



Ti添加低炭素冷延鋼板の再結晶挙動に及ぼす 固溶Cの影響

杉浦 夏子*・吉永 直樹*・川崎 薫*²・山口 由起子*³・高橋 淳*³・山田 輝昭*⁴

Influence of Solute C on Recrystallization Behavior in Ti Added Low Carbon Cold Rolled Sheet Steel

Natsuko SUGIURA, Naoki YOSHINAGA, Kaoru KAWASAKI, Yukiko YAMAGUCHI and Teruaki YAMADA

Synopsis : Recovery and recrystallization behavior of the Ti added low carbon steel sheets (0.0096mass%C–0.097mass%Ti) with two different states of carbon atoms were investigated. States of carbon atoms in the hot rolled sheets were characterized by 3-dimensional atom probe (3D-AP) analysis. The recovery was delayed in the sample containing solute carbon. It is considered that this delay arised from the existence of C–Mn or C–Ti dipole. After 85% cold rolling and annealing at 800°C, the specimen without solute carbon showed {111}<112> recrystallization texture and polygonal ferrite. In contrast, the specimen contained solute carbon showed {111}<110> recrystallization texture and pancake shaped ferrite microstructure. It is considered that the difference of recovery behavior affects development of the recrystallization texture.

Key words : low carbon steel; recrystallization; recovery; texture; dipole.

1. 緒言

自動車の外板パネル等に用いられる軟鋼板には高い加工性、特に優れた深絞り性が要求される。この特性は r 値で現すことができ、板面法線方向 (ND) に平行に<111>方向が揃った γ -fiber再結晶集合組織を発達させることによって向上することが出来る¹⁾。また、 γ -fiber集合組織の中での主方位が{111}<112>と{111}<110>のいずれになるかは成分や製造条件によって変化するが²⁾、中でも冷延率は主方位に大きな影響を及ぼすことが知られている。冷延率が高くなると再結晶後に{111}<112>方位が主方位になるが³⁾、この傾向については、高冷延率化によって{112}<110>加工集合組織が発達し、{112}<110>と特定の方位関係を有する{111}<112>再結晶粒⁴⁾が再結晶後期に{112}<110>加工粒を優先的に蚕食するというメカニズムが提唱されている³⁻⁵⁾。また、Barnettらは、 γ -fiber方位に属する加工粒と、圧延方向 (RD) に<110>方向が平行な α -fiber方位を有する加工粒が接している場合にその粒界近傍から{111}<112>方位粒が再結晶しやすいと報告している⁶⁾。 γ -fiber方位、 α -fiber方位共に冷延率の増加に伴い発達する方位であるから³⁾、冷延率の増加に伴い、この二つの方位群が接する粒界も増えると考えられる。{111}<110>再結晶粒の起源については γ -fiberに属する結晶粒が隣接する場合、粒界近傍では両者の

安定方位である{111}<110>粒に向かって結晶回転が起こるため、このような粒界近傍で{111}<110>が核生成しやすいという報告がある⁶⁻⁸⁾。ただし、筆者らが冷間圧延率79%のTi-IF鋼において γ -fiberに属する加工粒同士の方方位変化を観察したケースでは、粒界近傍での結晶回転は観察されなかった⁹⁾。以上のように{111}<112>と{111}<110>再結晶粒の形成については加工集合組織形成および再結晶後期の蚕食過程に関する研究がこれまで主であった。

一方、回復過程や再結晶初期の核生成挙動が γ -fiberの主方位形成に及ぼす影響については、パッチ焼鈍で製造された低炭素Alキルド鋼 (BAF-Al-k鋼) で多くの研究がなされており、パッチ焼鈍での徐加熱中に析出するAINによって回復が抑制されることによって、{110}<001>方位の再結晶が抑制され、{111}<110>が発達することは良く知られている^{10,11)}。しかし、連続焼鈍、すなわち急速加熱プロセスで製造され、かつTiNとしてNが固定されるため、AINの析出が生じない極低炭素鋼の回復・再結晶挙動と主方位形成の関係については調査された例が少ない。VanderschuerenらはTi添加IF鋼の再結晶挙動を詳細に調査し、初期再結晶粒方位と再結晶完了時の集合組織が類似していることを示しており¹²⁾、このケースでは再結晶初期、再結晶完了時の主方位はいずれも{111}<112>である。また、筆者らは再結晶温度を変えた3種類のIF鋼の初期再結晶粒方位

平成19年11月5日受付 平成20年1月16日受理 (Received on Nov. 5, 2007; Accepted on Jan. 16, 2008)

* 新日本製鐵 (株) 鉄鋼研究所 (Steel Research Labs., Nippon Steel Corp., 20-1 Shintomi Futtsu Chiba 293-8511)

* 2 新日本製鐵 (株) 広畑技術研究部 (Hirohata R&D Lab., Nippon Steel Corp.)

* 3 新日本製鐵 (株) 先端技術研究所 (Advanced Technology Research Labs., Nippon Steel Corp.)

* 4 (株) ニッテクリサーチ (Nittech Research)

をEBSPで調査し、再結晶温度の上昇に伴い、初期再結晶粒方位がランダム化する傾向にあることを示したが¹³⁾、 γ -fiber中の主方位の変化については明確な知見は得られていない。

固溶Cは再結晶集合組織形成に影響を及ぼし、 r 値を低下させることは古くから知られている¹⁴⁾。IF鋼においては、C量を10ppm程度に低減し、更にTiやNbなどの炭化物形成元素を添加し、熱延板の段階でCを完全に炭化物としてScavengingすることで高い r 値を達成している¹⁵⁾。固溶Cが再結晶集合組織に影響を及ぼすメカニズムについては、必ずしも明らかになっていないが、一つには侵入型元素であるCが冷延中の剪断帯の発達を促し、焼鈍時に $\{110\}\langle 001 \rangle$ の再結晶を促すという効果¹⁶⁾と、連続焼鈍中にMnと複合体(C-Mn dipole)を形成し、回復・再結晶挙動に影響を及ぼすとする効果が広く知られている¹⁷⁻¹⁹⁾。しかし、C-Mn dipoleの回復・再結晶抑制効果についてはその効果を疑問視する報告もなされており^{20,21)}結論は出ていない。また、いずれの研究も再結晶集合組織の面方位に注目した研究が多く、固溶Cの存在の有無が γ -fiberの主方位形成に及ぼす影響については明確にはなっていない。そこで、通常のIF鋼よりもCの高い成分系において、Cを十分Scavengingできる量のTiを添加した上で、析出熱処理の温度を変えることで熱延板でのCの存在状態を変化させ、その後の回復・再結晶挙動、特に再結晶集合組織の主方位に及ぼす影響について調査を行った。

2. 実験方法

2.1 供試鋼

供試鋼の化学成分をTable 1に示す。C量0.0096mass%、Ti量0.097mass%と通常のIF鋼に比べて5~10倍に相当する量を添加している。真空溶解炉を用いて溶製した鋼塊を、熱間圧延にて厚さ30mmとした後、加熱温度1250°C、終了温度927°C、仕上板厚4mmの仕上熱間圧延を施し、一旦室温まで水冷した。その後、熱延板を二分割し、真空焼鈍炉にてそれぞれ550°C×60分及び720°C×20分の熱処理を施した後、炉冷により室温まで冷却した。以後、550°C熱処理材をLCT、720°C熱処理材をHCTと称する。これらの熱延板は圧下率85%で0.6mm厚まで冷間圧延を施した後、赤外線加熱炉にて10°C/sの加熱速度で種々の温度、保持時間での熱処理を施した。

2.2 Cの存在状態の同定

熱延板および冷延後に熱処理を施した試料中のC、Tiの存在状態の同定のために以下の手法を用いた。熱延板の固溶C量の測定には内部摩擦法を用いた。周波数350~360Hz、昇温速度10°C/mとし、105°Cで最大値を示すスネークピーク高さより固溶C量を決定した。Ti含有析出物の析出量の変化を調べるために電解抽出残渣の化学分析を

Table 1. Chemical compositions of the steel.

C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	mass%	
							N	
0.0096	0.01	0.1	0.01	0.0047	0.025	0.097	0.0018	

行った。また、C、Tiの鋼中での存在状態を詳細に分析するためにアトムプローブ分析を行った。分析には電界研磨法またはFIB (focused ion beam) 法により針状にした試料を用い、delayed-line検出器を有する三次元アトムプローブ(3D-AP)装置にて、試料温度60~80K、印加電圧10~15kV、パルス/DC電圧比20%の条件で行った。

2.3 回復・再結晶挙動の観察

再結晶率は硬度測定にて調査した。また、光学顕微鏡(OM)によるマイクロ組織観察には機械研磨後、ナイトール溶液にて腐食した試料を用いた。硬度測定およびOM観察は全て、圧延板の幅方向(TD)に垂直な断面にて行った。集合組織はX線回折によって測定された $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{211\}$ 、 $\{310\}$ の計4面の反射極点図より計算した結晶方位分布関数ODF (Orientation Distribution Function)を用いて評価した。マイクロ組織と結晶方位の関係は電子線回折によるSEM-EBSP (Electron Back Scattering diffraction Pattern) 法を用いて解析した。X線回折での集合組織測定用サンプルは7/16板厚まで減厚し、その面を化学研磨によって鏡面とした試料を用いた。SEM-EBSP法で用いた試料は全て圧延板の幅方向(TD)に垂直な断面を観察面とした。

3. 実験結果

3.1 熱延板でのマイクロ組織、集合組織およびCの存在状態

Fig. 1に2種類の熱延板のOM写真、Fig. 2には $\phi_2=45^\circ$ 断面でのODFを示す。熱延板の粒経や集合組織の違いは冷延焼鈍後の再結晶集合組織に影響を及ぼすことが知られているが²²⁻²⁵⁾、今回は同一の熱延板を出発材としていることから、結晶粒径、集合組織共に両者で大きな違いは認められない。熱延板組織はいずれもポリゴナルフェライト単相であり、平均結晶粒径はLCTが12.7 μm 、HCTが13.4 μm である。

Fig. 3には熱延板から抽出した残渣の分析結果を示す。550°C熱処理を施したLCT材熱延板中のTi含有析出物量は720°C熱処理を施したHCT材と比較して明らかに少ない。今回の供試鋼においてMnSはほとんど析出せず、 γ 域での析出物はTiN、TiS、 $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ のみである。更に α 域での熱処理中にCが全量TiCとして析出したと仮定すると、析出物としてのTi量の合計は0.052mass%となる。したがって、この値に近い析出量が得られるHCTではCはほぼ全量がTiCとして析出していると考えられる。一方、LCTはHCTと γ 域での析出挙動に違いはないことから、Ti析出量の減少はTiCとしての析出量の低下によるものと言える。残り

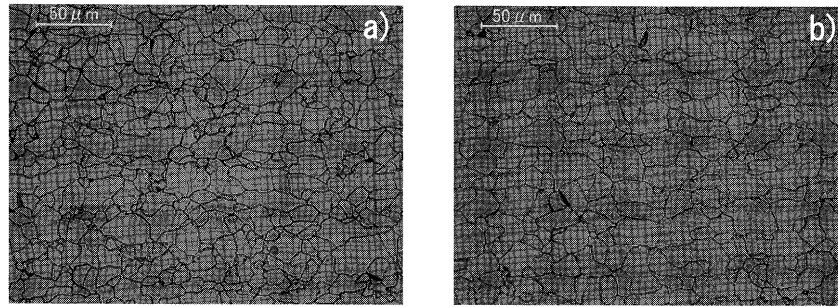


Fig. 1. Microstructure of the hot rolled sheets. a) LCT, b) HCT.

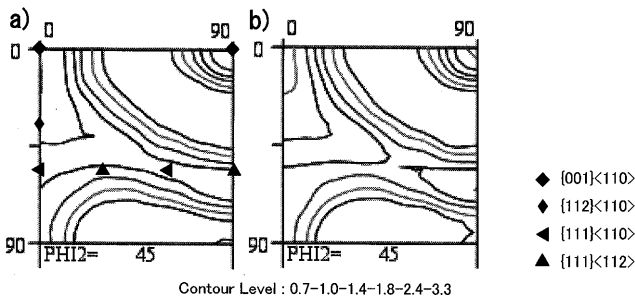
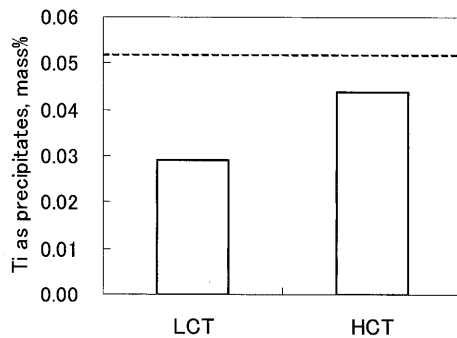
Fig. 2. ODF ($\phi_2=45^\circ$ section) of the hot rolled sheets measured by X-ray diffraction. a) LCT, b) HCT.

Fig. 3. Ti content of electrolytically extracted precipitates in the hot rolled sheets.

のCは、①粒内に固溶Cとして存在、②抽出残渣分析では検出されない微細なTiCクラスターを形成、③粒界近傍に固溶Cとして偏析、の3つが考えられる。しかし、内部摩擦測定にてLCT熱延板から固溶Cがほとんど検出されなかったため、①に関しては考えにくい。②、③の可能性について3D-AP法を用いて調査した。Fig. 4はLCT熱延板粒内でのCとTiの3D元素マップを示す。測定領域は14 nm×14 nm×85 nmで測定全原子数は68万原子である。このマップからはTiとCの明確なクラスタリングは認められない。さらに、Frequency Distribution法²⁶⁾を用いてTi, Cクラスタリングの有無の統計的評価を行った結果 (Table 2), Ti, Cの分布は、2項分布関数によって仮定されたランダムな分布に対し有意な差異は検出されず、微細なTiCクラスターは形成されていないことが示された。残る可能性として熱延板粒界へのCの偏析の有無について調査した結果を次に示

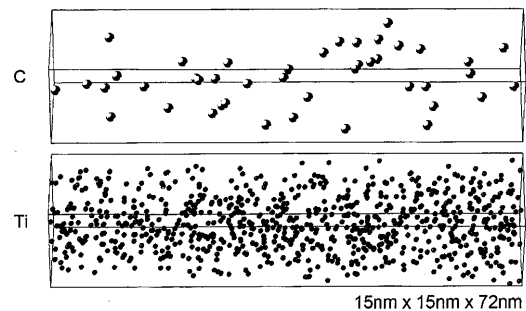


Fig. 4. 3D atom maps of Ti and C in the hot rolled sheet annealed at 550°C for 1 h (LCT).

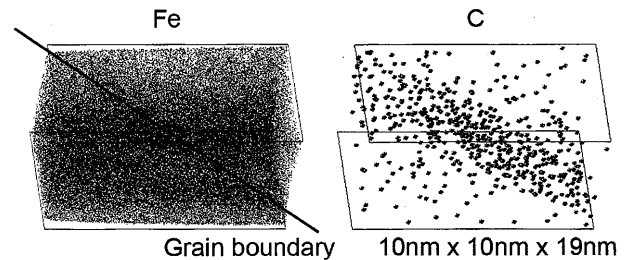


Fig. 5. 3D atom map of C at a grain boundary in the hot rolled sheet annealed at 550°C for 1 h (LCT).

Table 2. Evaluation result of Ti and C clustering in the hot rolled sheet (LCT).

Solute elements	Number of atoms in a block		
	100	1000	10000
Ti	90%	90%	90%
Ti+C	90%	90%	90%

す。Fig. 5は熱延板中の粒界角57.8°の大傾角粒界にて観察されたCの3D元素マップである。これよりLCTではCは明らかに粒界近傍に固溶状態で存在していることが分かる。なお、HCTの熱延板粒界においても同様の観察を行ったが、粒界近傍への固溶Cの偏析は認められなかった。以上の結果より720°Cで熱処理を施したHCTの場合、Cのほとんどは熱処理中にTiCとして析出するのに対し、550°Cの場合、全量はTiCとして析出せず、一部固溶Cとして粒界に残存していることが明らかになった。

3・2 冷延集合組織および回復挙動

Cの存在状態の異なる2種類の熱延板に85%の圧下率で冷間圧延を施した際の、冷延まま材の集合組織をFig. 6に示す。両試料とも α -fiberと γ -fiberが発達した典型的なIF鋼の冷延集合組織を示しており、 γ -fiber内での主方位は $\{111\}\langle 112 \rangle$ である。主な方位の強度比の値に両試料でほとんど違いは認められない。したがって、粒界に偏析している固溶Cによる冷延集合組織への影響はほとんどないと考えられる。

この冷延板を加熱速度 $10^\circ\text{C}/\text{s}$ で種々の温度まで加熱し保持時間0sで冷却した場合の硬度変化をFig. 7に示す。HCTは回復に伴う緩やかな軟化を示した後、 680°C 付近から再結晶に伴う急激な軟化が生じ、 720°C で硬度低下が停止する。一方、LCTでは再結晶による軟化が始まる約 $680\sim 690^\circ\text{C}$ までほとんど軟化が起こらない。再結晶の開始に伴い急激な軟化が生じ、 740°C 付近で軟化が終了する。このようにLCTで再結晶開始前に軟化が起こらない要因とし

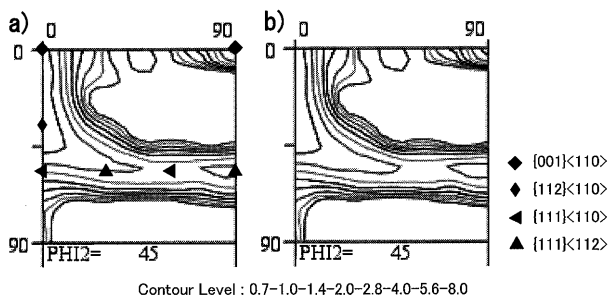


Fig. 6. ODF ($\phi_2=45^\circ$ section) of the cold rolled sheets measured by X-ray diffraction. a) LCT, b) HCT.

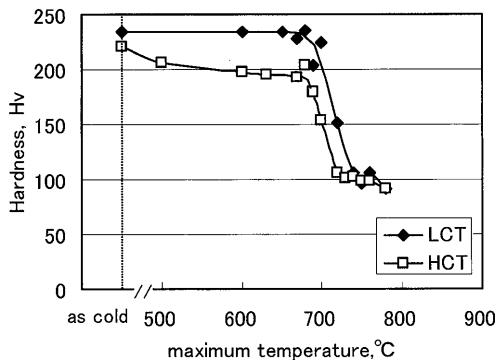


Fig. 7. Changes in hardness during heating at the rate of $10^\circ\text{C}/\text{s}$.

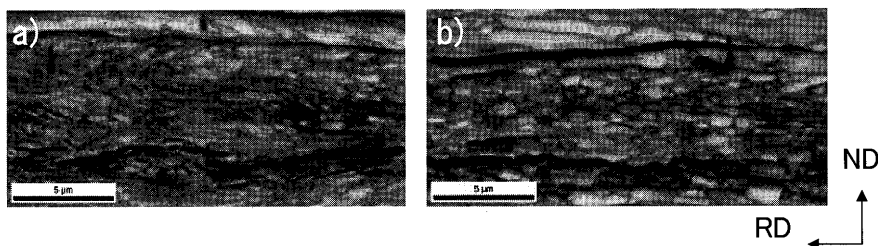


Fig. 10. IQ map in the steels heated to 630°C . a) LCT, b) HCT.

て、純粋に回復が抑制されている場合と、回復による軟化と焼鈍中のTiC析出による硬度上昇とが競合している場合が考えられる。そこで、 600°C 昇温材について、Ti系析出物の調査を行った。Fig. 8にTi析出物の残渣分析結果、Fig. 9にはLCT材の3D-APマップ、Table 3にはFig. 9の結果をDistribution Frequency法で評価した結果を示す。これより抽出残渣分析によってTi析出物として検出されるTiの量は熱延板のそれと比較してほとんど変化がなく、3D-AP法でも微細クラスタは検出されなかった。Fig. 10には 630°C 加熱材をEBSP測定したImage Quality (IQ)マップを示す。IQは各測定点で得られた菊池パターンの鮮明度を示す指標であり、測定領域での原子配列の乱れの程度を示す。IQ値が低いほどマップ上での色が濃く表示されることから粒界のように原子配列が乱れている領域は黒く表示

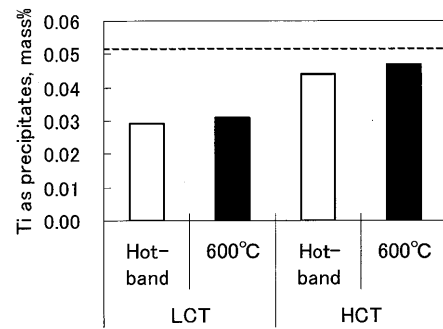


Fig. 8. Changes in Ti content of electrolytically extracted precipitates by heating to 600°C .

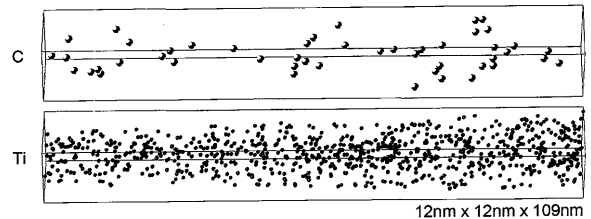


Fig. 9. 3D atom map of Ti and C in LCT heated to 600°C .

Table 3. Evaluation result of Ti and C clustering in LCT heated to 600°C .

Solute elements	Number of atoms in a block		
	100	1000	10000
Ti	90%	90%	90%
Ti+C	90%	90%	90%

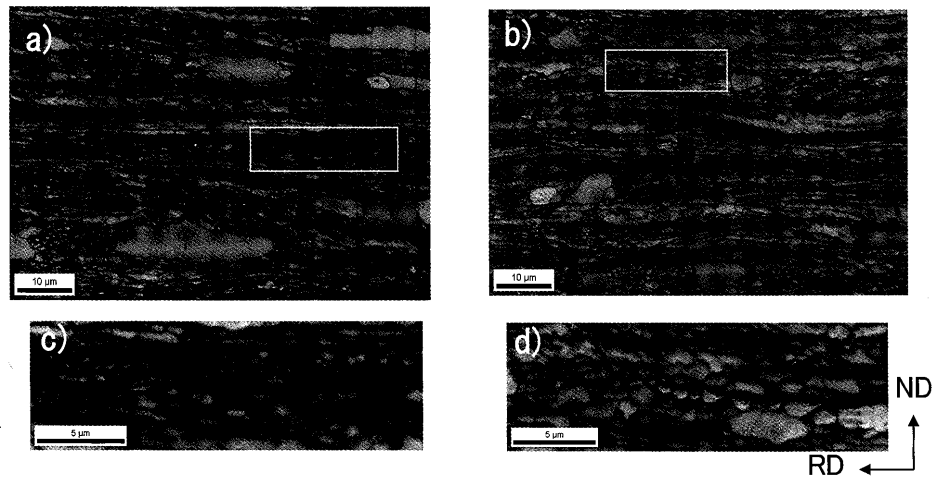


Fig. 11. IQ map in the steels heated to 690°C. a), c) LCT, b), d) HCT. High magnification images are shown in c) and d).

される。図中の加工粒はLCT, HCT共に γ -fiber方位を有している。LCTでは γ -fiber加工粒の内部に複雑な下部組織が形成されているのに対し、HCTでは回復が進行した結果、1 μ m程度のサブグレインが多数形成されていることがわかる。以上の結果から、Fig. 7で示された再結晶前の軟化挙動の違いは純粋に回復挙動の違いによるものと結論される。

3・3 初期再結晶組織の観察

Fig.11にはEBSPで測定した再結晶初期組織（再結晶率約10%）のIQマップを示す。HCTの再結晶粒はいずれもポリゴナルな形状をしているのに対し、LCTの再結晶粒は圧延方向に長く伸展した形状を示す場合が多いことがわかる。また、Fig.11(c), d)に拡大して示した未再結晶部分を比較するとHCTにはサブグレイン組織が数多く観察されるのに対し、LCTには明確なサブグレイン組織は形成されておらず、全体的に暗い組織を呈しており、残留ひずみが高いと推測される。これはFig.10で示した回復段階でのEBSP観察結果と同様の傾向である。Fig.12にはFig.11に示したIQマップと同一視野のND方位マップとRD方位マップを示す。HCT, LCT共に α -fiberに属する加工粒内では、方位分散が小さく、この方位群からの再結晶粒の形成はほとんど認められない。 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 加工粒も α -fiberに属し、ほとんどの場合が同様の組織の特徴を有している²⁶⁾。すなわち、いずれの試料においても、再結晶粒が核生成するのは主に粒内の方位分散が大きい $\{111\}\langle 112 \rangle$ に近い方位を主方位とする加工粒である。

Fig.13にはLCTの再結晶粒方位とその周辺の加工粒との方位関係の一例を示す。周囲の加工粒は方位分散が大きく $\{111\}\langle 112 \rangle$ に近い方位であり、再結晶粒の方位はその加工粒の方位分散から少しはずれた方位に相当していることから、この加工粒内から再結晶したものと推測される。この図より再結晶粒のサイズが大きく、加工粒のほとんどの部分が $\{111\}\langle 110 \rangle$ 再結晶粒に蚕食されていることもわかる。

Fig.14は同じく約10%再結晶した試料の結晶方位を測定し、そこから再結晶粒のみを選択してODF上に示したものである。上段のa), b)は200 μ m $\times$ 380 μ mの領域で5視野測定し、個々の再結晶粒の方位を再結晶粒のサイズ（面積）で重み付けをした場合、下段のc), d)は更に測定数を増やし、再結晶粒の代表方位のみでODF表示した場合（LCT438個, HCT657個）の結果である。なお、c)とd)の場合は、a), b)の場合と異なり、それぞれ測定を行った総面積は異なる。しかし、再結晶粒のサイズで重み付けを行って評価した場合の傾向はa), b)と同じである。LCTの再結晶粒方位はHCTに比べてランダム化する傾向にあるが、a), c)共に γ -fiberが強く、 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 方位が主方位になる。一方、HCTは再結晶粒のサイズを考慮した場合は $\{111\}\langle 110 \rangle$ が主方位に、個数のみで表示した場合は $\{111\}\langle 112 \rangle$ が主方位となる。すなわち、LCTでは $\{111\}\langle 110 \rangle$ 方位再結晶粒の数が多く、かつサイズも大きいのに対し、HCTでは $\{111\}\langle 110 \rangle$ 再結晶粒のサイズは大きいですが、再結晶粒の数、すなわち核生成頻度は $\{111\}\langle 112 \rangle$ の方が高いことを意味する。また、LCT, HCT共に、 $\{111\}\langle 112 \rangle$ 加工粒中に剪断帯が形成された場合に発達する $\{110\}\langle 001 \rangle$ 再結晶粒は存在しない。

3・4 再結晶完了時の集合組織およびミクロ組織

Fig.15には800°C $\times$ 60秒焼鈍を施し完全に再結晶が完了した試料のODFを示す。いずれの試料も γ -fiberへの集積が高い典型的な再結晶集合組織を有している。集積度としてはHCTがLCTに比べて高くなっている。また、 γ -fiber中の主方位はLCTが $\{111\}\langle 110 \rangle$ であるのに対し、HCTでは $\{111\}\langle 112 \rangle$ と異なっている。この傾向はFig.14のc), d)で示された再結晶初期の結晶方位の傾向と同じである。焼鈍板のミクロ組織にも両者で大きな違いが観察された(Fig.16)。HCT材は通常のIF鋼の焼鈍組織と同様のポリゴナルフェライト組織を有するのに対し、LCT材はパッチ焼鈍で製造された低炭素Alキルド鋼で観察されるような圧延方向に

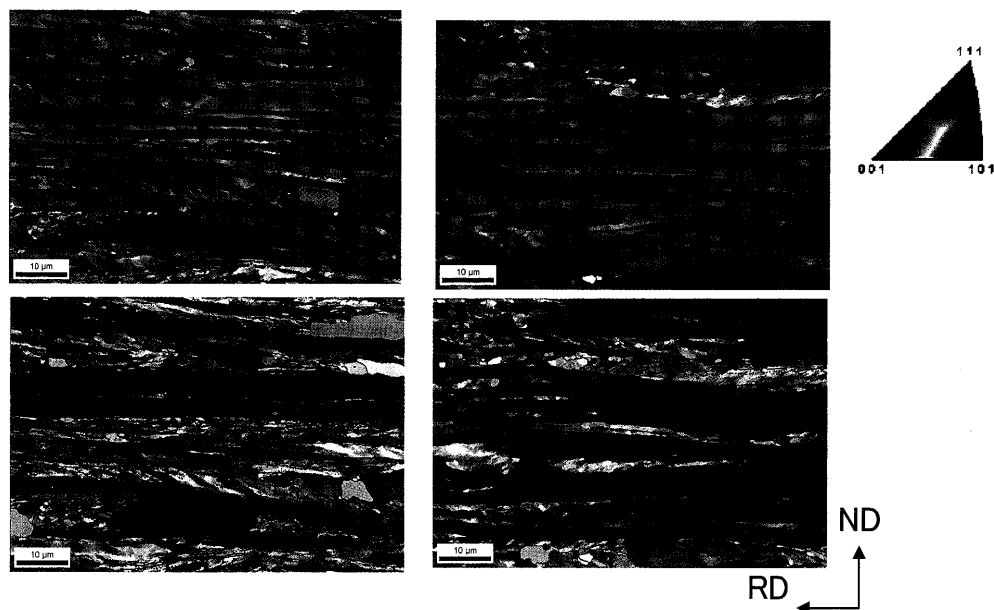


Fig. 12. Inverse pole figure map in the steels heated to 690°C. The colors indicate ND and RD in a), b) and c), d), respectively. a), c) LCT, b), d) HCT.

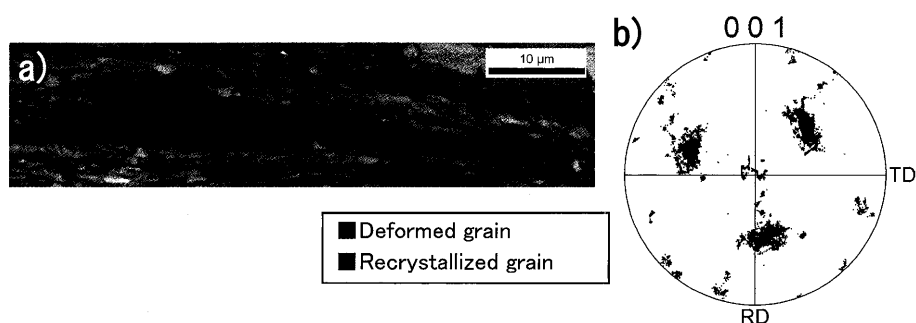


Fig. 13. Orientation relationship between the $\{111\}\langle 112 \rangle$ deformed grain and the recrystallized grain nucleated in LCT heated to 690°C. a) IQ map, b) $\{100\}$ pole figure.

伸びたパンケーキ状のフェライト組織を有する。また、平均粒径はLCTは13.0 μm に対しHCTが10.5 μm と、LCTの方がやや大きい。

4. 考察

4・1 再結晶集合組織形成メカニズム

今回試験に用いた二種類の試料においては、再結晶集合組織に影響を与える因子の内、熱延板粒経、熱延板集合組織にはほとんど違いが認められない。また、冷延集合組織にもほとんど違いがなく、かつ、冷延中に形成される剪断帯からの再結晶方位である $\{110\}\langle 001 \rangle$ 方位もまったく発達しないことから、LCTにおいて熱延板の段階で確認された粒界の固溶Cは剪断帯の形成を含め、冷延集合組織には影響を及ぼさないと考えられる。ただし、これまで熱延板の段階で固溶Cが粒界に偏析している場合と粒内に固溶している場合を明確に分離して検討された例はないため、固溶Cの存在位置が冷延集合組織形成に及ぼす影響については

更に詳細な検討が必要である。一方、回復・再結晶挙動は二つの試料で大きな違いがみられた。したがって、この回復・再結晶挙動の違いが最終的な再結晶集合組織に影響を及ぼした主要因と考えられる。

初期再結晶過程の違いをFig.17に模式的に示す。先に述べたように γ -fiberに属する加工粒の内、 $\{111\}\langle 110 \rangle$ は加工粒内の方位分散が少なく、再結晶初期に核生成しにくいものが多い。そこで、粒内の方位分散が大きい $\{111\}\langle 112 \rangle$ を主方位とする加工粒の再結晶に着目する。固溶Cを含むLCTの $\{111\}\langle 112 \rangle$ 加工粒では回復が抑制されるため、再結晶開始時点での転位密度は高いと考えられる。Fig.11c), d)に示した回復粒のIQマップの違いもこのことを示唆している。したがって、再結晶核が形成されると、周囲に存在する高転位密度を有する $\{111\}\langle 112 \rangle$ 加工粒を一気に蚕食すると考えられる。再結晶核として選ばれるのはFig.14に示したように $\{111\}\langle 110 \rangle$ を主方位としたややランダムな方位である。また、極低炭素鋼では初期再結晶粒が熱延板粒界を超えて隣の加工粒を蚕食するという現象は再

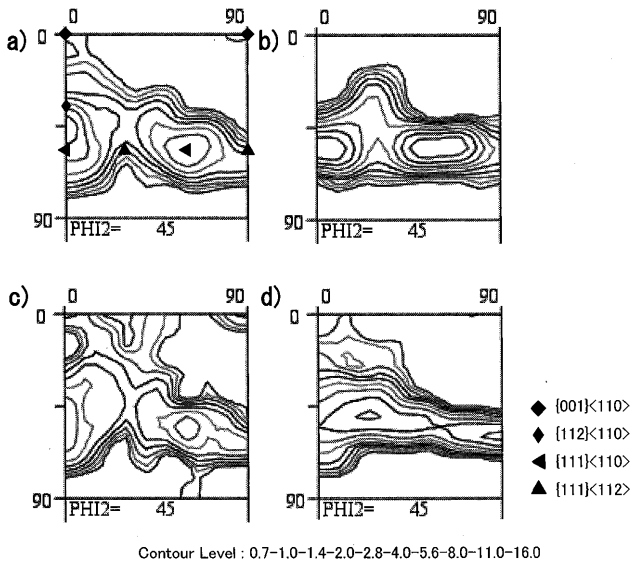


Fig. 14. ODF ($\phi_2=45^\circ$ section) measured by EBSP in the steels heated to 690°C . a) ODF calculated from recrystallized area in LCT, b) ODF calculated from recrystallized area in HCT, c) ODF calculated from the number of recrystallized grains without consideration of area in LCT, d) ODF calculated from the number of recrystallized grains without consideration of area in HCT.

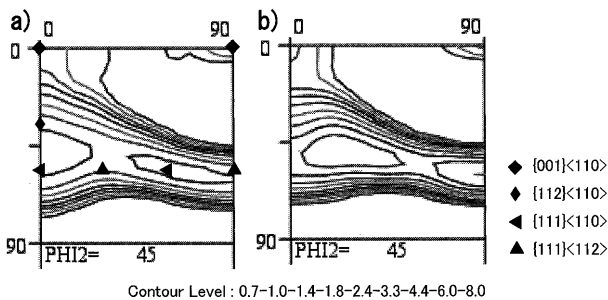


Fig. 15. ODF ($\phi_2=45^\circ$ section) of the annealed sheets at 800°C for 60 s measured by X-ray diffraction. a) LCT, b) HCT.

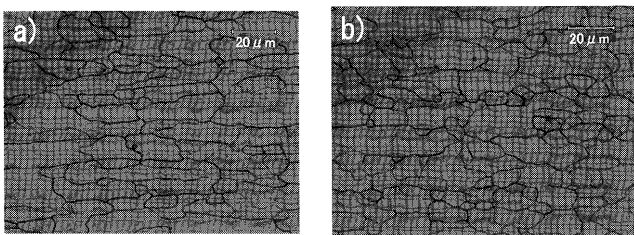


Fig. 16. Microstructure of the annealed sheets at 800°C for 60 s. a) LCT, b) HCT.

結晶後期まで起こらないが⁹⁾, Fig.12およびFig.13からLCTの再結晶粒の成長も、方位が大きく変化している熱延板粒界で止められているのは明らかである。すなわち、再結晶粒は熱延板粒界を越えて板厚方向へ成長することが出来ないため、圧延方向のみに成長し、その結果、圧延方向に伸びた形状を有する。

一方、固溶Cを含まないHCTの場合、 $\{111\}\langle 112\rangle$ 加工粒

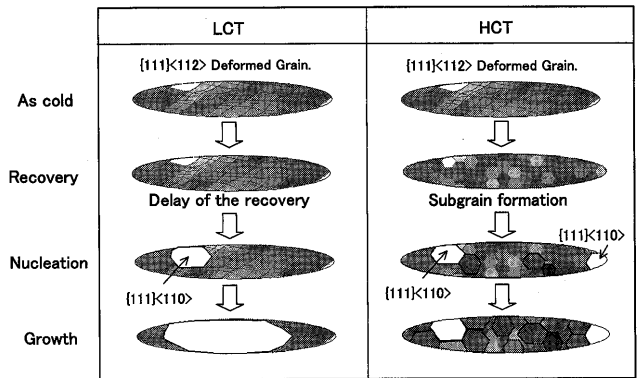


Fig. 17. Schematic illustration of the recovery and recrystallization process in both steels gray scale shows the difference of the rolling direction from $\langle 110\rangle$ (white) to $\langle 112\rangle$ (gray).

は回復中のサブグレイン成長を経て再結晶が進行すると考えられる。このことはFig.11d)で示したIQマップにおいて加工粒中に直径数 μm の明瞭なサブグレインが多数形成されていることに対応する。LCTにおいてもFig.11c)に示すように加工粒中にサブグレインの形成も認められるがいずれもサイズは $1\mu\text{m}$ 以下で非常に小さく、かつ明瞭なサブグレイン粒界も形成されていない。このことからHCTでは回復中にサブグレインが成長していると考えられる。サブグレイン成長に伴う再結晶は、先に述べたVanderschuerenらの結果をはじめとしたIF鋼の再結晶過程において観察されている^{12,13)}。このような場合、加工粒の粒界および粒内から多くの再結晶核が形成され、再結晶粒同士の蚕食によって再結晶粒が成長していくと考えられる¹²⁾。Fig.14b), d)で示したように、 $\{111\}\langle 110\rangle$ 再結晶粒は $\{111\}\langle 112\rangle$ に比べてサイズは大きい再結晶核としての数は少ない。これはLCTの場合と同様に $\{111\}\langle 110\rangle$ 再結晶粒は核生成または成長が他の再結晶粒に比べてやや速いことを示唆している。しかし、再結晶開始前に十分回復が進行し、サブグレインが形成されているHCTの場合は周囲の加工粒の転位密度が低いためにLCTほど急激に $\{111\}\langle 110\rangle$ 再結晶粒が周囲を蚕食して成長することは出来ない。したがって、圧延方向に伸びた $\{111\}\langle 110\rangle$ 再結晶粒は形成されず、核生成は少し遅れるが加工粒の主方位であり核生成サイトの多い $\{111\}\langle 112\rangle$ 再結晶粒との競合となる。その結果、加工粒内での再結晶が完了した時点では核生成サイトの多い $\{111\}\langle 112\rangle$ が主方位となり、形成されるフェライト粒もポリゴナルになると考えられる。このような初期再結晶挙動の違いが、再結晶完了時まで保持され、最終的に得られる再結晶集合組織およびミクロ組織が変化したと考えられる。

$\{111\}\langle 110\rangle$ の核生成が早い理由については現段階では明らかではない。稲垣⁷⁾は熱延板粒界近傍では粒界の変形拘束による結晶回転が起こり、 $\{111\}\langle 110\rangle$ 方位の高ひずみ領域が形成される場合があることを示している。今回の試料

は冷延率が高いため、粒界同士が非常に近接しており、このような現象は直接観察されないが、冷間圧延の過程において局所的にそのような場所が形成されている可能性も考えられる。

4・2 固溶Cによる回復の抑制

固溶Cを含むLCTの特徴である、再結晶集合組織の主方位が $\{111\}\langle 110 \rangle$ となる、ミクロ組織がパンケーキ状の伸びた形状になるという二点がBAF-AI-k鋼（バッチ焼鈍で製造された低炭素AIキルド鋼）の特徴と類似していることは興味深い。BAF-AI-k鋼とLCTとでは、冷間圧延率、焼鈍時の加熱速度等の条件は異なる。また、BAF-AI-k鋼では徐加熱中のAINの析出・再固溶によって集合組織の制御を行うが、今回の成分ではAIN析出は起こらない。しかしながら、LCTではBAF-AI-k鋼と同様に再結晶前の回復が抑制され、その結果、再結晶集合組織とミクロ組織に変化が生じたと考えられることから、本鋼で、固溶Cが残存する場合にのみ回復が抑制されるメカニズムについて考察する。焼鈍中の回復は転位の上昇運動によって律速されると考えられる。転位の運動を阻害する因子として、まず微細析出物またはクラスタによるピンニングが考えられるが、Fig. 8, Fig. 9及びTable 3で示したように600°C昇温の段階でTiC析出量の増加は認められず、微細なクラスタも観察されなかった。固溶TiによるSolute Drag (SD) 効果については固溶Cが残存しないHCTにも0.05 mass%の固溶Tiが存在していることから、LCTのみでSD効果が発現するとは考えにくい。また、熱延板の段階で粒界近傍に存在していた固溶Cは温度の上昇に伴い粒内に拡散すると考えられるが、固溶C単独でのSD効果は600°CでのCの拡散速度が十分速いことから考えにくい。以上のことから、回復抑制メカニズムとしてはC-Mnダイポールのような固溶Cと置換元素との複合体の形成を考えざるを得ない。今回0.1 mass%のMnが添加されていることから、C-Mnダイポールの形成の可能性も考えられるが、TiはMnと比べてCとの相互作用エネルギーが大きいことから²⁷⁾、より複合体を形成しやすいと考えられる。したがって、固溶Cを含むLCTで回復が抑制された要因はMnおよびTiとCとの複合体の形成による可能性が示唆される。このような複合体形成に伴う回復の遅延によって、焼鈍後の再結晶集合組織が変化し、フェライト粒の形状がパンケーキ状になったと考えられる。

5. 結言

0.0096mass%C-0.097mass%Ti添加鋼の再結晶集合組織形成に及ぼす熱延板でのCの存在状態の影響について調査を行い以下の結果を得た。

(1) 熱延終了後、一旦室温まで冷却した熱延板中のCは、720°C×20分の熱処理(HCT)によってほぼ全量がTiC

として析出する。一方、550°C×60分(LCT)の熱処理を施した場合には一部のCは固溶Cとして粒界に偏析する。

(2) LCTの回復はHCTに比べて遅延する。侵入型元素であるCと、Cとの相互作用エネルギーの大きい置換型元素であるMn, Tiとの複合体(dipole)の形成によって転位の上昇運動が阻害され回復が遅延した可能性がある。

(3) LCTとHCTいずれの試料も再結晶初期には $\{111\}\langle 112 \rangle$ を主方位とする粒内の方位分散が大きい加工粒から再結晶が始まる。LCTでは $\{111\}\langle 110 \rangle$ 方位の再結晶粒サイズが大きく、かつ数も多いのに対し、HCTでは再結晶粒のサイズは $\{111\}\langle 110 \rangle$ 方位が大きい、数は $\{111\}\langle 112 \rangle$ が多い。

(4) 再結晶完了後、いずれの試料においても γ -fiber集合組織が発達した。 γ -fiber内の主方位は固溶Cを含まないHCTは $\{111\}\langle 112 \rangle$ 、固溶Cが残存しているLCTは $\{111\}\langle 110 \rangle$ と異なった。また、再結晶フェライトの形態もHCTはポリゴナルフェライト、LCTは圧延方向に伸びたフェライトと異なった。

(5) 上記(3), (4)のような再結晶挙動および再結晶集合組織の変化は(2)の回復挙動の違いに起因するものと考えられる。すなわち、回復が遅延するLCTでは高い転位密度を有したまま再結晶が始まるために $\{111\}\langle 110 \rangle$ 方位が核生成すると転位密度が高い周囲の $\{111\}\langle 112 \rangle$ 加工粒を一気に蚕食する。そのため再結晶完了時には $\{111\}\langle 110 \rangle$ が主方位となり、圧延方向に伸びた再結晶粒となる。一方、HCTでは通常のIF鋼と同様にサブグレインの成長によって再結晶が進行するため、核生成のやや早い $\{111\}\langle 110 \rangle$ と核生成サイトの多い $\{111\}\langle 112 \rangle$ 再結晶粒との競合となり、再結晶終了時には $\{111\}\langle 112 \rangle$ を主方位としたポリゴナルな再結晶組織となる。

最後に本研究を進める上で貴重なご助言を頂きました新日本製鐵(株)技術開発本部 牧正志顧問、潮田浩作フェローに深く感謝いたします。

文 献

- 1) H.Katoh, H.Takechi and S.Nagashima: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, (1977), 3.
- 2) 塚谷一郎: 再結晶・集合組織とその組織制御への応用, 日本鉄鋼協会, 東京, (1999), 208.
- 3) F.Emren, U.V.Schlippenbach and K.Lucke: *Acta Metall.*, **34** (1986), 2105.
- 4) L.Kestens, N.Yoshinaga, J.J.Jonas and Y.Houbaert: Proc. 3rd Int. Conf. on Grain Growth, ed. by H. Weiland et al., TMS, Pennsylvania, (1998), 621.
- 5) D.Raabe and K.Lucke: *Scripta Metall.*, **23** (1992), 1553.
- 6) M.R.Barnett and L.Kestens: *ISIJ Int.*, **39** (1999), 923.
- 7) H.Inagaki: *J. Jpn. Inst. Met.*, **50** (1986), 250.
- 8) M.Abe, Y.Kokabu, Y.Hayashi and S.Hayami: *J. Jpn. Inst. Met.*, **44** (1980), 84.
- 9) N.Hashimoto, N.Yoshinaga and T.Senuma: *ISIJ Int.*, **38** (1998), 617.
- 10) W.B.Hutchinson and L.Ryde: *Thermomechanical Processing in Theory, Modelling & Practice*, Stockholm, (1997), 145.
- 11) S.Matsuo, S.Hayami and S.Tani: *Seitetsu Kenkyu*, **276** (1972), 21.
- 12) D.Vanderschueren, N.Yoshinaga and K.Koyama: *ISIJ Int.*, **36** (1996),

- 1046.
- 13) N.Hashimoto, N.Yoshinaga and K.Koyama: Proc. ICOTOM-11, ed. by Zhide Liang et al., International Academic Publishers, Beijing, Vol. 1, (1996), 429.
- 14) K.Matsudo: *Texture of Crystalline Solids*, **3** (1978), 53.
- 15) H.Takechi: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **30** (1991), 677.
- 16) K.Ushioda and M.Abe: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 96.
- 17) W.B.Hutchinson and K.Ushioda: *Scand. J Metall.*, **3** (1984), 269.
- 18) K.Ushioda, W.B.Hutchinson, J.Argen and U.von Schlippenbach: *Mater. Sci. Technol.*, **2** (1986), 807.
- 19) K.Osawa, T.Suzuki, K.Matsudo and K.Kurihara: *Tetsu-to-Hagané*, **72** (1986), 1728.
- 20) K.Itoh, K.Yagi and S.Sugimaru: *Tetsu-to-Hagané*, **77** (1991), 812.
- 21) H.Inagaki: *Tetsu-to-Hagané*, **78** (1992), 1643.
- 22) M.Abe, Y.Kokabu, Y.Hayashi and S.Hayami: *Trans. JIM*, **23** (1982), 718.
- 23) T.Senuma and N.Hashimoto: *Textures Microstruct.*, **30** (1997), 97.
- 24) E.Yasuhara, K.Sakata and K.Furukimi: *Tetsu-to-Hagané*, **85** (1999), 346.
- 25) N.Yoshinaga, L.Kestens, D.Vanderschueren, K.DeBlauwe and B.C.De Cooman: 4th Int. Conf. on Recrystallization and Related Phenomena, ed. by T. Sakai et al, JIM, Sendai, (1999), 393.
- 26) M.K.Miller: *Atom Probe Tomography: Analysis at the Atomic level*, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, (2000), 174.
- 27) 古林英一：低炭素鋼板研究委員会報告書，日本鉄鋼協会編，東京，(1987)，32.