

論 文

UDC 669.15'782-192-172 : 620.186.2 : 620.186.5

冷間圧延または再結晶した珪素鉄単結晶の表面集合組織*

古 林 英 一**・菊 池 武 丕 児***

Surface Textures in Cold Rolled or Recrystallized Silicon Iron Single Crystals

Ei-ichi FURUBAYASHI and Takehiko KIKUCHI

Synopsis:

Cold rolled textures at the surfaces of (011)[100]- and (001)[110]-oriented 3%Si-Fe single crystals which were rolled with various lubricants, e.g. sheets of paper, plastic film, as well as conventional oil were studied. In the (011)[100] crystals rolled by 60 %, preferred surface texture was (011)[100] when no lubrication was used, whereas in the case of using adhesive paper labels pasted on the surface the texture was {111}<211> which coincided exactly with the midplane texture. A slip mechanism was proposed to explain the formation of surface textures at frictional surfaces.

Preferred recrystallization texture originating from the surface of large friction of the (011)[100] crystal was found to have the same orientation as the minor recrystallization texture at the midplane. Surface textures and their control were suggested to be important to control secondary recrystallization texture when cold rolled sheets were annealed.

1. 緒 言

圧延した金属の集合組織は、表面附近と内部とで異なることはかなり古くから知られている。この現象は鋼¹⁾やその他の BCC 金属²⁾および Al や Cu などの FCC 金属³⁾について、1960 年代にかなり詳細な研究が行なわれ、表面附近に発達する集合組織は、圧延ロールと圧延される金属の間の摩擦によつて左右され、表面の潤滑が不十分であるほど内部と異なる表面特有の集合組織（以下、表面特異集合組織と呼ぶ）が顕著に発達することが明らかにされた³⁾⁻⁵⁾。したがって、潤滑の良好な冷延工程では表面特異集合組織はあまり発達しないと推定され、そのためか、最近の冷延鋼板に関する重要な研究対象とはなっていないようである。

表面特異集合組織を持つ領域は、条件によつても変るが通常は圧延面から板厚の $1/10$ 程度の深さのものであるから⁶⁾、内部領域に比べその体積は無視しうるほど小さく、その存在はさほど問題にはならない。しかしながら、ひとたび再結晶すると、表面層に再結晶粒が優先的に生成する傾向をもつため⁶⁾、表面附近に発生した再結晶粒が内部に侵入、成長するというあらたな効果を持つとい

たることはあまり注目されていない。それゆえ冷延によつて形成される表面特異集合組織の実体について十分な知識が必要である。

以上の観点から、本報では問題提起の意味を含め、次の 2 点に実験手法上の特徴をもたせることにより、冷延によつて生成発達する表面特異集合組織と、その再結晶集合組織に対する役割を調査した。すなわち、

- (1) 3%珪素鉄単結晶を用いて現象を単純化する。
- (2) 表面潤滑条件を変化させるため、油を用いる方法のほかに、紙などの固体膜を用いる新しい方法を試みる。

2. 実 験 方 法

実験に供した試料はひずみ焼鈍法⁷⁾により製作した珪素鉄の板状単結晶で、その化学成分を Table 1 に、また単結晶の方位や圧延条件などを Table 2 に示す。S II-6, S II-23 および S II-28 の 3 枚の単結晶はいわゆる Goss 方位であるが、その方位の正確な (011)[100] からのずれも、圧延面と圧延方向のそれぞれについて表示した。圧延に供される単結晶は、1100°C の水素中焼鈍後、光像法⁸⁾による方位決定のための腐食を施してあ

* 昭和51年6月29日受付 (Received June 29, 1976)

** 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku Tokyo 153)

*** 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals)

Table 2. Crystal orientations and other experimental conditions.

Crystal	Orientation (deviation)	Crystal sizes before rolling W×L×t (mm)	Reduction by rolling	Lubrication	Surface-coating solid films
S I-37	(001) [100] 3.5° 5°	15×50×0.73	78%	Dry	No
				〃	Cellophane tape (pasted)
S II-6	(011) [100] 4° 2°	17×75×0.59	60%	Dry	No
				〃	Paper (pasted)
S II-28	(011) [100] 7° 1°	16×70×0.61	60%	Wet (oil)	No
S II-23	(011) [100] 2° 2°	16×35×0.60	63%	Dry	No
				〃	Paper (free of paste)

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

Si	C	N	Mn	P	S
2.68	0.0029	0.0018	0.035	0.005	0.002

るので、数 μ の凹凸が結晶表面全体にできている。その表面をエタノールで脱脂した後、S II-28 結晶については表面に菜種油を十分塗布して圧延に供した。この表面状態を以下では油で「濡れた (Wet)」状態と呼ぶ。S II-28 以外の単結晶はすべて、圧延前に脱脂のためエタノールまたは石油ベンゼンを浸した布で単結晶とロールを拭いたが、この場合を以下では「乾いた (Dry)」状態と呼ぶ。

S II-6 および S II-23 の両単結晶は、とくに紙で表面を被覆した状態で圧延する効果を調査した。S II-6 結晶では片面の2ヶ所に、Fig. 1 に示すように大きさ 19 mm × 12.5 mm で厚さ 0.13 mm の片面に接着剤のついた紙ラベルを貼りつけて圧延した。接着剤はビニル系樹脂と考えられる。この接着剤つき紙ラベルは外国メーカーのものであるが、同種のもは文具店で市販されている通常のものである。紙ラベルを貼って圧延した場合の圧延率は、紙ラベルのない部分での厚さの測定から算出した。つぎに S II-23 結晶では片面のほぼ全面に紙 (厚さ 0.09 mm) を当てて圧延し、接着剤の介在しない紙だけの効果を調査した。S I-37 単結晶は (001) [110] 方位をもち、その片面にセロハンテープ (ニチバンのセロテープ) を貼りつけて圧延した。紙やセロテープを用いた圧延では、単結晶の表面はもちろん油のない乾いた状態であった。

冷間圧延はロール径 130 mm の4段圧延機で行ない、

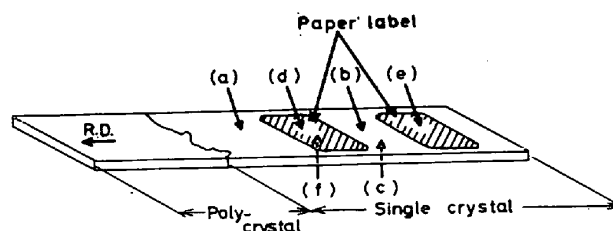


Fig. 1. Schematic drawing of (011) [100]-oriented S II-6 single crystal sheet before rolling. Paper labels are pasted at two places on one side of surfaces. Letters (a)~(f) show sampling places.

圧延中試料に張力は加えていない。圧下率は各パスごとに約 10% であり、圧延の方向は途中で反転することなく、つねに一定とした。

集合組織の測定は主として $\text{MoK}\alpha$ 線を用いた反射法により、反転極点図を作製したが、この方法でも単結晶を用いたメリットとして、従来データとの対比を含め、優先方位を特定することは容易であった。また一部試料については、 $\text{CoK}\alpha$ 線を用いた SCHULZ の反射法¹⁰⁾ によつて (220) 正極点図を測定した。試料採取の一例を示せば、S II-6 結晶の 60% 圧延した試料については、Fig. 1 に (a)~(f) で示した4ヶ所から X 線用試料を切り出した。(d)と(e)は紙ラベルを貼った部分で、(f)は(d)の裏面で紙は貼っていない。(a)と(b)およびその裏面の(c)は、(d)または(f)に隣接してはいるが何も貼っていない部分である。(a)の部分では表面から内部にかけての深さ方向の集合組織の分布 (Fig. 4 に測定結果) を測定するため、片面に耐食性のビニルテープを貼って、8% $\text{HF} + \text{H}_2\text{O}_2$ の化学研磨により、少しずつ薄い層を除去しては X 線測定をくり返した。以下の記述で中心層 (Midplane) とあるのは、このようにし

て板厚の1/2を除去した状態をいう。それに対して表面または表面層というは、圧延した試料の表面を全く研磨などをせずにそのままの状態を測定したことを意味する。

再結晶の実験は(011)[100]方位単結晶のうち60%圧延したSII-6とSII-28について行なった。焼なまし条件は一定温度に保つた内径50mmのステンレス製管状炉に10%水素を含むアルゴンガスを一気圧で流し、その中に試料を急熱し、保定後炉の冷却ゾーンに引き出し放冷した。この過程で表面に生成した酸化膜などを除去するため、2/0番のエメリー紙で表面を5~10回こすつた後、X線測定に供した。このような機械研磨は同時に消衰効果の減少にも有効であることが知られている¹⁰⁾。

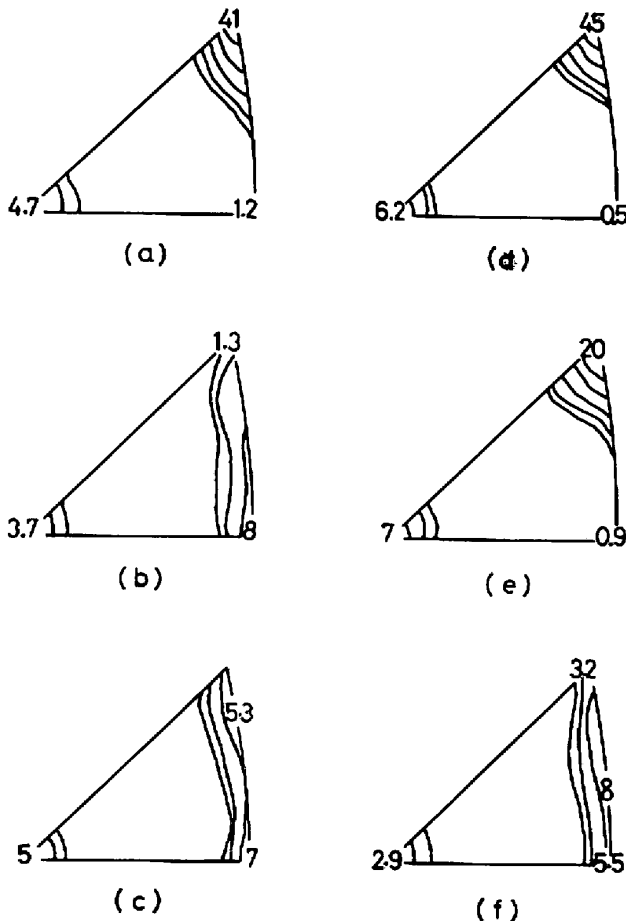


Fig. 2. Inverse pole figures of sheet plane normals at several places shown in Fig. 1, as measured after cold rolling by 60%. Numerals indicate pole intensities. Letters (a)~(f) correspond to those in Fig. 1. (a): mid-plane texture, (b)~(f): surface texture. The textures of the surfaces covered with adhesive paper (d) and (e) are shown to be identical with that of the midplane (a).

3. 実験結果

実験は主として(011)[100]方位の単結晶を中心に行なつたので、はじめにその結果を詳述し、最後に(001)[110]単結晶の結果に言及することにする。

3.1 乾いた表面状態で形成される表面圧延集合組織

実験室的な小試料の圧延においては、工業的な圧延のように前方や後方への張力を加えることができないので、試料とロールが油で良く濡れているとロールにかみ込ませることは一般にむずかしい。そのためかなり乾いた状態で圧延が行なわれているが、そのような乾いた条件下で、(011)[100]方位のSII-6結晶を60%圧延し、またSII-23結晶を63%圧延したときの表面集合組織を測定した。

Fig. 2の(a)~(c)はSII-6結晶の中心層および表面層の圧延集合組織で、板面法線方向の反転極点図で表わしている。図中の等高線や数字は各極点の強度を意味し、ランダム試料に対する倍数で表わしてある。(a)は中心層の集合組織で(111)極への強い集積がみられる。(b)と(c)はFig. 1の(b)と(c)の場所の表面集合組織で、(011)極から(111)極にかけての連続的な極密度の分布(後述の回転分散成分)からなっている。一方、(001)極を中心に中程度の極密度分布がみとめられるが、これは変形双晶によるものである。SII-6結晶は圧延の最初のパスにおいて「ピチピチ」という双晶発音音が聞こえ、T.D.に平行な多数の変形双晶が肉眼でもはつきりみとめられた。しかし、ほぼ同じ方位の他の結晶、SII-28とSII-23については、ほとんど双晶は生成しなかつた。

Fig. 3はFig. 2の測定に用いた試料の(220)正極点図を求め、その極密度分布のプロフィールを示した図である。極密度分布の横軸をただちに結晶方位とみなせるのは単結晶を用いたメリットである。Fig. 3の曲線1はFig. 2の(a)と同一試料であり、曲線3と4はFig. 2の(b)と(c)とそれぞれ同一試料のデータである。これらの図から明らかなように、60%の圧延によつて中心層においては最初の方角(011)[100]から35°はなれた(111)[2 $\bar{1}\bar{1}$]と($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[211]の二つの方位へ、T.D.まわりの正負の回転によつて達しているのに対し、表面層では表と裏で多少程度の差はあれこの回転が不十分で、結果として最初の方角を最大値として、それを中心に極めて広い分布(T.D.まわりの回転分散)をもつ。Fig. 3とFig. 2を比較する場合、Fig. 3で二つに分かれている{111}<211>成分がFig. 2では単一の(111)極に表示されることに注意すれば、この種測定精度の範囲でFig. 2とFig. 3は良く対応しているといえよう。

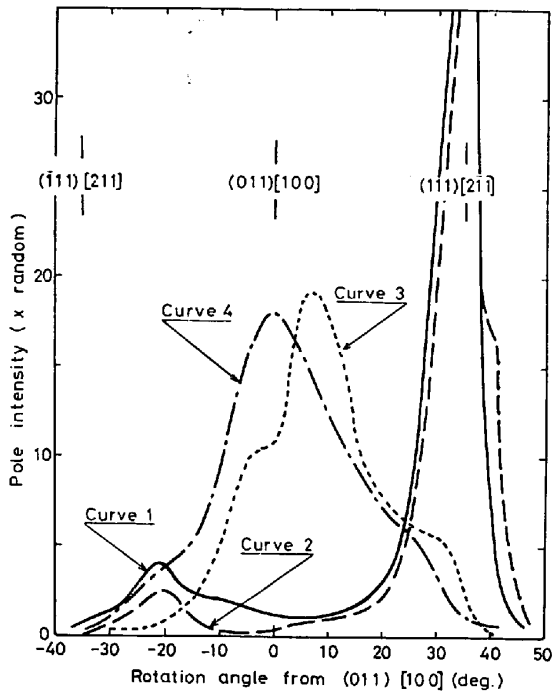


Fig. 3. Pole intensity distributions of 60%-rolled S II-6 crystal as a function of orientation. Curve 1: Midplane, Curve 2: Surface covered with adhesive paper, Curve 3: Uncovered dry surface (top), Curve 4: Uncovered dry surface (bottom).

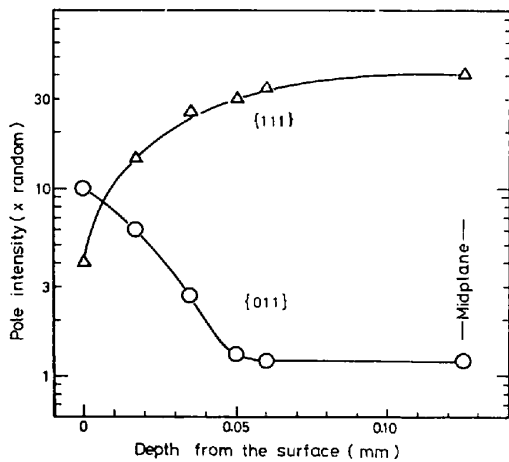


Fig. 4. Inhomogeneity of cold rolled texture across the thickness of S II-6 crystal which was rolled under a dry surface condition.

Fig. 4 は同じく乾いた状態で 60% 圧延した S II-6 結晶における圧延面法線方向に平行な (111) などの極密度が、表面層から中心層にいたる板の厚さ方向でどのように変化しているかを示す図である。圧延板の厚さ (約 0.24 mm) のうち表面から 0.05 mm 程度の深さでは、ほぼ中心層と同一の集合組織である。すなわち内部の大部分の体積を占める内部領域は表面とは無関係な本来の

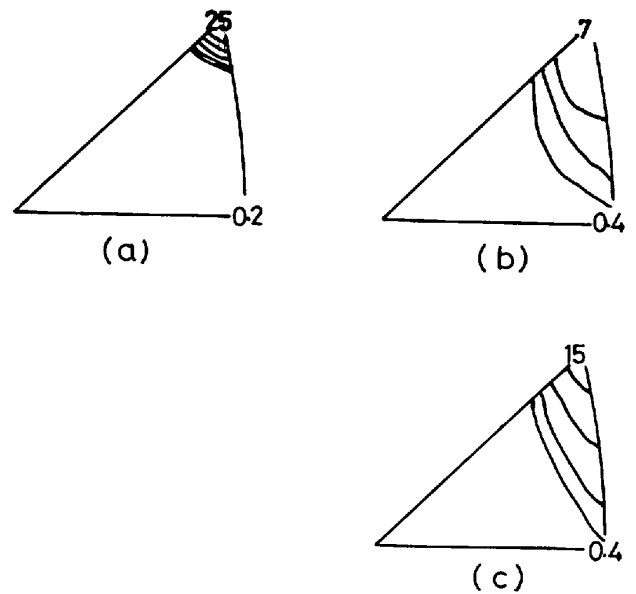


Fig. 5. Inverse pole figures of sheet plane normals in (011) [100]-oriented S II-28 crystal rolled by 60%; (a): midplane, (b) and (c): wet surfaces.

集合組織をもつが、これを以下では内部集合組織と呼ぶ、その測定は中心層で行なっている。

3.2 濡れた状態で形成される表面圧延集合組織

Fig. 5 は (011) [100] 方位をもつ S II-28 単結晶を油で良く濡れた状態にして 60% 圧延したときの集合組織である。(a) は中心層、(b) と (c) は同一場所の表面層で表と裏である。中心層は Fig. 2 (a) と同様、強い (111) 極への集積をもつが、表面層は方位分散がやや大きいことのほか、Fig. 2 (b) と (c) でみられたと同様の (011) 極に向かう分布 (T. D. まわりの回転分散) が若干存在する。しかしその程度は乾いた条件のときに比べ、はるかに少ない。

3.3 紙を被覆して圧延した場合の表面圧延集合組織

(011) [100] 方位の S II-6 結晶の紙ラベルを接着した部分 (Fig. 1 (d)) の表面圧延集合組織を Fig. 2 (d) に示す。Fig. 2 (e) は同じ単結晶を 50% 圧延した後、紙ラベルをはがして脱脂し、60% まで圧延した場合 (Fig. 1 (e) の部分) の表面集合組織である。これらの図からわかるように、紙を接着して圧延すると、表面層においても中心層とほとんど区別しにくい集合組織が形成される。このことは Fig. 3 の曲線 2 から容易に理解される。換言すれば、紙を接着して圧延すると表面特異集合組織の発達がほぼ完全に抑制される。圧延の後期に紙を除去しても、上述の効果はほとんど変わらない。その理由は圧延初期に生ずる最終安定方位への方位回転が完了すれば、あとは変形モードの若干の差によつては

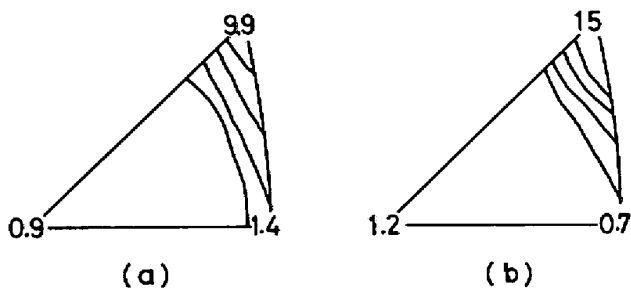


Fig. 6. Inverse pole figures of sheet plane normals in (011)[100]-oriented S II-23 crystal rolled by 63%; (a): texture of surface covered with paste-free paper, (b): texture of uncovered dry surface.

集合組織があまり変化しないためであろう。また紙を接着して圧延すると、Fig. 2 から変形双晶による(001)極の集積が増加する。

次に紙を接着した場合の効果、紙自体によるものか、それとも紙を貼りつけている接着剤の作用によるかを明らかにするため、接着剤の全くつかない紙を表面に当てた状態で、(011)[100]方位の S II-23 結晶を圧延した。Fig. 6 にその結果を示す。(a)は紙の当たっていた部分の表面集合組織、(b)はその裏面で何も被覆していない部分の表面集合組織である。このように接着剤が紙と金属の間に介在しない場合には、紙を用いない乾いた状態よりむしろ表面特異集合組織が著しく発達する。Fig. 2 と比較して(111)極附近の強度が全体に増加しているが、それは圧延率が若干高かったこと、最初の方位のわずかの差に由来するものと考えられる。

紙を用いた圧延において、紙や被覆された金属表面がどのようになるかを次に述べる。紙は 60% 程度の圧延(伸び 150% に相当)では破れず表面に密着している。金属表面については、圧延初期(～10%圧延)には紙のある部分に凹みができ、その表面は圧延ロールと直接の接触がないためか、圧延前に存在した表面のきずなど表面性状がかなり保存されている。このことは紙によつて圧延圧力が比較的広い面積に分散して支えられていることを示唆する。

3.3 再結晶集合組織

(011)[100]方位の S II-28 結晶について、600°C で 2h の焼なましを行ない、表面層と中心層の再結晶した面積率を測定した。再結晶分率は表面層が 90% に対して、中心層ではわずかに 5% という結果であった。すなわちこのように比較的低温で再結晶させると、再結晶粒に表面層に優先的に発生する。中心層における 5% の再結晶は、介在物の周囲に限定されていた。

次に S II-6 結晶の 60% 圧延した試料を 750°C で

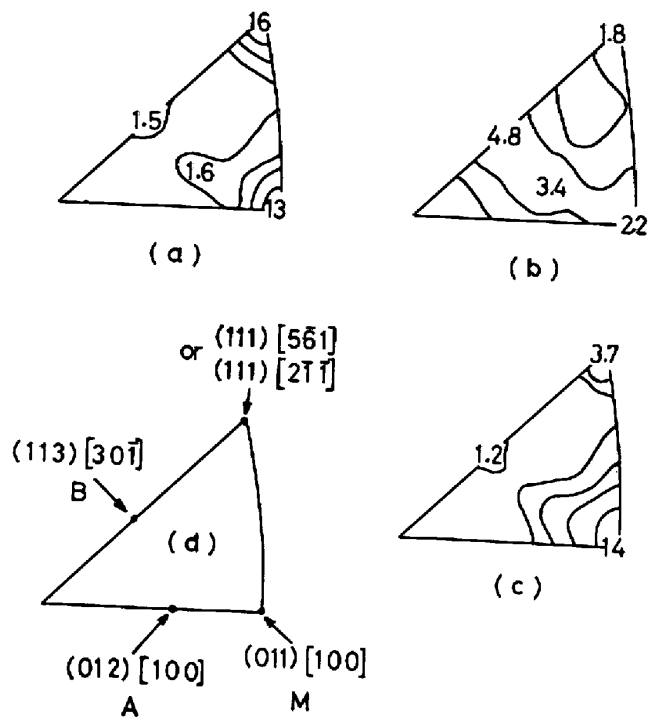


Fig. 7. Inverse pole figures of sheet plane normals in S II-6 crystal rolled by 60% and subsequently annealed for 15 min at 850°C; (a) midplane texture, (b) texture of uncovered dry surface, (c) texture of surface covered with adhesive paper, and (d) relation between the sites in the stereographic triangle and corresponding orientations.

1h 焼なまししたが、中心層で再結晶が不十分だったので、さらに 850°C で 15 min 焼なましした時の集合組織を Fig. 7 に示す。この試料の二次再結晶の温度は 900°C 以上である⁷⁾。Fig. 7 の(a), (b), (c)は、Fig. 2 の(a), (b), (d)と同一の試料を焼なまししたものである。中心層の再結晶集合組織は強成分が、(011)極を中心とした(011)[100]方位からなるが、これを DUNN¹¹⁾の記号にしたがい M 成分 (Fig. 7(d)参照)とする。弱成分としては(113)から(012)にかけて分布する(113)[301]および(012)[100]などの方位があり、これも同じく Dunn の記号にしたがい B および A 成分とそれぞれ命名する。中心層でとくに強い(111)極附近の強度ピークは、Dunn により C 成分と呼ばれた(111)[561]方位が中心層で比較的多いため⁶⁾と、850°C でも 60% の圧延率では中心層に若干未再結晶領域が残存しているためであろう。紙ラベルを接着して圧延すると、表面層も弱成分にいたるまで中心層と同様の再結晶の優先方位をもつが、このことは圧延集合組織が両方で極めて類似していたことと関係して注目される。しかし紙を用いず、乾いた状態で圧延した表面層は、Fig. 7(b)に示すように全く異なる強度分布を持つ。さらに注意すると、中心層で弱成

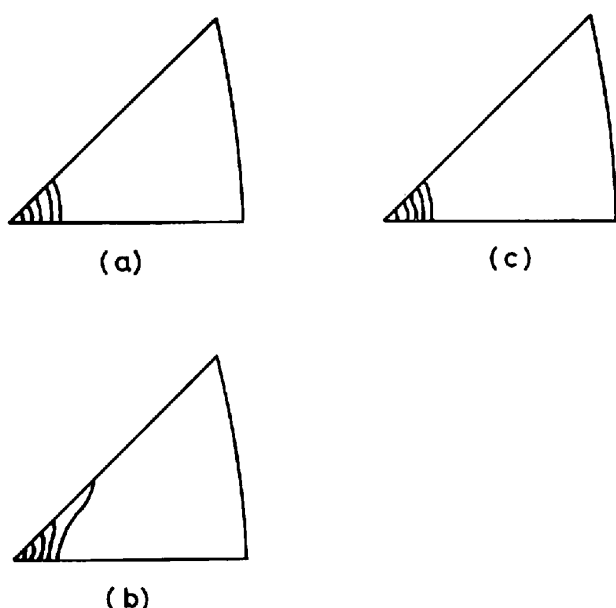


Fig. 8. Inverse pole figures of sheet plane normals in (011)[110]-oriented S I-37 crystal rolled by 78 %; (a) midplane texture, (b) texture of dry surface, and (c) texture of surface covered with adhesive cellophane tape.

分であつた方位 A, B などが表面では強成分になっていることと、反対に強成分 M が弱くなつていることがわかる。

3.4 (001)[110]単結晶の表面圧延集合組織

S I-37 単結晶の表面の一部に、紙の代わりにセロハンテープを貼りつけて 78% 圧延した。セロハンテープは最後まで破れることなく、単結晶の表面に接着していた。Fig. 8 は各部分の圧延集合組織を示す。(a) は中心層、(b) は乾いた状態の表面層、(c) はセロハンテープを接着した表面層である。(a) と (c) はほぼ同じ集合組織をもつが、(b) だけは (001) から (114) 極にかけて方位分散がある。すなわち本来の表面特異集合組織 (b) は、セロハンテープを接着して圧延することにより、(c) のようにその生成を抑制できることがわかる。

4. 考 察

4.1 表面特異集合組織の成因

(011)[100] 方位の珪素鉄単結晶の圧延集合組織は古くから良く調べられている^{11)~22)6)}。それによれば、圧延とともにその方位は T.D. に平行な $[0\bar{1}1]$ を回転軸として時計回りおよび反時計回りの両方向に回転するが、圧延率 50~60% で回転角 $\pm 35^\circ$ の最終安定方位 (111)[$2\bar{1}\bar{1}$] と ($\bar{1}\bar{1}1$)[211] に達し、それ以上の圧延によつて方位はほとんど変わらない。Fig. 9 は圧延率の増加とともに T.D. を軸とした回転分散がどのように変化するかを示した

図⁶⁾である*。図の縦軸と横軸は Fig. 3 と同一である。

圧延率の変化によつて極密度分布がこのように変わるので、紙で被覆した部分は他より見かけの圧延率が増加する効果がある。前節の結果に影響している可能性がある。しかしそれは次の事実から定性的にも否定される。すなわち、

(1) Fig. 2, Fig. 3, および Fig. 6 では、単結晶の片面だけを紙に当ててあり、紙のない裏面の集合組織と対比していること。

(2) 中心層の圧延集合組織は不変で表面積だけが条件によつて変化すること、および Fig. 9 との比較から、表面層は中心層に比べ、ちょうど圧延率が低下したような集合組織であり、効果として逆である。

前節で詳述したように、(011)[100] 方位の単結晶の表面に形成される圧延集合組織は、表面の摩擦が大きい条件下では (011)[100] に最大極密度をもっている。Goss²³⁾ および MÖLLER ら²⁾ は多結晶の鋼の温間または熱間圧延において、表面に (011)[100] 集合組織が形成されることを報告しているが、このような条件下では摩擦が大きいことを考えれば、本実験と同様の理由づけが可能と思われる。

Fig. 10 は (011)[100] 単結晶に対して本実験で行なつた各種の表面状態が、表面圧延集合組織に及ぼす影響を図示したものである。表面特異集合組織を表わす尺度として (111) 極密度を用いたが、同一の圧延率ではこの値

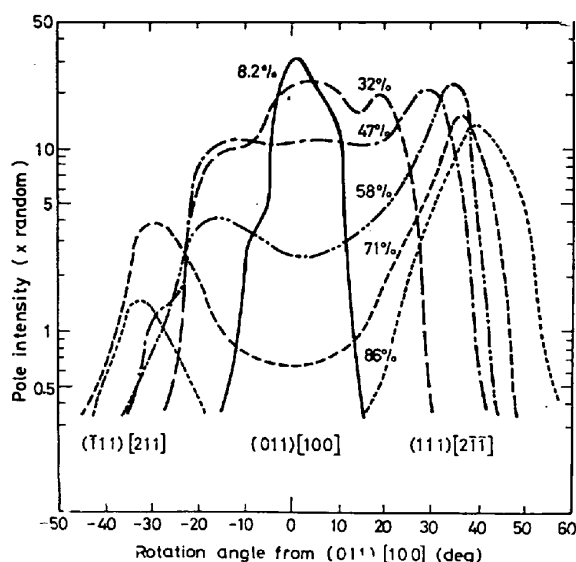


Fig. 9. Pole intensity distributions as a function of orientation in (011)[100] single crystals cold rolled by various reductions indicated by Arabic figures.⁶⁾

* この図は Field-Merchant 法で測定されているが、表面の潤滑状態は圧延が生産工場で行なわれたため、本実験の乾いた状態より濡れた状態に近い条件で圧延されている。

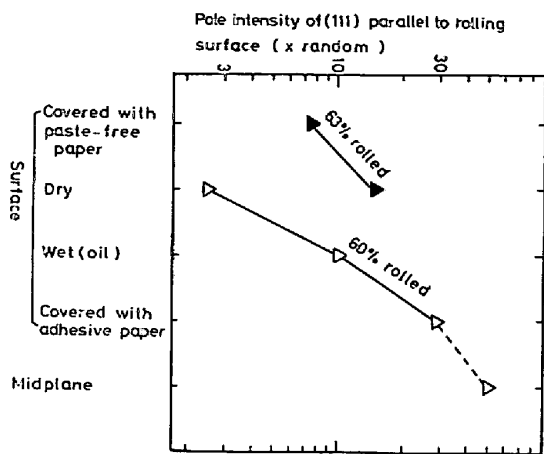


Fig. 10. Variation of surface textures in (011) [100] single crystals cold rolled under several surface conditions.

が小さいほど、表面特異集合組織の発達が著しいことを示す。横軸は各種表面状態を表わす尺度で、右側にゆくにしたいが、潤滑が良くなる。比較のため中心層についても記入した。この図から明らかなのは、第一に油で十分潤滑すると表面特異集合組織が形成されにくいことで、これは従来のデータ⁴⁾⁵⁾と符合する。このことはロールとの摩擦が重要であることを意味している。第二に紙を用いて圧延される金属の表面がロールに直接接しないようにすると、油のない乾いた状態よりさらに摩擦が増加したかのような、著しい表面特異集合組織が形成される。しかし、紙を金属に接着して圧延すると、油で濡れた状態よりさらに摩擦が減少したかのような組織になり、表面特異集合組織はほとんど生じない。

金属と金属の間の摩擦は、表面の一部が原子的スケールで接近して接触、凝着がおこることによる²⁴⁾。通常の冷延工程では潤滑油膜がこの接触を断つ作用を持っているが、紙をロールとの間に介在させて圧延を行なうと、紙によつて金属間の原子的接触が完全に断たれるので、この場合の「摩擦」を支配する因子は、紙と金属の間の相対的なすべりに対する摩擦と、金属より変形しやすいと考えられる紙自身がどの程度せん断変形するかである。本実験の結果はこのうち後者が予想外に大きく変形が容易でないこと、および前者についても接着剤が存在しないかぎり非常に摩擦としては大きいことを意味するものと考えられる。

表面の摩擦によつて表面特異集合組織が形成される機構として、REGENET らによる shear texture 説³⁾と DILLAMORE らによる応力軸傾斜説⁴⁾が提案されている。これらはいずれも FCC 金属多結晶の実験事実を説明するために考えられたものであるが、本実験の(011) [100]

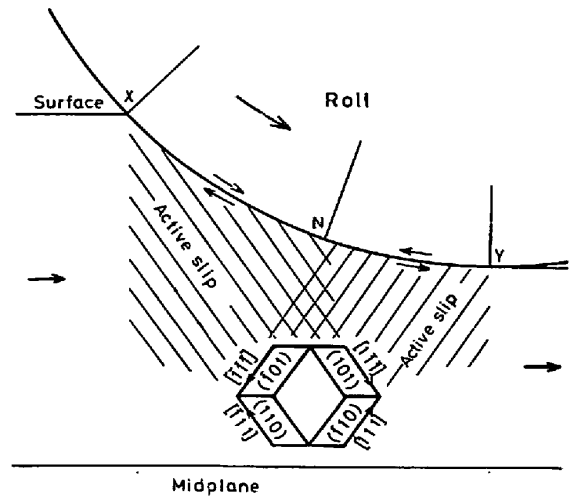


Fig. 11. Schematic illustration showing the formation mechanism of surface texture during rolling of (011) [100] crystal. X, Y, and N indicate entrance, exit, and neutral points on the surface of contact, respectively. The surface shear direction reverses when the material passes from the region XN to NY, thus giving rise to different activities for a slip system between the two regions.

方位の珪素鉄単結晶に適用すると、shear texture 説では表面で(011) [100]方位が不変に保たれる事実を説明できない。そこで圧延の際に金属表面に作用するせん断応力の特殊性に着目する DILLAMORE らの立場に準じて、次のような説明を試みる。ロールと金属の接触面には相対的なすべりがある。Fig. 11 に模式的に示したように、入口(X)と出口(Y)ですべりの向きが反対でその中間にまったくすべりのない中立点(N)が存在する。中立点の位置は摩擦係数の増加とともに入口側に移動するが、XとYの中点よりX側にくることはない²⁵⁾²⁶⁾。BCC 金属のすべり面として{011}面だけを仮定する*と、中立点より入口側ではすべり系(101) [110]と(110) [110]が活動しやすい。圧延変形に対してすでに確立されているすべり系と方位回転の関係²⁷⁾²⁸⁾にしたがえば、入口側では Fig. 11 で反時計回りの方位回転が表面附近で生ずる。また中立点より出口側では(101) [110]と(110) [110]が活動しやすいため、表面の近くで時計回りの回転が生じ、結果として入口側と出口側でたがいに逆方向の方位回転を与えられることがわかる。すなわち、摩擦が大きく N が X と Y の中点に近いと、表面附近に最初の方角である(011) [100]を保つ集合組織が形成される。詳細な説明は省略するが、このメカニズムによれば紙を接着するとなぜ変形双晶が増加するかも説明可能である。

(001) [110]単結晶は圧延に対して安定方位であるとい

* 他の{112}などを考えても同様である。

われているが、Fig. 8 に示したように表面層には(114)面などを板面に平行にもつ弱成分が形成された。この点について実は前報で正極点図によつてすでに示しているが、それによると圧延方向に平行な[110]方向を軸とした回転分散成分である⁶⁾。本実験によつてセロハンテープを貼りつけて圧延することにより、この回転分散成分の生成を防止できることが明らかとなつた。無潤滑の表面層になぜ[110]を軸とした回転分散成分が形成されるかは良くわかつていない。この回転分散成分は(001)[100]単結晶の表面層にも生成するが⁶⁾、その方位の単結晶は圧延によつて(001)[110]に方位回転すること²⁹⁾から、同一の原因によると考えられる。和田らはこのような(001)からはずれた面が圧延面に現われる場所は、双結晶の粒界附近や、(001)[100]単結晶に圧延で形成される遷移帯附近であることを報告している³⁰⁾。また稲垣らは方位のそろつた(001)[110]多結晶で冷延とともに同様な方位成分が形成されるというデータを発表している³¹⁾。これらはいずれも鋼板内部においても、粒界などの拘束が、本実験の圧延表面での摩擦と同様に作用していることを意味し、その成因を考える上で興味深い。

4.2 再結晶集合組織における表面層の役割

(011)[100]単結晶の再結晶集合組織について考察を試みる。Fig. 7 に示した結果のうち中心層の一次再結晶集合組織が(011)[100]方位を主成分とするものであることは従来の報告^{11)~22)}と一致している。従来この種の測定は主として Decker 法であり、鋼板を両面から均等に薄くして結局中心層で測定していることとも関係がある。

この方位の単結晶を 550°C のような低温で長時間加熱すると、再結晶の優先方位が(011)[100](M成分)から(012)[100](A成分)に転換する事実¹⁵⁾³²⁾について、Hu と DUNN の論争³²⁾があつたことは知られている。A成分が表面層に形成されやすいという本実験の結果から見て、上記低温再結晶によつて表面層での再結晶が優先し、内部からの再結晶粒の形成以前に内部の主要部分を占有した結果ではないかと推定される。

DUNN は(011)[100]単結晶の2次再結晶を調べ、A、Bなどの1次再結晶の弱成分が強成分Mを食つて2次再結晶の優先方位となることを明らかにした¹¹⁾。この結果は、LITTMANN¹²⁾や田岡ら⁷⁾の未発表データとも一致する。1次再結晶においては表面層に発生した再結晶粒が、内部の再結晶領域に侵入してその弱成分を形成していることを本実験の結果は示唆しているとともに、さらに上述の事実によつて、2次再結晶の核が表面層に主として生成している可能性を示すものである。この意味で表面特異集合組織の制御は、再結晶した鋼板の性質に

とつて重要な意味を持つている。

5. 結 言

圧延によつて形成される3%珪素鉄単結晶の表面特異集合組織と、その再結晶に対する影響について実験を行ない、次のような結論をえた。

(1) (011)[100]単結晶の圧延率60%附近の圧延集合組織の主方位は、内部で(111)[2 $\bar{1}\bar{1}$]+($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)[211]であるのに対し、表面では(011)[100]であつた。

(2) この表面特異集合組織は圧延ロールと試料の間の摩擦によつてその発達に左右され、油で十分濡れた状態より、無潤滑状態でとくに著しく発達した。

(3) 表面を紙で被覆して圧延すると、表面特異集合組織が実験した条件の中では最も良く発達した。しかし接着剤を用いて紙を貼りつけると、表面には内部と同一の集合組織が形成された。紙の代りにセロハンテープを接着しても同様の結果がえられた。

(4) 表面特異集合組織の成因として、圧延ロールと試料表面の相対速度の符号が入口側と出口側で反転する現象に基づき、表面附近の活動すべり系が変化するという考え方で説明を試みた。shear texture としては説明が困難であつた。

(5) 摩擦が大きい条件下で圧延した試料の表面層には1次再結晶集合組織の弱成分を主方位とする特殊な表面再結晶集合組織が形成された。これらの組織の重要性について若干の考察を行なつた。

本研究を遂行し、また論文をまとめる上でお世話になつた津谷和男氏、田村良雄氏、内山郁氏および遠藤紘氏に謝意を表す。

文 献

- 1) H. HU, P. R. SPERRY, and P. A. BECK: Trans. AIME, 194 (1952), p. 76
- 2) H. MÖLLER and H. STÄBLEIN: Arch. Eisenhüttenw., 29 (1958), p. 377
- 3) P. J. REGENET and H. P. STÜWE: Z. Metallk., 54 (1963), p. 273
- 4) I. L. DILLAMORE and W. T. ROBERTS: J. Inst. Metals, 92 (1963/1964), p. 193
- 5) F. HAESSNER and D. MAYER-ROSA: Z. Metallk., 58 (1967), p. 12
- 6) 田岡忠美, 古林英一, 竹内伸: 鉄と鋼, 54 (1968), p. 162
- 7) 田岡忠美, 古林英一, 今村淳, 大河内真, 竹内伸: 未発表
- 8) 田岡忠美, 武内朋之, 竹内伸: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 187
- 9) 山本美喜雄, 渡辺慈朗: 日本金属学会誌, 20 (1956), p. 85
- 10) 長島晋一, 速水哲博, 松尾宗次, 小原嗣朗: 鉄鋼薄板の再結晶と集合組織, (鉄鋼基礎共研再結晶部

- 会誌), (1974), 第8章, p. 175
- 11) C. G. DUNN: *Acta Met.*, 1 (1953), p. 163;
同 2 (1954), p. 173
 - 12) M. F. LITTMANN: Thesis, University of Cincinnati (1943)
 - 13) B. F. DECKER and D. HARKER: *J. Appl. Phys.*, 22 (1951), p. 900
 - 14) P. K. KOH and C. G. DUNN: *Trans. Met. Soc. AIME*, 203 (1955), p. 401
 - 15) H. HU: *Acta Met.*, 8 (1960), p. 124
 - 16) W. R. HIBBARD, Jr. and W. R. TULLY: *Trans. Met. Soc. AIME*, 221 (1961), p. 336
 - 17) 五弓勇雄, 松尾宗次: *日本金属学会誌*, 31 (1967), p. 374
 - 18) A. SAKAKURA: *J. Appl. Phys.*, 40 (1969), p. 1534
 - 19) B. G. LIVSHITS, V. Yu. NOVIKOV, and L. V. ROSHCHINA: *Fizika Metal.*, 27 (1969), p. 865
 - 20) V. V. GUBERNATOROV and B. K. SAKOLOV: *Fizika Metal.*, 34 (1972), p. 1232
 - 21) L. M. AGEYEV et al.: *Fizika Metal.*, 35 (1973), p. 1015
 - 22) 和田敏哉, 黒木克郎, 原勢二郎: *日本金属学会誌*, 40 (1976), p. 1158
 - 23) N. P. GOSS: *Trans. ASM*, 45 (1953), p. 333
 - 24) 津谷裕子: 100万人の金属学, 技術編 (作井誠太編) (1966), p. 253 [アグネ]
 - 25) G. E. DIETER, Jr.: *Mechanical Metallurgy*, (1961), p. 494 [McGraw-Hill]
 - 26) 岡本豊彦: 圧延理論とその応用 (日本鉄鋼協会編), (1969) 第2章, p. 5 [誠文堂新光社]
 - 27) G. I. TAYLOR: *J. Inst. Metals*, 62 (1938), p. 307
 - 28) 上城太一: *日本金属学会誌*, 30 (1966), p. 421
 - 29) 阿部秀夫, 松尾宗次, 伊藤邦夫: *日本金属学会誌*, 26 (1962), p. 684
 - 30) 和田敏哉, 黒木克郎, 高田敏彦: *日本金属学会誌*, 40 (1976), p. 1298
 - 31) H. INAGAKI and T. SUDA: *Texture*, 1 (1972), p. 129
 - 32) C. G. DUNN and H. HU: *Trans. Met. Soc. AIME*, 221 (1961), p. 878