強冷間圧延した 50% Fe-Ni 合金薄板の圧延集合組織*

加 藤 春 男** 田 中 英八郎**

Haruo Kato and Eihachiro Tanaka : Cold Rolling Texture of Heavy Rolled 50% Ni-Fe Thin Sheets. In order to clarify the cold rolling textures of ultra-thin sheets of 50% Ni-Fe alloy, the effects of extremely high reduction and thickness on the textures and the variation of textures through the thickness have been investigated. It has been recognized that the rolling texture of this alloy is of the copper type. However, under the above extreme condition, the alloy shows a peculiar textures. The results obtained are summarized as follows :

(1) Center textures up to 99.4% reduction and thicker sheets than 20μ in thickness show a sharp copper type.

(2) After the reduction higher than 99.4%, $\{110\} \langle 112 \rangle$ decreases and $\{112\} \langle 111 \rangle$ increases and such a tendency is more remarkable in the thinner sheets and the surface layer.

(3) After the reduction higher than 99.9%, weak $\{110\} \langle 335 \rangle$ and $\{110\} \langle 100 \rangle$ increase slowly with increase in reduction and is stronger in the surface layer.

(4) Very weak $\{100\} \langle 001 \rangle$ component exists in the deformed matrix but after the reduction higher than 99.4%, this component decreases. The integrated intensity of $\{100\} \langle 001 \rangle$ in the deformed matrix corresponds to the number of $\{100\} \langle 001 \rangle$ recrystallization nuclei.

(Received October 15, 1968)

I. 結 言

面心立方金属の冷間圧延集合組織は圧延率の増加につれて特定方位に集積するが、それは $\{110\} \langle 112 \rangle$ と $\{112\} \langle 111 \rangle$ の混合組織で代表される純金属型と $\{110\} \langle 112 \rangle$ で代表される合金型の二つに大別される。純金属型から合金型への移行は合金元素の添加による積層欠陥エネルギーの低下および変形温度の低下による積層欠陥頻度の増加による交差すべりの難易⁽¹⁾、変形双晶機構⁽²⁾、 $\{100\} \langle 110 \rangle$ すべり機構⁽³⁾などが提案されている。

典型的な純金属型の圧延集合組織を示す 50% Fe-Ni 合金の高冷間圧延板に関しては、これまでに数多くの報告(たとえば文献(4)~(7))があるが、冷間圧延率としては高々 99.5% 程度である。

また前報⁽⁸⁾⁽⁹⁾において $\{100\} \langle 001 \rangle$ 再結晶集合組織の集積度は強圧延率、極薄板では著しく低下した。圧延率の影響に関して、その原因は圧延集合組織の影響であろうと報告されているが^{(5)~(7)}、明確な解が得られていない。

** 東北大学金属材料研究所 (The Research Institute for Iron, Steel and Other Metals, Tohoku University, Sendai)

* 1968 年 9 月本会仙台大会に発表

(1) I.L.Dillamore and W.T.Roberts : Acta Met., **12** (1964), 281.
(2) G.Wassermann : Z.Metallk., **54** (1963), 61.

(3) F.Haessner : Z.Metallk., **54** (1963), 98.

(4) G.Sachs and J.Sprentnak : Met.Tech., (1940), T. P., 1143.

(5) E.Schmid and H.Thomas : Z.Phys., **130** (1951), 293.

(6) M.F.Litlmann : Trans.AIME, **206** (1956), 593.

(7) S.Spachner and W.Rostoker : J.Metals, **7** (1955), 921.

(8) 田中, 加藤 : 本誌, **21** (1957), 651.

(9) 田中, 加藤 : 本誌, **22** (1958), 30.

そこで本報では、これまで報告されている以上に強度の冷間圧延率を与えた場合に、いかなる方位に収斂するか、また極薄板における板厚の絶対値は圧延集合組織形成にいかなる影響を与えるかを検討した。

II. 試料および実験方法

1. 試料

実験に用いた試料の分析値は 0.23% Mn, 49.8% Ni, 残りが Fe 程度の純度のものであり、試料の圧延工程は Table 1 に示すように真空溶解した 50 kg 鋳塊を熱間鍛造後、各

Table 1 Rolling schedule of specimens

N.B. Annealed 3 hr at 850°C in H₂ in each stage of reduction

工程での加工率 50% の冷間圧延と中間焼鈍 (850°C × 3 hr in H₂) をくり返して組織調整して最終冷間圧延直前の板厚を 23, 8, 3, 1 および 0.35 mm 厚さにし、これを 2, 4 および 20 段圧延機により可逆圧延を行ない、最終板厚 0.15~0.006 mm, 圧延率 86.5~99.97% の各種試料を作製した。圧延潤滑油は 0.15 mm 厚さ以上は種油、これ以下は 3 号スピンドル油を使用した。1 パス圧下率は 10~20% であった。

2. 実験方法

圧延集合組織の解析は CuKα および FeKα 線による透過法と反射法を併用して (111) 極点図を作製した。FeKα の (200) 回折線に関しては波高選別による単色化をはかった。X線解析用試料は板厚方向の場所的变化による方位変化の誤差を少なくするため、化学および電解研磨により減厚し、中心層は 2 μ, 表面層は板厚 10 μ 以下は 1 μ, これ以上は 2 μ にして解析した。

III. 実験結果

Fig. 1~Fig. 5 に代表的な試料の (111) 極点図を示す。これらの極点図から主方位である (110) $\overline{1}12$ と (112) $\overline{1}11$ の混合で表示される純金属型方位の量的割合が圧延率の高いところでは、圧延率、板厚そして表面と内部でかなり変化することがわかる。たとえば Fig. 2 の厚さ 20 μ, 99.4% 圧延率の中心層では、鮮鋭な典型的純金属型を示すが、圧延率が増すと徐々に (110) $\overline{1}12$ 成分量が減少し、(112) $\overline{1}11$ 成分が増加する。Fig. 6 は板厚 20~30 μ の中心層の (111) 極点図の $\alpha = 0^\circ$ での X 線の回折強度分布を示すもので、

(112) $\overline{1}11$ 方位に相当する R.D. 方向の強度は、90% から 99.4% で低下し 99.9% 圧延率で再び上昇している。これ

Fig. 1 (111) pole figure for the rolling texture of specimen rolled 90 pct reduction, 35 μ thickness (center layer)

Fig. 2 (111) pole figure for the rolling texture of specimen rolled 99.4 pct reduction, 20 μ thickness (center layer)

に対して (110) $\overline{1}12$ 方位は逆の傾向をとっている。この (110) $\overline{1}12$ と (112) $\overline{1}11$ の量的割合をいま、便宜的に (111) 回折線の $\alpha = 0^\circ$ における T.D. と R.D. 位置での強度比から求めると、Fig. 7 のようになり、板厚が比較的厚い 20 μ 以上では、圧延率が 99.4% 以上になると、圧延率の増加につれわずかであるが $I_{T.D.}/I_{R.D.}$ 比は低下する。すなわち (110) $\overline{1}12$ 成分は減少し、(112) $\overline{1}11$ 成分が増加する。

そしてこの傾向は、板厚の絶対値がより著しく影響する。Fig. 8 は圧延率 99.9% で 7 μ と 23 μ 厚さの $\alpha = 0^\circ$ で

の強度分布であるが、 7μ は著しく(112) $[\bar{1}\bar{1}1]$ 成分が増し、(110) $[\bar{1}12]$ 成分が減少する。そしてこの傾向は Fig. 9 に

圧延率の増加、板厚の減少はこの回転角度の増加をもたらしている。

Fig. 3 (111) pole figure for the rolling texture of specimen rolled 99.4 pct reduction, 6μ thickness (center layer)

Fig. 5 (111) pole figure for the rolling texture of specimen rolled 99.9 pct reduction, 7μ thickness (surface layer)

Fig. 4 (111) pole figure for the rolling texture of specimen rolled 99.9 pct reduction, 7μ thickness (center layer)

示すように厚さ 10μ 以下において著しい。

また Fig. 8 で(110) $[\bar{1}12]$ から(112) $[\bar{1}\bar{1}1]$ への遷移とは別に、圧延率が高く、薄板では、(110)圧延板面内の圧延方向が反時計廻りの回転関係にある方位が生成する。図ではそのピーク位置を(110) $[\bar{3}35]$ と表示している。そしてまた極めて弱成分であるが、上記とは逆の(110)板面での時計方向の回転方位のものが生成する。そのピーク位置は(110) $[001]$ で表示できる。Fig. 10 は(110)圧延板面での圧延方向が反時計方向への回転角を表わす目安として(111)回折線の $\alpha=0^\circ$, T.D. 位置で半値巾(度)で表示している。

Fig. 6 Effect of cold rolling reduction on the variation of intensity distribution along the $\alpha=0$ circle of (111) diffraction line from rolled $20\sim 30\mu$ thickness

Fig. 7 Effect of cold rolling reduction on $(I_{T.D.}/I_{R.D.})$ for specimen reduced 20μ thickness (center layer)

上述の(110) $[\bar{1}12]$ から(112) $[\bar{1}\bar{1}1]$ への遷移と(110) $[\bar{3}35]$ 方位への回転は中心層より板の表面層において著しい。

Fig. 11 と Fig. 12 にみるように、99.9% 圧延率、7 μ 厚さの表面層は (110) $\bar{1}\bar{1}2$ 成分はほとんど消失し、(112) $\bar{1}\bar{1}1$ 成分がきわめて強い。

Fig. 8 Effect of thickness on the variation of intensity distribution along the $\alpha=0$ circle of (111) diffraction line for specimen rolled 99.9 pct reduction (center layer)

Fig. 9 Effect of thickness on $(I_{T.D.}/I_{R.D.})$ for specimen rolled 99.4 pct reduction (center layer)

Fig. 13 は (200) 極点図の最外周部である $\alpha=0^\circ$ における回折 X 線の強度分布を示す。試料は再結晶させた場合に $\{100\} \langle 001 \rangle$ 成分の集積度の最も強い 99.4% 圧延率、50 μ 厚さと逆に非常に集積度の劣化した 99.9% 圧延率、7 μ 厚さのものである。前者では deformed matrix 中にきわめて弱成分であるが、はつきりとピークとして認められるが、後者ではそれがさらに著しく減少している。数種の試料について deformed matrix 中の $\{100\} \langle 001 \rangle$ 成分の積分強度比 (99.4% 圧延率、50 μ 厚さの強度を 1.0 とする) と再結晶核生成段階での $\{100\} \langle 001 \rangle$ 核数⁽¹⁰⁾ との関係を Table 2 に示す。deformed matrix 中の $\{100\} \langle 001 \rangle$ 成分は板厚の減少、とくに 10 μ 以下、そして圧延率 99.4% 以上の増加により減少しており、これと再結晶核数とがよい相関があることがわかる。

以上の結果極薄板の圧延集合組織形成には、圧延率よりも厚さの絶対値がより著しく影響することがわかった。厚

さ 8 mm から圧延した試料の中心部における各方位成分の強度を定性的に示すと Fig. 14 のごとくなる。(110) $\bar{1}\bar{1}2$ は圧延率 99.4%、厚さ 50 μ 近傍までは増加するが、以後

Fig. 10 Effect of cold rolling reduction and thickness on breadth of half-maximum intensities

Fig. 11 Surface layer effect on variation of intensity distribution along the $\alpha=0$ circle of (111) diffraction line for specimen rolled 99.9 pct, 7 μ thickness

減少する。(112) $\bar{1}\bar{1}1$ は、圧延率の増加、厚さの減少により増加の傾向のみをとるが、とくに厚さ 20 μ 以下で著しい。(110) $\bar{1}\bar{1}2$ および (112) $\bar{1}\bar{1}1$ に比較したら weak であるが、厚さ 10 μ 以下、圧延率 99.8% 以上になると (110) $\bar{1}\bar{1}2$ 方位が増加する。(110) $\bar{1}\bar{1}1$ はきわめて weak であるが 99.9% 圧延率以上で徐々に増加する。(100) $\bar{1}\bar{1}1$ は圧延率 99.8%、厚さ 10 μ 以下で極端に減少する。

IV. 考 察

以上のように高圧延率、極薄板は、これまで報告されている純金属型方位に比較して、かなり特異な挙動を示すことがわかった。つぎにこれら方位の遷移、生成過程を検討してみる。

(10) 田中、加藤、近藤：1958 年 4 月本会東京大会講演概要、p.17。詳細については次報 (投稿準備中) にて報告予定。

Fig. 12 Surface layer effect on $(I_{T.D.}/I_{R.D.})$ for rolled specimen from 8 mm thickness

Fig. 13 Variation of intensity distribution along the $\alpha=0$ circle of (200) diffraction line for specimen rolled 99.4 pct, 50 μ thickness and 99.9 pct, 7 μ thickness

Table 2 Relation between (100) [001] recrystallization nuclei number and integrated intensity of (100) [001] in deformed matrix

Thick (μ)	50	20	6	7
Red (%)	99.4	99.4	99.4	99.9
I.I. (ratio)	1.0	0.98	0.83	0.33
R.nuclei No.	628	638	438	177

1. (110) $\bar{1}\bar{1}2$ から $\bar{1}\bar{1}2$ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ への遷移

純金属型を示す比較的積層欠陥エネルギーの高い金属では転位はあまり拡張しておらず、交差すべりは起こりやすいと考えられる。そして交差すべりが広範囲に生じるところでは (110) $\bar{1}\bar{1}2$ は最終的には (112) $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ に移行すると報告されている⁽¹⁾。

一方 (110) $\bar{1}\bar{1}2$ 単結晶が圧延変形時に、高圧延率、薄板で (112) $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ 方位に遷移する過程を幾何学的に考えてみる

Fig. 14 Schematic diagram of cold rolling reduction and thickness effect on the intensity of each orientation component reduced from 8 mm in thickness

Fig. 15 Schematic drawing of (110) $\bar{1}\bar{1}2$ crystal on plain strain compression

と、つぎのようになる。Fig. 15 に示すように単結晶での圧縮方向を $[110]$ 、伸びの方向を $\bar{1}\bar{1}2$ 、横方向を $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ にとると平面歪条件は

$$\begin{pmatrix} d\epsilon_{yy} = 0 \\ d\epsilon_{zz} = -d\epsilon_{xx} \\ d\epsilon_{zx} = d\epsilon_{xy} = 0 \\ d\epsilon_{yz} = 0 \text{ または } d\epsilon_{yz} \neq 0 \end{pmatrix}$$

となる。

この場合 Schmid factor から主すべり系は (111) $[10\bar{1}]$ と (111) $[011]$ が働く。このすべり系が働くとき幾何学的配列から $d\epsilon_{yz} \neq 0$ となり平面歪変形後は、破線で示したように X 軸方向からみた場合、平行四辺形になる。この条件下では主すべり系の交差すべり面は、圧延面に垂直、圧延方向に平行であるから、剪断応力は零となり働かえない。もしもこの条件下で変形が行なわれるならば方位変化は生じえない。

しかし多結晶体の実際の圧延変形では、この平面歪条件ではなく複雑であり、結晶粒間の拘束、ロールによる圧延方向への flow の拘束などがあり、変形後もほぼ矩形に減厚される。つまり $d\epsilon_{yz}$ の剪断歪は flow の拘束により零となる。これは τ_{yz} なる剪断応力が働くことであり、主すべり系の交差すべり系 $(1\bar{1}1)[011]$ と $(1\bar{1}1)[10\bar{1}]$ が働くことを意味する。この交差すべり系の活動により圧延面は (110) から (112) に移行する。この移行により、標準ステレオ投影図⁽¹¹⁾⁽¹²⁾ 上において、 A_4 , B_4 のすべり系が活動しやすくなり、圧延方向は (112) から $(1\bar{1}1)$ へ移行することになる。

極薄板において $(112)[\bar{1}\bar{1}1]$ 成分が増加する原因は、つぎのように推察される。

板厚がきわめて小になることは、表面集合組織に近づくことである。面心立方金属での表面集合組織は、ロールの摩擦に起因する応力状態の変化による交差すべり系の活動頻度の増大⁽¹³⁾ をもたらし、また薄板化とくに 10μ 以下は Fig.17 に示すように著しいロール扁平変形量の増加をもたらす。一層交差すべり系の活動を活発にする。一方変形応力からみると、薄板化は著しい変形応力の増加となり、これは Schmid factor の小である A_4 , B_4 系の活動が容易になることになる。これは最終的には $(110)[\bar{1}12]$ から $(112)[\bar{1}\bar{1}1]$ への遷移となる。

圧延加工時のロール扁平変形量、および比圧延圧力を求めた結果を Fig.16 と Fig.17 に示す。この場合のロール扁平変形量は Hichcock⁽¹⁴⁾ の式から求めた。これらの図か

らわかるように厚さ 10μ 以下になると、ロール扁平変形量および比圧延圧力が著しく増大することがわかる。

Fig.17 Thickness effect on the roll flattening

2. $\{110\}\langle 335 \rangle$ の生成

標準ステレオ投影図上において圧延集合組織の主方位である $(110)[2\bar{1}1]$ では主すべり系は A_3 , B_6 である。これに対して (011) 板面での圧延方向が反時計方向に回転するすべり系 A_4 , B_4 の Schmid factor は A_3 , B_6 に比較して約 $1/2$ である。すなわち通常の圧延条件下では、このすべり系の活動は非常に inactive と考えられる。しかし圧延率が高く、厚さが薄くなると、Fig.16 に示したように、比圧延圧力は著しく増す。たとえば 99.9% 圧延率、 7μ 厚さでは 500 kg/mm^2 と極端に高くなる。Schmid factor が小であっても、比圧延圧力が高いから剪断応力は大となり、 A_4 , B_4 は十分に活動できることになり、その結果 $(110)[2\bar{1}1]$ から $(110)[335]$ 方位への回転が生じるものと考えられる。

3. $\{110\}\langle 001 \rangle$ の生成

この方位は $\{110\}\langle 335 \rangle$ 方位に対して $\{110\}$ 板面での逆方向への回転方位関係にある。この方位の生成機構については、変形双晶⁽¹⁵⁾ 機構、あるいは部分転位によるすべり機構⁽¹⁶⁾ などが提案されているが、いずれの機構で生成したかは、組織観察をしてないので不明であるが、純 Ni に比較して本合金の積層欠陥エネルギーは約 $1/2$ 位で比較的低く、また極薄板で比圧延圧力が異常に高く、歪速度の大きい圧延変形、また拘束が著しいから、双晶変形の可能性も考えられるが、今後この点検討する予定である。

4. $\{100\}\langle 001 \rangle$ の存在

50% Fe-Ni 合金の高冷間圧延板の deformed matrix 中に weak な $\{100\}\langle 001 \rangle$ 成分が存在することは、すでに報告されている⁽⁴⁾⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾。

Table 2 に示したように、deformed matrix 中の $\{100\}$

Fig.16 Thickness effect on the mean specific rolling pressure (p_s)

- (11) たとえば, I.L.Dillamore and W.T.Roberts: Acta Met., 12(1964), 282.
- (12) 上城ら: 本誌, 32(1968), 23.
- (13) I.L.Dillamore and W.T.Roberts: J.Inst.Metals, 92(1963~1964), 193.
- (14) L.R.Underwood: The Rolling of Metals, p.170, Chapman and Hall.

- (15) H.Hu: Trans.AIME, 242(1968), 1476.

- (16) 阿部, 関: 本誌, 23(1959), 343.

- (17) 中江, 岡田: 本誌, 32(1968), 368.

$\langle 001 \rangle$ の強度と再結晶核生成段階での $\{100\} \langle 001 \rangle$ 核数とがよい相関を示したことは興味ある結果であり、高冷間圧延率、薄板の deformed matrix 中の $\{112\} \langle 111 \rangle$ 双晶成分の著しい増加にもかかわらず、 $\{100\} \langle 001 \rangle$ 再結晶核数の著しい減少は、逆 Rawland 機構⁽¹⁸⁾ を否定するものと考えられる。これら再結晶集合組織の生成過程の詳細は次報⁽¹⁹⁾にて報告する。

V. 総 括

純金属型の圧延集合組織を示すと報告されている 50% Fe-Ni 合金板も、きわめて高い圧延率を与え薄板にするときわめて特異の挙動をとる。

(1) 圧延率 99.4% 近傍まで、厚さ 20 μ 以上では板の中

(18) C.A.Verbraak : Acta Met., **151** (1957), 765.

(19) 田中, 加藤 : 本誌, 投稿準備中.

心層はきわめて鮮鋭な純金属型方位を示す。

(2) 圧延率がさらに高くなると $\{110\} \langle 112 \rangle$ 成分は徐々に減少し、 $\{112\} \langle 111 \rangle$ 成分が増加する。そしてこの傾向は、厚さが薄いほどまた表面ほど著しい。

(3) 圧延率が増し薄板になると $\{110\} \langle 335 \rangle$ で表示されるような (110) 板面での $\langle 112 \rangle$ 圧延方向が反時計方向へ回転する方位が生じる。この方位も表面ほどその集積度が高い。

(4) きわめて weak な $\{110\} \langle 001 \rangle$ 成分が 99.9% 圧延率以上になると圧延率とともに徐々に増加する。

(5) deformed matrix 中にきわめて weak であるが、 $\{100\} \langle 001 \rangle$ 成分が存在する。圧延率が高く、薄板になると、この成分は徐々に減少する。 $\{100\} \langle 001 \rangle$ 再結晶核数と deformed matrix 中の $\{100\} \langle 001 \rangle$ の強度比はよい相関を示した。