rangle$  であるとすれば、いずれも II 型の異方性を示す方位であり、 $r$  値の実測結

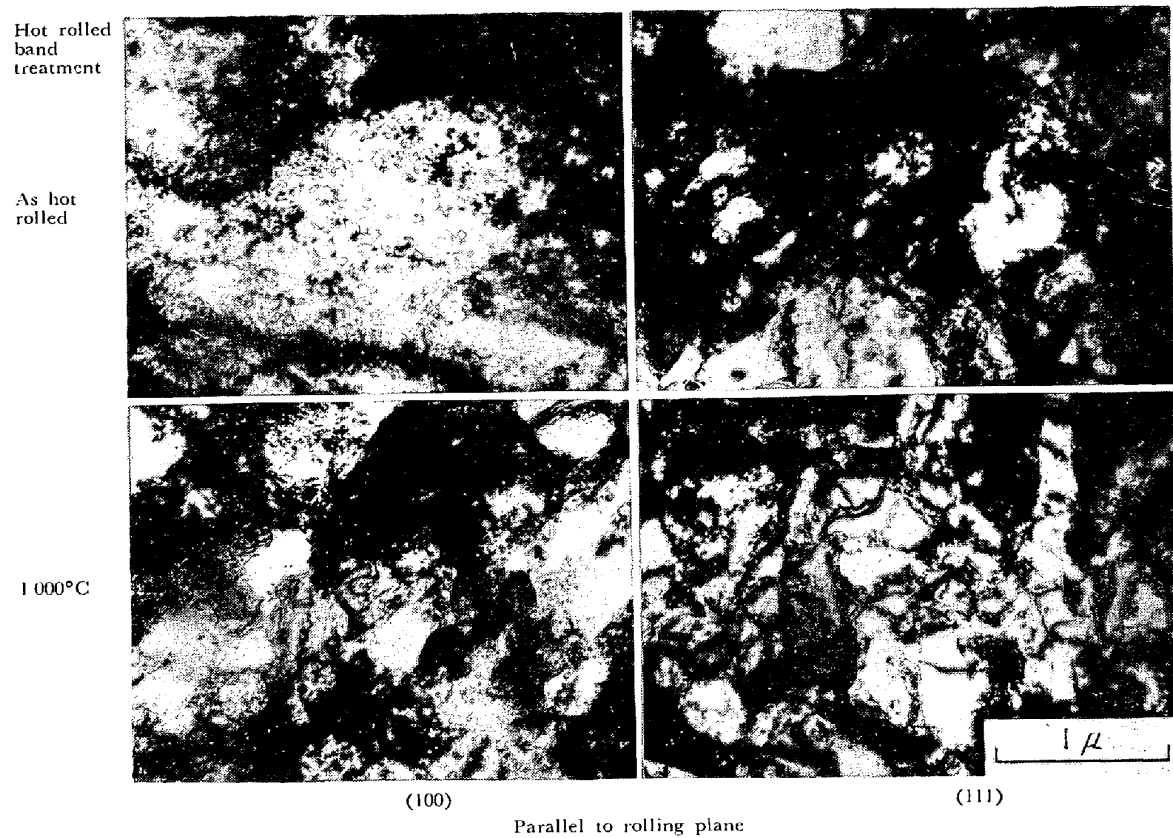


Photo. 4. Electron transmission micrograph of 75% cold rolled steel A.

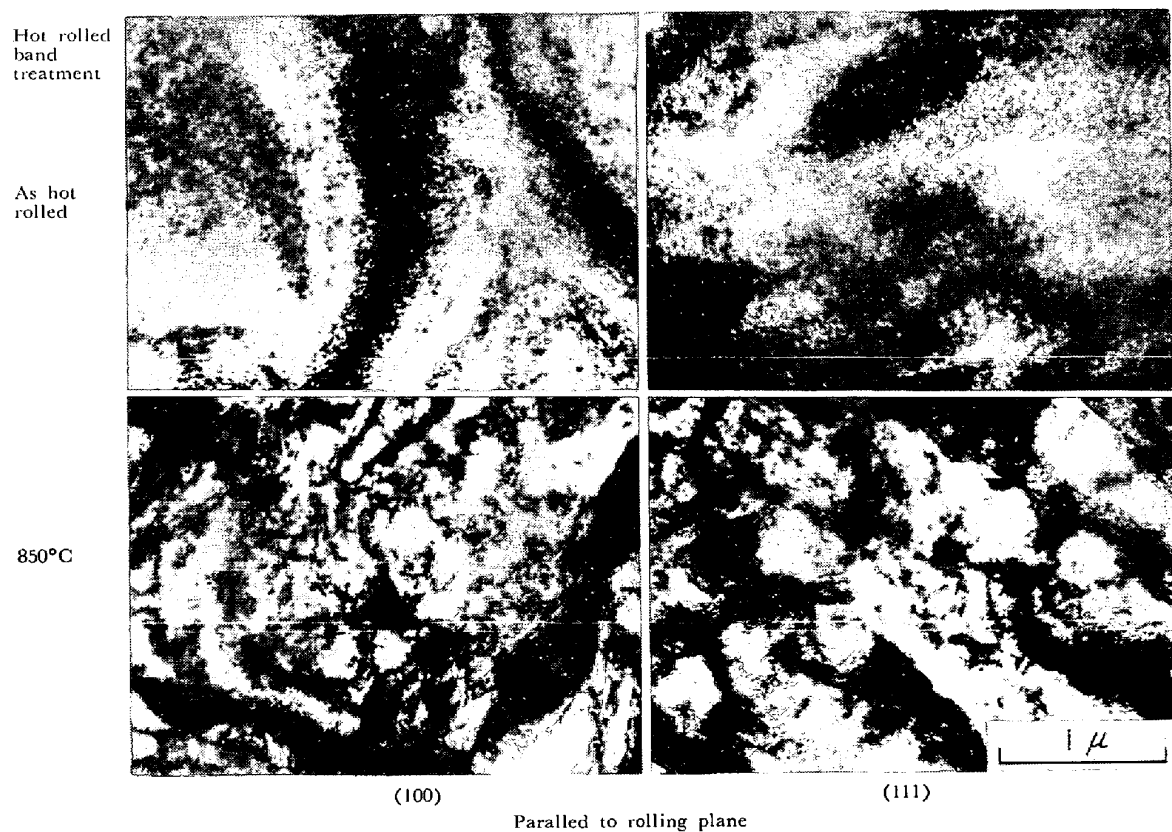


Photo. 5. Electron transmission micrograph of 75% cold rolled steel B.

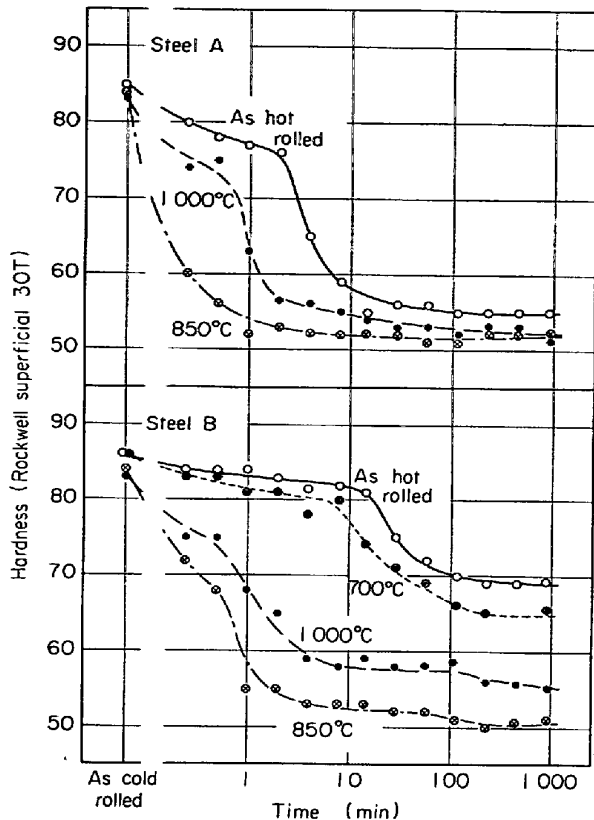


Fig. 6. Effect of hot rolled band treatment on recrystallization 75% cold rolled sheets during isothermal annealing at 700°C.

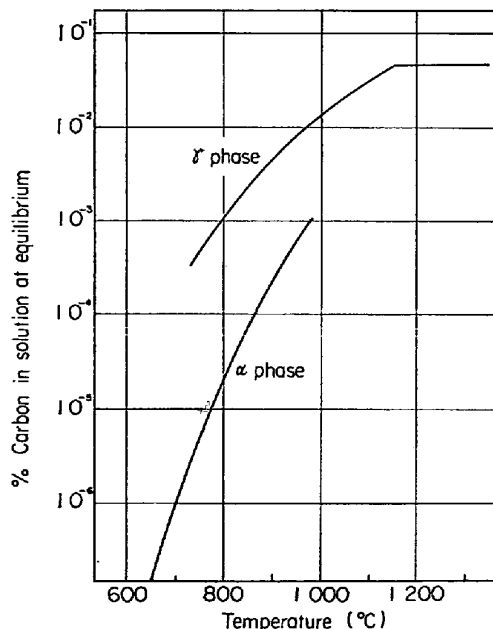


Fig. 7. Calculated solubility of carbon in steel used for this experiment.

果もよく対応している。850°C 処理では  $\{554\}\langle 225 \rangle$  優先方位となり、 $\{100\}$ 、 $\{211\}$  も減少するので面内異方性は小さい。1000°C 加熱処理では、 $\{110\}$  面強度の大

幅な増加はないが、 $\{200\}$  極点図では  $\{110\}\langle 001 \rangle$  近傍が高く、I 型の面内異方性に対応している。このように  $r$  値の面内異方性に関しては、 $\{100\}$ 、 $\{110\}$  および  $\{211\}$  面方位に注目すべきであるといえる。

#### 4.3 微細析出物と再結晶集合組織

Ti 添加鋼のすぐれた深絞り性に関連し、 $\{111\}$  面強度が高く、 $\{554\}\langle 225 \rangle$  優先方位の再結晶集合組織の形成理由について種々検討されているが、Ti 添加の効果は固溶 C および N の除去によるマトリックスの純化<sup>18)</sup>なのか、冷延前に析出している微細 TiC による<sup>6)17)</sup>のか、あるいは固溶 Ti そのもの<sup>4)</sup>なのか見解が分かれている。また再結晶集合組織の形成機構に関しても、冷延の集合組織ないしは冷延状態が支配的であるとする考え方<sup>18)19)</sup>と焼鈍時の回復再結晶過程を重視した考え方<sup>4)5)</sup>とがある。しかし現在のところの理由が最も真実に近いのか必ずしも明らかでない。本実験の比較的炭素量の多い場合においても、熱延板の履歴によつては極低炭素 Ti 添加鋼と同様な再結晶集合組織が得られており、それらの種々の集合組織の形成機構も極低炭素の場合と本質的に異なるものとは考えられない。

$\{100\}\langle 011 \rangle$  および  $\{211\}\langle 011 \rangle$  の 2 方位は、通常のリムド鋼やアルミキルド鋼で 70% 程度の冷間圧延を行なった場合、冷延状態では強いが再結晶過程で他方位に変化し、焼鈍後には多くは残らない。しかし B 材の熱延のまま、あるいは熱延板処理温度の低い場合、再結晶後もこれらの方位が残っており、冷延前微細な析出物が地全体に密に分布しているとき、通常の大傾角粒界の移動による再結晶が著るしく阻害され、冷延方位のまま再結晶してしまつた<sup>24)</sup>と考えられる。Fig. 6 に示した軟化速度の測定から、これらの B 材はかなり再結晶が遅れており、未再結部の残存のためこれらの冷延方位が認められた可能性もあるが、光学顕微鏡観察からは Photo. 2 に見られるようにほぼ完全に再結晶している。

この B 材は熱延板処理によつて微細析出物が凝集粗大化し、その抑制効果が弱まるとしだいに極低炭素 Ti 添加鋼に見られる  $\{554\}\langle 225 \rangle$  優先方位に移行することは、この再結晶集合組織は in situ 的な再結晶が優先して生ずる<sup>5)</sup>ことを示唆しているように思われる。

再結晶集合組織の  $\{110\}\langle 001 \rangle$  は冷延前フェライト結晶粒が粗の場合高くなることが知られている<sup>10)11)25)26)</sup>。その理由として冷延集合組織の主方位  $\{111\}\langle 112 \rangle$  のマトリックスの冷延前粒内の変形帯より  $\{110\}\langle 001 \rangle$ 、粒界より  $\{111\}\langle 011 \rangle$  が生ずるので結晶粒が粗の場合、相対的に  $\{110\}\langle 001 \rangle$  が増すという考え方がある<sup>11)</sup>。A 材において熱延板処理 1000°C にて  $\{110\}$  が増加するの

はこの冷延前結晶粒の粗大化が一因と考えられる。しかし B 材では冷延前 A 材の  $1000^{\circ}\text{C}$  処理と同程度の粒径であるにもかかわらず再結晶後の  $\{110\}$  は低い。これはほかの要因、例えば、冷延状態のセル構造の不鮮明なことから推測される、粒内変形帯の状態変化などが影響している可能性がある。また、Al キルド鋼の  $\{110\}$  方位の発達のリムド鋼に比し大幅に抑制される。その理由としては、機構の細部については種々の意見があるけれども、冷延集合組織の主方位である  $\{111\}\langle 112 \rangle$  マトリックスから生成する可能性のある  $\{111\}\langle 011 \rangle$  と  $\{110\}\langle 001 \rangle$  とが AlN の析出により  $\{110\}\langle 001 \rangle$  が抑制され、 $\{111\}\langle 011 \rangle$  が発達するためとされている<sup>(1)(27)(28)</sup>。さらにリムド鋼においても、冷延前  $A_3$  点以上の温度からの急冷、焼戻処理によつて再結晶時の  $\{110\}$  の発達が抑制されるが、その原因は  $\text{Fe}_3\text{C}$  の微細析出の効果と考えられている<sup>(29)</sup>。

同様な冷延率の Ti 添加鋼の場合、冷延集合組織の主方位としては地の純化または微細な  $\text{TiC}$  の存在により  $\{111\}\langle 112 \rangle$  より  $\{211\}\langle 011 \rangle$  の方がやや高くなり、このため面法線より圧延方向に  $30^{\circ}$  傾いた方向にある  $\langle 110 \rangle$  軸のまわりの回転関係に対応する  $\{554\}\langle 225 \rangle$  が再結晶後発達しているとする考え方がある<sup>(19)</sup>。しかし、冷延集合組織は  $\{211\}\langle 011 \rangle$  の方がやや高いとしても極点図上ではそれに匹敵するほど  $\{111\}\langle 112 \rangle$  が存在しており、しかも  $\{111\}$  は  $\{112\}$  より速く回復する<sup>(29)</sup>。したがつて、 $\{110\}$  は再結晶過程で増加してもよいと思われるが、実際には Al キルド鋼以上に抑制され、大幅に減少する。この現象を上記の Al キルド鋼やリムド鋼の場合と比較すれば、Ti 添加鋼の再結晶集合組織の  $\{110\}$  の著しい低下は微細析出物の存在が影響していると考えられる。

このように  $r$  値の面内異方性に強く影響をおよぼすと考えられる  $\{110\}\langle 001 \rangle$  の発達抑制は、 $\{111\}$  などほかの方位の形成との関連において検討しなければならないが、冷延状態の変化と再結晶機構の変化の両者が影響しているようである。ただし、冷延状態の変化は、 $\text{TiC}$  の析出は同時に固溶 C の除去を意味しており、析出か純化かいずれがおもな効果なのか議論のあるところであるが、再結晶機構の変化については、微細析出物の効果と考える方が理解しやすいように思われる。

## 5. 結 言

低炭素冷延鋼板への少量 Ti 添加の  $r$  値の面内異方性や再結晶集合組織におよぼす影響を明らかにする目的で、原子濃度比にて  $\text{Ti/C}$  が 1 よりやや大きい低炭素

Ti 添加鋼を用い、熱延時の素材加熱温度を  $1000^{\circ}\text{C}$  または  $1250^{\circ}\text{C}$  として熱延後、さらに  $600\sim 1000^{\circ}\text{C}$  の熱延板処理を行ない、75% 冷延焼鈍時の諸特性の変化を検討し、次のような結果を得た。

(1) 熱延時の素材加熱温度が  $1000^{\circ}\text{C}$  の場合、約  $850^{\circ}\text{C}$  以下の熱延板処理の効果は小さく、いずれも高い  $\{111\}$ 、低い  $\{110\}$  と  $\{554\}\langle 225 \rangle$  優先方位の再結晶集合組織を示す。熱延時の素材加熱温度が  $1250^{\circ}\text{C}$  の場合、熱延のままでは冷延状態に近い再結晶集合組織を示すが、熱延板処理によつて  $\{111\}$  は増加し、 $\{554\}\langle 225 \rangle$  優先方位の集合組織に変化して行く。熱延板処理温度が  $900^{\circ}\text{C}$  こえると、いずれの場合も鮮鋭度の低い集合組織となり、 $\{222\}$  が低下し、 $\{110\}$  ないしは  $\{110\}\langle 001 \rangle$  が増加する。

(2)  $r$  値の面内異方性は熱延板処理によつて変化し、処理温度の上昇にともない、 $1000^{\circ}\text{C}$  加熱の場合は  $r_{90} > r_{45} \geq r_0$  (Ⅱ型) から  $r_{90} > r_0 > r_{45}$  (Ⅰ型) へ、 $1250^{\circ}\text{C}$  加熱の場合は  $r_{45} > r_{90} \geq r_0$  (Ⅲ型) からⅡ型およびⅠ型へ移行する。この場合、 $\{100\}\langle 011 \rangle$  および  $\{211\}\langle 011 \rangle$  がⅡ型の異方性、 $\{110\}\langle 001 \rangle$  が強いⅠ型の異方性をもたらす要因であるとするれば、 $r$  値の面内異方性の変化は集合組織の変化に対応づけて説明できる。

(3) 熱延時の素材加熱温度の相違は回復再結晶の進行に大きく影響する微細析出物の量を変え、熱延板処理はこの微細析出物を凝集あるいは粗大化させると推定された。この微細析出物の状態変化は、冷延時のセル形成、軟化速度および再結晶集合組織などの変化に対応する。これから本実験の範囲においては、冷延前に存在する微細析出物の状態が、再結晶集合組織の形成に大きく影響していると推定された。

## 文 献

- 1) 清水, 河原田, 柴田: 特許公告, 昭 42-12348 (1967)
- 2) 清水, 松田, 定村, 高橋, 河原田: 特許公告, 昭 44-18066 (1969)
- 3) P. R. V. EVANS, J. C. BICTON, and I. F. HUGHES: JISI, (1969), p. 331
- 4) R. H. GOODENOW and J. F. HELD: Met. Trans. 1 (1970), p. 2507
- 5) 松岡, 高橋: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1134
- 6) 松岡, 高橋, 白石: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1612
- 7) 秋末, 高階: 日本金属学会誌, 36 (1972), p. 1124
- 8) P. R. MOULD and J. M. GRAY: Met. Trans., 3 (1972), p. 3121
- 9) 小久保, 須藤, 亀野, 橋本, 塚谷, 岩井: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 469
- 10) 速水, 阿部, 小甲: 日本金属学会第 58 回講演大会予稿 (1966), p. 55

- 11) M. MATSUO, S. HAYAMI, and S. NAGASHIMA: Proc. ICSTIS (1970, Tokyo), Suppl., Trans ISIJ, 11(1971), p. 867
- 12) M. MATSUO, S. HAYAMI, and S. NAGASHIMA: Advance in Xray Analysis, 14(1971), p. 214
- 13) W. C. LESLIE, J. T. MICHALAK, and F. W. AUL: Iron and Its Dilute Solutions (1963), p. 119 [Interscience Publ.]
- 14) 寺崎, 金子: 鉄と鋼, 57(1971), S-469
- 15) 沢村 盛: 鉄と鋼, 43(1947), p. 31
- 16) 盛, 時実, 烏谷: 鉄と鋼, 50(1964), p. 2004
- 17) 福田, 清水: 塑性と加工, 13(1972), p. 841
- 18) 高橋, 清水, 長田, 武智: 日本金属学会第 67 回講演大会予稿 (1970), p. 86
- 19) 松尾, 谷, 速水: 製鉄研究, (1972) 276, p. 10207
- 20) R. L. Whiteley and D. E. WISE: Flat Rolled Products, II (1962), p. 47 [Interscience Publ]
- 21) M. FUKUDA: Trans ISIJ, 8(1968), p. 68
- 22) J. A. ELIAS, R. H. HEYER and J. H. SMITH: Trans. Met. Soc. AIME, 224(1962), p. 679
- 23) 長島, 武智, 加藤: 日本金属学会誌, 29(1965), p. 393
- 24) 久保寺, 福垣: 日本金属学会会報, 7(1968), p. 383
- 25) 阿部, 高木: 鉄と鋼, 57(1971), p. 1123
- 26) 中村, 福塚, 八木: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 2025
- 27) 白岩, 寺崎, 小玉: 日本金属学会誌, 35(1971), p. 20
- 28) H. ABE and T. SUZUKI: Trans ISIJ, 11(1971), p. 201
- 29) 寺崎, 金子: 鉄と鋼, 58(1972), p. 1674