

B添加軟質冷延鋼板の r 値に及ぼすAlの影響

船川 義正*・稲積 透*・細谷 佳弘*

Effect of Al Content on r -value of Boron-bearing Al-killed Steel Sheet

Yoshimasa FUNAKAWA, Toru INAZUMI and Yoshihiro HOSOYA

Synopsis : It has been demonstrated that boron had a beneficial effect on the mechanical properties of continuously annealed Al-killed steel sheets since boron improved the grain growthability by substituting larger BN for AlN. It has been reported that deep drawability of boron-bearing steels could be improved either by optimizing the B/N ratio between 1.0 and 1.5 in wt% or by reducing Al content. However, the effect of aluminum content on r -value in the boron-bearing steel sheets has not been well discussed yet. In this study, the effect of aluminum content on r -value and recrystallization texture formation was investigated for laboratory-melt boron-bearing low carbon Al-killed steel sheets.

The r -value of continuously annealed boron-bearing Al-killed steel increased with decreasing aluminum content under the same grain size. In the steels with lower aluminum (Al=0.005%) content, the carbide coarsening in hot-rolled sheet was more significant as compared to those with higher aluminum (Al=0.055%) content. The recrystallization temperature was lowered with decreasing aluminum content, and the development of $\langle 111 \rangle$ /ND components was accelerated while that of $\langle 110 \rangle$ /ND components was retarded. Since the increase in aluminum content accelerates AlN precipitation in hot-rolled sheets, boron might remain as in solution and segregate to grain boundaries. On the other hand, the reduction in aluminum content causes preferential precipitation of BN in hot-rolled sheets. The improvement of r -value by reducing aluminum content in B-bearing low carbon steels was caused by the development of $\langle 111 \rangle$ /ND components which was reduced by boron in solution.

Key words: boron; r -value; aluminum; recrystallization texture; continuous annealing.

1. 緒言

連続焼鈍で製造される低炭素 Al-killed 薄鋼板にBを添加すると、粗大BNの析出により微細 AlNの析出量が減少し、粒成長性が向上する¹⁾。この AlN析出量減少にともなう粒成長性の向上で r 値が向上することから、鋼中のB量、Al量がB添加低炭素 Al-killed 薄鋼板の深絞り性に影響を及ぼすことが考えられる。このうちB量については、B添加量を重量パーセント B/N比で1.0~1.5の範囲に制御することで、深絞り性が向上することが報告されている²⁾。ここで、B/N比が1.5以上で深絞り性が低下するのは、過剰に添加されたBが微細な $\text{Fe}_{23}(\text{CB})_6$ を形成して粒成長を抑制するためと考えられてきた。一方、B添加 Al-killed 薄鋼板の深絞り性に及ぼすAlの影響については、Al量の低減で深絞り性が向上すると報告されているもの³⁾、そのメカニズムを詳細に検討したものは見受けられない。

通常、連続焼鈍で Al-killed 薄鋼板を製造する場合、深絞り性向上を目的に熱延板段階で AlNの析出を促進して、固溶N量を低減する⁴⁾。このため、Al添加量の増大で深絞り性は向上する。B添加量がN量よりも少ないB添加 Al-killed 薄鋼板において、Alを積極的に添加してBと結合しないNを AlNとして析出させれば、粒成長性の向上と熱延

板中の固溶N量の低減が両立し、深絞り性がさらに向上すると思われる。しかし、実際は上記のようにAl量の増大で深絞り性が低下するとの報告がなされており、一般の Al-killed 薄鋼板とB添加 Al-killed 薄鋼板では深絞り性に及ぼすAlの影響が逆転する。

そこで、本研究では、B添加 Al-killed 鋼においてAl量が深絞り性や再結晶挙動に及ぼす影響を詳細に調査した。

2. 実験方法

Table 1 に示すB量およびAl量の異なるB添加低炭素 Al-killed 鋼を高周波真空溶解炉で溶製し、50 kg イングットを作製した。Steel A と Steel B の B/N 比は原子比で約 0.7、Al 量はそれぞれ 0.005% と 0.055% とした。Steel C と Steel D は低 Al 鋼の再結晶挙動に及ぼす固溶 B の影響を調べるために用意した。これらのインゴットを 30 mm 厚さまで分塊圧延した後 100 mm 幅、120 mm 長さにて切断した。続けて、

Table 1. Chemical compositions of steels used (wt%).

	C	Si	Mn	P	S	Al	N	B	B/N
Steel A	0.019	0.01	0.14	0.013	0.010	0.005	0.0028	0.0016	0.74
Steel B	0.019	0.01	0.15	0.013	0.011	0.055	0.0023	0.0011	0.62
Steel C	0.013	0.01	0.13	0.014	0.009	0.010	0.0028	0.0020	0.93
Steel D	0.012	0.01	0.14	0.014	0.012	0.014	0.0026	0.0024	1.20

連続鋳造スラブの熱履歴を模擬するため、真空中で1350°Cにおいて30分間保持した後に炉冷した。Steel AおよびSteel Bのスラブについては1080°C, 1120°C, 1150°C, 1250°Cで1時間再加熱して4.5mmの板厚まで熱間圧延した。加熱温度を変化させたのは、同一焼鈍温度で様々な焼鈍板粒径を得るためである。比較に用いたSteel CおよびSteel Dの加熱温度は、1250°Cとした。熱間圧延の仕上温度は880~900°C, 巻取温度は700°Cとした。巻取処理については、圧延後巻取温度まで空冷した後に巻取温度にて炉内で1時間保持後炉冷とした。つぎに、表層にかみこんだスケールを除去するため熱延板の両面を研削し、研削板を冷間圧延率75%で0.7mmまで冷間圧延した。引き続き、750°Cのソルトバスに90秒浸漬することで焼鈍を行い、焼鈍後は直ちに350°Cのソルトバスに2分間浸漬して炭化物の過時効処理を行った。続けて、得られた焼鈍板の降伏点伸びを消去するため、1.7%の調質圧延を行った。

焼鈍板の深絞り性を示す r 値の測定には、JIS 5号の1/2サイズ試験(GL: 25mm, GW: 12.5mm)を用いた。 r 値測定の予歪みは12%とした。また、再結晶挙動観察のために、冷間圧延板を20°C/sで570~750°Cまで窒素ガス中で加熱し、所定の温度への加熱後は保持せず直ちに窒素ガスで冷却した。これらのサンプルの集合組織をX線回折により測定した。最初に再結晶挙動の概略を把握するため、 $\langle 111 \rangle // ND$, $\langle 100 \rangle // ND$, $\langle 110 \rangle // ND$ の回折強度比で集合組織の変化を評価し、その後に薄膜サンプルを用いて、Decker透過法とSchulz反射法によるODF (Orientation Distribution Function)解析を行った。

組織観察は、光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡を用いて、圧延方向と平行な断面で行った。フェライト粒径の測定には、切断法を用いた。

3. 実験結果

3.1 Al添加による r 値の変化

r 値は焼鈍板の結晶粒径の増大にともない上昇する⁵⁾。そこで、焼鈍板粒径で r 値を整理した結果をFig. 1に示す。同一フェライト粒径において、低Al鋼Steel Aの r 値は高Al鋼Steel Bの r 値よりも高かった。これより、Al量が r 値に影響を及ぼしていることが確認された。さらに、低Al鋼でB/N比が0.96のSteel Cと低Al鋼でB/N比が1.20のSteel Dの r 値に注目すると、Steel Cは同じ低Al鋼Steel Aの直線上に位置したが、Steel Dは低Al鋼であるにもかかわらず高Al鋼Steel Bの直線上に位置した。これより、Al量の増大にともなう r 値の変化はB量の増大に起因する r 値の変化と同一であることが示唆される。

3.2 再結晶挙動に及ぼすAl量の影響

1250°Cスラブ加熱材を対象に再結晶挙動を調査した。各焼鈍温度における $\langle 111 \rangle // ND$, $\langle 100 \rangle // ND$, $\langle 110 \rangle // ND$ 集合組

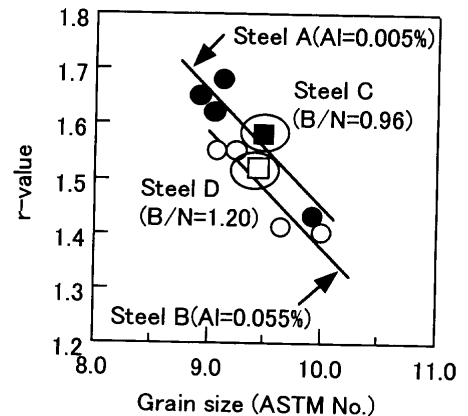


Fig. 1. Effect of Al content and B/N ratio on r -value.

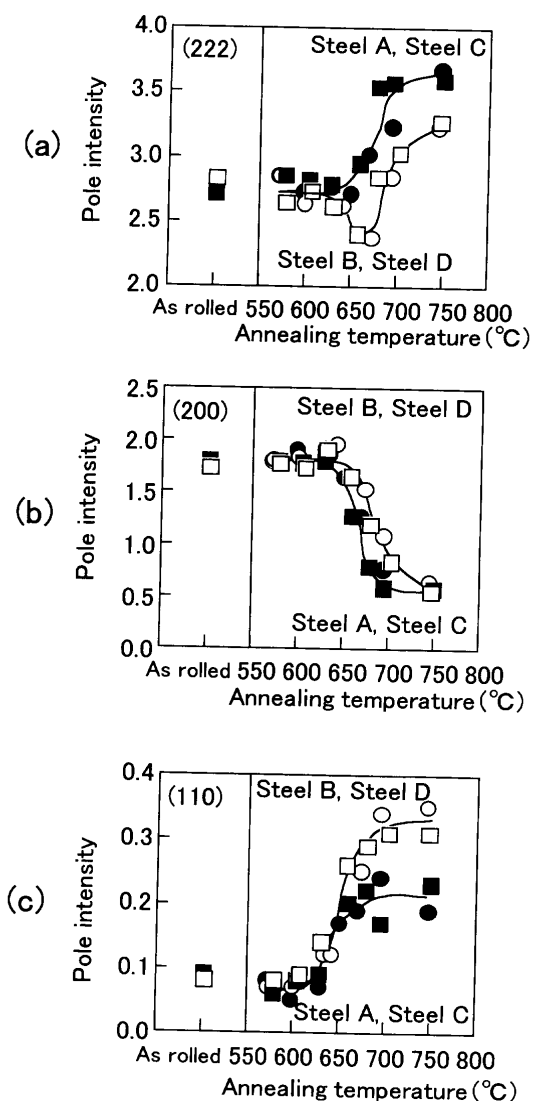


Fig. 2. Effect of Al content and B/N ratio on recrystallization behavior. (a) (222); (b) (200); (c) (110)

織変化をFig. 2に示す。 $\langle 111 \rangle // ND$ 集合組織に注目すると、冷間圧延まま材では、サンプル間に顕著な差は認められなかった。650°C以上の焼鈍温度では、低Al鋼Steel AとSteel Cの回折強度比は、高Al鋼Steel Bや低Al鋼でもB/N比が1以上のSteel Dと比べて高かった。特に、Steel B

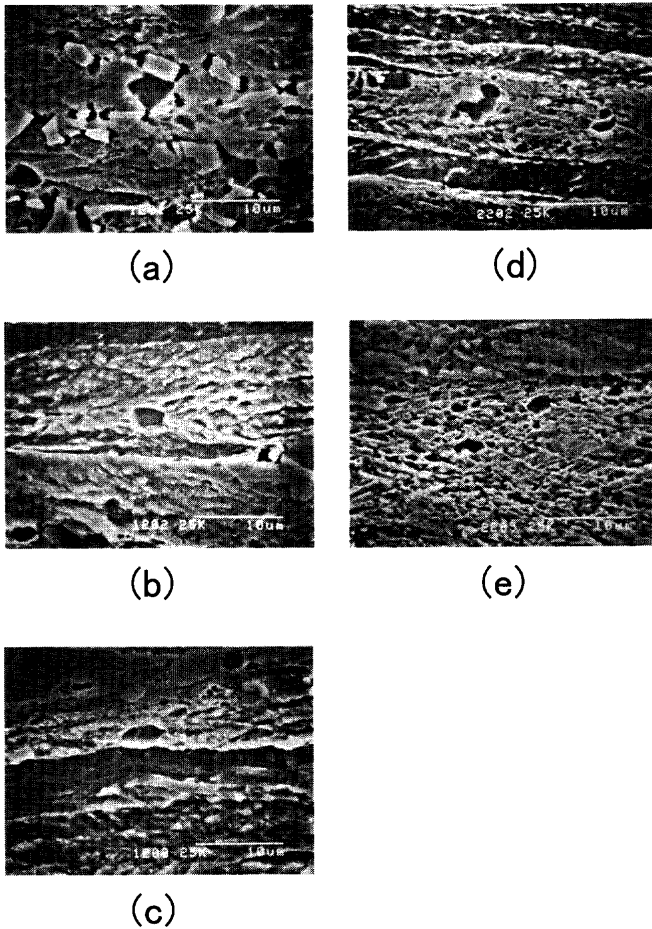


Fig. 3. Scanning electron micrographs showing recrystallized grain in 600°C annealed steels. (a) Steel A, around carbide; (b) Steel A, matrix; (c) Steel A, grain boundary; (d) Steel B, around carbide; (e) Steel B, matrix.

および Steel D では、650°C付近で一度減少した後に増加に転じた。このような〈111〉//ND 集合組織の変化は、極低碳素鋼にBを添加した場合でも認められている⁶⁾。つぎに〈100〉//ND 集合組織の変化に注目すると、低 Al 鋼 Steel A と Steel C の回折強度比は、高 Al 鋼 Steel B や高 B/N 鋼 Steel D に比べて低い焼鈍温度で低下しはじめた。さらに〈110〉//ND 集合組織の変化では、低 Al 鋼 Steel A と Steel C の回折強度比は、高 Al 鋼 Steel B や高 B/N 鋼 Steel D と比べて、低かった。これより、高 Al 鋼 Steel B および高 B/N 鋼 Steel D では、〈111〉//ND 集合組織の発達が抑制され、〈110〉//ND 集合組織の成長が促進されていることが明らかとなった。以上のように、高 Al 鋼 Steel B と低 Al 高 B/N 鋼 Steel D が同様の再結晶挙動を示すことから、高 Al 鋼の再結晶挙動は固溶 B の影響を受けていることが示唆される。

つぎに、再結晶核生成に与える Al の影響を調査するため、600°C 焼鈍材を対象に再結晶初期の再結晶粒を観察した。再結晶粒の SEM 写真を Fig. 3 に示す Steel A では Fig. 3(a) に示す炭化物の周囲、Fig. 3(b) に示す加工粒内および Fig. 3(c) に示す加工粒の粒界に接した再結晶粒が観察された。一方、Steel B では Fig. 3(d) に示す炭化物周囲および

Table 2. Amount of carbon and nitrogen in solution in hot-rolled sheets (wt%).

	C in solution	N in solution
Steel A(Low Al)	0.0011	0.0005
Steel B(High Al)	0.0007	0.0004

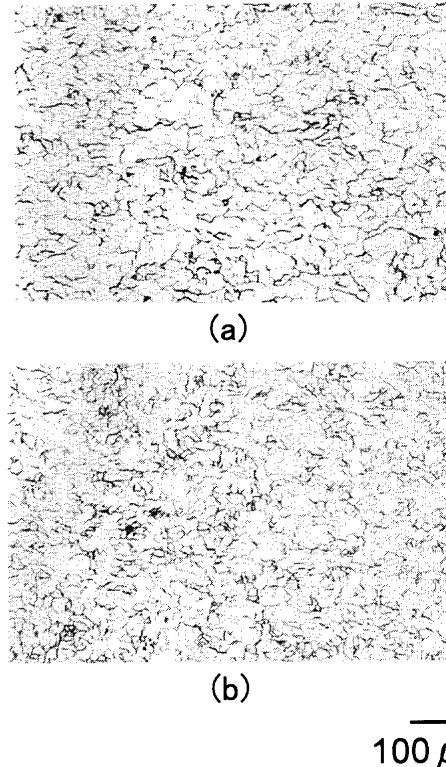


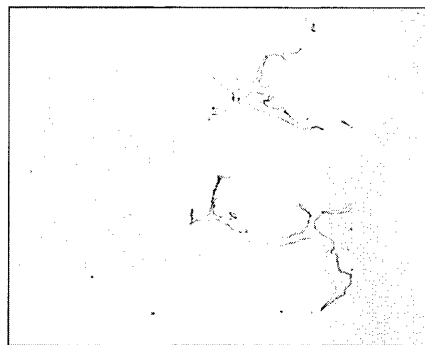
Fig. 4. Optical micrographs showing ferrite grain size in hot-rolled sheet. (a) Steel A, (b) Steel B.

Fig. 3(e) に示す加工粒の粒内で再結晶粒が観察された。このように、Steel B では粒界が加工粒の粒界に接するような粒界近傍における再結晶粒が観察されなかったことから、Steel B では再結晶初期に粒界近傍での再結晶が抑制されていたと考えられる。

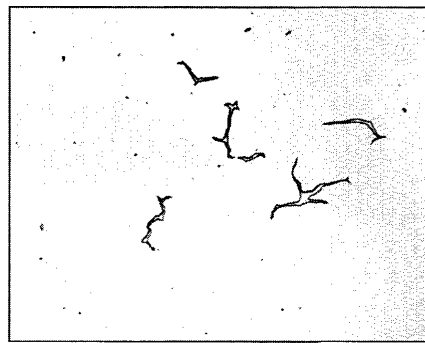
つぎに、再結晶挙動に及ぼす固溶元素および熱延板組織の影響を調査した。固溶 C は冷間圧延時に変形帯の生成を促し⁷⁾、再結晶時に〈110〉//ND 集合組織を発達させ r 値を低下させる⁸⁾。また、Al-killed 鋼では粒界近傍から〈111〉//ND 集合組織が発達する⁹⁾ ため、熱延板フェライト粒の微細化で r 値は向上する^{10,11)}。さらに、熱延板中の炭化物粗大化で r 値は向上する^{12,13)}。

はじめに熱延板中の固溶 C 量、N 量を内部摩擦で測定した結果を Table 2 に示す。低 Al 鋼 Steel A の熱延板中の固溶 C 量および固溶 N 量は Steel B よりも多く、熱延板中の固溶 C、N が Steel B の低 r 値の理由とは考えられない。

熱延板組織の光学顕微鏡写真を Fig. 4 に示す。低 Al 鋼 Steel A 熱延板のフェライト粒は、高 Al 鋼 Steel B のフェライト粒よりも粗大であった。これより、熱延板粒径が高 Al 鋼 Steel B の低 r 値の原因とは考えられない。



(a)



(b)

25 μm

Fig. 5. Optical micrographs showing carbide in hot-rolled sheet. (a) Steel A, (b) Steel B.

Table 3. Amount of boron in solution in hot-rolled sheet.

	(B as BN)/(Total B)
Steel A(Low Al)	1.0
Steel B(High Al)	0.7

さらに、熱延板中のセメントサイトを Fig. 5 に示す。低 Al 鋼 Steel A の炭化物は粒界に粗大に析出していたが、高 Al 鋼 Steel B の炭化物は微細であり、2~3 μm の炭化物も認められた。この炭化物の微細化は Steel B の r 値低下の一因となる可能性がある。しかし、20°C/s の加熱速度で常温から再結晶が始まる 600°C までサンプルを昇温するのに要する時間は高々 30 s であり、Fig. 3(d) に示すように 600°C 焼鈍材においても炭化物の大きさに顕著な変化は認められなかった。これより、焼鈍時の炭化物再固溶に起因する固溶 C 量の増大が粒界近傍の再結晶核発生を抑制したとは考えにくい。

そこで、Br メタノールで熱延板を溶解した後に BN を濾過で捕集し、BN となっている B 量を定量した。鋼中 B 量に対する BN として析出している B 量の割合を Table 3 に示す。低 Al 鋼 Steel A では添加した B はすべて BN として析出していたが、高 Al 鋼 Steel B では添加 B 量の 30% が固溶 B となっていた。この高 Al 鋼熱延板中の固溶 B は、AIN と BN が析出競合した結果、N と結合できずに残留した B であると考えられる¹⁴⁾。なお、過去に報告されている粒成長を抑制する $Fe_{23}(CB)_6$ の有無を確認するため、電解

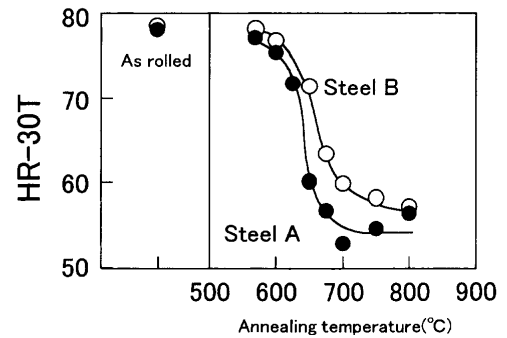
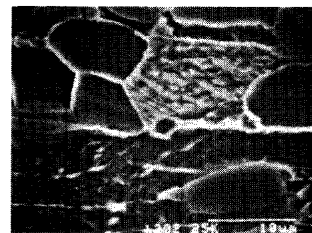
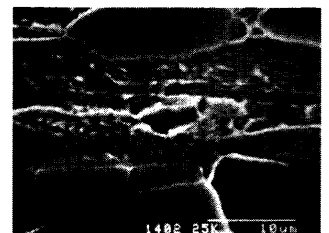


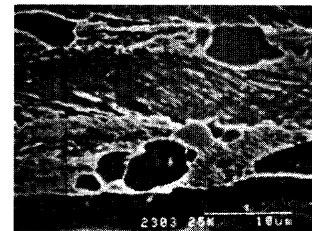
Fig. 6. Change in hardness of cold-rolled sheet with annealing temperature.



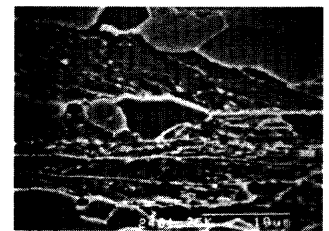
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 7. Scanning electron micrographs showing recrystallized grains. (a) Steel A, 650°C; (b) Steel A, 675°C; (c) Steel B, 650°C; (d) Steel B, 675°C.

抽出で析出物を捕集して定量分析を行ったが、本研究においては $Fe_{23}(CB)_6$ の析出は認められなかった。これは、供試材の C 量が過去の検討²⁾よりも低いためと思われる。

以上より、高 Al 鋼 Steel B では熱延板中に固溶 B が残留し、この固溶 B により高 Al 鋼の再結晶挙動が影響を受けたと考えられる。

4. 考察

4.1 Al 添加による再結晶過程における集合組織変化

Steel A および Steel B の各焼鈍温度における再結晶率の差異を調査するため、各焼鈍温度における冷延板の硬さを測定した。Fig. 6 に焼鈍温度の上昇にともなう冷延板の硬さ変化を示す。高 Al 鋼 Steel B の硬さは低 Al 鋼 Steel A よりも高く、Steel B の再結晶は Steel A よりも遅延していたと考えられる。つぎに、Fig. 7 に 650°C 焼鈍材および

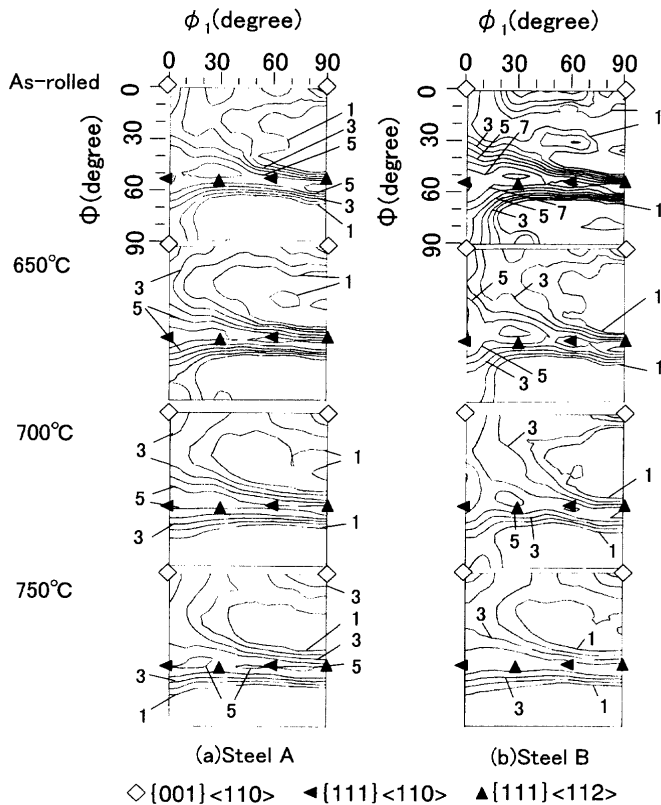


Fig. 8. Change in texture during annealing process.

675°C 焼鈍材の再結晶粒のSEM写真を示す。Fig. 7(a), (b)に示す Steel A の再結晶粒は、加工粒の粒界を越えて粒成長していたのに対し、Fig. 7(c), (d)に示す Steel B の再結晶粒は加工粒の粒界を越えて粒成長していなかった。これと Fig. 3 の観察結果より、Steel B では熱延板粒界への固溶 B の偏析が冷間圧延後の加工粒の粒界へ引き継がれ、再結晶初期においては、加工粒の粒界近傍での再結晶を抑制し、再結晶途中では加工粒の粒界を越える再結晶粒の粒成長を抑制したと考えられる。

つぎに、再結晶途中の集合組織変化を調査するため、各焼鈍温度における ODF $\phi_2=45^\circ$ 断面を Fig. 8 に示す。まず、低 Al 鋼 Steel A について焼鈍温度の上昇にともなう ODF の変化について言及する。As-rolled 材では、 γ fibre への集積が高かった。650°C 焼鈍では、全体的に集積が低下する中で $\{111\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 112 \rangle$ への集積が強まった。 $\{111\}\langle 112 \rangle$ は加工粒の粒内、 $\{111\}\langle 110 \rangle$ は加工粒の粒界近傍から核発生した再結晶集合組織である^{15,16}。これは、Fig. 3 に示したように Steel A では加工粒の粒内および加工粒の粒界近傍で再結晶粒が発生していたことに合致する。さらに、焼鈍温度が上昇すると全体的に集合組織の集積が低下するが、 $\{111\}\langle 112 \rangle$ と $\{111\}\langle 110 \rangle$ への集積は他の方位より高かった。一方、高 Al 鋼 Steel B では、As-rolled 材の集合組織の γ fibre への集積は Steel A よりも高かった。これは、熱延板が細粒であり $\{111\}\langle uvw \rangle$ への集積が高くなりやすく¹⁷、冷間圧延安定方位の $\{111\}\langle 112 \rangle$ ¹⁸ や高冷間圧

延率で $\{111\}\langle 112 \rangle$ から生じる $\{111\}\langle 110 \rangle$ への集積¹⁹ が強まったためと考えられる。高 Al 鋼 Steel B の 700°C 焼鈍材では、Steel A のような焼鈍温度の上昇にともなう $\{111\}\langle 112 \rangle$ や $\{111\}\langle 110 \rangle$ への集合組織の集積は認められなかった。 $\{111\}\langle 112 \rangle$ への集積が認められないことに関しては、熱延板中の粒界偏析 B により冷間圧延時に変形帯が発達し⁶、変形帯から Goss 粒^{20,21} が生じることで、 $\{111\}\langle 112 \rangle$ の発生源である加工粒の粒内が蚕食された可能性が考えられる。また、 $\{111\}\langle 110 \rangle$ への集積が認められないのは、加工粒の粒界に偏析している B が再結晶初期における加工粒の粒界近傍での再結晶を抑制し、さらに再結晶が進行しても加工粒の粒界を越える再結晶粒の粒成長を抑制するためと考えられる。

以上より、Al 添加による B 添加 Al-killed 薄鋼板の r 値の低下はつぎのように考えることができる。高 Al 鋼では熱延板段階で N と結合しなかった B が固溶 B として熱延板粒界に残留する。この固溶 B は、Goss 粒の発生を促進するとともに、加工粒粒界近傍における再結晶と加工粒粒界を越える再結晶粒の粒成長を抑制する。この結果、再結晶の進行にともなう γ fibre への集合組織の集積が低減して高 Al 鋼の r 値は低 Al 鋼よりも低下する。

5. 結言

B 添加 Al-killed 鋼の r 値および再結晶集合組織に及ぼす Al の影響を調査し、以下の結論を得た。

- (1) 低 Al 鋼の r 値は、同一粒径の高 Al 鋼の r 値よりも高い。
- (2) $\langle 111 \rangle // ND$ 集合組織の発達は、Al 添加で抑制される。この $\langle 111 \rangle // ND$ 集合組織の発達抑制は、固溶 B を含む低 Al 鋼でも認められる。
- (3) 高 Al 鋼の熱延板には、AIN と BN の析出競合の結果 N と結合できなかった B が固溶状態で存在する。
- (4) 高 Al 鋼では、再結晶初期における加工粒粒界近傍での再結晶、および再結晶進行時における加工粒粒界を越える再結晶粒の粒成長が抑制される。
- (5) 高 Al 鋼では、Goss 粒により $\{111\}\langle 112 \rangle$ への集合組織の集積が抑制される。また、加工粒粒界近傍の再結晶の遅延と加工粒の粒界を越える再結晶粒の粒成長の抑制により $\{111\}\langle 110 \rangle$ への集積が抑制される。これらにより、高 Al 鋼の r 値は低 Al 鋼よりも低下したと考えられる。

文 献

- 1) N.Takahashi, M.Shibata, H.Hayakawa, K.Kakuta and K.Yamamoto: Conf. Proc. on Metallurgy of Continuous-Annealed Sheet Steel, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1982), 133.
- 2) P.Messien and V.Leroy: *Steel Res.*, **60** (1989), 320.
- 3) M.Sudo and I.Tsukatani: Technology of Continuously Annealed Cold-Rolled Steel Sheet, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1984), 203.
- 4) Y.Fukuoka, A.Nishimoto and O.Nozone: *NKK Tech. Rep.*, **No. 105**

- (1984), 29.
- 5) N.Takahashi, M.Abe, O.Akisue and H.Katoh: Conf. Proc. on Metallurgy of Continuous-Annealed Sheet Steel, TMS-AIME, Warrendale, PA, (1982), 51.
 - 6) Y.Nagataki and Y.Hosoya: *ISIJ Int.*, **36** (1996), 451.
 - 7) P.S.Mathur and W.A.Backofen: *Metall. Trans.*, **4** (1973), 643.
 - 8) A.Okamoto and M.Takahashi: Proc. 6th Int. Conf. on Textures of Materials, Vol. 2, ISIJ, Tokyo, (1981), 739.
 - 9) H.Inagaki: *Tetsu-to-Hagané*, **62** (1976), 50.
 - 10) H.Abe: *Tetsu-to-Hagané*, **52** (1966), 882.
 - 11) T.Senuma and M.Kameda: *J. Jpn. Inst. Met.*, **60** (1996), 717.
 - 12) K.Matsudo, T.Shimomura, K.Osawa, M.Kinoshita, S.Ono and O.Nosoe: *NKK Tech. Rep.*, No. **96** (1982), 11.
 - 13) H.Kubodera, K.Nakaoka, K.Araki, K.Watanabe and K.Iwase: *Tetsu-to-Hagané*, **62** (1976), 846.
 - 14) R.Habu, M.Miyata, S.Sekino and S.Goda: *Tetsu-to-Hagané*, **60** (1974), 48.
 - 15) D.Vanderschuren, N.Yoshinaga and K.Koyama: *ISIJ Int.*, **36** (1996), 1046.
 - 16) H.Inagaki: *J. Jpn. Inst. Met.*, **50** (1986), 250.
 - 17) M.Abe, Y.Kokabu, Y.Hayashi and S.Hayami: *J. Jpn. Inst. Met.*, **44** (1980), 84.
 - 18) R.K.Koh and C.G.Dunn: *J. Met.*, **7** (1955), 401.
 - 19) H.Inagaki: *Z. Metallkd.*, **78** (1987), 431.
 - 20) E.Furubayashi: *Tetsu-to-Hagané*, **56** (1970), 734.
 - 21) M.Konishi, T.Obara and T.Tanaka: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 1833.