



再 結 晶 集 合 組 織

伊 藤 邦 夫*

Recrystallization Texture

Kunio Ito

1. は じ め に

この解説ではとくに断わらない限り冷間圧延した低炭素鋼板の再結晶集合組織を対象として述べる。最近の一般的文献として 1)~5) をあげておく。

1.1 集合組織

圧延方向 (R. D.) を X 軸, 板面法線方向 (N. D.) を Z 軸, 板幅方向 (T. D.) を Y 軸として, X, Y, Z が右手系をなす座標系 (Fig. 5 (b) 参照) から見ると, 板の中の各々の結晶粒の結晶格子は種々の向き, すなわち方位をとっている。試料内にある結晶粒全体についての方位の分布を結晶集合組織, あるいは単に集合組織という。方位の表現としては, Z 方向を法線とする格子面の指数 (hkl) と, X 方向と平行な軸指数 [uvw] の組み合わせ, (hkl) [uvw] が古くから用いられて来た。最近では, [100]//X, [010]//Y, [001]//Z である方位を基準として, この方位から (1) [001] 軸を回転軸とする φ_1 の回転, (2) この回転した方位の [100] 軸を回転軸とする Φ の回転, (3) この回転した方位の [001] 軸を回転軸とする φ_2 の回転, の 3 回の回転操作によつて生じる方位を $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ の作るいわゆる 3 次元方位空間内の 1 点 ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) として表現する方法が用いられるようになりつつある[†]。ただし反時計方向を回転の正の向きとする。

ある方位にある結晶の $\{HKL\}$ 格子面の極を X, Y, Z 系に基づいてステレオ投影し, その位置にこの方位を持つ全結晶粒の試料全体中に占める体積率に対応する極密度を記入したものに相当するのが (HKL) 極点図である^{†2}。3 次元方位分布関数を $f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ とすると, 方位空間中の点 ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) のまわりの要素 $d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2$ 内に方位がある結晶粒の体積率は $f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2$ に対応する^{†2}。ある方位で $f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ が極大値をとるとき, この方位を優先方位という。一般には 1 つ

[†] この方法は BUNGE の方法⁹⁾であつて, ROE⁷⁾の方法とは試料が圧延板で結晶が立方晶の場合, $\varphi_1, \text{BUNGE} = (\pi/2) - \varphi_{\text{ROE}}, \Phi_{\text{BUNGE}} = \theta_{\text{ROE}}, \varphi_2, \text{BUNGE} = (\pi/2) - \phi_{\text{ROE}}$ の関係がある^{7) 8)}。

^{†2} 優先方位が複数あるときには, 極点図中のある位置の極密度はいくつかの方位に属する極密度の和になつている可能性がある。

の集合組織内にはいくつかの優先方位が存在する。1 つの優先方位に属する結晶粒全体は集合組織の 1 つの成分と呼ばれる。

1.2 再結晶の 3 要素

再結晶が起こると, (1) 歪み硬化の消滅, (2) 新しい結晶粒組織 (粒径分布) の形成, とともに (3) 集合組織の変化が起こる。塑性加工によつて形成される集合組織は変形 (あるいは加工) 集合組織, 再結晶焼鈍後のそれは再結晶 (あるいは焼鈍) 集合組織と呼ばれる。

例えば薄板の深絞り性が塑性歪み比 r 値を通じて再結晶集合組織に依存し^{9) 10)} (Fig. 1 参照), 電磁鋼板の鉄損が 2 次再結晶によつて形成される集合組織に依存するように, 材料の性質はその集合組織に影響されるから, 加工-再結晶の処理は集合組織の制御によつて材料の性質を最適化するという意義も持つている。これに対応して, 再結晶集合組織の研究は材料の性質を制御する 1 つの方法の研究となつている。

2. 再結晶過程において優先方位の形成をもたらす要因

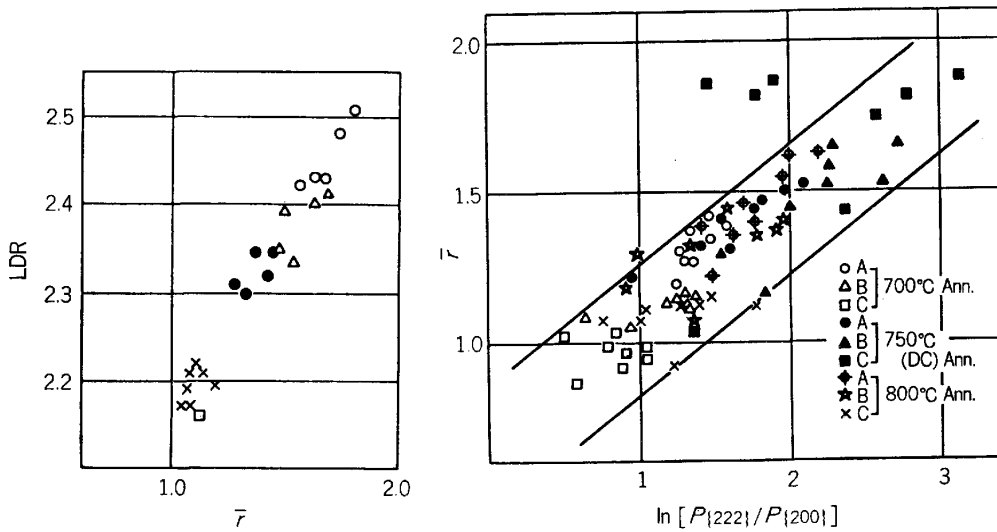
再結晶後の優先方位は基本的には, 加工組織の系統的不均一のために再結晶粒の潜在的核の方位分布が限られていること, およびこの不均一性に対応して焼鈍中の偏析・析出と再結晶の競合関係も不均一になるために潜在的核の成長も選択的にのみ起こること, によつて形成される。

2.1 加工組織の不均一

加工組織には一般に, その中では方位変化が少なく転位密度も相対的に低い領域 (マトリックスバンド) と, このような領域に挟まれた, その中での方位変化が大きく転位密度も相対的に高い領域 (変形帯) が存在する。これらの領域で転位はセル組織を作つて存在していて, 変形帯内のセルはマトリックスバンド内に比べて相対的に寸法が小さく, セル間の方位差も大きい。マトリックスバンドの方位によつてもセルの寸法, 方位差は異なる^{11) 12)} (Table 1 参照)。

昭和 59 年 4 月 11 日受付 (Received Apr. 11, 1984) (依頼解説)

* 東京大学工学部総合試験所 (Engineering Research Institute, Faculty of Engineering, The University of Tokyo, 2-11-16 Yayoi Bunkyo-ku 113)



(a) Limit of drawing ratio vs. mean plastic strain ratio⁹⁾ (b) Mean plastic strain ratio vs. pole intensity ratio¹⁰⁾
 Fig. 1. Relation between texture and drawability of low carbon steel sheet.

Table 1. Dependence of cell structure on orientation in 70% cold rolled α -Fe⁽¹¹⁾⁽¹²⁾.

Orientation	Average cell diameter/ μm	Orientation difference across cell boundary
(001) [110]	0.8	1-2°
(113) [110]	0.7	2-3°
(111) [110]	0.5	3-4°
(110) [110]	0.4	5-6°

旧粒界の近く、および約 $1\mu\text{m}$ 以上の硬い粒子のまわりには、セルの寸法が小さく方位差の大きい強変形領域が局部的に形成されやすい。いわゆるせん断帯も不均一な強変形領域である (本号, 川崎他¹³⁾ 参照)。固溶炭素や約 $0.02\mu\text{m}$ 程度の微細分散粒子が存在するとせん断帯¹⁴⁾, 変形帯¹⁵⁾ が形成されやすくなる。固溶炭素が少ないと $\{112\}\langle 110 \rangle$ 圧延優先方位が発達しやすくなる¹⁶⁾, など固溶炭素, 微細分散粒子ともに加工組織にも影響を与える (本号, 鈴木¹⁷⁾ 参照)。

2.2 再結晶核の形成

焼鈍による回復過程において転位のセル構造は再結晶粒 (サブグレイン) 組織へと変化して行く。亜粒界 (サブバウンダリー) の移動, および隣接する2つの亜結晶粒の方位回転による亜粒界の消滅 (亜結晶粒の合体) の2つの並行する機構によつて亜結晶粒は粗大化する¹⁸⁾。この過程で少数の亜結晶粒の選択的成長が起これると, 再結晶粒と亜結晶粒組織との界面 (再結晶界面) の移動にもなつて転位密度が不連続に変化するいわゆる不連続再結晶が起これる。亜結晶粒が全体として一様に粗大化するときには, 転位密度が時間的にも場所的にも連続的に減少するいわゆる連続再結晶が生じる。一般には回復と再結晶の競合という形で, これらの2つの過程が多少とも混在し, 並行して起これる。

ある結晶粒 (半径 R の球として考える) が隣接する領域 (その中にある結晶粒は平均半径 R_0 の球とみなす)

に侵入するときのエネルギー変化を考えると,

$$\left(\frac{3}{2} \cdot \frac{\sigma_M}{R_0} + \Delta E\right) 4\pi R^2 dR > \sigma_G \cdot 8\pi R dR + K \cdot \frac{f}{r} \cdot \sigma_G \cdot 4\pi R^2 dR$$

ならば侵入が起これることになる。 σ_M は隣接領域内にある結晶粒同志の間の界面エネルギーであり, σ_G は成長する結晶粒と隣接領域内にある結晶粒との間の界面エネルギーである。 $3\sigma_M/2R_0$ は隣接領域内の単位体積に含まれる全界面エネルギーであり, ΔE は成長する結晶粒内と隣接領域内との間の, 転位密度の差などに基づく, 体積エネルギーの差である。 $K(f/r)\sigma_G$ は侵入しつつある界面に働く Zener の遅延力 (2.4 節参照) である。ここに, r は分散粒子の半径, f は分散粒子の体積率, K は定数 (≈ 1)¹⁹⁾ である。

前式を変形すると

$$R > R_0 / \left[\frac{3}{4} \cdot (\sigma_M / \sigma_G) + (R_0 \Delta E / 2 \sigma_G) - (K f R_0 / 2r) \right]$$

となる。ある亜結晶粒が再結晶粒として成長開始するためには, すなわちいわゆる再結晶核となるためには, その粒界の少なくとも1部が大角粒界であり, 上の式で模式的に示されるような (この場合, σ_M は小角粒界の界面エネルギーに, σ_G は大角粒界の界面エネルギーに相当する), 寸法に関する条件を満たしていなければならない。再結晶粒同志の食い合いにおいては $\sigma_M \approx \sigma_G$, $\Delta E \approx 0$ である。いずれの場合にも, 相対的に大きい亜結晶粒 (または結晶粒) が相対的に小さい亜結晶粒 (または結晶粒) を食う傾向があることになる。

不連続再結晶における再結晶核は, 変形帯, 旧粒界や粗大分散粒子のまわり, など周囲との方位差が大きく局部的に強変形を受けた領域に生成しやすい。これは, このような領域では短時間で大きい亜結晶粒が形成されやすく, 大角粒界が最初から存在するかあるいは形成され

やすいことに対応している。すなわち、このような領域は潜在的核が存在する領域と考えることができ、さらに再結晶核の方位は不均一強変形領域の方位によって支配されていると考えることができるであろう。例えば $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位¹⁵⁾²⁰⁾の再結晶粒が変形帯内に、 $\{111\}\langle 011\rangle$ 方位²¹⁾²²⁾の再結晶粒が旧粒界の近くに生成することが実際に観察されている(文献 23)も参照)。

2.3 再結晶界面の移動

この速度は再結晶粒、回復組織、界面自身、の3者の方位関係に依存している。例えば α -Fe²⁴⁾では、マトリックスと共通 $\langle 110\rangle$ 軸に関する $25\sim 35^\circ$ の回転関係にある再結晶粒の成長速度が大きい。アルミニウム²⁵⁾では、共通 $\langle 111\rangle$ 軸 40° 回転関係にある再結晶粒の成長速度が大きく²⁶⁾(Fig. 2 参照)、特に傾角粒界の移動速度が大である²⁷⁾。この速度は当然異種原子および第2相粒子の影響を受ける(2.4 節および本号、石田²⁸⁾参照。ただし“粒界”と“再結晶界面”の移動の律速過程が同じであるか否かは自明ではない)。

2.4 再結晶と析出の競合

焼鈍過程における固溶元素の挙動は3種に大別される。(i)転位、亜粒界、再結晶界面に偏析(富化)することはあつても、基本的には固溶状態にとどまる。(ii)亜粒界、あるいは再結晶界面の移動にともなつて界面に掃き集められ、界面で析出する。(iii)転位、亜粒界が消滅する前に、これらの格子欠陥に析出する。RPTT(再結晶・析出-温度・時間関係図)図(Fig. 3 参照)上で考えれば、温度域 I では(i)の、II では(ii)の、III では(iii)の挙動が主として生じる。

温度域 I において、界面に偏析した元素は界面の移動を遅くする(LÜCKE-STÜWE-CAHN の遅延力²⁹⁾)。この遅延力が界面に働く駆動力よりも十分小さいならば、界面は偏析した元素を振り切つて、すなわち固溶元素から離脱して、移動できる。一般に数 ppm ~ 数 10 ppm の固溶元素があれば LÜCKE-STÜWE-CAHN の遅延力は働く。この遅延力は界面の構造に依存している³⁰⁾。離脱に関する固溶元素の限界濃度、あるいは限界焼鈍温度も界面の構造に依存すると期待される³¹⁾(文献 28)も参照)。

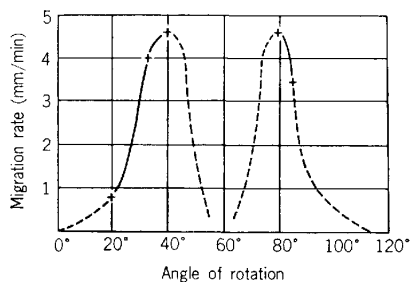
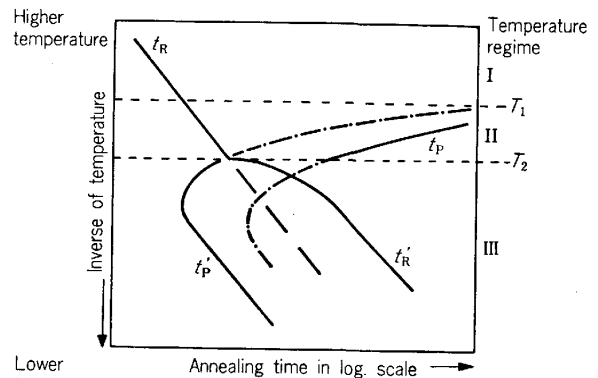


Fig. 2. Dependence of migration rate of recrystallization front on angle of rotation about $\langle 111\rangle$ axes between recrystallizing grain and deformed matrix in aluminium²⁶⁾.



- t_R : time of start of recrystallization preceding precipitation
- t_R' : time of start of recrystallization succeeding precipitation
- t_P : time of start of precipitation in recrystallized structure
- t_P' : time of start of precipitation in deformed matrix

Fig. 3. Schematic recrystallization-precipitation-time-temperature diagram.

加工前から存在していた分散粒子であれ、焼鈍中に析出した粒子であれ、およそ $0.1\ \mu\text{m}$ 以下の寸法で粒子の中心-中心間距離が $0.5\ \mu\text{m}$ 以下程度に存在する粒子は、亜粒界あるいは再結晶界面の移動を遅くする(ZENER の遅延力¹⁹⁾)。このときの界面の移動速度は、界面が粒子を乗り越える速度、または粒子が Ostwald 成長により粗大化する速度、または粒子が移動する速度に支配される³²⁾。いずれにしろ、ZENER の遅延力のもとでの界面の移動速度も界面の構造に依存すると期待される。

再結晶が温度域 III で起きるとき、亜粒界の移動が析出粒子の Ostwald 成長に支配されて一様に進むならば、連続再結晶となる。

2.5 優先方位の形成

不連続再結晶において優先方位の形成をもたらす機構は大別して2種ある。

(1) 再結晶の核となり得るような亜結晶粒、すなわち潜在的核は、2.2 節で述べたようにその方位ごとにそれぞれ特徴的な構造を持った加工組織中に存在する。したがって再結晶粒の方位ごとに、その潜在的核の密度は異なり、成長開始するまでの時間(潜伏期)も異なる。実際例えば、セル組織の回復速度はその方位に依存して³³⁾³⁶⁾、 $\{111\}$ 方位¹³⁾のセルが早く、 $\{100\}$ 方位のセルは遅く、 $\{112\}$ および $\{110\}$ 方位のセルはその間にあること、また単結晶の圧延-焼鈍³⁴⁾においては潜伏期が初期方位(すなわち加工組織)に依存することが知られている。なおこれらのことは、RPTT 図上での温度域 I/II/III の境界が方位ごとにずれるなど、析出・再結晶の競合の影響の受け方も再結晶核の方位ごとに異なることを示唆している。

^{†3} $\{111\}$ 方位は $\{111\}\langle 011\rangle$ 、 $\{111\}\langle 112\rangle$ などの $\{111\}$ 面法線を Z 方向(板面法線方向)と平行とする方位全体を示す。 $\{100\}$ 、 $\{110\}$ などについても同じ。

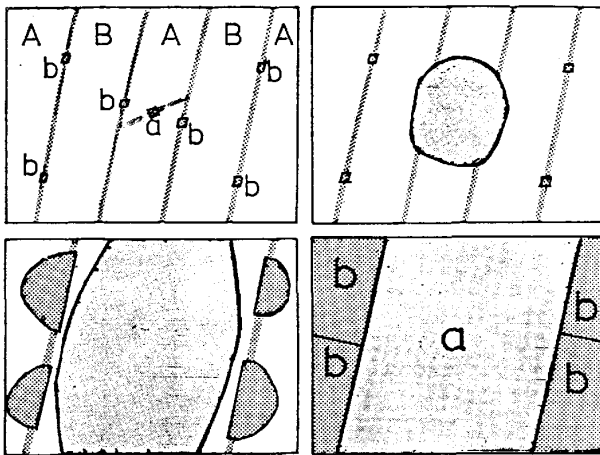


Fig. 4. Schematic diagram for progress of primary recrystallization.

(2) 2.3 節で述べたように、再結晶界面の移動速度は界面の構造に依存しているから、特定の方位のマトリックスバンド内に侵入し得る再結晶核の方位は制限される。2.4 節で述べたように、固溶元素による遅延および粒子による遅延の受け方も界面の構造に依存していると考えられるべきであるから、これらの遅延力によつても成長する再結晶核の方位の選択が影響されると期待される。

連続再結晶が起こるとマトリックスバンドの方位が再結晶粒の主方位となるから、不連続再結晶と連続再結晶の相対的割合も、形成される集合組織を支配する。再結晶粒同志が衝突すると、相対的に大きい粒が相対的に小さい粒を食って成長する(2.2 節の式参照)。再結晶過程およびいわゆる正常結晶粒成長過程において、この機構によつても特定の優先方位への集積が強まる。

Fig. 4 は、不連続再結晶における優先方位の形成過程を左上、右上、左下、右下の図の順に模式的に示している。左上は回復組織であり、A, B はマトリックスバンドを、a, b は局所的強変形領域内にある潜在的核を表す。b が複数個あるのは、これらは同じような構造の領域にあつて同じような方位のものであることを意味している。核の存在密度に関しては、b の方が a よりも多い。右上は、b はまだ潜伏期にあるのに対し、a はすでに成長を開始した段階である。潜伏期については、a の方が b よりも短い。左下は、再結晶粒 b はマトリックスバンド A 内のみ大きな速度で成長し得るのに対し、a は A および B の両者に同程度の大きな速度で成長し得ることを示している。a は妥協効果(4 節参照)を受ける方位であり、侵入し得るマトリックスの量については、a の方が b よりも多い。右下は、いわゆる 1 次再結晶が終わつた状態で、a が主優先方位に、b が副優先方位となつてゐることを示す。この場合には、再結晶粒の食い合いの過程で、a の方が b よりも大きいから、a の粒が b の粒を食つてさらに成長するであろう。連続再結晶

が典型的に起こるならば、a, b に相当する方位の成分が多少とも増加するが、主優先方位は A, B となる。

機構の(1)に対応して、加工組織中に存在する潜在的核の方位が限られていることが再結晶粒の優先方位をもたらすと考えるのが、再結晶集合組織の形成に関する選択核生成説(Oriented Nucleation Theory)である。機構の(2)に対応して、成長できる核の方位がマトリックスとの方位関係によつて選択されると考えるのが選択成長説(Oriented Growth Theory)である。模式図で示したように、一般には両者の兼合、すなわち“潜在的核の間での成長に関する競争”(Oriented Nucleation and Growth Selectivity)によつて再結晶集合組織は形成される。したがつて、ある優先方位が強く生成するためには、加工組織中にその方位の再結晶核となる領域およびその侵入を許す領域が十分に存在すること、および他の方位の再結晶粒が成長開始する前に、その方位の再結晶粒が成長してしまうことが必要である。

3. 低炭素鋼版の再結晶集合組織^{35)~39)}

3.1 優先方位

次のようなグループの方位が知られている^{37)40)~43)}。

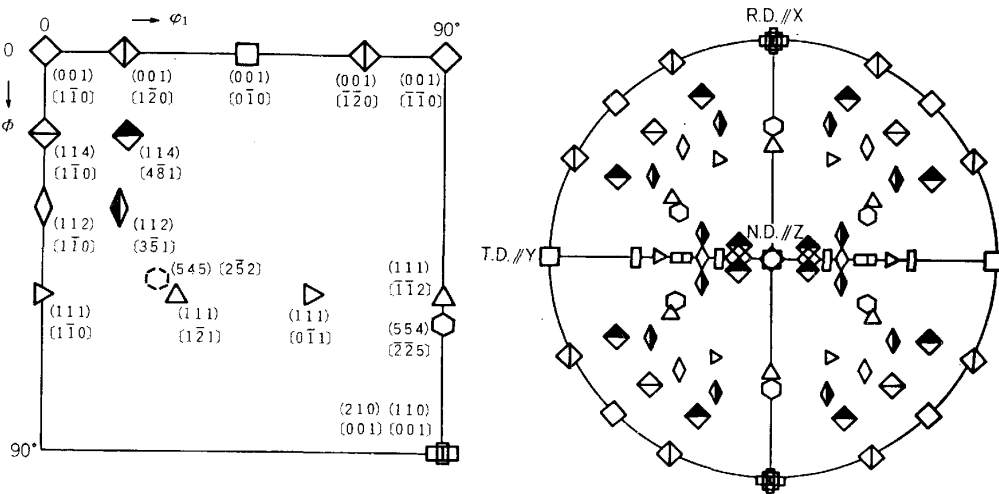
(i) (110) [001]~(210) [001] の [001]//R. D. の方位、(ii) {411} <148>~{211} <135>~{100} <012> の <011> が R. D. に対して約 $\pm 20^\circ$ 傾いた方位、(iii) {111} <011>~{111} <112>~{554} <225> の {111} 面が板面とほぼ平行な方位 (Fig. 5 参照)。

以下、再結晶集合組織の形成に与える製造工程中の因子 (Fig. 6 参照) について自動車用冷鋼板^{35)~39)44)45)84)}を例として述べる。これの再結晶焼鈍には生産性などの点から連続焼鈍の適用が増加しつつあるが、再結晶焼鈍中の AlN の析出を利用する超深絞り用アルミニウムキルド鋼板を主たる対象として箱焼鈍法も行われている。自動車用鋼板としては深絞り性の点から {111} 優先方位が強く {100} 優先方位が弱いことが必要である (Fig. 1 参照)。主として加熱速度(箱焼鈍では 10^{-2} K/s、連続焼鈍では 10 K/s 程度)の違いに対応して、このような再結晶集合組織を形成させるための因子の選び方において、両方法にいくつかの点で違いがある。

3.2 組成の影響

固溶元素および第 2 相粒子は加工組織の形成(2.1 節参照)、再結晶・析出過程(2.4 節参照)を通じて再結晶集合組織に影響を及ぼす。ある元素が固溶しているか、第 2 相粒子になつてゐるかは、共存する他元素の濃度にも依存する。

例えば {111} 優先方位を発達させるには、O および S を化合物として固定するのに必要、最小限の Mn (0.07~0.2% 程度) を添加し、C の濃度を O の濃度が高くない範囲で、初期粒径が大きくなならない範囲で低くする (0.03% 程度) 必要がある。箱焼鈍向けの超深絞り用



(a) Section of orientation space at $\phi_2=45^\circ$
 $\phi_2=52^\circ$ by (545) $[2\bar{5}2]$, and $\phi_2=63^\circ$
 and $\phi_1=\phi=90^\circ$ by (210) $[001]$.
 (b) (100) pole figure. Symbols are the same as (a).
 (□) (210) $[001]$ (◇) (110) $[001]$

Fig. 5. Preferred orientations in rolling and recrystallization textures of α -Fe.

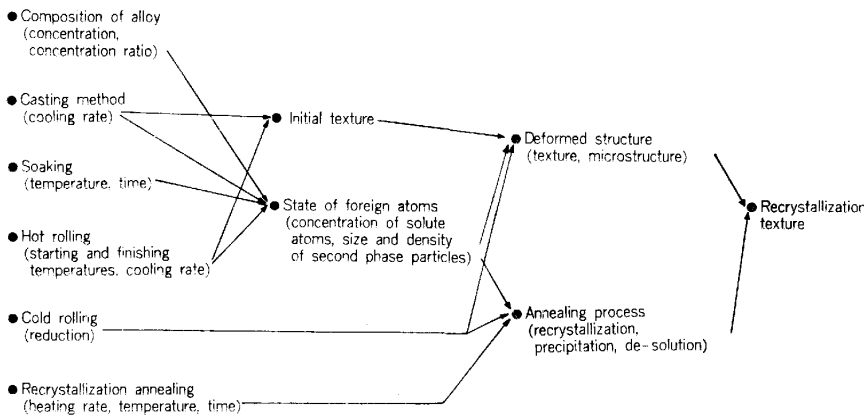


Fig. 6. Factors controlling formation of recrystallization texture.

アルミニウムキルド鋼においては, sol. Al を 0.04~0.06%, N を $[\text{sol. Al}(\%)] \cdot [\text{N}(\%)] = 1 \sim 4 \times 10^{-4}$ になる程度に調整する必要がある⁴⁶⁾. 連続焼鈍では最終焼鈍中の AlN の析出による良好な再結晶集合組織の形成は望めない. Ti 添加によつて {554} $\langle 225 \rangle$ 集合組織を良く発達させることは連続焼鈍で可能であり, このときには, C, N, S, O をすべて Ti 化合物として固定するのに十分以上の Ti を添加する必要がある. 高張力化のために添加される P は再結晶集合組織を, 箱焼鈍では好ましい方向に変えるが, 連続焼鈍では好ましい方向に変えることはないといわれている⁴⁷⁾. P についてはさらに検討を要する⁴⁸⁾.

3.3 均熱温度の影響

均熱温度が高ければ, 均熱中の相対的に粗大な析出は少なく, 熱間加工-冷却中の相対的に微細な析出が多くなる. あるいは冷却後の過飽和度が高くなる. 例えば 0.06 C, 0.35 Ti 鋼の TiC⁴⁹⁾ では, 1250°C 均熱では均熱中には析出せず熱延中に 0.01~0.06 μm の大きさで析出し, 1000°C 均熱では均熱中に 0.1~0.3 μm の

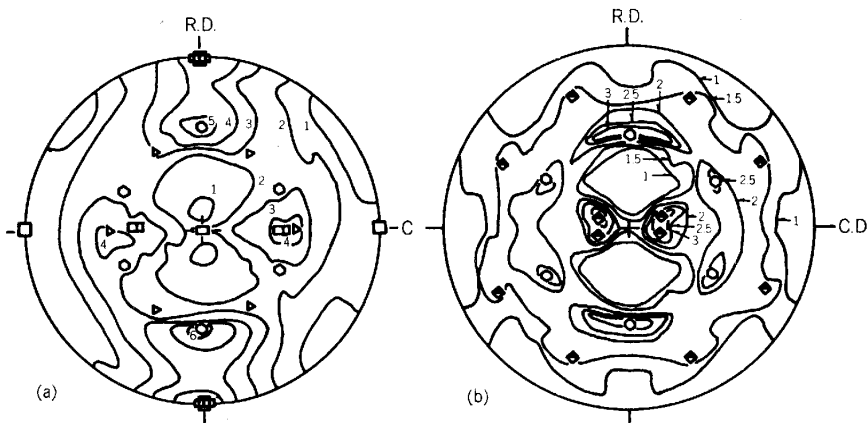
大きさで析出し熱延中にクラスターを形成した.

微細粒子が高密度に存在し過ぎると連続再結晶による“圧延集合組織の残存”がもたらされること(2.4 節参照)は, Ti-鋼⁴⁹⁾, Nb-鋼¹⁴⁾ で観察されている.

3.4 熱間圧延終了温度, 巻取温度の影響

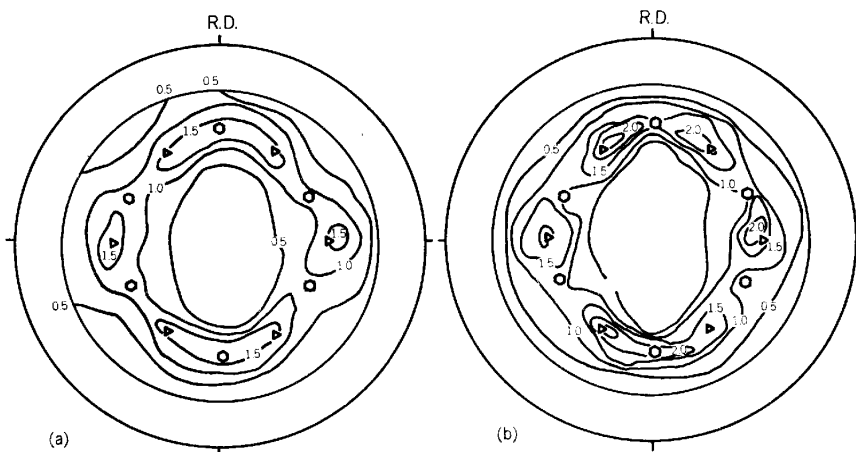
熱間圧延後の集合組織, すなわち冷間圧延に対する初期方位, として {111} 方位の成分を多くするためには, 圧延をオーステナイト状態で終了し引きつづき γ/α 変態を起こさせる必要がある. 冷間圧延前の初期粒径を小さくするためには, 仕上がり温度を低くする方がよい.

巻取り後は徐冷となるから, 巻取温度は徐冷開始温度に対応する. 箱焼鈍向けのアルミニウムキルド鋼において最終焼鈍時に AlN を最適に析出させるには, 熱延後 AlN 析出のノーズ温度域(約 760°C)を急冷しておかなければならない. 連続焼鈍を採用するときには, セメントサイトを粗大に析出させ, 固溶炭素を低くするために, 巻取温度を比較的高温(680°C 以上)にしておく方がよい⁴⁴⁾.



(a) Rolled to 70%, annealed for 3h at 700°C⁵²⁾
 (b) Rolled to 90%, annealed for 1h at 700°C⁵³⁾

Fig. 7. (100) pole figures of recrystallization textures of rimmed steels. Symbols are the same as Fig. 5.



(a) Heated more slowly than at the optimum rate
 (b) Heated at the optimum rate

Fig. 8. (100) pole figures of recrystallization textures of Al-killed steel. Symbols are the same as Fig. 5⁴⁾.

3.5 冷間圧延率の影響

圧延率は加工組織と加工集合組織の形成を通じて、再結晶集合組織を基本的に決定する。再結晶後の $\{111\}$ 方位、とくに $\{111\} \langle 011 \rangle$ 方位、は圧延率が約 70% のときに最もよく発達する。この方位の再結晶粒の形成過程としては、初期方位として存在したこの方位がこの程度の圧延率まではほぼそのまま保たれ焼鈍後も連続再結晶によつてそのまま残る場合と、初期粒界近くに生じた $\{111\} \langle 011 \rangle$ 方位の領域^{21)~23)51)}に生成した核が粒内の $\{111\} \langle 112 \rangle$ マトリックスを食つて成長する場合がある。一般に初期方位として $\{111\}$ が多いほど、初期粒径が小さいほど、再結晶後の $\{111\}$ 方位の成分は発達する。

(110) [001] 方位の成分は 50~70% の圧延後再結晶するときに最もよく発達する (Fig. 7(a)⁵²⁾参照)。これは初期方位が $\{111\} \langle 112 \rangle$ の結晶粒内の変形帯に (110) [001] 方位が核生成し、 $\{111\} \langle 112 \rangle$ マトリックス内に共通 $\langle 110 \rangle$ 軸 35° の回転関係⁵⁴⁾という成長しやすい方位関係⁵⁴⁾によつて侵入するためと解釈される。

圧延率が 80% 程度以上になると、再結晶後に $\{554\} \langle 225 \rangle$ および $\{411\} \langle 148 \rangle$ 方位の成分が表れて来る (Fig. 7(b)⁵³⁾参照)。これは圧延率が高くなると、 $\{211\} \langle 011 \rangle$

~ $\{554\} \langle 225 \rangle$ および $\{211\} \langle 011 \rangle$ ~ $\{100\} \langle 011 \rangle$ の圧延集合組織が発達してきて、これにともなつて高加工後の変形帯、せん断帯に $\{554\} \langle 225 \rangle$ や $\{411\} \langle 148 \rangle$ 方位の核が生成するようになり、 $\{211\} \langle 011 \rangle$ 方位と共通 $\langle 110 \rangle$ 軸に関する 35° ($\{554\} \langle 225 \rangle$) または 25° ($\{411\} \langle 148 \rangle$) の回転関係⁵⁴⁾によつてこれらの核がマトリックスに成長・侵入するためと解釈できる。深絞り用鋼板では冷延率は 70~80% 程度に取られる。最適な圧延率は組成、焼鈍方法などにも依存している。

3.6 再結晶焼鈍における温度・加熱速度の影響

加工組織の不均一に対応して、再結晶・析出の競合 (2.4 節参照)、例えば温度域 II/III の遷移温度、は潜在的核の方位ごとに、またマトリックスバンドの方位ごとに多少とも異なる。この結果、およびこれに加えて、移動する亜粒界および再結晶界面の受ける LÜCKE-STÜWE-CAHN の遅延力も ZENER の遅延力も、潜在的核の方位ごとに、あるいは潜在的核とマトリックスバンドの組み合わせごとに異なる。これらの異なり方が焼鈍温度および加熱速度に依存することが、再結晶集合組織がこれらのパラメータに依存する基本的原因である。鋼の連続焼鈍の場合には、加熱中に炭化物の再固溶の起こることおよび α/γ 変態が起こることも原因となつている。

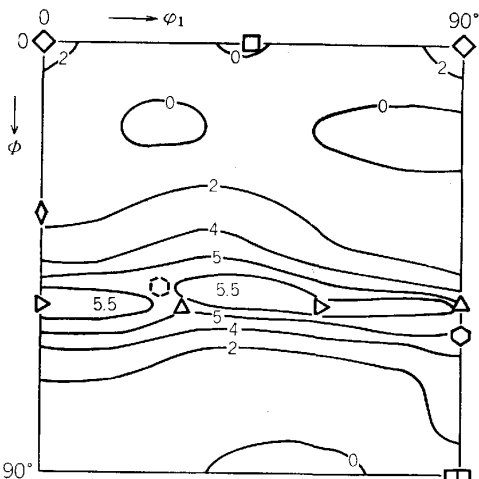


Fig. 9. Recrystallization texture of an Al-killed steel³⁷⁾ presented by the section of orientation space at $\phi_2=45^\circ$. Symbols are the same as Fig. 5.

箱焼鈍によつてアルミニウムキルド鋼の $\{111\}\langle 011\rangle$ 優先方位を最もよく発達させるには、AIN が“適当に”析出開始した後に再結晶が開始するように加熱速度を選ばなければならない (Fig. 8 参照). 最適な加熱速度に対しては例えば

$\log [\text{加熱速度 } (^\circ\text{C}/\text{h})] = 18.3 + 2.7 \log \left[\frac{[\text{Al}(\text{wt}\%)] \cdot [\text{N}(\text{wt}\%)] \cdot [\text{Mn}(\text{wt}\%)]}{[\text{圧延率}(\%)]} \right]$
 という報告⁴⁶⁾がある. この最適加熱速度の存在に対する説明としては、(1)潜在的核の存在する領域の構造の違いに依存して析出量が異なることによつて、 $\{111\}\langle 011\rangle$ 核が $\{110\}\langle 001\rangle$ 核よりも優越的に $\{111\}\langle 112\rangle$ マトリックスに侵入できる条件が生じるといふ考え⁵⁵⁾、(2)再結晶界面の構造による界面上での析出量の違いによつて、 $\{111\}\langle 011\rangle/\{111\}\langle 112\rangle$ 界面の方が $\{110\}\langle 001\rangle/\{111\}\langle 112\rangle$ 界面よりも移動しやすい条件が生じるといふ考え³⁷⁾、などがある.

箱焼鈍したアルミニウムキルド鋼においては $\{111\}\langle 011\rangle$ の他に $\{111\}\langle 112\rangle$ および $\{554\}\langle 225\rangle$ 方位の成分も発達しやすい (Fig. 8, Fig. 9 参照). これらの方位の成分が生成しやすいのは、亜結晶粒の寸法および寸法の分布が亜結晶粒の方位に依存することによつて、析出した AIN によつてこれらの方位の亜結晶粒が受ける Zener の遅延力が相対的に少ないためである、という説明もある⁵⁶⁾⁵⁷⁾.

Ti(C, N) などの $0.02 \mu\text{m}$ 程度の粒子を分散させておいて圧延-焼鈍すると連続焼鈍によつても $\{554\}\langle 225\rangle$ 優先方位が発達する. 微細粒子による加工組織、加工集合組織の変化 (2.1 節参照) とともに、このときにも Zener の遅延力が寄与しているといふ考え⁵⁸⁾がある.

鋼中のセメントは加熱中に多少とも再固溶して固溶炭素となる. 再結晶中に固溶炭素濃度が高いと $\{111\}$ 優先方位の生成は妨げられる⁴⁴⁾⁵⁹⁾. 連続焼鈍による急速加熱においてはセメント粒子が大きいほど、セメン

タイト中の Mn 濃度が高いほど、再固溶速度は小さくなる (文献 17) も参照).

焼鈍温度が高いほど結晶粒の粗大化が生じる. $\{111\}$ 方位の結晶粒は、他の方位の結晶粒よりも平均的に大きいために、この過程で成長する³⁶⁾⁶⁰⁾⁶¹⁾. 加熱温度を $\alpha+\gamma$ 域まで高くして部分的に変態させると、 $\{111\}$ 優先方位はさらに強まる.

4. アルミニウムおよび銅合金板の再結晶集合組織

面心立方の金属、合金の再結晶集合組織の優先方位は圧延集合組織の優先方位と、少なくとも近似的に、共通な $\langle 111\rangle$ 軸に関する $30\sim 40^\circ$ 回転という方位関係を持つていることが非常に多い. この関係は再結晶界面の移動速度が大きい関係であるから (2.3 節参照), このような再結晶集合組織の形成に選択成長が重要な因子となっていることは疑うべくもない. しかし、加工後の優先方位から $\langle 111\rangle$ 40° の回転によつて得られる方位がすべて同程度に再結晶集合組織に存在するわけではない⁶²⁾.

この原因としては、もちろん加工・回復組織中の亜粒界、あるいは転位、の配列と再結晶界面の幾何学的関係、すなわち再結晶界面の構造および/あるいは移動の機構、が回転軸、回転の向きによつて異なることが考えられるが、その他に、潜在的核の方位が限られていること⁶³⁾があり、さらに妥協効果が考えられる. Fig. 4 で模式的に示したように、近似的にせよ 2 つ以上の方位の回復マトリックスと $\langle 111\rangle$ 40° 回転関係にある核 (図中の a) は、1 つの方位のマトリックスのみと $\langle 111\rangle$ 40° 回転関係にある核 (図中の b) よりも成長しやすいといふのが妥協効果である⁶⁴⁾.

4.1 アルミニウム

いわゆる工業用純アルミニウムの圧延集合組織は純金属型であり、再結晶集合組織は立方体方位と R- 方位 (Recrystallization によつて形成される方位という意味. 実際には圧延集合組織に似ている. 4.1.2 節参照) の共存 (混合集合組織) によつて特徴づけられる (Fig. 10⁶⁵⁾ 参照). 高濃度の合金では複雑な再結晶集合組織が生成する可能性もある⁶⁴⁾.

4.1.1 立方体方位 ((100) $[001]$) の形成機構

この方位の核の生成については、古くは焼鈍中に転位反応によつて双晶変形的方位変化が起こると考えられたこと⁶⁶⁾もあるが、現在では加工組織中に存在し焼鈍の初期から急速に成長することが観察されている^{67)~70)}. 周囲と大きな方位差を有するこの方位のセルが比較的高密度に加工組織中に存在するに至る過程は明らかでない. 可能性としては加工中の転位反応 (動的回復) による新方位のセルの形成がある. 実際、立方体方位を発達させるには高い圧延率が必要である.

純金属型の圧延集合組織中の方位分布の中心は $\{123\}$

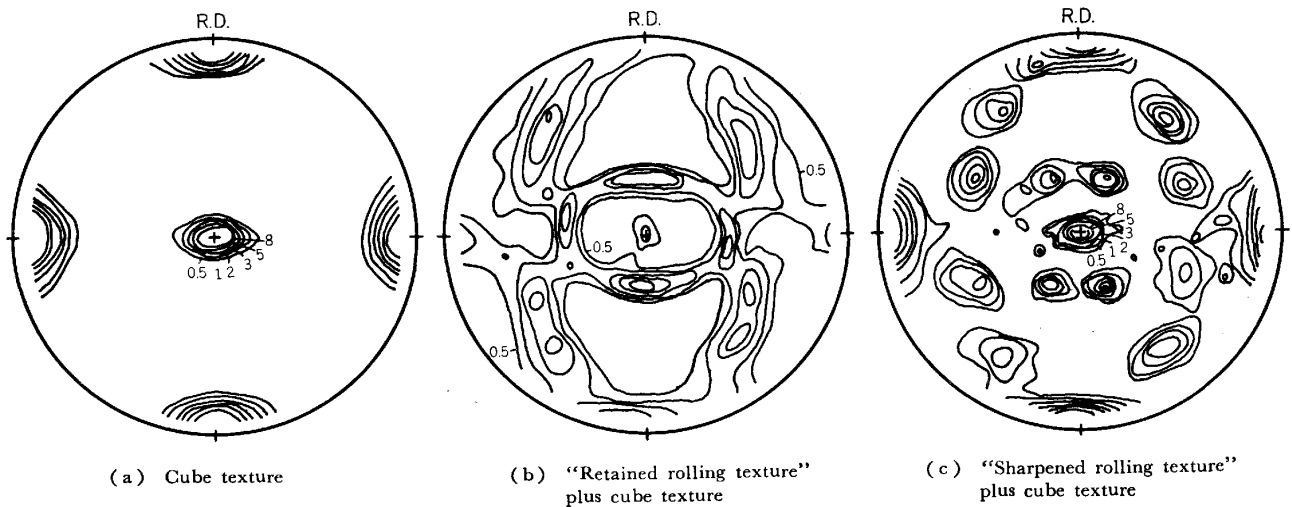


Fig. 10. (100) pole figures of recrystallization textures of aluminium sheet⁶⁵⁾.

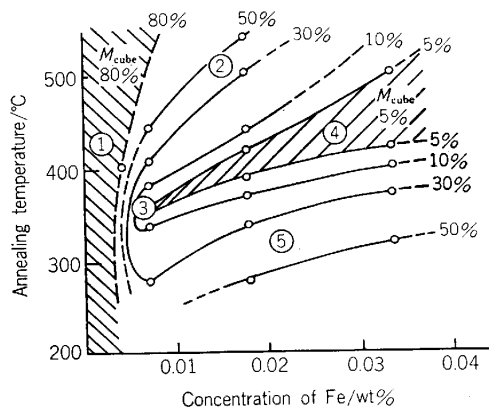


Fig. 11. Volume fraction of the cube component in recrystallization textures of Al-alloys with Fe presented as function of Fe concentration and annealing temperature⁷³⁾.

$\langle 63\bar{4} \rangle$ の近くにある。この方位には等価な方位が4個あり、4個のうちの1個は残りの3個に対して $\langle 111 \rangle 40^\circ$ の回転関係にある。立方体方位は、これらの4個の $\{123\} \langle 63\bar{4} \rangle$ 方位のすべてと近似的な $\langle 111 \rangle 40^\circ$ 回転関係にある。すなわち、この方位は成長に関する典型的な妥協効果方位である。

4.1.2 R-方位と立方体方位の競合

アルミニウム中に Fe が 10 ppm 程度以上固溶していると、立方体方位の独占的成長が妨げられ、R-方位が共存するようになる。R-方位の形成機構には基本的に2種ある⁷¹⁾⁷²⁾。1つは加工後の $\{123\} \langle 63\bar{4} \rangle$ 方位が連続再結晶によって残存する場合であり、他の1つは4個の $\{123\} \langle 63\bar{4} \rangle$ 方位のうちの1個に属する再結晶核が残りの3個の $\{123\} \langle 63\bar{4} \rangle$ 方位のマトリックスへ $\langle 111 \rangle 40^\circ$ の関係によって侵入する場合である。後者の場合には、不連続再結晶が起きたにもかかわらず、再結晶集合組織は“圧延集合組織が鋭くなつて残存したもの”となる。

再結晶と Fe の析出の競合関係 (Fig. 3 の模式図参照)

に対応して、立方体方位の量と R-方位の量は焼鈍前に固溶していた Fe 濃度と焼鈍温度に依存して変化する⁷³⁾ (Fig. 11 参照)。Fe の析出が生じないような高温で焼鈍しても立方体方位の形成は妨げられ、“鋭くなつた圧延集合組織 (Fig. 10(c) 参照)” が形成する。Fe の析出と再結晶の進行が並行する中間の焼鈍温度で、立方体方位の抑制は最大となり“圧延集合組織の残存 (Fig. 10(b) 参照)” が生じる。Fe の析出が生じた後に再結晶が進行する低温では、再び立方体方位が生成しやすくなる。固溶している Fe が立方体方位の生成を妨げる機構は明らかではないが、Fe が再結晶界面に偏析することが関与している可能性は高い。

4.2 銅

純銅の場合は、積層欠陥エネルギーはアルミニウムよりも低い圧延集合組織はまだ純金属型であり、再結晶集合組織も基本的には立方体方位と鋭くなつた圧延集合組織としての R-方位との共存である⁷⁴⁾。圧延率が高いときには立方体方位のみが生成する。ただしこの場合には $\{122\} \langle 212 \rangle$ 方位がともなわれるが、この方位は立方体方位の (焼鈍) 双晶方位である。銅の場合は微量の P の存在によって立方体方位が強く抑制される⁷⁶⁾⁷⁵⁾。

Cu-Zn 合金の場合^{62)75)~78)}は、Zn 添加によって積層欠陥エネルギーが低下し、圧延集合組織はおおよそ 5~10% Zn の間で遷移して $\{011\} \langle 211 \rangle$ を主方位とする合金型となる。Zn 添加による再結晶集合組織の変化は (Fig. 12 参照)、Zn 濃度が低い間は立方体方位の減少と双晶方位 $\{122\} \langle 212 \rangle$ 成分の増加となつて現れる。Zn 濃度が十分高くなると $\{326\} \langle 83\bar{5} \rangle$ ($\approx \{113\} \langle 21\bar{1} \rangle$) を主優先方位とする α -黄銅型の再結晶集合組織となる。この $\{326\} \langle 83\bar{5} \rangle$ 方位も、 $\{011\} \langle 211 \rangle$ 圧延方位には2個ある等価な方位の両者に $\langle 111 \rangle 40^\circ$ の回転関係を持つ、妥協効果方位である⁶²⁾。銅合金のように積層欠陥エネルギーが低いときには、亜結晶粒の成長段階で次々に焼鈍双晶

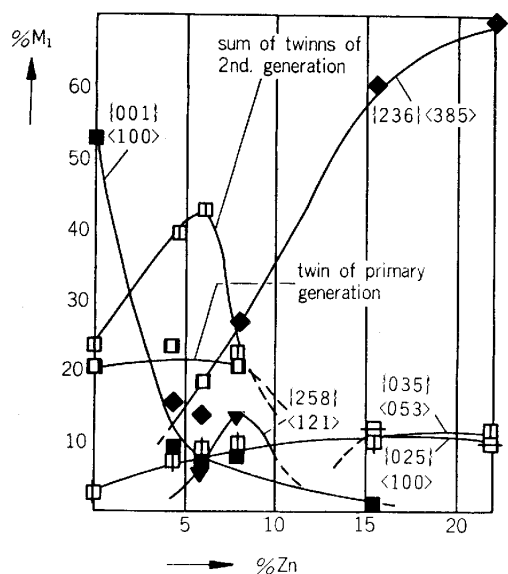


Fig. 12. Volume fraction of components in recrystallization texture of Cu-Zn alloys plotted against Zn concentration⁷⁸⁾.

が生成し、マトリックスと $\langle 111 \rangle$ 40° 回転関係にある小結晶粒が生成するとマトリックスへ侵入開始するという核生成過程が起こる。この結果、見掛け上潜在的核の方位が広範囲にわたることになる。このことと、純金属型から合金型への遷移過程では圧延集合組織自身の方位の広がりが多いことのために、5~10%のZnを含む黄銅の再結晶集合組織には多くの優先方位が存在している (Fig. 12 参照)。オーステナイト系の鋼板⁷⁹⁾の場合も基本的には積層欠陥エネルギーに支配されると予想されるが、圧延中の γ/α 変態と焼鈍中の α/γ 逆変態も起こるので、Cu-Zn系の場合よりも複雑になるであろう。

5. 結 び

再結晶集合組織は、加工組織の形成から焼鈍時における格子欠陥と異種原子、第2相粒子間の全相互作用までの複雑な過程を経て形成される。自動車用低炭素鋼板を中心とする実用的に重要な薄板の成形性の改善に関連して多くの研究が行われ、集合組織を制御するための実際的な指針は一応確立された、あるいは実験的に確立するための基礎的概念を持つに至ったといえる。

しかし、目的とする再結晶集合組織を得るのに必要な合金組成および加工-焼鈍プロセスを設計することができるかという意味では、再結晶集合組織の形成機構を基本的に理解したといえる段階には達していないように思える。加工組織の形成過程、亜結晶粒界および再結晶界面の形成・移動機構、界面偏析・析出における合金元素間の相互作用、など今後さらに基礎的に研究されるべきことは山のように残されているといえよう。

なお本文で触れなかつた珪素鋼板については文献 80)~83)を参照されたい。

文 献

- 1) 金属学会セミナー「集合組織」(1981) [日本金属学会]
- 2) 長嶋晋一編著: 集合組織 (1984) [丸善]
- 3) Textures of Materials (ICTOM-5), ed. by G. GOTTSTEIN and K. LÜCKE (1978) [Springer-Verlag]
- 4) Proc. the Sixth International Conference on Textures of Materials (ICTOM-6) (1981) [ISI]
- 5) N. HANSEN, A. R. JONES and T. LEFFERS: Recrystallization and Grain Growth of Multi-Phase and Particle Containing Materials (1980) [RISO National Laboratory, Roskilde, Denmark]
- 6) H. J. BUNGE: Texture Analysis in Materials Science, Mathematical Methods (1982) [Butterworth]
- 7) 松尾宗次: 文献 1), p. 1 および文献 2), p. 1
- 8) J. HANSEN, J. POSPIECH and K. LÜCKE: Tables for Texture Analysis of Cubic Crystals (1978) [Springer-Verlag]
- 9) 久保寺治朗, 稲垣裕輔: 文献 35), p. 149 参照
- 10) 松藤和雄, 下村隆良: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 28
- 11) I. L. DILLAMORE, C. J. E. SMITH and T. W. WATSON: Met. Sci. J., 1 (1967), p. 49
- 12) C. J. E. SMITH and I. L. DILLAMORE: Met. Sci. J., 4 (1970), p. 161
- 13) 川崎宏一, 松尾宗次: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 1808
- 14) A. P. DAVIDSON and D. R. F. WEST: Met. Sci., 13 (1979), p. 170
- 15) M. KONISHI, T. OBARA, T. TANAKA and N. OHASHI: 文献 3) p. 255
- 16) 秋末 治: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 206
- 17) 鈴木竹四: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 1888
- 18) R. SANDSTRÖM: Z. Metallkd., 71 (1980), p. 681
- 19) P. M. HAZZLEDINE, P. B. HIRSCH and L. LOUAT: 文献 5) p. 159
- 20) 古林英一: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 734
- 21) 稲垣裕輔: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 1000
- 22) 阿部光延, 山田康二, 林 征夫, 速水哲博: 日本金属学会誌, 44 (1980), p. 84
- 23) 阿部光延, 潮田浩作: 鉄と鋼, 70 (1984), A 108
- 24) 古林英一: 日本金属学会会報, 16 (1977), p. 751
- 25) K. LÜCKE: Canad. Met. Quat., 13 (1974), p. 261
- 26) B. LIEBMANN, K. LÜCKE and G. MASING: Z. Metallkd., 47 (1956), p. 57
- 27) S. KOHARA, M. N. PARTHASARATHI and P. A. BECK: J. Appl. Phys., 29 (1958), p. 1125
- 28) 石田洋一: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 1819
- 29) M. HILLERT: Met. Sci., 13 (1979), p. 118
- 30) D. W. DEMIANCZUK and K. T. AUST: Acta Metall., 23 (1975), p. 1149
- 31) R. W. BALLUFFI: Interfacial Segregation (1979), p. 193 [ASM]
- 32) M. F. ASHBY: 文献 5) p. 325
- 33) J. T. MICHALAK and H. HU: Metall. Trans., 10A (1979), p. 975
- 34) 橋本 修, 大橋延夫, 藤元克己: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1155

- 35) 鉄鋼の再結晶及び集合組織 (鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会編) (1974) [日本鉄鋼協会]
- 36) 寺崎富久長, 高橋政司, 金子輝雄: 住友金属, 24 (1972) 3, p. 1
- 37) 松尾宗次, 谷誠一郎, 速水哲博: 製鉄研究 (1972) 276, p. 21
- 38) 大橋延夫, 小西元幸, 有馬与志広: 川崎製鉄技報, 5 (1973) 3, p. 6
- 39) H. ABE, S. NAGASHIMA, S. HAYAMI and K. NAKAOKA: 文献3), II p. 21
- 40) R. H. HEYER, D. E. McCABE and J. A. ELIAS: Flat Rolled Products III, ed. by E. W. EARHART (1962), p. 29 [Interscience Pub.]
- 41) H. TAKECHI, H. KATO and S. NAGASHIMA: Trans. Metall. Soc. AIME, 242 (1968), p. 56
- 42) H. KUBOTERA, H. INAGAKI and T. SUDA: Nippon Kokan Technical Report Overseas (1969), p. 29
- 43) 北川 孟, 片山道夫: 材料, 29 (1980), p. 782
- 44) 岡本篤樹, 水井直光, 高橋政司: 鉄と鋼, 70 (1984), A 112
- 45) 小林英男, 下村隆良, 松藤和雄: 鉄と鋼, 70 (1984), A 120
- 46) 高橋政司, 岡本篤樹: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 2246
- 47) 松藤和雄, 下村隆良, 大沢紘一, 小野 賢, 酒匂雅隆: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 1303
- 48) 稲垣裕輔: 鉄と鋼, 70 (1984), A 116
- 49) 松岡 孝, 高橋政司: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 1134
- 50) 松岡 孝, 高橋政司: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 2350
- 51) M. MATSUO, S. HAYAMI and S. NAGASHIMA: Proc. Int. Conf. Sci. Tech. Iron and Steel, Suppl. Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 867
- 52) 阿部秀夫, 高木甲子雄: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 1219; 57 (1971), p. 1123
- 53) 五弓勇雄, 阿部秀夫, 上山紀彦: 日本金属学会誌, 28 (1964), p. 542
- 54) 阿部秀夫: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 882
- 55) 阿部秀夫, 鈴木竹四: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 241
- 56) I. L. DILLAMORE and W. B. HUTCHINSON: Proc. Int. Conf. Sci. Tech. Iron and Steel, Suppl. Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 878
- 57) Y. MEYZAUD and P. PARNIERE: Mem. Sci. Rev. Met., 71 (1974), p. 423
- 58) U. LOTTER, W. MÜSCHENBOREN and E. THILMANN: 文献5), p. 133
- 59) A. OKAMOTO and M. TAKAHASHI: 文献4), p. 739
- 60) 寺崎富久長, 金子輝雄: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1674
- 61) 阿部秀夫, 高木甲子雄, 板山克広: 日本金属学会誌, 36 (1972), p. 476
- 62) J. POSPIECH and K. LÜCKE: Z. Metallkd., 70 (1979), p. 567
- 63) K. LÜCKE, R. RIXEN and M. SENNA: Acta Metall., 24 (1976), p. 103
- 64) 伊藤邦夫: 軽金属, 26 (1976), p. 44
- 65) 伊藤邦夫: 軽金属, 28 (1978), p. 241
- 66) C. A. VERBRAAK: Acta Metall., 6 (1958), p. 580
- 67) 小久保一郎, 亀野克己: 軽金属, 22 (1972), p. 723
- 68) H. HELLER, J. SLAKHORST and T. VERBRAAK: Z. Metallkd., 68 (1977), p. 31
- 69) T. NODA and J. HUBER: Z. Metallkd., 69 (1978), p. 570
- 70) W. B. HUTCHINSON and R. K. RAY: Met. Sci., 13 (1979), p. 125
- 71) P. A. BECK and H. HU: J. Met., (1952), p. 83
- 72) 伊藤邦夫, クルト・リュッケ: 軽金属, 28 (1978), p. 241
- 73) K. ITO, K. LÜCKE and R. MUSICK: Acta Metall., 31 (1983), p. 2137
- 74) A. MERLINI: J. Met., (1956), p. 967
- 75) U. SCHMIDT, K. LÜCKE and J. POSPIECH: Texture and The Properties of Materials (1976), p. 147 [The Met. Soc.]
- 76) A. MERLINI and P. A. BECK: Trans. Metall. Soc. AIME, 203 (1955), p. 385
- 77) H. HU and S. R. GOODMAN: Trans. Metall. Soc. AIME, 227 (1963), p. 627
- 78) K. H. VIRNICH and K. LÜCKE: 文献4), p. 560
- 79) S. R. GOODMAN and H. HU: Trans. Metall. Soc. AIME, 233 (1965), p. 103
- 80) 田口 悟: 日本金属学会会報, 13 (1974), p. 49
- 81) 成田賢二: 日本金属学会会報, 18 (1979), p. 8
- 82) T. SAKAI, M. MATSUO, M. TANINO, T. SHINDO and M. SHIOZAKI: 文献4), p. 938
- 83) 井口征夫: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 2033
- 84) 鉄と鋼, 68 (1982) 9
- 85) 第 88・89 回西山記念技術講座 (日本鉄鋼協会編)