

体 R , T , N は Fig. 42 に示すように平行四辺形 $R' = R + \gamma(P \cdot R)D$, $T' = T + \gamma(P \cdot T)D$, $N' = N + \gamma(P \cdot N)D$ に変形される。ここに γ はじり系の剪断歪である。

新しく圧延方向は R から R' に変わり、圧延面法線は N から $[T' \times R'] = N + \gamma[(P \cdot R)T - (P \cdot T)R] \times D$ に変わる。2 つ以上の系が同時に活動する場合は、新しい圧延方向と圧延面法線方向は $R + \int_i \Sigma (P_i \cdot R) D_i d\gamma_i$ と $N + \int_i \Sigma [(P_i \cdot R)T - (P_i \cdot T)R] \times D_i d\gamma_i$ にそれぞれ平行になる。

(例 1) $(2\bar{1}1)[0\bar{1}1]$ 方位の安定性。

$\bar{F}1$ と $C2$ の二重じりに対して $N = 1/\sqrt{6}[2\bar{1}1]$, $R = 1/\sqrt{2}[0\bar{1}1]$, $T = 1/\sqrt{3}[\bar{1}11]$, $P_1 = 1/\sqrt{2}[\bar{1}10]$, $D_1 = 1/\sqrt{3}[\bar{1}11]$, $P_2 = 1/\sqrt{2}[101]$, $D_2 = 1/\sqrt{3}[\bar{1}11]$, $\gamma_1 = \gamma_2$ とそれぞれ置く。新圧延方向は

$$R + \int_i \Sigma (P_i \cdot R) D_i d\gamma_i = (1/\sqrt{2} + \gamma_1/\sqrt{3})[0\bar{1}1]//R$$

新圧延面は

$$N + \int_i \Sigma [(P_i \cdot R)T - (P_i \cdot T)R] \times D_i d\gamma_i$$

$$= (1/\sqrt{6} - \gamma_1/3)[2\bar{1}1]//N$$

したがって $(2\bar{1}1)[0\bar{1}1]$ 方位は $\bar{F}1$ と $C2$ じりが同時に働くとき安定であることが証明された

(例 2) $(111)[2\bar{1}1]$ 方位の安定性。

$D\bar{3}$, $D4$, $f2$ の三重じりに対して, $N = 1/\sqrt{3}[111]$, $R = 1/\sqrt{6}[2\bar{1}1]$, $T = 1/\sqrt{2}[011]$, $P_1 = 1/\sqrt{2}[011]$, $D_1 = 1/\sqrt{3}[\bar{1}11]$, $P_2 = 1/\sqrt{2}[011]$, $D_2 = 1/\sqrt{3}[\bar{1}11]$, $P_3 = 1/\sqrt{6}[2\bar{1}1]$, $D_3 = 1/\sqrt{3}[\bar{1}11]$ と置き, $D\bar{3}$ と $D4$ 系の剪断歪に対する $f2$ 系のその比を r とし, $d\gamma_3 = rd\gamma_2 = rd\gamma_1$ 置く。

新圧延方向と圧延面はそれぞれ

$$R + \int_i \Sigma (P_i \cdot R) D_i d\gamma_i = 1/\sqrt{6}[2\bar{1}1] + \gamma_1/3\sqrt{3}[r + 2\sqrt{3}, -r, -r],$$

$$N + \int_i \Sigma [(P_i \cdot R)T - (P_i \cdot T)R] \times D_i d\gamma_i = 1/\sqrt{3}[111] + \gamma_1/3\sqrt{6}[2r, r + 2\sqrt{3}, r + 2\sqrt{3}]$$

これらが旧方位と同じ、すなわち $(111)[2\bar{1}1]$ 方位が安定であるための条件は $r = 2\sqrt{3} = 3.5$ である。

第 2 部 再 結 晶 組 織*

Part 2 Recrystallized Texture

Synopsis:

Systematic studies were carried out on the formation of recrystallized texture of 3% Si-Fe single crystals with pre-selected orientation which were cold rolled to a range from 6 to 95%. Change of the annealing texture was successively examined by using the X-ray pole figure method in relation to the metallographic microstructure.

The recrystallization rate was dependent greatly on the type of the rolled texture and was the higher, the rolling pressure and Vickers hardness the crystal exhibited. The primary texture was composed of one or more components which were characteristic of the type of the end orientations, $\{100\}\langle 001 \rangle$, $\{111\}\langle 211 \rangle$, and $\{112\}\langle 110 \rangle$, of the rolled texture. In the rolled crystal with multiple components, every region of each component was always occupied only by the corresponding components of the primary texture even if one component of the rolled texture was markedly different from the others in the recrystallization rate.

Some attempts were made at determining the orientation relationship between the newly formed primaries and the rolled matrix consumed by the primaries. Orientation of each primary was crystallographically related to the matrix, even if it appeared to be randomly distributed at first sight. However, the relationship was relationship was not describable definitely by a simple relation.

(Received 6 Nov. 1967)

1. 緒 言

第 1 部¹⁾では、種々の選ばれた方位をもつ 3% 珪素鉄単結晶の圧延組織の形成を、活動したじり系を考慮して系統的に論じた。3 つの方位 $\{100\}\langle 011 \rangle$, $\{111\}\langle 211 \rangle$,

$\{211\}\langle 011 \rangle$ を持った結晶は圧延によつて方位が変わらず、最終安定方位であることがわかった。ほかの方位は

* 昭和 42 年 11 月 6 日受付 (依頼論文)

英文論文は Trans I.S.I.J., 7 (1967) 2, p. 95~113 に掲載されております。

圧延とともに回転して、これらの安定方位のどれかになる。したがって再結晶挙動は、結晶によつて細部は異なるが、それぞれの最終安定方位に特有であることが予期される。再結晶とそれに続く結晶粒の成長における集合組織の変化に関する研究報告は非常に多い。再結晶は結晶の初期方位^{2)~5)}だけでなく、珪素含有量^{6)~8)}、分散不純物の量^{9)~11)}、析出物^{12)~15)}、圧延条件^{5)16)~18)}、焼鈍温度²⁾⁵⁾¹⁹⁾²⁰⁾と雰囲気⁶⁾²¹⁾²²⁾にも大きく左右されることがある。

3%珪素鉄の圧延組織と再結晶組織の方位関係については、何人かの人によつて調べられた。提案された方位関係は人によつて非常に違うように記録されている。たとえば DUNN²⁾は、(011)[100] 結晶の再結晶の強組織に対しては $\langle 110 \rangle$ 軸まわり 35 度回転、弱組織に対しては $\langle 111 \rangle$ 軸まわり 38 度または 22 度回転を報告した。HU⁵⁾は DUNN の前者の関係のほか、 $\langle 100 \rangle$ 軸まわり 12 度または 45 度回転を示した。一方 WALTER と HIBBARD⁴⁾は方位関係は必ずしも低指数軸まわりの回転にかぎらないとし、しばしば活動した迂回面の法線と思われる軸を共通に持つていと主張した。このように表現がまちまちな原因の 1 つは、最終の再結晶組織との関係に重点がおかれその途中の形成過程を詳細に追い、集合組織の変化を解析することが十分成功していないことによるものと思われる。著者は次の 2 つの方法が集合組織間の関係を理解するに効果的だと考える。1 つは核すなわち再結晶粒の発生を直接観察し、その成長を連続的に追うこと。もう 1 つは圧延状態から再結晶状態への集合組織の変化を、焼鈍の過程を追つて連続的に調べることである。もちろん圧延組織と完全再結晶組織の比較も行なう。

どの結晶粒が成長するかをえりわけける過程によつて、優先再結晶組織ができるという見方²³⁾²⁴⁾に立てば、後者の方法が効果的であろう。しかしながらこの方法により種々の方位の結晶についての系統的研究はまだ少なく、現象の本質的な点をとらえているとは言えない。

この論文では第 I 部で選んだいろいろの方位の結晶の焼鈍組織の変化を調べ、圧延のマトリックス中の微小組織と関連させて論ずる。前者の方法による研究はほかに報告する。いわゆる 2 次再結晶は、1 次再結晶と容易に区別できる。ここでは主として 1 次再結晶について考える。

2. 実験方法

2.1 焼 鈍

第 I 部で調べた同一の試料を用いた。大部分の試料は

焼鈍前に、不規則変形した表面層を除去するため、化学研磨した。焼鈍はすべて一定温度に保つた横型管状炉の中へ試料を挿入して行なつた。温度範囲は 500°C から 1250°C までで、水素雰囲気である。水素は 400°C のパラジウム膜を通して露点 -60°C に純化した。

2.2 顕微鏡組織と集合組織

再結晶の種々の段階での顕微鏡組織は通常の方法で調べた。マクロ腐食はその表面方位に敏感な塩化第 2 鉄水溶液を用いた。微少エッチピット法²⁵⁾により、部分的再結晶状態における個々の再結晶粒の方位および変形マトリックスの場所的方位変化を測定した。第 I 部* で述べたように、28 mm 径の円板試料を用い反射極点図法を用いて再結晶の各段階で焼鈍組織を求めた。表面と内部の集合組織を、表面を取り除くことにより区別して測定した。測定した試料の圧延、熱処理条件と圧延組織、再結晶組織は Table 1 にあげた。

2.3 再結晶粒と圧延マトリックスの方位関係の解析

次の 3 つの方法を試料のそれぞれの特徴に応じて用いた。

(1) 第 1 の方法はシャープな圧延組織中に大きな再結晶粒ができる場合。再結晶粒の方位はエッチピット法²⁵⁾で正確にきめ、極点図で求めた分布の狭い圧延集合組織と比較した。

(2) 第 2 の方法は「差極点図法」(differential pole figure method) ともいうべきもので、再結晶粒が小さい場合。精度を上げるため、同一試料の同一面の極点図を焼鈍を追つて次々に測定し、そのうちの続いた 2 枚の極点図の極点強度の差の強度分布図、すなわち差極点図を作る。この図は 2 枚の図の間に行なつた焼鈍中に増加した方位と減少した方位の分布を示している。

(3) 第 3 の方法は再結晶粒が比較的大きく、圧延マトリックスが複数の成分をもつ場合、エッチピット法により、再結晶粒とそれを取りまくマトリックスの方位を決定した。

3. 実験結果

3.1 再結晶の進行

冷間圧延結晶の焼鈍過程は通常回復、再結晶、結晶粒成長と呼ばれる段階から成つている。再結晶の進行を全般的にみるために、Fig. 1 に等温焼鈍における再結晶速度を示した。この図は代表的方位の結晶の約 75% 圧延材における 600°C での焼鈍時間の対数に対し再結晶の体

* 極点図中にはすべて、極点強度の等高線上に、その強度をランダム分布した粉末試料から求めた強度の倍数を記した。吸収とバックグラウンドは補正済み。

Table 1. Rolled and recrystallized textures of all crystals used.

Specimen number	Orientation	Reduction by rolling (%)	Rolled texture	Heat treatment (°C-hr)	Recrystallized texture	Remarks on recryst texture
SI-77	(011) [100]	51	(001) [510] (001) [510]	600-1~16 900-8/60~26 1250-2	(113) [411] (113) [411] (113) [411] (113) [411]	
		75	(001) [530] (001) [530]	600-4/60~16 900-8/60~25 1250-2		
		86	(001) [320] (001) [320]	600/4/60~8 1200, 1250-4	(113) [631] (113) [631] (113) [631]	
		95	(001) [650] (001) [650]	600-10/60~16 1250-4	(113) [631] (113) [631]	
SI-33	(001) [410]	73	(001) [530]	600-2 750-4/60 900-1 1200-4	(104) [411] (113) [512] (012) [621]	
SI-37 SI-232 SI-109	(001) [110]	74	(001) [110]	600-1~8 800-1 900-15/60~4 1100-2 1200-4	Much scattered	
SI-107	(015) [100]	47	(015) [2051] (015) [2051]	600-8/60~8 900-1~21 1200-4	(123) [511] (112) [311] (001) [510] (001) [510]	
		74	(115) [411] (115) [411]	600-4/60~4 900-6~24 1200-4	(113) [301] (113) [301] (001) [100]	
SI-234	(104) [401]	55	(001) [830] (001) [830]	660-1	(225) [502] (112) [201]	
SII-31	(011) [100]	8.2	(011) [100]	600-30/60~2		No recrystallization took place
SII-29		21		600-30/60~1 900-4/60	Much scattered	Recrystallization took place at accomodation kinkings
SII-33		32		600-30/60~4		
SII-23		47	Distributed between (111) [211] and (111) [211] via (011) [100]	600-30/60~4	(121) [311] (112) [111] (121) [311] (112) [311]	
				900-15/60~8	(021) [100] (012) [100]	
SII-33 SII-108		58		600-30/60 900-1		} Minor component
SII-37 SII-23		71	(111) [211] (111) [211]	600-2/60~2 900-1/60~12 1200-30/60		
SII-108		75		500-6~48 600-20/60~2 700-1/60 750-4/60 900-8/60~30	(011) [100] (012) [100] (021) [100]	

Specimen number	Orientation	Reduction by rolling (%)	Rolled texture	Heat treatment (°C-hr)	Recrystallized texture	Remarks on recryst texture
<i>SII-23</i>	(011) [100]	86		600-30/60~2		
<i>SII-104</i>	(233) [3 $\bar{1}\bar{1}$]	31	(455) [5 $\bar{2}\bar{2}$]	600-4 750-1 900-4/60~2 1000-2	Much scattered	Primaries nucleated only around inclusions at low temp.
		52	(111) [2 $\bar{1}\bar{1}$]	600-1/60~4 900-1 1200-4	(011) [100] (031) [100]	
		73		600-6/60~10/60 900-2 1050-1	(011) [100] (012) [100] (021) [100] (111) [51 $\bar{6}$] (111) [5 $\bar{6}$ 1]	} Minor component
		79		600-1/60~4 900-8/60~30 1200-4		
<i>SII-102</i> <i>SII-302</i>	(111) [2 $\bar{1}\bar{1}$]	74	(111) [2 $\bar{1}\bar{1}$]	600-1~2	(011) [100] (012) [100] (021) [100]	} Minor component
<i>SII-304</i>	(322) [4 $\bar{3}\bar{3}$]	74	(111) [2 $\bar{1}\bar{1}$]	600-3/60~3 600-1	(011) [100] (311) [2 $\bar{3}\bar{3}$]	Minor component
<i>SII-303</i>	(211) [1 $\bar{1}\bar{1}$]	57	(111) [2 $\bar{1}\bar{1}$] (100) [0 $\bar{1}\bar{1}$]	600-7/60~9 600-1 700-2 900-1	(011) [100] (311) [1 $\bar{1}\bar{2}$] (311) [1 $\bar{2}\bar{1}$]	
		75		600-3/60~9 660-1~9 900-1	(011) [100] (311) [1 $\bar{2}\bar{1}$] (311) [1 $\bar{1}\bar{2}$] (3 $\bar{1}\bar{1}$) [1 $\bar{4}\bar{1}$]	
<i>SII-112</i>	(511) [2 $\bar{5}\bar{5}$]	72	(100) [011]	600-1~27 900-1	(311) [2 $\bar{5}\bar{1}$] (410) [1 $\bar{4}\bar{2}$] (3 $\bar{1}\bar{1}$) [0 $\bar{1}\bar{3}$]	
<i>SII-111</i>	(025) [100]	48	Distributed between (113) [411] and (113) [4 $\bar{1}\bar{1}$] via (025) [100]	600-8/60~8 900-1~30 1200-4	(123) [511] (123) [5 $\bar{1}\bar{1}$] (001) [610] (001) [6 $\bar{1}\bar{0}$] (131) [310]	} Minor component
		73 or 77	(112) [311] (112) [3 $\bar{1}\bar{1}$]	500-6~48 600-4/60~4 750-1/60~4/60 900-1/60~30 1050-1 1200-4	(015) [100] (045) [100] (121) [210]	
<i>SIII-215</i>	(2 $\bar{1}\bar{1}$) [0 $\bar{1}\bar{1}$]	78	(2 $\bar{1}\bar{1}$) [0 $\bar{1}\bar{1}$]	600-1~27 660-1 900-1	Much scattered	
<i>SIII-210</i>	(111) [0 $\bar{1}\bar{1}$]	74	(5 $\bar{4}\bar{4}$) [0 $\bar{1}\bar{1}$]	600-3/60~3 660-1	(110) [1 $\bar{1}\bar{2}$] (101) [1 $\bar{2}\bar{1}$] (4 $\bar{1}\bar{0}$) [145]	
<i>SIII-108</i>	(0 $\bar{1}\bar{1}$) [0 $\bar{1}\bar{1}$]	6	(0 $\bar{1}\bar{1}$) [0 $\bar{1}\bar{1}$]	900-2	Much scattered	

Specimen number	Orientation	Reduction by rolling (%)	Rolled texture	Heat treatment (°C-hr)	Recrystallized texture	Remarks on recryst. texture
SIH-108	(011) [011]	71	(144) [011] (211) [011]	600-8/60~4 1250-2	(111) [121] (111) [211] (123) [121] (213) [211]	
SIH-30	(035) [053]	7	(035) [053]	900-2	Much scattered	Minor component
		67	(133) [011] (001) [010]	600-8/60~4 1250-2	(112) [021] (112) [021] (015) [051]	
SIH-17	(101) [121]	28	Distributed vertically around (101) [121]	600-4~7 750-2	Much scattered	
		72	(211) [011] (112) [110]	600-1/60~4	(102) [2101] (503) [3255]	

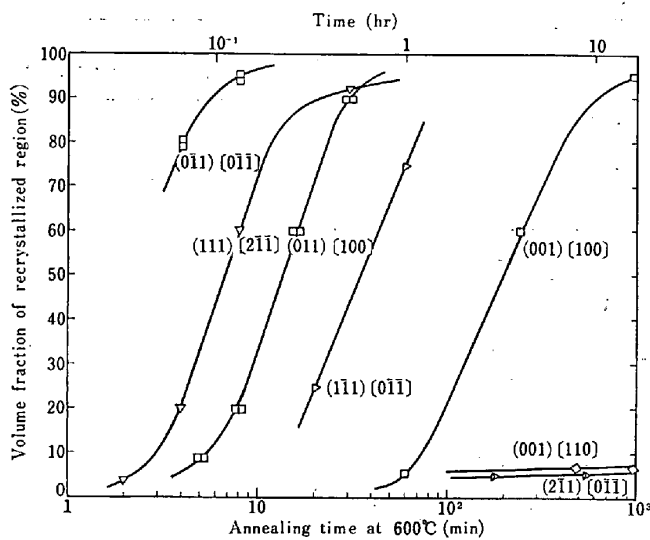


Fig. 1. Inthermal recrystallization curves at 600°C in some crystals with typical orientations.

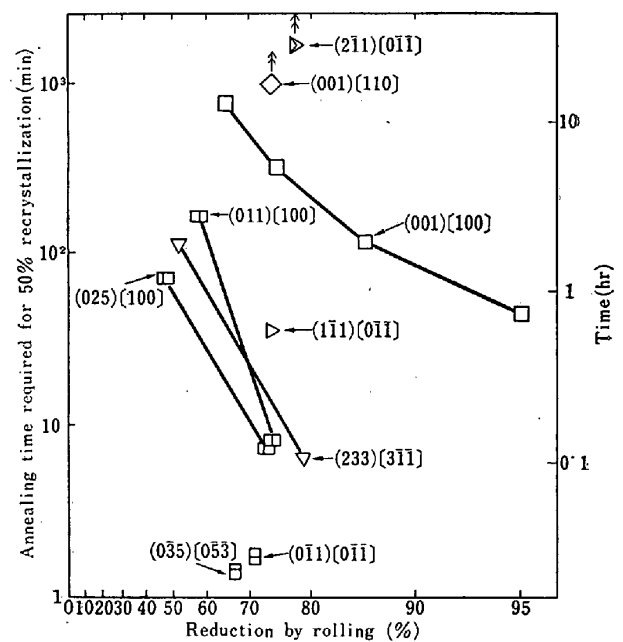


Fig. 2. Annealing time required for 50% recrystallization at 600°C as a function of reduction by rolling. The abscissa is proportional to $\log t_0/t$, where t_0 and t are initial and final thickness, respectively.

積比の変化を示している。再結晶粒はマクロエッチによつて金相学的に区別できる。曲線ではすべて本質的には同等な形をしている。このような結果をほかの圧延率の試料についても測定した。HIBBARD と TULLY は、80%圧延した4つの結晶について、Fig. 1と同様な結果を報告²⁶⁾している。再結晶速度の方位依存性は、Fig. 2に示されている。ここでは、50%再結晶に要する焼鈍時間を圧延率の函数としてプロットしてある。その時間は圧延率とともに減少する。再結晶速度は (011) [011] 結晶が最高で、(211) [011] と (100) [011] が最小、(011) [100] では中間である。特に (211) [011] と (100) [011] は、第1部で述べたように無条件で圧延に対して安定で

あるが、約 75% 圧延材で 900°C 1hrの焼鈍でさえ、ほとんど再結晶しなかつた。

1次再結晶完了後、大部分の結晶粒はいわゆる正常結晶粒成長によつて徐々に成長するが、ある結晶では、少数の結晶粒がほかの1次再結晶粒を食つて急速に成長する、いわゆる異状成長すなわち2次再結晶が起こる。

Fig. 3には1hr焼鈍後の1次再結晶粒の平均寸法(点線)と2次再結晶粒の最大の大きさ(実線)を温度の函

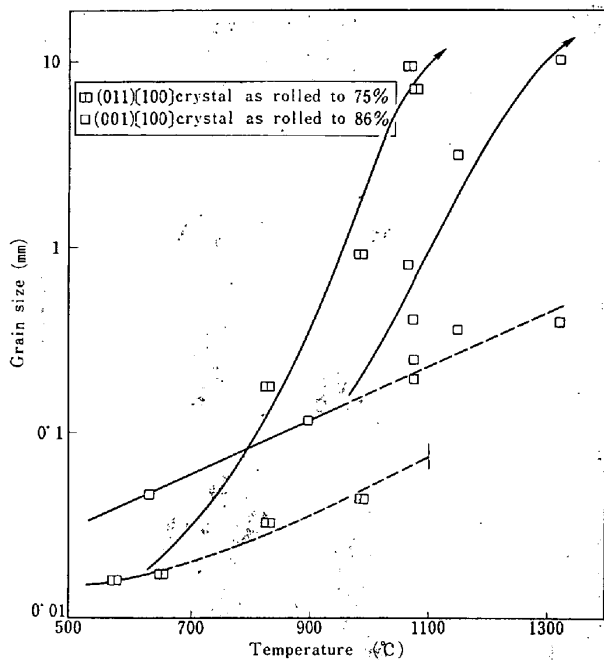


Fig. 3. Change of grain size after 1 hr annealing as a function of temperature; dashed lines are for the primaries and solid lines for the largest secondaries.

数として示す。一般的にいつて、粒が細かく単一方向性をもつマトリックス中からは、低温で2次再結晶粒が生ずる。

3.2 焼鈍材の集合組織と顕微鏡組織

第1系列 SI^*

(001)[100] 方位結晶の焼鈍組織は Fig. 4 に、また顕微鏡組織は Photo. 1 に示す。再結晶粒は帯状構造の境界にそつて表面近くに発生する。その形は境界にそつて細長く延びた形をして、さらに外形は特徴的多角形である。焼鈍前の境界領域の方位は微小ピットの方および電子回折によると初期方位 (001)[100] に近い。これは WALTER と KOCH²⁷⁾ の transition band, HU²⁸⁾ の microband に相当している。ところが再結晶粒は (001) 面が圧延面に平行ではない (Fig. 4 (d) 参照)。

Fig. 4 (a)-(d) は 75% 圧延した結晶の 600°C 焼鈍における4つの段階の (110) 極点図である、各段階での再結晶の割合は 0%, 5%, 50%, 95% である。主組織は Fig. 4 (d) に R_1 , R_2 で示された2つの対称な成分から成っている。この2成分は大体 {113}<411> 方位で圧延方向を含む縦の平面に関しては互に対称であるが、横の面に関しては対称ではない。圧延組織はこれら2つの面に関していずれも対称である。 R_1 , R_2 成分

に対して横の面に対して対称なもう1対の成分 R_3 と R_4 (Fig. 5 (b) と (c) 参照) は試料の裏側で測定した極点図で見られた。この結果は再結晶組織が初期方位や圧延組織だけでなく、圧延の向きに依存することを示している。

この (001)[100] 結晶の再結晶組織の圧延率依存性は Fig. 5 (a)-(c) に示す。86% と 95% 圧延した試料の再結晶組織は 51% あるいは圧延材と異なり、横の面についても対称である。このことは試料の下側で発生した再結晶粒が、高圧延率で試料が薄くなったため上側に達して測定にかかったためである。再結晶粒の方位はすべての試料で {113} 面が圧延面に近いものが多いが、その圧延方向に平行な方向は圧延率とともに圧延組織が (001)[100] から回転するのに対応して単調に回転する。さらに Fig. 4 と 5 からわかるように、再結晶組織の各成分の方位の広がりとはそれぞれの圧延率での圧延組織の広がりとはほぼ同等である点は注目される。(001)[100] 結晶の再結晶完了組織は HU²⁸⁾ と阿部ら²⁹⁾ による報告があるが、われわれの結果はどちらかという HU の結果に近い。

次に (001)[410] 結晶の 73% 圧延材の再結晶組織を示す (110) 極点図を Fig. 6 に示す。この試料は最初 800°C で 1hr 焼鈍したがほとんど再結晶しなかつたので、引きつづき 900°C で 1hr 焼鈍したものである。再結晶組織はシャープではないが、圧延組織が1つの成分をもつことに対応して {113} 面がほぼ圧延面に平行な広がった1成分からできている。

最後に (001)[110] 結晶の 74% 圧延材の焼鈍組織を Fig. 7 に示す。表面層を除去せずに加熱した試料では、表面層にそつて再結晶するが、600°C 8hr の焼鈍では圧延組織がほとんどそのまま残っている^{30,26)} (Fig. 7 (a)) もし表面層を片側から 50 μ ずつ除去してから加熱すると (Fig. 7 (b)), 900°C で 2hr 焼鈍してもまったく再結晶しない。表面層を除去せずにこれだけ焼鈍すればほぼ再結晶完了する。そこでさらに 1100°C 2hr 焼鈍すると試料全体は直径約 7 mm の大きさの再結晶粒数個でおおわれた。この大きな再結晶粒の方位を示す (110) 極点の分布を Fig. 7 (b) に示した。一見無秩序にみえるこれらの方位関係はあとで解析する。

(015)[100] 結晶は (001)[100] に非常に近いにもかかわらず、焼鈍に対するふるまいは非常に異なっている。Photo. 2 には 47% 圧延し、600°C 30 min 焼鈍した試料の部分再結晶状態の顕微鏡写真を示す。圧延方向に平行な帯状構造はこの場合もみられるが、各帯の中に木の葉状の微細構造が観察される。再結晶粒は帯の境界

* 第1部で述べたように第1系列は (001) 面が圧延面に平行な結晶からなり、(001)[100] から (001)[410] を通つて (001)[110] にいたる範囲を含む。

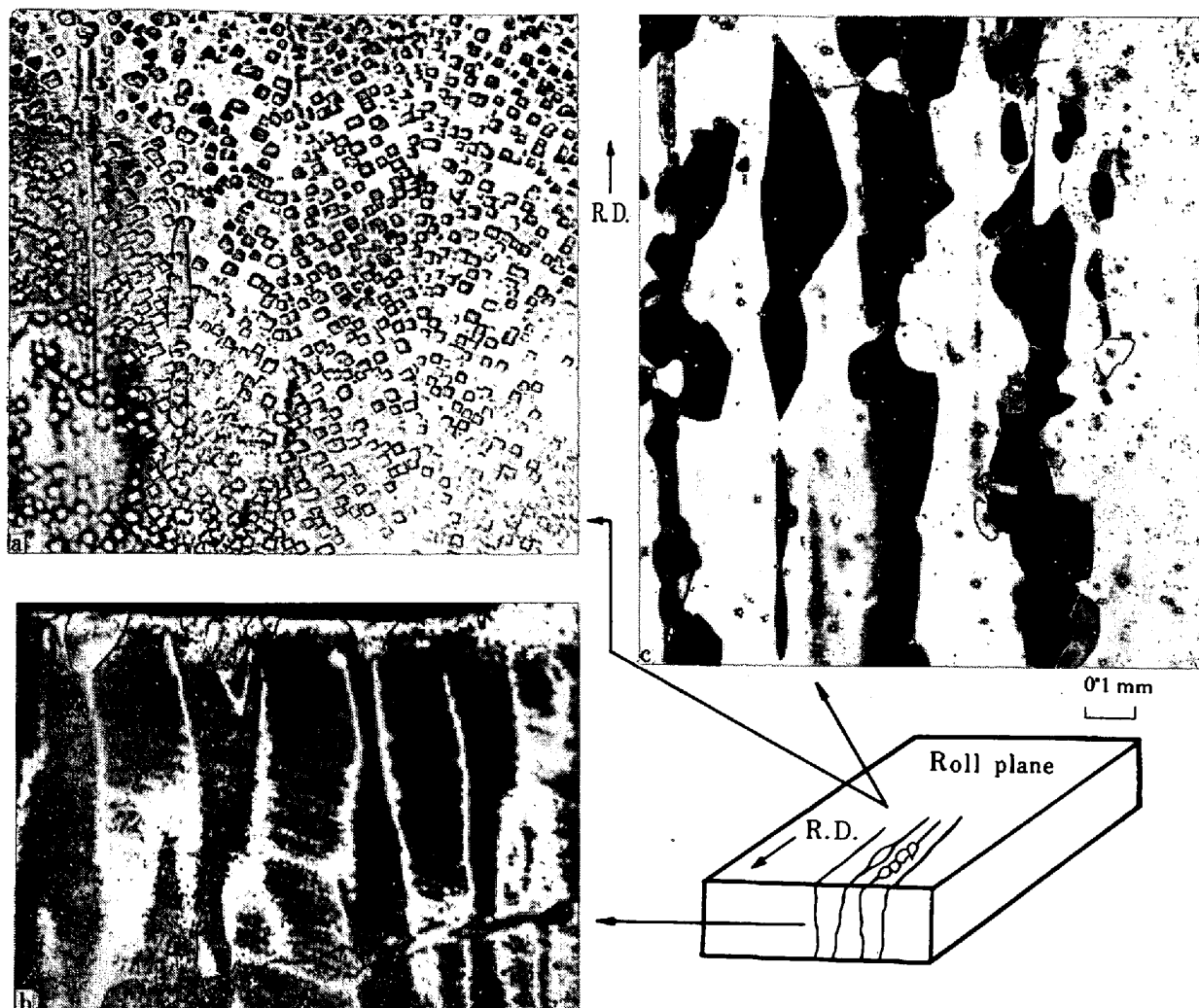


Photo. 1. Photomicrographs of partially recrystallized structure of (001)[100] crystal.
 (a) Rolled to 75% and annealed for 15 min at 600°C
 (b) Rolled to 65% and annealed for 1 hr at 600°C
 (c) Rolled to 85% and annealed for 2.5 hr at 600°C, together with schematic representation of observed planes
 Arrow, R. D., indicates the rolling direction.

よりもこの帯の内部から発達する。再結晶速度も (001)[100] の場合より早い。Fig. 8 は 74% 圧延後 1125°C 30 min 焼鈍材の (110) 極点図である。再結晶組織は 3 つの成分 R_1, R_2, P からなる。 R_1 と R_2 は (001)[100] 結晶の $\{113\}\langle 411 \rangle$ 型成分に対応するが、もう 1 つの最も強い P 成分があらたに発達する。

第 2 系列 SH*

最初に (011)[100] 結晶の再結晶組織を Fig. 9 に示す。47% 圧延材では (012)[100], (021)[100], (011)[100] の各成分からなるが、71% 圧延では上記 3 つの成

分にまたがる 1 つの広がつた分布になるが、最大値は (011)[100] である。これらの細部については DUNN²⁾ や HU³⁾ の結果と異なる。中心層の再結晶組織は表面層に比べて (011)[100] 方位への集中度がよい。これは Fig. 10 に示されるように圧延組織のシャープなことと対応している。大部分の場合について、再結晶組織は理想的な (011)[100] 方位から横方向にずれる傾向を示す。このずれは、初めの方位の (011)[100] からのずれと同じ方向でその量は初めの方位のずれより大きい。

典型的な再結晶粒の分布は Photo. 3 に示す。58% 圧延した試料では再結晶粒は大きい。再結晶粒がどこに発生したかはつきりはわからないが、2 つの圧延組織の占める領域の境界に接しているのが多い。75% 圧延材では

* 第 1 部で述べたように、第 2 系列は (011) 方向が圧延直角方向に平行な結晶よりなり、(011)[100] から (111)[211] と (211)[111] を通って (100)[011] にいたる範囲を含んでいる。

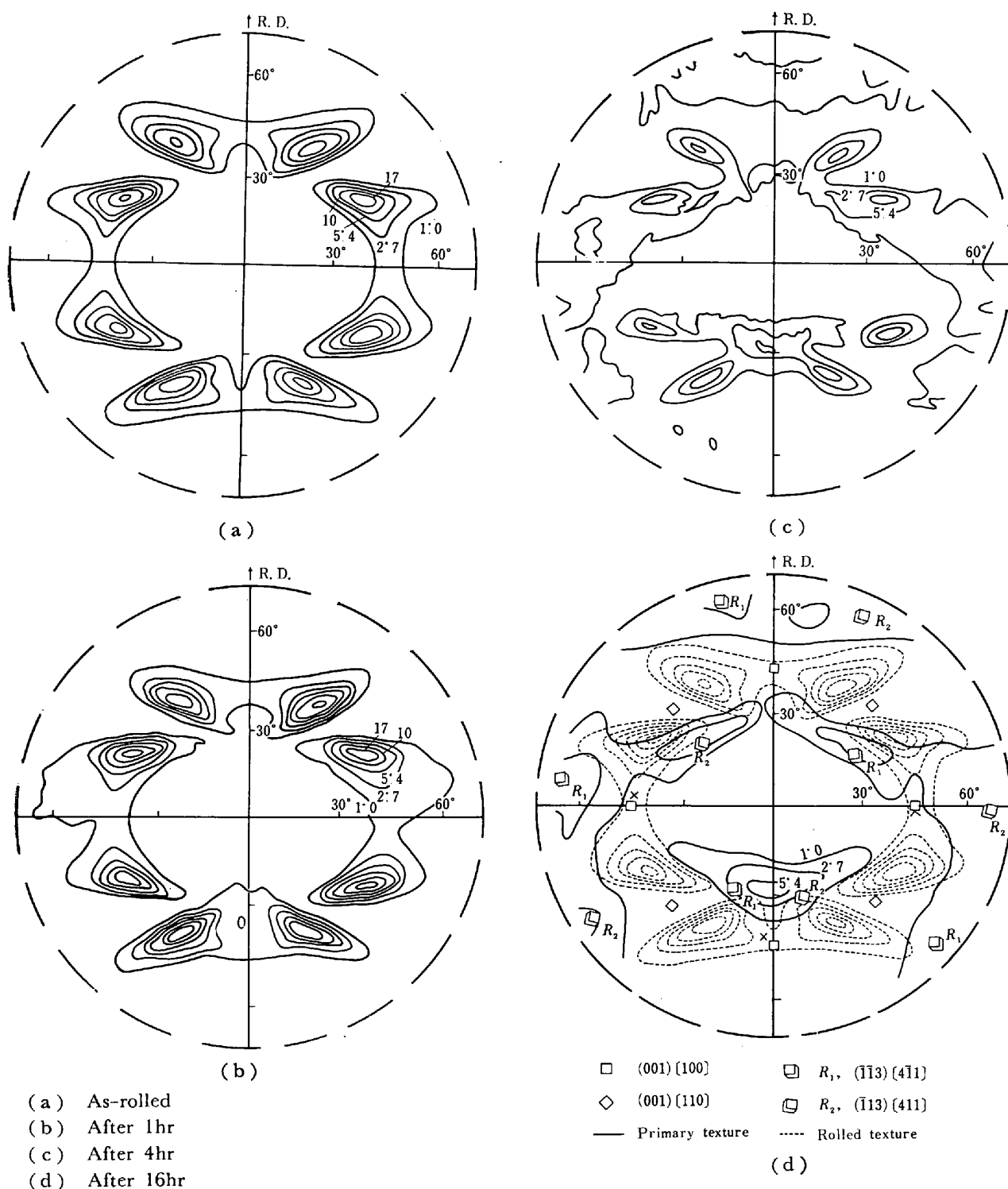
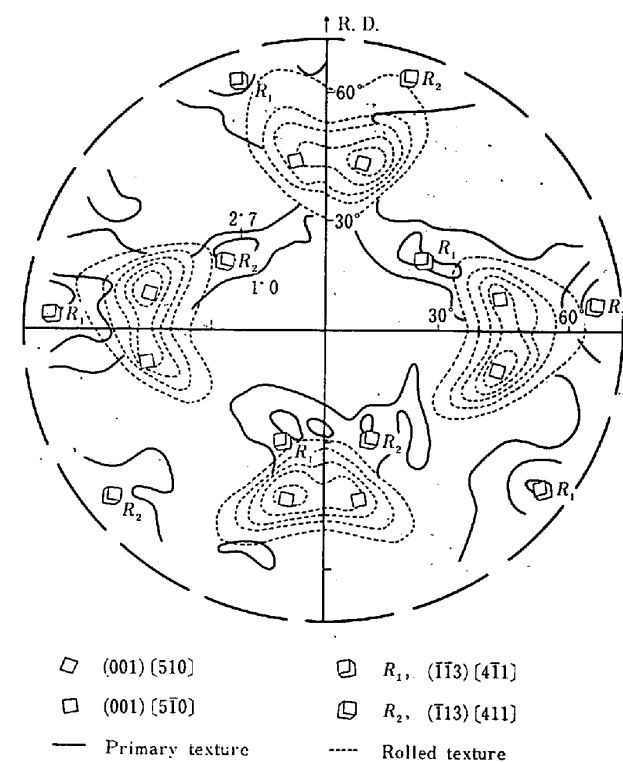
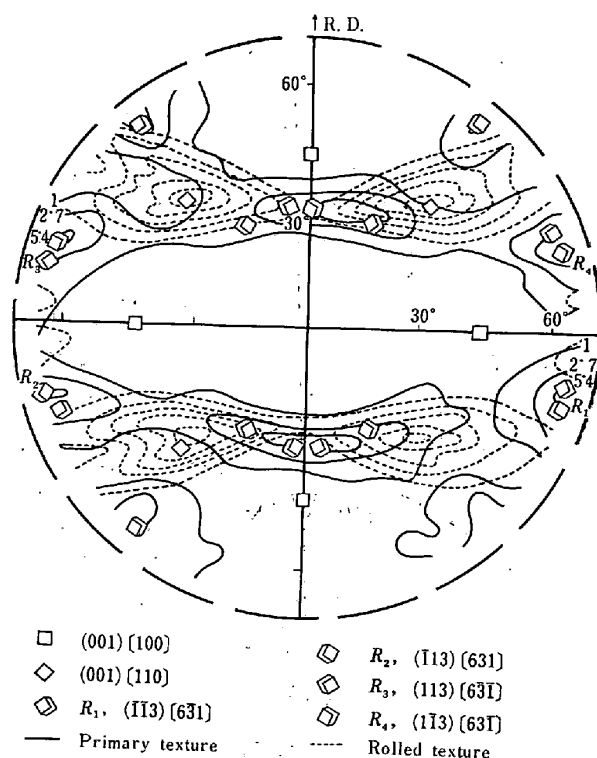


Fig. 4. (110) pole figures of (001)[100] crystal, SI-77, rolled to 75% and annealed at 600°C.

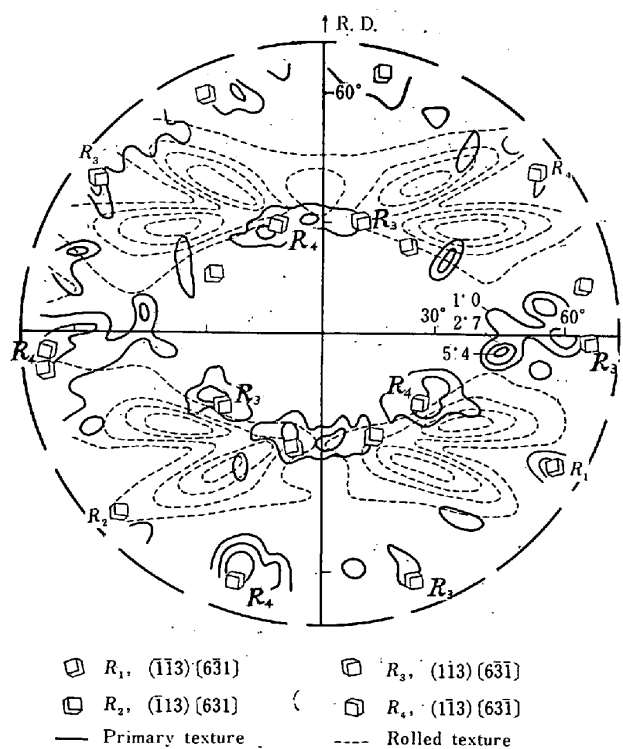


(a)



(c)

Fig. 5. (110) pole figures of (001)[100] crystal, SI-77, rolled and annealed



(b)

(a) Rolled to 51% and annealed for 16hr at 600°C

(b) Rolled to 86% and annealed for 30 min at 1125°C

(c) Rolled to 95% and annealed for 16hr at 600°C

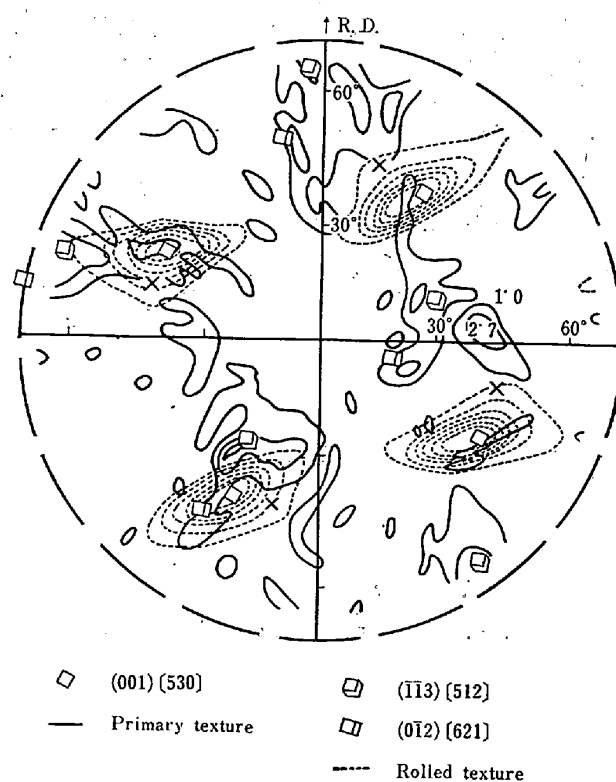
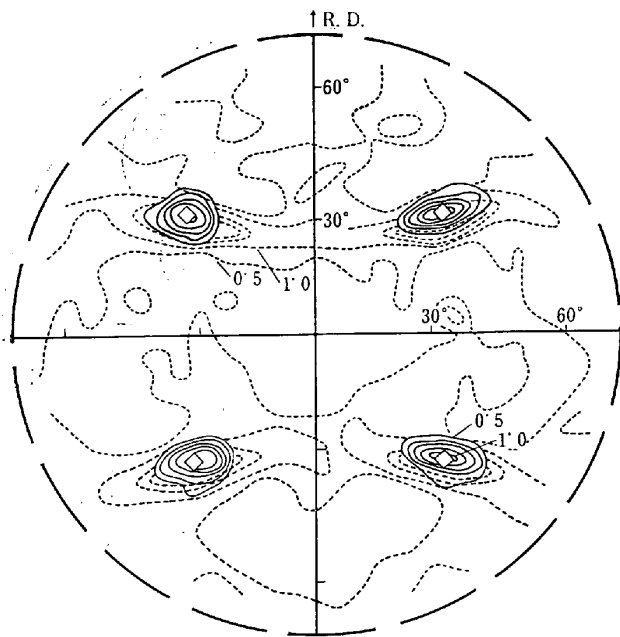
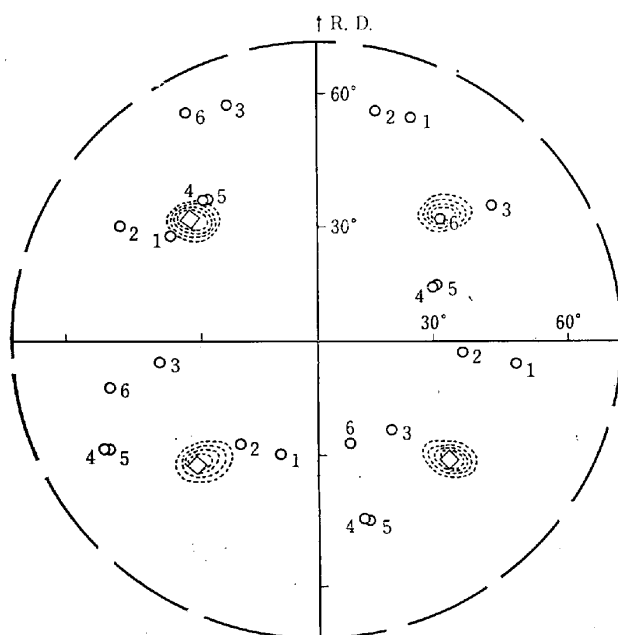


Fig. 6. (110) pole figure of (001)[410] crystal, SI-33 rolled to 73% and annealed for 1hr at 900°C.



◇ (001)[110] — Primary texture of central layer
 - - - Primary texture of surface layer

(a)



◇ (001)[110] - - - Rolled texture
 ○₁ (110) poles of primaries

(b)

Fig. 7. (a) (110) pole figure of (001)[110] crystal rolled to 74% and annealed for 8hr at 600°C
 (b) Projection of (110) poles of large six primaries in crystal rolled to 74%, surface layers having been removed, after annealing for 2hr at 900°C followed by 1100°C-2hr annealing.

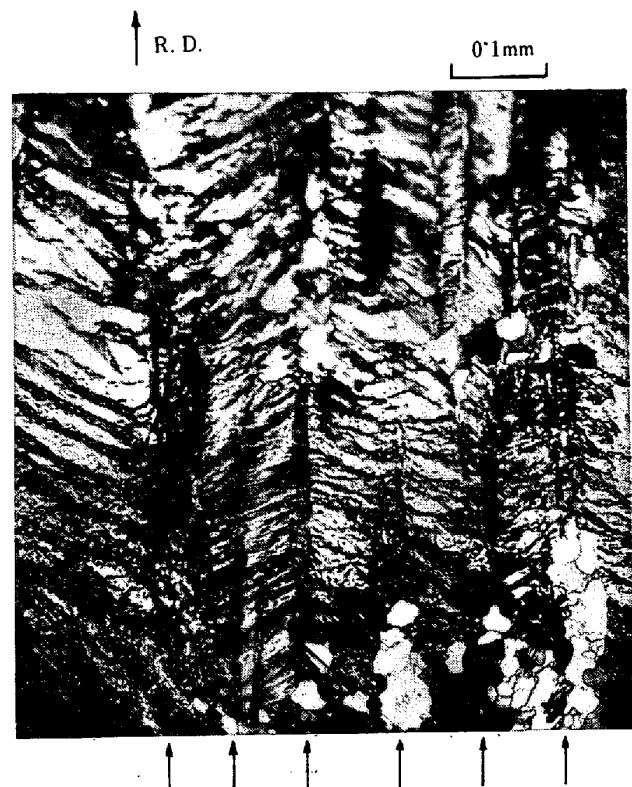
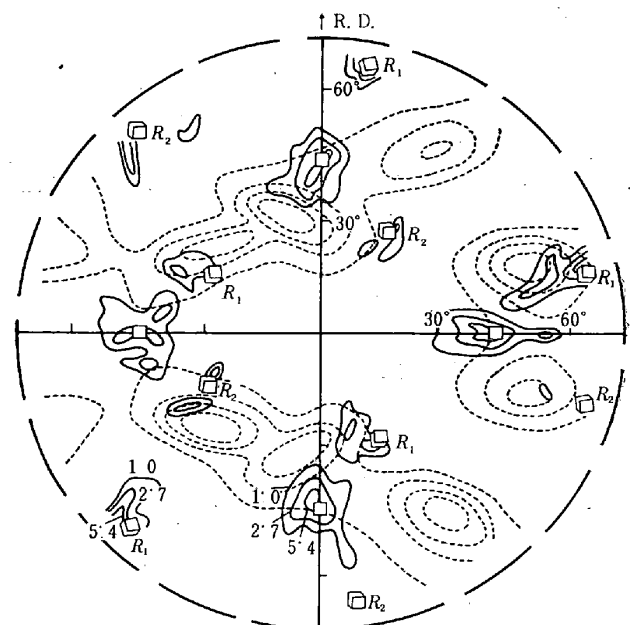


Photo. 2. Photomicrograph of partially recrystallized structure of (015)[100] crystal, rolled to 47% and annealed for 30 min at 600°C.



□ P, (001)[100] □ R₂, (113)[30 $\bar{1}$]
 □ R₁, ($\bar{1}$ 13)[301] — Primary texture
 - - - Rolled texture

Fig. 8. (110) pole figure of (015)[100] crystal, SI-107, rolled to 74% and annealed for 30 min at 1125°C.

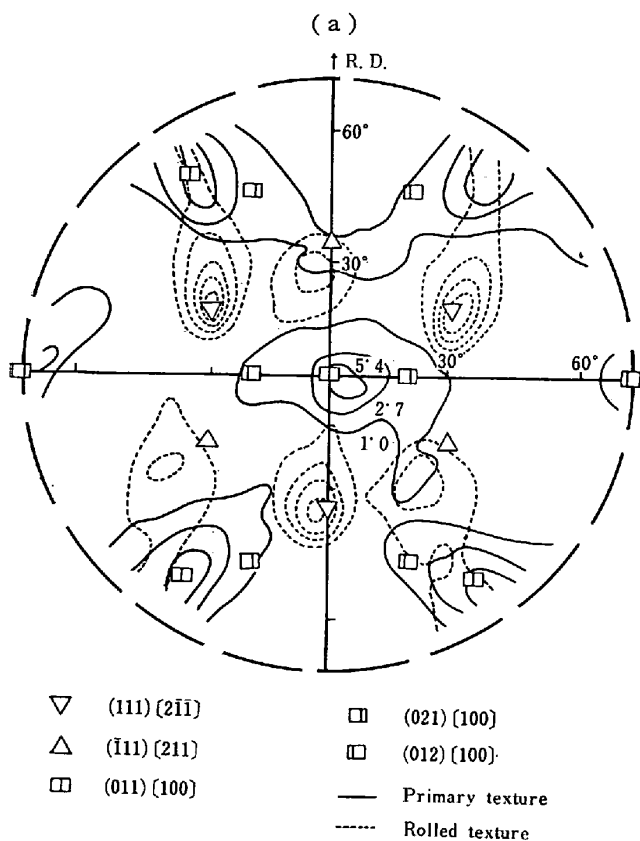
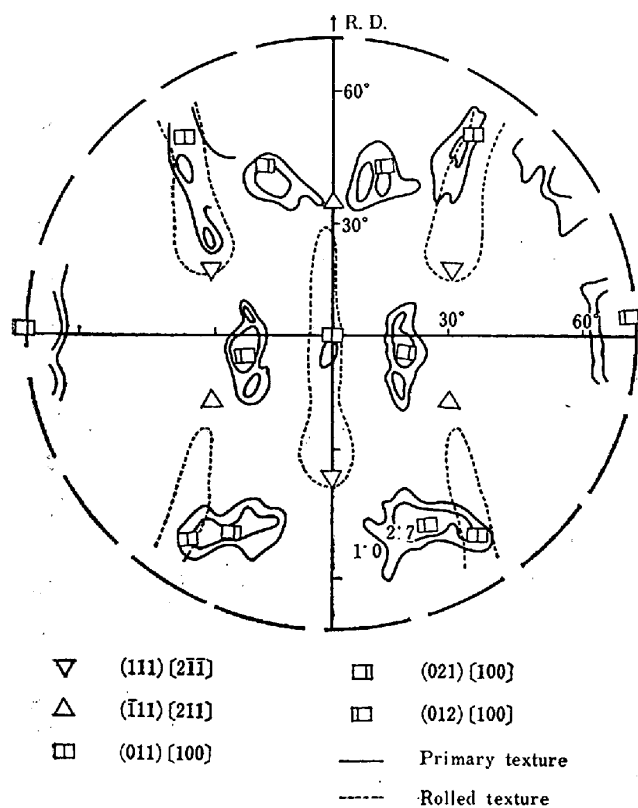


Fig. 9. (110) pole figures of rolled and annealed (011) [100] crystal, SII-23.

(a) Rolled to 47% and annealed for 15 min at 900°C

(b) Rolled to 71% and annealed for 2 hr at 600°C

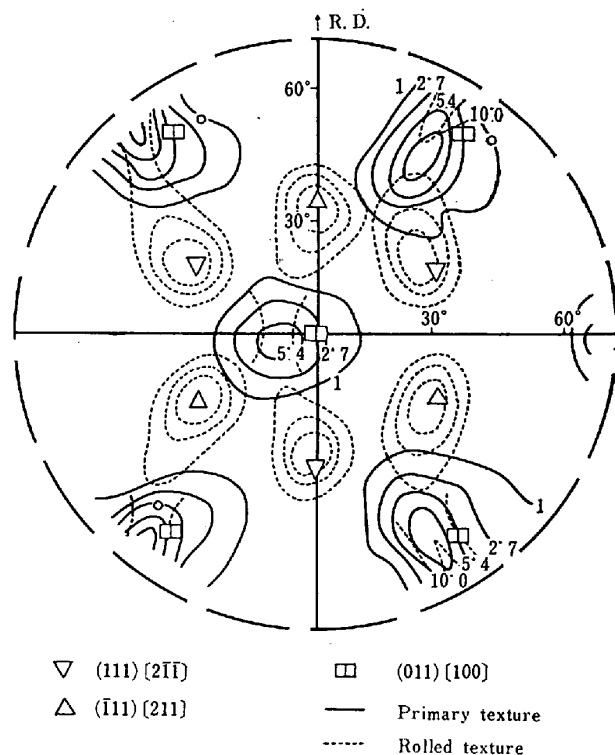


Fig. 10. (110) pole figure in central layer of (011) [100] crystal, SII-108, rolled to 75% and annealed for 2 hr at 600°C.

粒径はずつと小さく、再結晶粒は大部分は活動した迂り面 {112} のトレースにほぼ平行な細かい筋に沿っている。この再結晶粒発生場所は (001) [100] 結晶のときとはつきりした差がある。

次に、Fig. 11 に (233) [311] 試料の再結晶組織を示す。主成分は (011) [100] であるが、副組織は 52% 圧延材では (031) [100] で、79% 圧延では (110) [511] と (111) [511] である。Photo. 4 に部分再結晶状態の再結晶粒の分布を示す。このように再結晶の初期には再結晶粒は、(011) [100] 結晶のときと同様に圧延組織の細かい筋に沿っている。Fig. 12 に (111) [211] 結晶の再結晶組織を示す。集合組織はかなり方位の広がりを持ち、理想的 (011) [100] 方位から横方向に傾いている。この傾きは圧延組織が同じ方向に傾いていることに対応していると考えられる。こうしたことから DUNN の結果²⁾⁸⁾との差はわずかでその相異は実験条件のちよつとした差から期待されるものであろう。

(211) [111] 試料では、2 つの異なる型の圧延組織 (111) [211] と (100) [011] が主として試料のそれぞれ上側半分と下側半分に分かれて存在している。Photo. 5 にこの試料の各面の部分再結晶状態の顕微鏡組織を示した。この試料は加熱によつて最初に再結晶速度の大きい (111) [211] 圧延組織をもつ領域から再結晶が始まり、Fig. 13(a) からわかるように、660°C 1 hr 程度の焼

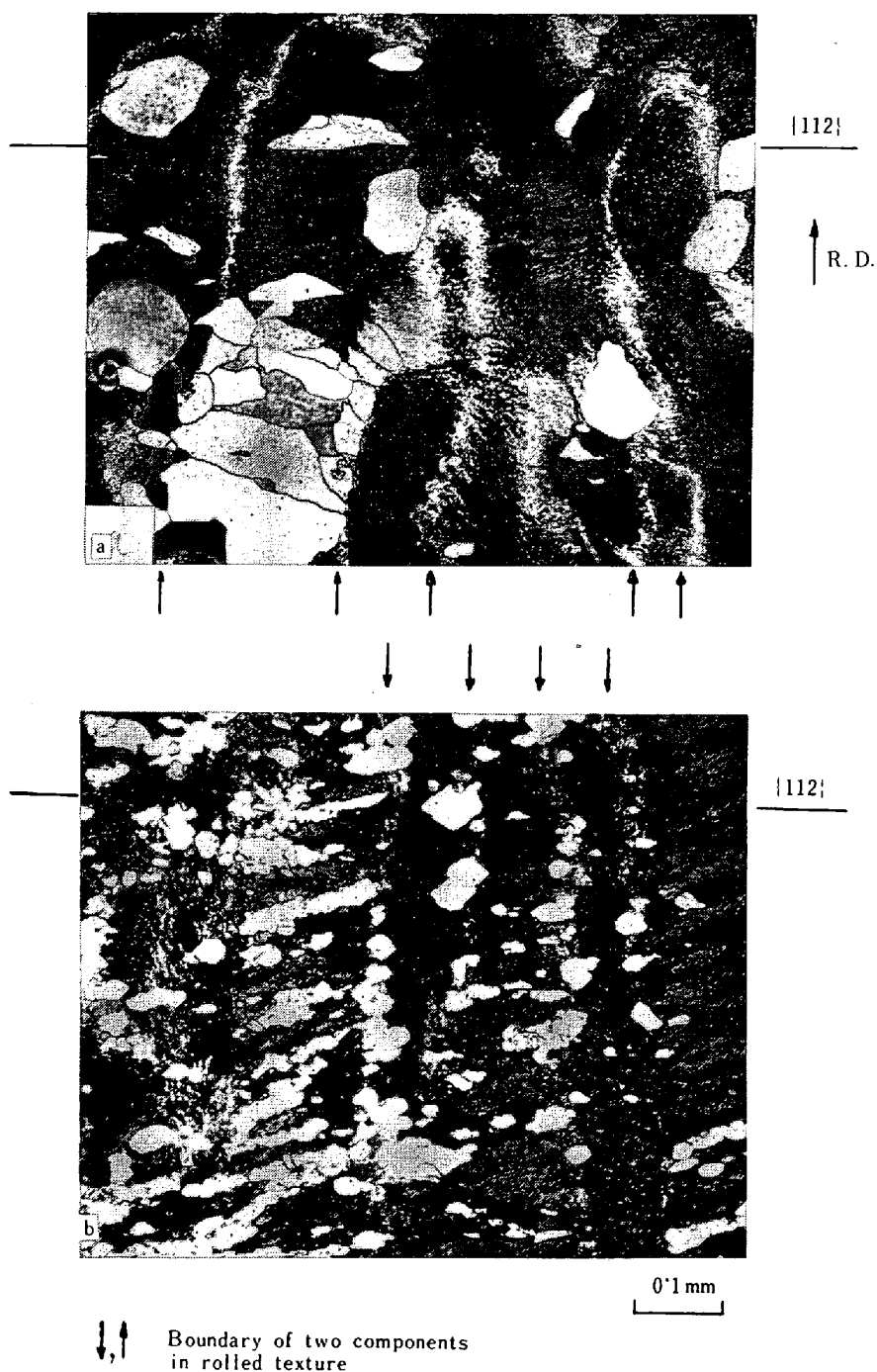


Photo. 3. Photomicrographs of primaries in partially recrystallized (011)[100] crystal, SII-108
 (a) Rolled to 58% and annealed for 2hr at 600°C
 (b) Rolled to 75% and annealed for 8 min at 600°C

鈍でこの領域は再結晶完了して (011)[100] 再結晶組織になる。一方 (100)[011] 圧延組織は表面付近を除き、ほとんど再結晶しない。さらに温度を上げて 900°C 1hr 加熱すると、この (110)[011] 領域は {311}<112> 再結晶領域になる。(Fig. 13(b)参照)。これと同じような内容は Fe-2% Al の同様の結晶方位について CLINE と Hu²⁰⁾が報告している。さらに (025)[100] 結晶では、

Fig. 14 に示したように再結晶組織は同じ圧延率の (011)[100] 結晶の再結晶組織を、単に初めの方角 (025)[100] の (011)[100] からの回転に対応して、圧延方向 [100] のまわりに回転させれば得られる。Photo. 6 には再結晶粒の分布を、互いに直角な 2 つの面でみた写真で示す。再結晶粒は (001)[100] 結晶のときのように帯状構造の境界ではなく、(011)[100] 結晶の場合のように圧延マ

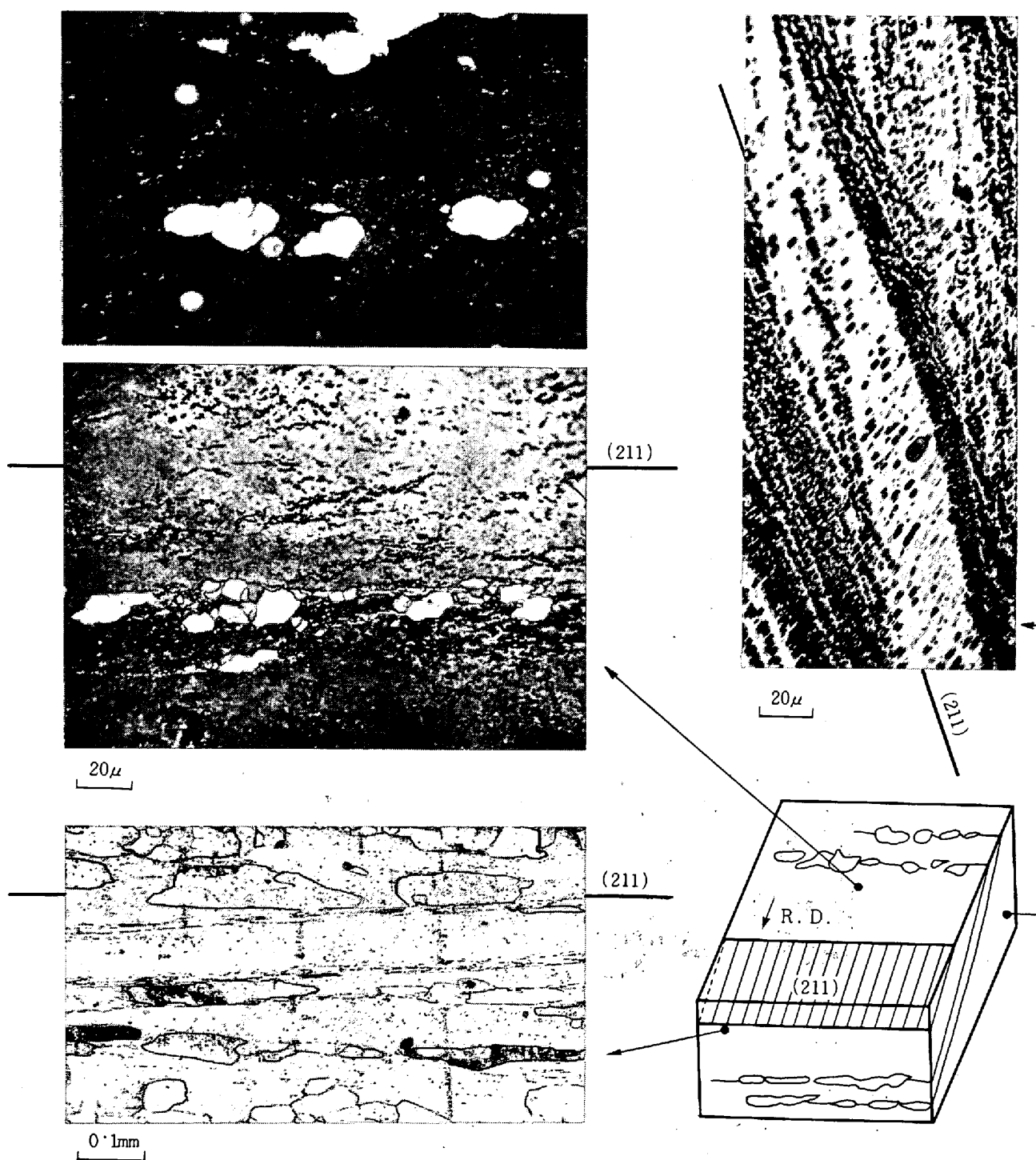


Photo. 4. Photomicrographs of partially recrystallized structure of $(233)[3\bar{1}\bar{1}]$ crystal, *SH-104*, rolled to 73%, together with schematic representation of observed planes.

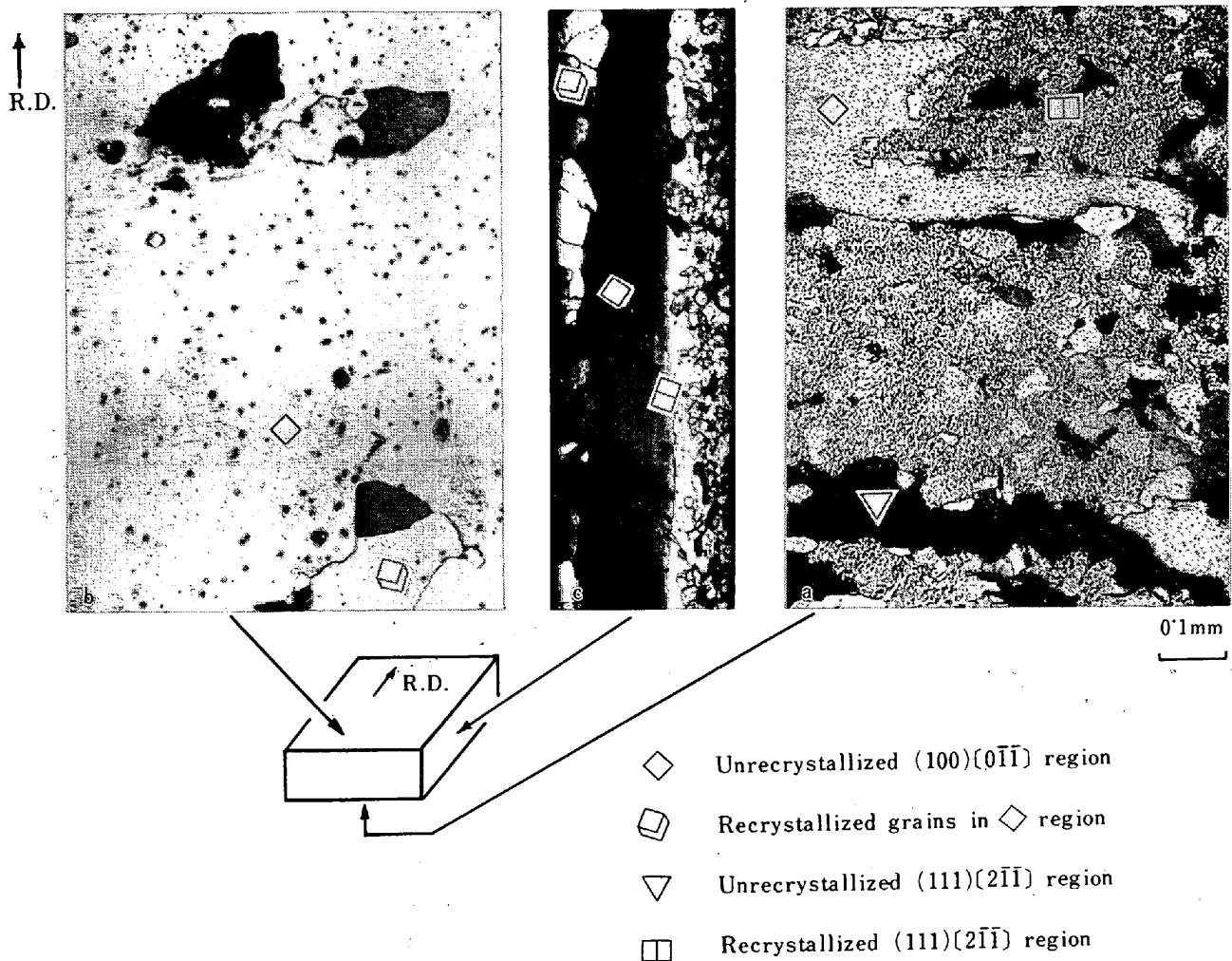


Photo. 5. Photomicrographs of primaries in (211)[111] crystal, SII-303, rolled to 57% and annealed at 600°C.

- (a) Lower region after 20 min annealing
 (b) Upper region after 3 hr annealing
 (c) Side plane after 9 hr annealing, together with schematic representation of observed planes

トリックス中の細かい筋に沿って発生する。粒径は小さく、再結晶速度はほかの *S-II* 結晶より大きい。

第3系列 *SIII**

この系列の結晶については、再結晶速度は(211)[011]と(100)[011]では小さく、(111)[011]から(011)[011]に向かつて著しく増加する。Fig. 15, 16, 17はそれぞれ(211)[011], (111)[011], (011)[011]結晶の再結晶組織を示している。(211)[011]では粒は大きく、方位の分散度は大きい。(111)[011]では{110}<112>と{410}<145>型の再結晶組織であるが、これは(111)[211]結晶にみられる再結晶組織{011}<100>と{012}<100>にそれぞれ対応

している。(011)[011]では{111}<211>型の2つの成分をもつ再結晶組織になるが、各成分は強度が弱い。

この実験全体を通じて焼鈍温度によって再結晶組織は変わらないが、粒径とか形のような顕微鏡組織には多少影響がみとめられた。

3.3 方位関係

先に述べた3つの方法によって圧延マトリックスと再結晶粒の間の方位関係を求めた。

最初は第1の方法をシャープな(111)[211]圧延組織をもつた(233)[311]結晶の31%圧延した試料に適用した。直径28mmの円板状の試料を表面層を片面よりそれぞれ150μずつ除去した後、(110)極点図を測定し、900°C 4hr焼鈍したがまったく再結晶しないので、さらに1000°C 2hr加熱した。5~7mm径の6個

* 第1部で述べたように、第3系列は[011]方向が圧延方向に平行な結晶より成り、(100)[011]から(111)[011]を通して(011)[011]にいたる範囲を含む。

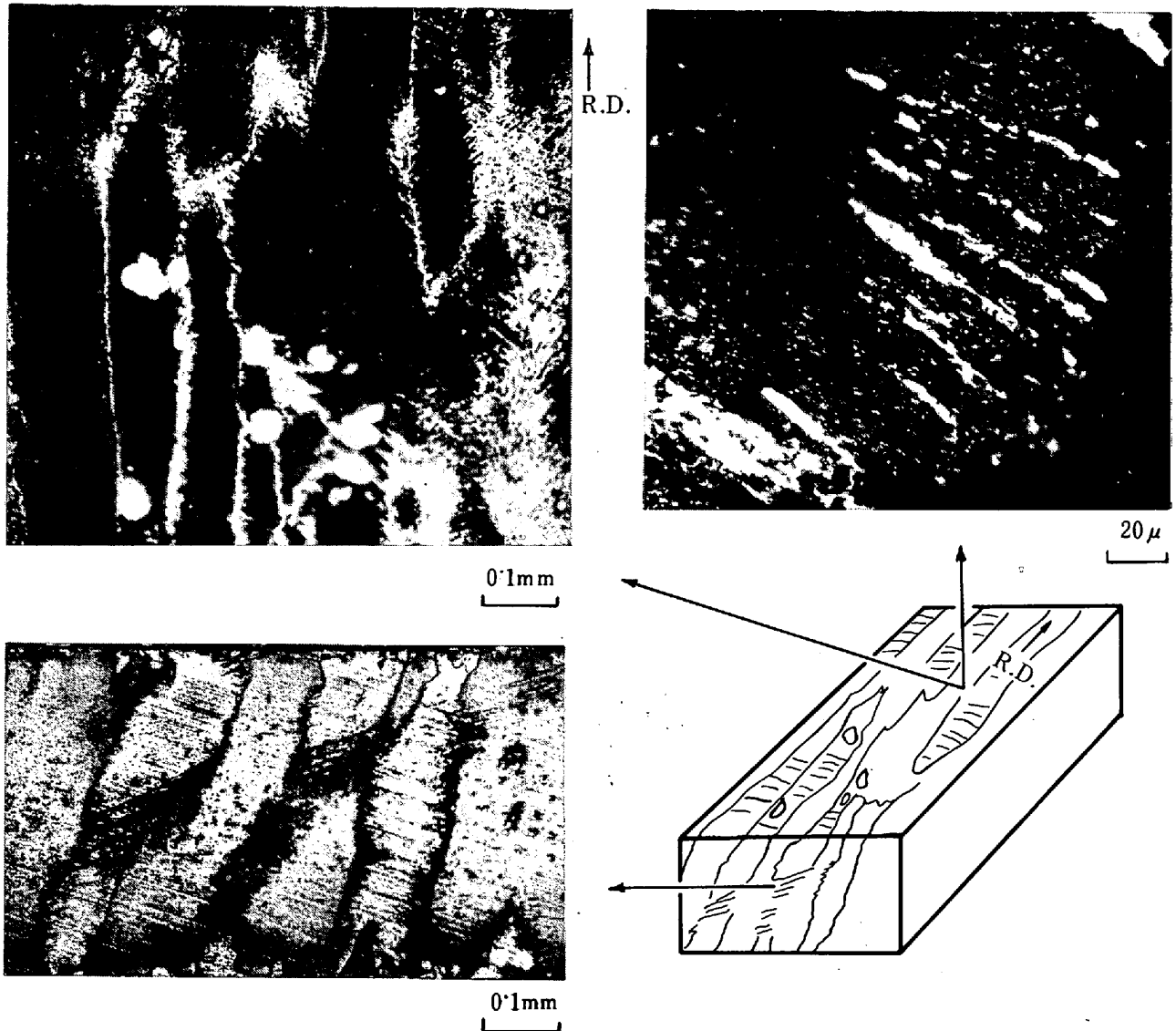


Photo. 6. Photomicrographs of partially recrystallized structure of (025)[100] crystal, *SH-111*, rolled to 48% and annealed for 30 min at 600°C, together with schematic representation of observed planes.

の再結晶粒によつて試料のほぼ 90% がおおわれた。Fig. 18 にこれら 6 個の (110) 極点分布と圧延組織の random 強度を越える範囲を示した。この図で再結晶粒の方位は種々であるが、その結晶学的方位関係は Fig. 19 のようなプロットをしてみると、すべての再結晶粒についてほぼ同一の関係にあることがわかる。Fig. 19 はそれぞれの再結晶粒についてその 3 つの (100) 極点を標準ステレオ投影の位置 (正方形印) にもつてきた場合、圧延組織が相対的にどこにくるかを表わし、その表わし方 6 とおりのうちで互いに最もよく合うように重ね合わせてある。斜線の圧延組織が重なり合う領域は、各再結晶粒の方位と $\langle 531 \rangle$ 軸まわり 28 度の回転関係にある。この方法を (001)[110] 結晶の 74% 圧延材を 1100°C 2hr 焼鈍した試料に適用した結果は Fig. 7(b) で、これを標準投

影に書き直すと Fig. 20 になる。各再結晶粒は圧延組織と大体 $\langle 321 \rangle$ 軸まわり 27 度回転の関係がある。この関係は前記 $\langle 531 \rangle$ まわりの関係と実質上同一とみなせる。

第 2 の方法は (011)[100] 方位結晶の 71% 圧延材に適用した。Fig. 21 は 600°C 2 min と 8 min の焼鈍の間の差極点図である。この焼鈍中に増加した組織は強い (023)[100] と弱い (011)[100] からなり、これらは再結晶完了組織とほぼ同じである。一方減少した組織は (344)[833] と (343)[833] で、いずれも圧延組織のピークに近い方位である。しかしこれらの間の方位関係は完全再結晶組織と圧延組織のピークの間関係とはかなり異なつた表現になる。このように増加した方位は減少した方位との間に $\langle 111 \rangle$ 軸まわり 30 度または $\langle 221 \rangle$ 軸まわり 25 度の回転関係がある。この方法をさらに (025)

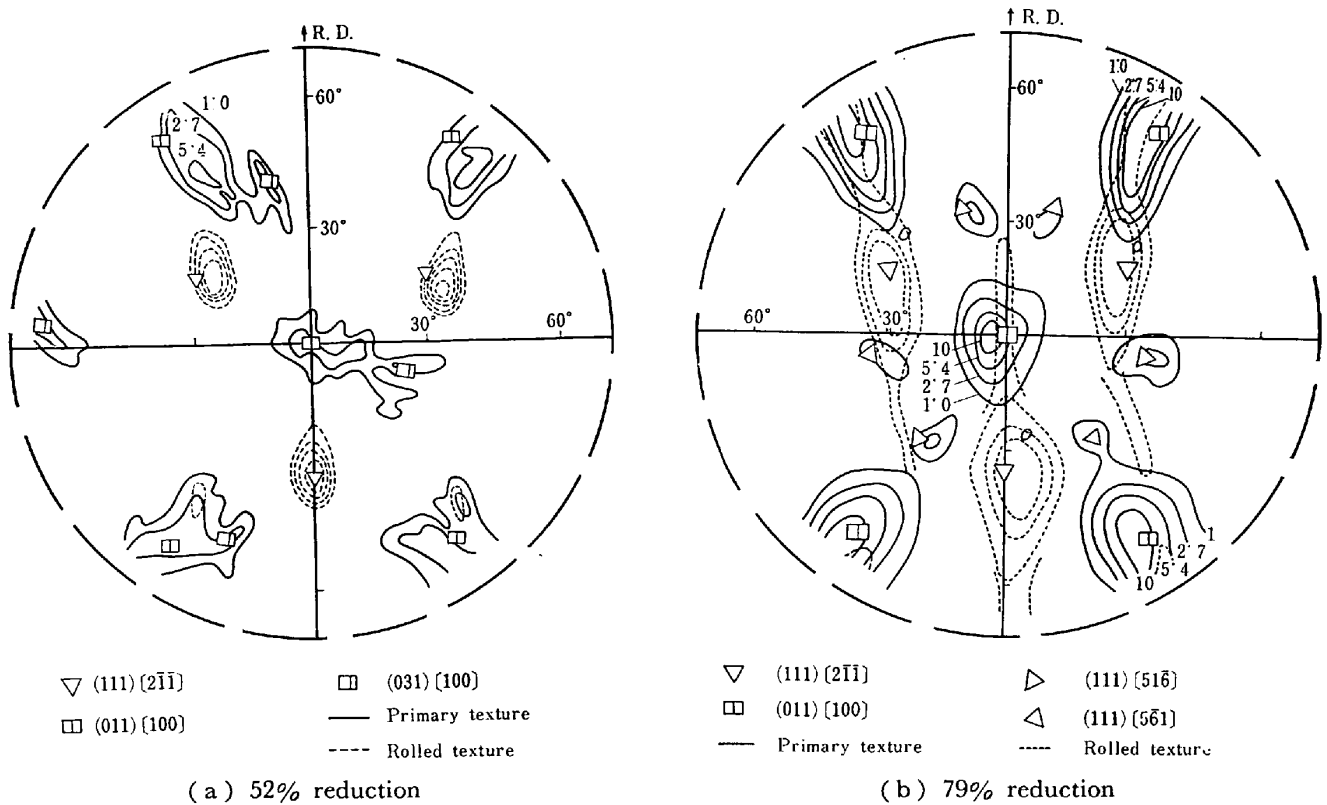


Fig. 11. (110) pole figures in central layer of rolled (233)[311] crystal, SII-104, after annealing for 4hr at 600°C.

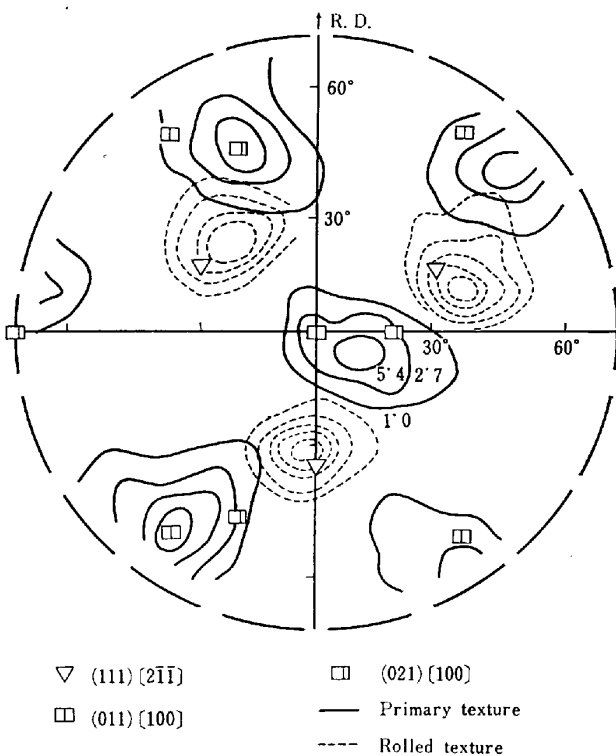


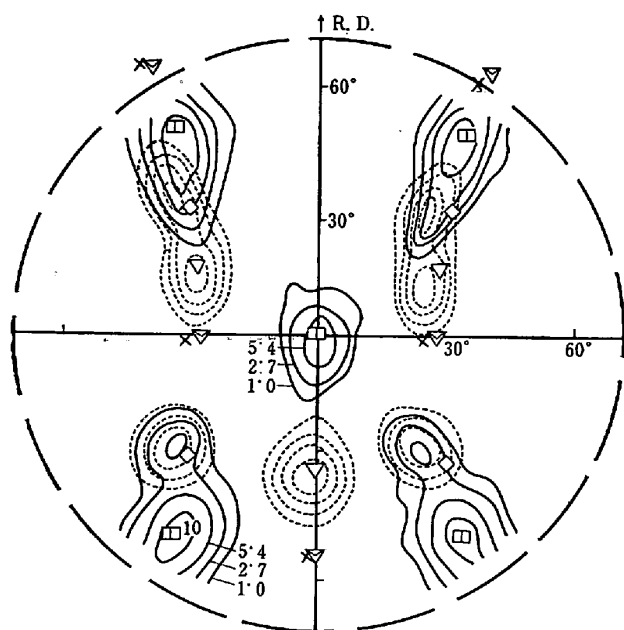
Fig. 12. (110) pole figure of (111)[211] crystal, SII-102, rolled to 74% and annealed for 4hr at 600°C.

[100] 結晶の 48% 圧延材を 600°C 1hr 焼鈍した試料に適用した。相互の方位関係は Fig. 14(a) の R_1 と D_1 または R_2 と D_2 の間の関係と同じで $\langle 531 \rangle$ 軸まわり 45 度と表現される。

第 3 の方法を (001)[100] 結晶を 70% 圧延し、600°C 2hr 焼鈍した試料について試みた。2 つの圧延組織の領域の境界に発生した再結晶粒は 3 つの型に分類できる。第 1 は境界付近に限定して細長く成長する型、第 2 は境界のどちらか一方の領域に向かって成長する型、第 3 は境界から両方に向かって成長する型である。第 1 の型は第 2、第 3 の初期に対応するとみられ、第 2、第 3 の型について再結晶粒とそれを取りまくマトリックスの方位の回転関係を Fig. 22 に示した。第 2 の型では測定した回転角は食われつつある領域に対しては 25 度から 40 度、反対の領域では 35 度から 55 度の範囲に集中している。第 3 の型では、回転角は分散しているが、分布はどちらかといえば第 2 の型の食われつつある領域に対する関係に近い。回転軸はいずれの場合にも広い分布を持っている。

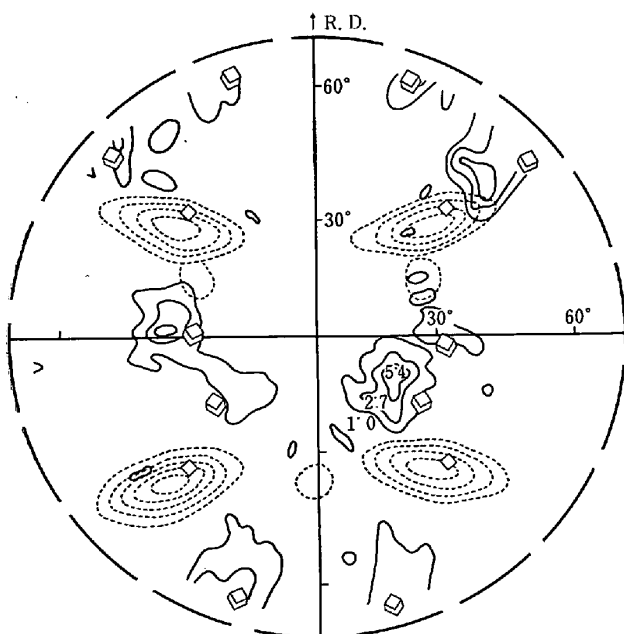
4. 考 察

これまで、再結晶の挙動が結晶によつて非常に異なることを示した。ここでは一次再結晶組織の形成の全般的



$\square$ (011) [100] ∇ (211) [111]
 ∇ (111) [211] $\diamond$ (100) [011]
 — Annealing texture - - - Rolled texture

(a)



$\diamond$ (100) [011] ∇ (311) [112]
 $\square$ (311) [121] — Primary texture
 - - - Rolled texture

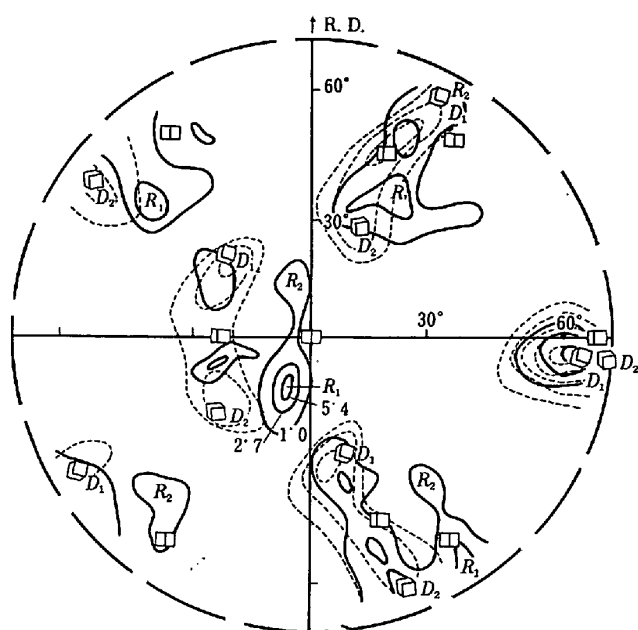
(b)

Fig. 13. (110) pole figures of (211)[111] crystal, SII-303, rolled to 57% and annealed.

(a) Central layer after annealing for 1 hr at 660°C

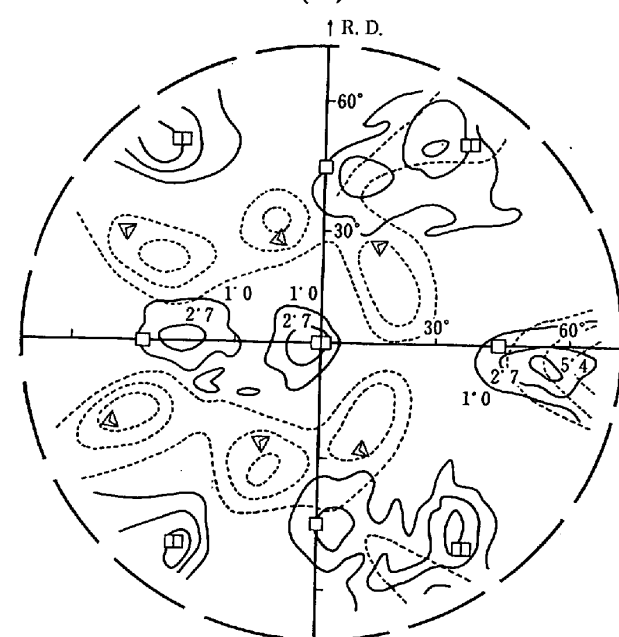
(b) Upper region after annealing for 1 hr at 900°C

In the crystal, surface layers were removed before the first annealing.



— Annealing texture $\square$ D_2 , (113) [411]
 - - - Rolled texture $\square$ (011) [100]
 $\square$ (025) [100] R_1 : (123) [511] near $\square$
 $\square$ D_1 , (113) [411] R_2 : (123) [511] near $\square$

(a)



$\triangle$ (112) [311] $\square$ (011) [100]
 ∇ (112) [311] $\square$ (001) [100]
 — Primary texture - - - Rolled texture

(b)

Fig. 14. (110) pole figures of rolled and annealed (025)[100] crystal, SII-111.

(a) Rolled to 48% and annealed for 8 hr at 600°C

(b) Rolled to 77% and annealed for 1 min at 900°C
In the latter, surface layers were removed before annealing.

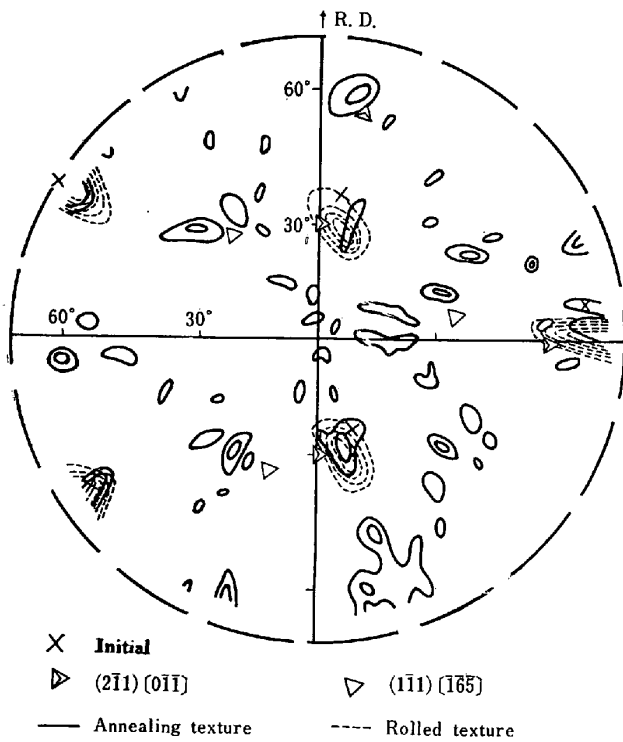


Fig. 15. (110) pole figure of (211)[011] crystal, SII-215, rolled to 78% and annealed for 1hr at 900°C, surface layers having been removed before annealing.

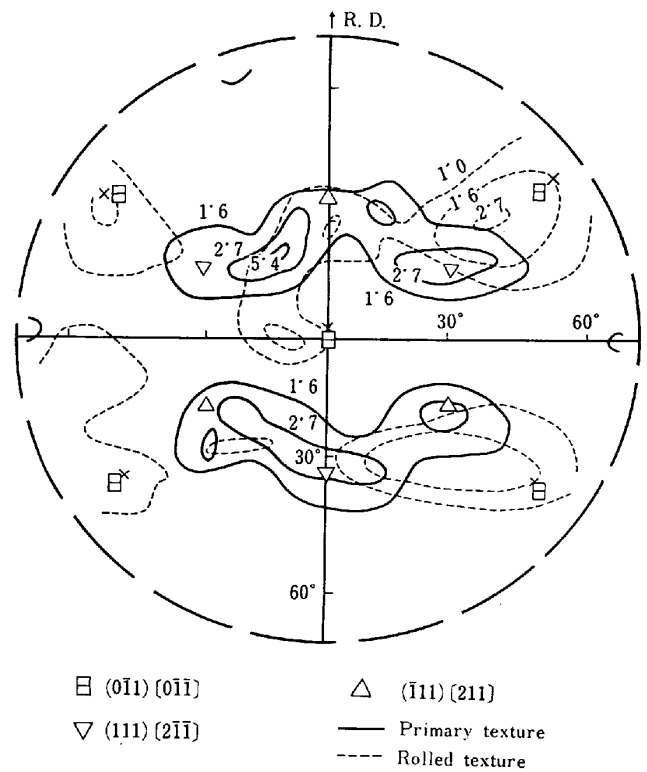


Fig. 17. (110) pole figure in central layer of (011)[011] crystal SII-108, rolled to 71% and annealed for 4hr at 600°C.

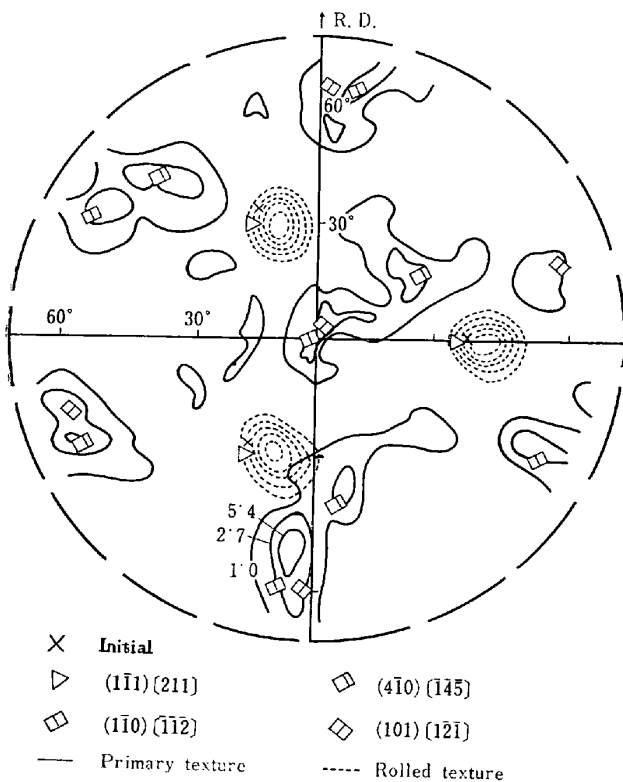


Fig. 16. (110) pole figure of (111)[011] crystal, SII-210, rolled to 74% and annealed for 1hr at 660°C, surface layers having been removed before annealing.

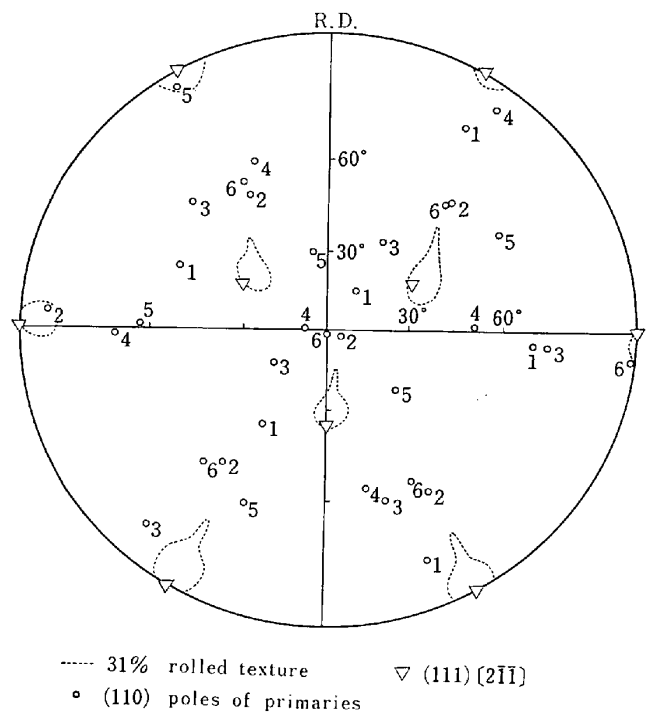


Fig. 18. Stereographic projection of (110) poles of six primaries of (233)[311] crystal, SII-104, rolled to 31% and annealed for 4hr at 900°C and further annealed for 2hr at 1000°C. Surface layers were removed before annealing.

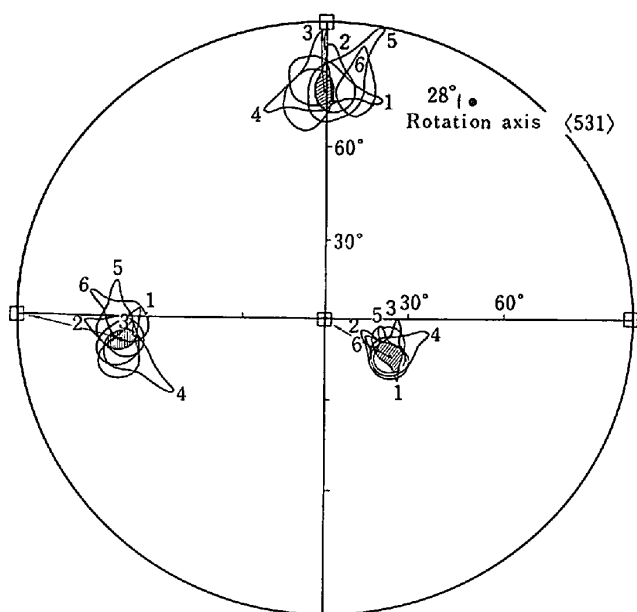


Fig. 19. (100) replotting of rolled texture in Fig. 18 by rotating each primary into standard position, so as to best overlap each other.

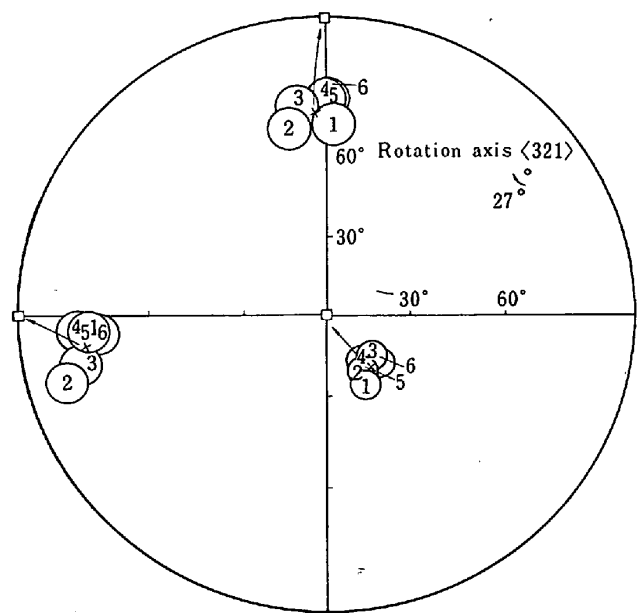


Fig. 20. (100) replotting of rolled texture in Fig. 7 (b) by rotating each primary into standard position, so as to best overlap each other.

特徴を論じる。

4.1 再結晶速度

再結晶速度は Fig. 2 に示したように圧延組織が最終安定方位 $\{211\}\langle 011 \rangle$ または $\{001\}\langle 110 \rangle$ をもつ結晶では小さく、 $\{111\}\langle 211 \rangle$ 圧延組織をもつ結晶では大きい。また始めの方位が $\{011\}\langle 011 \rangle$ の結晶では特に大きい。再結晶速度は圧延圧力、ピッカース硬度、すなわち蓄積エネルギー²⁹⁾が大きいほど速いことが注目される。

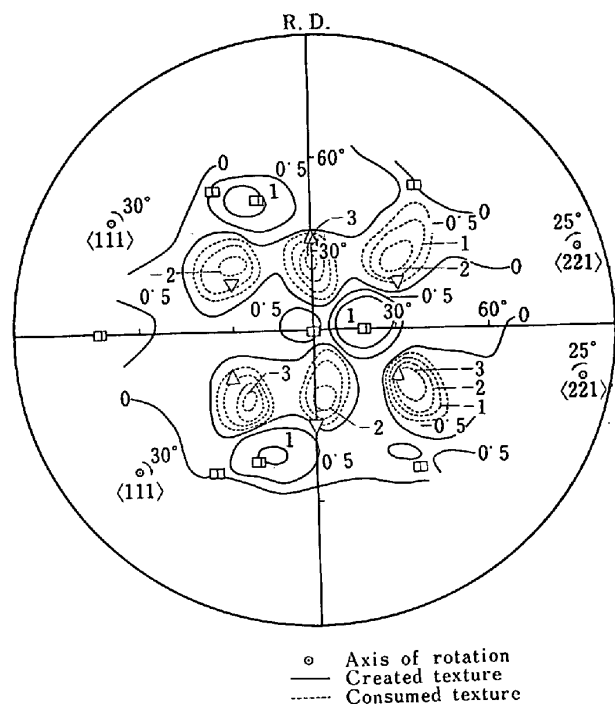


Fig. 21. (110) differential pole figure presenting created or consumed textures between 2 and 8 min annealing at 600°C, in $\{011\}[100]$ crystal, SII-37, rolled to 71%.

また硬度が大きい、すなわち蓄積エネルギーが大きいほど観察された再結晶粒は小さい。一般に結晶粒の大きさは成長率と発生率の比によつて決まると考えられる。であるからこの結果は蓄積エネルギーが増加すると、発生率のほうが成長率より以上増加することを示している。試料による再結晶粒の発生率の違いは、その圧延マトリックス中の微細構造、または応力集中部分の分布と関係しているであろう。 $\{011\}\langle 100 \rangle$ 結晶のような再結晶粒は (Photo. 3 参照) 圧延マトリックス中に密に分布した細いすじにそつて優先発生する。これに対して $\{001\}\langle 100 \rangle$ 結晶では筋状の微細構造は存在せず、带状構造の境界にそつて再結晶する。 $\{001\}\langle 110 \rangle$ と $\{211\}\langle 011 \rangle$ 結晶で再結晶速度が特別遅いのは境界や筋のような再結晶しやすい場所がマトリックス中に存在しないことが原因と考えられる。

4.2 再結晶集合組織

圧延率が低いときは、再結晶組織は一般に弱い多数の成分からなるが、圧延率が増加すると、ある成分が支配的になり、その強度は圧延とともに増加する。ただし、 $\{001\}[110]$ と $\{2\bar{1}1\}[0\bar{1}\bar{1}]$ 結晶は例外で、硬度と再結晶速度はいずれも高圧延率までほとんど増加しない。再結晶組織はその初めの方位より、ほとんど圧延組織の型で決まる。特に圧延率の高い場合はそうである。

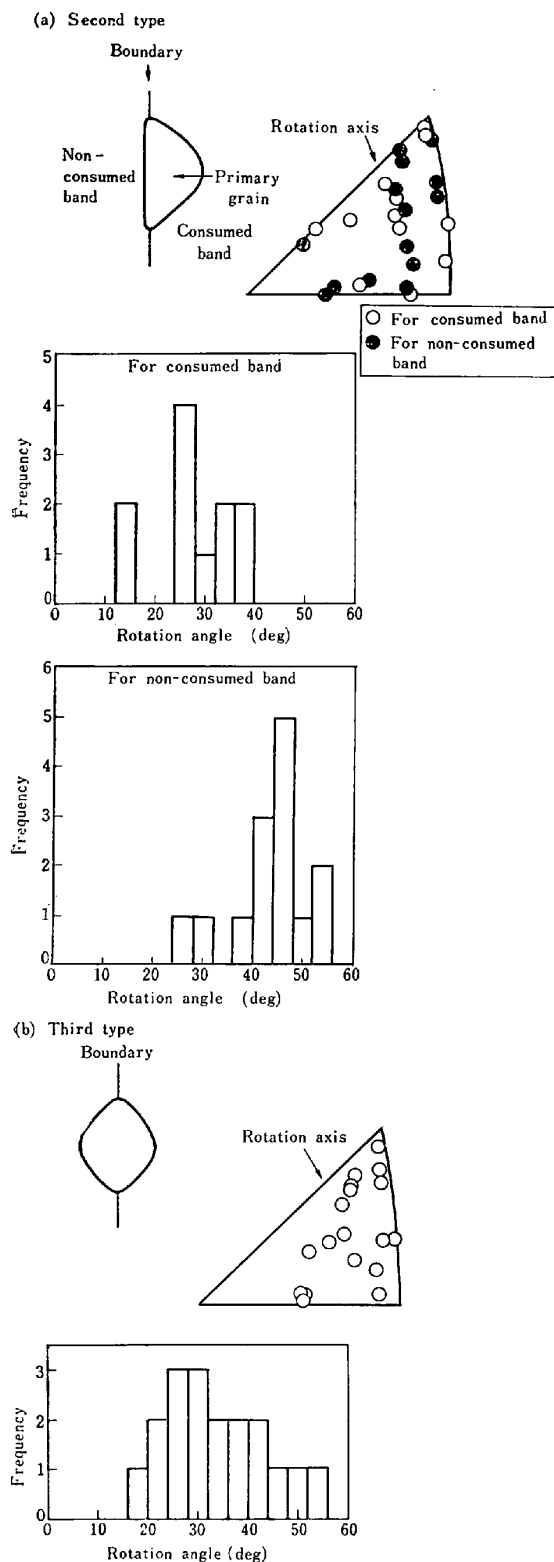


Fig. 22. Crystallographic relationships between primaries and surrounding matrix in (001)[100] crystal, rolled to 70% and annealed for 2hr at 600°C, presented by histograms of rotation angles and distribution of rotation axes on standard stereographic triangles.
(a) For the second type
(b) For the third type

(Table 1 参照). $\{111\}\langle 211 \rangle$ 型圧延組織をもつ結晶の再結晶組織は $\{011\}\langle 100 \rangle$ に近い方位をもち, $\{001\}\langle 110 \rangle$ -型圧延組織からは $\{311\}\langle 112 \rangle$ に近い再結晶組織ができる.

圧延組織が複数の成分からなる場合は, それぞれの成分の占める領域は常にそれに対応する成分の再結晶組織だけによつて占められる. この事情はこれら圧延組織の成分の間に大きな再結晶速度の差があつても変わらない. たとえば $\{211\}\langle 111 \rangle$ 結晶では, $\{111\}\langle 211 \rangle$ 圧延組織の領域からは低温で $\{011\}\langle 100 \rangle$ 再結晶粒が発達するが, 加熱温度を上げて隣りの $\{100\}\langle 011 \rangle$ 圧延組織の領域には侵入できず, 最後にそこは $\{311\}\langle 112 \rangle$ 再結晶組織になる (Fig. 13 参照). これらの結果から, 特定の圧延組織を持つマトリックスは, ある特定の方位の結晶粒以外は成長できないことを示している. その方位がすなわち再結晶組織にほかならない.

4.3 方位関係

$\{001\}\langle 100 \rangle$ 結晶では再結晶組織の各成分の方位は, 圧延にともない圧延組織の成分が回転するのに対応して回転することは Fig. 4 と 5 に示した. $\{025\}\langle 100 \rangle$ 結晶では初めの方位が $\{011\}\langle 100 \rangle$ の場合より傾いていることは Fig. 9 と 14 でみた. これらの結果は圧延組織と再結晶組織の間になんらかの方位関係が存在することを示している. これまでの多くの研究によつて, 圧延組織と再結晶組織のそれぞれ平均方位の間の関係が決定された. しかしこの方法では, いくつかの成分をもつ場合の対応はつかめない. このことと, さらに集合組織が広がりを持つことを考えると, すでに述べた 3つの方法の意義は大きい. それは再結晶粒とそれが食ったマトリックスの間の関係を決定するより直接的方法だからである.

(233)[311] 結晶の 31% 圧延材と (001)[110] 結晶の 74% 圧延材について, 第 1の方法を適用した結果は Fig. 19 と 20 に示した. 個々の再結晶粒が互いに近い関係にあることから, これらが単一の方位関係を持つとすると, その最も確からしい方位関係は (233)[311] については $\langle 531 \rangle$ まわり 28 度, (001)[110] では $\langle 321 \rangle$ まわり 27 度の回転である. しかしこの表現には当然圧延組織の広がりからくる方位関係の不確かさが残る.

これらの不確かさをできるかぎり小さくするには, 第 3の方法によつて直接その局所的方位関係を知れば, あるいは簡単な方位関係で整理される可能性がある. しかしながら Fig. 22 に示したように, (001)[100] 結晶に適用した結果はこの予想に反し, 方位関係が単一なものでは表わせないことを示した. 結論として, 再結晶組織の各成分は圧延組織との間に, 各結晶に特有で各再結晶

粒に共通のある方位関係をもっているが、その関係は単一の簡単な結晶学的回転関係では記述できない。再結晶組織の形成機構についてはほかで論じた²⁴⁾。

5. 要 約

結果は Table 1 にまとめて示した。この実験全体について明らかになった再結晶組織に共通した特徴は次のようである。

(1) 再結晶速度は初めの方位に依存し、特にその圧延組織の型に関係づけられる。圧延圧力、硬度が大きい程、速度が大きい。

(2) 圧延率が低いときは、再結晶組織は弱い多数の成分より成っている。圧延とともに成分の数は減少し、その強度は増加する。

(3) 圧延率が高いときは、再結晶組織は圧延組織の型に特有なものになる。

(4) 圧延組織がいくつかの成分をもつときは、それぞれの成分の占める領域は常にそれに対応した再結晶組織によつて占められる。たとえ1つの成分がほかよりずっと早く再結晶しても事情は変わらない。

(5) 再結晶組織の各成分は圧延組織の対応する成分と関係づけられるが、その方位関係は単一の結晶学的関係では表わせない。

結論として、特定の集合組織をもつた圧延マトリックス中では、特定の方位以外の結晶粒は成長できない。その方位がすなわち再結晶組織にほかならない。

この研究を通じてご支持と励ましを下さった橋本宇一所长と茅誠司教授に感謝します。斎藤豊氏と早川浩氏は試料作りと測定を手伝ってくれた。本多竜吉氏、吉田秀彦氏、武内朋之氏、大阪大学の藤田広志氏、その他金材技研物理部の方々、八幡製鉄の今村淳氏、鈴木克巳氏が大変有役なご討論をして下さった。ここに衷心より感謝します。

文 献

- 1) T. TAOKA, E. FURUBAYASHI and S. TAKEUCHI: Trans. I.S.I.J, 6 (1966), p. 290~316
- 2) C. G. DUNN: Acta Met. 2 (1954), p. 173
- 3) C. G. DUNN and P. K. KOH: Trans. AIME, 206 (1956), p. 1017~1024
- 4) J. L. WALTER and W. R. HIBBARD, Jr.: Trans. AIME, 212 (1958), p. 731~737
- 5) H. HU: Trans. AIME, 221 (1961), p. 130~140
- 6) C. G. DUNN and J. L. WALTER: Trans. AIME,

- 224 (1962), p. 518~533
- 7) C. G. DUNN: Trans. AIME, 227 (1963), p. 1011~1015
- 8) J. L. WALTER and E. F. KOCH: Trans. AIME 233 (1965), p. 1209~1220
- 9) J. E. MAY and D. TURNBULL: Trans. AIME, 212 (1958), p. 769~780
- 10) C. G. DUNN and J. L. WALTER: Trans. AIME, 218 (1960), p. 448~453
- 11) E. P. ABRAHAMSON, II and B. S. BLAKENEY, Jr.: Trans. AIME, 218 (1960), p. 1101~1104
- 12) W. C. LESLIE: Trans. AIME, 221 (1961), p. 752~758
- 13) H. C. FIEDLER: Trans. AIME, 221 (1961), p. 1201~1205; 227 (1963), p. 776~778; 230 (1964), p. 95~99
- 14) H. C. FIEDLER: J. Appl. Phys., 35 (1964), p. 881
- 15) S. TAGUCHI and A. SAKAKURA: Acta Met., 14 (1966), p. 405~423
- 16) P. G. ASPDEN: Trans. AIME, 215 (1959), p. 986~991
- 17) H. ABE, M. MATSUO and K. ITO: Trans. Japan Inst. Metals, 4 (1963), p. 28~32
- 18) H. HU and R. S. CLINE: Trans. AIME, 233 (1965), p. 310~318
- 19) G. WIENER and R. CORCORAN: Trans. AIME, 206 (1956), p. 901~906
- 20) R. S. CLINE and H. HU: Trans. AIME, 233 (1965), p. 57~64
- 21) J. L. WALTER and C. G. DUNN: Trans. AIME, 218 (1960), p. 1033~1038
- 22) H. C. FIEDLER: Trans. AIME, 230 (1964), p. 603~605
- 23) P. A. BECK: Acta. Met., 1 (1953), p. 230~234
- 24) T. TAOKA, S. TAKEUCHI and E. FURUBAYASHI: Trans. AIME, 239 (1967), p. 13~21
- 25) T. TOKA, E. FURUBAYASHI and S. TAKEUCHI: Japanese J. Appl. Phys. 4 (1965), p. 120~128
田岡, 小笠, 古林, 竹内: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 820~826
- 26) W. R. HIBBARD and W. R. TULLY: Trans. AIME, 221 (1961), 336~343
- 27) J. L. WALTER and E. F. KOCH: Acta Met., 11 (1963), p. 923~938
- 28) H. HU: Acta., Met., 10 (1962), p. 1112~1116
H. HU: *Recovery and Recrystallization of Metals*, edited by Himmel, Int. Publishers, (1962), p. 311~362
- 29) T. TAOKA, K. SUZUKI, A. YOSHIKAWA and M. OKAMOTO: Acta Met., 13 (1965), p. 1311~1319