

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 6 月 4 日現在

機関番号：34310

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2010～2012

課題番号：22560741

研究課題名（和文） せん断と圧延の複合加工による集合組織制御と高成形性ステンレス鋼板の開発

研究課題名（英文） Texture control for high formability of ferritic stainless steel by combined processing of ECAP and cold-rolling.

研究代表者

宮本 博之 (MIYAMOTO HIROYUKI)

同志社大学・理工学部・教授

研究者番号：10298698

研究成果の概要（和文）：

フェライト系ステンレス鋼熱延板に対して、ECAP を 1 パス加工した後に冷間圧延、最終焼鈍を行った。再結晶挙動やリジングに及ぼす影響について検証した。

- 1) ECAP 加工により結晶粒スケールのせん断帯が形成していることが確認された。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していた。
- 2) 最終焼鈍後は<111>/ND と<001>/ND 方位粒が圧延方向に沿って交互に配列したコロニーになっていたが、ECAP 加工により、コロニーが弱まると同時に<111>/ND 方位が多くなり、<001>/ND 方位が少なくなる傾向にあった。これに対応してリジング性と r 値はやや向上していたが、その効果は限定的であった。

研究成果の概要（英文）：

Equal-channel angular pressing (ECAP) was applied to 16mass%Cr steel sheets for one pass prior to cold rolling in order to improve formability and alleviate ridging of the sheets. Effect of channel angle of ECAP (90° and 120°) on the deformation microstructure and the subsequent recrystallization was focused. One-pass ECAP indeed modified the cold-rolled microstructures, texture and subsequent recrystallization as compared with that in cold rolling alone. In particular, grain-scale shear bands were introduced during ECAP in otherwise hard-to-recrystallize <001>/ND grains by ECAP, and they facilitated the recrystallization. However, the effect of reducing the channel angle from 120° to 90° on the recrystallization and the formability was limited in spite of higher shear strain imposed on the sheets.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010 年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2011 年度	600,000	180,000	780,000
2012 年度	600,000	180,000	780,000
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・金属生産工学

キーワード：強ひずみ加工、集合組織、ステンレス鋼、リジング

## 1. 研究開始当初の背景

11~17%のCrを含む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ため、本鋼種の重要性は今後高まると考えられる。しかし、本鋼種は深絞りなどのプレス成形において、圧延方向に引張り変形を加えるとリジングと呼ばれる圧延方向にしわが生じて、成形性や美観を損なうことがある。

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(Severe plastic deformation, SPD)の一つであるECAP(Equal-Channel Angular Pressing)法を薄板に適用して、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。

本研究では薄板に適用するのは技術的に困難であったチャンネル角が $90^\circ$ の加工に成功したので、これまでの $120^\circ$ 加工に加えて $90^\circ$ の加工を実施し、両者を比較するとともにその後の再結晶挙動やリジングへの効果を報告する。

## 2. 研究の目的

本研究ではフェライト系ステンレス鋼熱延板にECAP法を中間加工として適用し、その集合組織と再結晶組織形成機構と冷延板の再結晶挙動を調べることにより、リジングの改善メカニズムを解明することを目的とした。

## 3. 研究の方法

商用の16mass%Crフェライト系ステンレス鋼であるSUS430LX実機熱延板(ミルシート記載のC:0.0038wt%, Si:0.123wt%, Mn:0.12wt%, P:0.025wt%, S:0.0014wt%, Cr:16.14wt%, Ti:0.28wt%)を利用した。熱延板を $940^\circ\text{C}$ 、5分間の均熱、空冷した後に初期寸法を板厚4、幅50、長さ100mmに加工してECAP加工を行った。チャンネル角 $120^\circ$ の場合のECAP法の模式図を図1に示す。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。潤滑剤はテフロン粉末であるスミロンパウダースプレー(住鋇潤滑剤株式会社)を使用した。試験全体の加工プロセスと相当ひずみ換算によるECAPと圧延でのひずみの総和を図2に示す。加工工程はECAP加工を省略した従来工程、およびチャンネル角が $120^\circ$ および $90^\circ$ のECAP加工を1パスのみ冷間圧延前に加えた複合工程(以下、

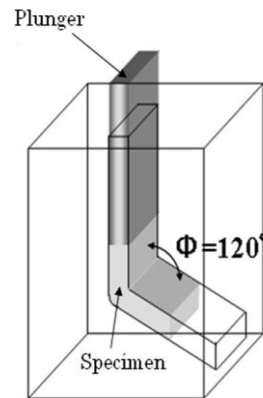


図1. ECAPの模式図

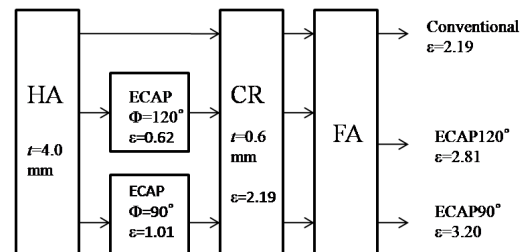


図2. 加工プロセス

それぞれ $120^\circ$ 、 $90^\circ$ 複合工程と称する)の3つの工程で比較した。最終焼鈍については赤外線イメージ炉にて昇温速度30秒で $940^\circ\text{C}$ に到達90秒間保持したのちに空冷した。冷間圧延後および最終焼鈍後の集合組織はリガクRINT2500HによりX線回折を行った。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)により行った。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 $0^\circ$ 、 $45^\circ$ 、 $90^\circ$ の三方向について15%の伸びで測定した。表面粗さは共焦点顕微鏡OPTELCIS H1200を利用した。

## 4. 研究成果

### (1)ECAP前後の組織変化

図3に示すようにECAP加工前の熱延板は $\langle 001 \rangle // \text{ND}$ 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 $\langle 001 \rangle // \text{ND}$ は圧延安定方位であり、圧延後においても転位密度が低くて変形帯などの不均一組織が少ないのが特徴であ

る. したがって非常に再結晶の駆動力が低く, 最終焼鈍後にも回復組織として近接し

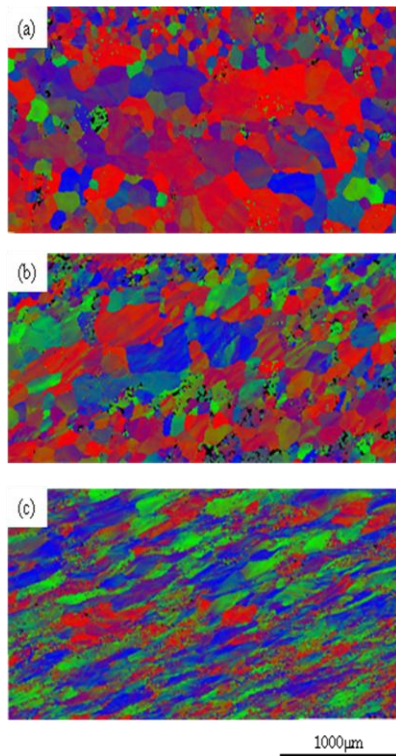


図3. ECAP前後のEBSD像  
(a)ECAP前、(b)120°ECAP後、(c)90°ECAP後

た結晶方位の結晶粒群であるコロニーとして残留する. 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<001>//ND粒が依然に多く残留している. 複数の結晶粒内部に方位の異なった結晶粒を分断するように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, さらに積層欠陥エネルギーの高いアルミニウム合金などで観察されており, In-grain shear bands, grain-scale shear band や Microshear band と名称で呼ばれている. 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<001>//ND方位粒の内部にも観察される. 一方, 90°ECAP加工では結晶粒は120°ECAP材に比較してさらにせん断方向に伸長している. また, 結晶回転が進行して<001>//ND粒が減少して{110}//NDが増加している. しかし, 結晶粒の伸長と強加工に起因する電子線回折のパターンクオリティの低下により, 結晶粒内部にせん断帯の確認は困難であった. せん断帯と考えられる付近でEBSDにより方位差分布を測定した. その結果, 図4に示す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

することが明らかとなった. また, 場所によるバラツキが存在するものの概して90°ECAP材の方がせん断帯と母相の方位差が大きい傾向にあった.

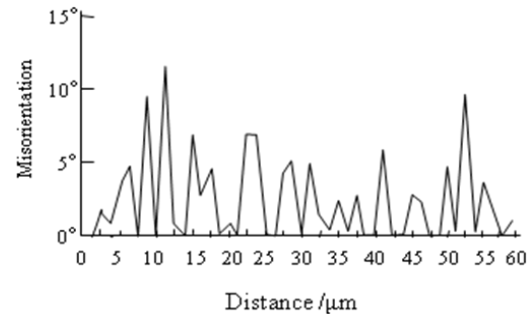


図4. せん断帯周辺の方位差分布

冷間圧延後にEBSDで方位を測定した結果, 図5に示すように従来工程材では<001>//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°複合工程では部分的にバンド状組織がせん断帯により細かく分断されていた. このことはECAP加工によって導入されたせん断帯が冷間圧延後も残存してバンド組織を分断したか, あるいはECAPによる結晶回転によりせん断が形成しやすい方位に変化したため, その後の冷間圧延によりせん断帯の形成が助長されたものと考えられる. せん断帯の形成は結晶粒の初期方位に強く依存し, 冷間圧延の場合は<001>//ND方位粒は圧延中に方位変化がなく安定でせん断帯や変形帯など格子欠陥がほとんど形成しない. 本研究でも熱間圧延後には図2に示したように<001>//ND方位が大部分を占めているため冷間圧延だけではせん断帯がほとんど形成しないと考えられる. このように圧延後に観察されたせん断帯の大部分はECAP加工によって直接形成されたか, ECAPによる結晶回転による間接的効果により冷間圧延中に形成したものと考えられる.

## (2)集合組織変化

図6に示すように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. これは熱延焼鈍板では圧延安定な<001>//ND方位粒が大部分を占めており, 冷間圧延中も結晶回転を起さなかったためである. 一方, ECAP加工を加えた工程では, {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



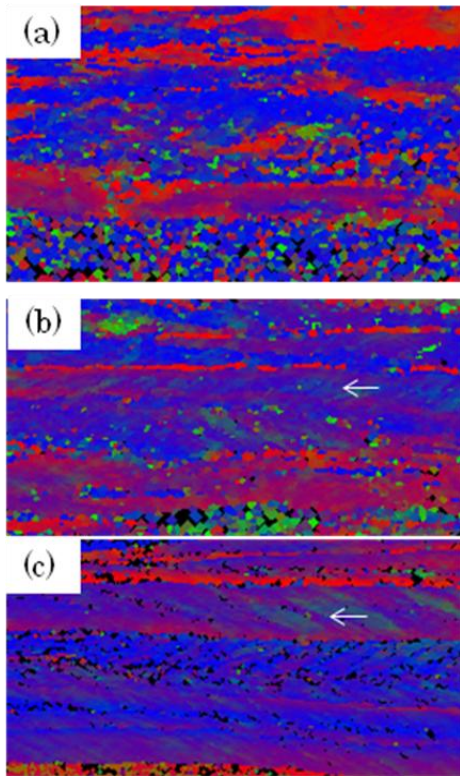


図5. 圧延後のEBSD像  
(a)ECAPなし、(b)120°ECAP、(c)90°ECAP

$\langle 001 \rangle // ND$  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。90° ECAP 加工後では TD 軸まわりの結晶回転により  $\{001\} \langle 110 \rangle$  が減少して  $\{110\} \langle 001 \rangle$  方位が増加していた。五弓らによる Fe-Si 単結晶を利用した研究で  $\{110\} \langle 001 \rangle$  方位は圧延により  $\{111\} \langle 112 \rangle$  方位に結晶回転することが報告されている。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  $\langle 111 \rangle // ND$  の集積を高めたものと考えられる。最終焼鈍後では極低 CN 鋼に特徴的な  $\gamma$  ファイバーと呼ばれる  $\langle 111 \rangle // ND$  方位群からなる再結晶集合組織を示しているが、ECAP 加工のせん断ひずみの増加とともに  $\{111\} \langle 211 \rangle$  方位が  $\{111\} \langle 123 \rangle$  付近にスプリットし、 $\{554\} \langle 225 \rangle$  方位にわずかにシフトしていた。最終焼鈍後の板厚中心部の ND 面の方位分布を測定した結果、従来工程では粗大な  $\langle 001 \rangle // ND$  方位が非常に多く分布しており、リジニングの原因となる圧延方向に伸びた  $\langle 001 \rangle // ND$  と  $\langle 111 \rangle // ND$  の二つの方位が交互に配列して組織となっている。一方、120°と90°複合工程では  $\{001\}$  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・粉碎され、 $\langle 111 \rangle // ND$  方位成分の割合が高くなっている。

### (3)最終焼鈍における軟化挙動

ECAP 加工によって導入されたせん断帯が、最終焼鈍し中で再結晶挙動に及ぼす影響を確認するため、種々の温度で冷延板の熱処理を行った。明らかに ECAP 加工を加えることにより軟化が早く開始している。また、

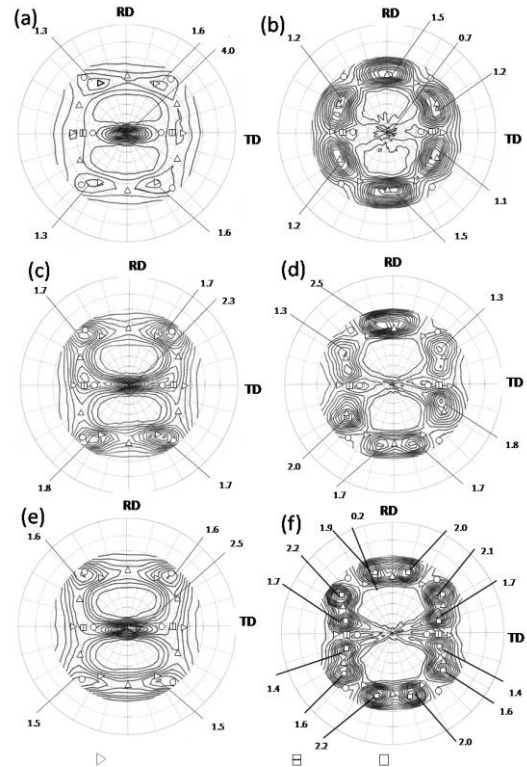


図6. 最終熱処理前後の集合組織  
(a,b)従来工程、(c,d)120°ECAP、(e,f)90°ECAP、  
(a,c,e)圧延後、(b,d,f)熱処理後

700~800°Cの各試験片を光学顕微鏡で観察したところ、従来工程は800°Cで、120°および90°複合工程は750°C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が確認された(Fig.10)。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 ECAP におけるチャンネル角の影響が非常に小さいと考えられる。

### (4)冷延焼鈍板の $r$ 値 (ランクフォード値) とリジニング

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、120°および90°ECAPの順にそれぞれ1.6, 1.9, 2.0という結果となった。次にその引張試験を行った試験片の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7に表面粗さ測定による引張試験片の表面プロフィールと外観写真を示す。測定方向はRD方向と垂直である矢印の方向に測定した。(a)の従来工程材に比較して(b)と(c)の120°、90°ECAP工程はリジニングが原因と考えられる粗さが明らかに減少している。また外観写真からでもわずかではあるがリジニングの低減が観察され、ECAP加工のリジニングに対す

る優位性が分かる。

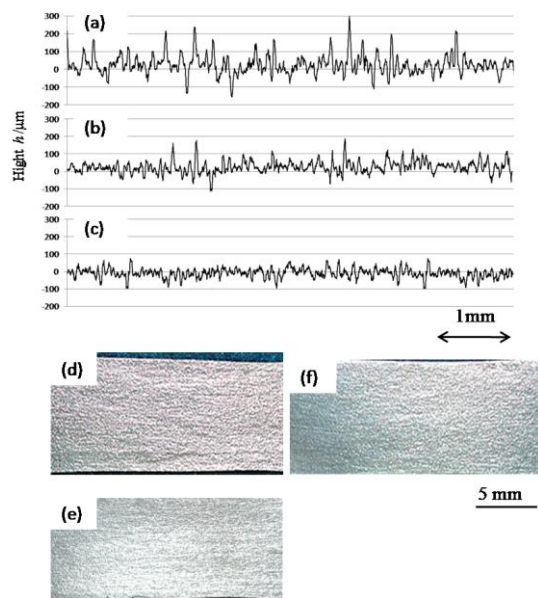


図7. 最終熱処理板のリジング試験後の表面プロフィールと外観写真  
(a,d)従来行程、(b,e)120ECAP、(c,f)90ECAP

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計4件)

(1)M.Rifai, R.Haga, H.Miyamoto and H.Fujiwara, Microstructural development of Fe-20%Cr alloys and pure copper processed by equal-channel angular pressing, Materials Science and application 査読有り, vol.4 (2013) pp.250-257.

(2)T.Xiao, H. Miyamoto and T. Uenoya, Equal-channel angular pressing as a new processing to control the microstructure and texture of metallic sheets, Materials Science and applications 査読有 vol.3 (2012) pp.600-605.

(3)H.Miyamoto et al 他4名、Reversible nature of shear bands in copper single crystals subjected to iterativeshear of ECAP in forward and reverse directions, Materials Science and Engineering, 査読有 vol528 (2011) pp. 2602-2609.

(4)H.Miyamoto, T. Xiao, T.Uenoya and M.Hatano, Effect of simple shear deformation of cold rolling on texture and ridging of 16%Cr ferritic stainless steel sheets, ISIJ international, 査読有, vol.50 (2010) pp.1653-1659.

[学会発表] (計1件)

(1) 篠木竜士、藤原弘、宮本博之、秦野正治, ECAP・圧延複合工程におけるフェライト系ステンレス鋼板の成形性と集合組織の形成機構, 第56回日本学会材料工学連合講演会, 2012年10月29日、京都テルサ

#### 6. 研究組織

(1)研究代表者

宮本博之(MIYAMOTO HIROYUKI)

同志社大学・理工学部・教授

研究者番号：10298698

(2)研究分担者

( )

研究者番号：

(3)連携研究者

( )

研究者番号：