

論 文

〈110〉軸が圧延方向に平行なフェライト鋼単結晶での
{011}〈100〉一次再結晶集合組織の形成*

橋本 修**・大橋 延夫***・藤元 克己***

Formation of {011}〈100〉 Primary Recrystallization Texture in
Single Crystals of Ferritic Iron Alloys Having a 〈110〉 Rolling
Direction

Osamu HASHIMOTO, Nobuo OHASHI, and Katsumi FUJIMOTO

Synopsis:

Single crystals of 3% silicon iron and 17% chromium iron alloys with a common [110] axis parallel to the rolling direction and with a rolling plane rotated about this axis from (001) plane through angles, θ , equal to 35, 43, 45, and 55 degrees were cold rolled by 60, 70 and 80% and annealed at 600, 700, 800, and 1100°C.

After cold rolling, initial orientations are macroscopically maintained. In the substructures of cold rolled matrixes, the small abnormal regions in which deformation proceeds by single slipping on the particular one of the slip systems having high Schmid factors are observed. The frequency of the formation of these abnormal regions is higher as θ of crystals and/or the reduction of cold rolling are increased.

The primary recrystallization textures of the crystals are approximately {011}〈100〉 or {011}〈211〉, and the sharpness of {011}〈100〉 texture becomes maximum in the 3% silicon iron crystals of θ equal to about 45°, cold rolled 60% and annealed at 600°C. In the very early period of annealing, {011} recrystallization embryos are observed in the abnormal regions mentioned above.

(Received Aug. 28, 1970)

1. 緒 言

[110] 軸を圧延方向に平行とする 3%珪素鋼単結晶の冷延および再結晶性質について前報¹⁾に述べたが、初期方位の圧延面が (001) 面となす角を θ としたとき、 $35^\circ \leq \theta \leq 55^\circ$ の結晶すなわち初期方位が (112)[110] から (111)[110] の間の結晶は、冷延焼鈍後 {011}〈100〉もしくはその近傍方位の優先した一次再結晶集合組織を形成すること、そしてその傾向はだいたい $\theta = 45^\circ$ 付近の結晶でもつとも顕著であることがわかった。

{011}〈100〉一次再結晶集合組織の形成とその機構については、いままで〈110〉方向が圧延方向と直角な系の結晶について多くの研究^{2)~6)}が行なわれているが、〈110〉方向が圧延方向と平行な系の結晶についてはまったく知られていない^{7)~12)}。また前報¹⁾で明らかにしたように、 $\theta \leq 55^\circ$ の結晶は冷延 (80%) 後も初期方位が保たれるが、 $\theta < 約 35^\circ$ の結晶では下部組織が非常に均一

なため in-situ の再結晶¹³⁾を起こすのみで、初期方位と異なる方位をもつ再結晶粒は非常に発生しにくい。また θ が 55° に近い結晶では冷延下部組織の乱れが大きくなるため再結晶は容易に起こるが一次再結晶集合組織の優先方位は集積の弱いものとなる。これに対し初期方位が $\theta = 45^\circ$ 近傍の結晶は、冷延下部組織が比較的均一でありしかも一次再結晶集合組織は鮮鋭な {011}〈100〉優先方位を形成するので、再結晶核の形成と成長に関する知見を得るためには好適な方位の結晶と考えられた。

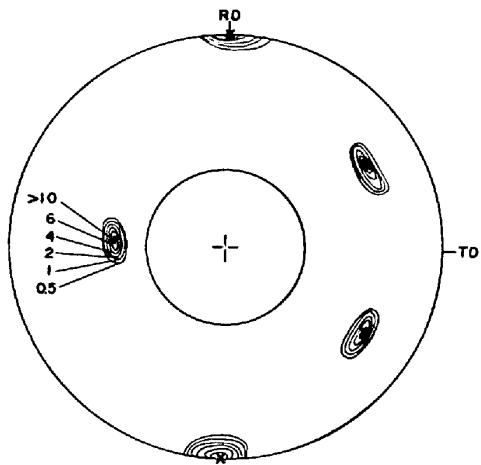
これらの理由により、前報につづき $\theta = 35^\circ, 43^\circ, 45^\circ$ および 55° 、とくに $\theta = 45^\circ$ の (557)[110] 結晶についてさらに詳細な研究を行なった。

* 昭和44年10月本会講演大会

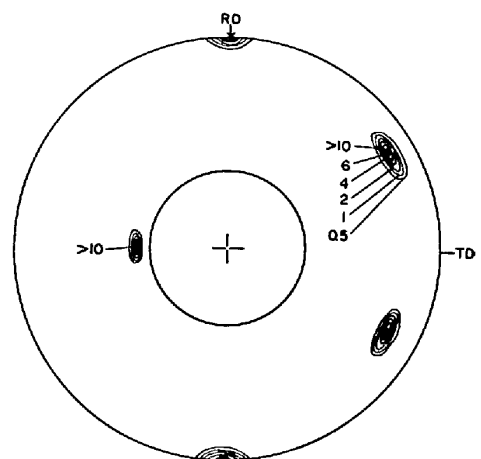
昭和45年7月基礎共同研究会再結晶部会にて発表
昭和45年8月28日受付

** 川崎製鉄(株)技術研究所

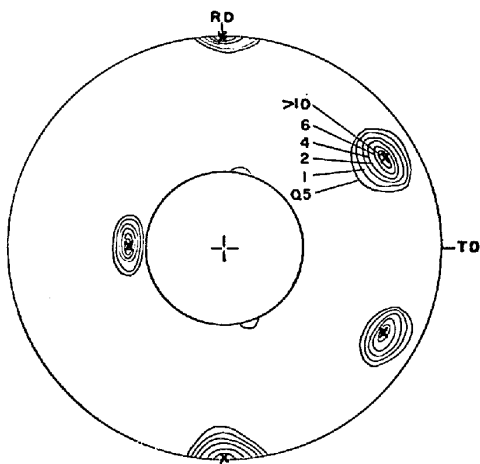
*** 川崎製鉄(株)技術研究所 工博



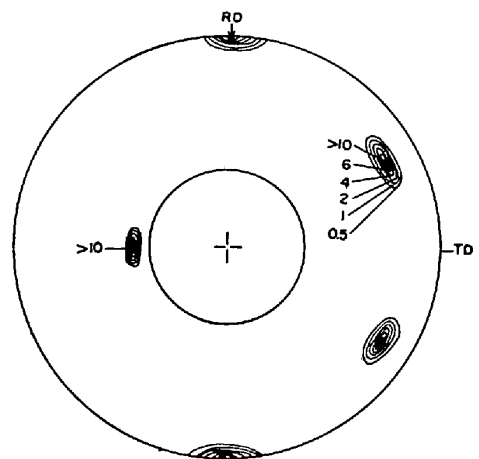
(A) $\theta = 35^\circ : (112)[1\bar{1}0]$



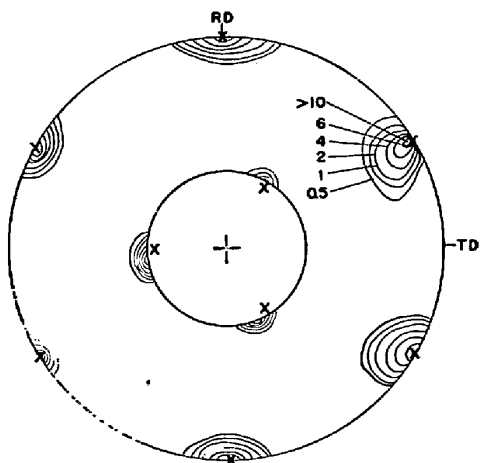
(A) 60% CR



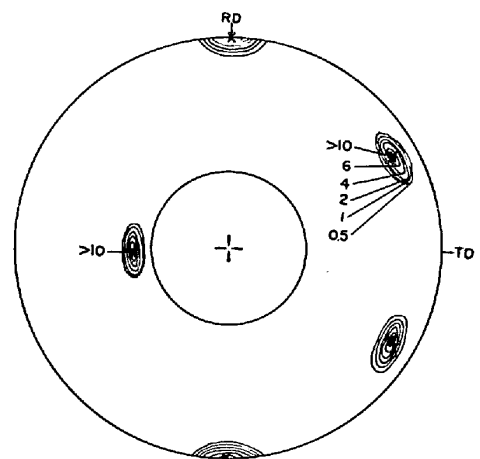
(B) $\theta = 43^\circ : (223)[1\bar{1}0]$



(B) 70% CR



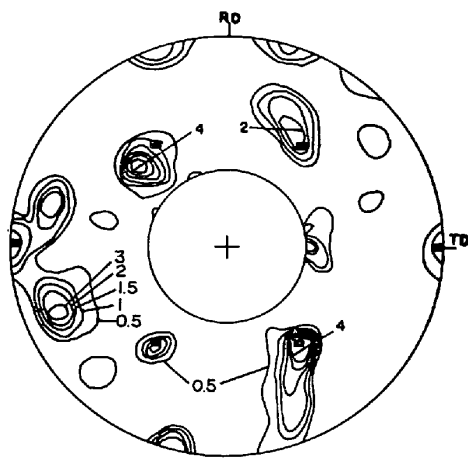
(C) $\theta = 55^\circ : (111)[1\bar{1}0]$



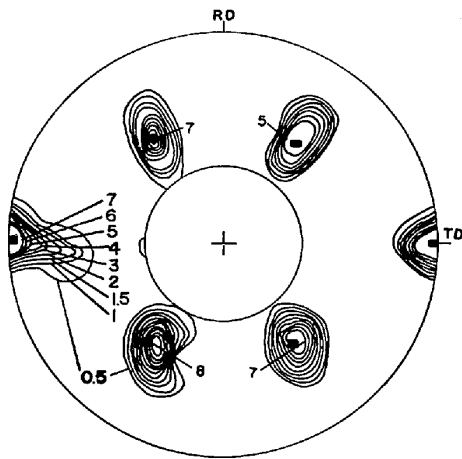
(C) 80% CR

Fig. 1. (110) pole figures for the central regions of 3% silicon iron crystals (No A in Table 1) cold rolled 60%. Marks X give the initial orientations.

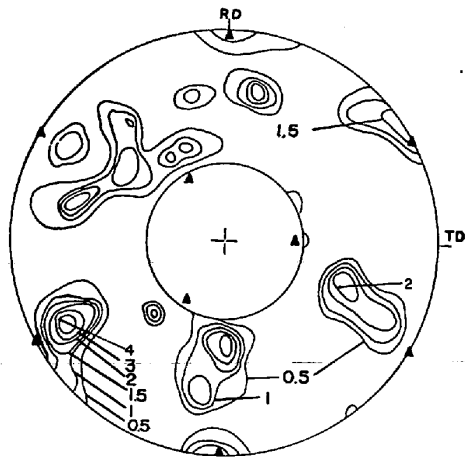
Fig. 2. (110) pole figures for the central regions of 3% silicon iron crystals (No C in Table 1) of $\theta = 45^\circ$, cold rolled. Marks X give the initial orientations.



(A) $\theta = 35^\circ$, (No B) 1100°C×0.5hr

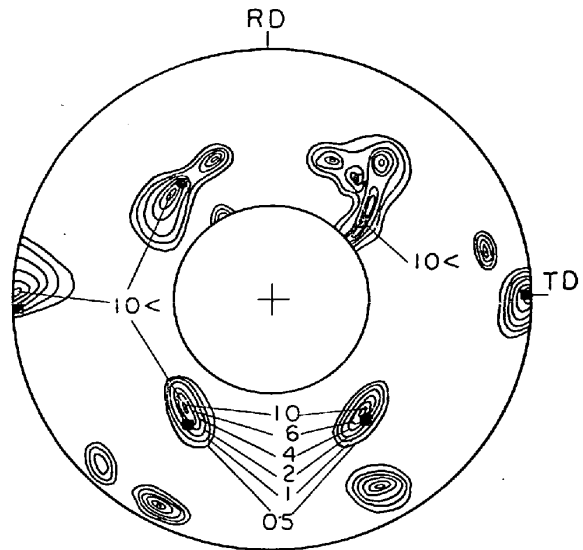


(B) $\theta = 43^\circ$, (No A) 600°C×5hr

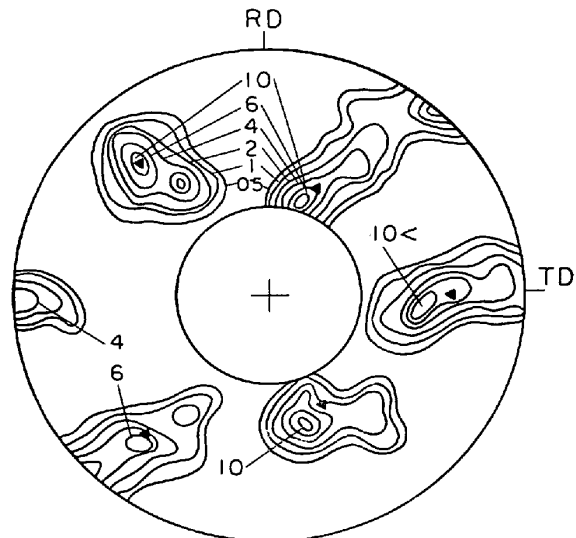


(C) $\theta = 55^\circ$, (No A) 600°C×1.3hr

Fig. 3. (110) pole figures for the central regions of 3% silicon iron crystals (No A and No B in Table 1) cold rolled 60% and annealed. Marks ■ and ▲ give the orientations {011}〈100〉 and {111}〈110〉, respectively.



(A) 60%CR+600°C×24hr

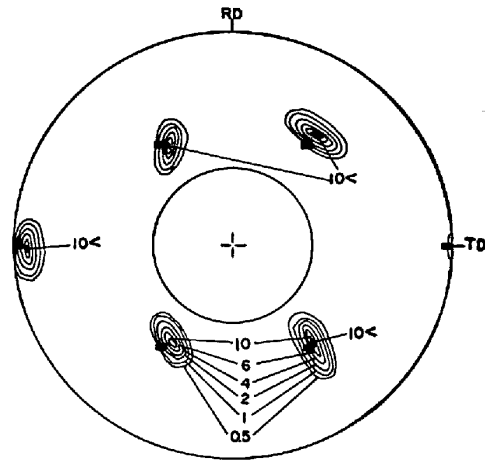


(B) 80%CR+600°C×16hr

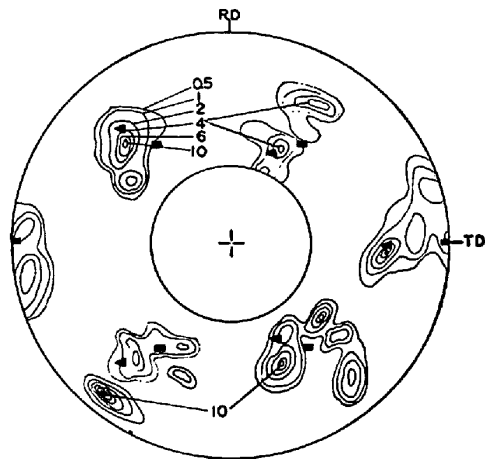
Fig. 4. (110) pole figures for the central regions of 3% silicon iron crystals (No C in Table 1) of $\theta = 45^\circ$, cold rolled and annealed. Marks ■ and ▲ give the orientations {011}〈100〉 and {012}〈100〉, respectively.

2. 試験材および実験方法

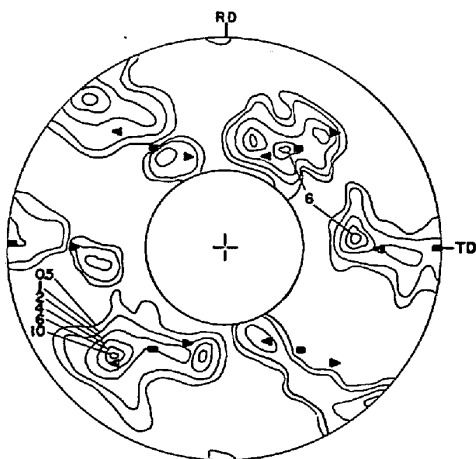
試験材は3%珪素鋼と17%クロム鋼で、3%珪素鋼は $\theta = 35^\circ, 43^\circ, 45^\circ, 55^\circ$ の結晶を対象としたが、17%クロム鋼は $\theta = 45^\circ$ の適当な結晶が得られなかつたので 35° と 55° の結晶について実験した。冷延率は60, 70または80%そして焼鈍は600, 700あるいは800°Cで行なつたが、単結晶の作成、冷延、焼鈍そして諸性質の測定、観察などの実験方法は前報とまったく同じである。



(A) 60%CR+800°C×8 hr

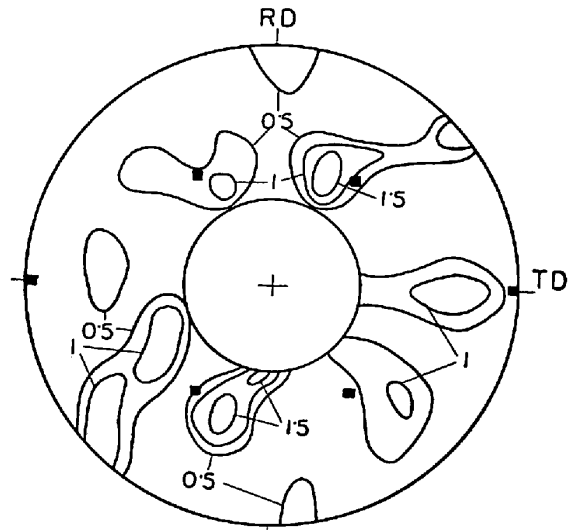


(B) 70%CR+800°C×3 hr

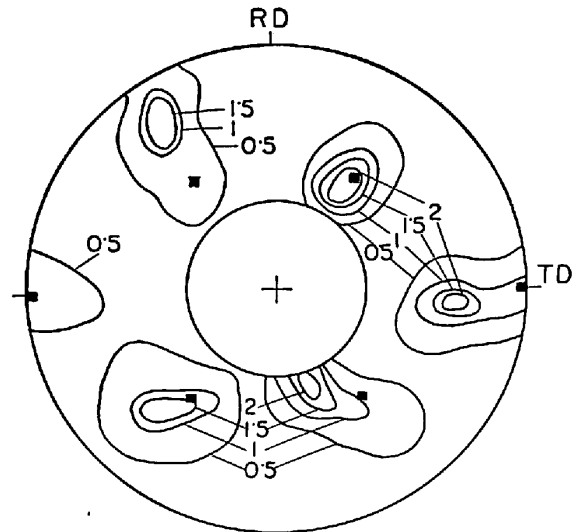


(C) 80%CR+800°C×3 hr

Fig. 5. (110) pole figures for the central regions of 3% silicon iron crystals (No C in Table 1) of $\theta=45^\circ$, cold rolled and annealed. Marks \blacksquare , \blacktriangleleft and \blacktriangleright give the orientations $\{011\}\langle 100 \rangle$, $(012)[100]$ and $(021)[100]$, respectively.



(A) $\theta=55^\circ$, 700°C×25min



(B) $\theta=55^\circ$, 700°C×20min

Fig. 6. (110) pole figures for the central regions of 17% chromium iron crystals (No D in Table 1) cold rolled 80% and annealed.

Mark \blacksquare gives the orientation $\{011\}\langle 100 \rangle$.

今回は冷延および再結晶集合組織の極点図による同定と、冷延後および再結晶初期の下部組織の詳細な観察を中心として行なったが、組織の観察結果は主として真空溶解3%珪素鋼について述べる。

これら対象試験材の化学組成を Table 1 に示す。

3. 実験結果

3.1 冷延および再結晶集合組織

前報¹⁾で述べたように、初期方位が $0^\circ \leq \theta \leq 55^\circ$ の結晶は冷延後も方位が変わらないが、たとえば真空溶解3%珪素鋼 (No A) の 35° , 43° および 55° 結晶について60%冷延後の集合組織を $\{110\}$ 極点図で調べてみる

Table 1. Chemical compositions of crystals (wt%).

*		C	Si	Mn	P	S	Cr	Al	N	O
No. A	3%Si-Fe	0.003	3.01	<0.01	0.001	0.001	0.01	0.005	0.003	0.002
No. B	3%Si-Fe	0.011	3.43	0.06	0.014	0.008	0.02	0.002	0.002	0.003
No. C	3%Si-Fe	0.004	3.28	0.06	0.002	0.003	N. D.	0.003	0.002	0.001
No. D	17%Cr-Fe	0.005	0.001	<0.01	0.001	0.009	17.50	N. D.	0.002	0.011

* No A, No C, No D: Melted in vacuo, No B: Melted in air

と、Fig. 1(A), (B), (C)に示すように、 θ が大きい試片ほど分散の程度が大きい。また真空溶解3%珪素鋼(No C)の45°結晶について、60, 70 および 80%冷延後の集合組織を Fig. 2(A), (B), (C)に示すが、冷延率が高くなるにつれて分散が多少大きくなることわかる。

つぎに3%珪素鋼の35°(No B), 43° および 55°(ともに No A) 結晶について一次再結晶完了時における集合組織をやはり{110}極点図でそれぞれ Fig. 3(A), (B), (C)に示す。

35°結晶は非常に再結晶しにくいために、大気溶解材のNo B 結晶を60%冷延後1100°C×30 minで焼鈍することによりやつと方位解析が可能な程度に再結晶した試片が得られたが、再結晶粒が大きいので Fig. 3(A)にはいくつかの方位への集積が別々に現われている。しかしそのなかに{011}<100>近傍方位へのかなり強い集積が認められることが注目される。Fig. 3(B)は43°結晶を60%冷延後600°C×5 hr 焼鈍したもので、鮮鋭な{011}<100>方位の集合組織となつている。またFig. 3(C)は60%冷延した55°結晶を600°C×80 min 焼鈍したもので、分散のかなり大きい{021}<3 $\bar{1}$ 2>近似方位となつている。なお Таока らの実験結果⁹⁾でも、やはり55°結晶でこれと同様の方位への集積が認められている。

つぎに3%珪素鋼(No C)の45°結晶を60 および 80%冷延後それぞれ600°Cで24 および 16hr 焼鈍したときの{110}極点図を Fig. 4(A), (B)に示す。60%冷延試片では{011}<100>方位へのかなり強い集積があり、さらに{133}<3 $\bar{1}$ 0>方位を含むような分散のあることが注目される。一方80%冷延試片では、圧延方向に平行な<001>軸のまわりに回転分散したほぼ{011}~{041}<100>方位の弱い集合組織となつている。

Fig. 5(A), (B), (C)は、同じ鋼(No C)のやはり45°結晶を60, 70 および 80%冷延後800°Cでそれぞれ8, 3 および 3 hr 焼鈍したときの{110}極点図である。60%冷延試片ではほぼ{011}<100>方位への明りような集積が、そして70%冷延試片では他方位の混在もあるが、やはりこの{011}<100>周辺方位への集

積が強い。また80%冷延試片では、分散がさらに大きい集合組織となつているが、これもまた70%冷延試片と類似のものと判断される。

最後に、真空溶解17%クロム鋼(No D)の35° および 55°結晶を80%冷延後700°Cでそれぞれ25 および 20 min 焼鈍したときの{110}極点図を Fig. 6(A), (B)に示す。35°結晶はほぼ{012}<100>方位に、そして55°結晶は{012}~{011}<100>方位へ集積しており、上述の3%珪素鋼と類似の再結晶集合組織となつているが、全体的に集積の程度は弱い。

3.2 冷延後および再結晶初期の下部組織

Photo. 1(A), (B), (C)に真空溶解3%珪素鋼(No A)の35°, 43°, 55°結晶を60%冷延したときの代表的な下部組織を示す。 θ が大きい結晶ほど転位群の帯状配列が明りようとなり、55°結晶ではそれらによつてセル組織が形成されている。また制限視野(0.5 μ 角)電子回折スポットも θ が大きい結晶ほど分裂の程度が大きくなつている。またこの傾向は、 θ が同一の結晶で冷延率を大きくした場合も同様であり、たとえば45°結晶(No C)では冷延率が70%以下のものは回折スポットの分裂が顕著でないが、80%冷延材ではそれが明りように認められるようになる。結晶の初期方位や冷延率による下部組織のこのような変化は、前述の極点図における巨視的な分散度の相違の傾向とまったく一致している。

さて、45°結晶(No C)の冷延試片の下部組織を詳細に観察すると、そのほとんどの部分は上述のような構造をもつ均一な組織(以下正常組織と呼ぶ)となつているが、一部に初期方位とは異なる方位をもちしかも転位群の配列形態も違つている組織(以下異常組織と呼ぶ)部分の存在が認められる。このような異常組織の代表例を、真空溶解3%珪素鋼(No C)の60, 70 および 80%冷延試片についてそれぞれ Photo. 2, Photo. 3 および Photo. 4 に示す。まず Photo. 2 の下部組織の右側には特徴ある変形帯がみられるが、この部分を含めて写真に示した枠内**の制限視野電子回折を行なうと、添付した回折像が得られた。この像には(011)面と(133)面

** 実際には電子線のまわりでみ現象を生じるので、この枠よりかなり広い面積についての回折像が得られることになる。

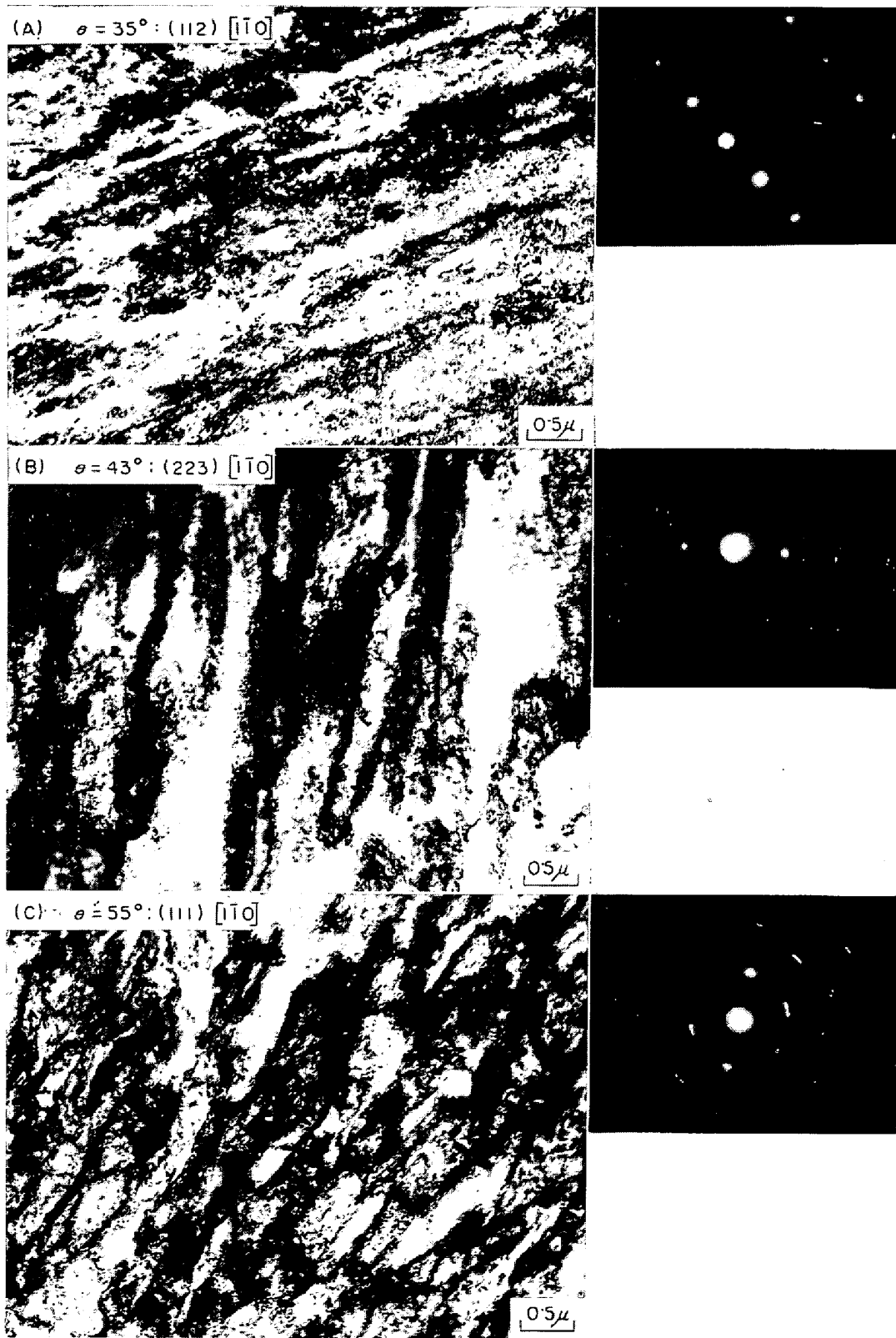


Photo. 1. Representative electron transmission micrographs and diffraction patterns for the normal portion of substructures at the central regions of 3% silicon iron crystals (No A in Table 1), cold rolled 60%. The foil surface is parallel to the rolling plane.

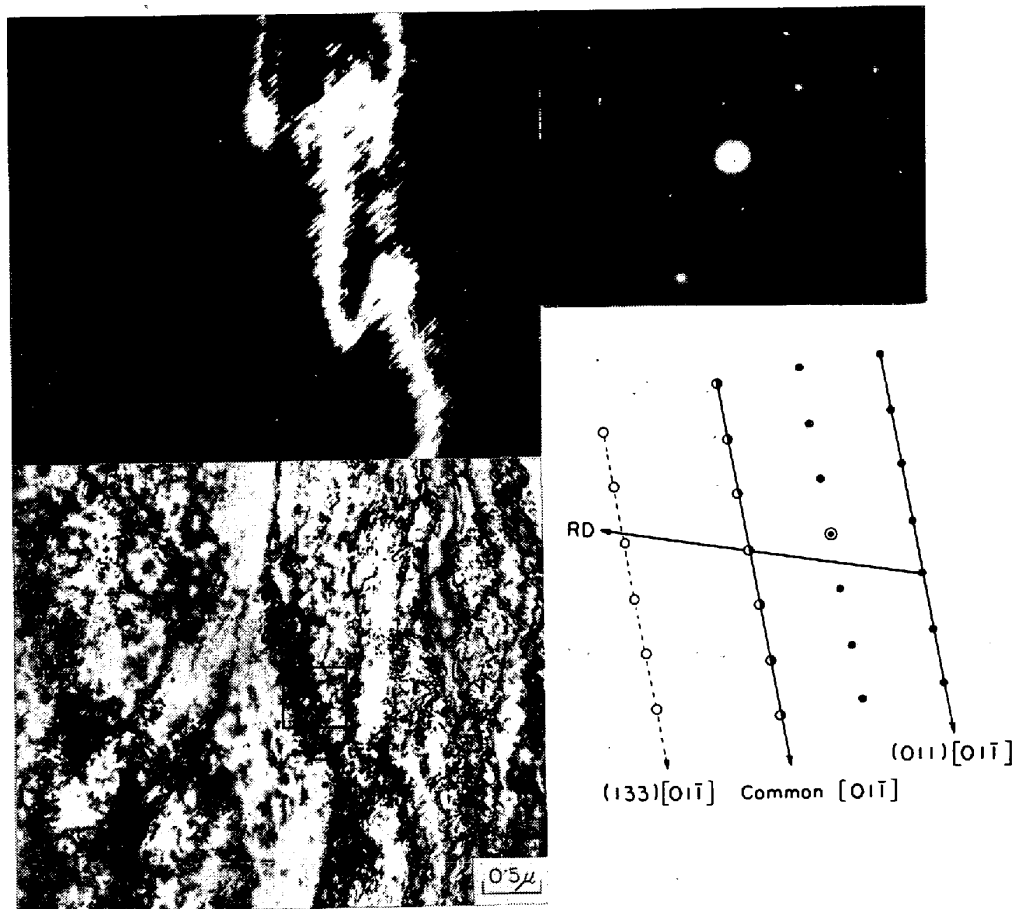


Photo. 2. Representative electron transmission micrograph, diffraction pattern and (200) dark field image for the abnormal portion of substructure at the central region of 3% silicon iron crystal (No C in Table 1) of $\theta=45^\circ$, cold rolled 60%.

の回折スポットが重なって現われており、しかもそれらはいずれも圧延方向と約 70° 傾いた $[01\bar{1}]$ 軸を有している。そこでこの部分の (200) 暗視野像をとってみると、添付した写真が示すように、右側の変形帯の一部にはほぼ $(011)[4\bar{1}1]$ 方位をもつ組織部分が形成されていること、そしてこの部分は $[01\bar{1}]$ 方向に細長く伸びていることがわかる。結局この異常組織部分では、圧延方向と約 70° の方向に細長く伸びた $(011)[4\bar{1}1]$ 方位の変形帯が、セル構造の $(133)[3\bar{1}0]$ 方位部分の付近に形成されておりしかも両者は $[01\bar{1}]$ 軸回転関係にあることがわかる。この場合、試料面に平行な高指数の面があつたとしてもその回折パターンは観察されにくいため、実際には上述の2つの面方位以外におそらく同一の回転関係にある一連の面方位組織部分が形成されている可能性が考えられる。Photo. 3は、Photo. 2と同じように、やはり異常組織が形成されている部分であり、ここでも $(011)[2\bar{1}1]$ 近似方位と $(133)[3\bar{2}1]$ 近似方位の回折パターンが重なって現われているが、(200)暗視野像からわかるように $(011)[2\bar{1}1]$ 方位の部分は Photo. 2 のように1つの帯状領域

とはなつておらず、大きな帯状組織の中に小さく分かれて配列している。また $(011)[2\bar{1}1]$ 方位部分とは、いずれも圧延方向に対し約 60° 傾いた $[0\bar{1}1]$ 軸を有しているが、前者の方がわずか (約 5°) ながらRD軸からの傾きの角度が大きくなっていることが注目される。このことの意味については後述の考察でふれる。

つぎに Photo. 4 は、80%冷延試片で $(011)[4\bar{1}1]$ 方位の回折像が得られた部分の下部組織であるが、その回折スポットは著しく分裂しており、しかも (200) 暗視野像が示すように $(011)[4\bar{1}1]$ 組織部分は Photo. 3 よりさらに細かく分かれて存在している。

このように 45° 結晶の冷延下部組織の一部にみられる初期方位以外の方位をもつ組織部分については、そのほとんどが上述のような $\langle 011 \rangle$ 軸回転関係にある方位たとえば $\{011\}$ 面や $\{133\}$ 面を圧延面にほぼ平行とする方位となつており、しかもたとえばその $\{011\}$ 面方位部分に着目して観察すると、冷延率が 60% の場合にはかなり大きい帯状組織となつて存在しているが、冷延率がそ

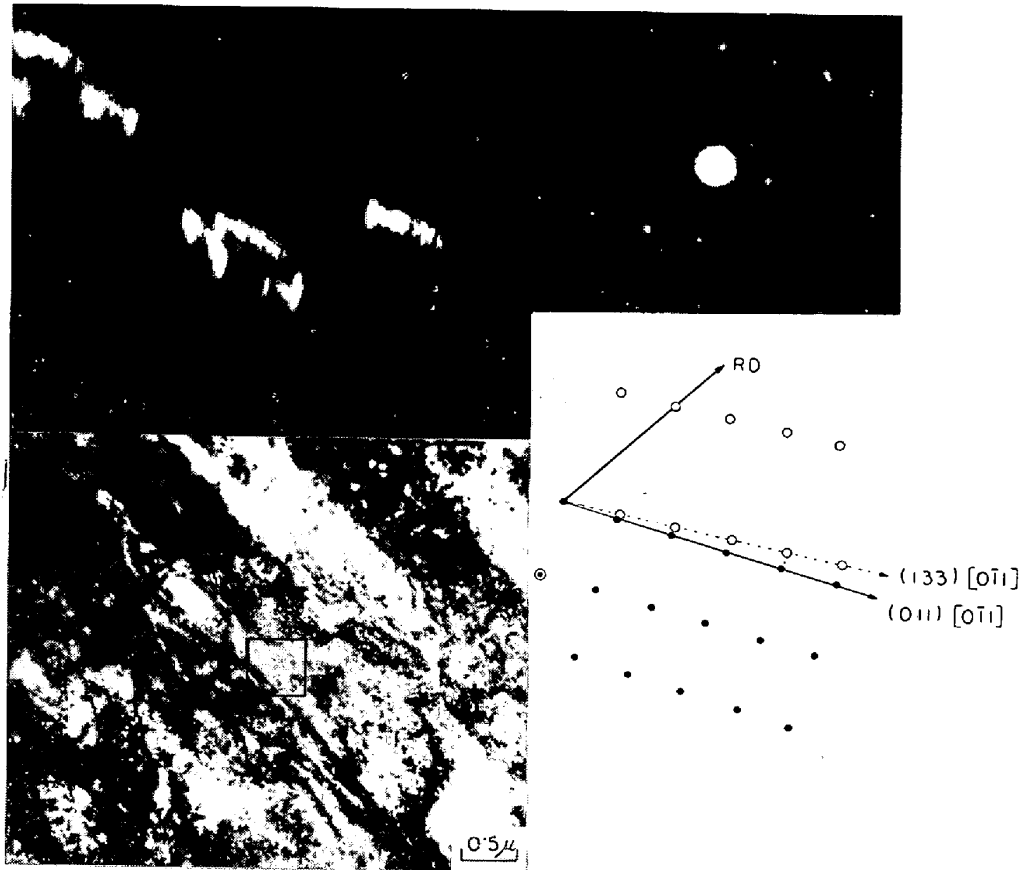


Photo. 3. Representative electron transmission micrograph, diffraction pattern and (200) dark field image for the abnormal portion of substructure at the central region of 3% silicon iron crystal (No C in Table 1) of $\theta=45^\circ$, cold rolled 70%.

れ以上大きくなるとともに小さく分散したセル状の組織となつている。なおこれらと同じような形態の異常組織部分で、上述の〈011〉軸回転関係の方位以外に、圧延方向に対し約 80° 傾いた〈211〉軸回転関係の方位部分、たとえば {102} 面や {315} 面などが観察される部分も認められたが、その存在頻度は少ない。

今まで述べてきたような異方位組織部分は 35° 結晶でも観察されるが非常に少なく、一方 55° 結晶では多数認められるが、他の種々の方位をもつ組織も多く形成されていて、全体的に結晶方位の分散が大きくなつている。

つぎに 45° 結晶の冷延試片を 600°C あるいは 800°C で焼鈍したときの再結晶初期における下部組織を観察したが、以下に真空溶解 3% 珪素鋼 (No C) について代表例を示す。

まず Photo. 5 は、60%冷延後 $600^\circ\text{C} \times 80 \text{ min}$ 焼鈍した試片について、その下部組織の大半の場所でみられる組織であり、したがって冷延後に初期方位を保持していた正常な組織部分と考えられる。このような場所では冷延後帯状に集積していた転位群が焼鈍により分散消滅し、一部が網状に再配列するだけで、新しい再結晶核の

発生はみられない。この状況は 80% 冷延後 $600^\circ\text{C} \times 30 \text{ min}$ 焼鈍したものでもまったく同様である。

一方、再結晶のごく初期の状態下部組織を詳しく観察すると、たとえば 70% 冷延後 $600^\circ\text{C} \times 5 \text{ min}$ 焼鈍した試片について Photo. 6 および Photo. 7 に示すように、直径が 10 分の数 μ 以下の小さな回復粒が帯状に連なつて形成されている部分がまれに見いだされる。このような部分の方位を調べてみると、Photo. 6 ではほぼ (011) [100] 方位の回復粒が (133) [31̄0] 方位の加工組織の中に形成されており、また Photo. 7 ではほぼ (011) [21̄1] 方位の回復粒群が (133) [32̄1] 方位の加工組織の中に形成されていることがわかる。

また Photo. 8 (A), (B) は、80%冷延後 $600^\circ\text{C} \times 30 \text{ min}$ 焼鈍した試片の下部組織であるが、その大半の部分 (A) では Photo. 5 と同じように転位が消滅するだけで新しい回復粒の発生が認められないが、部分的に (B) に示したようなセル状の組織部分が観察され、この写真の場合 [100] 軸を共有する (011) [100] と (023) [100] の 2 方位部分の存在が認められた。

このように再結晶初期の状態では、冷延後の組織の大

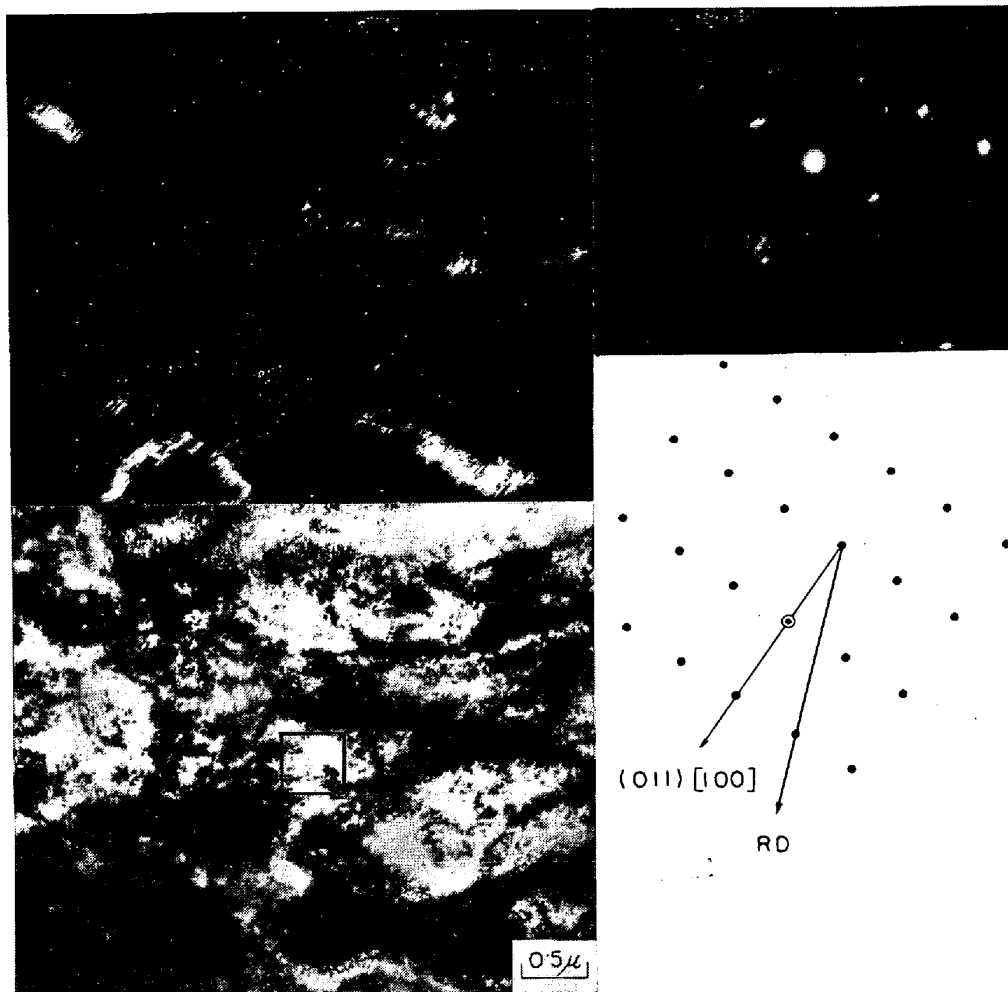


Photo. 4. Representative electron transmission micrograph, diffraction pattern and (200) dark field image for the abnormal portion of substructure at the central region of 3% silicon iron crystal (No C in Table 1) of $\theta=45^\circ$, cold rolled 80%.

部分が初期方位を保持していてもそのままの方位で転位が再配列し消滅するだけであるのに対し、組織の一部には直径が10分の数 μ 程度の回復粒が形成されている特異な部分が観察され、しかもその回復粒の明りようなものは(011)面が圧延面とほぼ平行になっているものが多いことがわかる。

一方、再結晶がもう少し進行した状態のものについて観察すると、正常組織部では転位がさらに消滅あるいは再配列して大きな網目模様が明りようになるが新しい回復ないし再結晶粒はやはり現われない。これに対し組織の一部には、たとえば60%冷延後800°C×20min焼鈍したものについてPhoto. 9に示すように、小角粒界の転位網で区切られた約1~2 μ 径のセル組織部に大きな再結晶粒が接して成長している状態が観察される。この写真の場合セル組織部はほぼ(133)[631]方位をもち、そして大きな再結晶粒は(011)[811]方位をもっているが、両者の[011]方向は約16°離れている。

4. 考 察

4.1 冷延試片での異常組織部の形成

[110]軸が圧延方向に平行なフェライト鋼単結晶で、圧延面が(001)と(111)の間のもので、すなわち圧延面と(001)面のなす[110]軸まわりの回転角 θ が0~55°の間の方角をもつ結晶は、冷延後もその方位は巨視的には変化しないが、 θ が大きいものほど初期方位への集積が弱くなる。このことの原因については前報¹⁾で考察したので、ここではPhoto. 2, 3, 4に示したように初期方位とは異なる方位の領域が組織の一部に形成される機構およびこれらの異常組織部が再結晶核形成にどのような役割を果たしているかについて考察する。

まず今回対象とした $35^\circ \leq \theta \leq 55^\circ$ の初期方位をもつ結晶を冷延するときは、Fig. 7*に示すように、(101)[111]と(011)[111]、(211)[111]と(121)[111]そし

* 前報¹⁾のFig. 9参照

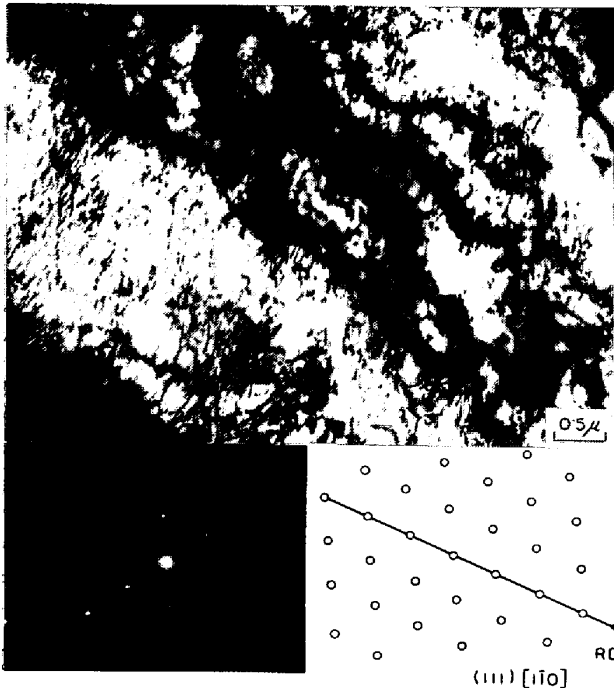


Photo. 5. Representative electron transmission micrograph and diffraction pattern for the normal portion of substructure at the central region of 3% silicon iron crystal (No C in Table 1) of $\theta=45^\circ$, cold rolled 60% and annealed at 600°C for 80 min.

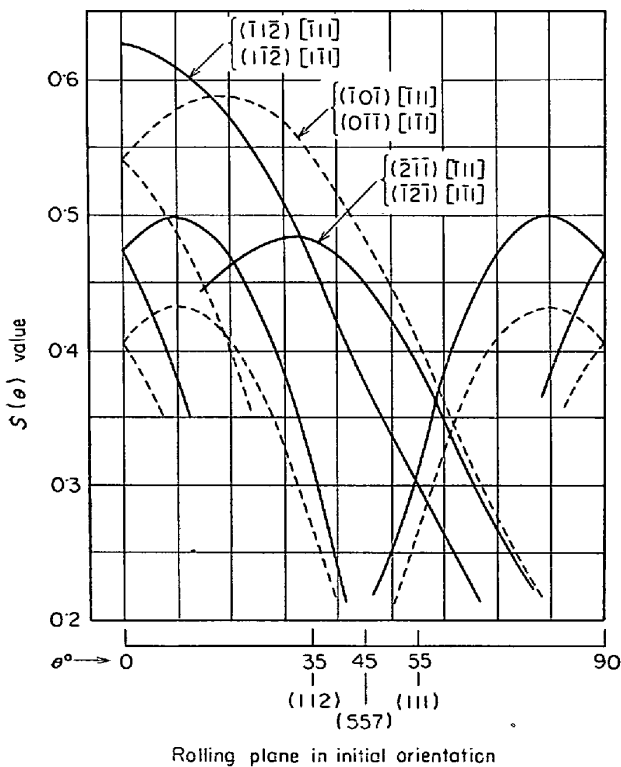


Fig. 7. Dependence of $S(\theta)$ -value on the initial orientation, θ (See Fig. 9 in the literature¹⁾ in this issue).

て $(\bar{1}\bar{1}\bar{2})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ と $(\bar{1}\bar{1}\bar{2})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ などのすべり系の $S(\theta)$ 値りが大きく、したがってこれらが主として活動すると考えられる。

一方、前報¹⁾で述べたように、圧延応力に対し等価な一対の活動すべり系があつて、かりにそのうちの片方のみが活動して結晶が回転すると、それによつてこの活動したすべり系に働く剪断応力は小さくなり、そして他方のすべり系の剪断応力が大きくなるという場合には、これら2つのすべり系は巨視的には同等に活動するとみなしてよいと考えられ、実験結果もそのことを示唆している。そこで上述の3対のすべり系について計算してみると、 $(\bar{1}\bar{1}\bar{2})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ と $(\bar{1}\bar{1}\bar{2})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ の対はこの条件を満たしているが、 $(\bar{1}\bar{0}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ と $(0\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ および $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ と $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ の各対は、それぞれのどちらか一方のすべり系のみが単独で活動したとすると、それに伴う回転により活動したほうのすべり系に働く剪断応力はますます増大し、反対に他方のすべり系に働く剪断応力は減少する。したがってこれらのすべり系(対)では1個のすべり系が単独で活動する可能性があると考えられる。組織の一部がもしこのような単一のすべり系の活動だけで変形を起こしたとすると、他の部分すなわちいくつかの主活動すべり系がそれぞれ対をなして活動したと考えられる部分とは異なつた回転を起こすことになる。たとえば 55° 結晶の $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ と $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ すべり系について具体的に述べると、このうちの $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ すべり系のみが活動した場合、結晶は $[\bar{1}\bar{0}\bar{1}]$ 軸のまわりに回転するが、その回転角 ϕ (ただし $\theta=55^\circ$ の初期方位からの) とこのすべり系の $S(\phi)$ 値 (前報¹⁾の $S(\theta)$ 値と同様の意味) との関係は Fig. 8 のようになる。この場合 $S(\phi)$ 値は $\phi=25.5^\circ$ で極大値をとるのでそれ以上の回転はふたたび多少困難になると考えられる。

そこでいま、 55° 結晶の一部がこの $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ すべり系のみが活動して変形したと仮定すると、そこではまず $[\bar{1}\bar{0}\bar{1}]$ 軸まわりの回転が起こるが、この回転が単純に起こると、回転角 ϕ が 22° および 35° のとき結晶方位はそれぞれ $(313)[7\bar{1}\bar{2}\bar{3}]$ および $(101)[25\bar{2}]$ 方位となるはずで、しかもそのときの回転軸 $[\bar{1}\bar{0}\bar{1}]$ は圧延面内にあつて圧延方向とちようど 60° 傾いている。また $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ すべり系のみが活動した場合も、やはり同様に TD 方向に関して対称な $[0\bar{1}\bar{1}]$ 軸のまわりに回転が起きて $(133)[12\bar{7}\bar{3}]$ や $(011)[5\bar{2}\bar{2}]$ 方位が形成されるはずである。

45° 結晶の場合も基本的には 55° 結晶の場合と同様に考えることができるが、回転軸となる $[\bar{1}\bar{0}\bar{1}]$ や $[0\bar{1}\bar{1}]$ はともに圧延面に対し 10° 傾いているから、単一すべり

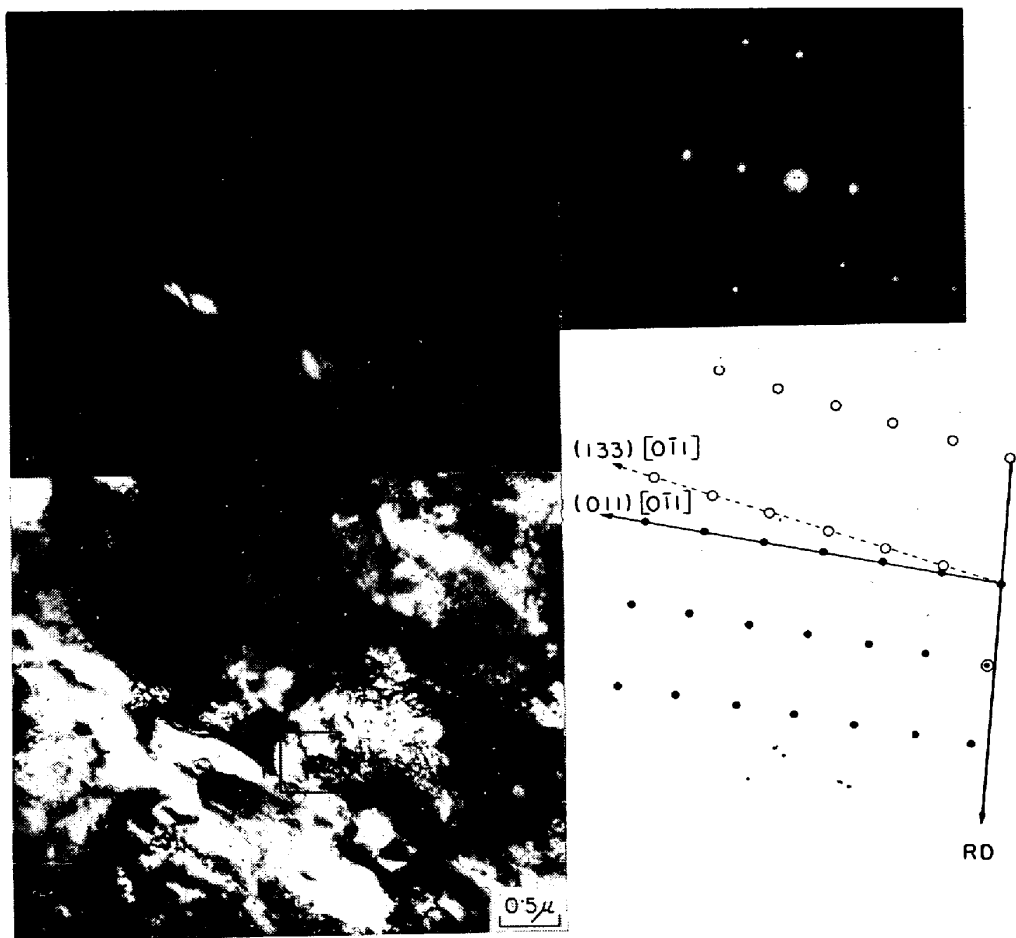


Photo. 6. Representative electron transmission micrograph, diffraction pattern and (200) dark field image for the abnormal portion of substructure at the central region of 3% silicon iron crystal (No C in Table 1) of $\theta = 45^\circ$, cold rolled 70% and annealed at 600°C for 5 min.

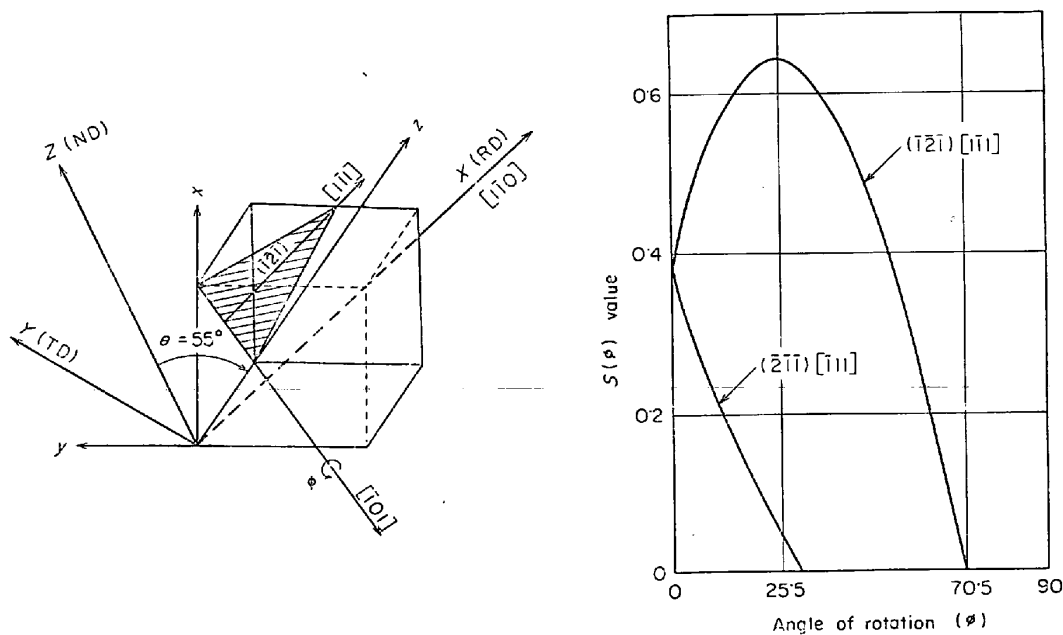


Fig. 8. Dependence of $S(\phi)$ -values of $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ and $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ slip systems on the rotation angle, ϕ , about $[\bar{1}\bar{0}\bar{1}]$ axis from the initial orientation, $\theta = 55^\circ$ and $\phi = 0^\circ$. $[\bar{1}\bar{0}\bar{1}]$ is an axis of rotation when $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ slip system is operated.

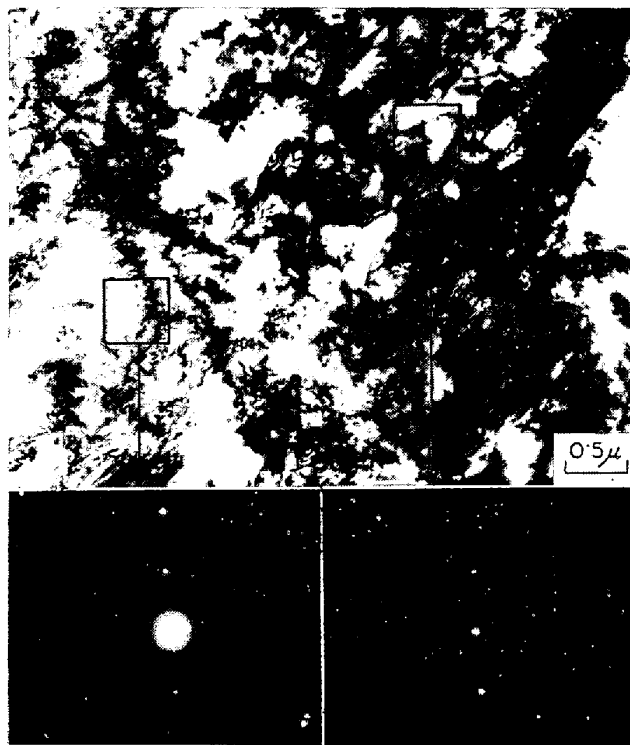


Photo. 7. Representative electron transmission micrograph and diffraction patterns for another abnormal portion of substructure in the same crystal shown in Photo. 6.

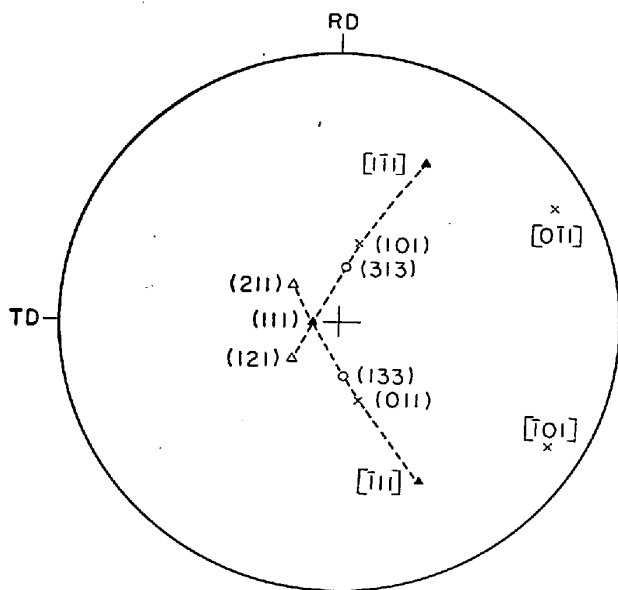
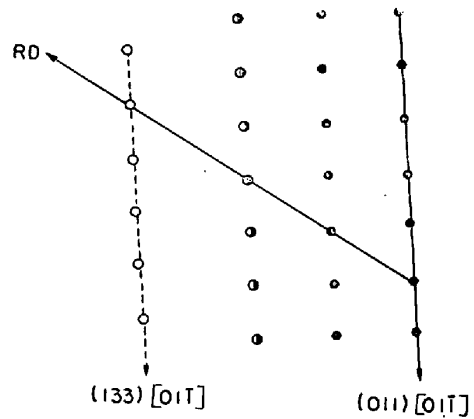


Fig. 9. Stereographic indication showing $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ and $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ slip systems and $[\bar{1}0\bar{1}]$ and $[0\bar{1}\bar{1}]$ axes of rotation in the crystal of $\theta = 45^\circ$.

が起きた部分の (133) 面や (011) 面は幾何学的には圧延面に対し 10° の傾きをもつことになる。その様子をステレオ投影図で Fig. 9 に示す。

さて上述のように、たとえば $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ すべり系のみが活動した部分について、その部分が初期方位から

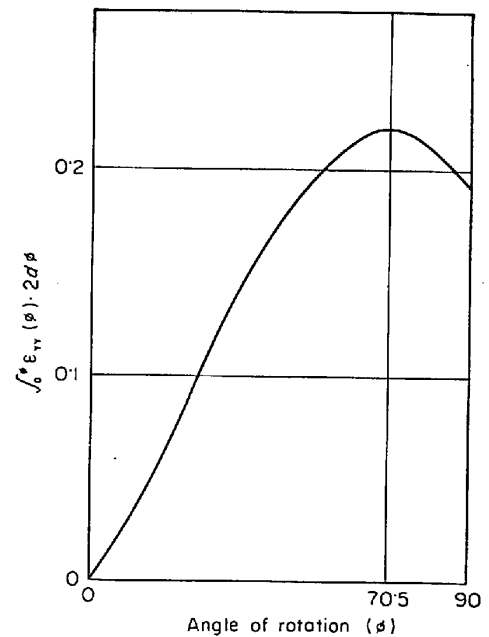


Fig. 10. Dependence of the strain component in the transverse direction in tensor of the displacement gradient of cold rolled specimen on the rotation angle, ϕ , about $[\bar{1}0\bar{1}]$ axis from the initial orientation, $\theta = 55^\circ$ and $\phi = 0^\circ$.

$[\bar{1}0\bar{1}]$ 軸まわりに ϕ だけ回転するまでに生ずべき TD 方向の歪すなわち $\int_0^\phi \epsilon_{TY}(\phi) \cdot 2d\phi$ は、Fig. 10 に示す

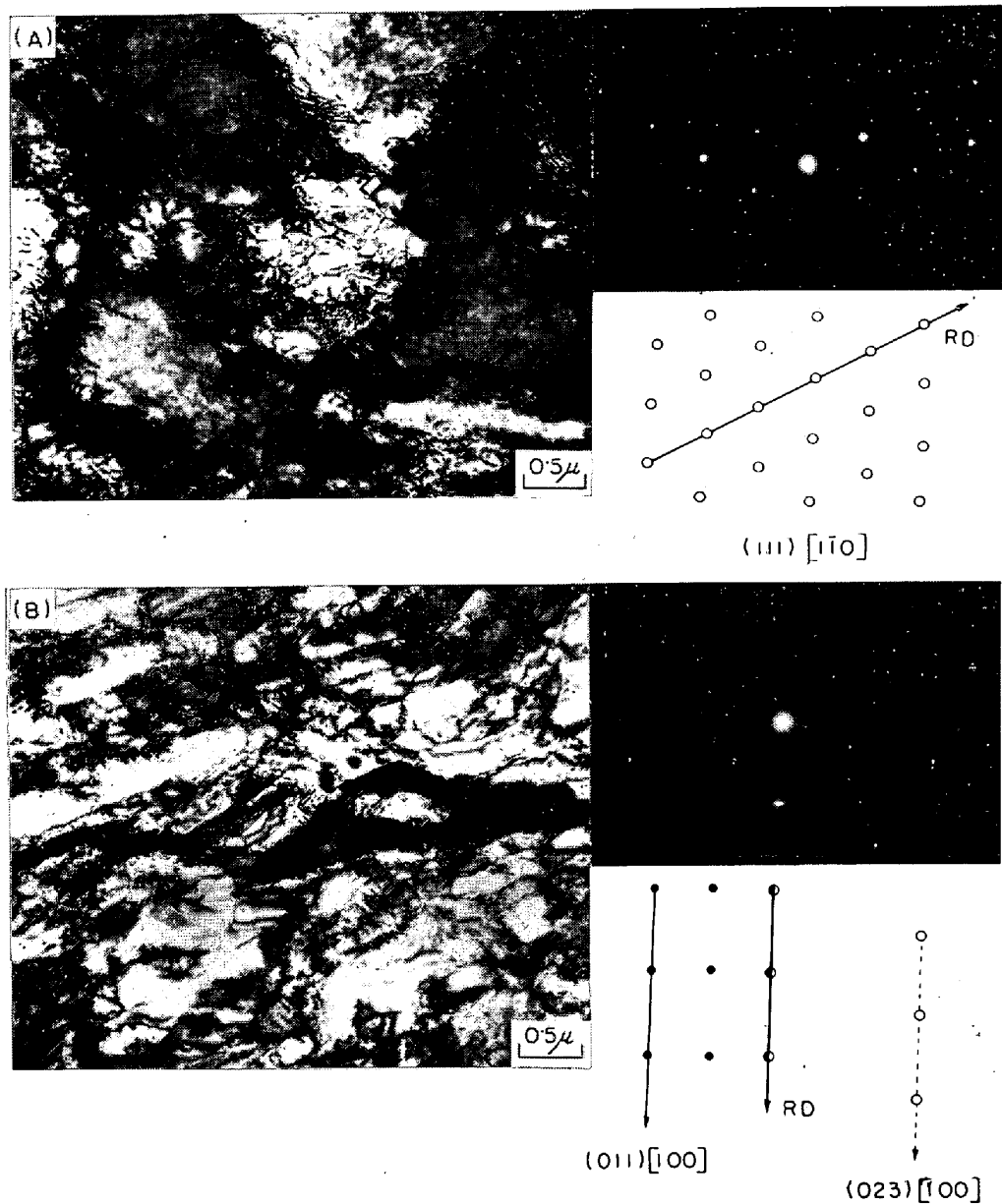


Photo. 8. Representative electron transmission micrographs and diffraction patterns for the (A) normal and (B) abnormal portions of substructures at the central region of 3% silicon iron crystal (No C in Table 1) of $\theta=45^\circ$, cold rolled 80% and annealed at 600°C for 30 min.

ように ϕ が $70\cdot5^\circ$ までは回転量とともに増大することがわかる。一方この部分は、初期方位を保持している正常なマトリックスに取り囲まれているので、それに拘束されて方位が変化すると考えられる。

たとえばいま $\theta=45^\circ$ の結晶で $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})$ $[\bar{1}11]$ すべり系が活動して試片が自由に変形したときの変位勾配テンソル (D) を歪テンソル (ϵ) と回転テンソル (r) にわけて求めると、

$$D = d\gamma [(\epsilon) + (r)]_{XYZ} \dots\dots\dots (1)$$

$$= d\gamma / 12\sqrt{2} \left[\begin{pmatrix} 4 & 3\sqrt{2}-1 & 3\sqrt{2}+1 \\ 3\sqrt{2}-1 & 3\sqrt{2}-2 & 2 \\ -3\sqrt{2}+1 & 2 & -3\sqrt{2}-2 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & 3\sqrt{2}-3 & 3\sqrt{2}+3 \\ 3-3\sqrt{2} & 0 & 3\sqrt{2} \\ -3-3\sqrt{2} & -3\sqrt{2} & 0 \end{pmatrix} \right]_{XYZ} \dots\dots (2)$$

となり、歪テンソル (ϵ) は 9 個の成分が有限となる。一方一般には圧延による歪テンソル (ϵ_0) はもつとも単純には、

$$\epsilon_0 = d\gamma \begin{pmatrix} \epsilon_{XX} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -\epsilon_{ZZ} \end{pmatrix}_{XYZ} \dots\dots\dots (3)$$

$\epsilon_{XX} = \epsilon_{ZZ}$

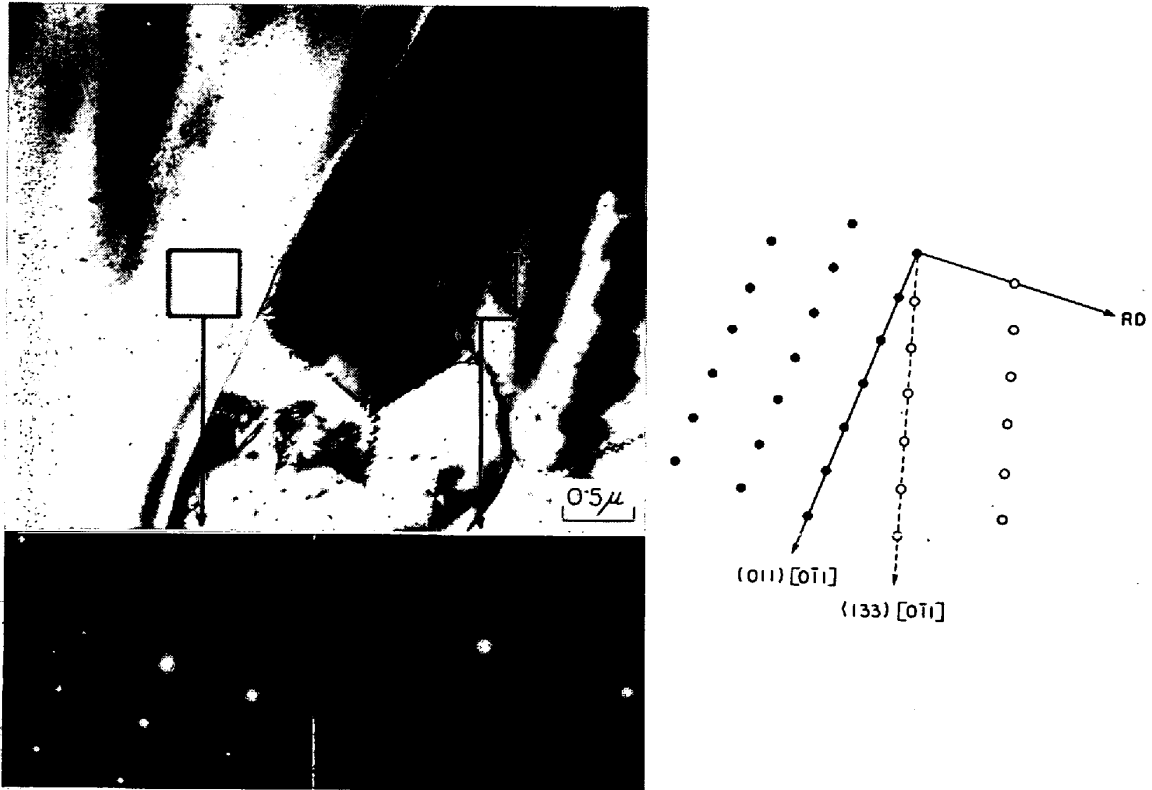


Photo. 9. Representative electron transmission micrograph and diffraction patterns for the substructure at the central region of 3% silicon iron crystal (No C in Table 1) of $\theta=45^\circ$, cold rolled 60% and annealed at 800°C for 20 min.

で近似できる¹⁴⁾ので、 $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}11]$ すべりが単独で活動した部分の方位は、(2)式の歪 (ϵ) が(3)式の歪 (ϵ_0) に近い形になるような方向に回転すると考えられる。そこで(2)式から(3)式への変換テンソルを求めて、 $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}11]$ すべり系の活動による方位回転軸 $[01\bar{1}]$ の回転を計算すると、結局この軸が試片のTD軸にほぼ平行になるように回転すること、したがってこの部分は終局的には $(011)[100]$ 方位に近づくことがわかる。

45° 結晶の冷延下部組織の一部に観察された、TD方向と数度しか離れていない $[\bar{1}01]$ や $[01\bar{1}]$ 軸をもつ $\{011\}$ 面あるいは $\{133\}$ 面方位の領域は、基本的には上述の機構によつて形成されたものと考えられる。

結局 $35^\circ \leq \theta \leq 55^\circ$ の結晶では、 $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}11]$ または $(\bar{1}\bar{2}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}1]$ すべり系の単独活動によつて変形した領域が、周囲の初期方位を維持しているマトリックスにより拘束されて方位が変化し、最終的には $\{011\}\langle 100 \rangle$ もしくはそれに近い方位まで回転する可能性が考えられる。その意味で Photo. 2, 4 における $(011)[4\bar{1}1]$ 方位の領域が、 $(\bar{2}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}11]$ すべり系の単独活動で変形が自由に進行したときに到達すべき $(\bar{2}1520)[5\bar{2}2]$ 方位に比べてその (011) 面が圧延面にほぼ平行になり、しかも $[01\bar{1}]$ 方向が試片のTD方向に近づいていること、また Photo. 3

でも上述と類似の領域における (011) 面方位部分の $[01\bar{1}]$ 軸が (133) 面方位部分のそれに比べてわずか (約 5°) ながらTD方向に近づいていることなどは上述の機構を示唆しているものとして注目される。

一方 $(\bar{1}0\bar{1})[\bar{1}11]$ または $(0\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}1]$ すべり系のどちらか1つの活動によりそれぞれ $[\bar{1}\bar{2}1]$ または $[2\bar{1}1]$ 軸のまわりの回転が起こる場合についても上述と類似の結果になり、そのときは $\{012\}$ や $\{135\}$ 面方位部分が形成されるはずで、実際にもこの方位関係を満たしている異常組織部が観察されている。

4.2 再結晶集合組織の発達

45° 結晶の60%冷延試片では一次再結晶集合組織が分散の小さい $\{011\}\langle 100 \rangle$ 方位となる例が多いが、これらの試片の再結晶初期における下部組織には Photo. 6 や Photo. 7 に示したように、冷延時に形成されたと考えられる異常組織部が認められ、しかもその中でもつとも早く回復粒を形成している部分は $\{011\}$ 面を圧延面とほぼ平行にもっている例の多いことが注目される。このことは CAHN¹⁵⁾ によれば“local curvature”のもつとも大きなところが早く回復したことに相当し、また武智ら¹⁶⁾は軟鋼多結晶での実験で冷延集合組織における回転分散の先端部分の方位が一次再結晶集合組織の優先方位となる

こと、そしてそれはそのような部分が冷延時に高エネルギーを蓄積しており早く再結晶を起こすためと考察している。本実験の場合、前項で述べたように、特定のすべり系が活動したときの回転先端方位の1つとして{011}<100>方位が考えられるが、冷延下部組織の中にこの方位もしくはそれに非常に近い方位の部分が発見することはできなかった。しかしこのような異常組織部分しかもその中でもすべりがもつとも大きく起こったと考えられる部分もつとも早く回復再結晶を起こしており、その理由については、周辺のマトリックスによる拘束で自由な変形が阻止されることによる蓄積エネルギー（たとえば転位密度）の増加および転位の集積状態の相違（セル構造の形成）によるものと考えられる。

つぎにこれらの微細な回復粒が再結晶粒となるまでの過程は実際に調べることができなかったため、Hu¹⁷⁾の“coalescence”またはWALTER, DUNN¹⁸⁾による“subgrain boundaryのmigration”あるいはFUJITA¹⁹⁾による“subgrainのgrouping”などのいずれの機構によるものかは明らかではないが、マトリックスが十分に回復する前にたとえばPhoto. 9に示したような大きな再結晶粒が焼鈍のごく初期の段階で形成されていることが注目される。

さて45°結晶の一次再結晶集合組織が鮮鋭な{011}<100>方位をもつようになることの理由について、まずその核形成の段階を考える際、冷延終了時にすでに正確にこの方位まで回転した部分が実際に形成されていたかどうかは明らかではないが、前述の機構で特定のすべり系が活動して{011}<100>に近い方位まで回転した組織部分は回復再結晶が著しく早く起こるとすると、たとえそのままの方位で再結晶粒となり成長するとしても、それが集合した一次再結晶集合組織の巨視的な優先方位は、回折線の重なりによつて{011}<100>方位を中心とするものになりうるということが説明できる。このことを実証するためには、個々の再結晶粒の方位を確かめてその分散を調べることが必要であるが、前述したように冷延の際のマトリックス組織自身にも厳密には方位の回転分散が生じているので正確な実験的証明は困難と考えられる。いずれにせよ、冷延後の方位回転分散の先端方位（ただし本報の場合その方位は冷延試片の極点図には現われていない）が再結晶集合組織の優先方位となる点が基本的には武智らの考察と一致している。

60%冷延した45°結晶集合組織が鮮鋭な優先方位をもつようになることの理由は、冷延マトリックスの大部分が初期方位を保持した均一な下部組織となつていること、そしてその一部にマトリックスに対し類似の方位関

係をもつ異常組織部が比較的少なく形成されること、そしてさらにその異常部の中の特定の方位部分が優先的に回復、再結晶し、しかもマトリックスはin-situ¹³⁾のおそい再結晶を起こすために、これら再結晶核との方位関係あるいは蓄積エネルギーの差などがどの部分でも類似であることによるものと考えられる。そしてこの結晶で冷延率が70, 80%と高くなるにつれ再結晶集合組織の分散度が大きくなるのは、冷延マトリックス自身の方位分散が大きくなりつつあったが一部に形成される異常組織部の方位も分散が大きくなると考えられること、そして異常組織部では蓄積エネルギーが増加しセル構造が明りよう化することなどから、全体として再結晶核形成の機会がふえ、それらの方位はかならずしも類似のものばかりではなくなるためと考えられる。なお45°結晶の冷延マトリックスの(557)[110]方位と再結晶粒の(011)[100]方位とは幾何学的にはちょうど[001]軸まわりの45°回転関係にある。この<001>回転関係は{001}<100>方位結晶について知られているが²⁰⁾、一般的には粒成長にとつて必ずしも好ましい方位関係ではない。今回の場合、{011}<100>もしくはその近傍方位の再結晶粒がマトリックスを喰つて成長するのは、再結晶進行過程におけるこれら2領域の歪エネルギーの差¹²⁰⁾が主要な原因になつていると考えられる。

なお、今回の実験で、冷延下部組織の異常部にみられた方位は、(211)[111]もしくは(121)[111]すべり系の単独活動によつて形成されたと考えられるものが多く、(101)[111]もしくは(011)[111]すべり系の活動によつて形成されたと考えられるものは少なかった。また再結晶集合組織が上述のような機構で形成されるものとする、得られた優先方位のほとんどは(211)[111]もしくは(121)[111]すべり系の活動による結果と解釈されるものであり、このこともこれらのすべり系のほうが活動しやすかつたことを示唆しているがその理由は明らかでない。またマトリックスでは、前報¹⁾でも述べたように、すべりに伴う方位回転成分が0である(112)[111]および(112)[111]すべり系の対が優先活動している可能性があるが、これも確証はない。しかしこの対のすべり系の $S(\theta)$ 値は、Fig. 7に示したように θ が小さいものほど大きくなることを考慮し、また45°結晶に比べて35°結晶では冷延マトリックスの組織や方位の乱れが少なくそして異常組織部形成の頻度も少ないことが再結晶を困難にさせている理由とすれば、やはりこの対の優先活動の可能性を示唆しているとも考えられる。同様の意味で、55°結晶ではマトリックスの乱れが大きくなり異常組織部形成の頻度やその方位の分散も大きくなるの

で、再結晶は容易に起こるが、その集合組織は分散の大きいものとなることが理解できる。

5. 結 論

(1) $[1\bar{1}0]$ 軸が圧延方向と平行なフェライト鋼単結晶のなかで、圧延面と(001)面のなす角 θ が $35^\circ\sim 55^\circ$ の結晶、とくに 45° の結晶は冷延焼鈍後鮮鋭な $\{011\}\langle 100\rangle$ またはその近傍方位を優先方位とする一次再結晶集合組織を形成する。

(2) これらの結晶は冷延後も巨視的には方位が変化せず下部組織も均一であるが、局所的に異常な組織部分がみられ、その頻度は θ あるいは冷延率が大きいものほど大きい。そしてこのような異常部分は、圧延による剪断応力が高い2, 3の特定のすべり系がそれぞれ単独で活動し、周囲のマトリックスによる拘束のもとに回転したと考えられる限られた種類の方位をもつ微細組織の集合体であり、その回転先端の方位と考えられる $\{011\}\langle 100\rangle$ の近傍方位をもつものも含まれている。

(3) このような異常組織部分、とくにすべりによる方位回転の先端に近い方位をもつ部分は、焼鈍に際してもつとも早く再結晶が起こり、周囲との歪エネルギーの差によつて成長を起こす。

(4) 結局、組織の大部分が初期方位のまま冷延されしかも in-situ¹³⁾の再結晶をするなかに、特定の方位とくに $\{011\}\langle 100\rangle$ 近傍方位の異常組織部分が冷延で局部的に形成され、しかももつとも早く再結晶して成長することになる。その意味でとくに 45° 結晶は、冷延マトリックスの結晶方位の乱れが比較的大きくそのため再結晶過程での歪エネルギーの回復が適当におそく、また再結晶核となる異常組織部の発生頻度も適当であるがために、一次再結晶集合組織は $\{011\}\langle 100\rangle$ もしくはその近傍方位に強く集積したものと解釈される。

文 献

- 1) 橋本, 大橋, 藤元: 鉄と鋼, 57(1971)7, p. 1155
- 2) C. G. DUNN: Acta Met., 2(1954), p. 173
- 3) C. G. DUNN and P. K. KOH: Trans. Met. Soc. AIME, J. Met., 8(1956), p. 1017
- 4) H. HU: Acta Met., 8(1960), p. 124
- 5) H. HU: Trans. Met. Soc. AIME, 221(1961), p. 130
- 6) E. FURUBAYASHI: Trans. ISIJ, 9(1969), p. 222
- 7) H. HU: Recovery and Recrystallization of Metals, Ed. by L. Himmel, [John Wiley and Sons, Inc.], New York, (1963), p. 311
- 8) Y. TANEDA: Jap. J. Appl. Phys., 4(1965), p. 16
- 9) T. TAOKA, E. FURUBAYASHI, and S. TAKEUCHI: Trans. ISIJ, 7(1967), p. 95
- 10) P. K. KOH and C. G. DUNN: Trans. Met. Soc. AIME, 203(1955), p. 401
- 11) J. L. WALTER and W. R. HIBBARD, Jr.: Trans. Met. Soc. AIME, 212(1958), p. 731
- 12) 和田, 松本, 黒木: 日本金属学会誌, 32(1968), p. 767
- 13) C. CRUSSARD: Rev. Métall., 41 (1944), p. 139
- 14) I. L. DILLAMORE, E. BUTLER, and D. GREEN: Met. Sci. J., 2(1968), p. 161
- 15) R. W. CAHN: J. Inst. Metals, 76(1949), p. 121
- 16) 武智, 高橋, 加藤, 長田: 日本金属学会シンポジウム講演予稿, 昭和44年10月, p. 129
- 17) H. HU: Trans. Met. Soc. AIME, 224(1962), p. 75
- 18) J. L. WALTER and C. G. DUNN: Acta Met., 8(1960), p. 497
- 19) F. FUJITA: J. Phys. Soc. Japan, 16(1961), p. 397
- 20) C. G. DUNN and H. BRANDHORST: Trans. Met. Soc. AIME, 224(1962), p. 193