

インバー合金の再結晶およびr値におよぼす 冷延・焼鈍条件の影響

西山 茂嘉*・本田 義孝*・佐藤 台三*・田辺 博一*²

Effects of Cold Rolling and Annealing Conditions on Recrystallization and r-value in Invar Alloy

Shigeyoshi NISHIYAMA, Yoshitaka HONDA, Daizo SATO and Hirokazu TANABE

Synopsis : Fe-36Ni alloy (invar alloy) is used for shadow masks in color cathode ray tubes. For improving the formability, it is necessary to obtain a low yield strength and high r-value after annealing. Recrystallization temperature, r-value and development of crystal orientation of invar alloy were investigated by changing cold rolling reduction and annealing condition such as annealing temperature and soaking time. The results obtained are as follows :

- (1) The cube orientation that is the typical recrystallization texture of face centered cubic metals was observed in the invar alloy recrystallized after heavy cold rolling reduction.
- (2) The (111) orientation was observed after recrystallization following light cold rolling reduction. It was found that the sheets with the highly intensified (111) orientation showed the high r-value.

Key words : invar alloy ; shadow mask ; recrystallization ; annealing condition ; texture.

1. 緒言

これまでカラーテレビのブラウン管用シャドウマスクの材料として長い間、極低炭素Alキルド鋼が用いられて来た。しかし、近年、カラーテレビの大型化やコンピューター用ディスプレイの発達にともない、高輝度・高精細画像への要求が高まって来たため、熱膨張率が低いFe-36%Niのインバー(Invar)合金がシャドウマスク用材料として使用されるようになって来た。

シャドウマスク用材料の要求特性としては良好なエッチング性、プレス成形性等が考慮されなければならない。焼鈍条件の表面性状におよぼす影響については前回報告した¹⁾。プレス成形性には焼鈍後の降伏強度が低いことおよびr値(ランクフォード値)が高いことが望まれるが、インバー合金の製造条件と再結晶挙動、機械的性質および面方位の発達との関係を詳細に調査した報告は極めて少ない^{2)~4)}。そこで本報ではこれらの関係を調査し、新たな知見を得たので、その結果を報告する。

2. 試料および実験方法

2.1 試料

本実験では、商業的規模により溶解し、インゴット鑄造に引き続き、鍛造、熱間圧延、冷間圧延の工程を経て、板

Table 1. Chemical composition of the invar alloy.
(mass%)

C	Si	Mn	P	S	Al	N	Ni
0.0017	0.056	0.25	0.002	0.0017	0.001	0.003	35.90

厚0.65mmにしたものを供試材料として使用した。その化学組成をTable 1に示す。

2.2 実験方法

この鋼板に対し、真空中800°C×60sの条件で一次焼鈍を行った。一次焼鈍後においては、(100)[001]方位、(221)[212]方位への集積がみられ、また結晶粒度はJISオーステナイト粒度番号8に相当していた。この一次焼鈍板に対し、冷延率5~78%で冷間圧延を行い、その後加熱速度を600°C/minと一定にし、焼鈍温度を600~900°C、均熱時間を10⁰s、10²s、10^{3.5}sすなわち1s、100s、53minとして、二次焼鈍を行った。

以上の熱処理、圧延を行った試料に対し、引張試験(JIS, 6号片)、板圧延方向に対して平行方向、45度方向、直角方向でのr値測定、板厚中心部での硬度測定(Hv:荷重100gf)を行った。また、CuK α 線を用いたX線回折法および極点図法により、板厚中心付近において、各結晶方位のランダムな方位を持つ試料に対する強度比および正極点図を作成し、集合組織の調査を行った。また、集合組織における歪の開放度の評価として幅広がり率測定⁵⁾⁶⁾を行った。測定方法は

平成7年5月15日受付 平成7年7月24日受理 (Received on May 15, 1994; Accepted on July 24, 1995)

* 東洋鋼鋳(株)下松工場 (Kudamatu Plant, Toyo Kohan Co., Ltd. 1302-1 Higashitoyoi Kudamatu 744)

* 2 東洋鋼鋳(株)本社 (Head office, Toyo Kohan Co., Ltd.)

X線回折法における K_{a1} と K_{a2} の分離度を利用し、 K_{a1} のピーク強度 I_{max} と K_{a1} と K_{a2} のピーク間の最小値 I_{min} を測定して、

$$B = (I_{min} - I_b) / (I_{max} - I_b) \dots\dots\dots (1)$$

I_b :バックグラウンド

を求め、冷延ままのBを B_c 、冷延前の焼鈍板のBの値を B_R として、焼鈍途中の場合のBから回折線の幅広がり率を次式により求めた。

$$\text{幅広がり率} = (B - B_R) / (B_c - B_R) \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

3. 実験結果および考察

3.1 再結晶挙動

3.1.1 冷延率の影響

本研究では、Fig. 1に示すように、焼鈍時間の増加にともない急激な硬度の低下が起こった温度を再結晶開始温度、材料が十分に軟化し硬度変化の割合が小さくなった温度を再結晶終了温度と定義した。以下、この定義に従い、議論を進めることにする。

Fig. 2に均熱時間1sの場合における各冷延率での再結晶

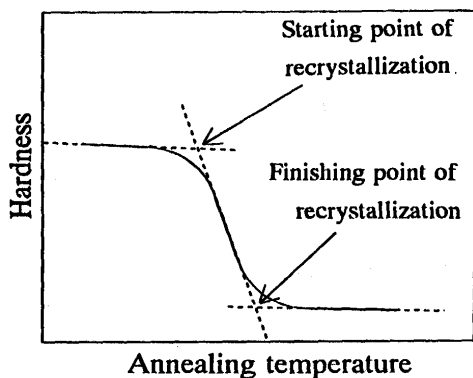


Fig. 1. Schematic drawing of the change of hardness with annealing temperature.

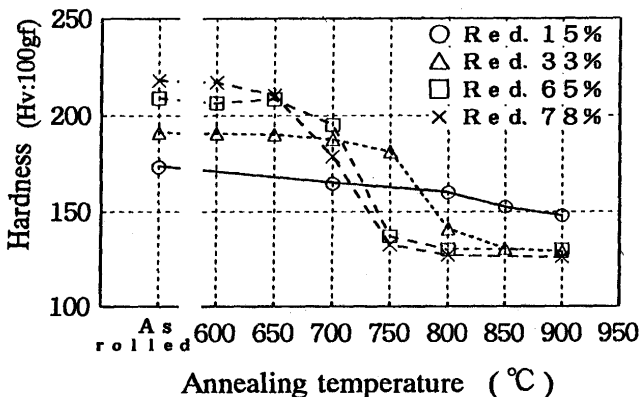


Fig. 2. Effect of annealing temperature (time= 10^0 sec) and cold rolling reduction on hardness.

軟化曲線を示す。冷延率15%では焼鈍温度の上昇にともない、硬度は緩やかに低下している。冷延率33%では750°Cで再結晶開始温度となり、810°Cで再結晶終了温度となっている。さらに冷延率が65%、78%と高くなるに従い、再結晶開始温度、終了温度ともに低温側に移行していることがわかる。

Fig. 3にFig. 2の各試料におけるX線回折強度比におよぼす焼鈍温度と冷延率の影響を示す。まず、(111)強度比において、冷延率15%では焼鈍温度の上昇によるX線強度比はほとんど変化を示していない。これに対し、冷延率33%では再結晶終了以上での焼鈍温度の上昇にともない、強度比は増加を示している。冷延率65%では冷延率35%に比較して(111)強度比は弱くなるものの、(111)強度比の増加が観察できる。冷延率78%では(111)強度比は圧延ままと比較して焼鈍温度700度以上の範囲において、約0.5の増加を示している。(111)強度比に対する冷延率の影響は33%が最も強く、高冷延率78%になるに従って再結晶終了後の(111)強度比は減少する傾向にある。(200)強度比の場合、冷延率15%、33%では温度の影響は小さく、冷延率78%になると再結晶終了により強度比は増加する。(200)強度比に対する冷延率の影響は33%が最も弱く、78%と高冷延率になると33%の約8倍程度まで増加している。(220)強度比の場合は(111)強度比、(200)強度比と同様に再結晶開始温度で強度比に変化が見られるが、(111)強度比、(200)強度比とは逆に再結晶終了により強度比は低下している。

従来、fcc金属では再結晶により(200)が強く集積し、(111)は集積を示さないとされてきた⁷⁾。本研究の結果、冷延率33%のような低冷延率で、(111)の集積が再結晶開始で観察さ

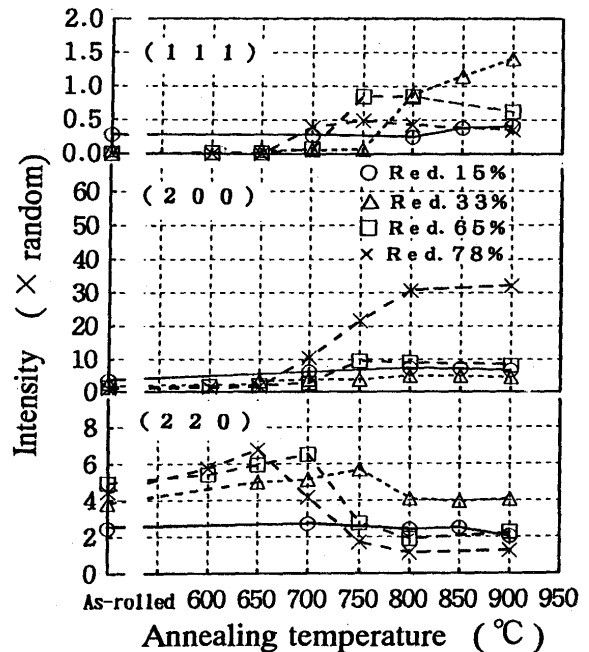


Fig. 3. Effect of annealing temperature (time= 10^0 sec) and cold rolling reduction on X-ray reflection intensities.

れ、その集積度は焼鈍温度の上昇にともない徐々に増加し、ある焼鈍温度でピークを示し、その後、消失している。fcc構造をとるインバー合金においても冷延・再結晶後の安定結晶面は(200)であるが、過渡的段階として(111)が出現するものと推定される。

3.1.2 均熱時間の影響

冷延率を15%, 33%, 65%, 78%とし、均熱時間を変えて再結晶軟化曲線を求めた。その一例をFig. 4とFig. 5中に示す。冷延率78%の場合、均熱時間1sでは、660°Cで再結晶開始温度をとり、740°Cで再結晶完了温度を示している。また、焼鈍時間の増加にともない、再結晶開始、完了温度が低温側へ移行していた。この傾向は冷延率に関係なく観察され、冷延率が高いほどその温度は低い値をとった。

これらの再結晶終了温度と冷延率、均熱時間の関係を重回帰分析により求めると(3)式のようになる。

$$T_R = -2.10X_1 - 0.03X_2 + 876.63 \dots\dots\dots(3)$$

ここで、 T_R : 再結晶終了温度
 X_1 : 冷延率
 X_2 : 均熱時間

重相関係数は0.86となった。

Fig. 4とFig. 5に冷延率がそれぞれ33%, 78%におけるX線回折強度比および硬度におよぼす均熱時間の効果を示す。冷延率33%では、均熱時間に関係なく焼鈍温度の上昇にともない、(111)強度比は増加を示し、(220)強度比の場合は

一度増加し、ある温度でピークをとった後、減少している。また、再結晶開始温度は均熱時間が長くなるに従い、低くなる傾向を示し、同じ図中に示した硬度変化とよく一致する。各結晶方位の変化を詳細にみると、まず(111)強度比では短時間焼鈍の100sまでは温度の上昇にともない、増加しているが、均熱時間53minになると750°Cで最大の強度比を示した後、低下している。再結晶終了後において、(111)方位粒の増加が起ころはするものの、ある温度においてピークを示した後は、焼鈍温度が高くなるにともない、(111)方位粒は減少していくと推定される。(200)強度比はほとんど変化しておらず、冷延率33%では(200)強度比へおよぼす焼鈍温度の影響は小さいと考えられる。

冷延率78%の場合、均熱時間に関係なく(200)が著しく発達し、また長時間の均熱を行うことによって、低温焼鈍でも高い強度比が得られた。(111)強度比は若干の増加が認められるが、冷延率33%の場合と比べると著しく弱い。また、各結晶面の関係を見ると、冷延率33%では、圧延組織である(220)強度比が減少すると同時に(111)強度比は増加を示した。また、冷延率78%では、(220)強度比の減少にともない、(200)強度比が増加した。ただ、どの均熱条件においても再結晶開始温度以下の焼鈍温度600°C、650°Cにおいて、圧延組織である(220)強度比が圧延板よりも高い値を示した原因については未だ不明である。

これまでの結果より、33%の低冷延率では再結晶開始温度到達とほぼ同時に(111)強度比が増加し、高温、長時間焼

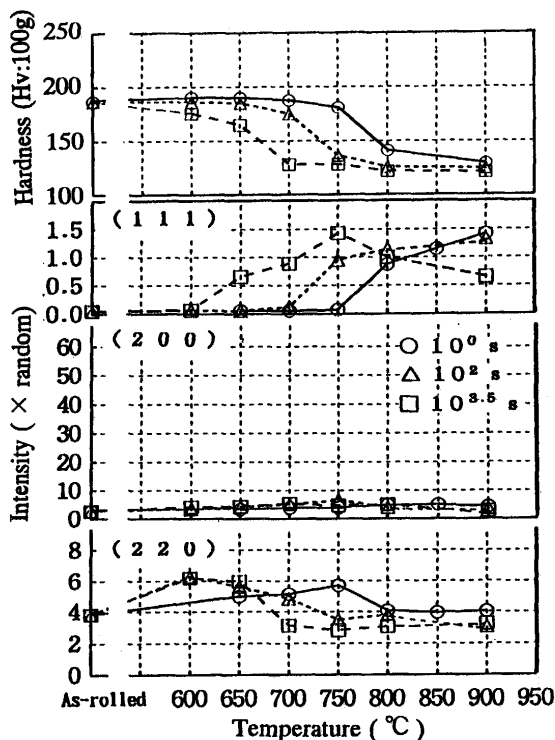


Fig. 4. Effect of annealing temperature and soaking time on X-ray reflection intensities of the 33% cold rolled invar alloy.

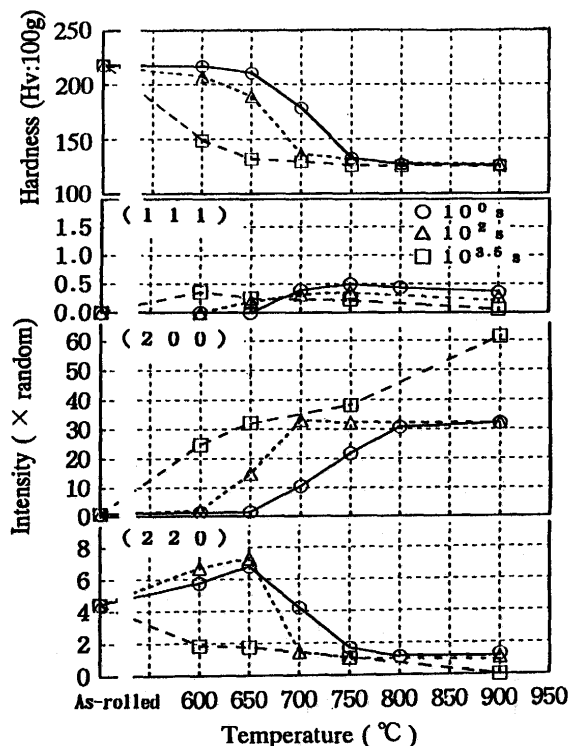


Fig. 5. Effect of annealing temperature and soaking time on X-ray reflection intensities of the 78% cold rolled invar alloy.

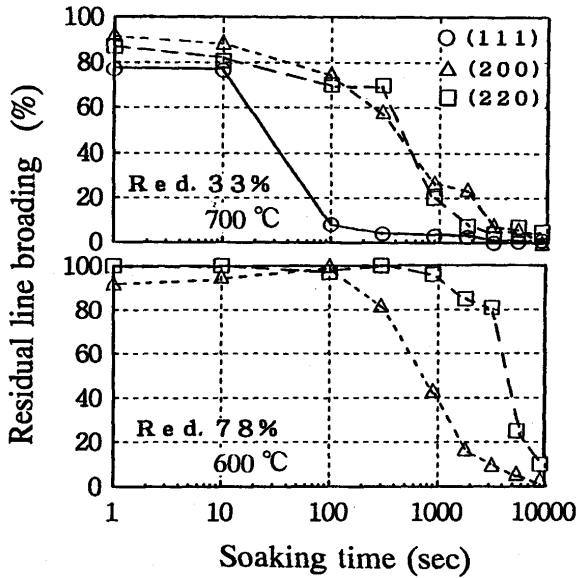


Fig. 6. Effect of soaking time on line broadening of X-ray reflection.

鈍により(111)強度比は消失する傾向にある。一方、高冷延率ではfcc金属で起こるとされている(200)強度比の増加が著しいことが確認された。また、圧延組織の(220)強度比が再結晶開始温度到達前に増加していることも観察された。

このような強度比の変化は冷延率を変化させたことにより、焼鈍過程において起こる回復、再結晶段階での各結晶方位粒の発達に違いが生じていることが原因であると考えられることから、X線回折を利用した幅広がり率⁵⁾⁶⁾による検討を行った。

Fig. 6に冷延率33%、78%における各結晶方位の幅広がり率におよぼす均熱時間の影響を示す。冷延率33%では700°C、78%では600°Cの焼鈍温度を用い、均熱時間を変更した調査を行った。冷延率33%では(111)方位粒が他の結晶方位よりも回復が早く、均熱時間100sで大部分の歪が開放している。(200)方位粒、(220)方位粒はまだ回復の途中であるが、(200)方位粒のほうが(220)方位粒より歪の開放が遅れている。次に、冷延率78%の場合、X線回折では主に(200)強度比の増加が観察され、これを幅広がり率により(200)方位粒、(220)方位粒を比較すると(200)方位粒のほうが(220)方位粒より歪の開放が短時間で進行している。なお、圧延板では(111)強度のピーク強度が認められなかったため、幅広がり率は得られていない。

3.1.3 集合組織

Fig. 7に圧延板における(200)極点図と900°C×1s焼鈍板における(111)極点図を示す。圧延板(200)極点図において、冷延率33%では(112)[111]方位と(110)[112]方位のfcc特有の圧延集合組織が認められるとともに、焼鈍板で見られる(100)[001]の立方体方位がまだ残存していることがわかる。さらに冷延率78%と高冷延率になるとfcc金属特有の圧延集合組織が強くなっており、この冷延率では(100)[001]の立

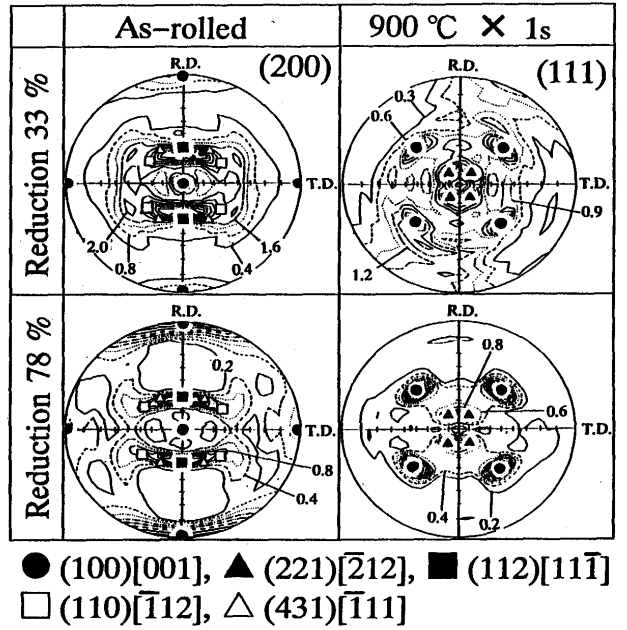


Fig. 7. Pole figures of the cold rolled invar alloy.

方体方位は認められなくなる。

900°C×1s焼鈍後の(111)極点図では、冷延率33%は(100)[001]の立方体方位に強い集積が認められ、また同程度の集積度で(221)[212]方位への集積が認められる。この方位は(100)[001]立方体方位と双晶の方位関係にある。また、この条件でのX線回折の結果では(111)強度比の増加が認められたが極点図には(111)方位への集積は認められない。また、均熱時間53minになると1sの場合よりも(100)[001]方位、(221)[212]方位への集積度は弱くなることが観察された。高冷延率78%では(100)[001]立方体方位へ著しく集積しており、比較的強い(221)[212]方位への集積が観察された。また、53minと長時間焼鈍になると(221)[212]方位への集積は非常に弱くなり、(100)[001]立方体方位に強く集積することが観察された。

この結果からもX線回折により得られた結果と同様に、fcc金属で一般に言われているように高冷延焼鈍材では立方体方位への集積が強くと現れるという結果が本研究においても得られた。

3.2 ランクフォード値(r値)におよぼす結晶方位の影響

次にプレス成形性の一つの指標であるr値におよぼす冷延・焼鈍条件の影響について検討した。ここでは、冷延率を5~78%と広範囲にとり、800°C×100s、900°C×100sの二条件で焼鈍を行った。

Fig. 8に圧延方向に対し平行方向で測定したr値におよぼす冷延率と焼鈍温度の影響を示す。800°C焼鈍の場合、r値は10~15%の冷延率で極小値を示し、冷延率33%でピークをとり、それ以上の冷延率になるに従い徐々に低下し78%と高冷延率になると極端に低下する。900°C焼鈍においては冷延率15%からr値は増加し、20%でピークをとり、それ以上で緩やかに低下していくが、冷延率66%から冷延率78

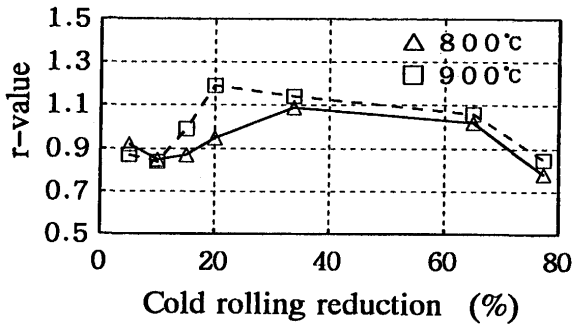


Fig. 8. Effect of cold rolling reduction on r-value.

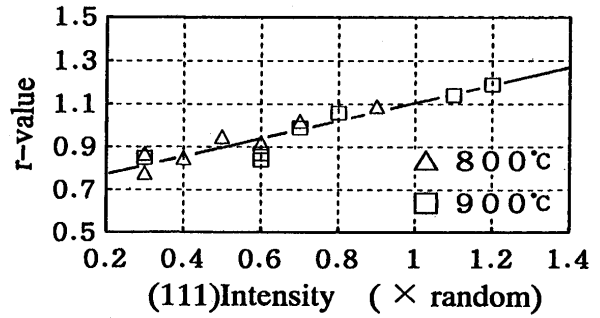


Fig. 10. Relationship between r-value and (111) intensity.

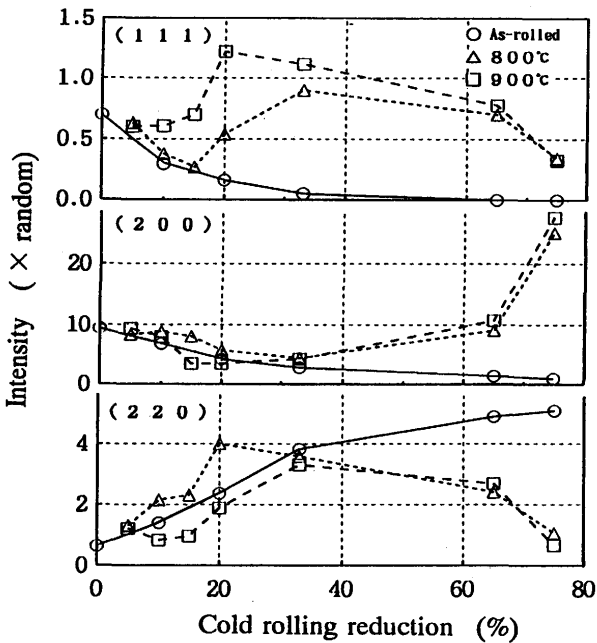


Fig. 9. Effect of cold rolling reduction and annealing temperature (time=10²s) on X-ray reflection intensities.

の間では急激な低下を示している。

次に、r 値の面方位依存性の傾向を調査する目的で、圧延後および800°C×100s、900°C×100s焼鈍板の各結晶方位のX線回折強度比を測定した。その結果をFig. 9 に示す。圧延板は冷延率が高くなるのにもない、(111)、(200)強度比は低下し、圧延集合組織である(220)強度比が上昇している。800°C×100s焼鈍の場合、冷延率15%では再結晶終了に達しておらず、(111)強度比は圧延板と同様な挙動を示しているが、冷延率33%では再結晶が終了しており、(111)強度比は最大値を示している。冷延率33%以上では、冷延率の増加にともない、(111)強度比は徐々に減少する傾向を示す。(200)強度比は冷延率33%まで圧延板と同様であるが、冷延率68%から冷延率78%になるときは、急激な強度比の上昇がみられる。(220)強度比は冷延率20%までは増加し、それ以上で減少する。焼鈍温度900°C×100sの場合、(111)強度比は冷延率15%から上昇し始め、冷延率20%で最大を示し、それ以上で徐々に低下している。(200)強度比は冷延率

15%から上昇を開始する傾向にあり、また(220)強度比は冷延率33%でピークを示し、それ以上で減少している。

深絞り用低炭素鋼においてはr 値と結晶方位の関連に関する研究が行われており、それらによれば、(111)強度比の増加はr 値を向上させ、逆に(200)強度比、(110)強度比はr 値を低減させることが報告されている^{9)~11)}。本研究においてFig. 8、Fig. 9の結果から、インバー材における面方位とr 値との関連に着目した場合、r 値は(200)強度比および(220)強度比とは関連が認められず、(111)強度比との関連が強いことがわかる。従って、冷延率10~15%でのr 値の低下は、まだ焼鈍温度が再結晶開始温度に達しておらず、(111)強度比が低かったためであり、焼鈍温度が再結晶終了温度を越えると同時に(111)の強度比が増加し、それにともないr 値も増加したと考えられる。また、高冷延率では(111)強度比は低下し、代わって(200)強度比が急激に増加するため、r 値が低下したと推察される。

Fig.10にr 値におよぼす(111)強度比の影響を示す。これらの関係を回帰分析により式に表すと次のようになる。

$$r = 0.43X_1 + 0.69 \dots\dots\dots (5)$$

ここで、r：ランクフォード値(圧延方向に平行方向)

X₁：(111)強度比

相関係数は0.87であった。また、同様の解析を(200)、(220)に対しても行ってみるとそれぞれの相関係数は0.37、0.001と非常に低く、r 値との相関は認められない。Fig.10より、(111)強度比の増加にともない、r 値が増加し、成形性が良くなると考えられる。

しかしながら、インバー合金において、冷間圧延・焼鈍過程での(111)方位粒の核発生とその成長挙動についての機構解明にはまだ不十分な点があり、継続して、調査を行う必要がある。

4. 結言

(1)再結晶後の結晶方位は低冷延率側では(111)の強度比が増加し、高冷延率側では(200)の強度比が増加する。

(2) r値は(111)強度比との強い相関が認められ、(111)強度比の増加にともない、r値も増加する。

(3) インバー合金のr値はある一定の冷延率でピークを示し、その冷延率は焼鈍温度が高くなると低冷延率側に下がる。

(4) インバー合金においても再結晶温度は冷延率、焼鈍時間の影響を受け、その再結晶温度は次式に示すような関係となる。

$$T_R = -2.10X_1 - 0.03X_2 + 876.63$$

ここで、 T_R ：再結晶終了温度

X_1 ：冷延率

X_2 ：均熱時間

文 献

- 1) 中島 洋, 池田 章, 田辺博一: 鉄と鋼, **80** (1994), p.78
- 2) 井上 正, 吉沢秀和, 木下正行, 大北智良, 日朝道人: 材料とプロセス, **4** (1991), p.834
- 3) 特開 昭 61-218050, 昭 63-193440
- 4) J. Wittenauer, D.L.Yaney and R.E.Lewis: Scripta Metallurgical et Materialia, **31** (1994), p.1531
- 5) A. H. Lutts and P. AP. Beck: Trans AIME FEBRUARY 1954, JOURNAL OF METALS, p.257
- 6) 松岡 孝, 高橋政司: 鉄と鋼, **57** (1971), p.1134
- 7) 長嶋晋一: 集合組織, (1984), [丸善]
- 8) 住友秀彦, 吉村博文: 鉄と鋼, **71** (1985), p.S1371
- 9) 大沢絃一, 栗原 極: 鉄と鋼, **75** (1989), p.948
- 10) 田中康司, 川瀬尚男: 日新製鋼技報, **57** (1987), p.12
- 11) 高橋政司, 岡本篤樹: 住友金属, **27** (1975), p.40