

連続せん断変形加工された極低炭素IF鋼板の 集合組織と微視組織

岡村 吉晃*・宇都宮 裕*²・左海 哲夫*³・齋藤 好弘*⁴

Texture and Microstructure of Ultra-low Carbon IF Steel Strip Processed by Conshearing

Yoshiaki OKAMURA, Hiroshi UTSUNOMIYA, Tetsuo SAKAI and Yoshihiro SAITO

Synopsis : The Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) was successfully used as an intense straining process to obtain ultra-fine grained metals. However, it has a problem in applicability to long, thin coiled strips. The authors proposed an alternative continuous shear deformation process, i.e., Conshearing. In this study, 1 mm thick ultra low carbon interstitial-free (IF) steel strip is subjected to the conshearing process at room temperature up to four passes. The deformation characteristics, the changes in microstructure, texture and mechanical properties have been investigated. The shear strain is introduced uniformly through the thickness except around surfaces, and increases with the number of passes. The tensile strength increases from 282 to 442 MPa by four passes. The processed materials shows relatively higher elongation (26%), even after 4 passes. The shear texture with $\{110\}\langle 001\rangle$ and $\{112\}\langle 111\rangle$ components is formed in the sheared region.

Key words : ECAE; ECAP; shear deformation; shear texture; severe plastic deformation; Goss orientation.

1. 緒言

ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) 法は材料に単純せん断変形を与える加工法であり¹⁾, ECAE法の繰り返しは超微細結晶粒金属を得るための強ひずみ加工法として有効である²⁻⁴⁾。しかしながら, この方法は一種の押し出し加工であるから長尺材料の連続加工を行うことはできない。また薄板の場合には工具と材料に座屈を生じる。そこで, 著者らは長尺コイル材に連続的にせん断変形を付与する方法として Fig. 1 に示す連続せん断変形加工法 (Conshearing 法⁵⁾) を開発した。その後, Lee ら⁶⁾ も Extrolling に基づいた連続 ECAE 法として C2S2 (Continuous Confined Strip

Shearing) 法を提案している。

これらの方法は強ひずみ加工法としてのみならず, 薄板内部に単純せん断変形が導入されることを利用すれば, せん断集合組織形成法としての応用の可能性をも秘めている。例えば前報⁷⁻⁹⁾ では, Conshearing 法を fcc 金属の工業用純アルミニウム 1100 に適用し, 薄板内部に $\langle 111\rangle//ND$ せん断集合組織を発達させ, 深絞り性が改善されることを報告した。ところで, フェライト鋼など bcc 金属のせん断集合組織の一つとして, $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位 (Goss 方位) が知られている¹⁰⁻¹²⁾。Goss 方位は電磁鋼板の磁気特性を向上させる方位であるが, 通常の冷延焼鈍プロセスでは摩擦によるせん断変形によって板表面近傍にしか形成されない。もしせん断変形を板内部に導入することができれば, 板厚全体にわたって Goss 方位が形成された薄板を製造できる可能性もある。しかし ECAE 法を鉄鋼材料に適用した場合の集合組織についての報告¹⁴⁻¹⁷⁾ は少なく, それらも棒材の場合に限られている。

そこで本研究では, Conshearing 法を Ti 添加極低炭素 Interstitial Free (IF) 鋼の薄板に適用し, 変形・組織・集合組織および機械的性質の変化を調査した。

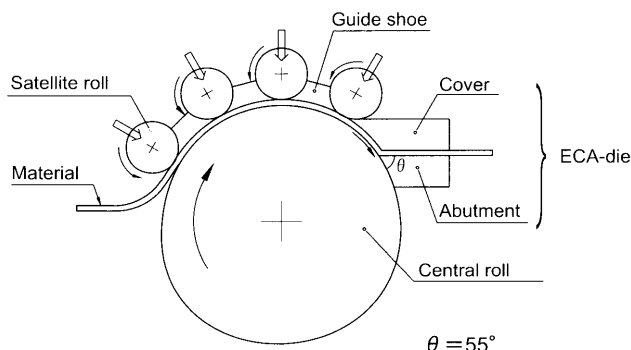


Fig. 1. Schematic illustration of the Conshearing process.

平成 14 年 11 月 15 日受付 平成 15 年 1 月 31 日受理 (Received on Nov. 15, 2002; Accepted on Jan. 31, 2003)

* 大阪大学大学院生 (現: (財) 鉄道総合技術研究所) (Graduate Student, Osaka University, now Railway Technical Research Institute)

*² ケンブリッジ大学工学科 (Department of Engineering, University of Cambridge, Trumpington St. Cambridge CB2 1PZ UK)

*³ 大阪大学大学院工学研究科 (Graduate School of Engineering, Osaka University)

*⁴ 大阪大学名誉教授 (Professor Emeritus, Osaka University)

Table 1. Chemical composition of the IF steel strip used.

(mass%)									
C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Al	N	
0.0016	0.01	0.17	0.012	0.009	0.01	0.028	0.046	0	
Nb	B	Ti	Mo	V	Ni	O	H	Ca	Zr
0	0	0.068	0	0.004	0.01	0.0013	0	0	0

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材はTable 1の化学組成をもつ板厚0.99 mmのTi添加極低炭素IF鋼の冷延焼鈍コイル材である。そのコイルから板幅19.5 mm, 長さ2,000 mmの寸法の試験片を切り出して実験に用いた。

2.2 加工装置

加工装置については前報⁷⁻⁹⁾で詳細に述べられているので、本論文では簡略に記すにとどめる。Fig. 1に示すように1本のφ350 mmのロール(中心ロール)と、その外周上に等間隔に設置された4本のφ76 mmのロール(衛星ロール)からなるサテライトミル¹⁸⁾の出口にECAダイスが設置されている。これらのロールを押込みロール(ピンチロール)として用いて、長尺材をECAダイスに送り込み、連続的に押し出し加工を行う。本実験ではすべてのロールの周速を $1.3 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$ とした。

ECAダイスの屈折角 θ は 55° であり、磨耗を防ぐためそのコーナー部先端には0.2 mmの曲率半径をもつWC-Co超硬合金を用いた。またカバーとアバットメントの間隔、すなわち材料が通るチャンネルの間隔は1.1 mm, すなわちクリアランスを0.1 mmに設定した。

2.3 加工条件

ECAダイスへの十分な押し込み力を得るために⁹⁾, 中心ロール表面は#220エメリー紙で粗面化された。試料の上表面は、ダイスとの摩擦を低減させるためにポリフッ化エチレン(テフロン)樹脂をスプレーし、コーティングを形成させた。さらに鉱油ベース圧延油潤滑下、室温で加工を行った。せん断変形を均一かつ累積的に導入させるため、2パス以降はパスごとに試料の表裏ならびに押し出し方向を反転させて、4パスまで加工を行った。また加工材を 700°C の電気炉で30分間熱処理した焼鈍材についても評価を行った。

2.4 評価方法

導入されるせん断変形を調査するために、径0.5 mmのドリルで板厚方向に平行な孔を板幅中央にあけた試料についても加工を行い、この孔の形状変化を観察した。

また加工材および焼鈍材の縦断面(TD面)の光学顕微鏡組織を観察した。さらに集合組織を調査するために、板厚方向(ND)の $(hkl)/ND$ 軸密度分布の変化をMo-K α 特性X線を用いて測定した。また板厚中心部の $\{110\}$, $\{100\}$ 完全極点図をSchulzの反射法および透過法により測定した。

素材および加工材の機械的性質はインストロン型引張試験機を用いて室温で測定した。その際の試験片はJIS5号試験片の1/10サイズ(標点間距離5 mm, 幅2.5 mm)とし、押し出し方向(RD)に対して 0° , 45° , 90° の3方向から試験片を採取した。引張試験におけるクロスヘッドスピードは $0.5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$, すなわち初期ひずみ速度は $1.66 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ である。

3. 実験結果

3.1 Conshearing加工におけるせん断変形

Fig. 2に導入したドリル孔の加工前および各パス加工後の縦断面形状を示す。なお写真は板の上下(表裏)が当該パスの上下と一致するように配置して示してある。材料はパス間で表裏および押し出し方向が反転されていることに注意されたい。例えば1パス目の上表面は2パス目では下表面に位置することになる。1パスの加工によって、上表面から板厚の1/4から3/5の深さの領域でせん断変形が導入されることが孔の傾斜からわかる。しかしながら両表面近傍で導入されるせん断変形はいずれも小さく、板厚方向に均一な分布ではない。これは上表面近傍は摩擦によって逆せん断変形を受けるためである。また孔後方の上表面は、孔導入による変形拘束の緩和による下側への反りが見られる。一方、下表面近傍ではダイスコーナーの外周部で材料が未充填となるために、せん断変形をほとんど受けない。1パス後、材料は裏返して挿入されるために2パス後には上表面から板厚の1/4から3/4の深さの領域でほぼ均一にせん断変形が導入されている。また1パス後の孔後方上表面の反りは、孔前方下表面の上側への反りとなって残留している。板厚の内部では、パス数の増加とともに孔はより押し出し方向に向かって傾き、せん断変形が重畳されることがわかる。導入されるせん断ひずみの量については後に考察する。

3.2 光学顕微鏡組織

Fig. 3に素材、加工材および焼鈍材の縦断面の光学顕微鏡組織を示す。素材は平均結晶粒径 $12 \mu\text{m}$ の比較的等軸の再結晶粒であった。1パス加工材では導入されたせん断ひずみが小さいため、せん断変形を受けた結晶粒を識別することは困難である。2パス加工材では上表面から板厚の1/3~2/3の深さの領域で、押し出し方向に対して傾斜した方向にやや伸長した、すなわちせん断変形を受けた結晶粒が観察される。パス数の増加とともに板厚中心付近の結晶粒

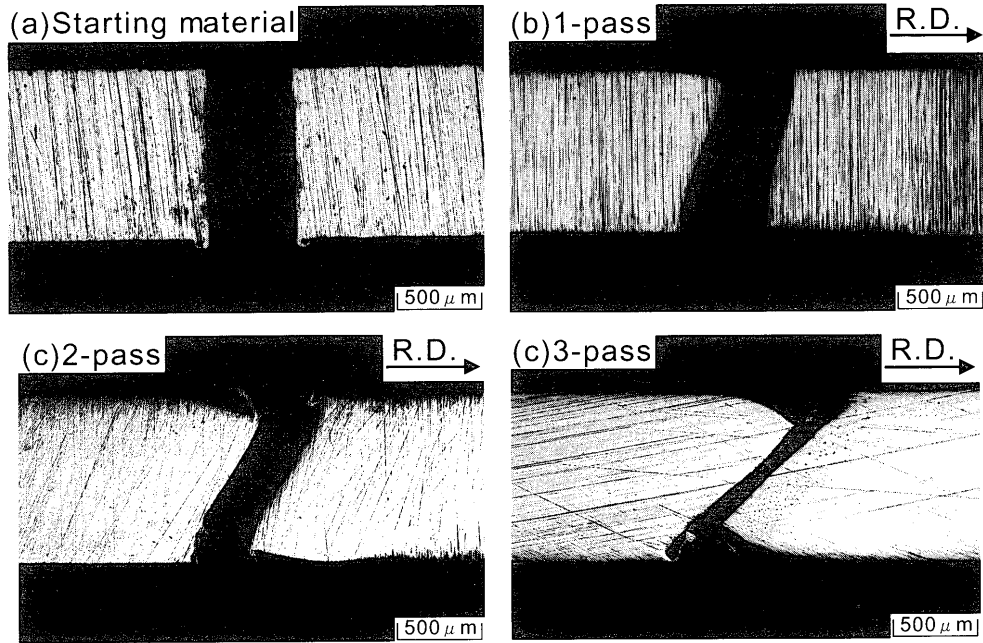


Fig. 2. Deformation of vertical hole showing introduced shear deformation.

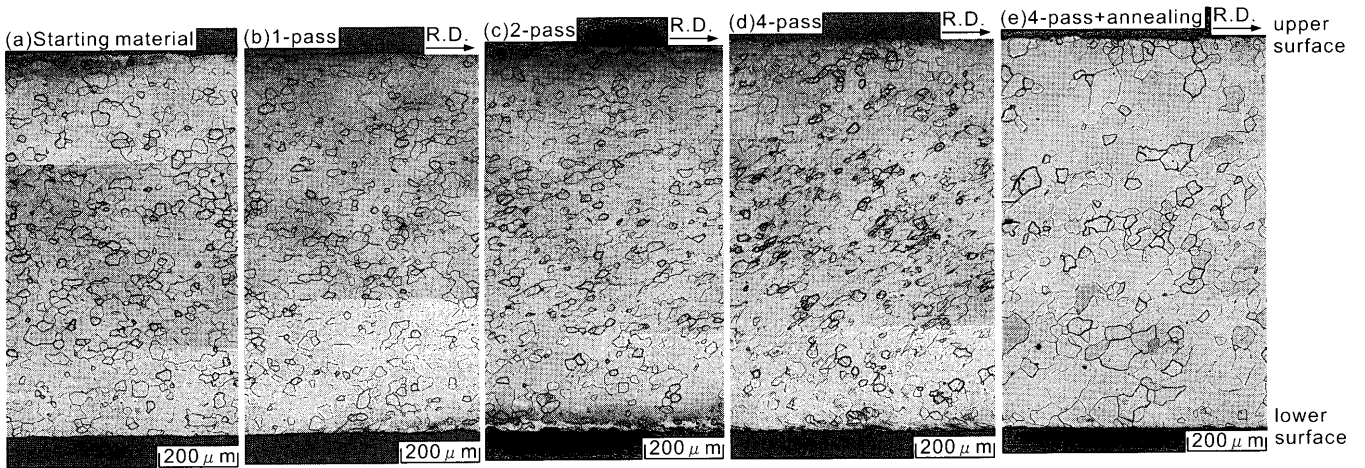


Fig. 3. Optical microstructures in longitudinal sections: (a) starting material, (b) as one-pass consheared, (c) as two-pass consheared, (d) as four-pass consheared, (e) as annealed after four passes.

はより伸長し、伸長方向は押し出し方向に向かってより傾斜している。また表面近傍では逆せん断変形を受けた結晶粒が観察され、それよりやや内側の領域ではせん断変形を受けた結晶粒は観察されない。これらの結晶粒の形状変化は Fig. 2 で示した孔の変形と対応している。焼鈍材は板厚全体が等軸の再結晶粒で占められ、板厚中心の平均粒径は $16\ \mu\text{m}$ である。ただし大きなせん断変形を受けた部分ほど粒径は小さい。

3.3 集合組織

Fig. 4 に板厚方向の軸密度分布を示す。図の横軸には板厚方向の相対位置（上表面からの深さ t/t_0 / 全板厚 t_0 ）をとって示した。なお上表面 ($t/t_0=0$, 図の左端) は当該パスの上表面に相当する。素材は冷延焼鈍材であったため、再結晶集合組織である $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 成分 (γ -fiber) が板厚全体にわ

たって発達し、 $\langle 110 \rangle // \text{ND}$ 成分はほぼ零である。1パス加工によって、 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 成分は特に板厚中心から上表面近傍までの領域 ($0.1 < t/t_0 < 0.6$) および表面直下、すなわちせん断変形を受けた領域で減少する。2パス後には板厚中心部分での $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 成分はさらに減少し、相対強度は 0~1 となる。一方、素材にはほとんど存在しなかった $\langle 110 \rangle // \text{ND}$ 成分はこの領域で相対強度が約 1 にまで増加している。4パス後には、 $\langle 110 \rangle // \text{ND}$ 成分は最大相対強度 5.4 と板厚内部で著しく発達する。一方、その領域での $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 成分の相対強度はほぼ 1 となる。しかしながら、表面よりやや内側 ($t/t_0=0.05, 0.95$ 付近の領域) のせん断変形が摩擦による逆せん断変形と相殺されて、変形をほとんど受けなかった領域では、相対強度が減少するものの素材とほぼ同様の方位成分の構成を維持している。焼鈍後は $\langle 110 \rangle // \text{ND}$ 成分

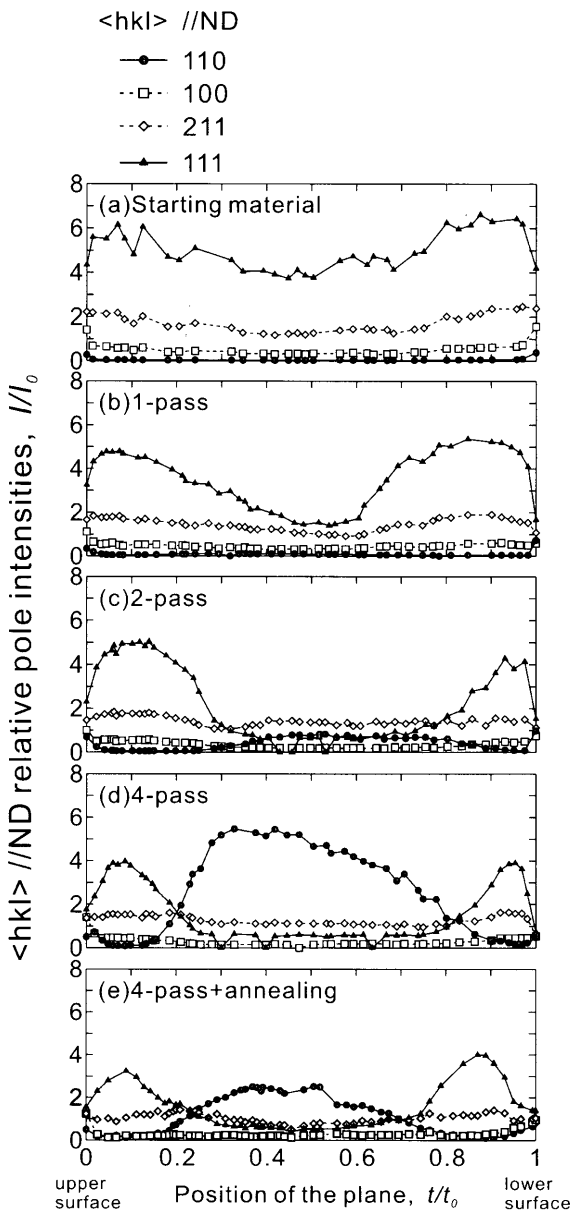


Fig. 4. Variations in preferred orientations through the thickness of the strips: (a) starting material, (b)–(d) the as consheared, and (e) the as annealed strip.

の集積度が、特に板厚中心付近で、減少するものの依然として2以上の相対強度を示し主成分として残留する。一方、せん断変形をほとんど受けなかった両表面よりやや内側の領域では焼鈍による方位変化も小さい。

Fig. 5 に板厚中心 ($t/t_0=0.5$) の $\{110\}$ 、 $\{100\}$ 極点図を示す。図中左下の数字 (I_{max}) は相対強度の最大値である。素材は $\langle 111 \rangle // ND$ 成分 (γ -fiber) と $\langle 110 \rangle // RD$ 成分 (α -fiber) からなる典型的な再結晶集合組織であった。集合組織はパス回数とともに、すなわちせん断ひずみの増加とともにTD軸周りに回転し、4パス後には $\{110\}\langle 001 \rangle$ 方位 (Goss 方位) と $\{112\}\langle 111 \rangle$ 方位が主成分となる。焼鈍後もこれらの方位は主方位を維持するが、集積度は低下し、TD軸に関してより対称な分布となる。

3.4 機械的性質

機械的性質の変化を Fig. 6 に示す。引張強さはパス数の増加とともに、282 MPa (素材) から 442 MPa (4パス後) までほぼ直線的に増加する。またパス数の増加とともに 90° 方向の強度が高い面内異方性を示す。一方、伸びはパス数の増加とともに素材の67%から単調に減少するが、4パス後においても26%と比較的高い値を維持する。700°C、30分間の焼鈍によって、機械的性質はほぼ素材と同じレベルにまで回復する。

4. 考察

4.1 Conshearing 加工によるせん断変形

Fig. 2 から、孔縁のたわみすなわち圧延方向の変位を測定し Fig. 7 に示した。図中の白丸は押し出し方向前方、黒丸は後方の孔縁の変位をプロットしたものである。図の横軸は板厚方向の相対位置を示している。なお上表面 ($t/t_0=0$ 、図の左端) は当該パスの上表面である。上下表面近傍では、前述の変形拘束の緩和の結果、前後の孔縁の形状に不一致が見られ、バルク材の変形を必ずしも正確には表していないものと考えられるものの、板厚内部の領域 ($0.2 < t/t_0 < 0.8$) の変形は前後ともよく一致している。Fig. 7(a) の実線は1パスのたわみ $u_1(y)$ を次の9次多項式で近似したものであり、上表面近傍を除いてよく回帰されている。

$$u_1(y) = a_9 y^9 + a_8 y^8 + \dots + a_1 y^1 + a_0 \dots \dots \dots (1)$$

ただし、座標軸 y は上表面からの板厚方向の深さである。上式を微分することによって板厚方向のせん断ひずみ分布 $\gamma_1(y)$ を求め、図中に一点鎖線で記入した。

$$\gamma_1(y) = \frac{du_1(y)}{dy} = 9a_9 y^8 + 8a_8 y^7 + \dots + a_1 \dots \dots \dots (2)$$

これによると板厚中心 ($y=0.5$) におけるせん断ひずみ γ は 0.28 であり、理論式 (1) $\gamma = 2 \tan(\theta/2)$ によって求められる値 1.04 に比べかなり小さい。この不一致は、上述したように摩擦による逆せん断変形と、材料のダイスへの未充填が主たる原因と考えられる。逆せん断変形を減少させるためにはダイスと材料上表面の間の摩擦を低減することが有効である。一方、未充填の問題に対してはより屈折角が大きく、コーナーがシャープなダイスの使用が望ましい。ECAE法では背圧 (側圧) の付加¹⁴⁾ や2段ダイスの使用¹⁹⁾ が有効であるが、薄板を対象にする場合はいずれも適用は困難である。逆に板厚が厚い材料は、表面の効果の小さい点では有利といえる。

2パス目以降では各パス前に、板の表裏および押し出し方向を反転させるので、各パスでのたわみ量 $u(y)$ が加算されるとすれば次のようにして計算することができる。

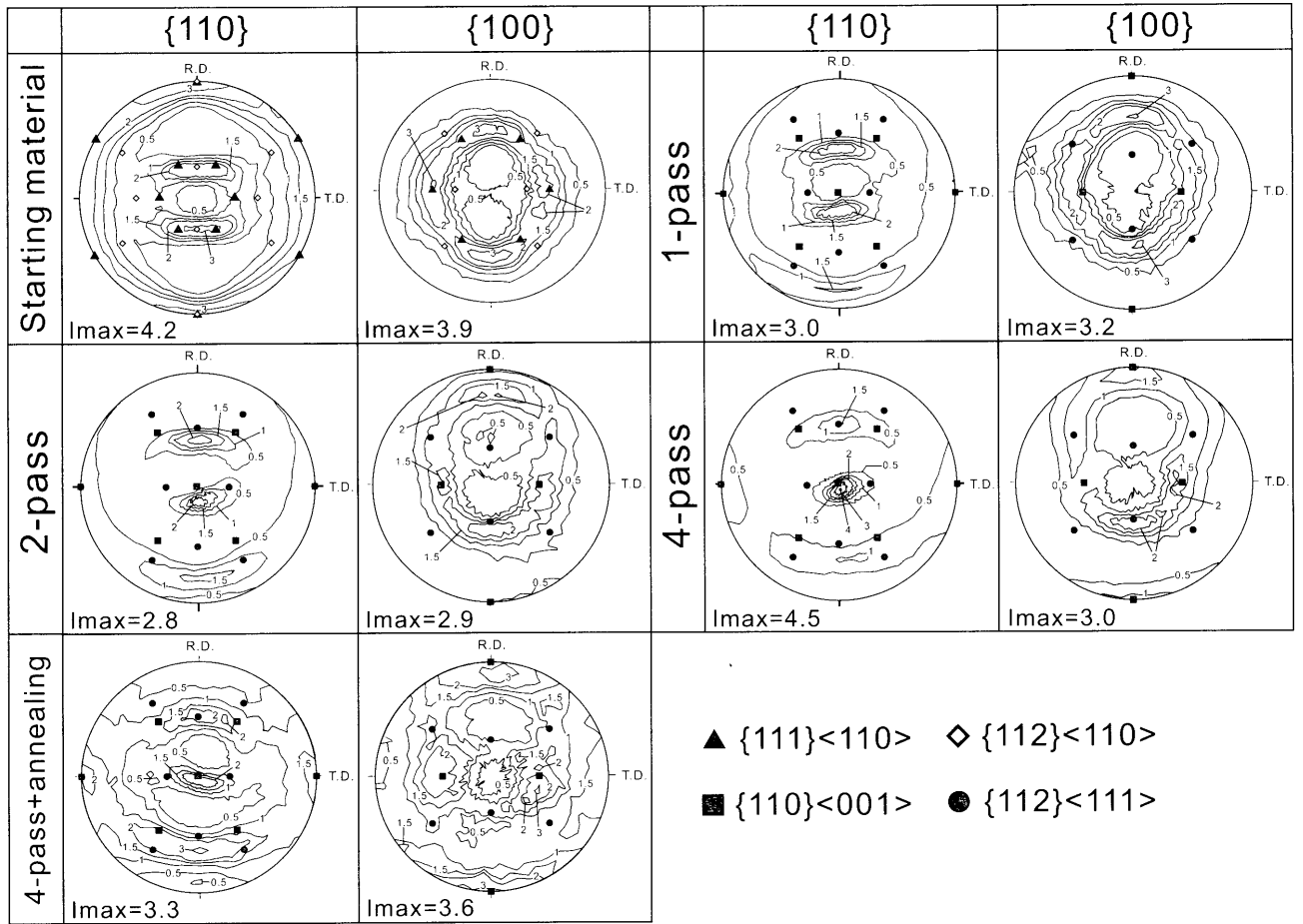


Fig. 5. Changes in {110} and {100} pole figures at the mid-plane by the conshearing and subsequent annealing.

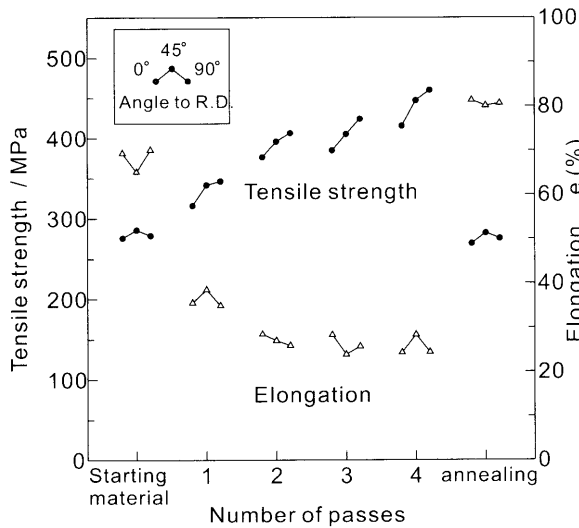


Fig. 6. Change in mechanical properties by the conshearing and subsequent annealing.

$$2 \text{ パス後} : u_2(y) = -u_1(1-y) + u_1(y) \dots\dots\dots (3)$$

$$3 \text{ パス後} : u_3(y) = -u_2(1-y) + u_1(y) = 2u_1(y) - u_1(1-y) \dots\dots (4)$$

$$4 \text{ パス後} : u_4(y) = -u_3(1-y) + u_1(y) = 2u_2(y) \dots\dots\dots (5)$$

Fig. 7(b), (c), (d) には、このようにして求めたたわみ曲線を

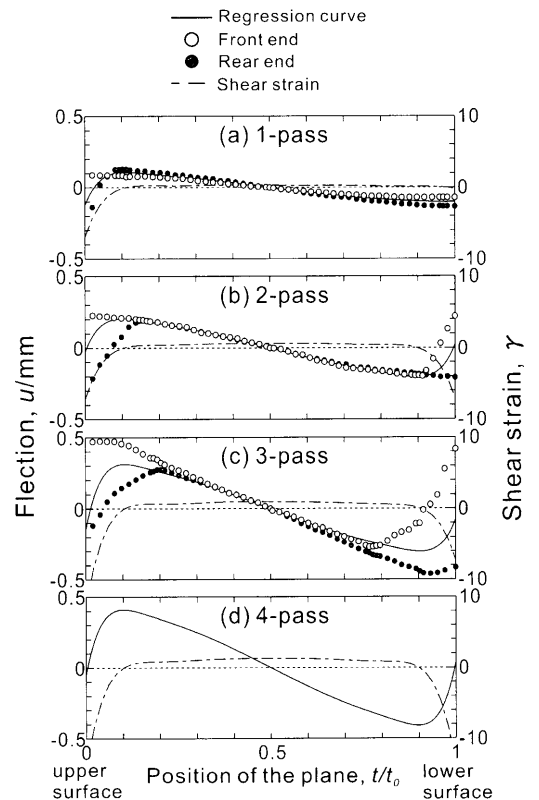


Fig. 7. Flection of vertical line and shear strain through the thickness.

実線で、せん断ひずみを一点鎖線で示した。

図から、計算されたたわみ量は、上下表面付近を除いて、実測されたたわみ量とほぼ一致していることがわかる。このことは各パスでの変形がほぼ同一と仮定できることを表している。これによると n パスで板厚中心付近に導入されるせん断ひずみは $\gamma=0.3n$ と概算される。それらから結晶粒の傾斜角は $\alpha=\tan^{-1}(\epsilon)=\tan^{-1}(0.30n)$ によって求められ、例えば2, 4パスについて $\alpha=31^\circ, 50^\circ$ となり Fig. 3とも一致している。

4.2 せん断集合組織とその応用

一般にせん断変形によってもたらされる金属材料の集合組織は、圧延集合組織とは大きく異なる。鉄鋼材料のせん断集合組織はまず、ねじり変形において調査され、Backofenら²⁰⁾やBaczynskiら²¹⁾は優先方位として $\{112\}\langle 111\rangle$ 方位と $\{110\}\langle 112\rangle$ 方位を報告している。圧延の場合の摩擦に起因した付加的なせん断変形による表面集合組織の優先方位として、ねじり変形と同じく $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位と $\{112\}\langle 111\rangle$ 方位が報告されている¹⁰⁻¹²⁾。また上下非対称圧延を用いて板厚内部に積極的にせん断変形を導入した場合の集合組織成分もそれらと一致している^{22,23)}。ECAE法を行った鉄鋼材料の集合組織に関する詳細な報告は少ないが¹⁴⁻¹⁷⁾、小豆島らの極点図では $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位の近傍に集積が見られる^{15,16)}。

Fig. 5に示したConshearing加工を受けたTi添加極低炭素IF鋼の集合組織成分も上記のこれまでに報告された鉄鋼材料のせん断集合組織成分、すなわち $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位と $\{112\}\langle 111\rangle$ 方位と定性的には一致するものであった。従ってConshearing加工によって板厚内部にせん断変形を連続的に導入すれば、せん断集合組織を形成することが可能であることが薄鋼板についても実証された。

上で述べた鉄鋼材料のせん断集合組織成分のうち、Goss方位($\{110\}\langle 001\rangle$ 方位)は容易磁化方向が圧延方向に平行であるため一方向性電磁鋼板に应用されている有用な方位である。しかし緒言でも述べたように、現在の製造プロセスでは圧延時の摩擦によって形成される表面近傍でのGoss粒を粒成長させてこの方位を得ており、そのためにインヒビターの添加と長時間の熱処理を必要としている¹³⁾。そのため板厚内部にせん断変形を導入することによって、効果的にGoss粒を形成させようとする試みが非対称圧延を利用して行われている^{22,23)}。Conshearing法もその一方法として応用が期待される。

ところで、本研究の条件下で得られた微視組織(Fig. 3)は超微細結晶粒ではなく、せん断変形を受け傾斜した方向に伸長した加工組織であった。4パスの繰り返し加工によって付与されたひずみが1.20と小さかったことがその主因と考えられる。より屈折角の大きいダイスを用いて、1パスで導入されるせん断ひずみを増加させ、さらに繰り返し数を多くして大きなひずみを付与すれば、1100工業用

純アルミニウムの場合²⁴⁾と同様に結晶粒超微細化も期待される。

5. 結言

Ti添加極低炭素IF鋼の厚さ1mmの長尺コイル材にConshearing加工を適用することに成功した。せん断ひずみは表面付近を除く、板厚全体に導入された。1パスで導入されるせん断ひずみは板厚中心で約0.3であり、繰り返し加工によって加算的に導入された。その結果板厚内部の結晶粒はせん断変形を受け、 $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位(Goss方位)と $\{112\}\langle 111\rangle$ 方位からなるせん断集合組織が発達した。それらは焼鈍によって集積度が低下するものの残留した。パス数の増加とともに、引張強さは282MPa(素材)から442MPa(4パス後)に増加するが、4パス後にも比較的高い伸び(26%)を維持した。

Conshearing加工は強ひずみ加工に加え、集合組織制御法としても応用の可能性を有している。

本研究は新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の産業技術研究助成事業(ID:00A25008a)により実施したものである。実験に用いた材料はNKKよりご提供頂きました。実験にご協力頂いた大学院生の初田憲一君(現:シャープ(株))、材料の手配をお世話頂いた松澤永晴君(NKK総合材料技術研究所)に謝意を表します。

文 献

- 1) V.M.Segal, V.I.Reznikov, A.E.Drobyshevskiy and V.I.Kopylov: *Russ. Metall.*, **1** (1981), 99.
- 2) R.Z.Valiev, R.K.Islamgaliev and I.V.Alexandrov: *Prog. Mater. Sci.*, **45** (2000), 103.
- 3) Z.Horita, M.Furukawa, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Mater. Sci. Technol.*, **16** (2000), 1239.
- 4) V.M.Segal: *Mater. Sci. Eng.*, **A271** (1999), 322.
- 5) Y.Saito, H.Utsunomiya and H.Suzuki: *Adv. Tech. Plast.*, **3** (1999), 2459.
- 6) J.C.Lee, H.K.Seok, J.H.Han and Y.H.Chung: *Mater. Res. Bull.*, **36** (2001), 997.
- 7) Y.Saito, H.Utsunomiya, H.Suzuki and T.Sakai: *Scr. Mater.*, **42** (2000), 1139.
- 8) H.Utsunomiya, Y.Saito, H.Suzuki and T.Sakai: *Proc. Inst. Mech. Eng., J. Eng. Manuf.*, **215B** (2001), 947.
- 9) H.Utsunomiya, K.Hatsuda, T.Sakai and Y.Saito: Proc. 3rd Int. Conf. on Intelligent Processing and Manuf. of Mater. (IPMM-2001), ed. by J.A.Meech, S.M.Veiga, M.M.Veiga, S.R.LeClair and J.F.Meguire, IPMM, Vancouver, (2001), CD-ROM.
- 10) D.S.Hoddinott and G.J.Davies: *J. Iron Steel Inst.*, **210** (1972), 624.
- 11) T.Sakai, Y.Saito, M.Matuo and K.Kawasaki: *ISIJ Int.*, **31** (1991), 86.
- 12) S.H.Lee and D.N.Lee: *Mater. Sci. Eng.*, **A249** (1998), 84.
- 13) Y.Okami: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **2** (1997), 52.
- 14) M.A.Gibbs, K.T.Hartwig, L.R.Cornwell, R.E.Goforth and E.A.Payzant: *Scr. Mater.*, **39** (1998), 1699.
- 15) A.Azushima, K.Aoki, H.Asada and Y.Kimura: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 347.
- 16) A.Azushima, K.Aoki and T.Inoue: *Tetsu-to-Hagané*, **87** (2001), 762.
- 17) S.V.Dobatkina, R.Z.Valiev, N.A.Krasilnikov and V.N.Konenkova: Proc. 4th Int. Conf. on Recrystallization and Related Phenomena (ReX '99, JIMIS-10), ed. by T.Sakai and H.G.Suzuki, JIM, Sendai, (1999), 913.

- 18) Y.Saito, T.Watanabe and H.Utsunomiya: *J. Mater. Eng. Perform.*, **1** (1992), 789.
- 19) A.Rosochowski and L.Olejnik: *J. Mater. Process. Technol.*, **125-126** (2002), 309.
- 20) W.A.Backofen and B.B.Hundy: *J. Met.*, **197** (1953), 61.
- 21) J.Baczynski and J.J.Jonas: *Acta Mater.*, **44** (1996), 4273.
- 22) T.Sakai, M.Yoshino and Y.Saito: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 1050.
- 23) T.Yoneme, K.Yoneda, T.Sakai and Y.Saito: *CAMP-ISIJ*, **15** (2002), 372.
- 24) H.Utsunomiya, K.Hatsuda, T.Sakai and Y.Saito: *Adv. Tech. Plast.*, **2** (2002), 1561.