

論 文

UDC 669.14.018.583 : 669.15'782-194 : 621.785.375 : 548.53

歪焼鈍法における珪素鉄板の二次再結晶挙動について*

松 村 洽**・鎌 田 晃 郎**

Secondary Recrystallization Behavior during the "Strain-Anneal" of 3% Silicon-Iron Sheet

Koh MATSUMURA and Akio KAMADA

Synopsis:

The growth conditions of seed crystals in the sheet material of 3% silicon-iron cold-rolled 70% (1st-stage rolling) and annealed at 800°C for 30 min were examined, and the grain growth behavior during the strain-anneal procedure was observed together with the texture change.

The prestrain of a wide range of 20—60% by cold rolling in the 1st-stage rolling direction or the transverse direction was found to be sufficient to induce the growth of seed crystals. At higher prestrains, seed crystals of (110)[001] orientation aligned to the direction of prestrain appeared. At lower cold reductions, prestrain in any direction gave the seed crystals of (110)[001] orientation aligned to the 1st-stage rolling direction. The primary recrystallization after the prestrain was accomplished by the nucleation and growth in the former case and by the migration of original grain boundaries in the latter. The transition between them was found to occur around the prestrain of 30% cold reduction, where the seed crystals of both orientations were found. These seed crystals grew selectively during the secondary recrystallization and the difference in the rolling or primary recrystallization texture obtained after various prestrains had no effects on the selective growth of seed crystals.

(Received Apr. 12, 1971)

1. 結 言

鉄鋼の塑性挙動を基礎的に理解するためには、単結晶についての研究が必須である。3%珪素鉄はこの意味で興味深い材料である。たとえばこの材料の(110)[001]方位、すなわち Goss 方位の単結晶を常温で [001] 方向に引張れば、数%の伸びで双晶を発生して破壊するが、これと直角方向に引張れば 30% 程度も伸長することがある。前者の場合は (112)[11 $\bar{1}$], (11 $\bar{2}$)[111] の 2 つの双晶系が働き、後者では $[\bar{1}11]$, [1 $\bar{1}1$] の 2 種のり系が働いているものと思われる¹⁾。後者の方向から 10° 程度引張方向をずらすと、 $[\bar{1}11]$ と [1 $\bar{1}1$] のいずれかの単一のり系での変形となる²⁾。このように (110) 面上で引張方向を変えることによつて種々の塑性挙動を得ることができる。そこで (110)[001] 方位および (110)[$\bar{1}10$] 方位の単結晶が得られれば、このような実験には便利である。

3%珪素鉄は α - γ 変態がなく、高温における 2 次再結晶を利用して巨大粒を得やすいので、歪焼鈍法を用い

て単結晶が得られやすい。これまでに確立されたおもな単結晶製法では熱延板または冷延板を出発材料とし、かなり高温で長時間焼鈍して十分安定な組織としたのち、これにたかだか 10% 程度の前歪 (歪量は材料によつて異なり、そのつど試行により決定されなければならない) を引張りか圧延で与え、温度傾斜炉で粒成長をはかる。この場合冷延板を出発材料とすれば Goss 方位の単結晶になりやすい³⁾⁴⁾。

このような単結晶製作過程は特定方位の粒成長をめざすものであるだけに、従来の再結晶集合組織の成因に関する説、とくに oriented nucleation 説⁵⁾⁶⁾ または oriented growth 説⁷⁾⁸⁾ に論拠を与えるものとして、その再結晶、粒成長過程そのものも研究対象¹⁰⁾¹¹⁾ になつている。著者らの実験では冷延板を出発材料とし、800°C で焼鈍後、前述のような軽度の引張りでは十分な粒成長が得られなかつたので、前歪を与えるのに大きな加工率の

* 昭和45年10月本会講演大会にて発表

昭和46年4月12日受付

** 川崎製鉄(株)技術研究所

冷間圧延を用い、あるいは圧延方向をかえることなどを試み所期の目的を達した。そのさいに集合組織の変化など興味深い結果を得たのであわせて報告する。

なおこの方法においてはいわゆる種結晶ができるかどうかが決り手であり、種結晶ができればこれを大きな単結晶に成長させることは容易であるので、3.1において種結晶の生成条件について述べる。

2. 試料および実験方法

この実験では3%珪素鉄を70%冷間圧延（以後これを1次冷延と呼ぶ）して0.7mm厚の30mm幅とし、800°Cで30min大気中で脱炭焼鈍したものを出発材料とした。前歪としては、1次冷延と同方向（L方向）とこれと直角方向（C方向）の2種の方向に、約10%から78%の範囲に冷間圧延した。焼鈍に使用した温度傾斜炉は、950°C付近で120°~130°C/cmの温度勾配をもっている。試料移動速度は10mm/hrとし、雰囲気

にはアルゴンを使用した。

圧延および1次再結晶集合組織については、試料表面でX線による面回折強度、板厚中央部で(200)極点図を測定した。2次再結晶により粗大となつた結晶粒の方位はエッチピット法およびX線ラウエ法で決定した。このほか、再結晶および粒成長の様子を光学顕微鏡で観察し、さらに微細組織については電子顕微鏡による透過観察をおこなつた。用いた電子顕微鏡は日本電子製JEM-200型および日立製HU-200型で、加速電圧は200kVを使用した。

3. 実験結果と考察

3.1 種結晶の成長条件

L方向圧延で前歪を与えた場合、単結晶を得るのに十分な種結晶が成長したのは圧延率20%から60%の広い範囲であつた。この範囲外では粒は微細化して単結晶はできない(Photo. 1)。ここで大きく成長した粒の方位

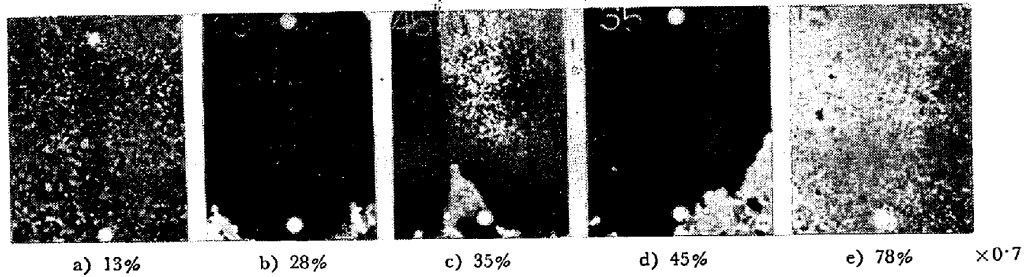


Photo. 1. Macrostructures of specimens annealed to grow seed crystals after cold rolling to a) 13%, b) 28%, c) 35%, d) 49% and e) 78% reductions in the L direction.

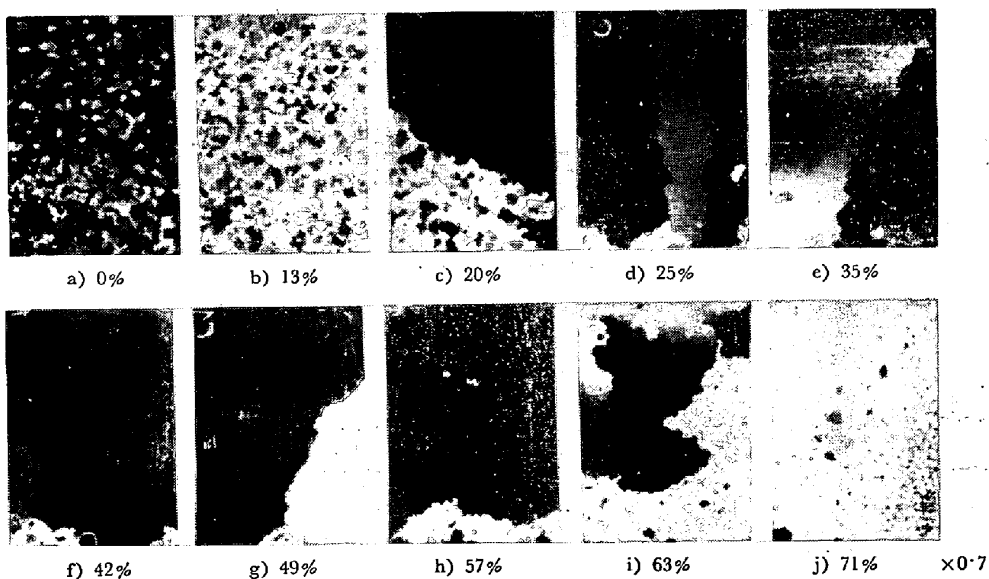


Photo. 2. Macrostructures of specimens annealed to grow seed crystals after cold rolling to a) 0%, b) 13%, c) 20%, d) 25%, e) 35%, f) 42%, g) 49%, h) 57%, i) 63% and j) 71% reductions in the C direction.

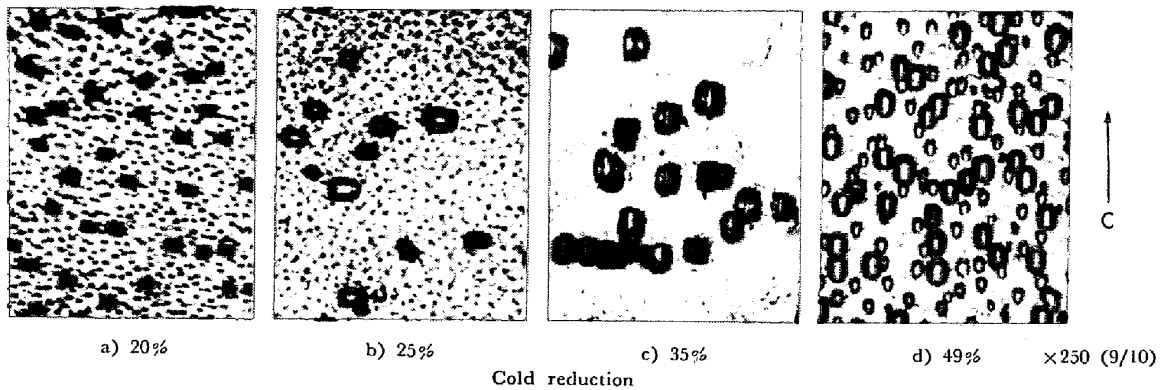


Photo. 3. Etch pit patterns of seed crystals grown after cold rolling to a) 20%, b) 25%, c) 35% and d) 49% reductions in the C direction.

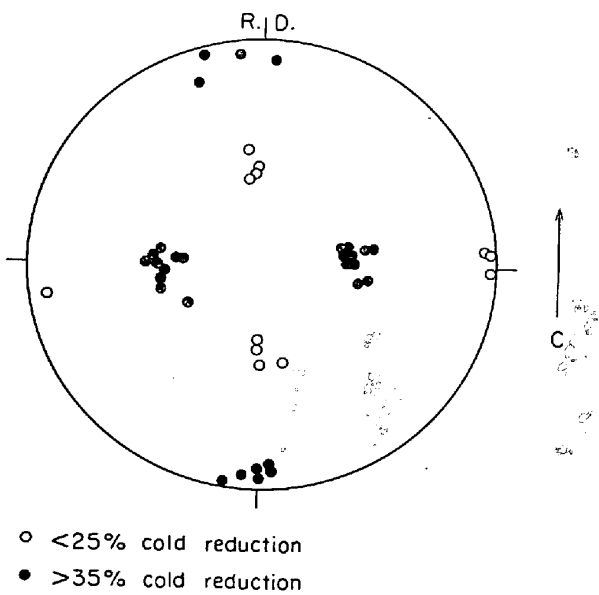


Fig. 1. (200) pole figure showing orientations of seed crystals grown by annealing specimens cold rolled in the C direction.

は常に Goss 方位である。

次に (110) [1-10] 方位の種結晶を得る試みとして、C 方向圧延で前歪を与え、温度傾斜炉で焼鈍した場合の前歪量によるマクロ組織の変化を Photo. 2 に示す。この場合も L 方向圧延の場合と同様、20% から 60% の範囲の圧延率では種結晶が試料移動方向に伸びて単結晶ができるが、圧延率が 13% 以下か 70% 以上では微細な組織になる。

C 方向に 20% から 60% の範囲の前歪をほどこした場合十分に成長した種結晶の方位を Fig. 1 に示す。図中の R. D. は前歪の圧延方向を示し、1 次冷延方向と直角である。圧延率 25% 以下の場合の種結晶の方位を白丸、35% 以上の場合を黒丸で示す。白丸は (110) [1-10] 付近、黒丸は (110) [001] 付近の方位となることがわか

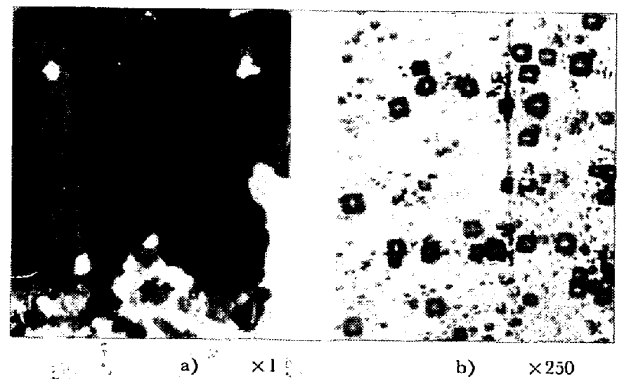


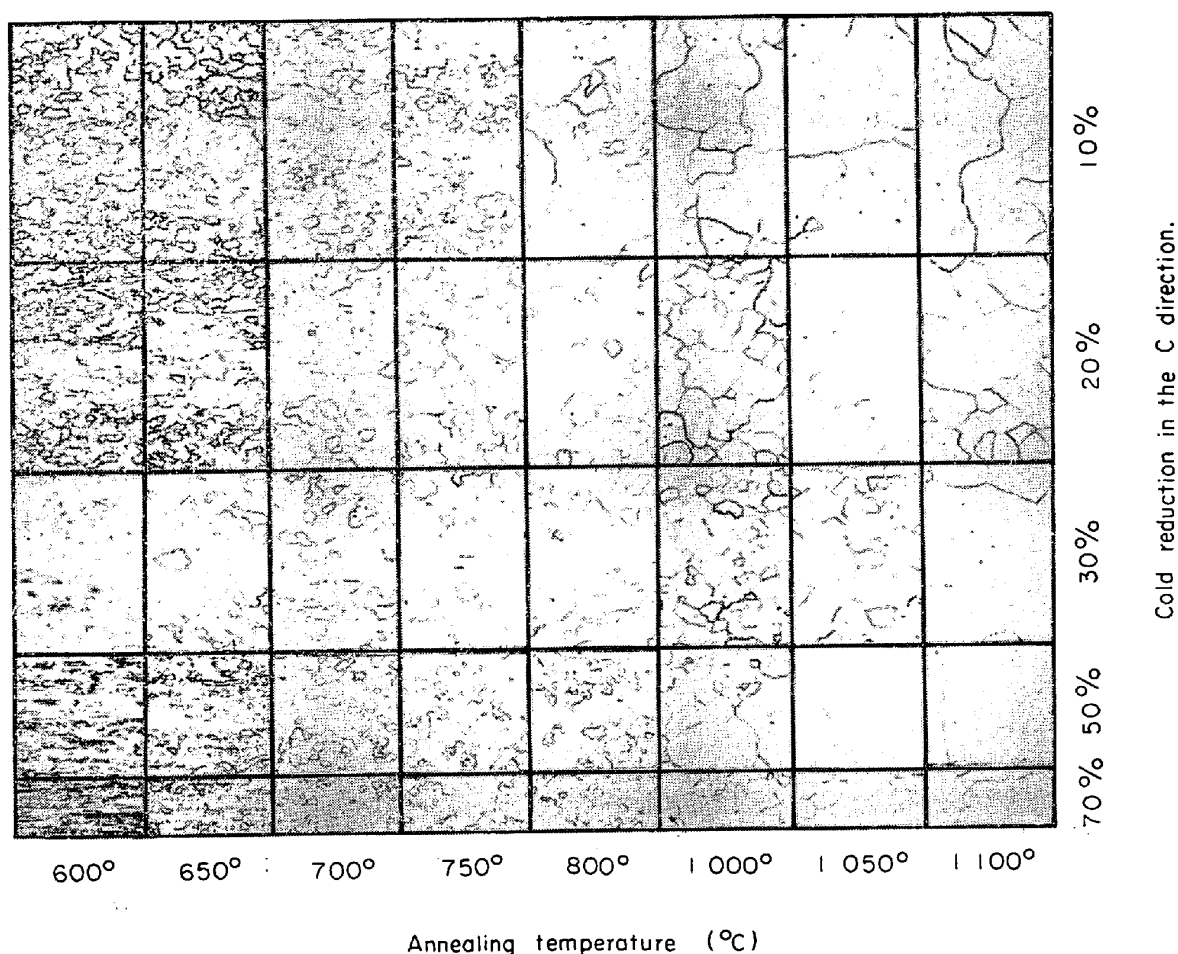
Photo. 4. a) Macrostructure showing the growth of seed crystals after 28% cold rolling in the C direction. b) Etch pit pattern around a portion of grain boundary of seed crystals in a).

る。Photo. 3 にエッチピットによりその状況を示す。

さらに 1 次冷延方向に対して 45° 方向に前歪圧延を与えることも試みたが、この場合も 25% 以下の圧延率で得られる種結晶が 1 次冷延の方向に Goss 方位をとっていたことから、25% 以下の軽い圧延の場合は、前歪の方向によらず常に 1 次冷延の方向に Goss 方位が向くと考えられる。このことは (110) 面を表面に平行に [001] 方向を任意の方向に向けた単結晶を得ることが出発材料からの切り出し方によつて簡単に実現できることを示している。

Photo. 4 は C 方向に 28% 圧延した場合であるが、種結晶はやはり十分に成長している。Photo. 4 (a) では試料移動方向に伸びた粒界が板幅を 4 つの粒に分けているが、このうち両端 2 個の粒は Goss 方位であり、中間 2 個の粒は (110) [1-10] 方位である。Photo. 4 (b) に Goss 方位を示すエッチピットが粒界をはさんで直角に回転している例を示す。

要約すると C 方向に圧延した場合成長した種結晶は、



×50 (9/10)

Photo. 5. Photomicrographs showing recrystallization and grain growth behavior, taken after annealing up to the indicated temperatures.

25% 以下の圧延率では (110) [110] 方位であり, 35% 以上の圧延率では Goss 方位である. その中間の 30% 前後の圧延率では両方位が混在している.

3.2 結晶粒成長

C方向に前歪を与えた場合, 成長した種結晶の方位について興味深い結果を得たので, この材料について粒成長の状況を詳しくしらべた.

C方向に 10% から 70% 圧延した試料を温度傾斜炉中の昇温過程に似せるため, 100°C/hr の速度で昇温し, 昇温途中の各段階で試料を 1 枚ずつ引きだして再結晶および粒成長のようすを断面の光学顕微鏡観察でしらべた. 顕微鏡組織を Photo. 5 に, また温度と結晶粒径との関係を Fig. 2 に示す.

10% の軽圧延の場合は比較的高温になるまで変化はみられず, 700°C までは冷延後の結晶粒界は明りように保たれる. 750°C で一部粒界の移動が始まり 800°C までに急激に成長する. この意味では strain induced grain boundary migration と同様な挙動ともいえる^{10)12)13)*}.

またいつたん粒界移動がおこると成長が急激であるところから 2 次再結晶と類似しており, impurity inhibition の効果も考えられる. しかしその後温度の上昇とともに直線的に粒径が大きくなり, いわゆる normal grain growth と考えられる. このようにして粗大化した最終焼鈍後の粒の方位はほとんどランダムである.

20% 圧延材では 700°C 付近から粒界の移動が始まり, 10% 圧延材と同様に strain induced grain boundary migration がみられ, 圧延後の粒より粒径が大きくなる. しかしその後著しい成長はみられないが, 1100°C にいたって再び大きな粒成長 (2 次再結晶) がおこるという点で 10% 圧延の場合とは異なる. この圧延率では種結晶の十分な成長が得られる.

より高圧延率側のたとえば 50% 圧延の場合, より低

* 結晶粒間の歪の差で焼鈍前の粒界が移動するという意味で strain induced grain boundary migration という言葉を使つたが, 後述するようにこの現象によつて特定方位の粒 (とくに Goss 方位粒) だけが成長するという事は認められなかつた. 以後同様の意味で使用す.

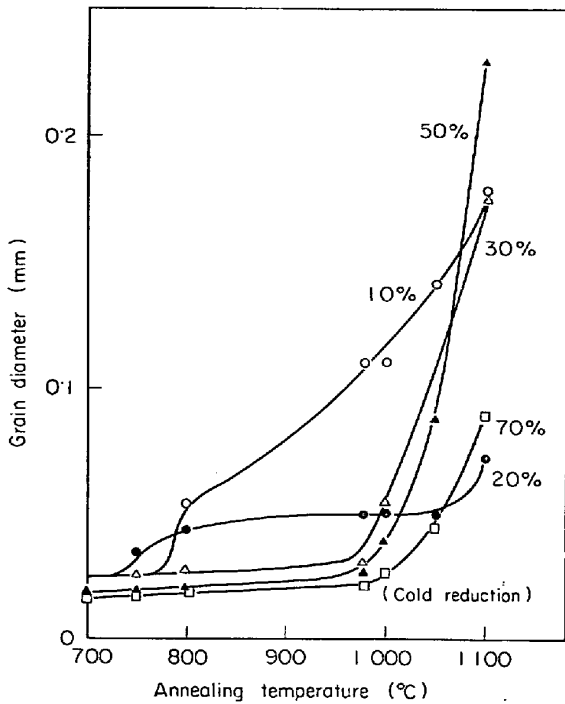


Fig. 2. Relationship between annealing temperature and grain size of specimens cold rolled to reductions indicated in the diagram in the C direction.

温の 650°C あたりで多くの個所から再結晶が発生し 1 次再結晶する。20% 以下の圧延率の場合とくらべて、1 次再結晶粒は冷延後の結晶粒より小さくなること異なる。このうち 1000°C 付近まで著しい粒成長はみられず impurity inhibition の効果が考えられる。1000°C 付近から 2 次再結晶による巨大な粒が出現する。

70% の高圧延率では 1 次再結晶挙動は 50% 圧延のものに似ている。そして 2 次再結晶もおこるがあまり大き

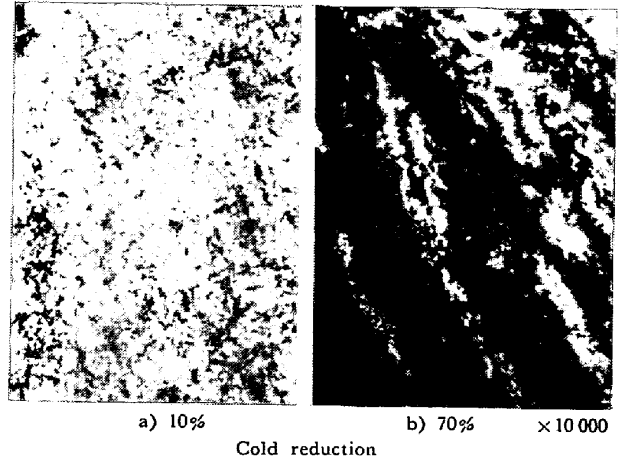


Photo. 6. Transmission electron micrographs of specimens annealed up to 500°C after cold rolling to a) 10% and b) 70% reductions in the C direction.

くは成長せず種結晶は得られない。

上記の光学顕微鏡観察に使用したのと同じ試料から薄膜を作製し、電子顕微鏡により微細組織の変化を観察した。その結果を Photo. 6 から Photo. 9 に示す。Photo. 6 の 500°C まで加熱した場合には、圧延率 10% から 70% までのすべての試料がほぼ圧延組織のままである。Photo. 7 に示すように 600°C では、10% 圧延のものは転位密度が減少するだけで、sub-boundary の形成はみられない。20% 圧延ではかなり回復が進んで subgrain の形成が明りようとなる。30% 圧延では再結晶核がときどきみられ、50%、70% と圧延率が増すにつれて核の数は増してくる。Photo. 8 に示すように、700°C では 10% 圧延の試料は転位が一部ネットを形成しているがあまりはつきりとはしていない。70% 圧延の試料はすでに再結晶が完了している。10% 圧延の試料は Photo. 9

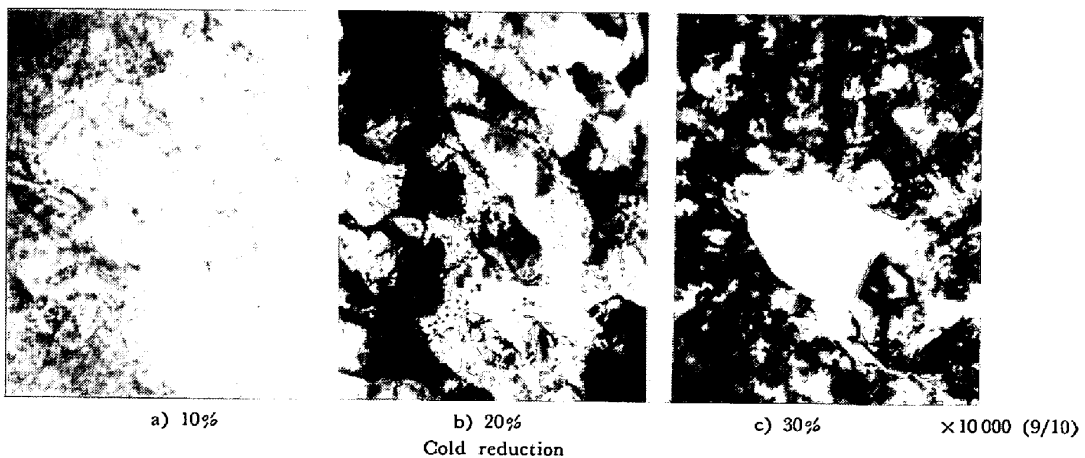


Photo. 7. Transmission electron micrographs of specimens annealed up to 600°C after cold rolling to a) 10%, b) 20% and c) 50% reductions in the C direction.



a) 10% b) 70% ×10000
Cold reduction

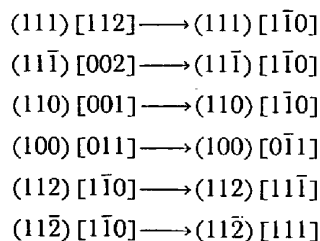
Photo. 8. Transmission electron micrographs of specimens annealed up to 700°C after cold rolling to a) 10% and b) 70% reductions in the C direction.

に示すように 750°C で局部的に粒界移動が始まる。しかし結晶粒によつてかなりの転位が残留している。

3.3 圧延集合組織

次に集合組織の変化を調べた。Fig. 3 に L および C 方向に圧延した場合の圧延集合組織を (200) 極点図で示す。(a) が圧延前の集合組織でこれによると (111)[112̄], (11̄1)[112] がもつとも強く、ほかに (110)[001], (100)[011], (112)[11̄0], (11̄2)[11̄0] が含まれている。KOH と DUNN¹⁴⁾, 田岡, 古林と竹内¹⁵⁾の単結晶による圧延集合組織の研究結果によれば、上述の方位のうち (111)[112̄], (11̄1)[112], (100)[011], (112)[11̄0], (11̄2)[11̄0] 方位は圧延に対して安定な方位である。(110)[001] 方位の単結晶は圧延率の増大とともに [11̄0] 軸に関して回転し (111)[112̄] か (11̄1)[112] になる。これらのことからある程度予測されるように、L 方向に圧延した場合は (111)[112̄] と (11̄1)[112] が強くなつてきている。圧延率 71% ではそのほかに、(100)[011] が圧延方向に平行な [011] 軸に関して回転した方位が加わっている。

前歪が C 方向圧延の場合は、圧延前の集合組織を 90° 回転して見直す必要がある (Fig. 3(e))。上述した L 方向圧延の場合の出発材料の集合組織主成分はこの変換により



×10000

Photo. 9. Transmission electron micrograph of specimen annealed up to 750°C after cold rolling to 10% reduction in the C direction.

のようになる。ここで (111)[11̄0], (11̄1)[11̄0], (100)[011] は圧延に対して安定な方位であり、(110)[11̄0] は (111)[11̄0] か (11̄1)[11̄0] 側へ [11̄0] 軸を中心に回転するといわれている。また (112)[11̄1] および (11̄2)[111] はおのおの (111)[11̄2] と (001)[110] および (11̄1)[112] と (001)[110] に分解する。これらのことから推測されるように、C 方向圧延率の増大とともに (111)[11̄0], (11̄1)[11̄0] が強くなっている。これらの方位は L 方向からみた場合は (111)[11̄2] と (11̄1)[112] であるから、前歪圧延方向を L 方向、C 方向いずれの方向にとつても、1 次冷延方向を基準にした場合似た集合組織成分をもつことになる。

もう一つ興味のある方位変化は、L 方向圧延のさいには安定であつた {112}⟨110⟩ 成分が、C 方向圧延の場合には {112}⟨111⟩ となり圧延によつて (111)[112̄] および (001)[110] などに分解することが、単結晶についての実験結果¹⁶⁾から考えられる。このことは Fig. 4 に示す圧延率による (112) および (200) 面回折強度の変化によつて裏づけられる。L 方向に圧延した場合の (112) 面回折強度 (白丸) は変化なく安定であるのに対して、C 方向圧延の場合 (黒丸) は減少し、代わりに (200) 面回折強度が増加する。

L 方向圧延のもの C 方向圧延のもの (200) 極点図は一見するとかなり異なるが、上に述べたように 1 次冷延方向に対して (111)[112̄] と (11̄1)[112] を主成分にもつことは共通である。しかしこれらで代表させた理想的方位からの分散のようすはかなり異なつており、これら異なつた方位が後の 1 次再結晶集合組織形成上重要な役割をすると考えられる。このほかに C 方向圧延の場合は、(100)[011] 成分が強く加わっていることが特徴で

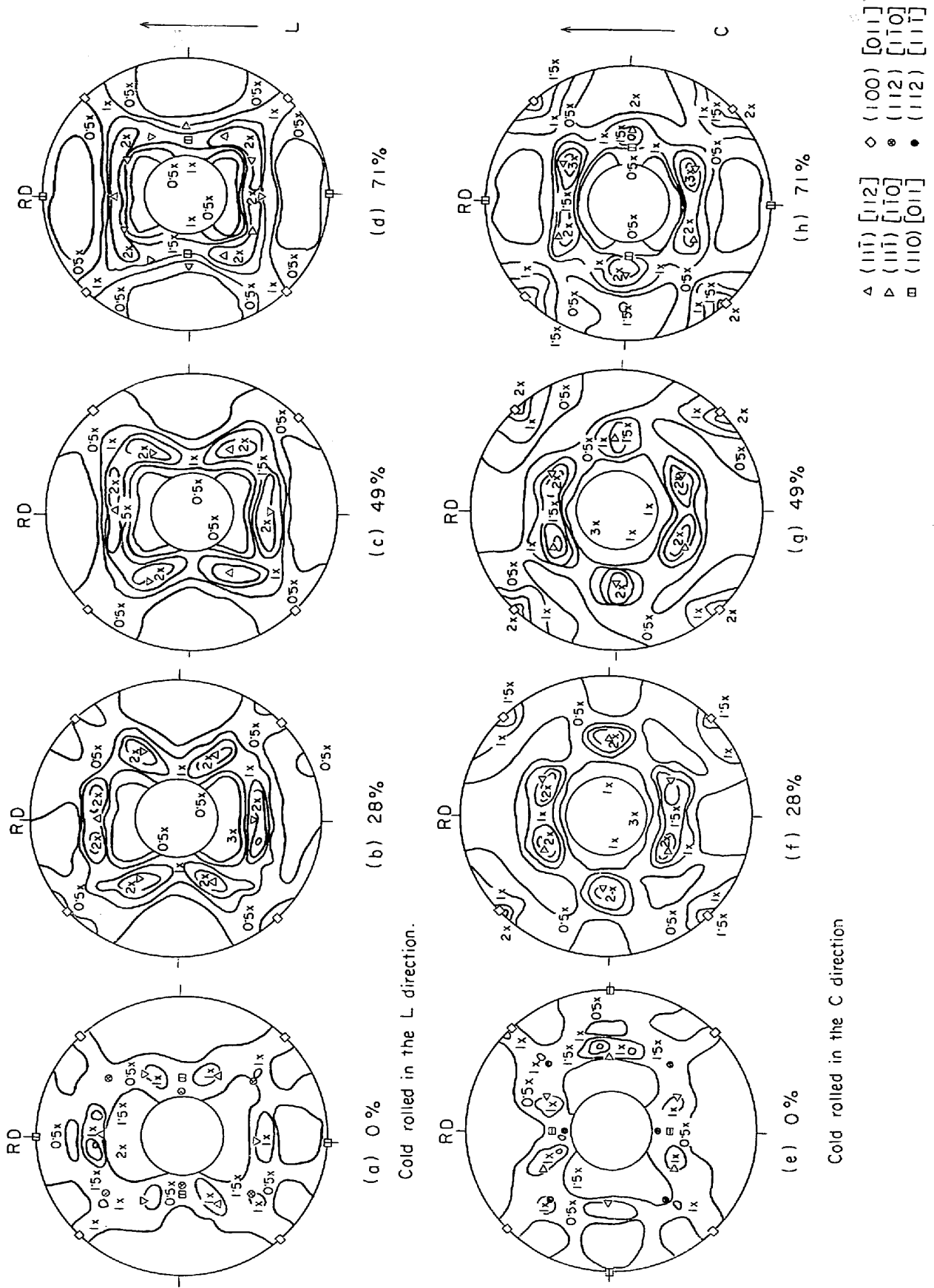


Fig. 3. (200) pole figures showing cold rolling textures of specimens cold rolled by various amounts in the L (a, b, c, d) and C (e, f, g, h) directions.

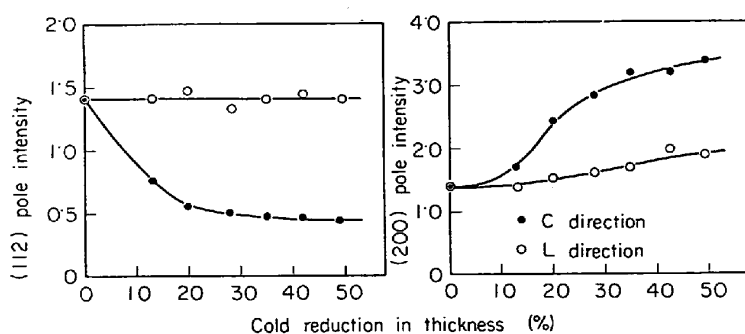


Fig. 4. Changes of (112) and (200) pole intensities during cold rolling in the L (open circle) and C (filled circle) directions.

ある。

3.4 1次再結晶集合組織

LおよびC方向圧延した試料をアルゴン雰囲気中 100°C/hr の速度で昇温し 850°C で引き出して1次再結晶集合組織をしらべた。Fig. 5 にその結果を(200)極点図で示す。L方向圧延材の1次再結晶集合組織の主成分は一般に Goss 方位であることがわかる。しかし種結晶の成長しない 71% の強圧延材では $(11\bar{1})[112]$, $(111)[11\bar{2}]$ が強くなっている。また試料表面の面回折強度の測定によるとL方向 20% ないし 50% 圧延では $\{110\}$ 成分は約 0.3× で弱く、 $\{111\}$ 成分は 3 ないし 5× とはるかに強く、表面と内部では方位成分に差がある。

KOH と DUNN¹⁷⁾ による種々の方位の 3% 珪素鉄単結晶の研究以来、再結晶集合組織の主成分は圧延集合組織の主成分と $\langle 110 \rangle$ 軸に関して 25°~36° の回転関係にあることが多く、とくに等価な $(11\bar{1})[112]$, $(111)[11\bar{2}]$ 圧延集合組織成分からはその共有する $[\bar{1}10]$ 軸を中心に、おのおの約 +35° および -35° の回転で $(110)[001]$ 方位、すなわち Goss 方位が優先成長することが知られている。Fig. 5 の C 方向圧延材のうちの圧延率の低いものの 1 次再結晶組織には、圧延集合組織主成分の $(11\bar{1})[1\bar{1}0]$, $(111)[1\bar{1}0]$ が比較的強くそのまま残っており、strain induced grain boundary migration の効果を物語っているものと考えられる。

圧延率が増加するにつれて $(11\bar{1})[1\bar{1}0]$, $(111)[1\bar{1}0]$ 以外に $(111)[11\bar{2}]$, $(11\bar{1})[112]$ が現われはじめ、30% 前後の圧延率で両者がほぼ半々となり、それ以上圧延すると後者が優勢となり、50% 以上の圧延率ではほぼ後者だけとなる。この変化は 2 次再結晶後に $(110)[1\bar{1}0]$ 方位と Goss 方位の現われる圧延率と一致している。またこれら 1 次再結晶集合組織主成分と 2 次再結晶後の $(110)[1\bar{1}0]$ および Goss 方位との間にはそれぞれ $\langle 110 \rangle$ 軸に関して約 35° の回転関係がある。

圧延集合組織では圧延率が増加しても大きな変化はみられなかったが、1 次再結晶集合組織が圧延率 30% 付近を境にして $\{111\}$ $\langle 110 \rangle$ から $\{111\}\langle 112 \rangle$ に変化する理由を考える。前述のように圧延前の副方位の $(112)[1\bar{1}\bar{1}]$ と $(11\bar{2})[111]$ 成分が圧延により分解して $(111)[11\bar{2}]$ と $(11\bar{1})[112]$ になるが、これが再結晶核となり $\langle 111 \rangle$ 軸に関して 30° の回転関係にある $(111)[1\bar{1}0]$, $(11\bar{1})[1\bar{1}0]$ に対して優先方位として成長したものとして考えると、Fig. 4 において (211) 面回折強度が減少する圧延率と、1 次再結晶で $(11\bar{1})[112]$, $(111)[11\bar{2}]$ が現われる圧延率とが一致することが説明できる。また電子顕微鏡による薄膜透過観察でもこの 30° 回転のようすがみられた。Photo. 10 は C 方向に 50% 圧延した試料を 100°C/hr の昇温速度で 650°C まで加熱したものの電顕写真であるが、加工組織の $(111)[1\bar{1}0]$ 方位のマトリックスに対し $[111]$ 軸に関して 30° の回転関係にある $(111)[11\bar{2}]$ 方位の再結晶粒が成長している。

以上のように、C 方向に圧延した場合に圧延率を増加すると 2 次再結晶の方位が $(110)[1\bar{1}0]$ から Goss 方位にかわるさいのマトリックスの変化は説明できる。一方 2 次再結晶核となる部分がマトリックス中に存在しなければならぬ。Photo. 11 は C 方向に 30% 圧延した後 600°C まで焼鈍した試料であるが、Goss 方位の部分と $(110)[1\bar{1}0]$ 方位の部分と混在しているところがある。このまわりはかなり回復の進んだ (111) 方位の広いマトリックスに囲まれていた。この写真のように転位が無秩序に密集しているような部分に Goss 方位や $(110)[1\bar{1}0]$ 方位の部分が見い出されることが多い。

3.5 2次再結晶

前述したように、十分成長した種結晶が得られる必要條件は、1 次再結晶が strain induced grain boundary migration で行なわれるにせよ、nucleation and growth で行なわれるにせよ 2 次再結晶することである。低圧延率側では 1 次再結晶は前者で行なわれるが、粒界移動の開始にあたって impurity inhibition の効果も考えられることはすでに述べた。しかしこの後 10% 圧延材では normal grain growth がおこり、20% 圧延材では 2 次再結晶がおこる。この違いを説明するには inhibitor のほかに歪量の影響も考えなければならない。たとえば 10% 圧延材では歪量が少なくかなり高温まで粒界の移動がおこらない。したがって inhibitor も粒界に集まってくるにつれて粒界は動きにくくなる。さらに高温になつ

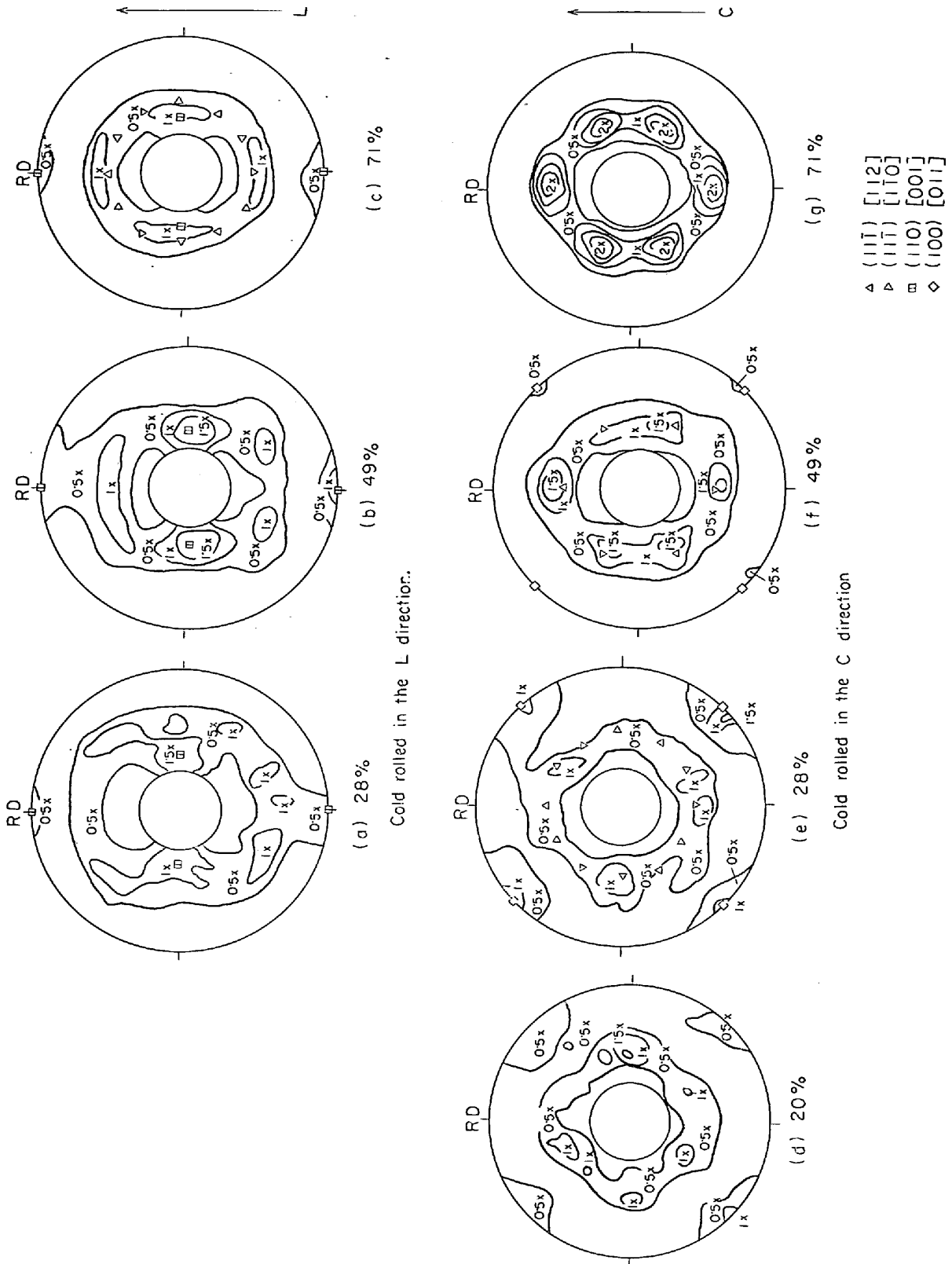
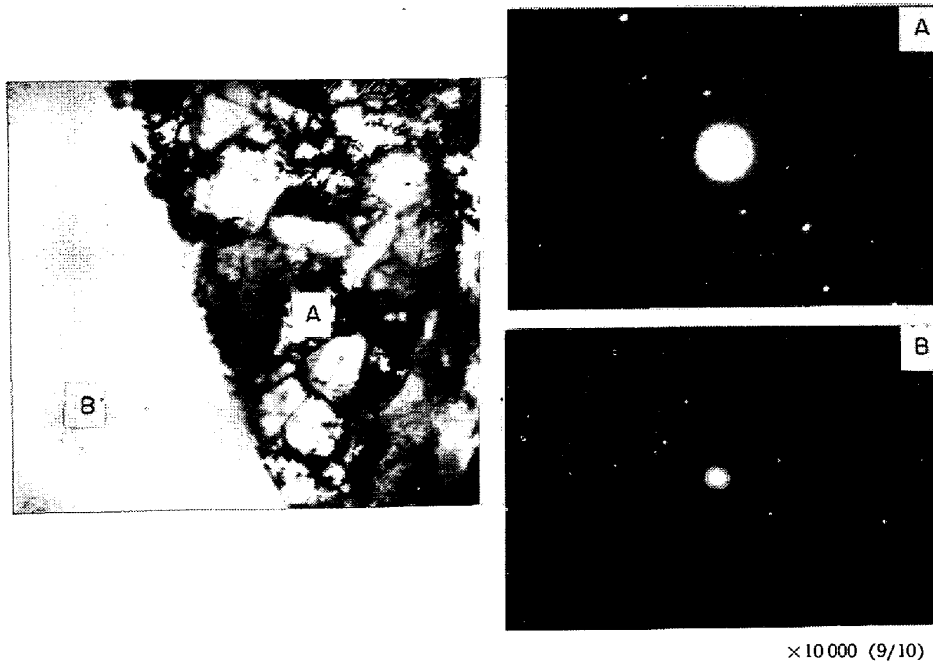
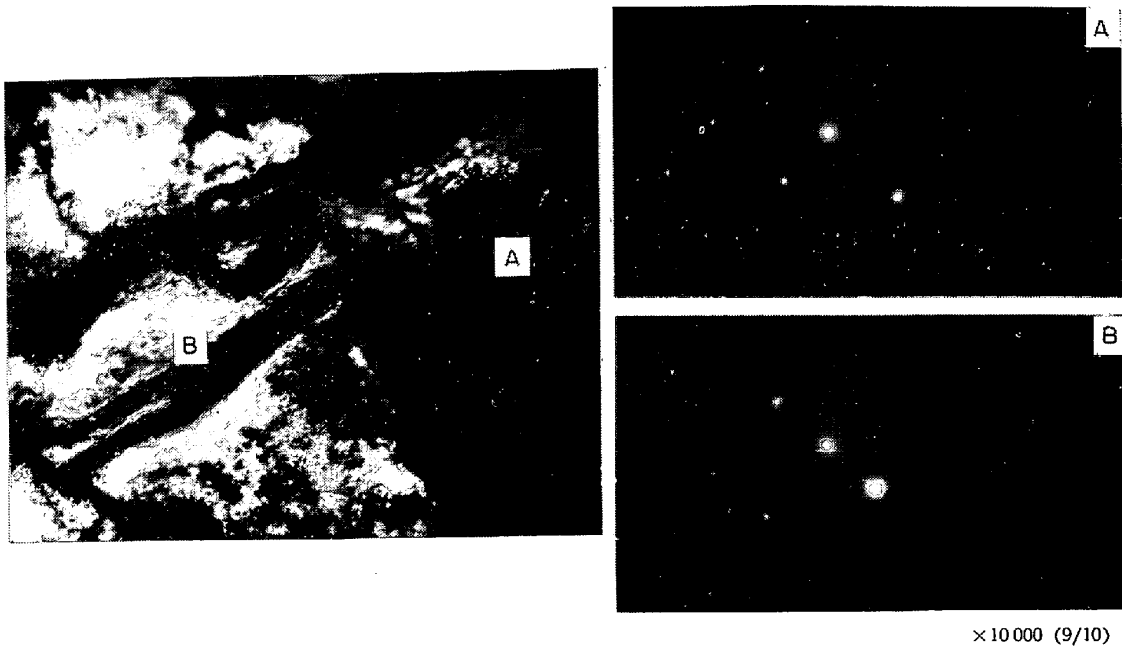


Fig. 5. (200) pole figures showing primary recrystallization textures of specimens annealed up to 850°C after cold rolling in the L (a, b, c) and C (d, e, f, g) directions.



×10000 (9/10)

Photo. 10. Transmission electron micrograph and diffraction patterns of the specimen annealed up to 650°C after cold rolling 50% in the C direction. Diffraction pattern B from the recrystallized grain is related to that of matrix A by rotation of 30° about the [111] axis normal to the specimen surface.



×10000 (9/10)

Photo. 11. Transmission electron micrograph and diffraction patterns of the specimen annealed up to 600°C after cold rolling 30% in the C direction. The (110) diffraction pattern B from the area B in the electron micrograph is related to that of A by rotation about the plane normal.

てはじめて粒界が inhibitor をふり切つて動きだし、高温のため粒界の移動は速く、inhibitor はこの動きについていけず粒界は温度の上昇とともに移動をつづけ normal grain growth をする。この結果二次再結晶のための粒界エネルギーが失われてしまう。20% 以上の圧延率で

は歪量が十分であつて焼鈍前粒界も比較的早く移動を開始するが低温のため速度は大きくない。そこへ inhibitor が集つてきて粒界の移動を抑制する。このため inhibitor の固溶または凝集がおこる。1000°C 以上の高温まで粒界は固定され、二次再結晶への駆動力がたくわえられ、

2次再結晶による爆発的な成長へ導かれる。

3-3, 4項で述べたように, この strain induced grain boundary migration の領域では圧延率が低いため圧延集合組織はあまり尖鋭ではないが, 1次再結晶が焼鈍前粒界の移動で行なわれるため圧延集合組織成分が保たれる。種結晶作製焼鈍後の微細粒の方位をしらべると {111} 面は多いが {110} 面はほとんどなく normal grain growth の結果を物語っている。20%以上の圧延で normal grain growth が抑制されれば2次再結晶がおこり, その結果 (110) [1 $\bar{1}$ 0] 方位すなわち1次冷延方向に Goss 方位をとる粒が選択的に成長する。この結果はL方向圧延材についても同様と考えられ, また1次圧延方向と45°の方向に圧延した場合も同様に1次圧延方向に Goss 方位をとる粒が成長したことを考えあわせると, この strain induced grain boundary migration による1次再結晶——2次再結晶過程をもたらす前歪は, その圧延方向には関係しないことがわかる。いうまでもなく材料が多結晶材であるから, 個々の結晶粒について加わつた歪の性質を規定することは困難であるが, 歪の性質は異方性のないものと考えられる。そして焼鈍前粒界の移動による1次再結晶組織は十分に粒径を小さく, かつ normal grain growth を抑制されていれば高温で2次再結晶をおこしうることがわかつた。その点では通常の nucleation and growth による1次再結晶組織とかわらない。そして低圧延率側の strain induced grain boundary migration 過程による (110) [1 $\bar{1}$ 0] 方位粒の発生と, より高圧延率側の nucleation and growth 過程による Goss 方位粒の発生とが圧延率30%前後の遷移領域で観察される。

圧延率が高くなると通常の nucleation and growth による1次再結晶がおこる。DUNN¹⁸⁾によれば2次再結晶の主方位は1次再結晶のさいの minor component であり, またマトリックス粒の2倍の大きさをもつているという。impurity inhibition¹⁹⁾の効果を考えるさい, 2次再結晶核の発生について1次再結晶初期にすでに Goss 粒が他の粒より大きく, impurity inhibition はこのような組織において方位に関係なく均等に効果をおよぼすと考えた方が考えやすい。しかし1次再結晶時には Goss 方位粒もとくに大きくないが, impurity inhibition が方位に選択的に働いて, Goss 方位粒のみがこの時期に成長して2次再結晶核になる可能性もある。

前に述べたようにC方向の圧延率が高くなるにつれて {111} <1 $\bar{1}$ 0> が強くなり, また {211} 方位成分が分解して {111} <112> が生じ, これが1次再結晶時に {111} <112> 主方位を形成する。1次再結晶集合組織に {111} <112>

が多く含まれるのはL方向圧延材についても共通のことで, Goss 方位2次再結晶核とは [1 $\bar{1}$ 0] 軸に関して35°の回転関係にあり, 成長の素地を提供するものと考えられる。

Goss 方位2次再結晶核の発生に関して, 阿部²⁰⁾は冷間圧延板内に (111) [1 $\bar{1}$ 2] 方位の結晶領域が存在すればその1次再結晶集合組織内には必ず (110) [001] 方位成分が含まれてくると述べている。事実この実験でもL方向圧延の場合圧延集合組織の主方位として {111} <112> を含み, 1次再結晶集合組織にはかなり強いGoss成分が現われている。C方向圧延の場合は2次再結晶集合組織に Goss 方位が現われる圧延率と, 圧延集合組織に {111} <112> が増加する圧延率が一致している。DUNN¹⁷⁾によれば単結晶による圧延集合組織に集積が認められ難いような分散した方位が1次再結晶核になるとされていたが, 最近 WALTER と KOCH²¹⁾, HU²²⁾, 古林²³⁾らの単結晶についての電子顕微鏡による研究から圧延組織中の1次再結晶核の存在状況が明らかにされつつある。多結晶材についても, 単に方位分散の結果として圧延組織の中に2次再結晶方位と同じ方位の部分があるということだけでなく, その周囲の状況も問題になると思われるが, この実験でも圧延——回復組織の中に Goss 方位もしくは (110) [1 $\bar{1}$ 0] 方位の部分があることが {111} マトリックスに囲まれて見いだされた。

70%以上圧延した試料は温度傾斜炉による焼鈍後も微細粒となる。その方位は Goss 方位付近の集積が強く, 2次再結晶核が多すぎる結果と考えられるが, 板厚が薄くなつた影響もあるかもしれない。

本実験で Goss 方位の種結晶が得られたものには圧延集合組織に {111} <112> 成分, (110) [1 $\bar{1}$ 0] 方位の種結晶の得られたものには {111} <110> 成分が含まれている。圧延率, 圧延方向によつて圧延集合組織成分も違い, 1次再結晶集合組織も Goss または (110) [1 $\bar{1}$ 0] 成分を含むが集積度も異なり, 他の方位成分も異なっている。しかし最終的には Goss あるいは (110) [1 $\bar{1}$ 0] 方位の2次再結晶粒が得られた。このことは2次再結晶が oriented growth で行なわれたことを示すものと思われる。

4. 要 約

3% 珪素鉄を70%1次冷延し, 800°C で30min 脱炭焼鈍したものを出発材料として, 歪焼鈍法による単結晶作製のための種結晶の成長条件をさだめ, あわせて結晶粒成長および再結晶集合組織形成の過程をしらべた。その結果は次のように要約される。

1) 前歪が数%程度の引張では種結晶は成長しない

が、冷間圧延によれば、L方向に圧延してもC方向に圧延しても、圧延率が20%から60%までの非常に広い範囲で十分に成長した種結晶が得られる。

2) L方向に圧延した場合、得られる種結晶は常に(110)[001]すなわちGoss方位である。

C方向に圧延した場合、低圧延率では1次冷延の方向にGoss方位をとる(110)[1 $\bar{1}$ 0]方位の種結晶が成長し、高圧延率側では新しい圧延方向(前歪圧延の方向)にGoss方位をとる種結晶ができる。圧延率30%前後がこれらの遷移領域であり、Goss方位と(110)[1 $\bar{1}$ 0]方位の種結晶の混在したものが得られる。

3) C方向に種々の圧延率の前歪を与えたのち粒成長の状況をしらべると、30%以下の圧延率では焼鈍前の粒界の移動により、また30%以上の圧延率では nucleation and growth の過程により1次再結晶する。その後10%程度の前歪では normal grain growth がおこり2次再結晶しないが、20%以上の圧延率では normal grain growth が抑制され高温で2次再結晶する。種結晶が得られるための必要条件は2次再結晶が行なわれることである。

4) 圧延集合組織、1次再結晶集合組織ともL方向圧延材とC方向圧延材とはかなり異なるが、2次再結晶後の種結晶はGoss方位または(110)[1 $\bar{1}$ 0]方位が成長する。この場合、圧延集合組織中の{111}<112>成分が重要な役割をはたすものと考えられる。

5) 低圧延率の前歪では、その圧延方向によらず1次圧延方向にGoss方位をとる種結晶が成長する。つまり焼鈍前粒界の移動により1次再結晶が行なわれる場合、前歪の方向には影響されない。したがって素材を切る方向によつて、(110)面が板面に平行で[001]方向が任意の向きの種結晶が得られる。

終わりに、発表にあたりご指導下さつた藤元克巳研究所次長ならびに鶴岡一夫物理研究室長、また発表を許可された今井光雄研究所長に厚く御礼申し上げます。また本研究について非常に有益なご批評とお励しをいただいた東京大学工学部阿部秀夫教授に深く感謝いたします。

文 献

- 1) F. W. NOBLE and D. HULL: Phil. Mag., 10 (1965), p. 777
- 2) 古林: 私信
- 3) C. G. DUNN and G. C. NONKEN: Metal Progress,

64 (1953), p. 71

- 4) 田岡, 武内, 竹内: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 187
- 5) W. G. BURGERS and P. C. LOUWERSE: Z. f. Physik, 67 (1931), p. 605
- 6) R. W. CAHN: Proc. Phys. Soc., A 63 (1950), p. 223
- 7) A. E. VAN ARKEL: Rev. Met., 33 (1936), p. 197
- 8) C. S. BARRETT: Trans. AIME, 137 (1950), p. 128
- 9) P. A. BECK and H. HU: J. Metals, 4 (1952), p. 83
- 10) 中江, 山村: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 130
- 11) H. NAKAE: Trans. JIM, 2 (1961), p. 213
- 12) K. T. AUST and C. G. DUNN: J. Metals, 9 (1957), p. 472
- 13) K. T. AUST, E. F. KOCH, and C. G. DUNN: Trans. AIME, 215 (1959), p. 90
- 14) P. K. KOH and C. G. DUNN: J. Metals, 7 (1955), p. 401
- 15) 田岡, 古林, 竹内: 鉄と鋼, 54 (1968), p. 162
- 16) H. HU and R. S. CLINE: Trans. AIME, 224 (1962), p. 784
- 17) C. G. DUNN and P. K. KOH: J. Metals, 8 (1956), p. 1017
- 18) C. G. DUNN: Acta Met., 1 (1953), p. 163
- 19) J. E. MAY and D. TURNBULL: Trans. AIME, 212 (1958), p. 769
- 20) 阿部: 日本金属学会報, 1 (1962), p. 583
- 21) J. L. WALTER and E. F. KOCH: Acta Met., 11 (1963), p. 923
- 22) H. HU: "Recovery and Recrystallization of Metals" (1962) AIME
- 23) E. FURUBAYASHI: Trans. JISI, 9 (1969), p. 222

討 論

【質問】 新日鉄技研 武智 弘

引張変形で予歪を与えても圧延で予歪を与えても、変形様式が異なるにもかかわらず、焼鈍後同じGoss方位が成長する理由。

【回答】

本実験に使用した材料では10%以下の引張変形では単結晶が成長しなかつた。材料が多結晶であり解析が困難なので変形様式とか、歪の入り方まで考慮していないが、一般に行なわれる引張変形による方法が、strain induced grain boundary migration 的な挙動をするものとするれば、これは本実験における30%以下の軽い圧延の場合に相当すると考えられる。この場合、できる単結晶の方位は予歪の方向には依存しない。このことから軽い予歪による場合は変形様式にも関係しないものと思われる。