

{111}熱延集合組織を有するIF鋼からの強い {111}冷延集合組織形成機構

奥田 金晴*・坂田 敬*・Karel ELOOT*²・古君 修*・小原 隆史*

Mechanism of Strong Formation of {111} Recrystallization Texture of Cold Rolled IF Steel Sheet with {111} Hot Band Texture

Kaneharu OKUDA, Kei SAKATA, Karel ELOOT, Osamu FURUKIMI and Takashi OBARA

Synopsis : For a new industrially processed hot rolled Ti+Nb IF steel, finished in the ferrite region with significant lubrication, the texture development during cold rolling and annealing was investigated. Imaging Microscopy (OIM) reveals that γ -fibre grains nucleate and grow in the beginning of recrystallisation by consuming γ -fibre components of the deformed matrix. The predominant nucleation of the {111}<110> grains from the {111}<112> matrix can be understood by assuming <112> rotation, which corresponds to the occurrence of the {110}<111> slip system. Such the slip behaviour and the texture evolution mechanism, originally proposed by the present authors, group in a single crystalline 3% Si steel, is widely applicable to the mechanism of the {111} texture development of deep drawable cold-rolled steel.

Key words: texture; cold rolling; recrystallisation; IF steel; EBSD; OIM.

1. 緒言

IF (Interstitial Free)鋼は延性、耐時効性ととも深絞り性に優れ、自動車用途などに幅広く用いられている¹⁾。深絞り性は、結晶配向性(集合組織)と密接な関係を持ち、その指標として r 値(ランクフォード値)が用いられる。体心立方晶であるフェライト鋼の r 値は、板面に{111}面をもったいわゆる γ fiberが発達するものほど、高くなることが知られており、これまで多くの研究者が r 値を高める方法について研究してきた^{2,4-7)}。その中でも従来にない高い r 値を達成する手法として、フェライト域(α 域)潤滑熱間圧延が近年注目を浴びている³⁻⁵⁾。これは、 α 域で強潤滑条件で熱間圧延を行い、その後再結晶させた{111}集合組織の発達した熱延板を出発材として、これを冷間圧延・再結晶焼鈍する手法である。この手法は、熱間圧延の連続化により、本プロセスが工業的に可能となり平均 r 値2.94の超深絞り用鋼板の製品化が可能となった⁸⁾。

しかしながら、高 r 値を得るための重要な工程である再結晶過程の機構に関しては、いまだ不明な点が多く、特に、{111}方位粒の起源に関してはなお議論の余地が残されている。

再結晶機構に関しては大きく、優先核生成説(oriented nucleation)と優先成長説(selective growth)に分けられる⁹⁾。 γ fiberに関するoriented nucleationの立場からは、(1)粒界近傍からND//<111>粒が核生成する¹⁰⁾という報告、(2)ND//<111>を主方位とする冷延集合組織の広がり先の

一部の方位が、再結晶主方位となるという報告¹¹⁾がある。(3)また、最近EBSDを用いた観察から、ND//<111>再結晶粒は粒界ではなくむしろ粒内から再結晶開始することが報告されている¹²⁾。ただし、この場合ND//<111>冷延方位と再結晶粒の間には特定な回転関係はなく、in-situ再結晶が起こっていると推定されている。

一方、selective growthの立場からは、 γ 域圧延したIF鋼の再結晶主方位の{554}<225>(= γ {111}<112>)は冷延集合組織の主方位である{112}<110>方位と<110>軸まわり約27度の回転関係にあることに着目し、この回転関係にあるバウンダリーの移動速度が大きいという仮定から再結晶後の{111}方位への集積を説明している¹³⁾。

最近、峠らにより単結晶を用いた珪素鋼板の再結晶に関して、冷延時に活動した活動すべり系が再結晶機構に非常に重要な役割を果たすことに立脚した新しい解釈がなされている¹⁴⁻¹⁶⁾。この考え方によれば、冷間圧延の際に活動したすべりにより転位が堆積し、局所的に結晶回転した方位が再結晶核になること、さらにその方位存在強度の大小は、関連するすべり系の圧延時におけるシュミット因子の大小に対応することが推定される。

本報では、フェライト域で潤滑圧延した{111}集合組織を持つ熱延板を冷間圧延した材料を用いて、その再結晶集合組織形成機構について研究した結果を述べる。

平成11年3月30日受付 平成11年5月25日受理 (Received on Mar. 30, 1999; Accepted on May 25, 1999)

* 川崎製鉄(株)技術研究所 (Technical Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp., 1 Kawasaki-cho Chuo-ku Chiba 260-0835)

* 2 Mckinsey and Company, Inc. (Belgium)

Table 1. Chemical composition sample used (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Al	N	Ti	Nb
0.0018	0.0090	0.12	0.01	0.005	0.054	0.0020	0.0690	0.0150

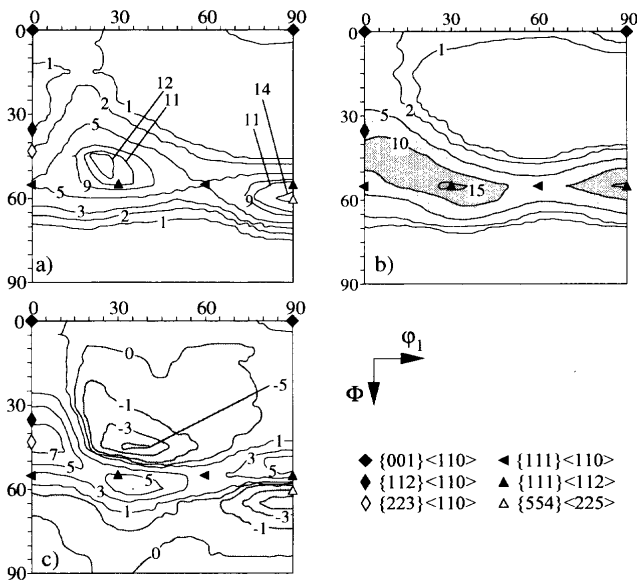


Fig. 1. a, b) $\phi_2=45^\circ$ -section of the ODF calculated from X-ray pole figures measured in a) hot band and b) cold rolled band. c) Difference of ODF before and after cold rolling.

2. 実験方法

Table 1 に示す化学組成を持つ極低炭素鋼板を素材とし、現場にて、フェライト域での強潤滑圧延を行った熱延板を供試材とした¹⁷⁾。仕上げ板厚は5 mmである。これを再結晶焼鈍した後、圧下率76%の冷間圧延を施し、つづいて、アルミナ流動層炉にて再結晶焼鈍を行った。侵せき時間は23 s、焼鈍温度は530°Cから810°Cとし、焼鈍後空冷した。

集合組織の測定は、X線回折法とEBSDを併用した。平均的な集合組織の変化を追うため、X線回折法による正極点図を板厚中央部にて測定した。3次元結晶方位密度関数(ODF)は、この{110}, {200}, {211}面の不完全極点図から計算して求めた¹⁸⁾。EBSD測定は、TexSEM研究所のOIM (Orientation Imaging Microscopy)システムを用いて TD方向からの試料断面で測定を行った。ODFは、測定された結晶方位から、半値値5°のガウス分布を仮定して計算した。

3. 結果

3.1 熱延板と冷延板の集合組織

熱延焼鈍板のODF $\phi_2=45^\circ$ 断面 (Bungeのオイラー角表記)を Fig. 1a に示す。熱延集合組織は、強い γ -fiberを有する。しかも α -fiberの低角側の集積も弱い。熱延焼鈍板の主方位は、{111}<112>に近い{554}<225>であり、IF鋼の再結晶焼鈍板の主方位と同じ方位である。しかもランダム強

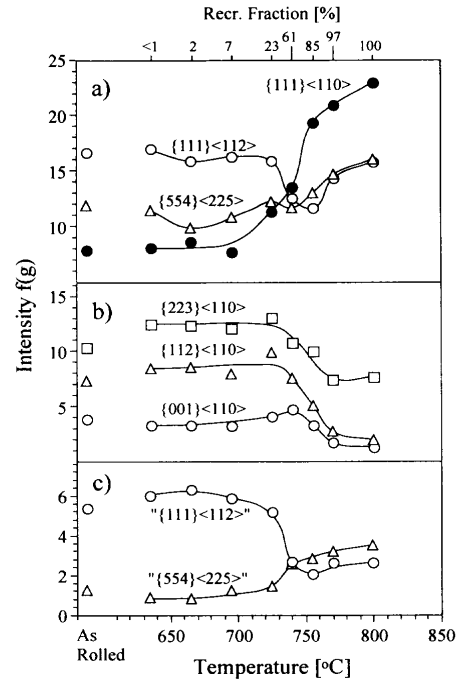


Fig. 2. Intensity evolution of the most important texture components during recrystallisation; the intensities shown in (c) were obtained by deconvolution of the ϵ -fiber peak into a “{111}<112>” and a “{554}<225>” subpeak, which were subsequently integrated and normalised as is explained in the text.

度比(RI)で15と高い値を示す。本鋼板は、フェライト域で冷間圧延と同等な圧延集合組織を発達させ、これを再結晶焼鈍したので、通常のIF鋼の冷間圧延-再結晶集合組織と類似の方位集積になったと考えられる。

この{111}集合組織の発達した熱延焼鈍板を、続いて76%の圧下率で冷間圧延した。冷間圧延材のODF $\phi_2=45^\circ$ 断面を Fig. 1b に、また、冷間圧延前後でのODFの差を Fig. 1c に示す。冷間圧延すると、最大ピーク値は ϵ -fiber (<110>//TD)に沿って、{554}<225>から{111}<112> ($f(g)=17$)へと結晶回転する。 α 鉄の単結晶の圧延での結晶回転によれば、(a) {001}<100>→{001}<110>→{112}<110>→{223}<110>, (b) {110}<001>→{554}<225>→{111}<112>→{111}<110>→{223}<110>の2つが報告されている¹⁹⁾。本実験では、主方位は後者の{554}<225>→{111}<112>に対応し、副方位として{111}<110>から{223}<110>への結晶回転が認められた。

このように、熱延板も冷延板も強い{111}集合組織を持つが、いずれも{111}<112>近傍への集積が高かった。同じ γ -fiberに属する{111}<110>の強度(ランダム比)は、{111}<112>に比べて低く、圧延前で5、圧延後8となった。

3.2 再結晶集合組織

つぎに再結晶過程について調べた。再結晶過程における主要方位の方位密度関数に及ぼす焼鈍温度の影響を Fig. 2 に示す。全体的には、弱い α -fiberと強い γ -fiber からなる圧延集合組織は、再結晶により非常に強い γ -fiberへと変化する。結晶方位密度の最大値は、 γ -fiber 内で{111}<112>

($f(g)=17$)から{111}<110> ($f(g)=23$)へとシフトする。Fig. 2aにおいて{111}<110>の強度は再結晶率が7%までほぼ一定であり、約700°Cからの{111}<110>の強度上昇は、再結晶率の急激な上昇に対応していると考えられる。

冷延材の主方位である{111}<112>の方位密度は、圧延後($f(g)=17$)と再結晶完了後($f(g)=16$)で同じであるが、明らかに再結晶の途中の段階では、いったん低くなる現象が見られる。{111}<112>に非常に近い方位である{554}<225>は、再結晶により集積が高まっていることを考えると(圧延後; $f(g)=12$, 再結晶完了後; $f(g)=16$, 再結晶後期における{111}<112>の強度上昇は、隣接する{554}<225>の強度上昇に関係しているのではないかと推察される。

そこで、{111}<112>と{554}<225>のそれぞれの強度変化を見るために、 ϵ -fiberにおける密度分布をガウス分布を仮定して2つのサブピークに分離した²⁰⁾。分離したサブピークの積分強度を、それぞれ“{554}<225>”、“{111}<112>”としてFig. 2cに示す。“{554}<225>”は、{111}<110>ほどの急激ではないものの、2%から再結晶完了まで強度が上昇する。一方、“{111}<112>”は、2~61%再結晶率の領域で強度が減少し、その後一定値となる。以上のように、 γ -fiberの中では、加工組織である{111}<112>が、再結晶粒{111}<110>、{554}<225>に変化していくことがわかる。

一般に、X線回折法による集合組織の測定では、再結晶粒と加工組織との判別ができない。このため、次にEBSD法による測定を行い、加工組織と再結晶粒との判別を試みた。再結晶粒内での方位分散は少なくとも1°以下であるので、結晶粒を定義するmisorientationを1°に規定した。こうすると、加工粒は亜結晶粒に分断され、再結晶粒は、亜結晶粒から結晶粒サイズで分離できる。この手法により分離した再結晶組織のODFをFig. 3に示す。試料の焼鈍温度は725°Cで、再結晶率は23%である。この場合、再結晶粒を規定するサイズの基準値を7 μ mにした。分離した結晶粒は約300個である。再結晶粒の主方位は{111}<110>であり、 α -fiberの低角側の集積は見られない強い γ -fiberである。つまり、23%の再結晶粒の集合組織は、再結晶完了後の集合組織と同じものである。このように、{111}<110>は、再結晶の初期段階つまり核発生の段階から優先性をもっていることが明らかとなった。

つぎに再結晶率61%の試料(焼鈍温度740°C)について、再結晶粒の{111}方位からの偏差と粒径の関係をFig. 4に示す。再結晶粒を大きさ別に3段階に分け、各再結晶粒のND方向と<111>方向の角度差を積算した。大きく粒成長している粒ほど、より{111}/NDに近い方位を持つ。つまり、{111}再結晶粒({111}<110>)は、再結晶の初期段階だけでなく、中間および後期の粒成長段階においても、その優先性を保つことがわかった。

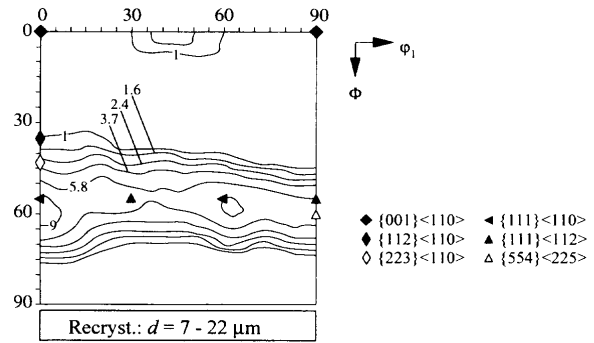


Fig. 3. $\phi_2=45^\circ$ -sections of the ODF's calculated from OIM data of the sample annealed at 725°C (23% recrystallised); texture of the recrystallised grains (d =grain diameter).

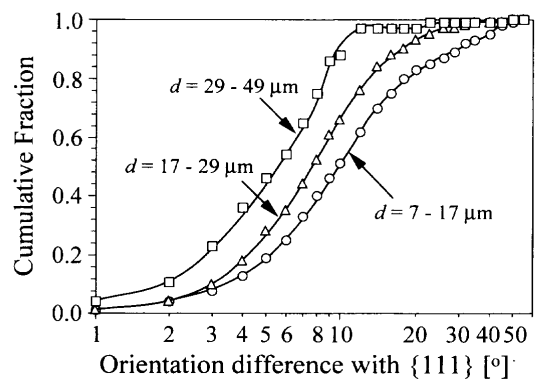


Fig. 4. Effect of grain size on the cumulative fraction as a function of orientation difference with {111}.

4. 考察

3.2より明らかなように、マクロ的な再結晶集合組織の発達には、主に{111}<110> (副方位として{554}<225>)の結晶方位密度の上昇によって特徴付けられる。この再結晶集合組織は、再結晶途中つまり再結晶核の発生後粒成長段階で形成されるものでなく、再結晶のかなり初期の段階に決定されることがわかった。この結果は優先核生成説を支持する。そして、再結晶の中間段階でもサイズ効果によって{111}<110>の優先性は保たれており、別報¹⁵⁾において、890°Cで焼鈍した材料の{111}<110>強度は50を超えるきわめて高い集積を持つことが報告されている。

一方、消費されていく側の冷延加工組織は、同じ γ -fiberに属する{111}<112>と一部の α -fiberであった。このように再結晶は、 γ -fiberのマトリクス加工組織から、 γ -fiberの再結晶核が発生しており、一見{111}/ND軸回りの回転が生じているように思われる。ただし、従来の報告ではそのような結晶回転が生じる機構も明らかでないし、{111}<110>だけでなく、副方位{111}<112>に近い{554}<225>の集積が高まることも説明できない。

そこで、冷延時に活動したすべり系が再結晶機構に非常に重要な役割を果たすことに立脚した新しい解釈¹⁴⁾に基づき、再結晶集合組織形成機構について考察した。この考え

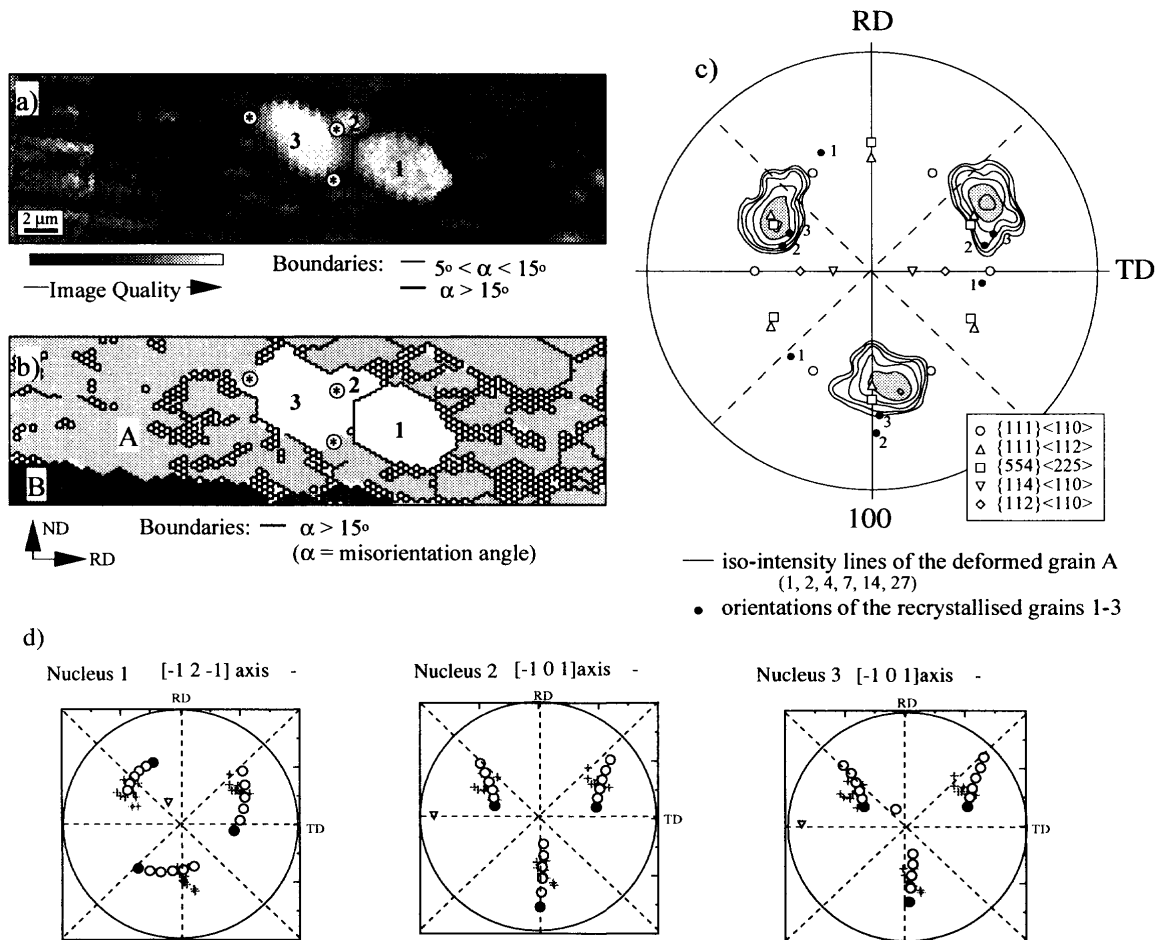


Fig. 5. a) Image quality and b) grain boundary map of a partially recrystallised section measured with OIM; c) pole figure indicating the orientation spread of the deformed matrix and the orientations of the recrystallised grains; d) pole figure indicating the orientation of the matrix and rotating orientation from nuclei.

方によれば、冷間圧延の際に活動したすべりにより転位が堆積し、局所的に結晶回転した方位が再結晶核になる。このためBCC構造のすべり系である{110}<111>や{112}<111>が活動し、その時の回転軸は、それぞれ<112>、<110>となるはずである。

このためには、再結晶初期段階でのミクロな領域の変化の測定が必要であり、以下に示すような詳細なOIM測定を行った。

Fig. 5には、“{111}<112>”マトリクスから核発生した3つの再結晶核が示されている。再結晶核は、周囲の加工組織に比べて非常に鮮明なEBSDパターンが得られるので、容易に識別することができる(Fig. 5a)。加工組織であるマトリクス(A)の方位分散と再結晶核(1-3)の方位をFig. 5bに示す。マトリクス(A)の方位は広がりを持っており、前述したようにその分散はεとγ-fiberに沿って生じる。*)に示す位置は、傾角が15°以内の粒界を示しており、粒2, 3は一部高傾角粒界に囲まれていない。他方、粒1 ({111}<110>)は高傾角粒界に囲まれており、粒成長性が良いことが期待できる。また、この再結晶核は、粒内から発生している可能性が高い。

これらの再結晶核について、周囲の加工組織との回転関

係をFig. 5dに示す。{200}極点図に、核の方位と、<211>または<110>回転軸を仮定したときの回転方位を示した。また“+”印で、再結晶粒の周囲の加工組織の方位を示した。再結晶核は加工組織であるマトリクスから発生するので、加工粒の方位をある回転軸の回りで回転させるのが常套手段である。しかしながら、加工組織は、かなりの方位の広がりを持っているため、ここでは、再結晶粒方位から逆に回転させる手法を用いた。回転角度は、10°刻みで50°まで計算している。核2および3とマトリクスは、TD軸に近い<110>軸まわりに、約20°の回転関係を持つ。一方、核1はND軸に近い<112>軸まわりに約40°回転するとマトリクス方位に一致する。冒頭の考えによると、<110>軸は{112}<111>すべり、<112>軸は{110}<111>すべりの活動によるものであり、<111>軸まわりの回転を仮定しなくても、すべり系の活動により、再結晶方位を説明できる。

Fig. 6は、Fig. 5よりも再結晶が進行した領域について、再結晶途中をOIMで観察した結果である。マトリクスAは{111}<112>加工組織であり、再結晶核は、すべてこの加工組織内から発生している。再結晶粒はRD方向に並んで似たような方位が発生している。ここでは以下のように大きく4つのグループに分けた。Gr. 1: 核3, 7, Gr. 2: 核2, 6,

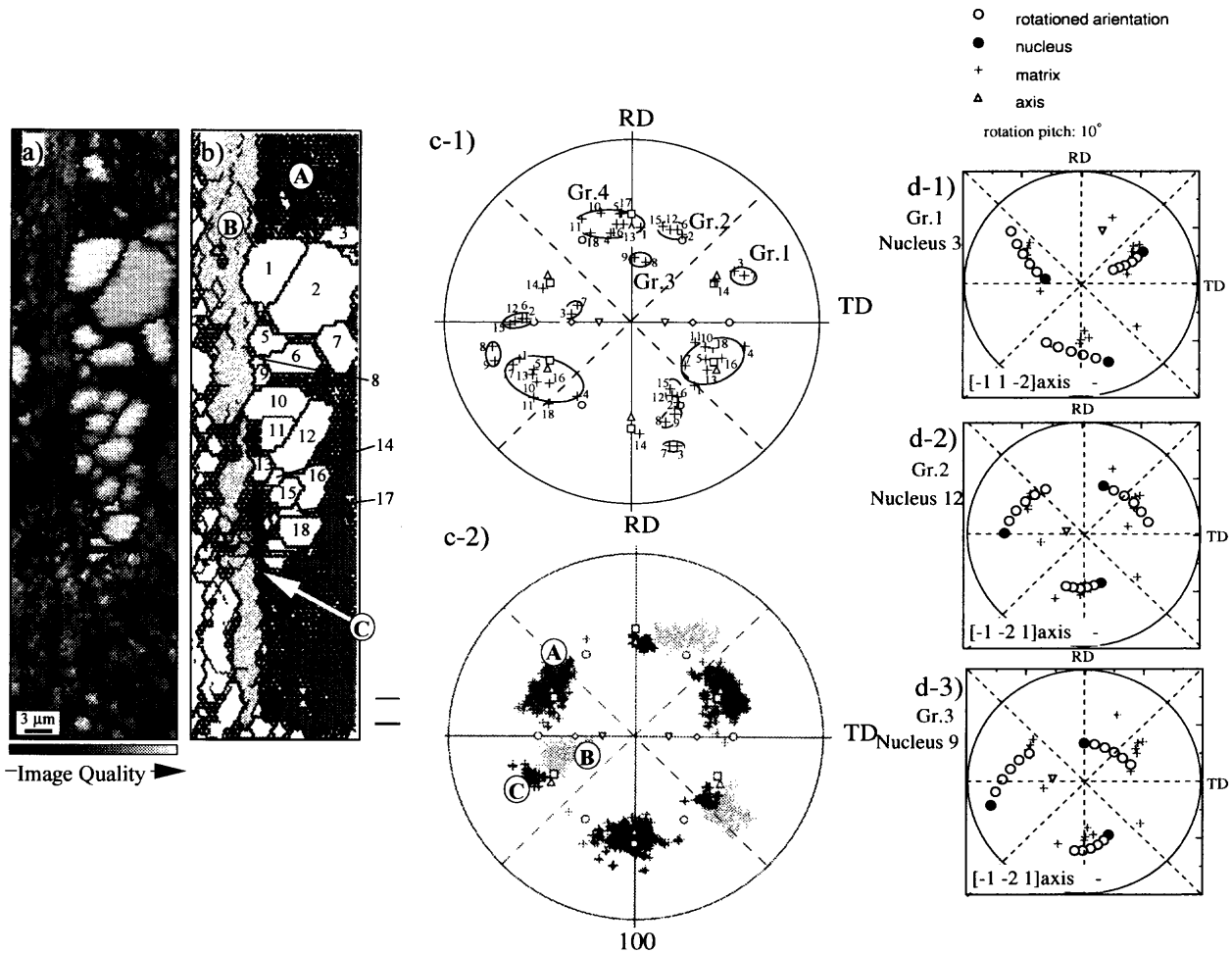


Fig. 6. a) Image quality and b) grain boundary map of a partially recrystallised section measured with OIM; c) pole figure indicating the orientation spread of the deformed matrix and the orientations of the recrystallised grains; d) pole figure indicating the orientation of the matrix and rotating orientation from nuclei.

12, 15, Gr. 3: 核8, 9, Gr. 4: 核1, 5, 6, 10, 11, 15, 16, 17, 18. Gr. 1~3について、それぞれ核3, 12, 9を代表させ、これらの核方位とマトリクスとの方位関係を、Fig. 5と同様に解析した結果をFig. 6dに示す。いずれも<112>軸回転であり、しかも回転軸はTD軸よりはむしろND軸に近いことがわかる。

以上より、ND//<111>加工組織粒から発生した{111}<uvw>再結晶粒は、{110}<111>すべりの活動によって説明できる。この場合、回転軸は<111>ではなく、<112>軸回転である。

単結晶の結果では、再結晶に関わる活動すべり系は、シュミット因子に関係し、その定義から、TD軸に近い回転軸が働きやすいことが予想される。その例がFig. 5の粒2, 3であった。しかしながら、本結果の大部分の回転軸である{112}軸は、ND軸に比較的近い方位であった。ただし、本実験は多結晶体を用いたものであり、粒界の拘束を受けて、活動しやすいすべり系が単結晶とは異なることが予想される。村木ら¹⁵⁾は、このような粒界の拘束を考慮した活動すべり系の予測を行っており、通常のTD回転軸以外のND軸まわりの回転軸が働きやすくなることを報告している。またFig. 5で1つの加工粒内で隣接した再結晶粒が、

一方で{110}<111>すべりによる<112>回転で生じ、もう一方で{112}<111>すべりによる<110>軸回転で生じていた。このことは、同じ粒内でも活動すべり系が異なることを示唆している。

以上より、ND//<111>加工組織粒から発生した{111}<uvw>再結晶粒は、{110}<111>（一部{112}<111>）すべりの活動によって説明できる。この場合、回転軸は<111>ではなく、<112>軸である場合が多い。その回転軸はNDに近い方位であり、すべり系の選択には、粒界の拘束を受けていると考えられる。

5. 結論

本実験より以下のことが確認された。

(1) Ti, Nb添加IF鋼をα域圧延後再結晶焼鈍させた熱延板を冷間圧延すると、主方位がε-fiberに沿って{554}<225>から{111}<112>にシフトした。また、副方位であるでは{111}<110>は、α-fiberに沿って{223}<110>へ結晶回転した。

(2) 再結晶過程では、その強いγ-fiberと弱いα-fiberは、

非常に強い γ -fiberに変化し、主方位は $\{111\}\langle 112\rangle$ から $\{111\}\langle 110\rangle$ に移った。さらに副方位として $\{554\}\langle 225\rangle$ への集積も高まった。

(3) この $\{111\}\langle 110\rangle$ の発達はずでに、再結晶の初期段階で生じている。23%の再結晶率の試料の再結晶粒だけの集合組織は、ほぼ再結晶を完了した試料の集合組織と同じものであった。冷延集合組織である $\{111\}\langle 112\rangle$ は、優先的に $\{111\}\langle 110\rangle$ 付近の再結晶粒に消費され、再結晶の中間、後期の粒成長の段階においても、 $\{111\}\langle 110\rangle$ は優先性を保つ。

(4) OIM測定から、加工された γ -fiberの結晶粒内部から、再結晶初期段階において、 γ -fiberの再結晶核が発生し、成長する。ND// $\langle 111\rangle$ 加工組織粒から発生した $\{111\}\langle uvw\rangle$ 再結晶粒の起源は、 $\{110\}\langle 111\rangle$ すべりの活動による回転によって説明できる。この場合、回転軸は $\langle 111\rangle$ ではなく、NDに比較的近い $\langle 112\rangle$ 軸回転である。

以上の結果より、 $\{111\}$ 集合組織の形成は、冷延時に活動したすべり（主に $\{110\}\langle 111\rangle$ すべり）により転位が堆積し、局所的に結晶回転した方位が再結晶になるモデルにより説明できることがわかった。

文 献

1) S.Satoh, T.Obara, M.Nishida and T.Irie: Technology of Continuously

- Annealed Cold-Rolled Sheet Steel, ed. by R. Pradhan, AIME, Warrendale, (1984), 151.
- 2) M.R.Barnett and J.J.Jonas: *ISIJ Int.*, **37** (1997), 706.
 - 3) S.Matsuoka, K.Sakata, S.Satoh and T.Kato: *Textures Microstruct.*, **22** (1993), 113.
 - 4) S.Matsuoka, K.Sakata, S.Satoh and T.Kato: *ISIJ Int.*, **34** (1994), 77.
 - 5) T.Senuma and K.Kawasaki: *ISIJ Int.*, **34** (1994), 51.
 - 6) Y.B.Park, D.N.Lee and G.Gottstein: Proc. 11th Int. Conf. on Text. of Materials, Intern. Academ. Publ., Beijing, (1996), 531.
 - 7) R.E.Hook: Metallurgy of Vacuum-Degassed Steel Products, ed. by R. Pradhan, AIME, Warrendale, (1990), 263.
 - 8) K.Sakata, S.Matsuoka, T.Obara, K.Tsunoyama and S.Shiraishi: *Materia Jpn.*, **36** (1997), 376.
 - 9) E.Furubayashi: *ISIJ Int.*, **38** (1998), 510.
 - 10) H.Inagaki: *ISIJ Int.*, **34** (1994), 313.
 - 11) B.Hutchinson and E.Lindh: Int. Forum for Phys. Metallurgy of IF Steels (IF·IFS-94), ISIJ, Tokyo, (1994), 127.
 - 12) D.Vanderschueren, N.Yoshinaga and K.Koyama: *ISIJ Int.*, **36** (1996), 1046.
 - 13) T.Urabe and J.J.Jonas: *ISIJ Int.*, **34** (1994), 435.
 - 14) T.Toge, M.Muraki, M.Komatsubara and T.Obara: *ISIJ Int.*, **38** (1998), 524.
 - 15) M.Muraki and T.Obara: *Tetsu-to-Hagané*, submitted.
 - 16) E.Furubayashi and T.Obara: *Tetsu-to-Hagané*, submitted.
 - 17) K.Okuda, Y.Kawabata, K.Sakata and T.Obara: 39th Mech. Working and Steel Processing Conf. Proc., XXXV, ISS, Warrendale, (1998), 297.
 - 18) K.Pawlik: *Phys. Status Solidi (b)*, **134** (1986), 477.
 - 19) T.Taoka, E.Furubayashi and S.Takeuchi: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **6** (1966), 290.
 - 20) K.Eloot, K.Okuda, K.Sakata and T.Obara: *ISIJ Int.*, **38** (1998), 602.