
低炭素冷延鋼板の再結晶集合組織におよぼすC, Mnの影響

Effects of Carbon and Manganese on the Recrystallization Texture of Cold Rolled Low Carbon Steel Sheet

大橋 延夫(Nobuo Ohashi) 小西 元幸(Motoyuki Konishi) 有馬 与志広(Yoshihiro Arima)

要旨：

低炭素冷延鋼板の冷延後の再結晶挙動におよぼすCとMnの含有量, および熱延母板の熱処理の影響について研究した。(111)集合組織は熱延母板を焼入れ焼戻し処理すると鮮鋭に発達するが, この効果は鋼が約0.02~0.03%Cおよび0.05~0.10%Mnを含有している場合に顕著に現われる。このような条件の鋼では, 液体窒素温度での電気抵抗, ρ_N , が冷延後の等時焼鈍により変化する曲線上において, 300°C付近に明瞭な再増加が認められ, この現象は細かく分散析出しているセメンタイトが転位密度の高いマトリックス中に溶解することに起因していると考えられる。この ρ_N の再増加が大きい試料では, 箱焼鈍後の(111)集合組織がよく発達する傾向がある。電子顕微鏡観察によると, セメンタイトから溶解したC原子は回復粒の亜粒界に沿って細かいセメンタイト粒として再析出することが認められ, これら回復過程の初期において亜粒界の移動を抑制し, そして結晶方位の相異による粒の成長速度の差を強調するように働くことが示唆される。一方, 冷延前に焼準処理された試片では, ρ_N の再増加現象は認められず, しかも鋼中の初めのC含有量が低くなければ箱焼鈍後の(111)集合組織は弱いものとなる。

Synopsis：

Effects of carbon and manganese contents and heat treatment of hot-rolled sheet on the recrystallization behaviour after cold rolling of low carbon steel sheets have been investigated. (111) texture is developed sharply by quench-temper treatment of hot-rolled sheet and this effect becomes conspicuous in the steels having around 0.02 to 0.03% carbon and 0.05 to 0.10% manganese. In these cases, a clear re-increase of electrical resistivity at liquid nitrogen temperature, ρ_N , can be detected at around 300°C in the isochronal annealing curves of ρ_N after cold rolling, and this will be due to the reversion of dispersed fine cementite into the matrix of high dislocation density. (111) texture after box annealing tends to become sharp in the specimens showing the large increment of ρ_N mentioned above. Electron microscopic observation shows that the carbon atoms derived from the reversed cementite can precipitate again as fine cementite particles along the subboundaries of recovered grains, and it is suggested

that these cementite inhibit the movement of subboundaries during the early period of recovering process and accentuate the difference of growth velocities of grains having different crystallographic orientations. On the other hand, in the specimens normalized before cold rolling re-increase of ρ_N cannot be observed and (111) texture after box annealing becomes weak unless the original carbon content in steel is lowered.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

低炭素冷延鋼板の再結晶集合組織におよぼす C, Mn の影響

Effects of Carbon and Manganese on the Recrystallization Texture of Cold Rolled Low Carbon Steel Sheet

大 橋 延 夫*

Nobuo Ohashi

小 西 元 幸**

Motoyuki Konishi

有 馬 与志広***

Yoshihiro Arima

Synopsis:

Effects of carbon and manganese contents and heat treatment of hot-rolled sheet on the recrystallization behaviour after cold rolling of low carbon steel sheets have been investigated.

(111) texture is developed sharply by quench-temper treatment of hot-rolled sheet and this effect becomes conspicuous in the steels having around 0.02 to 0.03% carbon and 0.05 to 0.10% manganese. In these cases, a clear re-increase of electrical resistivity at liquid nitrogen temperature, ρ_N , can be detected at around 300°C in the isochronal annealing curves of ρ_N after cold rolling, and this will be due to the reversion of dispersed fine cementite into the matrix of high dislocation density. (111) texture after box annealing tends to become sharp in the specimens showing the large increment of ρ_N mentioned above.

Electron microscopic observation shows that the carbon atoms derived from the reversed cementite can precipitate again as fine cementite particles along the subboundaries of recovered grains, and it is suggested that these cementite inhibit the movement of subboundaries during the early period of recovering process and accentuate the difference of growth velocities of grains having different crystallographic orientations.

On the other hand, in the specimens normalized before cold rolling re-increase of ρ_N cannot be observed and (111) texture after box annealing becomes weak unless the original carbon content in steel is lowered.

1. 序

低炭素冷延鋼板の再結晶集合組織は深絞り性を支配する主要な冶金的要因であり^{1,2)}、その発達機構については古くから多数の研究が行われてきたが、とくに冷延組織からの回復粒（あるいは再結晶粒）の核生と成長、そしてその過程を通じて起こる特定方位結晶粒の優先成長機構について

は現在なお解明のための努力が重ねられている。

これらの多くの研究により、再結晶集合組織の発達には微細な析出物、とくに窒化物や炭化物がきわめて重要な役割を果すことが明らかにされ、実用的見地からもこの問題が広く採り上げられてきた^{3,4,5)}。板の深絞り性にとって好ましい {111} 集合組織を発達させる析出物の代表的なものとしては、 $\text{AlN}^{6-34)}$ 、 $\text{TiC}^{35-43)}$ 、 NbC （あるいは $\text{TaC}^{44-45)}$ 、 P 、 $\text{Sb}^{46)}$ （ P 自身の析出ではなく Fe_3C

* 技術研究所薄板研究室室長・工博

*** 技術研究所薄板研究室

** 技術研究所薄板研究室主任研究員

等の析出状態の変化を通じて寄与していると考えられる), ϵ -Cu⁴⁷⁻⁵²⁾ および Fe_3C ⁵³⁻⁵⁹⁾, などがあ
るが, それぞれ析出の時期, 量, 大きさ, 分布な
どと冷延組織の微視的構造および回復再結晶挙動
との関係, ひいてはその相互作用による再結晶集
合組織の制御機構が重要な課題となっている。

一方, 従来得られた多くの知見から, {111} 集
合組織の発達にとって析出物が冷延前に析出して
いたほうがよいか, あるいはまた冷延後の回復再
結晶途中で析出したほうがよいかにより, 前者は
前析出型そして後者は途中析出型 (もしくは後析
出型) と分類しうることが提唱された⁵⁹⁾。この分
類によれば, 一般に Ti, Nb, Ta などの炭窒化
物, リムド鋼での Fe_3C および ϵ -Cu⁴⁹⁾などは前
析出型に, そして AIN は途中析出型に属すると
解釈されている。(ただし ϵ -Cu は途中析出型に
分類されている場合³⁴⁾もある。) しかし多くの研
究結果を詳細に検討してみると, このような分類
概念で析出物の果す役割を正確に把握できるかど
うかについていくつかの基本的な疑問点のあるこ
とがわかる。

たとえば前析出型とされている TiC につい
ては, (1)母板で微細に析出した TiC 自身が回復再
結晶時に有効に働くとする説^{41, 42)}のほか, (2)TiC
の析出により母板の固溶Cが減少しそれに伴って
冷延組織の微視的構造が変化することによるとす
る説^{38, 39)}, および固溶 Ti が回復再結晶時に働く
とする説⁴³⁾などがあり, 実験結果の多くは(1)を支
持しているようには考えられるものの詳細は必ず
しも明確ではない。(このうち(2)の固溶Cによる
とする説では, 後述するようなC自身の影響に関
するいくつかの研究結果⁶¹⁾も考慮の背景となっ
ている。)また同じく前析出型とされている Fe_3C に
ついて, 母板で析出していた微細な Fe_3C 自身
がそのまま有効に働く と単純に考えるには, 既
報⁵⁹⁾および本報で詳述するように必ずしも妥当と
はいえない事実があり, またこれとは別に Fe_3C
が母板で微細に析出していると冷延組織の微細構
造に変化が生じ, そのために {111} 再結晶粒の核
生が優先して起こると考える説⁵⁵⁾もあってなお検
討の余地が残されている。

一方, ϵ -Cu については再結晶途中で析出させ

ると Al キルド鋼と同様に展伸粒となる^{47, 48)}こ
から, 途中析出型のように解釈されることがあ
る³⁴⁾が, $\bar{r}$ 値の改善という意味では母板で微細に
析出させておいたほうがよく⁴⁹⁾, この観点からは
前析出型といえよう。しかし ϵ -Cu による $\bar{r}$ 値の
改善効果はCと共存したときのみ現われること
から, 実は ϵ -Cu 自身によるものではなく, Cu
と共存することによって母板での Fe_3C の析出挙
動に変化が生じ, それを介して集合組織に影響が
現われる結果⁵²⁾もある。(なお著者らは, Cu がC
と共存するときは前析出型の処理を行なっても展
伸粒が得られることを確かめている)さらに AIN
についても, 母板で歪を与えて析出処理を行ない
きわめて微細に AIN を析出ないしクラスタリン
グさせておくと, 冷延後に急熱しても良好な $\bar{r}$ 値
が得られ, 前析出型と類似の効果が現われること
が報告^{21, 32)}されているが, 一方ではこのような母
板処理で AIN を一部析出させておけば, 冷延後
の焼鈍過程で残りの AIN の析出が起りやすく,
そのことが一見前析出型の挙動を示す結果を
与えると考えられる結果^{33, 34)}もあって, 必ずしも
単純ではない。

このような析出物が関与する種々の現象を介し
て低炭素冷延鋼板の再結晶集合組織の形成機構を
統一的に把握しようとする試みが続けられている
が, 一方, C, Mn, S のような鋼の基本的元素
の影響についてもまだ明確な結論は得られておら
ず, とくにCのもたらす効果の機構に関しては研
究者によって根本的に異なる解釈が提案されてい
るのが現状である。Cの影響に関する研究結果を
大別すると, C含有量が少ないほど深絞り性がよ
くなるという説^{39, 60-64)}と, ある程度Cが含有さ
れているほうがよいとする説^{5, 54, 65, 66)}の二つに分
けられる。この場合初期の研究⁶⁵⁾では, C含有量
の変化と同時に他の元素(主としてO)の含有量
も変化していたり, また全C量のみを対象として
その存在状態が考慮されていなかったり^{60, 61)}し
て, 結果を正確には評価できないうらみがある。
しかし最近の研究ではこれらの点に注意し, 主と
して固溶Cの影響について調べられている。その
結果, たとえば高橋ら³⁹⁾は前述のように Ti 含有
鋼を対象として, 冷延前の固溶C量が少ないほど

冷延再結晶後の深絞り性がよくなること、またその理由として冷延前の固溶C量の減少により冷延組織に微視的な変化が起こること、すなわち交差すべりの頻度が変わり、局所的な方位回転部分の存在確率あるいは転位構造などに変化が生じ、それによって再結晶核となりうる部分の発生確率や方位成分に影響が現われるものと考えている。

これに対して松藤ら⁶²⁾や荒木ら⁶³⁾は、冷延前の固溶C量を変化させておいても、冷延後の再結晶焼鈍時の昇熱速度が遅い場合には深絞り性に差がなくなること、そして冷延前の固溶C量とは無関係に再結晶開始時の状態で固溶C量が少ないほど深絞り性がよくなることを示した。彼らはその理由として固溶Cは{111}再結晶核の発生を阻害するのではないかと考えているが、この機構に関する直接的な根拠は示されていない。このように上記の2説はCの寄与する機構についての考え方がまったく異なっているが、いずれも固溶C量(およびFe₃C量)が少ないほど最終的には深絞り性が良くなる点で一致している。一方、Hughesら⁶⁶⁾および寺崎ら⁶⁷⁾は、板の深絞り性はC含有量が少ないほどよくなるのではなく、C=0.02~0.04% (Mn含有量によって異なる)でもっとも良好となり、これより低くなっても高くなっても悪くなるという結果を報告している。このようにCは鋼のもっとも基本的な成分元素であるにもかかわらず、再結晶集合組織形成への寄与の機構については未だに不明確な点が残されている。

つぎにMnは、OやSとの相互作用があるので、それを介して鉄の再結晶挙動に影響を与えることは古くから知られているが⁶⁷⁻⁶⁹⁾、板の再結晶集合組織あるいは深絞り性への影響について基本的な研究が行なわれるようになったのは最近のことである。この問題に関連して、やはりOやSとの関係に注目したいくつかの報告⁷⁰⁻⁷⁴⁾や特許⁷⁵⁻⁷⁸⁾が提出されているが、これらによるとOやS含有量が低くればMn含有量は低いほうが深絞り性にとって好ましい再結晶集合組織が発達しやすいということで一致している。また以前にTeshimaら⁷⁹⁾はMn含有量が比較的高い範囲(0.2~0.5%Mn)でMn含有量が低いほど $\bar{r}$ 値が向上することを報告しているが、最近Huら⁸⁰⁾はもっとMn

含有量が低い領域(0.1%>Mn)で $\bar{r}$ 値がさらに上昇すること、しかし0.005%Mnではふたたび低下することを明らかにし、この理由としてS、OおよびCとの相互作用の変化が鉄の回復挙動に影響を与えるためと推定している。これに対し前述のHughes⁶⁶⁾および寺崎ら⁶⁷⁾は、C含有量によってMnの効果が変化することを報告しており、また著者らも以前にMnの再結晶集合組織への影響が炭化物の析出およびreversion挙動の変化を通じての寄与を含んでいると考えられることを報告している⁸¹⁾。

以上のように冷延鋼板の再結晶集合組織の形成機構についてはきわめて多数の研究が行なわれているにもかかわらず、基本的に重要な問題についてなお不明確な点が残されている。著者らもとくにCとMnの効果について以前から研究を続けてきたが、以下にそれらをまとめて報告し、とくに回復過程におけるFe₃Cの再溶解挙動とそれにおよぼすMnの影響、そしてこの現象と{111}再結晶集合組織形成機構との関係を述べて参考に供したいと思う。

2. 試料および実験方法

Table 1に示す組成の鋼塊を20kg真空溶解炉で溶製し、これを厚さ15mmに鍛造し、表面手入ののち熱間圧延して2.8mmの熱延板とした。熱間圧延条件は製品の深絞り性に顕著に影響することが知られているが、実験用小型圧延機で圧延するときは、これを一定に保つことは困難である。そこで今回の実験では板ごとの熱延条件の差を消去するとともに、鋼中のCの存在状態を制御するためTable 2に示す3種の熱処理を行なった。熱処理後の母板は酸洗冷延して板厚0.8mmの冷延板とし、一部は回復再結晶挙動を調べる実験に用い、他はFig. 1に示す焼鈍サイクルで再結晶焼鈍を行なった。焼鈍後の試片について $\bar{r}$ 値およびC.C.V.を測定して深絞り性を調べるとともに引張特性、結晶粒度を調べ、また一部の試料については再結晶集合組織を調べた。

冷延鋼板の回復挙動は従来硬度、伸びなどの機械的性質、結晶方位の極密度、トルク曲線、抗磁

Table 1 Chemical compositions of specimens (as cast, wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Al	O	N
C-1	0.007	<0.01	<0.01	0.002	0.006	0.001	0.0065	<0.0005
2	0.020	"	"	"	0.006	"	0.0035	"
3	0.027	"	"	"	0.005	"	0.0023	"
4	0.061	"	"	"	0.004	"	0.0031	0.0009
5	0.003	<0.01	0.10	0.002	0.006	0.001	0.0034	<0.0005
6	0.017	"	"	"	0.005	"	0.0022	"
7	0.024	"	"	"	0.005	"	0.0029	"
8	0.030	"	"	"	0.005	"	0.0054	0.0006
9	0.081	"	"	"	0.005	"	0.0020	0.0011
10	0.002	<0.01	0.30	0.002	0.006	0.001	0.0090	0.0008
11	0.008	"	0.30	"	0.005	"	0.0076	0.0010
12	0.018	"	0.28	"	0.006	"	0.0036	0.0008
13	0.031	"	0.30	"	0.005	"	0.0022	0.0008
14	0.070	"	0.29	"	0.004	"	0.0029	0.0018
Mn-1	0.033	<0.01	<0.01	0.002	0.007	0.001	0.0038	0.0015
2	0.041	"	0.05	"	"	"	0.0029	0.0012
3	0.041	"	0.10	"	"	"	0.0019	0.0013
4	0.043	"	0.20	"	"	"	0.0020	0.0011
5	0.045	"	0.25	"	"	"	0.0042	0.0011
6	0.022	"	0.30	"	0.006	"	0.0032	0.0018
7	0.033	0.04	0.80	"	0.010	"	0.0017	0.0016

Table 2 Heat treatments of specimens before cold rolling

Sign	Heat treatment
N	950°C × 1h A.C.
Q	950°C × 1h W.Q.
T	950°C × 1h W.Q. + 350°C × 1h A.C.

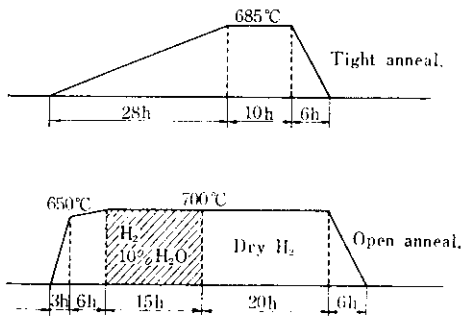


Fig. 1 Annealing heat cycles for recrystallization of cold rolled specimens

力などの磁氣的性質，残留歪，内耗値などの変化によって検討されているが，電気抵抗変化を測定することも有力な手段の一つである。この方法は他に比べて測定精度が非常に高いので，とくに析出物の挙動が関与するような回復現象を追究するには有利であると考えられる。そこで今回の実験では，液体窒素中での電気比抵抗 (ρ_N) の変化を

測定することによって冷延後の回復挙動を検討した。

電気抵抗の測定は以下の要領で行なった。冷延板の一部を幅 1mm に剪断し，これに直径 0.3mm ϕ の純鉄線をスポット溶接して，電圧端子間距離が 100mm の試片を作製し，これを室温から 400°C までの間 20°C 間隔の各温度で 5 分間ずつ等時焼鈍を行ない，焼鈍後の試料の液体窒素中での電気抵抗を測定した。等時焼鈍は各温度に保持されたシリコン油中に試料を 5 分間

浸漬することによって行なった。電気抵抗は液体窒素中に保持した試料に流れる電流と，そのとき試料の電圧端子間に生ずる電圧を 2 台のデジタル電圧計を用いて同時に測定し，その比から求めた。また液体窒素自身の温度変化による誤差は，同時に浸漬した純鉄ダミー試料の抵抗を測定することによって補正した。Fig. 2 に電気抵抗測定回路を示す。

再結晶挙動は焼鈍途中で引出した試料の硬度，顕微鏡組織および (111) 極密度の変化によって検討した。硬度および顕微鏡組織は，あらかじめ冷

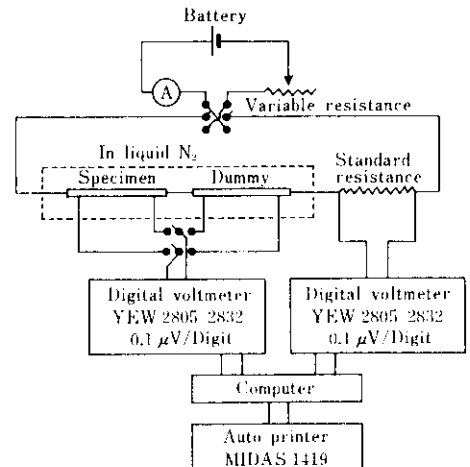


Fig. 2 Electrical circuit for measurement of resistivity

延板を $10 \times 20 \text{ mm}$ に剪断し純鉄板で包んだものを多数用意しておき、これらを 25°C/h の速度で昇熱しながら所定の各温度で1個ずつ引出して空冷したのち測定した。また(111)極密度は、同様に冷延板を $30 \times 40 \text{ mm}^2$ に剪断して純鉄板で包んだものを 25°C/h の昇熱速度で焼鈍し、途中の各温度で引出し空冷したのち、試料の表面より板厚の $\frac{1}{4}$ を削り落した面について測定した。

3. 実験結果

3.1 再結晶焼鈍後の諸特性におよぼす C, Mn の影響

3.1.1 C 含有量の影響

Fig. 3-(a), (b) および Fig. 4-(a), (b) にタイトおよびオープン焼鈍した試料の諸特性とC含有量の関係を示す。Y. P., T. S., El. は母板熱処理および Mn 含有量によって複雑に変化し、C 含有量との明確な関係は見出されない。結晶粒径は母板熱処理および Mn 含有量によって顕著に変化

し、Mn 含有量が高いほうが大きく、また冷延前にN処理したものが小さいが、C含有量の変化による明確な変化の傾向は認められない。

一方、 $\bar{r}$ 値および C. C. V. で示される深絞り性は $0.02 \sim 0.03\% \text{ C}$ でもっともよくなる傾向が多く認められる。この傾向は深絞り性のよいT処理したものおよび $0.10\% \text{ Mn}$ のものにもっとも強く現われ、深絞り性のよくないN処理したものおよび $0.30\% \text{ Mn}$ のものでは弱い。また母板でN処理したものでは $0.10\% \text{ Mn}$ のもの以外はC含有量の増加とともに深絞り性が悪くなる傾向が認められるが、 $0.10\% \text{ Mn}$ の場合は母板でN処理したもので $0.03\% \text{ C}$ 付近で深絞り性がもっともよくなる傾向が認められる。

3.1.2 Mn 含有量の影響

Fig. 5 は Mn 含有量と Y. P., T. S., El. の関係を示す。結晶粒径およびC含有量の変動によると考えられる多少のばらつきはあるが、結晶粒径の非常に小さい $0.01\% > \text{Mn}$ のものを除くと、Mn 含有量の増加とともに Y. P., T. S. は増加し、El

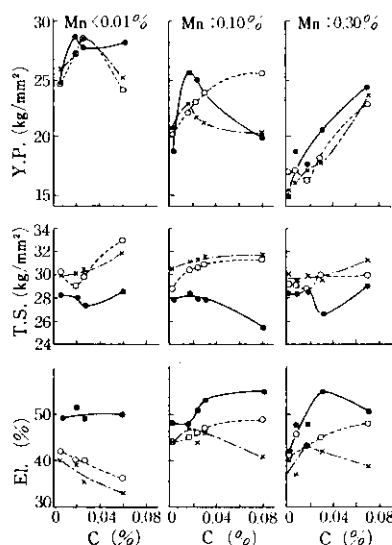


Fig. 3-(a) Effects of carbon and manganese contents and heat treatments before cold rolling on the tensile properties of tight-annealed specimens ($\bullet$ N, $\times$ Q, $\circ$ T...see Table 2)

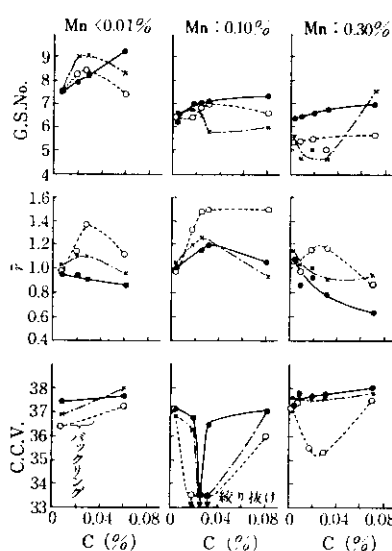


Fig. 3-(b) Effects of carbon and manganese contents and heat treatments before cold rolling on the grain sizes, $\bar{r}$ values and conical cup values of tight-annealed specimens ($\bullet$ N, $\times$ Q, $\circ$ T...see Table 2)

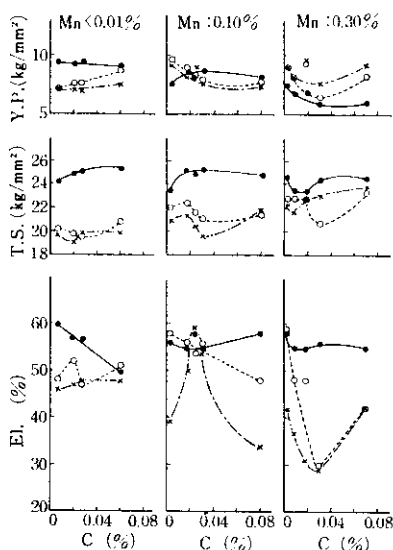


Fig. 4-(a) Effects of carbon and manganese contents and heat treatments before cold rolling on the tensile properties of open-annealed specimens ($\bullet$ N, $\times$ Q, $\circ$ T...see Table 2)

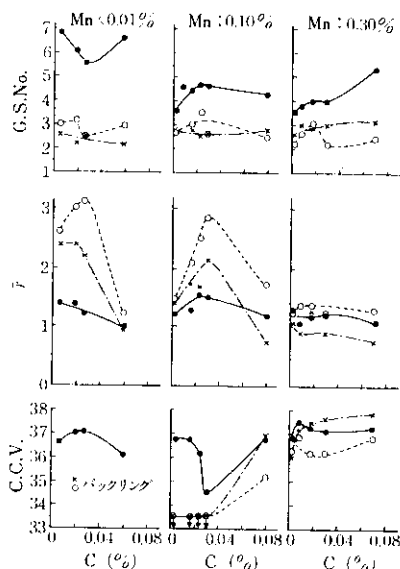


Fig. 4-(b) Effects of carbon and manganese contents and heat treatments before cold rolling on the grain sizes, $\bar{r}$ values and conical cup values of open-annealed specimens ($\bullet$ N, $\times$ Q, $\circ$ T...see Table 2)

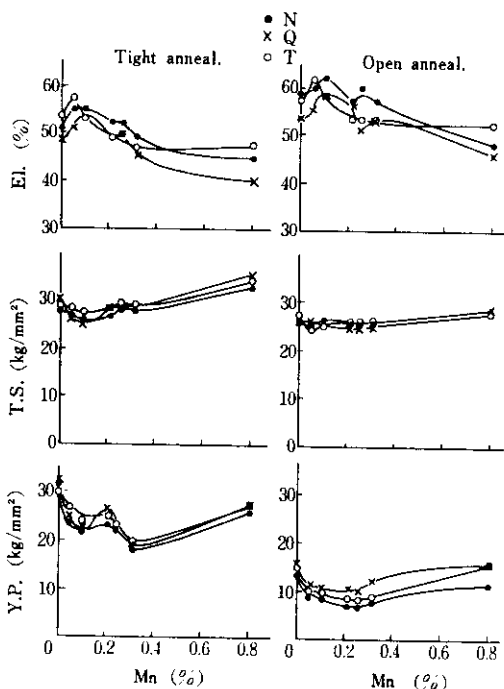


Fig. 5 Effects of manganese content and heat treatment before cold rolling on the tensile properties of tight-and open-annealed specimens having around 0.04% original carbon. ($\bullet$ N, $\times$ Q, $\circ$ T...see Table 2)

は減少する傾向が認められる。これらの特性に対して母板熱処理はあまり影響しない。

Fig. 6 はMn含有量と C. C. V., $\bar{r}$ 値および結晶粒径の関係を示す。0.01% Mn の試料は結晶粒径が小さく深絞り性もよくないが、0.05~0.30% Mn の範囲では結晶粒径にそれほど差がなく、しかも0.05~0.10% Mn で深絞り性ももっとよくなることが認められる。深絞り性に対しては冷延前熱処理の影響が顕著に現われ、母板でT処理したものは深絞り性ももっともよく、そしてN処理したものがもっとも悪い。母板熱処理の深絞り性への寄与は深絞り性のよい0.05~0.10% Mn のときもっとも顕著に認められる。

Fig. 7 は再結晶集合組織と Mn 含有量の関係を示したもので、 $\bar{r}$ 値や C. C. V. の結果から予想されたように、(111)極密度は0.05~0.10% Mn で最大になっており、また母板熱処理の効果が顕著に現われている。

Table 3 は 0.05および 0.25% Mn を含む試料の冷延板および再結晶板の集合組織を示す。冷延板の集合組織は母板熱処理によってほとんど変化せず、また Mn 含有量による差も少ない。一方再

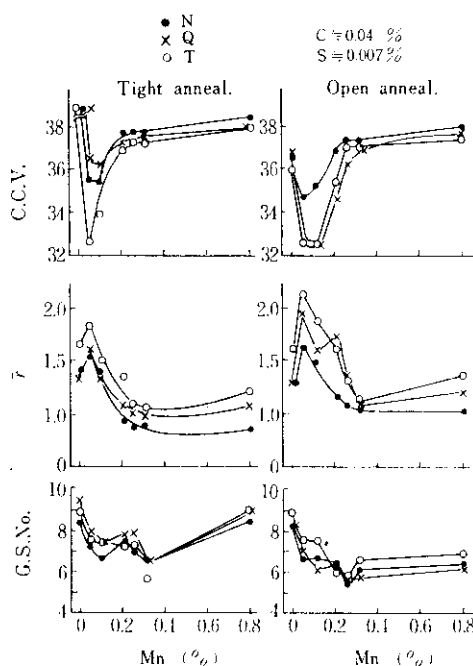


Fig. 6 Effects of manganese content and heat treatment before cold rolling on the grain sizes, $\bar{r}$ values and conical cup values of tight- and open-annealed specimens having around 0.04% original carbon. ($\bullet$ N, $\times$ Q, $\circ$ T...see Table 2)

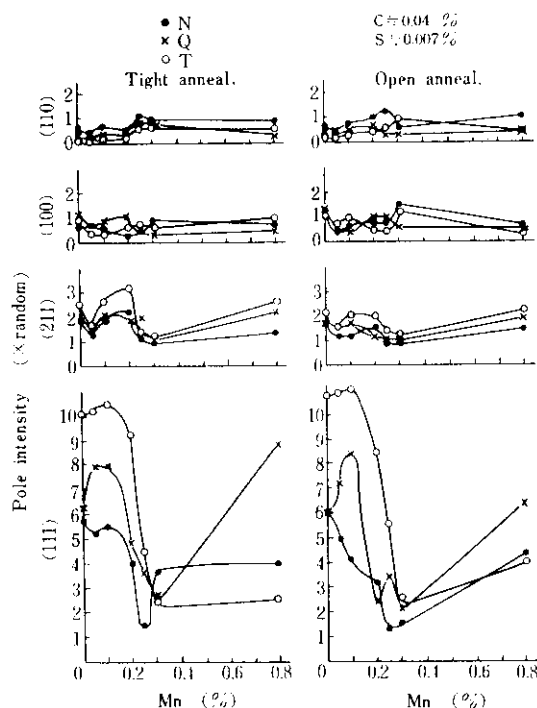


Fig. 7 Effects of manganese content and heat treatment before cold rolling on the X-ray reflected pole intensities of tight- and open-annealed specimens having around 0.04% original carbon. ($\bullet$ N, $\times$ Q, $\circ$ T...see Table 2)

Table 3 X-ray reflected pole intensities of as cold rolled and subsequently annealed specimens ($\times$ random)

Mn (wt%)	Heat treatment	As cold rolled				Recrystallized (Open anneal.)			
		(110)	(100)	(211)	(111)	(110)	(100)	(211)	(111)
0.05	N	0.1	4.0	2.2	5.5	0.4	0.4	1.2	4.8
	Q	0.1	2.4	1.6	4.8	0.3	0.4	1.3	7.3
	T	0.1	2.7	1.9	5.1	0.2	0.5	1.5	10.8
0.25	N	0.2	2.8	2.2	6.0	1.2	0.6	0.9	1.3
	Q	0.1	3.3	2.0	5.9	0.3	0.3	1.3	3.5
	T	0.1	2.7	2.1	5.9	0.5	0.3	1.4	5.4

結晶集合組織は冷延集合組織とは無関係に Mn 含有量および母板熱処理によって変化することが認められる。

3.2 回復挙動におよぼす母板熱処理および C, Mn 含有量の影響

3.2.1 母板熱処理による回復挙動の変化

Fig. 8 は、0.045% C, 0.25% Mn を含む試料

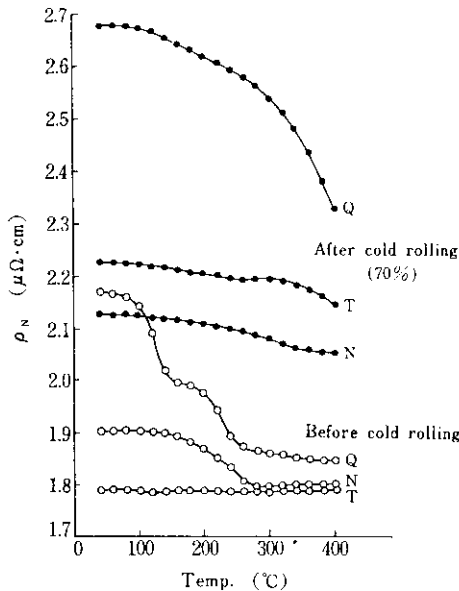


Fig. 8 Change in electrical resistivities (at liq. N_2 temp.), ρ_N , after 5 min isochronal annealing of hot-rolled and heat treated specimens and of subsequently cold-rolled specimens, all having 0.045% carbon and 0.25% manganese (N, Q, T...see Table 2)

(Mn-5) の熱処理後の母板およびこれを70%冷間圧延した試料を、室温から400°Cまでの各温度で5min ずつ等時焼鈍した場合の、液体窒素温度における比抵抗 (ρ_N) の変化を示す。冷延前の試料では、Q処理したものは一般に知られているように $^{82)}\epsilon$ カーバイト (Fe_2C) とセメンタイト (Fe_3C) の析出に対応する2段階の ρ_N の低下が現われ、処理したものはそのときの空冷中に生じた過飽和またN固溶Cの析出によるものと考えられる1段階の ρ_N の低下が認められるが、T処理したものでは400°Cまでは ρ_N はほとんど変化しないことが注目される。

つぎに70%冷間圧延後の試料では転位密度の増加によって ρ_N が著しく増加し、転位の比抵抗への寄与を $1 \times 10^{-18} \Omega \text{cm} \cdot (\text{cm}/\text{cm}^3)^{-1}$ とすると $^{83)}$ 、今回の ρ_N の増加は $2 \sim 5 \times 10^{11} \text{cm}/\text{cm}^3$ の転位密度の増加に相当し、一般の常識と合致する。さてこのように冷延することによって回復挙動は著しく変化し、冷延前にQ処理したものでは上述したような2段階の ρ_N の低下は認められなくなり、

またN処理したものでは広い温度範囲にわたって ρ_N が徐々に低下するようになる。またT処理して冷延したものでは300°Cで ρ_N の再増加が認められる。

冷延した試料の回復過程で認められるこの ρ_N の再増加は、母板でT処理したものでは現われるが、Q処理してCを固溶させた試料には現われない。すなわち冷延前にきわめて微細な Fe_3C をすでに析出していたT処理試料にのみ現われること、およびこの ρ_N の再増加する温度が比較的高いことから考えて、一般に知られている $^{84)}\epsilon$ カーバイトの reversion とは別の現象によるものと判断される。このように冷延前にQおよびT処理した試料の回復挙動は冷間加工の有無によって著しく変化することが注目される。Fig. 9 および Fig. 10 は、0.041% C, 0.05% Mn を含む試料について冷間圧下率を変えてこの過程を詳しく調べた結果である。

冷延前にQ処理した試料では冷間加工後の焼鈍による ρ_N の低下が低温側から徐々に起こるようになり、また100°C付近での急激な低下は非常に小さくなる。一方、200°C付近での低下は高温側にずれて、結局 ρ_N の低下は全般に広い温度範囲

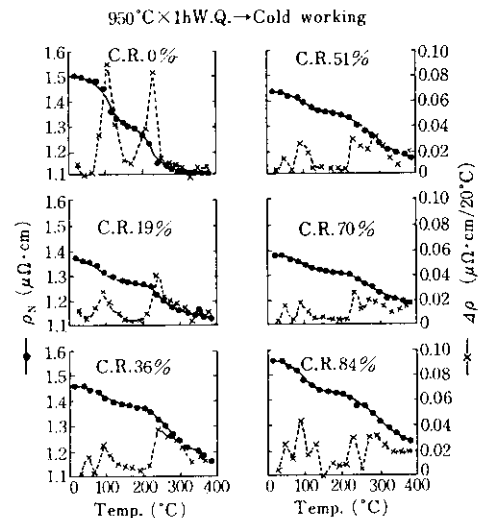


Fig. 9 Effect of cold working on the change in electrical resistivities, ρ_N , due to 5 min isochronal annealing of quenched and subsequently cold worked specimens having 0.041% carbon and 0.05% manganese

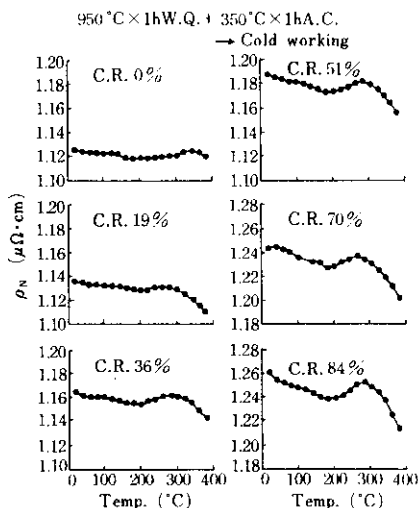


Fig. 10 Effect of cold working on the change in electrical resistivities, ρ_N , due to 5 min isochronal annealing of quench-tempered and subsequently cold worked specimens having 0.041% carbon and 0.05% manganese

にわたり徐々に起こるようになる。そして冷間加工率の増加とともに100°Cと200°C付近における二つの回復ステージが重なって連続的な変化を示すようになり2段階の変化は判別できなくなる。

一方、冷延前にT処理した場合は、冷間加工率の増加とともに20~180°Cの間での温度の上昇に伴う ρ_N の低下が顕著となり、それとともに200~280°Cで ρ_N の再増加が起こるようになることが注目される。Fig. 11は冷間加工率と加工後の ρ_N の関係を示したものである。T処理したものでは冷間加工率の増加とともに加工後の ρ_N は単調に増加するが、Q処理したものでは冷間加工率と一定の関係を示さず不規則に変化しており、中には冷延前より低下しているものもある。本来冷間加工によって転位密度は増加しているはずであり、したがって ρ_N も増加するはずであるが冷間加工することによって加工前より ρ_N が低下するのは、加工によって導入された転位の周辺にCが雰囲気を形成し、そのため固溶Cおよび転位の両者による ρ_N 増加への寄与を著しく低下させるためではないかと考えられる。なお冷間加工率に関係なく不規則に変動するのは、冷間線引を手で行なったため加工条件（加工速度、加工温度など）

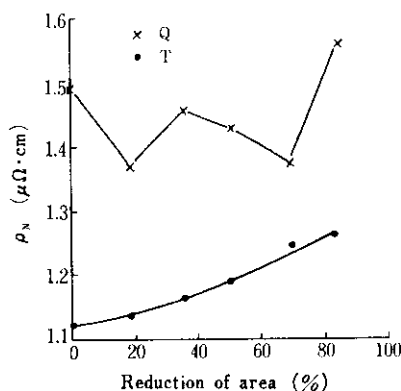


Fig. 11 Relations between electrical resistivities, ρ_N , and cold reduction of quenched and quench-tempered specimens having 0.041% carbon and 0.05% manganese ($\times$ Q, $\bullet$ T...see Table 2)

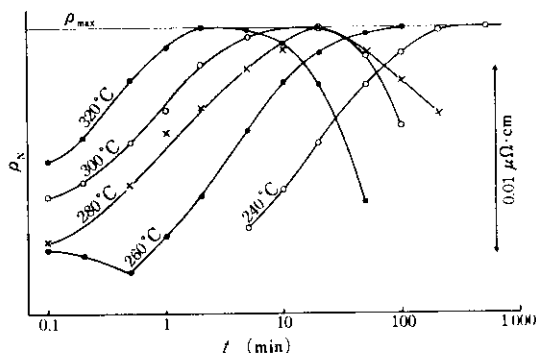


Fig. 12 Change in electrical resistivities, ρ_N , (normalized expression), due to isothermal annealing of specimens which are quench-tempered and subsequently cold worked and aged at 200°C for 10 min (0.041% carbon and 0.05% manganese)

が変化し、C原子の転位への移行の程度が異なるためと考えられる。

Fig. 12は母板でT処理した0.041%C、0.05%Mnを含む冷延板を200°C×10min時効処理していったん ρ_N を低下させたのち、240~360°Cで等温焼鈍して ρ_N を再増加させたときの結果である。図では再増加した ρ_N の極大値 ρ_{max} を同一レベルに揃えて ρ_N の時間変化を示しているが、 ρ_{max} に到達する時間は320°Cで約3min、300°Cで約10minであり、前述の300~320°Cで極大値を示す5minの等時焼鈍の結果(Fig. 8)から推

定される値と一致する。260°C の等温焼鈍では短時間側で ρ_N の低下が認められるが、これは Fig. 8 の 5min 等時焼鈍曲線において ρ_N が極小値を示す温度が 200°C より高いことから、予備的に行なった 200°C×10min の時効では ρ_N が極小値に達しておらず、したがってその後の260°C 焼鈍で ρ_N がいったん低下したものと考えられる。この現象は他の温度でももっと短時間側で測定を行なえば現われるものと考えられる。

これらの結果から、母板でT処理したのち冷間加工を行なった試料では、その回復過程で 300°C 付近に ρ_N の再増加現象が現われることが初めて認められた。そこでこの現象が通常 ρ_N の増加の理由として第1に考えられる固溶C, Nの増加によるものかどうかを確認するために、冷延のままの試料およびそれをいったん300°C で時効させたあとの試料について、内部摩擦の Snoek ピークを測定した。その結果を Fig. 13 に示す。冷延状態では小さなピークが認められるが、300°C 時効後の試料ではピークはまったく認められなくな

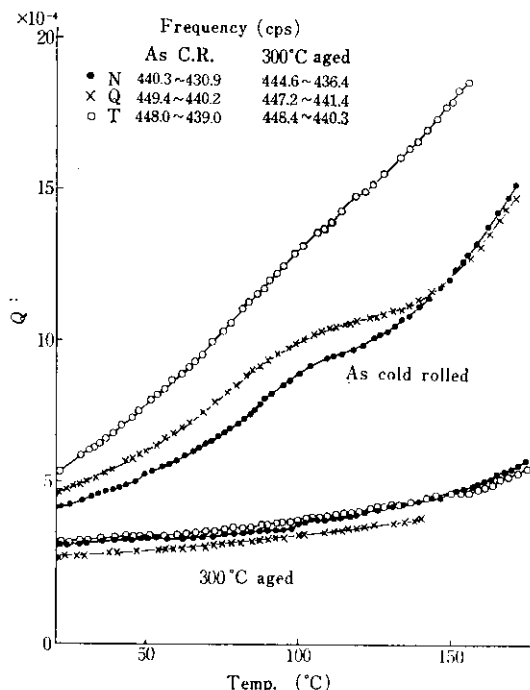


Fig. 13 Change in internal friction with temperature of cold rolled specimens and subsequently aged (300°C) specimens (• N, × Q, ○ T...see Table 2)

り、またバックグラウンドが著しく低下することが認められる。この結果から、300°C 付近での ρ_N の増加は Snoek ordering を起こすような自由なC, Nの増加によるものではないといえる。

この 300°C 付近での ρ_N の再増加現象は、母板でT処理後冷間加工した場合にのみ現われることから、冷間加工によって転位密度が増すと鋼中で Fe_3C と平衡する固溶Cの見掛けの溶解度が増し、熱活性を得れば Fe_3C の再固溶が起ること（このとき Fe_3C は微細であることが必要と考えられる）、そしてこの再固溶したCは転位と相互作用しているため Snoek ピークとしては観測されないが ρ_N は増加させることが示唆される。そこで 0.04% C, 0.05% Mn を含む試料を母板でT処理したのち70%冷間圧延したもの、およびそれを200, 300, 400°C の各温度で 5min 処理したものについて、電解法で Fe_3C の分離定量を行なった。結果を Table 4 に示す。この結果から300°C×5min の焼鈍によって Fe_3C が明らかに減少すること、そして400°C に加熱するとふたたび増加することが認められた。これらの結果から母板でT処理して Fe_3C をごく微細に析出させた試料では、冷延後の回復過程で Fe_3C の reversion が起こるものと考えられる。

Table 4 Chemical analyses of cementite in specimens after cold rolling and after subsequent heating (Specimen Mn-2, see Table 1, quench-tempered before cold rolling)

Treatment	$\text{Fe}_3\text{C}\%$	C% as Fe_3C
As cold rolled	0.31	0.0206
200°C×5min	0.28	0.0187
300° "	0.26	0.0173
400° "	0.33	0.0220

3.2.2 C含有量による回復挙動の変化

Fig. 14 は0.01%以下、0.10%および0.30%Mnをそれぞれ含み、かつC含有量が異なる試料を、母板でT処理したのち70%冷間圧延し、さらに室温から 400°C まで 20°C 間隔の各温度で5分間

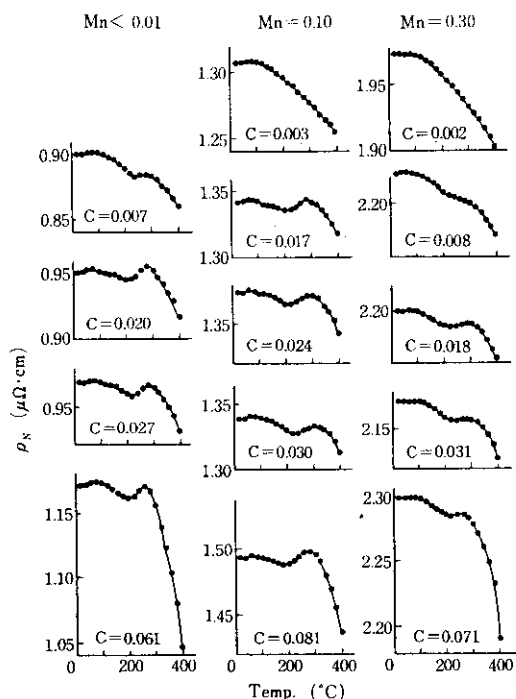


Fig. 14 Effects of carbon and manganese contents on the change in electrical resistivities, ρ_N , due to 5 min isochronal annealing of quench-tempered and subsequently cold rolled specimens

等時焼鈍したときの ρ_N の変化を示す。Fe₃C の reversion によると考えられる 300°C 付近での ρ_N の増加現象は、0.002 および 0.003% C の試料では認められないが 0.007% C では小さなピークが認められる。したがって 300°C 付近での ρ_N の再増加現象は、C 含有量がある濃度以下になると認められなくなるが、その限界 C 濃度は 0.003~0.007% の間にあると考えられる。この 300°C 付近での ρ_N の再増加は、深絞り性が良好となる処理、すなわち母板で T 処理した試料の冷延後の回復過程でのみ認められたが、C, Mn 含有量との関係でも Fig. 14 に示されるように、深絞り性のよい 0.02~0.03% C のときにもっとも顕著に認められた。また 0.10% Mn のものをもっとも明確で、0.30% Mn のものをもっとも不明確である。これを Fig. 3 および Fig. 4 に示した実験結果すなわち深絞り性と C, Mn 含有量の関係と比較してみると、回復過程の 300°C 付近で ρ_N の再増加現

象の顕著なものほど再結晶後の深絞り性がよい傾向が認められる。

3-2-3 Mn 含有量による回復挙動の変化

Fig. 15 は、0.04% C を含み Mn 含有量の異なる試料を母板で T 処理したのち 70% 冷延したものを室温から 400°C まで 20°C 間隔の各温度で 5 分間等時焼鈍したときの ρ_N の変化を示す。300°C 付近に認められる ρ_N の再増加のピークは 0.05% Mn のものをもっとも大きく、0.05~0.80% Mn では Mn 含有量の増加とともに減少する傾向が認められる。0.01% > Mn のものは 0.05% Mn のものより少し小さいがやはり顕著なピークを示す。Fig. 15 の結果を Mn 含有量と深絞り性の関係を表わす Fig. 6 と比較してみると、やはり

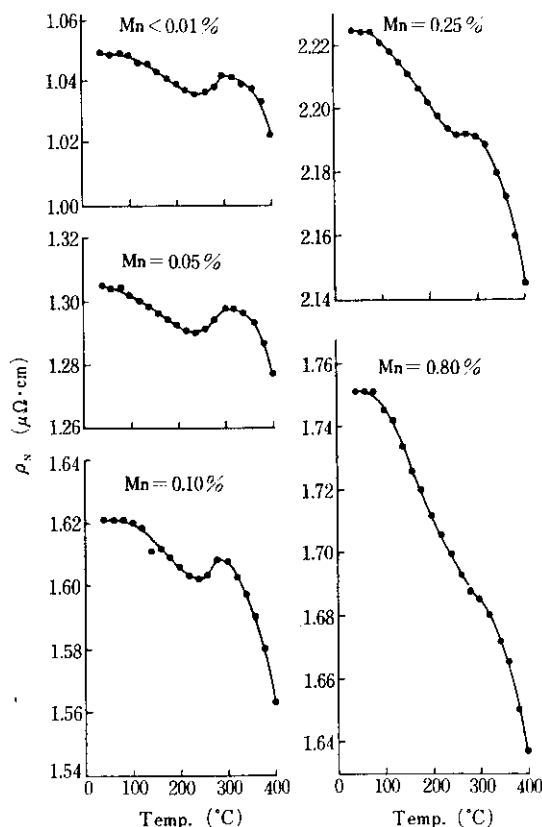


Fig. 15 Effect of manganese content on the change in electrical resistivities, ρ_N , due to 5 min isochronal annealing of quench-tempered and subsequently cold rolled specimens all having around 0.04% carbon

300°C での ρ_N の再増加現象が顕著なものほど再結晶後の深絞り性がよいといえる。

Fig. 16 は, Fig. 15 の等時焼鈍曲線において ρ_N が再増加する前に極小値を示す温度, すなわち 240°C における ρ_N の値とそのあとの極大値を示す 300°C での ρ_N の値の比 ρ_{300}/ρ_{240} を Fig. 6 のタイト焼鈍後の $\bar{r}$ 値と比較して示したものである。 ρ_{300}/ρ_{240} の比が大きくなるほど再結晶後の $\bar{r}$ 値は大きくなる傾向が認められる。Fig. 17 は,

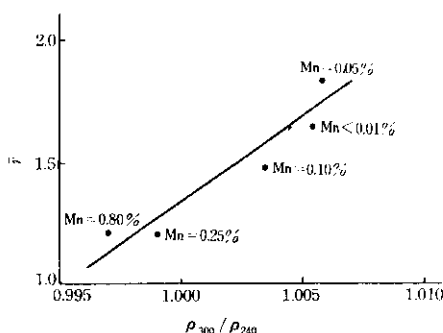


Fig. 16 Relation between the ratio of electrical resistivities, ρ_{300}/ρ_{240} , after 5 min isochronal annealing and the $\bar{r}$ values of full annealed specimens (Around 0.04% carbon, quench-tempered before cold rolling)

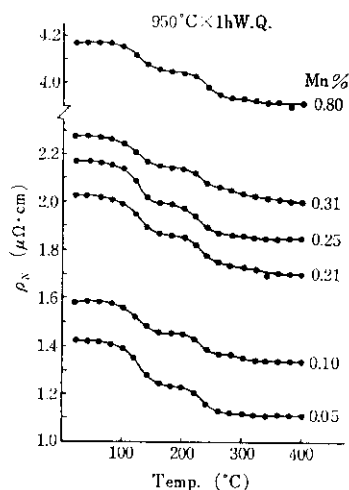


Fig. 17 Change in electrical resistivities of quenched specimens (0.04% carbon) during 5 min isochronal annealing

Mn 含有量の異なる試料を 950°C から焼入れたのち各温度で 5 分間等時焼鈍を行なった場合の ρ_N の変化を示す。冷間加工を加えない場合は ρ_N の変化からみた固溶 C の析出挙動は Mn 含有量によってほとんど変化しないことが認められる。

3.3 再結晶挙動におよぼす母板熱処理および C, Mn 含有量の影響

Fig. 18-(a), (b), (c) は母板熱処理および C, Mn 含有量の異なる試料の冷延板を 25°C/h の昇熱速度で加熱し, 途中 440~700°C の中間の温度で炉から引出し空冷したものの断面硬度を示し, また Photo. 1 は母板で T 処理した 0.10% Mn を含む試料の断面顕微鏡組織を示す。再結晶過程に相当すると考えられる硬度の急激な低下は, 0.01% > Mn のものは 0.10% および 0.30% Mn のものと比べて高温側にずれ, 全体として硬度の低下が徐々に起こっている。母板で N 処理したものは冷延

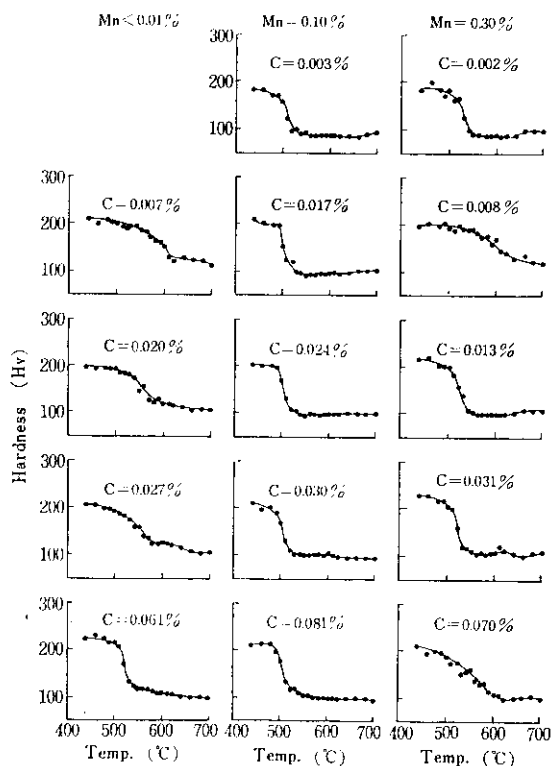


Fig. 18-(a) Effects of carbon and manganese contents on the changes in hardness of specimens during recrystallization annealing (All specimens were normalized before cold rolling)

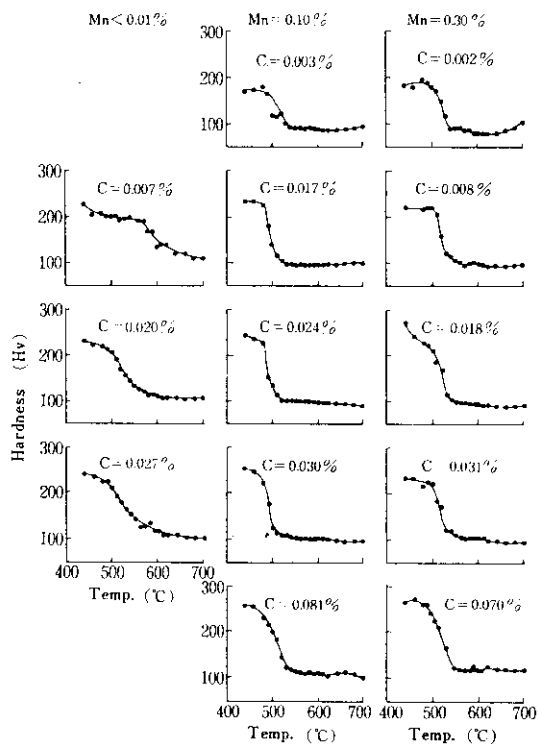


Fig. 18-(b) Effects of carbon and manganese contents on the changes in hardness of specimens during recrystallization annealing (All specimens were quenched before cold rolling)

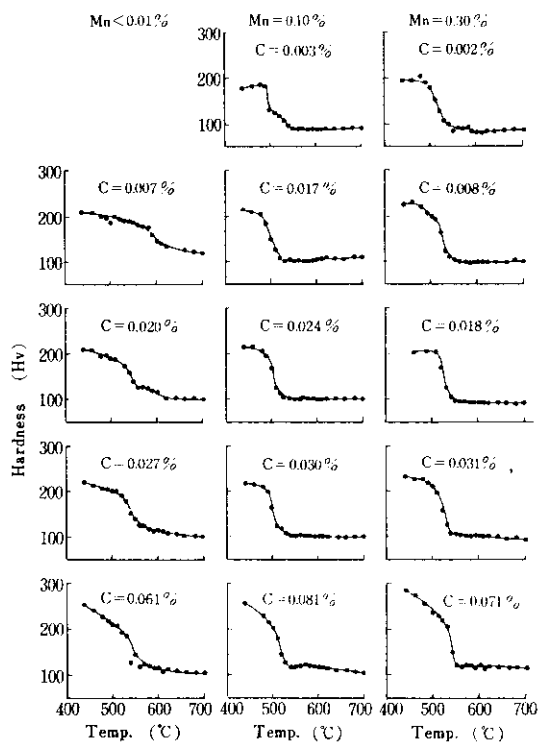


Fig. 18-(c) Effects of carbon and manganese contents on the changes in hardness of specimens during recrystallization annealing (All specimens were quench-tempered before cold rolling)

後の硬度が低いいため再結晶過程での硬度変化が少ないが、それ以外は母板熱処理による再結晶挙動の顕著な変化は硬度変化からは認められない。

Fig. 19 は 440°C と 700°C 焼鈍後の硬度の中間を示す温度と C 含有量 と の 関 係 を 示 す。0.01

%Mn のものでは、中間硬度を示す温度が C 含有量および母板熱処理によって変化する。0.007% C のものは母板熱処理に関係なく中間硬度を示す温度が 580°C 付近であり他のものと比べて非常に高く、一般に純鉄で認められている再結晶の

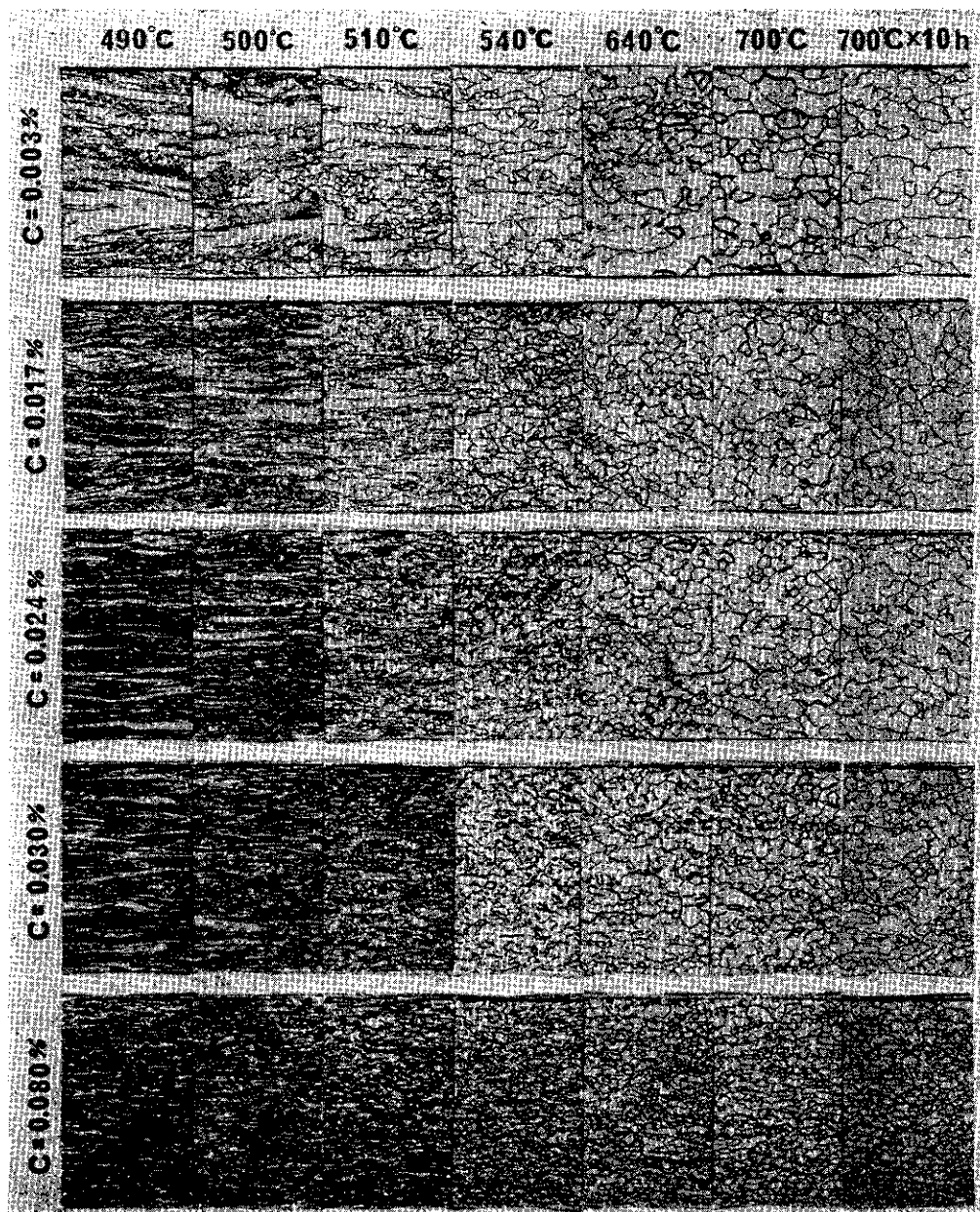


Photo. 1 Change in microstructures during recrystallization annealing of the specimens having 0.10% manganese (All specimens were quench-tempered before cold rolling and were annealed at a heating speed of 25°C/h after cold rolling by 70%)

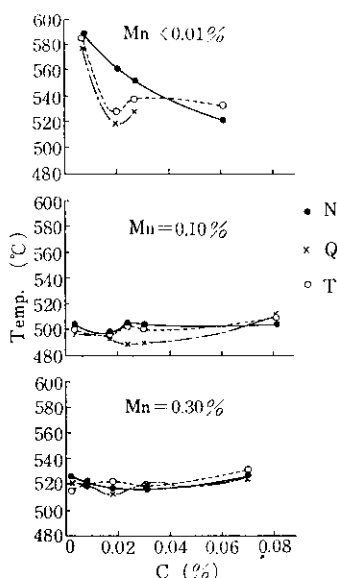


Fig. 19 Relations between carbon content of specimens and the annealing temperature corresponding to the midst value of the hardnesses of specimens after annealing at 440 and 700°C (see Fig. 18)

遅滞現象が起きていると考えられる。0.01% > Mn 材で母板でN処理した試料ではこの中間硬度

を示す温度がC含有量の増加とともに単調に低下しているが、母板でQおよびT処理した試料では0.02% Cで急激に低下し、C含有量がそれ以上増加してもあまり変化しない。一方、0.10%および0.30% Mnを含むものでは、中間硬度を示す温度は母板熱処理およびC含有量によってほとんど変化しない。

Fig. 20-(a), (b) は、0.01% > Mn および 0.10% Mn を含みC含有量の異なる試料を母板でT処理したのち冷延し、これらを 25°C/h の昇熱速度で加熱する途中の各温度で引出したものについて(111) 極密度を測定した結果であり、硬度変化と併せて示す。0.01% > Mn の場合、0.007% C では緩慢再結晶挙動を示し、再結晶後の(111) 極密度は低い。C含有量の増加とともに硬度低下は比較的低温で急速に起こるようになるが、再結晶過程に相当すると考えられる硬度の急激に低下する温度範囲でも、(111) 極密度はほとんど変化せず、また normal grain growth の過程と考えられる 700°C までの昇熱過程でもあまり増加しない。これに対し0.10% Mnを含む場合は、硬度の急

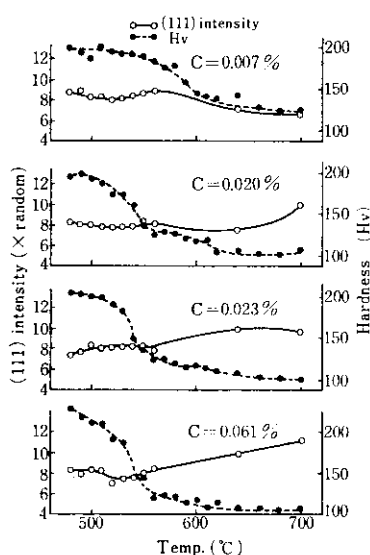


Fig. 20-(a) Effect of carbon content on the changes in the(111) pole intensities and in the hardness of specimens during recrystallization annealing (0.01% manganese and 0.005% sulfur, quench-tempered before cold rolling)

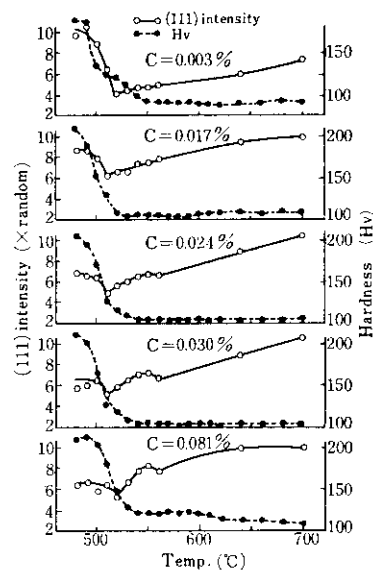


Fig. 20-(b) Effect of carbon content on the changes in the(111) pole intensities and in the hardness of specimens during recrystallization annealing (0.10% manganese and 0.005% sulfur, quench-tempered before cold rolling)

激に低下する温度はC含有量によってほとんど変化しないが、(111)極密度の変化の挙動はC含有量によって変化する。0.003%Cでは冷延時の(111)極密度は0.017%<Cのものより高いが、再結晶の過程で急激に低下し、粒成長の過程での増加も少なく、その結果焼鈍後の(111)極密度は低い。0.10% Mnを含む場合は、C含有量に関係なく(111)極密度は再結晶過程でいったん低下し、その後粒成長の過程でふたたび増加する傾向を示すが、再結晶過程での低下の程度はC含有量によって変化し、粒成長の過程での(111)極密度の増加は再結晶直後の(111)極密度の高いものほど大きい傾向が認められる。

Fig. 21 は、Fig. 20 において硬度が急激に低下する温度範囲に認められる(111)極密度の極小値と700°C加熱後の(111)極密度の関係を示す。0.10% Mnを含み緩慢再結晶を起こさない場合は、再結晶直後の(111)極密度が高いほど粒成長後の(111)極密度が高くなることが明らかに認め

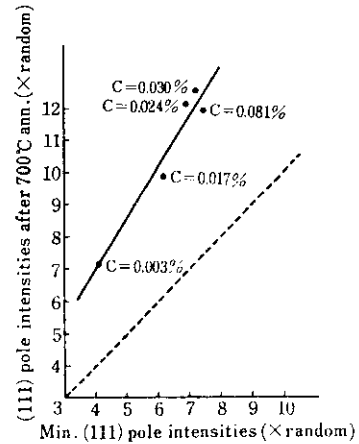


Fig. 21 Relation between the minimum (111) pole intensities in the process of annealing and the (111) pole intensities after annealing at 700°C (see Fig. 20-(b))

られる。

Fig. 22 は、母板でT処理した0.04%Cを含むMn含有量の異なる冷延板を25°C/hで昇熱し

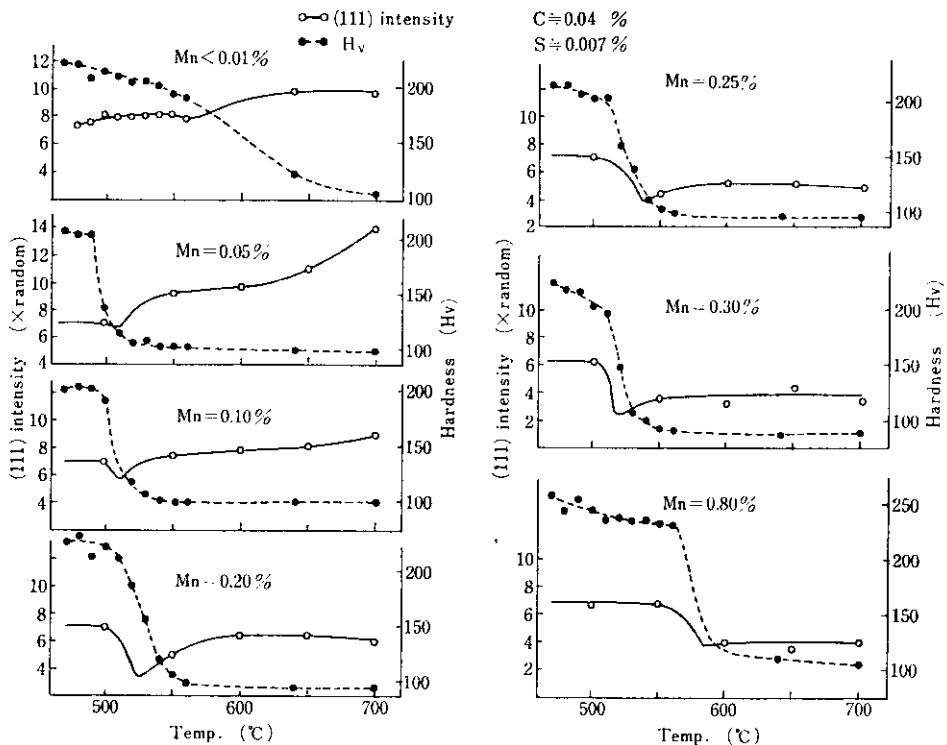


Fig. 22 Effect of manganese content on the changes in the (111) pole intensities and in the hardness of specimens during recrystallization annealing (0.04% carbon and 0.007% sulfur, quench-tempered before cold rolling)

たときに途中温度から引出し空冷したものの硬度および(111)極密度を示し、Photo. 2 はそれらの断面顕微鏡組織を示す。緩慢再結晶挙動を示す $0.01\% > \text{Mn}$ のものは再結晶前の(111)極密度は他のものより幾分高いが、 700°C 加熱後もそれほど増加しない。それに対して $0.05\% \text{ Mn}$ のものは再結晶は低温で急激に起こり、粒成長過程での(111)極密度の増加が大きい。 $0.05\% \text{ Mn}$ 以上では Mn 含有量の増加とともに再結晶過程に相当する硬度の急激な低下は高温側にずれ、この過程での(111)極密度の低下が大きくなり、粒成長時の(111)極密度の増加は少なくなる傾向が認められる。

Fig. 23 は 440°C と 700°C 焼鈍後の硬度の中

間硬度を示す温度と Mn 含有量の関係を示す。深絞り性のもっともよい $0.05\% \text{ Mn}$ のものはもっと

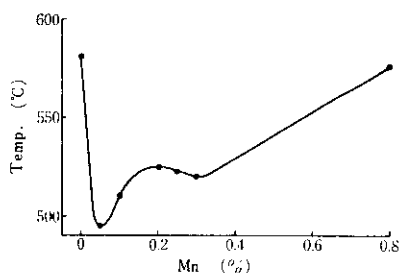


Fig. 23 Relation between manganese content of specimens and the annealing temperature corresponding to the midst value of the hardnesses of specimens after annealing at 440 and 700°C (see Fig. 22)

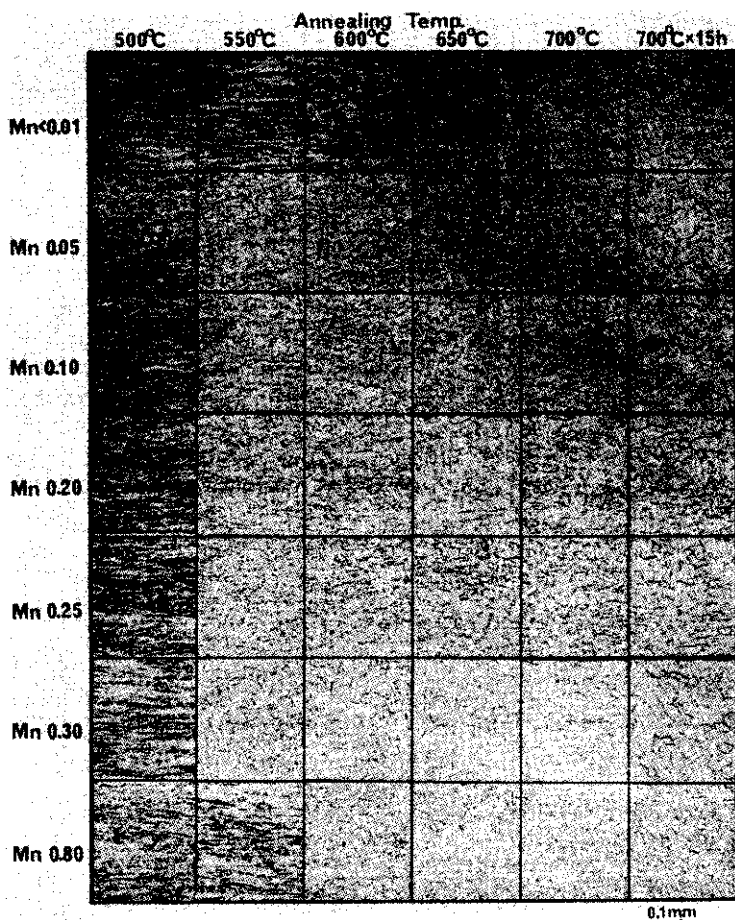


Photo. 2 Change in microstructures during recrystallization annealing of the specimens having 0.04% carbon (All specimens were quench-tempered before cold rolling and were annealed at a heating speed of 25°C/h after cold rolling by 70%)

も速く再結晶しており、Al キルド鋼で一般に認められている現象すなわち AlN clustering による回復再結晶の遅滞が起こる場合に (111) 再結晶集合組織が発達し、深絞り性がよくなる現象とは

逆である。

Photo. 3, 4 は 0.041% C, 0.05% Mn を含む試料の母板熱処理後および冷延後再結晶途中 (25°C/h で昇熱し 500°C で引出したもの) の電子顕

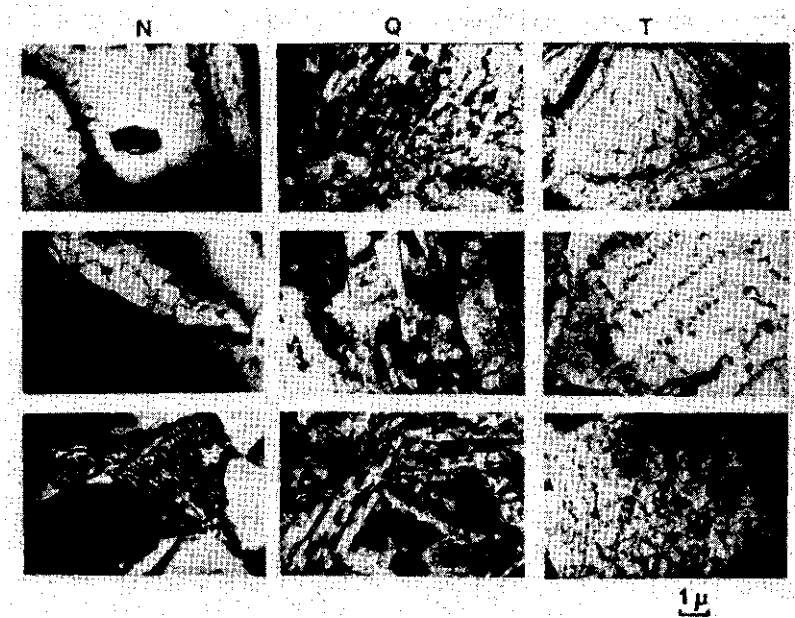


Photo. 3 Electron transmission microstructures of the hot-rolled and heat treated (N, Q, T...see Table 2) specimens having 0.041% carbon and 0.05% manganese

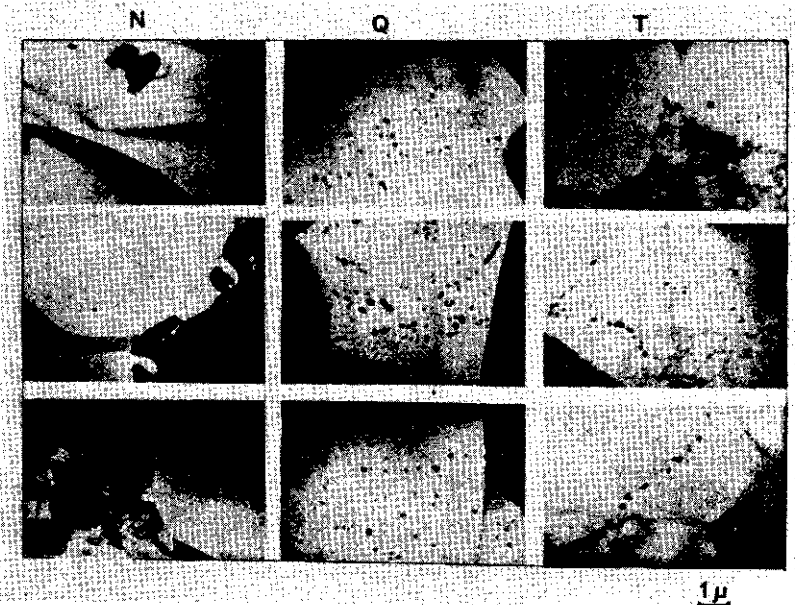


Photo. 4 Electron transmission microstructures of the specimens which were drawn out of furnace at 500°C during recrystallization annealing at a heating speed of 25°C/h after cold rolling by 70% (Specimens are the same as those in Photo. 3)

微鏡透過観察組織である。母板熱処理後の試料 (Photo. 3) では、N処理したものは粒界パーライトおよび粒内に巨大な析出物が認められるが、微細な析出物は認められない。Q処理したものは焼入組織で転位密度が高く、はっきりしない点はあるが明りょうな析出物は認められない。これに対してT処理したものでは直径約 0.1μ またはそれ以下の微細な析出物が多数認められ、しかも列状に並んで析出しているものが多く認められる。

冷延後再結晶途中 (Photo. 4) では、母板でN処理したものはやはり巨大な析出物が認められるが、微細な析出物による再結晶粒界の固着はほとんど認められず、変形組織のマトリックスと再結晶粒の界面は比較的大きな曲率半径の弧を描いている。母板でQ処理したものでは直径 0.1μ 程度の微細な粒出物が多く認められるが、これらは再結晶粒の粒界、粒内に関係なく比較的一様に分布している。これらに対してT処理したものでは、変形組織のマトリックスと再結晶粒の界面に微細な析出物が多く析出しており、その固着効果によって粒界は析出物間隔を単位とする小さな曲率半径を描いている。再結晶粒内に存在する析出物も以前そこに粒界が一時存在していたと思われる位置に弧状に並んでいるものが多く、このような微細析出物による再結晶初期での粒界移動抑制効果が大きいことが予想される。

4. 考 察

低炭素冷延鋼板の再結晶による特定方位の優先成長現象に析出物がどのような関与の仕方をするかについて、少なくとも現象的には (再結晶) 途中析出型と (冷延) 前析出型の2種類にわけられると考えられていること、しかし析出物の果す役割の機構がこの分類概念で単純に表わせるかどうかにはなおいくつかの基本的問題が残されていることをすでに述べた。本実験で得られた結果についてもこのことに関連して考察することになるが、その前に従来の研究のなかからいくつかの考え方を選んで概説しておく。

まず途中析出型の代表とされている AIN に関してはいきわめて多数の研究があるが、現象的には

徐熱焼鈍に際して回復再結晶に顕著な停滞が起こることが一致して認められており^{3,4,5)}、このことに基づいて種々の考え方が提案されている。電顕観察によると AIN は点列状に網模様を作って析出しているので、回復時の亜粒界もしくは再結晶粒界に析出してその移動を妨げると考えられていることが多いが、回復粒とか再結晶粒というものの定義が必ずしも明確ではないので厳密に各説を分類することは困難である。しかしいずれにしても、このような回復あるいは再結晶の遅滞が起きることによって特定方位の結晶粒が優先成長する機構を説明しなければならず、このことについてたとえば寺崎ら^{4,5)} は、もともと冷延状態で内在している歪エネルギーの大きさの方位依存性^{85,86)} に起因して、たとえば {111} や {110} 領域のほうが {100} 領域よりも回復の速度が速いが、AIN の析出で回復の遅滞が起こるためにこの差が助長され、結局は {111} 再結晶粒が優先成長するという考え方を述べている。一方阿部ら^{22,33)} は、{111} $\langle 110 \rangle$ 方位とともに重要な再結晶集合組織成分である {554} $\langle 225 \rangle$ 方位の生成機構を説明するために、冷延状態で存在する歪エネルギーの差によって各方位領域ごとに AIN の析出速度自身が相異し、それによって回復の遅滞と再結晶核生成の方位依存性が生ずるという考察を提案している。また市山ら²⁵⁾ はこれらと逆に {111} 領域は回復の遅滞が強く起こるために回復再結晶過程でのセル間の歪エネルギー差が大きく、したがってその領域内から核生すると考えられる {111} 再結晶粒がかえって成長しやすいというモデルを考えている。Matsuo ら³⁰⁾ は冷延組織とその中に生成する再結晶核の方位関係に着目し、たとえば {111} $\langle 112 \rangle$ 冷延組織とその中に核生するであろう {110} $\langle 001 \rangle$ 再結晶核は本質的に安定な tilt type の亜粒界を形成するために、AIN がこの亜粒界に析出するとさらに安定となり、したがってその移動が抑制されて成長が妨げられ、結局このような意味で亜粒界の移動が抑制されにくい {111} $\langle 110 \rangle$ 結晶によって食われるという考えを報告している。このように種々の説があるが、いずれにしても途中析出型の析出物は回復を顕著に停滞させ、再結晶の進行に伴ってその時期に特定方位

の集合組織の形成が行なわれるのが特徴であり、したがって一般には適当に遅い昇熱速度を与えて回復および再結晶の進行と析出とをうまく同期させてやる必要があるとされている^{14,15)}。

これに対して前析出型と呼ばれているものでは、たとえば TiC の場合やはり回復の遅滞は起きるが AlN の場合のような顕著な停滞はみられず、再結晶開始とともに {111} 粒の顕著な成長が起こり⁵⁹⁾、再結晶完了時にはすでに結晶粒度に著しい方位差を生じている⁴⁾。また母板で微細な TiC が分散析出していれば、冷延後の昇熱速度によらず {111} 集合組織が発達して良好な深絞り性を得ることができる^{36-38,59)}。TiC がこのような効果をもたらす原因については序にも述べたようにやはり種々の説があって統一されていないが、TiC 存在によって冷延組織のセル構造が不明りょうになるという観察⁴¹⁾があり、また高橋ら^{38,39)}も TiC の析出によって冷延集合組織の量的、質的变化が起こることを推察しているが、それは TiC 自身によるものではなく固溶 C の減少によると考えている点が異なっている。また Ti 添加鋼では Al キルド鋼の場合ほどではないもののやはり回復の遅滞現象が起こるので、寺崎ら^{4,5)}は詳細は不明としながらも再結晶の初期段階で TiC が {111} 方位の再結晶粒の核生に何らかの影響を与えていると考えられることを示唆している。

リムド鋼の場合も類似の現象があり、母板で Fe_3C を微細に析出させておいたものでは、冷延後の焼鈍過程の再結晶が終了する時点で {111} 方位粒の平均粒径が {110} や {001} 方位の平均粒径に比べてすでに大きく、とくに粗大粒ではその差が大きいことが報告されており⁴⁾、これと同様なことが Dillamore ら⁵⁸⁾によっても認められている。しかしリムド鋼の場合は、X線回折で測定される歪エネルギーあるいは硬度や保磁力などの変化からは、回復、再結晶の過程での顕著な遅滞がみられず、また方位依存性も Al キルド鋼のように明りょうではない^{4,5,54,55)}。したがって再結晶完了時の粒径に方位依存性が現われる理由としては、回復過程にその原因があるのではなく、微細な Fe_3C が母板で析出していたために冷延組織の微視的構造が変化し、それによって {111} 方位の

再結晶粒が生成しやすくなると考えられていることが多い^{4,55)}が、分散した Fe_3C が回復の初期に特定方位粒の成長を妨げるという立場からの考察⁸⁰⁾もある。

なお析出物の存在による冷延組織の変化については、結晶のすべりに対する拘束あるいは交差すべりの難易に与える影響を通じて、局所的な特定方位への回転部分の生成頻度もしくは転位配列に変化が生じ、そのために再結晶核の生成頻度の方位依存性が助長されるという oriented nucleation 説の立場からの説明がある^{38,81)}。またこの問題については、初期方位が類似の単結晶と多結晶で冷延および再結晶集合組織が大きく異なってくることを、そしてそれは多結晶の場合粒界の存在によるその付近の冷延組織の構造変化、ひいてはその部分からの再結晶核生成が重要な役割を演ずるためという研究結果⁹⁷⁾も考慮に入れる必要もある。

さて今回の実験結果から、冷延鋼板の {111} 再結晶集合組織形成、ひいては深絞り性は C および Mn 含有量、そして母板での熱処理によって大きく影響を受けることが確認された。すなわち深絞り性は、母板で焼入れ焼戻し処理 (T 処理) もしくは焼入れ処理 (Q 処理) した場合は 0.02~0.03 %C で最良となり、焼準処理 (N 処理) した場合は C 含有量が低いほど良好となる。そして T および Q 処理したときの効果は Mn 含有量によっても変化し、結局板の深絞り性は 0.02~0.03 %C, 0.05~0.10 % Mn のものを母板で T 処理したときにもっとも良くなることがわかった。このような深絞り性の向上は、成分や処理条件の相異に基づく冷延前結晶粒径の微細化および再結晶粒径の増大による効果⁶⁴⁾よりもずっと大きく、まったく別の機構によってもたらされるものと考えられる。さらに今回の実験により、母板で T 処理した場合にのみ、冷延後の回復過程の初期に、明らかに Fe_3C の再固溶によるとみられる電気比抵抗 (ρ_N) の増加が起こること、そしてその増加量は Mn 含有量が低いほど大きくなり、しかもその増加が顕著なものほど最終的に深絞り性が良好となることが初めて確かめられた。このような ρ_N の再増加は、母板で Q 処理や N 処理したものでは起こら

ず、またT処理したもので冷延率が小さい場合は微弱にしか生じない。そしてさらにこの ρ_N の増加はC含有量が0.003%以下では起こらず、約0.007%以上だと明りょうに観察された。

このように ρ_N の再増加現象にCが寄与していることは明白であり、しかも溶解の温度からみて Fe_3C の reversion であることも間違いなさそうである。しかしこのような ρ_N の再増加した試料でも Snoek ピークは観測されず、したがって溶解したCは ρ_N の増加には寄与するが、Snoek ordering を起こすような存在状態にはないことになる。このことについては次のように考えられる。すなわち母板でT処理すると、きわめて微細な Fe_3C (直径約0.1 μ) が粒内に細かく分散析出するので、析出物間のマトリックスにおける固溶C量はほぼ平衡値まで低下している。ところがこれを冷間加工するとマトリックスの転位密度が著しく増加するので、固溶Cは転位の周囲に雰囲気形成して完全には free な状態ではなくなる。

(このことは Fig. 9 において、Q処理した母板の ρ_N が弱冷間加工によってかえって減少することからも推察できる。)このような状態になると、 Fe_3C とマトリックスの固溶Cの平衡が破れ、見掛け上固溶Cが平衡値よりも低くなったようになり、熱活性を与えられれば Fe_3C から改めてCが溶解するものと考えられる。なお転位密度の増加によって平衡固溶量が増すことはNについてすでに実証されている⁸⁸⁾。溶解したCは転位の周囲に雰囲気を作るので Snoek ordering は起こさず、したがって内耗でも観測されないことはうなづける。この場合、内耗のバックグラウンドが主として転位の弦振動によるもの⁸⁹⁾とすると、冷延後の300°C焼鈍によってバックグラウンドが顕著に低下すること (Fig. 13 参照) は、転位の弦振動がCの固着作用で抑制されたことを示しており、上述の推定を強く支持していると考えられる。

なお鋼の比抵抗へのC原子の寄与は、Cがまったく自由に固溶している場合 $20\mu\Omega\text{cm}/\text{wt}\%\text{C}^{90)}$ 、また転位と作用して雰囲気形成している場合は $7.7\mu\Omega\text{cm}/\text{wt}\%\text{C}$ とされており⁹¹⁾、また Fe_3C として析出している場合はほとんど影響がないと考えられる。したがって 300°C での ρ_N の再増加

を、転位と雰囲気を形成しているC原子の増加によるものとする、0.05% Mn の試料での約 $0.025\mu\Omega\text{cm}$ の ρ_N の増加は約 32.5ppm のC原子の溶解に相当する。今回同試料について、冷延後とそれを 300°C×5min 焼鈍したときの Fe_3C を化学分析した結果 (Table 4) では、明らかに後者の Fe_3C が減少しており、しかもそれをCに換算してみるとちょうど 33ppm になったことは興味深い。(このように考えると、冷延後の焼鈍過程の低温側で ρ_N がいったん低下するのは、転位の増加に伴う固溶Cの転位への移行が主原因であり、温度が 300°C 付近になると Fe_3C からのCの再溶解速度が大きくなって ρ_N が増加し、さらにもう少し高温になると回復、再結晶が進行して転位密度が減るとともに Fe_3C がふたたび析出して ρ_N は減少すると解釈される。なおもっと高温になると Fe_3C の平衡固溶量が増加するので ρ_N は大幅に増加する。

母板でQ処理したものでは冷延前後に Fe_3C が存在しないため、焼鈍過程での Fe_3C の溶解による ρ_N の増加は起こらず、またN処理では Fe_3C がきわめて粗大な析出物となっているので溶解速度が遅く⁹²⁾、したがって上述のような ρ_N の再増加はやはり起きないものと考えられる。なお Thomson Freundlich の式によれば、曲率半径 r の析出物と平衡する溶解度 S_r と、曲率半径が無量大 (平面) の析出物と平衡する溶解度 S_∞ の間には次の関係がある⁹³⁾。

$$\ln \frac{S_r}{S_\infty} = \frac{2M\sigma}{RT} \cdot \frac{1}{r}$$

ここで、 σ は析出物の表面エネルギー、 M は分子量、 ϵ は密度そして i は定数である。この式からも r が小さいほど溶解量が増すことがわかる。

そこで、 Fe_3C の再溶解現象の理由として、前述のように冷間加工による転位密度の増加に伴い、見掛けの平衡固溶量が増すことのほかに、母板で析出していた Fe_3C 自身が冷間加工によって粉碎され、曲率半径が小さくなり、そのためにCの平衡溶解度が増すことも考えられる。しかし本実験で観察された Fe_3C はきわめて小さく、冷間加工によって粉碎される可能性が少ないと考えられる。

さて、以上述べたような Fe_3C の再溶解現象が回復粒の核生あるいは成長とどのように関係するかについて次のように考えられる。T 処理した試料で冷延後に Fe_3C が reversion を起こす 300°C 付近では、マトリックスの転位密度が十分高く有効な回復は起きていない。しかしさらに温度が上ると、転位が移動消滅して回復粒が生成し始めるが、そのとき転位の周辺に雰囲気を形成していた C は転位の消滅とともに新しく生じた回復粒の亜粒界へ移動してそこでふたたび Fe_3C として析出する。このようにして亜粒界の移動が一時的に抑制される結果、再析出した Fe_3C は点列状に並ぶが、時間の経過あるいは温度の上昇とともに、凝集が起こるかあるいは亜粒界の移動の駆動力が抑制力に打ち勝って Fe_3C の束縛を離れ、亜粒界はふたたび移動してこの過程を繰返す。このような機構は、Al キルド鋼に関して古く Borchers ら^{10, 11} が提唱した AlN の periodic precipitation の機構と類似しているように考えられる。

このような Fe_3C の再溶解と再析出による効果は、母板で N 処理したものでは現われないが、これは母板で析出していた Fe_3C があまりに大きいために溶解が起こりにくく、またその Fe_3C 自身も分布が粗いために回復粒界の移動を抑制しえないことによると考えられる。Q 処理したものでは T 処理ほどではないが深絞り性改善効果が多少現われる。Q 処理では焼入れしたまま冷延するので転位密度が著しく高く、しかも固溶 C も過飽和になっている。したがって回復に先立って Fe_3C が微細に分散析出してしまい、回復粒の形成と同期する形で Fe_3C の析出は起こりにくいと考えられる (Photo. 3, 4 参照)。また転位密度が高いために回復粒の成長の駆動力も大きく、析出した Fe_3C による成長抑制効果も相対的に弱いと考えられる。

なお阿部らの研究⁵³⁾によれば、母板で T 処理する際焼入れを γ 温度から行なっても α 温度から行なっても、焼戻したあとは微細な Fe_3C が析出するが、集合組織改善の効果は前者のほうが大きいことが示されており、それが一つの疑問として提起されている⁴⁾。著者らも 0.002% Mn で、C は α 鉄の固溶限度の 0.017% を含む試料について

同様の実験を行ない、 α 温度から焼入れた場合でも焼入焼戻し処理したものは焼入れしたものより深絞り性がよいが同一焼戻し処理を行なった場合、 γ 温度から焼入れたもののほうが、 α 温度から焼入れたものより深絞り性がよいこと、および γ 温度から焼入れたのち焼戻しする場合、C の析出が起こらない範囲でも焼入時の冷却速度が速いほうが、深絞り性がよくなるという結果を得ている⁹⁴⁾。これはおそらく母板で γ 温度から焼入れたもののほうが、また冷却速度が速いほうが格子欠陥密度が高く、したがって焼戻ししたときの Fe_3C がより微細に析出すること、そしてまた冷延後の回復過程で Fe_3C の reversion が起こりやすいことによると考えられる。

ところで上述の機構によって {111} 集合組織が発達するものとする、 Fe_3C は従来一般に考えられてきたような前析出型の析出物として分類するよりは、途中析出型の挙動をすることによって働いているとも解釈できる。この場合、特定方位粒の選択成長の詳細な機構は依然として不明であるが、{111} 方位の再結晶粒は {111} 方位の冷延マトリックスから生成する確率が高いとし、しかも {111} 領域から早く回復粒が生まれるとすると、それに伴って前述の Fe_3C の再析出も早く起きるけれども、この領域の未回復部分の転位密度が高いために粒界移動の駆動力が大きく、 Fe_3C はあまり障害とならず回復粒は成長を続けて早く大きな再結晶粒を生む確率が高い。これに対して歪エネルギーの低い領域たとえば {100} 領域から核生した回復粒はその亜粒界に析出した Fe_3C によっていったん拘束されると成長が強く抑制され、したがって時間の経過とともに {111} 再結晶粒に食われて消滅すると推定される。

なお AlN については、花井ら¹⁹⁾が h. c. p. AlN の前段階として回復過程で NaCl 型の AlN が析出することを見出し、さらに固溶処理した Fe-Al-N 合金ではそれ以前の低温側では鉄の窒化物が析出すること^{95, 96)}が知られている。この初期段階での鉄の窒化物から NaCl 型 AlN への変化のときは明瞭な reversion が認められている^{95, 96)} が、NaCl 型 AlN から h. c. p. AlN への変化の際に reversion が起こるかどうかは明確にされてい

い。しかし市山ら²⁴⁾および音谷ら²⁰⁾は内耗測定によりちょうどこの変化が起こる温度付近でNの再増加が起きることを認めており(ただし電気抵抗の測定では現われていない²⁵⁾) また Hultgren ら¹⁶⁾もこれとは意味が異なるが AlN の分解が起こることを示唆しており、なお究明すべき余地が残されている。

このように考えると、たとえばX線回折による歪エネルギーあるいは硬度や保磁力の変化には明確に現われない程度でも回復のごく初期に析出物による抑制効果が微妙に働けば集合組織は著しく変化することが示唆される。母板でT処理したリムド鋼の場合には、おそらくこのような機構によって回復再結晶が進行するために、巨視的な回復再結晶の遅滞が明瞭に認められなくても、再結晶完了時には{111}方位粒が他よりも大きく成長している結果となるであろう。これに対し Al キルド鋼の場合には、AlN の析出によって回復再結晶が全体的に著しく停滞させられるために、その中でより早く核生し成長する確率の高い少数の{111}あるいは{554}再結晶粒が、かなり高温側で未再結晶部(回復部)を食って成長する型の挙動をとる。要は対象とする析出物が、どのような条件の下に有効な働きをする形で析出するかによって途中析出型と前析出型という見掛け上の区別が生まれるものと考えられる。

さて最後に Mn 含有量の影響についてであるが、今回の実験によると板の深絞り性があるC量のときにもっともよくなる傾向は Mn 含有量が 0.05~0.10%程度 of のときに一番顕著に現われることがわかった。また冷延前にT処理した材料の冷延後の回復過程に現われる ρ_N の再増加現象も Mn 含有量が低いほうが顕著に現われることもわかった。したがって冷間加工後の Fe_3C の reversion や再析出挙動は Mn 含有量によって影響を受けると考えられ、このことから Mn はそれ自身のみならずカーバイトの析出挙動への効果を介して板の再結晶集合組織に影響を与えるものと考えられる。この場合の機構としては、Mn 含有量の変化により、(1)T処理したときの母板におけるカーバイトの大きさや分布に変化が起こる、(2)カーバイト中の Mn 量が変わり、そのため冷延後の回

復過程での再溶解のしやすさに変化が起きる、あるいは(3)マトリックス中の固溶Cの活量に変化し、そのためカーバイトの溶解析出挙動に変化が起こるなどが考えられるが詳細は不明である。なお深絞り性におよぼす Mn 含有量の影響がC含有量によって変化することについては、Hughes ら⁶⁹⁾、および寺崎ら⁵⁾によって最近に報告されており、著者らも冷延前に脱炭すると冷延再結晶後の深絞り性に対して Mn 含有量の影響はほとんど認められなくなるという結果を得ている⁹⁷⁾。

0.01% Mn の場合は、回復過程での ρ_N の再増加現象が 0.05% Mn の場合とそれほど違わないのに、深絞り性は 0.05% Mn のものよりよくない。この 0.01% Mn 試料の実際の Mn 含有量は約 0.002~0.003% とみられ、この試料の S 含有量 (0.004~0.006%) よりも低く、したがって大部分の S は MnS として固定されずに自由な S として存在しているものと考えられる。したがってこれらが再結晶粒の粒界に析出し、強固に粒成長を抑制するので、純鉄にみられるような緩慢再結晶^{67, 69, 72)}が起こり、再結晶過程での{111}極密度の変化も他の試料とはかなり異なったものとなっている。なお Hu ら⁸⁰⁾の研究による $\bar{r}$ 値および{111}極密度と Mn 含有量の関係も著者らの結果と一致して、やはり 0.005% Mn の試料では深絞り性があまりよくない。Hu らの試料は著者らの試料と比べて S 含有量にはあまり差がないが、S 含有量は Hu らのが 0.004%、著者らのが 0.007% と異なっている。深絞り性が最良となる Mn 含有量が両者で多少差があるのはそのためと考えられる。

通常の再結晶焼鈍における集合組織の発達は、変形組織中で再結晶粒が生成し成長する過程(回復再結晶過程)での変化と、再結晶が完了し再結晶粒同志が接したのち normal grain growth が起こる段階での変化が加算されたものであり、Fig. 20-(a), (b), Fig. 22 および Photo. 1, Photo. 2 からわかるように、普通の低炭素冷延鋼板では後者の占める割合がかなり大きい。

Normal grain growth の過程では、次式に従って大きな粒が小さな粒を食って成長するといわれている¹⁰⁰⁾。

$$dR/dt = aM\sigma(1/R_c - 1/R)$$

ここで、 a は定数、 M は結晶粒界の易動度、 σ は粒界エネルギー、 R_c は再結晶粒の臨界半径、 R は再結晶粒の半径である。 $R > R_c$ の粒は成長するが $R < R_c$ の粒は dR/dt が負になり小さくなって消滅する。

そこで再結晶が完了し再結晶粒同志が接した時点で、おのおのの方向を持った結晶粒の大きさの分布に差がなく、単にその数の多少によってX線反射強度比が異なるとすると、大きな粒が小さな粒を食って成長する過程で、成長する粒と消滅する粒の存在比率は方位間で差がなく、したがってこの過程で各方位の反射強度比は変化しないはずである。しかし今回の実験では、Fig. 20-(a), (b) や Fig. 22 に示されるように、normal grain growth の過程でも (111) 極密度が明らかに変化しており、また Fig. 21 に示されるようにSによる再結晶の遅滞が起こらない Mn 0.10% を含む場合には、再結晶直後の (111) 極密度が大きいほど normal grain growth 後の (111) 極密度も大きくなる傾向が認められる。このことは再結晶完了時点で (111) 極密度が高いものは (111) 方位の再結晶粒の数が多いだけでなく、(111) 方位の粒が他の粒よりすでに大きくなっていることを示しており、このことはさらにその前段階で (111) 方位の核の成長開始が他の方位の核より早く起こったか、あるいは (111) 方位の核の成長速度が他方位のそれより速かったものと考えられる。この結果は前述の寺崎ら⁴⁾ および Dillamore ら⁵⁹⁾ の結果と一致し、normal grain growth の過程での集合組織の発達はその前の回復再結晶過程での特定方位の粒の優先成長によって支配されていることは間違いないといえよう。

なお今回の実験では、冷延前に異なる熱処理を行なってCの存在状態を変化させた場合の再結晶集合組織におよぼすCとMn含有量の影響について調べたわけであるが、一般に再結晶集合組織に寄与することが知られている冷延前の結晶粒径、冷間圧下率、圧延方法（温度、速度、スケジュール等）、再結晶焼鈍時の昇熱速度（または冷延後再結晶前の析出処理）および再結晶焼鈍温度、時間などの諸要因についてはいずれも限られた条件

でしか実験しておらず、したがって諸条件の変化による集合組織の変化について全貌を把握するには到っていない。すなわち、たとえば合金元素の影響およびそれらの相互作用についても、冷延再結晶過程のどの段階でどのような影響をおよぼすかが必ずしも十分には分離できず、またSのように微量でも再結晶挙動に顕著に影響を与える不純物が不可避免的に存在するので明確な議論をすることが困難になっている。また冷間圧下率の影響についても、それが変化すると結晶回転の程度が異なってくるため冷延集合組織が変化し、同時に転位の密度と分布にもとづく蓄積エネルギーの大きさと分布が変化するが、それだけではなく回復再結晶過程での析出物の析出溶解挙動も変わってくる。さらに再結晶焼鈍時には、転位の移動の温度依存性と析出物の析出溶解速度の温度依存性が異なること、および転位の移動がこれら析出物によって顕著に影響されることに基づいて、昇熱速度が変わると回復再結晶速度も変化し、その結果焼鈍後の集合組織が異なってくる。再結晶集合組織の形成に関する従来の諸報告が必ずしも一致した結果を与えていない理由も、上述のように主として不純物や試料作成工程の差に基づくものと考えられるので、これらを詳細に検討することにより統一的な理解が得られることが望まれる。

5. ま と め

C, Mn 含有量および母板熱処理の異なる冷延鋼板の再結晶焼鈍後の諸特性および回復再結晶挙動について調べた結果、つぎのことが認められた。

- 1) 低炭素冷延鋼板の再結晶集合組織と深絞り性におよぼすC含有量の影響は、Mn含有量および母板熱処理によって変化する。
- 2) 母板で焼入焼戻し処理した場合は、あるC含有量で深絞り性をもっともよくなるが、焼準処理した場合はC含有量が低いほど深絞り性がよくなる傾向が強い。
- 3) 母板で焼入焼戻しした場合は、Mn含有量が低い（0.05～0.10%）ときはあるC含有量で深絞り性をもっともよくなる傾向が強く、

- Mn含有量が高い(0.30%)ときはC含有量が低いほど深絞り性がよくなる傾向が強い。
- 4) 自由なSの増加による再結晶の遅滞が起こらない範囲ではMn含有量が低いほど深絞り性はよくなるが、Mn含有量が極度に低く(0.003%程度)になって再結晶の遅滞が起こるようになると深絞り性は悪くなる。
 - 5) 母板で焼入焼戻し処理した試料では冷延後の回復過程(約300°C)で Fe_3C のreversionによると考えられる電気比抵抗(ρ_N)の再増加現象があり、この現象が顕著なものほど再結晶後の深絞り性がよい傾向がある。
 - 6) Fe_3C のreversionによると考えられる回復過程での ρ_N の再増加現象は、C含有量だけでなくMn含有量によっても変化し、このことからMnの再結晶集合組織への寄与は炭化物の析出溶解挙動への影響を通じて現われるものと考えられる。
 - 7) 徐熱焼鈍後の再結晶集合組織は、再結晶進行過程での変化とその後のnormal grain growthの過程での変化の加算されたものであるが、本実験のような普通の低炭素鋼ではnormal grain growthによる集合組織形成が主となる。しかしその形成には再結晶完了直後の集合組織が大きい影響を与えている。
 - 8) 以上の実験結果を含み、低炭素冷延鋼板の再結晶集合組織形成におよぼす析出物の役割りの機構を考察した。

参考文献

- 1) W. T. Lankford, S. C. Snyder and J. A. Bauscher : Trans. ASM., **42** (1950), 1197
- 2) R. S. Burns and R. H. Heyer : Sheet Met Ind., **35** (1958), 372, 261
- 3) 久保寺, 稲垣 : 日本金属学会報, **7** (1968), 383
- 4) 寺崎, 金子 : 鉄と鋼, **58** (1972), 12, 1674
- 5) 寺崎, 高橋, 金子 : 住友金属, **24** (1972) 3, 230
- 6) R. L. Solter and C. W. Beattie : J. Met., **3** (1951), 721
- 7) W. C. Leslie, R. L. Rickett, C. L. Datson and C. S. Walton : Trans. ASM, **46** (1954), 1470
- 8) C. A. Stickels : Trans. AIME, **233** (1965), 1550
- 9) C. A. Stickels : Trans. AIME, **236** (1966) 9, 1295
- 10) H. Borchers, Z. Q. Kim und H. H. Hoff : Arch. Eisenhüttenw., **35** (1964) 1, 57
- 11) H. Borchers und Z. Q. Kim : Arch. Eisenhüttenw., **36** (1965) 4, 311
- 12) R. H. Goodenow : Trans. ASM, **59** (1966), 804
- 13) W. Jolly : JISI, **205** (1967) 3, 321
- 14) 高橋, 清水, 松倉, 品川 : 鉄と鋼, **50** (1964) 12, 2094
- 15) 高橋, 清水, 松倉, 品川 : 鉄と鋼, **50** (1964) 12, 2097
- 16) F. A. Hultgren : Bl. Fur. Steel Pl., **56** (1968) 2, 149
- 17) 花井, 秋末 : 日本金属学会誌, **32** (1968) 4, 345
- 18) 花井, 竹本, 水山, 佐直 : 鉄と鋼, **56** (1970) 4, S180, **57** (1971) 2, 386
- 19) 音谷, 形浦 : 日本金属学会誌, **33** (1969) 6, 736
- 20) 音谷, 形浦 : 鉄と鋼, **57** (1971) 3, 566
- 21) 阪本 : 日本金属学会誌, **34** (1970) 1, 71
- 22) 阿部, 鈴木 : 鉄と鋼, **56** (1970) 7, 869
- 23) J. T. Michalak and R. D. Schoone : Trans. AIME, **242** (1968) 5, 1149
- 24) 市山, 小泉, 吉田, 渡辺, 西海 : 鉄と鋼, **55** (1969) 13, 1229
- 25) 市山, 吉田, 中川, 江島, 松村 : 鉄と鋼, **57** (1970) 13, 1726
- 26) 市山, 吉田, 江島, 松村 : 鉄と鋼, **57** (1971) 14, 2243
- 27) 白岩, 寺崎, 小玉 : 日本金属学会誌, **35** (1971) 1, 20
- 28) 八木, 福塚, 小川 : 鉄と鋼, **57** (1971) 6, 978

- 29) P. N. Richards : J. Austr. Inst. Met. **12** (1967) 1, 2
- 30) M. Matsuo, S. Hayami and S. Nagashima : Proc. ICSTIS, Suppl. Trans. ISIJ, **11** (1971), 867
- 31) 吉田, 古林, 遠藤 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第4回再結晶部会資料, 鉄再-29, Dec. 20, (1971)
- 32) 古林, 遠藤, 吉田 : 日本金属学会, 第71回講演予稿, Oct. (1972), 55
- 33) 阿部, 高木 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第6回再結晶部会資料, 鉄再-40, Dec. 12, (1972)
- 34) 吉田, 古林, 遠藤 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第6回再結晶部会資料, 鉄再-38, Dec. 12 (1972)
- 35) 清水, 河原田, 柴田 : 日本特許, 特公昭42-12348
- 36) 清水, 松田, 定村, 高橋, 河原田 : 日本特許, 特公昭44-18066
- 37) 近藤, 高橋 : 日本特許, 特公昭46-2738
- 38) 高橋, 清水, 長田, 武智 : 日本金属学会, 第67回講演大会予稿, (1970), 86
- 39) 高橋, 武智, 清水 : 日本金属学会, 第69回講演大会予稿, (1971), 104
- 40) 松岡, 高橋, 白石 : 鉄と鋼, **56** (1970) 11, S480
- 41) 松岡, 高橋 : 鉄と鋼, **57** (1971) 7, 1134
- 42) 福田, 清水 : 塑性と加工, **13** (1972) 142, 841
- 43) R. H. Goodenow and J. F. Held : Met. Trans., **1** (1970) 9, 2507
- 44) 高階, 秋末 : 日本金属学会, 第67回講演大会予稿, (1970), 87
- 45) 小久保, 須藤, 亀野, 橋本 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第2回再結晶部会資料, 鉄再-13, Nov. 24 (1970)
- 46) H. Yoshida, K. Sasaki and F. Kanzaki : IDDRG, Colloq., London, (1964)
- 47) R. L. Rickett and W. C. Leslie : Trans ASM, **51** (1959), 311
- 48) W. C. Leslie : Trans. AIME, **221** (1961) 8, 752
- 49) 清水, 高橋, 末宗 : 鉄と鋼, **58** (1972) 4, S. 267
- 50) 阿部, 鈴木, 宮坂, 福田 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第5回再結晶部会資料, 鉄再-30, July 20 (1972)
- 51) 須藤, 橋本 : 鉄と鋼, **58** (1972) 11, S 476
- 52) 小西, 大橋, 有馬 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第6回再結晶部会資料, 鉄再-36, Dec. 12 (1972)
- 53) 小西 : 日本特許, 特公昭39-24216
- 54) 阿部, 高木 : 鉄と鋼, **55** (1969) 13, 1219
- 55) 阿部, 高木 : 鉄と鋼, **57** (1971) 7, 1123
- 56) 小西, 大橋, 有馬 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第3回再結晶部会資料, 鉄再-19, July 29 (1971), 金属学会第67回講演大会予稿集 (1970), 94
- 57) W. B. Hutchinson, T. W. Watson and I. L. Dillamore : JISI, **207** (1969) 11, 1479
- 58) I. L. Dillamore and W. B. Hutchinson : Proc. ICSTIS, Suppl. Trans. ISIJ **11** (1970), 877
- 59) 松岡, 寺崎 : 鉄と鋼, **57** (1971) 4, 276
- 60) 福田 : 鉄と鋼, **53** (1967) 4, 559
- 61) 武智, 高橋, 中山, 長尾, 長田 : 鉄と鋼, **56** (1970) 11, S474, S475
- 62) 松藤, 下村, 小林 : 日本金属学会第69回講演大会予稿, (1971), 105
- 63) 荒木, 渡辺, 中岡 : 日本金属学会第69回講演大会予稿, (1971), 107
- 64) 松藤, 下村 : 鉄と鋼, **56** (1970) 1, 28
- 65) 斎藤, 野中, 五十嵐 : 鉄と鋼, **50** (1964) 12, 2091
- 66) I. F. Hughes and E. W. Page : Met. Trans., **2** (1971), 8, 2067
- 67) W. C. Leslie, J. T. Michalak, A. S. Keh and R. J. Sober : Trans. ASM, **58** (1965), 673
- 68) W. C. Leslie, J. T. Michalak, A. S. Keh and R. J. Sober : Trans. ASM, **59** (1966), 1057
- 69) J. D. Baird and J. M. Arrowsmith : JISI, **204** (1966) 3, 240
- 70) 久保寺 : 鉄鋼協会, 第9回西山記念技術講座予稿集, 昭和44年8月4, 5日, 1
- 71) 中岡, 渡辺, 橋本 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第3回再結晶部会資料, 鉄再-20, July 29 (1971)
- 72) 武智, 中山, 長尾, 太田, 福永 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第3回再結晶部会資料, 鉄再-17 July 29 (1971)
- 73) 高階, 難波 : 鉄と鋼, **56** (1970) 4, S178

- 74) R. D. Jenkins and D. V. Wilson : JISI, **209** (1971) 10, 805
- 75) 清水, 武智, 梶岡, 川原田 : 日本特許, 特公昭47-30803
- 76) 戸田, 権藤, 川崎, 阿部, 川野, 上原, 末宗 : 西ドイツ特許, Nr. 2064, 487 (18, Nov., 1971)
- 77) 天明, 山田, 川崎, 西ドイツ特許, Nr. 1938, 532 (27, Aug., 1971)
- 78) S. R. Goodman and H. Hu : 日本特許, 特開, 昭46-2003
- 79) S. Teshima and M. Shimizu : Mechanical Working of Steel 2, AIME Met. Soc. Conf., **26** (1965), 279, Gordon and Breach, New York
- 80) H. Hu and S. R. Goodman : Met. Trans., **1** (1970) 11, 3057
- 81) 小西, 大橋, 有馬 : 鉄と鋼, **58** (1972) 4, S271
- 82) W. C. Leslie : Acta Met., **9** (1961), 11, 1004
- 83) Z. S. Basinski, J. S. Dugdale and A. Howie : Phil. Mag., **8** (1963) 96, 1989
- 84) 竹山 : 日本金属学会, 第61回講演大会予稿, (1967) 144
- 85) H. Takechi, H. Kato and S. Nagashima : Trans. AIME, **242** (1968) 1, 56
- 86) 寺崎 : 第2回X線ラインプロファイルに関する討論会予稿, (1970), 27
- 87) 武智, 高橋, 加藤, 長尾, 長田 : 鉄鋼基礎共同研究会, 第1回再結晶部会資料, 鉄再-5, July (1970)
- 88) H. A. Wriedt and L. S. Darken : Trans. AIME, **233** (1965) 1, 111
- 89) A. Granato and K. Lucke : J. Appl. Phys., **27** (1956) 6, 58
- 90) F. E. Fujita and A. C. Damask : Acta Met., **12** (1964) 4, 331
- 91) G. R. Speich : Trans. AIME, **245** (1969) 12, 2553
- 92) P. M. Robinson, K. V. Barratt and P. N. Richards : J. Auser. Inst. Met., **7** (1962), 34
- 93) R. A. Swalin : The Thermodynamics of Solids, Publ. by John Wiley and Sons Co., New York, (1962), 147
- 94) 小西, 大橋 : 未発表
- 95) 三宅, 角山, 松村, 鶴岡 : 鉄と鋼, **58** (1972), 4, S262
- 96) 八木, 福塚, 小川 : 鉄と鋼, **57** (1971) 6, 978
- 97) 高橋, 大橋 : 未発表
- 98) E. T. Turkdogan, S. Ignatowicz and J. Pearson : JISI, **180** (1955) 8, 349
- 99) J. R. Brown : JISI, **205** (1967) 2, 154
- 100) M. Hillert : Acta Met., **13** (1965), 227