

アルミニウムキルド鋼薄板の二段焼鈍の研究*

70577

阿部秀夫**・鈴木竹四***

On the Two-Stage Annealing of Aluminium-Killed Steel Sheet*

Hideo ABE and Takeshi SUZUKI

Synopsis:

Recrystallization textures of Al-killed steel sheets cold-rolled to 60, 70 and 80% reductions in thickness and finally heat-treated by various combinations of 1st-stage and 2nd-stage annealings were examined by X-ray diffraction method and optical microscopy.

The time of the 1st-stage annealing was kept to 40 min, and the pole densities of (222), (110) and (200) parallel to the sheet plane after the 2nd-stage annealing were measured as functions of the 1st-stage annealing temperature. The maximum densities of (222) after the 2nd-stage annealing at 650°C for 1 hr could be obtained in the 70% rolled sheet by the 1st-stage annealing at about 480° and 575°C. These two maxima were termed as 1st-peak and 2nd-peak respectively. The 1st-peak temperature (480°C) was independent on the cold-rolling reduction in the range between 60 and 80%, but shifted to a higher temperature when a higher 2nd-stage annealing temperature was adopted.

The maximum elongation ratio of the recrystallized grains after final annealing could be related to the maximum density of (222), whereas the maximum size of the recrystallized grains was found to correspond to the minimum in the (222) pole density.

These results were discussed by relating the recrystallization process with the process of clustering of Al₂N which inhibits the nucleation of recrystallized grains with some ranges of orientation.

(Received Dec. 23, 1969)

1. 結 言

アルミニウムキルド鋼の冷間圧延板の再結晶集合組織には、板面に {111} が平行な方位成分が多く含まれ、板面に {100} が平行な方位成分が非常に少ないため、LANKFORD の塑性歪比すなわち R 値 (r 値) が高く、深絞り成型性がすぐれていることは、今日では常識的にひろく知られている。

アルミニウムキルド鋼の再結晶集合組織およびその形成過程については、すでに多くの研究が積み重ねられてきたが、再結晶集合組織内に {111} 面方位が優先する原因については、なお確実には解明されず、いくつかの推定論が提示されている状態である。最近までの主要な研究結果については、久保寺・稲垣¹⁾ によつて整理され解説されている。

従来の実験事実によれば、アルミニウムキルド鋼の再結晶に特有なおもな現象は、AlN あるいはその前段階のクラスター (pre-precipitation cluster) により、再結晶核生成あるいは成長が著しく抑制され、また再結晶完了後に伸長粒組織となるとともに、主として {111} <110> 方位あるいは (および副方位として) {554} <225> 方位が顕著に発達した再結晶集合組織が得られることである。

しかし、その再結晶集合組織が発達する原因に関しては、

(1) 1次再結晶温度以下における転位の再配列 (高温回復, サブグレインの合体など) の段階で, {111} 方位再結晶核を生ずる変形マトリクスと他の方位の再結晶核を生ずる変形マトリクスを比較して, クラスターの再結晶核生成過程に対する抑制効果が異なるためであるという考え²⁾³⁾と,

(2) 成長過程にある再結晶粒界に優先析出した AlN またはクラスターによる粒界移動阻止効果が, 再結晶粒の方位によつて異なり, {111} 方位再結晶粒に対して小さく, {100} その他の方位の再結晶粒に対して大きいという考え⁴⁾, とがある。

また再結晶核生成に関しては, アルミニウムキルド鋼においては, リムド鋼の場合のようなサブグレインの合体反応が観察されないという報告もある。⁵⁾⁶⁾

つぎに伸長再結晶粒が形成される理由としては、

* 昭和44年10月日本金属学会秋期大会, 集合組織シンポジウム (日本鉄鋼協会共催) にて発表
昭和44年12月23日 受付

** 東京大学工学部 工博

*** 東京大学工学系大学院

(1) サブバウンダリーなどへのクラスター生成による再結晶核生成度の減少

(2) 変形マトリクスと再結晶粒の方位関係による成長速度の異方性

(3) 変形結晶粒界や成長過程にある再結晶粒界への優先析出による粒界移動阻止効果、およびその場合の粒界とクラスターの相互作用の再結晶粒方位による相違、などの観点から考察されているが、各研究者によりその強調するところは異なっている²⁾⁴⁾⁷⁾⁹⁾。

このようにアルミニウムキルド鋼の再結晶に関しては、{111}再結晶方位と伸長再結晶粒組織の出現の原因となつている析出相あるいはクラスターの、再結晶核生成段階や成長段階における役割についてまだ統一的結論が得られていない。その理由の一つは、従来、再結晶に最も決定的な影響を与えているといわれている pre-precipitation cluster あるいは AlN 析出相のごく初期の段階を、電子顕微鏡、化学分析、内部摩擦測定などによつて明確に追究することが困難であつたという事実に基づいている。花井、秋末⁶⁾の電顕観察結果によると、クラスターの大きさは 50Å 以下で、その性状は不明である。また回復段階では、転位の再配列がほとんど観察されず、したがつて回復段階での組織変化の観察を通じてクラスター生成過程の推定をすることもできない。

従来の研究においては、10°~100°C/hr の範囲内の昇温速度による連続徐熱焼鈍、あるいは、塩浴または鉛浴を用いた急熱再結晶焼鈍、急熱 2 段焼鈍の方法が多く用いられた。

しかし連続徐熱焼鈍による実験では、低い温度範囲での組織学的変化のどの段階が再結晶にどのように影響するかを分離して考察することがむずかしい。たとえば {111} 再結晶方位の出現に最も効果的な析出段階を知ることとか、析出過程において復元現象が存在する可能性などの問題を直接追究することができない。

一方、従来の急熱 2 段焼鈍法による実験では、たとえば STICKELS⁹⁾の実験におけるように、1 次焼鈍の時間が長いと、低温短時間焼鈍での中間段階の影響はおおいかくされる。また、析出相あるいはクラスターの再結晶への効果について考える場合、析出あるいはクラスター生成の速度と再結晶速度との相互関係を連続的に追究すべ

きであるが、急熱 2 段焼鈍では、最終焼鈍での再結晶速度が非常にはやい場合が多く、析出またはクラスターの効果が十分に作用していないことがある。

以上のような考えから、アルミニウムキルド鋼の再結晶における未説明の問題点を究明するための方法の一つとして、本研究では、アルゴンガス気流を通じた管状電気炉を用い、適度な昇温速度による 2 段焼鈍法の実験を行ない、冷間圧延率、1 次焼鈍温度、2 次焼鈍温度の函数としての再結晶集合組織および再結晶粒組織の変化の観察を行なつた。

その結果、2 次焼鈍 (再結晶焼鈍) 後の {111} 再結晶方位が極大となる 1 次焼鈍温度に 2 つのピークが存在することが見いだされたので、以下にその実験および考察結果について報告する。

2. 試料および実験方法

2.1 実験試料

実験に主として使用したアルミニウムキルド鋼と、比較のために一部の試験で用いたリムド鋼の各熱間圧延鋼帯の化学分析値を Table I に示す。熱間圧延鋼帯の板厚はいずれも 2.5 mm である。

アルミニウムキルド鋼の熱間圧延鋼帯は、工場での指定どおり、熱間圧延仕上げ温度を高くとつて強制冷却巻きとりをした現場採取試料で、実験室での溶体化処理は改めて行なわなかつた。実験室で改めて溶体化処理を行なうと、鋼帯の集合組織を不規則化する点では研究上余分な 1 因子を減じることができる半面、オーステナイト領域での加熱温度および時間や溶体化のあとの冷却速度などの熱処理条件が可変因子となり、それにとまつて鋼帯の結晶粒度、パーライトおよびセメンタイトの分布状態、格子欠陥密度などの組織学的な可変因子も考慮して幅のひろい実験計画をたてる必要がある。そこで今回の研究では、それらの多くの初期因子を変える実験を行なうことは避け、現場採取試料そのままを用いることにした。

2.2 実験方法

(1) 熱間圧延鋼帯の冷間圧延

常温でロール直径 160 mm の実験室用二段冷間圧延機により、アルミニウムキルド鋼熱間圧延鋼帯を圧延率

Table 1. Chemical composition of the steels (in wt %).

| Steel | C | Mn | P | S | Si | sol. Al | sol. N | insol. N |
|-----------|-------|------|-------|-------|------|---------|--------|----------|
| Al-killed | 0.038 | 0.32 | 0.013 | 0.019 | 0.01 | 0.057 | 0.0055 | tr. |
| Rimmed | 0.05 | 0.31 | 0.010 | 0.015 | — | — | — | — |

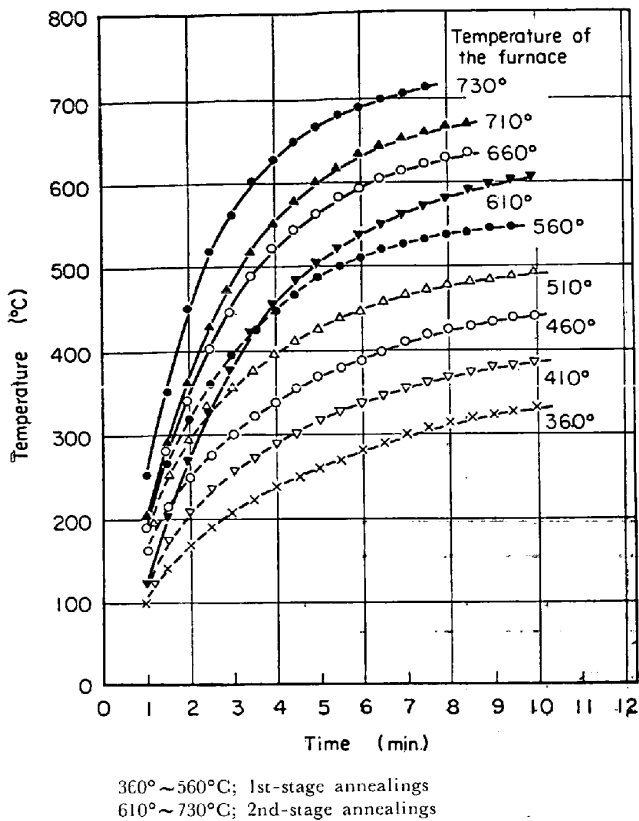


Fig. 1. Heating curves in the 1st-stage and 2nd-stage annealings.

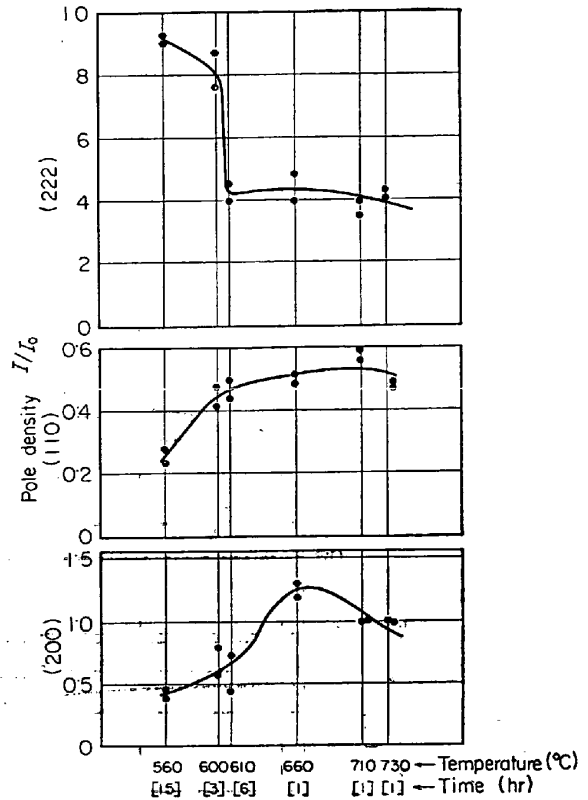


Fig. 2. Pole densities of (222), (200) and (110) parallel to the sheet plane in the 60% rolled Al-killed steel sheets directly heated to the indicated temperatures with heating rates shown in Fig. 1.

60, 70 および 80 各%の3段階に冷間圧延した。

(2) 焼鈍

焼鈍はすべて、乾燥アルゴン気流中で行なった。冷間圧延板から直径 20 mm の円板を多数打ち抜き、下記のとおり 2 段階焼鈍を行なった。

A-1) 1 次焼鈍; 円板試料 (各 10 枚程度) を銅の金網に包み、あらかじめ所定の温度に保たれた管状電気炉内に挿入し、挿入後それぞれ 40 min (一定) の焼鈍を行ない空冷した。1 次焼鈍温度は 210°~610°C の範囲で 25° ないし 50°C 間隔にとつた。

A-2) 管状炉の温度勾配を利用した 1 次焼鈍; 1 次焼鈍温度が 440°~623°C の範囲にわたるシリーズの実験についてのみ、管状電気炉の温度勾配のある部分に、試料を固定した銅金網の筒を挿入し、40 min の 1 次焼鈍を行ない空冷した。

B) 2 次焼鈍 (再結晶焼鈍); 1 次焼鈍を行なった円板試料 (各 20 枚程度) を、1 次焼鈍の場合と同様な方法で、600°~730°C の間の種々の温度に 1hr, 3hr, あるいは 6hr の焼鈍を行なったのち空冷した。

(3) 比較実験

アルミニウムキルド鋼熱間圧延鋼帯をアルゴン気流中で 920°C, 1hr の焼鈍を行ない空冷をしたもの、および

リムド鋼熱間圧延鋼帯に対して、上述のアルミニウムキルド鋼についての実験と同様の冷間圧延、1 次および 2 次焼鈍を行なった。

(4) 1 次焼鈍および 2 次焼鈍における昇温速度

1 次および 2 次焼鈍において、所定の温度に保つた電気炉に試料を挿入後、試料温度が所定温度近くに達するまでの試料温度-時間関係曲線を Fig. 1 に示した。

(5) 測定

上述の(1)および(2)の冷間圧延・焼鈍工程の各段階において、光学顕微鏡による組織観察、平均再結晶粒径、再結晶粒の伸長度の測定、X線ディフラクトメータによる板面に平行な (222), (110), (200) 各反射強度の測定、2 次焼鈍後の主要試料については (200) 極点図の測定を行なった。

X線反射強度測定用試片は、板の片面から板厚の 1/4 ~ 1/3 を機械研磨し、リン酸: 過酸化水素 = 1:1 の溶液で化学研磨を行なった。MoK α 線により (222) 反射強度を Co K α 線により (110), (200) 反射強度を測定した。反射強度はすべて不規則標準試料の反射強度に対する比、すなわち極密度 I/I_0 によつて表わした。

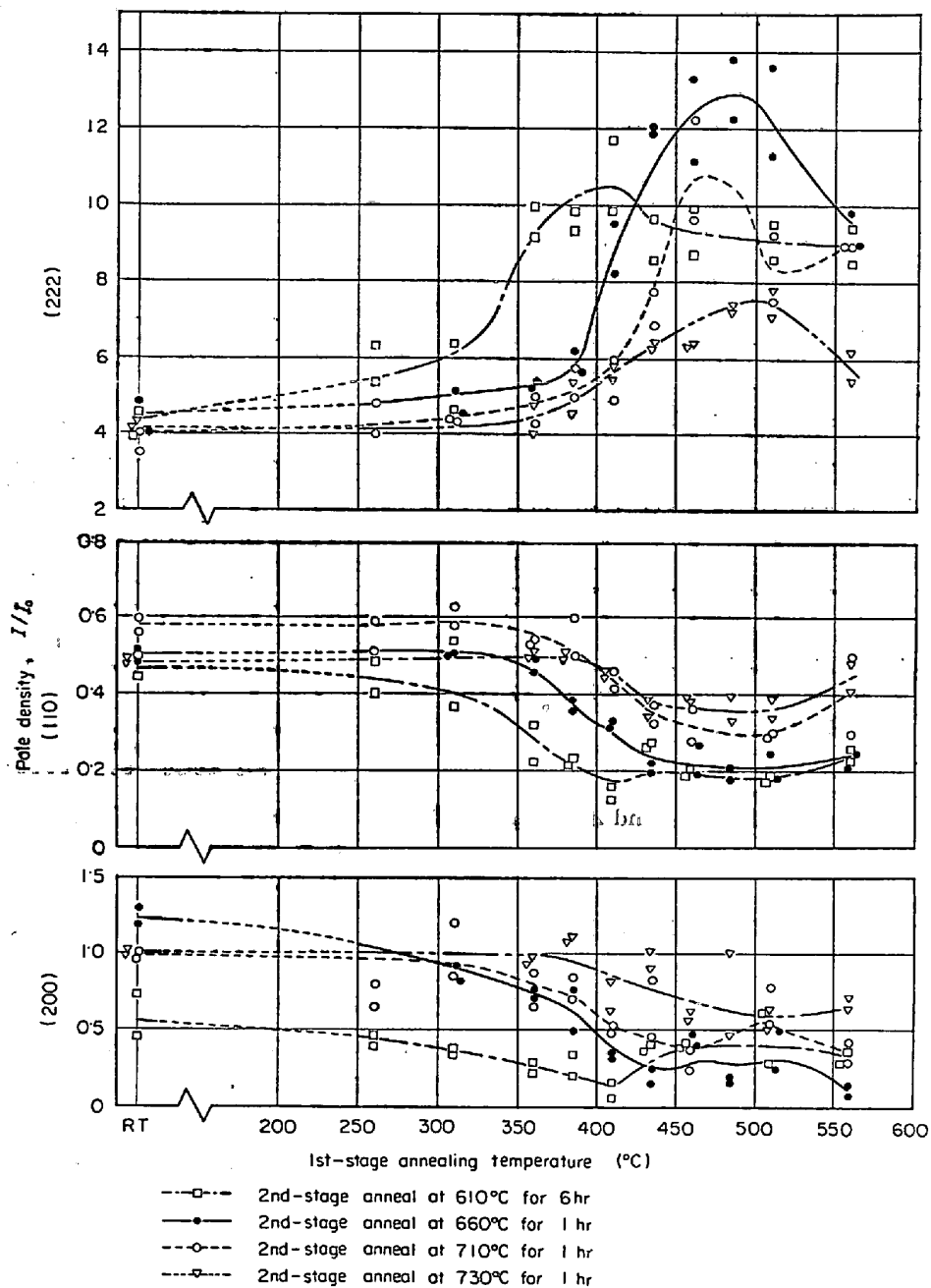


Fig. 3. Effect of the 1st-stage annealing temperature (time=40 min) on the (222), (110) and (200) pole densities of the 60% rolled Al-killed steel after 2nd-stage annealings at 610°, 660°, 710°, and 730°C.

極点図の測定には、前述の円板試料とは別に、面積 $45 \times 35 \text{ mm}^2$ の試料を準備した。これを板の片面から板厚の $1/3$ の位置を中心に、リン酸・過酸化水素液で化学研磨し、厚さ約 0.045 mm に仕上げた。測定は Co K_α 線によつて行なつた。

3. 実験結果

3.1 直接再結晶焼鈍

アルミニウムキルド鋼熱間圧延鋼帯を圧延率 60% ま

で冷間圧延したのち、それを直接 $560^\circ \sim 730^\circ \text{C}$ の各温度に保つた炉中に挿入して再結晶焼鈍した。各焼鈍温度に対する昇温速度は Fig. 1 とほぼ同じである。

その結果は Fig. 2 に示すように、 $560^\circ \sim 600^\circ \text{C}$ の直接再結晶焼鈍では (222) 極密度が高く、(200) 極密度が低い。約 610°C 以上の温度の直接再結晶焼鈍では (222) 極密度は非常に低く、ほぼリムド鋼と同程度であり、一方 (200) 極密度は不規則レベルに近い。

この結果は、約 610°C 以上では析出の効果がほとん

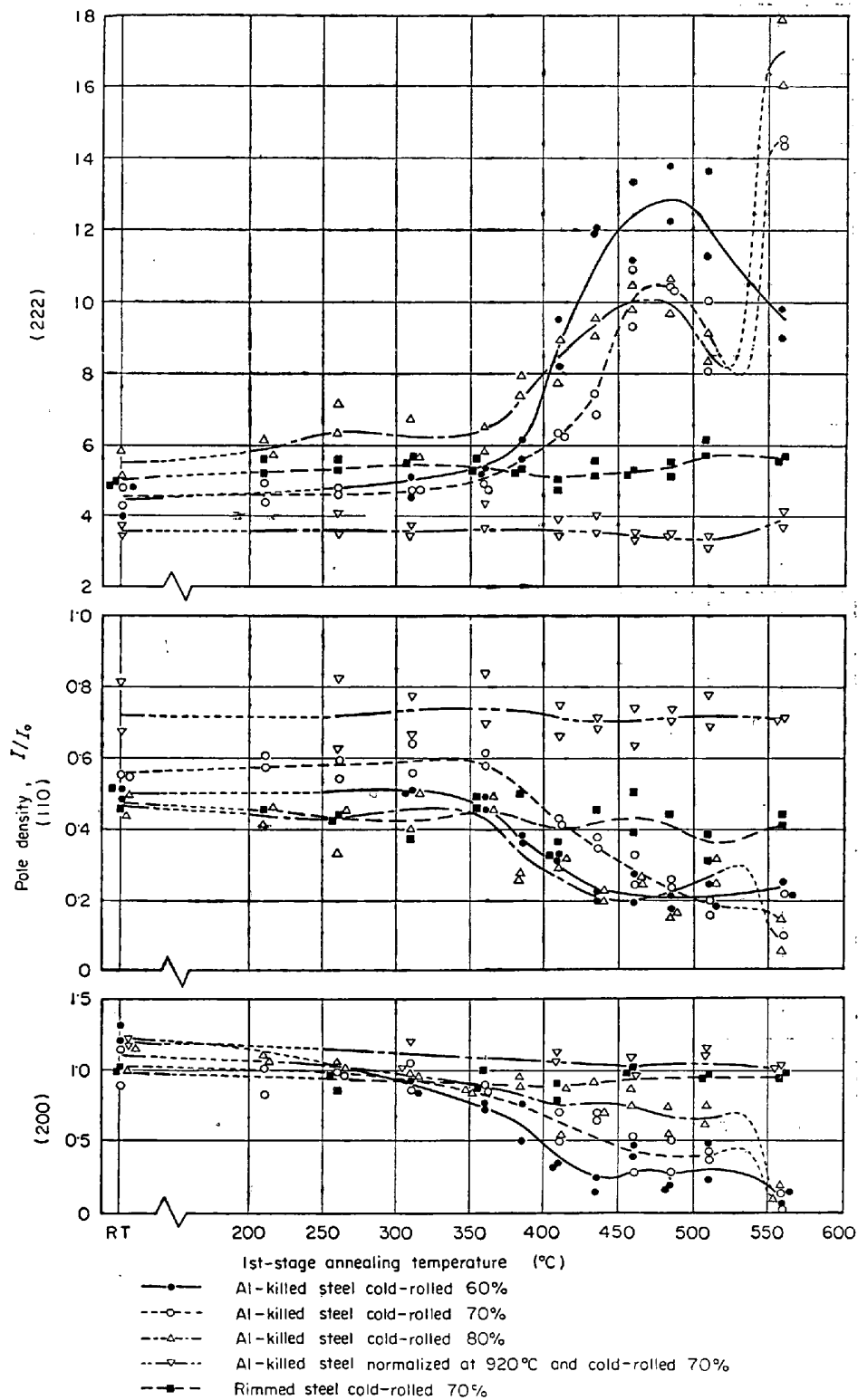


Fig. 4. Effect of the 1st-stage annealing temperature (time=40 min) on the (222), (110) and (200) pole densities after 2nd-stage annealing at 660°C for 1 hr.

どなく、600°C 以下の場合には再結晶に先行する析出の効果があることを示している。

3.2 二段焼鈍

a) アルミニウムキルド鋼熱間圧延鋼帯に圧延率60%の冷間圧延を行なった後、260°~560°C の温度範囲内の

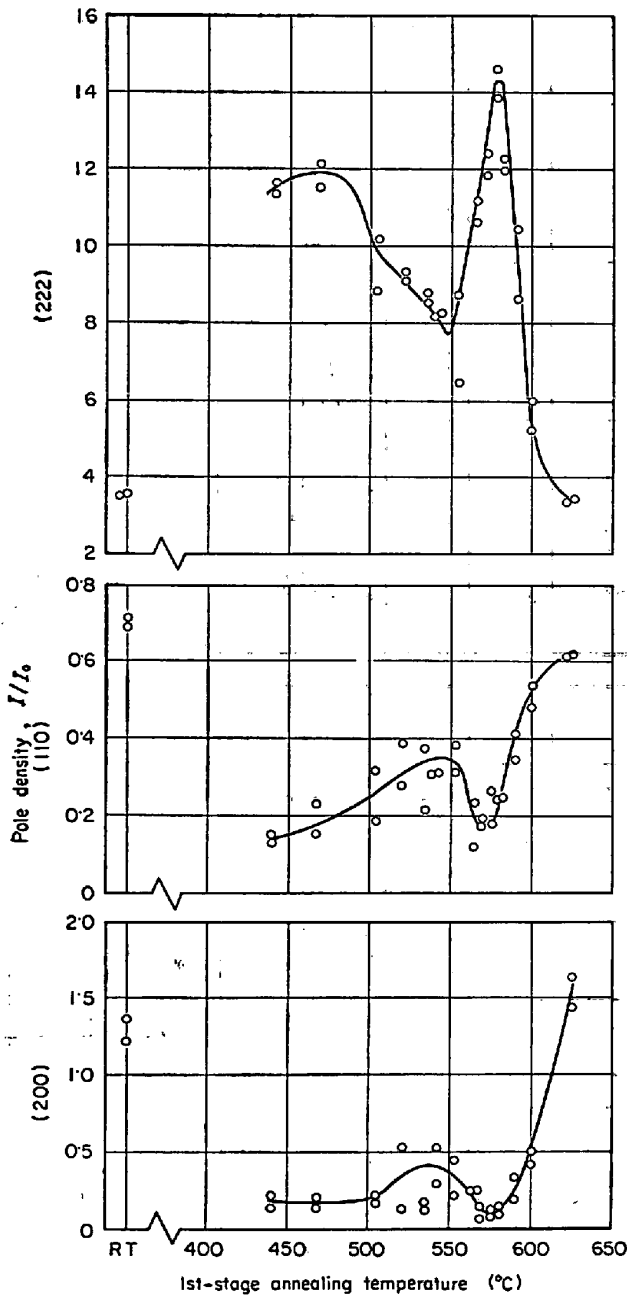


Fig. 5. Effect of the 1st-stage annealing temperature on the pole densities of the 70% rolled Al-killed steel after 2nd-stage annealing at 650 °C for 1 hr.

各温度で1次焼鈍、610°、660°、710°、730°の各温度で2次焼鈍を行なった。各焼鈍における昇温時の温度変化は Fig. 1 に示したとおりである。

Fig. 3 に、2次焼鈍後の(222)、(110)、(200)各極密度を1次焼鈍温度の函数として示した。2次焼鈍温度を660°Cとした場合について見ると、1次焼鈍温度約385°C付近から明らかな効果が現われ、485°C付近で(222)極密度は極大に達し、それ以上の1次焼鈍温度では(222)極密度は低下する。(222)極密度が極大を示す

1次焼鈍温度は、2次焼鈍温度が低い(610°C)場合には低く、2次焼鈍温度が高い(730°C)場合には高い。(222)極密度が最も高くなるのは、1次焼鈍温度485°C付近、2次焼鈍温度660°Cの組み合わせである。

なお(110)、(200)各極密度は、一般に(200)極密度が極大を示す付近では極小値をとる傾向がある。

b) 上述の実験結果を考慮して、つぎに2次焼鈍条件を660°C×1hr一定として、鋼帯の圧延率を70%、80%に変え、圧延率の影響について検討した。

その結果は Fig. 4 に示すように、(222)極密度が極大を示す1次焼鈍温度は圧延率によつてほとんど変わらず約480°C付近にあるが、圧延率70%、80%の場合には560°C付近で異常に(222)極密度が高くなる事実を見出した。480°C付近での(222)極密度は、圧延率60%の場合のほうが、圧延率70%、80%の各場合よりも高い。

Fig. 4 にはそのほかに、アルミニウムキルド鋼熱間圧延鋼帯を冷間圧延する前に、あらかじめ920°Cで1hrアルゴン気流中で焼鈍したもの、およびリムド鋼熱間圧延鋼帯に対して、いずれも圧延率70%の冷間圧延を行なったのち、2段焼鈍を行なった実験結果も示してある。両者とも1次焼鈍の効果は認められず、アルミニウムキルド鋼帯を920°Cで焼鈍したものは、リムド鋼よりも低い(222)極密度を示している。なお両者とも1次焼鈍560°C×40minですでに再結晶は完了していた。

c) 上述の実験における1次焼鈍温度560°C付近の異常に高い(222)極密度の再現性を検討するため、圧延率70%の場合について1次焼鈍温度の間隔をいつそうこまかくとつて測定をくりかえした。それには管状電気炉の温度勾配を利用して並列した多数の試料を同時焼鈍する方法によつた。

その結果は Fig. 5 に示すとおり、575°C付近の非常に狭い温度範囲内で(222)極密度の著しい極大、(110)、(200)極密度の顕著な極小を示すことがわかった。

480°C付近の(222)極密度の極大を「第1ピーク」、575°C付近の(222)極密度の極大を「第2ピーク」とよぶことにする。また第1ピークと第2ピークの間で(222)極密度が極小を示すが、それを「極小点」とよぶことにする。

ここで注目すべきことは、前述の(b)の実験でも、この(c)の実験の場合にも、第2ピークの1次焼鈍温度では、1次焼鈍後、Photo. 1 に示すように一部再結晶が進行していることである。(第2ピークが現われなかつた圧延率60%の場合には、560°C×40minの1次焼鈍後光学顕微鏡観察では再結晶粒がほとんど認められな



Photo. 1. Microstructure of the longitudinal section of the 80% cold-rolled Al-killed steel sheet after 1st-stage annealing at 560°C for 40 min. $\times 600(1)$

つた。) Photo. 1 の再結晶粒は、すでに変形結晶粒の粒界を切つて成長しているものが多いが、変形結晶粒界で成長が中断している再結晶粒も存在している。

3.3 (200) 極点図の測定結果

アルミニウムキルド鋼熱間圧延鋼帯に、圧延率70%の冷間圧延を行なつたのち、それぞれ

- a) 直接 660°C に昇温して 1hr の再結晶焼鈍
- b) 第1ピーク 1次焼鈍後、660°C \times 1hr の 2次焼鈍
- c) 極小点 1次焼鈍後、650°C \times 1hr の 2次焼鈍
- d) 第2ピーク 1次焼鈍後、660°C \times 1hr の 2次焼鈍

を行なつた各試料の (200) 極点図を Fig. 6, 7, 8, 9 に示す。

Fig. 6 の直接再結晶焼鈍を行なつた試料では $\{111\} \langle 110 \rangle$, $\{554\} \langle 225 \rangle$ 各方位への集積は弱く、 $\{100\} \langle 001 \rangle$, $\{110\} \langle 001 \rangle$, $\{112\} \langle 110 \rangle$ などの各方位が弱成分として含まれ、全体として各優先方位への集積は弱い。

Fig. 7, 8, 9 を比較すると、Fig. 7 (第1ピーク)、Fig. 9 (第2ピーク) はいずれも $\{111\} \langle 110 \rangle$ 方位の集積が強いが、Fig. 9 のほうがその集積は強い。Fig. 8 (極小点) では Fig. 7, 9 の場合よりも $\{554\} \langle 225 \rangle$ 方位近傍の集積が顕著であり、そのほかに $\{110\} \langle 001 \rangle$, $\{100\} \langle 001 \rangle$ 各方位成分も弱成分として存在する。この結果は Fig. 5 の各極密度測定結果ともよく対応している。

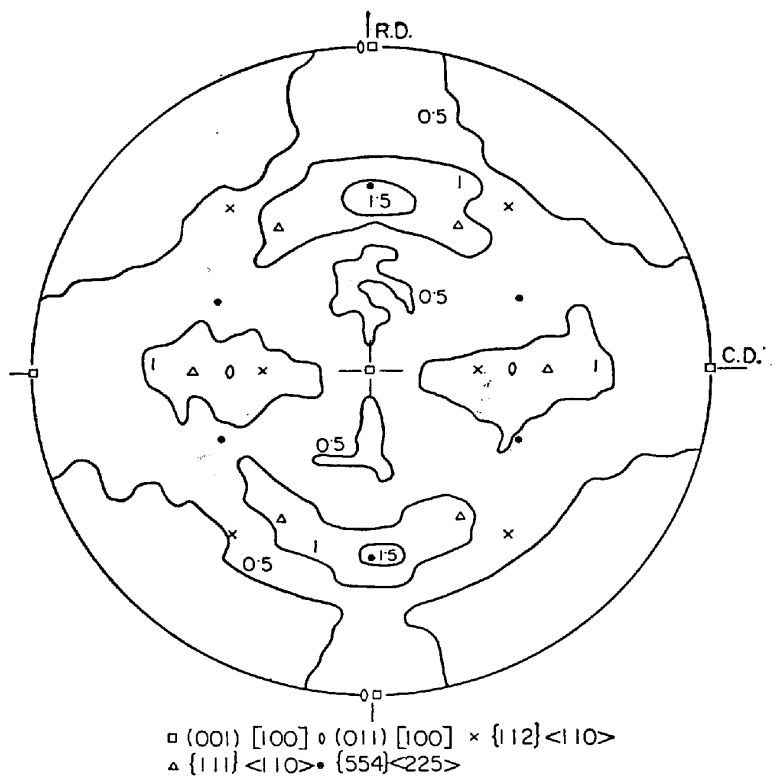
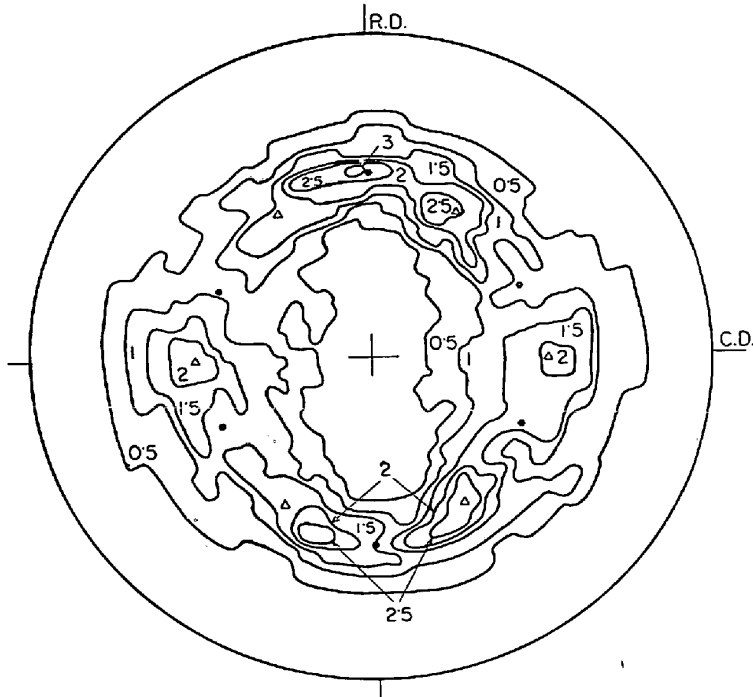


Fig. 6. (200) pole figure of the Al-killed steel sheet cold-rolled 70%, directly heated to 660°C with a heating rate as shown in Fig. 1 and kept for 1 hr.

3.4 光学顕微鏡組織

Photo. 2 には、圧延率 60% の場合について、それぞれ

- a) 直接 660°C に昇温して 1hr 焼鈍
- b) 1次焼鈍 310°C \times 40 min, 2次焼鈍 660°C \times 1hr
- c) 1次焼鈍 485°C \times 40 min, 2次焼鈍 660°C \times 1hr



The symbols Δ and \bullet are the same as in Fig. 6.

Fig. 7. (200) pole figure of the Al-killed steel sheet cold-rolled 70% and finally annealed at 660°C for 1 hr after 1st-stage annealing at 435°C for 40 min.

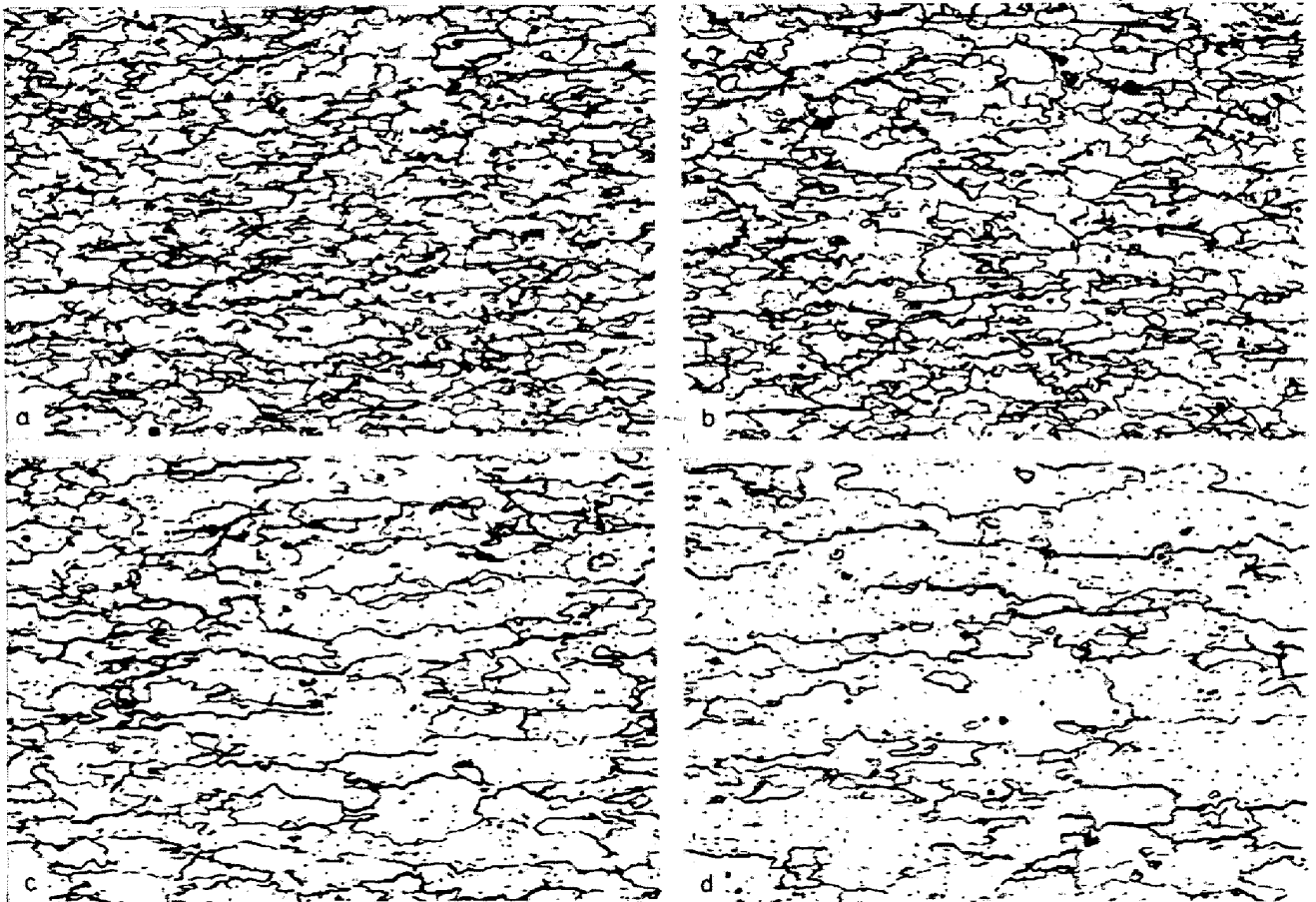
d) 1次焼鈍 560°C × 40 min, 2次焼鈍 660°C × 1hr

を行なった各試料の再結晶粒の組織を示す。1次焼鈍温度が高いほど、伸長再結晶粒の大きさは増大している。

Photo. 3には圧延率70%の場合について、それぞれ

- a) 直接 650°C に昇温して 1hr 焼鈍
- b) 1次焼鈍 467°C × 40 min, 2次焼鈍 650°C × 1hr (第1ピーク)
- c) 1次焼鈍 542°C × 40 min, 2次焼鈍 650°C × 1hr (極小点)
- d) 1次焼鈍 576°C × 40 min, 2次焼鈍 650°C × 1hr (第2ピーク)

を行なった各試料の再結晶粒の組織を示す。伸長再結晶粒の大きさは(222)極密度の極小点においてもつとも大きい。



(a) Directly heated to 660°C. (b) 1st-stage anneal at 310°C. (c) 1st-stage anneal at 485°C. (d) 1st-stage anneal at 560°C.
Photo. 2. Microstructures of longitudinal section in the 60% cold-rolled Al-killed steel sheet after 2nd-stage annealing at 660°C for 1 hr. ×150 (1)

3.5 平均再結晶粒径および再結晶粒の伸長さの測定

Fig. 10 は圧延率 60%, 2 次焼鈍 660°C × 1hr の場合について 圧延方向に平行な縦断面で測定した平均粒径および伸長さと 1 次焼鈍温度との関係を示す。

また Fig. 11 は圧延率 70%, 温度勾配利用 1 次焼鈍, 2 次焼鈍 650°C × 1 hr の場合について, 圧延面に平行な断面上で測定した平均粒径および伸長さとの関係を示す。

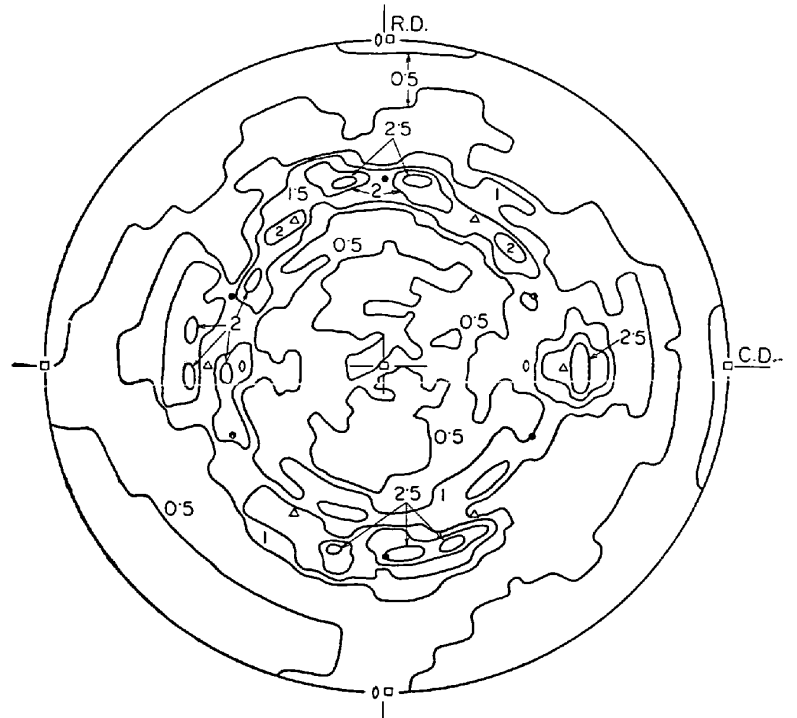
Fig. 10 の結果によれば, 平均結晶粒径は 1 次焼鈍温度が高いほど大きくなるが, Fig. 11 によると Fig. 5 の第 1 ピークと第 2 ピークの間すなわち「極小点」において平均結晶粒径は最大値を示し, それ以上の温度では逆に小さくなる傾向を示す。

一方伸長さのほうは, Fig. 5 に示した (222) 極密度の各ピークとよく対応し, (222) 極密度の大小関係と伸長さの大小関係との間には強い相関性がある。

4. 考 察

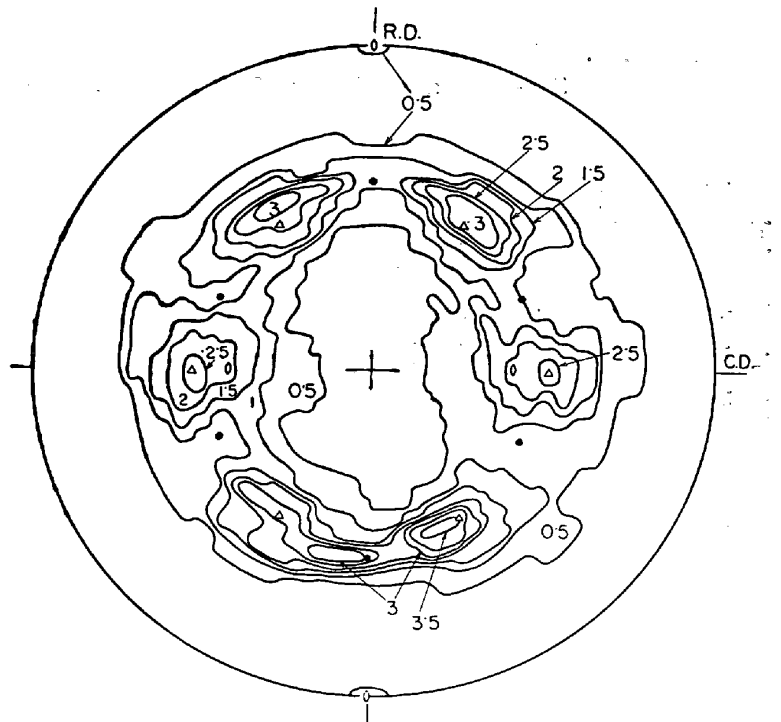
まず Fig. 2 の直接再結晶焼鈍の実験結果と, Fig. 3 の 2 段階焼鈍の実験結果を 2 次焼鈍温度の関数として見なおした場合とを比較考察する。1 次焼鈍をしないときは, Fig. 2 のように, (222) 極密度が最高となるのは再結晶温度近傍の約 560°C である。しかし Fig. 3 によると, 約 400°C ~ 500°C の温度範囲での 1 次焼鈍を行なうときは, (222) 極密度が最高となる 2 次焼鈍 (再結晶焼鈍) の温度は約 660°C 付近に移る。この結果は, アルミニウムキルド鋼の (222) 再結晶方位の発達過程については, 析出あるいはクラスター生成の速度と, 再結晶速度との相互関係から考えていく必要があることを示している。1 次焼鈍を行なうことによつて, (222) 極密度が最高となる再結晶焼鈍温度が高温側に移ることから, 再結晶に先行した pre-precipitation cluster の適当な分散状態を与えることが, (222) 再結晶方位の優先成長のための必要条件であることを示している。

Fig. 3 の (222) 極密度と 1 次焼鈍温度との関係, とくに 2 次焼鈍を 610°C × 6 hr とし



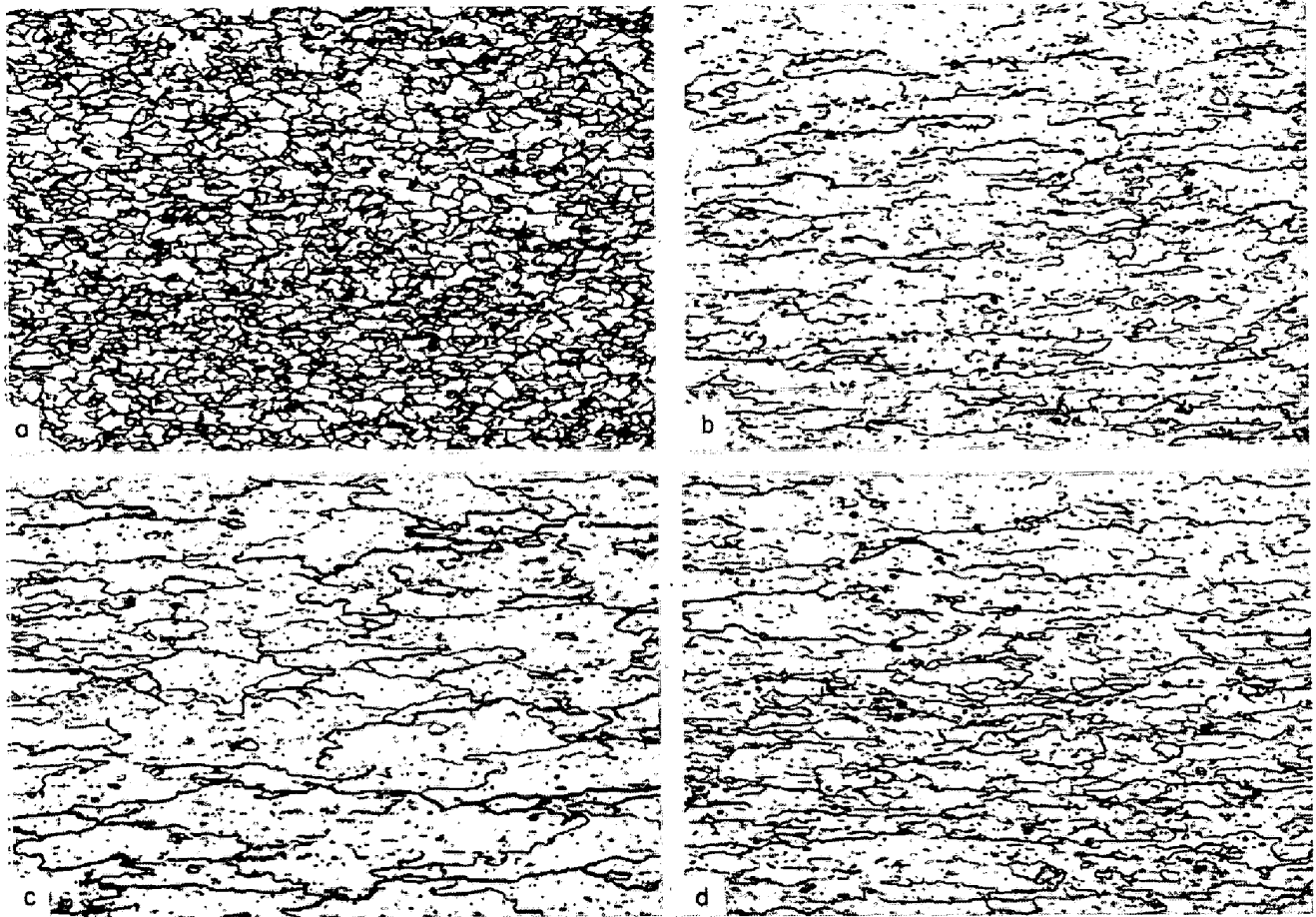
The symbols Δ , \bullet , \circ , and \square are the same as in Fig. 6.

Fig. 8. (200) pole figure of the Al-killed steel sheet cold-rolled 70% and finally annealed at 660°C for 1 hr after 1st-stage annealing at 535°C for 40 min.



The symbols Δ , \bullet and \circ are the same as in Fig. 6.

Fig. 9. (200) pole figure of the Al-killed steel sheet cold-rolled 70% and finally annealed at 660°C for 1 hr after 1st-stage annealing at 580°C for 40 min.



(a) Directly heated to 650°C (b) 1st-stage anneal at 467°C (c) 1st-stage anneal at 542°C (d) 1st-stage anneal at 576°C
 Photo. 3. Microstructures of longitudinal section in the 70% cold-rolled Al-killed steel sheet after 2nd-stage annealing at 650°C for 1 hr. $\times 150$ (I)

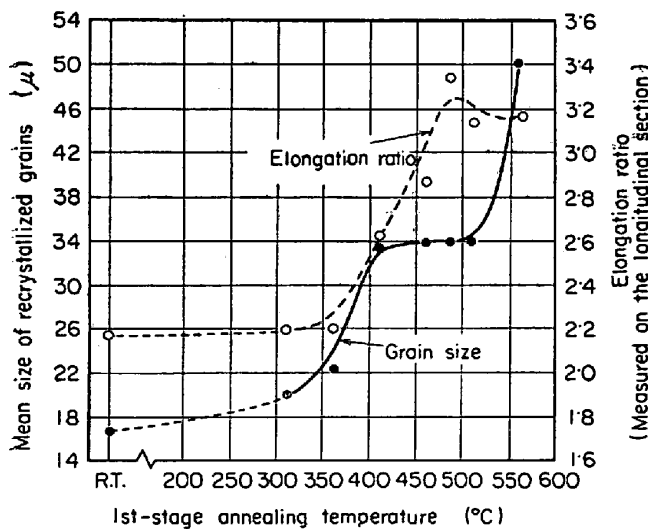


Fig. 10. Effect of the 1st-stage annealing temperature on the mean size and the mean elongation ratio (measured on the longitudinal section) of the recrystallized grains after 2nd-stage annealing at 650°C for 1 hr. Data observed on 60% rolled Al-killed steel.

た場合の結果によれば、約 360°C 以上の温度における 1次焼鈍によつて、あとの 2次焼鈍での再結晶過程に影響を与えるなんらかの組織学的変化が起こっていることを示している。360°C という低い温度で起こりうる変化としては、それよりもはるかに低い温度で起こる空格点密度の減少、NおよびC原子の拡散を除いて考えると Al 原子の転位線を通してのパイプ拡散、転位双極子の消滅などの現象が関与していると推定される。しかし、従来の電顕観察結果によると、アルミニウムキルド鋼は 360°C 付近では転位密度あるいは転位の分布状態の変化はほとんど起こらないといわれており、Al 原子のパイプ拡散の可能性だけが残される。それが Al 原子の凝集した embryo を生成し、そのあとの pre-precipitation cluster の生成に影響を与え、それによるクラスタの分散状態の変化が再結晶核生成度に大きな影響を与えるものであろう。

また Fig. 3 において、第 1 ピーク温度および第 1 ピークの (222) 極密度の値が、2 次焼鈍温度によつて変わる事実は、クラスタ生成の embryo 段階が 1 次焼鈍で

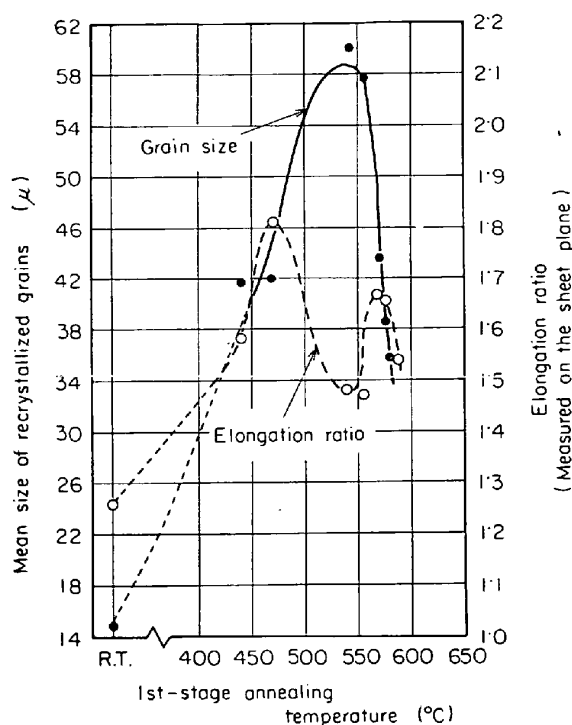


Fig. 11. Effect of the 1st-stage annealing temperature on the mean size and the mean elongation ratio (measured on the sheet plane) of the recrystallized grains after 2nd-stage annealing at 650°C for 1 hr. Data observed on 70% rolled Al-killed steel.

部分的に進行し、2次焼鈍の昇温中にさらにクラスター成長が補足的に進行することを示している。その場合、クラスターの分散状態には最適の状態というものがあつて、それが不十分でもあるいは行きすぎても、再結晶への効果は少なくなる。したがつて昇温速度によるクラスターの分散状態の変化と再結晶進行の相互関係の点から、1次焼鈍温度・時間と2次焼鈍温度・時間には最適の組み合わせがあり、Fig. 3の場合には、それが485°C×40 minと660°C×1hrになつている。

つぎに Fig. 4 および 5 における「第1ピーク」、 「極小点」、 「第2ピーク」の出現する理由について、光学顕微鏡組織、再結晶粒の平均直径および伸長度の観測結果と対比して考察する。その考察を行なうために、まずつぎのような仮定を導入する。

(1) 冷間圧延板内において、変形結晶領域 (deformed matrix) の転位密度は、変形結晶領域の方位によつて異なる。転位密度のもつとも高い領域を H 、それについて転位密度の高い領域を K 、転位密度の低い領域を L とする。溶質原子やクラスターによる核生成阻止効果が少ないときは、再結晶核生成度は H で最高で、 K はそれに次ぎ、 L は非常に低いものとする。

(2) クラスター生成あるいは析出核の生成速度は、転位密度の高い変形結晶領域ほど大きいものとする。

(3) 一つの方位の変形結晶領域からは、それと結晶学的に一定の方位関係にある再結晶粒が優先的に発達する。その一つの方位の変形結晶領域における核生成度が非常に高いときは oriented growth、核生成度が低いときは oriented nucleation のファクタが大きいと考える必要があるが、その問題についてはここでは深く追究しない。

(4) $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位再結晶粒は、転位密度が最高の変形結晶領域 H において生成発達する。

(5) $\{111\}\langle 110\rangle$ 方位再結晶粒は、転位密度が最高ではないが、比較的転位密度の高い変形結晶領域 K において生成発達する。

(6) $\{554\}\langle 225\rangle$ 方位再結晶粒は、 K よりもやや転位密度の低い変形結晶領域 K' において生成発達する。

(7) 前述の推論にしたがつて、再結晶過程にもつとも強く影響をおよぼすクラスターの分散状態には、ある最適の範囲がある。

この7項目の仮定には、今後なお検討しなければならない問題も含まれてはいるが、従来の鉄や珪素鉄の単結晶および多結晶体についての多くの研究結果を概観してまとめた仮定であり¹⁰⁾、著しい誤りは含まれていないと考えられる。これらの仮定に基づいて、第1ピーク、極小点、第2ピークはつぎのように説明される。

〔第1ピーク〕 2次焼鈍中、再結晶開始前において、クラスターの生成は、転位密度が最高の変形領域 H ではすでにかなり進行し、そこでの $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位再結晶粒の発達を抑制し、転位密度がそれについて高い領域 K からの $\{111\}\langle 110\rangle$ 方位再結晶粒の発達が優先する。

一方、転位密度の低い領域 L では、クラスターの生成もあまり進行せず、そこでの再結晶核生成度はリムド鋼の場合と同程度に本質的に低いものと考えられる。

〔極小点〕 2次焼鈍の再結晶が始まる前において、クラスターの分散状態は、領域 H はもちろん、 H よりも転位密度がやや低い領域 H' に対しても臨界状態に近くなり、変形領域全体にわたり核生成度が低くなる。

したがつてこの場合は、領域 K からの $\{111\}\langle 110\rangle$ 方位再結晶粒のほか、それより転位密度の低い変形領域 K' 、 L からの $\{554\}\langle 225\rangle$ 方位再結晶粒やそのほかの方位の再結晶粒の発達、さらには領域 H における一部クラスター凝集の進行(抑制効果緩和)による弱い $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位再結晶粒の発達などの可能性がある。

〔第2ピーク〕 これについてはつぎの二とおりの考えがある。

(1) 本質的に第1ピークと同じ理由による。すなわち1次焼鈍の第2ピーク温度は再結晶温度直上であるが、適度な昇温速度で焼鈍が行なわれたため再結晶が始まる前のクラスター分散状態は、第1ピークの場合の2次焼鈍における、再結晶開始前の分散状態と「相似」になる。

この場合領域Hにおけるクラスター分散状態は、第1ピークの場合に比し不十分であるが、焼鈍温度が低いため領域Hからの再結晶粒の発達を十分抑制しうる。したがってクラスター生成がそれほど進んでいない領域Kからの{111}〈110〉方位再結晶粒の発達が優先し、その優先は2次焼鈍を行なうことによりさらに助長される。

(2) 転位密度の高いHおよびKの変形領域ではクラスターの凝集が顕著に進行しはじめる。その凝集によって再結晶核生成が容易になる程度は、転位密度およびクラスター密度最高のHの領域よりもむしろそれよりも転位密度、クラスター密度が低いKの領域が優先し、そこで再び{111}〈110〉方位再結晶粒の発達が優先するようになる。

この場合第2ピークに相当する1次焼鈍ではPhoto. 1に示したように部分的に再結晶が進行している事実があるが、これについて(1)では(222)極密度の増大に対し正の効果をもたらす因子と考え、(2)ではむしろ負の効果をもたらす因子と考える。

そのほかに第1ピークをクラスター生成、第2ピークをAIN析出、極小点の1次焼鈍を復元現象が起こるものとして、それぞれ対応づけることも考察したが、その考えでは再結晶粒の大きさの変化を説明することができない。

上述の考察にしたがうと、1次焼鈍の温度と時間の両方が重要であり今後はさらに1次焼鈍の時間を可変因子として研究を進めることが必要である。

伸長再結晶粒の成因については、本実験結果からはとくに新しい提案はできないが、Photo. 1の結果からMICHALAK³⁾の説は不十分であり、著者らはクラスターの1次元分布密度が板内の方向によつて異なるのが原因となつていてと考えている。(222)極密度と再結晶粒伸長度とがよい対応関係を示している事実からも、伸長粒の形成がクラスター整列による粒界移動阻止効果の方向性によると考えるのが適当であると思う。

最後に前述のHの変形領域は{111}〈112〉、K'の変形領域は{112}〈110〉と推定される⁹⁾が、Kも{111}〈112〉である可能性があり⁹⁾、もしそうであれば単に変形結晶領域の転位密度の大小だけでなく、クラスター生成あるいは析出の結晶学的因子(たとえば晶癖)によつて異方

的に再結晶方位の発達が選択されている可能性もあり、今後追究すべき一つの問題点となろう。

5. 結 言

アルミニウムキルド鋼熱間圧延鋼帯に対し、60, 70, 80%の冷間圧延を行なつたのち、560°~730°Cの直接再結晶焼鈍、250°~625°Cで時間一定(40 min)の1次焼鈍と、610°~730°Cの2次焼鈍の組み合わせによる2段焼鈍を行ない、(222), (110), (200)の各極密度、再結晶粒の大きさと伸長度を、圧延率、1次焼鈍温度、2次焼鈍温度の関数として観測した。その結果つぎのような結論が得られた。

(1) 約360°C付近における低温の1次焼鈍によつて、溶質原子のクラスター生成に影響を与える変化が起こつており、それはAl原子のパイプ拡散によるembryo生成と関係があると推定した。

(2) 1次焼鈍温度の関数としての(222)極密度の変化に、「第1ピーク」、「極小点」、「第2ピーク」の存在を見出した。これらの(222)極密度の極大、極小は、変形結晶領域内の転位密度の相違、したがってクラスター生成速度の相違があることを仮定すれば説明される。

(3) 再結晶粒の大きさは、上記極小点において最大であり、再結晶粒の伸長度は、上記第1ピーク、第2ピークでそれぞれ極大を示す。伸長度と(222)極密度はよく対応している。

(4) (222)極密度が最高、(110)および(200)極密度が最低となるためには、再結晶過程に先行する最適のクラスター分散状態が必要条件となると推定された。

なお本研究は1種のアルミニウムキルド鋼について、1次焼鈍時間40 min一定として実験を行なつたもので、試料の化学成分とくにSol. Al, Sol. Nの量、焼鈍条件が異なれば、特定の測定値は変化し、また場合によつては、極小点や第2ピークが出現しないこともありうると思われる。

終わりに、本研究に使用した試料を提供された富士製鉄株式会社広畑製鉄所に謝意を表するとともに、本研究の実施にさいし、多大のご助言、ご助力をいただいた伊藤邦夫講師、高木甲子雄氏、増田則昭氏に対し深く感謝いたします。

文 献

- 1) 久保寺, 稲垣: 日本金属学会会報, 7 (1968), p. 383
- 2) R. H. GOODENOW: Trans. Amer. Soc. Metals, 59 (1966), p. 804
- 3) J. T. MICHALAK and R. D. SCHOONE: Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1149
- 4) W. JOLLEY: J. Iron Steel Inst., 205 (1967), p. 321
- 5) I. L. DILLAMORE and S. F. H. FLETCHER: Recrystallization, Grain Growth and Texture, (1965), [ASM]
- 6) 花井, 秋末: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 345
- 7) W. C. LESLIE, R. L. RICKETT, C. L. DATSON, and C. W. WALTON: Trans. Amer. Soc. Metals, 46 (1954), p. 1470
- 8) C. A. STICKELS: Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966), p. 1295
- 9) 阿部: 鉄と鋼, 52 (1965), p. 832