低炭素鋼板の冷間圧延および再結晶集合組織

五弓勇雄* 阿部秀夫* 上山紀彦*

Isao Gokyu, Hideo Abe and Norihiko Ueyama: Cold-Rolling and Recrystallization Textures of Low Carbon Steel Sheets. The effect of solution-treatment of carbon and nitrogen prior to cold-rolling on the textures of low carbon steels was studied by magnetic torque and X-ray pole figure methods. The following results have been obtained:

(1) The harmonic coefficient a_4 of magnetic torque after cold-rolling always showed a positive value and increased with cold-rolling reduction by the development of the $(100)[011] + (2\bar{1}1)[011]$ texture. At the same cold-rolling reduction, no remarkable difference could be observed between the deformation texture of the rimmed steel and that of the killed steel.

Significant influence of the solution-treatment on the cold-rolling texture could not be observed in both steels.

(2) On annealing for 1 hr at 700°C, the coefficient a_4 decreased to a negative value and the maximum absolute value was obtained by the reduction of 70%. The absolute values of a_4 obtained on annealing the 50 and 70% rolled sheets were found to be raised by the solution-treatment prior to the cold-rolling. The (200) pole figures indicated that the total amount of $(h\bar{k}0)[001]$ type components was increased by the solution-treatment. The recrystallization texture of the 90% rolled sheets consisted of two main components of $(111)[11\bar{2}]$ and $(411)[148]$, which were not affected by the solution-treatment. As in the case of the cold-rolling texture, the recrystallization textures of the rimmed and killed steels were found to be almost the same.

(3) The variation of the recrystallization texture by the solution-treatment prior to cold-rolling may be interpreted by the change in the distribution of precipitates before the primary recrystallization, which has influence on the selective nucleation or growth of the recrystallized grains.

(Received April 15, 1964)

* 東京大学工学部 (Faculty of Engineering, University of Tokyo)

I. 緒 言

低炭素鋼板の集合組織については、古くから多くの研究が行なわれた。Kurdjumov, Sachs⁽¹⁾ および Gensamer, Lustman⁽²⁾ によると、冷間圧延した軟鋼の再結晶集合組織は、主として冷間圧延集合組織と板法線に関する $\pm 15^\circ$ の回転関係にあり、つぎの三つの成分から成立っている。

(1) 圧延面 (100), 圧延方向 [011] から $\pm 15^\circ$, (2) (111) [112], (3) 圧延面 (211), 圧延方向 [011] から $\pm 15^\circ$. これらの研究は、90% 以上の高い圧延率における実験結果である。Lankford, Snyder, Bausher⁽³⁾ は、低炭素鋼板の深絞り性にとって、 R 値* が重要な因子であることを確認した。 R 値は主として圧延板の集合組織に関係し、低炭素鋼板の場合には、(111) [110], (111) [112] 各成分が多いほど平均 R 値が高くしかも R 値の板面内異方性が比較的小さいことが知られている。Whiteley, Wise⁽⁴⁾ は、熱間圧延終了温度を高くすると急冷し、低い温度で巻きとり、ついで約 60% の冷間圧延を行なった後焼鈍することによって、深絞り性のすぐれた低炭素鋼板を製造し得ること、またリムド鋼よりも、Al-キルド鋼のほうが深絞り性がよいことを示している。さらに (111) 面方位成分が多いと、 R 値が高く絞り性が向上するが、(100) 面方位が多いと R 値が低く、絞り性が低下することを示している。しかし熱間圧延後比較的低い温度、たとえば約 700°C から水中に急冷する処理が冷間圧延および再結晶集合組織に与える影響については研究報告がない。本研究は、このような約 700°C の温度から低炭素鋼熱間圧延板を水中に急冷し、C, N を溶体化させる処理が、冷間圧延および再結晶集合組織に与える影響について研究した結果である。

II. 実 験 方 法

試料は平均板厚 2.40 mm の 0.045% C キルド鋼と、平均板厚 2.46 mm の 0.06% C リムド鋼の熱間圧延板である。Table 1 にそれらの化学分析値を示す。各試料はそれぞれ 2 つのグループに分け、Table 2 に示すように、1 つは 950°C で 1 時間真空焼鈍後炉冷、他の 1 つは 950°C 1 時間真空焼鈍炉冷後、さらに 715°C で 10 分鉛浴中で加熱後、 0°C の水中に焼入れし、C, N を過飽和に固溶させた。各グループの試料を室温でそれぞれ 50, 70, 90% 冷間圧延し、つぎに 700°C で 1 時間鉛浴中で焼鈍した。その焼鈍は、 500°C に保った鉛浴中に試料を入れ、 $500^\circ\sim 700^\circ\text{C}$ を、約 15 分で昇温し、 700°C で 1 時間焼鈍後空冷した。冷間

圧延後および焼鈍後の板から、直径 20 mm の磁気トルク測定用円板試片を作製して、磁気トルク曲線を測定した。

Table 1 Chemical composition of steels.

Steel	Chemical composition (in wt %)				
	C	Si	Mn	P	S
Killed steel	0.045	0.02	0.27	0.008	0.012
Rimmed steel	0.06	0.01	0.33	0.009	0.013

Table 2 Heat-treatments prior to cold-rolling.

No.	Heat-treatments
1	Slowly cooled in furnace after annealing in vacuum at 950°C for 1 hr.
2	Annealed as No.1, then heated in a lead bath at 715°C for 10 minutes and quenched into water (0°C).

つぎに各試料から X 線極点図測定用試片を作製した。X 線極点図測定用試片は、板の片面から板厚の約 1/3 を化学研磨してとり去った後、その面をエメリー紙で研磨し、5% 硝酸アルコール溶液で、約 20 秒腐食後、Schulz の反射法用ゴニオメーターを用い、試料の 15×20 mm の面積を integrate して、 $\text{FeK}\alpha$ 特性 X 線により**、(200) 極点図の中心から 60° までの範囲の強度分布を測定した。焼鈍試料の一部は、さらに 0.04 mm の厚さまで化学研磨した後、Decker-Asp-Harker の透過法用ゴニオメーターを用い、 $\text{FeK}\alpha$ 特性 X 線*** により、(200) 極点図の円周から 30° までの範囲の強度分布を測定した。

Fig. 1 Harmonic coefficient a_4 of the cold-rolled steels.
 ○ — ○: Heat-treatment No. 1
 □ - - □: Heat-treatment No. 2

- (1) G. Kurdjumov and C. Sachs: Z. Phys., **62** (1930), 592.
- (2) M. Gensamer and B. Lustman: Trans. AIME, **125** (1937), 501.
- (3) M. J. Lankford, S. C. Snyder and T. A. Bausher: Trans. ASM, **42** (1950), 1197.

* R 値とは、引張試験片の厚さ方向の歪に対する巾方向の歪の比をいう。

- (4) R. L. Whiteley and D. E. Wise: Flat Rolled Products, **3** (1962), 47. [Interscience Publishers]

** 管電圧 30 KV, 管電流 8 mA, Mn フィルター使用。

*** 管電圧 40 KV, 管電流 8 mA, Mn フィルター使用。

III. 実 験 結 果

1. 磁気トルク計法による実験結果

低炭素鋼圧延板の磁気トルク曲線は、近似的につぎの式で与えられる。

Fig. 2 Harmonic coefficient a_4 of the low-carbon steels cold-rolled to reductions of 50, 70 and 90% and annealed at 700°C for 1 hr.

○ — ○: Heat-treatment No.1
□ - - - □: Heat-treatment No.2

常に広い範囲にばらつき、その測定結果からは正確な結論は得られなかつたので、 a_4 の測定結果についてのみ述べる。Fig. 1に各冷間圧延板の調和係数 a_4 と圧延率との関係を示す。 a_4 の値は常に正で圧延率が高くなるにしたがつて増加している。これは、圧延率が高くなるにしたがつて、磁気トルクに主として寄与する冷間圧延集合組織の主成分 (100) [011] + (211) [011] 方位の集積度が高まることを示す。熱処理 No.1, 2の間には、大きな相違は認められない。また Fig. 1の (a) と (b) を比較すれば、リムド鋼の (100) [011] 型冷間圧延集合組織は、キルド鋼とほとんど同様であるといえる。Fig. 2は各冷間圧延板を 700°C で 1 時間焼鈍した後の a_4 の値と圧延率との関係を示す。 a_4 の値は常に負で、圧延率 70% の場合に負の最大値をとる。圧延率 50, 70% のときは、熱処理 No.2 のほうが $|a_4|$ が大きい。リムド鋼、キルド鋼による差はほとんどない。このことは後述する X 線極点図の結果とも一致する。圧延率 90% の場合は、リムド鋼、キルド鋼の種別、圧延前の C, N の溶体化処理の有無によつて $|a_4|$ の値は余り異ならない。

2. X 線極点図法による結果

冷間圧延集合組織は、鋼種、冷間圧延前の熱処理によつて、極点図上でほとんど相違が認められ

Fig. 3 (200) pole figure of the rimmed steel subjected to heat-treatment No.1, 50% cold-rolled.

□: (100)[011] ●: (211)[011]

Fig. 4 (200) pole figure of the rimmed steel subjected to heat-treatment No.1, 70% cold-rolled.

□: (100)[011] ●: (211)[011]

$$T \approx a_2 \sin 2\theta + a_4 \sin 4\theta$$

T はトルク、 θ は板面内における圧延方向からの角度、 a_2 、 a_4 は、低炭素鋼板の場合には、主として材料の磁気異方性定数と集合組織によつて定まる調和係数である。 $a_6 \sin 6\theta$ 以上の高次の項は小さいので無視できる。 a_2 の測定値は非

なかつたので、リムド鋼で、冷間圧延前に焼入れを行なわなかつた場合の結果のみを、Fig. 3~5 に示す。これらの (200) 極点図より、圧延率を増すと、主に (100) [011] + (211) [011] 成分の集積度が増すことがわかる。このことは前述の磁気トルクの測定結果とよく一致する。再結晶させ

た試料の(200)極点図をFig. 6~17に示す 圧延率50,70%の場合にはFig. 6,7,9,10,12,13,15,16に示すように、

が消失したためと考えられる 圧延率50,70%の場合の再結晶集合組織は一般に冷間圧延前の溶体化処理の有無にか

Fig.5 (200) pole figure of the rimmed steel subjected to heat-treatment No.1, 90% cold-rolled.
□: (100)[011] ●: (211)[011]

Fig.7 (200) pole figure of the rimmed steel subjected to heat-treatment No.1, 70% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
○: (110)[001] ●: (210)[001]

Fig.6 (200) pole figure of the rimmed steel subjected to heat-treatment No.1, 50% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
○: (110)[001]

Fig.8 (200) pole figure of the rimmed steel subjected to heat-treatment No.1, 90% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
▲: (111)[112] ×: (411)[148]

再結晶集合組織に含まれる(111)[110], (111)[112]の各成分は弱い。またFig. 6,7,9,10とFig. 12,13,15,16を比較すると、リムド鋼、キルド鋼の種別によつて、再結晶集合組織に顕著な相違は見られない。このことは、Burns, Heyer⁵⁾の結果と一致しないが、それは本研究の場合、熱間圧延後950°Cで焼準したために熱間圧延板の集合組織

かわらず、主成分は(110)[001]およびこれを[001]軸に関して回転した成分を含む。Fig. 7,12,13に示すように、冷間圧延前に溶体化処理を行なわなかつた試料では、(210)[001]の付近の強度が最も高くなつてゐる。溶体化処理を行なうと、Fig. 9,10,15,16に示すように、(110)[001]方位に集積中心をもち、かつ集合組織の集積度が増す。圧延率90%の場合には、Fig. 8,11,14,17に示すように、再結晶集合組織の主成分は、(111)[112]および(411)[148]で

{5} R.S.Burns and R.H.Heyer: Proc.Intern.Symp. on Annealing of Low-Carbon Steel, (1957), 29.

ある。(411)[148]は、Elias, Heyer, Smith⁽⁶⁾が95%圧延した軟鋼を再結晶させた場合に見出している方位であつ

[001]であるのに対し、溶体化処理を行なわなかった場合には、(110)[001]成分も存在するが、それを[001]方向を

Fig. 9 (200) pole figure of the rimmed steel subjected to heat-treatment No.2, 50% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
 ϕ : (110)[001]

Fig. 11 (200) pole figure of the rimmed steel subjected to heat-treatment No.2, 90% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
 $\blacktriangle$: (111)[112] $\times$: (411)[148]

Fig. 10 (200) pole figure of the rimmed steel subjected to heat-treatment No.2, 70% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
 ϕ : (110)[001]

Fig. 12 (200) pole figure of the killed steel subjected to heat-treatment No.1, 50% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
 ϕ : (110)[001] $\bullet$: (210)[001]

て、近似的に(411)[011]の板法線[411]に関する $\pm 20^\circ$ の回転として示される。

IV. 考 察

圧延率 50, 70% の場合には、冷間圧延前に溶体化処理を行なった場合には、再結晶集合組織の主成分は(110)

軸として(100)[001]の方向に回転した(210)[001]の付近で強度が最も高くなる傾向がある。(110)[001]方位の鉄単結晶では、 $a_4 = -16.7 \times 10^4$ ergs/ccであるのに対し、(210)[001]方位の場合には、 $a_4 = -18.3 \times 10^4$ ergs/ccである。一方磁気トルクの測定によれば、冷間圧延前にC, Nの溶体化処理を行なうと、 a_4 の値が増加する。このことは極点図の結果と一見矛盾しているようであるが、これは多結晶体の集合組織が、単に(110)[001], (210)[001]などの

(6) J.A. Elias, R.H. Heyer and J.H. Smith: Trans. AIME., 224 (1962), 678.

ideal orientation のみではなく、これらの方位を中心として著しく分散していることを考慮すれば、磁気トルクと極

化処理が再結晶集合組織に与える影響についての研究としては、Leslie⁽⁷⁾による Fe-0.8% Cu 合金に関する研究があ

Fig.13 (200) pole figure of the killed steel subjected to heat-treatment No.1, 70% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
○: (110)[001] ●: (210)[001]

Fig.15 (200) pole figure of the killed steel subjected to heat-treatment No.2, 50% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
○: (110)[001]

Fig.14 (200) pole figure of the killed steel subjected to heat-treatment No.1, 90% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.
▲: (111)[112] ×: (411)[148]

Fig.16 (200) pole figure of the killed steel subjected to heat-treatment No.2, 70% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr
○: (110)[001]

点図の間の定量的な対応を考えることは困難である。むしろ極点図および磁気トルクの結果を総合して溶体化処理を行なうと、(110)[001] およびそれを [001] 軸に関して回転した分散方位範囲の総量が増して、一般に $(hkl) [001]$ 型集合組織の集積度が高まると結論してよいと思われる。上に述べたように、圧延率 50, 70% の場合には、キルド鋼、リムド鋼ともに冷間圧延前の C, N の溶体化処理が再結晶集合組織に影響を与えている、このような冷間圧延前の溶体

る。Leslie は Fe-0.8% Cu 合金を 90% 冷間圧延後、500°C で時効処理を行なつてから 700°C で再結晶させた場合、冷間圧延後の Cu の析出が再結晶集合組織に影響を与えることを示した。また冷間圧延後の析出量が増すほど焼鈍後も圧延集合組織が残され、普通の再結晶集合組織の形成が抑制され、またフェライト再結晶粒が伸長組織を示す。 α -Fe からの carbide, nitride の析出は、電子線透過法によつて (7) W.C. Leslie: Trans. AIME, 221 (1961) ; 752.

観察されており、転位への優先析出が認められている。すなわち Leslie⁽⁸⁾は、0.45% Mn を含んでいる場合には、

Fig.17 (200) pole figure of the killed steel subjected to heat-treatment No.2, 90% cold-rolled and annealed at 700°C for 1 hr.

▲: (111)[112] ×: (411)[148]

carbide が転位に優先析出しやすいこと、その場合は {110} 面にそつて Fe_3C の析出が起こることを明らかにしている。Smith⁽⁹⁾も carbide が転位に優先析出しやすいこと、200°C 以上では {110} 面にそつて Fe_3C の析出が起こることを認めている。Keh, Wriedt⁽¹⁰⁾は nitride の析出を観察し、200°C では転位に優先析出しやすいこと、析出面は {100} 面であることを示している。Lagerberg, Lement⁽¹¹⁾は、焼入れした軟鋼を時効処理した場合、315°C×5 min でセメントライトが完全に析出することを示している。Robinson, Barratt, Richards⁽¹²⁾は、熱間圧延および冷間圧延を行なつたキップド鋼を 600°C で加熱した場合、平衡量の C にまで固溶する時間、および再結晶完了に要する時間は、熱間圧延後の巻きとり温度の低い場合には、それぞれ 80 sec, 125 sec であり、巻きとり温度の高い場合には、それぞれ 115 sec および 160 sec であつて、再結晶が完了する以前に平衡量の C にまで固溶する。すなわち熱間圧延後析出した carbide の再溶解が起こることを示している。本実験においては、焼鈍する場合に 500°C から 700°C まで 15 分間で昇温し、700°C で 1 hr 焼鈍したが、この昇温過程において、carbide, nitride は再結晶が起こる前に平衡量まで析出および再溶解を起こしていると思われる。715

°C から焼入れを行なつた試料では、圧延後の昇温過程において、冷間圧延により増加した転位への優先析出が起こると考えられる。したがつて冷間圧延前の焼入処理の有無によつて析出相の分布状態が異なり、これが再結晶核生成過程の方位依存性、あるいは核の成長の優先性に影響を与え、したがつて再結晶集合組織の相違をもたらしたのではないかと思われる。その場合再結晶集合組織の 2 つの成分 (110) [001] と (210) [001] の再結晶核の大きさ、核とその周囲のマトリックスとの方位関係、核の周囲の転位密度などが異なるものと推定され、それらの核の成長を阻止する析出相間の距離の大小が、(110) [001] と (210) [001] の各再結晶粒のいずれかの優先成長を与える効果に関係したものであると考えることができる。このように 1 次再結晶集合組織に対しても、2 次再結晶の場合と同様な inclusion inhibition 効果が存在するものと考えられる。

V. 結 論

冷間圧延前の C, N の溶体化処理が、低炭素鋼板の集合組織におよぼす影響を磁気トルク計法と X 線極点図法によつて測定してつきの結果を得た。

(1) 冷間圧延状態において磁気トルクの 4 次調和係数 a_4 は常に正の値をとり、その値は圧延率が高いほど増加するが、これは主として (100) [011] + (2 $\bar{1}$ 1) [011] 型冷間圧延集合組織の発達による。また一定圧延率における a_4 の値は、熱間圧延後に焼鈍処理を行なうときは、キルド鋼とリムド鋼の種別、冷間圧延前の C, N の溶体化処理の有無によつて大きな相違は見られなかつた。

(2) 再結晶後は、常に負の a_4 を示し、その絶対値は圧延率約 70% で最大となる。圧延率 50, 70% の場合には、再結晶後の a_4 の絶対値は冷間圧延前に C, N の溶体化処理を行なうと著しく増加する。これは (200) 極点図の測定結果によると、溶体化処理を行なうと、(110) [001] および (110) [001] を [001] 軸に関して回転した分散方位が増し、またその集合組織の集積度が高まることによる。またこの実験の範囲内では、再結晶集合組織に (111) [1 $\bar{1}$ 0], (111) [112] 各成分は少ない。圧延率 90% の場合には、再結晶後の a_4 の値は、冷間圧延前の溶体化処理の有無によつてほとんど変わらず、その集合組織は (200) 極点図によると (111) [112], (411) [148] の 2 成分を含む。各圧延率において、キルド鋼、リムド鋼の種別によつて再結晶集合組織に顕著な相違は見られない。

(3) 圧延率 50% および 70% の場合には冷間圧延前の溶体化処理の有無によつて再結晶集合組織に顕著な相違がみられるが、これは圧延前の溶体化処理の有無により再結晶前の析出相の分布状態が異なり、これが再結晶核生成過程の方位依存性、あるいは核の成長の優先性に影響を与え、したがつて再結晶集合組織の相違をもたらしたのではないかと思われる。

終りに本研究に用いた試料を御提供いただいた富士製鉄株式会社広畑製鉄所に謝意を表する次第である。

- (8) W. C. Leslie: Acta Met., **9** (1961), 1004.
- (9) E. Smith: Direct Observation of Imperfections in Crystals, (1961), 203 [Interscience Publishers]
- (10) A. S. Keh and H. A. Wriedt: Trans. AIME., **224** (1962), 560.
- (11) G. Lagerberg and B. S. Lement: Trans. A. S. M., **50** (1958), 141.
- (12) P. M. Robinson, K. V. Barratt and P. N. Richards: J. Australian Inst. Metals., **7** (1962), 34.