

# 特別講演

□学術功績賞受賞記念

## 鉄鋼の動的再結晶と微細粒組織制御

Dynamic Recrystallization and Ultra-Fine Grain Evolution in Iron and Steels

酒井 拓  
Taku Sakai

電気通信大学 電気通信学部  
知能機械工学科 教授

### はじめに

金属・合金の $0.5T_m$  ( $T_m$ は融点) 以上における高温加工下の変形特性および加工直後の焼きなましや相変態に基づく組織制御に関する問題を中心に研究を行ってきた。鉄鋼のオーステナイト ( $\gamma$ ) を含む中低積層欠陥エネルギー (SFE) を有する多くのfcc材料では、高温変形中に新粒の生成と成長を伴う (高温型) 動的再結晶が生じ易いのにに対し、鉄鋼のフェライト ( $\alpha$ ) を含む高SFE材料では動的回復が速やかに働いて結晶粒内にサブグレイン組織が生じるだけである。鉄鋼の $\alpha$ および $\gamma$ 領域における応力-ひずみ曲線は、互いに顕著に異なることが知られている (Fig.1)<sup>1,2)</sup>。高温加工中に起こる加工硬化を相殺するように働く動的復旧過程は、回復と再結晶の2種類に大別されるが、Fig.1の変形曲線の違いは鉄鋼の $\gamma$ 域で再結晶が進行し、 $\alpha$ 域では回復が働くことに基因すると考えられている (Fig.2)。最近、高温域は当然ながら、 $0.5T_m$ 以下の温間から冷間加工域でも、これらの材料に大

ひずみ加工を施すだけで、微細粒組織が生じる現象が頻繁に報告されている<sup>3,4)</sup>。この低温型動的再結晶と呼ぶべき現象は、「再結晶」の言葉を含んでいるが、そこで働く機構は通常の動的再結晶の機構とは明らかに異なるようである<sup>5)</sup> (Fig.2)。その際生じる変形組織やその生成機構については、蓄積データの不足もあって現在不明な点が多い。

本稿では、筆者らがこれまで行ってきた低温および高温型動的再結晶の研究結果を比較しながら概説し、最近のホットな話題の一つである超微細粒生成に関係する低温型動的再結晶の本質並びに生成組織の特徴と機構の問題点について私見を述べたい。

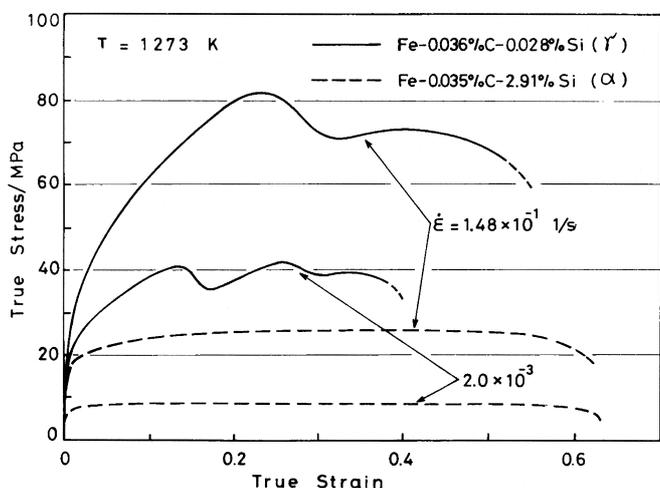


Fig. 1 Typical stress-strain curves for plain carbon and 2.91% silicon steels at 1273K<sup>1, 2)</sup>.

Stacking fault energy (SFE)	Low to Medium SFE	High SFE
Materials	Cu, Ni, $\gamma$ Fe, Fcc Stainless Steel	Al, Mg, $\alpha$ Fe Bcc Stainless Steel
(a) Dynamic restoration mechanism	Dynamic recrystallization (DRX)	Dynamic Recovery (DRV)

(b) Deformation Temperature ( $T/T_m$ )	1.0	Discontinuous DRX	Continuous DRX (under hot torsion and superplasticity)
	0.5	Continuous DRX under large strain deformation (e.g. ECAP, HPT, MAF, ARB, etc.)	
	0		

Fig. 2 (a) Dynamic restoration mechanisms operating under hot deformation of low to high stacking fault energy (SFE) materials. (b) Schematic illustration of the effect of temperature ( $T/T_m$ ) on various DRX processes operating in low to high SFE materials<sup>5)</sup>.

## 2 高温型動的再結晶

核生成と成長を伴う通常の(不連続)動的再結晶現象は、1980年代初頭には代表的復旧過程の一つとして認識され、これに関する幾つかの総説や解説が報告されている<sup>1-3,6)</sup>。その後得られた新知見の一つを紹介する。高温型動的再結晶は初期結晶粒組織に敏感に依存するが、それは核生成サイトがほとんどの場合粒界近傍に限られること、そこでは粒界の張り出し機構が優先的に働くことに関係するようである。Fig.3の模式図<sup>7)</sup>を用いて説明すると、多結晶体の高温変形下では粒界すべりまたは粒界せん断変形が働き易く、これに伴い粒界に沿って局所的に不均一なひずみ勾配が生じる。そこでは、回復に伴うサブグレイン境界の生成とそれに続いて粒界の凹凸化が優先的に生じる。この状態から粒界の張り出しが起これば、その臨界条件式は

$$\Delta E = 4K\gamma_B/L \dots\dots\dots(1)$$

と表されよう。ここで、 $\Delta E$ は単位体積あたりの隣接粒間のひずみエネルギー差 ( $J/m^3$ )、 $\gamma_B$ は粒界エネルギー ( $J/m^2$ )、 $L$ は張り出す部分の粒界長さ (m) である。静的再結晶粒の核形成に関するBaileyとHirshの条件式<sup>3)</sup>は $K=1$ であるのに対し、高温変形下では粒界の凹凸化の後で張り出し機構が働くので、 $0 < K < 1$ が必ず成立する<sup>7)</sup>。

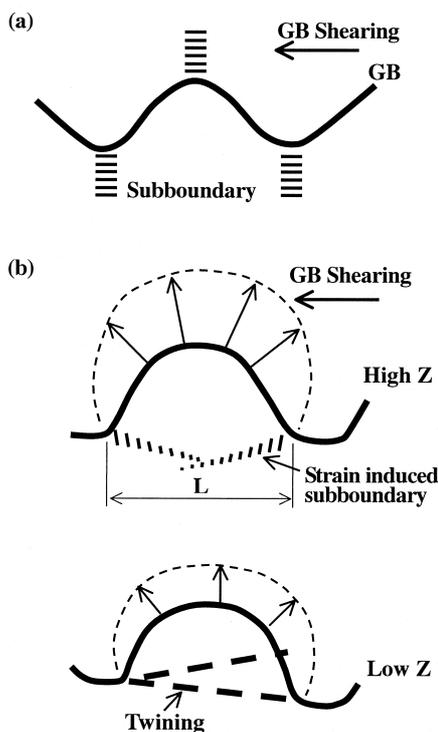


Fig. 3 Schematic representation of the nucleation of a dynamically recrystallized grain at high temperature<sup>7)</sup>.

また、粒界の張り出し中にも粒界すべりが局所的に生じると、張り出した領域での結晶回転が起こり、次式(2)で示す $Z$ の小さな変形では双晶が、 $Z$ の大きな変形では元の結晶粒界の延長線上に転位境界が生じる結果、新粒は元の結晶粒から分離され易くなる。高温変形に及ぼす温度 $T$ とひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ の影響は、次式の温度保証ひずみ速度 $Z$ を用いて整理解析されることが多い(ここで、 $Q$ と $R$ は定数である。)<sup>1,2)</sup>。

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp(Q/RT) \dots\dots\dots(2)$$

以上の2つの理由によって、結晶粒界は動的再結晶粒の最も有力な核形成サイトになると考えられる。粗大粒初期組織における動的再結晶下で特徴的に現れるネックレス再結晶でも同じ機構が働くと考えられる。微細粒から成るネックレス状再結晶領域内では粒界すべりが容易かつ頻繁に起こるので、それに伴い新結晶粒の回転とともに不均一ひずみが導入されて粒界張り出し機構が働く。

粒界近傍に生じるひずみ(または結晶方位)勾配を駆動力として新粒が成長するが、高ひずみ域ではひずみや初期結晶粒組織によらないある一定粒径 $D$ に近づく。高ひずみ域で存在する $D$ は変形応力 $\sigma$ の関数として、次式のように一義的に整理される<sup>1,2,6)</sup>。

$$\sigma = K \cdot D^{-N} \dots\dots\dots(3)$$

ここで、 $K$ と $N$ は実験定数であり、 $N$ は一般に0.7~0.8を示す(Fig.6参照)。式(2)の $Z$ の増加すなわち低温度または高速加工になるとともに一般に $\sigma$ が増加するので、式(3)に従えば、そこでは微細粒組織の生成が十分期待される。しかし、動的復旧過程や粒界すべりによる緩和過程が高区域では逆に起こりにくくなり、高温型動的再結晶の活動が困難になる。

## 3 低温型動的再結晶

材料に大ひずみ変形を加えることができれば、このような高 $Z$ 域でも微細粒組織が生じるとの研究結果が最近報告されるようになった。代表的な大ひずみ加工法として、側方押し出し加工(Equal Channel Angular Pressing, ECAP)や高静水圧下ねじり加工(Torsion under High Pressure, HPT)、多軸鍛造法(Multiaxial Forging, MAF)、繰り返し重ね接合圧延(Accumulative Roll Bonding, ARB)などが採用されている<sup>3,4)</sup>。304ステンレス鋼と銅に対してMAF法による大ひずみ加工を施す際の代表的な応力-ひずみ( $\sigma - \Sigma \epsilon$ )曲線をFig.4<sup>8,9)</sup>に示す。矩形形状試験片3辺の寸法比を1:1.22:1.5とし、加工パス毎に負荷方向を90°ずつ変えながらひずみ0.4を加えると、その寸法比は一定に保たれ何回でも繰り返し加工ができる。Fig.4の $\sigma - \epsilon$ 曲線の包絡線は、0.22~0.5 $T_m$ の低温域でも高ひずみ域で応力がほぼ一定とな

り定常状態に近い変形を示しており、これは変形中に動的回復が主に働くことを示唆する。除荷直前の応力と再負荷時の降伏応力がほぼ同じであることは、変形中断中に静的焼きなましはほとんど起こらないこと、したがって多軸加工下で生じる微視組織は蓄積ひずみの影響を強く受けると考えてよい。

変形とともに転位の運動と増殖によって転位密度が増加する際、各結晶粒間では隙間や重なりが生じないようにひずみの連続性を保つように微視的拘束条件を受けるため、中高ひずみになると種々の不均質変形組織が生じるようになる。すべり系の組み合わせと結晶回転による方位変化が局所領域で異なれば、そこでは結晶方位差が生じるようになる<sup>3, 4, 8, 9</sup>。それを緩和するように高密度転位壁 (Dense dislocation wall, DDW) やマイクロバンド (Microband) などの幾何学的に必要な転位境界 (Geometrically Necessary Boundary, GNB)<sup>10</sup> が生まれる。Fig.5は304ステンレス鋼と銅の結晶粒内に生じる全ての転位境界の方位差分布の変形に伴う変化をまとめて示したものである<sup>8, 9</sup>。方位差分布は変形初期には比較的低位差側でピークを示すが、変形とともに高方位差境界が占める割合は次第に増加し、中高ひずみ領域に入るに伴い20°以上の方位差を有する大角境界が多数形成される。しかし、その平均値は多結晶体焼なまし材における無秩序方位分布の平均値約41°には決して接近しない (Fig.5の破線参照)。

Fig.6は、304ステンレス鋼の冷間から高温加工の領域で生じるサブグレイン径 $d$ および動的結晶粒径 $D$ と変形応力との

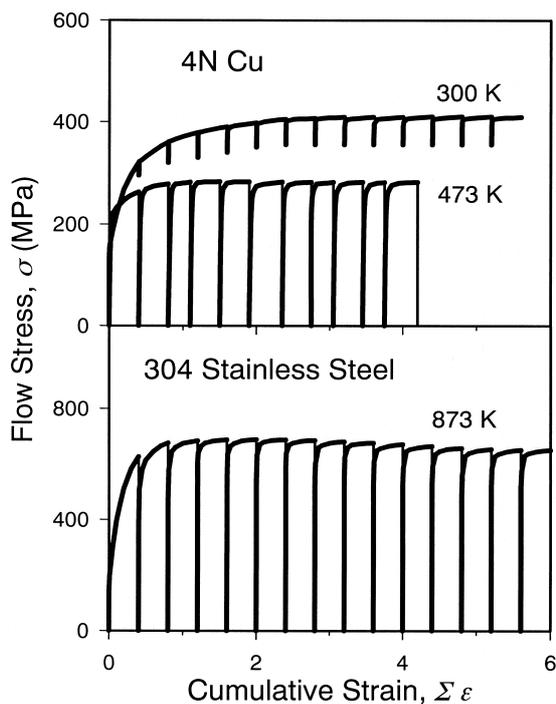


Fig. 4 Typical stress-cumulative strain ( $\sigma$ - $\Sigma\epsilon$ ) curves for a copper and a 304 stainless steel under multiaxial forging<sup>8, 9</sup>.

関係を示す<sup>11</sup>。温間および高温両加工域における $\sigma$ と $D$ との関係は明らかに異なる。 $\sigma < 300$  MPaの高温加工領域では、核生成と粒成長を伴う通常の不連続動的再結晶が起こる

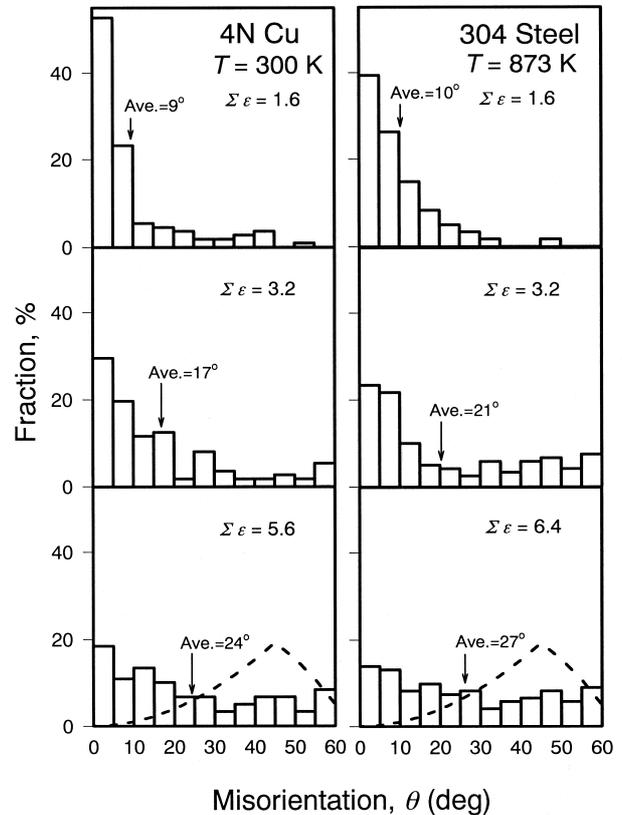


Fig. 5 Changes in the misorientation distribution of strain-induced (sub) grain boundaries with accumulated strain during warm deformation of a copper and a 304 stainless steel<sup>8, 9</sup>.

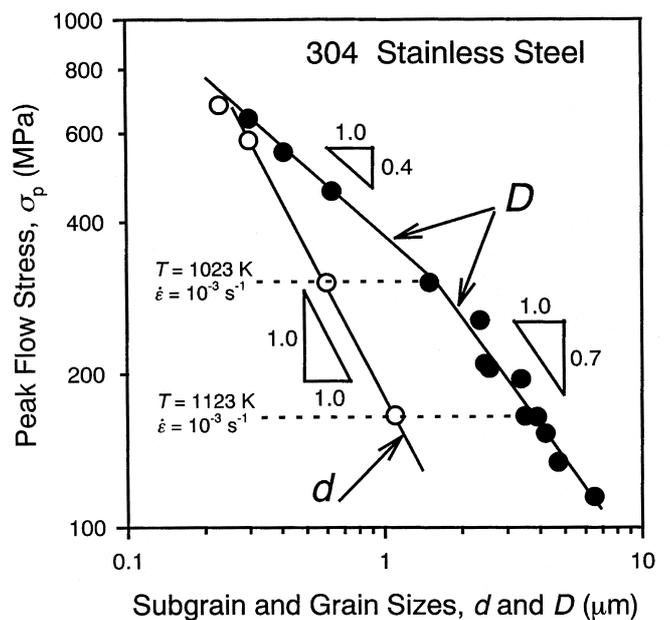


Fig. 6 Relationship between flow stress and dynamic grain or sub-grain size ( $D$  or  $d$ ) for a 304 stainless steel at a wide range of temperature<sup>11</sup>.

ので、Dはdよりもはるかに大となる。これに対し $\sigma > 300$  MPaとなる温間加工領域では、GNBが高密度に生成し、その近傍では回復が優先して生じる結果、GNBによる結晶粒の分割並びにその境界の大角化によってその場で新粒組織が生じるようになる。これは変形誘起による連続反応過程と考えられ、したがってこれを動的な連続再結晶またはその場再結晶としばしば呼んでいる<sup>8,9,11</sup>。

## 4 まとめ

これまでに概観し整理した再結晶現象をまとめると、再結晶とは、「塑性変形と加熱に伴う新粒の生成現象」を指し、次の2種類に大きく分けられる。すなわち、大角境界で囲まれ転位をほとんど含まない領域（再結晶核）が無秩序に生成し、その境界が長距離移動する、という2段階過程を経て新粒組織が生まれるのが、通常の再結晶または不連続再結晶である。それに対し、大ひずみ変形によって生じる種々の転位境界が変形と動的回復に伴い次第に大角化と局所的微小移動を起こし、やがて全領域で新粒組織が均質一様に生じるのが連続再結晶である。したがって後者は新粒の核生成のみが起こり、大角境界の長距離移動を伴わない1段階過程であると考えられる<sup>5,12</sup>。

本稿では、後者について少し詳しく紹介したが、変形帯と総称される不均質変形領域の形成とその境界に関しては系統的な研究はなされていない。微細粒形成の原因となる変形帯の生成条件とその境界の構造解析が今後重要になると考えら

れる。GNB以外にキンク帯やその境界である遷移帯<sup>13</sup>やマイクロシアバンド<sup>14</sup>境界が変形に伴い顕著な大角化を起こすことが指摘されている。ここで、単軸加工ではマイクロシアバンドがある一平面にだけ平行に生じると仮定した場合、多軸加工によって複数の変形帯が互いに交差することが可能となる(Fig.7)。この交差によって元の結晶粒内を微細かつ均一に分割し、したがって高ひずみ域でほぼ等軸の微細粒組織が生じる過程が低温型動的再結晶であると現在考えている。すなわち、多軸多段階加工法は微細粒組織の生成に最も有効な加工法かも知れない。

最後にこれまで研究をご指導下さった東京工業大学の故作井誠太名誉教授をはじめ諸先輩の先生方、McGill大学のJ. J. Jonas教授や鉄鋼協会「再結晶・集合組織」研究会のメンバー各位、並びに共同研究に参画頂きました三浦博己助教授、楊統躍助手と研究室の学生諸氏、それにポスドクフェローの方々に深甚の感謝を申し上げます。

### 参考文献

- 1) 酒井拓：日本金属学会会報，22 (1983)，1036.
- 2) T. Sakai and J.J. Jonas, *Acta Metallurgica*, 32 (1984), 189.
- 3) F.J. Humphreys and M. Hatherly. : *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, (1995)
- 4) R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev and I. V. Alexandrov : *Prog. Mater. Sci.*, 45 (2000), 103.
- 5) T. Sakai and J. J. Jonas : *Encyclopedia of Materials : Science and Technology*, Elsevier, (2001), 7079.
- 6) 酒井拓：鉄と鋼，81 (1995)，1.
- 7) 三浦博己，青山 洋，酒井 拓：日本金属学会誌，58 (1994)，267.
- 8) A. Belyakov, W. Gao, H. Miura and T. Sakai : *Metall. & Mater. Trans. A*, 29A (1998), 2957.
- 9) A. Belyakov, T. Sakai and H. Miura : *Mater. Trans., JIM*, 41 (2000), 476.
- 10) B. Bay, N. Haansen, D.A. Hughes and D. Kuhlmann-Wilsdorf : *Acta Metall.*, 40 (1992), 205.
- 11) A. Belyakov, K. Tsuzaki, H. Miura and T. Sakai : *Acta Materialia*, 51 (2003), 847.
- 12) 酒井拓：再結晶・集合組織とその組織制御への応用—再結晶研究の最前線，日本鉄鋼協会 (1999)，2.
- 13) X. Yang, H. Miura and T. Sakai, *Mater. Trans.*, 44 (2003), 197.
- 14) P. J. Hurley and F. J. Humphreys, *Acta Materialia*, 51 (2003), 1087.

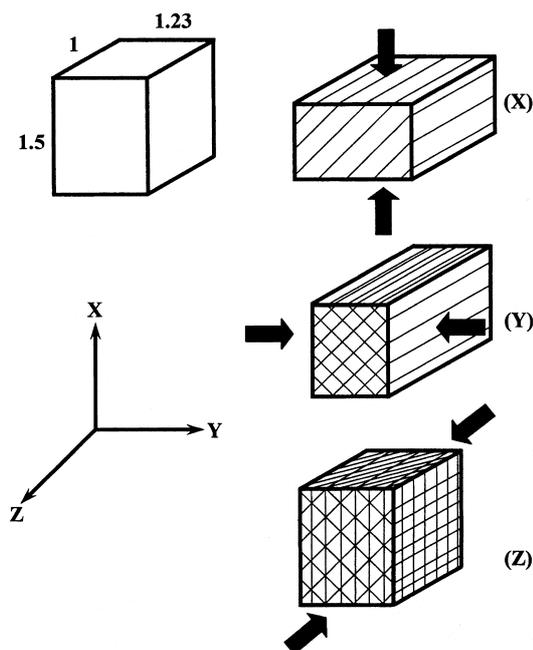


Fig. 7 Schematic illustration of the development of deformation band under multiaxial forging, when it is developed in a set of plane during uniaxial deformation.

(2003年4月15日受付)