

論 文

UDC 669.141.241.2 : 669.14-122.2-415 : 621.785.3.014.548.53 : 620.186.
8 : 669 : 786 : 699.74アルミニウムキルド鋼板の再結晶集合組織におよぼす
昇温速度, N 量 および Mn 量の影響*

高 橋 政 司**・岡 本 篤 樹**

Effects of Heating Rate, N Contents, and Mn Contents on
Recrystallization Texture of Aluminum-Killed Steel Sheets

Masashi TAKAHASHI and Atsuki OKAMOTO

Synopsis:

Low carbon Al-killed steels for deep drawing quality, containing various amount of N and Mn, were cold rolled 65% and annealed up to 700°C at various heating rates.

Steels annealed at the adequate heating rate (peak heating rate) showed large elongated grain and strong $\{111\}\langle 011\rangle$ oriented recrystallization texture, while those annealed at the other heating rates showed fine grain with $\{554\}\langle 225\rangle + \{111\}\langle 011\rangle$ oriented recrystallization texture.

The peak heating rate was affected not only by sol-Al contents but also by N contents and by Mn contents. Increase of N contents induced the peak heating rate faster and $\{111\}$ intensity at the peak higher, on the other hand, increase of Mn contents induced the peak heating rate faster and $\{111\}$ intensity at the peak lower.

Discussions were made concerning the difference in recovery and recrystallization behaviour among the peak heating rate and the other, and the roles of N contents and Mn contents on the peak heating rate. N contents were thought to have an effect on AlN precipitation rate, while Mn contents were thought to have effects on recovery and recrystallization rate of cold rolled structures. The change of the peak heating rate was supposed to be caused by those effects of N and Mn.

1. 緒 言

アルミキルド冷延鋼板は、深絞り性のすぐれたプレス成形用鋼板として大量に生産されており、製造条件、すなわち、成分、熱延条件、冷延圧下率、焼鈍条件などによつて、その深絞り性ないしは再結晶集合組織が大きく影響を受けることがよく知られている¹⁾²⁾。これらの製造条件のうち、成分については、sol. Al, N, C, Mn, P, Sなどの影響が考えられ、特に sol. Al 量および N 量に関しては、焼鈍過程における AlN の析出と再結晶集合組織形成の観点から数多くの研究が行なわれており³⁾、sol. Al 量には r 値を高める最適値があること^{2)~6)}、また N 量は通常成分では多い方が高い r 値が得られること^{6)~9)}などが報告されている。これに対し、他の成分の影響に関する研究例は少なく、C 量は増加するにともなつて

結晶粒の細粒化および板面に平行な $\{111\}$ 成分の減少により深絞り性が劣化すること¹⁰⁾、また Mn 量についてはあまり深絞り性には影響しないこと⁸⁾などが報告されている。

また、焼鈍時の昇温条件は、再結晶集合組織を決定する上で非常に重要であり、一般には徐燃が好ましく、種々の昇温条件が比較検討されてきた¹¹⁾。そして、同一冷延素材に対し、 $\{111\}$ 成分を最大にする焼鈍条件、または鋭い $\{111\}\langle 011\rangle$ 優先方位を有する再結晶集合組織を形成する焼鈍条件が存在することが認められている^{6)12)~18)}。清水らは¹⁵⁾¹⁶⁾、等速加熱焼鈍の昇温速度をさまざまに変え、同一成分では昇温速度が遅いほど $\{111\}$ 成分が高い傾向を示すが、結晶粒最大で $\{111\}$ 成分が極大となるピーク昇温速度が存在し、このピーク昇温速度は sol. Al 量の増加により、高昇温速度側に移動すること

* 昭和 48 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 49 年 5 月 30 日受付 (Received May 30, 1974)

** 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratory, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Hondori Nishinagasu Amagasaki 660)

を示している。さらに、寺崎らは¹⁹⁾、冷延圧下率の増加によつて、このピーク昇温速度は低速側に移動するとしている。また、ピーク昇温速度で昇温した場合には、きわめて鮮鋭な $\{111\}\langle 011 \rangle$ 方位の発達が見られるという報告もされている²⁰⁾。

本報では、このアルミキルド鋼のピーク昇温速度が、sol. Al 量や冷延圧下率ばかりではなく、N量およびMn量によつても大幅に変化することを見いだしたので、それらの検討結果を報告する。また、アルミキルド鋼の回復再結晶挙動を、再結晶後の組織との関連で検討した結果もあわせて報告する。

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材

実験に使用した試料の化学分析値を Table 1 に示す。これらはすべてホットストリップミルにより高温で最終熱延され、低温で巻き取られた厚さ 2.8~3.2 mm の冷延用アルミキルド鋼熱延鋼板である。表中 Group I の A~E は C, Mn 量が一定で、sol. Al, N 量が異なつたもの、Group II の F~I は C, sol. Al, N 量が一定で、Mn 量のみが 0.20~0.35% に異なつたものである。Group III の J, K は Mn 量の効果を明らかにするため使用したもので、sol. Al, N 量が一定で、Mn 量のみが 0.18%, および、0.45% に大幅に異なつたものである。

2.2 実験方法

Group I および Group II の試料を 65% に冷間圧延後昇温速度を 5°C/hr~240°C/hr に変えて、250°C から 700°C までの間を等速昇温し、その後 700°C にて 8 hr 均熱し、40°C/hr にて室温まで冷却した。これらの焼鈍板に対し、顕微鏡組織の観察、引張試験、X線積分強度比の測定、および $\{200\}$ 反射極点図の測定を行なつた。また一部の試料については、冷延後、20°C/hr および

80°C/hr にて加熱し、420~660°C の種々の温度にて試料を炉より取り出し、空冷し、再結晶率、硬度、X線積分強度比、およびX線回折線の幅広がり昇温過程における変化を調査した。

次に、AlN の析出速度、および回復、再結晶の進行速度に対する Mn の効果を知るため、以下の調査を行なつた。

AlN の析出については、熱延板では内部摩擦および化学分析により、また冷延板では化学分析のみにより調査した。

回復、再結晶挙動に対する Mn の効果については、回復再結晶過程で析出する微細な AlN の影響を除くため、熱延板を 950°C にて 30 min 加熱後空冷し、さらに 700°C にて 30 min 加熱度炉冷し、熱延板中で AlN をすべて析出させた。つぎに、これを 65% 冷延し、560°C のソルトバス中で等温焼鈍し、再結晶面積率、および硬度の変化を調査した。

顕微鏡組織の観察は圧延面に直角で、圧延方向を含む面について 2% ナイタル液で腐食後行なつた。結晶粒度の測定および再結晶面積率の測定はこの面の光学顕微鏡観察より行なつた。

引張試験は、JIS 13 号 B 試験片を圧延方向に対し、0°、45° および 90° 方向より切り出し 10 mm/min の歪速度にて行なつた。 r 値は 20% の歪のところで測定し、 $\bar{r}$ は $r_0 + 2r_{45} + r_{90}/4$ にて求めた。

硬度の測定は、板面においてスーパーフィシャル 30 T にて行なつた。

X線による調査は、HF, H₂O₂ 混合液による化学研磨で板厚を 1/2 まで落としてから行なつた。積分強度の測定は各面からの回折線の積分強度を fixed time 法にて測定し、これからバックグラウンド強度を差し引いた値 I を、粉末還元鉄における同様の測定値 I_0 で除した相

Table 1. Chemical composition of steels (wt%).

Group	No	C	Mn	P	S	Sol. Al	N
I	A	0.050	0.23	0.019	0.012	0.043	0.0018
	B	0.051	0.22	0.010	0.009	0.044	0.0039
	C	0.053	0.22	0.009	0.010	0.051	0.0062
	D	0.060	0.23	0.011	0.010	0.056	0.0040
	E	0.056	0.24	0.012	0.011	0.069	0.0036
II	F	0.051	0.20	0.011	0.015	0.046	0.0038
	G	0.053	0.24	0.011	0.015	0.048	0.0042
	H	0.055	0.31	0.011	0.015	0.048	0.0041
	I	0.054	0.35	0.011	0.015	0.048	0.0038
III	J	0.060	0.18	0.009	0.007	0.037	0.0060
	K	0.060	0.44	0.009	0.007	0.039	0.0058

対強度 I/I_0 を求めることにより行なつた. この場合ターゲットには M_0 を使用した. $\{222\}$ 面, $\{200\}$ 面, および $\{211\}$ 面の幅広がり測定は, 上記の回折線のプロファイルより, $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ ピーク間の極小強度 $I_{\min.}$, $K\alpha_1$ 近傍の最大強度 $I_{\max.}$ およびバックグラウンド強度 I_b を測定し, これより幅広がりパラメーター B を, $B = (I_{\min.} - I_b) / (I_{\max.} - I_b)$ で求めた²¹⁾. また, $\{110\}$ 面については, $K\alpha_1$ ピークと $K\alpha_2$ ピークの分離が悪いので, ターゲットとして Fe を使用して回折線のプロファイルを描かせ, バックグラウンドを差し引いた後, RACHINGER の方法²²⁾ にてプロファイルより $K\alpha_1$ のみによる回折線プロファイルを抽出分離し, これより半価幅 B' を求めた. さらに, 方位による回復挙動の相対的な差を知るために, 相対幅広がり R を $R = (B_T - B_R) / (B_{CW} - B_R)$ または, $R = (B'_T - B'_R) / (B'_{CW} - B'_R)$ により求めた. ここで, B_T , B'_T は各温度での, B_R , B'_R は 700°C にて焼鈍後での, B_{CW} , B'_{CW} は冷延直後での B または B' の値である.

内部摩擦の測定は, 熱延板を鉛バス中にて, 等温焼鈍後研削により, $1.4^t \times 10^w \times 130 \sim 140^l$ の板状試料を作成

しこれらを 200°C にて 8 hr 均熱後水冷してから, 2 点支持の横振動法にて行なつた. 振動数は $430 \sim 460 \text{ c/s}$ である. C, N の分離は 200°C での C と N の固溶限の差を利用する阪本の方法で行なっている²³⁾. $Q^{-1}_{\max.}$ は Q^{-1} の最大値よりバックグラウンドを差し引いて求めた.

Nitride 分析はブロムエステル法により行なつた.

3. 実験結果

3.1 N 量の影響

C 量および Mn 量が一定で, sol. Al 量および N 量がそれぞれ $0.043 \sim 0.069\%$ および $0.0018 \sim 0.0062\%$ に変化した Group I の A~E の熱延板試料を 65% 冷間延後, $5 \sim 320^\circ\text{C/hr}$ の種々の昇温速度で等速加熱焼鈍を行なつた.

焼鈍後の顕微鏡組織の数例を Photo. 1 に示す. また切断法にて求めた結晶粒度の昇温速度による変化を Fig. 1 に示す. 昇温速度により, 結晶粒度が大幅に変化し, 特定の昇温速度で焼鈍を行なうと粒径の大きな展伸粒が得られることがわかる. この特定の昇温速度¹⁶⁾をピーク

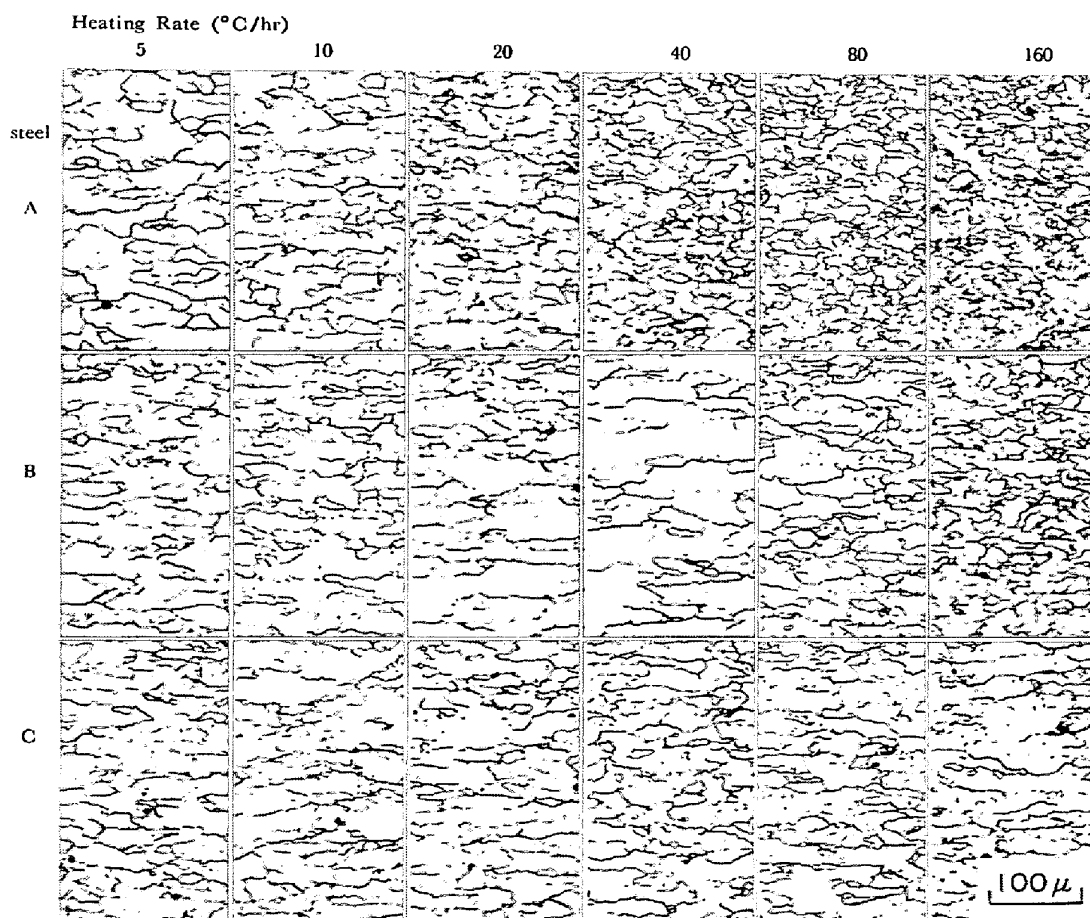


Photo. 1. Microstructures of steel A, B and C, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8 hr, at various heating rate.

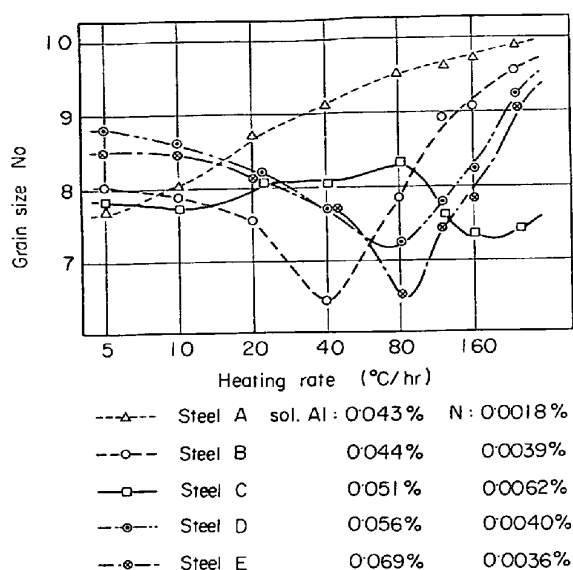


Fig. 1. Effects of heating rate on grain size of steel A, B, C, D, and E, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr.

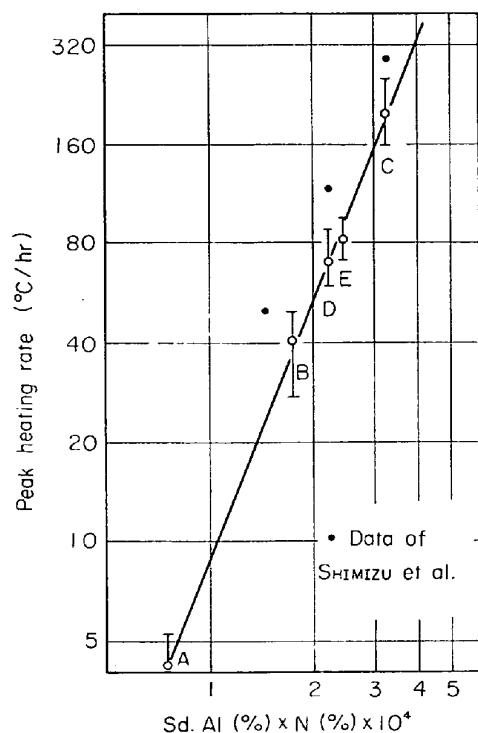


Fig. 2. Relation between peak heating rate and sol. Al% × N%

● Data of SHIMIZU, et al.¹⁶⁾.

昇温速度と呼ぶことにする。これより速い昇温速度で焼鈍すると、結晶粒径は小さくなり等軸粒となるが、遅い場合は粒径の小さな展伸粒となる。

試料Bと試料Eは、sol. Al量が異なる試料である。両試料の昇温速度による粒度変化をみると、sol. Al量の多い試料Eの方がピーク昇温速度は高速昇温側にあること

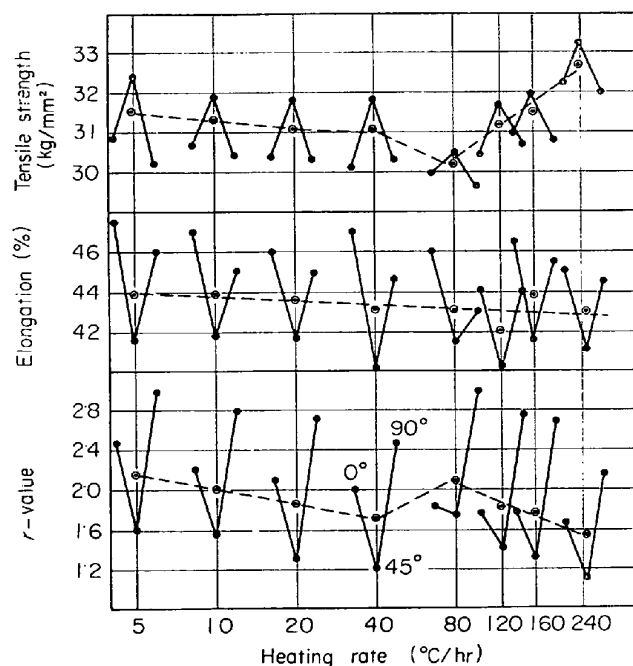


Fig. 3. Effects of heating rate on mechanical properties of steel D, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr.

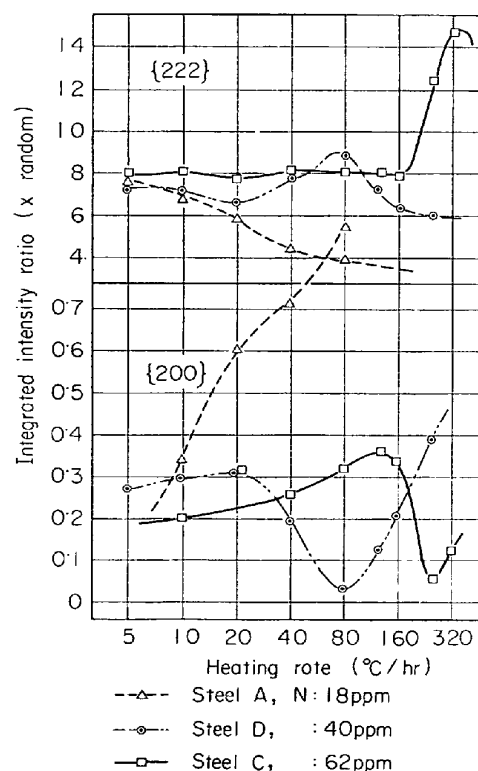


Fig. 4. Effects of heating rate on integrated intensity of steel A, D, and C, cold 65%, annealed at 700°C for 8hr.

がわかる。このような昇温速度および sol. Al 量による結晶粒の変化の傾向は、清水ら¹⁶⁾寺崎ら¹⁹⁾の結果と一致する。

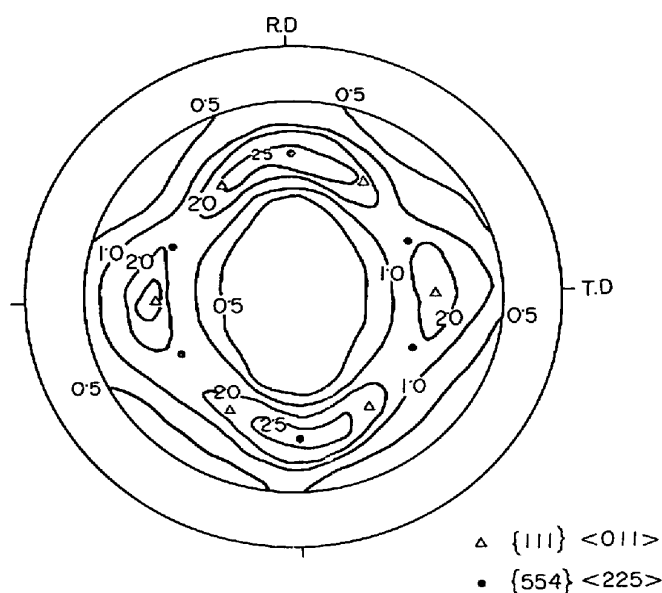


Fig. 5. {200} pole figure of steel D, cold 65%, annealed at 700°C for 8hr, heating rate 5°C/hr.

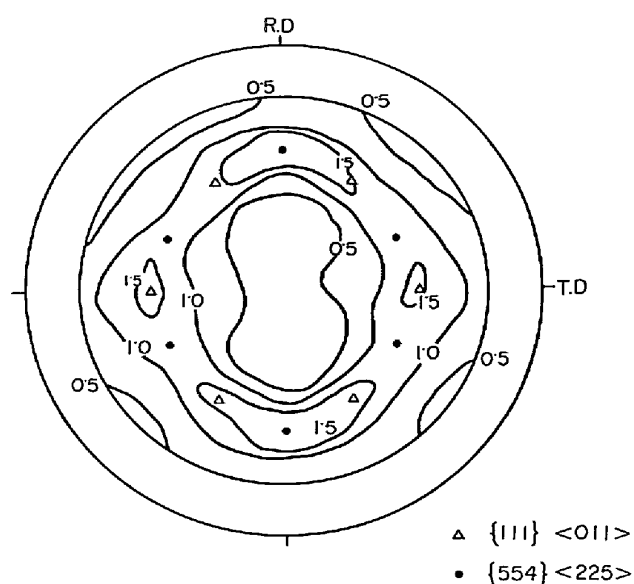


Fig. 7. {200} pole figure of steel D, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr, heating rate 240°C/hr.

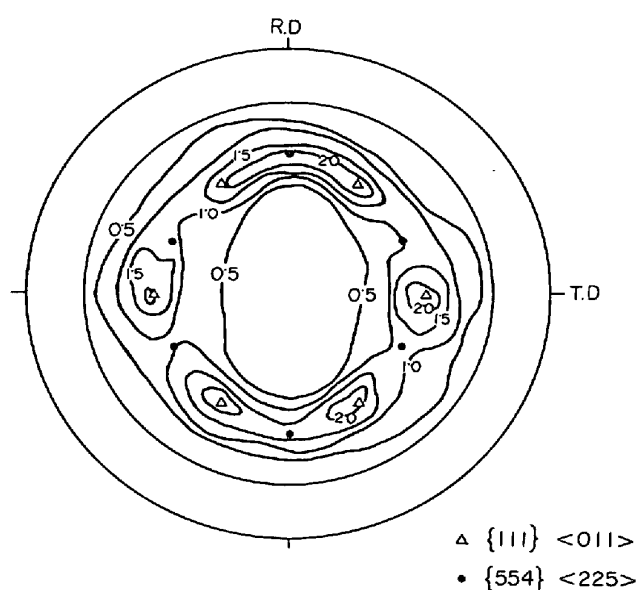


Fig. 6. {200} pole figure of steel D, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr, heating rate 80°C/hr.

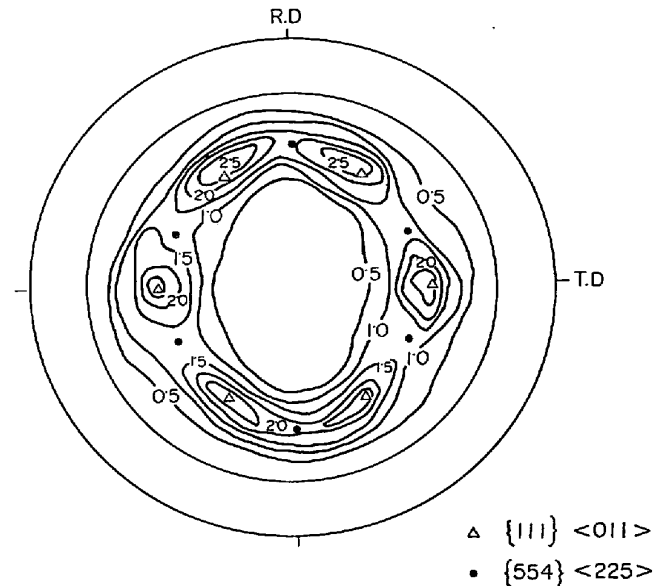


Fig. 8. {200} pole figure of steel C, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr, heating rate 240°C/hr.

試料 A, B, および C, は sol. Al 量がほぼ一定で, N 量がそれぞれ 18, 39, および 62 ppm に異なる試料である. N 量が少ない試料 A では, 昇温速度が 5°C/hr のとき, 結晶粒径は大きい昇温速度が速いほど粒径が小さくなっている. N 量が多い試料 B では, 昇温速度が 40°C/hr のとき, 結晶粒径は極大となり, さらに N 量が多い試料 C では約 240°C/hr の昇温速度で焼鈍した方がむしろ径の大きな結晶粒が得られている. このように, N 量が増加すると粒径が極大となる昇温速度, す

なわちピーク昇温速度は, 高昇温速度側に移動する.

ピーク昇温速度と sol. Al 量, および N 量の関係を量的に把握するため, 各試料の sol. Al% · N% の積と, その試料で結晶粒径が極大となるピーク昇温速度との関係を両対数グラフにプロットしてみた. Fig. 2 に示すように, 両者の間にはよい相関がみられる. 清水ら¹⁶⁾は, sol. Al 量のみ異なる試料を 65% 冷延後ピーク昇温速度を求めているので, これを同図上にプロットしてみると彼らの結果と本結果とは一致していない. これは, 後述

するように彼らの試料の Mn 量が 0.33% と高いことによつていと推定される。

引張強度、全伸、および r 値の昇温速度による変化を試料 D を例にとつて Fig. 3 に示す。この試料のピーク昇温速度で焼鈍した場合、引張強度は極小となり、 r 値は極大となるが全伸は極値を示さない。 r 値の極大は、ここで r_{45} および r_{90} が極大となることによつている。

N 量が 18, 40, および 62 ppm に異なる A, D, および C の試料について、圧延面に平行な {222} 面および {200} 面の積分強度比の昇温速度による変化を調査した。結果は、Fig. 4 に示すように、N 量を増加すると {222} 面強度が極大になる昇温速度、および {200} 面強度が極小となる昇温速度は高速側に移動する。このような昇温速度は粒径が、極大となるピーク昇温速度とほぼ一致する。また、ピークでの {222} 面強度は、N 量の増加により増加する傾向があるが、{200} 面強度の方は N 量によりあまり変化しないようである。

N 量の異なる試料を種々の昇温速度にて焼鈍した場合の {200} 極点図の測定例を Fig. 5 ~ Fig. 8 に示す。試料 D の再結晶集合組織の優先方位は、昇温速度が 5°C/hr と遅い場合 {554}〈225〉+{111}〈110〉であるが、粒径が極大となり、かつ {222} 面強度の極大と {200} 面強度の極小がみられる。80°C/hr のピーク昇温速度の場合、鋭い {111}〈011〉優先方位になる。さらに、昇温速度が 240°C/hr と速くなるとふたたび、{554}〈225〉+{111}〈011〉の優先方位になるが、それへの集積度はピークより遅い昇温速度の場合に比して低い。このようにピークでは {111}〈011〉方位への集積度の高い再結晶集合組織になるが、同様なことは N 量の多い試料 C でもいえる、これをそのピーク昇温速度である 240°C/hr で焼鈍すると Fig. 8 に示すように {111}〈011〉への集積度の高い再結晶集合組織を示す。すなわち N 量により {111}〈011〉優先方位を有する再結晶集合組織を形成する昇温速度が異なることが理解される。

このように、sol. Al 量のみならず N 量の増加によつても {111}〈011〉方位への集積度が強く、かつ粒径の大きな展伸粒を形成するピーク昇温速度が高昇温速度側に移動し、またこのピークでの {111} 面強度レベルは N 量の増加により上昇する。

3.2 Mn 量の影響

C 量、sol. Al 量、および N 量が一定で、Mn 量のみの 0.20~0.35% に異なる Group II の F ~ I の熱延板試料を 65% 冷間圧延後 10~160°C/hr の種々の昇温速度で等速加熱焼鈍を行なつた。焼鈍後の光学顕微鏡組織を Photo. 2 に示す。また、結晶粒度の昇温速度による変化

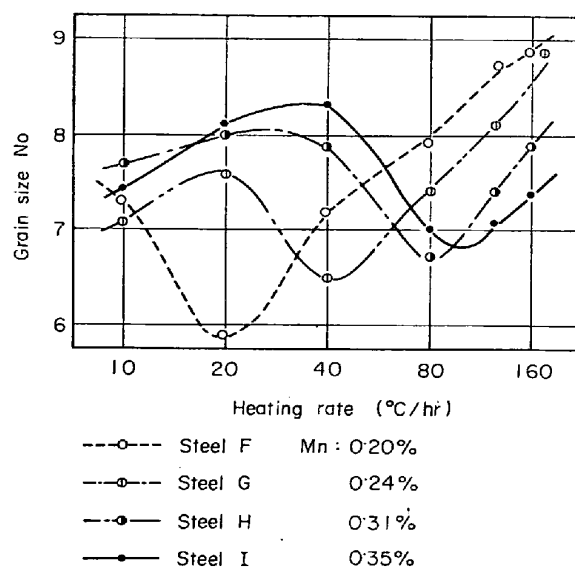


Fig. 9. Effects of heating rate on grain size of steel F, G, H, and I, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr.

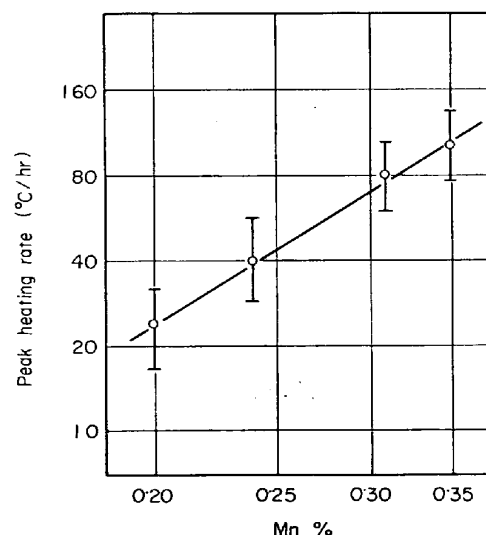


Fig. 10. Relation between peak heating rate and Mn%.

を Fig. 9 に示す。試料 F から I に Mn 量が増加するにしたがい、結晶粒径が極大となるピーク昇温速度は、高昇温速度側に移動している。本結果は Photo. 2 から容易にわかるように、同じ昇温速度では粒径が極大となる適当な Mn 量が存在し、昇温速度が速くなると、これは高 Mn 側に移動するとも表現できる。なお、ピークでの結晶粒径レベルは、Mn 量の少ないほど大きくなつていく。

各試料の Mn 量とその試料で焼鈍後粒径が極大となるピーク昇温速度との関係を、両対数グラフ上にプロットしたのが Fig. 10 である。前節にて Group I の試料を使用した本実験結果と、清水らの結果¹⁶⁾とは、ピーク

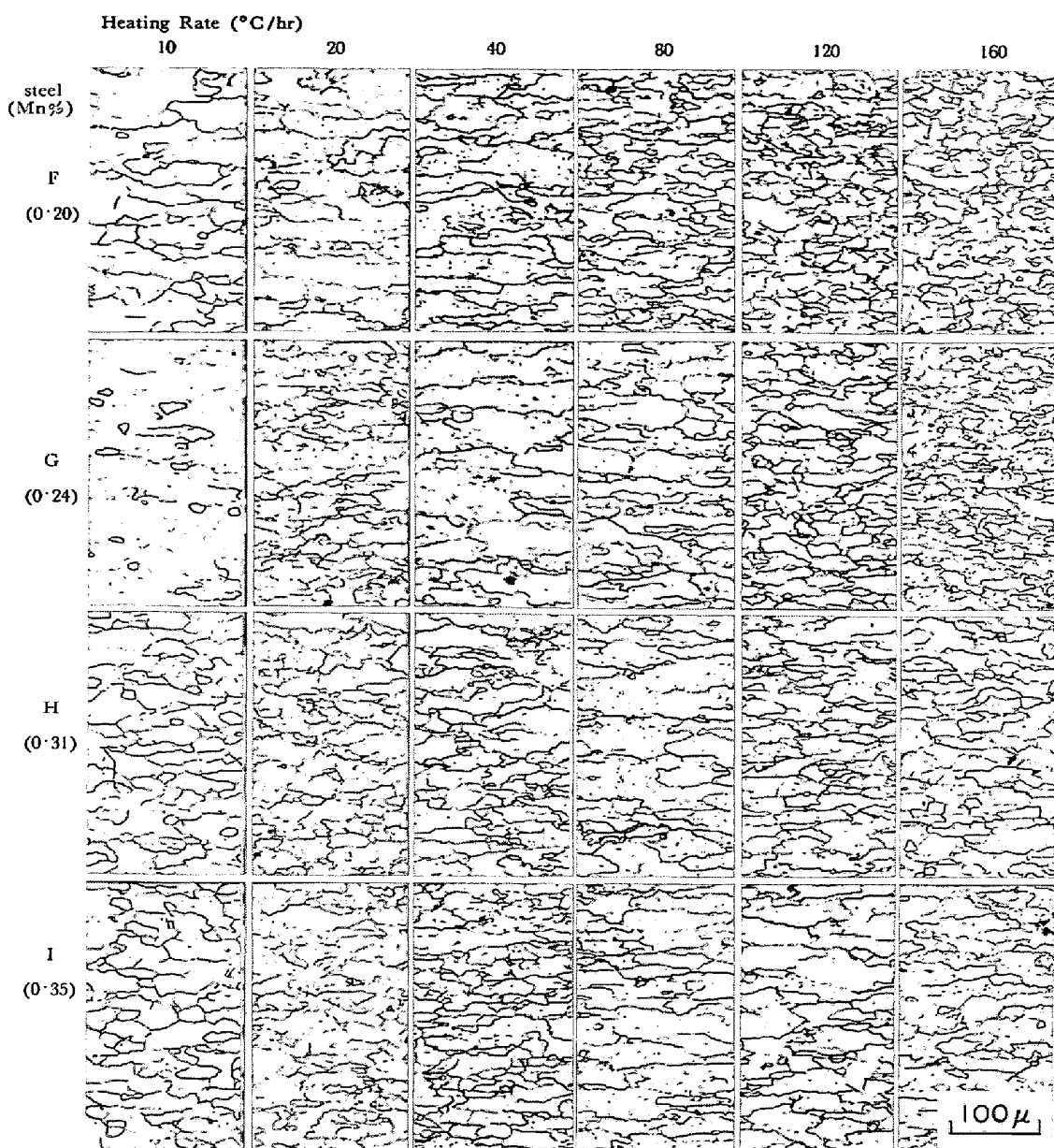


Photo. 2. Microstructures of steel F, G, H, and I, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8 hr, at various heating rate.

昇温速度が、一致しないことを述べた。Group I の試料の Mn 量は約 0.23% であるのに対し、清水らの使用した試料の Mn 量は 0.33% であり、このように Mn 量が増加すると図よりピーク昇温速度は約 2 倍になることがわかる。これは、Fig. 2 における本結果と清水らの結果¹⁶⁾との差にほぼ一致している。

引張強度、全伸および $\bar{r}$ 値の 3 方向平均値の昇温速度による変化を Fig. 11 に示す。Mn 量が増加すると、引張強度極小、 $\bar{r}$ 値極大となる昇温速度は、高速側に移動し、また $\bar{r}$ 値の極大値は、Mn 量の増加により低下している。

昇温速度による X 線積分強度比の変化を Fig. 12 に示

す。{111} 面強度極大、{100} および {110} 面強度極小を示す昇温速度は、Mn 量の増加により高昇温速度側に移動している。これら、X 線積分強度比が極値を示す昇温速度は、前述の粒径が極大となる昇温速度とほぼ一致している。ピークでの {111} 面強度レベルは Mn 量が低いほど高い傾向を示している。これに対しピークでの {100} および {110} 面強度レベルと量と Mn の関係は、本結果ではあまりはつきりしない。

試料 F および I を 20°C/hr および 120°C/hr で昇温した場合の {200} 反射極点図の例を Fig. 13~16 に示す。同じ昇温速度で焼鈍を行なっても、Mn 量が異なると再結晶集合組織も異なってくる。昇温速度が 20°C/hr

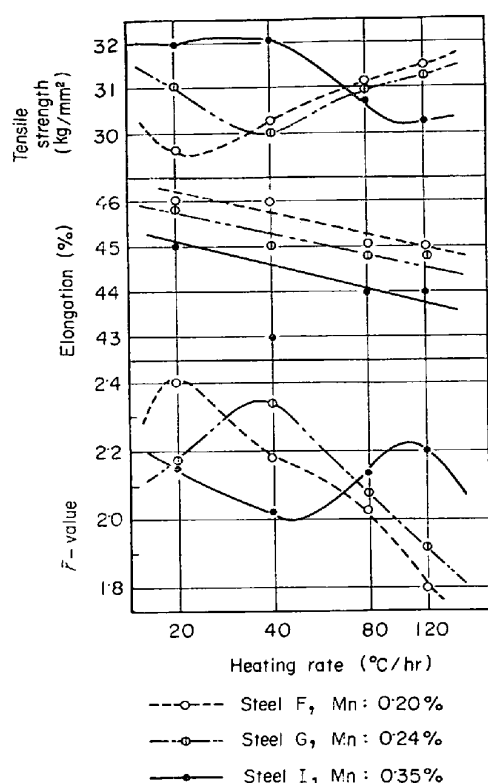


Fig. 11. Effects of heating rate on average mechanical properties of steel F, G, and I, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr.

の場合、Mn量の低い試料Fではピークに対応し{111}<110>方位への集積度の高い再結晶集合組織を示すが、Mn量の高い試料Iでは、その優先方位は{554}<225>+{111}<011>となつている、昇温速度が120°C/hrの場合はこれと逆に、Mn量の高い試料Iが{111}<011>への集積度の高い再結晶集合組織を示している。

このように、アルミキルド鋼中に含有されるMn量が増加すると{111}<011>方位への集積度が高く、かつ粒径の大きな展伸粒を形成するピーク昇温速度は高昇温速度側に移動し、また、このピークでの{111}面強度はMn量の増加により減少する。

3.3 昇温過程の回復、再結晶挙動

以上のように、アルミキルド鋼板の再結晶集合組織はそのピーク昇温速度との相対的な関係で変化する。そこで、ピーク昇温速度と、それ以外の昇温速度で焼鈍した場合の回復、再結晶挙動の差異について調査した。この場合、同一試料を種々の昇温速度で焼鈍し比較するのも一つの方法であるが、本調査では、ピーク昇温速度が異なるいくつかの試料を、なるべく昇温速度を一定にして焼鈍し、昇温条件別に、回復、再結晶挙動を分類することにより行なつた。

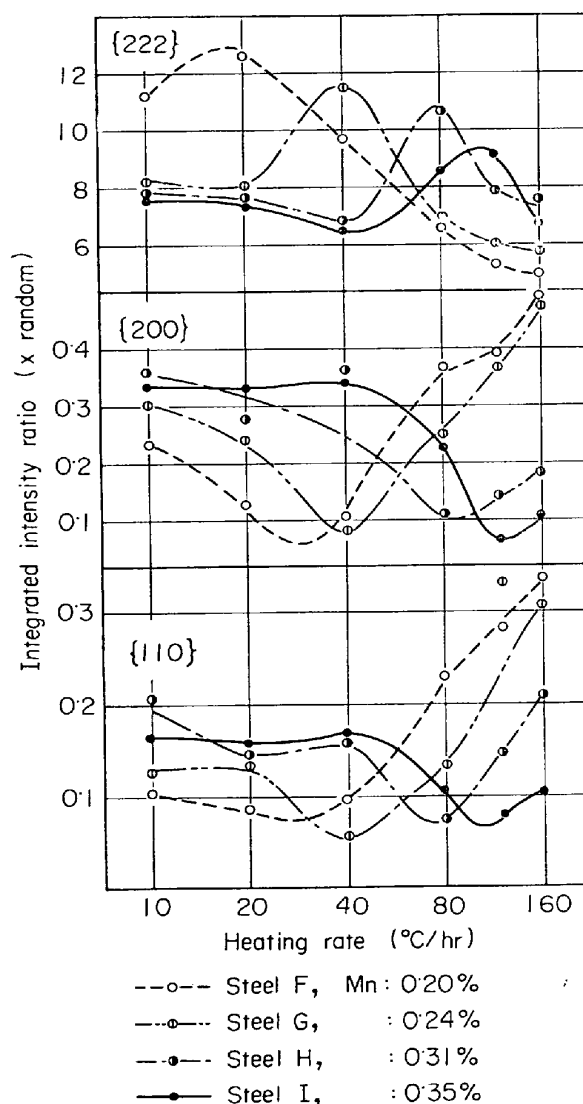


Fig. 12. Effects of heating rate on integrated intensity of steel F, G, H, and I, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr.

使用した試料は Group I の B, C, E の試料、および Group II の F, I の試料で、65% 冷延後、前者は80°C/hr、後者は20°C/hrと80°C/hrの昇温速度にて焼鈍し、種々の温度での再結晶面積率、硬度、X線積分強度、およびX線回折線の幅拡がり調査した。

3.3.1 再結晶挙動

Group I の試料を80°C/hrで昇温した場合の再結晶率、硬度および積分強度の変化を Fig. 17 に示す。試料 B, C および E のピーク昇温速度はそれぞれ約40°C/hr 約240°C/hr、および約80°C/hr であるので、試料Eはピークで、また試料Bはピークより高速で、試料Cはピークより低速で昇温したことに相当する。ピーク昇温速度で加熱された試料Eでは580°Cから590°Cにかけて硬度の急激な軟化が起り、これに対応して、{200}、

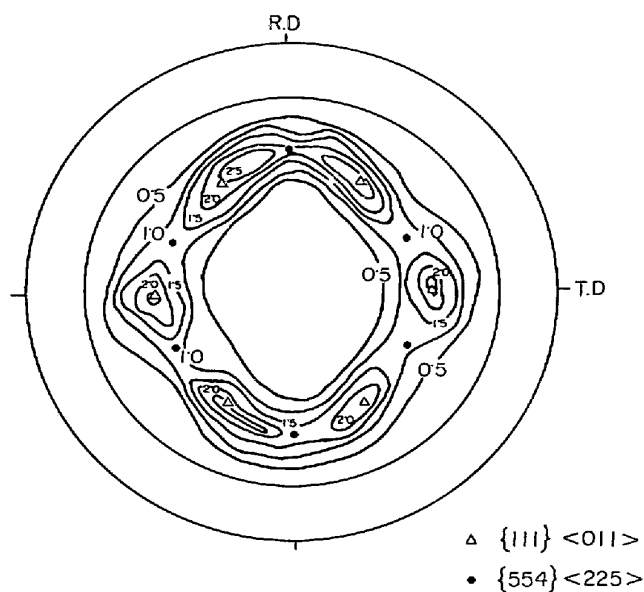


Fig. 13. {200} pole figure of steel F, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr, heating rate 20°C/hr.

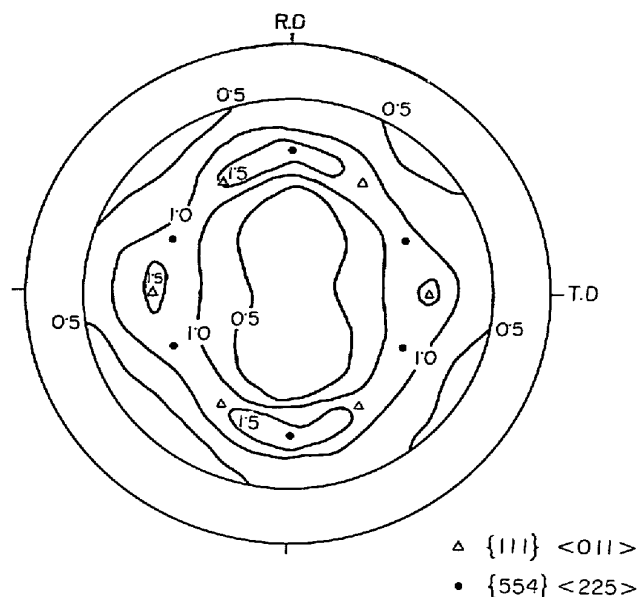


Fig. 15. {200} pole figure of steel F, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr, heating rate 120°C/hr.

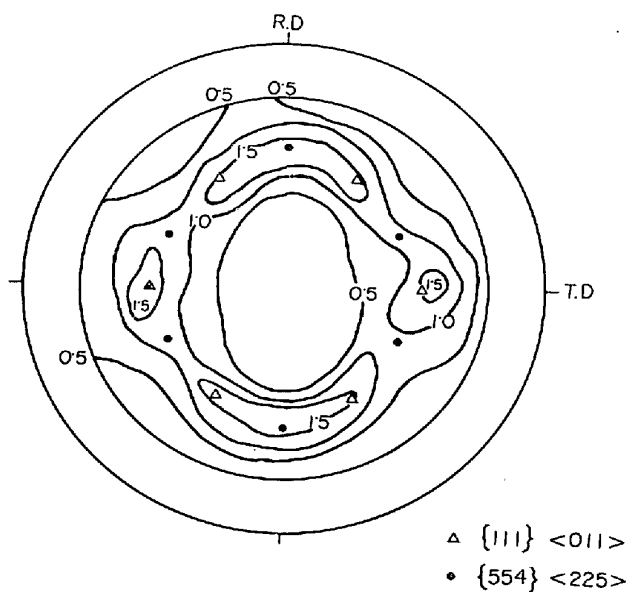


Fig. 14. {200} pole figure of steel I, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr, heating rate 20°C/hr.

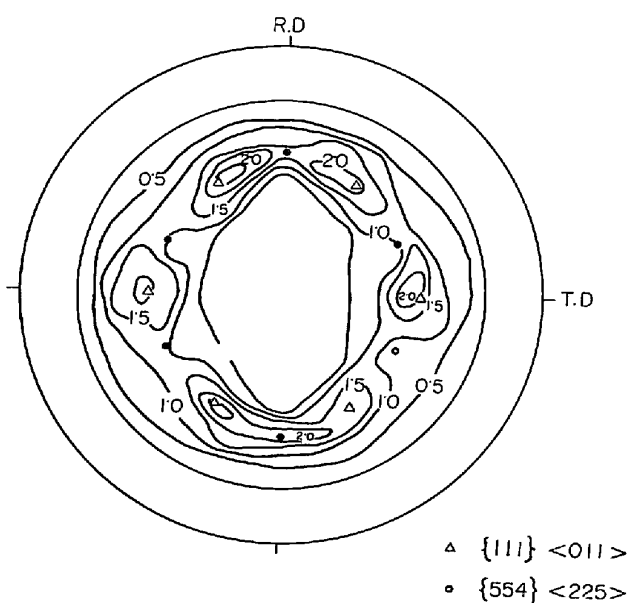


Fig. 16. {200} pole figure of steel I, cold rolled 65%, annealed at 700°C for 8hr, heating rate 120°C/hr.

{211}, {110} 面強度が急減し, {222} 面強度が急増する. 試料 E より sol. Al 量が少なく, そのピーク 昇温速度より高速で加熱された試料 B では, 硬度は三段階に軟化している. 1 段目は, 540~560°C, 2 段目は, 570~580°C, 3 段目は, 620~640°C の間であり, 硬度の軟化に対応して {200} 面強度が段階的に低下している. {222} 面強度もほぼこれに対応して増加しているようである. しかし {110} 面強度はあまり変化しない. 試料 E

より N 量が多く, そのピーク 昇温速度より低速で焼鈍された試料 C では硬度の軟化温度は高く, またその軟化は比較的緩やかである. これに伴い {200} 面強度は低下し, {222} 面強度は漸増する. これに対し, {110} 面強度はあまり変化しない.

Group II の Mn 量のみ異なる試料を 20°C/hr および 80°C/hr で昇温した場合の変化を, それぞれ Fig. 18 および Fig. 19 に示す. 昇温過程での変化の様子は Mn 量,

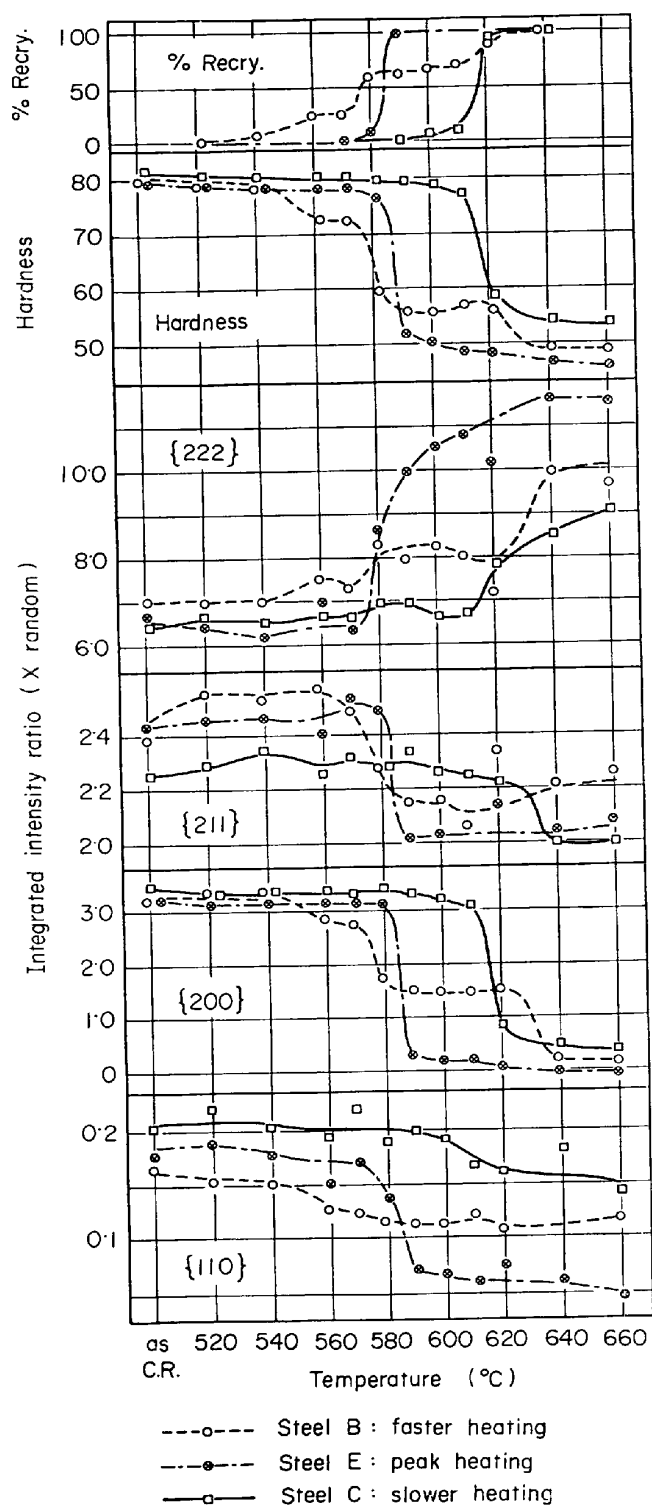


Fig. 17. Changes in % recrystallized hardness, and integrated intensity of steel B, C, and E during continuous heating at 80°C/hr.

昇温速度により大きく異なることが理解される。試料Fおよび試料Iのピーク昇温速度は、それぞれ約20°C/hrおよび約100°C/hrであるので、これらを20°C/hrの昇温速度で加熱した場合は、試料Fではピークで加熱し

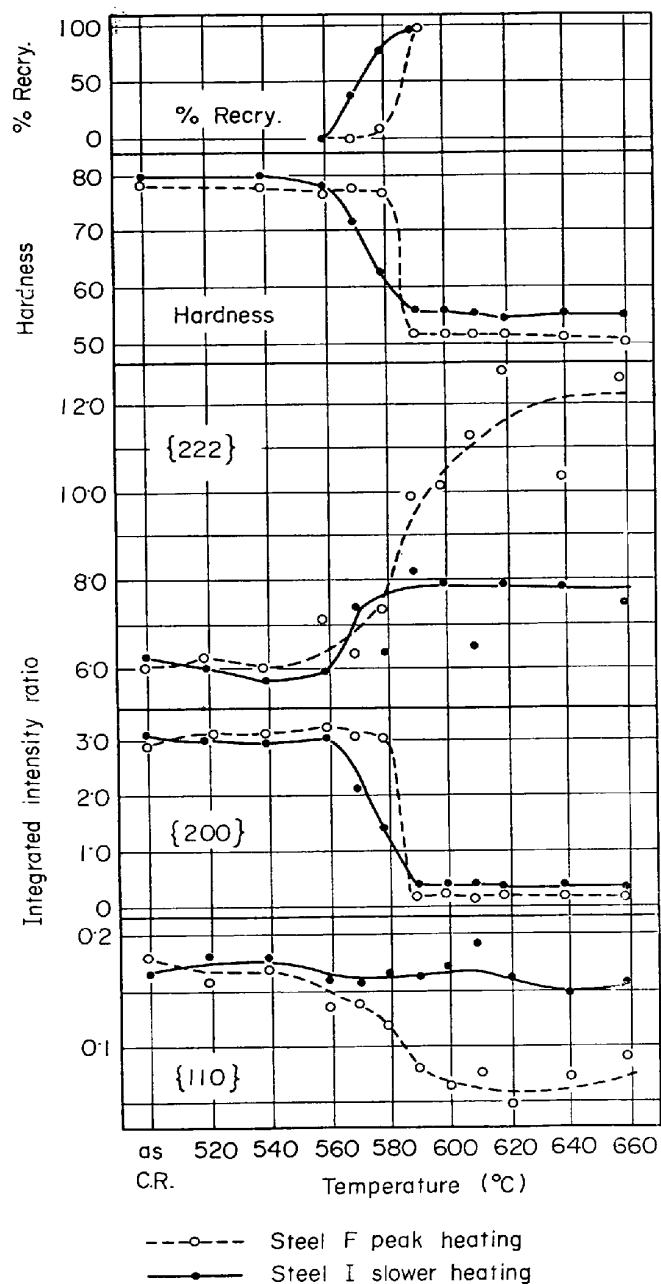


Fig. 18. Changes in % recrystallized, hardness, and integrated intensity of steel F and I during continuous heating at 20°C/hr.

たことになり、試料Iではピークよりずっと低速で加熱したことになる。この場合、試料Fでは、580~590°Cにおける急激な軟化とともに{200}{110}面強度の急減、{222}面強度の急増がみられ、これは前述の試料Eを80°C/hrで加熱した場合と同じ挙動である。試料Iを20°C/hrで加熱した場合は、560°Cから580°Cにかけてなだらかに硬度が軟化し、それにともない{200}面強度の減少と{222}面強度の増加がみられる。これに対し、{110}面強度は変化しない。このような再結晶挙動は、前述の試料Cを80°C/hrで加熱した場合と似てい

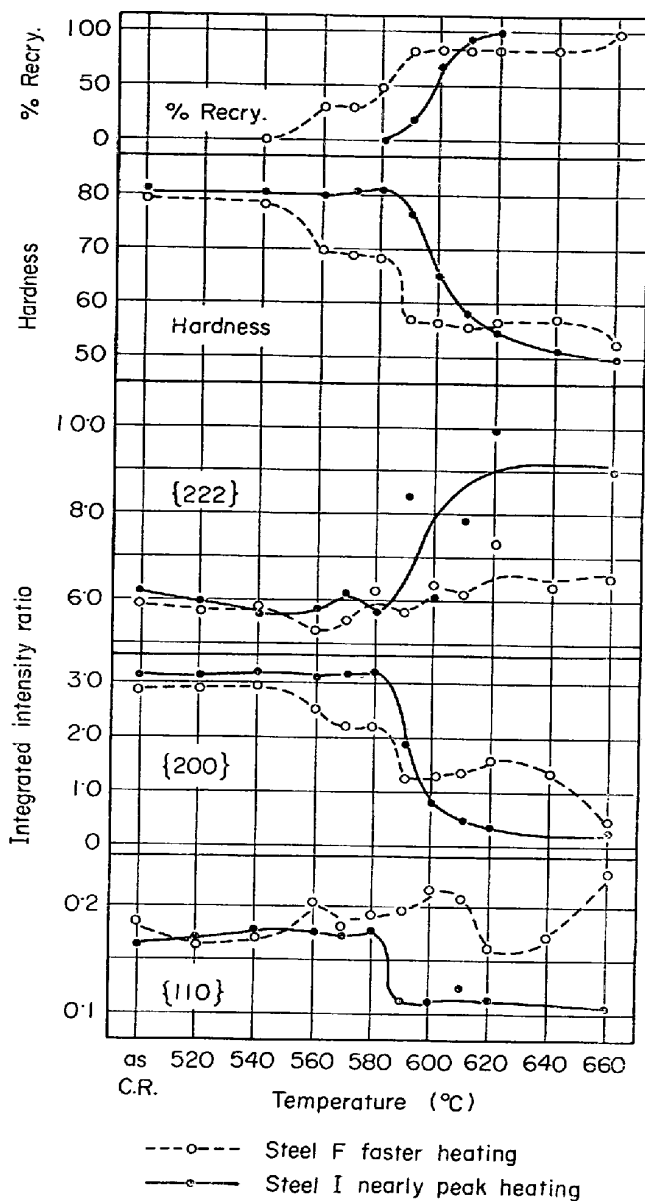


Fig. 19. Changes in % recrystallized, hardness, and integrated intensity of steel F and I, during continuous heating at 80°C/hr.

る。Fig. 19 で試料 F を 80°C/hr で加熱した場合は、ピークよりかなり高速で昇温したことになる。前述の試料 B と同様、硬度は三段階に軟化し、それにともなう {200} 面強度の減少があるが、この試料では {222} 面強度の増加が少なく、{110} 面強度の増加がみられる。この試料では、そのピーク昇温速度と行なわれた昇温速度が大きく異なるためだと思われる。試料 I を 80°C/hr で加熱した場合は、そのピークよりわずかに低速で加熱したことになる。この場合は、硬度の軟化は徐々に進行し、それにともない {200} 面強度は減少し、{222} 面強度は増加する。{110} 面強度は急激に低下する。

以上の結果は次のように要約できる。(1) ピークで

昇温した場合は、急激な再結晶とともに {200}、{110} 面強度が急減し、{222} 面強度が急増する。(2) ピークより高速で昇温すると再結晶は 2 段階または 3 段階に進行し、これにともなう {200} 面強度が低下する。その昇温速度がピークに近ければ {222} 面強度はやや増加するがピークよりかなり高速だと {222} 面強度はほとんど増加せず、{110} 面強度が増加する。(3) ピークより低速で昇温すると、再結晶は比較的緩やかに進行し、それにともない {200} 面強度は減少し、{222} 面強度は増加する。一方、{110} 面強度は、再結晶によりあまり変化しない。

3.3.2 回復挙動

回復挙動の指標として、{222}、{211}、および {200} 面よりの回折線のプロファイルより求めた幅拡がりの相対値 R の昇温過程の変化を調べた。その結果を Fig. 20 および Fig. 21 に示す。なお、試料 B、E、C については、{110} 面の幅拡がりも調査した。

これらの図より、昇温条件による回復挙動の特徴をまとめると次のようになる。

(1) ピーク昇温速度で昇温された場合 (Fig. 20(b), Fig. 21(a)), 各方位の幅拡がりの停滞が大きく生じており、温度が上昇しても幅拡がりがほとんど変化しない温度範囲がある。このときの幅拡がりのレベルは相対値で {222} 方位は約 0.3, {211} 方位は約 0.4 そして、{200} 方位は 0.5~0.6 となっている。(2) ピークより高速で昇温された場合 (Fig. 20(a), Fig. 21(c)) では、{200} 方位の幅拡がりの減少が大きく抑制されており、これは Fig. 17, Fig. 19 で再結晶が 100% 完了するまで減少しない。この {200} 方位が停滞するレベルは、相対値で約 0.5 であり、(1) の場合と比較して同じかやや低い。これに対し、{222} および {211} 方位の幅拡がりは、(1) の場合のように大きな停滞がなく、比較的すみやかに減少する。(3) ピークより低速で昇温された場合 (Fig. 20(c), Fig. 21(b)) では、(1) の場合と似ているが、特に、低温域での {222} 方位の幅拡がりの相対値が高く、これが、温度上昇により、徐々に低下している点に特徴がある。またこの場合、{211} や {200} 方位での幅拡がりの停滞も生じているが、この停滞時の幅拡がりの相対値レベルは (1) の場合と同じかやや高くなっている。

以上のように、各方位の幅拡がりの変化の仕方は、昇温条件により異なり、昇温条件が低速なほど幅拡がりの相対値の高い時期からの停滞がみられる傾向にある。

次に、Fig. 20 にて、{110} 方位の幅拡がりの変化を、{222} 方位のそれと比較すると、ピークより高速で昇温

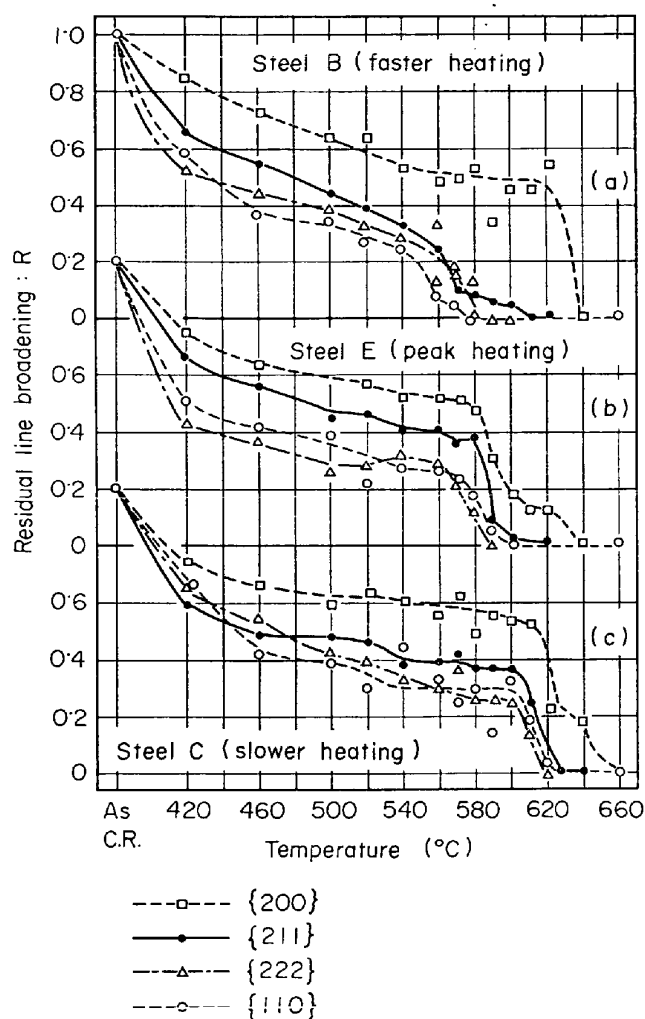


Fig. 20. Changes in residual line broadening of steel B, C, and E, during continuous heating at 80°C/hr.

された steel B でのみ、{110} 方位の幅広がり {222} より先に減少している点が興味深い。

3.4 Mn 量の役割に関する調査

アルミキルド鋼板の再結晶組織が昇温速度により変化するのは、昇温条件により、冷延組織の回復、再結晶の進行と、AIN の析出との競合の仕方が異なってくるため、両者が適当な競合をした場合、{111} 成分の高い再結晶集合組織が形成され则认为られている¹⁶⁾。したがって、Mn 量の増加によりピーク昇温速度が高昇温速度側に移動したのは、Mn 量の増加により、AIN の析出速度が速くなったためか、あるいは、冷延組織の回復、再結晶速度が遅くなったためと考えられる。そこで、これらの点を調査した。

3.4.1 AIN の析出速度

試料 F, I の熱延板を 650°C の鉛バス中にて等温焼鈍を行ない、それらの内部摩擦測定、および、Nitride

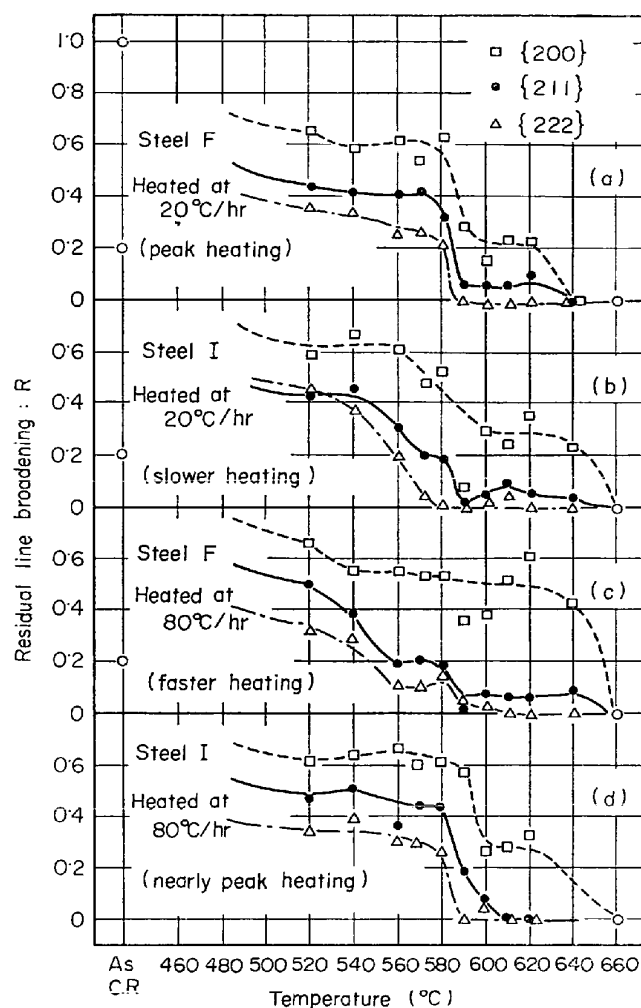


Fig. 21. Changes in residual line broadening of steel F and I during continuous heating at 20°C/hr and 80°C/hr.

分析を行なった。結果を Fig. 22 に示す。内部摩擦による固溶Nの測定の結果は、Mn 量の多い試料 I の方が固溶Nの減少が僅かに速く、また、化学分析による AIN の増加もこの Mn 量の多い方が速くなっている。

これに対し、試料 F, I の熱延板を 65% 冷延後、20°C/hr にて加熱し、昇温過程の試料の Nitride 分析を行なった結果は、Fig. 23 に示すように、Mn 量の多い試料 I の方が AIN の析出が遅くなってくる。

このように、熱延板による結果と、冷延板による結果は異なるが、この固溶Nの減少ないしは AIN の増加の変化に対する Mn の影響は小さく、さらに別の試料による測定では、僅かの sol. Al 量または N 量の違いで逆の傾向を示すこともあり、AIN の析出に対する Mn 量の影響はそれほど顕著ではないものと思われる。

3.4.2 回復、再結晶速度

Mn 量が大幅に異なる試料 J, K の熱延板を、950°C

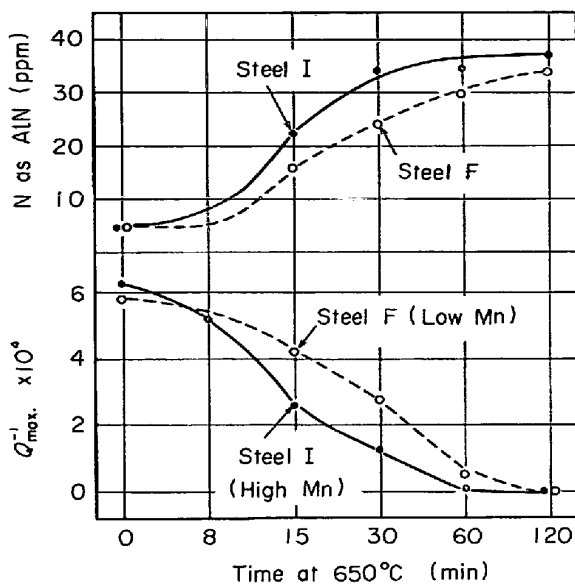


Fig. 22. Changes in N as AlN and internal friction of steel F and I (hat band) during isothermal annealing at 650°C.

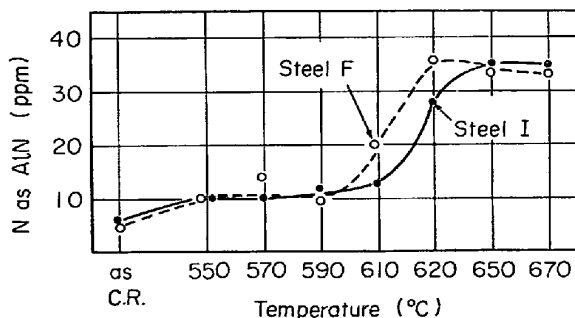


Fig. 23. Changes in N as AlN of steel F and I during continuous heating at 20°C/hr after cold rolling.

にて 30 min 加熱後空冷し、さらに 700°C にて 30 min 加熱後炉冷した。これらの Nitride 分析を行なったところ、N はほぼ完全に Nitride として析出してきた。このように、回復再結晶過程で析出する AlN の影響を除いてから 65% の冷間圧延を行ない、560°C における等温焼鈍時の再結晶面積率、および硬度の変化を調査した。結果を Fig. 24 に示すが、明らかに、Mn 量の多い試料の方が、Mn 量の少ない試料により、再結晶の進行および硬度の軟化が遅れている。

このように、本調査では、再結晶速度におよぼす Mn 量の影響は明らかであったが、AlN の析出速度におよぼす影響は明確ではなかった。

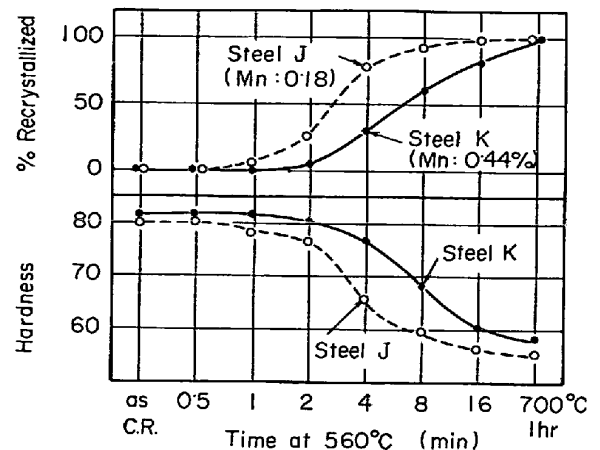


Fig. 24. Changes in % recrystallized and hardness during isothermal annealing at 560°C. Hot band J and K were, at first, heated to 950°C and then 700°C in order to precipitate all Nitrogen as AlN and then cold rolled 65% and annealed.

5. 考 察

アルミキルド鋼板を適当な昇温速度で再結晶焼鈍すると、粒径が大きく、かつ {111} 面強度の高い再結晶組織が得られ、極点図の調査によると、これは {111}〈011〉方位に鋭い集積をもった集合組織であった。このような再結晶組織を形成するピーク昇温速度は、N 量また、は Mn 量により変動することが本実験で明らかであった。

そこで、本章ではまず、昇温速度により再結晶組織が大きく変化する原因につき検討し、次に、そのような昇温速度による再結晶組織変化におよぼす、N 量および Mn 量の影響について考察する。

まず、昇温速度を、(A)ピークより高速昇温、(B)ピーク昇温、および、(C)ピークより低速昇温の3つの昇温条件において、それぞれの昇温条件における、再結晶組織、再結晶挙動、および回復挙動の特徴を検討する。

再結晶組織は、前にも述べたように(B)では粒径の大きな展伸粒で、優先方位は {111}〈011〉となっており、面強度でみると、{111} が高く、{100} および {110} は非常に低い。(A)では、昇温速度が速くなるにしたがい結晶粒径は小さくなり、等軸粒となり、リムド鋼における再結晶組織に近づく傾向である。また、面強度でみても、昇温速度が速くなるにしたがい、{111} は減少し、{100} および {110} は増加する傾向にある。(C)では、展伸粒組織ではあるが、結晶粒径は小さく、優先方位は {554}〈225〉+ {111}〈011〉となつている。面強度では、リムド鋼とくらべて、高い {111} と低い {100} および

{110} が得られるが、(B)にくらべて {111} は低く、{100} および {110} は高い。アルミキルド鋼では、リムド鋼でみられるような再結晶粒同士の食い合いがあまりないので²⁴⁾、このような完全に再結晶した組織の昇温条件による差異から、かなり、再結晶時における挙動の昇温条件による差異が類推されるものと思われる。たとえば、上記の昇温条件による結晶粒径の差異より、(B)では、生成する再結晶粒の数がかなり制限されており、かつ、再結晶組織の優先方位からみて、このような制限の中で再結晶粒を生成しうるのは、おそらく、{111}<011>方位であろうことは、容易に類推される。これに対し、(A)、(C)では、生成する再結晶粒の数の制限は、(B)ほどにはきびしくなく¹⁸⁾、また、得られる集合組織が、(B)にくらべてランダムに近いことからして、再結晶粒生成の方位依存は、(B)ほどにはきびしくないことが推測される。

再結晶過程における面強度の変化については、上記の再結晶完了後の面強度と対応した変化がみられている。(B)では、急激な再結晶をともに、{111}が急増し、{100}および {110} が急減する。(A)では、段階的に再結晶が進行し、この過程で {100} が低下し、{111} または {110} が増加する。(C)では (B) より緩やかに再結晶は進行し、{111} が増加し、{100} が低下するが {110} の低下は少ない。

回復挙動に関しては、本実験では、回折線の幅拡がりで示される値を指標として調査した。回折線の幅拡がりで示される値は、各方位の板面法線方向の平均的な歪であるのに対し、再結晶挙動は、本来、場所的に不均一な挙動であるので²⁵⁾、再結晶温度近傍、すなわち、幅拡がりの相対値がかなり低い場合、その相対値は、未再結晶部の歪の大小に、再結晶し歪が解放された領域の量的効果が加わったものになつていと考えられ、その意味するところは複雑である。しかし、再結晶開始以前の段階では、大略、幅拡がりにより、各方位の歪の大小、すなわち、回復の進行度合が評価できるものと思われる。アルミキルド鋼板を徐熱焼鈍すると、回復の途中で、その進行が停滞することが知られており¹⁴⁾²¹⁾これは、微細な AlN 粒子²⁶⁾、AlN の pre-precipitation cluster²⁷⁾ または、立方晶 AlN¹⁸⁾ が、転位上またはサブバンダーに形成され、回復の進行を抑制したため、と考えられている。本実験にて、回折線の幅拡がりにより各昇温条件における回復挙動を調査したところ、同様の停滞はみられたが、その停滞の仕方は、昇温条件により異なつていた。ピーク昇温した場合(B)は、各方位の幅拡がりとも大きく停滞し、{222} 方位などではいつたん停滞後、再

結晶直前まで幅拡がりほとんど減少しなかつたが、ピークより高速で昇温した場合(A)は {222} や {110} 方位の幅拡がり停滞することなく、すみやかに減少し、{200} 方位の幅拡がりのみ大きく停滞していた。一方、ピークより低速で昇温した場合(C)は各方位の幅拡がりとも停滞はみられるが、この停滞のおきる時期は (B) より幅拡がりの相対値が高い時期、すなわち回復の比較的初期であり、かつ、その後の温度上昇により徐々にではあるが、回復が進行していた。このような回復の停滞の差は、回復再結晶の進行と、AlNの析出の時期関係の差によつていと思われる。すなわち(A)では、{110} や {111} 方位の回復が完了して {100} 方位が回復途中のときに AlN が形成されるのに対し、(B)では、各方位の回復の比較的后期に、また (C)では各方位の回復の比較的初期に AlN が形成されるものと思われる。再結晶により発達する方位は、再結晶の初期に決定されたとすれば、(A)では、この時期 AlNの析出は不十分であるが、(B)では、回復抑制効果の大きな、微細な AlN の存在により、再結晶により発達する方位のきびしい選択が行なわれるものと思われる。一方、(C)では、回復の比較的初期から AlN の析出が起きるため、再結晶初期には AlN はある程度成長¹⁸⁾しているものと推測される。Fig. 20(c)、Fig. 21(b)で、温度上昇により、徐々に幅拡がり低下しているのは AlN の成長により、回復抑制効果が弱まつていくためと思われる。したがつて、この場合には (B) ほどには、再結晶により発達する方位のきびしい選択はおこなわれず、その結果、(B)よりも生成する再結晶粒の数が増し、焼鈍後の粒径は小さくなつたものと考えられる。

一般に、徐熱焼鈍をしたアルミキルド鋼板で、高い {111} 面強度が得られる原因に対し、いくつかの報告がなされている。白岩ら¹⁴⁾はアルミキルド鋼板を種々の温度で等温焼鈍し、その回復再結晶挙動を、回折線の幅拡がりおよびデバイスロットにより調査し、AlNの効果の一つとして、{111} 冷延マトリックスから {110} など他方位への再結晶の生成を抑制する効果をあげている。松尾らは²⁸⁾、80°C/hr にて昇温したアルミキルド鋼板について、白岩らと同様な調査を行ない、その結果 {111} 方位の回復に比して {110} の回復が非常に抑えられていたことから、彼らは、AlN の効果として、{111}<112> 冷延マトリックスからの {110}<001> 方位の核成を抑え {111}<011> 方位の優先的な発達を促すという AlN の格子歪解放抑制効果の方位依存性にあるとしている。また阿部ら²⁹⁾も、徐熱焼鈍をしたアルミキルド鋼板の再結晶初期の電顕観察より、AlN の効果として、{111}<112>

冷延マトリックスからの $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位のサブグレインの生成をほとんど阻止することをあげている。しかしこれらの報告では、再結晶により特に高い $\{111\}$ 面強度が得られるピーク昇温速度と、それ以外の昇温速度で昇温した場合の回復再結晶挙動の差異については、詳しくふれていないので、本実験では、 $\{111\}$ 方位と $\{110\}$ 方位の回復挙動の昇温条件による差異について調査した。その結果、ピークより高速で昇温した場合 (A) では、 $\{111\}$ 方位に比し、 $\{110\}$ 方位の幅拡がりの減少が速く進行していたが、ピークにて昇温した場合 (B) およびピークより低速で昇温した場合 (C) には、逆に $\{110\}$ 方位の幅拡がりの減少の方が、 $\{111\}$ 方位よりやや遅れているようであつた。したがって、リムド鋼でみられるような $\{110\}$ 方位の回復再結晶²⁴⁾³⁰⁾ を AIN の析出により抑制することが、ピークで高い $\{111\}$ 面強度が得られる一つの要因と考えられる。なお、これは、ピークにて昇温した場合、 $\{110\}$ 面強度が再結晶により大きく減少することと対応している。しかし、(C) でも、(B) 同様、 $\{110\}$ 方位の回復は抑制されているのに、(B) ほど高い $\{111\}$ 面強度が得られないことをからして、再結晶により $\{111\}$ 方位が発達するためには、このような $\{110\}$ 方位の回復再結晶抑制だけでなく、前に述べたような、再結晶初期における AIN の析出状態もかなり重要な要因になつているものと思われる。

以上の考察より、おそらく、回復の比較的後期に AIN が析出し、 $\{110\}$ 方位の回復再結晶の進行を大きく抑制し、かつ、再結晶初期に、微細な AIN が存在し、再結晶により発達する方位のきびしい選択を行なうような昇温条件がピーク昇温速度と考えられる。

次に、N 量または Mn 量により、ピーク昇温速度が変動する原因について検討する。

N 量の増加によりピーク昇温速度が高昇温速度側に移動³¹⁾した原因として、固溶 N 量の増加により、回復再結晶の進行が遅れたため、または、N 量の増加により AIN の析出が速くおきたための 2 つが考えられる。前者は、ANTONIONE³²⁾らが、純鉄に N を添加してその回復再結晶挙動を調査した結果に基づくものであるが³³⁾、通常のアルミキルド鋼中の N 量の範囲で、回復抑制効果に大きな差があるかどうか疑問である。後者については、 $\text{Al} + \text{N} \rightarrow \text{AlN}$ という反応を考えれば、AIN の析出に N 量が重要な役割を果たしていることは十分推測できる。すなわち、この反応より $dx/dt = (C_{\text{Al}} - x)(C_{\text{N}} - x) \cdot K$ なる反応速度式が相定され³⁴⁾、これより反応の初期には、AIN の形成速度 dx/dt は近似的に $C_{\text{Al}} \times C_{\text{N}}$ で決まると考えられる。ここで x は形成された AIN の総量 C_{Al} は固溶

Al 量、 C_{N} は固溶 N 量 (以上すべて原子濃度) で K は、温度などによつてきまる定数である。多くの実験結果より³⁴⁾、化学分析では検出できない程度の、すなわち、反応初期の AIN が回復の抑制に有効だと報告されており Fig. 2 に示されているように、ピーク昇温速度が近似的に $\text{sol. Al}\%$ と $\text{N}\%$ の積によりうまく整理できたのはこのためと考えられる。

ただし、AIN の析出形態におよぼす Al および N 量の効果はかなり異なるものと予想される。通常のアルミキルド鋼では、 sol. Al 量が N 量より過剰であり、また、Al にくらべて N は拡散が速いので、Al 量は Al の集合の仕方、すなわち、それぞれの AIN の成長速度のようなものを支配するのに対し、N 量は形成される AIN の総量に寄与すると考えられる。したがって、一定時間後に形成される AIN の総量は近似的に sol. Al 量を N 量の積で説明されても、その析出形態などは、 sol. Al 量-N のバランスにより異なるものと考えられる。Fig. 17 で N 量の多い試料 C の再結晶温度が特に高いこと、また、ピークでの $\{111\}$ 面強度レベルまたは r 値は、 sol. Al 量では少ない方が高い¹⁶⁾のに対し、N 量では多い方が高いのは、このような AIN 析出形態の差によつているものと思われる。

Mn 量は増加するほどピーク昇温速度は、高昇温速度側に移動し、またピークでの $\{111\}$ 面強度は、Mn 量が少ない方が高かつた。Mn は、C ととも N ととも親和性があり、これらの元素の α 鉄中への固溶限を変えると報告されており³⁵⁾³⁶⁾、また、固溶 C および N ととも AIN の析出速度に影響をおよぼす元素であるので¹⁰⁾、Mn 量により AIN の析出速度が変化するものと予想された。そこで、熱延板中での AIN の析出速度を内部摩擦および化学分析によつて、また、冷延板中での AIN の析出速度を化学分析により調査したが、Mn 量による AIN 析出速度の違いは、明瞭には検出できなかった。しかし、熱延板中で AIN をすべて析出させた後、冷延してその再結晶挙動を調査した結果では、Mn 量が多い場合、明らかにその再結晶が遅れていた。Mn 量の増加による回復再結晶の遅れは、Si を含有した低 C 鋼³⁷⁾ および純鉄³⁸⁾ でも認められており、これが Mn 量によるピーク昇温速度の移動の一因と考えられる。なお AIN の析出におよぼす Mn 量の影響については、本実験で行なつたような化学分析では、回復抑制に有効な AIN の析出挙動を十分とらえられない等の欠点もあり、今後、詳細な調査をする必要があろう。

また、ピークでの $\{111\}$ 面強度レベルは、Mn 量が少ない方が高い傾向があつた。リムド鋼³⁹⁾ および Si を

含有した低C鋼³⁷⁾でも Mn 量が少ないほど r 値または $\{111\}$ 面強度が高くなると報告されている。Hu らは³⁷⁾ その理由を、Mn 量が少ないと、 $\{111\}$ 方位の再結晶核が優先的に形成され、成長するからだと考えている。アルミキルド鋼板のピークにおける $\{111\}$ 面強度の差違も Al 無添加鋼における Mn 量の効果に準じて考えられるものと思われる。

5. 結 論

ホットストリップミルにより熱間圧延された、N量および Mn 量の異なる冷延用アルミキルド鋼板を、65% 冷間圧延後、種々の昇温速度にて等速加熱焼鈍を行ない焼鈍後の結晶粒および集合組織におよぼす N量、Mn 量および昇温速度の影響を調査した。

次のような結果が得られた。

(1) 結晶粒径が極大となり、かつ、 $\{111\}\langle 011 \rangle$ 方位への集積の強い再結晶組織が形成される適当な昇温速度(ピーク昇温速度)があり、これ以外の昇温速度で焼鈍すると、粒径は小さくなり、また再結晶集合組織の優先方位は $\{554\}\langle 225 \rangle + \{111\}\langle 011 \rangle$ となる。

(2) N含有量が増加すると、ピーク昇温速度は、高昇温速度側に移動し、また、ピークでの $\{111\}$ 面強度レベルは高くなる。

(3) Mn 含有量が増加すると、ピーク昇温速度は、高昇温速度側に移動し、また、ピークでの $\{111\}$ 面強度レベルは低くなる。

ピークとピーク以外の昇温条件にて焼鈍した場合の、回復、再結晶挙動の差を調査したところ、次のような結果が得られた。

(4) ピークより高速で昇温した場合、 $\{110\}$ 方位および $\{111\}$ 方位の回復はすみやかに進行し、 $\{100\}$ 方位の回復のみ著しくその進行が抑制されていた。再結晶は段階的に進行し、その過程で $\{100\}$ 成分が減少したが、 $\{111\}$ 成分の増加はそれほど大きくなかった。

(5) ピーク昇温速度で昇温した場合、各方位の回復は著しく停滞し、再結晶とともに $\{111\}$ 成分の急増と $\{110\}$ 成分および $\{100\}$ 成分の減少がみられた。

(6) ピークより低速で昇温した場合、回復の停滞は回復初期から起こり、その後の温度上昇により徐々に回復が進行する傾向がみられた。再結晶による $\{111\}$ 成分の増加はピークにて昇温した場合より少なかった。

(7) 昇温条件による回復の停滞時期の差異より、再結晶初期、ピークにて昇温した場合は、回復抑制効果の大きな微細な AIN が、また、ピークより低速で昇温した場合は、比較的成長した AIN が存在しているものと

考えられた。

(8) $\{111\}$ 方位と $\{110\}$ 方位の幅拡がりの変化を比較したところ、ピークより高速で昇温した場合にのみ、 $\{110\}$ 方位の幅拡がりの減少の方が先行していた。

(9) これらのことから、回復の比較的后期に AIN が析出し、 $\{110\}$ 方位の回復再結晶の進行を大きく抑制し、かつ、再結晶初期に、微細な AIN が存在し、再結晶により発達する方位のきびしい選択を行なうような昇温条件がピーク昇温速度と考えられた。

また、N量および Mn 量にピーク昇温速度が変動する原因を検討した。

(10) N量によるピーク昇温速度の変動は、N量の増加により AIN の析出が早くなるためと考えられた。

(11) Mn 量によるピーク昇温速度の変動は、Mn 量の増加により回復再結晶の進行が遅れることが一因と考えられた。

終りに、本実験の遂行にあたり、有益な助言をいただき、また、実験上の便宜をはかつて下さった寺崎富久長博士に感謝いたします。

文 献

- 1) R. L. RICKETT, S. H. KALYN, and J. T. MACKENZIE: Trans. Met. Soc. AIME, 185(1949), p. 242
- 2) R. L. SOLTER and C. W. BEATTIE: Trans. Met. Soc. AIME, 191(1951), p. 721
- 3) 久保寺, 稲垣: 日本金属学会報, 7(1968), p. 383
- 4) W. C. LESLIE, R. L. RICKETT, C. L. DOTSON, and C. S. WALTON: Trans. ASM, 46(1954), p. 1470
- 5) 青木, 関野, 藤島: 日本金属学会誌, 26(1962), p. 678
- 6) H. KUBOTERA, H. INAGAKI, and T. SUDA: Nippon Kokan Technical Report-Overseas March (1969), p. 29
- 7) D. A. WITMER, R. M. WILLISON: J. Metals April (1970), p. 56
- 8) K. YAMADA, H. KUBOTERA, and K. NAKAOKA: Proceeding ICSTIS Suppl. Trans ISIJ 11(1971), p. 922
- 9) 市山, 吉田, 中川, 江島, 松村, 鉄と鋼, 57(1971), p. 2242
- 10) 市山, 吉田, 江島, 松村: 鉄と鋼, 58(1972), p. 93
- 11) P. N. RICHARDS: Recent Developments in Annealing. Special Report 79. p. 22, The Iron and Steel Institute London, 1963
- 12) 松藤: 塑性と加工, 7(1966), p. 376
- 13) C. A. STICKELS: Trans. Met. Soc. AIME, 236(1966), p. 1295
- 14) 白岩, 寺崎, 小玉: 日本金属学会誌, 35(1971),

- p. 20
- 15) 阿部, 鈴木: 鉄と鋼, 56(1970), p. 869
- 16) 清水, 松倉, 高橋, 品川: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 2094
- 17) 清水, 高橋: 日本金属学会, 昭和 40 年度秋期大会予稿, p. 51
- 18) 花井, 竹本, 水山, 佐直: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 386
- 19) 寺崎, 高橋, 金子: 住友金属, 24 (1972), p. 230
- 20) 高橋, 清水, 友添: 日本金属学会, 昭和 44 年度春期大会予稿, p. 217
- 21) J. T. MICHALAK and R. D. SCHOONE: Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1149
- 22) W. A. RACHINGER: J. Sci. Instr., 25 (1948), p. 254
- 23) 阪本: 日本金属学会誌, 34 (1970), p. 71
- 24) 寺崎, 金子: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1674
- 25) 寺崎: 第 2 回 X 線ラインプロファイルに関する討論会予稿, (1970), p. 27
- 26) H. BROCHERS and Z. Q. KIM: Arch. Eisenhüttenw., 37 (1966), p. 161
- 27) R. H. GOODENOW: Trans. Trans. ASM., 59 (1966), p. 804
- 28) M. MATSUO, S. HAYAMI, and S. NAGASHIMA: Proceeding ICSTIS suppl. Trans ISIJ 1 Vol. II (1971), p. 867
- 29) H. ABE and Ta. SUZUKI: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 201
- 30) M. MATSUO, S. HAYAMI, and S. NAGASHIMA: Advances in X-ray Analysis, Plenum Press, 14 (1971), p. 214
- 31) Ph. AUBRUN and P. ROQUET: Men. Sci. Rev. Met., 71 (1974), p. 1
- 32) C. ANTONIONE, G. DELLA GATTA, and G. VENTURELLO: Trans. Met. Soc. AIME, 230 (1964), p. 700
- 33) 市山, 吉田, , 中川, 江島, 松村: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 1726
- 34) 八木, 福塚, 小川: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 978
- 35) H. BORCHERS and W. KÖNIG: Arch. Eisenhüttenw., 34 (1963), p. 453
- 36) J. F. ENRIETTO: Trans. Met. Soc. AIME, 224 (1962), p. 43
- 37) H. HU and S. R. GOODMAN: Met. Trans, 1 (1970), p. 3057
- 38) 吉田, 松村: 鉄鋼基礎共同研究会, 第 3 回再結晶部会資料 (鉄再-16), (1971)
- 39) S. TESHIMA and M. SHIMIZU: "Mechanical Working of Steel 2" (1965), p. 279