

連続焼鈍による超深絞り用冷延鋼板の製造*

福田 宣雄**・清水 峯 男***

The Production of Cold Rolled Steel Sheet of Extra Deep Drawing Quality by Continuous Annealing Process

Nobuo FUKUDA and Mineo SHIMIZU

Synopsis:

The Ti-stabilized steel has a uniform distribution of very fine precipitates (TiC) already in the hot rolled state. These prior precipitates are effective in developing a strong {111} recrystallization texture on annealing after cold rolling, and the slow heating up to annealing temperature such as undertaken for Al-killed steel to get effective precipitates or pre-precipitation clusters is not necessary for Ti-stabilized steel. Lowering carbon content of the steel to less than 0.01% results in great increases of the grain size and \bar{r} value in a very short time with the raising annealing temperature. The Ti-stabilized very low carbon steel (e.g., 0.005%C-0.1%Ti) therefore can get a very high \bar{r} value of above 2.0 even by applying a rapid annealing cycle with heating rates of 10^4 to 10^5 °C/sec and with soaking times within a few minutes.

Quench-aging does not occur at all in Ti-stabilized steel rapidly cooled from annealing temperature, as the carbon (and nitrogen) in the steel is stabilized with titanium. Then continuous-annealed Ti-stabilized steel is non-aging and very soft without over-aging treatment.

The Ti-stabilized very low carbon steels is the most suitable to get a non-aging steel sheet having an extra deep drawing quality by the continuous annealing process.

1. 緒 言

従来から高度のプレス加工性を必要とする冷延鋼板の製造には箱焼鈍法（バッチタイプ）が適用され、連続焼鈍法（急熱急冷を含む短時間焼鈍サイクル）はまったく採用されなかつた。焼鈍加熱速度が早くなれば深絞り性に好ましい {111} 再結晶集合組織の発達に有効なサイズと分布を持つ極微細析出物（あるいは析出前段階のクラスター）を得るための時間的余裕がなく、たとえば Al キルド鋼の r 値は焼鈍加熱速度の上昇とともに著しく劣化する¹⁾²⁾。また焼鈍温度に保持される時間が短いので結晶成長が十分行なわれず、したがって細粒組織となり降伏点が高くまた伸びが低い。この場合 {111} 粒が他の方位の粒を食って選択的に成長する効果も一般にはほとんど期待できないので、それによる r 値の改善もなされないことになる。さらに焼鈍温度から急冷されるので鋼

中の C が過飽和に固溶し、いわゆる焼入時効硬化を生じ、しかも材料が最終的にスキンパス圧延を施されると、これに歪時効硬化が加わり材質はいつそう劣化する。

BLICKWEDE³⁾ は深絞り用鋼板の連続焼鈍について検討し、Al キルド鋼を急熱する場合 10 sec 以内の短時間で再結晶するが結晶粒は非常に細くなり、しかも 20 hr 均熱してもほとんど成長しないことを示している。急冷に基づく固溶 C 量を減少するには、焼鈍温度から冷却後あるいは冷却途中で適当な温度に加熱するいわゆる過時効処理を行えばよいが、BLICKWEDE³⁾ の結果では比較的低温で行なつたほうが（ただし所要時間は長くなる）材質は軟化する。またブリキの連続焼鈍に関し GARBER⁴⁾ は新しいサイクルを提案し、焼鈍温度 (700°C) から約 300°C に焼入れ、この温度でストリップを捲取ればその保有する熱によつて self aging すなわち過時効が起こり、材料が軟化することを報告している。

* 昭和 48 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 49 年 6 月 14 日受付 (Received June 14, 1974)

** 新日本製鉄(株)堺製鉄所 工博 (Nippon Steel Corp.)

*** 新日本製鉄(株)八幡製鉄所 工博 (Yawata Steel Works, Nippon Steel Corp., Edamitsu, Yawata-ku Kitakyushu 805)

以上に述べたように連続焼鈍を適用して深絞り用鋼板を得るためには三つの問題が解決されねばならない。すなわち再結晶が終わつたのち短時間で結晶粒が成長しやすいようにするには、粒成長を阻止するような析出物を少なくすればよく、そのためには鋼成分あるいは熱履歴をコントロールする方法が考えられ、また焼鈍温度を上昇することも有効であろう。急冷による固溶Cの増加を防止するには上述のごとく過時効処理を付加して炭化物として析出させればよいが、適当な炭化物形成元素をあらかじめ鋼に添加しておくのも有効であろう。しかしながら急速加熱された場合 {111} 再結晶粒を選択的に発生成長せしめることは一般には困難で、これが r 値の高い超深絞り用鋼板の製造に連続焼鈍サイクルの適用を妨げた最大の原因である。

焼鈍中に回復あるいは再結晶に先立つて析出する極微細析出物（またはクラスター）が再結晶核の発生頻度を減少し、再結晶しやすい {111} 結晶粒の発生をあまり抑制しないが、再結晶しにくい {100} 粒の発生をいつそう強く抑制し、結果的に {111} 再結晶集合組織が強く発達するという、回復あるいは再結晶粒の核生成と成長に対する方位依存性が多くの人によつて実験的に確認されている。著者らはこの有効析出物を必ずしも焼鈍加熱過程で析出させる必要はなく、冷延前（すなわち熱延板中に）析出させておいても同様な役割を果たすのではないかと考えた。すでに報告⁵⁾したように、Ti 添加鋼では熱延板において TiC が析出しており、この鋼を用いれば冷延後に急速加熱焼鈍を行なつても {111} 再結晶集合組織を強く発達せしめることが予想された。もちろん焼鈍時に析出するものと冷延前にすでに析出したものとは、たとえどちらの場合にも {111} が強く発達しても、再結晶集合組織形成機構に異なつた作用を与えていることが考えられる。Ti 添加鋼における集合組織形成機構について高橋ら⁶⁾はこれとは別の可能性を報告している。一方 Ti 添加鋼では熱延板の内部摩擦測定結果から鋼中の C, N はほぼ完全に固定されていることがわかつており⁵⁾、冷延後の焼鈍でも分解しないので焼鈍後急冷されても焼入時効防止のための過時効処理を必要としないことが予測される。すなわち Ti 添加鋼は急熱急冷によつて生ずる問題点を解決し、連続焼鈍で超深絞り用冷延鋼板を製造するのにもつとも適した素材であることが示唆された。

2. 実験方法

まず焼鈍加熱速度と r 値との関係を調べるため、Table 1 に示す化学成分の Ti 添加極低C鋼の 0.8mm

Table 1. Chemical composition of Ti-stabilized steel for study on heating rate in short time annealing (wt%).

| C | Mn | Si | P | S | Cu | O | |
|--------|------|----------|-------|---------|-------|-----------|---------|
| 0.005 | 0.10 | 0.059 | 0.009 | 0.013 | 0.064 | 0.003 | |
| Sol. N | | Insol. N | | Sol. Ti | | Insol. Ti | Sol. Al |
| 0.0019 | | 0.0046 | | 0.088 | | 0.036 | 0.043 |

冷延板を生産ラインから採取した。この材料は熱延仕上げ温度 930°C、捲取り温度 550°C、熱延仕上げ厚み 2.7 mm、冷延率 70% である。冷延板から幅 45 mm、長さ 400 mm の短冊型試料を所要枚数剪断した。焼鈍炉は試料に直接通電して加熱できるものを用い、通電電流を制御して加熱速度を 500, 700, 900 および 1100°C/min に変化させた。さらに塩浴炉を用い加熱速度のいつそう早い場合を追加した。塩浴炉での試料の昇温速度は 1900°C/min であつた。焼鈍は 800°C で 5 min 行ない、電流を切り炉の扉をあけて空冷した。焼鈍試料から JIS 5 号引張試験片を作り r 値を測定し、また反転極点図による軸密度と、{200} 正極点図とを求めた。

つぎに結晶粒度と r 値との関係を調べ、結晶粒を成長させて r 値を向上させるための焼鈍条件を実験的に検討した。Table 2 に示す化学成分をもつ 4 種類の鋼の 0.8 mm 冷延板（冷延率 70%）を生産ラインから採取し、焼鈍温度を 700~950°C に変化させ（保定時間は 5 hr 一定）結晶粒度の異なる材料を作り、粒度と r 値を測定した。これら 4 種類の鋼のうち Ti 添加極低C鋼については、所望の材質を付与させるに必要な焼鈍条件を検討した。すなわち焼鈍温度を 900~950°C に変化させ、各温度に 1, 5 および 10 min 保持したのち空冷し、 r 値と結晶粒度を測定した。また実験室的結果を実際の生産用連続焼鈍ラインで確認するための現場試験を行なつた。供試材の成分と工場操業条件を Table 3 に示す。この実験で保定時間はストリップのライン通板速度をコントロールして変化させた。焼鈍条件としては 900°C および 930°C で 1 min 保定、ならびに 850°C, 900°C および 930°C で 4 min 保定を目標とした。なお同一のヒートから得られた別のコイルを箱焼鈍し（オープンコイル方式およびタイトコイル方式）、連続焼鈍材の特性と比較した。

最後に焼入れ時効性を検討した。Table 4 に示す化学成分をもつ Ti 添加鋼、Al キルド鋼およびリムド鋼 3 種類の 0.8 mm 冷延板を生産ラインから採取し、実験

Table 2. Chemical composition of steels for study on the relationship between grain size and r value (wt%).

| Steel | C | Si | Mn | P | S | Cu | N | Others |
|-----------|-------|-------|------|-------|-------|-------|--------|----------|
| Rimmed | 0.039 | 0.011 | 0.32 | 0.010 | 0.015 | 0.064 | 0.0020 | |
| V-rimmed | 0.045 | 0.012 | 0.32 | 0.011 | 0.025 | 0.084 | 0.0026 | 0.025 V |
| Al-killed | 0.049 | 0.012 | 0.33 | 0.011 | 0.016 | 0.066 | 0.0046 | 0.068 Al |
| Ti-stab'd | 0.006 | 0.041 | 0.06 | 0.012 | 0.015 | 0.02 | 0.0042 | 0.096 Ti |

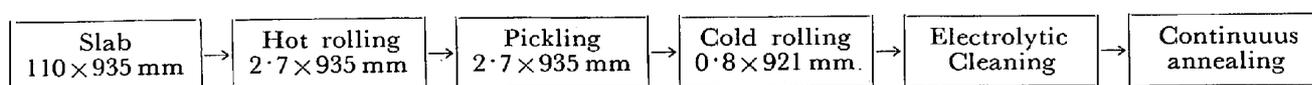
Table 3. Sample of Ti-stabilized very low-C steel used in production test of continuous annealing.

(a) Chemical composition*

| C | Si | Mn | P | S | Cu | N | O | Sol. Ti | Insol. Ti |
|-------|------|-------|-------|-------|--------|-------|-------|---------|-----------|
| 0.004 | 0.02 | 0.017 | 0.017 | 0.017 | 0.0053 | 0.061 | 0.005 | 0.065 | 0.037 |

* Check analysis by slab sample (%)

(b) Mill practice



| Coil No | 30-610-1 | 30-610-2 | 30-610-3 | 30-610-4 | 30-610-5 |
|--------------------|-----------------|----------|----------|----------|----------|
| Finish. temp. (°C) | 895 | | | 920 | |
| Coil. temp. (°C) | 550 | | | 560 | |
| Cold. red. (%) | 70 (2.7→0.8 mm) | | | | |
| Anneal temp. (°C) | 900 | 930 | 900 | 850 | 930 |
| Soaking time (min) | 4.3 | 3.9 | 1.2 | 3.7 | 1.1 |
| Line speed (m/min) | 8.4 | 9.1 | 31.0 | 9.7 | 31.5 |
| Skin-pass red. (%) | 0.75 | 0.8 | 0.7 | 0.7 | 0.8 |

Table 4. Chemical composition of steels for study on overaging effect in short time annealing with rapid cooling (wt %).

| Steel | C | Si | Mn | P | S | Cu | O | N | Others |
|-----------|-------|-------|-------|-------|--------|------|-------|--------|----------------------------------|
| Rimmed | 0.09* | 0.01* | 0.30* | N.D. | 0.019* | N.D. | N.D. | N.D. | |
| Al killed | 0.042 | N.D. | 0.20 | N.D. | 0.016 | N.D. | 0.007 | 0.0023 | 0.042 Sol. Al |
| Ti stab'd | 0.008 | 0.02 | 0.10 | 0.009 | 0.010 | 0.03 | 0.002 | N.D. | 0.084 Sol. Ti 0.045 Insol. Ti |

* Ladle analysis, N.D.: Not determined

室の通電加熱式炉を用い、Alキルド鋼とリムド鋼は800°Cで1min、Ti添加鋼は900°Cで1min焼鈍し、ただちに約35°C/secで冷却して400°Cに到達したとき、その温度に0~10min保持して過時効を行なった。これらの熱サイクルの実現に必要な試料の通電電流制御は予備実験で決定された。なお過時効処理後は電流を切り空冷した。これらの焼鈍材に実験室圧延機で1%のスキンパスを施し、引張試験と時効試験を行なった。

3. 実験結果と考察

3.1 焼鈍加熱速度と r 値

Fig. 1から明らかのように、Ti添加鋼の r 値の焼鈍加熱速度依存性は予測したとおりきわめて小さく、塩浴処理のような非常に急速な加熱を適用した場合にのみ若干劣化する。しかしそれでも r 値の絶対値は高く約2.0を示している。 r 値は同図に示された軸密度の変化傾向

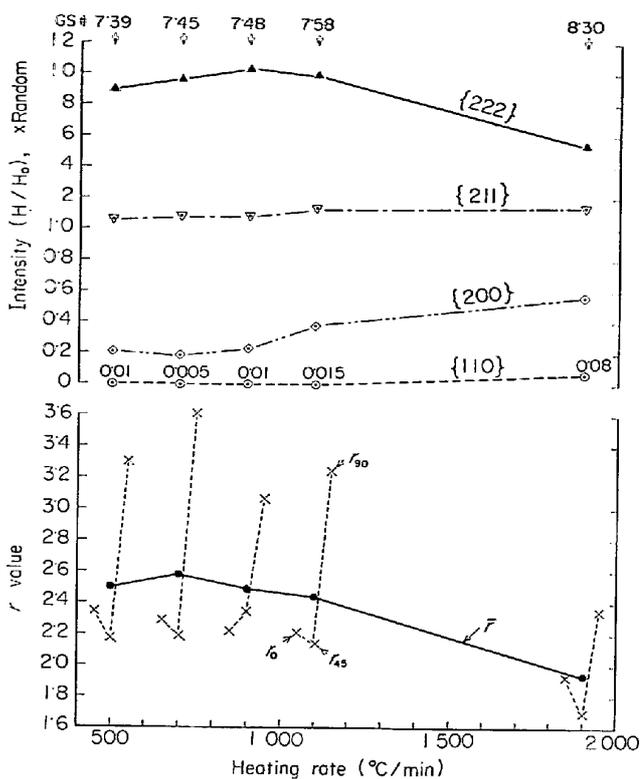


Fig. 1. Effect of heating rate up to annealing temperature on the r value and textures of Ti-stabilized steel cold rolled 70% and annealed at 800°C for 5 minutes.

とよく対応し、塩浴処理による r 値低下は予期されるごとく $\{222\}$ の減少と $\{200\}$ の増加によるものと考えられる。Fig. 2 に示した $\{200\}$ 極点図でみると、これら各試料とも主方位は $\{554\} \langle 225 \rangle \sim \{322\} \langle 269 \rangle$ および $\langle 111 \rangle // ND$ からなり、加熱速度 100 または 1900°C/min の場合 $\{100\} // ND$ 方位が増加しており、Fig. 1 の軸密度の結果の妥当性を裏付けている。

BENNEWITZ⁸⁾ によれば、鉄および b. c. c. 鉄合金の冷延集合組織は圧延方向に平行な $\langle 110 \rangle$ 軸まわりの回転系列、すなわち $(111) [\bar{1}10] \rightarrow (112) [\bar{1}10] \rightarrow (001) [\bar{1}10] \rightarrow (211) [01\bar{1}] \rightarrow (\bar{1}\bar{1}1) [\bar{1}10]$ と、圧延方向と 60° でかつ圧延面に垂直方向から 30° の $\langle 110 \rangle$ 軸まわりの回転系列、すなわち $(112) [\bar{1}10] \rightarrow (545) [\bar{2}5\bar{2}] \rightarrow (211) [01\bar{1}]$ とからなるといわれ、冷延集合組織の主成分は $\{112\} \langle 110 \rangle$, $\{001\} \langle 110 \rangle$, $\{111\} \langle 110 \rangle$ および $\{111\} \langle 112 \rangle$ である。冷延板を焼鈍したとき、 $\{554\} \langle 225 \rangle$ 再結晶方位は $\{112\} \langle 110 \rangle$ 冷延方位を母体として RD 60° ND 30° の $\langle 110 \rangle$ 軸まわり 35° の回転関係によつて生じ⁹⁾, $\{111\} \langle 110 \rangle$ は $\{111\} \langle 112 \rangle$ 冷延方位を母体として ND // $\langle 111 \rangle$ 軸まわり 30° の回転によつて、または $\{111\} \langle 110 \rangle$ が方位変化を伴うことなくそのま

ま再結晶することによつて生ずると考えられる¹⁰⁾¹¹⁾。また冷延安定方位の $\{100\} \langle 011 \rangle$ 成分は冷延によつて貯えられるひずみエネルギーが小さいので¹²⁾¹³⁾方位変化を伴うことなくそのまま再結晶するものと考えられることができる。そして冷延ひずみエネルギーの大きい $\{111\}$ あるいは $\{112\}$ が優先的に再結晶し、ひずみエネルギーの小さい $\{100\}$ は本質的に再結晶しにくいことになる。

再結晶に際し、適切なサイズと分布をもつ極微細な析出物ないしは析出前段階のクラスターが存在すれば、このような再結晶集合組織の方位依存性がいつそう強められ、 $\{100\}$ の発生は強く抑制されるであろう。しかし焼鈍加熱速度が極端に大きくなると、極短時間に大量に与えられた熱エネルギーによつて $\{100\}$ 自身のひずみ解放が促進され、 $\{100\}$ 再結晶粒の増加が起こりうる。すなわち急熱によつて有効析出物の量が減少すること以外に、供給される熱エネルギーの割合と回復再結晶の進行との関連で再結晶核発生頻度への熱エネルギー的速度効果があらわれてくる。したがって焼鈍以前に有効析出物をもっている Ti 添加鋼といえども、ある限界以上に焼鈍加熱速度が増大すると析出物によるひずみ解放と再結晶への方位依存性付与効果が減殺され、 $\{111\}$ を減じ、 $\{100\}$ を増し、 r 値が多少低下するのを免れない。

このように熱延板ですでに析出物 (TiC) を有する Ti 添加鋼を用いれば急熱焼鈍しても高 r 値が得られることがわかったが、最初に仮定したようにこの冷延前析出物が Al キルド鋼における焼鈍加熱過程で析出するもの (AIN) と同一役割を演じていると断言することはできない。しかし真のメカニズムはさておき、急熱焼鈍で高 r 値を得るには冷延前にある適切なサイズをもつ析出物を析出せしめておくことは有効である。古林¹⁴⁾は Al キルド低 C 鋼の熱延板に 5~10% 程度の予歪を与え 500°C 前後に加熱して AIN の析出を促進すると、冷延後急熱しても $\{111\}$ 集合組織を発達させようことを報告している。著者らも Al キルド鋼について熱延時の捲取り温度を変え(すなわち AIN の析出状態を変化させ)、冷延後に急熱短時間焼鈍 (800°C で 1 min) を行なつて r 値を測定したところ Fig. 3 に示す結果が得られた。通常の場合にはできる限り低温で捲取つて Al と N を過飽和に保ち、焼鈍時徐熱して AIN を析出させなければならないが、連続焼鈍サイクルを適用する場合にはむしろ高温で捲取つたほうが高 r 値が得られる。Fig. 3 では 700°C 捲取りで r が極大を示し、750°C 捲取り材では著しく r 値の劣化したものがあるが、これは Al 量とも関連してあまり高温で捲取ると析出物のサイズが大きくなり過ぎ、効果がなくなるのではないかと推定され

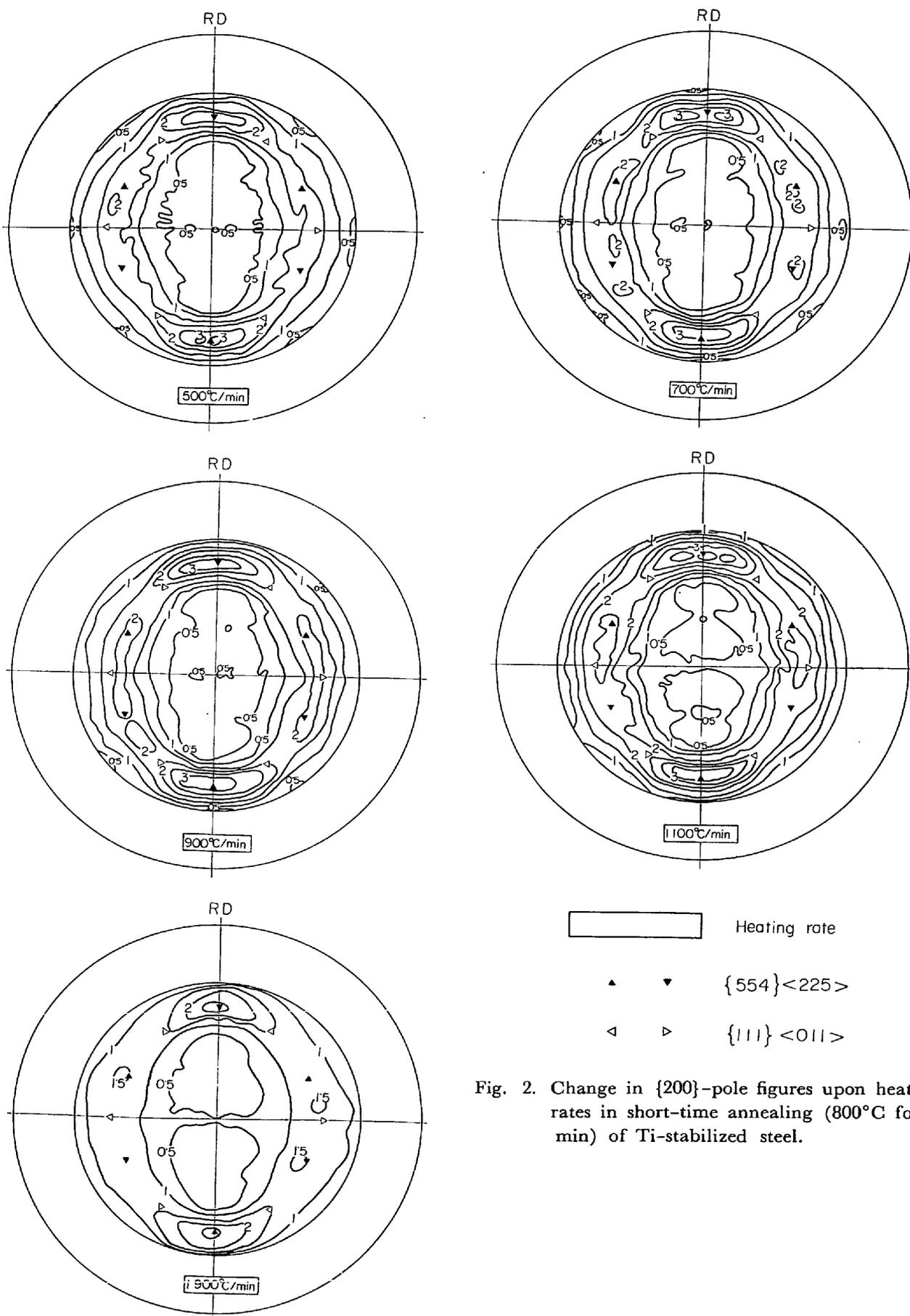


Fig. 2. Change in {200}-pole figures upon heating rates in short-time annealing (800°C for 5 min) of Ti-stabilized steel.

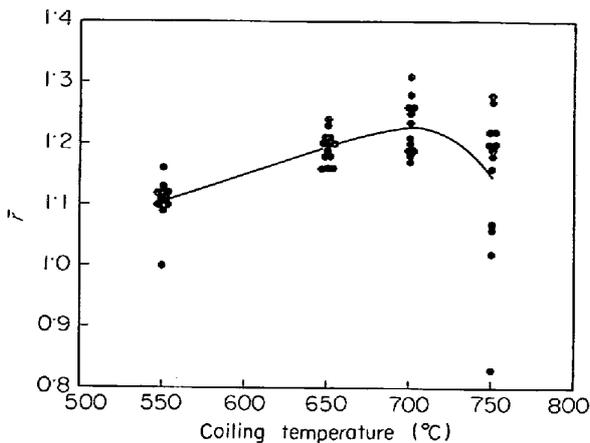


Fig. 3. Effect of coiling temperature on the r value of (0.035~0.062) %C-(0.035~0.050) % soluble-Al steels, finished at 890°C, coiled at temperatures, cold rolled (65~72)%, and annealed at 800°C for 1 min by rapid cycle.

る。また戸田ら¹⁵⁾は鋼中の Mn, S, および O 量を適当に制御した低炭素鋼を用い、熱延時に 680°C 以上の高温捲取りを行ない、MnS を析出させた場合には、連続焼鈍によつて {111} 方位を発達させようことを報告している。

冷延前に析出しているもの（前析出型）と、冷延後の焼鈍加熱過程で析出するもの（後析出型）とでは、集合組織形成への役割に関しその本質的な機構の解明は今後の検討にまたねばならないが、いずれにしても連続焼鈍のような急熱サイクルで {111} を発達させて高 r 値を得るには、冷延前に適切なサイズと分布をもつ析出物を存在せしめることがとくに有効である。そしてこの析出物の分布状態と再結晶集合組織との関係を定量的に明らかにしようという試みがなされつつある。

著者ら⁵⁾は Ti 添加鋼熱延板の内部摩擦の測定および析出物の電顕観察を行ない、鋼中の C, N が Ti でほぼ完全に安定化され、かつ極微細な析出物が粒内に均一に分布していることをすでに報告した。0.005% C-0.096% Ti 鋼の熱延時の捲取温度を 750°C および 600°C に変化させた場合の析出物を Photo. 1 の (a) および (b) に示す。析出物は粒子径おおよそ 200 Å で、抽出レプリカの電子線回折の結果同図 (c) に示すように TiC と同定された。捲取温度の高低によつて析出状態に変化は認められなかつた。

熱延板中の析出物の大きさと冷延焼鈍板の集合組織あるいは r 値との関係を求めるため、著者らはしゆじゆの添加元素を含む低炭素鋼を用いて検討した結果をすでに報告した⁵⁾¹⁶⁾。すなわち、V 添加鋼 (0.07% C-0.04%

V), B 添加鋼 (0.038% C-0.0092% B), P と Ti の複合添加鋼 (0.007% C-0.240% P-0.115% Ti) などは熱延板の状態で、特に結晶粒界に数 1000 Å の析出物が析出しており、しかもこれらの材料の冷延焼鈍板には {111} 面の発達は見られず、 r 値が低かつた。

小久保ら²⁰⁾は炭化物形成元素を添加した低炭素鋼の再結晶集合組織を調べ、たとえば Ta を添加した鋼の熱延板を析出処理すると冷延焼鈍板の r 値が向上することを報告している。この場合析出したものは TaC で、粒子径は 200~500 Å であつた。ただしかれらは、この r 値の向上は熱延板の析出処理により鋼中の C, N がすべて TaC(N) として固着されたことによつてもたらされたものであると結論し、微細析出物の寸法的な効果は不明であると述べている。

Mouldら²¹⁾は Nb を含む低 Mn 低炭素鋼を用い、熱延板における Nb 炭窒化物と冷延焼鈍板の集合組織および r 値との関係を検討した。かれらは熱延仕上げ後の捲取条件を実験室的にシミュレートして析出状態を変化させているが、1450°F (788°C) の高温捲取りの場合に析出した Nb 炭窒化物の大きさは 40~500 Å であり、1100°F (593°C) の低温捲取りでは 10~160 Å であつた。そして冷延焼鈍板の r 値は高温捲取り材のほうが低温捲取り材より著しく高かつた (0.087% Nb 鋼で前者の $r=2.09$ に対し後者は $r=1.3$)。また Nb 含有量あるいは析出条件を変え析出物の大きさを広範囲に変化させて影響を調べているが、析出粒子径が 10 μ オーダの場合特に r 値が低く、他方 1000 μ オーダの非常に大きいものを含み、かつ固溶 Nb 量が多い場合にも r 値はあまり良好でないことを示した。かれらは深絞り性に好ましい集合組織を得るためには、40~500 Å 範囲の析出物（あるいは粒子間の距離で 0.04~0.5 μ のもの）が、再結晶核の発生と成長への方位依存性付与効果の面から考えても有効であると結論している。

著者らは Ti 添加鋼のほか、Cu 添加鋼 (0.05% C-0.60% Cu) を用いて冷延前の析出物効果を検討した²²⁾。すなわち冷延に先立つて 650°C で約 10 hr 熱延板を処理し、ε-Cu を析出させると冷延焼鈍板の r 値が著しく向上したが、この場合熱延板に析出した ε-Cu 粒子の径は約 200 Å であつた。

これらの研究結果を総合して考えれば、冷延に先立つて熱延板中に 100 Å オーダの微細な析出第二相を存在せしめれば、冷延焼鈍板に高 r 値を得るに好ましい再結晶集合組織を発達させようことは明らかである。したがつて従来の深絞り用 Al キルド鋼でいわれているような析出コントロール、すなわち冷延前には Al と N を過

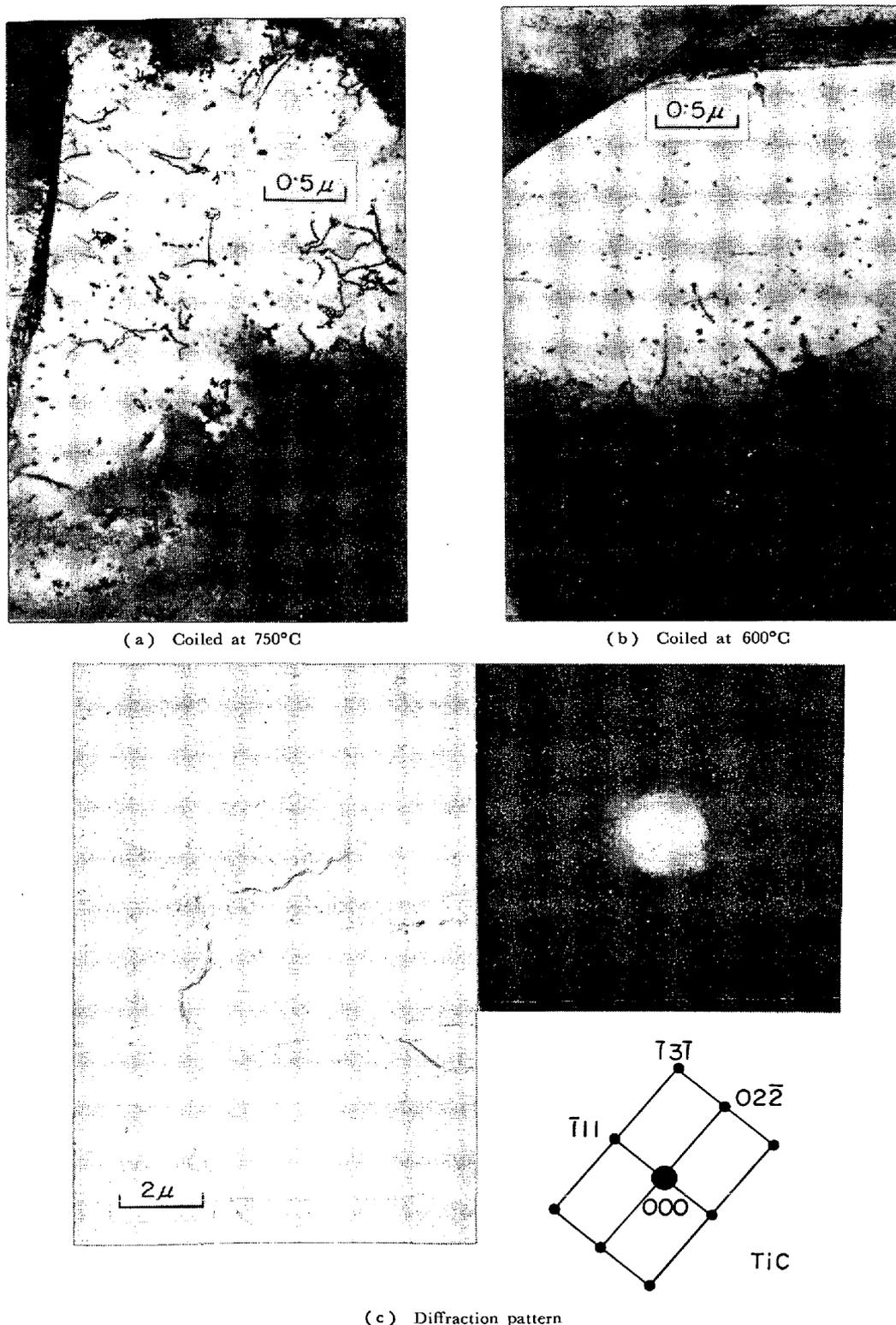


Photo. 1. Electron micrographs of 0.005% C-0.096% Ti steel after hot rolling with different coiling temperatures. (a) and (b) : transmission; (c) extraction replica.

飽和に保ち、焼鈍時に徐熱して AlN を析出させることが、{111} 再結晶集合組織を発達させる唯一の条件ではないといえる。もちろん前述したように冷延前の析出物と焼鈍加熱過程で析出するものとは、集合組織形成の

役割に差があるかもしれないが、少なくとも熱延板中に有効析出物を存在せしめれば冷延後の焼鈍で析出のための徐熱を必要とせず、したがって連続焼鈍のような急速加熱サイクルを適用しうるのは、本研究の Ti 添加鋼、

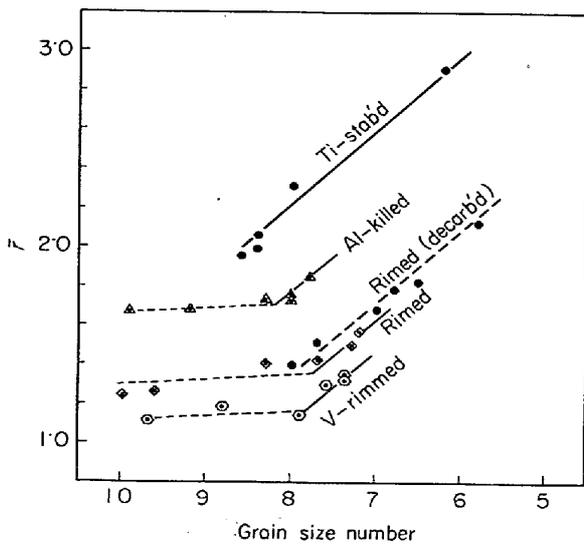


Fig. 4. Relation between the r value and grain size for various steels cold rolled 70% and annealed. Grain size was varied by controlling annealing temperature. Normal annealing: soaked 6 hr in dry HNX gas at temperatures; decarburization annealing: soaked 5hr in wet hydrogen gas of 30°C D.P. and dried 1hr at temperatures.

古林ら¹⁴⁾,あるいは戸田ら¹⁵⁾の結果から妥当であると思われる。

なお上述の Al キルド鋼の実験結果 (Fig. 3) のうち, 750°C という高温捲取り材ではむしろ \bar{r} が全般的に低下しかつバラツキが大きい, この場合は析出 AlN の粒子が大きくなり過ぎたことがおもな原因と考えられる。また捲取温度の高過ぎは熱延板のフェライト粒の成長をもたらすので, 冷延焼鈍板に {110} 成分を増し {111} 成分を減少し \bar{r} 値が劣化する²³⁾ことも考えられるが, これを確認するための実験は行なわれなかつた。

3.2 結晶粒度と r 値

Fig. 4 から明らかなように r 値は結晶粒の大きさとともに上昇する。しかし鋼種によつて粒成長のしやすさが異なり, Al キルド鋼や V 添加リムド鋼は粒成長しにくいので到達しうる r 値には限界がある。またリムド鋼は脱炭焼鈍すると粒成長を起こしやすくなり, それを利用すれば深絞り用 Al キルド鋼と同等の r 値をリムド鋼で得ることが可能となる。Ti 添加極低 C 鋼も粒成長しやすく, それによる r 値上昇が顕著で, 実用上の粒度番号の限界を 6.5 とすれば $\bar{r}=2.8$ という従来の材料では得られなかつたすぐれた特性を付与できる。Fig. 4 において細粒範囲に潜伏期間がみられる理由は明らかでない。

KARLYN ら¹⁷⁾は \bar{r} 値と結晶粒度番号 (N) につき

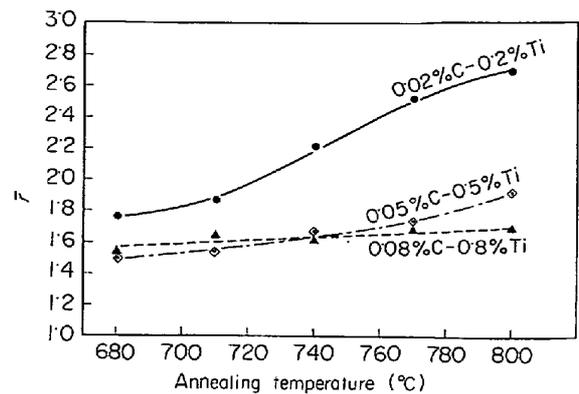


Fig. 5. Effect of annealing temperature on the r value of Ti-stabilized steel with different carbon contents, cold rolled 70% and annealed 5 hours at temperatures.

$$\bar{r} = \bar{r}_0 + K(N_0 - N)$$

なる実験式を得た。定数 K は鋼種によつてあまり大きな差はなく 0.35 程度である。 N_0 を再結晶完了直後の粒度番号とすれば, \bar{r}_0 は粒成長をはかることなくそのまま焼鈍を終つた材料の \bar{r} 値に相当する。すなわち \bar{r}_0 は深絞り用鋼板の生まれの良否を表わすということができ, 鋼種, 添加元素, 熱延, 冷延などの製造諸条件の影響をもつとも強く受ける項である。Fig. 4 において, ある一定の粒度番号に対応する鋼種別の r 値の順位はこの \bar{r}_0 に比例すると考えることができる。ここでは Ti 添加鋼の \bar{r}_0 がもつとも大きいことがわかる。また上式第 2 項は粒成長による r 値上昇に対応している。したがつて Ti 添加鋼で粒成長をはかれば再結晶直後の高 r 値とあいまつていつそうすぐれた r 値が得られることになる。

Ti 添加鋼の粒成長は主として鋼中 C 量に左右され¹⁶⁾, 結果の 1 例を参考までに Fig. 5 (図中の C, Ti は溶解目標成分で, チェック分析は行なわれなかつた) に示す。鋼中 C 量の低い材料 (0.02% C) は焼鈍温度上昇による r 値向上が顕著である。したがつて連続焼鈍のような短時間サイクルで粒成長を十分に起こさせるには, 鋼中 C 量を低減しかつ焼鈍温度を上昇するのが有効である。なお Fig. 4 のリムド鋼脱炭焼鈍材の結果から予測されるように, Ti を添加しない単純極低 C 鋼 (溶鋼の段階で脱炭した材料) を用いても短時間サイクルで粒成長が促進され, 比較的高 r 値の材料が得られるであろう。

以上の考察に基づき, Ti 添加極低 C 鋼に対する最適焼鈍条件を決定するために行なつた実験結果が Fig. 6 に示されている。もしも許容される結晶粒度番号を 6.5 とすれば, 1 min 保定の場合には 930°C まで, 5 min 保定では 910°C までの温度が適用でき, 10 min 保定では実験範囲のいずれの温度でも粒度番号約 6 以下の粗大

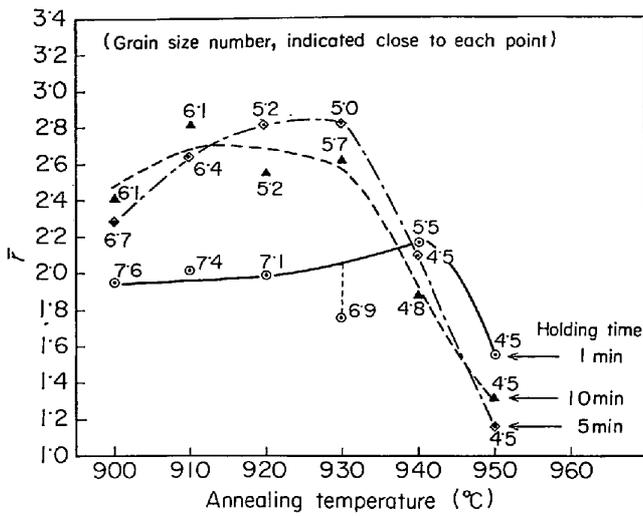


Fig. 6. Effect of annealing condition (high temperature and short holding time) on the r value of Ti-stabilized very low-C steel, finished at 910°C, coiled at 570°C, cold rolled 70%, and annealed.

粒を生じている。また保定時間によつて異なるが、およそ 940°C 以上では $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ 変態が起こるので最高加熱温度は 930°C とすべきである (この限界温度はもちろん加熱速度にも関係する)。

以上の実験室結果を生産ラインで確認するために現場試験を行なった。その結果を Fig. 7 に示す。930°C で 3.9 min の焼鈍材を除き、連続焼鈍材の結晶粒は適度に成長し、バッチ焼鈍材よりもすぐれた特性値 (r 値およびエリクセン値) の得られることが実証された。なお 930°C で 3.9 min の保定時間を与えた材料は $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ 変態を起こし、集合組織的にはランダム方位となっていた。生産ラインでは加熱速度が実験室炉より若干遅く、したがつて A_{c3} 点が実験室の場合よりも低下したものと思われる。780°C で 1 hr バッチ焼鈍した材料と、930°C で 1.1 min の連続焼鈍を行なったものの結晶組織を Photo. 2 に示す (バッチ焼鈍材試料は Fig. 7 のものではなく別途生産工場より採取)。Ti 添加鋼に高温の連続焼鈍を適用して粒成長をはかれば、従来の方法では得られなかつた超深絞り性 (r 値) と張出し性 (エリクセン値) を兼備した材料が得られることがわかつたが、実際にはこれほどの加工性を必要としない場合が多い。したがつて連続焼鈍サイクルを適用するにあつて、要求される特性に応じて適宜加熱温度を下げあるいは通板速度を上げるなどの方法をとることができる。加工性よりも肌の状況を重視する用途にはむしろ低温の連続焼鈍を採用して細粒組織にしたほうがよいであろう。なお冷延率を通常の 70%程度から 80~90%に上昇させれば、高

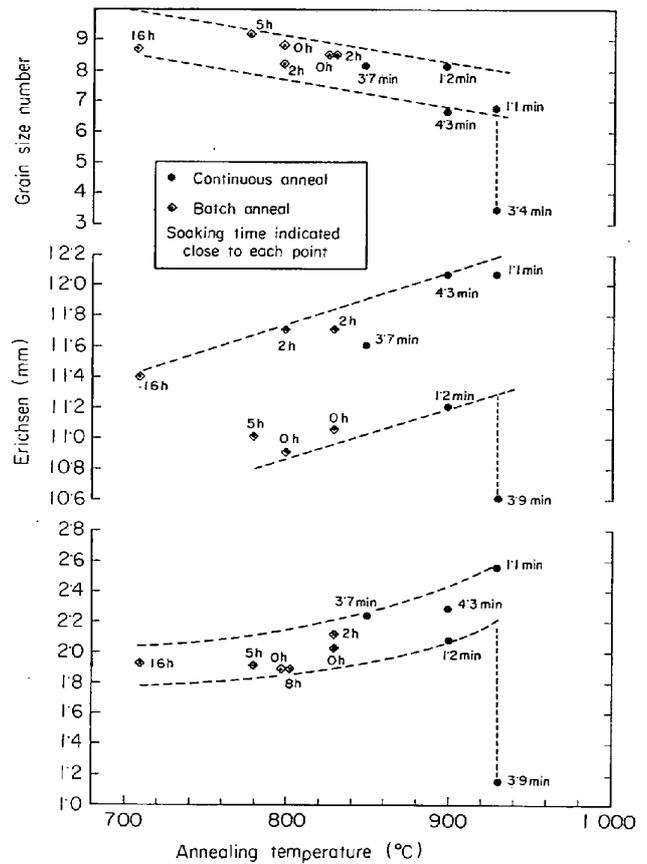


Fig. 7. Effect of annealing practice on the r value, Erichsen, and grain size of Ti-stabilized steel shown in Table 3.

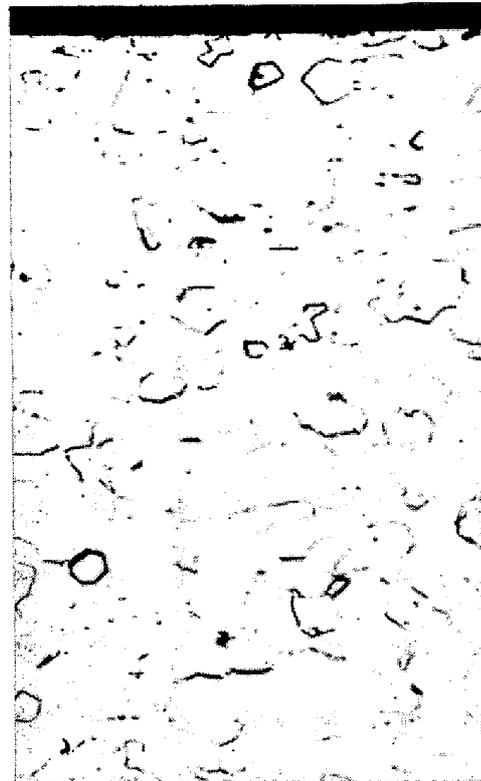
温連続焼鈍を行なつても比較的細粒組織のままで高 r 値が得られる。冷延率との関連で焼鈍条件による r と結晶粒度の変化を参考までに Fig. 8 に示した。

3.3 過時効処理の効果

コイルのまま焼鈍するバッチタイプの炉では焼鈍温度から炉冷され、したがつて鋼中の C は炭化物として析出するので材料は焼入れ硬化を生じない。連続焼鈍材でもハイテンパーブリキなどむしろ硬質のものを得る目的には過時効処理は不要であるが、深絞り用薄板など軟質の材料を得るには過時効処理は不可欠のものである。過時効温度が低いほど所要時間は長くなるので、生産ラインでは材質、生産性、設備費など総合的に考慮して条件が決定される。ここでは温度を 400°C とし、3 種類の鋼を用い軟化に必要な時間を調査した。結果は Fig. 9 に示すとおりで、リムド鋼や Al キルド鋼に対しては 1~5 min の過時効を行なえば材質は軟化する (降伏点は低く、伸びは高くなる)。それ以上時間を長くしてもあまりよくなる。しかし Ti 添加鋼は過時効処理をまったく必要とせず、しかも降伏点が低く、かつ破断伸びが著しく高く、さらに 100°C で 1 hr の人工時効を行なつ



(a) Batch-annealed at 780°C for 1 hr
(G.S. No. 8·7)



(b) Continuous-annealed at 930°C for 1·1 min
(G.S. No. 6·7)

Photo. 2. Microstructures after batch-annealing and continuous-annealing of very low carbon Ti-stabilized steel cold rolled 70%.

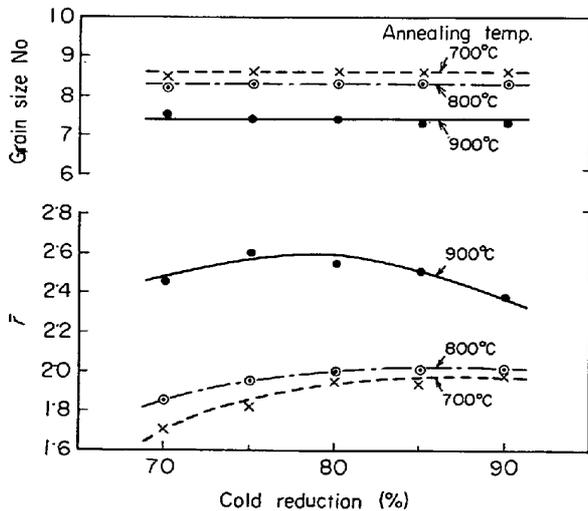


Fig. 8. Effect of prior cold reduction on the r value and grain size of Ti-stabilized very low carbon steel finished at 930°C, coiled at 550°C, and annealed 2 minutes at indicated temperatures after cold rolling (0·005% C-0·030% Si-0·10% Mn-0·009% P-0·013% S-0·118% Ti-0·0065% N).

ても降伏点上昇はなく非時効性である。

超深絞り用の Ti 添加鋼では $C \leq 0\cdot01\%$, $Ti/C \geq 10$

程度に成分が調整され⁵⁾, 特別の目的の場合を除き一般には Table 1 に示した成分が代表的なものと考えてよい。このような成分の鋼において, 鋼中 N はすでに溶鋼の段階あるいは凝固過程で TiN として析出している¹⁸⁾. また盛ら¹⁹⁾はオーステナイト中における Ti と C の平衡濃度積の温度関数として, $\log [\%Ti][\%C] = -10\,300/T + 5\cdot12$ を与えた。これより鋼中の C もほとんどすべて Ti で安定化されていることがわかる。したがって冷延後の焼鈍において, たとえ 950°C 程度に加熱されても C の溶解はほとんど起こらないので急冷されても焼入れ時効硬化を生じない。

4. 結 論

1) Ti 添加鋼は, {111} 再結晶集合組織発達に有効な析出物としての TiC をすでに熱延板の段階で有し, 冷延後の焼鈍に際し徐熱を必要とせず, 急速加熱しても高 r 値が得られる。

2) Ti 添加極低 C 鋼は焼鈍温度上昇による結晶粒成長傾向が大きく, 粒成長に伴う {111} の選択的増加による r 値向上が顕著で, 再結晶完了直後 (粒成長前) の高 r 特性とあいまって, 極短時間の焼鈍で非常に高い r 値

文 献

- 1) 高橋: 金属学会昭 40 秋期 (57回) 講演概要, (1965), p. 51
- 2) 清水, 松倉, 高橋, 品川: 鉄と鋼, 50(1964)12, p. 2097
- 3) D. J. BLICKWEDE: Flat Rolled Products, ed. by T. E. Dancy and E. L. Robinson, (1959), p. 91, [Interscience Publishers]
- 4) S. GARBER: JISI, 200(1962)6, p. 466
- 5) 福田, 清水: 塑性と加工, 13(1972)142, p. 841
- 6) 高橋, 清水, 長田, 武智: 金属学会昭 45 秋期 (67回) 講演概要, (1970), p. 86
- 7) 高橋, 武智, 清水: 金属学会昭 46 秋期(69回) 講演概要, p. 104
- 8) J. BENNEWITZ: Arch. Eisenhüttenw., 33 (1962) 6, p. 393
- 9) J. T. MICHALAK and R. D. SHOONE: Trans. AIME, 242(1968)6, p. 1149
- 10) 阿部, 高木: 鉄と鋼, 55(1969)13, p. 1219
- 11) 松尾, 速水: 金属学会昭 45 春期 (66回) 講演概要, (1970), p. 180
- 12) 武智: 鉄鋼協会金属学会九州支部第 19 回合同講演会前刷, (1968), p. 10
- 13) 白岩, 寺崎, 小玉: 金属学会昭 43 春期 (62回) 講演概要, (1968), p. 188
- 14) 古林, 遠藤: 鉄と鋼, 58(1972)11, p. S 471
- 15) 戸田, 西脇, 権藤, 武智, 阿部: 鉄と鋼, 59 (1973)11, p. S 497
- 16) 福田, 清水, 高橋: 鉄鋼基礎協同研究会第 7 回再結晶部会提出資料, 鉄再-46, July 11 (1973)
- 17) D. A. KARLYN, R. W. VIETH, and J. L. FORAND: Mechanical Working and Steel Processing VII, ed. by G. A. McGRANN, D. W. MURPHY and F. E. RICHARDSON, (1969), p. 127 [AIME]
- 18) 沢村, 盛: 鉄と鋼, 43(1957)1, p. 31
- 19) 盛, 時実, 鳥谷: 鉄と鋼, 50(1964)12, p. 2004
- 20) 小久保, 須藤, 亀野, 橋本, 塚谷, 岩井: 鉄と鋼, 59(1973) 3, p. 469
- 21) P. R. MOULD and J. M. GRAY: Met. Trans., 3(1971) 12, p. 3121
- 22) 清水, 高橋, 末宗: 鉄と鋼, 58(1972) 4, p. S 267
- 23) M. MATSUO, S. HAYAMI, and S. NAGASHIMA: Advances in X-Ray Analysis, 14(1971), p. 214 [Plenum Press]

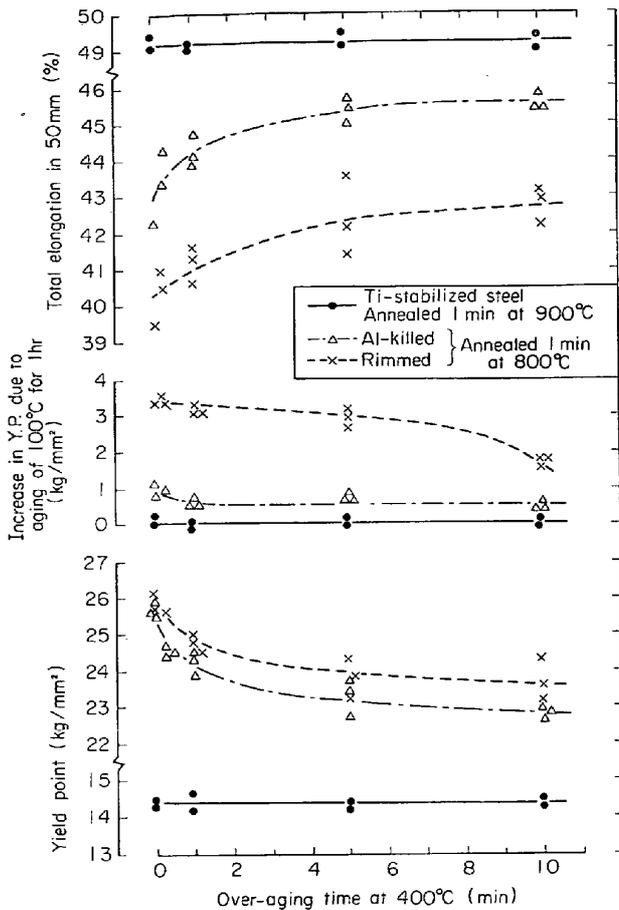


Fig. 9. Effect of over-aging treatment on the mechanical properties and strain aging of steels cold rolled, continuous-annealed and skin-passed 1%. Samples overaged for indicated time at 400°C on the way of cooling from annealing temperature.

が得られる。

3) 鋼中のCは Ti で安定化されているので, 焼鈍温度から急冷されても焼入れ時効硬化防止のための過時効処理を必要とせず, しかも軟質かつ非時効性の材料が得られる。

4) 急熱急冷を含む短時間焼鈍サイクル適用による材質上の問題点は, Ti 添加極低 C 鋼を用いることによつてすべて解決され, 工業的規模の連続焼鈍ラインを通して, 張出し性をも兼備した超深絞り用冷延鋼板を容易に製造することができる。