

誌 上 討 論

(論文) Fe-N 合金の再結晶集合組織におよぼす
圧延温度の影響

潮田 浩作・阿部 光延

鉄と鋼, 70 (1984) 1, pp. 96

【質問】

日本鋼管(株)中央研究所 稲垣 裕輔

本論文の結論をみちびくにあたって重要と思われる下記項目について御見解をお聞かせ下さい。

(1) 圧延温度と圧延集合組織の関係について (Fig. 3), (i) 本論文では 300°C 圧延の場合に {110} が極大になることのみ注目されておりますが、圧延温度の上昇とともに {110} の増加と同時に {111}, {100} の減少がみとめられ、圧延集合組織は系統的にランダム化する傾向にあると解釈すべきではないでしょうか。正極点図をお示し下さい。

(ii) また、圧延温度によつて Fe のすべり面、すべり方向 ({110}<111>, {112}<111>, {123}<111>, pencil glide) が変わる可能性、さらにはこれに 75 ppm の固溶 N が影響を与える可能性はないでしょうか。(iii) 400°C で圧延した場合に {111} がもつとも発達する理由は何でしょうか。

(2) 変形帯の構造について: Fig. 7 の付表の根拠となる実験事実が示されておらず、本文中でも説明がないので図中のモデルがどのような根拠でえられたかわかりませんが、このモデルにしたがえば、均一な {111}<112> マトリクス中に均一な {110}<001> 方位の変形帯が存在し、両者は大傾角粒界によつてへだたつてることになります。しかし Photo. 1, 2 の変形帯の形態および変形帯からはストリーク状の回折パターンがえられる事実 (p. 98, 下 18) を考慮すると変形帯はもつと複雑な構造をもち diffuse であり内部に大きな方位分散を有していると考えられます。変形帯における再結晶核生成を支配しているのはこのような微細構造であつて、圧延温度によつて変形帯の微細構造が変化することが再結晶集合組織に変化をもたらす原因になつていないのでしょうか。

(3) 変形帯の形成について: Fig. 8 において変形帯が形成されるのは新しいすべり系が活動するためであると説明されていますが、変形帯 DB_I の場合、どのようなすべり系がどのような動機でえられるのでしょうか。また固溶 N および圧延温度を高めることがどのようにしてこのすべり系の活動を助長するのでしょうか。また、変形帯 DB_{II} が形成される原因となる反作用とは何でしょうか。

(4) 粒界核生成について: (i) 実測結果が従来の研

究の結果とほぼ同じであると結論していますが現象はもつと複雑であると思います。本論文では圧延温度が 0°C と 450°C の場合を同一視していますが、両温度では転位の密度、分布、回復の起こりやすさがことなりますから (1) 粒界の勾束効果の強さがことなり粒界近傍の歪み分布、結晶回転に相異を生じること。(2) Stored energy がことなること。(3) 450°C 圧延の場合には回復が再結晶核生成に影響を与える可能性があること。以上の諸点を考慮すると両者を同一視することには問題があると思います。両温度で粒界核生成機構が同じでありながら、再結晶集合組織に主方位が {111}<112>, (0°C 圧延), {111}<110> (450°C 圧延) という大きな相違があらわれるのでしょうか。両者には圧延集合組織とくに ND//<111> 繊維集合組織の構造に相違があつた可能性も考えられますので圧延集合組織についても正極点図を示して下さい。(ii) Photo. 1, 2 とくに後者を見ると 300°C で圧延した場合、変形帯と粒界の交叉する点において粒界およびその近傍は変形帯に平行な方向にいちじるしい変位を生じ、粒界上に顕著な凹凸がみとめられます。このような異常な変形を考慮する必要はないのでしょうか。

(5) 固溶 N が回復、再結晶に大きな影響を与えることはよく知られているが、本研究の場合、このような N の効果を考える必要はないのでしょうか。

【回答】

スウェーデン金属研究所 潮田 浩作
新日鉄第二技術研究所 阿部 光延

本報を詳細にお読みいただき数々の御教示御指摘をお寄せ下さつたことにつきまして、厚く御礼申し上げます。

(1) 圧延温度と圧延集合組織

圧延集合組織の圧延温度による相違を、正極点図で示したのが Fig. S1 です。圧延温度 300°C の試料では、他の圧延温度の場合に比較して特定の優先方位の集積がやや弱く、相対的にみてランダム化していると表現することが可能かも知れません。しかし 300°C 圧延の場合でも、優先方位をもつていことに変わりはなく、このような観点から本報においては {110} 成分の増加のみを特記事項として記述しました。

圧延温度と活動するすべり系との関係については直接しらべておりませんが、次のように考えております。bcc 金属においては変形温度が高いほどすべり線が波状になることが知られており、いわゆる pencil glide が頻発することは当然考えられます。また Nb 単結晶の引張変形では、高温変形ほど加工硬化 stage I のひずみ区間が短くなり 2 次すべり系の活動が変形初期から容易になるといわれております。これらの情報に基づけば、450°C のような高温圧延では交差すべりや多重すべりが活発となるため、圧延集合組織においてある特定の方位成分、たとえば {111} の集積が高くなると考えることは可能でしょう。

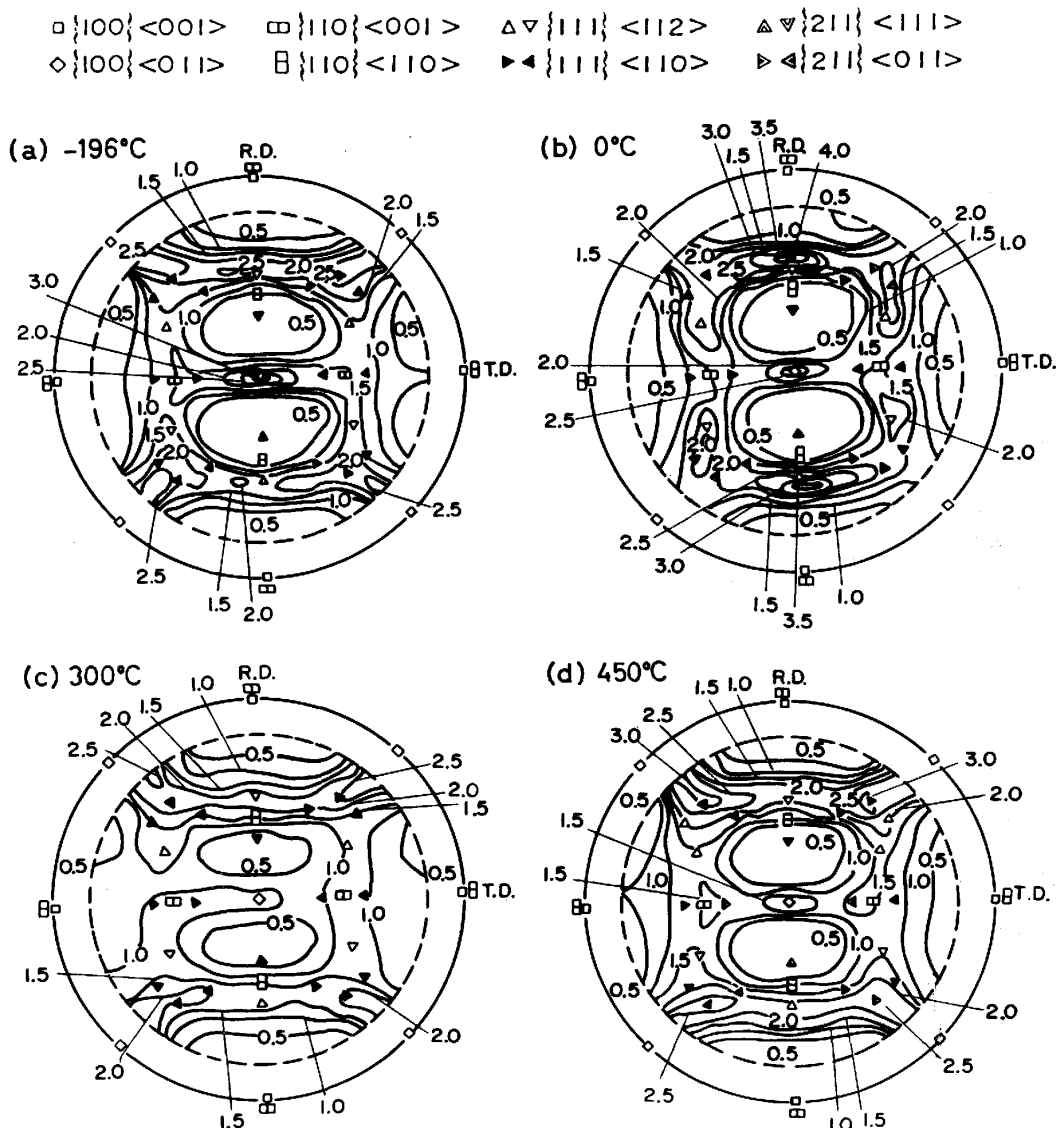


Fig. S1. $\{100\}$ pole figures in the central layer of thickness for Fe-0.01 wt% N alloy specimens after rolling at various temperatures indicated in the figure (70%, 6 passes).

固溶 C, N の存在によつて活動するすべり系が影響をうけるであろうことも当然予測されます。たとえば固溶 C の増加によりすべり系が $\langle 111 \rangle \{112\}$ に限定されるようになること²⁾、固溶 C 量により冷延集合組織の異なること³⁾などが知られております。固溶 N によつても同様の影響が生ずるものと考えられます。これらは固溶 C, N 原子がほとんど静止した状態での転位との相互作用になりますが、本報の 450°C 圧延の場合は動的ひずみ時効の上部臨界温度を超えた温度での圧延であり、転位は固溶 N 原子を引きずつたまま運転することが可能となります。このような状況では、すべり系の活動の様子が 0°C 圧延の場合とは異なるであろうと考えていますが、実験的に確かめたわけではありません。

(2) 変形帯の構造

圧延温度 300°C で形成された変形帯付近の方位をエッチピットから判定した結果では、マトリックス： $\{111\}$

$\langle 112 \rangle$ 、変形帯： $\{110\} \langle 001 \rangle$ あるいは $\{100\} \langle 011 \rangle$ となります。この変形帯が、たとえば transition band⁴⁾ のような微細構造をもつことは当然予測されます。これを制限視野電子線回折でしらべた結果を Photo. S1 に示します。たとえば変形帯部分 (V, VI) では $\{100\} \langle 011 \rangle$ のほかに $\{210\} \langle 120 \rangle$ 、 $\{311\} \langle 011 \rangle$ に対応する回折像が得られ、この場合も変形帯が微細構造をもつことは明らかです。別の変形帯の部分 (II, III) では、エッチピットで判定したマトリックス方位 $\{111\} \langle 112 \rangle$ と変形帯の方位 $\{110\} \langle 001 \rangle$ に対応する回折像が観察されただけで、従来の報告⁵⁾のごとく変形帯部分が $\{110\} \langle 001 \rangle$ 以外に $\{113\} \langle 110 \rangle$ を含む可能性は十分考えられますし、最近の報告⁶⁾のように $\{331\} \langle 116 \rangle$ を含む場合もあるでしょう。

このように変形帯が微細構造をもち、変形帯内で方位が必ずしも一定でないこと、あるいはマトリックスと変形帯の境界が徐々に方位の変化する transition 領域をも

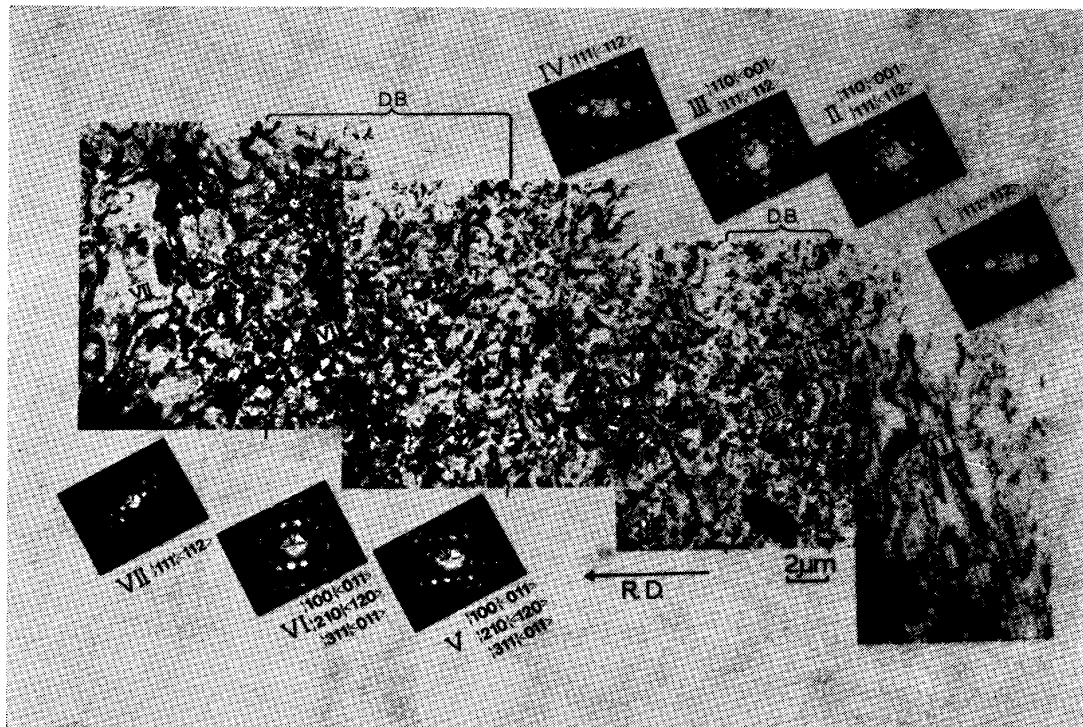


Photo. S1. Transmission electron micrographs showing fine structure of deformation bands in Fe-0.01 wt%N alloy specimen rolled at 400°C (50%, 1 pass, under the condition of dynamic strain aging). D.B.: deformation band, R.D.: rolling direction.

つことなどは当然認識しておりますが、本報 Fig. 7 のモデルではこれらを省略し、エッチピット観察と制限視野電子線回折とで共通に得られた方位のみで変形帯とマトリックスの方位関係を記述してあります。

動的ひずみ時効の生じない条件下の圧延で形成される比較的せまい幅の変形帯が、微細構造をもつか否かは直接しらべてはおりませんが、おそらくこのような変形帯では顕著な微細構造は存在しないものとみられます。これに対して動的ひずみ時効の生ずる 300°C 圧延では、前述のごとく複雑な微細構造をもつ幅の広い変形帯が形成され、そこでは局部的に転位密度の高い $\{110\}\langle 001\rangle$ や $\{100\}\langle 011\rangle$ 領域が、 $\{111\}\langle 112\rangle$ マトリックスばかりでなく変形帯内の $\{113\}\langle 110\rangle$, $\{331\}\langle 116\rangle$ などの領域と隣接した形態になり、回復段階での大傾角境界の形成頻度したがって再結晶粒の核成頻度が増大する可能性が考えられます。

(3) 変形帯の形成

たとえば Fig. S2 において、板面法線方向が N_0 、圧延方向が R_0 なる結晶粒を想定し、すべり方向を $D_2 \sim D_4$ で、またすべり面を $\{112\}$ と仮定しそれらを P_2, P_3 などで表示します。圧延に特有のひずみ状態(圧延方向：伸びひずみ、幅方向：ひずみなし、板面法線方向：圧縮ひずみ)は、すべり系 D_2P_2 と D_4P_4 の活動により達成され、この場合 N_0 は (111) に向かって回転します。

このあとで局部的にすべり系 D_3P_3 が活動する場合は考えれば、 $\{111\}\langle 112\rangle$ 単結晶の場合⁹⁾と同様にして変

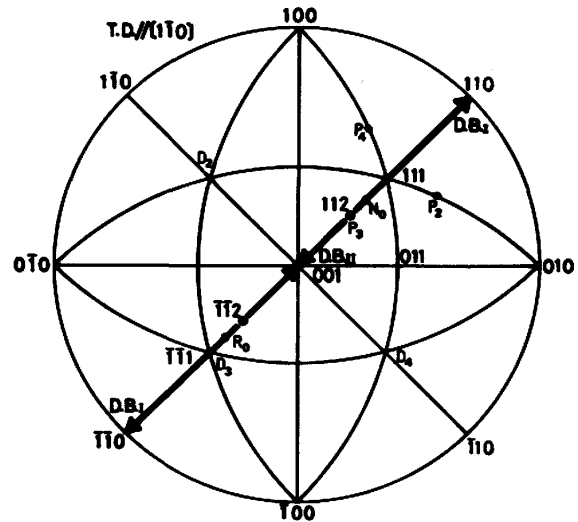


Fig. S2. Stereographic projection interpreting the formation of deformation bands with $\{110\}\langle 001\rangle$ (D.B.I) and $\{100\}\langle 011\rangle$ (D.B.II) in $\{111\}\langle 112\rangle$ matrix.

A grain with initial normal direction N_0 and rolling direction R_0 , rotates to $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ after the operation of D_2P_2 and D_4P_4 slip systems. Subsequently a small region in $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ matrix rotates to $(110)[001]$ in the local operation and dislocation piling-up of D_3P_3 slip system, while the neighbouring region, to $(113)[332]$ and further to $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$, as suggested from the case of $(111)[11\bar{2}]$ single crystal⁹⁾.

形帯 $\{110\}\langle 001\rangle$ (DB_I) の形成過程が理解できます。すなわち、すべり系 D_3P_3 の転位が何らかの障害物でその運動を阻止され pile up した場合、pile up した転位群の先端 (障害物の近傍) では大きな結晶回転が局部的に生じ $\{110\}\langle 001\rangle$ 領域が形成されます⁶⁾。一方、障害物から少し離れた領域では逆向きの結晶回転が生じ $\{113\}\langle 332\rangle$ 領域が形成されることになり、これが反作用とよばれています⁶⁾。この $\{113\}\langle 332\rangle$ 領域は、結晶回転がさらに大きい場合には $\{100\}\langle 011\rangle$ の近くにまで達するであろうと考え、本報における変形帯 DB_{II} の形成モデルとして引用しました。しかし Photo. S1 からみて、変形帯 $\{110\}\langle 001\rangle$ (DB_I , Photo. S1 の II, III) と変形帯 $\{100\}\langle 011\rangle$ (DB_{II} , Photo. S1 の V, VI) とは $\{111\}\langle 112\rangle$ マトリックスを介して $10\ \mu\text{m}$ 近くも離れて形成されており、転位の pile up だけですべてを理解するにはかなりの困難さがあります。

これに関連して Fe-Si 合金 $\{111\}\langle 112\rangle$ 単結晶の場合に、せん断変形の局部的集中により微細構造として $\{331\}\langle 116\rangle$ 領域を含む $\{110\}\langle 001\rangle$ せん断帯が形成されるモデルが提案されています⁶⁾。またこの研究では、Taylor 因子の計算からは形成が困難なはずの $\{100\}\langle 011\rangle$ に近い方位をもつせん断帯が、パス間時効をおこなった圧延では形成されると報告されております。パス間時効と動的ひずみ時効の類似性を考えれば、上記のせん断変形集中のモデルの方が本報の変形帯形成過程を理解するのに適しているかも知れません。

変形帯のような局部変形がなぜ進行するのかについては、粒界拘束に起因した一種の accommodation slip であろうという考え方もあり⁷⁾、また単結晶にくらべて同じ方位の粗大粒の場合の方が変形帯を形成しやすいという報告があります⁸⁾。本報の場合は試料に多結晶を用いておりますから、このような粒界拘束が変形帯形成の一因にはなっていると思いますが、形成された変形帯の形態が単結晶の場合⁹⁾と類似しており、粒界拘束だけが原因とは考えられません。動的ひずみ時効の生ずる条件下の圧延では、その圧延荷重は通常の場合の 2 倍程度に達し、転位密度の著しい増加が示唆されます。またこの条件下の圧延でも幅の広い特徴的な変形帯が観察されるのは圧下率 30% を超えた場合であり、極端な高転位密度の状態が変形帯形成と関連すると考えておりますが、詳細は不明です。

(4) 粒界核生成について

本報では、初期粒界が再結晶粒の主たる優先核成場所となること、および再結晶集合組織の主成分が面方位として $\{111\}$ であることの主要な特徴に基づき、 0°C 圧延と 450°C 圧延の場合が従来の報告に類似していると、概括的に記述してあります。もちろん詳細な点で 0°C 圧延と 450°C 圧延とで相違のあることは、本報において再結晶集合組織の主成分が互いに異なることを明記し

たとく、著者も認識しております。

Fig. S1 によれば、 0°C 圧延での圧延集合組織の主成分は $\{112\}\langle 110\rangle$ 、 450°C 圧延でのそれは $\{111\}\langle 112\rangle$ と判定され、御指摘のように圧延集合組織に相違がみられます。この点、本報 3・1 後半の記述は概括的に過ぎた感が致します。

圧延集合組織が 0°C 圧延と 450°C 圧延で、細部では相違する理由として 450°C 圧延における回復の影響も考えられますが、回復だけでは大幅な優先方位の変化は期待できず、(1) で述べた固溶 N 原子と転位との相互作用やすべり形態の相違をその理由として考えています。 0°C と 450°C 圧延における再結晶集合組織の相違については、御指摘のごとく数多くの理由が考えられますが、現状では特別な見解はもちあわせておりません。

本報 Photo. 2 において、初期粒界と変形帯とが出逢った点で粒界が不自然に屈曲している現象については、粒界が変形帯形成の起点になつているという見方もできますが、変形帯内の局部的なすべりにより粒界が単に変位しただけとも考えられます。いずれにしても再結晶粒の優先形成場所を論議する場合、(i) 粒界近傍、(ii) 変形帯、(iii) 変形帯と粒界が出逢った領域、(iv) その他のマトリックスなどに区分して考えていく必要があります。

(5) 回復・再結晶に及ぼす固溶 N の影響

固溶 N が圧延集合組織に影響を及ぼすであろうことは (1)、(4) で述べたとおりですが、回復・再結晶段階では固溶 N と転位との静的な作用がほぼ共通に作用するので、圧延温度による再結晶集合組織の相違と固溶 N の存在とは直接関係ないと考えています。固溶 C・N と転位との相互作用は 500°C 程度以上の温度では著しく減衰するので、回復段階はともかく再結晶段階で固溶 C・N が影響をもつとする考え方には疑問を抱いています。

文 献

- 1) T. E. MITCHELL, R. A. FOXALL and P. B. HIRSCH: Phil. Mag., 8 (1963), p. 1895
- 2) M. KONISHI, P. OBARA, T. TANAKA and N. OHASHI: Proceedings, The 5th Int. Conf. on Textures of Materials, Vol. 2 (1978), p. 255
- 3) 野村伸吾, 柚島登明, 福塚淑郎: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 3092
- 4) J. L. WALTER and E. F. KOCH: Acta Metall., 11 (1963), p. 923
- 5) 古林英一: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 734
- 6) T. HARATANI, W. B. HUTCHINSON, I. L. DILLAMORE and P. BATE: Metal Science, 18 (1984), p. 57
- 7) 阿部光延, 小甲康二, 林 征夫, 速水哲博: 日本金属学会誌, 44 (1980), p. 84
- 8) R. G. ASPDEN: Trans. Metall. Soc. AIME, 215 (1959), p. 986
- 9) E. FURUBAYASHI: Trans. ISIJ, 9 (1969), p. 222