

## 論 文

Fe-Al-N 合金の再結晶挙動におよぼす Al 量および  
N 量の影響\*

市山 正\*\*・吉田育之\*\*\*・江島瑞男\*\*\*\*・松村 理\*\*\*\*\*

Effects of Aluminum and Nitrogen Contents on Recrystallization  
in Fe-Al-N AlloysTadashi ICHIYAMA, Ikushi YOSHIDA,  
Mizuo EJIMA, and Osamu MATSUMURA

## Synopsis:

The effects of aluminum and nitrogen contents on recovery, recrystallization and texture-development in Fe-Al-N alloys were investigated. The specimens could be classified into two types according to their annealing behaviors. Alloys which contained less than 0.02% aluminum belonged to type I, and those which contained more than 0.06% aluminum or both aluminum (0.06%) and nitrogen were classified as type II.

During annealing, type I alloys recovered to a greater extent than type II in which recovery was inhibited.

In type I alloys, the recrystallization proceeded gradually after it had started. At 720°C, these alloys gave the {544} <225> oriented recrystallization texture. This orientation became prominent as aluminum content was increased.

On the other hand, in type II alloys, the recrystallization proceeded rapidly once it had started because of their larger driving force for grain boundary migration. At 720°C, some specimens which contained 0.06% aluminum and less than 0.005% nitrogen yielded the {111} <110> + {554} <225> oriented recrystallization texture, but the others, which contained excess amount of aluminum or nitrogen, showed a wider scatter from these orientations.

Discussions were made concerning the processes of texture development in Fe-Al-N alloys.

(Received Feb. 18, 1971)

## 1. 緒 言

アルミニウムキルド鋼では、冷間圧延後の焼鈍過程において、微細な AlN または析出前段階のクラスターを生成させることにより、再結晶完了後 {111} 面を板面に平行にもつような伸長粒組織が発達する<sup>1)</sup>。このような組織を有する材料は塑性歪比が高く、すぐれた深絞り性を有するとされている<sup>2)</sup>。

このようにアルミキルド鋼に関しては、実用上からの要請とその特異な再結晶挙動のゆえに、すでに多くの研究がなされているにもかかわらず、その再結晶集合組織形成機構については、統一的結論が得られていない。この理由として、焼鈍過程で生成される析出物またはクラスターの微細構造や、これらと個々の転位もしくはサブグレイン境界との相互作用が十分に解明されていないことがあげられている。なおこの点について最近いくつかの

報告<sup>3)4)</sup>がなされており、アルミキルド鋼の本質を理解する上で、きわめて興味ある実験結果を提供している。

著者らは前報<sup>5)</sup>において、再結晶焼鈍時に生成する AlN またはクラスターの効果を知るために、真空溶製した Fe-0.06%Al-0.005%N 合金を用いて、冷延前処理として、熱延仕上り温度から急冷して AlN の析出を極力避けた試料と、熱延後 800°C, 30 min の析出処理により AlN を完全に析出させた試料を作り、両者の回復再結晶挙動を比較した。それによると、冷延前に AlN

\* 昭和46年4月本会講演大会にて発表  
昭和46年2月18日受付

\*\* 新日本製鉄(株)製品技術研究所 現在同社基礎研究所 工博

\*\*\* 新日本製鉄(株)製品技術研究所 現在同社基礎研究所 理博

\*\*\*\* 新日本製鉄(株)製品技術研究所 現在同社本社

\*\*\*\*\* 新日本製鉄(株)製品技術研究所 現在同社基礎研究所

を析出させない試料では、再結晶前の回復過程が抑制され、とくに {111} 方位での抑制効果が著しく、また再結晶集合組織ならびに光顕組織は典型的なアルミキルド鋼としての特徴を示した。これに対して冷延前に AlN を析出させた試料では、回復が抑制されず、その方位依存性も小さく、また再結晶集合組織ならびに光顕組織はリムド鋼に近い特徴を示した。

本実験では、前報の結果を基盤にして、再結晶集合組織におよぼす焼鈍過程での析出物またはクラスター生成の効果について、より広い知見を得るために、Al添加量およびN添加量を広範囲に変えた冷延板を用いてそれらの回復再結晶挙動を比較し、さらに {111} 再結晶集合組織の形成機構におよぼす Al 量やN量の影響について考察をおこなったので以下に報告する。

## 2. 試料および実験方法

再電解鉄を真空溶解し、水素脱酸後 Al およびNを添加し 7~10 kg 鋼塊とした。この鋼塊を熱間鍛造して20 mm厚とし、さらに面削によつて 15 mm 厚とした。熱間圧延は Ar 雰囲気中で 1300°C, 1hr の溶体化処理を施したのち、2パスで 2.8 mm厚に仕上げた。仕上り温度は 1060°C である。熱延終了後ただちに水中 (10% NaCl 水溶液) へ急冷した。これら熱延板を冷間圧延により 0.8 mm 厚とした。圧下率は約 70% である。

冷延板の化学分析値を Table 1 に示す。Table 1 で試料 A は純鉄であり、試料 B, C, D, E は Al 添加の影響を調べるために純鉄にそれぞれ Table 1 に示す Al を加えたものである。試料 F は商用アルミキルド鋼とほぼ等しい Al およびNを含んでいる。試料 G は試料 F よりもさらに多くのNを含んでいる。試料 D, F, G を比較することにより、Al を約 0.06% 含むときのN添加の影響を調べることができる。

上記冷延板を (N<sub>2</sub>+2%H<sub>2</sub>) 雰囲気中 50°C/hr で昇温し、昇温途中から適宜抽出し水中に急冷した。なお、抽出温度の最高は 720°C である。これらの各試料について、以下に述べる手段を用いて回復再結晶挙動を調べ

た。

(1) 光学顕微鏡観察：再結晶過程における組織の変化を観察した。

(2) 再結晶分率の測定：光顕写真より point counting 法を用いて求めた。

(3) 最大再結晶粒径の測定：光顕写真からよく発達した再結晶粒 20 個を選び、それぞれの面積の平方根を求め、これらを平均した値を採用した。

(4) 電子顕微鏡観察：酢酸+クロム酸混合液で電解研磨して作製した薄膜の透過観察をおこなった。

(5) X線反射強度の測定：機械研磨および化学研磨により表面層 100 $\mu$  を除去したのものについて、MoK $\alpha$ 特性X線を用いてランダム試料に対する反射強度比を求めた。

(6) X線極点図の測定：機械研磨および化学研磨で両面を削除し 50 $\mu$  厚にしたものについて、MoK $\alpha$ 特性X線を用いて (200) 極点図を求めた。

## 3. 実験結果

### 3.1 熱延板の組織

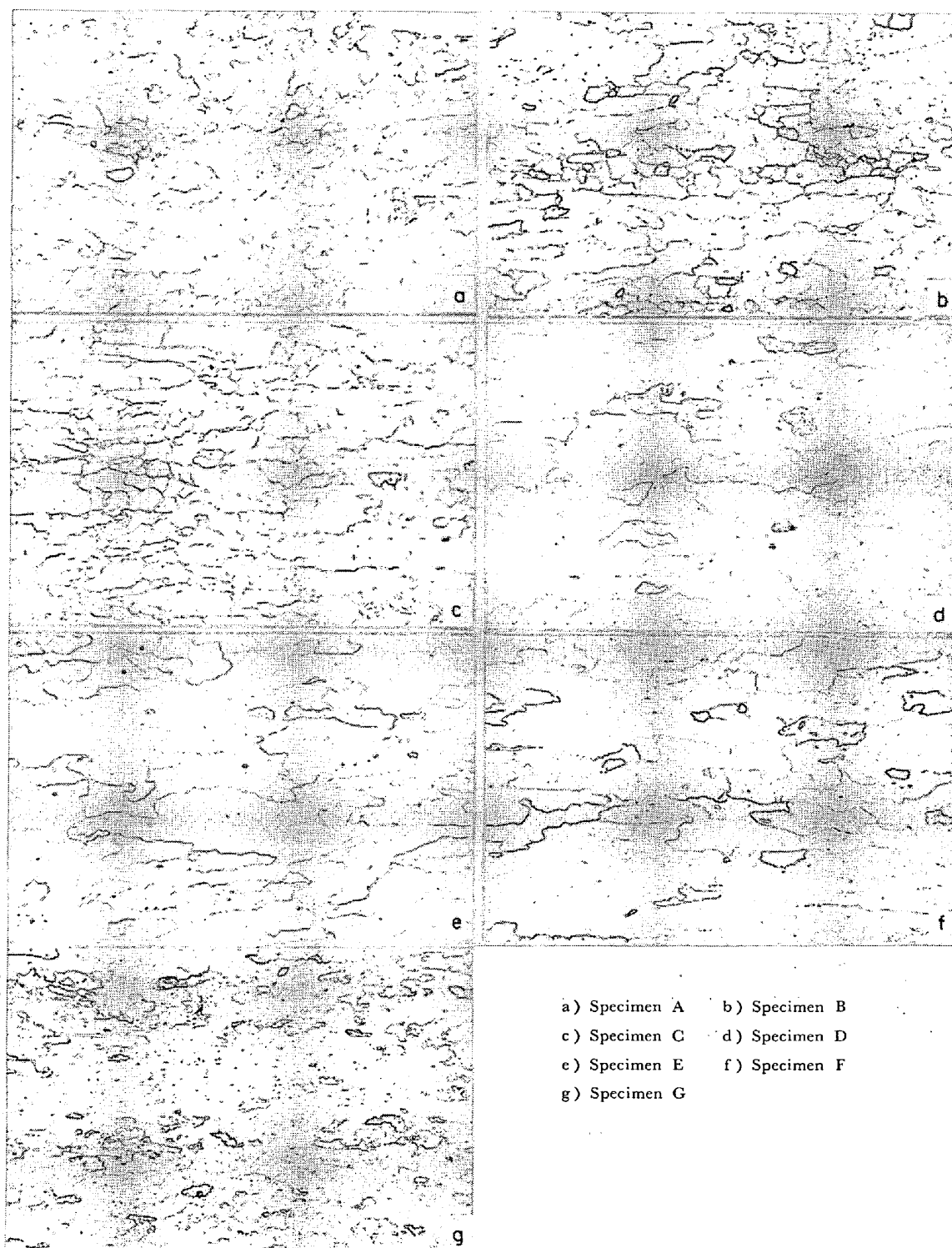
各試料の熱延板中心部の粒径は、試料 E, G を除き 30~100 $\mu$  程度でほぼ等しい。試料 E の粒径は 50~150 $\mu$  程度でやや大きい。試料 G の粒径は 50 $\mu$  以下で数 $\mu$  程度のものも含み、他と比較して著しく微細である。これらの熱延板は介在物をほとんど含まず、きわめてわずかの B 系, C 系介在物が認められるにすぎない。なお、各試料の低指数面の X 線反射強度は、いずれもランダム試料の 0.8~1.5 倍程度で特定の集合組織を持っていない。

### 3.2 光学顕微鏡による組織観察、再結晶分率の測定および最大再結晶粒径の測定

50°C/hr で加熱し 720°C に達した各試料の光顕組織を Photo. 1 に示す。また各試料の再結晶分率および最大再結晶粒径の温度による変化をそれぞれ Fig. 1 および Fig. 2 に示す。

Table 1. Chemical composition of specimens (in wt%).

Specimen	Sol. Al	Sol. N	C	Mn	P	S	Si	AlN	O
A	<0.005	0.0010	0.0025	<0.001	0.002	0.003	0.005	<0.003	0.008
B	0.031	0.0023	0.0011	<0.001	0.002	0.004	0.008	<0.003	—
C	0.016	0.0011	0.0024	<0.001	0.002	0.005	0.003	<0.003	0.006
D	0.062	0.0010	0.0031	<0.001	0.002	0.004	0.007	<0.003	0.005
E	0.130	0.0016	0.0017	<0.001	0.002	0.004	0.004	<0.003	0.006
F	0.060	0.0053	0.0020	<0.001	0.002	0.004	0.007	<0.003	0.006
G	0.054	0.0195	0.0027	<0.001	0.002	0.004	0.008	<0.003	0.004



×100

Photo. 1. Microstructures of specimens, cold rolled 70% and heated to 720°C at the rate of 50°C/hr.

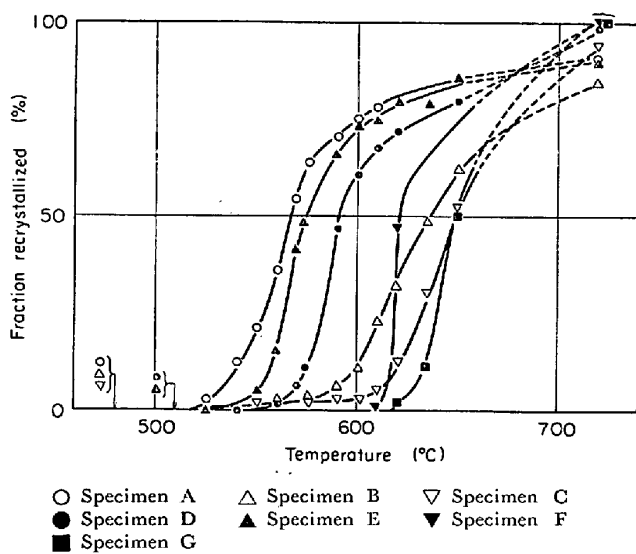


Fig. 1. Variation of fraction recrystallized with temperature during heating at the rate of 50°C/hr.

### 3.2.1 Al 添加の影響

試料A (純鉄) およびこれに少量の Al を添加した試料B (Al=0.013%), C (Al=0.016%) では、すでに 480°C で再結晶粒が認められる。再結晶粒は粒界近傍や粒内の変形帯の密な領域に群生している。さらに温度を上昇させると、これらの再結晶粒は、試料A, 試料B, 試料Cの順に Al 添加量が増すにつれてその成長がきわめて緩慢になる\*(Fig. 2)。またこれと同じ順序で、再結晶初期における再結晶粒の数もやや減る傾向がうかがえるが、この傾向は明確なものではない。以上を反映して試料A, B, Cの再結晶曲線は、再結晶開始後 Al が増すにつれて高温に移行する(Fig. 1)。720°C において試料Aは等軸粒を示し、試料B, Cは小等軸粒と比較的大きい伸長粒の混合した組織を示す (Photo. 1 (a)~(c))。

さらに Al 添加量を増加せしめた試料 D, E (Al=0.062, 0.130%) では、Al 添加量の少ない試料 B, C の場合よりやや高温 (510°C) で再結晶が始まり、再結晶粒は変形帯の密な領域で認められるが、その数はきわめて少ない。個々の再結晶粒は温度上昇にともない、Al の少ない場合よりもすみやかに成長する(Fig. 2)。その

\* 試料 B, C に相当するいくつかの試料 (0.01% < Al < 0.02%, N < 0.003%, C < 0.003%) についての予備試験結果によれば、再結晶初期における再結晶粒成長速度の遅延は Al の増加量と例外なく対応するが、N量やC量の変化とは必ずしも対応しない。以上からただちに試料Bと試料Cの差違が Al 量の差違によると結論はできないが、いずれにしても、試料B, Cの再結晶粒が、試料Aの再結晶粒と比較して、緩慢に成長する最大の原因が Al 添加の有無にあることは疑いない。LESLIE ら<sup>6)</sup>も高純鉄合金を用いて、粒成長速度の温度依存性がとくに低温度領域において大きいことを見出ししている。

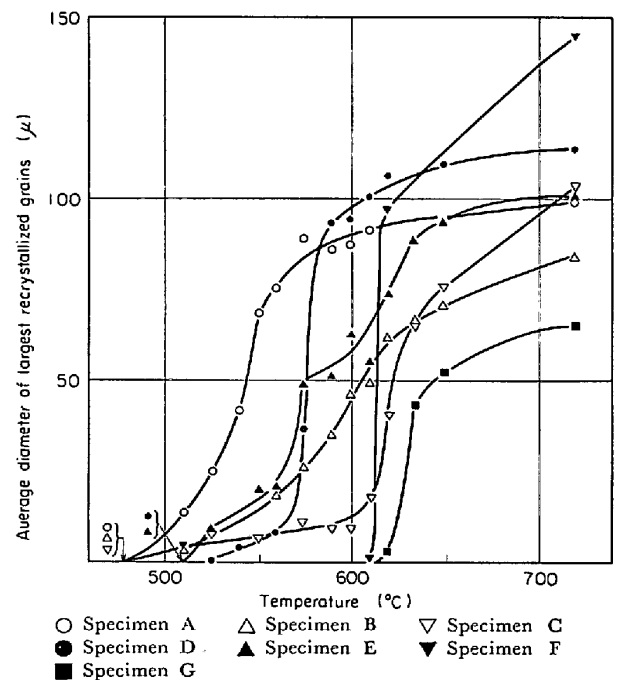


Fig. 2. Variation of diameter of largest recrystallized grain with temperature during heating at the rate of 50°C/hr.

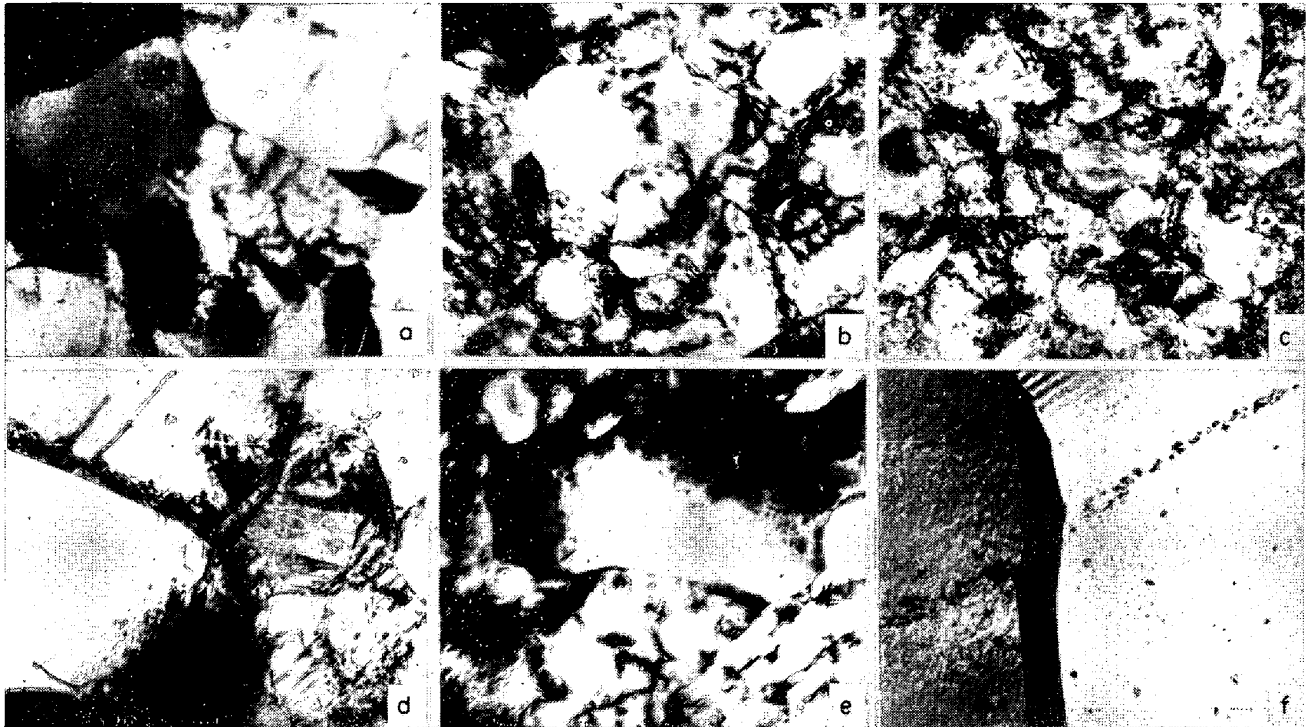
結果、試料D, Eは試料B, Cよりも再結晶開始温度が高いにもかかわらずその後の再結晶の進行は速い (Fig. 1)。なお試料Dと試料Eとを比較すると、再結晶粒の成長は、比較的低い温度では試料Eの方がすみやかであるが、温度が高くなると逆に試料Dの方がすみやかになることがうかがえる (Fig. 2)。720°C ではいずれも伸長粒が発達している (Photo. 1 (d), (e))。

### 3.2.2 Al (=0.06%) およびN複合添加の影響

試料Dは 510°C で再結晶を開始したが、試料DよりNを多く含む試料F, G (N=0.0053, 0.0195%)はそれぞれ 610°C および 620°C に至つて初めて再結晶粒が見い出される。試料F, Gにおける再結晶初期の様子は試料Dの場合とよく似ている。すなわち再結晶粒の数は少なく、これらが温度上昇につれてすみやかに成長する (Fig. 2)。再結晶曲線は試料D, F, Gの順にN量に応じて高温に移行する (Fig. 1)。720°C において試料Fは試料Dよりさらに伸長した結晶粒組織を示す。試料Gは比較的小さい伸長粒組織を示し、伸長度は試料Dと同程度である (Photo. 1 (f); (g))。試料Gの粒径が小さいのは熱延板粒径に由来するものと思われる。

### 3.3 電子顕微鏡による組織観察

冷間圧延試料および 525°C, 620°C でそれぞれ抽出した試料について電顕透過観察をおこなつた。525°C, 620°C では、回復再結晶現象の方位依存性を考慮して



a) Specimen C at 525°C, b) Specimen D at 525°C, c) Specimen F at 525°C, d) Specimen C at 620°C, e), f) Specimen F at 620°C. (×10 000)

Photo. 2. Transmission electron micrographs showing recovery and recrystallization of specimens during heating at the rate of 50°C/hr.

{111} に比較的近い方位のマトリックスを含む視野を中心に観察した。

### 3.3.1 冷間圧延試料

冷間圧延試料における電顕組織のだいたいの様子は前報<sup>5)</sup>と同様であり、各試料間の違いはとくに認められなかった。

### 3.3.2 525°C で抽出した試料

Photo. 2 (a) に試料 C の再結晶粒と隣接マトリックスを示す。サブグレインが大きく、サブグレイン境界が明瞭で、サブグレイン内部の転位密度が低い。つまりマトリックスの回復が著しい。試料 A, B については、試料 C の場合とほとんど同じ観察結果であった。Photo. 2 (b) に試料 D の組織を示す。マトリックスの回復が試料 A, B, C より遅い。試料 E については、試料 D の場合とほとんど同じ観察結果であった。つぎに試料 F では Photo. 2 (c) に示すように、試料 D, E よりもさらに回復の遅滞が認められる。すなわちサブグレインが発達せず冷間圧延試料とほとんど変わらない。試料 G については、試料 F の場合とほとんど同様であった。

以上から、Al 添加量がある程度に達すると、回復が抑制され、さらに N が複合添加されると回復抑制効果が一層顕著になることがわかる。

### 3.3.3 620°C で抽出した試料

ここでは試料 C と試料 F との比較観察をおこなった。試料 C, F に限つた理由は、525°C において両者の回復の進行状況が著しくことなり、しかも 620°C でともに再結晶が進行中であり、{111} マトリックスを中心とした観察に適していると考えられるからである。

Photo. 2 (d) は試料 C の場合で、再結晶粒とそれに接するマトリックスを示す。再結晶粒が多く、マトリックスの回復が著しい。再結晶粒は回復の進んだマトリックスを蚕食して徐々に成長すると思われる。これに対し試料 F は Photo. 2 (e) に示すように、620°C においてもなお回復は進まず、また再結晶粒は少ない。数少ない再結晶粒が回復の遅滞したマトリックスを食つてすみやかに成長すると思われる。Photo. 2 (f) は試料 F のすでに再結晶の完了した領域を示す。

## 3.4 X線反射強度の測定

各試料の主要な低指数面の反射強度と再結晶分率との関連を調べた。冷間圧延試料では反射強度と Al 量や N 量との間に明確な関係を見いだしえなかった。Fig. 3 に再結晶過程における反射強度の変化の例として (222) 強度および (200) 強度の場合を示す。(222) 強度は Al を添加した試料 B, C, D および Al と N を複合添加した試

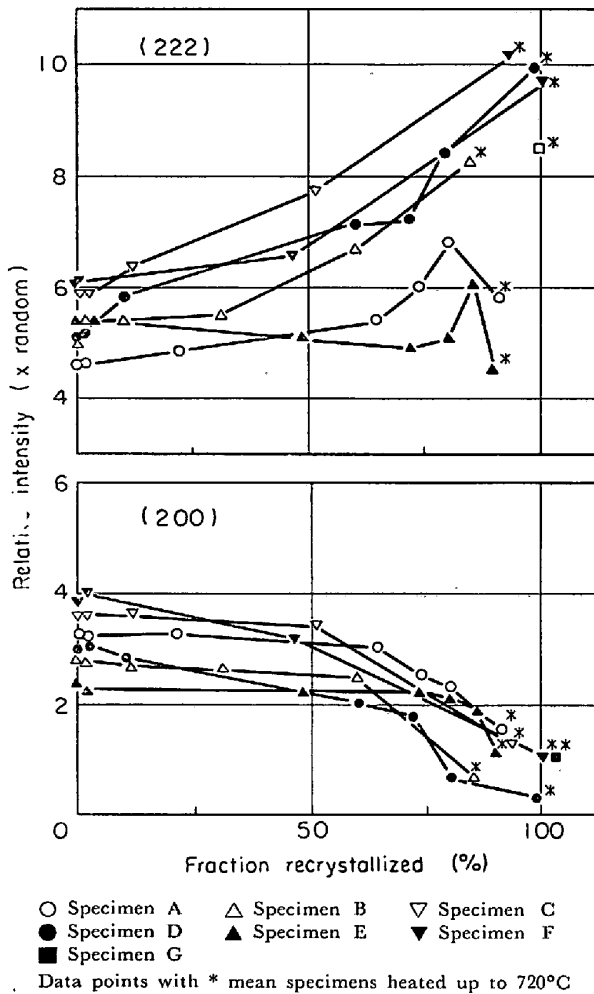


Fig. 3. Variation of relative intensity with fraction recrystallized, during heating at the rate of 50°C/hr.

料 F, G においては、一般に再結晶が進行するにつれて増加し、720°C において高い値を示すに至る。試料 A (純鉄) および Al 量の多い試料 E の場合、最終的 (720°C) には再結晶前とほとんど変わらない。このように、再結晶過程における (222) 強度の変化は Al 量および N 量と密接に関係している。

これに対し (200) 強度はいずれも再結晶の前半期においては変化せず、後半期において急激に減少する。

その他の低指数面については、たとえば (332) のように (222) に近い方位のものでは (222) 強度に準じた変化を示し、Al 量や N 量の影響が認められるが、(222) から遠い方位のものでは Al 量や N 量による差を認めない。

### 3.5 X線極点図の測定

冷間圧延試料では、各試料間の差違はほとんど認められない。Fig. 4 は試料 C の (200) 極点図であるが、{100}<011> から圧延方向に平行な <011> 軸のまわりに

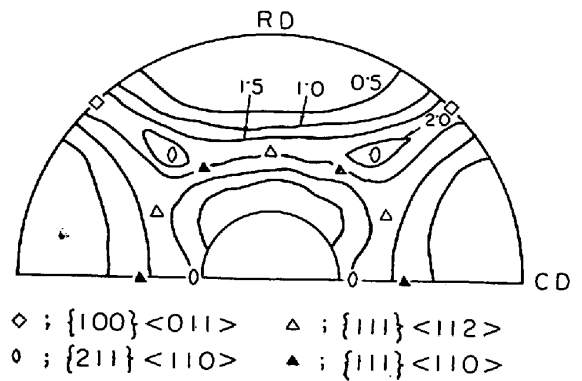


Fig. 4. (200) pole figure of the 70% cold-rolled sheet. (specimen C)

回転した方位群と、{111} が板面に平行な方位群に集積がみられる。再結晶があまり進まぬ段階では、極点図から優先再結晶方位を判断することは困難であるが、再結晶分率が 50% に近づくと、各試料に特有な極点図を示す傾向が現われ、この傾向はその後 720°C に至るまで再結晶の進行とともにますます顕著となる。

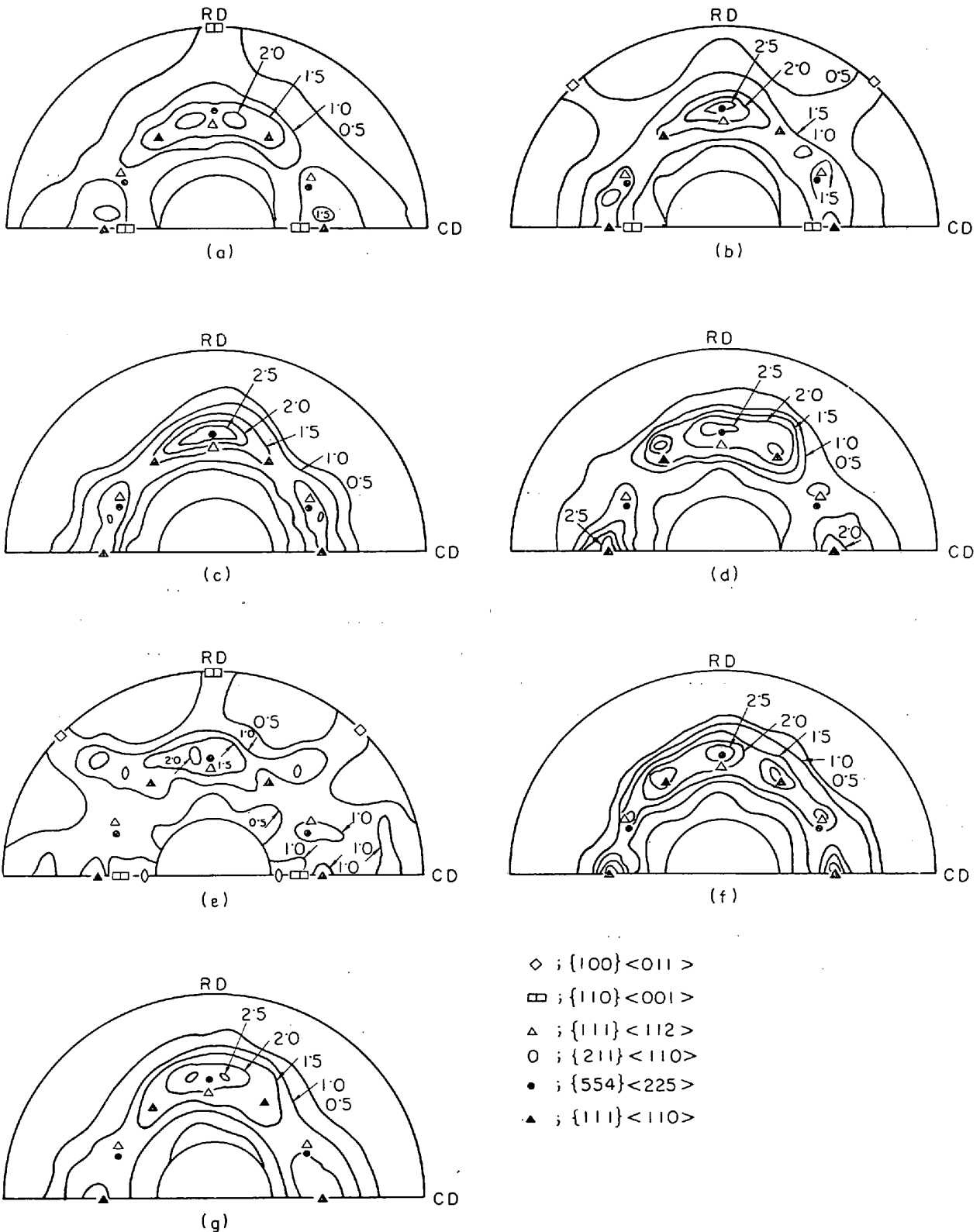
Fig. 5 は 720°C で抽出した試料の (200) 極点図を示す。試料 A (純鉄: Fig. 5(a)) では板面に {111} が平行な成分が存在するが集積はあまり強くない。試料 B (Fig. 5(b)) では {554}<225> を主方位として、板面に {111} が平行な成分がやや強くなっている。またこの試料では冷間圧延状態で存在した {100}<011> から圧延方向に平行な <011> 軸のまわりに回転した方位成分がまだかなり残っていることがうかがえる。試料 C (Fig. 5(c)) では主方位が {554}<225> であることは試料 B と類似しているが、冷間圧延成分が消えて、板面に {111} が平行な成分が一層強くなっている。試料 D (Fig. 5(d)) では {554}<225> とともに {111}<110> も強く発達していることが特徴的であり、そして板面に {111} が平行なその他の成分もかなり強い。試料 E (Fig. 5(e)) では板面に {111} が平行な成分は弱くなりランダム化の傾向を示し、冷間圧延成分も残っている。

試料 D とほぼ等しい Al 量を含みかつ N を添加した試料 F, G の場合を Fig. 5(f), (g) に示す。試料 F は試料 D と同様に {111}<110> + {554}<225> を中心として板面に {111} が平行な成分が発達しているが、試料 G は試料 D, F と比較して上記主方位への集積がやや弱い。

## 4. 考 察

光顕や電顕による組織観察の結果を整理するとつぎのようになる。

[1] 回復過程: 試料 A (純鉄) および少量の Al を



(a) Specimen A, (b) Specimen B, (c) Specimen C, (d) Specimen D  
 (e) Specimen E, (f) Specimen F, (g) Specimen G

Fig. 5. (200) pole figures of the sheets cold-rolled 70% and heated to 720°C at the rate of 50°C/hr.

添加した試料 B, C では、マトリックスの回復がすみやかであり、Al 添加量の多い試料 D, E では、マトリックスの回復が抑制されている。Al (試料 D とほぼ同量)

および N を複合添加した試料 F, G では、回復はさらにきびしく抑制されている。(Photo. 2, 525°C)

[2] 再結晶初期：再結晶開始温度が、試料 A, B,

Cでは低く (480°C), 試料 D, E ではやや高く (510°C), 試料 F, Gではさらに高い (610°, 620°C). また再結晶初期に見い出される再結晶粒の数 (再結晶核生成頻度) が, 試料 A, B, Cでは多く (高く), 試料 D, E, F, G では少ない (低い). (Fig. 1, Fig. 2, 実験結果 3.2)

[3] 再結晶粒成長過程: i) 試料 B, Cでは, 試料 Aの場合と比較して (再結晶開始温度は同じであるが) 昇温にともなう再結晶粒の成長がきわめて緩慢である. この傾向はとくに試料 Cにおいて著しい. ii) 試料 D, Eでは, 試料 B, Cの場合と比較して (より高温で再結晶が始まるが, いったん始まると) 個々の再結晶粒は昇温にともなうすみやかに成長する. ただし試料 Dと試料 Eとはやや異なる. iii) 試料 F, Gにおける再結晶粒の成長過程は, 試料 D, Eの場合とよく似ているが, この過程がさらに高温で進行している点が異なる. なお試料 Fと試料 Gとでは, 試料 Gのほうがやや高温で進行する. (以上 Fig. 2, 実験結果 3.2) iv) 再結晶粒と接するマトリックスを比較すると, 試料 Cでは回復が進んだ状態にあり, 試料 Fでは回復の抑制された状態にある (Photo. 2, 620°C).

[4] 720°Cにおける結果: 試料 Aは等軸粒組織, 試料 B, Cは伸長粒と等軸粒の混合した組織, 試料 D, E, F, Gは伸長粒組織を示す. 試料 Fにおいて伸長度はとくに著しい. 試料 Gにおける伸長粒はきわめて小さい (Photo. 1).

以上の組織観察結果によれば, 各試料間の差違がすでに回復過程 [1] において生じていること, および再結晶初期 [2] における差違が回復過程における差違に対応していることから, 回復のすみやかな試料 A, B, Cと回復の抑制される試料 D, Eおよび試料 F, Gとでは, 再結晶核の生成機構がかなり異なるものと推測される. また再結晶粒成長過程に関しては, 一般にこの過程におよぼす不純物の影響として, 溶質原子やクラスターまたは析出物による粒成長阻止効果と, 回復が抑制され駆動力が増すことによる粒成長促進効果とを考慮せねばならないが, [3] の結果は (少なくとも粒成長初期において) 試料 B, Cにおいては前者が支配的であり, 試料 D, E, F, Gにおいては後者が支配的であることを示すと考えられる. 以下試料 B, Cの示す回復再結晶挙動を type I とし, 試料 D, E, F, Gの示す回復再結晶挙動を type II とする.

一方, 再結晶集合組織の測定結果を整理するとつぎのようになる.

[5] {111} 集合組織は, Al 量および N 量がある限

られた範囲内にある試料 C, D, F (720°C でそれぞれ 10·1, 9·9, 9·6×random) においてとくに発達する.

試料 A (純鉄) および Al 添加量や N 添加量が上記試料の範囲外にある試料 B, E, G では {111} への集積は弱くなる (Fig. 3).

[6] {111} 集合組織のとくに発達した試料 C, D, F において, 試料 C は {554}〈225〉を主方位とし, 試料 D, F は {111}〈110〉+{554}〈225〉を主方位とする (Fig. 5).

再結晶集合組織の測定結果は, さきに述べた組織観察の結果と対比される. すなわち試料 C と試料 D, F との主方位における差違は, 再結晶核生成過程および再結晶粒成長過程における差違による推測され, またこのことは Fe-Al-N 合金における {111} 集合組織の発達を単一の機構で説明しえないことを示唆する.

試料 A (純鉄) では {111} 集合組織はあまり発達しないが, これに少量の Al を添加した試料 B, C (Al=0.013, 0.016%) では {554}〈225〉を主方位とする {111} 集合組織が強くなり, とくに試料 C においてその発達は著しい. 試料 B, C において {554}〈225〉が発達する理由はつぎのように考えられる. 試料 B, C (type I) では回復が速く, その方位依存性も小さいために, 再結晶核の選択性が type II ほどきびしくない<sup>5)6)</sup>. したがって方位の異なる多くの再結晶核の生成を許す. これらの再結晶核の中には {554}〈225〉に近い方位のものも含まれているであろう. 一方試料 A, B, C の比較より, Al 量が増すにしたがつて再結晶粒の成長が遅くなることから, Al 添加量の少ない type I の範囲では, Al を添加することの効果は, 回復抑制効果としてよりも, 再結晶粒の成長を阻止する効果として効いていると考えられる. したがって試料 B, C における {554}〈225〉の発達は, 再結晶粒成長を阻止する効果の方位依存性により説明されるであろう.

このような方位依存性をもたらす原因として, 溶質原子による効果が考えられる\*. Aust<sup>7)</sup>らは高純度 Pb に微量の Sn を添加することにより粒界の移動速度は減少するが, そのとき対応粒界 (coincidence boundary) の移動速度の減少は一般粒界の移動速度の減少よりも小さいことを示し, 対応粒界が移動しやすいのは不純物偏析による粒界移動阻止効果が小さいからであると説明した. このような粒界移動速度の差は再結晶集合組織の発達に影響をおよぼすと考えられる. 多くの実験結果により {554}〈225〉で代表される再結晶粒は 〈110〉軸に関する

\* 微細な析出物による効果も一応考えられるが, そのような析出物の存在を仮定しても, 方位依存性をもたらす機構は明らかでない.



35° の回転で得られる {111}<110> マトリックスおよび <111> 軸に関する 30° の回転で得られる {111}<110> マトリックスの中へ発達し易いとされているが<sup>10)</sup>, このような実験事実を対応方位関係で説明しようとする試みもなされている<sup>11)12)</sup>. 以上を考慮すれば試料 C における {554}<225> の発達に溶質原子としての Al が関与している可能性が考えられる.

Al 添加量が試料 D (Al=0.062%) 程度に増加すると回復再結晶挙動は type II に移行する. 試料 D は回復再結晶過程における類似性や, 720°C においていずれも {111}<110>+{554}<225> の発達した伸長組織を有する点から, 試料 F (Al=0.060%, N=0.0053% : Type II) すなわち通常のアルミキルド鋼と同じ再結晶集合組織形成機構を有すると考えてよい<sup>13)15)</sup>.

著者らは前報<sup>5)</sup>において X 線回折線幅の解析により, アルミキルド鋼では, 熱延板で十分 AlN を析出させた場合やリムド鋼などと比較して, 回復が強く抑制されるとともに回復抑制効果の方位依存性も大きくなり, とくに {111} マトリックスでの抑制効果が顕著であることを示し, これと電顕観察結果からアルミキルド鋼における {111} 集合組織の形成機構を推定した. 白岩ら<sup>13)</sup>も同様の実験をおこない(結果の解釈は上記とはやや異なるが)アルミキルド鋼では回復過程の方位依存性が著しいことを見出ししている.

回復から核生成に至る過程の方位依存性におよぼす溶質原子やクラスターあるいは析出物の効果については, 阿部ら<sup>3)</sup>により詳細に検討されている. 彼らはアルミキルド鋼における変形結晶領域内の転位密度の差違, したがってクラスターの生成速度の差違を仮定すれば, 実験結果がよく説明されることを示した. 花井ら<sup>4)</sup>は抽出レプリカ法により, アルミキルド鋼では焼鈍過程で周知の六方晶 AlN の析出にさきだち立方晶 AlN の析出がおこることを示し, この立方晶 AlN が従来の研究においてクラスターといわれてきたものに相当すると考えた.

以上から試料 D および試料 F における {111}<110>+{554}<225> の発達は, 主として回復の方位依存性にもとづく再結晶核の選択生成に起因すると考えられる. また回復の方位依存性にはクラスター (立方晶 AlN) 析出の方位依存性が関係していると推測される.

Al 添加量が試料 D よりさらに多い試料 E (Al=0.130% : type I) では, 回復が抑制され, 再結晶初期に認められるごく少数の再結晶粒が, 昇温につれてそのまま成長するように見受けられる点は試料 D とよく似ているにもかかわらず, 720°C において {111} への集積が試料 D よりはるかに弱い. N レベルがこれらより高いアルミ

キルド鋼における結果<sup>4)</sup>から類推すれば, 試料 E は試料 D よりも Al 量が多く, 析出およびその成長が早すぎるため, {111} 再結晶核が選択的に生成されないと考えることもできる. また試料 E の熱延板粒径が試料 D のそれよりも大きいことによる影響も再検討する必要がある. 熱延板粒径の影響として, 熱延板粒径が大きい場合には {111} への集積が弱くなる<sup>14)</sup>という報告もされている.

これまでは N レベルがきわめて低い試料 A~E の場合について, 再結晶集合組織におよぼす Al 量の影響を述べてきた. つぎに試料 D, F, G (N=0.0010, 0.0053, 0.0195% : いずれも type II) を比較することにより, Al を約 0.06% 含むときの N 量の影響について触れたい.

試料 D と試料 F との再結晶集合組織に関する類似性はすでに述べたとおりであるが, 試料 G はこれらと比較して {111} への集積が弱い. このことは回復から再結晶核生成に至る過程で, 試料 D, F においてはいずれも {111} 再結晶核生成に最適の析出状態にあり, 試料 G においては最適状態からはずれていることを意味すると考えられる. 一方再結晶開始温度 (核生成温度もこれに準ずる) についてみれば, 試料 D は試料 F よりはるかに低い温度で始まり, 試料 G は試料 F よりやや高い温度で始まるもののその差は小さい (Fig. 1). これらの実験結果は同一 Al 量であつても, N 量によつて析出と再結晶の競合関係が変わり, したがって再結晶集合組織が影響をうけることを示している. N 量の影響についての詳細は本実験からは明らかでないが, 析出した AlN (立方晶<sup>4)</sup>, 六方晶) による効果とともに, AlN として析出する以前の N の挙動<sup>15)</sup>も考慮する必要があるであろう. なお本実験では Al 量の影響としては, ごく低い N レベルのものについてのみ取り上げたが, 多くの報告<sup>16)</sup>から判断すると, より高い N レベル (たとえば通常のアルミキルド鋼のレベル) においても, 低 N レベルに準じて考えることが許されるように思われる.

## 5. 結 言

Al 量および N 量の種々異なる冷延板を 50°C/hr で加熱したときの回復再結晶挙動を調べ, つぎの結論を得た.

(1) 組織観察によれば, 回復再結晶挙動は Al 量および N 量に依存して二つのタイプに区分される. type I は回復が比較的すみやかにおこるもので, 少量の Al ( $\leq 0.02\%$ ) を添加したものがこれに属する. type II は回復が抑制されるもので, 比較的多くの Al ( $\geq 0.06\%$ ) を添加したものが, または Al ( $\approx 0.06\%$ ) および N を複合添加したものがこれに属する. 両者の再結晶挙動の差違

の多くが回復挙動の差違にもとづいて説明される。

(2) 再結晶集合組織については、純鉄に少量の Al を添加する ( $Al < 0.02\%$ ) ことにより  $\{554\}\langle 225 \rangle$  への集積が著しくなり、さらに Al を増す ( $Al = 0.06\%$ ) と  $\{111\}\langle 110 \rangle + \{554\}\langle 225 \rangle$  が主方位となる。すなわち N レベルがきわめて低くても、Al を添加することによつて  $\{111\}$  集合組織を発達させることができる。しかし Al を過剰に加える ( $Al = 0.13\%$ ) と逆に  $\{111\}$  への集積は弱くなる。Al ( $= 0.06\%$ ) とともに N を複合添加した場合、N が  $0.005\%$  程度であれば  $\{111\}\langle 110 \rangle + \{554\}\langle 225 \rangle$  へ集積するが、N が過剰になる ( $N = 0.02\%$ ) と上記主方位への集積が弱くなる。

(3)  $\{111\}$  再結晶集合組織は、type I でも type II でも形成されるが、その形成機構は両タイプでやや異なるものと考えられる。type II では主として回復の方位依存性にもとづく  $\{111\}\langle 110 \rangle + \{554\}\langle 225 \rangle$  再結晶核の選択生成に起因し、type I では核生成のさいの方位選択性は小さく、むしろ再結晶粒成長過程における  $\{554\}\langle 225 \rangle$  再結晶粒の選択成長に起因すると思われる。

本研究の発表を許可された新日本製鉄(株)製品技術研究所長渡辺省三博士に深謝の意を表す。

#### 文 献

- 1) たとえば、久保寺，稲垣：日本金属学会会報，7 (1968)，p. 383
- 2) 岡本，白岩，福田：住友金属技報，14 (1962)，p. 123
- 3) 阿部，鈴木：鉄と鋼，56(1970)，p. 869
- 4) 花井，竹本，水山，佐直：鉄と鋼，57(1971)，p. 386
- 5) 市山，吉田，中川，江島，松村：鉄と鋼，56 (1970)，p. 1726
- 6) W. C. LESLIE, F. J. PLECITY, and F. W. AUL: Trans. Met. Soc. AIME, 221(1961), p. 982
- 7) W. C. LESLIE, F. J. PLECITY, and J. T. MICHALAK: Trans. Met. Soc. AIME, 221(1961), p. 691
- 8) 市山，吉田，中川，江島，松村：日本金属学会分科会第 2 回 X 線ラインプロファイル討論会予稿集 (1970)，p. 34
- 9) K. T. AUST and J. W. RUTTER: Trans. Met. Soc. AIME, 215 (1959), p. 820
- 10) たとえば，阿部：鉄と鋼，52(1966)，p. 882
- 11) J. O. STIEGLER, C.K.H. DUBOSE, R. E. REED, and C. J. McHARGUE: Acta. Met., 11(1963), p. 851
- 12) B. B. RATH and H. HU: Trans. Met. Soc. AIME, 245(1969), p. 1243
- 13) 白岩，寺崎，小玉：日本金属学会誌，35(1971)，p. 20
- 14) たとえば，松尾，速水，長島：鉄鋼基礎共同研究会，第 1 回再結晶部会提出資料，No 6 (1970)
- 15) C. ANTONIONE, G. D. GATTA and G. VENTURELLO: Trans. Met. Soc. AIME, 230(1964), p. 700
- 16) たとえば，清水，松倉，高橋，品川：鉄と鋼，50 (1964)，p. 188