

© 1990 ISIJ

論文

17%Crステンレス鋼板の結晶方位分布に及ぼす粗圧延工程の圧延パス間時間の影響

原勢二郎^{*}・太田国照^{*2}・清水亮^{*3}・竹下哲郎^{*4}

Effect of Inter-pass Time in Rough Rolling Process on the Orientation Distribution in 17%Cr Stainless Steel Sheet

Jirou HARASE, Kuniteru OHTA, Ryo SHIMIZU and Tetsuro TAKESHITA

Synopsis:

Orientation distribution in the 17%Cr stainless steel rough rolled with inter-pass time of 10 s (specimen A) and 30 s (specimen B) respectively were investigated utilizing SEM-ECP (selected area electron channeling pattern).

Large colonies, groups of grains with the same orientation, of $\{100\} <011>$ orientation are found in the specimen A after rough rolling. It is proposed to be formed by the poor static recrystallization during rough rolling due to the short inter-pass time and the suppression effect of static recrystallization caused by the α - γ transformations immediately after the final pass of the rough rolling.

Large ridging is observed in the cold rolled and annealed specimen A.

The cause of the large ridging is considered to be due to the large colonies of $\{100\} <011>$ orientation inherited from the rough rolled stage and scattered asymmetrically along the central line of the specimen thickness.

Key words : ridging ; ferritic stainless steel ; hot rolling ; 17%Cr steel ; SUS430.

1. 緒 言

SUS430で代表される17%Crステンレス薄鋼板は18%Cr8%Niステンレス薄鋼板(SUS304)と並んで広く使われているが、SUS304薄鋼板と異なり加工に際してリジングと言われるしづが発生する欠点がある¹⁾。このリジングを軽減する方法や、リジング発生のメカニズムについてこれまでにもおおくの研究がなされている¹⁾⁻⁷⁾。著者らは、粗圧延工程の圧延パス間時間を通常より長くすることにより、このリジングを軽減できることを見いだした⁸⁾⁹⁾。そのメカニズムを解明する目的で、粗圧延片と、薄鋼板となった状態での、結晶方位分布をSEM-ECPで調査し、リジングの改善原因とリジング発生のメカニズムを検討した。

2. 実験方法

2.1 試片の作製

連続铸造法で試作した厚さ200mmのSUS430鋳片(成分は、重量%でC:0.05, Si:0.32, Mn:0.1, P:0.03, S:0.004, Al:0.17, Cr:16.3, N:0.01)を、1200°Cで2h加熱後、圧延率15%-29.4%-33.3%-40%-50%-50%の6パスで厚さ12mmの粗圧延片とした(圧下率の設定は10mm厚さ目標)。この場合のパス間時間は、10s(試片Aと呼ぶ)と30s(試片Bと呼ぶ)の2条件を目標に圧延した。試片Aの圧延終了温度は1080°C、試片Bのそれは1021°Cであった。ここで、結晶方位測定用の試片を切り出し空冷した。

この試片を採取した後、板温が650°Cまで低下するまで空冷し(試片Aは286s、試片Bは234sを要した),

昭和60年10月・昭和62年10月本会講演大会にて発表 平成2年1月6日受付(Received Jan. 6, 1990)

* 新日本製鉄(株)ステンレス・チタン研究センター(現:新日本製鉄(株)電磁鋼研究センター) Ph. D. (Stainless Steel & Titanium Research Lab., Now Electrical Steel Research Lab., Nippon Steel Corp., 1-1-1 Edamitsu Yahatahigashi-ku Kitakyushu 805)

*2 新日本製鉄(株)ステンレス・チタン研究センター(現:新日本製鉄(株)エレクトロニクス研究所)(Stainless Steel & Titanium Research Lab., Now Electronics R & D Laboratories, Nippon Steel Corp.)

*3 新日本製鉄(株)試験室(Testing Service Dept., Nippon Steel Corp.)

*4 新日本製鉄(株)ステンレス・チタン研究センター(現:シェフィールド大学)(Stainless Steel & Titanium Research Lab., Nippon Steel Corp., Now University of Sheffield)

この温度から厚さ 3.7 mm まで圧延し空冷した（仕上げ圧延終了温度は、570°C であった）。仕上げ圧延温度を、本実験で 650°C と低温としたのは、仕上げ圧延のパス間で再結晶が起きないことを考慮したものである。この熱延板に熱延板焼鉈を施した（8°C/s の昇温速度で 1000°C まで加熱後 2 min で 800°C まで冷却した後水冷した）。この熱延板を酸洗冷延（冷延率 80%）して、厚み 0.74 mm（目標厚みは 0.7 mm）の薄鋼板とした。一部の熱延板は、熱延板焼鉈無しで処理した。これらの薄鋼板を 840°C で 2 min 加熱し再結晶させた。

2.2 調査項目

2.2.1 粗圧延片の結晶方位分布調査

粗圧延後の試片から、Fig. 1 に模式的に示した箇所の結晶方位を SEM-ECP により測定した。測定した結晶方位はベクトル法¹⁰⁾¹¹⁾で分割している 36 区画を Fig. 2 で示した 6 区画の方位で面と方向それぞれについて分類し、面方位と方向を示す方位がそれぞれ同一の区画に属

した方位粒と同じ方位粒と見なした（最大 36 種類となる）。これらの同一方位粒が隣接して存在する場合、これらをひとつにくくって方位コロニーと呼びその大きさを Fig. 3 に示した線分法で決定した。圧延面法線を含み圧延方向と平行な断面（以下 TD 面と呼ぶ）及び圧延面法線を含み圧延方向と直角な断面（以下 RD 面と呼ぶ）について、50 μm 間隔で引いた直線と交わった長さをそれぞれコロニーの長さと幅とし、RD 面について 200 μm 間隔で引いた線と交わる長さを厚みとした。

2.2.2 再結晶焼鉈後の薄鋼板の結晶方位分布調査

熱延板焼鉈を行った試片を冷延再結晶させた薄鋼板の RD 面の板厚中心層の、250 μm × 120 μm の領域に存在する結晶の方位を SEM-ECP で測定した。測定結果は粗圧延の調査法に準じて整理した。また、測定した結晶方位から隣接する結晶粒を互いに重ね合わせるに必要な最小の回転角度と回転軸を求め、回転軸に関係なく 15° 以内の回転量で互いに重ね合わせることができる場合を $\Sigma 1$ 粒界（BRANDON の判定基準¹²⁾）とした。 $\Sigma 1$ 粒界で結ばれている結晶群を $\Sigma 1$ コロニーと呼び、その大きさも調査した。方位コロニーと $\Sigma 1$ コロニーは定義が異なるので比較が難しいが、方位コロニーの場合、Box 間の角度差は約 6° 程度であり、1 区画は、最大 2 から 4 Box の幅があり、最大 12° から 24° 程度離れていても同じコロニーとして分類される。

別に再結晶後の試片（圧延方向と直角に幅 25 mm、圧延方向に長さ 200 mm の短冊型試片）に圧延方向に 15%

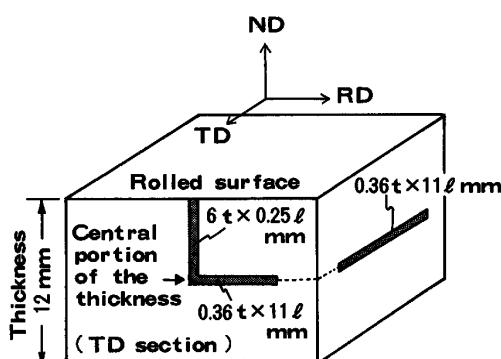
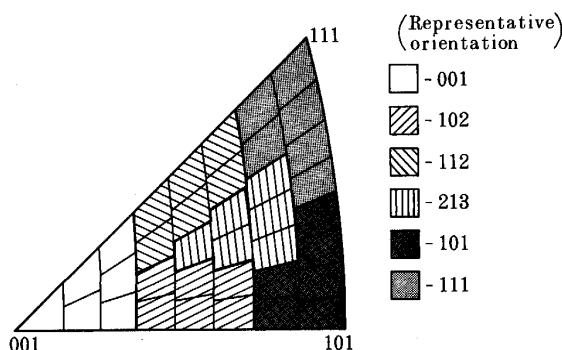
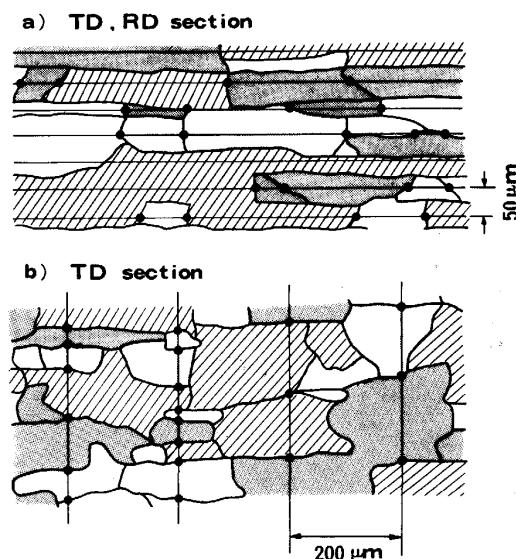


Fig. 1. Schematic illustration of the area of orientation measurement by SEM-ECP in the rough rolled bar.



Definition of the classification of orientation used to define colony.

Fig. 2. Classification of orientations. Measured orientations are classified according to the above classification. Area belonging to the same orientation group classified by this criterion is called as 'colony'.



Colony length : length measured along RD (Rolling Direction)
Colony width : length measured along TD (Transverse Direction)
Colony thickness : length measured along ND (Normal Direction)

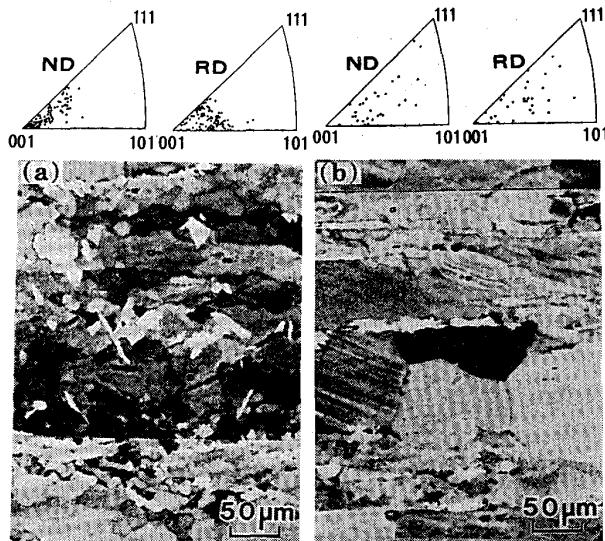
Fig. 3. Schematic illustration of measuring size of colony defined in Fig. 2.

の引張歪みを付与した後、表面に発生した凹凸の深さ(リジング高さ)を調査した。すなわち試片の長手方向のほぼ中央部で長手方向と直角方向に表面粗さ計(小坂製、半径800μmの触針を使用)で R_{max} モードで全幅(25mm)を走査し、最も大きな振幅を測定し、10本の試片の測定の平均値をリジング高さとした。熱延板焼純を行わなかった場合は、試片Aが30μm、試片Bは12μmであり、熱延板焼純を行った場合は、試片Aが22μm、試片Bは12μmであり、試片Bは、試片Aと比べリジングが小さかった。

3. 結 果

3.1 粗圧延片の結晶方位分布

Photo. 1に表面層からおよそ500μm内側のTD面の結晶組織と、その方位測定結果を示す。方位測定結果は、よく見慣れている、圧延面の方位(NDで表示)とRD面の方位で示した(以下の図はすべて同様の表示を使った)。試片Bは、試片Aと比べ粒径が小さいが、両試片共に結晶方位は、ほぼランダムになっている。また γ 相(この状態ではマルテンサイトと考えられる。)は、両試片共にほとんどすべての場合が圧延方向に延びて粒界に析出しているのが分かる。Photo. 2は表面層からおよそ3200μm内側の圧延方向に平行な断面結晶組織と、その方位測定結果を示す。ここから板厚中心部まで試片Aでは、粒界が明瞭でなくなり、圧延方向に延ばされていない γ (この状態ではマルテンサイトと考えられ



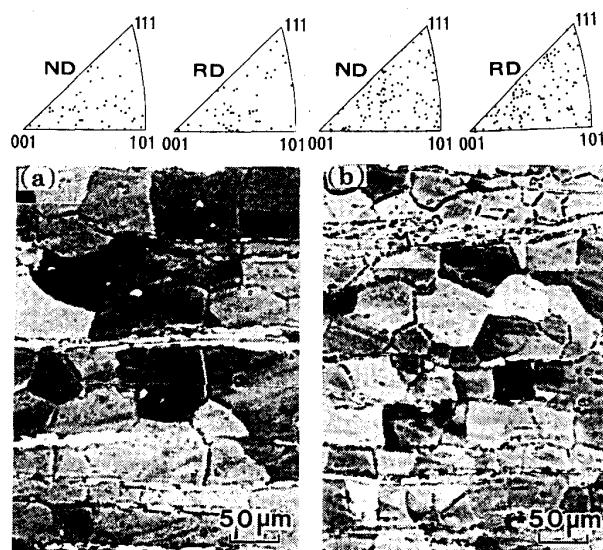
(a) Specimen A (b) Specimen B

Photo. 1. SEM-ECC micrographs about 500 μm below the rolled surface in the rough rolled bars (TD section) and their grain orientations (ND, RD).

る。)が多く析出しているのが観察されるようになる。

試片Bは表面層と比較するとフェライト粒径が大きいが、粒内に析出し、圧延方向に延びていない γ は比較的少なく、大部分の γ は結晶粒界に沿って長く延びている。この部分の結晶方位は、試片Aは、{100}<001>であり、試片Bでは、{100}<001>近傍方位の存在も多いが、その他の方位も存在し試片Aに比べるとよりランダムに近い方位と言えよう。

Fig. 4に板厚中心層のRD面のECPで測定した結晶



(a) Specimen A (b) Specimen B

Grain boundaries are unclear from this area in the specimen A.

Photo. 2. SEM-ECC micrographs about 3200 μm below the rolled surface in the rough rolled bars (TD section) and their grain orientations (ND, RD).

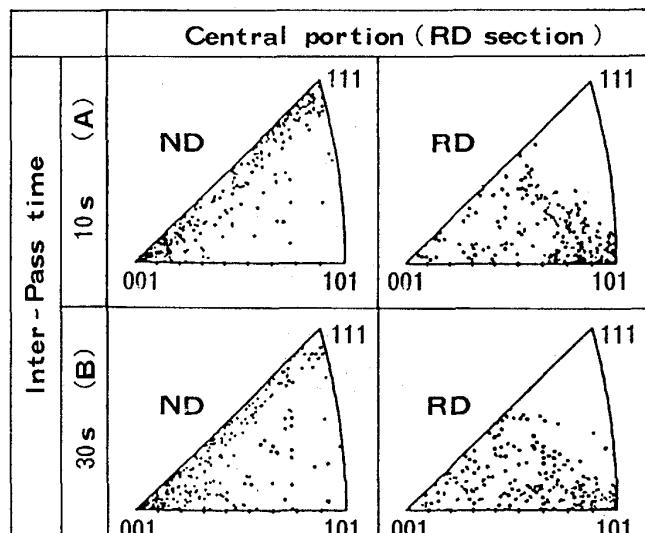


Fig. 4. Orientation distributions in the central portion of rough rolled bars (RD section).

方位をしめす。この場合は表面層の結晶方位分布と異なり、主として $\{100\} <011>$ 近傍の方位粒と $\{111\} <011>$

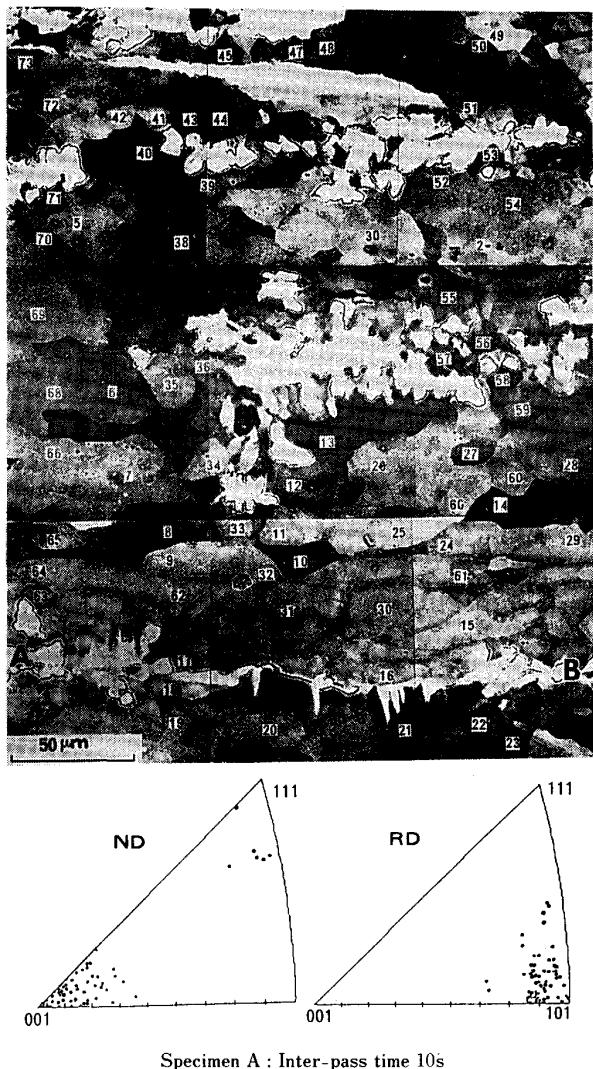
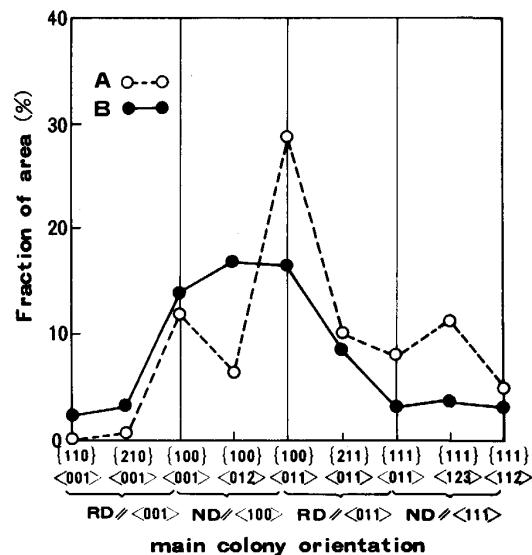


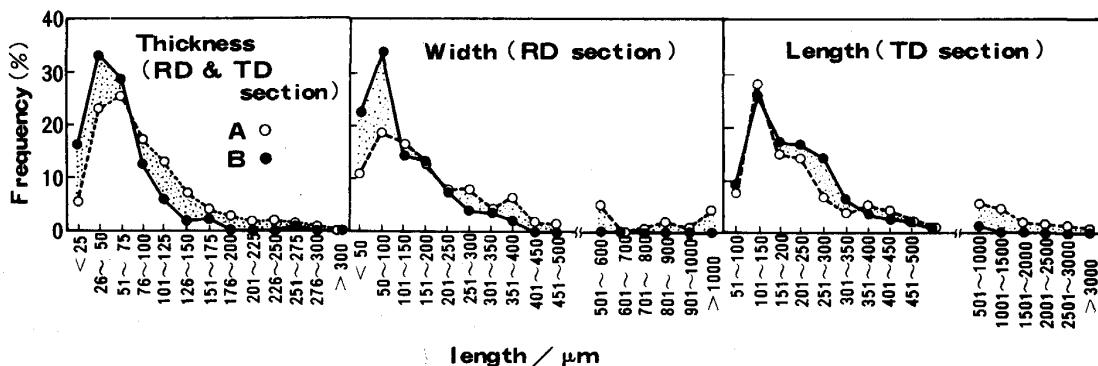
Photo. 3. SEM-ECC micrograph and orientations in the central portion of rough rolled bar (TD section).

近傍の方位粒の集積が強い。この結果は YAMAZAKI と UEMATSU らの結果¹³⁾と同じ傾向を示している。

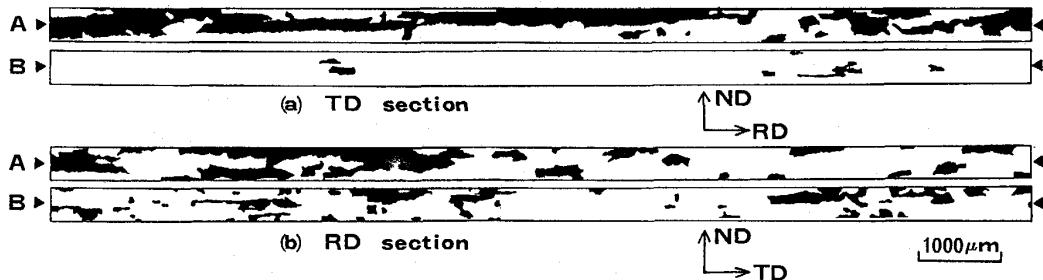
Photo. 3 に試片 A の中心層の TD 面の ECC 像と結晶方位を示す。図から試片 A の中心層では粒界が明瞭ではなく、いわゆるサブグレインが形成された回復組織から形成されていることが分かる。ここには測定結果を示さないがこのサブグレイン間の方位差は、ほとんど 5° 以内と小さかった。図で白く光って見える部分が、 γ 相が変態してマルテンサイトになった部分である。図で符号 AB より上の部分は $\{100\} <011>$ 近傍の方位粒の集団図であり、符号 AB より下の部分は $\{111\} <011>$ 近傍の方位粒の集団からなっており、マルテンサイトがこの境界の粒界に析出している。ここには示さないが、試片 B の中心層ではこのような、圧延方向に延びていないマルテンサイトや、回復組織は少なかった。



A : Inter-pass time 10s B : Inter-pass time 30s
Fig. 6. Fraction of the area of main colonies in the central portion of rough rolled bars.



A : Inter-pass time 10s B : Inter-pass time 30s
Fig. 5. Frequency distribution of colony length present in the central portion of rough rolled bars.



A : Inter-pass time 10s B : Inter-pass time 30s ▶ Denotes central position of the thickness
Fig. 7. Morphology of $\{100\}<011>$ colony in the central portion of rough rolled bar.

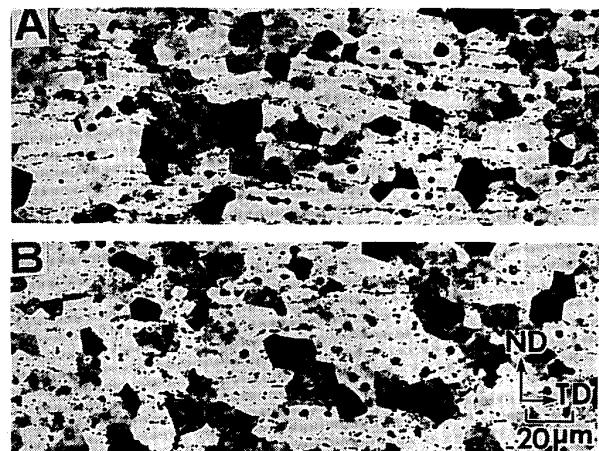
Fig. 5 に板厚中心層のコロニー (Fig. 2 で定義) のサイズ別分布を示した。コロニーの大きさは Fig. 3 で図解した方法で決定した。図から試片 A のそれが B と比べ平均値で、長さ、幅厚み共におよそ 2 倍弱、体積で 8 倍弱大きいことがわかる。Fig. 6 にコロニーの主な方位の存在比率をしめす。 $\{100\}<011>$ と $\{111\}<123>$, $\{111\}<011>$ コロニーが試片 A では試片 B と比べて存在比率が高い。この結果は大橋の熱延板焼鈍後の板厚中心部の結果とほぼ同じ傾向である¹⁴⁾。粗圧延片と熱延板焼鈍後のコロニーストラクチャーが類似していることは、リジング改善に及ぼす熱延板焼鈍の役割を考察する場合に興味深い結果と言えよう。Fig. 7 に特に存在比率の高かった $\{100\}<011>$ コロニーを抽出してその存在形態を示す。試片 A の $\{100\}<011>$ コロニーは、圧延方向に平行な方向にも、圧延方向に直角な方向のいずれでも大きく、その分布は板厚中心線に対し不均一になっていることが分かる。

3・2 再結晶板の結晶方位分布

Photo. 4 に熱延板焼鈍後冷延した試片の再結晶焼鈍後の RD 面の中心部分の SEM-ECC 像を示す。試片 A では、点列状の炭化物が、圧延方向に直角にうねった形で配列しているのが分かる。試片 B の炭化物はこのような傾向はほとんど見られない。ここで $\Sigma 1$ 粒界で結ばれた結晶粒の領域を、 $\Sigma 1$ コロニーと呼び、Fig. 2 の定義に従って同一結晶方位に属する領域を方位コロニーと呼ぶ。Fig. 8 に (a) $\Sigma 1$ コロニーの分布、(b) に方位コロニーの分布を示す。それぞれのコロニーを構成している結晶粒の数とその頻度分布を Fig. 9 に示す。図からいずれの分類法によても試片 A は、試片 B と比べ一つのコロニーを形成している結晶の数が多く、コロニーの占める面積率が大きい。

4. 考察

4・1 粗圧延条件と粗圧延片の結晶方位分布の関係



Specimen A : Inter-pass time 10s Specimen B : Inter-pass time 30s ▶ Denotes central position of the thickness
Photo. 4. SEM-ECC micrographs of RD section of cold rolled and annealed sheets processed with annealing before cold rolling.

粗圧延片 A と比べ粗圧延片 B でコロニーが板厚中心層近傍で小さい理由は、試片 B の再結晶がより進んだためと言える。Fig. 10 に本試験材の、粗圧延工程の時間と温度の関係を示した。本試片は、熱延加熱状態では、 α 単相であるが、1100°C 近傍では、およそ 20% 程度 γ が存在する¹⁵⁾。従って、粗圧延過程で γ 相が析出することになる。著者らはこの素材を使い、高温変形途上における再結晶挙動に及ぼす、加工後保持時間及び α - γ 変態の影響を調査した。その結果、動的な再結晶は認められず、静的な再結晶は、加工後、加工温度が高いほど、加工後の保持時間が長いほど進行することをしめした¹⁵⁾。またこの場合 α - γ 変態が起こる温度域では、加工により変態が促進され、その結果再結晶が抑えられることも示した¹⁵⁾。

ところで粗圧延終了後の試片 B では、旧 γ が粒界に沿って圧延方向に長く伸びている場合が大部分である。しかし試片 A で再結晶がほとんど進行しなかった板厚中

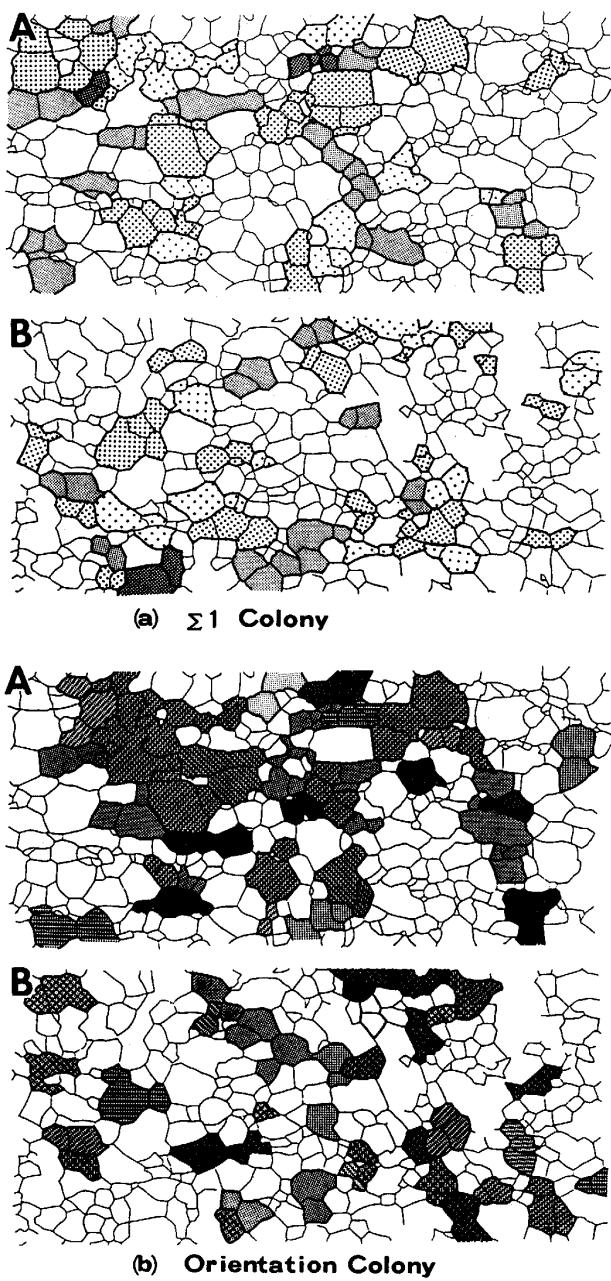


Fig. 8. Distribution of colonies ((a) $\Sigma 1$ colony, (b)orientation colony) in the cold rolled and annealed sheets processed with annealing before cold rolling.

心層では、Photo. 3 に示したように γ は、粒内に析出しており、圧延方向に延びていないものが多く観察された。これは粗圧延後に γ が析出したためである。この粗圧延終了後の γ の析出が粗圧延と仕上げ圧延間での静的再結晶を抑えていると考えられる。以上の検討結果から試片 A と比べ試片 B のコロニーが小さいのは粗圧延パス間と、粗圧延終了度仕上げ圧延までの間での静的再結晶がより進行したためであり、それは粗圧延パス間時

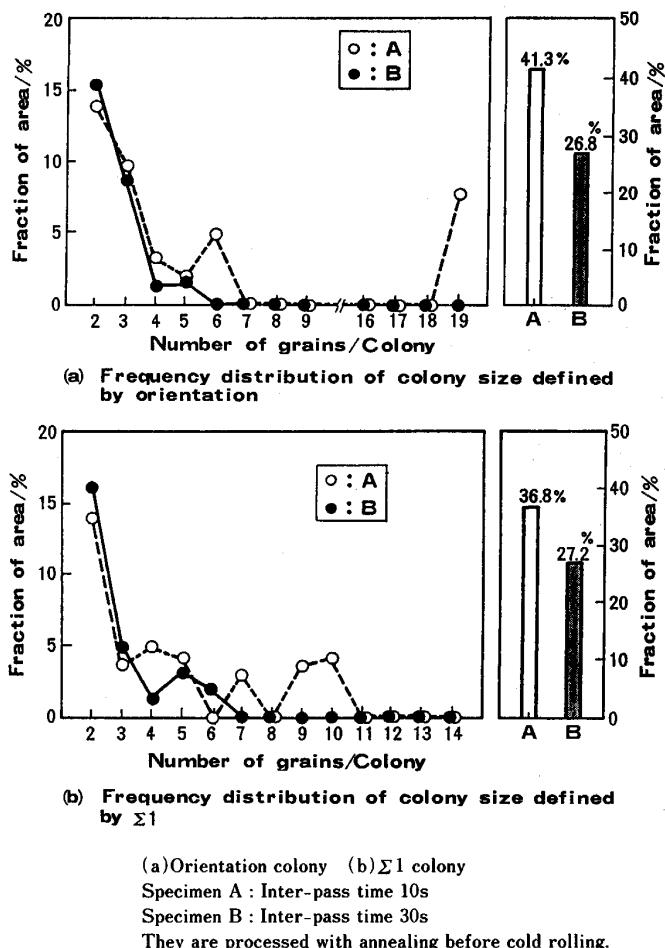


Fig. 9. Frequency distribution of colonies in the central portion of the specimen of the final annealed sheets.

間が長いことと、 γ の析出による再結晶の遅延が試片 A と異なり粗圧延の前段で終わり、粗圧延終了から仕上げ圧延開始の間の静的再結晶が γ の析出により抑えられなかったことによると言える。

4・2 リジング発生メカニズムの検討

Fig. 11 に、リジング測定に使用した試片の、X 線で測定した(100)極点図を示す。熱延板焼純無しで冷延再結晶させた試片では $\{111\}$ 集合組織の発達はほとんど認められず $\{100\} <uvw>$ が主方位となっている。この場合試片 A の $\{100\} <uvw>$ の強度が試片 B と比べると若干小さい。試片 A は粗圧延後は $\{100\} <011>$ コロニーが大きいので、冷延焼純後もその影響を受け継いで $\{100\} <011>$ コロニーは大きいと推察されるが X 線で測定した集合組織の強度からは、 $\{100\} <011>$ の強度が若干低くなっている。この理由は、冷延前のマルテンサイトが関連していると考えられるが明らかではない。原因はどうあろうとも、この結果は X 線で測定した集合組織の強度からはコロニーの分布

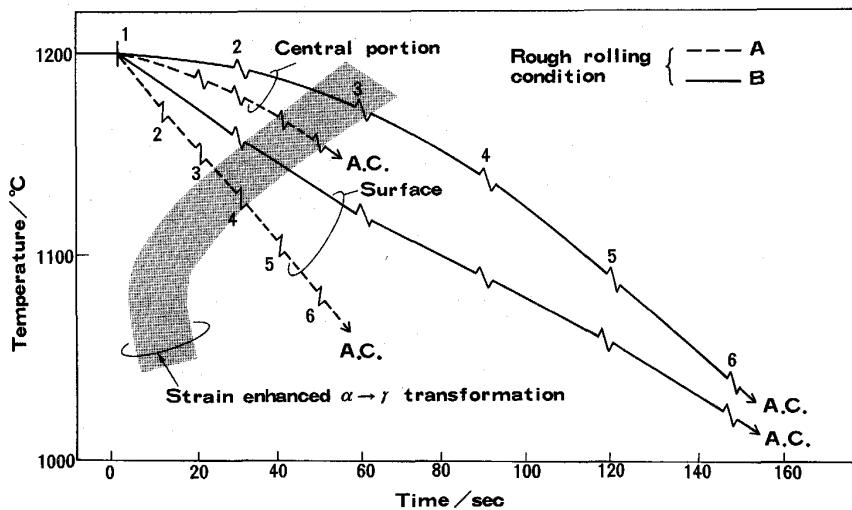
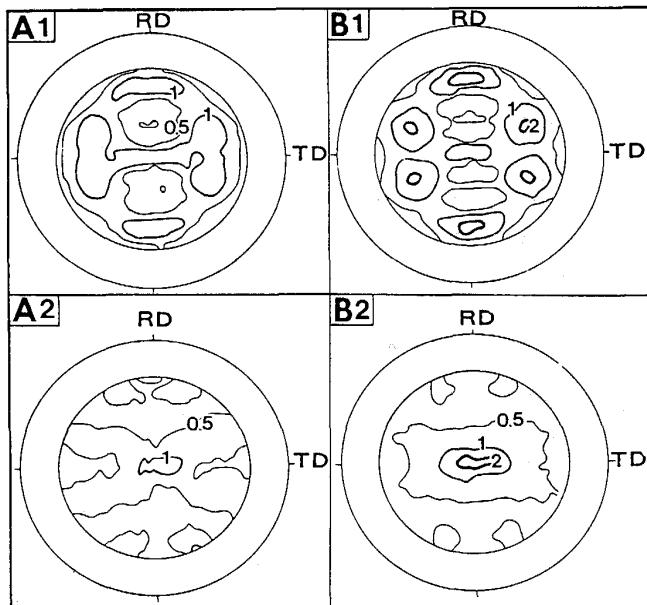


Fig. 10. Schematic illustration of relationship between temperature and time of rough rolling process in the present experiment.



- A1 : Inter-pass time 10s, annealed before cold rolling
- A2 : Inter-pass time 10s, processed without annealing before cold rolling
- B1 : Inter-pass time 30s, annealed before cold rolling
- B2 : Inter-pass time 30s, processed with annealing before cold rolling

Fig. 11. (100) pole figures of cold rolled and annealed steel sheets.

は推定できることを示唆しているとも言える。

ところで $\{111\}$ 方位が極めて弱いにもかかわらず、試片 A でおおきなリジングが発生したことは $\{100\} <011>$ と $\{111\} <112>$ が共存することが前提となる。CHAO²⁾ や WRIGHT³⁾ のリジングモデルは、当てはまらない。

熱延板焼鈍後冷延再結晶させた試片の場合は、 $\{111\}$ の発達は見られるが、リジングの大きかった試片 A は、試片 B と比べ $\{111\}$ の発達が弱い。この場合も $\{100\} <011>$ と $\{111\} <112>$ が共存することが前提となる。

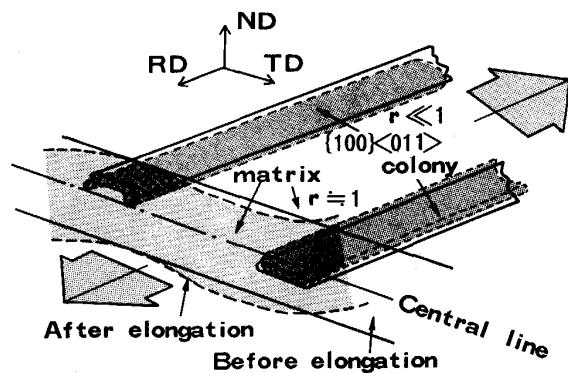


Fig. 12. Schematic illustration of the mechanism of ridging proposed by the present authors.

CHAO²⁾ や WRIGHT³⁾ のリジングモデルで考えると、 $\{100\}$ 極点図からは、試片 A が試片 B より、リジングが大きいとは言えない。

ところで Fig. 7 から粗圧延片（試片 A）では $\{100\} <011>$ コロニーが最も大きく、板厚中心線にたいし不均一に配置されていることが分かった。再結晶板ではこのような細かい調査をしていないが、 $\{100\} <011>$ 方位は、再結晶しにくい方位なので、再結晶後もこのコロニーの影響を強く受け継ぐことが考えられる。本試片の場合は冷延再結晶板においても $\{100\} <011>$ コロニーは、板厚中心線に対し不均一に配置されており、引張変形に対し、Fig. 12 のごとく曲げモーメントが働き、板が湾曲する、すなわちリジングが発生すると考えれば、 $\{111\}$ コロニーの存在が無くてもリジングが発生することは説明できる。

従ってこの材料のリジング発生メカニズムは藤倉の幅方向の変形量の異なるコロニーが板厚方向に層状に配列した構造では、引張加工の際に引張方向を軸とした曲げ

モーメントが発生するというモデル⁵⁾を拡張したものと言えよう。Photo. 4 の ECC 像で、粗圧延片の状態で $\{100\}<011>$ コロニーの大きかった試片 A で、炭化物が圧延方向と直角にうねりながら層状に配列されているのが観察されたのは、冷間圧延工程で、この $\{100\}<011>$ コロニーに働く曲げモーメントに基づくものと考えられる。

著者らは先に双ロール法による SUS430 薄鋼板のリジングメカニズムについての検討を行った¹⁶⁾。この場合のリジングは、板厚の変化をともない、CHAO のモデル²⁾から予測される現象と一致した¹⁶⁾。このことは、リジング発生メカニズムは、薄鋼板の製造プロセスで変わることを示唆している。

5. 結論

パス間時間 10 s と、30 s の粗圧延を行った熱延板を冷延再結晶させ、粗圧延後と、冷延再結晶後の結晶方位分布を SEM-ECC-ECP 法で調査し次の知見を得た。

1) パス間時間が 10 s の粗圧延片は、30 s の試片と比べ粗圧延後 $\{100\}<011>$ 方位を持った結晶の集団のサイズが大きくその量も多かった。その理由は、パス間時間が短いため静的再結晶の進行が少ないと、粗圧延後の γ 析出による静的再結晶の遅延によるものであると推察した。

2) 冷延再結晶後も、パス間時間が短かった試片では、同一方位結晶の集団のサイズとその存在頻度が高かった。

3) 冷延再結晶後の集合組織には、熱延板の焼鈍を行わなかった試片では $\{111\}$ 方位の存在はほとんど認められず、 $\{100\}$ 方位の集積度が高かった。この場合粗

圧延時に形成された $\{100\}<011>$ 方位コロニーの影響を引き継ぎ、この $\{100\}<011>$ 方位コロニーが板厚中心に不均一に、圧延方向に平行に長い形で分布していることが考えられた。このため引張変形により発生した $\{100\}<011>$ コロニーの、向きの異なる曲げモーメントで湾曲が発生しリジングが形成されると推定した。熱延板焼鈍を行った場合は、 $\{100\}<011>$ コロニーのサイズと量が若干減少するため、リジングが小さくなるが、リジング発生のメカニズムは同一と推定した。

本研究を進めるに当たり、貴重な助言をいただきました京都大学名誉教授、高村仁一博士並びに、元横浜国立大学教授長嶋晋一博士に感謝いたします。

文 献

- 1) 例えは松尾宗次: 日本国学会会報, 19 (1980), p. 192
- 2) H. C. CHAO: Trans. ASM, 60 (1967), p. 37
- 3) 武智 弘, 加藤 弘, 角南達也, 中山 正: 日本国学会誌, 31 (1967), p. 717
- 4) J. C. WRIGHT: Metall. Trans., 3 (1972), p. 83
- 5) 藤倉政国: 電気製鋼, 40 (1969), p. 147
- 6) E. POUILLARD and B. OSDOIT: Rev. Met., 63 (1966), p. 679
- 7) E. POUILLARD and B. OSDOIT: Rev. Met., 66 (1969), p. 763
- 8) 原勢二郎, 河面弥吉郎, 上野 熱: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 310
- 9) 原勢二郎, 竹下哲郎, 大田国照, 鈴木 亨, 清水 亮: 材料とプロセス, 1 (1988), p. 1906
- 10) D. RUER and B. BARO: J. Appl. Cryst., 10 (1977), p. 458
- 11) 長嶋晋一: 集合組織 (1984), p. 34 [丸善]
- 12) D. G. BRANDON: Acta Metall., 14 (1966), p. 1479
- 13) K. YAMAZAKI and Y. UEMATSU: Inter. Conf. on Phys. Met. of Thermo-Mech. Proc. of Steels and Other Metals (1988), p. 154
- 14) 大橋延夫: 日本国学会誌, 31 (1967), p. 519
- 15) T. TAKESHITA, J. HARASE and H. YADA: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 27 (1987), p. 432
- 16) 鈴木 亨, 原勢二郎, 大田国照, 竹下哲郎, 重藤博司: 材料とプロセス, 1 (1988), p. 1702