一部生成する。これをただちに冷延および焼鈍するとそれらの方位分散が著しい。

(4) Cu を約 1.1% 含む試料の 550°C 析出処理材を冷延後急熱焼鈍すると、再結晶が遅れ、冷延集合組織中の{200} 方位成分が強く残存する。

文 献

- (1) 五弓勇雄, 鈴木敦治郎, 猪野信吾: 金属学会誌, **34** (1970), 452.
- (2) 大橋延夫: 金属学会誌, **31** (1967), 519.
- (3) 大橋延夫: 熱処理, **9** (1969), 179.
- (4) 古林英一, 大橋延夫, 寺崎富久長, 金子輝夫, 須藤正俊, 阿部秀夫: 鉄鋼薄板の再結晶及び集合組織 I, II, (1974), 1, 23, 63, 99, 135, 鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会.
- (5) 星野和夫, 守田敏太郎, 金刺久義: 日新鋼技報, 21 号 (1969), Nov., 1.
- (6) 五弓勇雄, 鈴木敦治郎, 猪野信吾: 金属学会誌, **34** (1970), 516.
- (7) 五弓勇雄, 鈴木敦治郎, 猪野信吾, 清水公二: 金属学会誌, **34** (1970), 520.
- (8) H.A. Wriedt and L.S. Darken: Trans. Met. Soc. AIME, **218** (1960), Feb., 30.
- (9) E. Hornbogen and R.C. Glenn: Trans. Met. Soc. AIME, **218** (1960), 1064.
- (10) E. Hornbogen: Acta Met., **10** (1962), 525.
- (11) A.R. Cox: J. Iron Steel Inst., **205** (1967), 51.
- (12) 阿部秀夫: 鉄鋼薄板の再結晶及び集合組織 (I), (II), (1974), 135, 鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会.
- (13) R.L. Rickett and W.C. Leslie: Trans. ASM, **51** (1959), 310.
- (14) W.C. Leslie: Trans. Met. Soc. AIME, **221** (1961), 752.
- (15) P. Wacquez and R. VanDaele: Sheet Metal Industries, **21** (1967), Jan., 21.
- (16) 阿部秀夫, 鈴木竹四, 戸川史江: 鉄と鋼, **60** (1974), 217.
- (17) 阿部秀夫, 鈴木竹四, 戸川史江, 宮坂直樹: 鉄と鋼, **60** (1974), 1496.
- (18) 和田敏哉, 松本文夫, 黒木克郎: 金属学会誌, **32** (1968), 767.
- (19) 武智 弘, 高橋延幸, 加藤 弘, 長田修次: 金属学会シンポジウム講演予稿, (1969-10), 129.
- (20) 古林英一: 鉄鋼薄板の再結晶及び集合組織 (I), (II), (1974), 1, 鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会.
- (21) M. Arakawa, S. Takemura and T. Ooka: Proceedings ICSTIS, Suppl. Trans. ISIJ, **11** (1971), 890.
- (22) 松岡 孝, 高橋政司: 鉄と鋼, **57** (1971), 1134.

17Cr ステンレス鋼板における{111}<112>型再結晶集合組織の発達におよぼす Cu 添加の効果*

宮 地 博 文** 渡 辺 敏**

Hirofumi Miyaji and Satoshi Watanabe: Effect of Copper Addition on the Development of {111}<112> Type Recrystallization Texture in 17Cr Stainless Steel Sheet.

The athermal recrystallization process was observed to investigate the mechanism of the development of the {111}<112>-type recrystallization texture by the addition of 0.57% Cu to 17Cr stainless steel sheet. From the obtained results it was presumed that the fine ϵ -Cu precipitates affected the recovery and recrystallization processes, resulting in a suppression of a high angle grain boundary migration of {110}<001>-oriented grains nucleated mainly in the {111}<112>-oriented deformed crystals, and the development of in situ recrystallization of the {111}<112>-oriented grains was induced.

(Received May 23, 1975)

I. 緒 言

前報において C 含有レベルの異なる 17Cr ステンレス鋼に Cu を少量添加し、冷延前の析出処理温度および焼鈍時の昇温速度を変化させたときの再結晶集合組織を調べた。その結果、{111}<112> 方位を主成分とする再結晶集合組織は Cu を 0.57% 含む C を含まない (C=0.002%) 熱延板を直ちに冷延し、引続き徐加熱焼鈍したとき発達し、冷延前の析出処理は必ずしも有効でないことがわかった。

本報告においてはこの {111}<112> 型再結晶集合組織

の形成機構を明らかにするために同試料の再結晶挙動をさらに調べ、Cu 添加のはたす役割を検討した。

II. 供試材と実験方法

供試材には前報で使用した試料 3 と試料 1 の熱延板を直ちに冷延したものを用いた。化学組成を Table 1 に示す。このうち試料 1 は比較材である。実験方法は前報と同じであるが、焼鈍時の昇温速度を広範囲に変化させ、前報で用いたもののほか、10, 50, 120 および 500°C/hr の昇温速度でも行い、積分反射強度のほか結晶粒の大きさおよび展伸

** 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, Tokyo)

* 1973 年 10 月金属学会福岡大会に一部発表

Table 1 Chemical composition of specimens (wt%).

Specimen number	C	Cu	N	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
1	0.002	0.001	0.0038	0.006	0.001	0.003	0.010	0.008	17.40
3	0.002	0.57	0.0028	0.007	0.002	0.002	0.011	0.008	17.66

度におよぼす影響を調べた。結晶粒の大きさは切断法により測定した。また冷延板を 20°C/hr の昇温速度で加熱したときの焼鈍途中の積分反射強度および再結晶率を測定した。測定は同一試片を 50°C ごとに炉から取り出して行ない、再加熱にあたってはその温度までは急熱した。再結晶率の測定は点算法による面積測定法で行った。

III. 実験結果

1. 積分反射強度の昇温速度依存性

Fig.1 に焼鈍後の積分反射強度の昇温速度依存性を示す。同図によると、{222} 面強度は昇温速度が遅くなるにつれて増加し、20°C/hr で最高値に達しランダム強度のほぼ5倍になる。しかし昇温速度がさらに遅く(10°C/hr)なっても増加はみられない。{211} 面強度は昇温速度による変化はあまりないが、Cu を含むときは、昇温速度が遅くなると多少増大する。{200} 面強度は急速加熱するとかかなり高い値を示す。しかし昇温速度が 500°C/hr より遅くなると次第に低下し、Cu を含むと一層弱くなる。{110} 面強度は昇温速度および Cu 量の影響がほとんどなくほぼ一定であるが、Cu を含むとより低い値を示す。

Fig.1 Variation of pole intensities with heating rate in final annealing at 800°C for 2 hr.

2. 集合組織

焼鈍後の再結晶集合組織は Cu 量と最終焼鈍時の昇温速度によって著しく変化するが、その傾向は Fig.1 の積分反射強度からも推定できる。Cu を含むときの再結晶集合組織が昇温速度により変化する例を Fig.2 に示す。同図によると、再結晶集合組織はいずれも {111} <112> 方位が主

Fig.2 {200} pole figures for the annealed sheet of specimen 3. (a) The specimen was rapidly heated by dipping it into a salt bath kept at 800°C. (b) The specimen was heated at a rate of 20°C/hr.

成分であるが、焼鈍時に急速加熱(塩浴炉に投入)すると、同図(a)に示すように、{100}<011> 方位がかなり強く、また弱い {110}<001> 方位も認められる。一方昇温速度が遅い場合(20°C/hr)は、同図(b)に示すように、鮮明な {111}<112> 方位となり、副方位はほとんど認められない。なお Cu を含まないときは昇温速度による変化は大きくなく、また {111}<112> 方位の発達も弱い。

3. 顕微鏡観察

Fig.3 は焼鈍後の結晶粒の大きさおよび展伸度の昇温速度依存性を調べたものである。同図によると、昇温速度が遅くなるにしたがい結晶粒は大きくなる。Cu を含むとその効果が顕著になり 20°C/hr ではほぼ 50 μ となるのに対し、Cu を含まないときには約 40 μ である。この傾向は Fig.1 における {222} 積分反射強度の昇温速度依存性とよく一致する。一方展伸度は昇温速度が遅くなると多少増加するが、その程度は顕著でない。また Cu 添加の影響も大きくない。

Fig.3 Average grain diameter and elongation ratio of recrystallized grains.

4. 再結晶の進行と積分反射強度の変化

焼鈍時の昇温速度を 20°C/hr としたときの昇温途中における再結晶率の変化を Fig.4 に示す。同図によると、Cu を含まないときには再結晶がほぼ 600°C で開始し、700°C で終了する。一方 Cu を含むときには開始終了共ほぼ 50°C 遅れており Cu 添加の影響がはっきりと認められる。Photo.1 は再結晶終了直後の光学顕微鏡組織である。同写真によると、Cu を含むものは含まないものに比べて再結晶粒が大きく、また圧延方向にかなり展伸している。一方 Fig.5 に示すように昇温途中の積分反射強度はいずれの場合にも再結晶の開始とともに大きく変化する。まず、

Fig.4 Variation in fraction recrystallized during heating at a rate of 20°C/hr.

Photo.1 Microstructures of specimens immediately after the end of recrystallization heating at a rate of 20°C/hr.

(a) Steel No.1, (b) Steel No.3

Fig.5 Variation of pole intensities during heating at a rate of 20°C/hr.

{222} 面強度は再結晶開始とともにいったん低下するが、Cu を含むものは再結晶の進行につれて再び上昇する。しかし Cu を含まないものは変化がない。{211} 面強度は再結晶開始と共にゆるやかに低下するが、Cu を含むと多少高い値を示す。{200} 面強度は再結晶開始と共にいずれも

急激に低下する。Cu を含むとより低い値を示し、再結晶終了後も強度はほとんど変化しない。{110} 面強度は再結晶開始とともに多少増大するが、Cu を含むものはより低い値を示す。

IV. 考 察

低炭素鋼板に炭化物形成元素を添加すると、{111} <112> 型再結晶集合組織が発達するが、この理由としておおむね次のような考え方が提出された⁽¹⁾。

- (1) 置換型固溶原子の効果。
- (2) 冷延前に存在する微細析出物の効果。
- (3) 炭窒化物形成に伴う C, N の掃き集め(地の純化)の効果。
- (4) 熱延板粒度微細化効果、または熱延板集合組織を変える効果。

Fe-Cu 2 元素の α -Fe に対する Cu の溶解度曲線は、Wriedt and Darken⁽²⁾により示された。それによると最大固溶限は 850°C で約 2.13%，650°C で 0.29% である。Fe-17Cr-Cu 3 元素の溶解度曲面についてはデータがない。同系には Cr が含まれているが、Cu との間にはほとんど相互作用のないところから、同鋼種における Cu の溶解度も Fe-Cu 2 元素と同程度であると推定される。前報で用いた試料 2 は Cu を 0.4% 含んでいるが、上に述べた理由により回復再結晶段階で大部分の Cu を固溶していると推定される。しかし再結晶集合組織はほとんど変化しないところから、固溶 Cu の影響は大きくないといえる。次に試料 1 および 3 には C がともに 0.002% 含まれている。しかし、Cu は C との間にはほとんど相互作用がないので、Cu 添加による地の純化作用は考えられない。また前報の結果から、0.57% 程度の Cu 添加では冷延前の結晶粒の大きさおよび熱延集合組織は変化していない。一方再結晶集合組織には最終焼鈍時の昇温速度依存性が認められ (Fig. 1)、徐加熱した時にはじめて Cu 添加の効果が現われた。その時の再結晶開始温度は 650°C であった。したがって上に述べた溶解度をもとにすると、回復および再結晶開始時にはかなりの量の Cu がともに ϵ -Cu 相として析出している^{(3)~(6)}と考えられる。またその大きさは前報の電顕観察など^{(3)~(6)}の結果から、200~300 Å 程度の微細なものであろう。これらのことから本鋼種への Cu 添加による {111} <112> 型再結晶集合組織の発達、回復および再結晶初期段階で析出する微細な ϵ -Cu 相がおもな原因であると思われる。

再結晶核の生成場所は、現在のところ圧延時の変形の不均一性に由来するという考え方が支配的である⁽⁷⁾。本鋼種の初期方位は {100} <011> である。武智ら⁽⁸⁾によれば、初期方位として (001) [110] 方位を主成分とする低炭素鋼の多結晶を冷延すると、(001) [110] 方位から (112) [110] 方位を経て (111) [121] 方位に至る方位分散が起るが、17

Cr ステンレス鋼も同じ体心立方晶であるところから、同様の結晶回転が起ると考えられる。前報の結果によると、冷延率が 80% の場合その先端は (110) [001] に達するものも存在すると推定される。この (110) [001] 方位は変形帯の形成を媒介として (111) [121] 方位の回転により発生する^{(7)~(11)}ので、それらはおもに (111) [121] 加工組織(デフォームド・マトリックス)中に存在している。そして地と高角度差を持つ方位分散の中でその先端にあたっている方位が最も歪エネルギーが高く、再結晶核として選ばれるという主張に従えば、(110) 方位を有する領域が最優先の生成場所になり、(111), (211) 方位がこれに次ぐと考えられる。

Fig. 1 および Fig. 2 によると、Cu を含む試料を冷延後徐加熱焼鈍したときの再結晶集合組織は、{111} <112> 方位が主成分で板面に平行な {111} 面強度が高く、他の方位成分はほとんど発達しない。このうち {211} 成分は Cu を含むとわずかなではあるが高い値を示すのに対し、{110} および {200} 成分はより低い値を示す。また Cu を含むと再結晶が遅れる (Fig. 4)。これは一つには微細析出物が転位の移動を拘束して、その再配列を阻害するため回復が遅れ、Photo. 1 に示すように、核生成頻度が低下することがあげられる。他の一つは微細析出物が再結晶核成長の過程においても粒界の移動を阻害し、再結晶の進行を遅らせるからであろう。この場合 Zener のモデル⁽¹²⁾あるいはこれを発展させた久保寺らの計算⁽¹³⁾によると、大傾角粒界の移動が強く抑制され in situ 的な再結晶が優先する。一方松岡ら⁽¹⁴⁾は Ti 添加極低炭素鋼の研究から、焼鈍の進行に伴い凝集、粗大化が進み、転位および粒界の拘束力が変化することの重要性を指摘している。これらの考えを基にすると、Cu を含む 17Cr ステンレス鋼の回復および再結晶の進行は、低炭素鋼に Ti などの炭化物形成元素を添加したとき {111} <112> 型再結晶集合組織が発達する場合⁽¹⁴⁾と類似した過程をたどるといえることができる。

まず微細析出物を含まないときと同様に冷延組織中の {110} 方位がほぼ同じ方位をもつ sub-grain の合体により最も早く回復し始めるが、同じ方位の領域がほかの {222}, {211} および {200} などにくらべ非常に少なく、その領域がせまいため、成長しうる再結晶核の大きさに達するものが制限される。そして微細析出物が存在するため、まわりの主として {111} <112> 方位を有する領域への大傾角粒界移動による成長が拘束される。したがって回復は早くても再結晶の初期段階における増加はきわめてかんまんになる。これに対し、次の歪エネルギー順位の {111} 方位は存在量のはるかに多いので、in situ 的な核生成頻度が {110} 方位より高く、またそれらは in situ 的により速く成長すると考えられる。そして析出物の凝集が起りはじめても、はじめに回復した {110} 方位はすでにかなり成長した {111} 成分に主としてとりまかれているので、大きくは増加しえない。{111} 成分のうち {111} <112> のほうが

{111}<110>にくらべ集積が高い(Fig.2(b))のは冷延集合組織中の{111}<112>が高いからであろう。すなわち、冷延集合組織内の方位成分と再結晶集合組織内の主要な方位成分との間には、一般に Table 2 に示すような関係のあることが知られている。しかし微細析出物の存在により、{211} 変形組織においても in situ な再結晶が優先し(Fig.5), {111}<112> 再結晶の生成が抑制されているからである。

Table 2 Orientation relationship between cold-rolled textures and recrystallized textures.

Orientations in the deformation texture	Orientation relationships	Orientations in the annealing texture
{111}<112>	Rotation of 35° about <110> axes	{011}<100>
	Rotation of 30° about <111> axes	{111}<110>
{111}<110>	Mechanism of the strain-induced grain boundary migration	
{112}<110>	Rotation of 35° about <110> axes	near {111}<112> or {554}<225>

最も回復、再結晶の遅れる{200}方位は、時間の経過にしたがい析出物の粗大化が進むため、他の方位のすてに成長しつつある再結晶粒の粒界移動が容易になってくるので、それに蚕食され少なくなると考えられる。Fig.5の積分反射強度において{200}および{211}方位が時間とともに低下しているのに{222}方位はいったん低下したのち増加しているのはこのことを示しているといえる。このような過程で回復再結晶が進行するとすれば、再結晶集合組織は、低炭素鋼あるいは17Cr ステンレス鋼の別なく、体心立方金属では冷延集合組織からその形成を直接理解することが可能である。本実験の場合、Ti 添加極低炭素鋼などくらべ再結晶集合組織中の{111}<112>方位成分がやや低いのは、80%程度までの冷延率では、17Cr ステンレス鋼の冷延集合組織中で{111}<112>方位成分がそれ程発達しないことと、 ϵ -Cu 相の拘束力がTiCほどには強くなかったからであろう。

V. 結 論

17Cr ステンレス鋼において{111}<112>型の再結晶集合組織が0.57%のCu添加により発達する機構を明ら

かにするため、熱延板を80%冷延し焼鈍時の昇温速度を広範囲に変化させたとき、および20°C/hrの昇温速度で加熱したときの昇温途中の再結晶挙動を調べた。実験結果を要約すると次のとおりである。

(1) 焼鈍後の積分反射強度には最終焼鈍時の昇温速度依存性があり、昇温速度が遅くなるにしたがい{222}面強度は増加し、20°C/hrのとき最高値を示す。しかし昇温速度がさらに遅くなっても強度は増加しない。

(2) 焼鈍後の結晶粒の大きさおよび展伸度には最終焼鈍時の昇温速度依存性が認められる。昇温速度が遅くなるにしたがい結晶粒の大きさは大きくなる。Cuを含むとその効果が顕著になる。これらの傾向は{222}積分反射強度の昇温速度依存性とよく一致する。一方展伸度は昇温速度が遅くなると多少増加するが、その程度は顕著でない。またCu添加の効果も大きくない。

(3) 冷延後20°C/hrの昇温速度で加熱焼鈍すると、Cuを含むときには再結晶が遅滞する。また再結晶核発生頻度が低下し、再結晶終了直後の再結晶粒の大きさは、Cuを含まない場合にくらべ、大きくまた圧延方向に展伸している。

(4) {111}<112>型再結晶集合組織の発達は、{111}面方位加工組織内における回復再結晶過程が微細な ϵ -Cu相などの存在により変化したことがおもな原因であると考えられる。

文 献

- (1) 須藤正俊：鉄鋼薄板の再結晶及び集合組織(I),(II),(1974),99,鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会。
- (2) H.A.Wriedt and L.S.Darken: Trans.Met.Soc. AIME, **218**(1960), Feb.,30.
- (3) E.Hornbogen and R.C.Glenn: Trans.Met.Soc. AIME, **218**(1960),1064.
- (4) E.Hornbogen: Acta Met., **10**(1962),525.
- (5) A.R.Cox: J.Iron and Steel Inst., **205**(1967),51.
- (6) S.R.Goodman, S.S.Brenner and J.R.Low: Met.Trans., **4**(1973),2363,2371.
- (7) 古林英一：鉄鋼薄板の再結晶及び集合組織(I),(II),(1974),1,鉄鋼基礎共同研究会再結晶部会。
- (8) 上城太一：集合組織の形成機構,(1970),3,日本鉄鋼協会西山記念技術講座。
- (9) 上城太一：金属学会シンポジウム講演予稿,(1969-10),125.
- (10) 古林英一：鉄と鋼, **56**(1970),734.
- (11) 橋本 修,大橋延夫,藤元克己：鉄と鋼, **57**(1971),1167.
- (12) 阿部秀夫：鉄と鋼, **52**(1966),882.
- (13) 久保寺治朗,中岡一秀,荒木健治：金属学会シンポジウム講演予稿,(1967-10),61.
- (14) 松岡 孝,高橋政司：鉄と鋼, **57**(1971),1134.