



Title	3. 25%珪素鋼の結晶成長に及ぼす加熱速度の影響
Author(s)	中江, 仁; Nakae, Hitoshi; 郷司, 紀昭 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 52, 167-175
Issue Date	1969-03-20
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/40932
Type	departmental bulletin paper
File Information	52_167-176.pdf



3.25%珪素鋼の結晶成長に及ぼす加熱速度の影響

中 江 仁*

郷 司 紀 昭*

伴 野 嘉 宏**

岡 田 亜 紀 良*

(昭和43年11月16日受理)

The Effect of Heating Rate on the Grain Growth of 3.25%Si-Fe Alloy Sheets

Hitoshi NAKAE

Noriaki GOSHI

Yoshihiro BANNO

Akira OKADA

(Received November 16, 1968)

Department of Precision Engineering, Faculty of Engineering,
Hokkaido University, Japan

Abstract

The effect of heating rate on texture formation after grain growth were investigated on relatively high purity 3.25%Si-Fe alloy sheets. The specimens were heated at (1) 24°C/h, (2) 150°C/h and (3) rapid heating from 600°C and were held for 1 hr at 800°C, 900°C, 1000°C and 1100°C. Each annealing texture was determined by optical microscopic observation, magnetic torque meter and x-ray diffractometer.

In a slow heating up process, the grain growth was retarded and a large amount of (100)[011] components still remained unrecrystallized even in specimens annealed for 1 hr at 800°C. By decreasing the heating rate, the annealing texture developed well. Thus, it may be deduced that the heating rate has an alternative effect as impurity on the texture formation.

1. はじめに

50%以上冷間圧延した3%珪素鋼板の圧延集合組織は主に(100)[011]、(111)[11 $\bar{2}$]及び(112)[$\bar{1}10$]より成るのに対して、その再結晶集合組織は(110)[001]を主方位とする組織、い

* 精密工学科 物理工学講座

** トヨタ自動車株式会社

わゆる Goss texture が形成されることが知られている¹⁾。従って、一次再結晶の段階では、圧延組織から再結晶組織への結晶組織の変換が主要な現象である。

一方、一次再結晶で形成された Goss texture は、二次再結晶によって更に優先的に発達する。これは、冷間圧延率、焼鈍温度の他に、材料に予め含まれている不純物元素の種類、量及び状態によって影響されることが報告されている^{2)~11)}。

特に不純物の二次再結晶現象に及ぼす影響について、May らは MnS の不純物が二次分散相となって正常結晶成長をおさえて、Goss texture が発達する二次再結晶を優先的に行なうことを指摘している^{2),9)}。又、Fiedler らによれば、MnS の析出相が均一で多数な程、その効果が大きいことを見出している^{9),10)}。

著者の一人は先に正常結晶成長と二次再結晶が結晶成長の駆動エネルギーの差によって夫々選択的に起り得ることを示唆し、駆動エネルギーが大きい場合に前者は後者に対して優越することを結論した¹¹⁾。純度が高い試料では結晶成長の駆動エネルギーとなる結晶粒界エネルギーが高いと考えられるが、それが不純物相によって減殺されるか、或る温度範囲にわたって抑制されると考えられる。しかし、その代わりに加熱速度を制御することによって結晶成長の駆動エネルギーを適度に抑制することができれば、集合組織形成に何らかの効果を生ずることが期待される。

本実験では、冷間圧延された珪素鋼板を三種の加熱速度で、一次再結晶及び二次再結晶を完了すると思われる温度並びにその中間温度で焼鈍を行ない、その Goss texture の形成と発達について考察した。

2. 試料と実験方法

試料は Table 1 に示す様な化学組成の 3.26% 珪素鋼で その純度は比較的高く、集合組織形成にはむしろ最適とは云えないものである。

Table 1. Chemical composition of specimen (wt%)

Si	C	S	Mn	P	Al	N
3.26	0.005	0.002	<0.01	0.002	0.001	0.0014

これを熱間圧延を経て、最終圧延率約 70% で厚さ 0.35 mm に仕上げたものである。

焼鈍は試料を予め 600°C に 30 分程度で加熱し、15 分間保持した後、約 10°C/cm の温度勾配を有する焼鈍炉で、それぞれ (1) 24°C/h、(2) 150°C/h 及び (3) 急熱 (炉心管の中で所定の温度位置に試料を移動させて急加熱する方法) の加熱速度で昇温し、最高温度 800°C、900°C、1000°C 及び 1100°C で 1 時間行なった。なお焼鈍は全て乾燥水素雰囲気中で行なった。この場合焼鈍温度 800°C はほぼ一次再結晶を完了した状態と考えられ、1100°C は二次再結晶を完了した状態と考えられる。

次に、これらの試料について各温度における結晶組織及び再結晶集合組織を光学的方法、磁

気トルク計法及び X 線回折法によって調べた。なお光学的方法として、転位エッチ* 及び方位エッチ**を施した試料についてそれぞれ顕微鏡組織の観察及び光学的ゴニオ顕微鏡による (100) 極点図の決定を行なった。磁気トルクは、各温度で焼鈍した試料より直径 20 mm の円板を打ち抜き約 3000 gauss の磁場内で測定した。X 線の解析には 800°C で焼鈍した試料を直径約 40 mm の円板にし、その表面層約 50 μ を化学研磨で除去したものをを用いた。これらの試料の直径 30 mm の領域について diffractometer によりその反射 X 線積分強度を測定した。

3. 実験結果

600°C から 24°C/h, 150°C/h 及び急熱の加熱速度で 800°C, 1 時間焼鈍した試料の顕微鏡組織を Photo 1 (a), (b) 及び (c) に示す。それによれば、結晶粒径は 24°C/h, 150°C/h, 急熱の順に増加しており、又、急熱の試料を除いて未再結晶領域があり、それは (100) [011] 方位成分より成っている。最も加熱速度の遅い 24°C/h の試料で、この未再結晶組織が特に多く観察された。しかし、この未再結晶領域は Photo 2 に示したように既にポリゴン化しているのが観察される。

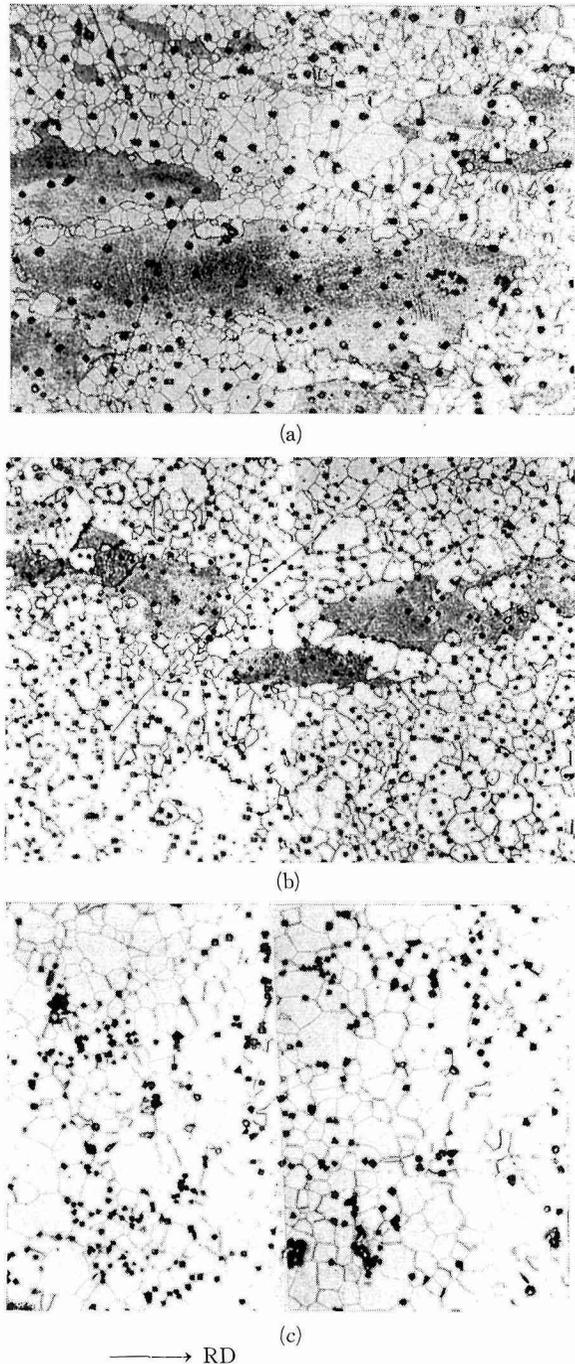


Photo 1. Optical micrographs of specimens heated at various heating rates and held for 1 hr at 800°C. (a) 24°C/h, (b) 150°C/h and (c) rapid heating. ($\times 40$)

* Morris 液 (133 cc $\text{CH}_3\text{COOH} + 25 \text{ g CrO}_3 + 7 \text{ cc H}_2\text{O}$) により電解腐食。

** 腐食液 (2 cc $\text{H}_2\text{O}_2 + 8 \text{ cc } 10\% \text{ HCl} + 90 \text{ cc H}_2\text{O}$) による化学腐食。

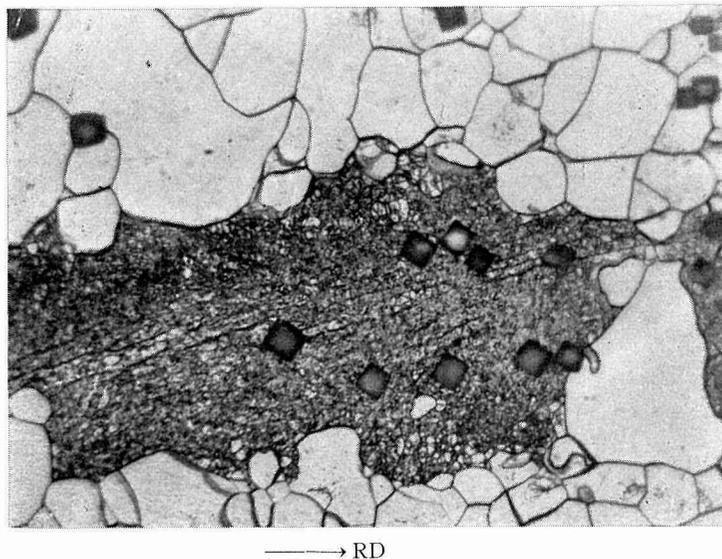


Photo 2. Optical micrograph of specimen annealed for 1 hr at 800°C. The unrecrystallized region with (100)[011] orientation is composed of polygons. ($\times 340$)

Fig. 1 は各試料の X 線反射強度を比較したものである。Fig. 1 (a) は (200) 極点上で中心から 5° 離れた円周に沿って測定したもので、その (100) 面を圧延面に略々平行にもつ結晶成分の存在量を表わしている。それは Photo 1 の試料から方位を調べた結果、主として (100) [011] 方位成分からなるものである。従って、その成分は 24°C/h、150°C/h 及び急熱の加熱速度の順に減少している。Fig. 1 (b) は (110) 極点図上の中心における反射強度を示したもので、(110) 面を圧延面にもつ組織が加熱速度が早くなるにしたがってわずかながら増加している。Fig. 1 (c) は (110) 極点図上で中心から 30° 離れた円周に沿って測定したもので、そのピークは (112) [110] に対応し、又これから外側に 5° の円周上の点は (111) [112] に対応する。これらは (100) [011] 方位成分と共に圧延の主方位組織であるが、加熱速度が早くなるにしたがって同様に減少している。

次に 800°C で 1 時間焼鈍した各試料のトルク曲線を Fig. 2 に示し

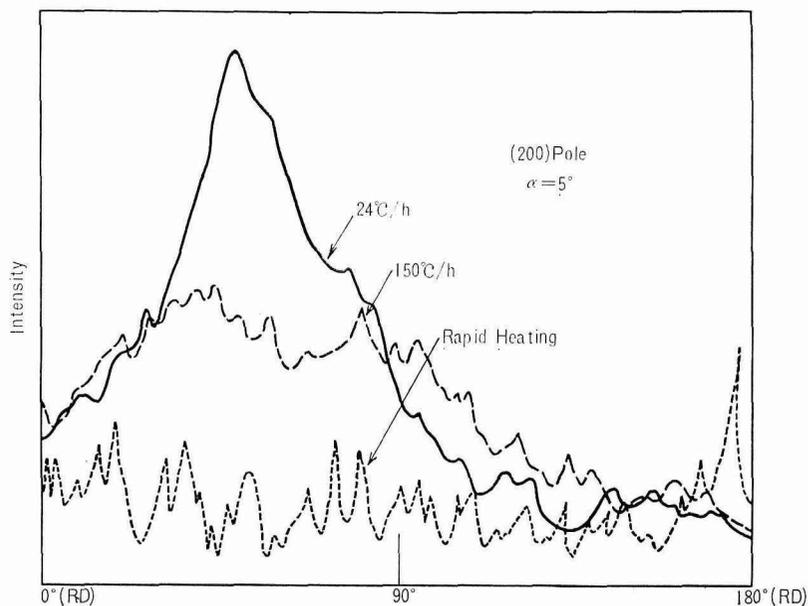


Fig. 1. (a)

Fig. 1 は各試料の X 線反射強度を比較したものである。Fig. 1 (a) は (200) 極点上で中心から 5° 離れた円周に沿って測定したもので、その (100) 面を圧延面に略々平行にもつ結晶成分の存在量を表わしている。それは Photo 1 の試料から方位を調べた結果、主として (100) [011] 方位成分からなるものである。従って、その成分は 24°C/h、150°C/h 及び急熱の加熱速度の順に減少

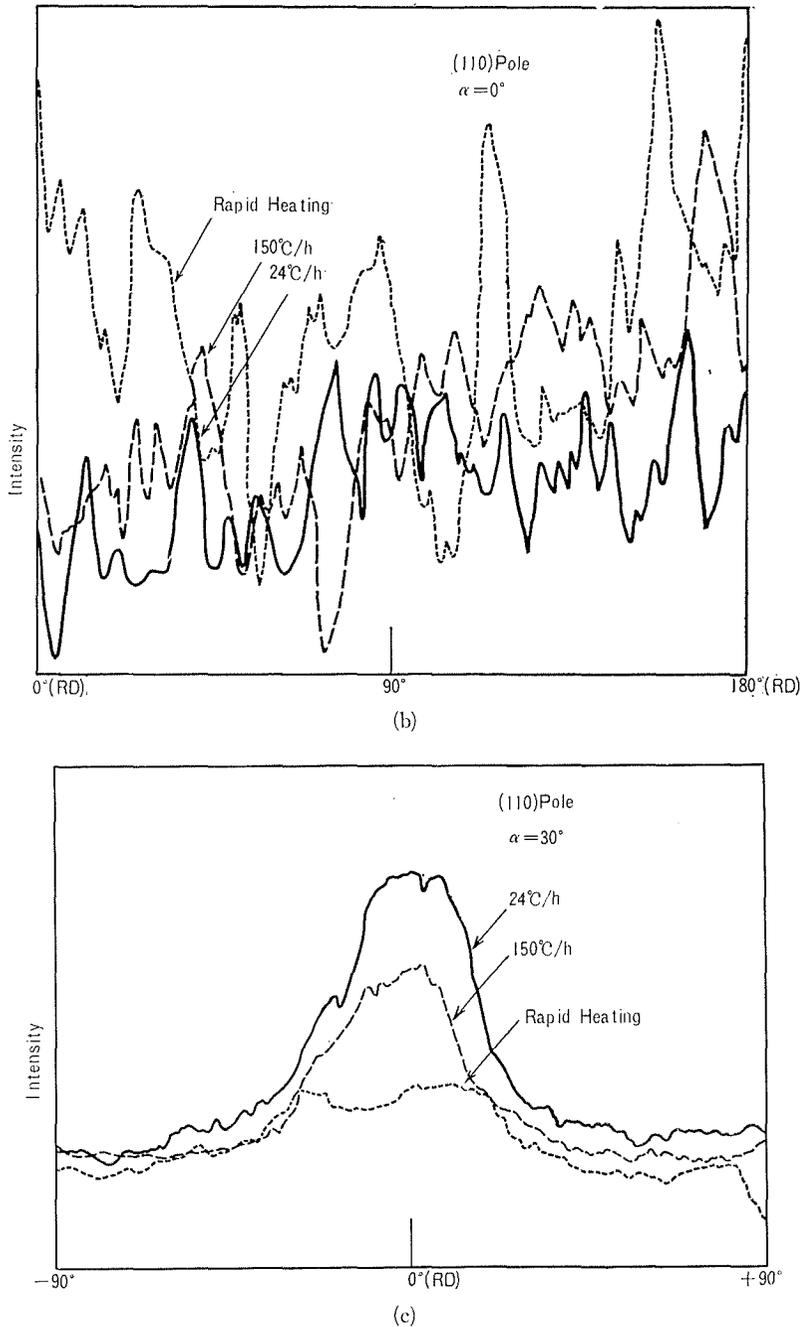


Fig. 1. The distributions of integrated diffractive intensities (a) from (200) and (b), (c) from (110), on the circles $\alpha=0^\circ$, $\alpha=5^\circ$ and $\alpha=30^\circ$ from the center of the polar net, respectively.

(112) $[\bar{1}10]$ 及び (111) $[\bar{1}1\bar{2}]$ 方位組織が残存するのに対して、加熱速度が増すにしたがってこれらの組織は減少し、再結晶主方位となる (110) $[001]$ 方位組織が増加し、やや random な

たが、ここでトルク曲線上の第1番目のトルク値のピーク L_{m1} を最大トルク値とし、これと第2番目のピーク L_{m2} の比をとり、ピーク値比とする。ここで、最大トルク値は多結晶では一般に Goss 型集合組織の存在量及び集積度と関係がある。一方、ピーク値比は (100) $[001]$ 成分と (110) $[001]$ 成分の成分比に関係し、正確な Goss 結晶では 0.43 であり、(100) $[001]$ 結晶では 1 である。図によれば、最大トルク値及びピーク値比は 24°C/h、150°C/h 及び急熱の試料の順に増加している。この結果より、加熱速度が遅い場合、圧延の主方位組織である (100) $[011]$ 、

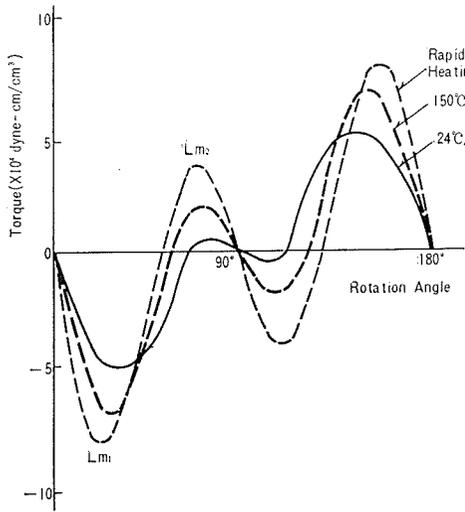


Fig. 2. Magnetic torque curves for specimens heated at various heating rates and then held for 1 hr at 800°C, in which L_{m1} and L_{m2}/L_{m1} are maximum torque value and peak value ratio, respectively.

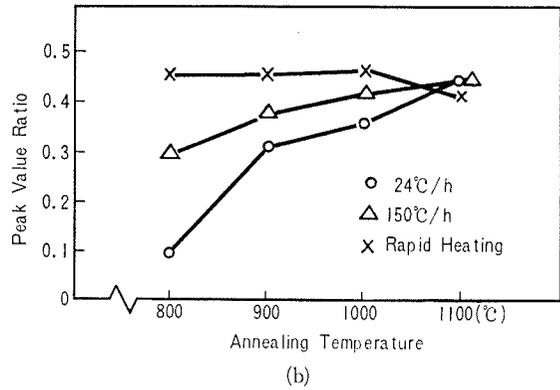
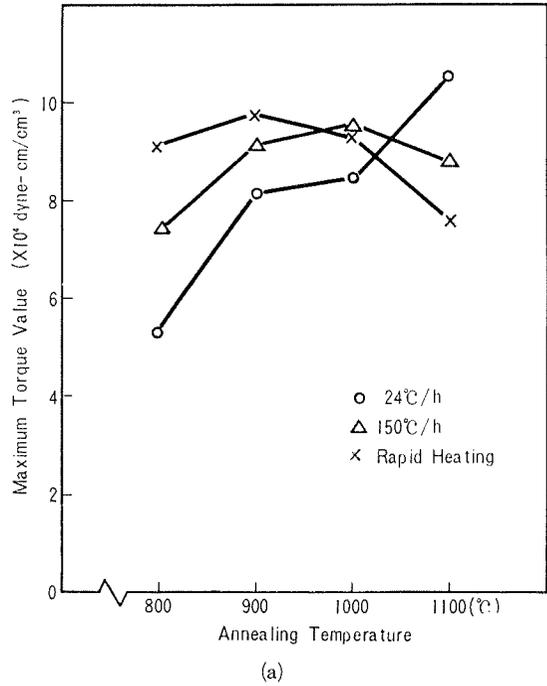


Fig. 3. (a) Maximum torque value and (b) peak value ratio as a function of annealing temperature.

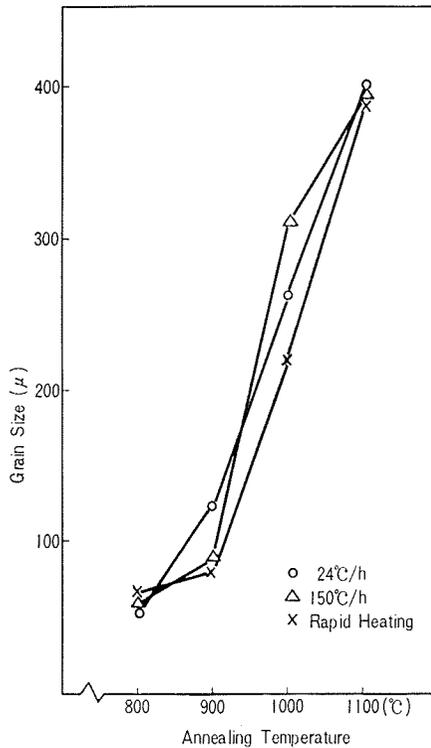


Fig. 4. The plots of grain size versus annealing temperature.

ものが存在すると考えられる。

次に 800°C から 1100°C の範囲で焼鈍した各試料のトルク曲線より求めた最大トルク値とそのピーク値比をそれぞれ Fig. 3 (a) 及び (b) に示した。それによれば加熱速度の早い場合 800°C における最大トルク値は大きいですが、焼鈍温度が高くなるのに伴いむしろ減少するのに対し、加熱速度の遅い場合の最大トルク値は焼鈍温度と共に増

加する。その結果、 1100°C では 800°C とは逆に最大トルク値は加熱速度の遅いもの程大きくなっている。これは、再結晶主方位成分の最大トルク値の増加に寄与する(110)[001]及び(100)[001]成分の集積度が焼鈍温度 800°C では加熱速度の早いものが良いのに対して、焼鈍温度 1100°C ではむしろ悪いことを意味する。次にピーク値比についてみると、 800°C 焼鈍のものでは、加熱速度の早いものがピーク値比が大きいものに対して、 1100°C 焼鈍のものでは逆に、加熱速度の遅いもの程、極くわずかながらピーク値比が増加している。これらのうち、加熱速度の遅いものは前者の 800°C の場合、結晶主方位成分(110)[001]を主とする組織における(100)[011]方位成分の増加を示しているのに対し、後者の 1100°C の場合(100)[001]方位成分のやや増加を示している。

次に焼鈍温度と結晶粒径の関係を Fig. 4 に示す。焼鈍温度 800°C では、早い加熱速度のものほど結晶粒径は大きい、焼鈍温度 1100°C では加熱速度が遅くなる程わずかながら大きくなっている。又、 1100°C で急熱の試料の結晶粒がほぼ等粒であるのに対し、遅い加熱速度のものには大小の差が大きい。これは前者が種々の方位結晶が一様に成長して特に成長の異常を示さないのに対して、後者は特に優位成長を示す方位結晶があることを示し、先の集合組織の発達の結果と一致する。

次に 1100°C で焼鈍した各試料の(100)極点図を Fig. 5 (a) (b) 及び (c) に示すが、(100)[001]方位成分の集積度は加熱速度が遅くなる程わずかながら増加し、分散度も少くなっている。又、(a)の急熱の試料は(b)及び(c)に比べ、方位のバラツキが大きくなっている。ここで(b)の $150^{\circ}\text{C}/\text{h}$ の試料にわずかながら(100)[001]方位成分が認められた。これより焼鈍温度 1100°C で加熱速度が遅いもの程、最大トルク値が大きくなっているのは、主として(110)[001]方位成分の

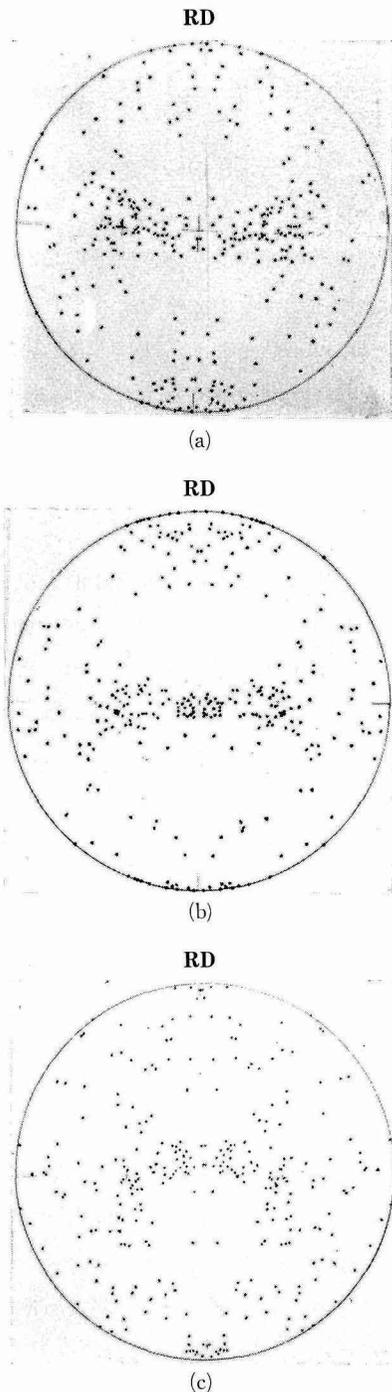


Fig. 5. (100)-pole figures of specimens heated at various heating rates and held for 1 hr at 1100°C . (a) $24^{\circ}\text{C}/\text{h}$, (b) $150^{\circ}\text{C}/\text{h}$ and (c) rapid heating.

増加によるものと考えられる。

4. 考 察

以上の結果についての考察を行なう前に、加熱速度の違いによって、一次及び二次再結晶集合組織の代表的な方位成分の量がどのように変化するか、その大略をそれぞれ Fig. 6 (a) 及び (b) に示しておく。次に、これらの図を参照しながら考察を進める。

800°C 焼鈍の一次再結晶をほぼ完了した状態で加熱速度の遅い試料には、(100)[011] 方位の未再結晶領域が残存するのに対し、早い加熱速度の場合、これらの方位は消失し、再結晶粒に吸収されたものと考えられる。この様に急熱の試料で圧延主方位組織が認められないのは、一次再結晶の主な駆動力である歪エネルギーが回復によって失なわれない内に再結晶が行なわれるためであろう。この場合 random な方位のものも一様に成長し、比較的 Goss 型の優位性がやや弱い。これに対し、遅い加熱速度の場合には回復が十分に行なわれるため、圧延集合組織の主方位のあるものはポリゴン化して再結晶粒間に残存するものと思われる。この場合焼鈍による歪エネルギーの解放が結晶方位に依存し、わずかなエネルギー差が結晶成長の優位性を決定することも考えられる¹²⁾。

次に最大トルク値、ピーク値及び結晶粒径は焼鈍温度 800°C では加熱速度が早いほど増加しているのに対し、焼鈍温度 1100°C ではその順序は逆になっている。1100°C まで急熱した試料では Goss texture の形成が弱く、比較的 random な方位組織となるが、これは Koh 及び Dunn らによる salt bath で 1260°C の焼鈍に対応するものと思われる¹³⁾。従って比較的純度の高い珪素鋼では、急熱によって焼鈍した場合あまり顕著な Goss texture を形成しないことがわかった。一方、遅い加熱速度で焼鈍した場合、Goss texture の形成がやや顕著に行なわれるという結果が得られた。このように、加熱速度の影響は不純物による抑制効果ほど顕著でないけれども、幾分認めることが出来た。

5. 結 論

比較的純度の高い珪素鋼について、600°C から 24°C/h、150°C/h 及び急熱の加熱速度に

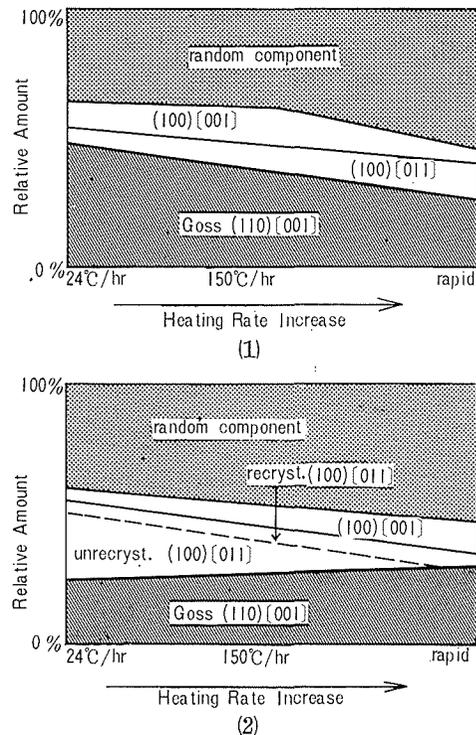


Fig. 6. Schematic graphs showing relative amount of components versus heating rate on (1) primary and (2) secondary recrystallization texture, where random component consists of (111) $[1\bar{1}\bar{2}]$, (112) $[\bar{1}\bar{1}0]$ and others.

より種々の温度で焼鈍して得られた再結晶集合組織を調べ、次のような結論を得た。

1) 焼鈍温度 800°C では、加熱速度の遅いもの程 (100)[011] 方位の未再結晶領域が多く残存し、再結晶集合組織の形成が遅れているのが観察された。

2) 磁気トルク及び結晶組織の観察によって焼鈍温度 1100°C では、焼鈍温度 800°C の傾向とは逆に、加熱速度の遅いもの程再結晶集合組織の顕著な発達認められた。

3) 加熱速度による効果は不純物効果ほど顕著ではないが、幾分認められ、加熱速度を遅くすることが不純物の抑制効果と対応する。

参 考 文 献

- 1) N. P. Goss: Trans. ASM, **23** (1935), 511.
- 2) J. May, D. Turnbull: Trans. AIME, **212** (1958), 769.
- 3) J. May, D. Turnbull: J. Appl. Phys., **30** (1959), 210 S.
- 4) 齋藤: 日本金属学会誌, **27** (1963), 186.
- 5) 齋藤: 日本金属学会誌, **27** (1963), 191.
- 6) D. Ganze, H. Bear: Z. Metallkde., **57** (1966), 751.
- 7) G. J. P. Buchi, J. W. Dunn, J. E. Thompson: Proc. I.E.E., **110** (1963), 1107.
- 8) D. Kohler: J. Appl. Phys., **31** (1960), 408 S.
- 9) H. C. Fiedler: Trans. AIME, **230** (1964), 95.
- 10) J. W. Elowers, S. P. Karas: J. Appl. Phys., **38** (1967), 1085.
- 11) 中江・山村: 日本金属学会誌, **32** (1968), 130.
- 12) 松尾・速水: 日本金属学会秋期大会(仙台)講演集, (1968), 189.
- 13) P. K. Koh, C. G. Dunn: J. Metals, Sept. (1959), 599.