

連続焼鈍缶用鋼板の 耐フルーティング性を支配する冶金的因子

丸岡 邦明*

Metallurgical Factors Affecting the Fluting Resistance of Continuous Annealed Tinplate

Kuniaki MARUOKA

Synopsis : Effects of annealing temperature and primary cooling rate in continuous annealing on the fluting resistance of soft temper tinplate were experimentally investigated. Based on its result, the influence of grain size, solute carbon and carbide morphology affecting the fluting resistance was studied. Main results are the following:

The more rapid the cooling rate is and the higher the annealing temperature is, the better the fluting resistance is improved. However, the dependency of the fluting resistance on cooling rate becomes small with the annealing temperature. Therefore, high temperature annealing is most effective and rapid cooling is second most effective to keep the fluting resistance acceptable under the normal reduction rate of temper rolling. These results mean that coarsening of grains is most effective, and the reduction of solute carbon is second most effective especially in the case of insufficient grain coarsening. Materials with fine and dispersed morphology of carbide show better fluting resistance than those with aggregated carbide on grain boundaries even if the grain size and solute carbon content are the same with each other.

Key words : low carbon steel; cold rolled product; tinplate; continuous annealing; fluting; solute carbon; grain size; carbide morphology; rapid cooling.

1. 緒言

調質度T-3以下の軟質缶用鋼板を連続焼鈍法で製造する場合、代表的加工法のひとつである円筒曲げの際に、フルーティング(腰折れ現象)という加工不良が生じることがある¹⁾。この現象を回避するための手法としては、通常1%程度で行われる調質圧延の圧下率をさらに高めること^{1,2)}、および焼鈍温度と一次冷却速度(連続焼鈍において、再結晶焼鈍完了後、鋼板を過時効処理温度まで冷却する速度)を高めることが考えられる。前者は、不可避的に加工硬化を伴うので、目標とする調質度よりさらに軟質の原板を用意しなければならない問題がある。

一方、後者の手法は、自動車用鋼板の時効後のプレス加工における耐ストレッチャ・ストレイン性の改善に用いられているものである。これは次のような冶金的考え方に基づいている。Ac₁変態点を越える高温焼鈍とAr₁変態点近傍までの徐冷とによりフェライトの最大固溶限まで固溶C量を高めて、さらにその後過時効処理温度まで急速冷却することにより、過時効処理中の炭化物析出の駆動力を高めて、連続焼鈍完了後の固溶C量を減少させる。その結果、歪時効を

抑制し、時効後の降伏点伸びを抑制してストレッチャ・ストレインを防止する。フルーティング(曲げ加工)とストレッチャ・ストレイン(張出し加工)とは加工の種類は異なるが、どちらも歪時効後の降伏直後の塑性不安定現象であるので、この手法は耐フルーティング性改善にも有効である可能性がある。本研究では、耐フルーティング性に及ぼす高温焼鈍および急速冷却の効果を実験的に調査し、その結果から耐フルーティング性に及ぼす結晶粒度、固溶C、炭化物形態などの冶金的因子の影響を検討した。

2. 実験方法

2・1 供試材

供試材には、実機設備で溶製、連続鑄造、熱間圧延、酸洗、冷間圧延を施された冷間圧延板(板厚0.8mm)を用いた。Table 1は、熱延板で分析したその化学成分を示す。抽出残滓法で定量したNasAlN量は0.0030%であるが、捲取り温度が745°Cと高いことと、フィルターを透過する微小なAlNは抽出残滓法で定量できないことを考慮すると、Nは完全にAlNとして固定されていると考えられる。Table 2の一部は、

平成7年10月31日受付 平成8年3月4日受理 (Received on Oct. 31, 1995; Accepted on Mar. 4, 1996)
* 新日本製鐵(株)鉄鋼研究所 (Steel Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 20-1 Shintomi Futtsu 293)

Table 1. Chemical composition of hot rolled sample (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Al	N	N as AlN
0.019	0.02	0.16	0.005	0.004	0.037	0.0035	0.0030

Table 2. Experimental procedure and conditions.

Hot rolling	Reheating temperature: 1083°C (1356K) Finishing temperature: 905°C (1178K) Coiling temperature: 745°C (1018K)
Cold rolling (mill)	Thickness: 4.01 → 0.80mm Reduction: 80.05%
Cold rolling (Laboratory)	Thickness: 0.80 → 0.30mm Overall reduction: 92.52%
Annealing	Infrared furnace Annealing temperature: 710, 730, 750, 800°C (983, 1003, 1023, 1073K) Annealing time: 60s Retard cooling: -10°C/s to 700°C (-10K/s to 923K) Primary cooling rate: -20, -100, -1000°C/s Overaging: 400°C (673K) - 120s
Temper rolling	Reduction 1.3%
Heat treatment simulating baking	210°C - 30min (483K - 1800s)

その熱間圧延および冷間圧延の条件を示す。

2・2 実験方法

これらの供試材は、Table 2 に示される条件に従って、さらに実験室で追加冷間圧延、連続焼鈍を模擬した熱処理、調質圧延、およびベーキング相当の熱処理を施した。ベーキング相当の熱処理は、製缶業者における塗装の乾燥工程を模擬したものである。曲げ加工は乾燥工程の後に行われるので、ベーキング相当の熱処理後の試料について、その耐フルーティング性を評価した。

耐フルーティング性の評価は、つぎのようにして行った。ひとつの実験水準の試料から長方形(35mm×130mm)の試験片を2枚採取し、1枚は直径40mmの3本の鋼ロールによって円筒状に変形させ、他の1枚は平らな実験台の上で試験片固定用の溝を備えた直径40mmの1本の真鍮ロールで海苔巻きを巻く要領で円形に変形させた。この時に発生するフルーティングの程度を、予め用意された限界サンプルと目視で比較することにより、1(皆無)、1.5(軽微)、2、3、4、5(極めて顕著)の6段階の評点で評価した¹⁾。つぎに、3本ロールによる評点と1本ロールによる評点とを平均して1実験水準の評点とした。

この試験法の場合、フルーティング評点が1.5以下であれば、フルーティングの発生する心配のないことが、需要家における実績から、わかっている。また、曲げ変形の結果得られる円筒状の曲率はスプリングバック量に依存するので、種々のものがあるが、フルーティングを構成する1本、1本の腰折れは試験片がロールに接触している間に起こる

ので、フルーティングを発生させる曲げ歪はロール径と板厚のみに依存し、本実験では一定に保たれていると考えられる。

また、歪時効に密接な関連を持つ侵入型固溶元素量を把握するため、調質圧延板(ベーキング相当の熱処理を施されていないもの)の内部摩擦係数 Q^{-1} を、逆さ吊りねじり振子型内部摩擦測定装置によって測定した。内部摩擦係数ピーク値 $Q^{-1}max$ をCおよびNのスネーク・ピークに分離する方法³⁾はよく知られている。また、固溶C量および固溶N量はそれぞれのスネーク・ピーク値に比例する⁴⁾ので、固溶量の絶対値を定量する比例係数も提案されている⁵⁾。しかし、前報¹⁾で述べたように、Fe、C、N以外の元素を多量に含む実用鋼材の場合は、スネーク・ピークの移動やサブ・ピークの出現を無視することができず、Fe-C-Nの3元系合金について導かれた分離のアルゴリズムを商用鋼に適用することに意味がないので¹⁾、本研究では敢えてCとNとを分離しない場合のスネーク・ピーク値 $Q^{-1}max$ を用いた。Nは前述のようにAlNとして大部分固定されているので、 $Q^{-1}max$ の大小は固溶C量の大小を反映することになる。

また、調質圧延板の結晶粒度番号を光学顕微鏡の観察によって決定した。

3. 実験結果

Fig. 1 は、焼鈍温度710°Cの試料の耐フルーティング性に及ぼす一次冷却速度の影響を示す。この焼鈍板の結晶粒度番号は9.5であった。この図から、ばらつきはあるが、冷却速度が大きいほど耐フルーティング性は改善される傾向にある。しかしこの焼鈍温度では、1000°C/sを越える急速冷却を行っても、耐フルーティング性を合格させる(フルーティング評点が1.5以下)には至らなかった。

Fig. 2 は、焼鈍温度750°Cの試料の耐フルーティング性に及ぼす一次冷却速度の影響を示す。この焼鈍板の結晶粒度番号は9.0であった。傾向は710°Cの場合と同じだが、全体に耐フルーティング性のレベルがよくなっており、冷却速度が100°C/s以上であれば、耐フルーティング性が合格(フルーティング評点が1.5以下)となる。

焼鈍温度が730°Cの場合は、710°Cとほとんど同じ結果が得られた。焼鈍板の結晶粒度番号は9.5であった。焼鈍温度が800°Cの場合は、冷却速度に関わらずフルーティング評点は1.5以下となった。焼鈍板の結晶粒度番号は8.5であった。以上の結果から、焼鈍温度が750°C以上、一次冷却速度が100°C/s以上であれば、通常の調質圧延圧下率(約1%前後)でも

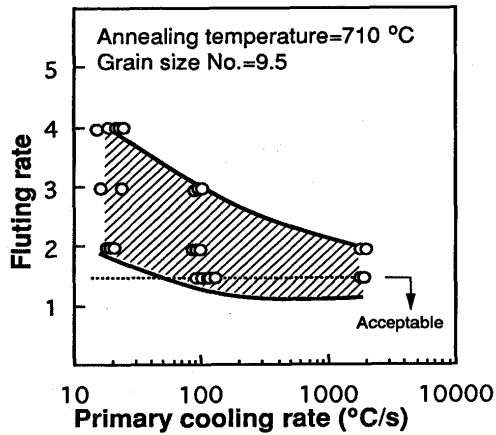


Fig. 1. Effect of primary cooling rate on the fluting resistance. (Annealed at 710°C).

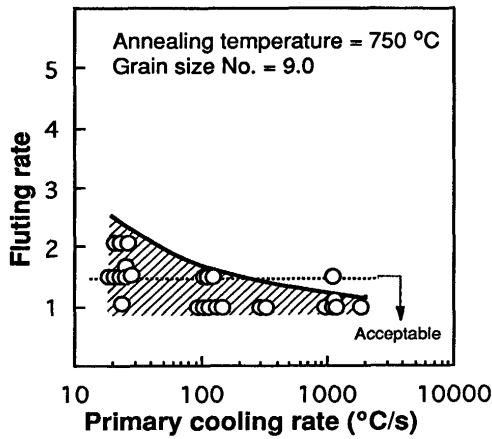


Fig. 2. Effect of primary cooling rate on the fluting resistance. (Annealed at 750°C).

耐フルーティング性を確保することが可能であることが明らかとなった。

Fig. 3は、焼鈍温度710°Cおよび750°Cの試料の調質圧延板の $Q^{-1}max$ に及ぼす一次冷却速度の影響を示す。冷却速度が大きいほど、 $Q^{-1}max$ は小さく、したがって固溶Cが少ないと考えられる。また、焼鈍温度が高いほど $Q^{-1}max$ は小さく、固溶Cが少ないと考えられるが、その差は大きくない。

耐フルーティング性の成績は、Fig. 1およびFig. 2に示されるようにばらつきが大きいので、製造条件を工業的に決定するためには、ばらつき範囲の最も成績の悪い限界線が合格範囲に入ることが必要である。そこで、本実験のすべての焼鈍温度水準のデータに対して、ばらつき範囲内の最も成績の悪い限界線の一つの図にまとめたのがFig. 4である。この図は、冷却速度が大きいほど、また焼鈍温度が高いほど、耐フルーティング性はよいこと、および耐フルーティング性の冷却速度への依存性は、焼鈍温度が高くなると小さくなることを示している。したがって、通常の調質圧延圧下率で耐フルーティング性を確保するためには、焼鈍温

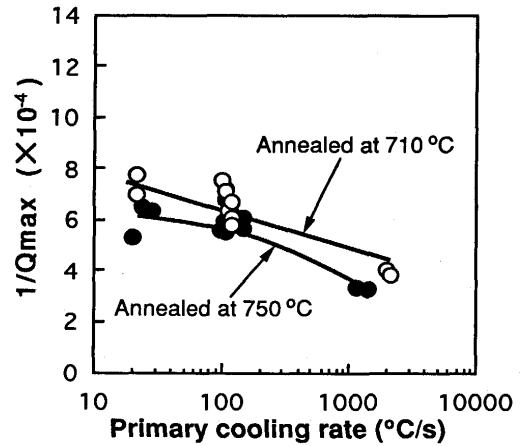


Fig. 3. Effect of primary cooling rate and annealing temperature on the internal friction coefficient.

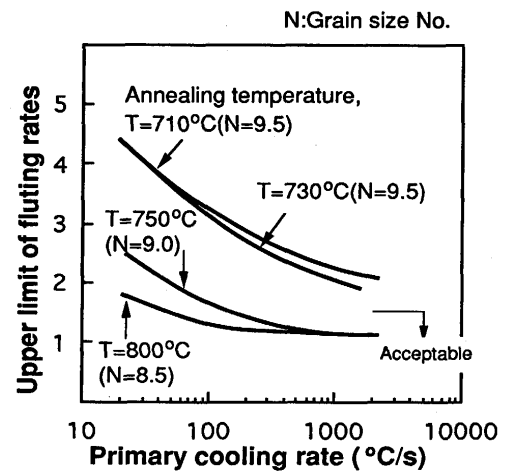


Fig. 4. Summary of the effect of primary cooling rate and annealing temperature on the fluting resistance.

度を上げることが最も効果的であり、次に冷却速度を上げることが有効であることがわかる。

4. 考察

4・1 結晶粒度と固溶C

上記結論の冶金学的意味を考えるために、本実験のすべての試料について、耐フルーティング性と調質圧延板の $Q^{-1}max$ との関係を、結晶粒度番号で層別しながら示した図がFig. 5である。Fig. 3からわかるように、本実験の範囲(過時効処理条件が400°C-120sの1水準のみ)では $Q^{-1}max$ の変化が小さく、全体の傾向が掴みにくいので、Fig. 5には、過時効処理条件を300°C(573K)-60, 120, 240sおよび400°C-60, 240sとすることによって $Q^{-1}max$ を広範囲に変化させたデータを合わせて示した。さらにこの図には、著者らが過去に行った結晶粒度番号11.0ないし12.0の場合の実験結果⁹⁾の範

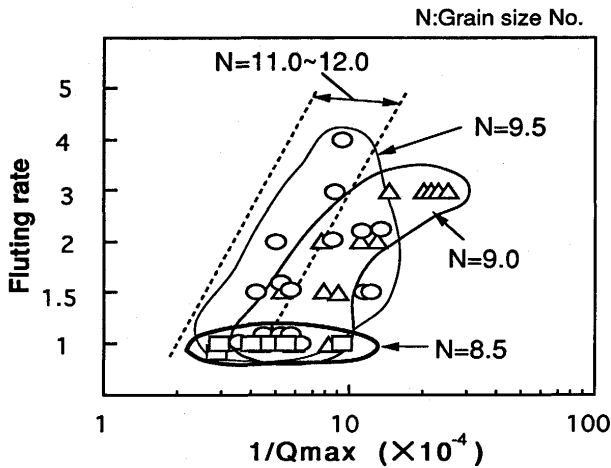


Fig. 5. Dependency of fluting resistance on the internal friction coefficient and grain size.

囲も、参考のために示している。この図から、通常の調質圧延下率で耐フルーティング性を確保するには、結晶粒を大きくすることが最も効果的であることがわかる。

Fig. 5 から、結晶粒が小さい場合には固溶Cの少ない方が耐フルーティング性が優れる傾向があるように見える。しかし、本実験は一定の過時効処理条件で行われているので、Fig. 5 において $Q^{-1}max$ が小さいことは、実は一次冷却速度が大きいことと対応している。一次冷却速度は、過時効処理後の炭化物(セメントイト)の形態をも変化させる⁷⁾ので、Fig. 5 の横軸は固溶C量と炭化物形態の変化の両方が交絡していると考えられる。

そこで、耐フルーティング性に及ぼす固溶Cの影響と炭化物形態の影響とを分離するために、次のような追加実験を行った。

4・2 固溶Cと炭化物形態の影響の分離

本実験で作成した厚さ0.3mmの冷延板に、Table 3 に示される条件に従って、実験室で焼鈍、調質圧延、およびベーキング相当の熱処理を施した。2水準の焼鈍温度は結晶粒度の大きく異なった試料を得るために選択したものである。2水準の一次冷却速度は、炭化物形態の大きく異なった試料を得るために選択したものである。このうち、水冷の平均冷却速度はおよそ1000~2000°C/sの範囲にあった。広範囲にわたる過時効処理条件は、できるだけ広範囲の固溶C量水準の試料を得るために選択したものである。

これらの試料についてベーキング相当の熱処理後の耐フルーティング性と調質圧延板の $Q^{-1}max$ を本実験と同様に測定した。また、調質圧延板の炭化物形態を透過型電子顕微鏡で観察した。また、調質圧延板の結晶粒度番号を光学顕微鏡の観察によって決定した。

Fig. 6 は、焼鈍温度650°C(923K)および800°C(1073K)のそれぞれについて徐冷(-20°C/s)および水冷(-1000~-2000°C/s)された代表的な4水準の試料の炭化物の電子顕

Table 3. Experimental procedure and conditions.

Annealing	Infrared furnace Annealing temperature : 650, 800°C (923, 1073K) Annealing time : 60s Retard cooling : -5°C/s to 700°C (-5K/s to 923K) Primary cooling rate : -20°C/s, water quench (water quench=-1000~-2000°C/s) Overaging : 300 - 450°C (573 - 723K) 0 - 1320s
Temper rolling	Reduction : 1.0%
Heat treatment simulating baking	210°C - 30min (483K - 1800s)

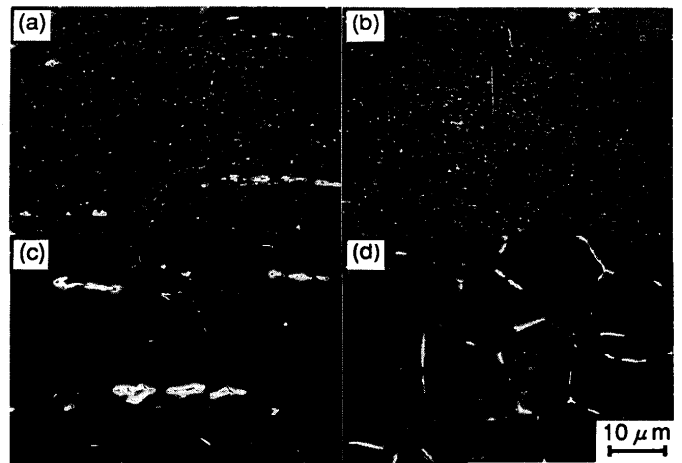


Fig. 6. Typical four types of carbide morphology. (a) Annealed at 650°C, water-quenched. (b) Annealed at 800°C, water-quenched. (c) Annealed at 650°C, cooled slowly(-20°C/s). (d) Annealed at 800°C, cooled slowly(-20°C/s).

微鏡写真である。徐冷された試料は粒界に板状に析出した炭化物形態(以下粒界炭化物)を示し、水冷された試料は粒界に関係なくきわめて微細に分散した炭化物形態(以下粒内炭化物)を示している。このような炭化物形態の違いは、冷却速度による過飽和炭素濃度の差と核生成速度の関係で説明される。すなわち、冷却速度が大きいほど過時効処理開始時点における粒内の過飽和炭素濃度が大きくなり⁸⁾、結晶粒内炭化物の核生成が促進される結果、粒内炭化物密度が増したものと考えられる⁹⁾。なお、650°Cで焼鈍された試料には、これらのほかに圧延方向に延伸した未溶解炭化物の残存が見られる。

光学顕微鏡観察の結果、650°Cで焼鈍された試料の結晶粒度番号は10.5(平均結晶粒径10.5μm)、800°Cで焼鈍された試料のそれは8.5(平均結晶粒径21.0μm)であった。

以下に示す4つの図は、追加実験の結果から耐フルーティング性に及ぼす炭化物形態、結晶粒度、および固溶Cの効果とをそれぞれ分離できるように工夫したものである。Fig. 7

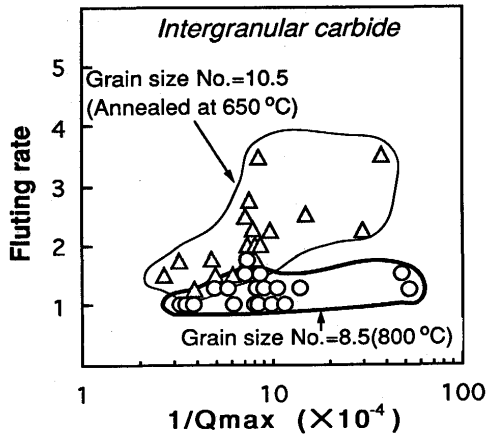


Fig. 7. Influence of internal friction coefficient and grain size on the fluting resistance in the case of intergranular carbide.

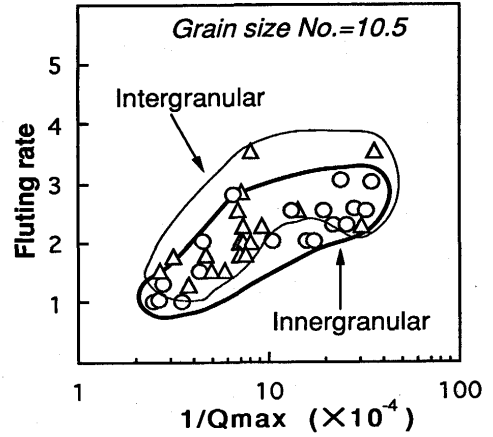


Fig. 9. Influence of internal friction coefficient and carbide morphology on the fluting resistance in the case of grain size No.=10.5 with residual undissolved cementite.

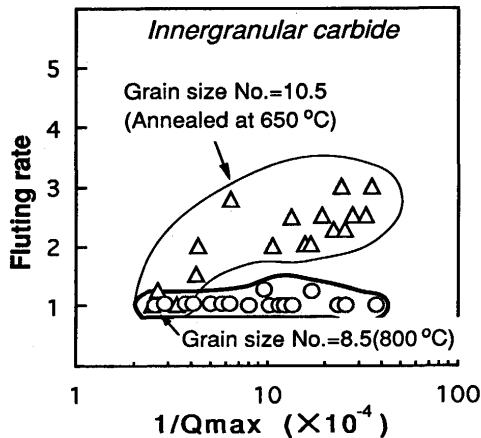


Fig. 8. Influence of internal friction coefficient and grain size on the fluting resistance in the case of innergranular carbide.

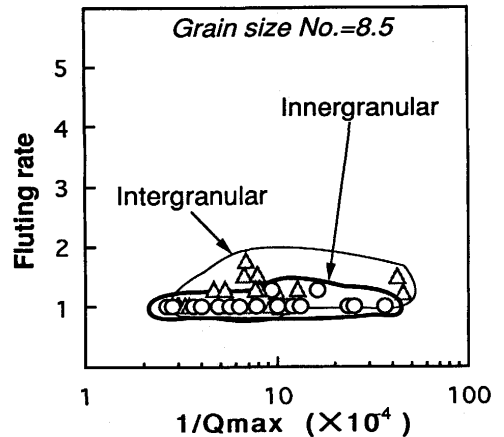


Fig. 10. Influence of internal friction coefficient and carbide morphology on the fluting resistance in the case of grain size No.=8.5 without residual undissolved cementite.

は粒界炭化物の試料について、Fig. 8は粒内炭化物の試料について、それぞれ耐フルーティング性と $Q^{-1}max$ の関係を結晶粒度番号で層別しながら示す。いずれにおいても、結晶粒度番号が10.5で未溶解炭化物が残存する組織の場合は固溶Cが少いほど耐フルーティング性は優れるが、結晶粒度番号が8.5で未溶解炭化物が存在しない組織の場合の耐フルーティング性はほとんど固溶Cに依存せず、優れている。

したがって、通常の調質圧延圧下率で耐フルーティング性を向上させるためには、高温焼鈍によって結晶粒を粗大にし、未溶解炭化物の少ない組織にすることが最も効果的であり、結晶粒の粗大化の不十分な場合には固溶Cの減少で補うことが有効であると考えられる。

Fig. 9は結晶粒度番号10.5で未溶解炭化物の残存する試料について、Fig.10は結晶粒度番号8.5で未溶解炭化物の存在しない試料について、それぞれ耐フルーティング性と $Q^{-1}max$ との関係を炭化物形態で層別しながら示す。これらの

図から、結晶粒の大きさ、未溶解炭化物の量および固溶C量が同じであっても、粒内炭化物を生成した試料は粒界炭化物を生成した試料よりも若干優れた耐フルーティング性を示すことがわかる。これは、粒内炭化物が調質圧延の際に可動転位の発生源となり^{10,11)}、調質圧延後の可動転位密度が増す結果、歪時効の進行が遅延され¹²⁾、ベーキング後の降伏点伸びが小さくなることによって、腰折れ(曲げ加工における不均一変形、すなわちフルーティング)が発生しにくくなるためと考えられる。Fig.11は調質圧延直後の試料を透過型電子顕微鏡で観察した写真の一例であるが、結晶粒界から少し離れた場所に存在する微細炭化物が転位の発生源として働いている様子がうかがわれる。

以上のことから、連続焼鈍の一次冷却速度を増すことによって耐フルーティング性が改善されるのは、固溶Cの低減と炭化物密度の増加に起因するものと考えられる。

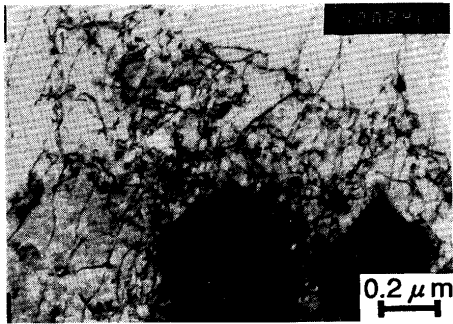


Fig. 11. A transmission microscopic photograph of the temper rolled sheet (annealing temperature = 750°C, cooling rate = -100°C/s, overaging = 400°C-120s, temper reduction = 1.3%).

5. 結論

耐フルーティング性に及ぼす高温焼鈍および急速冷却の効果を実験的に調査し、その結果から耐フルーティング性を支配する結晶粒度、固溶C、炭化物形態の影響を検討した。得られた結果を以下に示す。

(1) 冷却速度が大きいほど、また焼鈍温度が高いほど、耐フルーティング性はよい。また、耐フルーティング性の冷却速度への依存性は、焼鈍温度が高くなると小さくなる。したがって、通常の調質圧延圧下率(約1%前後)で耐フルーティング性を確保するには、焼鈍温度を上げることが最も効果的であり、次に冷却速度を上げることが有効である。

(2) 冷却速度と焼鈍温度の影響を材料因子で整理すると、

通常の調質圧延圧下率で耐フルーティング性を向上させるには、結晶粒を粗大にし、未溶解炭化物を少なくすることが最も効果的であり、結晶粒の粗大化の不十分な場合には固溶Cの低減で補うことが有効である。

(3) 結晶粒の大きさ、未溶解炭化物の量および固溶C量が同じであっても、一次冷却速度がはやく粒内炭化物が生成した試料は、一次冷却速度が遅く粒界炭化物が生成した試料に比べ若干優れた耐フルーティング性を示す。したがって、連続焼鈍の一次冷却速度を増すことによって耐フルーティング性が改善されるのは、固溶Cの低減と粒内炭化物密度の増加とに起因するものと考えられる。

文 献

- 1) 丸岡邦明, 吉永直樹, 菊間敏夫: 鉄と鋼, **81** (1995), 1180.
- 2) 周藤悦郎: 鉄と鋼, **48** (1962), 203.
- 3) W.Köster and L.Bangert: Arch. Eisenhutt., **25** (1954), 231.
- 4) J.Smit and H.G.Bueren: Philips Res. Rep., **9** (1954), 460.
- 5) E.Lindstrand: Acta Met., **3** (1955), 431.
- 6) 丸岡邦明, 河野 彪, 武智 弘: 鉄と鋼, **73** (1987), S1413.
- 7) T.Obara, K.Sakata and T.Irie: Proc. TMS-AIME Symposium on "Metallurgy of Continuous Annealed Sheet Steel", ed. by B.L.Bramfitt and P.L.Mangonon, Jr., The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, Pennsylvania, (1982), 83.
- 8) 小山一夫, 黒田幸雄, 加藤 弘, 南雲道彦: 鉄と鋼, **71** (1985), 1497.
- 9) N.Takahashi, M.Abe, O.Akisue and H.Katoh: Proc. TMS-AIME Symposium on "Metallurgy of Continuous Annealed Sheet Steel", ed. by B.L.Bramfitt and P.L.Mangonon, Jr., The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, Pennsylvania, (1982), 51.
- 10) W.C.Leslie: 鉄鋼材料学, 丸善, (1985), 30.
- 11) 高村仁一: 金属結晶における格子欠陥金属物理学, 私信, (1974), 91.
- 12) S.Harper: Phys. Rev., **83** (1951), 709.