



Title	50%Ni-50%Fe合金冷延板におけるCube Textureの形成過程
Author(s)	中江, 仁; Nakae, Hitoshi; 岡田, 亜紀良 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 50, 103-109
Issue Date	1968-12-20
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/40900
Type	departmental bulletin paper
File Information	50_103-110.pdf



50% Ni-50% Fe 合金冷延板における Cube Texture の形成過程

中 江 仁*

岡 田 亜 紀 良*

早 坂 東 亜**

(昭和 43 年 9 月 4 日 受理)

On the Formation of Cube Texture in 50% Ni-50% Fe Alloy Sheet

Hitoshi NAKAE*

Akira OKADA*

Toa HAYASAKA**

(Received September 4, 1968)

Abstract

The recrystallization process in cold rolled 50% Ni-50% Fe alloy sheet was studied by X-ray diffractometry.

In the cold rolled state, a considerable amount of the cube component was found of its $\langle 100 \rangle$ axis distributed around the rolling axis.

In the early stages of recrystallization, a slight increase of the diffractive intensity from the cube crystals occurred without a decrease of $\{112\}$ $\langle 111 \rangle$ components, and then the cube component continued to increase showing little change of its half height width.

It follows that the formation of cube texture could not be interpreted by inverse Rowland transformation, but by oriented nucleation from the cube component pre-existing in the rolled material.

1. 緒 言

50% Ni-50% Fe 合金板に 90% 以上の強冷間圧延をほどこし、これを焼鈍すると、一次再結晶によって鮮明な (100) [001] 集合組織が形成される。これは立方体集合組織 (cube texture) として知られており、他の Al や Cu などの面心立方金属でも観察されている。

一方、体心立方金属、例えば珪素-鉄合金では、適度の冷間圧延とそれに続く焼鈍による

* 工学部精密工学科

** 工学部精密工科大学院

* Department of Precision Engineering.

** Graduated Student, Faculty of Engineering.

一次再結晶で、主立位が (110) [001] の再結晶集合組織が得られ、いわゆる Goss texture として知られている。その集積度は、むしろ二次再結晶によって強いものとなるが、先の面心立方金属の立方体集合組織に比べるとその分散はかなり大きい。したがって集合組織形成に関する研究は、主方位組織の選択的形成と成長という共通の問題の他に、これら面心立方と体心立方金属の間に存在する、圧延率、主方位及び集積度などを含む再結晶機構の違いを明らかにすることが主な目的である。

一般に再結晶集合組織の成因については、oriented growth 説及び oriented nucleation 説が提唱されている。立方体集合組織の成因として、前者は (100) [001] 方位と圧延の主方位との方位関係と、growth rate に関する実験事実からこれを説明しようとしている¹⁾。一方後者によれば、(100) [001] 方位の再結晶核のみが形成され、これが成長を行なって集合組織を形成するとしている。また、再結晶核形成機構についても、high energy block 説、low energy block 説及び $\langle 111 \rangle$ 軸回転 oriented nucleation 説の一般的な核形成機構説の他に、面心立方金属の立方体集合組織に対しては、特に逆 Rowland 機構説²⁾ が唱えられており、これは現在まで最も有力な説となっている。

立方体集合組織は比較的以前より知られ³⁾、多くの研究がなされてきたが、それらは主に圧延集合組織と再結晶集合組織の方位関係を結晶のすべり回転によって説明しようとする X 線的研究であった。しかし最近は、電顕による再結晶過程の観察が行なわれるようになり、堀内ら⁴⁾、及び Hinkel *et al*⁵⁾ は高純度 Cu の電顕観察の結果から、立方体集合組織の成因を逆 Rowland 機構によって説明している。

これに対し、著者の二人は 50% Ni-50% Fe 合金冷延板の再結晶過程の電顕観察⁶⁾ を行ない、その集合組織の成因を、圧延組織中に low strain energy で存在した (100) [001] 成分 (以下 cube 成分と言う) の oriented nucleation によるものとして説明した。ここでは 50% Ni-50% Fe 合金冷延板について、その再結晶過程を主として X 線により調べ、先の電顕観察の結果と対比させながら、立方体集合組織の成因について考察したものである。

2. 試料及び実験方法

試料は、真空溶解したインゴットを、熱間圧延及び中間焼鈍を経たのち、最終冷間圧延率約 96%、厚さ 80 μ に仕上げた 50% Ni-50% Fe 合金板である。その化学成分は Table 1 に示す通りである。ここで Mn が、他の成分に比べやや多量に含まれているが、これは市販の合金に添加されているのと同程度の量で、この合金としては一般的と思われる。

Table 1. Chemical composition of specimen. (wt %)

Ni	Mn	C	S	P	Al	Cu	Pb
50.4	0.36	0.001	0.0018	tr.	tr.	tr.	tr.

この試料について、再結晶過程を観察するために、Co-K α の特性 X 線を用いた counter diffractometer 法により、焼鈍温度による主要方位の強度分布の変化を測定した。なお、測定は、同一試料の同一領域に X 線を入射し、(200) 極点図上の円周に沿って行なった。また、各焼鈍温度における光学顕微鏡組織を観察し、X 線による測定結果と比較した。

3. 実験結果

冷間圧延状態での顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。これによると、冷延前の結晶粒界はもはや認められず、一様な matrix 中に約 30 μ 間隔で、帯状の組織が観察される。また、冷間圧延状態の集合組織を Fig. 1 に示すが、(110) [1 $\bar{1}$ 2], (112) [11 $\bar{1}$] 及び (123) [1 $\bar{2}$ 1] を主方位とする集合組織である。この内 (123) [1 $\bar{2}$ 1] は、(110) [1 $\bar{1}$ 2] 及び (112) [11 $\bar{1}$] の overlap によってあらわれる見かけのピークで、Custers⁷⁾ 及び Burgers & Snoek⁸⁾ によっても認められている。また、Sachs & Spretnak⁹⁾ 及び阿部、関¹⁰⁾ によっても認められたように、冷延組織中にかなりの量の cube 成分が存在する。この方位成分は、圧延軸 (以下 R.D. 軸と言う) のまわりに相当大きな回転分散 (半値幅で約 50 $^\circ$) を有するが、これは圧延軸に直角な軸 (以下 T.D. 軸と言う) まわりのそれ (半値幅で約 20 $^\circ$) より、はるかに大きい。さらに、この方位成分のピーク値について見ると、R.D. 軸上のそれは T.D. 軸上のそれよりも 30% 程度大きい。



Photo. 1. Optical micrograph of as rolled specimen, showing the band-like structure parallel to the rolling direction.

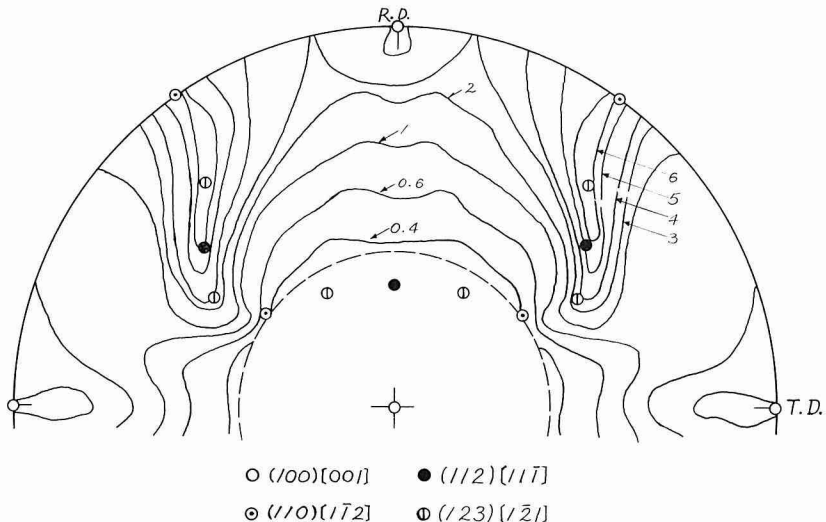


Fig. 1. (200) pole figure of as rolled specimen.

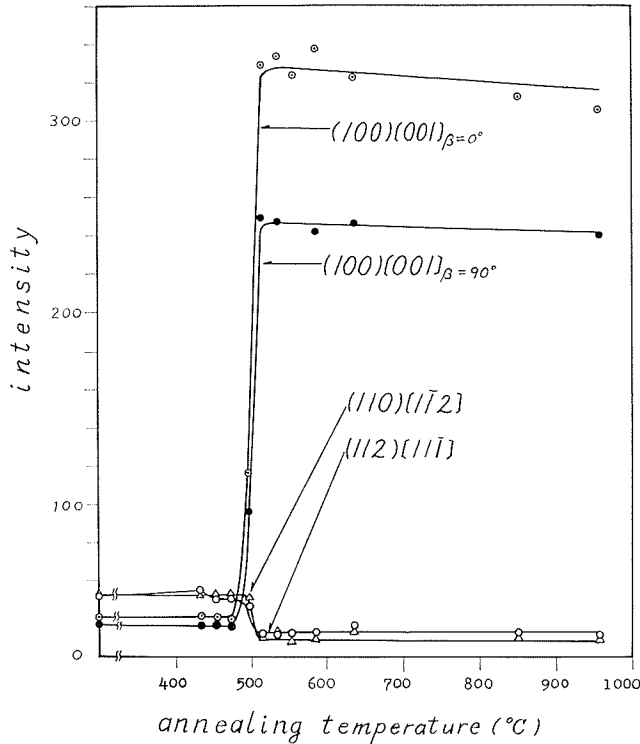


Fig. 2. Maximum intensity plots for the specimen annealed for 1 hr, in arbitrary unit.

この試料について、再結晶の進行状態を観察するため、435～950°Cの各温度で1時間の等時間焼鈍を行ない、その冷延主方位及びcube方位の変化を調べた。

Fig. 2は各焼鈍温度における(100)[001]、(110)[11̄2]及び(112)[11̄]方位成分のピーク強度を示したもので、このうち(112)[11̄]成分は、逆Rowland機構説によれば、cube grainの発生点とされている。cube成分は495°C×1hrの焼鈍によって急激に増加しはじめ、515°C×1hrの焼鈍でほぼ一定値に達する。一方、冷延の主方位成分はcube成分が増加しはじめるとき、殆んどそのまま残存しているが、515°Cで消滅する。これは、cube grainがそれらを吸収成長して、殆んど互にimpingeした状態に達したためと思われる。このことは、cube結晶が常にその隣接結晶として冷間主方位以外の方位結晶と接しているか、或いは成長するcube結晶がその様な配位関係にあって、核発生及び初期の結晶成長が、その主方位以外の隣接方位成分の吸収によって行なわれることを示すものと思われる。更に高温では、cube成分の強度はむしろ減少を示すが、これは欠陥の減少に伴う消衰効果によるものと思われる。また、cube成分のR.D.軸上でのピーク強度がT.D.軸上のそれよりも大きいと言う関係は、焼鈍温度によらずほぼ一定に保たれており、これは冷延組織中に存在したcube成分の分布状態が、再結晶粒の発生及び成長過程において変わらないことを示している。更に焼鈍が進むと、cube成分

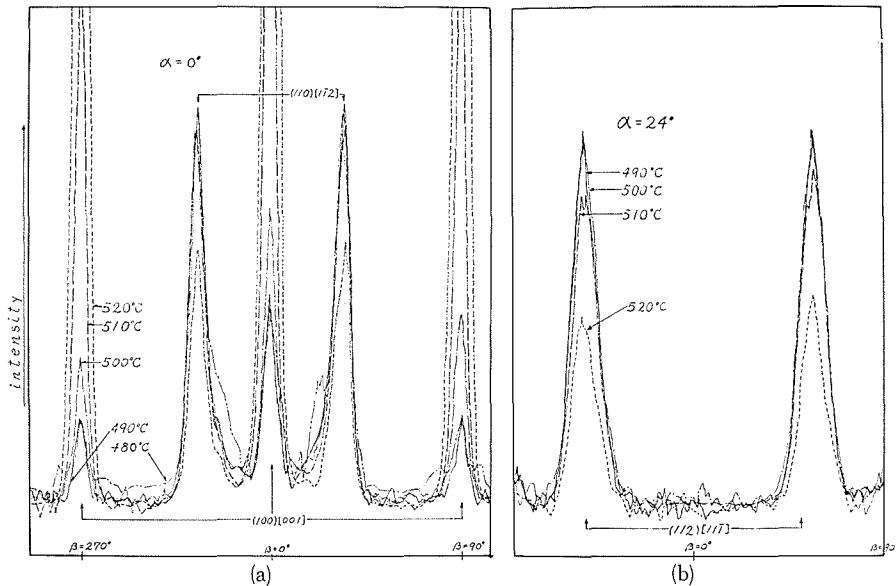


Fig. 3. Variations of intensity distribution for 10 min annealing.

の分散を示す半値幅は減少しはじめ, 915°C×1 hr の焼鈍によって, $\alpha=0^\circ$ の円周上での半値幅は約 6° という非常に集積の良い状態になり, そのときの平均の結晶粒径は約 35μ であった。

次に, 再結晶の初期段階を更にくわしく調べるために, 460~520°C まで, 10°C 毎に各 10 分の等時間焼鈍を行ない, 各温度の集合組織を調べた。Fig. 3 (a, b) は, 各温度における (200) 極点図上の $\alpha=0^\circ$ 及び 24° の円弧上での強度分布を示している。 $\alpha=24^\circ$ の円弧上のピークは, (112) $[11\bar{1}]$ 成分に対応するものである。また, Fig. 4 は各焼鈍温度での cube 成分の半値幅で, A_1 及び A_2 は, R.D. 軸及び T.D. 軸上で, (200) 極点図の半径方向に測定したもので, それぞれ T.D. 軸及び R.D. 軸まわりの回転分散をあらわしている。また B_1 及び B_2 は $\alpha=0^\circ$ の円周上で $\beta=0^\circ$ 及び 90° の点を中心にして測定したもので, 試料面法線まわりの回転分散を示している。Fig. 3 によると, cube 成分の増加に先立って, そのピークの周辺, 及び (110) $[11\bar{2}]$ 成分のピークの cube 方位側の強度が減少し, ピークが鮮明になるのが認められた。これは回復過程における subgrain の形成によるものと思われる。

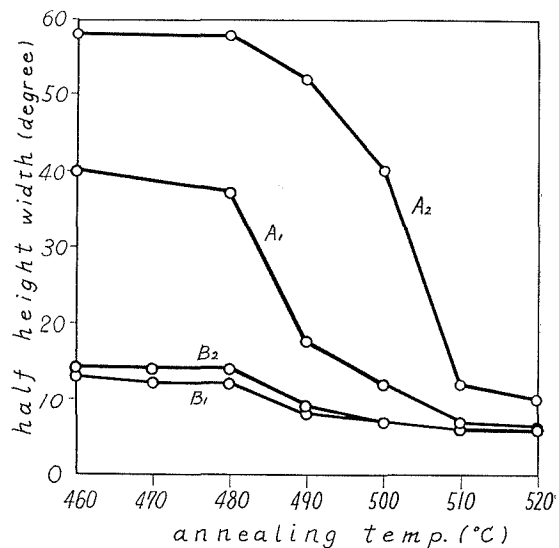


Fig. 4. Variations of half height width for 10 min annealing.

さて、 $500^{\circ}\text{C}\times 10$ 分の焼鈍の、cube成分がかなり増加した状態で、T.D.軸上のピーク値はほぼ同じ割合で増加する。一方、R.D.まわりの回転分散(A_2)の急速な減少を伴うが、圧延方位成分のピーク強度には変化が見られない。

これらの結果は、逆 Rowland 機構による核形成説にとって不利なように思われる。即ち、もしこの機構によって cube 方位の再結晶核が形成されるならば、cube 成分が最初に増加を示すとき、(112) [11 $\bar{1}$] 成分もそれに対応して減少しなければならぬからである。 $510^{\circ}\text{C}\times 10$ 分の焼鈍で cube 成分はさらに急激に増加するが、圧延方位成分の減少量はこれに比べはるかに小さい。これは cube grain の成長は、それがかなり大きく成長するまで、圧延主方位成分以外の deformed matrix を吸収することによって行なわれることを示していると思われる。また、このときの (112) [11 $\bar{1}$] 成分の減少率は、(110) [1 $\bar{1}$ 2] 成分のそれよりもやや大きかった。

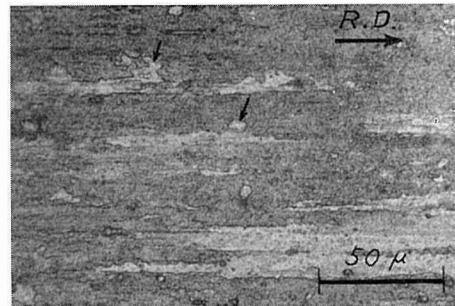


Photo. 2. Optical micrograph of specimen annealed for 10 min at 500°C . Small cube grains (arrow) are found adjacent to the band-like structure.

次に、再結晶初期の状態の光学顕微鏡写真を Photo 2 に示す。これによると、明瞭な帯状組織と、それに一部分接した再結晶粒が観察される。

この帯状組織は、その大きさなどからみて、先に電顕によって観察された band-like structure に相当し、また、cube grain の成長がかなり進行した状態でもなお吸収されずに残存する。帯状組織の方位が (110) [1 $\bar{1}$ 2] であることは、(110) [1 $\bar{1}$ 2] 成分の減少速度が (112) [11 $\bar{1}$] 成分のそれよりも遅いという X 線による結果と一致する。

4. 結果の考察

以上の結果にもとづき、再結晶核形成について考察を試みる。まづ、cube 成分のピーク強度が最初に増加するとき、(112) [11 $\bar{1}$] 成分のピークに減少がみられないことから、逆 Rowland 機構による核形成はないものと思われる。むしろ、冷延状態に存在した cube 成分の分布状態が再結晶終了後もそのまま保持されるという事実は、冷延組織中に存在した cube 成分が核となって再結晶が行なわれたと考えるのが妥当である。

この様に仮定すると、冷間圧延した状態における cube 成分が、R.D. 軸まわりにかかなり大きな回転分散を示しているのは、cube 方位の領域がその方位をもつ領域から徐々に他の方位にまで回転したものか、或いは、R.D. に平行な [001] 軸を持つが、その面方位が各々 (100) から他の方位まで回転分散したような個々の微小な block であるのか、二通りの解釈ができる。

前者の考えによれば、cube 方位の領域はそのまわりを徐々に他の方位に移行する領域でかこまれることになり、成長の駆動力と考えられ歪エネルギー差が小さく成長には不利となる。

更に、圧延に対し準安定と考えられる cube 領域が常に核とならねばならないので、結晶集合組織に見られる R.D. 軸まわりのかなりの回転分散を説明するのは難しい。更に電顕観察によって、再結晶核となった cube grain の近傍は、cube とは全く別の方位成分であることが確かめられており、これは X 線の結果からも推論できるのでこの考えは無理である。

次に後者の考え方によれば、cube 成分のこのような分布から、その周囲の領域は方位差が大きく他の方位へと急激に移行する転位密度の高い部分より成ると考えられる。何となれば、もしその周囲が他の方位へと徐々に移行する領域であるなら、先に述べたと同様の結果となり、中心部分は正確な cube 方位でなければならないからである。また、band-like structure が、主として (110) $[1\bar{1}2]$ 成分の伸長したものよりなっているが、これは圧延に対して安定なためと考えられるので、圧延前にこれに隣接する cube grain が $\langle 100 \rangle$ 軸まわりに僅か回転していても、強圧延でも残存する可能性がある。このような block が再結晶核となるならば、再結晶集合組織の方位分散は圧延組織中の cube 成分のそれと同様の傾向をとる筈であり、これは実験結果と一致することになる。

5. 総 括

50% Ni-50% Fe 合金の再結晶集合組織の形成は、low energy block 説、及び oriented nucleation 説によって説明される。その機構は、冷間圧延以前に存在していた cube 結晶粒が、圧延後も安定な (110) $[1\bar{1}2]$ 成分に隣接していることによって、安定にしかも圧延主方位成分とは異なる転位密度の高い成分と隣接して存在することになり、再結晶の際、この cube 成分が成長核となってまず転位密度の高い成分を吸収し、次に、次第に圧延主方位成分を吸収して集合組織を形成するというものである。逆 Rowland 機構説を裏づける結果は得られなかった。

文 献

- 1) Beck, P. A., Sperry, P. R. and Hu, H.: J. Appl. Phys., **21**, p. 420 (1950).
- 2) Verbraak, C. A.: Acta Met., **6**, p. 580 (1958).
- 3) Barrett, C. S.: Structure of Metals. McGraw Hill (1952).
- 4) 堀内, 大久保, 五弓: 日本金属学会誌 **29**, p. 589 (1965).
- 5) Hinkel, H., Haase, G. und Granzer, F: Acta Met., **15**, 12, p. 1875 (1967).
- 6) 中江 仁, 岡田亜紀良: 日本金属学会誌, **32**, p. 368 (1968).
- 7) Custers, J. F. H.,: Physica, **13**, p. 97 (1947).
- 8) Burgers, W. G. and Snoek, J. L.: Z. Metallk., **27**, p. 158 (1935).
- 9) Sachs, G. and Spretnak, J.: Metals Techn. AIME., Tp-1143 (1940).
- 10) 阿部秀夫, 関 文男: 日本金属学会誌, **23**, 6, p. 343 (1959).