

論文

Fe-N合金の再結晶集合組織におよぼす
圧延温度の影響

© 1984 ISIJ

潮田 浩作*・阿部 光延**

Influence of Rolling Temperature on the Recrystallization Texture in Fe-N Alloy

Kohsaku USHIODA and Mitsunobu ABE

Synopsis:

In the process of rolling and subsequent annealing, the influence of rolling temperature on the recrystallization texture has been investigated using Fe-0.01 wt% N alloy having the initial grain size of 80 μm . Coarsely arranged and wide deformation bands with {110}〈001〉 and {100}〈011〉 orientations are formed after 300°–400°C rolling which is under the condition of dynamic strain aging. Because recrystallized grains with these orientations are preferentially nucleated during annealing at the deformation band, {110}〈001〉 recrystallization textures with a minor intensity of {100} are obtained after annealing. On the other hand, deformation twins formed by –196°C rolling are considered to act as the preferential nucleation site of {211} recrystallized grains and consequently provide {211}〈011〉 recrystallization textures. At other rolling conditions where the formation of deformation bands and deformation twins is not observed, {111} recrystallization textures are developed by the preferential nucleation of recrystallized grains with {111} near existing grain boundaries.

1. 緒 言

鋼板の深絞り性や電磁特性などは、集合組織と密接に関連する。これらの鋼板の製造工程の基本は圧延とその後に続く焼なましとで構成されており、その結果として得られる再結晶集合組織の制御を目的として、従来から多くの研究がなされてきた。しかし圧延温度による再結晶集合組織の変化を扱った研究^{1)~3)}は比較的少ない。

侵入型固溶原子を多量に含む鋼においては、圧延温度により加工組織の、したがつて再結晶集合組織の特徴的な変化が期待できる。たとえば、いわゆる温間圧延の場合には動的ひずみ時効が圧延中に生じるため、また固溶原子による交差すべりの頻度低下が^{4)~6)}低温圧延での双晶変形を促進するため、圧延温度により加工組織が著しく相違するものと考えられる。加工組織は一般に場所的不均一性をもち、局所的な高転位密度領域（たとえば初期粒界の近傍など）を含むことが多い。圧延温度によってこのような加工組織の不均一性も変化するであろうから、高エネルギーブロック説⁷⁾や oriented nucleation 説⁸⁾⁹⁾を前提にすれば、再結晶集合組織もまた特徴的な変化を示すものと予測される。

本報では、Cに較べて固溶限の著しく高いN¹⁰⁾を侵入型固溶元素として選び、Fe-0.01 wt%N 合金を用いて圧延温度と加工組織、再結晶集合組織との関係をしらべ、考察を加えた。

2. 試料および実験方法

真空溶製した素材の化学成分を Table 1 に示す。これを用いて板厚 4.5 mm の熱延板を得たのち、両面研削して板厚中央層から 3 mm 厚の試料を採取した。この試料の結晶粒径は約 80 μm であった。試料調整のための熱延条件およびその後の実験工程を Fig. 1 に示す。

焼純まえの圧延条件としては、室温~700°C の範囲で 1 パス 50% 圧延（ひずみ速度：15 s⁻¹）した場合と、–196°, 0°, 300°, 450°C の各温度で多パス圧延（1 パスごとのひずみ速度：約 3 s⁻¹）の場合の二種類とした。圧延中に試料温度は変化するが、以下本報では圧延前の

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

N	C	Si	Mn	P	S
0.0095	<0.002	<0.01	0.01	0.004	0.003

昭和 57 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 58 年 4 月 11 日受付 (Received Apr. 11, 1983)
 * 新日本製鉄(株)第一技術研究所(現: スウェーデン金属研究所) (R & D Laboratories-I, Nippon Steel Corp., Now Swedish Institute for Metals Research)

** 新日本製鉄(株)第二技術研究所 工博 (R & D Laboratories-II, Nippon Steel Corp., 5-10-1 Fuchinobe Sagamihara 229)

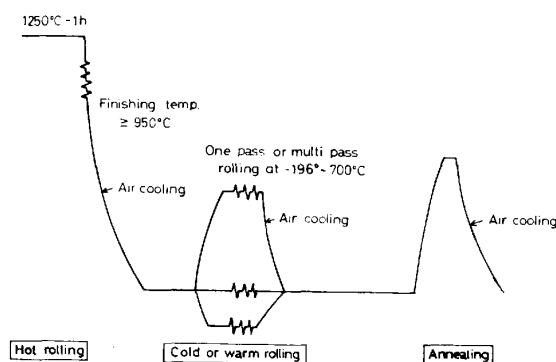


Fig. 1. Schematical diagram of experimental procedures. Rolling temperature in cold or warm rolling was represented by specimen temperature before the rolling.

温度を圧延温度として表記する。また多パス圧延では、各パス間で試料を所定の温度に 5 min 保持し圧延中の温度変化を少なくした。圧延温度に相当する各温度（室温より高い）から試料を水冷し、内部摩擦測定により侵入型固溶原子の量を評価したところ、圧延温度によらず固溶 N は約 75 ppm、固溶 C は 10 ppm 程度であった。圧延温度が 300°C~400°C の場合には平均圧延圧力は著しく増大し、室温圧延の場合の 2 倍程度にまで達する。これが圧延中の動的ひずみ時効に関連した現象であることは、すでに確かめられている¹¹⁾。圧延板の焼なましには、塩浴炉を用いた。

集合組織は、板厚中央層についての通常の {100} 極点図および代表的板面方位に関する X 線回折強度比（ランダム試料を基準）から判定し、X 線マクログラフ¹²⁾も併用した。このほか光学顕微鏡観察やマイクロビッカース

硬度の測定、マイクロファセットピット¹³⁾の走査型電子顕微鏡による観察および 1000 kV 電子顕微鏡の透過観察により、加工組織の不均一性や再結晶粒の方位などをしらべた。

3. 実験結果および考察

3.1 加工組織の不均一性と集合組織

加工組織や再結晶粒の優先形成場所の、圧延温度による特徴的な相違を Photo. 1 に示す。すなわち、-196°C の圧延では変形双晶が形成され、再結晶粒はその双晶境界や初期粒界の近傍で優先的に核生成する。一方、圧延中に動的ひずみ時効が発生する 300°C 圧延の場合には、幅の広い変形帯が粗に分布した加工組織が得られ、再結晶粒は主にこの変形帯から優先核生成する。これに対して、0°, 450°C の圧延では変形帯も微細でほぼ一様に分布し、粒内の変形は巨視的には均一とみなせる。この場合には、初期粒界が再結晶粒の主たる優先核

Table 2. Nucleation frequency on recrystallized grains at initial grain boundaries (G.B.), deformation bands (D.B.), and deformation twins (D.T.) for specimens shown in Photos. 1 (e)-(g). Percentage in the table is the sectional area ratio of recrystallized grains at each preferential nucleation site to the total sectional area of recrystallized grains.

Rolling temp.	Nucleation sites		
	G. B.	D. B.	D. T.
-196°C	67%	—	33%
0°C	68%	32%	—
300°C	28%	72%	—

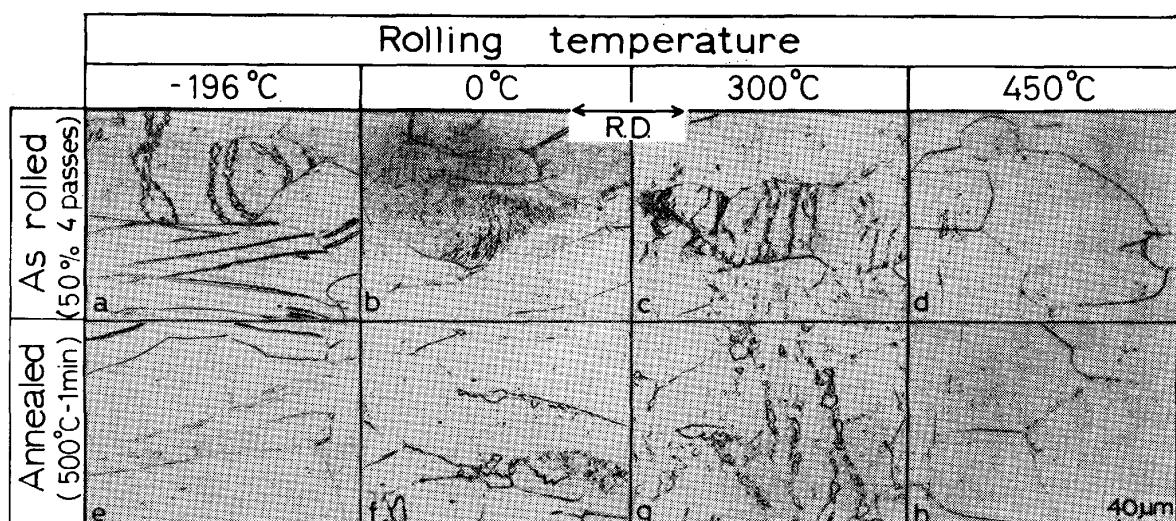


Photo. 1. Deformation structures ((a): deformation twins with indentations and (c): deformation bands resulted from dynamic strain aging during rolling) and noteworthy preferential nucleation sites for recrystallized grains ((e): deformation twins, (f) and (h): initial grain boundaries, and (g): deformation bands), on the rolling plane of specimens (R.D.: rolling direction).

生成場所となる。再結晶粒の優先核生成場所に関する上記の特徴を、定量的にしらべた結果を Table 2 にまとめた。

圧延板の硬度は 300°C 圧延の場合に特に高く(Fig. 2), 動的ひずみ時効による転位密度の著しい増加との関連を示唆する。

圧延板についての正極点図から判断すれば、圧延温度

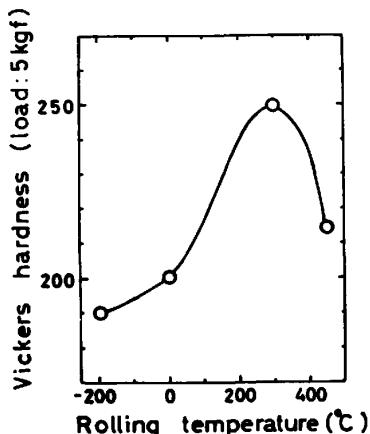


Fig. 2. Variation in Vickers hardness after 50% 4 pass rolling with rolling temperature.

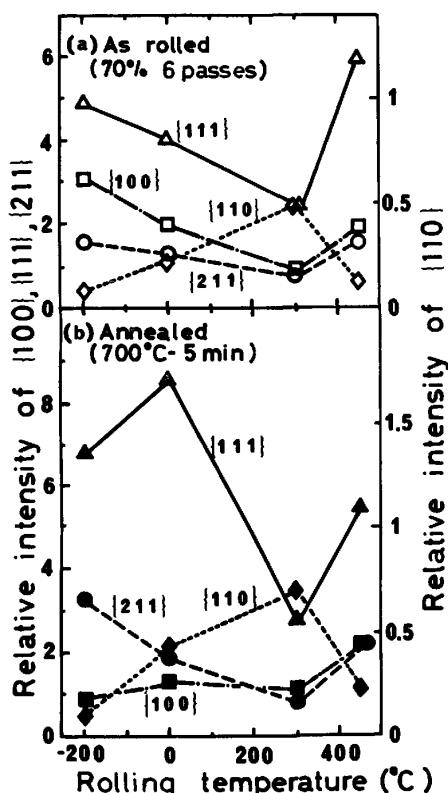


Fig. 3. Variation in the relative intensity of X-ray diffraction for each planar orientation with rolling temperature, in the central layer of thickness for specimens rolled (a) and then annealed (b).

に関係なく圧延後の集合組織は R.D.//<110> および N.D.//<111> 繊維組織から構成されている。ここで R.D. は圧延方向, N.D. は板面法線方向を表す。-196°C 圧延の場合には, {100}<011> 成分も高い集積を示すが, これは Fe-Si 合金で圧延中に双晶変形が生じた場合の特徴¹⁴⁾と類似している。また 300°C 圧延では, Fig. 3 (a) に示すように {110} の回折強度比が極大となる。

再結晶集合組織の圧延温度による相違を Fig. 3(b), 4 にまとめた。すなわち, -196°C 圧延の場合は {211} 強度比が高く, 主方位は {211}<011> である。また圧延温度 300°C の場合では主方位が {110}<001> となり, {100} の集積も認められる。一方, 0°C 圧延の場合は {111}<112> が, また 450°C の圧延では {111}<011> が主方位となる。X線マクログラフでは, ある板面方位をもつ再結晶粒の数に対応するいくつもの回折スポットがフィルム上に得られる。この回折スポットの数を測定した結果を Fig. 5 に示すが, その特徴は Fig. 3(b), 4 ともよく対応する。

3.2 変形帶の形成

圧延温度による変形帶の幅およびその分布間隔の変化を Fig. 6 に示す。圧延中に動的ひずみ時効が生ずる場合には (300~400°C 圧延), 幅と分布間隔とともに著しく大きくなる。このような変形帶は板面では圧延方向にはほぼ垂直であり (Photo. 1(c)), 圧延面に垂直な L 断面では圧延方向と 35° の角をなすように位置している (Photo. 2)。この形態は鉄のせん断帶¹⁵⁾と類似している。これら変形帶の特徴を模型的に示したのが Fig. 7 であり, ここには電子顕微鏡で観察したセルの構造や制限視野電子線回折あるいはマイクロファセットピットにより求めた結晶方位も付記してある。

この種の変形帶では, Photo. 2 およびその付図に示したごとく局部的に硬度が高い。これと同じ荷重で, 圧延前の代表的板面方位をもつ結晶粒の, 中央部における硬度を測定したところ板面方位 {100}, {110}, {111} の粒でそれぞれ 70, 95, 85 の平均硬度を得た。方位による硬度差は存在するが, 変形帶とマトリックスの硬度差はこれよりはるかに大きい。また変形帶から得られる電子線回折スポットには顕著なストリークスがみられ, 変形帶が局所的に格子のわん曲の大きい領域, つまり高転位密度の領域であることを示唆する。

以上の観察結果を総合すれば, 動的ひずみ時効の生ずる圧延条件では, {110}<001> および {100}<011> 方位をもち, 局所的に格子のわん曲の大きい高転位密度の変形帶が, {111}<112> マトリックス中に形成されるもの

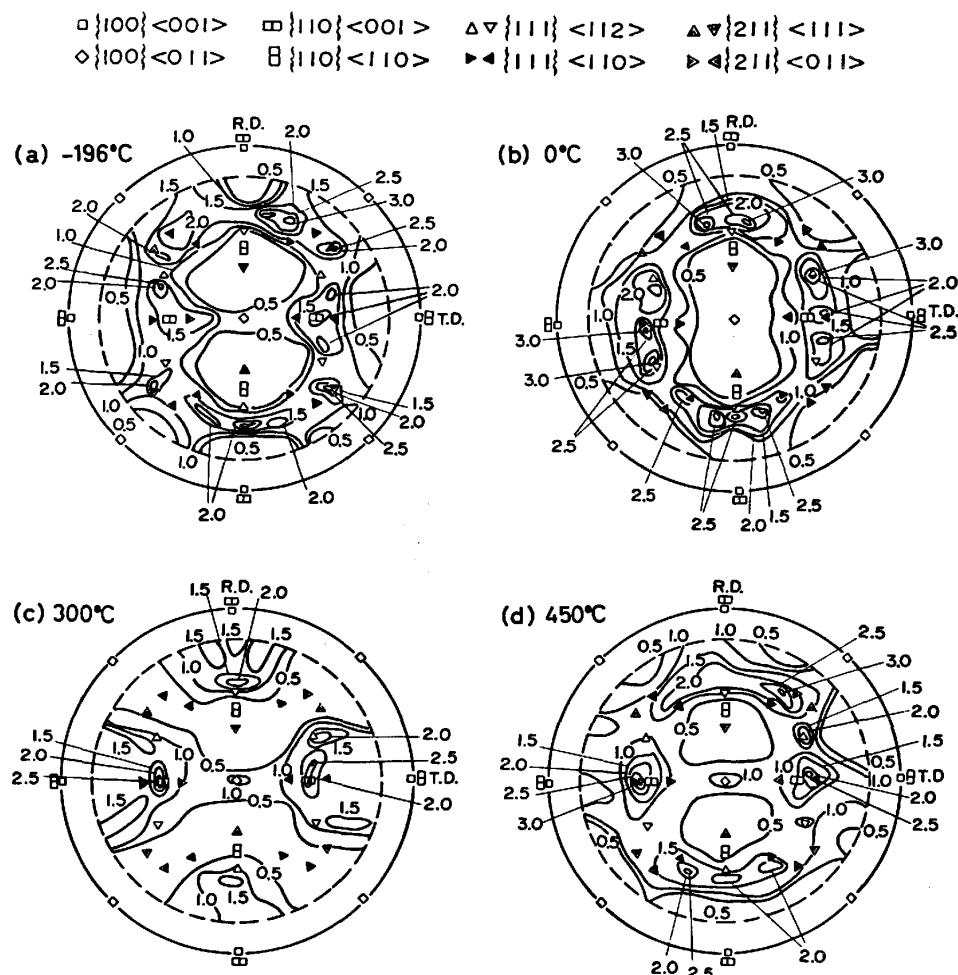


Fig. 4 {100} pole figures in the central layer of thickness for specimens annealed (700°C-5 min) after rolling at various temperatures indicated in the figure (70% 6 passes). Main components of recrystallization textures are as follows, (a) : {211}<011>, (b) : {111}<112>, (c) : {110}<001>, and (d) : {111}<011>

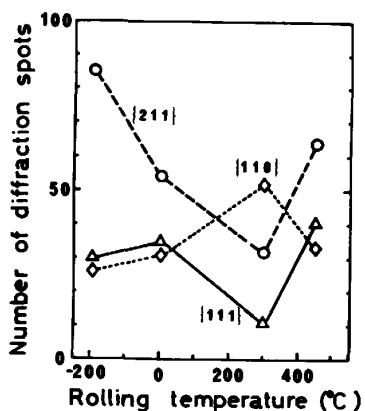


Fig. 5. Relationship between rolling temperature and the number of diffraction spots in X-ray macrographs for specimens rolled (70% 6 passes) and then annealed (700°C-5 min).

と判断できる。このような変形帶は、圧延前の集合組織がほぼランダムであつたにもかかわらず、結晶粒の約半数について観察された。このことは、変形帶の形成が少

数のある特定方位の結晶粒だけに限定されていないことを示唆する。したがつて本報では、特定初方位の単結晶板の場合^{16)~19)}に較べて、より一般化された変形帶形成の過程を考察する必要がある。その試みのひとつを以下に述べる。

いま、初期の N.D. と R.D. が Fig. 8 のステレオ投影における大円 (110)-(001)-(1̄10) 上にある結晶粒を想定する。これらの結晶粒では、圧延時に幅方向 T.D. に平行な [1̄10] 軸まわりの結晶回転が生じるので、初期の N.D. が (1̄12) と (1̄10) および (112) と (110) の間にある初方位群では、圧延後の方方位がそれぞれ (1̄11) [112] および (111) [11̄2] になる。これは変形帶を含むマトリックスの方方位 (Fig. 7) に対応する。本報の場合、動的ひずみ時効と関連する特徴的な変形帶は、30% 以上の高圧下圧延になつてからはじめて観察される。このような高圧下圧延では、局所的に新しいすべり系が活

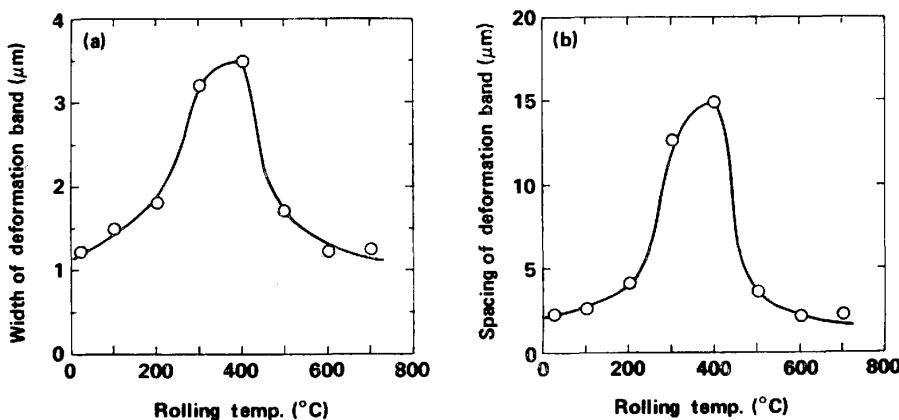


Fig. 6. Variations in the width (a) and the interspacing (b) of deformation bands with rolling temperature in 50% one pass rolling.

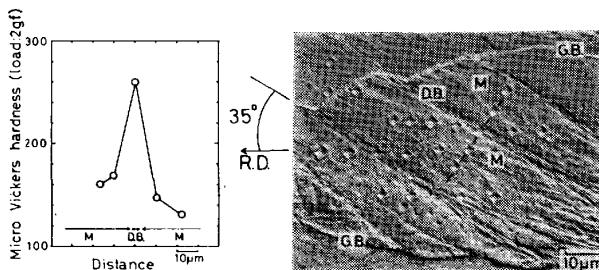


Photo. 2. Hardness distribution across deformation bands on the longitudinal section perpendicular to rolling plane after 50% one pass rolling at 300°C (under the dynamic strain aging condition), D.B.: deformation band, G.B.: initial grain boundary, M: matrix, and R.D.: rolling direction. Angles between the rolling direction and the trace of deformation bands are 90° and 35° on the rolling plane (Photo. 1 (c)) and the longitudinal section (Photo. 2), respectively. High hardness at deformation bands is related to the preferential nucleation of recrystallized grains (Photo. 1 (g)).

動し変形帯が形成されるものとすれば、その際の結晶回転は $\{111\}\langle112\rangle$ 単結晶板の場合¹⁶⁾¹⁷⁾を参考にして次のように類推できる。すなわち、T.D.// $[1\bar{1}0]$ 軸まわりに $(111)\langle11\bar{2}\rangle$ から $(110)\langle001\rangle$ に回転した領域(D.B._I)が局所的に形成される一方、その外側では反作用で $(113)\langle\bar{3}\bar{3}2\rangle$ への回転からさらには $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ (D.B._{II}) に至る回転が生ずるものと考えられる。これらの結晶回転は、 $\{111\}\langle112\rangle$ マトリックス中に $\{110\}\langle001\rangle$ や $\{100\}\langle011\rangle$ 方位をもつ変形帯が形成されることに対応する。

これに対して、初期のN.D.が $(\bar{1}\bar{1}2)$ と (112) の間にある結晶粒は圧延により最終安定方位である $(001)\langle110\rangle$ に回転するため、そこでは変形帯が形成されないものとみられる。

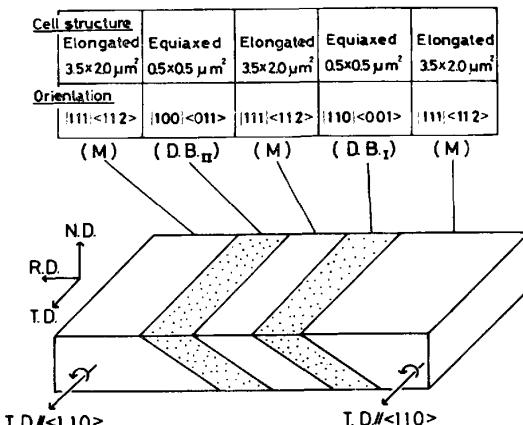


Fig. 7. Schematic illustration for representing the morphology of deformation bands formed by rolling under the dynamic strain aging condition. Summary in attached table was obtained by electron microscope observations and selected area electron diffraction patterns as well as microfacet pits. Misorientation between deformation bands (D.B._I and D.B._{II}) and matrix (M) is expressed by crystal rotation about $\langle110\rangle$ axis in the transverse direction (T.D.).

3.3 変形帯からの再結晶粒

動的ひずみ時効の生ずるような条件で圧延した場合の変形帯では、再結晶が優先的に進行する(Photo. 1(g))。これらの再結晶粒の方位は、Photo. 3, 4 に例示するように、 $\{110\}\langle001\rangle$ や $\{100\}\langle011\rangle$ であることが多い。変形帯では転位密度も高くマトリックスとの方位差も大きいため、変形帯と同一の方位をもつた再結晶粒がそこに優先形成されるものと考えられる。これらの再結晶粒の方位は、この場合の再結晶集合組織の主成分が $\{110\}\langle001\rangle$ であり、 $\{100\}$ の集積も認められること (Fig. 4 (c)) と対応する。

3.4 変形双晶の役割

圧延温度が -196°C の場合、圧延時に双晶変形が生

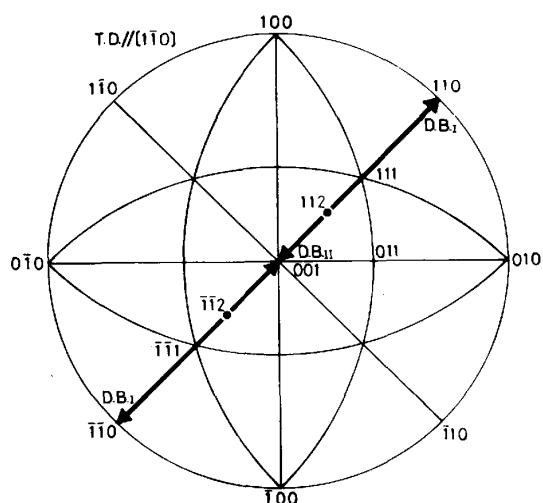


Fig. 8. Stereographic projection interpreting the formation of deformation bands with $\{110\}\langle 001 \rangle$ (D.B._I) and $\{100\}\langle 011 \rangle$ (D.B._{II}) in $\{111\}\langle 112 \rangle$ matrix. For initial grains whose normal direction (N.D.) and rolling direction (R.D.) are on the great circle $(110)-(001)-(\bar{1}\bar{1}0)$, initial N. D. on $(\bar{1}\bar{1}2)-(\bar{1}\bar{1}0)$ and that on $(112)-(110)$ rotate to $(\bar{1}\bar{1}1)[112]$ and $(111)[11\bar{2}]$, respectively. As suggested from the case of $(111)[11\bar{2}]$ single crystal¹⁷; subsequently, a small region in $(111)[11\bar{2}]$ matrix rotates to $(110)[001]$ in the local operation of secondary slip, while the neighboring region, to $(113)[\bar{3}\bar{3}2]$ and further to $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$.

じる。圧下率 5 % では、Photo. 5(a) に示すごとく変形双晶は直線的であり、制限視野電子線回折による方位測定からは変形双晶 (T) とマトリックス (M) は双晶の方位関係にあることがわかる (たとえば $\{311\}_T/\{311\}_M$)。圧下率が増すと双晶境界にくぼみ (indentation) が生じ、やがてはその境界がわん曲していく (Photo. 5(b)～(d))。このような高圧下圧延のあとでは双晶の方位関係は満足されず (たとえば $\{311\}_T/\{331\}_M$)、Photo. 6 に例示するように変形双晶の部分では硬度が著しく高くなる。これはおそらく、いつたん双晶変形が生じたあとで通常のすべり変形が進行し、その過程で双晶境界近傍で転位の堆積や局所的な多重すべりが発生したためと考えられる。

このような双晶境界の近傍では再結晶が優先的に進行する (Photo. 1(e))。これら再結晶粒の方位は、たとえば Photo. 7 に示すように $\{311\}$ であり、マイクロファセットピットの観察では $\{211\}\langle 011 \rangle$ 方位の再結晶粒が頻度多く検出される。この観察結果は、この場合の再結晶集合組織が $\{211\}\langle 011 \rangle$ を主成分にもつこと (Fig. 4(a)) に対応するが、双晶変形を伴う圧延加工によつて Photo. 7 のような場合がなぜ優先的に生ずるのか、その機構は明らかでない。

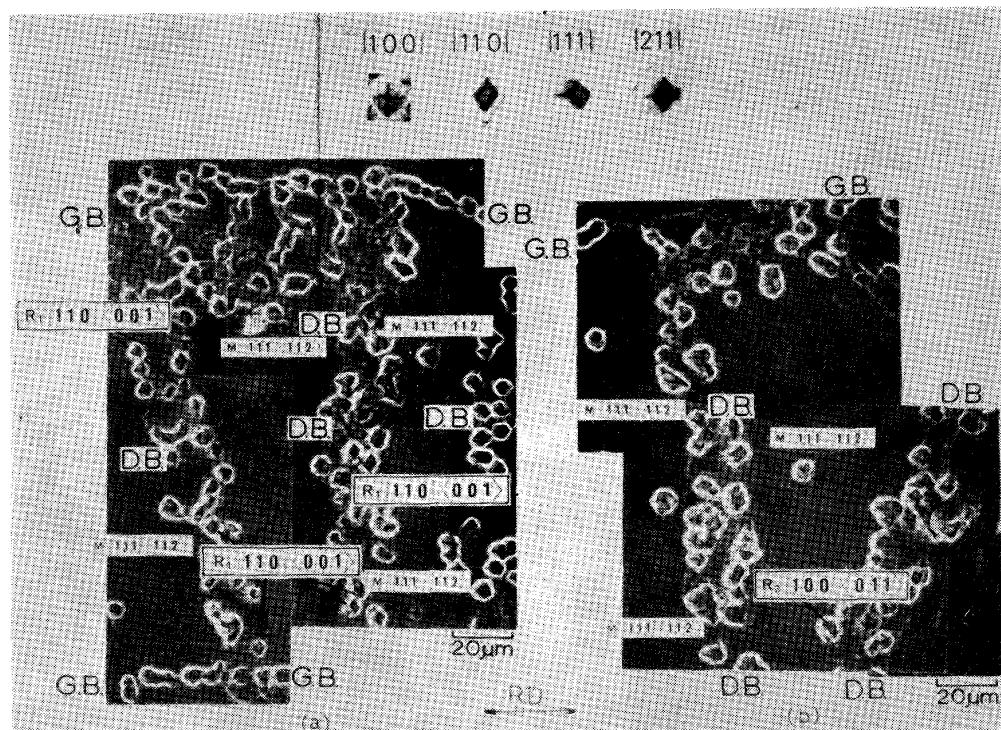


Photo. 3. Microfacet pits to determine local orientations in specimen whose optical structure is shown in Photo. 1(g). Pit shapes for typical orientations are attached on the top of the photograph. Recrystallized grains with $\{110\}\langle 001 \rangle$ (R_1) and $\{100\}\langle 011 \rangle$ (R_2) are revealed at deformation bands (D.B.) in $\{111\}\langle 112 \rangle$ matrix (M), G.B.: initial grain boundary, and R.D.: rolling direction.

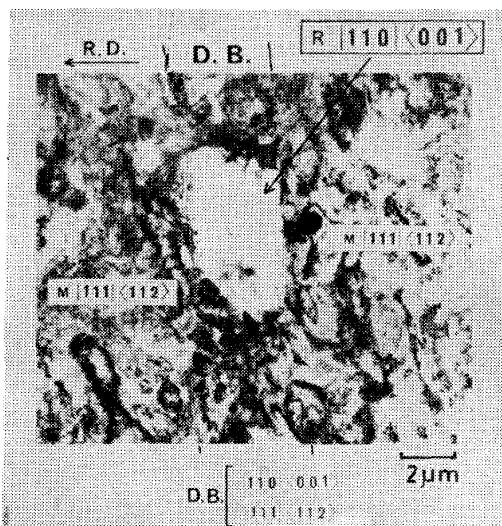


Photo. 4. Recrystallized grain (R) with $\{110\} \langle 001 \rangle$ observed at deformation band (D.B.) in $\{111\} \langle 112 \rangle$ matrix (M), annealed for 48 h at 400°C after 50% one pass rolling at 300°C. In the deformation band region without recrystallized grains, selected area electron diffraction revealed the complex patterns of $\{110\} \langle 001 \rangle$ and $\{111\} \langle 112 \rangle$.

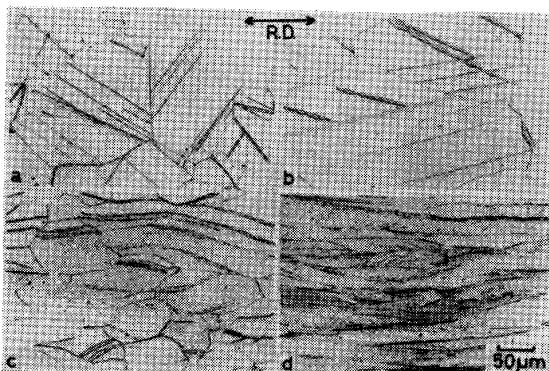


Photo. 5. Optical micrographs on the longitudinal section perpendicular to rolling plane (R.D.: rolling direction) after rolling by 5% (a), 15% (b), 30% (c), and 70% (d) at -196°C. Linear deformation twins (a) are changed to curved ones having indentations (b-d) with increasing rolling reduction.

3・5 初期粒界の寄与

圧延中に動的ひずみ時効が生じ特殊な変形帯が形成される場合や双晶変形の生ずる場合を除けば、再結晶粒の優先核生成場所は初期粒界の近傍領域である (Photo. 1 (f), (h)). これらの再結晶粒の方位をマイクロファセットピットから測定した結果では、 $\{111\} \langle 011 \rangle$ や $\{111\} \langle 112 \rangle$ をもつ再結晶粒が多く、この場合の再結晶集合組織の主成分は $\{111\} \langle 011 \rangle$ や $\{111\} \langle 112 \rangle$ となる (Fig. 4(b), (d)). 初期粒界からの優先再結晶と再結晶集合組織に関するこれらの特徴は、従来の報

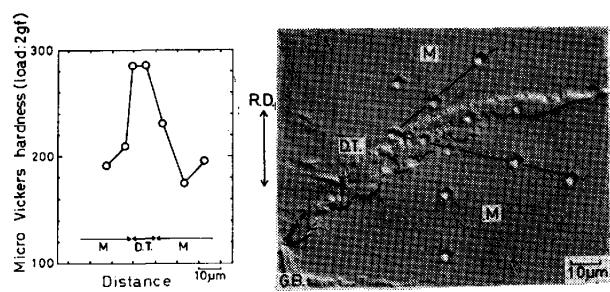


Fig. 6. Hardness distribution across deformation twins (D.T.) after 50% 5 pass rolling at -196°C, G.B.: initial grain boundary, M: matrix, and R.D.: rolling direction. High hardness in the deformation twin region is related to the preferential nucleation of recrystallized grains (Photo. 1 (e)).

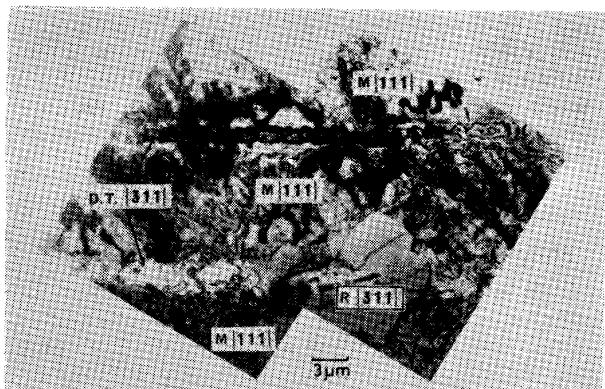


Fig. 7. Recrystallized grain (R) with $\{311\}$ observed at deformation twins (T.D.) in $\{111\}$ matrix, annealed for 1 min at 550°C after 50% 5 pass rolling at -196°C.

告^{20)～22)}と類似している。

4. 結 言

Fe-0.01 wt%N 合金を用い、-196°から 700°C の範囲で圧延することによつていくつかの典型的な加工組織を得た。これらの圧延板を焼なまししたあとで形成される再結晶集合組織の特徴を、再結晶粒の優先核生成場所と関連づけて考察した。その結果を以下に要約する。

(1) 圧延中に動的ひずみ時効が発生すると (300°～400°C での圧延)，比較的幅が広く粗に分布した特殊な変形帯が形成される。この変形帯は局所的に格子のわん曲が大きい高転位密度領域で $\{110\} \langle 001 \rangle$ および $\{100\} \langle 011 \rangle$ 方位をもつ。これと同一方位をもつた再結晶粒がその変形帯から優先核生成し、その結果、再結晶集合組織の主成分は $\{110\} \langle 001 \rangle$ となり、 $\{100\}$ の集積も認められる。

(2) 圧延温度が -196°C の場合にはまず変形双晶が形成され、それに続く通常のすべり変形により双晶境

界近傍は局所的な高転位密度領域になるとみられる。このような領域からは、機構は明らかでないが $\{211\}\langle 011 \rangle$ 再結晶粒が優先的に核生成し、再結晶集合組織の主成分は $\{211\}\langle 011 \rangle$ となる。

(3) 圧延中に動的ひずみ時効や双晶変形が生じない場合では(室温近傍あるいは450°C以上での圧延)、初期粒界近傍が $\{111\}$ 再結晶粒の優先核生成場所となる。この場合の再結晶集合組織は $\{111\}\langle 011 \rangle$ あるいは $\{111\}\langle 112 \rangle$ を主成分にもつ。

文 献

- 1) P. C. HANCOCK and W. T. ROBERTS: JISI, 205 (1967), p. 547
- 2) T. OKAMOTO and C. HAYASHI: Sheet Metal Ind., 50 (1973), p. 297
- 3) K. USHIODA, H. OHSONE, and M. ABE: Trans. ISIJ, 21 (1981), B-284
- 4) 高橋延幸, 武智弘, 清水峰男: 第69回日本金属学会講演大会予稿, (1971), p. 104
- 5) 野村伸吾, 柚島登明, 福塚淑郎: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 3092
- 6) M. KONISHI, T. OBARA, T. TANAKA, and N. OHASHI: Proceedings, The 5th Int. Conf. on Textures of Materials, Vol. 2 (1978), p. 255
- 7) R. W. CAHN: Proc. Phys. Soc., 63 (1950), p. 405
- 8) W. G. BURGERS and P. C. LOWWERSE: Z. Physik, 67 (1931), p. 607
- 9) R. W. CAHN: J. Inst. Metals, 76 (1949), p. 121
- 10) D. MCLEAN: Mechanical Properties of Metals (1962), p. 208 [John Wiley and Sons]
- 11) K. USHIODA, H. OHSONE, and M. ABE: Proceedings, The 6th Conf. on Textures of Materials, Vol. 2 (1981), p. 829
- 12) J. T. MICHALAK and H. Hu: Metall. Trans., 10A (1979), p. 975
- 13) 早川浩, 今村淳: 日本金属学会会報, 18 (1979), p. 282
- 14) C. G. DUNN: Acta Metall., 2 (1954), p. 173
- 15) M. HATHERLY: Proceedings, The 5th Int. Conf. on Textures of Materials, Vol. 1 (1978), p. 81
- 16) 古林英一: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 734
- 17) E. FURUBAYASHI: Trans. ISIJ, 9 (1969), p. 222
- 18) 和田敏哉, 黒木克郎, 原勢二郎: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 1158
- 19) J. L. WALTER and E. F. KOCH: Acta Metall., 11 (1963), p. 923
- 20) M. MATSUO, S. HAYAMI, and S. NAGASHIMA: Proceedings, Int. Sci. Technol. Iron Steel, Trans. ISIJ, Suppl., 11 (1971), p. 867
- 21) 稲垣裕輔: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 1000
- 22) 阿部光延, 小甲康二, 林征夫, 速水哲博: 日本金属学会誌, 44 (1980), p. 84