

2

鉄系合金における $\{001\} \langle uv0 \rangle$ 凝固柱状晶

および単結晶の圧延・再結晶に関する研究

1994年

辻 伸泰

目次

第1章 諸言

1. 1. 本研究の背景と目的	1
1. 2. 再結晶集合組織に関する研究の問題点	4
1. 3. 本研究の手段とその特色	10
1. 4. 本論文の構成	11
参考文献	13

第2章 実験方法

2. 1. 試料	15
2. 2. 凝固柱状晶材の作製	17
2. 3. 単結晶材の作製	21
2. 4. 等軸晶材の作製	21
2. 5. 圧延	22
2. 6. ビッカース硬度測定	22
2. 7. 組織観察	22
2. 8. 結晶方位測定	23
参考文献	27

第3章 Fe-19%Crフェライト合金凝固柱状晶材の圧延・再結晶

3. 1. 序	28
3. 2. 同一視野観察実験の方法	29
3. 3. 圧延挙動	
3. 3. 1. 圧延に伴う結晶方位回転	34
3. 3. 2. 圧延前後の各粒の硬度	36
3. 3. 3. 圧延変形組織	36
3. 4. 再結晶挙動	
3. 4. 1. 再結晶速度	45
3. 4. 2. 再結晶組織	47
3. 4. 3. 再結晶方位	49

3. 5. 考察	
3. 5. 1. 圧延挙動の初期方位依存性と、粒界による変形の拘束の影響に関する考察	53
3. 5. 2. 再結晶挙動の初期方位依存性と、cube再結晶集合組織の形成に関する考察	66
3. 6. 結論	68
参考文献	71
第4章 Fe-19%Crフェライト合金の{001}<uv0>単結晶の圧延・再結晶	
4. 1. 序	75
4. 2. 実験方法	77
4. 3. 圧延挙動	
4. 3. 1. 圧延による試片の幅の増加	78
4. 3. 2. 圧延組織	80
4. 3. 3. 圧延後の硬さ	83
4. 3. 4. 圧延組織の結晶学的特徴	85
4. 4. 再結晶挙動	
4. 4. 1. 再結晶速度	92
4. 4. 2. 再結晶組織	93
4. 4. 3. 再結晶方位	93
4. 5. 考察	
4. 5. 1. マトリクスバンドの形成に関する考察	97
4. 5. 2. 各単結晶の再結晶挙動に関する考察	104
4. 6. 結論	107
参考文献	109
第5章 Fe-19%Cr合金の{001}<uv0>単結晶の圧延組織に及ぼす幅方向の変形の拘束の影響	
5. 1. 序	111
5. 2. 実験方法	113
5. 3. 結果	
5. 3. 1. 圧延に伴う試片の幅の増加	115
5. 3. 2. 70%圧延後の変形組織	115
5. 4. 考察	120
5. 5. 結論	126
参考文献	127

第6章 Fe-19%Crフェライト合金凝固柱状晶材の再結晶組織に及ぼす圧延・焼鈍方法の影響	
6. 1. 序	129
6. 2. 実験方法	
6. 2. 1. 圧延率の影響を調べる実験	130
6. 2. 2. 焼鈍温度の影響を調べる実験	130
6. 2. 3. 交叉圧延実験	131
6. 2. 4. 冷延・焼鈍の繰り返し実験	133
6. 3. 柱状晶材の再結晶挙動に与える圧延率の影響	
6. 3. 1. 40%圧延材の再結晶挙動	135
6. 3. 2. 90%圧延材の再結晶挙動	138
6. 4. 柱状晶材の再結晶挙動に与える焼鈍温度の影響	144
6. 5. 交叉圧延を施した柱状晶材の再結晶挙動	146
6. 6. 2回冷延・焼鈍を施した柱状晶材の再結晶挙動	151
6. 7. BCC単相材料の再結晶による組織制御に関する考察	155
6. 8. 結論	157
Appendix 6.1 Fe-19%Cr合金における炭素の固溶限の計算	159
参考文献	161
第7章 Fe-36%Niオーステナイト合金凝固柱状晶材の圧延・再結晶	
7. 1. 序	162
7. 2. 同一視野観察実験の方法	165
7. 3. 圧延挙動	
7. 3. 1. 圧延集合組織	168
7. 3. 2. 圧延後の各粒の硬度	170
7. 3. 3. 圧延変形組織	170
7. 3. 4. 不均一変形組織の結晶学的特徴	175
7. 4. 再結晶挙動	
7. 4. 1. 再結晶速度	180
7. 4. 2. 再結晶組織	183
7. 4. 3. 再結晶方位	186

7. 5. 考察	
7. 5. 1. 不均一変形組織の形成に関する考察	193
7. 5. 2. (001)<310>再結晶集合組織の形成機構	198
7. 5. 3. Fe-36%Ni(FCC) 合金とFe-19%Cr(BCC) 合金の再結晶挙動の違いに関する考察	203
7. 6. 結論	205
参考文献	207
第8章 Fe-36%Niオーステナイト合金の{001}<uv0>単結晶の圧延・再結晶	
8. 1. 序	210
8. 2. 実験方法	212
8. 3. 圧延挙動	
8. 3. 1. 圧延に伴う試片の幅の増加	213
8. 3. 2. 圧延変形組織とその結晶学的特徴	213
8. 3. 3. 70%圧延後の各単結晶の硬度	230
8. 4. 再結晶挙動	
8. 4. 1. 再結晶速度	233
8. 4. 2. 再結晶組織	233
8. 4. 3. 再結晶方位	239
8. 5. 考察	
8. 5. 1. 柱状晶材(多結晶体)と単結晶材の圧延・再結晶挙動の相違	243
8. 5. 2. (001)[110]方位単結晶における変形双晶の形成とその再結晶	246
8. 6. 結論	253
参考文献	254
第9章 総括	255
本研究に関連する投稿論文	259
謝辞	260

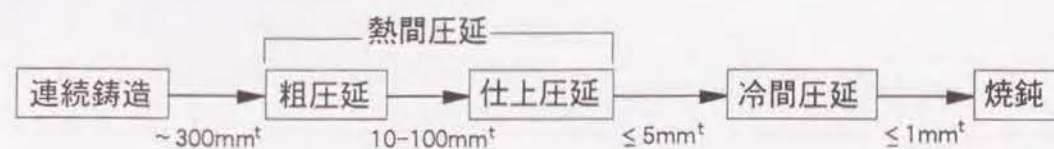
第1章 緒言

1. 1 本研究の背景と目的

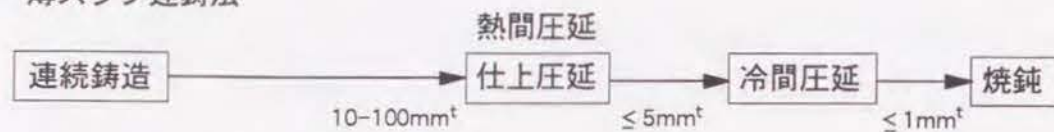
近年鉄鋼業においては、薄板連铸プロセス[1, 2] がプロセスの簡略化と消費エネルギーの減少をもたらす次世代の新しい生産プロセスとして期待され、盛んに研究、開発が行われている。Fig. 1.1 に示すように、薄板連铸プロセスには現行の厚肉連铸プロセスにおける熱間圧延工程中の粗圧延を省略することを目的として10~100mm厚のスラブを铸造する薄スラブ連铸法と、熱間圧延工程全ての省略を目的として数mm厚のスラブを铸造するストリップ連铸法の2種がある[1]。このうちストリップ連铸法は大きな生産性が望めないために、当面は主としてステンレス鋼などの高付加価値材料がその対象となると考えられる。こうした高合金鋼には凝固点以下室温までの温度範囲で固相変態を起こさないものが数多くあり、その場合連铸スラブは凝固組織をそのまま保持している。すなわち、こうした鋼をストリップ連铸法により製造した場合には、凝固組織を出発材とした冷間圧延・再結晶が唯一の組織制御手段となる。

凝固組織の例として、Fe-19%Cr合金(フェライト系ステンレス鋼)の厚肉連铸铸片の断面組織写真をFig. 1.2 に示す。铸片中では凝固柱状晶が大きな体積率を占めている。柱状晶は結晶粒が一方向に伸長しているだけでなく、立方晶の場合には伸長方向が各結晶粒の<001> 方向に一致した強い集合組織を持っている[3]。こうした特殊な形状および集合組織を有する凝固柱状晶組織を出発材としたときの圧延・再結晶挙動は、従来数多く研究されてきた初期方位がほぼランダムな分布を示す等軸多結晶組織を出発材としたときの挙動と大きく異なる可能性がある。しかし、現時点で凝固柱状晶材を出発材として圧延・再結晶挙動を調べた研究は数少なく[4-9]、またその多くは熱間圧延に関するものである[5-7, 9]。以上の事柄を背景として、凝固柱状晶材の冷間圧延・再結晶挙動の解明が望まれている。

(a) 厚肉スラブ連続铸造法



(b) 薄スラブ連続铸造法



(c) ストリップ連続铸造法

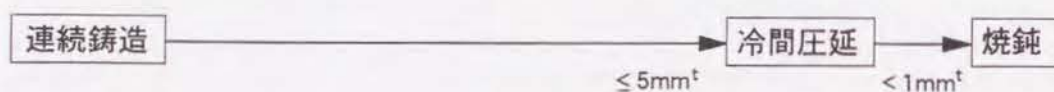


Figure 1.1 種々の連続铸造法における製造工程

(a) 現行の厚肉連铸プロセス

(b), (c) 薄板連铸プロセス

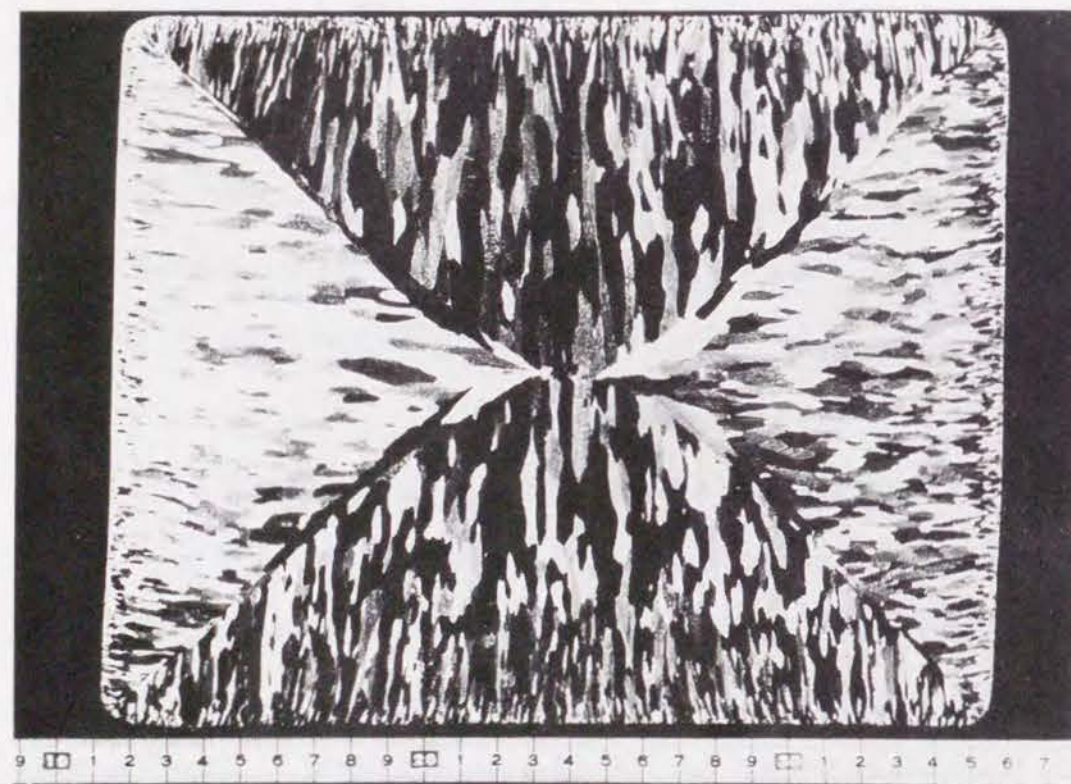


Figure 1.2 Fe-19%Cr合金（フェライト系ステンレス鋼）の連铸铸片の断面組織

金属材料の特性は、加工熱処理による組織制御を施すことにより大きく向上する。圧延・再結晶は、組織制御の重要な手段の一つである。圧延・再結晶による組織制御には、粒径制御 (grain size control) と集合組織制御 (texture control) の2種の目的がある。結晶粒の微細化は、強度と靱性をともに向上させることのできる有効な手段である。これは材料を強加工後、再結晶させることにより達成できる。また逆に、目的によっては結晶粒の粗大化を計る場合もある。例えば、高温用材料であるNi基粒子分散強化(ODS)合金では、クリープ変形・破壊をおこりにくくするために、一方向再結晶と呼ばれるプロセスによって一方向に伸長した粗大な結晶粒組織を得る[10]。

一方、多結晶体を構成する結晶粒の方位がある特定の方位に配向した状態にある時、その材料は集合組織を持つという[11]。再結晶をおこした材料がしばしば集合組織を持つことは良く知られている。圧延・再結晶による集合組織制御の実用例としては、以下のものが挙げられる。

(ア) 極低炭素薄鋼板：深絞り成形性を良くするために、一次再結晶により $\{111\}\langle uvw \rangle$ 集合組織を発達させる[12]。

(イ) トランス鉄心用Si鋼：容易磁化方向である $\langle 100 \rangle$ 方向を揃えて鉄損を少なくするために、二次再結晶によって $\{110\}\langle 001 \rangle$ (Goss方位と呼ばれる) 集合組織を発達させる[13]。

(ウ) 電解コンデンサー用Al箔、シャドウマスク用 Fe-Niインバー合金：エッチング性を良くするために $(001)[100]$ (cube方位と呼ばれる) 集合組織を発達させる[14, 15]。これらの材料では、集合組織を強く発達させることによって必要とする特性を大きく向上させ、省エネルギー化、資源の有効利用といった効果をもたらしている。

しかし、現在のところ我々は任意の材料で思い通りの集合組織制御を行える段階には至っていない。例えば、面心立方晶(FCC)系の板材の深絞り性を良くするためには、体心立方晶(BCC)系同様 $\{111\}\langle uvw \rangle$ 集合組織を発達させることが好ましいと知られている[16, 17]にもかかわらず、現実にFCC系材料で $\{111\}\langle uvw \rangle$ 集合組織を発達させることは困難である。したがって、再結晶集合組織の形成機構に関する基礎的研究を行い、集合組織制御

に関する一般的指針を得ることが望まれている。

本研究は以上の事柄を背景に、鉄系BCC およびFCC 各単相材料における{001}<uv0>初期集合組織を持つ凝固柱状晶材および単結晶材の圧延・再結晶挙動の解明を目的とする。再結晶集合組織の形成機構に対する基礎的知見を得るために、圧延・再結晶挙動の中でも特に種々の変形組織の詳細とそれらより生じる再結晶粒の方位に注目して実験・観察を行なう。得られた知見は、ストリップ連鋳プロセスのみならず、凝固組織を出発材とし圧延・再結晶処理を含むあらゆるプロセスによって製造された単相材料の組織制御に対して有用なものとなることが期待される。

1. 2. 再結晶集合組織に関する研究の問題点

これまでに再結晶および再結晶集合組織に関する研究は、種々の金属・合金に対して多数行われている。それにもかかわらず、再結晶集合組織の形成機構は未だ十分明らかになっていない。そこで本節ではこの分野における問題点の整理、明確化を試みる。

第一に、再結晶とはいかなる現象であるのか。

金属材料を低温で加工すると、主に転位などの格子欠陥が材料中に蓄積される。材料にとってこの状態は加工前よりも自由エネルギーの高い状態にあたる。したがって導入された格子欠陥は、常に消滅しようとする。その消滅過程は熱活性化過程であり、低温ではなかなか起こり得ないが、材料を高温にもたらすと格子欠陥は速やかに消滅に向かう。一般にこの過程を回復(recovery)、再結晶(recrystallization)と呼び、両者をまとめて復旧(restoration)と呼ぶこともある。回復・再結晶の定義は以下のように定めることができる。

回復 : 点欠陥の消滅や、転位の保存・非保存運動による合体・消滅、低エネルギー状態への再配列を素過程とする現象。光学顕微鏡レベルでは金属組織の変化が見られず、結晶方位も加工組織の方位から変化しない。

再結晶 : 加工組織中における大角粒界 (high angle boundary) の形成と、その移動による格子欠陥の急激な消滅。加工組織とは異なる方位をもつ新たな粒が生成する<注1>。

再結晶集合組織の形成に関して明らかにすべき事柄は、「特定の結晶方位を持った再結晶粒が、変形組織中のどのような場所で、いかにして形成されるのか」という点である。これは即ち再結晶核<注2>の形成機構と言い換えても良いであろう。

この問題を明らかにするためには、特に変形組織を詳細に調べることが必要である。なぜならば、再結晶粒の核生成が変態・析出の場合のような熱的ゆらぎによっては生じ得ない[20]以上、再結晶核となるべき領域は変形組織中に潜在すると考えられるからである。さらに変形組織の中でも、再結晶核は不均一変形組織[21]と呼ばれる局所領域から優先的に生成すると考えられるので、不均一変形組織の特徴とその形成機構を明らかにすることが極めて重要である。

<注1> この定義による再結晶を不連続再結晶と呼ぶことがある。これは、結晶方位の変化を示さない連続再結晶(その場再結晶)[26]に対する用語である。しかし連続再結晶の定義付けは明確でなく、単なる未再結晶(回復)状態である場合も多いと考えられる[27]。本研究において再結晶という場合には、上の定義にもとづく一次再結晶(不連続再結晶)を意味する。

<注2> 再結晶核とは、「十分焼なまされた材料と同程度の転位密度しか持たず、十分な易動度(mobility)を持つ大角粒界によってその全体または一部を囲まれた微小領域のうち、自発的な成長の可能なもの」と定義できる。「再結晶核」は、変態・析出の場合の「核」のように熱的ゆらぎによって形成されるものではないことに留意する必要がある。このようにその本質は異なるが、本研究では慣習に従って再結晶に対しても「核」という語を用いることにする。

不均一変形組織とは、「材料中または結晶粒中の主要な部分（マトリクスと呼ぶ）とは異なるモード（例えば双晶変形）、または異なるすべり系の組み合わせによって変形が進行した結果、マトリクスとは異なる結晶方位回転を起こした領域」と定義することができる。具体的には、熱間圧延時に表面近傍に形成される不均一変形層[22, 23]、マトリクスバンド[20]・剪断帯(shear band)[24]などの総称としての変形帯、粒界近傍の不均一変形領域、さらにはセル組織そのものも不均一変形組織と呼ぶことができ、マクロからミクロまでさまざまな領域でとらえることができる。こうした不均一変形組織は、拘束下<注3>で材料が変形を受けることによって生じると考えられる。

再結晶核が成長するためには駆動力(driving force)が必要であり、かつその界面は十分な易動度(mobility)を持たなければならない。駆動力とは具体的には再結晶核と変形マトリクスとの転位密度差であり、易動度は変形マトリクスとの方位差と言い換えることができる。十分な易動度を持つ大角粒界の形成の素過程は、依然として解明されていない重要な問題であるが、加工組織中ですでにマトリクスとの大きな方位差、即ち鋭い格子湾曲を有する微小領域があるとすれば、その領域が核となりやすいことは容易に理解できる。さらにそのような変形領域の形成過程を考えるならば、それらはマトリクスとは異なる変形（転位の活動量の差異、または異なるすべり系の活動）を起こしているはずであり、その結果、その周囲は高転位密度というもう一方の条件（大きい駆動力）をも満たしている場合が多いと考えられる。このような領域は上記の不均一変形組織そのものである。即ち不均一変形組織は再結晶核生成の優先サイトとなる場合が多く、それゆえに再結晶集合組織形成機構の解明のために最も重点的に調べるべき領域といえる。

<注3> ここでいう拘束とは、変形そのものに付随する拘束（例えば引張変形におけるつかみ、圧延変形におけるロール面での拘束など）、粒界の拘束、粒内での介在物・第二相界面による拘束などを広く指している。

以上の考察に基づけば、「ある種の不均一変形組織中には再結晶集合組織の主成分たる方位を持つ微小領域が加工ままですでに存在し<注4>、焼鈍時にその領域が優先的に核生成・成長することによって再結晶集合組織が形成されるのではないか」との考えが導かれる。この考えが正しければ、優先方位を持つ再結晶粒の生成サイト（不均一変形組織）を特定し、そこに加工ままで再結晶粒と同じ方位を持つ領域が存在することを示し、そうした領域の変形時の形成機構を明らかにすれば、再結晶集合組織の形成機構という問題の大部分は解けたことになる。これらを具体的に示した例として古林[26, 27]の研究<注5>があるが、それ以外に上記の事象を明確に証明した例はほとんどない。それは、従来の研究の多くが以下のような問題点を含んでいるためと思われる。

(1) マクロな集合組織データへの偏重と、ミクロ組織からマクロ組織までの一貫した観察の欠如

(2) 変形前から変形後、さらに再結晶までの一貫した観察の欠如

材料の集合組織測定は、ほとんどの場合X線回折法を利用した極点図測定に頼っている[28]。この方法は集合組織を知るための極めて有力な方法であるが、集合組織形成機構の解明のためには有利な方法ではない。その理由として第一に、X線極点図が試料の広範囲な領域の統計的、平均的情報を示すにすぎないという点がある。変形を受けた材料中の

<注4> 中程度以下の積層欠陥エネルギーを持つFCC 金属・合金では、再結晶核生成またはその直後の段階で焼鈍双晶が形成され、加工組織中に存在しない方位の再結晶粒が生成する可能性がある[31]。しかしこの場合にも、再結晶方位と双晶関係（高次の双晶関係である可能性もある）にある方位を持つ微小領域が加工組織中に存在するはずである。

<注5> 古林[32, 33] は、Fe-3%Si 合金の(111)[2 $\bar{1}1$]方位単結晶を圧延したときに生じる筋状変形帯から(011)[100]方位再結晶粒が優先的に生成することを示し、その形成機構を明らかにした。

再結晶核となるべき領域（潜在核）は材料中の弱小成分であり、極点図中には現れ得ない[35]。したがってマクロな極点図データのみに頼った研究は、材料のマクロな評価という点では意味を持つが、集合組織形成機構の解明という問題に対しては全く無力であり、よりミクロな領域の観察を併用することが不可欠である。

不均一変形組織のような局所領域観察の手段として我々は透過電子顕微鏡(TEM)を用いることができる。しかし、TEMによる観察は薄膜中の狭い領域に限定され、果たしてそれが材料全体を代表する組織なのかどうか、という疑問が常につきまとう。即ち、再結晶核の形成という現象そのものはミクロなものだが、目的とする集合組織の制御がマクロなものである以上、ミクロレベルのみ又はマクロレベルのみの観察を行なうのではなく、その材料の比較的マクロな特徴を把握した上でミクロ領域の観察を行なうといったように、ミクロ組織からマクロ組織までの一貫した研究が必要である。

すでに述べた理由から、まず変形組織を詳細に観察し、その情報を元にしてその後の再結晶挙動を検討することは的を得た手順であり、実際過去の研究の多くもその手順を踏襲している。しかし、変形前から変形後までの過程、即ち変形組織の形成を初期方位と関連させて検討した研究は、特に多結晶体の圧延変形においては非常に数少ない[30-32]。筆者はこの点に大きな問題が存在すると考える。なぜならば多結晶体中の各結晶粒は各々異なる初期方位を持っており、従って異なる変形挙動（活動すべり系の組み合わせ、量）、方位回転経路を取るはずであり、その結果変形組織の形成には無視できない初期方位依存性が関与すると考えられるからである。実際、過去に単結晶を用いた実験においては、初期方位によって変形組織が大きく異なることが報告されている[33]。従来の多結晶体の圧延・再結晶に関する研究においてこの点が無視されてきた理由は、圧延変形において各結晶粒の変形挙動を調べるのが困難であるという実験的理由に加え、次のような考えがあるためと推測される。即ち、「ある程度以上の強加工後には、材料は強い変形集合組織を形成するのだから、個々の結晶粒間の相違は無視できる」という考えである。しかしこの考えは前述したようにマクロな集合組織に立脚した論法で、弱小成分を無視するという意味で問題をはらんでいる。実際、強い変形集合組織を持った材料であっても再結晶挙動が

結晶粒によって大きく異なることを示唆する事実が示されている[34]。

さらに、多結晶体の変形・再結晶を考える場合には、粒界による変形の拘束の影響を解明することが不可欠である。「粒界による変形の拘束」とは、多結晶体中の各粒が、変形中に粒界での面力と変位の連続性を満足せねばならないことを指す。この条件ゆえに、多結晶体中の各粒の変形挙動は、同じ方位を持つ単結晶のそれと大きく異なることが予想される。変形挙動の違いはその後の再結晶挙動にも当然大きな影響を及ぼす。しかし、拘束の影響はこれまで十分には解明されておらず、多結晶体中の各粒の変形挙動を圧延前から一貫して調べることはこの点からも重要である。

以上の考察に基づき、本研究では以下の考えに立脚して研究を進めた。

- [1] 再結晶集合組織の形成機構を明らかにするためには、不均一変形組織の特徴とその形成機構を知ることが必要である。
- [2] 不均一変形組織に関する情報は、マクロな極点図データからは得られない。よってミクロな情報の収集が必要になるが、材料全体の特徴を知るためには、ミクロからマクロまでの一貫した研究が必要である。
- [3] 不均一変形組織の形成機構を明らかにするためには、変形前から変形後までの一貫した研究が必要である。特に初期方位の影響は従来看過されてきた重要な因子であり、注目して研究を行うことが必要である。
- [4] 再結晶集合組織の主成分たる方位を持つ再結晶粒が、特定の不均一変形組織から生成するか否かを明らかにする必要がある。それらが特定の不均一変形組織から生成するのであれば、その変形組織中に加工ままの状態で再結晶粒と同じ方位を持つ微小領域が存在するか否かを、さらに存在するのであればその領域はどのようにして形成されたのかを知ることが必要となる。

1. 3 本研究の手段とその特色

本研究の第一の特色は、凝固柱状晶材と単結晶材を用いることにある。

凝固柱状晶材中の各柱状晶粒の伸長方向は $\langle 001 \rangle$ 方向にはほぼ一致しており [3]、柱状晶が板を貫くように試片を切り出すことによって、強い $\{001\} \langle uv0 \rangle$ 集合組織を持つ出発材を得ることができる。この凝固柱状晶材を用いることにより、初期結晶方位を測定した結晶粒の圧延・再結晶挙動の同一視野観察が容易に行なえる。また、隣接粒の拘束の影響を考える場合には隣接粒間の方位関係が重要な因子になるが、一般のランダムな初期方位を持つ等軸多結晶体では方位関係が無数に存在し、初期方位と拘束の影響を解明することが困難である。その点、 $\{001\} \langle uv0 \rangle$ 集合組織を有する柱状晶材中の隣接粒間の方位関係の組み合わせは限られており、従来解明されなかった拘束の影響の詳細を明らかにできる可能性がある。また、凝固柱状晶材の圧延・再結晶挙動を解明することの工業的重要性は、1.1 節に述べた通りである。

柱状晶材を用いて得られるデータは、初期方位の影響と粒界の拘束の影響の双方を内包していると考えられる。そこでこれらを区別し粒界による拘束の影響をより明確にするために、本研究では単結晶材を用いてその圧延・再結晶挙動を研究する。 $\{001\} \langle uv0 \rangle$ 方位単結晶の圧延・再結晶挙動を調べることによって、粒界による拘束がない場合の挙動を知ることができる。さらに柱状晶材中の同方位の粒の挙動との比較によって、拘束がどのような影響を与えたかを知ることができる。さらにこの点をより正確に実証するために、単結晶材に人為的に幅方向の拘束を与えて圧延する実験を行なう。

本研究の第二の特色として、これらの組織学的、結晶学的観察をミクロからマクロまで様々なレベルで一貫して行う点が挙げられる。具体的には、組織学的には光学顕微鏡、透過電子顕微鏡 (TEM) を用い、結晶学的には X 線極点図法、走査電子顕微鏡 (SEM) によるマイクロファセットピット法および ECP (Electron Channeling Pattern) 法、TEM 内での電子線回折法 (制限視野回折法および微小領域からのマイクロディフラクション法) を用いる (第 2 章参照)。観察に当たっては変形組織 (特に不均一変形組織) に重点を置く。こ

れは、繰り返し述べるように、再結晶の核生成機構を司る本質的な部分が加工組織中にすでに存在するという考えに基づくものである。

1. 4. 本論文の構成

本論文は全 9 章により構成される。

第 2 章では、実験方法および解析方法について述べる。

第 3 章では、Fe-19%Cr フェライト (BCC) 単相合金の $\{001\} \langle uv0 \rangle$ 集合組織を有する凝固柱状晶材の冷間圧延挙動、および再結晶挙動を示す。柱状晶材中の多数の柱状晶粒の初期方位を測定した後にその圧延・再結晶挙動を同一視野観察する手法により、各粒の初期方位が圧延組織にどのような影響を与え、さらにそこからの再結晶挙動がどのようなものであるのかを明らかにする。その結果をもとに、各初期方位粒の特徴的な変形組織の形成機構について、初期方位の違いによる活動すべり系の相違と隣接粒による変形の拘束の影響をもとに考察する。また Fe-19%Cr 柱状晶材が BCC 多結晶体では従来報告のない $(001)[100]$ 再結晶集合組織を形成することを示し、その優先生成サイトを明らかにする。

第 4 章では、 $\{001\} \langle uv0 \rangle$ 初期方位を持つ Fe-19%Cr 合金単結晶材の冷間圧延挙動、再結晶挙動を明らかにする。従来 $\{001\} \langle uv0 \rangle$ 方位を持つ BCC 単結晶の圧延・再結晶に関する研究は数多く行われている [例えば 33, 35] が、そのほとんどは $(001)[100]$ 、 $(001)[110]$ 両方位に関するものであり、両者の中間に当たる方位について詳細に調べた例は見当たらない。本研究では、 $(001)[100]$ 近くの初期方位を持つ単結晶においてマトリクスバンド [20] と呼ばれる、多結晶体 (柱状晶材) の場合とは全く異なる不均一変形組織が形成されることを示し、この特徴的な変形組織の形成機構について考察する。さらにこれらの単結晶の再結晶挙動を明らかにする。

第 5 章では、 $(001)[100]$ および $(001)[110]$ 初期方位を持つ Fe-19%Cr 合金単結晶に人為的に幅方向の拘束を加えて圧延を施した場合の圧延挙動を示す。これは粒界による変形の

拘束の影響を直接に確かめるためであり、得られた結果を第3章で提案した拘束に関する考察をもとに検討する。

第6章では、Fe-19%Cr合金凝固柱状晶材の圧延・再結晶挙動に及ぼす圧延率、焼鈍温度および圧延・焼鈍方法の影響を明らかにする。これは第1章で得られた結果、すなわち著しい混粒を示す再結晶組織、(001)[100]再結晶集合組織が工業的に好ましくないものであるため、その改善を計るものである。

第7章では、Fe-36%Niオーステナイト(FCC)単相合金の、{001}<uv0>集合組織を有する凝固柱状晶材の圧延・再結晶挙動を明らかにする。ここでは第3章と同様に、柱状晶材の圧延・再結晶挙動を同一視野連続観察する手法を用いる。圧延挙動については、各粒の方位回転、圧延組織が初期結晶方位の影響を強く受けることを示す。一方、Fe-19%Cr合金の場合と異なり、再結晶速度、再結晶粒径が初期方位に依存せず試片内でかなり均一であることを示す。この原因について、FCCとBCCにおける転位の交叉すべりの難易に立脚した考察を行なう。さらに柱状晶材が(001)<310>再結晶集合組織を形成することを示し、その優先生成サイトを明らかにする。

第8章では、{001}<uv0>初期方位を持つFe-36%Ni合金単結晶材の圧延・再結晶挙動を示す。従来、この方位を持つFCC金属・合金の単結晶の圧延・再結晶挙動に関する研究は数少なく、特にその圧延変形組織はほとんど知られていない。本章の結果と第7章の結果を比較することにより、{001}<uv0>方位を持つFCC合金の圧延・再結晶に及ぼす粒界の拘束の影響が明らかとなる。また本章では、(001)[110]方位単結晶に変形双晶が多量に形成されることを示す。この形成理由について、初期方位をもとに幾何学的考察を行なう。さらに、変形双晶からの再結晶挙動(特に再結晶方位)を明らかにする。従来、変形双晶からどのような方位の再結晶粒が生成するかを示した研究は見られない。

第9章では、以上の結果を総括する。

参考文献

- [1] 牧 正志: CAMP-ISIJ, 1 (1988), 1674
- [2] 武智 弘、川崎 薫、鈴木 亨: 日本金属学会会報、29 (1990), 413
- [3] C. Barrett and T. B. Massalski: 「Structure of Metals」 3rd revised edition, Pergamon Press (1980), p. 535
- [4] 川原浩司: 日本金属学会誌、38 (1974), 440
- [5] K. Yamazaki and Y. Uematsu: Proc. Int. Conf. on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals (THERMEC '88) Iron and Steel Inst. Jpn., Tokyo, (1988), p. 154
- [6] Y. Uematsu and K. Yamazaki: Proc. Int. Conf. on Stainless Steels '87, Inst. of Metals, London, (1988), p. 386
- [7] Y. Shimizu, Y. Ito and Y. Iida: Metall. Trans. A, 17A (1986), 1323
- [8] J. Hirsch, E. Nes and K. Lucke: Acta Metall., 35 (1987), 427
- [9] A. Yoshie, T. Fujita, Y. Onoe and K. Okamoto: Proc. Conf. on 33rd Mechanical Working and Steel Processing, ISS-AIME (1992), p. 87
- [10] 「高性能結晶制御合金ハンドブック」、日本規格協会、p. 172
- [11] 長嶋晋一編著: 「集合組織」、丸善(1984)、p. 1
- [12] 稲垣裕輔: 鉄と鋼、78 (1992), 1635
- [13] M. Matsuo: ISIJ Int., 29 (1989), 809
- [14] 小菅張弓: 軽金属、38 (1988), 238
- [15] 津田正臣、谷内俊彦、伊藤辰哉、堀岡勝彦、根本力男: 日本金属学会会報、29 (1990), 373
- [16] G. E. G. Tucker: Acta Metall., 9 (1961), 275
- [17] 五弓勇雄、鈴木敬治郎、藤倉潮三: 日本金属学会誌、32 (1968), 742
- [18] F. Haessner: 「Recrystallization of Metallic Materials」, edited by F. Haessner, Dr. Riederer-Verlag GmbH, Stuttgart, (1978)、p. 2

- [19] 古林英一：鉄と鋼、70 (1984), 1816
- [20] R. D. Doherty：文献[18]、p. 97
- [21] 川崎宏一、松尾宗次：鉄と鋼、70 (1984), 1808
- [22] 斎藤好弘、左海哲男、前田 太、加藤健三：鉄と鋼、72 (1986), 799
- [23] T. Sakai, Y. Saito, M. Matuo and K. Kawasaki: ISIJ Int. 31 (1991), 86
- [24] 野田龍彦：日本金属学会会報、19 (1980), 638
- [25] P. J. Wilbrandt: Scripta Metall. Mater. 27 (1992), 1485
- [26] 古林英一：鉄と鋼、56 (1970), 734
- [27] E. Furubayashi: Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 9 (1969), 222
- [28] 小原嗣朗：日本金属学会セミナーテキスト「多結晶の結晶方位分布の制御と材料特性」、東京、(1992), p. 1
- [29] E. Furubayashi: Scripta Metall. Mater. 27 (1992), 1493
- [30] 阿部光延、小甲康二、林 征夫、速水哲博：日本金属学会誌、44 (1980), 84
- [31] M. Abe, Y. Kokabu, Y. Hayashi and S. Hayami: Trans. JIM, 11 (1982), 718
- [32] A. Skalli, R. Fortunier, R. Fillit and J. H. Driver: Acta Metall. 33 (1985), 997
- [33] 田岡忠美、古林英一、竹内 伸：鉄と鋼、54 (1968), 162
- [34] 稲垣裕輔：鉄と鋼、62 (1976), 1000
- [35] 田岡忠美、古林英一、竹内 伸：鉄と鋼、54 (1968), 190

第2章 実験方法

本章では、圧延方法、組織観察法、結晶方位測定法などの各章に共通する実験方法について述べる。各章に固有の実験については、各章中で詳述する。

2. 1 試料

本研究で用いた合金は、Fe-19wt. %Cr フェライト(BCC) 合金および Fe-36wt. %Ni オーステナイト(FCC) 合金の2種である。両合金は熱間鍛造丸棒または熱間圧延板として受け入れた。各々の化学組成をTable 2.1, Table 2.2 に示す。また、Fe-Cr およびFe-Ni 2元系平衡状態図[1, 2] をそれぞれFig. 2.1, Fig. 2.2 に示す。

Fe-19%Cr合金は γ ループの外側を通り、凝固後室温まで α 単相が安定である。なお、低温側には金属間化合物 σ 相(FeCr)の析出域があるが、置換型元素の拡散が起こりにくい低温であるため σ 相は長時間保持しなければ現れない。またFe-36%Ni合金は約750 K以下で $\alpha + \gamma$ 2相域に入るが、この場合の α 相析出域も低温であるため、凝固後の γ 単相状態から通常 α 相は析出せず、 γ 単相の凝固組織が得られる。またFe-36%Ni合金は0 Kまで冷却しても、さらに室温での加工によってもマルテンサイト変態を起こさないことが知られている[3, 4]。このように両合金はBCC単相あるいはFCC単相の凝固組織を得ることのできる典型的な鉄系合金であり、本研究の目的に合致した合金種である。なお、実用上もFe-19%Crはフェライト系ステンレス鋼として、Fe-36%Niはインバー合金[5, 6]として重要な材料である。

Table 2.1 本研究で用いたFe-19%Crフェライト(BCC)合金の化学組成

(mass %)								
C	Si	Mn	P	S	O	N	Cr	Fe
0.002	0.15	0.18	0.012	0.003	0.007	0.0065	18.60	bal.

Table 2.2 本研究で用いたFe-36%Niオーステナイト(FCC)合金の化学組成

(mass %)						
C	Si	Mn	P	S	Ni	Fe
0.003	0.19	0.33	0.003	0.001	36.38	bal.

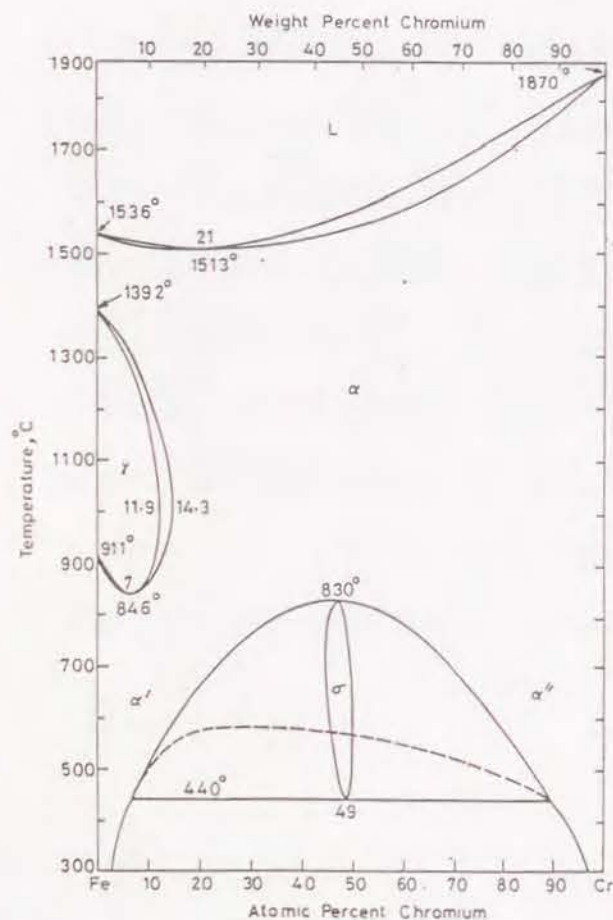


Figure 2.1 Fe-Cr 2元系平衡状態図[1]

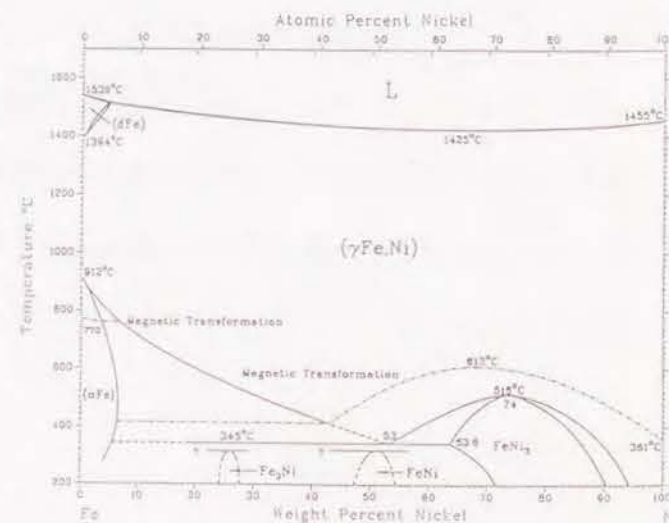


Figure 2.2 Fe-Ni 2元系平衡状態図[2]

2. 2. 凝固柱状晶材の作製

前節で示した組成のFe-19%CrおよびFe-36%Ni合金を母材に、以下の方法で凝固柱状晶材を作製した。両合金の熱間鍛造丸棒材を高周波加熱真空溶解炉中で再溶解し、金型に鑄込んで空冷することによって四角柱形状の鑄造材を得た。Fig. 2.3 に鑄造材とその断面の組織の様子を模式的に示す。この鑄造材から圧延面が鑄型壁と平行になるように、即ち圧延面法線方向が柱状晶の成長方向である $\langle 001 \rangle$ 方向と一致するように6 mm厚の試片を切り出した。さらに鑄片表面近傍のチル晶部を取り除き、圧延に供する5 mm厚の出発材を得た。このように切り出すことによって、両合金の柱状晶材とも強い $\{001\} \langle uv0 \rangle$ 初期集合組織を持つことを、極点図測定により確認した。なお、Fe-19%Cr柱状晶材は、凝固後の冷却時に析出した炭化物 ($M_{23}C_6$) [7] を溶解させるために、1423 K (1150°C) で 1.8ksの溶体化処理後水冷し、圧延に供した。Fig. 2.4 に柱状晶材の模式図を示す。ここでRD、TD、NDとはそれぞれ、Rolling Direction (圧延方向)、Transverse Direction (幅方向)、Normal Direction (圧延面法線方向) の略号であり、以後各々の方向に垂直な面のことをRD面、TD面、ND面 (圧延面) と呼ぶことにする。

Figs. 2.5、2.6 にはFe-19%Cr柱状晶材およびFe-36%Ni柱状晶材の圧延前のND面およびTD面上の光学顕微鏡組織を示す。いずれの場合も柱状晶がほぼ板厚を貫通して伸長している。両合金とも圧延前の平均柱状晶直径は $450 \mu m$ であった。Fig. 2.6 において各粒内に網目状に見える組織は、凝固セルに対応したNiの偏析領域であることがEPMAによる元素分析の結果明らかとなった。この偏析は長時間の溶体化処理によっても除去できなかった。またFe-36%Ni合金は通常焼鈍双晶を多く含むことが知られているが、凝固柱状晶材中に焼鈍双晶は全く存在しなかった。

次に凝固柱状晶材を用いた同一視野連続観察実験の概略を説明する。Fig. 2.7 はその手順を模式的に示したものである。まず出発材中の複数の柱状晶粒の方位を ECP

(Electron Channeling Pattern) 法[8] またはマイクロファセットピット法[9-15]により測定し、光学顕微鏡組織を写真撮影しておく。これを一方向に冷間圧延した後、初期方

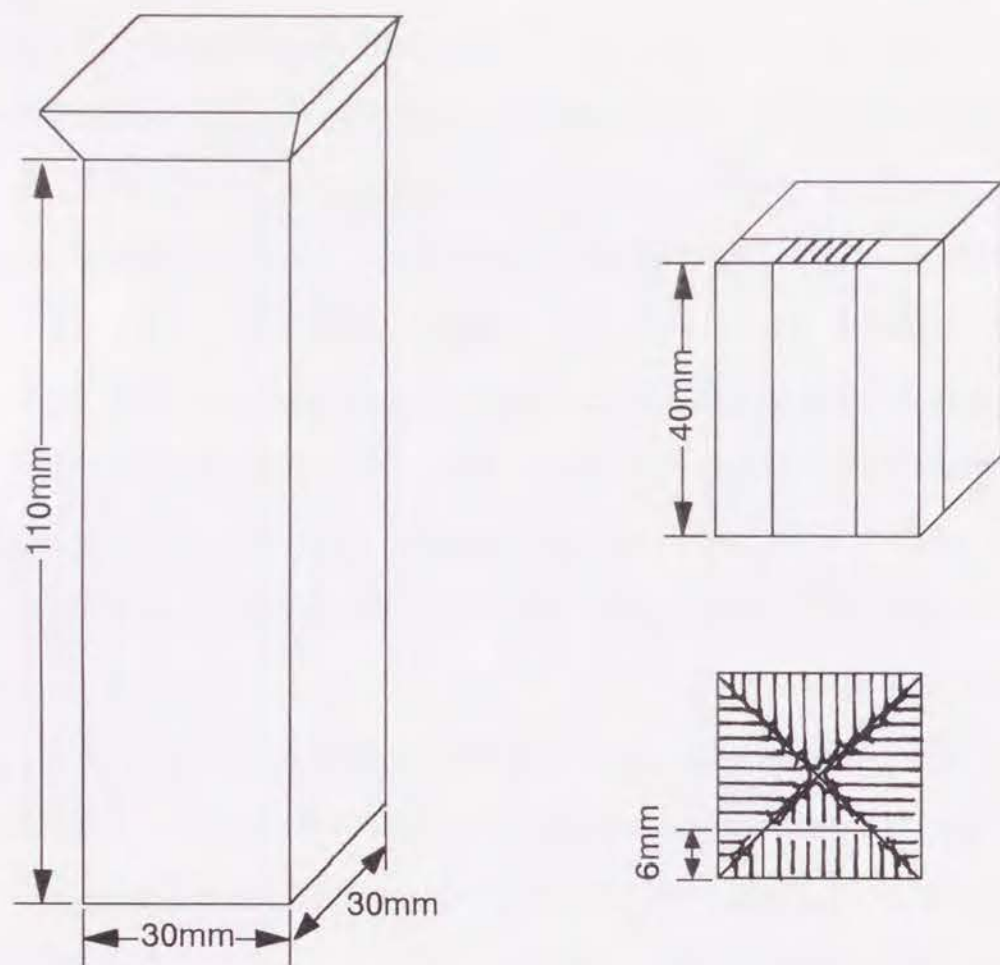


Figure 2.3 鋳造材とその断面の組織の模式図

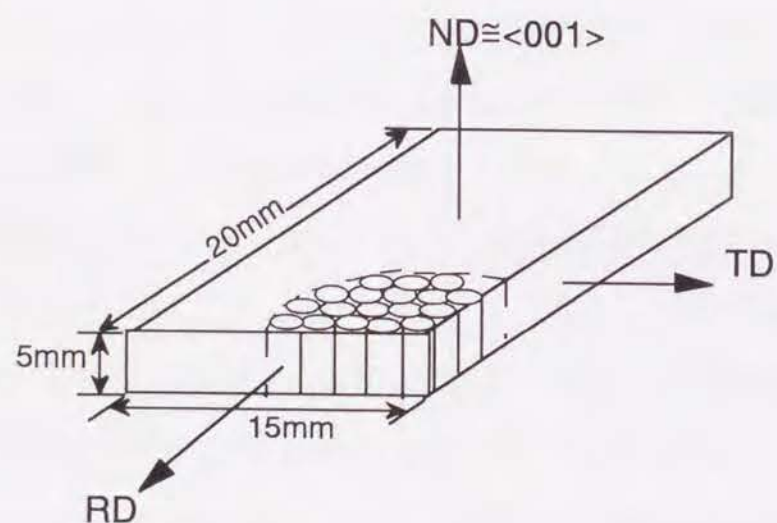


Figure 2.4 凝固柱状晶材試片の模式図

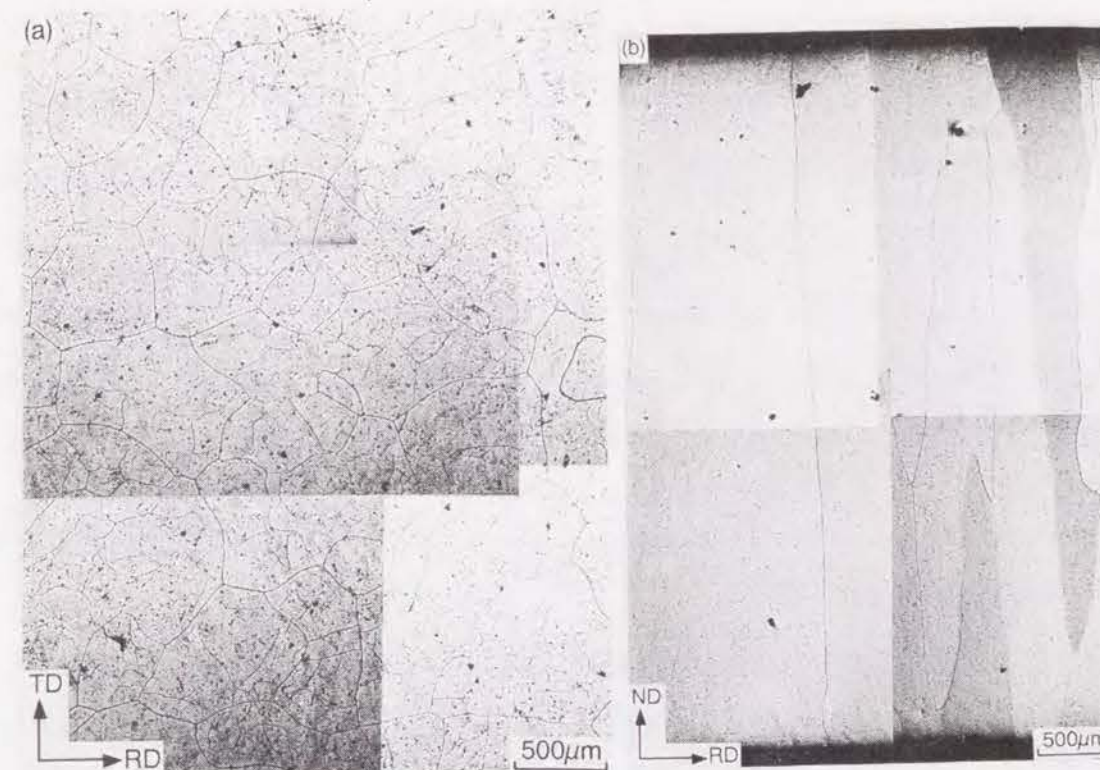


Figure 2.5 Fe-19%Cr(BCC) 合金凝固柱状晶材の圧延前光学顕微鏡組織

(a) ND面観察

(b) TD面観察

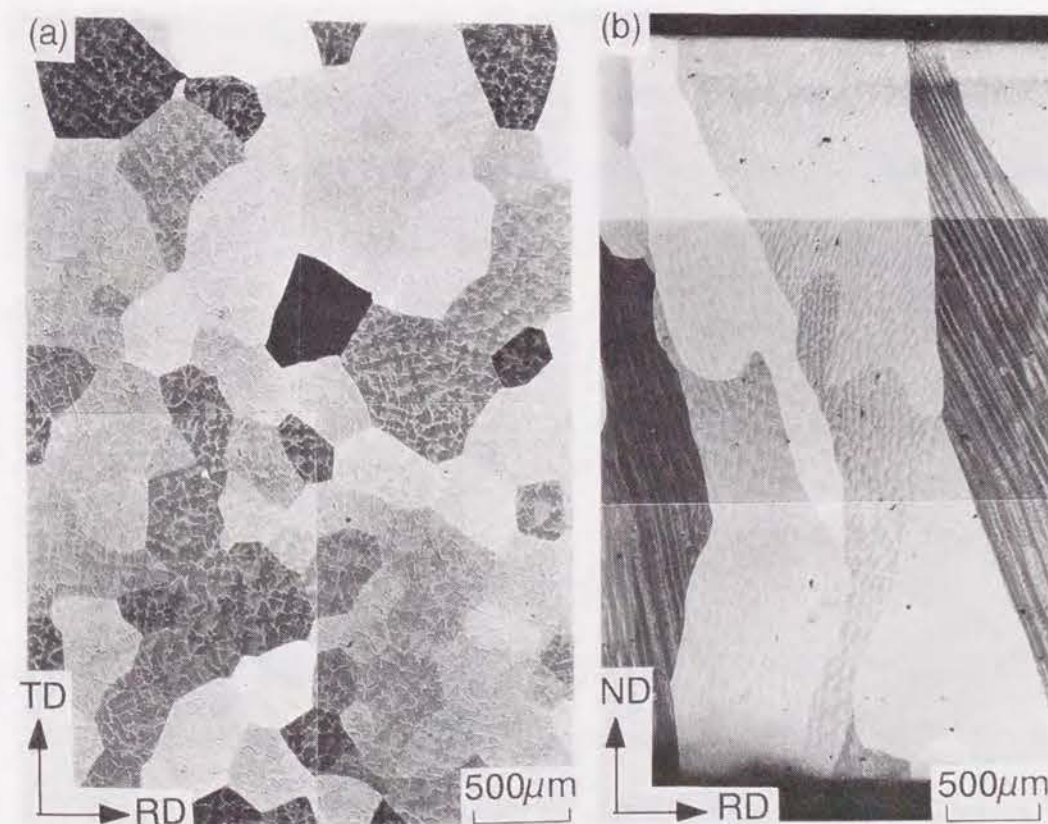


Figure 2.6 Fe-36%Ni(FCC) 合金凝固柱状晶材の圧延前光学顕微鏡組織

(a) ND面観察

(b) TD面観察

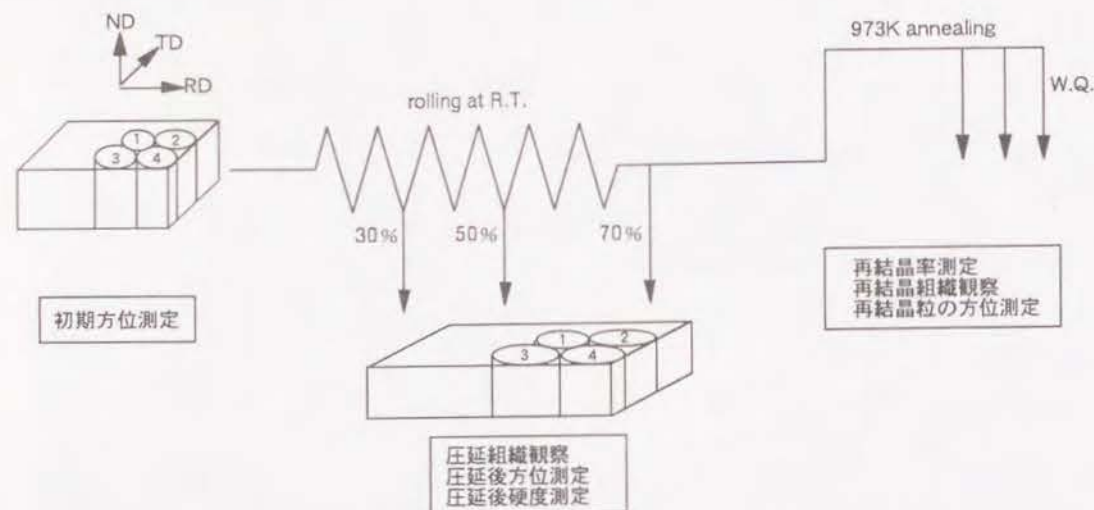


Figure 2.7 柱状晶材を用いた、圧延・再結晶挙動の同一視野観察実験の手順

位を測定した粒の圧延組織を観察し、圧延後方位、圧延後硬度などを測定する。最終圧延率は両合金とも70%であり、Fe-19%Cr合金においては途中30%、50%圧延時に、Fe-36%Ni合金では50%圧延時にも組織観察を行った。続いて70%圧延材に対して973K(700℃)に保持したソルトバス中での焼鈍・水冷を繰り返し、初期方位測定粒の再結晶組織観察、再結晶率測定、再結晶粒の方位測定を行った。

2. 3. 単結晶材の作製

Fe-19%Cr合金、Fe-36%Ni合金ともに、Bridgman法[16]により単結晶を作製した。作製には雅慶電機製作所製単結晶作製装置STAF-F2000Dタイプ特殊型を使用した。両合金の熱間鍛造丸棒材を適当な長さに切り出し、表面の酸化物スケール層を削除した後アルミナるつぽにいれ、炉内に挿入した。炉内の最高加熱部が各合金の融点以上になるよう温度を設定し、るつぽを降下させることによって単結晶が得られた。降下速度はFe-19%Crにおいて12mm/h、Fe-36%Niにおいて4.8mm/hが最適であった。Fe-19%Cr合金単結晶には亜粒界が存在したが、その方位差は多くが1°程度、最大で5°程度であり、実験の目的には十分良好な単結晶であった。これらの単結晶材を目的の方位に切り出して圧延・再結晶実験に供した。なおFe-19%Cr単結晶材は、柱状晶材と同様に1423K、1.8ksの溶体化処理・水冷を施して炭化物を溶解させた後に圧延に供した。

2. 4. 等軸晶材の作製

柱状晶材の圧延・再結晶挙動の特徴を比較によって明らかにするために、両合金の等軸晶材の圧延・再結晶挙動をも調べた。等軸晶材は以下の手順で作製した。

Fe-19%Cr合金の熱間鍛造丸棒材(組成はTable 2.1に同じ)を冷間圧延・焼鈍後水冷することにより、平均粒径45μmおよび760μmの等軸晶材を得た。

Fe-36%Ni合金においては、Table 2.2と同じ組成の熱間圧延材を1423Kで保持して粒

成長させ、平均粒径 $220\mu\text{m}$ の等軸晶材を得た。

両合金とも、等軸晶材は強い初期集合組織を持たなかった。

2. 5. 圧延

試料にはいずれの場合も、室温で一方向に圧延を施した。用いた圧延機はロール径 170mm の 2 段式圧延機と、ロール径 100mm 、ロール周速 0.18m/s の 2 段式圧延機の 2 種である。圧延は各パスの圧下量が約 0.2mm となるように多パス圧延にて行った。

2. 6. ビッカース硬度測定

圧延前、圧延後、再結晶後などの試料のビッカース硬度を測定した。松沢精機製微小硬度計 MHT-1 型を用い、 10gf (0.098N) から 1kgf (9.8N) までの種々の荷重で測定を行った。用いた荷重は個々のデータに併記する。

2. 7. 組織観察

組織観察は光学顕微鏡および透過電子顕微鏡 (TEM) を用いて行った。

光学顕微鏡観察のための組織現出の前に、両合金を機械研磨後、 10% 過塩素酸 (HClO_4) + 90% 酢酸 (CH_3COOH) 溶液中で電解研磨して鏡面に仕上げた。電解研磨は、電位を上げても電流密度が一定となるような不働態域で、Fe-19%Cr の場合は 120 秒、Fe-36%Ni の場合は 30 秒行った。Fe-19%Cr 合金の圧延組織の現出は、 10% シュウ酸 ($(\text{COOH})_2$) 水溶液中で、電流密度約 $3\text{mA}/\text{mm}^2$ 、 90 秒間電解腐食することにより行った。Fe-19%Cr 合金の焼鈍時の組織は、 5ml 硝酸 (HNO_3) + 15ml 塩酸 (HCl) + 15ml グリセリン溶液 (王水グリセリン) 中で腐食することにより現出した。Fe-36%Ni 合金の組織は、 40g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 100ml H_2O 溶液中で腐食することにより現出した。粒径測定と再結晶率測

定はともに光学顕微鏡組織上で行った。平均粒径 (D) は平均粒切片長さ (L) を求めて、式 $D = 1.128L$ を元に計算し [17]、再結晶率はポイントカウンティング法により行った。

透過電子顕微鏡観察用の薄膜は以下のようにして作製した。まず、試料から直径 3mm のディスクを放電加工機により抜き出す。ディスクの切り出し方は 2 通りあり、薄膜が ND 面に平行になるように、または TD 面に平行になるように抜き出した。強圧延を受けた材料中の転位組織 (セルなど) は圧延面にはほぼ平行な薄板状の形状を持つ場合が多く、これらの観察には圧延面に垂直な薄膜を用いることが望ましい [18, 19]。TD 面に平行なディスクを切り出すにあたっては、試料に Ni めっきをすることにより厚みを 3mm 以上にし、そこからディスクを切り出した。Fig. 2.8 に示すように、ディスクには RD 方向に平行な切れ目をいれ、観察時に試料ホルダー中で一定方向にいれることによって、観察時の RD 方向を決定した。 3mm ϕ のディスクを 0.5g クロム酸 (CrO_3) + 50ml 過塩素酸 (HClO_4) + 950ml 酢酸 (CH_3COOH) 溶液中で twin jet 法 [20] により電解研磨し、薄膜を作成した。薄膜を透過電子顕微鏡 JEM200CX 中で、加速電圧 200kV で観察した。

2. 8. 結晶方位測定

本研究では、目的に応じてマクロからミクロまで様々なレベルの結晶学的情報を得るために、種々の手法で結晶方位測定を行なった。その測定法と、対象とする領域の大きさを Fig. 2.9 に示す。

最もマクロな方位測定法は X 線回折による極点図測定 [21] である。測定には Philips 社製 X 線回折装置 PW1700 を用い、 $\text{MoK}\alpha$ 線 (Zr フィルター) によって Shultz 反射法に従って行った。

次に、数十 μm 径の領域の方位測定のために、ECP 法 [8] およびマイクロファセットピット法 [9-15] を用いた。ECP 法とは、走査電子顕微鏡 (SEM) 内で $10\mu\text{m}$ 径程度の領域に電子ビームを集中して当て、角度走査することで得られる非弾性散乱波による回折模様 (擬菊池線) をもとに方位解析を行う方法で、真の方位との測定誤差が 0.1° 程度と極め

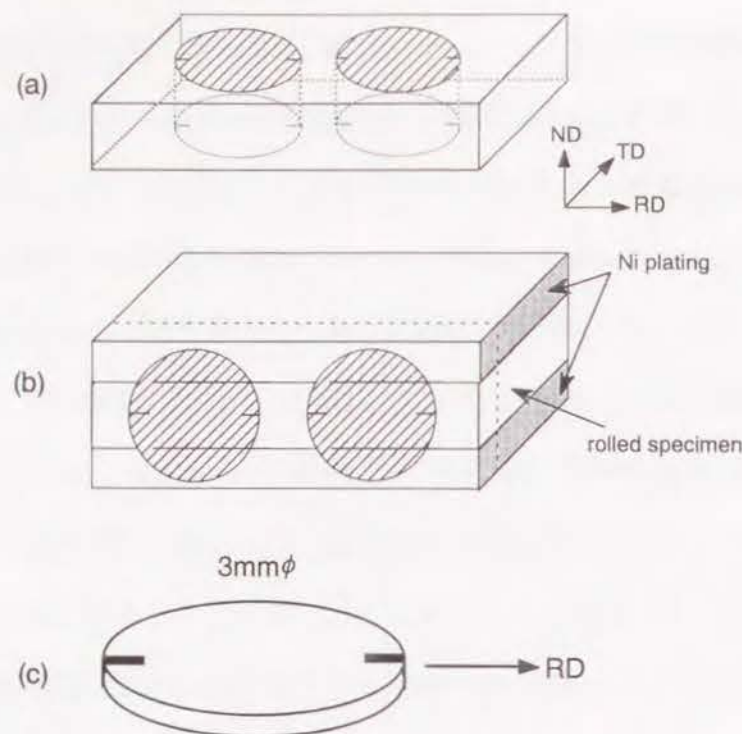


Figure 2.8 TEM 観察用ディスクの切り出し方

- (a) ND面に平行に切り出す
- (b) Niめっきをした後、TD面に平行に切り出す
- (c) 切り出したディスクの模式図

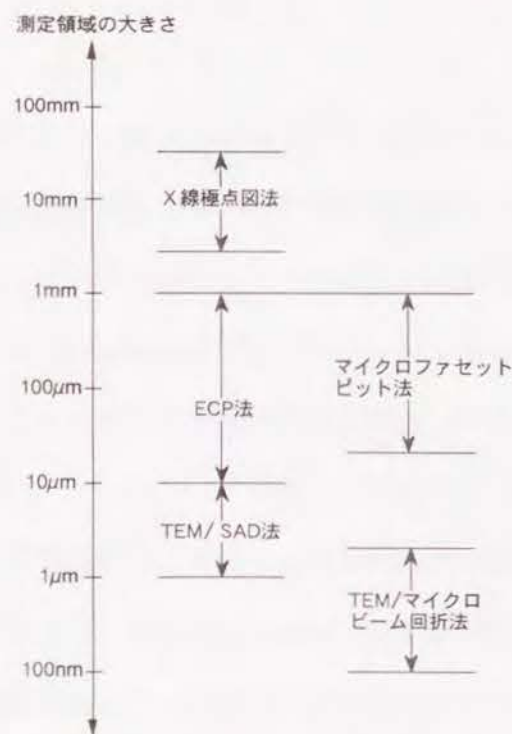


Figure 2.9 本研究で用いた結晶方位測定法と、その測定対象領域の大きさ

て小さい。ただし ECP像は数%以上加工した材料からは得ることができず、したがって ECP 法による方位測定は、主に個々の再結晶粒に対して行った。加工材の方位測定に、マイクロファセットピット法を利用した。これは材料中に {100}、{110}、{111} 面などの低指数面のファセットより成るエッチピットを現出させ、それを SEM観察して各ピットの綾線間の角度より方位を決定する方法である。その測定誤差は 5° 以下と ECP法には劣るものの、TEM 観察のように薄膜作成の必要がなく、バルク材の広い領域を光顕組織と対応させて観察・測定できる利点がある。Fe-19%Cr合金については、電解研磨後、1% $(\text{CH}_3)_4\text{NCl} + 10\%\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{CH}_3 + 89\%\text{CH}_3\text{OH}$ 溶液中で電位 $3.3\text{mV}/\text{mm}^2$ 、90秒の電解研磨を行うことにより、Fig. 2.10に示すような BCCの最密面である {110}面より成る良好なピットが得られた。このピットの SEM写真をもとに $\langle 111 \rangle$ 綾線間の角度を測定し、竹内のチャート[10, 11]を用いて方位を解析した。Fe-36%Ni合金においては、電解研磨後、5cc $\text{H}_2\text{O}_2 + 4$ 滴の $\text{HCl} + 5\text{cc } \text{H}_2\text{O}$ 溶液中に浸すことにより、Fig. 2.11に示すような {100}面と {111}面よりなるファセットピットが得られた。このピットの SEM像より $\langle 110 \rangle$ 綾線間の角度を測定し、コンピュータにより作成した種々の方位のエッチピットの形状を表す図と照合することによって方位を決定した。

さらに微小な領域 ($10\mu\text{m}$ 径以下) の方位測定は、TEM 内での電子線回折法により行った。大まかな測定には、制限視野電子線回折 (SAD)法を用いた。これは視野制限絞りによって機械的に電子ビームの当たる領域を制限し、その領域から得られる回折図形を元に方位解析を行う方法であり、非常に簡便であるが、低指数の極の近くのかかなり広い方位範囲で同じ回折図形が得られるために測定誤差がかなり大きく、かつ電子線の回り込みなどの影響から最小で $1\mu\text{m}$ 径の領域からの情報しか得られないという欠点がある[22]。そこでより厳密な局所領域の方位測定のために、マイクロビーム回折法を用いた。これは電子ビーム自体を $0.1\mu\text{m}$ 径程度に絞って照射することにより、得られる菊池線 (ECP 像と同様のもの) または回折斑点をもとに方位解析を行う方法であり、非常に微小な領域のみの情報が得られ、菊池線を用いる場合には正確な方位測定ができる[23]という利点がある。

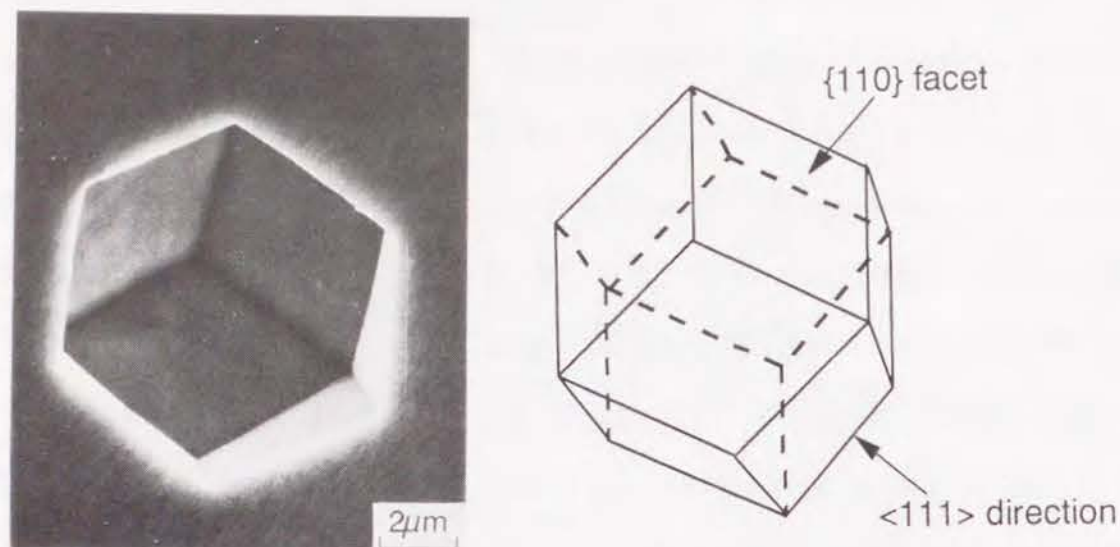


Figure 2.10 Fe-19%Cr(BCC) 合金におけるマイクロファセットピット
(a) 70%圧延材上に現出した {110} 面よりなるマイクロ
ファセットピットの SEM 像
(b) {110} 面よりなる十二面体の模式図

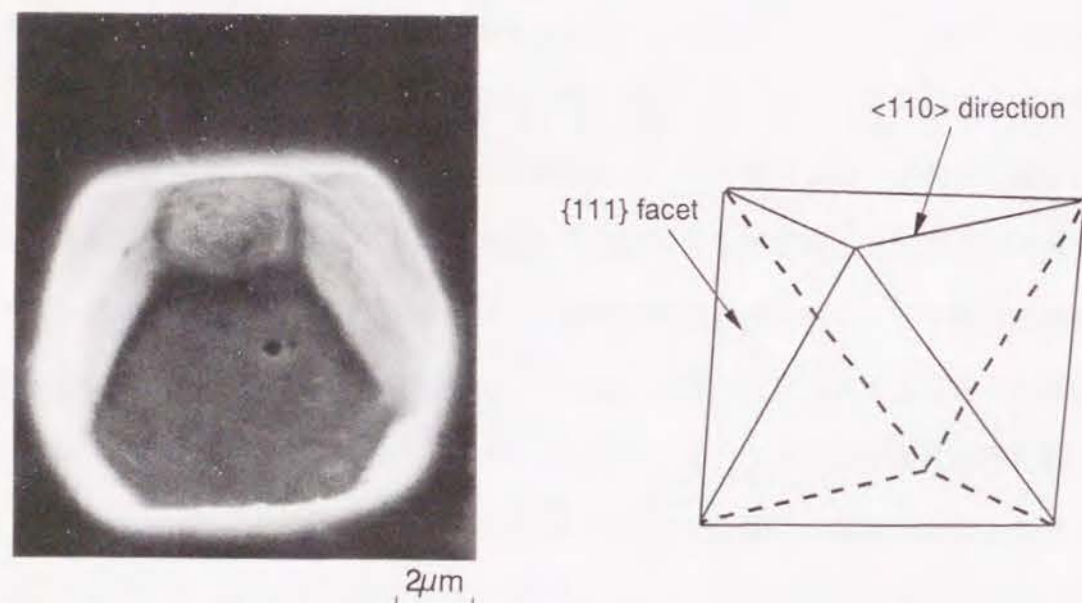


Figure 2.11 Fe-36%Ni(FCC) 合金におけるマイクロファセットピット
(a) 70%圧延材上に現出した {111} 面と {100} 面よりなる
マイクロファセットピットの SEM 像
(b) {111} 面よりなる正八面体の模式図

参考文献

- [1] V. Raghavan : 「Phase Diagrams of Ternary Iron Alloys」, ASM, (1987)
- [2] T. B. Massarski, et al. : 「Binary Alloy Phase Diagrams」, ASM, (1986)
- [3] 西山善次 : 「マルテンサイト変態 基本編」, 丸善, (1971), p.166
- [4] L. Kaufman and M. Cohen: Trans. AIME, 206 (1956), 1393
- [5] 斎藤英夫、藤森啓安 : 日本金属学会会報、7 (1968), 263
- [6] 津田正臣、谷内俊彦、伊藤辰哉、堀岡勝彦、根本力男 : 日本金属学会会報、29 (1990), 373
- [7] 谷野 満 : 日本金属学会会報、11 (1972), 203
- [8] 柴柳敏哉、堀茂徳 : 軽金属、42 (1992), 306
- [9] 黒澤文夫、田口 勇、谷野 満 : 日本金属学会会報、20 (1981), 377
- [10] 竹内 栄、本間敏夫、池田 晋 : 日本金属学会誌、22 (1958), 320
- [11] 竹内 栄、池田 晋 : 日本金属学会誌、22 (1958), 324
- [12] G. E. G. Tucker and P. C. Murphy: J. Inst. Met. 8 (1952-53), 235
- [13] 田岡忠美、小笠和男、古林英一、竹内 伸 : 日本金属学会誌、30 (1966), 820
- [14] 早川 浩、今村 淳 : 日本金属学会会報、18 (1979), 262
- [15] 木下凱雄、竹田誠一 : 日本金属学会会報、18 (1979), 642
- [16] 中江秀雄 : 「凝固工学」、アグネ (1987), p.140
- [17] 梅本 実、田村今男 : 熱処理、24 (1984), 334
- [18] 稲垣裕輔 : 鉄と鋼、78 (1992), 1635
- [19] H. Inagaki: Z. Metallkunde, 81 (1990), 474
- [20] 日本電子顕微鏡学会関東支部編 : 「先端材料評価のための電子顕微鏡技法」、朝倉書店、(1991)、p.103
- [21] 長嶋晋一編著 : 「集合組織」、丸善 (1984), p.1
- [22] E. Furubayashi: Scripta Metall. Mater. 27 (1992), 1493
- [23] 鮎山 恵、柳田美由紀、時実正治 : 日本金属学会誌、57 (1993), 726

第3章 Fe-19%Crフェライト合金凝固柱状晶材の圧延・再結晶

3. 1. 序

本章では、Fe-19%Cr(BCC) 合金（フェライト系ステンレス鋼）凝固柱状晶材を70%冷間圧延、973K焼鈍した場合の圧延・再結晶挙動を示す。第1章で述べたように、ストリップ連铸プロセス [1, 2]によってフェライト系ステンレス鋼のような凝固後固相変態を起こさない材料を製造するためには、凝固組織の圧延・再結晶挙動の解明が不可欠である。柱状晶組織は結晶が一方向に伸長しているだけでなく、強い{001}<uv0>集合組織を有している [3]。フェライト系ステンレス鋼、3%Si鋼などのBCC 単相鋼の圧延・再結晶挙動に関する研究は数多く行われているが、それらのほとんどは初期集合組織のほぼランダムな等軸多結晶材に関するものであり、柱状晶組織を出発材とした研究は数少ない [4-7]。

Yamazaki and Uematsu [4, 5]はFe-16%Cr合金の柱状晶材および等軸晶材を種々の温度で熱間圧延し、変形帯の形成と焼鈍時の挙動を調べた。彼等は、両材とも熱間圧延によって幅の広い変形帯（マトリクスバンド）を形成するが、バンド間の方位差は等軸晶材においては $20^{\circ} \sim 40^{\circ}$ であるのに対し、柱状晶材では $10^{\circ} \sim 20^{\circ}$ と小さいこと、また、これらの変形帯は焼鈍時の優先的再結晶サイトとなり得ることを示した。また、Shimizu ら [6]はFe-3%Si 合金の柱状晶材を熱間圧延し、表面近傍に(110)[001]圧延集合組織が発達することを示した。一方、川原 [7]はフェライト系ステンレス鋼のリジング現象の解明のため、Fe-17%Cr合金柱状晶材を種々の方向に切り出して冷間圧延・焼鈍し、{001}<uv0>初期集合組織を持つように圧延した場合に最も顕著なリジングが現れることを示した。川原はこの原因を柱状晶の形状に起因するものと考えた。しかし、これらの研究においては柱状晶の圧延前初期結晶方位の影響は考慮されていない。

従来、圧延・再結晶挙動に与える初期結晶方位の影響は、単結晶を用いて調べられてきた。BCC 結晶を持つものとしてはFe [8-13], Fe-C [14], Fe-Si [8, 15-44], Fe-Al [45, 46], Mo

[47-49], Nb [50], Ta [51] などの金属・合金における種々の方位の単結晶に対して研究が行われている。中でも田岡ら [31-34]の研究は、多数の方位の Fe-3%Si 合金単結晶の圧延・再結晶挙動を系統的に調べた特筆すべきものである。彼等は{001}<uv0>に含まれる方位として(001)[100]、(001)[410]、(001)[110]の3種を調べた。それによると、これらの単結晶はBCC の圧延安定方位である(001)<110>に向かう方位回転を起こし、また、ほかの方位の単結晶に比べて再結晶を起こしにくい。同様の結果は他の多くの研究者によっても報告されている [8, 14-17, 26, 27, 29, 31-39, 44, 47, 49, 51]。特に(001)[100]方位単結晶は、RD方向に長く伸びたマトリクスバンドと呼ばれる特殊な変形組織（第4章参照）を形成することが知られており、多数の研究が行われてきた [8, 14-17, 26, 27, 29, 31-37, 47, 49]。一方、圧延安定方位である(001)[110]方位単結晶は極めて再結晶を起こしにくく、圧延後、試片端部の不均一変形部を切り取った後に焼鈍すると、70%圧延後、1473K 20時間焼鈍によっても全く再結晶を起こさないとの報告もある [14, 31-35, 38, 39, 44, 49, 51]。

しかし、多結晶体である柱状晶材中の各柱状晶粒が、これら単結晶と同様の挙動を示すとは限らない。なぜならば、多結晶体中の結晶粒は変形中、粒界において面力と変位の連続性を満足せねばならないからである。これを粒界による変形の拘束と呼ぶ。多結晶体における粒界の拘束の重要性は古くから認識されてきたが、拘束による影響の詳細は依然として解明されていない。特に圧延のような複雑な変形を対象とした研究は非常に数少ない [52-54]。

本章では、初期方位を測定したFe-19%Cr合金柱状晶粒の圧延・再結晶挙動を同一視野観察する。これによって各結晶粒の初期方位の影響が明らかになると同時に、先に述べた単結晶の結果との比較を行うことにより、粒界の拘束の影響を知ることができる。

3. 2. 同一視野観察実験の方法

柱状晶材試片は、柱状晶粒の伸長方向がNDに平行になり、各柱状晶粒が板厚を貫通す

るように切り出した (Fig. 2.4)。柱状晶材の圧延前組織は Fig. 2.5に示した通りである。

Fig. 3.1 は、柱状晶材試片の圧延前の {100} および {110} 極点図である。{100} 極点図において中心部に強い集積が認められ、{110} 極点図では中心から約45° の位置に円環状の集積が見られる。これより柱状晶材が強い {001} <uv0> 集合組織を有することがわかる。

圧延・再結晶挙動に与える初期方位の影響を明らかにするために、60個程度の柱状晶粒の初期方位をECP法 [55]、またはマイクロファセットピット法 [56, 57]により測定し、その圧延・再結晶挙動を同一視野観察した。試片は主に圧延挙動を調べるものと、主に再結晶挙動を調べるものの2個を用意し、それぞれ65個、66個の柱状晶粒の初期方位を測定した。以後、各々の試片を試片Ⅰ、試片Ⅱと呼ぶ。初期方位を測定した柱状晶粒を、以下の規則にしたがって4つのグループに分類した。まず、初期 [001] 方向がNDから15° 以上離れているものを、ND≠[001] (グループD) とした。それ以外の粒は、初期 [100] 方向がRDから10° 以内の物を(001)[100]初期方位粒 (グループA)、初期 [110] 方向がRDから10° 以内にあるものを(001)[110]初期方位粒 (グループC)、残りを(001)[510]~[320]初期方位粒 (グループB) とした。Table 3.1, Table 3.2 にそれぞれ試片Ⅰ、Ⅱ中の初期方位測定粒の分類結果を示す。Fig. 3.2 は、試片Ⅰ、Ⅱ中の初期方位を測定した領域の圧延前組織の模式図である。各粒中の記号A、B、C、Dは、各粒の属する初期方位グループを表す。また、図中で#1、#2などと印をつけた粒は、後に詳述するように例外的な圧延組織、方位回転、再結晶速度を示した粒である。

試片Ⅰ、Ⅱを用いた同一視野観察実験の手順をFig. 3.3 に示す。試片Ⅰには、初期方位を測定した後、室温で一方向に圧延を施した。圧延率30%、50%、70%において各粒の圧延組織の光学顕微鏡観察、マイクロファセットピット法による圧延後方位の測定、硬度測定を行った。試片Ⅱには、室温で70%の圧延を施した。各粒の圧延組織、硬度の初期方位依存性は、試片Ⅰと良く一致していた。圧延を施した試片Ⅱは、973Kに保持したソルトバス中での焼鈍と水焼入れを繰り返し、各段階で光顕組織観察、再結晶率の測定を行った。また、7.2ks 焼鈍後には個々の再結晶粒の方位を ECP法により測定した。

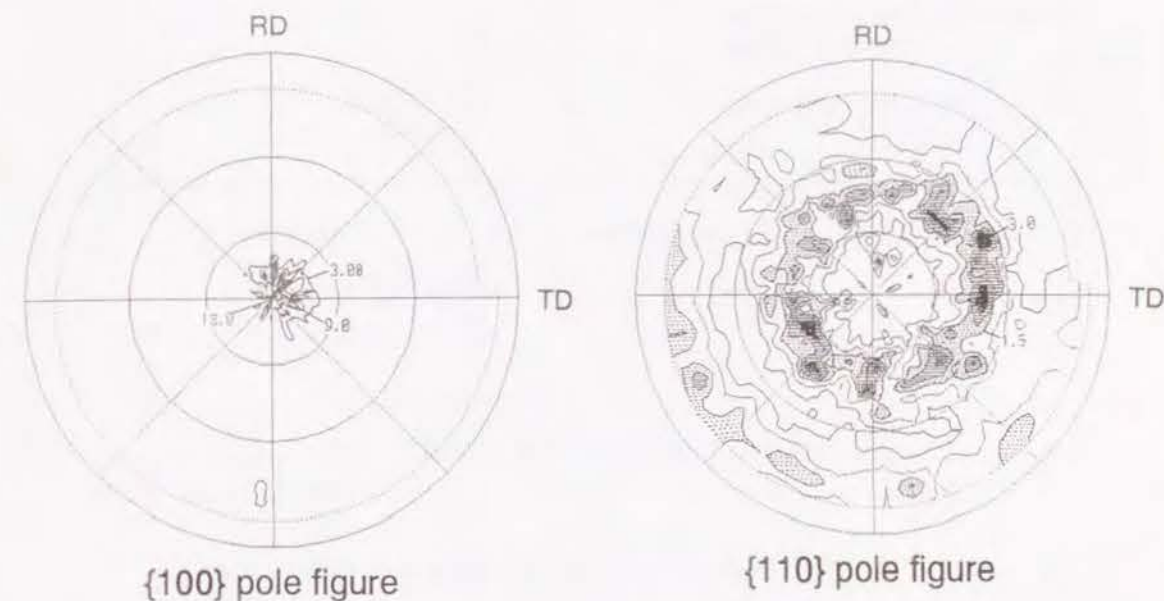


Figure 3.1 Fe-19%Cr柱状晶材の圧延前極点図

Table 3.1 Fe-19%Cr柱状晶材試片 I 中の初期方位を測定した65粒の、初期方位による分類

Group	Condition	Number of Grains	Main Orientation after 70% reduction	Crystal rotation by rolling
A : (001)[100]	ND - [001] $\leq$ 15 deg. RD - [100] $<$ 10 deg.	11	(001)[100]	(unrotated)
B : (001)[510] - [320]	ND - [001] $\leq$ 15 deg. RD - [100] $\geq$ 10 deg. RD - [110] $\geq$ 10 deg.	22	(001)[110]	(rotated)
C : (001)[110]	ND - [001] $\leq$ 15 deg. RD - [110] $\geq$ 10 deg.	8	(001)[110]	(unrotated)
D : ND $\napprox$ (001)	ND - [001] $>$ 15 deg.	24	(001)[110] or (111)[110]	(rotated)

Table 3.2 Fe-19%Cr柱状晶材試片 II 中の初期方位を測定した66粒の、初期方位による分類

Group	Condition	Number of Grains Observed	Rolled Microstructure	Vickers Hardness Number After 70% Cold Rolling
A : (001)[100]	ND - [001] $\leq$ 15 deg. RD - [100] $<$ 10 deg.	14	elongated deformation bands	230-250
B : (001)[510] - [320]	ND - [001] $\leq$ 15 deg. RD - [100] $\geq$ 10 deg. RD - [110] $\geq$ 10 deg.	26	smooth-etching matrix + fine deformation bands near grain boundaries	200-240
C : (001)[110]	ND - [001] $\leq$ 15 deg. RD - [110] $\geq$ 10 deg.	12	smooth-etching matrix	190-210
D : ND $\napprox$ (001)	ND - [001] $>$ 15 deg.	14	—	—

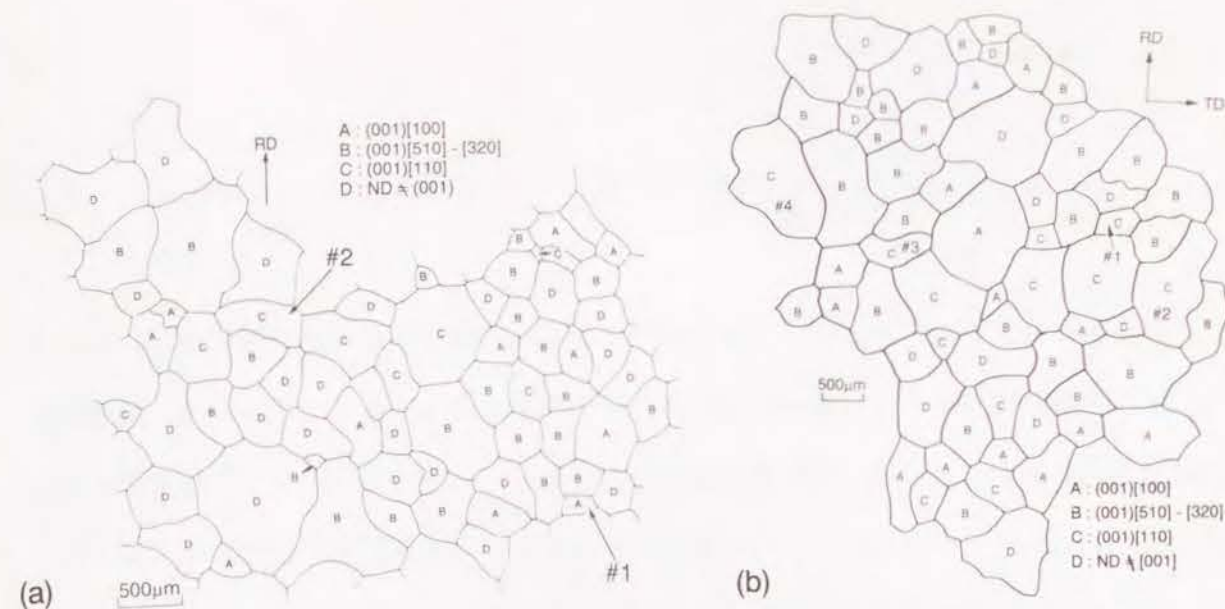


Figure 3.2 Fe-19%Cr柱状晶材中の同一視野観察領域の圧延前組織の模式図

(a) 試片 I。65粒。

(b) 試片 II。66粒。

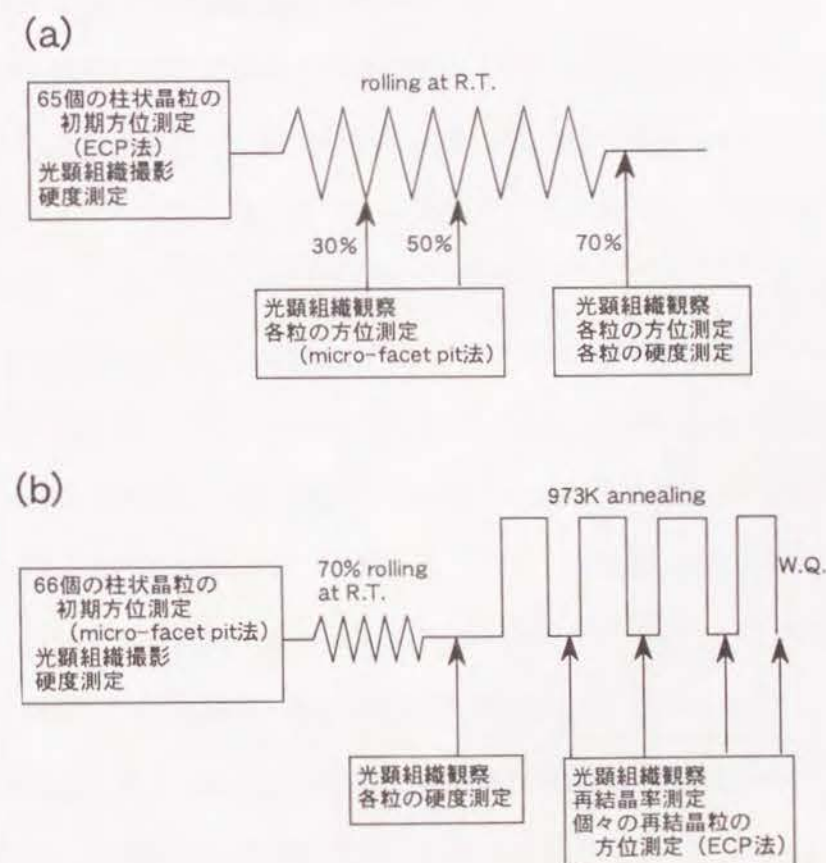


Figure 3.3 同一視野観察実験の手順

(a) 試片 I。圧延挙動の観察。

(b) 試片 II。再結晶挙動の観察。

3. 3. 圧延挙動

3. 3. 1. 圧延に伴う結晶方位回転

Fig. 3.4 は、柱状晶材および比較用の等軸晶材の70%圧延後の極点図である。(a) より、柱状晶材の70%圧延後集合組織は $\{001\}\langle 110 \rangle$ を主方位とすることが分かる。等強度線のTD方向への広がり、RD= $\langle 110 \rangle$ を回転軸として $\{112\}\langle 110 \rangle$ 方位へ向かう方位分散の存在を示している。これらの方位は、BCC 金属・合金における圧延安定方位である [58]。一方 (b)によれば、等軸晶材の場合にも $\langle 001 \rangle$ //ND 成分が存在するものの、TD方向への広がりが柱状晶材よりも大きく、 $\{110\}$ 極点図によればむしろ $\{112\}\langle 110 \rangle$ が主方位となることがわかる。

Fig. 3.5 に、グループA、B、Cに属する各粒の圧延後方位をマイクロファセットピット法により測定した結果を示す。図中、同一粒は同一のシンボルで示されている。なお、グループAに属する粒は、圧延後同一粒内での方位のばらつきがやや大きかったが、その中で最も頻繁に観察される方位を代表として選んだ。図より、グループAのほとんどが70%圧延後もほぼ $(001)[100]$ 方位を維持していることが分かる。ただし、粒#1だけは $\{111\}\langle 110 \rangle$ 方位への方位回転をおこなっている。 $(001)[100]$ 方位の残存は、Fig. 3.4(a)に示したマクロな極点図からは読み取ることができない。また、グループCの大部分も初期方位を維持しているが、この場合も粒#2だけは例外的に大きく方位回転をおこなっている。一方、グループBは、圧延に伴って、圧延面を (001) に保ったまま $(001)\langle 110 \rangle$ への方位回転を起こす傾向がある。すなわち、各結晶粒の圧延に伴う方位回転は、初期方位に依存して異なる。これらのうち特に注目すべき点は、 $(001)[100]$ 初期方位粒の結果である。従来、 $(001)[100]$ 方位 BCC単結晶は、圧延にともなって $(001)\langle 110 \rangle$ 方位への方位回転を起こすとされている [例えば8]。それに反して、 $(001)[100]$ 柱状晶粒（多結晶材）はほとんど方位回転を起こしていない。すなわち、この方位においては単結晶と多結晶との結果に大きな相違があり、粒界の拘束が大きな影響を及ぼしていることを示唆している。

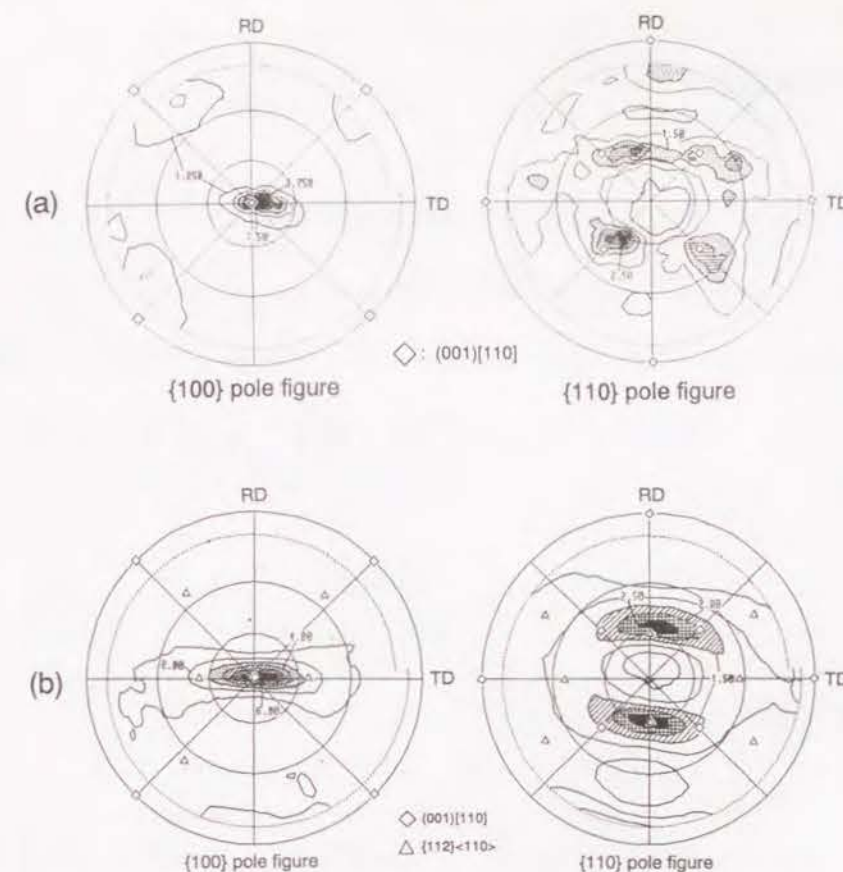


Figure 3.4 Fe-19Cr柱状晶材および等軸晶材の70%圧延後の $\{100\}$ および $\{110\}$ 極点図
(a) 柱状晶材
(b) 等軸晶材

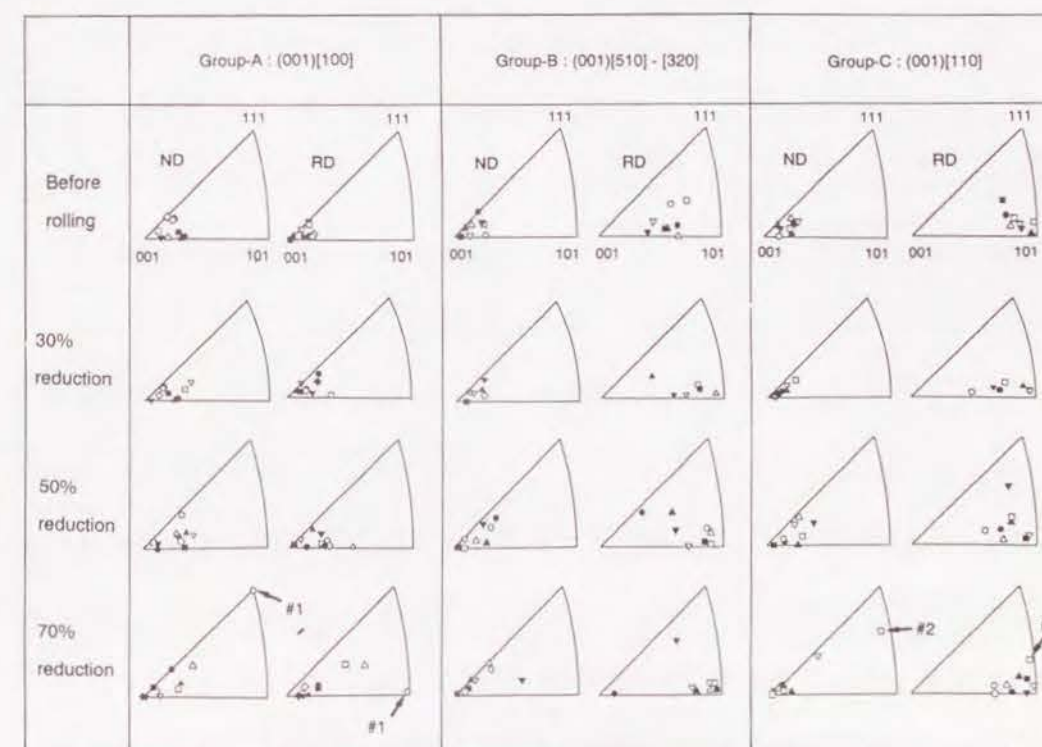


Figure 3.5 試片 I 中の柱状晶粒の、圧延に伴う結晶方位回転

3. 3. 2. 圧延前後の各粒の硬度

Fig. 3.6 に、各粒の圧延前および70%圧延後の硬度を初期方位に対してプロットした。(001)[110]初期方位粒よりも(001)[100]初期方位粒の方が、70%圧延後の硬度が大きい。なお、圧延前の硬度も(001)[100]方位の方が若干大きく見えるが、これはビッカース硬度測定時の圧痕の形状に{001}面内での異方性があるためであり、実際には圧延前硬度はどの粒でも同じである[59]。

3. 3. 3. 圧延変形組織

Fig. 3.7 に、各初期方位グループに属する柱状晶粒の、70%圧延後の典型的な光学顕微鏡組織を示す。観察は圧延面に平行な面で行なった。(001)[100]初期方位粒(グループA)中には、粒内全域に微細な筋状の変形帯が発達する(Fig. 3.7(a))。この変形帯は圧延面上で見て、RD方向に対して $30^\circ \sim 40^\circ$ 傾いている。Fig. 3.7(b)は、(a)のより高倍率の写真であるが、筋状組織が腐食によって凹凸を生じた細長い不定形な領域の集合であることが分かる。この(001)[100]柱状晶粒の圧延組織は、前節で述べた方位回転と同様に、(001)[100]単結晶のそれと全く異なっている。すなわち、(001)[100]方位 BCC単結晶はRDに平行な幅の広い帯状組織(マトリクスバンド[60])を形成するとされている[8, 16, 17, 27, 29, 31, 33]が、柱状晶材においてそのような組織は全く観察されない。一方、(001)[110]初期方位粒は、70%圧延後も極めて均一滑らかな圧延組織を示す(Fig. 3.7(c))。また、(001)[510]-[320]初期方位粒(グループB)は、均一滑らかなマトリクス中に筋状の変形帯が散在した組織を示す(Fig. 3.7(d))。この変形帯は粒界近傍に形成される場合が多く、粒界の拘束の影響によって導入されたことを示唆している。このように、圧延組織も初期方位によって大きく異なることが明らかとなった。

Fig. 3.8 は、70%圧延後の柱状晶材をTD方向より観察したものである。(a)は、

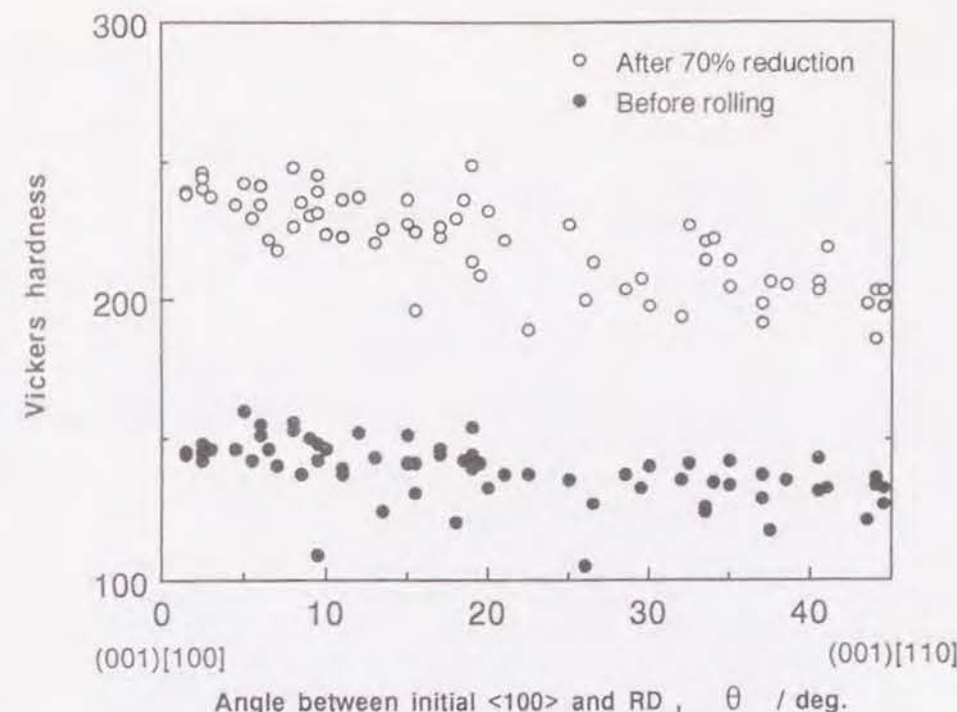


Figure 3.6 Fe-19%Cr柱状晶粒の圧延前および70%圧延後のビッカース硬度と、初期方位の関係。Load=9.8 N

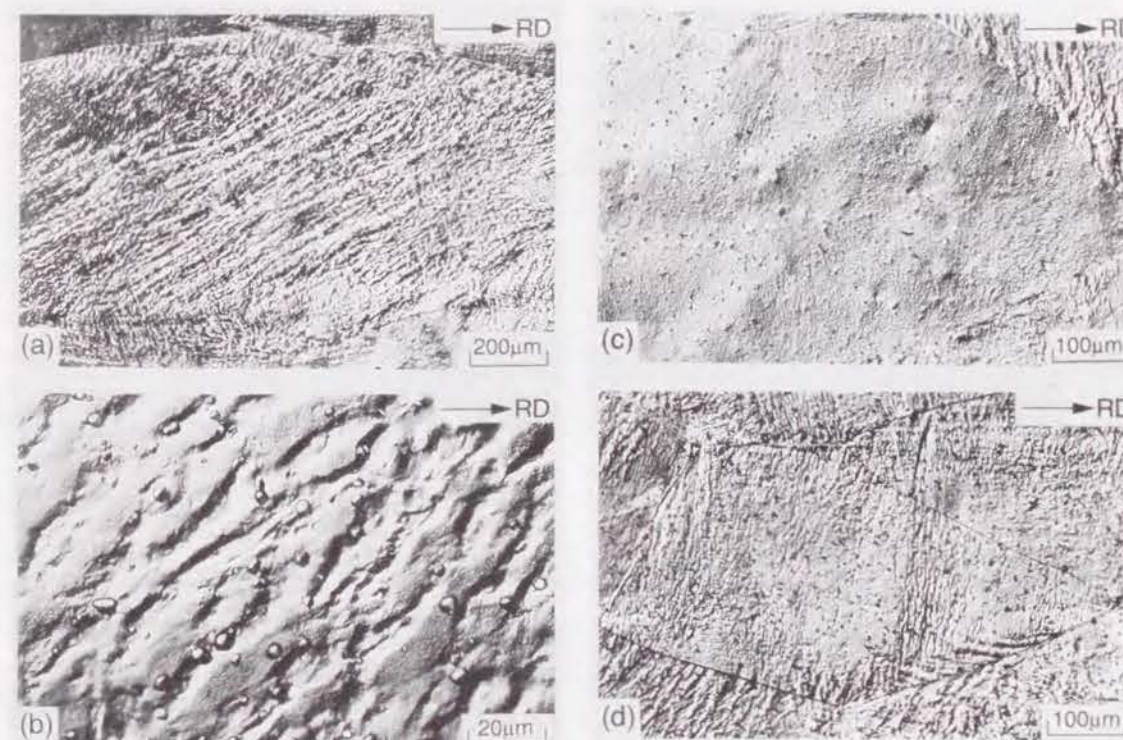


Figure 3.7 Fe-19%Cr柱状晶粒の70%圧延後の光学顕微鏡組織 (ND面観察)
(a)、(b) (001)[100]初期方位粒 (グループA)
(c) (001)[110]初期方位粒 (グループC)
(d) (001)[510]-[320]初期方位粒 (グループB)

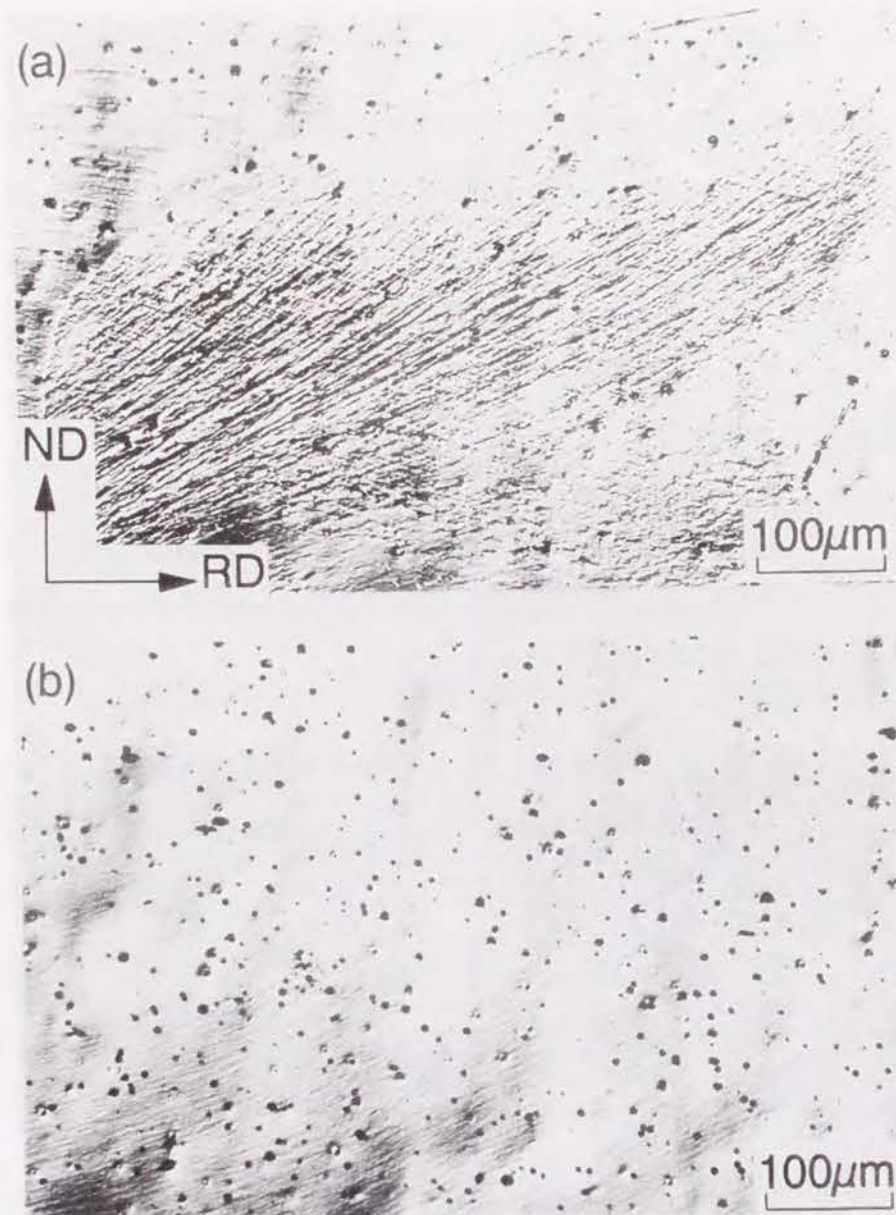


Figure 3.8 Fe-19%Cr柱状晶材の70%圧延後のTD面上の光学顕微鏡組織
(a) (001)[100]方位粒の筋状圧延組織に対応
(b) (001)[110]方位粒の均一滑らかな圧延組織に対応

(001)[100]方位粒の筋状組織に対応し、(b)は、(001)[110]方位粒の均一滑らかな組織に対応する。TD面から観察した結果、同一柱状晶粒の圧延組織および圧延後方位は深さ位置によらずほぼ一定であった。熱間圧延材では試片の深さ位置によって、圧延組織および集合組織が大きく異なることが知られている [61, 62]が、これは熱延時のロールとの大きな摩擦力に起因するものであり、ロールとの摩擦の小さい冷間圧延を用いた本実験では、深さ位置による組織変化は無視できる。

Figs. 3.9、3.10は、それぞれ70%圧延後の(001)[100]、(001)[110]方位粒上に現出させた {110}マイクロファセットピットのSEM像である。各図中には、(001)[100]および(001)[110]方位結晶において現れるべきピットの形状を模式的に示している。Fig. 3.9より、(001)[100]方位粒が初期方位をほぼ保持していることが分かる。しかし、各ピットの形状は互いに少しずつ異なっており、粒内にある程度の方位差が存在することを示している。例えば、Fig. 3.9中に示した(a)部のピットと(b)部のピットとの間には、約 10° の方位差が存在する。方位変化の方向に一定の規則性は見られない。こうした方位の変化は、Fig. 3.7(a)、(b)に示した筋状変形帯に対応するものと考えられる。一方、Fig. 3.10より、(001)[110]初期方位粒も初期方位を保っていることが分かる。しかし、(001)[100]方位粒の場合と異なり、この場合にはピットの形状の違い、すなわち方位の変化がほとんど認められない。

こうしたマイクロファセットピットによる方位観察は、広い領域の情報を光顕組織と対応させながら得ることができるという利点があるものの、エッチピットの大きさが最小で数 μm のため、それ以下の大きさの領域の情報を得ることが不可能である。そこで、よりミクロな領域の方位と転位組織を明らかにするために、70%圧延を施した柱状晶材の

TEM観察を行った。TEM観察に供した試片は同一視野観察を行った試片Iとは異なり、初期方位を測定していないが、Fig. 3.4に示した知見をもとに初期方位を推定した。すなわち、TEM中のSADにより広い領域で(001)[100]方位を示すものは(001)[100]初期方位粒と考えられ、一方、正確な(001)[110]方位を示し、広い領域で方位の変化の小さいものは(001)[110]初期方位粒と考えることができる。

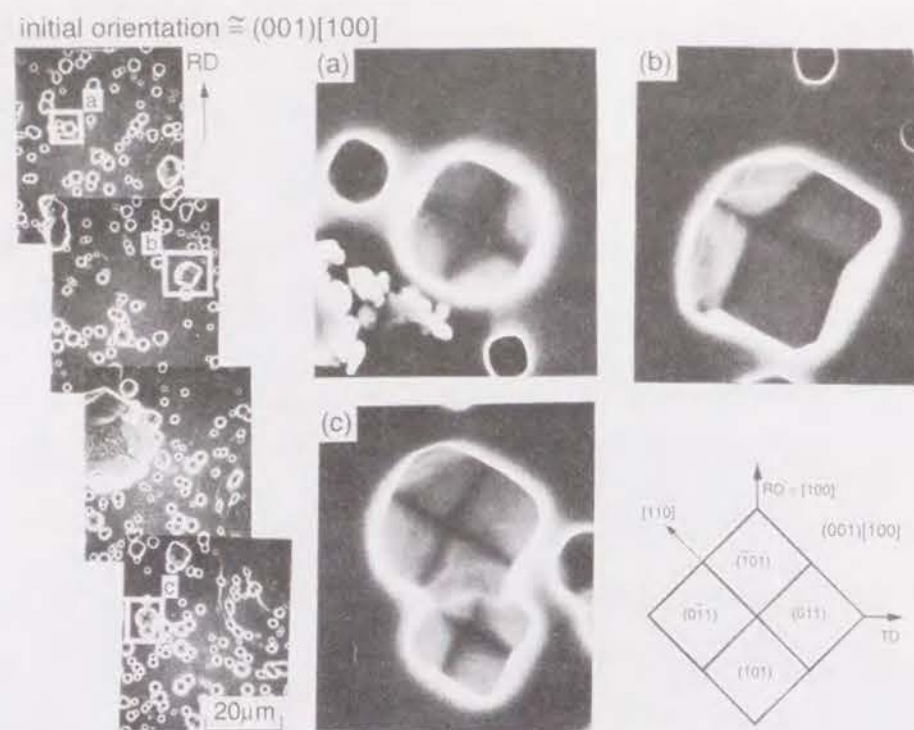


Figure 3.9 70%圧延後のFe-19%Cr(001)[100]初期方位粒上に現出させたマイクロファセットピットのSEM像

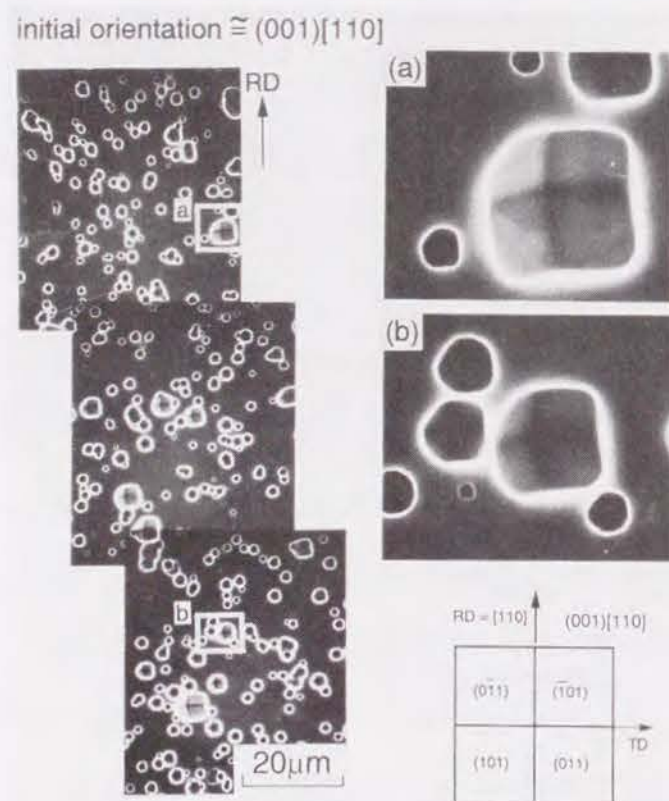


Figure 3.10 70%圧延後のFe-19%Cr(001)[110]初期方位粒上に現出させたマイクロファセットピットのSEM像

Fig. 3.11は、筋状変形帯を示した(001)[100]方位粒の70%圧延後の典型的なTEM組織である。観察を行った薄膜は、圧延面と平行になるように切り出されている。転位セル組織が観察される。セルは等軸的で、その直径は1μm以下である。Fig. 3.12は、70%圧延後の(001)[100]粒中の広い領域のTEM像と、点線で示す円内より取ったSADパターンである。組織的に大きな変化は見られないが、(001)[100]方位を示す領域と(115)[41 $\bar{1}$]などの方位を示す領域とが交互に存在する。こうした方位変化は10~20μmおきに生じており、Fig. 3.7 (b) に示した筋状変形帯の間隔と良く一致している。すなわち、(001)[100]方位粒における筋状変形帯は、(001)[100]方位をほぼ維持した領域と、(001)[100]からの方位変化を起こした領域とが交互に並んだものであると結論できる。

Fig. 3.13は、(001)[110]方位粒の70%圧延後の典型的なTEM組織である。薄膜は圧延面に対して平行に切り出されている。(001)[100]方位粒の場合と異なり、セル組織は存在せず、転位が比較的均一に分散している。70%もの圧延率にもかかわらず、転位密度は非常に小さく、膜厚を0.1μmと仮定して計算すると、 $3 \times 10^{10}/\text{cm}^2$ であった。また、粒内の方位変化は極めて小さい。

ところで、すでにFig. 3.4で述べたように、同じ初期方位グループに属しながらも、上に示した典型的な圧延挙動とは全く異なる挙動を示した粒#1と#2が存在した。これらのうち粒#2は、他の(001)[110]粒の均一滑らかな圧延組織とは異なり、微細な変形帯の多数存在する複雑な変形組織を示した。こうした例外的挙動を示す粒の発生原因については、後に考察を行なう。

さらに、いくつかの柱状晶粒には上に示したものと全く異なる種類の特徴ある変形組織が形成された。Fig. 3.14はその典型的な光顕組織である。この組織は幅数十~100μmの帯状の領域からなり、黒く腐食された帯と白く腐食された帯とが交互にならんでいる。これはマトリクスバンド[60]と呼ばれる変形帯である。Fig. 3.14には、各バンド上に現出させたマイクロファセットピットのSEM像を合わせて示している。これより黒く腐食された領域がほぼ(001)[110]方位を、白く腐食された領域がほぼ(111)[11 $\bar{2}$]方位を持つことが分かる。この両者の方位差は約55°にも及んでいる。一方、各バンド内の方位はほ



Figure 3.11 70%圧延後のFe-19%Cr(001) [100]方位粒のTEM 組織。
薄膜は圧延面に平行に切り出されている。



Figure 3.13 70%圧延後のFe-19%Cr(001) [110]方位粒のTEM 組織。
薄膜は圧延面に平行に切り出されている。

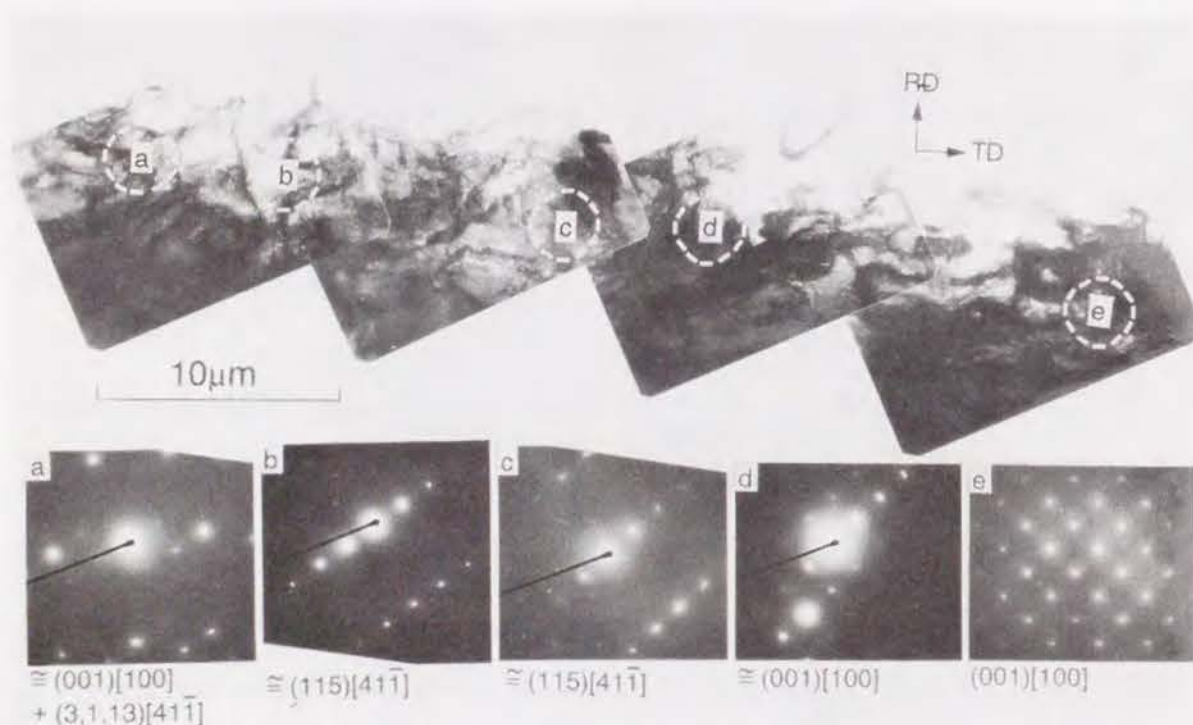


Figure 3.12 70%圧延後のFe-19%Cr(001) [100]方位粒の広視野のTEM 組織と
SAD パターン。薄膜は圧延面に平行に切り出されている。

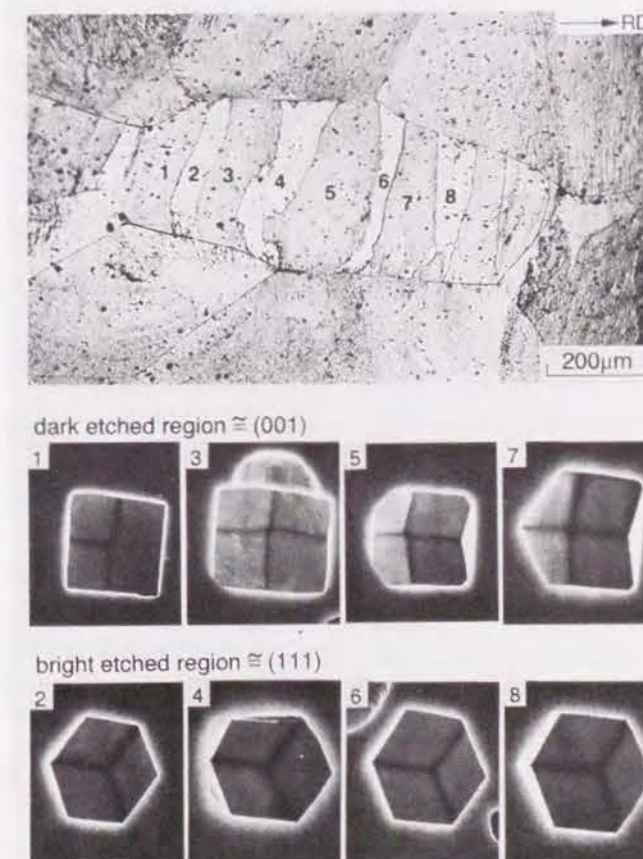


Figure 3.14 50%圧延後のFe-19%Cr柱状晶材中に観察された (001)+(111) マトリクス
バンドの光顕組織とその方位を示すマイクロファセットピットのSEM 像

ば一定であった。こうしたマトリクスバンドは30%以上の圧延率で現れ、黒く腐食された領域がND=[001]を保ったまま、白く腐食された領域がND=[111]へ向かう方位回転を起こし、隣接バンド間の方位差は圧延率と共に増す。白く腐食された領域はND=[111]方位に達すると、それ以上の方位回転を起こさない。マトリクスバンドの出現と、柱状晶粒の初期方位との間に強い関連性は見られなかったが、マトリクスバンドの現れた粒の大部分は初期[001]方向とNDとの方位差が 10° 以上あった。

これと類似の変形組織はFe-N合金において潮田・阿部[63]が、Fe-19%Cr合金において植松ら[64]が報告している。特に植松らは熱間圧延で生じたマトリクスバンドの結晶学的特徴を詳細に調べているが、彼等の観察したマトリクスバンドと本研究で見られたマトリクスバンドとは結晶学的特徴が極めて類似している。

3. 4. 再結晶挙動

3. 4. 1. 再結晶速度

Fig. 3. 15は、試片Ⅱを70%冷間圧延後 973 Kで焼鈍した場合の、個々の柱状晶粒の再結晶曲線である。初期方位を測定した66個の柱状晶粒は、Table 3. 2 に示すように、試片Ⅰの場合と同じ分類法に従って4つの初期方位グループに分類されている。Fig. 3. 15より、同一グループ内であっても個々の粒の再結晶速度に大きなばらつきが認められる。特にグループBとDにおいて、ばらつきは大きくなっている。こうしたばらつきは、個々の粒の性格の相違、すなわち粒径、周囲の粒の数、周囲の粒との方位関係が異なることに起因していると考えられる。特にグループB、Dは、分類上広い範囲の方位を含んでおり、それが大きなばらつきの一因と考えられる。さらに、グループCにおける粒#1と#2は、グループ内で例外的に大きい再結晶速度を示している。一方、粒#3と#4は、グループC中でも極めて遅い再結晶速度を示しているが、この両者の初期方位は正確な(001)[110]方位に非常に近いものであった。

このようなばらつきを示すものの、グループAの再結晶速度が相対的に大きく、グループCのそれが相対的に小さいことが、Fig. 3. 15よりわかる。そこで各グループの再結晶率の平均を取り、柱状晶材全体の平均と合わせて示したものがFig. 3. 16である。4グループ中、グループAの再結晶速度が最も速く、50%再結晶に要する時間は約1 ksである。一方、グループCの再結晶速度は極めて遅く、50%再結晶に約7 ksもの時間を必要とする。すなわち、柱状晶粒内の再結晶速度は初期方位に依存し、特に(001)[110]初期方位粒における再結晶は極めて起こりにくい。

Fig. 3. 17は、初期方位がほぼランダムで粒径の異なる2種のFe-19%Cr合金等軸晶材を70%冷間圧延後、973 Kで焼鈍したときの再結晶曲線を、柱状晶材の平均再結晶曲線と共に示したものである。柱状晶材の再結晶速度は等軸晶材のそれに比べて小さい。この原因は、柱状晶材中には再結晶速度の極めて小さい(001)[110]初期方位粒が大きな割合で存在

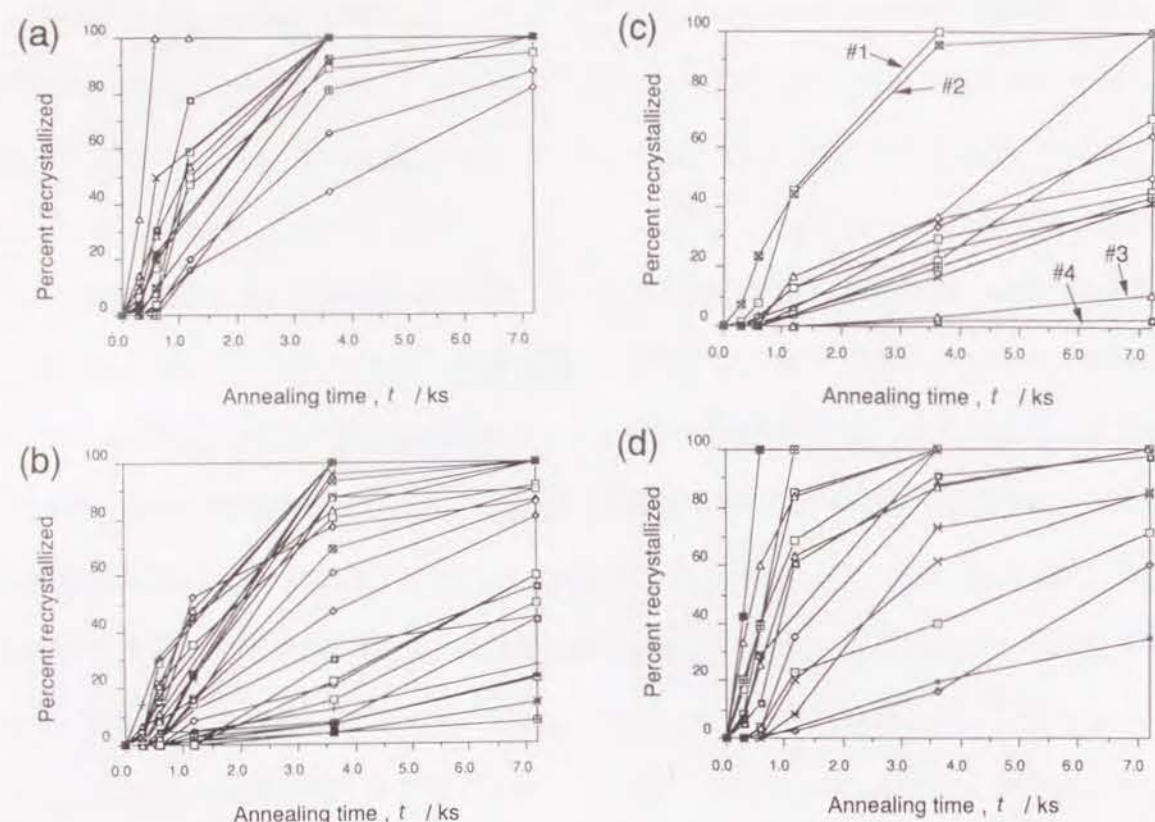


Figure 3.15 試片Ⅱ内の個々のFe-19%Cr柱状晶粒の70%圧延後
973 K焼鈍時の再結晶曲線
(a) グループA
(b) グループB
(c) グループC
(d) グループD

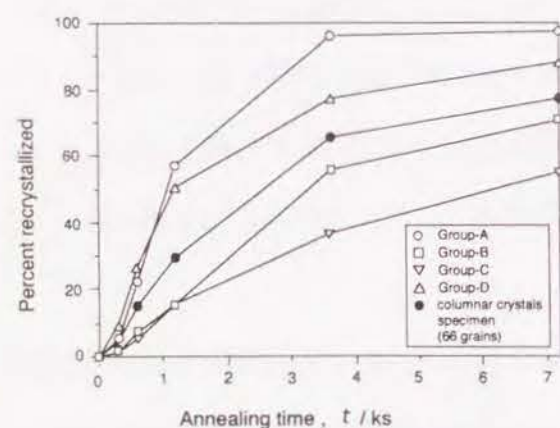


Figure 3.16 各初期方位グループ（グループA～D）と柱状晶材試片全体の70%圧延後 973K焼鈍時の平均再結晶曲線

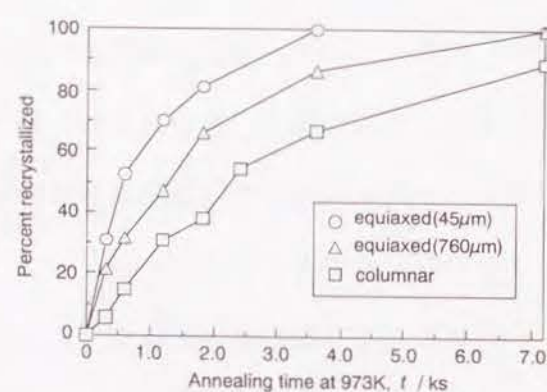


Figure 3.17 Fe-19%Cr等軸晶材と柱状晶材の70%圧延後 973K焼鈍時の再結晶曲線

するためである。尚、同じ等軸晶材であっても細粒材（初期粒径 $45\mu\text{m}$ ）の方が粗粒材（初期粒径 $760\mu\text{m}$ ）よりも再結晶速度が大きい理由は、以下のように考えられる。細粒材は粗粒材よりも単位体積当たりの粒界面積が大きく、したがって圧延時に粒界による変形の拘束の影響を受けて不均一変形を起こした領域（grain boundary region）の体積率が大きい。その結果、細粒材のほうが再結晶核生成頻度が大きく、再結晶速度も大きいのである。

3. 4. 2. 再結晶組織

Fig. 3.18は、A～Cの各初期方位グループに属する柱状晶粒の、典型的な再結晶途中組織である。粒内全域に微細な筋状変形帯が形成される(001)[100]初期方位粒（グループA）中では、Fig. 3.18(a)に示すように焼鈍初期より粒内の至る所で数多くの再結晶粒が生成する。主に粒界近傍に微細な変形帯が形成される(001)[510]-[320]初期方位粒（グループB）においては、Fig. 3.18(b)のように、変形帯の導入された領域から再結晶粒が優先的に生成する。一方、この粒中の比較的均一なマトリクス部からの再結晶は起こりにくい。このことより、Fig. 3.15(b)に示したようなグループBに属する柱状晶粒の再結晶速度のばらつきは、各粒に変形時に導入された不均一変形組織（微細な変形帯）の量比に対応していると考えられる。さらに、均一滑らかな変形組織を示す(001)[110]初期方位粒（グループC）中での再結晶は極めて起こりにくい。(001)[110]方位粒の場合、再結晶粒は粒内ではほとんど生成せず、わずかに粒界近傍から少数の再結晶粒が生成するか、または隣接粒中で生成した再結晶粒が旧粒界を越えて侵食してくるのみである。Fig. 3.18(c), (d)に示す通り、焼鈍時間を増しても生成する再結晶粒の数はほとんど増えず、少数の再結晶粒が粒内部の未再結晶域（図中の矢印部）を徐々に侵食していき、長時間の焼鈍の後、未再結晶部が侵食され尽くしてようやく再結晶が完了する。この観察結果は、(001)[110]方位粒の再結晶速度が小さい理由が、粒内の核生成頻度が極めて小さいためであることを

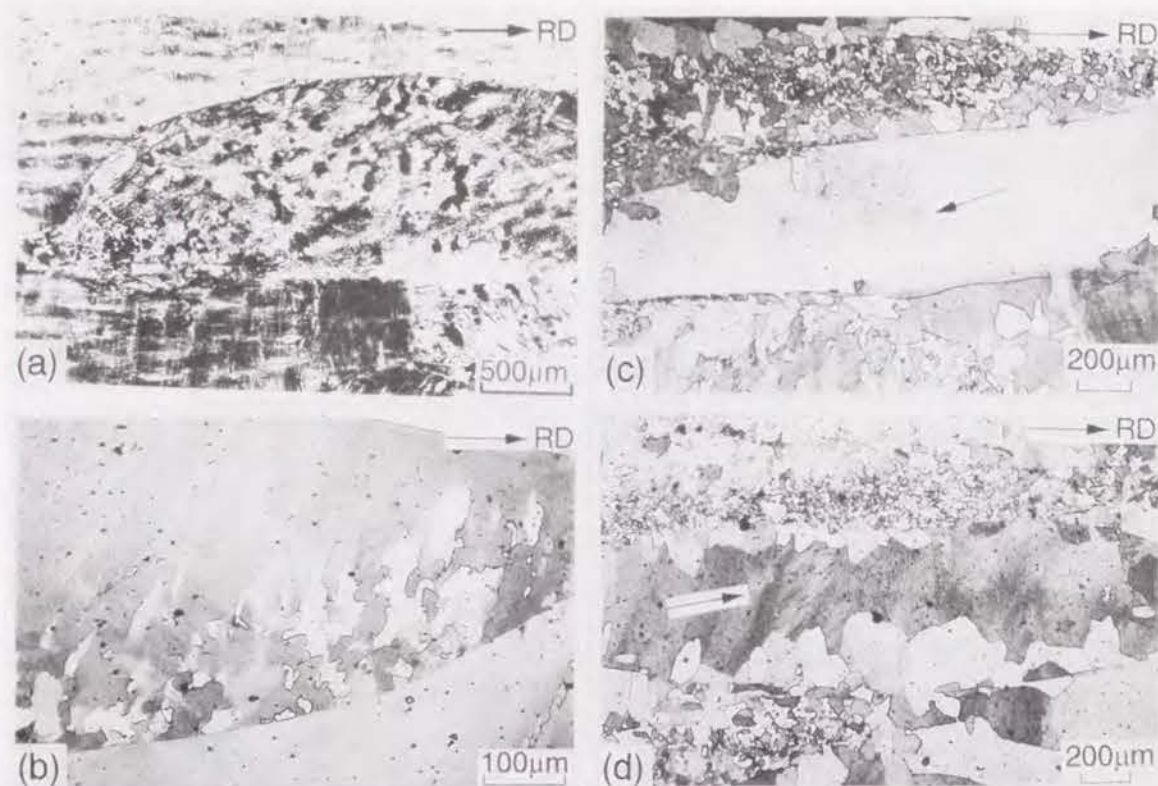


Figure 3.18 グループA～Cに属するFe-19%Cr柱状晶粒の再結晶途中組織

- (a) グループA。70%rolled+ 973K, 0.6ks
- (b) グループB。70%rolled+ 973K, 0.6ks
- (c) グループC。70%rolled+ 973K, 2.4ks
- (d) グループC。70%rolled+ 973K, 5.4ks

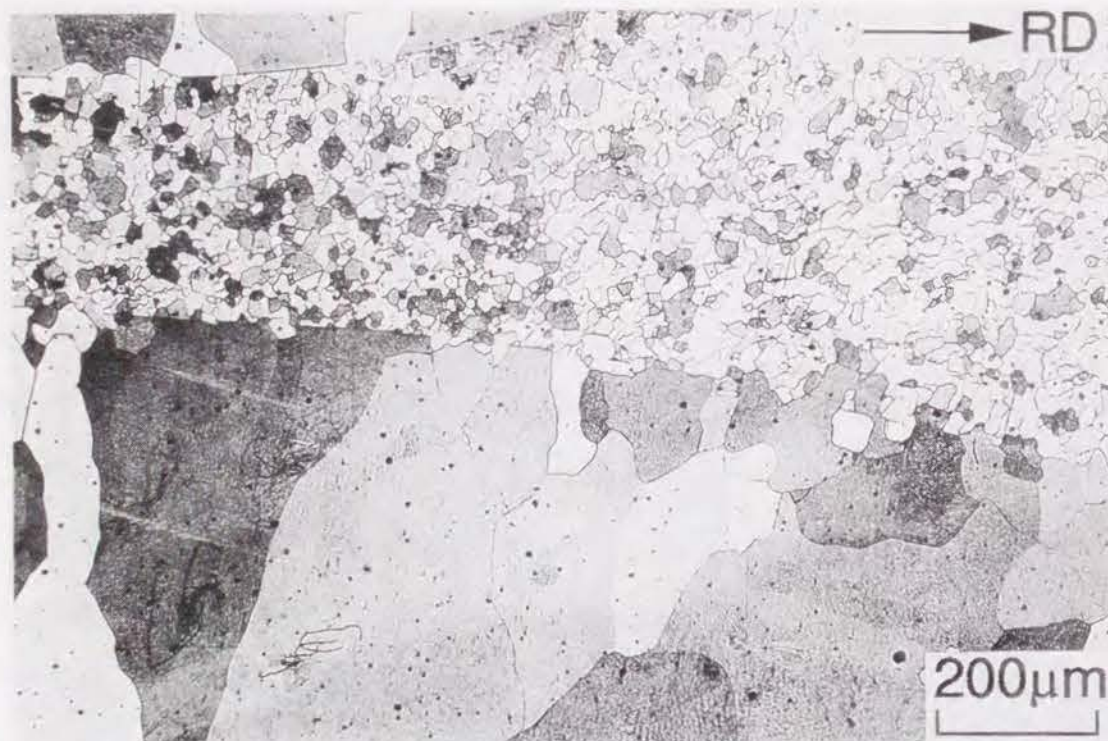


Figure 3.19 Fe-19%Cr柱状晶材の再結晶完了組織。70%rolled+ 973K, 43.2ks

明確に示している。

柱状晶粒の再結晶挙動が初期方位によって大きく異なる結果、柱状晶材の再結晶完了組織はFig. 3.19に示すように極めて粒径の不均一なものとなる。写真中で粒径の細かい領域、粗い領域は、それぞれ(001)[100]、(001)[110]各初期方位柱状晶粒に対応している。写真中で微細粒領域の平均粒径は約20μm、粗大粒領域のそれは約300μmと、10倍以上の粒径の差が生じている。

ところでFig. 3.14に示した(001)+(111)マトリクスバンドは、(111)方位のバンド部の方が(001)バンド部よりも再結晶しやすい傾向があるものの、とりわけ優先的な核生成サイトとはいえなかった。マトリクスバンドの再結晶においては、両者の方位差を受け持つ遷移帯(transition band) [60] と呼ばれる境界部が優先核生成サイトとなる場合があるとされている [16, 17, 29, 65, 66] が、この場合にはそうした現象は見られなかった。これは加工度が大きい結果、マトリクス部にも不均一変形組織が導入され、遷移帯の核生成能力が相対的に低下して目立たなくなったためと考えられる。

3.4.3. 再結晶方位

Fig. 3.20は、70%圧延後、973Kで86.4ks焼鈍して再結晶を完了させた柱状晶材の{100}および{110}極点図である。柱状晶材が、集積度はそれほど鋭くないものの、(001)[100]いわゆるcube再結晶集合組織を示すことが分かる。cube再結晶集合組織は、強圧延後焼鈍したFCC金属・合金において形成されることが良く知られている [67] が、BCC金属・合金多結晶体の一次再結晶においてはほとんど報告のないものである。それにもかかわらず、Fe-19%Cr合金柱状晶材においてcube再結晶集合組織が形成された理由として、柱状晶材が強い{001}〈uv0〉初期集合組織を持つという特異性が考えられる。

そこでこの点を明らかにするために、初期方位のほぼランダムな等軸晶材(初期粒径45μm)を70%圧延後973K焼鈍して再結晶を完了させた後に、その再結晶集合組織を測

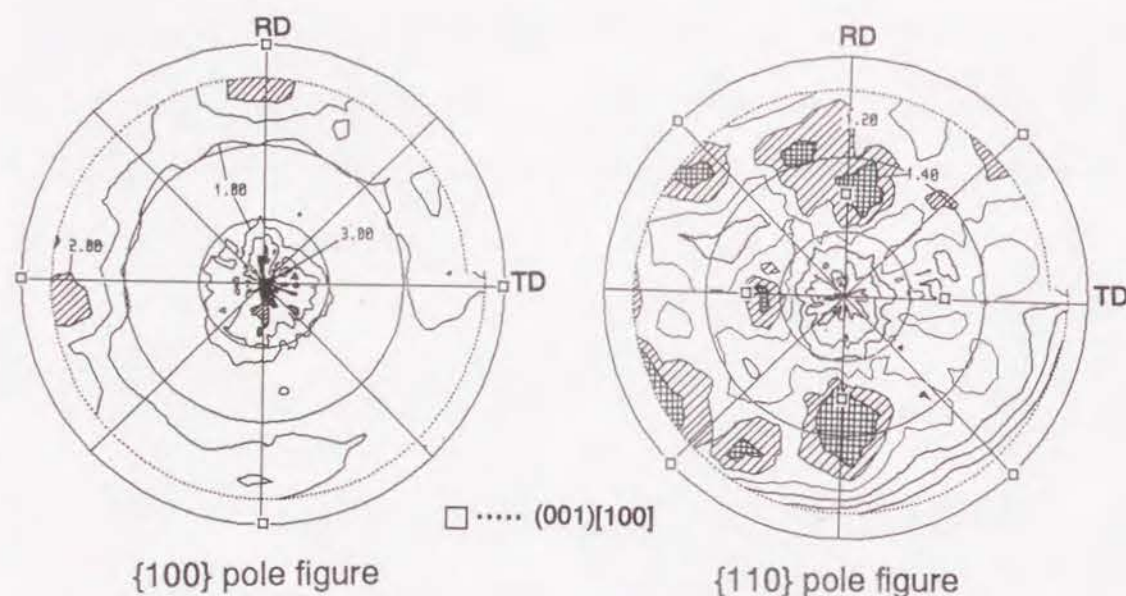


Figure 3.20 Fe-19%Cr柱状晶材の再結晶完了時の {100} および {110} 極点図。
70%rolled+ 973K, 86.4ks

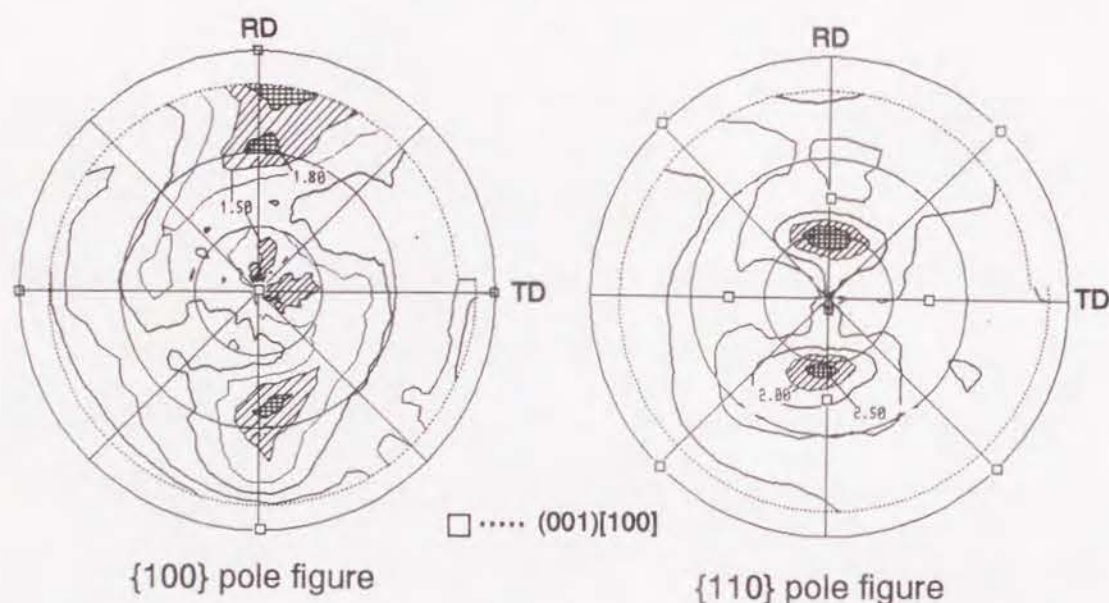


Figure 3.21 Fe-19%Cr等軸晶材の再結晶完了時の {100} および {110} 極点図。
70%rolled+ 973K, 3.6ks

定した。Fig. 3.21はその結果である。{100} 極点図中央の集積より [001]//ND 方位の存在が認められるものの、極点図の様子は柱状晶材の場合と全く異なっている。この極点図のみからの指数付けは困難であった。この結果より、cube再結晶集合組織の形成は柱状晶材特有の現象であるといえる。

第1章で述べたように、X線回折法により得られた極点図は試片のマクロな統計的データにすぎず、これから集合組織の形成機構を論ずることはできない。そこでcube方位を持つ再結晶粒がどこから優先的に生成するのかを知るために、柱状晶粒より生じた個々の再結晶粒の方位を ECP法により測定した。Fig. 3.22は、70%圧延後 973Kで 7.2ks焼鈍した柱状晶材（試片Ⅱ）中に生じた 185個の再結晶粒の方位を示す {100} および {110} 極点図とND、RD逆極点図である。方位の分散はかなり大きい、正極点図中□印で示した (001)[100]方位への集積が認められる。その様子は逆極点図においてより明瞭に現れている。正確な (001)[100]方位との方位差が15° 以内のものをcube方位粒とすれば、その割合は14%であった。すなわちcube再結晶集合組織は強い集合組織ではない。またND逆極点図からわかるように、 $\langle 111 \rangle$ //ND 方位を持つ粒がほとんど存在しないことも特徴的である。こうした集合組織は材料の深絞り成形性の点で好ましくないものである [68, 69]。

次に、再結晶粒の方位と柱状晶粒の初期方位との関係を明らかにするために、焼鈍初期に各グループの特徴的な圧延組織から生成した個々の再結晶粒の方位を測定した<注1>。測定結果を各グループ毎にまとめたものがFig. 3.23である。Fig. 3.23(a) は、(001)[100]方位粒（グループA）特有の筋状変形帯から、973Kで 0.3ks焼鈍した時に生じた33個の再結晶粒の方位を示す {100} および {110} 極点図である。多くの粒の方位が (001)[100]近くに集積している。cube方位粒の割合は45%である。Fig. 3.23(b) は、(001)[510]-[320]方位粒（グループB）中の主に粒界近傍に形成された微細な変形帯より、

<注1> グループCに属する柱状晶粒は試片Ⅱ中で測定したが、グループA、Bについては他の試片中の柱状晶粒の中から、圧延組織と圧延後方位をもとに初期方位を判断して選択した。

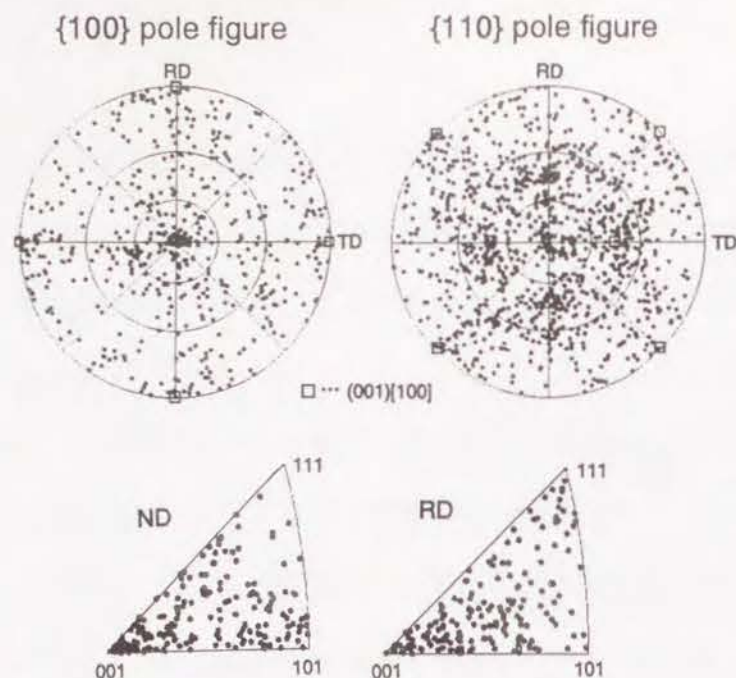


Figure 3.22 Fe-19%Cr柱状晶材（試片Ⅱ）中に生成した 185個の再結晶粒の方位の ECP 法による測定結果。70%rolled+ 973 K, 7.2ks

(a) {100} および {110} 正極点図

(b) NDおよびRD逆極点図

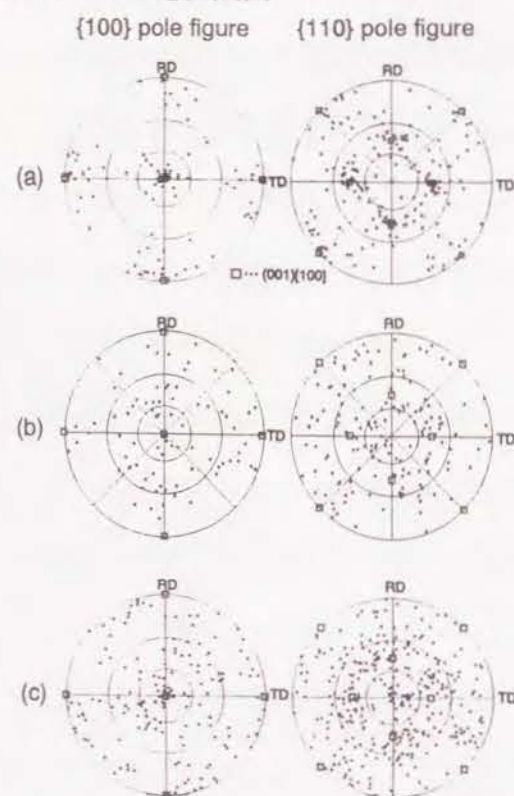


Figure 3.23 各グループに属するFe-19%Cr柱状晶粒内より生じた個々の再結晶粒の方位。ECP 法により測定。

(a) グループAより生じた33個の再結晶粒の方位。

70%rolled+ 973 K, 0.3ks

(b) グループBより生じた26個の再結晶粒の方位。

70%rolled+ 973 K, 0.6ks

(c) グループCより生じた33個の再結晶粒の方位。

70%rolled+ 973 K, 7.2ks

973 K、0.6ks 焼鈍時に生じた26個の再結晶粒の方位を示す。cube方位への集積は認められず、方位はランダムに分散している。cube方位の割合は4%である。Fig. 3.23(c) は、973 Kで 7.2ks焼鈍した時に(001)[110]方位粒（グループC）より生じた54個の粗大な再結晶粒の方位を示している。{100} 極点図より、[001]//ND への弱い集積が認められるが、これらはcube方位には集積していない。cube方位の割合は6%である。方位の分散はむしろランダムに近い。以上の結果より、cube方位を持つ再結晶粒は、(001)[100]初期方位粒に形成される微細な筋状変形帯から優先的に生成することが明らかとなった。

3. 5. 考察

本研究の結果、{001}<uv0>初期集合組織を有するFe-19%Cr(BCC) 合金柱状晶材の圧延・再結晶挙動に及ぼす初期結晶方位の影響が明らかになった。結果をまとめてTable 3.3に示す。さらに等軸晶材の圧延・再結晶挙動との比較より、柱状晶材の特徴として再結晶速度が遅い、再結晶粒径が極めて不均一、cube再結晶集合組織を示すという点が明らかになった。本節ではまず圧延・再結晶挙動の初期方位依存性について、変形時に活動するすべり系をもとに考察を行う。考察に当たっては従来報告されている{001}<uv0>単結晶の結果との比較をもとに、隣接粒による変形の拘束の影響も考慮する。次に、柱状晶材で形成される弱いcube再結晶集合組織の成因について考察を行う。

3. 5. 1. 圧延挙動の初期方位依存性と、粒界による変形の拘束の影響に関する考察

過去に行われたFe-3%Si などの BCC金属・合金の{001}<uv0>方位単結晶の圧延・再結晶挙動のうち、田岡ら [31-34]の報告した結果をTable 3.4 にまとめて示す。Table 3.3とTable 3.4 を比較すると、特に(001)[100]初期方位結晶において、柱状晶と単結晶の間

Table 3.3 本研究で得られた結果 (Fe-19%Cr合金柱状晶材の圧延・再結晶挙動の初期方位依存性) のまとめ

group	initial orientation	rolling behavior			recrystallization behavior		
		70% rolled microstructures	orientation after 70% rolling	Vickers hardness after 70% rolling	time required for 50% recrystallization at 973K	recrystallized grain size	orientation of recrystallized grains
A	(001)[100]	elongated deformation bands dislocation cell structure	(001)[100] regions + rotated regions	230 - 250	1ks	20 μ m	(001)[100]
B	(001)[510] [320]	smooth-etched matrix + fine deformation bands near grain boundaries	(001)[110]	200 - 240	3.5ks		random
C	(001)[110]	smooth-etched matrix homogeneously distributed dislocations	(001)[110]	190 - 210	7ks	200 μ m	random

Table 3.4 過去に行われた {001} <uv0> 単結晶の圧延・再結晶挙動 (田岡ら [31, 32] による。Fe-3%Si 合金)

initial orientation	rolling reduction	rolled microstructure	rolling texture	Vickers hardness after rolling	annealing temperature (°C)	time required for 50% recrystallization at 600°C (ks)	recrystallization texture
(001)[100]	51%	matrix bands parallel to RD	(001)[510] (001)[510]	275	600 900 1250	46.8	(113)[411] (113)[411] (113)[411] (113)[411]
	75%		(001)[530] (001)[530]	285	600 900 1250	20.4	
	85%		(001)[320] (001)[320]	285	600 1200 1250	6.6	(113)[631] (113)[631] (113)[631] (113)[631]
	95%		(001)[650] (001)[650]		600 1250	2.7	
(001)[410]	73%	smooth-etched matrix	(001)[530]		600 750 900 1200		(104)[411] (113)[512] (012)[621]
(001)[110]	74%	smooth-etched matrix	(001)[110]	235	600 800 900 1100 1200	> 60	much scattered

に大きな相違が見られる。すなわち(001)[100]単結晶材が(001)<110>方位への方位回転を起こし、マトリクスバンドと呼ばれる帯状の変形組織を形成するのに対して、(001)[100]柱状晶は、粒内にかなりの方位分散が認められるもののマクロには70%圧延後も初期方位を維持し、微細な筋状変形帯が粒内全域に発達した変形組織を呈する。

一方、柱状晶粒の圧延・再結晶挙動は、初期方位が(001)[100]に近い、(001)[110]に近いによって大きく異なる(Table 3.3)。(001)[100]柱状晶粒と(001)[110]柱状晶粒との間の圧延・再結晶挙動の大きな違いは、両者の変形組織が全く異なるという点に集約できる。そこでこうした変形組織の成因について、活動すべり系に基づいた議論を行う。

結晶中で転位によるすべりが起こると、結晶の形状は変化する。この形状変化に対して種々の拘束が加わる結果、結晶座標系が試料座標系に対して相対的に回転する。これが結晶方位回転である。Fig. 3.24(a)に、引張変形における単結晶の方位回転を模式的に示す。この場合の拘束とは、上下のつかみ位置が左右に変位しないという条件である。圧延変形においては Fig. 3.24(b)に示すように、理想的には圧延面を平面に保ち、ロール面と材料の圧延面との間でTD方向へのすべりがおこらないという条件がロール面により付加される。一方、多結晶体中の各結晶粒が単結晶的に自由に変形すると、粒界に重なりや空隙が生じる。これを生じさせまいとする効果が粒界による変形の拘束であり、各結晶中では形状を適合させるために他のすべり系の活動が必要となる。多結晶体中で粒界における重なりや空隙が生じないためには、各粒中で最低5種のすべり系が活動する必要があるとされている(von Misesの条件)[70, 71]。以上の議論より、各結晶の圧延による方位回転を論じるためには、拘束条件と活動すべり系を決定する必要があることが理解できる。例えばTaylorモデルにより圧延集合組織を計算予測する場合には、まずひずみテンソルを決定し(拘束条件の決定)、それを満たすようなすべり系の組み合わせを決定する[72]。しかし、本節の目的は各初期方位柱状晶粒の示した方位回転と変形組織の形成を定性的に説明することであり、圧延集合組織予測の場合のような厳密な数学的条件付けは必要ない。そこで本考察における拘束条件として、前述した「圧延面を平面に保ち、ロール面と材料の圧延面との間でTD方向へのすべりがおこらない」という条件を考慮する。これは直観的

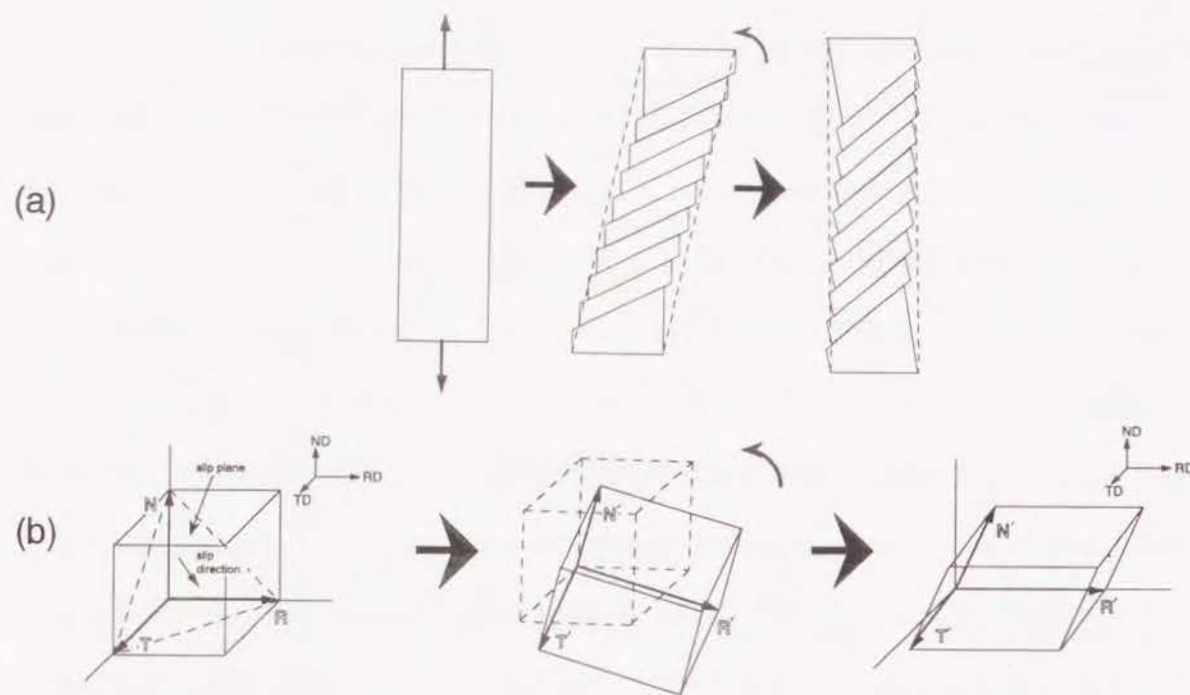


Figure 3.24 変形における結晶方位回転の様子を示す模式図。
(a) 引張変形
(b) 圧延変形

には、すべり面が圧延面と平行に、すべり方向が圧延方向に平行になるような方位回転がおこることを意味する。

次に $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 方位結晶中での活動すべり系を決定するために、各方位結晶中の個々のすべり系の外部付加応力に対する優劣を評価する。簡単のために圧延変形を、ND方向の圧縮応力とRD方向の引張応力とが1:1で働く変形と仮定すれば、各すべり系の圧延に対するシュミット因子、 S_r は、

$$S_r = S_t - S_c \quad \dots\dots (3 \cdot 1)$$

と表すことができる[73]。ここで S_t 、 S_c は、それぞれRD方向の引張応力、ND方向の圧縮応力に対するシュミット因子である。(Scにマイナス符号が付いているのは、ND, RD 方位を材料から外向きのベクトルとしてとっているためである。) すべり系として $\{110\}\langle 111 \rangle$ と $\{112\}\langle 111 \rangle$ を仮定し、 $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 方位結晶における個々のすべり系の S_r を示したものがFig. 3. 25である。横軸の θ は、RD方向と $[100]$ 方向のなす角度である。図中では、すべり系をすべり面とすべり方向をそれぞれ表す記号の組み合わせで表現している。個々の記号と指数の対応を、Fig. 3. 26の(001)標準ステレオ投影図中に示す。例えば、 $(101)[\bar{1}11]$ すべり系はA2、 $(112)[\bar{1}11]$ すべり系はa3というように表される。Fig. 3. 27より、(001)[100]方位結晶において、 S_r 最大のすべり系はA2、C4、A3、C1の4種であり、(001)[110]方位においてはa3、c1であることが分かる。

前述したように、多結晶体の各結晶粒中では最低5種のすべり系が活動する必要があるが、これらは等量ずつ活動するわけではない。したがって、結晶方位回転の傾向を論じる上では、最も多量に活動するすべり系、すなわち主すべり系の活動を考慮すれば十分である<注1>。そこで次に、各方位結晶中でFig. 3. 25の示す主すべり系(S_r 最大の系)が活動した場合、結晶の形状がどのように変わるかを考察する。

<注1> 多結晶体の塑性変形を考える場合には、Sachs[74] による応力一定モデルと、Taylor[75]による歪一定モデルという2種のモデルが有名である[76]。Sachs モデルとは、各結晶粒にかかる応力が外部から負荷された応力に等しく、各結晶粒中では単結晶的に最大剪断応力のかかるすべり系が変形を担うとするものである。一方、Taylorのモデルは、各結晶粒が試片全体と同じ歪を生じるとするものであり、この場合には当然多重すべりが必要となる。実際の材料はこの両者の中間的な挙動を取る。Sachs のモデルは単純で受け入れやすいが、粒界での変位の適合性を満たさず、特に大変形では実験結果との不一致が大きい。例えばDillamore and Roberts [73]は、本研究での式(3・1)と同じ式をもとにSachs モデルに従ってFCC 金属の圧延集合組織を計算したが、その結果よりも、後にDillamore and Katoh [77]がTaylorモデルを発展させたBishop-Hill モデル[78, 79]に従って計算した結果のほうが、実験結果と良い一致を示す。本研究でのすべり系の決定は、主すべり系(Schmid factor 最大の系)を主に考えるという点でSachs モデル的であるように見えるが、これはあくまで結晶方位回転の傾向を考察するためにとった手段であり、Sachs モデルに従っているわけではない。もちろん実際の柱状晶粒内では多重すべりが生じているが、多重すべりは方位回転を相殺して結晶方位回転量を小さくするのみで、方位回転の傾向は変わらないものと考えられる。なお、Taylorモデルは多重滑りを考慮しているとはいえ、粒内での変形は均一と仮定しており、不均一変形の導入は全く考慮されていない。現実には本研究でも示す通り、粒内には種々の不均一変形が導入される。特にその後の再結晶を考える場合にはこれらが最も重要な因子となることから、今後の塑性変形モデルの課題は不均一変形をどの様に取り入れるかという点にあるだろう[80, 81]。

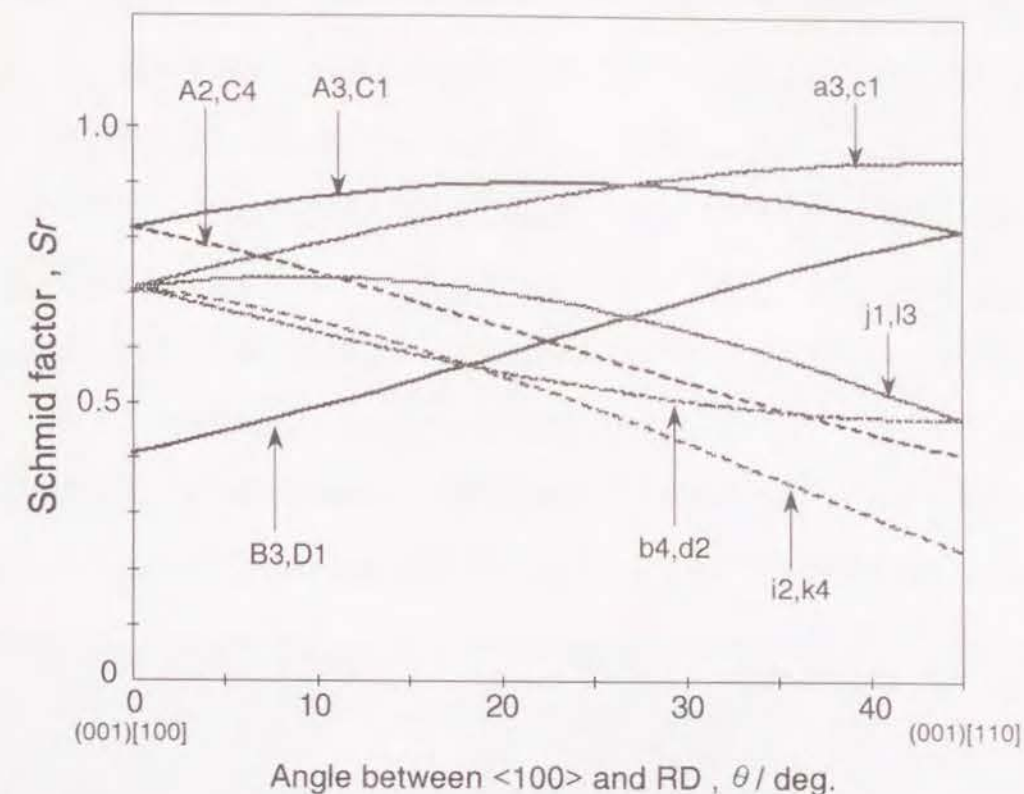


Figure 3.25 {001}<uv0>方位 BCC結晶における各すべり系の圧延に対するシュミット因子(Sr)

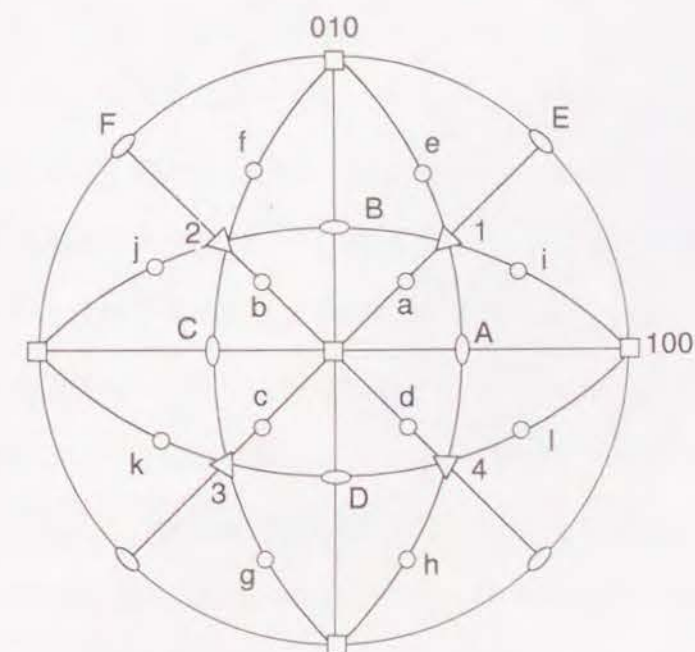


Figure 3.26 すべり系の記号を示す (001)標準ステレオ投影図

(001)[100]結晶においては、A2、C4、A3、C1が主すべり系である。もし正確な(001)[100]方位においてこれらが等量ずつ活動すれば、(001)[100]方位は維持される。しかし正確な(001)[100]方位ではない場合、例えばRDが[110]の方に少しずれると、A3、C1の2種が主すべり系となる(Fig. 3.25)。本研究で用いた柱状晶粒は通常正確な(001)[100]方位は持たず、グループ分けに際しても[100]方位とRDとの方位差が 10° 以内のものを(001)[100]方位粒(グループA)とした。そこでいま、こうした方位のずれによって、A3とC1の活動が優先的に起こるものとする<注2>。A3とC1の活動による粒の形状変化をFig. 3.27に示す。図中、左に示した図は{110}面よりなる十二面体形状のエッチピットをND方向より眺めた図であり、小面が{110}すべり面に、稜線が $\langle 111 \rangle$ すべり方向に対応する。圧延前ND方向より見て正方形であった粒が平行四辺形になることが分かる。注目すべきことは、幅方向(TD)への形状変化が生じている点である。単結晶の場合、幅方向には自由空間しかないためこうした形状変化に対する抵抗はロール面との摩擦に基づく拘束のみであり、それによって[110]方向がRDに一致するように時計回りの方位回転が起こる。これは(001)[100]方位単結晶が(001) $\langle 110 \rangle$ への方位回転を起こす事実を定性的に説明する。

<注2> もちろん柱状晶粒においてはND方位も一般に正確な[001]ではないが、以下の考察では、結晶はすべて正確な[001]//ND方位を持つものと仮定した。これは、BCC結晶の圧延変形では $\langle 001 \rangle$ //ND方位が安定に保たれることに根拠をおいている。すなわち、例えばFig. 3.27においてA3のみが活動すると、結晶は(001)が圧延面からずれるように方位回転を起こす。しかしこの回転の結果、次はC面でのすべりが有利となり、この活動によって結晶は再び(001)を圧延面とするように方位回転を起こす。こうしたBCC結晶の圧延における $\langle 001 \rangle$ //ND方位の安定性は、田岡ら[31]やKuhlmann-Wilsdorf and Aernondt [79]がすでに述べている。また、本研究の柱状晶の大部分が、初期NDと[001]が多少ずれているにも拘らず圧延後も{001}を保った事実は、この考えの正しさを支持している。

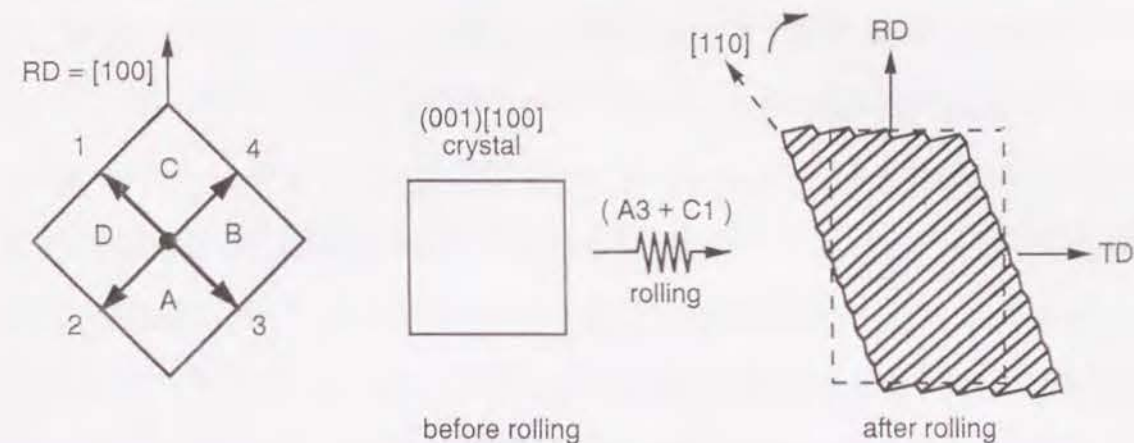


Figure 3.27 (001)[100]方位粒のA3、C1の活動による形状変化を示す模式図

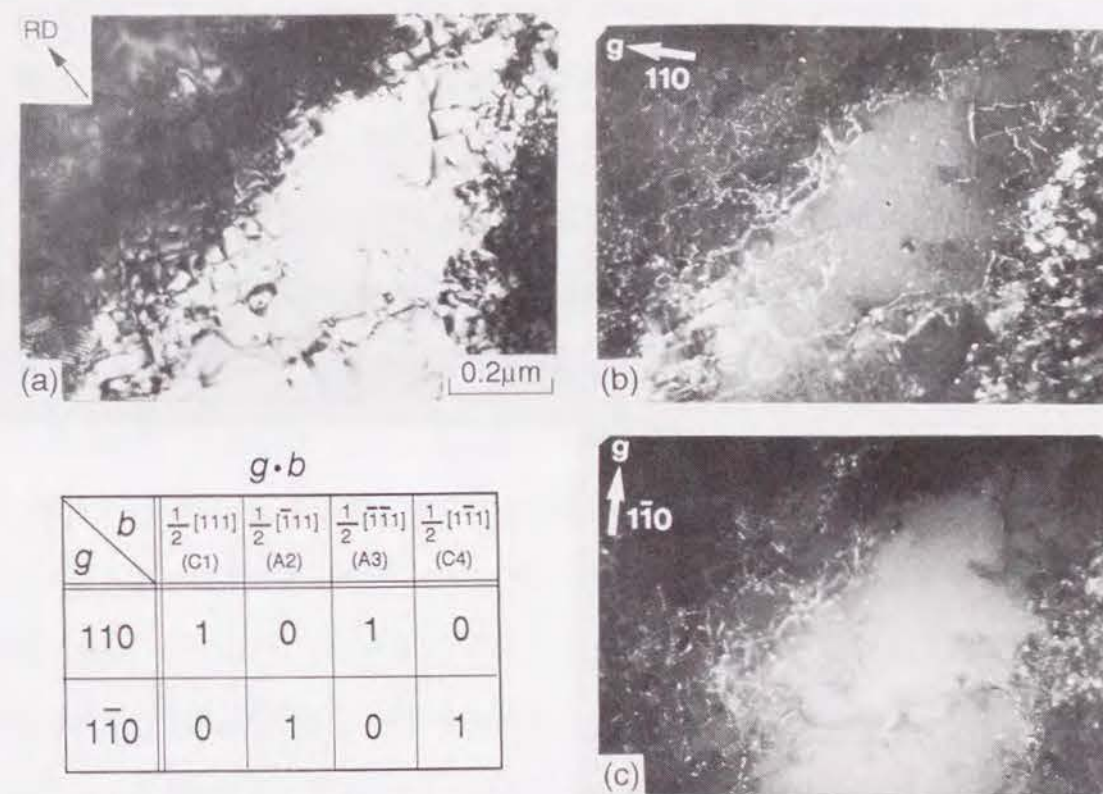


Figure 3.28 70%圧延後のFe-19%Cr(001)[100]方位粒中の転位のTEM暗視野像観察によるバーガスベクトルの決定。入射電子線方向は[001]。

- (a) 明視野像。
(b) 暗視野像。g=[110]
(c) 暗視野像。g=[110]

一方、柱状晶材のような多結晶においては、各結晶は周囲を他の粒に囲まれて拘束されており、幅方向への形状変化は許され難い。すなわち、主すべり系A3、C1転位は粒界に蓄積されて大きな応力場を形成し、それによって他のすべり系が活動して accommodation が起こると考えられる。ここで注目すべき点は、Fig. 3. 25より分かる通り、(A3、C1) に対するSrと (A2、C4) に対するSrとの差が(001)[100]方位近くでは極めて小さいことである。すなわち、粒界に蓄積された転位の応力場によって、(001)[100]方位粒内では多くの (A2、C4) 転位が活動すると考えられる。(001)[100]方位粒が圧延後もほぼ方位を維持した事実から、A3、C1、A2、C4はほぼ等量活動したと考えられる。そこで実際に4種の転位が活動したかどうかを証明するために、TEMの暗視野像観察による転位のバーガスベクトルの決定を行った。Fig. 3. 28に、70%圧延後の(001)[100]方位柱状晶粒中の転位セル組織のTEM組織を示す。入射電子線方向は[001]であり、(b)、(c)はそれぞれ $g=[110]$ 、 $g=[\bar{1}\bar{1}0]$ なる条件で撮った暗視野像である。(b)において白いコントラストを示す転位は(c)においてはコントラストを生じず、また逆も成り立つ。さらに、(b)と(c)でそれぞれコントラストを示す転位の量はほぼ等しい。 $g \cdot b = 0$ の条件より、(b)でコントラストを生じた転位のバーガスベクトルは $a/2[111]$ または $a/2[\bar{1}\bar{1}1]$ であり、(c)でコントラストを生じた転位のそれは $a/2[\bar{1}11]$ または $a/2[1\bar{1}1]$ である。これらはFig. 3. 26に示した数字でいえば、それぞれ1、3、2、4番の転位に対応する。Fig. 3. 28の結果からは、1と3の転位(または2と4の転位)が等量ずつ存在するかどうかは分からないが、この部分が[001]//ND方位を保っていたことから考えて、これらの活動量に大きな違いがあるとは考えにくい。すなわち、(001)[100]方位粒中で、1、2、3、4のバーガスベクトルを持つ転位がほぼ等量ずつ存在することが証明された。ところで、(001)[100]方位粒中のより広範囲のTEM観察(Fig. 3. 12)より、この粒中には(001)[100]方位を保った微小領域と、その方位から方位回転を起こした領域が交互に存在することが示された。この(001)[100]から方位回転を起こした領域は、1、2、3、4のバーガスベクトルを持つ転位の活動量のバランスが崩れ、これらのうちの特定のものが優先的に活動した結果として理解される。

一方、(001)[110]方位における主すべり系は、Fig. 3. 25より分かる通りa3とc1である。

a3とc1が活動した場合の形状変化をFig. 3. 29に示す<注3>。図中左上に示したのは、{112}面より成る24面体をND方向より見た時の図であり、{112}<111>すべり系の幾何学的配置を表している。1、3で示されるバーガスベクトルがND-RD面内に含まれるため、これらの活動によって(001)[110]方位粒は幅方向の形状変化を生じない。従ってこの粒は圧延変形の拘束の下でも方位回転を生じる必要がない。これが、(001)[110]方位が圧延において安定な理由である。さらに、幅方向の形状変化がないために、隣接粒との相互作用も小さいと考えられる。すなわち、(001)[110]方位粒においては主すべり系の相対的な優位性が非常に大きいと考えられる。Fig. 3. 30は、70%圧延後の(001)[110]方位粒のTEM組織である。入射電子線方向はやはり[001]で、(b)、(c)はそれぞれ $g=[110]$ 、 $g=[\bar{1}\bar{1}0]$ なる条件のもとでとった暗視野像である。(b)において、(a)の明視野像で見られた転位のほぼ全てがコントラストを生じているのに対して、(c)ではコントラストを示す転位が存在しない。つまり(001)[110]粒中で比較的均一に分散している転位のバーガスベクトルは、ほぼ全て $a/2[111]$ または $a/2[\bar{1}\bar{1}1]$ に限られており、この結果はa3、c1転位の活動の優位性を明確に示している。もともとBCC結晶中ではラセン転位の交叉すべりによる動的回復が起こりやすいが、(001)[110]方位粒においては活動転位のバーガスベクトルの数が非常に少なく、転位同志の交切といった相互作用が生じにくいから、圧延変形中の交差滑りによる動的回復がより助長される。(001)[110]方位粒が、均一滑らかな変形組織(Fig. 3. 7(c))、均一に分散した転位組織と低転位密度(Fig. 3. 13)、低加工硬化量(Fig. 3. 6)を示した理由は、このことから説明される。

<注3> 本文中では{112}<111>すべり系と{110}<111>すべり系とを同等に扱い、

{112}<111>すべり系に属するa3、c1の活動を前提として考察を行っているが、両すべり系の活動のおこり易さ、すなわちパイエルスポテンシャルは等価であるとは限らない。しかし、もし{112}<111>すべりが活動しないとしても、{110}<111>すべり系に属するA3、B3、C1、D1の活動によって同様の結晶の形状変化が起こり、以下での議論に影響はない。

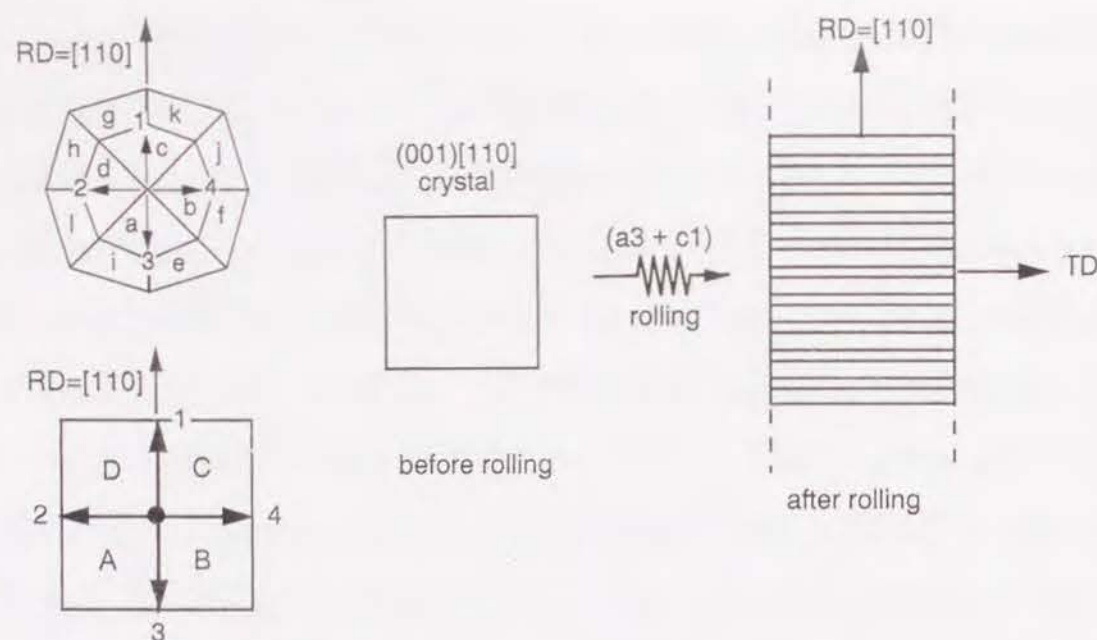


Figure 3.29 (001)[110]方位粒のa3、c1の活動による形状変化を示す模式図

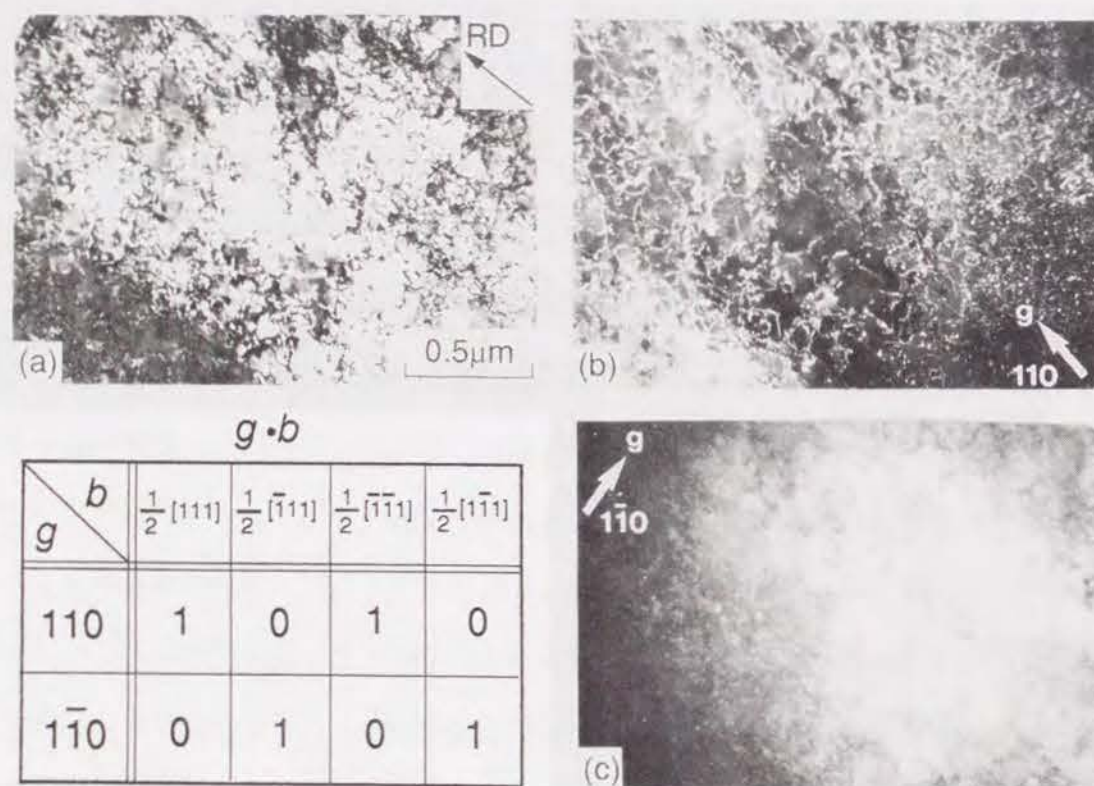


Figure 3.30 70%圧延後のFe-19%Cr(001)[110]方位粒中の転位のTEM暗視野像観察によるバーガースベクトルの決定。入射電子線方向は[001]。

- (a) 明視野像。
 (b) 暗視野像。g=[110]
 (c) 暗視野像。g=[110]

最後に、(001)[510]-[320]方位（グループB）における主すべり系は、Fig. 3.25よりわかる通りA3、C1またはa3、c1である。これらの活動は(001)[100]方位の場合と同様の形状変化を引き起こす。(001)[100]方位の場合と異なるのは、1または3で示されるバーガースベクトルを持つ主すべり系のSrと、2または4で示される2次すべり系のSrとの差が大きいことである。したがって、粒界に主すべり転位が蓄積されて応力場が形成されても、A2、C4などの2次すべり系は(001)[100]方位の場合ほどは活性化されない。このことが、グループBに属する柱状晶粒が(001)[110]への方位回転を起こし（Fig. 3.4）、微細な変形帯の導入が粒界近傍にほぼ限定されていた（Fig. 3.7(d)）理由であろう。

このように、グループBでは形状変化のaccommodationが、その粒自身では起こりにくい。その場合、accommodationが隣接する粒によって担われる可能性がある。すでに試片Iにおいて、粒#1と粒#2が、例外的な方位回転、圧延組織を示すことを述べた。これらの粒の周囲を取り囲む粒の方位をFig. 3.2(a)により確認すると、両者とも多くのグループB、またはグループDの粒に取り囲まれていることが分かる。試片Iだけでなく、再結晶挙動を調べた試片IIにおいても、グループCに属するにもかかわらず、例外的に大きい再結晶挙動を示した粒#1と#2があった。これらの周囲を取り囲む粒をFig. 3.2(b)により確かめると、やはりグループB、Dに属する粒が多いことが分かる。グループDは初期NDが[001]から15°以上離れている粒であり、グループBと同様に方位回転を起こしやすい。すなわち、形状変化の大きい粒であると考えられる。例外的挙動を示した粒は多くのグループB、D粒に取り囲まれており、周囲の粒の形状変化をこれらの粒が担った結果、例外的挙動を示したものであることが示唆される。

以上の考察より、初期方位によって圧延変形組織が大きく異なる理由は、主すべり系の相対的な優位性と、隣接粒の拘束により幅方向の形状変化を抑制しようという効果が初期方位によって大きく異なるためと結論される。

3. 5. 2. 再結晶挙動の初期方位依存性と、cube再結晶集合組織の形成に関する考察

柱状晶粒の再結晶挙動は(001)[100]初期方位粒と(001)[110]初期方位粒とで大きく異なるが、これは粒内での再結晶粒の核生成頻度の違いとして理解される。すなわち、(001)[100]初期方位粒中からは焼鈍時に粒内より多数の再結晶粒が生成するのに対し、(001)[110]初期方位粒中では粒界近傍よりごく少数の再結晶粒が生成するのみで、それらが粒内の未再結晶部をゆっくりと侵食していく過程をとる。こうした核生成頻度の違いは、不均一変形組織の導入度の違いを反映している。

再結晶粒の核生成とは、成長可能な十分な駆動力（周囲のマトリクスとの転位密度差）を持ち、かつ十分な易動度を持つ大角粒界に周囲（またはその一部）を囲まれた微小領域（核）が、回復によって形成される過程といえる。すなわち、ある微小領域が核生成する能力の大小は、変形組織が形成された時点ですでに決定していると考えられる。

もともと BCC 結晶ではラセン転位の交叉すべりが起こり易く、さらに pencil glide の可能性もあることから、すべり面よりもすべり方向が重要な意味を持つ。 $\langle 111 \rangle$ すべり方向は全部で 4 種しかないが、(001)[100] 方位柱状晶粒中ではこの 4 種がすべて等量ずつ活動していたことをすでに示した。このような極端な多重すべりは転位同志の交切などによる不動転位の形成を助長し、結果として転位が次々に蓄積して、圧延後には大きい硬度、セル組織を示す。さらに局所的には転位の活動量のバランスが崩れ、(001)[100] 方位からの回転を起こした領域が多数生じて筋状変形帯を形成する。こうした状況は、再結晶核生成に必要な駆動力、局所的な大きな方位差の双方を満たしており、(001)[100] 方位柱状晶粒中の核生成頻度が高かった事実を良く説明する。

一方、(001)[110] 方位柱状晶粒中では主に 2 種の $a/2\langle 111 \rangle$ 転位しか活動しないことをすでに示した。この結果、(001)[110] 粒内では変形中に交叉すべりによる動的回復が顕著に進み、70% 圧延後も極めて転位密度が小さく、方位差も小さい組織が形成される。これは明らかに再結晶核の生じ難い状況であり、(001)[110] 粒の再結晶が極めて起こりにくかった事実をよく説明する。(001)[110] 粒では再結晶粒が粒界近傍のみから少数発生したが、

これは隣接粒との相互作用を生じにくい(001)[110]粒とはいえ、粒界近傍で変位の連続性を保つために緩和すべり (accommodation slip) がある程度おこり、不均一変形組織が導入されて、そこから再結晶粒が核生成したものと考えられる。

こうした(001)[110]方位結晶の再結晶挙動は、材料の組織制御の観点から見ると非常に好ましくない。なぜならば、(001)[110]方位粒の存在によって再結晶完了に多くの時間が必要となり、さらに粒径の不均一な再結晶組織が生じるからである。特に凝固組織中には粗大な(001)[110]方位粒が数多く含まれるため、ストリップ連铸プロセスによって製造された鋳片の組織制御のためには、何らかの工夫が必要となる。この点については、第 6 章で詳しく述べる。

最後に cube 再結晶集合組織の形成について考察する。すでに述べたように BCC 金属・合金多結晶体の一次再結晶集合組織として cube は特異なものである。本研究により、cube 方位を持つ粒が主に(001)[100]初期方位粒に形成された筋状変形帯より生成することが明らかとなった。すなわち、cube 集合組織が柱状晶材のみに形成された理由は、(001)[100]初期方位粒が数多く含まれるためである。では何故 cube 再結晶粒は筋状変形帯より生じたのか。Fig. 3.12 に示したように、筋状変形帯は(001)[100]方位をほぼ維持した領域と、(001)[100]からのランダムな向きの方位回転をおこした領域とが交互に並んだ構造を持つ。この組織からの再結晶がおこり易いことはすでに述べた通りだが、そこから生じる再結晶粒は、変形組織中の方位分散に含まれるいずれかの方位を持つと考えられる。その時、筋状変形帯の方位分散は(001)[100]を中心としたものであり、確率的にこの方位を持つ再結晶粒が多くなったと考えることができる。実際、筋状変形帯より生成した再結晶粒のうち、cube 方位を持つものの割合が約 45% であり、残りの粒の方位分布はほぼランダムであった事実は、変形組織中の方位分散とよく対応している。

3. 6. 結論

Fe-19%Cr(BCC) 合金凝固柱状晶材の圧延・再結晶挙動に対する初期結晶方位の影響を、柱状晶粒の同一視野観察を行なうことによって調べ、以下の点を明らかにした。

[1] 圧延前、強い{001}<uv0>集合組織を持つ柱状晶材は、70%圧延によって{001}<110>

圧延集合組織を形成し、さらにその後の 973 K 焼鈍によって、(001)[100]cube再結晶集合組織を形成する。cube再結晶集合組織の集積は弱く、cube方位を持つ再結晶粒の割合は14%である。cube再結晶集合組織は、同じFe-19%Cr合金の初期方位ランダムな等軸多結晶材には形成されず、柱状晶材特有の集合組織である。

[2] 柱状晶材は等軸晶材に比べて再結晶速度が小さい。70%圧延、973 K 焼鈍時の50%再結晶に要する時間は、柱状晶材が 2.2ks、等軸晶材（初期粒径45 μ m）が 0.6ksである。また、柱状晶材は粒径の極めて不均一な再結晶完了組織を形成する。

[3] 各柱状晶粒の圧延・再結晶挙動は初期結晶方位に強く依存する。柱状晶粒を初期方位によって(001)[100]、(001)[510]-[320]、(001)[110]の3グループに分けると、各グループの挙動は以下のように特徴づけられる。

(i) (001)[100]初期方位粒…圧延時にマクロには方位を維持し、微細な筋状変形帯が粒内全域に形成される。この筋状変形帯は粒内の方位変化を反映しており、(001)[100]方位をほぼ維持した微小領域と、(001)[100]から不特定の方位へ方位回転を起こした微小領域とが交互に並んだ構造を持つ。また、その転位下部組織は等軸状セル組織である。70%圧延後のビッカース硬度は 230-250 である。973 K 焼鈍時には、粒内のいたる場所から多数の再結晶粒が形成される。50%再結晶に要する時間は 1 ksである。粒内より生じた再結晶粒の45%はcube方位を持つ。

(ii) (001)[510]-[320] 初期方位粒…圧延によって(001)<110>への方位回転を起こす。比較的均一なマトリクス中に微細な変形帯が散在した圧延組織を示し、

この変形帯は特に粒界近傍に多く見られる。70%圧延後のビッカース硬度は 200-240 である。焼鈍時には微細な変形帯から優先的に再結晶粒が生成し、均一なマトリクスからの再結晶は起こりにくい。そのため、このグループでは粒内に導入された変形帯の多少に対応して、再結晶速度が粒によって大きくばらつく。50%再結晶に要する時間は、平均で 3.5ksである。生じた再結晶粒の方位分布はほぼランダムで、cube方位粒の割合は4%である。

(iii) (001)[110]初期方位粒…圧延後も初期方位を維持し、均一滑らかな変形組織を示す。粒内には転位が比較的均一に分散しており、転位密度は約 3×10^{10} と小さく、方位変化もほとんど認められない。70%圧延後のビッカース硬度は 190-210 である。再結晶は極めて起こりにくく、粒界近傍から生成する少数の再結晶粒が粒内の未再結晶部を侵食していく。50%再結晶に要する時間は 7 ksである。すなわち、柱状晶材の再結晶速度が等軸晶材よりも小さく、極めて不均一な再結晶組織を形成する原因は、柱状晶材中には再結晶の極めて起こりにくい(001)[110]初期方位粒が多数含まれるためである。再結晶粒の方位分布はランダムに近く、cube方位の割合は6%である。

[4] 圧延・再結晶挙動の初期方位依存性は、各方位における主すべり系の相対的優位性と、隣接粒の拘束による幅方向の形状変化の抑制をもとに理解される。すなわち(001)[100]方位における主すべり系の活動は幅方向の形状変化を起こそうとするが、これは隣接粒の拘束のために accommodationを必要とする。その時、この方位では主すべり系と2次すべり系のシュミット因子の差が非常に小さいために、4種の $a/2$ <111>転位がそれぞれ等量ずつ活動する。このような極端な多重すべりのために(001)[100]方位粒の加工硬化量は大きくなり、マクロに方位が維持される。また、局所的には4種の転位の活動量比の釣り合いが崩れ、方位回転が起こって筋状変形帯が形成される。こうした組織は局所的な方位差と高転位密度の双方を満たすために再結晶に有利であり、また、(001)[100]方位を維持した微小領域を多数含むためにcube方位を持つ再結晶粒が多数形成される。一方、(001)[110]方位粒においては

主すべり系の相対的優位性が高く、かつその活動によって幅方向の形状変化が起こらないため、粒内ではほぼ主すべり系転位のみが活動する。その結果、変形中の交叉すべりによる動的回復が進み、低転位密度、かつ均一な変形組織を示す。こうした変形組織中には局所的方位変化がほとんどなく、転位密度も低いために再結晶粒は形成され難い。以上の考察から(001)[100]方位粒と(001)[110]方位粒とでは粒内の変形組織を構成する転位のバーガースベクトルの数が異なるはずであるが、それは TEMによる暗視野観察により実証された。

参考文献

- [1] 牧 正志 : CAMP-ISIJ, 1 (1988), 1674
- [2] 武智 弘、川崎 薫、鈴木 亨 : 日本金属学会会報、29(1990)、413
- [3] C. Barrett and T. B. Massalski : 「Structure of Metals」 3rd revised edition, Pergamon Press (1980), p. 535
- [4] K. Yamazaki and Y. Uematsu : Proc. Int. Conf. on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals (THERMEC '88), Iron and Steel Inst. Jpn., Tokyo (1988), p. 154
- [5] Y. Uematsu and K. Yamazaki : Proc. Int. Conf. on Stainless Steels '87, Inst. of Metals, London (1988), p. 386
- [6] Y. Shimizu, Y. Ito and Y. Iida : Metall. Trans. A, 17A (1986), 1323
- [7] 川原浩司 : 日本金属学会誌、38 (1974), 440
- [8] J. L. Walter and E. F. Koch : Trans. AIME, 233 (1965), 1205
- [9] C. G. Dunn : Trans. AIME, 227 (1963), 1011
- [10] C. S. Barrett and L. H. Levenson : Trans. AIME, 145 (1941), 281
- [11] Y. Taneda : Jpn. J. Appl. Phys. 4 (1965), 16
- [12] M. Feller-Kniepmeier and N. Wanderka : Z. Metallkde. 79 (1988), 673
- [13] R. A. Vandermeer and B. B. Rath : Metall. Trans. A, 20A (1989), 391
- [14] 小西元幸、小原隆史、田中智男 : 鉄と鋼、70 (1984), 1833
- [15] J. L. Walter and W. R. Hibbard, Jr. : Trans. AIME, 212 (1958), 731
- [16] J. L. Walter and E. F. Koch : Acta Metall. 10 (1962), 1059
- [17] J. L. Walter and E. F. Koch : Acta Metall. 11 (1963), 923
- [18] C. G. Dunn : Acta Metall. 1 (1953), 163
- [19] C. G. Dunn : Acta Metall. 2 (1954), 173
- [20] P. K. Koh and C. G. Dunn : Trans. AIME, 203 (1955), 401
- [21] C. G. Dunn and P. K. Koh : Trans. AIME, 206 (1956), 1017

- [22] C. G. Dunn and P. K. Koh : Trans. AIME, 209 (1957), 81
- [23] C. G. Dunn and E. F. Koch : Acta Metall. 5 (1957), 548
- [24] H. Hu : Trans. AIME, 215 (1959), 320
- [25] H. Hu : Acta Metall. 8 (1960), 124
- [26] H. HU : Trans. AIME, 221 (1961), 130
- [27] B. Grzemba and H. Hu : Z. Metallkde. 53 (1961), 331
- [28] H. Hu : Trans. AIME, 224 (1962), 75
- [29] H. Hu : Acta Metall. 10 (1962), 1112
- [30] H. Hu : Trans. AIME, 230 (1964), 572
- [31] 田岡忠美、古林英一、竹内 伸 : 鉄と鋼、54 (1968), 162
- [32] 田岡忠美、古林英一、竹内 伸 : 鉄と鋼、54 (1968), 192
- [33] T. Taoka, E. Furubayashi and S. Takeuchi : Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 6 (1966), 290
- [34] T. Taoka, E. Furubayashi and S. Takeuchi : Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 7 (1967), 95
- [35] W. R. Hibbard, Jr. and W. R. Tully : Trans. AIME, 221 (1961), 336
- [36] R. G. Aspden : Trans. AIME, 215 (1959), 986
- [37] H. Abe, M. Matsuo and K. Ito : Trans. JIM, 4 (1963), 28
- [38] 橋本 修、大橋延夫、藤元克己 : 鉄と鋼、57 (1971), 1155
- [39] 橋本 修、大橋延夫、藤元克己 : 鉄と鋼、57 (1971), 1167
- [40] 古林英一 : 鉄と鋼、56 (1970), 734
- [41] E. Furubayashi : Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 9 (1969), 222
- [42] T. Haratani, W. B. Hutchinson, I. L. Dillamore and P. Bate : Metal Science, 18 (1984), 57
- [43] K. Ushioda and W. B. Hutchinson : ISIJ Int. 29 (1989), 862
- [44] 和田敏哉、松本文夫、黒木克郎 : 日本金属学会誌、32 (1968), 767
- [45] H. Hu and R. S. Cline : Trans. AIME, 224 (1962), 784
- [46] R. S. Cline and H. Hu : Trans. AIME, 233 (1965), 57
- [47] N. K. Chen and R. Maddin : Trans. AIME, 197 (1953), 300
- [48] N. Ujjiye and R. Maddin : Trans. AIME, 206 (1956), 1298
- [49] F. M. A. Carpay, S. Mahajan, G. Y. Chin and J. J. Rubin : Acta Metall. 25 (1977), 149
- [50] R. A. Vandermeer, C. L. Vold, M. A. Imam and B. B. Rath : Proc. Int. Conf. on Textures of Materials (8th ICOTOM), New Mexico (1987), p. 543
- [51] R. A. Vandermeer and W. B. Synder, Jr. : Metall. Trans. A, 10 (1979), 1031
- [52] 阿部光延、小甲康二、林 征夫、速水哲博 : 日本金属学会誌、44 (1980), 84
- [53] M. Abe, Y. Kokabu, Y. Hayashi and S. Hayami : Trans. JIM, 11 (1982), 718
- [54] A. Skalli, R. Fortunier, R. Fillit and J. H. Driver : Acta Metall. 33 (1985), 997
- [55] 柴柳敏哉、堀 茂徳 : 軽金属、42 (1992), 306
- [56] 黒沢文夫、田口 勇、谷野 満 : 日本金属学会会報、20 (1981), 377
- [57] 竹内 栄、本間敏夫、池田 晋 : 日本金属学会誌、22 (1958), 320
- [58] 長嶋晋一 編著 : 「集合組織」、丸善 (1984), p. 61
- [59] 辻 伸泰 : 京都大学修士学位論文、(1991)
- [60] 川崎宏一、松尾宗次 : 鉄と鋼、70 (1984), 1808
- [61] T. Sakai, Y. Saito and K. Kato : Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 27 (1987), 520
- [62] T. Sakai, Y. Saito, M. Matsuo and K. Kawasaki : ISIJ Int. 31 (1991), 86
- [63] 潮田浩作、阿部光延 : 鉄と鋼、70 (1984), 96
- [64] 植松美博、星野和夫、牧 正志、田村今男 : 鉄と鋼、70 (1984), 2152
- [65] R. D. Doherty : 「Recrystallization of Metallic Materials」 edited by F. Haessner, Dr. Riederer-Verlag, GmbH, Stuttgart (1978), p. 23
- [66] I. L. Dillamore, P. L. Morris, C. J. E. Smith and W. B. Hutchinson : Proc. Roy. Soc. London A, 329 (1972), 405

4. 1. 序

本章では、Fe-19%Cr(BCC) 合金の{001}<uv0>方位単結晶の圧延・再結晶挙動を示す。

{001}<uv0>方位単結晶とは、圧延面が(001)面に平行で、圧延方向が[100]-[110]の間の種々の方位に平行な単結晶のことである。過去に{001}<uv0>方位 BCC単結晶の圧延・再結晶挙動はFe-Si 合金[1-17]、純Fe[9, 18]、Fe-C合金[19]、Mo[20, 21]、Ta[22]を用いて調べられている。それらのうち田岡ら[1-4]の報告した結果は、Table 3.4 に示した通りである。

(001)[100]方位を持つBCC 単結晶には、圧延時に特殊な不均一変形組織が形成されることがよく知られている[1, 3, 6-12]。その変形組織とは、Fig. 4.1 に示すような、圧延面より見てRD方向に長く伸びた直線性の良い帯状組織である。各々の帯の中では、結晶は(001) 面を圧延面に保ったまま(001)<110>方位への回転を起こしているが、その方向が隣

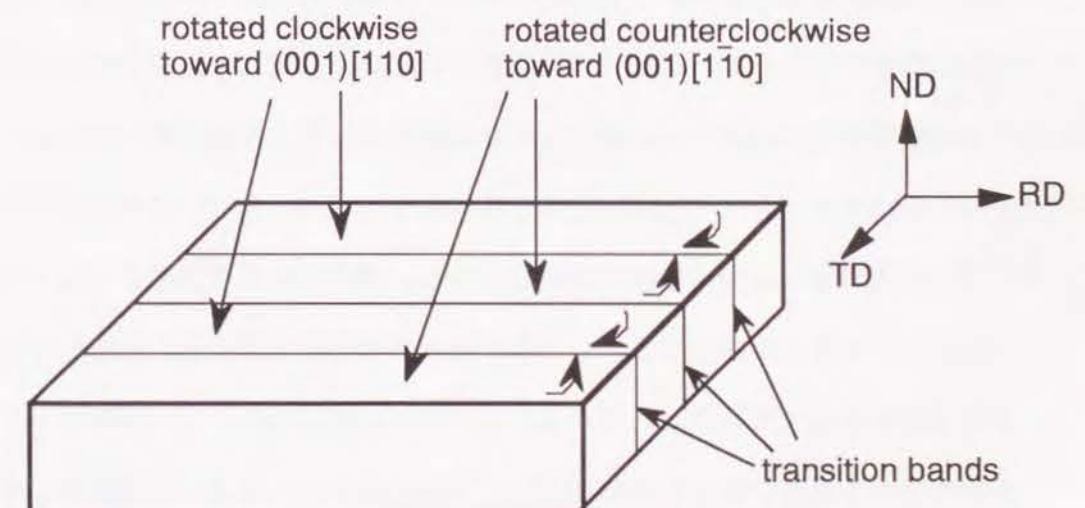


Figure 4.1 (001)[100]方位 BCC単結晶を圧延した時に形成されるマトリクスバンドの模式図

- [67] 文献 [58], p. 117
- [68] 文献 [58], p. 253
- [69] 長嶋晋一、関野昌蔵、加藤 弘：日本金属学会誌、27 (1963), 481
- [70] R. von Mises : Z. Angew. Math. Mech. 8 (1928), 161
- [71] B. Jaoul 著、幸田成康 監修、諸住正太郎、舟久保熙 共訳：「金属の塑性」、丸善 (1969), p. 343
- [72] 関根和喜：日本金属学会セミナーテキスト、「多結晶体の結晶方位分布の制御と材料特性」、(1992)、東京、p. 13
- [73] I. L. Dillamore and W. T. Roberts : Acta Metall. 12 (1964), 281
- [74] G. Sachs : V. D. I. 72 (1929), 34
- [75] G. I. Taylor : J. Inst. Met. 62 (1938), 307
- [76] 友田 陽：西山記念技術講座、「ミクロ組織と機械的性質の関係の定量化」、日本鉄鋼協会 (1989)
- [77] I. L. Dillamore and H. Katoh : Metal Science, 8 (1974), 21
- [78] J. F. W. Bishop and R. Hill : Phil. Mag. 42 (1951), 414
- [79] J. F. W. Bishop and R. Hill : Phil. Mag. 42 (1951), 1298
- [80] C. S. Lee, B. J. Duggan and R. E. Smallman : Acta Metall. Mater. 41 (1993), 2265
- [81] C. S. Lee and B. J. Duggan : Acta Metall. Mater. 41 (1993), 2691
- [79] D. Kuhlmann-Wilsdorf and E. Aernoudt : J. Appl. Phys. 54 (1983), 184

接する帯ごとに、時計回り、反時計回りに異なっている。この変形組織は、マトリクスバンドと呼ばれる[23]。マトリクスバンドの境界部には遷移帯 (transition band) と呼ばれる領域があり、この部分が隣接するバンド間の大きな方位差を受け持つ[23-25]。一方、(001)[110]方位単結晶にはマトリクスバンドは形成されず、均一な特徴のない変形組織を示すことが知られている[1, 3, 16-19]。しかし、過去に行なわれた研究のほとんどは対称性の良い(001)[100]、(001)[110]両方位に関するものであり、両者の中間の方位に関しては田岡ら[1-4]がFe-3%Si合金の(001)[410]方位単結晶について調べた例があるのみである。彼らは、(001)[410]方位単結晶にはマトリクスバンドが形成されないことを示しているが、全く異なる変形組織を示す(001)[100]と(001)[110]の中間の方位の単結晶の圧延挙動は十分に調べられているとはいえない。

従来、(001)[100]方位BCC 単結晶にマトリクスバンドが形成される理由として、(001)[100]が圧延における擬安定方位<注1>であって、[001]軸を回転軸として時計回りに(001)[110]へ向かう回転と反時計回りに(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]へ向かう回転が等価である結果、結晶中の領域ごとに偶然によって時計回りまたは反時計回りの回転がおこるとの説明がなされてきた[1, 3, 24, 25]。この考えが正しければ、マトリクスバンドは(001)[100]方位(擬安定方位)のみに見られる特殊なものということになる。しかし、金属の変形組織中にしばしば見られるマトリクスバンドタイプの変形帯は、必ずしもこうした擬安定方位のみから生じるわけではない。例えば、BCC 結晶の圧縮変形における擬安定方位は、

<注1> 擬安定方位(metastable orientation)とは、変形時に正確にその方位を保っている間は安定であり得るが、少しでも方位のずれが生じると他の方位への方位回転を起こすような方位のことである。この用語はDillamore ら[24]によって用いられたものであり、彼らは具体的にいくつかの擬安定方位を示している。一方、安定方位(stable orientation)とは、少々方位がずれてもその後の変形でまたその方位に戻るような回転が起こるもののことを指す。BCC結晶の圧延変形においては、{001}<110>, {112}<110>, {111}<112>などが安定方位として知られている。

Dillamore and Katoh [27]によればステレオ三角形中で<114>と<101>を結ぶ線上に位置する圧縮軸をもつ方位である。一方、Barrett [26]は、種々の方位のFe単結晶を圧縮変形したときのマトリクスバンドの形成の有無を調べた。Feの圧縮変形においては[100]と[111]をそれぞれ圧縮軸に平行な方位として持つマトリクスバンドが形成されるが、Barrettの結果によれば、マトリクスバンドを生じる初期方位の分布はステレオ三角形中の広範囲にわたっており、Dillamore and Katoh が予測した線上のみに限られていない。同様に、前章で示したように、Fe-19%Cr合金柱状晶で見出された(001)+(111)方位を持つマトリクスバンド(Fig. 3.14)も擬安定方位ではない初期方位の粒で生じている。こうした結果は、マトリクスバンドの形成機構として、擬安定方位のみに頼った議論が現実には成り立たないことを示している。本研究では{001}<uv0>初期方位単結晶の圧延組織を詳細に調べ、その結果をもとに圧延変形組織中にあらわれるマトリクスバンドの形成原因を論じる。

また、マトリクスバンドの境界部の遷移帯は、鋭い格子湾曲を持つために再結晶粒生成の有力なサイトになると期待される[23, 24]。実際、(001)[100]単結晶に生じるマトリクスバンドの境界部の遷移帯から焼鈍時に再結晶粒が優先的に生成する例が、いくつか報告されている[2, 4, 7, 8, 12]。しかし、その再結晶粒の方位については、研究者により結果に食い違いが見られる。例えばWalterら[7, 8]は、TEM観察により遷移帯から(001)[100]方位を持つ再結晶粒が生成することを示した。一方、田岡ら[2, 4]の結果では、遷移帯からの再結晶粒は{113}<411>方位を持っており、又、Hu [12]の結果もこれに近いものである。本研究では、果たして遷移帯が優先核生成サイトとなり得るのか、又、そこから生じる再結晶粒がどのような優先方位を持つのかを明らかにする。

4. 2. 実験方法

Bridgman法により作製したFe-19%Cr合金単結晶から、放電加工機を用いて目的の方位を持つ直方体形状の単結晶試片を切り出した。{001}<uv0>と表現することのできる方位と

して、(001)[100]、(001)[510]、(001)[410]、(001)[12,5,0]、(001)[320]、(001)[110]の6種の方位を選択した。Table 4.1 に、各方位におけるRDと [100]方向のなす角度 θ を示す。Table 4.2 には、用いた単結晶試片の寸法を示す。

各単結晶材は、1423 Kで 1.8ksの溶体化処理を行って炭化物を溶解させた後に水冷し、室温で一方向に70%の圧延を施した。圧延組織の観察はND面およびRD面にて行った。圧延後の方位をマイクロファセットピット法およびX線極点図法により調べた。圧延材を973 Kに保持したソルトバス中で種々の時間焼鈍し、再結晶挙動を調べた。各焼鈍時間における再結晶率は、光学顕微鏡組織上でのポイントカウンティング法により測定した。再結晶粒の方位を ECP法およびX線極点図法により測定した。

4. 3. 圧延挙動

4. 3. 1. 圧延による試片の幅の増加

圧延変形は、理想的にはND方向の圧縮歪とRD方向の引張歪とを組み合わせた平面歪変形と考えることができる[28]。この考えに立てばTD方向への歪は本来許されないものであり、それが生じようとする場合には、結晶の変形が影響を受ける。実際、第3章で述べた柱状晶材の結果では、幅方向の形状変化を起こそうとする結晶ほど粒内に多数の不均一変形組織が導入されていた。

Fig. 4.2 に、各初期方位単結晶を70%冷間圧延したときの試片の幅の増加率を、初期方位 (θ) に対してプロットする。試片の幅の増加率は(001)[100]方位単結晶において最も大きく、50%近くにもなり、初期RD方位が[110] に近づくにつれて小さくなっている。(001)[12,5,0]、(001)[320]、(001)[110]の3方位においては、幅の増加率は約20%でほぼ一定である。尚、Fe-19Cr 柱状晶材、および等軸晶材などの多結晶体を同じ条件で70%圧延した場合の幅の増加率は、約10%であった。

Table 4.1 実験に供した単結晶試片の方位と、初期 [100]方向とRD方向のなす角

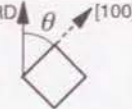
Initial orientation	ND	(001)					
	RD	[100]	[510]	[410]	[12,5,0]	[320]	[110]
Angle between initial [100] and RD, θ / deg.		0°	11.3°	14.0°	22.6°	33.7°	45°
Symbol							

Table 4.2 実験に供した Fe-19%Cr(BCC)合金単結晶試片の寸法

Initial orientation	Size (mm)		
	thickness	width	length
(001)[100]	4.22	5.52	12.00
	4.42	4.17	9.46
	4.80	4.95	9.96
(001)[510]	4.12	4.45	10.96
	4.87	3.07	8.22
(001)[410]	4.08	3.71	8.41
(001)[12,5,0]	4.89	4.41	7.88
(001)[320]	3.21	4.34	9.08
(001)[110]	4.02	3.67	10.49
	4.91	5.07	9.10

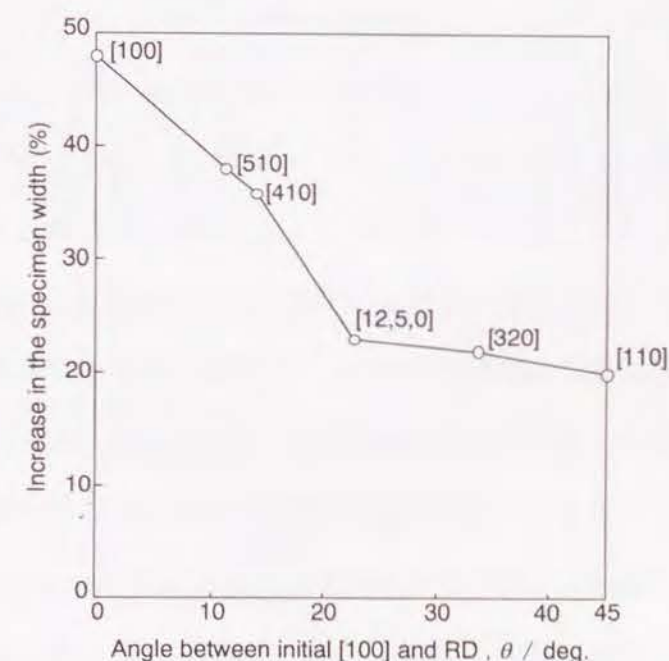


Figure 4.2 Fe-19%Cr単結晶試片の、70%圧延に伴う幅の増加率

単結晶材の幅の増加率が初期方位に対応して変化する理由は、すべり系の幾何学的配置、すなわち主すべり方向のTD成分が方位ごとに異なることによると考えられる。これについては後に詳しく述べる。また、多結晶材よりも単結晶材のほうが幅の増加率が大きかった理由は、単結晶材が隣接粒によって幅方向の拘束を受けない結果、主すべり系が非常に優先的に活動するためと考えられる。一方、多結晶材においても10%の幅広がりを生じて平面歪条件を満足しなかった事実は、本研究における圧延変形が圧縮成分の優れたものであることを示唆している。

4. 3. 2. 圧延組織

Fig. 4.3 に、各初期方位単結晶の70%圧延後の光学顕微鏡組織（ND面観察）を示す。(001)[100]初期方位単結晶中に、RD方向に平行に長く伸びた直線性の良い帯状組織が形成されている。この帯の幅は20~150 μm であり、長さは数mm以上である。この組織は、Fe-3%Si 合金などの(001)[100]方位 BCC単結晶で報告されているマトリクスバンド[1, 3, 6-12]と同様のものである。但し、Fig. 4.3(a)からわかる通り、各帯中には微細な筋状の組織があり、その筋の方向が隣接する帯ごとに異なって矢はず状の模様 (herring-bone structure)を形成しているが、こうした組織は過去に報告がない。さらにFig. 4.2(b), (c)に示す通り、(001)[510]、(001)[410]両初期方位単結晶中にも、同様の長く伸びた帯状組織が形成されている。但し、これらの伸長方向は(001)[100]単結晶の場合と異なり、RDに対して角度をなしている。Fig. 4.3(a)-(c)中には、各結晶の初期 [100]方向を $[100]_1$ として記入しているが、帯状組織の境界はいずれの場合も初期 [100]方向にほぼ平行である。

これら帯状変形組織の3次元形態を知るために、RD面上での組織観察を行った。その結果、いずれの場合も帯状組織は圧延面に対してほぼ垂直な板状の形態を持つことが判明した。例として、Fig. 4.4 に(001)[510]単結晶に形成された帯状組織のRD面上の光顕写真を示す。ND面上で観察した時に帯の伸長方向が初期 [100]方向にほぼ平行であることと合わせて考えると、(001)[100]、(001)[510]、(001)[410]各初期方位単結晶に形成された

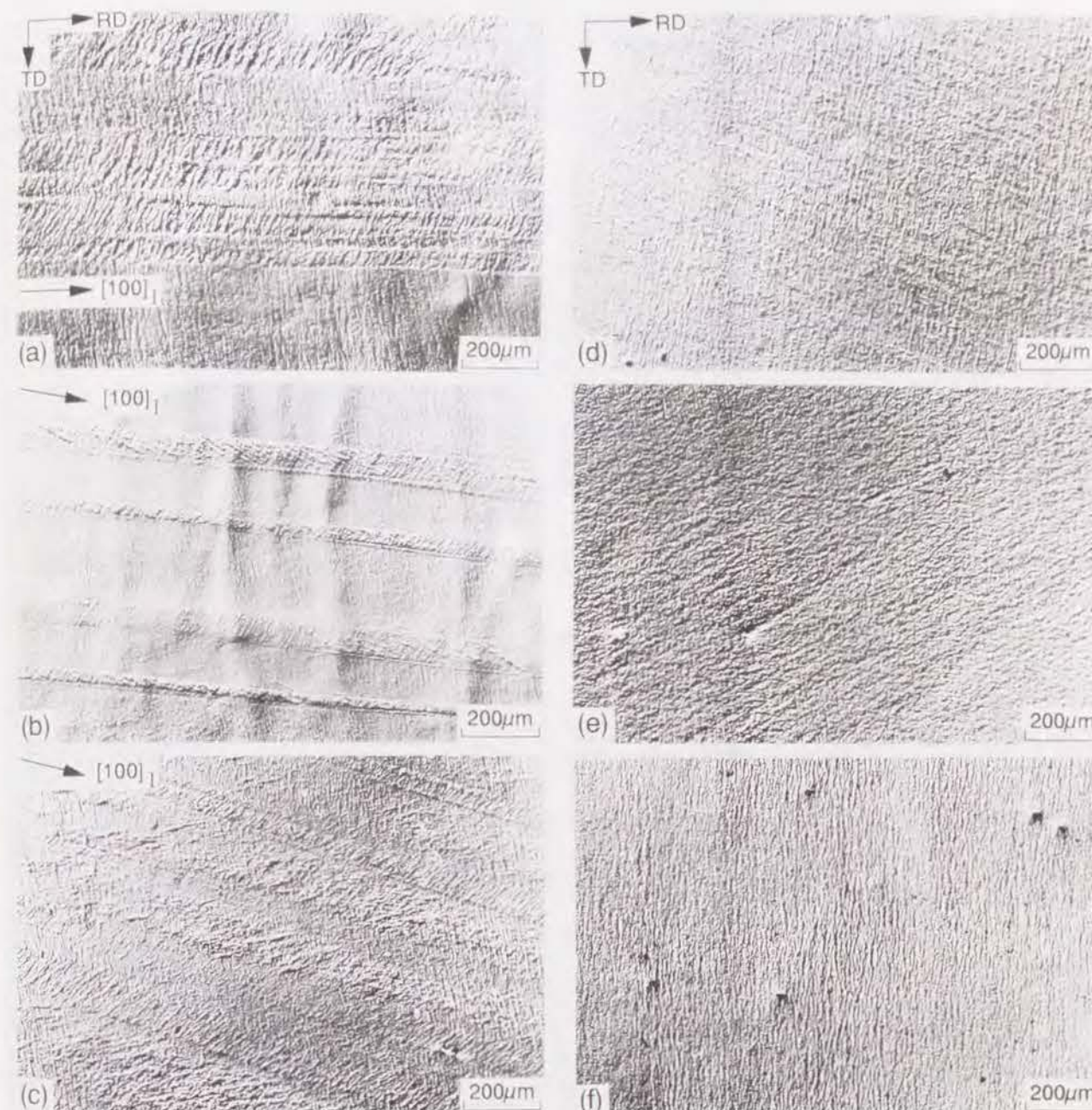


Figure 4.3 70%圧延後のFe-19%Cr単結晶の変形組織（ND面観察）。光学顕微鏡組織

- (a) (001)[100]方位単結晶
- (b) (001)[510]方位単結晶
- (c) (001)[410]方位単結晶
- (d) (001)[12.5, 0] 方位単結晶
- (e) (001)[320]方位単結晶
- (f) (001)[110]方位単結晶

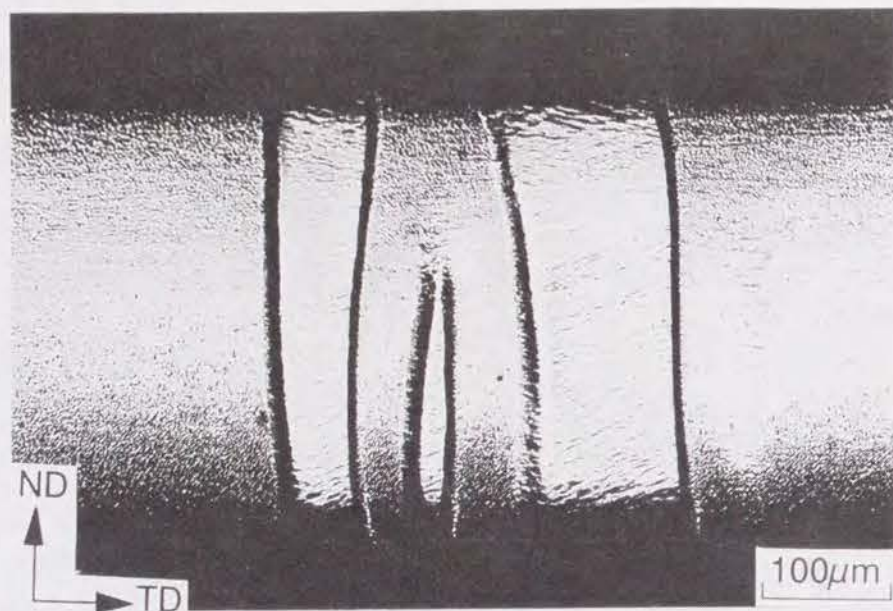


Figure 4.4 70%圧延後のFe-19%Cr合金(001)[510]方位単結晶のRD面上の光学顕微鏡組織

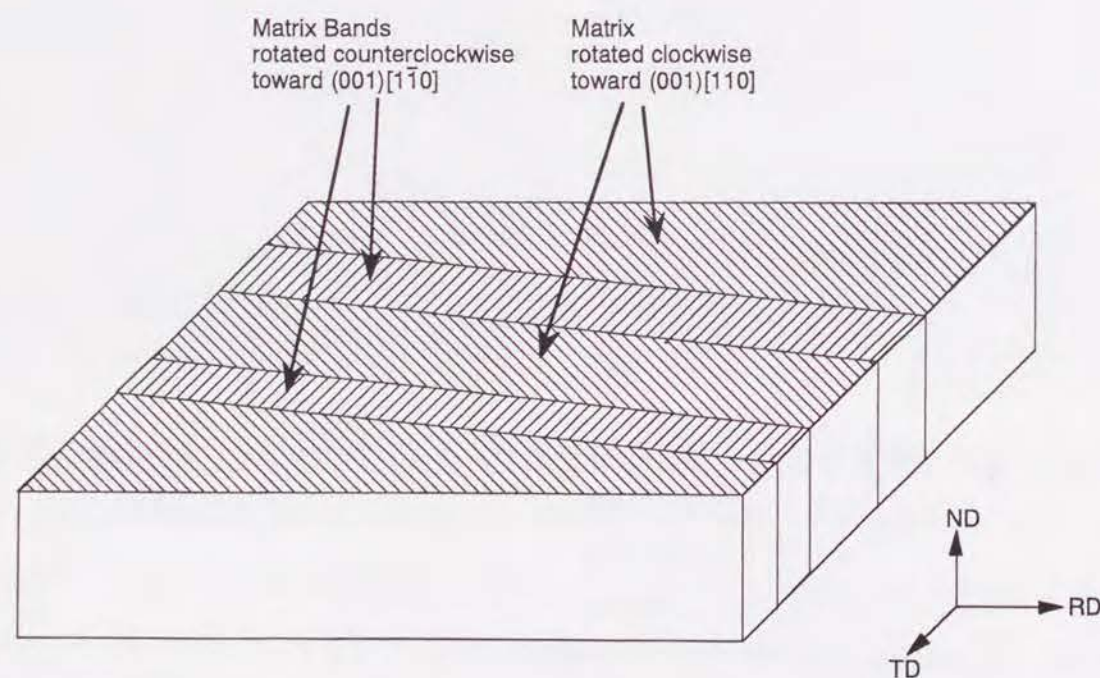


Figure 4.5 Fe-19%Cr合金の(001)[100]～(001)[410]方位単結晶に形成されるマトリクスバンドの形態を示す模式図

帯状圧延組織は、いずれも結晶の初期(010)面にほぼ平行な境界面を持つ。なお、これ以降、帯状組織中の体積率の小さいほうの帯をマトリクスバンド、体積率の大きい方を地(マトリクス)と呼ぶことにする。Fig. 4.5に、Fe-19%Cr合金単結晶に形成されるマトリクスバンド組織の模式図を示す。

一方、(001)[12, 5, 0]、(001)[320]、(001)[110]の各初期方位単結晶には、Fig. 4.2(d)-(f)に示す通り、マトリクスバンドは形成されない。Fig. 4.3(d)-(f)中には微細な筋状組織がしわのように存在しているが、これらは明瞭な境界を持たず、全般的に圧延組織は均一滑らかなものである。

Fig. 4.6に、各圧延組織中のマトリクスバンドの体積率をポイントカウンティング法により求めた結果を示す。測定はRD面上の組織において行った。マトリクスバンドの形成されなかった(001)[12, 5, 0]、(001)[320]、(001)[110]初期方位単結晶における体積率は当然0%であるが、マトリクスバンドの形成された(001)[100]、(001)[510]、(001)[410]においても、バンドの体積率は初期RD方向が[100]から[110]へと近づくにつれて減少している。すなわち、マトリクスバンドは(001)[100]初期方位単結晶において最も形成されやすく、全体積の50%近くを占めるが、初期RD方向が[110]に近づくにつれて形成され難くなり、(001)[12, 5, 0]～(001)[110]初期方位単結晶には全く形成されず、その形成の有無が初期方位の影響を強く受けることが明らかとなった。

4. 3. 3. 圧延後の硬さ

Fig. 4.7に、各単結晶の70%圧延後のビッカース硬度を示す。測定は荷重500gfを用いて、結晶内の20数ヶ所で行った。初期方位が(001)[100]から(001)[110]に近づくにつれて圧延後の硬度が減少している。特に帯状変形組織の形成された(001)[100]、(001)[510]、(001)[410]の3方位と、形成されなかった(001)[12, 5, 0]、(001)[320]、(001)[110]の3方位との間に大きな硬度の違いが見られる。こうした加工硬化量の初期方位依存性は、第3章で述べた柱状晶の場合(Fig. 3.6)と同様の傾向を示す。しかし、(001)[100]柱状晶の

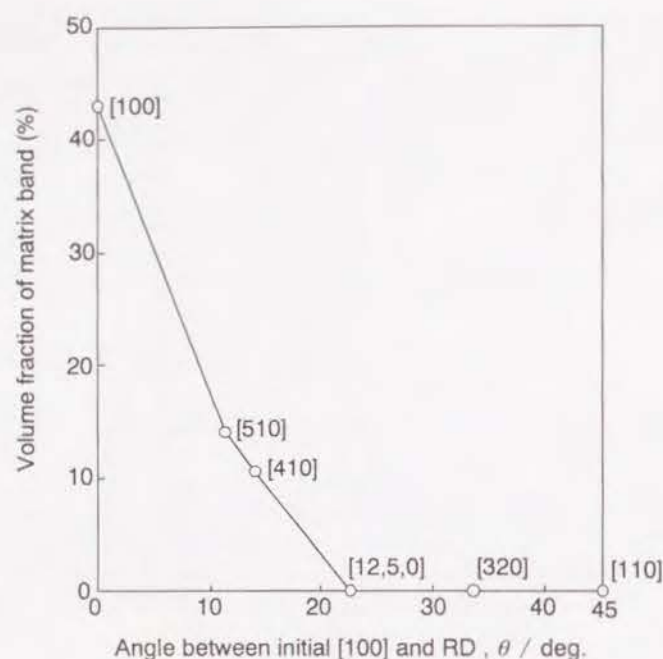


Figure 4.6 70%圧延後のFe-19%Cr合金各単結晶材中のマトリクスバンドの体積率

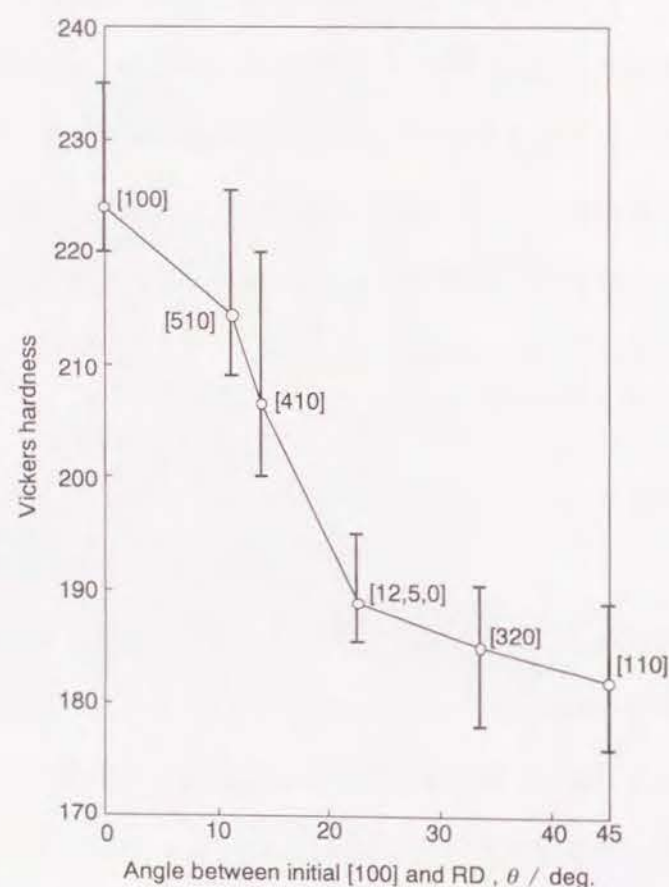


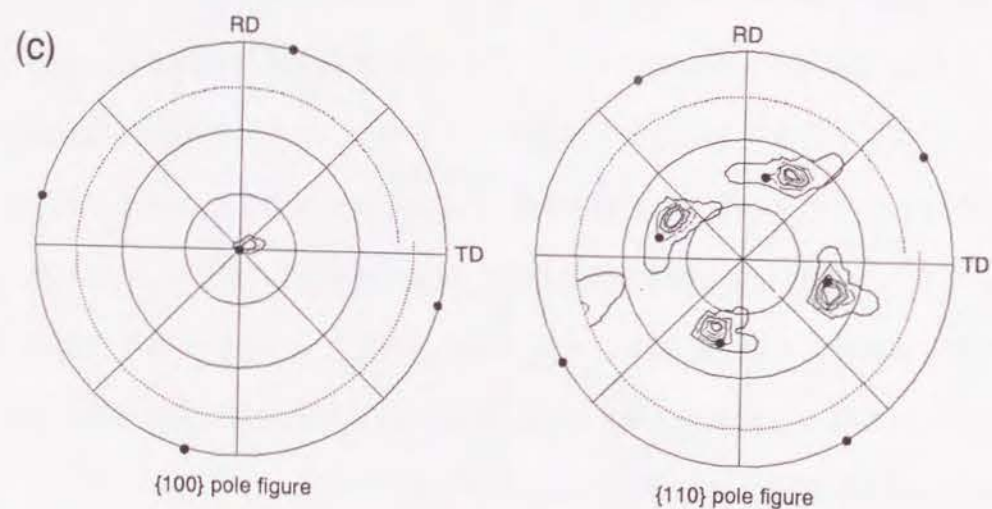
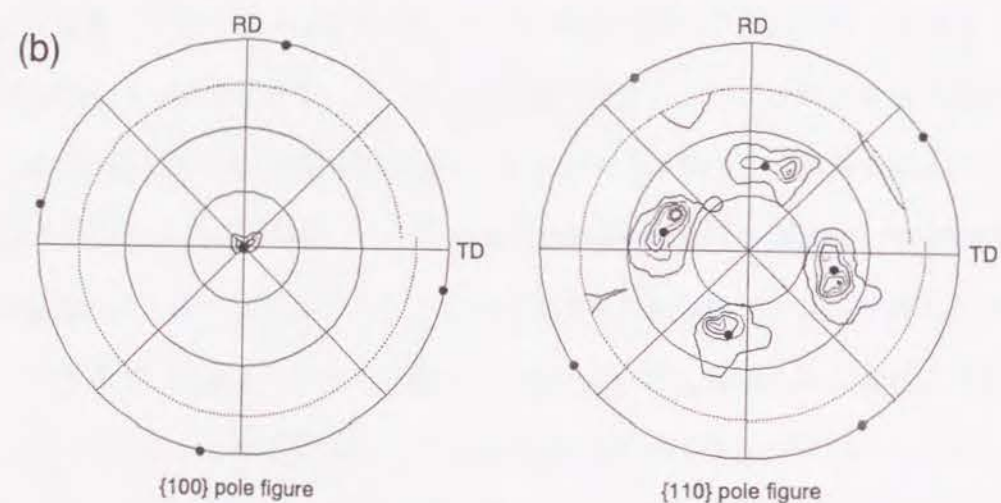
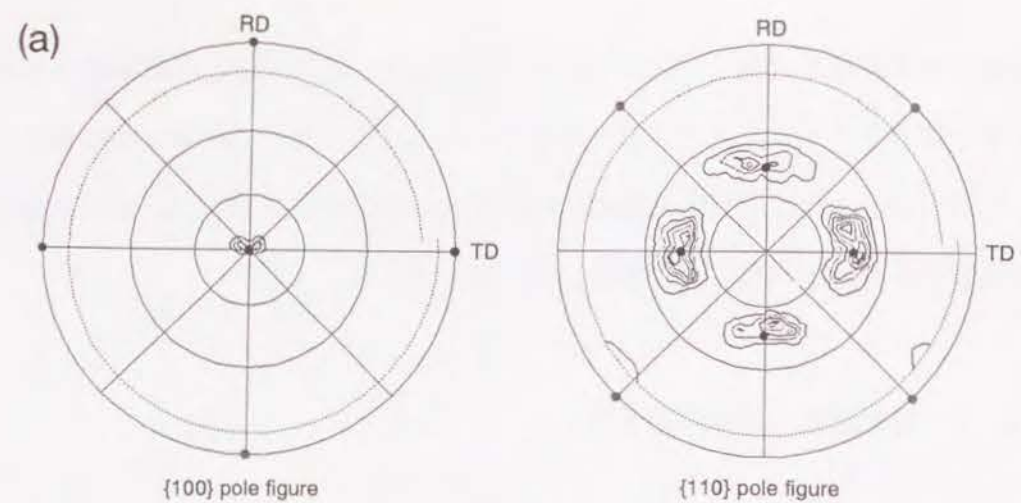
Figure 4.7 Fe-19%Cr合金単結晶の70%圧延後のビッカース硬度と初期方位の関係。
Load = 4.9 N

圧延組織が筋状変形帯(Fig. 3.7(a))であるのに対して、(001)[100]単結晶の圧延組織がそれとは全く異なるマトリクスバンドであることから、両者を全く同列に論じることはできない。(001)[100]、(001)[110]両初期方位単結晶の70%圧延後硬さは、同じ初期方位を持つ柱状晶粒のそれに比べて、若干小さい値を示している。

4. 3. 4. 圧延組織の結晶学的特徴

Fig. 4.8 に、各単結晶の70%圧延後の{100} および{110} 極点図を示す。各図中には、●印で初期方位を表示している。{100} 極点図より、すべての単結晶が、70%圧延後も[001]//ND 方位を保持していることが分かる。一方{110} 極点図から、[001] 軸回りの方位回転の様子が、初期方位によって異なることが分かる。(001)[100]初期方位単結晶は[001] 軸を回転軸として、時計回りと反時計回りにそれぞれほぼ等量ずつ方位回転をおこなっている。こうした極点図は、Fe-3Si合金などで報告されている結果 [1, 3, 6-12] と同様のものである。(001)[510]および(001)[410]初期方位単結晶においては時計回りの方位回転をおこなった成分の強度の方が強いが、反時計回りの方位回転を起こした成分も確実に存在する。これは Fig. 4.6に示したマトリクスバンドの体積率から説明することができる。すなわち、これらの方位においては、体積率の大きい地(マトリクス)は時計回りに、体積率の小さいマトリクスバンドは反時計回りに方位回転をおこなったと考えられる。一方(001)[12,5,0]、(001)[320]初期方位単結晶の70%圧延後方位は(001)[110]に近くなっており、これらが時計回りの方位回転をおこなったことを示している。マトリクスバンドの形成されなかったこれらの単結晶においては、反時計回りの方位回転は生じていない。(001)[110]方位単結晶は、初期方位を維持している。

圧延組織中の局所的な方位分布を知るために、圧延組織上にマイクロファセットピットを現出させ、それをもとに各領域の方位を測定した。Fig. 4.9 は、(001)[100]初期方位単結晶の70%圧延組織上に現出させたファセットピットの顕微鏡写真と、その白枠で囲んだ部分のSEM 写真である。(a) 中には5本のバンド(1,3,5 は地(マトリクス)、2,4 がマ



● initial orientation

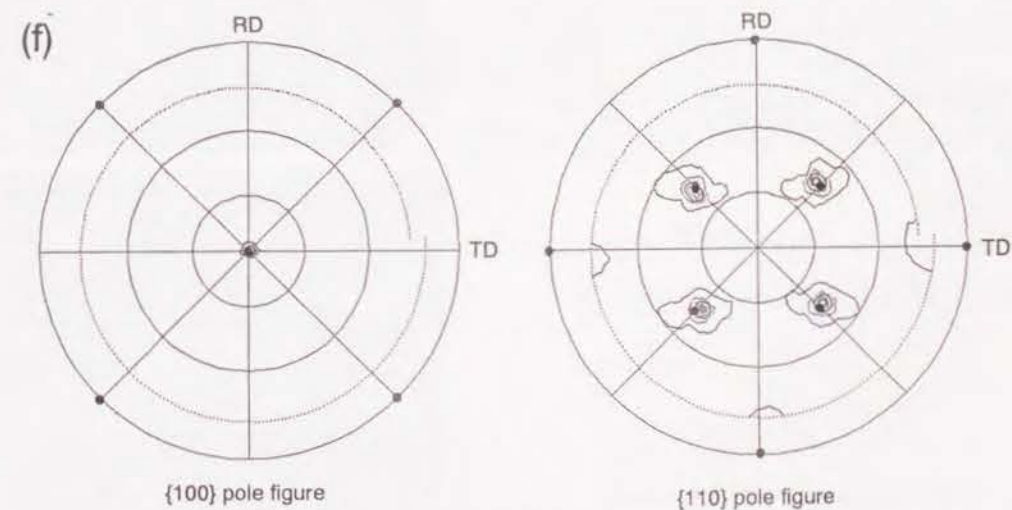
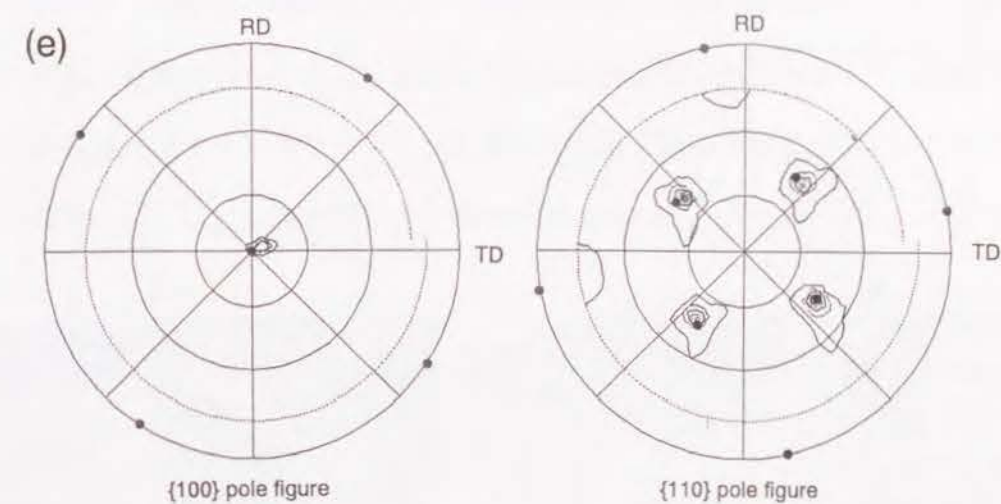
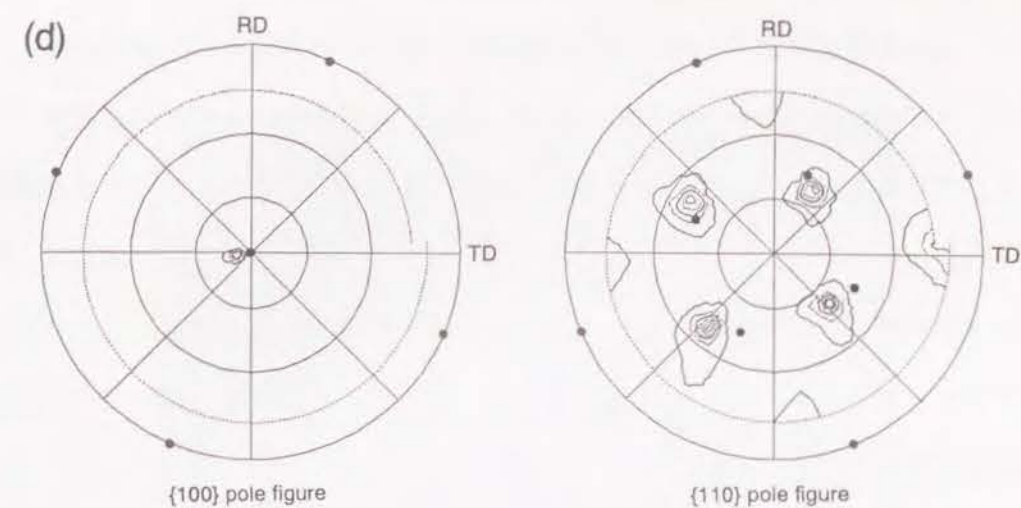
Figure 4.8 Fe-19%Cr合金単結晶の70%圧延後の{100}および{110}極点図。

図中の●印はいずれも初期方位を示す。

(a) (001)[100]初期方位単結晶

(b) (001)[510]初期方位単結晶

(c) (001)[410]初期方位単結晶



● initial orientation

Figure 4.8 (続き)

(d) (001)[12,5,0] 初期方位単結晶

(e) (001)[320] 初期方位単結晶

(f) (001)[110] 初期方位単結晶

トリクスバンド)が存在する。(b)に模式的に示したように、これらのピットは結晶学的な $\{110\}$ 面より構成されている。結晶が正確な $(001)[100]$ 方位を持つ場合には、(b)のようなピットが観察される。(c), (d) 中には、 $[100]$ 方向とRDをそれぞれ白の矢印と白の点線で示している。結晶は $[001]$ 軸回りの方位回転をおこしており、その向きが隣接バンド毎に反対になっている。Fig. 4.9 においては、band-1, 3, 5 (地) が時計回りの、band-2, 4 (マトリクスバンド) が反時計回りの方位回転をおこしている。Fig. 4.10は、より広い領域のファセットピットのSEM写真と、それをもとに測定した初期方位 ($(001)[100]$) からの回転角をTD方向の距離に対して示したものである。(a) 中の点線は、マトリクスバンドの境界を示している。これらも Fig. 4.9に示したものと同一特徴を示している。また、各バンドまたはマトリクス内の方位変化はほとんど無い。こうした特徴は、過去にFe-Si合金などの $(001)[100]$ 方位単結晶で報告されてきたマトリクスバンドの特徴と良く一致する[1, 3, 6-12]。一方、各バンド内に見られる微細な筋状の組織(Fig. 4.3(a))の結晶学的特

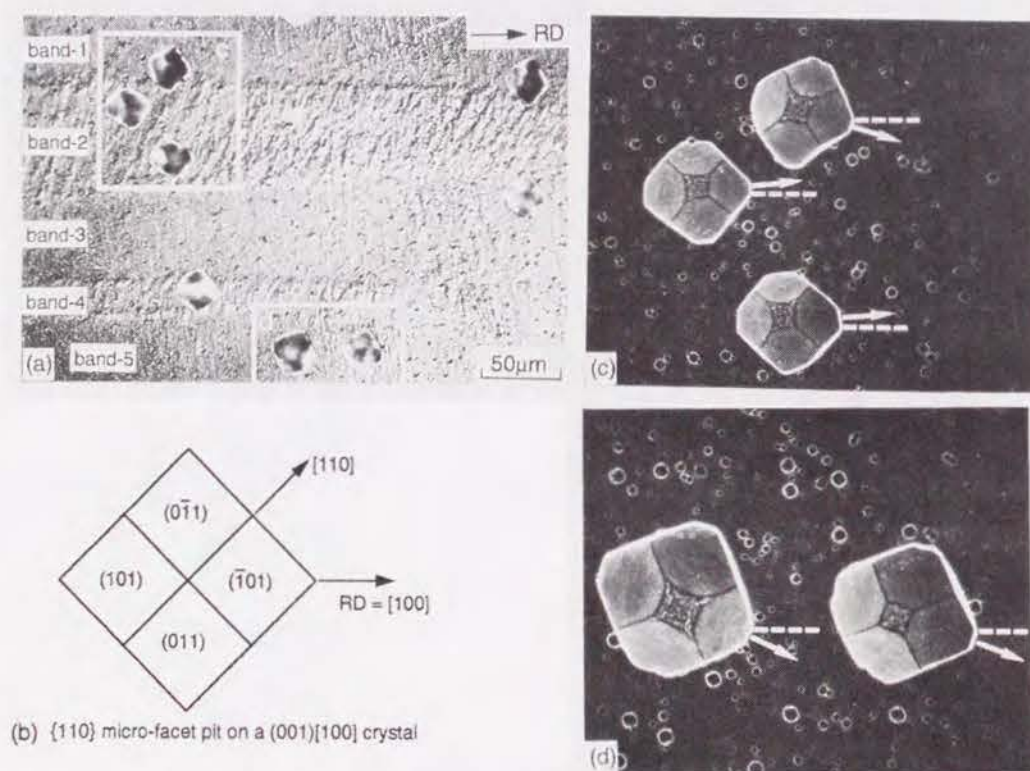


Figure 4.9 70%圧延後のFe-19%Cr合金 $(001)[100]$ 単結晶上に現出させたマイクロファセットピット
(a) 光学顕微鏡写真
(b) $\{110\}$ マイクロファセットピットの模式図
(c), (d) (a)中の白枠内のSEM写真

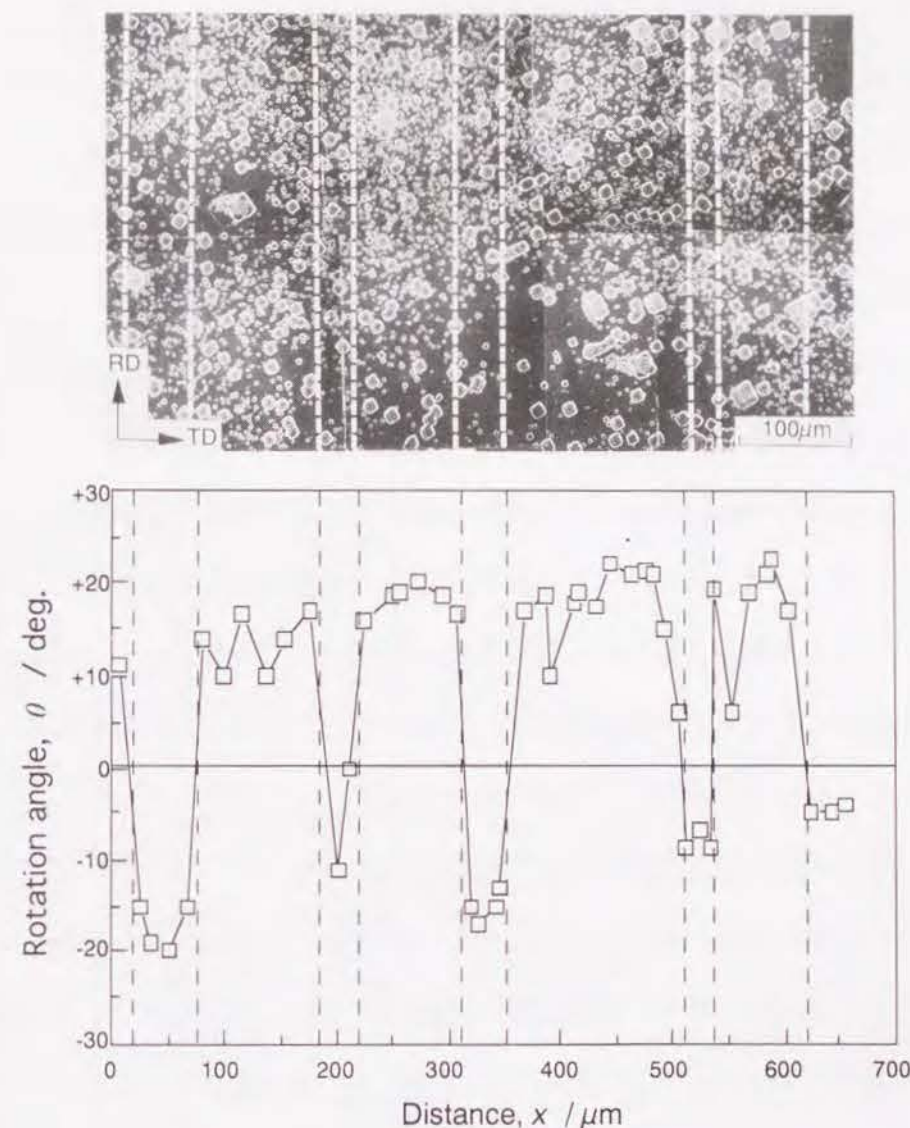


Figure 4.10 70%圧延後のFe-19%Cr合金 $(001)[100]$ 単結晶上に現出させたマイクロファセットピットの広範囲のSEM写真と初期方位からの回転角
(a) SEM写真
(b) 回転角

は、マイクロファセットピット法からは明らかにならなかった。これはピットのサイズが筋状組織のサイズよりもかなり大きいためである。

またFig. 4.10(b) より、マトリクスバンド、またはマトリクスの回転角が $10^\circ \sim 20^\circ$ であることがわかる。これはFig. 4.8(a)に示した極点図の結果と良く一致する。過去にFe-3%Si 合金の(001)[100]単結晶を70%圧延した時のマトリクスバンドの回転角は約 30° と報告されており、本研究の結果よりもかなり大きい[1, 3, 9]。Walter and Koch[9]はFe-3%Si 合金と純Feの(001)[100]方位単結晶におけるマトリクスバンドを研究しており、純Feの方がFe-Siよりもマトリクスバンドの回転量が少ないことを示している。彼らはこの理由を、純Feの方がFe-Siよりも交叉すべりをおこし易いためとしたが、その考えは受け入れ難い。なぜならば、交叉すべりが容易に起こる場合には主すべり系転位の活動が優先的になって、方位回転量はむしろ大きくなるはずだからである。むしろ両者の違いは、後に述べるように主すべり系とは異なるバーガースベクトルを持つ転位の活動、すなわち多重すべりのおこり易さの違いにより説明される。

(001)[510]、(001)[410]両単結晶に形成されたマトリクスバンドも、(001)[100]単結晶のそれと同様の結晶方位回転を起こしていた。すなわち、極点図から予想された通り、地(マトリクス)は[001]軸を回転軸として時計回りの、マトリクスバンドは反時計回りの方位回転をおこしていた。一方、(001)[12,5,0]、(001)[320]、(001)[110]単結晶の圧延後方位は結晶内で非常に均一で、方位差はほとんど見られなかった。

Fig. 4.11は、マイクロファセットピットをもとに測定した、各単結晶の方位回転の方向と量を示した図である。図の横軸には初期RDと[100]の角度(θ)、すなわち初期方位を、縦軸には70%圧延後のRD方位をとっている。図中上向きの矢印は時計回りの方位回転が、下向きの矢印は反時計回りの方位回転が起こったことを示し、矢印の長さが方位回転量を示している。方位回転量は、初期方位が(001)[100]から(001)[110]に近づくにつれて小さくなっている。また、(001)[510]、(001)[410]方位単結晶中のマトリクスバンドにおける反時計回りの方位回転が、BCCの安定方位である(001)<110>ではなく、(001)[100]方位へ向かう方位回転であることは、注目すべき事実である。

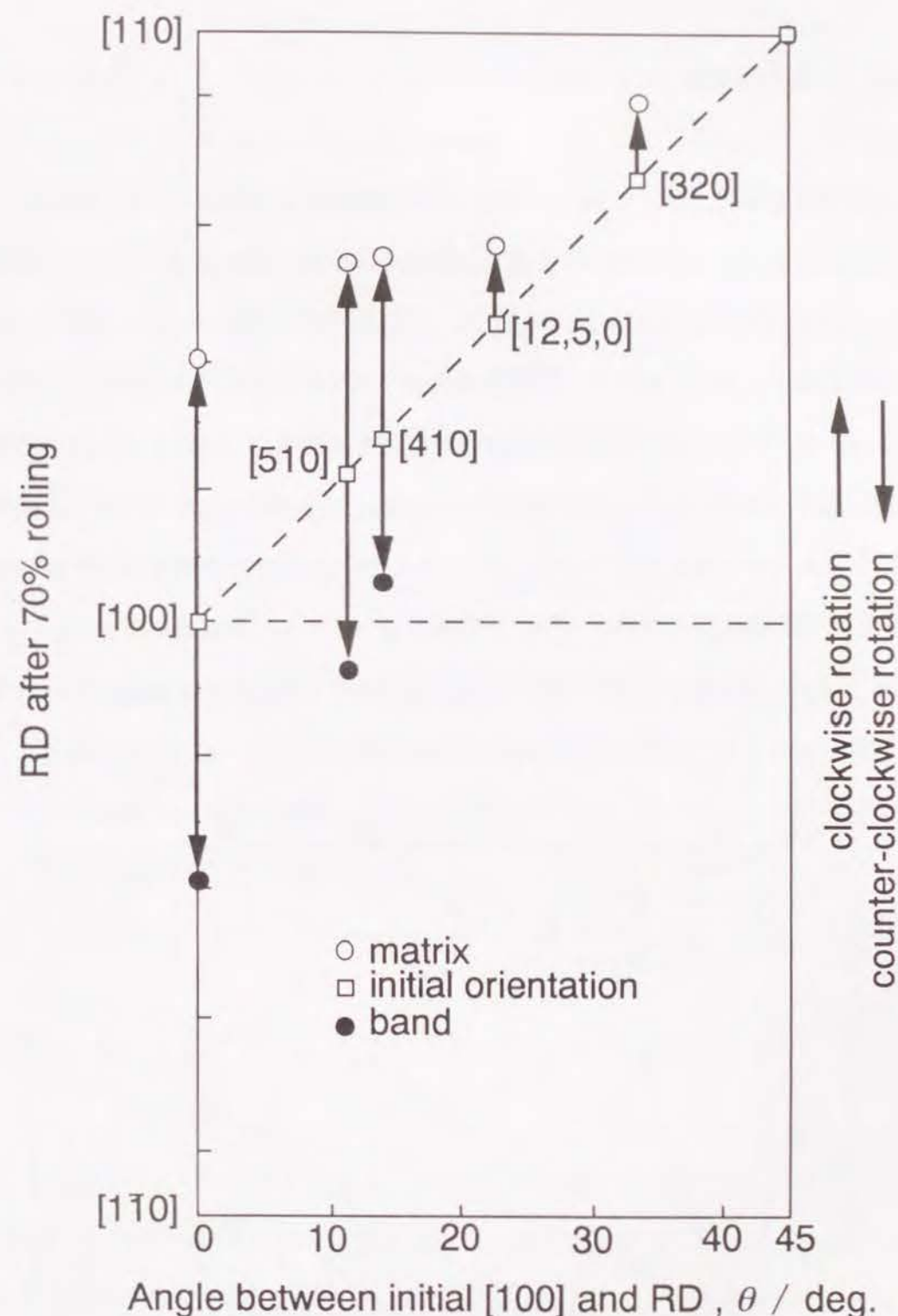


Figure 4.11 マイクロファセットピット法により測定した、Fe-19%Cr合金単結晶材の70%圧延後の方位回転量とその方向

4. 4. 再結晶挙動

4. 4. 1. 再結晶速度

Fig. 4.12に、(001)[100]、(001)[510]、(001)[110]各初期方位単結晶を70%圧延後973 Kで焼鈍したときの再結晶曲線を示す。図中には、第3章に示した(001)[100]（グループA）、(001)[510]-[320]（グループB）、(001)[110]（グループC）各初期方位柱状晶粒の再結晶速度を併記している。柱状晶に比べて単結晶の再結晶速度が極めて小さいことがわかる。特に(001)[110]方位単結晶は非常に再結晶を起こしにくく、7.2ksの焼鈍後も全く再結晶粒が観察されない。この結果は、以前にFe-3%Si合金などの同方位単結晶において報告されている結果と良く一致する[2, 4, 5, 16-18, 22]。田岡ら[2, 4]は、{001}<uv0>初期方位単結晶が他の方位の単結晶に比べて小さい再結晶速度を持つことを示しているが、Fig. 4.12のように多結晶体中の同じ初期方位を持つ粒と単結晶の再結晶速度を比較した報告は今までになされていない。

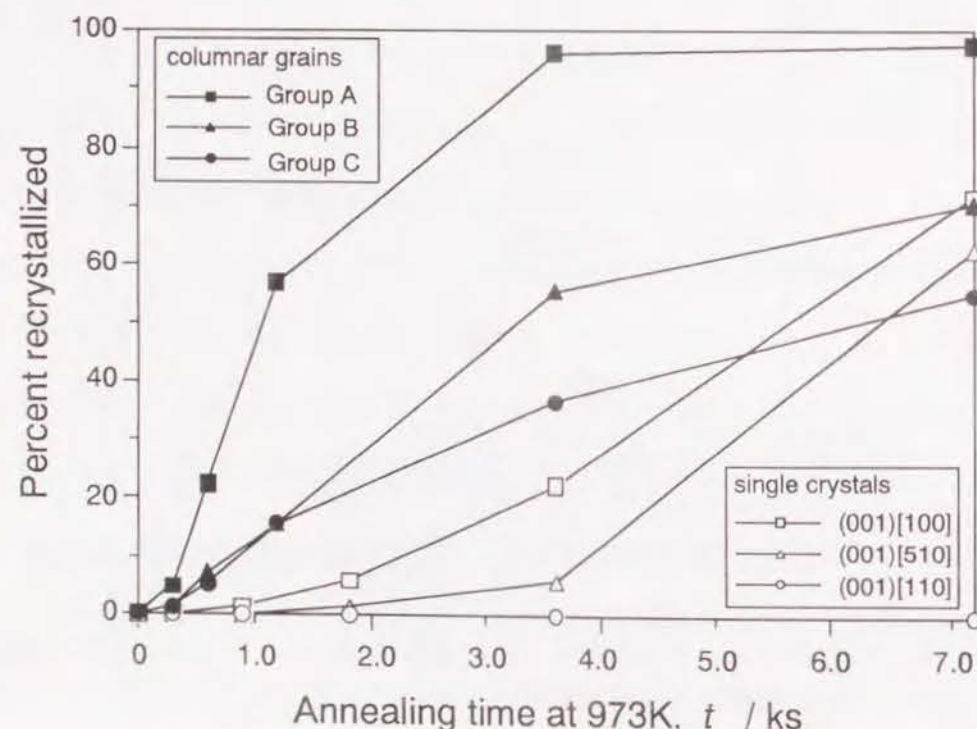


Figure 4.12 70%圧延を施したFe-19%Cr単結晶材および柱状晶材の、973 K焼鈍時の再結晶曲線

4. 4. 2. 再結晶組織

Fig. 4.13(a), (b) に、(001)[100]および(001)[510]初期方位単結晶を70%圧延後973 Kで焼鈍した時の再結晶途中組織（RD面観察）を示す。マトリクスバンドの境界部（遷移帯）が、優先的な再結晶核生成サイトではないことが分かる。再結晶粒は遷移帯から生成している場合もあるが、マトリクスバンド内部、または介在物の近く<注1>からも生成しており、これらの頻度に差はない。再結晶粒は比較的長時間の保持後に出現し、その数は少なく、徐々にマトリクス部を侵食していく。

(001)[110]方位単結晶は極めて再結晶を起こしにくく、973 Kで7.2ksの焼鈍後も、Fig. 4.13(c)のように全く再結晶を起こさない。尚、Fig. 4.13(c)中の線状の組織は単結晶作製時にできた亜粒界である。

<注1> 単結晶材の一部には、比較的粗大な介在物が含まれるものがあった。これは単結晶作製時にるつぼ内で試料を固定するために用いた Al_2O_3 粉末を巻き込んだものと思われる。介在物の周囲から再結晶粒が生じたのは、変形時にその周囲で不均一変形が生じたためである。

4. 4. 3. 再結晶方位

マトリクスバンドを形成する(001)[100]方位単結晶から生成する再結晶粒が、特定の優先方位を持つかどうかを明らかにするために、70%圧延後973Kで10.2ks焼鈍した単結晶中に生じた50個の再結晶粒の方位をECP法により測定した。測定結果をFig. 4.14の{100}、{110}極点図およびND、RD逆極点図中に示す。方位分布はかなり分散しているが、RD逆極点図よりRD//<113>への集積が認められる。個々の測定結果より得られる指数を検討した結果、{100}および{110}極点図中に示した{239}<311>方位の近くへの弱い集積が

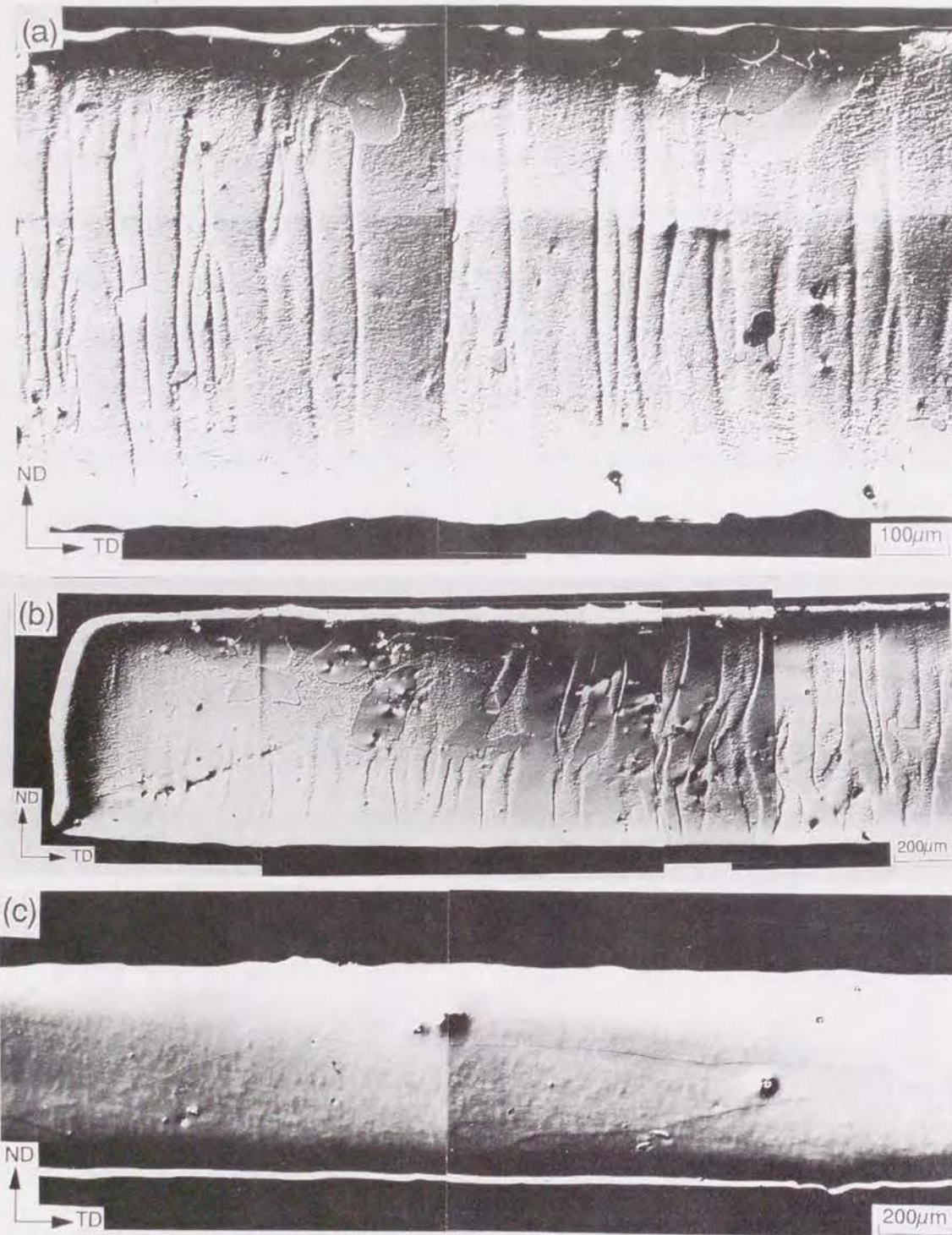


Figure 4.13 Fe-19%Cr合金の(001)[100]、(001)[510]、(001)[110]各初期方位単結晶の、70%圧延後 973 K 焼鈍時の光学顕微鏡写真。RD面観察
 (a) (001)[100]方位単結晶、70%rolled+ 973 K、1.8ks
 (b) (001)[510]方位単結晶、70%rolled+ 973 K、3.6ks
 (c) (001)[110]方位単結晶、70%rolled + 973 K、7.2ks

認められた。田岡ら [2, 4]は、Fe-3%Si 合金の(001)[100]方位単結晶を75%圧延後873 Kで再結晶を完了させた時の集合組織として{113}<411>を報告しているが、{239}<311>は、これに近い方位である。

Fig. 4.15は、70%圧延後 973 Kで焼鈍して再結晶を完了させた(001)[100]、(001)[510]両方位単結晶の {100}および{110} 極点図である。(001)[100]単結晶の極点図は、ECP法により作成したそれ (Fig. 4.14) と良く一致しており、{239}<311>方位への集積が認められる。また(001)[510]単結晶も、同じく{239}<311>近くへの集積が認められる。但し、いずれの場合も方位の分散は大きく、これらは強い集合組織ではない。

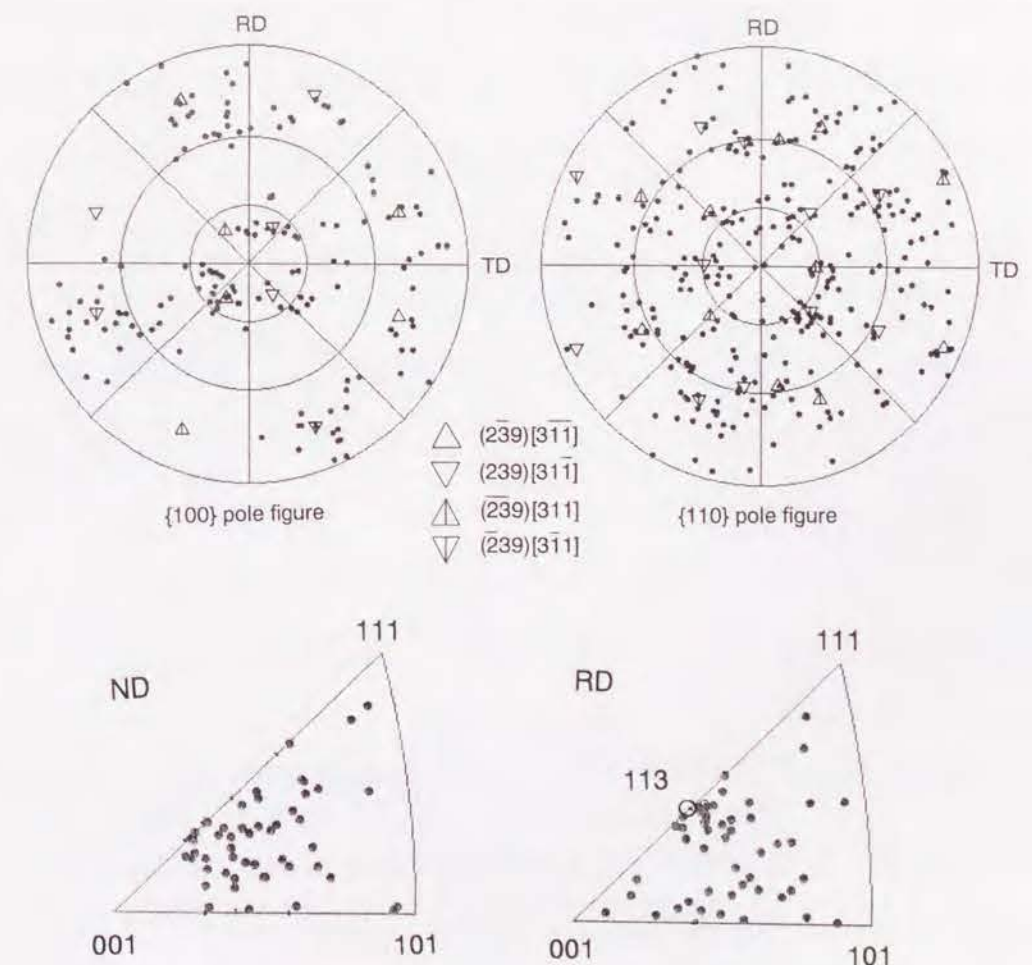


Figure 4.14 70%圧延後、973 Kで10.2ks焼鈍したFe-19%Cr合金(001)[100]方位単結晶より生成した50個の再結晶粒の方位を示す {100}および{110} 極点図およびND、RD逆極点図。

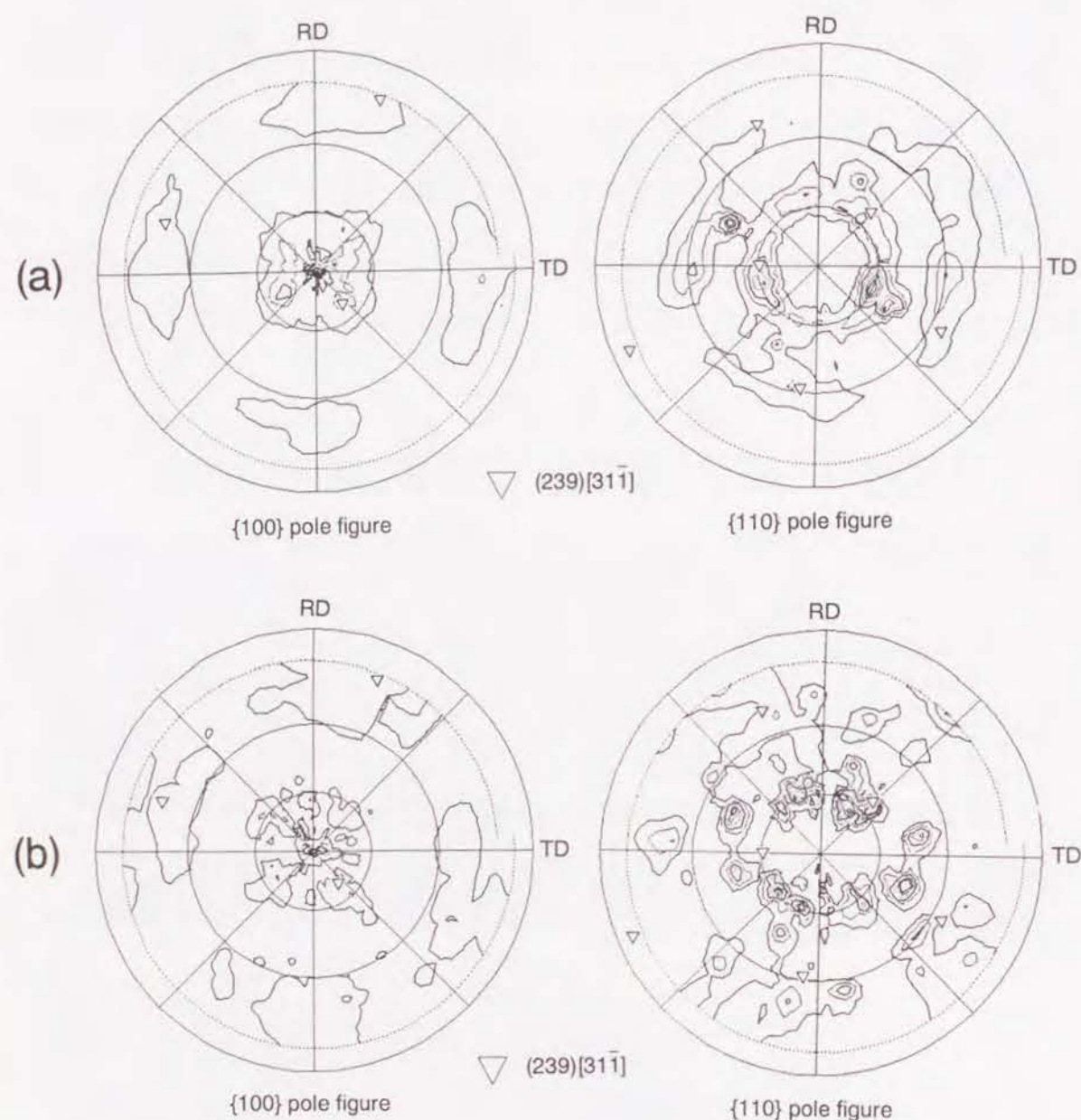


Figure 4.15 70%圧延後、973 Kで焼鈍して再結晶を完了させたFe-19%Cr合金の(001)[100]および(001)[510]方位単結晶の{100}および{110}極点図
(a) (001)[100]方位単結晶、70%rolled+ 973K、21.6ks
(b) (001)[510]方位単結晶、70%rolled+ 973K、21.6ks

4. 5. 考察

4. 5. 1. マトリクスバンドの形成に関する考察

本研究の結果より、Fe-19%Cr合金単結晶において、(001)[100]、(001)[510]、(001)[410]の3方位を初期方位として持つ場合に、マトリクスバンドとよばれる圧延組織が形成されることが明らかとなった。これらのうち、(001)[510]、(001)[410]初期方位単結晶においてもマトリクスバンドが形成されることは、本研究によって初めて明らかになった事実である。過去に(001)[100]と(001)[110]の中間に当たる方位を持った単結晶の圧延挙動を調べた例は、田岡ら[1, 3]がFe-3%Si合金の(001)[410]単結晶について調べたものの以外には見当たらない。彼らは、(001)[410]単結晶が(001)[110]方位への一方向の方位回転を起こしマトリクスバンドを形成しないことを示しており、それは本研究の結果と一致しない。この原因については後に考察する。まず第一に、マトリクスバンドの形成機構について考察する。

マトリクスバンドは、[001]を回転軸とした結晶方位回転が、隣接バンド毎に時計回りと反時計回りに異なるという特徴を持っている。前章でも述べたように、結晶方位回転は、結晶内でどのすべり系が優先的に活動したかによって決定される。そこで前章と同様に、{001}<uv0>各方位結晶中の個々のすべり系のシュミット因子を式(3・1)に従って計算した。その結果がFig. 4.16であり、これはFig. 3.25と同じものである。ただしここでは{110}<111>すべり系のみを考慮している。すべり系を表す文字・数字と指数との対応は前章と同じ(Fig. 3.26)である。さらに、各結晶の{110}マイクロファセットピットをND方向より眺めた時の模式図を、Fig. 4.17に示す。

Fig. 4.16によれば、(001)[100]方位結晶における主すべり系は、A2、A3、C1、C4の4種である。そこでいま、何等かの理由によって、ある領域ではA2とC4が、そして隣接する領域ではA3とC1が優先的に活動したと仮定する。その時の結晶の形状変化を示したものがFig. 4.18である。Fig. 4.18の中央の図は拘束条件を加味しておらず、粒の中心部で破壊が

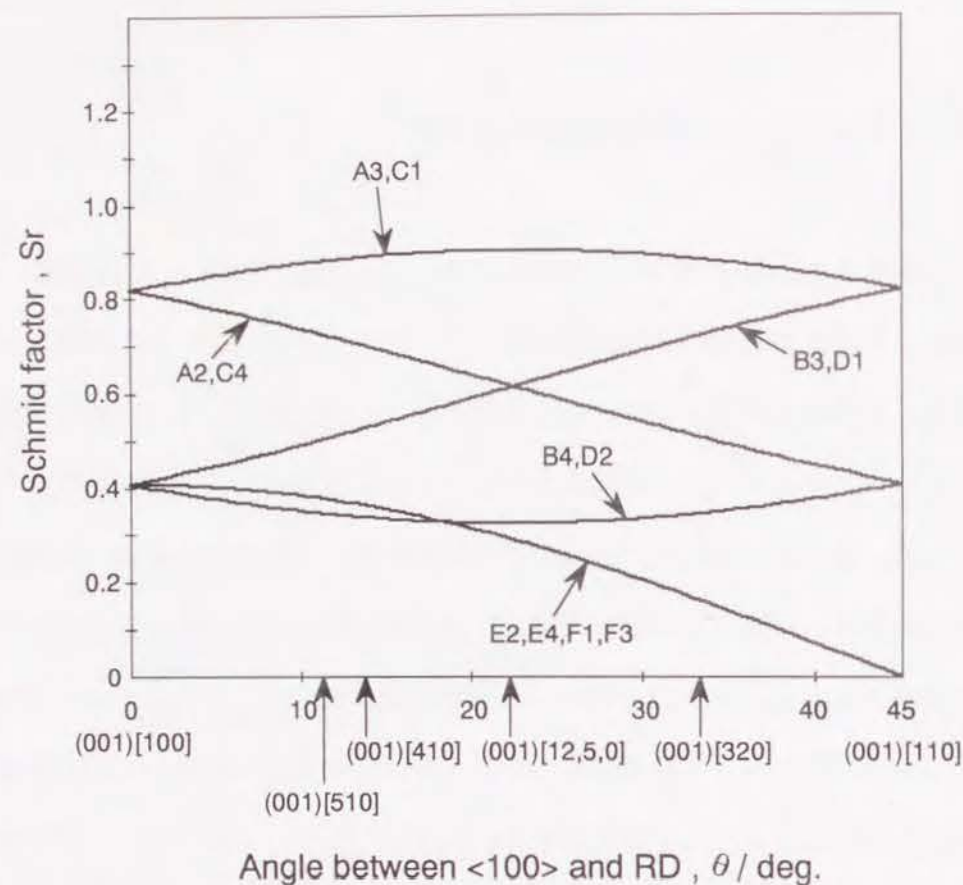


Figure 4.16 {001}<uv0>方位 BCC結晶における各すべり系の、
圧延変形に対するシュミット因子 (Sr)

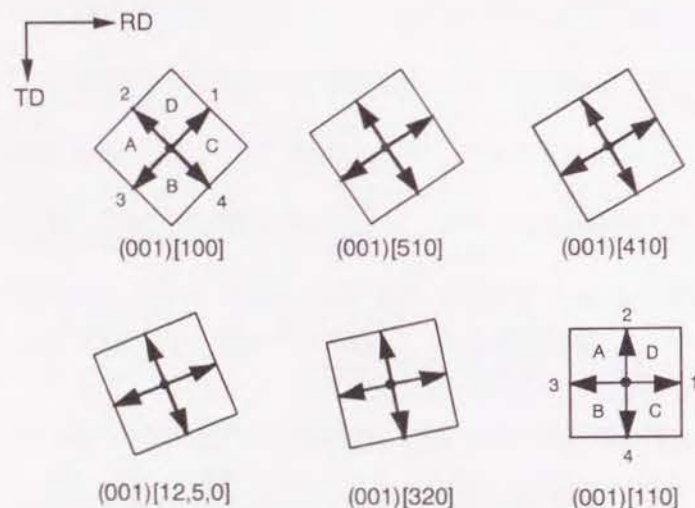


Figure 4.17 各方位単結晶における {110} マイクロファセットピットを
ND方向より眺めた時の模式図

生じている。実際の結晶ではこのような破壊を防ぐため、A3とC1の活動した領域が時計回りに、A2とC4の活動した領域が反時計回りに回転し、結果としてマトリクスバンドが形成される。マトリクスバンドがRD方向に伸長する理由は、田岡ら[1, 3]によれば、ロール面との摩擦によるものである。以上が従来なされてきたマトリクスバンド形成に対する定性的説明である[1, 3, 24, 25]。この説明は、(001)[100]方位が、2つの圧延安定方位(001)[110]と(001)[1 $\bar{1}$ 0]に対して等価な位置にあるために、等しいシュミット因子を持つすべり系(A3, C1)又は(A2, C4)が偶然に領域ごとに優先的に活動し、その結果としてマトリクスバンドが生じるとしたものである。しかしこの考えは(001)[510]、(001)[410]両初期方位単結晶でもマトリクスバンドが生じたという事実に対して十分な説明を与えない。なぜならば(001)[510]、(001)[410]両方位においてはFig. 4.16に示すように(A3, C1)と(A2, C4)のシュミット因子に差が生じており、これらがもはや等価ではないからである。

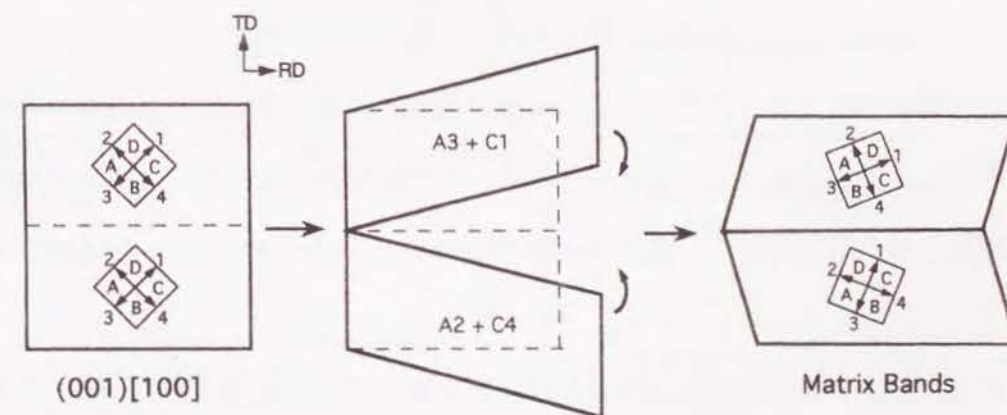


Figure 4.18 マトリクスバンドの形成の様子をマクロに示す模式図

マイクロファセットピット法による方位測定の結果、(001)[510]、(001)[410]単結晶に生じたマトリクスバンドも、(001)[100]単結晶のそれと同様に、[001]を回転軸としてマトリクス部は時計回りに、バンド部は反時計回りに方位回転をおこしていることが明らかとなった (Fig. 4.10)。この結果から、やはりマトリクス部ではすべり系 (A3, C1) が、バンド部では (A2, C4) が優先的に活動していたことは確実である。したがって、これらの単結晶のバンド部では、主すべり系の転位 (A3, C1) よりも2次すべり系の転位 (A4, C2) が優先的に活動したことになる。バンド部での2次すべり系の優先的活動は、試片内で圧延変形の負荷に基づく応力<注1>が均一に生じているとの仮定の下では説明できない。こうした特徴を持つマトリクスバンドの成因を考えるに当たっては、単結晶の引張変形において形成される変形帯 [29, 30] の形成機構が参考になる。

Higashidaら [31, 32] は、FCC 単結晶の引張変形時に形成される変形帯を詳細に検討し、その形成機構を明らかにした。それによれば、まず第一に、一次主すべり転位の活動の不均質が試片のつかみ部や亜粒界、降伏前駆すべり転位などによる変形の拘束の下に結晶内の各所で生じ、その結果、局所的湾曲領域 (local bend-gliding region) が形成される。そこに主すべり転位が堆積し、歪エネルギー緩和のためのポリゴニゼーションがおこって、第一種変形帯 (キンク帯、kink band) が形成される。さらにキンク帯への主すべり転位のさらなる堆積によって応力集中が生じ、それを緩和するために2次すべり系の活動がある領域で優先的となって、第2種変形帯 (band of secondary slip, BSS) が形成されるのである。

本研究で見られたマトリクスバンドは、圧延変形におけるBSS ということができるであろう。その形成機構をFig. 4.19に模式的に示す。一次主すべり (A3, C1) の活動は、幅方向の形状変化をおこそうとする成分を持つが、これはロール面との摩擦力によって拘束

<注1> シュミット因子 (Sr) の計算の際に、ND方向の圧縮応力とRD方向の引張応力を仮定した (p. 57参照)。

される。また2次すべり系A2, C4のシュミット因子も大きいため、これらもある程度活動して、一次系転位と相互作用を生じていると考えられる。これらの結果、結晶内の場所によって一次転位の活動の不均質による変形の進み遅れが生じ、局所的湾曲領域が形成される。次に、その領域に主すべり転位が堆積してキンク帯が形成される。キンク帯へさらに主すべり転位が堆積し、それによって生じる応力集中が2次すべり系 (A2, C4) の活動を誘起して、マトリクスバンドが生じる。キンク帯への応力集中によって (A2, C4) が活動する理由は、(A2, C4) が元々大きなシュミット因子 (Sr) を持っているためである。

このように考えると、バンドの体積率が初期方位が(001)[110]に近づくにつれて減少し、(001)[12, 5, 0]、(001)[320]単結晶ではもはやマトリクスバンドが形成されなかった事実も矛盾なく説明できる。すなわち、主すべり系転位 (A3, C1) のTD方向への成分は、結晶の方位が(001)[110]に近づくほど小さくなる (Fig. 4.17)。これは、ロール面による拘束の影響が相対的に弱くなることを意味する。さらに方位が(001)[110]に近づくほど、

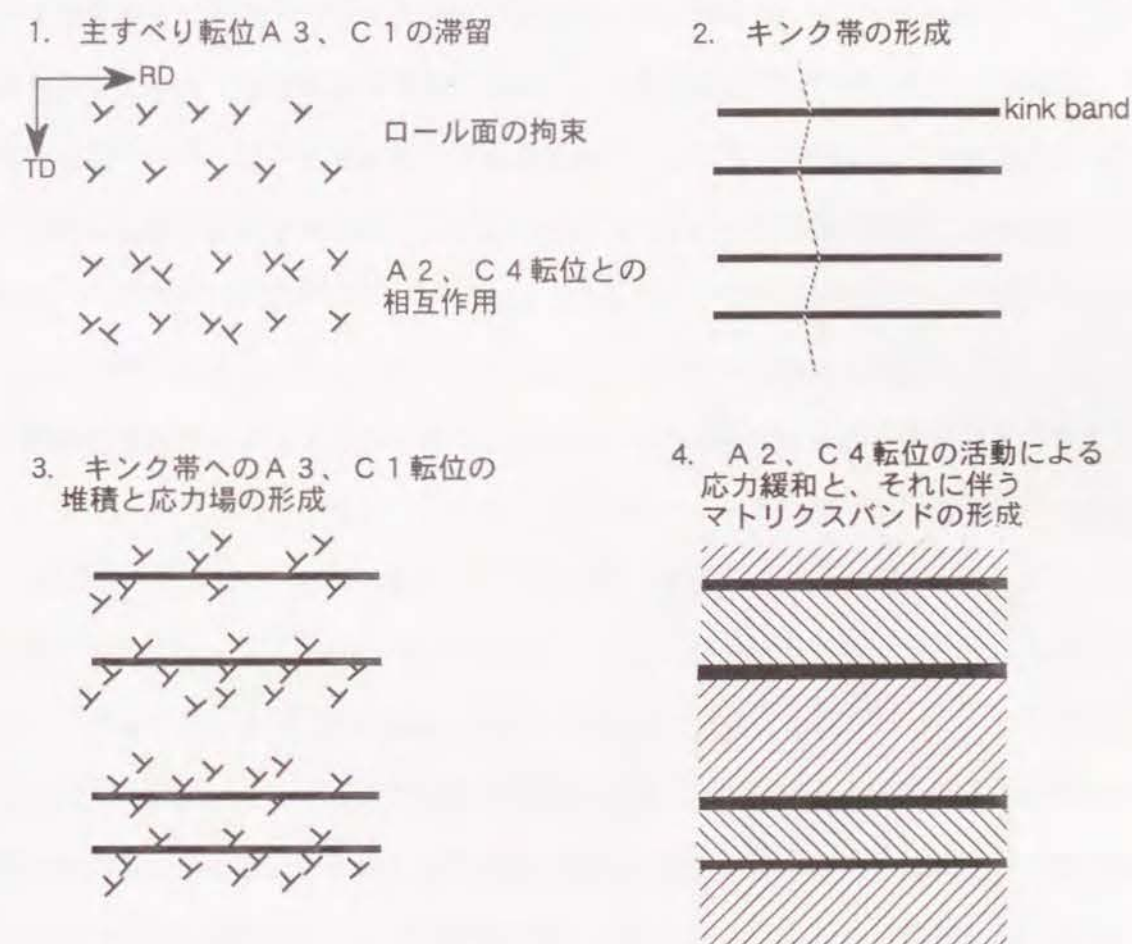


Figure 4.19 マトリクスバンドの形成機構を示す模式図

Fig. 4.15よりわかる通り、主すべり系 (A3, C1) と 2 次すべり系 (A2, C4) のシュミット因子の差は大きくなる。これは、局所的湾曲領域、又はキンク帯が形成されにくく、またたとえ形成されてもその後の 2 次すべり系 (A2, C4) の活動が誘起されにくいことを示す。このような理由から、マトリクスバンドは単結晶の方位が (001)[100] から (001)[110] へ近づくにつれて形成され難くなるのである。

以上のような幾何学的条件の違いにより、幅の増加率 (Fig. 4.2) および圧延後硬度 (Fig. 4.6) の初期方位依存性も説明される。すなわち、(001)[100] に近い方位を持つ単結晶ほど幅の増加率が大きかった理由は、主すべり系のバーガースベクトルの TD 成分が (001)[100] に近づくほど大きくなるためと考えられる。また、(001)[100] 方位に近いほど、2 次すべり系 (A2, C4) のシュミット因子が大きく、バンド内でよりこれらの活動 (多重すべり) が起こりやすいと考えられる。これが (001)[100] 近くの方位ほど圧延後硬度が大きかった理由である。

ところで本研究の結果では (001)[410] 方位単結晶にもマトリクスバンドが形成されたが、田岡ら [1, 3] は (001)[410] 方位を持つ Fe-3%Si 合金単結晶を圧延し、マトリクスバンドが形成されないことを報告している。この違いが生じた原因として、Fe-Cr 合金と Fe-Si 合金の臨界分解剪断応力 (CRSS) の違いに基づく 2 次すべり系の活動の難易が考えられる。

いま、ある金属または合金の CRSS を τ とし、これがすべり系によらず一定であるとする。すべり系 i のシュミット因子を S^i とすると、すべり系 i の活動に必要な外部負荷応力 σ^i は、

$$\sigma^i = \tau / S^i \quad \dots (4 \cdot 1)$$

で与えられる [33]。例えば (001)[410] 方位においては、すべり系 (A3, C1)、(A2, C4)、(B3, D1) の順に S_r が小さくなるため、 σ^i はこの順に大きくなる。ところで、Si は α Fe を大きく固溶強化することが知られている。実際、Fe-19%Cr 合金の無加工時のビッカ

ース硬度が約 130 であるのに対して、Fe-3%Si 合金のそれは 160-170 である [1, 3]。すなわち Fe-3%Si 合金の CRSS は、Fe-19%Cr 合金のそれよりも大きいと考えられる。その結果、Fe-Si 合金における各すべり系の活動に必要な応力値は Fe-19%Cr 合金の場合よりも大きくなる。すなわち Fe-Si 合金においては、Fe-Cr 合金よりも 2 次すべり系 (A2, C4) の活動が起こりにくいと考えられる。2 次すべり系 (A2, C4) の活動が起こらないと、キンク帯は形成されず、またたとえ形成されてもバンド内での 2 次すべり系の優先的な活動が起こりにくいため、マトリクスバンドは形成されない。(001)[100] 方位では (A3, C1) と (A2, C4) の S_r に差がないため、こうした事に関係なくバンドが形成されるが、(001)[410] 方位のように S_r に差が生じる方位の場合、2 次すべり系 (A2, C4) の活動の起こりにくい Fe-Si 合金においてはマトリクスバンドは形成され難いと考えられる。

さらに、Fe-19%Cr 合金や純 Fe におけるマトリクスバンドの回転量が、Fe-Si 合金のそれよりも小さい事実 [1, 3, 9] も 2 次すべり系の活動の起こり易さの違いをもとに説明される。2 次すべり系の活動の起こり易い Fe-19%Cr 合金や純 Fe では、形成されたバンド内 (またはマトリクス内) においても 2 次すべり系がある程度活動していると考えられる。70% 圧延後の硬度が (001)[100] 近くの方位ほど大きかった事実は、この推測を支持する。2 次すべり系の活動、すなわち多重すべりは、主すべり系による結晶方位回転を相殺する。その結果、Fe-19%Cr 合金や純 Fe におけるマトリクスバンドの方位回転量は、多重すべりの抑制された Fe-Si 合金よりも小さかったのである。

次に、マトリクスバンドの境界が、結晶の初期 (010) 面にほぼ平行であった理由を考える。(001)[100] 方位単結晶に形成されるマトリクスバンドの境界部の転位構造については、Kuhlman-Wilsdorf and Aernoudt [25] が精緻な理論的考察を行っている。彼らは A2 と A3 の転位反応によって、 $[\bar{1}01]$ を tilt 軸とし、 $[010]$ に垂直な tilt 壁が、一方 C1 と C4 の反応によって、 $[101]$ を tilt 軸とし、 $[010]$ に垂直な tilt 壁が形成され、それらの合体によって、 $[001]$ を tilt 軸とし、 $[010]$ に垂直な tilt 壁が形成されると結論した。本研究において、(001)[100]、(001)[510]、(001)[410] 各単結晶に形成されたマトリクスバンドの境界が、初期 (010) 面にほぼ平行な境界面を持っていた事実は、彼らが予想した通り、

[010] tilt 壁が形成されていることを示している。この境界は、結晶回転が十分に起こらない変形の初期に形成されたために、初期(010)面に平行であったものと考えられる。

4. 5. 2. 各単結晶の再結晶挙動に関する考察

本研究の結果より、Fe-19%Cr(BCC)合金においては、{001}<uv0>初期方位を持つ単結晶は{001}<uv0>柱状晶(多結晶)に比べて極めて再結晶を起こしにくいことが明らかとなった。中でも(001)[110]方位単結晶は、従来報告されている通り、長時間の焼鈍を行ってもほとんど再結晶を起こさない。(001)[110]方位は柱状晶の場合にも再結晶を起こしにくく、柱状晶材における粒径の不均一な再結晶組織の原因となっているが、単結晶の再結晶速度はさらに小さい。この方位が再結晶を起こしにくい理由は、すでに第3章で述べた通り、圧延変形時に活動する転位の種類が少なく、交叉すべりによる動的回復が顕著に起こる結果、転位密度が低く、かつ不均一変形組織もほとんど導入されないためである。

(001)[110]単結晶の場合も本質的には柱状晶粒の場合と同じだが、変形時に粒界による拘束がないために再結晶はより起こりにくい。(001)[320]、(001)[12.5,0]の両方位単結晶も(001)[110]単結晶と同様の変形組織、圧延後硬度を示していたことから考えて、極めて再結晶を起こしにくいと考えられる。

一方、(001)[100]、(001)[510]方位単結晶の場合には、変形組織が柱状晶の場合とは全く異なるものとなり、その結果再結晶が非常に起こりにくくなった。両単結晶の変形組織中、マトリクス部とマトリクスバンド部は、ともに主すべり系転位の活動が優先的で、(001)<110>方位への回転を起こしており、(001)[110]方位の均一マトリクスと本質的にあまり違いのない組織である。ただし、これらの方位では2次すべり系のシュミット因子の値が大きいため、ある程度多重すべりが起こり、各バンド内にも矢はず状に微細な変形帯が導入された。しかしこれらの変形帯は再結晶粒の生成サイトとはならなかった。これらの単結晶中で最も再結晶粒の生成し得る可能性の高いと予想された場所は、マトリクス

バンドの境界の、いわゆる遷移帯[23]の部分である。なぜならば、互いに逆方向に回転したマトリクス部とバンド部の間には $20^{\circ} \sim 40^{\circ}$ の方位差があり、それが幅の狭い遷移帯で担われる結果、そこには鋭い格子湾曲が存在すると考えられたからである。しかし、遷移帯の部分も優先的な核生成サイトではなかった。このようにいずれの場所でも再結晶が起こりにくかった理由として、次の3点が考えられる。①駆動力(転位密度)が小さい。(001)[100]方位単結晶の70%圧延後のビッカース硬度は225であり、同方位柱状晶のそれに比べて5~25小さい値を示す。これは、粒界の拘束のない単結晶では粒界での変位の適合性を満たす必要がなく、応力状態が多結晶よりも単純である結果、主すべり系が優先的に活動して、動的回復が容易に起こるためと考えられる。②十分な方位差(局所的格子湾曲)を持つ不均一変形領域が存在しない。少なくともマトリクス部はこれにあたる。③焼鈍時に析出する炭化物が、粒界がないために、遷移帯(小傾角粒界に近い構造を持つと考えられる)や転位上に析出し、回復・再結晶を遅滞させる。実際、再結晶粒がマトリクスバンドに沿って細長く伸びて成長する場合があったが、これは遷移帯上に炭化物が析出してZener drag効果を及ぼしていることを示唆する。

(001)[100]単結晶は、弱い{239}<311>再結晶集合組織を形成した。{239}<311>方位を持つ再結晶粒は、特定の変形組織から生じるわけではなく、マトリクス内部、遷移帯、介在物近傍のいずれからでも生成した。このことは、これらいずれの場所においても{239}<311>方位を持つ微小領域が変形時に形成されていたことを示唆している。(001)[100]方位単結晶における{239}<311>方位領域の形成は以下のように説明される。Fig. 4.17において、すべり系A3, C1, A2, C4が等量働けば、結晶は方位を維持し、A3, C1が活動すれば、[001]軸を回転軸として時計回りに、A2, C4が活動すれば反時計回りに方位回転が起こる。しかし、マクロな方位回転がこのように説明されても、結晶内の局所領域ではこうしたすべり系の活動量のバランスは必ずしも保たれていない。特に、転位運動の障害となる場所(介在物周辺、遷移帯など)ではバランスが崩れ、どれか1つのすべり系が優先的に活動・堆積していると考えられる。仮にいま、A3転位が介在物周辺に蓄積すれば、Fig. 4.20に示すようにその領域は格子湾曲を起こす<注1>。この時、堆積転位が刃状転位であるとする

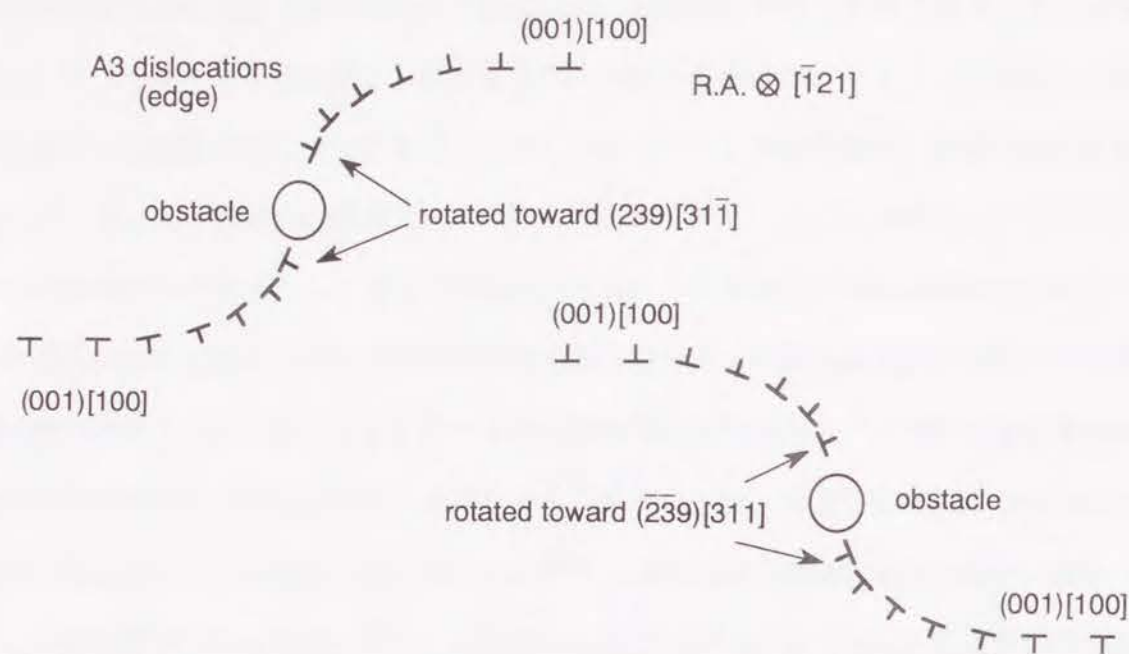


Figure 4.20 (001)[100]方位単結晶内における、刃状転位A3の堆積により生じる格子湾曲の様子を示す模式図

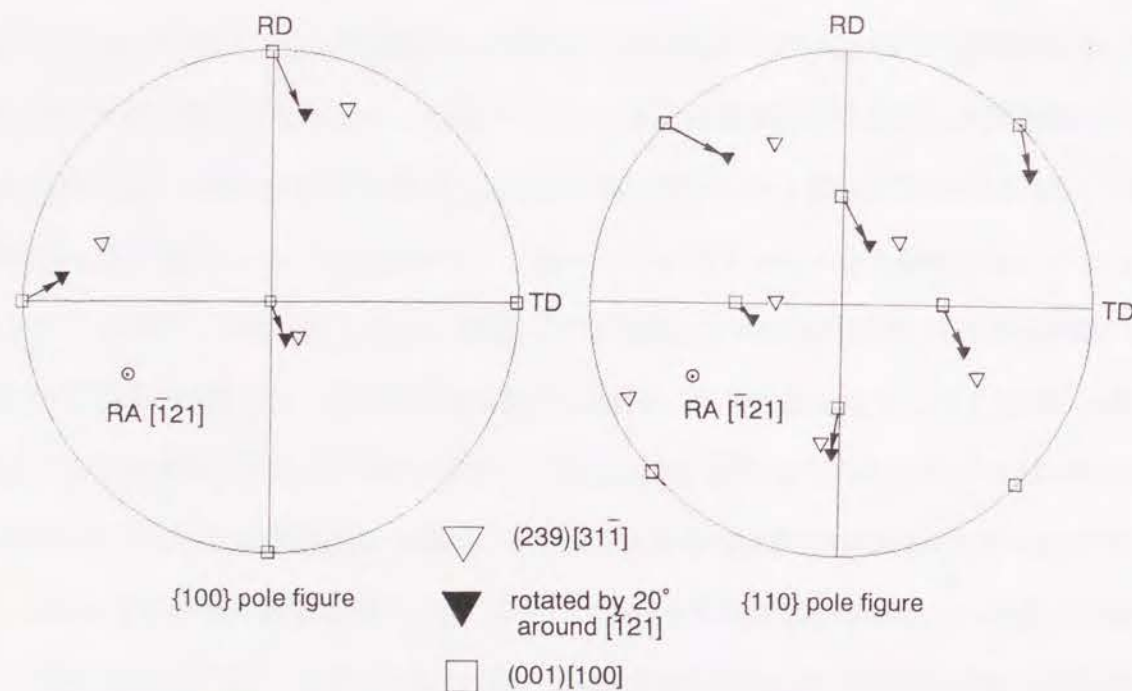


Figure 4.21 格子湾曲により生じる方位を示す{100} および{110} 極点図

と湾曲軸は $\bar{1}21$ となる。この湾曲が 20° に及ぶとすれば、湾曲の先端の方位はFig. 4. 21中の▼印で示すものとなる。これは再結晶集合組織の主方位の一つである(239)[311]方位に非常に近い。またFig. 4. 20に示すような逆方向への湾曲、あるいは他の転位(A2, C1, C4)の堆積を考えれば、{239}<311>の他のバリエーションに近くなる。こうした湾曲の先端は、マトリクスに対して大きな方位差を持っており、再結晶核となる能力が相対的に高い。単結晶中にはほかに核生成能力が高い領域がないため、結果的に{239}<311>方位を持つものが多く生まれると考えられる。Fig. 4. 20に示したような考えは、古林 [34, 35]が(111)[$\bar{1}12$]方位BCC 単結晶からの(110)[001] (Goss) 方位再結晶粒の形成に対して示したモデルと本質的には同じものである。

<注1> Fig. 4. 20中の障害物は介在物として描いたが、これが遷移帯などであっても同様の結果となる

4. 6 結論

Fe-19%Crフェライト合金における{001}<uv0>方位単結晶を70%冷間圧延後 973 Kで焼鈍し、その圧延・再結晶挙動を調べた。得られた結果は以下の通りである。

[1] (001)[100], (001)[510], (001)[410]方位単結晶には、圧延によってマトリクスバンドが形成される。これらの組織は、地(マトリクス)とマトリクスバンド部が、[001]を回転軸としてそれぞれ時計回り、反時計回りに方位回転を起こす結果形成される。バンドの体積率は初期方位が(001)[110]に近づくにつれ、減少する。また、

バンドの境界はいずれの場合も初期(010)面にほぼ平行となる。(001)[510]、(001)[410]両方位においてもマトリクスバンドが形成されることは、本研究により初めて明らかになった事実であり、特にこれらのバンド部で主すべり系転位よりも2次すべり系転位の活動のほうが優先的である事実は極めて興味深い。一方、(001)[12, 5, 0]、(001)[320]、(001)[110]方位単結晶にはマトリクスバンドは形成されず、これらはいずれも均一滑らかな変形組織を示す。(001)[12, 5, 0]、(001)[320]方位単結晶は(001)[110]方位への方位回転を起こし、(001)[110]方位単結晶は方位を維持する。

- [2] 70%圧延後の硬度は、初期方位が(001)[100]に近いものほど大きくなる。また、圧延に伴う試片の幅の増加率も、初期方位が(001)[100]に近いものほど大きい。
- [3] 以上の結果をもとに、マトリクスバンドはロール面による幅方向の拘束を緩和するために生じた、圧延変形における第2種変形帯(BSS)であると提案した。この考えに基づけば、方位が(001)[110]に近づくほどマトリクスバンドが形成され難くなったこと、バンド部で2次すべり系転位の活動が優先的であったことが矛盾なく説明できる。また、(001)[100]方位に近いほど試片の幅の増加率が大きい事実も、各方位の幾何学的条件の違い、すなわち主すべり系のバーガースベクトルのTD(幅方向)成分の大きさの違いに基づき説明される。各方位ごとの圧延後硬度の違いは、2次すべり系の活動の難易をもとに理解される。一方、過去に報告されたFe-3%Si合金における結果と本研究の結果との相違点((001)[410]方位におけるマトリクスバンドの形成、および方位回転量の大小)は、両合金のCRSSの違いに基づく2次すべり系の活動の難易によって説明される。
- [4] {001}<uv0>方位単結晶は、同じ初期方位を持つ柱状晶に比べて非常に再結晶を起こしにくいことが明らかとなった。マトリクスバンドの形成される方位においても、従来の報告とは異なり、遷移帯からの再結晶粒の優先的な生成は認められなかった。Fe-19%Cr合金の{001}<uv0>方位単結晶が再結晶を起こしにくい原因として、駆動力が小さい事、十分な方位差を持つ不均一変形組織の導入が不十分であること、炭化

物の析出による回復・再結晶の阻害、という3点が考えられる。

- [5] マトリクスバンドを形成する(001)[100]、(001)[510]両方位単結晶は、弱い{239}<311>再結晶集合組織を示す。変形組織中の{239}<311>方位を持つ局所湾曲領域の形成は、古林のモデルに基づき、主すべり系転位の障害物(遷移帯、介在物など)への堆積によって説明可能である。

参考文献

- [1] T. Taoka, E. Furubayashi and S. Takeuchi: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 6 (1966), 290
- [2] T. Taoka, E. Furubayashi and S. Takeuchi: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 7 (1967), 95
- [3] 田岡忠美、古林英一、竹内 伸: 鉄と鋼、54 (1968), 162
- [4] 田岡忠美、古林英一、竹内 伸: 鉄と鋼、54 (1968), 190
- [5] W. R. Hibbard, Jr. and W. R. Tully: Trans. AIME, 221 (1961), 336
- [6] J. L. Walter and W. R. Hibbard, Jr.: Trans. AIME, 212 (1958), 731
- [7] J. L. Walter and E. F. Koch: Acta Metall., 10 (1962), 1059
- [8] J. L. Walter and E. F. Koch: Acta Metall., 11 (1963), 923
- [9] J. L. Walter and E. F. Koch: Trans. AIME, 233 (1965), 1205
- [10] H. Hu: Trans. AIME, 221 (1961), 130
- [11] B. Grzemba and H. Hu: Z. Metallkde., 53 (1961), 331
- [12] H. Hu: Acta Metall., 10 (1962), 1112
- [13] R. G. Aspden: Trans. AIME, 215 (1959), 986
- [14] H. Abe, M. Matsuo and K. Ito: Trans. JIM, 4 (1963), 28

- [15] 阿部秀夫、松尾宗次、伊藤邦夫：日本金属学会誌、26 (1962), 684
- [16] 和田敏哉、松本文夫、黒木克郎：日本金属学会誌、32 (1968), 767
- [17] 橋本 修、大橋延夫、藤元克己：鉄と鋼、57 (1971), 1155
- [18] Y. Taneda : Jpn. J. Appl. Phys., 4 (1965), 16
- [19] 小西元幸、小原隆史、田中智男：鉄と鋼、70 (1984), 1833
- [20] N. K. Chen and R. Maddin: Trans. AIME, 197 (1953), 300
- [21] N. Ujiie and R. Maddin : Trans. AIME, 206 (1956), 1298
- [22] R. A. Vandermeer and W. B. Synder, Jr : Metall. Trans., 10A (1979), 1031
- [23] 川崎宏一、松尾宗次：鉄と鋼、70 (1984), 1808
- [24] I. L. Dillamore, P. L. Morris, C. J. E. Smith and W. B. Hutchinson: Proc. Roy. Soc. London A, 329 (1972), 405
- [25] D. Kuhlmann-Wilsdorf and E. Aernoudt : J. Appl. Phys., 54 (1983), 184
- [26] C. S. Barrett: Trans. AIME, 135 (1939), 296
- [27] I. L. Dillamore and H. Katoh : Metal Science, 8 (1974), 73
- [28] 「板圧延の理論と実際」、日本鉄鋼協会、(1984), p. 5
- [29] 高村仁一：日本金属学会会報、12 (1973), 505
- [30] 藤田広志：日本金属学会会報、14 (1975), 837
- [31] K. Higashida, J. Takamura and N. Narita: Mat. Sci. Eng, 81 (1986), 239
- [32] 高村仁一：日本金属学会会報、25 (1986), 379
- [33] 辛島誠一：「金属・合金の強度」、日本金属学会、(1984), p. 55
- [34] 古林英一：鉄と鋼、57 (1971), 1167
- [35] E. Furubayashi: Trans., Iron Steel Inst. Jpn., 9 (1969), 222

第5章 Fe-19%Cr合金の{001}<uv0>単結晶の圧延組織に及ぼす幅方向の変形の拘束の影響

5. 1. 序

第3章において、{001}<uv0>初期方位を持つFe-19%Cr合金凝固柱状晶材（多結晶体）の圧延挙動（圧延変形組織、結晶方位回転、硬度）を明らかにした。さらに、第4章において、Fe-19%Cr合金における{001}<uv0>方位単結晶の圧延挙動を明らかにした。両者の結果を初期方位ごとにまとめたものが、Table 5.1 である。Table 5.1 より、多結晶と単結晶では(001)[100]初期方位の圧延組織が特に大きい差異を示していることが分かる。すなわち、Fig. 5.1 に示したように、(001)[100]方位単結晶が圧延に伴ってRD方向に平行なマトリクスバンドを形成するのに対して、(001)[100]柱状晶粒内にマトリクスバンドは形成されず、微細な筋状変形帯が全面に形成される。このような相違が生じる理由について、第3章で粒界による変形の拘束に基づく議論を行った(3.5.1節参照)。

(001)[100]方位柱状晶の圧延組織において特筆すべき事実は、粒内全面が筋状変形帯で覆われたという点である。柱状晶粒の初期粒径は平均 $450\mu\text{m}$ であり、筋状変形帯が粒界の拘束により導入されたのならば、その影響が数百 μm の範囲にわたって及ぶことをこの結果は示している。従来、変形時の粒界の拘束により導入される不均一変形部は粒界近傍の幅数十 μm の領域に限られると考えられており[1, 2]、このような広範囲にわたって影響が及ぶことを示した例はない。

本章では(001)[100]方位結晶の圧延組織の形成に与える幅方向の拘束の影響を明らかにし、第3章で示した考えの是非を証明するために、単結晶に人為的に拘束を与えて圧延を施してその圧延挙動を調べた結果を示す。具体的には単結晶をFe-19%Cr多結晶体中に埋め込むか、または多結晶体を拡散接合した後に圧延する方法により幅方向の拘束を加えた。

幅方向への形状変化と、緩和すべりの起こり易さによって拘束の影響の大小が決まる

Table 5.1 Fe-19%Cr合金における{001}<uv0>柱状晶および単結晶の圧延挙動

	Initial orientation	70% rolled microstructure	Orientation after 70% rolling
Columnar crystals (polycrystals)	(001)[100]	elongated deformation bands	(001)[100] + (115)[41 $\bar{1}$], (3,1,13)[41 $\bar{1}$], etc.
	(001)[510] (001)[320]	fine deformation bands near grain boundaries	(001)[110]
	(001)[110]	smooth-etched matrix	(001)[110]
Single crystals	(001)[100]	matrix bands	(001)[310] + (001)[3 $\bar{1}$ 0]
	(001)[510]		(001)[210] + (001)[100]
	(001)[410]		(001)[210] + (001)[100]
	(001)[12,5,0]	smooth-etched matrix	(001)[210]
	(001)[320]		(001)[760]
	(001)[110]		(001)[110]

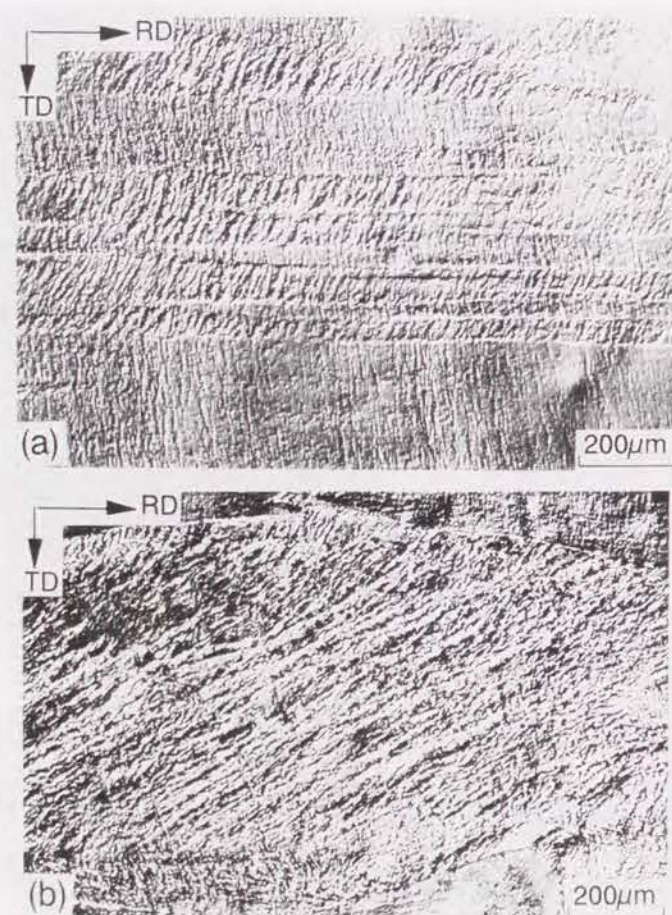


Figure 5.1 Fe-19%Cr合金における(001)[100]初期方位単結晶および柱状晶の70%圧延後の光学顕微鏡組織。ND面観察
(a) (001)[100]方位単結晶
(b) (001)[100]初期方位柱状晶粒

のであれば、初期方位によっては幅方向の拘束の影響が小さいものがあると考えられる。そこで、拘束の影響が小さい方位と予想される(001)[110]方位単結晶にも(001)[100]方位の場合と同様の拘束を加えて圧延し、その圧延組織を調べた。過去に(001)[100]および(001)[110]方位 BCC単結晶の圧延組織に関する研究は数多くなされている[3-21]が、粒界の拘束がそれらに与える影響について調べた研究は見当たらない。また、粒界による変形の拘束が結晶の変形組織、方位回転に与える影響については種々の研究がなされているが、圧延変形のような複雑な変形における拘束の影響は十分には解明されていない[2, 22-31]。

5. 2. 実験方法

Bridgman法により作製した Fe-19%Cr(BCC)合金単結晶から、(001)[100]または(001)[110]方位を持つ試片を切り出し、拘束圧延実験に供した。研究に用いた3個の試片の大きさと初期方位をTable 5.2 に示す。

単結晶Ⅰ((001)[100]方位)を、Fig. 5.2 に示すようにFe-19%Cr多結晶体より作製した型に埋め込み、室温で一方向に70%の圧延を施した。型に埋め込んだ場合には境界部での原子の結合がなく、実際の粒界とは状況が異なっている。そこでより実際の粒界に近い状況を作り出すために、単結晶Ⅱ((001)[100]方位)、Ⅲ((001)[110]方位)については拡散接合[32, 33]によって多結晶体を接合した後、圧延を施す方法を採用した。その詳細をFig. 5.3 に模式的に示す。単結晶試片の大きさに合わせて多結晶体を放電加工機を用いて精密に切り出し、単結晶、多結晶双方の接合面を機械研磨(エメリー紙 #1500)する。接合面を十分にアルコール洗浄した後に重ね合わせ、三角形のステンレス板(SUS304)ではさみ込む。ステンレス板をMoボルト・ナットで、トルクレンチを用いて10kgf・cmの力で締め上げる。Moボルト・ナットを用いる理由は、熱膨張率の違いを利用して、高温保持時に圧力を加えるためである<注1>。この状態の試料を石英管に真空封入し(真空度 2×10^{-5} Torr)、電気炉中で1173Kまで昇温、3.6ks 保持した後、炉冷する。こうして接

Table 5.2 拘束圧延実験に供したFe-19%Cr合金単結晶の方位と大きさ

Specimen	Initial orientation	Size (mm)		
		thickness	width	length
I	(001)[100]	4.22	5.52	12.00
II		4.60	2.98	11.65
III	(001)[110]	4.95	5.00	8.60

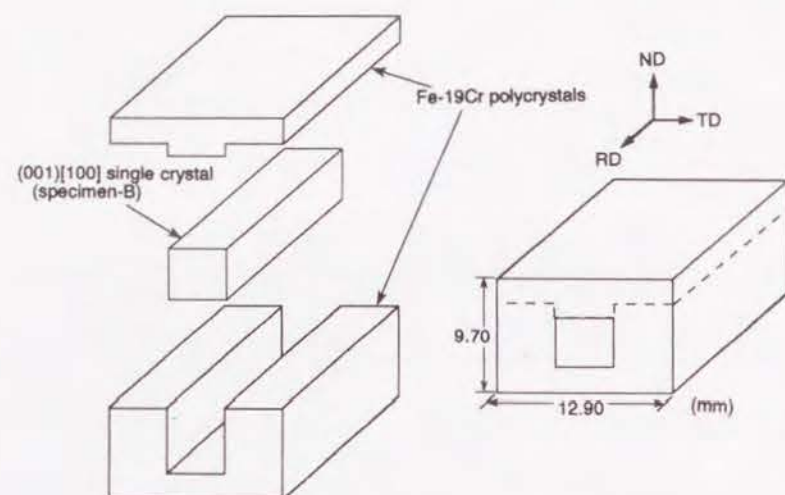


Figure 5.2 Fe-19%Cr多結晶体より作製した型に埋め込んで圧延した単結晶 I ((001)[100]初期方位) の圧延前の様子を示す模式図

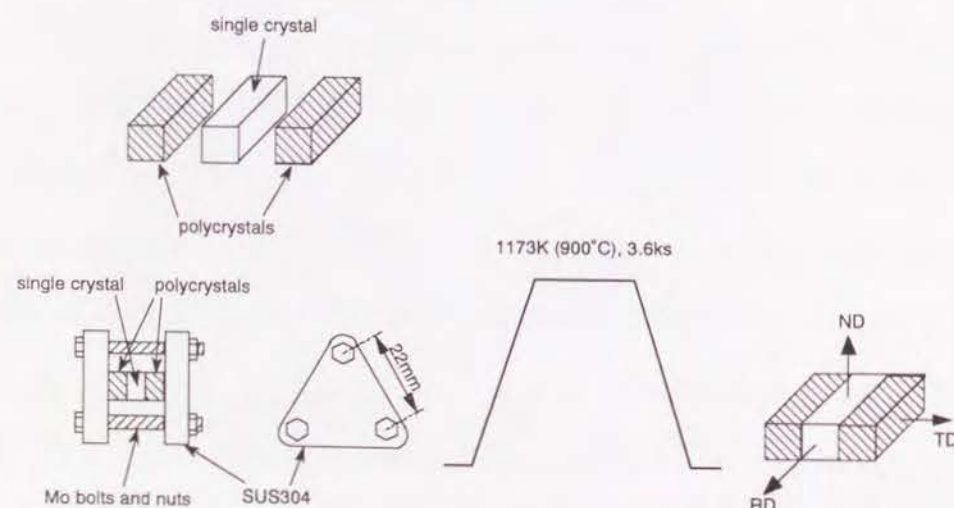


Figure 5.3 Fe-19%Cr多結晶体を単結晶に拡散接合するときの方法

合された試片は、炉冷時に析出した炭化物を溶解するために1423K、1.8ks の溶体化処理を施し、水冷した後に圧延に供した。圧延は室温で一方向に圧延率70%まで行った。圧延後の試片に対して、光学顕微鏡組織観察、ビッカース硬度測定、マイクロエッチピット法による結晶方位測定を行った。

<注1> Fe-18%Crの線膨脹係数は、650℃で $11.3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、Moの線膨脹係数は、500℃で $5.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、1000℃で $5.75 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ である[34]。

5. 3. 結果

5. 3. 1. 圧延に伴う試片の幅の増加

第4章で示したように、{001}<uv0>方位を持つFe-19%Cr合金単結晶試料の圧延に伴う幅の増加率は、初期方位に強く依存する。その様子を、拡散接合により幅方向の拘束を加えて圧延した(001)[100]、(001)[110]両方位単結晶の結果と合わせてFig. 5.4 に示す。

Fig. 5.4 より、拘束を与えて圧延した場合の単結晶の幅の増加率が、拘束を加えない場合よりも小さくなっていることが分かる。さらに(001)[100]方位と(001)[110]方位との間の差も小さくなり、多結晶体を圧延した場合の値である10%に近くなっている。この結果は、本研究で用いた人為的な拘束の付加により、多結晶に近い状況が作り出せていることを示唆している。

5. 3. 2. 70%圧延後の変形組織

Fig. 5.5 に、型により拘束を付加して70%圧延を施した単結晶 I ((001)[100]方位) のND面上の光学顕微鏡組織を示す。試片の圧延組織は、位置によって大きく異なる。単結

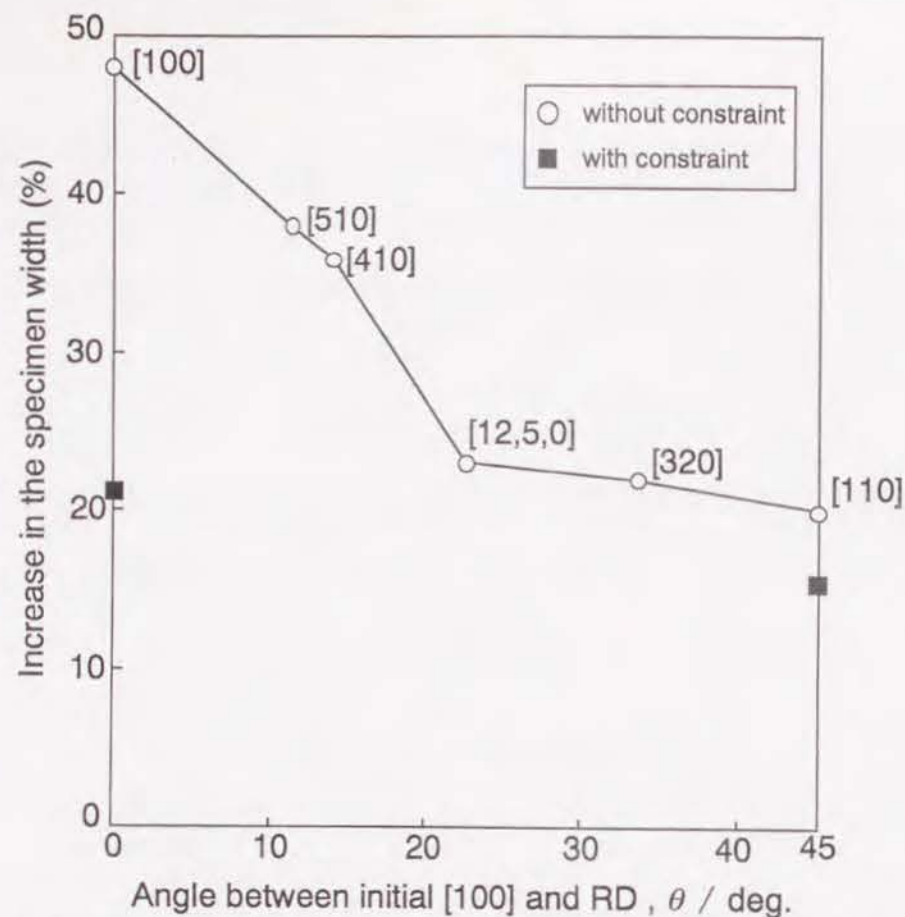


Figure 5.4 Fe-19%Cr合金の $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 単結晶に拘束を与えずに、または拡散接合により幅方向の拘束を与えて70%圧延した後の試片の幅の増加率

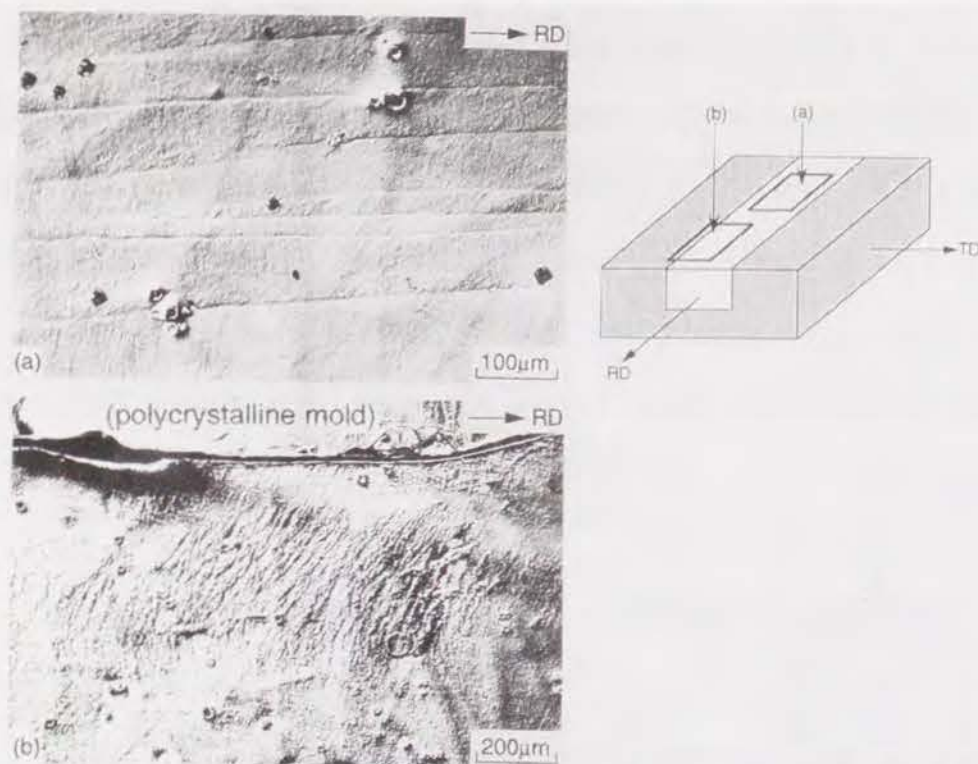


Figure 5.5 多結晶の型に埋め込んで幅方向の拘束を与え、70%圧延を施したFe-19%Cr単結晶I ((001)[100]方位)の光学顕微鏡組織。ND面観察
(a) 試片中央部のマトリクスバンド
(b) 型との境界近傍の筋状変形帯

晶中央部には、拘束を加えずに圧延した場合と同様のマトリクスバンド (Fig. 5.5(a)) が形成された。マイクロファセットピット観察により、このマトリクスバンドは拘束を与えない場合のものと同じ結晶学的特徴を持つことが明らかとなった。一方、型との境界近傍には、Fig. 5.5(b)に示すような微細な筋状変形帯が幅約 $400\mu\text{m}$ にわたって観察された。この筋状組織は、(001)[100]方位柱状晶粒内に形成される筋状変形帯 (Fig. 5.1(a)) に類似している。ただし境界近傍で必ず筋状組織が観察されるわけではなく、変形帯のない均一滑らかな領域も存在した。

Fig. 5.6 は、境界近傍に形成された筋状変形帯上に現出させた $\{110\}$ マイクロファセットピットの SEM像である。記号Aで示したピットはいずれも(001)[100]方位を示している。一方、記号B, C, D, Eで示したピットは、それぞれ $(\bar{3}25)[14, 1, \bar{8}]$ 、 $(\bar{3}15)[50\bar{3}]$ 、 $(1\bar{1}3)[30\bar{1}]$ 、 $(1\bar{1}4)[40\bar{1}]$ 方位を示している。このように、(001)[100]初期方位を維持した領域と、そこからの方位回転を起こした領域とが混在して存在するという結晶学的特徴は、(001)[100]柱状晶粒内に形成される筋状変形帯の特徴と全く同じである。すなわち、(001)[100]方位単結晶に幅方向の拘束を加えて圧延した場合の拘束面近傍には、多結晶の場合と同じ不均一変形組織が導入されることが明らかとなった。

Fig. 5.7 は、拡散接合により拘束を与えて70%圧延を施した単結晶II ((001)[100]方位)のRD面上の光学顕微鏡組織である。矢印で示すように、接合界面近傍に幅数百 μm にわたって微細な変形帯が導入されている。また、二重矢印で示すように結晶中央部にはマトリクスバンドが見られる。ただしその境界は不明瞭で、発達程度は弱い。また、その周囲には微細な筋状の組織も観察される。このように、型により拘束を付与した場合と拡散接合により界面を創出して拘束した場合とで、変形組織の様相に大きな違いは認められない。しかし接合した場合のほうが粒内の変形組織が不均一になっており、界面での原子の結合がある場合のほうが変形時の粒内の応力状態が複雑になることを示唆している。

Fig. 5.8 は、70%圧延後の単結晶II ((001)[100]方位)のND面上の光学顕微鏡組織と、各点のビッカース硬度である。ND面から観察した場合も、粒界近傍数百 μm の領域に筋状の変形帯が見られる。粒内の組織は均一滑らかであり、矢印の部分のようにマトリクスバ

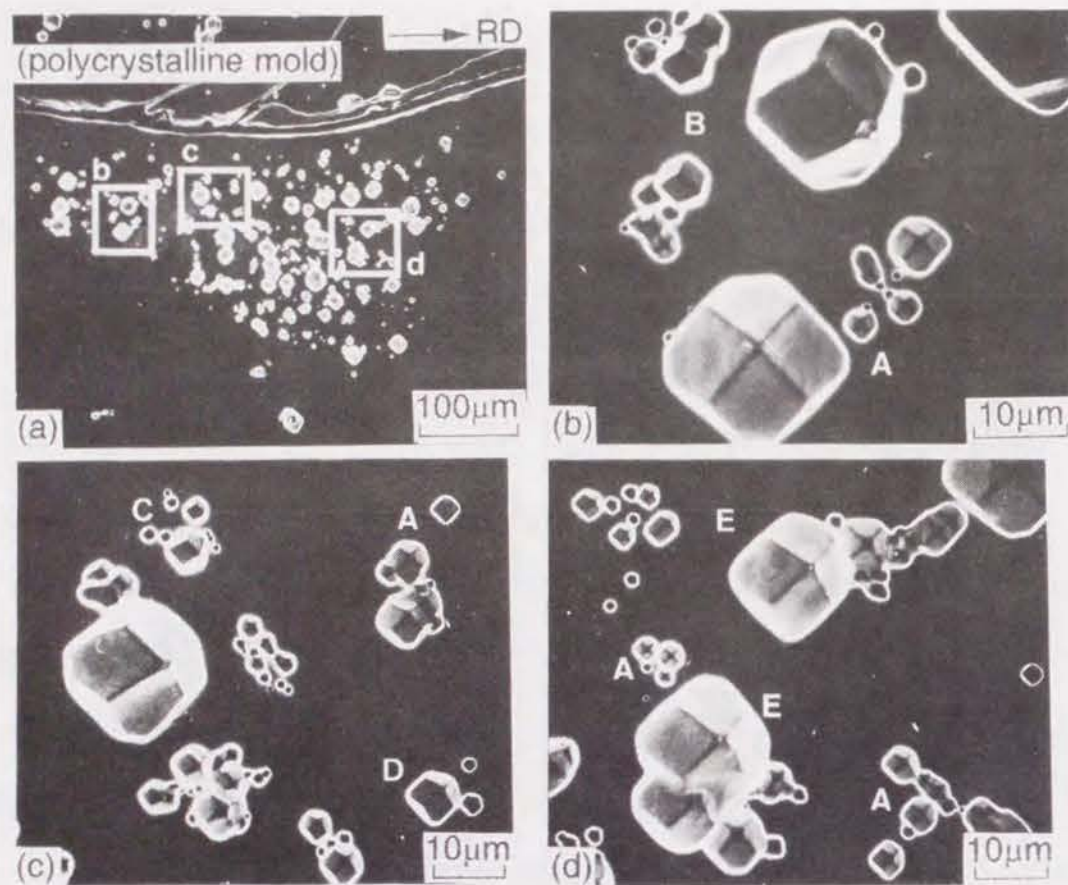


Figure 5.6 70%圧延後のFe-19%Cr単結晶I ((001)[100]方位)中の、型との境界近傍にあらわれた筋状変形帯上に現出した{110}マイクロファセットピットのSEM像

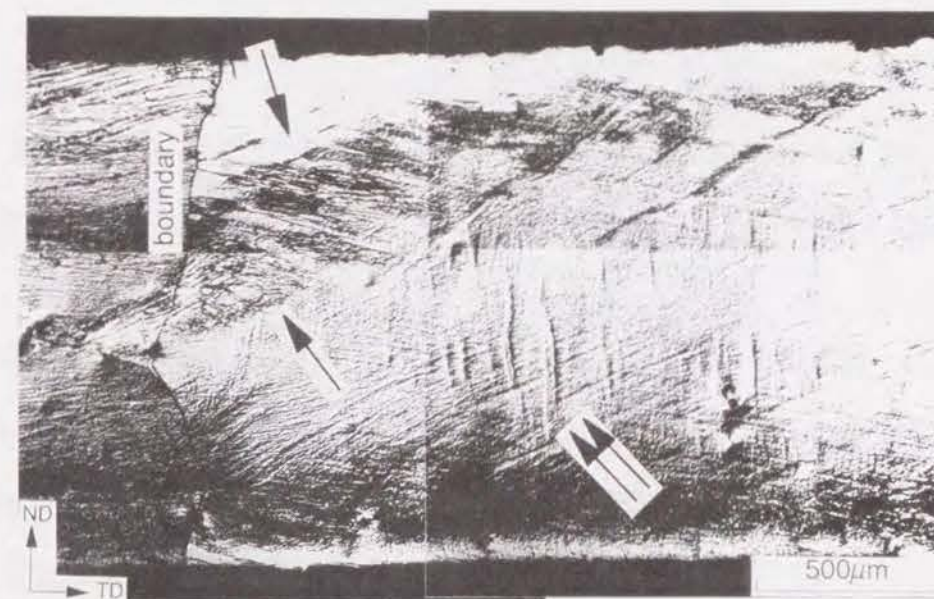


Figure 5.7 多結晶を拡散接合することにより幅方向の拘束を与え、70%圧延を施したFe-19%Cr単結晶II ((001)[100]方位)光学顕微鏡組織。RD面観察

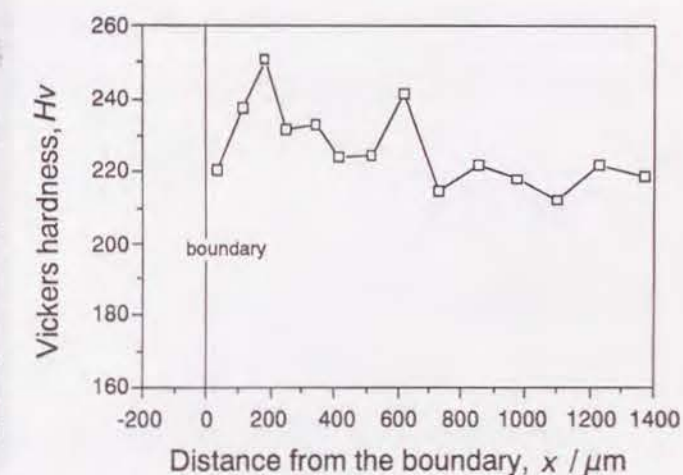


Figure 5.8 70%圧延後のFe-19%Cr単結晶II ((001)[110]方位、拡散接合材)のND面上の光学顕微鏡組織と、各点のビッカース硬度。Load=0.98N

ンドも観察されるが、その境界は不明瞭である。粒内の均一な組織の硬さがほぼ220 の一定値を示すのに対し、接合界面近傍の不均一変形部には、硬度の大きい領域が存在する。粒内部の硬さは、拘束を加えずに圧延した場合の(001)[100]単結晶の硬さ(Hv=223)とほぼ同じであり、粒界近傍の不均一変形部の硬さは(001)[100]柱状晶粒の硬さ(Hv=230-250)にはほぼ等しい。

Fig. 5.9 は、拡散接合後70%圧延を施した単結晶Ⅲ((001)[110]方位)の、RD面上の光学顕微鏡組織である。結晶はほぼ全面で均一滑らかな組織を示している。すなわち、拘束による不均一変形組織の導入の程度は方位に依存し、(001)[110]方位の場合には界面近傍に全く不均一変形組織が導入されない。尚、Fig. 5.9 中に認められる薄い板状の組織(矢印)は、組織の特徴から変形双晶[35]ではないかと考えられる。これと同じ組織は、拘束せずに圧延を施した単結晶材においてもわずかであるが観察された。

Fig. 5.10は、70%圧延後の試片Ⅲ((001)[110]方位)のND面上の光学顕微鏡組織と各点のビッカース硬度を示す図である。ND面上の組織もRD面と同じく、粒内部、粒界近傍を問わず、均一滑らかなマトリクス組織である。硬度も粒界近傍、粒内部に関係なく、約190の一定値を示す。この値は、幅方向の拘束を付加せずに70%圧延した(001)[110]単結晶の硬度である184よりは若干大きい値を示す。

5. 4. 考察

本研究の結果より、(001)[100]方位結晶にTD方向の拘束を与えて圧延を施すと、拘束界面近傍の幅数百 μm の領域に筋状変形帯が導入されることが明らかとなった。この変形帯は(001)[100]柱状晶粒において見出だされた筋状変形帯と同様の結晶学的特徴を持っている。また、それらが幅数百 μm にわたって導入された事実は、初期粒径450 μm の柱状晶粒内全面にこの変形帯が観察された事実と一致する。従来、粒界の拘束によって導入される不均一変形領域は、粒界近傍の幅数十 μm 程度の狭い範囲に限られると考えられてき

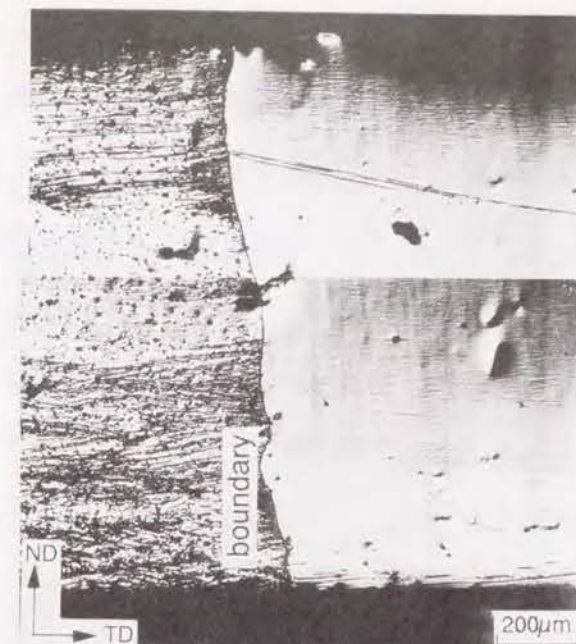


Figure 5.9 多結晶を拡散接合することにより幅方向の拘束を与え、70%圧延を施したFe-19%Cr単結晶Ⅲ((001)[110]方位)光学顕微鏡組織。RD面観察

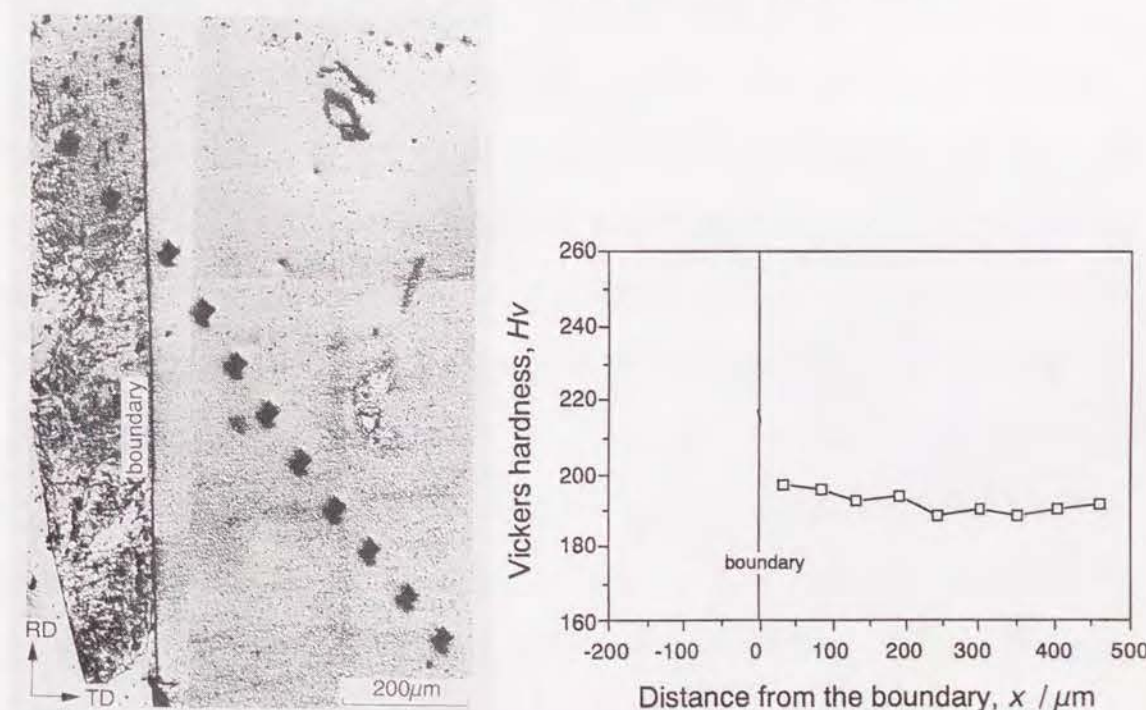


Figure 5.10 70%圧延後のFe-19%Cr単結晶Ⅲ((001)[110]方位)のND面上の光学顕微鏡組織と、各点のビッカース硬度。Load=0.98 N

た[1,2]。例えば、Inokuti and Doherty[1]は、40%冷間圧延された純Fe多結晶中において、粒内と大きな方位差を持った変形帯が粒界近傍の幅 $50\mu\text{m}$ 以内の領域に形成されることを示した。また、阿部ら[2]は、70%冷間圧延されたFeの粒界近傍の幅 $10\mu\text{m}$ 程度の領域に、高転位密度領域が形成されることを示した。一方、本研究の結果は、結晶の方位によっては非常に広範囲にわたって拘束の影響としての不均一変形組織が導入されることを示している。本研究において幅数百 μm にもわたって不均一変形領域が観察された理由は、(001)[100]方位の特異性に求めることができる。

Fig. 5.11に、(001)[100]および(001)[110]方位結晶における{110}マイクロファセットピット（すなわち{110}<111>すべり系）をND方向より見た時の模式図を示す。Fig. 5.12には、{001}<uv0>方位結晶における各すべり系の圧延変形に対するシュミット因子(Sr)を示す。この図は第4章で用いたもの(Fig. 4.16)と同じである。(001)[100]方位における主すべり系は(A2, A3, C1, C4)であるが、これらのすべり方向はいずれも大きなTD成分を持っている。よって、これらの活動は結晶の幅方向への形状変化を引き起こそうとする。仮にいま、A3とC1が拘束界面近傍で優先的に活動したとすると、それらは界面に堆積し、応力場を形成する。この応力場のTD成分は、堆積転位のバーガースベクトルのTD成分が大きいほど大きなものとなる。内部応力が大きくなると、それを緩和するためのすべりが隣接粒または(001)[100]方位粒自身で生じる必要がある。この時Fig. 5.12より、(001)[100]方位、またはその近傍の方位においては、(A3, C1)のSrと(A2, C4)のSrの値の差がゼロまたは非常に小さいことが分かる。すなわち、(001)[100]方位結晶においてはこれらのすべり系による緩和すべりが生じやすく、その結果幅数百 μm にわたって変形帯が導入されたと考えられる。ただし、緩和すべりは(001)[100]方位粒自身で必ず生じるわけではなく、隣接粒内での緩和が起こりやすい場合にはそちらで生じると考えられる。隣接粒内での緩和すべりの起こり易さを決定する要因は、粒の結晶方位であろう。実際、本研究の結果でも、(001)[100]方位結晶の拘束面近傍に必ず微細な変形帯が導入されるわけではなかつた。

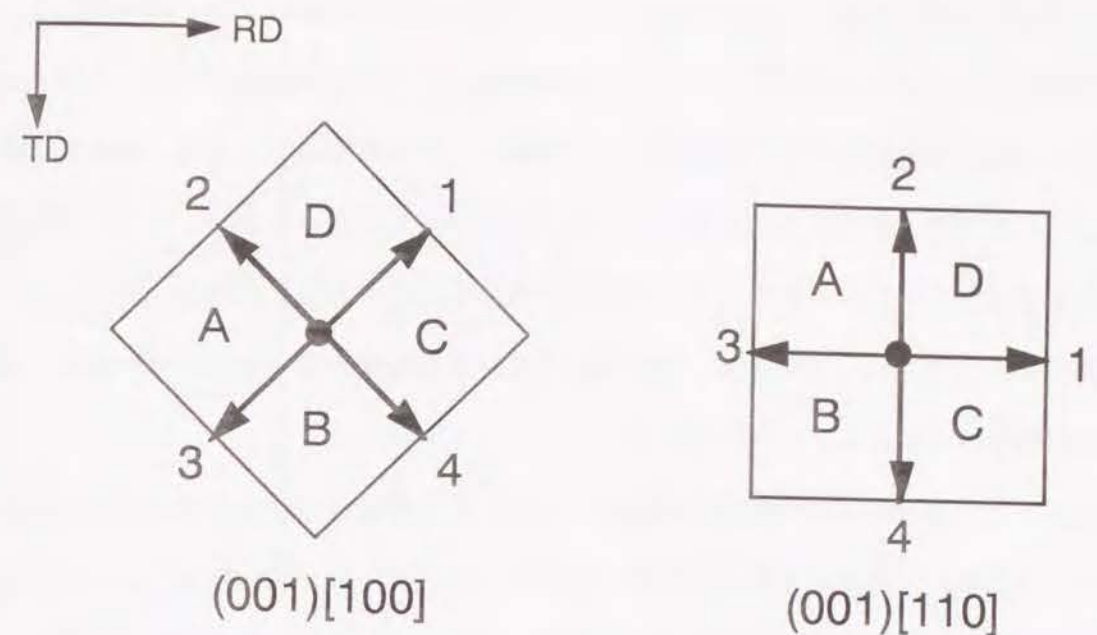


Figure 5.11 (001)[100]および(001)[110]方位結晶における{110}マイクロファセットピットをND方向より見たときの模式図

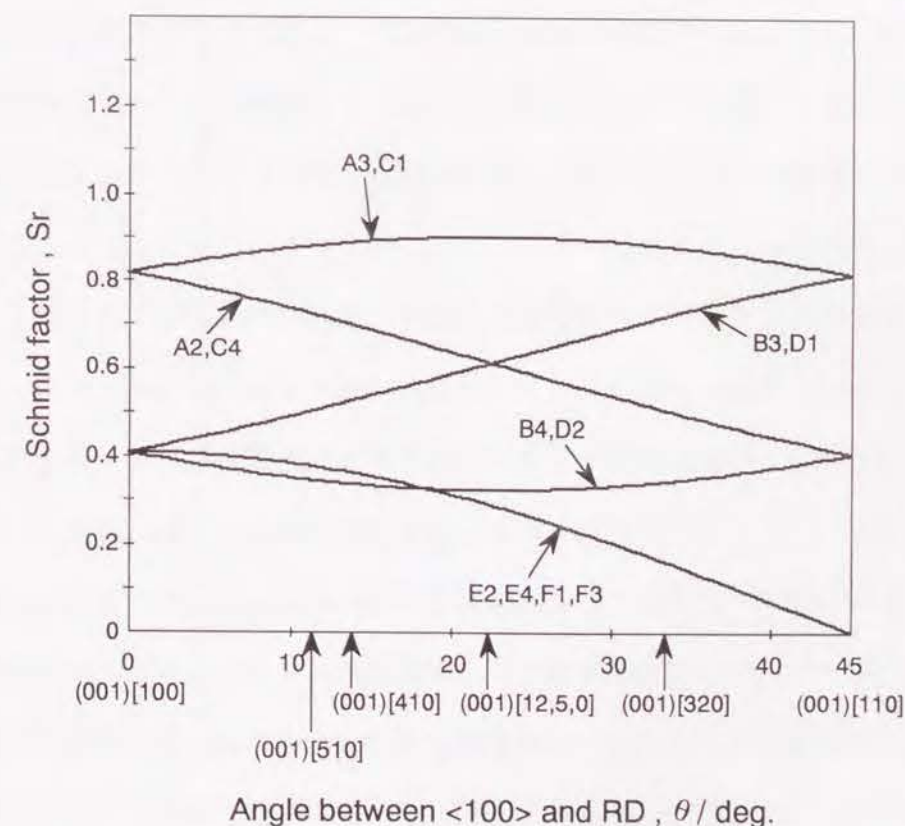


Figure 5.12 {001}<uv0>方位 BCC結晶における{110}<111>すべり系の圧延変形に対するシュミット因子(Sr)

以上の考え方により、(001)[100]方位と(001)[110]方位の違いも良く説明される。

Fig. 5.11に示したように、(001)[110]方位における主すべり系(A3, B1, C1, D3)のバーガースベクトルは、TD方向の成分を持たない。すなわち、この方位においては、幅方向の拘束を与えても拘束面近傍に緩和を必要とするような応力場が形成されない。また、2次すべり系(A2, C4, B4, D2)の S_r の値が小さいために、仮に応力場が形成されたとしても、これらの活動は起こりにくい。その結果、(001)[110]方位結晶に幅方向の拘束を与えても、不均一変形組織は導入されなかったのである。

粒界による変形の拘束が結晶粒の変形にもたらす影響は、塑性変形並びにその後の再結晶における重要な問題であり、従来種々の研究が行われてきた[2, 22-31]。しかしこの問題は非常に複雑な要素を含んでおり、実験的に定量化を行うことも困難であることから、現在も十分には解明されていない。本研究では圧延変形という複雑な変形を対象とするにあたって、{001}<uv0>方位結晶に対する幅方向(TD方向)の拘束の影響に限定し、問題を2次元的に単純化して研究、考察を行った。その結果、圧延変形が元来幅方向の形状変化を許容し難いがゆえに、幅方向の拘束が結晶の変形に大きな影響を与えることが明らかとなった。こうした結果は他の方位に対しても適用可能と考えられる。そこで前述の考察を一般化すると、以下ようになる。

一般的に結晶中での主すべり系の優先的活動は、幅方向への形状変化を起こそうとする<注1>。しかし、界面<注2>によって幅方向に拘束されている場合には、幅方向の形状変化は許され難く、Fig. 5.13に示すように転位が界面近傍に堆積して応力場を形成する。拘束の影響は、この応力場を緩和するための2次すべり系の活動(多重すべり)として現れる。幅方向の拘束下で形成される応力場の幅方向の成分の大小、すなわち幅方向への形状変化を起こそうとする傾向の大小は、堆積転位のバーガースベクトルの界面に垂直な成分の大きさに支配されると考えられる[36]。応力場の緩和は、その粒自身、または隣

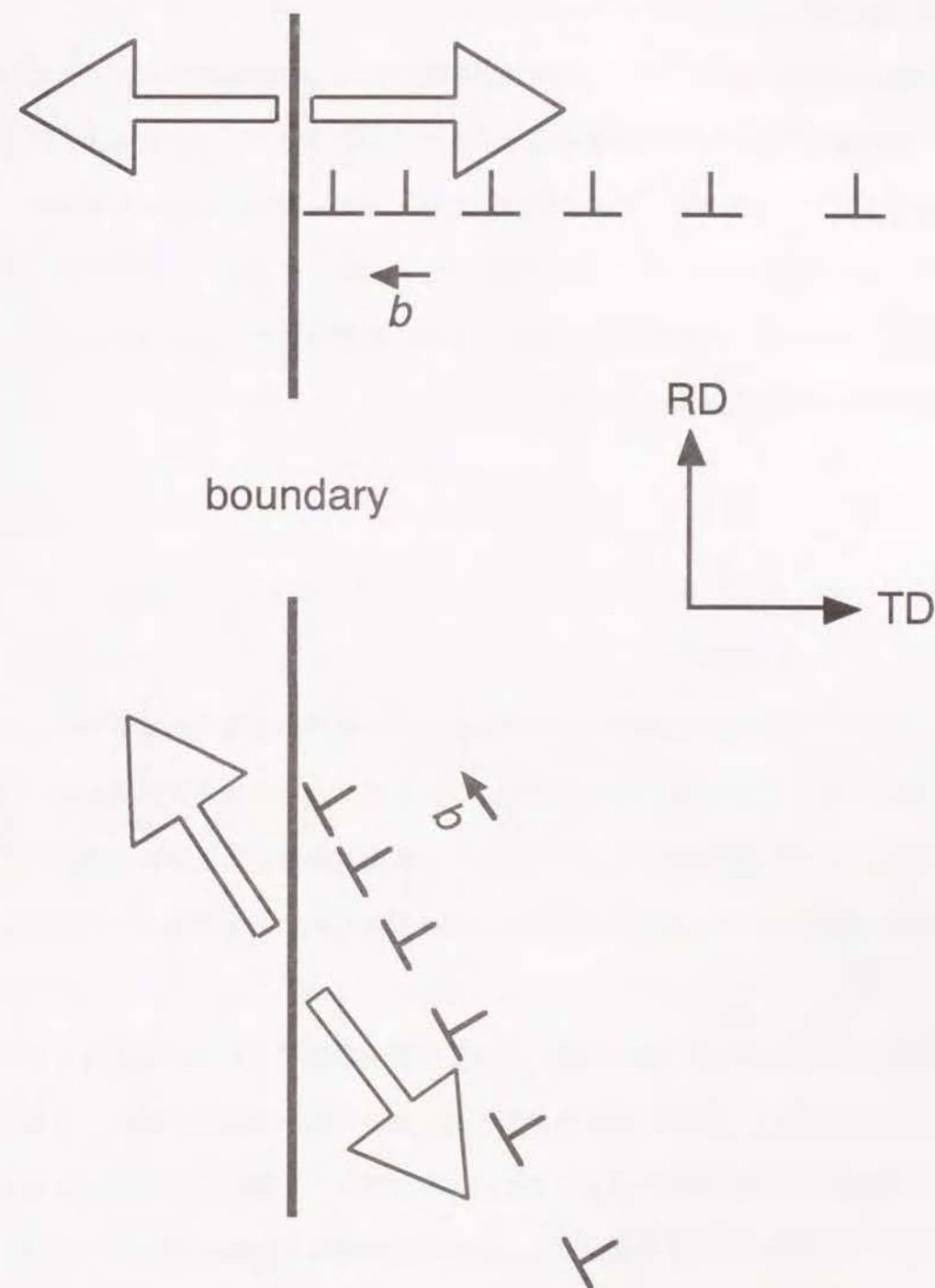


Figure 5.13 界面に堆積した転位により生じる内部応力の様子を示す模式図

<注1> この例外が、(001)[110]方位である。

<注2> 界面は、TD方向に垂直 (ND-RD面に平行) と考える。

接粒によりなされる。その粒自身で緩和すべりが生じる場合には、主すべり系と2次すべり系のシュミット因子の差が小さい方位のものほど、より広範囲に緩和すべりの結果としての不均一変形組織が導入される。

従来、多結晶体の粒界近傍に不均一変形領域が形成されることは良く知られてきた。しかし、不均一変形領域がすべての粒界近傍に形成されるわけではないことも、良く知られた事実であった[2]。この事実は、粒界の拘束の影響に方位依存性があることを示唆するものであるが、本研究の結果はそのことを明確に示した。さらに(001)[100]方位のように、その粒自身での緩和が起こりやすい方位では、不均一変形領域が界面から数百 μm もの広範囲に形成されることも明らかとなった。

5. 5. 結論

{001}<uv0>方位 BCC単結晶の圧延組織に与える幅方向の変形の拘束の影響を明らかにするために、(001)[100]、(001)[110]両方位単結晶に人為的な拘束を加えて圧延を施し、圧延挙動を調べた。人為的に拘束を与える手段として、多結晶体の型に単結晶を埋め込む方法と、多結晶を拡散接合により接合する方法の2種を採用した。おもな結果は以下の通りである。

[1] (001)[100]方位単結晶に幅方向の拘束を付与して圧延を施すと、中央部にはマトリクスバンドが形成され、拘束面近傍には幅数百 μm の領域に筋状変形帯が形成される。筋状変形帯は(001)[100]方位柱状晶粒内(多結晶体)に導入される変形帯と同じ結晶学的特徴を持つ。こうした結果は、型で拘束を与えた場合、接合により拘束を与えた場合の双方に共通であるが、接合した場合のほうがマトリクスバンドの発達の程度が小さく、粒内の変形組織はより不均一になる。

[2] (001)[110]方位単結晶に幅方向の拘束を付与して圧延を施しても、拘束面近傍には不均一変形組織が導入されない。

[3] 以上のように、(001)[100]方位結晶には粒界による幅方向の拘束によって、界面近傍の広い範囲に筋状変形帯が導入されること、粒界の拘束の影響の大小が初期方位によって大きく異なることが証明された。この結果より、粒界の拘束の影響を大きく受ける方位とは、主すべり転位のバーガースベクトルの拘束面(ND-RD面)に垂直な成分が大きく、主すべり系と2次すべり系のシュミット因子の差が小さいものであると結論される。

参考文献

- [1] Y. Inokuti and R. D. Doherty: Textures of Crystalline Solids, 2 (1977), 143
- [2] 阿部光延、小甲康二、林 征夫、速水哲博: 日本金属学会誌、44 (1980), 84
- [3] T. Taoka, E. Furubayashi and S. Takeuchi: Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 6 (1966), 290
- [4] T. Taoka, E. Furubayashi and S. Takeuchi: Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 7 (1967), 95
- [5] W. R. Hibbard, Jr. and W. R. Tully: Trans. AIME, 221 (1961), 336
- [6] J. L. Walter and W. R. Hibbard, Jr.: Trans. AIME, 212 (1958), 731
- [7] J. L. Walter and E. F. Koch: Acta Metall. 10 (1962), 1059
- [8] J. L. Walter and E. F. Koch: Acta Metall. 11 (1963), 923
- [9] J. L. Walter and E. F. Koch: Trans. AIME 233 (1965), 1205
- [10] H. Hu: Trans. AIME 221 (1961), 130
- [11] B. Grzemba and H. Hu: Z. Metallkde. 53 (1961), 331
- [12] H. Hu: Acta Metall. 10 (1962), 1112
- [13] R. G. Aspden: Trans. AIME 215 (1959), 986

- [14] 阿部秀夫、松尾宗次、伊藤邦夫：日本金属学会誌、26 (1962), 684
- [15] 和田敏哉、松本文夫、黒木克郎：日本金属学会誌、32 (1968), 767
- [16] 橋本 修、大橋延夫、藤元克己：鉄と鋼、57 (1971), 1155
- [17] Y. Taneda : Jpn. J. Appl. Phys. 4 (1965), 16
- [18] 小西元幸、小原隆史、田中智男：鉄と鋼、70 (1984), 1833
- [19] N. K. Chen and R. Maddin : Trans. AIME 197 (1953), 300
- [20] N. Ujiiie and R. Maddin : Trans. AIME 206 (1956), 1298
- [21] R. A. Vandermeer and W. B. Synder, Jr. : Metall. Trans. 10A (1979), 1031
- [22] J. D. Livingston and B. Chalmers : Acta Metall. 5 (1957), 322
- [23] A. Skalli, R. Fortunier, R. Fillit and J. H. Driver : Acta Metall. 33 (1985), 997
- [24] W. B. Hutchinson : Acta Metall. 37 (1989), 1047
- [25] S. Kikuchi, E. Kimura and M. Koiwa : J. Mat. Sci. 27 (1992), 4927
- [26] 稲垣裕輔：鉄と鋼、62 (1976), 1000
- [27] 稲垣裕輔：日本金属学会誌、50 (1986), 344
- [28] 阿部光延：日本金属学会誌、50 (1986), 346
- [29] 稲垣裕輔：日本金属学会誌、50 (1986), 348
- [30] 阿部光延：日本金属学会誌、50 (1986), 350
- [31] 稲垣裕輔：日本金属学会誌、50 (1986), 250
- [32] 圓城敏男、池内建二：日本金属学会会報、21 (1982), 959
- [33] 圓城敏男：日本金属学会会報、26 (1987), 706
- [34] 日本金属学会編：「金属データブック」、丸善 (1974), p. 13, p. 102
- [35] 辛島誠一：「金属・合金の強度」、日本金属学会 (1984), p. 57
- [36] 日本金属学会編：「転位論」、丸善 (1971), p. 123

第6章 Fe-19%Crフェライト合金凝固柱状晶材の再結晶組織に及ぼす 圧延・焼鈍方法の影響

6. 1 序

第3章で示したように、Fe-19%Cr(BCC)合金の凝固柱状晶材を70%冷間圧延後、973 Kで再結晶させると、等軸晶材に比べ再結晶速度が遅く、再結晶粒径が極めて不均一で(細粒と粗粒が混在)、弱いcube再結晶集合組織を形成することが明らかとなった。これらは工業的観点から見た場合にいずれも好ましくない特徴である。すなわち、再結晶速度が遅いということは、焼鈍プロセスに時間がかかることを意味し、また、不均一な再結晶粒径は冷延時又は成形時に梨地肌[1]などの好ましくない表面性状を生じさせると考えられる。さらに{111}方位を持つ再結晶粒が少なく、cube再結晶集合組織を形成するという事実は、板材の深絞り成形性にとって好ましくないものである[2]。本研究の目的の一つは、ストリップ連铸プロセス[3, 4]が実用化された場合の組織制御に対する指針を得ることであるが、これらの結果は、少なくともストリップ連铸法により製造されたフェライト(BCC)単相鋼の組織制御が容易ではないことを示唆している。

本章では、圧延・焼鈍方法を変えることにより、凝固柱状晶材を出発材としたときの再結晶組織の改善が可能かどうかを検討する。目的とする組織は、結晶粒径が均一微細で、できれば{111}集合組織を持つものである。まず第一に圧延率の影響を知るために、40%または90%冷間圧延を施した柱状晶材の再結晶挙動を調べる。圧延率を変えることにより、蓄積エネルギーの大小、不均一変形組織の導入の程度が変化すると考えられる。この場合の焦点は、90%の強圧延を施すことにより、(001)[110]初期方位粒の再結晶のおこりにくさが改善されるか否かである。第二に、70%圧延した柱状晶材を1073K~1273Kの種々の温度で焼鈍した場合の再結晶組織を示す。Fe-Cr合金には、 $M_{23}C_7$ 型の炭化物が析出する[5]が、焼鈍温度を変えることによってその析出の有無や析出挙動が変わり、再結晶組

織および再結晶集合組織に影響を与える可能性がある。さらに、第三として交叉圧延を施した場合、第四として圧延・焼鈍を繰り返した場合に柱状晶材の再結晶組織が均一微細になり得るかどうかを検討する。

6. 2. 実験方法

出発材はいずれの場合もFe-19%Cr合金の凝固柱状晶材である(Figs. 2.4, 2.5 参照)。柱状晶材は1423 Kで1.8ks 溶体化処理後水冷し、炭化物を溶解させた上で圧延に供した。

6. 2. 1. 圧延率の影響を調べる実験

柱状晶材の再結晶挙動に与える圧延率の影響を明らかにするために、柱状晶材を40%又は90%圧延後、973 Kで焼鈍し、その再結晶挙動を調べた。圧延は室温で一方向に行った。圧延材の光学顕微鏡組織観察、極点図測定を行った後に、973 Kに保持したソルトバス中で焼鈍を行った。種々の時間焼鈍を施した柱状晶材の光学顕微鏡組織観察、再結晶率測定、ピッカース硬度測定を行った。また、再結晶完了材の極点図測定も行った。

6. 2. 2. 焼鈍温度の影響を調べる実験

柱状晶材の再結晶挙動に与える焼鈍温度の影響を明らかにするために、柱状晶材を室温で一方向に70%冷間圧延した後、1073 K、1173 K、1273 Kの各温度に保持した真空炉中で焼鈍を行った。

圧延材中で炭素は完全固溶していると考えられるが、焼鈍時には $M_{23}C_6$ 型の炭化物[5]が析出する可能性がある。そこで炭化物の析出温度域を知るために、Fe-19%Cr合金における炭素の溶解度曲線を計算した(Appendix 6.1)[6]。計算には新井と竹田[7]が整理、

提出した熱力学データを用いた。Fig. 6.1 に溶解度曲線を示す。これによれば、本研究で用いた Fe-18.60wt.%Cr-20ppmC合金における炭素の固溶限は1150 Kであり、それ以上では炭素はフェライト中に完全固溶し、それ以下では炭化物が析出する。ちなみに通常のSUS430鋼などのフェライト系ステンレス鋼の焼鈍は1073 K~1093 Kで行われている[8]が、これは各鋼種において炭化物の存在する温度域である。

各温度で焼鈍を施した柱状晶材の光学顕微鏡組織観察、極点図測定を行った。

6. 2. 3. 交叉圧延実験

第3章で明らかにしたように、Fe-19%Cr合金の凝固柱状晶材が不均一な再結晶組織を形成する理由は、柱状晶材中に極めて再結晶をおこしにくい(001)[110]初期方位粒が多数存在するためである。(001)[110]方位粒が再結晶をおこしにくい理由は、圧延変形における主すべり系の相対的優位性が非常に大きい結果、4種の $a/2\langle 111 \rangle$ 転位のうちの2種のみではほぼ変形が担われ、さらに交叉滑りによる動的回復が盛んにおこる結果、再結晶核生成サイトとなる不均一変形組織がほとんど導入されないことによる。そこで(001)[110]方位粒に不均一変形組織を導入し、再結晶を起こり易くする方策の一つとして、交叉圧延を行った。Fig. 6.2 にその様子を模式的に示す。柱状晶材を、1パス毎に90° 圧延方向を変え(RD1とRD2)、70%まで圧延(1パス圧下量 0.2mm)した後、973 Kで焼鈍した。

Fig. 6.2 の下の図は、(001)[110]方位結晶における{110} ファセットピットをND方向より眺めたものであり、{110} $\langle 111 \rangle$ すべり系の配置を表している。いま、RD1で示される方向に圧延を施した場合には、1、3で示したバーガースベクトルを持つすべり系の活動が非常に有利であり、実際に第3章で示したように結晶の変形はほとんどこの2種の転位のみで担われる。一方、圧延方向を90° 変えたRD2にすることにより、今度は2、4で示したバーガースベクトルを持つすべり系の活動が有利になる。このように圧延方向を1パス毎に90° 変えることによって、各パスではそれぞれ2種ずつの転位しか活動しないが、トータルでは4種の $a/2\langle 111 \rangle$ 転位すべての活動が期待できる。前のパスで活動した転位が残存

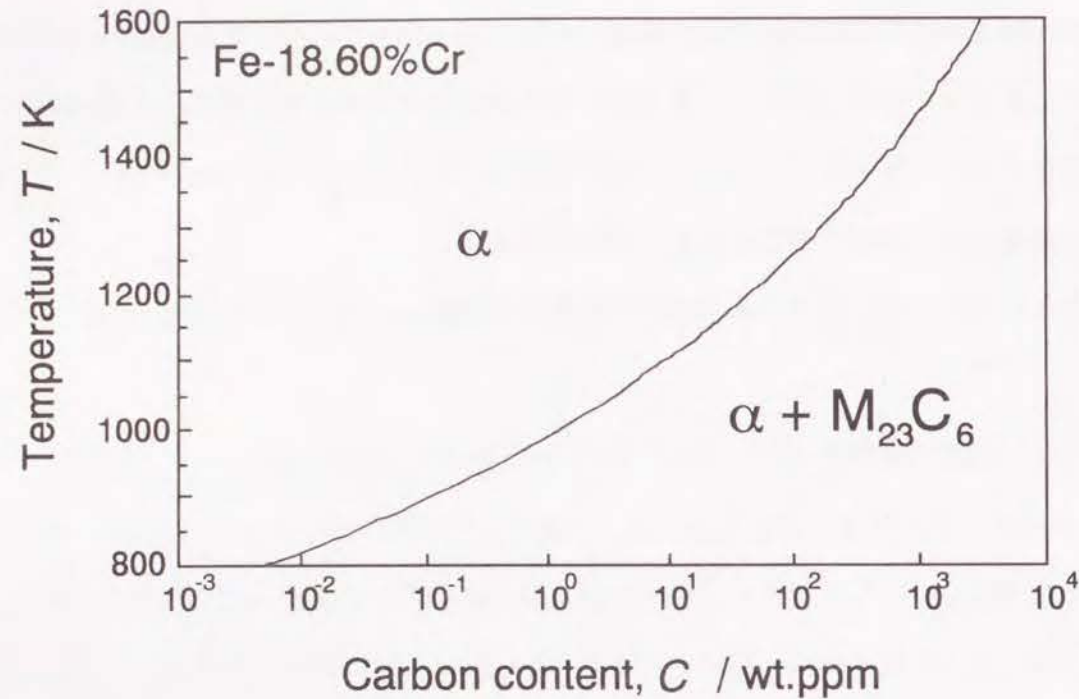


Figure 6.1 Fe-18.60wt.%Cr合金における炭素の溶解度曲線

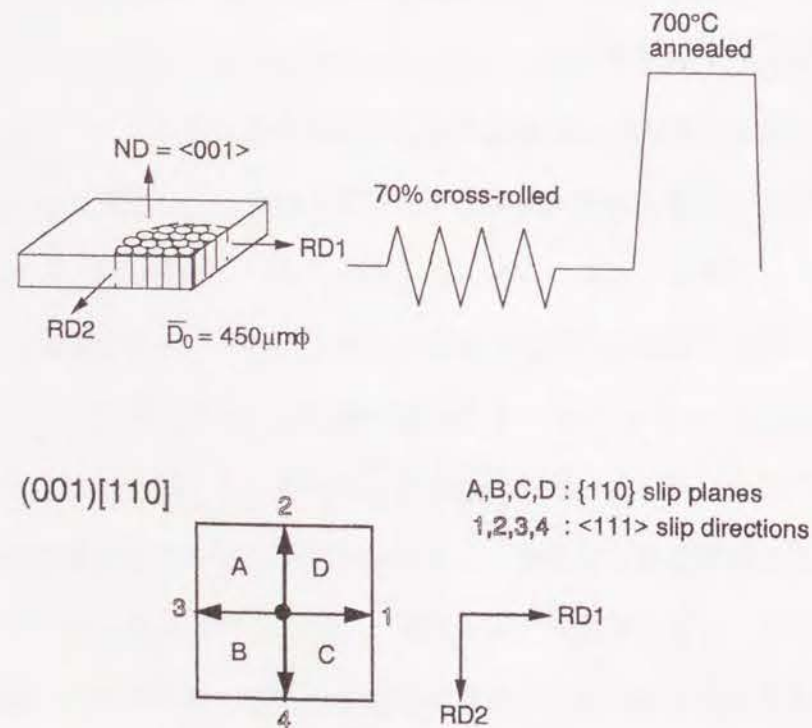


Figure 6.2 交叉圧延法とその原理を示す模式図

しているとすれば、次のパスで活動する転位との相互作用が生じ、転位のからみ合い、蓄積、不均一変形組織の形成が期待できる。

6. 2. 4. 冷延・焼鈍の繰り返し実験

(001)[110]方位の悪影響を低減するより直接的な方法は、出発材中に(001)[110]方位を持つ粒をなくすことである。しかし、凝固組織中の各柱状晶粒の方位を制御することは容易でない。そこで、一旦冷延・焼鈍によって再結晶を完了させた柱状晶材を再度冷延・焼鈍した場合に、その再結晶組織、再結晶集合組織がどのようなになるかを調べた。この方法を2回冷延・焼鈍法と呼ぶことにする。Fig. 6.3 に、2回冷延・焼鈍法の原理を模式的に示す。出発時の柱状晶材は強い{001}<uv0>集合組織を持っており(Fig. 3.1)、数多くの粗大な(平均柱状晶直径 450 μm)(001)[110]方位粒を含んでいる。これを70%冷延後973 Kで焼鈍すると、長時間保持によって再結晶は完了し、弱い(001)[100]再結晶集合組織を形成する(Fig. 3.20)。この再結晶完了組織はFig. 3.19に示したように非常に粒径の不均一なものであり、特に粒径数百 μmの粗大粒の集団が初期(001)[110]方位粒に対応して形成される。(001)[110]はBCCの圧延安定方位であるため、70%圧延後もその方位を保っているが、1回目の冷延・焼鈍で一次再結晶が完了することにより、(001)[110]以外の方位に置き変わっている(Fig. 3.23(c)参照)。すなわち、2回目の冷延の出発材中にはもはや粗大な(001)[110]方位粒は存在せず、再結晶に悪影響を与える初期方位が取り除かれている。そこでこの1回冷延・再結晶完了材を再度室温で一方向に70%圧延し、973 Kで焼鈍して、その再結晶組織および再結晶集合組織を調べた。

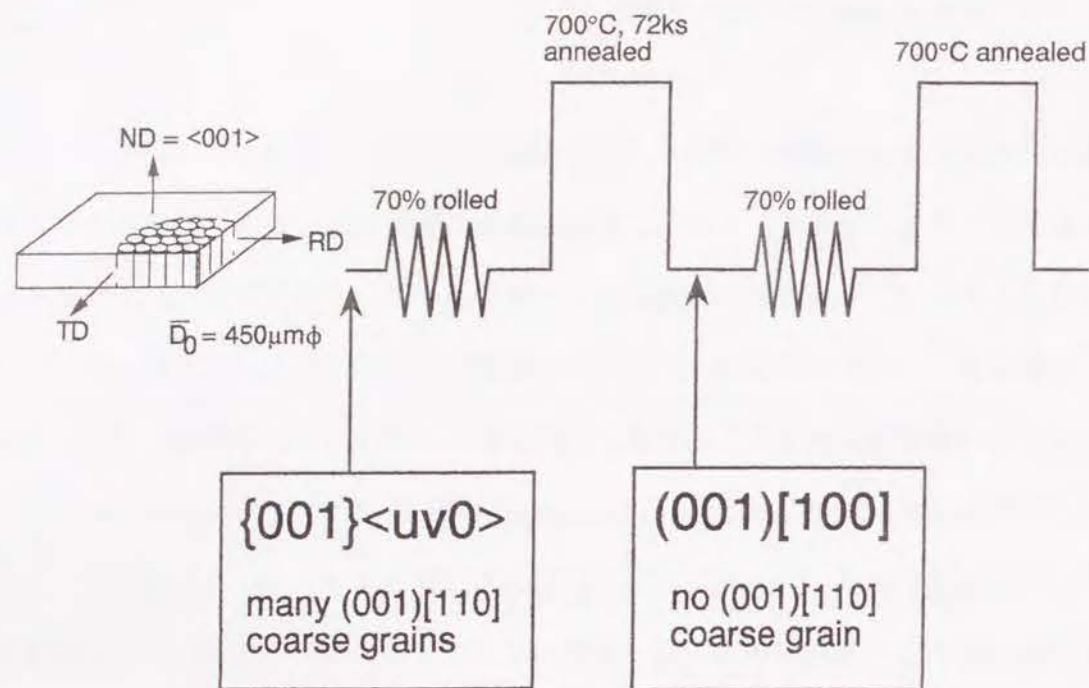


Figure 6.3 2回冷延・焼鈍法とその原理を示す模式図

6. 3. 柱状晶材の再結晶挙動に与える圧延率の影響

6. 3. 1. 40%圧延材の再結晶挙動

Fig. 6.4 に40%圧延を施した柱状晶材の $\{100\}$ および $\{110\}$ 極点図を示す。依然として $\{001\} \langle uv0 \rangle$ への集積を示すものの、その中ですでに $(001)[110]$ 方位への集積が強くなっており、ある程度の方角回転が起こっている。

Fig. 6.5 には、40%圧延後の柱状晶材の圧延変形組織 (ND面観察) を示す。第3章で示した70%圧延材 (Fig. 3.7) と比較して、40%圧延材においては不均一変形組織の導入の度合いが小さい。(a) のように、おそらく $(001)[100]$ 初期方位粒に形成されたと思われる筋状変形帯もみられるが、こうした組織を示す粒は少なく、その発達程度は小さい。柱状晶粒の多くは (b) に示すような、均一滑らかな組織を呈する。また、Fig. 3.14 に示した $(001)+(111)$ マトリクスバンドは、(c) のようにすでに形成されはじめている。40%圧延材のビッカース硬度は、平均で209であったが、筋状組織を示す粒の硬度が平均221であるのに対して、均一滑らかな組織を示す粒のそれは205であり、すでに変形組織 (初期方位) によって差が生じている。

Fig. 6.6 に40%圧延を施した柱状晶材を 973K で焼鈍した時の再結晶途中組織を示す。40%圧延材の再結晶粒は、粒内よりも粒界近傍、特に Fig. 6.6(a) に示すように粒界3重点で主に生成する。Fig. 6.5(c) に示したようなマトリクスバンドは、Fig. 6.6(b) から分かる通り優先核生成サイトとはなり得ない。さらに、Fig. 6.6(c) に示すように、歪誘起粒界移動 (Strain Induced Boundary Migration (SIBM)、又は bulging) [11] が生じている場所もある。いずれにせよ再結晶粒は生じ難く、粒によっては全く再結晶粒が発生しない。

Fig. 6.7 は、40%圧延材を 973K で種々の時間焼鈍した時の硬度である。硬度測定は、試片内の10点において荷重 500gf で行い、Fig. 6.7 にはその平均値と測定値の上限、下限を示している。焼鈍時間が増すとともに、軟化が進行している。 43.2ks 以上の焼鈍では平均硬さが130程度の一定値となり、また測定値の上限、下限の幅も小さくなっていること

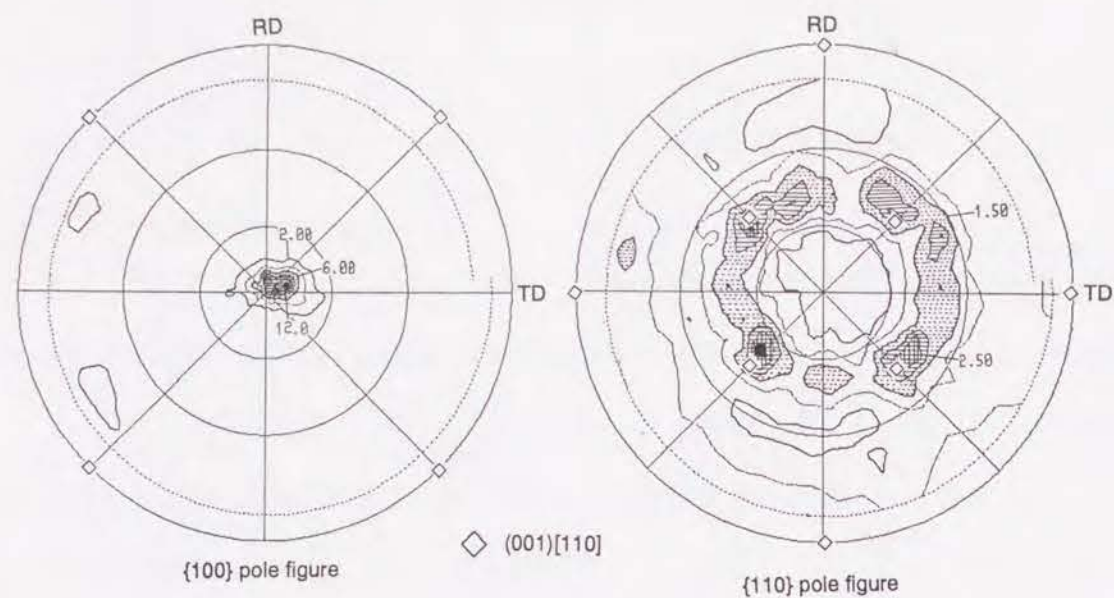


Figure 6.4 Fe-19%Cr柱状晶材の40%圧延後の {100} および {110} 極点図

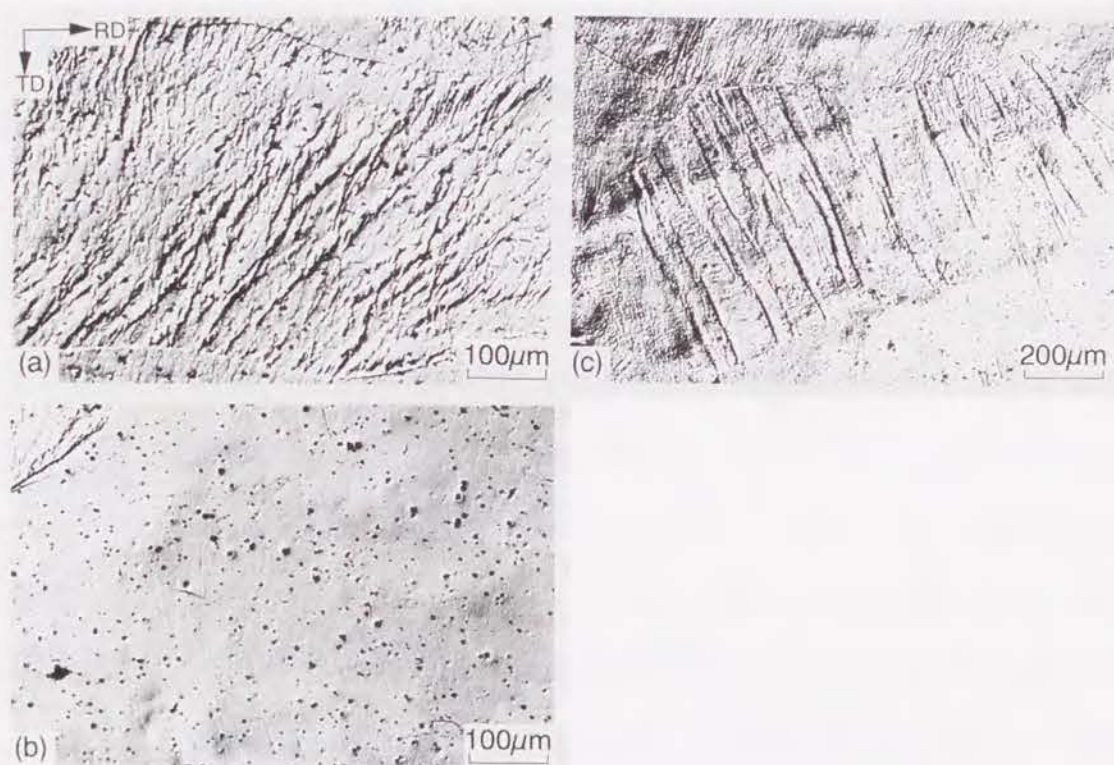


Figure 6.5 Fe-19%Cr柱状晶材の40%圧延後の光学顕微鏡組織 (ND面観察)
(a) 筋状変形帯
(b) 均一滑らかな組織
(c) マトリクスバンド

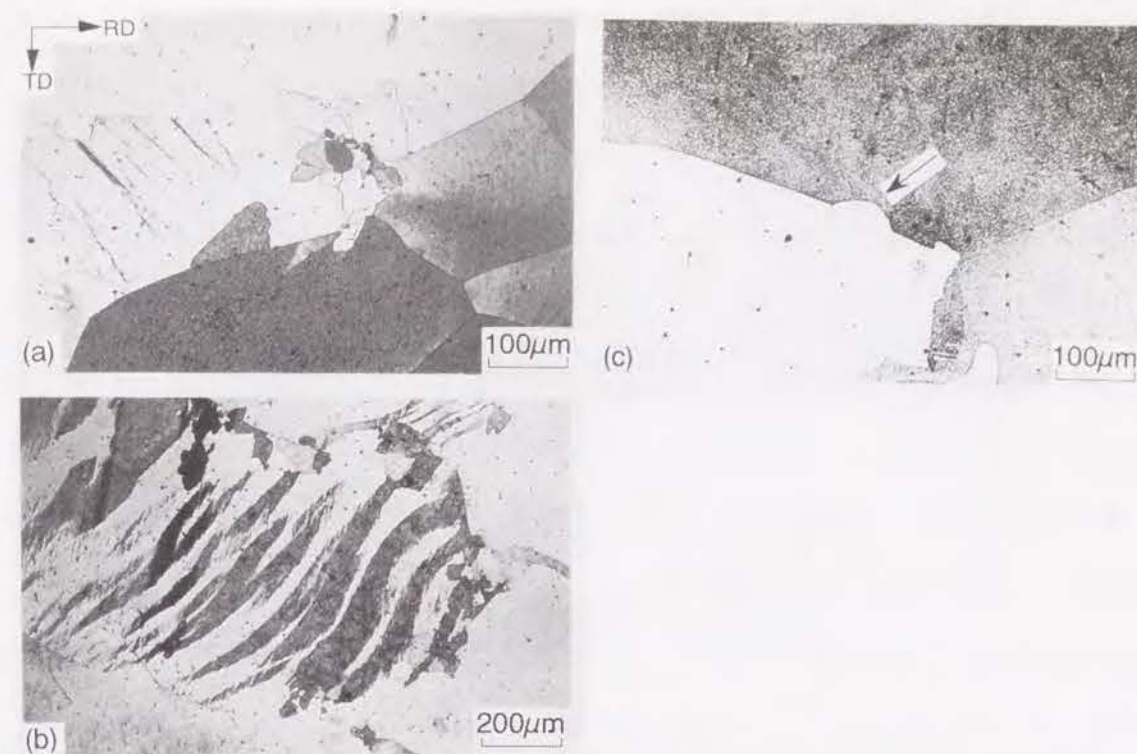


Figure 6.6 40%圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材の再結晶途中組織 (ND面観察)
40%rolled+ 973K, 0.6ks
(a) 粒界三重点からの再結晶
(b) マトリクスバンドを生じた柱状晶粒
(c) 歪誘起粒界移動 (SIBM; 矢印)

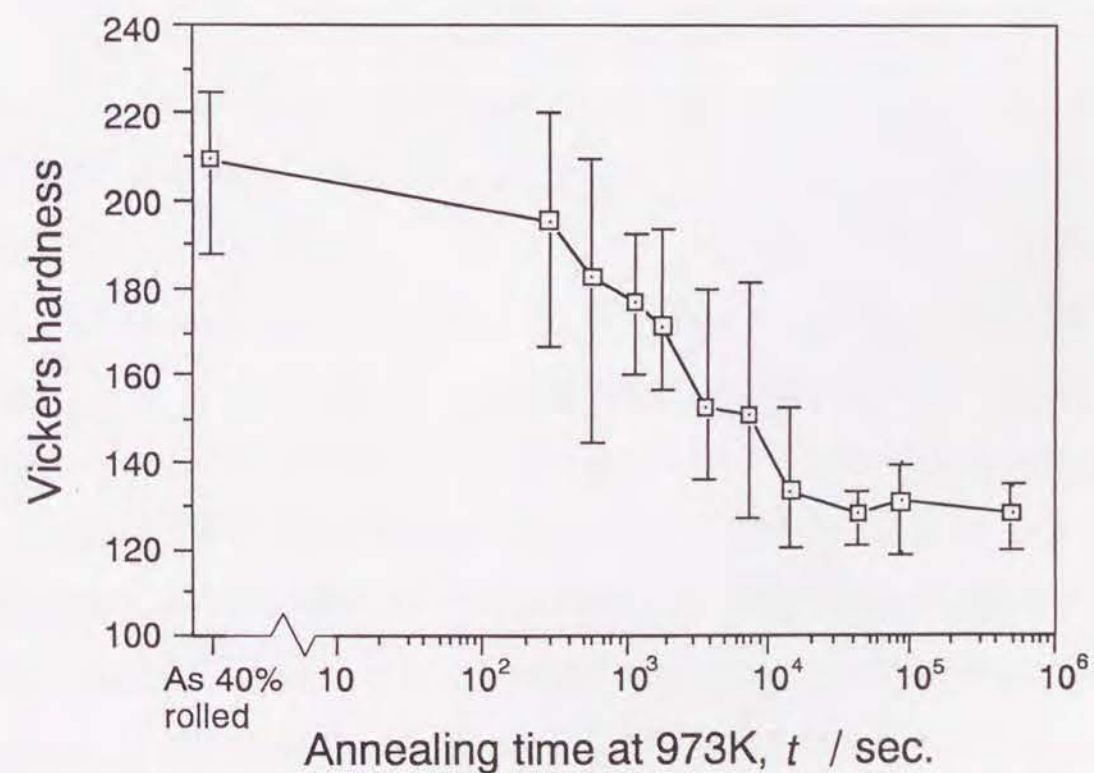


Figure 6.7 40%圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材を 973Kで種々の時間焼鈍した時のビッカース硬度の変化。Load=4.9 N

から、試片全体の軟化が完了していることが分かる。

Fig. 6.8 は40%圧延材を 973Kで487.8ks(約5.5 日) 焼鈍した後の組織である。中央部矢印で示した黒く腐食された粒は、RD方向に伸長しており、また、他の再結晶粒の多くが波打った不定形の形状をしているのに対して、この粒は直線性の良い粒界に囲まれていることから見て、未再結晶であると考えられる。しかし、この部分のビッカース硬度は 132 であり、軟化は完了している。すなわち、40%圧延材では、再結晶は完了せず、部分再結晶のまま、未再結晶部は回復によって軟化が完了する。こうした未再結晶粒は、長時間焼鈍した40%圧延材中に多数観察された。

Fig. 6.9 は、40%圧延材を 973Kで487.8ks 焼鈍した時の $\{100\}$ および $\{110\}$ 極点図である。 $\{100\}$ 極点図より $[001]//ND$ のやや強い集積が認められるが、これはFig. 6.8 に示したような未再結晶部に対応したものと考えられる。これを除けば何ら強い集合組織は認められない。これは低加工材の特徴である[10]。

6. 3. 2. 90%圧延材の再結晶挙動

Fig. 6.10は90%圧延を施した柱状晶材の $\{100\}$ および $\{110\}$ 極点図である。70%圧延材と同様に $(001)[110]$ を主方位として持つが、 $[110]=RD$ を軸とした方位回転が顕著に見られ、 $\{112\}<110>$ 付近に分離・独立したピークが見られる。すなわち、柱状晶材は圧延に伴って $\{001\}<uv0>\rightarrow\{001\}<110>\rightarrow\{001\}<110>+\{112\}<110>$ という集合組織の変化を示す。

Fig. 6.11に、柱状晶材の90%圧延後の変形組織 (ND面観察) を示す。本章の実験では柱状晶の初期方位を測定していないので厳密なことはいえないが、70%圧延材の組織 (Fig. 3.7) との比較より、Fig. 6.11(a) は $(001)[100]$ 初期方位粒に、Fig. 6.11(b) は $(001)[110]$ 初期方位粒に対応していると考えられる。 $(001)[100]$ 方位粒は、70%圧延時には筋状変形帯を示すが、圧延率を90%に高めることにより、変形帯はより微細かつ複雑な形状になっている。一方、Fig. 6.11(b) のように、粒内ほぼ全域が均一滑らかな組織を示す粒も多数存在する。さらに、90%圧延材には、Fig. 6.11(c) に示すように、非常に複雑

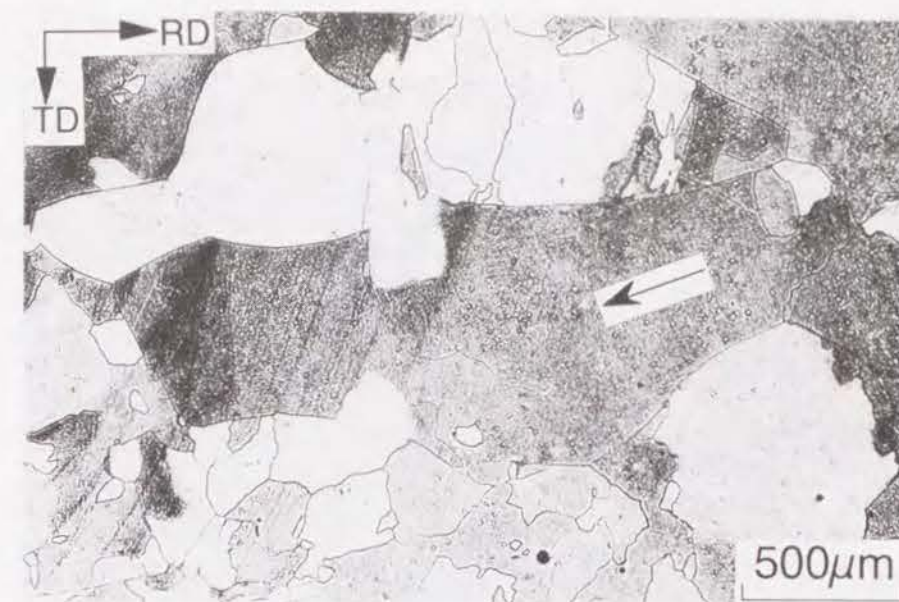


Figure 6.8 40%圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材の長時間焼鈍後の組織 (ND面観察)。40% rolled + 973 K, 487.8ks. 矢印で示した中央の黒い粒は、未再結晶のまま軟化を完了している。

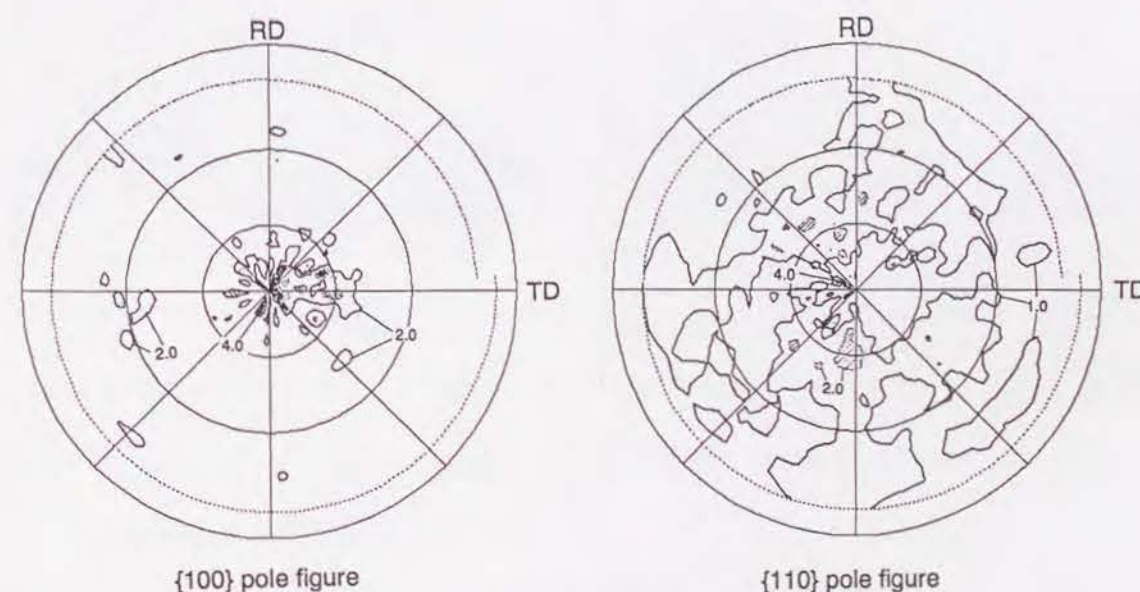


Figure 6.9 40%圧延後973 Kで487.8ks 焼鈍したFe-19%Cr柱状晶材の $\{100\}$ および $\{110\}$ 極点図

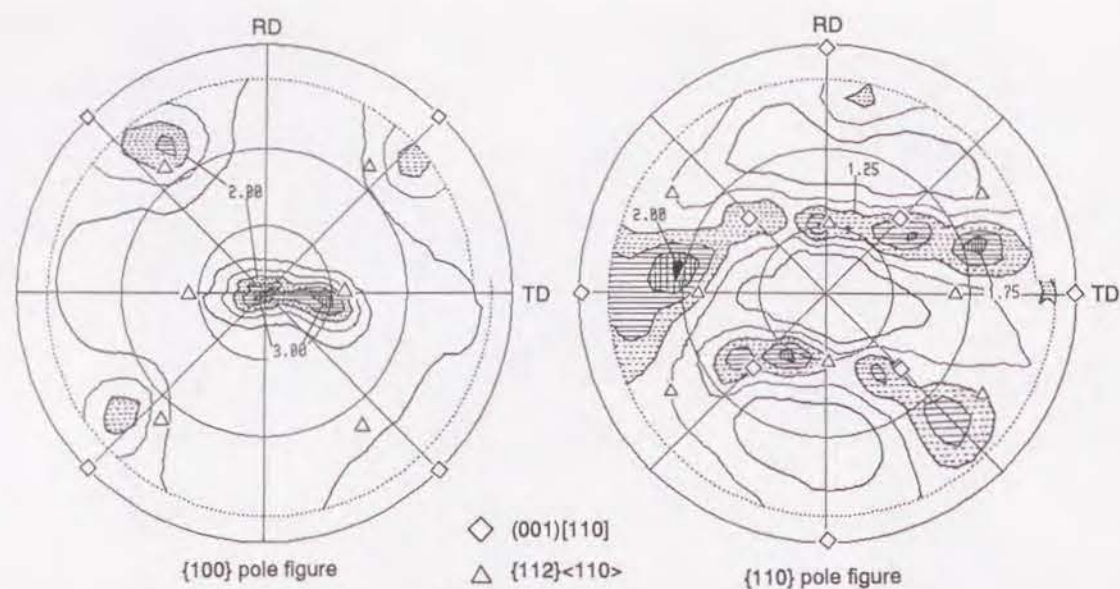


Figure 6.10 Fe-19%Cr柱状晶材の90%圧延後の {100} および {110} 極点図

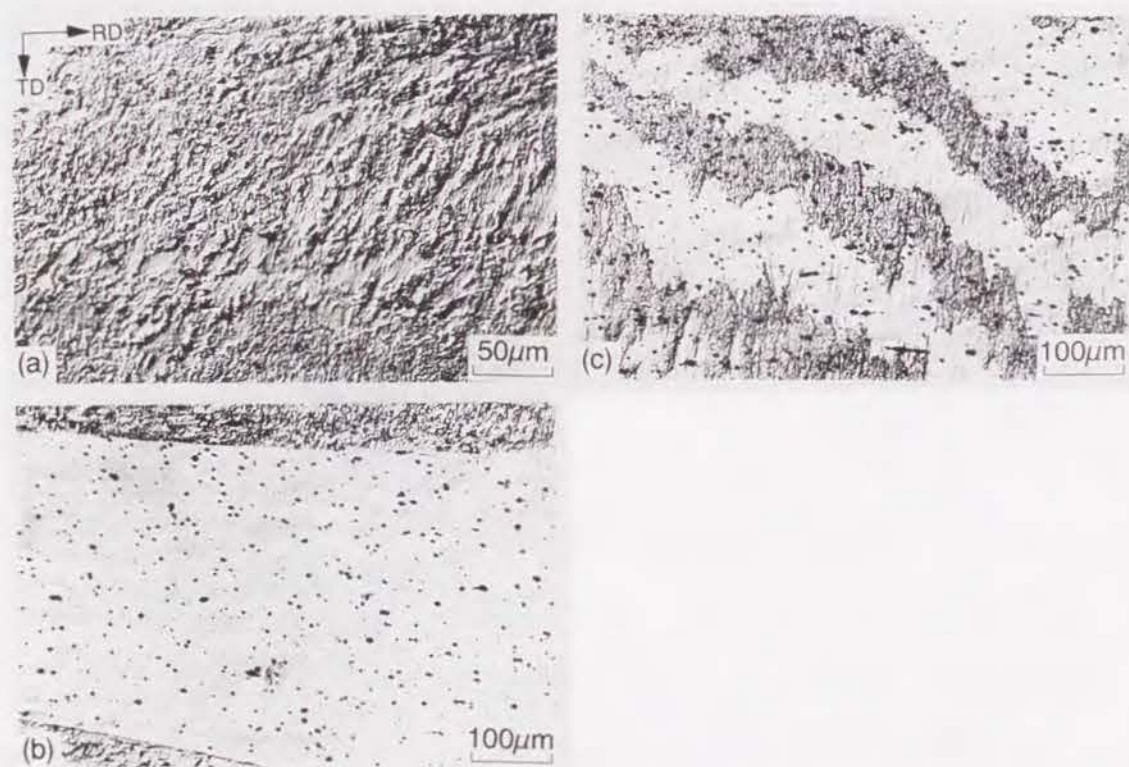


Figure 6.11 90%圧延後のFe-19%Cr柱状晶材の変形組織 (ND面観察)

- (a) 微細な筋状変形帯
- (b) 均一滑らかな組織
- (c) 複雑な形態の変形帯

な形態を示す幅の広い変形帯を含む粒がいくつか見受けられたが、こうした組織は70%以下の圧延率では見られなかったものである。90%圧延材の平均ビッカース硬度は247であったが、Fig. 6.11(b) のような均一滑らかな組織のそれは 205~220 と低い値を示した。

Fig. 6.12は、90%圧延を施した柱状晶材を 973Kで焼鈍した場合の再結晶途中組織 (ND面観察) である。90%圧延材の再結晶は、70%圧延材のそれに比べて速やかにおこり、再結晶粒径も細かい。特に、Fig. 6.11(a) に示したような微細な変形帯からは極めて多数の再結晶粒が生じ、粒内がそれらによって短時間で埋めつくされる。Fig. 6.12(a) 中の上半分の領域がそれに対応する。また、Fig. 6.12(b) は、Fig. 6.11(c) に示した不定形な変形帯からの再結晶の様子をしめす写真だが、微細な組織で構成され黒く腐食されて見えたと方のバンド内が、短時間の焼鈍によって極めて多数の再結晶粒に埋めつくされている。一方、(001)[110]方位粒と考えられる均一滑らかな組織からの再結晶はおこりにくい。

Fig. 6.12(a) の下半分の矢印で示した箇所はそうした領域で、未再結晶のままであり、再結晶粒は初期粒界近傍にしか見られない。この結果、90%圧延材の再結晶完了組織は、Fig. 6.13に示す通り、70%圧延材と同様に、初期柱状晶粒ごとに粒径の極めて不均一なものとなる。

Fig. 6.14は、40%、70%、90%圧延を施した柱状晶材を 973Kで焼鈍した場合の試片の平均再結晶曲線である。圧延率を大きくするほど再結晶速度が大きくなる。しかし、(001)[110]方位粒の難再結晶性は圧延率を高めても変わらないため、90%圧延材でも再結晶完了には長い時間を要する。なお、40%圧延材の光顕組織上の再結晶率は14.4ks焼鈍材でも50%であるが、Fig. 6.7 に示したように、この時点ですでに軟化はほぼ完了しており、これ以上焼鈍しても再結晶は進行しない。

Fig. 6.15に、90%圧延後 973Kで7.2ks 焼鈍して再結晶を完了させた柱状晶材の {100} および {110} 極点図を示す。強い [001]//ND成分が {100} 極点図より認められるが、それに加えて(011)[100] (いわゆるGoss方位)、{111}<110>などの方位成分が存在することが特徴である。これら70%圧延材には認められなかった方位を持つ再結晶粒は、90%圧延により導入された複雑かつ微細な変形組織から生成した可能性が強い。

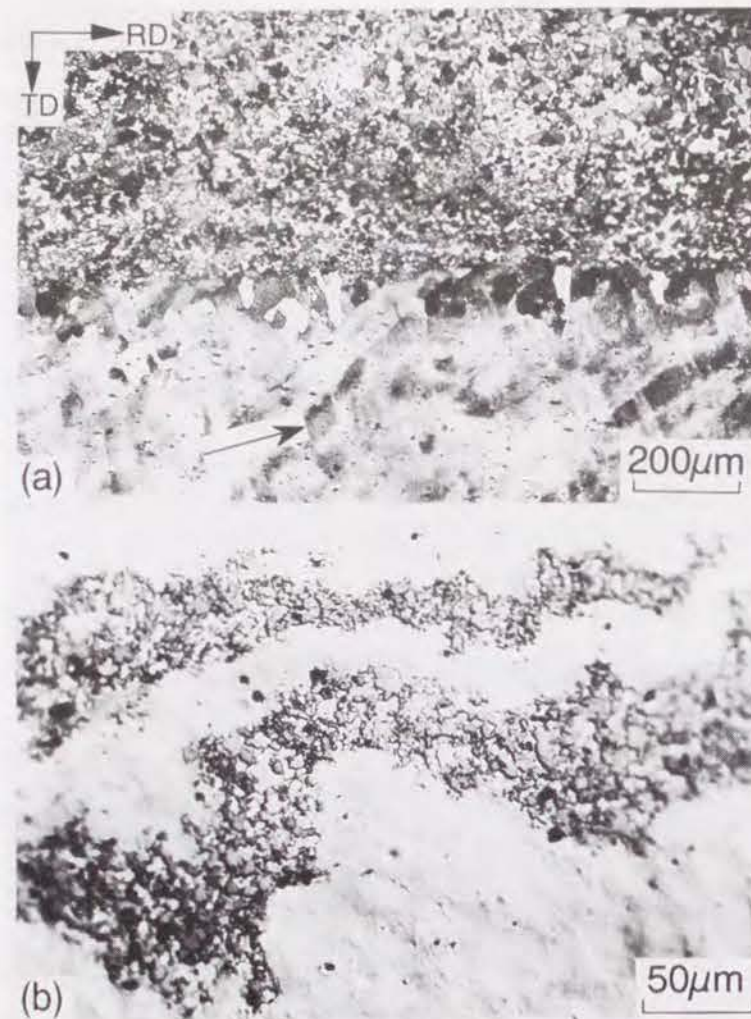


Figure 6.12 90%圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材の再結晶途中組織 (ND面観察)
 (a) 90%rolled+ 973K, 1.8ks. 矢印で示した下半分の領域は未再結晶
 (b) 90%rolled+ 973K, 60s. Fig. 6.11(c) に対応

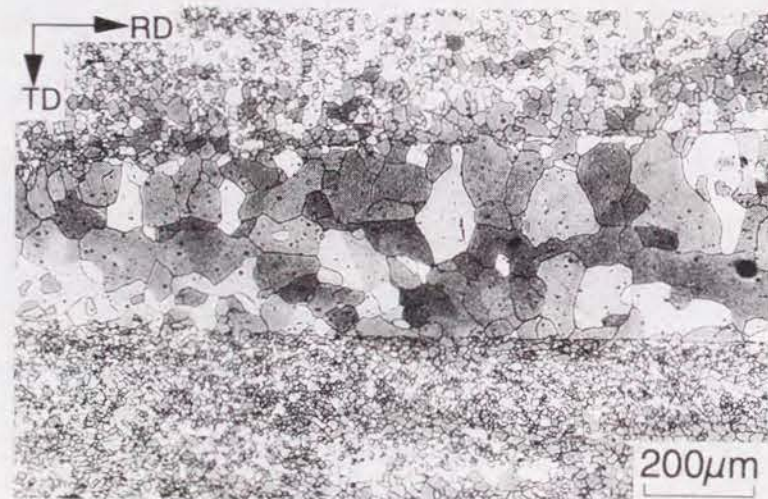


Figure 6.13 90%圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材の再結晶完了組織 (ND面観察)
 90%rolled+ 973K, 21.6ks

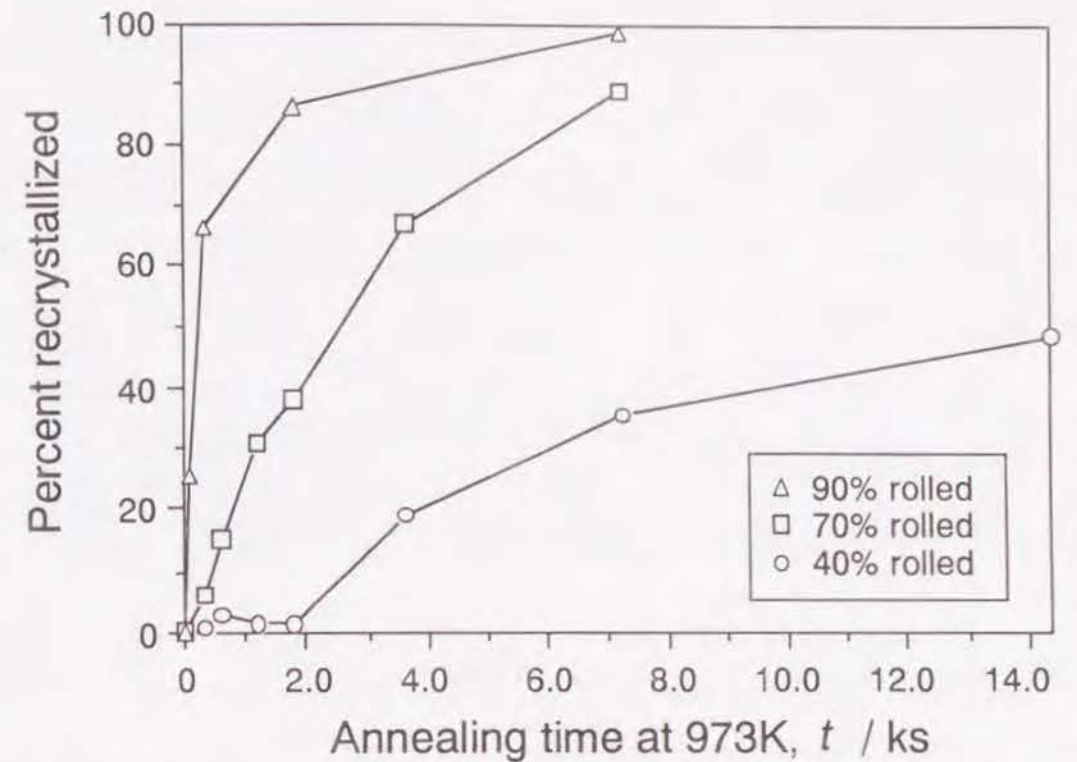


Figure 6.14 40%、70%、90%圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材の 973K 焼鈍時の再結晶曲線

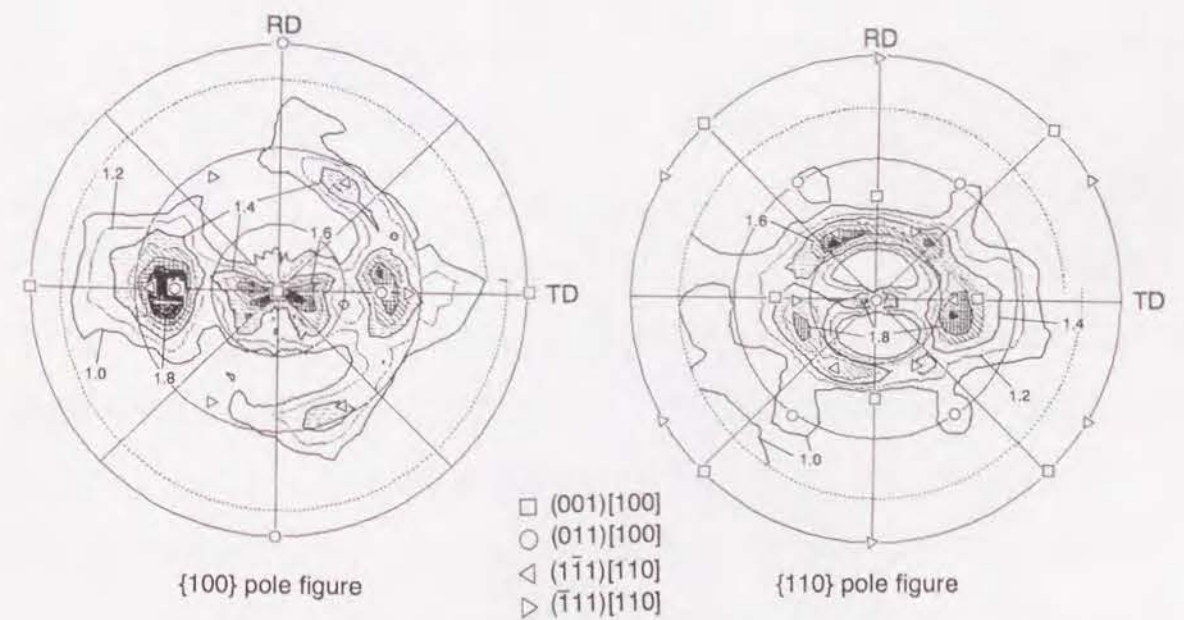


Figure 6.15 90%圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材の再結晶完了後の {100} および {110} 極点図。90%rolled+973 K, 7.2ks

結論として、圧延率を大きくするほど柱状晶材の再結晶速度は大きく、再結晶粒径は細くなる。ただし、どの圧延率においても(001)[110]初期方位柱状晶粒は再結晶をおこしにくく、40%圧延材では再結晶をおこさずに、回復だけで軟化を完了する。また、(001)[110]方位柱状晶粒のために、90%圧延材の再結晶完了組織は、70%圧延材と同様に粒径の不均一なものとなる。すなわち、柱状晶材の粒径の不均一な再結晶組織は、圧延率を90%に高めても改善されない。

6. 4. 柱状晶材の再結晶挙動に与える焼鈍温度の影響

柱状晶材を70%圧延後、1073K、1173K、1273Kで各々焼鈍すると、973 K焼鈍に比べて再結晶は短時間で完了する。

Fig. 6.16は、70%圧延後、973 K、1073K、1173K、1273Kでそれぞれ焼鈍を行った柱状晶材の再結晶完了組織（ND面観察）である。焼鈍温度を1073Kに上げてても(001)[110]方位柱状晶粒は依然として再結晶をおこしにくく、再結晶完了組織はFig. 6.16(b)のように粒径が極めて不均一なものとなる。これは973K焼鈍の場合(Fig. 6.18(a))と全く同じである。一方、1173K、1273K焼鈍の場合には、再結晶は60s以内に完了し、300s焼鈍後にはFig. 6.16(c), (d)のように、すでに粒成長が始まっている。

Fig. 6.1によれば、本合金では1150K以下の温度範囲の焼鈍で炭化物が析出する。973 K、1073K焼鈍時の柱状晶材の再結晶速度が1173K、1273K焼鈍時のそれに比較して小さかった理由は、炭化物による転位運動の阻害[11]、または粒界移動のZener drag効果による阻害[12]が生じて、再結晶・粒成長が遅滞したものと考えられる。Fig. 6.17は、70%圧延後973Kで180s焼鈍した柱状晶材のTEM組織である。0.2 μm 程度の大きさの析出物（炭化物）により、粒界および転位がピン止めされている様子が観察される。

一方、1173K、1273K焼鈍材では、粒径の不均一さがほぼ解消されている。しかし、粒径はいずれの場合でも粗大で、100 μm 以上に達している。これは粒成長が短時間で起

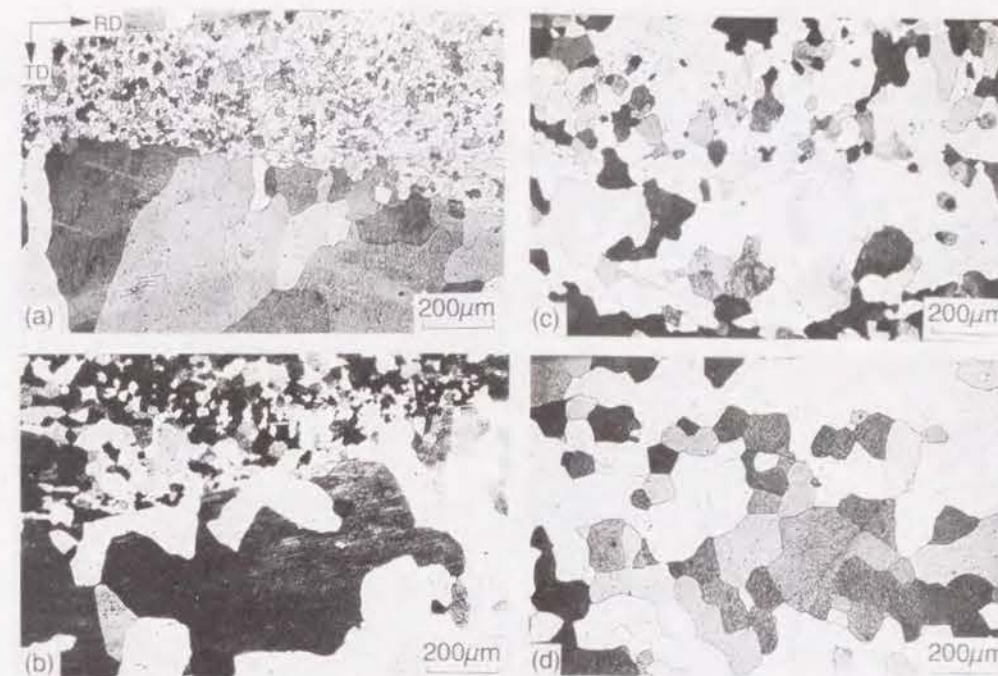


Figure 6.16 70%圧延後 973K、1073K、1173K、1273Kでそれぞれ焼鈍したFe-19%Cr柱状晶材の再結晶完了組織。光学顕微鏡組織（ND面観察）。

- (a) 70%rolled+ 973K, 43.2ks
- (b) 70%rolled+1073K, 1.2ks
- (c) 70%rolled+1173K, 0.3ks
- (d) 70%rolled+1273K, 0.3ks

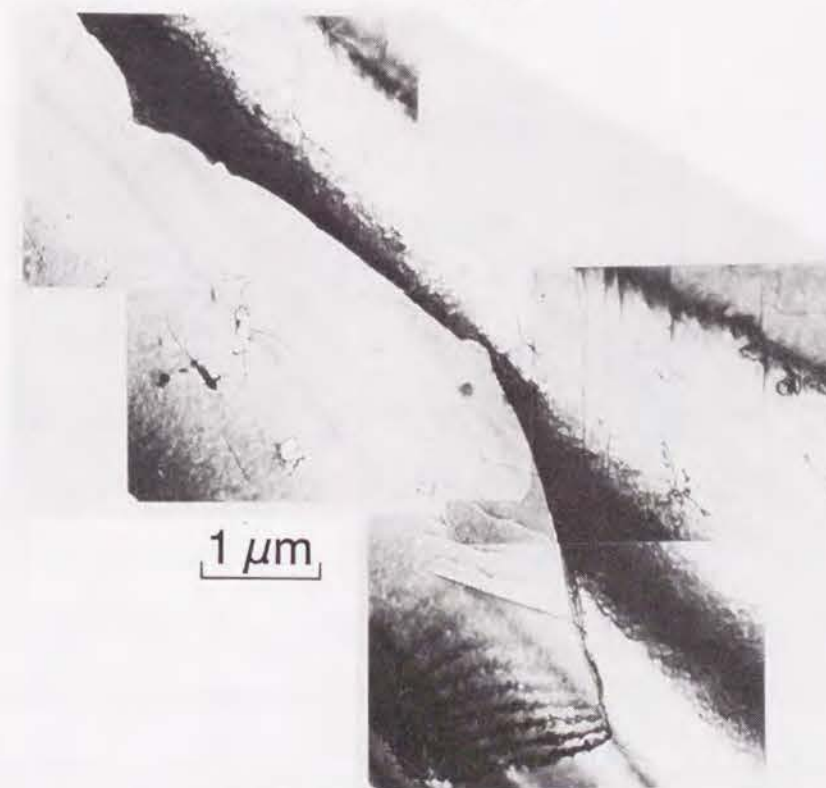


Figure 6.17 70%圧延後 973Kで180s焼鈍したFe-19%Cr柱状晶材のTEM組織。薄膜は圧延面に対して平行に切り出されている。

こったためと考えられる。もっとも Fig. 6.16(c)中には細粒領域とやや粗大な粒の領域とが認められることから、一次再結晶粒の核生成頻度は、やはり柱状晶粒の初期方位によって相対的に異なると考えられる。ただしここで注目すべきことは、Fig. 6.16(c)中の粗大粒の粒径が、(a)や(b)中の粗大粒よりも小さい点である。この結果は、焼鈍温度を上げることによって(001)[110]方位粒内の核生成頻度が増加することを示唆している。

Fig. 6.18は、70%圧延後 973K、1073K、1173K、1273Kで各々焼鈍して再結晶を完了させた柱状晶材の{100}および{110}極点図である。いずれの場合も集積度の弱い(001)[100]cube再結晶集合組織を示している。すなわち、70%圧延を施した柱状晶材の再結晶集合組織は、焼鈍温度には依存しない。

以上の結果をまとめると、柱状晶材における粒径の不均一な再結晶組織は、炭化物の存在する温度域(1150K以下)で焼鈍した場合には必ず生じ、炭化物の析出しない温度域で焼鈍した場合には解消されるが、粒径が粗大になる。また、再結晶集合組織は焼鈍温度によらず、いずれの場合でも弱いcube方位となる。

6. 5. 交叉圧延を施した柱状晶材の再結晶挙動

Fig. 6.19は、1パス毎に90°圧延方向を変えて(1パス圧下量 0.2mm)70%まで交叉圧延を施した凝固柱状晶材の圧延変形組織(ND面観察)である。交叉圧延材の変形組織は、一方向圧延材のそれ(Fig. 3.7)と比べて複雑な様相を呈する。Fig. 6.19(a)のように、一方向圧延時の(001)[100]方位粒の筋状変形帯(Fig. 3.7(a))に類似した組織も見られたが、筋状の変形帯の方向はやや波打って複雑な形状を示している。また、一方向圧延材中に見られた(001)[110]方位粒特有の均一滑らかな組織は数少なくなり、その代わり均一滑らかなマトリクス中に細かな変形帯が交叉して格子状に存在する組織(Fig. 6.19(b))が観察される。これは当初の意図通り、交叉圧延によって(001)[110]方位粒中の活動転位の種類が増え、不均一変形組織が導入されたことを示唆している。また、交叉圧延材中には

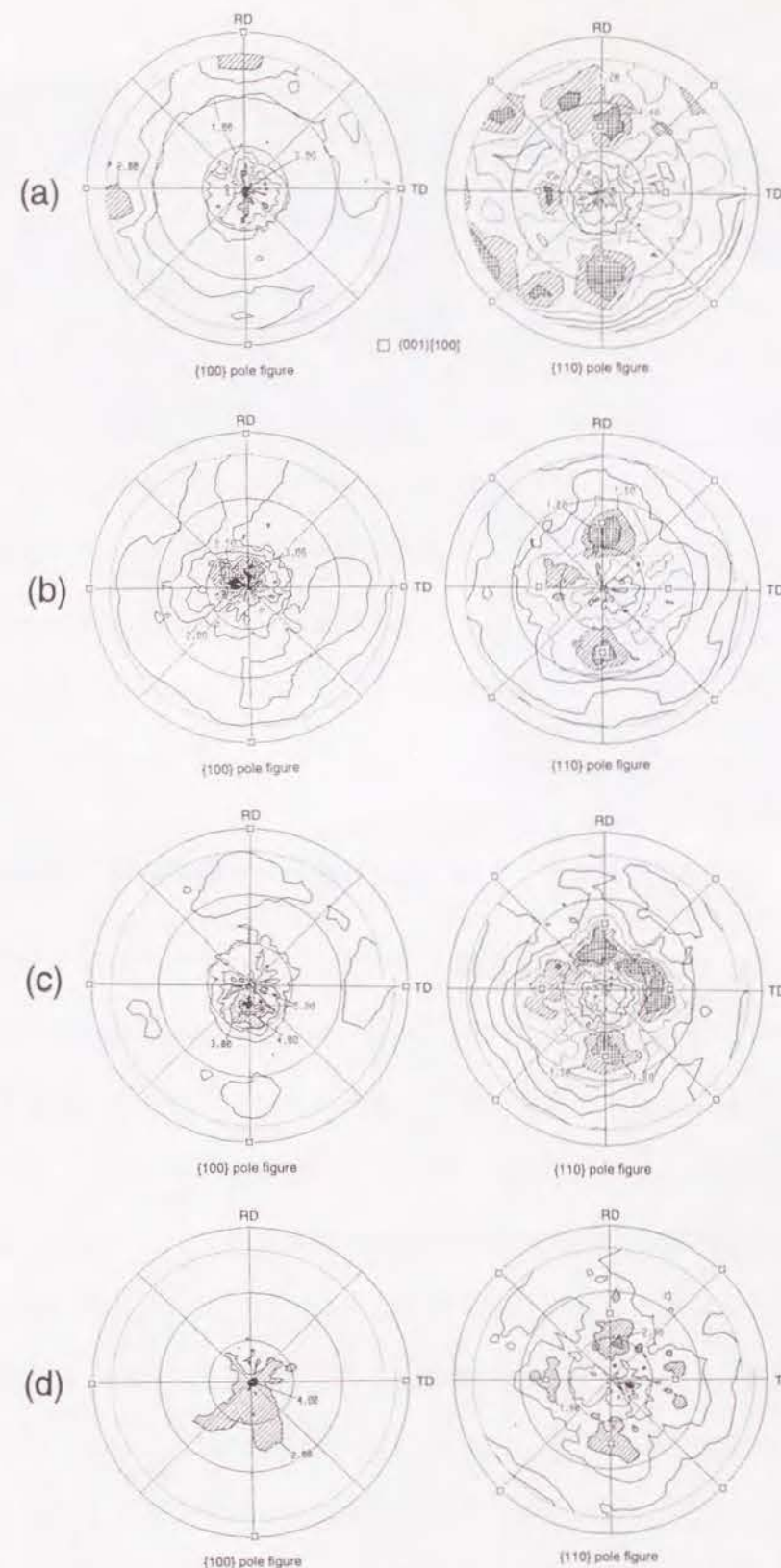


Figure 6.18 70%圧延後 973K、1073K、1173K、1273Kでそれぞれ焼鈍した Fe-19%Cr柱状晶材の再結晶集合組織

- (a) 70%rolled+ 973K, 86.4ks
- (b) 70%rolled+1073K, 14.4ks
- (c) 70%rolled+1173K, 7.2ks
- (d) 70%rolled+1273K, 3.6ks

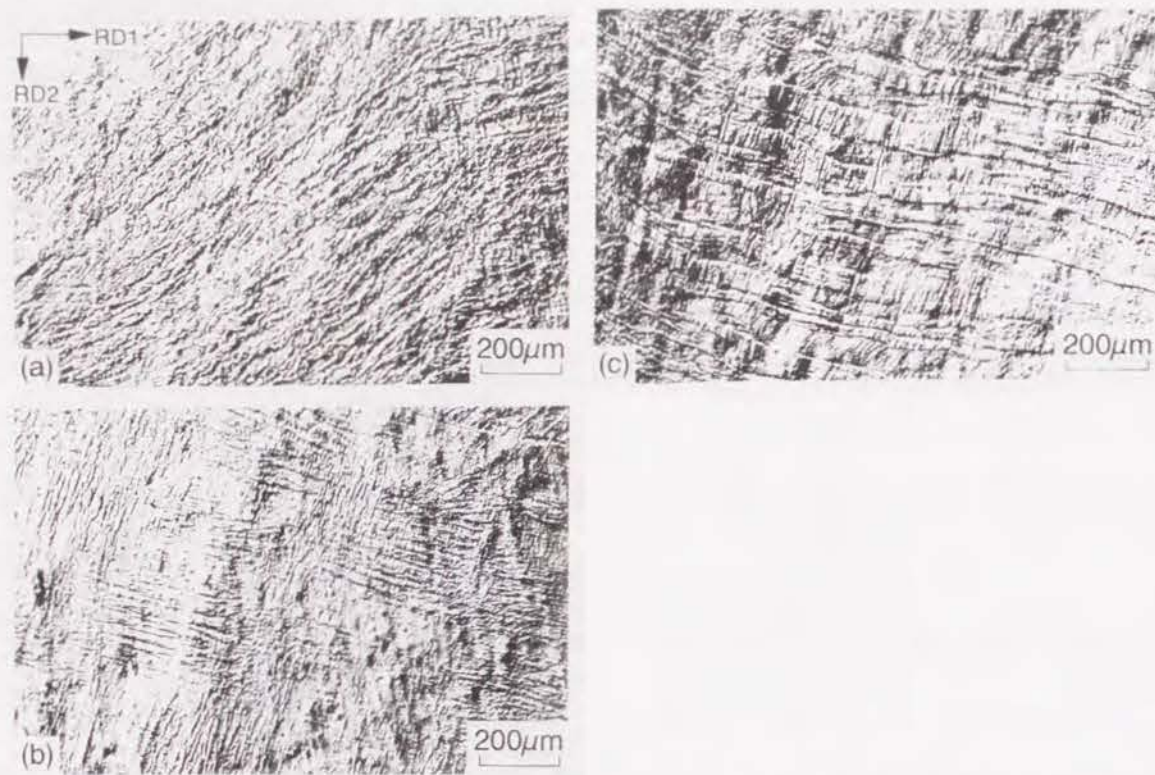


Figure 6.19 70%交叉圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材の変形組織 (ND面観察)
(a) 筋状変形帯
(b) 微細な格子状変形帯
(c) 幅の広い変形帯

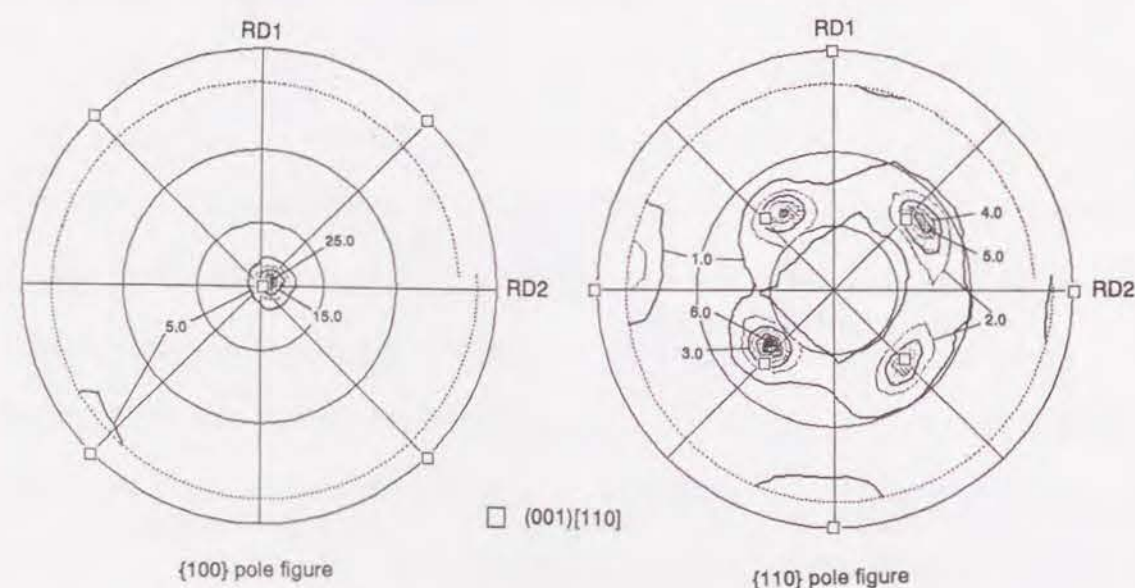


Figure 6.20 70%交叉圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材の{100}および{110}極点図

Fig. 6.19(c) に示すような、幅の広い変形帯が多数導入されていた。この変形帯もやはり2方向に交叉して導入されており、こうした組織は一方向圧延材には見られなかったものである。

Fig. 6.20は70%交叉圧延した柱状晶材の{100}および{110}極点図である。主方位は、一方向圧延材(Fig. 3.4(a))と同じく(001)[110]であるが、交叉圧延材の方がそれがより顕著に発達し、他方位への分散が少ない。BCC 金属・合金の(001)[110]方位は、圧延に伴ってRD=[110]を回転軸として{112}<110>方位へ向かう方位回転を起こす傾向がある[13]が、交叉圧延によって1パス毎にRD方向が変わるためこうした方位回転は抑制され、その結果、(001)[110]への集積が強くなったものと考えられる。

Fig. 6.21に、70%交叉圧延後、973 Kで焼鈍した柱状晶材の再結晶組織を示す。交叉圧延材の再結晶速度は一方向圧延材のそれよりも大きかった。これは、交叉圧延によって、Fig. 6.19に示したような不均一変形組織が数多く導入され、再結晶粒がそこから生じるようになったためである。しかし、Fig. 6.21(a)中の矢印で示すように、再結晶の起こりにくい柱状晶粒が依然としていくつか存在し、その結果、Fig. 6.21(b)に示すように、再結晶完了材の粒径は幾分不均一である。こうした再結晶の起こりにくい柱状晶粒は、やはり(001)[110]初期方位を持っていたと考えられる。つまり、交叉圧延によって(001)[110]方位粒中で活動する転位の種類が増えるものの、70%圧延では不均一変形組織の導入度が不十分である。従って、交叉圧延は柱状晶材の不均一再結晶組織の改善にある程度有効であるが、粒径の十分な均一化のためには圧延率をより大きくする必要がある。

Fig. 6.22は、70%交叉圧延後、973 Kで焼鈍して再結晶を完了させた柱状晶材の{100}および{110}極点図である。{100}極点図より[001]//ND成分の集積が認められるが、Fig. 6.19(a)のような筋状組織が見られたことから、cube方位を持つ粒がある程度生成したものと考えられる。しかし、{110}極点図と合わせて考えると、集合組織はむしろ{001}<uv0>と表現すべきものである。こうした集合組織の違いは、交叉圧延によって導入された格子状の変形組織からの再結晶と強い関連を持つと考えられる。

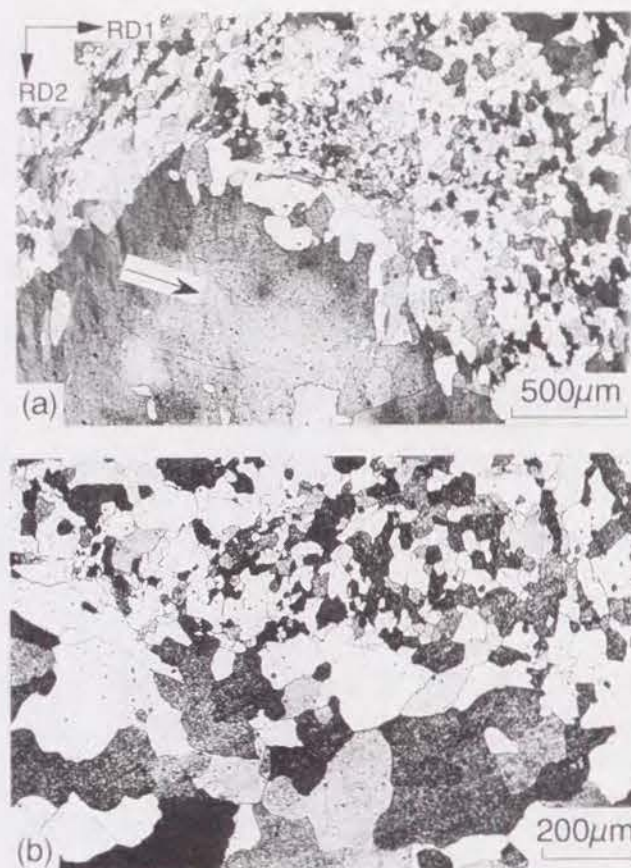


Figure 6.21 70%交叉圧延を施したFe-19%Cr柱状晶材の 973 K 焼鈍時の再結晶組織 (ND面観察)

- (a) 70%rolled+ 973 K, 3.6ks
(b) 70%rolled+ 973 K, 7.2ks

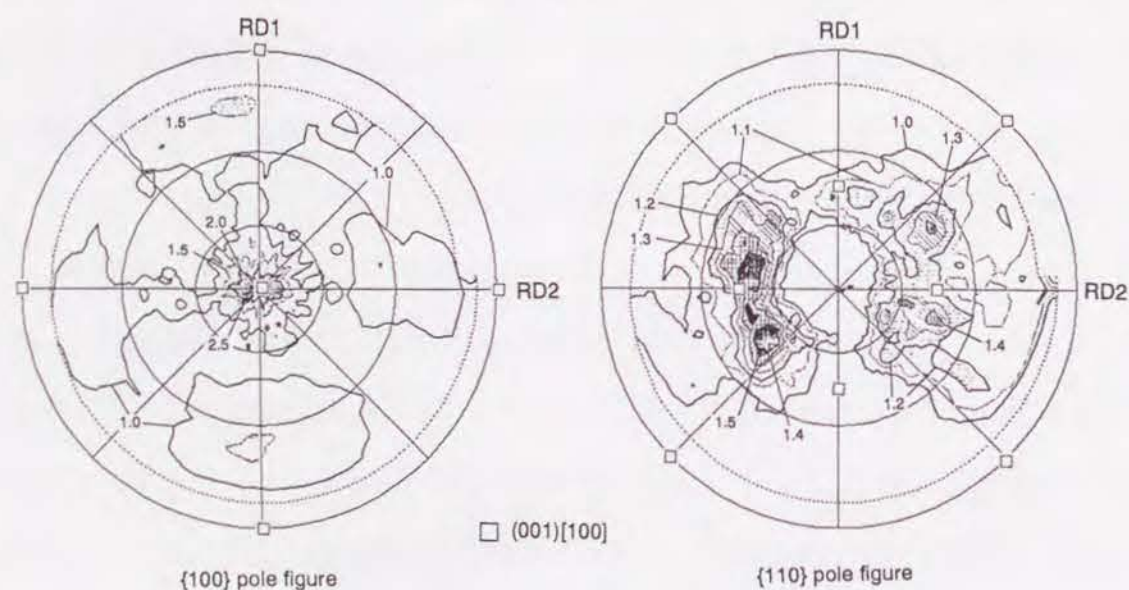


Figure 6.22 70%交叉圧延後、973 K、7.2 ks焼鈍を施して再結晶を完了させた Fe-19%Cr柱状晶材の {100}および {110}極点図

6. 6. 2回冷延・焼鈍を施した柱状晶材の再結晶挙動

Fig. 6. 23は、70%冷延後 973 Kで72ks焼鈍して再結晶を完了させた後、再度一方向に70%冷延を施した柱状晶材の {100}および {110}極点図である。1回目の圧延集合組織 (Fig. 3. 4(a))と比較すると、{001}<110>~{112}<110>成分が存在する点は共通しているが、2回目の冷延材には1回目の冷延材には見られなかった{111}<112>などの成分が明瞭に見られ、極低炭素鋼などの等軸多結晶材で報告されている圧延集合組織[14]により近くなっている。この違いの原因は初期集合組織の違いに求めることができる。すなわち、柱状晶材は最初強い{001}<uv0>集合組織を持っており、圧延後は{001}<110>集合組織が強く発達する。次に再結晶が完了すると(001)[100]再結晶集合組織が形成されるが、これは弱い集合組織であり、(001)[100]以外の種々の方位を持つ粒が多数存在する。こうした材料を出発材にしたために、Fig. 6. 23中には{001}<110>以外の方位成分が認められたのである。

Fig. 6. 24は、1回冷延・焼鈍により再結晶を完了させた柱状晶材を再度70%冷間圧延したときの圧延組織 (ND面観察)である。変形組織は非常に複雑なものとなっている。

2回目の再結晶は、1回目のそれに比べて非常に速く、かつ均一に起こる。その結果、再結晶完了組織はFig. 6. 25に示すように、均一微細となる。この時の平均粒径は約20 μmであった。

Fig. 6. 26は、2回冷延・焼鈍により再結晶を完了させた柱状晶材の {100}および {110}極点図である。1回冷延・焼鈍材の集合組織 (Fig. 3. 20)とは全く異なり、cube方位は見られず、{111}<112>、{111}<110>、{011}[100]といった方位が主成分になっている。これらのうち{111}<uvw>と表現できる集合組織は、板状の深絞り成形上、最も好ましい集合組織である[2]。{111}<uvw>再結晶集合組織の発達には、圧延前粒径の微細化を計ると良いことが知られている[15]。2回冷延・焼鈍処理においても、2回目の冷延前の粒径は不均一であるものの最初の柱状晶よりは微細になり、平均数十 μmである。したがって、2回冷延・焼鈍材が{111}<uvw>再結晶集合組織を形成した理由の一つとして、圧延前粒径の微細化が挙げられる。しかし、それにも増して初期集合組織の変化は無視できない要因

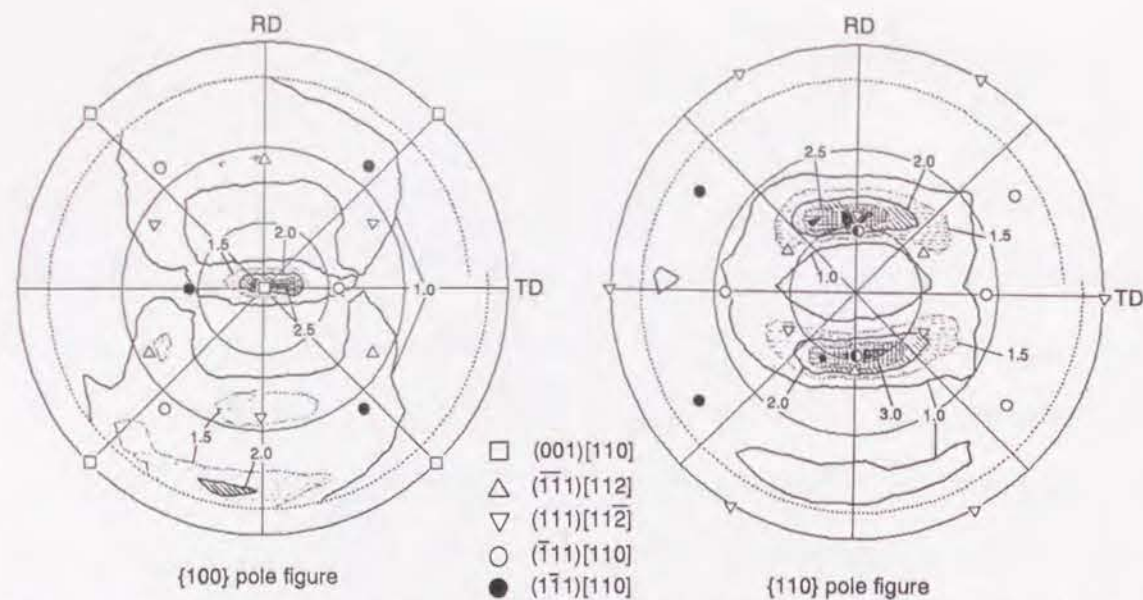


Figure 6.23 70%冷延後 973Kで焼鈍して再結晶を完了させたFe-19%Cr柱状晶材を、再度70%冷間圧延したときの {100} および {110} 極点図。
70%rolled+973 K, 72ks + 70%rolled



Figure 6.24 70%冷延後973Kで焼鈍して再結晶を完了させたFe-19%Cr柱状晶材を、再度70%冷間圧延したときの圧延組織 (ND面観察)
70%rolled+973 K, 72ks + 70%rolled

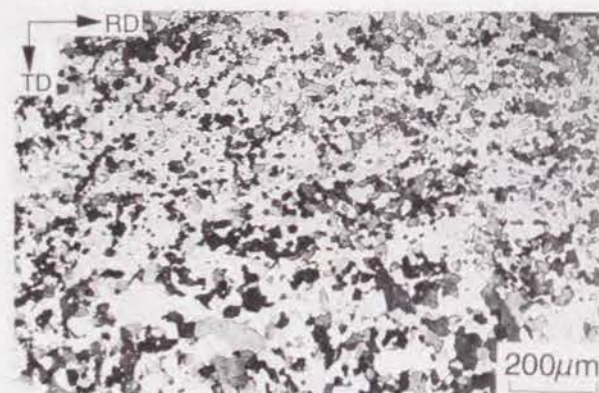


Figure 6.25 2回冷延・焼鈍を施したFe-19%Cr柱状晶材の再結晶完了組織 (ND面観察)
70%rolled+973 K, 72ks + 70%rolled+973 K, 1.8ks

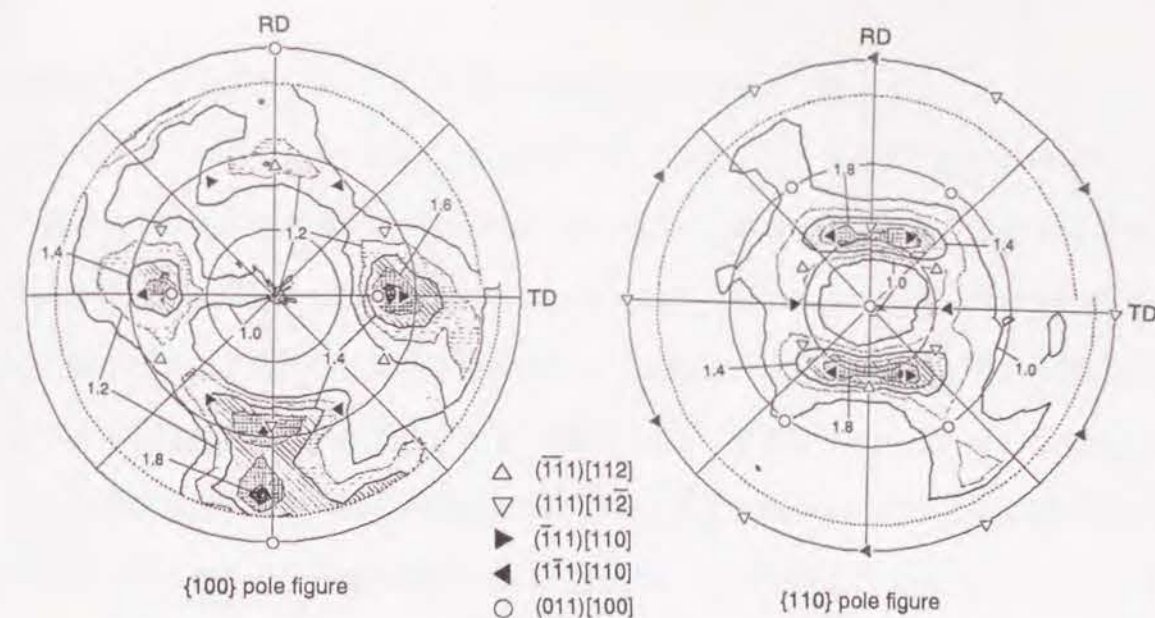


Figure 6.26 2回冷延・焼鈍を施したFe-19%Cr柱状晶材の再結晶完了時の {100} および {110} 極点図。70%rolled+973 K, 72ks + 70%rolled+973 K, 3.6ks

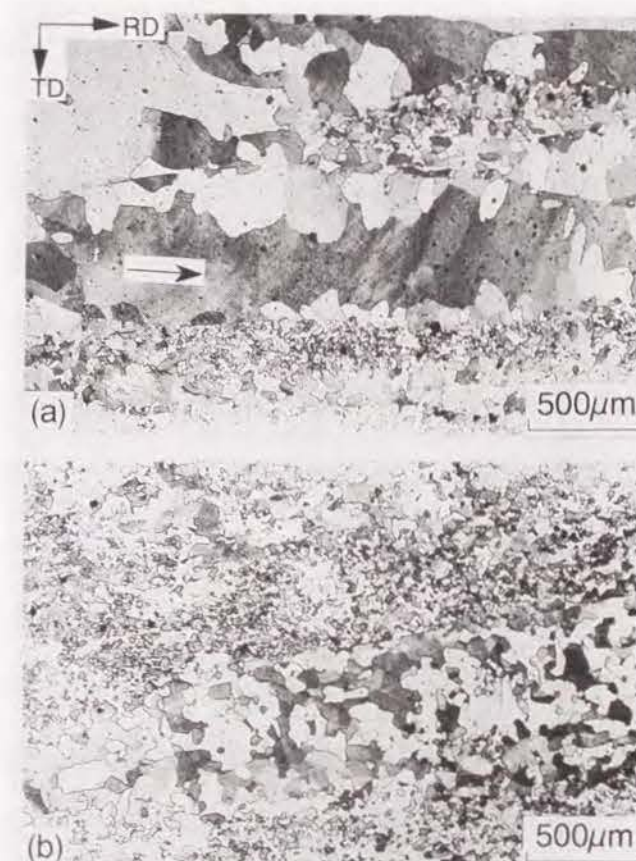


Figure 6.27 1回目の再結晶が不完全なまま2回冷延・焼鈍法に供したFe-19%Cr柱状晶材の再結晶組織 (ND面観察)
(a) 2回目の冷延前。70%rolled+973 K, 5.4ks
(b) 2回冷延・焼鈍後。(a) + 70%rolled+973 K, 1.8ks

である。すなわち、1回冷延・焼鈍により再結晶が完了することで、2回目の冷延前の材料中には多種の方位が存在する。こうした種々の方位を持つ粒のうちには、 $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 初期方位粒とは異なる不均一変形組織、すなわち $\{111\}\langle uvw \rangle$ 方位再結晶粒を生むような変形組織を形成する粒が多く含まれていると考えられる。従来 $\{111\}\langle uvw \rangle$ 再結晶粒は初期粒界近傍から生じると定性的に考えられてきた。しかし $\{111\}\langle uvw \rangle$ という特定の方位を生む変形組織は、たとえ粒界近傍に形成されとしても、すべての粒界近傍に形成されるわけではなく、ある特定の方位関係または初期方位を持つ粒間の粒界にのみ形成され则认为すべきである<注1>。実際第3章で示したように、 $(001)[510]$ - $[320]$ 初期集合組織を持つ柱状晶粒の粒界近傍から生成した再結晶粒は $\{111\}\langle uvw \rangle$ 方位を持たなかった(Fig. 3. 23(b))。したがって本研究の結果は、 $\{111\}\langle uvw \rangle$ 再結晶集合組織の形成には、初期粒径の微細化と同等、またはそれ以上に、初期方位が重要な因子である事を示唆している。

以上のように、2回冷延・焼鈍法が組織の均一微細化および集合組織の改善に有効であることが明らかとなった。しかし1回目の再結晶が不完全であると、組織の均一化に対する2回冷延・焼鈍の効果は小さくなる。Fig. 6. 27(a)に示す組織は、1回目の焼鈍時間が短く、 $(001)[110]$ 方位柱状晶粒の再結晶が完了していない。この未再結晶領域(矢印)は $(001)[110]$ 方位を持っており、従ってこの組織を圧延・焼鈍した場合には、未再結晶領域が悪影響を及ぼす。Fig. 6. 27(b)は実際に(a)を出発材として2回目の圧延・焼鈍を施した場合の組織であり、未再結晶領域に対応して、粗大な再結晶粒の集団が見られる。

<注1> 例えば稲垣[15]は、 $\langle 111 \rangle // ND$ 方位を持つ結晶粒が2個隣接する場合に、その粒界近傍で $\langle 111 \rangle // ND$ 軸まわりの結晶方位回転が起こって $\{111\}\langle 110 \rangle$ 方位領域が形成され、焼鈍時に $\{111\}\langle uvw \rangle \sim \{111\}\langle 110 \rangle$ 方位再結晶粒が優先核生成すると提案している。

6. 7. BCC単相材料の再結晶による組織制御に関する考察

本研究の結果、BCC単相材料を圧延・再結晶によって組織制御する場合には、圧延前に $(001)[110]$ 方位を持つ粒が存在すると、再結晶速度が遅く、再結晶粒径が不均一になるという極めて好ましくない結果をもたらすことが明らかとなった。 $(001)[110]$ 方位粒の好ましくない性質は、圧延率を高めても、焼鈍温度を上げてても除去されない。この点は、凝固組織を出発材とせざるを得ないストリップ連铸プロセスにおいて極めて深刻な問題となるばかりでなく、従来の厚肉連铸プロセスを採用する場合にも忘れてはならないものである。凝固後固相変態を起こさない高合金鋼における铸片は必ず凝固柱状晶組織を有している。通常の連铸プロセスでは、铸片は熱延工程を経るが、BCC結晶中では回復が顕著に進むために、熱延工程での再結晶による凝固組織($(001)[110]$ 方位粒)の消去は望めず、さらに $(001)[110]$ が圧延安定方位であることから、熱延板は強い $(001)[110]$ 集合組織を持つと考えられる。従って熱延板をそのまま冷延に供することは非常に好ましくなく、実際の製造ラインでも冷延前に熱延板焼鈍工程が行なわれる[16]。しかしこの熱延板焼鈍時の組織変化については不明な点も多い。今後BCC単相材料の圧延・再結晶による組織制御に対する基礎的知見を得るためには、熱延および熱延板焼鈍段階における材料の組織変化を、特に $(001)[110]$ 方位粒に注目して詳細に調べる必要がある。

ストリップ連铸プロセスの場合、問題は極めて深刻である。例えば川原[17]は、フェライト系ステンレス鋼の凝固柱状晶材を種々の方向に切り出して冷延・焼鈍し、リジニング[18]性を調べているが、そこでは本研究と同様の切り出し方をした場合に最も顕著なリジニングが生じると報告されている。彼はこの原因を柱状晶粒の形状によるものとした。しかし本研究の結果は、原因は形状よりもむしろ再結晶の起こりにくい $(001)[110]$ 初期方位粒が多数存在する点にあることを示している。すなわち、ストリップ連铸プロセスにより製造したフェライト系ステンレス鋼は、何等かの方法によって組織の改善を行なわないと、著しいリジニングを示すと予想される。柱状晶材の粒径の不均一な再結晶組織の改善に最も有効な手段は、一旦再結晶を完了させて粗大な $(001)[110]$ 方位粒をなくすことである。し

かし、前述の2回冷延・焼鈍プロセスは1回目の再結晶完了に長い時間を必要とする。もっとも1回目の再結晶の目的は、粒径の微細化でなく(001)[110]方位の除去にあるのだから、1回目の焼鈍を高温(例えば1173K、6.4節参照)で行うことにより焼鈍時間の短縮を計ることが可能である。

本章の最も重要な結論は、「BCC 単相鋼の圧延・再結晶による組織の均一微細化のためには、圧延前に粗大な(001)[110]方位粒が存在しないようにする必要がある」という点にある。本章では、凝固組織が強い{001}<uv0>集合組織を持つことを前提として、組織改善の方法を考えたが、これ以外に次のような方策も考えられる。

〔ア〕凝固組織の方位制御…凝固時に結晶方位を制御して、(001)[110]方位粒をなくす。通常の連続鋳造法では電磁攪はんによって等軸晶率を増し、柱状晶率を減する試みがなされているが、完全に柱状晶をなくすことは困難なようである[19]。柱状晶組織を持っていたとしても、それらがほぼ全て(001)[100]に近い方位を持っていれば問題はないが、それは現実には難しい。1つの現実的な方策は、熱流方向を制御して、柱状晶の成長方向を板面に対して傾けることである。この場合も、BCC においては [001]//ND方位が圧延において安定であり[20]、実際本研究でも<001>とNDの方位差が20°以下の柱状晶粒の多くが圧延後も[001]//ND方位を持っていた事実から考えて、相当(恐らく30°以上)柱状晶を傾かせることが必要であろう。

〔イ〕柱状晶粒径の微細化…柱状晶の粒径を微細化できれば、変形時の粒界による変形の拘束の効果がほぼ粒全体に及んで、粗大な再結晶粒の形成は抑制されるであろう。但し、(001)[110]方位粒は、幅方向の拘束の影響をも受けにくいので、粒径は少なくとも100 μm以下程度にする必要があるだろう。粒径微細化の方策には、溶湯への振動や回転の付加、添加元素による微細化などが考えられる[21]。

〔ウ〕第2相の利用…マトリクス中に酸化物などのマトリクスよりも硬い第2相粒子を分散させると、圧延時にその周囲で不均一変形が起こり、再結晶粒の核生成サイトとなることが期待できる。この場合、材料の機械的性質などを損ねないように、第2相の大きさ、体積率を制御する必要がある。

6. 8. 結論

Fe-19%Cr(BCC) 合金凝固柱状晶材の再結晶組織の改善を目的として、柱状晶材の圧延・再結晶挙動に与える圧延率、焼鈍温度および圧延・焼鈍方法の影響を調べた。結果は以下の通りである。

- [1] 40%圧延を施した柱状晶材の再結晶は非常に起こりにくく、一部の粒では再結晶が起こらずに軟化が完了する。また、再結晶集合組織はランダムとなる。90%の強圧延を施すと柱状晶材の再結晶速度は大きくなり、粒径も全体的に小さくなる。しかし(001)[110]初期方位粒は依然として再結晶を起こしにくく、再結晶完了組織の粒径は不均一である。再結晶集合組織は(001)[100]方位に加え、(110)[001]、{111}<110>方位などをも含む。
- [2] 焼鈍温度を上げることにより、70%圧延後の柱状晶材の再結晶速度は大きくなる。炭化物の析出する温度域(1150K以上)では、粒成長が速やかに起こり、粒径は均一だが粗大になる。再結晶集合組織は焼鈍温度によらず、常に弱い(001)[100]cube方位である。
- [3] 1パス毎に90°圧延方向を変えるクロス圧延を施すことにより、(001)[110]方位粒中に格子状の変形帯が導入される。その結果、再結晶核生成サイトが増し、再結晶完了組織の粒径の不均一度は一方向圧延材よりも改善される。しかし、70%の圧延率では不均一な粒径は十分には改善されない。
- [4] 一度再結晶を完了させた柱状晶材を再度冷延・焼鈍することにより、均一微細な再結晶組織が得られる。また、この場合の再結晶集合組織は、板材の深絞り成形性の点で好ましい{111}<uvw>を主成分として持つ。この方法において重要な点は1回目の再結晶を完了させることであり、1回目の再結晶が不完全で粗大な(001)[110]方位未再結晶部が残存したまま2回目の冷延・焼鈍を行うと、再結晶粒径は完全に均一にはならない。

[5] 以上の結果より、一般的にBCC 単相材料の圧延・再結晶による組織の均一・微細化のためには、圧延前に粗大な(001)[110]方位粒が存在しないようにすることが肝要である、と結論できる。

Appendix 6.1 Fe-19%Cr 合金における炭素の固溶限の計算

新井、竹田 [7] は、過去に報告されたステンレス鋼中のCr,Fe,C の活量に関する文献を整理し、以下の式を得た。すなわち、 α 相中のCr,Fe,C の活量係数について、

$$\gamma_{Cr}^{\alpha} = \exp [(3250 / T - 1.95 + 1.24 X_{Cr}) (1 - X_{Cr})^2] \quad (1)$$

$$\gamma_{Fe}^{\alpha} = \exp [(3250 / T - 2.57 + 1.24 X_{Cr}) X_{Cr}^2] \quad (2)$$

$$\gamma_C^{\alpha} = \exp [(13440 / T - 6.277) + (-21600 / T + 11.7) X_{Cr}] \quad (3)$$

ここに、Tは温度 (K)、 X_{Cr} はCr のモル分率である。

次に、準正則溶体近似式をもとに、

$$RT (\ln a_{Cr} + (6/23) \ln a_C) = \Delta G_{f 6/23}^{CrC} + RT \ln Y_{Cr} + A_{FeCr 6/23}^{MC} (1 - Y_{Cr})^2 \quad (4)$$

$$RT (\ln a_{Fe} + (6/23) \ln a_C) = \Delta G_{f 6/23}^{FeC} + RT \ln Y_{Fe} + A_{FeCr 6/23}^{MC} Y_{Cr}^2 \quad (5)$$

が得られ、これらをもとに、

$$RT \left(\frac{a_{Cr} Y_{Fe}}{a_{Fe} Y_{Cr}} \right) = (\Delta G_{f 6/23}^{CrC} - \Delta G_{f 6/23}^{FeC}) + A_{FeCr 6/23}^{MC} Y_{Cr}^2 \quad (6)$$

が得られる。ここで、Rは気体定数(8.31441J/mol K)、 a_{Cr} 、 a_{Fe} 、 a_C は Cr,Fe,C の活量、 $\Delta G_{f 6/23}^{CrC}$ 、 $\Delta G_{f 6/23}^{FeC}$ は $Cr_{23}C_6$ 、 $Fe_{23}C_6$ のモル当りの形成エネルギー、 $A_{FeCr 6/23}^{MC}$ は相互作用パラメーター、 Y_{Fe} 、 Y_{Cr} は炭化物中の炭素を除く金属成分に関する Fe,Cr のモル分率である。新井、竹田は、過去のデータを整理、検討し、 $A_{FeCr 6/23}^{MC} = 0$ とおいた。さらに炭化物の自由エネルギーについては、以下の式を採用した。

$$\Delta G_{f 6/23}^{CrC} - \Delta G_{f 6/23}^{FeC} = -4000 - 10 T \text{ (J/mol)} \quad (7)$$

$$\Delta G_{f 6/23}^{CrC} = -13993 - 3.33 T \text{ (J/mol)} \quad (8)$$

これらをもとに、Fe-18.6wt.%Cr 合金における炭素の固溶限を計算する。

まず、 $X_{Cr} = 0.197$, $X_{Fe} = 0.803$ だから、(1),(2)式よりCr, Fe の活量が次のように計算できる。

$$a_{Cr}^{\alpha} = X_{Cr} \gamma_{Cr}^{\alpha} \quad (9)$$

$$a_{Fe}^{\alpha} = X_{Fe} \gamma_{Fe}^{\alpha} \quad (10)$$

さらに $Y_{Fe} + Y_{Cr} = 1$ であるから、(6),(9),(10) 式より

$$Y_{Cr} = \frac{a_{Cr}}{a_{Cr} + a_{Fe} \exp [(-4000 - 10 T) / RT]} \quad (11)$$

が T の関数として計算できる。

一方、(4) 式より、

$$a_C = \exp \left[\frac{23}{6} \left(\frac{\Delta G_{f 6/23}^{CrC}}{RT} + \ln Y_{Cr} - \ln a_{Cr} \right) \right] \quad (12)$$

であるが、これに(8),(9),(11) 式を代入して a_C が得られる。

最後に(12)と(3)を用いて炭素の固溶限

$$X_C = \frac{a_C}{\gamma_C^\alpha} \quad (13)$$

が求められる。

参考文献

- [1] 「鉄鋼材料」、日本金属学会 (1985), p. 75
- [2] 長嶋晋一編著:「集合組織」、丸善 (1984), p. 268
- [3] 牧 正志: CAMP-ISIJ, 1 (1988), 1674
- [4] 武智 弘、川崎 薫、鈴木 亨: 日本金属学会会報、29(1990), 413
- [5] 谷野 満: 日本金属学会会報、11(1972), 203
- [6] 長尾 護: 京都大学修士学位論文、(1990)
- [7] 新井 宏、竹田誠一: 鉄と鋼、72(1986), 831
- [8] 植松美博: 私信
- [9] R. D. Doherty: [Recrystallization in Metallic Materials] edited by F. Haessner
Dr. Riederer-Verlag, Gmbh, Stuttgart, (1978), p. 23
- [10] 古林英一: 日本金属学会セミナーテキスト「多結晶の結晶方位分布の制御と材料特性」、東京(1992), p. 25
- [11] 日本金属学会編「転位論」、丸善 (1971), p. 359
- [12] 西沢泰二: 鉄と鋼、70 (1984), 1984
- [13] I. L. Dillamore, P. L. Morris, C. J. E. Smith and W. B. Hutchinson: Proc. Roy. Soc.
London, A329 (1972), 405
- [14] 文献 [2], p. 71
- [15] 稲垣裕輔: 鉄と鋼、78 (1992), 1635
- [16] 植松美博: 博士学位論文、京都大学 (1993)
- [17] 川原浩司: 日本金属学会誌、38 (1974), 440
- [18] 松尾宗次: 日本金属学会会報、19 (1980), 192
- [19] 高橋忠義: 「鑄造凝固」、日本金属学会 (1992), p. 151
- [20] 田岡忠美、古林英一、竹内 伸: 鉄と鋼、54 (1968), 162
- [21] 文献 [19], p. 136

第7章 Fe-36%Niオーステナイト合金凝固柱状晶材の圧延・再結晶

7. 1 序

本章では、Fe-36%Niオーステナイト(FCC)合金における{001}<uv0>初期集合組織を持つ凝固柱状晶材の圧延・再結晶挙動を示す。第3章、第6章でフェライト(BCC)単相合金(Fe-19%Cr)の凝固柱状晶材の圧延挙動および再結晶挙動を明らかにした。ストリップ連鋳プロセス[1,2]の対象となる高合金鋼には、フェライト単相材料だけでなく、オーステナイト系ステンレス鋼、高Mn鋼、高Ni鋼といったオーステナイト(FCC)単相材料も含まれる。フェライト鋼とオーステナイト鋼では、塑性変形挙動、拡散係数の違いによって、圧延・再結晶挙動も当然異なる様相を示すと考えられる。そこで本章では、典型的なオーステナイト単相鋼であるFe-36%Ni合金(インバー合金)の凝固柱状晶材の圧延・再結晶挙動を明らかにし、フェライト単相合金の場合との比較、検討を行う。

BCCの場合と同様に、FCC金属・合金においても柱状晶組織を出発材としてその圧延・再結晶を調べた研究は数少ない[3,4]。Hirschら[3]は、純Alの凝固柱状晶材を種々の方向に切り出して圧延・焼鈍し、マクロな集合組織変化を調べた。それによると、{001}<uv0>集合組織を持つように柱状晶材を切り出し、95%圧延、773K焼鈍を施した場合、柱状晶材は純金属型の圧延集合組織と強い(001)[100]cube再結晶集合組織を示す。しかし、彼らは組織学的情報を全く示しておらず、変形組織や再結晶組織の詳細は不明である。また、Table 7.1に示すように、Alは他のFCC金属・合金に比べて非常に高い積層欠陥エネルギーを有している[5-12]。FCC金属・合金では、積層欠陥エネルギーの大小によって、完全転位がShockley部分転位に分解するか否かが決る。それによって転位のラセン成分の交叉すべりの難易が異なるため、FCC金属・合金の圧延・再結晶挙動は積層欠陥エネルギーの大小によって、大きく異なる可能性がある。従って、Alにおける結果が中程度以下の積層欠陥エネルギーを持つFe-Ni合金<注1>やFe-Cr-Ni合金にも適用できるかど

Table 7.1 種々のFCC金属・合金の積層欠陥エネルギー(γ_{SF}) [8-15]

metal, alloy	stacking fault energy, γ_{SF} (erg / cm ²)	reference
Fe-36%Ni	35	[8]
Al	280	[9]
	135	[10]
Ni	225	[11]
Cu	75	[11]
	41±9	[12]
Au	52	[13]
	32±5	[14]
Ag	25	[11]
	16.3±1.7	[12]
Fe-18%Cr-8%Ni	13	[11]
Cu-30%Zn	7	[15]

うかは疑問である。

Yoshieら[4]は、薄スラブ連鋳一直送圧延プロセス[1, 2]におけるオーステナイト单相鋼の組織変化を明らかにするために、柱状晶部と等軸晶部とで構成されたFe-1.4%Mn-0.08%C合金とFe-24.6%Cr-19.7%Ni合金（オーステナイト系ステンレス鋼）の凝固スラブを熱間圧延、静的保持する実験を行った。彼らはFe-Mn合金の組織観察より、柱状晶部が等軸晶部よりも再結晶しにくいこと、さらに柱状晶部においても粒によって再結晶速度が異なることを明らかにした。Fe-Cr-Ni合金の柱状晶も同様の特徴を示し、未再結晶部の方位を測定すると(001)[100]近くの方位を持つものが多かった。またFe-Cr-Ni合金を再結晶の起こらない温度で10%熱延後直ちに水冷して柱状晶の硬度を測定すると、(001)[110]方位を持つ柱状晶粒のほうが(001)[100]方位粒よりも大きい硬度を示した。これらの結果より彼らは、柱状晶粒の圧延後の蓄積エネルギーは初期方位に依存し、(001)[110]方位粒の方が(001)[100]粒よりも再結晶を起こしやすいと結論した<注2>。これらの結果は、(001)[100]方位と(001)[110]方位とを入れ替えれば、第3章で示したFe-19%Crフェライト(BCC)合金の結果と類似している。しかしYoshieらの行った圧延は熱間圧延であり、かつ圧下率も低いため、Fe-36%Ni柱状晶材を70%冷間圧延した場合にも同様の傾向が見られるか否かは不明である。

FCC金属・合金の圧延・再結晶におよぼす初期方位の影響は、従来単結晶を用いて調べられてきた[13-19]。それらのうちのいくつかは、圧延・再結晶挙動が初期方位の影響を強く受けることを示している[13-16]。しかしFCCにおいては、田岡ら[20, 21]が

<注1> Charnock and Nutting[5]によれば、Fe-Ni合金の積層欠陥エネルギーはNi量に依存し、Fe-36%Ni組成で最小値35erg/cm²をとる。

<注2> 彼らの測定した方位は全て圧延後の方位であり、厳密には初期方位ではない。しかし、圧下量が小さいために結晶方位回転はあまり生じておらず、初期方位と近似しても良いと考えられる。

Fe-3%Si(BCC)合金で行ったような系統的研究は見当たらない。特に{001}<uv0>方位系列に関する研究の数は少なく、(001)[100]と(001)[110]両方位に限られている[15-19]。しかもそれらのほとんどはマクロな集合組織に主眼をおいており、組織学的情報が欠落している。

7.2 同一視野観察実験の方法

Fig. 7.1は、柱状晶材試片の圧延前の{100}および{111}極点図である。{100}極点図の中心部に強い集積が認められ、{111}極点図中には中心から約55°の位置に円環状の集積が見られる。このことより、柱状晶材が強い{001}<uv0>集合組織を持つことが分かる。

圧延・再結晶挙動に与える初期方位の影響を明らかにするために、21個の柱状晶粒の初期方位をECP法[22]により測定し、その圧延・再結晶挙動を同一視野観察した。21個の柱状晶粒を、初期方位をもとに3つのグループに分類した。初期[100]方向とRDとの方位差が20°以内のものを(001)[100]初期方位粒（グループA）、初期[110]方向とRDとの方位差が20°以内のものを(001)[110]初期方位粒（グループC）、残りをグループBとした<注1>。Table 7.2に分類結果を示す。Fig. 7.2に、初期方位を測定した領域の圧延前組織の模式図を示す。粒内の数字は各粒を区別するために付けた番号である。

同一視野観察実験の手順をFig. 7.3に示す。21個の柱状晶粒の初期方位を測定した後、室温で一方向に圧延を施した。50%圧延後、各粒の組織観察を行った。その後さらに圧延

<注1> この分類法は、第3章で示したFe-19%Cr(BCC)合金に対する分類法とやや異なっている。その理由は、Fe-36%Niの場合には同一視野観察粒の個数が少ないために、Fe-19%Crと同じ分類法ではグループA、Cに属する粒が非常に少なくなってしまうことにある。しかし、後に述べるように結果的には、Table 7.2の分類法はFe-36%Ni柱状晶の変形組織の違いによく合致している。

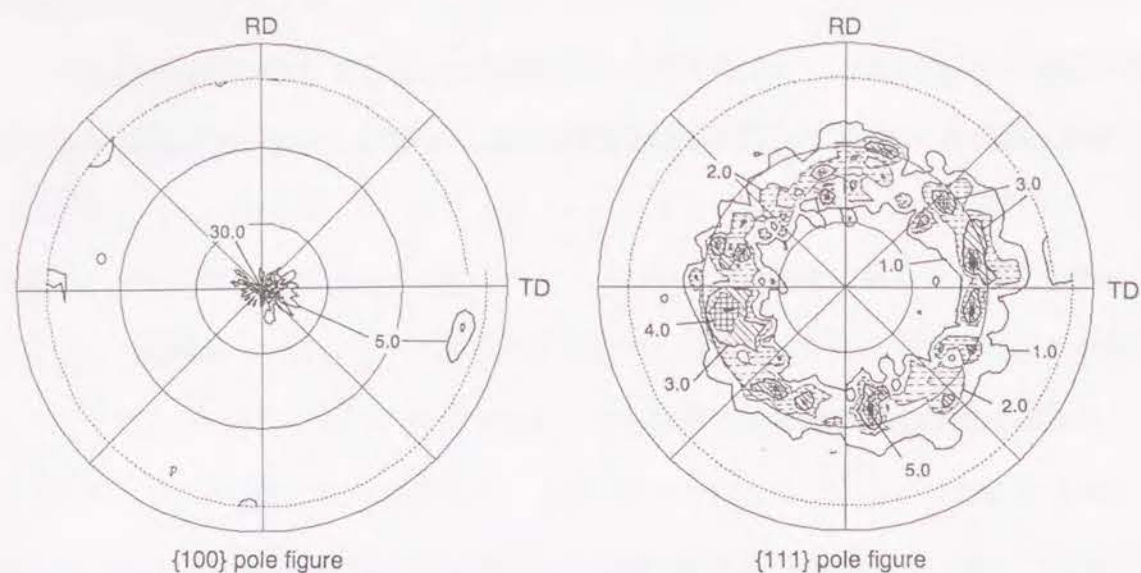


Figure 7.1 Fe-36%Ni合金柱状晶材の圧延前の {100} および {111} 極点図

Table 7.2 同一視野観察を行った21個のFe-36%Ni柱状晶粒の初期方位と圧延変形組織

Orientation group	Grain number	Angle between initial [100] and RD	Angle between initial [001] and ND	50% rolled microstructure	70% rolled microstructure
A	10	4°	4°	*	*
	6	8°	10°	I + II	I + II + III
	5	8°	5°	I + II	I + II + III
	3	12°	9°	I + II	I + II + III
	15	16°	8°	I	I + II + III
	16	18°	20°	**	**
	12	20°	3°	I	I + II + III
B	17	22°	10°	I + II	I + III + IV
	21	22°	6°	I	I + II + III
	13	23°	6°	IV	IV
	11	24°	21°	I + II	I + II
	19	25°	13°	I	I + II
C	2	25°	14°	IV	I + IV
	7	35°	5°	IV	IV
	14	36°	6°	IV	IV
	8	38°	4°	IV	IV
	1	39°	16°	IV	IV
	18	40°	7°	IV	IV
	4	41°	16°	IV	IV
	22	41°	7°	IV	IV
	20	43°	14°	IV	IV

I : smooth-etched matrix
 II : wide deformation bands roughly parallel to TD
 III : narrow deformation bands parallel to RD
 IV : shear bands
 *, ** : exceptional microstructures

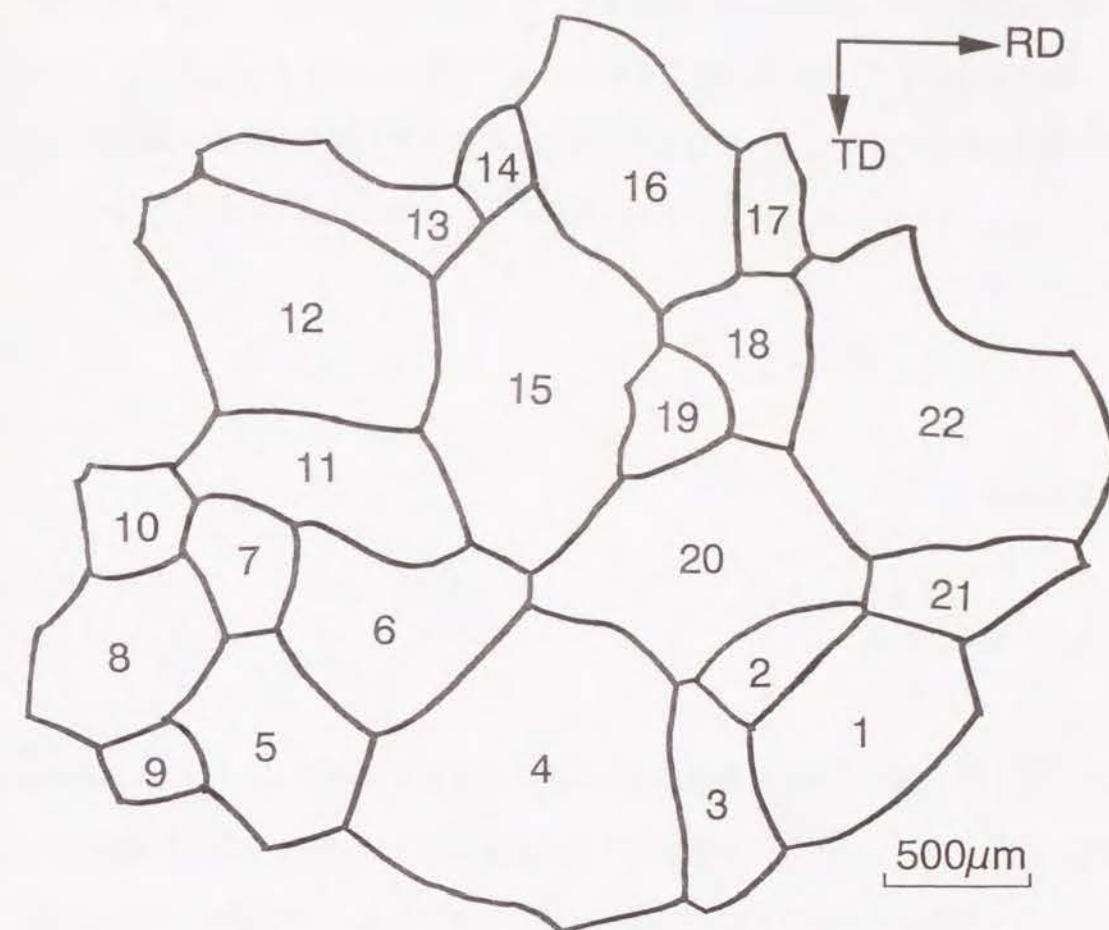


Figure 7.2 Fe-36%Ni柱状晶試片中の同一視野観察を行った領域の、圧延前組織の模式図。
 各粒内の数字は、粒を区別するために付けた番号である。

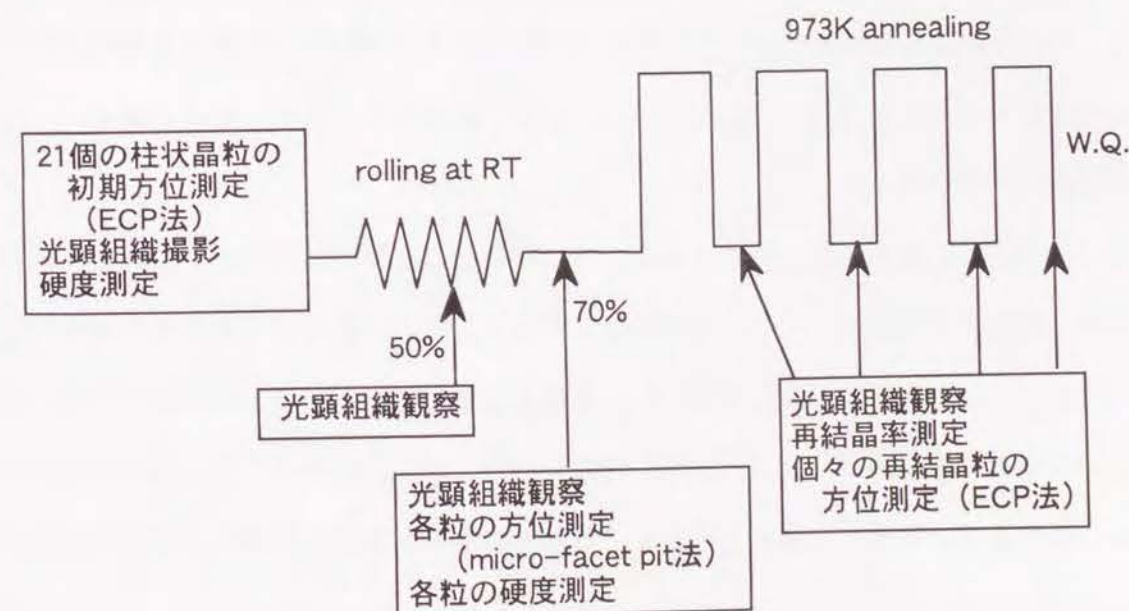


Figure 7.3 同一視野観察実験の手順

を続け、70%圧延後に各粒の組織観察、硬度測定、マイクロファセットピット法[23, 24]による圧延後方位測定を行った。70%圧延を施した試片に対し、973 Kに保持したソルトバス中での焼鈍と水冷を繰り返し、再結晶進行過程における光学顕微鏡組織観察、再結晶率の測定を行った。32.4ks焼鈍後には、各柱状晶粒内より生成した個々の再結晶粒の方位をECP法により測定した。

7. 3 圧延挙動

7. 3. 1. 圧延集合組織

Fig. 7.4 に、Fe-36%Ni合金柱状晶材の50%および70%圧延後の{100}および{111}極点図を示す。圧延前{001}<uv0>集合組織を持つ柱状晶材は、圧延に伴い大きく方位回転を起こす。70%圧延後の集合組織の主成分は{113}<332>方位である。FCC金属・合金の圧延集合組織中には強い{112}<111>方位が存在することが知られているが、{113}<332>は{112}<111>方位を<110>=TDを軸として10°回転した方位である。Dillamore and Katoh [25]は、Taylorの塑性変形モデル[26]に基づいた計算によりFCCの圧延集合組織を予測し、圧延安定方位の1つとして{4, 4, 11}<11, 11, 8>方位を提案しているが、この方位と{113}<332>との方位差は約2°しかない。

柱状晶材との比較を行うために、同じFe-36%Ni合金の初期集合組織がランダムな等軸多結晶材（初期粒径 220 μm）の圧延挙動をも調べた。Fig. 7.5 は、等軸晶材の70%圧延後の{100}および{111}極点図である。柱状晶材と同様に{113}<332>方位を主成分として持つ。柱状晶材との違いは、{110}<112>、{123}<412>、{123}<634>などの弱方位成分が存在することである。こうした弱方位成分は、等軸晶材中の各結晶粒が種々の初期方位を持っために形成されたと考えられる。

以上のように、Fe-36%Ni合金の柱状晶材、および等軸晶材は、{113}<332>方位を主成

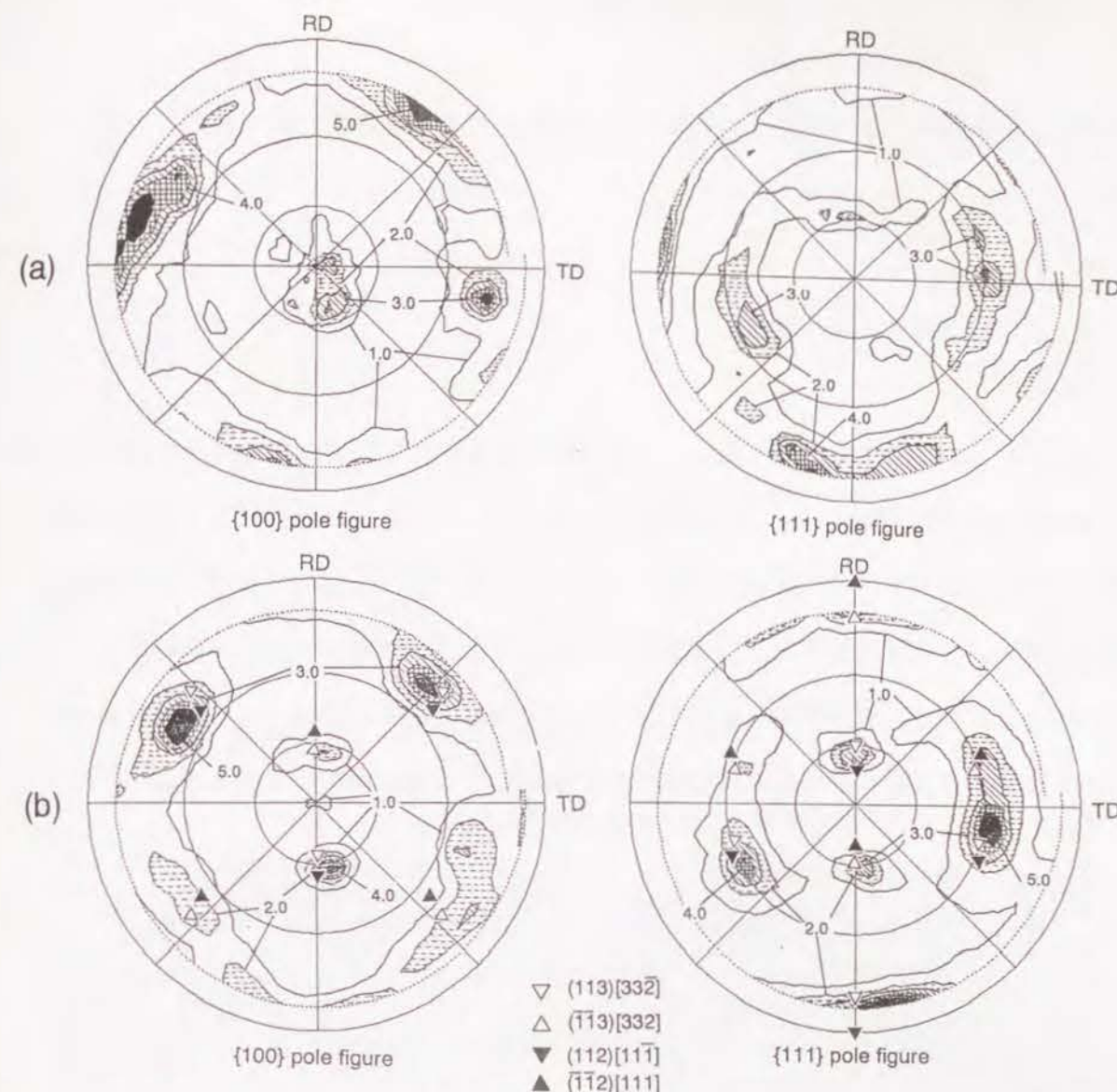


Figure 7.4 Fe-36%Ni合金柱状晶材の圧延後の{100}および{111}極点図

(a) 50% rolled

(b) 70% rolled

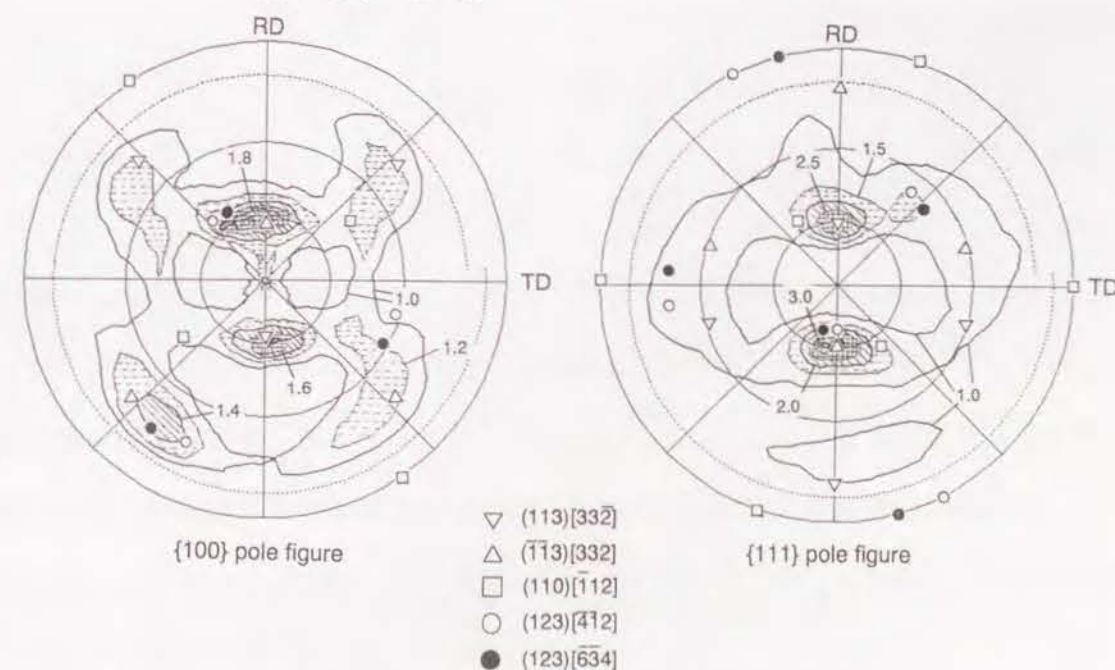


Figure 7.5 Fe-36%Ni合金等軸晶材の70%圧延後の{100}および{111}極点図

分とする、いわゆる“純金属型”[27]に分類できる圧延集合組織を形成することが明らかとなった。

7. 3. 2. 圧延後の各粒の硬度

Fig. 7.6 は、同一視野観察を行った21個の柱状晶粒の圧延前および70%圧延後のビッカース硬度（測定荷重 100gf）を、初期方位に対してプロットしたものである。柱状晶粒の圧延後の硬度は初期方位によらずほぼ一定の値を示す。これはYoshieら[4] が10%熱間圧延したオーステナイト系ステンレス鋼柱状晶材で見出した結果と一致しない。また、Fe-19%Cr(BCC) 合金柱状晶の硬さが初期方位に強く依存する事実(Fig. 3.6) とも対称的である。こうした違いについては、再結晶挙動とも合わせて後に詳しく考察する。

7. 3. 3. 圧延変形組織

柱状晶材中には、4種類の異なる不均一変形組織が観察された。21個の柱状晶粒の50%および70%圧延後の変形組織をTable 7.2 に示す。Table 7.2 中では、4種の変形組織を記号Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ、Ⅳにより示している。その4種の変形組織の典型的な光学顕微鏡写真をFig. 7.7 に示す。記号Ⅰで示した組織は、(a) に示した均一滑らかなマトリクスである。記号Ⅱで示した変形組織は、TD方向に伸びた幅の広い（数十 μm ）変形帯((b)中の黒く腐食された領域)であり、これは(a)の均一なマトリクスと交互にならんで存在する。記号Ⅲで示した変形組織は、(c) のようなRD方向に平行な幅約10 μm の変形帯である。(c) 中には、この変形帯を横断して存在するTD方向に平行な微細な筋も見られる。(b) の変形帯の境界は非常に不定形だが、(c) の変形帯の境界は非常に直線性の良いものである。記号Ⅳで示した変形組織は、(d) に示したような、TD方向に平行に伸びた微細な筋状組織である。筋状組織の幅は最大で10 μm であり、均一に見えるマトリクス部にも細かな筋が多数観察される。尚、(c) 中に見られる白い網目状組織は、凝固時にNiが偏析した領域で

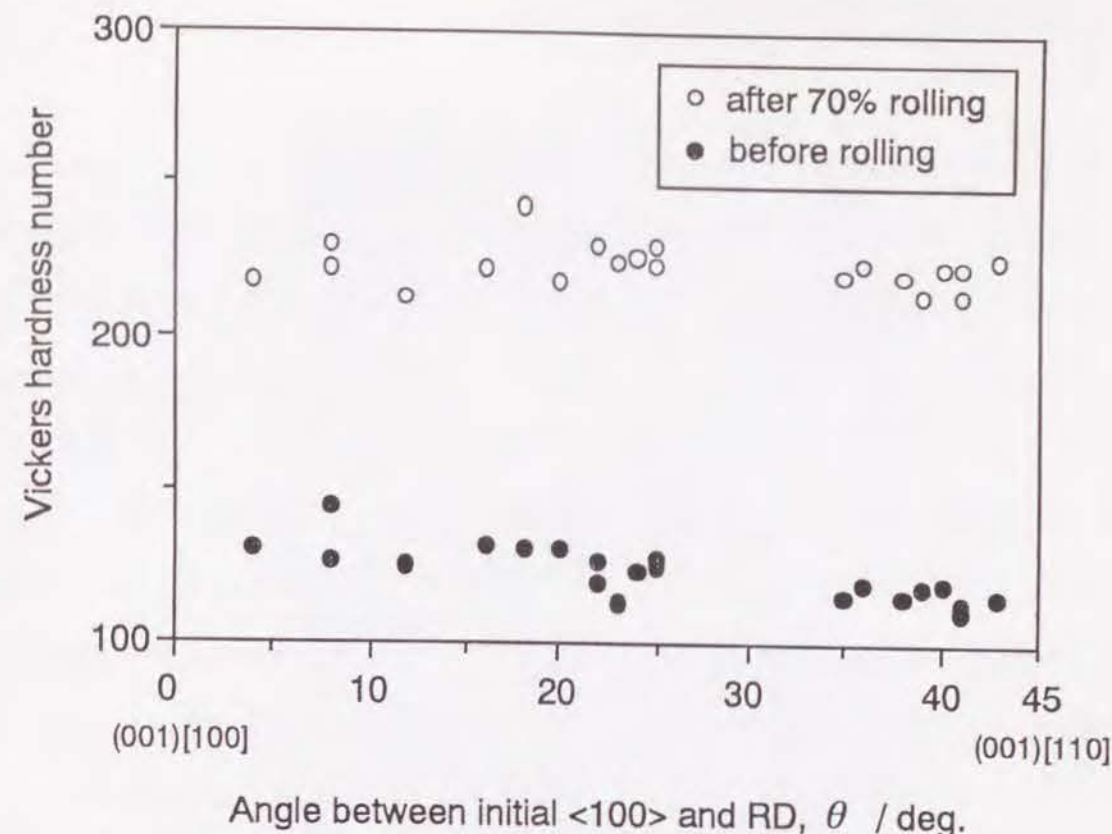


Figure 7.6 同一視野観察を行った21個のFe-36%Ni柱状晶粒の圧延前および70%圧延後のビッカース硬度。横軸は各粒の初期[100]方向とRDとのなす角(θ)を示す。

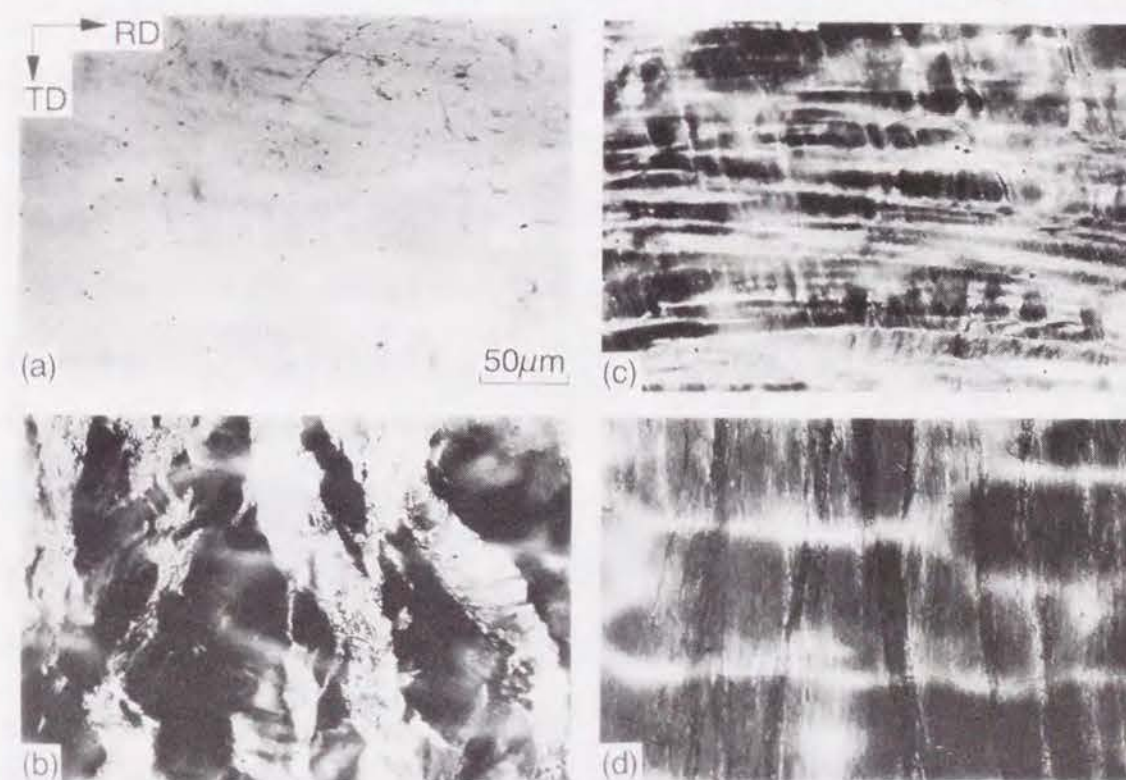


Figure 7.7 Fe-36%Ni柱状晶材中に観察された4種類の不均一変形組織。70% rolled。ND面観察。

- (a) 均一滑らかなマトリクス (Table 7.2 中のⅠ)
- (b) TD方向に伸びた幅の広い変形帯 (黒く腐食された部分。Table 7.2 中のⅡ)。白く腐食された部分は(a)の均一滑らかなマトリクス。
- (c) RD方向に平行な幅の狭い変形帯 (Table 7.2 中のⅢ)
- (d) TD方向に平行な筋状組織 (Table 7.2 中のⅣ)

ある。こうしたNiの偏析は圧延変形組織の形成に影響を与えなかった。

Table 7.2 より、これら4種の変形組織の形成と初期方位との間に一定の関係があることがわかる。すなわち、組織Ⅰ、Ⅱ、Ⅲは、(001)[100]に近い初期方位を持つ柱状晶粒（グループA）中に混在して現れ、一方組織Ⅳは、(001)[110]に近い初期方位を持つ柱状晶粒（グループC）中に形成される。Fig. 7.8 は、グループAとグループCに属する柱状晶粒の典型的な70%圧延後の変形組織（ND面観察）である。70%圧延後のグループA粒中には、Fig. 7.8(a)のようにⅠ、Ⅱ、Ⅲの3種の変形組織が全て観察される。但し、50%圧延時には変形組織Ⅲは観察されず、Ⅰ、Ⅱの2種またはこれらのうちの1種のみの変形組織が観察される。変形組織Ⅲは、Fig. 7.8(a)からわかる通り粒界近傍に形成される。一方、グループCに属する粒中には、Fig. 7.8(b)のように全面に変形組織Ⅳが観察される。

Fig. 7.9 は、70%圧延を施した柱状晶材のTD面上の変形組織である。この試片は、同一視野観察を行なったものとは別のものである。圧延面に対して約30°傾いた多数の筋状組織が観察される。この組織は、中程度以下の積層欠陥エネルギーを持つFCC 金属・合金を圧延したときに見られる剪断帯(shear band) [28, 29] によく似ている。この筋状組織は、ND面上で観察した場合のTD方向に平行な筋状組織（変形組織Ⅳ、Fig. 7.7(d)）に対応している。筋状組織は粒界を貫かず、一般的に個々の柱状晶粒内に限って生じている。また、Fig. 7.9 からわかるように、個々の粒内では正の傾きか負の傾きのどちらかを持った筋状組織が優勢であるが、試片全体としてはどちらの傾きを持つものも観察される。

Fig. 7.10に、初期方位のほぼランダムなFe-36%Ni合金等軸晶材を70%圧延したときの変形組織（ND面観察）を示す。等軸晶材中にも、柱状晶材中で観察された4種の不均一変形組織が観察された。またそれらに加えて、Fig. 7.10中矢印で示したような幅10-100 μmの種々の方向を向いた変形帯が多数観察され、変形組織の様子は柱状晶材よりも複雑になっている。これは、圧延前の等軸晶材中に種々の初期方位を持つ粒が存在していたためと考えられる。

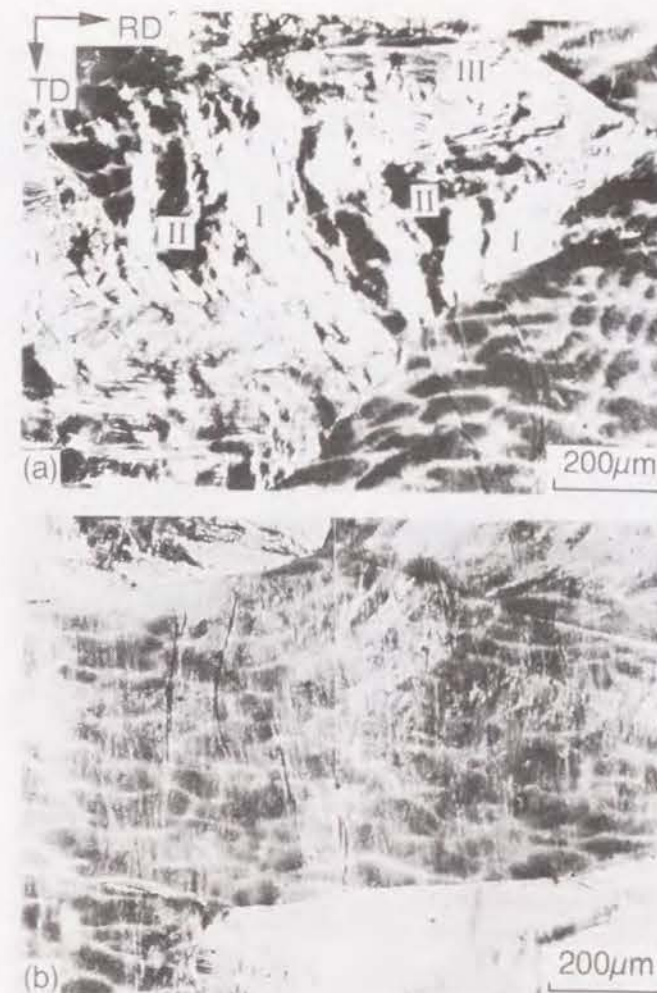


Figure 7.8 グループA、グループCに属するFe-36%Ni柱状晶粒の典型的な70%圧延後組織（ND面観察）

- (a) グループA。初期方位(001)[100]。Figure 7.7(a)-(c) に示す3種の組織が混在している。
(b) グループC。初期方位(001)[110]。Figure 7.7(d) に示す組織に全面が覆われている。

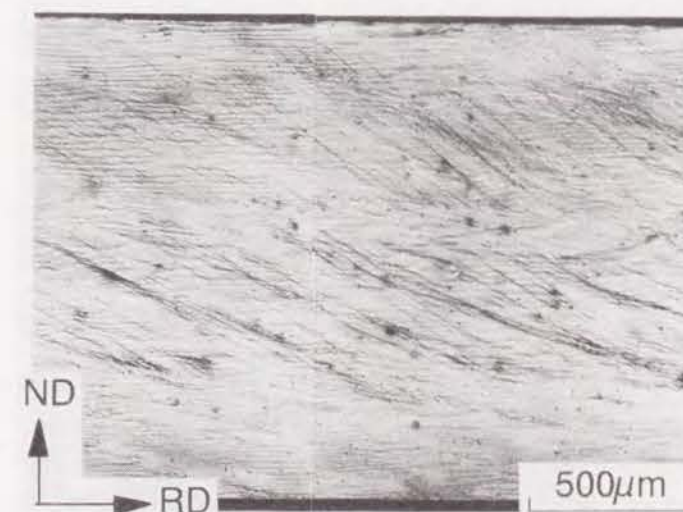


Figure 7.9 70%圧延後のFe-36%Ni柱状晶材のTD面上の組織

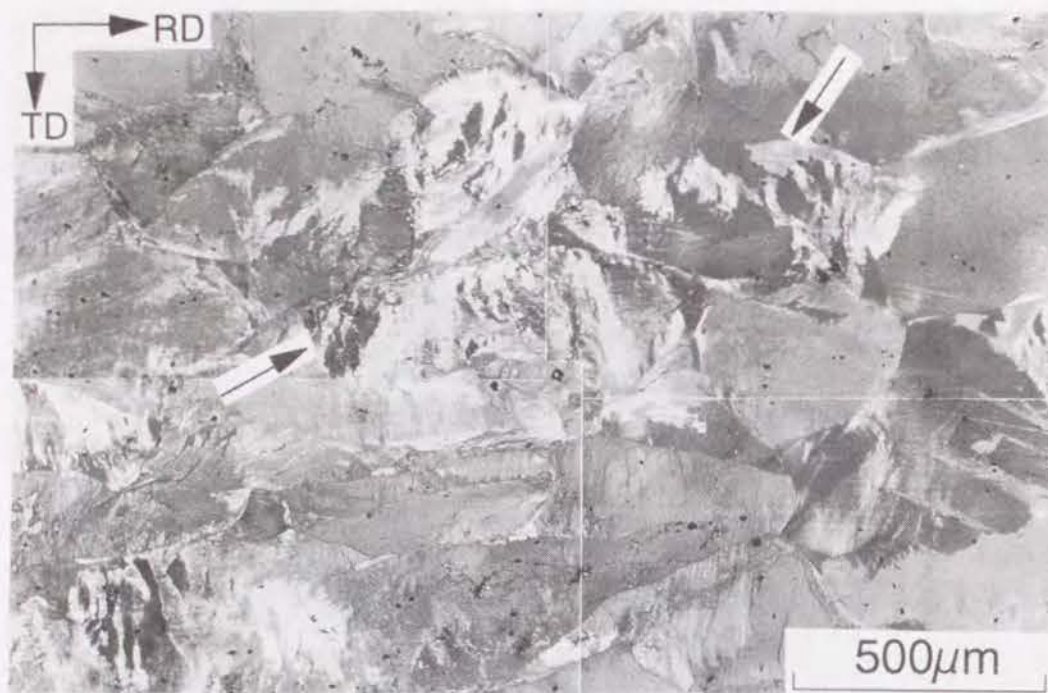


Figure 7.10 Fe-36%Ni合金等軸晶材の70%圧延後の変形組織 (ND面観察)

7. 3. 4. 不均一変形組織の結晶学的特徴

Fe-36%Ni合金柱状晶材を70%圧延した時に形成される4種の特徴的な不均一変形組織 (Fig. 7.7) の結晶学的特徴を知るために、マイクロファセットピット法による局所領域の方位測定を行った。Fig. 7.11にその結果を示す。

Fig. 7.11(a) は、グループAに属する柱状晶粒中に形成された均一滑らかなマトリクス (変形組織I、Fig. 7.7(a)) の方位を示す $\{100\}$ および $\{111\}$ 極点図である。この組織は初期方位である $(001)[100]$ 方位をほぼ保持している。Fig. 7.11(b) は、TD方向に伸びた幅の広い変形帯 (変形組織II、Fig. 7.7(b)) の方位を示す。変形帯は $(101)[10\bar{1}]$ 方位を持つ。 $(101)[10\bar{1}]$ は、グループAの初期方位 $(001)[100]$ を、 $TD=[010]$ を回転軸として 45° 回転して得られる方位である。従って、変形帯と隣接する均一滑らかなマトリクスとの間の方位差は 45° にも及んでいる。一方、RD方向に平行な幅の狭い変形帯 (変形組織III、Fig. 7.7(c))は、その幅が約 $10\mu\text{m}$ と微細なため、解析可能なエッチピットが十分な数だけ得られなかった。しかし、Fig. 7.11(c)より、この組織の方位が $(001)[100]$ 付近に分散していることが分かる。Fig. 7.11(d) は、グループCに属する柱状晶粒中に、70%圧延後に現出させたマイクロファセットピットを方位解析した結果である。グループC粒は70%圧延後 $\{113\}\langle 332\rangle$ 方位を持つ。この方位は柱状晶材のマクロな圧延集合組織の主成分である (Fig. 7.4(b))。 $\{113\}\langle 332\rangle$ 方位は $(001)[110]$ 方位を $TD=[1\bar{1}0]$ を回転軸として $\pm 25^\circ$ 回転することにより得られる。 $\{113\}\langle 332\rangle$ には $(113)[33\bar{2}]$ と $(\bar{1}\bar{1}3)[332]$ の2種のバリエーションが存在するが、ほとんどの場合、1個の柱状晶粒内ではどちらか一方のバリエーションしか観察されなかった。

ところで、グループC粒は70%圧延後、TD方向に平行な筋状組織 (変形組織IV、Fig. 7.7(d))を示すが、Fig. 7.10(d)の $\{113\}\langle 332\rangle$ 方位が必ずしもこの筋状組織の方位をあらわしているとはいえない。何故ならば、マイクロファセットピットの大きさが最小で $10\mu\text{m}$ であるのに対して、筋状組織の幅は最大で $10\mu\text{m}$ であり、ファセットピットにより得られた方位はむしろマトリクス部の方位を表していると考えられるからである。そこで

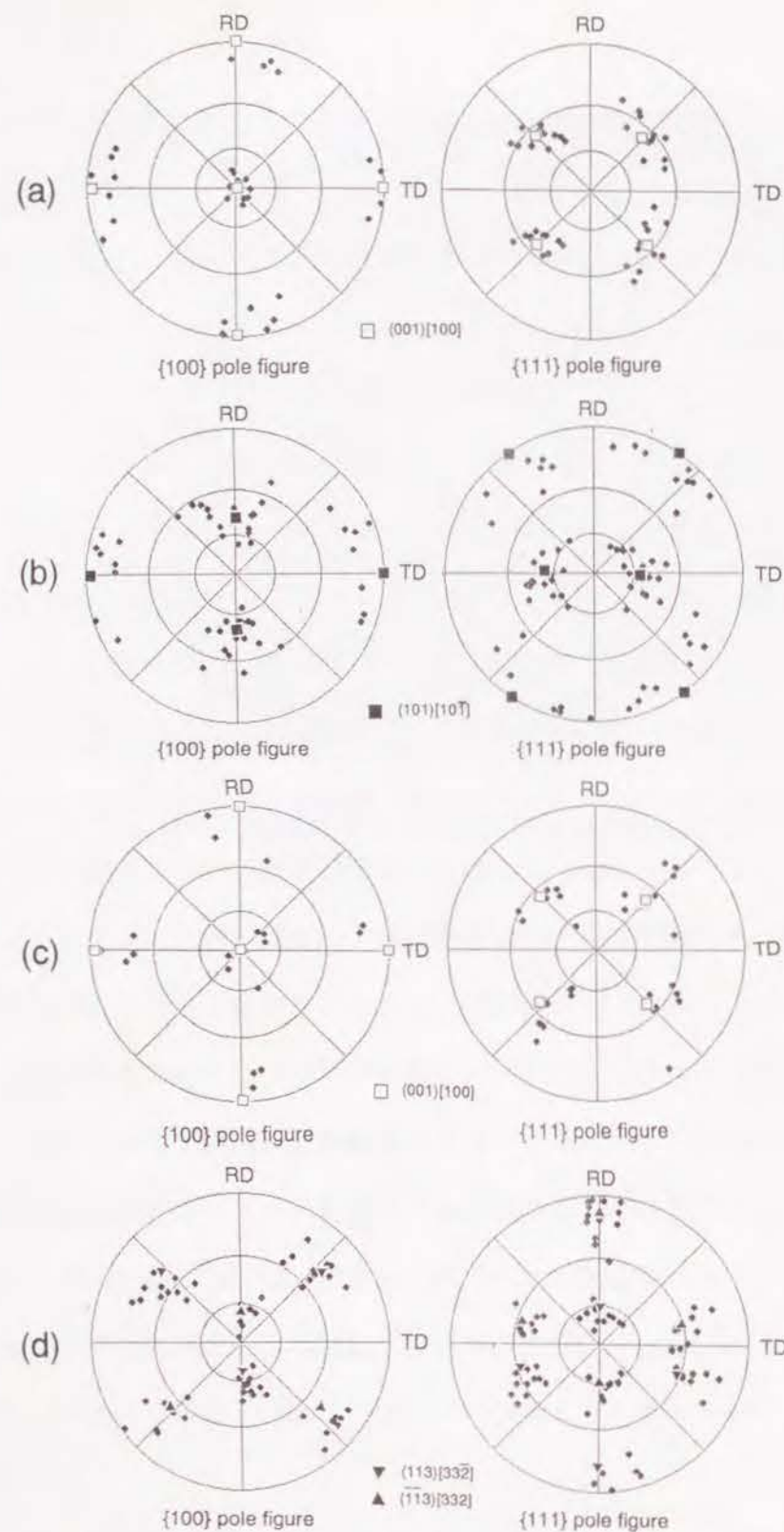


Figure 7.11 70%圧延後のFe-36%Ni柱状晶材に観察される4種の不均一変形組織の方位を示す{100}および{111}極点図。方位測定はマイクロファセットピット法により行った。

- (a) 均一滑らかなマトリクス (Fig. 7.7(a))
- (b) TD方向に伸びた幅の広い変形帯 (Fig. 7.7(b))
- (c) RD方向に平行な幅の狭い変形帯 (Fig. 7.7(c))
- (d) グループCに属する柱状晶粒の方位。グループC粒はTD方向に平行な筋状変形帯を示す (Fig. 7.7(d))。

より微小な領域の結晶方位を測定するために、70%圧延を施した柱状晶材のTEM観察を行った。

Fig. 7.12に70%圧延後の柱状晶材のTEM組織の一例を示す。薄膜はTD面に対して平行となるように作製されている。数多くの延伸セルが束になって集合して1本の帯状組織(幅約6 μ m)を形成している。個々の延伸セルの幅は0.1~0.2 μ mと極めて小さい。帯状組織はRD方向に対して約30°の角度をなして伸びている。また、マトリクス部には幅1~2 μ m程度の向きの異なる延伸セルが見られ、その領域の方位は{113}<332>に近いことが多い。すなわち、このTEM組織はFig. 7.7(d)またはFig. 7.9に示した筋状組織(変形組織IV)に対応する。また、マトリクス部にも孤立した幅の狭い延伸セルが筋状組織に平行に存在している場合があり、その部分をよく観察すると、Fig. 7.13のようにマトリクス部の幅1~2 μ mの延伸セルと幅の狭い延伸セルとの交差点でずれが生じている。このことは、幅の狭い延伸セル中に剪断歪が集中していることを示している。こうした特徴より、グループC粒内に形成された筋状組織がいわゆる剪断帯(shear band)[28, 29]であることがわかる。

剪断帯内の方位を制限視野電子線回折法により測定した。その結果をFig. 7.14に示す。図中C部より取った回折像より、このマトリクス部Cが(5, 5, 12)[665]方位を持つことが分かる。この方位と(113)[332]との方位差は5.3°である。一方、剪断帯の左のマトリクス(A部)は(174)[311]と、Cとは少し異なる方位を持つ。しかし、さらに20 μ mほど左に離れた領域は(113)[332]に近い方位を持っていた。剪断帯(B部)からの回折像中には多数の回折斑点が重なり合っており、特定の方位に決定することはできない。これは剪断帯内部にかなり大きい方位差が存在することを示唆している。剪断帯内の方位の詳細を明らかにするために、多数の剪断帯をTEM観察し方位測定を試みた結果、剪断帯の方位として(011)[100]に近い場合と、マトリクスの方位である{113}<332>に近い場合の両方が観察された。測定結果の一部は後の考察で示す。

ところで、Table 7.2に示したように、21個の柱状晶粒のうち粒#10と粒#16の2個は、これまでに述べた4種に分類できない例外的な圧延組織を形成した。両者の70%圧延

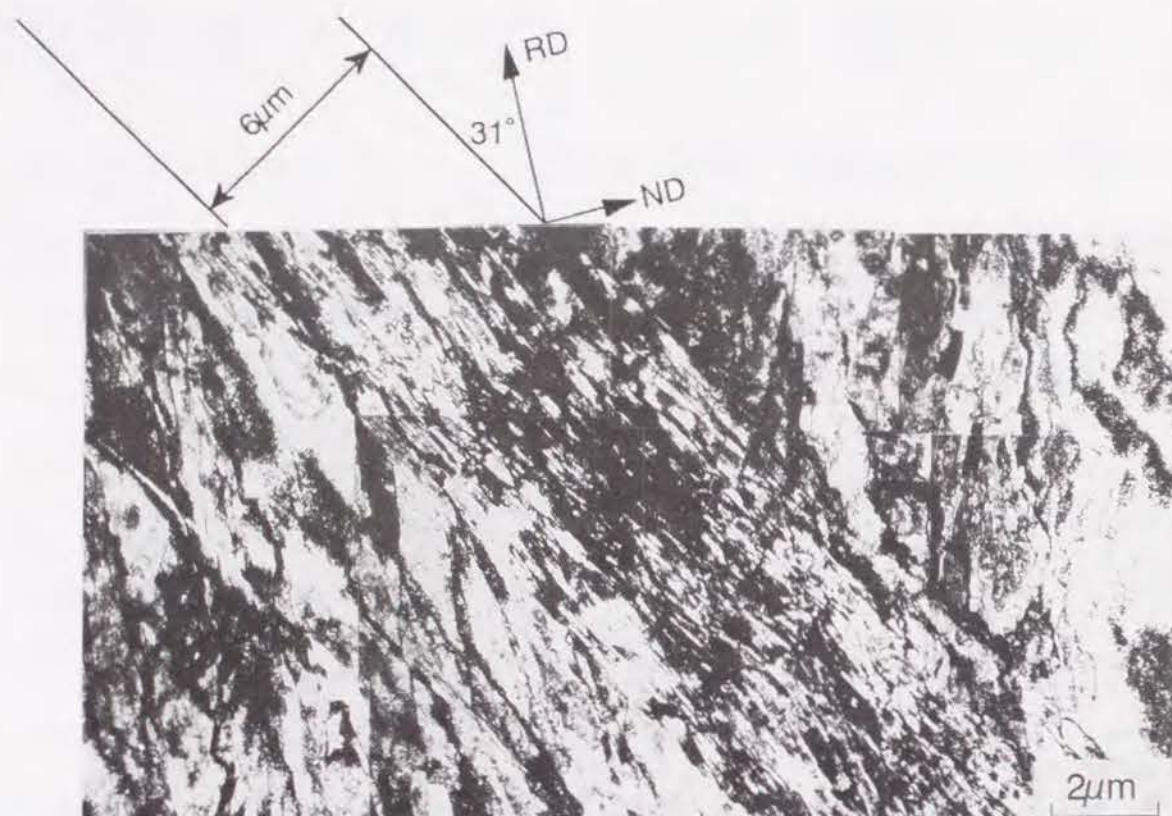


Figure 7.12 70%圧延後のFe-36%Ni柱状晶材の TEM組織。薄膜はTD面に対して平行となるように作製されている

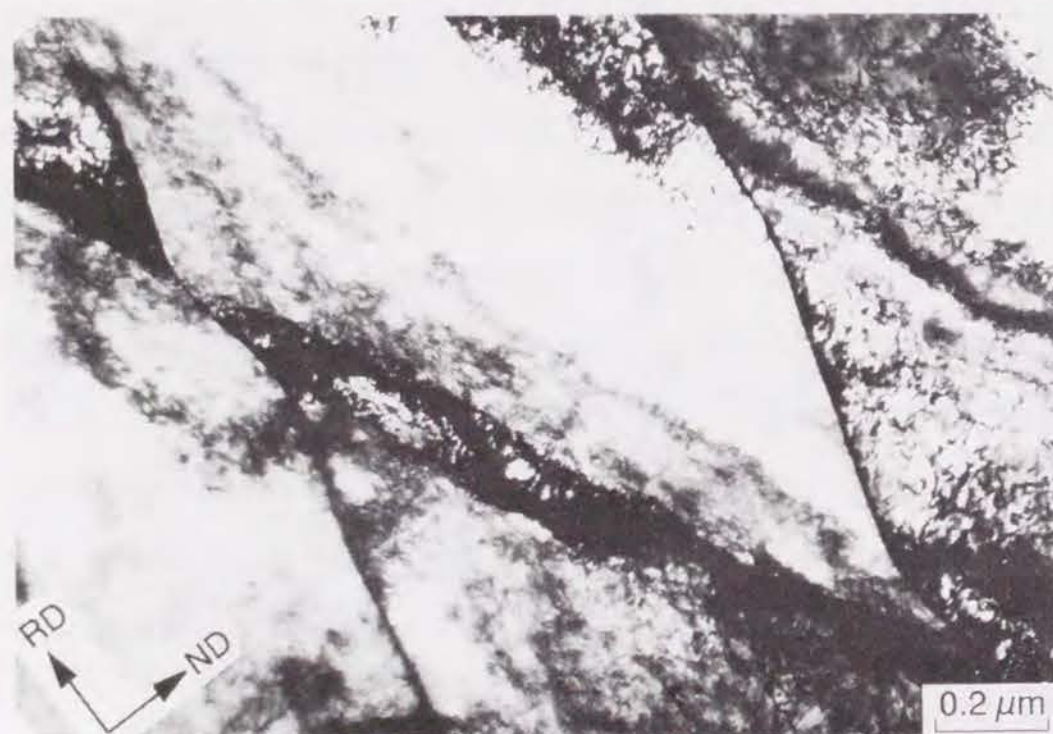


Figure 7.13 70%圧延後のFe-36%Ni柱状晶材の TEM組織。薄膜はTD面に平行。孤立した幅の狭い延伸セルがマトリクス部のセルを剪断している。

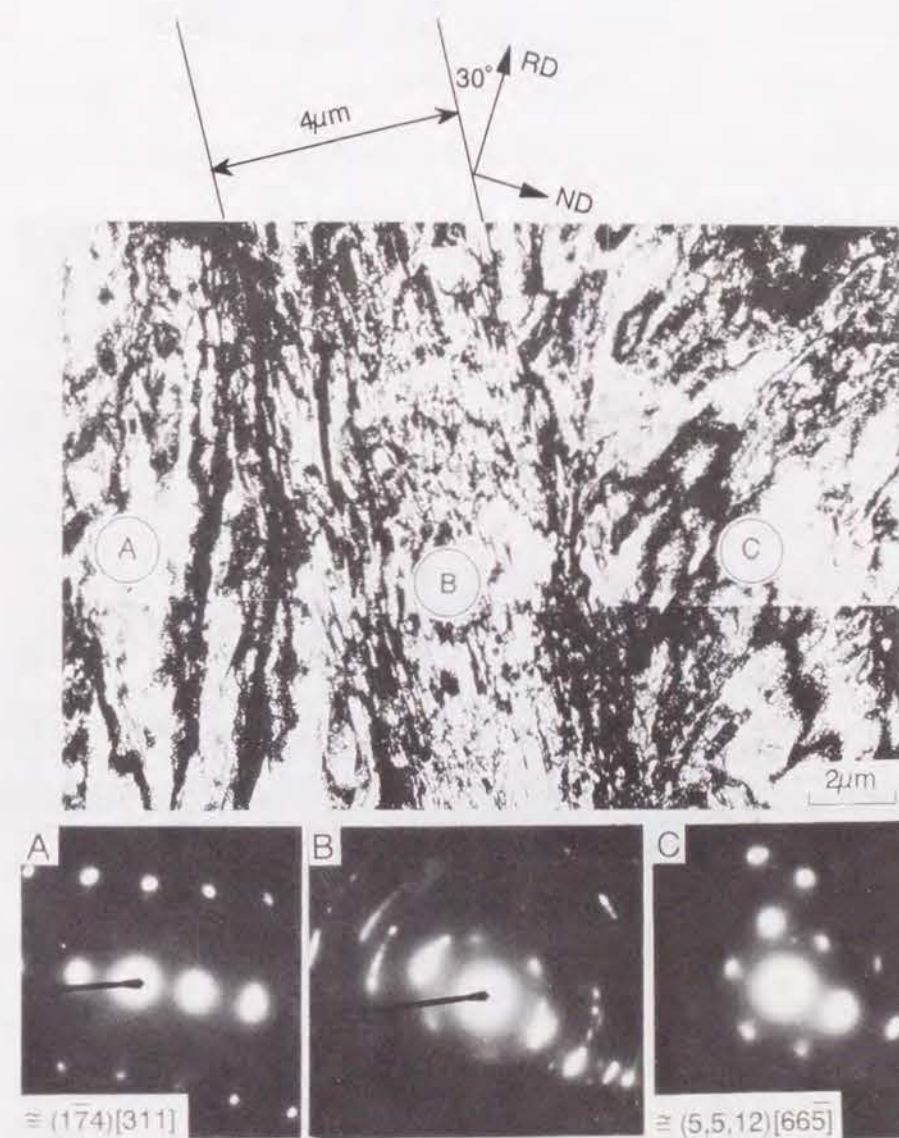


Figure 7.14 70%圧延後のFe-36%Ni柱状晶材中の剪断帯の TEM組織と、円内より取った制限視野電子線回折像。

後の光学顕微鏡組織（ND面観察）と、マイクロファセットピット法により測定した70%圧延後の方位をFigs. 7.15、7.16にそれぞれ示す。粒#10の圧延組織はFig. 7.16(a)のように、TDに平行な筋状組織である。これはFig. 7.7(d)に示した剪断帯に類似しているが、マトリクス部の方位は $(213)[52\bar{4}]$ であり、グループC粒のそれとは異なっている。一方、粒#16は、Fig. 7.16(a)のように全面が均一滑らかな組織を示す。これもFig. 7.7(a)に示した均一滑らかな組織に似通っているが、その方位は $(011)[100]$ であり、Fig. 7.7(a)の場合とは全く異なっている。これらが何故例外的な挙動をおこしたのかは不明であるが、おそらく、本来不安定な方位である $(001)[100]$ 方位粒が、周囲の粒の特殊な拘束条件の下で例外的な方位回転をおこしたものと考えられる。

7. 4 再結晶挙動

7. 4. 1. 再結晶速度

Fig. 7.17は、グループA、B、Cに属する各柱状晶粒の、70%圧延後 973 K 焼鈍時の再結晶曲線である。いずれのグループにおいても個々の柱状晶粒の再結晶速度に大きな差は認められない。ただし、グループAの粒#16だけは極めて遅い再結晶速度を示している。これは例外的な圧延組織（ $(011)[100]$ 方位を持つ均一滑らかなマトリクス、Fig. 7.16）を示した粒である。Fig. 7.18は各グループの平均再結晶速度であるが、各グループ間の再結晶速度にも大きな差は認められない。さらに、柱状晶材と等軸晶材の再結晶速度の間にもFig. 7.19のように差が認められない。こうした点は、Fe-19%Cr(BCC) 合金柱状晶材の場合と全く異なる特徴である。

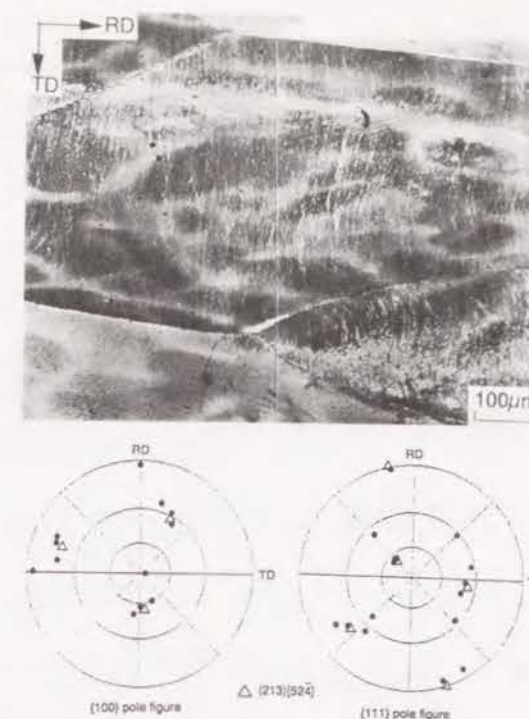


Figure 7.15 例外的圧延組織を示した粒#10の70%圧延後組織（ND面観察）と、その方位を示す {100}および {111}極点図。

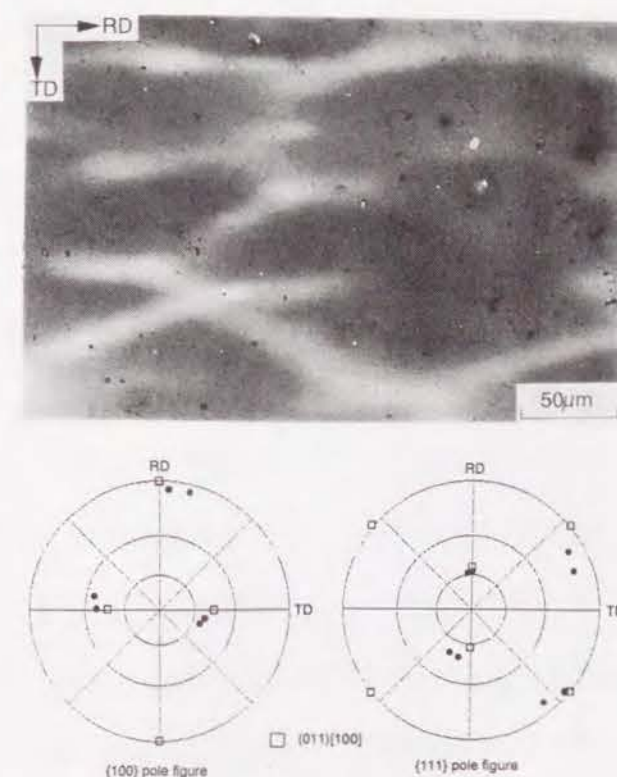


Figure 7.16 例外的圧延組織を示した粒#16の70%圧延後組織（ND面観察）と、その方位を示す {100}および {111}極点図。

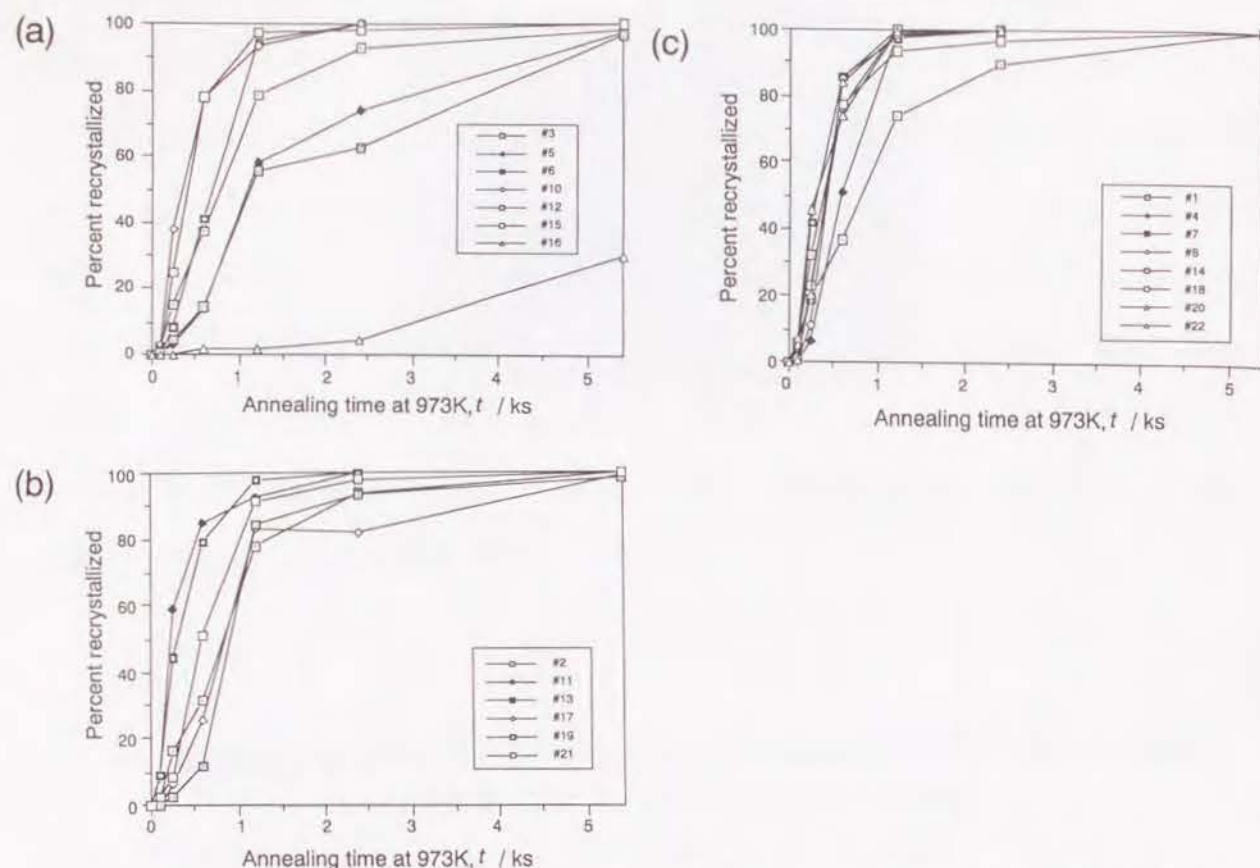


Figure 7.17 70%圧延を施したFe-36%Ni柱状晶材を 973 Kで焼鈍した時の、
個々の柱状晶粒の再結晶曲線
(a) グループAに属する柱状晶粒
(b) グループBに属する柱状晶粒
(c) グループCに属する柱状晶粒

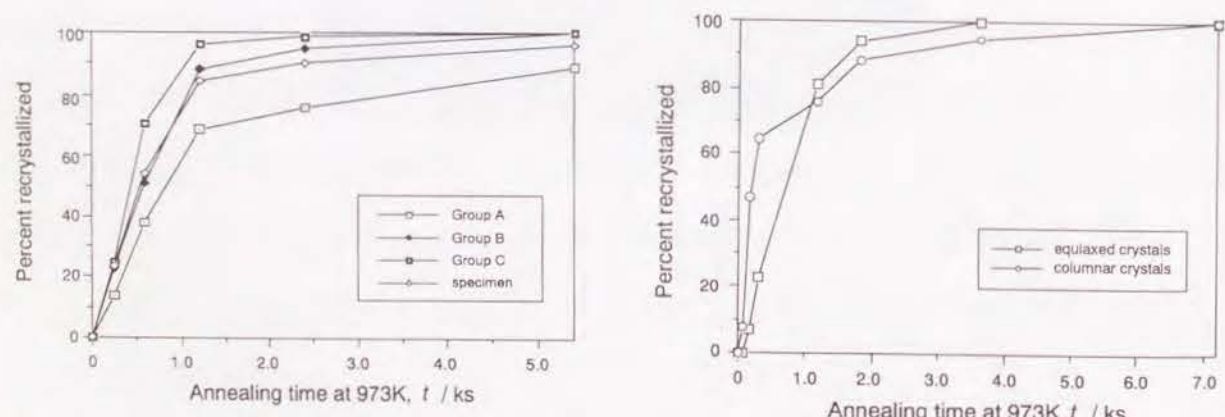


Figure 7.18 70%圧延を施したFe-36%Ni
柱状晶材を 973 Kで焼鈍した時の、グ
ループA, B, Cの平均再結晶曲線

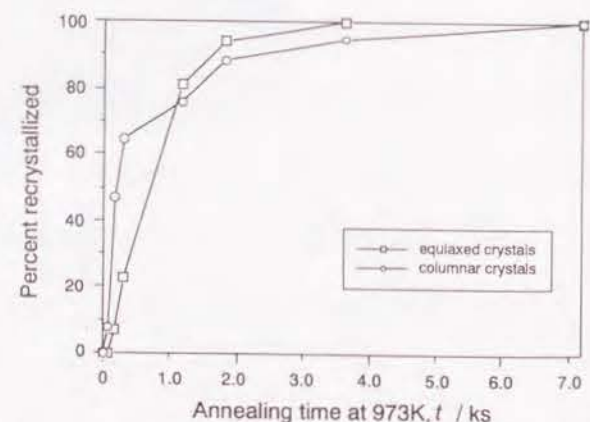


Figure 7.19 70%圧延を施したFe-36%Ni
合金柱状晶材および等軸晶材を973 K
で焼鈍した時の再結晶曲線

7. 4. 2. 再結晶組織

前節において、70%圧延を施した柱状晶材中に4種の異なる不均一変形組織が形成されることを示した。Fig. 7.20に各不均一変形組織の再結晶初期の光学顕微鏡写真（ND面観察）を示す。尚、いずれの場合にも、凝固時のNiの偏析は再結晶に影響を与えなかった。

グループAの柱状晶粒（(001)[100]初期方位粒）内には、均一滑らかなマトリクス（Fig. 7.7(a)）、TD方向に伸びた幅の広い変形帯（Fig. 7.7(b)）、RD方向に伸びた幅の狭い変形帯（Fig. 7.7(c)）の3種の変形組織が形成される。このうち、均一滑らかなマトリクスからの再結晶は最も起こりにくい。すなわちFig. 7.20(a)に示すように、マトリクス内部からは再結晶粒があまり生成せず、粒内の変形帯部で生成した再結晶粒がマトリクスを侵食する。Fig. 7.17(a)において、グループA中のいくつかの粒の再結晶速度が再結晶中期から後期にかけて遅滞を示している理由は、それらの粒において均一滑らかなマトリクスの体積率が大きかったためである。ただし、均一滑らかなマトリクスはグループA粒内で分割されて存在すること、さらに粒内からも少数ではあるが再結晶粒が生成することから、Fe-19%Cr(BCC)合金における(001)[110]方位粒のように長時間焼鈍後も頑として未再結晶のまま残るといったことはない。一方、TDにほぼ平行な幅の広い変形帯からは、短時間の焼鈍で多数の再結晶粒が生成する（Fig. 7.20(b)）。RDに平行な幅の狭い変形帯からも、Fig. 7.20(c)のように焼鈍初期から再結晶粒が生成するが、その頻度はTDに平行な変形帯よりも小さい。

一方、グループCに属する柱状晶粒（(001)[110]初期方位粒）中には、剪断帯が形成される。剪断帯は柱状晶材中で最も優先的な再結晶サイトであり、Fig. 7.20(d)のように短時間の焼鈍で極めて多数の再結晶粒が連なって生成する。Fig. 7.21は、70%圧延後973 Kで60s焼鈍した柱状晶材（同一視野観察試片とは別）のTD面上の組織であるが、圧延面に対して30°の角度をなした剪断帯上に多数の再結晶粒が連なって生成している。また、Fig. 7.22は、70%圧延後973 Kで60s焼鈍した柱状晶材のTEM組織である（薄膜はTD面に平行）。多数の再結晶粒が剪断帯内より生成している。剪断帯の幅は10 μm以下の様



Figure 7.20 70%圧延を施したFe-36%Ni柱状晶材を 973 Kで焼鈍した場合の、各変形組織からの再結晶の様子をしめす光学顕微鏡組織（ND面観察）
 (a) 均一滑らかなマトリクス。70%rolled+ 973 K, 2.4ks。
 (b) TD方向に伸びた幅の広い変形帯。70%rolled+ 973 K, 90s。
 (c) RD方向に平行な幅の狭い変形帯。70%rolled+ 973 K, 0.6ks。
 (d) 剪断帯。70%rolled+ 973 K, 90s。



Figure 7.21 70%圧延を施したFe-36%Ni柱状晶材を 973 Kで 60s焼鈍した時の、TD面に平行な面上での光学顕微鏡組織。剪断帯に沿って再結晶粒が生成している。

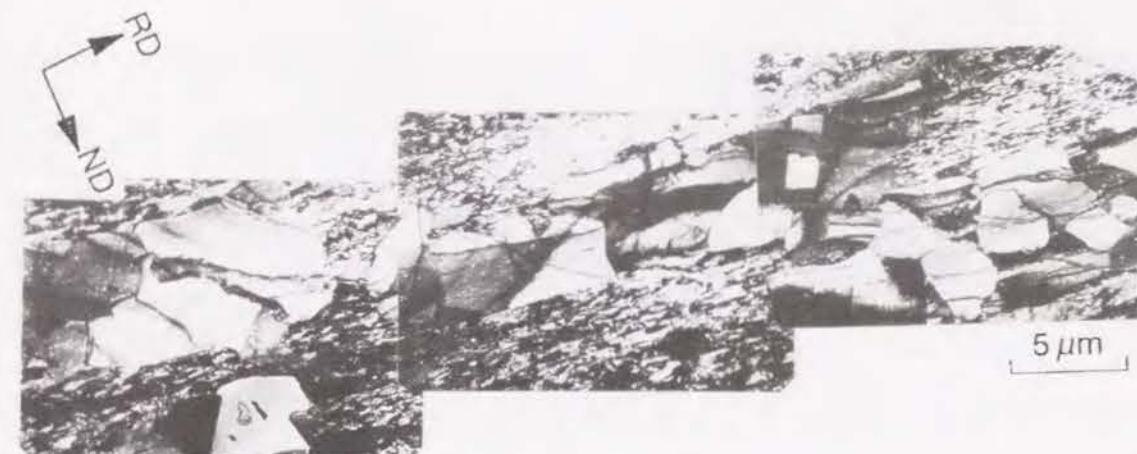


Figure 7.22 70%圧延後 973 Kで 60s焼鈍を行ったFe-36%Ni柱状晶材の TEM組織。薄膜はTD面に平行。

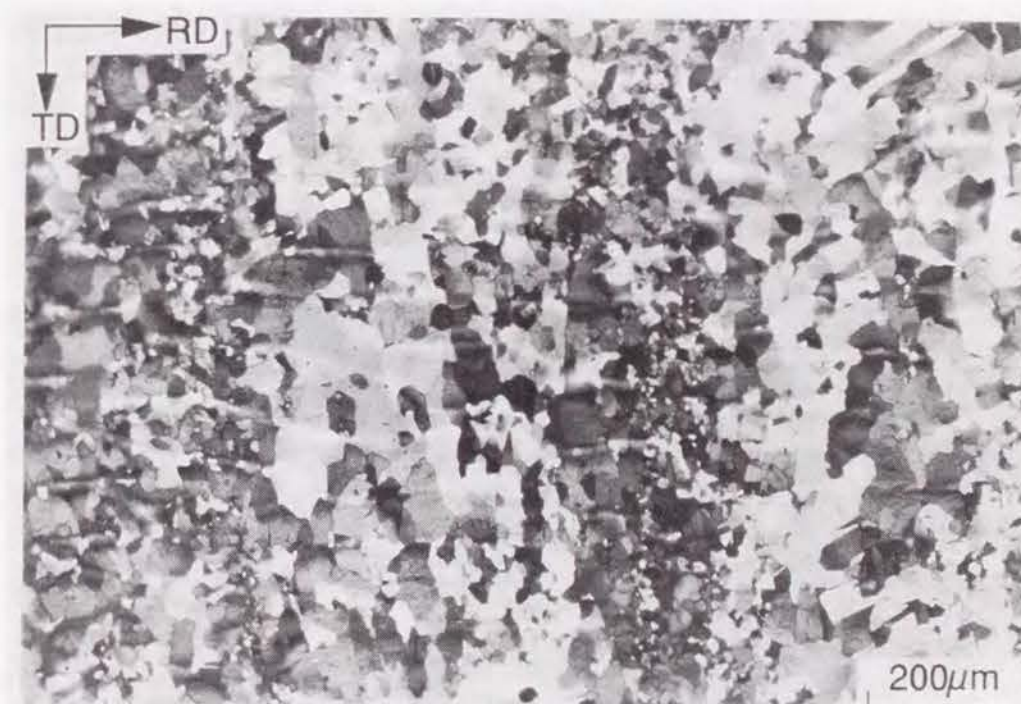


Figure 7.23 剪断帯を生じたグループC柱状晶粒の再結晶完了時の光学顕微鏡組織（ND面観察）。剪断帯の幅の大小に対応して、細粒領域と粗粒領域とが交互にならんでいる。70%rolled+973 K, 2.4ks。

々な値をとることを示したが、再結晶粒はより幅の広い剪断帯から優先的に数多く生成する。その結果、同じグループCの柱状晶粒内であっても、Fig. 7. 23に示すように、再結晶完了時には粒径の比較的細かい領域と粗い領域とが交互に並んだ組織が形成される場合がある。Fig. 7. 23中で、粒径の細かい領域の平均粒径は $8\mu\text{m}$ 、粗い領域のそれは $30\mu\text{m}$ である。

例外的な変形組織を示した粒#10と#16の再結晶途中組織（ND面観察）をFig. 7. 24に示す。粒#10においては、Fig. 7. 24(a) のようにTD方向に伸びた筋状組織上から再結晶粒が多数生成する。これはグループCの剪断帯からの再結晶の様子によく似ている。一方、均一滑らかな変形組織を示した粒#16は極めて再結晶を起こしにくい。Fig. 7. 24(b) に示すように、粒内では全く再結晶粒が生成せず、長時間焼鈍後も未再結晶のままである（図中矢印）。この様子は、Fe-19%Cr(BCC) 合金における(001)[110]方位粒の場合(Fig. 3. 18(c), (d))と極めて類似している。しかし、Fe-36%Ni柱状晶材中でこのように再結晶の起こりにくかった粒は#16だけであり、極めて例外的なものである。

以上のように、変形組織によって再結晶の様子が若干異なるものの、Fe-36%Ni合金柱状晶材における再結晶は、比較的均一におこる。従って、Fig. 7. 25(a) に示すように、柱状晶材の再結晶完了組織中には、所々均一滑らかなマトリクスに対応すると考えられる粗大粒の領域が観察されるものの、Fe-19%Crの場合のような著しい不均一さは認められない。再結晶完了時の粒径は、柱状晶材(Fig. 7. 25(a)) と等軸晶材(Fig. 7. 25(b)) の間に差が認めらず、ともに平均約 $20\mu\text{m}$ であった。こうした点は、Fe-19%Cr(BCC) 合金の場合と全く異なる特徴である。FCCとBCCのこのような違いの原因については、後に詳しく議論する。

7. 4. 3. 再結晶方位

Fig. 7. 26は、70%圧延後 973Kで86.4ks焼鈍して再結晶を完了させたFe-36%Ni合金柱状晶材の{100}および{111}極点図である。(001)<310> ((001)[310]+(001)[$\bar{3}\bar{1}0$]) 集合

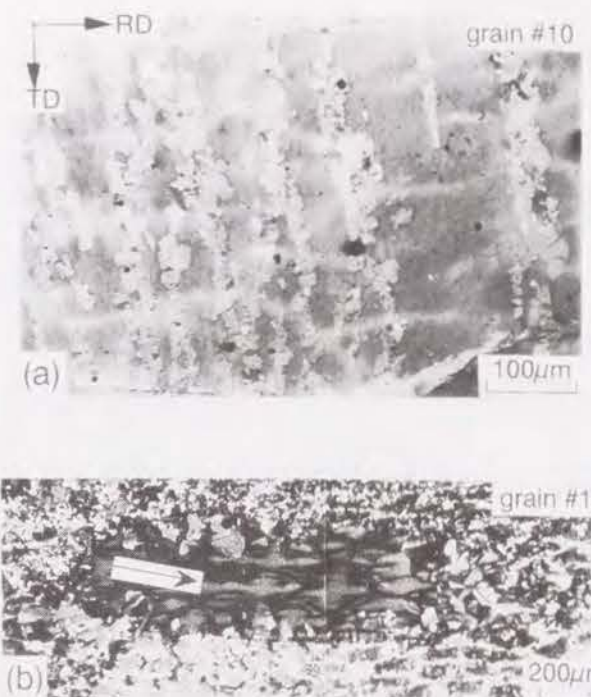


Figure 7.24 例外的な変形組織を示した粒#10、#16の再結晶途中組織（ND面観察）
(a) 粒#10、70%rolled+973 K, 0.24ks。
(b) 粒#16、70%rolled+973 K, 5.4ks。

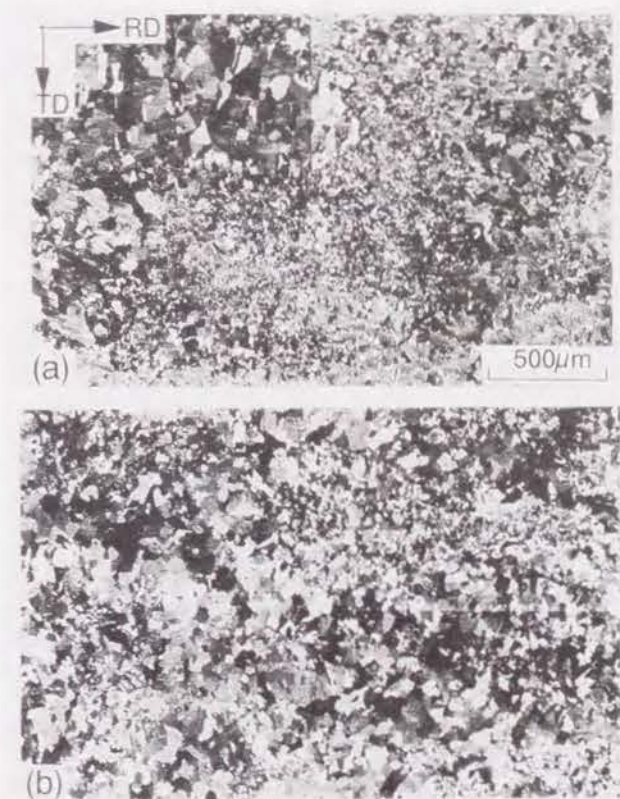


Figure 7.25 Fe-36%Ni合金柱状晶材および等軸晶材の再結晶完了組織（ND面観察）
(a) 柱状晶材。70%rolled+ 973K, 7.2ks
(b) 等軸晶材。70%rolled+ 973K, 7.2ks

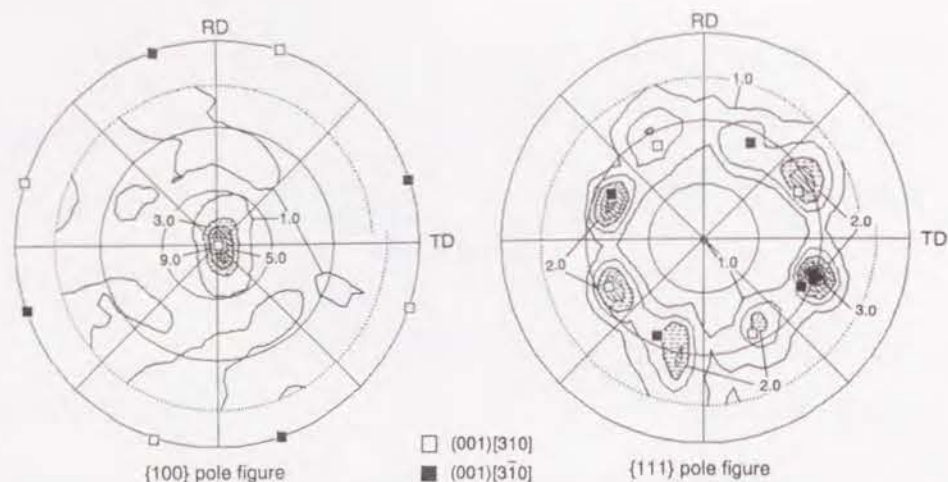


Figure 7.26 70%圧延後 973Kで86.4ks焼鈍して再結晶を完了させたFe-36%Ni合金柱状晶材の {100} および {111} 極点図

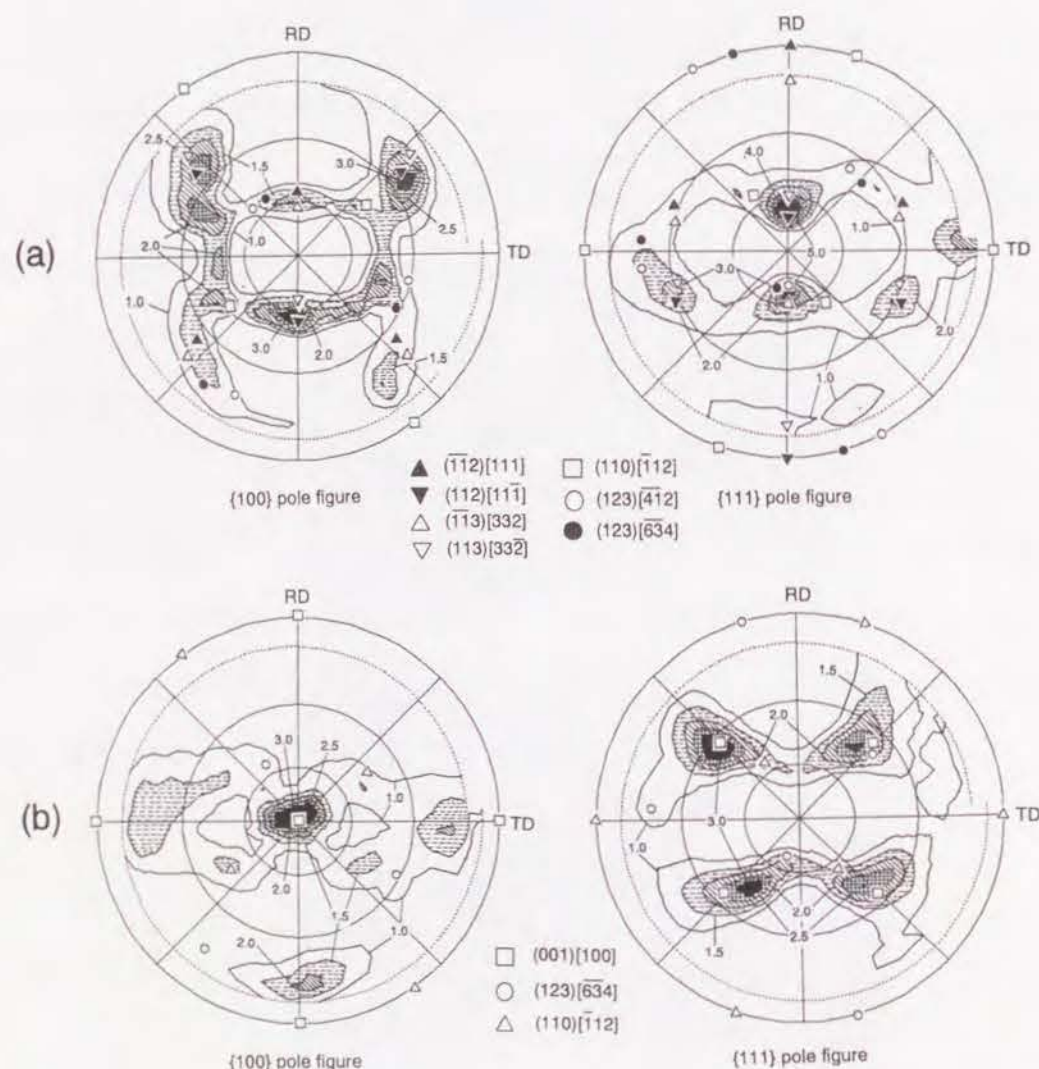


Figure 7.27 95%圧延、973 K焼鈍を施したFe-36%Ni柱状晶材の圧延後、および再結晶完了後の {100} および {111} 極点図
(a) 95% rolled
(b) 95% rolled + 973 K, 86.4ks

組織が認められる。(001)<310>方位は、(001)[100]をND=[001]を回転軸として時計回り、又は反時計回りに18.4°回転させた方位である。95%以上の強圧延を受けたAl, CuなどのFCC金属・合金が(001)[100]、いわゆるcube再結晶集合組織を形成することはよく知られている[30]が、(001)<310>集合組織に関する報告はあまり見当たらない[31]。ただし従来のFCC金属・合金の再結晶集合組織の研究は90%以上の強圧延を施した材料に関するものがほとんどで、60~80%程度の圧延率を用いたものは数少ない。つまり、(001)<310>再結晶集合組織は70%圧延材の特徴である可能性がある。そこで、柱状晶材に95%圧延を施した後焼鈍し、その再結晶集合組織を測定した。Fig. 7.27は、95%圧延後、および95%圧延後973Kで焼鈍して再結晶を完了させた後の柱状晶材の{100}および{111}極点図である。95%圧延材は、70%圧延材(Fig. 7.4(b))と同様に純金属型の圧延集合組織を示す。但し、ピーク的位置は{113}<332>から{112}<111>寄りに変化しており、また弱小成分が70%圧延材よりも良く発達している。95%圧延材を973Kで焼鈍すると、Fig. 7.26(b)のようにcube再結晶集合組織を示す。但し、その集積はあまり鋭いものではなく、{123}<634>、{110}<112>などの副方位への広がりが見られる。

Fig. 7.28に、70%圧延後973Kで10.8ks焼鈍して再結晶を完了させたFe-36%Ni合金等軸晶材の{100}および{111}極点図を示す。{100}極点図より[001]//ND方位への集積が認められるものの、{111}極点図の様子は柱状晶材よりも複雑であり、(001)<310>から(001)[100]までの広がりが見られる。加えて、{123}<634>といった指数で表すことのできる方位も存在する。

以上の結果より、70%圧延後973Kで再結晶させた柱状晶材は(001)<310>再結晶集合組織を形成するが、これは70%圧延材の特徴であり、95%圧延後焼鈍するとcube再結晶集合組織を示すと結論できる。また、70%圧延後973K焼鈍を施した等軸晶材は、柱状晶材のような明確な(001)<310>集合組織を形成しない。

(001)<310>方位を持つ再結晶粒の生成サイトを明らかにするために、個々の再結晶粒の方位をECP法により測定した。Fig. 7.29は、70%圧延後973Kで32.4ks焼鈍してほぼ再結晶を完了させた柱状晶材中の、初期方位を測定した21個の柱状晶粒内に生成した141個

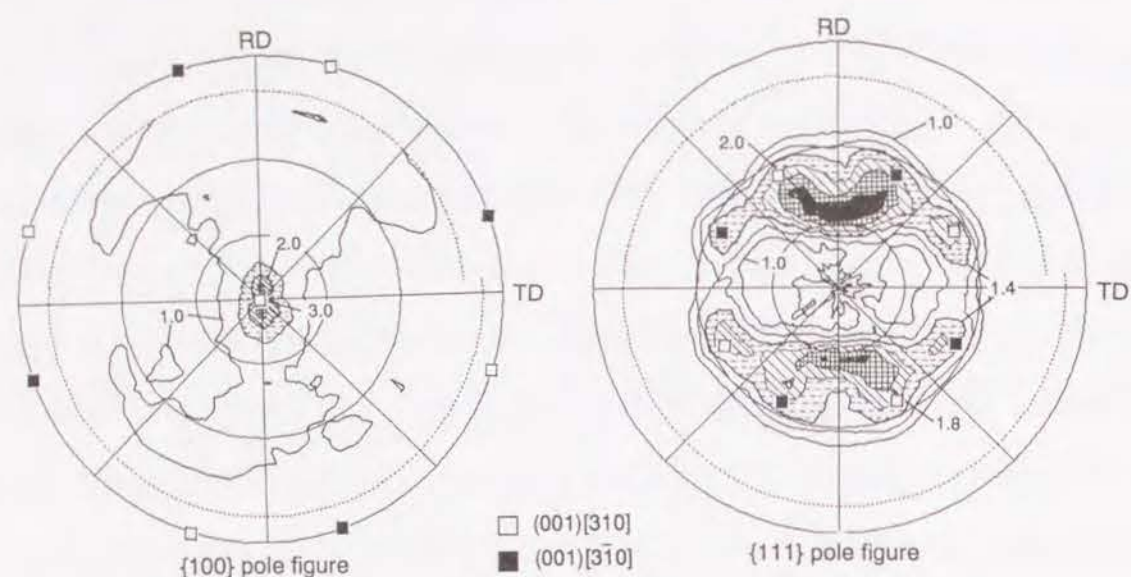


Figure 7.28 70%圧延後 973 Kで86.4ks焼鈍して再結晶を完了させたFe-36%Ni合金等軸晶材の {100}および {111}極点図

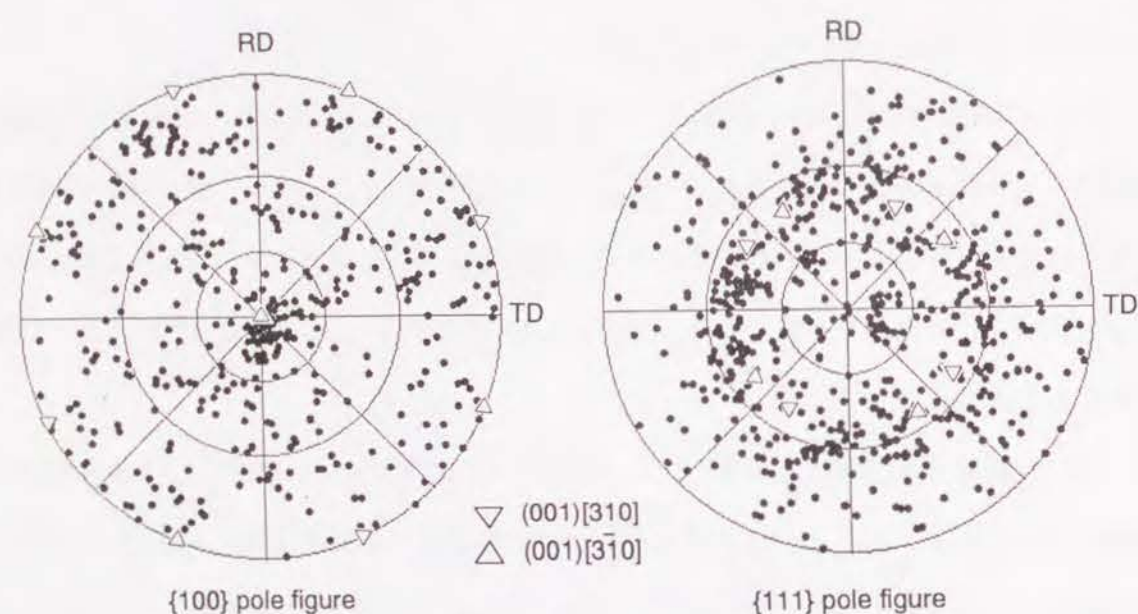


Figure 7.29 初期方位を測定した21個のFe-36%Ni柱状晶粒内から生成した 141個の再結晶粒の方位を示す {100}および {111}極点図。
70%rolled+973 K, 32.4ks

の再結晶粒の方位を示す {100}および {111}極点図である。方位はかなり広い範囲に分散しているが、(001)<310>方位への集積が認められる。正確な(001)<310>との方位差が15°以内のものを(001)<310>方位粒とすると、その割合は18.4%であった。すなわち、柱状晶材に形成される(001)<310>再結晶集合組織は強い集合組織ではない。

(001)<310>方位再結晶粒の発生と柱状晶の初期方位との関係を明らかにするために、Fig. 7.29から、グループAおよびグループCに属する柱状晶粒内から生じた再結晶粒の方位を抜き出した。その結果をFig. 7.30に示す。グループA柱状晶粒から生じた再結晶粒は、[001]//ND 方位を持つものが多いものの、(001)<310>方位への集積を示さない(Fig. 7.30(a))。(001)<310>方位粒の割合は 9.3%である。グループC柱状晶粒から生じた再結晶粒は、明らかに(001)<310>方位への集積を示し(Fig. 7.30(b))、その割合は27.6%である。つまり、(001)<310>方位を持つ再結晶粒は、(001)[110]初期方位柱状晶粒(グループC)から優先的に生成することが明らかとなった。

(001)[110]初期方位粒内には圧延時に剪断帯が形成され、焼鈍時にはそこから再結晶粒が優先的に生成する。すなわち、(001)<310>方位再結晶粒の優先核生成サイトは剪断帯である可能性が高い。そこで再結晶初期に剪断帯より生成した再結晶粒の方位を、ECP 法により測定した。Fig. 7.31は、70%圧延後 973 Kで240s焼鈍した柱状晶材中の剪断帯から生成した12個の再結晶粒の方位を示す {100}および {111}極点図である。明らかに(001)<310>方位への集積が認められる。すなわち、(001)<310>方位再結晶粒の優先核生成サイトは、(001)[110]初期方位柱状晶粒内に形成される剪断帯である。

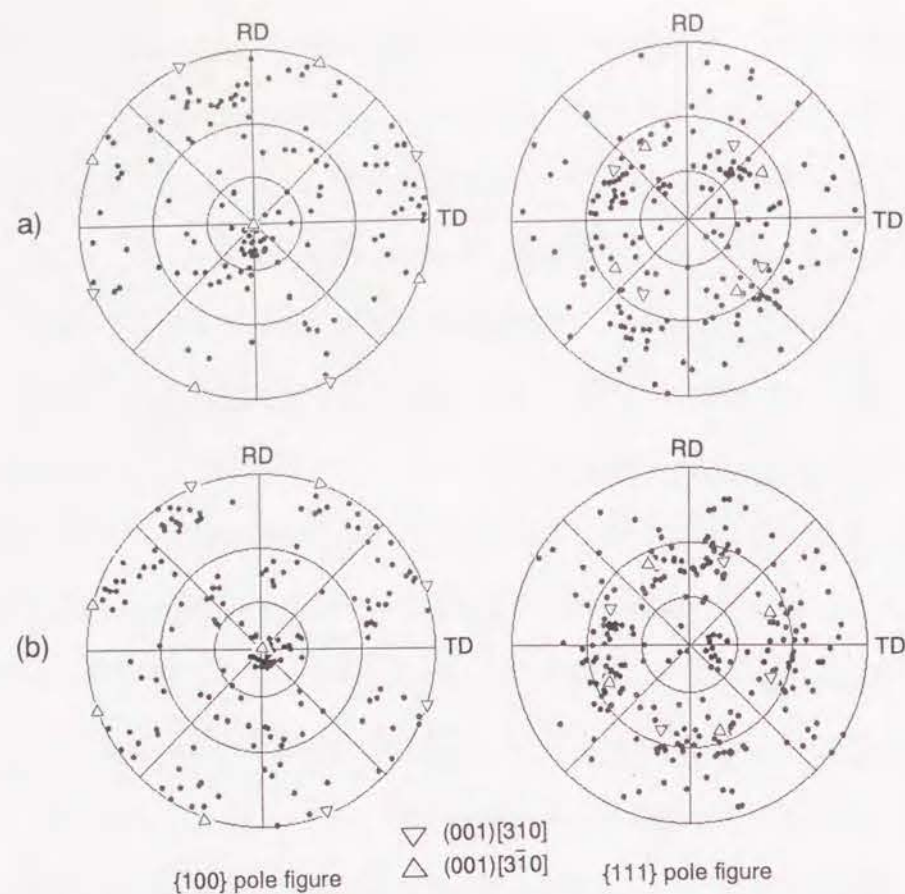


Figure 7.30 Fig. 7.28に示したデータより、グループAおよびグループC柱状晶粒内で生成した再結晶粒の方位を抜き出したもの。
(a) グループA柱状晶粒より生じた43個の再結晶粒の方位
(b) グループC柱状晶粒より生じた58個の再結晶粒の方位

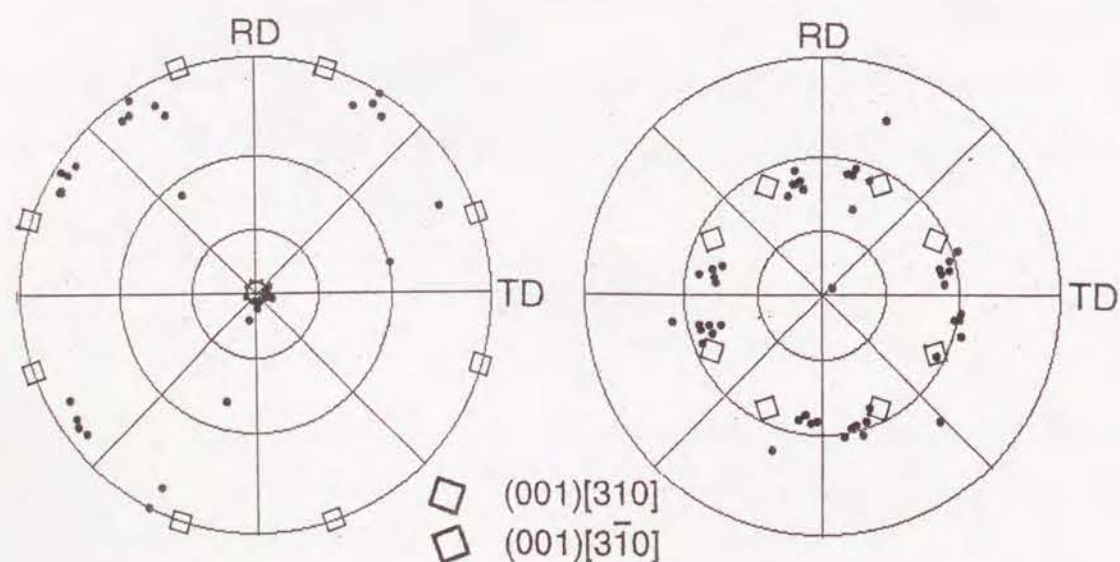


Figure 7.31 焼鈍初期に剪断帯から発生した12個の再結晶粒の方位を示す {100} および {111} 極点図。方位測定は ECP法により行った。70%rolled+973K, 240s

7. 5 考察

7. 5. 1. 不均一変形組織の形成に関する考察

Fe-36%Ni合金の柱状晶材を70%圧延すると、柱状晶粒の初期方位に応じて4種の特徴的な不均一変形組織が形成され、それらが各々異なる方位を持つことが明らかになった。本節では、柱状晶粒内でどの転位が活動すればそれらの方位への結晶回転がおり、各々の不均一変形組織が形成されるのかを考察する。

各結晶粒内で異なる不均一変形組織が形成される理由は、活動すべり系が異なるためである。そこで、各結晶中でどのすべり系が活動するかを判断する基準として、第3章に示した(3・1)式にしたがって各すべり系の圧延変形におけるシュミット因子(Sr)を計算した。すべり系として{111}<110>を考えた。すでに示したように、(001)[100]から(101)[101]への方位回転(グループA粒内での幅の広い変形帯の方位回転に相当)と、(001)[110]から{113}<332>への方位回転(グループC粒内でのマトリクス部の方位回転に相当)は、いずれもTDを回転軸として生じている。そこで、ND=[001]方位系列に加え、TD=[010]、TD=[110]とあらわすことのできる方位系列においてSrを計算した。その結果をFig. 7.32に示す。図中、記号A-Dは{111}すべり面を、数字1-6は<110>すべり方向を表している。それぞれの対応をFig. 7.33の(001)標準ステレオ図中に示す。さらに方位回転の様子を理解するために、{111}面よりなる正八面体をND方向とTD方向より見たときの模式図を、(001)[100]、(001)[110]両方位についてFig. 7.34に示す。{111}正八面体の各(111)面はすべり面に、稜線は<110>すべり方向に対応する。

Fig. 7.32(a) または (b)より、正確な(001)[100]方位においてはA3、B1、C1、D3の4つのすべり系が等価な主すべり系であることが分かる。仮にこれら4つのすべり系が等量活動すれば、結晶は(001)[100]方位を維持する。すなわち、Fig. 7.7(a)に示した均一滑らかなマトリクス部では、これら4つのすべり系が等量活動したものと考えられる。しかし、少しでも正確な(001)[100]から方位がずれば、4つのすべり系のシュミット因子のバラ

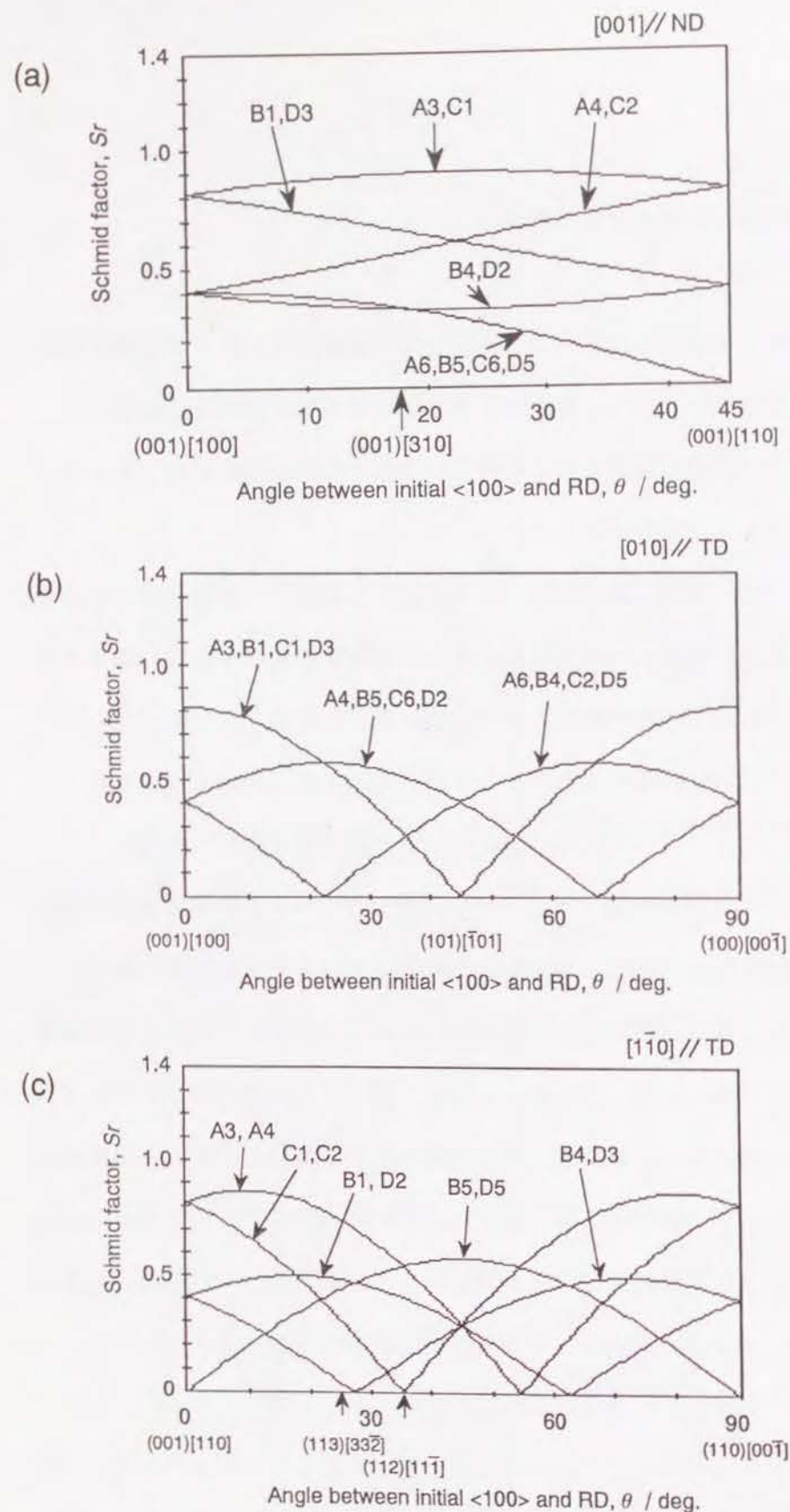


Figure 7.32 種々の方位における $\{111\}$ $\langle 110 \rangle$ すべり系の、圧延変形におけるシュミット因子 (Sr)

- (a) ND=[001] 方位系列
- (b) TD=[010] 方位系列
- (c) TD=[110] 方位系列

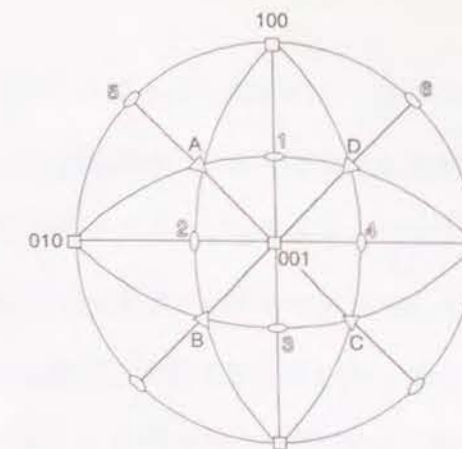


Figure 7.33 すべり面、すべり方向と記号との対応を示す (001) 標準ステレオ投影図

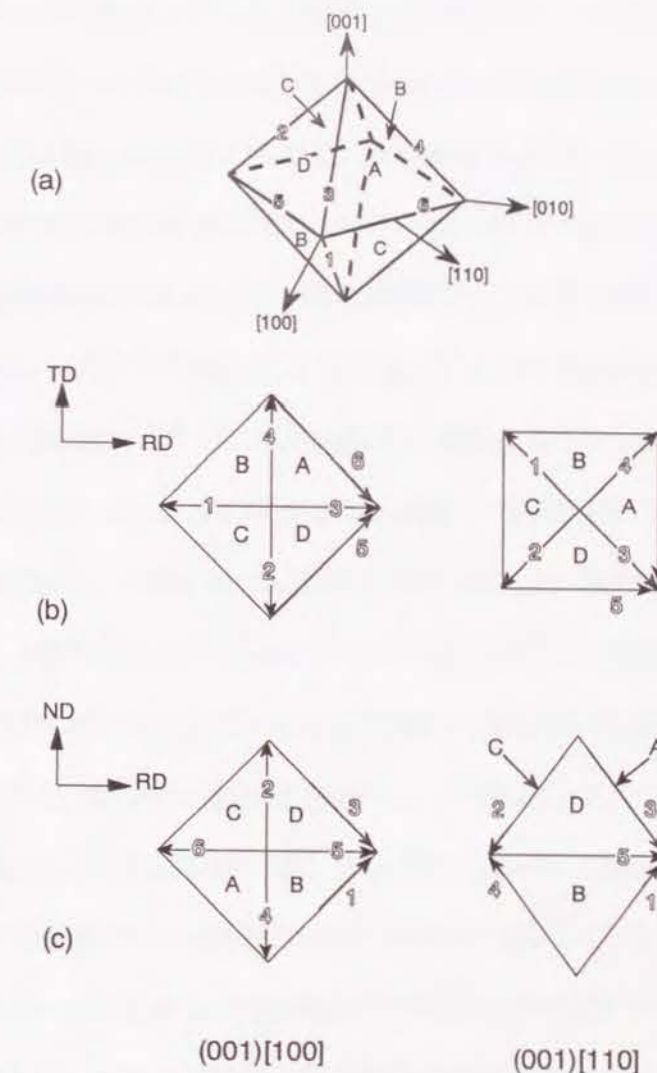


Figure 7.34 $\{111\}$ 面よりなる正八面体と、(001)[100]、(001)[110] 両方位におけるそれらを ND および TD 方向より見たときの模式図。正八面体は $\{111\}$ $\langle 110 \rangle$ すべり系に対応している。

- (a) $\{111\}$ 面よりなる正八面体。
- (b) (a) の正八面体を ND 方向より見た図。
- (c) (a) の正八面体を TD 方向より見た図。

ンスは崩れ、どれか1つまたは2つのすべり系が主すべり系となる。4つ(A3, B1, C1, D3)のうちのどれか1つのすべり系が優先的に活動すれば、結晶は、Dillamore and Roberts [32]が計算したように{110}<112>方位への回転をおこす。しかし、柱状晶粒がいずれも正確な(001)[100]方位を持っていなかったにもかかわらず、{110}<112>への方位回転はおこらず、(001)[100]方位を保った均一滑らかなマトリクスが必ず観察された。この理由は、たとえ方位が正確な(001)[100]から多少ずれても、すべり系A3、B1、C1、D3のSrの値に大きな差がないため、4つのすべり系がほぼ等量活動したものと考えられる。しかし、(001)[100]方位粒は多結晶体中では本質的に安定でなく、70%圧延後にはTD方向に伸びた幅の広い変形帯(Fig. 7.7(b))やRD方向に平行な幅の狭い変形帯(Fig. 7.7(c))が形成される。

仮に(001)[100]方位結晶中のある領域ですべり系A3とD3が優先的に活動すれば、Fig. 7.34において、A面とD面が圧延面に平行に、方向3がRDに平行になるような方位回転、すなわち(101)[10 $\bar{1}$]方位へ向かう方位回転がおこり、TD方向に伸びた変形帯(Fig. 7.7(b))が形成される。しかし、Fig. 7.32(b)からわかる通り、TD=[010]方位系列においてはすべり系A3、D3、B1、C1のSrは常に等価であり、A3、D3がB1、C1より優って活動することは、圧延変形の負荷に基づく応力からは説明できない。

FCC 金属・合金単結晶を引張変形すると、band of secondary slip (BSS)と呼ばれる変形帯が形成されることが知られている[33, 34]。Higashida ら[35, 36]は、キンク帯(kink band)に堆積した主すべり転位の内部応力によって2次すべり系転位の活動が誘起され、BSSが形成されることを明らかにした。本研究で見られたTDに平行な変形帯は圧延変形におけるBSSである可能性がある。すなわち、変形初期に何等かの理由で(001)[100]方位粒中にキンク帯が形成され、そこに堆積した主すべり転位の内部応力によって、すべり系A3とD3が活動しやすい状況が作り出されていると考えられる。キンク帯は、おそらく内部応力場や他の転位との相互作用により、主すべり転位が停滞することがきっかけとなって生じると考えられる。過去に行われた(001)[100]方位 FCC単結晶の圧延に関する研究では、(101)[10 $\bar{1}$]方位またはTD方向に伸びた変形帯は報告されていない[15-19]が、もしも単結晶において本当にこの組織が形成されないのであれば、キンク帯の形成は粒界の拘

束の影響下で生じると考えられる。この点については第8章で明らかにする。

RD方向に平行な幅の狭い変形帯(Fig. 7.7(c))については、十分な方位データが得られておらず、詳細な検討は困難である。しかし、Fig. 7.11(c)に示したデータでは(001)[100]付近の分散した方位が見られることから考えて、4つの主すべり系A3、B1、C1、D3の活動量のバランスが崩れて形成されたものであることは確実である。この変形組織が粒界近傍に形成された事実は、粒界による変形の拘束が主要な役割を担っていることを示唆している。

グループC粒のマトリクス部は、70%圧延後{113}<332>方位を示した。仮に(001)[110]方位結晶内で、すべり系A3とA4が優先的に活動すれば、Fig. 7.34においてA面が圧延面に平行になろうとして(113)[33 $\bar{2}$]への方位回転が生じる。一旦このような回転がおこれば、Fig. 7.32(c)からわかる通り、A3とA4の活動はますます有利になる。すなわち、(001)[110]方位粒が{113}<332>への方位回転を起こした事実は自然な結果である。しかし、(001)[110]方位粒に剪断帯が形成されることは、これからは説明できない。

剪断帯の形成は近年注目を浴びている現象であり、理論、実験の両面で多くの研究がなされている[28, 29, 37-59]。剪断帯の発達には材料の積層欠陥エネルギーと密接な関係を持っている[32, 33]。Cu-30%Znのように積層欠陥エネルギーの低い(7 erg/cm²、Table 7.1 参照)材料においては、すべりよりも双晶変形が主要な変形モードであるが、材料全体がほぼ双晶化した後、比較的低い圧延率で剪断帯が生じ始める。剪断帯は結晶粒界を貫いて、試片の上面から下面まで発達する。一方Cuなどの中程度の積層欠陥エネルギー(41~75 erg/cm²)を持つ材料中では、70~80%といった強圧下ののちに剪断帯が形成される。この場合の剪断帯は結晶粒界を貫かないことが多い。さらにAlは非常に高い積層欠陥エネルギー(135~280 erg/cm²)を持つ金属であるが、剪断帯が形成され難いことが知られている。Fe-36%Ni合金の積層欠陥エネルギーはCharnock Nuttingら[5]によれば35 erg/cm²であり、Cuと同程度または少し低い値である。実際Fe-36%Ni柱状晶材には変形双晶が認められず、また剪断帯も粒界を越えず、(001)[110]粒内に限定して形成されており、これはCuと類似の結果である。しかし、Fe-36%Niの剪断帯は50%という比較的低圧下

率ですでに形成されていた。

剪断帯が(001)[110]初期方位粒のみに形成された事実は重要な知見である。Cuなどの中程度以下の積層欠陥エネルギーを持つ材料において剪断帯が特定の粒内に限定して観察される事実は、剪断帯の形成が方位依存性を持つことを示唆している。しかし、剪断帯の形成の方位依存性を調べた研究は数少ない[49, 58]。Malinら[49]は、Cu単結晶を圧延した場合、(001)[100]方位と(111)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶には剪断帯が形成されるが(110)[$\bar{1}\bar{1}2$]方位単結晶には形成されないことを示した。ただし本研究の結果では、(001)[100]初期方位柱状晶粒には剪断帯は形成されなかった。Moriiら[58]は、 θ' 相を含むAl-2%Cu合金単結晶を圧延した場合、(211)[$\bar{1}\bar{1}1$]方位単結晶には剪断帯が形成されるが(011)[$\bar{1}00$]方位単結晶には形成されないことを明らかにした。しかし、本研究で剪断帯の観察された方位である(001)[110]方位単結晶を用いた研究はなされていない。いずれにせよ、剪断帯の特徴やその形成機構には不明な点が多く、今後の研究が待たれる分野である。

柱状晶材において観察された種々の不均一変形組織の形成機構を、活動すべり系の選択とそれに伴う結晶方位回転をもとに考察した。均一滑らかなマトリクスが(001)[100]方位を維持していたことと、(001)[110]方位粒が{113}<332>への方位回転を起こした事実は、Srの大きなすべり系の活動により説明できた。一方、(101)[10 $\bar{1}$]方位を持つ幅の広い変形帯の形成は、外部負荷による応力のみでは説明できない。また、なぜ(001)[110]初期方位粒中に剪断帯が形成されるかも、現段階では不明である。

7. 5. 2. (001)<310>再結晶集合組織の形成機構

Fe-36%Ni合金柱状晶材を70%圧延後、973 Kで焼鈍すると(001)<310>再結晶集合組織を形成することが明らかとなった。さらに、(001)<310>方位再結晶粒の優先核生成サイトが、(001)[110]初期方位柱状晶粒に形成される剪断帯であることも明らかとなった。剪断帯中での(001)<310>方位再結晶粒の形成機構を明らかにするためには、剪断帯内の方位を

詳細に調べる必要がある。剪断帯に関する研究は多数あるが、剪断帯内の方位を詳細に調べたものは数少ない[28, 55]。

Dugganら[55]は、Cu-30%Znにおいて形成される剪断帯内部の方位を、STEMを用いて調べ、剪断帯内の方位分散の程度は大きい、{110}<001>方位を持つ領域が多数存在することを明らかにした。一方、積層欠陥エネルギーのやや大きいCuの剪断帯内部の方位は、変形マトリクス部とほぼ同じ方位を持つとする報告がある[28]。その他の報告は、剪断帯内の方位分散が大きいということを示すのみである。このように剪断帯内の方位が十分明らかになっていない理由は、剪断帯を構成する延伸セルの大きさが非常に小さく、また転位密度が大きい結果、解析に十分な回折図形を得ることが困難であるためと考えられる。ここでは本研究で得られた2、3の結果を示す。

Fig. 7. 35は、70%圧延後の柱状晶材中の剪断帯のTEM像と、白丸の円内より得た電子線回折像である。剪断帯内の方位は{110}<001>に近く、Dugganら[55]の調べたCu-30%Znの場合と類似している。さらに、剪断帯とマトリクスとの境界近傍に(001)[17, 10, 0]方位を持つ領域が存在している。これは(001)[310]に近い方位である。一方、Fig. 7. 36は70%圧延後 973 Kで 30s焼鈍した柱状晶材中の剪断帯のTEM像と、その内部の方位を示す{111}極点図である。この方位測定は、電子ビームを0.1~0.2 μ m径程度に絞って目的の位置に照射させ回折図形を得るマイクロディフラクション法によった。焼鈍材においては、おそらくある程度回復が進んでいるために、解析可能な回折図形を得ることができた。図中のM1、M2、R1、R2の方位はKikuchi線をもとに、S1~S6、M3の方位は回折斑点をもとに方位解析を行った。図中の再結晶粒R2は(001)[310]方位を有している。また、剪断帯の右のマトリクスM3は、ほぼ正確な(112)[11 $\bar{1}$]方位を持つ。S1~S6は、剪断帯内の方位を示し、図中ではM3の方位を基準にした方位差を併記している。剪断帯内の方位がマトリクスM3の方位に近いことが分かる。この結果はFig. 7. 35に示した結果と異なり、Cuで報告されている結果に近いものである[28]。以上のように、得られた結果は必ずしも良い一致を示さず、今後さらに詳細に検討する必要がある。しかし、Fig. 7. 35に示したように、剪断帯内に(001)<310>に近い方位を持つ領域が存在することは確かめられた。

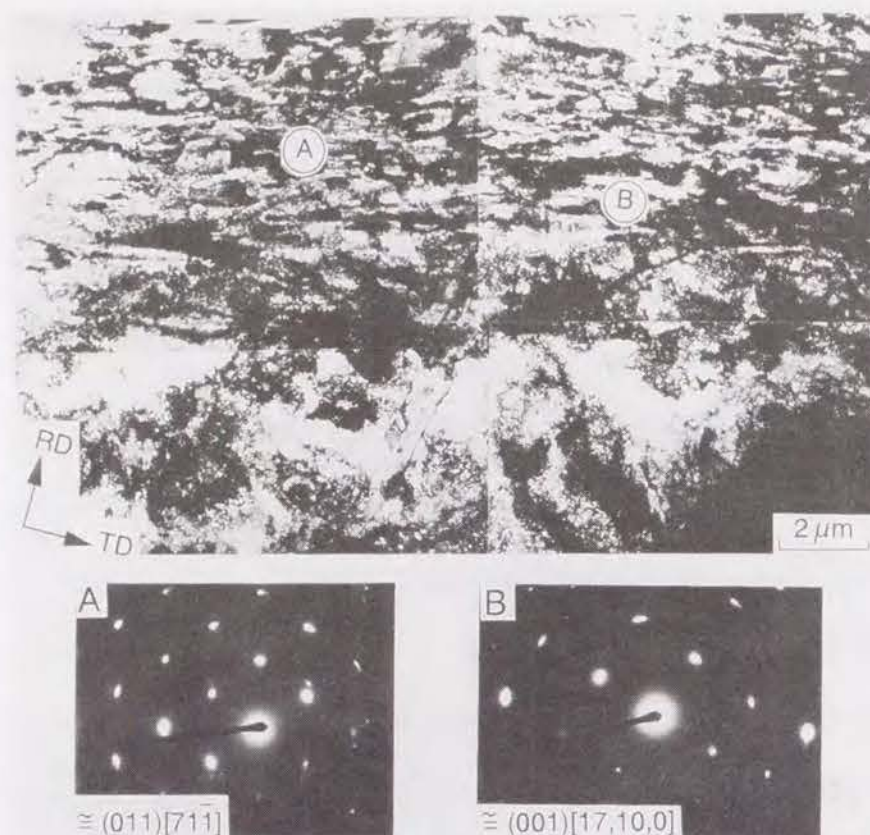


Figure 7.35 70%圧延後のFe-36%Ni柱状晶材中の剪断帯の TEM像と、円内より取った制限視野電子線回折像。薄膜はND面に平行。

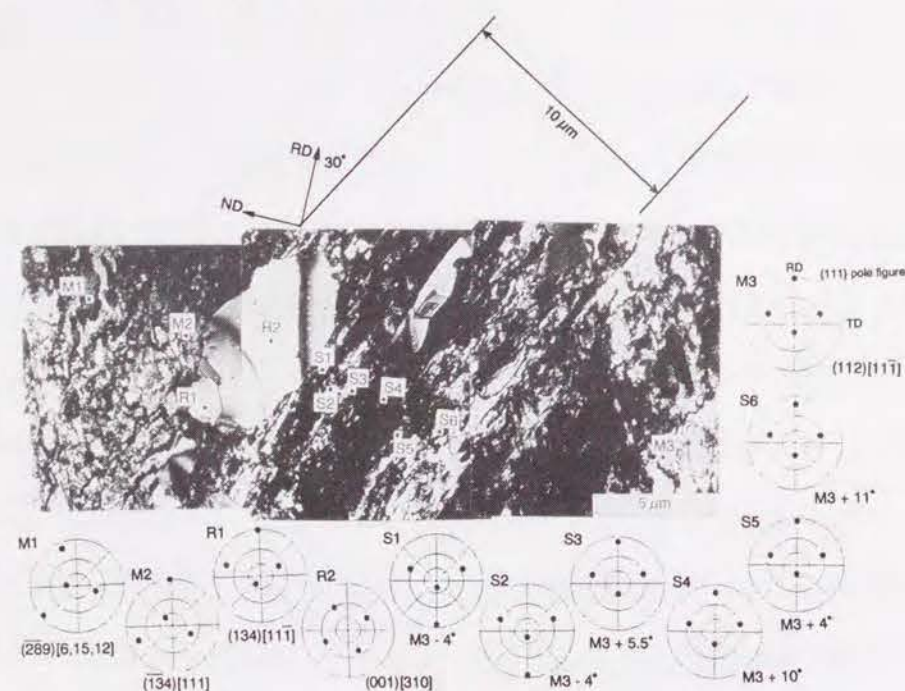


Figure 7.36 70%圧延後 973 Kで 30s焼鈍したFe-36%Ni柱状晶材中の剪断帯の TEM像と、各点の方位を示す {111}極点図。薄膜はTD面に平行。

ところで、70%圧延後 973 Kで短時間焼鈍した柱状晶材中の剪断帯を詳細に観察すると、剪断帯内の延伸セルの中に、内部が整理されて転位のほとんど見られないものがしばしば観察された。これは回折条件によるものでなく、試料を傾けても転位は観察されなかった。さらにFig. 7.37に示すように、そうしたセルが成長を始めたばかりの状態、すなわち再結晶粒の生成直後の段階のものも観察された。これらの観察結果より、(001)<310>方位再結晶粒の生成機構として以下のような仮説を立てることができる。

「剪断帯内の延伸セルの中には(001)<310>方位を持つものが存在し、そのセルが焼鈍時にいち早く成長可能な粒界を形成し、周囲の延伸セルを侵食して成長し、(001)<310>再結晶粒となる。」

剪断帯中に(001)<310>に近い方位を持つ領域がなぜ形成されるのかという点は、剪断帯の形成機構と密接に結び付いており、現段階では不明である。さらに剪断帯内の(001)<310>領域が本当にいち早く核となり得るのか、そうだとすればそれは何故か、という点も今後解明すべき課題である。ただし、すでに示したように剪断帯は非常に微細なセルにより構成されており、再結晶の駆動力が高い領域である。さらに(001)<310>方位領域は剪断帯に対してもマトリクスに対しても十分な方位差、すなわち易動度を持っており、こうしたことから(001)<310>領域の核生成能力が高いことは定性的に理解できる。

柱状晶材の圧延率を70%から95%に上げると、再結晶集合組織の主成分が(001)<310>からcubeに変化することを示した (Fig. 7.26)。この理由は上述の仮説にもとづき、以下のように説明できる。70%圧延材中の剪断帯内には(001)<310>方位を持つ領域が存在すると思われる。これをさらに圧延した場合、(001)<310>方位におけるシュミット因子最大のすべり系は、Fig. 7.32(a)よりA3とC1である。これらが等量働いた場合、試片全体と同じ拘束条件<注1>を付与するならば、この領域は(001)面を圧延面に平行に保ったまま、すべり方向1と3がRDに平行となるように (Fig. 7.34参照)、すなわち(001)[100]方位に向かうように方位回転をおこす。すなわち、圧延率を上げることによって剪断帯中の

<注1> 圧延面を平面に保ち、幅方向への形状変化を起こさないという条件。

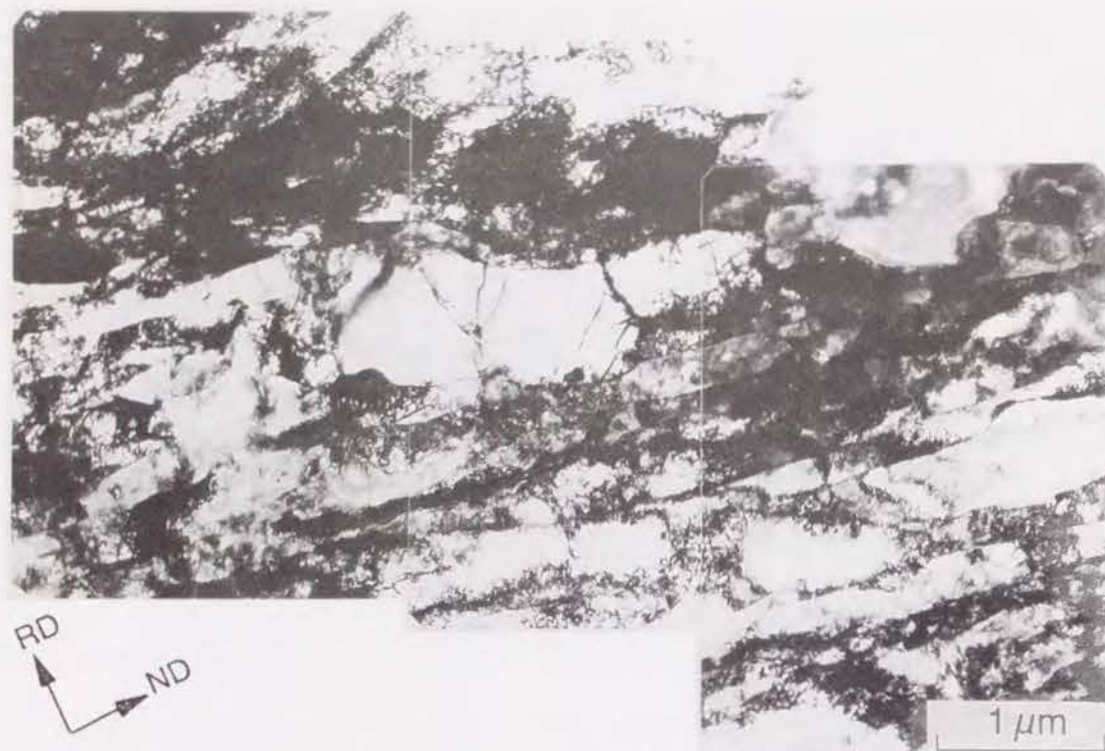


Figure 7.37 70%圧延後 973Kで 60s焼鈍したFe-36%Ni柱状晶材中の剪断帯の TEM像。薄膜はTD面に平行。

Table 7.3 Fe-19%Cr(BCC) 合金およびFe-36%Ni(FCC) 合金柱状晶材の圧延・再結晶挙動と初期方位の関係

Alloy	Initial orientation	Angle between initial [100] and RD, θ (deg.)	Rolled microstructure	Orientation after 70% rolling	Vickers hardness after 70% rolling	Time required for 50% recrystallization at 973K (ks)	Recrystallized grain size (μm)	Orientation of recrystallized grains
Fe-19%Cr (BCC)	(001)[100]	0 - 10	elongated deformation bands	(001)[100]	230 - 250	1.0	20 - 30	(001)[100]
	(001)[510] (001)[320]	10 - 35	fine deformation bands near grain boundary	(001)[110]	200 - 240	3.4	—	random
	(001)[110]	35 - 45	smooth-etched matrix	(001)[110]	190 - 210	7.0	> 100	random
Fe-36%Ni (FCC)	(001)[100]	0 - 20	smooth-etched matrix + wide deformation bands roughly parallel to TD + narrow deformation bands parallel to RD	(001)[100] (101)[101] scattered (001)[100]	230	0.8	30	random
	(001)[110]	25 - 45	shear bands	(113)<332>	230	0.5	30	(001)<310>

(001)<310>方位領域が(001)[100]方位への方位回転をおこし、焼鈍時にその領域が再結晶核となる結果、再結晶集合組織が(001)<310>からcubeへと変化したと考えることができる。

7. 5. 3. Fe-36%Ni(FCC) 合金とFe-19%Cr(BCC) 合金の再結晶挙動の違いに関する考察

第3章と本章の結果より、Fe-19%Cr(BCC) 合金およびFe-36%Ni(FCC) 合金の{001}<uv0>柱状晶材の圧延・再結晶挙動に与える初期方位の影響が明らかとなった。それらをTable 7.3 にまとめる。両合金とも柱状晶粒の圧延挙動（結晶方位回転、圧延組織）は初期方位の影響を強く受け、粒ごとに異なる不均一変形組織が導入される。一方、再結晶挙動（再結晶速度、再結晶粒径）については、Fe-19%Cr合金の場合には初期方位の影響を強く受け、粒ごとに不均一な再結晶挙動を示すのに対して、Fe-36%Ni合金の場合は初期方位によらず試片内で比較的均一に再結晶がおこるという点で、大きな相違を見せている。ここでは、この相違が何故生じるのかを、交叉すべりの難易にもとづいて考察する。

Fe-19%Cr合金柱状晶材の再結晶速度、再結晶粒径が粒ごとに不均一な理由は、(001)[110]方位粒の再結晶が極めて起こりにくいからである。圧延時、(001)[110]方位粒内では、4種の $a/2\langle 111 \rangle$ 転位のうち、 $a/2[111]$ と $a/2[\bar{1}\bar{1}1]$ という2種のバーガースベクトルを持つ転位のみが主に活動する。活動転位の種類が少ないことに加えて、BCC結晶ではラセン転位の交差すべりが起こりやすいために、(001)[110]粒内では圧延時に交叉すべりによる動的回復が顕著におこり、再結晶の駆動力である転位密度が増加しない。さらに転位同志の交切といった相互作用も生じにくいために、転位の滞留がおこらず、核生成サイトとなるべき不均一変形組織がほとんど導入されない。これが、Fe-19%Cr合金において(001)[110]方位単結晶の再結晶がおこりにくい原因である。

Fe-36%Ni合金においては、Fig. 7.34からもわかる通り、(001)[100]方位がBCCにおける(001)[110]とよく似た幾何学的条件にある。FCCの(001)[100]方位においては、Fig. 7.32(a)に示したように、A3、B1、C1、D3が最大のシュミット因子(Sr)を持つ主す

べり系であり、これらのすべり方向は1と3 ($a/2[101]$ と $a/2[\bar{1}01]$)の2種しかない。しかしFe-36%Ni合金の積層欠陥エネルギーは 35erg/cm^2 [5] と比較的小さく、BCCの場合と異なり交叉すべりがおこりにくいと考えられる。従ってFe-36%Ni合金においては、たとえ(001)[100]方位粒内で1と3の転位のみが優先的に活動しても、交叉すべりによる動的回復はおこりにくく、変形が進むにつれ転位はどんどん堆積する。堆積転位は内部応力を生み、それを緩和するために2次すべり系の活動が誘起されて、結果として不均一変形組織が導入される。すなわち、Fe-36%Ni合金においては、初期方位によらず70%もの強圧延後にはどの粒も高転位密度と多数の不均一変形組織を有している。柱状晶粒の70%圧延後硬度が初期方位によらずほぼ一定であった事実や、どの粒においても多数の再結晶粒が形成され、再結晶速度や再結晶粒径が試片内ではほぼ一定であった事実は、このようにして説明される。また逆に、Alのように高い積層欠陥エネルギーを持つ材料は、FCCであっても交叉すべりによる動的回復が生じ、BCCの場合と同様に、再結晶挙動が初期方位に依存する可能性がある。

ところで、中程度以下の積層欠陥エネルギーを持つFCC金属・合金であっても、変形初期段階、又は熱間圧延のように回復のおこり得る状況下で変形を施した場合には、再結晶挙動の初期方位依存性が生じる可能性がある。本章の冒頭で述べたYoshieら[7]の結果は、これを実証するものである。彼らはオーステナイト鋼柱状晶材を熱間圧延した場合、(001)[110]方位粒の方が(001)[100]方位粒よりも圧延後硬度が大きく、また再結晶速度も大きいことを示したが、これは彼らの行った圧延が熱間圧延であり、圧下量も小さかったためである。すなわち、彼らの結果と本研究の結果とは一見矛盾するように見えるが、それは変形条件が異なるためであると考えられる。

7. 6 結論

Fe-36%Ni(FCC)合金凝固柱状晶材の圧延・再結晶挙動の初期方位依存性を同一視野観察実験により調べ、以下の点を明らかにした。

- [1] 圧延前、強い{001}<uv0>集合組織を持つ凝固柱状晶材は、70%圧延後{113}<332>を主方位とした純金属型の圧延集合組織を示す。それを973Kで焼鈍すると(001)<310>再結晶集合組織を示すが、これは強い集合組織ではない。圧延率を95%に上げると、柱状晶材の再結晶集合組織は(001)[100]cube方位となる。等軸晶材の70%圧延時の集合組織は柱状晶材のそれと類似したものであり、973K焼鈍を行うと(001)<310>~(001)[100]再結晶集合組織を形成する。
- [2] 柱状晶粒の圧延時の方位回転、圧延変形組織は、初期方位が(001)[100]に近い、(001)[110]に近いことによって大きく異なる。各初期方位粒の挙動は以下のように特徴づけられる。
 - (i) (001)[100]初期方位粒(グループA) …(001)[100]方位を維持した均一滑らかなマトリクス、(101)[10 $\bar{1}$]方位を持つTD方向にのびた幅 $10\mu\text{m}$ の変形帯、(001)[100]を中心に分散した方位を持つ、RD方向に平行な幅数 μm の変形帯、の3種の組織が混在して形成される。
 - (ii) (001)[110]初期方位粒(グループB) …マトリクス部は{113}<332>方位に方位回転をおこし、粒内全域に剪断帯が多数形成される。TD面上で観察した場合、剪断帯は圧延面に対して $\pm 30^\circ$ の角度をなしており、一つの粒内では $+30^\circ$ 、又は -30° のどちらか一方が優勢である。個々の剪断帯の幅は $10\mu\text{m}$ 以下の様々な値を持ち、幅 $0.2\mu\text{m}$ 以下の延伸セルにより構成されている。剪断帯内部の方位としては、{113}<332>、{110}<001>、(001)<310>などが観察される。

種々の変形組織の形成機構は、シュミット因子の大きいすべり系の優先的活動によってほぼ説明することができた。但し剪断帯の形成機構は、現時点では不明である。

- [3] 柱状晶粒の圧延組織、圧延後方位は上記のように初期方位に強く依存するが、70% 圧延後の各粒のビッカース硬度は初期方位によらず一定値を示す。また、柱状晶材と等軸晶材との間にも差は認められない。
- [4] 70%圧延を施した柱状晶材を 973K で焼鈍した場合、各柱状晶粒の再結晶速度、再結晶粒径は、初期方位、または変形組織によらず試片内ではほぼ均一である。さらに柱状晶材と等軸晶材との間にも、再結晶速度、再結晶粒径に差は認められない。即ち、Fe-36%Ni オーステナイト合金においては、Fe-19%Cr フェライト合金の場合とは異なり、圧延・再結晶の出発材を凝固柱状晶材にしても、最終組織に粒径の不均一などの不利な点は認められない。こうした両合金の再結晶挙動の違いは、変形時の転位の交叉すべりによる動的回復の難易をもとに説明される。
- [5] 柱状晶材の再結晶集合組織の主成分である (001)<310> 方位再結晶粒の優先核生成サイトは、(001)[110] 初期方位柱状晶粒内に形成される剪断帯である。剪断帯内の延伸セルには (001)<310> 方位を持つものがあり、それらが焼鈍時に再結晶核となると考えられる。

参考文献

- [1] 牧 正志: CAMP-ISIJ, 1 (1988), 1674
- [2] 武智 弘、川崎 薫、鈴木 亨: 日本金属学会会報、29 (1990), 413
- [3] J. Hirsch, E. Nes and K. Lucke: Acta Metall., 35 (1987), 427
- [4] A. Yoshie, T. Fujita, Y. Onoe and K. Okamoto: Proc. Conf. on 33rd Mechanical Working and Steel Processing, ISS-AIME (1992), p. 87
- [5] W. Charnock and J. Nutting: Metal Science, 1 (1967), 123
- [6] J. W. Edington and R. E. Smallman: Phil. Mag., 11 (1965), 1109
- [7] P. S. Dobson, P. J. Goodhew and R. E. Smallman: Phil. Mag., 16 (1967), 9
- [8] A. Howie and P. R. Swann: Phil. Mag., 6 (1961), 1215
- [9] D. J. H. Cockayne, M. L. Jenkins and I. L. F. Ray: Phil. Mag., 24 (1971), 1383
- [10] I. L. Dillamore and R. E. Smallman: Phil. Mag., 12 (1965), 191
- [11] M. L. Jenkins: Phil. Mag., 26 (1972), 747
- [12] M. J. Whelan: Proc. Roy. Soc., A249 (1959), 114
- [13] W. R. Hibbard, Jr. and W. R. Tully: Trans AIME, 221 (1961), 336
- [14] 吉岡正三、目良光男、森井賢二: 日本金属学会誌、38 (1974), 977
- [15] R. E. Bauer, H. Mecking and K. Lucke, Mat. Sci. Eng., 27 (1977), 163
- [16] A. Malin, J. Huber and M. Hatherly: Z. Metallkde., 72 (1981), 310
- [17] M. M. Borodkina and N. S. Belousova: Fiz. Metal. Metallov., 37 (1974), 170
- [18] C. A. Verbraak: Acta Metall., 6 (1958), 580
- [19] K. Brown and M. Hatherly: J. Inst. Met., 98 (1970), 310
- [20] 田岡忠美、古林英一、竹内 伸: 鉄と鋼、54 (1968), 162
- [21] 田岡忠美、古林英一、竹内 伸: 鉄と鋼、54 (1968), 190
- [22] 柴柳敏哉、堀 茂徳: 軽金属、42 (1992), 306
- [23] 早川 浩、今村 淳: 日本金属学会会報、18 (1979), 262
- [24] 木下凱雄、竹田誠一: 日本金属学会会報、18 (1979), 642

- [25] I. L. Dillamore and H. Katoh: *Metal Sci.*, 8 (1974), 21
- [26] G. I. Taylor: *J. Inst. Met.*, 62 (1938), 307
- [27] 長嶋晋一編著:「集合組織」、丸善 (1984), p. 79
- [28] 野田龍彦: 日本金属学会会報、19 (1980), 638
- [29] M. Hatherly and A. S. Malin: *Scripta Metall.*, 18 (1984), 449
- [30] 上城太一: 日本金属学会セミナーテキスト「多結晶の結晶方位分布の制御と材料特性」、(1992)、東京、p. 53
- [31] S. E. Naess: *Proc. of Int. Conf. on Recrystallization in Metallic Materials* (Recrystallization '90), Australia, TMS (1990), p. 193
- [32] I. L. Dillamore and W. T. Roberts: *Acta Metall.*, 12 (1964), 281
- [33] 高村仁一: 日本金属学会会報、12 (1973), 505
- [34] 藤田広志: 日本金属学会会報、14 (1975), 837
- [35] K. Higashida, J. Takamura and N. Narita: *Mat. Sci. Eng.*, 81 (1986), 239
- [36] 高村仁一: 日本金属学会会報、25 (1986), 379
- [37] I. L. Dillamore, J. G. Roberts and A. C. Bush: *Metal Sci.*, 13 (1979), 73
- [38] W. B. Lee and K. C. Chan: *Acta Metall. Mater.*, 39 (1991), 411
- [39] W. Y. Yeung and B. J. Duggan: *Acta Metall.*, 35 (1987), 5411
- [40] P. B. Houtte, J. G. Sevillano and E. Aernoudt: *Z. Metallkde.*, 70 (1979), 426
- [41] P. B. Houtte, J. G. Sevillano and E. Aernoudt: *Z. Metallkde.*, 70 (1979), 503
- [42] Y. L. Shen: *Phil. Mag. Lett.*, 67 (1993), 73
- [43] Y. L. Shen: *Scripta Metall.*, 25 (1991), 1081
- [44] K. Brown: *J. Inst. Met.*, 100 (1972), 341
- [45] J. Grewen, T. Noda and D. Sauer: *Z. Metallkde.*, 68 (1977), 260
- [46] J. G. Sevillano, P. V. Houtte and E. Aernoudt: *Scripta Metall.*, 11 (1977), 581
- [47] K. Ushioda and W. B. Hutchinson: *ISI Int.*, 29 (1989), 862
- [48] T. Haratoni, W. B. Hutchinson, I. L. Dillamore and P. Bate: *Metal Sci.*, 18 (1984), 57

- [49] A. Malin, J. Huber and M. Hatherly: *Z. Metallkde.*, 72 (1981), 310
- [50] A. A. Ridha and W. B. Hutchinson: *Acta Metall.*, 30 (1982), 1929
- [51] A. Korbel and P. Malin: *Acta Metall.*, 30 (1982), 1929
- [52] A. Korbel, J. D. Embury, M. Hatherly, P. L. Malin and H. W. Erbsloh: *Acta Metall.*, 34 (1986), 1999
- [53] W. Y. Yeung and B. J. Duggan: *Mat Sci. Tech.*, 2 (1986), 552
- [54] G. D. Kohlhoff, A. S. Malin, K. Lucke and M. Hatherly: *Acta Metall.*, 36 (1988), 2841
- [55] B. J. Duggan, M. Hatherly, W. B. Hutchinson and P. T. Wakefield: *Metal Sci.*, 12 (1978), 343
- [56] 吉岡正三、目良光男、森井賢二: 日本金属学会誌、39 (1975), 394
- [57] S. C. Chang, D. H. Hou and Y. K. Chang: *Acta Metall.*, 37 (1989), 2031
- [58] K. Morii, M. Mera and Y. Nakayama: *Trans. Jpn. Inst. Met.*, 18 (1977), 7
- [59] M. Blicharski and S. Gorczyca: *Metal Sci.*, 12 (1978), 303

第8章 Fe-36%Niオーステナイト合金の{001}<uv0>単結晶の 圧延・再結晶

8. 1. 序

本章では、{001}<uv0>方位を持つ Fe-36%Ni(FCC)合金単結晶の圧延・再結晶挙動を示す。第7章において、Fe-36%Ni合金の{001}<uv0>初期集合組織を持つ柱状晶材の圧延・再結晶挙動を明らかにした(Table 7.3参照)。Fe-36%Ni柱状晶粒の圧延組織および圧延時の方位回転は、初期方位が(001)[100]に近い(001)[110]に近いによって大きく異なる。しかし、圧延後硬度、再結晶速度、再結晶粒径は初期方位（または変形組織）によらず、試片内ではほぼ一様である。また、柱状晶材は70%圧延後 973 Kで焼鈍することにより、(001)<310>再結晶集合組織を形成すること、(001)<310>方位を持つ再結晶粒は(001)[110]初期方位柱状晶粒内に形成される剪断帯より優先的に生成することが明らかとなった。

{001}<uv0>初期方位を持つ FCC単結晶の圧延・再結晶挙動を調べた過去の報告を、Table 8.1 にまとめる [1-6]。これから分かる通り、従来の研究の多くは集合組織の変化に重点を置いたものであり、組織学的情報が欠落している。従って本章では、以下の点に注目して研究を行なう。

(1) 柱状晶材で観察された種々の特徴的な不均一変形組織が単結晶材に現れるか否か。

もしも単結晶では現れないものがあれば、その形成に粒界による変形の拘束が大きな役割を果たしているといえる。特に(001)[110]に近い方位を持つ単結晶に、柱状晶の場合と同様に剪断帯(shear band) [7, 8]が形成されるか否かは重要な点である。剪断帯形成の初期方位依存性を単結晶を用いて調べた研究も幾つかある[9, 10]が、従来の研究は種々の方位を網羅しているとはいえず、(001)[110]方位単結晶に剪断帯が形成されるかどうかは明らかではない。

(2) (001)[100]と(001)[110]の中間にあたる方位の単結晶がどのような圧延・再結晶挙動

Table 8.1 過去に報告されている{001}<uv0>方位 FCC単結晶の圧延・再結晶挙動

initial orientation	metal or alloy	rolling reduction	rolling texture	rolled microstructures	annealing temperature and time	annealing texture	references
(001)[100]	Fe-50%Ni	60%	(001)[100] + {013}<100>	—	—	—	1)
		80%	(001)[100] + {012}<100> + {231}<735>	deformation bands parallel to RD (on the rolling plane)	—	—	2)
		98.5%	"metal type" texture	—	823K, 1.8ks 873K, 1.8ks	(001)[100] + deformation texture (001)[100] + twin	
	Cu	99%	{110}<112> + {135}<311> + {001}<100>	—	873K, 1.8ks	weak (001)[100] + twin	3)
	Cu	80% 97%	— {112}<111> + minor {110}<001>	elongated cells (TEM)	—	—	4)
(001)[110]	Cu	98.6%	{001}<100> + {112}<111> + {358}<352>	—	623K, 60ks 673K, 30ks	{358}<352> + {112}<111> + {001}<100>	5)
	Fe-50%Ni	98%	—	—	873K, 1.8ks	weak (001)[100]	2)
	Cu	60%	{112}<111>	—	—	—	6)
	Cu	98.6%	{112}<111> + {113}<332>	—	573K, 0.3ks	{358}<352> + {113}<332> or {210}<100> + {113}<110>	5)
	Cu	99%	{112}<111> + minor {110}[001]	—	673K, 0.9ks	(001)[100] + twin + {012}<100>	3)

Table 8.2 圧延に供したFe-36%Ni合金単結晶の初期方位と寸法

initial orientation	size (mm)		
	thickness	width	length
(001)[100]	4.80	13.00	14.70
	5.75	8.15	17.35
(001)[5 $\bar{1}$ 0]	5.10	4.90	18.60
(001)[3 $\bar{2}$ 0]	5.00	7.80	15.60
(001)[7 $\bar{6}$ 0]	4.90	13.40	17.50
(001)[1 $\bar{1}$ 0]	5.45	5.65	17.15
	5.70	6.20	14.30

を示すのか。従来の研究は(001)[100]、(001)[110]両方位単結晶のみを用いて行なわれており、両者の中間のRD-ND面に対して非対称な方位については全く調べられていない。こうした方位の単結晶の圧延・再結晶挙動を調べることは、圧延集合組織および再結晶集合組織の形成機構に対して重要な基礎的知見を与えるものである。

- (3) 単結晶の再結晶速度が初期方位によって異なるか否か。Brown and Hatherly[11]は、98.6%冷間圧延を施した種々の初期方位を持つCu単結晶の673K焼鈍時の再結晶曲線を報告しているが、それによれば(001)[100]初期方位単結晶の再結晶速度は、(001)[110]方位単結晶よりも非常に小さい値を示している。一方、第7章で示したように、Fe-36%Ni柱状晶材(多結晶体)の場合には、(001)[100]初期方位粒と(001)[110]初期方位粒の再結晶速度には大きな違いがない(Fig. 7.18)。本章では、初期方位によってFe-36%Ni合金単結晶の再結晶速度に差があるのか否かを明らかにし、もし差があるのなら、その原因を多結晶材との比較と合わせて考察する。
- (4) 各方位単結晶がどのような再結晶集合組織を形成するのか。各単結晶の圧延組織を詳細に調べた上で、そこから生じる再結晶粒がどのような方位を持つのかを調べることにより、再結晶集合組織の形成機構を論じる。

8. 2. 実験方法

Bridgman法により育成したFe-36%Ni合金単結晶から、放電加工機を用いて目的の方位を持つ直方体形状の単結晶試片を切り出した。 $\{001\}\langle uv0 \rangle$ と表現することのできる方位として、(001)[100]、(001)[5 $\bar{1}$ 0]、(001)[3 $\bar{2}$ 0]、(001)[7 $\bar{6}$ 0]、(001)[1 $\bar{1}$ 0]の5種の方位を選択した。Table 8.2 に、用いた単結晶の初期方位と寸法を示す。

各単結晶には室温で一方向に50%、70%、90%の多パス圧延を施した。圧延材の焼鈍は973Kに設定したソルトバス中で行った。再結晶挙動は主に70%圧延材について調べた。圧延材、または焼鈍材の光学顕微鏡組織観察は、目的に応じてND面、TD面またはRD面上で

行なった。各単結晶中に生成した個々の再結晶粒の方位をECP法により測定した。また、再結晶完了材のX線極点図測定も行なった。

8. 3. 圧延挙動

8. 3. 1. 圧延に伴う試片の幅の増加

Fig. 8.1 に、各単結晶の70%圧延に伴う幅の増加率を示す。(001)[100]方位単結晶のみ、多結晶体と同程度の10%と小さい幅の増加率を示し、他の方位の単結晶はいずれも約25%の幅の増加率を示す。(001)[100]方位のみ幅の増加率が小さい理由は、後に詳しく述べるように、優先的に活動した主すべり系転位のバーガースベクトルがTD方向の成分を持たないためと考えられる。

8. 3. 2. 圧延変形組織とその結晶学的特徴

単結晶の圧延組織は、初期方位によって大きく異なる様相を示した。また、試料中の位置によって組織が異なる場合もあった。以下では、各方位毎に単結晶材の圧延組織(50~90%圧延)とその結晶学的特徴を示す。

(i) (001)[1 $\bar{1}$ 0]方位

Fig. 8.2 に、(001)[1 $\bar{1}$ 0]方位単結晶の50%圧延後のTD面上の光学顕微鏡組織を示す。試料の上下面から圧延面に対して約30°の角度をなして、最大100 μ mの幅を持つ帯状組織が観察される。試片の上半分と下半分では帯状組織の傾きが正負逆であり、マトリクスの腐食の色も異なっている。これは後述するように、試片の上半分と下半分とで方位回転の向きが異なり、方位差が生じているためである。Fig. 8.2(b)は高倍率の組織であるが、

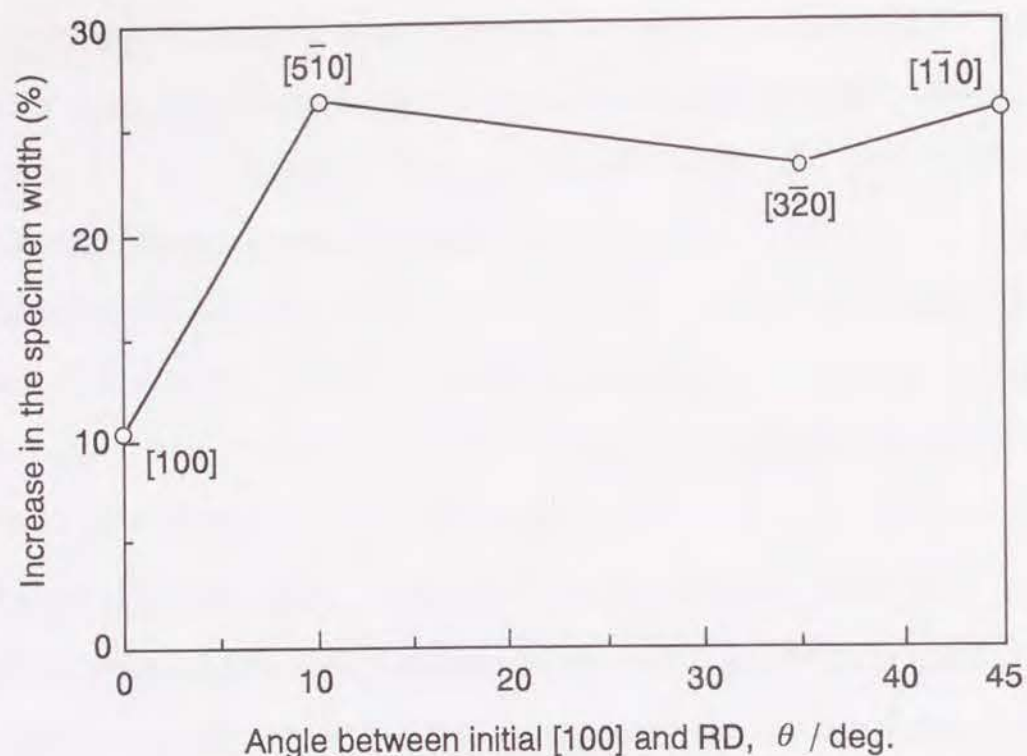


Figure 8.1 Fe-36%Ni合金単結晶試片の70%圧延に伴う幅の増加率

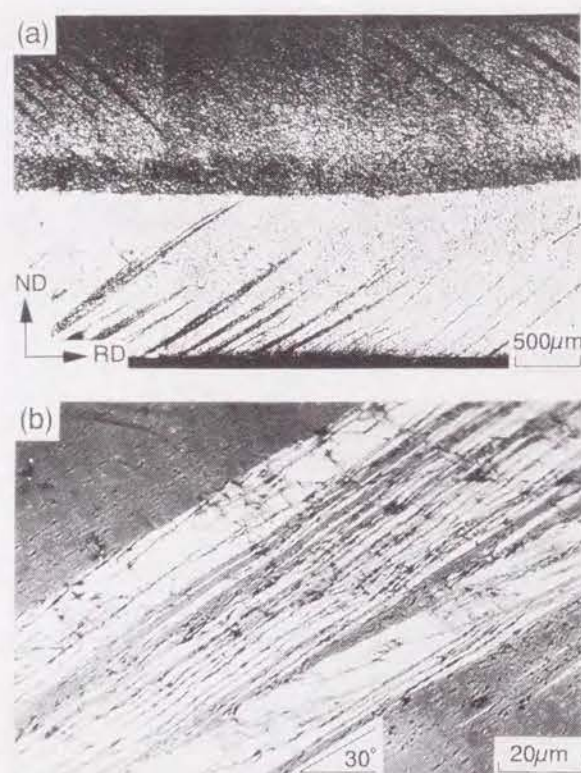


Figure 8.2 Fe-36%Ni(001)[110]方位単結晶の50%圧延後のTD面上の光学顕微鏡組織

1本の帯は幅1~10 μ mの組織がいくつも層状に重なったものである。またFig. 8.3(a)に示すように、均一に見えるマトリクス部にも、顕微鏡の干渉条件を変えて観察するとFig. 8.3(b)に示すような細かな帯状組織が帯に平行に並んでいる。これらの帯状組織は、(001)[110]初期方位柱状晶中に観察された剪断帯 (Fig. 7.9) とはかなり異なる様相を示している。

Fig. 8.4 は、(001)[110]方位単結晶の70%圧延後のTD面上の光学顕微鏡組織である。50%圧延材で見られた幅の広い帯状組織の傾きが、圧延面に対して約18°に変化している。一方、圧延面に対して30~35°の傾きを持つ幅の狭い(最大10 μ m)帯状組織も観察される。帯状組織の量は50%圧延時よりもやや増している。Fig. 8.5(a)は、70%圧延後の(001)[110]方位単結晶のND面上の光学顕微鏡組織である。帯状組織がTD方向に平行に伸びている。すなわち、これらの帯状組織の3次元的形態は、Fig. 8.5(c)に示すように板状である。一方、Fig. 8.4(a)からもわかる通り、試片中心層には幅の広い帯状組織がほとんど存在しない。その中心層の組織をND面上で観察したものが、Fig. 8.5(b)である。TD方向に伸びた点列状の組織が観察される。

Fig. 8.6 は、(001)[110]方位単結晶の90%圧延後のTD面上の光学顕微鏡組織である。幅の広い帯状組織はさらに圧延面に平行に近くなっている。一方、幅の狭い帯状組織と圧延面とのなす角は、70%圧延時と同じく約30°である。両者の交差部では、幅の広い帯にずれが生じている。

以上のように、(001)[110]方位単結晶を圧延すると幅の異なる2種の帯状組織が観察される。幅の広い帯状組織と圧延面とのなす角度は圧延率が増すほど小さくなる。一方、幅の狭い帯状組織は70%以上の圧延率で現れ、幅の狭い帯状組織と圧延面とのなす角は圧延率によらず常に約30°であり、幅の広い帯状組織に交差部でずれを生じさせている。こうした特徴から、幅の狭い帯状組織は剪断帯 [7, 8] であると考えられる。また、後に示すように、幅の広い帯状組織は変形双晶である。

Fig. 8.7 に50%、70%、90%各圧延後の(001)[110]方位単結晶の{100}および{111}極点図を示す。柱状晶粒の場合と同様に、TD=[110]を回転軸として{112}<111>方位へとむ

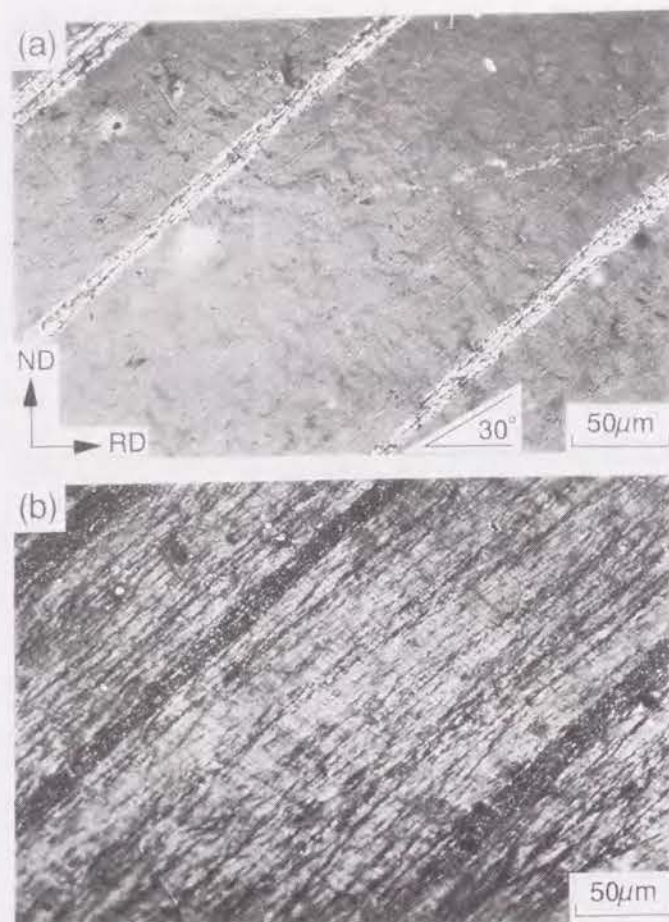


Figure 8.3 Fe-36%Ni(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶の50%圧延後のTD面上の光学顕微鏡組織
(a) と (b)は同一視野であるが、顕微鏡の干渉条件が異なっている。

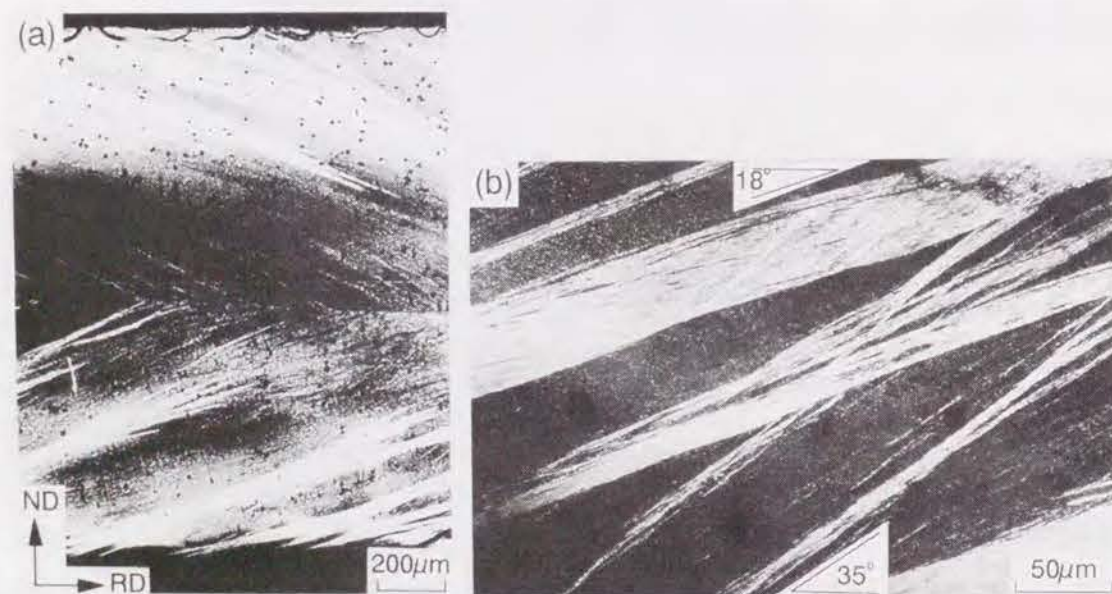


Figure 8.4 Fe-36%Ni(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶の70%圧延後のTD面上の光学顕微鏡組織

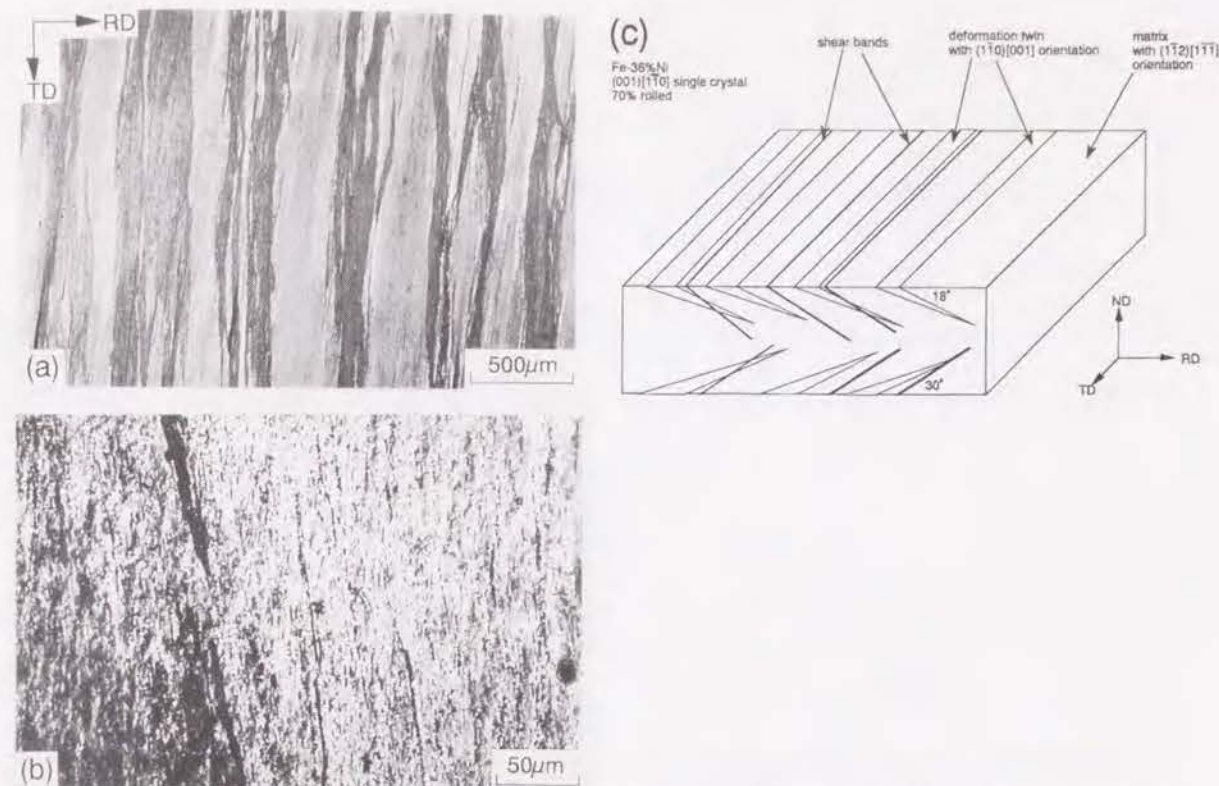


Figure 8.5 Fe-36%Ni(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶の70%圧延後のND面上の光学顕微鏡組織
(a) 带状組織
(b) 試片中心層の、带状組織のない領域
(c) (001)[$\bar{1}\bar{1}0$]単結晶中の圧延組織の形態を示す模式図。

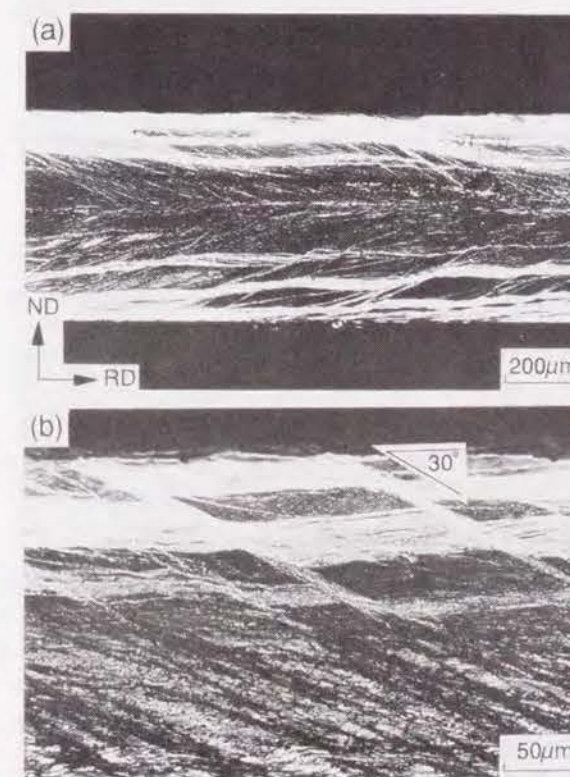


Figure 8.6 Fe-36%Ni(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶の90%圧延後のTD面上の光学顕微鏡組織

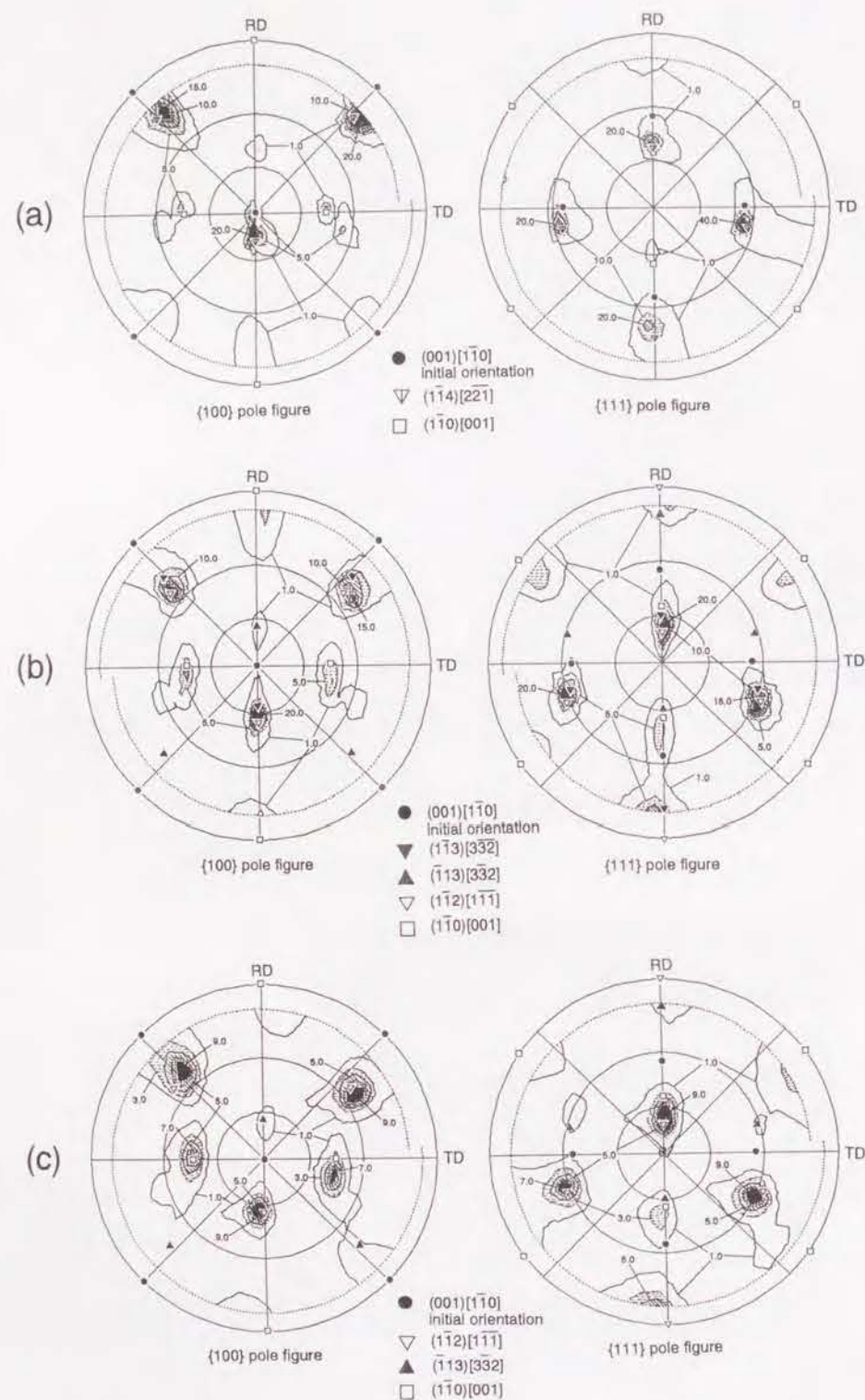


Figure 8.7 Fe-36%Ni (001)[110] 方位単結晶の圧延後の {100} および {111} 極点図。
測定はいずれも幅の広い帯状組織を含む面で行った。
(a) 50% 圧延後
(b) 70% 圧延後
(c) 90% 圧延後

かう方位回転が生じている。 $\{112\}\langle 111 \rangle$ の2つのバリエントのうちでは、 $(\bar{1}\bar{1}2)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ 方位へ向かうものの強度の方が強く、圧延前にNDと一致している $[001]$ 軸が-RD側へ倒れるような回転が主であることを示している。方位回転は圧延率が増すと共に徐々に進行し、50%圧延時の主方位は $(\bar{1}\bar{1}4)[2\bar{2}\bar{1}]$ 、70%圧延時は $(\bar{1}\bar{1}3)[3\bar{3}\bar{2}]$ と $(\bar{1}\bar{1}2)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ の間であり、90%圧延で $(\bar{1}\bar{1}2)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ に達する。また、試片の裏側で極点図を測定した結果、試片の上半分と下半分では方位回転の向きが逆であることが判明した。これがFig. 8.2(a)において、試片の上半分と下半分で腐食の色が異なった理由である。

一方、Fig. 8.7 中には $(\bar{1}\bar{1}0)[001]$ に近い方位が孤立して存在する。 $(\bar{1}\bar{1}0)[001]$ 方位と幅の広い帯状組織とは共に30%圧延時には認められず、その出現の時期が一致している。そこで70%圧延後の $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ 方位単結晶において、幅の広い帯状組織の存在しない中心層 (Fig. 8.5(b)参照) の極点図を測定した。その結果をFig. 8.8 に示す。Fig. 8.8 中には、 $(\bar{1}\bar{1}0)[001]$ 方位は非常に弱くしか認められない。すなわち、幅の広い帯状組織は $(\bar{1}\bar{1}0)[001]$ 方位を持つことが明らかとなった。さらにFig. 8.8 より、試片の中心層では $\{113\}\langle 332 \rangle$ 方位の2つのバリエントである $(\bar{1}\bar{1}3)[3\bar{3}\bar{2}]$ 方位と $(\bar{1}\bar{1}3)[3\bar{3}\bar{2}]$ 方位に向かう回転がそれぞれ等量ずつ生じていることが分かる。

幅の広い帯状組織が変形双晶[12]であると考えると、すべての特徴は矛盾なく説明される。第1に、マトリクスの方位に対する双晶方位は4種考えられるが、そのうち $(\bar{1}\bar{1}1)$ 面を双晶面とするものは、マトリクスの方位を $(\bar{1}\bar{1}4)[2\bar{2}\bar{1}]$ 、 $(\bar{1}\bar{1}3)[3\bar{3}\bar{2}]$ 、 $(\bar{1}\bar{1}2)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ とすると、それぞれ $(\bar{1}\bar{1}0)[001]$ 、 $(7\bar{7}1)[\bar{1}, 1, 14]$ 、 $(5\bar{5}2)[\bar{1}\bar{1}5]$ であり、いずれも $(\bar{1}\bar{1}0)[001]$ に極めて近い方位である。第2に、マトリクスは圧延にともなって徐々に $(\bar{1}\bar{1}2)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ 方位に近付いて行き、それに伴ってFig. 8.9 に示すように $(\bar{1}\bar{1}1)$ 面は徐々に圧延面に平行に近付いて行く。Fig. 8.7 の{111} 極点図から分かる通り、 $(\bar{1}\bar{1}1)$ 極点を示す等強度線の中心とND (極点図の中心) との間の角度は50%圧延時に約 35° 、70%圧延時に約 20° であり、幅の広い帯状組織と圧延面とのなす角にほぼ一致している。以上より、幅の広い帯状組織は変形双晶であると結論される。

Onodera and Tamura [12] は、Fe-Ni 合金多結晶体の室温での変形がすべりのみによ

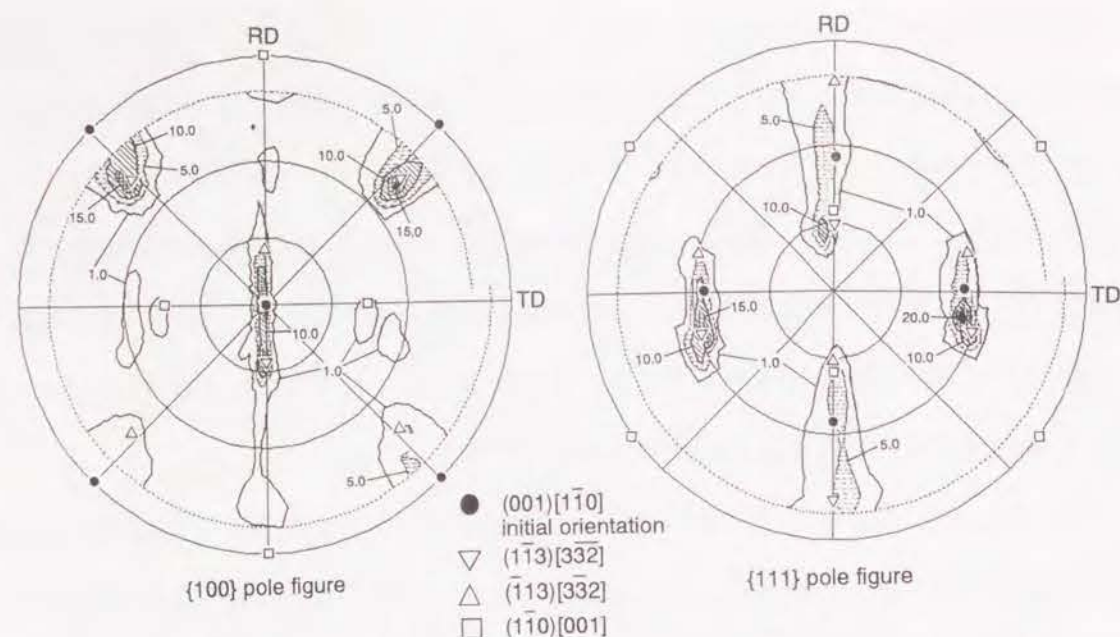


Figure 8.8 70%圧延後のFe-36%Ni(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶中の、帯状組織を含まない面 (Fig. 8.5(b)) において測定した{100} および{111} 極点図

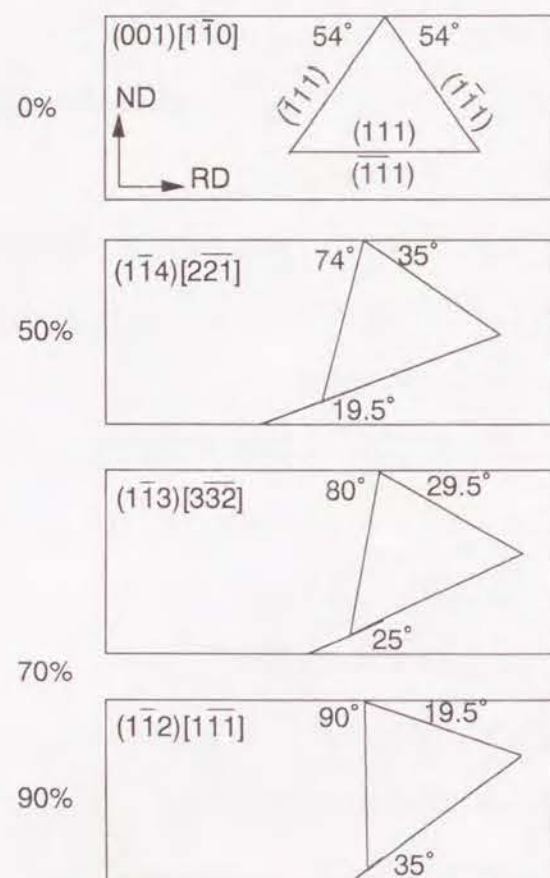


Figure 8.9 (001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶の圧延に伴う方位回転の様子を示す模式図。図はTD方向から見た場合の各{111}面のトレースと圧延面のなす角度を示している。

っておこるのに対し、Fe-Ni-C 合金多結晶体においては室温での変形で変形双晶が形成されることを明らかにした。本研究で用いたFe-36%Ni合金の柱状晶材中には、第7章で示したように変形双晶は全く観察されなかった。多結晶で観察されなかった変形双晶が(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶に形成された理由は、後に述べるように(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位が変形双晶を形成しやすい特殊な方位であるためと考えられる。過去に中程度以下の積層欠陥エネルギーを持つ FCC金属・合金の(001)[110]方位単結晶の圧延挙動を調べた研究はいくつか存在するが、いずれの場合にも変形双晶の形成は報告されていない[2, 3, 5, 6]。しかし、これらの研究では組織観察が不十分であり、実際には形成されている変形双晶を見落としている可能性がある。例えば Verbraak[3]は、(001)[110]方位Cu単結晶を99%圧延したときの極点図中に(110)[001]方位が弱成分として存在することを指摘している。また Bauerら[6]の報告した(001)[110]方位Cu単結晶の圧延後の極点図を見ると、彼等自身は言及していないものの、弱小成分として(110)[001]方位が明確に存在する。これら(110)[001]方位は変形双晶に対応するものである可能性が強い。こうした事実は、Fe-36%Niに限らず、中程度以下の積層欠陥エネルギーを持つ FCC金属・合金の(001)[110]方位単結晶を冷間圧延した場合には、変形双晶が形成されることを示唆している。

(ii) (001)[$\bar{7}\bar{6}0$], (001)[$\bar{3}\bar{2}0$], (001)[$\bar{5}\bar{1}0$]方位

(001)[$\bar{7}\bar{6}0$]、(001)[$\bar{3}\bar{2}0$]、(001)[$\bar{5}\bar{1}0$]の3種の方位を持つ単結晶は良く似通った変形組織および方位回転を示した。Figs. 8.10、8.11、8.12に各単結晶の70%圧延後の変形組織を示す。いずれの場合も圧延面に対して約30°の傾きを持った剪断帯が形成されている。

(001)[$\bar{7}\bar{6}0$]方位単結晶には、Fig. 8.10(a)に示すように試片中心部に剪断帯が発達した。剪断帯は負の傾きを持ったものが優勢であり、Fig. 8.10(b)に示すように負の傾きを持った剪断帯の間には微細な点列状の組織が30°の正の傾きを持って並んでいる。また、圧延面に対して20°弱の傾きを持つ帯状組織も少量あり、これらは変形双晶である可能性がある。しかし、(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶 (Fig. 8.4) との違いは明瞭であり、(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位とわずか5°しか方位差がないにもかかわらず(001)[$\bar{7}\bar{6}0$]方位単結晶においてはもは

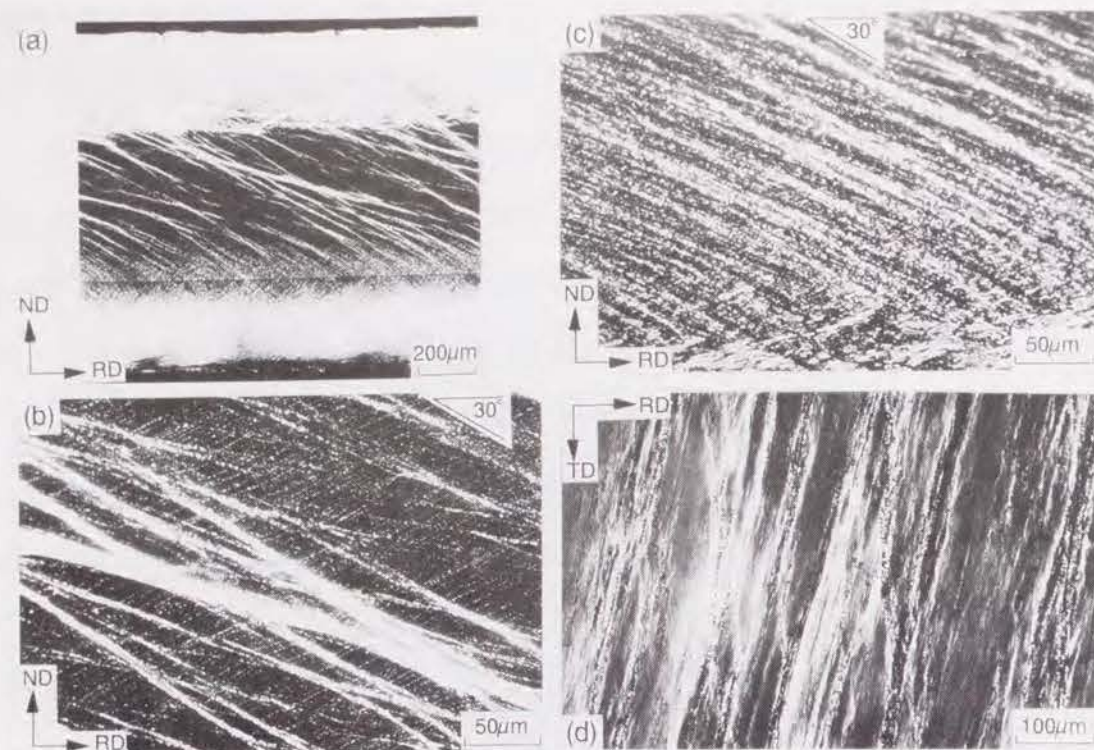


Figure 8.10 Fe-36%Ni(001)[$\bar{7}60$]方位単結晶の70%圧延後の光学顕微鏡組織
(a) TD面観察
(b) TD面観察。試片中心層。
(c) TD面観察。試片表面近くの剪断帯が未発達な領域。
(d) ND面観察。試片中心層。

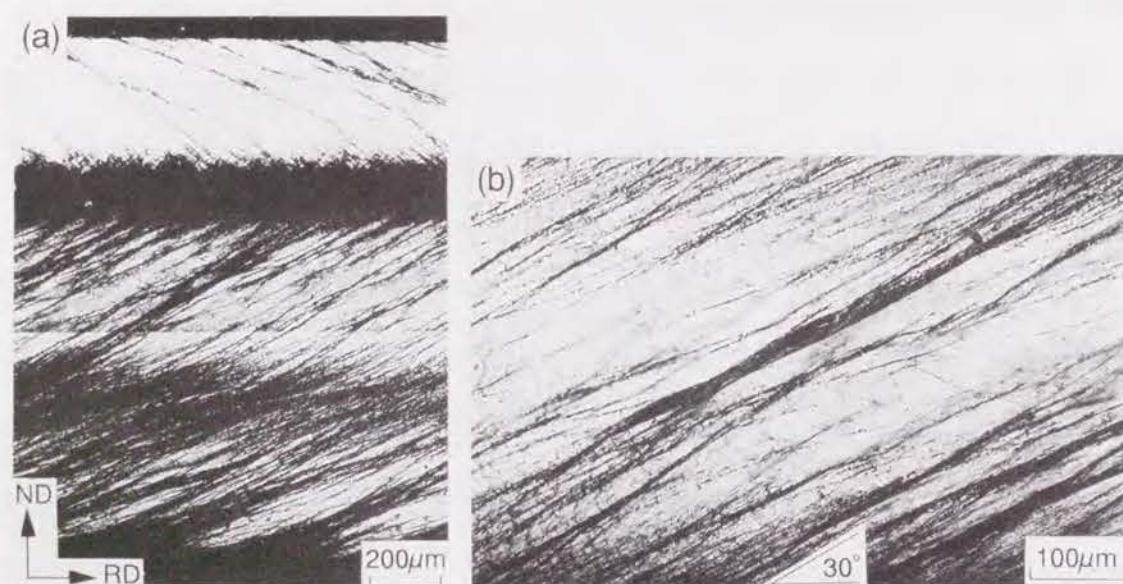


Figure 8.11 Fe-36%Ni(001)[$\bar{3}20$]方位単結晶の70%圧延後の光学顕微鏡組織。TD面観察。

や変形双晶は優先的ではない。Fig. 8.10(d) はND面上の組織であり、剪断帯がTD方向に伸びている。一方、Fig. 8.10(a) から分かる通り、試片の上下表面近傍約 $300\mu\text{m}$ の領域では剪断帯の発達の程度が弱い。その領域の組織をFig. 8.10(c) に示す。この領域で極点図を測定すると、Fig. 8.8 と非常によく似た極点図が得られ、 $[\bar{1}13]//\text{ND}$ へ向かう方位回転と $[\bar{1}13]//\text{ND}$ へ向かう方位回転とが等量起きていることが明らかとなった。檜原ら[14]は、(001)[110]方位を持つAl単結晶を圧延した場合、試片の上下面近傍には2重すべり領域が、中心部には単一すべり領域が形成され、中心部にのみ変形帯が発達することを報告しているが、本研究における(001)[$\bar{7}60$]単結晶の状況はそれによく類似している。

(001)[$\bar{3}20$]方位単結晶の場合には、Fig. 8.11(a) に示すように、試片の上下面で逆方向の傾きを持った剪断帯が発達している<注1>。ただしその発達の程度は(001)[$\bar{7}60$]単結晶に比べてやや弱い。(001)[$\bar{3}20$]単結晶には、(001)[$\bar{7}60$]単結晶の場合のような、剪断帯の発達の程度の弱い領域は認められない。発達した剪断帯の間には、Fig. 8.11(b) のように正負逆の傾きを持つ点列状の組織が見られ、こうした特徴は(001)[$\bar{7}60$]単結晶の場合と全く同様である。

Fig. 8.12に示すように、(001)[$\bar{5}10$]方位単結晶の場合にも圧延面に対して 30° の傾きを持つ剪断帯が観察されるが、それらは(001)[$\bar{7}60$]、(001)[$\bar{3}20$]単結晶の場合に比べて非常に未発達である。(001)[$\bar{5}10$]単結晶の場合には、試片の1/4厚さごとに剪断帯の傾きが異なっている。このように試片の深さ位置によって圧延変形組織の特徴が異なる理由は、おそらく圧延時の応力状態の違いに対応して活動すべり系が異なるためと考えられるが、その詳細は現時点では不明である。

また(001)[$\bar{5}10$]方位単結晶中のTD端部近くには、剪断帯とは全く異なる変形組織が観察された。Fig. 8.13(a), (b) はその組織をそれぞれND面上とRD面上で観察したものである。これらは幅 $10\mu\text{m}$ 以下の帯状変形帯であり、ND面上で見るとRD方向に伸長し、RD面上で見ると圧延面に対して約 55° の角度をなして伸長している。これと同様の組織は(001)[100]

<注1> Fig. 8.11(a) においては、試片の上部 1/4厚さの部分が研磨、削除されている。

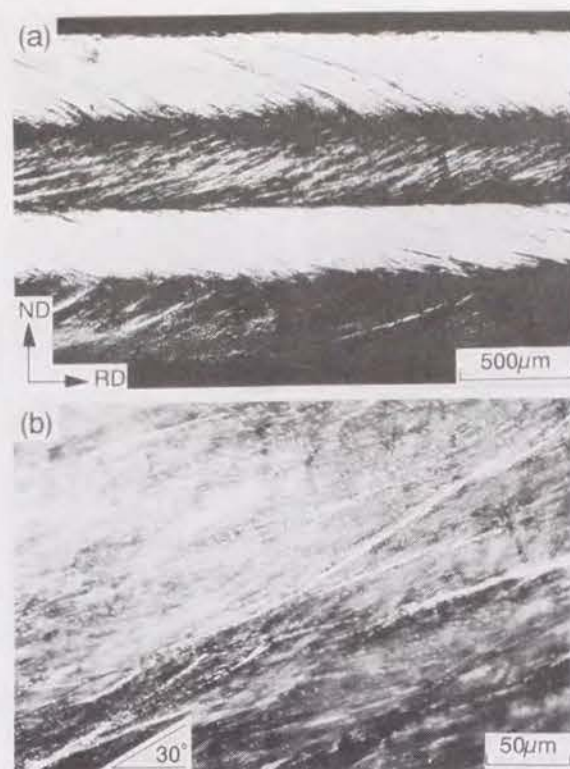


Figure 8.12 Fe-36%Ni (001)[$\bar{5}10$]方位単結晶の70%圧延後の光学顕微鏡組織。TD面観察。

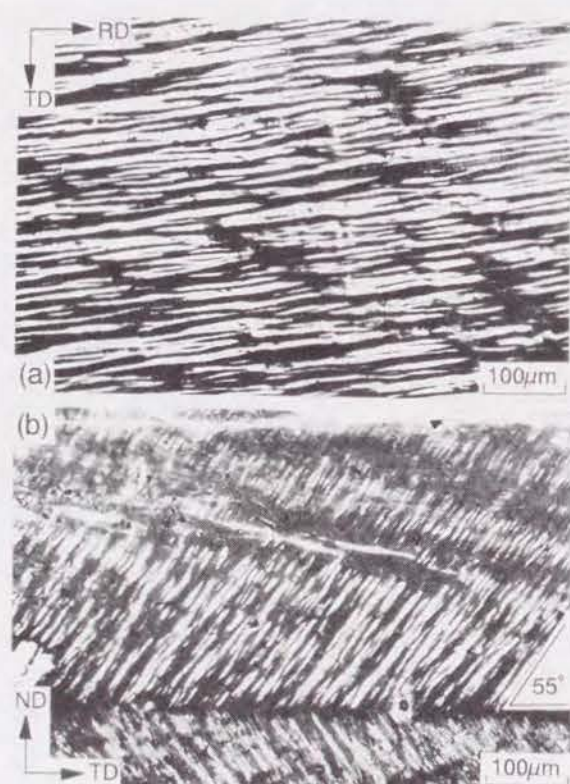


Figure 8.13 Fe-36%Ni (001)[$\bar{5}10$]方位単結晶の70%圧延後の光学顕微鏡組織。
剪断帯とは異なる変形組織。
(a) ND面観察
(b) RD面観察

方位単結晶中にも形成された。

以上のように発達程度に違いはあるものの、(001)[$\bar{7}60$]、(001)[$\bar{3}20$]、(001)[$\bar{5}10$]方位単結晶には剪断帯が形成される。第7章で示した柱状晶粒（多結晶体）の場合には、(001)[110]近くの初期方位を持つ粒に剪断帯が形成された。しかし、(001)[$\bar{5}10$]方位はむしろ(001)[100]に近い方位であり、柱状晶の場合には剪断帯は形成されなかった。すなわち単結晶の場合には、多結晶の場合よりも広範囲の初期方位において剪断帯が形成されることが明らかとなった。

Fig. 8.14に、(001)[$\bar{7}60$]、(001)[$\bar{3}20$]、(001)[$\bar{5}10$]各方位単結晶の70%圧延後の{100}および{111}極点図を示す。これらの極点図中には、変形双晶を示す($\bar{1}\bar{1}0$)[001]方位は存在しない。いずれの単結晶も同様の結晶方位回転、すなわち、初期[110]方向を回転軸として、圧延面が{112}に近付くような方位回転を起こしている。ただし、等強度線の広がり方向は(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]単結晶の場合のようにRDに平行ではなく、初期方位が(001)[100]に近くなるにつれてRDに対して大きな角度を持っている。この結果は、結晶がND軸まわりの回転をほとんど起こしていないことを示す。多結晶体（柱状晶）の場合には、初期方位が正確な(001)[110]方位からずれていても、グループC（(001)[110]初期方位）粒はND軸まわりの回転を伴いながら{113}<332>方位へ収束するような方位回転をおこしており（Fig. 7.11(d））、この点が多結晶と単結晶の違いである。また、[110]を回転軸とした方位回転には、圧延面が($\bar{1}\bar{1}2$)面に向かう方向と、($\bar{1}\bar{1}2$)面に向かう方向の2方向があるが、いずれの単結晶でも($\bar{1}\bar{1}2$)面に向かう方向の回転が主である。また、方位回転量は初期方位が(001)[100]に近付くにつれて小さくなる。すなわち、Fig. 8.14からわかる通り、(001)[$\bar{7}60$]単結晶が70%圧延後[$\bar{1}\bar{1}2$]/ND方位に達しているのに対し、(001)[$\bar{3}20$]単結晶は[$\bar{1}\bar{1}3$]/ND方位にしか達しておらず、一部は初期方位に残存している。さらに(001)[$\bar{5}10$]単結晶の場合には、初期方位にかなり強い集積が認められる。こうした方位回転量の大小は、剪断帯の発達程度とも対応している。従来、剪断帯が十分発達するための条件の一つとして、強い圧延集合組織が形成されることが挙げられている[7]が、上記の結果はそれを支持するものである。

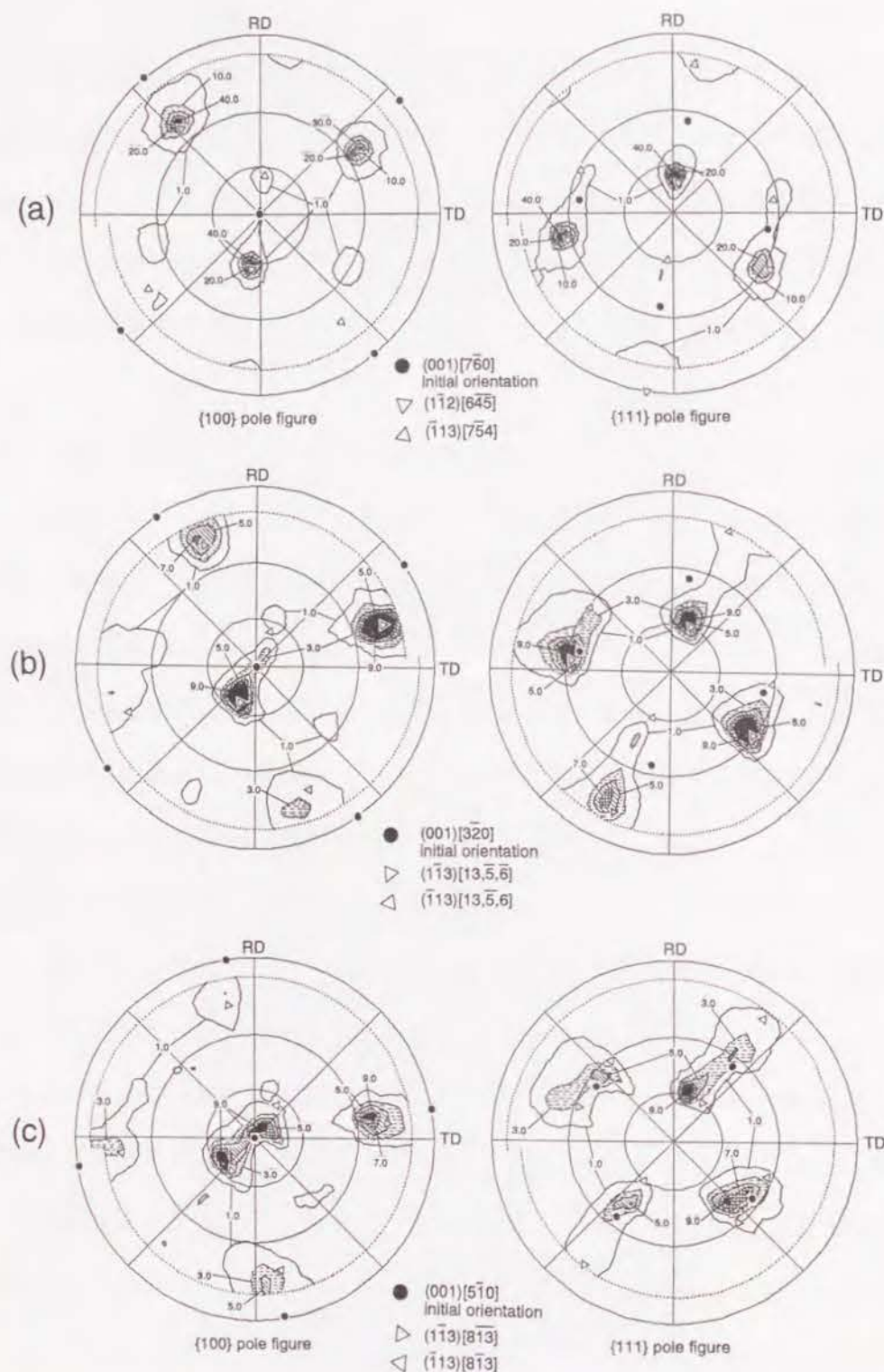


Figure 8.14 Fe-36%Ni(001)[$\bar{7}60$]、(001)[$3\bar{2}0$]、(001)[$5\bar{1}0$]各方位単結晶の70%圧延後の{100}および{111}極点図
(a) (001)[$\bar{7}60$]方位単結晶
(b) (001)[$3\bar{2}0$]方位単結晶
(c) (001)[$5\bar{1}0$]方位単結晶

(iii) (001)[100]方位

Fig. 8.15に、(001)[100]初期方位単結晶の70%圧延後の光学顕微鏡組織を示す。
(001)[100]方位単結晶の圧延組織は、50%~90%の圧延率では、圧延率によらず2種の異なる変形組織で構成されている。一つは、Fig. 8.15(a)に示すような均一滑らかな組織であり、Fig. 8.16に示すように試片の中央部はすべてこの組織に覆われる。Fig. 8.17は、試片中央部において測定した{100}および{111}極点図である。単結晶は(001)[100]初期方位を維持している。方位の分散は小さい。つまり、Fig. 8.13(b)の組織は、(001)[100]初期方位柱状晶粒内に形成される均一滑らかなマトリクス (Fig. 7.7(a))と同じものである。この組織は、90%圧延後も(001)[100]方位を維持していた。Fig. 8.15(a)中には、RDに対して 45° の角度をなす点列上の組織が見られるが、これは(001)[100]方位を持つマトリクスのすべり面({111}面)のトレースに一致している。すなわちこれらは、すべり面上に転位が堆積していることによって優先的に腐食されたすべり帯であると考えられる。

(001)[100]方位単結晶に形成されるもう一方の変形組織は、Fig. 8.15(b), (c)に示すような、幅数 μm の直線性の良い変形帯である。これは(001)[$5\bar{1}0$]単結晶中に観察された変形帯 (Fig. 8.13)と同様に、ND面上で見るとRD方向に平行に (Fig. 8.15(b))、RD面上で見ると圧延面に対して約 55° の角度をなして (Fig. 8.15(c))伸長している。これは、(001)[100]初期方位柱状晶粒内に見られるRD方向に平行な変形帯 (Fig. 7.7(c))と同じものである。この変形帯はFig. 8.16に示すように試片の両端から2~3mm程度の領域に形成される。圧延後試片のTD端部はいわゆるフィッシュテール状[15]の形状をしており、変形帯の形成はこの形状変化と関係があると考えられる。個々の変形帯の幅は圧延率を増しても変化しないが、その境界が圧延率の増加と共に鮮明になり、変形帯間の方位差が増大していることを示唆している。第7章でRD方向に平行な変形帯の方位をマイクロファセットピット法により調べたが、変形帯の幅が微細なために十分信頼できる結果が得られなかった。そこでこの変形帯の結晶学的特徴を明らかにするために、90%圧延後の(001)[100]単結晶において、端部近傍にX線が当たるようにして極点図を測定した。その結果をFig. 8.18に示す。変形帯が{035}<100>、{225}<28, 3, 10>といった方位を持つことが分かる。

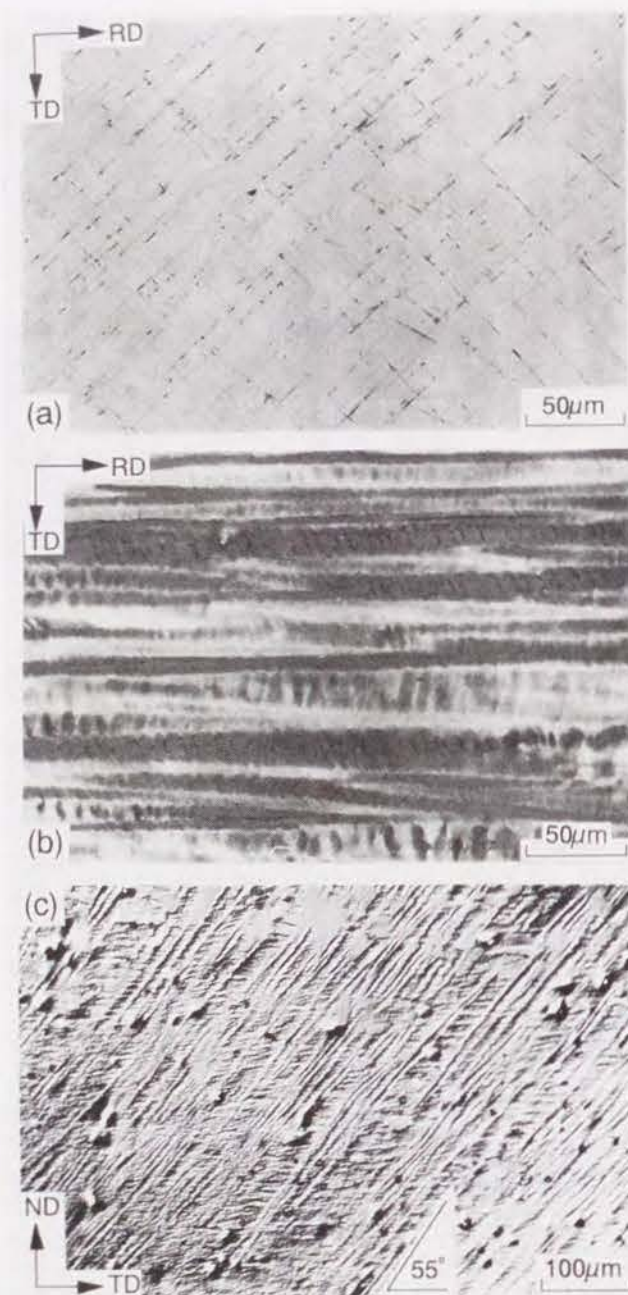


Figure 8.15 Fe-36%Ni (001)[100]方位単結晶の70%圧延後の光学顕微鏡組織
 (a) ND面観察。均一滑らかなマトリクス。
 (b) ND面観察。RD方向に伸びた変形帯。
 (c) (b)の組織をRD面上で観察したもの。

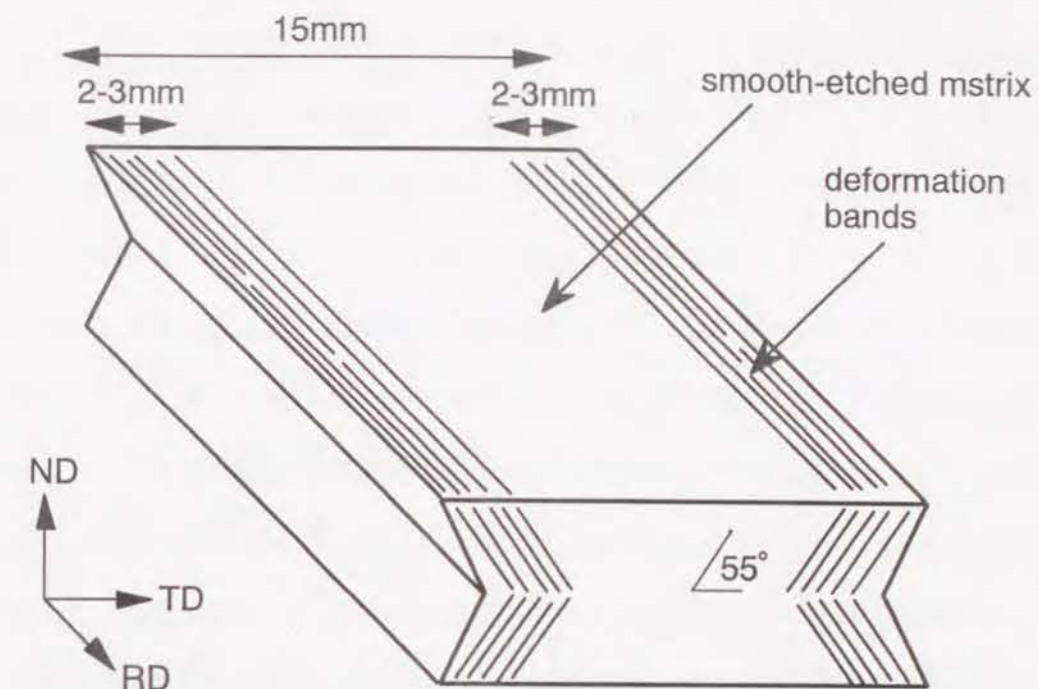


Figure 8.16 (001)[100]方位単結晶の圧延組織の様子を示す模式図

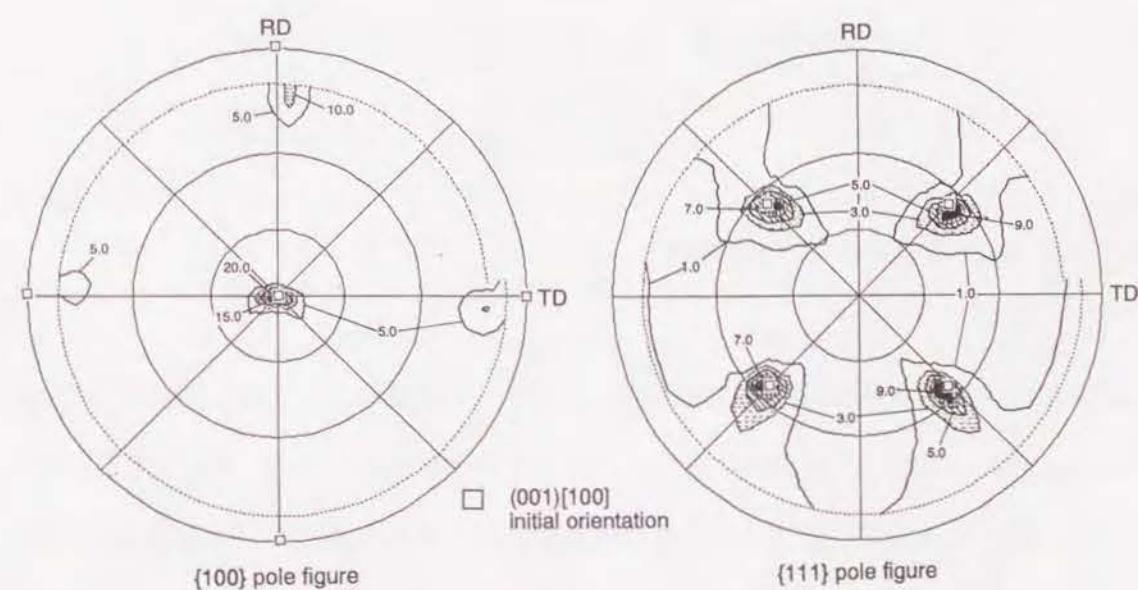


Figure 8.17 70%圧延後のFe-36%Ni(001)[100]方位単結晶の試片中央部（均一マトリクス部）で測定した {100}および {111}極点図

RD方向から見て試片の右端と左端とでは方位回転の向きが逆になっており、[001] 軸が試片中央に倒れ込むような回転が生じている。

以上の結果より、この変形帯の形成機構を以下のように考えることができる。

Fig. 8. 19は、(001)<uv0>方位結晶における {111}面正八面体をND方向より見た図であり、各面がすべり面に、各稜線が <110>すべり方向に対応している。(001)[100]方位における主すべり系は、第7章で示した通りA3, B1, C3, D1 であり<注1>、これらが等量活動すれば結晶は(001)[100]方位を維持する。一方、試片端部では両側が自由空間で拘束がないために、例えばRD方向から見て右端ではA3, B1 またはA4, B4 が優先的に活動し、フィッシュテール状の形状変化と [001]軸が試片中央へ倒れ込むような方位回転が起こる。こうした活動すべり系の違いによって、Fig. 8. 15(a), (b) のような変形帯が形成されることが考えられる。(001)[100]初期方位柱状晶粒の場合にこの変形帯が粒界近傍に形成されたのも同様の理由によるものであり、隣接粒の形状変化を受けて、その変位を適合するために変形帯が導入されたと結論付けることができる。

<注1> すべり系と記号の対応は、第7章と同じである (Fig. 7. 33参照)。

8. 3. 3. 70%圧延後の各単結晶の硬度

Fig. 8. 20に、各方位単結晶の70%圧延後のビッカース硬度を示す。測定は荷重 300gfで行なった。初期方位が(001)[100]に近いものほど圧延後硬度が小さく、特に(001)[100]方位単結晶の硬度は 187と、非常に小さい値を示す。柱状晶粒の場合の70%圧延後の硬度は初期方位によらず約 230であり (Fig. 7. 6)、単結晶と柱状晶とでは、初期方位依存性の有無が大きな違いである。全般的に単結晶の硬度は、柱状晶の場合よりも小さい値を示す。

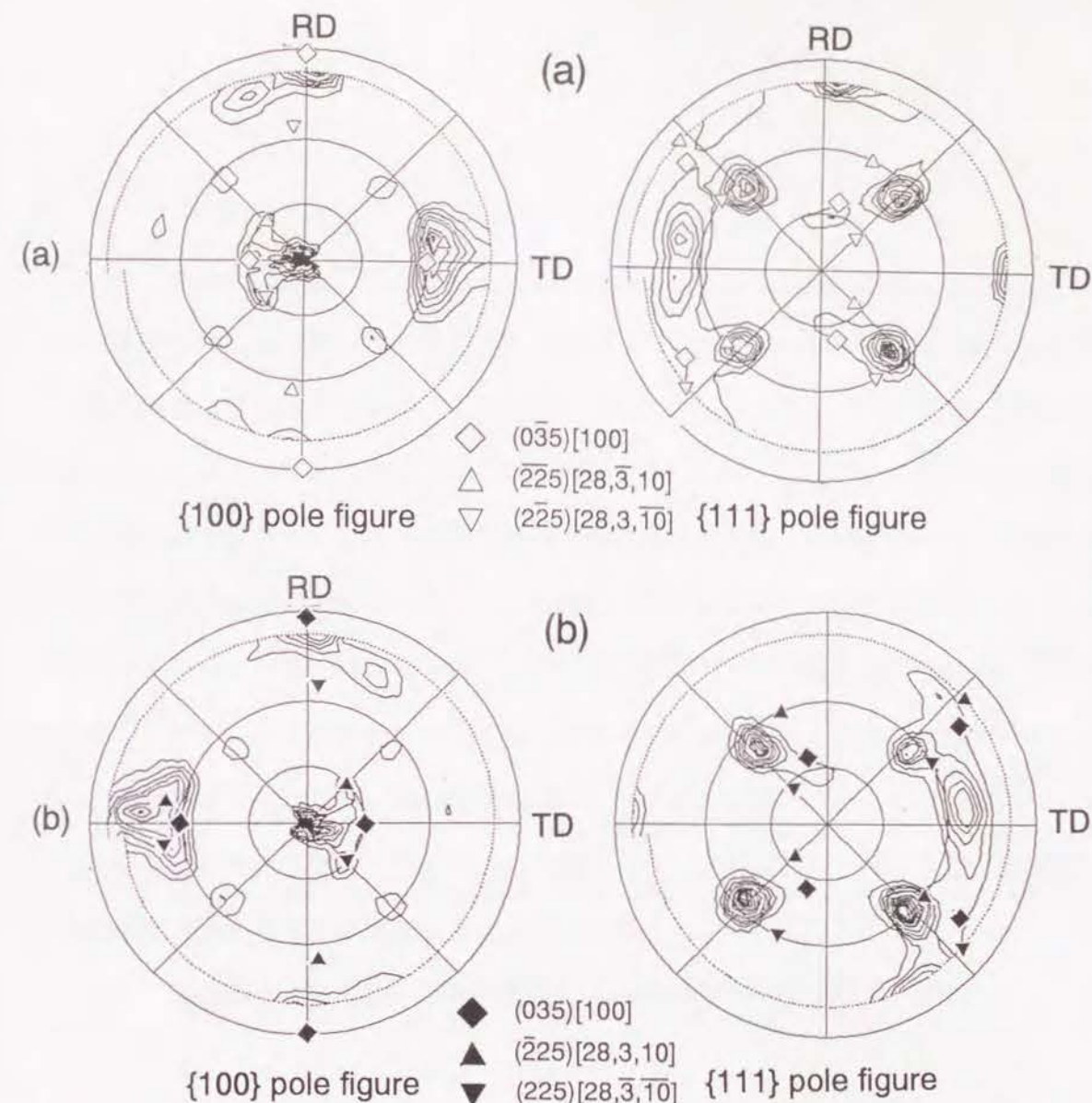


Figure 8. 18 90%圧延後のFe-36%Ni (001)[100]方位単結晶の試片端部(Fig. 8. 15(b), (c)に示す変形帯部)で測定した {100}および {111}極点図
(a) RD方向から見て試片左端で測定した極点図。
(b) RD方向から見て試片右端で測定した極点図。

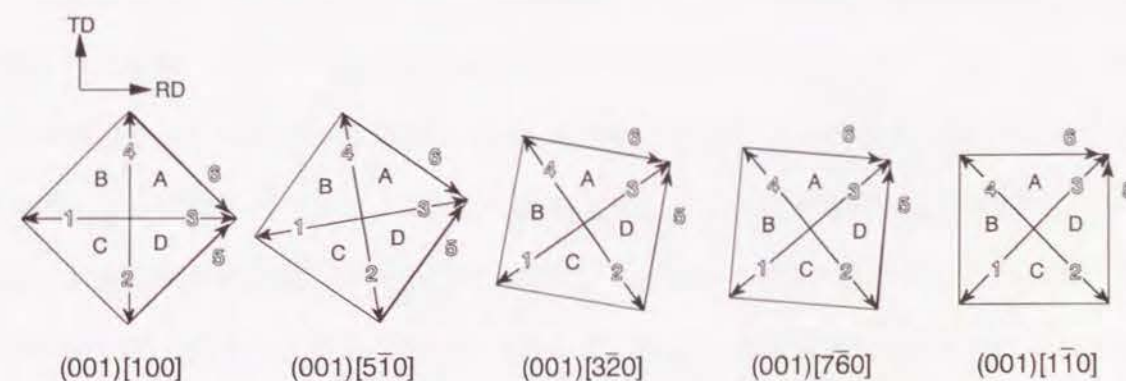


Figure 8. 19 (001)<uv0>方位結晶において、{111} 面よりなる正八面体をND方向より見た図。図中の記号はすべり系を表す (Fig. 7. 33参照)。

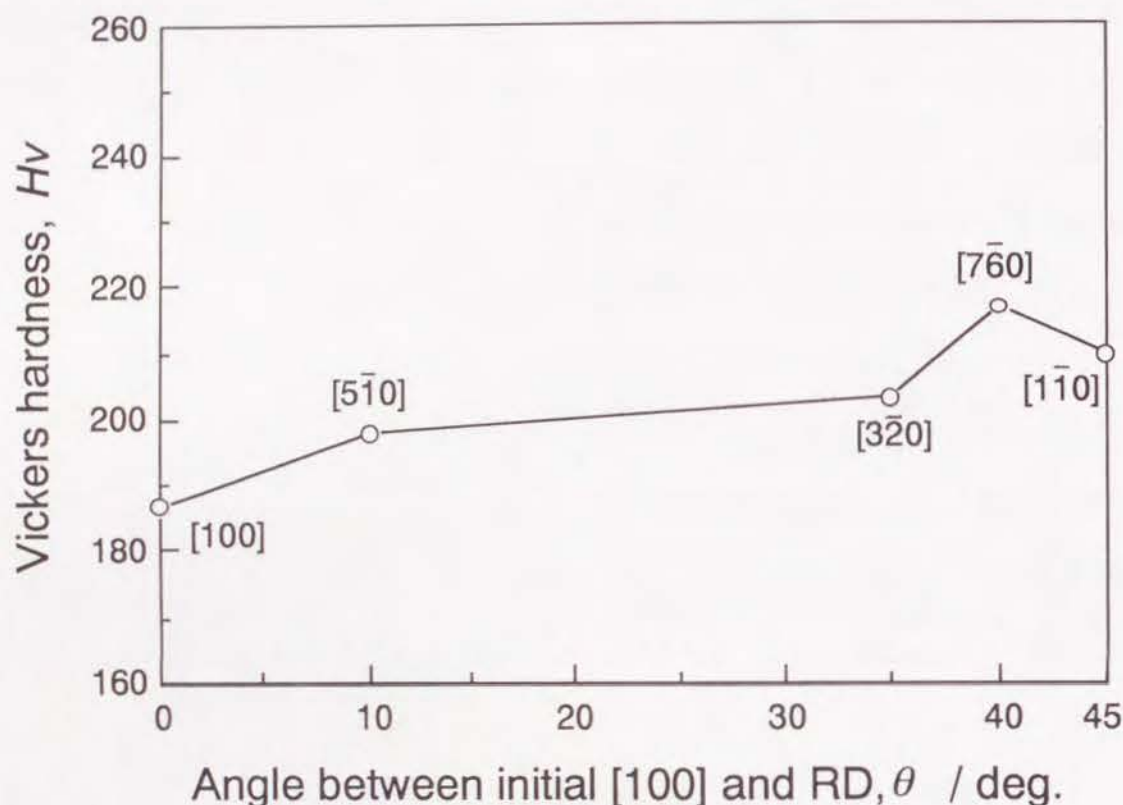


Figure 8.20 Fe-36%Ni合金の{001}<uv0>方位単結晶の70%圧延後のビッカース硬度。
Load=2.94N

8. 3. 4. 再結晶挙動

8. 4. 1. 再結晶速度

Fig. 8.21(a) は、70%圧延後 973Kで焼鈍した場合の各方位単結晶の再結晶曲線である。変形双晶あるいは剪断帯のよく発達した(001)[110]、(001)[760]、(001)[320]方位単結晶の再結晶速度が非常に大きいのに対して、(001)[510]、(001)[100]両方位単結晶は小さい再結晶速度を示す。特に、大部分が均一滑らかなマトリクスで占められる(001)[100]単結晶の再結晶は極めて起こりにくく、72ks焼鈍後によりやく再結晶を完了する。過去に Brown and Hatherly[11]はCuの(001)[100]方位単結晶が(001)[110]方位単結晶よりも再結晶を起こしにくいことを報告しているが、本研究の結果はこれと同様の傾向を示す。一方、Fig. 8.21(b) に示すように、Fe-36%Ni合金柱状晶（多結晶体）の場合には初期方位によらず再結晶速度に大きな違いがないことが特徴であり、この点において柱状晶（多結晶体）と単結晶とは全く異なる結果を示すことが明らかとなった。

8. 4. 2. 再結晶組織

(i) (001)[110]方位

Fig. 8.22は、50%圧延後 973Kで 0.6ks焼鈍した(001)[110]方位単結晶の光学顕微鏡組織（TD面観察）である。変形双晶の帯から再結晶粒が生成している。生成する再結晶粒の数はあまり多くない。Fig. 8.23は、70%圧延後 973Kで 60s焼鈍した(001)[110]方位単結晶の光学顕微鏡組織である。TD面上の組織（Fig. 8.20(a)）を見れば分かる通り、圧延面に対して20° 弱の角度をなす変形双晶と30° の角度をなす剪断帯の双方から、多数の再結晶粒が優先的に生成している。Fig. 8.20(b) は、ND面上の組織である。このように、変形双晶は焼鈍時に再結晶粒の優先生成サイトとなる。

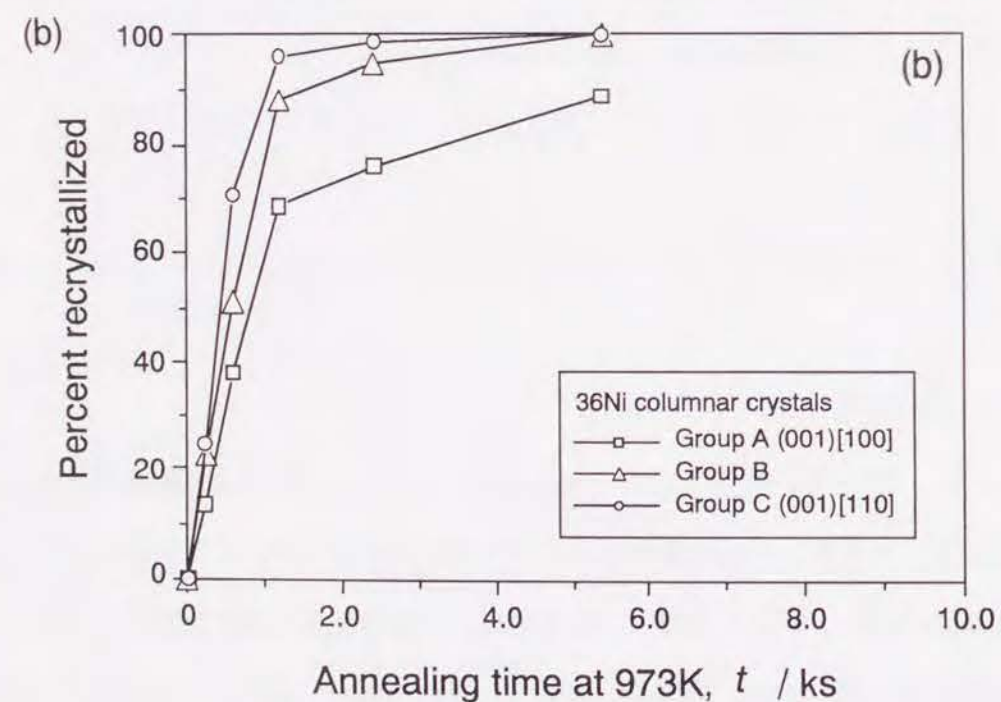
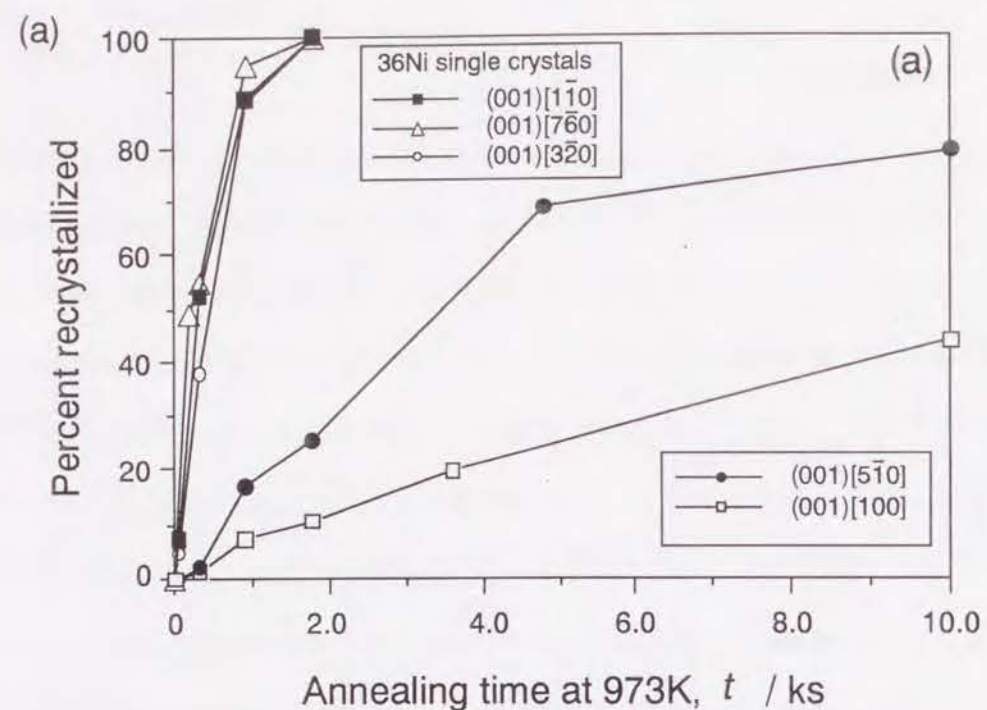


Figure 8.21 Fe-36%Ni合金単結晶および柱状晶の70%圧延後 973K焼鈍時の再結晶曲線
(a) 単結晶
(b) 柱状晶

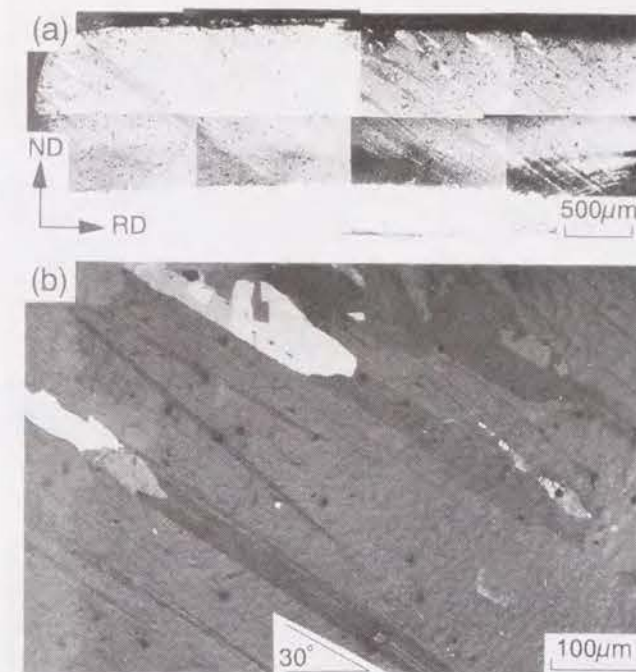


Figure 8.22 50%圧延後 973Kで 0.6ks焼鈍したFe-36%Ni(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶の再結晶途中組織。TD面観察

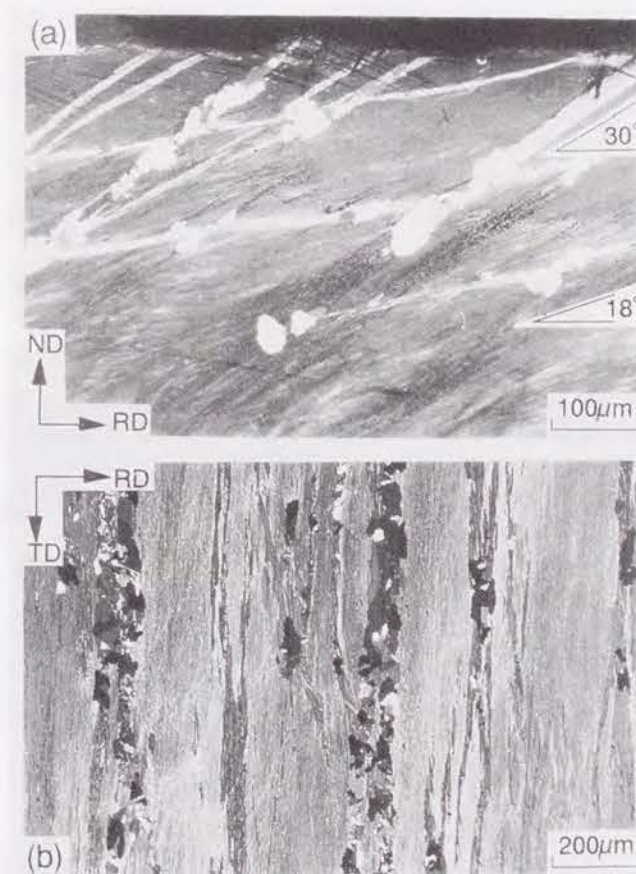


Figure 8.23 70%圧延後 973Kで 60sks焼鈍したFe-36%Ni(001)[110]方位単結晶の再結晶途中組織
(a) TD面観察
(b) ND面観察

(ii) $(001)[\bar{7}60]$, $(001)[\bar{3}20]$, $(001)[\bar{5}10]$ 方位

70%圧延後に剪断帯の良く発達した $(001)[\bar{7}60]$ 、 $(001)[\bar{3}20]$ 両方位を 973 K で焼鈍すると、剪断帯から多数の再結晶粒が優先的に生成した。Fig. 8. 24に、 $(001)[\bar{7}60]$ 方位単結晶の、Fig. 8. 25に $(001)[\bar{3}20]$ 方位単結晶の再結晶途中組織をそれぞれ示す。 $(001)[\bar{7}60]$ 方位単結晶において、剪断帯の発達の程度の弱い試片の上下面近傍からの再結晶は起こりにくい。剪断帯からの再結晶粒の優先的な生成の様子は、柱状晶材の場合 (Fig. 7. 21) と全く同様である。

一方、剪断帯の発達の程度の弱かった $(001)[\bar{5}10]$ 方位単結晶からの再結晶は、Fig. 8. 26(a) に示すようにやはり剪断帯から起こるものの、再結晶粒が生成するのにかなり長時間の焼鈍を要し、生じる再結晶粒の数も多くない。また、Fig. 8. 26(b) のようにRDに平行な変形帯からも再結晶粒は生じるが、その頻度は小さい。こうした結果 $(001)[\bar{5}10]$ 方位単結晶の再結晶速度は小さいものとなる。

(iii) $(001)[100]$ 方位

Fig. 8. 21の再結晶曲線から分かる通り、 $(001)[100]$ 方位単結晶は再結晶を非常に起こしにくい。特に $(001)[100]$ 方位を保持した均一滑らかなマトリクスからは、再結晶粒がほとんど生成しない。両TD端近傍に形成されたRD方向に平行な変形帯からは、Fig. 8. 26(b)と同様に少量の再結晶粒が生成する。 $(001)[100]$ 単結晶の再結晶は、こうした変形帯や試片表面近くで生じた少数の再結晶粒が内部の均一マトリクスを侵食する過程をとり、その結果として再結晶速度は極めて小さい。

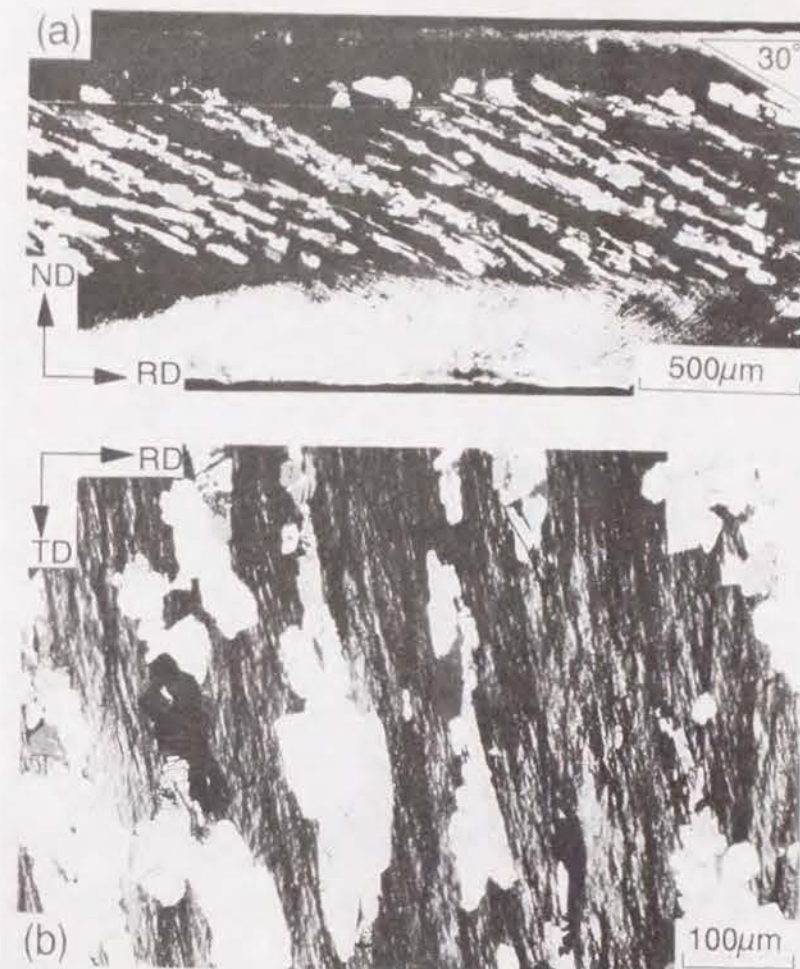


Figure 8. 24 70%圧延後 973 K で180s焼鈍したFe-36%Ni $(001)[\bar{7}60]$ 方位単結晶の再結晶途中組織
(a) TD面観察
(b) ND面観察

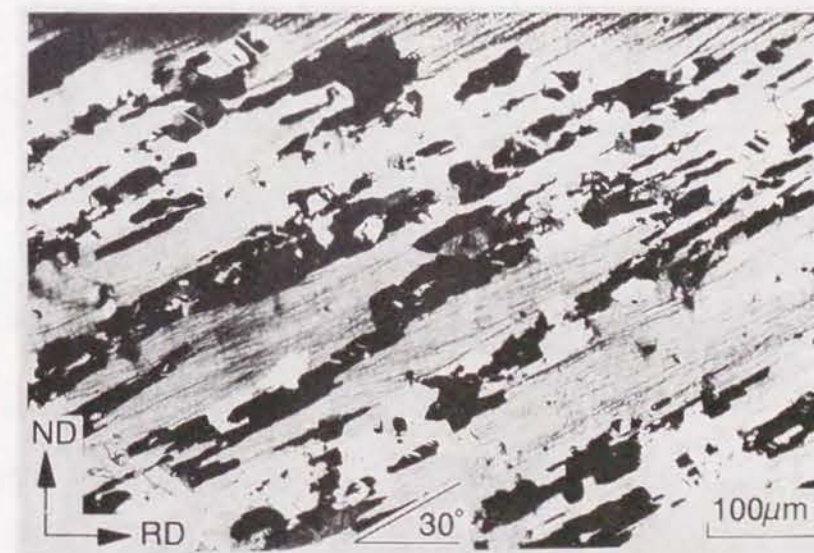


Figure 8. 25 70%圧延後 973 K で180s焼鈍したFe-36%Ni $(001)[\bar{3}20]$ 方位単結晶の再結晶途中組織。TD面観察。

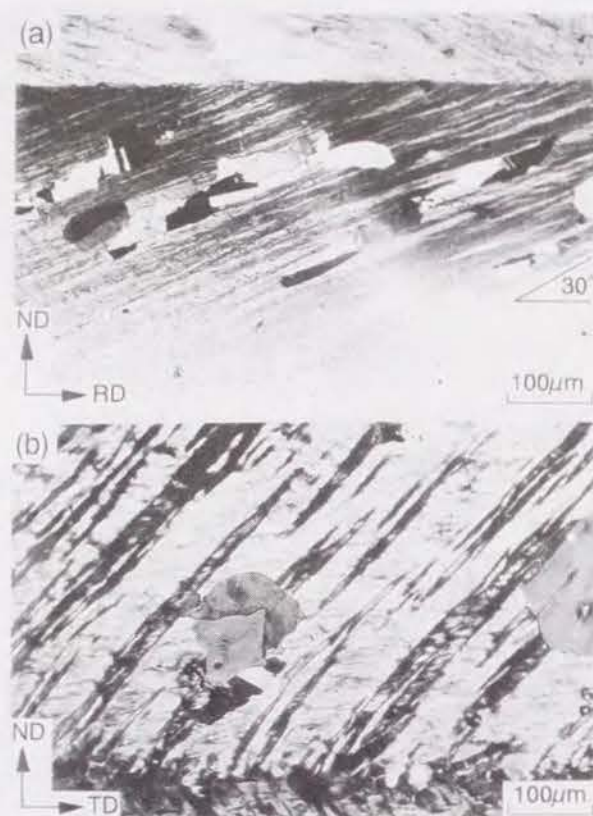


Figure 8.26 70%圧延後 973Kで焼鈍したFe-36%Ni(001)[$\bar{5}10$]方位単結晶の再結晶途中組織
(a) TD面観察。70%rolled+ 973K, 0.9ks
(b) RD面観察。70%rolled+ 973K, 1.8ks

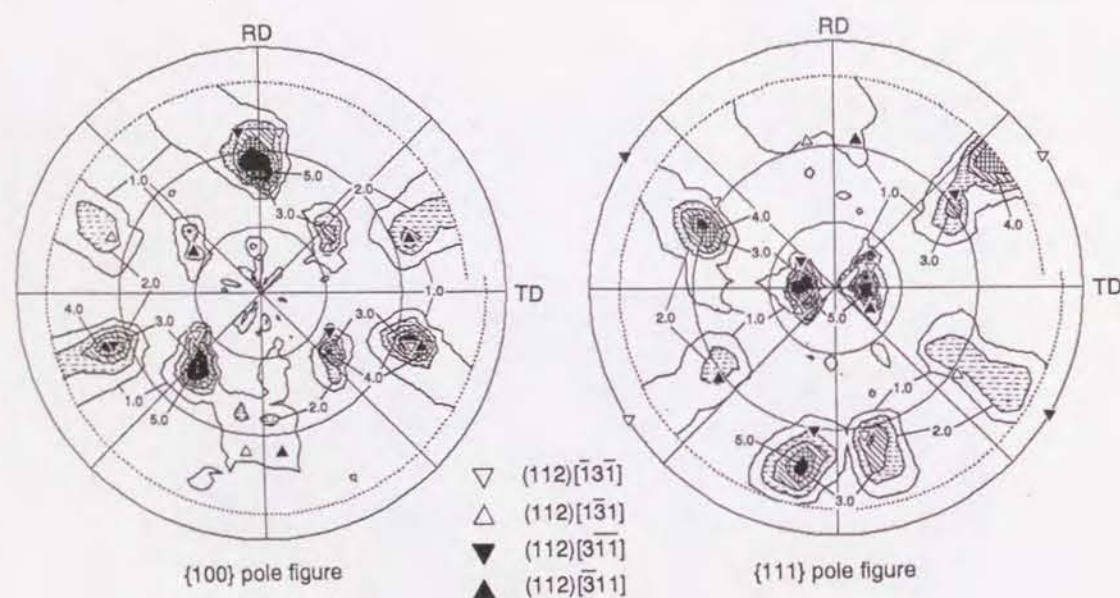


Figure 8.27 70%圧延後 973Kで 3.6ks焼鈍して再結晶を完了させたFe-36%Ni(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶の{100}および{111}極点図

8. 4. 3. 再結晶方位

Fig. 8.27に、70%圧延後 973Kで 3.6ks焼鈍して再結晶を完了させた(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶の{100}および{111}極点図を示す。{112}<311>方位への集積が認められる。Fig. 8.23に示したように、この単結晶における再結晶粒は変形双晶から優先的に生成する。そこで変形双晶から生成する再結晶粒が優先的方位を持つかどうかを明らかにするために、50%または70%圧延後 973Kで焼鈍を施した(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶中の、変形双晶より生成した個々の再結晶粒の方位を ECP法により測定した。その結果をFig. 8.28に示す。50%圧延材より生じた50粒は、<112>//ND 方位を持つものがやや多いもののかなり大きな方位分散を示す。一方、70%圧延材より生じた22粒は、逆極点図から分かる通り、圧延面が{112}方位と{123}方位の間にあるものが非常に多く、RD方向も<113>近くに収束している。測定数がそれほど多くないため明瞭ではないが、{100}および{111}極点図からも{112}<311>方位を持つものが多いことが分かる。すなわち、(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶中に形成された変形双晶から生じる再結晶粒は、{112}<113>優先方位を持つことが明らかとなった。過去に、変形双晶から生じる再結晶粒の優先方位を明らかにした研究は見当たらない。なお、(001)<uv0>方位を持つ粒も2粒(方位はそれぞれ(001)[120], (001)[340])存在したが、これらは剪断帯より生じたものと考えられる。

(001)[$\bar{7}60$]、(001)[$\bar{3}20$]、(001)[$\bar{5}10$]、(001)[100]各方位単結晶を70%圧延後973Kで焼鈍して再結晶を完了させた後の{100}および{111}極点図をFig. 8.29に示す。(001)[$\bar{7}60$]方位単結晶の再結晶集合組織は、Fig. 8.28(a)のように(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶のそれ(Fig. 8.26)とは全く異なり、(001)[$\bar{2}10$]を主方位とする。また、弱小成分として(001)[$\bar{1}10$]および(22 $\bar{1}$)[$\bar{4}52$]または(112)[$\bar{9}14$]方位への集積が認められる。これらのうち(22 $\bar{1}$)[$\bar{4}52$]方位は(001)[$\bar{2}10$]方位に対する双晶方位の一つであり、(112)[$\bar{9}14$]方位は(001)[$\bar{1}10$]単結晶中の変形双晶から生じた再結晶粒の方位である(112)[$\bar{3}11$]をND軸まわりに13°回転した方位である。(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶と異なり、(001)[$\bar{7}60$]方位単結晶の再結晶集合組織の主方位が[001]//ND方位を持った理由は、(001)[$\bar{7}60$]単結晶の変形組織が

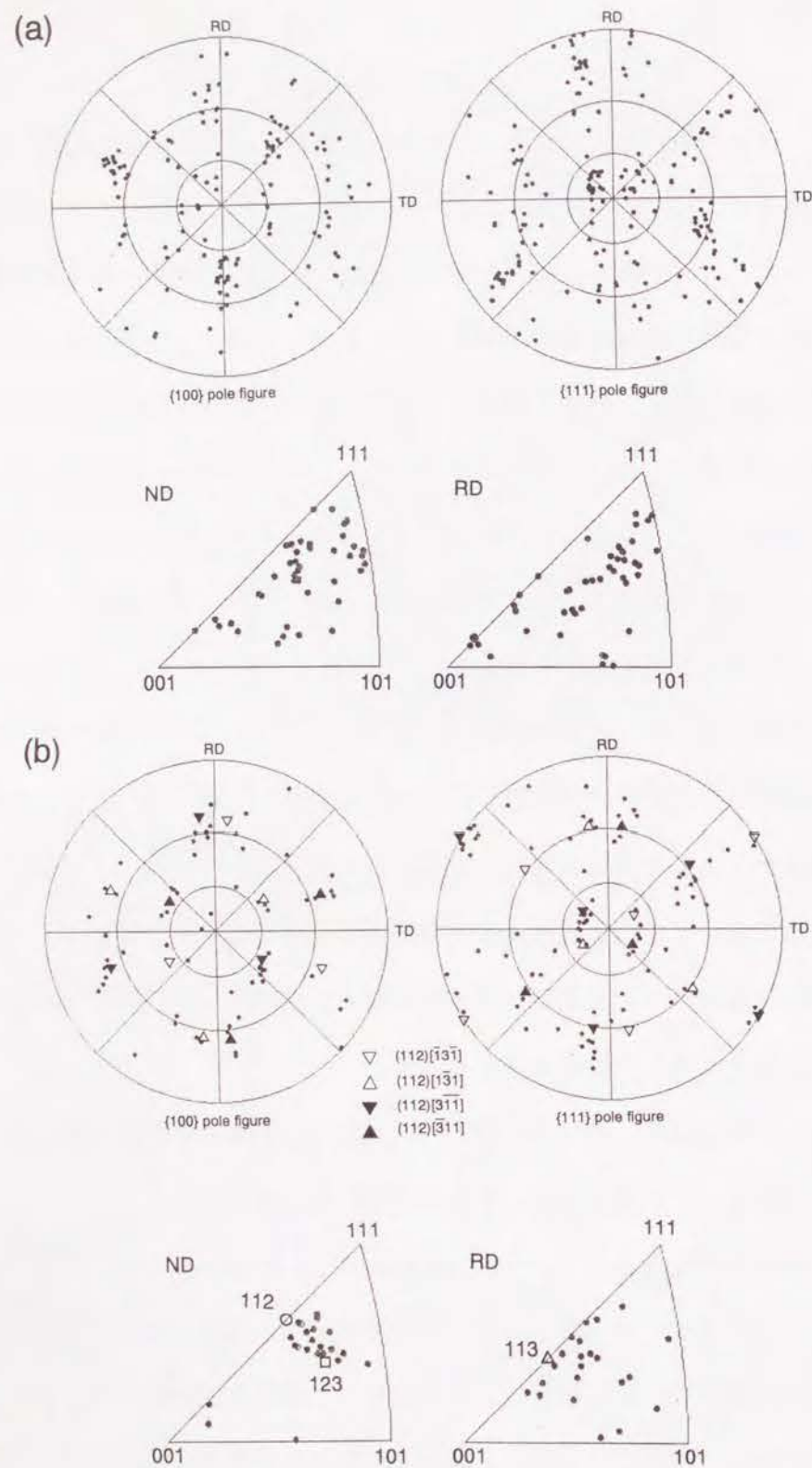


Figure 8.28 Fe-36%Ni(001)[$\bar{1}\bar{1}0$]方位単結晶中の変形双晶から焼鈍初期に生成した個々の再結晶粒の方位を表す{100}、{111}極点図およびND、RD逆極点図
(a) 50%rolled+ 973K, 0.6ks, 50粒
(b) 70%rolled+ 973K, 60s, 22粒

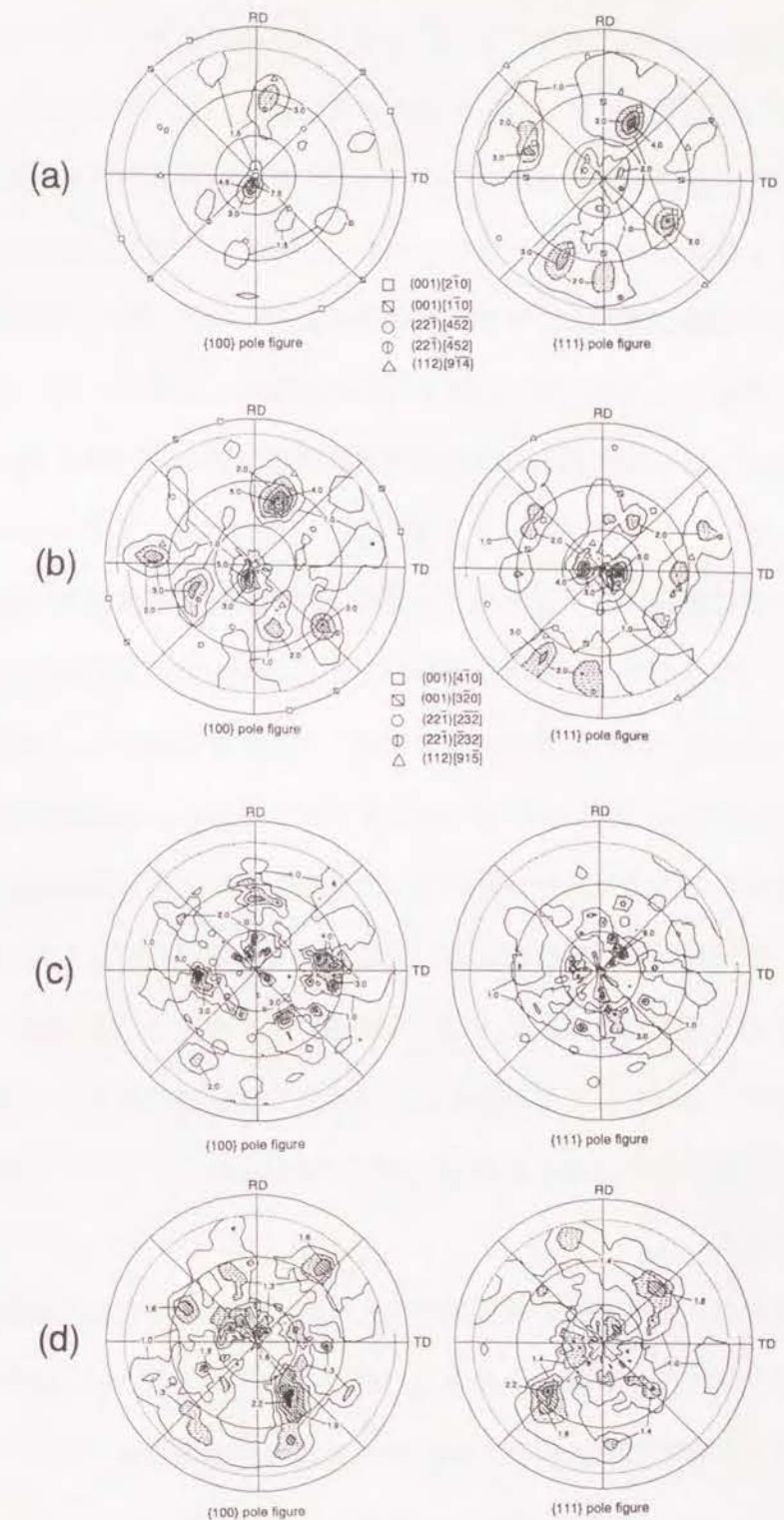


Figure 8.29 70%圧延後 973Kで焼鈍して再結晶を完了させたFe-36%Ni単結晶の{100}および{111}極点図

- (a) (001)[$\bar{7}\bar{6}0$]方位単結晶。70%rolled+ 973K, 3.6ks
(b) (001)[$\bar{3}20$]方位単結晶。70%rolled+ 973K, 7.2ks
(c) (001)[$\bar{5}10$]方位単結晶。70%rolled+ 973K, 21.6ks
(d) (001)[100]方位単結晶。70%rolled+ 973K, 72ks

主に剪断帯より構成されていたためである。極点図は ND-RD面に関して非対称であるが、ND-RD 面をND軸回り時計回りに約 13° 回転した面を考えると、これに対して対称となる。すなわち、 $(001)[\bar{7}60]$ 単結晶の集合組織は、 $(001)\langle 530 \rangle ((001)[530] + (001)[\bar{5}\bar{3}0])$ 集合組織をNDを回転軸として時計まわりに 13° 回転したものである。これは、 $(001)[\bar{7}60]$ 初期方位の $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ からのずれに対応している。すなわち、ND-RD面に対して非対称な初期方位を持つ $(001)[\bar{7}60]$ 単結晶は、圧延時にND軸まわりの回転を生じない結果、ND-RD面に対して非対称な圧延集合組織を形成し、その結果再結晶集合組織も ND-RD面に対して非対称なものとなるのである。

同様の变形組織（剪断帯）を示した $(001)[\bar{3}20]$ 方位単結晶の再結晶集合組織 (Fig. 8.29(b)) は、 $(001)[\bar{7}60]$ 方位単結晶のそれとよく似通っている。ただし $(001)[\bar{3}20]$ 単結晶の場合は $(001)\langle uv0 \rangle$ 方位の強度が弱く、双晶方位である $(22\bar{1})[2\bar{3}2]$ 方位あるいは変形双晶からの優先方位である $(112)[91\bar{5}]$ 方位の強度のほうが強い。この違いは、 $(001)[\bar{3}20]$ 方位単結晶における剪断帯の発達程度がやや弱かったために生じたと考えられる。Fig. 8.29(b) の極点図も ND-RD面に対して非対称であるが、これも $(001)[\bar{7}60]$ 単結晶の場合と同様に初期方位の $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ 方位からのずれを考慮することにより説明できる。柱状晶材の場合、剪断帯から生じた再結晶粒は $(001)\langle 310 \rangle$ 優先方位を持っていたが、単結晶の場合にも剪断帯から生じる再結晶粒は、 $(001)\langle uv0 \rangle$ 方位を持つという点において柱状晶材の場合と同様である。

一方、剪断帯の発達程度が弱く再結晶の起こりにくかった $(001)[\bar{5}\bar{1}0]$ 方位単結晶と、均一滑らかなマトリクスを示し、極めて再結晶の起こりにくかった $(001)[100]$ 方位単結晶の再結晶集合組織は、Fig. 8.29(c), (d) に示すように優先方位を持たず、ランダムなものとなる。

8. 5. 考察

8. 5. 1. 柱状晶材（多結晶体）と単結晶材の圧延・再結晶挙動の相違

本章において、 $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 初期方位を持つFe-36%Ni合金単結晶の圧延・再結晶挙動を明らかにした。その結果を Table 8.3にまとめる。これらを、第7章で示した同じ $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 初期方位を持つFe-36%Ni合金柱状晶材の結果 (Table 7.3) と比較すると、幾つかの相違点が存在する。それらを以下に列挙する。

- (1) $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ 方位単結晶には、多結晶体中には生じない変形双晶が多量に発生する。
- (2) $(001)[100]$ 方位単結晶には、同方位柱状晶粒に観察された、TD方向に伸びた $(101)[10\bar{1}]$ 方位を持つ幅の広い変形帯が形成されない。
- (3) 剪断帯は単結晶、柱状晶とも $(001)\langle 110 \rangle$ に近い初期方位を持つ結晶に形成されるが、単結晶の場合のほうが、広い範囲の初期方位において観察される。
- (4) $(001)[\bar{7}60]$ 、 $(001)[\bar{3}20]$ 、 $(001)[\bar{5}\bar{1}0]$ 方位単結晶の圧延時の方位回転は、ND軸まわりの回転成分を含まず、その結果これらの圧延集合組織は初期方位と同じく ND-RD面に対して非対称となる。
- (5) 単結晶の70%圧延後硬度は初期方位に依存し、特に $(001)[100]$ 方位単結晶のそれは非常に小さい。
- (6) $(001)[\bar{5}\bar{1}0]$ および $(001)[100]$ 方位単結晶の再結晶速度は極めて小さい。

こうした柱状晶材（多結晶体）と単結晶材との相違点は、いずれも粒界による変形の拘束の有無に基づいて説明される。上に示した六点のうち第一点（変形双晶の形成）に関しては次節で詳しく述べることとし、ここでは残りの五点についての考察を行う。

単結晶の圧延挙動が初期方位により異なった理由は、方位によって活動すべり系の種類、組み合わせが異なったためである。 $(001)[100]$ 方位結晶中に方位を維持した均一滑ら

Table 8.3 Fe-36%Ni合金における各方位単結晶の圧延・再結晶挙動

initial orientation	70% rolled microstructures	orientation after 70% rolling	Vickers hardness after 70% rolling	time required for 50% recrystallization at 973K (ks)	orientation of recrystallized grains
(001)[100]	smooth-etched matrix + deformation bands parallel to RD	(001)[100] {035}<100> {225}<28,3,10>	187	12.0	random
(001)[5 $\bar{1}$ 0]	undeveloped shear bands + deformation bands parallel to RD	(1 $\bar{1}$ 3)[8 $\bar{1}$ 3] (001)[5 $\bar{1}$ 0]	198	3.4	random
(001)[3 $\bar{2}$ 0]	shear bands	(113)[13,5,6]	203	0.5	(221)[232] (112)[915] (001)[4 $\bar{1}$ 0]
(001)[7 $\bar{6}$ 0]	shear bands	(1 $\bar{1}$ 2)[645]	217	0.25	(001)[2 $\bar{1}$ 0] (001)[1 $\bar{1}$ 0] (22 $\bar{1}$)[452] (112)[9 $\bar{1}$ 4]
(001)[1 $\bar{1}$ 0]	deformation twin + shear bands	(1 $\bar{1}$ 0)[001] (1 $\bar{1}$ 2)[1 $\bar{1}$ 1]	210	0.3	{112}<311>

かなマトリクスが形成される一方、(001)[110]に近い初期方位を持つ結晶が <112>//NDへの方位回転を起こして剪断帯を形成するという傾向は、柱状晶と単結晶の双方に共通しており、よってこれらの形成機構に関する議論は、第7章で行なったものと同様となる(7.5.1 節参照)。

(001)[100]方位単結晶の再結晶が非常に起こりにくかった理由は、均一滑らかなマトリクスが変形組織の大部分を占めていたためである。柱状晶材の場合にも、均一滑らかなマトリクスは最も再結晶を起こしにくい領域であった(Fig. 7.20(a))。均一マトリクス部では、主すべり系A3、B1、C1、D3(Fig. 8.19)が優先的に活動したと考えられる。

(001)[100]方位単結晶の幅の増加率が他の単結晶に比べて小さかった事実(Fig. 8.1)は、この考えを支持する。なぜならA3、B1、C1、D3は2種のすべり方向しか持たず、しかもそれらはTD方向の成分を持たないからである。すなわち、Fe-19%Cr(BCC)合金の(001)[110]方位結晶の場合(3.5.1 節参照)と同様に、活動すべり方向の種類の少ない(001)[100]方位を維持した領域は、本来非常に再結晶を起こしにくいといえる。多結晶体の場合には粒界の拘束下で種々の不均一変形組織が導入され、そこから再結晶粒が多数生じたために、(001)[100]柱状晶粒の再結晶速度は十分大きなものとなったのである。また、柱状晶の場合に観察された(101)[10 $\bar{1}$]方位を持つ幅の広い変形帯が、(001)[100]方位単結晶中には全く形成されなかった事実は、第7章で論じた通り、この変形帯の形成に対して粒界の拘束が大きな役割を担っていることを証明している。

第7章では、Fe-36%Ni合金柱状晶材の再結晶が初期方位によらず均一に起こる理由として、交叉すべりの難易に基づく動的回復の起こりにくさを挙げた。一方、本章で示した通り単結晶の圧延・再結晶挙動(圧延後硬度、再結晶速度)は初期方位に依存したが、これは前の考察と矛盾するものではない。すなわち、粒界の拘束のない単結晶中の応力状態は多結晶体に比べて単純であり、特に(001)[100]方位においては2次すべり系のシュミット因子が小さく、その活動が抑制されることから、転位の平均自由行程[16]が増していると考えられる。これは動的回復がある程度起こったことと同様の効果をもたらす。すなわち、単結晶を多結晶体と同じ圧下率だけ圧延しても、蓄積される転位の量が少なくなる

と考えられる。実際、各方位単結晶の70%圧延後硬さが柱状晶材の場合よりも低かった事実は、この考えを支持する。すなわち、単結晶の再結晶速度が初期方位依存性を示したのは、多結晶体の低圧下率に相当する状況にあったためである。もっとも単結晶の場合には、さらに圧下を加えても、粒界の拘束がないために種々の不均一変形組織が導入されない可能性がある。その場合、単結晶はかなりの強圧延後も初期方位依存性を示すと考えられる。

(001)[$\bar{7}60$]、(001)[$\bar{3}20$]、(001)[$\bar{5}10$]方位単結晶の圧延集合組織は {113}あるいは{112}に近い圧延面方位を持つが、ND-RD 面に関して非対称なものであり、柱状晶粒がND-RD 面に関して対称な{113}<332>方位への方位回転を起こすことと一致しない。この理由は粒界による幅方向の変形の拘束の有無に求めることができる。各単結晶の方位回転は、Fig. 8. 19におけるすべり系D2、D3の優先的活動により説明される。これらのすべり方向はTD方向の成分を持っているので、幅方向への形状変化を起こそうとする。多結晶体の場合にはこれが許されず、すべり方向がRDに平行となるような回転、すなわち ND-RD面に対して対称な方位へ向かう回転が生じるが、粒界に拘束されない単結晶体では幅方向の形状変化に対する抑制が弱く、ND軸まわりの方位回転が起こらないと考えられるのである。

8. 5. 2. (001)[$\bar{1}10$]方位単結晶における変形双晶の形成とその再結晶

Fe-36%Niの(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶を室温で圧延すると、多量の変形双晶が形成されることが明らかとなった。ほかの方位、例えば(001)[$\bar{7}60$]方位単結晶中にも変形双晶は少量形成されていたようだが、マクロ極点図中に強い成分として現れるほど形成されたのは、(001)[$\bar{1}10$]方位のみであった。Onodera and Tamura[13]は、Fe-Ni-C 合金多結晶体には室温変形で変形双晶が形成されるが、Fe-Ni合金多結晶には形成されないことを明らかにした。牧ら[17]はこの理由として、C添加により Fe-Ni合金の積層欠陥エネルギーが下がることを指摘している。本研究で用いたFe-36%Ni合金中のC量は30ppm と非常に少量であり、牧らの考えに従えば変形双晶は形成されないと予想される。実際、柱状晶をはじめとする

多結晶体には変形双晶が観察されなかった。したがって、Fe-36%Ni合金の(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶に変形双晶が形成された理由として、単結晶であること、および(001)[$\bar{1}10$]方位の特異性、の2点が考えられる。

変形双晶の形成に対する粒径の効果は十分に解明されていないようである。しかし、柱状晶材中にも(001)[$\bar{1}10$]に近い初期方位を持つ粒は存在するはずであり、単結晶にのみ変形双晶が形成された事実は、多結晶体よりも単結晶の方が双晶形成が容易であることを示唆している。

FCC結晶における変形双晶は、 $a/6\langle 112 \rangle$ 双晶転位が各 {111}面上を運動することにより形成される[12]。したがって、双晶転位に対するシュミット因子を求めることにより、変形双晶発生の方角依存性を大まかに見積ることができる。(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶に形成される変形双晶の双晶面は($\bar{1}11$)面である。(111)面上の双晶転位には、Fig. 8. 30に示すように $a/6[\bar{1}12]$ 、 $a/6[\bar{1}21]$ 、 $a/6[211]$ の3種がある。これらをそれぞれT1、T2、T3と呼ぶことにして、T1、T2、T3の圧延変形におけるシュミット因子を第3章に示した式(3・1)にしたがって計算した。計算にあたっては単純に{111}<110>すべり系とT1のCRSSが同じであると仮定した<注1>。Fig. 8. 31がその計算結果である。Fig. 8. 31(a)より、T1のシュミット因子が、(001)[$\bar{1}10$]近くの方角において主すべり系D3、B1、D2、B4のそれを上回って最大となることが分かる。(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶は、圧延によってTD=[110]を回転軸として($\bar{1}12$)[$\bar{1}11$]方位への方位回転を起こすが、Fig. 8. 30(b)からわかる通り、そのような回転が起こってもT1のシュミット因子は常に主すべり系D2、D3のそれよりも大きな値を持つ。すなわち変形双晶が(001)[$\bar{1}10$]方位単結晶にのみ多量に発生した理由は、(001)[$\bar{1}10$]方位またはそれが方位回転を起こした($\bar{1}14$)[$\bar{2}21$]、($\bar{1}13$)[$\bar{3}32$]といった方位が、双晶転位T1の活動が起こりやすい特殊な方位であるためと結論できる。

<注1> {111}<110>すべり系転位と{111}<112>双晶転位のCRSSは、実際には異なる値を持つと考えられる。{111}<112>双晶転位のCRSSに影響を与える因子としては、バーガスベクトルの大きさ[18]と積層欠陥エネルギー[19, 20]が考えられる。

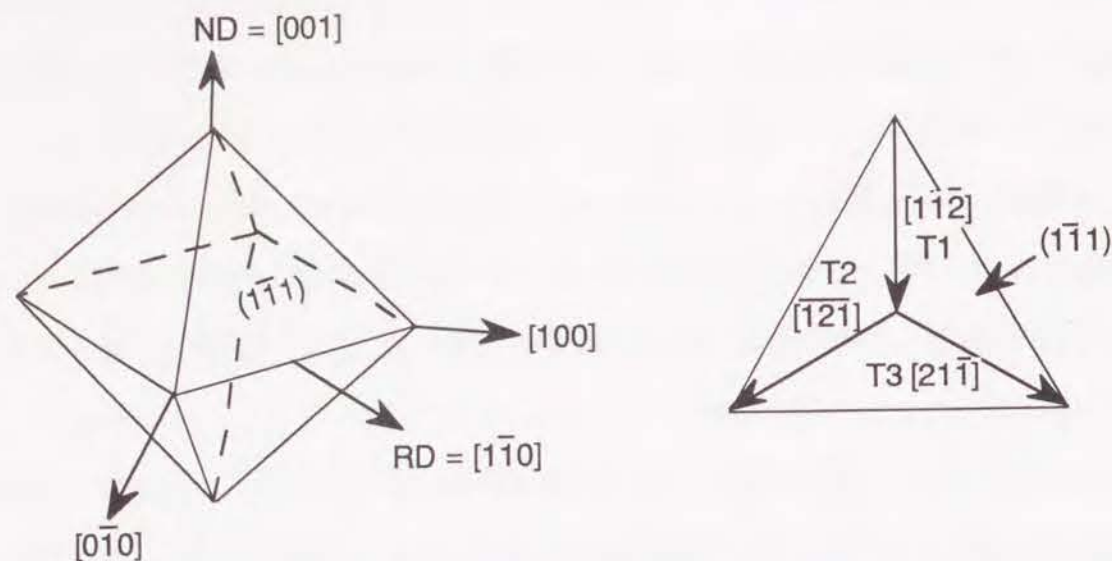


Figure 8.30 (111) 面上のすべり転位 ($a/2\langle 110 \rangle$) と双晶転位 ($a/6\langle 112 \rangle$) の幾何学的配置

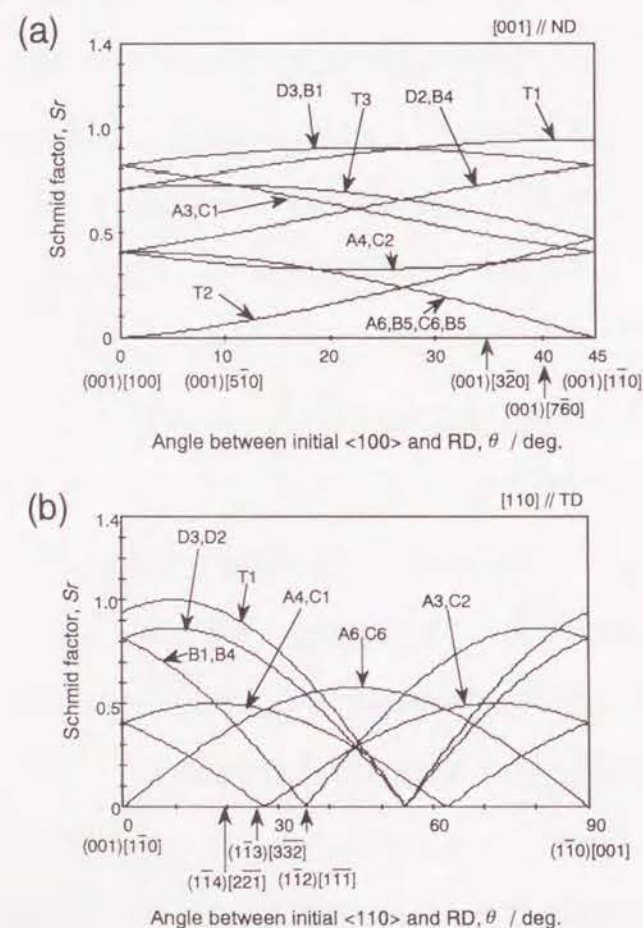


Figure 8.31 双晶系 (T1、T2、T3) および {111} <110> すべり系のシュミット因子 (Sr)
(a) {001} <uv0> 方位結晶
(b) TD=[110] 方位結晶

変形双晶は焼鈍時に再結晶粒生成の優先サイトとなり、70%圧延後 973 K で焼鈍した場合、変形双晶から生成した再結晶粒は {112} <311> 方位を優先方位として持つ。FCC 結晶における変形双晶が再結晶粒の優先生成サイトとなることは、すでに牧ら [17] が Fe-Ni-C 合金において示している。彼等は特に変形双晶の交叉部が極めて優先的なサイトであることを示している。本研究の結果では、50%圧延材における変形双晶から生成した再結晶粒の数は多くなく、70%圧延を施すことによって生成サイトとしての優先性が際立った。こうしたことから考えて、生成直後の変形双晶そのものが、すでに再結晶核生成の条件を十分備え持つわけではなく、その後の変形で変形双晶が交叉したり、すべり変形が進行した時に変形双晶は有力な再結晶核生成サイトになるといえる。

一方、変形双晶から生成した再結晶粒がどのような方位を持つのかを明らかにした研究は見当たらない。そこで次に、変形双晶から生成した再結晶粒がなぜ {112} <311> 方位を持っていたのかを考察する。変形双晶は30%~50%圧延の間に形成され、その後その量はあまり増加しない。したがって、70%圧延率に達するまでは、マトリクスと同様に変形双晶内部も変形を受けると考えられる。いま、マトリクスの方位が $(\bar{1}\bar{1}3)[\bar{3}32]$ であるとすれば、双晶の方位は $(7\bar{7}1)[\bar{1}, 1, 14]$ となる。 $(7\bar{7}1)[\bar{1}, 1, 14]$ は、 $(\bar{1}\bar{1}0)[001]$ に非常に近い方位であるので、簡単のために双晶の方位を $(\bar{1}\bar{1}0)[001]$ と近似する。Fig. 8.32 は、その幾何学的状況を示す模式図である。 $(\bar{1}\bar{1}0)[001]$ 方位におけるシュミット因子最大のすべり系は、B1、B4、D2、D3 である (Fig. 8.31(b))。このうち D2 と D3 は、双晶面である D 面 ($(\bar{1}\bar{1}1)$ 面) に平行な面をすべり面とする。一方、B1 と B4 は双晶境界を通過することができず、双晶境界に堆積する。転位の堆積は格子の局所的湾曲を生じさせる。いま双晶境界に刃状転位 B1 が堆積し、それによって格子湾曲が生じると考えると、湾曲軸は $[\bar{1}21]$ である。その様子を示す模式図が Fig. 8.33 である。この湾曲が 20° に及ぶとすれば、最も湾曲 (格子回転) した部分の方位は、Fig. 8.34 に○印と●印で示すものになる。これらは $(112)[\bar{3}1\bar{1}]$ 、 $(112)[\bar{3}11]$ に非常に近い方位である。同様に B4 転位の堆積を考えると、 $(112)[\bar{1}3\bar{1}]$ 、 $(112)[\bar{1}31]$ への湾曲が導かれる。こうした湾曲の大きい領域は双晶とマトリクスの双方に対して十分大きな方位差を持ち、再結晶核になる能力が高い。すなわち、70%圧延後の変

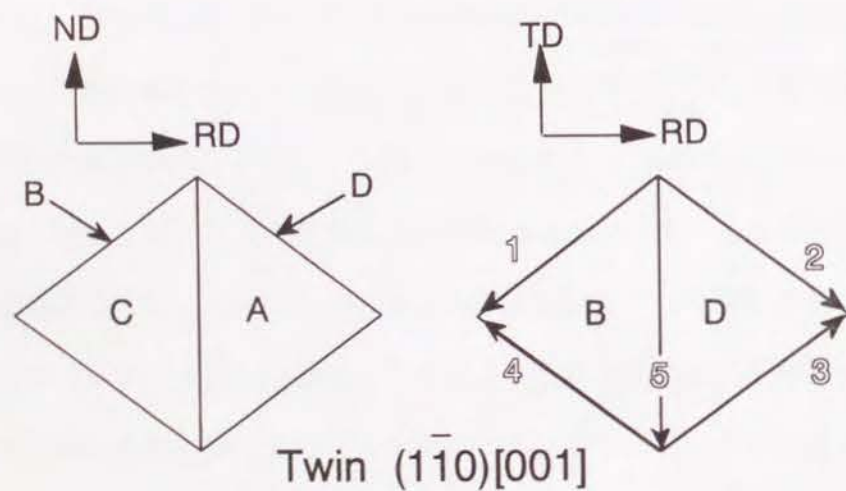
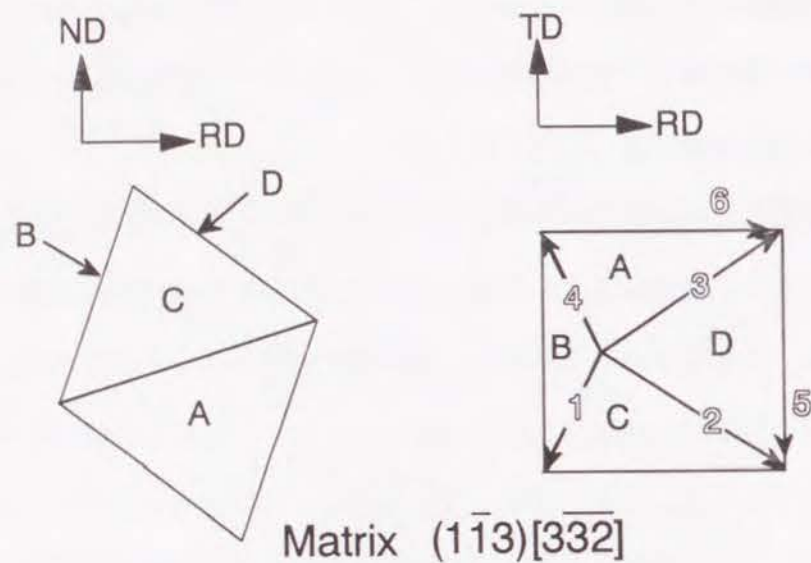
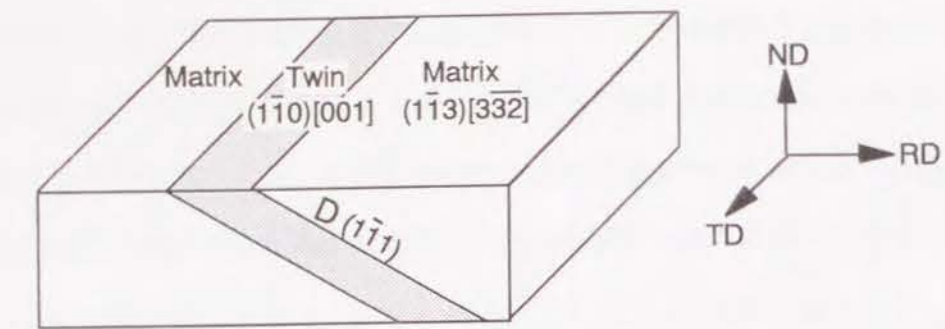


Figure 8.32 (001)[110]方位単結晶における変形双晶とマトリクスの結晶学的状況を示す模式図。マトリクスおよび双晶における {111} 正八面体をTD方向およびND方向より見た場合の図を示す。

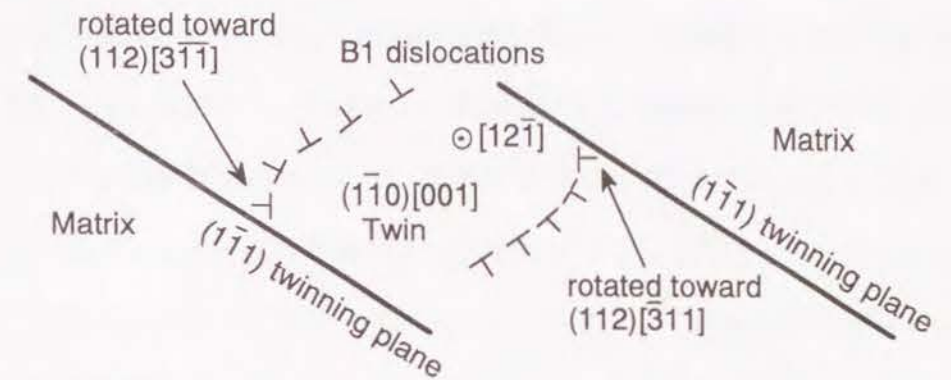
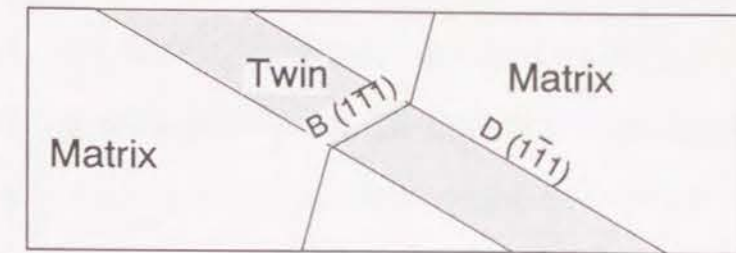


Figure 8.33 双晶境界への主すべり転位B1（刃状転位）の堆積により生じる格子湾曲の様子を示す模式図

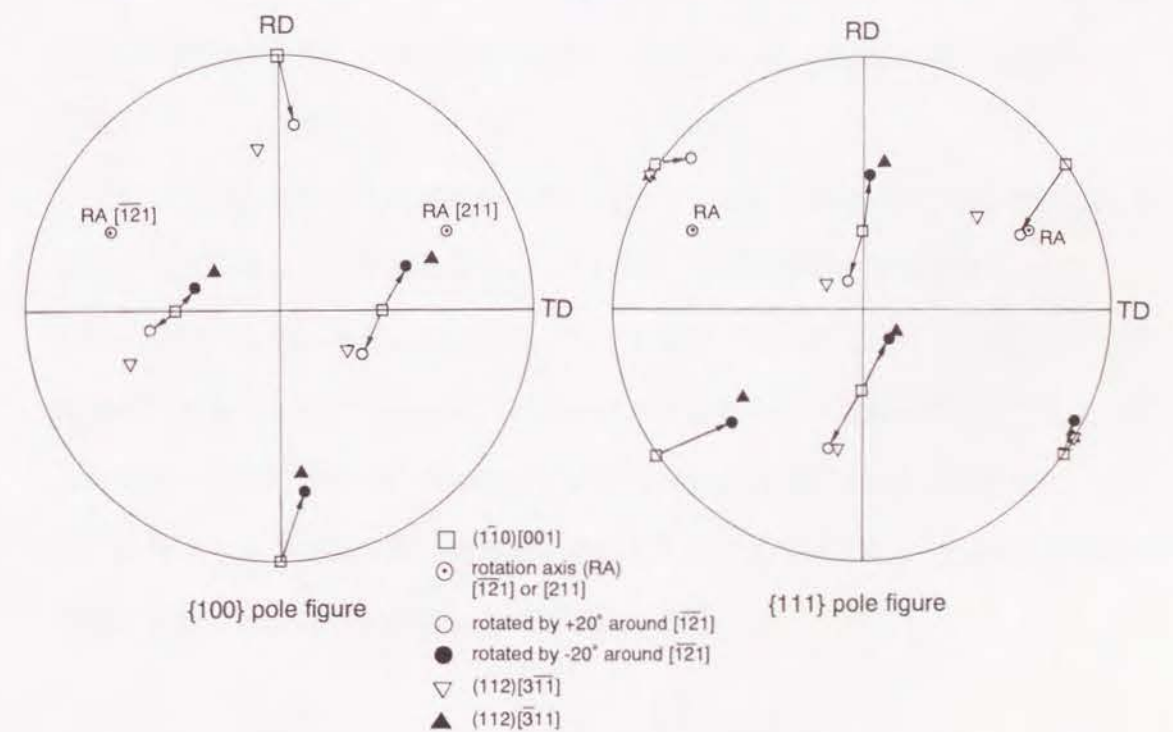


Figure 8.34 格子湾曲により生じる方位を示す {100} および {111} 極点図

形双晶から生成した再結晶粒が $\{112\}\langle 311\rangle$ 方位を持っていた事実は、双晶境界に双晶内の主すべり転位が堆積して $\{112\}\langle 311\rangle$ 方位を持つ局所湾曲領域が形成され、それが再結晶核になるためと考えられる。50%圧延材中の変形双晶からの再結晶粒は数が少なく優先方位を持たなかったが、これは局所的湾曲領域の形成が不十分なためである<注2>。

<注2> ここで行なった議論は、第4章で再結晶粒の方位を説明するために用いた論法と全く同じであり、古林のモデル[21]を用いている。

8. 6. 結論

Fe-36%Ni (FCC) 合金における $\{001\}\langle uv0\rangle$ 方位単結晶の圧延・再結晶挙動を調べ、以下の事実を明らかにした。

- [1] $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ 方位単結晶には圧延時に多量の変形双晶が形成され、焼鈍時にはそれらが再結晶粒の優先生成サイトとなる。70%圧延後 973Kで焼鈍した場合には、 $\{112\}\langle 311\rangle$ 再結晶集合組織が形成される。 $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ 方位単結晶のみに変形双晶が多量に発生した理由は、双晶転位 $(\bar{1}\bar{1}1)[\bar{1}\bar{1}2]$ が、 $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ 方位において大きいシュミット因子を持つためである。変形双晶から生成した再結晶粒が $\{112\}\langle 311\rangle$ 方位を持つ理由は、変形時に双晶内の双晶境界に主すべり転位(刃状転位)が堆積して $\{112\}\langle 311\rangle$ 方位を持つ局所的湾曲領域が形成され、それが焼鈍時に再結晶核となるためと予想される。
- [2] $(001)[\bar{1}\bar{1}0] \sim (001)[5\bar{1}0]$ の範囲の初期方位を持つ単結晶には剪断帯が形成される。ただし $(001)[5\bar{1}0]$ 単結晶の剪断帯は未発達なものである。 $(001)[7\bar{6}0]$ 、 $(001)[3\bar{2}0]$ 方位単結晶の剪断帯から優先的に生成する再結晶粒は、柱状晶の場合と同様に $(001)\langle uv0\rangle$ 方位を持つ。
- [3] $(001)[100]$ 方位単結晶の圧延に伴う幅の増加率、70%圧延後の硬度は、他方位の単結晶に比べて最も小さい値を示す。 $(001)[100]$ 方位単結晶の圧延組織は、 $(001)[100]$ 方位を維持した均一滑らかなマトリクスと、RD方向に平行な幅数 μm の変形帯の2種から構成され、 $(001)[100]$ 初期方位柱状晶に観察された、 $(101)[\bar{1}0\bar{1}]$ 方位を持つTD方向に伸びた変形帯は形成されない。 $(001)[100]$ 方位を維持した均一滑らかなマトリクスは、極めて再結晶を起こしにくく、ゆえに $(001)[100]$ 単結晶の再結晶速度は他方位の単結晶に比べて非常に小さい。

参考文献

- [1] M. M. Borodkina and N. S. Belousova : Phys. Met. Metallo. 37 (1974) No. 5, p. 170
- [2] M. M. Borodkina and N. S. Belousova : Phys. Met. Metallo. 38 (1974) No. 6, p. 113
- [3] C. A. Verbraak : Acta Metall. 6 (1958), 580
- [4] A. Malin, J. Huber and M. Hatherly : Z. Metallkde. 72 (1981), 310
- [5] K. Brown and M. Hatherly : J. Inst. Met. 98 (1970), 310
- [6] R. E. Bauer, H. Mecking and K. Lucke : Mater. Sci. Eng. 27 (1977), 163
- [7] 野田龍彦 : 日本金属学会会報、19 (1980), 638
- [8] M. Hatherly and A. S. Malin : Scripta Metall. 18 (1984), 449
- [9] A. Malin, J. Huber and M. Hatherly : Z. Metallkde. 72 (1981), 310
- [10] K. Morii, M. Mera and Y. Nakayama : Trans. Jpn. Inst. Met. 18 (1977), 7
- [11] K. Brown and M. Hatherly : J. Inst. Met. 98 (1970), 317
- [12] 成田舒孝 : 日本金属学会会報、24 (1985), 984
- [13] H. Onodera and I. Tamura : Scripta Metall. 11 (1977), 1057
- [14] 檉原恵蔵、田上 稔、猪子富久治 : 日本金属学会秋期講演大会概要集、(1993)名古屋、p. 261
- [15] 加藤健三 : 「金属塑性加工学」、丸善、(1971), p. 115
- [16] 日本金属学会編 : 「転位論」、丸善、(1971), p. 77
- [17] 牧 正志、中川 忍、田村今男 : 日本金属学会誌、44 (1980), 1164
- [18] 鈴木秀次 : 「転位論入門」、アグネ、(1989), p. 11
- [19] H. Suzuki and C. S. Barrett : Acta Metall. 6 (1958), 156
- [20] P. R. Thornton and T. E. Mitchell : Phil. Mag. 7 (1962), 361
- [21] 古林英一 : 鉄と鋼、57 (1971), 1167

第9章 総括

ストリップ連铸プロセスの実用化にとって重要な、 $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 初期方位を有する凝固柱状晶材および単結晶材の圧延・再結晶挙動に関する研究を行なった。代表的なフェライト(BCC) 単相鋼、オーステナイト(FCC) 単相鋼としてFe-19%CrおよびFe-36%Ni両合金を用いた。不明な点の多い再結晶集合組織の形成機構に対する知見を得るために、不均一変形組織の形成に与える初期結晶方位および粒界による変形の拘束の影響と各々の不均一変形組織からの再結晶粒生成の様子、特に再結晶粒の方位を詳細に調べた。各章ごとの結論は、以下の通りである。

第1章では、研究の背景・目的を論じた。

第2章では、本研究で用いた実験・解析方法を説明した。

第3章では、Fe-19%Crフェライト合金の凝固柱状晶材の圧延・再結晶挙動を明らかにした。柱状晶粒の圧延挙動(圧延組織、結晶方位回転、圧延後硬度)および再結晶挙動(再結晶速度、再結晶粒径、再結晶方位)が初期方位によって大きく異なることが明らかとなった。特に(001)[110]初期方位を持つ粒は極めて再結晶を起こしにくく、その結果柱状晶材の再結晶速度は遅く、再結晶完了組織は粒径の不均一なものとなる。(001)[110]方位の再結晶が起こりにくい理由は、圧延時の活動転位の種類が少なく、動的回復が顕著に起こる結果、再結晶のための十分な駆動力と易動度(マトリクスとの方位差)を持つ不均一変形組織がほとんど導入されないためである。柱状晶材は(001)[100]再結晶集合組織を形成すること、そして(001)[100]方位再結晶粒は(001)[100]初期方位柱状晶粒内に形成される筋状変形帯から優先的に生成することを明らかにした。筋状変形帯内には(001)[100]方位を維持した領域が存在し、この領域が再結晶核となると考えられる。

第4章では、Fe-19%Cr合金の $\{001\}\langle uv0 \rangle$ 方位単結晶の圧延・再結晶挙動を明らかにした。単結晶の圧延挙動(圧延組織、圧延後硬度、試片の幅広がり)および再結晶速度が初期方位によって大きく異なることが明らかとなった。特に、(001)[510]、(001)[410]両方

位単結晶中にも、(001)[100]方位単結晶に形成されるものと同様のマトリクスバンドが圧延時に形成されることを初めて明らかにした。得られた結果をもとにマトリクスバンドの形成機構を考察し、これらが圧延変形における第2種変形帯(BSS)であると提案した。マトリクスバンドを形成する(001)[100]、(001)[510]方位単結晶は弱い{239}<311>再結晶集合組織を形成した。{239}<311>方位を持つ再結晶粒は、障害物上に主すべり転位が堆積することによって生じる局所湾曲領域から生成すると考えられた。

第5章では、Fe-19%Cr合金の(001)[100]、(001)[110]両方位単結晶の圧延挙動に与える幅方向の変形の拘束の影響を明らかにした。(001)[100]方位単結晶をFe-19%Cr多結晶の型に埋め込み、あるいは多結晶を拡散接合した後に圧延を施すと、結晶中央部にはマトリクスバンドが形成され、界面近傍には(001)[100]柱状晶粒内に形成されたものと同様の特徴を持つ筋状変形帯が、幅数百 μm の範囲で形成されることを明らかにした。一方、(001)[110]方位単結晶の場合には、境界近傍に不均一変形組織が全く形成されず、粒界の拘束の影響の大小が初期方位によって異なることを明らかにした。これらの事実をもとに、粒界の拘束の影響の大小が、主すべり系のパーガースベクトルのTD方向成分に依存すると結論した。

第6章では、Fe-19%Cr合金柱状晶材の粒径の不均一な再結晶組織の改善を目的として、その圧延・再結晶挙動に与える圧延・焼鈍方法の影響を明らかにした。柱状晶材に90%の強圧延を施しても(001)[110]方位粒に不均一変形組織は導入されず、再結晶が依然として起こりにくいため、粒径の不均一な再結晶組織は解消されない。焼鈍温度を変化させた場合、炭化物が析出する温度範囲では必ず粒径の不均一な再結晶組織が形成され、炭化物が析出しない温度範囲では短時間で粒成長が起こって均一粗大な再結晶粒組織が得られる。1パス毎に圧延方向を90°変えて圧延する交叉圧延を施すことにより、(001)[110]方位粒にも不均一変形組織が導入され、再結晶組織の不均一度はかなり解消される。柱状晶材の再結晶組織を均一・微細にするために最も有効な手段は、1回冷延・焼鈍を行なって再結晶を完了させた後に、もう一回冷延・焼鈍を行なう方法(2回冷延・焼鈍法)であり、この場合には再結晶集合組織も{111}<uvw>に変化する。

第7章では、Fe-36%Niオーステナイト合金の凝固柱状晶材の圧延・再結晶挙動を明らかにした。柱状晶粒の圧延組織、結晶方位回転が初期方位によって大きく異なることが明らかとなった。一方、柱状晶粒の圧延後硬度は初期方位によらずほぼ一定であり、再結晶速度、再結晶粒径も試片内ではほぼ一様であった。こうしたBCC(Fe-19%Cr)合金とFCC(Fe-36%Ni)合金の相違について、交叉すべりの難易に基づく動的回復の起こり易さの違いをもとに議論を行なった。また、柱状晶材は(001)<310>再結晶集合組織を形成すること、(001)<310>方位を持つ再結晶粒は、(001)[110]初期方位柱状晶粒内に形成される剪断帯から優先的に生成することが明らかとなった。剪断帯中には加工ままで(001)<310>方位を持つ領域が存在し、これが焼鈍時に再結晶核となることを示した。

第8章では、Fe-36%Ni合金の{001}<uv0>方位単結晶の圧延・再結晶挙動を明らかにした。(001)[110]方位単結晶中には、多結晶体では観察されない変形双晶が多数導入される。これは、(001)[110]方位が双晶転位(111)[112]の活動しやすい特殊な方位であることによる。焼鈍時には再結晶粒が変形双晶から優先的に生成し、70%圧延後の変形双晶から生成する再結晶粒は{112}<311>方位を優先方位として持つ。これは変形双晶内で活動した主すべり系転位が双晶界面に堆積して{112}<311>方位へと向かう局所的湾曲領域を形成し、その部分が再結晶核となるためと考えられる。(001)[760]、(001)[320]方位単結晶には剪断帯が多数導入され、(001)[510]方位単結晶にも発達程度の弱い剪断帯が形成される。剪断帯から生成する再結晶粒は、柱状晶粒の場合と同様に(001)<uv0>方位を持つ。(001)[100]方位単結晶の大部分の領域は(001)[100]方位を維持した均一滑らかなマトリクス組織を示し、その圧延後硬度は小さく、再結晶は他方位に比べて非常に起こりにくい。これは、粒界の拘束がないために主すべり系の活動の優位性が増し、多結晶体の低加工度の場合に相当する状況が作り出されていたものと考えられる。

各章の結果を横断的に総括すると、以下の結論が得られる。

- [1] 凝固組織を出発材とした場合、フェライト単相鋼の再結晶速度は等軸多結晶体の場合よりも非常に小さく、再結晶組織は粒径の不均一なものとなる。この結果は、フェライト単相鋼をストリップ連铸プロセスによって製造した場合、その組織制御に十分な注意が必要であることを示している。具体的な組織改善の指針は、第6章に示したように、圧延前の粗大な(001)[110]方位粒をなくすことである。一方、オーステナイト単相鋼の場合には、十分な圧下率の冷間圧延を与えれば、凝固組織を出発材としても、粒径の均一微細な再結晶組織が得られる。
- [2] 柱状晶および単結晶には、変形時に種々の不均一変形組織が形成される。不均一変形組織の形成に最も重大な影響を与える因子は、第一に初期方位、第二に粒界による変形の拘束である。特に圧延時に[001]を回転軸とした方位回転を起こす{001}<uv0>方位BCC結晶に対しては、幅方向(TD方向)の拘束が大きな影響を与える。種々の不均一変形組織の形成は、多くの場合シュミット因子の大きいすべり系の場所的に不均一な活動により説明される。
- [3] 再結晶集合組織の主成分となる方位を持つ再結晶粒は、特定の初期方位粒内に形成される特定の不均一変形組織から優先的に生成する。例えば、Fe-19%Cr合金柱状晶材における(001)[100]方位再結晶粒は(001)[100]初期方位粒内の筋状変形帯から、Fe-36%Ni合金における(001)<310>方位再結晶粒は(001)[110]初期方位粒内の剪断帯から、{112}<311>方位再結晶粒は(001)[1 $\bar{1}$ 0]初期方位単結晶中の変形双晶からそれぞれ優先的に生成する。これらの不均一変形組織中には、再結晶粒と同じ方位を持つ微小領域が加工ままですでに存在すると考えられ、実際Fe-19%Cr合金の(001)[100]再結晶方位、Fe-36%Ni合金の(001)<310>再結晶方位の場合にはその存在が確認された。

本研究に関連する投稿論文

第3章

- K. Tsuzaki, N. Tsuji and T. Maki : Proc. Int. Conf. on Recrystallization in Metallic Materials (RECRYSTALLIZATION '90), Australia (1990), p. p. 151-156
- N. Tsuji, K. Tsuzaki and T. Maki : ISIJ Int. 32 (1992), p. p. 1319-1328
- N. Tsuji, K. Tsuzaki and T. Maki : ISIJ Int. 33 (1993), p. p. 783-792

第5章

- N. Tsuji, T. Hyoue, K. Tsuzaki and T. Maki : Scripta Metall. Mater. 29 (1993), p. p. 479-484

第4章

- N. Tsuji, T. Hyoue, K. Tsuzaki and T. Maki : 投稿予定 (投稿誌未定)

第6章

- N. Tsuji, K. Tsuzaki and T. Maki : ISIJ Int. に投稿予定

第7章

- N. Tsuji, H. Takebayashi, T. Takiguchi, K. Tsuzaki and T. Maki : Acta Metall. Mater. に投稿予定

第8章

- N. Tsuji, H. Takebayashi, K. Tsuzaki and T. Maki : 投稿予定 (投稿誌未定)

謝 辞

本研究は、著者が京都大学大学院在学中に遂行したものであり、指導教官である京都大学工学部教授、牧 正志先生、および同助教授、津崎兼彰先生に心よりお礼申し上げます。両先生のご指導、特に日々の有益な議論抜きに本研究は存在し得ませんでした。

京都大学工学部教授、小岩昌宏先生、同教授、山口正治先生には、本論文のとりまとめに際し、重要な御助言を賜りました。

牧研究室助手である古原 忠博士には、種々の点（特に結晶学的分野）において御指導を受けました。振本昌治技官には、日々の実験においておおいに御尽力いただきました。牧研究室に在籍された滝口貴弘氏、竹林浩史氏、兵江猛宏氏は、本研究の共同研究者といえる方々であります。本研究の第4章、第5章は兵江氏の、第7章、第8章は滝口、竹林両氏のご協力の下に完成されました。

S E M・E C P測定に際しては、中川 勇技官に多大なる御指導、御協力を頂きました。X線極点図測定にあたっては、京都大学工学部助教授、菊池潮美先生、同助手、鈴木亮輔博士、同助手、西谷滋人博士、および羽村 守技官の御協力を仰ぎました。E P M A分析には、畦崎輝義技官のお手をわずらわせました。T E M観察に際しては、山中肇男技官にご協力頂きました。単結晶作製に際して、京都大学工学部助手、大槻 徹博士、同助手、乾 晴行博士の御指導を受けました。

日新製鋼株式会社の植松美博博士には、フェライト系ステンレス鋼の圧延・再結晶に関する数々の御助言を受けました。

コロラド鉱山大学(Colorado School of Mine) 教授、George Krauss 先生、東京工業大学助教授、加藤雅治先生、(株)日鉄情報技術センター、松尾宗次博士には、時間を割いて本研究に関する議論をしていただき、種々の貴重な御助言を賜りました。

また著者は1993年4月より日本学術振興会の特別研究員(DC)として援助を受けました。

最後に、本研究の遂行に対して物理的にも精神的にも惜しみなき援助を与えてくれた家族に感謝します。

みなさん、ありがとうございました。

1994年2月

辻 伸泰