

論 文

<110> 軸が圧延方向に平行な 3%珪素鋼単結晶の冷間圧延および再結晶集合組織*

橋本 修**・大橋 延夫***・藤元 克己***

Studies on the Cold Rolling and Recrystallization Textures in Single Crystals of 3% Silicon Iron Having a <110> Rolling Direction

Osamu HASHIMOTO, Nobuo OHASHI, and Katsumi FUJIMOTO

Synopsis:

Single crystals of 3% silicon iron with a common axis of $[1\bar{1}0]$ parallel to the rolling direction and with rolling planes rotated about this axis from (001) plane through angles, θ , equal to 0, 13, 22, 28, 35, 43, 55, 64, 78, and 90 degrees, were cold rolled by 60 and 80% and subsequently annealed.

After cold rolling, the initial orientations of the crystals of $0^\circ \leq \theta \leq 55^\circ$ are macroscopically maintained and the orientations of the crystals of $64^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$ are rotated into $(111)[1\bar{1}0] \sim [11\bar{2}]$. The feature of texture, the dislocation configuration and the hardness of cold rolled crystal can be explained semiquantitatively in terms of calculated shear and/or rotation components of the tensors of the displacement gradients.

Primary recrystallization at 600°C initiates earlier and proceeds more rapidly in a crystal as its initial orientation θ is approaching towards 90°. The crystals of $0^\circ \leq \theta \leq 28^\circ$ hardly recrystallize up to 1100°C and large grains having a few restricted rotational orientation relationships with cold rolled matrixes grow at the edge parts of specimens annealed at 1200°C. On the other hand, the crystals of (1) $35^\circ \leq \theta \leq 55^\circ$ and (2) $64^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$ recrystallize into the textures of (1) $\{011\} \langle 100 \rangle$ or $\{011\} \langle 2\bar{1}1 \rangle$ and (2) $\{111\} \langle uvw \rangle$ preferred orientations, respectively, after annealing at 600°C.

(Received Aug. 28, 1970)

1. 緒 言

<110> 軸が圧延方向に平行な 3%珪素鋼単結晶の冷間圧延および再結晶集合組織に関する研究は古くから行なわれているが^{1)~3)}, $\{001\}$, $\{112\}$, $\{111\}$ または $\{110\}$ のような特定の面を圧延面とする結晶を対象としたものがほとんどである。これらの研究では、この系のものは冷延後も原則として初期方位を維持するが^{3)~4)}, $\{110\}$ 結晶のみは分散が大きく³⁾⁴⁾, また 90% 程度の強冷延を行なうと $\{112\} \sim \{110\}$ 結晶の方位は $\{112\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ 方位に向かつて回転する傾向がある⁴⁾ ことが報告されている。とくに $\{001\}$ 結晶については、冷延後もその方位がきわめて安定なことや再結晶が非常に起こりにくいことが注目され、下部組織の観察によるかなり詳細な研究が行なわれている^{5)~7)}。しかし多くの研究にもかかわらず、この系の結晶の冷延による集合組織形成や性質変化の機構についてかならずしも統一的理解が確立されていると

はいえない。また冷延による初期方位の安定性や硬度などと再結晶の難易度の関係についても、実験が少数の方位結晶について個別に行なわれているのみで、そのことが再結晶集合組織形成機構の統一的理解を困難ならしめている一因となっている。

そこで本研究では、 $[1\bar{1}0]$ 軸を圧延方向に平行とし、圧延面と (001) 面とがなす $[1\bar{1}0]$ 軸まわりの回転角 θ が 0° から 90° までの間の 10 方位の 3%珪素鋼単結晶について冷延と再結晶焼鈍を行ない、まず冷延による性質変化の機構を初期方位との関係において統一的に解析考察し、個々の結晶が冷延性質上どのように位置づけられるかを知るとともに、それと再結晶性質との関係に

* 昭和43年9月本会講演大会, 昭和45年7月基礎共同研究会第1回再結晶部会にて発表
昭和45年8月28日受付

** 川崎製鉄(株)技術研究所

*** 川崎製鉄(株)技術研究所 工博

Table 1. Chemical composition of crystal (wt %).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Al	N	O
0.003	3.01	<0.01	0.001	0.001	<0.001	0.03	0.005	0.003	0.002

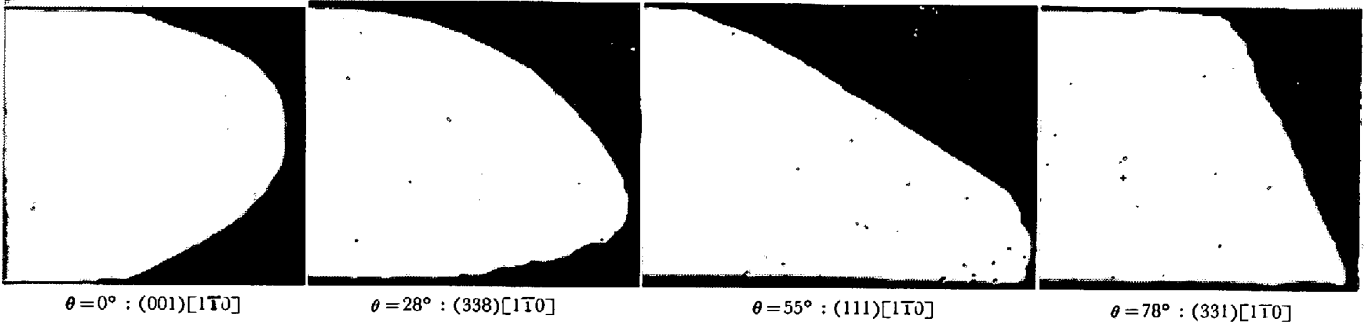


Photo. 1. Profiles of transverse side-edge sections of crystals cold rolled 60%.

ついて調べた。

なお本研究でまず $\langle 110 \rangle // RD$ 系列の結晶を対象に選んだ理由は、珪素鋼や高クロムステンレス鋼などのフェライト鋼では熱延鋼帯の中心層が圧延によって伸長した粗いフェライト粒からなり、しかもこれらのフェライト粗はそれぞれこの系列の中の1つの方位の鮮鋭な集合組織をもっていること、また軟鋼の熱延鋼帯の中心層にもこの系列の集合組織が形成されており、したがってこれらの鋼の冷延および再結晶性質を理解する上に単結晶での基礎的知識が役立つと考えられたからである。

2. 実験方法

真空溶解した3%珪素鋼鋼塊を熱間鍛造により約 $40 \times 40 \times 100 \text{ mm}^3$ のブロックとしたあと 1300°C で歪とり焼鈍を行ない、つづいて約0.7%の圧縮歪を加えたのち 1400°C の炉内をアルゴン気流中で適当な速度で動かしながら加熱することにより結晶粒を著しく粗大化させた。この粗大粒から放電切断機により、 $[1\bar{1}0]$ を圧延方向に平行とし、 (001) から (110) に至る間の10種の面すなわち (001) となす角 θ が $0^\circ, 13^\circ, 22^\circ, 28^\circ, 35^\circ, 43^\circ, 55^\circ, 64^\circ, 78^\circ$ および 90° の各面をそれぞれ圧延面に平行とする単結晶試片 ($2.0 \times 25 \times 50 \text{ mm}^3$) を切り出した。これらを酸洗して表面層を除去したのち、ロール径 50 mm の小型圧延機により潤滑油を使用して室温で60% (および一部80%) 冷延した。

冷延後の試片について、幅端部の断面形状を調べ、硬度を測定し、透過 X 線回折により冷延集合組織を判定し、さらに薄膜の電子顕微鏡観察と制限視野電子回折により下部組織での転位の分布状況と方位ならびにその分散度を確かめ、これらの実験結果と結晶の初期方位 θ とを関係づけた。

次に冷延後の試片をまず 600°C の鉛バス中で焼鈍したが、初期方位の圧延面と (001) 面とのなす角 θ が $0^\circ, 13^\circ, 22^\circ$ および 28° の結晶は10hr焼鈍後も再結晶がまったく起こらず、また 1100°C 以下の温度では再結晶が非常に起こりにくいことが確かめられたので、改めてアルゴン気流中 1200°C で1hr焼鈍し、試片の幅方向の周端部領域に成長している個々の粗大粒について Laue 法により方位を測定した。 θ が $35^\circ, 43^\circ, 55^\circ, 64^\circ, 78^\circ$ および 90° の結晶は 600°C 焼鈍試料の断面を顕微鏡観察して再結晶粒の面積占有率と焼鈍時間の関係を調べ、また同時に未再結晶部分の硬度変化も測定した。ついで板厚中心部から採取した薄片試料について透過 X 線回折法による $\{110\}$ 極点図を求め、一次再結晶終了状態での集合組織を判定した。また $55^\circ \leq \theta$ の結晶については、再結晶の初期状態での下部組織を電子顕微鏡で直接観察し、再結晶粒とそれととりまく回復部分の方位関係を制限視野電子回折像から解析した。

単結晶試片の化学分析値を Table 1 に示す。

3. 実験結果

(1) 60%冷延試片の数例について幅方向端部の断面形状を Photo. 1 に示す。 0° 結晶ではほぼ半円形であるが、他の結晶では断面全体が平行四辺形状となり、 θ の増加とともに端部が尖鋭化してくる。しかし $64^\circ \leq \theta$ の結晶ではふたたびやや鈍化する。

(2) 断面硬度を Fig. 1 に示す。冷延前の各結晶間の硬度差は最大約 10 VHN であるが、60%冷延後は RD, TD 断面とも 0° から 55° 結晶まで θ とともに硬度は急上昇しその差は約 80 VHN となつている。 θ が 55° を越えた結晶では硬度はいつたん低下し、 78° 結晶で極小値を示したあと 90° 結晶でふたたびわずかに上昇してい

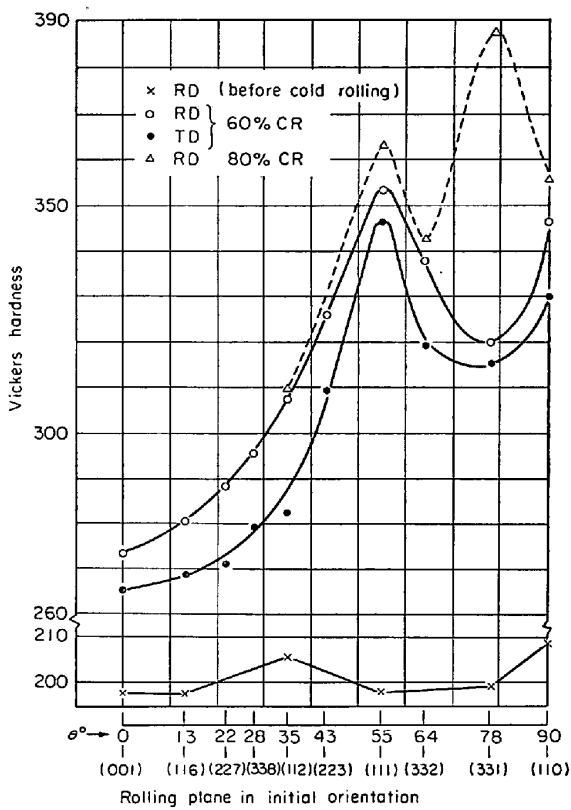


Fig. 1. Dependence of hardness of heavily cold rolled crystals on the initial orientation. RD denotes hardness measured in longitudinal cross sections, and TD in transverse cross sections.

る。80% 冷延後は 78° 結晶のみに改めて著しい硬化が起こるが、それ以外の結晶ではほとんど上昇しない。

(3) 冷延試片の中心層における集合組織の主方位を Table 2 に、そして {110} 極点図の数例を Fig. 2 に示す。

60%冷延の場合、 $\theta \leq 55^\circ$ の結晶はそれぞれの初期方位を鮮鋭に維持するが、 θ が大きいものほど分散が大きい。また $64^\circ \leq \theta$ の結晶では RD 軸まわりおよび ND 軸まわりの方位回転を起こしてほぼ {111}<110>~<112> 方位を形成しようとする傾向が認められるが、90° 結晶ではその初期方位と {111}<112> 方位にまたがる分散の大きい集合組織となっている。

80% 冷延後も 60% 冷延試片と基本的には同様であるが、55° 結晶では一部に {112}<110> 方位が現われ、また 90° 結晶では RD 軸まわりの回転がさらに進行している。

(4) 60%冷延試片の中心層における下部組織と制限視野 (0.5 μ角) 電子回折像を、0°, 55°, 78° 結晶について Photo. 2 に示す。θ ≤ 28° の結晶では大きさがだいたいそろった細い帯状転位群が TD 方向にほぼ規則的に並んでいるが、θ が大きい試片ほど転位群の形態および配列が不規則化する傾向が強い。35° 結晶では転位群がやや不規則にからみあい始め、43° 結晶では一部にセルが形成され、55° ≤ θ の結晶ではほぼ完全にセル組織となっている。一方電子回折スポットは θ ≤ 28° の結晶では非常に鮮明で分裂をまったく起こしていないが、43° 結晶では分裂の徴候が少し現われ、55° 結晶でそれがもつとも顕著となる。64° ≤ θ の結晶でもスポットはかなり分裂しているが 55° 結晶に比べるとその程度はやや小さくなる。

80% 冷延試片もほぼ同様であるが、64° ≤ θ の結晶でのセルはかなり小さくなり、また電子回折スポットの分裂は冷延後の硬度がもつとも高い 78° 試片でいちばん顕著となった。

(5) 60% 冷延試片の 600°C 焼鈍による再結晶面積

Table 2. Cold rolling textures in the central regions of crystals.

Initial orientation	Cold rolling reduction (%)	Cold rolling texture*
$0^\circ \leq \theta \leq 43^\circ : (001) \sim (223) [1\bar{1}0]$	60	Initial orientations are maintained
$\theta = 55^\circ : (111) [1\bar{1}0]$	60	The same as above
	80	{111}~{112} <110>
$\theta = 64^\circ : (332) [1\bar{1}0]$	60	{111} <112~10°>
	80	{111} <110~10°>
$\theta = 78^\circ : (331) [1\bar{1}0]$	60	{221} <110~20°>
	80	{221} <110~20°>
$\theta = 90^\circ : (110) [1\bar{1}0]$	60	{110}~{331} <110>
	80	{221} <110~10°>

* {111}<112~10°> for example stands for the texture in which a <112> direction rotates about the rolling plane normal {111} from the rolling direction by 10°.

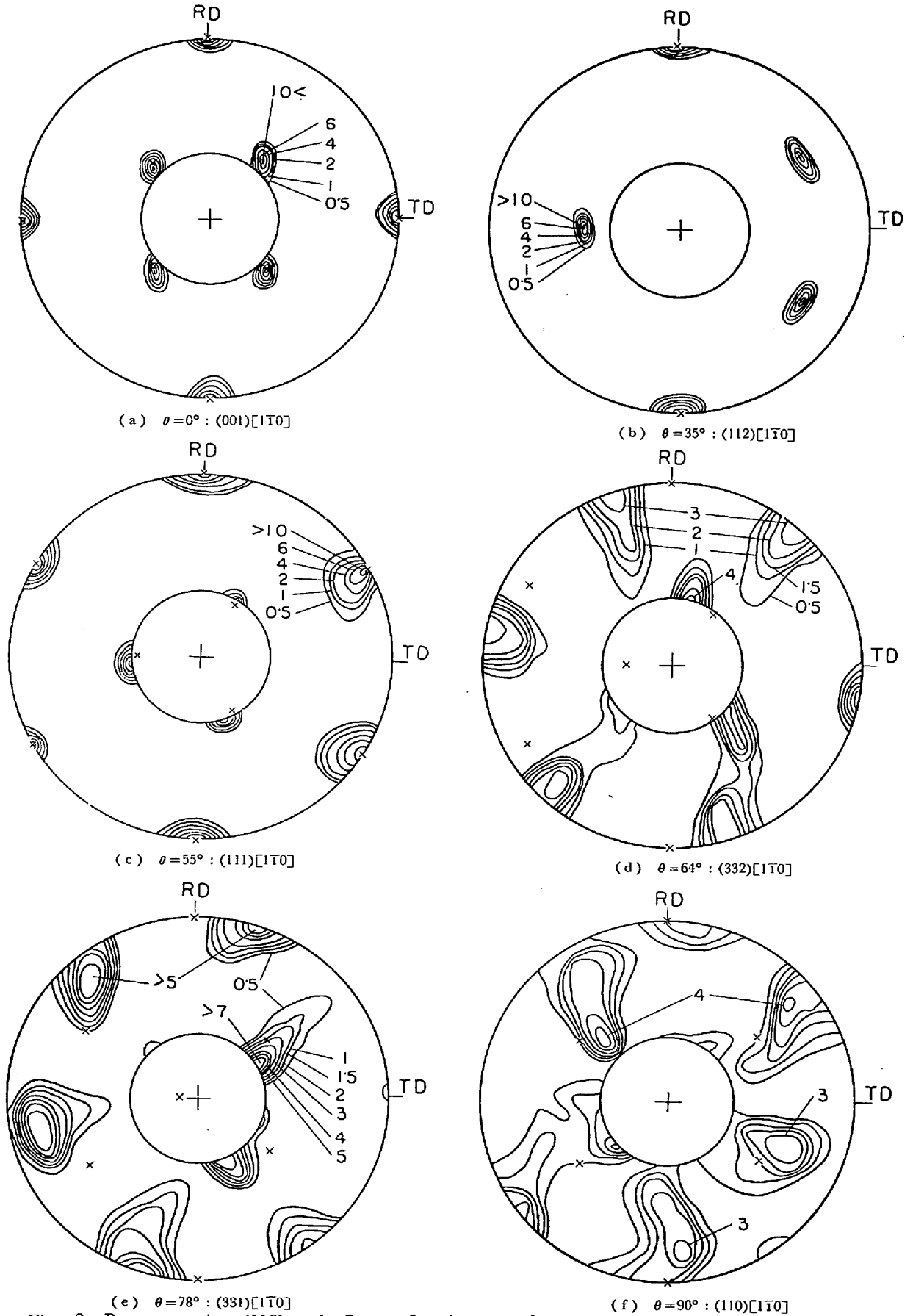


Fig. 2. Representative (110) pole figures for the central regions of crystals cold rolled 60%. Marks X give the initial orientations.

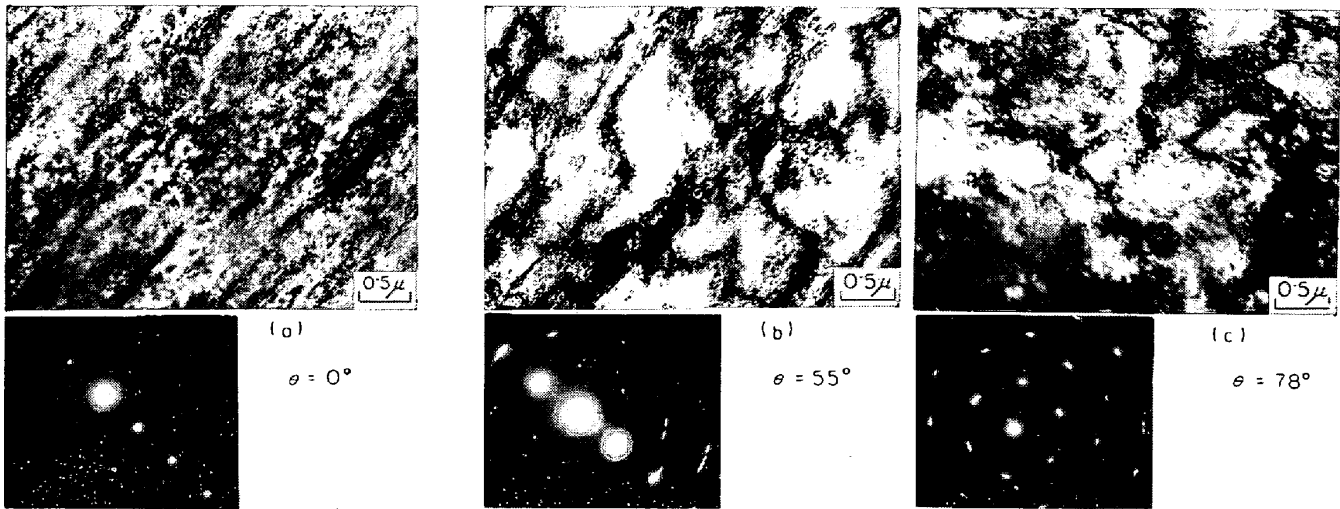


Photo. 2. Representative electron transmission micrographs and diffraction patterns for the substructures in the central regions of crystals cold rolled 60%. The foil surface is parallel to the rolling plane.

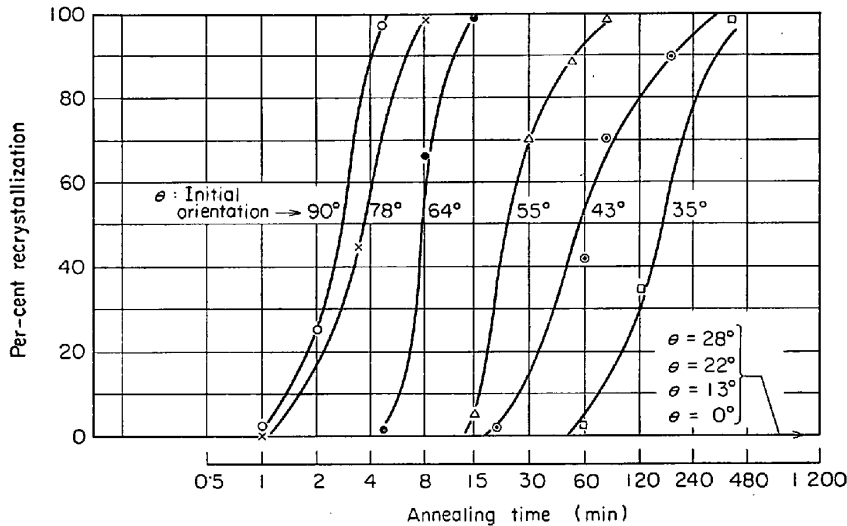


Fig. 3. Isothermal recrystallization curves for ten crystals, cold rolled 60% and annealed at 600°C.

率の時間的变化を Fig. 3 に示す。35° ≤ θ の結晶では θ が大きいものほど再結晶が早く進行し、その順序は冷延硬度 (Fig. 1) の順序と一致しないことが注目される。θ ≤ 28° の結晶は 600°C で長時間焼鈍しても再結晶粒は現われない。これらの傾向は 80% 冷延材でもまったく同じである。つぎに 60% 冷延試片の 600°C 焼鈍過程における末再結晶部分 (回復状態にある) の RD 断面の硬度変化を Fig. 4 に示す。この硬度は、冷延後の硬度が高い結晶ほどつねに高く、43° ≤ θ の結晶では再結晶粒が数%の面積を占めるようになった状態でも θ ≤ 35° の結晶の冷延硬度と同等の硬度を維持している。一方 θ ≤ 35° の結晶では、わずか 30 sec の焼鈍により著しく軟化している。

(6) 43° ≤ θ の結晶の 600°C 焼鈍による一次再結晶

終了状態での粒度は、Photo. 3 に代表例を示すように θ が小さい結晶ほど粗い。

(7) θ ≤ 28° の 60% 冷延試片は 1100°C 以下で焼鈍しても再結晶粒が現われないが、1200°C で 1 hr 焼鈍すると Photo. 4 に示すように試片の周端部近傍領域で再結晶粒の成長が起こる。そこで θ ≤ 28° の 4 結晶について、これらの再結晶粒を各試片約 9 個ずつ計 35 個任意に選びその方位を確かめたところ、そのうちの 24 個の粒はそれぞれの冷延マトリックス方位 (初期方位と同じ) に対して <110> 軸回転関係の方位となっていること、また

残りの粒のうち 5 個は <112> 軸、6 個は <123> 軸回転関係の方位となっていることがわかった。これらの粒を各軸のまわりの回転角で分類すると Fig. 5 のようになり、<110> 軸回転関係のものではその回転角が 20~30° の間にあるものが約 80% を占めている。またこれら 24 個の <110> 軸のおおのに垂直な {110} 面を、冷延時におけるその面上のすべり系の S(θ) 値 (後述 Fig. 9) の相対的大きさ (ある一つの結晶で S(θ) の最大値 S(θ)_{max} に対する比) で分類すると Fig. 6 のようになり、冷延時にすべりが比較的起こりやすいと考えられる {110} 面に垂直な軸が回転軸となっている傾向が認められる。<112> および <123> 軸回転関係のものは数が少なく、上述のような傾向は明確でない。

(8) 35° ≤ θ の結晶の一次再結晶終了時における板

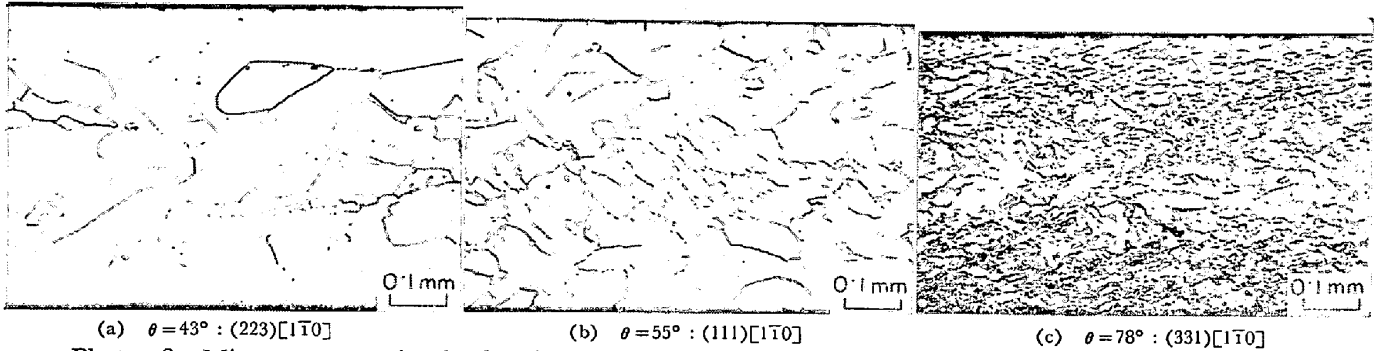


Photo. 3. Microstructures in the longitudinal cross sections of three crystals of $\theta = 43^\circ, 55^\circ$ and 78° after completion of primary recrystallization.

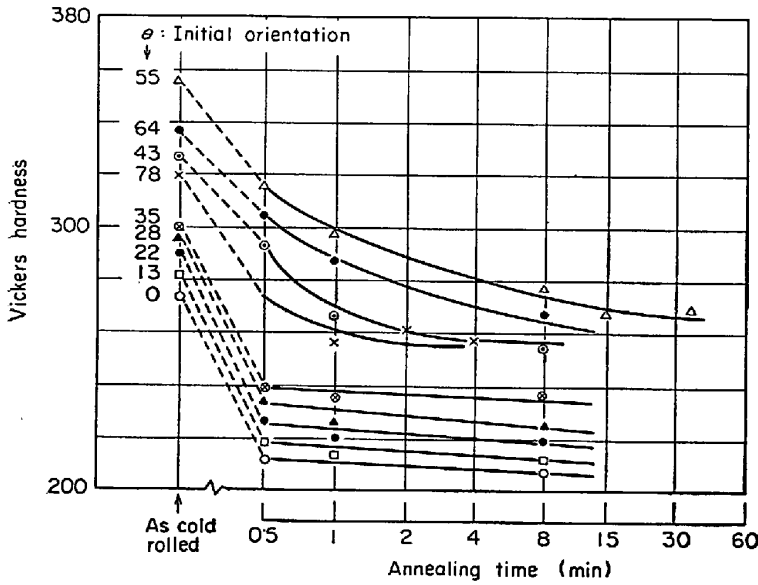


Fig. 4. Change in hardness of unrecrystallized (recovered) matrixes in the crystals shown in Fig. 3 during annealing at 600°C .

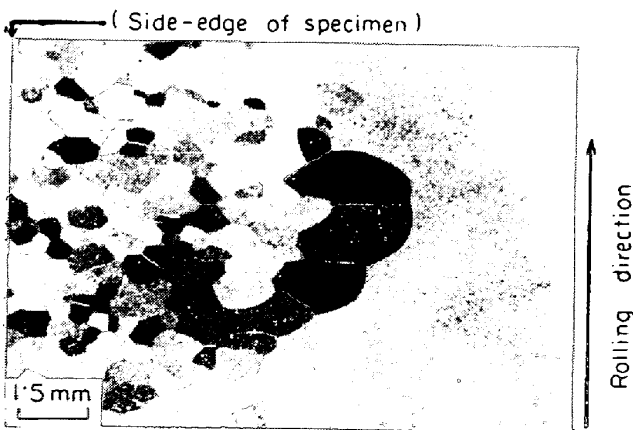


Photo. 4. Macroscopic structure on the rolling surface of the crystal of $\theta = 28^\circ$, cold rolled 60% and annealed at 1200°C for 1 hr.

厚中心部の集合組織を{110}極点図で Fig. 7 に示す。ここで 35° 結晶のみは再結晶粒が非常に粗くなり集合組織を調べるには不適當であつたので、別に用意した大気

溶解材 (C=0.011%, S=0.008%, N=0.002%, Si=3.4%) から作成した単結晶についての実験結果¹²⁾を示す。この 35° 結晶には $[011]\langle 100 \rangle$ 組織の存在が認められ、また 43° 結晶ではこの方位の集積が非常に強い。[本実験と別に行なつた 17Cr 鋼単結晶 (真空溶解材) の 35° および 55° 結晶の一次再結晶集合組織中にもこの方位の集積が認められた¹²⁾.] 55° 結晶には $\{021\}\langle 3\bar{1}2 \rangle$ 方位の集積があり、また 80% 冷延材の焼鈍組織にもこの方位の強い集積が認められた。 64° 結晶は $\{130\}\langle 001 \rangle$ の集積が強く、また 78° と 90° 結晶は $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle \sim \langle 1\bar{1}0 \rangle$ の組織となっているが、 90° 結晶のほうが分散が大きい。

(9) $55^\circ \leq \theta$ の結晶の再結晶初期状態における下部組織には、Photo. 5 に示すように方位がほぼそろっている微細な回復粒にとり囲まれた再結晶粒が観察される。この両者の方位関係を 48 例について測定した。その結果回復マトリックスについてはこれらの試片の巨視的な冷延集合組織における主

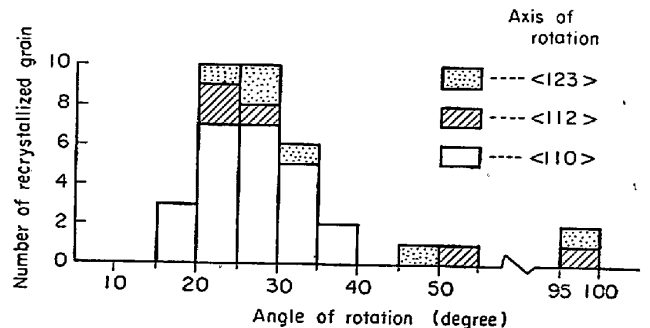


Fig. 5. Histogram of the angle of rotation between recrystallized grains and cold rolled (and recovered) matrixes in the crystals of $0^\circ \leq \theta \leq 28^\circ$, cold rolled 60% and annealed at 1200°C for 1 hr.

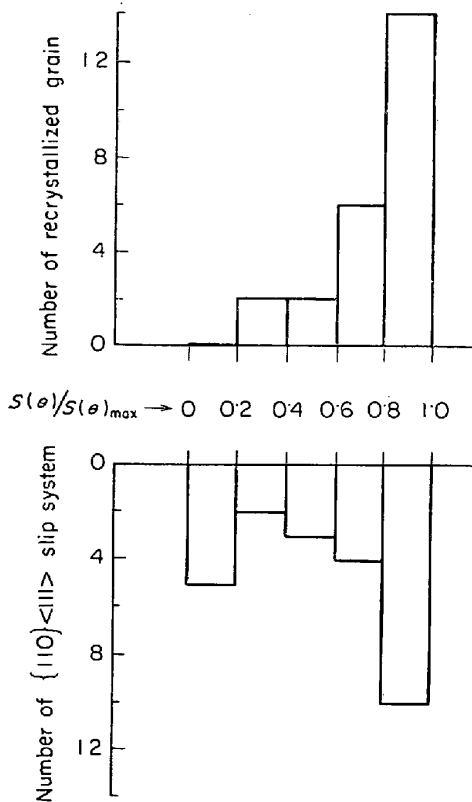


Fig. 6. (Above) : Number of recrystallized grains having orientations of rotation relationships about <110> axes with cold rolled (and recovered) matrixes (Specimens are the same as in Fig. 5).

vs. $S(\theta)/S(\theta)_{\max}$ ratio for the $S(\theta)$ value of the {110}<111> slip system normal to each <110> rotation axis.

(Below) : Number of {110}<111> slip systems described above, vs. $S(\theta)/(\theta)_{\max}$ ratio.

要成分と一致して、試料面(圧延面と平行)に {111} 面が平行である部分が多く観察されるが、そのような部分に発生している再結晶粒は周辺の回復マトリックスの試料面に垂直な <111> 軸のまわりに回転した方位である例が多く(全体の約 35%), しかもそのほとんど(約 88%) は 13°, 22° あるいは 28° の回転関係にあることがわかった。この関係以外の場合はその大半(全体の約 54%) が回復マトリックスの <110>, <112> もしくは <123> 軸のまわりの回転関係にあり, 前述の $\theta \leq 28^\circ$ の場合と類似しているが, その回転角は <110> 軸の場合 10°~34°, <112> 軸の場合 24°~90° そして <123> 軸の場合 34°~70° と広い範囲に分散している。

4. 考 察

冷延試片の諸性質は $\theta = 55^\circ$ を境にして大きく異なり, その両側の各領域では θ に依存して連続的に変化し

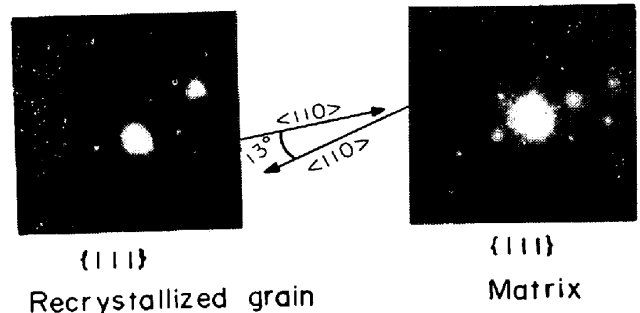
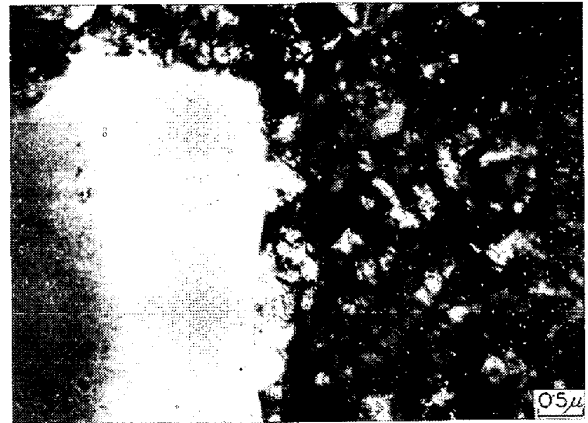


Photo. 5. Representative transmission electron micrograph for the substructures in the crystals of $55^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$, cold rolled 60% and annealed at 600°C for very short time.

ている。そこで冷延による結晶の変形機構を解析することによりこの問題について考察してみよう。

まず Fig. 8 に示す座標系を考え, 圧延の際結晶には, X, Y および Z 方向にそれぞれ $\alpha\sigma$, $\beta\sigma$ および σ (ただし一般に $0 < \alpha < \beta < 1$, $2\beta \leq \alpha + 1$ と考えられる) なる圧縮応力⁹⁾ が作用すると仮定すれば, あるすべり系 (HKL) [UVW] (XYZ 座標系での単位ベクトル表示) に働く剪断応力は次のようになる。

$$\begin{aligned} \tau_{(HKL)} [UVW] &= -\sigma \{ (\alpha - \beta) HU - (\beta - 1) LW \} \\ &= c \cdot \sigma (mHU - LW) \\ &= c \cdot \sigma \cdot S(\theta) \dots \dots \dots (1) \end{aligned}$$

ただし $c = 1 - \beta$, $m = (\beta - \alpha) / (1 - \beta)$

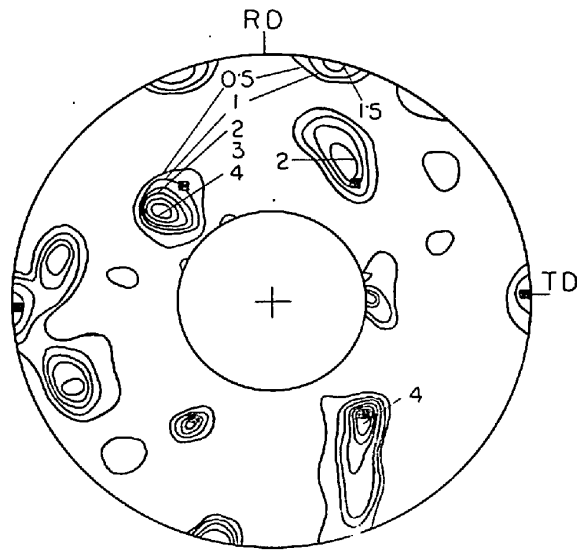
本実験での供試片の場合, 一般に知られている 48 個の全すべり系はすべり方向が [111] および [111] のもの(圧延方向の成分をもつので以後 RD 系と記す)と, [111] および [111] のもの(圧延方向の成分をもたないので以後 TD 系と記す)のおおの 24 個ずつに分けられる。そして (1) 式における HU は, RD 系では θ に関係なく一定, TD 系では同じく 0 となるが, LW はいずれも θ の関数となる。m はロールや試片の寸法などの圧延条件(そして厳密には試片方位)によつて定まる定

数で一般には $0 < m \leq 1$ と考えられる。さて、大部分のすべり系はまったく同一の $S(\theta)$ 値をもつ 2 個ずつの系で対をなしているの、それらの対はつねに同等に活動するものと仮定し、ある一対のすべり系 (p) のそれぞれに $d\gamma$ なるすべりが生じたときこの対の活動による試片の変位勾配テンソル $D_p(\theta)$ [XYZ 座標系で表示] を対称ならびに反対称テンソルの 2 項に分けて計算 (一次近似) すると一般に (2) 式のような形となる。

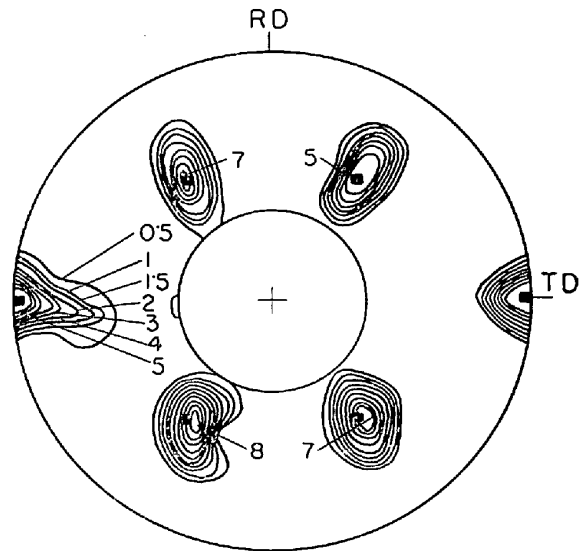
$$D_p(\theta) = d\gamma \left[\begin{pmatrix} \epsilon_{XX} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{YY}(\theta) & \gamma_{YZ}(\theta) \\ 0 & \gamma_{ZY}(\theta) & \epsilon_{ZZ}(\theta) \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -r_{YZ} \\ 0 & r_{ZY} & 0 \end{pmatrix} \right]_p \dots\dots\dots (2)$$

したがって巨視的には、X、Y、Z、3 軸方向の伸歪とともに剪断歪 $d\gamma \cdot r_{YZ}(\theta)$ と X (RD) 軸のまわりの回転

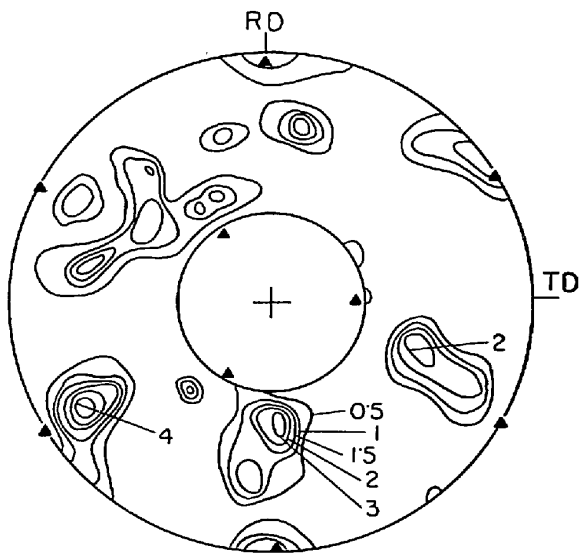
$d\gamma \cdot r_{YZ}$ が生ずべきことになる。しかし実際に活動するすべり系が RD 系のものならば ϵ_{XX} が有限の値となるが TD 系のものならば 0 となり、少なくとも後者の場合は初期方位を維持したまま圧延方向へ伸びることはできない。そこで単純に、冷延のある段階までは初期方位における $S(\theta)$ 値の大きいすべり系が活動しやすいと仮定すると、(1) 式の m が 1 に近いときは θ のほとんど全範囲で RD 系が、また m が 0 に近いときは同じく TD 系がそれぞれ活動しやすいことになり、いずれも実験結果を説明するのに無理が生ずる。実際には m はその中間の値をとる (巨視的には試片にいくらかの幅広がり を許すことを意味する) と考えられ、仮に本実験条件では、 $m = 1/3$ とすれば $S(\theta)$ 値の大きい数種のすべり系 (対) の $S(\theta)$ 値と θ の関係は Fig. 9 のようになる。



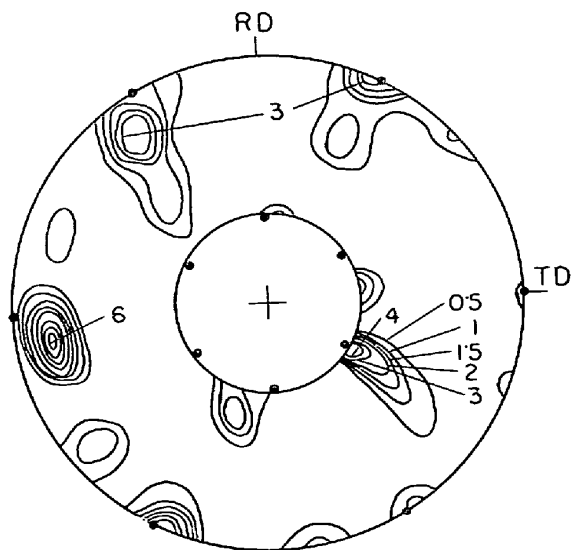
(a) $\theta = 35 : (112)[1\bar{1}0]$



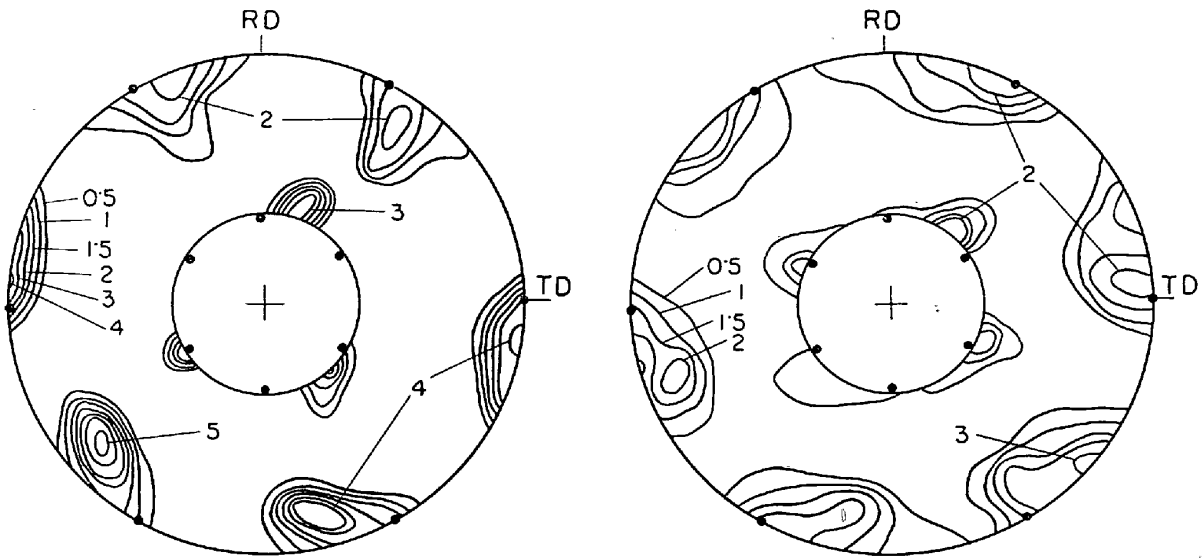
(b) $\theta = 43 : (223)[1\bar{1}0]$



(c) $\theta = 55 : (111)[1\bar{1}0]$



(d) $\theta = 64 : (332)[1\bar{1}0]$



(e) $\theta=78 : (331)[1\bar{1}0]$

(f) $\theta=90 : (110)[1\bar{1}0]$

Fig. 7. (110) pole figures for the central regions of primary recrystallized crystal of $35^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$, cold rolled 60% and annealed at 600°C . Marks \blacksquare , \blacktriangle and \bullet give the orientations $\{011\}\langle 100 \rangle$, $\{111\}\langle 110 \rangle$ and $\{111\}\langle 112 \rangle$, respectively. The figure for $\theta=35^\circ$ is obtained on the crystal of another series melted in air.

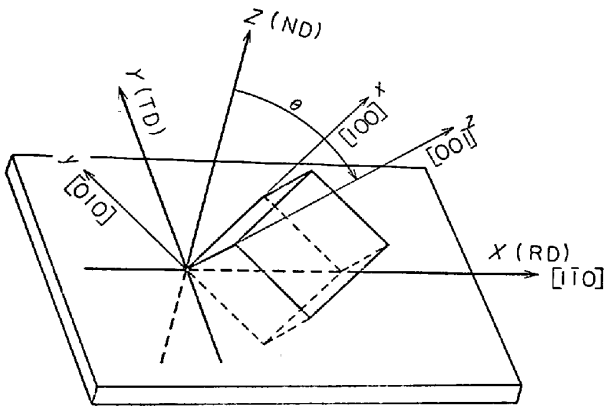


Fig. 8. Coordinate systems. XYZ denotes specimen (rolling) coordinates, and xyz crystal (unit cell) coordinates.

さて $\theta \leq 55^\circ$ の結晶では 80% 冷延後も初期方位が維持されているのでこの冷延段階まで基本的には初期方位に関する解析が成立すると考えられる。そこで、どのすべり系も臨界剪断応力が同一とし、また計算の便宜上、ある一つの結晶では Fig. 9 での $S(\theta)$ 値の最大のものから 0.1 低いものまでのすべり系全部 (n 対) がそれぞれの $S(\theta)$ 値の相対的大きさに比例して活動するものと仮定すると、ND 方向の単位板厚減少に伴って発生すべき試片全体としての剪断歪 $\Gamma_{YZ}(\theta)$ と方位回転量 $R_{YZ}(\theta)$ は (3) および (4) 式のように表わせる。

$$\Gamma_{YZ}(\theta) = \sum_{p=1}^n \{\gamma_{YZ}(\theta) \cdot S(\theta)\}_p / \sum_{p=1}^n \{\epsilon_{ZZ}(\theta) \cdot S(\theta)\}_p \quad \dots\dots\dots (3)$$

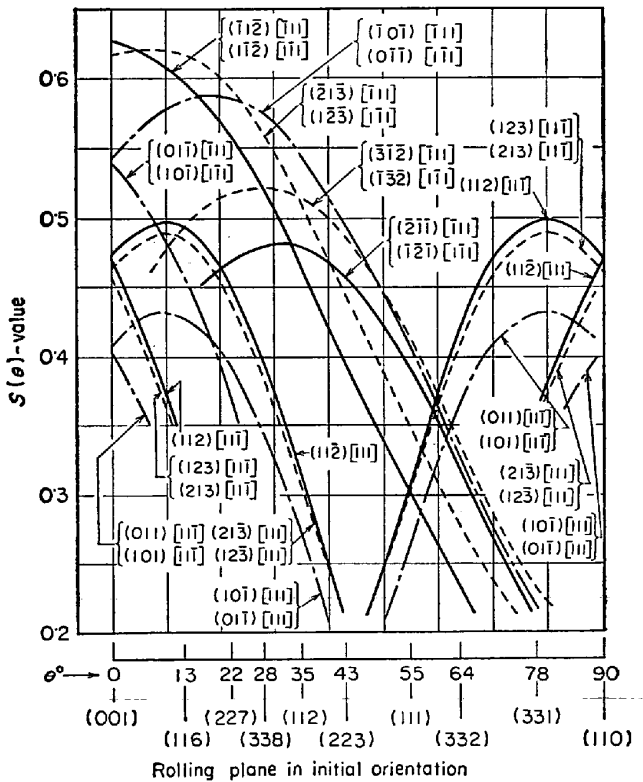


Fig. 9. Dependence of S value on the initial orientation, θ .

$$R_{YZ}(\theta) = \sum_{p=1}^n \{-r_{YZ} \cdot S(\theta)\}_p / \sum_{p=1}^n \{\epsilon_{ZZ}(\theta) \cdot S(\theta)\}_p \quad \dots\dots\dots (4)$$

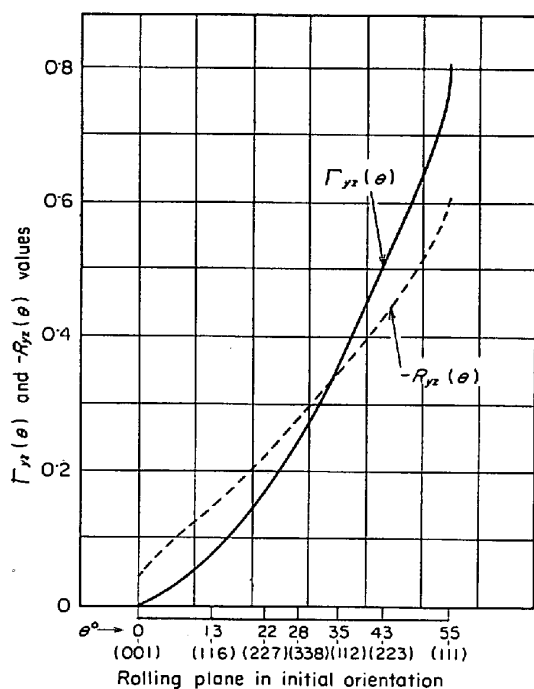


Fig. 10. Dependence of R and I values on the initial orientation, θ .

これらの値は Fig. 10 に示すように θ とともに増加することがわかる。したがって試片の周辺以外の部分では、これらの歪や回転が結晶内に導入された転位によって局部的に分散されていると解釈すると、 θ の増加とともに冷延硬度が上昇し、集合組織の分散や電子回折スポットの分裂が大きくなることが理解できる。

なお各結晶の明りような初期方位保持性あるいは $\theta \leq 35^\circ$ の結晶での巨視的な転位配列などを考慮すると、活動に伴う r_{yz} が常に 0 となる $(112)[111]$ および $(112)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ のすべり系(対)が、たとえその $S(\theta)$ 値が相対的に最大でなくても優先的に活動している可能性が示唆される。この場合でも、その活動に伴う歪(たとえば $d\gamma \cdot r_{yz}(\theta)$) 量や $S(\theta)$ 値の θ 依存性を考えると、他のすべり系が“二次的”に活動する機会が θ が大きいものほど大きくなると考えられるのでやはり実験結果を説明できる。一方試片の周辺部では拘束が少ないため、すべりに伴う歪は大体そのまま試片の形状変化となつて現われ、Photo. 1 に示したように幅端面は θ の増加とともに尖鋭化することがわかる。

$64^\circ \leq \theta$ の結晶の 60% 冷延硬度は 55° 結晶に比べていずれも低く、また幅端面の尖鋭化もそれほど著しくない。これは Fig. 9 によると TD 系の $S(\theta)$ 値が RD 系に比べて著しく大となるので、冷延初期でこれらが活動すれば必然的に方位回転を起こさざるを得ないが、そのために内部歪の蓄積は 55° 結晶よりかえつて少なくなるた

めと考えられる。この場合 64° 結晶では RD 系も一部活動する可能性があり、また 90° 結晶では TD 系のみではあるが XZ 平面に関する対称性がよくなるので、いずれも方位回転に抵抗を生じ(事実 90° 結晶では冷延極点図の一部に初期方位が残っている)、一方 78° 結晶では活動すべり系が TD 系のみでしかも対称性が悪いため方位回転は容易に起こると考えられる。このため冷延率が比較的低い(たとえば 60%) ときはこの結晶の硬度が極小となるが、冷延率が大きくなる(たとえば 80%) と 64° や 90° 結晶では回転がつづいて起こるのに対し、 78° 結晶では回転後の方位 $\{111\}\langle 112 \rangle \sim \langle 110 \rangle$ での冷延率が大きくなるため硬度は逆に極大値となるものと解釈できる。

つぎに冷延試片を焼鈍すると、 $\theta \leq 28^\circ$ の各結晶はいずれも直ちに回復軟化するが再結晶は非常に起こりにくく、 $\theta = 0^\circ$ 結晶に関する多くの研究結果^{5)~7)}と類似している。これに対し $35^\circ \leq \theta$ の結晶はいずれも 600°C で再結晶が起こる。この場合 Fig. 3 に示したように θ が大きい結晶ほど再結晶が早く進行するが同時に粒度も小さいことに注目すると、この相違は再結晶粒の成長速度の差よりもむしろその核発生密度の差に起因していると考えられる。一方冷延硬度 (Fig. 1) をみると、 55° 結晶は 60% 冷延材中でもつとも硬いが、その再結晶はこれより θ が大きくて硬度の低いどの試片よりもおそく、かつ再結晶粒が粗い。また 55° 結晶では、冷延下部組織の局所における微細な方位分裂 (Photo. 2 (b)) はあるが巨視的な冷延集合組織 (Fig. 2 (c)) は初期方位のままかなり鮮鋭に保持されているのに対し、 $64^\circ \leq \theta$ の結晶では冷延により巨視的な方位回転が起こりそのため分散が非常に大きくなっている (Fig. 2 (d), (e), (f))。これらのことは、一次再結晶集合組織の主方位を形成する再結晶粒の発生のしやすさが冷延硬度の上昇をもたらしている、たとえば試片全体の平均的な蓄積エネルギーの増加というような要素と単純には結びつけられず、基本的には冷延試片の下部組織の構造そのものによつて規制されていることを示唆している。

その意味で $\theta \leq 28^\circ$ の結晶は冷延組織の構造が均一でありしかも焼鈍に際してマトリックスの回復軟化が早い (Fig. 4) ため再結晶粒は数も少なく成長もしにくいと考えられ、これに対し冷延による組織の乱れがおそらく大きい試片端部から高温焼鈍によりはじめて新しい粒が発生することがうなずける。なお DUNN ら⁸⁾ は $\langle 110 \rangle // \text{RD}$ 系列の数種の結晶について同様の実験を行ない、やはり $\langle 110 \rangle$ 軸まわりの回転関係を得ておりその機構を CAHN¹⁰⁾ のモデルに基づいて考察している。しかし本

実験で得られたいくつかの〈110〉回転軸は、もし{112}すべりに基づくものとすればそれらはいずれも比較的活動しにくかったと考えられるものばかりであり、またもし{110}面上の二重すべりに基づくものとする、本系列の結晶の場合RD系とTD系のすべり系が同等に働くと考えねばならず、いずれも説明が困難である。これらの粒は試片端部から発生成長したもので活動すべり系に関する単純な取り扱いが困難であること、またこれらの粒は“成長した”粒でありしかも成長しやすいことがよく知られている〈110〉軸まわりの25°回転に近い方位のものが多かったことを考えると、発生したすべての再結晶核の方位がFig. 5のように整理されるとは限らない。しかしFig. 6に示したように、 $S(\theta)$ 値が大きい{110}すべり面に垂直な軸のまわりの回転関係をもつものが多かったことは、もし冷延時のすべりが主としてらせん転位の活動によつて起こつたとするとこの関係の方位をもつ部分が形成される可能性がある、これらの再結晶核の多くはやはり冷延時の特定のすべり系の活動と関連して発生したと考えることができる。なお田岡らの $\theta = 0^\circ$ 結晶に関する実験結果(文献⁴⁾の2部のFig. 7)についても同様な解釈が可能ではなからうか?

つぎに $35^\circ \leq \theta \leq 55^\circ$ の結晶については、 $35^\circ \leq \theta$ の結晶で $S(\theta)$ 値(Fig. 9)が新しく大きくなる(2 $\bar{1}\bar{1}$)[$\bar{1}11$]または($\bar{1}2\bar{1}$)[111]すべり着目すると、冷延時にもしこれらがおのおの独立に活動した組織部分があつたとすれば、そこはマトリックスに対しそれぞれ{011}または{101}軸のまわりの回転を生じ、{011}〈100〉方位に近い方位をもつ領域が形成される可能性がある。たとえば55°結晶では(011)[2 $\bar{1}\bar{1}$]または(101)[2 $\bar{1}\bar{1}$]方位をもつ部分の形成が予想されるが、田岡らの得た再結晶集合組織(文献⁴⁾の2部のFig. 16)にはこの方位へのそして本研究の結果(Fig. 7(c))にもこれに近いほぼ集積が、{021}〈3 $\bar{1}\bar{2}$ 〉方位への集積がみられ、その可能性のあることが示唆される。さらにこのような方位をもつ部分がND軸のまわりに回転するとほぼ{011}〈100〉方位(あるいはそれに近い方位)となるが、実際35°と55°結晶の再結晶集合組織にこれらの方位への強い集積が認められるものもあり、とくに43°結晶の場合には鮮鋭な{011}〈100〉方位が形成される例の多いことが注目される。このことについては別報¹²⁾で詳述する。

$55^\circ \leq \theta$ の結晶の再結晶初期には、〈111〉軸//ND方位の回復領域内でその〈111〉軸のまわりに回転した方位の再結晶粒が多く観察された。一方これらの結晶の冷延および再結晶集合組織(Fig. 2およびFig. 7)はいずれも圧延面に平行な{111}面の集積がかなり強い。したが

つて上記の方位関係の再結晶粒はおそらく多数発生し、全体として再結晶が早く進行した(粒が細かかった)のもこのためであろう。もちろん回復領域の軟化がおそいこともこれらの再結晶核の成長によつて有利な条件である。なおかなりの比率で観察された〈111〉軸まわりの13°、22°、28°回転関係は、結晶成長に関するcoincidence lattice site理論によつて有利な関係の一つである¹¹⁾。

以上を総括すると、一次再結晶集合組織の主要成分およびその集積度は、結晶の純度や冷延率あるいは焼鈍温度などによつてももちろん影響を受けるが、基本的には冷延マトリックスの微視的な組織構造とその中に分散して同時に形成される“異方位領域”の種類と分布、そして最終的にはそれらとマトリックスの再結晶のしやすさによつて定まることが強調できる。

5. 結 論

(1) 冷延試片の幅端部の断面形状は、半円形の $\theta = 0^\circ$ 結晶を除きほかはいずれも梯形状となり、55°結晶までその尖鋭度が一様に増大するが、 $64^\circ \leq \theta$ の結晶ではやや鈍化する。

(2) 60%冷延試片の硬度は、最低値の0°結晶から最高値の55°結晶まで急上昇するが、64°結晶ではわずかに低下し、78°結晶で極小値となつたあと90°結晶ではふたたびやや上昇する。80%冷延後は78°結晶が逆に最高値となるが他の結晶では大きな変化がない。

(3) $\theta \leq 55^\circ$ の結晶は冷延後も巨視的にはその方位が変わらないが、 θ が大きいものほど分散が大となる。 $64^\circ \leq \theta$ の結晶では回転が起こり、{111}〈1 $\bar{1}$ 0〉~〈112〉方位へと向かう。冷延率が60%と80%とではいずれの結晶でも集合組織に基本的な相違はない。

(4) 60%冷延試片の下部組織における転位群は、 $\theta \leq 35^\circ$ の結晶では圧延方向に直交して規則的に帯状配列し電子回折スポットも鮮明であるが、 $43^\circ \leq \theta$ の結晶ではセル組織となり回折スポットも分裂しはじめその度合は55°結晶で最大となる。セルサイズは冷延率が高くなると小さくなる。

(5) 以上の結果をもたらし機構について、いくつかのすべり系の活動を仮定したときに解析される結晶の変位勾配テンソル中の歪あるいは回転成分と θ の関係から考察を行なつた。

(6) 一次再結晶は冷延組織における微視的な乱れが大きいものすなわち初期方位の θ が大きいものほど容易に起こりそして粒が細かい。しかし再結晶の起こりやすさの順序は必ずしも冷延硬度の順序とは一致しない。

(7) $\theta \leq 28^\circ$ の結晶は冷延後の組織構造が均一なため、かなり高温でも再結晶は起こりにくいが、 1200°C 焼鈍により試片端部にのみ再結晶領域が形成される。これらの方位は冷延 (回復) マトリックスに対する $\langle 110 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ あるいは $\langle 123 \rangle$ 軸回転関係にあり、そのなかでも特定の $\langle 110 \rangle$ 軸まわりに $20 \sim 30^\circ$ 回転したものが多い。

(8) $35^\circ \leq \theta \leq 55^\circ$ の結晶では、 $\{011\}\langle 2\bar{1}1 \rangle$ あるいは $\{011\}\langle 100 \rangle$, もしくはそれらに近い方位の再結晶集合組織となる例が多い。これらの再結晶核は冷延時に特定の $\{211\}\langle \bar{1}11 \rangle$ すべり系が活動することによつて生成されることが示唆されるが、詳細は別報¹²⁾する。

(9) $55^\circ \leq \theta$ の結晶の再結晶集合組織は一般に冷延集合組織とほぼ同様に板面と平行な $\{111\}$ 面の集積が強いが、再結晶初期の下部組織には試料面 (圧延面) に垂直な $\langle 111 \rangle$ 軸をもつ回復領域のなかにその軸のまわりの特定の回転方位をもつ再結晶粒が多く見いだされ、これらの粒の核発生密度が大きかつたためと考えられる。

文 献

- 1) C. G. DUNN: Acta Met., 2 (1954), p. 173
- 2) P. K. KOH and C. G. DUNN: Trans. Met. Soc. AIME, 212 (1955), p. 401
- 3) J. L. WALTER and W. R. HIBBARD, Jr.: Trans. Met. Soc. AIME, 212 (1958), p. 731
- 4) T. TAOKA, E. FURUBAYASHI, and S. TAKEUCHI: Trans. ISIJ, 6 (1966), p. 290, 7 (1967), p. 95
- 5) H. HU: Recovery and Recrystallization of Metals, Ed. by L. HIMMEL, [John Wiley and Sons, Inc.] New York, (1963), p. 311
- 6) Y. TANEDA: Jap. J. Appl. Phys., 4 (1965), p. 16
- 7) 和田, 松本, 黒木: 日本金属学会会誌, 32 (1968), p. 767
- 8) C. G. DUNN and P. K. KOH: Trans. Met. Soc. AIME, J. Metals, 8 (1956), p. 1017
- 9) 鉄鋼技術共同研究会編: 圧延理論と変形抵抗 誠文堂新光社, 東京, 昭和35年, p. 6~27
- 10) R. W. CAHN: J. Inst. Metals, 76 (1949), p. 121
- 11) M. L. KRONBERG and F. H. WILSON: Trans. Met. Soc. AIME, 185 (1949), p. 501
- 12) 橋本, 大橋, 藤元: 鉄と鋼, 57(1971)7, p. 1167