

低炭素冷延鋼板の再結晶集合組織におよぼす 固溶炭素およびMnの影響

塚谷 一郎*・井上 毅*・須藤 正俊*²

Effects of Carbon and Manganese on the Recrystallization Texture of Cold-rolled Steel Sheet

Ichiro TSUKATANI, Tsuyoshi INOUE and Masatoshi SUDO

Synopsis : In order to clarify the effect of carbon and manganese on the recrystallization texture formation of low carbon steel sheets, the change in texture and microstructure during cold-rolling and annealing have been investigated. A strong{111} recrystallization texture component forms in interstitial atom-free steels being nearly independent of manganese content, the grain size of hot bands, and the heating rate of annealing. However, in a 0.21% manganese steel containing solute carbon prior to cold-rolling, the {111} recrystallization texture component is seriously decreased with increases in the grain size of hot bands and the heating rate of annealing. By measurement of the electrical resistivity, the solute carbons making complex with manganese atoms are found to be almost absent during the recovery process between 400 and 480°C in a 0.21% manganese steel. During cold rolling, the slip rotations into the end stable {211} <011>+5° orientations, which are assumed to form the near {111} recrystallization texture component, are suppressed by the solute carbon coexisting with manganese atom as C-Mn complex and increment of hot bands grain size. Therefore, nuclei of {110} <001> are considered to grow more preferentially than those of {554} <225> in the steel containing solute carbon and manganese.

Key words : recrystallization texture ; cold-rolled steel sheet ; carbon in solution ; manganese addition ; C-Mn complex ; tantalum addition ; cold rolling texture ; grain size of hot band.

1. 緒言

冷延鋼板の深絞り性向上のため各種添加元素の影響を調査した研究が数多くなされ、Ti、Nb添加鋼という超深絞り用冷延鋼板が開発されている。このような炭窒化物形成元素添加鋼を含め、深絞り性に有効な{111}//ND再結晶方位成分を集積させるためには固溶炭素量を低減させる必要があるという点では各研究者の認識はほぼ一致している。ただ、そのメカニズムについては議論が分かれ、(a)冷延過程¹⁾²⁾もしくは(b)回復・再結晶過程³⁾で影響をおよぼすという説が提案されている。また、岡本⁴⁾は20ppmを境にしてC量の多少により影響時期が異なってくると報告している。さらに、固溶Cが単独で存在するよりも、Mnと共存して相互作用を持つほうが{111}//ND再結晶方位形成におよぼす影響の大きいことが報告され^{5)~9)}、小西⁸⁾は回復過程における鉄炭化物の溶解・析出挙動の相違と関連すると推察した。また、大沢⁸⁾はAbe¹⁰⁾の考え方を引用して、CにはMnとの複合体としての存在状態があり、これらが回復過程の転位やサブ粒界の移動に影響し、その結果、再結晶核の方

位選択性を変化させると考察している。しかしながら、C-Mn複合体の影響については回復・再結晶初期過程での効果にのみ注目しており、再結晶核生成に大きな効果をもたらすと考えられる冷延過程に関しては、ほとんど検討されていない。

一方、稲垣¹¹⁾は冷延状態における微小領域の結晶方位や内部組織の変化に着目し、多結晶鉄の{111}再結晶粒が{111} <011> 圧延方位と隣接する {111} <uvw> 圧延方位の粒界近傍、もしくは {100} <011> 圧延方位と隣接する {111} <110> 圧延方位の粒界近傍から優先核生成すると報告している。しかしながら、用いた供試材が0.02%C—0.15%Mn鋼であるにもかかわらず、巻取処理に関する記述がなく、Cの存在状態の影響を分離して観察・考察出来ていないと推定される。

そこで、本研究では再結晶集合組織形成におよぼす冷延時に固溶しているCの影響をMnとの相互作用を考慮して検討した。

平成4年6月11日受付 平成4年11月6日受理 (Received on June 11, 1992; Accepted on Nov. 6, 1992)

* (株)神戸製鋼所 鉄鋼技術研究所 (Iron & Steel Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd., 2222-1 Ikeda Onoe-cho Kakogawa 675)

* 2 (株)神戸製鋼所 加古川製鉄所 (現:金沢工業大学) (Kakogawa Works, Kobe Steel, Ltd., now Kanazawa Institute of Technology)

2. 実験方法

2・1 供試材

90kg真空溶解インゴットを供試材とした。供試材はTable 1に示すように、低炭素鋼にTaをCとの原子濃度比で約0.15となるように添加したものである。Taを添加したのは炭窒化物によって後の脱炭処理時の熱延板粒径の粗大化を防止するためである。なお、脱炭処理過程での炭窒化物の形態変化による再結晶集合組織形成におよぼす影響はきわめて小さいと推定される。また、TaCとして固着しえなかった過剰炭素量C* (=C-C as TaC) は全炭素量の約9割と推定される。化学組成の分析は冷延板にて行った。

冷延焼鈍板の製造工程は以下のとおりである。厚さ12mmのスラブを1200℃×3h加熱・保持後、2パス（全圧下率：62%）もしくは3パス（同：70%）にて熱延した。粗大熱延板粒を有する供試材を得るため、2パス材について1150℃×30min加熱－徐冷の熱処理を施した。これらの熱延板に750℃×3hのTaC析出処理を行った後、冷延時のC*の存在状態を変えるため、①水水中に急冷し、C*をできるだけ固溶させたもの（以下、WQ材と記す）、②WQ材を600℃×1h保持後炉冷し、C*をセメントナイトとして析出させたもの（以下、600℃ Fe₃C材と記す）、③湿潤水素中にて脱炭処理を行い、C*をほぼ零にしたもの（以下、DC材と記す）の3通りの熱延板処理材を作製した。なお、脱炭条件は600℃×1h（歪取り焼鈍）－700℃×20h（25% H₂－75% N₂，露点45℃）－700℃×1h（25% H₂－75% N₂）である。さらに、厚さ3.2mmまで機械研削の後、ローマ圧延機にて厚さ0.8mmまで冷延した。最終焼鈍条件は目的に応じて適宜選択した。

2・2 集合組織測定

集合組織の測定は板厚中心層の圧延面で行った。代表的低指数面極密度（以下、極密度と略す）はMo-Kα線を用い、スリット系：1°－0.6mm－1°，電圧－電流：47.5kV－25mAでシンチレーションカウンタにて測定した。結晶方位分布関数（ODF）は（110）、（200）および（211）X線極点図からRoe¹²⁾の方法（22次まで）で計算した。

2・3 電気抵抗測定

WQ材について、75%冷延後、0.8×1.0×120（mm）の試料を多数作製し、100℃/hで等速加熱途中の所定の温度から水水中に急冷したのち、ただちに四端子法で液体窒素温度および0℃での電気抵抗値ρ^{*}_{77K}およびρ^{*}_{273K}を測定した。さらに、250℃×50h加熱・炉冷を行い、再び電気抵抗値ρ_{77K}およびρ_{273K}を測定した。等速加熱途中水冷時の値と250℃

Table 1. Chemical composition of steels used(mass%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	N	O	Ta	(Ta/C)*
TA0	0.013	0.006	0.01	0.020	0.005	0.0028	0.0108	0.03	0.15
TA1	0.013	0.006	0.21	0.020	0.006	0.0018	0.0074	0.03	0.15

*Atomic ratio of Ta to C

時効後の値の差Δρ_{77K}=ρ^{*}_{77K}－ρ_{77K}はおもに固溶Cの減少によるものである。これらの時効前後の変化量Δρ_{77K}およびΔ(Δρ)=(ρ^{*}_{273K}－ρ^{*}_{77K})－(ρ_{273K}－ρ_{77K})から次式によって、フェライト（α）相中でC－Mn複合体を形成しているMnに対応するC量[C_{Mn}]、複合体を形成していない単独C量[C_s]を求めた¹³⁾。なお、全固溶C量([C])=[C_s]+[C_{Mn}]である。

$$\begin{bmatrix} \Delta\rho_{77K} \\ \Delta(\Delta\rho) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \alpha_C & \alpha_d - \alpha_{Mn} \\ \beta_C & \beta_{Mn} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} C_s \\ C_{Mn} \end{bmatrix} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、α_C、α_{Mn}、β_Cおよびβ_{Mn}は再結晶完了状態－冷延状態（後者では、転位が存在して固溶Cと相互作用を有する）を考慮してTable 2に示す係数を用いた。なお、β_C^cについてはΔρ_{77K}およびΔρ_{273K}の温度依存性の関係が転位と相互作用を有した場合にも成り立つと仮定した計算値である。さらに、回復・再結晶過程については250℃時効後の電気抵抗値の変化が等速加熱焼鈍時の回復および再結晶の進行に伴う転位密度の変化によるものであり¹⁶⁾、転位密度によってα_Cおよびβ_Cが変化すると想定し、転位と相互作用を有していない時の値と、有している時の値を按分して与えた。なお、たとえ冷延状態のような高転位密度の状況でも全ての固溶Cが転位に偏析して相互作用を有するわけではなく、厳密には、相互作用の有無を分離する必要があるが、それらを見積もることが不可能なため冷延状態では固溶Cの全てが転位と相互作用を有すると仮定した。逆に、α_dについては係数自体が未知であるばかりか、転位との相互作用の有無が明確ではないため阿部¹³⁾の値をそのまま用いた。

なお、最近、宋ら¹⁷⁾が一連の実験からこれら係数値の修正値を提案しているが、本実験では転位との相互作用の有無による係数値変化を与える必要があったため、Speichの値¹⁴⁾などを用いた阿部¹³⁾に従った。一方、伊藤ら¹⁸⁾¹⁹⁾は平衡分配値[C_{Mn}]/[C_s]の変化からの試算によってC－Mn複合体の

Table 2. Contribution coefficient of α_C, α_{Mn}, α_d, β_C and β_{Mn}.

α _C	6.34×10 ⁻⁶ Ω・m/mol ¹⁴⁾ : as 100% recrystallized (α _C ^R) 1.66×10 ⁻⁶ Ω・m/mol ¹⁴⁾ : as cold-rolled (α _C ^c)
α _{Mn}	1.90×10 ⁻⁶ Ω・m/mol ¹³⁾
α _d	3.00×10 ⁻⁶ Ω・m/mol ¹³⁾
β _C	0.67×10 ⁻⁶ Ω・m/mol ¹⁵⁾ : as 100% recrystallized (β _C ^R) 0.18×10 ⁻⁶ Ω・m/mol ^{*)} : as cold-rolled (β _C ^c)
β _{Mn}	2.26×10 ⁻⁶ Ω・m/mol ¹⁴⁾

α_C : Contribution of C in solution to the electric resistivity at 77K
α_{Mn} : Contribution of Mn in solution to the electric resistivity at 77K
α_d : Contribution of C-Mn dipole to the electric resistivity at 77K
β_C : Contribution of C in solution to the deviation from Matthiessen's rule
*) Δρ_{77K}: Δρ_{273K}=6.34: (6.34+0.67)=1.66: (1.66+β_C^c)
β_{Mn} : Contribution of Mn in solution to the deviation from Matthiessen's rule

平衡濃度が焼入凍結されることは困難と示唆しているが、さらに詳細な検討が必要と考えられ、また、温度により平衡分配値が変化しないとしても、本実験のようなMn量依存性に関する半定量的な比較は可能であると考えた。

3. 実験結果

3・1 再結晶集合組織

熱延板の結晶粒径が約 $30\mu\text{m}$ の鋼TA 0 および鋼TA 1 を75%冷延後、加熱速度を変えて $750^\circ\text{C} \times 3\text{h}$ 焼鈍（炉冷）したときの極密度変化をFig.1に示す。 C^* 量がほぼ零のDC材ではMn含有量による極密度の差は小さく、鋼TA 0 (0.01%Mn) および鋼TA 1 (0.21%Mn) と同、高い $P_{(222)}$ および低い $P_{(110)}$ を示す。また、加熱速度の影響は小さく、ソルトバス($10^\circ\text{C}/\text{h}$ 加熱)のような急速加熱焼鈍材でも $20^\circ\text{C}/\text{h}$ の徐加熱焼鈍材と同様な極密度変化を示す。言い換えれば、 $[C]$ 量がほぼ零になると、急速加熱焼鈍しても強い $\langle 111 \rangle$ //ND再結晶方位が形成される。鋼TA 1-WQ材では $P_{(222)}$ が大幅に減少し、 $P_{(110)}$ が大幅に増加する。これらの $P_{(222)}$ および $P_{(110)}$ は加熱速度の影響をあまり受けず、加熱速度によらずほぼ一定の値を示す。これらに対して、鋼TA 0-WQ材では $[C]$ が存在

すると推定されるにもかかわらず、徐加熱焼鈍時の極密度はDC材と同程度であり、加熱速度を増大すると $P_{(222)}$ が増大し、 $P_{(110)}$ が減少する。

熱延板粒径を変化させた鋼TA 0 および鋼TA 1 を75%冷延後、 $750^\circ\text{C} \times 3\text{h}$ 焼鈍 ($100^\circ\text{C}/\text{h}$ 加熱炉冷) したときの極密度変化をFig.2に示す。鋼TA 0 では熱延板粒径および C^* の存在状態の影響は小さい。例えば、WQ材とDC材の $P_{(110)}$ の差は小さく、熱延板粒径の増大に伴う変化も少ない。なお、DC材の $P_{(200)}$ がWQ材より大きいのは特徴的である。一方、鋼TA 1 では熱延板粒径および C^* の存在状態の影響は $P_{(110)}$ において顕著である。DC材の $P_{(110)}$ は熱延板粒径によってあまり変化しないが、WQ材では熱延板粒径の増大に伴い急増する。なお、 $P_{(222)}$ および $P_{(200)}$ はWQ材、DC材とも熱延板粒径によってあまり変化しない。

約50および $100\mu\text{m}$ の熱延板粒径を有する鋼TA 0 および鋼TA 1-WQ材の $750^\circ\text{C} \times 3\text{h}$ 焼鈍 ($100^\circ\text{C}/\text{h}$ 加熱, 炉冷) 後の(200)極点図をFig.3に示す。鋼TA 0 においては、熱延板

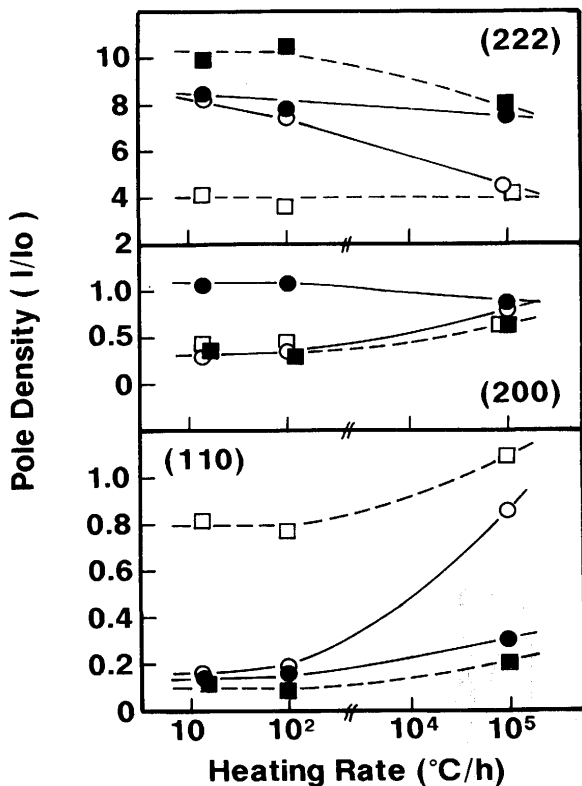


Fig.1. Relationship between pole densities of 0.01% and 0.21% Mn steels and heating rate of annealing at 750°C for 3 hour (Same symbols are used in figs. 2, 4, 5 and 6).

- Water-quenched 0.01% Mn steel
- Water-quenched 0.21% Mn steel
- Decarburized 0.01% Mn steel
- Decarburized 0.21% Mn steel

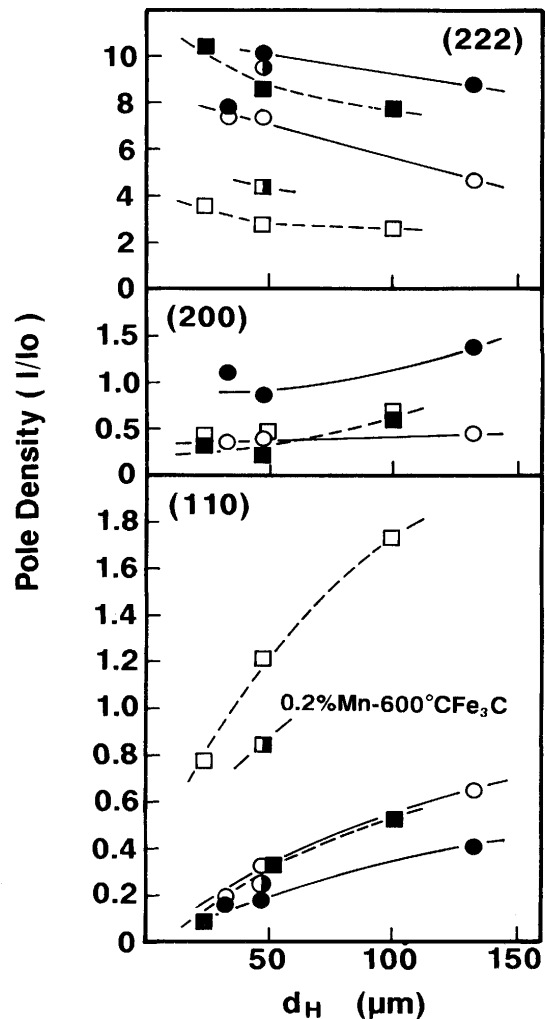


Fig.2. Effect of grain size of hot bands on pole densities of 0.01% and 0.21% Mn steels after annealing at 750°C for 3 hour with heating rate of $100^\circ\text{C}/\text{h}$.

- Cementite Precipitated 0.01% Mn steel
- Cementite Precipitated 0.21% Mn steel

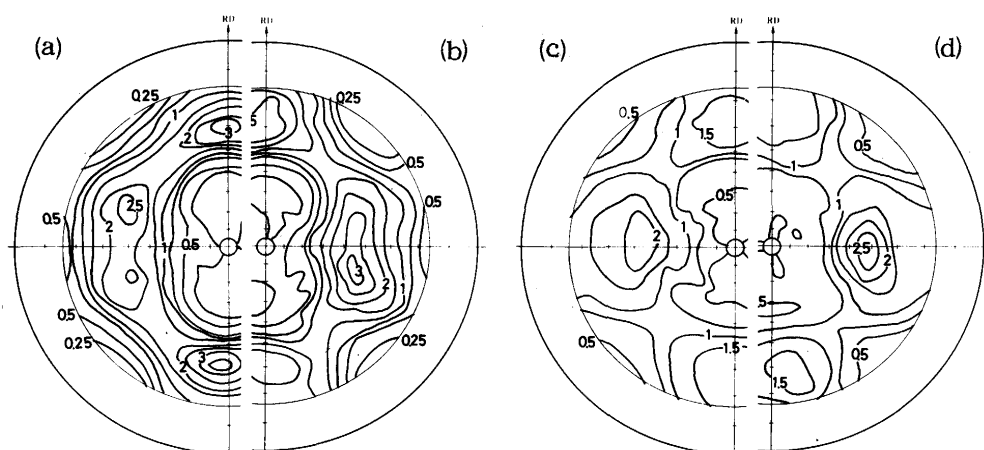


Fig.3. Effect of grain size of hot bands on (200) pole figure of water-quenched 0.01%Mn((a),(b)) and 0.21%Mn ((c),(d)) steels after annealing at 750°C for 3 hour with heating rate of 100°C/h.
(a),(c): ~50 μ m (b),(d): ~100 μ m

粒径を増大すると{110}〈001〉方位への弱い集積が認められるようになるものの、いずれも主方位は{554}〈225〉である。一方、鋼TA 1において、熱延板粒径が約50 μ mでは{111}〈uvw〉+{110}〈001〉方位であるが、熱延板粒径の増大につれて{110}〈001〉方位への集積が増加する。このように、[C]の存在は{110}〈001〉方位への集積を高め、熱延板粒径の増大はそれを増長する。

600°C Fe₃C材の100°C/h加熱-750°C×3h焼鈍(炉冷)後の極密度変化をFig.2に併記した。徐加熱焼鈍であるため回復・再結晶過程でWQ材と同程度の[C]量が存在すると推定されるにもかかわらず、P₍₂₂₂₎およびP₍₁₁₀₎はそれぞれWQ材とDC材のほぼ中間に位置する。このことは再結晶集合組織形成に対して冷延時に存在する[C]が影響していることを示唆している。

熱延板粒径が約50 μ mの鋼TA 0および鋼TA 1の600°C等温焼鈍(空冷)時の極密度変化をFig.4に示す。DC材では再結晶進行に伴いP₍₂₀₀₎およびP₍₂₁₁₎が減少するものの、P₍₂₂₂₎およびP₍₁₁₀₎の変化はほとんど認められない。一方、WQ材では再結晶進行に伴いP₍₂₂₂₎は減少し、P₍₁₁₀₎は大幅に増加する。鋼TA 0-WQ材の極密度変化は再結晶初期にのみ認められ、再結晶後期ではほとんど変化しない。これに対し、鋼TA 1-WQ材のP₍₁₁₀₎の増加およびP₍₂₂₂₎、P₍₂₀₀₎およびP₍₂₁₁₎の減少は再結晶後期でも認められる。

3・2 冷延集合組織

熱延板粒径を変化させた鋼TA 0および鋼TA 1の75%冷延後の極密度変化をFig.5に示す。極密度は鋼種にほとんど依存せず、C*の存在状態、すなわち、WQ材とDC材とで大きく異なる。冷延安定方位であるP₍₂₂₂₎、P₍₂₁₁₎およびP₍₂₀₀₎はWQ材に比べ、DC材のほうが高く、P₍₁₁₀₎は逆にWQ材のほうが高い。また、WQ材の極密度は熱延板粒径に依存し、P₍₂₂₂₎、およびP₍₂₀₀₎は熱延板粒径の増大とともに減少し、P₍₁₁₀₎は増加する傾向を示す。

以上のようにマクロ的であるが、冷延後の極密度はWQ材

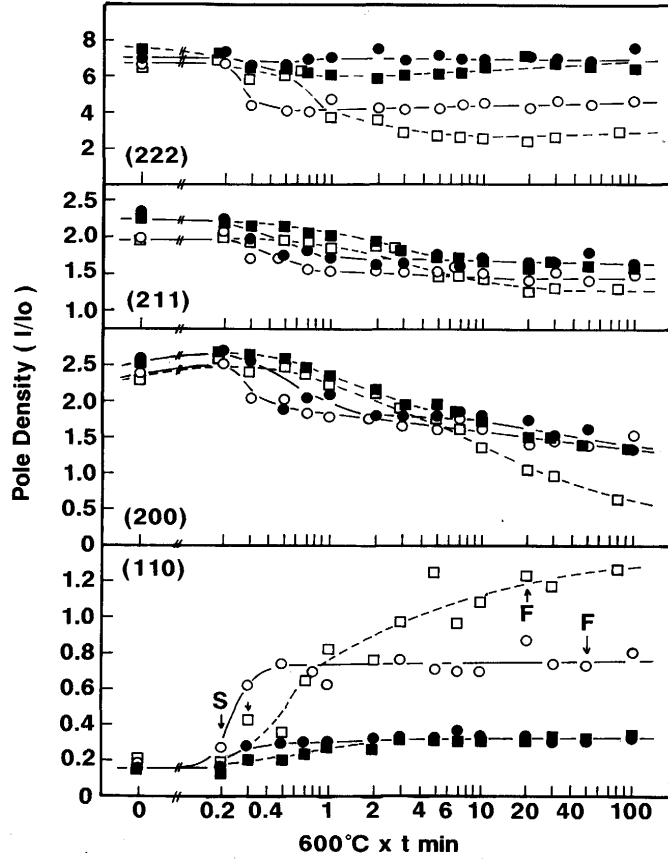


Fig.4. Change in pole densities of 0.01% and 0.21% Mn steels during isothermal annealing at 600°C (S: commencement and F: completion of recrystallization).

とDC材とで大きく異なり、これらが再結晶集合組織形成に重要な役割を果たしていることと示唆される。そこで、冷延集合組織形成の変化を調査するため、ODF測定した。Fig.6に約50 μ mの熱延板粒径を有する鋼TA 0および鋼TA 1の75%冷延後のRD//〈011〉軸まわりのODFを示す。冷延集合組織はいずれもRD//〈011〉繊維組織で、その主方位は{211}〈011〉である(厳密には、{211}〈011〉から〈011〉軸ま

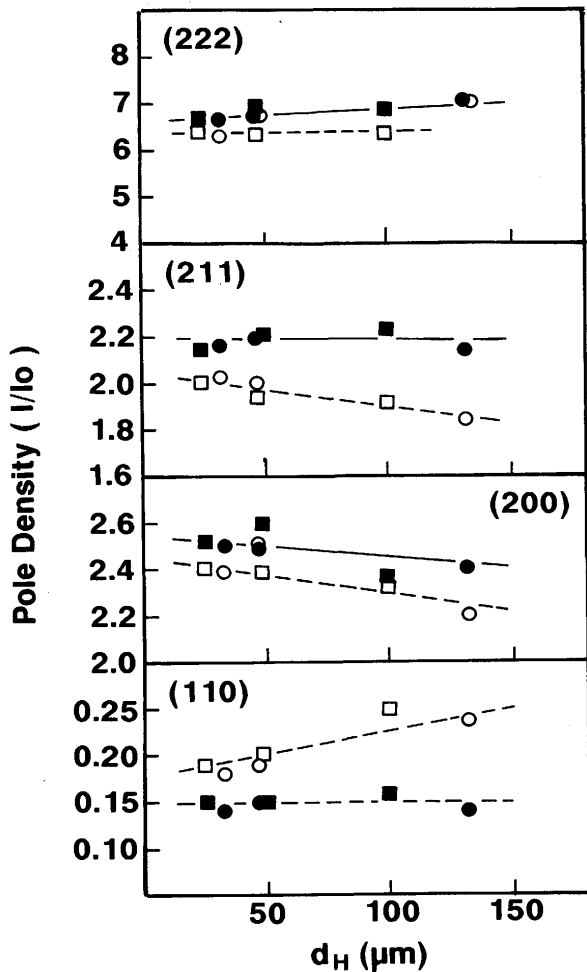


Fig.5. Effect of grain size of hot bands on pole densities of 0.01% and 0.21% Mn steels after cold rolling of 75%.

わりで $\{111\} \langle 011 \rangle$ に向かって 5° 回転したところにあり、両冷延安定方位が重畳されたものと推定されるが、本報告では簡便のため $\{211\} \langle 011 \rangle + 5^\circ$ と表記する)。鋼TA1のWQ材とDC材を比較した場合、 $\{100\} \langle 011 \rangle$ 方位への集積はWQ材のほうが高く、 $\{211\} \langle 011 \rangle + 5^\circ$ 方位への集積はDC材のほうが高い。このように、[C]の低減は冷延安定方位 $\{211\} \langle 011 \rangle + 5^\circ$ 方位への集積を高める。また、鋼TA0の $\{100\} \langle 011 \rangle$ 方位への集積はWQ材に比べDC材のほうが低く、鋼TA1のWQ材およびDC材のそれらとそれぞれ同程度である。 $\{211\} \langle 011 \rangle + 5^\circ$ 方位の鋼TA0-WQ材とDC材の相違は小さく、両処理材とも鋼TA1-DC材と同程度の集積を示す。すなわち、鋼TA1-WQ材を除く、3つの供試材の $\{211\} \langle 011 \rangle + 5^\circ$ 方位の集積はほぼ同程度である。

3・3 等速加熱焼鈍時の電気抵抗値変化

回復・再結晶時の [C] 量変化を調査するため、鋼TA0および鋼TA1-WQ材の $100^\circ\text{C}/\text{h}$ 等速加熱時の電気抵抗値変化を測定した。 $100^\circ\text{C}/\text{h}$ 等速加熱時の光顕組織から判断される再結晶開始 (S) および完了 (F) は、鋼TA0では 440 および 600°C であり、鋼TA1では 480 および 650°C である。Fig. 7に示すように、 $T^\circ\text{C}$ 水冷- $250^\circ\text{C} \times 50\text{h}$ 時効処理後の電気抵

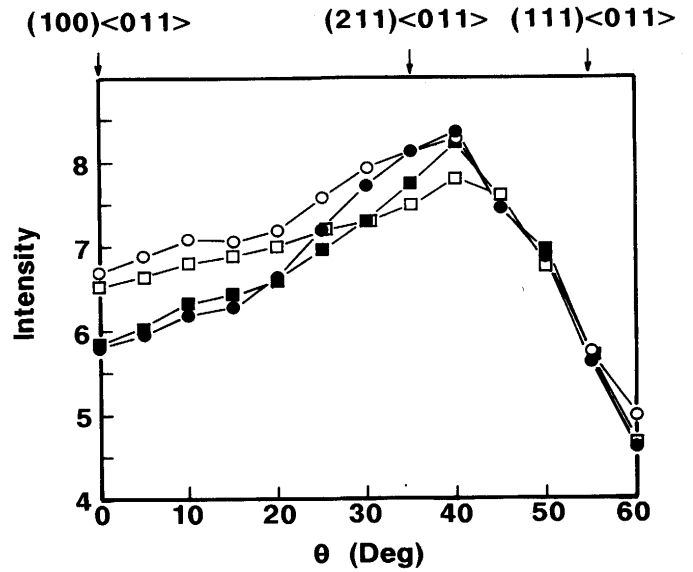


Fig.6. Effects of solute carbon and manganese on R.D. // $\langle 011 \rangle$ fiber texture of 75% cold-rolled steels.

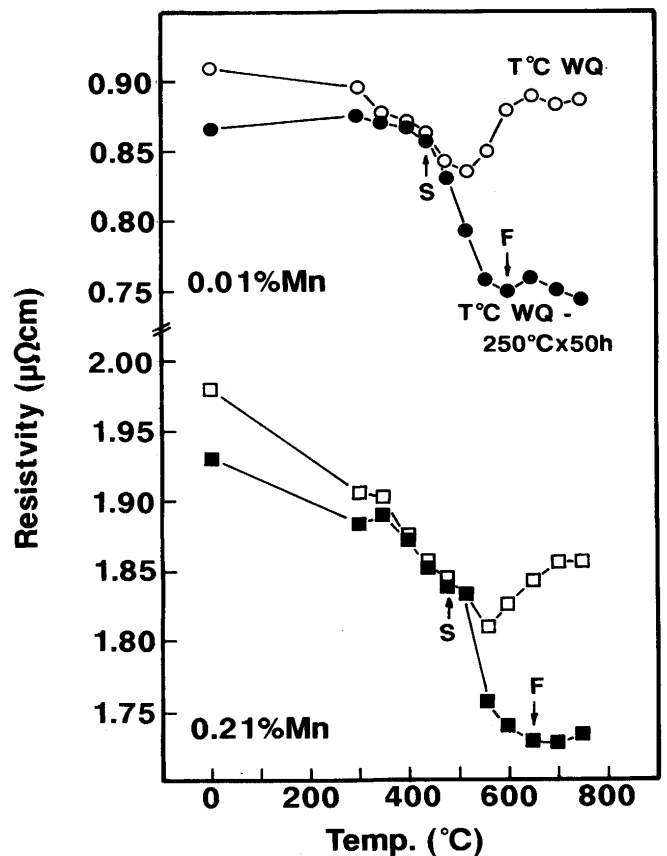


Fig.7. Changes in electrical resistivity of water-quenched 0.01% and 0.21% Mn steels during isochronal annealing with heating rate of $100^\circ\text{C}/\text{h}$ (S: commencement and F: completion of recrystallization).

抗値 $\rho_{77\text{K}}$ 変化は鋼TA0では光顕組織から判断される再結晶挙動とはほぼ一致し、 440°C から低下し始め、 600°C で終了する。また、鋼TA1でも光顕組織から判断される再結晶挙動とはほぼ対応する温度領域で電気抵抗値が急激に変化するも

の、再結晶開始前の300~400°C加熱段階から電気抵抗値の漸減傾向が認められる。

等速加熱焼鈍前の $\Delta\rho_{77K}$ は熱延板処理後水冷によって α 相と平衡する[C]の寄与によるものであり、この $\Delta\rho_{77K}$ は再結晶が開始する温度領域までは等速加熱温度の上昇とともに減少し、再結晶開始・進行とともに増加する。ここで注目されることは、両鋼種とも回復および再結晶の初期と推定される温度領域では $\Delta\rho_{77K}$ がきわめて少ないことである。

阿部の手法¹³⁾に従い、計算した $[C_{Mn}]$ および $[C_s]$ の変化をFig.8に示す。鋼TA0では焼鈍温度の上昇に伴い $[C_s]$ 量が減少し、400~480°Cではほぼ零になる。さらに昇温すると増加する。一方、 $[C_{Mn}]$ はいずれの温度域でも存在しない。しかしながら、鋼TA1では、 $[C_s]$ 量の変化は鋼TA0のそれとほぼ同じであるが、 $[C_{Mn}]$ が認められる。その量は冷延状態および再結晶後期で多く、回復過程ではきわめて少ない。

4. 考察

以上述べてきたように、本実験においては、冷延状態で[C]を存在させると $\langle 111 \rangle$ //ND再結晶方位成分が大幅に低下する。その低下はMn含有量が多いほど著しい。すなわち $[C_{Mn}]$ が存在しないと推定される鋼TA0-WQ材では、

加熱速度を増大すると $P_{(222)}$ が減少、 $P_{(110)}$ が増大して鋼TA1-WQ材のそれらと同程度となるものの、徐加熱焼鈍時にはDC材と同様な再結晶集合組織を示す。ところが、 $[C_{Mn}]$ が存在すると推定される場合には(鋼TA1-WQ材)、加熱速度によらずほぼ一定の低い $P_{(222)}$ および高い $P_{(110)}$ を示し、 $\langle 111 \rangle$ //ND再結晶方位成分の形成が阻害される。これらは熱延板粒径が大きいほど増長される。C-Mnの相互作用に関する同様な報告は大沢ら⁸⁾や岡本¹⁰⁾によってなされているが、実験結果に若干の相違が認められる。これらは冷延前のセメントタイトの析出処理の有無に起因するものと推定される。一方、野村ら²⁾はFe-C合金においても冷延前の固溶Cの有無による本実験と同様な結果を得ている。

緒言でも述べたように、再結晶集合組織形成に対して、(a)冷延状態、(b)回復・再結晶過程、(c)粒成長過程、のどの段階に存在する[C]がMnとの相互作用により悪影響をおよぼすかは必ずしも明らかではない。本実験結果では、焼鈍時加熱速度や熱延板粒径によらず $\langle 111 \rangle$ //ND再結晶方位成分が形成されなかった鋼TA1(WQ材)において、Fig.8に示したように、冷延状態では $[C_{Mn}]$ が存在する。しかしながら、昇温・加熱に伴う鉄炭化物の析出により[C]量が減少し、回復過程の400~480°C温度領域では $[C_{Mn}]$ ばかりでなく、[C]量そのものがきわめて少ない。したがって、数ppm以下の $[C_{Mn}]$ が影響する可能性は残るものの、本実験の範囲内では、回復過程における[C]の影響は小さいと考えざるをえない。

さらに、Fig.2に併記したように、鋼TA1-600°C Fe₃C材の $P_{(222)}$ および $P_{(110)}$ は、100°C/h徐加熱焼鈍であるため回復・再結晶過程でFe₃Cの分解により $[C_{Mn}]$ が存在し、もし、回復過程でのC-Mnの相互作用が重要であるならば、WQ材と同様な挙動を示すと推定されるにもかかわらず、それぞれ、WQ材とDC材のほぼ中間に存在する。すなわち、WQ材との相違は冷延時に $[C_{Mn}]$ が存在しなかったことに起因すると思われるべきである。

また、小西ら⁶⁾はMn量によるr値などの変化が回復過程における鉄炭化物の再溶解・析出挙動と関連することから、回復・再結晶過程での重要性を示唆している。しかしながら、本実験結果とはC量依存性も異なり、またそのメカニズムもAlキルド鋼におけるAlNのPeriodic precipitationの機構²⁰⁾を基礎にしているが、小西らの実験では途中析出型に不可欠な回復・再結晶の遅滞が認められないばかりか、深絞り性の良好なMn量では再結晶温度がもっとも低いなど、影響過程として考慮しがたい。

さらに、Mnの有無により再結晶焼鈍後の粒径差はほとんど認められなかったため、粒成長性の相違による影響は大きくないと考えられる。以上のことを総合すると、[C]とMnが共存した場合に $\langle 111 \rangle$ //ND再結晶方位成分が低下する事実は冷延状態での効果を考慮すべき必要性を強く示唆している。[C]およびMn含有量の差による冷延集合組織の

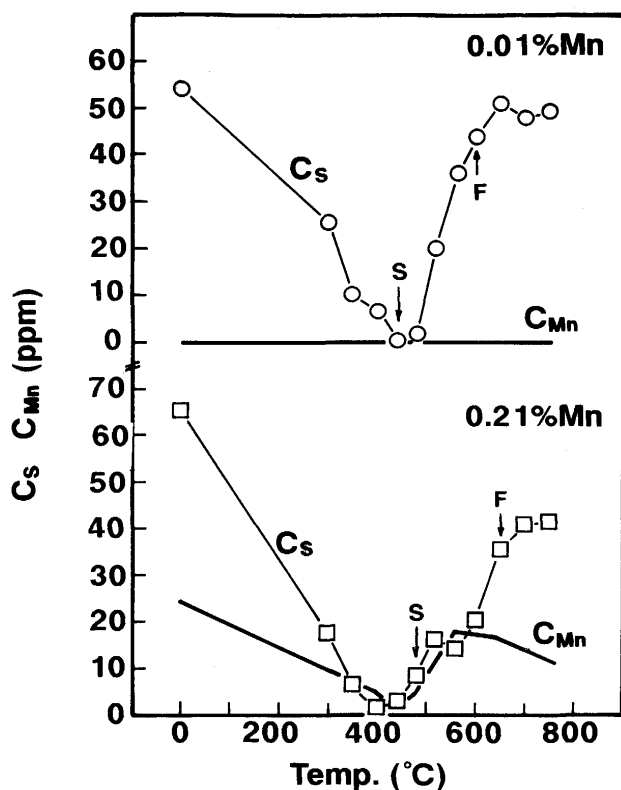


Fig.8. Changes in $[C_{Mn}]$ and $[C_s]$, amount of solute carbon making complex with manganese atom and amount of single carbon of water-quenched 0.01% and 0.21% Mn steels during isochronal annealing with heating rate of 100°C/h.

相違については、Fig.5および6で記述したとおりであり、鋼TA1-WQ材における $\{211\} \langle 011 \rangle + 5^\circ$ 冷延方位の集積は他の3供試材よりも弱い。したがって、 $\{211\} \langle 011 \rangle + 5^\circ$ 冷延方位の集積の相違が再結晶核生成およびその成長に大きな影響をもたらすと考えざるを得ない²¹⁾。冷延状態での差を介して再結晶集合組織が変化するとすれば、

(a)再結晶核発生に影響を与える変形の局所的不均一性

(b)成長過程に影響を与える冷延集合組織に差があることが必要となる。再結晶核を生成する場所は冷延安定方位そのものではなく、粒界近傍の局所的な不均一変形部で、歪蓄積量が高いたと高いところである²²⁾。 $\{554\} \langle 225 \rangle$ 型の再結晶集合組織が形成された鋼TA0-WQ材の75%冷延後のEBSP (Electron Backscattered Diffraction Pattern) 観察結果の一例をFig.9に示す。走査型電顕の2次電子像観察では梨地状の粒と滑らか粒が認められた。EBSPによって粒中央部から粒界近傍への結晶方位回転を解析した結果、滑らか粒では粒中央部と粒界近傍の結晶方位はほぼ同一である。その主な方位は $\{211\} \langle 011 \rangle$ や $\{100\} \langle 011 \rangle$ 、 $\{411\} \langle 011 \rangle$ などである。これに対し、梨地状の粒は滑らか粒に比べてEBSP像を得ることがやや困難であるため、十分な数の結晶粒について方位解析が出来なかったが、このなかで特徴的なことは(鋼TA1-WQ材を除く他の3供試材では)粒中央部では $\{211\} \langle 011 \rangle$ 方位であるが、粒界近傍で $\{100\} \langle 011 \rangle$ 方位に変化しているものが比較的多く観察されたことである。その他、梨地状の粒には $\{100\}$ 粒が面内回転したのも観察された。粒中央部と粒界近傍で方位分散するかどうかは隣接粒との関係によると推定される。以上のように、 $[C_{Mn}]$ が存在しない場合には、 $\{211\} \langle 011 \rangle + 5^\circ$ への集積が高まるばかりではなく、この冷延安定方位は粒界近

傍では多重すべりのため、局所的に他の方位へ回転分散し、高い格子歪を蓄積すると推定される。高エネルギーブロックの選択的核生成説に従えば、このような局所的に歪蓄積量の高い所が早く格子歪を開放し、本実験のように、DC材および鋼TA0-WQ材ではnear $\{111\}$ 粒(実際には、 $\{554\} \langle 225 \rangle$)を優先的に核生成すると推定される。なお、転位下部組織の変化を調査したが、DC材はWQ材に比べてセル壁がシャープで、セル内の転位密度も低く、とくに粒界近傍でその差が明瞭となる傾向にあるものの、鋼TA0-WQ材と鋼TA1-WQ材の相違を認めることが出来なかった。

一方、Matsuoら²²⁾によれば、結晶粒内では不均一変形に起因する変形帯を生成し、 $\{110\} \langle 001 \rangle$ に向かって方位分散する。このような冷延地では $\{111\}$ 再結晶核が減じ、 $\{110\} \langle 001 \rangle$ 再結晶核が増加する。熱延板粒径を増大すると、結晶粒界近傍での核生成頻度が低下するとともに、 $[C]$ の存在が冷延時の変形帯の生成を増長する²³⁾ため、さらに $\langle 111 \rangle // ND$ 再結晶方位成分の減少をもたらすと推定される。

次に、このような再結晶核が成長できるかどうかはこの再結晶核が冷延地とどのような方位関係を有しているかに依存する²⁴⁾²⁵⁾。透過型電顕による再結晶初期状態の観察によれば、鋼TA1-WQ材では $\{110\}$ 粒、また、他の供試材(DC材や鋼TA0-WQ材)ではnear $\{111\}$ 粒がやや多く観察されたが、他の再結晶粒に比べて圧倒的に多数ではない。しかしながら、走査型電顕で観察可能な程度まで再結晶が進行した段階では、これらの再結晶粒が圧倒的に多数になる。すなわち、

(1) $[C]$ とMnが共存しない場合には冷延過程で $\{211\} \langle 011 \rangle + 5^\circ$ 方位への集積が高まり、 $\{554\} \langle 225 \rangle$ 再結晶核がこの冷延安定方位に対し、RD- $60^\circ // \langle 011 \rangle$ 軸まわり 35°

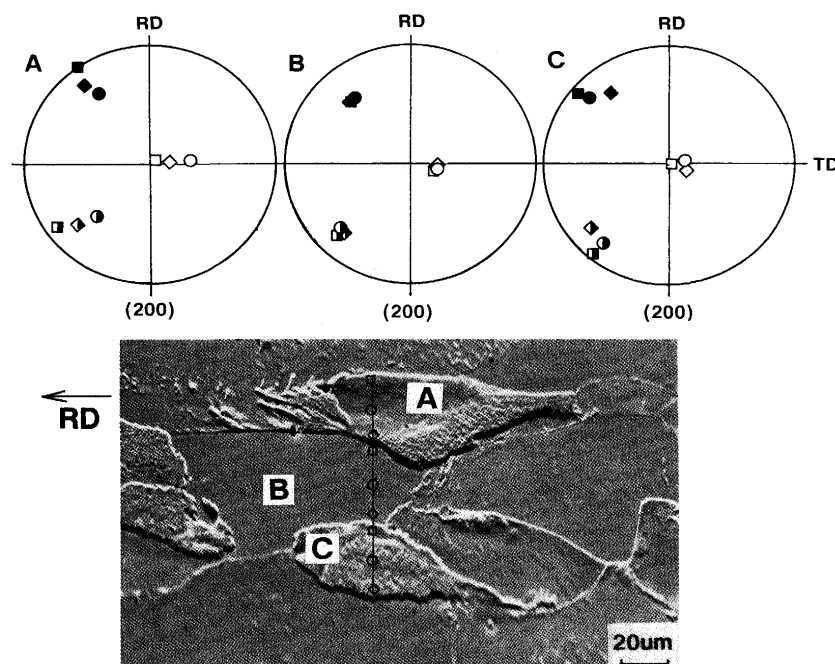


Fig.9. (200) pole figure showing rotational spreads of orientation in cold-rolled states of water-quenched 0.01% Mn steel.

の回転関係にあるため他の再結晶核に比べて成長しやすい。

(2) 一方, [C] と Mn が共存する場合には冷延過程で冷延安定方位へ集積せず, {111} <112> 冷延地などと <011> 軸まわり 35° の回転関係にある {110} <001> 再結晶核が成長しやすいと推定される。

なお, [C] のほとんどが単独で存在するとみられる鋼 TA0-WQ 材では徐加熱焼鈍時には {554} <225> 型の再結晶集合組織を形成するものの, 加熱速度を上昇すると得られなくなる。これらは, <111> // ND 再結晶方位成分を形成する冷延集合組織が形成されているにもかかわらず, 急速加熱のため再結晶核選択などの優位性が崩れるためと推定される。

5. 結言

低炭素冷延鋼板の再結晶集合組織におよぼす冷延状態で存在する固溶炭素 ([C]) および Mn の影響について調査し, 以下のような結果を得た。

(1) 冷延状態で [C] が存在しても Mn が共存しないと (徐加熱焼鈍時に) 脱炭材と同程度の高い $P_{(222)}$ および低い $P_{(110)}$ を示すのに対して, Mn が共存すると焼鈍時の加熱速度によらずほぼ一定の低い $P_{(222)}$ および高い $P_{(110)}$ を示す。すなわち, [C] の存在による <111> // ND 再結晶方位成分の低下は Mn 含有量が多い (鋼 TA1-WQ 材) ほど著しく, $[C_{Mn}]$ が {554} <225> 型再結晶集合組織の形成をもっとも阻害することが確認された。これらは熱延板粒径が大きいほど増長される。

(2) 電気抵抗法によって焼鈍時の加熱過程における [C] 量の変化を調査した結果, 鋼 TA1-WQ 材において, 冷延状態では $[C_{Mn}]$ が存在するが, 回復過程の 400~480°C 温度領域では $[C_{Mn}]$ 量ばかりでなく, 全 [C] 量そのものがきわめて少ない。したがって, 本実験の範囲内では, 回復過程

における [C] の影響は小さいと推定される。

(3) $[C_{Mn}]$ の存在は冷延安定方位の一つである {211} <011> + 5° への集積を低下する。このような冷延方位では歪蓄積量の高い粒界近傍で核生成した {110} <001> 再結晶核が他の再結晶核に比べて優先的に成長し易いため, 最終的に {554} <225> 型再結晶集合組織の形成が抑制されると推定される。

文 献

- 1) M. Matsuo, H. Hayakawa and S. Hayami: Proc. ICOTOM-5, Aachen, Vol. II (1978), p. 275
- 2) 野村伸吾, 柚島登明, 福塚淑郎: 鉄と鋼, **61** (1975), p.3092
- 3) 久保寺治郎, 中岡一秀, 荒木健治, 渡辺馨, 岩瀬耕二: 鉄と鋼, **62** (1976), p.846
- 4) 岡本篤樹: 鉄と鋼, **70** (1984), p.1906
- 5) I F. Hughes and E. W. Page: Metall. Trans., **2** (1971), p.2067
- 6) 川崎製鉄(株) (私信) (1971年); 小西元幸, 大橋延夫, 有馬与志: 川崎製鉄技報, **5** (1973), p.164
- 7) 須藤正俊, 塚谷一郎: 鉄と鋼, **66** (1980), S363
- 8) 大沢紘一, 松藤和夫, 栗原極, 鈴木輝男: 鉄と鋼, **72** (1986), p.1728
- 9) 岡本篤樹: 低炭素鋼板研究委員会報告書 (日本鉄鋼協会低炭素鋼板研究委員会編), (1987), p.50
- 10) H. Abe: Scand. J. Metall., **13** (1984), p.226
- 11) 稲垣裕輔: 日本金属学会会誌, **50** (1986), p.250
- 12) R. J. Roe: J. Appl. Phys., **36** (1965), p.2024; **37** (1966), p.2069
- 13) 阿部秀夫: 低炭素鋼板研究委員会報告書 (日本鉄鋼協会低炭素鋼板研究委員会編), (1987), p.203
- 14) G. R. Speich: Trans. Metall. Soc. AIME, **245** (1969), p.2552
- 15) H. Wagenblast and S. Araj: J. Appl. Phys., **39** (1968), p.5885
- 16) H. Abe, T. Suzuki and K. Takagi: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **21** (1981), p.100
- 17) 宋亦王, 木原諄二, 潮田浩作: 鉄と鋼, **75** (1989), p.2051
- 18) 田淵正明, 伊藤邦夫: 鉄と鋼, **74** (1988), p.159
- 19) 伊藤邦夫, 八木一夫, 杉丸聡: 鉄と鋼, **77** (1991), p.812
- 20) H. Borchers and Z. Q. Kim: Arch. Eisenhüttenw., **36** (1965) 4, p.311
- 21) 松尾宗次, 速水哲博, 谷誠一郎: 製鉄研究, (1972) 276, p.21
- 22) M. Matsuo, S. Hayami and Nagashima: Proc. ICSTIS, Suppl. Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **11** (1971), p.867
- 23) H. Inagaki: Z. Metallkde, **81** (1990), p.474
- 24) 阿部秀夫: 鉄と鋼, **52** (1966), p.832
- 25) C. A. Stickels: Trans. Metall. Soc. AIME, **233** (1965), p.1550