

討28 特定方位をもつ再結晶粒の優先核形成

新日本製鐵(株)中央研究本部薄板研究センター

阿部 光延

SWEDISH INSTITUTE FOR METALS RESEARCH

潮田 浩作

1. 緒言

鋼をはじめとする各種金属材料において、それらの実用特性が結晶学的集合組織によって支配される場合が少なくない。この集合組織は、素材の化学成分や圧延とそれに続く焼鈍の工程条件を選定することによって制御されるのが一般的である。この制御を的確におこなうためには、焼鈍過程での再結晶挙動に関する十分な理解が必要であることはいうまでもない。

集合組織と再結晶挙動との関連は、特定方位をもつ再結晶粒の優先核形成と優先成長との二つの面から論議されるべきではあるが、ここでは圧延後の不均一な変形組織に注目し、そこに核形成される再結晶粒の優先方位の課題に焦点を絞っていくつかの話題を提供する。

2. 変形・再結晶の不均一性

多結晶純鉄を冷延して得られる変形組織は、おそらく各結晶粒の初方位が異なることや粒界の存在のため、著しく不均一なものとなる。この不均一性は、たとえばピクラル腐食像の相違として容易に検出できる(Photo.1(a))。ここでdark-etch領域とbright-etch領域とを場所的に区別して等時焼鈍における軟化曲線を比較したところ、bright-etch領域に較べてdark-etch領域では冷延後の硬度が高く、より低温の焼鈍で軟化が始まる(Fig.1)。またdark-etch領域に形成される再結晶粒は比較的細粒である(Photo.1(b))。

(1) 初方位の影響

冷延後の不均一な変形組織の形成原因の一つとして、まず各結晶粒の初方位の影響が考えられる。純鉄粗大粒試料を用いてこれをしらべた結果では、初方位{111}、{011}近傍の結晶粒が冷延後の硬度の高いdark-etch領域となり、{001}近傍の初方位をもつ粒が冷延後の硬度の低いbright-etch領域となる(Figs. 2, 3)。この

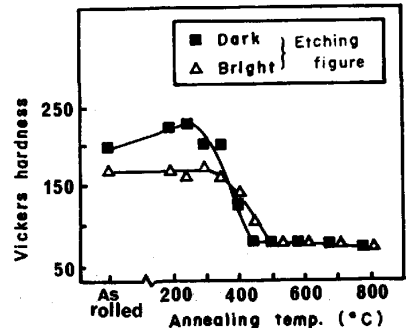


Fig.1. Softening curves in dark-etched and bright-etched regions of Photo.1 (a), after isochronal annealing for 1h.



(a)

(b)

Photo.1. Heterogeneities in picral etching figures after cold rolling by 70% (a) and recrystallized grain sizes after annealing at 550°C for 1 h (b), pure iron with the initial grain size of 80µm. Fine recrystallized grains (b) are formed in the dark-etched region (a).

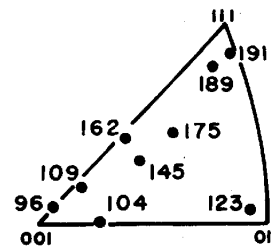


Fig.2. Hardness after 70% cold rolling in grains with various initial orientations, coarse-grained pure iron.

Table 1. Local textures determined by etch pits, in the center of coarse-grained pure iron.

Initial Orientation	After cold rolling (70%)		After annealing (500°C-1 h)			
	Orientation	Etching figure	Grain size (μm)	Orientation (Frequency of grains, %)		
				{001}	{011}	{111}
{001}<110>	{001}<110>	Bright	*	100	0	0
{001}<100>	{001}<100>	Bright	120	50	39	11
{011}<011>	{111}	Dark	80	0	59	41
{111}	{111}	Dark	30	2	36	62

* Not recrystallized

初方位による冷延後の硬度や腐食像の相違は、再結晶後における結晶粒の大きさや方位成分の特徴と密接に対応している (Table 1)。この粗大粒において観察された冷延・焼鈍による方位の変化などは、Fe-Si 合金単結晶板で得られた知見^{1~4)}ともほぼ一致する。

(2) 初期粒界の影響

多結晶板の冷延においては、初めに存在していた結晶粒界が不均一変形に大きな影響を及ぼすことが予想される。純鉄粗大粒試料の粒界近傍に注目して冷延後の変形組織や再結晶挙動をしらべた結果によれば、多くの粒界の近傍ではその領域だけが局部的に冷延後の dark-etch 領域となり硬度も高く、粒内とは全く異なった変形組織を呈する (Fig. 4)。この粒界近傍領域では、回復や再結晶が粒内の場合よりは低い温度で進行し、初期粒界の近傍領域に形成された再結晶粒は {111} を優先方位にもつ (Table 2)。この事実は、初期粒界

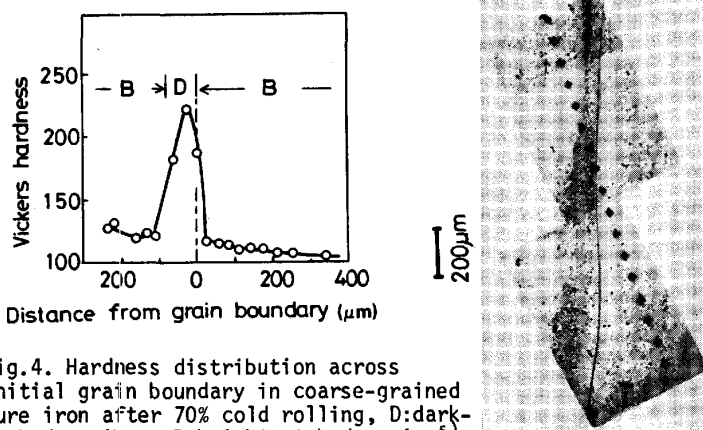


Fig.4. Hardness distribution across initial grain boundary in coarse-grained pure iron after 70% cold rolling, D:dark-etched region, B:bright-etched region⁵⁾.

Table 2. Difference in local textures determined by etch pits between the region near initial grain boundary and the center of coarse grain, coarse-grained pure iron⁵⁾.

Region (cold-rolled by 70% and then annealed at 550°C for 1 h)	Orientation (Frequency of grains, %)		
	{001}	{011}	{111}
Near the initial grain boundary	2	6	92
Center of the grain	63	29	8

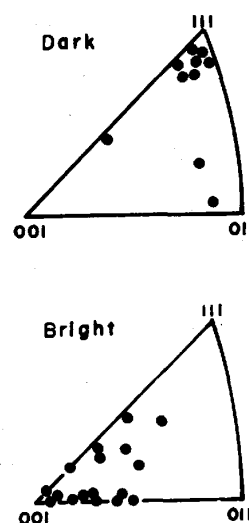


Fig.3. Initial orientation dependence of picral etching figures (dark and bright) after 70% cold rolling, coarse-grained pure iron.

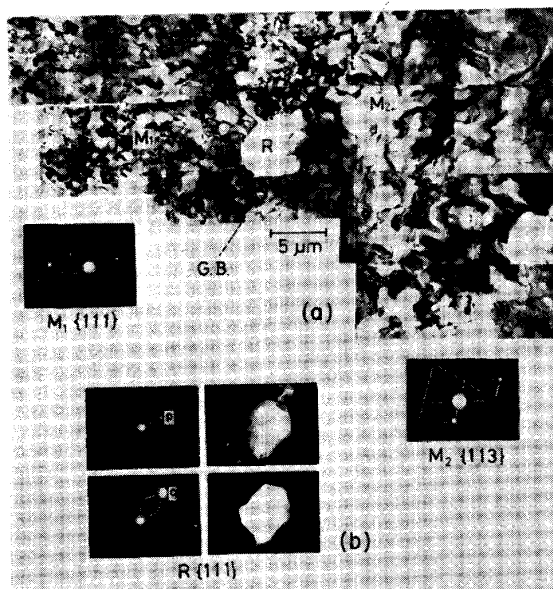


Photo.2. {111} recrystallized grain (R) nucleated at initial grain boundary (G.B.) in coarse-grained pure iron, cold rolled by 70% and then annealed at 400°C for 1 h (a). Orientation was determined carefully by the dark field image method (b)⁵⁾.

に接して {111}再結晶粒が優先形成されること (Photo. 2) から裏づけられる。また初期粒界が {111}再結晶粒の形成に寄与することに関しては、ほかにもいくつかの報告⁶⁾がある。

(3) 変形帯や双晶の形成

変形組織の不均一性は、加工中の変形帯や双晶の形成によっても生ずる。変形帯が再結晶粒の優先形成場所になることは Fe-Si 合金の場合に報告されているが、Fe-0.01wt% N 合金でも類似の現象が確認される。すなわち、この合金を動的ひずみ時効の発生するような条件で圧延した場合に特に明瞭な変形帯が観察され、この変形帯ではマトリックスに較べて局部的に硬度が高く (Fig. 5), 焼鈍過程ではその変形帯の部分に {110}再結晶粒が優先形成される (Photo. 3)。

同じ合金を低温圧延 (-196°C) した場合には変形中に双晶の形成を伴うが、このような双晶境界の近傍も冷延後の硬度が局部的に高い領域となる (Fig. 6)。この双晶近傍の領域は再結晶粒の優先形成場所となり、再結晶粒の方位としては {311}の観察頻度が高い (Photo. 4)。

(4) 析出物近傍

圧延中に、析出物の近傍はマトリックスとは異った変形挙動を示すことが予測され⁸⁾、析出物に接して再結晶粒が優先形成されることも報告されているが^{9, 10)}、これらの再結晶粒がある特定の優先方位をもつか否か詳細は明らかでない。

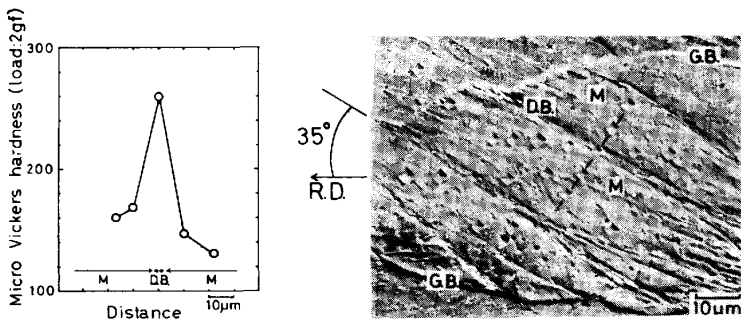


Fig.5. Hardness distribution across deformation band in Fe-0.01 wt% N alloy rolled by 50% under the dynamic strain aging condition ($350^{\circ}\text{C}-16\text{ s}^{-1}$), D.B.: deformation band, G.B.: initial grain boundary, M: matrix⁷⁾.

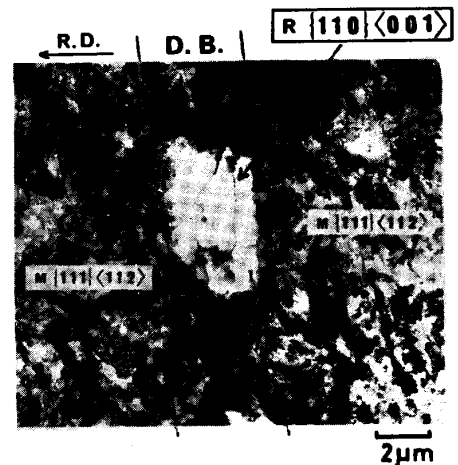


Photo.3. {110}<001> recrystallized grain (R) nucleated at deformation band (D.B.) in {111}<112> matrix (M). Specimen in Fig.5 was annealed at 400°C for 48 h⁷⁾.

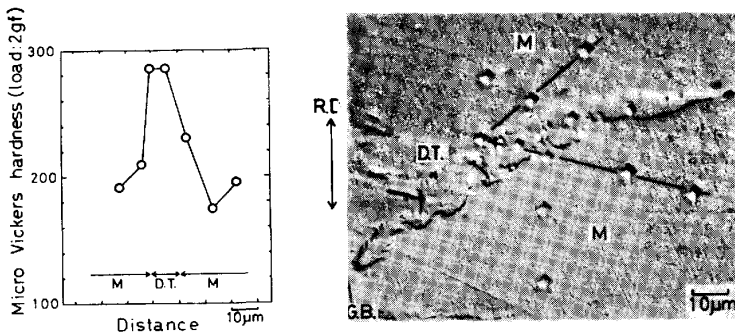


Fig.6. Hardness distribution across deformation twin in Fe-0.01 wt% N alloy 50% rolled at -196°C , D.T.: deformation twin, G.B.: initial grain boundary, M: matrix⁷⁾.

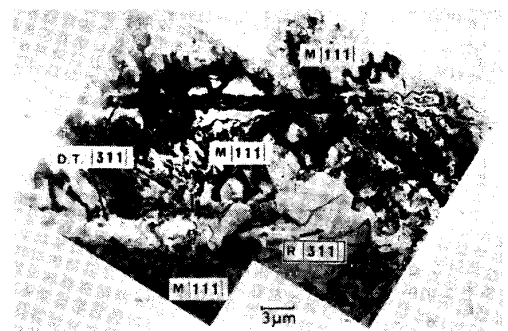


Photo.4. {311} recrystallized grain (R) nucleated at deformation twin (D.T.) in {111} matrix (M). Specimen in Fig.6 was annealed at 550°C for 1 min⁷⁾.

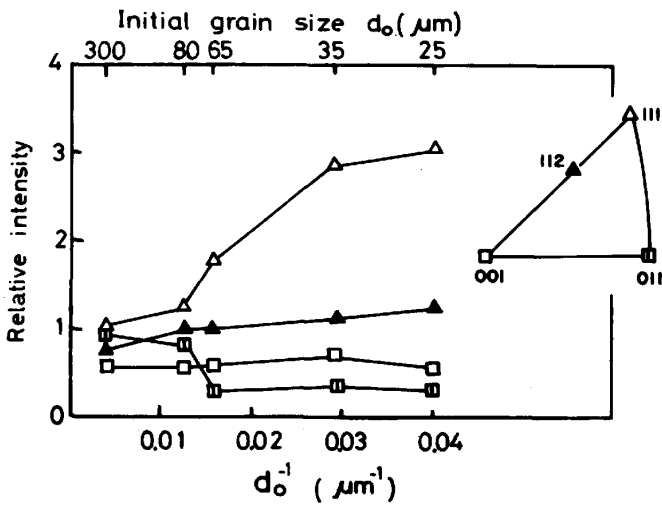


Fig.7. Change in recrystallization textures with the initial grain size (d_0) of pure iron, cold rolled by 70% and then annealed at 700°C for 1 h⁵⁾. Fine initial grain size leads to high intensity of {111} after annealing; while coarse initial grain size, to high intensity of {011}.

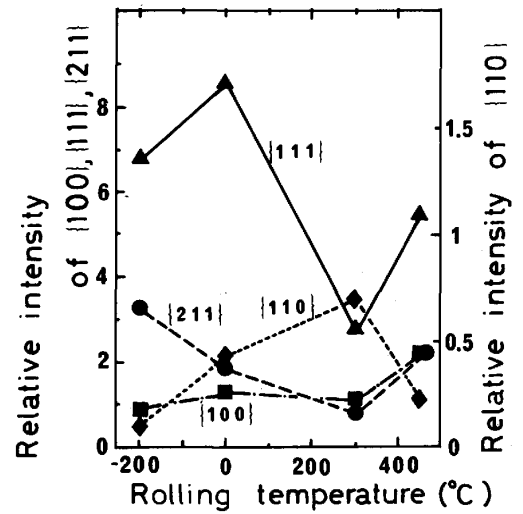


Fig.8. Change in recrystallization textures (70% rolling and 700°C-5min annealing) with rolling temperature, Fe-0.01 wt% N alloy⁷⁾. Deformation bands (350°C rolling, Fig.5) and deformation twins (-196°C rolling, Fig.6) provide high intensities of {110} and {211} after annealing, respectively.

3. 再結晶集合組織

圧延後における変形組織の各種の不均一性は、上述のごとくそれぞれある特定の方位をもつ再結晶粒の優先核形成と関連し、再結晶集合組織に特徴的な相違をもたらす。たとえば、初期粒界近傍の局所的な硬化領域が {111} 再結晶粒の優先形成場所となるため、初期粒径を小さくするほど再結晶集合組織の {111} 成分が増加する (Fig. 7)。一方、動的ひずみ時効の発生するような 350°C 圧延で形成された顕著な変形帯からは {110} 再結晶粒が優先形成されるので {110} 再結晶集合組織が発達し、また双晶変形を伴うような -196°C 圧延の場合には再結晶集合組織の {211} 成分が増加する (Fig. 8)。

4. 結言

再結晶集合組織の主方位成分は、変形組織の特に加工硬化の大きい微小領域に優先形成される再結晶粒の方位に対応する。この事実は、ある特定の方位をもつ再結晶粒の優先核形成が再結晶集合組織を特徴づけていることを意味し、極点図によって得られる統計的な知見と併せて、変形組織の不均一性なども含めた微視的な観察も今後より詳細に進められるべきであろう。

参考文献

- 1) C.G. Dunn: Acta Met., 2 (1954), 173.
- 2) C.G. Dunn and P.K. Koh: J. Metals, 8 (1956) 1017.
- 3) J.L. Walter and W.R. Hibbard: Trans. Met. Soc. AIME, 212 (1958), 731.
- 4) H. Hu: Trans. Met. Soc. AIME, 221 (1961), 130.
- 5) 阿部光延, 小甲康二, 林征夫, 速水哲博: 日本金属学会誌, 44 (1980), 84.
- 6) たとえば, 稲垣裕輔: 鉄と鋼, 62 (1976), 1000.
- 7) 潮田浩作, 阿部光延: 鉄と鋼, 70 (1984), No. 1.
- 8) M.F. Ashby: Phil. Mag., 14 (1966), 1157.
- 9) J.D. Baird and J.M. Arrowsmith: JISI, 204 (1966), 240.
- 10) K. Gschwentner und F. Haesner: Z. Metallk., 56 (1965), 544.