九州大学学術情報リポジトリ Kyushu University Institutional Repository

## 深絞り性の優れた熱延鋼板の製造法と疲労強度に関 する研究

薬師寺, 輝敏

https://doi.org/10.11501/3080208

出版情報:九州大学, 1994, 博士(工学), 論文博士 バージョン: 権利関係:

# 深絞り性の優れた熱延鋼板の製造法と 疲労強度に関する研究

寨師寺 輝敏

深絞り性の優れた熱延鋼板の製造法と疲労強度に関する研究

平成6年

薬師寺輝敏

	目 次	
第1章	章 序 論 ··································	10
	1.1 本研究の目的と意義	1
	1.2 論文の概要	8
第2章	富 高 r 值熱延鋼板を製造するための冶金学的検討 11~.	41
	2.1 緒言	11
	2.2 供試材および実験方法	11
	2.3 実験結果	15
	2.3.1 フェライト(α)域熱延後の硬さおよび集合組織	15
	2.3.2 再結晶焼鈍後の集合組織	19
	2.3.3 再結晶焼鈍後のr値およびCCV	22
	2.3.4 フェライト(α)域熱延材の回復再結晶挙動	26
	2.4 考察	31
	2.4.1 圧延時の固溶 C と r 値の関係	31
	2.4.2 固溶 C 低減のためのアプローチ	36
	2.5 <i>z b b b b b b b b b b</i>	41
第3章	こ 高 r 値 熱 延 鋼 极 を 製 造 す る た め の 残 械 的 因 子 の 検 討 42~	71
		42
	3.2 実験方法および実験結果	43
	3.2.1 圧延時の潤滑条件の影響	43
	3.2.2 圧ト率の影響	48
		52
		57
	3.2.5 「値の圧下率依存性におよばすロール栓の影響	59
	3.3 考祭	61
	3.3.1 圧 ト 率 / 3% の 場合の r 値 に およ は す	
		61
	3.3.2 全圧 下 挙 か 異 な る 場 合 の 取 扱 に つ い て	00
	3.4 まとめ	10

Ι

第4	章 疲労強度におよぼす集合組織の影響	- 117
	4.1 緒言	72
	4.2 使用材料, 試験片および実験方法	73
	4.2.1 使用材料	73
	4.2.2 機械的性質	8 2
	4.2.3 疲労試験方法	86
	4.3 実験結果および考察	88
	4.3.1 B材, BP材, S材についての疲労試験結果	88
	4.3.2 A 材 につ い て の 疲 労 試 験 結 果	98
	4.3.3 X材についての疲労試験結果	104
	4.3.4 き裂伝ば挙動に及ぼす集合組織の影響	111
	4.3.5 き裂長さと深さの関係	115
	4.4 まとめ	117
第5	章 疲労き裂停留におよぼすひずみ時効の影響 118~	- 144
	5.1 緒言	118
	5.2 使用材料, 試験片および実験方法	120
	5.3 実験結果および考察	128
	5.3.1 S-N曲線	128
	5.3.2 疲労き裂疲労発生過程の連続観察	130
	5.3.3 き裂伝ば曲線	133
	5.3.4 疲労過程の硬さの変化	133
	5.3.5 停留き裂の存在について	137
	5.3.6 コーキシング効果の存在について	139
	5.4 まとめ	144
第6	章 応力勾配のある場におけるき裂発生過程 145~	- 174
	6.1 緒言	145
	6.2 使用材料, 試験片および実験方法	150
	6.3 実験結果および考察	154
	6.3.1 極低炭素A1キルド鋼の疲労き裂発生過程	154
	6.3.2 A1合金およびS20C小穴材のS-N曲線	156
	6.3.3 A1合金およびS20C小穴材のき裂伝は特性	156
	6.3.4 A1合金およびS20C小穴材のき裂発生過程の連続観察	160

6.3.5すべり帯とき裂の判別1646.3.6切欠き感度におよぼす結晶粒径の影響1686.4まとめ174

П

第7	章	炭素鋼	焼なまし材の回転曲げ疲労強度に及ぼす	
		表面加	工層の影響	· 175~197
	7.	1 緒言		
	7.	2 使用	材料, 試験片および実験方法	179
	7.	3 実験	結果および考察	180
		7.3.1	旋削後の表面加工層	180
		7.3.2	S-N曲線	185
		7.3.3	き裂発生と伝ば挙動について	187
		7.3.4	大きなき裂の伝ば挙動について	195
	7.	4 まと	ы	197
20. 0	. 100	4A +T.		100 000
<b>第 8</b>	早	移行		198~202
謝	辞			203
菸	考	汶 献		204~208

#### 第1章 序論

#### 1.1 本研究の目的と意義

わが国の薄板製造技術は自動車工業の歴史と深くかかわりあって発展してき た.高いプレス成形性が要求される自動車用鋼板は当初米国製のものと比べて 価格も2.2倍と高く,加工性も悪かった.このため日本の鉄鋼メーカーは軟質で 成形性の優れた鋼板を大量に生産するという命題に取り組んだ.1950年代から 60年代にかけて再結晶および集合組織制御の研究が精力的に行われ<sup>1)21</sup>.70年代 の真空脱ガス装置の技術革新と相まって,極低炭素鋼板や超清浄鋼板のような 超深絞り用冷延鋼板が開発されるようになった.生産性の面では,1970年代に 連続鋳造,連続圧延,連続焼鈍技術が確立され,わが国は名実ともに世界のト ップレベルの座を確保した.1980年代になるとアジアの諸国も大規模な製鉄所 を建設し,豊富な資源と安い労働力を背景に世界の市場に参入するようになっ た.これに対し我が国の鉄鋼メーカーは省力化や,品質の更なる向上を図り対 処してきた.しかし通常の省力化も限界に達しつつあり,それに加えて昨今の 円高によってわが国の鉄鋼業界は急速に国際競争力を失いつつある.このよう な情勢の中では,製造行程そのものの改変に基づく,大幅な省力化が望まれる.

深絞り用の鋼板は、比較的付加価値が高く、また製造過程に多くの行程を要 するので、その行程省略について検討することは有意義である. 図1.1に深絞り 用鋼板の製造行程の概略を示す. 図1.1-(a)は現在行われている深絞り用の冷延 鋼板の製造行程である. これに対し、冷間圧延を省略して深絞り用の鋼板を製 造する方法(図1.1-(b))と、薄スラブ連鋳機を使った鋼板製造方法(図1.1 -(c))が考えられている. 薄スラブ連鋳機を使った鋼板製造方法(図1.1 -(c))は、熱間圧延を省略して冷延鋼板を製造しようとするものであり、大幅 な行程省略を図ろうとする画期的な考え方である. しかし現在の所、薄スラブ 連鋳機そのものもまだ開発段階であり、また材質的な面も考慮すれば<sup>3)</sup>、現実 のものとなるにはかなり時間を要すると考えられる. 一方、図1.1-(b)の方法は 製造設備については既存の技術で対応可能であると考えられる. それにも拘ら ずこれについてこれまでほとんど注目されなかったのは、この方法で深絞り鋼 板を製造することは、材質的に困難であるとされていたからである. 以下この ことについて説明を加える. 深絞り用鋼板の製造において集合組織の重要性は 良く知られており<sup>41</sup>、深絞りを良好にするための集合組織制御は通常、冷間圧



図 1.1 深絞り用鋼板の製造工程概略 (a)冷延鋼板,(b)高r値熱延鋼板,(c)熱延省略型冷延鋼板 延とそれに続く焼鈍行程において行われてきた. 図1.1-(b)は、この集合組織の 制御をAr3変態点以下のフェライト( $\alpha$ )域の温度での熱間圧延とそれに続く焼 鈍行程で行おうとするものである. しかし通常の低炭素鋼をAr3変態点以下の温 度で熱間圧延した場合,板中心部および表層部共に、深絞り性が期待できない ばかりか,かえって深絞り性に悪影響を及ぼすような集合組織が形成される<sup>6)</sup>. このことは、冷延鋼板の素材となる熱延鋼板において、集合組織に及ぼす圧延 温度の影響について行われた研究によって比較的古くから知られていたことで ある<sup>7)8)</sup>. このような理由で深絞り用鋼板の製造を念頭においた熱延行程での 集合組織制御の研究は最近までほとんど見られなかった<sup>5)</sup>. ところが、近年に なって、極低炭素Ti添加鋼ではAr3変態点以下の温度で熱間圧延した場合にも板 の中心部で深絞り性に良い集合組織が形成されることが報告されて以来<sup>9)</sup>, こ の分野の研究が精力的に行われるようになった<sup>10)~16)</sup>. しかしα域熱延-再結 晶焼鈍時の集合組織形成には、鋼の組成、圧延前処理、圧延温度、圧延圧下率、 潤滑条件、焼鈍条件等影響する因子は多く、集合組織を安定して制御するのに 必要な詳細な研究はなされていない.

本研究の第一の目的は、 α 域の温度における熱間圧延とそれに続く焼鈍行程 で集合組織の制御を行い冷延鋼板と同等の深絞り性を有する熱延鋼板を製造す る技術を確立する事にある.

鋼板の深絞り性は r 値(ランクフォード値)で評価される事が多い. r 値と は板状試験片に10~20%のひずみを与えたときの幅方向のひずみ  $\varepsilon_{*}$ と厚さ方向 のひずみ  $\varepsilon_{+}$ との比 r =  $\varepsilon_{*}$ / $\varepsilon_{+}$ のことであり(図1.2),深絞り変形でのフ ランジ部の流入の変形抵抗の指標となるものである<sup>17)</sup>.等方性材料では r = 1 であり,幅ひずみが厚さひずみよりも大きいときは r > 1,その逆の場合は r < 1 である.深絞り成形においては,r < 1 であれば幅ひずみよりも板厚ひず みの方が大きいので,フランジ部からの流入が十分行われないうちに板厚が減 少するため,深絞りが十分行われずに破断することになる.r > 1 であれば, その反対で深絞り性は良好である.深絞り成形性の試験の代表的なものにSwif tカップ試験があるが,軟鋼板の場合,カップ試験の限界絞り比(L.D.R)は, 引張試験によって求める事のできるr値の平均値(以後 r 値と呼ぶ)ときわめ てよい相関をもつことが知られている<sup>18)</sup>(図1.3<sup>19)</sup>).ここで,r = (r  $\alpha$  + 2 r 45 + r 90)/4 であり, r 0, r 45 および r 90 はそれぞれ圧延方向に対して平 行,45°の方向,直角方向に切り出した試料のr 値である.一般の熱延鋼板の



図 1.2 深絞り加工とランクフォード値(r値)





〒値は1以下である. 通常の熱間圧延はArs変態点以上の温度で圧延が行われ, 圧延終了後の冷却過程で $\gamma - \alpha$ 変態が起こるために熱延鋼板の結晶方位はほぼ ランダムとなるが,僅かに形成される集合組織が下値に悪影響を及ぼしてr < 1となると考えられている.本研究では,下値が冷延鋼板並の2.0以上の高い値 を示す高下値熱延鋼板(以下では高r値熱延鋼板と呼ぶ)を製造するための種 々の検討を行った.

一般に熱延鋼板では、加工性の検討と共に疲労強度について検討する必要が ある.特に高r値熱延鋼板の用途として考えられる燃料タンクや圧力容器の場 合,疲労き裂の発生や伝ばは致命的である.また,高r値熱延鋼板の素材とな る低炭素鋼の疲労について研究することは、単に高r値熱延鋼板の強度評価に 対して有効なだけでなく、炭素含有量のきわめて低い鋼、または鉄の疲労挙動 を明らかにすることにもなり、したがって様々な因子が複雑に絡み合う炭素鋼 の疲労挙動を解明するための重要な手がかりを与え、学問的な意義も大きい.

本研究の第二の目的は、高r値熱延鋼板とその素材である極低炭素鋼の疲労 試験を行い、以下のことについて検討を加えることである.

高r値熱延鋼板が,これまでの熱延鋼板と大きく違う点は,強い集合組織を 持っていることである.工業的に使われる金属材料を構成する単結晶は立方晶, 正方晶,六方晶など対称性の高い結晶構造を有するものが多いが,それらの単 結晶は物理的,化学的,機械的性質の異方性を示すことが多い.それゆえ金属 材料はそれらの持つ集合組織の優先方位成分の方位と密度に応じて各種の性質 の異方性を示すことになる.しかし,集合組織が疲労強度に及ぼす影響につい ては検討された例は少なく,高r値熱延鋼板を製品化する場合にはこの検討が 必要不可欠である.そこで,実験室で製作した高r値熱延鋼板,および様々な 集合組織を持つ鋼板について,平面曲げ疲労試験を行い,疲労強度,特にき裂 伝ばにおよぼす集合組織の影響について検討した.

また高r値熱延鋼板の素材としてはInterstitial-Free 鋼(以下IF鋼と略 す)を使用した.この材料は,通常の炭素鋼と異なり,引張り試験において明 瞭な降伏点を示さず.また非時効性であることが特徴的である.これらの現象 は、CやNのような侵入型固溶原子による転位のくぎづけ,すなわちCottrell 雰囲気の形成が行われないことに起因する.鉄鋼材料の疲労における明確な疲 労限度とS-N曲線における折れ点の存在は、このひずみ時効に起因する<sup>20)~22</sup> 粒界の強度に起因する効果<sup>24</sup> によるものとする考えも示されている. そこで, ひずみ時効を示さない I F 鋼において,疲労限度の存在,き裂の停留および, コーキシング効果について検討した. このことによって,き裂の停留におよぼ すひずみ時効の寄与について重要な知見が得られた.

高r値熱延鋼板に用いる極低炭素鋼は高純度であるために、粗大な結晶粒と なることがある.鉄鋼材料の場合、き裂は1結晶粒程度の有限な長さを単位と して発生することが明らかにされており<sup>25)</sup>、切欠き材において切欠き係数βが 応力集中係数αよりも小さい値となること<sup>26)</sup>もこれと密接に関係すると言われ ている.ここでは先ず、極低炭素鋼に見られる粗大な結晶粒においても、平滑 材のき裂発生について通常の炭素鋼と同様であるかどうか検討した.更に切欠 きによる応力勾配のある場において、き裂発生がどのようになるか通常の炭素 鋼焼なまし材、および時効硬化A1合金について検討を行い、両者の差を明らか にした上で、粗大な結晶粒の場合通常の炭素鋼の延長として考えることができ るかどうかを検討した.

疲労き裂は、ほとんどの場合表面から発生するので、疲労の問題を取り扱う とき、表面の加工層を無視して考えることはできない. そこで疲労強度に及ぼ す表面の加工層の影響についても、回転曲げ疲労試験を行って検討を加えた. なおこの場合については、実験の都合上材料として通常の炭素鋼焼なまし材の みを用いた.

#### 1.2 論文の概要

本論文の構成は以下の通りである.

第1章は、序論であり、本研究の目的と意義を述べた.

第2章では、高r値熱延鋼板を製造するための冶金学的な検討を行った結果 を述べた. 極低炭素鋼にTiおよびNbを添加すると、α粒の再結晶温度が上がり、 したがって800℃のα高温域で圧延しても冷間圧延と同様な加工組織が得られる ことを示した. この温度では変形抵抗がそれほど大きくないので, 既存の熱間 圧延機で圧延することが可能である.また加工組織が残るような温度域であれ ば圧延温度は再結晶集合組織を決定する支配的な要因にはならないこと、およ び再結晶集合組織には熱延時の固溶C量が大きな影響を及ぼすことを明らかに した。また熱延時に固溶Cを無くしておけば焼鈍後に冷延鋼板同様の再結晶集 合組織が得られ、その結果冷延鋼板と同等のr値を持つ鋼板が得られることを示 した. このためにもTiおよびNbの添加は有効な手段である. すなわち, Tiおよ びNbを添加すれば、TiCやNbC等の析出物の生成によって鋼中の固溶Cをすべて 固着させ,熱延時の固溶Cをゼロとすることが出来る.温度が高いほどTiおよ びNbの炭化物は分解しやすいので、圧延前の加熱温度は低い程高いr値が得ら れることを示した. 更に, 実操業では加熱温度を下げられない場合もあるが, その際は鋼中に微量のSを添加しておけば、炭化物の析出が促進され、結果的 に熱延時の固溶Cを低減する事が出来ることを明らかにした.

第3章では、高r値熱延鋼板を製造するための圧延に関連する機械的因子に ついて検討した結果について述べた。冷間圧延に比較すると熱間圧延では、鋼 板とロールの間の潤滑はほとんど行われていないに等しいのが現状である。し かしながら圧延時の潤滑条件はr値に大きな影響を与える。本研究によれば、 潤滑条件の良いものほど高いr値が得られるが、これは板表面のせん断ひずみ に起因するものである。また、α域の温度での圧下率について、冷延鋼板同様、 圧下率を高くする程r値は高くなるが、90%を越える過剰な圧下率はかえってr 値を低下させることを指摘した。通常の熱延では圧下率が95%にもなるために、 このことは重要な意味をもつ。更に高r値熱延鋼板のr値は、圧延ロール径に も影響され、大径ロールで圧延した鋼板ほどr値は高くなることを示した。こ のことは冷間圧延再結晶焼鈍鋼板の場合も同様であり、実験の容易な冷延鋼板 で詳しく検討した結果、冷間圧延再結晶焼鈍鋼板のr値は、(圧延ロール径) /(板厚)と良い相関をもつことを明らかにした。 第4章から7章は疲労についての検討結果である.

第4章では、疲労強度に及ぼす集合組織の影響について述べた. ここでは実 験室で製作した高r値熱延鋼板とその予ひずみ材、 (110) <001>集合組織を持つ 極低炭素A1キルド熱延鋼板、 (100) <011>集合組織を持つ低炭素A1キルド熱延鋼 板、更に、特定の集合組織を持たない通常の極低炭素Ti添加熱延鋼板を供試材 として、平面曲げ疲労試験を行った. その結果、集合組織はき裂伝ば速度の応 力依存性に影響を及ぼすが、疲労強度については特に大きな影響を及ぼさない ことを明らかにした.

第5章では、疲労限度の存在および疲労き裂の停留に及ぼすひずみ時効の影響について述べた. 高r値熱延鋼板の素材として使用される極低炭素Ti添加IF 鋼は、CやNのような侵入型固溶原子が析出物として材料内に固着されている ために、非時効性であり、したがって疲労過程でのひずみ時効が起こらない. そのため、明確な折れ点が認められず. 実験の範囲内ではコーキシング効果は 僅かであることを明らかにした. また非時効性であるにも拘らず平滑材の疲労 限度の応力において停留き裂が認められることを示し、疲労過程におけるひず み時効は、き裂の停留に重要な役割を果たすものの、ひずみ時効はき裂の停留 に必ずしも必要ではないことを明らかにした.

第6章では、各種条件下の疲労き裂の発生について述べた. 高r値熱延鋼板 に用いる極低炭素鋼では、不純物が少ないために結晶粒が非常に大きくなるこ とがある. このような粗大な結晶粒の場合でも、一般の炭素鋼の場合と同様に 平滑材では疲労き裂は1結晶粒程度の有限な長さを単位として発生することを 明らかにした. また、応力勾配のある場においても、き裂発生が1結晶粒程度 を単位として発生することを、炭素鋼焼なまし材と時効硬化A1合金を比較する ことで明かにした. 更に粗大な結晶粒を持つ極低炭素鋼の場合においても通常 の炭素鋼の延長として考えることが出来ることを述べた. このように応力勾配 のある場においても疲労き裂が結晶粒単位で発生することは切欠き感度に結晶 粒径の大きさが大きな影響を及ぼすことの背景となる.

第7章では疲労強度に及ぼす表面加工層の影響について述べた.疲労き裂は 表面から発生するのが普通であるから、材料の疲労強度を評価する場合、試験 片表面状態や表面近くの加工層が疲労強度を大きく左右することになる. S200 焼なまし材を用いた実験により、旋削条件によって疲労限度が大きく変わり、 表面に加工層が無いものと比較して旋削材は疲労限度が大幅に上昇することを 示した.またき裂が発生,伝ばしてある程度長くなると,き裂伝ば抵抗は加工 層の無い試験片とほとんど同じにであることを指摘した.これは疲労限度の上 昇が表面のみの加工硬化と残留応力に起因しているためである

第8章では上記の各章で得られた結果を要約して述べた.

#### 1. 4. 2014 First States

## 第2章 高r値熱延鋼板を製造するため の冶金学的検討

#### 2.1 緒 言

低炭素鋼の冷延-再結晶過程における集合組織形成に関する研究は過去膨大 なものがあり<sup>1121</sup>,冷延鋼板の材質を飛躍的に進歩させてきたのに対し,熱延 工程において集合組織の制御を行い,熱延鋼板の深絞り性の向上を図るための 研究は少ない<sup>3)</sup>.しかしながら極低炭素鋼の製鋼技術の発展に伴いいフェライ ト(α)域が高温域まで広がりこの温度での熱間圧延が容易となったことで, 近年になって熱延鋼板の集合組織制御に関する研究が精力的に成されるように なった<sup>41~6)</sup>. IF鋼では, α域で熱間圧延した場合でも中心部で強い <111>//N D 再結晶集合組織を持つことがあること<sup>7)</sup>,また潤滑圧延を行うと,表層部の (110)集合組織は低減され,板厚方向での集合組織の差が少なくなる事も報告さ れている<sup>418)</sup>.しかしα域熱延-再結晶焼鈍時の集合組織形成には,鋼の組成, 圧延前処理,圧延温度,圧延圧下率などの圧延条件,再結晶焼鈍条件等,影響 する因子は多く,そのいずれについても詳細な議論は成されていない.

本章では、これら影響因子の中から、圧延温度の影響および圧延時の固溶 Cの 影響について調査し、冷延鋼板と同等の深絞り性能を有する熱延鋼板製造の可 能性について検討を行った.

#### 2.2 供試材および実験方法

供試材の化学成分を表2.1に示す. いずれも炭素含有量約40ppmの極低炭素-A 1キルド鋼で真空溶製したものである. 基本鋼をA鋼とし, それにC+Nの原子 当量以上にTiを添加したものをB鋼, Nbを添加したものをC鋼, TiとNbを 複合添加したものをD鋼とする. これらの80mm角鍛造材を, 1200 ℃に加熱して 仕上げ温度900℃で粗圧延した後,冷却の過程で700℃に1h保持して炉冷した. 粗圧延後の熱処理は,鋼中のC, Nを完全に炭窒化物として析出させることを 目的としたものであり, こうして得られた素板から圧延用試験片を採取した. 圧延は実験用の2スタンド高速圧延機を用いた. この圧延機は最大圧延荷重65 tonf, 圧延速度25m/sの能力を有し, 圧延時の荷重やトルクを計算機に取り込む ことが出来る.

実験は図2.1に示すような2つの条件で行った. α域熱延(F1,F2,F3)は

表	2.	1	化学成分	(wt%)

	С	Si	Мп	Р	S	AI	Ti	Nb	N
A	0.0047	0.01	0.09	0.003	0.002	0.036	-	-	.0029
В	0.0032	0.02	0.10	0.002	0.001	0.029	0.11	-	.0020
С	0.0045	0.01	0.21	0.015	0.006	0.041	-	0.06	.0037
D	0.0035	0.02	0.11	0.002	0.001	0.019	0.04	0.04	D018

表 2.2 圧延条件

	Pass S	ch.	Roll Dia.	Roll Vel.
	(mm)	%	(mm)	(m/s)
R1	10 +4.5	55	300	0.8
F1	4.5+3.0	33	220	3.75
F2	3.0+2.4	20	"	"
F3	2.4+1.2	50	300	20



図 2.1 圧延工程概略図

2条件とも全く同様で、3パスで合計圧下率73%とし、圧延入り側の温度(FET) を400℃から800℃まで変化させた. α域熱延のパス間時間は, それぞれ約4 s と1 s である、基本的な圧延の条件(ロール径, 圧延速度, パススケジュール) を表2.2に詳しく示した、板厚方向の塑性歪を均一にするためにロールの表面に 牛脂を塗って潤滑した. 圧延後は全て空冷とした. 圧延条件(1)では、400℃か ら800℃の各α域熱延入り側温度に加熱均熱して3パスの圧延を行っている。溶 解度積の計算によると<sup>9)</sup>この温度範囲において B, D 鋼の場合 TiN, TiC は安定 である.また加熱時間が短時間であることでα粒の成長は無視できるので,析 出物, 固溶C, α結晶粒度等, 圧延温度以外の条件は, 圧延温度に関係なく通 常の冷延鋼板を製造する場合と同等である。したがって、圧延条件(1)の実験で は、 集合組織形成に及ぼす圧延温度の影響を純粋に抽出することが出来る。 な おC鋼では Nb(C.N)は800℃ではわずかに固溶する. 圧延条件(2)では, α域熱 延の前に試験片を 1150℃, および1000℃に加熱して炭窒化物を一部固溶させた 後1000℃から900℃の温度範囲で、1パス 55%の熱間圧延を行いフェライト粒度 の調整を行っている. その後, 各α域熱延の入り側温度まで空冷して, その温 度に $3 \min$ 保持した後に圧延を行った. 圧延条件(1)と比較し,  $\alpha$ 域における熱 延前の鋼中固溶 C の量が異なる実験である。比較の意味で冷間圧延も行ってい るが、試験機の能力の都合で7パスでα域熱延と同様の圧下率を得た、最終仕 上げ板厚は1.2mm, 板幅は65mmである. 圧延後, これらの試験片を酸洗いして表 面のスケールを除去した後,再結晶焼鈍(昇温速度20℃/h,均熱条件750℃× 3h)を施した試料について、 r 値および X 線による集合組織の測定を行った. 圧延方向及び圧延方向に対して45度の方向のr値は、12.5mm×100mmの短冊型試 験片を用いて測定を行い, 標点間距離を30mmとして3本の平均値とした. 圧延 直角方向は十分な長さの試験片が採取出来ないため、標点間距離を15mmとして 5本の平均値をとった.なおいずれも引張変形量は15%である.X線による解析 は板厚中心部についての低指数面の極密度及び (200)極点図を測定した.

図2.2にα域熱延の入り側温度と仕上げ温度の関係を示す.入り側温度が高い ときにはかなりの温度低下があり,例えば入り側温度が700℃の場合には出側温 度は平均640℃であった.600℃の入り側温度ではロールによる抜熱と加工によ る発熱とがほぼつり合い,出側温度も入り側温度にほぼ等しい値となった.本 章でのデータはすべて,圧延入り側温度(FET)を圧延温度として整理した.





#### 2.3 実験結果

#### 2. 3. 1 フェライト(α)域熱延後の硬さおよび集合組織

図2.3に圧延温度と圧延板板厚中心部のビッカース硬さの関係を示す. A 鋼で は600℃の圧延温度で硬さが100以下であり、それ以上の圧延温度ではほぼ一定 となっている. 光学顕微鏡による組織観察では700℃圧延材で10%程度の未再結 晶粒が存在し、800℃圧延材では再結晶が完了していることが認められた. 一方、 Ti,Nbを添加したIF鋼では再結晶温度が高くなり、800℃の圧延材でも加工組織 がほぼ100%残っている. またA 鋼の400℃圧延材では冷間圧延材よりもかえって 硬さが上昇している, これは動的歪時効によるものと考えられる. IF鋼ではこ の様な現象は認められず, いずれも圧延温度の上昇とともに硬さが低下する. IF鋼において炭窒化物の折出が十分でない圧延条件(2)の圧延では, α 域熱延時 に固溶 C,N がほぼゼロとなっている圧延条件(1)に比べて圧延荷重が大きく圧 延後の硬さも高い. これは C, N の固溶強化及び圧延後空冷過程での時効が原 因と思われる.

図2.4に、A、B 鋼について圧延温度を変えた場合の板厚中心部の極密度の変 化を示す. A 鋼において再結晶組織が得られている600℃以上の圧延温度で高い (110)方位,低い(222)方位が認められる. 500℃以下の未再結晶温度域になると 各方位とも急激に変化し、冷間圧延材と同等のレベルになる. 図中のすべての 温度域で未再結晶となっているB 鋼では、600℃以上の圧延温度において(110) 方位がわずかに減少する傾向にあるが、800℃の圧延温度でも冷間圧延とほぼ同 様の集合組織になっており、圧延集合組織に及ぼす圧延温度および圧延前処理 の影響は小さい<sup>10)</sup>. 図には示していないが、C、D 鋼についてもB 鋼と同様の 結果が得られた.

図2.5に各温度で圧延した圧延板の(200)極点図の一例を示す. A,B両鋼共に, 未再結晶温度域で圧延しているものは,冷間圧延の集合組織と大差はないが, A 鋼でやや{100}<011>を主方位とした{112}<110>に広がる方位が高い. A 鋼の 700℃圧延材では{110}<001>近傍の集積が非常に高く,これは圧延中または空冷 中の再結晶過程で形成したと思われる.次いで(100)面への集積が強いが,これ はわずかに残留している未再結晶組織に起因したものであると考えられる. B 鋼については,冷間圧延した試料と800℃以下の温度で圧延した試料は(200)極 点図ではまったく区別がつかないほど類似している.









FET=700°C

FET=500 °C



FET=RT (Cold rolled)

 図 2.5 フェライト域圧延後の板厚中心部での(200) 極点図 (Rolling condition (2) T。=1000 ℃)

#### 2.3.2 再結晶焼鈍後の集合組織

図2.6に圧延後、750℃で3hの徐熱焼鈍を行ったA鋼およびB鋼の極密度を 示す.A鋼においては冷間圧延を行ったもの以外では、(222)方位は発達せず( 110)方位が比較的強くなっている.またA鋼のα域熱延では圧延後に再結晶し ているか.未再結晶であるかにかかわらず焼鈍後の極密度は圧延温度に対して連 続的な変化となっており、(200)方位は圧延温度が低下するに従って減少し冷延 鋼板のそれに近づく.またA鋼では圧延前処理の影響は少ない.これらのこと は、A鋼には高温で炭化物を形成する元素が含まれていないことで、圧延前の 固溶 C 量が圧延前処理にかかわらず、各圧延温度での平衡固溶 C 量に近い一定 値となるためであるとと考えられる.B 鋼において、図に示されている温度範 囲ではTiC, TiNはほぼ安定であり、圧延条件(1)の圧延ではα域熱延前の炭、窒化 物の状態は全て冷間圧延時と等しく、固溶 C 量はゼロであると考えらる.図2. 6に示すように、B 鋼では800℃以下の温度範囲において再結晶集合組織に与え る圧延温度の影響は小さいことが分かる.

図2.7に(200)極点図を示す. A 鋼の500℃圧延 – 再結晶焼鈍材は(110)<001>を 主方位としており圧延ままの状態で再結晶している試料と同様の再結晶集合組 織となっている.またこれらは低炭素鋼を固溶 C の多い状態で冷延 – 再結晶さ せた時と類似した集合組織である<sup>11)</sup>. B 鋼の場合, α 域熱延材の焼鈍後の再結 晶集合組織は, 圧延前処理の影響でその集積度は変化するものの, (554)<225> 近傍に集積を示し, 一般の冷延再結晶焼鈍材と基本的に変わらない<sup>9)</sup>. 図では 圧延条件(1)における B 鋼の800℃圧延材 と, 冷間圧延した試料の再結晶(200) 極点図を比べているが, 双方とも(554)<225>から板面法線より圧延方向に30度 傾いた <110>繊維軸の回りに回転させた方位にかけての集積が高い.



(記号は図 2.4と同じ、網掛は焼鈍前の値を示す. 焼鈍条件 750℃×3h)



#### 2.3.3 再結晶焼鈍後の r 値および C C V

図2.8にα域熱延-再結晶焼鈍後の下値を示す.ここで下値とは圧延方向,圧 延直角方向,および圧延方向に対して45度の方向の試験片から求めたr値の平 均値である. A鋼は圧延温度を下げるほど 「値は上昇し, 冷間圧延材に近づく. またα域熱延条件(1), (2)などの圧延前処理の影響はあまり受けない. これは, 鉄系の炭化物が安定でない温度範囲においては圧延前処理を変えても固溶C量 はあまり変わらないことが原因であると思われる. またGoss方位の発達に対応 して、 圧延直角方向の r 値(r 90) が非常に高いのが特徴である、また B 鋼の 圧延条件(1)の結果を見ると、冷間圧延と比べてパス回数の差や、高温になるほ ど潤滑剤の性能が劣化する等,実験上のマイナス要因にもかかわらず<sup>33)</sup>,800 ℃の圧延温度でも、「=1.9と高い値を示し、冷間圧延の「=2.13と比べ大差はな い. また B 鋼圧延条件(2)の冷間圧延の結果から、冷間圧延の場合も圧延前の固 溶 C が高いと良い r 値が得られないことが改めて確かめられた<sup>13)</sup>. 更に600℃ から800℃の圧延温度にかけて圧延温度を上げるほど(110)方位が減少するのに 対応してr値の面内異方性は減少している. C鋼は,800℃の圧延温度で「値が 低下する傾向にある. これは条件(1)の圧延においても 800℃の圧延前保持温度 で、Nb(C,N)の僅かな再溶解がある事が原因であると考えられる。D鋼は、下値 に及ぼす圧延温度の影響が小さい.

図2.9に、A鋼およびB鋼のコニカルカップ試験の結果を示す.A鋼は冷延鋼板で CCVが44.5mmであり圧延温度を上げるに従って値が増加し、800℃の圧延温度では46.3mmになる.またCCVに及ぼすα域熱延前処理の影響は小さい.一方 IF鋼であるB鋼では、CCVの圧延温度依存性は小さく、α域熱延材においても 44.1~44.3mmと非常に良い値が得られている.また圧延前処理の影響が現れ、 圧延条件(2)の方が値は良くない.これらの結果は図2.8の下値の結果と良く一 致する.図2.10に試験結果の例を示す.







図 2.9 コニカルカップ値におよぼす化学成分および圧延条件の影響



図 2.10 コニカルカップ試験後の試験片の一例 (a) A鋼 (b) B鋼 (Rolling condition (1), FET=800℃)

25

2. 3. 4 フェライト(α)域熱延材の回復再結晶挙動

B 鋼について圧延後の試料を400℃~850℃の各温度に保持したソルトバスに 2 min浸積して,回復再結晶挙動を調査した.

図2.11に仕上げ熱延前に固溶 C を含まない場合(圧延条件(1)) と含んだ場合 (圧延条件(2), To=1150°C)の700°C で圧延した後の再結晶過程における極密 度変化を示す.固溶 C を含んで圧延された場合には,再結晶過程で(222)強度が 一旦低下し,再結晶完了後の粒成長過程での増加の程度は固溶 C を含まない場 合に比べはるかに小さい.また(110)強度も非常に大きなものとなっている.粒 成長後に得られた極密度の値は F 値の結果とよく対応しており,固溶 C を含ん だ状態で圧延された場合に高い F 値が得られなかった理由は,再結晶過程での (222)結晶粒の優先的な核生成,成長が小さかったためと考えられる.また 圧 延条件(1)において,700°C で圧延した試料と冷間圧延した試料について各焼鈍 温度での硬さの変化および X 線回折線幅広がりの測定を実施した.回折線幅広 がりのバラメーターとして

B = (I min - I b) / (I max - I b)

を用いた. ここで Ι minは K α 1 と K α 2 ピーク間極小強度, Ι max は K α 1 近傍の 最大強度, Ι bは バックグラウンドの強度である. このパラメーターを用いて各 結晶方位別の相対的変化を評価するために, さらに

(BT-BR) / (BCW-BR)

を求めた. ここで B ⊤ は 各温度間での B の値, B R は 750 ℃ × 3 h 再結晶焼鈍後の B の値, B c w は 冷間圧 延後の B の値である.

図2.12に各焼鈍温度での硬さ変化及び(222),(211),(200)方位の回折線幅広 がりの変化を示す<sup>13)</sup>.冷間圧延材は焼鈍温度を上げるに従って硬さは低下しX 線回折線幅広がりも小さくなる.回復の度合は,(222),(211),(200)方位の順に 速いことが分かる.光学顕微鏡で再結晶粒の生成が確認されるのはおよそ650℃ である.一方,700℃のα域熱延材は600℃以下の焼鈍温度までは硬さやX線回 折線幅広がりはほとんど変化しない.図2.13に圧延のまま及び600℃×2minで焼 鈍した後の薄膜による電子顕微鏡観察結果を示す.冷間圧延の状態で転位は複 雑に絡み合い,一部にはセルを構成している.これを600℃×2minで焼鈍すると 内部にほとんど転位をもたず周囲と明確な境界を持つサブグレインが観察され る.一方700℃の圧延材では圧延ままの状態ですでにサブグレインが形成されて いて 600℃の焼鈍後も変化は少ない.つまりα域熱延材を圧延後空冷した状態 は、冷間圧延材をα域熱延の仕上げ温度付近の温度まで短時間で焼き戻した状態と非常に良く似ていることがわかる. さらに焼鈍温度を上げていくと冷間圧 延材とα域熱延材で硬さおよびX線幅広がりは、ほぼ同様の値を取るようにな り725℃~750℃の間で再結晶を完了する.











#### 2.4 考察

#### 2.4・1 鋼中固溶Cと「値の関係

図2.14にα域熱延-再結晶焼鈍鋼板の下値に及ぼす冶金学的な影響因子についてまとめた.特にこの図について圧延温度は,圧延入り側温度から出側温度にかけて幅をもたせて示している.圧延温度の影響,極低炭素鋼にTiを添加することによる再結晶抑制の効果,およびTiCの形成による鋼中固溶C低減の効果について図示しているが,中でもα域熱延の前の状態での固溶Cの影響が大きいことが分かる.そこで,α域熱延時の鋼中固溶Cを推定するために,これと直接関係するTi系,Nb系の化合物の析出挙動を調査した.

図2.15に示すように、B, CおよびD 鋼について圧延条件(2)のα域熱延前の 工程と同様の処理を行い、それぞれ高温加熱後水冷した試料、γ域熱延の後、 空冷し引き続いて700℃に3minおよび20min保持後水冷した試料、更に比較材 として1h保持後炉冷した試料の析出物を調査した. 化合物の抽出は定電流電解 法により行った. 素材の中心部から20mmx20mmx3mmの試験片を採取し、電流密度  $15mA/cm^2$ の条件で電解抽出を行った. 電解液は10%のアセチルアセトン、1%の テトラメチルアンモニウムクロライドおよびメタノールの混合液を用いた. ろ 過に用いたフィルターは、ポアサイズ0.2 $\mu$  mのメングランフィルターである. 抽出残差中のTi,Nb,N,S,NasA1N,の量をそれぞれ定量し 化合物型 Cを (C) と 表示し、(1)式で推定した. 式中 () はそれぞれの元素の折出物の量 (w t %) である.

B, D鋼の場合, 次のような式で示される.

(C) = (12/48) (Ti) + (12/93) (Nb) - (12/14) (N-Nas AlN) - (12/32) (S)

B, D 鋼のようにTiを添加した鋼の場合,全ての場合においてNはほとんど全 量が化合物として検出され,しかもA1Nは検出されなかったことで全量がTiNと なっていると思われる.高温加熱時にも安定にTiNとして存在している事は溶解 度積の計算からも推測され,ここで得られた結果と対応する.比較材の化合物 型C量を (C c t) として,これに対する各熱履歴での (C)の割合を図2.15に 示している.Nb単独添加のC鋼においてNb化合物はNb(C,N)と表わされ NbC×Nyの形で存在しxとyの比率が一定でないため<sup>141</sup> (C)を算出するす るのは難しい.そこでC鋼については,比較材のNb系の析出物の総量 (Nb c t) に対する各熱履歴での (Nb)の割合を炭化物の析出割合とした.高温加熱材

(1)



図 2.14 フェライト域熱延-焼鈍鋼板の r 値に影響をおよぼす諸因子



図 2.15 熱延前および熱延後のTiC またはNb(CN)の析出比

に比べて、低温加熱材では加熱時に残存する炭化物の量が多い. この析出物は それ自体で鋼中の固溶 C を下げることにもなるが、その後の熱延、冷却、均熱 過程での炭化物形成に析出核として有効に働いていると考えられる. D 鋼で認 められる低温加熱材の方が700℃×3 minの均熱段階での析出速度が速いと言う 傾向はこれを反映していると思われる. B, C 鋼の高温加熱材では、700℃×20 minの均熱保持後でもまだかなりの固溶 C が残っていることがわかる.

図2.16に熱延後700℃×3min保持の時の炭化物析出割合(図2.15に示したもの)と、この状態からα域熱延して再結晶焼鈍した後の下値(図2.8に示したもの)の関係を示す<sup>15)</sup>.この図の横軸はα域熱延圧延前の状態での巻取材に対する固溶Cの量を表すもので、一番右の状態は固溶Cがない状態、左に行くほどその量が増えることを表す.しかも3種類のIF鋼でCのレベルがほぼ等しいので横軸が示す固溶C量は3鋼種ともに同じレベルになっている.この図からα 域熱延前の状態の固溶Cと再結晶焼鈍後の下値は良い相関があることが分かる. さらに、炭化物形成元素の種類によって析出物の固溶量や析出速度の差はあるが、固溶C量で整理すると炭化物形成元素の種類にはあまり影響されないことが分かる.700℃でA鋼のCは全てが固溶しているとして同図にプロットすると、 相関の延長線上になることも興味深い.

冷延鋼板の場合においても鋼中固溶 C が再結晶集合組織形成に悪影響をおよ ぼすことは良く知られているが<sup>16)</sup>, α 域熱延鋼板の場合,冷間圧延鋼板と違う ところは,一般に仕上げ圧延の前に高温に加熱され,高温での加工を受けるこ とおよびα域熱延の温度自体が比較的高温であることから,圧延時に冷間圧延 とは比較にならない程多量の固溶 C を含み得ることである.したがって,α域 熱延鋼板の場合には鋼中固溶 C が更に大きな影響因子となると考えられる.固 溶 C が圧延時に作用するのか再結晶焼鈍時に作用するのかは,このα域熱延鋼 板の場合に限らず,冷延鋼板の場合においても完全に区別されているわけでは ない.いずれにしても現時点の実験結果では,2.3.4 に示したように圧延が終っ た時点またはその後のわずかな空冷時間の間で既に再結晶の核となる様なサブ グレインが発生しており,急熱焼鈍の前段階が終了している状態になっている. このような意味では,結果的に深絞り性に有効な再結晶集合組織を得るために は,α域熱延前の状態で固溶 C を少なくしておく必要がある事が結論づけられ る.



#### 2. 4. 2 固溶 C 低減のためのアプローチ

α域熱延-再結晶焼鈍鋼板の深絞り性を向上させるためにはα域熱延前の鋼中 固溶 C を低減させる必要があることを前述した. このためには,高温で比較的 安定な炭化物形成元素を添加して,圧延前の加熱温度をより低温にする事が有 効であるのは今までの実験結果で明かである.しかし実操業の場合,ほかの製 品と同一の加熱炉を使用する必要があるので,この製品だけ低温加熱する事に は問題がある.そこで,他の化学成分を変えることでα域熱延前の固溶 C を低 減することを検討した.一番考え易い方法はトータル C 含有量を低減する方法 である.そこで,表2.3に示すように C 量を4~73ppmと変えた極低炭素Tiキルド 鋼(L,M,H鋼)を新たに溶製した.

図2.17にその材料を用いて図2.1に示す圧延条件(2)で実験を行った結果を示 す.予想したように炭素含有量を低減するほど、下値が高くなっている.しか し、この現象は高下値熱延鋼板の場合に特に現われる現象ではなく、通常の冷 間圧延、焼鈍鋼板の場合についても、同様の傾向を示す事を考慮すると、熱延 前の固溶Cを低減させることで下値が向上したのではなく、材料そのものが改 善されたと考えるのが妥当である.必要以上のC量の低減は製鋼コストを引き 上げる結果となる. そこで、極低C-Ti添加鋼(B鋼)をベースにNを微量添 加したN鋼、Sを添加したS鋼、N、S複合添加したW鋼の真空溶製材を供試 材とし、図2.1の圧延条件(1)および(2)で実験した.表2.4にその化学成分を示 す.

図2.18に、それらの材料を用いた実験結果、すなわち各種圧延条件で下値に およぼす S, N量の影響を示した.

図2.19にその結果をまとめた<sup>17)</sup>. 仕上げ圧延前に固溶 C を零にする処理を行った場合(圧延条件(1))では, 冷延鋼板の場合も700℃圧延材の場合も同様に S 量の影響はほとんど認められず, N 量の増加は, 序値の低下を招く. これは 窒化物の増加にともなう粒成長性の低下によるものと考えられる. 一方圧延条 件(2)では, N, S 量の増加により下値の向上が認められる.

図2.20に、図2.19の圧延条件(2)におけるα域熱延直前のTi系析出物の定量結 果を示す. Nの増加は窒化物の増加をもたらし、Sの増加は、硫化物の増加を もたらしている. これらの析出物は高温でも比較的安定であることが知られて おり、1150℃、加熱の段階でも析出物の量は殆ど変わらない. また、N、S系 の析出物の増加に付随してα域熱延前の炭化物も増加していることが示されて いる. この炭化物は主に γ 域熱延からその後の冷却均熱段階において折出して いるものであるが,予め多量に存在する窒化物,硫化物を核に,その析出が促 進されていると考えられる. この様にNまたはSの添加に依って固溶 C 量の低 減を図ることが出来る. 再結晶焼鈍時の粒成長性等を考えるとSの添加が望ま しいことが分かる.

表 2.3 化学成分 (wt%)

Steel	С	Si	Mn	Р	S	Ti	A1	N
L	. 0004	0.01	0.10	0.001	.011	0.10	0.017	. 0016
M	. 0040	0.01	0.10	0.001	. 012	0.11	0. 022	.0014
Н	. 0073	0.01	0.10	0.002	. 013	0.11	0.018	. 0016

表 2.4 化学成分 (wt%)

Steel	C	Si	Mn	Р	S	Ti	Al	N
N	. 0038	0. 02	0.12	0.001	. 0013	0.11	0.030	. 0050
S	. 0035	0.02	0.12	0.001	. 0084	0.11	0.030	. 0035
W	. 0037	0.02	0.12	0.001	. 0084	0.11	0. 028	. 0050



図 2.17 フェライト域熱延- 焼鈍鋼板の r 値におよぼす C 量の影響





図 2.18 フェライト域熱延- 焼鈍鋼板のr値におよぼす S量の影響-(a), N量の影響-(b)



図 2.19 フェライト域熱延- 焼鈍鋼板の r 値におよぼす S, N 量の影響



図 2.20 熱延前のTiC の析出挙動におよぼす S, N含有量の影響

### 2.5 まとめ

フェライト(α) 域熱延鋼板の再結晶焼鈍後の集合組織および下値に影響を 及ぼす冶金学的な諸因子(圧延温度の影響および圧延時の固溶 C の影響など) を調査し,冷延鋼板と同等の深絞り性能を有する,熱延鋼板製造の可能性につ いて検討した結果,以下の結論を得た.

(1)極低炭素鋼にTiおよびNbを微量添加すると、フェライト粒の再結晶温度が上がり、800~700℃のα高温域で圧延しても冷間圧延と同様な加工組織が得られる. この温度では変形抵抗がそれほど大きくないので、既存の熱間圧延機で圧延することが可能である. また加工組織が残るような温度域であれば圧延温度は再結晶集合組織を決定する支配要因にはならない.

(2) 再結晶集合組織を決定するもっとも重要な要因は、圧延前の固溶Cである. Cを安定な炭化物として固着することによって、α域熱延の前の状態で固溶C を少なくしておくと、α域熱延-再結晶焼鈍後に冷延鋼板と同様の(554)<225> に強い集積を示す再結晶集合組織が得られる.α域熱延の前の固溶Cをゼロと し、かつ潤滑圧延を行うと、800~700℃の範囲で圧延しても下値=1.9という高 い値が得られた.

(3) α 域熱延の前の状態で固溶 C を低減させる方法として. 圧延前の加熱温度を より低温にすることが有効である. 実操業の場合これが困難な場合もあるが, その際には素材のトータル C 含有量を低減する方法, または N, S を微量に添 加する方法が有効である. N, S の添加は, 高温で比較的安定な窒化物, 硫化 物を増やし, これを核として析出する炭化物の析出を促進する.