論 文

UDC 669.14.018.8 : 669.15'26'295'786-194.57-416 : 539.52 : 620.186.4 : 548.735.6

Ti 添加低C, N-17%Cr ステンレス鋼薄板の r 値
および集合組織*沢 谷 精**・清 水 邦 彦**
中 山 正**・三 好 正 則***The r Values and Recrystallized Textures of Ti Stabilized Low
C, N-17%Cr Stainless Steel Sheets

Tadashi SAWATANI, Kunihiro SHIMIZU,

Tadashi NAKAYAMA, and Masanori MIYOSHI

Synopsis:

The effect of mill processing variables on the r -value and texture of Ti-stabilized low C, N-17%Cr stainless steel has been investigated. The results obtained are as follows;

(1) The r -value in cold rolled and annealed steel sheet is very effectively improved by Ti addition of 0.2-0.3 weight percent but the excessive addition should be avoided because the recrystallization temperature is shifted to a higher range.

(2) The optimum r -value is obtained by the following conditions: Finishing temperature of hot rolling is low. Hot rolled sheet is annealed at 900°C, with a rapid heating rate and a cooling rate as fast as air cooling. Cold reduction is more than 80% and in case of two stage cold rolling and annealing process the distribution between 1st and 2nd reduction is 40% to 60%. Finally, intermediate of final annealing temperature is 850°C.

(3) When favorable fine carbo-nitride precipitates are formed in hot rolled sheet before cold rolling by conforming the above processing conditions, these precipitates seem to develop strong $\{112\}\langle 110\rangle$ deformation texture in high cold reduction and suppress $\{110\}\langle 001\rangle$ and develop strong $\{554\}\langle 225\rangle$ component in the recrystallized texture, resulting in annealed products with very high r -values.

1. 緒 言

低炭素鋼板に各種炭化物形成元素を添加して深絞り性の向上を目指す数多くの研究が行われ、Ti 添加鋼というすぐれた超深絞り鋼板が開発された¹⁾。

本研究は、その低C, N-フェライト系ステンレス鋼への適用を試みたものであり、Ti 添加低C, N-17%Cr ステンレス鋼の r 値および再結晶集合組織におよぼす製造条件の影響を検討した。その結果、低C, N-17%Cr ステンレス鋼においても Ti 添加により再結晶集合組織は SUS430 と非常にことなつた、明瞭な $\{554\}\langle 225\rangle$ 型再結晶集合組織となり、 r 値を著しく向上させることを明らかにしたので報告する。

2. 実 験

2.1 実験試料

(1) 化学成分

Ti 添加量を変えた実験室真空溶解材の化学成分を Table 1 に、各種製造条件の検討に用いた現場製造材の化学成分を Table 2 に示す。真空溶解材は高周波炉にて 45 kg の鋼塊を溶製し、1 100°C で 1 h 均熱後 110 mm 角の鋼塊からくり返し 2 回の熱延で 3.8 mm 厚の熱延板とした。現場製造材も 3.8 mm 厚の熱延板を用いた。

(2) 製造条件の検討

製造条件として、熱延仕上温度 (890 および 780°C)、熱延板の焼鈍温度 (750~950°C)、昇温速度 (0.05 および 3°C/sec)、冷却速度 (水冷、空冷および炉冷)、冷延率 (30~92%)、全圧下率を 82% として圧下配分 (30/70, 40/60, 50/50 および 70/30)、中間および最終焼鈍温度 (800~1 000°C) などを検討項目とした。

1 段および 2 段冷延の標準工程をそれぞれ Fig. 1 および Fig. 2 に示す。製造条件を検討する場合、これらの標準工程に準じて検討項目の条件を上述の範囲で変えて検討した。

* 昭和 51 年 9 月 8 日受付 (Received Sep. 8, 1976)

** 新日本製鉄(株)光製鉄所 (Hikari Works, Nippon Steel Corp., 3434 Shimada Hikari 743)

*** 新日本製鉄(株)生産技術研究所 (Process Technology R & D Laboratories, Nippon Steel Corp., Kitakyushu 805)

Table 1. Chemical analyses of vacuum melted stainless steel sheets.

Samples	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ti	N
VF-0%Ti	0.004	0.03	0.05	0.013	0.002	16.4	Tr	0.0058
VF-0.2%Ti	0.006	0.4	0.41	0.019	0.007	16.5	0.17	0.0037
VF-0.4%Ti	0.006	0.4	0.41	0.019	0.007	16.5	0.40	0.0038
VF-0.6%Ti	0.006	0.4	0.41	0.019	0.007	16.5	0.64	0.0040

Table 2. Chemical analyses of commercial stainless steel sheets.

Materials	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ti	N
Ti-LC, N-17%Cr	0.010	0.64	1.32	0.021	0.005	16.65	0.34	0.008
LC, N-17%Cr	0.011	0.59	1.32	0.017	0.010	16.50	Tr	0.008

Fig. 1. Standard single cold rolling processing.

Fig. 2. Standard double cold rolling processing.

2.2 実験方法

(1) r 値

インストロン型 10 t 引張試験機を用い, JIS13 号 B 試験片で 15% 引張後 r 値を測定した。

(2) 面反射強度

集合組織中に含まれる板面に平行な代表的結晶方位成分として $\{222\}$, $\{211\}$, $\{200\}$ および $\{110\}$ 面の面反射強度を X 線回折装置を用いて測定し, 純鉄の無方向試料との相対強度を求めた。測定条件として, Zr でフィルターした $\text{MoK}\alpha$ 線を用い, 管電圧 40kV, 管電流 16mA を用いた。測定試料は, 熱延まま, 冷延ままおよび焼鈍後の鋼板を機械研磨後化学研磨で板厚中心層を現出した後, 電解研磨 ($\text{H}_3\text{PO}_4\text{:H}_2\text{SO}_4=3\text{:}2$ 溶液) で仕上げた。

(3) 集合組織

全自動極点測定装置を用いて, $\{200\}$ 極点図により純鉄の無方向試料との補正強度を直接ポーラネット上に記録した。測定条件は面反射強度測定で用いたと同じ条件を使用し, 透過領域は Decker-Asp-Harker 法で $\alpha=0^\circ \sim 30^\circ$ まで, 反射領域は Schulz 法で $\alpha=30^\circ \sim 90^\circ$ まで測定し全域を完成させた。透過法では両面から研磨し中心層 $60 \sim 80 \mu$ の厚さとしたもの, および, 反射法では片面から中心層まで研磨したものを試験片とした。

Fig. 3. Effect of Ti addition on r values of low C, N-17%Cr stainless steel sheets. (1 CR standard process)

3. 実験結果

3.1 Ti 添加の影響

(1) r 値

1CR-標準工程で製造した低 C, N-17%Cr ステンレス鋼の r 値におよぼす Ti 加添の影響を Fig. 3 に示す。17% Cr ステンレス鋼においても炭素鋼の場合と同じく r 値は著しく改善されることがわかる。Ti 量が 0.2% 程度で r 値が最も高くなるのは, 後

Fig. 4. Effect of μ Ti addition on recrystallization behavior of low C, N-17%Cr stainless steels. (Other variables based on the ICR standard processing condition).

述するように含有量 0.4% 以上の鋼板では 850°C で 2 min の焼鈍では再結晶が完全でないことと対応している。最終焼鈍温度を高くしていけば、高 Ti 側の r 値もさらに高められるが、結晶粒度が粗大化していきプレス加工での肌あれなどのトラブルが生じやすくなる。したがって、実用上問題がなく好ましい r 値の鋼板を得るためには、Ti 量 0.2% 程度の添加が望ましいと考えられる。しかし、3.2 節以降各種製造条件を検討するために用いた現場製造材は Ti 量 0.34% のものを使用せざるを得なかった。

(2) 再結晶挙動

ICR-標準工程に準じて最終焼鈍温度だけを 550~900 °C まで変えて再結晶率の変化を検討した結果を Fig. 4 に示す。

これから、Ti 添加により再結晶温度は高温側へ移行し、Ti 量が 0.4% 以上では再結晶終了温度が 875°C 以上になり、標準工程の 850°C では再結晶が完全に終了しないことがわかる。岡崎ら²⁾も鉄の再結晶におよぼす Ti 添加の影響を検討し、Ti は再結晶温度を上昇させることを報告している。

(3) 集合組織

最終焼鈍温度を変えて他は ICR-標準工程に準じて薄鋼板を製造した時の冷延および再結晶集合組織の {200} 極点図を 850°C の場合について Fig. 5 に示す。冷延集合組織を Ti 量の違いで比較してみると、Ti 量が 0.17% では {112}<110> 方位の集積が認められるが、Ti 量が 0.4% 以上では {112}<110> 方位の他に {100}<110> 方位に到る RD//<110> 軸繊維組織が認められ、また Ti 無添加でも Ti 量が 0.4% 以上の場合とよく似た冷延集合組織となる。再結晶集合組織をみると、データを省略したが 750°C での不十分な再結晶では、{554}<225> 方位を主方位とし、副方位として Ti 量の高いものほど RD//<110> 軸繊維組織が多く残存していた。850°C の焼鈍では、Fig. 5 に示すように Ti 添加材の主方位 {554}<225> がより強くなり、副方位として Ti 量の高いものほど後により明瞭に示される {112}<110>±15°ND 方位の残存が強く認められる。一方、Ti 無添加材の 850°C 焼鈍では、主方位は {554}<225> であるが、非常に強い {110}<001> の副方位が認められる。この点を定量的に検討するため、板面に平行な {001}, {112}, {110} および {111} 面の回折強度の焼鈍温度による変化を測定した。その結果を Fig. 6 に示す。焼鈍すると、{001} 方位は Ti 添

(△: {554}<225>, ■: {111}<110>, ●: {112}<110>, ◇: {001}<110>, □: {110}<001>)
Fig. 5. {200} pole figures of cold rolled recrystallized textures of Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheets. (Other variables based on the ICR standard processing condition)

Fig. 6. Effect of Ti on the Diffraction intensity of the recrystallization texture of low C, N-17%Cr stainless steel at various isothermal annealing temperatures. (Other variables based on the ICR standard processing condition, soaking time: 2 min)

加による再結晶の遅れを反映して、Ti 添加量が多いほどより高温側で減少を始め、850°C 以上ではいずれの Ti 量でもほぼ同じ強度となる。{112} 方位は Ti 添加量が多いほど多いが、再結晶に伴って減少していく。{110} 方位は、極点図でも認められたように Ti 添加材の特徴をよく現わしており、Ti 添加材はいずれも非常に低い強度を示すが、Ti 無添加材は再結晶の開始とともに高い強度を示し、焼鈍温度が高くなるにつれて再び減少してゆく。{111} 方位は、複雑な挙動を示す。Ti 添加材は、0.17% 添加では再結晶の開始とともにわずかに増加するが、750~775°C でいったん減少し極小を示した後

Fig. 7. Effect of finishing temperatures of hot rolling on the average r value of Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel. (Other variables based on the ICR standard processing condition)

800°C 附近まで増加してそれ以上の温度では飽和するが、0.64% 添加では温度の上昇とともに 700~750°C で減少し、それ以上の温度で急激に増加し 900°C まで飽和する傾向は認められない。Ti 無添加材は再結晶開始とともに減少し、700~900°C では全く変化しない。

以上、Ti 無添加材は最も再結晶しやすい {110} 方位が再結晶開始とともに発達し、他の方位はいずれも減少する。これに対して、Ti 添加材は微細析出物の存在により {110} 方位の再結晶はおさえられて、やや高温から次に再結晶しやすい {111} 方位が他の方位を食って成長していく。微細析出物は {001} 再結晶核や {110} 再結晶粒の成長を妨げて、結果的に {111} 再結晶集合組織の発達を促進するものと推定される。

3.2 熱延仕上温度の影響

(1) r 値

Ti 添加低 C, N-17%Cr ステンレス鋼の r 値におよぼす熱延仕上温度の影響を検討するため、Table 2 に示す現場製造の熱延板を用いて 1CR-標準工程と熱延仕上温度を 890°C にし他は同一にした 2 種類の工程で製造した薄鋼板の r 値におよぼす熱延仕上温度の影響を Fig. 7 に示す。Ti 無添加材の r 値は熱延仕上温度の影響をほとんど受けずいずれも低いものに対して、Ti 添加材の r 値はいずれも高く、熱延仕上温度が低いほど r 値は高くなることわかる。

(2) 集合組織

現場製造の熱延まま材、焼鈍材および冷延焼鈍板の中心層集合組織におよぼす熱延仕上温度の影響をまとめて Fig. 8 に示す。これから、熱延仕上温度の影響は熱延まま材および焼鈍材の面反射強度には表われておらず、冷延焼鈍板においてはじめて低温仕上材の方が {111} 面の

Fig. 8. Effect of finishing temperatures of hot rolling on the diffraction intensity of Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the 2CR standard processing condition).

Fig. 9. Effect of annealing temperatures of hot rolled sheet on the r values of commercial Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the ICR standard processing condition)

Fig. 10. Effect of heating rates of hot rolled sheet annealing on the r values of commercial Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (ICR standard processing)

反射強度が強くなり熱延仕上温度の影響が認められて来ることがわかる。

3.3 熱延板焼鈍条件の影響

(1) r 値

現場製造の熱延板の焼鈍温度、昇温速度および冷却速度の Ti 添加低 C, N-17%Cr ステンレス鋼の r 値におよぼす影響を検討した。熱延板のこれらの検討条件を除いた他の条件はすべて ICR-標準工程に準じて製造した。

熱延板焼鈍温度の r 値におよぼす影響を Fig. 9 に示す。750°C から温度が高くなるにつれて r 値はやや高くなり、900°C で最高を示し 950°C では再び低下する。950°C は析出物が凝集し結晶粒も粗大化する温度である。

熱延板昇温速度の r 値におよぼす影響を Fig. 10 に示

Fig. 11. Effect of cooling conditions after the annealing of hot rolled sheet on the r values of commercial Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (ICR standard processing)

す。昇温速度は室温から 850°C までの平均昇温速度で示しているが、Ti 添加材は昇温速度が速い方が r 値が高くなる。

熱延板焼鈍後の冷却速度の r 値におよぼす影響を Fig. 11 に示す。前述した二つの条件に比べて冷却速度の影響が最も大きく、とくに水冷の場合 r 値が低くなり、面内異方性も V 型から逆 V 型に変化する。

熱延板焼鈍条件の r 値におよぼす影響を統一的に説明することは現状において非常に困難である。温度および昇温速度の影響を熱延板中に存在する微細な Ti (C, N) 析出物の存在状態がこれらの条件で変化し、熱延仕上温度の集合組織への影響で認められたのと同様に、冷延後の再結晶集合組織を変化させることにより r 値に表われて来る可能性が考えられる。このような観点から、熱延仕上温度の影響を含めて熱延焼鈍板および冷延板の析出物の存在状態を今後検討する予定である。

(2) 集合組織

熱延板焼鈍条件のうち、著しい変化を示した冷却速度の影響を {200} 極点図で検討した結果を Fig. 12 に示す。これから、いずれの冷却速度でも冷延集合組織の主方位は {112}〈110〉方位であるが、水冷の場合副方位として {001}〈110〉に到る RD//〈110〉軸繊維組織が認められる。再結晶集合組織はいずれの冷却速度でも {554}〈225〉方位が主方位であるが、水冷の場合のみ副方位として {112}〈110〉±15°ND が認められる。後述するように、ICR-標準工程で 90% 以上の冷延率の場合に同様な再結晶集合組織となる。

(Δ : $\{554\}\langle 225 \rangle$, $\blacksquare$: $\{111\}\langle 110 \rangle$, $\bullet$: $\{112\}\langle 110 \rangle$, $\diamond$: $\{001\}\langle 110 \rangle$, $\square$: $\{110\}\langle 001 \rangle$.)
 Fig. 12. Effect of cooling conditions of hot rolled sheet annealing on $\{200\}$ pole figures of cold rolled and recrystallized textures of commercial Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the ICR standard processing condition, Ti=0.34%)

熱延板焼鈍後水冷により、再結晶集合組織がより高圧下側の集合組織に移行するのは冷延集合組織を通してであり、これは熱延板中に残存する格子ひずみが影響する可能性が考えられる。冷却速度の影響はこのような集合組織の変化を通して r 値に表われると考えられるが、後述の ICR-標準工程でほぼ同様の集合組織を与える 90% 冷延材の r 値はこれほど劣化しておらず、今後の定量的検討が必要である。

3.4 冷間圧延率の影響

(1) r 値

Ti 添加低 C, N-17%Cr ステンレス鋼を ICR-標準工程に準じて冷延率だけを 30~90% まで変えて r 値の変化を検討した結果を Fig. 13 に示す。 r 値は冷延率とともに 60% 以上で顕著に向上し、80% あたりでやや飽和するが、90% までわずかに向上する。炭素鋼においても Ti 添加鋼は Al キルド鋼とことなり⁹⁾、 r 値が極大になる冷延率が高圧下側に移行する特徴が認められている⁴⁾。

r 値の面内異方性は冷延率 85% まで $r_{45^\circ} < r_{0^\circ} < r_{90^\circ}$ の

V 型であるが、冷延率の増加につれて r_{45° が高くなり、 Δr が減少し、冷延率 90% では $r_{0^\circ} < r_{45^\circ} < r_{90^\circ}$ の直線型になる。

(2) 集合組織

冷延板中心層の冷延集合組織の冷延率による変化を $\{200\}$ 極点図で検討した結果を Fig. 14 に示す。冷延率

Fig. 13. Effect of cold reduction on the r values of single cold rolling of commercial Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the ICR standard processing condition)

(Δ : {554}⟨225⟩, $\blacksquare$: {111}⟨110⟩, $\bullet$: {112}⟨110⟩, $\diamond$: {001}⟨110⟩, $\square$: {110}⟨001⟩)

Fig. 14. Effect of cold reduction on the {200} pole figures of cold rolled and recrystallized textures of commercial Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the 1CR standard processing condition, Ti=0.34%)

30%では、{554}⟨225⟩方位への弱い集積が認められる。50%では、{554}⟨225⟩+{111}⟨110⟩方位への集積がやや強くなる。82%では、{112}⟨110⟩方位への集積が強くなり主方位となる。92%では、主方位は{112}⟨110⟩であるが副方位として{100}⟨110⟩方位に到るRD//⟨110⟩軸繊維組織が認められる。

これらの冷延板を焼鈍した再結晶集合組織の{200}極点図を同じくFig. 14に示す。冷延率30%では特定の集積の認められないランダムな集合組織となる。50%では、ND//⟨111⟩軸まわりの弱いドーナツ状の集積が認められる。82%では、{554}⟨225⟩方位への強い集積が認められる。92%では、主方位は{554}⟨225⟩方位であるが、副方位として熱延板焼鈍後水冷した場合に得られた{112}⟨110⟩ $\pm 15^\circ$ ND方位がわずかに認められる。{112}⟨110⟩ $\pm 15^\circ$ ND方位は、GOODENOWら⁵⁾もTi添加炭素鋼を90%以上冷延した場合の再結晶集合組織の副方位として認めている。

この結果を定量的に検討するため、板厚中心層の板面に平行な代表的結晶面の面反射強度を測定し、 r 値と{111}と{001}面の相対X線強度比、および r_{45° と{112}面の面反射強度の冷延率による変化をまとめてFig. 15に示す。この結果両者の変化は2組ともよく対応しており、従来の結果とよく一致している⁶⁾。

Fig. 15. Relationships between average r value and relative intensity ratio, and r_{45° value and {112} intensity of commercial Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the 1CR standard processing condition)

3.5 2 段冷延の圧下配分の影響

(1) r 値

Ti 添加低 C, N-17%Cr ステンレス鋼を2段冷延した時の r 値におよぼす圧下配分の影響を Fig. 16 に示す。

Fig. 16. Effect of the distribution of reduction between 1st and 2nd stages on the r value of after the 2nd cold rolling and subsequent annealing of commercial Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the 2CR standard processing condition)

Fig. 17. Effect of the distribution of reduction between 1st and 2nd stages on the $\{200\}$ pole figures of recrystallized textures of commercial Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the 2CR standard processing condition, $T_i=0.34\%$)

全冷延率を 82% とし、1 段と 2 段の冷延率を 30%-70%, 40%-60%, 50%-50%, および 70%-30% と圧下配分を変えた場合、40%-60% で $\bar{r}$ 値は最高 1.82 となり、70%-30% で最低 1.48 となる。2 段冷延材の r 値の面

内異方性は、圧下配分によらず $r_{45^\circ} < r_{0^\circ} < r_{90^\circ}$ の V 型である。

(2) 集合組織

各圧下配分の 2 段冷延焼鈍板の $\{200\}$ 極点図を Fig. 17 に示す。圧下配分 30%-70% で主方位は強い $\{554\}$ $\langle 225 \rangle$ 方位であるが、副方位として非常に弱い $\{112\}$ $\langle 110 \rangle \pm 15^\circ$ N.D. 方位が存在しているように見える。40%-60% では強い $\{554\}$ $\langle 225 \rangle$ 方位の集積が認められるが、50%-50% ではやや ND// $\langle 111 \rangle$ 軸まわりのドーナツ状の再結晶集合組織に近づき、70%-30% ではより典型的なドーナツ状になる。

圧下配分の集合組織への影響を検討するために、1 段冷延率を 70% として明瞭な $\{554\}$ $\langle 225 \rangle$ 方位の集積を示す冷延焼鈍板を出発材として、2 段冷延率による集合組織の変化を測定した。その結果を Fig. 18 に示す。2 段冷延率 30% ではまだ明瞭な $\{554\}$ $\langle 225 \rangle$ 方位が残存しており、これを焼鈍するとランダムな再結晶集合組織となる。50% では、 $\{554\}$ $\langle 225 \rangle + \{111\}$ $\langle 110 \rangle$ 方位となり、焼鈍するとドーナツ状の再結晶集合組織となる。80% では、主方位が $\{112\}$ $\langle 110 \rangle$ に変化し、これを焼鈍すると再び明瞭な $\{554\}$ $\langle 225 \rangle$ の再結晶集合組織が得られる。この結果を、1 段冷延の結果と合せて考えると、1 段冷延率で規制される再結晶集合組織と $\{112\}$ $\langle 110 \rangle$ を主方位とする冷延集合組織が得られるような 2 段冷延率との最適な組合せにより最高の $\bar{r}$ 値が得られ、 $\{112\}$ $\langle 110 \rangle$ 以外の方位を含むような冷延集合組織となると $\bar{r}$ 値が低下してくるものと考えられる。これが 2 段冷延における圧下配分の影響として r 値に表われると思われる。

3.6 2 段冷延の中間焼鈍および最終焼鈍温度の影響

(1) r 値

2CR-標準工程に準じて、中間焼鈍温度だけを変えて r 値の影響を検討した結果を Fig. 19 に示す。 $\bar{r}$ 値は中間焼鈍温度 850°C で最高になり、それより高温側でも低下する。中間焼鈍温度が 950°C 以上では結晶粒の粗大化が急激に起きる。

同様に最終焼鈍温度だけを変えて検討した結果を Fig. 20 に示す。最終焼鈍温度は高いほど、 $\bar{r}$ 値は向上するが、950°C 以上では結晶粒が粗大化して実用上問題を生ずる。

4. 考 察

4.1 集合組織におよぼす Ti 添加の影響

(1) 熱延板集合組織

Ti 添加と無添加低 C, N-17%Cr ステンレス鋼および SUS430 の熱延まま材および焼鈍材の中心層集合組織を

Fig. 18. Effect of 2nd stage cold reduction on the $\{200\}$ pole figures of 2nd stage cold rolled and recrystallized Ti stabilized low C,N-17%Cr stainless steel sheets in which a strong $\{554\}\langle 225 \rangle$ type recrystallization texture is developed by 1st stage cold rolling and annealing. (Other variables based on the 2CR standard processing condition, Ti=0.34%)

Fig. 19. Effect of intermediate annealing temperatures on average r value and grain size after the 2nd cold rolling and subsequent annealing of commercial Ti stabilized low C,N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the 2CR standard processing condition)

Fig. 21 に示す。熱延までは SUS430 に比べて低 C,N 化すると $\{001\}$ と $\{111\}$ 方位が著しく増加するが、それに Ti を添加すると $\{111\}$ 方位はほぼ同じであるが、 $\{001\}$ 方位が非常に減少する。これを焼鈍するといずれ

Fig. 20. Effect of final annealing temperature on average r value of the 2nd cold rolling and subsequent annealing of commercial Ti stabilized low C,N-17%Cr stainless steel sheet. (Other variables based on the 2CR standard processing condition)

の方位も減少し 集合組織は ランダム化するが、Ti 添加材は他の二者に比べて $\{111\}$ 方位が多く $\{001\}$ 方位が少ない特徴が認められる。Ti 添加により r 値が改善される原因は、後述のように冷延後の再結晶集合組織でもに説明されるが、熱延板集合組織のこの特徴も r 値を

Fig. 21. Hot rolled and annealed textures of Ti stabilized low C, N-17%Cr ($T_i=0.34\%$), low C, N-17%Cr and SUS430. (midsection)

改善させる原因の一つに副次的因子として作用すると考えられる。

熱延板集合組織におよぼす熱延仕上温度の影響は Fig. 8 に示したようにほとんどみられないにもかかわらず、低温仕上熱延をした材料の冷延後の再結晶集合組織の $\{111\}$ 方位が増加し、 r 値も向上する原因は、熱延板焼鈍および中間焼鈍温度の影響にみられたように、冷延前に存在する析出物状態が低温仕上熱延の方がより微細な好ましい析出状態になるためと推定される。

(2) 冷延集合組織

比較的ランダムな集合組織を有する熱延焼鈍板から出発して冷延率による集合組織変化は Fig. 14 に示したようである。この結果を松尾ら⁷⁾の集合組織形成機構モデルに従って考えると、ランダムな集合組織を約 30% 冷延すると均一変形による安定方位への回転により $\{554\}\langle 225 \rangle$ 方位が生じ、続いて約 50% 冷延により $\{554\}\langle 225 \rangle$ から安定方位への回転で $\{112\}\langle 110 \rangle$ と不均一変形による不安定方位への回転分散により $\{111\}\langle 110 \rangle$ が生ずる。これを約 80% 冷延すると、 $\{111\}\langle 110 \rangle$ から安定方位への回転が生じて強い $\{112\}\langle 110 \rangle$ 方位の集積が生ずる。さらに約 90% の高い冷延率では $\{112\}\langle 110 \rangle$ から安定方位への回転により $\{001\}\langle 110 \rangle$ 方位が生じ RD// $\langle 110 \rangle$ 軸

繊維組織となる。このような冷延集合組織の形成過程は、明瞭な $\{554\}\langle 225 \rangle$ 方位の集積を有する鋼板を出発材として冷延による集合組織の変化を検討した Fig. 18 の結果でより明らかである。GOODENOW ら⁵⁾も Ti 添加炭素鋼の研究において、Ti 添加の有無によって冷延集合組織の形成過程に差が認められないことを報告しているが、17%Cr ステンレス鋼においてもほぼ同様である。現象的には、Ti 添加の効果は再結晶集合組織で明瞭に認められる。

(3) 再結晶集合組織

Ti 添加 17%Cr ステンレス鋼の冷延および再結晶集合組織の冷延率による変化を本実験結果に従ってまとめると Fig. 22 のようになるであろう。30% 程度の低い冷延率では特定の方位への再結晶が起こらない。50% 程度になると $\{554\}\langle 225 \rangle + \{111\}\langle 110 \rangle$ 方位がそのまま再結晶されたようなドーナツ状の集合組織となる。80% 程度では強く $\{112\}\langle 110 \rangle$ 方位に集積した冷延集合組織となり、それから $\langle 110 \rangle$ 軸まわり 35° の回転関係にある $\{554\}\langle 225 \rangle$ 方位へ再結晶が急速に進むように見える。この点、後でさらに議論する。90% 程度になると結晶回転が $\{001\}\langle 110 \rangle$ 方位まで進み、それを再結晶すると主方位の $\{554\}\langle 225 \rangle$ 方位の他に、再結晶の遅い $\{001\}\langle 110 \rangle$ 方位は蚕食されるが、それより再結晶の速く多量に存在している $\{112\}\langle 110 \rangle$ 方位は副方位として残存すると考えられる。

再結晶集合組織におよぼす Ti 添加の効果の一つは、SUS430 で強い存在が認められる $\{110\}\langle 001 \rangle$ 方位が認められないことである。DAVISON⁸⁾は、Ti 添加 18%Cr-2%Mo ステンレス鋼において詳細に検討し $\{110\}$ 方位成分は全く認められない事を確めている。 $\{110\}$ 方位は最も再結晶しやすい方位で、 $\{110\}\langle 001 \rangle$ 方位は $\langle 110 \rangle$ 軸まわり 35° の回転関係にある $\{111\}\langle 112 \rangle$ (near $\{554\}\langle 225 \rangle$) 方位から再結晶して来るといわれている⁹⁾。松尾ら⁷⁾は、3次元結晶方位解析の結果から $\{110\}\langle 001 \rangle$ 方位は最も顕著にひずみ解放が抑制される方位であること

Fig. 22. Effect of cold reduction on the cold rolled and recrystallized textures of Ti stabilized low C, N-17%Cr stainless steel.

を示した。彼らはこの解釈として $\{110\}\langle 001\rangle$ と $\{111\}\langle 112\rangle$ 方位は結晶幾何学的に刃状転位からなる単純傾斜境界で結ばれていると推定し、析出物によつて刃状転位の上昇運動が抑制される事実から再結晶進行とともに析出して来る AIN が、単純傾斜境界の合体消滅を強く抑制する結果、 $\{110\}\langle 001\rangle$ の核生成がおさえられると考えた。本報告で示した Ti 添加による $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位の抑制も、微細な Ti(C, N) の存在により同様な抑制効果が表われたと考えられる。

Ti 添加の第 2 の効果は、強い $\{554\}\langle 225\rangle$ 再結晶集合組織が得られることである。秋末¹⁰⁾は、Nb 添加炭素鋼において Nb の微細な析出物が存在する場合、冷延率が高く十分な $\{112\}\langle 110\rangle$ 方位が存在するようになると $\{554\}\langle 225\rangle$ から $\{112\}\langle 110\rangle$ 方位に向つて回転しているねじれ領域に発生するサブグレインが再結晶組織全体を支配するようになり、強い $\{554\}\langle 225\rangle$ 再結晶集合組織が得られることを報告している。この考え方が Ti 添加鋼の場合にも適用できるとすれば、本報で示した冷延集合組織で $\{112\}\langle 110\rangle$ 方位への回転が顕著になつて始めて強い $\{554\}\langle 225\rangle$ 再結晶集合組織が得られる実験結果は、冷延マトリックス中での $\{112\}\langle 110\rangle$ 方位の増加は秋末のねじれ領域の増加を意味し、このエネルギーの高い領域から $\{554\}\langle 225\rangle$ 方位が再結晶してくると考えられる。

寺崎ら¹¹⁾は Ti 添加炭素鋼、また宮地ら¹²⁾は Cu 添加 17%Cr ステンレス鋼において、微細析出物の存在により in-situ 再結晶が優先し、冷延マトリックスに存在量の少ない $\{110\}$ 方位は、多量に存在し $\{110\}$ に次いで再結晶しやすい $\{111\}$ 方位の再結晶の進行に伴つて吸収されて Ti 添加に特徴的な $\{554\}\langle 225\rangle$ 再結晶集合組織が得られるとの考え方を報告している。しかしながら、 $\{112\}\langle 110\rangle$ 方位が冷延マトリックスの主方位になつてから特徴的な $\{554\}\langle 225\rangle$ 再結晶集合組織が得られるという本報の実験結果に従えば、秋末のねじれ領域のような高エネルギー領域の存在を仮定した方が、冷延マトリックス中に $\{111\}\langle 112\rangle$ の存在量が多くそれが in-situ 的に再結晶されると考えるよりも考えやすい。松岡ら¹³⁾は Ti 添加極低炭素鋼の研究から、焼鈍の進行に伴い析出物の凝集、粗大化が進み、転位および粒界の拘束力が変化することの重要性を指摘しているが、本報告の 850°C で 2 min の短時間焼鈍ではこの影響は小さいと考えられる。

以上の考察から、低 C, N-17%Cr ステンレス鋼に Ti を添加する効果は現象的に次のように理解される。すなわち、冷延前に好ましい微細な Ti(C, N) 析出物を形成することによりかなり高いある範囲の冷延率で強い

$\{112\}\langle 110\rangle$ 冷延方位を発達させ、再結晶焼鈍において微細析出物が $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位の再結晶を抑制し、強い $\{554\}\langle 225\rangle$ 型再結晶集合組織を優先的に形成させる結果、 r 値を著しく改善することにあると考えられる。今後、好ましい Ti(C, N) の析出物の粒径や分布状態およびこれが再結晶抑制に際して方位依存性を示す機構の検討が望まれる。

4.2 r 値におよぼす Ti 添加の効果

低 C, N-17%Cr ステンレス鋼の r 値におよぼす Ti 添加の効果を検討し、炭素鋼と同様に Ti 添加により r 値の著しく高いステンレス鋼が得られることを明らかにした。

r 値に影響する製造因子について考察すると、Ti 添加により

- (i) 再結晶温度は高温側に移行する。
- (ii) 熱延板集合組織にやや $\{111\}$ 方位が多く、 $\{001\}$ 方位が少なくなる。
- (iii) 熱延仕上温度は低い方が r 値が向上するが、これは冷延焼鈍板の $\{111\}$ 方位の増加を通して現われる。
- (iv) 熱延板焼鈍の昇温速度は早い方が、また冷却速度は水冷や炉冷よりも空冷の方が r 値が向上する。
- (v) 熱延板および 2 段冷延の中間焼鈍温度は 950°C 以上では析出物が粗大化し粒成長が著しくなり r 値はやや低下する。
- (vi) 冷延率は高いほど r 値は向上する

などが明らかになつた。これらの実験結果は、 r 値の改善、より基本的には r 値改善に好ましい再結晶集合組織の形成に冷延前に存在する微細析出物の存在が大きく寄与するとの立場を支持しているようである。しかしながら、本報は r 値および集合組織におよぼす製造条件の影響を現象的に整理することを目的としており、その他 r 値に影響するといわれている固溶 Ti⁵⁾あるいは炭化物形成に伴うマトリックス純化の効果¹⁴⁾を明確に識別する実験条件を用いておらず、それぞれの効果を明確に分けて議論することは、本報の実験範囲をこえる。

r 値の面内異方性について若干ふれておくと、従来 SUS430 で $r_{45^\circ} < r_{0^\circ} < r_{90^\circ}$ の V 型の面内異方性が得られるのは、 $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位の影響であると理論的検討⁹⁾を含めて考えられて来たが、 $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位が全く存在しない場合でも V 型の面内異方性が得られる理由については DARISON⁸⁾が Ti 添加 18%Cr-2%Mo 鋼の場合について定性的に考察し、さらに最近 JONGENBUGOR ら⁷⁾はより定量的に検討し、理論的にもその可能性が明らかにされつつある。Ti 添加低 C, N-17%Cr ステンレス鋼においても $\{200\}$ 極点図で検討した結果、 $\{110\}\langle 001\rangle$ 方

位が全く認められない場合でも V 型の面内異方性が得られており、今後理論的にも検討したい。

5. ま と め

Ti 添加低 C, N-17%Cr ステンレス鋼の r 値と集合組織におよぼす製造条件の影響を検討した結果, r 値を向上させる製造条件として次のようにまとめられる。

(i) 熱延仕上温度を低く, 熱延板焼鈍温度は著しい粒成長が始まらない 900°C , 昇温速度は速く, 冷却速度は空冷程度がよい。最終焼鈍温度は, 高温ほど r 値は向上するが, 粗粒化による実用上の問題から 850°C が望ましい。冷延率は 1 段冷延工程では 80% 以上, 2 段冷延工程では 40%-60% の圧下配分が望ましいが, 本鋼の特徴として 1 段冷延でも 2 段冷延より r 値が劣ることはなく, Δr は冷延率が高い 1 段冷延の方が小さくなる。

(ii) Ti 添加量は約 0.2% が望ましいが, Ti 添加により再結晶温度は高温側に移行するので, 過剰の Ti 添加はさけるべきである。

(iii) (i), (ii) の製造条件を用いて, 冷延前に好ましい微細な Ti(C, N) 析出物を存在させることにより, 高い冷延率において強い $\{112\}\langle 110 \rangle$ 冷延方位を発達させ, 再結晶焼鈍において $\{110\}\langle 001 \rangle$ 方位を抑制して, 強い $\{554\}\langle 225 \rangle$ 型再結晶集合組織が形成されて, r 値を著しく向上させる。

終わりに, 本稿をまとめるにあたり, 集合組織検討結

果について御討議いただきました当社基礎研究所第 2 基礎研究室松尾宗次博士に深く感謝します。

文 献

- 1) 福田宣雄: Ti 添加鋼による超深絞り用冷延鋼板の製造に関する研究 (1973)
- 2) 岡崎謙二, 香川学, 鹿子木公春, 中山正, 高橋延幸: 金属学会誌, 39 (1975), p. 7
- 3) 清水峯男, 松倉亀雄, 高橋延幸, 品川保雄: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 2097
- 4) 福田宣雄, 清水峯男: 塑性と加工, 13 (1972), p. 841
- 5) R. H. GOODENOW and J. F. HELD: Met. Trans., 1 (1970), p. 2507
- 6) R. L. WHITELEY and D. E. WISE: Flat Rolled Products II, (1962), p. 47 [Interscience Publishers]
- 7) 松尾宗次, 速水哲博, 谷誠一郎: 製鉄研究, 276 (1972), p. 21
- 8) R. M. DAVISON: Met. Trans., 5 (1974), p. 2287
- 9) 阿部秀夫: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 882
- 10) 秋末治: 金属学会誌, 40 (1976), p. 206
- 11) 寺崎富久長, 高橋政司, 金子輝雄: 住友金属, 24 (1972), p. 230
- 12) 宮地博文, 渡辺敏: 金属学会誌: 40 (1976), p. 341
- 13) 松岡考, 高橋政司: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1134
- 14) 須藤正俊, 塚谷一郎, 橋本俊一, 小久保一郎: 鉄と鋼, 58 (1972), S. 268, S. 269
- 15) R. W. VIETH and R. L. WHITELEY: Collog. of IDDRG, (1964) [Inet. Sheet Metal Engineering, London]
- 16) P. JONGENBURGER, A. R. WACHTERS, and G. J. WENG: Met. Trans., 5 (1974), p. 2451