

IV. 粒界・再結晶

座長 金属材料技術研究所

古林 英一

鉄鋼材料の再結晶の研究対象と言えば、けい素鋼の二次再結晶や、加工用鋼板の連続焼鈍などにおける再結晶など、薄板の集合組織制御と関連した問題を思い浮べる向きが多いと思われる。この分野の研究は一面では非常に進んでいて、集合組織の3次元表示などの技法によって、間接的ではあるが再結晶挙動が明確に追跡できる場合も多いが、他面では靴の裏から足を掻く感があることも否めない。もつと直接的な現象の追跡が望まれる。

再結晶の機構の研究においては、鉄鋼と非鉄を区別する大きな理由はなく、とくに中心テーマの一つである再結晶の方位関係については、かなり以前から非鉄を中心に勢力的に研究が行われた。核配向説や配向成長説が最近のエレクトロンチャネリング (ECP) 法や、コッセル法などの新しい方法によって、従来の技術的ネックをどの程度解決し、どのような進展がもたらされたかを検討することは意味がある。

一方、最近の生産ラインを流れる鉄鋼材料の高純度化はめざましく、一昔前は物性研究者の研究対象でしかなかった格子欠陥と溶質原子の相互作用の問題が、今や現場的な製品の品質を左右する重要因子になつて来たことも見逃せない事実である。再結晶はとくに純度に敏感な現象であることは言うまでもない。

薄板のほかにも最近、熱間圧延などからむ動的再結晶や静的再結晶を対象とした大きな研究の流れがある。しかしまだ再結晶が高温での変形抵抗や組織の微細化、粗大化といったとらえ方に留まり、再結晶の方位関係やとくにオーステナイトの再結晶の特異性である焼鈍双晶の役割といった問題に関する知見が著しく少ないのが現状である。

以上のような問題認識のもとに討論講演の公募及び依頼を行い、7件の講演及び討論講演を選定した。これらは次の2つに大別することができる。すなわち、

- (1) 再結晶核生成、あるいは再結晶方位の起源
- (2) 再結晶 (機構) に及ぼす微量合金元素の効果

討論会に先立ち、編集委員会講演大会分科会の鈴木朝夫主査より、最近の討論会が一般の講演会と変わらなくなつてしまつているのを改め、発表件数を減らして十分討論をつくす本来の姿をめざし、本討論会を企画した旨の説明があつた。

〈再結晶核生成〉

討 32 銅のせん断帯と再結晶粒の方位

東京大学工学部 小原嗣朗 他

準討 32 Ni の動的再結晶における方位関係

横浜国立大学工学部 遠藤孝雄 他

いずれの講演も再結晶の途中の段階で存在する多数の

再結晶粒の方位を ECP 法などで個々に測定し、加工組織との方位関係を論じたものである。

ECP 法は走査電子顕微鏡における電子回折法の一つ (試料に当たつてでてくる電子の方向がフィルム上の点に対応している) で、透過電子顕微鏡の制限視野電子回折法とはほぼ同じ目的に使うことができ、その菊池線と類似したパターンから方位を解析できる。

討 32 の著者の一人である小原氏は、Beck と共に配向成長説の提唱者として知られている。再結晶は一般に変形帯やせん断帯のような不均一変形組織の近傍で優先的に核生成するので、核配向か配向成長かを検証するのに適したサイトとして、討 32 ではせん断帯に着目した。せん断帯が生じやすい $(112)[11\bar{1}]$ 方位の銅の単結晶を圧延し、再結晶粒の方位分布を測定した。せん断帯内部は最も早く再結晶粒が発生したが、その成長はせん断帯内部に留まり、せん断帯の外側のマトリックスへは成長しない。一方マトリックス部分はせん断帯内部より遅れて発生した異なる方位分布の再結晶粒の成長によって食われ、全体としては再結晶への寄与はせん断帯からの再結晶よりかなり大きい。

マトリックス中に発生した再結晶粒は、マトリックスとの間に $\langle 111 \rangle$ 軸まわり約 30 度の回転方位関係があつた。しかし、せん断帯内部の再結晶粒はマトリックスとの間にこのような優先方位関係は存在しなかつた。またせん断帯のせん断歪み量が小さいほど、そこから発生した再結晶粒がマトリックスへ成長しやすいたことが示された。

せん断帯内部に発生した再結晶粒は互いに双晶関係にあることから、この再結晶双晶の成因について討論があつた。とくに変形で生じた双晶ラメラが観察された点について、横浜国大の上城氏よりその変形双晶の方位は母晶方位と双晶形態から一義的に予想できるので、再結晶双晶の原因になつたかどうか実験的に検討できるのではないかというコメントがあつた。

準討 32 の遠藤氏らの講演は、Ni の高温圧縮変形により動的再結晶が一部生じている試料を用意し、ECP 法で変形前の旧粒界付近に発生した動的再結晶の方位を多数測定した結果に関するものである。優先的に成長しているマトリックス、あるいは反対側のマトリックスとの方位関係を求め、その結果を対応粒界とランダム粒界に分けて整理した。この種のくわしいデータは動的再結晶に関してはほとんど存在せず、従つていくつかの興味深い結果が見出された。すなわち、

- (1) 静的再結晶におけるような成長の優先方位関係がみられない (討 32 参照)。
- (2) 旧粒界の張出しによる再結晶は、従来動的再結晶の重要な機構と考えられていたが、そのことを立証するに必要な小傾角粒界 ($\Sigma 1$) が比較的少ない。
- (3) モビリティが低いはずの双晶境界に近い方位関

係を持つ再結晶粒界が存在している。

- (4) 討 32 の優先方位関係 ($\langle 111 \rangle$ 軸まわり 30 度) に相当する $\Sigma 7$ の対応粒界をもつ再結晶粒が少ない。また反対に $\Sigma 15$ ($\langle 311 \rangle$ 軸まわり約 51 度) の粒界が非常に多い。

上記(3)の問題について討 32 の発表者である松下明行氏が、粒界を対応粒界とランダム粒界に分類する仕方が一義的でなく、やり方によつて $\Sigma 7$ の粒界の量が増す可能性はないかという疑問を提出した。対応粒界に含める角度の範囲を BRANDON の式にさらに一律に 3 度を加えていることから、そのような可能性は少ないであろう。

討 28 特定方位をもつ再結晶粒の優先核形成

新日本製鉄(株)第二技術研究所 阿部光延 他
加工と再結晶を利用して集合組織を制御する方法論を提示した講演と言つてよからう。すなわち、

- (1) 旧粒界に発生しやすい $\{111\}$ 再結晶粒の形成 (粒径制御)
- (2) Fe-N 合金などの動的歪時効を利用した $\{110\}$ 再結晶粒の形成
- (3) -196°C の低温圧延で生ずる変形双晶部分に生ずる $\{211\}$ 再結晶粒

などの事例について述べた。マイクロファセットピット法や制限視野回折法を用いた再結晶粒多数の方位測定から再結晶粒の方位分布が統計的に上記のようになることを示したが、とくに(2)の場合について核生成と変形帯の構造の関係を論じた。

日本鋼管(株)の松藤氏より、(2)の事実が冷間圧延後のパス間時効と類似の効果を持つ点を取上げ、それら相互の関係について質問があつた。

〈再結晶に及ぼす微量合金元素の効果〉

討 29 冷延鋼板の再結晶集合組織に及ぼす炭素と鉄炭化物の影響

住友金属工業(株)中央技術研究所 岡本篤樹 他
高純度の多結晶鉄の再結晶集合組織に及ぼす微量炭素の効果、とくに固溶状態の炭素に着目した研究である。焼鈍時における固溶 C の作用は固溶 N (既発表) と類似し、侵入型固溶原子が存在しないと、in-situ 再結晶 (すなわち実質的には未再結晶) により再結晶完了後も冷延方位が残存するが、侵入型原子があると変形帯などの不均一変形部が発達し、そこからの再結晶が促進される。熱延の高温巻取においても、析出している粗大セメントイトより、その時固溶している炭素が巻取後の徐冷でどのように析出するかに着目する必要があるとし、冷延後の急速加熱焼鈍時の固溶炭素の効果として再結晶集合組織を説明できる実験結果を提示した。

討 30 Fe-P 合金の再結晶、粒成長過程の速度論と集

合組織形成

日本鋼管(株)技術研究所 稲垣裕輔

準討 30 「討 30」に対するコメント

東北大学金属材料研究所 木村 宏, 安彦兼次
討 30 では、P の含有量を 0.002~0.213% の範囲で変化させた Fe-P-0.02C 合金を 70% 冷延し、恒温焼鈍における再結晶の進行を AVRAMI の式に従つて解析を行い、また再結晶の核生成、成長、再結晶後の粒成長の各段階の活性化エネルギーを測定した結果の報告があつた。恒温焼鈍時の集合組織変化を ODF 法によつて測定し、上記結果と対比して集合組織形成過程を速度論的に考察した。その結果、P は $515\sim 575^\circ\text{C}$ の範囲で再結晶の核生成と成長を著しく抑制すること、P は固溶 C 量を減少させ、また $\{110\}\langle 001 \rangle$ 再結晶方位を減少させることなどを明らかにした。

準討 30 において木村氏らは、再結晶を抑制し再結晶集合組織に影響を与えている原因として、炭素のスネークピーク高さが P 量とともに減少するという結果をもとに稲垣氏が P-C 原子対 (Complex) を考えている点を問題にした。すなわち、従来の研究から P と C の原子間には化学的、電気的結合は存在せず、むしろ反撥力があるとされていること、P 添加によつて C の溶解度が減少したと考えるだけで稲垣氏の実験データは説明がつかないなどの点を指摘した。また安彦氏は、以前に川崎製鉄(株)の角山氏が提案した準安定炭化物と稲垣氏の Complex との関連性を質問した。

討 31 Al キルド鋼バッチ焼鈍材の再結晶集合組織におよぼす C, N 量の影響

日本鋼管(株)技術研究所福山研究所 小林英男 他

Al キルド冷延鋼板の C, N 量は、最近の脱ガス技術の進歩によつて 10~20 ppm 程度に下げることが可能となつたが、このような微量の C, N 量及び焼鈍加熱速度の再結晶集合組織や \bar{r} 値に及ぼす影響を調査した。バッチ焼鈍材の \bar{r} 値は C 量の低下により向上し、また \bar{r} 値が最大となる加熱速度が高速側にシフトすることなどを明らかにしたが、この原因は C 量の低下により、再結晶温度は変わらないが、昇温途中の AlN 析出が促進されるためであると結論した。AlN の役割は $\{111\}$ 方位の再結晶粒に比べて他の方位の生成が抑制される事であると考えているが、新日本製鉄(株)の武智氏が質問した C によつて AlN の析出が促進されるメカニズムについては、今後の研究課題である。

なお、鉄と鋼の「再結晶・粒成長」特集号 (第 70 巻第 15 号/昭和 59 年 11 月号) には、本討論会の講演を始め、前述の問題に関連したテーマの解説や技術資料なども掲載される予定である。