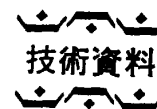


## 熱間加工における再結晶



大内 千秋\*

## Recrystallization in Hot Working

Chiaki OUCHI

## 1. はじめに

鉄鋼の熱間加工における再結晶挙動は、(イ)熱間圧延工程での加工熱処理による組織の微細化と諸特性の向上、(ロ)圧延変形抵抗、(ハ)熱間加工性、などと直接関連しており、熱間加工に付随した最も重要な金属学的現象である<sup>1)</sup>。特に最近 20 年間では、制御圧延技術の工業的な展開を背景に、低炭素鋼や HSLA 鋼のオーステナイトの再結晶に関するぼう大な研究が欧米や日本で行われてきた。この 10 年間に米国で開催された制御圧延や微量元素、オーステナイトの再結晶に関連した国際会議だけでも数回 (1975<sup>2)</sup>, 1976<sup>3)</sup>, 1981<sup>4)</sup>, 1983<sup>5)</sup> 年に及ぶ。

ところで、熱間加工における再結晶は冷間加工-焼鈍プロセスでの再結晶とはかならずしも同一ではない。熱間加工直後の加工組織が動的復旧過程を経ていること、加工とその後の静的回復や再結晶が連続的な過程として生じること、あるいは静的再結晶の kinetics や再結晶粒径を支配する因子、などは冷間加工後の再結晶とは異なる点である。また鉄鋼の場合には、冷間加工後の再結晶の研究の多くがフェライトを対象に行われてきたのに対して、熱間加工の場合にはオーステナイトが主体である点も異なる。特に制御圧延においては、Nb や Ti などの微量元素がオーステナイト ( $\gamma$ ) の静的再結晶を著しく遅滞させる機構や、これら炭、窒化物の析出挙動と再結晶の関連など、より基礎的な面からの理解を重視した研究が行われてきた。

本稿ではこの分野での極めて多数に及ぶ研究の中から、特に基礎的な面からの理解が重視され、また議論がかわされている現象や機構についての研究に絞り、その集約と整理を行う。前半では動的復旧過程とその静的回復、再結晶への影響及び熱間加工直後の静的再結晶とその研究手法について、また後半では  $\gamma$  の静的再結晶に及ぼす合金元素の影響、特に微量元素の再結晶抑制機構 (析出と再結晶の関連)、さらには工業的にも重要な再結晶粒径の微細化とその支配因子、などについて、最近の

研究報告の集約を著者の見解を含めて行う。

## 2. 熱間加工での再結晶の特長

## 2.1 熱間加工における動的復旧過程

金属学的な熱間加工の定義は、「金属、合金の再結晶温度以上での加工」とされてきた。しかし制御圧延では微量元素の添加により  $\gamma$  の再結晶温度を上昇させ、未再結晶  $\gamma$  域での意図した圧延が行われており、上記の熱間加工の定義は適用しえない。これに対して高温変形の観点からの熱間加工は、しばしば金属、合金の融点 ( $T_M$ ) に対する加工温度 ( $T$ ) の比 ( $T/T_M$ ) が 0.55 ~ 0.60 以上の温度領域での加工とされる。Fig. 1 には 18-8 ステンレス鋼の変形応力 ( $\epsilon=0.2$ ) の歪み速度 ( $\dot{\epsilon}$ )

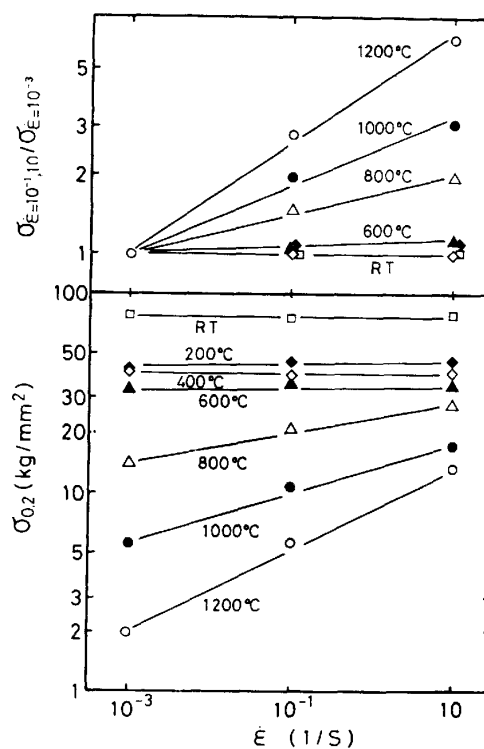


Fig. 1. Effect of strain rate on flow stress of 18-8 stainless steel. ( $\epsilon=0.2$ )

昭和 59 年 3 月 12 日受付 (Received Mar. 12, 1984) (依頼技術資料)

\* 日本鋼管(株)中央研究所 (Technical Research Center, Nippon Kokan K. K., 1-1 Minamiwatarida-cho Kawasaki-ku Kawasaki 210)

依存性を常温から 1200°C の温度域で示している。歪み速度が  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  から  $10 \text{ s}^{-1}$  まで変化した時の変形応力の増大は、冷間から温間加工の温度領域 (600°C 以下) では高々数%以下である。これに対して、800°C 以上ではこの比は 2 倍から数倍になる。このように変形応力が顕著な歪み速度依存性を示すのが熱間加工の特長であり、冷間加工との基本的な相違である。

熱間加工における回復、再結晶には動的及び静的復旧過程の両方が含まれる。動的復旧過程は熱間加工特有であり、その割合は加工条件 (歪み, 歪み速度, 温度) により広範囲に変化する。1960 年代に欧州の研究者により開始された高温変形挙動の研究<sup>6)</sup>は、歪み速度可変の各種熱間加工装置により、真応力-真歪み曲線の把握や動的復旧組織の観察が行われてきた。これらの研究により明確になつてきたことは、(イ)鉄鋼の場合、オーステナイトの加工では動的再結晶型に、フェライトでは動的回復型、の挙動を示す、(ロ)加工組織の下部組織は変形応力に対応して変化する、などの点である。熱間加工時の変形応力が  $\epsilon, \dot{\epsilon}, T$  に強く依存することから、熱間加工後の静的再結晶挙動もこれらの加工因子に強く影響されることになる<sup>7)~9)</sup>。また動的復旧過程の定常応力変形に至る歪みでは、加工組織 (動的再結晶粒径, subgrain 粒径あるいは転位密度) が歪みに依存しなくなるために、加工後の静的再結晶の kinetics も歪みには依存しなくなる<sup>7)</sup>。これらの諸点は、冷間加工後の再結晶が主として加工歪みに支配され、また歪み速度の影響が著しく小さい事実と異なる点である。

オーステナイトが動的再結晶型の金属、合金に属することから、熱間圧延で動的再結晶が生じうる可能性についての議論がなされてきた<sup>10)~14)16)17)</sup>。動的再結晶が S-S 曲線のピーク応力に対応する歪み ( $\epsilon_p$ ) の直前で開始すること、また  $\epsilon_p$  の値が  $\dot{\epsilon}$  や Z 値の増大に伴い著しく大きくなる (Fig. 2), などは一般的に観察されてい

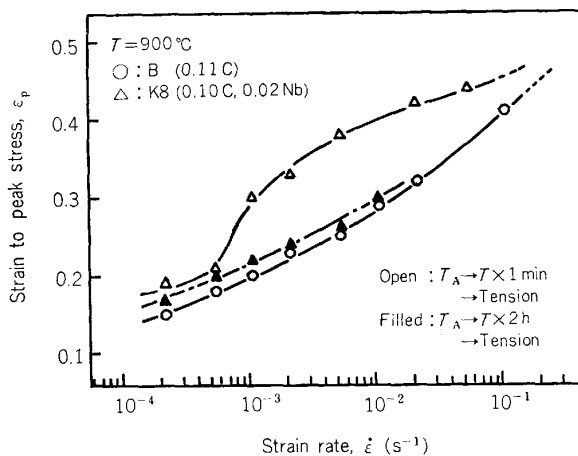


Fig. 2. Relation between strain to peak stress and strain rate at 900°C for a plain C steel and a Nb containing steel<sup>15)</sup>.

る<sup>12)14)~16)</sup>。実際の厚板やホットストリップミルでの加工条件は、高歪み速度 ( $\dot{\epsilon} \geq 5 \text{ s}^{-1}$ )、軽パス圧下率 ( $\epsilon \leq 0.40$ ) であり、各パスごとの圧下では  $\epsilon_p$  まで至らないことは Fig. 2 から明らかである。TEGART<sup>13)</sup>やSELLARS<sup>12)</sup>が指摘しているように、動的再結晶が生じうる熱間加工プロセスは、1パスでの大圧下加工を特長とする熱間押しや遊星ミルなどに限定される。これに対して、DEARDO<sup>10)</sup>や矢田ら<sup>17)</sup>は厚板や棒線ミルでの動的再結晶の可能性を報告している。

## 2.2 動的回復組織からの静的回復、再結晶

熱間加工でオーステナイトが動的再結晶の開始に至らない場合でも、その加工組織は動的回復を経ている。このような加工組織からの静的回復の進展と再結晶核形成の機構の組織学的な研究は数少ない。この原因は炭素鋼や HSLA 鋼の加工オーステナイトが  $\gamma$ - $\alpha$  変態を経るために、微視組織を含めた詳細な検討が困難なためである。しかし、HSLA 鋼の熱間圧延後の静的再結晶核が  $\gamma$  粒界、特にその三重点から優先的に生成することは多くの報告で一致している。再結晶核の形成機構として、粒界の bulging, subgrain の合体、粒界移動などが提唱されてきたが、熱間圧延後の  $\gamma$  の再結晶において小指<sup>18)</sup>、HANSEN<sup>19)</sup>らは粒界の bulging による核形成を観察している。また、粒界が細かい serration を生じることも見い出され<sup>19)</sup>、HANSEN らは再結晶核形成の初期段階と考えている。さらに、双晶境界や加工  $\gamma$  組織の粒内に形成される変形帯も、再結晶核の生成サイトになることが報告されている<sup>18)~20)</sup>。

静的回復から再結晶核形成過程の下部組織の変化を調査するために、オーステナイト鋼やフェライト鋼を用いた研究が行われている。小指ら<sup>21)</sup>はステンレス鋼を用いて、熱間圧延後の恒温保持に伴う回復、再結晶の進展を電子顕微鏡観察により詳細に調査し、HSLA 鋼の場合と同様な再結晶核形成サイトを確認している。また、動的回復を経た加工組織はセル構造であり、加工後の回復過程での下部組織の顕著な変化はなく、一定の潜伏時間後、粒界ないしはその近傍のセル構造から再結晶核が形成している。潜伏期間中の回復の進展 (転位の再配列や消滅) は余りなく、硬度変化も極めて少ない。

一方、著者ら<sup>9)</sup>はフェライト単相鋼である 1.8%Al 鋼を熱間圧縮加工し、その後の静的復旧過程の調査を干渉顕微鏡や電顕観察により行つた。加工直後の動的回復組織は等軸性の高い明瞭な subgrain 組織であり、その粒径は Z 値が大きいくほど細くなる。加工後の恒温保持時間とともに subgrain は連続的に成長、粗大化を示し (Fig. 3), やがて粒界近傍の subgrain が合体し、再結晶核が形成される。すなわち、オーステナイトの場合と異なり、潜伏期間中の下部組織の変化は著しく、また再結晶核は粒界近傍の subgrain の合体に基づいており、粒界の bulging は観察されない。このようなオーステ

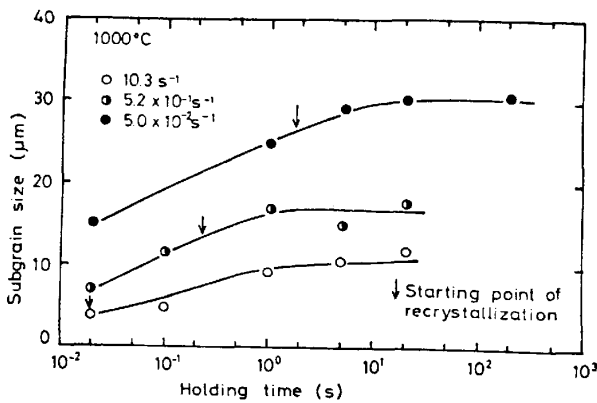


Fig. 3. Change of subgrain size with holding time. Arrow marks indicate the holding time when the first new recrystallized grain is formed<sup>9)</sup>.

ナイトとフェライトでの動的復旧組織と加工後の静的復旧過程での微視組織変化の相違は、両鋼での積層欠陥エネルギー (SFE) の大きな差に基づいていると考えられる。すなわち、フェライト鋼での高い SFE は、動的復旧過程では転位の cross slip や climb が顕著に生じ、subgrain 形成が促進した静的回復過程でも転位の消滅、ポリゴン化が容易に進展、subgrain の成長とその合体による再結晶核形成が生じると推察される。

### 3. 熱間加工直後の静的回復、再結晶 kinetics

#### 3.1 研究手法と実験装置

熱間加工後の静的再結晶の kinetics を支配する主要因子には、温度、加工歪み、歪み速度などの加工条件と、合金元素や析出粒子、初期粒径などの金相因子が含まれる。従つて、熱間加工における再結晶を検討する場合には、実際の熱間加工プロセスの加工条件を踏まえておくことが重要となる。工業的な熱間圧延プロセスの多くは、前述のように、高歪み速度で軽圧下率の多パス圧延であり、また全圧延時間も 1 min から数分以内である。多パス圧延時のパス間時間は、厚板ミルで 4~15 s、ホットストリップミルや棒線ミルの仕上げスタンドでは 0.01~1 s であり、熱間加工での静的再結晶を検討するためには、加工後極めて短時間で生じる静的復旧過程を把握することが必要となる。

熱間加工後の再結晶 kinetics の研究手法として、熱間加工-恒温保持-水焼入れによる組織観察に基づく方法が一般的に行われてきた。しかし本法では、(イ) 1 s 以下の極短時間での再結晶 kinetics の研究、(ロ) 動的と静的復旧過程の厳密な分離、(ハ) 焼入性の低い鋼種でのオーステナイトの再結晶挙動の検討、などが実際上不可能であった。一方、1960 年代後半から欧米では、機械試験法による静的再結晶の研究手法が考案された。これは加工間時間を制御した断続的な多段加工時の真応力-真歪み曲線による変形応力の変化から静的復旧の進展度を把

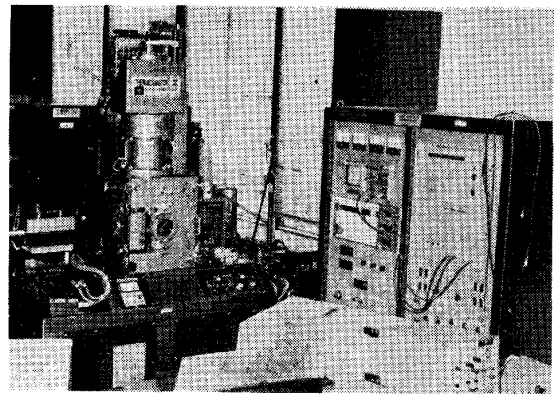


Photo. 1. Appearance of hot deformation equipment.

握する方法である。1968 年に CHILDS ら<sup>22)23)</sup>がグリーンブル試験機により、軟鋼と Nb 添加での  $\gamma$  の再結晶を本手法で検討したのを手始めに、その後、CORDEA<sup>24)</sup>、EVANS<sup>25)</sup>、PETKOVIC<sup>26)</sup>、MCQUEEN<sup>27)</sup>などが各々引張り、圧縮、振り試験機を用いて本手法による研究を報告してきた。機械試験法による静的復旧過程の研究では、組織観察法のかかえる前述の問題点が解決できたため、熱間加工における再結晶の基礎的研究に大きな寄与をすると同時に、圧延変形抵抗の歪み累積効果の把握<sup>28)29)</sup>などにも本法が活用されてきた。最近では、平面歪み圧縮加工の採用や計算機による装置の自動化とデータ処理機能の付与、超高歪み速度変形が可能な装置、あるいは大型の熱間加工シミュレーター、などが欧米や日本で開発、使用されてきている<sup>30)~34)</sup>。Photo. 1 は著者らが使用している最大荷重が 5 t の熱間加工装置の外観を示す<sup>14)</sup>。本装置では、(イ) 圧縮、引張りの両試験が歪み速度  $10^{-4}$ ~ $40 \text{ s}^{-1}$  の範囲で可能、(ロ) 8 段までの断続多段加工、その圧下間最小保持時間が 15 ms、(ハ) 真空高周波加熱で、加工後のその場急冷が可能 (加工終了から急冷開始までの遅延時間は 10 ms 以下)、(ニ) 加工後の CCT 曲線の作製が可能、などの機能を有している。

#### 3.2 熱間加工直後の静的復旧の kinetics

機械試験法による静的復旧の進展は、次式で示される軟化度 ( $X_s$ ) により把握される。

$$X_s = \frac{\sigma_m - \sigma_2}{\sigma_m - \sigma_1} \dots \dots \dots (1)$$

$\sigma_1, \sigma_m$  は各々、一段目の加工時の降伏応力と変形中断時の歪み  $\epsilon$  での変形応力、 $\sigma_2$  は二段目加工時の降伏応力である。DJAIC ら<sup>35)36)</sup>は炭素鋼を比較的低歪み速度で加工した時の軟化曲線 (圧下間保持時間に伴う  $X_s$  の変化) を、加工歪み ( $\sigma_m$ ) を連続的に変化させて調査した。その結果、Fig. 4 に模式的に示すように、静的復旧過程が歪み量により、(イ) 回復のみによる (再結晶の臨界歪み以下)、(ロ) 回復-再結晶に基づく ( $\epsilon_p$  以下)、(ハ) metadynamic recrystallization による ( $\epsilon_p$  以上)、の三領域に分けられることを報告している。動的再結晶の

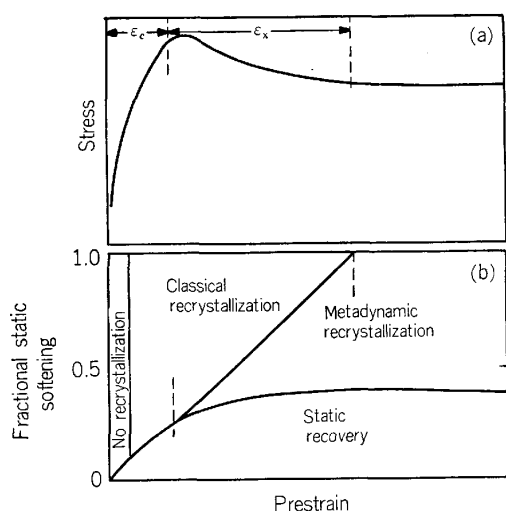


Fig. 4. Schematic representation of (a) relationship between stress/strain behaviour during deformation, and (b) mechanisms of static softening that take place after deformation. After DJAJIC and JONAS<sup>36)</sup>.

開始の歪み ( $\epsilon_p$ ) 以上の加工で生じる metadynamic recrystallization は、加工中に再結晶核が形成しているために、静的再結晶にみられるような潜伏期間が存在しないとされている。しかし、その後この再結晶に関する組織学的な検討はほとんど報告されておらず、この静的復旧過程の存在の確認は今後の課題である<sup>†</sup>。

熱間圧延を前提にした加工条件での軟化曲線は回復、再結晶の進展に基づいている。Fig. 5 は C, Mn 量の異なる鋼を  $900^\circ\text{C}$  で  $\dot{\epsilon}=10\text{ s}^{-1}$ ,  $\epsilon=0.25$  の条件で加工した時の軟化曲線を 1 s 以下の保持時間を含めて調査した例である<sup>37)</sup>。  $X_s$  が 0.20~0.25 までは回復、その後の急激な  $X_s$  の値の増大は再結晶の進展に基づいている。C, Mn 量の増大はこのような短時間の圧下間時間での再結晶の開始を遅滞させていることが示されている。熱延や棒線ミルの仕上げスタンドでのパス間時間では、 $\gamma$  中に固溶した C, N や Si, Mn などによる静的復旧の抑制効果を無視しえない。

炭素鋼や Si-Mn 鋼の  $\gamma$  再結晶 kinetics の研究は JONAS<sup>38)</sup>により集約されているが、再結晶が開始する時間

は、 $1000^\circ\text{C}$  以上では 0.1 s 以下、 $900^\circ\text{C}$  でも 0.5 s から数秒である<sup>39)</sup>。すなわち、厚板ミルや熱延の粗圧延では、各パスごとにパス間で静的再結晶が終了している。実際的な多パス圧延過程で、 $\gamma$  が未再結晶になる温度を pancaking temperature, あるいは recrystallization-stop temperature と称する<sup>38)40)</sup>。厚板圧延の場合のこの温度は、Si-Mn 鋼での  $800^\circ\text{C}$  以下から、0.04%Nb 鋼での  $950^\circ\text{C}$  前後まで上昇する<sup>40)</sup>(Fig. 6)。

#### 4. 静的再結晶に及ぼす合金元素の影響

##### 4.1 炭、窒化物の析出と再結晶

HSLA 鋼の  $\gamma$  の再結晶に関する研究の中で、Nb などの微量元素による再結晶抑制効果とその機構については数多くの報告がなされてきた<sup>18)19)22)23)38)41)~45)</sup>。その抑制機構として固溶元素による solute drag に基づく説と、析出物による pinning に基づく説が提唱されてきたが、最近の研究の多くは後者を支持しているように思われる。

再結晶と関与する  $\gamma$  中の炭、窒化物の析出には、(イ)加熱時に未固溶な析出物、(ロ)圧延中(変形中)に生じる動的析出、(ハ)圧延パス間や圧延後に生じる静的析出(再結晶  $\gamma$  中)と歪み誘起析出(未再結晶  $\gamma$  中)、などがある。未固溶析出物としては、Ti 鋼での  $\text{TiN}$ <sup>46)</sup> や Nb 鋼での低温加熱時の未固溶 Nb(CN)<sup>41)47)</sup>、などの影響が調査されてきたが、いずれも析出物サイズが粗大なため、再結晶抑制効果は著しく弱いことが確認されている。一方、Nb(CN)の動的析出については、JONAS ら<sup>48)~51)</sup>、前原ら<sup>15)</sup>により動的再結晶の抑制の観点から調査されてきた。いずれの報告とも Nb(CN)の動的析出は低歪み速度変形で生じるが、熱間圧延相当の高歪み速度で限定された歪みの加工条件では生じ得ないことを示している。

$\gamma$  の中、低温域で過飽和に固溶した Nb は、加工前あるいは加工後再結晶したマトリックスに Nb(CN) として静的に析出しうるが、その kinetics は極めて遅いこと

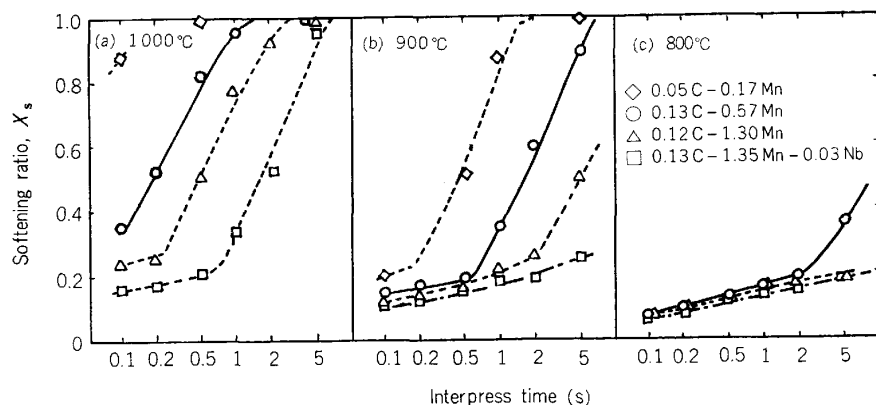


Fig. 5. Effect of interpress time and steel chemistry on the softening ratio; prestrain of 0.25, deformation temperature (a)  $1000^\circ\text{C}$ , (b)  $900^\circ\text{C}$ , (c)  $800^\circ\text{C}$ <sup>37)</sup>.

† 本特集号の牧正志氏の解説 (p. 2073) 参照

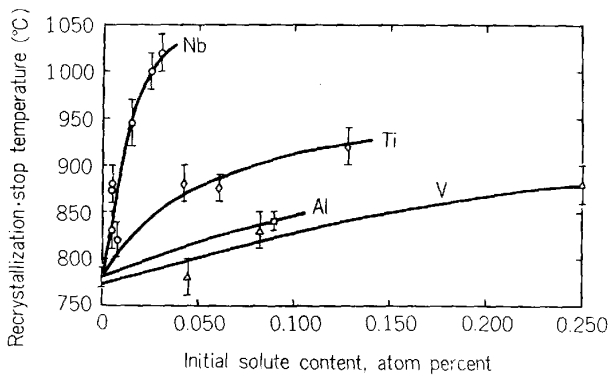


Fig. 6. The increase in recrystallization-stop temperature with increase in the level of microalloy solutes in 0.07C, 1.40Mn, 0.25Si steel<sup>40)</sup>.

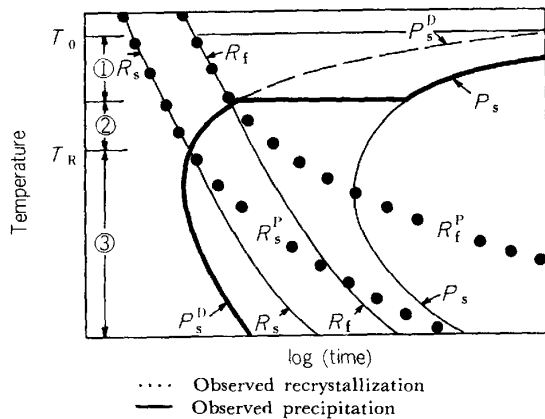


Fig. 7. Proposed recrystallization/precipitation/temperature/time (RPTT) diagram for a steel characterized by the precipitate solubility temperature  $T_0$ .  $T_R$  is the temperature below which there is maximum interaction between the recrystallization and precipitation processes<sup>19)</sup>.

は多くの研究結果が示している<sup>47)48)52)53)</sup>。従つて、Nb鋼での $\gamma$ 再結晶の著しい遅滞は、熱間加工直後の未再結晶 $\gamma$ のマトリックスや粒界に歪み誘起析出したNb(CN)による、とする説が多くの研究者により支持されている。HANSENら<sup>19)</sup>は、Fig. 7に示すRPTT図(Recrystallization-Precipitation-Temperature-Time)の模式図により、歪み誘起析出による再結晶抑制を説明している。 $P_s, P_s^D$ は各々、Nb(CN)の静的及び歪み誘起析出の開始曲線、 $R_s, R_f$ は再結晶の開始と終了曲線、また $R_s^p, R_f^p$ は析出が生じた場合の $R_s, R_f$ 曲線を示す。再結晶と析出の関係は、Nb(CN)の固溶温度( $T_0$ )以下で三領域に分けられる。①は析出が始まる前に再結晶が終了、②は再結晶が進展中に未再結晶領域に析出、③は再結晶が始まる前に析出が始まる。実際に観察される再結晶の開始は、②から③の領域で急激に遅滞しているために、歪み誘起析出が再結晶抑制の主因子としている。

この説に対して、JONAS<sup>38)</sup>は固溶Nbの役割りの重要性を示す詳細な反論を行つている。JONASの論旨は歪み誘起析出が基本的に重要であることを認めつつ、析出が

開始する前段階での固溶Nbによる静的回復の進展(再結晶の開始)の抑制効果が非常に重要である、とするものである。このことは基本組成を同じにするNb free鋼とNb鋼の $R_s$ 曲線及び $P_s^D$ 曲線の相対的位置関係から明らかとなる。Nb free鋼の $R_s$ 曲線は、Nb鋼の $R_s$ 曲線、 $P_s^D$ 曲線よりはるかに短時間側にあり、従つて析出開始以前に固溶Nbが回復の進展と再結晶の開始を抑制している作用が重要としている。

ところで、Nb鋼での $\gamma$ 再結晶と析出との相互作用を明確にする上での最大の問題は、歪み誘起析出するNb(CN)の析出量やそのkineticsを把握する実験方法とその精度であつた。抽出残渣の化学分析や抽出レプリカ電顕観察など一般的に採られている方法には、 $50\text{\AA}$ 以下の微細析出物の定量化精度自体が不確実である上に、一番重要となる析出の開始曲線( $P_s^D$ )は實際上直接的に求められない。この観点から、脱炭あるいは脱窒処理により準備したFe-Mn-Nb鋼より、固溶Nbの $\gamma$ 再結晶に及ぼす影響を検討したLUTONら<sup>44)</sup>及び著者ら<sup>45)</sup>の研究が注目される。Fig. 8はC, N量を各々20ppmに低減したFe-1.5%Mn鋼でのNb量に伴う軟化度( $X_s$ )曲線の変化を示す<sup>45)</sup>。Nb量の増大は固溶Nb量のみを増加させるが、Nb free鋼と比較して明らかに回復、再結晶が遅滞している。0.10%Nb鋼でC量を20ppmから60, 190ppmと増加させると、再結晶の進展はさらに10~100倍遅滞する。これらの結果に基づき作製したRTT, PTT曲線をFig. 9に示す。JONASが指摘しているように、Nb(CN)の歪み誘起析出が開始する前段階で固溶Nbが再結晶の開始を遅滞させている。しかし固溶Nbのみによる再結晶の進展を含めた抑制効果は、Nb(CN)の析出による効果に比較して著しく弱く、実際の制御圧延におけるNb添加の効果は歪み誘起析出に基づくと考えられる。

Nb以外の微量元素としてTiやVの $\gamma$ 再結晶抑制に関する研究も数多く行われている。最近の研究結果の多くは、TiはNbと同様に強い再結晶抑制効果を有するが、Vのそれはかなり弱いことを示している(Fig.

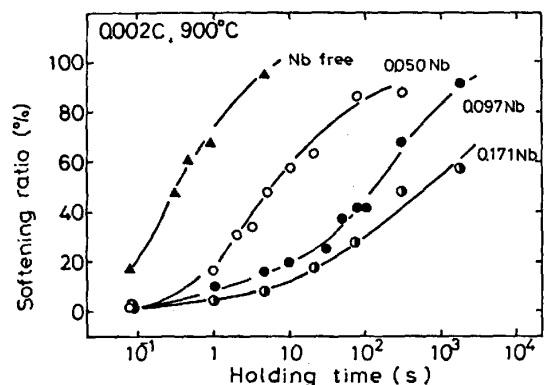


Fig. 8. The effect of Nb on the softening behavior in 0.002C steels<sup>45)</sup>.

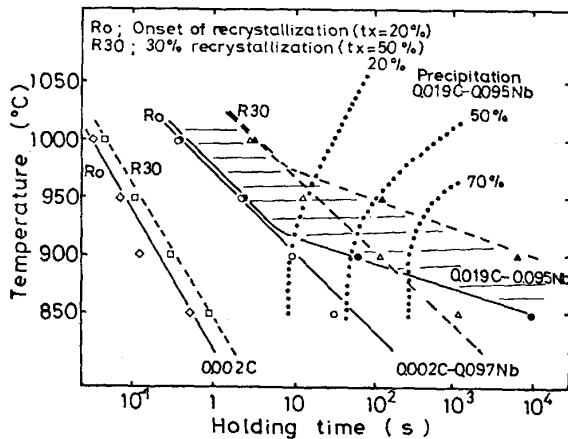


Fig. 9. Recrystallization-precipitation diagram for C-Mn and C-Mn-Nb steels<sup>45)</sup>.

Table 1. The retarding rate by solute atoms<sup>45)</sup>.

Solute atom	Ni	Cr	Mn	V	Mo	Ti	Nb
$t_x=20\%/at\%$ (sec/%)	0.13	0.17	0.36	2.3	8.5	39	210
$t_x=50\%/at\%$ (sec/%)	0.75	0.93	3.2	10	30	120	3000

6) <sup>40)54)</sup>. V-N系はVNの溶解度積からするとNb(CN)やTiCと同様に、 $\gamma$ の低温域で歪み誘起析出を生じうる。その再結晶抑制効果が相対的に弱い理由として、析出のkineticsが遅いことや固溶Vの回復、再結晶抑制効果が弱い、などが考えられる<sup>38)45)51)55)</sup>。

#### 4.2 固溶元素の影響

$\gamma$ の静的再結晶に及ぼすMnやMoなどの置換型固溶元素の影響を調査した研究の多くは、Nbなどの微量元素との複合添加効果として検討されてきており、個々の固溶元素の影響を系統的に調査した報告は少ない。ここでは機械試験法により $\gamma$ の再結晶kineticsに及ぼす各種合金元素の影響を検討した著者らの結果を示す<sup>45)</sup>。

0.09%C-1.20%Mnを基本組成とする鋼での各元素1at%当たりの再結晶遅滞作用を軟化度( $X_s$ )が20%と50%に達する時間として求めた。Table 1は900°Cの場合の結果であり、 $X_s=20\%$ 、50%は各々、再結晶の開始及び再結晶率が約30%に対応する。Nb、V、Tiはいずれも脱炭処理を行っており、これにより固溶元素としての再結晶遅滞効果を把握している。再結晶の抑制が最も強い元素はNb、Tiであり、ついでMo、Vの順である。この傾向は同様な機械試験法によりMo、V、Nbの影響を調べたANDRADEら<sup>56)</sup>の結果とほぼ一致している。

各固溶元素の再結晶抑制は、Fig. 10に示すように、高温X線回折により求めた1原子%当たりの格子定数の変化量と一定の相関が示された。すなわち、置換型元素による格子歪みが大きいほど回復の進展が抑制され、再結晶の開始が遅延すると考えられる。しかしNbやTiの抑制効果は格子定数の変化量との関係から逸脱しており、この原因として著者らは、これら原子のclusteringによるより強い遅延効果を考えている。これに対して

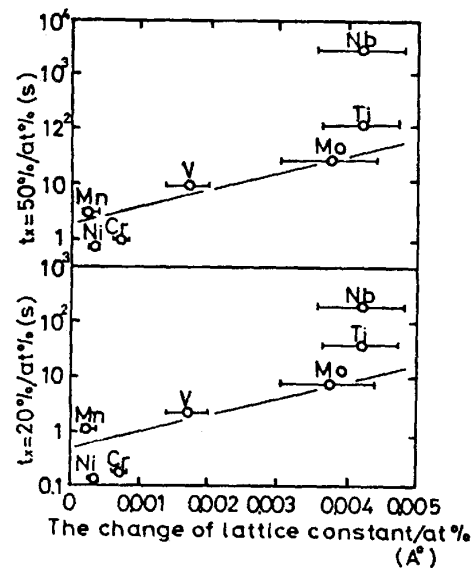


Fig. 10. The correlation between  $t_x=20\%$ ,  $t_x=50\%$  and the change of lattice constant<sup>45)</sup>.

Table 2. Relationship between various parameters and recrystallized grain size<sup>20)</sup>.

$D_R = 25 \left( \frac{1}{\beta} \ln \frac{Z}{A} \right)^{-2/3} \varepsilon^{-1} D_0^{1/2}$	C-Mn steel (12)
$D_R = \frac{BZ^{-0.1} D_0^{0.5}}{1.15 - \exp \left\{ -2.5 \left( \frac{\varepsilon_p - 0.08}{\varepsilon_p} \right) \right\}}$	18-8 stainless steel (64)
$D_R \propto \varepsilon^{-0.5} D_0 Z^{-0.66}$	18-8 stainless steel (63)
$D_R = 1368 \varepsilon^{-0.29} Z^{-0.13}$	17% ferritic stainless steel (65)
$D_R = \left( \frac{623}{\sigma} \right)^{2.9} (\sigma \text{ in MPa})$	Nb steel (32)
$*N_R = -8.3 \varepsilon^{-1/2} + \frac{1}{3} N_{i0} + \frac{1}{100} (1200 - T) + 8.8$	Nb steel (62)

\*  $N_R$  and  $N_{i0}$  are recrystallized and initial grain size number, respectively.

JONAS<sup>57)</sup>は、各固溶元素による $\gamma$ 再結晶の抑制効果に電子論に基づく解釈を行っており、原子サイズ(ミスフィット)による効果は二次的としている。フェライトでの希薄合金の再結晶温度が各元素の最外殻自由電子数( $d_s$ 電子の和)に支配されるとするABRAHAMSON<sup>58)</sup>の解釈を、 $\gamma$ 再結晶に適用したものである。しかしJONASの実験は動的再結晶や変形応力に及ぼす固溶元素の影響を調査したものである。固溶、析出の場合を含めて、NbやTiの異常に強い $\gamma$ 再結晶抑制効果については、今後より微視的な観点からの研究の展開が期待される。

#### 5. 再結晶粒径の支配因子

再結晶粒径( $D_R$ )の微細化は制御圧延による組織微細化と均一化の上で極めて重要である。そのために、多パス圧延時の再結晶の繰返しによる漸進的な $D_R$ の微細化や、再結晶粒径を支配する因子の定量化の研究が数多く行われてきた<sup>12)32)41)59)~66)</sup>。MORRISON<sup>60)</sup>は熱間加工により $D_R$ がどこまで微細化するかに関して過去の研究

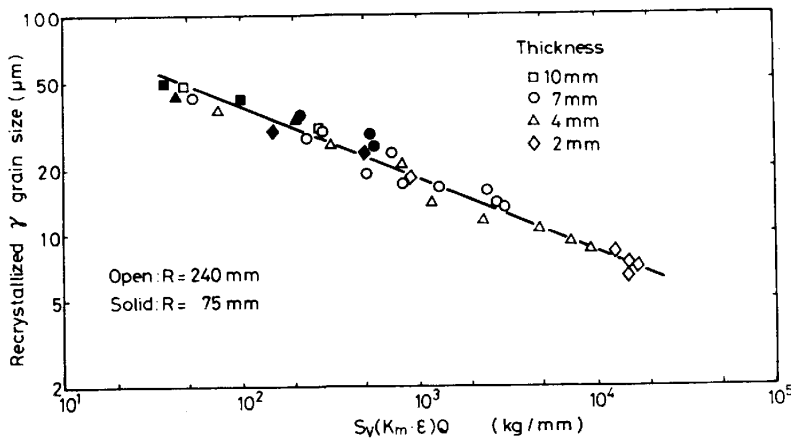


Fig. 11. Correlation of various parameters and recrystallized  $\gamma$  grain size 0.03% Nb steel<sup>20)</sup>.

の集約を行い、10~20  $\mu\text{m}$  が限界的粒径であることを報告している。その後の研究においてもこの値以下の微細化の報告はあまりない。Table 2には  $D_R$  の支配因子を定量化した数式の例を示す。多くの研究者は  $D_R$  の支配因子として、初期粒径 ( $D_0$ )、歪み ( $\epsilon$ ) 及び  $Z$  値ないしは変形応力 ( $\sigma$ ) を挙げている。また Table 2 の各式で共通していることは、 $Z$  値や  $\epsilon$  を増大させるほど、すなわち変形応力が高くなる加工条件ほど  $D_R$  は微細化する点である。さらに、町田ら<sup>62)</sup>は熱間圧延により得られる  $D_R$  が前記因子以外に、圧延機のロール径 ( $2R$ ) や初期板厚 (スラブ厚さ:  $H_0$ ) の影響を受けることを見出し、これらのパラメータを圧延時の平均歪み速度に換算して  $D_R$  の数式化を行つている。

これらの定量化された  $D_R$  の数式は、すべて実験的に求められた経験式である。著者ら<sup>20)67)</sup>は町田らと同様にロール径の影響を確認し、特に同一圧下率でも板厚 ( $H_1$ ) が薄くなるほど  $D_R$  が微細化すること、またこれらの変数を最適化することにより最小の  $D_R$  として 6  $\mu\text{m}$  が得られたことを報告した。さらに  $D_R$  を基本的に支配する因子は、再結晶粒の核生成サイトとしての有効界面面積 ( $S_V$ ) と加工  $\gamma$  の有する stored energy として、その数式化を試みた。 $S_V$  値は  $D_0$  と  $\epsilon$  により決まり、stored energy は圧延による仕事量の一部であり、かつそれに比例して変化すると仮定した。すなわち、変形抵抗を  $K_m$ 、圧延の形状パラメータである圧下力関数を  $Q$  とすると、 $D_R$  は次式で表示される。

$$D_R = \frac{C}{(S_V \cdot K_m \cdot Q \cdot \epsilon)^{1/3}} \dots\dots\dots (2)$$

Nb 鋼を用いて圧延条件、 $S_V$  値及び  $Q$  値の広範囲に変化させて再結晶粒径を求め、(2)式に基づいて解析した。Fig. 11 にその結果を示すが、50  $\mu\text{m}$  から 6  $\mu\text{m}$  の  $D_R$  に対して(2)式によい対応を示している。 $D_R$  の細粒化には、 $D_0$  の微細化と  $\epsilon$  の増大が最も効果的であるが、いずれも  $D_R$  が一定値以下に微細化すると、 $D_0$  と  $\epsilon$  による効果は飽和する傾向を示す。すなわち、本研究で 10  $\mu\text{m}$  以下の  $D_R$  が得られたのは、ロール径や板厚

の減少による  $Q$  値の増大に基づいている。

ところで、田中ら<sup>68)</sup>厚板圧延において、パス圧下率が再結晶に必要な臨界歪み以下になると、圧延後の  $\gamma$  粒径が初期粒径よりも粗大化することを報告している。Dimicco ら<sup>69)</sup>はこの strain-induced grain growth の現象を詳細に検討し、1100°C~950°C の温度領域でパス圧下率が 10~14% 以下の場合には  $\gamma$  粒径が粗大化することを確認している。制御圧延における高、中温域圧延でのパス圧下率の選定が重要なことを示している。

### 6. 今後の展望

この分野の数多い研究の中から、主として熱間加工におけるオーステナイトの静的再結晶に関連した研究の現状の整理と集約を行つた。制御圧延技術は現状の熱間圧延プロセスとその採り得る加工条件の中で展開されてきたが、熱間加工における再結晶の研究は、そこで生じている現象をより基礎的な面から理解を深めることを重視して行われてきた。再結晶や粒成長を制御することによる組織の微細化やそれによる材質諸特性の向上の研究は、今後、熱間加工プロセスや加工条件自体を新たな領域に発展、拡大させていくことに大きな寄与をすることと思われる。この観点から超高速圧延や大圧下加工などによる再結晶組織のいつそうの微細化の研究が注目される。

一方、本稿ではあまり触れえなかった動的再結晶は鉄鋼の高温変形の観点から基礎的な研究が行われてきた。この現象自体は、むしろ低歪み速度加工プロセスの将来的展開に際してより重要になると思われる。高合金系を主体にした難加工性材料や高変形抵抗材の新しい加工プロセスとして工業化されている恒温鍛造などでは、動的復旧過程の活用による加工性の向上と変形抵抗の低下など、実用的な効用が知られている。熱間加工における再結晶、粒成長、析出あるいは相変態などを研究する実験装置も、この数年急速に進歩してきており、今後の新しい熱間、温間加工プロセスの発展に伴い、この分野の研究がいつそう進歩することが期待される。

## 文 献

- 1) 鋼の熱間加工の金属学 (鉄鋼基礎共同研究会高温変形部会) (1982) [日本鉄鋼協会]
- 2) Proc. Microalloying 75, Union Carbide Corp., New York (1977)
- 3) Proc. The Hot Deformation of Austenite, ed. by J. B. BALLANCE, AIME, New York (1977)
- 4) Proc. Thermomechanical Processings of Microalloyed Austenite, ed. by A. J. DEARDO, AIME, New York (1982)
- 5) International Conference on Technology and Applications of High Strength Low Alloy Steels, held in Philadelphia, ASM (1983)
- 6) Proc. Deformation under Hot Working Conditions, ISI Publication 108 (1968)
- 7) G. GLOVER and C. M. SELLARS: Metall. Trans., 3 (1972), p. 2271
- 8) G. T. CAMPBELL, Jr., E. P. ABRAHAMSON and N. J. GRANT: Metall. Trans., 5 (1974), p. 1875
- 9) C. OUCHI and T. OKITA: Trans. ISIJ, 23 (1983), p. 128
- 10) E. L. BROWN and A. J. DEARDO: Metall. Trans., 12A (1981), p. 39
- 11) 牧 正志, 赤坂耕一, 奥野耕次, 田村今男: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 67
- 12) C. M. SELLARS and J. A. WHITEMAN: Met. Sci. (1979), p. 187
- 13) W. J. McG. TEGART and A. GITTINS: 3) に同じ, p. 7
- 14) C. OUCHI and T. OKITA: Trans. ISIJ, 22 (1982), p. 543
- 15) 前原泰裕, 邦武立郎, 藤野允克: 鉄と鋼, 69 (1981), p. 2182
- 16) W. ROBERTS, H. BODEN and B. AHLBLOM: Met. Sci. (1979), p. 195
- 17) 矢田 浩, 中島浩衛, 二村 忠, 松津伸彦: 鉄と鋼, 70 (1982), S 537
- 18) I. KOZASU and T. SHIMIZU: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 367
- 19) S. S. HANSEN, J. B. VANDER SANDE and M. COHEN: Metall. Trans. 11A (1980), p. 387
- 20) T. OKITA and C. OUCHI: Trans. ISIJ, 24, (1984), p. 726
- 21) I. KOZASU and T. SHIMIZU: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 359
- 22) G. A. WILBER, J. B. BELL, J. H. BUCHER and W. J. CHILDS: Metall. Trans., 242 (1968), p. 2305
- 23) T. L. CAPELETTI, L. A. JACKMAN and W. J. CHILDS: Metall. Trans., 3 (1972), p. 789
- 24) J. N. CORDEA and R. E. HOOK: Metall. Trans., 1 (1970), p. 111
- 25) R. W. EVANS and G. R. DUNSTAN: J. Inst. Met., 99 (1971), p. 4
- 26) R. A. PETOKUIC, M. J. LUTON and J. J. JONAS: 3) に同じ, p. 68
- 27) J. SANKAR, D. HAWAKINS and H. J. McQUEEN: Met. Technol., (1979), p. 325
- 28) H. J. WHITTAKER, B. WALKER and M. A. ADAMS: Proc. ICSTIS, Suppl. Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 662
- 29) C. OUCHI, T. OKITA, T. ICHIHARA and Y. UENO: Trans. ISIJ, 20 (1980), p. 833
- 30) O. PAWELSKI, U. RÜDIGER and R. KASPER: Stahl Eisen, 9 (1978), p. 181
- 31) 作井誠太, 酒井 拓, 村瀬暉生: 日本金属学会誌, 39 (1975), p. 535
- 32) L. J. CUDDY: Metall. Trans., 12A (1981), p. 1313
- 33) H. YADA, N. MATSUZU, K. WAKAJIMA, K. WATANABE and H. TOKITA: Trans. ISIJ, 23 (1983), p. 100
- 34) 齋藤好弘, 左海哲夫, 坪倉淳一, 加藤健三: 鉄と鋼, 66 (1980), S 1075
- 35) R. A. P. DJAIC and J. J. JONAS: JISI, 210 (1972), p. 256
- 36) R. A. P. DJAIC and J. J. JONAS: Metall. Trans., 4 (1973), p. 621
- 37) C. OUCHI, T. OKITA, M. OKADO and Y. NOMA: Proc. International Conference on Steel Rolling, ISIJ (1980), p. 1272
- 38) J. JONAS and M. G. AKBEN: Met. Forum, 4 (1981), p. 92
- 39) W. B. MORRISON: JISI, 210 (1972), p. 618
- 40) L. J. CUDDY: 4) に同じ, p. 129
- 41) R. PRIESTNER, C. C. EARLY and J. H. RENDALL: JISI, 206 (1968), p. 1252
- 42) A. Le BON, J. ROFES-VERNIS and C. ROSSARD: Met. Sci., 9 (1975), p. 36
- 43) J. J. JONAS and I. WEISS: Met. Sci., 13 (1979), p. 238
- 44) M. J. LUTON, R. DORVEL and R. A. PETKOVIC: Metall. Trans., 11A (1980), p. 411
- 45) S. YAMAMOTO, C. OUCHI and T. OSUKA: 4) に同じ, p. 613
- 46) L. A. LEDUC and C. M. SELLARS: 4) に同じ, p. 641
- 47) A. Le BON, J. ROFES-VERNIS and C. ROSSARD: Mem. Sci. Rev. Met., 70 (1973), p. 577
- 48) I. WEISS and J. J. JONAS: Metall. Trans., 10A (1979), p. 831
- 49) I. WEISS and J. J. JONAS: Metall. Trans., 11A (1980), p. 403
- 50) T. CHANDRA, I. WEISS and J. J. JONAS: Met. Sci., 19 (1982), p. 97
- 51) B. BACROIX, M. G. AKBEN and J. J. JONAS: 4) に同じ, p. 293
- 52) H. WATANABE, Y. E. SMITH and R. D. PEHLKE: 3) に同じ, p. 140
- 53) C. OUCHI, T. SAMPEI, T. OKITA and I. KOZASU: 3) に同じ, p. 316
- 54) C. OUCHI, K. TSUKADA and J. TANAKA: Proc. International Conference on Vanadium in High Strength Steel, Vanitec, London (1979), p. 37
- 55) T. CHANDRA, M. G. AKDEN and J. J. JONAS: Proc. the 6th Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, Oxford, New York (1982), p. 499
- 56) H. L. ANDRADE, M. G. AKBEN and J. J. JONAS: Metall. Trans., 14A (1983), p. 1967
- 57) M. G. AKBEN, I. WEISS and J. J. JONAS: Acta Metall., 29 (1981), p. 111
- 58) E. P. ABRAHAMSON and B. S. BLAKENEY, Jr.:



- Trans. Metall. Soc. AIME, 218(1960), p. 1101
- 59) H. SEKINE and T. MARUYAMA: Proc. the 3rd Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, London, ISI (1973), p. 85
- 60) W. B. MORRISON and J. A. CHAPMAN: BSC Open Report, No. Prod./MISC/107/75/C (1975)
- 61) 西田 稔, 加藤俊之, 大橋延夫, 森 耐介: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 48
- 62) M. MACHIDA, M. KATSUMATA and H. KAJI: 37) に同じ, p. 1249
- 63) D. J. JOWLE and T. GLADMAN: Met. Sci., 13 (1979), p. 246
- 64) D. R. BARRACHLOUGH and C. M. SELLARS: Met. Sci., 13 (1979), p. 257
- 65) 吉村博文, 石井満男: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 1440
- 66) L. J. CUDDY: Metall. Trans. 15A (1984), p. 87
- 67) 大内千秋, 大北智良, 三瓶哲也, 小指軍夫: 鉄と鋼, 63 (1977), A 53
- 68) T. TANAKA, T. FUNAKOSHI, M. UEDA, J. TSUBOI, T. YASUDA and C. UTAHASHI: 2) に同じ, p. 399
- 69) D. R. DIMICCO and A. T. DAVENPORT: 4) に同じ, p. 59

## コ ラ ム

## 粒 径 に つ い て

結晶粒度番号 ( $G$ ) や平均結晶粒径を測定する場合には、通常、試料の研磨面の画像と標準図を比較するか、平均切片長さ ( $\bar{l}$ ) を測定する方法が多く用いられている。 $G$  と  $\bar{l}$  の関係は ASTM では次のように定義されている<sup>1)</sup>。

$$\text{ASTM G.S. No}(G) = -3.2877 - 6.6439 \log \bar{l} \quad (\bar{l}: \text{mm}) \quad \dots\dots\dots (1)$$

$\bar{l}$  から  $G$  を求める換算は、検鏡の際の倍率も含めて利用しやすく図式化されている<sup>1)2)</sup>。

立体の粒径 ( $D$ ) をランダムな平面 (研磨面) での測定から求めることは、それが同一形状であつても、膨大な測定と統計処理が必要となる<sup>3)</sup>。平面上の粒径 ( $\bar{d}$ ) と  $\bar{l}$  の間には、円の場合には (2) 式, ASTM の公称粒径は (3) 式で表される。

$$\bar{d} = (4/\pi)^{1/2} \cdot \bar{l} = 1.13 \bar{l} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\bar{d} = 1.12 \bar{l} \quad \dots\dots\dots (3)$$

FULLMAN<sup>4)</sup> や EXNER<sup>5)</sup> らにより導出された同一サイズの球状粒子の粒子径 ( $D$ ) は、(4) 式で表される。

$$D = 4/\pi \cdot \bar{d} = 1.27 \bar{d} = 1.5 \bar{l}, \quad \bar{d} = 1.18 \bar{l} \quad \dots\dots\dots (4)$$

ROSTOKER, DVORAK<sup>6)</sup> は、14 面体の粒を想定し、そ

の内接球の直径を  $D$  とすれば (5) 式が導出される。

$$D = 1.78 \bar{l} \quad \dots\dots\dots (5)$$

材料の性質とオーステナイトやフェライトの結晶粒径や分散粒子径の関係を調べる場合には、平面上で求められた  $\bar{l}$  や上式などを用いることが便利であるが、 $\bar{l}$  や  $\bar{d}$  の測定方法は種々あるので、どの方法を用いたかを明確にしておくことが必要である。サイズが大きく異なる場合は、形状が類似していても分散状態を明確にし、単に平均値を用いることは注意を要する。

## 文 献

- 1) ASTM Designation E112
- 2) J. HILLARD: J. Metal Progress, 85 (1964), p. 99
- 3) R.T. DEHOFF and F.N. RHINES: Quantative Microscopy (1968) [McGraw-Hill]
- 4) R.L. FULLMAN: Trans. AIME, 197 (1953), p. 447
- 5) H.E. EXNER: J. Inst. Metals, 97 (1961), p. 191; Int'l Metal Rev., 17 (1972), p. 25
- 6) W. ROSTOKER and J.R. DVORAK: Interpretation of Metallographic Structure (1965) [Academic Press]

(住友金属工業(株)中央技術研究所 大谷泰夫)