

# 軟質冷延鋼板の加工硬化挙動におよぼす ボロン添加量の影響

船川 義正\*・稲積 透\*・細谷 佳弘\*

Influence of Boron Content on Work-hardening Behavior of Al-killed Steel Sheet

Yoshimasa FUNAKAWA, Toru INAZUMI and Yoshihiro HOSOYA

**Synopsis** : It has been reported that an addition of boron increases total elongation of continuously annealed Al-killed steel sheet and that the addition of boron is sometimes utilized for improving the formability. The purpose of this study is to investigate the influence of boron content on work-hardening behavior of Al-killed steel sheet.

Stress-strain curves of low carbon steel depended on annealing temperature, over-aging temperature and boron content. In low boron steel, the low temperature annealing and low temperature over-aging resulted in the increase of the stress required to continue the plastic deformation in tensile test since the low temperature annealing and over-aging promoted the grain refinement and the fine carbide precipitation in matrix, respectively.

In high boron steel, on the other hand, there were no influences of both the annealing temperature and over-aging temperature on the stress-strain curves. The independence of the annealing temperature and over-aging temperature may be attributed to strengthening of ferrite grain boundary and the fine carbides in matrix which were promoted by the large amount of boron, respectively.

The  $n$ -value of low boron steel increased significantly and showed a peak at lower strain. On contrast, the  $n$ -value of high boron steel increased slightly at lower strains and did not show a peak. In high boron steel, dynamic recovery would be activated more remarkably than in low boron steel since dislocation density in the early plastic deformation region in the tensile test may become higher by ferrite grain boundary strengthening which is due to boron segregation.

**Key words**: boron; continuously annealed steel sheet; work-hardening.

## 1. 緒言

Al-killed鋼にBを添加すると、粗大なBNが析出して微細なAINの析出量が減少するため、粒成長性が向上する<sup>1-4)</sup>。この粒成長性の向上で全伸びが増大することから、成形性の向上を目的に連続焼鈍で製造する低炭素Al-killed鋼にBを添加する場合がある。ここで、薄鋼板の加工は、たとえば、均一伸びと密接に関係する張り出し成形<sup>5)</sup>から局部伸びが支配的な伸びフランジ成形<sup>6)</sup>まで多岐にわたることから、B添加Al-killed鋼の組織と機械的性質の関係を調査し、加工方法に合わせて製造条件を最適化することが重要となる。過去に、セメントナイト形態が低炭素Al-killed鋼の延性に影響を及ぼすことが報告されており<sup>7)</sup>、これに基づいてB添加低炭素Al-killed鋼の延性とセメントナイト形

態の関係も調査されている<sup>8)</sup>。その結果、B添加低炭素Al-killed鋼の局部伸びはフェライト粒界のセメントナイトを微細化することで増加し、均一伸びはフェライト粒内のセメントナイト数を減少させることで増加することが明らかとなっている<sup>8)</sup>。また、同時にNと結合しない余剰Bが均一伸びを低下させることも示唆されている。そこで、本研究では、余剰Bが均一伸びを低下させることに着目し、均一伸びを左右する加工硬化挙動とB添加量の関係を調査した。

## 2. 実験方法

供試材の化学成分をTable 1に示す。B添加量の異なる3種の鋼を供試材とした。C量を最大固溶限に近づけたのは、

Table 1. Chemical compositions of steels investigated (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Al	B	N	B/N	Excess Boron
Steel A	0.014	0.01	0.13	0.008	0.006	0.019	0.0024	0.0033	0.95	0.0000
Steel B	0.017	0.01	0.13	0.010	0.010	0.002	0.0017	0.0019	1.15	0.0002
Steel C	0.016	0.01	0.17	0.014	0.007	0.032	0.0022	0.0014	2.03	0.0011

B/N means the ratio of atomic concentrations of boron and nitrogen.

平成14年6月21日受付 平成14年9月12日受理 (Received on June 21, 2002; Accepted on Sep. 12, 2002)

\* NKK総合材料技術研究所 (Materials & Processing Research Center, NKK Corp., 1-1 Minamiwatarida-cho Kawasaki-ku Kawasaki 210-0855)

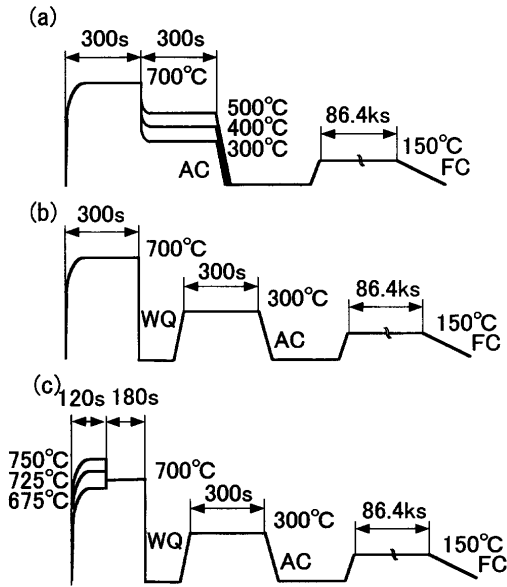


Fig. 1. Schematic diagram of heat treatment: (a) Cycle 1, (b) Cycle 2 and (c) Cycle 3.

できるだけ高い飽和固溶状態よりセメンタイトを析出させ、セメンタイト形態を大きく変化させるためである。そして、AlNよりもBNを優先して析出させるため<sup>9)</sup>、通常のAl-killed鋼よりもAl添加量を低減した。これにより、BはBNを形成するため、BとNの原子濃度比が1以下のSteel AではNと結合しない余剰Bは存在しない。これに対し、BとNの原子濃度比が1を超えるSteel BとSteel Cには、重量%でそれぞれ0.0002%、0.0011%の余剰Bが含まれている。これらの鋼を巻取温度640°Cで2.8 mm厚さまで熱間圧延し、酸洗後、さらに1 mmまで冷間圧延した。

低炭素Al-killed鋼の加工硬化挙動に及ぼすB添加量の影響を調査するためにBを多量に添加すると、フェライト粒径とセメンタイト形態もB添加量と同時に変化する<sup>3,8)</sup>。このため、単純にB添加鋼の応力-歪み線図を測定しただけでは、加工硬化挙動に及ぼすB添加量の影響を明らかにすることはできない。そこで、本研究においては、熱処理条件を変化させ、フェライト粒径やセメンタイト形態をそろえたサンプルを作製し、B添加量と加工硬化挙動の関係を調査した。フェライト粒径およびセメンタイト形態を変化させるために行ったソルトバスによる熱処理の条件をFig. 1に示す。以下に、熱処理について説明する。

Cycle 1: 熱延鋼板中に析出したセメンタイトを一度溶解させるため、フェライトの平衡固溶C量が最大となる700°Cで5分間焼鈍した。続いて、セメンタイトの析出形態を変化させるために過時効温度を500°Cから300°Cまで変化させた。さらに、残留した固溶Cを完全にセメンタイトとするため、150°Cで24時間の保持と炉冷を行った。

Cycle 2: セメンタイトのフェライト粒内への微細析出を促進するため、700°Cで5分間保持後直ちに常温まで水冷した。過時効温度はセメンタイトを微細化するため、低温

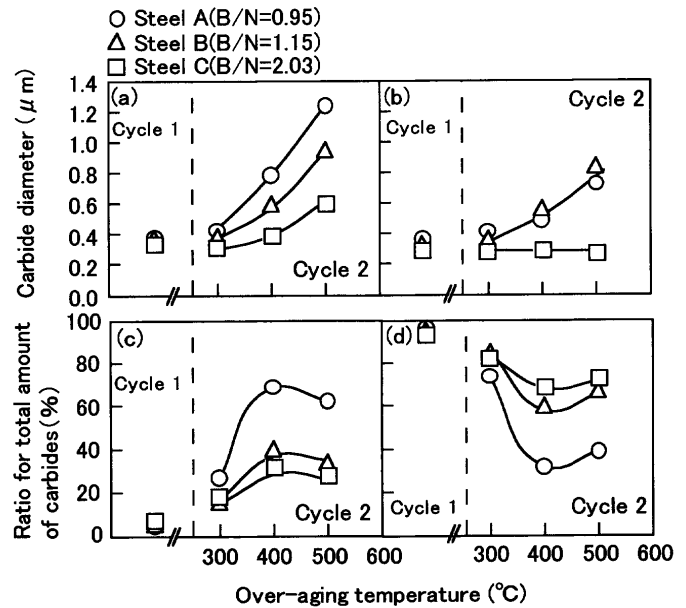


Fig. 2. Change in carbide diameter and amount of carbides with over-aging temperature: (a) diameter of carbides at grain boundaries, (b) diameter of carbides in matrix, (c) amount of carbides at grain boundaries and (d) amount of carbides in matrix.

の300°Cとした。さらに、残留した固溶Cを完全にセメンタイトとするため、150°Cで24時間の保持と炉冷を行った。

Cycle 3: 675°Cから750°Cに2分間加熱し、フェライトを再結晶させた後、セメンタイトを完全に溶解させるため700°Cで3分間保持してから、水冷した。水冷後は300°Cで5分間の過時効処理を行った。さらに、残留した固溶Cを完全にセメンタイトとするため、150°Cで24時間の保持と炉冷を行った。

各熱処理後のフェライト組織を光学顕微鏡で、セメンタイト形態を走査型電子顕微鏡で観察した。そして、切断法を用いて光学顕微鏡写真よりフェライト粒径を測定した。また、走査型電子顕微鏡写真を画像解析することでセメンタイト径を測定した。セメンタイト径の測定視野は10視野(1視野: 28 μm×36 μm)とし、画像解析の段階で目視によりセメンタイトをフェライト粒内にあるものとフェライト粒界にあるものに分類した。そして、各セメンタイト粒子の面積と等しい面積の円の直径をセメンタイト径とした。

熱処理後は圧延率1.5%の調質圧延を行い、調質圧延板より切り出したJIS 13号B試験片の引張試験を行った。引張試験のクロスヘッド移動速度は $1.67 \times 10^{-1}$  mm/sとした。

### 3. 実験結果

#### 3.1 セメンタイト形態に及ぼす過時効温度とB添加量の影響

700°C焼鈍材のセメンタイト形態と過時効温度の関係を

Fig. 2に示す。Fig. 2(a) と(b) はフェライト粒界およびフェライト粒内のセメンタイトの平均径をそれぞれ示すもので、Fig. 2(c) と (d) は、全セメンタイト量を100%とした場合のフェライト粒界に存在したセメンタイト量の割合とフェライト粒内に存在したセメンタイト量の割合をそれぞれ示している。Fig. 2(a) に示すように、フェライト粒界のセメンタイトは過時効温度の低下にともない微細化した。そして、B添加量の増加でも微細化した。Steel AおよびSteel Bのフェライト粒内のセメンタイトも、Fig. 2(b) に示すように過時効温度の低下にともない微細化した。Steel Cのフェライト粒内のセメンタイトは過時効条件によらず微細であった。Fig. 2(c) に示すB添加量の少ないSteel Aの500°C過時効材および400°C過時効材では、全セメンタイト量の60%から70%がフェライト粒界に存在していたが、300°C過時効材ではフェライト粒界に存在するセメンタイト量は減少した。そして、過時効前に水冷した材料ではフェライト粒界にセメンタイトはほとんど認められなかった。また、同一過時効温度でもB添加量の増加にともない、フェライト粒界に存在するセメンタイト量は減少した。これとは逆に、Fig. 2(d) に示すフェライト粒内のセメンタイト量は、300°C過時効またはB添加量の増加にともない増加した。以上のような、B添加量の増加にともなうセメンタイトの微細化とフェライト粒内へのセメンタイト析出促進は、B添加量の少ないSteel Aを過時効前に水冷しても認められる。過時効前の水冷でフェライト粒内にセメンタイトが微細析出するのは、水冷によりCのフェライト粒界への拡散が抑制されるためである。B添加の効果はこの過時効前の水冷と同等と考え、B添加量の増加で発生するNと結合できなかった余剰Bが、フェライト粒界に偏析して<sup>10</sup>Cのフェライト粒界への拡散を抑制するため、B添加量の増加でフェライト粒内にセメンタイトが微細析出するようになると考えられる。

進は、B添加量の少ないSteel Aを過時効前に水冷しても認められる。過時効前の水冷でフェライト粒内にセメンタイトが微細析出するのは、水冷によりCのフェライト粒界への拡散が抑制されるためである。B添加の効果はこの過時効前の水冷と同等と考え、B添加量の増加で発生するNと結合できなかった余剰Bが、フェライト粒界に偏析して<sup>10</sup>Cのフェライト粒界への拡散を抑制するため、B添加量の増加でフェライト粒内にセメンタイトが微細析出するようになると考えられる。

3.2 機械的性質に及ぼす過時効温度の影響

過時効温度と降伏強度 (YS: MPa), 引張強度 (TS: MPa), 全伸び (EL:%) の関係を Fig. 3 に示す。YSは過時効温度の低下にともない緩やかに低下した。そして、Steel CのYSはSteel AやSteel BのYSよりも高かった。また、いずれの鋼のTSも過時効温度の低下にともない緩やかに増加した。さらに、Steel AのELが最も高く、Steel BとSteel CのELは同等であった。300°C過時効材間における過時効前の水冷有無の影響については、YSとELは水冷で低下する傾向

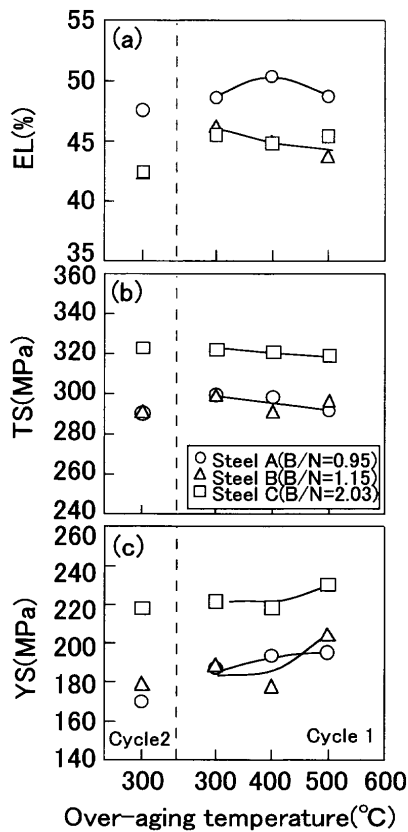


Fig. 3. Influence of over-aging conditions on mechanical properties of boron-bearing Al-killed steel sheet: (a) elongation (EL; %), (b) tensile strength (TS: MPa) and (c) yield strength (YS: MPa).

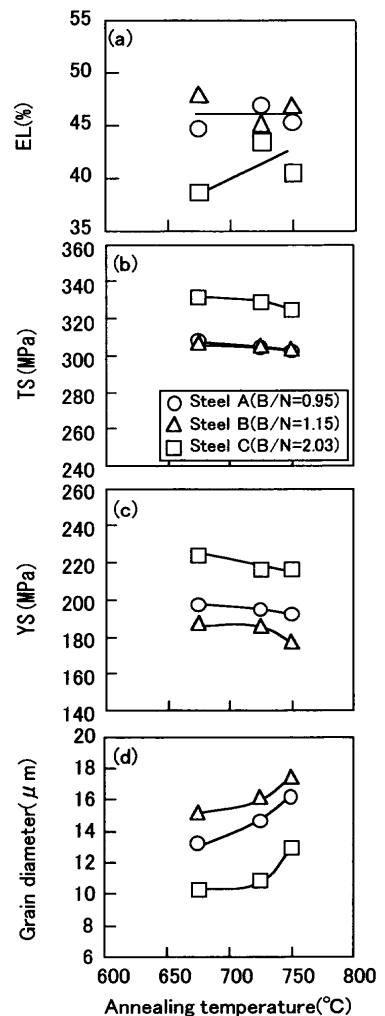


Fig. 4. Change in mechanical properties and ferrite grain diameter with increasing annealing temperature: (a) elongation (EL: %), (b) tensile strength (TS: MPa), (c) yield strength (YS: MPa) and (d) grain diameter ( $\mu\text{m}$ ).

が認められた。また、Steel AとSteel BのTSは水冷で低下する傾向を示したが、Steel Cでは水冷の影響は認められなかった。

### 3.3 フェライト粒径および機械的性質に及ぼす焼鈍温度の影響

水冷300°C過時効材の機械的性質とフェライト粒径に及ぼす焼鈍温度の影響をFig. 4に示す。各鋼のフェライト粒径は焼鈍温度の上昇とともに増加した。B/Nの原子比が1に近いSteel Bのフェライト粒径が最も大きく、逆にB添加量の多いSteel Cのフェライト粒径が最も小さかった<sup>3)</sup>。Steel AおよびSteel Bの675°C焼鈍材とSteel Cの750°C焼鈍材のフェライト粒径は13~15 $\mu\text{m}$ の範囲にあった。YSは焼鈍温度の上昇とともに緩やかに低下した。そして、Steel CのYSが最も高かった。TSも焼鈍温度の上昇とともに緩やかに低下する傾向が認められ、B添加量の多いSteel CのTSが最も高かった。Steel AおよびSteel BのELは焼鈍温度によらずほぼ一定であったが、Steel CのELは焼鈍温度とともに上昇した。

## 4. 考察

### 4.1 フェライト粒内のセメントイト微細化にともなう応力-歪み線図の変化

700°C焼鈍材のうち、セメントイト形態が最も異なる500°C過時効(Cycle 1)材と水冷300°C過時効(Cycle 2)材の応力-歪み線図をFig. 5に示す。一般に単結晶の応力-歪み線図は、歪みの増加とともに緩やかに応力が増加する第I変形段階、その後、歪みの増加とともに急激に応力が上昇する第II変形段階、回復により応力の増加が第II変形段階より緩やかになる第III変形段階に分けられる<sup>11,12)</sup>。そして、多結晶では周囲の粒の拘束により変形初期から多重すべりが起こるため、変形初期より単結晶の第II変形段階に相当する急激な応力増加がみられる。Fig. 5(a)に示すSteel Aでは、水冷300°C過時効材および500°C過時効材の応力は低歪み域で急激に増加し、その後は徐々に傾きを緩やかにしながら増加した。また、歪み0.04以上においては、多量の微細セメントイトがフェライト粒内に析出している水冷300°C過時効材の応力は500°C過時効材の応力よりも高かった。これは、フェライト粒内の微細なセメントイトが転位の運動を抑制するため、フェライト粒内のセメントイト量の少ない500°C過時効材よりも塑性変形を続けるために大きな外力を必要とした結果と考えられる。Fig. 5(b)に示すSteel Bでは、500°C過時効材と水冷300°C過時効材の応力-歪み線図の差はSteel Aよりも小さくなり、さらにFig. 5(c)に示すSteel Cでは、500°C過時効材と水冷300°C過時効材の応力-歪み線図に顕著な差異は認められなくなった。これは、Fig. 2に示したように、B添加量の増加でフェライト粒内のセメントイト形態に及ぼす過時効温度

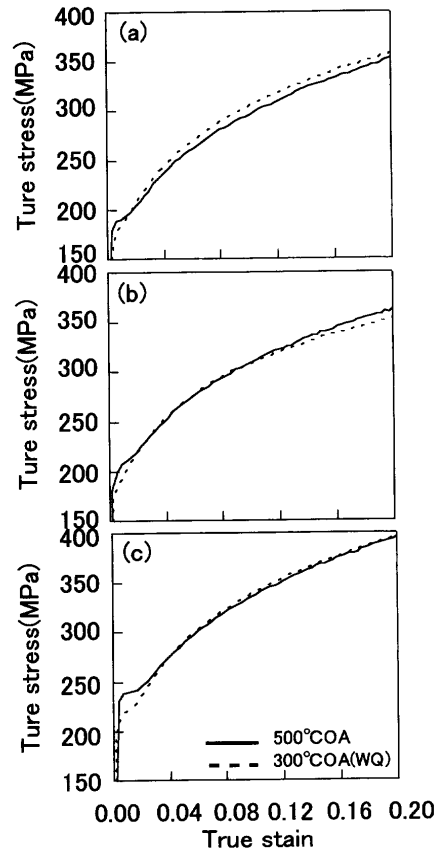


Fig. 5. Change in feature of stress-strain curves with overaging conditions: (a)Steel A, (b) Steel B and (c) Steel C.

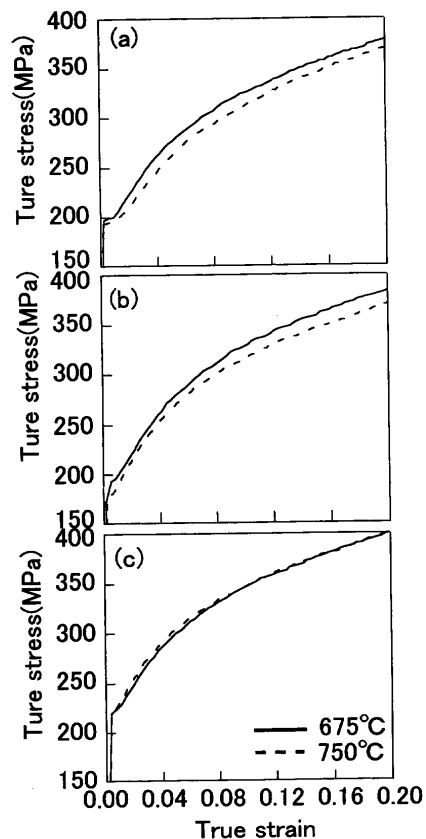


Fig. 6. Change in feature of stress-strain curves with annealing temperature: (a)Steel A, (b) Steel B and (c) Steel C.

の影響が小さくなるためと考えられる。

#### 4.2 応力-歪み線図の形状に及ぼすフェライト粒径の影響

Fig. 6に焼鈍後に水冷した300°C過時効材のうち、フェライト粒径が最も異なる675°Cおよび750°C焼鈍材の応力-歪み線図を示す。Fig. 6(a)に示すSteel Aでは、Fig. 5(a)と同様に低歪み域で急激な応力の上昇が認められた。そして、細粒である675°C焼鈍材の方が高い応力を示していた。B添加量の少ないSteel AとSteel Bでは、フェライト粒の小さな675°C焼鈍材の応力はフェライト粒の大きな750°C焼鈍材よりも高かったが、B添加量の多いSteel Cではこのような焼鈍温度の影響は認められなかった。フェライト粒が微細なほど粒界面積が広くなり、フェライト粒の塑性変形に対する隣接粒の拘束は強くなると考えられる。多量の余剰Bで塑性変形を続けるのに必要な応力に対する粒界面積増加の影響が認められなくなること、Nと結合しなかった余剰Bはフェライト粒界に偏析<sup>10)</sup>することより、粒界偏析Bが塑性変形に対する隣接粒の拘束力を増大させている<sup>12)</sup>可能性が考えられる。

#### 4.3 B添加による加工硬化指数の変化

各鋼間でフェライト粒内のセメンタイト形態およびフェライト粒径を同等とするため、焼鈍前に水冷したサンプルのなかでフェライト粒径が同等のサンプルを選び出し、これらのサンプルの応力-歪み線図をFig. 7にまとめた。B添加量の多いSteel CのYSおよび塑性変形を続けるために要する応力は、Steel AおよびSteel Bよりも高かった。また、Steel AとSteel Bでは0.08以上の歪みで応力-歪み線図に差が現れた。これらの加工硬化挙動をさらに詳細に調査するため、各歪みにおける $n$ 値を計算したものをFig. 8に示す。B添加量の少ないSteel AとSteel Bの $n$ 値は歪み約0.04までは急激に増加し、ピークを示した後に減少に転じ、歪み0.10以降はほぼ一定の値を示した。これに対しB添加量の多いSteel Cの $n$ 値は0.10まで緩やかに上昇し、低歪み域でSteel AやSteel Bのようなピークを示さなかった。

そこで、 $n$ 値の変化に顕著な差のあるSteel AとSteel Cを選び、引張前、公称歪みで5%引張後、10%引張後の引張試験片平行部の転位組織を透過型電子顕微鏡で観察した。透過型電子顕微鏡写真をFig. 9に示す。Fig. 9(a)および(d)にそれぞれ示すSteel AおよびSteel Cの引張前の試験片の転位密度は低く、フェライト粒内にセメンタイトが分散しているのが確認された。5%引張時に着目すると、Fig. 9(b)に示すSteel Aでは転位がまばらに観察されたのに対し、Fig. 9(e)に示すSteel Cでは転位が0.3  $\mu\text{m}$ 程度の塊を形成して散在しているのが観察された。Steel Cの転位塊の分散状態は引張前のセメンタイトの分散状態に近い。これより、5%の歪みを付与した場合、Steel Aと比較してSteel Cではセメンタイト近傍の転位密度が高かったと考えられる。Fig. 9(a)と(d)に示すSteel AとSteel Cのフェライト粒内の

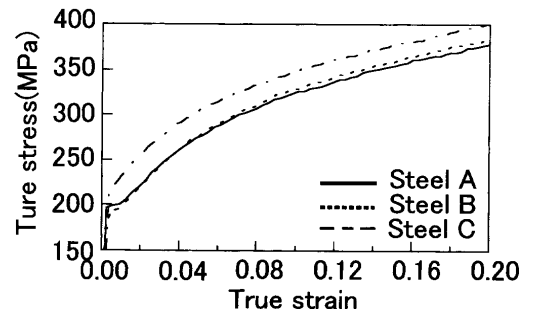


Fig. 7. Influence of amount of boron on feature of stress-strain curves of Al-killed steel sheet.

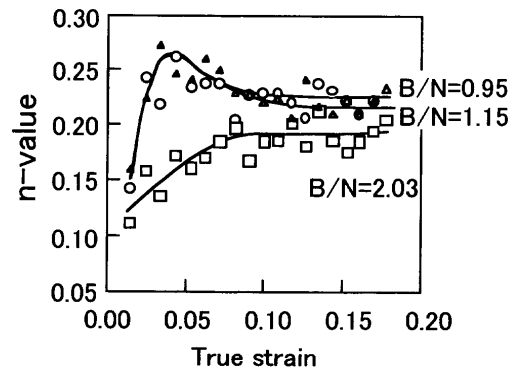


Fig. 8. Influence of amount of boron on change in  $n$ -value with increasing true strain.

セメンタイト分布に顕著な差は認められず、Steel CではSteel Aよりもセメンタイト近傍で転位が多く観察されたことから、Steel AのセメンタイトとSteel Cのセメンタイトでは転位との相互作用に差がないと仮定すると、Steel Cの方がSteel Aよりも塑性変形で発生した転位量が多かった可能性が考えられる。さらに、10%引張後では、Steel Aの転位は明瞭なセルを形成していたのに対し、Steel Cの転位はSteel Aほど明瞭なセル構造を示していなかった。

以上の歪み量の増加にともなう加工硬化指数の変化と透過型電子顕微鏡による転位の観察結果より、加工硬化挙動に及ぼすB添加量の影響は以下のように考えることができる。B添加量の低い鋼では、0.04以下の低歪み域において、塑性変形量の増加にともない転位密度が急激に増加するため内部応力が急激に増加する。これにより、塑性変形量の増加にともない塑性変形を続けるために必要な外力が著しく増加するため、加工硬化指数は急激に増大する。歪み0.04以上では、さらなる内部応力の上昇を緩めるため、歪み0.04以下の時よりも著しく動的回復が起こるようになる。このため、歪み0.04以上では塑性変形を続けるために必要な外力が増加しにくくなり、加工硬化指数は低下する。歪み0.10まで塑性変形が進行すると転位はセル構造をとり、それ以上の塑性変形ではセルの微細化が塑性変形を続けるために必要な外力の増加の主因となることから、0.10以降の加工硬化指数は一定となる。これに対し、B添加量の多い鋼では、粒界偏析Bの影響で塑性変形初期において

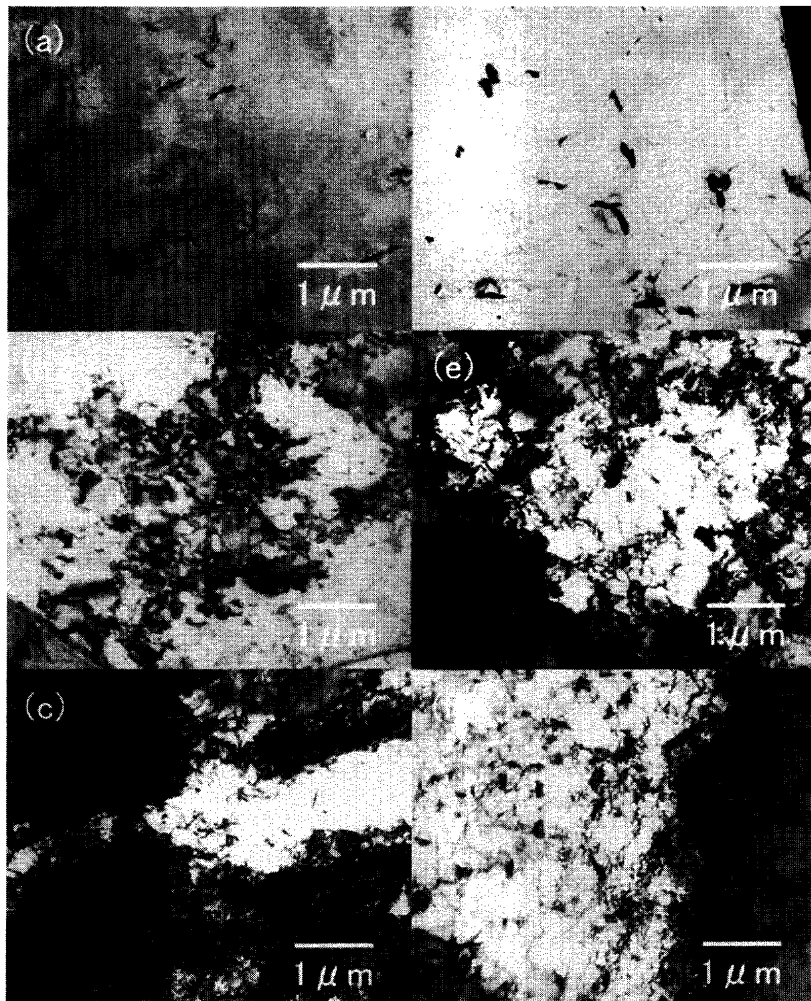


Fig. 9. Transmission electron micrographs showing dislocation structure: (a) Steel A; as annealed, (b) Steel A; 5% strain, (c) Steel A; 10% strain, (d) Steel C; as annealed, (e) Steel C; 5% strain and (d) Steel C; 10% strain.

B添加量の少ない鋼よりも転位が多量に導入される。そして、B添加量の多い鋼の内部応力は、B添加量の少ない鋼と比べて高く、塑性変形量の増加にともなう内部応力のさらなる上昇を緩めるために低歪み域から著しい動的回復が起こる。このため、B添加量の多い鋼では塑性変形を続けるために必要な外力が増加しにくく、B添加量の多い鋼の加工硬化指数は低歪み域でB添加量の少ない鋼のようなピークを示さない。そして、塑性変形量の増加にともない緩やかに加工硬化指数が増加し、歪み0.10以上で加工硬化指数の上昇が飽和する。

## 5. 結言

軟質冷延鋼板のB添加量と加工硬化挙動との関係を調査した結果、以下の結論を得た。

(1) B添加量の増加にともないセメンタイトは微細化し、フェライト粒内のセメンタイト析出量も増加する。過時効処理前に水冷を行うと、B添加量にかかわらず、セメンタイトはフェライト粒内に微細に析出する。

(2) B添加量の少ない鋼では、低温過時効処理によりフェライト粒内のセメンタイト量を増加させることで、塑性変形を続けるための外力は増加する。B添加量の多い鋼では、Nと結合しない余剰Bでフェライト粒内にセメンタイトが微細析出するため、塑性変形を続けるために必要な外力は過時効条件に依存しなくなる。

(3) フェライト粒の微細化で塑性変形を続けるために必要な外力は増加するが、B添加量の多い鋼では、フェライト粒径によらず塑性変形を続けるために必要な外力は高い。

(4) フェライト粒内のセメンタイトを熱処理で微細化し、かつ、フェライト粒径をそろえた鋼で $n$ 値を比べると、B添加量の少ない鋼では低歪み域で $n$ 値は急激に増加し、ピークを示した後に一定値に収束する。これに対しB添加量の多い鋼では、低歪み域での $n$ 値の急激な増加は認められない。

(5) 透過型電子顕微鏡による転位観察結果より、5%歪み付与時では、B添加量の多い鋼の転位密度はB添加量の少ない鋼よりも高いと考えられる。また、10%歪み付与

時では、B添加量の多い鋼には明瞭な転位セルが認められないのに対し、B添加量の少ない鋼には明瞭な転位セルが認められる。

(6) B添加量の多い鋼では、Nと結合しない余剰Bがフェライト粒界に偏析してB添加量の少ない鋼よりも塑性変形初期で多量の転位が導入されるため、低歪み域より著しい動的回復が生じると考えられる。このため、塑性変形を続けるために必要な外力が増加しにくく、B添加量の多い鋼の加工硬化指数はB添加量の少ない鋼よりも低下したと考えられる。

## 文 献

- 1) N.Takahashi, M.Shibata, Y.Furuno, H.Hayakawa, K.Kakuta and K.Yamamoto: Conf. Proc. on Metallurgy of Continuous-Annealed Sheet Steel, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1982), 133.
- 2) R.Pradhan and J.J.Battisti: Conf. Proc. on Hot- and Cold-Rolled Sheet Steels, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1988), 41.
- 3) M.Sudo and I.Tsukatani: Conf. Proc. on Technology of Continuous Annealed Cold-Rolled Sheet Steel, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1984), 203.
- 4) P.Messien and V.Leroy: *Steel Res.*, **60** (1989), 320.
- 5) 中川威雄, 阿部邦雄, 林 豊: 薄板のプレス加工, 実教出版, 東京, (1977), 161.
- 6) K.Matsudo, T.Shimomura, K.Osawa, M.Yoshida and Y.Uchida: *NKK Tech. Rep.*, No. 61 (1973), 11.
- 7) Y.Hosoya, T.Takahashi, H.Kobayashi, T.Shimomura and K.Matsudo: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 396.
- 8) Y.Funakawa, T.Inazumi and Y.Hosoya: *ISIJ Int.*, **41** (2001), 900.
- 9) R.Habu, M.Miyata, S.Sekino and S.Goda: *Tetsu-to-Hagané*, **60** (1974), 48.
- 10) Y.Hosoya, S.Hashimoto and A.Nishimoto: Conf. Proc. on Effects of Load and Thermal Histories on Mechanical Behavior of Materials, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1988), 41.
- 11) 結晶の塑性, 日本金属学会編, 丸善, 東京, (1977), 435.
- 12) 転位論, 日本金属学会編, 丸善, 東京, (1971), 49.
- 13) M.Yamada, Y.Tokunaga and M.Yamamoto: *Tetsu-to-Hagané*, **73** (1987), 1049.