

論 文

UDC 669.141.241.2-122.2 : 548.53 : 620.187

アルミニウムキルド鋼板の再結晶初期段階の電顕観察*

阿部 秀夫**・鈴木 竹四***

Initial Stages of Recrystallization in Aluminum Killed Steel Sheets as Observed by Transmission Electron Microscopy

Hideo ABE and Takeshi SUZUKI

Synopsis:

In the previous paper [Trans. ISIJ, 11 (1971), 201], the authors reported several results of the electron-microscopic observation on local orientation distributions around large dislocation-free subgrains with their {111} planes parallel to the rolling plane in aluminum-killed steel sheets at the initial stages of recrystallization. The present paper is concerned with the similar observation on the dislocation-free subgrains with their {100}, {110} or {113} planes parallel to the rolling plane. From a large number of data on the local orientation distribution at the initial stages of recrystallization, it is concluded that the recrystallization texture of the aluminum-killed steel sheet develops as a result of the effect of AlN clusters which inhibit the 'nucleation' of recrystallized grains from severely bent regions of the deformed matrix and induce the 'oriented nucleation' of the {111}<011>-oriented grains from weakly twisted regions of the deformed matrix.

(Received June 13, 1972)

1. 序 論

Al と N を過飽和に固溶したアルミニウムキルド低炭素鋼熱間圧延鋼帯あるいは Fe-Al-N (Al=0.06%, N=0.005%) 合金板¹⁾ に対し, 約 70% の冷間圧延後, 徐熱再結晶焼鈍または二段焼鈍²⁾ をすると, {111}<011> および {554}<225> 方位に強い集積をもつ再結晶集合組織が発達する. そのうち {111}<011> 方位はとくにアルミニウムキルド鋼において最も顕著に発達する方位である.

その再結晶集合組織が発達する原因については, すでに多くの研究が行なわれており³⁾, 回復ないし再結晶初期に析出する微細な AlN クラスタ (pre-precipitation clusters)⁴⁾ が, 回復過程あるいは再結晶初期の subgrain 成長過程を遅滞させ, 主要な役割を果たしていることはほぼ確実である. 花井, 竹本, 水山, 佐直⁵⁾ は抽出レプリカ法により析出相の結晶構造を研究し, 回復ないし subgrain 成長の過程に最も強い影響を与える AlN クラスタは, 従来から知られている六方晶 wurtzite 型構造のものではなく, 立方晶 NaCl 型構造の微細な析出粒子であると報告している. アルミニウムキルド鋼板の {111}<011> 方位再結晶集合組織の成因については, 実

験的に可能な範囲内でほとんど研究しつくされた感があるが, なお残されたいくつかの問題がある. その一つは, AlN クラスタが回復および再結晶を遅滞させる程度は, 冷間圧延板内の各方位結晶粒ごとに異なり, また一つの变形粒内でも局所的に違っていると推定されるが, それが明確に示されていないことである. たとえば {111}<112> 方位の变形結晶粒と {100}<011> 方位の变形結晶粒とは格子歪状態が違うので, AlN クラスタの析出が回復過程に及ぼす効果も違うであろう. また一つの {111}<112> 方位变形粒内でも, 格子の撓曲の勾配が大きい領域と小さい領域とでは, クラスタ析出状態が異なり, それが再結晶過程に及ぼす効果も違うであろう. このように变形粒の方位別および一つの变形粒内の局所領域別に AlN クラスタの効果が違うことが, アルミニウムキルド鋼の再結晶集合組織を決定する一因子と思われる. その問題を明確にするためには, 再結晶の初期の状態を電子顕微鏡と制限視野電子回折によつて詳しく観察することが必要である. とくに再結晶の初期の状態を結晶方位別に追究することは重要である. しかし, 電

* 昭和47年6月13日受付

** 東京大学工学部冶金学科 工博

*** 東京大学工学部冶金学科

顕による局所的観察結果から真に representative な結論を得るためには、非常に多数の random sites での観察が必要である。

著者らは前報¹⁰⁾において、70% の冷間圧延を行なったアルミニウムキルド低炭素鋼板の再結晶の初期の状態を電顕観察し、主として {111}〈011〉方位の転位密度の低い比較的大きい subgrain とその周囲の変形マトリクスとの方位関係について報告した。その際、{111}〈011〉方位の比較的大きい subgrain (再結晶粒として成長可能と考えられる subgrain) は、{111}〈112〉~{111}〈011〉の方位範囲にわたり局所的にねじれた変形マトリクス内に生成していること、AIN クラスターの効果はこのような局所的にねじれた領域での転位の再配列を遅滞して〈111〉回転関係に律せられた 'oriented nucleation' を促す一方、{111}〈112〉方位変形マトリクス内の局所的に曲がった領域の polygonization, すなわち {110}〈001〉方位の大きい subgrain の生成をほとんど阻止してその 'oriented growth' による発達を抑えることであるという見解を述べた。

本報告では、前報¹⁰⁾と同様な観察を、圧延面に {100}, {110} または {311} 面が平行な方位の subgrain に関して行なった結果および圧延板の縦断面と横断面に関して観察した結果を述べ、前報の結果とあわせてアルミニウムキルド鋼の再結晶の初期の状態を明確にする。

2. 試料および実験方法

試料および実験方法は前報¹⁰⁾とほとんど同じである。実験に用いたアルミニウムキルド鋼の熱間圧延鋼帯の化学分析値を Table 1 に示す。板厚 2.90 mm の熱間圧延鋼帯を圧延率 70% まで冷間圧延し板厚 0.87 mm とした。その冷間圧延板から切り出した試片を、550°C または 730°C に保ったアルゴン雰囲気の中に入れて挿入し、550°C 炉中には約 40 min, 730°C 炉中には約 40 sec 保持し、いずれも再結晶分率数%の試料を得た。各焼鈍における加熱曲線を Fig. 1 に示す。550°C 炉中焼鈍は「徐熱焼鈍」で長時間焼鈍後は {111}〈011〉方位再結晶集合組織が顕著に発達するが、730°C 炉中焼鈍は「急熱焼鈍」で長時間焼鈍後はリムド鋼の場合と類似した再結晶集合組織になる。これらの試料から、化学研磨およびリン酸・クロム酸飽和溶液を用いた電解研磨によ

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

C	Mn	P	S	Si	Sol Al	Sol N	Insol Al
0.045	0.33	0.02	0.02	0.01	0.052	0.0059	0.0012

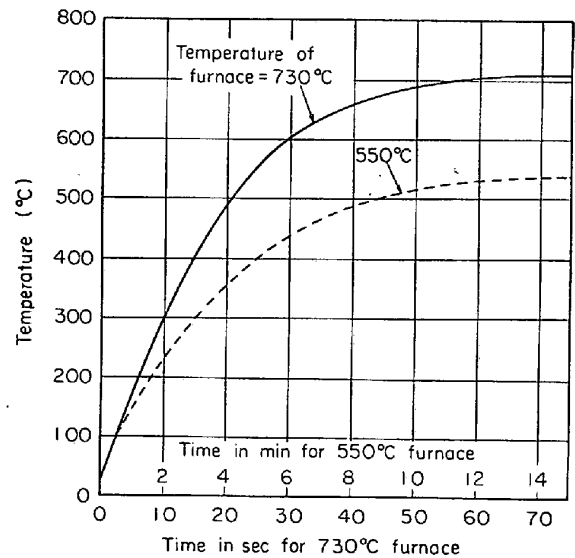


Fig. 1. Heating curves for annealing in 550°C and 730°C furnaces.

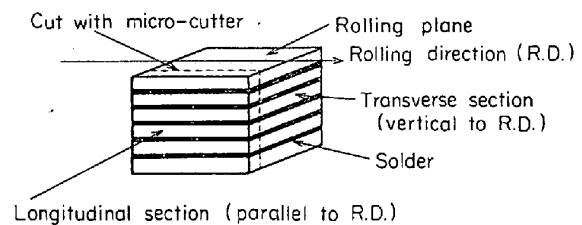


Fig. 2. Method of preparation of specimens for observation of sections of the sheet.

り薄膜を作り、電顕による透過観察および制限視野電子回折を行なった。電顕観察は圧延面に平行な面、圧延方向に平行な「縦断面」、および圧延方向に垂直な「横断面」について行なった。縦断面および横断面観察用の試片は Fig. 2 に示すように、多数の板をハンダで重ね合わせ、マイクロカッターで厚さ約 1 mm に切り、化学研磨および電解研磨により作製した。制限視野電子回折から LAIRD, EICHEN, BITLER¹¹⁾ や RYDER, PITSCH¹²⁾ の方法により約 ±1° の精度* で方位を決定し、{110} 極点図上に示し、転位密度の低い比較的大きい subgrain とその周囲の変形マトリクスとの方位関係を調べた。

3. 結 果

3.1 圧延面に平行な面についての観察

Photo. 1(a) は 70% 冷間圧延後 550°C 焼鈍した試料の電顕写真の一例である。比較的大きい subgrain A とその周囲の領域 B~H の制限視野回折パターンを Photo. 1(b) に、それらの回折パターンから決定した各領域の方位の圧延面上へのステレオ投影による {110}

* ただし回折スポットの数が少ない回折パターンからの方位決定の精度は少し低下する

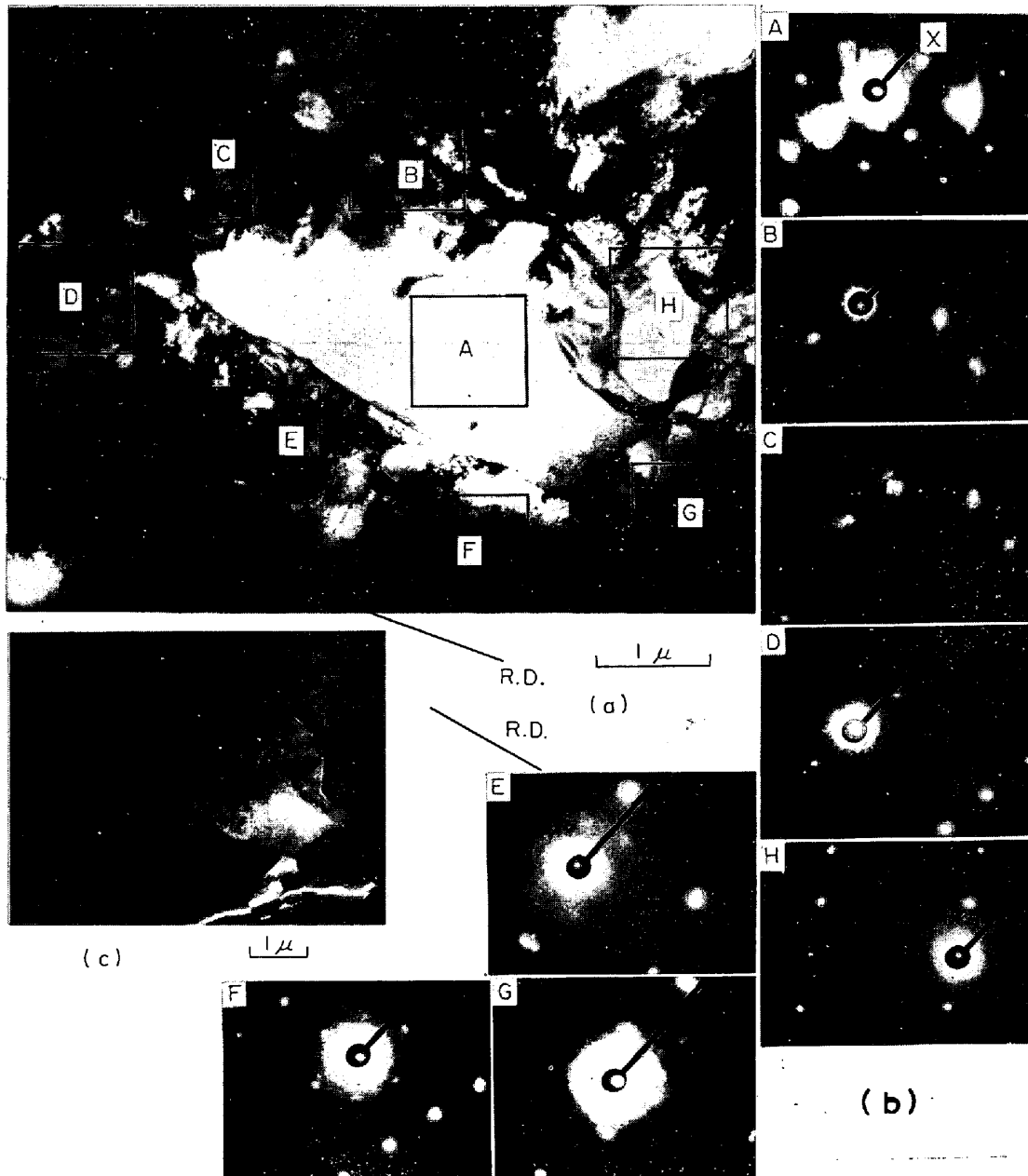


Photo. 1. An example of transmission electron micrograph (a), and selected area diffraction patterns (b), observed in the specimen heated for 40 min in 550°C-furnace. Photo. (c) is dark-field micrograph as obtained by (110) spot marked × in the diffraction pattern of A.

極点図を Fig. 3 に示す. subgrain A は転位密度が低く回折パターンには菊池線が現われており一つの再結晶粒の初期の段階と思われる. A の方位は近似的に $\{100\}\langle 013\rangle$ である. Photo. 1 (c) は A の回折パターンの (110) スポット (×印) についての暗視野像であるが, A と B および C 各領域との境界ははつきりせずそれらの方位は近いことがわかる. この場合は A, B, C 各領域にわたる方位差の小さい変形マトリクスの一部に生じた転位密度の低い領域 A が, それに隣接する方位差の大きい D, E, F, G 各領域に向かって成長して

いく過程にあると考えられる. この後の成長速度は A と各領域間の転位密度の差および方位関係に依存するであろう. A と D, A と F の方位間には近似的に $\langle 110\rangle$ 軸に関し, それぞれ約 40° および 29° の回転関係がある. 550°C 焼鈍した試料において, $\{100\}$ 面方位の転位密度の低い比較的大きい subgrain についてのその他の観察例を Figs. 4 および 5 に示す. 転位密度の低い subgrain は A で, その周囲のマトリクス領域は B, C, D…… によつて示してある. Fig. 4 と 5 のいずれの場合も A の方位は $\{100\}\langle 011\rangle$ に近く, 周囲の変形マト

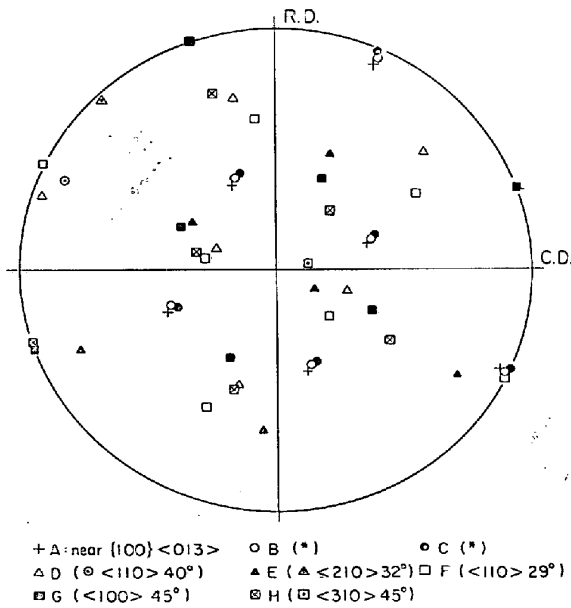


Fig. 3. $\{110\}$ pole figure for orientations of areas A~H indicated in Photo. 1(a). The orientation of large subgrain A is near $\{100\} \langle 013 \rangle$. (*) implies that the misorientation from A is within 5° . (⊙ $\langle 110 \rangle 40^\circ$) implies that the orientation relation between A and D is approximately 40° of rotation about near- $\langle 110 \rangle$ axis marked ⊙.

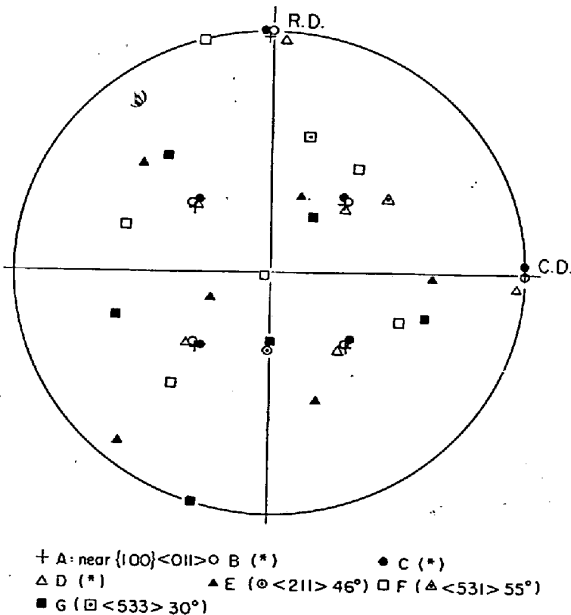


Fig. 4.

リクスの一部には A との方位差が非常に小さい領域が隣接して存在する。

Photo. 2 は 730°C 焼鈍した試料の電顕写真と回折パターンの一例で, Fig. 6 にその $\{110\}$ 極点図を示す。

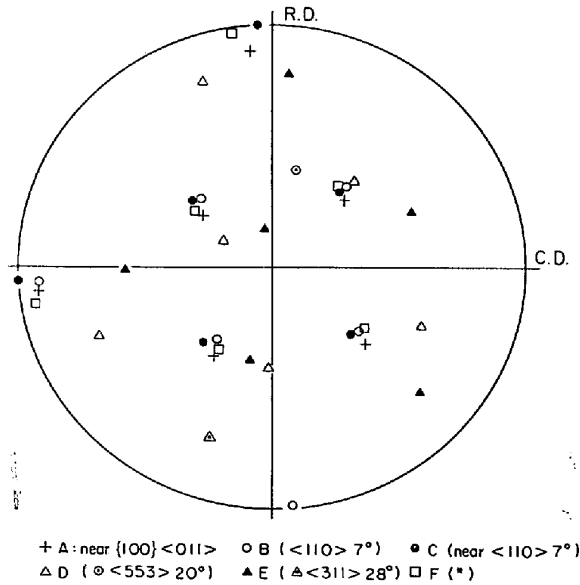


Fig. 5. Figures 4 and 5 are $\{110\}$ pole figures for orientations of dislocation-free subgrains denoted by A and those of areas B, C, D, etc. in the surrounding matrices, observed in the specimen heated for 40 min in 550°C -furnace.

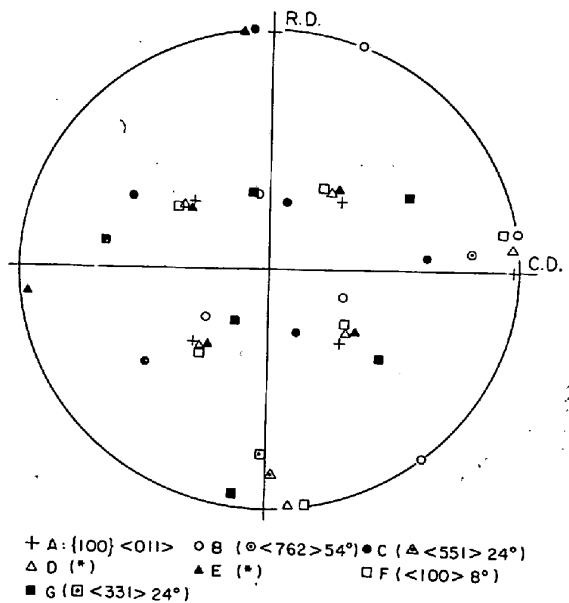
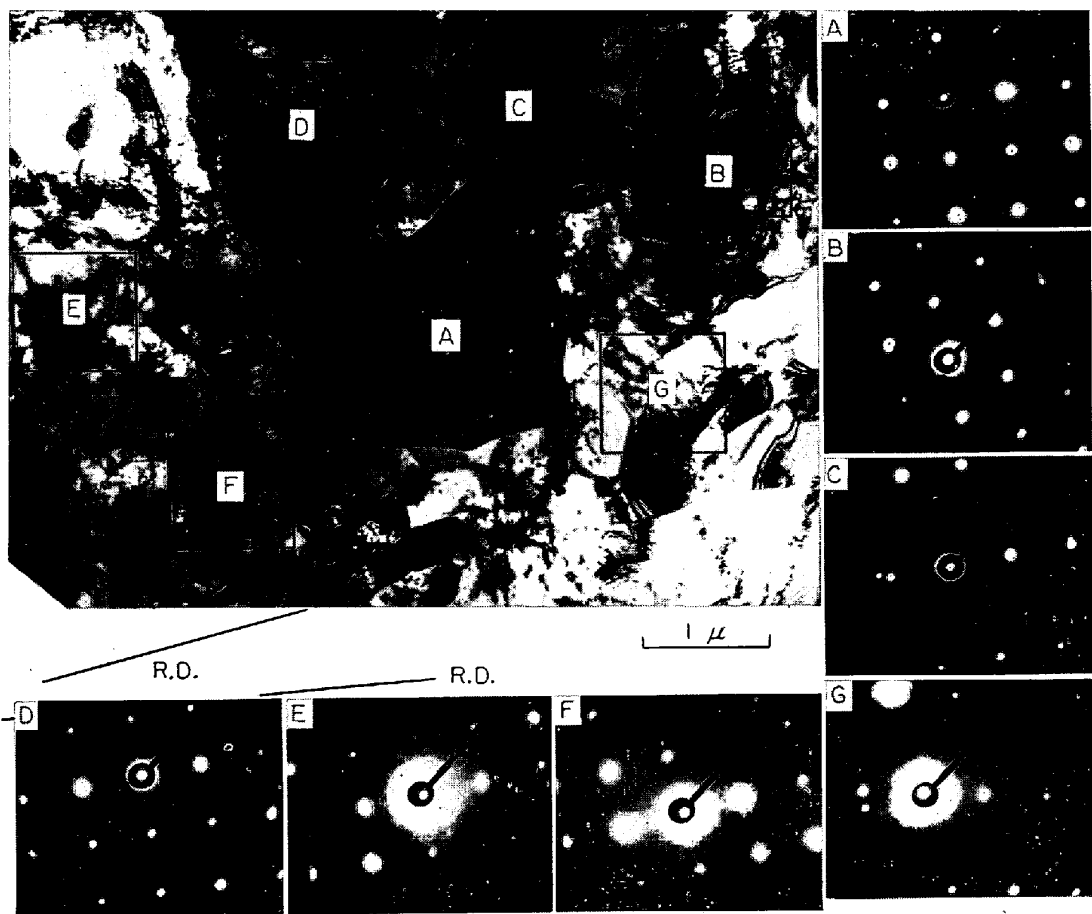


Fig. 6. $\{110\}$ pole figure for orientations of areas A~G indicated in Photo. 2.

A の方位は $\{100\} \langle 011 \rangle$ である。A と D, E, F 各領域との方位差は小さく, A は D, E, F 各領域を含む広い $\{100\}$ 方位変形マトリクスから生じている。 730°C 焼鈍した試料の $\{100\}$ 面方位に近い転位密度の小さい subgrain についてのその他の観察例を Figs. 7 および 8 に示す。Fig. 7 では Figs. 3~6 に示した例と同様に比較的大きい subgrain A ($\{100\} \langle 011 \rangle$ 方位)



Photos. 2, 4 and 5. Transmission electron micrographs and diffraction patterns from selected areas marked in the micrographs, observed in the specimen heated for 40 sec in 730°C-furnace.

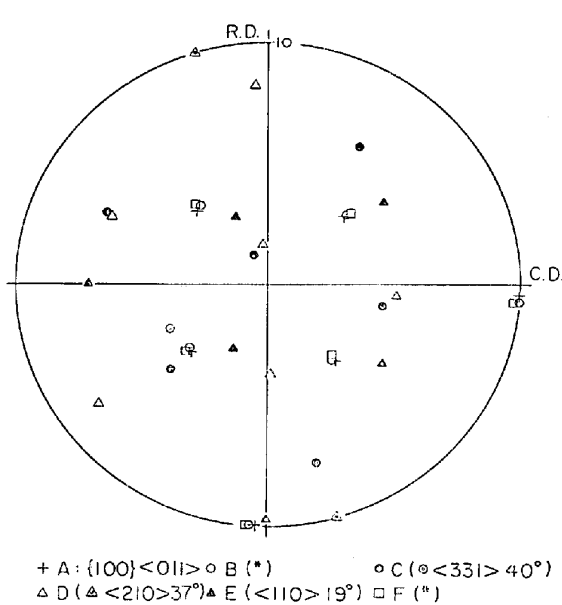


Fig. 7.

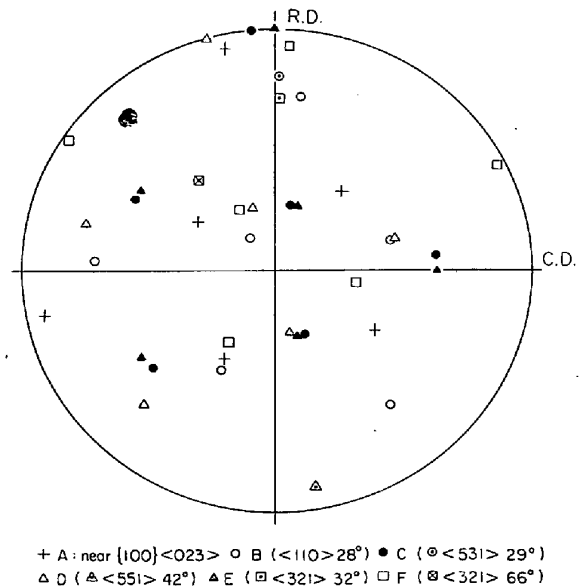


Fig. 8. Figures 7 and 8 are $\{110\}$ pole figures for orientations of dislocation-free subgrains denoted by A and those of areas B, C, D, etc. in the surrounding matrices, observed in the specimen heated for 40 sec in 730°C -furnace.

に隣接してそれとほぼ同じ方位のマトリクス領域が存在する。Fig. 8 では subgrain A (近似的に $\{100\}\langle 023 \rangle$ 方位) の周囲にそれと方位の近い領域は存在しない。

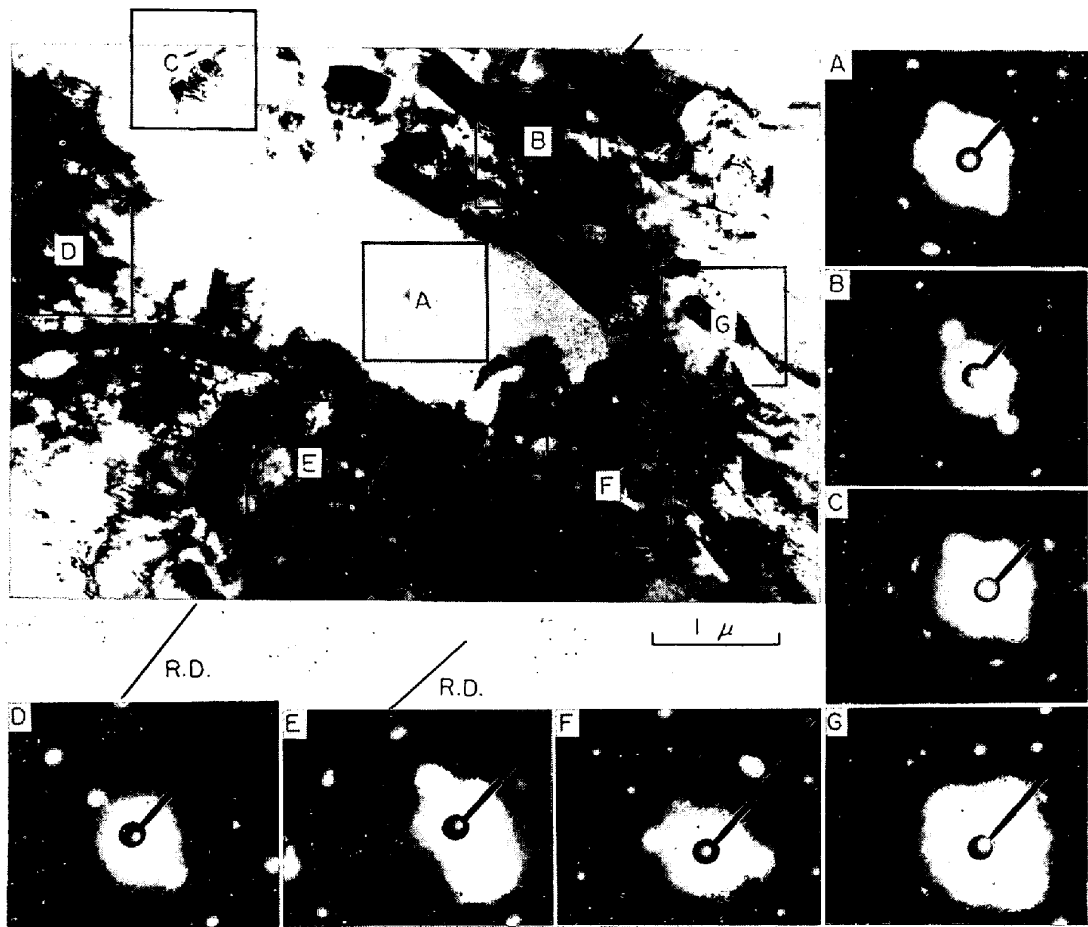


Photo. 3. Transmission electron micrograph and diffraction patterns from selected areas marked in the micrograph, observed in the specimen heated for 40 min in 550°C-furnace.

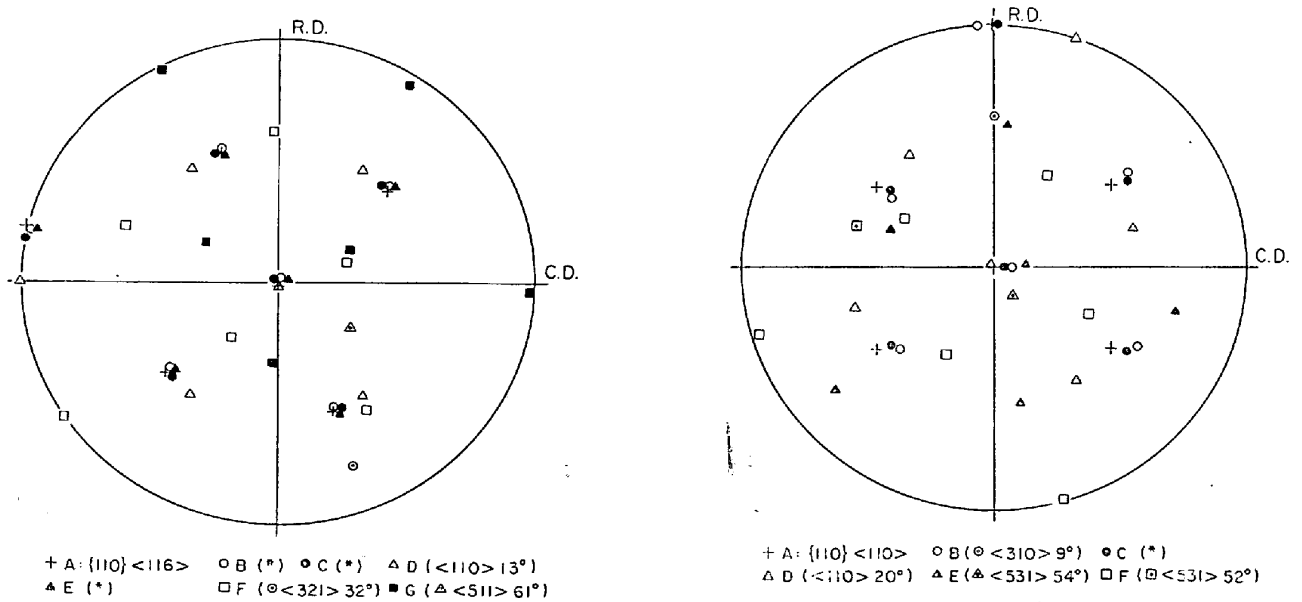


Fig. 9. {110} pole figure for orientations of areas A~G indicated in Photo. 3.

Fig. 10.

730°C 焼鈍した試料では、転位密度の低い subgrain A が比較的小さい場合はそれとほぼ同じ方位の領域が隣接していることが多いが、subgrain A がかなり大きく成

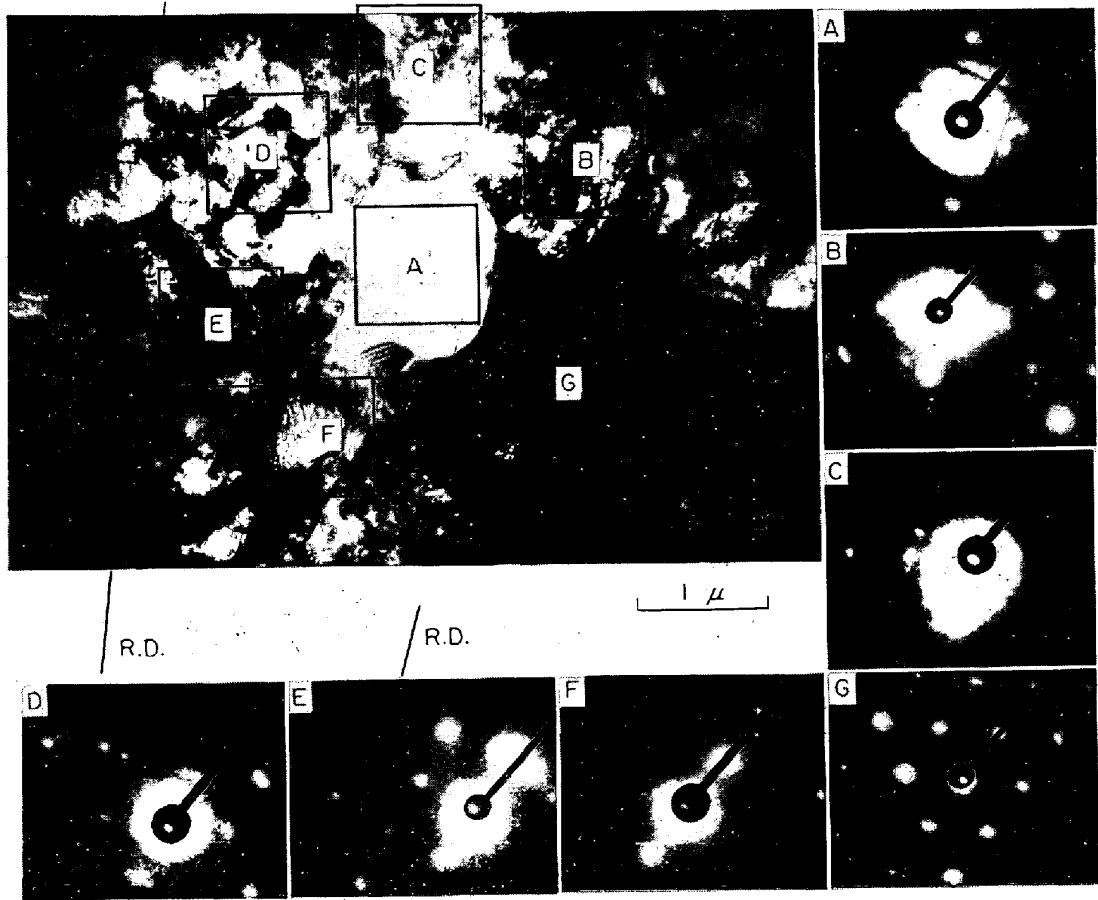
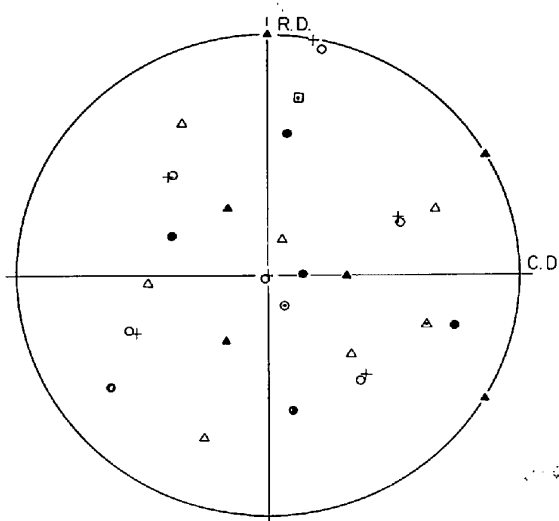
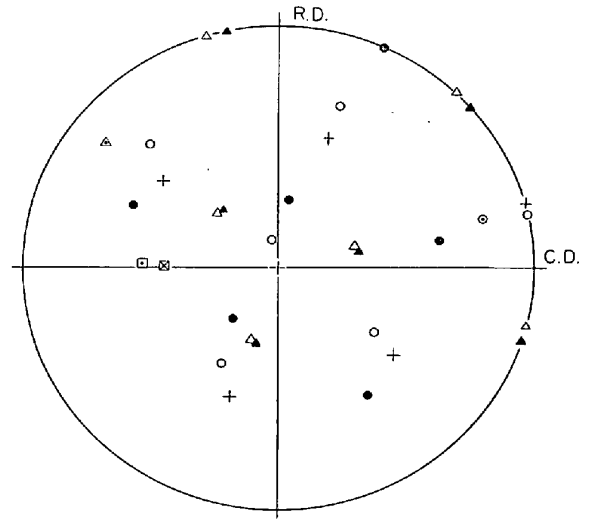


Photo. 4.



+ A: $\{110\} \langle 441 \rangle$ \odot B (*) \odot C ($\odot \langle 531 \rangle 45^\circ$)
 Δ D ($\Delta \langle 521 \rangle 22^\circ$) \blacktriangle E ($\square \langle 210 \rangle 36^\circ$)

Fig. 11.



+ A: $\{110\} \langle 115 \rangle$ \odot B ($\odot \langle 320 \rangle 13^\circ$) \odot C ($\Delta \langle 321 \rangle 31^\circ$)
 Δ D ($\square \langle 511 \rangle 46^\circ$) \blacktriangle E ($\square \langle 510 \rangle 47^\circ$)

Fig. 12. Figures 10 to 12 are $\{110\}$ pole figures for orientations of dislocation-free subgrains denoted by A and those of areas B, C, D, etc. in the surrounding matrices, observed in the specimen heated for 40 min in 550°C-furnace.

長している場合にはその周囲にそれとほぼ同じ方位のマ
 トリクス領域が必ずしも存在しない。

Photo. 3 は 550°C 焼鈍した試料の電顕写真と回折パ
 ターンである。Fig. 9 にその $\{110\}$ 極点図を示す。A

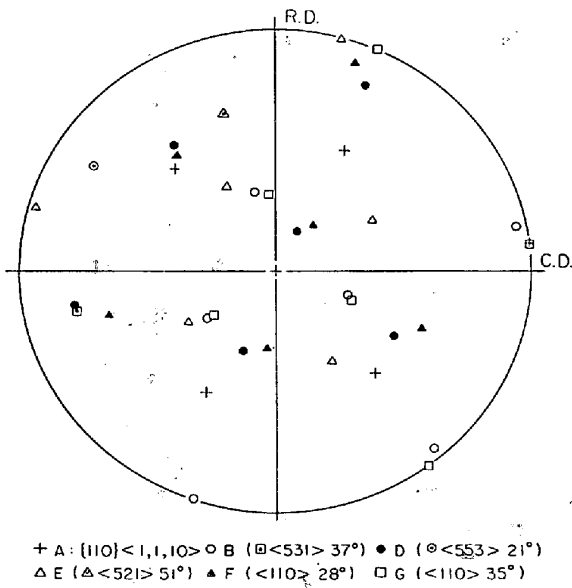


Fig. 13. $\{110\}$ pole figure for orientations of areas A~G indicated in Photo. 4.

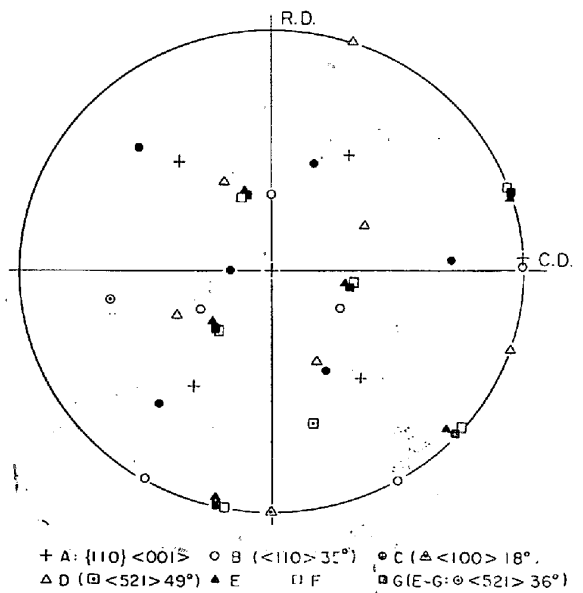


Fig. 15.

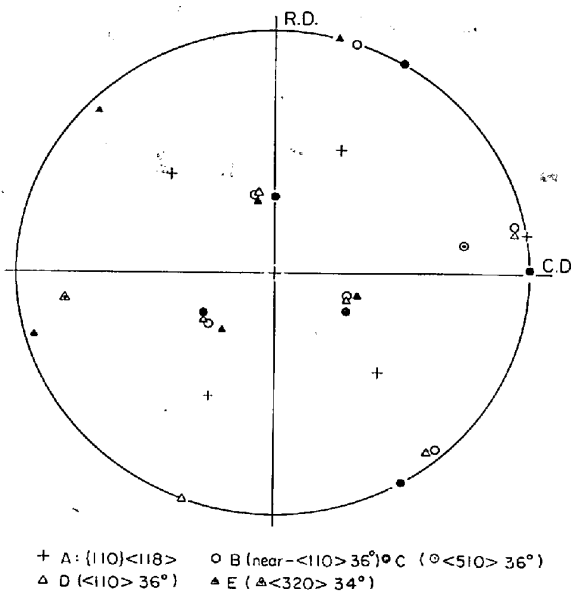


Fig. 14.

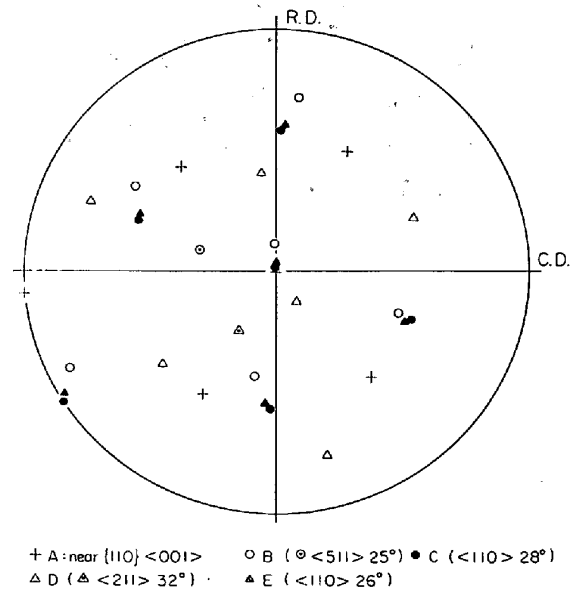


Fig. 16.

の方位は $\{110\}\langle 116 \rangle$ に近い。A と B, C, E との方位差は非常に小さく、A と D との間には板面法線 $\langle 110 \rangle$ 軸に関し約 13° の回転関係がある。また G の方位は $\{111\}\langle 112 \rangle$ に近く、A の方位と $\langle 511 \rangle$ 軸に関し約 61° の回転関係がある。A の方位は Goss 方位に近いが、この場合 A は B, C, E を含む近似方位領域の一部に subgrain coalescence などにより転位密度の低い領域が生じそれが成長しつつある状態と考えられる。しかし Goss 方位は冷間圧延に対し不安定な方位であり、この例のように比較的広い範囲にわたり残存していることはむしろ少ない。Figs. 10~12 に 550°C 焼鈍した試料の

$\{110\}$ 面方位に近い subgrain についてのその他の観察例を示す。Figs. 10 および 11 では subgrain A に隣接してそれと近い方位のマトリクス領域が存在するが、Fig. 12 では隣接する同一方位領域が存在しない。A と各領域との間の方位関係も複雑である。

Photo. 4 は 730°C 焼鈍した試料の電顕写真と回折パターンである。Fig. 13 にその $\{110\}$ 極点図を示す。subgrain A は小さいが転位密度が低く、周囲の組織が転位密度が高いかまたは subgrain size の細かい領域からなっているため再結晶粒として成長可能と考えられる。A の方位は $\{110\}\langle 1,1,10 \rangle$ である。G の領域は

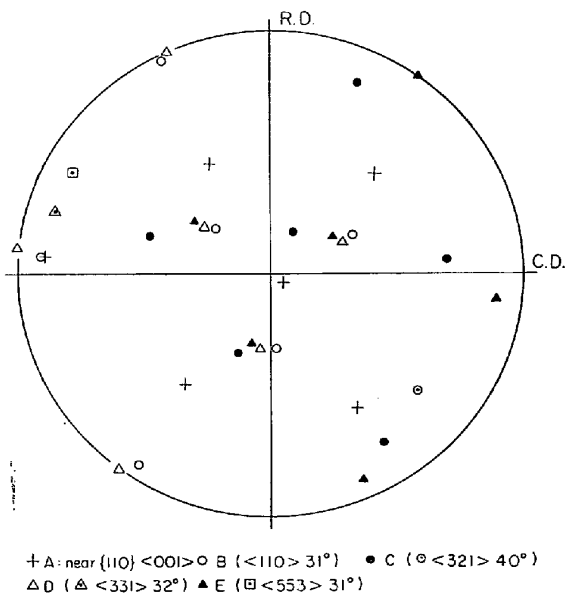


Fig. 17. Figures 14 to 17 are $\{110\}$ pole figures for orientations of dislocation-free subgrains denoted by A and those of areas B, C, D, etc. in the surrounding matrices, observed in the specimen heated for 40 sec in 730°C -furnace.

$\{111\}\langle 112\rangle$ 方位に近く, A と G の間には $\langle 110\rangle$ 軸に関し 35° の回転関係がある. また A と G の領域の境界ははつきりしており, A の領域がとくに G の領域に対して優先成長しているようにも見える. C および D の領域の回折パターンはいくつかの方位を含んでいる. Figs. 14~17 に 730°C 焼鈍した試料の $\{110\}$ 面方位の subgrain についてのその他の観察例を示す. Figs. 13~17 のすべてに共通な観察結果としてつぎの各項目があげられる.

- i) 転位密度の低い subgrain A の方位は $\{110\}\langle 001\rangle$ に近い.
- ii) subgrain A の周囲にそれと方位の近い領域が存在しない.
- iii) subgrain A と $\langle 110\rangle$ 軸に関し $26^\circ\sim 36^\circ$ の回転関係をもつマトリクス領域が存在する.

Fig. 16 を除いて subgrain A に隣接して $\{111\}\langle 112\rangle$ 方位に近い領域が存在する.

従来の 3% 珪素鉄や純鉄の単結晶の研究^{13)~16)} によると, $\{111\}\langle 112\rangle$ 方位冷間圧延集合組織をもつ試料を焼鈍すると $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位再結晶集合組織が発達する.

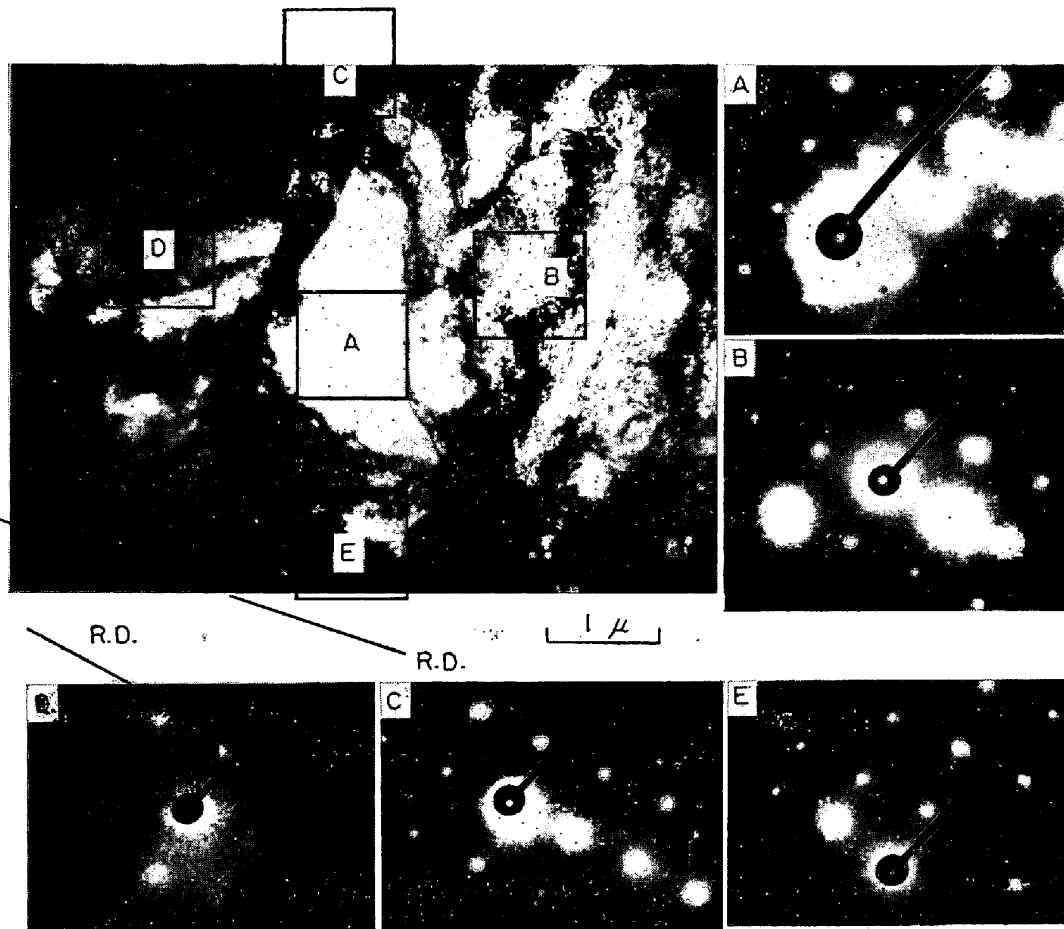


Photo. 5.

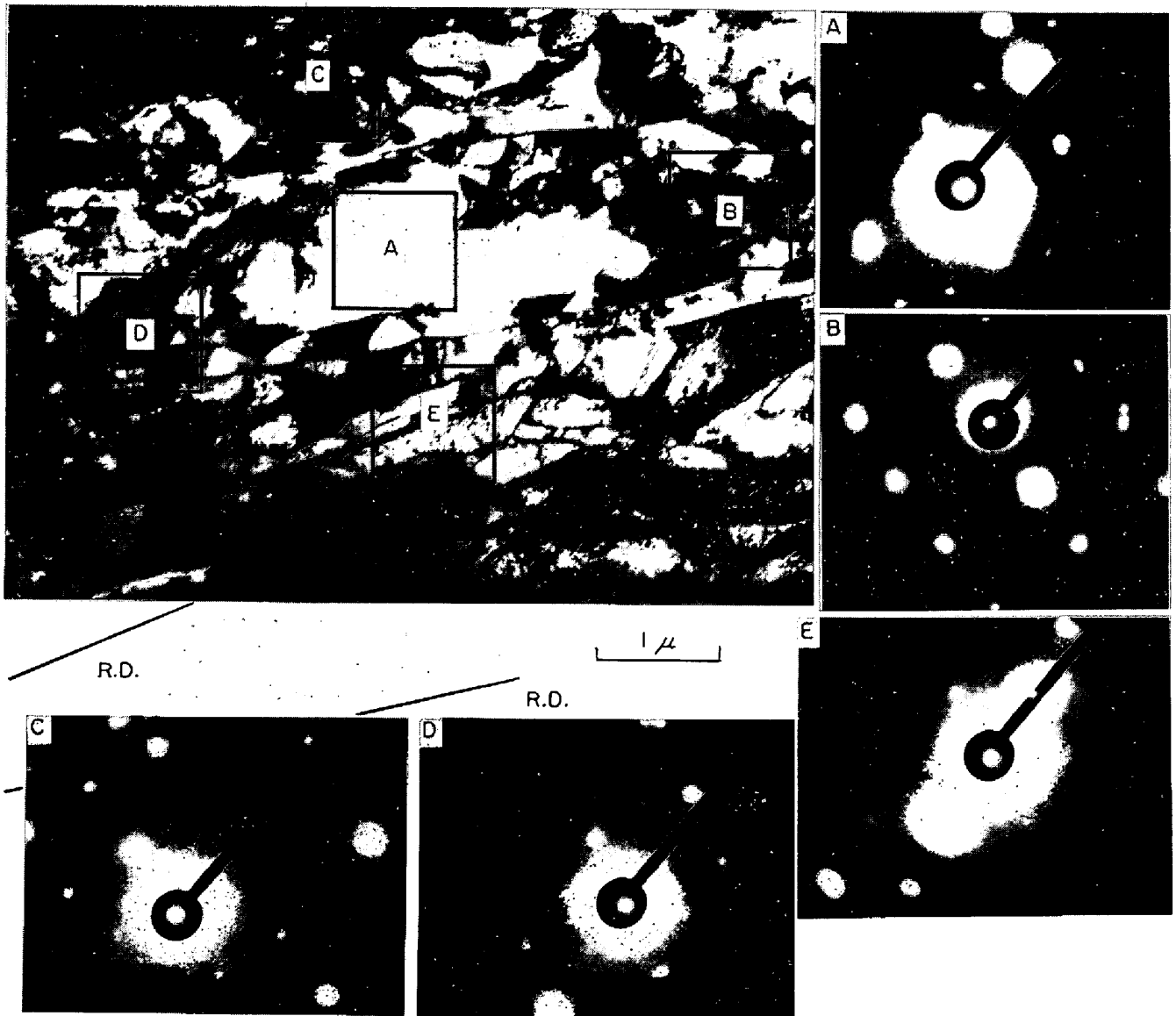


Photo. 6. An example of micrograph of the longitudinal section of the specimen heated for 40 min in 550°C-furnace and diffraction patterns from selected areas marked in the micrograph.

その説明として¹⁵⁾ $\{111\}\langle 112 \rangle$ 方位変形マトリクス内に局所的に方位変化の勾配の大きい領域が存在し、その方位分散の先端の一つである $\{110\}\langle 001 \rangle$ 方位の微小領域が再結晶の際優先成長するといわれている。本研究の Figs. 13~17 に示した観察例の多くは従来の単結晶の研究結果と一致している。

Photo. 5 は 730°C 焼鈍した試料の電顕写真と回折パターンである。A の方位は $\{100\}\langle 011 \rangle$ に近く、その周囲の B~E の領域の方位も A の方位に非常に近い。このように方位変化の勾配の非常に小さい領域では一般に変形組織のセルが大きく、焼鈍によりセル境界の全領域にわたり比較的均等に回復が進行し、一つの subgrain が優先的に発達することは少ない。したがって通常の再

結晶は起こりにくい。 $\{100\}\langle 011 \rangle$ 方位は圧延変形に対して安定な方位成分として冷間圧延組織中に広く存在し、方位分散も小さいが、この方位の領域では Photo. 5 に示したように方位変化が小さく大きいセル組織が多く観察された。

3.2 縦断面および横断面についての観察

Photo. 6 は 550°C 焼鈍した試料を縦断面上で観察した電顕写真と回折パターンである。Fig. 18 に各領域の方位を縦断面上へステレオ投影した $\{110\}$ 極点図で示す。Photo. 6 の A は $\{551\}\langle 1, 1, 10 \rangle$ 方位 (通常の圧延面・圧延方向を基準とする表示で) を有する。Photo. 6 から判断すると転位密度の低い subgrain A がその上方および下方に隣接する圧延方向に伸びた小さい sub-

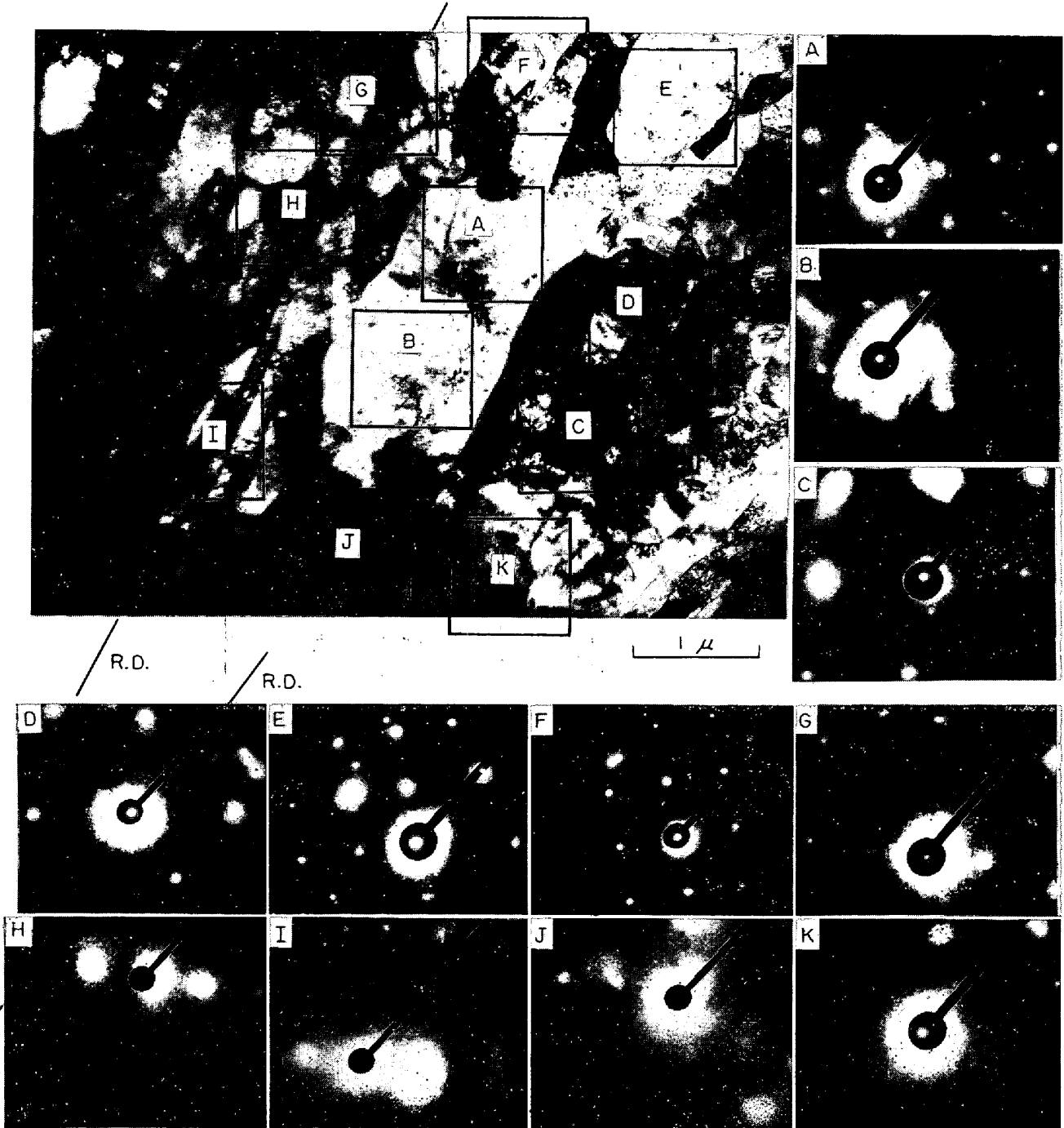
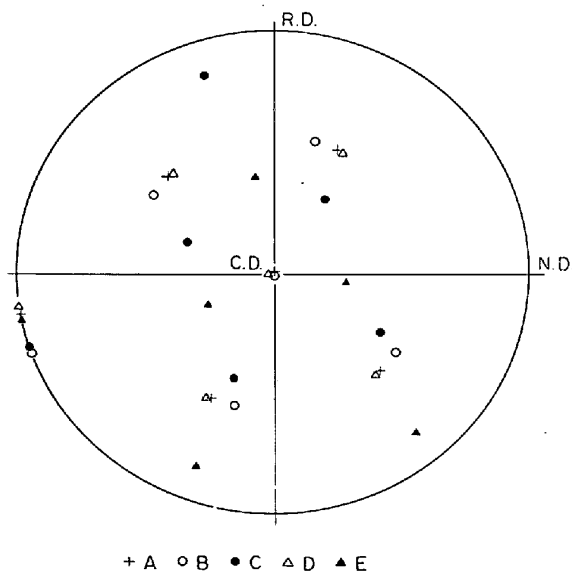


Photo. 7. A micrograph of the longitudinal section of the specimen heated for 40 sec in 730°C-furnace and diffraction patterns from selected areas marked in the photograph.

grains (microband) に対し subgrain coalescence の機構¹⁷⁾¹⁸⁾ で合体していく過程のように見える。再結晶のごく初期の段階で subgrain coalescence が進行している一つの観察例といえよう。各領域の方位関係は、AとDは方位が近く、AとBの間には幅方向の $\langle 110 \rangle$ 軸に関し約 10° の回転関係がある。AとCあるいはAとEの間には大きな方位差がある。

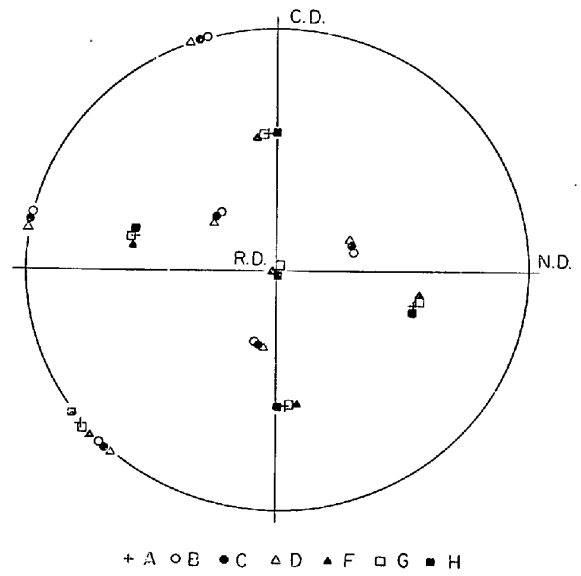
Photo. 7 は 730°C 焼鈍した試料を縦断面上で観察し

た電顕写真と回折パターンである。Fig. 19 に各領域の方位を縦断面上へステレオ投影した $\{110\}$ 極点図で示す。A, B 領域はほぼ同じ $\{100\}\langle 001 \rangle$ 方位を有する。多くの subgrain は圧延方向に細長く伸びて microband の形態を示しており、それと対応して G, H, I 各領域間および D, C, K 各領域間の方位はほとんど同じである。G, H, I を除く各領域の方位間には $\langle 110 \rangle$ 軸回転関係がある。この場合 $\{100\}\langle 001 \rangle$ 方位の A, B



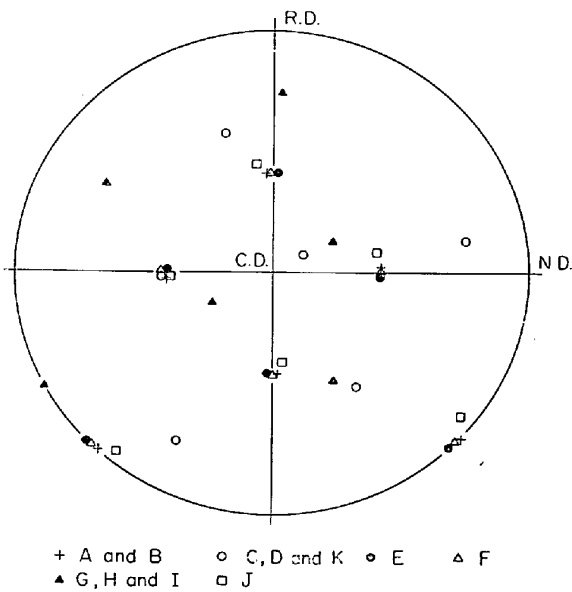
+ A ○ B ● C ▲ D ▲ E

Fig. 18. {110} pole figure for orientations of areas A~E indicated in Photo. 6. The poles are projected on the longitudinal section of the sheet.



+ A ○ B ● C ▲ D ▲ F □ G ■ H

Fig. 20. {110} pole figure for orientations of areas A~H indicated in Photo. 9. The poles are projected on the transverse section of the sheet.



+ A and B ○ C, D and K ● E ▲ F
▲ G, H and I □ J

Fig. 19. {110} pole figure for orientations of areas A~K indicated in Photo. 7. The poles are projected on the longitudinal section of the sheet.

領域は周囲のその他の領域よりも早期に回復が進行している。

縦断面で観察した場合、subgrain が圧延方向に平行に細長く伸びている例が多かったが、subgrain の伸びの方向が圧延方向からかなりずれている領域も観察された。Photo. 8 は 730°C 焼鈍した試料におけるその一例で、比較的大きい subgrain A の周囲の小さい subgrain



Photo. 8. A micrograph of the longitudinal section of the specimen heated for 40 sec in 730 °C-furnace.

の伸びの方向は下方から上方にかけて回転している。730°C 焼鈍の場合はむしろこのような領域に再結晶粒

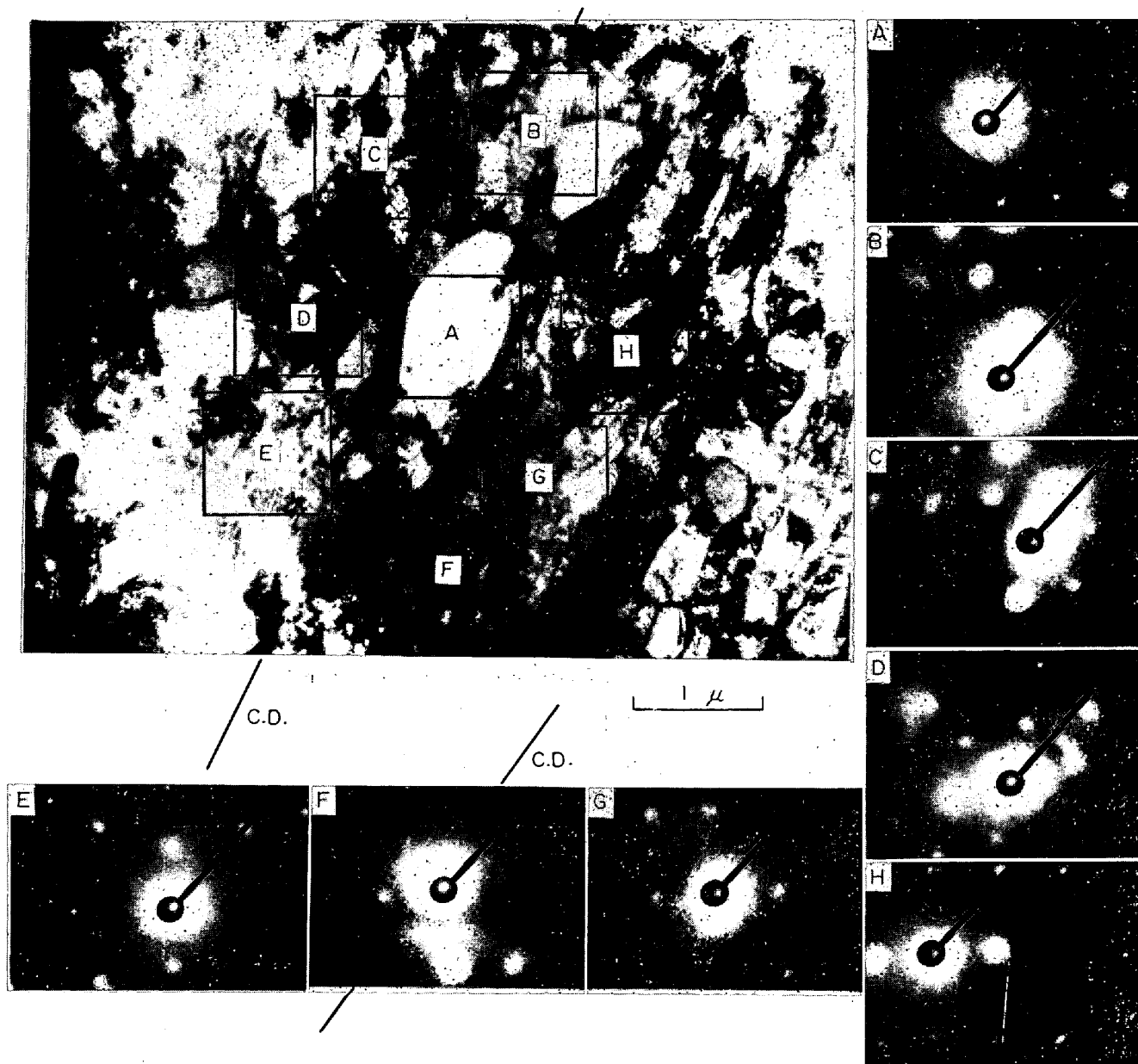


Photo. 9. A micrograph of the transverse section of the specimen heated for 40 sec in 730°C-furnace and diffraction patterns.

が生じやすく、その再結晶粒の形状もごく初期の段階から等軸的なものが多い傾向がある。

Photo. 9 は 730°C 焼鈍した試料を横断面上で観察した電顕写真と回折パターンである。Fig. 20 に各領域の方位を横断面上へステレオ投影した {110} 極点図で示す。転位密度の低い subgrain A は {111}⟨011⟩ 方位を有する。A と F, G, H 各領域の方位差角は数度以内であり、一方 B, C, D 各領域は別の近似方位グループとなつている。A と F, G, H 各領域との境界ははつきりしないのにくらべ、A と B, C, D 各領域との境界ははつきりしている。この場合 subgrain A は、F, G, H 各領域を含む近似方位変形マトリクス領域

の端部から bulge nucleation の機構¹⁹⁾ で B, C, D を含む領域に発達しつつある状態とも考えられる。

4. 考 察

前報¹⁰⁾および本報告において、アルミニウムキルド鋼板を 70% 冷間圧延後、550°C 炉中で 40 min および 730°C 炉中で 40 sec 焼鈍した各試料について電顕観察を行ない、圧延面にそれぞれ {100}, {110}, {111} および {311} 面を平行とする各方位別に、転位密度の低い比較的大きい subgrain とその周囲のマトリクス領域との方位関係を調査した。その多数の観察結果をまとめて Table 2~5 に示す。各 Table の最も左の欄には転位

Table 2. Summary of data for dislocation-free subgrains with {100} planes parallel to the rolling plane.

(a) Observed in the specimen heated for 40 min in 550°C-furnace.

Size (μ) and orientation	within 5°	$\langle 100 \rangle$	$\langle 511 \rangle$	$\langle 311 \rangle$	$\langle 211 \rangle$	$\langle 533 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 553 \rangle$	$\langle 221 \rangle$	$\langle 331 \rangle$	$\langle 551 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 320 \rangle$	$\langle 210 \rangle$	$\langle 31. \rangle$	$\langle 321 \rangle$	$\langle 531 \rangle$	$\langle 521 \rangle$	$\langle 510 \rangle$
1.2{100}<011>	B	C18						D55				E 6							
1.5{100}<011>	F		E28					D20				B 7, C 7							
1.8{100}<035>	F												D57			C58	E41		B23
2.2{100}<011>	B, C, D				E46	G30											F55		
2.5{100}<013>	B, C	G45										D40, F29		E32	H45				

(b) Observed in the specimen heated for 40 sec in 730°C-furnace.

2 {100}<015>	E	G20																		D52	C26
2 {100}<014>			F56									B25									
2.1{100}<011>	E, D	F 8								G24	C24										
2.2{100}<011>	B, F									C40			E19		D37						E31
2.3{100}<035>		C 9							D25												
2.4{100}<034>								E45					B54, C55								
2.4{100}<035>																					
2.5{100}<023>		B 7									E68										
3.5{100}<023>																				E32	C29
																				F66	

Tables 2 to 5. Summary of the orientation relations between dislocation-free subgrains (A) and those of areas B, C, D, etc. in the surrounding matrices. For example, we see from the first row of Table 2 that a dislocation-free subgrain A, the size of which is 1.2 μ , has near {100}<011> orientation, the orientation difference between A and B is within 5 degrees, the orientation relation between A and C is 18 degrees of rotation about near-<100> axis, and so on.

Table 3. Summary of data for dislocation-free subgrains with {110} planes parallel to the rolling plane.

(a) Observed in the specimen heated for 40 min in 550°C-furnace.																			
Size (μ) and orientation	within 5°	$\langle 100 \rangle$	$\langle 511 \rangle$	$\langle 311 \rangle$	$\langle 211 \rangle$	$\langle 533 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 553 \rangle$	$\langle 221 \rangle$	$\langle 331 \rangle$	$\langle 551 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 320 \rangle$	$\langle 210 \rangle$	$\langle 310 \rangle$	$\langle 321 \rangle$	$\langle 531 \rangle$	$\langle 521 \rangle$	$\langle 510 \rangle$
2½{110}<441>	B													E 36			C 45	D 22	
2·4{110}<116>	B, C, E		G 61									D 13				F 32			
3·1{110}<111>			B 50					D 52	C 44			F 54	G 36				E 43		H 37
3·3{110}<110>	C											D 20			B 9		E 54 F 52		
3·3{110}<115>			D 46										B 13			C 31			E 47
4 {110}<114>												C 65, D 32		E 29	B 41	F 32			
4·9{110}<111>		E 45	F 44									C 18, G 30	B 36						
6 {110}<771>												B 69, E 17 F 11, G 13							D 51

(b) Observed in the specimen heated for 40 sec in 730°C-furnace.																			
Size (μ) and orientation	within 5°	$\langle 100 \rangle$	$\langle 511 \rangle$	$\langle 311 \rangle$	$\langle 211 \rangle$	$\langle 533 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 553 \rangle$	$\langle 221 \rangle$	$\langle 331 \rangle$	$\langle 551 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 320 \rangle$	$\langle 210 \rangle$	$\langle 310 \rangle$	$\langle 321 \rangle$	$\langle 531 \rangle$	$\langle 521 \rangle$	$\langle 510 \rangle$
1·2{110}<118>													B 36, D 36	E 34					C 36
1·3{110}<441>			B 34												C 34				
1·5{110}< $\frac{1}{10}$ >													F 28, G 35				B 37	E 51	
1·5{110}<332>							C 28 D 32												D 49 E, F, 36
1·7{110}<001>		C 18										B 35							D 50
2 {110}<332>											C 37								
2·7{110}<001>			B 25				B 27						C 28, E 26						
2·8{110}<001>													B 31			C 40			
2·9{110}<552>			E 35	C 30		B 52						D 43				F 50			

Table 4. Summary of data for dislocation-free subgrains with $\{111\}$ planes parallel to the rolling plane^(a).

(a) Observed in the specimen heated for 40 min in 550°C-furnace.

Size (μ) and orientation	within 5°	$\langle 100 \rangle$	$\langle 511 \rangle$	$\langle 311 \rangle$	$\langle 211 \rangle$	$\langle 533 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 553 \rangle$	$\langle 221 \rangle$	$\langle 331 \rangle$	$\langle 551 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 320 \rangle$	$\langle 210 \rangle$	$\langle 310 \rangle$	$\langle 321 \rangle$	$\langle 531 \rangle$	$\langle 521 \rangle$	$\langle 510 \rangle$
1·2 $\{111\}\langle 145 \rangle$	B											E16						C42	
1·4 $\{111\}\langle 134 \rangle$	D						C26			B58		E11							
2·1 $\{111\}\langle 011 \rangle$	E, F						B23, D20 G25						C24						
2·9 $\{111\}\langle 011 \rangle$					B32		H18					C35, E43 F59, G60							
3·2 $\{111\}\langle 134 \rangle$	E						B7, F15 D7, H11					C10			G30				
3·3 $\{111\}\langle 011 \rangle$							B27, C14 E21												
4 $\{111\}\langle 011 \rangle$							B7, C22							D43					
4·3 $\{111\}\langle 156 \rangle$	H						B7, D29 E28, F24 G29					C55							
6 $\{111\}\langle 123 \rangle$	E			B32 C33 D40	F32														

(b) Observed in the specimen heated for 40 sec in 730°C-furnace.

1·3 $\{111\}\langle 011 \rangle$							C19, E10					D51							
1·5 $\{111\}\langle 145 \rangle$	D						B26, E16					C55							
1·6 $\{111\}\langle 235 \rangle$	E							C40				D10							
1·7 $\{111\}\langle 235 \rangle$	D				E24		B29, C15		F28										
1·8 $\{111\}\langle 134 \rangle$	B, F						G7						C36			D26 E31			
2 $\{111\}\langle 145 \rangle$	C, E						B6, D6					C54							E31
2 $\{111\}\langle 235 \rangle$					D29													E45 F42	
3·4 $\{111\}\langle 134 \rangle$							B6					C11							
4·2 $\{111\}\langle 178 \rangle$					E34		C17											C40	

Table 5. Summary of data for dislocation-free subgrains with {311} planes nearly parallel to the rolling plane.

(a) Observed in the specimen heated for 40 min in 550°C-furnace.																			
Size (μ) and orientation	within 5°	$\langle 100 \rangle$	$\langle 511 \rangle$	$\langle 311 \rangle$	$\langle 211 \rangle$	$\langle 533 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 553 \rangle$	$\langle 221 \rangle$	$\langle 331 \rangle$	$\langle 551 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 320 \rangle$	$\langle 210 \rangle$	$\langle 310 \rangle$	$\langle 321 \rangle$	$\langle 531 \rangle$	$\langle 521 \rangle$	$\langle 510 \rangle$
1.7 {311} <158>	B, C			D35				B52				D27				E40	F52 B38		
2 {311} <136>	E			D6, E13	B32			C41				D38		B26 D61		C47			
2.1 {311} <125>												D38							
3.5 {311} <136>				F85	C31							C64							G56
3.6 {311} <3, 1>			E31																
3.6 {311} <10>																			
4.1 {311} <158>	D																		
(b) Observed in the specimen heated for 40 sec in 730°C-furnace.																			
2.1 {311} <158>				E7	C32			D50				B33 C34	B48						
2.2 {311} <130>				D22, E12 B63, D17	F32				E35										B32
2.7 {311} <6, 7>				D62, E52															D50
3 {311} <318>																			
3.2 {311} <112>	G																		

密度の低い subgrain A の方位およびその大きさを示した。方位関係は大きい subgrain との方位差が 5° 以上の領域については共通の回転軸と回転角度を示した。たとえば Table 2 の一行目には, subgrain A の方位は {100} <011> で, その大きさは約 1.2 μ , それと近い方位の近接領域は B があり, C 領域の方位との間には <100> 軸に関し 18° の回転関係があることなどを示す。

Table 2~5 に示した方位関係をもとに, アルミニウムキルド鋼の再結晶集合組織の発達について考えてみる。Table 3によると 730°C 焼鈍した試料では, 転位密度の低い {110} 面方位の subgrain の周囲にはそれと方位の近い領域が存在しないことが多い。Photo. 4 および Fig. 13~17 に示したように, 730°C 焼鈍の試料では {110} <001> 方位に近い再結晶粒のごく初期の形態とみられる subgrain がしばしば観察されたが, それと隣接して {111} <112> 方位の変形マトリクス領域が存在することが多かつた。このような方位関係は 3% 珪素鉄や純鉄の単結晶の観察¹⁵⁾¹⁶⁾ で多くみられており, {110} <001> 方位再結晶粒は {111} <112> 方位冷延組織内の『局所的に方位変化の勾配が大きい領域』(以下そのような領域のことを一般的に「H領域」と呼ぶ)から生成・発達する。「H領域」の微小な {110} <001> 方位成分を含む部分は {110} <001> 方位再結晶粒が生成しやすい site と考えられる。{110} <001> 方位は冷間圧延に対して不安定な方位であり, 圧延後は局所的に方位変化の勾配の大きい領域の一部として残存するものと考えられる。このような「H領域」から生成した再結晶粒は, 少し成長しただけで周囲にそれと同じ方位の変形マトリクスが存在しなくなるので “oriented growth” しやすいであろう。{110} <001> 方位を一つの例として考えたが, その他の冷間圧延に対して不安定な方位についても, 冷間圧延集合組織内の分散方位として占める割合は少量であつても, 「H領域」として含まれる頻度は圧延率が著しく高くなる限りかなり多いであろう。730°C 焼鈍の場合は, {110} 方位のほかに {100} や {311} 方位についても, 転位密度の低い subgrain が少し大きく成長するとその周囲にそれと同じ方位の変形マトリクス領域がほとんどなくなつていくことが多い。また 730°C 焼鈍した試料の断面観察では, Photo. 8 に示したように再結晶粒の初期の subgrain は小さい subgrain の伸びの方向が変化しているマトリクス領域に多くみられた。このようなことから, 730°C 焼鈍では「H領域」から再結晶粒が優先的に生成・発達しやすく, その結果リムド鋼の場合と類似した再結晶集合組織になると考える。

550°C 焼鈍した試料では, Table 2~5 に示した結果

によると、一般に転位密度の低い subgrain が約 3μ 以下の場合、その方位に近い変形マトリクス領域が隣接して存在することが多い。550°C 焼鈍では「H 領域」からの再結晶粒の生成は抑制され、少なくとも『数 μ 程度以上の範囲にわたり方位変化の勾配の小さいマトリクス領域』（以下そのような領域を一般に「K 領域」とよぶ）から再結晶粒が生成・発達しやすいものと考えられる。アルミニウムキルド鋼はリムド鋼と比較して、再結晶温度が高く再結晶核生成度が小さいが、その原因を AlN クラスター析出による再結晶核生成 site の規制と関係づけて考えることはアルミニウムキルド鋼の再結晶挙動を説明するのに好都合である。

{111} 方位の転位密度の低い比較的大きい subgrain とその周囲の変形マトリクスとの間には、板面法線 $\langle 111 \rangle$ 軸に関する回転関係が多くみられる (Table 4)¹⁰⁾。

{111} 方位は冷間圧延状態で優先方位成分として多量に存在するが、かなり広い範囲にわたって板面法線 $\langle 111 \rangle$ 軸に関してねじれた変形マトリクス領域がしばしば観察された。このような領域は一種の「K 領域」といえる。

{111} 方位冷延粒では「H 領域」に相当する領域も観察されたが、550°C 焼鈍の場合は AlN クラスターの析出により「H 領域」からの再結晶粒生成は抑制されるので、730°C 焼鈍の場合にくらべ「K 領域」からの {111} 方位再結晶粒の生成・発達がより多くなると考えられる。

つぎに {100} 方位について考えてみる。{100} 方位再結晶粒は一般には大きな {100} 方位変形マトリクス領域の端部、すなわち上記の「K 領域」から生じていると観察される場合が多かつた。しかし {100} 方位冷延粒内では『全体的に転位密度が低く、方位変化が小さく、大きいセル組織を示す領域』（以下そのような領域を「L 領域」とよぶ）が多い。{100} 方位冷延粒内は再結晶が起りにくく、{100} 方位再結晶粒は {100} 方位冷延粒界から生成・発達しやすい。この場合 {100} 方位冷延粒界も方位変化が複雑で「K 領域」のほかに「H 領域」も存在すると考えられるが、AlN クラスター析出が起れば「H 領域」からの再結晶粒生成は抑制されるであろう。したがって 550°C 焼鈍では 730°C 焼鈍にくらべ {100} 方位再結晶粒は少ないはずである。{111} 方位と {100} 方位で異なるところは、{111} 方位再結晶粒の生成 site は粒界近傍のほかに粒内にも存在するが、{100} 方位は粒界近傍が重要な生成 site であり、それには「K 領域」のほかに「H 領域」も含まれていることである。

一般に「L 領域」では再結晶粒が生成・発達しにくい、AlN の微細析出が過剰に起こった場合は「K 領域」からの再結晶粒生成も抑制され、相対的に「L 領域」が

再結晶粒生成・発達の優先 site になりうると考えられる。著者らは以前にアルミニウムキルド鋼の二段焼鈍の研究を行ない²⁾、実験結果の一つとして、最終焼鈍後の各方位極密度を縦軸に、一次焼鈍温度を横軸にとつた場合、{111} 極密度が一度ピークに達したのちより高温の一次焼鈍で極小点を示すこと、およびその温度では {100} および {110} 極密度は増加し、再結晶粒の大きさが最大になることを見出した。このような結果は、AlN 微細析出が過剰に起こり「K 領域」からの再結晶粒生成も抑制されたためということと説明できる。

つぎにアルミニウムキルド鋼の再結晶粒の形状について少し考えてみる。光学顕微鏡観察によると 550°C で徐熱焼鈍した試料の再結晶粒は伸長粒であり、730°C で急熱焼鈍した試料のそれは等軸粒になるが、電顕の断面観察によつても上記の形状の相違は再結晶粒のごく初期の状態から見られた。これは再結晶粒が生じる変形マトリクス領域の subgrain の配列状態とも関係していると考えられる。すなわち電顕の断面観察において、550°C 焼鈍では再結晶粒は圧延方向に細長く伸びた領域から生じることが多いが、730°C 焼鈍では subgrain の伸びの方向が回転している領域から生じることが多く、このことが 730°C 焼鈍で再結晶粒が等軸的に発達しやすい一つの理由と考える。

なお析出物の方向性に関連した一つの注目すべき観察結果として、古林、遠藤²⁰⁾ は Fe-Al-N 合金における析出の初期段階を電顕で薄膜透過観察し、転位に沿つて点列状に出ている析出物をらせん転位と関係づけて、析出物は $\langle 111 \rangle$ 方向に並んだ点列状をなすのではないかと推察している。本研究の一般的な回転関係すなわち {111} 方位再結晶粒は $\langle 111 \rangle$ 軸に関する回転関係が重要であり、そのほかの {100}, {110}, {311} 方位再結晶粒では $\langle 110 \rangle$ 軸回転関係が多く存在し、550°C 焼鈍にくらべ 730°C 焼鈍のほうがより多くの $\langle 110 \rangle$ 軸回転関係がみられたという結果と析出物の方向性とは、アルミニウムキルド鋼の特徴的な再結晶集合組織になんらかのかかわりをもっているのかもしれないが十分な考察を行なえるまでに至っていない。

5. 結 論

アルミニウムキルド鋼を 70% 冷間圧延後、550°C 炉中で 40 min の「徐熱焼鈍」および 730°C 炉中で 40 sec の「急熱焼鈍」をし、再結晶初期の段階を圧延面に平行な面と圧延面に垂直な縦断面および横断面で電顕観察した。圧延面に平行な面についての観察では、とくに圧延面に {100}, {110} および {311} 面が平行な方位を有す

る転位密度の低い比較的大きい subgrain に注目し、それと周囲領域との方位関係を制限視野回折により調べ、前報¹⁰⁾ の {111} 方位についての同様の観察結果とあわせ検討を行なった。以下に結果の要約を示す。

(i) 「徐熱焼鈍」した試料では、再結晶初期の subgrain の大きさが約 3μ 以下の場合、その subgrain の方位に近い方位の変形マトリクス領域が隣接して存在することが非常に多い。この事実は徐熱焼鈍の場合、再結晶粒は少なくとも数 μ 程度以上の範囲にわたり方位変化の勾配の小さい変形領域の一部から生じることが多いことを示す。

(ii) 「急熱焼鈍」では再結晶初期の subgrain の大きさが約 3μ 以下の場合でも、その周囲にそれと方位の近い変形領域が必ずしも存在しない。とくに {110} 方位 subgrain では、それと方位の近い変形領域が隣接して存在することが非常に少ない。また {110} 方位のなかには {110}〈001〉方位を有する subgrain がしばしば観察されたが、それに隣接して {111}〈112〉方位に近い領域が存在することが多かつた。このような方位関係は従来の純鉄や珪素鉄における単結晶の研究結果とよく一致している。

(iii) {100}, {110}, {311} 各方位の再結晶初期の subgrain とその周囲の変形領域との間に 〈110〉軸に関する回転関係が多くみられた。{110} 方位の subgrain ではとくに多くみられた。「徐熱焼鈍」と「急熱焼鈍」を比較すると、「急熱焼鈍」のほうが 〈110〉軸に関する回転関係がより多くみられた。{111} 方位については板面法線 〈111〉軸に関する回転関係がより重要である。

(iv) 冷間圧延集合組織の安定方位成分として存在する {100} や {111} 方位の変形粒内では、広い範囲にわたり方位変化の小さい領域が観察された。とくに {100} 方位変形粒内で多く観察され、そのような領域は大きなセル組織を示し、焼鈍により全体的に転位密度が減少し再結晶が起こりにくい。

(v) 縦断面の観察結果によると、一般に subgrain は圧延方向に平行に細長く伸びている場合が多いが、場所によっては subgrain の伸びの方向が回転している領域が観察された。「急熱焼鈍」ではそのような subgrain の伸びの方向が回転している領域に大きい subgrain が生じていることが多く、その形状も等軸的なものが多い。「徐熱焼鈍」では再結晶の初期の段階から長く伸びた subgrain が多く観察された。

(vi) 本研究の観察結果および従来の多くの研究者による実験事実から、アルミニウムキルド鋼の再結晶集合組織の優先方位として {111}〈011〉方位が発達する理由

をつぎのように考えた。冷間圧延後の再結晶焼鈍の昇温中に AlN クラスターの析出が起こる。その結果、本来再結晶粒が優先的に生成・発達しやすいと考えられる局所的に方位変化の勾配の大きい、したがって回復後の subgrain size が小さく転位密度の高い領域（「H 領域」）からの再結晶粒生成が抑制され、相対的に別の場所、すなわち数 μ 程度以上にわたって方位変化の勾配の小さい変形領域（「K 領域」）が再結晶粒生成 site として有利になる。{111}〈011〉方位再結晶粒は、そのような「K 領域」の一種である板面法線 〈111〉軸に関し低角度から高角度にわたる回転関係を有する {111} 面方位領域から生成・発達しやすい。{110} 方位再結晶粒は「H 領域」から、{100} 方位再結晶粒は {100} 方位冷延粒界近傍の「H 領域」や「K 領域」から生成しやすいが、AlN クラスター析出により「H 領域」からの再結晶粒生成が抑制されるのでそれらの方位の再結晶粒の発達は減少する。

終わりに、本研究に使用した試料を提供された新日本製鉄株式会社広畑製鉄所に謝意を表するとともに、ご助言、ご助力をいただいた伊藤邦夫助教授、高木甲子雄氏、朝倉健太郎氏に感謝いたします。

なお本研究の研究費の一部は鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会の特別研究費によるものである。

文 献

- 1) 市山, 吉田, 江島, 松村: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 2243
- 2) 阿部, 鈴木: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 1726
- 3) R. H. GOODENOW: Trans. ASM, 59 (1966), p. 804
- 4) 花井, 秋末: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 345
- 5) J. T. MICHALAK and R. D. SCHOONE: Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1149
- 6) 市山, 吉田, 中川, 江島, 松村: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 1726
- 7) 白岩, 寺崎, 小玉: 日本金属学会誌, 35 (1971), p. 20
- 8) 花井, 竹本, 水山, 佐直: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 386
- 9) S. HANAI, N. TAKEMOTO, and Y. MIZUYAMA: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 18
- 10) H. ABE and Ta. SUZUKI: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 201
- 11) C. LAIRD, E. EICHEN, and W. R. BITLER: J. Appl. Phys., 37 (1966), p. 2225
- 12) P. L. RYDER and W. PITTSCH: Phil. Mag., 15 (1967), p. 437; 18 (1968), p. 807
- 13) C. G. DUNN and P. K. KOH: Trans. AIME, 206 (1956), p. 1017
- 14) T. TAOKA, E. FURUBAYASHI, and S. TAKEUCHI: Trans. ISIJ, 7 (1967), p. 95

-
- 15) E. FURUBAYASHI: Trans. ISIJ, 9 (1969), p. 222
16) 武智, 高橋, 加藤, 長尾, 長田: 鉄鋼基礎共同研究会, 第 1 回再結晶部会資料 (鉄再-5) (1970)
17) J. C. M. LI: J. Appl. Phys., 33 (1962), p. 2958
18) H. HU: Trans. Met. Soc. AIME, 224 (1962), p. 75
19) J. E. BAILEY and P. B. HIRSCH: Proc. Roy. Soc., 267A (1962), p. 11
20) 古林, 遠藤: 鉄鋼基礎共同研究会, 第 4 回再結晶部会資料 (鉄再-23), (1971)
-