(100)[001] 方位の 3 % Si-Fe 単結晶の冷間圧延 および再結晶集合組織

阿部秀夫* 松尾宗次* 伊藤邦夫*

Hideo Abe, Soji Matsuo and Kunio Ito: Cold-Rolling and Recrystallization Textures of 3 % Si-Fe Alloy Crystals Rolled in (100) [001] Orientation. Single crystal sheets of a 3 % Si-Fe alloy were cold-rolled in approximately (100) [001] orientation to 50 and 70 % reductions in thickness. The orientation change during rolling and the relationship between the deformation texture and the annealing texture were studied. The behavior of crystal during rolling depends on the degree of slight asymmetry in the initial orientation. A clockwise rotation around the [110] axis occurs in the 50% rolled crystal, while both counterclockwise and clockwise rotations around the sheet normal are observed in the 70 % rolled crystal. The primary recrystallization texture of the 50 % rolled crystal consists of one preferred orientation, which can be derived from the deformation texture by a counterclockwise rotation of approximately 25° around the [110] axis. Four components of the primary recrystallization texture of the 70 % rolled crystal can be related to two components of the deformation texture by rotations of 25° around the [110] and $[1\bar{1}0]$ axes. In agreement with Hsun Hu's proposition the results can be interpreted on the basis of the oriented growth theory, in which, however, the growth velocity of a recrystallized grain is supposed to be determined by the directional arrangement of imperfections in the deformed matrix. A selective growth of grains oriented near (100) [001] occurs by the secondary recrystallization on annealing the 70 % rolled crystal above 850°C.

(Received July 11, 1962)

I. 緒 言

純鉄または珪素鉄の単結晶の冷間圧延集合組織および再結晶集合組織に関する研究は、方向性珪素鉄板の製造工程を基礎的に解明するために重要であり、1940 年頃から数多くの研究が行なわれた。その最初の研究は Barrett, Leven-

son⁽¹⁾ による純鉄単結晶の冷間圧延集合組織の研究である。Dunn⁽²⁾ は再結晶粒の方位と冷間圧延後の平均方位とを高次の双晶によつて関係づけることを試み、珪素鉄の粗大粒試片について低加工度の場合の再結晶粒の方位が冷間圧延方位に対して第 3 次双晶関係にあることを示した。

* 東京大学工学部 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo, Tokyo)

(1) C.S. Barrett, L.H. Levenson: Trans. AIME, **145** (1941), 281.

(2) C.G. Dunn: Trans. AIME, **167** (1946), 357.

Dunn, Koh⁽³⁾⁽⁴⁾ は珪素鉄単結晶を [110] 軸を共有する (110) [001] ~ (111) [112] の方位範囲に約 70 % の冷間圧延を行なった後焼鈍し、それらの冷間圧延集合組織がすべて (111) [112] に集積すること、その再結晶集合組織が (110) [001] および (120) [001] に集積することを明らかにした。Walter, Hibbard⁽⁵⁾ は [001] 軸を共有する (100) [001] ~ (120) [001] の方位範囲に約 84 % の冷間圧延を行なった後焼鈍するとき、再結晶集合組織が (100) [001] に集積することを示した。Hu⁽⁶⁾ は珪素鉄単結晶を (100) [001], (120) [001], (100) [001] の各方位に 30, 50, 70 各 % の冷間圧延を行ない 550° ~ 1000°C で焼鈍するときの集合組織の変化を観測し、多くの場合再結晶方位と冷間圧延方位との間には $\langle 110 \rangle$ 軸に関する約 25° および 35° の回転関係があること、(100) [001] 方位へ圧延する場合に限り再結晶方位と冷間圧延方位との間に板法線、すなわち [100] 軸に関する約 45° の回転関係があることを示し、これらの方位関係は oriented growth 説によって説明されると述べている。Hibbard, Tully⁽⁷⁾ は珪素鉄単結晶を (111) [112], (110) [001], (100) [001], (100) [011] の各方位に約 80 % の冷間圧延を行ない 600° および 700°C で焼鈍し、1 次再結晶の潜伏期が上記の各方位の順に大きくなっていることを明らかにした。現在までの研究概況は上述のようであるが、著者らは最近 3 % Si 珪素鉄単結晶を (100) [001] 近傍の方位に冷間圧延後焼鈍し、その集合組織を測定した結果 Walter, Hibbard⁽⁵⁾, Hu⁽⁶⁾ の実験結果と異なる集合組織が認められた。つぎにその実験結果について述べ、従来の研究と比較考察する。

II. 試料および実験方法

粗大 2 次再結晶粒よりなる方向性珪素鉄板 (板厚 0.3 mm, Si ≈ 3%, C = 0.005%, Mn = 0.05%) から透過ラウエ法によつて (100) [001] に近い方位の結晶粒を選定し、2 個の単結晶試片を切り出した。試片の記号および結晶方位を Fig. 1 に (110) 極点図で示した。work roll 直径 50 mm の 6 段圧延機により試片 4-5 は約 50%, 試片 4-7 は約 70 % の冷間圧延を行なった。圧延後 MoK α 特性 X 線を用い (110) 極点図を測定した後、各試片の再結晶温度以上で 10⁻⁴ mmHg の真空中において焼鈍し、同様に (110) 極点図を測定した。焼鈍は、真空ポンプに連結した一端を封じた石英管内に試片を封入し、それを予め所定温度に加熱した管状炉内に挿入し、試片が所定温度近く (-5°C) に達して

から所定時間保持後、炉から引き出して急冷する方法をとつた。

Fig. 1 (110) poles of single crystal specimens used in this investigation.
o : crystal 4-5, ● : crystal 4-7.
× : represents ideal (100) [001] orientation.

III. 実験結果

50 % の冷間圧延を行なった試片 4-5 の (110) 極点図を Fig. 2 に示す。冷間圧延により結晶格子の彎曲と方位変化が起こる。方位変化は正確には簡単な一つの軸に関する回転では表示できないが、近似的に図中 A で示す [110] 軸に関する約 -12° の回転を起こしている。またこの冷間圧延

Fig. 2 (110) pole figure of the crystal 4-5 cold-rolled to 50 % reduction in thickness. o represents initial orientation of the crystal and ○ represents mean orientation of the deformation texture, which corresponds to (100) [001] rotated 9° around the sheet normal.

集合組織の平均方位は、(100) [001] 方位を板法線に関して約 -9° 回転した方位に近い。

この圧延板を 640°C で 15 分焼鈍してもほとんど再結晶

(3) C. G. Dunn: Acta Met., 1 (1953), 163; 2 (1954), 173.

(4) C. G. Dunn, P. K. Koh: Trans. AIME, 206 (1956), 1017; 209 (1957), 81.

(5) J. L. Walter, W. R. Hibbard: Trans. Met. Soc. AIME, 212 (1958), 731.

(6) Hsun Hu: Trans. Met. Soc. AIME, 221 (1961), 130.

(7) W. R. Hibbard, W. R. Tully: Trans. Met. Soc. AIME, 221 (1961), 336.

† 管球電圧 35 KV; 管球電流 20 mA, Zr フィルター使用, 試片回転角度主として 5° おき。

しないが、740°Cで15分焼鈍後はほとんど1次再結晶を完了しており、Fig.3の(110)極点図を与える。この再結

Fig.3 (110) pole figure of the crystal 4-5 cold-rolled to 50% reduction and annealed at 740°C for 15 minutes. ○ represents mean orientation of the deformation texture (cf. Fig.2), ● represents mean orientation of the recrystallization texture and arrows indicate rotation of 25° around the [110] axis denoted by A.

晶集合組織は図中矢印で示すように、Fig.2の冷間圧延方位を図中Aで示す“[110]軸に関して約+25°回転した方位”の近くに集積している。

70%の冷間圧延を行なった試片4-7の(110)極点図をFig.4に示す。初期方位は試片4-5と大差ないが冷間圧延

Fig.4 (110) pole figure of the crystal 4-7 cold-rolled to 70% reduction in thickness. ○ represents initial orientation of the crystal and ● represents mean orientations of the deformation texture, which can be obtained from the (100)[001] orientation by rotations of approximately $\pm 17^\circ$ around the sheet normal.

集合組織は著しく異なり、Fig.4によれば(100)[001]を板法線に関して約 $\pm 17^\circ$ 回転した二つの選択結晶方位を示

す。近似的には(100)[013]と(100)[0 $\bar{1}$ 3]で表示される。これを640°Cで約30分焼鈍すれば1次再結晶を完了し、

Fig.5 (110) pole figure of the crystal 4-7 cold-rolled to 70% reduction and annealed at 640°C for 30 minutes. ○ represents mean orientations of the deformation texture. ● and ○ represent four preferred orientations in the recrystallization texture, which can be derived from the two deformation orientations by rotations of $+25^\circ$ and -25° respectively around $\langle 110 \rangle$ axes denoted by A, C and B, D.

Fig.5に示す(110)極点図を与える。この再結晶集合組織は、Fig.4の二つの冷間圧延方位をそれぞれ図中A, CおよびD, Bで示す“各[110],[$\bar{1}$ 10]軸に関して、A, Cに関しては反時計方向(+)、D, Bに関しては時計方向(-)

Fig.6 (110) pole figure of the crystal 4-7_B cold-rolled to 70% reduction and annealed at 850°C for 15 minutes. represents (100)[001] orientation.

に約25°回転した四つの選択結晶方位”より成ると考えることができる。

Fig.3の試片4-5の再結晶方位は近似的にFig.5の4方位のうちの1方位のみに対応する成分が現われているものと考えられる。

試片 4-7 を約 850°C 以上の温度で焼鈍するときは、2 次再結晶により Fig. 5 の各方位が減少し (100)[001] 方位成分が発達してくる。試片 4-7 とほとんど同じ初期方位の試片 4-7B を 70% 圧延後 850°C で 15 分焼鈍した場合の (110) 極点図は Fig. 6 に示すように (100)[001] 方位の近くに集積している。しかし方位分散はかなり大きい。これを 1000°C 以上の温度で焼鈍すれば方位分散度は減少する。

IV. 考 察

(100)[001] に近い方位に圧延するときの方位変化については、Walter, Hibbard⁽⁸⁾ によれば板法線に関する±の回転、Hu⁽⁶⁾ によれば板法線に関する反時計方向の回転が認められている。上述の実験によれば、Fig. 2 は近似的に [110] に関する時計方向 (→) への回転、Fig. 4 は板法線に関する±の回転を示している。このように圧延による方位変化がわずかの初期方位の相違によって著しく異なるのは (100)[001] が圧延変形に対して擬安定方位であり、それよりわずかに偏倚した初期方位に圧延するとき、最初に優先する迂り系いかにによって方位変化の径路が全く異なってくるためである。

つぎに 1 次再結晶集合組織の成因について考察する。Fig. 2, Fig. 4 によれば冷間圧延集合組織の中には弱成分ではあるが明らかに (100)[001] 成分を含んでおり、従って oriented nucleation 説^{(8)~(11)} に従えば、この方位の 1 次再結晶核が選択的成長を起こすはずである。しかし Fig. 3, Fig. 5 の 1 次再結晶集合組織には (100)[001] 成分はほとんど含まれていない。また試片 4-5 と試片 4-7 では、圧延による方位の回転軸、回転角度などは異なっているのに、再結晶の際の方位変化はいずれもすべて <110> 軸 25° 回転関係で説明される。これらの事実は、1 次再結晶集合組織の成因が主として oriented growth^{(6) (12) (13)} によることを示している。しかしその場合次の各事実が指摘される。

(1) 試片 4-5 のように、冷間圧延中の方位回転が一方の向きに限られるときは、それに対応して再結晶方位は 1 成分に限られ、試片 4-7 のように、冷間圧延中に±の方位回転を起こすときは、再結晶方位は 4 成分となる。

(2) 再結晶の際の方位回転は、すべての等価な <110> 軸に関する±の回転ではなく、一つまたは二つの限られた <110> 軸に関する限られた向きへの回転である。

(3) 圧延の際の方位回転の向きと、再結晶の際の方位回転の向きとは逆である。

(4) 再結晶の際の <110> 回転軸は、圧延による結晶の迂り変形にほとんど関与しなかつた迂り系の {110} 面に垂

直な軸であるが、冷間圧延後結晶はその軸に関して大きく方位回転している。

これらの事実を oriented growth 説によつて完全に説明するためには、小原, Beck⁽¹⁴⁾ によつて提議されるように、再結晶粒の成長速度が deformed matrix 内の格子欠陥の配列の方向性に依存することを考慮に入れなければならないように思われる。

つぎに 2 次再結晶集合組織の成因について考察する。2 次再結晶集合組織は、Fig. 6 に示したように (100)[001] 方位の近くに集積しているから、その成因を oriented nucleation によつて生じた (100)[001] 方位の 1 次再結晶粒が選択的に成長したものと考えられることもできる。

しかし oriented growth 説の立場から見れば、Fig. 6 の集積点は (100)[001] 方位には一致していないので、この方位は Fig. 4 に示す二つの冷間圧延方位に対して共通に成長速度が大きい 1 方位であると考え、Fig. 5 の四つの 1 次再結晶方位は Fig. 4 のそれぞれ一方の冷間圧延方位に対して成長速度最大の各方位であると考えることができる。この oriented growth 説の考えに従うと、冷間圧延率が適当で Fig. 5 に示すような圧延後の板法線に関する回転角が適当な場合に (100)[001] 再結晶粒が最も大きく発達することになる。

V. 総 括

3% Si-Fe 単結晶を (100)[001] に近い方位に冷間圧延後焼鈍し、その集合組織の変化を観測した結果つぎの各結論が得られた。

(1) 冷間圧延による結晶方位変化は、結晶の初期方位のわずかの非対称度の差異によつて著しく異なる。[110] に関する時計方向回転と、板法線に関する±の回転とが認められた。

(2) 1 次再結晶方位と冷間圧延方位との間には、限られた <110> 軸に関して限られた向きへの約 25° の回転関係がある。

(3) 冷間圧延の際の方位変化が [110] に関する一方の向きへの回転のときは、1 次再結晶方位は 1 成分であるが、冷間圧延の際板法線に関する±の回転を起こすときは、1 次再結晶方位は 4 成分となる。

(4) 70% の冷間圧延後約 850°C 以上で焼鈍するときは 2 次再結晶集合組織が発達し (100)[001] の近くに集積する。

(5) 本研究における再結晶集合組織の成因は主として、oriented growth によるものと考えられる。その場合 1 次再結晶粒の成長速度が deformed matrix 内の格子欠陥の配列の方向性に依存していることを考慮する必要がある。

終りに、本研究に対し御指導および御鞭撻を賜わつた五弓勇雄教授、本研究に対し多大の御援助を頂いた富士製鉄株式会社技術開発部ならびに中央研究所各位に対し、深甚なる謝意を表する次第である。

(14) S. Kohara, M. N. Parthasarathi, P. A. Beck : Trans. AIME, 212 (1958), 875.

(8) W. G. Burgers, T. J. Tiedema : Acta Met., 1 (1953), 234.

(9) B. F. Decker, D. Harker : J. Appl. Phys., 22 (1951), 900.

(10) 五弓, 阿部, 鈴木 : 本誌, 22 (1958), 274.

(11) 阿部, 関 : 本誌, 23 (1959), 343.

(12) P. A. Beck, H. Hu : Trans. AIME, 185 (1949), 627; 188 (1950), 1057.

(13) P. A. Beck, H. Hu : J. Metals, 2 (1950), 1215; 4 (1952), 83.