

せん断と圧延の2段加工による組織微細化と集合組織制御

同志社大学 機械システム工学科
教授 宮本 博之
(平成 25 年度一般研究開発助成 AF-2013021)

キーワード：強ひずみ加工、ステンレス鋼板、集合組織、成形性、リジニング

1. 研究の目的と背景

11%以上のCrを含有するフェライト系ステンレス鋼は耐食性や加工性に優れているのに加えて、希少金属であるNiを必要としない省資源型のステンレス鋼である。このようなフェライト系のステンレス鋼板は深絞りなどのプレス成形時に、圧延方向に引張変形を加えるとリジニングと呼ばれる圧延方向のしわが生じて、成形性や美観を損なうことがある。リジニングは圧延方向に沿って形成される $\langle 100 \rangle // ND$ 付近の結晶方位を有するコロニーと呼ばれる結晶粒群の塑性異方性が原因である¹⁻⁴⁾。特にC, N量が低いフェライト系ステンレス鋼は融点から室温まで変態点が存在しないために、凝固・熱間圧延を通して粒成長が進行し圧延安定方位である $\{100\}\langle 011 \rangle$ 方位を中心とする粗大なバンド組織が形成される。この $\{100\}\langle 011 \rangle$ 方位粒は内部の不均一組織や転位密度が低く非常に再結晶しにくいいため、その後の冷間圧延や最終焼鈍後にも回復組織としてコロニーが残存する⁵⁻⁷⁾。 $\{100\}\langle 011 \rangle$ 方位のバンド状組織を完全に再結晶させて結晶方位をランダム化させることによりリジニングを改善することが可能であり⁸⁻¹²⁾、これまでリジニング改善の方法として多様な方法が報告されている¹³⁻¹⁹⁾。著者らはバルク状金属材料の結晶粒超微細化手法である強ひずみ加工法の一つであるECAP (Equal-Channel Angular Pressing) 法^{20,21)}を、冷間圧延前に1パスだけ加工して格子欠陥を導入して再結晶を促進する方法を考案した²²⁾。ECAPは結晶粒微細化の目的で行うのが本来の加工法であるが、試料形状変化なしで単純せん断ひずみを導入することが可能であるため、本研究ではひずみ経路の変化によるせん断帯の導入やそれに伴う優先結晶方位の変化の観点から加工組織や集合組織の制御を目的としている。著者らはチャンネル角が 120° のECAP金型を利用して、冷間圧延前の1パスECAP加工が再結晶を促進し、リジニングの軽減とランクフォード値の上昇について報告した²²⁾。本報告では、さらにチャンネル角 90° のECAP加工の結果を加え、フェライト系ステンレス鋼の集合組織や再結晶挙動に及ぼすチャンネル角度の影響、そして単結晶材料を用いたせん断帯導入の優先方位の影響を検証した。

2. 実験方法

ECAPチャンネル角が及ぼすリジニングの影響については、16mass%Crフェライト系ステンレス鋼であるSUS430LX実機熱延板を利用した。熱延板を1213 K, 300 s

の均熱、空冷した後に初期寸法を板厚4 mm, 幅50 mm, 長さ100 mmに加工してECAP加工を行った。図1の模式図に示すように、ECAPの交差する経路のチャンネル角が $\Phi=120^\circ$, $\Phi=90^\circ$ の二種類の金型を用いて、川崎油工(株)製の200トン油圧プレスを利用して1パスのみ加工した。押し出し方向は圧延方向(RD)と一致させた。

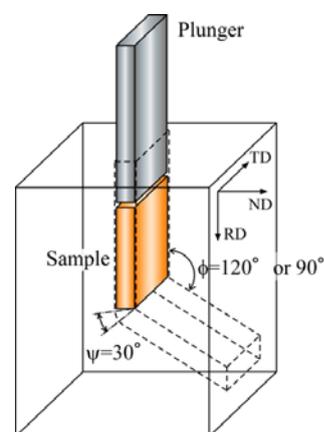


図1. 板用ECAP法の模式図

ECAP加工において加えられる1パスあたりの相当塑性ひずみは以下の式で与えられる²³⁾。

ここで Φ は先述のチャンネル角、 Ψ はコーナー部外側の圆弧の角度であり、本研究で用いた金型は 30° である。この(1)式からチャンネル角が 120° と 90° のときの相当塑性ひずみ(ϵ)はそれぞれ0.62, 1.01となる。図2に示す加工工程は、ECAP加工を省略した冷間圧延のみの従来工程、チャンネル角が 120° のECAP加工を1パスのみ冷間圧延前に加えた二段工程(以下、 120° -ECAP複合工程と称する)、そしてチャンネル角が 90° の1パスECAP後の冷間圧延による二段工程(以下、 90° -ECAP複合工程と称する)の3つの工程を示している。従来行程、 120° -ECAP複合工程、 90° -ECAP複合工程の相当塑性ひずみの総和は、それぞれ2.19, 2.81, 3.20である。冷間圧延後の最終焼鈍については赤外線イメージ炉にて昇温速度約30 K/sで1213 Kに到達後90 s間保持したのちに空冷した。結晶方位分布は電界型走査電子顕微鏡JSM-7001FD型FE-SEM(日本電子製)に装着した電子線後方散乱回折(EBSD)法(オックスフォードインスツルメンツ製)により測定した。このようにして作製した鋼板に対してランクフォード値(r 値)とリジニング性の評価として表面粗さ測定をおこなった。 r 値は圧延方向に対して 0° , 45° , 90° の三方向につ

いて 15%の伸びで測定した。表面粗さの測定には共焦点顕微鏡 OPTELCICS H1200 (レーザーテック社製) を利用した。

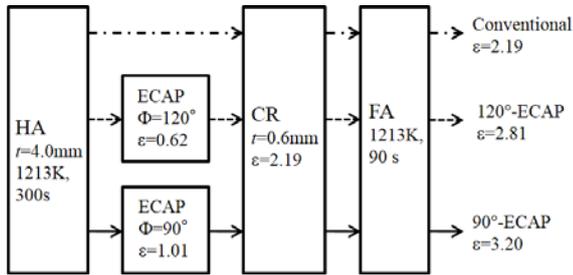


図2 ステンレス鋼板の作製工程図

3. 結果および考察

3.1 ECAP 前後の組織変化

ECAP 前後の板厚中心付近の TD 面からの EBSD による結晶方位マップを Fig. 3 に示す。これらの結晶方位マップは圧延面 (ND) に平行な方位で表示されており、(a)は ECAP 加工前、(b)および(c)はそれぞれ 120°-ECAP および 90°-ECAP 加工後の組織である。図 3 (a)に示すように、ECAP 加工前の熱延板は赤色で表示される<100>/ND 方位を持つ粗大でかつ圧延方向に伸長した結晶粒が非常に高い面積を占有している。この<100>/ND は圧延安定方位であり、圧延後においても低転位密度で変形帯などの不均一組織が少ないのが特徴である⁹⁾。したがって、再結晶の駆動力が非常に低く、最終焼鈍後にも回復組織として近似の結晶方位を有する結晶粒群であるコロニーとして残留する⁹⁾。図 3 (b)より、120°-ECAP 加工後にはせん断方向にわずかな伸長が確認されるが、赤色で示される<100>/ND 粒が依然に多く残留している。図中の破線円で示すように、複数の結晶粒内部に結晶粒を分断するように方位の異なった不均一変形組織が観察されるが、これは結晶粒スケールのせん断帯と考えられる。このようなマイクロサイズのせん断帯はステンレス鋼の他、炭素鋼や IF 鋼などの BCC 金属²⁴⁻³⁰⁾、さらに積層欠陥エネルギーの高いアルミニウム合金³¹⁻³³⁾などで観察されており、In-grain shear bands²⁴⁻³⁷⁾、grain-scale shear band³¹⁾や Microshear band³³⁾と研究者によって異なった名称で呼ばれているが、本論文では単にせん断帯と呼ぶことにする。このせん断帯はリジングの原因となる粗大な<100>/ND 方位粒の内部にも観察される。一方、図 3 (c)の 90°-ECAP 加工では結晶粒はさらにせん断方向に伸長しており、120°-ECAP 材より大きなせん断ひずみを受けていることがわかる。図 3 (b)と同様に、破線円で示すように結晶粒内部にせん断帯が観察される。また、結晶回転が進行して赤色の<100>/ND 粒が減少し、<110>/ND が増加しており、全体的に集合組織の優先方位が変化していることがわかる。図 4 (a), (b)は、それぞれ 120°および 90°-ECAP 材のせん断帯付近の微細組織写真であり、(c), (d)はそれぞれ(a), (b)中の A 点から B 点までの

線分に対応した EBSD による方位差分布結果である。図 4 (c), (d)より明らかなようにせん断帯を挟んで、5° から最大 25° 程度の方位差が存在することが明らかである。また、位置によるバラツキが存在するものの、図 4(d)に示すように概してせん断ひずみの大きい 90°-ECAP 材の方がせん断帯と母相との方位差が大きい傾向がある。

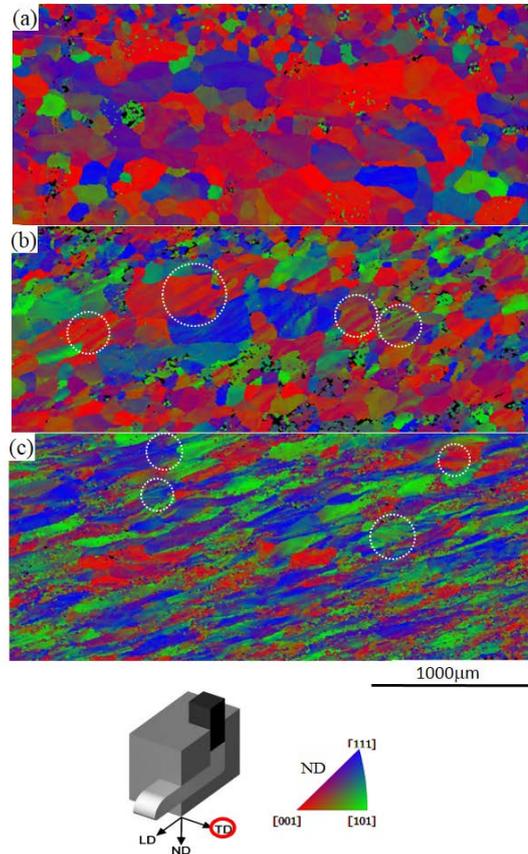


図3 ECAP 前後の断面方位マップ、(a)ECAP 前、(b) 120°-ECAP 後、(c) 90°-ECAP 後

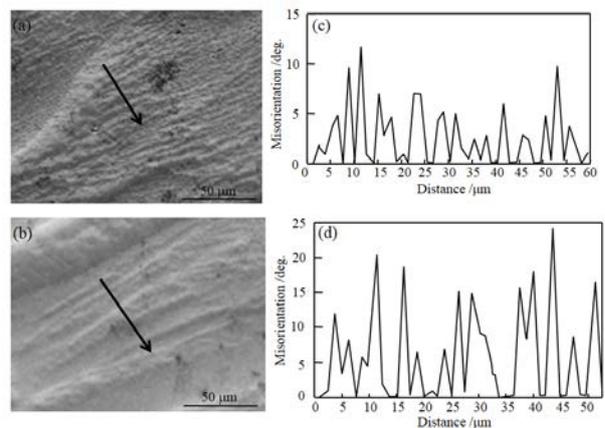


図4 ECAP 後の SEM 像と断面方位変化、(a)(c) 120°-ECAP, (b)(d) 90°-ECAP 後

3.2 冷間圧延後の組織変化

冷間圧延後の TD 面の EBSD 観察結果を図 5 に示す。図 5(a)は、従来圧延工程、(b)は 120°-ECAP 複合工程、そして (c)は 90°-ECAP 複合工程を示している。すべての工程で圧延方向に平行なバンド状組織が発達している。図 5(a)の圧延のみの従来工程材では<100>//ND バンド組織の内部には均一で、せん断帯のような不均一変形組織は確認できない。一方、120°-と 90°-複合工程では図 5(b),(c)の破線の円で示すように部分的にバンド状組織がせん断帯により分断されていることがわかる。

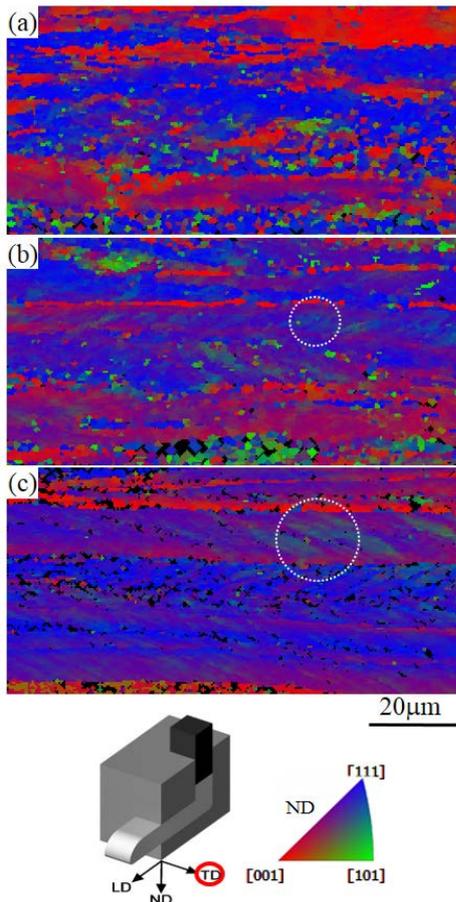


図 5. 冷延後の断面 EBSD による方位マップ
(a)ECAP なし、(b) 120°-ECAP、(c) 90°-ECAP 工程

3. 3 最終焼鈍後の組織変化と軟化挙動

X 線で測定した最終焼鈍前後の {100} 極点図を図 6 に示す。最終焼鈍前において、従来工程では冷間圧延後、{001}//ND 方位に強く集積した集合組織を形成している。一方、ECAP 加工を加えた二段工程でも圧延集合組織は特徴的な優先方位からなり、{111}<011>成分が強くなり BCC 金属に特徴的な{011}//RD 方位を中心とする集合組織を示している。このことは ECAP 加工で{001}//ND から結晶回転した結晶粒がその後の冷間圧延において他の方位に結晶回転したことを示している。図 3(c)において 90°-ECAP 加工後では TD 軸まわりの結晶回転により{001}<110>が減少して{110}<001>方位が増加している。五弓らによる Fe-Si 単結晶を利用した研究で{110}<001>方

位は圧延により{111}<112>方位に結晶回転することが報告されている³⁸⁾。このことから、ECAP 加工による冷延前方位の変化が圧延集合組織の<111>//ND の集積を高めたものと考えられる。次に、最終焼鈍後では極低 CN 鋼に特

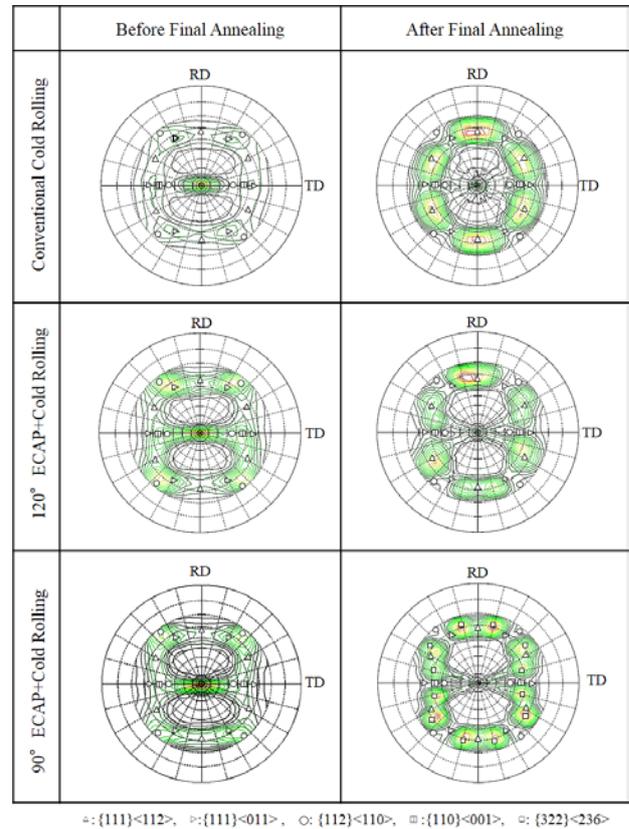


図 6. 最終熱処理前後の{100}極点図

微的な「ファイバー」と呼ばれる<111>//ND 方位群からなる再結晶集合組織を示しているが、90°-ECAP 加工では{111}<112>方位が{433}<348>~{322}<236>にかけて分離し、高冷延率で現れるいわゆる{h,1,1}<1/h,1,2>方位にスプリットする傾向が見られる³⁹⁾。

1213 K の最終焼鈍後の板厚中心部の ND 面の方位分布とその逆極点図を図 7 に示す。図 7(a)は、従来圧延工程、(b)は 120°-ECAP+圧延複合行程、そして(c)は 90°-ECAP+圧延複合行程を示している。いずれの結晶方位も先と同様に ND に平行に表現している。図 7(a)に示す従来工程では粗大な<100>//ND 方位が非常に多く分布しており、リジングの原因となる圧延方向に伸びた<100>//ND と<111>//ND の二つの方位が交互に配列して組織となっている。一方、図 7 (b), (c)に示す 120°と 90°-ECAP 複合工程でも{100}と{111}の二つの方位に集積していることに変化はないが、コロニーが分断して微細化され、<100>//ND 方位成分の割合が低くなっており、リジングの軽減が期待できる。次に、ECAP 加工が、最終焼鈍中での再結晶挙動に及ぼす影響を確認するため、従来行程材、120°-ECAP と 90°-ECAP 複合行程材を種々の温度で熱処理を行った。それぞれの各温度

での熱処理後の硬さ変化を図8に示す。冷間圧延前に ECAP 加工を加えることにより明らかに軟化が低温で開始している。また、ECAP1 パスでの加工発熱は大きくても 150K 程度であり⁴⁰⁾、冷間圧延での加工発熱は 100K 以

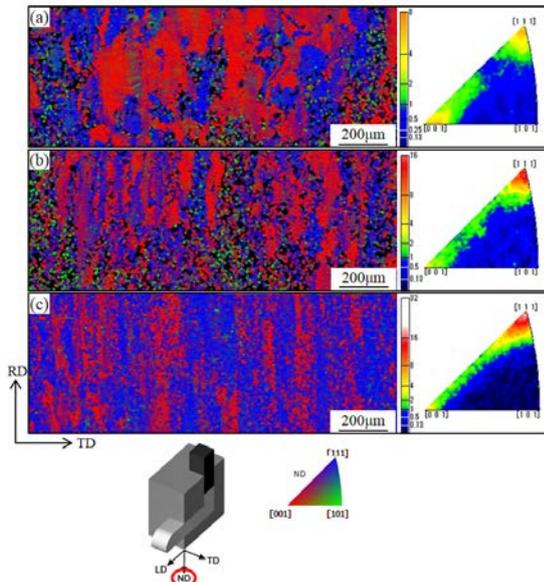


図7. 最終熱処理後の板面における EBSD 方位マップ (a)ECAP なし、(b) 120°-ECAP、(c) 90°-ECAP 工程

下である⁴¹⁾ことが報告されていることから、加工発熱による回復は軽微でありこれによる再結晶挙動の変化はほとんどないものと考えられる。さらに、973~1073K の熱処理材の光学顕微鏡観察より、従来工程では 1073K で、そして 120°および 90°-ECAP 複合工程では 1023K で、バンド組織から等軸組織に変化し、再結晶がほぼ完了していることを確認した。このように ECAP 加工の導入により再結晶が低温で進行することが明らかになった。しかしながら、ECAP のチャンネル角が再結晶温度に及ぼす影響は非常に小さいことが明らかになった。

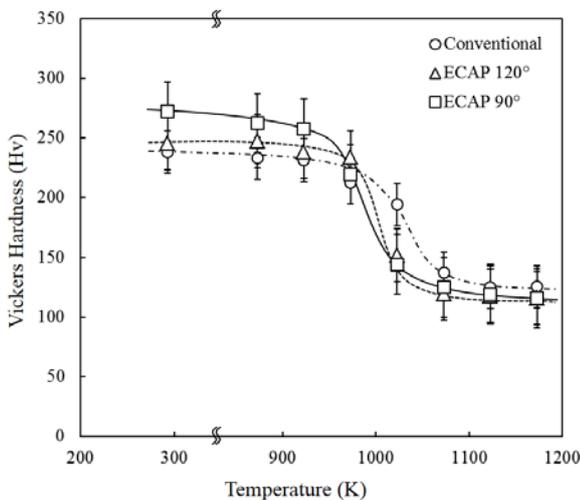


図8. 最終熱処理における温度と硬度の関係

3. 4 冷延焼鈍板の r 値とリジング

深絞り性の指標となる r 値を測定したところ、三方向の平均値 $r = (r_0 + 2r_{45} + r_{90})/4$ は従来工程材、120°および 90°-ECAP 複合行程材の順にそれぞれ 1.6, 1.9, 2.0 という結果となり、ECAP 加工の影響により深絞り性が改善されることが示唆される。次に、その引張試験片の ND 面において、共焦点顕微鏡による表面粗さ測定を行った。図 9(a), (b), (c)に、従来行程材、120°および 90°-ECAP 複合行程材の引張試験片の表面粗さ測定結果を、そして(d), (e), (f)に、それぞれの外観写真を示す。表面粗さの測定方向は RD 方向と垂直な方向に測定した。図 9(a)の従来工程材と比較して(b)と(c)の 120°、90°-ECAP 工程はリジングに起因する粗さが明らかに減少している。また、図 9(e),(f)より外観写真からでもリジングの低減が観察されたが、チャンネル角の影響はほとんど見られない。

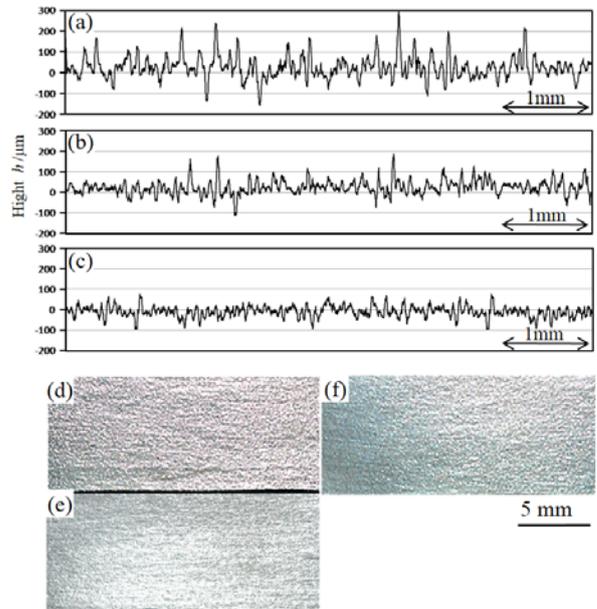


図9. 最終熱処理後のリジング評価結果 (a)ECAP なし、(b) 120°-ECAP、(c) 90°-ECAP 工程

4. 結論

フェライト系ステンレス鋼板に対して、ECAP (チャンネル角 120°, 90°) を 1 パス加工した後に冷間圧延、最終焼鈍を行った。各工程後の加工組織に着目し、再結晶挙動やリジングに及ぼす ECAP 加工のチャンネル角の影響およびせん断帯導入に及ぼす優先方位の影響を検討した結果、以下のことが明らかになった。

- 1) 冷延前の 1 パスの ECAP 加工により結晶粒スケールのせん断帯が形成する。このせん断帯の方位は母相結晶粒とは異なる方位を有し、その方位差はチャンネル角の減少により増加する。また、従来工程では欠陥のないバンド組織が形成されるのに対して、ECAP を加

えた複合工程ではバンド組織がせん断帯により分断される。

- 2) 最終焼鈍後は<111>/ND と<100>/ND 方位粒が圧延方向に沿って交互に配列したコロニーを形成するが、ECAP 加工の導入により、コロニーが弱まると同時に<111>/ND 方位が多くなり、<100>/ND 方位が少なくなる。これに対応して、リジグ性と r 値はやや向上していたが、チャンネル角の影響は微小である。また、ECAP 加工の導入により、軟化開始温度が 50 K 低下するが、チャンネル角の影響はほとんどない。
- 3) 再結晶しにくい {100}<011> と再結晶しやすい {111}<112> の二つの単結晶材料を用いて ECAP 加工および冷間圧延を行った。いずれの方位を有する材料においても、ECAP 加工でせん断帯が形成され、冷間圧延後の最終焼鈍の再結晶温度は低下する。

謝 辞

本研究は平成 25 年度天田財団一般研究開発助成を受けたものであり、謝意を表する。

参考文献

- 1) H. Takechi, H. Kato, T. Kakunami and T. Nakayama: *J. Jpn. Inst. Met.*, **31**(1967), 717.
- 2) N. Ohashi: *J. Jpn. Inst. Met.*, **31** (1967), 519.
- 3) R. N. Wright: *Metall. Trans.*, **3** (1972), 83.
- 4) H. C. Chao: *Metall. Trans.*, **4** (1973), 1183.
- 5) N. Tsuji, T. Shinmiya, Y. Saito and M. Muraki: *ISIJ Int.*, **38**(1998), 380.
- 6) N. Tsuji, K. Tsuzaki and T. Maki: *ISIJ Int.*, **33**(1993), 783.
- 7) Y. Uematsu and K. Yamasaki: *Tetsu-to-Hagane*, **78**(1992), 632.
- 8) M. Brochu, T. Yokota and S. Satoh: *ISIJ Int.*, **37** (1997), 872.
- 9) O. Engler, M. Y. Huh and C. N. Tome: *Metall. Mater. Trans.*, **36A** (2005), 3127.
- 10) P. D. Wu, H. Jin, Y. Shi and D. J. Lloyd: *Mater. Sci. Eng. A*, **423** (2006), 300.
- 11) P. D. Wu, D. J. Lloyd and Y. Huang: *Mater. Sci. Eng. A*, **427**(2006), 241.
- 12) C.S. Da Costa Viana, A.L. Pinto, F.S. Candido and R.G. Matheus: *Mater. Sci. Tech.*, **22** (2006), 293.
- 13) J. Harase, K. Ota, R. Shimizu and T. Takeshita: *Tetsu-to-Hagane*, **76**(1990), 1520.
- 14) J. Harase, T. Takeshita and Y. Kawano: *Tetsu-to-Hagane*, **77** (1991), 1296.
- 15) H. Takeuchi, H. Mori, Y. Ikehara, T. Komano and T. Yanai: *Tetsu-to-Hagane*, **66**(1980), 638.
- 16) M.Y. Huh and O. Engler: *Mater. Sci. Eng. A*, **308** (2001), 74.
- 17) T. Tsuchiyama, R. Hirota, K. Fukunaga and S. Takaki: *ISIJ Int.*, **45** (2005), 923.
- 18) J.H. Lee, S.H. Park and M.Y. Huh: *Mater. Sci. Forum*, **449-452** (2004), 113.
- 19) T. Kaneko, H. Utsunomiya, Y. Saito, T. Sakai and N. Furushiro: *Tetsu-to-Hagane*, **89**(2003), 653.
- 20) R.Z. Valiev and T.G. Langdon: *Prog. Mater. Sci.*, **51** (2006), 881.
- 21) V.M. Segal: *Mater. Sci. Eng. A*, **197** (1995), 157.
- 22) H. Miyamoto, T. Xiao, T. Uenoya and M. Hatano: *ISIJ Int.*, **50** (2010), 1653.
- 23) Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon: *Scr. Mater.* **35** (1996), 143.
- 24) M.R. Barnett and J.J. Jonas: *ISIJ Int.*, **37** (1997), 706.
- 25) M.R. Barnett and J.J. Jonas: *ISIJ Int.*, **37** (1997), 697.
- 26) M.R. Barnett: *ISIJ Int.*, **38** (1998), 78.
- 27) J.J. Jonas: *J. Mater. Proc. Tech.*, **117** (2001), 293.
- 28) M.D. Nave, M.R. Barnett and H. Beladi: *ISIJ Int.*, **44** (2004), 1072.
- 29) Q.Z. Chen, M.Z. Quadir and B.J. Duggan: *Philos. Mag.*, **86** (2006), 3633.
- 30) C. Zhang, Z. Liu and G. Wang: *J. Mater. Proc. Tech.*, **211** (2011), 1051.
- 31) A. Korbel, J.D. Embury, M. Hatherly, P.L. Martin and H.W. Erbsloh: *Acta Metall.*, **34**(1986), 1999.
- 32) M. Gasperini, C. Pinna and W. Swiatnicki: *Acta Mater.*, **44** (1996), 4195.
- 33) P.J. Hurley and F.J. Humphreys: *Acta Mater.*, **51** (2003), 1087.
- 34) P. Wagner, O. Engler and K. Lucke: *Acta Metall. Mater.*, **43** (1995), 3799.
- 35) E. El-Danaf, S.R. Kalidindi, R.D. Doherty and C. Necker: *Acta Mater.*, **48** (2000), 2665.
- 36) A.A. Ridha and W.B. Hutchinson: *Acta Metall.*, **30** (1982), 1929.
- 37) T. Haratani, W.B. Hutchinson, I.L. Dillamore and P.S. Bate: *Metal Sci.*, **18** (1984), 57.
- 38) I. Gokyu and S. Matsuo: *J. Japan Inst. Metals*, **31** (1967), 374.
- 39) H. Honma, S. Nakamura, N. Yoshinaga: *Tetsu-to-Hagane*, **90**(2004), 510.
- 40) P. Quang, A. Krishnaiah, S.I. Hong and H.S. Kim: *Mater. Trans.*, **50**(2009), 40.
- 41) S. Sukumoda, J. Kihara and T. Aizawa: *Tetsu-to-Hagane*, **74**(1988), 1970.
- 42) K. Ushioda and W.B. Hutchinson: *ISIJ Int.*, **29** (1989), 862.
- 43) J.D. Embury, W.J. Poole and E. Koken: *Scr. Mater.*, **27** (1992), 1465.