

## 論 文

UDC 669.14-122.2-415 : 548.53 : 620.186.5 : 548.735 : 669.786

## 極低炭素鋼板の再結晶集合組織におよぼす窒素量の影響\*

高 橋 政 司\*\*・岡 本 篤 樹\*\*\*

## Effect of Nitrogen Content on Recrystallization Textures of Extra-Low-Carbon Steel Sheet

Masashi TAKAHASHI and Atsuki OKAMOTO

## Synopsis:

Fully decarburized, fully denitrogenized and grain refined rimmed steel (extra-low-carbon and extra-low-nitrogen steel) has been cold rolled to 75% in reduction, and subsequently nitrogen contents of the steel have been changed to various amounts up to 200 ppm. Nitriding has been made using a reaction between steel and atmosphere,  $\text{NH}_3 + \text{H}_2$ , at 350°C, without forming any recrystallized grain. Finally these steels have been annealed at 650°C or 800°C for recrystallization.

Recrystallization texture is markedly affected by the nitrogen content in steel at the stage of recrystallization annealing. {100} components of recrystallization texture decrease abruptly with increasing nitrogen content up to about 20 ppm, while {111} components decrease and {110} components increase with increasing nitrogen content up to about 100 ppm. Pole figures of the annealed steels show strong {111} {112} texture with minor {100} <011> texture for the extra-low-nitrogen steel, and strong {111} <011> texture with minor {110} <001> texture for the steels containing nitrogen of more than 20 ppm. Since {111} <112> and {100} <011> orientations are the major components of the cold rolling textures of the steel, it is suggested that in situ recrystallization occurs when nitrogen content is extremely low at recrystallization stage. The  $\bar{r}$ -value of annealed steels increases initially with nitrogen and decreases with increasing nitrogen. The maximum  $\bar{r}$ -value of 2.0 is obtained when the steel contains nitrogen of about 10 ppm at recrystallization stage.

## 1. 緒 言

以前著者らは、0.05%の炭素を含有するリムド冷延鋼板の再結晶集合組織におよぼす窒素量の影響について調査し、冷延鋼板の回復再結晶時に固溶窒素量が多いと再結晶による{110}成分の発達著しく、{111}成分の発達は制限されるため、冷延鋼板の深絞り性は窒素量の増加により劣化することを報告した<sup>1)</sup>。ただし、この場合には冷延組織の回復再結晶時、固溶窒素の他に30~70 ppmの固溶炭素も含んでいるはずであり<sup>2)</sup>、再結晶集合組織の形成には侵入型固溶原子総量で影響を与えるとすれば<sup>3)</sup>、炭素をほとんど含まない鋼にて窒素量の効果を調査した方がより明りように窒素の効果を把握できると考えられる。そこで、本実験では通常のリムド鋼を長時間脱炭焼鈍した極低炭素鋼板にて窒素量の再結晶集合組織におよぼす影響を調査した。

さて、冷延鋼板の再結晶集合組織は鋼中微量成分によ

り大きく変化するため、その原因を究明するための研究が数多くなされてきたが、鋼の溶製時に成分量を変えると、冷延前の組織や冷延による歪およびその分布なども変わってしまうことが多く、焼鈍後の再結晶集合組織の違いが回復再結晶時のみにおける成分量の差に原因しているのか、あるいは冷延段階または冷延以前にすでにその原因が形成されていたのか明らかにできていない場合が多い<sup>4)</sup>。

この点リムド薄鋼板における窒素の場合、冷延後再結晶の始まらない低温にて、雰囲気との反応を利用して窒素を添加したり除去したりできるので、同一溶製、同一冷延材を用いて、再結晶焼鈍前の鋼板にて窒素量を変えれば、冷延時あるいは冷延前の諸工程における窒素の効果を除外して再結晶集合組織におよぼす焼鈍時窒素量の影響のみを抽出して調査できると考えられる<sup>5)</sup>。

したがって、本実験では、極低炭素極低窒素鋼板を冷延後、上述の方法で低温にて加窒処理をし、鋼板中の窒

\* 昭和52年4月本会講演大会にて発表 昭和52年12月12日受付 (Received Dec. 12, 1977)

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

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

素含有量を  $\leq 2 \sim 200$  ppm に変え、次にこれらを高温まで焼鈍し再結晶させ、これらの再結晶集合組織と再結晶焼鈍前の窒素量との関係を調査した。

## 2. 供試材および実験方法

### 2.1 供試材

3.2 mm 厚の商用低炭素リムド熱延鋼板（炭素量0.05%）を2.0 mm 厚に冷間圧延後、910°C にて15 min 均熱し空冷した。この冷間圧延は単に板厚を薄くし脱炭脱窒を容易にするためであり、また、その後の焼準処理は冷間圧延で形成された集合組織の除去と結晶組織の整粒化を目的としている。次にこれを700°C の湿水素中および乾水素中で合計7 days 脱炭脱窒焼鈍し、極低炭素極低窒素鋼板を作製した。

この結晶組織は Photo. 1 に示すように結晶粒径約 40  $\mu$ （JIS 粒度番号約 7 番）の整粒で、化学成分は Table 1 に示すように、マンガンや硫黄などの不純物は含んでいるが、炭素および窒素は両者とも分析可能下限で著しく低くなっている。またこの鋼板の集合組織をX線にて調査したが、強い集積は認められなかった。なお本実験素材に商用低炭素リムド鋼板を使用したのは、上記焼準

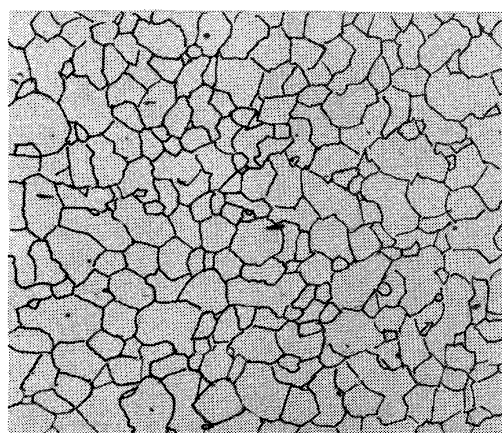


Photo. 1. Microstructure of extra-low-carbon and extra-low-nitrogen steel before cold rolling ( $\times 100$ ).

処理により整粒組織を得るためと、炭素および窒素以外の元素にて鋼の再結晶温度を上げ、後述する冷延後の加室処理を容易にするためである。

### 2.2 実験方法

実験方法の概要を Fig. 1 に示す。2 mm 厚の極低炭素極低窒素鋼板を 75% の圧下率で 0.5 mm 厚まで冷間圧延後、まず前焼鈍として Ar 中、40°C/h の昇温速度で 460°C まで加熱し、10 min 均熱後炉冷した。この前焼鈍は次の加室処理過程における冷延組織の回復の進行を極力抑えるために、前もって組織の回復を進行させておくもので、この温度条件は別の実験<sup>6)</sup> から再結晶集合組織形成に大きな影響を与えない温度範囲として求めたものである。次にこの前焼鈍板を 350°C にて 5 h または 23 h、種々の  $\text{NH}_3$  分圧混合雰囲気中にて加室させ鋼板中の窒素含有量を  $\leq 2 \sim 200$  ppm に変え、いつたん空冷後ふたたび 400°C、1 h、 $\text{N}_2$  雰囲気中で熱処理し各鋼板における窒素の均一化および安定化を計った。この段階で各鋼板の窒素分析、光学顕微鏡による組織観察およびX線による集合組織の調査を行なった。

次に、これらの鋼板を Ar 中 40°C/h の昇温速度で 650°C あるいは 800°C まで加熱し再結晶させた後空冷し、X線による集合組織調査および光学顕微鏡による組織調査を行なった。

X線による調査の中、積分回折強度は各試料を板表面から 1/4 の深さまで化学研磨した面にて測定し求めた。また極点図は板厚中心部に相当する面にて反射法および透過法にて求めた。光学顕微鏡による観察はすべて圧延面に直角で圧延方向を含む面にて 2% ナイタル液で腐食後行なった。

Table 1. Chemical compositions of extra-low-carbon and extra-low-nitrogen steel (wt%).

| C     | Mn   | P     | S     | N             | O     |
|-------|------|-------|-------|---------------|-------|
| 0.001 | 0.30 | 0.014 | 0.010 | $\leq 0.0002$ | 0.032 |

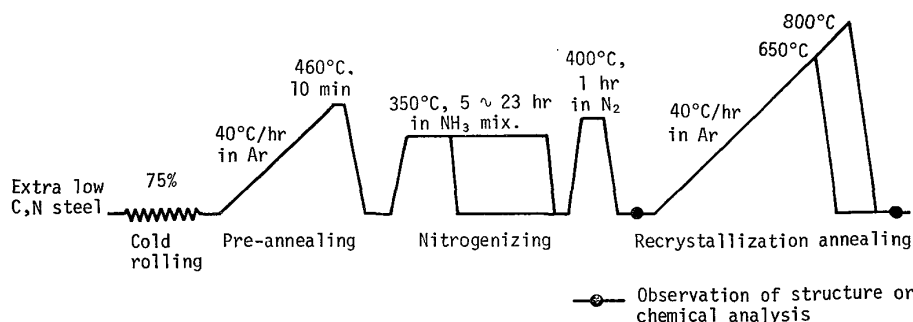


Fig. 1. Experimental procedure.

さらに  $r$  値におよぼす窒素量の影響を知るため、同じ方法で窒素量を  $\leq 2 \sim 67$  ppm に細かく変えた鋼板を Ar 中、 $40^\circ\text{C}/\text{h}$  の昇温速度で  $650^\circ\text{C}$  まで加熱後炉冷しさらに  $600^\circ\text{C}$  にて 2 h 乾水素中で脱窒焼鈍し、炉冷後 3 方向の単軸引張試験を行ない  $r$  値を測定した。上記脱窒焼鈍は  $r$  値測定時の降伏点伸びの発生を抑えることを目的にしている。引張試験片は平行部長さ 25 mm、幅 11 mm で圧延方向に対し  $0^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $90^\circ$  方向に引張り、10~15% の伸び歪の時の  $r_0$ ,  $r_{45}$ ,  $r_{90}$  をそれぞれ求めた。 $\bar{r}$  は  $\bar{r} = (r_0 + 2r_{45} + r_{90})/4$  より計算した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 再結晶焼鈍前の組織

冷延後一定の前焼鈍をし、さらに種々のレベルに加室処理を行なった再結晶焼鈍前の鋼板に関し組織の調査を行ない、冷延直後の鋼板と比較した。

光学顕微鏡観察や X 線による集合組織の調査を行なった限りでは、冷延直後の鋼板と再結晶焼鈍前の鋼板との差および加室量による差はなく、いずれも再結晶の開始は認められなかった。Fig. 2 には再結晶焼鈍前の鋼板の  $\{200\}$  極点図の例を示す。これも冷延直後の鋼板と同じであり、 $\{111\}\langle 112 \rangle$  および  $\{100\}\langle 011 \rangle$  方位への集積の強い冷延集合組織を示している。

冷延直後の鋼板と異なるのは X 線回折線の幅拡がりで各方位とも冷延直後の鋼板に比較し幅拡がりが小さく、低温での冷延組織の回復は進行しているものと考えられた。しかし再結晶焼鈍前の鋼板においては加室量による幅拡がりの差は認められなかった。

#### 3.2 再結晶焼鈍板の集合組織

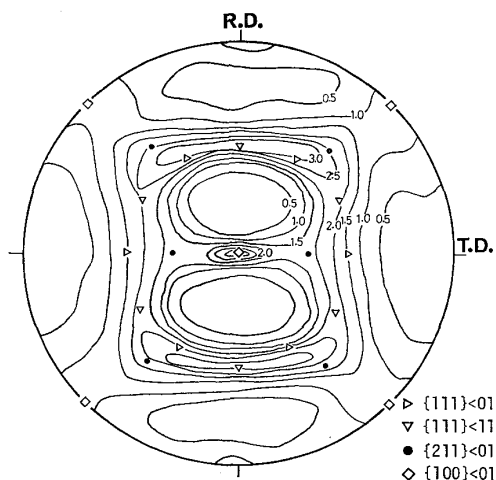


Fig. 2.  $\{200\}$  pole figure of steel before recrystallization annealing (cold rolled by 75 %, and pre-annealed at  $460^\circ\text{C}$ ).

以上のように、冷延後、低温での回復は多少進行しているが再結晶を開始させることなく窒素量を  $\leq 2 \sim 200$  ppm に変えた鋼板を Ar 中  $40^\circ\text{C}/\text{h}$  にて  $650^\circ\text{C}$  あるいは  $800^\circ\text{C}$  まで昇温し再結晶させ、空冷後、組織を調査した。

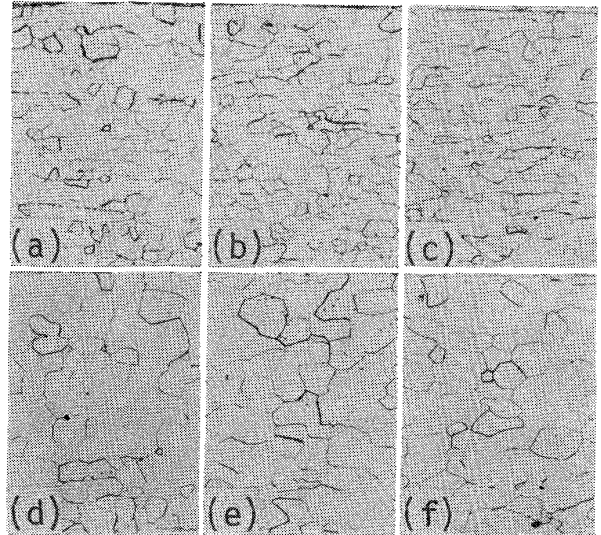


Photo. 2. Microstructures of steels annealed at  $650^\circ\text{C}$  or  $800^\circ\text{C}$  ( $\times 100$ ). Nitrogen content : (a) (d)  $\leq 2$  ppm, (b) (e) 39 ppm, (c) (f) 134 ppm. Annealing temperature : (a) (b) (c)  $650^\circ\text{C}$ , (d) (e) (f)  $800^\circ\text{C}$ .

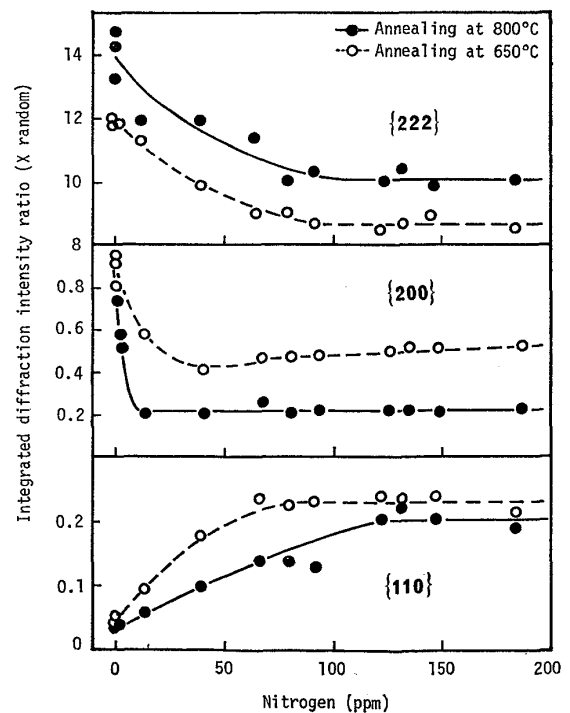


Fig. 3. Effect of nitrogen content before recrystallization annealing on integrated diffraction intensity ratio of steels annealed at  $650^\circ\text{C}$  or  $800^\circ\text{C}$ .

Photo. 2 にはその光学顕微鏡組織の例を示す。結晶粒度は 650°C 焼鈍材で 8.5~9.0 番, 800°C 焼鈍材では 7.0~8.0 番であり, 窒素量による差は小さい。ただし, 窒素含有量が 100 ppm 以上でかつ焼鈍温度が低い場合には粒はやや展伸している。

Fig. 3 には再結晶焼鈍前窒素量と再結晶焼鈍板の積分回折強度比との関係を示す。窒素量が増すと再結晶集合組織中の  $\{111\}$  成分および  $\{100\}$  成分が減少し,  $\{110\}$  成分が増加する。この中  $\{111\}$  成分の減少と  $\{110\}$  成分の増加とは対応しており, いずれも, 窒素量が約 100

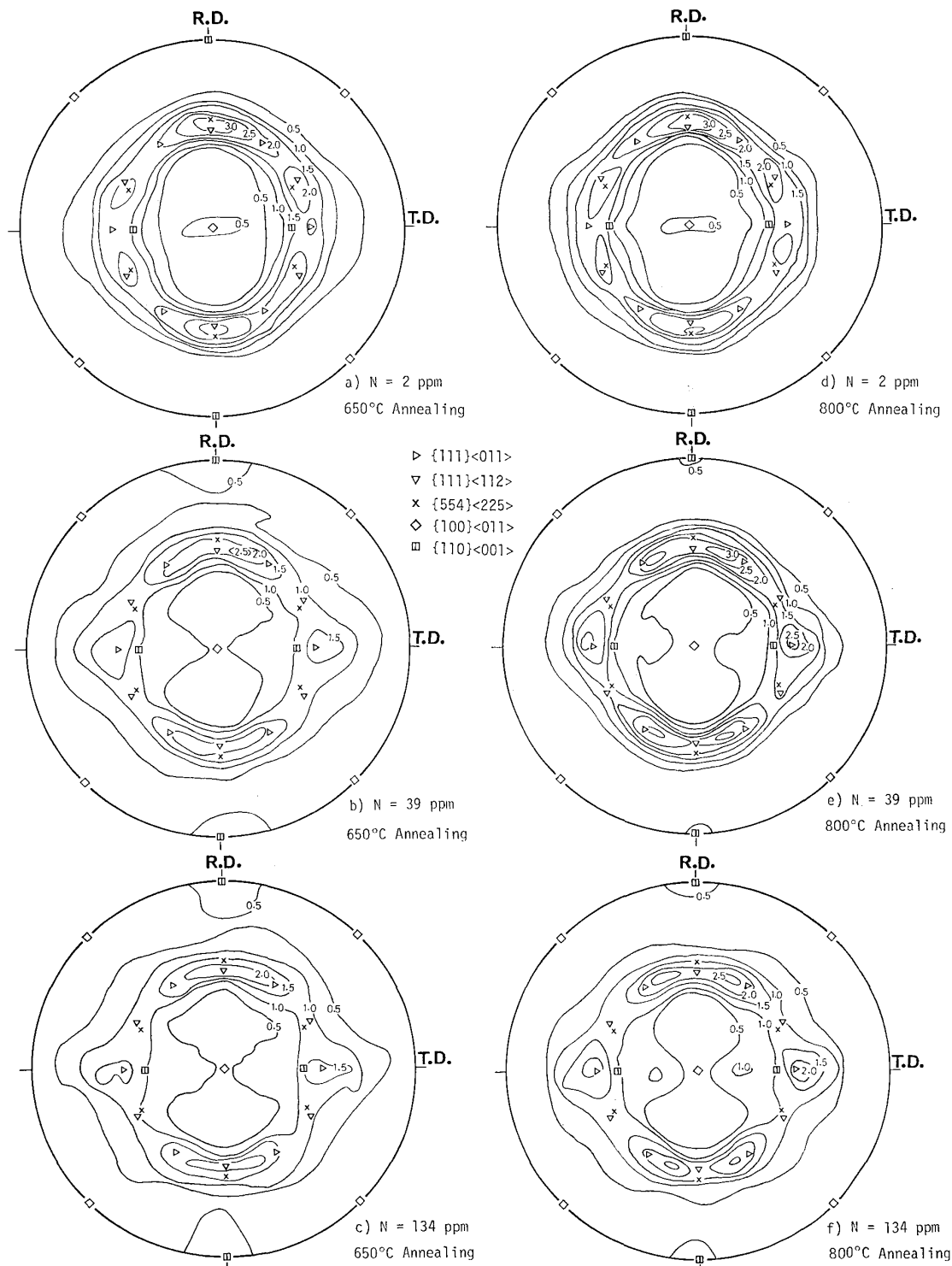


Fig. 4.  $\{200\}$  pole figures of steels, annealed at 650°C or 800°C. Nitrogen content before annealing and annealing temperature are shown in the right of each figure.

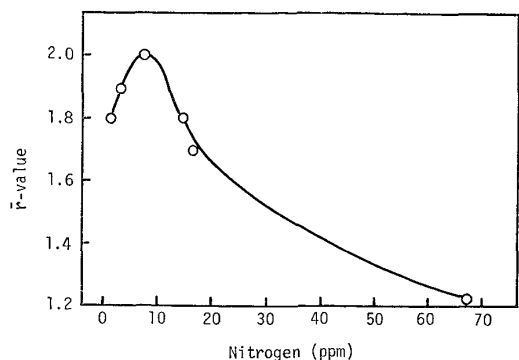


Fig. 5. Effect of nitrogen content before annealing on mean  $r$ -value of steel, annealed at 650°C.

ppm 以下の範囲で変化している。これに対し、{100} 成分は約 20 ppm 以下の窒素の添加により急激に減少し、それ以上窒素量が増しても {100} 成分の量はほとんど変化しない。このほか高次の結晶方位についても測定した結果、{211} 成分は窒素量によらず一定であり、かつ焼鈍温度による差は、ほとんどみられなかつたのに対し、{311}、{321} および {310} 成分は {110} 成分の場合と同様窒素量の増加により増加し、かつ焼鈍温度の上昇により低下していた。

Fig. 4 には 650°C あるいは 800°C で焼鈍した鋼板の {200} 極点図の例を示す。これらの図からも極点図中心の {100}〈011〉を中心とする方位が 39 ppm 以上の窒素量の増加により  $>0.5 \rightarrow <0.5$  と低下し、また圧延方向の極に表示される {110}〈001〉を中心とする方位が窒素量の増加により次第に強くなることがわかる。この他窒素量が著しく低い場合の再結晶集合組織の主方位は、{111}〈112〉に近い方位 (Ti 添加鋼でみられるような {554}〈225〉方位への著しい集積<sup>6)~8)</sup> ではないので、以降 {111}〈112〉方位と表現する。) であるが、窒素量が 39 ppm 以上に増すと主方位が {111}〈011〉方位に変化する点が顕著である。この主方位の変化は、Fig. 3 の窒素量増加による {100} 成分の急激な低下に対応しているように思われる。

なお、39 ppm 以上の窒素を含有する鋼の再結晶集合組織は Al キルド鋼の再結晶集合組織<sup>9)</sup> とよく似ているが、後者では {110}〈001〉への集積が著しく低い特徴があり<sup>9)</sup>、この点で両鋼の再結晶集合組織は異なっている。

焼鈍温度による再結晶集合組織の差異は、通常の低炭素鋼の場合<sup>10)</sup> とほぼ同じであり、焼鈍温度の上昇により結晶粒の成長が起こり、これに伴い {111} 成分が増し、{100} および {110} 成分が減少する傾向がみられる。

### 3.3 再結晶焼鈍板の $r$ 値

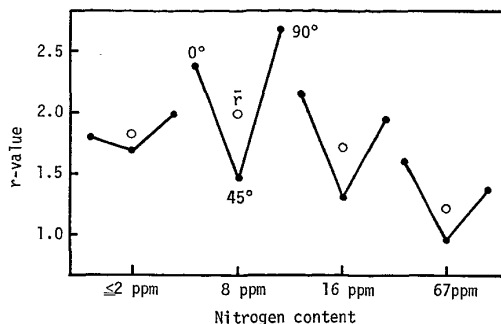


Fig. 6. Effect of nitrogen content before annealing on planar anisotropy of  $r$ -value of steel, annealed at 650°C.

再結晶焼鈍前の窒素含有量と再結晶焼鈍後の  $r$  値との関係を Fig. 5 に示す。 $r$  値は窒素量が 8 ppm 以下の範囲では窒素量の増加により上昇し、それ以上の窒素量では低下する。低炭素リムド鋼板に関する前報<sup>1)</sup>では、鋼中窒素量の増加により焼鈍板の  $r$  値は単調に低下すると報告したが、極低炭素鋼板の場合には、鋼中に微量の窒素を焼鈍時含有していた方が  $r$  値はむしろ高くなっている。

Fig. 6 には  $r$  値の面内異方性の例を示している。45° 方向の  $r$  値は窒素量の増加により単調に低下するが、0° 方向および 90° 方向の  $r$  値は窒素量が 8 ppm の時高くなっている。この他、窒素量が  $\leq 2$  ppm の時は  $r$  値の面内異方性が他より著しく小さい特徴がある。

## 4. 考 察

### 4.1 前焼鈍および加窒処理について

再結晶集合組織におよぼす成分量の影響を検討する場合、従来は溶製時から成分量を変えるので、熱延板組織や冷延後の組織も成分量により変わってしまう、再結晶過程のみにおよぼす成分量の効果を把握するのは困難であった。本実験では同一溶製同一冷延材を用い、再結晶焼鈍過程のみにおける窒素量の再結晶集合組織形成におよぼす効果の把握を試みた点に特徴がある。したがって、冷延後再結晶前に窒素量を変える方法につき多少説明を加えたい。

著者らは本実験の予備実験として、Fig. 1 に示した前焼鈍および加窒処理の最適条件について検討した<sup>5)</sup>。すなわち、本実験と同一素材を使用し、冷延後、前焼鈍の温度を 400~650°C まで変え、次に 350°C にて一定量加窒させ、さらに一定の再結晶焼鈍を行ない、前焼鈍温度と再結晶集合組織の関係を調べた。この結果、前焼鈍温度が 480°C 以下ならば冷延後前焼鈍を行わずに直接加窒処理を行なった場合と同じく Fig. 4 に示した高窒素鋼特有の再結晶集合組織を示すが、それ以上の温

度で前焼鈍を行なうと前焼鈍温度により再結晶集合組織が変化してくることがわかった。すなわち 480°C 以下で起きる冷延組織の回復過程での窒素量の多少は再結晶集合組織には大きな影響をおよぼさず、480°C 以上で起きる回復、再結晶過程、とくに再結晶核形成時期<sup>11)~13)</sup>での窒素量の多少が再結晶集合組織を大きく支配することがわかった<sup>5)</sup>。この結果に基づき本実験では 460°C、10 min という一定の前焼鈍を行なつたのち、350°C で種々の雰囲気および時間にて加窒処理を行ない、再結晶核を形成させることなく鋼板中窒素量を変えるように努めた。前焼鈍は加窒処理前にいつたん冷延組織を一定量回復させておくもので、これを行なわずに直接種々の加窒処理を行なうと、窒素量のみならず回復の進行度合も鋼により異なってしまう。

#### 4.2 極低炭素鋼板の深絞り性と窒素量の関係

もう一つの本実験の特徴は侵入型に固溶する炭素原子の影響を極力除くため、冷延前に十分脱炭した鋼を素材にしている点である。以下、本結果を低炭素リムド鋼板 ( $C=0.05\%$ ) にて得られた結果<sup>1)</sup>と比較して考察する。

低炭素鋼板に関する実験では、窒素量の増加により再結晶集合組織中の  $\{111\}$  成分が低下し、 $\{110\}$  成分が増加したが、 $\{100\}$  成分が不変であつた<sup>1)</sup>。しかし今回の極低炭素鋼板に関する調査では、 $\{111\}$  および  $\{110\}$  成分の窒素量による変化は低炭素鋼の場合と同じ傾向であつたが、 $\{100\}$  成分に関しては異なり、僅かの窒素量の添加で大幅に  $\{100\}$  成分が低下し、約 20 ppm 以上の窒素量では変化しなかつた。このような差異は回復再結晶時の固溶炭素原子の有無に原因していると思われる。すなわち、低炭素鋼では 500°C にて 30~70 ppm の炭素が固溶すると思われるので窒素量が低くても侵入型固溶原子総量<sup>13)</sup>としては多いため、 $\{100\}$  成分が窒素量により変化しなかつたものと思われる。したがって Fig. 3 に示した窒素量による再結晶集合組織の変化も固溶炭素と窒素の和による変化と考えれば、本図からも低炭素鋼における窒素の効果を矛盾なく説明できるとと思われる。

深絞り性の指標となる冷延鋼板の  $r$  値はほぼ板面に平行な  $\{111\}$  成分が多く、 $\{100\}$  成分が少ない方が良好である<sup>14)15)</sup>。低炭素鋼の場合は窒素量が低くなると再結晶集合組織中の  $\{111\}$  成分が増し、 $\{100\}$  成分は不変なため、 $r$  値は上昇する<sup>1)</sup>。極低炭素鋼の場合は低炭素鋼の場合とは異なり、Fig. 5 に示すように窒素量約 10 ppm の時最高の  $\bar{r}$  値を示すのは、窒素量が低下すると再結晶集合組織中の  $\{111\}$  成分が増加するが、約 20 ppm 以下になると  $r$  値を下げる  $\{100\}$  成分が急激に増加するためと思われる。X線積分回折強度比から  $\bar{r}$  値を求める

式はいくつか提唱されているが、Fig. 3 のデータより  $\{222\}$  面強度と  $\{200\}$  面強度の比<sup>10)</sup>をとると、実際に窒素量約 10 ppm の時その比が最大となつた。このように再結晶焼鈍時炭素や窒素原子の含有量が著しく低い場合は必ずしも再結晶焼鈍板の  $\bar{r}$  値は高くなく、むしろ微量の窒素原子（侵入型固溶原子）を含んでいた方が高い  $\bar{r}$  値が得られることは興味深い。 $r$  値の面内異方性に関しては、岡本ら<sup>15)</sup>の計算によると  $\{111\}$  成分の結晶は面内異方性が小さく、 $\{100\}\langle 011\rangle$  成分は 45° 方向の高い逆異方性を、そして  $\{110\}\langle 001\rangle$  成分は 45° 方向が低い正異方性を強く示すことが報告されている。本実験では窒素量が  $\leq 2$  ppm の場合でのみ小さな正の面内異方性が得られているが、これは再結晶集合組織中の  $\{110\}\langle 001\rangle$  成分が通常の鋼板より著しく低く、かつ  $\{100\}\langle 011\rangle$  成分が高かつたためと思われる。

#### 4.3 極低炭素鋼板の冷延集合組織と再結晶集合組織

再結晶焼鈍板の  $\{200\}$  極点図に関し低炭素鋼板<sup>1)</sup>と比較すると、前述の窒素量が低い場合の  $\{100\}$  成分の強さの差の他に、優先方位に差異が認められる。すなわち、低炭素鋼の場合<sup>1)</sup>は窒素量が増しても再結晶集合組織の主方位は  $\{111\}\langle 112\rangle$  あるいは  $\{554\}\langle 225\rangle$  であることは変わることなく、おもにそれらへの集積度が窒素量の増加により弱くなるだけであつたが、今回の極低炭素鋼板の場合は、窒素量の増加により再結晶集合組織の主位も  $\{111\}\langle 112\rangle$  方位から  $\{111\}\langle 011\rangle$  方位に変化した。このような差異は冷延集合組織の差異と侵入型固溶原子量に原因していると思われる。

従来の研究によると、冷間圧延過程では活動する迂り系の選択により  $\{111\}\langle 112\rangle$  方位が  $\{211\}\langle 011\rangle$  方位に向かつて回転して R.D.-60°// $\langle 110\rangle$  繊維組織を形成する場合と、 $\{111\}\langle 011\rangle$  方位に向かつて回転して  $\langle 111\rangle$ //N.D. 繊維組織を形成する場合があります<sup>7)16)</sup>。析出物粒子が多数存在する場合は前者の回転が起こりやすく  $\{211\}\langle 011\rangle$  方位への集積の強い冷延集合組織が形成されやすいと考えられている<sup>7)8)</sup>。今回の一連の研究においても微細な炭化物粒子を多量に含む低炭素鋼の場合<sup>1)</sup>は、75%の冷間圧延後  $\{211\}\langle 011\rangle$  方位への集積が強くなつていたが、本実験のように冷延時炭化物粒子を含まない鋼では同一圧下率で冷間圧延したにもかかわらず、Fig. 2 に示すように  $\{211\}\langle 011\rangle$  方位への集積は低く、 $\{111\}\langle 112\rangle$  方位と  $\{100\}\langle 011\rangle$  方位が集積の中心になつている。

冷間圧延された鋼を焼鈍すると、一般にはまず冷延集合組織の一部領域が歪を解放し再結晶核を形成し、次にこれらが大幅な粒界移動により成長することにより再結晶が進行する。すなわち、再結晶核の方位は冷延集合組

Table 2. Relation between deformation textures and recrystallization textures for low-carbon steel and extra-low-carbon steels.

| Low-carbon-steel <sup>1)</sup> |                      | Extra-low-carbon steel |                      |                                  |
|--------------------------------|----------------------|------------------------|----------------------|----------------------------------|
|                                |                      | Nitrogen $\leq$ 2 ppm  |                      | Nitrogen $>$ 20ppm               |
| Deformed matrix                | Recrystallized grain | Deformed matrix        | Recrystallized grain |                                  |
| {211}<011>                     | (a) {554}<225>       | {111}<112>             | ◦ {111}<112>         | (c) {111}<011><br>(d) {110}<001> |
| {100}<011>                     | (b) {111}<011>       | {100}<011>             | ◦ {100}<011>         | (b) {111}<011>                   |

(a) R.D.-60°//<110> axes, 35° rotation<sup>7) 20)</sup>(b) R.D.//<110> axes, 55° rotation<sup>18) 23)</sup>(c) N.D.//<111> axes, 30° rotation<sup>19) 20)</sup>(d) T.D.//<110> axes, 35° rotation<sup>12) 19) 21)</sup>◦ In situ recrystallization<sup>22)</sup>

織の方位分散の一部であるが、その成長時には結晶方位が大きく回転し、一般には冷延集合組織とはかなり異なつた再結晶集合組織が形成され则认为られている<sup>12) 17) ~ 19)</sup>。実際、本実験結果でも再結晶集合組織は冷延集合組織と大きく異なっており再結晶時大きな方位回転が起きたことを示している。しかし、極低炭素極低窒素鋼板の場合には冷延集合組織の主方位である {111}<112> 方位や {100}<011> 方位が再結晶後も残りやすい傾向がみられる。そこで著者らは、焼鈍時に侵入型固溶原子が著しく少ない鋼板では大傾角粒界移動による再結晶が進行する以前に冷間圧延で蓄えられた歪エネルギーが解放されやすく、再結晶集合組織形成における大傾角粒界移動の重要性が低下すると考え、本実験および以前の低炭素鋼板の実験<sup>1)</sup> で得られた冷延集合組織の主方位と再結晶集合組織の主方位および特徴的な方位との関係を Table 2 のようにまとめた。

低炭素鋼の場合<sup>1)</sup> や極低炭素鋼でも約 20 ppm 以上の窒素を含有する場合は、Table 2 の (a) ~ (d) およびその他の結晶方位の大きな回転が再結晶過程で起こるものと思われる。その中でも、低炭素鋼では {211}<011> 冷延マトリックスからの {554}<225> 方位の発達が<sup>20) 21)</sup>、そして 20 ppm 以上の窒素を含む極低炭素鋼では {111}<112> 冷延マトリックスからの {111}<011> 方位<sup>19) 20)</sup> および {110}<001> 方位<sup>12) 19) ~ 21)</sup> の発達が再結晶集合組織の形成上重要であろう。なぜなら、これらの方位は冷延マトリックス中の変形帯や粒界近傍のように方位変化の勾配の大きな領域に存在するため、大傾角粒界を形成しやすく、かつその移動により発達すると考えられるからである。一方、{100}<011> 冷延マトリックスは再結晶し難く<sup>22)</sup>、その大部分は他の方位の再結晶粒に蚕食され減少するものと思われる。Table 2 にはその 1 例として {111}<011> 方位に回転する場合<sup>23)</sup>を示している。

一方、極低炭素極低窒素鋼では以上のような大傾角粒界移動による結晶方位の回転以前に歪を解放しやすく、冷延集合組織の主方位である {111}<112> 方位や {100}<011> 方位の in situ 再結晶<sup>22)</sup>の過程が再結晶集合組織の形成の上で重要となるであろう。in situ 再結晶の詳細については次報で述べるとして、ここでは本結果と同様、鉄における in situ 再結晶を指摘している報告を紹介する。著者の一人<sup>24)</sup>は、低炭素 Ti 添加鋼の再結晶集合組織に関して調査し、Ti 添加鋼の再結晶集合組織中には {110} 成分が著しく少ないことから、同鋼の再結晶機構として、微細な TiC 粒子による大傾角粒界移動の抑制に基づく in situ 再結晶を提案している。柚島ら<sup>25)</sup>は純鉄と Fe-C 合金の冷延および再結晶集合組織を 3 次元方位解析した結果、純鉄では Fe-C 合金に比較して {100}<011> 方位を中心とした R.D.//<011> 繊維組織が再結晶後も強く残るとし、これを in situ 的な再結晶によると考えている。このように再結晶集合組織中に比較的に {110} 成分が少ない場合や {100} 成分が多い場合に in situ 再結晶が提案されており、本結果と矛盾していない。

以上のように、再結晶時侵入型固溶原子を多量に含んでいる場合には、大傾角粒界移動による再結晶が、また侵入型固溶原子が著しく少ない場合には in situ 再結晶が、それぞれ再結晶集合組織の形成に重要な役割を果たすと考えた場合、本実験結果をうまく説明できる。

#### 4.4 窒素量による再結晶集合組織の変化

以上の考え方で Fig. 3 に示した窒素量による積分回折強度の変化をみると次のようなことが推測される。

窒素量が約 20 ppm 以下の範囲で {100} 成分が大きく減少し、それ以上の窒素量では変化がないのは、{100}<011> 方位の in situ 再結晶をほぼ完全に抑制するに必要な窒素量は約 20 ppmであることを示していると思わ

れる。{110} 成分は約 100 ppm まで窒素量の増加により増大するが、これは {110}<001> 再結晶粒の {111}<112> 冷延マトリックス中への成長しやすさが窒素量の増加により増すことを示していると思われる。このような成長の駆動力はマトリックス中の歪エネルギーであるから、逆にいえばほぼ、{110} 成分の変化は、{111}<112> 方位の in situ 再結晶による歪の解放が窒素量の増加により困難となり、約 100 ppm でほとんど不可能になることを示していると思われる。なお、{111} 成分の窒素量による変化は N.D.//<111> 方位の in situ 再結晶、N.D.//<111> 方位の大傾角粒界移動による成長、および他方位への回転などが含まれており複雑なものと思われる。

このように、in situ 再結晶を抑制するのに必要な窒素量は結晶方位により異なり、{100}<011> 方位では、{111}<112> 方位より少ない窒素量で、in situ 再結晶が抑制されるものと推測される。このような差異は次報で述べるように、冷延マトリックスの転位密度の差異やセルの形成しやすさに原因していると思われる。

## 5. 結 言

リムド鋼を素材にし、十分脱炭および脱窒焼鈍し、かつ整粒組織とした極低炭素極低窒素鋼板を 75% の圧下率で冷延し、いつたん 460°C まで前焼鈍後 350°C にて雰囲気との反応を利用して加窒し、鋼板中の窒素含有量を  $\leq 2 \sim 200$  ppm に変え、次に 650°C あるいは 800°C で再結晶焼鈍しそれらの再結晶集合組織および  $r$  値におよぼす再結晶焼鈍時窒素量の影響について調査し、次のような結果を得た。

(1) 圧下率 75% の時の冷間圧延集合組織の主方位は {111}<112> 方位および {100}<011> 方位であり、{211}<011> 方位への集積は強くない。

(2) 再結晶焼鈍時の鋼中窒素量が著しく低い場合の再結晶集合組織の主方位は {111}<112> 方位であり、かつ通常の低炭素鋼板に比較して {111} 成分および {100} 成分が多く {110} 成分が少ない。

(3) 再結晶焼鈍時の鋼中窒素量が約 20 ppm 以上存在する場合の再結晶集合組織の主方位は {111}<011> 方位であり、かつ、極低窒素鋼板の場合に比較して {110}<001> 成分が多く {100}<011> 成分が少なく、また {111} 成分の総量も少ない。

(4) 再結晶焼鈍板の積分回折強度でみると、再結晶焼鈍時の窒素量が約 100 ppm 以下の範囲で、窒素量の増加により {111} 成分は徐々に減少し、{110} 成分は徐々に増加する。これに対し {100} 成分は窒素量が約 20 ppm

以下の範囲で窒素量の増加により急激に減少し、それ以上の窒素量では変化しない。

(5) 再結晶焼鈍板の  $r$  値は大略、再結晶焼鈍時の窒素量が少ないほど高い値を示すが、窒素量が約 10 ppm の時最高となり、それ以下の窒素量の場合にはかえって低下する。これは窒素量が約 20 ppm 以下になると再結晶集合組織中の {100} 成分が急増することに原因していると考えられた。

(6) 本実験で得られた冷延集合組織と再結晶集合組織の比較から焼鈍時の窒素量が多い場合には大きな方位回転を伴う大傾角粒界移動による再結晶が、また焼鈍時窒素量が著しく少ない場合には大きな方位回転を伴わない in situ 再結晶が、それぞれ再結晶集合組織の形成に重要な役割を果たすものと考えられた。

(7) また、窒素量による再結晶集合組織の差異より {100} 方位では {111} 方位より少ない窒素量で in situ 再結晶が抑制されるものと考えられた。

おわりに本研究の遂行に御協力いただいた住友金属工業中央技術研究所の倉田雅英氏および浅野健司氏に感謝します。

## 文 献

- 1) 高橋政司, 岡本篤樹, 猪野信吾, 中田忠昭: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 52
- 2) P. M. ROBINSON, K. V. BARRATT, and P. N. RICHARDS: J. Aus. Inst. Met., 7 (1962), p. 34
- 3) 松藤和雄, 下村隆良, 小林英男: 日本金属学会講演概要, 第 69 回 (Oct. 1971), p. 105
- 4) 鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会報告書, 鉄鋼薄板の再結晶および集合組織 (阿部秀夫編), (1974), [日本鉄鋼協会] 第 3 章 (大橋延夫)
- 5) 高橋政司, 岡本篤樹: 鉄と鋼, 62 (1976), S 184
- 6) 松岡 孝, 高橋政司: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 2350
- 7) 秋末治, 高階喜久男: 日本金属学会誌, 36 (1972), p. 1124
- 8) 秋末治: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 206
- 9) 高橋政司, 岡本篤樹: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 2246
- 10) 松藤和雄, 下村隆良: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 28
- 11) W. C. LESLIE, J. T. MICHALAK, and F. W. AUL: Iron and its dilute solid solid solutions, (1963), p. 119 [Interscience Pub.], New York
- 12) E. FURUBAYASHI: Trans. ISI, 9 (1969), p. 222
- 13) 久保寺治朗, 中岡一秀, 荒木健治, 渡辺 馨, 岩瀬耕二: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 846
- 14) R. S. BURNS and R. H. HEYER: Sheet Metal Ind., 35 (1958), p. 261

- 15) 岡本豊彦, 白岩俊男, 福田 実: 住友金属, 14 (1962), p. 211
- 16) 上城太一: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 421
- 17) C. G. DUNN and P. K. KOH: Trans. Met. Soc. AIME, 233 (1965), p. 702
- 18) I. L. DILLAMORE: Trans. Met. Soc. AIME, 233 (1965), p. 702
- 19) 阿部秀夫: 鉄と鋼, 52 (1966), p.882
- 20) 阿部秀夫, 高木甲子雄: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 1219
- 21) M. MATSUO, T. HAYAMI, and S. NAGASHIMA: Proc. ICSTIS (1970, Tokyo), Suppl., Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 867
- 22) H. Hu: Recovery and Recrystallization of Metals, Ed. by L. Himmel, [John Wiley Sons, Inc.], New York, (1963), p. 311
- 23) 中村峻之, 福塚淑郎, 八木芳郎: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 2025
- 24) 松岡 孝, 高橋政司: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1134
- 25) 柚島登明, 小川陸郎, 福塚淑郎: 鉄鋼基礎共同研究会, 第8回再結晶部会提出資料, 鉄再-54, September 9, (1974)