

論 文

UDC 669.14-415 : 620.186.5 : 546.261 : 546.171

冷延鋼板の再結晶挙動に及ぼす炭化物、窒化物の影響*

寺 崎 富久長**・金子 輝 雄**

Influence of Carbides and Nitrides on the Recrystallization Behavior in Cold Rolled Steel Sheets

Fukunaga TERASAKI and Teruo KANEKO

Synopsis:

To clarify the effect of carbides and nitrides on the formation of recrystallization texture in low carbon steel sheets, the changes in recovery, recrystallization and grain growth processes during isochronal annealing have been investigated from the view point of crystallographic orientation dependency, using commercial Al-killed steel, Ti-stabilized steel, rimmed steel, and vacuum-melted 0.02% C-Fe alloy as materials.

The formation of the proper recrystallization texture in Al-killed steel may be explained by the crystallographic orientation dependency of recrystallization rate, which is originated from the retardation of recovery due to the precipitation of AlN. In rimmed steel, the treatment resulted in structures with fine cementite dispersion before cold rolling causes the crystallographic orientation dependency of grain size distribution just after primary recrystallization, and the recrystallization texture is developed by the preferential growth of {111} grains during the normal grain growth. In Ti-stabilized steel, the behavior is more complicated but it might be affected by the precipitation of TiC.

(Received Dec. 18, 1971)

1. 緒 言

冷延鋼板の成型性と再結晶集合組織との間に、密接な関係の存在することが知られて以来、再結晶集合組織に影響を与える各種因子についての調査がなされてきた。なかでも微細に析出した炭化物、窒化物の効果は、多くの研究者の注目を集め、それに関する報告も多い¹⁾。

たとえばアルミニウムキルド鋼はリムド鋼に比べて優れた再結晶集合組織を有するが、その形成には、AlNの析出が重要な役割を果たすことがよく知られている²⁾。このAlNの析出は回復過程で生じる場合に効果を示し、回復を著しく遅滞せしめるが、これにより結晶方位間の回復の差が増大する³⁾⁴⁾。同様の効果は鉄中のCuの場合にも観察されており、再結晶粒はアルミニウムキルド鋼と同じ伸延粒をなす⁵⁾⁶⁾。アルミニウムキルド鋼におけるAlN、あるいは鉄中のCuは、いずれも焼鈍中に析出が生じることにより回復、再結晶に影響を与え、冷延前に十分に析出させてしまうと、その効果が失われることなど⁷⁾からこれらの析出物による効果は、‘途中析出型’と呼ばれている。しかしながら回復、再結晶に關与する析出物は、非常に微細であり直接的な観察が困難なところから、前析出 cluster などを考える説もあるが、詳細については必ずしも明らかでない⁸⁾⁹⁾。

他方、冷延前に微細な炭化物、窒化物などの析出が存在するいわゆる‘前析出型’の場合にも、種々の影響を与えるが、最近リムド鋼で冷延前に種々の熱処理を行なうことにより、再結晶集合組織を改良する試みがなされており¹⁰⁾、この場合冷延前の微細な炭化物の存在による効果として考えられている¹¹⁾。またリムド鋼における冷延前処理により、微細な炭化物を析出させると再結晶集合組織の結晶粒度依存性が著しく大きくなり、結晶粒が大きいほど{111}成分が多くなるという報告もある¹²⁾。

このような冷延前に微細な析出が存在する場合の効果は、冷延時のcell形成を抑制し回復を遅らせること⁷⁾や、deformation bandの形態を変化せしめる¹³⁾などが報告されているが、再結晶集合組織形成にどのように寄与するかについては不明な点が多い。

その他、炭化物、窒化物形成元素であるTi, Nb, V, Zr, Moなどの合金元素添加による集合組織の改良が多

* 昭和46年4月本会講演大会にて発表
昭和46年12月18日受付

** 住友金属工業(株)中央技術研究所

く試みられており、なかでも Ti の効果が大きいことが知られている¹⁴⁾。しかしその効果については、TiC の冷延前析出によるものか、固溶 Ti が AlN のように焼鈍中に析出することによるものか、あるいはいわゆる‘固溶炭素’の減少によるものであるかについては、議論が多く結論に至っていない^{15)~17)}。

本報告では、これらの微細な炭化物、窒化物が低炭素冷延鋼板の再結晶に及ぼす影響を調査するため、アルミニウムキルド鋼、リムド鋼、Ti 添加鋼の 3 種の鋼を主として取りあげ、等速加熱焼鈍中の回復、再結晶および粒成長の挙動を調査した結果について報告する。

2. 供試材と実験方法

アルミニウムキルド鋼(A)、Ti 添加鋼(T)は、それぞれ 4.4 mm, 3.2 mm 厚の熱延板を、圧下率 75% で 1.1 mm, 0.8 mm 厚まで冷延した。リムド鋼は、7.0 mm 厚の熱延板を、900°C × 1 hr 加熱後 1 パスで 3.2 mm

厚まで熱延した。熱延後大気中で室温まで徐冷し、さらに 700°C に保持した炉中に投入炉冷したもの(RA)と、熱延後ただちに水中で急冷し、400°C に保持した炉中に投入炉冷したもの(RW)の 2 種の処理を行なった。これを 75% の圧下率で冷延し 0.8 mm 厚とした。また比較のため、真空溶解により 0.02% C-Fe を溶製し、鍛造圧延により 6.0 mm 厚とした後、900°C × 1 hr 加熱し 1 パスで 3.2 mm 厚まで熱延した。熱延後は RA と同じ処理をした。冷延は圧下率 75% で 0.8 mm 厚に仕上げた。

各供試材の化学分析結果を Table 1 に示す。また熱延板中の析出物(主として炭化物)の形状、分布を調べるため、圧延面に平行な面を抽出レプリカ法により観察した。その一例を Photo. 1 に示す。熱延後急冷焼戻しを行なったリムド鋼 RW では、粒界近傍のパーライトは非常に小さく、かつ均一である。粒内には羽毛状の微細なセメンタイトが多く分布している。熱延後徐冷したリムド鋼 RA では、大きなパーライト状炭化物が粒界近傍に存在し、粒内の析出物は RW に比べて少ない。アルミニウムキルド鋼 A でも RA とほぼ同様の分布状態を示している。Ti 添加鋼 T では、粒内に微細な TiC の析出がかなり密に分布している。0.02% C-Fe (F) では、粒界近傍のパーライトはみられない。粒内には非常に微細な析出物がみられ、MnS と考えられる¹⁸⁾が同定は行なわなかった。

以上の各種の冷延板から試料を切り出し、管状焼鈍炉を用い、アルゴン雰囲気中で等速加熱焼鈍を行なった。加熱速度は、20°C/hr と 160°C/hr の 2 種を用い、350~700°C までの種々の温度に達した後、試料を取り出した。さらに 700°C で 1 hr, 4 hr, 16 hr 保持した段階でも同様に試料を取り出した。用いたヒートパターンを Fig. 1 に示す。この焼鈍試料を以下の実験に供し、焼鈍過程における変化を調査した。

2.1 光学顕微鏡観察

圧延面に直角で圧延方向を含む面について、2% ナイタル液で腐食後光学顕微鏡による観察を行な

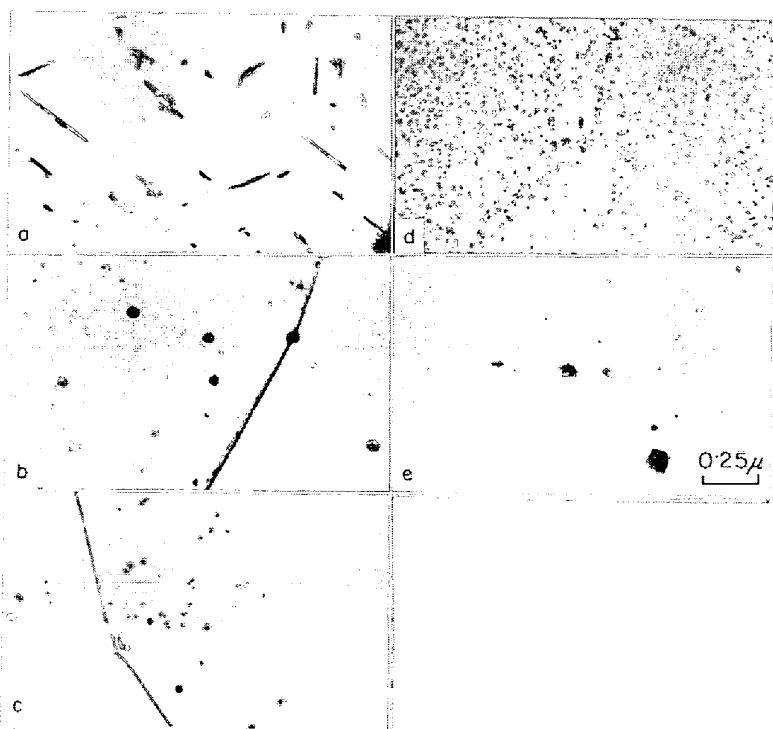


Photo. 1. Observations of precipitation in hot band by extraction replica
(a) RW (b) RA (c) A (d) T (e) F.

Table 1. Chemical composition of materials used (wt %).

Sample		C	Si	Mn	P	S	N	sol. Al	Ti
A	Al-killed steel	0.053	0.03	0.37	0.006	0.008	0.0086	0.035	—
RA or RW	Rimmed steel	0.055	<0.01	0.23	0.008	0.016	0.0066	—	—
T	Ti-Steel	0.009	0.03	0.22	0.006	0.021	0.0060	—	0.19
F	0.02% C-Fe	0.020	<0.01	<0.01	0.002	0.005	0.0010	—	—

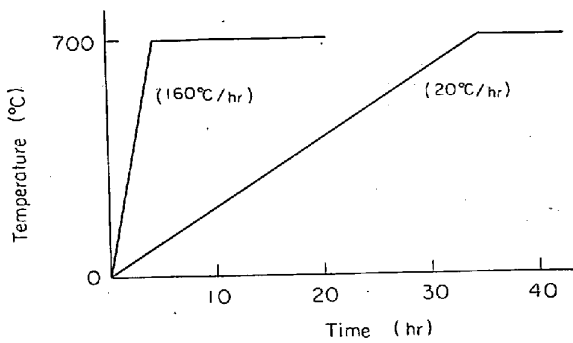


Fig. 1. Heat pattern used in final recrystallization annealing.

い、再結晶温度、再結晶粒形状、粒成長過程などを調査した。なお Ti 添加鋼の場合、2% ナイタル液では粒界が明りょうでないので、塩化第 2 鉄の飽和水溶液とエチルアルコールを 1:1 の割合で混合した液で腐食を行なった。

2.2 X線回折積分強度および回折線幅広がり測定

冷延集合組織から再結晶集合組織への変化を調べるため、圧延面に平行な $\{111\}$, $\{100\}$, $\{110\}$, および $\{211\}$ 面からの回折線の強度を測定した。測定は島津 VD-1 型自記 X 線回折装置を用い、fixed time 法で積分強度を測定し、back ground 強度を差引いた値 I を、粉末還元鉄における同様な測定値 I_0 で除した相対強度 I/I_0 を求めた。この場合 $\text{MoK}\alpha$ 線を用い、管電圧 35 kV、管電流 15 mA の条件で行なった。計数管はシンチレーションカウンターを用いた。

回復の度合を調べるため、回折線の幅広がり測定した。精密には回折線のプロファイルそのものを問題にするべきであるが、ここでは簡便のため

$$B = (I_{\min} - I_b) / (I_{\max} - I_b)$$

をパラメータとして用いた。ここで I_{\min} は $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ ピークの間の極小強度、 I_{\max} は $K\alpha_1$ 近傍の最大強度、 I_b は back ground 強度である。このパラメータを用いて各結晶方位別の相対的変化を評価するため、さらに

$$(B_T - B_R) / (B_{CW} - B_R)$$

を求めた。ここで B_T は各温度での B の値、 B_R は $700^\circ\text{C} \times 16 \text{ hr}$ 焼鈍後の B の値、 B_{CW} は冷延後の B の値である。

2.3 $\{100\}$ 極点図測定

冷間圧延後と $700^\circ\text{C} \times 16 \text{ hr}$ 焼鈍後の試料について、反射法により $\{100\}$ 極点図を求めた。測定は理学電機製 X 線回折装置で行ない、ターゲット Co、管電圧 40 kV、管電流 10 mA の条件で行なった。計数管として G. M. 管を用いた。

2.4 ファセットピット法による観察

再結晶集合組織と粒成長の関係を明らかにするため、ファセットピット法による観察を行ない、結晶方位別の粒成長を調査した。腐食液としては、(A) $\text{HCl} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 4 : 100$ の混合液、(B) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} : \text{H}_2\text{O} : \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} = 2 : 5 : 5$ の混合液、(C) $\text{HCOOH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} : \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} = 1 : 1 : 1 : 2$ の混合液を用い、試料の圧延面を (A) 液に約 3~4 sec、(B) 液に約 20 sec、(C) 液に約 5 sec の順に浸し、ファセットピット腐食を行なった¹⁹⁾。観察には、日本電子製 JSM-2 型走査型電子顕微鏡による二次電子像を用いた。

2.5 デバイ写真による再結晶粒の測定

再結晶および粒成長過程での結晶方位別の再結晶粒の挙動を調べるため、デバイ写真による測定を行なった⁴⁾。ビーム拡がりは上下に 0.15° 、左右に 0.9° におさえた。撮影条件は、222 の場合 $\text{MoK}\alpha$ 線を用い、発散側に Zr フィルター、検出側に Al フィルターを用いた。管電圧 35 kV、管電流 18 mA で 50 min 露出した。100, 110 については、 $\text{CrK}\alpha$ 線を用い、発散側に V フィルターを用い、管電圧 35 kV、管電流 15 mA の条件で 15 min 露出した。

2.6 電子顕微鏡観察

熱延板中の析出物の観察は、抽出レプリカ法による電子顕微鏡観察を行なった。抽出は 5% プロムアルコール液を用い、観察は、日立 HU-11 D 型電子顕微鏡で、加速電圧 100 kV で行なった。

またファセットピット法による方位別再結晶粒観察の困難な、結晶粒の小さな試料については、電子顕微鏡による直接観察を行なった。試料は、フッ酸と過酸化水素水で 50μ まで化学研磨した後、リン酸-クロム酸中で電解研磨により作成した。観察は日立 HU-200 型電子顕微鏡を用い、加速電圧 200 kV で行なった。

2.7 硬さ試験

焼鈍中の機械的性質の変化を調べるため、スーパーフィッシェル硬さを測定した。試験荷重 30 kg、圧子として $1/16 \text{ in}$ の鋼球を用いた。

3. 実験結果

3.1 再結晶温度に及ぼす析出物の影響

光学顕微鏡による圧延面に直角で圧延方向を含む断面の観察結果から、再結晶開始温度と終了温度を測定した。その結果を Table 2 に示す。

再結晶開始温度は、 $0.02\% \text{ C-Fe(F)}$ が約 475°C で最も低く、リムド鋼 RA, RW は F に比べて $20^\circ\sim 30^\circ\text{C}$ 、アルミニウムキルド鋼 A は $80^\circ\sim 100^\circ\text{C}$ 、Ti 添加鋼 T は

Table 2. Starting and ending temperatures of recrystallization during continuous heating with constant rate and annealing at 700°C.

Sample	20°C/hr		160°C/hr	
	Start	End	Start	End
A	550~560°C	570~580°C	570~580°C	600~610°C
RA	475~500°C	525~550°C	500~525°C	550~575°C
RW	475~500°C	525°C	500°C	525~550°C
T	580~600°C	620°C	620~640°C	640°C
F	475°C	625~650°C	475°C	650~675°C

110°~140°C ほど、それぞれ再結晶開始温度が上昇している。また試料 F では、加熱速度の影響はわずかであるが、他の試料ではいずれも加熱速度の速いほど、再結晶開始温度は高くなっている。試料 F 以外はすべて、再結晶開始後 10°~30°C の狭い温度範囲で再結晶は 100%完了する。これに対して試料 F では、再結晶開始後終了するまでに 175°~200°C を要し、再結晶の進行は緩慢である。

以上再結晶開始および終了温度は、鋼種によつて非常に異なるが、リムド鋼における熱延後の処理による差は認められなかった。

再結晶の開始は回復の進行とも関連しており、これについては後に述べる。

3.2 硬さの変化

回復再結晶過程を調べる上で、硬さの変化を目安にすることができる。

Fig. 2 は供試鋼の焼鈍中における硬さの変化を示したものである。この硬さの変化を光学顕微鏡観察と比較してみると、再結晶開始前の回復過程でも若干硬さの減少がみられるが、再結晶開始と同時に硬さは著しく減少し、再結晶終了後は変化はゆるやかになることがわかる。これらの急激な変化の起こる温度は、Table 2 に示した再

結晶開始時期に対応しており、その意味で再結晶開始温度の判定に用いることはできる。しかし、硬さの測定は平均的なものであり、再結晶開始に関する結晶方位依存性などの問題には適用できない。

3.3 X線回折線の積分強度の変化

3.3.1 222 回折線強度の変化

等速加熱焼鈍過程での 222 回折線の積分強度の変化を Fig. 3 に示す。冷延後の強度は、Ti 添加鋼 T が最も強く、ついで RW, A, RA, F の順になっている。しかしその差は大きなものではなく、再結晶開始まではほとんど変化しない。再結晶開始後の変化は鋼種により大きく異なる。すなわちアルミニウムキルド鋼 A と Ti 添加鋼 T では、再結晶とともにこの方位の強度は著しく増加し、本実験条件の場合再結晶終了後はほとんど変化しない。これに対してリムド鋼 RA および RW では、再結晶開始によりこの方位の強度はいつたん減少し始め、再結晶終了後は再び増加しはじめる。この場合 RW では RA に比べて減少の度合いが小さく、また再結晶終了後の増加の度合いが著しく大きい。F では再結晶開始後若干減少し、その後増加しはじめる点で、RA, RW に近い挙動を示すが、変化の度合いは小さい。

加熱速度依存性については、RA, F, T では加熱速度による差は比較的小さいが、A, RW では加熱速度の遅いほうが、222 強度は強く、とくに RW で大きい。この場合 RW では、再結晶終了時点では差がないが、それ以後加熱速度による差が大きくなる。これに対して A などでは、再結晶終了時点ですでに差が存在する。

ところで鋼種により 222 強度の挙動に差があるが、とくに RW では再結晶終了後に著しい変化を示し、結晶粒成長と関係していると考えられる。そこで粒成長過程での再結晶粒の平均粒径と 222 強度との関係を調査し、その結果を Fig. 4 に示す。これからリムド鋼 RA および RW では、222 強度の結晶粒度依存性に差があることが明らかとなった。すなわち RW では

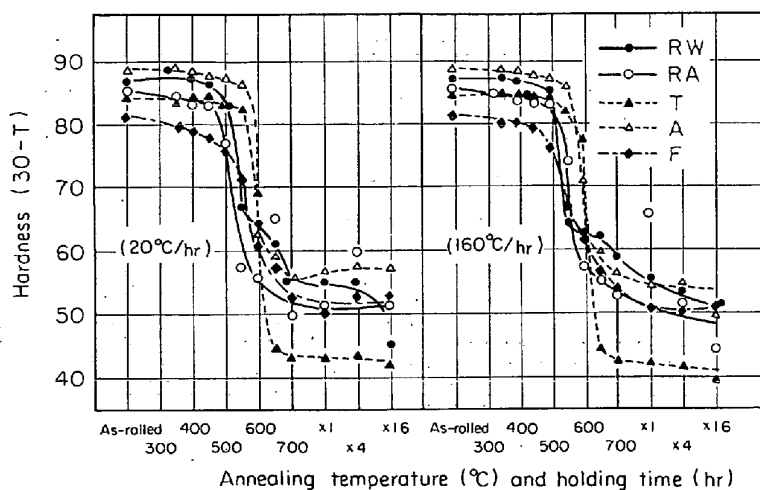


Fig. 2. Changes in Rockwell superficial hardness (30-T) during continuous heating with constant rate and annealing at 700°C.

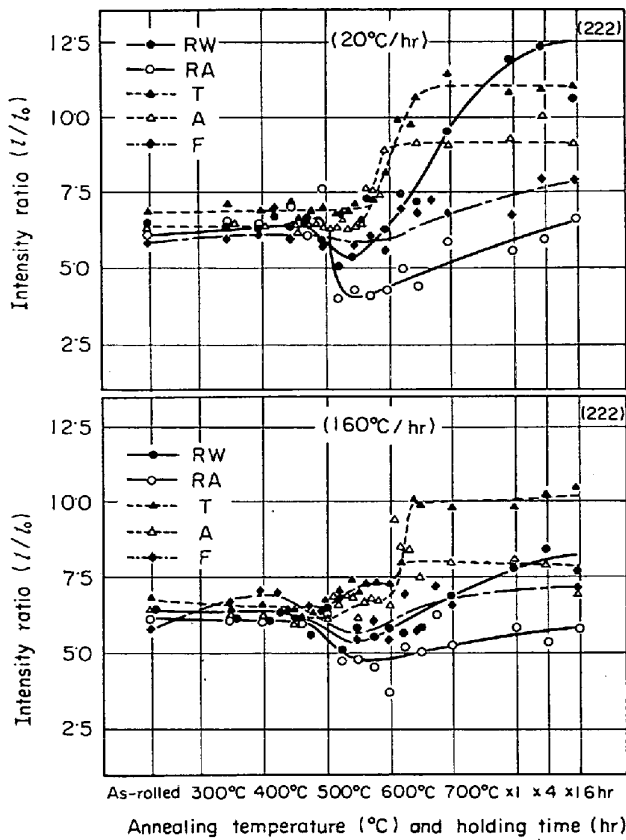


Fig. 3. Changes in (222) pole intensities during continuous heating with constant rate and annealing at 700°C.

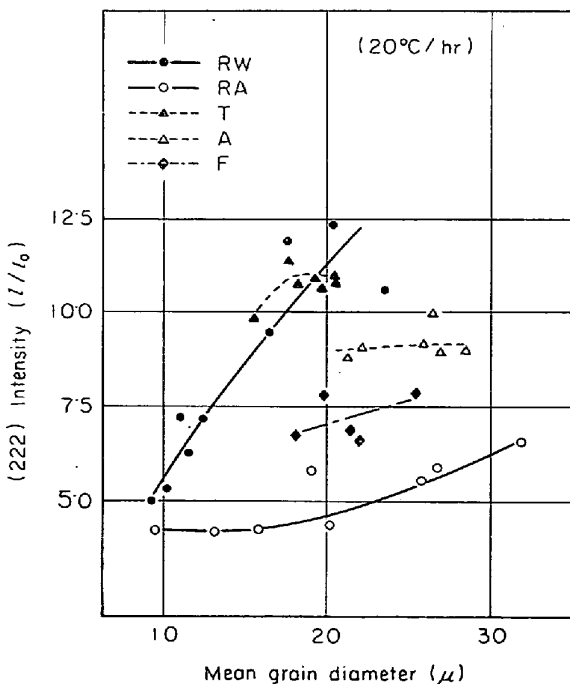


Fig. 4. Relation between (222) pole intensities and mean grain diameters at various normal grain growth stages (20°C/hr).

粒成長にともなう 222 強度の増加が著しいのに対して、RA では粒成長は同じ焼鈍条件で RW の粒成長より大きいにもかかわらず 222 強度はそれほど増加しない。アルミニウムキルド鋼 A, 0.02% C-Fe(F) では、本実験範囲では再結晶終了後の粒成長は少なく、222 強度も変化しない。Ti 添加鋼 T では、再結晶終了後粒成長にともない 222 強度が若干増加し、RW に近い挙動を示すようであるが、700°C の焼鈍では粒成長せず、したがって変化しなくなる。

光学顕微鏡による粒成長の過程を Photo. 2 に示す。その結果、A, RA, F では再結晶終了後において粒の大きさに差があまりない整粒組織を示しているのに対して、RW と T では再結晶終了直後はかなり強い混粒組織で粒成長にともない整粒組織になつてくることがわかった。これらの変化と Fig. 4 に示した 222 強度の変化とを比較すると、RW あるいはそれほど顕著ではないが T において、粒成長にともない 222 強度が増加するのは、粒成長の過程で大きな粒が小さな粒を侵食して成長することにより、{111} 方位の結晶粒が優先的に成長するという機構が考えられる。これについては、後にファセットピット法により詳しく検討する。

なお RW では、光学顕微鏡観察による再結晶終了温度は 525°C であるが、後でみられるように電子顕微鏡直接観察では 530°C までわずかに未再結晶部が残存している。しかしその量は数%程度であり、また 222 強度についても 525°C と 550°C とではほとんど差がなく、222 強度の極小の点がほぼ再結晶終了の点と考えてよい。

3.3.2 200 回折線強度の変化

焼鈍中の 200 回折線積分強度の変化を Fig. 5 に示す。冷延後の強度は T が最も強く、F, RW, RA, A の順に弱くなるが差は小さい。この強度は、いずれの鋼種についても再結晶開始から終了までの間で著しく減少する。再結晶終了後のこの強度の減少はアルミニウムキルド鋼 A で最も大きい。加熱速度の影響については、RA, T では加熱速度による差はあまりみられないが、他はすべて加熱速度の遅い方が減少する。試料 A および T では、再結晶終了後の変化はほとんどないが、他はすべて再結晶終了後も、若干減少し続ける。とくに RW は加熱速度の遅い場合粒成長にともなう減少が顕著である。

3.3.3 211 回折線強度の変化

211 回折線の積分強度の変化は、Fig. 6 に示すとおりである。冷延後の強度は F が最も強く、ついで RW と T がほぼ同じくらいの強度である。RA と A はほぼ同じ強度であり、やや弱い。この方位の強度は、アルミニウ

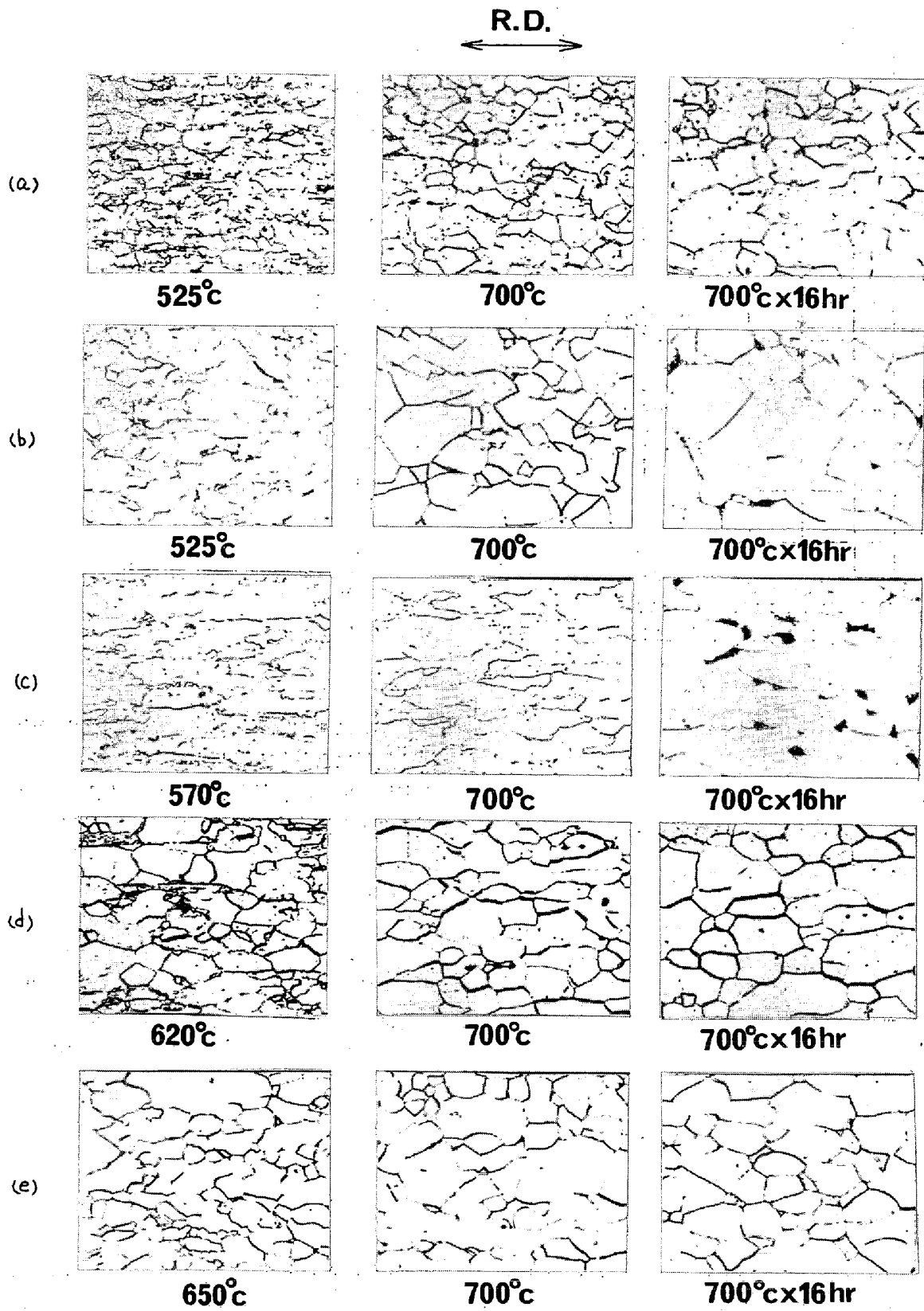


Photo. 2. Recrystallized grains just after primary recrystallization and during grain growth (20°C/hs).

Longitudinal section ×400 (3/4) (a) RW (b) RA (c) A (d) T (e) F

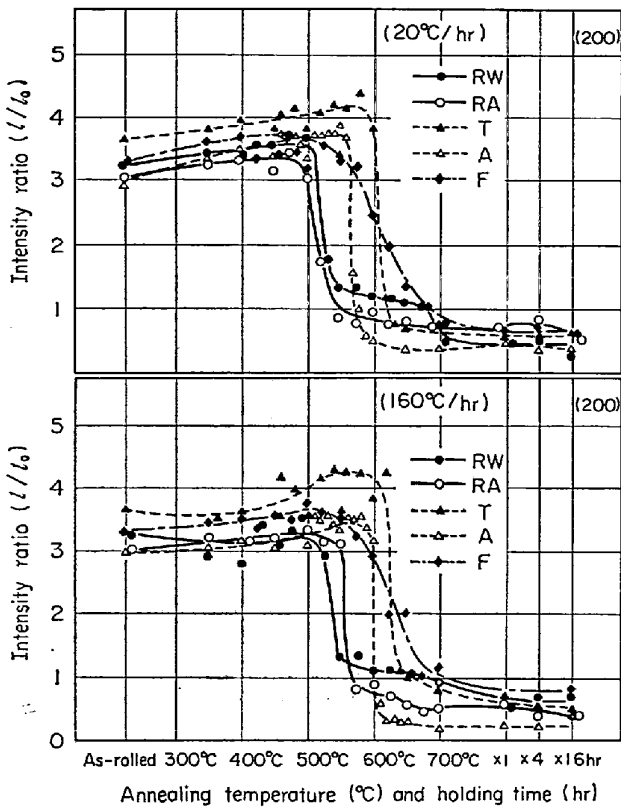


Fig. 5. Changes in (200) pole intensities during continuous heating with constant rate and annealing at 700°C.

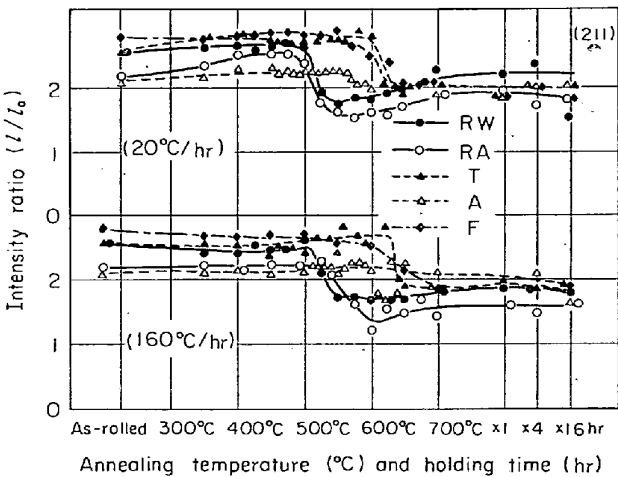


Fig. 6. Changes in (211) pole intensities during continuous heating with constant rate and annealing at 700°C.

ムキルド鋼Aを除いて、再結晶開始とともに減少する。再結晶終了後はほぼ一定になるが、リムド鋼では粒成長にともない若干増加し、とくに加熱速度の遅い場合には顕著である。アルミニウムキルド鋼Aでは、再結晶によってもほとんど変化しない。

3.3.4 110 回折線強度の変化

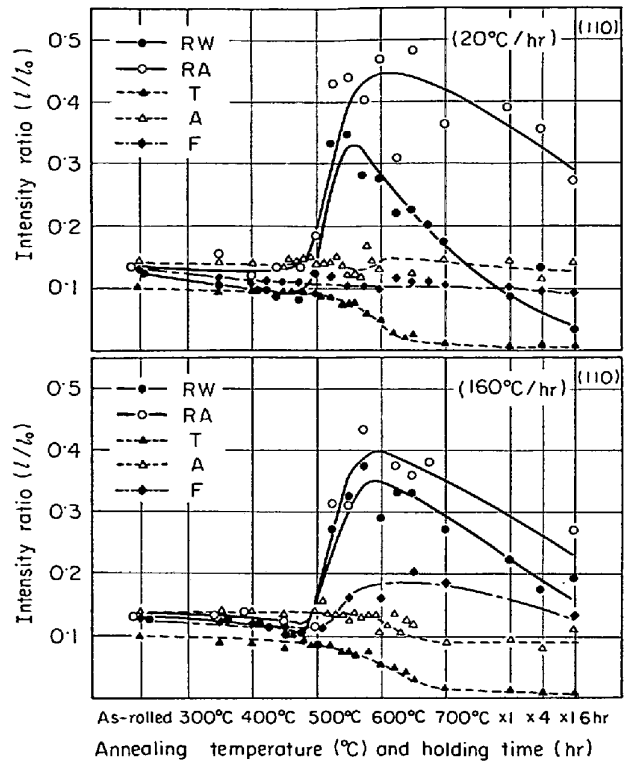


Fig. 7. Changes in (110) pole intensities during continuous heating with constant rate and annealing at 700°C.

Fig. 7に110回折線積分強度の変化を示すが、その変化は鋼種により著しく異なる。すなわちアルミニウムキルド鋼Aでは、再結晶によつてほとんど変化しないか、ごくわずかに減少するだけである。Ti添加鋼Tでは再結晶開始とともに減少しはじめ、再結晶終了後も減少し続ける。これに対してリムド鋼RA, RWでは再結晶開始とともに著しく増加するが増加はRAのほうがRWより大きい。再結晶終了後は減少しはじめるが、RWの場合加熱速度の影響が強く、加熱速度の遅い場合の減少の度合はRAに比べ著しく大きい。Fではほとんど変化しないか、あるいは再結晶にともない若干増加する。

ところで以上述べた粒成長にともなう110強度の減少は、X線回折の extinction effect によるものではなく、粒成長にともなう集合組織の変化に対応したものである。これについては、後にデバイ写真法により検討する。

3.4 回折線幅拡がりの変化

222, 200, および211回折線の幅拡がりの変化を求めた。110回折線は K_{α_1} と K_{α_2} ピークの分離が明りょうでないので測定できなかった。各鋼種別の幅拡がりの変化を Fig. 8(a)~(e)に示す。また鋼種間の比較を Fig. 9に示すが、この場合幅拡がりのパラメータBのままで示してある。

方位別の幅拡がりの相対的变化をみると、いずれの鋼

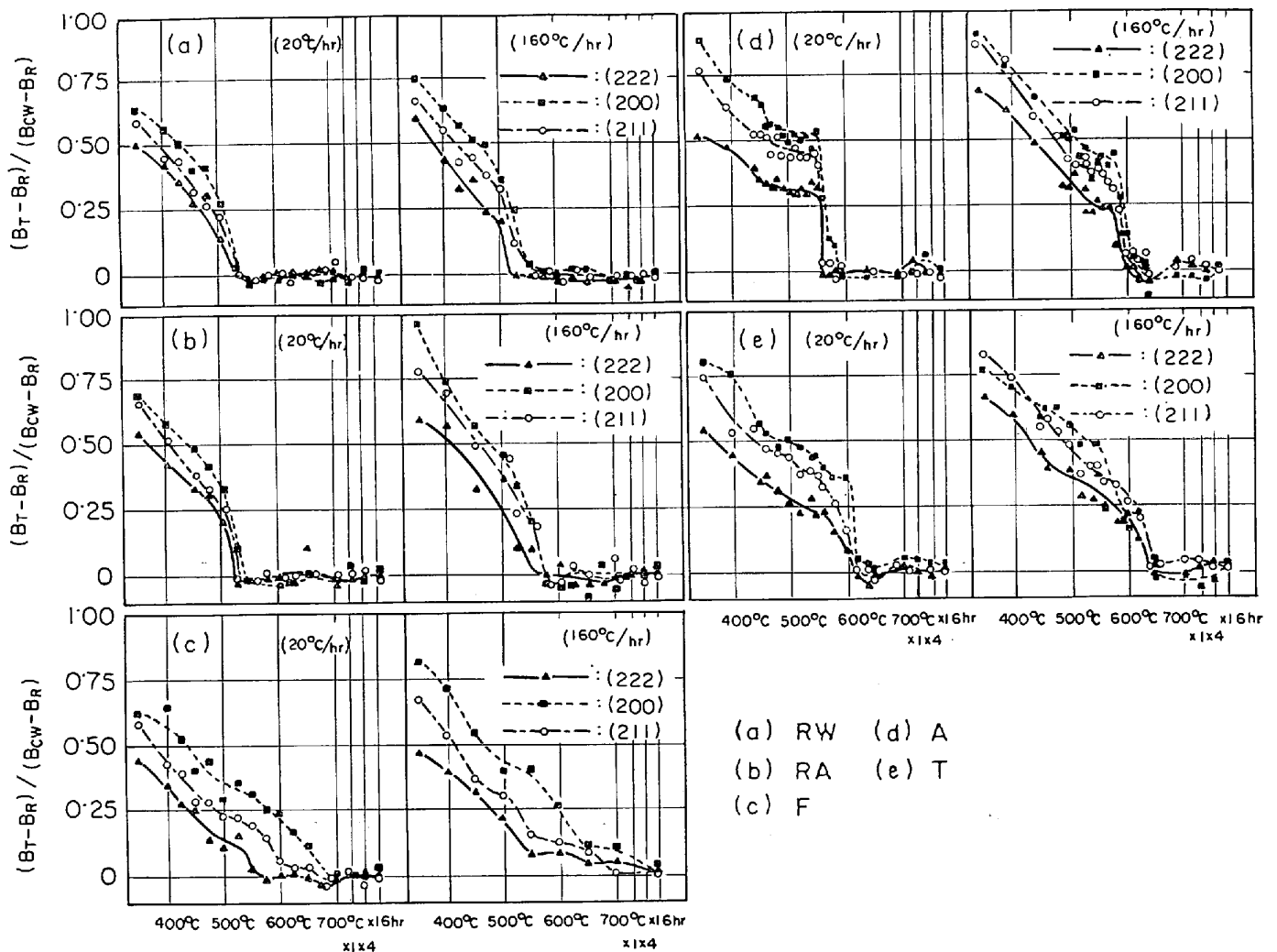


Fig. 8. Relative changes in X-ray line broadening during continuous heating with constant rate and annealing at 700°C.

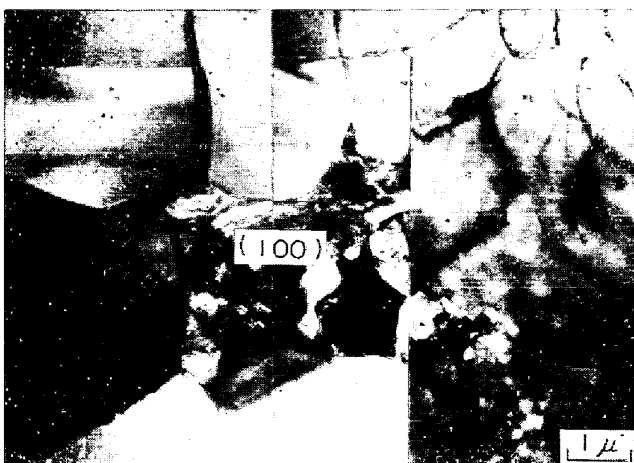


Photo. 3. Transmission electron micrograph of specimen RW after annealing at 530°C (20°C/hr). $\times 10\,000$ (7/10)

種についても、222, 211, 200 の順に減少の割合は速くなっている。光学顕微鏡観察により再結晶終了と判断される時点で、222, 211 の幅広がりほとんどなくなつ

ているが、200 の幅広がりには残っている。これは光学顕微鏡で観察して再結晶終了と判断されても、電子顕微鏡観察の段階では未再結晶部が残存していることによる。この一例を Photo. 3 に示す。

リムド鋼 RA, RW および 0.02% C-Fe(F) の幅広がりの変化をそれぞれ Fig. 8(a), (b), (c) に示すが、再結晶開始までの回復の相対的割合はほぼ同じである。再結晶開始後は RA, RW では急速に回復が進行するが、F では緩慢である。また Fig. 9 に示すように、RA と RW の間で幅広がりの変化はほぼ等しく、顕著な差はみられない。

アルミニウムキルド鋼 A については、Fig. 8(d) 示すように、再結晶開始までの回復は RA, RW に比べて遅く、また回復のかなり顕著な停滞がみられる。この停滞は、焼鈍中に AlN の微細析出が生じることに関係しているとされている。⁴⁾

Ti 添加鋼 T の変化を Fig. 8(e) に示すが、この場合

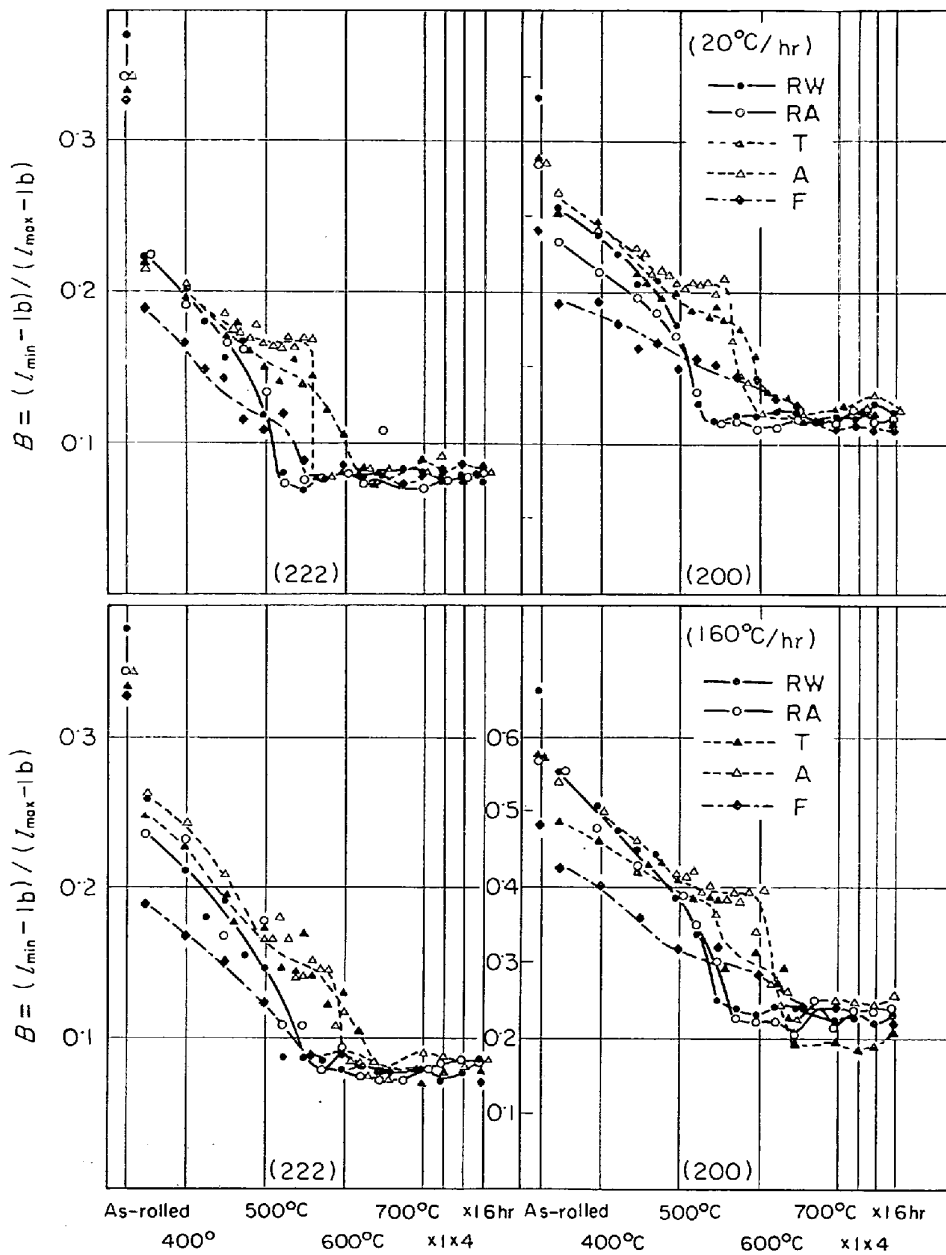


Fig. 9. Changes in parameter of X-ray line broadening during continuous heating with constant rate and annealing at 700°C.

アルミニウムキルド鋼におけるような顕著な回復の停滞はみられず、変化はリムド鋼に近い。しかしリムド鋼に比べると回復はかなり遅くなっている。

3.5. {100} 極点図による集合組織調査

冷延集合組織について、{100}極点図測定結果を Fig. 10 に示す。アルミニウムキルド鋼 A では、{111} <112> から {211} <110> への R.D. -60° / <110> 繊維組織と、{100} <110> が主要な方位である。また {111} // N.D. 繊維組織も弱いが認められる。リムド鋼 RA では、{211} <110> 付近の集積が強まってくる。RW では {211} <110> 付近から R.D. // <110> まわりに {100} <110> へのびてく

るようである。この傾向は Ti 添加鋼 T ではさらに強まり {111} <112> の集積は弱まる。

以上の冷延集合組織の差は、圧下率の上昇にともなう集合組織の発達についての知見からみると、同一の圧下率であるにもかかわらず T > RW > RA > A の順で圧下率の高い組織に対応していると考えられる²⁰⁾。

次に 700°C x 16 hr 焼鈍後の再結晶集合組織を、{100} 極点図により Fig. 11 に示す。A, RW, RA では {554} <225> から {111} <110> へかけて強い組織をもつ。集積度は A > RW > RA の順になっている。T では {554} <225> への集積が著しく {111} <110> は弱くなっている。

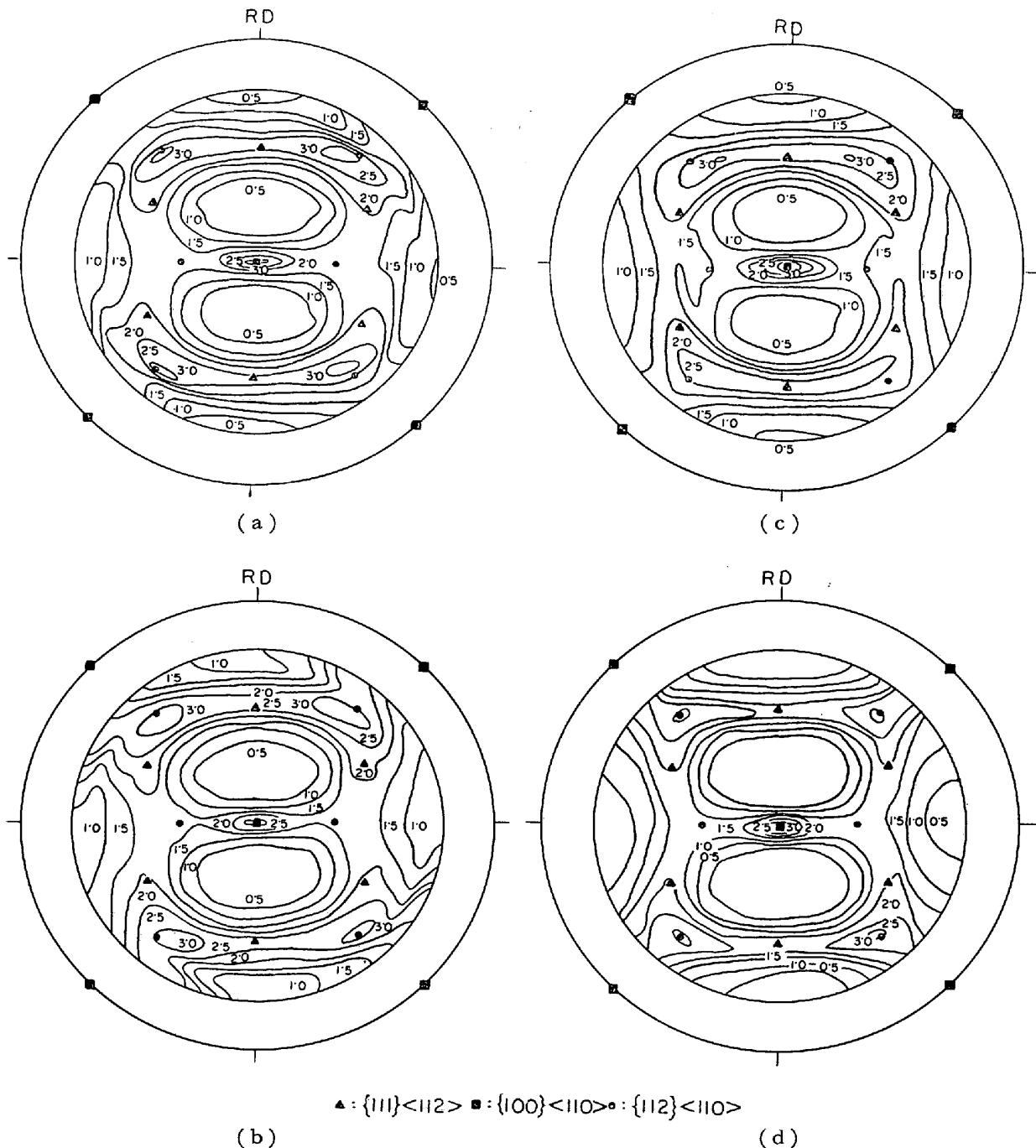


Fig. 10. {100} pole figures of specimens in 75% cold rolled condition
(a) RA (b) RW (c) A (d) T.

3.6 ファセットピット法による観察結果

リムド鋼では、熱延後の処理により再結晶終了後の粒成長過程での集合組織の発達に大きな差が生じることが判明した。Ti 添加鋼でもやや似た状況が認められた。これに対してアルミニウムキルド鋼では、再結晶終了後の変化はほとんどない。

このような再結晶挙動をひきおこす機構について調査するため、ファセットピット法による観察を行なった。調査は各供試材の等速加熱したときの再結晶終了直後、

700°C に達したとき、および 700°C × 16 hr 焼鈍のものについて行なった。解析はファセットピット腐食した試料の走査型電子顕微鏡による二次電子像を写真撮影した後、それぞれ {111}, {100} および {110} 方位近傍 (~10° 以下) を向いたピットを含む結晶粒の大きさと数を調べた。なおリムド鋼 RW の光学顕微鏡観察での再結晶終了直後のものは、粒径が数 μ でファセットピット法による観察が困難であるので、電子顕微鏡による直接観察を行なった。

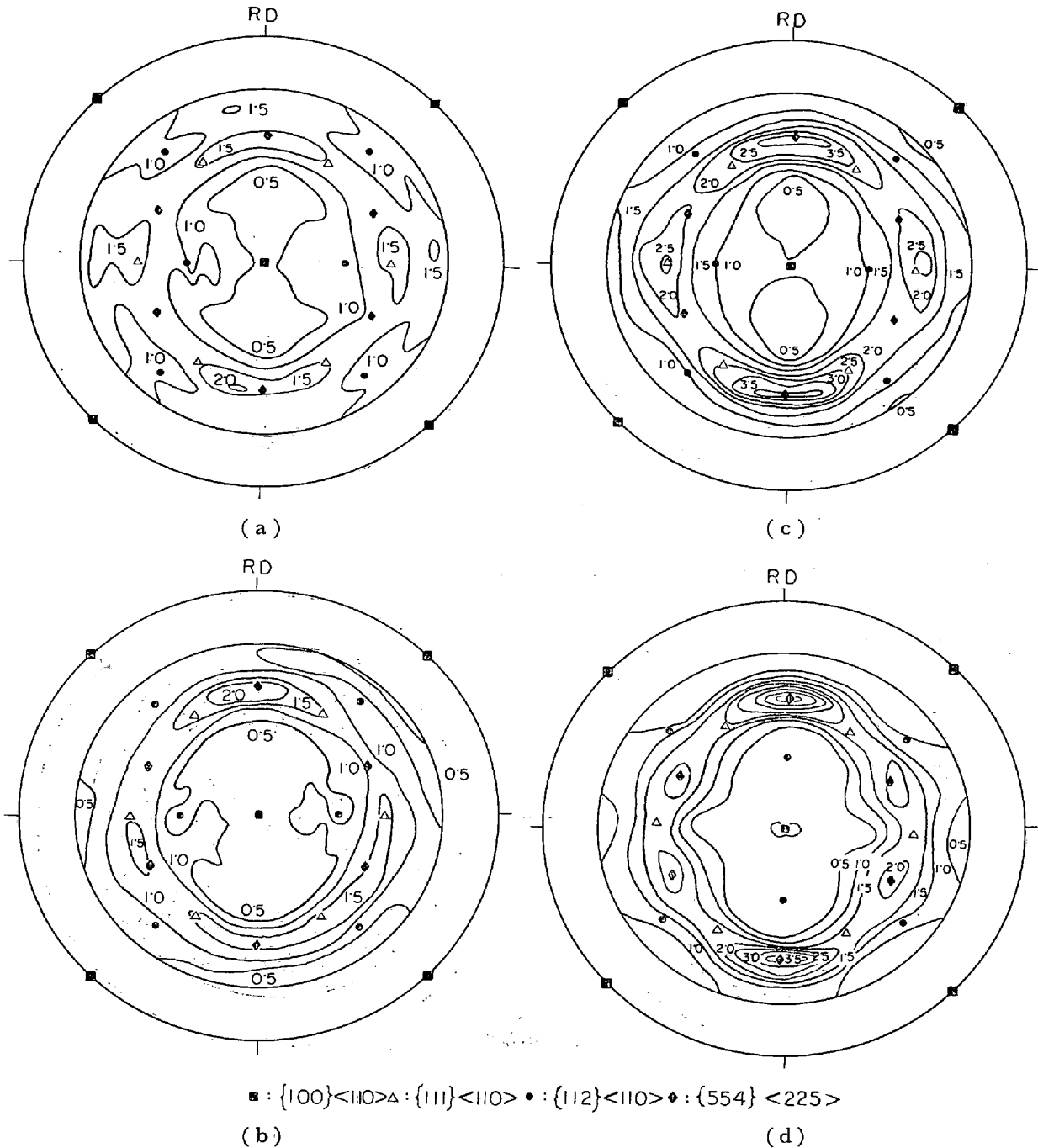


Fig. 11. {100} pole figures of specimens after annealing at 700°C for 16 hr (20°C/hr) (a)RA (b)RW (c)A (d)T.

ラテセツトピット法による観察例を Photo. 4 に示す。
 Fig. 12 は各試料の粒成長過程における方位別結晶粒の平均粒径の変化を示したものである。なお図中で () 印のあるものは、未再結晶部が残存していることを示している。解析は未再結晶部は除外して行なつた。
 図よりアルミニウムキルド鋼Aと Ti 添加鋼 T では、再結晶終了直後の時点で、すでに方位により結晶粒の大きさの差が著しく、その後焼鈍をすすめてもあまり粒成長せず、方位依存性も変化しないことがわかる。ただし

アルミニウムキルド鋼Aと Ti 添加鋼Tとでは差異があり、Aでは {100} 方位の結晶粒が小さく、{111} 方位の粒と {110} 方位の粒は {100} 方位の粒に比べ大きくほぼ同じ大きさである。それに対してTでは、{100} 方位の粒と {110} 方位の粒がほぼ同じ大きさで、{111} 方位の粒はそれらに比べて大きい。リムド鋼の場合とくにRWでは、図のスケールに対して結晶粒が小さいのではつきりしないが、やはり方位による粒の大きさに差がある。RW では再結晶直後において {111} 方位の粒の平均径

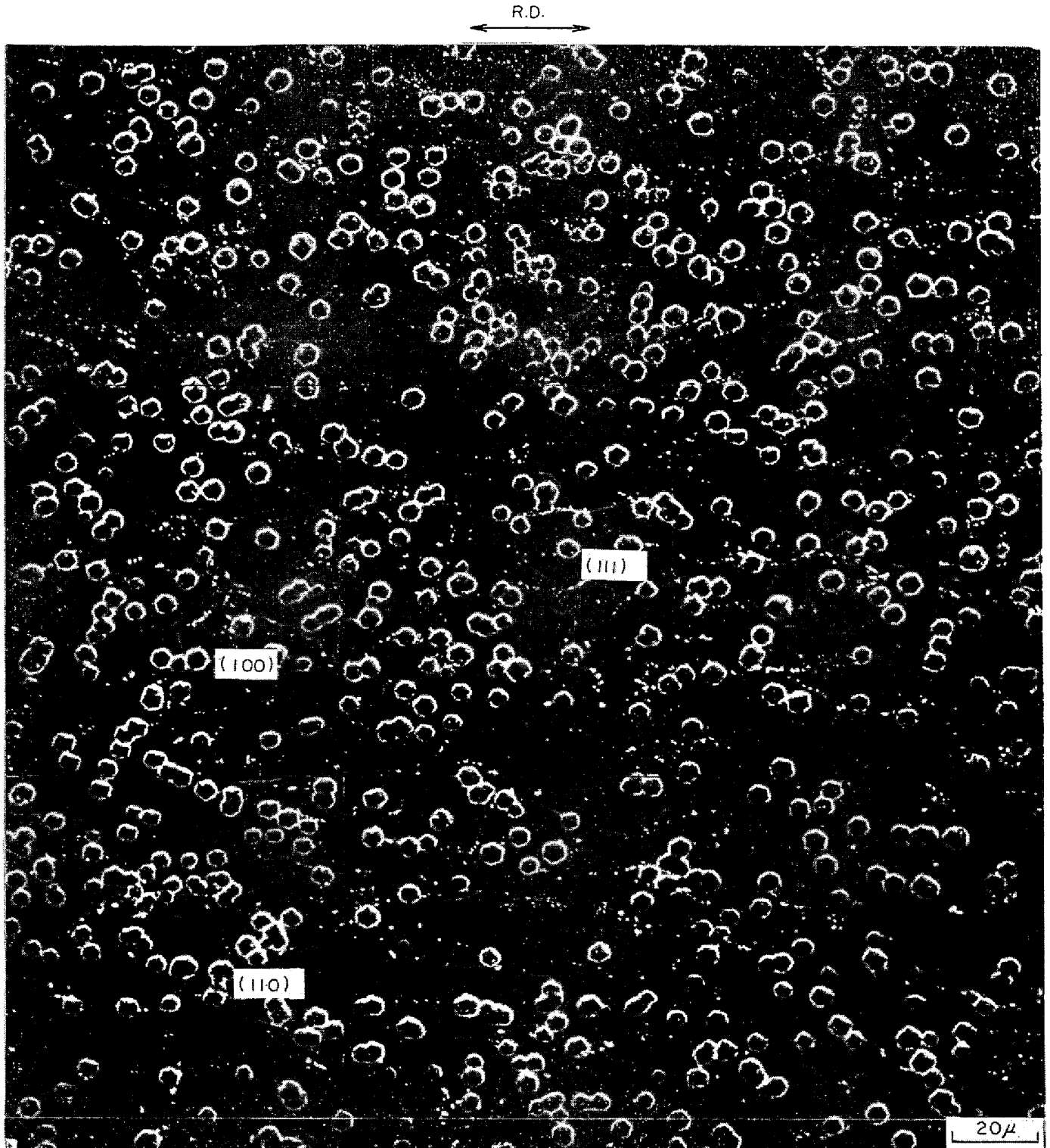


Photo. 4. Secondary electron image of facet pits. steel A annealing at 700°C (20°/hr).

は約 3.2μ で $\{100\}$, $\{110\}$ 方位の粒の平均径はそれぞれ 2.5μ , 2.1μ である。その後 $700^\circ\text{C} \times 16\text{ hr}$ まで焼鈍する間に, $\{111\}$ 方位の結晶粒は平均粒径約 27.8μ まで成長するのに対して, $\{100\}$, $\{110\}$ 方位の粒はそ

れぞれ 16.3μ , 21.0μ まで成長するだけで, 方位により粒成長の度合が異なる。これについては後に検討する。一方 RA では再結晶終了直後の $\{111\}$, $\{100\}$, $\{110\}$ 方位の結晶粒の平均粒径はそれぞれ 14.1μ , 8.8μ , 13.5μ

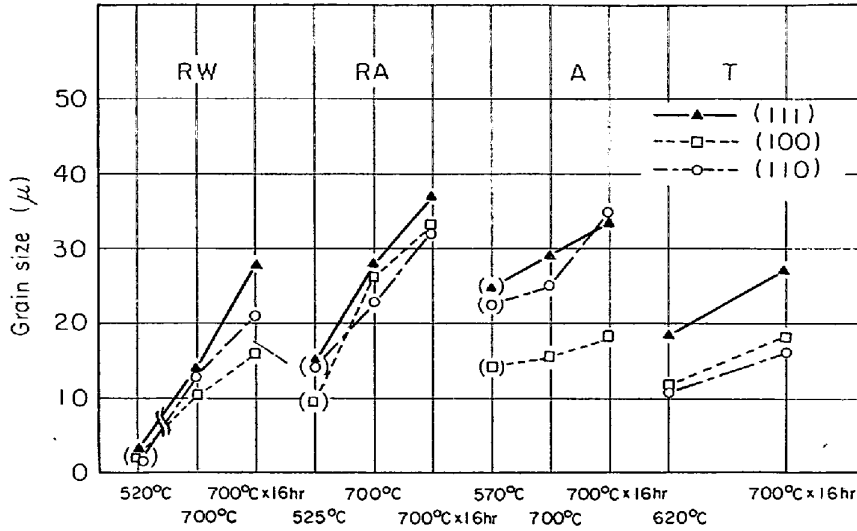


Fig. 12. Changes in grain size during grain growth observed by facet pits method. (see text).

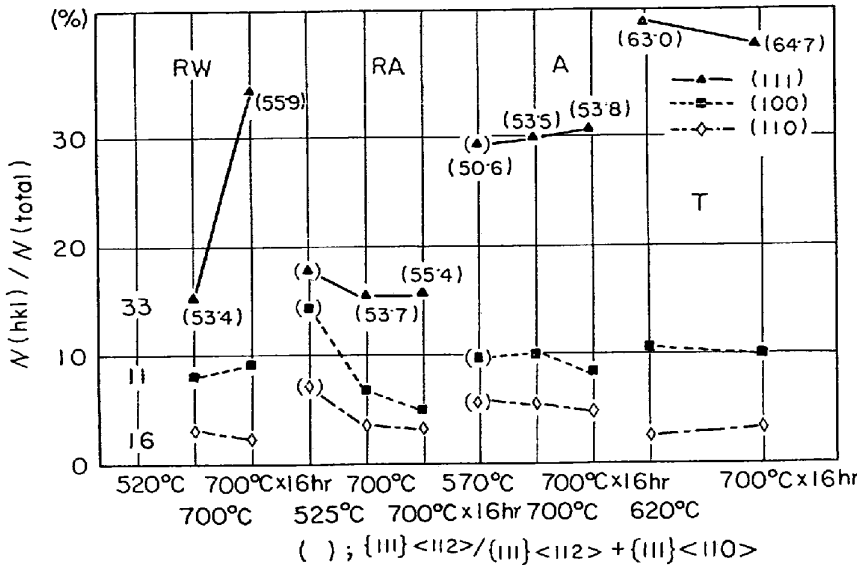


Fig. 13. Changes in number of grains during grain growth observed by facet pits method (see text).

で{100}方位の粒が他の2つの方位の粒に比べて小さい。その後700°C×16hrまで焼鈍すると{111}、{100}、{110}方位の粒径はそれぞれ36.6μ、33.2μ、31.8μまで成長するがRWに比べ結晶方位による差は小さい。なお図には示していないが0.02% C-Fe (F)では、700°Cまで焼鈍した場合、{111}、{100}、{110}方位の平均粒径はそれぞれ27.7μ、20.5μ、21.4μで、{111}方位の粒が他の2つの方位の粒に比べて大きい。700°C×16hrまで焼鈍すると、{111}、{100}、{110}方位の粒は、それぞれ32.0μ、21.5μ、27.4μになる。

以上の結果で再結晶終了付近での結晶粒径の方位差に注目すると、RW、T、Fでは{111}方位の粒は{110}、

{100}方位の粒に比べて大きく、RA、Aでは{111}、{110}方位の粒がほぼ同じ大きさで{100}方位の粒より大きくなっていることがわかる。

なおファセットピット法による測定では光学顕微鏡測定に比べて高倍率での観察のため、一般に粒度は小さく測定される傾向がある。とくに混粒の試料(RW、T)では、微小な結晶粒についての測定が困難なため、光学顕微鏡測定では平均粒径が大きくなっている。(たとえばRWを700°Cまで焼鈍した場合、ファセットピット法では $\bar{d}=13.1\mu$ 、光学顕微鏡測定では $\bar{d}=16.6\mu$ となっている。)

またRWについては、再結晶終了段階により近いものを選ぶため、520°Cまで焼鈍した試料について電子顕微鏡による直接観察を行なった。この段階ではかなり未再結晶部が残存している。525°Cまで焼鈍する間に、かなり粒成長するが、530°CでもPhoto. 3に示したように、ごくわずかであるが未再結晶部が残っている。

次に各方位別の再結晶粒数の変化をFig. 13に示す。この場合、各方位を向いた結晶粒の数を、測定した全結晶粒の数で除し、その割合の変化を求めた。また{111}方位を向いた再結晶粒のうち、再結晶集合組織の主方位である{111}〈112〉方位の粒の占める割合を求め、これを図中の()内に示した。

その結果リムド鋼RWでは、焼鈍をすすめるに従い、{111}方位の結晶粒数の比率が著しく増加するが、{100}方位の粒数の比率は若干増加するだけで、{110}方位の粒数の比率は若干減少することがわかる。リムド鋼RAでは、粒成長にともなう方位別結晶粒数の比率はほとんど変化しない。アルミニウムキルド鋼A、Ti添加鋼Tでは、粒成長にともなう方位別結晶粒数の比率の変化はほとんど認められないが、これらの試料では再結晶終了時点で{111}方位の粒数の比率が、リムド鋼に比べて大きく、とくにTでは著しく大きい。またTでは、{110}方位の粒数の比率がとくに小さい。

{111}方位の結晶粒のうち{111}〈112〉方位の占める割合はTi添加鋼Tでとくに大きく、ほぼ60%を越え

ている。これに対してリムド鋼では、50%を越える程度で、熱延後の処理による差は認められない。アルミニウムキルド鋼 A では、リムド鋼よりも若干 $\{111\}\langle 112 \rangle$ の占める割合が小さいようである。ただし $\{111\}$ 方位の粒における板面内の回転は種々の方向に分散しており {Photo. 4}，厳密な $\{111\}\langle 112 \rangle$ あるいは $\{111\}\langle 110 \rangle$ の測定は困難である。

以上の結果は再結晶終了後の 222 回折線積分強度の変化と定性的に対応する。すなわちリムド鋼 RW においては、粒成長過程で $\{111\}$ 方位の粒の優先的成長が起こるとともに、全体の結晶粒数に対する $\{111\}$ 方位の粒数の比率が著しく増加することにより 222 回折線強度の著しい増加をもたらされる。これに対して RA では、222 強度の増加があまりみられないのは、 $\{111\}$ 方位の粒の

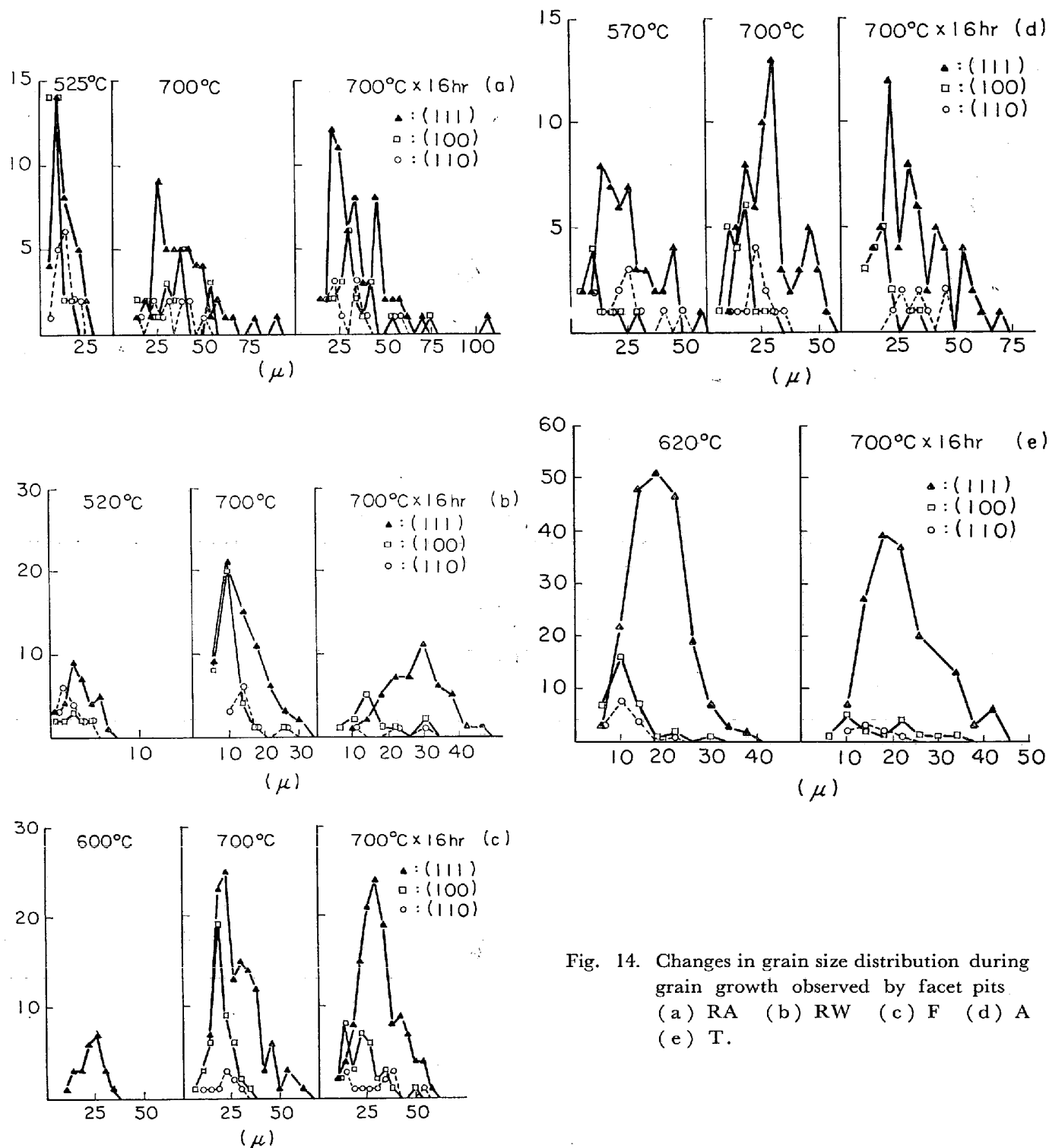


Fig. 14. Changes in grain size distribution during grain growth observed by facet pits (a) RA (b) RW (c) F (d) A (e) T.

成長は起こるが他の方位の粒の成長と同程度であり、全体の粒数に占める比率も変化しないため、全体として変化が少なくなっている。一方アルミニウムキルド鋼A、Ti添加鋼Tで再結晶終了後、222強度の変化が少ないのは、{111}方位の粒の大きさおよび全体に対して占める数の割合の変化が少ないことに対応している。また試料Tで、{111}<112>方位の数の割合が大きいのは、{100}極点図による結果とよい対応を示している。

ところで以上述べてきたような粒成長過程での変化は、大きな結晶粒が周囲にある小さな結晶粒を侵食して成長する過程で起こると考えられる。そこでこれをさらに明確にするため、粒成長の各段階での方位別再結晶粒の粒径分布を測定した。その結果をFig. 14に示す。この場合結晶粒数は、測定した数をそのまま示してある。

リムド鋼RWでは、前にも述べたように再結晶終了直後の方位別再結晶粒の平均粒径において、{111}方位の粒は{100}、{110}方位の粒に比べて大きいことが示されたが、粒径分布においても、{111}方位の粒は他の方位の粒に対して粒径の大きいほうによつてゐることがわかる。焼鈍をすすめるに従い{111}方位の粒の粒径分

布は、ますます粒径の大きいほうにすすむが、他の{100}、{110}方位の粒はあまり粒成長しないことがわかる。このようにRWにおいては、{111}方位の粒は再結晶直後ですでに他の方位に比べて、粒径の分布が大きい粒径のほうによつてゐるため、その後の粒成長過程で優先的に成長することがはつきりした。(Fig. 14(b)) Ti添加鋼Tでは、RWの場合ほど明りょうではないが、同様の变化が認められるようである。すなわち620°Cから700°C×16hrまでの焼鈍する間に、{100}、{110}方位の粒のうち粒径の小さいものは、侵食されて減少している。(Fig. 14(e)) これに対してリムド鋼RAでは、再結晶終了直後の平均粒径においては、{111}、{110}方位の粒は{100}方位の粒に比べ大きいことが示されたが、粒径分布についてみると、それほど結晶方位間の差はなく、粒成長にともない{111}方位の粒だけでなく{100}、{110}方位の粒もかなり粒成長していることがわかる。(Fig. 14(a)) アルミニウムキルド鋼Aでは、粒成長があまり起こらず、結晶方位間の粒径分布もほとんど変化しない。(Fig. 14(d)) 0.02% C-Fe(F)でも粒成長があまり起こらないが、焼鈍をすすめるに従い粒径の小さい

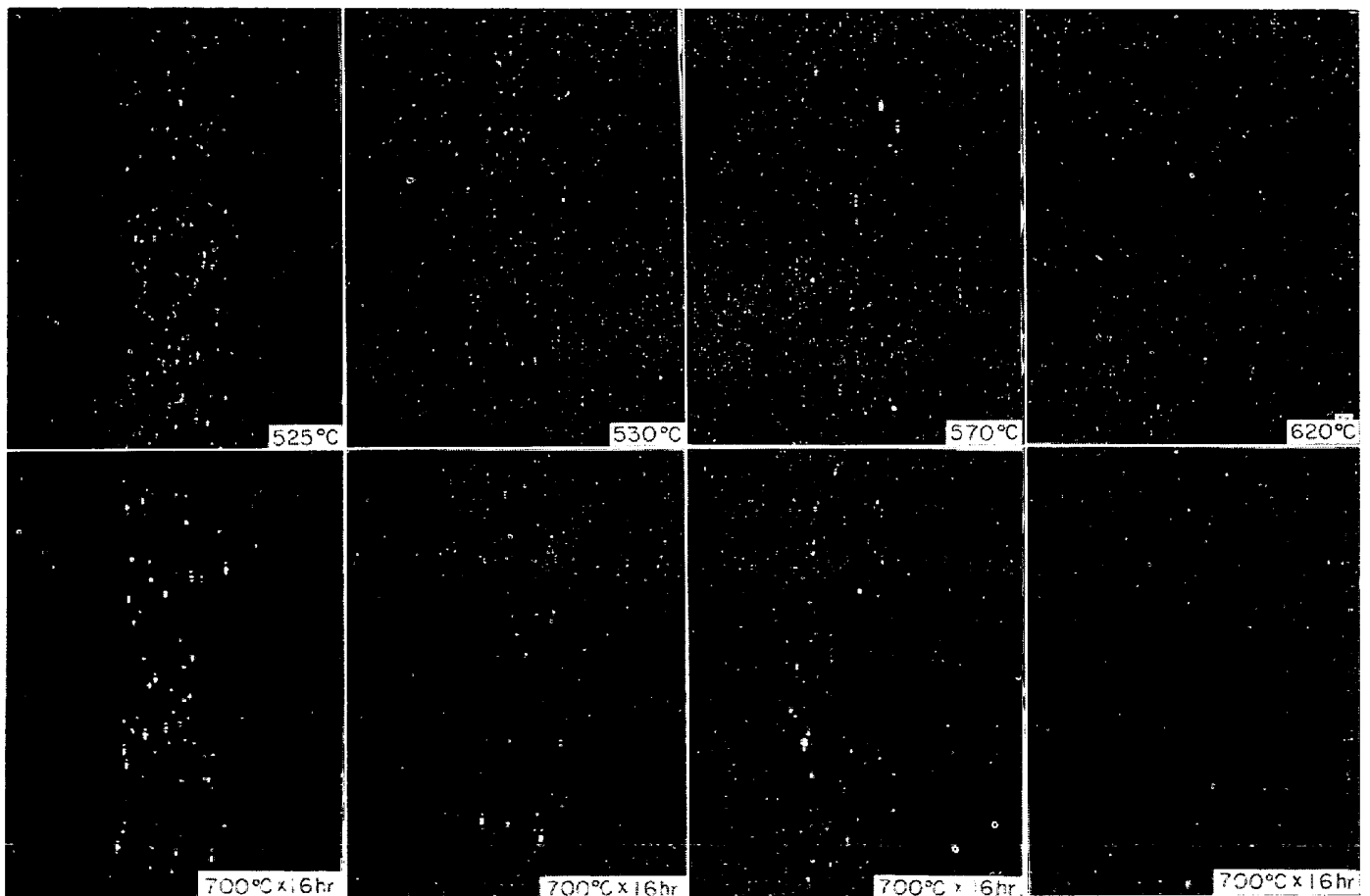


Photo. 5. Changes in Debye-Scherrer photographs of 110 reflection during grain growth
(a) RA (b) RW (c) A (d) T.

{100} 方位の粒は少なくなるようである。(Fig. 14(c))

3.7 デバイ写真による粒成長過程の調査

各供試材について、光学顕微鏡観察による再結晶終了直後および 700°C, 700°C×16 hr 焼鈍後の試料について、222, 200, および 110 回折線によるデバイ写真をとった。

その結果、{111} 方位の再結晶粒については、いずれも再結晶終了直後に出現するが、そのしかたは鋼種によつて差があることがわかった。すなわちアルミニウムキルド鋼 A および Ti 添加鋼 T では再結晶終了直後において、かなり大きな {111} 再結晶粒が認められるが、リムド鋼では再結晶終了直後の {111} 再結晶粒はそれらに比べて小さく、とくに RW ではかなり小さい。リムド鋼では焼鈍をすすめるに従い、粒が大きくなっていくが、熱処理後の処理による差ははつきりしなかった。

{100} 方位の再結晶粒については、アルミニウムキルド鋼 A, Ti 添加鋼 T では、再結晶終了直後にかなり大きな粒が少数出現し、その後の焼鈍過程でもあまり変化しない。リムド鋼では、RA, RW とともに再結晶終了直後において A, T に比べ小さいが数多く出現する。その後焼鈍をすすめると、大きくなるが数は減少する。その減少は RA より RW のほうが著しい。

{110} 方位の再結晶粒については、その挙動は鋼種により著しく異なることが判明した。その一例を Photo. 5 に示す。アルミニウムキルド鋼 A では、再結晶終了直後にかなり大きな粒が少数出現し、その後はほとんど変化しない。Ti 添加鋼では、再結晶によつて非常に少数の粒が出現するだけで、その粒も焼鈍をすすめるに従い減少するようである。これに対してリムド鋼では、再結晶により多数の {110} 再結晶粒が出現する。とくに RA では再結晶の開始付近においてすでに {110} 再結晶粒が出現している。その後焼鈍をすすめると、粒は大きくなり粒の数は減少する。その場合 RW のほうが減少は著しい。

このようにデバイ写真法によつても、粒成長過程で再結晶粒の数が変化していることが観察された。したがつて例えば、リムド鋼 RA, RW における 110 回折線強度の変化は再結晶段階での増加と粒成長過程での消滅に起因することがわかる。また Ti 添加鋼 T では、110 回折線強度の減少は、その両段階での減少によるものである。

4. 検 討

4.1 アルミニウムキルド鋼の再結晶集合組織

アルミニウムキルド鋼の再結晶に及ぼす AlN 微細析出の効果に関しては従来から多くの研究があり³⁾⁴⁾⁹⁾,

AlN の subboundary への析出による、subboundary 移動の抑制効果については以前からよく知られている³⁾⁸⁾。Michalak らは冷延板の断面の直接観察により、AlN の析出は圧延面に平行に生じることからアルミニウムキルド鋼特有のパンケーキ型伸延粒の形成機構を説明している⁹⁾。

再結晶集合組織形成に及ぼす微細 AlN 析出の効果の一つは、回復過程での AlN 析出による回復の抑制効果と、それによる結晶方位間の回復の差の増大が、特定方位の再結晶粒の優先的成長をひき起こすことにあるといわれている⁴⁾。本実験においても、等速加熱焼鈍中に 450°C (20°C/hr の場合) ~ 500°C (160°C/hr の場合) から再結晶開始直前まで、著しい回復の停滞が認められた。(Fig. 8)

次にこのような回復の停滞が再結晶集合組織形成に及ぼす影響について著者の一人は、等温焼鈍中における回復の停滞により回復の方位依存性が增大し、したがつて再結晶過程において回復の遅い {100} などの未再結晶部が、速く回復した {111}, {110} などの再結晶粒に侵食されることを示した⁴⁾²¹⁾。本実験においても、Fig. 8(d) に示したように、等速加熱焼鈍中における X 線回折線の幅拡がりの変化から、222, 211 回折線の幅拡がりがなくつた時点でも、200 回折線の幅拡がりはかなり残つていることが示された。これについては、AlN の析出により {111} 方位の回復がとくに強く抑制され、この方位の結晶粒内の cell 間の歪エネルギー差が大きくなるため、{111} 再結晶粒の優先的成長が生じるという逆の意見もある²²⁾。

AlN の微細析出による効果の他の一つは、リムド鋼に比べて、{111} < 112 > 冷延方位からの {110} < 001 > 方位再結晶粒の生成を抑制することにあると考えられている⁴⁾。本実験においては、{110} 方位の回復挙動は調査しなかったが、デバイ写真法によりアルミニウムキルド鋼では、リムド鋼に比べて、再結晶による {110} 方位の再結晶粒の生成は少ないことが示された。(Photo. 5) また回折線積分強度の測定によつても、アルミニウムキルド鋼においては、110 回折線強度は、冷延状態からほとんど変化しないことが示された。(Fig. 7)

これらの解釈についても多くの意見があり、松尾らは AlN の析出が他の方位に比べて {110} 方位の回復を遅滞させることから、核生成が抑制されるとしており、これについては転位密度の差により析出速度が異なることから方位依存性を与えているという解釈もある²⁴⁾。一般に析出による粒界移動阻止効果は、粒界の性質に依存する²¹⁾ことから、AlN 析出の方位依存性はなくして、阻

止効果の方位依存性は生じる可能性もある。

以上述べたように解釈の上では種々相異もあるが、アルミニウムキルド鋼の再結晶集合組織形成には、焼鈍中に析出する AlN が重要な効果、すなわち回復の停滞あるいは {110}〈001〉方位の再結晶粒生成の抑制などの効果を持ち、これらの効果によりアルミニウムキルド鋼特有の再結晶集合組織をもたらすと考えられる。

4.2 リムド鋼の再結晶集合組織

リムド鋼に関して、熱延板を A_{r3} 以上の温度から急冷後、焼戻すことにより {111} 方位の多いすぐれた再結晶集合組織が得られることが知られている¹⁰⁾²⁵⁾。阿部らはその効果を冷延前に微細に析出した Fe_3C によるものと考え、この微細な析出物が冷延組織における deformation band の形態を変化させ、再結晶にさいして {110}〈001〉方位の発達を阻害することにより、〈111〉方位の強い再結晶集合組織を形成するとしている¹³⁾。しかしながら彼らは熱延板を $720^{\circ}C$ から焼入焼戻しを行なった場合にはすぐれた集合組織は得られないことを報告しており¹³⁾ この場合にも微細な Fe_3C の析出が得られるので、リムド鋼におけるこれらの効果が Fe_3C の微細析出のみで説明できるかどうかは更に検討を要する問題である。最近小西らは熱延板を A_{r3} 以上から焼入れ焼戻しをした場合の効果は、Mn の少ないほど顕著なことから、炭化物の大きさにより再固溶が容易になるという点が主要であることを指摘している²⁶⁾²⁷⁾。

本実験では、再結晶開始から終了までの間の 110 回折線強度の増加は、熱延後急冷し焼戻しをした材料 RW のほうが熱延後徐冷した材料 RA に比べて小さく、またこれに対応して 222 強度の減少も RW のほうが RA より小さい。(Fig. 3, 7) しかしすぐ後に述べるように、RW と RA の差は、粒成長過程でより顕著であり、冷延集合組織 (Fig. 10) および再結晶終了直後の集合組織では、差はそれほど大きくない。(Fig. 3, 5, 6, 7)

ところでリムド鋼における熱延後の処理による差は、粒成長過程で著しく、本実験では Fig. 4 に示したように熱延後の処理により、222 回折線強度の結晶粒度依存性が、大きく異なる。すなわち熱延後急冷焼戻しをした材料 RW では、粒成長にともない 222 強度が著しく増加するが、熱延後徐冷した材料 RA では、粒成長による 222 強度の変化は小さい。HUTCHINSON からも同様の結果を得ており、熱延後油焼入れし、微細な析出を起こさせた材料と、熱延後 $600^{\circ}C$ まで徐冷後焼入れし、粗大な析出を起こさせた材料とでは、前者のほうが粒成長過程で、222 回折線強度の増加が起こるのに対して、後者では、特定方位の粒成長はないとしている¹²⁾。

このような粒成長過程での選択的粒成長の起こる原因としては、再結晶終了時点における結晶粒度に方位差が存在することが考えられる。本実験において粒成長過程での方位別の結晶粒度分布を測定した結果、熱延後急冷焼戻しをした材料 RW では、再結晶終了直後において、{111} 方位の粒の平均粒径は {100}, {110} 方位の粒の平均粒径に対して大きく、さらに粗大粒の数に着目すれば、{111} 方位の粗大粒が圧倒的に多いこと、その後の粒成長過程で、粒径の大きい {111} 方位の粒の優先的成長が起こることが示された。(Fig. 14) これはデバイ写真で示されたように、粒成長にともなう {110} 方位の粒数の減少とも対応している。(Photo. 5) これに対して熱延後徐冷した材料 RA では、再結晶終了直後の粒度分布に方位差があまりなく、選択的粒成長も起こらないことが示された。DILLAMORE からも、微細析出を生じさせたリムド鋼について、{111} 方位の粒度分布は、全体の粒の粒度分布に対して、粒径の大きいほうに寄っていることを報告している²⁸⁾。

以上のように、リムド鋼における熱延後処理（または冷延前処理）は、再結晶および粒成長過程での挙動に、大きな差を与えることが示された。その原因は再結晶終了直後における粒度分布の結晶方位依存性の違いによるものであることが明らかとなった。このことは微細炭化物が、アルミニウムキルド鋼における AlN 析出の効果で論じたように、{110} 粒の成長を阻害すると考えられるが、結論を得るには詳細な調査にまたねばならない。回復に及ぼす影響について、本実験では X 線回折線の幅拡がりの変化を調べたが、影響は認められなかつた (Fig. 8) 阿部らも回復過程での硬度変化に及ぼす Fe_3C の微細析出の効果はほとんど認められないとしている¹³⁾。したがって Fe_3C の微細析出は、AlN 析出とは異なり、回復過程には大きな影響を与えないようである。

4.3 Ti 添加鋼の再結晶集合組織

Ti 添加鋼の再結晶集合組織形成に関しては、固溶炭素の減少によるとする説²⁹⁾、固溶 Ti によるとする説¹⁶⁾、TiC の冷延前析出によるとする説¹⁶⁾の 3 つが考えられている。

本実験で用いた試料では、[% Ti]/[% C] 比が 4 以上で Ti 過剰となつていたので、上の 3 つの場合がすべて含まれており、それぞれの効果を分離することは困難であるが、回復再結晶過程における特徴としては、再結晶温度の上昇、回復の遅れ、{111} 成分の多い優れた再結晶集合組織などがあげられている¹⁵⁾¹⁶⁾。

再結晶温度の上昇については、炭素の影響はほとんどないとされており³⁰⁾、したがってこの場合固溶 Ti か TiC

析出によるものと考えられる。本実験の場合、再結晶温の上昇は、0.02% C-Fe に比べて約 110°~140°C であつた。松岡らは [Ti]/[C] 比が 4 に近い材料について、再結晶挙動を詳しく調査した結果、著しい再結晶温度の上昇を認めたが、添加した Ti 量が固溶限以下であるにもかかわらず、再結晶温度がスラブ加熱温度に強く影響されることから、固溶 Ti の効果ではなく、TiC 析出によるものとしている¹⁵⁾。最近 ANTONIONE らは高純度鉄に IV 族元素を添加した場合の再結晶挙動を調査した結果、Ti 添加による再結晶の遅れは、 200×10^{-6} at% 付近で高純度鉄に比べ最高になり約 350°C、その後添加量が増加すると減少した後一定となり、約 120°C 再結晶の遅れが生じることを報告している³¹⁾。この場合、鉄の純度がきわめて高いので、固溶 Ti の効果と考えられる。

このように Ti 添加による再結晶の遅れについては、固溶 Ti によるものであるか、TiC 析出によるものであるかにわかには決め難い。たとえばスラブ熱処理により析出物の形態のみでなく固溶 Ti 量も変化すると考えられるが、[Ti]/[C] 比が 4 以下の Ti に比べて C の多い鋼においても、著しい再結晶の遅れが認められており³²⁾、このような点からみて TiC 析出がかなり重要な効果を及ぼしていると考えられる。

次に回復の遅れであるが、これも固溶 Ti¹⁶⁾ かあるいは TiC の冷延前析出による¹⁵⁾ と考えられる。Ti 添加鋼の場合 Fig. 8 に示すように、全体に回復は遅れるが、アルミニウムキルド鋼におけるような停滞はみられない。したがつて Ti 添加鋼の場合、アルミニウムキルド鋼における AlN 途中析出のような効果はないと考えられる。

再結晶集合組織形成におよぼす効果については、固溶 Ti の場合は報告がなく、その影響は不明である。一般に C 量が減少すると、再結晶時の {110} 方位の発達はやえられ、同時に {111} 方位の成達は強まる傾向が認められるが³³⁾、高橋らは Ti 添加鋼におけるすぐれた再結晶集合組織は、Ti による固溶炭素の減少によるものとしている²⁹⁾。しかしながら冷延集合組織では、C 量の減少は Ti 添加ほど大きい変化を与えず²⁹⁾、また本実験でみられるような Ti 添加鋼における再結晶集合組織の特徴、すなわち著しい {554}〈225〉あるいは {111}〈112〉方位の発達 (Fig. 11 あるいは Fig. 13) は固溶 C 量の減少だけで説明できるかどうか問題である。今後それぞれの効果を独立にとらえるような精度の高い実験を行なう必要がある。

粒成長過程における変化は、Fig. 4 に示したように、粒成長の初期の段階では粒成長にともなう 222 強度の増加がみられるが、すぐに変化はなくなる。しかしこれは

本実験で用いた焼鈍条件では、十分な粒成長が起こらなかつたため、焼鈍温度をさらに上げることによつて粒成長させると、リムド鋼 RW と同様の変化を示すとも考えられる³⁴⁾。

ファセットピット法による観察から Ti 添加鋼では、再結晶終了直後においてすでに {111} 方位が他の方位に比べて圧倒的に結晶粒数の比率が高くなつており、また粒径も大きくなつていくことが示された。(Fig. 12, 13, 14) これは再結晶過程での {110} 方位の発達の著しい抑制 (Fig. 7 あるいは Photo. 5) とあわせて考えると、再結晶の初期の段階で、TiC の析出による効果が強くあらわれているためと考えるほうが理解しやすいように思われる。

なお以上の検討には、0.02% C-Fe を含めなかつたが、これはその挙動が Mn の高い商用鋼 (RA, RW, T, A) とは異質な点があり³⁵⁾³⁶⁾、本報告では単にデータとしてあげておくにとどめる。

5. 結 論

アルミニウムキルド鋼、リムド鋼、Ti 添加鋼、0.02% C-Fe を用いて、その回復、再結晶および粒成長過程を調査し、それらに及ぼす炭化物、窒化物の影響を比較した。

(1) アルミニウムキルド鋼における再結晶挙動は、回復過程での AlN の微細析出により強く影響を受け、回復の停滞あるいは {110} 方位の再結晶核生成の抑制などを通じて、アルミニウムキルド鋼特有の再結晶集合組織が形成され、その再結晶集合組織は、再結晶開始から終了までの間すなわち再結晶核の未再結晶部への成長の過程で決定される。

(2) リムド鋼における炭化物の析出状態の差は、回復過程には影響を及ぼさず、再結晶過程およびとくに粒成長過程に著しい差をもたらす。すなわち冷延前に炭化物を微細に析出させた場合には、再結晶終了後の粒度分布の方位による差が大きく、その後の粒成長過程で粒径の大きな {111} 方位の粒の優先的成長が起こる。これに対して炭化物を十分に大きく析出させた場合には、再結晶終了後の粒度分布に方位差が少なく、粒成長の方位依存性もない。しかしこのような再結晶終了後の粒度分布の方位依存性をもたらす機構、またこれらの差異が炭化物のみで説明できるかどうかはさらに検討を要する。

(3) Ti 添加鋼では、回復は遅れるが停滞はみられずしたがつてアルミニウムキルド鋼におけるような途中析出による回復の方位依存性をもたらさない。Ti 添加鋼ではさらに、再結晶過程での {110} 方位の発達の著し

い抑制および再結晶終了後の粒度分布の著しい方位依存性を示すことが特徴であり、これらは冷延前に析出したTiCの効果で説明できるものと考えられる。しかし再結晶挙動におよぼす効果は、TiC析出によるものであるか、固溶Tiによるものであるか、あるいはTiによる固溶炭素の減少によるものであるかについては、議論のあるところであり、今後より精度の高い実験を行なう必要がある。

終わりに本研究の遂行にあたり、多くの有益な助言をいただいた松岡孝博士に深甚なる謝意を表す。

文 献

- 1) たとえば, 久保寺, 稲垣: 日本金属学会報, 7 (1968), p. 383
- 2) R. L. SOLTER and C. W. BEATTIE: Trans. Met. Soc. AIME, 191 (1951), p. 721
- 3) J. T. MICHALAK and R. D. SCHOONE: Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1149
- 4) 白岩, 寺崎, 小玉: 日本金属学会誌, 35 (1971), p. 20
- 5) R. L. RICKETT and W. C. LESLIE: Trans. ASM, 51 (1959), p. 310
- 6) W. C. LESLIE: Trans. Met. Soc. AIME, 221 (1961), p. 752
- 7) W. C. LESLIE, J. T. MICHALAK, and F. W. AUL: Iron and Its Dilute Solid Solutions, (1963), p. 119 [Interscience]
- 8) R. H. GOODENOW: Trans. ASM, 59 (1966), p. 804
- 9) 花井, 竹本, 水山, 佐直: 鉄と鋼, 57(1971), p. 386
- 10) H. YOSHIDA, K. SASAKI, and F. KANZAKI: I. D. D. R. G. Colloquim, London, (1964)
- 11) 阿部, 高木: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 1219
- 12) W. B. HUTCHINSON, T. W. WATSON, and I. L. DILLAMORE: JISI, (1969), p. 1479
- 13) 阿部, 高木: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1123
- 14) 清水, 松田, 定村, 高橋, 河原田: 特許公報, 昭 44-18066
- 15) 松岡, 高橋: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1134
- 16) R. H. GOODENOW and J. F. HELD: Met. Trans., 1 (1970), p. 2507
- 17) 寺崎, 金子: 鉄と鋼, 57 (1971), S 187
- 18) 寺崎, 高橋: 第3回再結晶部会資料, (1971)
- 19) T. TAOKA, et al.: Praktische Metallographie, 5 (1968), p. 22
- 20) 寺崎, 金子: 鉄と鋼, 57 (1971), S 469
- 21) 寺崎: 第2回X線ラインプロファイルに関する討論会予稿, (1970), p. 27
- 22) 市山, 吉田, 中川, 江島, 松村: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 1726
- 23) M. MATSUO, S. HAYAMI, and S. NAGASHIMA: Advances in X-ray analysis, 14 (1971), p. 214
- 24) 阿部, 鈴木: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 869
- 25) 小西: 特許公報, 昭 39-24216
- 26) 小西, 大橋, 有馬: 日本金属学会講演会予講, (1970), p. 94
- 27) 小西, 大橋, 有馬: 第3回再結晶部会資料, (1971)
- 28) I. L. DILLAMORE and W. B. HUTCHINSON: Proc. ICSTIS, Suppl. Trans. ISIJ, 11 (1970), p. 877
- 29) 高橋, 武智, 清水: 日本金属学会講演会予講, (1971)
- 30) G. VENTURELLO, C. ANTONIONE, and F. BONACCORSO: Trans. Met. Soc. AIME, 227(1963), p. 1433
- 31) C. ANTONIONE, G. DELLA GATTA, A. LUCCI, G. RIONTINO, and G. VENTURELLO: Acta Met., 18 (1970), p. 1169
- 32) 松岡, 高橋: 私信
- 33) 松藤, 下村: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 28
- 34) 久保寺: 第10回西山記念講座, (1970), p. 1
- 35) W. C. LESLIE, F. J. PLECHTY, and J. T. MICHALAK: Trans. Met. Soc. AIME, 221(1961), p. 691
- 36) J. D. BAIRD and J. M. ARROWSMITH: JISI, (1966), p. 240