



フェライト域無潤滑熱延時に形成される 微細粒の形成機構

松岡 才二*・坂田 敬*・古君 修*²・小原 隆史*²

Origin of Fine Ferrite Grain Structure of Sheet Steel Hot-rolled in Ferrite Region without Lubrication

Saiji MATSUOKA, Kei SAKATA, Osamu FURUKIMI and Takashi OBARA

Synopsis : The structural variation in the thickness direction of ultra-low C sheet steel rolled in the ferrite region without lubrication is analyzed with EBSD technique as well as conventional measuring method. (1) A nonuniform microstructure through the thickness is formed due to the additional shear strain introduced by frictional force between the rolls and the material, and the fine grains with the size of 1.0 to 1.5 microns are observed near the surface where the shear strain is maximum. Since the dislocation density of these grains is relatively low and these grains are surrounded by high-angle boundaries having a misorientation angle over 15° , these grains might be recrystallized ones. (2) The microstructure observed in the etched steel with SEM are changed continuously from the deformed grains to the subgrains and the recrystallized grains with increasing shear strain. On the other hand, the size of the subgrains consisting of substructure is 0.5 to 1.0 microns by means of EBSD, and it is independent of shear strain. (3) The misorientation angle between the adjacent subgrains is increased with increasing shear strain, and high-angle boundaries are formed near the surface. (4) These experimental results suggest that the fine recrystallized grains might have formed in such a way that the subgrains are rotated continuously and the misorientation angle between the adjacent subgrains is increased over 15° with increasing shear strain, and the rearrangement of dislocations occurs during and/or after rolling, resulting in the formation of recrystallized grains.

Key words : rolling; low carbon steel; recrystallization; grain boundary; electron back scattering diffraction; shear deformation.

1. 緒言

鉄鋼材料の結晶粒微細化は、高強度化と高靱性化を両立させることができる重要な強化機構であり、従来から数多くの研究がなされてきている¹⁾。結晶粒微細化には種々の方法が提案されてきているが、工業的には制御圧延・制御冷却技術法がもっとも活用されている²⁾。加工硬化オーステナイトからのフェライト変態を積極利用した本技術を適用すると、通常の熱間圧延材が約 $20\ \mu\text{m}$ であるのに対し、 $5\sim 10\ \mu\text{m}$ と微細な結晶粒組織を示す高靱性高強度熱延鋼板が圧延のままで得られる³⁾。

一方、結晶粒微細化の目標を $1\ \mu\text{m}$ 以下の超微細粒領域においた研究が活発化している⁴⁻⁸⁾。Hayashiら⁷⁾によれば、マルテンサイト組織鋼の伸長方向を変化させれば、 640°C で全圧下量90%の温間加工を加えることにより、 $0.77\ \mu\text{m}$ の等軸フェライト粒を創製できる。また、Tsujiら⁸⁾によれば、極低炭素 IF (Interstitial Free) 鋼を 500°C で繰り返し重ね圧延することにより、平均粒径 $0.42\ \mu\text{m}$ の微細粒組織を創製できることが報告されている。

以上述べた、結晶粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の超微細粒組織が得られる加工法の特徴は、フェライト域での強加工にあり、制御圧延・制御冷却技術のような未再結晶オーステナイト

域での加工法とは本質的に異なる加工技術である。

このようなフェライト域での強加工による微細粒の形成は、従来の加工-再結晶とは別の形成機構によると考えられている。従来、再結晶は「大傾角粒界が移動することによって、自由エネルギーが減少する過程である」と定義された⁹⁾。しかしながら、フェライト域での強加工による再結晶粒の形成に関しては、不均一変形により幾何学的に必要な転位 (GN 転位: Geometrically Necessary Dislocation)¹⁰⁾ が導入され、GN 転位群で囲まれた大傾角粒が形成し、これが再結晶粒の核となる、という新たな形成機構が提案されている^{5,8)}。

ところで、フェライト域での強加工による微細粒形成に関しては、フェライト域無潤滑熱延に関する研究が知られている¹¹⁻¹⁵⁾。Saitoら¹¹⁻¹³⁾は、無潤滑熱延時には鋼板表層部にロールと圧延材との間の摩擦に起因する付加的せん断応力が働き、この強せん断層より微細粒が生成すると述べている。そして、 650°C での無潤滑圧延により、最小 $1.5\ \mu\text{m}$ の微細粒が形成することを報告している¹²⁾。著者らも、フェライト域無潤滑熱延により微細粒が形成されることを明らかにし¹⁴⁾、さらに生成した微細粒は、方位差角が 15° 以上の大傾角粒界を有する再結晶粒であることを確認している¹⁵⁾。

平成10年11月26日受付 平成11年3月4日受理 (Received on Nov. 26, 1998; Accepted on Mar. 4, 1999)

* 川崎製鉄(株)技術研究所(水島) (Technical Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp., 1 Kawasaki-dori Mizushima Kurashiki 712-8511)

* 2 川崎製鉄(株)技術研究所(千葉) (Technical Research Laboratories (Chiba), Kawasaki Steel Corp.)

Table 1. Chemical composition of sheet steel tested (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Al	N	Ti	Nb	B
0.002	0.01	0.10	0.01	0.006	0.03	0.002	0.03	0.003	0.0004

このような知見は、フェライト域での強加工による微細粒と、フェライト域無潤滑熱延時に強せん断層に形成される微細粒とが、同様の機構で生成していることを示唆する。フェライト域無潤滑熱延では、表層部で熱延板組織とせん断ひずみ量が対応して急激に変化するため、付加的せん断ひずみが微細粒の形成に関わっていると推定される。そこで本研究では、熱延板組織に及ぼすせん断ひずみの影響を明らかにすることにより、フェライト域無潤滑熱延時に形成される微細粒の形成機構を解明することを目的とした。

2. 実験方法

2.1 供試材

実験に用いた材料は、極低炭素鋼にTi-Nb-Bを添加した鋼(板厚: 3.0 mm)で、結晶粒径は約20 μm である。その化学組成をTable 1に示す。圧延温度を500°C、圧下率を60% (1パス)、圧延速度を1200 m/minで圧延後、0.1 s以内に水冷した。なお、本供試材は、通常の冷間圧延-焼鈍法では、500°Cでの熱処理では再結晶は起こらない。圧延時のロールは、脱脂状態(摩擦係数: 約0.3)とした。

2.2 組織観察法

前報¹⁵⁾にて報告した、フェライト域無潤滑熱延材に加わる付加的せん断ひずみを調べた結果をFig. 1に示す。圧延後の断面は大きく湾曲しており、ロールと圧延材との間の摩擦に起因するせん断応力が働いていることが観察される。そして、せん断ひずみ量は板厚1/10位置でもっとも大きく、表層および板厚中心部に近づくとともにせん断ひずみ量が急激に減少する。

ところで、従来、熱延板組織変化を調べるには、鋼組成および圧延条件を変化させた材料を作製し、それらを比較観察する方法が主であった。フェライト域無潤滑熱延材は、板厚方向で付加的せん断ひずみ量が連続的に変化するため、「同一試料」で「連続的に」熱延板組織に及ぼすせん断ひずみの影響を明らかにすることが可能である。

圧延材の組織は、光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡(SEM)により断面(TD断面)で観察した。腐食液は、2% ナイタル液を用いた。また、鋼板表層部(ND断面)より薄膜試験片を採取し、透過型電子顕微鏡(TEM)で組織観察を行った。

2.3 EBSD測定方法

最近、Electron Back Scattering Diffraction (以後、EBSDと略す、またEBSPと呼ぶこともある)法を利用した新しい自動結晶方位解析装置が開発された¹⁶⁾。EBSD法では、

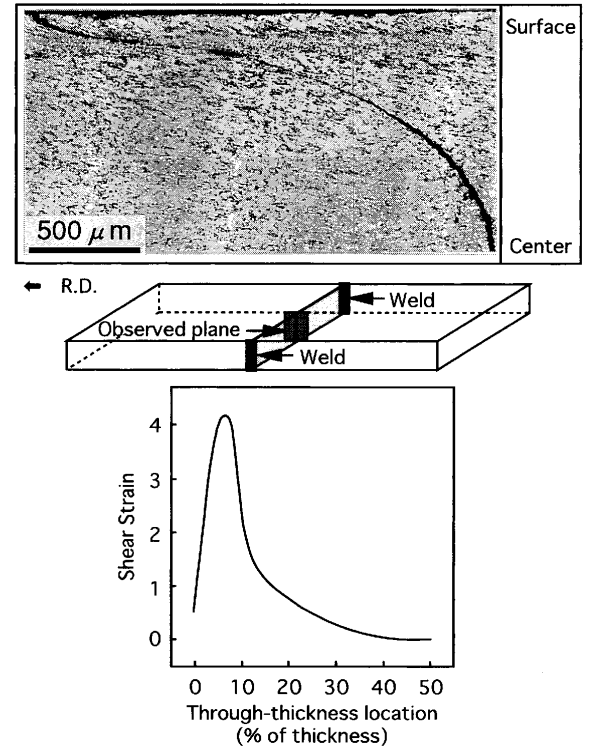


Fig. 1. Optical micrograph showing flection of sheet steel rolled at 700°C with reduction of 50% without lubrication and its distribution of shear strain.

直径約0.2 μm の微小な領域の結晶方位(Microscale Texture)を精度よく、かつ短時間に解析でき、結晶方位情報を種々の組織描写に適用できる^{17,18)}。さらに、EBSDパターンの鮮明度より、その結晶の転位密度を相対的に評価できる¹⁵⁾。本研究では、EBSD法を用いて熱延板の組織描写および結晶方位解析を行った。

EBSDの測定は、TD断面で行い、0.2 μm 間隔で測定した。結晶粒界は、隣接する測定点の方位差角が5°以上15°未満の時に細線、15°以上の時に太線で表わした。なお、一部、亜粒界を描写するため、隣接する測定点の方位差角が2°以上5°未満の時に赤線で表わした。また、隣接する測定点の方位差角が許容角度(Tolerance)範囲内の領域を同一色にてカラー表示させた。この方法によれば、許容角度より大きい方位差角を有する境界に囲まれた領域を同一色でカラー表示できる。

3. 実験結果

3.1 熱延板のマイクロ組織

フェライト域熱延板のTD断面の光顕組織写真をFig. 2に示す。熱延板は圧延方向(RD)に伸ばされた加工組織を示すが、表面より約100 μm の位置に微細粒組織が観察される。この微細粒が観察される板厚方向の位置は、Fig. 1に示した付加的せん断ひずみをもっとも大きくなる場所とほぼ一致する。なお、通常の冷間圧延-焼鈍法では、

500°Cでの熱処理では再結晶が起こらないにもかかわらず、強せん断層より微細粒が形成されるのが特徴である。

Fig. 2 に示した微細粒組織およびその近傍の加工組織を SEM 観察した結果を Fig. 3 に示す。SEM 観察は、Fig. 2(b) の光顕組織写真の下に記した A~D の位置で行った。Fig. 3(a) (位置：A) は、微細粒組織を観察したものであり、粒径が1~1.5 μm の等軸微細粒が観察される。粒界は明瞭にエッチングされ、隣接粒間の方位差角が大きいことを示

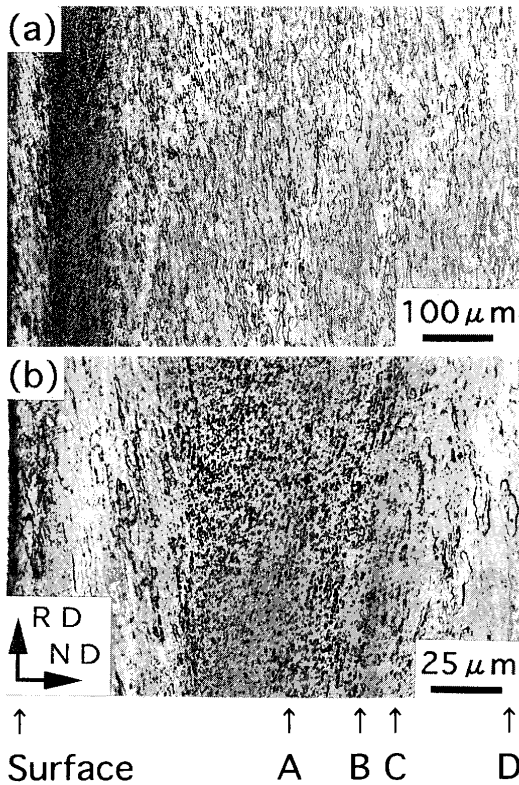


Fig. 2. Optical micrographs showing microstructure of sheet steel water-quenched after rolling at 500°C with reduction of 60% without lubrication.

唆している。Fig. 3(b), (c), (d) は、微細粒が観察された位置から板厚中心部に向う位置を観察した例である。Fig. 3(b) (位置：B) には、粒径が0.5~1 μm の圧延方向に伸ばされた微細粒 (ここでは、エッチングによって観察される境界に囲まれた領域を粒、境界を粒界と呼ぶ) が観察される。これらの粒界は、Fig. 3(a) に示した微細粒に比べて明瞭ではなく、方位差角が小さいことを示唆する。Fig. 3(c) (位置：C) には、圧延方向に伸ばされた加工粒および加工粒内に微細粒が観察される。加工粒内に観察される微細粒は、エッチングによっては観察されにくく、方位差角がより小さいことを示唆する。Fig. 3(d) (位置：D) には、圧延方向に伸ばされた加工粒が観察されるが、加工粒内には、エッチングによって観察される微細粒は少ない。

Fig. 2 および Fig. 3 に示した微細粒の変形下部組織を調べるため、TEM 観察を行った。観察面は ND 断面であり、Fig. 2 および Fig. 3 に示した組織写真とは観察面が異なる。Fig. 4(a) は、光学顕微鏡での微細粒が観察された位置を TEM 観察したものであるが、粒径が1~1.5 μm で、かつ粒内の転位密度の低い等軸微細粒が観察される。Fig. 4(b) は、板厚中心部での観察結果であるが、粒径が0.5~1 μm で、かつ粒内の転位密度が高い粒が観察される。

3・2 熱延板の結晶方位組織

熱延板の表層部に微細粒が観察された領域を EBSD 解析した結果を Fig. 5 に示す。Fig. 5(a) は、EBSD パターンの鮮明度 (Image Quality) を濃淡で表わした図であり、白い領域ほど EBSD パターンが鮮明であることを示す。すなわち、白い部分が転位密度が低く、色が黒くなるとともに転位密度が増加していることを表わす。この Image Quality を数値で相対的に表わした図が Fig. 5(b) である。Fig. 5(c) および (d) は、Fig. 5(a) の Zone A に観察される微細粒からの測定点の方位を {100} 正極点図上にプロットした図および方位

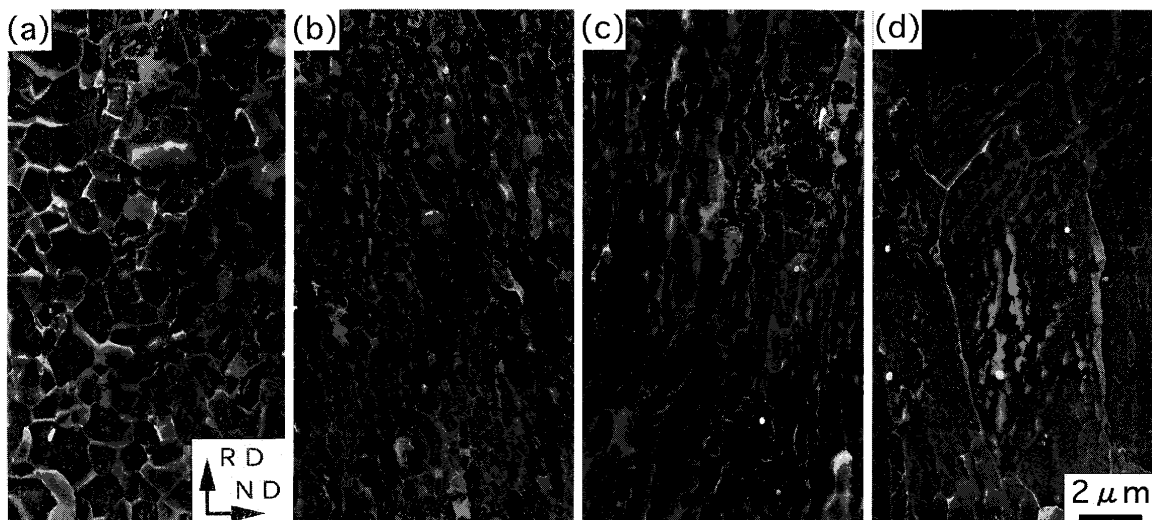


Fig. 3. SEM micrographs showing change in microstructure through thickness of sheet steel water-quenched after rolling at 500°C with reduction of 60% without lubrication. (a) taken from area A arrow-marked in Fig. 2, (b) taken from area B arrow-marked in Fig. 2, (c) taken from area C arrow-marked in Fig. 2 and (d) taken from area D arrow-marked in Fig. 2.

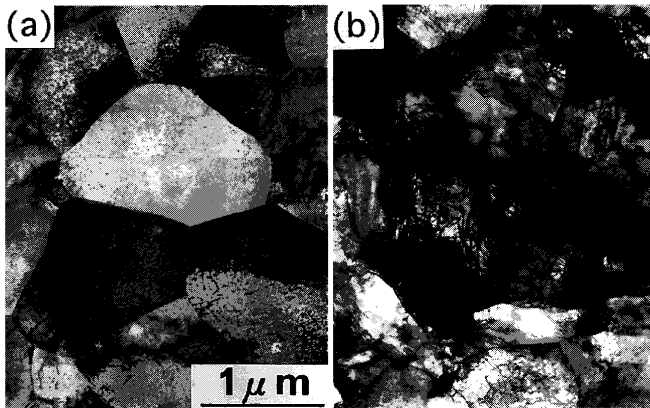


Fig. 4. TEM micrographs showing change in microstructure through thickness of sheet steel water-quenched after rolling at 500°C with reduction of 60% without lubrication. (a) taken from near surface, (b) taken from central part.

差角分布を示す。なお、隣接する測定点の方位差角が5°以上の時、隣接測定点間に粒界が存在すると考えて、粒界の存在量（粒界頻度）を解析した。粒界頻度は、全隣接測定点の数に対する方位差角5°以上の隣接測定点の数の比（発現頻度）で表わし、これを Fig. 5(d) の縦軸に表示した。

Image Quality および熱延板組織より、Fig. 5(a) を4つの領域 (Zone A~D) に分類した。ここで「再結晶粒」とは、「粒内の転位密度が低く、かつ方位差角が15°以上の大傾角粒界で囲まれた領域」とする⁹⁾。なお、「粒内の転位密度が高く、かつ方位差角が15°未満の粒界で囲まれた領域」を、再結晶粒と区別するため、本論文では「サブグレイン」と定義する。Zone Aは、Image Qualityが高く、粒径が1~1.5 μmの等軸微細粒が観察される領域である。この微細粒はImage Qualityが高いことから、粒内の転位密度は低い。これは、Fig. 4(a) のTEM観察結果と一致する。さらに方位差角が15°以上の大傾角粒界で囲まれていることから、再結晶粒であると言える。また、観察される微細再結晶粒の結晶方位は、Fig. 5(c)よりほぼランダムであるとともに、方位差角分布もランダム粒と同様の分布¹⁰⁾を示す。Zone Bは、Image Qualityが低く、粒径が0.5~1 μmの微細粒が観察される領域である。この微細粒は、Zone Aに比べてImage Qualityが低いことから、粒内の転位密度が高いと言える。Zone CおよびZone Dは、いずれもImage Qualityが低く、圧延方向に伸びた加工粒が観察される領域であるが、Zone Dに比べてZone Cの方が加工粒内に5°以上の方位差角を示す細線が多いのが特徴である。

Fig. 6は、Fig. 5と同じ領域を、隣接する測定点の方位差角が許容角度範囲内の領域を同一色にてカラー表示させた図である。Fig. 6(a)は、許容角度を15°に設定した図であり、Zone Aに観察される微細再結晶粒は、その大部分が方位差角が15°以上の大傾角粒界に囲まれていることが分かる。Zone Bでは、同一色の結晶粒群（近接方位コロニーと呼ぶ）が観察される。近接方位コロニー内では、隣

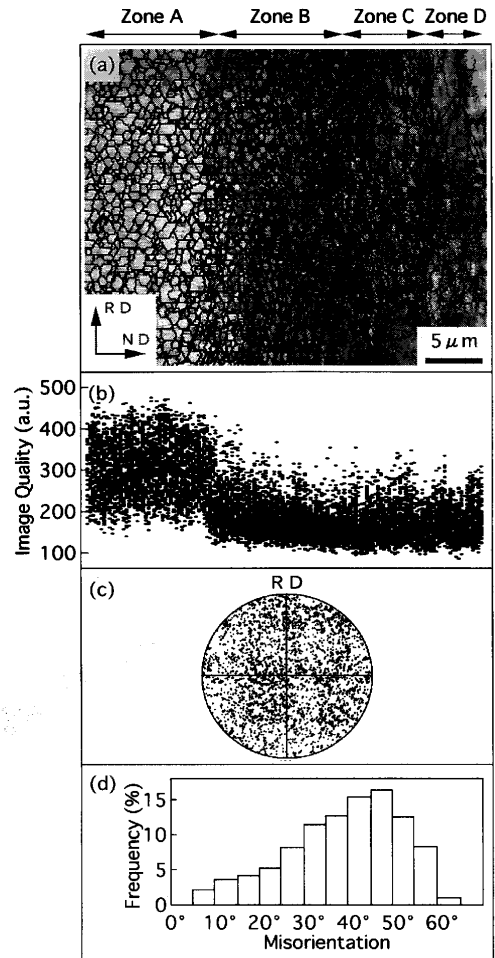


Fig. 5. EBSD analysis of (a) image-quality imaging (TD section), (b) image quality taken from (a), (c) {100} discrete pole figure taken from Zone A in (a), (d) grain boundary misorientation angle distribution taken from Zone A in (a) of sheet steel water-quenched after rolling at 500°C with reduction of 60% without lubrication.

接する結晶粒は互いに方位差角が15°未満であるとともに、それぞれの結晶粒は隣接粒と5°以上の方位差角を有する。すなわち、Zone Bに観察される微細粒は、大部分が中傾角粒界（本論文では、方位差角が5°以上15°未満の粒界をこう呼ぶこととする）に囲まれていることが分かる。なお、一部、大傾角粒界に囲まれた結晶粒も観察される。Zone C, Zone Dと板厚中心部に近づくとともに、圧延方向に伸びた同一色の領域がより大きくなる。Fig. 6(b)および(c)は、許容角度を5°および2°にそれぞれ設定した図であり、許容角度が小さくなるとともに、同一色の領域が小さくなる。

ここで特徴的なことは、Zone CおよびZone Dに観察される同一色の領域（記号：X, Y, Z）に着目すると、許容角度を変化させた時、X, Y, Zが異なる変化を示すことである。許容角度を15°に設定した時、X, Y, Zは圧延方向に伸びた形状を示す。Zone Cに観察されるX, Yは、許容角度を5°に設定すると、小さな領域に分割され、許容角度を2°ま

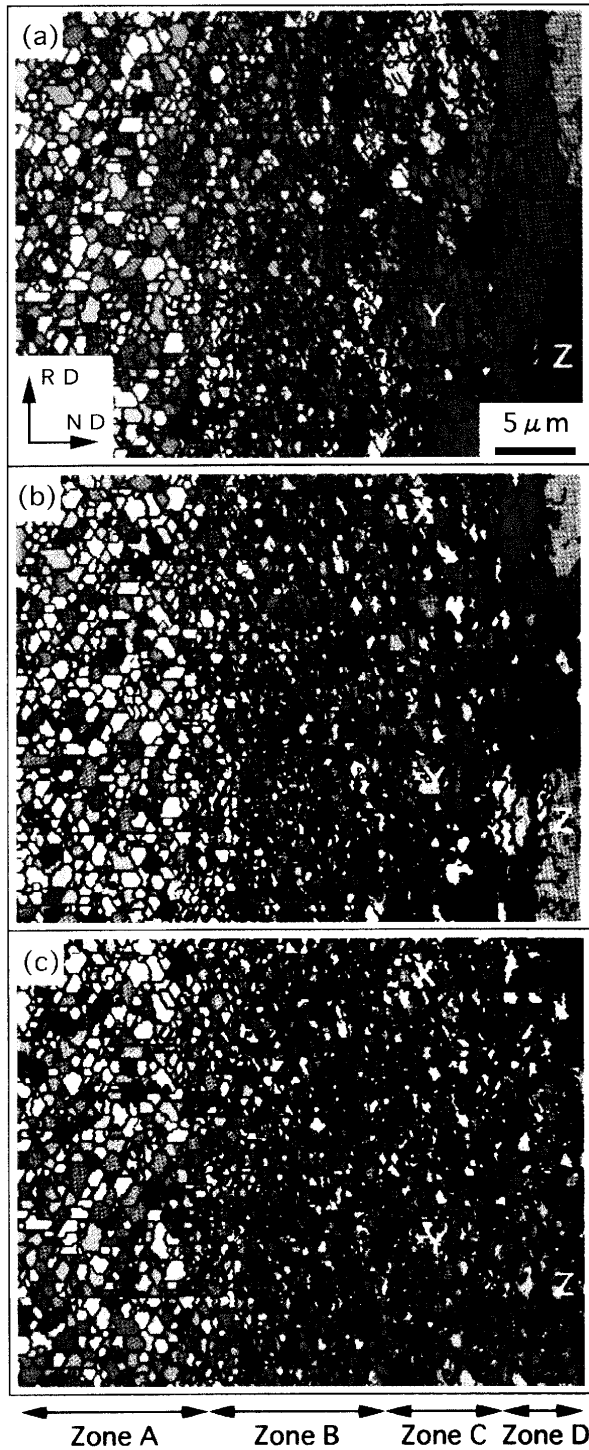


Fig. 6. EBSD analysis of orientation imagings (TD section) showing change in morphology with tolerance angle of sheet steel water-quenched after rolling at 500°C with reduction of 60% without lubrication. (a) tolerance=15°, (b) tolerance=5° and (c) tolerance=2°.

で小さくすると、0.5~1 μmのさらに小さい領域に分割される。一方、Zone Dに観察されるZは、許容角度を5°に設定しても、その形状は変化せず、許容角度を2°まで小さくすると、小さな領域に分割される。これらの結果は、Zone Cに存在するサブグレインの方がZone Dに観察され

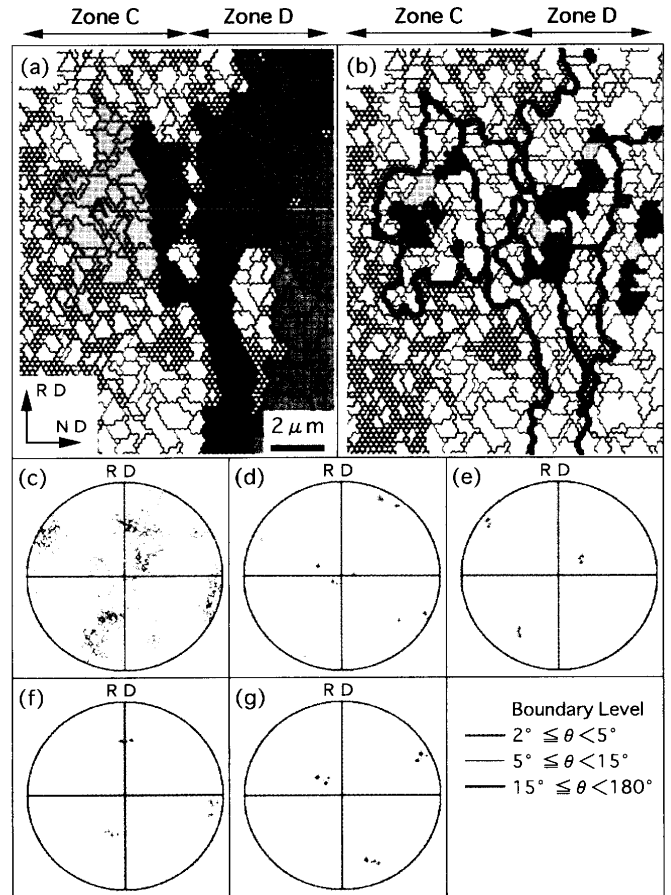


Fig. 7. EBSD analysis of orientation imagings (TD section) and {100} pole figures of sheet steel water-quenched after rolling at 500°C with reduction of 60% without lubrication. (a) orientation imaging, tolerance=15°, (b) orientation imaging, tolerance=2°, (c) {100} discrete pole figure taken from A, B, C, D in (a), (d) {100} discrete pole figure taken from A in (b), (e) {100} discrete pole figure taken from B (b), (f) {100} discrete pole figure taken from C (b), (g) {100} discrete pole figure taken from D (b).

るサブグレインよりも方位差角が大きい、すなわち方位分散が大きいことを示唆する。

Fig. 6に示したZone CおよびZone Dの加工粒内のサブグレインの方位変化を調べた結果をFig. 7に示す。Fig. 7(a)は、Fig. 6(a)に示した許容角度を15°に設定した時の加工粒の一部を色付けした図である。なお、方位差角が2°以上の小傾角粒界（本論文では、方位差角が5°未満の粒界をこう呼ぶこととする）を描写するため、2°以上5°未満の境界を赤線にて表示した。加工粒A→B→C→Dと板厚中心部に近づくとともに、赤線で示した小傾角粒界（亜粒界）が多くなる傾向にある。Fig. 7(c)は、Fig. 7(a)に示した加工粒(A, B, C, D)から測定した方位を、{100}正極点図上に同じ色でプロットした図である。加工粒Aの方位分散がもっとも大きく、加工粒Dの方位分散がもっとも小さいのが分かる。Fig. 7(b)は、許容角度を2°に設定してカラー表示させた図であり、加工粒(A, B, C, D)内に存在す

Table 2. Summary of change in microstructure with shear strain through thickness.

Shear Strain	Microstructure	Substructure	Substructure Size	Grain Boundary (Misorientation)	Dislocation Density
↑ Max. ↓ Min.	Recrystallized Grain	Recrystallized Grain	1~1.5 μm	High-angle Boundary (≥15°)	Low
	Subgrain	High-angled Subgrain	0.5~1 μm	Medium-angle Boundary (5~15°)	Medium
	Deformed Grain & Subgrain	Subgrain	0.5~1 μm	Low-angle Boundary (2~5°)	High
	Deformed Grain	Subgrain	0.5~1 μm	Low-angle Boundary (2~5°)	High

るサブグレインを描写したものである。なお、カラー表示させたサブグレインは、圧延方向に隣接したものを選んでいる。サブグレインのサイズは0.5~1 μmであり、加工粒(A, B, C, D)間では顕著な差は認められない。Fig. 7(d), (e), (f), (g)は、加工粒(A, B, C, D)内のサブグレインの方位を{100}正極点図上に同じ色でプロットした図である。加工粒A内のサブグレインは、方位分散が大きいのに対し、加工粒(B, C, D)内のサブグレインは、方位分散が小さい。

以上の結果、せん断ひずみ量の増加とともに、エッチングによって観察されるマイクロ組織は、加工粒からサブグレイン、再結晶粒へと連続的に変化し、せん断ひずみ量がもっとも大きい表層部には1~1.5 μmの微細再結晶粒が得られることが明らかになった。それらを、Table 2にまとめて示す。なお、中傾角粒界に囲まれたサブグレインを、小傾角粒界に囲まれたサブグレインと区別するため、本論文では「高傾角サブグレイン (High-angled Subgrain)」と定義する。

4. 考察

4.1 微細再結晶粒の特徴

極低炭素IF鋼をフェライト域にて無潤滑熱延を施した時の再結晶集合組織に関しては、これまでいくつか報告されており、付加的せん断ひずみ量の大きい表層部に〈110〉//NDを主方位とする再結晶集合組織が発達することが明らかとなっている^{12-15,20}。また著者らは、せん断ひずみ量がもっとも大きい板厚1/10位置において〈110〉//ND強度が最大となり、かつ〈110〉//ND軸からの方位分散の小さい再結晶粒が集積するとともに、板厚1/10位置を中心に表層および中心部へと〈110〉//ND軸からの方位分散の大きい再結晶粒が発達することを報告している¹⁵。これら再結晶粒は、フェライト域熱延後に再結晶焼鈍を施して生成したものであり、通常の再結晶機構で形成した静的再結晶粒である。すなわち、せん断変形をうけた加工組織からの静的再結晶粒は、主に〈110〉//ND方位である。

Fig. 5に示したように、熱延板の表層部に生成した微細再結晶粒の結晶方位は、ほぼランダムであり、〈110〉//ND方位への集積は認められない。この結果は、微細再結晶粒

が通常の静的再結晶粒とは異なる機構で生成したことを強く示唆する。

著者ら¹⁵は、極低炭素IF鋼を700°Cで無潤滑圧延後、空冷した材料の表層部に生成する微細再結晶粒が、動的に再結晶した可能性が高いことを報告した。Fig. 5およびFig. 6に示したZone Bは、EBSDのImage Qualityが低いことより、粒内の転位密度が高い領域であると言える。その領域にも、方位差角が15°以上の大傾角粒界に囲まれた結晶粒が観察される。すなわち、大傾角粒界に囲まれた粒内転位密度の高い結晶粒が存在する。これは、いわゆる動的再結晶の要件²¹を満たしており、動的再結晶粒であると言える。なお、再結晶粒の生成機構に関しては次節で述べるが、今回観察された微細再結晶粒は、Tsujira²¹によって報告されているような核生成・成長による動的連続再結晶とは異なる生成機構によると思われる。

ところで、非常に大きなひずみを加えた場合、初期粒の厚さがサブグレイン粒径と同程度になり、見かけ上あたかも再結晶組織であるような組織が形成される。これを幾何学的動的再結晶²²という。Fig. 6に示したEBSD解析より、加工粒よりも小さいサブグレインが加工粒内に生成しているのが観察される。すなわち、今回の微細再結晶粒が幾何学的動的再結晶によるものではないことが分かる。

4.2 強せん断層からの再結晶粒の形成機構

従来の再結晶とは「大傾角粒界が移動することによって、自由エネルギーが減少する過程である」と定義された⁹。すなわち、塑性変形により蓄積されたひずみエネルギーを駆動力とし、加工マトリクスよりも転位密度が小さく、周囲の加工マトリクスへの成長が可能な十分な易動度をもつ粒界に囲まれた微小領域の形成(核生成)とその成長により特徴づけられる現象である²¹。

Table 2に示したように、今回観察された微細再結晶粒は、変形下部組織であるサブグレインが、せん断ひずみ量の増加とともに回転することにより、隣接するサブグレインとの方位差角が大きくなり、せん断ひずみ量のもっとも大きい表層部で、方位差角が15°以上の大傾角粒界を形成し、核生成したと考えられる。すなわち、再結晶核の起源は、熱延板中に存在するサブグレインであり、これがせん断変形により方位回転することにより、再結晶核になったと考えられる。サブグレインが回転し、十分な易動度をもつ大傾角粒界が形成されると、すみやかに成長するため、再結晶粒はサブグレイン粒径よりも大きくなったと言える²¹。なお、今回の圧延温度は500°Cと低く、このような温間域では短範囲の拡散しか起こり得ないので⁸、圧延中または圧延直後に転位の再配列が起こり、粒内の転位密度が小さくなったと考えられる。Fig. 5(a)のZone Bに観察される動的再結晶粒は、サブグレイン粒径と同じ0.5~1 μmであることから、動的再結晶粒が再結晶核であり、これが成長して再結晶粒になったと言える。Fig. 8に、微細再結晶粒

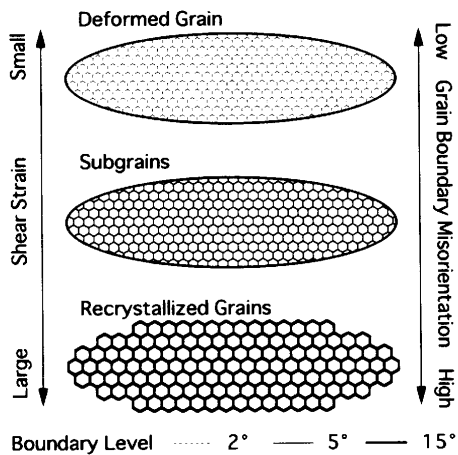


Fig. 8. Schematic illustration showing formation of recrystallized grains from sheared area of sheet steel rolled in ferrite region.

の形成機構を模式的に示すが、サブグレイン（加工マトリクス）の結晶方位がせん断ひずみの増加とともに動的かつ連続的に変化（方位回転）することにより再結晶粒が生成することから、動的連続再結晶²³⁾であると言える。

ところで、Tsuzakiら⁵⁾およびTsujiら⁸⁾によって、フェライト域での強加工による微細再結晶粒の形成は、不均一変形によりGN転位が導入され、GN転位群で囲まれた大傾角粒が形成し、これが再結晶粒の核となる、という形成機構が提案されている。ここで、GN転位群で囲まれた大傾角粒は、本結果では、せん断ひずみにより方位回転したサブグレインであると考えられる。Tsujiらが述べているように²¹⁾、実際の変形組織は、マトリクスも不均一変形領域も転位セルやサブグレインによって構成されていて、どの部分に大きな局所方位差が存在するか、すなわちどの領域が潜在核であるかを組織から識別するのは通常困難である。このように考えると、変形下部組織であるサブグレインが潜在核であると考えすることは、妥当ではないかと思われる。

なお、Saitoら²⁴⁾の繰り返し重ね圧延における微細粒の形成に関しても、無潤滑圧延を施さなければ微細粒は形成されないことから、せん断変形がサブグレインの回転に大きく関わっているのは事実であると言える。

5. 結言

極低炭素IF鋼を用い、圧延温度を500°C、圧下率を60%（1パス）、圧延速度を1200 m/minで無潤滑圧延（摩擦係数：約0.3）後、0.1 s以内に水冷した時の、圧延板のマイクロ組織と結晶方位変化を調べた結果、以下のことが明らかになった。

(1) フェライト域熱延材は、板厚方向に組織が不均一であり、付加的せん断ひずみがもっとも大きい表層部には、1~1.5 μmの微細粒が観察される。この微細粒は、粒内の

転位密度が低く、かつ方位差角が15°以上の大傾角粒界に囲まれていることから、再結晶粒であると言える。

(2) せん断ひずみ量の増加とともに、エッチングによって観察されるマイクロ組織は、加工粒からサブグレイン、再結晶粒へと連続的に変化する。一方、変形下部組織であるサブグレインのサイズは0.5~1 μmであり、その大きさはせん断ひずみ量にはほとんど影響されない。

(3) サブグレインを形成する粒界は、せん断ひずみ量の増加とともに小傾角粒界から中傾角粒界へと方位差角が連続的に大きくなり、せん断ひずみがもっとも大きい表層部では、方位差角が15°以上の大傾角粒界が形成される。すなわち、せん断ひずみ量の増加とともにサブグレインが回転し、方位差角が大きくなったことを示している。

(4) 以上の結果より、フェライト域無潤滑熱延時に生成する微細再結晶粒は、せん断ひずみ量の増加とともに、サブグレインが連続的に回転して方位差角が15°以上の大傾角粒界を形成することにより核生成し、圧延中または圧延直後に転位の再配列が起こり、粒内の転位密度が低くなることにより形成されたと考えられる。

(5) これらの再結晶は、サブグレイン（加工マトリクス）の結晶方位がせん断ひずみの増加とともに動的かつ連続的に変化（方位回転）することにより再結晶粒が生成することから、動的連続再結晶であると言える。

文 献

- 鉄鋼の結晶粒超微細化、鉄鋼基礎共同研究会鉄鋼の結晶粒微細化部会編、日本鉄鋼協会、東京、(1991)。
- T.Tanaka: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **17** (1978), 104.
- 牧 正志：第161・162回西山記念技術講座、日本鉄鋼協会、東京、(1996)、1。
- A.Sato: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **3** (1998), 88.
- K.Tsuzaki: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 1013.
- M.Niikura, T.Yokota, K.Sato, T.Shiraga, M.Fujioka, T.Tomita, Y.Adachi, S.Nanba and Y.Hagihara: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 1021.
- T.Hayashi, O.Umezawa, S.Torizuka, T.Mitsui, K.Tsuzaki and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 1031.
- N.Tsuji, H.Utsunomiya, T.Sakai and Y.Saito: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 1035.
- 阿部秀夫：再結晶、共立出版、東京、(1969)。
- M.F.Ashby: *Philos. Mag.*, **21** (1970), 399.
- Y.Saito, T.Sakai, F.Maeda and K.Kato: *Tetsu-to-Hagané*, **72** (1986), 799.
- T.Sakai, Y.Saito, K.Hirano and K.Kato: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **28** (1988), 1028.
- T.Sakai, Y.Saito and K.Kato: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **28** (1988), 1036.
- S.Matsuoka, T.Obara, K.Tsunoyama, T.Sakai, Y.Saito and K.Kato: *Collected Abstracts of the 1986 Fall Meeting of JIM*, (1986), 136.
- S.Matsuoka, M.Morita, O.Furukimi and T.Obara: *Tetsu-to-Hagané*, **83** (1997), 127.
- B.L.Adams, S.I.Wright and K.Kunze: *Metall. Trans. A*, **24A** (1993), 819.
- T.Obara, S.Matsuoka, M.Muraki, M.Takashima and Y.Ozaki: *Boundary*, **13** (1997), 2.
- S.Matsuoka, M.Morita, O.Furukimi and T.Obara: *J. Jpn. Inst. Met.*, **61** (1997), 671.
- A.Morawiec, J.A.Szpunar and D.C.Hinz: *Acta Metall. Mater.*, **41** (1993), 2825.

- 20) T.Senuma, H.Yada, Y.Matsumura and K.Yamada: *Tetsu-to-Hagané*, **73** (1987), 1598.
- 21) N.Tsuji, Y.Matsubara, Y.Saito and T.Maki: *J. Jpn. Inst. Met.*, **62** (1998), 967.
- 22) M.E.Kassner, H.J.McQueen and E.Evangelista: *Mater. Sci. Forum*, **113-115** (1993), 151.
- 23) F.J.Humphreys and M.Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press, New York, (1995), 167.
- 24) K.Tanda, H.Utsunomiya, N.Tsuji, T.Sakai and Y.Saito: *Collected Abstracts of the 1998 Fall Meeting of JIM*, (1998), 202.