

強圧下冷間圧延された純Fe、Fe-0.3mass%Si合金、Fe-0.3mass%Al合金の再結晶挙動と集合組織形成に関する研究

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 公開日: 2018-02-27 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 富田, 美穂, Miho, Tomita メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/2297/00050248

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 3.0 International License.



博士論文

強圧下冷間圧延された純 Fe、
Fe-0.3mass%Si 合金、Fe-0.3mass%Al 合金の
再結晶挙動と集合組織形成に関する研究

金沢大学大学院 自然科学研究科
機械科学専攻
次世代鉄鋼総合科学講座

学籍番号 1524032007

氏名 富田 美穂

主任指導教員名 潮田 浩作

提出年月 2017 年 1 月

目次

第 1 章. 緒言

- 1-1. 無方向性電磁鋼板に求められる特性
- 1-2. 無方向性電磁鋼板の製造工程
- 1-3. 冷間圧延および焼鈍工程における再結晶集合組織形成メカニズム
- 1-4. 再結晶集合組織制御に関する従来研究
- 1-5. {100}集合組織形成に関する従来研究
- 1-6. 本研究の目的

第 2 章. 強圧下冷間圧延された純 Fe の再結晶集合組織の形成過程

- 2-1. 緒言
- 2-2. 実験方法
- 2-3. 実験結果
 - 2-3-1. 強圧下冷延された純 Fe の加工組織の特徴
 - 2-3-2. 強圧下冷延された純 Fe の再結晶集合組織
- 2-4. 考察
- 2-5. 結言

第 3 章. 強圧下冷延された Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動と集合組織の発達

- 3-1. 緒言
- 3-2. 実験方法
- 3-3. 実験結果
 - 3-3-1. 強圧下冷延された Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金の加工組織の特徴
 - 3-3-2. Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動
- 3-4. 考察
 - 3-4-1. Fe-0.3mass%Si 合金の再結晶挙動

3-4-2. Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動

3-4-3. 再結晶粒の粒成長

3-5. 結言

第4章. X線ラインプロファイル解析と透過電子顕微鏡観察による強压下冷間圧延された純 Fe、Fe-0.3mass%Si 合金、Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶に伴う転位組織変化の評価

4-1. 緒言

4-2. 実験方法

4-3. 実験結果

4-3-1. X線プロファイル解析による冷間圧延まおよび焼鈍中の転位密度変化

4-3-2. 回復、再結晶にともなう純 Fe の転位密度と転位組織の変化挙動

4-3-3. 回復、再結晶にともなう Fe-0.3mass%Al 合金の転位密度と転位組織の変化挙動

4-3-4. 回復、再結晶にともなう Fe-0.3mass%Si 合金の転位密度と転位組織の変化挙動

4-4. 考察

4-4-1. 冷間圧延まの転位組織

4-4-2. 回復にともなう転位挙動

4-4-3. 再結晶にともなう転位挙動

4-5. 結言

第5章. 結言

5-1. 本研究で得られた知見

5-2. 今後の展望

第1章. 緒言

1-1. 無方向性電磁鋼板に求められる特性

電磁鋼板は変圧器やモーターなどの電気機器の鉄心として用いられ、電気エネルギーと機械エネルギーの変換を担う材料であり、高効率と低損失が求められる。**Figure 1-1** に示すように、鉄は磁気異方性を有しており、 $\langle 100 \rangle$ 方向に磁場をかけた場合に最も磁化されやすい。電磁鋼板には一方向性電磁鋼板と無方向性電磁鋼板がある。一方向性電磁鋼板はすべての結晶粒において圧延方向に $\langle 100 \rangle$ 方向が揃った鋼板であり、変圧器などに用いられる。無方向性電磁鋼板は、結晶粒の方位が理想的には $\{100\}\langle uvw \rangle$ を有し、面内に磁化容易軸の $\langle 100 \rangle$ 方向が存在する鋼板であり、モーターのように磁界の向きが常に変化するようなものの鉄心に用いられている(**Fig. 1-2**)。いずれの用途でも効率のよいエネルギー変換が求められており、損失の低減が最大の課題である。モーターのような電気機器の損失は大きく分けて鉄損と銅損があり、電磁鋼板には鉄損を低減することが求められている。**Figure 1-3(a)**に示すように、鉄損は渦電流損失とヒステリシス損失の和である。渦電流損失を低減するためには電気抵抗を高める Si や Al を添加することや(**Fig. 1-3(c)**)、板厚を薄くして電気抵抗を高めること(**Fig. 1-3(b)**)が有効である。また、ヒステリシス損失を低減するためには、結晶方位を板面 $\{100\}$ に揃えることや、最適な結晶粒径にすることが有効である。

無方向性電磁鋼板の用途であるモーターの用途の一つに、ハイブリット車(HV)や電気自動車(EV)、プラグインハイブリット車(PHV)の駆動用モーターが挙げられる。HV や EV は世界中で普及が進んでおり、2035 年には HV が 4 6 8 万台、EV が 5 6 7 万台、PHV が 6 6 5 万台になるという需要が見込まれている (**Fig. 1-4**)²⁾。その中で HV や EV には更なる高機能化に向けた開発が行われている。駆動用モーターには高機能化として高トルク化や低損失化が求められている。このため **Fig. 1-5** に示すように無方向性電磁鋼板は高磁束密度化(高トルク化)、低鉄損化の両立が求められている²⁾。磁束密度を高めるためには、磁化容易軸方向である $\langle 100 \rangle$ 方向を板面内に高集積化させることが重要である。特に $\{100\}$ 面は $\langle 100 \rangle$ 方向を面内に 2 方向含んでいるため、 $\{100\}$ 面を高集積化させることができれば、磁束密度が向上し高トルク化が期待できる。高トルクが得られるとモーターの小型化により車体を軽量化でき、燃費向上へ繋がる。

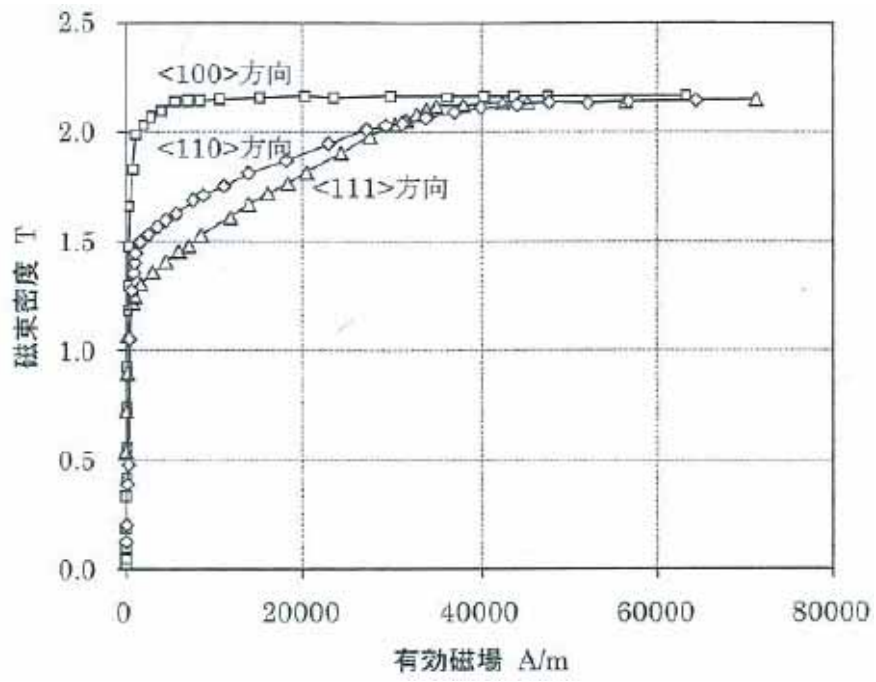


Fig. 1-1. Magnetization curve of iron single crystal.¹⁾

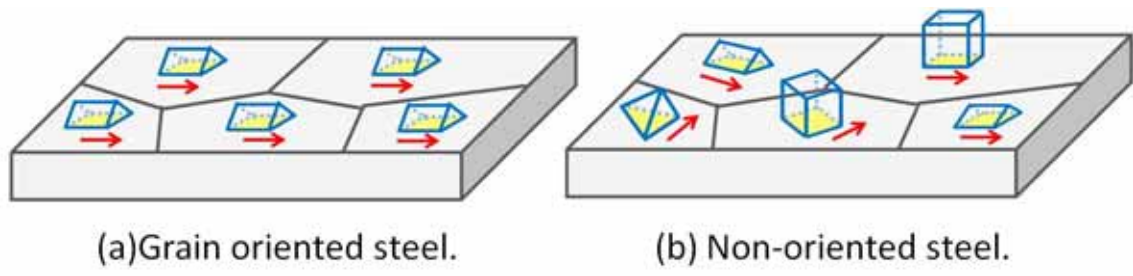
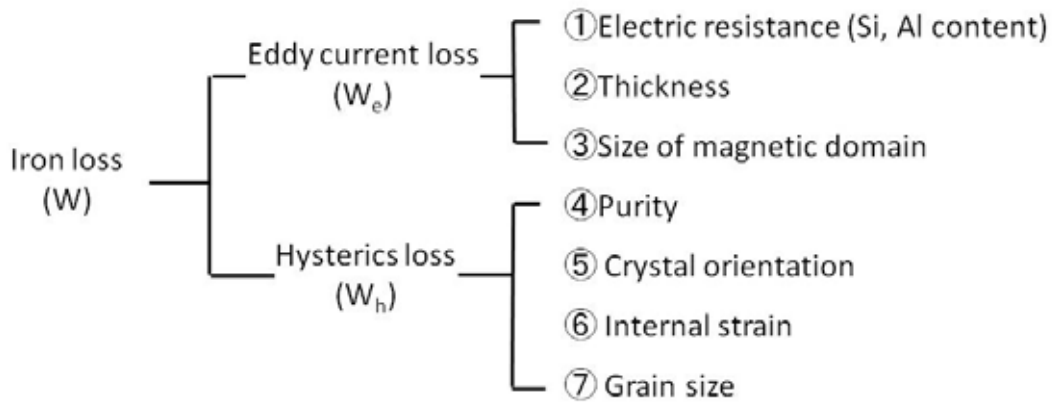
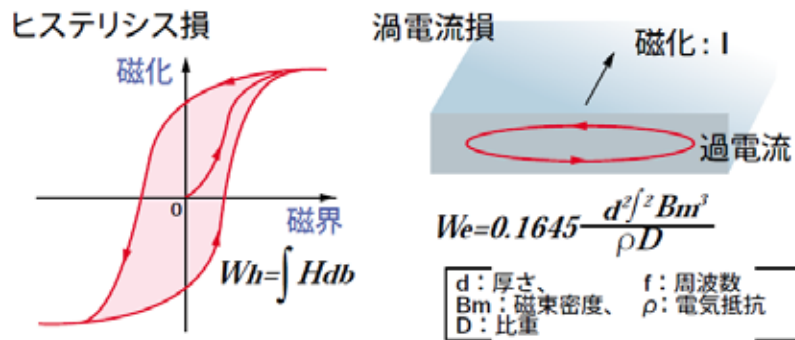


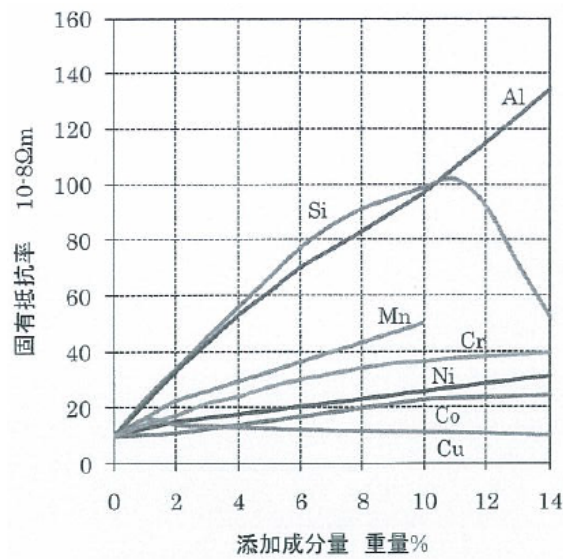
Fig. 1-2. Electrical steel types and crystal orientation.



(a) Material factors which affect magnetic property.



(b) Eddy loss and Hysteresis loss ²³⁾



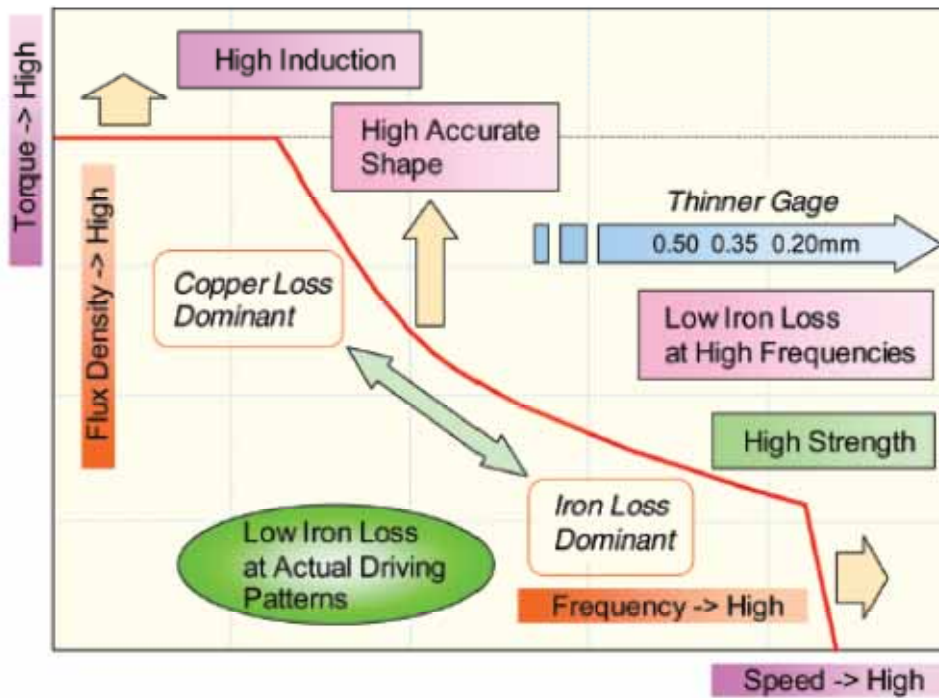
(c) Electric resistance of iron alloy¹⁾

Fig. 1-3. Influence factor of iron loss.

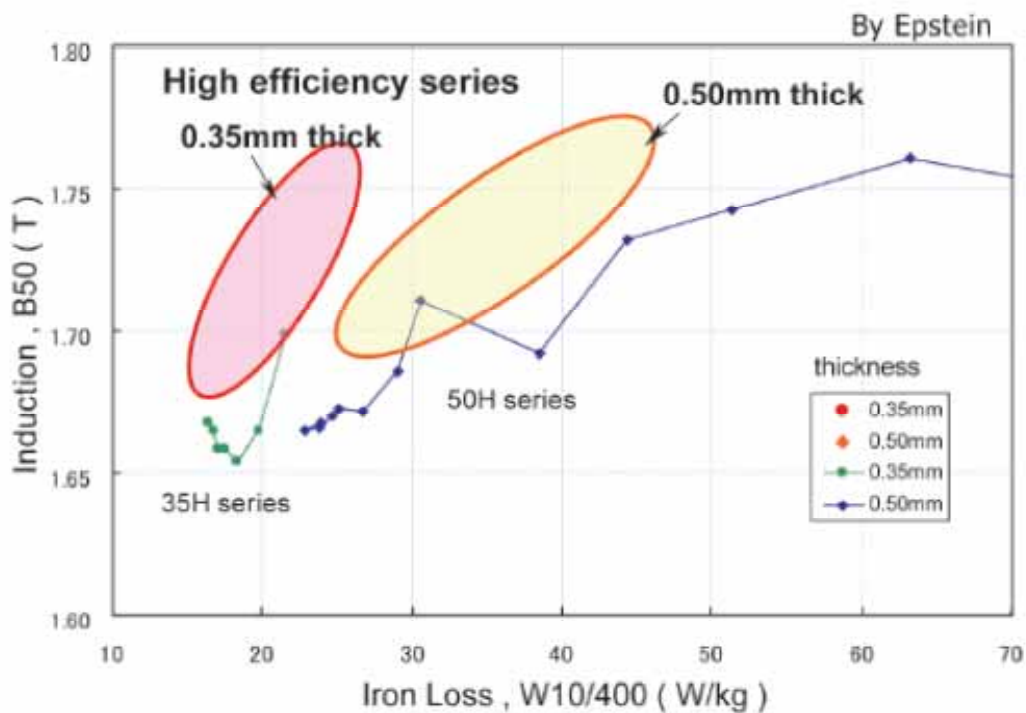


※トラック・バスを除く／超小型モビリティを除く。HVに48Vマイルドハイブリッド車は含まない。

Fig. 1-4. World market forecast of HV, PHV, and EV. ²⁾



(a) Required properties for main motors of HEV/EV.



(b) Magnetic properties of high efficiency series.

Fig. 1-5. Magnetic properties required for non-oriented electrical steel for motor.²¹⁾

1-2. 無方向性電磁鋼板の製造工程

無方向性電磁鋼板は一般的に Fig. 1-6 に示すような、製錬、鋳造、熱間圧延、熱延板焼鈍、冷間圧延、焼鈍および絶縁被膜塗布プロセスで製造される。特に、製品板の{100}面を高集積化させるために、冷間圧延（以後、冷延）、とそれに続く焼鈍の工程が重要となる。Fig. 1-7 に示すように冷延、焼鈍の工程では、まず材料が塑性変形を受け、導入された転位を駆動力として回復、再結晶が進行する。再結晶により発達した特定の結晶方位を再結晶集合組織と言う。さらに、再結晶粒は焼鈍中に粒成長し、粒成長に伴い集合組織も変化する。集合組織や結晶粒径は製品の特性を大きく左右する。このため、再結晶集合組織や粒成長を制御することは重要であり、これらに関して従来から多くの研究が行われてきた。

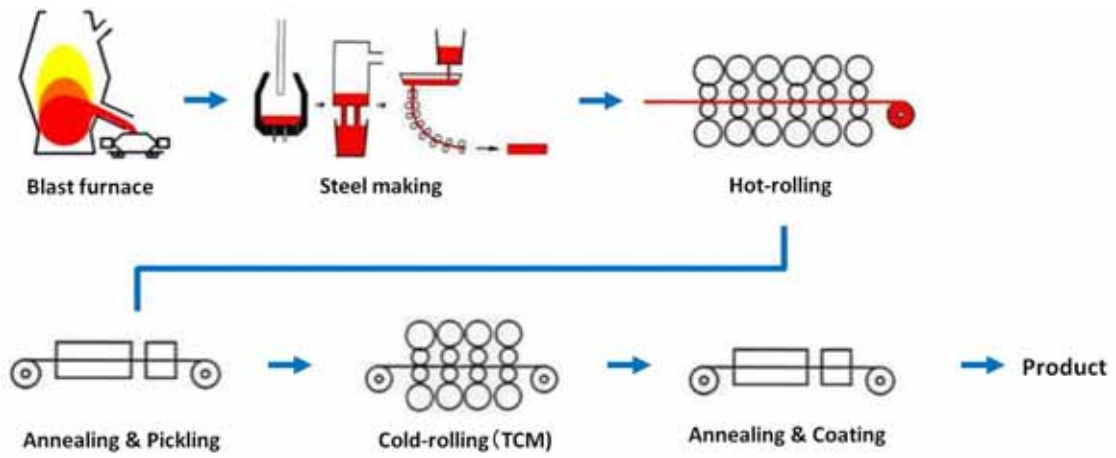


Fig. 1-6. Making process of Non-Oriented electrical steel.

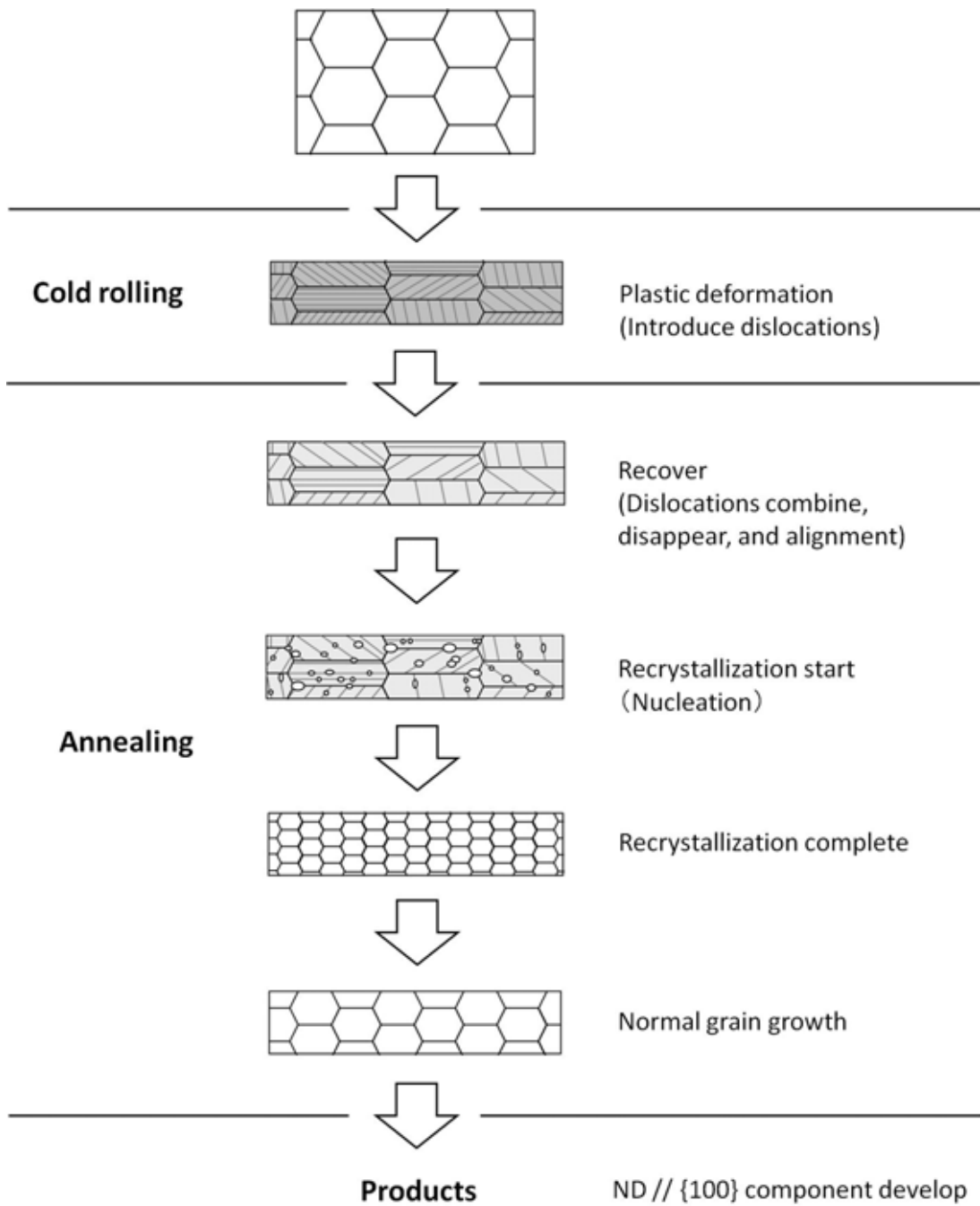


Fig. 1-7. Schematic illustration of structure change during cold-rolling and annealing.

1-3. 冷間圧延、焼鈍工程における再結晶集合組織形成メカニズム

冷間圧延、焼鈍工程における再結晶集合組織の形成メカニズムとして大きく 3 つの説が提唱されている (Fig. 1-8)。優先配向核生成説 (Oriented nucleation theory)、優先配向成長説 (Oriented Growth theory)、そして核配向選択成長説 (Oriented nucleation and Selective growth theory) である。

1-3-1. 優先配向核生成説

優先配向核生成説は再結晶の核生成の段階で優先方位が形成され、特定方位の集合組織が形成されるというものである。再結晶の核生成は、塑性変形を受けたマトリックスの中に局所的に不均一な高ひずみ領域が生じ、周囲のマトリックスと大きな方位差を生じた領域から生じる。このため、核生成サイトとしては初期結晶粒界近傍³⁾や遷移帯⁴⁾、せん断帯⁵⁾など局所的にひずみが高いところが挙げられる (Fig. 1-9)。

阿部らは純鉄を用いて冷間圧延前の粒界が再結晶、および再結晶集合組織形成に及ぼす影響を調べ、冷間圧延により粒界近傍では隣接粒間のひずみの連続性を保つために多重すべりが生じ、その近傍から{111}再結晶粒が優先形成されることを報告している (Fig. 1-10)³⁾。また潮田らは(111)[11-2]方位を有する 3%Si 単結晶を、冷間圧延すると、せん断変形が集中しせん断帯が形成され、そこから{110}<001>方位を有する再結晶粒が核生成し、周囲の加工マトリックスへと成長していくことを報告している⁵⁾。核生成サイトにより形成される再結晶粒の方位は異なるが、いずれの報告も特定方位を有する再結晶粒が優先的に形成されると考えるのが、優先配向核生成説である。

1-3-2. 優先配向成長説

優先配向成長説は再結晶の核の方位に優先方位はないが、加工粒の方位により核生成した再結晶粒の成長速度が異なるために特性方位の集合組織が形成されるという説である。Urabe and Jonas⁶⁾は冷間圧延された Ti-Nb 添加 IF (Interstitial Free) 鋼の再結晶集合組織を加工マトリックス中の活動すべり面と共通する<110>軸周りに 27° の関係を有する再結晶粒が優先的に加工マトリックスへ成長すると仮定したモデルに基づき予測し、実験結果と良い一致を示すことを明らかにした。この観点から、優先

配向成長説を唱えている(Fig. 1-11)。

1-3-3. 核配向選択成長説

核配向選択成長説では核生成と成長のどちらにも方位選択の優先性があり、集合組織が形成されるというものである。一般的に、bcc 鉄では、核生成した再結晶粒は優先方位を有し、核生成した再結晶粒は周囲の未再結晶粒に方位選択性を持って成長すると考えられている。従って、現実には核配向選択成長により再結晶集合組織が形成されると考えられている。

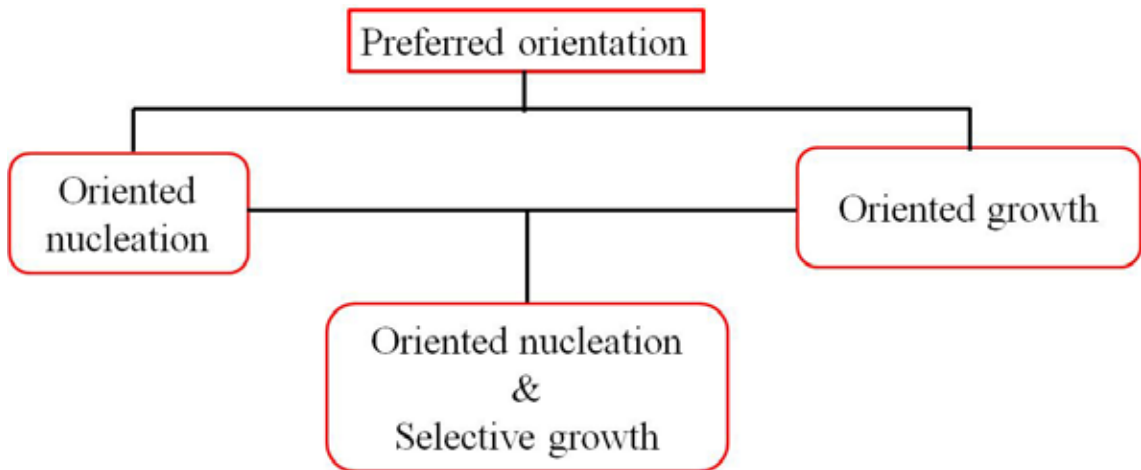


Fig. 1-8. Theory of recrystallization texture formation²²⁾.

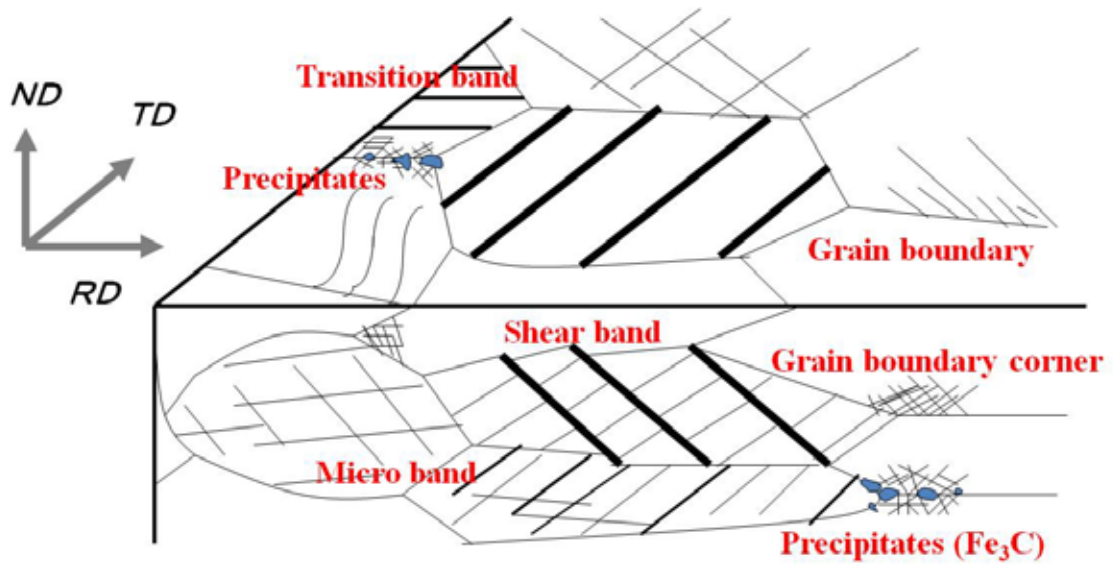


Fig. 1-9. Schematic illustration of heterogeneous structure which act as nucleation sites in deformed sample¹³⁾.

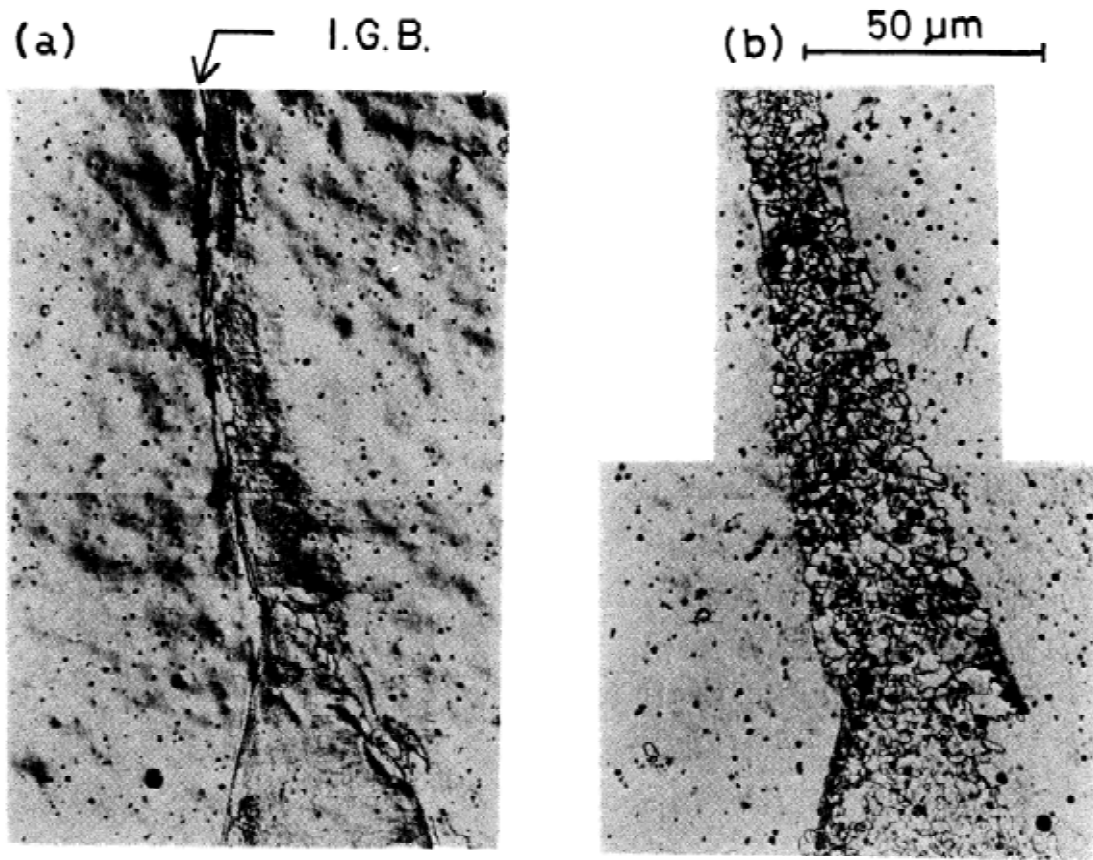


Fig. 1-10. Preferential recrystallization in the initial grain boundary region etched darkly after cold rolling. (a) 70% cold rolled, (b) 500°C-1h³.

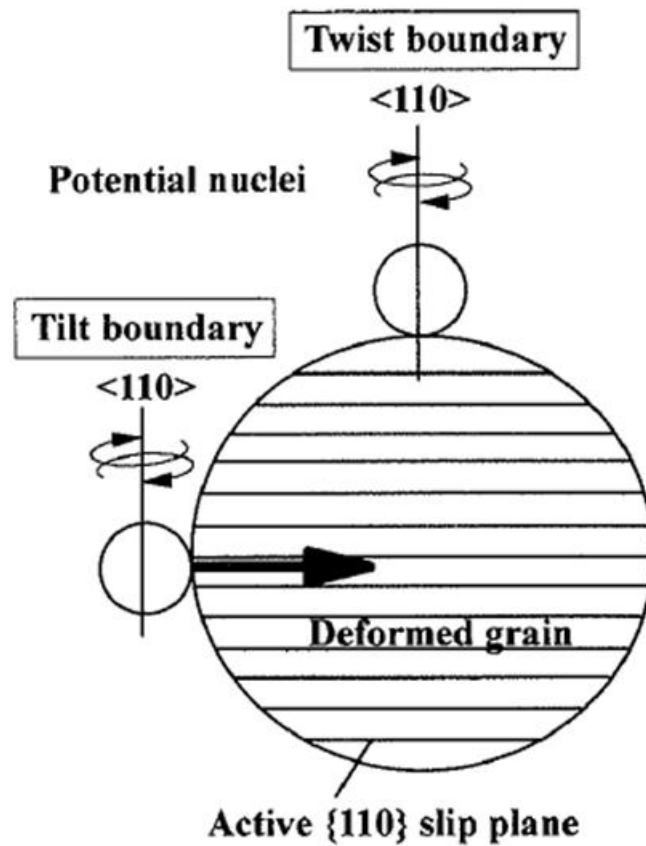


Fig. 1-11. Schematic diagram showing the crystallographic relationships between potential nuclei separated by tilt and twist boundaries from the deformed matrix. The orientation of the active slip plane in the deformed grain is also illustrated, which then determines the rotation axis about which recrystallization takes place⁶⁾.

1-4. 再結晶集合組織制御に関する従来研究

再結晶集合組織に影響を及ぼす因子についても従来から多くの報告がある。ここでは、主な影響因子として、成分、冷間圧延前の初期粒径、冷間圧延圧下率、焼鈍条件などについて例を挙げ、議論する。

成分が再結晶集合組織へ及ぼす影響については、鉄鋼材料によく含まれる C や N、合金元素としてよく添加される Si や Al など多数の報告がある。例えば、岡本⁷⁾は低炭素 Al キルド鋼を用いて、C 量が多いほど再結晶集合組織中の{100}成分は減少し、{110}成分は増加、{111}成分は 10 ppm 程度の C 量でいったん増加した後に減少することを報告している。特に、10 ppm 以下の C 量の時には、その場再結晶が生じるようになり、{100}成分が増加すると推察している。彼らの研究では、焼鈍中の固溶 C の影響に焦点を当てている。一方、冷間圧延材の C の存在状態(固溶 C、セメンタイト)を変化させて再結晶集合組織に及ぼす研究も多くなされている^{8,9)}。例えば、固溶 C を含む材料を冷間圧延 - 焼鈍すると、Goss 方位({110}<001>)の集積が増す⁹⁾。これは、冷間圧延材の固溶 C が冷間圧延組織にせん断帯の形成を促進するためである。冷間圧延素材に硬質なセメンタイトが存在している場合には、セメンタイト周辺は複雑な変形をするため、ランダム方位を持つ再結晶粒が形成されると考えられている^{8,9)}。また、焼鈍中にセメンタイトから溶出した固溶 C は Mn や Cr などと複合体を形成し、回復を抑制する結果、{111}方位が低下すると考えられている。また、高橋らは極低炭素極低窒素鋼板を用いて、回復が生じない低温で窒化焼鈍し窒素量を変化させ、再結晶挙動を調べた。その結果、C と同様に N も 10 ppm 程度存在することにより{111}方位が最大となることを示した。固溶 N が転位線上に偏析して転位の移動や消滅を妨げるため、N 量により再結晶集合組織が変化すると考察している¹⁰⁾。さらに、中島ら¹¹⁾は Si 量によって再結晶集合組織がどのように変化するのかを調べ、Si 量が増加すると{110}<001>方位を有する再結晶粒が減少し、{111}<112>方位を有する再結晶粒が増加することを報告している。Si 量を高めることで冷延時にフリーな固溶 C が減少し、遷移帯の形成を抑制するためだと考察している。

冷延前の初期粒径の影響については、Fig. 1-12 に示すように、阿部らが純鉄を用いて初期粒径の影響を調べ、初期粒径が十分小さい場合には再結晶によって{111}成分が

増加することを報告している。これは冷延により初期粒界近傍に多重すべりが局所的に発生し、高ひずみ状態の{111}領域となり再結晶しやすくなるためだと述べている³⁾。

冷延圧下率の影響については、1.5 節で詳述する。ここでは、田岡らによる種々の方位を有する 3%Si 単結晶を用いた、等温焼鈍時の 50%再結晶に要する時間と圧下率および初期方位の関係を Fig. 1-13 に示す。圧下率の増加に伴い、再結晶は加速され、初期方位に依存する。ただし、 α 繊維状集合組織 (ND//<011>) の代表例である {100}<011>方位や{211}<011>方位を初期方位に持った場合には、再結晶が極めて困難であることは特筆される。再結晶後の結晶方位は、不均一加工組織の影響を受け、初期方位に応じて複雑に変化することが報告されている¹²⁾。

また、{111}方位に着目すると、加熱速度依存性は鋼種により複雑に変化している¹³⁾。Figure1-14 に示すように、IF 鋼の場合には r 値の加熱速度依存性は大きくはないが、加熱速度が大きくなると{111}方位が低下する。

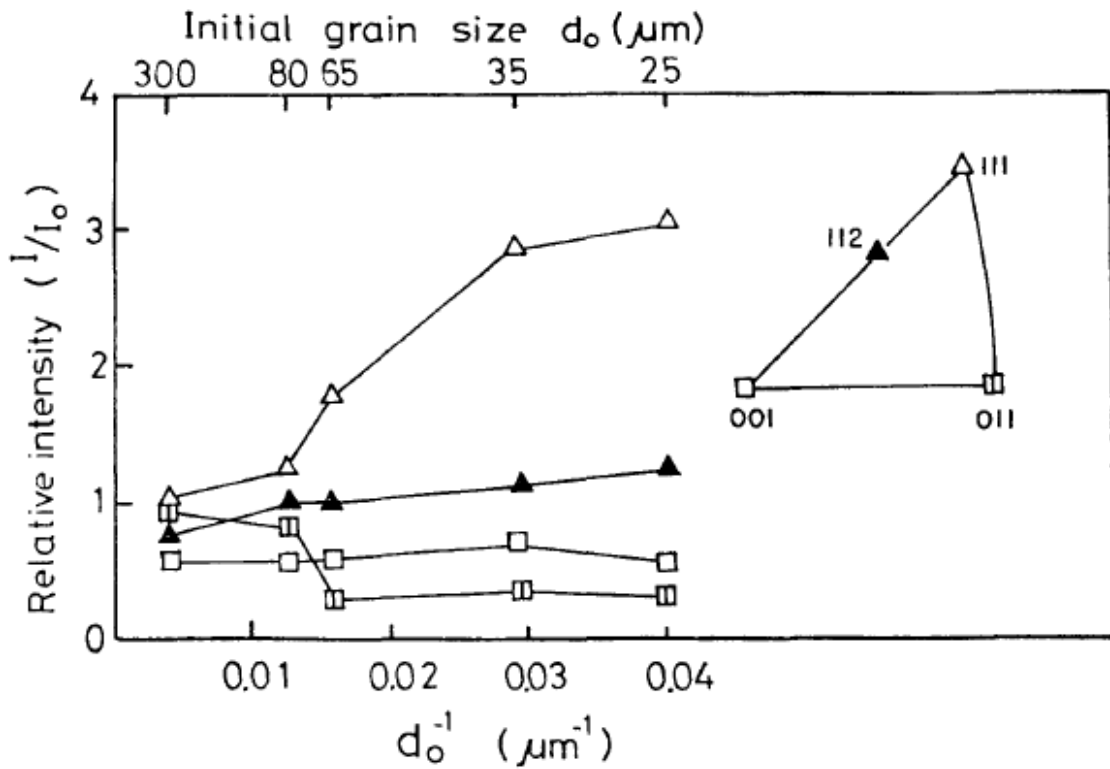


Fig. 1-12. Changes in planar orientations by annealing for 1 h after 90% cold rolling. The ordinate is X-ray diffraction intensity ratio (I/I_0 , I_0 : the diffraction intensity of the standard random sample) for the central layer of sheet specimen. For the pairs of orientations marked by the same symbol in (b), the sum of their intensities is plotted in (a).³⁾

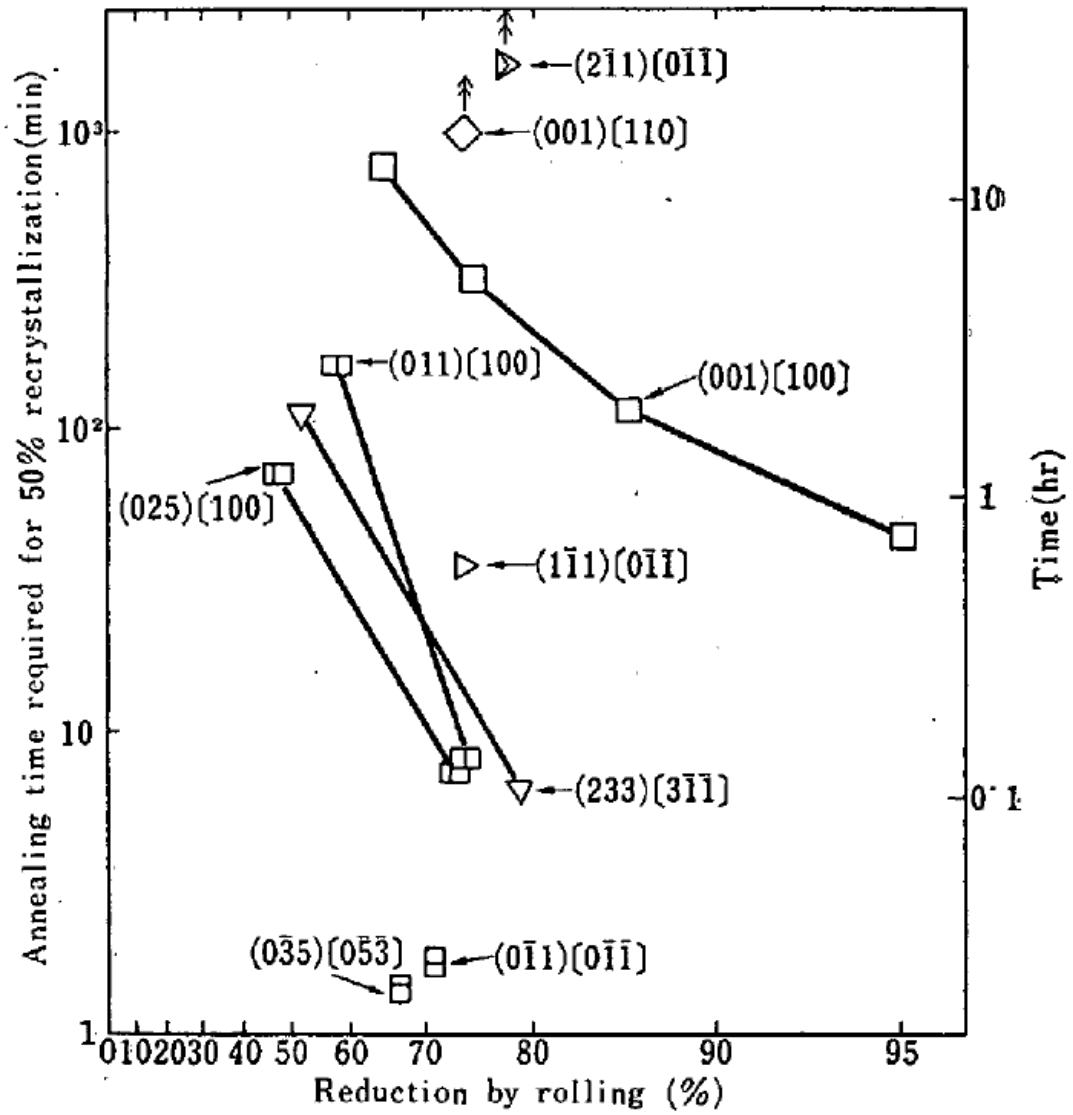


Fig. 1-13. Annealing time required for 50% recrystallization at 600°C as a function of reduction by rolling. The abscissa is proportional to $\log t_0/t$, where t_0 and t are initial and final thickness, respectively¹².

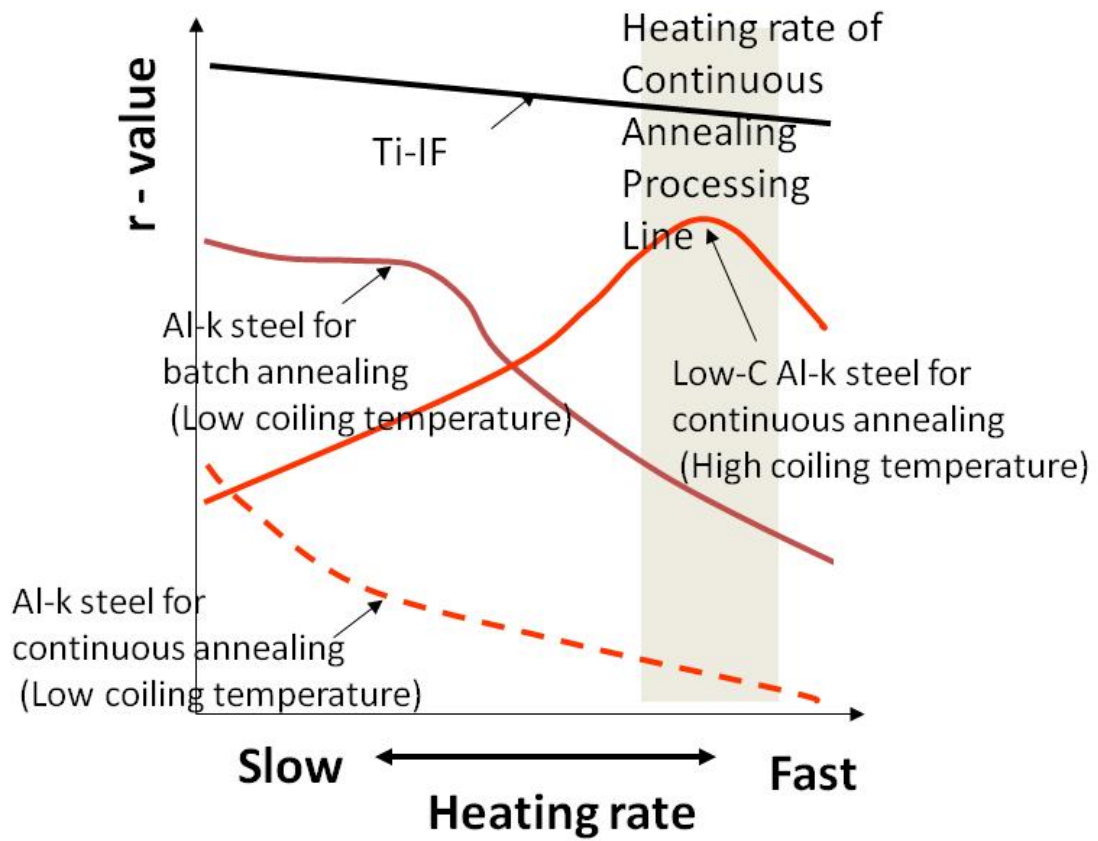


Fig. 1-14. Effect of heating rate on r-value¹³.

1-5. {100}集合組織形成に関する従来研究

電磁鋼板に有用である{100}再結晶集合組織形成に関して従来研究を整理する。Walter and Koch は Fe-3%Si 合金の{100}<001>単結晶を圧下率 10~90%で冷間圧延し、加工組織の不均一性と再結晶集合組織について論じた。冷間圧延の安定方位は{100}<011>であるが、不均一加工組織の一つである遷移帯が圧延方向に平行に形成され、{100}<001>再結晶粒の核生成サイトとなることを示した¹⁵⁾。また、高橋は低炭素鋼を用いて冷間圧延の圧下率を 30~99%と大きく変化させ、その冷間圧延および再結晶集合組織を調べた¹⁶⁾。冷間圧延集合組織は冷間圧延圧下率が 99%では α -繊維状集合組織(RD//<011>)が強く発達し、集積ピークは{100}<011>となり、再結晶させると{100}<023>方位に強く集積することを報告している。また、冷間圧延集合組織の主方位と再結晶方位との間には特定の回転関係があることを述べている。L. A. Kestens らも強圧下冷間圧延した IF 鋼の再結晶を調べ、圧下率 99.8%まで冷間圧延し再結晶させることで ND//<100>となる再結晶粒が現れることを報告している¹⁷⁾。

また、電磁鋼板においては{100}面や{110}面だけでなく、{411}面も有用な方位であると言われている。{411}面が含まれる{h,1,1}<1/h,1,2>再結晶集合組織については、本間らが多結晶鉄を用いて高圧下冷延時における再結晶集合組織の生成条件を詳細に調べている。{h,1,1}<1/h,1,2>再結晶粒は{100}<011>~{211}<011>の低ひずみな α 繊維状集合組織を持つ領域の粒界から生成し、これらの再結晶粒は加工マトリックスと共通<111>軸回りに 30°の回転関係を有することを明らかにした¹⁸⁾。

このように強圧下冷延により{100}集合組織が得られることは従来から周知であるが、その起源については報告例も少なく、形成メカニズムは明らかになっていない。

1-6. 本研究の目的

上記のように 99%を超えるような強圧下冷間圧延後の再結晶により{100}集合組織が形成されるという報告はいくつかあるが、そのメカニズムは未解明である。圧下率 97%を超える冷間圧延は、実機で実現することが非常に困難である。しかしながら、強圧下冷間圧延後の再結晶により{100}集合組織が形成されるメカニズムを明らかにすることが出来れば、圧下率 99.8%を低減する代替プロセスを提案できる可能性がある。そこで本研究では強圧下冷間圧延された鋼の再結晶に伴う集合組織や転位組織の変化を詳細に調べ、{100}および{411}再結晶集合組織形成メカニズムを明らかにすることを目的とした。

第2章では、純鉄を圧下率 90～99.8%まで強圧下冷間圧延した場合に形成される加工組織および再結晶過程を詳細に調べ、再結晶集合組織の形成メカニズムを検討した。

電磁鋼板では渦電流損を低減するため、電気抵抗を高める Si や Al が添加される。また、Si は Fe に固溶すると Fe の積層欠陥エネルギーを低下させ、転位の交差すべりが抑制されるとの報告もあり^{19, 20)}、加工組織へ影響を及ぼすことが予想される。そこで、第3章では Si や Al を添加した鋼を圧下率 99.8%の強圧下冷間圧延を施し、加工組織や再結晶過程、集合組織を調べ、添加元素が集合組織形成メカニズムに及ぼす影響を検討した。

第4章では、第2、3章で提案された鋼種に依存した集合組織形成メカニズムの違いを詳細に解明することを目的に取り組んだ。純鉄、Si 添加鋼、Al 添加鋼の再結晶に伴う転位密度や転位組織の変化を X 線ラインプロファイル解析と TEM 観察とを併用することにより調べ、添加元素が転位挙動、さらには再結晶や集合組織形成メカニズムに及ぼす影響を検討した。

第5章では、本研究で得られた知見を総括し、今後の展望を述べた。

参考文献

1. 第5版 鉄鋼便覧 第3巻 材料と組織の特性、一般社団法人日本鉄鋼協会編、東京 (2014), 599.
2. 2016年版 HEV, EV 関連市場徹底分析調査、株式会社 富士経済, (2016)、
3. M. Abe, Y. Kokabu, Y. Hayashi and S. Hayami: *JIM*, **44**(1980), 84.
4. T. Taoka, E. Furubayashi and S. Takeuchi: *Tetsu-to-Hagane*, **54**(1968), 162.
5. K. Ushioda and W. B. Hutchinson: *ISIJ Int.* **29**(1989), 862.
6. T. Urabe and J. J. Jonas: *ISIJ Int.*, **34**(1994), 435.
7. A. Okamoto: *Tetsu-to-Hagane*, **70**(1984), 1906
8. J. Kubodera, K. Nakaoka, K. Araki, K. Watanabe and K. Iwase: *Tetsu-to-Hagane*, **62**(1976), 846.
9. K. Ushioda, U. von Schlippenbach and W. B. Hutchinson: *Textures and Microstructures*, **7**(1987), 11.
10. M. Takahashi and A. Okamoto: *Tetsu-to-Hagane*, **64**(1978), 2167.
11. S. Nakashima, K. Takashima and J. Harase: *JIM*, **55**(1991)830-837
12. T. Taoka, E. Furubayashi and S. Takeuchi: *Tetsu-to-Hagane*, **54**(1968), 190
13. 潮田浩作 ; 私信
14. M. Shimizu, K. Matsukura, N. Takahashi, Y. Shinagawa: *Tetsu-to-Hagane*, **50**(1964), 2094.
15. J. L. Walter and E. F. Koch: *Acta Metall.*, **11**(1963), 923.
16. 高橋延幸 : 京都大学、1991、博士論文
17. Leo A. I. Kestens and R. Petrov: *Materials Processing and Texture*, (2009), 207.
18. H. Honma, S. Nakamura and N. Yoshinaga: *Tetsu-to-Hagane*, **90**(2004), 510.
19. D. Griffiths and J. N. Riley: *Acta Metal.*, **14**(1966), 755.
20. K. Ushioda, S. Goto, Y. Komatsu, A. Hoshino and S. Takebayashi: *ISIJ Int.*, **49**(2009), 312
21. 脇坂岳顕、新井聡、黒崎洋介、新日鉄技報、第393号(2012), 116.

22. 古林栄一：再結晶と材料組織、内田老鶴圃、東京、(2000), 128.
23. 鉄の未来が見える本、新日本製鉄(株)編、日本実業出版社、東京、(20), 110.

2. 強圧下冷間圧延された純 Fe の再結晶集合組織の形成過程

2-1. 緒言

鉄鋼材料において集合組織を制御することは、鋼板の加工性や磁気特性を向上させるために重要である。特に再結晶集合組織は製造工程における圧延条件や熱処理条件によって制御することができるため、自動車用鋼板や電磁鋼板等において広く研究が行われている。

再結晶集合組織の形成には大きく分けて配向核生成説(oriented nucleation)と、配向粒成長説(selective growth)の2つの考え方がある。Abeらは、鋼板の加工性を向上させるために有用な{111}集合組織(ND//<111>)の形成に関して、圧下率50%の冷間圧延を施した純Feからの再結晶を詳細に研究し、結晶粒界近傍の不均一な加工組織から優先的にサブグレインが成長し、これが{111}再結晶粒の配向の核となって{111}集合組織が形成されることを報告している¹⁾。一方でUrabeらは85%冷間圧延したTi添加IF鋼からの再結晶においては、{111}再結晶粒が未再結晶の α 繊維状組織(RD//<011>)を蚕食して成長することによって{111}集合組織が形成される配向粒成長を報告している²⁾。ここでND(normal direction)は板面法線方向、RD(rolling direction)は圧延方向である。

通常の圧延率の冷延材と比較して、強圧下された冷延材の再結晶挙動に関しても報告されている。

Gobernadoらは圧下率95%まで冷延されたFe-3.2%Si鋼の再結晶においては、{113}<136>の方位を有する再結晶粒が優先的に核生成する配向核生成によって再結晶集合組織が形成されると述べている³⁾。一方、Verbekenらは圧下率95%まで冷延された極低炭素鋼の再結晶過程を調べ、{554}<225>および{113}<471>の方位を有する再結晶粒が、{112}<110>の方位を有する未再結晶粒を蚕食して成長する配向粒成長を報告している⁴⁾。このように再結晶集合組織の形成メカニズムは鋼種あるいは冷間圧延の圧下率や再結晶させる条件等によって異なっている。本研究では純Feを圧下率99.8%まで強圧下冷延した場合に形成される加工組織、および、この強圧下純Feからの再結晶過程を詳細に調べ、再結晶集合組織が形成されるメカニズムを明らかに

することを目的とした。

2-2. 実験方法

真空溶解炉を用いて純Feインゴットを作製した。その化学成分をTable 2-1に示す。作製したインゴットを圧延できる形状に整えるために、Arガス雰囲気中で1200°Cに2時間保持した後、鍛造によって、高さ250 mm、幅250 mm、長さ300 mmの形状に成形した。この鍛造材を再びArガス雰囲気中で1200°Cに2時間保持した後、板厚250 mmから50 mmまで15パスで熱間圧延を行った。得られた熱延板の結晶粒径は200~500 μmであった。この熱延板から冷間圧延用の試験片を切り出した。板厚50 mmの切り出し材を0.1 mmまで冷間圧延を行うことによって、圧下率99.8%の冷延板を作製した。比較のために、板厚50 mmの熱延板からスライス加工により板厚1 mmの試験片を切り出し、それを板厚0.1 mmまで冷間圧延を行うことによって、圧下率90%の冷延板を作製した。このように同じ0.1 mmの板厚で圧下率が90%と99.8%の2種類の冷延板を作製した。

得られた圧下率の異なる2種類の冷延板(25 mm×25 mm, t=0.1 mm)を真空雰囲気中(~10⁻² Pa)で昇温速度10°C/minで室温から800°Cまで加熱後、炉内でArガスを試料に吹き付けて急冷した。冷延板試料および熱処理後の試料の組織観察および集合組織の評価を行った。組織は試料のTD(transverse direction)方向から光学顕微鏡、SEM-EBSDおよびTEMを用いて観察した。光学顕微鏡観察では、ナイタール腐食した試料を用いた。SEM-EBSDはFE-SEM:Carl Zeiss製、OIM:TSL社製の装置を使用し、加速電圧20 kV、ステップ間隔0.1 μmとした。EBSD用試料はコロイダルシリカで鏡面研磨した面を観察面とした。転位組織の観察には200kV-電解放射型透過電子顕微鏡(HF-2000:日立製作所製)を用いた。板厚断面の観察試料は以下のように作製した。まず、圧延方向に対して平行に厚さ約70 μmの薄片試料を切り出した。試料の切り出しには、加工中に試料温度が上がりにくいように試料台を液体窒素で冷却したイオンミリング装置を用いた。この薄片試料をツイングレット法によって電解研磨して、TEM観察用試料を作製した。集合組織の評価は回転対極型X線回折装置(RINT-2500:RIGAKU製)を用いて{100}, {110}, {211}, {310}の正極点図を測定し、これ

らを用いて **ODF(Oriented distribution function)**を得た。さらに熱処理に伴う硬さの変化を調べるため、マイクロビッカース硬さ試験機(**AKASHI 製**)を用いて、圧子荷重 **10 g**、保持時間 **15sec** の条件で、各試料で **8 点**測定を行い、その平均値を求めた。

Table 2-1. Chemical composition [mass%]

C	P	S	Mn	N	O	Fe
< 10	< 20	< 3	< 30	6	215	Bal.

2-3. 実験結果

2-3-1. 強圧下冷延された純 Fe の加工組織の特徴

圧下率 90%および 99.8%の冷延板の集合組織を表した ODF を Fig. 2-1 (a)および(b)にそれぞれ示す。(a)からわかるように圧下率 90%材の冷間圧延集合組織は α 繊維状組織(RD// $\langle 110 \rangle$)と γ 繊維状組織(ND// $\langle 111 \rangle$)から成り、 α 繊維状組織の $\{211\}\langle 011 \rangle$ が主方位であった。 γ 繊維状組織の中では $\{111\}\langle 112 \rangle$ の強度が他の方位に比べて強かった。(b)に示した圧下率 99.8%材の集合組織では α 繊維状組織が強く発達しており、 $\{100\}\sim\{311\}\langle 011 \rangle$ が主方位であった。また $\{554\}\langle 225 \rangle$ や $\{111\}\langle 123 \rangle$ にも弱い配向が見られた。

EBSD 法により TD 方向から観察した冷延板の加工組織を Fig. 2-2 に示す。(a)に示した圧下率 90%材では、圧延方向に伸びたラメラ状組織であり、観察視野の上部に α 繊維状組織、下部に γ 繊維状組織が見られた。 α 繊維状組織と γ 繊維状組織のラメラの幅は 5~10 μm 程度であった。観察された α 繊維状組織は粒内の方位分散が小さい組織であったのに対し、 γ 繊維状組織は粒内の方位分散が大きい組織となっていた。(b)に示した圧下率 99.8%材では、観察視野の大部分が α 繊維状組織であり、圧延方向に伸びた非常に微細なラメラ状組織が見られた。 α 繊維状組織のラメラの幅は 0.5~3 μm であり、 α 繊維状組織の中には(b)中に矢印で示したように方位分散が大きい部分も見られた。

Figure 2-3 には TEM により観察した冷延板の α 繊維状組織の転位組織を示す。(a)に示した圧下率 90%材では、幅 0.1~0.5 μm のラメラ状組織やセル組織が見られ、それらの内部には転位も多数見られた。観察した領域の回折パターンのほとんどは $\{211\}\langle 011 \rangle$ であった。(b)に示した圧下率 99.8%材では鮮鋭なラメラ状組織が見られ、そのラメラの幅は 0.02~0.2 μm であり、圧下率 90%材と比較してラメラの幅は約 1/5 と狭くなっていた。圧下率 99.8%材のラメラ組織の内部にほとんど転位が見られない領域が一部に確認された。観察した領域の回折パターンは $\{211\}\langle 011 \rangle$ が多く、稀に $\{111\}\langle 112 \rangle$ が見られた。

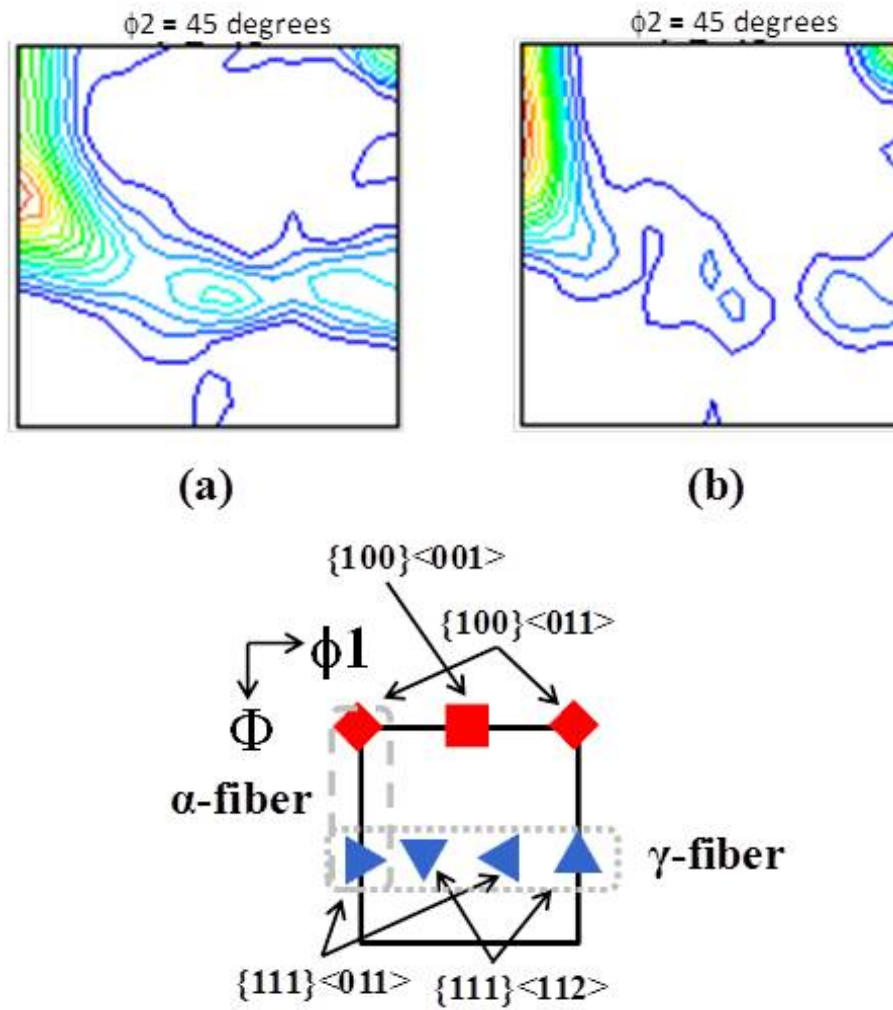


Fig. 2-1. $\phi_2 = 45^\circ$ ODF sections showing cold-rolling textures with (a) 90% and (b) 99.8% reductions.

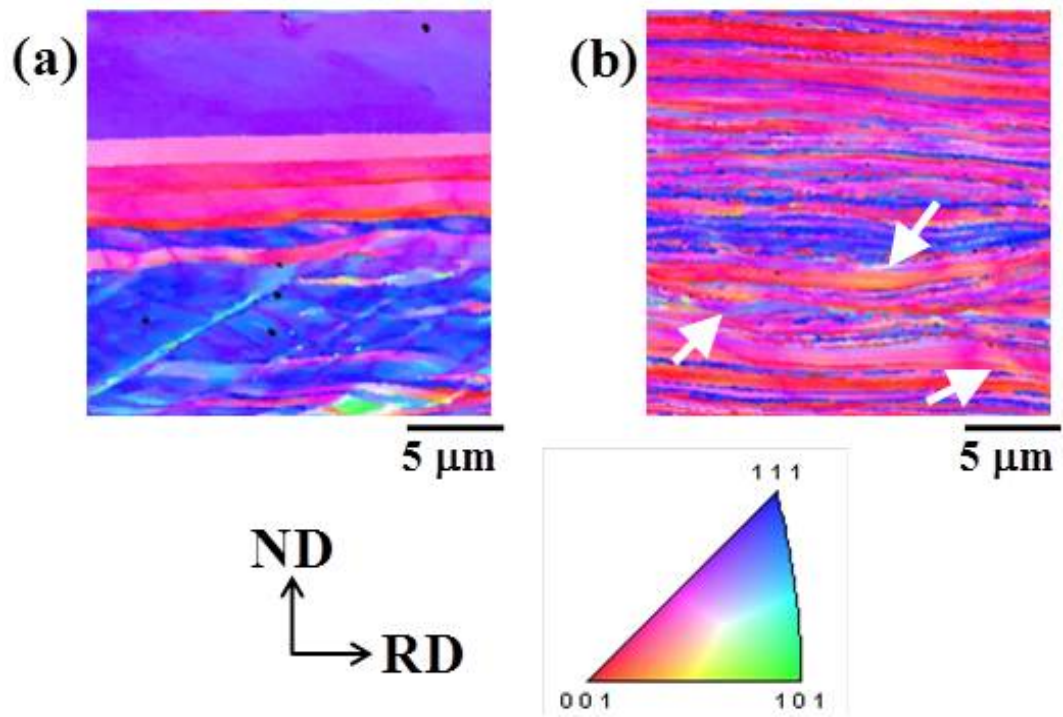


Fig. 2-2. EBSD orientation maps of cold-rolled irons observed from TD (transverse direction) with (a) 90% and (b) 99.8% reductions.

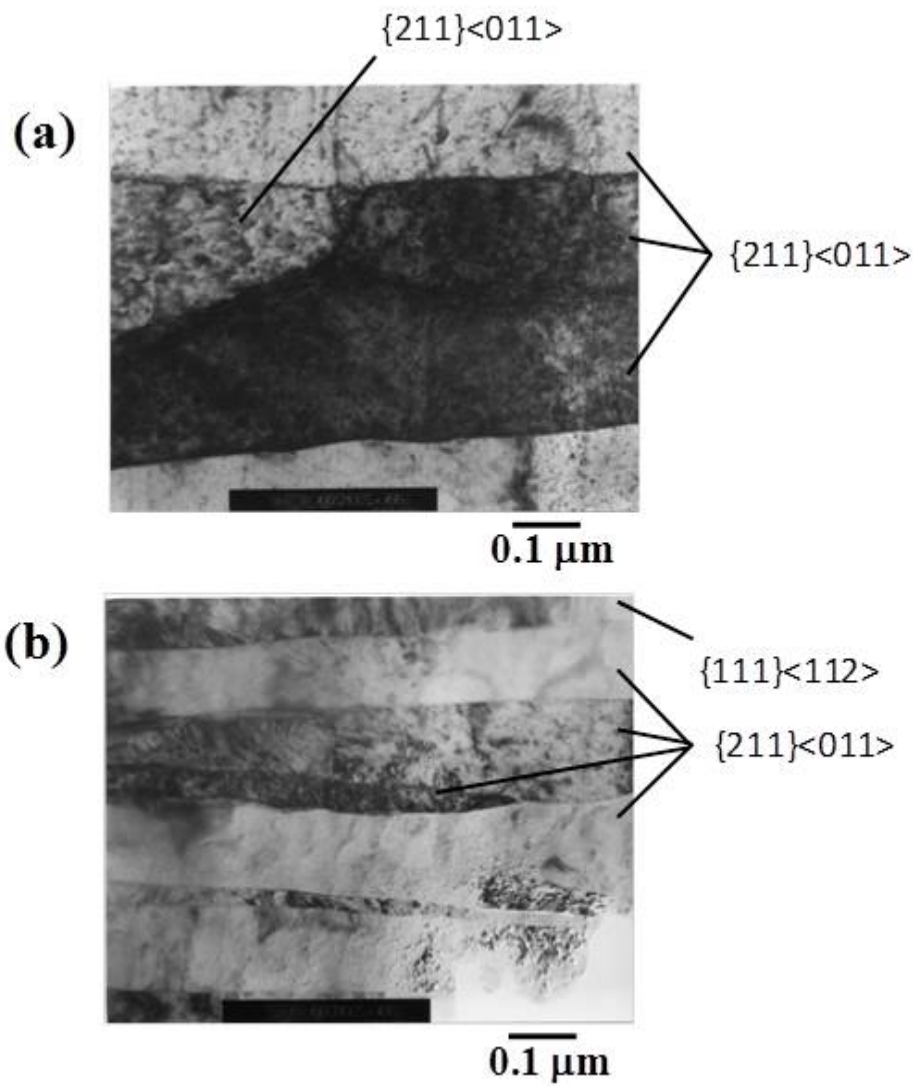


Fig. 2-3. TEM micrographs of α -fiber structures observed from TD in cold-rolled irons with (a) 90% and (b) 99.8% reductions.

冷延板のひずみを見積もるために、Takechi らと同様の方法⁵⁾で X 線回折ピークの半値幅から **Stored energy** を求めた結果を Fig. 2-4 に示す。**Stored energy** を求めた面は冷延板の集合組織に現れていた α 繊維状組織に属する{100}面、{411}面、{211}面と、 γ 繊維状組織に属する{111}面とした。圧下率 90%材では **Stored energy** の大きさが{111}>{211}>{100}>{411}の順番であった。一方、圧下率 99.8%材の **Stored energy** の大きさは{100}>{211}>{411}>{111}の順番であり、ひずみが溜まりにくいと言われる{100}面⁶⁾の **Stored energy** が{111}面よりも高くなっていた。圧下率 99.8%材の{111}面の **Stored energy** は、圧下率 90%材と同程度であるが、圧下率が 90%から 99.8%へと高くなることによって、{100}面、{411}面、および{211}面の **Stored energy** は著しく増加していた。

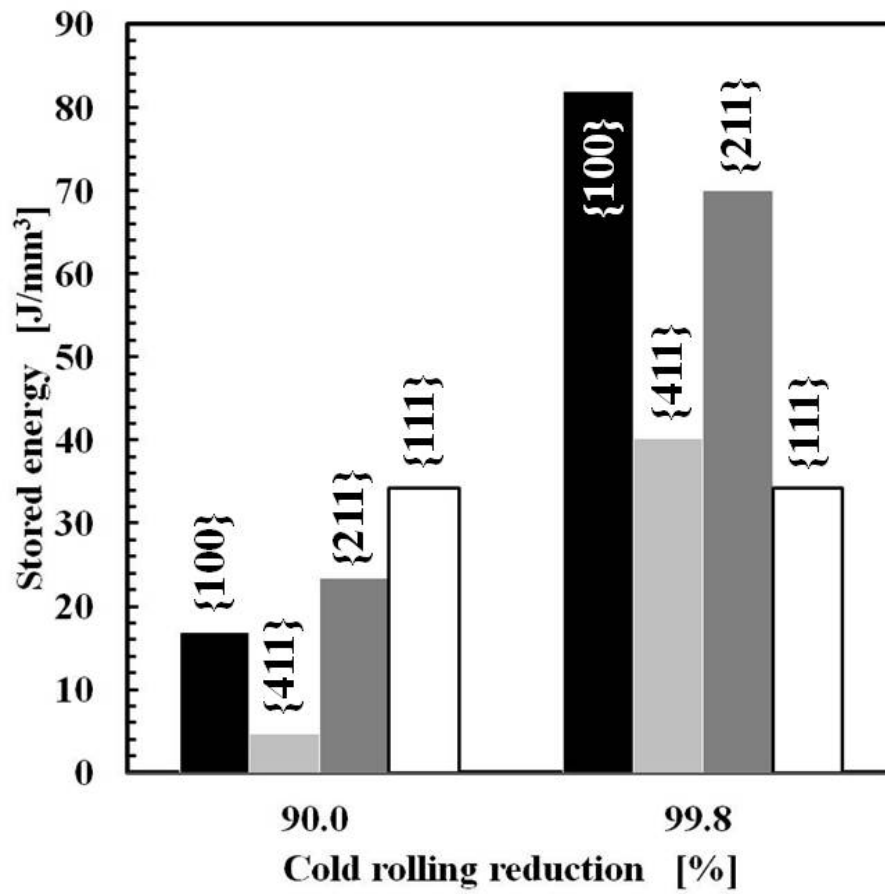


Fig. 2-4. Stored energy in severely cold-rolled irons evaluated by changing in the half-width of X-ray diffraction peak.

2-3-2. 強圧下冷延された純 Fe の再結晶集合組織

圧下率 90%と 99.8%の冷延板をそれぞれ室温から 800°C まで加熱し、ビッカース硬度の変化を調べた。Figure 2-5 には圧下率 90%材の TD 断面から観察した光学顕微鏡組織と、熱処理に伴うビッカース硬度の変化を示す。圧下率 90%材の組織では、Fig. 2-5 の(a)に示したように、コントラストの薄い組織とコントラストの濃い組織が見られた。この観察試料は Fig. 2(a)の試料と同一ロットから採取したものであるため、Fig. 2-5(a)と Fig. 2-2(a)の比較から、コントラストの薄い組織は α 繊維状組織、コントラストの濃い組織は γ 繊維状組織であると言える。それぞれの組織毎に、ビッカース硬度の熱処理温度に伴う変化を調べた結果を Fig. 2-5(b) に示した。コントラストの濃い組織の硬度は室温から 400°C までは 250 HV 程度であり、400°C を超えると低下した。コントラストの薄い組織の硬度は 140 HV 程度であり、室温から 500°C 近くまでほとんど変化せず、500°C を超えると低下した。550°C 以上になると、コントラストの濃い組織と薄い組織はどちらも前領域で再結晶しており、硬度は 80HV 程度であった。

Fig. 2-6 には圧下率 99.8%材の光学顕微鏡で観察した TD 断面の組織を示す。 α 繊維状組織である圧下率 99.8%材では、圧延方向に伸びた細かい組織となっていた。冷延板のビッカース硬度は Fig. 2-6 (b)に示すように、圧下率 90%材のコントラストの濃い組織(γ 繊維状組織)と同程度の約 260 HV であった。室温から 300°C まではほとんど変化しなかった。圧下率 99.8%材では、硬度は熱処理温度が 300°C を超えると低下し始め、350°C から 550°C にかけて大きく低下した。

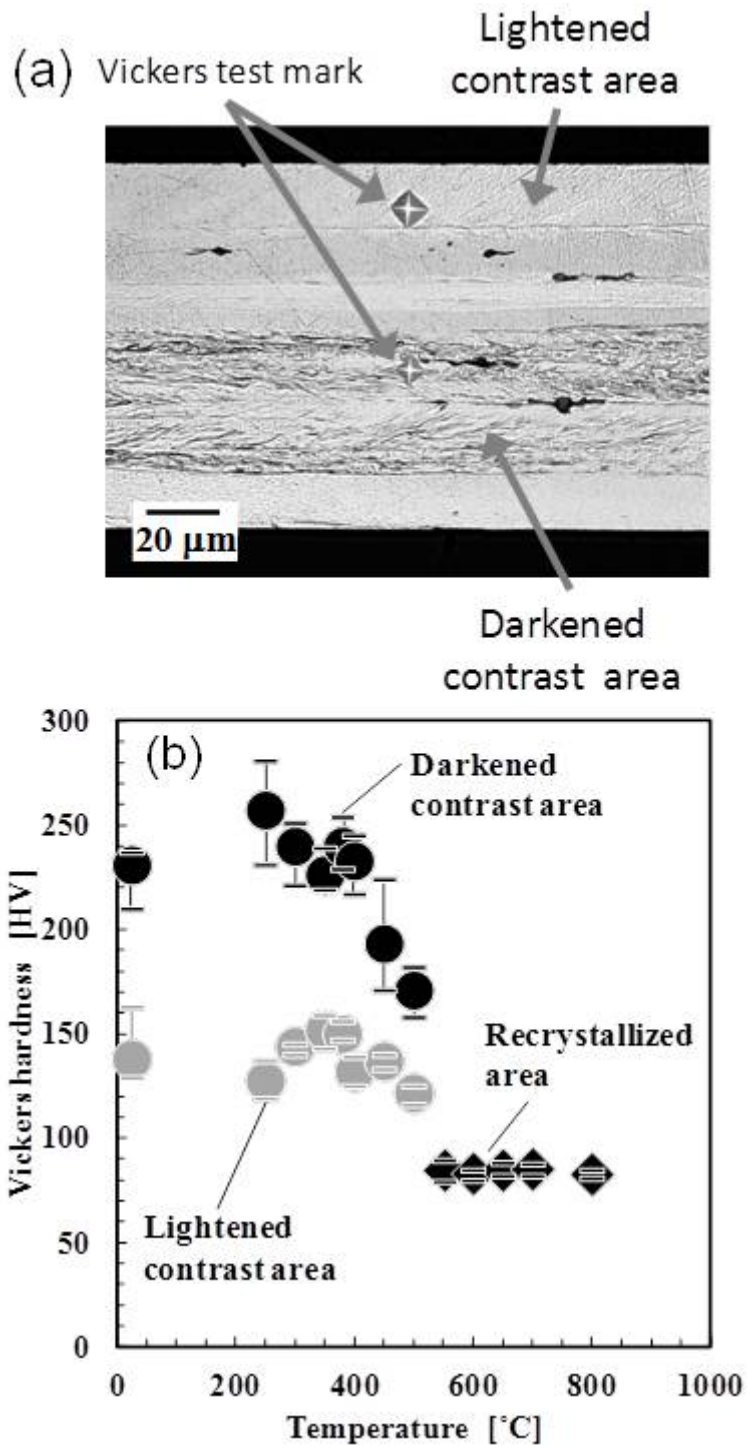


Fig. 2-5. (a) Optical micrograph of cross section of cold-rolled irons with 90% reduction after measuring Vickers hardness, and (b) change in Vickers hardness as a function of annealing temperature for the same materials shown in (a).

(a) Vickers test mark

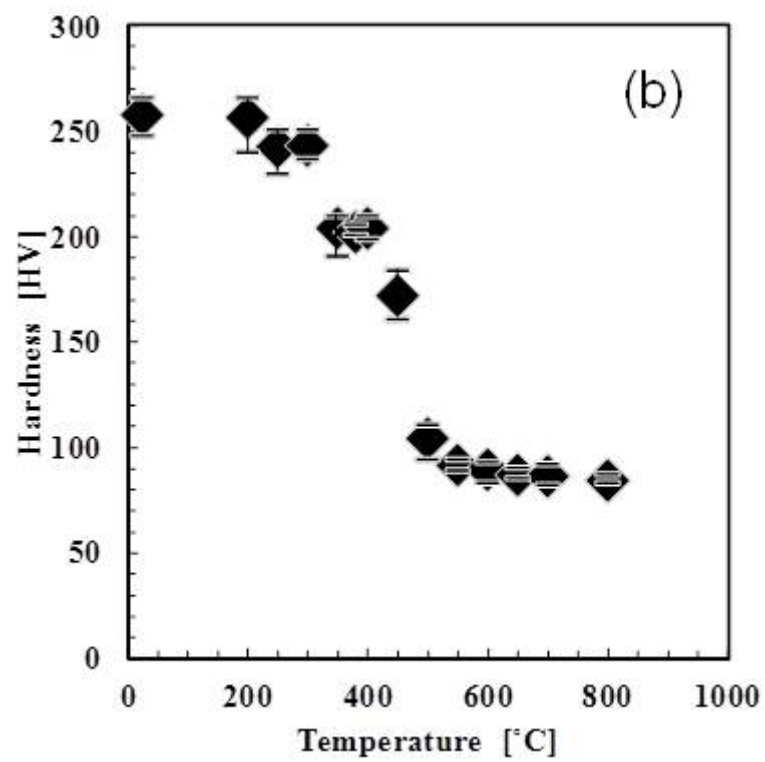
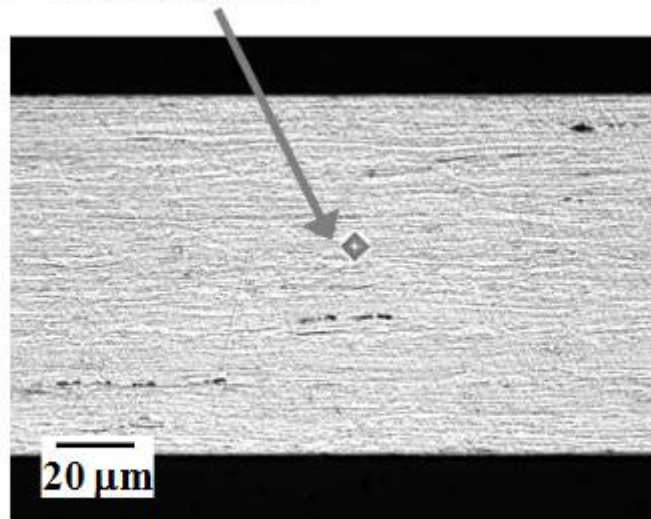


Fig. 2-6. (a) Optical micrograph of cross section of cold-rolled irons with 99.8% reduction after measuring Vickers hardness, and (b) change in Vickers hardness as a function of annealing temperature for the same materials shown in (a).

圧下率 90%材の再結晶過程を SEM-EBSD で TD 方向から観察した結果を Fig. 2-7 に示す。400°C では再結晶粒は確認されなかった。450°C になるとラメラ状の加工組織に沿って{111}方位を有する再結晶粒が多く見られた。500°C になると未再結晶の γ 繊維状組織はほとんど見られなくなった。{111}方位の再結晶粒は、図中に矢印で示したように未再結晶の α 繊維状組織の方へと成長していく様子が見られた。600°C になると 20~80 μm の再結晶粒で全面が覆われた。

Figure 2-8 には圧下率 90%材と同様に観察した圧下率 99.8%材の再結晶過程を示す。400°C では既に再結晶粒が確認され、{111}や{100}など様々な方位を有する再結晶粒が見られた。再結晶粒は圧下率 90%材のように加工組織に沿って発生しているのではなく、比較的ランダムに発生していた。450°C では再結晶粒が更に増え、500°C になると結晶粒径 10~20 μm の再結晶粒で全面が覆われた。600°C になると更に再結晶粒が成長し、結晶粒径 20~50 μm となった。Fig. 2-9 の矢印で示したように、圧下率 99.8%材を 400°C で熱処理した試料では、バルジングによって成長したと見られる {100} 方位を有する再結晶粒がいくつか観察された。

圧下率 90%材および圧下率 99.8%材の再結晶過程における再結晶粒の優先方位を調べるため、450°C で熱処理した試料を用いて、再結晶粒のサイズとその方位を調べた結果を Fig. 2-10 および Fig. 2-11 に示す。450°C で熱処理した後の試料では、冷延圧下率に依らず観察視野における再結晶粒の面積は 20~30%程度であり、再結晶過程の初期に相当する。ここで観察した結晶粒は 100 μm × 300 μm の領域の 3 視野分に含まれる結晶粒とした。Figure 10 に示すように、圧下率 90%材の場合には、{111}方位を有する再結晶粒が非常に多く見られた。特に結晶粒径 15 μm 以上の結晶粒は、ほとんどが{111}方位を有する再結晶粒であった。Figure 2-11 に示した圧下率 99.8%材の場合には、{100}、{211}や{111}の方位を有する再結晶粒が多く確認された。これらの方位を有する再結晶粒に比べると数は少ないが、{411}の方位を有する再結晶粒も確認された。圧下率 90%材では、{111}再結晶粒の数が非常に多かったが、圧下率 99.8%材では特定方位の再結晶粒が多くなっていることはなかった。圧下率 99.8%材の再結晶粒の結晶粒径はほとんどが 5~15 μm 程度であり、特定方位の再結晶粒が優先的に成長している様子は見られなかった。

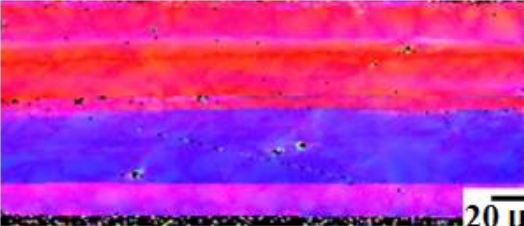
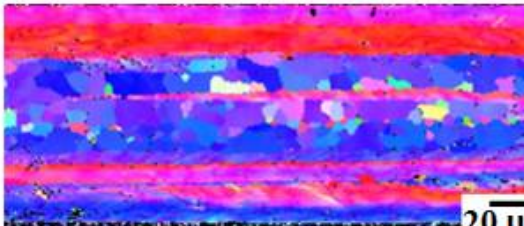
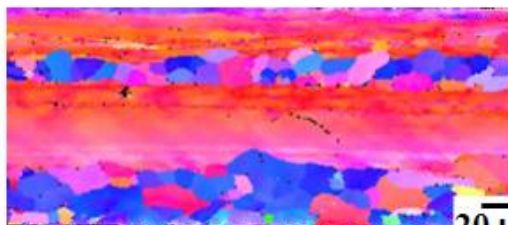
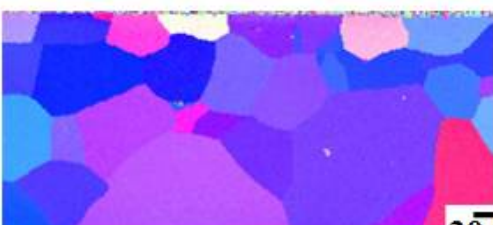
Temperature	Cold reduction = 90%
400°C	 20 μm
450°C	 20 μm
500°C	 20 μm
600°C	 20 μm

Fig. 2-7. Change in EBSD orientation maps observed from TD as a function of annealing temperature for 90% cold-rolled iron.

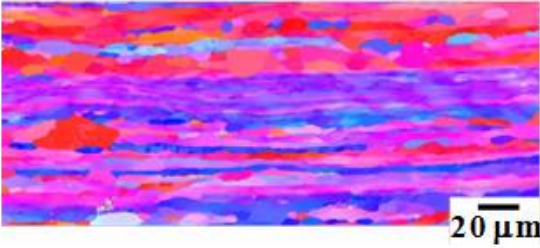
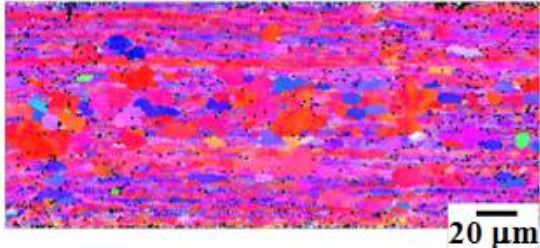
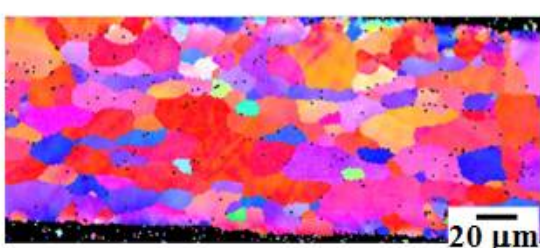

Temperature	Cold reduction = 99.8%
400°C	
450°C	
500°C	
600°C	

Fig. 2-8. Change in EBSD orientation maps observed from TD as a function of annealing temperature for 99.8% cold-rolled iron.

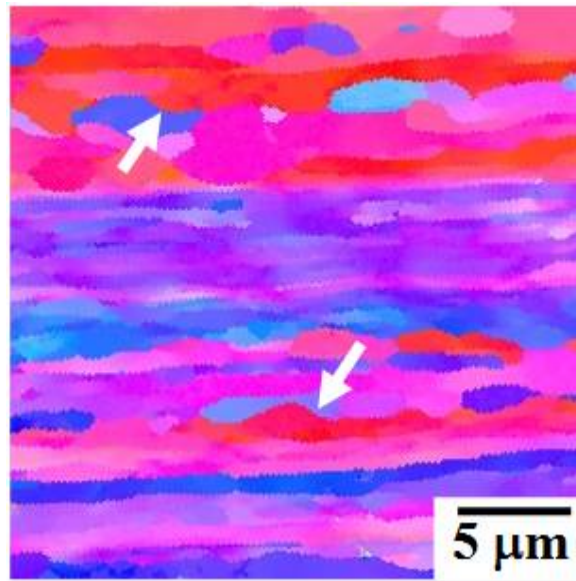


Fig. 2-9. Magnified EBSD orientation map observed from TD showing bulging grains in 99.8% cold-rolled iron followed by annealing at 400 °C.

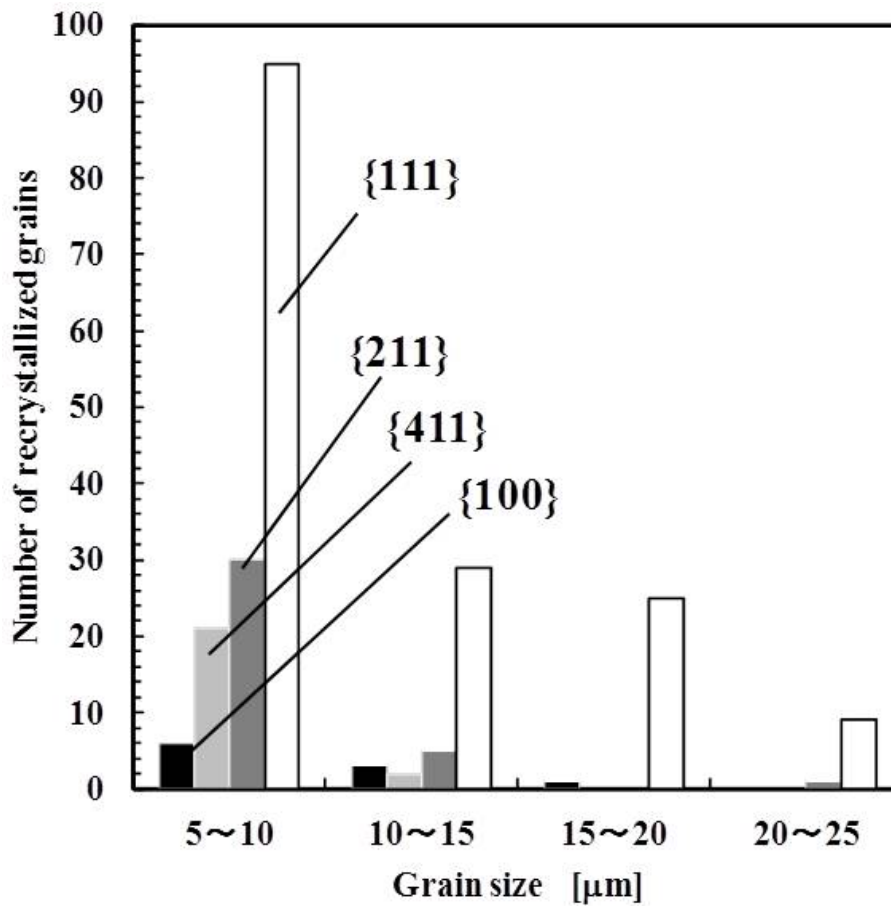


Fig. 2-10. Number of recrystallized grains with various orientations annealed at 450 ° C for 90% cold-rolled iron as a function of grain size.

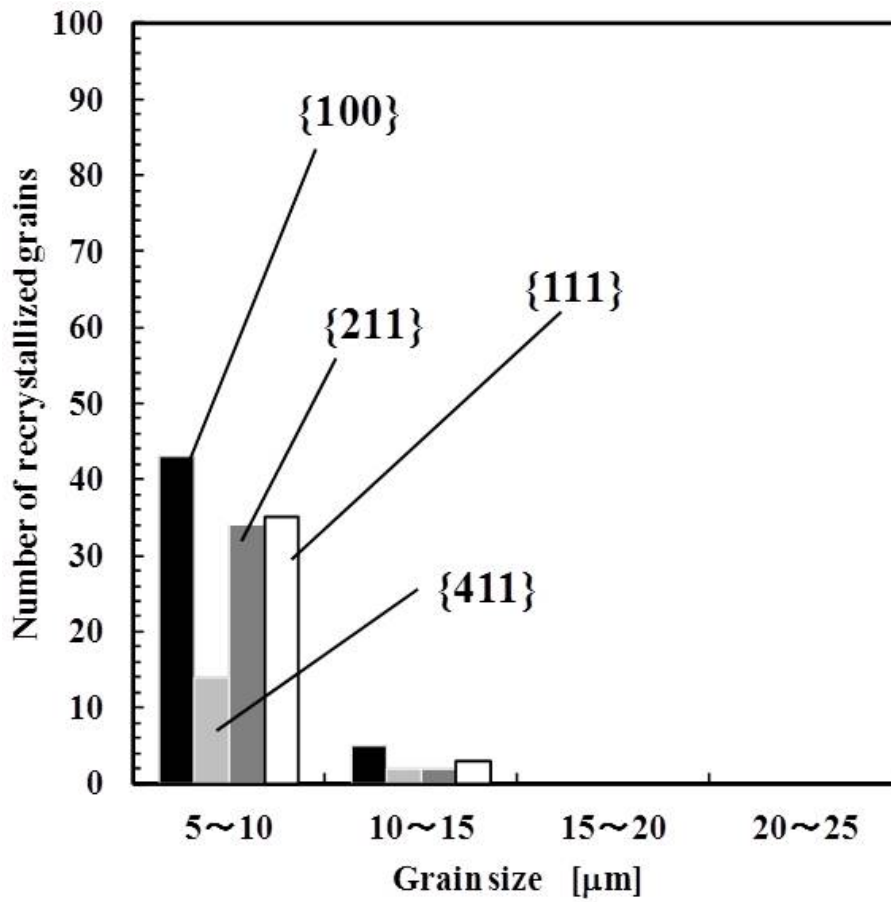


Fig. 2-11. Number of recrystallized grains with various orientations annealed at 450 °C for 99.8% cold-rolled iron as a function of grain size.

Figure 2-12 には圧下率 90%材の冷延板、再結晶初期の 430 °C、再結晶完了直後の 600 °C、再結晶粒成長後の 800 °C のそれぞれの段階における集合組織の ODF を示す。冷延板の集合組織は α 繊維状組織(RD//<110>)と γ 繊維状組織(ND//<111>)から成り、 α 繊維状組織の{112}<110>が主方位であった。 γ 繊維状組織の中では{111}<112>の強度が他の方位に比べて強かった。再結晶初期の 430 °C では主方位が α 繊維状組織の{112}<011>から{113}<011>へ変化した。 γ 繊維状組織の中では{111}<112>の強度が冷延板よりも強くなった。再結晶完了直後の 600 °C では、 α 繊維状組織の強度が弱くなり、 γ 繊維状組織の強度が強くなった。特に{111}<011>成分の強度が強くなった。さらに、再結晶粒成長後の 800 °C では{111}<011>が主方位となり、{111}<112>成分の強度は著しく低下した。

同様に圧下率 99.8%材の場合を Fig. 2-13 に示す。冷延板の集合組織は α 繊維状組織が強く発達しており、{100}~{311}<011>が主方位であった。また{554}<225>や{111}<123>にも弱い配向が見られた。この冷延板の集合組織は、再結晶が完了する 600 °C までほとんど変化しなかった。再結晶粒成長後の 800 °C になると、集合組織は大きく変化し、主方位が{100}<012>となった。副方位には{554}<225>が現れ、600 °C で存在していた α 繊維状組織の強度は低下した。

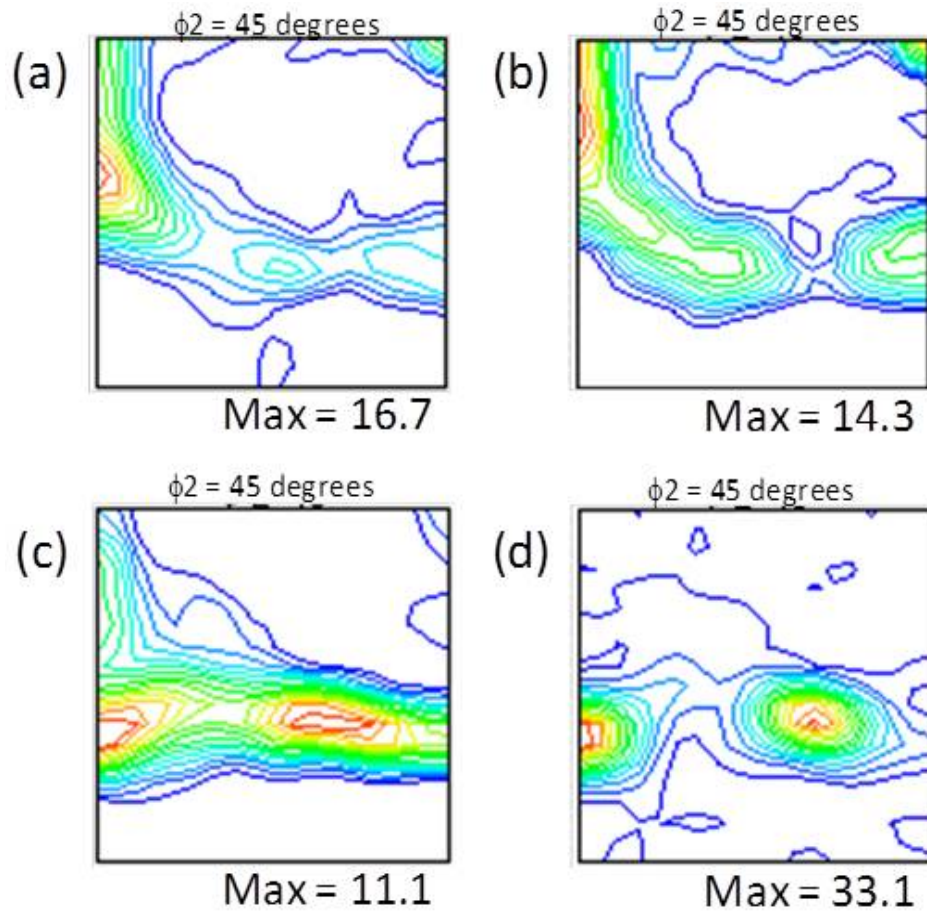


Fig. 2-12. $\phi_2 = 45^\circ$ ODF sections showing (a) cold-rolled texture with 90% reduction, and textures followed by annealing (b) at 430°C , (c) at 600°C , and (d) at 800°C , respectively.

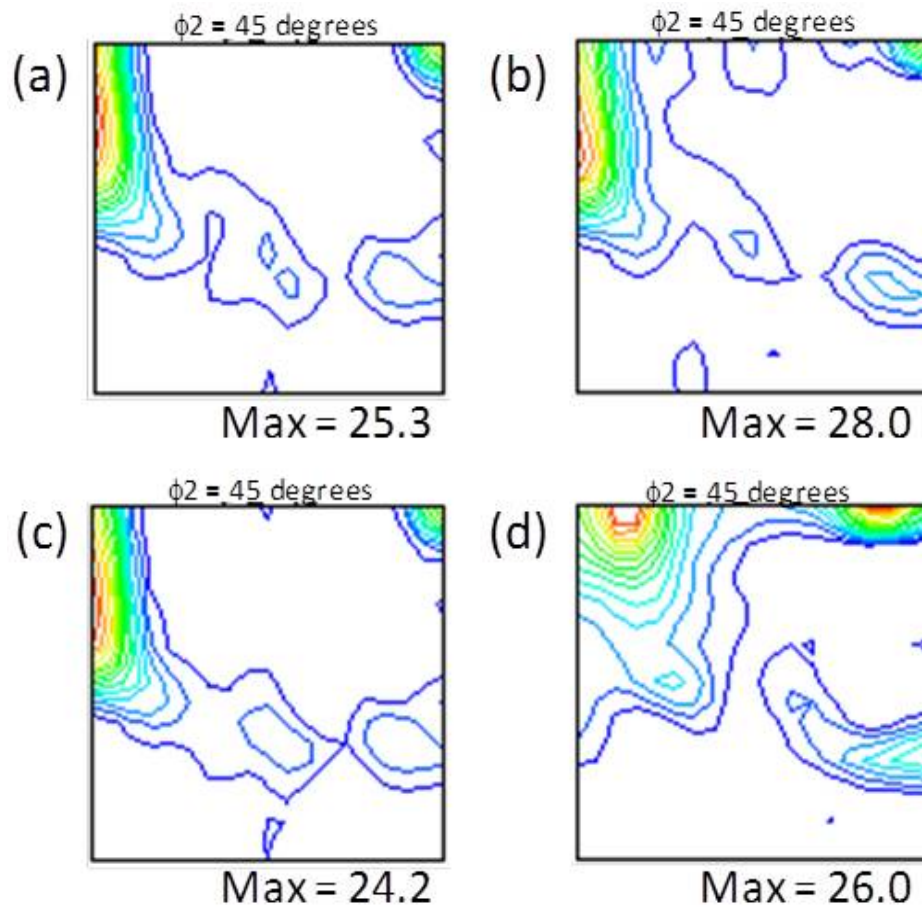


Fig. 2-13. $\phi_2 = 45^\circ$ ODF sections showing (a) cold-rolled texture with 99.8% reduction, and textures followed by annealing (b) at 430°C , (c) at 600°C , and (d) at 800°C , respectively.

2-4. 考察

圧下率 90%まで冷延された純 Fe の冷延集合組織は Fig. 2-1(a)に示したように α 繊維状組織と γ 繊維状組織であった。これらの加工組織は Fig. 2-2(a)に示したように、 α 繊維状組織では方位分散が小さく、 γ 繊維状組織では方位分散が大きかったことから、冷延によって導入されたひずみは α 繊維状組織に比べて γ 繊維状組織により集中したと考えられる。Fig. 2-4 に示す X 線回折により求めた 4 つの結晶方位の **Stored energy** において、 $\{111\}$ 面が最も高かったことから、 γ 繊維状組織が高ひずみであったと言える。さらに圧下率 90%材の冷延板のピッカース硬度は、Fig. 2-5 に示したように α 繊維状組織よりも γ 繊維状組織の方が高かったことから、 γ 繊維状組織が α 繊維状組織より高ひずみであったと言える。

圧下率 90%材に熱処理を行うと、熱処理に伴う硬度低下は、Fig. 2-5(b)に示したように α 繊維状組織よりも γ 繊維状組織の方がより低温で始まっていることから、 γ 繊維状組織において優先的に回復が進行していると言える。Yuasa らは、圧下率 80%で冷間圧延した電解鉄の再結晶過程を詳細に調べ、再結晶過程の初期に形成される小さな再結晶粒はセル組織が整理されて形成されたサブグレインの合体によって形成されると報告している。圧下率 90%材の γ 繊維状組織には高ひずみが導入され、回復が優先的に進行していることから、Yuasa らの結果と同様に、 γ 繊維状組織のセル組織が優先的に整理され、サブグレインが形成され、このサブグレインが合体することで再結晶核になると考えられる。

圧下率 90%材の再結晶過程においては、Fig. 2-7 に示したように 450°C で熱処理を行うと圧延方向に沿って発生している再結晶粒が多く確認され、未再結晶の γ 繊維状組織は、冷延板に比べて減少した。未再結晶 α 繊維状組織はほとんど変化しなかった。500°C で熱処理を行うと、再結晶粒が増えるとともに、未再結晶の γ 繊維状組織は冷延板に比べて減少し、未再結晶の α 繊維状組織が残存した。このことから、圧下率 90%材では γ 繊維状組織から優先的に再結晶が起きたと考えられる。

圧下率 90%材の再結晶過程の初期において、優先的に発生した再結晶粒の方位は、Fig. 2-10 に示すように $\{111\}$ 方位を有する再結晶粒が極めて多く、特に結晶粒径 15

μm 以上の結晶粒は、ほとんどが $\{111\}$ 方位を有する再結晶粒であった。このことから、 $\{111\}$ 方位を有する再結晶粒が優先発生していると言える。

以上のことから、圧下率 90%材の加工組織は低ひずみ状態の α 繊維状組織と高ひずみが蓄積された γ 繊維状組織から成り、高ひずみである γ 繊維状組織から優先的に回復し、回復の進行に伴ってサブグレインが形成され、このサブグレインが合体することで再結晶核になったと考えられる。回復によって形成された再結晶核であるため、その方位は加工組織である γ 繊維状組織の $\{111\}$ 方位であり、未再結晶の α 繊維状組織を蚕食して成長することで $\{111\}$ 再結晶集合組織を形成したと考えられる。

この $\{111\}$ 再結晶集合組織は、熱処理温度を 600°C から 800°C へと高くすると、 $\{111\}\langle 112\rangle$ 成分が消え、 $\{111\}\langle 011\rangle$ 成分が強くなる。 600°C で熱処理した試料は Fig. 2-7 に示したように再結晶が完了しているため、 600°C から 800°C での集合組織の変化は再結晶粒の選択成長によるものであると考えられる。

圧下率 99.8%まで冷延された純 Fe の冷延集合組織は Fig. 2-1(b)に示したように α 繊維状組織が強く発達していた。この α 繊維状組織の加工組織は Fig. 2(b)に示したように、圧延方向に伸びた細かい組織をしており、 α 繊維状組織中には方位分散の大きい領域が見られた。Quadir らは圧下率 95%まで冷延した IF 鋼の再結晶過程を詳細に調べ、ひずみが溜まりにくい $\{100\}\langle 011\rangle$ が高ひずみまで圧下されると、 $\{100\}\langle 011\rangle$ が方位分散して変形帯が形成され、そこから再結晶が起こることを報告している⁸⁾。Figure 2-2(b)に示した圧下率 99.8%材の α 繊維状組織中に見られた方位分散の大きい領域は、再結晶の核生成サイトになる可能性がある。

圧下率 99.8%材の Stored energy は、Fig. 2-4 に示したように $\{100\}$ 面が最も高エネルギーであった。さらに Fig. 2-6 に示したように、 α 繊維状組織のビッカース硬度は 250HV であり、このことから圧下率 99.8%材の α 繊維状組織は高ひずみであると考えられる。 α 繊維状組織のビッカース硬度は熱処理温度が 300°C を超えると低下し始めており、極めて低温から回復が始まっていると考えられる。 α 繊維状組織の回復の進行により、サブグレインが形成され、そのサブグレインが合体し成長することによって、 α 繊維状組織から再結晶粒が発生する可能性がある。圧下率 99.8%材を熱処理すると、再結晶粒は Fig. 2-8 に示したように、加工組織中にランダムに発生した。圧

下率 99.8%材の加工組織のほとんどが α 繊維状組織であることから、 α 繊維状組織から再結晶粒が発生した可能性が高いと考えられる。さらに、再結晶過程の初期に発生した再結晶粒の方位は、Fig. 2-11 に示したように{100}, {211}および{111}が多く、これらの方位よりは少ないながらも{411}方位を有する再結晶粒も確認された。いずれの方位も α 繊維状組織に含まれる方位であり、このことから α 繊維状組織から再結晶粒が発生したと考えられる。

Figure 13(a)~(d)に示したように、圧下率 99.8%材の集合組織は、冷延板では α 繊維状組織が強く発達し、再結晶が進行しても、その集合組織はほとんど変化することなく、再結晶が完了する 600°C まで α 繊維状組織が維持されており、連続再結晶的な組織変化であった。ここで連続再結晶とは、冷延後の集合組織が再結晶後も維持されているという意味である。辻らは ARB(Accumulative Roll Bonding)法によって強加工した IF 鋼を焼鈍すると、焼鈍温度が高くなるのに伴い結晶粒が等軸化するが、結晶方位分布はあまり変化しないことを報告している⁹⁾。この結果は Fig. 2-13(a)~(c) に示した圧下率 99.8%材の傾向と良く一致している。さらに辻らは、強加工により形成されるラメラ状超微細粒組織は多数の大角粒界によって分断されており、その大角粒界に区切られた転位がほとんどない微小領域が焼鈍時に優先的に再結晶粒となる可能性を示している⁹⁾。圧下率 99.8%材の転位組織は、Fig. 2-3(b)に示すように鮮鋭なラメラ状組織であり、その粒内には転位のほとんどない領域が見られた。このような領域は連続再結晶の核となる可能性が考えられる。

その一方で、Fig. 2-9 に示したように、バルジングによって形成されたと見られる{100}再結晶粒が確認されてはいるものの、そのバルジングによって周囲の結晶粒が蚕食されている様子は見られなかった。このことから、圧下率 99.8%材の再結晶過程において、不連続再結晶的な組織変化による再結晶の進行はほとんどなかったと考えられる。

圧下率 99.8%材では、再結晶が試料全域で完了した後、さらに熱処理温度を高めると、Fig. 2-13 の(c)と(d)に示したように、集合組織が大きく変化した。再結晶が完了した後は、再結晶粒の粒成長が進行するため、この集合組織の変化は再結晶粒の選択

成長によるものであると言える。800°Cの熱処理では、この選択成長によって{100}<012>方位を有する再結晶粒が形成されたと考えられる。

2-5. 結言

強圧下冷間圧延された純 Fe の再結晶集合組織の形成過程を詳細に調べた結果、以下の結論が得られた。

圧下率 99.8%材では、冷延集合組織は強い α 繊維状組織であり、その加工組織は高ひずみ状態であった。この高ひずみ状態の α 繊維状組織は極めて低温から回復が進行し、再結晶過程における初期の段階から、 α 繊維状組織に属する {100}、{211}、{111} および{411}方位を有する再結晶粒が、加工組織中に比較的ランダムに発生した。再結晶集合組織は冷延集合組織と同じ α 繊維状組織であり、再結晶の進行に伴って結晶方位が変化しない連続再結晶的な組織変化によって、形成されたと考えられる。この再結晶集合組織の α 繊維状組織は、その後の再結晶粒の選択成長により{100}<012>方位が発達する。

参考文献

- 1) M. Abe, Y. Kokabu, Y. Hayashi and S. Hayami: Trans. JIM, **23**(1982), 718.
- 2) T. Urabe and J. J. Jonas: ISIJ Int., **34**(1994), 435.
- 3) P. Gobernado, R. Petrov, D. Ruiz, E. Leunis, L. A. I. Kestens: Adv. Eng. Mater., **12**(2010), 1077.
- 4) K. Verbeken, L. Kestens, J. J. Jonas: Scr. Mater., **48** (2003), 1457.
- 5) H. Takechi, H. Kato and S. Nagashima: Trans. Metall. Soc. AIME, **242**(1968), 56.
- 6) T. Taoka, E. Furubayashi, S. Takeuchi: Trans. ISIJ, **6**(1966), 290
- 7) K. Yuasa and N. Kouda: J. Jpn. Inst. Met., **31**(1967), 646.
- 8) M. Z. Quadir, B. J. Duggan: Acta Materialia, **52**(2004), 4011.
- 9) N. Tsuji: Tetsu-to-Hagane **94** (2008), 582.

第 3 章．強圧下冷延された Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動と集合組織の発達

3-1. 緒言

鉄鋼材料の再結晶集合組織の形成メカニズムは鋼種や冷間圧延の圧下率、焼鈍条件によって異なることが知られている。例えば **Verbeken** らは圧下率 95%まで冷間圧延(以下、冷延と便宜的に略称する)された極低炭素鋼の再結晶過程を調べ、 $\{554\}\langle 225\rangle$ および $\{113\}\langle 471\rangle$ 方位を有する再結晶粒が、 $\{112\}\langle 110\rangle$ 方位を有する未再結晶粒を蚕食して成長する配向選択成長説を報告している¹⁾。一方、**Grbernado** らは冷延圧下率 95%の Fe-3.2mass%Si 合金の再結晶において、 $\{113\}\langle 361\rangle$ 方位を有する再結晶粒が通常再結晶しない $\{100\}\langle 011\rangle$ 粒から優先的に核生成し、その核が成長して再結晶が完了する配向核生成説によって再結晶集合組織が形成されると述べている²⁾。このように同じ冷延圧下率 95%でも、鋼種によって再結晶集合組織の形成メカニズムおよび形成される集合組織が異なっており、統一的な理解ができていない。このような中、**Quadir** らも強圧下冷延した IF 鋼の加工組織(α 繊維集合組織)の不均一変形と再結晶に注目した研究を行った³⁾。圧延面から観察した結果、 α 繊維集合組織のうち、 $\{100\}\langle 011\rangle$ は強加工で粒内に不均一組織が形成され、 $\{411\}$ 再結晶粒の核生成サイトになる。一方、 $\{211\}\langle 011\rangle$ は安定方位であり加工組織は一様で、他のサイトから核生成した再結晶粒によって蚕食されると考えた。また、**Honma** らも強圧下冷延した鉄の $\{100\}\langle 011\rangle\sim\{211\}\langle 011\rangle$ の粒界部における局所歪領域から $\{h11\}\langle 1/h, 1, 2\rangle$ 再結晶粒が生成すると報告している⁴⁾。さらに **Walter** らは Fe-3%Si 合金の $\{100\}\langle 001\rangle$ 単結晶を 10~90%冷延し、冷延組織の不均一性と再結晶集合組織について論じ、冷延安定方位は $\{100\}\langle 011\rangle$ であるが、不均一な遷移帯が形成され、 $\{100\}\langle 001\rangle$ 再結晶粒核生成サイトとなることを指摘した⁵⁾。 $\{100\}\langle 011\rangle$ 圧延組織に見られる不均一組織の観点から、考慮すべき事実と考える。

また、冷延圧下率を著しく高めると $\{100\}\langle 012\rangle$ 再結晶集合組織が形成されることは従来から周知であるが、その起源については報告例も少なく⁶⁾、現状では明らかになっていない。

これまでに筆者らは純 Fe を圧下率 99.8%まで強圧下冷延した場合に形成される加工組織、およびその加工組織からの再結晶挙動を調べ、99.8%の強圧下冷延材の集合組織には強い α 繊維集合組織が形成され、この α 繊維集合組織は非常に高いひずみ状態になっていることを示した⁶⁾。また、このような α 繊維集合組織は極めて低温から回復が進行し、再結晶が完了した後も α 繊維集合組織成分の{100}<011>や{211}<011>が維持されること、核生成と成長型の再結晶ではあるが、連続再結晶に類似した組織変化が生じている事を明らかにした。さらに、再結晶完了後の粒成長過程において、再結晶粒の方位選択的な成長が起こり、{100}<012>が主方位となることを明らかにした。しかしながら、強圧下冷延された純 Fe の再結晶集合組織に及ぼす添加元素の影響はまだ明らかにされていない。そこで本研究では、Si および Al の添加が再結晶集合組織の発達とその形成メカニズムにどのような影響を及ぼすのかについて明らかにすることを目的とした。

3-2. 実験方法

真空溶解炉を用いて純 Fe に 0.3mass%Si および 0.3mass%Al を添加した合金を製作した。それらの化学成分を Table 3-1 に示した。作成したインゴットを圧延できる形状に整えるために Ar ガス雰囲気中で 1200°C に 2 時間保持した後、鍛造によって高さ 250 mm、幅 250 mm、長さ 300 mm の形状に成形した。この鍛造材を再び Ar ガス雰囲気中において 1200°C で 2 時間保持した後、板厚 250 mm から 50 mm まで 15 パスで熱間圧延を行った。ここで仕上げ温度は Fe-0.3mass%Si 合金は 1004°C、Fe-0.3mass%Al 合金は 1021°C といずれもオーステナイト域であり、常温まで空冷した。熱延板の平均結晶粒径は Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金ともに約 880 μm であった。この熱延板から冷延用の板厚 50 mm の試験片を切り出し、この切り出し材を板厚 0.1 mm まで冷延することによって、圧下率 99.8%の冷延板を製作した。

得られた冷延板を真空雰囲気中($\sim 10^{-2}$ Pa)で昇温速度 10°C/min で 100°C から 800°C の間の様々な温度に加熱後、保持せず直ちに炉内で Ar ガスを試料に吹き付けて急冷した。冷延板試料および熱処理後の試料の組織観察は試料の TD (Transverse

Direction) 方向から光学顕微鏡、SEM-EBSD (Scanning Electron Microscope-Electron Back Scattering Diffraction Patterns)を用いて行った。光学顕微鏡観察では、ナイタール腐食した試料を用いた。SEM-EBSDはFe-SEM: Carl Zeiss製、OIM: TSL製の装置を使用し、加速電圧20 kV、ステップ間隔0.1 μm とし、1試料につき全板厚100 μm ×圧延方向600 μm の領域で5視野の観察を行った。その際、SEM-EBSD用試料の観察面にはコロイダルシリカを用いて鏡面仕上げ研磨を施した。転位組織の観察には200 kV-電解放射型透過電子顕微鏡(HF-2000: 日立製作所製)を用いた。板厚断面の観察試料は以下のように作製した。まず、圧延方向に対して平行に厚さ約70 μm の薄片試料を切り出した。試料の切り出しには、加工中に試料温度が上がりにくいように試料台を液体窒素で冷却したイオンミリング装置を用いた。この薄片試料をツイングジェット法によって電解研磨し、TEM観察用試料を作製した。熱処理にともなう硬さの変化を調べるため、マイクロビッカース硬さ試験機(AKASHI製)を用いて、圧子荷重10 g、保持時間15 secの条件で各試料において10点測定を行い、その平均値を求めた。

Table 3-1. Chemical compositions of materials [mass%]

	C	Si	Mn	P	S	Al	O	N
0.3%Si-Fe	< 0.001	0.3	< 0.002	< 0.002	< 0.0003	< 0.002	0.0052	0.0005
0.3%Al-Fe	< 0.001	0.007	< 0.002	< 0.002	< 0.0003	0.29	0.0025	0.0005

3-3. 実験結果

3-3-1. 強圧下冷延された Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金の加工組織の特徴

Figure 3-1 (a)には強圧下冷延された Fe-0.3mass%Si 合金の加工組織を TD 方向から SEM-EBSD によって観察した結果を示す。Fe-0.3mass%Si 合金の加工組織は圧延方向に伸びた繊維状であり、ほぼ同一方位を持つ繊維組織の板厚方向の幅は 0.5~5 μm 程度であった。Figure 3-1 (b)には加工組織の ODF を示す。この ODF からわかるように、Fe-0.3mass%Si 合金では α 繊維集合組織(RD//<110>)が強く発達しており、特に{100}<011>~{311}<011>と広い範囲に集積していた。

Figure 3-2 (a)には強圧下冷延された Fe-0.3mass%Al 合金の加工組織を TD 方向から SEM-EBSD によって観察した結果を示す。Fe-0.3mass%Al 合金の加工組織は、Fe-0.3mass%Si 合金の加工組織と同様に圧延方向に伸びた繊維状であり、同一方位を持つ繊維組織の板厚方向の幅は 0.2~1 μm 程度であった。また、熱延板の再結晶粒径は Fe-0.3mass%Si 合金と Fe-0.3mass%Al 合金でほぼ同じであったが、後者の方が{211}~{100}<011>と{111}<011>の繊維組織が細かく交互に配置している傾向があった。Figure 3-2 (b)の ODF に示したように、Fe-0.3mass%Al 合金においても α 繊維集合組織が強く発達していた。最も集積していたのは{211}<011>であった。

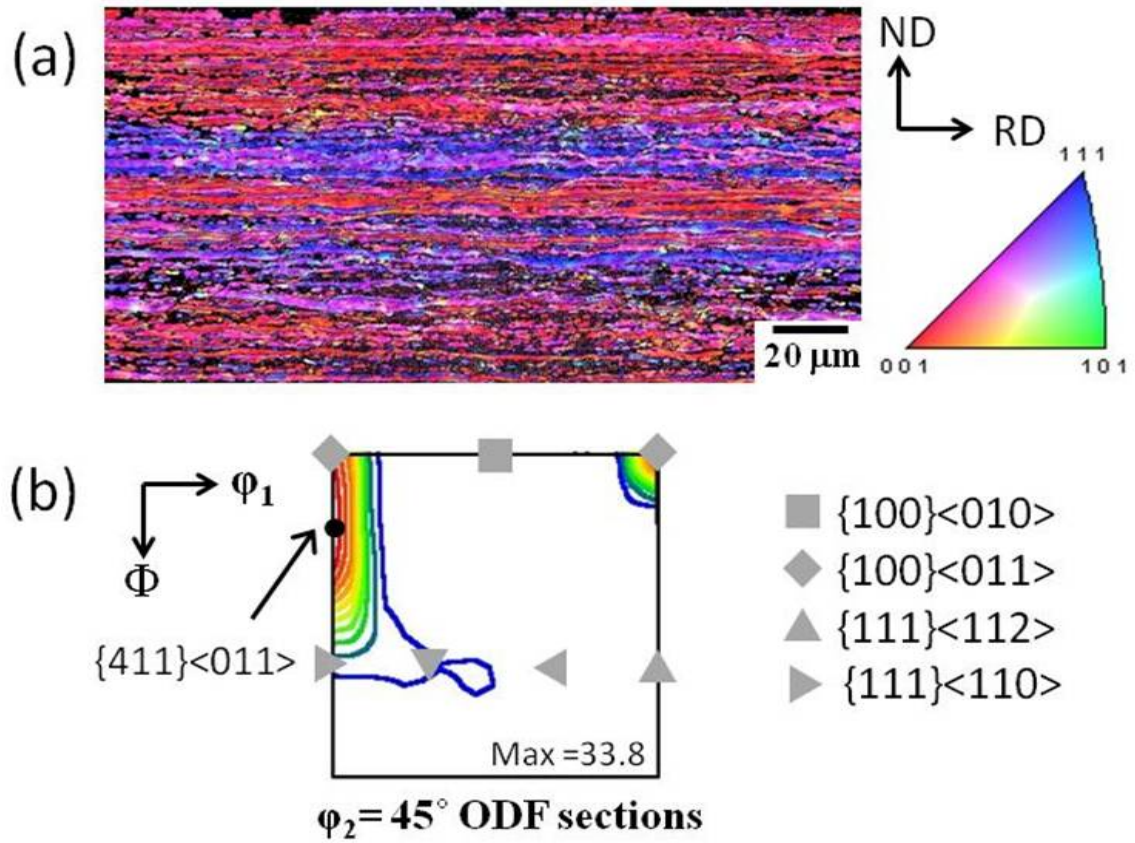


Fig. 3-1. (a) EBSD ND-orientation map observed from TD and (b) $\phi_2=45^\circ$ ODF section showing the cold-rolling texture of 99.8% cold-rolled Fe-0.3%Si alloy.

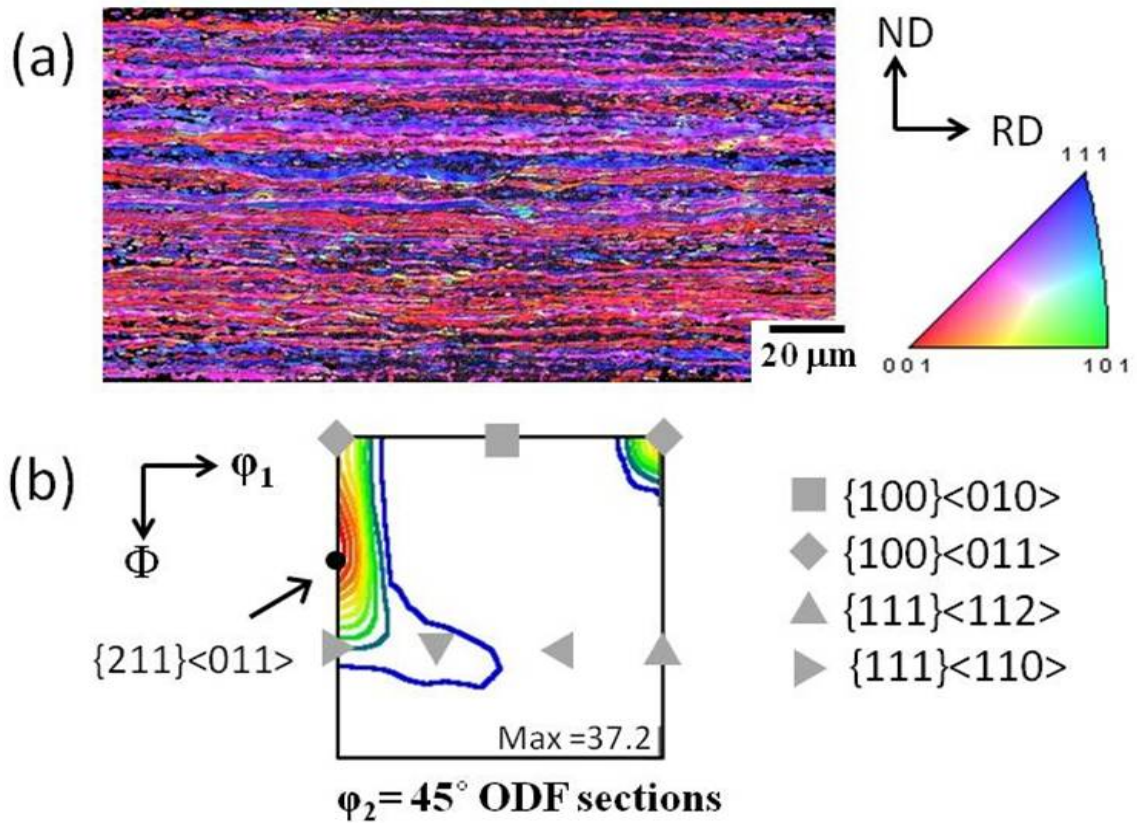


Fig. 3-2. (a) EBSD ND-orientation map observed from TD and (b) $\phi_2 = 45^\circ$ ODF section showing the cold-rolling texture of 99.8% cold-rolled Fe-0.3%Al alloy.

3-3-2. Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動

熱処理に伴うビッカース硬度の変化を調べた結果を Fig. 3-3 に示す。比較のため、99.8%の強圧下冷延した純 Fe の硬度変化⁶⁾も Fig. 3-3 にプロットした。Fe-0.3mass%Si 合金の 99.8%強圧下冷延材のビッカース硬度は 310 HV 程度であり、純 Fe より高い硬度であった。100~400°C までの熱処理では、ビッカース硬度はほとんど低下せず、熱処理温度が再結晶開始直前である 450°C を超えると大きく低下した。一方、Fe-0.3mass%Al 合金においては、熱処理前の 99.8%強圧下冷延材のビッカース硬度は Fe-0.3mass%Si 合金よりも低く、270 HV 程度であり、純 Fe と同程度であった⁶⁾。熱処理を行うと、Fe-0.3mass%Al 合金のビッカース硬度は 250°C から低下し始め、300~400°C で硬度の低下が緩やかになり、再結晶が進行する 450°C を超えると硬度は大きく低下した。Figure 3-3 から分かるように、冷延圧下率 99.8%の純 Fe と良く似ている傾向であった。

Fe-0.3mass%Al 合金で見られたように、熱処理温度の上昇に伴うビッカース硬度の低下が 300~400°C で一旦緩やかになる挙動に伴って、転位組織がどのように変化するかを調べるために、冷延材および 350°C で熱処理した試料の板厚中心部における転位組織を TEM によって観察した。その結果を Fig. 3-4 および 3-5 に示す。Figure 3-4 (a)に示すように Fe-0.3mass%Si 合金の冷延材の転位組織は圧延方向に平行に伸びた鮮鋭な薄いラス状の組織であった。ラスの内部には多数の転位が見られた。またラスの板厚方向の厚さは 100~250 nm 程度であり、ラス状組織中にはラス境界を横断するせん断帯と見られる大きなうねりがいくつも見られた。(b)に示すように Fe-0.3mass%Si 合金を 350°C で熱処理を行った試料は、圧延方向に伸びたラス状組織を示していた。ラス厚は 150~350 nm 程度と冷延材と比較すると 1.5 倍程度に厚くなっていた。また、サブグレインの形成が進行している事が確認された。特にせん断帯と見られるうねりの近傍で多数のサブグレインが見られ、その内部には多数の転位が見られた。

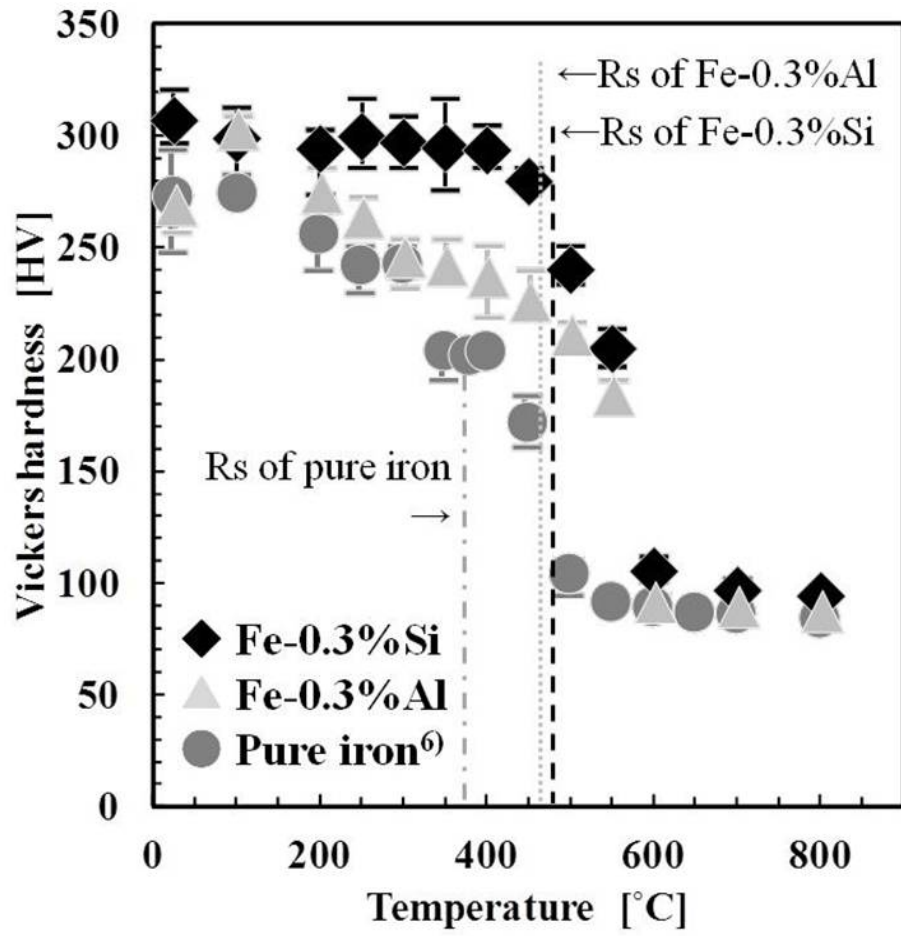


Fig. 3-3. Change in Vickers hardness as a function of annealing temperature for cold-rolled Fe-0.3%Si alloy, Fe-0.3%Al alloy and pure iron⁶⁾ with reduction 99.8%.

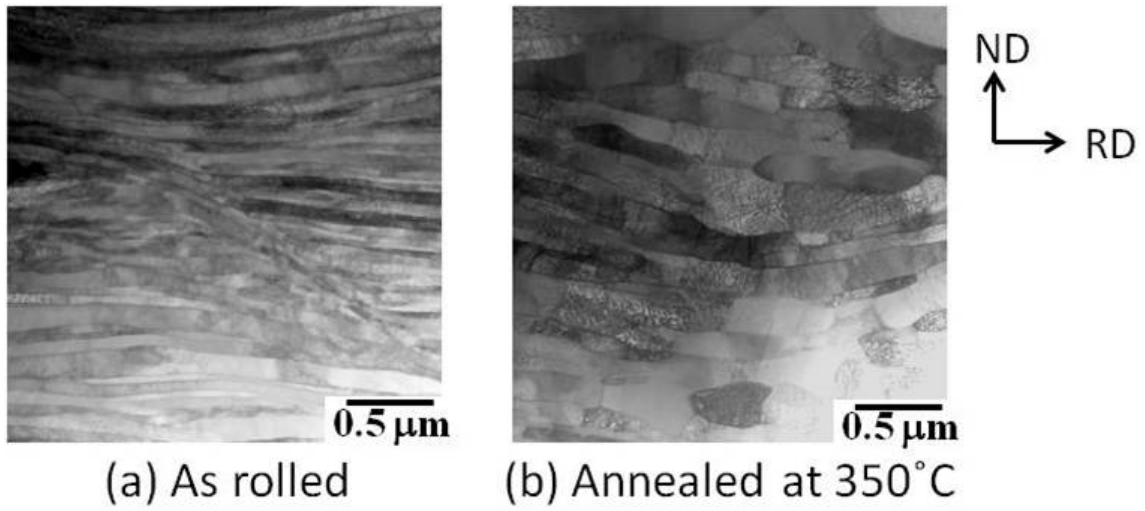


Fig. 3-4. TEM photographs of (a) cold-rolled and (b) annealed at 350°C Fe-0.3%Si alloy observed from TD.

Fe-0.3mass%Al 合金の場合を Fig. 3-5 に示す。(a)に示した冷延材では Fe-0.3mass%Si 合金と同様に圧延方向に平行に伸びた鮮鋭な極めて薄いラス状組織が見られ、ラスの内部には多数の転位が見られた。ラス厚は 60~150 nm 程度であった。また、ラス状組織にはラス境界を横断するせん断帯と見られる大きなうねりが見られ、その近傍には一部セル化したと見られる組織が見られた。Fe-0.3mass%Al 合金を 350°C で熱処理を行うと、Fig. 3-5(b)に示すように圧延方向に伸びたラス状組織と多数の等軸的なサブグレインが見られた。ラス厚は 150~400 nm 程度であり、冷延材と比較するとラス厚は 2.5 倍程度太くなっていた。さらに、Fe-0.3mass%Si 合金と比較するとラスが厚く、サブグレイン化が進行している様子が認められた。特に、せん断帯とみられるうねりの近傍では、等軸的なサブグレインが多数見られた。熱処理に伴って組織がどのように変化していくのかを EBSD によって観察した。Figure 3-6 には、Fe-0.3mass%Si 合金を 480~800°C で熱処理した場合の組織変化の様子と、観察された再結晶粒の結晶方位を(100)正極点図上に示した。(a)には 480°C で熱処理した場合の組織を示した。観察視野の全面積に対する再結晶粒の占める面積の割合は 0.1 程度であった。観察された約 80 個の再結晶粒の方位を{100}正極点図上に示すと、{411}<148>や{411}<011>に近い方位であった。(b)には 490°C で熱処理した場合の組織を示した。再結晶粒の占める面積の割合は 0.8 程度であり、熱処理温度 480°C から 490°C の間に急激に再結晶が進行していた。再結晶粒の方位は{111}<112>~{111}<110>と{100}<012>~{311}<136>に分布していた。(c)には 550°C で熱処理した場合の組織を示した。観察視野全体が等軸の再結晶粒であり、観察視野全体が再結晶粒に覆われており、再結晶が完了していた。550°C で見られた再結晶粒の方位は(b)から大きくは変化しておらず、{111}<112>~{111}<110>と{100}<012>~{311}<136>に分布しており、特に{100}<012>~{311}<136>への分布が強まっていた。(d)に示した 700°C では、再結晶粒の粒成長が進行し、100 μm を超える粗大な再結晶粒が散見された。再結晶粒の方位は(c)で見られた{111}<112>や{111}<110>が消え、{100}<012>~{311}<136>への分布が強くなった。(e)には 800°C で熱処理した場合の組織を示した。再結晶粒の粒成長がさらに進行し、多くの再

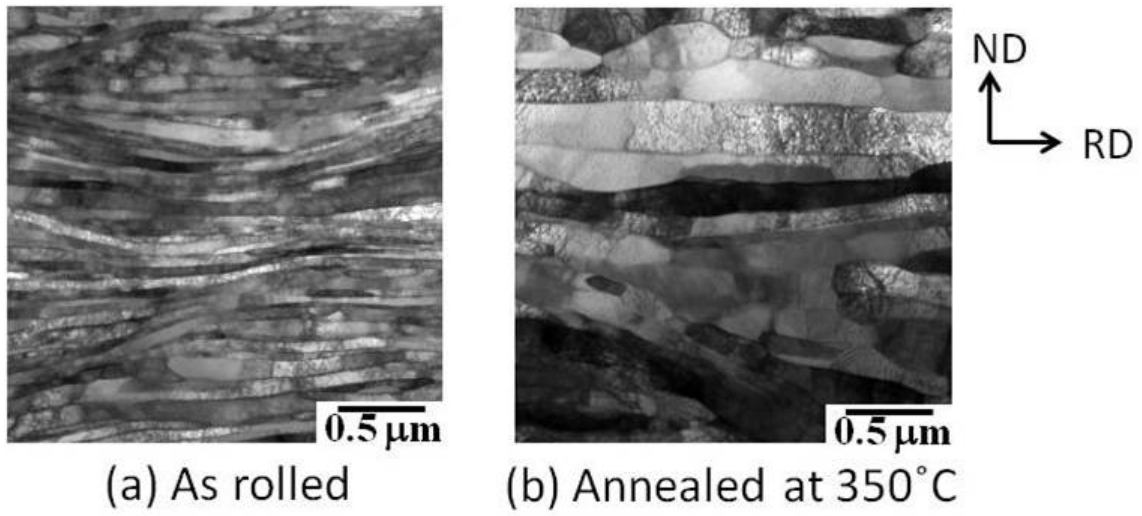


Fig. 3-5. TEM photographs of (a) cold-rolled and (b) annealed at 350°C Fe-0.3%Al alloy observed from TD.

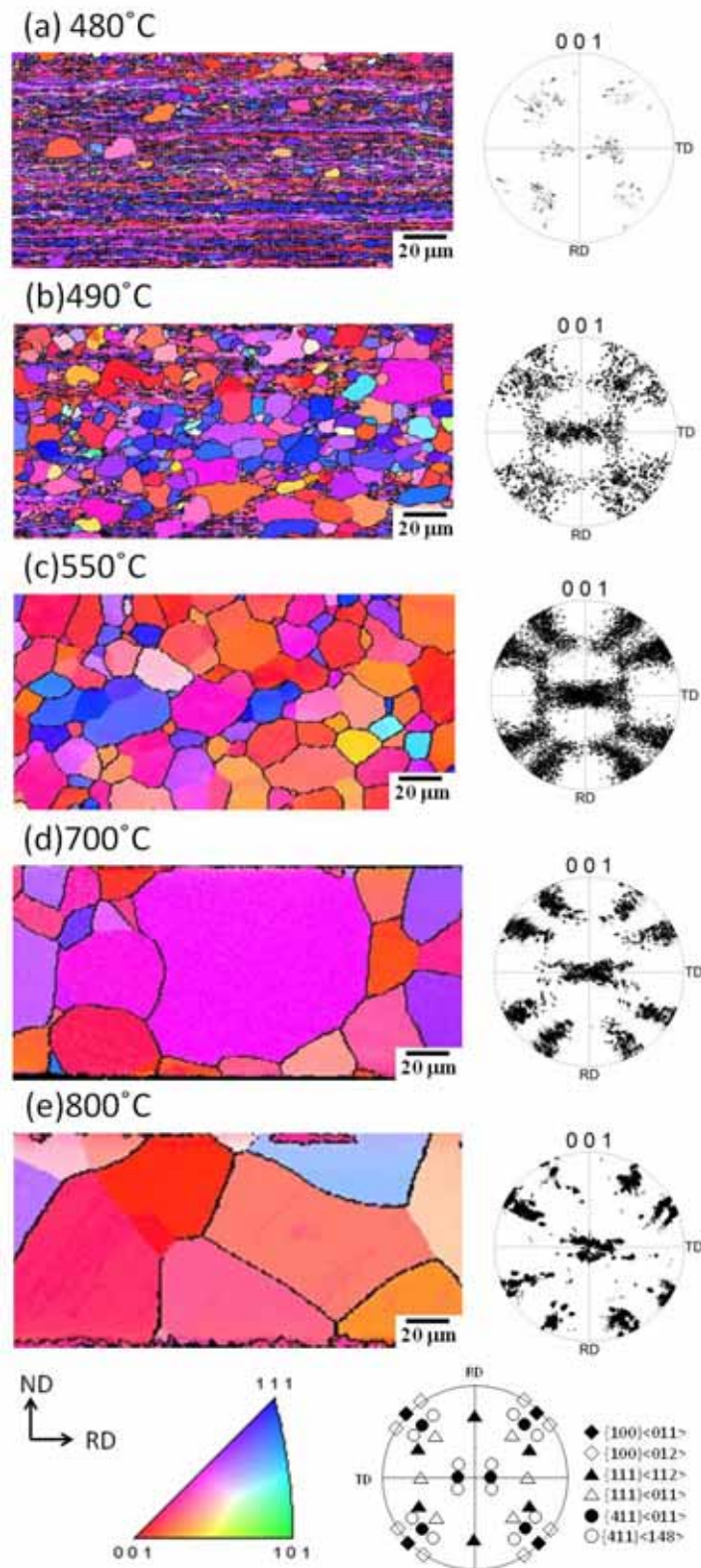


Fig. 3-6. Change in EBSD ND-orientation maps observed from TD as a function of annealing temperature for 99.8% cold-rolled Fe-0.3%Si alloy.

結晶粒が 50 μm を超えていた。再結晶粒の方位は $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{411\}\langle 148\rangle$ に分布し、より特定の方位へ集積していた。

Figure 3-7 には、Fe-0.3mass%Al 合金を 460~800 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理した場合の組織変化の様子と、観察された再結晶粒の結晶方位を(100)正極点図上に示した。(a)には 460 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理した場合の組織を示した。観察視野の面積に対する再結晶粒の占める面積の割合は 0.1 程度であった。Fe-0.3mass%Al 合金で観察された再結晶粒は Fe-0.3mass%Si 合金に比べると圧延方向に長い粒が多かった。またその方位は $\{111\}\langle 112\rangle \sim \{111\}\langle 110\rangle$ および $\{100\}\langle 011\rangle \sim \{211\}\langle 011\rangle$ に分布しており、Fe-0.3mass%Si 合金に比べると多様な方位を有する再結晶粒であった。その中でも、 $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{311\}\langle 136\rangle$ 方位が優先的であった。(b)には 480 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理した場合の組織を示した。再結晶粒の占める面積の割合は 0.5 程度であった。観察された再結晶粒の方位は $\{111\}\langle 112\rangle \sim \{111\}\langle 011\rangle$ と $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{311\}\langle 136\rangle$ に分布していた。再結晶粒は(a)に示した 460 $^{\circ}\text{C}$ の場合と同様に、圧延方向に長い粒が多く見られた。(c)には 550 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理した場合の組織を示した。再結晶は完了していたが、(a)や(b)に示した組織と同様に圧延方向に長い再結晶粒が多かった。再結晶粒の方位は $\{111\}\langle 112\rangle \sim \{111\}\langle 011\rangle$ と $\{100\}\langle 011\rangle \sim \{100\}\langle 012\rangle$ に分布しており、Fe-0.3mass%Si 合金よりも ND// $\langle 100\rangle$ 軸回りに広い分布が見られた。(d)には 700 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理した場合の組織を示した。(c)に示す 550 $^{\circ}\text{C}$ の組織よりも少し粒成長が進んでいた。再結晶粒の方位は(c)に示した 550 $^{\circ}\text{C}$ の場合と大きく変化していなかったが、 $\{100\}\langle 011\rangle$ の強度が弱くなり、 $\{111\}\langle 112\rangle \sim \{111\}\langle 011\rangle$ と $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{311\}\langle 136\rangle$ に分布していた。(e)に示した 800 $^{\circ}\text{C}$ の場合には、板厚方向に貫通するくらい粗大な再結晶粒となった。再結晶粒の方位は、 $\{111\}\langle 112\rangle \sim \{111\}\langle 011\rangle$ が消え、 $\{100\}\langle 012\rangle$ に集積していた。

再結晶完了後の粒成長に伴う集合組織の変化を求めるため、550 $^{\circ}\text{C}$ および 700 $^{\circ}\text{C}$ で熱処理した場合の集合組織を Fig. 3-8 および 3-9 に ODF で示す。Figure 3-8 には Fe-0.3mass%Si 合金の場合を示す。再結晶が完了した直後である 550 $^{\circ}\text{C}$ では、(a)に示したように $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{311\}\langle 136\rangle$ 方位と $\{111\}\langle 112\rangle$ および $\{111\}\langle 231\rangle$ が見られた。最も集積度が高かったのは $\{811\}\langle 1, 8, 16\rangle$ であった。再結晶粒が粒成長

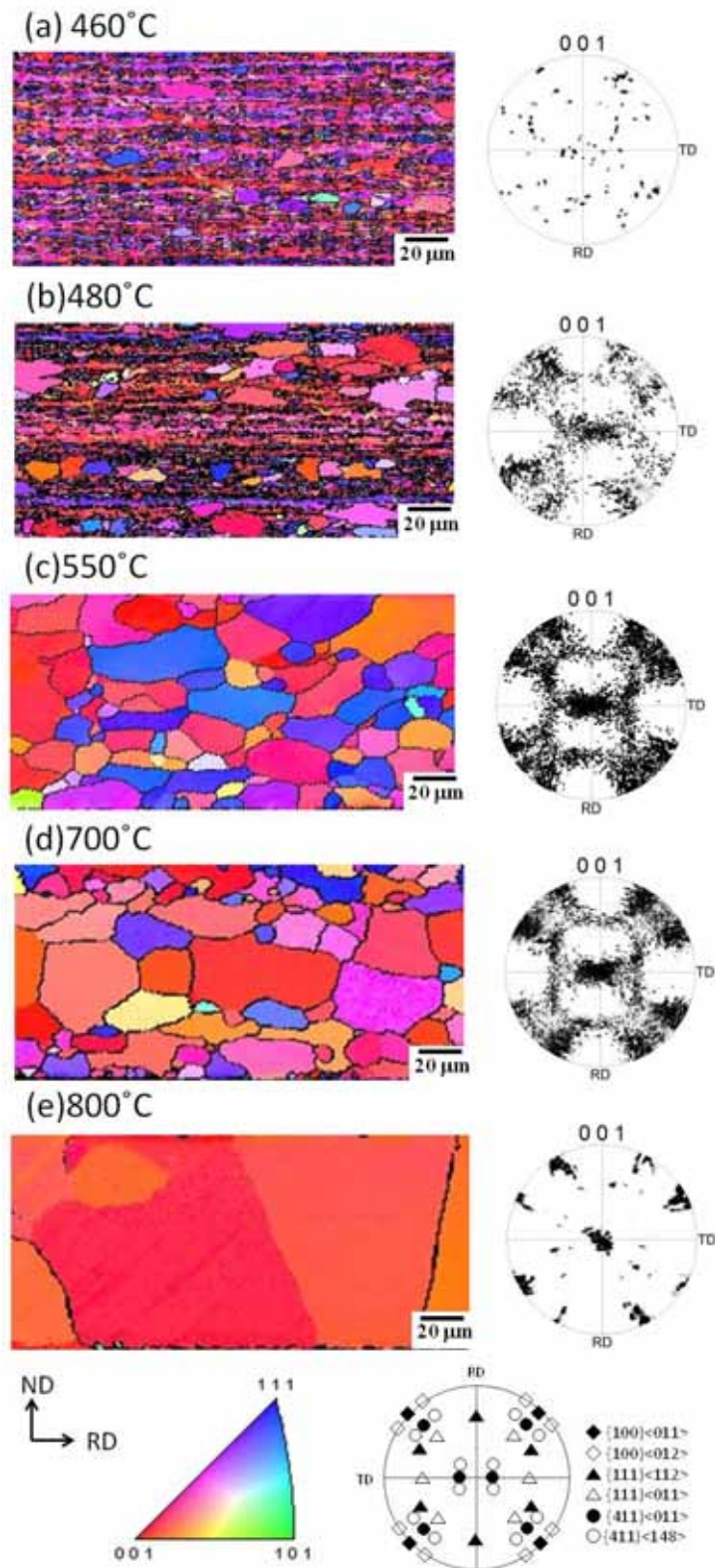


Fig. 3-7. Change in EBSD ND-orientation maps observed from TD as a function of annealing temperature for 99.8% cold-rolled Fe-0.3%Al alloy.

した後である 700 °C では、(b)に示したように{411}<148>に集積し、{111}<112>および{111}<231>は見られなくなった。550 °C 焼鈍から 700 °C 焼鈍に昇温した時の粒成長に伴う ODF の変化を差の ODF として(b)-(a)で示した。Fe-0.3mass%Si 合金では、粒成長に伴い{411}<148>の強度が著しく増え、{100}<012>および{322}<236>の強度が減少した。

Fe-0.3mass%Al 合金の場合を Fig. 3-9 に示す。再結晶が完了した直後である 550 °C では、(a)に示したように{100}<012>～{322}<236>と{111}<112>に集積が見られた。再結晶粒が粒成長した後である 700 °C では、{100}<012>に強く集積し、{111}<112>の強度は低下した。550 °C 焼鈍から 700 °C 焼鈍に昇温した時の粒成長に伴う集合組織の変化を差の ODF として(b)-(a)で示した。Fe-0.3mass%Al 合金では、粒成長に伴い{100}<012>の強度が著しく増加した。

再結晶が完了する 550 °C で熱処理した試料について、{100}、{411}、{211}および{111}方位を有する再結晶粒をそれぞれ粒径毎に個数を調べた。Figure 3-10 には Fe-0.3mass%Si 合金の場合を示す。観察した再結晶粒は 1842 個であり、平均結晶粒径は 11 μm であった。結晶粒径が平均粒径より小さい再結晶粒は{211}や{111}方位を有する再結晶粒の割合が多かった。一方、平均結晶粒径より大きい再結晶粒は{100}や{411}方位を有する再結晶粒の割合が多かった。結晶粒径が 25 μm を超える再結晶粒は、{100}方位を有する粒が多く見られた。一方では、再結晶粒の方位によって平均粒径に大きな違いは見られなかった。

Figure 3-11 には Fe-0.3mass%Al 合金の場合を示す。観察した再結晶粒は 1650 個であり、平均結晶粒径は 13.0 μm であった。結晶粒径が平均粒径より小さい再結晶粒においては、0.3mass%Si-Fe 合金の場合よりも多様な方位が見られた。一方、平均結晶粒径より大きい再結晶粒は、{100}や{411}方位を有する粒が多く、特に 30 μm を超えるような大きな再結晶粒は{411}方位を有する傾向が高かった。しかし、Fe-0.3mass%Al 合金の場合にも、再結晶粒の方位によって平均粒径に大きな違いは見られなかった。

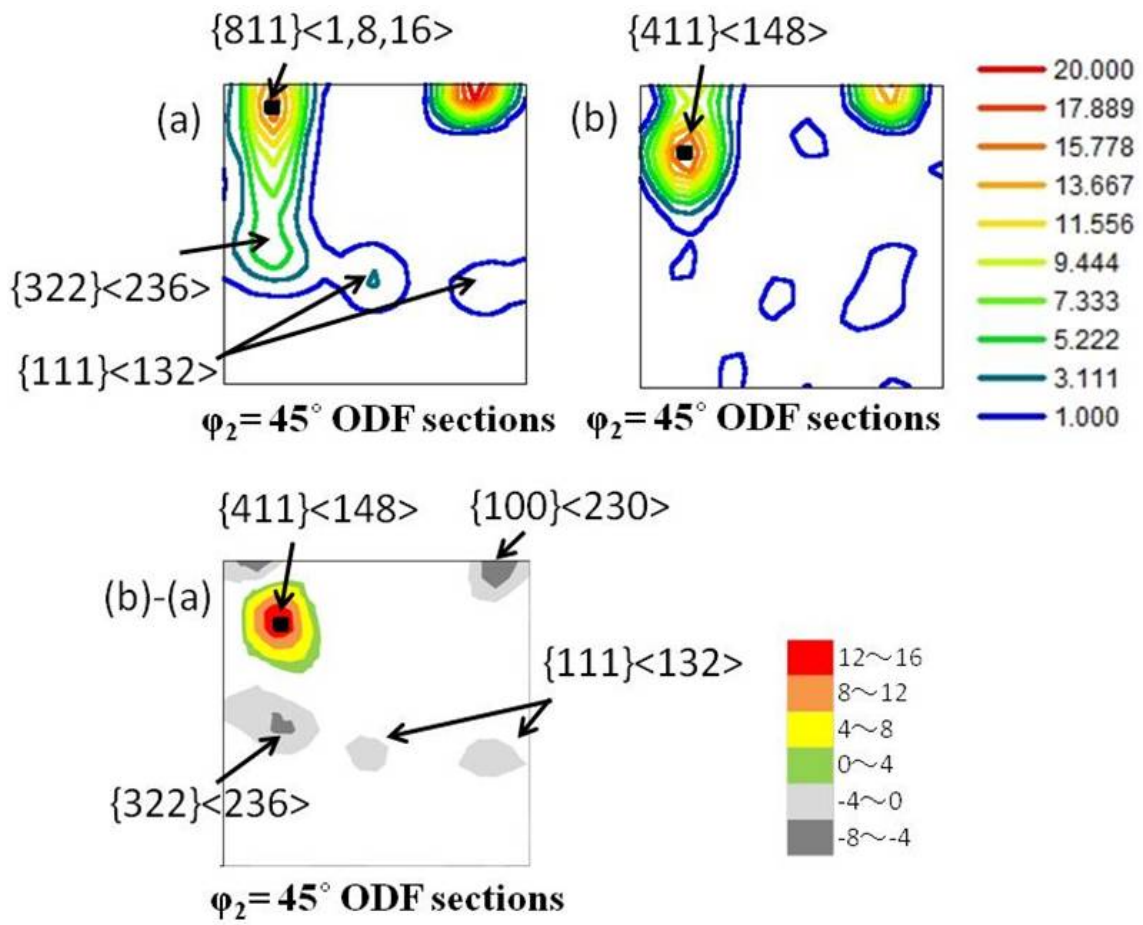


Fig. 3-8. $\phi_2=45^\circ$ ODF sections of Fe-0.3%Si alloy showing textures followed by annealing (a) at 550°C , (b) at 700°C , and (b)-(a).

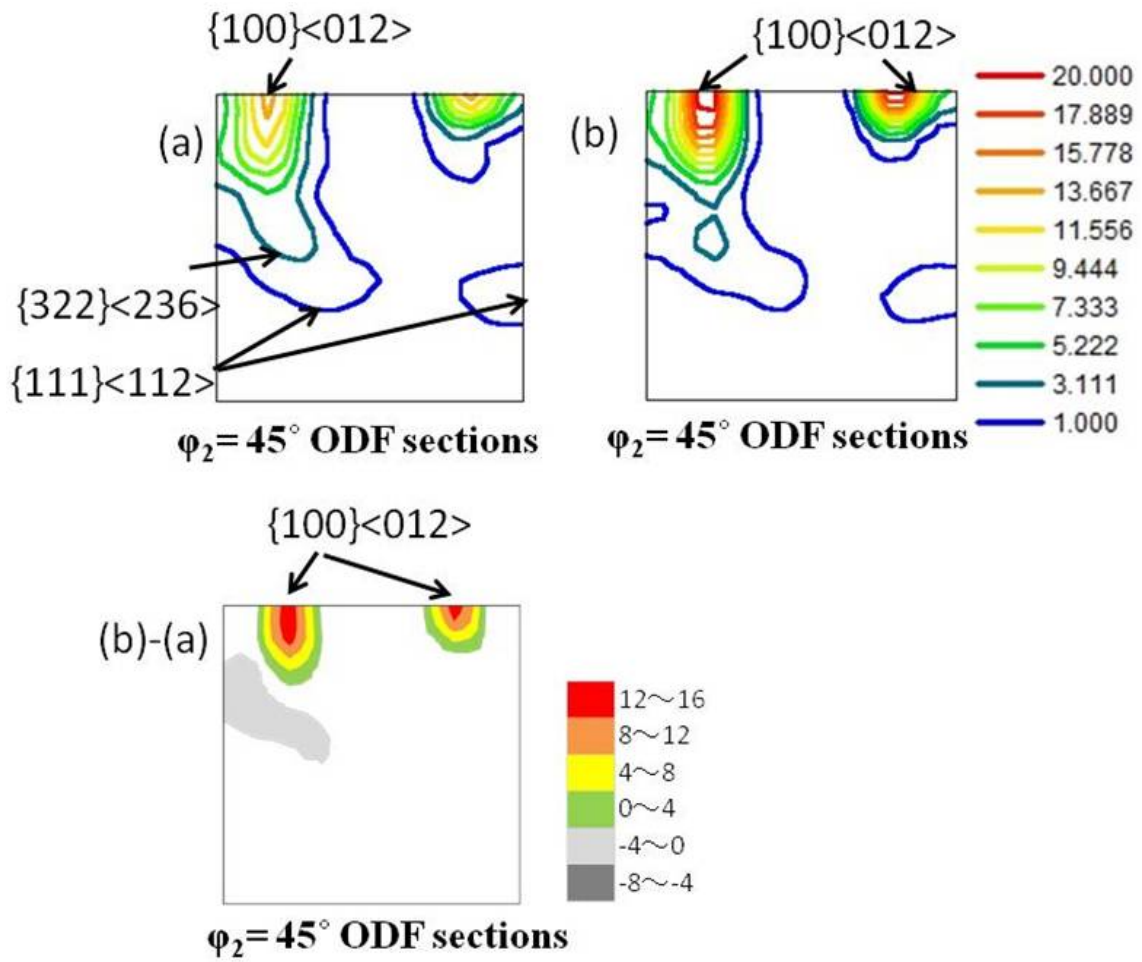


Fig. 3-9. $\phi_2=45^\circ$ ODF sections of Fe-0.3%Al alloy showing textures followed by annealing (a) at 550°C , (b) at 700°C , and (b)-(a).

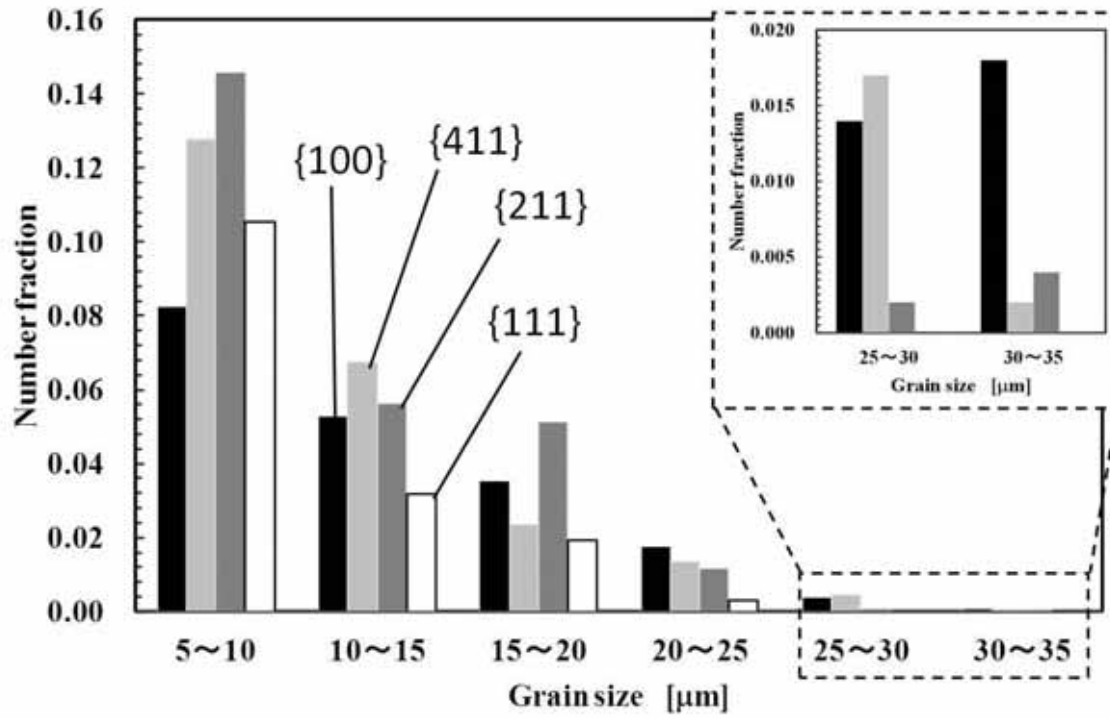


Fig. 3-10. Number fraction of recrystallized grains with various orientations annealed at 550 °C for Fe-0.3%Si alloy as a function of grain size.

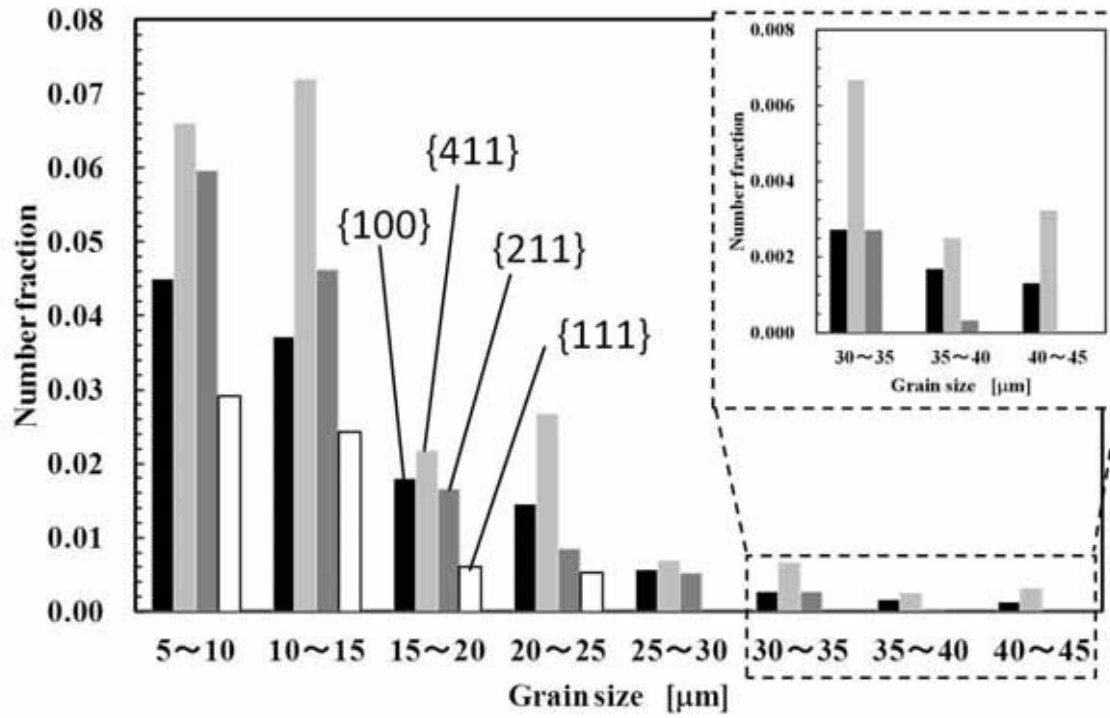


Fig. 3-11. Number fraction of recrystallized grains with various orientations annealed at 550 °C for Fe-0.3%Al alloy as a function of grain size.

3-4. 考察

3-4-1. Fe-0.3mass%Si 合金の再結晶挙動

Fe-0.3mass%Si 合金の加工組織は Fig. 3-1(a) に示すようにラス厚が 50~250 nm 程度の圧延方向に伸びた繊維状組織であった。冷延前の粒径が 880 μm であったことから、99.8%冷延後には冷延前の結晶粒界の板厚方向の距離は約 2 μm と予想される。従って、強圧下冷延により冷延前の結晶粒が微細にラス化していることが分かる。また、(b)に示すように冷延集合組織は α 繊維集合組織が強く発達しており、特に $\{100\}\langle 011\rangle\sim\{311\}\langle 011\rangle$ に強く集積していた。強圧下冷延された純 Fe の場合には、冷延集合組織は α 繊維集合組織が強く発達し、特に $\{411\}\langle 011\rangle$ に強く集積しており、Fe-0.3mass%Si 合金と純 Fe の強圧下冷延集合組織には差異が見られた。この加工組織は Fig. 3-3 に示すようにビッカース硬度が 310 HV 程度であり、純 Fe や Fe-0.3mass%Al 合金よりも高く、Fe-0.3mass%Si 合金では加工硬化が進んでいたことが示唆される。Barret らは Fe-Si 合金について 4mass%の Si によってすべり系が $\{011\}\langle 111\rangle$ に限定されることを報告している⁷⁾。また Griffiths らは、Si が Fe に固溶すると Fe の積層欠陥エネルギーを低下させ、転位の交差すべりが抑制されることを報告している⁸⁾。本研究における Si 量は 0.3mass%と低いが、活動するすべり系が限定される、あるいは交差すべりが抑制されたために加工硬化が進んだ可能性がある。Fe-0.3mass%Si 合金の冷延集合組織の最も強く集積した方位が、同じ圧下率の純 Fe と異なった理由としても、Si の固溶によってすべり系が限定あるいは交差すべりが抑制されたことが考えられる。

熱処理を行うと、Fe-0.3mass%Si 合金のビッカース硬度は 400°C までほとんど低下せず、450°C になると低下し始めた。この挙動は Fig. 3-3 に示したように、純 Fe や Fe-0.3mass%Al 合金とは異なる。この点については次節 4.2 で詳しく述べる。また、Fig. 3-4 に示すように、冷延板で見られたラス厚と 350°C で熱処理された後の試料で見られたラス厚が 1.5 倍程度しか変化しなかったことから、ビッカース硬度が 400°C までほとんど低下しなかったと考えられる。Figure 3-6 に示したように 480°C 以上の温度での熱処理によって再結晶粒が確認されたことから、Fe-0.3mass%Si 合金のビッカース硬度は再結晶の開始に伴って大きく低下したと考えられる。先述のようにすべ

り系が限定⁷⁾あるいは交差すべりが抑制される⁸⁾と、転位の再配列が難しくなり、**Fe-0.3mass%Si**合金は純**Fe**や**Fe-0.3mass%Al**合金と比較して、圧延ままの状態での転位の再配列が遅れていると考えられる。また、**Si**添加により交差すべりが抑制される⁸⁾と、刃状転位の割合が相対的に増加すると考えられる。熱処理時の回復では、刃状転位の上昇運動が支配因子の一つと考えられている⁹⁾。しかし本研究においては、**Fe-0.3mass%Si**合金の回復は純**Fe**や**Fe-0.3mass%Al**合金より遅かった。したがって、冷間圧延ままの状態でも刃状転位成分が多くても、回復が早くなるわけではないことが示唆される。一方、熱処理温度が**450°C**を超えると、それまで抑制されていた転位の移動、消滅が急激に起こるようになり、再結晶が進行したと考えられる。この際、**Fig. 3-4(a)**に示したせん断帯は、強圧下冷延した α 繊維集合組織に不均一性を与え、 α 繊維集合組織からの再結晶を促進する役割を果たしていると考えられる。また、**Walter**らが述べる遷移帯が核生成サイトとしての役割をはたしている可能性もある⁵⁾。

Fe-0.3mass%Si合金では**Fig. 3-6(a)**に示すように、再結晶初期に発生する再結晶粒の方位は $\{411\}\langle 011\rangle$ や $\{411\}\langle 148\rangle$ が多く見られることから、特定の方角の再結晶核が生成する配向核生成であると考えられる。このことは、前報の純**Fe**において、再結晶核が圧延集合組織成分と類似の方角を有していた結果とは異なる⁶⁾。再結晶の進行に伴って、**Fig. 3-6(b)**に示すように $\{111\}\langle 011\rangle \sim \{111\}\langle 211\rangle$ と $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{311\}\langle 136\rangle$ を有する再結晶粒が見られるようになった。再結晶が完了した**550°C**でも**Fig. 3-6(c)**に示すように、 $\{111\}\langle 011\rangle \sim \{111\}\langle 211\rangle$ と $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{311\}\langle 136\rangle$ に分布しており、(b)から大きな変化は見られなかった。この結果は、**Verbeken**らが報告した配向選択成長説、すなわち $\{113\}\langle 471\rangle$ 方位を有する再結晶粒が $\{112\}\langle 110\rangle$ 方位を有する未再結晶粒を蚕食して成長する傾向⁷⁾が、強圧下冷延された**Fe-0.3mass%Si**合金では弱いことを示唆している。さらに、再結晶が完了し(**550°C**)、粒成長が進行すると(**700°C**)、**Fig. 3-6(d)**に示すように $\{111\}\langle 011\rangle \sim \{111\}\langle 211\rangle$ が消え、 $\{411\}\langle 148\rangle$ を中心に $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{311\}\langle 136\rangle$ への集積が高まった。これらの結果から、**550°C**から**700°C**の間の粒成長過程において、配向選択成長が起こったと考えられる。この配向選択成長では、**Fig. 3-8**における差のODF(b)-(a)に示すように、 $\{411\}\langle 148\rangle$ の強度が強くなり、 $\{100\}\langle 023\rangle$ 、 $\{322\}\langle 236\rangle$ の強度が弱くなった。このことから、

Fe-0.3mass%Si 合金は再結晶完了後の粒成長によって、{411}<148>方位を有する再結晶粒が{100}<023>や{322}<236>方位を有する再結晶粒を喰って、選択的に成長したと考えられる。

3-4-2. Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動

Fe-0.3mass%Al 合金の加工組織は Fig. 3-2(a)に示すようにラス厚が 60~150 nm 程度の圧延方向に伸びた繊維状組織であった。(b)に示すように冷延集合組織は α 繊維集合組織が強く発達しており、特に{211}<011>に強く集積していた。 α 繊維集合組織が強く発達している冷延集合組織であることは、Fe-0.3mass%Si 合金と同じであったが、もっとも強く集積していた方位は Fe-0.3mass%Si 合金の{100}<011>~{311}<011>とは異なっていた。これは Si と Al のすべり系に及ぼす影響による違いが原因と考えられる。前報で示した純 Fe の 99.8%冷延集合組織は{411}<011>を中心にした α 繊維集合組織であり、{100}<011>まで広がっていない。この結果から、Fe-0.3mass%Al 合金の冷延集合組織は純 Fe に近いと思われる。Fe-0.3mass%Al 合金の冷延材のビッカース硬度は Fig. 3-3 に示すように純 Fe と同程度であった。熱処理を行うと、ビッカース硬度は熱処理温度 200°C から低下し始め、300~400°C で低下が緩やかになり、熱処理温度が 450°C を超えると再び低下する傾向を示した。この傾向は Fe-0.3mass%Si 合金とは異なり、純 Fe と良く似ていた。Figure 3-4(a)に示した Fe-0.3mass%Si 合金と比較すると、Fig. 3-5 (a)に示した Fe-0.3mass%Al 合金におけるラス内の転位は、強圧下冷延ままの状態ですでに整理されているように見え、強圧下冷延中に Fe-0.3mass%Al 合金では動的回復が生じている可能性がある。また、Fig. 3-5(b)に示すように、350°C で熱処理を行った後の転位組織は、(a)に示す冷延材と比べてラス状組織の厚さが 2.5 倍程度太くなっていた。Si と比較すると Al は Fe の交差すべりを抑制する効果は小さいと考えられ、純 Fe と同様に転位の交差すべりが比較的容易であると考えられる。これは、Fig. 3-3 に示したように Fe-0.3mass%Al 合金では Fe-0.3mass%Si 合金より低温で回復が始まることと一致する。すなわち Fe-0.3mass%Al 合金は純 Fe と同様に比較的低温で転位の再配列やラス境界の移動が生じ、転位密度の低下やラス状組織の粗大化や等軸化が起こったと考えられる。

冷間圧延された材料を加熱していくと、まず点欠陥の消滅が起こり、続いて転位の消滅や再配列が生じる。同一すべり面上にある転位はすべり運動により合体消滅できるが、異なるすべり面上にある場合にはらせん転位の交差すべりや、刃状転位の上昇運動による合体消滅が必要である¹⁰⁾。転位が上昇運動するためには空孔が必要であるが、空孔と溶質原子との相互作用エネルギーや、転位密度と転位の性格、交差すべりの起こりやすさを考える必要がある。鋼中の Si は Al と比較して固溶強化能が大きい¹¹⁾ことから、空孔との相互作用も大きいことが推察される。また鋼中の Si は交差すべりを抑制するとの報告⁸⁾もあることから、Si が熱処理に伴う回復における転位運動に大きく影響していると考えられる。

Figure 3-7 (a)に示すように、Fe-0.3mass%Al 合金においては再結晶初期に発生する再結晶粒の方位は $\{111\}\langle 112\rangle \sim \{111\}\langle 011\rangle$ や $\{100\}\langle 011\rangle \sim \{100\}\langle 012\rangle$ や $\{411\}\langle 148\rangle$ に比較的広く分布しており、Fig. 3-6 (a)に示す Fe-0.3mass%Si 合金とは異なっていた。再結晶初期に発生する再結晶粒が多様な方位を有していたことから、前報の純 Fe の場合と同様に配向核生成の傾向は弱いと考えられる。しかし、再結晶分率が 0.1 から 0.5 に増加すると(b)に示したように $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{311\}\langle 136\rangle$ および $\{111\}\langle 112\rangle \sim \{111\}\langle 011\rangle$ への集積が見られた。さらに、(c)に示すように再結晶が進行するのに伴い、再結晶粒の方位に大きな変化はなく、 $\{100\}\langle 012\rangle \sim \{311\}\langle 136\rangle$ と $\{111\}\langle 112\rangle \sim \{111\}\langle 011\rangle$ に分布する再結晶粒が増加した。再結晶が進行しても、集合組織が大きく変化しない挙動は、強圧下冷延された純 Fe の挙動と良く似ている。また、550°C から 700°C の粒成長に伴い、Fig. 3-9 の差の ODF(b)-(a)に示したように $\{100\}\langle 012\rangle$ が著しく増加し、 $\{111\}\langle 112\rangle \sim \{111\}\langle 011\rangle$ が消えた。この結果から、Fe-0.3mass%Al 合金においては粒成長の過程において、方位選択的な粒成長が起こり、 $\{100\}\langle 012\rangle$ 集合組織が形成されたと考えられる。また、この粒成長に伴う集合組織の変化は、強圧下冷延された純 Fe⁶⁾と良く似ていた。

3-4-3. 再結晶粒の粒成長

Fe-0.3mass%Si 合金では再結晶粒の正常粒成長によって $\{411\}\langle 148\rangle$ が選択的に成長し、Fe-0.3mass%Al 合金では $\{100\}\langle 012\rangle$ が成長した。Hillert らは、半径 R の結晶

粒について、粒成長の速度を(1)式で示している¹²⁾。

$$\frac{dR}{dt} = \alpha M \gamma \cdot \left(\frac{1}{R_{av}} - \frac{1}{R} \right) \quad (1)$$

ここで M は粒界モビリティ、 γ は粒界エネルギー、 R_{av} は平均結晶半径、 α は幾何学的影響を考慮するための 1 程度の補正值である。(1)式から、粒成長の速度は結晶粒の半径が平均値よりも大きい場合には正で結晶粒はますます大きくなり、一方で平均値より小さい場合には縮小・消滅することがわかる。550°C の Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金において、いずれの方位の再結晶粒の粒径も平均結晶粒径と大きな違いはなかった。さらに Fig. 3-10 に示すように Fe-0.3mass%Si 合金において結晶粒径 20 μm を超える大きな再結晶粒は{100}粒が多く見られており、粒成長後に主方位となった{411}<148>ではなかった。Fe-0.3mass%Al 合金の場合には、Fig. 3-11 に示すように結晶粒径 20 μm を超える大きな再結晶粒は{411}粒が多く、粒成長後に主方位となった{100}<012>ではなかった。したがって、Fe-0.3mass%Si 合金や Fe-0.3mass%Al 合金の粒成長に伴う集合組織変化は、必ずしも Hillert らが示したサイズ効果だけでは説明できず、隣接粒間の粒界モビリティや粒界エネルギーを考慮した粒成長モデルの検討が必要であると考えられる。

3-5. 結言

強圧下冷延された Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動と集合組織の発達について調べた結果、以下の事が明らかになった。

- 1) Fe-0.3mass%Si 合金では、回復が抑制され、再結晶の開始によってビッカース硬度が大きく低下した。再結晶初期に{411}<148>～{411}<011>方位を有する再結晶粒が多く見られ、配向核生成機構によって再結晶集合組織が形成されたと考えられる。その後の正常粒成長により、{411}<148>方位が選択的に増加することが明らかとなった。
- 2) Fe-0.3mass%Al 合金では 350°C までの熱処理によってラス状組織からサブグレインの粗大化とその等軸化が進行した。これらの挙動は強圧下冷延された純 Fe と類似しており、Al 添加鋼は Si 添加鋼と比べて空孔や転位の運動とそれに伴う転位の消滅や再配列が容易なためと考えられる。再結晶核は多様な方位を有しており、配向核生成の傾向は弱いと考えられる。一方、再結晶の進行に伴い、{100}<012>と{111}<011>

～{111}<112>への高集積化が見られた。その後の粒成長により、{100}<012>方位が選択的に増加した。

3) Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金に見られた上記 1)および 2)の方位選択的な粒成長はサイズ効果では説明できないため、隣接粒の粒界の易動度や粒界エネルギーの粒界性格依存性を考慮する必要があると考えられる。

引用文献

- 1) K. Verbeken, L. Kestens, J. Jonas: *Scripta Materialia*, 48 (2003), 1457.
- 2) P. Gobernado, R. Petrov, D. Ruiz, E. Leunis, L. A. I. Kestens: *Adv. Eng. Mater.*, 12 (2010), 1077.
- 3) M. Z. Quadir and B. J. Duggan: *Acta Mater.*, 52 (2004), 4011
- 4) H. Honma, S. Nakamura and N. Yoshinaga: *Tetsu-to-Hagane*, 90 (2004), 510.
- 5) J. L. Walter and E. F. Koch: *Acta Metall.*, 11 (1963), 923.
- 6) M. Tomita, T. Inaguma, H. Sakamoto, K. Ushioda: *Tetsu-to Hagane*. 101 (2015), 204.
- 7) C. S. Barret, G. Ansel and R. F. Mehl: *Trans. ASM*, 25(1937), 702.
- 8) D. Griffiths and J. N. Riley: *Acta Metall.*, 14 (1966), 755.
- 9) Y. Miura: *Materia Jpn.*, 45 (2006), 371.
- 10) 松原英一郎、田中功、大谷博司、安田秀幸、沼倉宏、古原忠、辻伸泰：金属組織学、朝倉書店、東京、(2011), 160.
- 11) 須藤一、田村今男、西沢泰二：金属組織学、丸善株式会社、東京、(2007) , 228.
- 12) M. Hillert: *Acta Metall.*, 13 (1965), 227.

第4章. X線ラインプロファイル解析と透過電子顕微鏡観察による強圧下冷間圧延された純 Fe、Fe-0.3mass%Si 合金、Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶に伴う転位組織変化の評価

4-1. 緒言

鉄鋼材料の再結晶集合組織の形成メカニズムは添加元素や冷間圧延の圧下率、焼鈍条件により異なることが知られている。Verbeken らは圧下率 95%まで冷間圧延された極低炭素鋼の再結晶過程を調べ、{554}<225>および{113}<471>方位を有する再結晶粒が、{112}<110>方位を有する未再結晶粒を蚕食して成長する、配向選択成長説を報告している¹⁾。一方、Gobernado らは圧下率 95%まで冷間圧延された Fe-3.2mass%Si 合金の再結晶において、{113}<361>方位を有する再結晶粒が{100}<011>粒から優先的に核生成し、その核が成長して再結晶が完了する配向核生成説による再結晶集合組織の形成を報告している²⁾。このように、同じ冷間圧延圧下率でも、添加元素により再結晶集合組織および、その形成メカニズムは異なり、統一的に理解はされていない。

これまでに筆者らは圧下率 99.8%まで強圧下冷間圧延された純 Fe や 0.3mass%の Si や Al を添加した鋼について、形成される加工組織や、再結晶挙動を調べ、添加元素により形成される再結晶集合組織やその形成メカニズムの相違を明らかにした^{3, 4)}。純 Fe では強圧下冷間圧延により非常に高ひずみ状態の α 繊維集合組織が形成され、通常は再結晶の後期に γ 繊維集合組織に蚕食される α 繊維集合組織成分の{100}<011>や{211}<011>が、再結晶完了後も維持される。すなわち、核生成と成長型の再結晶挙動ではあるが、その場再結晶のように冷間圧延ままの集合組織が維持され、その後の粒成長時に{100}<012>集合組織の発達を明らかにした³⁾。一方、Fe-0.3mass%Si 合金では、回復が抑制され、再結晶初期に{411}<148>~{411}<011>方位を有する再結晶粒が多くみられる配向核生成説により再結晶集合組織が形成され、その後の粒成長により{411}<148>集合組織がさらに発達した⁴⁾。Fe-0.3mass%Al 合金では、再結晶核は多様な方位を有し、配向核生成の傾向が弱く、再結晶の進行に伴い、{100}<012>と{111}<011>~{111}<112>へ集積し、その後の粒成長による{100}<012>方位の選択的な増加を明らかにした⁴⁾。

Si は Fe に固溶すると Fe の積層欠陥エネルギーを低下させ、転位の交差すべりが抑制されることが報告されている^{5,6)}。Al の影響については必ずしも明確ではないが、Takeuchi らは、Al が降伏強度へ及ぼす影響は Si と比較すると半分程度であるが、Si と同様に交差すべりを抑制する傾向があることを報告した⁷⁾。さらに、繰り返し変形時に発達する転位組織の観察結果から、Al は Si と同様の影響を有し、その程度は Si よりも小さいと推察されている⁸⁾。交差すべりが抑制されると、らせん転位の運動が阻害されるため、純 Fe と Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金では、冷間圧延時の転位挙動のみならず、回復や再結晶挙動にも違いが生じると考えられ、再結晶集合組織の違いに繋がることが予想される。

従来から、転位密度や転位構造の解析には、透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM) 観察に加え、X 線ラインプロファイル解析 (X-ray Line Profile Analysis: XLP) 法が用いられてきた。塑性変形により金属に導入された転位の周りには格子ひずみが生じ、また転位の配列により小傾角粒界やセル構造などの転位構造が発達する。転位密度や転位構造の変化により、X 線回折では、Miller 指数に応じて回折ピークに特徴的な広がりや形状などのプロファイルの変化が現れる。1950 年代には、X 線回折ピークのラインプロファイル解析により、転位密度や積層欠陥に関する情報を定量化する Williamson-Hall 法⁹⁾や Warren-Averbach 法¹⁰⁾が提案された。さらに 1980~1990 年代に、Ungár らが弾性異方性を考慮したラインプロファイル解析を提案し¹¹⁾、転位密度とラインプロファイルの関係が対応づけられた。Ungár らの理論に基づいた modified Williamson-Hall 法と modified Warren-Averbach 法を併用することにより、転位密度や転位によるひずみ場の大きさ、刃状転位とらせん転位の割合などを定量的に評価できるようになった¹²⁾。

そこで本研究では強圧下冷間圧延された純 Fe、Fe-0.3mass%Si および Fe-0.3mass%Al 合金の回復、再結晶に伴う転位組織の変化を、X 線ラインプロファイル解析と TEM 観察から詳細に調査し、合金元素の影響を明らかにすることを目的とした。

4-2. 実験方法

真空溶解炉を用いて純 Fe、Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金のインゴットを作製した。それらの化学成分を Table 4-1 に示した。作製したインゴットを圧延できる形状に整えるために Ar ガス雰囲気中で 1473 K に 2 時間保持した後、鍛造によって高さ 250 mm、幅 250 mm、長さ 300 mm の形状に成形した。この鍛造材を再び Ar ガス雰囲気中において 1473 K で 2 時間保持した後、板厚 250 mm から 50 mm まで 15 パスで熱間圧延を行った。ここで仕上げ温度は、純 Fe は 1290 K、Fe-0.3mass%Si 合金は 1277 K、Fe-0.3mass%Al 合金は 1294 K といずれもオーステナイト域であり、常温まで空冷した。熱延板の平均結晶粒径は、純 Fe は 200~500 μm 、Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金ともに約 500~1000 μm であった。この熱間圧延板から冷間圧延用の板厚 50 mm の試験片を切り出し、この切り出し材を板厚 0.1 mm まで冷延することによって、圧下率 99.8%の冷間圧延板を作製した。

得られた冷間圧延板を真空雰囲気中($\sim 10^{-2}$ Pa)において昇温速度 10 K/min で 373 K から 1073 K の間の様々な温度に加熱後、保持せず直ちに炉内で Ar ガスを試料に吹き付けて急冷した。冷間圧延板試料および熱処理後の試料の転位組織観察には、試料の TD (Transverse Direction) 方向に垂直な断面から、200 kV-電解放射型透過電子顕微鏡 (HF-2000: 日立製作所製)を用いた。板厚断面の観察試料は以下のように作製した。まず、圧延方向に対して平行に厚さ約 70 μm の薄片試料を切り出した。試料の切り出しには、加工中の試料温度の上昇を抑制するために試料台を液体窒素で冷却したイオンミリング装置を用いた。この薄片試料をツイングレット法によって電解研磨し、TEM 観察用試料を作製した。

冷間圧延板および熱処理後の試料について、X 線回折のラインプロファイル解析を実施した。Rigaku 製 X 線回折装置 ULTIMA-III を用いて、出力 40 kV、40 mA とし、Cu ターゲットを用いた。さらに、集中法光学系で高速一次検出器 Dtex/ULTRA により、蛍光 X 線低減モードで回折プロファイルを観測した。このとき、発散スリット 2/3、散乱スリットと受光スリットは開放とした。冷間圧延圧下率 99.8%の試料は結晶方位の配向性が著しく、低角側の (110) の回折ピークが微弱なため、 α -Fe の 200, 211, 310, 222 の 4 本の回折プロファイルで主に解析した。

ここでは、本研究で用いた Ungár らの理論による X 線ラインプロファイル解析手法を簡潔に次に示す^{12, 13, 14, 15)}。

Modified Williamson-Hall の式はひずみの項 ΔK^D として式(1)で示される。

$$\Delta K = \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2}\right)^{\frac{1}{2}} \cdot \rho^{\frac{1}{2}} K \bar{C}^{\frac{1}{2}} + O(K^2 \bar{C}) \quad (1)$$

ここで M は転位のひずみ場の大きさを変数とした定数、 O は $K^2 C$ に対する高次関数、 b は Burger's vector、 ρ は転位密度、 \bar{C} は平均コントラスト因子である。また、modified Warren-Averbach の式は、 R_e を転位の有効半径として式(2)で示される。

$$\ln A(L) = \ln A^S(L) - \rho \cdot \frac{\pi b^2}{2} \cdot L^2 \cdot \ln\left(\frac{R_e}{L}\right) \cdot (K^2 \bar{C}) + Q(K^4 \bar{C}^2) \quad (2)$$

ここで式(1)と(2)に組み込まれた平均コントラスト因子 \bar{C}_i は各面指数毎に、次式(3)で与えられる。

$$\bar{C}_i = \bar{C}_{h00}(1 - qH_i^2) \quad (3)$$

q は転位の性質に関するパラメータ、 H は次式(4)に示す面指数 (h, k, l) に関するパラメータである。

$$H_i^2 = (h_i^2 k_i^2 + h_i^2 l_i^2 + k_i^2 l_i^2) / (h_i^2 + k_i^2 + l_i^2) \quad (4)$$

(h00)の平均コントラスト因子 \bar{C}_{h00} は、弾性コンプライアンスに基づいて決定される。 \bar{C}_{h00} は、純 Fe の場合は、0.285 になることが知られている^{12, 14, 15)}。また、 q 値は純 Fe の場合では、全てが刃状転位の場合に 1.2、らせん転位の場合に 2.8 であることが知られている¹⁴⁾。刃状転位およびらせん転位成分の密度は、その割合に全転位密度を乗して算出した。

なお、Yonemura らは、Ni-20mass%Cr 合金の冷間圧延板の転位密度、転位性格や転位構造の解析に本手法を適用しており、硬さ、陽電子消滅寿命法と TEM 観察を併用して総合的に検証し、本手法の有用性を確認している¹⁶⁾。

Table 4-1. Chemical compositions of materials used [mass%].

	C	Si	Mn	P	S	Al	O	N
Pure iron	< 0.001	0.007	< 0.002	< 0.002	< 0.0003	< 0.002	0.0215	0.0006
Fe-0.3%Si	< 0.001	0.297	< 0.002	< 0.002	< 0.0003	< 0.002	0.0052	0.0005
Fe-0.3%Al	< 0.001	0.007	< 0.002	< 0.002	< 0.0003	0.291	0.0025	0.0005

4-3. 実験結果

4-3-1. X線プロファイル解析による冷間圧延まおよび焼鈍中の転位密度変化

圧下率 99.8%まで冷間圧延された純 Fe、Fe-0.3mass%Al 合金および Fe-0.3mass%Si 合金の冷間圧延まの転位密度および再結晶に伴う転位密度の変化を X線ラインプロファイル解析により求めた。その結果を Fig. 4-1 に示す。

図から明らかなように、本研究で用いた 3 種の材料では冷間圧延まの転位密度に大きな差はなかった。しかしながら、Fig. 4-2 に示すビッカース硬さは、Fe-0.3mass%Si 合金が最も高く、次いで Fe-0.3mass%Al 合金、純 Fe の順であり、Si や Al の固溶強化が転位強化に加算されていると考えられる。また、室温から 373 K にかけて、純 Fe や Fe-0.3mass%Al 合金では転位密度が増加しているが、熱処理により転位密度が増加することは考えにくく、測定誤差だと考えられる。

焼鈍に伴う転位密度と硬さの変化には、次のような特徴が認められる。純 Fe は Fig. 4-1 に示すように 573 K まで大きく転位密度が低下し、573~673 K で低下が一旦緩やかになった。その後、再結晶開始温度(R_s)を超えると、再び転位密度は大きく低下し、 $3 \times 10^{13} / \text{m}^2$ で概ね一定となった。ここで R_s は SEM-EBSD により決定した温度である。この挙動は Fig. 4-2 に示したビッカース硬さの変化と非常に良く一致する。すなわち硬さは 473 K 超から低下し始め、573~673 K で一旦低下が緩やかになった後、急激に低下した。

Fe-0.3mass%Al 合金も 573 K まで大きく転位密度が低下し、573~773 K で低下が緩やかになった。転位密度の低下が緩やかになった温度域は、純 Fe は 573~673 K であり、純 Fe の場合よりも Fe-0.3mass%Al 合金の方が高温側に広がった。転位密度は R_s を超えると再び大きく低下し、純 Fe と同様に $3 \times 10^{13} / \text{m}^2$ で概ね一定となった。Figure 4-2 に示した硬さ変化も 573 K あたりまで硬さが低下し、その後 573~673 K で硬さの低下が緩やかになり、続いて著しく低下しており、硬さと転位密度の変化は両方で良く一致する。

Fe-0.3mass%Si 合金の場合には 473 K まで大きく転位密度は低下し、473~823 K で低下が緩やかとなった。転位密度の低下が緩やかになった温度域は Fe-0.3mass%Si 合金が最も広がった。一方、Fig. 4-2 に示した硬さ変化は 673 K 程度までほぼ一定で

あり、その後緩やかに低下し、再結晶が開始する 773 K 付近で急激に低下し、XLPA から求めた転位密度の変化挙動とは異なる傾向であった。

転位の配置間の相互作用を表すパラメータ M 値は、回復に伴って 200 °C で大きく低下し、各試料の二段目の回復により転位が配列する場合の目安となる $M < 1$ となった。すなわち、熱処理による転位の回復に従って転位が配列する傾向を示した。また、結晶子サイズ D は、熱処理温度の増大に伴って、大きくなる傾向が見られたが、試料間で有意な差は見られなかった。

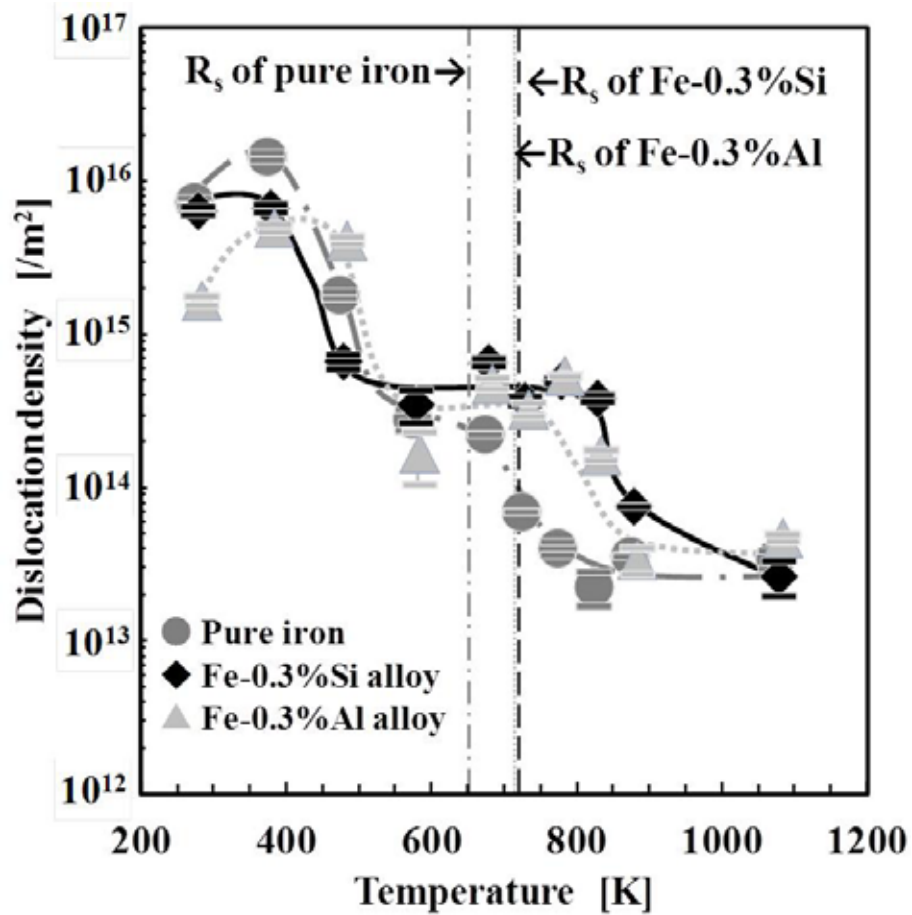


Fig. 4-1. Change in dislocation density as a function of annealing temperature for cold-rolled pure iron, Fe-0.3mass%Si alloy and Fe-0.3mass%Al alloy with 99.8% reduction.

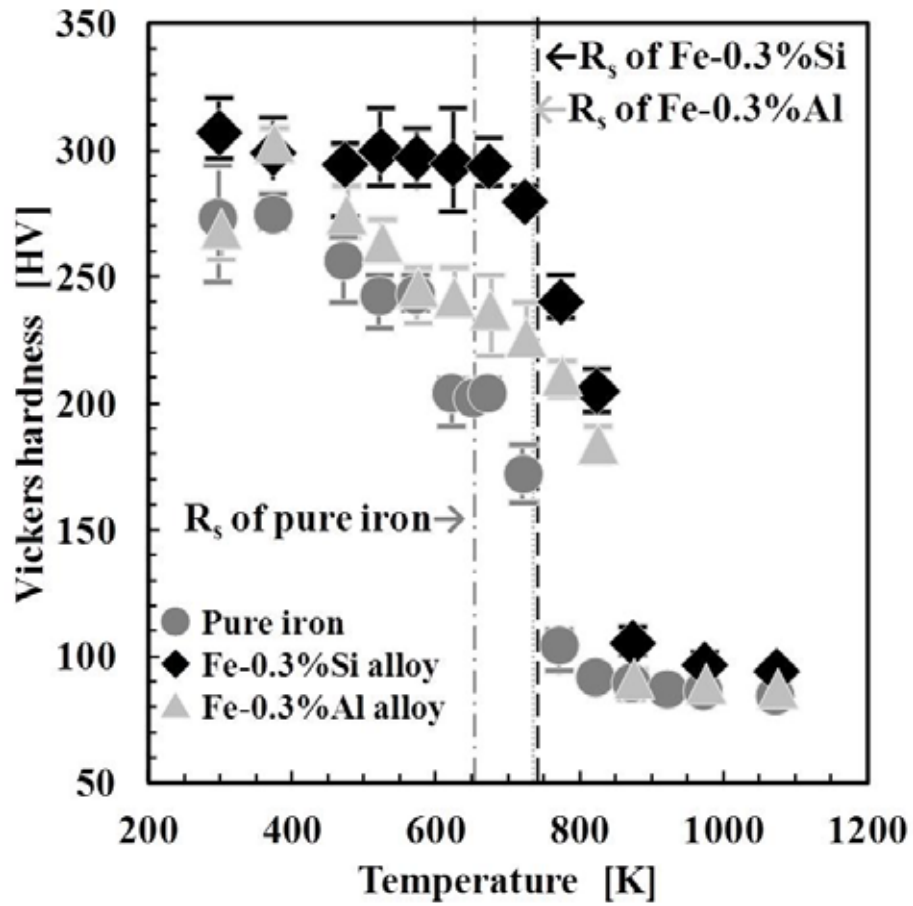


Fig. 4-2. Change in Vickers hardness as a function of annealing temperature for cold-rolled pure iron, Fe-0.3mass%Si alloy and Fe-0.3mass%Al alloy with 99.8% reduction⁴⁾.

4-3-2. 回復、再結晶にともなう純 Fe の転位密度と転位組織の変化挙動

X 線回折のラインプロファイル解析によって観測される回復、再結晶にともなう平均的な転位密度の変化については 4-3-1 で述べた。ここでは、転位の性格（刃状転位成分とらせん転位成分）を考慮した各成分の変化、および TEM を用いて観察した転位組織の変化について検討する。

純 Fe の転位密度は、Fig. 4-3 に示すように、冷間圧延ままではらせん成分が刃状成分より数倍以上高い。また、473~623 K の低温での焼鈍により、刃状転位もらせん転位もその密度は大きく低下した。623~673 K ではらせん成分の転位密度の低下は緩やかになり、刃状成分の転位密度はらせん成分より一桁低いが、一旦増加した。熱処理により転位が増加することは考えにくいだが、測定結果には再現性が見られた。 R_s を超えると再びらせん転位も刃状転位もその密度は低下し、刃状成分の転位密度は再結晶終了温度 (R_f) に達する前に測定限界レベルまで低下した。一方、らせん転位は $3 \times 10^{13} / \text{m}^2$ 程度で一定となった。ここで R_f は、 R_s と同様に SEM-EBSD 観察の結果から決定した温度である。

冷間圧延まま、回復および再結晶初期の転位組織を TEM により TD 方向から観察した結果を Fig. 4-4 に示す。ここで、電子線回折を用いて局所領域の結晶方位を決定した。その際、 $\pm 15^\circ$ 以内の低指数を用いて結晶方位を表現した。冷間圧延まま材 (a) は非常に細かいラメラ状組織からなり、ラメラ内部には転位が観察された。623 K まで加熱し回復させると (b) に示すように、ラメラ状組織の幅が太くなり、サブグレインの形成が観察された。また、サブグレインは周囲のラメラ状組織と同じ方位を有する。723 K まで加熱した再結晶初期段階の試料では、その転位組織は (c) に示すように、(b) よりもさらにラメラ状組織の幅が太くサブグレインの成長が観察された。また、図 (c) 中のスポット b や c のように $1 \mu\text{m}$ を超す再結晶の核と思われる結晶粒も観察された。その観察視野での方位は $\{111\} \langle 112 \rangle$ であり、周囲とは異なる方位であった。

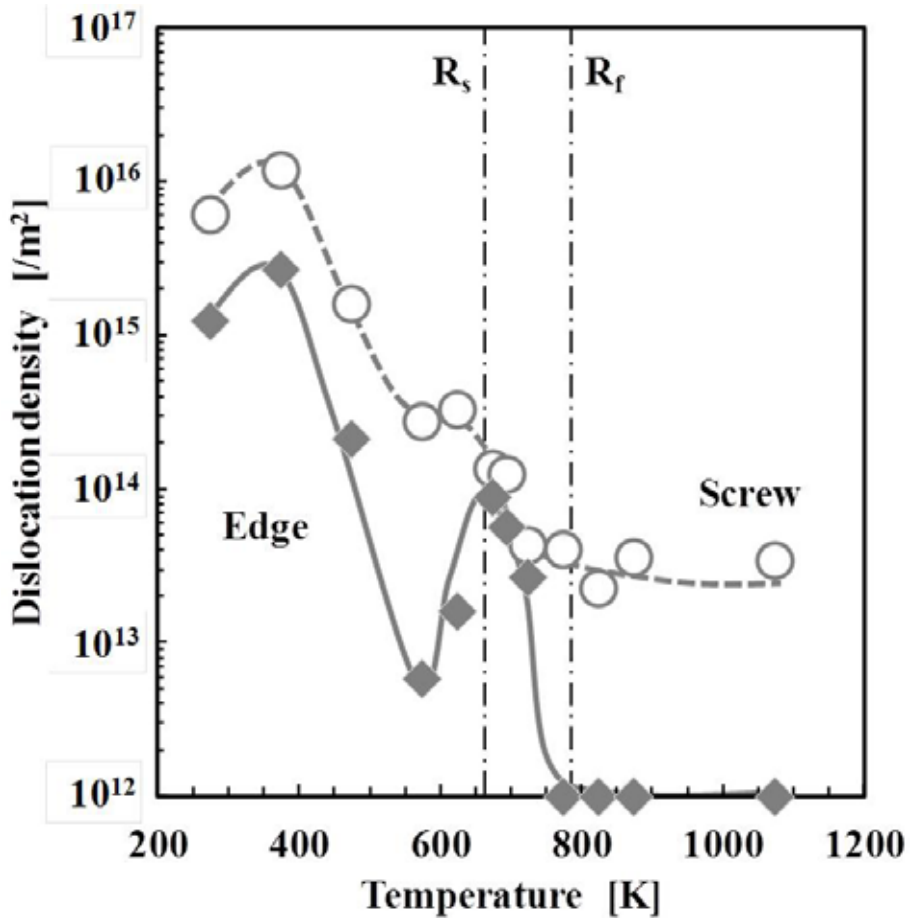


Fig. 4-3. Change in dislocation densities of edge and screw components as a function of annealing temperature for cold-rolled pure iron with 99.8% reduction.

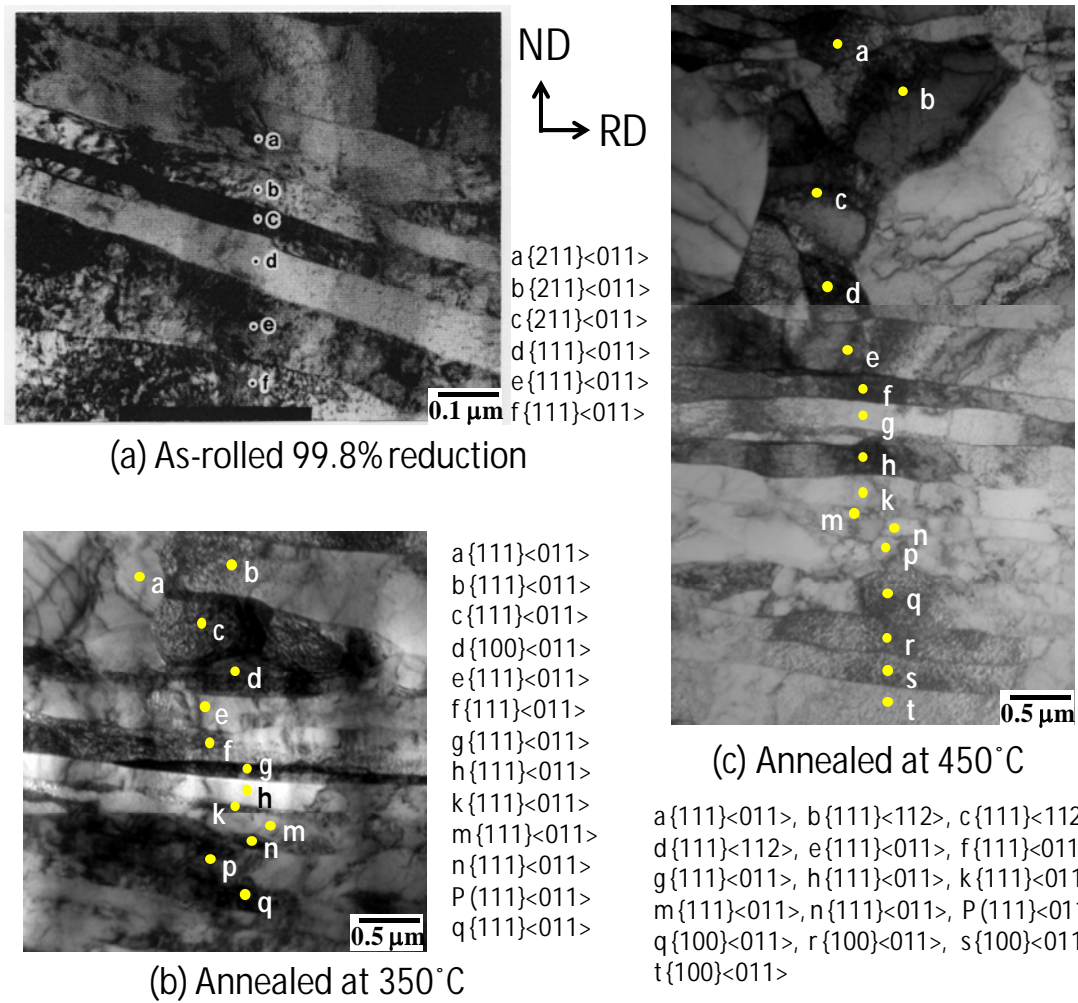


Fig. 4-4. TEM micrographs observed from TD of pure iron after (a) 99.8% cold-rolling, (b) annealing at 350 °C and (c) annealing at 450 °C.

4-3-3. 回復、再結晶にともなう Fe-0.3mass%Al 合金の転位密度と転位組織の 変化挙動

Fe-0.3mass%Al 合金における焼鈍時の転位密度の変化挙動を Fig. 4-5 に示す。まず、冷間圧延まま材では、刃状転位密度に対するらせん転位密度の割合は概ね同程度から 2 倍程度であり、純 Fe の場合より刃状転位の割合が大きいのが特徴である。また、刃状転位は 373 K になると密度が低下し始め、らせん転位はそれより高温の 473 K 程度から低下を開始した。低下した後の転位密度はらせん転位の方が一桁大きかった。その後、らせん転位密度は R_s まで一定であったが、再結晶の進行にともなって著しく低下した。一方、刃状転位は 573~673 K まで概ね一定であったが、 R_s に達する直前に増加した後、大きく低下し、 R_f の直前に転位密度が再び増加する挙動を示した。熱処理により転位が増加することは考えにくいですが、純 Fe と同様に測定結果には再現性が見られた。再結晶完了後にはいずれの成分も $10^{13} / \text{m}^2$ 程度で一定となった。

Figure 4-6 には転位組織を TEM で観察した結果を示した。(a) に示すように、冷間圧延まま材は非常に細かいラメラ状の転位組織からなり、純 Fe の結果(Fig. 4-4 (a)) と比較するとセル内には転位が多く残存していた。623 K まで加熱して回復させると、(b) に示すようにラメラ状組織の幅が太くなり、等軸的なサブグレイン (スポット a~c) が形成された。サブグレインは周囲のラメラ状組織と同じ $\{100\}\langle 011 \rangle$ 方位であった。723 K まで加熱した再結晶初期の転位組織は、(c) に示したように (b) よりもさらにラメラ状組織の幅が太くなり、サブグレイン化が進行した。また、図(c)中のスポット h~s のように厚さが $1 \mu\text{m}$ を超す伸長した再結晶粒と思われる領域も確認され、その方位は周囲と同じ $\{111\}\langle 011 \rangle$ であった。

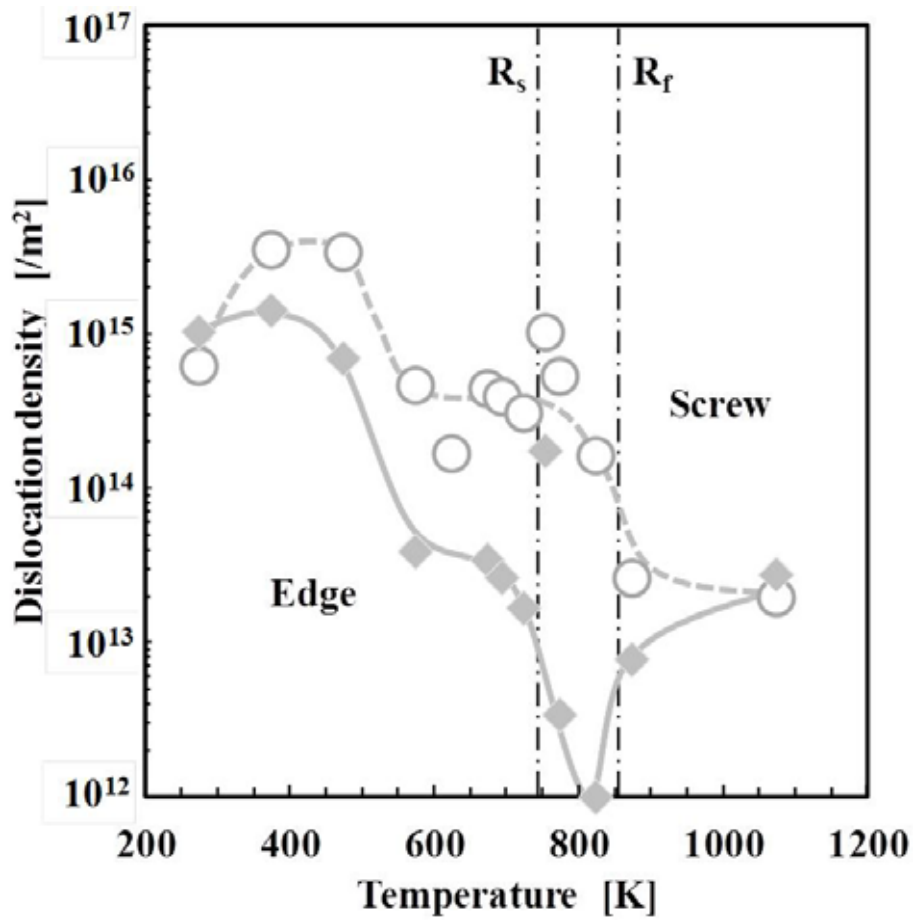


Fig. 4-5. Change in dislocation densities of edge and screw components as a function of annealing temperature for cold-rolled Fe-0.3mass%Al alloy with 99.8% reduction.

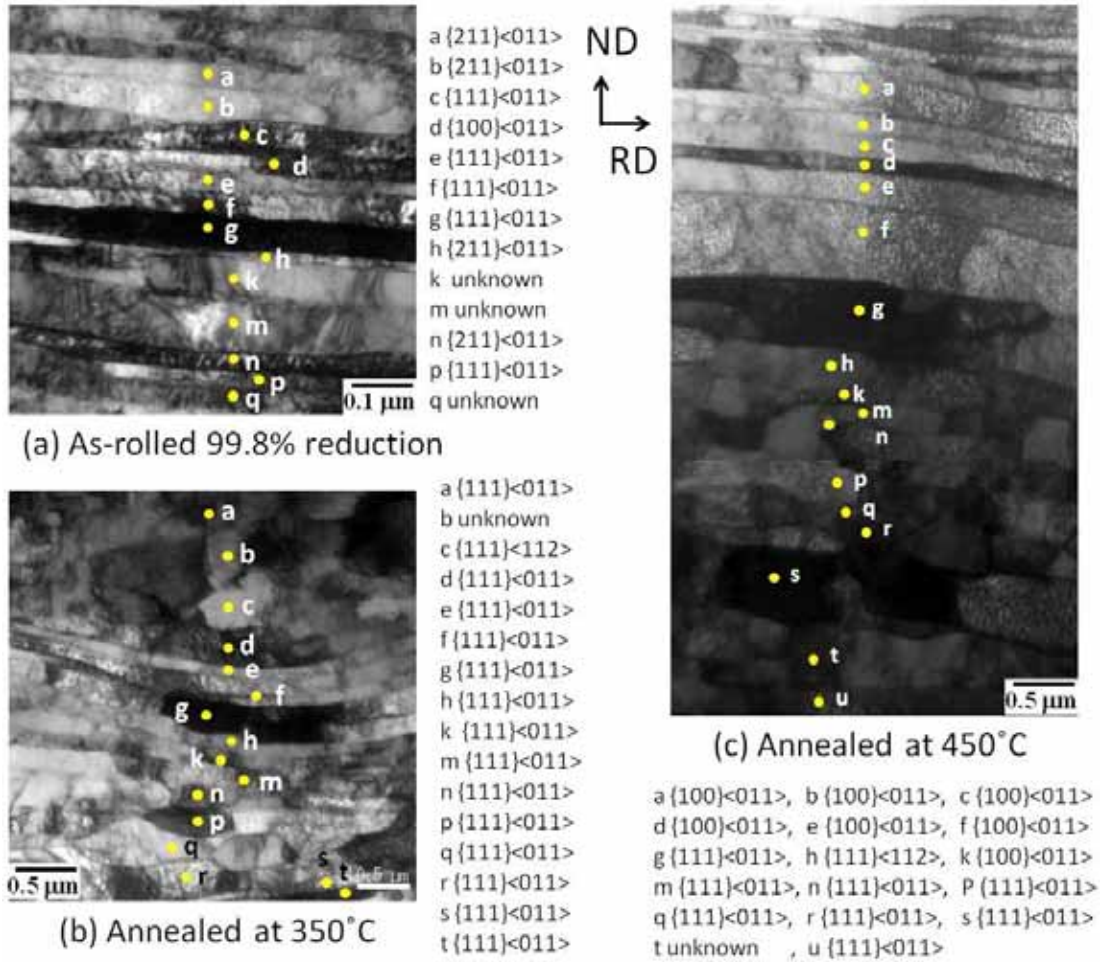


Fig. 4-6. TEM micrographs observed from TD of Fe-0.3mass%Al alloy after (a) 99.8% cold-rolling, (b) annealing at 350 °C and (c) annealing at 450 °C.

4-3-4. 回復、再結晶にともなう Fe-0.3mass%Si 合金の転位密度と転位組織の 変化挙動

Fe-0.3mass%Si 合金における焼鈍時の転位密度の変化を Fig. 4-7 に示す。冷間圧延ままの状態では、らせん転位の方が刃状転位より若干転位密度が大きかった。Figure 4-3 に示した純 Fe と比較すると、刃状成分の割合が大きい。また、Fig. 4-5 に示した Fe-0.3mass%Al 合金の場合と比較するとデータのばらつきはあるが、若干刃状成分の割合が大きい傾向にある。473 K 程度の低温から刃状転位もらせん転位もその密度が低下したが、らせん成分の低下が一桁程度であったのに対し、刃状成分の低下は二桁程度と著しく大きかった。しかし、その後の 473~673 K では刃状成分もらせん成分も低下せず、概ね一定となった。引き続き再結晶の進行にともない、 R_f 直前にらせん成分が大きく低下し、刃状転位もらせん転位も $10^{13}/\text{m}^2$ 程度の転位密度で一定となった。

Figure 4-8 には TEM で観察した転位組織の結果を示した。(a)に示すように、冷間圧延まま材は非常に細かいラメラ状組織であり、純 Fe の結果(Fig. 4-4(a))と比較すると、ラメラ状組織の内部には多くの転位が残存していた。623 K まで加熱して回復させても、(b)に示すようにラメラ状組織の幅は冷間圧延まま材とほとんど変化しなかったが、ラメラ状組織の内部の転位は整理され、サブグレインの形成の準備が進行しているのが確認される。723 K まで加熱すると、(c)に示したようにラメラ状組織の幅が太くなっていたが、その程度は純 Fe や Fe-0.3mass%Al 合金と比較するとわずかであった。また図(c)中のスポット f~m は伸長した同じ方位からなるサブグレインであるが、その左上の領域 (Fig. 4-4-8(c)中の点線部) には周囲とは明瞭な界面を有して核生成した再結晶粒と見られる結晶粒が観察された。

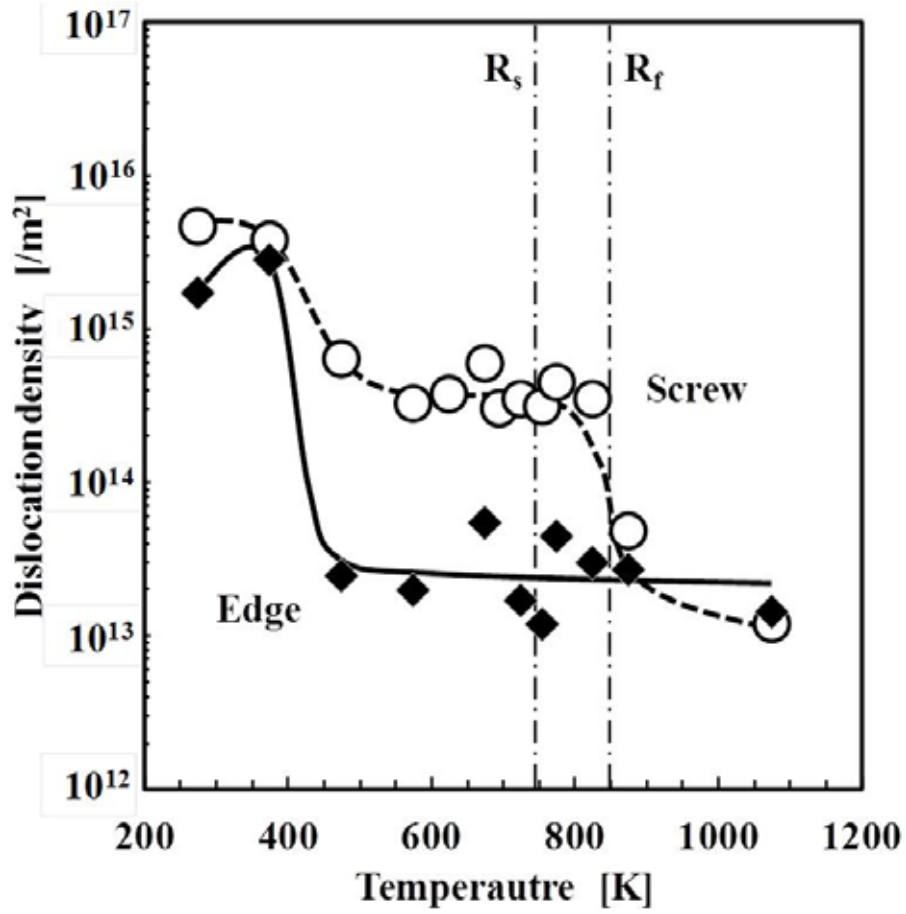


Fig. 4-7. Change in dislocation densities of edge and screw components as a function of annealing temperature for cold-rolled Fe-0.3mass%Si alloy with 99.8% reduction.

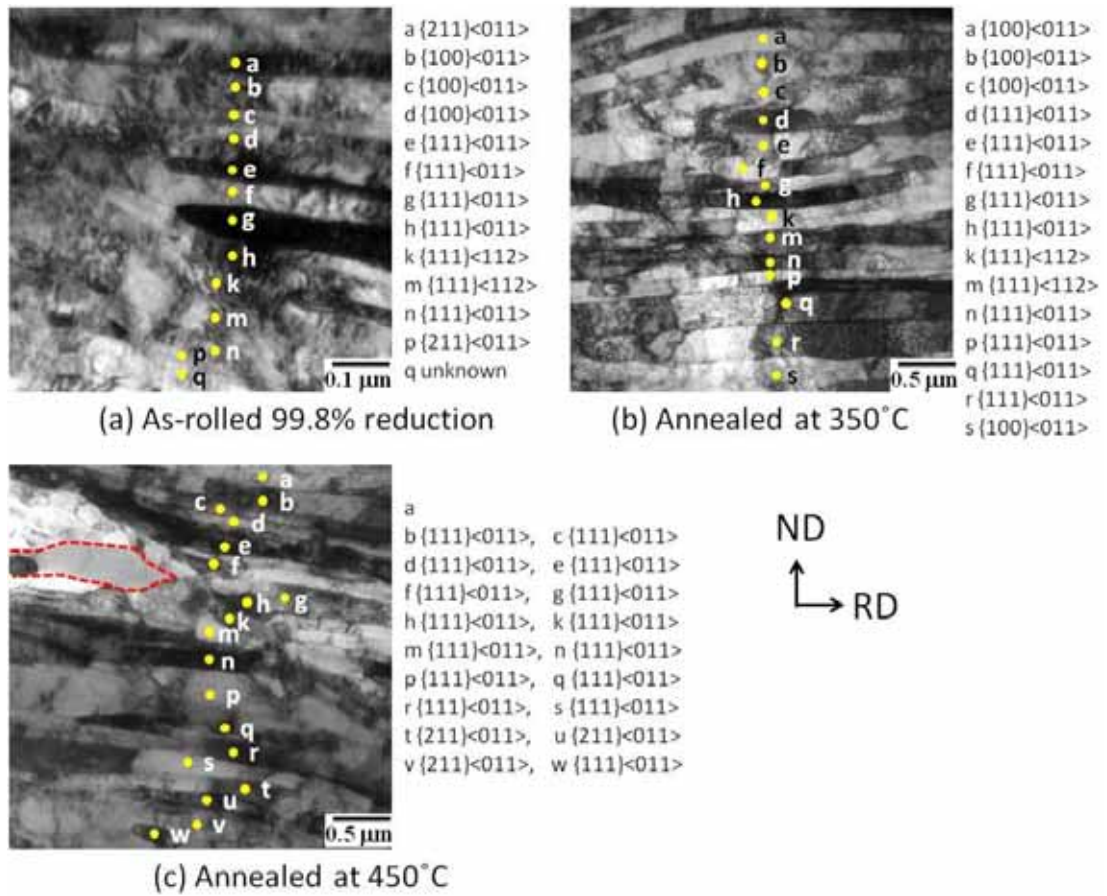


Fig. 4-8. TEM micrographs observed from TD of Fe-0.3mass%Si alloy after (a) 99.8% cold-rolling, (b) annealing at 350 °C and (c) annealing at 450 °C.

4-4. 考察

4-4-1. 冷間圧延ままの転位組織

Figure 4-3 に示すように、純 Fe の冷間圧延まま材の転位密度は刃状成分よりもらせん成分のほうが数倍大きかった。一方、Fe-0.3mass%Al 合金や Fe-0.3mass%Si 合金では Fig. 4-5, 4-7 に示すように、刃状転位とらせん転位の密度は同程度であった。また、TEM による転位組織の観察結果(Fig. 4-4, 4-6, 4-8)から、冷間圧延ままでは材料に依らず、圧延方向に伸長したラメラ状の転位組織であった。しかしながら、純 Fe の場合にはラメラ状組織の内部における転位は整理されているのに対し、Al や Si を添加した材料ではラメラ状組織の内部に転位が存在している様子が確認された。Si は Fe に固溶すると Fe の積層欠陥エネルギーを低下させ、転位の交差すべりが抑制されることが報告されている^{5, 6)}。また、Al も Si と同様の影響を持つ傾向が報告されているが、その程度は Si よりも小さいと推察されている^{7, 8)}。従って、Fe-0.3mass%Al 合金や Fe-0.3mass%Si 合金においても、Al や Si の添加により圧延中の交差すべりが抑制されたと考えられる。その結果、冷間圧延により導入される転位は刃状成分の割合が増加し、またラメラ状組織の内部においてもらせん転位の交差すべりによる転位の整理が困難となった結果、転位が残存したと考えられる。

4-4-2. 回復にともなう転位挙動

前報[4]で述べたように、冷間圧延された材料を加熱するとまず転位の消滅や再配列が生じる。同一すべり面上にある転位はすべり運動により合体消滅できるが、異なるすべり面上にある場合には、らせん転位の交差すべりや刃状転位の上昇運動により合体消滅が生じる¹⁷⁾。従って、Fig. 4-1 に示した純 Fe や Fe-0.3mass%Al 合金の転位密度が室温から 373 K にかけて増加しているように見えるが、試料間の不均一さによる誤差だと考えられる。

純 Fe においては、Fig. 4-3 に示すように低温の 473 K において転位密度は刃状転位もらせん転位も大きく低下した。冷間圧延まま材で見られた圧延方向に伸長したラメラ状の転位組織は、623 K に加熱すると幅が太くなり、サブグレインが形成され、回復がかなり進行している様子が見られた(Fig. 4-4(b))。一方、573 K から R_s 直前で

回復が進行しても、らせん成分の転位密度の低下は緩やかであった。また、らせん転位より一桁以上低い密度の刃状成分は増加した。これは回復に伴う転位ループの縮小変形によりらせん転位成分が減少し、相対的に刃状転位成分の割合が高くなったためと推察した。これについては、今後のさらなる詳細な研究が必要であると考えられる。

Fe-0.3mass%Al 合金や Fe-0.3mass%Si 合金は Fig. 4-5, 4-7 に示すように、473～573 K の回復の初期に刃状転位が大きく低下し、らせん転位の低下は緩やかであった。この傾向は、Si 添加鋼で著しい。刃状転位は空孔を利用して 473～573 K のような低温でも上昇運動できるため、刃状転位密度がらせん転位密度より早く低下したと推察できる。また、らせん転位の運動には交差すべりが必要であり、Si や Al は鉄に固溶すると、交差すべりを抑制させるとの報告^{6, 7, 8)}があることから、Fe-0.3mass%Si 合金や Fe-0.3mass%Al 合金でも、Si や Al により交差すべりが抑制された結果、らせん転位密度の低下は R_f 直前まで起こらなかったものと考えられる。この傾向は特に Si 添加鋼の方が顕著であった。Figure 8(b)に示すように Fe-0.3mass%Si 合金においては、623 K 程度の加熱によってもラメラ状の転位組織の幅は冷間圧延ままの状態とほぼ同程度であり、回復はほとんど進んでいない。Figure 4-1 と 4-2 に示した Fe-0.3mass%Si 合金の転位密度とビッカース硬さで評価した回復挙動が一致しなかったのは、回復過程において転位組織が微細なままであり、ビッカース硬さが低下しなかったためと考えられる。純 Fe や Fe-0.3mass%Al 合金は、623 K の加熱によってラメラ状組織の幅は 2 倍以上に太くなり、サブグレイン化が進行していることから、Si によりらせん転位の運動が抑制され、回復が遅れたと考えられる。さらに温度を高めても、Fe-0.3mass%Si 合金では刃状転位もらせん転位も低下しないことから、Si はらせん転位だけでなく刃状転位の消滅にも影響を及ぼしていると考えられる。一方、Al は Fig. 4-6(b)に示すように、623 K 加熱により回復が進んでおり、Al の交差すべりの抑制効果は Si よりも小さいことが示唆される。また、Fe-0.3mass%Al 合金は回復が進行すると、純 Fe と同様に刃状転位密度が増加していることから、回復の後期段階で転位ループの縮小変形が起きていると推察されるが、詳細については、純 Fe と同様に今後の検討が必要である。

4-4-3. 再結晶にともなう転位挙動

Figure 4-3 に示すように、純 Fe においては再結晶初期の R_s を超えると刃状転位密度が大きく低下し、測定限界レベルまで低下し続けた。一方、らせん転位密度は再結晶初期に大きく低下した後は緩やかに低下し、 $10^{13} / \text{m}^2$ 程度で飽和した。また Fig. 4-4(c) に示すように、723 K において、ラメラ状転位組織の幅が太くなり転位密度が低下したと考えられる領域から、再結晶粒と見られる $2 \mu\text{m}$ 以上の粗大なサブグレインが見られた。前節 4-4-2 の回復にともなう転位挙動の結果と併せて考えると、純 Fe では十分に回復が進んだ低転位密度領域から再結晶粒が連続的に形成されている傾向があり、その場再結晶的な再結晶挙動を呈すると考えられる。

Fe-0.3mass%Al 合金は Fig. 4-5 に示すように、純 Fe と同様に再結晶初期から刃状転位が大きく低下した。らせん転位は再結晶後期に大きく低下した。一方、再結晶初期には Fig. 4-6(c) に示すように、太いラメラ状組織の中に多数のサブグレインが形成されており、純 Fe と同様に回復の進行にともない再結晶粒が連続的に形成される、その場再結晶的な再結晶挙動を呈すると考えられる。

これに対して Fe-0.3mass%Si 合金は Fig. 4-7 に示すように R_s を超えても、刃状転位密度およびらせん転位密度ともに低下せず、 R_f 直前にらせん転位が大きく低下し再結晶が進行した。Figure 4-8(c) に示すように、Fe-0.3mass%Si 合金では冷間圧延まま材とほぼ同じ幅のラメラ状転位組織の中に、未再結晶領域と明瞭な界面を有する局所的に極めて低転位密度な再結晶粒が形成し、いわゆる核生成と成長(Nucleation and Growth)型の再結晶挙動を示すと考えられる。これは Si の存在により、刃状転位やらせん転位のすべり運動やらせん転位の交差すべり運動が抑制されるために回復が均一に進まず、高転位密度な状態、すなわち再結晶の駆動力の高い状態が維持された結果、局所的に再結晶の核形成が生じ、それに続いて成長が進行する、いわゆる核生成と成長型の不連続再結晶が生じたと推察した。

4-5. 結言

圧下率 99.8% の強冷間圧延された純 Fe、Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金の回復、再結晶にともなう転位組織の変化を、X 線ラインプロフ

ァイル解析と TEM 観察により調査した結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) 冷間圧延まま材においては、Fe-0.3mass%Al 合金や Fe-0.3mass%Si 合金は純 Fe と比較して、刃状転位の割合が高くなった。これは Al や Si の添加により圧延中の交差すべりが抑制され、刃状転位の方が容易に運動できたためと考えられる。
- (2) 回復の初期段階において、純 Fe では刃状転位密度もらせん転位密度も大きく低下した。一方、Al や Si を添加した材料では、らせん転位密度の低下は純 Fe よりも小さかった。これは Al や Si を添加した合金では交差すべりが抑制され、らせん転位の運動が阻害されたためと考えられる。
- (3) 回復の後期段階で、Si 添加鋼は刃状転位もらせん転位も密度が低下せず、転位組織は冷間圧延まま材とほぼ同じであった。これは Si により転位のすべり運動が抑制され、回復が抑制されたためだと考えられる。一方、純 Fe では、回復の後期にサブグレイン化が著しく進行し、また刃状転位密度が増加した。これは回復にともなう転位ループの縮小変形によるものと考えられるが、今後詳細な検討が必要である。
- (4) 再結晶の初期段階において、純 Fe ではラメラ状の転位組織の中に周囲と同じ方位を有するサブグレインが形成され、その場再結晶的な再結晶挙動を示した。Al 添加鋼も純 Fe と類似した挙動を示した。
- (5) Si 添加鋼ではラメラ状の転位組織の中に、局所的に周囲の未再結晶粒と明確な界面を有する再結晶粒が核生成し、それが成長する挙動を示した。Si により回復が抑制され、再結晶の駆動力が維持されたため、一気に不連続再結晶が生じたと考えられる。

謝辞

東京工業大学名誉教授加藤雅治博士（現、新日鐵住金(株)顧問）には、本論文をまとめるにあたり、大変貴重なご意見を頂きました。心より感謝申し上げます。

引用文献

- 1) K. Verbeken, L. A. I. Kestens and J. Jonas: *Scr. Mater.*, **48** (2003), 1457.
- 2) P. Governado, R. Petrov, D. Ruiz, E. Leunis and L. A. I. Kestens: *Adv. Eng. Mater.*, **12** (2010), 1077.
- 3) M. Tomita, T. Inaguma, H. Sakamoto and K. Ushioda: *Tetsu-to-Hagane*, **101** (2015), 204.
- 4) M. Tomita, T. Inaguma, H. Sakamoto and K. Ushioda: *Tetsu-to-Hagane*, **101** (2015), 611.
- 5) D. Griffiths and J. N. Riley: *Acta Metall.*, **14** (1966), 755.
- 6) K. Ushioda, S. Goto, Y. Komatsu, A. Hoshino and S. Takebayashi: *ISIJ Int.*, **49**(2009), 312
- 7) S. Takeuchi, H. Yoshida and T. Taoka: *Trans. JIM*. 9. Supplement. (1965), 715.
- 8) H. Shuto and T. Yokoi: *CAMP-ISIJ*, **26**(2013), 411.
- 9) G. K. Williamson and W. H. Hall: *Acta Metal.*, **1**(1953), 22.
- 10) B. E. Warrem and B. L. Averbach: *J. Appl. Phys.*, **21**(1950), 595.
- 11) T. Ungár and A. Borbely: *Appl. Phys. Lett.*, **69**(1996), 3173.
- 12) T. Ungár, I. Dragomir, A. Revez and A. Borbely: *J. Appl. Cryst.*, **32**(1999), 992.
- 13) M. Yonemura and T. Nishiura: 新日鉄住金技報、**404**(2016), 44
- 14) F. Yin, T. Hanamura, O. Umezawa and K. Nagai: *Mater. Sci. Eng. A* **354**(2003), 31.
- 15) T. Ungár and G. Tichy: *Phys. Stat. Sol.* **171**(1999), 425.
- 16) M. Yonemura and K. Inoue: *Metall. Mater. Trans. A*, (2016), doi:10.1007/s11661-016-3717-y..
- 17) 松原英一郎、田中功、大谷博司、安田秀幸、沼倉宏、古原忠、辻伸泰：金属材料組織学、朝倉書店、東京、(2011), 160.

第 5 章. 結言

5-1. まとめ

本研究では従来検討例の少ない圧下率 **99.8%**の強圧下の冷間圧延した純 **Fe**、**Si** 添加鋼、**Al** 添加鋼の再結晶挙動と集合組織形成について、系統的に取り組みまとめたものである。

強圧下冷間圧延された純 **Fe** では、極めて低温から回復が始まりその場再結晶的に再結晶が進む。再結晶完了後の粒成長過程で{**100**}<**012**>方位を有する再結晶粒が選択的に成長する。**Al** 添加鋼は純 **Fe** とよく似た挙動を示した。

一方、**Si** 添加鋼では、強圧下冷間圧延により純 **Fe** や **Al** 添加鋼と同様に高転位密度となるが、再結晶前の回復の進行は極めて遅い。また、{**411**}<**011**>や{**411**}<**148**>方位を有する再結晶粒が優先核生成して一気に再結晶が進行し、再結晶完了後の粒成長過程で{**411**}<**148**>再結晶粒が選択的に成長し、集合組織がさらに先鋭化する。**Si** が冷間圧延時のみならず回復、再結晶時の転位運動を阻害した結果、上記のような回復、再結晶挙動を示したと推察した。

X 線ラインプロファイル解析により、冷間圧延時および焼鈍中の回復や再結晶時の転位挙動の把握を試みた。まず、冷間圧延まま材においては、**Si** 添加鋼は純 **Fe** と比較して、刃状転位の割合が高いことが初めて明らかとなった。これは、圧延中の交差すべりを **Si** が抑制するためと推察した。純 **Fe** では回復段階で転位密度が低下し、サブグレインの形成と成長が著しく進行する。一方、**Si** 添加鋼では回復段階の転位密度の低下は遅く、転位下部組織の変化も抑制された。これは、**Si** が交差すべりを抑制し、らせん転位の運動を阻害したためと推察した。このように、**X** 線ラインプロファイル解析により、回復・再結晶時の転位挙動の詳細を議論することが初めて可能となった。

以下に各章のまとめを行う。

第 2 章では、純 **Fe** を圧下率 **90~99.8%**まで強圧下冷間圧延した場合に形成される加工組織および再結晶過程を詳細に調べた。圧下率 **99.8%**材では、冷延集合組織は強い α 繊維状組織であり、高ひずみ状態であった。この高ひずみ状態の α 繊維状組織は極めて低温から回復が進行し、再結晶初期の段階から、 α 繊維状組織に属する {**100**}、

{211}、{111}および{411}方位を有する再結晶粒が発生した。再結晶集合組織は冷間圧延集合組織と同じ α 繊維状組織であり、連続再結晶的な組織変化によって形成されたと考えられる。また、再結晶完了後における再結晶粒の正常粒成長にともなう方位選択的な成長により、{100}<012>方位に集積した集合組織が発達した。

第3章では汎用的な添加元素である Si や Al が集合組織形成メカニズムに及ぼす影響を検討し、以下の結論を得た。

Si 添加鋼は再結晶初期に{411}<011>と{411}<148>方位を有する再結晶粒が優先核生成し、再結晶完了後の粒成長により{411}<148>粒が{100}<023>や{322}<236>方位を有する粒を蚕食して選択的に成長した。Al 添加鋼は純 Fe と良く似た挙動を示し、低温から回復が進行し、冷間圧延集合組織と同じ α 繊維状組織の方位を有する再結晶粒が核生成した。再結晶の進行に伴い、{100}<012>および{111}<112>への集積が強まり、再結晶完了後の粒成長により{100}<012>方位が選択的に成長した。

いずれの選択成長もサイズ効果だけでは説明できず、粒界易動度や粒界エネルギーの粒界性格依存性を考慮する必要があると考えられ、今後の課題としたい。

第4章では、第2、3章で示された集合組織形成メカニズムの違いを明らかにするため、純 Fe、Si 添加鋼、Al 添加鋼の再結晶に伴う転位密度および転位組織の変化を X 線ラインプロファイル解析(XLPA)と TEM 観察により調べ、添加元素が転位挙動や回復・再結晶に及ぼす影響を検討し、以下の結論を得た。

Si 添加鋼および Al 添加鋼の冷間圧延板は、純 Fe に比べて刃状転位の割合が高かった。純 Fe では、回復初期に刃状転位、らせん転位ともに大きく低下したが、Al 添加鋼および Si 添加鋼では刃状転位のみが低下した。このことから Al 添加鋼および Si 添加鋼では刃状転位の方が上昇運動による消滅が容易であると考えられる。回復後期において Si 添加鋼は転位密度がほとんど低下せず、転位組織の変化も小さかった。

純 Fe や Al 添加鋼では、再結晶初期からラメラ状の転位組織中に、周囲の未再結晶粒と同じ方位を有する粗大なサブグレインが形成され、その場再結晶的な挙動を示した。一方、Si 添加鋼では回復が抑制され、不連続再結晶的な挙動を示した。これは Si が転位運動を阻害したためだと考えられ、XLPA による転位挙動解析結果とも良く一致する。

5-2. 今後の展望

本研究では、純 Fe、Fe-0.3mass%Al 合金および Fe-0.3mass%Si 合金の加工組織、回復挙動、再結晶挙動を詳細に調べ、Si が鉄の交差すべりを抑制し転位運動を阻害すること、Si は Al よりもその働きが強いことが示唆された。しかしながら、Si や Al と転位との相互作用の本質、例えば転位芯構造に及ぼす Si や Al の影響については、未解明な部分が多く残されており、今後さらなる詳細な検討、例えば TEM による転位芯構造の観察や計算材料科学による実験結果の検証が必要となろう。

さらに純 Fe、Fe-0.3mass%Al 合金および Fe-0.3mass%Si 合金の再結晶粒の正常粒成長過程における方位選択的な成長は、サイズ効果だけでは説明できず、粒界易動度や粒界エネルギーの粒界性格依存性を考慮する必要があることが示唆された。これについても、実験と計算材料科学による高精度なデータベースの構築が今後必要となる。粒成長に関する Phase Field 法や局所曲率マルチバーテックス法に上記のデータベースを連結させ、粒成長時の集合組織変化を厳密に予測する検討も、今後期待される。

謝辞

本研究を進めるにあたり、研究の進め方や論文の書き方など丁寧かつ熱心なご指導を賜りました金沢大学大学院 自然科学研究科 機械科学専攻 潮田浩作客員教授に深く感謝いたします。また、副査を引き受けて下さり、ご指導会で親身なご指導を頂きました金沢大学大学院 自然科学研究科 機械科学専攻 門前亮一教授、三木理教授、石川和宏教授、渡邊千尋教授に厚く御礼申し上げます。新日鉄住金株式会社 稲熊徹博士、坂本広明博士には日常の実験、議論を通じてデータのまとめ方、考察の仕方、論文の書き方に至るまで多くのご助言、ご指導を頂きました。心より感謝いたします。新日鉄住金株式会社 米村光治博士には **XLPA** に関して、実験からデータ解析、考察まで多大なるご尽力を頂きました。誠にありがとうございました。さらに、大江博氏、中村主志氏、鈴木哲氏、米倉秀敏氏、山田容之氏、三木順平氏、伊奈三智男氏を始めとする日鉄住金テクノロジー株式会社の皆様には、実験を進めるにあたり多大なるご支援を頂きましたこと、ここに深く感謝いたします。