



## 入門講座

鉄鋼材料における析出物の利用－5

# 析出と再結晶の相互作用

Interaction between Precipitation and Recrystallization

瀬沼武秀

Takehide Senuma

岡山大学

自然科学研究科

特任教授

## 1 はじめに

本連載講座の主題は析出であり、第5報の今回は析出と再結晶の相互作用について概説する。鉄鋼材料の再結晶は冷延鋼板の焼鈍時の再結晶と熱間圧延工程で起こる熱間再結晶がある。本報ではそれぞれの再結晶について紹介し、その際の再結晶と析出の関わりについて述べる。

## 2 冷延鋼板の焼鈍時の再結晶

本連載講座は鉄鋼材料の初学者を対象にしているとのことなので、まずは再結晶という現象について説明する。本節で取り上げている冷延鋼板の焼鈍時の再結晶とは冷延により材料内に蓄積された高いエネルギー状態が加熱されることで解放され、欠陥の少ない新しい結晶組織になることである。この場合、再結晶により結晶方位が変化する。再結晶前後の集合組織をそれぞれ圧延（冷延）集合組織ならびに再結晶集合組織という。また、結晶方位の変化を伴わない再結晶の前駆段階の欠陥の消滅現象を回復という。冷延によって付与されるエネルギーの大半は熱として消費されるため現場の高速冷延では板温が300℃以上になることもある。残りのエネルギーは材料内に形成された欠陥（転位や空孔）に蓄積される。これが回復・再結晶の駆動力になる。

図1は冷延率の増加に伴う加工組織の変化を示す<sup>1)</sup>。冷延の初期は臨界せん断応力に達したすべり系が活動し、変形が起こる (a)。変形が進むためには転位が増殖され次々にすべり面を移動して表面に抜けなければならない。同一すべり面で転位が増殖される機構としてフランク・リード機構やギルマン・ジョンストン機構が知られている。紙面の関係で転位論については言及できないので参考書<sup>24)</sup>を一読願いたい。加工度が増すことにより、タングルした転位はセルブロックと共に高密度転位壁を形成する (b)。さらなる加工度

の増加により転位下部組織はセル化が進む (c) ~ (e)。そして、さらに加工度を上げると (f) に見られるせん断帯が形成されることがある。このような転位下部組織の変化は材料内のエネルギー状態を自己緩和するように展開される。この図では転位の下部組織のみを示したが、らせん転位の切り合いや2本の刃状転位の消滅時に過剰空孔が生成し、材料内のエネルギー状態を高めている。

このような高いエネルギー状態の材料に熱を加えると熱的活性化過程により欠陥が動き、エネルギー状態を下げるために消滅していく。線欠陥である転位に比べて点欠陥の過剰空孔は熱的作用により動きやすく200℃程度の低温でも短時間で消滅する。

図2に温度上昇に伴う組織と一部の特性の変化を示す<sup>5)</sup>。この図に見られるように温度上昇により加工組織の中に新しい結晶粒が生じて硬さが顕著に下がる。これが再結晶である。では再結晶はどのように起こるのだろうか。それを理解するには前駆段階である回復で何が起きているかを知る必要がある。問題を単純化するためにセメントタイトなどの第2相が存在しない極低炭素鋼を例に説明する。

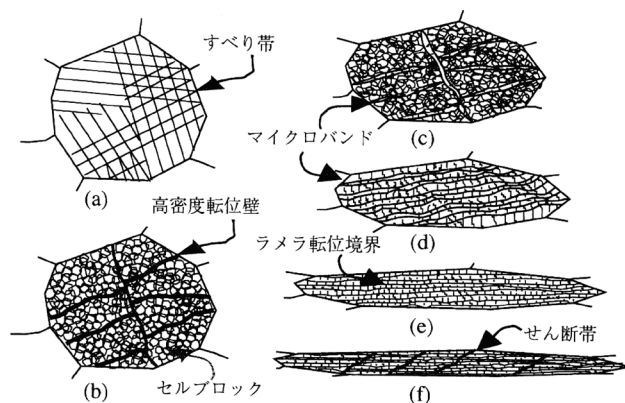
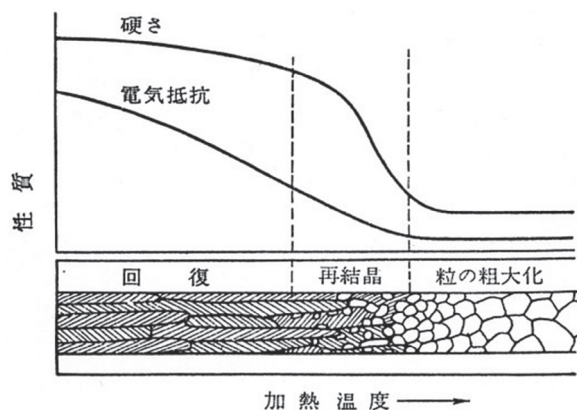


図1 冷延率の増加に伴う加工組織の変化<sup>1)</sup>

図2 温度上昇に伴う組織と特性の変化<sup>5)</sup>

極低炭素鋼を高い圧下率で冷延すると図1の (e) に見られるようなセル構造を示す。セルは図3 (a) に示すように高転位密度の壁に囲まれた構造で内部の転位密度は低い。セル壁内の転位は温度上昇に伴い回復により整理され、セルは図3 (b) に示す転位が整理された界面に囲まれたサブグレインに変化する。これが、再結晶が開始する前の極低炭素鋼の回復組織である。

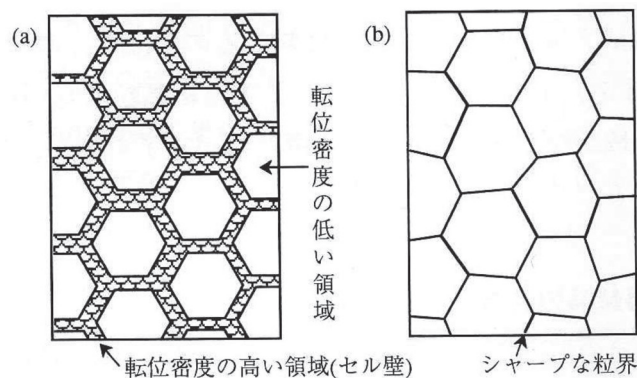
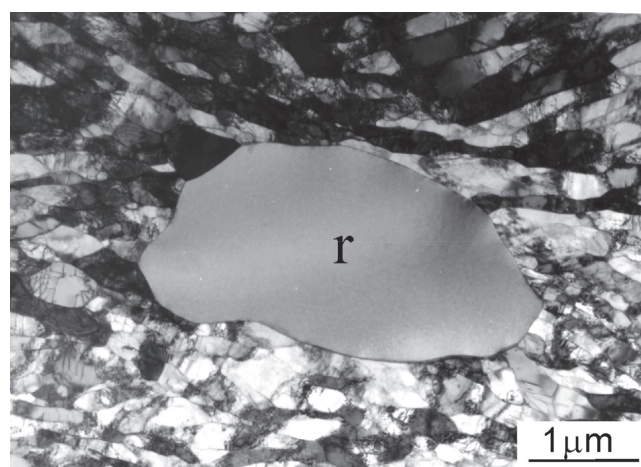
Humphreysは、このサブグレイン構造を前提に再結晶粒の成長速度の定式化を試みた<sup>6,7)</sup>。彼の考えは、ある条件を満たしたサブグレインが周りのサブグレインより高い成長速度を持つことにより異常粒成長を起こし、図4に見られるような再結晶粒になると仮定した。この考えは方向性電磁鋼板の1次再結晶組織から2次再結晶粒が成長する現象に酷似しており、Humphreysの再結晶モデルはHillert<sup>9)</sup>の異常粒成長理論をもとに牛神ら<sup>10)</sup>が開発した2次再結晶モデルのモディフィケーションに他ならない。

ここに、Humphreysの再結晶モデルを紹介する。界面律速時の界面の移動速度 $v$ は式 (1) のように表すことができる。界面律速とは鉄の原子が界面の片側から反対側に短距離の拡散をすることで界面が移動することを意味する。式 (1) の $M$ をモビリティ、 $\Delta G$ をドライビングフォースという。 $\Delta G$ は界面を動かす力に相当する。

Humphreysは再結晶粒になるサブグレインの成長速度を式 (2) で、そして周りのサブグレインの成長速度を式 (3) で表し、サブグレインの相対サイズの時間変化を表す式 (4) が正になるとサブグレインが異常粒成長を起こし、再結晶粒となると考えた。

$$v = M\Delta G \quad (1)$$

$$\frac{dR}{dt} = AM_r \left\{ \left( \frac{\bar{\gamma}}{\bar{R}} - \frac{\gamma}{R} \right) + \mu b^2 (\bar{\rho} - \rho) - \frac{3F_v \gamma_p}{d} \right\} \quad (2)$$

図3 セルとサブグレインの模式図<sup>1)</sup>図4 サブグレイン組織中の再結晶粒<sup>8)</sup>

$$\frac{d\bar{R}}{dt} = A\bar{M} \left( \frac{\bar{\gamma}}{4\bar{R}} - \frac{3F_v \gamma_p}{d} \right) \quad (3)$$

$$\frac{d}{dt} \left( \frac{R}{\bar{R}} \right) = \frac{1}{\bar{R}^2} \left( \bar{R} \frac{dR}{dt} - R \frac{d\bar{R}}{dt} \right) \quad (4)$$

ここで、 $A$ は定数、 $M_r$ 、 $\gamma$ 、 $R$ 、は再結晶粒になるサブグレインのモビリティ、界面エネルギー、半径を表し、 $\bar{M}$ 、 $\bar{\gamma}$ 、 $\bar{R}$ 、は周りのサブグレインのモビリティ、界面エネルギー、半径を表す。また、 $\rho$ は再結晶粒になるサブグレイン内に残存する転位密度、 $\bar{\rho}$ は周りのサブグレイン内に残存する転位密度で時間と共に回復により減少する。また、 $d$ は析出物粒子の直径、 $\gamma_p$ は析出物の界面エネルギー、 $F_v$ は析出物の分率である。式 (2) の右辺の第一項は界面エネルギーの総和を減らすことで粒成長を起こそうとする力、第二項はサブグレイン中に残存している転位密度差による駆動力、第三項は析出物が存在する場合、粒成長を妨げようと負に作用するピンニング力である。また、粒界に元素が偏析すると粒界が動くとき

にその元素が引きずられるソリュート・ドラッグ力が働く。これは力なので本来は式 (2)、(3) の右辺にマイナスの項として加えられるが、ソリュート・ドラッグ力が界面の移動速度に比例するという仮定の下ではモビリティの中で考慮することが多い<sup>11)</sup>。ソリュート・ドラッグ効果を考慮したモビリティは式 (5) によってあらわされる。 $M_0$ は偏析元素がない時の界面のモビリティであり、 $C_x$ は再結晶粒界に偏析する元素の添加量、 $\alpha$ は偏析の傾向を示す大きさであり、式 (6) で与えられる<sup>11)</sup>。

$$M = \frac{M_0}{1 + \alpha C_x M_0} \quad (5)$$

$$\alpha = \frac{\delta N_v (k_B T)^2}{E_b D} \left\{ \sinh \left( \frac{E_b}{k_B T} \right) - \frac{E_b}{k_B T} \right\} \quad (6)$$

ここで、 $\delta$ は粒界の厚み、 $N_v$ は単位体積当たりの原子の数、 $E_b$ は粒界偏析エネルギー、 $k_B$ はボルツマン係数、 $D$ は偏析元素の粒界拡散係数を示す。

これらの式を用いることにより、析出物形成元素が添加さ

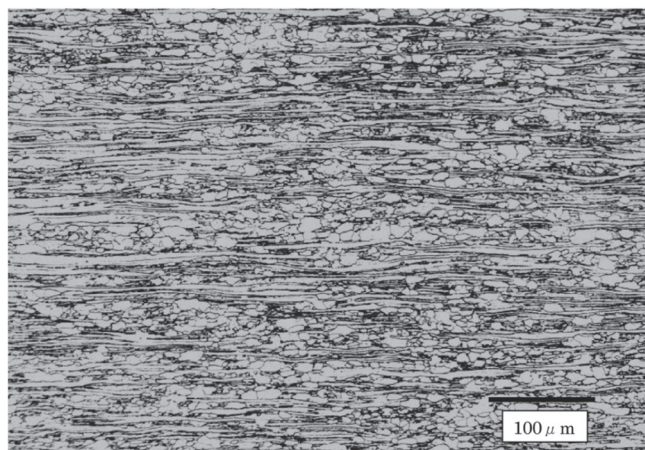
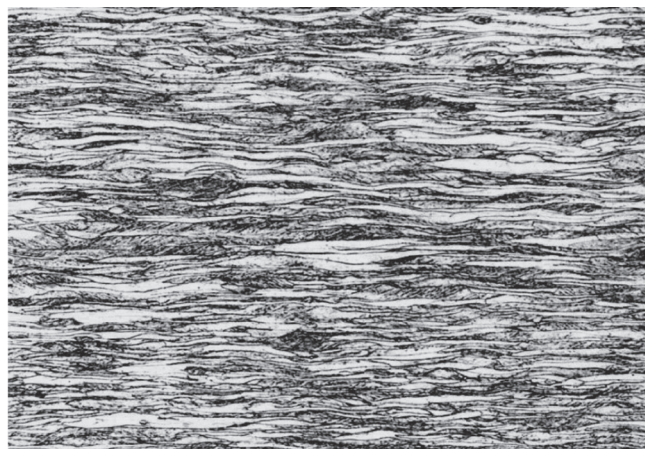


図5 極低炭素鋼の実材料の冷延組織と再結晶の初期組織

れた時の再結晶粒の成長速度に及ぼすこの元素の影響をピンニング力とソリュートドラッグ力に分けて検討することが出来る。そして、核生成・成長機構を仮定すると再結晶率は拡張体積率 $X_{ext}$ の概念を用いて式 (7) で表すことができる。

$$X = 1 - \exp(-X_{ext}) \quad (7)$$

$$X_{ext} = \frac{\pi}{3} N_{rex} G^3 t^4 \quad (8)$$

ここで、 $N_{rex}$ は単位体積当たりの再結晶のサイトの数である。

しかし、この式により単純化されたサブグレイン組織からの再結晶挙動は検討できるが、図5に示す複雑な加工組織を呈する実際の鋼板の再結晶挙動を予測するのは不可能である。

そこで、西谷ら<sup>12)</sup>は実際の冷延組織を図6に示す3つのタイプに単純化してそれぞれのタイプの加工粒に式 (2)、(3)、(5)、(6) を適用して極低炭素冷延鋼板の再結晶挙動に及ぼすTi添加の影響を検討できるモデルを作成した。

タイプ1の加工回復粒ではサブグレインが細かく、隣接サブグレイン同士の方角差が大きい。板面方位は図6に示すようにND//<111>近傍の方角で分散は小さいが、RD方向の方角の分散は大きい。このタイプの加工回復粒では再結晶は粒内の各所から起こり、再結晶方位はおおむねND//<111>である。

タイプ2の粒は粒内のサブグレインの大きさが粒界近傍と粒の内部で異なり、粒界近傍のサブグレインの大きさはタイプ1の粒にほぼ等しく、粒内部のサブグレインは後述するタイプ3の粒に比べれば小さいが比較的大きい。タイプ2の粒の再結晶は粒界近傍で始まり、粒内からの核生成は少なく、粒界近傍で生成した再結晶粒が粒内に成長していく場合が多い。

タイプ3の加工回復粒はサブグレインのサイズが大きく、隣接サブグレインの方角差は数度以内と極めて小さい。板面方位の分散は大きい、RD方向には<110>配向を示す結

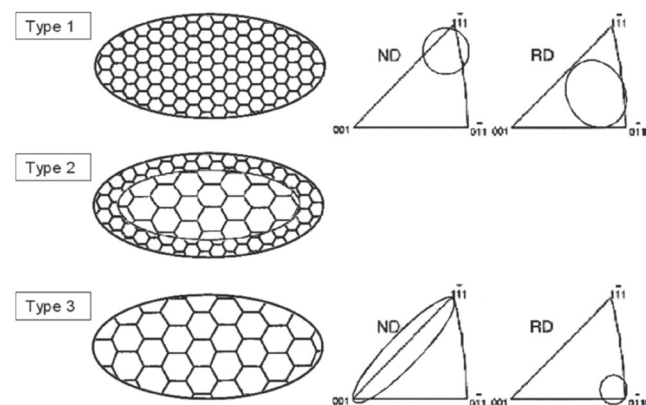


図6 各タイプの加工粒の特徴<sup>12)</sup>

晶学的特徴を有する。このタイプの粒は再結晶が起これにくく、図7に示すように<sup>13)</sup> 再結晶の終盤まで自ら核生成は起こさず、すでに再結晶した周辺の粒が蚕食することで加工回復粒が消滅する。

このようなタイプに分類したところ、Ti添加の有無にかかわらず80%の冷延を施した極低炭素鋼板の加工回復粒のタイプ1、2、3の比は約4:4:2の割合であった。

図8はTi無添加材について各タイプの計算モデル中の係数を合わせこむことで実測値に近い計算結果が得られたことを示す。この計算モデルを用いてTiを添加した時のピンニング効果ならびにソリュートドラッグ効果を検討した。詳細は文献を参照してもらうことにして、結論を述べると彼らはTi添加によるピンニング効果、ならびにソリュートドラッグ効果だけではTi添加による再結晶の遅延は説明できず、再結晶の前駆段階であるサブグレイの形成、すなわち回復がTiの存在により遅れたことがTi添加材の再結晶の遅延に繋がった可

能性を示した。しかしながら、回復に及ぼすTiのソリュートドラッグとピンニング効果の影響についての解析は行われていない。回復におけるソリュートドラッグとピンニング効果の定式化については次節の熱間再結晶のところで述べる。

以上、見てきたように析出物形成元素が添加された材料ではその固溶量と析出物の大きさと量を知ることで回復・再結晶に及ぼす影響を検討することができる。

### 3 熱延鋼板の焼鈍時の再結晶

図9は熱間加工によっておこる組織変化を模式的に示す。熱間再結晶と冷延材の焼鈍時の再結晶の大きな相違は前者では加工中に起こる動的回復が顕著で、場合によっては加工中に再結晶が起こる点である。この熱間加工中の再結晶は動的再結晶と呼ばれ、その結晶粒径が加工温度とひずみ速度の関数で表され、ひずみならびに初期粒径に大きく依存する静的

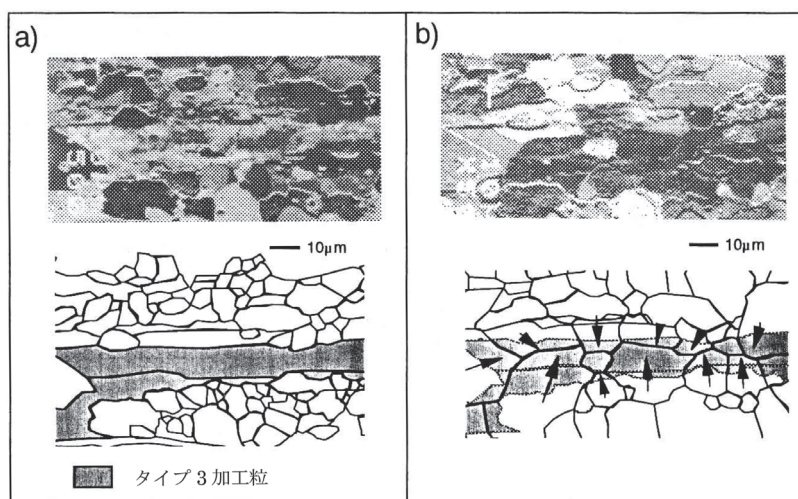


図7 タイプ3の加工粒の再結晶挙動<sup>13)</sup>

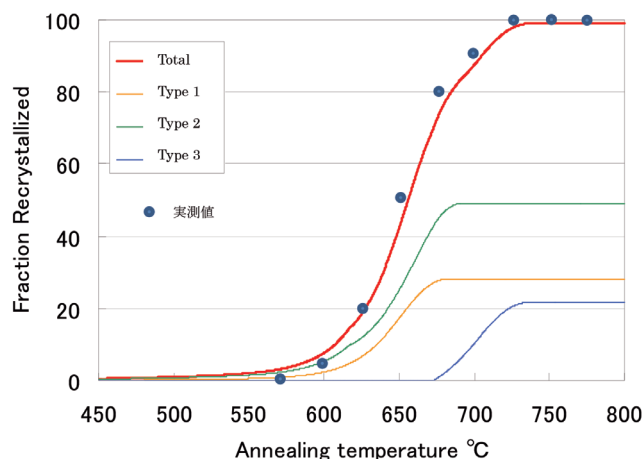


図8 実測値と計算結果の比較<sup>12)</sup>

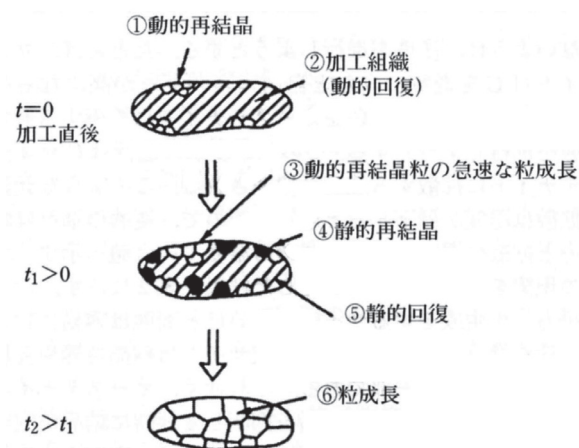


図9 熱間加工工程での組織変化の模式図

再結晶粒径の特徴と大きく異なる。熱間加工後の復旧過程も冷延材の回復・再結晶と異なる点がある。一つは動的再結晶を起こした粒のその後の成長である。動的再結晶粒は生成後、継続的に加工が加わるために粒内に再び転位が導入される。この転位を含んだ動的再結晶粒の加工後の成長挙動は静的再結晶粒のそれとは異なり、その挙動を準動的再結晶 (post dynamic recrystallization) と呼ぶこともある。動的再結晶ならびに準動的再結晶に関しては Sakai らの詳しい解説論文<sup>14)</sup>を参照されたい。

もう一つは冷延材では焼鈍工程においてセル組織からサブグレイン組織へと回復が進むが、熱間加工材では動的回復により転位の下部組織はすでにサブグレイン組織に近づいている点である。すなわち、冷延材の再結晶の前駆段階で起こる回復が加工時にすでにかなり進んでいると考えることができる。

さらなる相違点は熱間加工では再結晶が動的、静的を問わず、図10に模式的に示したバルジング機構で起こる場合が多い。これは熱間加工で形成されるサブグレインの大きさが比較的大きく、再結晶の駆動力になる式 (2) の右辺の第1項の粒界エネルギーの項が小さくなることで第2項が支配的になり、転位密度の低いサブグレインが最初に成長を始めるためと考えられる。冷延焼鈍材では冷延率が低い場合にバルジング機構での再結晶が観察される。

熱間静的再結晶に関しては析出物の生成が再結晶を顕著に抑制するという結果が図11<sup>15)</sup>に例を示すように多数報告されている。熱間再結晶に及ぼす析出物形成元素の影響の検討は制御圧延の研究で積極的に進められた。制御圧延とは熱間再結晶を遅延させ、未再結晶組織のオーステナイトを変態させることで微細なフェライト組織を得る組織制御技術である。制御圧延にはNbが効果的な元素であったため、Nb添加鋼において熱間再結晶挙動の研究が精力的に進められた。制御圧延は比較的低温で行われるため、一般に動的再結晶は起こらないため、対象になる再結晶は静的再結晶であった。

Kwon ら<sup>16)</sup>は、0.1% C-0.46% Si-1.6% Mn 鋼 (Nb を 0% と 0.042%

添加) を 1250℃ で溶体化処理した後に、900℃、1000℃、1100℃ でひずみ 0.3 の圧縮加工し、同温度で保持した時の再結晶の開始ならびに終了時間、そして加工の有無による NbCN の析出の開始時間を求めた。彼らは固溶 Nb により熱間静的再結晶の進行が時間的に一桁遅れることを示し、析出が開始するとさらに遅延が顕著になると報告している。図12は析出と熱間静的再結晶の関係を模式的に示す。この図で、 $R_s$ ,  $R_f$  は再結晶の開始および終了曲線であり、 $P_s$  は無加工材の析出開始曲線で  $P_s^D$  は加工材の析出開始曲線を意味する。Kwon らは再結晶が終了後に析出が起こる場合は無加工材の析出と同じ開始時間で起こると想定して図12を作成し

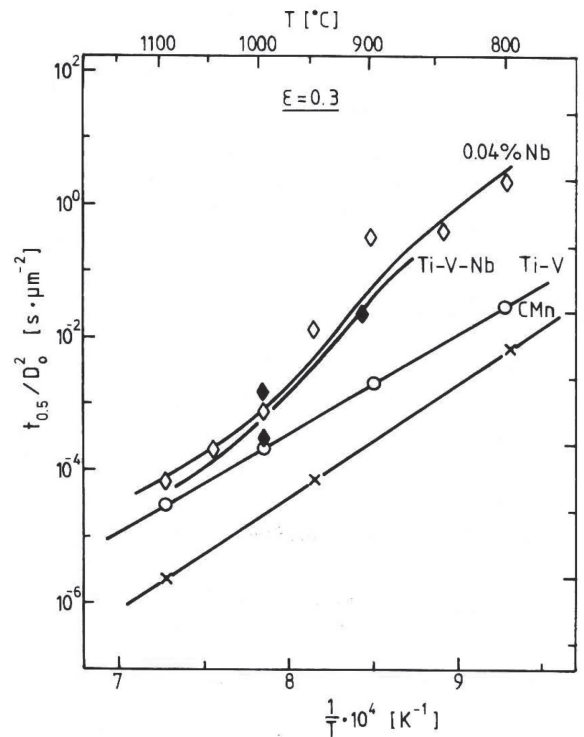


図11 再結晶挙動に及ぼす合金元素の影響<sup>15)</sup>

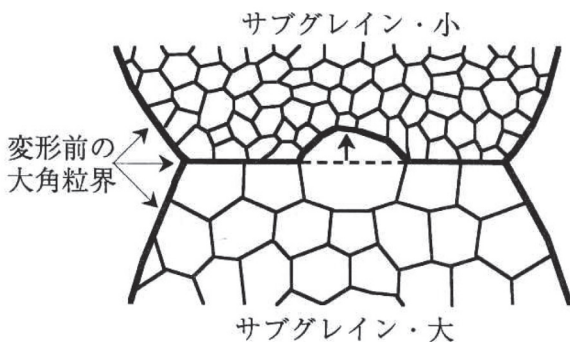


図10 バルジング機構による再結晶<sup>1)</sup>

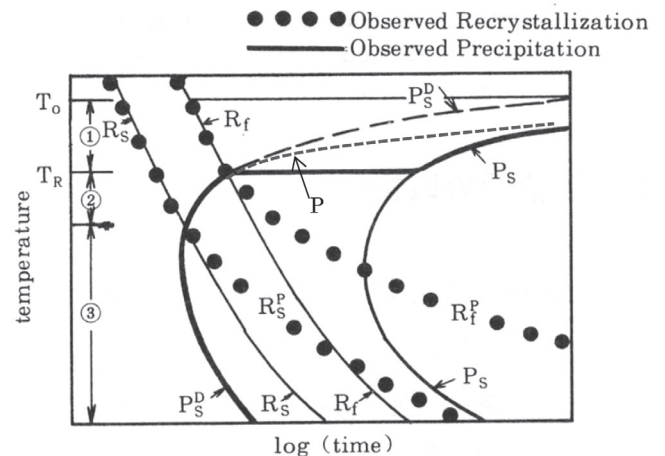


図12 再結晶と析出の相互作用を表す模式図<sup>16)</sup>

たが、実際は析出の駆動力がある中、加工によって析出のサイトとなる転位が導入されるため、再結晶が終了する前に析出の前駆段階が進み、実際の析出開始時間はPsではなく点線で示したPとなると考えるのが妥当である。この図が示すことは、①再結晶が起こる前に析出が起こると再結晶は顕著に遅延する。②加工されることで析出は促進される。③しかし、再結晶が起こると析出の促進は抑制される。Nbが析出すると固溶Nbは減少するが、再結晶の遅延は顕在化するというこの図が示す結果は熱間静的再結晶に及ぼす固溶Nbのソリュートドラッグの効果よりNbCNの析出によるピンニング効果の方が大きいことを示唆する。

Kwonらの報告では熱間静的再結晶に及ぼすNb添加の影響は定性的な議論に終わったが、吉江ら<sup>17-19)</sup>はNbを0%、0.01%、0.03%含む0.1% C-0.2% Si-1.37% Mn鋼を800℃、900℃、1000℃で加工して、その再結晶挙動を詳細に調査し、熱間静的再結晶に及ぼすNb添加の影響を定量的に検討できるモデルを作成した。実験結果を図13に示す。横軸のFvは単位長さあたりの転位の自己エネルギーに未再結晶部の転位密度を掛けた再結晶の駆動力を示す。この図が示すようにNb添加により熱間再結晶は顕著に遅延する。そのメカニズムを推測するために彼らは動的再結晶が起きていないとして、動的回復、静的回復、そして静的再結晶におよぼすNbの影響について固溶Nbと析出Nbの効果を分けて定量的に把握して定式化を行った。一例を示せば、静的回復による転位密度 $\rho$ の変化は式(9)の形で整理し、その中の係数bの中に式(10)が示すように固溶Nb、 $Nb^{sol}$ と析出Nb、 $Nb^{pre}$ の影響を考慮している。

$$\frac{d\rho}{dt} = -b(\rho - \rho_0)^n \dots\dots\dots (9)$$

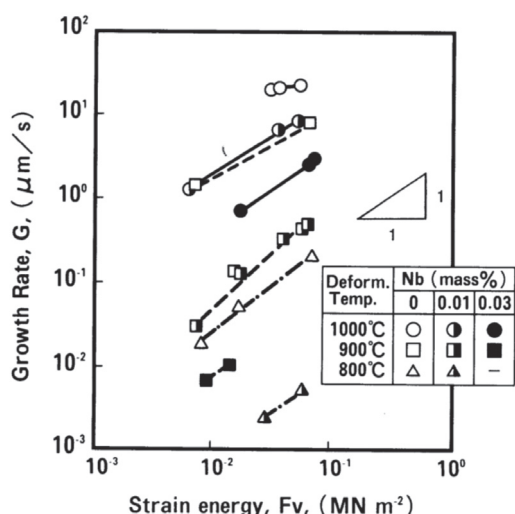


図13 熱間静的再結晶時の粒界移動速度に及ぼすNb添加量、加工温度、ひずみエネルギーの影響<sup>17)</sup>

$$b = b_0 \exp(A \times Nb^{sol} + B \times Nb^{pre}) \times D_\gamma^m \exp(-Q / RT) \dots\dots (10)$$

ここで、 $\rho_0$ は初期転位密度 ( $10^{12} \text{m}^{-2}$ )、 $n$ ,  $b_0$ ,  $A$ ,  $B$ ,  $m$ ,  $Q$ は定数、 $D_\gamma$ はNbのオーステナイト相での拡散係数、 $R$ はガス定数、 $T$ は温度である。

また、再結晶粒の成長速度 $G$ も  $\exp(C \times Nb^{sol} + D \times Nb^{pre} - E / T)$  の関数として整理することでNbの影響を考慮している。ここで、 $C$ ,  $D$ ,  $E$ は定数である。固溶と析出のNb量は赤松らのNbの析出モデル<sup>20)</sup>を用いて算出している。これらの定式化により熱間加工の組織変化に及ぼすNbの影響を固溶Nbと析出Nbに分離して解析することが可能になった。彼らの解析では析出Nbによる $G$ の抑制効果は固溶Nbによるそれよりやや大きいという結果となり、Kwonらの報告と一致する。これは熱間静的再結晶では再結晶の駆動力が比較的小さいためピンニング効果が顕著に表れ、ソリュートドラッグ力(この力は界面の移動速度依存性があり、固溶元素の拡散速度と界面の移動速度が近い時に大きくなるため、ある移動速度でピークを示す。移動速度が小さい時はドラッグ力は速度にほぼ比例する。)は界面の移動速度が比較的遅いため、ピンニング力ほどの効果がなかったためと推測される。

このように熱間の再結晶は界面移動に対するソリュートドラッグ力やピンニング力の効果によって遅延するほかに、固溶Nbや加工誘起により生成した析出物が転位を固着し、サブグレイン形成を遅らせることにより再結晶を遅延させることも考えられる。転位との相互作用について丸山ら<sup>21)</sup>は3D-APを用いて加工直後の組織の固溶Nbとナノサイズの加工誘起析出粒子の存在状態を明らかにすることを試みた。彼らの結果では加工誘起析出粒子の存在は確認できず、Nbは固溶状態で空孔ならびに転位との相互作用で動的回復を遅らせると結論づけた。しかし、加工後には加工により生成が促進された析出物が転位を固着することで静的回復の遅延が起こり、それに伴い再結晶が抑制されるのも事実であり、その現象の定式化については次のZurobらのモデルで述べる。

Zurobら<sup>22-25)</sup>は熱間再結晶を図14に示すように再結晶粒が粒界を覆うまでの核生成・成長の第1ステップとその後サイトサチュレーションの条件で粒界の再結晶粒が加工粒の内部に成長していく第2ステップによって進行すると想定し、以下のような仮定を置いて論文の発表ごとに進化させながら定式化している。ここでは骨子だけ述べるので、詳細は文献を参照されたい。

- ① 再結晶はバルジング機構によって加工粒の粒界に接するある特定のサブグレインの異常粒成長によって起こる。
- ② 臨界粒径は界面エネルギー $\gamma$ に比例し、駆動力 $G$ に反比例するとする式(11)で表すことが出来る。 $G$ は加工によって生じた再結晶の駆動力を $\rho\mu b^2/2$ とし、それに析出物の

ピンニング力を減じて、正味の駆動力を式 (12) のように表した。これによって再結晶挙動に及ぼす析出の影響を考慮した。ここで、 $\gamma$  は析出物の界面エネルギー、 $F_V$  は析出物の分率、 $R$  は析出物の大きさを示す。

$$r_c(t) = \frac{2\gamma}{G(t)} \quad (11)$$

$$G = \rho\mu b^2 / 2 - \frac{3\gamma_p F_V(t)}{R(t)} \quad (12)$$

③ 回復により再結晶の駆動力が減じるために臨界半径は時間と共に大きくなる。回復による転位密度の変化は2段加工時の応力の変化を媒介に式 (13)、(14)、(15) を用いて求めることが出来る。式 (13) の右辺第2項で回復に及ぼす析出物の影響を考慮している。すなわち、析出物でピン止められた転位は消滅することができないと仮定した。しかし、回復速度に及ぼす転位と固溶元素の相互作用の影響については考慮されていない。

$$\frac{d\sigma_D}{dt} = \left[ -\frac{64\sigma_D^2 v_d}{9M^3 \alpha^2 E} \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{\sigma_D V}{k_B T}\right) \right] \quad (13)$$

$$\left( 1 - \left( \frac{N(t)}{N_c(t)} \right) \right) N < N_c$$

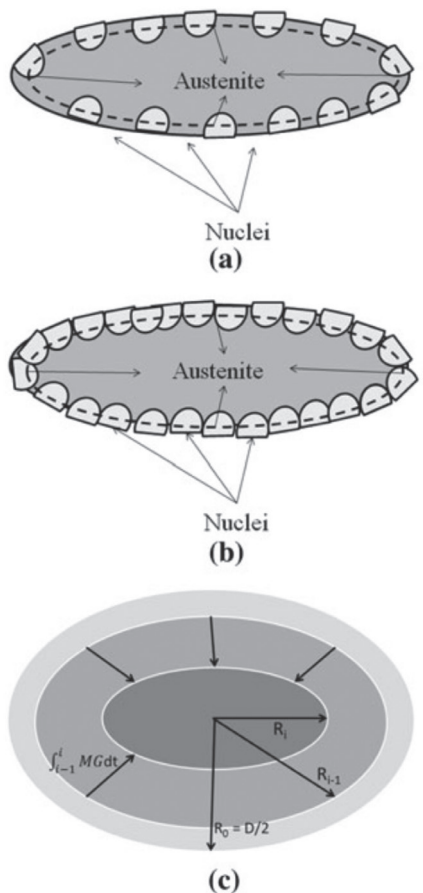


図14 熱間再結晶の進行のモデル化<sup>24)</sup>

$$\frac{d\sigma_D}{dt} = 0 \quad N > N_c \quad (14)$$

$$\sigma_D = \alpha M \mu b \sqrt{\rho} \quad (15)$$

ここで、 $v_d$  はDebye周波数、 $U$ 、 $V$  は回復過程の活性化エネルギーと活性化体積、 $E$  はYoung率、 $M$  はTaylor因子、 $\alpha$  は定数である。また、 $N$  は析出物の数、 $N_c$  は転位の節点で  $0.5\rho^{15}$  で近似している。 $U$  はオーステナイト中の自己拡散の活性化エネルギーで285KJ/mol、 $V$  は式 (16) で表される<sup>25)</sup>。ここで、 $b$  はバーガースベクトルの大きさである。

$$V = b^2 / (6.3\sqrt{\rho} + \frac{0.0042}{b} \sqrt{wt\%Nb_{sol}}) \quad (16)$$

④ 平均のサブグレインサイズは式 (17) で表す。

$$r(t) = r_0 + \int_0^t MG(t)dt \quad (17)$$

⑤ サブグレインのサイズ分布をRayleighの分布と仮定して、臨界粒径以上のサブグレインの分率  $f(t)$  を求め、それと核生成頻度の関係を定式化する。 $f(t)$  は式 (18) で示すことが出来る。ここで、 $\chi_c$  は式 (17) の平均粒径で無次元化した臨界半径である。

$$f(t) = \exp\left(-\frac{\pi\chi_c(t)^2}{4}\right) \quad (18)$$

⑥ 核生成頻度は式 (19) で求めることが出来る。ここで、 $S_v$  はオーステナイトの粒界面積、 $A_{nuc}$  は再結晶粒の平均断面面積、 $F_n(t)$  は粒界ゾーンで再結晶粒に覆われていない部分の比率を表す。このように核生成頻度は  $\chi_c$  を経由して、析出物の影響を受ける。

$$\frac{dN}{dt} = \frac{df}{dt} \frac{S_v}{A_{nuc}} F_n(t) \quad (19)$$

⑦ 粒界が再結晶粒で覆われるまでは核生成-成長で再結晶が進行する。再結晶粒 (異常粒成長を起こすサブグレイン) の成長速度  $v$  は式 (2) で求めることができるが、Rehmanらは別途新しい式も提案している<sup>25)</sup>。

⑧ 粒界が再結晶粒に覆われた後はサイトサチュレーションの条件で再結晶粒の粒内への成長 (成長速度  $v=MG$ ) を式 (5)、(6)、(12) を用いて求めている。

このようにして熱間静的再結晶挙動は析出物形成元素が添加された場合、析出物によるピンニング効果とソリュートドラグ効果を考慮して定式化されている。

紙面の関係で詳細は省略するが、Engbergら<sup>26)</sup>やBaecke<sup>27)</sup>も特定のサブグレインの異常粒成長が熱間再結晶のメカニズムであるという前提で析出物のピンニングやソリュートドラグ効果の再結晶挙動に及ぼす影響を定式化している。

動的再結晶に及ぼす析出物形成元素の影響は応力ひずみ曲

線のピーク応力を解析することで検討されている。動的再結晶が起こる臨界ひずみはピーク応力のひずみの0.7程度と推察されている<sup>28)</sup>。Weiss<sup>29)</sup>は種々の析出物形成元素を用いて動的再結晶挙動を調べ、Nbが特に動的再結晶を遅延すると報告している。動的再結晶挙動に及ぼす析出物形成元素の影響の解明で難しいのは、ひずみ速度や加工温度により加工誘起析出による析出物の量や大きさが異なり、それに伴いピンニング効果ならびにソリュートドラッグ効果が変化するためである。図15にWeissの実験結果を示す。溶体化状態の材料を冷却して高ひずみ速度で加工すると加工誘起析出が起きる時間がないため、動的再結晶の遅延はソリュートドラッグ効果だけによるものになる。ひずみ速度が遅くなると加工誘起析出により動的再結晶が遅延するが、ひずみ速度が極めて遅くなると加工中に析出物が成長し、ピンニング効果が低下する。すなわち、加工誘起析出物が微細に数多く生成するひずみ速度と加工温度の時に動的再結晶に及ぼす析出物形成元素の影響が最も顕在化する結果になる。

動的再結晶モデルに関してはCramらが上述したZurobらの静的再結晶モデルの考えをベースにモデルを開発している<sup>30)</sup>。その他にもモデルが提案されているので文献を参照されたい<sup>31,32)</sup>。

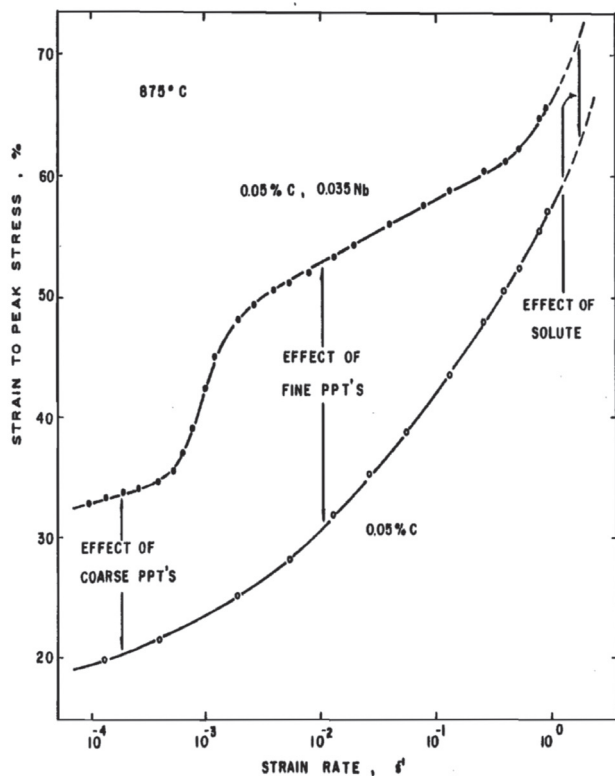


図15 動的再結晶に伴うピーク応力出現ひずみに及ぼすひずみ速度とNb添加の影響<sup>30)</sup>

## 4 温間再結晶

丸山ら<sup>33)</sup>は円筒形状(8mm径×12mm)のFe, Fe-0.09%Nb, Fe-0.18%Mo(at%)の成分からなる試験片を650℃、725℃あるいは800℃まで加熱し、ひずみ速度 $10\text{s}^{-1}$ で75%の熱間圧縮加工を行い、続いて等温で種々の時間保持し、その後ガス急冷することで様々な段階の再結晶状態を凍結し、再結晶に及ぼす添加元素の影響を検討した。図16がその結果で、Nbが再結晶を顕著に抑制することが見て取れる。彼らはその原因を究明するために3D-APを用いて粒界面の偏析状態を測定し、ソリュートドラッグ理論より推察される偏析状態と比較して再結晶の遅延はソリュートドラッグ効果によると推察した。2章で示した冷延材の再結晶の時のように再結晶の前駆段階であるサブグレイン組織の形成にこれらの元素が影響が顕在化しなかったのは温間加工材は動的回復が顕著に進むため、75%加工後にサブグレインがすでに形成されていて、冷延材ほど回復の進行に及ぼすこれらの元素の影響が現れなかった可能性が示唆される。

## 5 おわりに

以上に見てきたように、マイクロアロイ元素の添加は冷延材の再結晶も熱間加工工程での再結晶も顕著に遅らせる。こ

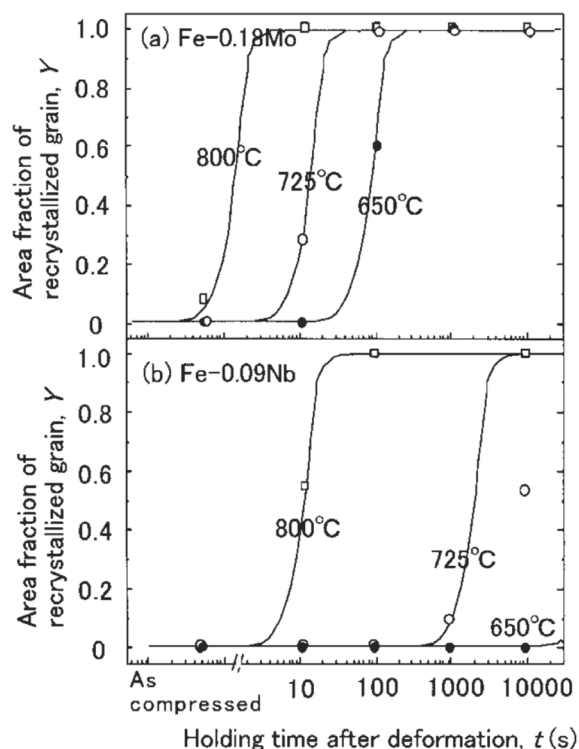


図16 工業用純鉄の温間再結晶に及ぼす0.18% Moと0.09% Nbの影響<sup>33)</sup>

の現象を定量的に評価するために、サブグレイン組織が形成される回復過程ならびに再結晶粒となるサブグレインの成長過程におけるピンニング効果とソリュート・ドラック効果を検討できるモデルが開発されている。これらのモデルを用いることで再結晶に及ぼす固溶および析出状態でのマイクロアロイ元素の影響を検討することができる。また、析出に及ぼす回復・再結晶の影響は析出のサイトとなる転位の密度の変化で考慮することができる。

このように析出と再結晶の間には密接な相互作用があり、これを理解することで最適な組織制御が可能になる。本報がその理解の深化に役に立てたならば嬉しく思う。

## 参考文献

- 1) 高木節雄, 津崎兼彰: 材料組織学, 朝倉書店, (2011)
- 2) 転位論, 日本金属学会編, (1971)
- 3) 幸田成康: 金属物理学序論, コロナ社, (1983)
- 4) 加藤雅治: 入門転位論, 裳華房, (1999)
- 5) 須藤一, 田村今男, 西沢泰二: 金属組織学, 丸善, (1972)
- 6) F.J.Humphreys: *Acta Mater.*, 45 (1997), 4231.
- 7) F.J.Humphreys: *Acta Mater.*, 45 (1997), 5031.
- 8) 牧正志: 鉄鋼の組織制御, 内田老鶴圃, (2015)
- 9) M.Hillert: *Acta Metall.*, 13 (1965), 227.
- 10) Y.Ushigami, Y.Suga, N.Takahashi, K.Kawasaki, Y.Chikaura and H.Kii: *J. Mater. Eng.*, 13 (1991), 113.
- 11) J.W.Cahn: *Acta Metall.*, 10 (1962), 789.
- 12) 西谷宗剛, 平元貴文, 竹元嘉利, 瀬沼武秀: 鉄と鋼, 97 (2011), 238.
- 13) N.Hashimoto, N.Yoshinaga and T.Senuma: *ISIJ Int.*, 38 (1998), 617.
- 14) T.Sakai, A.Belyakov, R.Kaibyshev, H.Miura and J.J.Jonas: *Progress in Materials Science*, 60 (2014), 130.
- 15) T.Siwecki: *ISIJ Int.*, 32 (1992), 368.
- 16) O.Kwon and A.J.DeArdo: *Acta Metall. Mater.*, 39 (1991), 529.
- 17) 吉江淳彦, 藤田崇史, 藤岡政昭, 岡本健太郎, 森川博文: 鉄と鋼, 80 (1994), 908.
- 18) 吉江淳彦, 藤田崇史, 藤岡政昭, 岡本健太郎, 森川博文: 鉄と鋼, 80 (1994), 914.
- 19) 吉江淳彦, 藤田崇史, 藤岡政昭, 岡本健太郎, 森川博文, 間瀬秀里: 鉄と鋼, 80 (1994) 920.
- 20) 赤松聡, 松村義一, 瀬沼武秀, 矢田浩, 石川信二: 鉄と鋼, 75 (1989), 933.
- 21) 丸山直紀, 植森龍治, 寺田好男, 為広博: 日本金属学会誌, 60 (1996), 1051.
- 22) H.S.Zurob, C.R.Hutchinson and G.Purdy: *Acta Mater.*, 50 (2002), 3075.
- 23) H.S.Zurob, Y.Brechet and J.Dunlop: *Acta Mater.*, 54 (2006), 3983.
- 24) K.Rehman and H.S.Zurob: *Metall. Mater. Trans. A*, 44 (2013), 1862.
- 25) K.Rehman and H.S.Zurob: *Materials Science Forum*, 753 (2013), 417.
- 26) G.Engberg and L.Lissel: *Steel Research Int.*, 79 (2008), 47.
- 27) L.Baecke: *ISIJ Int.*, 50 (2010), 239.
- 28) C.M.Sellars: *Sheffield Int. Conf. on Working and Forming Processes*, (1979), 3.
- 29) I.Weiss: *Dissertation*, McGill University, (1978)
- 30) D.G.Cram, H.S.Zurob, Y.J.M.Brechet and C.R.Hutchinson: *Acta Mater.*, 57 (2009), 5218.
- 31) S.Wang, M.Zhang, H.Wu and B.Yang: *Materials Characterization*, 118 (2017), 92.
- 32) L.Maire, B.Scholtes, C.Moussa, N.Bozzolo, D.P.Muñoz, A.Settefrati and M.Bernacki: *HAL archives-ouvertes*, <https://hal-mines-paristech.archives-ouvertes.fr/hal-01573836>
- 33) 丸山直紀, G.D.W.Smith: 新日鉄技報, 381 (2004), 31.

(2019年5月15日受付)