

© 1984 ISIJ

Fe-C 合金単結晶の再結晶集合組織におよぼす 冷延前熱処理の影響

論文

小西 元幸*・小原 隆史*²・田中 智夫*

Effect of Heat Treatment Prior to Cold Rolling on the Recrystallization Texture in Iron-Carbon Single Crystals

Motoyuki KONISHI, Takashi OBARA and Tomo TANAKA

Synopsis :

For the purpose of investigating the formation mechanism of recrystallization texture, the effects of carbon and its existing state on cold rolled and recrystallization texture were studied in iron-0.02% carbon single crystals.

The results obtained are described as follows.

In crystals with the initial orientation of (001)[110], fine carbides markedly retarded the recrystallization.

In crystals with the initial orientation of (110)[001], the cold rolled textures are {111}⟨112⟩ and the recrystallization textures are {110}⟨001⟩ irrespective of the variation in the existing state of carbon.

In crystals with the initial orientation of (111)[1 $\bar{1}$ 0], cold rolled textures are retained in the initial orientation, and recrystallization textures are composed of two orientations {111} and near {110}. The near {110} recrystallization texture was formed by the preferential recrystallization at the region of {112}⟨111⟩ slip system operated during cold rolling. Solute carbon increased the {110} recrystallization texture and fine carbide suppressed the recrystallization of {100} grains.

The formation mechanism of recrystallization textures in low carbon steels was discussed, based on the obtained results.

1. 緒 言

単結晶の冷延および再結晶集合組織については多くの研究^{1)~17)}が報告されているが、これらの大部分は珪素鋼あるいはフェライト系ステンレス鋼に関するもので、低炭素鋼に関するものは非常に少ない。従来の研究においては、初期方位と冷延集合組織の関係は比較的一致した結果が得られているが、再結晶集合組織については必ずしも一致しない。それは、再結晶集合組織には初期方位以外の要因が強く影響するためと思われる。

一方、通常の低炭素冷延鋼板の再結晶集合組織が冷延前の熱履歴および再結晶焼鈍時の加熱速度によつて顕著に変化することは良く知られているが、その機構は明確でない。

そこで、幾つかの方位の Fe-C 合金単結晶を用い、冷延前に異なる熱処理を施して炭素の存在状態を変化させ、冷延、再結晶の過程でどのような変化が生じ、その結果、再結晶集合組織がどのように変化するかを調査した^{18)~22)}。

2. 試料および実験方法

再電解鉄を真空溶解した純鉄鋼塊から、Table 1 に示す工程で単結晶を作成し、脱炭脱窒焼鈍した後、炭素含有量が 0.02% となるように再浸炭焼鈍した。浸炭後の単結晶は Table 2 に示す条件で熱処理し、炭素の存在状態を変化させた後、冷延、再結晶焼鈍を行った。Table 3 は浸炭焼鈍後の試料の分析結果を示す。炭素含有量は目標どおり約 0.02% であり、酸素含有量は {100} 結晶では約 400 ppm であるが他試料は 60~80 ppm である。

Photo. 1 は冷延前熱処理後の試料の断面顕微鏡組織を示す。冷延前に 700°C から炉冷処理 (以下 F) した試料には板状または塊状の粗大な炭化物が認められ、焼入 (Q) 材は炭化物は認められず、焼入れ焼もどし (T) 材には直径 0.1 μm 程度の微細な炭化物が一様に析出している。単結晶では結晶粒界が存在しないので、同様の熱処理を施した低炭素鋼板の場合と炭化物の析出状態は多少異なるが、鋼中炭素の存在状態は熱処理の変化

昭和 51 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 3 月 9 日受付 (Received Mar. 9, 1984)

* 川崎製鉄(株)技術研究所 工博 (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp., 1 Kawasaki-cho Chiba 260)

*² 川崎製鉄(株)技術研究所 (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp.)

Table 1. Preparation of single crystals.

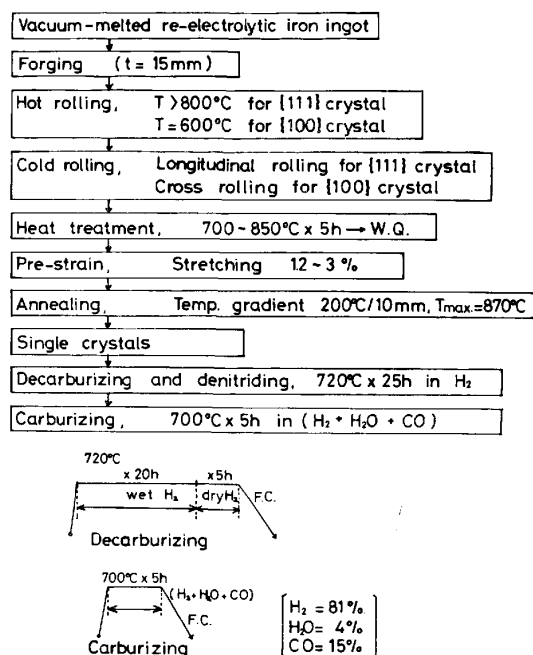
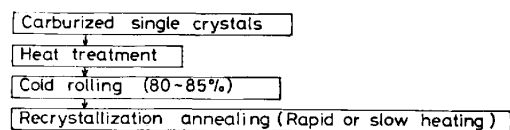


Table 2. Experimental procedure.



Heat treatment prior to cold rolling	Abbreviation
700°C x 1h → Furnace cooled	F
700°C x 1h → Air cooled	N
700°C x 1h → Water quenched	Q
700°C x 1h → W.Q. → 350°C x 1h → A.C.	T

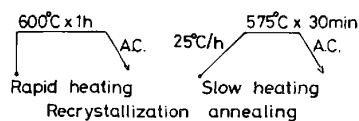


Table 3. Initial orientations and chemical compositions of specimens. (wt %)

	C	Si	Mn	P	S	Al	O*
(001)[100]	0.022	0.003	0.001	0.003	0.003	0.002	0.0389
(001)[110]	0.022	0.003	0.001	0.003	0.003	0.002	0.0389
(110)[001]	0.021	0.004	0.001	0.002	0.004	0.002	0.0078
(111)[110]	0.021	0.008	0.002	0.002	0.004	0.002	0.0078
(354)[354]	0.021	0.008	0.002	0.002	0.004	0.002	0.0059

* Ingot sample

に対応して粗大炭化物、固溶炭素、微細炭化物と変化している。冷延は同一方向に繰り返し圧延し、再結晶焼鈍は 600°C に保持したアランダムバス中に浸漬し(室温

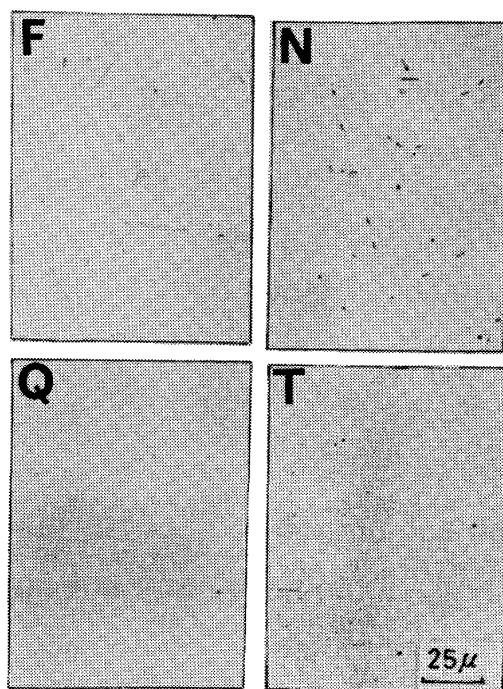


Photo. 1. Carbide morphologies of specimens with various heat-treatments.

から 600°C まで 10 数秒で加熱) 1h 保持後空冷する急熱焼鈍および電気炉中で 25°C/h の加熱速度で 575°C まで加熱し、30min 保持後炉冷する徐熱焼鈍を行った。

集合組織の測定は試料の表面から板厚の 1/4 を研削した面について、MoK α 線を用い反射法で (110) 極点図を求めた。

3. 実験結果

3.1 初期方位 (001)[100] の場合

Fig. 1 に (001)[100] 結晶を 80% 冷延後および急熱焼鈍後の極点図を示す。Q 処理材の冷延集合組織は初期方位から <100>/ND 軸まわりに ± 30 度回転した位置にピークが認められるが他の処理材では初期方位の周りに分散している。分散の程度は Q, N, F, T 処理材の順に大きく、冷延前の固溶炭素量が多いほど、冷延集合組織の方位分散が大きくなると考えられる。再結晶集合組織は幾つかの方位への集積は認められるが、冷延前の熱履歴による明確な差は認められない。

3.2 初期方位 (001)[110] の場合

Fig. 2 は (001)[110] 結晶の冷延・焼鈍後の極点図を示す。この方位の結晶は試料端部あるいは介在物周辺以外は再結晶しないといわれている¹¹⁾が、本実験では Table 3 に示すようにあらかじめ酸素含有量を高くしてあり、粒内の介在物周辺から再結晶することが確認されている。組織観察の結果、F, N 処理材は再結晶してい

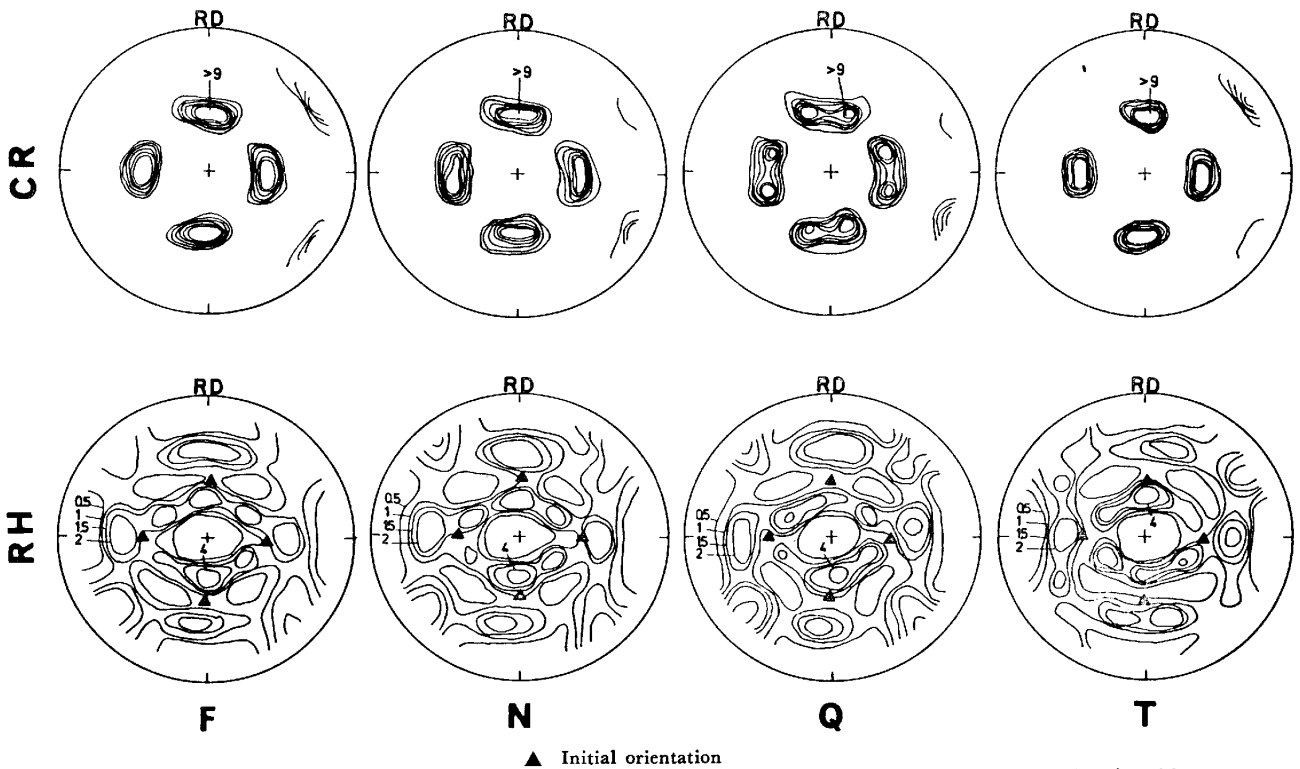


Fig. 1. (110) pole figures showing cold rolled and recrystallization textures in (001)[100] crystal 80% cold rolled (CR) and annealed with rapid heating (RH).

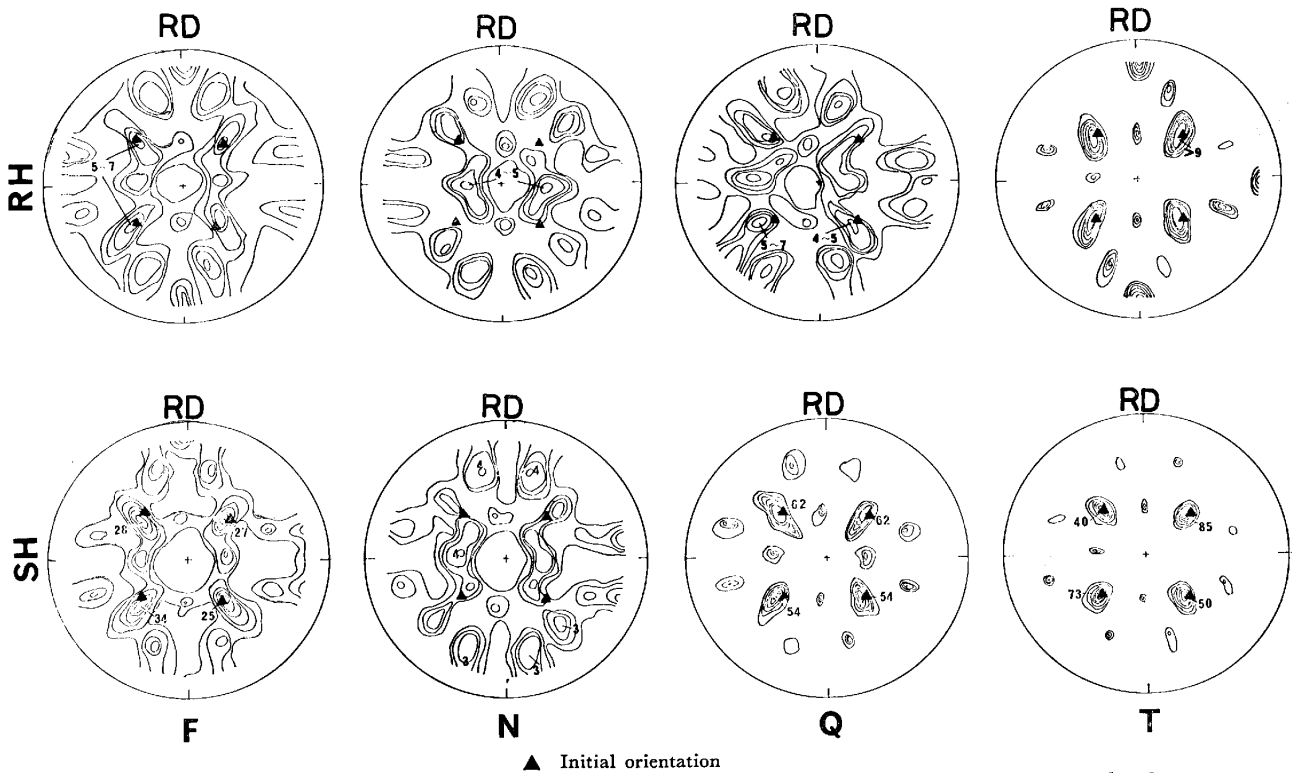


Fig. 2. (110) pole figures showing recrystallization textures in (001)[110] crystal, 85% cold-rolled and annealed with rapid (RH) and slow (SH) heating.

るが T 処理材は再結晶しておらず、Q 処理材は急熱では再結晶しているが徐熱では再結晶していない。このことは極点図でも明確に認められる。Q 処理材を徐熱焼鈍した場合および T 処理材では回復過程で微細炭化物

が析出しており、それによつて再結晶が抑制されたと考えられる。Photo. 2 は冷延前熱処理による再結晶挙動の変化を (111)[110] 結晶と比較して示す。T および Q 処理材の再結晶遅滞現象は (111)[110] 結晶でも認め

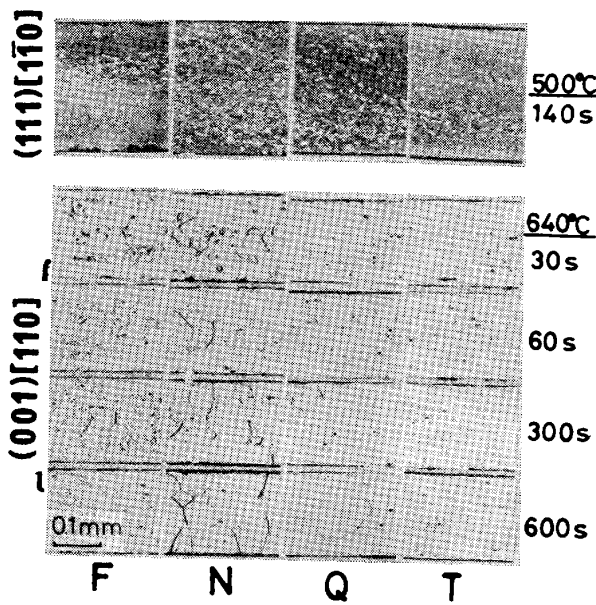


Photo. 2. Cross-sectional microstructures exhibiting progress of recrystallization in (111)[$\bar{1}\bar{1}0$] and (001)[110] crystals, F, N, Q or T-treated, cold rolled by 80% for (111)[$\bar{1}\bar{1}0$] and 85% for (001)[110] and annealed.

られるが、この場合では F, N 処理材の再結晶が完了しない間に T 処理材も再結晶を開始している。一方、(001)[110] 結晶では F, N 処理材が再結晶をほぼ完了する 640°C×300s 焼鈍後も T 処理材は再結晶を開始していない。このことから微細炭化物による再結晶抑制効果は結晶方位によつて異なり、{100} 結晶においてとくに大きいことがわかる。

3.3 初期方位 (110) [001] の場合

Fig. 3 は (110) [001] 結晶の 80% 冷延後および再結晶後の極点図を示す。冷延集合組織は (111) [11 $\bar{2}$] と (1 $\bar{1}\bar{1}$) [112] からなり、両者の割合は冷延前熱処理によつて異なる。(110) [001] 結晶は圧延に際して圧延方向に垂直な $\langle 110 \rangle$ 軸を回転軸として {111} $\langle 112 \rangle$ 方位に回転するが、断面組織を観察すると部分的に逆方向への回転が起こつており、集合組織を測定する場所によつて (111) [11 $\bar{2}$] と (1 $\bar{1}\bar{1}$) [112] の占める割合が異なる。従つて冷延集合組織に見られる差は、冷延前熱処理の差に基づくものではないと考えられる。

再結晶集合組織の主方位は冷延前熱処理、焼鈍加熱速

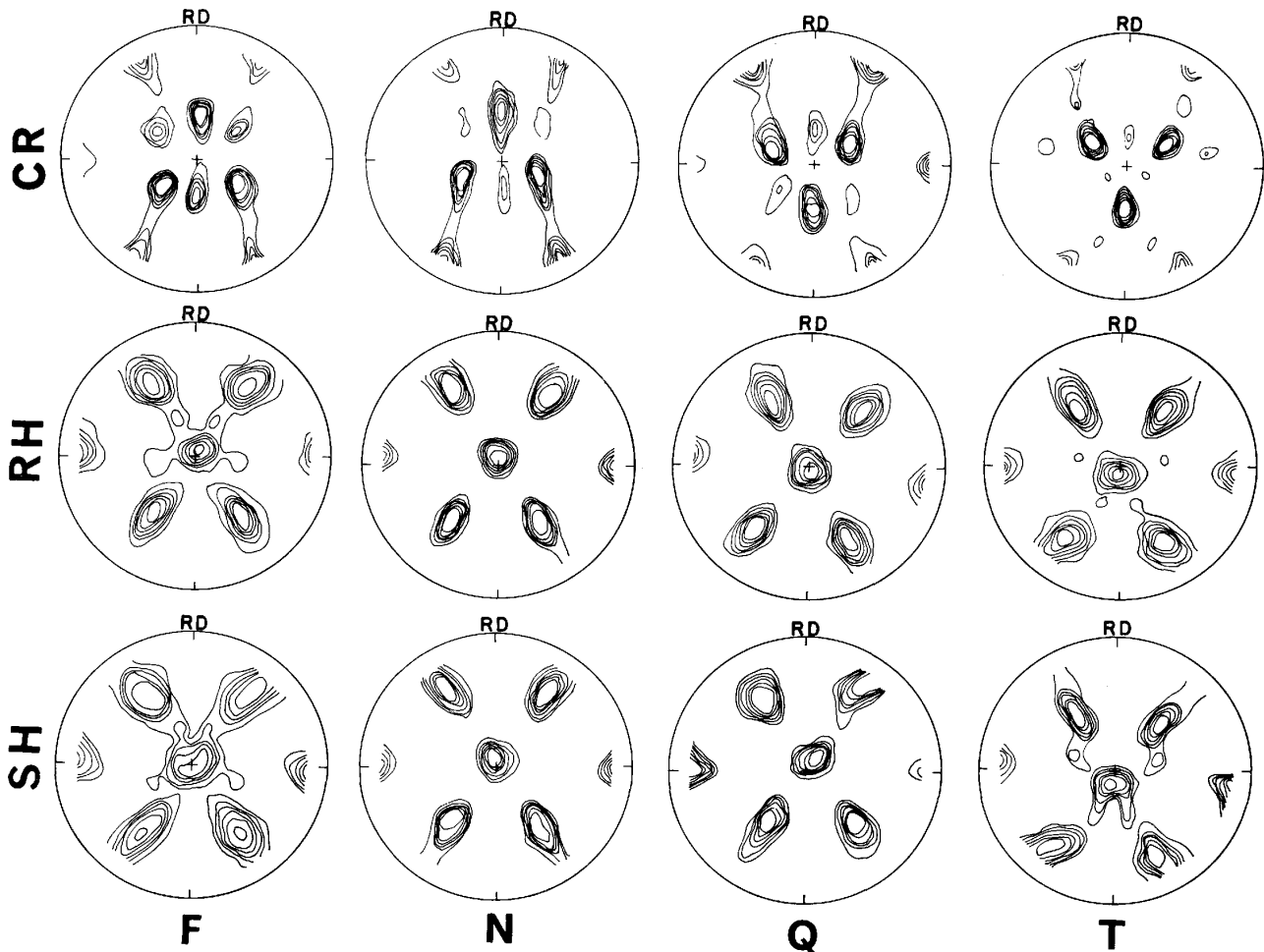


Fig. 3. (110) pole figures showing cold rolled and recrystallization textures in (110) [001] crystal 80% cold-rolled (CR) and annealed with rapid (RH) or slow (SH) heating.

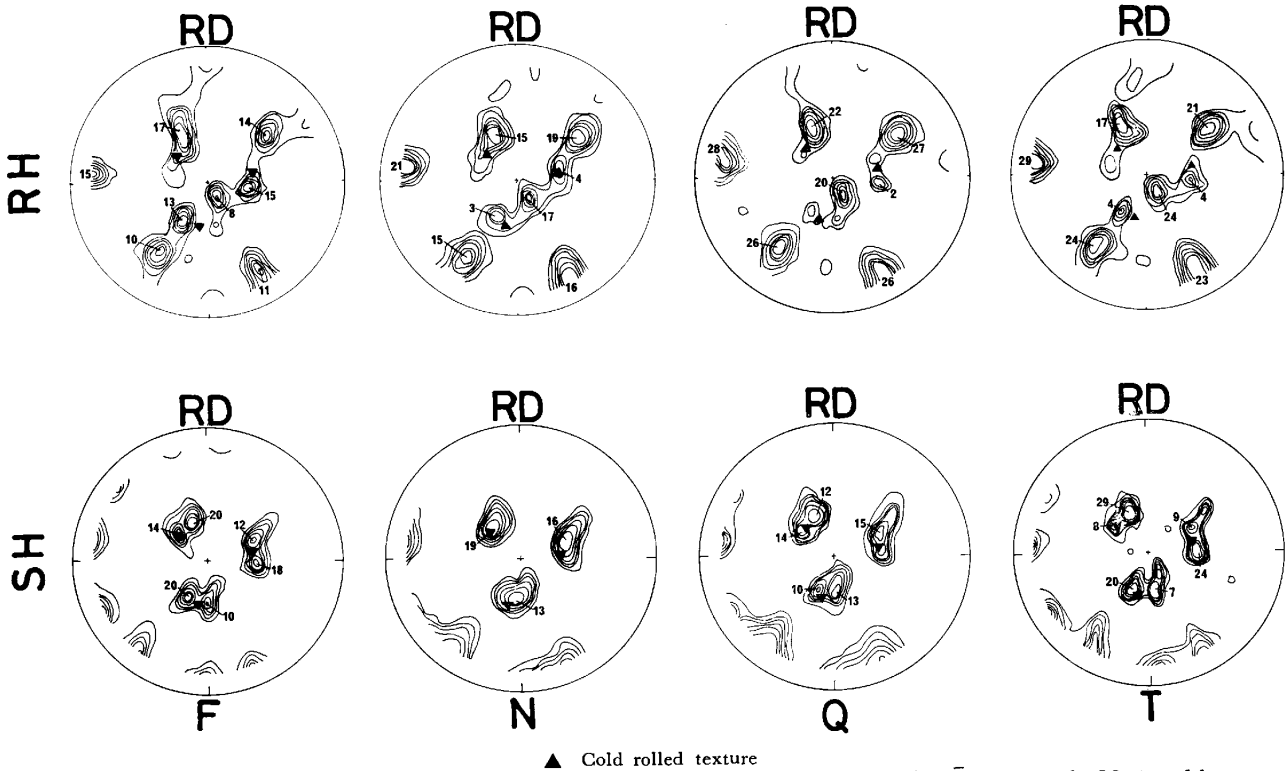


Fig. 4. (110) pole figures showing recrystallization textures in (111)[110] crystal, 80% cold rolled and annealed with rapid (RH) or slow (SH) heating.

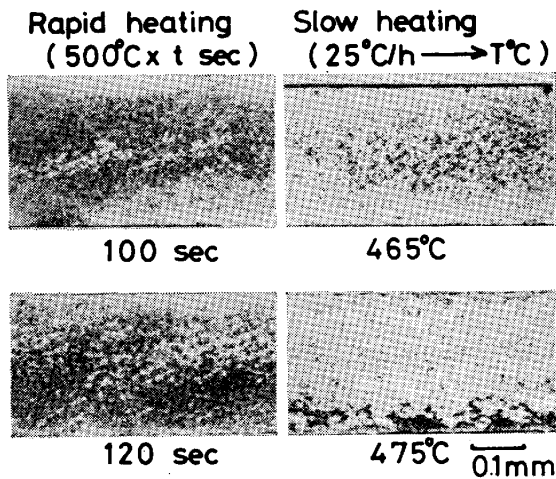


Photo. 3. Cross-sectional microstructures exhibiting progress of recrystallization in (111)[110] crystals Q-treated and cold rolled by 80%.

度に関係なく (110)[001] であるが、冷延前に T および F 処理した試料では、わずかではあるが {111} の存在が認められ、冷延前に N および Q 処理したものとは T および F 処理したものは {111} 再結晶集合組織が形成されやすい傾向が認められる。

3.4 初期方位 (111)[110] の場合

Fig. 4 は初期方位 (111)[110] 結晶を 80% 冷延・再結晶後の極点図を示す。再結晶集合組織は、冷延方位に対して板面に垂直な <111> 軸まわりの回転関係にあ

る {111} 近傍方位 (以下 A 方位) と冷延方位に対して 1 つの <110> 軸まわりの回転関係にある {110}<001> 近傍方位 (以下 B 方位) の 2 方位だけであり、冷延前熱処理、再結晶焼鈍条件によつて A, B 両方位の存在量は異なるものの他方位への集積は認められない。急熱焼鈍した場合は A, B 両方位が認められるが、徐熱焼鈍すると A 方位のみで B 方位は認められない。

Photo. 3 は Q 処理した試料の再結晶初期の断面顕微鏡組織を示す。急熱焼鈍した場合は再結晶粒が一定方向に並ぶ現象が認められるが、徐熱焼鈍ではそのような傾向は認められないので、再結晶粒が一定方向に並んで形成される時に B 方位が発達しやすいといえる。再結晶粒の並ぶ方向は、異なる断面の組織観察結果から、冷延結晶の {112} 面と平行であることが確認された。

再結晶粒が特定面に並ぶ傾向は板厚中央部で顕著に認められるが、実験中に見出された島結晶においても粒中心部で優先的に形成し粒界近傍では認められず、B 方位再結晶粒は試料表面および粒界近傍よりも粒中央部で形成されやすいといえる。

3.5 (354) 結晶を異なる方向に圧延した場合

Fig. 5 は (354) 結晶を Q 処理後 [133] 方向から 0, 10, 20, 30 度の方向にそれぞれ 80% 冷間圧延した試料および再結晶焼鈍後の試料の極点図を示す。冷延集合組織は圧延方向に関係なく {111} 面であり、初期方位

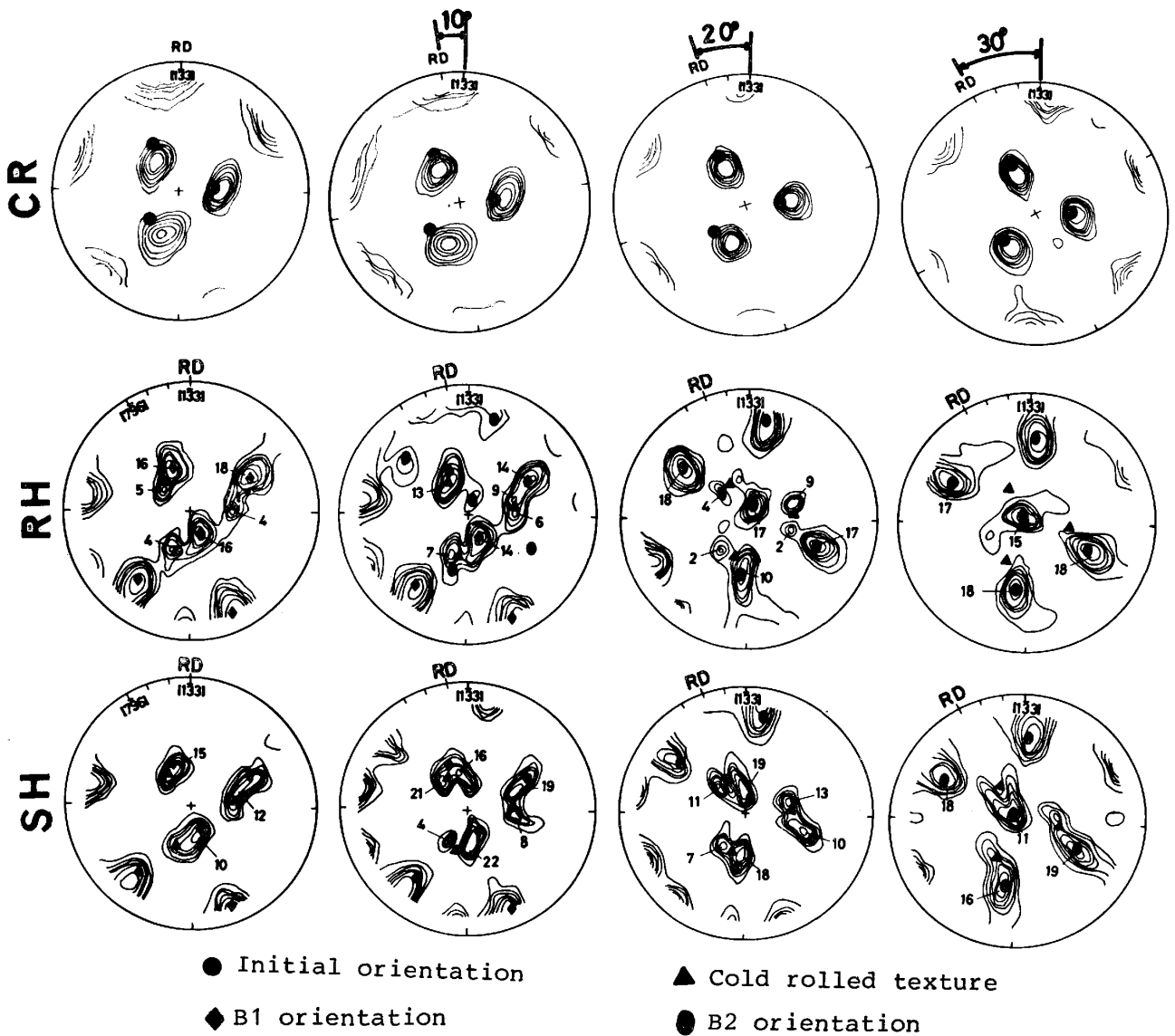


Fig. 5. (110) pole figures showing cold rolled and recrystallization textures in {354} crystals. 80% cold rolled in the different directions (CR) and annealed with rapid (RH) and slow (SH) heating.

が {111} 近傍の結晶では、圧延方向に関係なく冷延集合組織は {111} になることがわかる。再結晶集合組織は冷延方位と $\langle 111 \rangle / ND$ 軸のまわりに $\pm 15^\circ$ 回転した A 方位と冷延方位と $[1\bar{1}0]$ 軸まわりの回転関係にある B1 (図中◆印) および $[10\bar{1}]$ 軸まわりの回転関係にある B2 (図中●印) の二つの B 方位からなる。[133] 方向から 0° に圧延した試料 (以下 R0, $10^\circ \sim 30^\circ$ も同様に略記) では A および B1 方位が認められ、徐熱焼鈍すると A 方位が強くなる。R10 では A 方位がもつとも強く、急熱した場合は強い B1 と弱い B2 方位が認められる。R20 および R30 では A 方位と B2 方位だけで B1 方位は認められない。また R30 では A 方位は弱く、急熱するとほとんど認められなくなる。Photo. 4 は再結晶初期の試料断面組織を示す。A 方位が強く発

達する R10 では比較的均一に再結晶しているが、B1 方位が発達する R0 では (112), B2 方位が発達する R20, R30 では (121) 面に沿って再結晶粒が並ぶ傾向が認められる。Fig. 6 は {111} 結晶を異なる方向に圧延した場合の各すべり系の因子 (S) 値を計算した結果である¹⁶⁾²²⁾。{111} について計算したのは、{354} 結晶も圧延初期に {111} に回転し、そのあとはこの方位を維持したまま変形するためである。同図によると {112} $\langle 111 \rangle$ すべり系の S の値は、R0 では (112) $[\bar{1}\bar{1}1]$ が高く (121) $[\bar{1}\bar{1}1]$ が低いが、R10 では両者等しく、R20, R30 では (121) $[\bar{1}\bar{1}1]$ が高くなることおよび R10 では {112} $\langle 111 \rangle$ と比べて {110} $\langle 111 \rangle$ の S 値が高いことがわかる。(112) $[\bar{1}\bar{1}1]$ すべり系の活動による結晶回転は $[1\bar{1}0]$ 軸まわりの回転であり、(121) $[\bar{1}\bar{1}1]$ すべり系

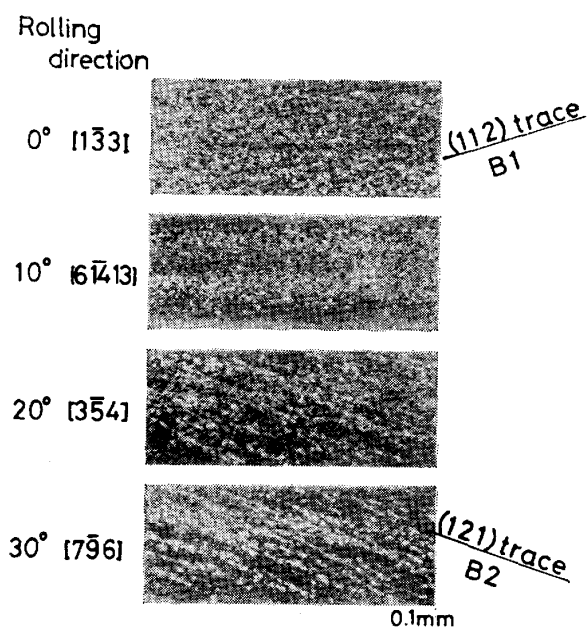


Photo. 4. Cross-sectional microstructures exhibiting progress of recrystallization in $\{354\}$ crystals, Q-treated, cold rolled by 80% in the different directions and annealed $500^{\circ}\text{C} \times 100\text{s}$ with rapid heating.

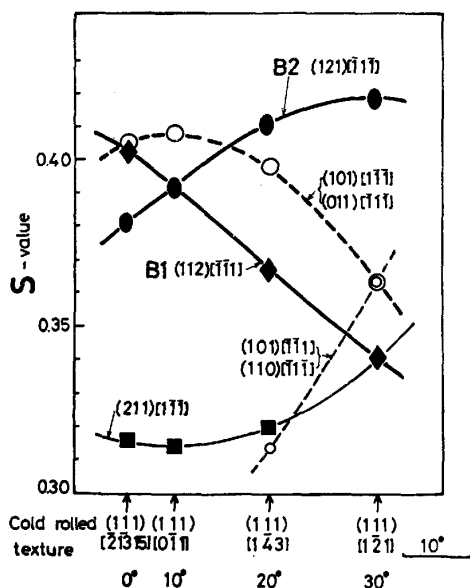


Fig. 6. Influence of the rolling direction on S value of $\{110\}\langle 111\rangle$ and $\{112\}\langle 111\rangle$ slip systems in $\{111\}$ crystal.

の場合は $[10\bar{1}]$ 軸まわりである。Fig. 5 において R0 では冷延方位と $[1\bar{1}0]$ 軸まわりの回転関係にある B1 方位が、R20, R30 では冷延方位と $[10\bar{1}]$ 軸まわりの回転関係にある B2 方位が発達するのは $(112)[\bar{1}\bar{1}1]$ と $(121)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ すべり系の (S) 値の変化と対応している。また Photo. 4 において R0 では (112) 面、R20, R30 では (121) 面に沿って再結晶粒がならび、R20 では均

一に再結晶していることも一致している。

4. 考 察

本実験の結果から、初期方位 $\{111\}$ 近傍の結晶において $\{110\}$ 再結晶集合組織が形成されるのは、冷延過程における $\{112\}\langle 111\rangle$ すべり系の活動によって局部的に形成された $\{110\}$ 方位 (冷延方位に対して $\langle 110\rangle$ 軸まわり約 35° の回転関係にある) の部分が優先的に再結晶し、周囲の $\{111\}$ 変形マトリックスを蚕食して成長するためと考えられる。

$\{111\}\langle 110\rangle$ 結晶における $\{112\}\langle 111\rangle$ すべり系は (S) 値最大のすべり系ではないが、圧延中にいつたん活動を開始すると結晶回転によって (S) 値が急激に増加し、ますます活動しやすくなるのですべりはその部分に集中しておこる¹⁶⁾。その結果 $\{112\}\langle 111\rangle$ すべり系の活動によって変形した部分は冷延後の歪みエネルギーが高い。 $\{112\}\langle 111\rangle$ すべり系の活動による結晶回転は $\{112\}$ 面内で $\langle 111\rangle$ 方向に垂直な方向すなわち $\langle 110\rangle$ 方向を軸とする回転となるはずであり、B 方位が冷延方位と $\langle 110\rangle$ 軸まわりの回転関係にあるという事実と一致している。結晶回転が約 35° になる理由は明確ではないが、この程度の歪みで同一すべり系の活動が困難になることが考えられる。

B 方位再結晶粒発生領域は急熱焼鈍すると優先的に再結晶するが、徐熱焼鈍すると、再結晶が起こるまでに回復期間が十分にあるため、冷延後の歪みエネルギーの高い部分は回復が進み、再結晶開始時には冷延後に存在した大きな歪みエネルギーの差は消滅し、再結晶における優越性が失われると考えられる。

初期方位 $\{110\}\langle 001\rangle$ 結晶では Fig. 3 に示すように冷延後は $\{111\}\langle 112\rangle$ となるが、再結晶後は再び $\{110\}\langle 001\rangle$ になる。冷延過程で結晶全体が同一方向に回転するのではなく、局部的に $(111)[11\bar{2}]$ と $(11\bar{1})[112]$ に回転する部分が生じ、両者の間に冷延後も初期方位を維持する部分が存在し、この部分から再結晶粒が発生するため $\{110\}\langle 001\rangle$ 再結晶集合組織が形成されると報告されている²³⁾。しかし、 $\{110\}\langle 001\rangle$ 結晶は冷延初期に $\{111\}$ に回転し、その後は $\{111\}$ 方位を維持したまま変形するため変形末期には $\{111\}$ 結晶を圧延した場合と同様に $\{112\}\langle 111\rangle$ すべり系の活動によって $\{111\}$ 変形粒内に $\{110\}$ 再結晶粒発生領域が形成されることが考えられる。

回復・再結晶過程での微細炭化物の存在は、 $\{111\}$ 変形粒と比べて $\{100\}$ 変形粒の再結晶をより強く抑制する。このことは、低炭素冷延鋼板において回復・再結晶

過程で微細析出物が存在すると再結晶後に $\{111\}$ 集合組織が発達する理由を示している。

5. ま と め

結晶方位の異なる Fe-C 合金単結晶について、再結晶集合組織におよぼす炭素の存在状態、焼鈍加熱速度の影響を検討し以下のことを明らかにした。

1) 初期方位 (001) $[110]$ 結晶では、回復・再結晶過程で微細炭化物が存在すると再結晶が著しく遅滞する。

2) 初期方位 (110) $[001]$ 結晶では、炭素の存在状態に関係なく冷延集合組織は $\{111\}\langle 112 \rangle$ であり、また焼鈍加熱速度に関係なく再結晶集合組織は $\{110\}\langle 001 \rangle$ となる。

3) 初期方位 $\{111\}$ 近傍の結晶では、冷延集合組織は $\{111\}$ となり、再結晶集合組織は $\{111\}$ と $\{110\}$ 近傍の 2 方位よりなる。焼鈍加熱速度が遅いと $\{111\}$ 集合組織が発達し、速いと $\{110\}$ 近傍の集合組織が発達する。

4) 冷延前の固溶炭素量が増すと冷延集合組織の分散が大きくなり、 $\{111\}$ 変形粒内に $\{110\}$ 再結晶粒発生領域が形成されやすくなる。

5) 回復・再結晶過程での微細炭化物の存在は、 $\{111\}$ 変形粒と比べて $\{100\}$ 変形粒の再結晶を著しく遅滞させる。

6) 初期方位 $\{111\}$ 近傍の結晶において、 $\{111\}$ 冷延集合組織から $\{110\}$ 再結晶集合組織が形成されるのは、冷延過程で $\{112\}\langle 111 \rangle$ すべり系の活動によつて冷延組織中に局部的に形成された $\{110\}$ 再結晶粒発生領域からの優先再結晶による。

文 献

- 1) C. G. DUNN: Acta Metall. 2 (1954), p. 173
- 2) P. K. KOH and C. G. DUNN: Trans. Metall. Soc. AIME, 203 (1955), p. 401
- 3) C. G. DUNN and P. K. KOH: J. Met., 8 (1956), p. 1017
- 4) J. L. WALTER and W. R. HIBBARD, Jr.: Trans. Metall. Soc. AIME, 212 (1958), p. 731
- 5) H. HU: Acta Metall., 8 (1960), p. 124
- 6) H. HU: Trans. Metall. Soc. AIME, 221 (1961), p. 130
- 7) Y. TANEDA: Jpn. J. Appl. Phys., 4 (1965), p. 16
- 8) S. TAGUCHI and A. SAKAKURA: Acta Metall., 14 (1966), p. 405
- 9) T. TAOKA, E. FURUBAYASHI and S. TAKEUCHI: Trans. ISIJ, 6 (1966), p. 290
- 10) T. TAOKA, E. FURUBAYASHI and S. TAKEUCHI: 同上, 7 (1967), p. 95
- 11) 和田敏哉, 松本文夫, 黒木克郎: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 767
- 12) E. FURUBAYASHI: Trans ISIJ, 9 (1969), p. 222
- 13) A. SAKAKURA: Jpn. J. Appl. Phys., 40 (1969), p. 1534
- 14) M. F. LITTMANN: Trans. Metall. Soc. AIME, 245 (1969), p. 2217
- 15) 古林英一: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 734
- 16) 橋本 修, 大橋延夫, 藤元克己: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1155, p. 1167
- 17) W. JOLLEY: Metall. Trans., 3 (1972), p. 245
- 18) 小西元幸, 小原隆史, 大橋延夫, 吉田 博: 鉄と鋼, 62 (1976), S 695
- 19) 小西元幸, 小原隆史, 大橋延夫: 同上, 62 (1976), S 696
- 20) 小原隆史, 小西元幸, 田中智夫, 大橋延夫: 同上, 63 (1977), S 243
- 21) 小原隆史, 小西元幸, 田中智夫: 同上, 63 (1977), S 867
- 22) M. KONISHI, T. OBARA, T. TANAKA and N. OHASHI: ICOTOM-5 Vol. II, p. 255, Aachen (March, 1978)
- 23) 和田敏哉, 黒木克郎, 原勢二郎: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 1158