低炭素鋼の集合組織形成機構と微細組織

解 説

稲 垣 裕 輔*

Development of Textures and Microstructures in Low Carbon Steel

Hirotsuke INAGAKI

1. は じ め に

集合組織は、従来、主として X 線測定によって求めた極点図や三次元結晶方位解析の結果にもとづいて議論されて来た。このため、この種の研究が標準的な集合組織の研究であるかのごとき感すらある。しかし、これらは圧延状態、あるいは完全再結晶状態など均一組織をもつ試料にしか適用できない太い X 線ビームをもちいたマクロな解析法であるから、これらを主要研究手段とするかぎり、集合組織形成機構の本質に到達しようとは考えがたい。集合組織の分野では過去 10 年来、新材料開発につながるような成果、進歩は何もないが、これは、このような X 線の研究がすでにその限界に到達してしまったことを示すものであり、この分野がこれら古典的研究手法への固執をやめ、根本的にもっと緻密かつ近代的な学問構成への脱皮、転換をはからないかぎり、新たな技術的展開は期待しえないであろう。

その際もっとも重要なことは、従来 X 線では明らかにすることができなかった微視領域における局所的結晶方位分布、とくに再結晶過程におけるその動的変化を正確にとらえ、これらを適確に制御することであろう。もう一つ重要なことは、これもまた X 線の研究ではできなかったことであるが、結晶方位と微細組織を正確に対応づけることである。所詮、集合組織は顕微鏡組織の目に見えない一側面に過ぎず、顕微鏡組織が形成される過程で発達するのであるから、顕微鏡組織形成を無視した、あるいはこれと矛盾する集合組織形成理論は意味がない。

以上は集合組織研究全般の問題点であるが、話を鉄鋼の集合組織にかぎると、さらに別の大きな問題がある。それは本来集合組織の簡便測定法である逆極点図法がいつの間にか正統的測定法として認知されてしまっていることにある。簡便法は簡便な議論をする場合にのみ許されることであって、これによって集合組織形成機構の厳

密な論議をおこなうことは不正確というよりも誤りとみなすべきであろう。これらの理由から鉄鋼の集合組織の場合には、一層の研究の緻密化、厳密化が要求されると考えられる。

以上の現状認識に立って、局所的な結晶方位分布、微細組織を重視する立場から、以下、依頼のあった低炭素鋼の集合組織におよぼす炭素の影響について議論する。

鉄の回復、再結晶におよぼす合金元素の影響は、素材の純度によって大きくことなり、高純度化するほど顕著にあらわれることが知られている。近年、低炭素鋼はいちじるしく高純度化されつつあるので、以下では高純度鋼をベースとして、熱間圧延、冷間圧延、回復再結晶の各段階における微細組織、集合組織の形成、これにおよぼす炭素の影響、とくに粗大炭化物、固溶炭素としての炭素の効果について考察した。最後に、現在、低炭素鋼の集合組織研究の分野では、再結晶集合組織におよぼす C, Mn 原子間の相互作用が大きな話題となっているが、上述の考察からえられた結論を、すでに提案されている説明と対比し、微視的立場からの集合組織研究の必要性を指摘した。

2. 熱間圧延後の微細組織、集合組織

熱間圧延は、単に冷間圧延の初期板厚をうるための工程にとどまらず、以後の冷間圧延、再結晶焼鈍時の顕微鏡組織、集合組織の発達の初期条件を設定するきわめて重要な工程である。熱間圧延の仕上温度については、 Ar_3 点以下の温度で仕上圧延すると強い $\{100\} \langle 011 \rangle$ 熱間圧延集合組織が発達し冷間圧延後の再結晶焼鈍時の $\{111\} \langle 112 \rangle \sim \{111\} \langle 110 \rangle$ 再結晶集合組織の形成を阻害するが、 Ar_3 点以上の温度で仕上圧延すれば、形成する熱間圧延集合組織は弱く、このような問題は起こらないことが知られている¹⁾。一方捲取温度に関しては、冷間圧延後、連続焼鈍をおこなう場合には、 700°C 以上の高温で捲取り、セメントサイトを粗大化させることが連

平成 4 年 3 月 31 日受付 平成 4 年 7 月 3 日受理 (Received on Mar. 31, 1992; Accepted on July 3, 1992) (依頼解説)

* NKK 中央研究所 (現: 湘南工科大学工学部教授) 工博 (Advanced Technology Research Center, NKK Corporation, Now Faculty of Engineering, Shonan Institute of Technology, 1-1-25 Nishikaigan Tsujido Fujisawa 251)

Key words: texture; carbide; recrystallization; formability; transmission electron microscopy.

焼鈍時に強い $\{111\} \langle 112 \rangle \sim \{111\} \langle 110 \rangle$ 再結晶集合組織を発達させるための必須条件であることがかなり以前から知られている²⁾³⁾。

このような冷間圧延前の初期条件の設定, 制御に対し制御圧延, 制御冷却鋼に関する知見を積極的に導入, 応用することはきわめて有意義である。再結晶焼鈍時の $\{111\} \langle 112 \rangle \sim \{111\} \langle 110 \rangle$ 再結晶集合組織の発達を促進するためには冷間圧延前の初期粒径をできるだけ細粒にすることが必要であるが, Ar_3 変態点直上で大圧下圧延をおこないフェライト核の生成サイトを多量に導入することによりこれらの核生成を促進し, かつ制御冷却することによりこれらの成長を抑制すれば, この目的に接近しうるのであろう。このような制御圧延, 制御冷却の効果は, 微量の Nb, Ti 等を意図的に添加し, オーステナイトの再結晶を抑制した状態で強圧延することにより, 一層顕著にえられる。とくにこの場合は, 未再結晶オーステナイトに発達する圧延集合組織が Kurdjumov-Sachs の方位関係によってフェライト相に継承され, $\{332\} \langle 113 \rangle + \{311\} \langle 011 \rangle$ 変態集合組織が強く発達することも大きな利点である⁴⁾⁵⁾。一般に既に冷間圧延前から強い $\{111\} \langle 112 \rangle \sim \{111\} \langle 110 \rangle$ 集合組織が存在するほど, 再結晶焼鈍時に $\{111\} \langle 112 \rangle \sim \{111\} \langle 110 \rangle$ 再結晶集合組織が顕著に発達することが知られているが, $\{332\} \langle 113 \rangle$ 方位は $\{111\} \langle 112 \rangle$ 方位に近いので, このような変態集合組織の存在は $\{111\} \langle 112 \rangle \sim \{111\} \langle 110 \rangle$ 再結晶集合組織の発達に有利に働くものと考えられる⁶⁾。変態集合組織中の $\{332\} \langle 113 \rangle$ 方位の占める比率は圧下率の増大とともに増加するので, この観点からも大圧下圧延が望ましいと考えられる。高純度鋼では, 熱間圧延後の結晶粒が粗粒化する傾向があるので, これらの対策はより効果的であろう。

連続焼鈍用冷延鋼板においては, 熱間圧延後に高温捲取りをおこない, セメントサイトを粗大化する必要があることを先に述べたが, これら炭化物の分散形態も熱間圧延後の変態挙動と密接な関係にあることを見逃がしてはならない。これは, これら炭化物が熱間圧延後に起こるフェライト変態の末期まで残留するオーステナイト部から生成することに由来する。この最終変態部には, 各種添加合金元素や不純物元素が濃化されるため, 合金成分と冷却条件に応じて種々の炭化物, 変態生成物の分散形態を生じうる。これらが冷間圧延時の変形, 焼鈍時の再結晶におよぼす影響については, 後にくわしく述べる。

3. 冷間圧延後の微細組織, 集合組織

鮮鋭な初期集合組織をもつ細粒多結晶鉄を圧延率を系統的に変えて冷間圧延し, その集合組織を三次元結晶方位解析した結果によれば, 冷間圧延時の結晶回転は次の2つの経路に沿って起きる⁷⁾; (A) $\{110\} \langle 001 \rangle \rightarrow \{554\} \langle 225 \rangle \rightarrow \{111\} \langle 112 \rangle \rightarrow \{111\} \langle 110 \rangle \rightarrow$

$\{223\} \langle 110 \rangle \rightarrow \{112\} \langle 110 \rangle$, (B) $\{001\} \langle 110 \rangle \rightarrow \{113\} \langle 110 \rangle \rightarrow \{112\} \langle 110 \rangle$ 。これらの回転経路の途中に初期方位をもつ結晶は, その位置からこの経路にしたがって回転を起こす。70~80% 冷間圧延した通常の冷延鋼板では, $\{111\} \langle 112 \rangle$ から $\{111\} \langle 110 \rangle$ に至る板面法線方向 (ND) に平行に $[111]$ 軸をもつ方位群 ($[111] \parallel \text{ND}$ 繊維集合組織) と, $\{001\} \langle 110 \rangle$ から $\{112\} \langle 110 \rangle$ に至る圧延方向 (RD) に平行に $[110]$ 軸をもつ方位群 ($[110] \parallel \text{RD}$ 繊維集合組織) が発達する。さらに圧延率を増すと径路 (A), (B) の両方から最終安定方位 $\{223\} \langle 110 \rangle \sim \{112\} \langle 110 \rangle$ への接近が起こる。このような最終安定方位への結晶回転は転位の関与するすべり変形によって起こるのであるから, 上記のような結晶回転経路を決定づけているものは, 圧延変形とともに発達する転位組織の構造であり, 安定方位であるか否かを支配しているものは, これら転位組織の力学的安定性であると考えられる。しかし, 従来発表されている圧延集合組織形成理論は巨視的な塑性力学的理論を基盤とするものであって, このような転位組織の発達過程をまったく考慮に入れていない。今後かかる微視的過程に関する観察結果をつみ重ねて, より正確な圧延集合組織形成理論を構築して行く必要があると考えられる。

圧延変形によって発達する転位組織は三次元構造をもち異方性があるので, 圧延面, 圧延方向断面, 圧延直角

写真 1 70%冷間圧延した高純度鋼の転位組織 (圧延方向直角断面)。GB, RD はそれぞれ結晶粒界, 圧延方向を示す (以下同じ)

方向断面の三面から観察をおこなう必要がある。とくに圧延直角方向断面での観察からは貴重な情報がえられる⁸⁾。圧延の初期には不明瞭な等軸転位セル組織が形成するが、圧延率 70% まで冷間圧延するとこれらは展伸され、写真 1 に示すような展伸セル組織が形成する。同図から明らかなように、これらセル組織の発達状況、圧延方向に対する角度は結晶粒によってことになっており、結晶方位依存性がある。圧延率をさらに増加させると、これらセルは展伸度を増し、圧延方向により平行になり、セル壁がシャープになる。上記回転経路 (A) をたどる結晶方位の場合は、このような転位組織の発達が安定方位への接近、圧延変形に対する安定性と密接に関連しているようである。一方、回転経路 (B) をたどる結晶方位は、これと逆に、転位分布を常に均一化することによってその安定性をたもつようである。このためこれらの方位の結晶粒には展伸セル組織が形成し難く、圧延の初期からかなり安定であることが大きな特徴である。

このような転位組織の発達に影響を与える因子、すなわち初期集合組織⁷⁾、結晶粒径⁹⁾、合金元素¹⁰⁾、第 2 相粒子は当然のことながら冷間圧延集合組織の発達にも影響を与える。しかし、従来、鉄の圧延集合組織は、これら因子の影響をほとんど受けないという考え方が定着している。

各種鉄合金を 70% 冷間圧延し、その圧延集合組織を三次元結晶方位解析によって解析した¹⁰⁾。最終安定方位 $\{223\} \langle 110 \rangle \sim \{112\} \langle 110 \rangle$ への接近の度合を圧延時の結晶回転がどの程度スムーズに起こったかをあらわす指標と考え、これら合金を $\{223\} \langle 110 \rangle \sim \{112\} \langle 110 \rangle$ 方位の存在量の順番に並べると図 1 がえられる。すなわち圧延安定方位の存在量は、実際には各種合金間で 2 倍程度変わりうるということがわかる。とくに、Nb, Ti, P を添加すると、単純な高純度鋼 (0.004% C, 0.02% C) よりも圧延集合組織の発達が促進されることが注目される。これはいくつかの因子の複合効果によるもので、Nb, Ti の場合は固溶炭素の完全固定微細炭化物の形成

により、P の場合はその顕著な固溶体硬化により、圧延集合組織の発達が促進されたものと考えられる。さらにまた、Nb, Ti, P を添加すると熱延板にすでに述べたような変態集合組織が強く発達し、同時に結晶粒が微細化されることも、強い冷間圧延集合組織が発達する原因となっていると考えられる。

この中で、冷間圧延集合組織の発達におよぼす結晶粒径の効果については、結晶粒径が大きいと個々の結晶粒が各々単結晶に近い変形をするために、圧延集合組織は単結晶の圧延集合組織を重ねてえられるような少数の孤立ピーク群からなる集合組織となるが、結晶粒径が小さいと、結晶粒間の強い相互作用のために、これらピークの間が連続方位分布で結ばれた。いわゆる繊維集合組織が形成されることが明らかにされている⁹⁾。とくに $\langle 111 \rangle$ 軸を板面法線に平行にもつ。いわゆる $\langle 111 \rangle // ND$ 繊維集合組織に属する結晶粒が 2 個隣接する場合、両者の粒界近傍領域は、回転経路 (A) にしたがって両者が共通して指向する安定方位 $\{111\} \langle 110 \rangle$ に向かって回転すれば、より安定な状態になると同時に、粒界における歪の連続条件を容易に満足しうするため、粒内よりも進んで $\{111\} \langle 110 \rangle$ 方位に向かって結晶回転を起こすことが考えられる。このため、結晶粒内から粒界に向かうにつれて $\langle 111 \rangle // ND$ 軸まわりの結晶回転がみとめられ、粒界近傍に高転位密度の $\{111\} \langle 110 \rangle$ 領域が形成される¹²⁾。焼鈍時には、この部分から $\{111\} \langle uvw \rangle \sim \{111\} \langle 110 \rangle$ 方位の再結晶核が優先核生成するものと考え

試料	主方位	方位の密度 (× ランダム)	
		0	10
0.015% C-0.15% Nb	(112) [110]	[Bar chart showing high density]	
0.004% C-0.20% Ti	(112) [110]	[Bar chart showing high density]	
0.02% C-0.21% P	(223) [110]	[Bar chart showing high density]	
0.004% C	(223) [110]	[Bar chart showing moderate density]	
0.02% C	(112) [110]	[Bar chart showing moderate density]	
0.02% C-0.2% Ti	(223) [110]	[Bar chart showing moderate density]	
1.0% Cu	(223) [110]	[Bar chart showing moderate density]	
0.1% C-0.04% Nb	(112) [110]	[Bar chart showing moderate density]	
0.05% C	(223) [110]	[Bar chart showing moderate density]	
0.1% C	(112) [110]	[Bar chart showing moderate density]	
0.05% C, WQ	(223) [110]	[Bar chart showing moderate density]	
0.2% C	(223) [110]	[Bar chart showing moderate density]	

図 1 冷間圧延集合組織の主方位 $(112) [110] \sim (223) [110]$ の強度におよぼす合金元素の影響

a: 0.021% C b: 0.052% C c: 0.11% C d: 0.20% C

写真 2 粗大炭化物の形状

えられている^{13)~15)}。

ところで、図1を見ると析出物、とくに粗い析出物を多量にふくむ合金ほど圧延集合組織の発達が弱いことがわかる。そこで、次に粗大炭化物が冷間圧延集合組織におよぼす影響について考える¹⁶⁾。写真2は熱間圧延後、750°Cに再加熱することによって粗大化させた炭化物粒子を示す。これらは結晶粒界に析出しており、フェライト粒をとり囲んだネットワーク状のセメンタイト粒子として存在している。C量の高い試料ではパーライトが安定化し、粗大セメンタイトが形成し難い傾向がある。また、C、Mn量の高い試料では炭化物の凝集、粗大化をはかると、これらの部分がパーナイトやマルテンサイトに変態する場合がある。

冷間圧延の過程では、2つのことなる方位のフェライト粒の粒界に析出した粗大炭化物粒子は、両側からことなるモードの変形を強要されるため、応力集中の起こりやすい不規則形状の部分で破碎する。写真3は50%冷間圧延したFe-0.021%C合金の圧延直角断面で観察した、これら破碎粒子を示す。破碎した粒子同士は、以後の変形によって分離され、それらの間に空隙を生ずるが、

写真3 冷間圧延によって破碎した炭化物粒子、50%冷間圧延したFe-0.021%C合金の圧延方向直角断面、SEM像

これら空隙部には周辺マトリクス部が流入をこころみるために局所変形が起こり、空隙からマトリクス内部に向かって微視的局所くびれが伝播している。写真4はこのような部分を透過電顕で観察した結果であるが、粒子間の空隙部を中心にして放射状に伝播するセル組織はこのような局所くびれの初期段階を示している。粗大炭化物粒子は、破碎されない部分でも、形状変化が急激であれば、その周辺に著しい局所変形を誘起し、ランダム方位の領域を形成する。写真5に示す紡錘状粒子の場合、その周辺の展伸セルの配列状況から、かかる局所変形の進行状況が把握できる。また、これらの部分における電子回折パターンスポットのアークや分裂状況から、粒子の先端部に向かうにしたがって方位のランダム化が顕著であることがわかる。

このように厚い炭化物粒子は破碎するが、粒界にフィルム状にネットワークを形成して析出する薄い炭化物は圧延によってさらに展伸、薄片化される。写真6にその

写真4 破碎した炭化物周辺の転位組織、70%冷間圧延したFe-0.021%C合金の圧延直角方向断面

写真5 粗大炭化物周辺の転位組織、結晶方位の変化

写真 6 圧延によって伸延された炭化物周辺の結晶方位分布

一例を示す。この粒子は中央部で剪断破壊してはいるが、その他の部分は著しく伸延化されている。周辺領域の電子回折パターンおよび濃厚な転位のタングル組織から明らかに、周辺領域に顕著な局所変形を誘起し、その方位をランダム化する効果は、厚い粒子の場合よりも顕著である。

粗大炭化物粒子の増大とともに圧延集合組織が弱くなる現象は、このような粗大炭化物周辺の局所変形による方位のランダム化に起因するものと考えられる。

このように破碎された炭化物粒子片の一つ一つは長辺が圧延方向に平行になるように回転し、全体としては写真 7 に示すように、圧延方向に平行に配列した列状炭化物粒子群を形成する。しかし、炭素量が高くなると、これら粒子群は幅広くバンド状に分布するようになる(写真 7c)。さらに、炭素量が高い場合は、写真 2d に示すごとく、炭化物は残存パーライト領域と共存するために、冷間圧延すると、後者が崩壊し写真 7c, d に示すごとく微細炭化物のクラスターを形成してしまう。一方、C, Mn 量が高い場合に形成される炭化物や低温変態生成物は、冷間圧延しても破碎され難い。このように、炭化物の破碎の難易、破碎後の分散状態が、C, Mn 量によってことなることは、以後の再結晶過程に重大な影響を与えるので、これらの適切な分散制御が重要な課題である。図 1 を見ると、固溶炭素もまた冷間圧延集合組織の発達

a: 0.021% C b: 0.052% C c: 0.15% C d: 0.20% C
写真 7 70%冷間圧延後の炭化物の形状、圧延直角方向断面

写真 8 炭素が過剰に固溶する高純度鋼における転位組織の発達、70%冷間圧延、圧延方向直角断面

を顕著に抑制することがわかる(試料 0.05% C, WQ を参照)。固溶炭素が過剰に存在すると、圧延変形時に通常の転位セル組織は発達せず、写真 8 に示すような濃厚な転位のタングル組織が結晶粒内に均一に発達するため⁸⁾、各方位とも安定化し、回転経路 A, B に沿う結晶

写真 9 炭素が過剰に固溶する高純度鋼で観察された剪断帯

回転は起こりがたくなる¹⁷⁾。しかし、一部の結晶粒は、圧延変形時に方位の異なるいくつかのブロックに分裂する。これらブロック同士の境界には両側のブロックの歪の不連続を調整するために写真 9 に示すような剪断帯が形成される。これら剪断帯は結晶粒界に核生成し、ひんぱんに枝わかれや連結をくり返しなが粒内に伝播する。個々の剪断帯は互いに平行な展伸セル群から成立っており⁸⁾、変形が局所的に集中して起こった部分であることがわかる。

以上の結果から、圧延集合組織の発達は、転位組織の発達と密接に関連していることがわかる。

4. 回復、再結晶過程における微細組織、集合組織の変化

高純度鋼では、回復、再結晶を抑制するものがないため、これらの過程は容易に起こる。また、回復、再結晶の進行速度に顕著な方位依存性があらわれる。これは、圧延変形時に発達する転位組織が結晶方位によってことなることに起因しており、圧延変形時に前述の経路 (A) に沿って結晶回転し明瞭な展伸セル組織が発達する方位の結晶粒では再結晶が容易に起こるが、経路 (B) に沿っ

て結晶回転し均一な転位タンブル組織を形成する方位の結晶粒では再結晶が起こりがたいという理由による。

このような回復、再結晶の方位依存性は、初期結晶粒径が大きいほど顕著にあらわれ⁹⁾、個々の結晶粒がそれぞれ独立に再結晶するようになる。この傾向は、徐熱焼鈍の場合にとくに顕著であり、圧延によって展伸した結晶粒が再結晶を起こさずに高温まで残存する原因となる。このため、高純度鋼では冷間圧延前の結晶粒の制御がきわめて重要である。

高純度鋼では、回復、再結晶におよぼす合金元素、析出物の影響はより顕著にあらわれる。ここでは、もっとも代表的な合金元素の効果として、まず最初に低温捲取した高純度鋼 (P; 0.001%, S; 0.0008%) における C, Mn の効果をしらべた結果を紹介する。この高純度鋼を 70% 冷間圧延後 440~540°C の温度範囲で恒温焼鈍し再結晶挙動をしらべた結果、C, Mn の効果は 500°C 以下

図 2 480°C における 50% 再結晶時間, t_{50} と C, Mn 量の関係

図 3 480°C 恒温焼鈍時の再結晶粒の個数の増加におよぼす C, Mn 量の影響

図4 480°C 恒温焼鈍時の再結晶粒のサイズの増加によぼすC, Mn 量の影響

でのみ顕著にあらわれることが明らかとなった。図2に480°Cにおける50%再結晶時間とC, Mn量の関係を示す。再結晶速度はMn量が低い領域ではC量のみによって支配されるが、Mn量が高い領域ではMn量のみによって支配されており、全般的にMnの方が再結晶抑制効果が高い。図3は焼鈍時間と観測された再結晶粒の個数の関係を示すが、再結晶核の形成はCの影響をほとんど受けず、Mnの影響を強く受けることがわかる。図4は再結晶粒の直径と焼鈍時間の関係を示すが、再結晶核の成長は、Mnをふくまない場合でもCによって抑制されるが、Mnを添加するとはるかに強力に抑制され、Cの効果は目立たなくなることがわかる。

これらの結果から(1)CとMnの効果は独立であり、両者の間に相互作用はないこと、(2)CよりもMnの方が、再結晶核の生成、成長を抑制する効果が大きいこと、が結論される。この場合のCの効果は、低温捲取材にみられる比較的小さな炭化物によるものであって、これらは亜結晶粒や再結晶核の成長を抑制する効果をもっている。

一方、粗大炭化物は、冷間圧延時に破碎されその周辺にランダム方位の強変形領域を形成することはすでにのべたが、焼鈍時にはこの領域にランダム方位の再結晶核が優先核生成するため¹⁸⁾、再結晶は加速される¹⁹⁾。圧延によって破碎された炭化物粒子群は、圧延方向に列状に配列するため、これらに核生成したランダム方位の再結晶核も列状に並び、写真10に示すごとく、これらは各々マトリクスとの方位関係に応じ、ことなった速度でマトリクス中へ成長する。すなわち炭化物周辺の再結晶はrandom nucleation, oriented growthによって進行するものと思われる。この過程に対しては、写真7に示した破碎された炭化物の分散形態が重要なかわりを持ち、C量が高く炭化物が幅広いバンドを形成する場合

写真10 冷間圧延によって破碎された炭化物粒子からの再結晶核の生成、成長

はoriented growthは起こりがなくなる。

固溶Cに関しては、転位を固着して回復時のその上昇運動を抑制する効果よりも、圧延時に転位分布を均一化し、焼鈍時の再結晶核の形成を抑制する効果と、圧延時に一部結晶粒内に剪断帯の形成を促進し、焼鈍時にこの部分からの $\{110\} <001>$ 方位再結晶粒の形成を促進させる²⁰⁾という2面性をもっているものと考えられる。

5. 炭素の効果に関する最近の研究

最近、冷延鋼板の深絞り性、および再結晶集合組織によぼすCの効果、とくにMnとの相乗効果が注目をあびている。Huら²¹⁾はC量が一定で、Mn量を0.005～0.5%の範囲で変化した真空溶解鉄(0.06%C, 0.005%S)をもちいて70%冷間圧延、710°C、24h焼鈍後の r 値、再結晶集合組織とMn量の関係をしらべ、低Mn量では $\{111\} <112>$ 方位が強く発達し r 値が高いが、Mn量の増大とともに $\{111\} <112>$ 方位の発達が抑制され r 値が低下することを見出している。Hughesら²²⁾は、このようなMnの効果にCが影響を与えていることを見出した。彼等は、Cを0.0013～0.076%, Mnを0.001～0.67%の範囲で変えた真空溶解鉄(0.002～0.008%S, 0.003～0.032%O)を85%冷間

図 5 $\bar{r}$ 値におよぼす C, Mn 量の影響 (Hughes ら²²⁾の結果)

圧延, 704°C, 24 h 焼鈍し, 平均ランクフォード値 ($\bar{r}$) と C, Mn 量の間には, 図 5 に示す関係があり, $\bar{r}$ 値は C 量, Mn 量が特定の範囲 ($C = 0.012 \sim 0.046\%$, $Mn = 0.06 \sim 0.26\%$) にあるときにのみ最大になることを見出している. このように C 量, Mn 量が特定範囲にあるとき, $\bar{r}$ 値が最大になる現象は大橋ら²³⁾寺崎ら²⁴⁾によっても報告されている.

Hu らは, Mn 量がきわめて低い場合には, 微量残留不純物の影響が顕在化してくるため $\{111\} \langle 112 \rangle$ 再結晶集合組織が発達しないことを結論しているが, C 量を低下させても同じことが起こると考えれば, 特定 C 量, Mn 量領域で $\bar{r}$ 値が最大になる現象の説明がつく. しかし高純度化によって顕在化してくるのは微量残留不純物の効果ではなく, すでに述べたような, それぞれの結晶粒がその方位に応じてことなった速度で独立に再結晶するという高純度鉄独特の再結晶挙動であって, これによって $\{111\} \langle 112 \rangle$ 再結晶集合組織が発達しがたくなるのであろう.

一方, 大沢ら²⁵⁾²⁶⁾は, AlN の析出処理をおこなったアルミキルド鋼 (0.004% S) を 75% 冷間圧延, 700°C, 1 h 焼鈍した場合の $\bar{r}$ 値と C, Mn 量の間を調べた. 彼等が求めた結果を図 5 と同じ形にプロットしなおすと図 6 のごとくなる. この場合は, C 量, Mn 量が特定範囲内にあるときに $\bar{r}$ 値が最大になるという現象はみとめられず, C 量, Mn 量ともに低いほど $\bar{r}$ 値は高くなっている. すなわち, この場合には高純度鉄本来の再結晶挙動が反映される領域はみとめられない.

大沢らは, 図 6 において, C, Mn 量がそれぞれ単独で存在する場合よりも, 共存する場合の方が $\bar{r}$ 値を下げる効果が大いことに着目し, これを Abe ら^{27)~29)}

図 6 $\bar{r}$ 値におよぼす C, Mn 量の影響 (大沢ら²⁵⁾の結果を再プロット)

の提唱した C-Mn dipole の形成によって説明をこころみている. その他にも多くの研究者が, このような C, Mn 複合添加の効果を C-Mn dipole の形成によって説明をこころみており^{30)~32)}, 回復, 再結晶過程で炭化物から溶出した固溶炭素が Mn 原子と C-Mn dipole を形成し, $\{111\}$ 再結晶集合組織の形成, 発達を抑制すると考えている.

しかし, これらの研究には, 次のような問題点がある.

(1) 大部分の研究は, 十分焼鈍した試料の $\bar{r}$ 値と C 量, Mn 量の間を議論しているため, C-Mn 相互作用が回復, 再結晶, 一次粒成長のどの段階を支配しているか明らかでない. また, $\bar{r}$ 値は集合組織の正確な指標ではない.

(2) 逆極点図法によって再結晶過程での集合組織変化におよぼす C, Mn 相互作用の影響をしらべた研究が多いが, この方法では主方位の圧延方向を同定できないので, C-Mn 相互作用が $\{111\} \langle 112 \rangle$, $\{111\} \langle 110 \rangle$ 方位のいずれに影響を与えているかを判別できない. また, 測定極密度に対する圧延組織からの寄与と再結晶組織からの寄与を分離できない.

(3) 供試材は, いずれも冷延前に AlN を析出させたアルミキルド鋼であり, 0.004% 以上の S をふくんでいる. Al をふくまない高純度鋼熱延板は, 700°C 以上に加熱すると結晶粒が容易に粗大化するが, アルミキルド鋼熱延板ではこれが起こらないことを考慮すると, 冷間圧延前に析出させた AlN には十分な粒成長抑制効果があると考えざるをえない. 大沢らの結果において, 微量 C, Mn 量領域で $\bar{r}$ 値が低下しない理由は, これら AlN の何らかの効果によって, この領域で起こるべき

高純度鉄本来の再結晶挙動が抑制されるためであろう。一方、S 量に関しては、0.004% 程度であってもその固溶、析出が回復、再結晶に顕著な影響を与えることはよく知られた事実である^{33)~35)}。これら AlN, S の影響を排除した条件下での C, Mn 相互作用の研究が望まれる。

いずれにしても、C-Mn dipole が $\{111\} \langle uvw \rangle$ 再結晶集合組織の形成を抑制することを支持する実験事実としては、 $\bar{r}$ 値、逆極点図測定等による間接的な実験結果だけであって、これを裏付けるような微細組織観察、局所方位測定の結果は今迄のところ報告されていない。C-Mn dipole そのものの存在についても、これを疑問視する研究結果³⁶⁾³⁷⁾が最近発表されている。前章までに述べた自分自身の実験結果をふまえるならば、筆者としては、図 5, 6 の結果は C, Mn 原子の相互作用のみで理解できるほど単純ではなく、いくつかのこととなった微細組織形成プロセスの重畳した最終結果であると結論したい。

6. お わ り に

これ迄述べた事柄からも明らかなように、試料全体の集合組織を把握、確認しておく場合には、極点図法、三次元結晶方位解析法も役立つが、再結晶集合組織形成過程の核心にせまろうとする場合には、これらは役立たず、もっと微視的な結晶方位解析、組織観察の方法を導入して行く必要がある。また研究の進め方においても、どうしても捨て難い、これら古典的測定法を前提とした発想から完全脱皮することが今、要求されていると思う。

文 献

- 1) R. L. Whiteley and D. E. Wise: Flat Rolled Products, Vol. III (1962), p. 47 [Inter science Publ.]
- 2) M. Matsuo, H. Hayakawa and S. Hayami: Proc. 5th Int. Conf. on Textures of Materials, ed. by G. Gottstein and K. Lücke, 2 (1978), p. 275 [Springer Verlag]
- 3) K. Matsuo, T. Shimomura and O. Nozoe: Texture, 3 (1978), p. 55
- 4) 稲垣裕輔: 集合組織 (長嶋晋一編) (1984), p. 197 [丸善]
- 5) 稲垣裕輔, 栗原 極, 小指軍夫: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 991
- 6) H. Inagaki: Textures and Microstructures, 8 (1988), p. 173
- 7) H. Inagaki: Z. Metallkd., 78 (1987), p. 431
- 8) H. Inagaki: Z. Metallkd., 81 (1990), p. 474
- 9) H. Inagaki: Z. Metallkd., 82 (1991), p. 265
- 10) H. Inagaki: Z. Metallkd., 79 (1988), p. 164
- 11) H. Inagaki: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 24 (1984), p. 266
- 12) H. Inagaki: Trans. Jpn. Inst. Met., p. 251
- 13) M. Matsuo, S. Hayami and S. Nagashima: Proc. Int. Conf. Sci. Tech. Iron and Steel (1971), p. 867 [ISIJ]
- 14) 阿部光延, 小甲康二, 林 征夫, 速水哲博: 日本金属学会誌, 44 (1980), p. 84
- 15) 川崎宏一, 松尾宗次: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 1808
- 16) H. Inagaki: Z. Metallkd., 78 (1987), p. 630
- 17) H. Inagaki: Z. Metallkd., 81 (1990), p. 15
- 18) H. Inagaki: Z. Metallkd., 82 (1991), p. 26
- 19) H. Inagaki: Z. Metallkd., 82 (1991), p. 99
- 20) 潮田浩作, 阿部光延: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 96
- 21) Hsun Hu and S. R. Goodman: Met. Trans., 1 (1970), p. 3057
- 22) L. H. Hughes and E. W. Page: Met. Trans., 2 (1971), p. 2069
- 23) 大橋延夫, 小西元幸, 有馬与志広: 川崎製鉄技報 (1973), p. 164
- 24) 寺崎富久長, 高橋政司, 金子輝雄: 住友金属, 24 (1974), p. 230
- 25) 大沢紘一, 鈴木輝男, 松藤和雄, 栗原 極: 鉄と鋼, 72 (1986), p. 1728
- 26) 大沢紘一, 栗原 極: 低炭素鋼板研究委員会最終報告書 (1987), p. 108 [日本鉄鋼協会]
- 27) H. Abe, T. Suzuki and S. Okada: Trans. Jpn. Inst. Met., 25 (1984), p. 215
- 28) H. Abe: Scand. J. Metall., 13 (1984), p. 226
- 29) 阿部秀夫: 低炭素鋼板研究委員会最終報告書 (1987), p. 203 [日本鉄鋼協会]
- 30) 鈴木竹四: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 1888
- 31) W. B. Hutchinson and K. Ushioda: Scand. J. Metall., 13 (1984), p. 269
- 32) K. Ushioda, W. B. Hutchinson, J. Årgen and U. von Schlippenbach: Mett. Sci. Technol., 2 (1986), p. 807
- 33) W. C. Leslie, J. T. Michalak, A. S. Keh and R. J. Sober: Trans. Am. Soc. Met., 58 (1965), p. 672
- 34) J. D. Baird and J. W. Arrowsmith: J. Iron Steel Inst., 204 (1966), p. 240
- 35) D. A. Witmer and G. Krauss: Trans. Am. Soc. Met., 62 (1969), p. 447
- 36) 田淵正明, 伊藤邦夫: 鉄と鋼, 74 (1988), p. 159
- 37) 伊藤邦夫, 八木一夫, 杉丸 聡: 鉄と鋼, 77 (1991), p. 812