

## 論 文

## 2.9%Si 鋼の高温変形後の静的復旧過程

酒 井 拓\*・大 橋 正 幸\*<sup>2</sup>

## Static Restoration after Hot Deformation of a 2.9% Si Steel

Taku SAKAI and Masayuki OHASHI

## Synopsis :

Static restoration process was investigated quantitatively for the 2.9% Si steel deformed in tension for the temperature range from 1 003 K to 1 173 K and for the strain rate range from  $0.02 \text{ s}^{-1}$  to  $18 \text{ s}^{-1}$ . Recrystallization is strongly accelerated by increasing strain in the low strain region. The acceleration results not only from the increase of dislocation density with increasing strain but also from the progressive formation of uniform subgrain structures by dynamic recovery. These results suggest that recrystallization in dynamically recovered structure is faster than that in the strain hardened structure at low strains or the structure deformed at low temperatures, if dislocation densities in the both are about the same.

Most of recrystallized grains occurred "in colonies" along the original grain boundaries when the fraction of recrystallization,  $X$ , is 0.03. With an increase in  $X$  the number of nuclei increased when  $X \approx 0.1$  and then decreased to about half of the maximum value (at  $X \approx 0.1$ ), which was almost constant in the range of  $X$  from 0.2 to 0.6. When  $X \leq 0.6$  the retarding effect of recrystallization by static recovery was almost negligible, but when  $X \geq 0.6$  it appeared clearly. This effect is caused by the decrease of dislocation density in subgrains and the growth of subgrains in the latter stage of recrystallization.

Temperature dependence of the rate of recrystallization was measured under the same flow stress in high strains. The activation energy for recrystallization is 215 kJ/mol and that for grain growth is 230 kJ/mol. Both the values are almost the same with that for self-diffusion of iron atom in a 2.9% Si steel. The rate of recrystallization is concluded, therefore, to be controlled mainly by the growing velocity of new grains.

## 1. 緒 言

高温加工された鉄鋼製品の材質特性を改善し向上させるため、加工組織の形成過程とともに加工後の静的復旧に伴う組織の変化過程を調査研究することは、きわめて重要になってきている<sup>1)~4)</sup>。鉄鋼に関しては特に、制御圧延で代表される加工熱処理法の工業化の最適処理条件に関する基礎データを得る目的から、この方面の研究はこれまでに幾つか報告されている<sup>5)~10)</sup>。高温加工組織は高温下では一般に不安定であり、加工後直ちに静的復旧に基づく組織変化を起こしやすい<sup>11)13)</sup>。これを阻止するには、高温加工後の瞬間的急冷操作によつて加工組織を室温に凍結する必要がある。このことはまた、加工直後に生ずる静的復旧組織を、室温までの冷却中に起こる組織変化から分離するために必要な条件でもある。

著者らは高温引張変形直後に水素ガスで急冷できる 2 種類の実験装置を製作して、これまで主に鉄鋼を中心とする金属材料の高温加工組織に関する調査研究を行つて

きた<sup>11)~15)</sup>。本研究はエッチピットにより転位下部組織を明瞭に現出し得る 2.9%Si 鋼を用いて、高温加工後の静的復旧に伴う転位下部組織の変化と再結晶粒の形成と成長過程を定量的に調査することによつて、高温加工後に生ずる静的復旧過程の特徴を明らかにするとともに、その結果を速度論的に検討したものである。

## 2. 実 験 方 法

試料の素材は厚さ 2.3 mm に熱延された 2.9%Si 鋼板であり、その主要な化学成分は、Si ; 2.91, C ; 0.035, Mn ; 0.25, P ; 0.006, S ; 0.005, N ; 0.0078 各 wt % であつた。この素材を中間焼鈍を 1 回はさんで厚さ 0.25 mm まで冷間圧延後、平行部寸法 0.25 × 3 × 25 mm の肩付試験片を圧延方向に切り出した。各試験片を 1 323 K で 3.6 ks 真空焼鈍することにより、結晶粒径 70 μm の組織に調整した。実験に用いた落槌型高速試験機とねじ駆動型の材料試験機は、試験片を真空中で高温引張変形後、瞬間的または任意の時間経過後水素ガスで

昭和 59 年 3 月 6 日受付 (Received Mar. 6, 1984)

\* 電気通信大学電気通信学部 工博 (Faculty of Electro-communications, The University of Electro-communications, 1-5-1 Chofugaoka Chofu 182)

\*<sup>2</sup> 電気通信大学電気通信学部 (Faculty of Electro-communications, The University of Electro-communications)

急冷できる装置を備えている。平均冷却速度は 2000 K/s であつた。実験装置と実験方法の詳細な内容は他で述べている<sup>11)~13)</sup>。

各試験片を 1003 K から 1173 K までの試験温度に加熱して 600 s 間保持後、 $0.02\text{ s}^{-1}\sim 18\text{ s}^{-1}$  の初期ひずみ速度で任意のひずみまで引張変形した。その後、各試験温度に  $10^{-2}\text{ s}$  から  $10^3\text{ s}$  までの時間範囲で保持後ガス急冷を施した。続いて、約 400 K で 600 s の時効処理をした各試験片の板厚中央部まで機械研磨後、Morris 液<sup>16)</sup>で電解研磨、電解腐食することにより、エッチピット組織を明瞭に現出させることができた<sup>†</sup>。このエッチピットは転位にはほぼ対応することが実験的に証明されている<sup>17)18)</sup>。この方法によつて、再結晶、未再結晶の両組織を明確に識別できると同時に、未再結晶領域内の転位下部組織も光学顕微鏡により観察可能となつた。

再結晶の進行過程を定量的に評価するため、再結晶体積率  $X$  を点計数法により測定した。再結晶粒の成長速度の平均値  $G$  は ENGLISH らの方法<sup>6)</sup> を用いて次式から計算した。

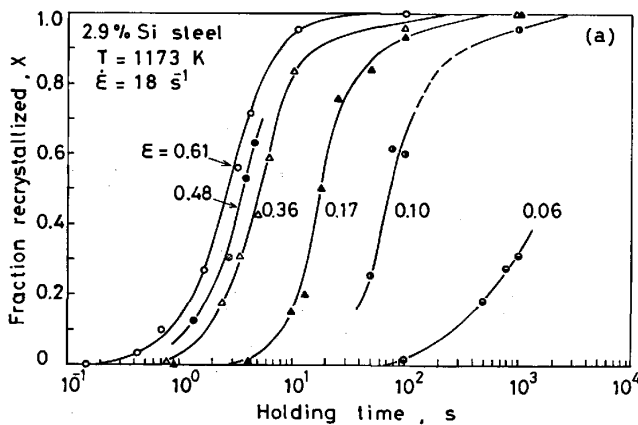
$$G = \frac{1}{A} \cdot \frac{dX}{dt} \dots\dots\dots (1)$$

ここで  $dX/dt$  は再結晶率-時間 ( $X-t$ ) 曲線の傾き、 $A$  は再結晶と未再結晶境界の単位長さ当たりの交叉点数を 2 倍したものであり、移動中の粒界の総面積を表わす<sup>6)9)</sup>。また、各再結晶時間で生じた最大の結晶粒径の時間依存性を測定し、結晶粒の成長速度  $G_{\max}$  を求めた。再結晶粒径や副結晶粒径は直線横断法により測定した。

### 3. 実験結果と考察

#### 3.1 ひずみの影響

1173 K、 $18\text{ s}^{-1}$  で 0.06 から 0.61 のひずみを与え



た後、任意時間経過してから急冷した試験片について、等温再結晶過程を組織学的に調べた (その際の真応力-真ひずみ ( $\sigma-\epsilon$ ) 曲線は Fig. 6 に示す)。Fig. 1(a) に示す再結晶率-時間 ( $X-t$ ) 曲線は、ひずみ 0.06 のデータを除けば典型的な S 字形の再結晶曲線とみなせる。再結晶はひずみの増加とともに急速に起こるようになるが、0.36 以上ではひずみによる促進効果は小さい。等温再結晶曲線は一般に AVRAMI の式 (2) で記述されることが多い<sup>19)20)</sup>。

$$X = 1 - \exp(-B \cdot t^k) \dots\dots\dots (2)$$

ここで  $B, k$  は定数である。Fig. 1(b) は Fig. 1(a) の  $X-t$  関係を  $\ln(1/1-X)$  と  $t$  との関係に直して両対数座標に再整理したものである。図中の実線は  $k=2$ 、破線は  $k=1$  として近似的に引いたものだが、各実験データはこれらの直線上にほぼのつている。ただし、 $\ln(1/1-X)$  が 1 以上 (したがつて  $X > 0.63$ ) となる再結晶後期になると、いずれの結果も AVRAMI の直線関係から大きく外れている。このような再結晶挙動の特徴は、高温変形された他の材料のそれとよく似ているだけでなく<sup>6)~10)</sup>、冷間加工された材料のそれともよく似ている<sup>19)20)</sup>。

Photo. 1 はひずみ 0.61 の再結晶過程で現れた核生成の形態の代表的例を示すが、ここに見られる種々の特徴は再結晶のはほぼ全過程で観察された。核形成場所は粒界 3 重点や稜などの粒界上にほとんど限られていた。核形成は初期から大部分が集团的に生じており、孤立化して生ずる再結晶粒は少数であつた (Fig. 2 参照)。Photo. 1(b) は凹凸化した粒界に接した副結晶粒内の回復とその粒界の張出しによる核形成のように見られるが、このような例はまれであつた。

Fig. 2 はひずみ 0.61 の高温変形後に生じた再結晶粒の中で、 $12.5\ \mu\text{m}$  以下の微細粒数  $N$  の  $X$  に対する変

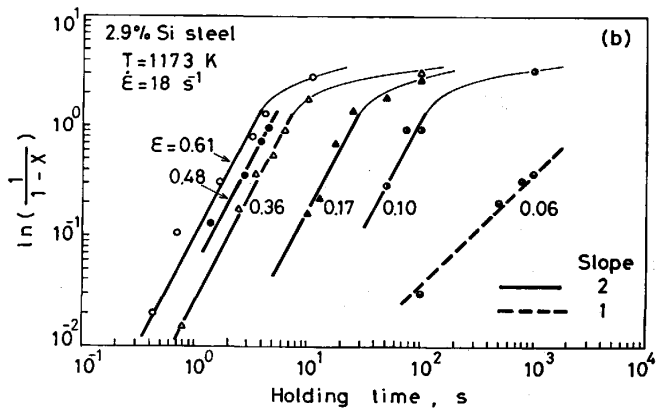


Fig. 1. (a) Effect of strain on the isothermal recrystallization curves for a 2.9% Si steel deformed at 1173 K and a strain rate of  $18\text{ s}^{-1}$ , and (b) Avrami plots for these curves.

† Si 鋼における転位のエッチピットは、C 原子を転位線上へ析出させた後 Morris 液で電解腐食することによつて生ずる<sup>7)8)</sup>

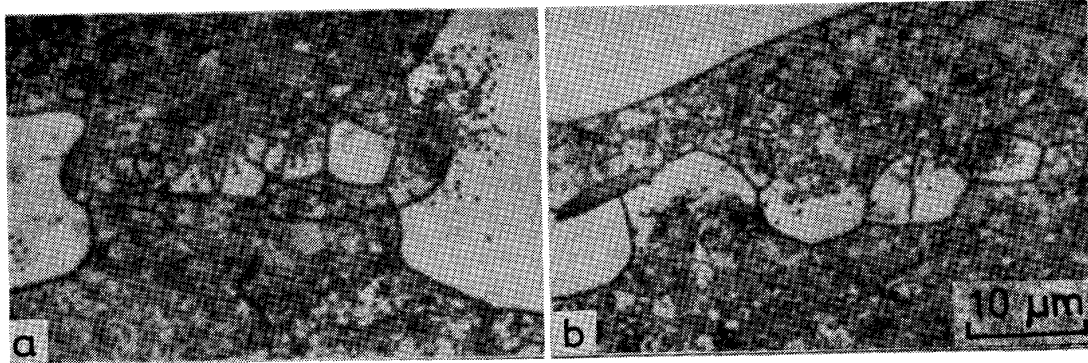
(a)  $X=0.03$ , (b)  $X=0.10$ 

Photo. 1. Typical types of new grains in a 2.9% Si steel deformed to a strain of 0.61 at 1173 K and a strain rate of  $18 \text{ s}^{-1}$ , revealed by electric etching. These features of new grains are observed in almost all fraction recrystallized,  $X$ .

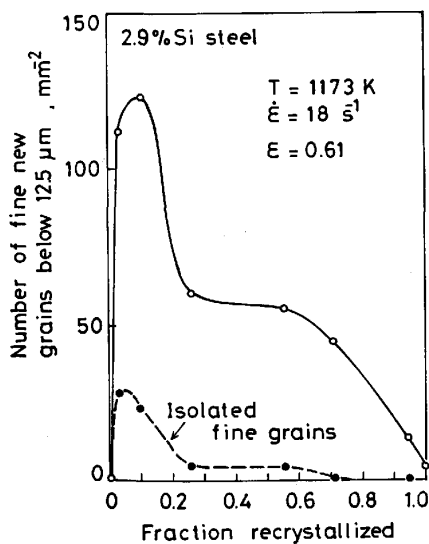


Fig. 2. Relation between number of fine new grains below  $12.5 \mu\text{m}$  and fraction recrystallized in a 2.9% Si steel deformed to a strain of 0.61 at 1173 K and  $18 \text{ s}^{-1}$ . Full symbols show the results for isolated new grains.

化を示す。図中の黒丸は孤立化して生じた微細粒数を示す。各再結晶核がほぼ同じ速度で成長できるならば、Fig. 2 の  $N$  は再結晶核の生成数とほぼ比例すると考えられよう。  $N$  は再結晶初期に急増して  $X \approx 0.1$  で最大値を示した後減少するが、中期 ( $X \approx 0.2 \sim 0.6$ ) では最大値の半分ほどであり、また  $X > 0.6$  の後期でも新たな再結晶核の形成が観察された。AVRAMI の式(2)を説明する幾つかの理論は再結晶核の形成速度は一定、または核形成は再結晶初期に完了するという仮定を設けている<sup>20</sup>。これらの仮定は Fig. 2 から導かれる結果と合わない。これより、Fig. 1(b) から求められる各直線の傾き  $k$  を用いて再結晶挙動を解析することは、今回の場合適当でなからう<sup>12</sup>。

<sup>12</sup> ひずみ 0.06 における  $k=1$  は、核の形成位置の変化よりも静的回復による減衰効果に起因した結果と考えられる(3.3 節)。

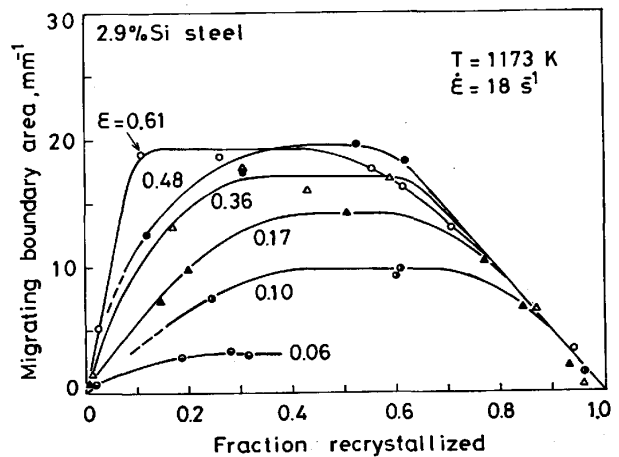


Fig. 3. Effect of strain on the relation between migrating boundary area and fraction recrystallized in a 2.9% Si steel deformed at 1173 K and  $18 \text{ s}^{-1}$ .

Fig. 3 は移動中の粒界(したがって衝突した粒界を除いた)全面積  $A$  の  $X$  に伴う変化と  $A-X$  関係に対するひずみの影響を示す。  $A$  は再結晶初期に増加して中期ではほぼ一定値を示した後、後期で零まで減少するという一般的挙動<sup>6,9)</sup>を示すが、その挙動は 0.36 までの低ひずみ側でひずみの影響を大きく受ける。再結晶初期の  $A$  は主に核の形成と成長に基づき増加するが、中期では前者による  $A$  増加とともに粒どうしの衝突による  $A$  減少が起こり、両者がほぼ同じ割合で生ずることから一定値を示し、後期では粒どうしの衝突の頻度が増加するために  $A$  は減少すると考えられる。

Fig. 4 は Fig. 1(a) から得られる  $dX/dt$  と Fig. 3 の  $A$  を式(1)に入れて計算した再結晶粒の平均成長速度  $G$  の  $X$  に対する変化を示す。ひずみ 0.06 のデータを除けば、  $G$  は  $X=0.6$  付近まではひずみによって決まるある一定値を示し、その後著しい減少を示している。この結果と Fig. 1(b) の AVRAMI の直線関係が  $X > 0.6$  で成立しなくなることは対応している。

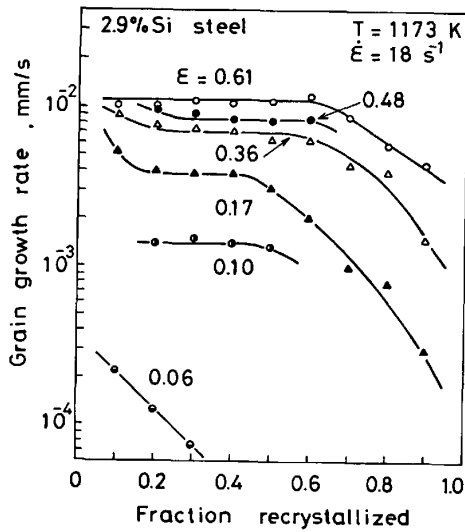


Fig. 4. Effect of strain on the changes in grain growth rate with recrystallization for a 2.9% Si steel deformed at 1173 K and  $18 \text{ s}^{-1}$ .

$X > 0.6$  での  $G$  の減少は、3.3 節で検討するように、回復に伴う蓄積ひずみエネルギーの減少に主に原因すると考えられる<sup>6)19)</sup>。また、核形成は再結晶の中、後期でも無視できぬという Fig. 2 の結果より、変形によつて蓄積されたひずみエネルギー分布はかなり不均一であることが推察される。この場合、核形成は高ひずみエネルギー領域から順次生ずるだろうから、再結晶後期で残る低ひずみエネルギー領域内の  $G$  は小さいことも原因の 1 つと考えられる。

Fig. 5 はこれまで検討してきた再結晶挙動を表す諸特性値のひずみに伴う変化を示す。Fig. 5(a) は  $X = 0.01, 0.1, 0.5, 0.9$  を示す各再結晶時間のひずみに伴う変化、Fig. 5(b) は  $X = 0.4$  での  $A$  と  $G$  に加えて、最大の再結晶粒径の時間変化から求めた成長速度  $G_{\max}$  と  $X = 1$  での再結晶粒径のひずみに伴う変化を示す。 $G_{\max}$  と  $G$  とは、 $G_{\max} \approx 6G$  の関係にある。各特性値はすべて 0.4 附近までの低ひずみ側で著しいひずみ依存性を示すが、それ以上になるとほぼ一定値に近づく。これらの挙動は、次節の Fig. 6 に示す 1173 K、 $18 \text{ s}^{-1}$  での  $\sigma - \epsilon$  挙動とほぼ対応して現れたと考えられる。すなわち、ひずみ 0.4 附近までの加工硬化段階では、蓄積されたひずみエネルギーの増加に伴い  $G$  と  $A$  が急増する結果、再結晶速度  $dX/dt$  の増加と再結晶粒径の減少とが生ずるが、変形応力がほぼ一定となる 0.4 以上では転位下部組織も一定状態に近づくため、上記の各値もひずみによらずほぼ一定になると考えられる。

### 3.2 温度の影響

高温変形後の再結晶過程の温度依存性を調べる際は、再結晶の駆動力となる転位下部組織が同じになるような

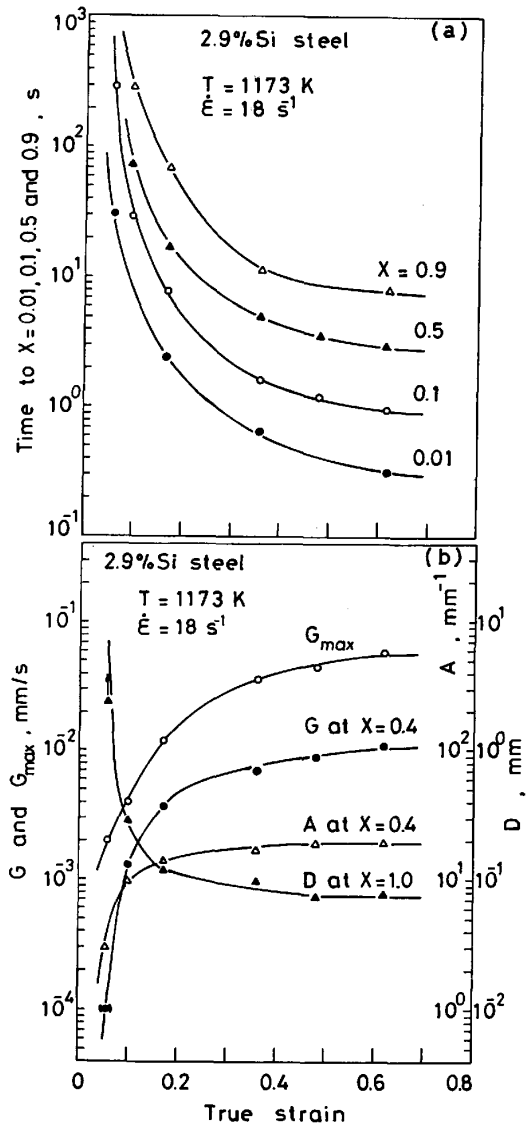


Fig. 5. Effect of strain (a) on the times to fraction recrystallized,  $X$ , of 0.01, 0.1, 0.5 and 0.9, and (b) on the grain growth rates,  $G$  at  $X = 0.4$  and  $G_{\max}$ , migrating boundary area,  $A$ , at  $X = 0.4$ , and recrystallized grain size,  $D$ , at  $X = 1$  in a 2.9% Si steel deformed at 1173 K and  $18 \text{ s}^{-1}$ .

幾つの変形温度とひずみ速度の組み合わせを選ぶ必要がある<sup>9)10)</sup>。Fig. 6 は最大変形応力が  $136 \pm 4 \text{ MPa}$  となる 3 種類の温度とひずみ速度の組み合わせ条件下で得られた  $\sigma - \epsilon$  曲線を示す<sup>†3)</sup>。いずれの曲線も降伏点現象を示した後<sup>21)22)</sup>、加工硬化しながら高ひずみでほぼ一定応力に近づいている。Fig. 7 は各試験片を Fig. 6 に示した 3 種類の温度とひずみ速度条件下で高ひずみ (0.61) まで変形後、各変形温度で再結晶させたときの  $X - t$  曲線を示す。Fig. 8 は移動中の粒界面積  $A$  と  $X$

<sup>†3)</sup> 高温変形中の試験片はひずみが約 0.4 以上で拡散くびれを起こすようになるが、Fig. 6 の結果はこれを無視して計算したものである。なお、Figs. 1, 7 で示すひずみ 0.61 とは各試験片の標点間中央部 5 mm における局部ひずみを表し、Figs. 1, 7 はそこにおける組織の観察結果である。

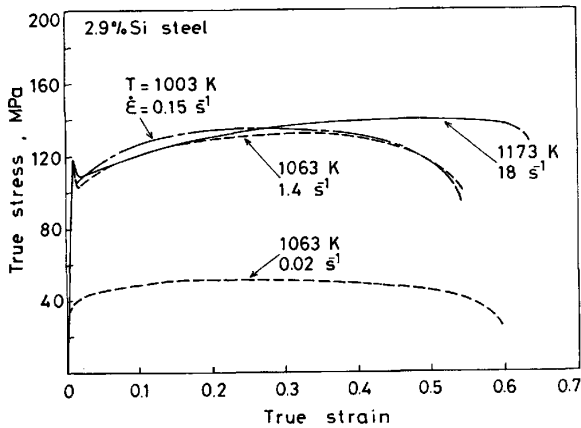


Fig. 6. True stress-true strain curves under three conditions of temperature and strain rate, i. e. 1003 K and 0.15 s<sup>-1</sup>, 1063 K and 1.4 s<sup>-1</sup>, and 1173 K and 18 s<sup>-1</sup>, in a 2.9% Si steel. A true stress-true strain curve at 1063 K and a strain rate of 0.02 s<sup>-1</sup> is also included.

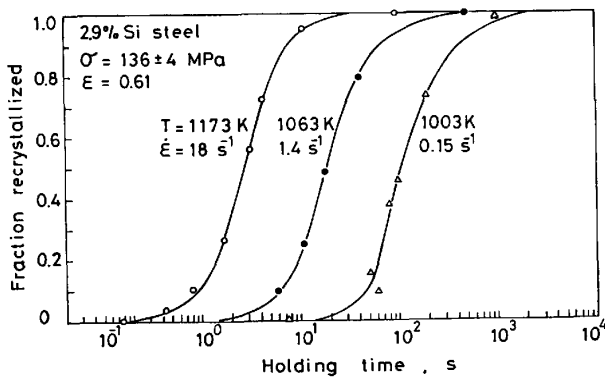


Fig. 7. Effect of temperature on the isothermal recrystallization curves after hot deformation of a 2.9% Si steel with an almost same substructure (i. e.  $\sigma = 136 \pm 4$  MPa and  $\epsilon = 0.61$ ).

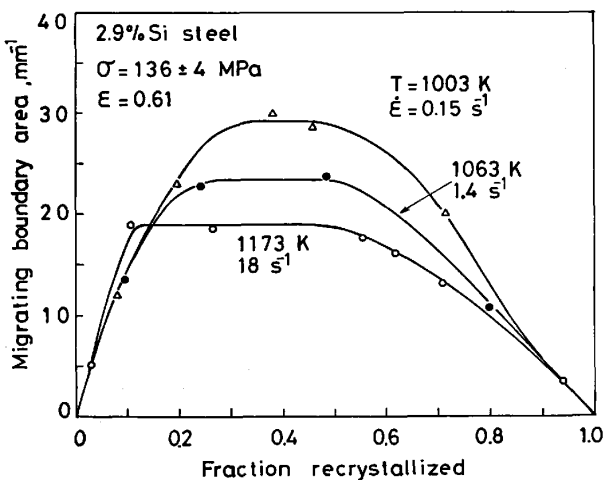


Fig. 8. Effect of temperature on the relation between migrating boundary area and fraction recrystallized in a 2.9% Si steel with a same substructure. (i. e.  $\sigma = 136 \pm 4$  MPa and  $\epsilon = 0.61$ )

の関係に対する温度の影響を示す。再結晶中期ではほぼ一定値を示す  $A$  は高温ほど減少するが、これは  $X=1$  での再結晶粒径が  $60 \mu\text{m}$  から  $79 \mu\text{m}$  へ増加することに対応していた。

Figs. 7, 8の結果と式(1)から得られる再結晶粒の平均成長速度  $G$  の  $X$  に対する変化は、Fig. 4の高ひずみの結果とほとんど同じであった。変形組織が一定の場合、 $G$  の温度  $T$  による変化は一般に次式で表される<sup>20)</sup>。

$$G = G_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q_G}{RT}\right) \dots\dots\dots (3)$$

ここで  $G_0$  は定数、 $R$  は気体定数、 $Q_G$  は再結晶粒成長のための活性化エネルギーである。また、一般に 50%再結晶に要する時間  $t_{0.5}$  と  $T$  の間にも式(3)と同じ形の次式が近似的に成立する<sup>9)20)</sup>。

$$\frac{1}{t_{0.5}} = C \cdot \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \dots\dots\dots (4)$$

ここで  $C$  は定数、 $Q_R$  は再結晶の活性化エネルギーである。Fig. 9は  $G-1/T$ ,  $1/t_{0.5}-1/T$  関係とともに、最大再結晶粒径の成長速度  $G_{\text{max}}$  と  $1/T$  の関係を示す。これらの各直線の傾きから求まる活性化エネルギーは、 $Q_G \approx 230 \text{ kJ/mol}$ ,  $Q_R \approx 215 \text{ kJ/mol}$  であつた。 $Q_G$  と  $Q_R$  の差は、式(1)より、Fig. 8が示す  $A$  の温度依存性に基づき生じたものである。これらの値は 3%Si鋼における鉄原子の自己拡散の活性化エネルギー  $218 \text{ kJ/mol}$ <sup>23)</sup> とほぼ等しい。これより、再結晶速度は拡散により支配

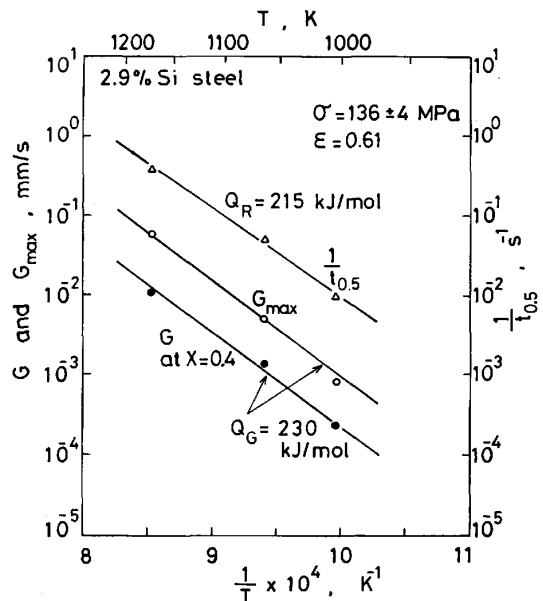


Fig. 9. Effect of temperature on grain growth rates,  $G$  at  $X=0.4$  and  $G_{\text{max}}$ , and rate of recrystallization,  $1/t_{0.5}$ , of a 2.9% Si steel with a same substructure. (i. e.  $\sigma = 136 \pm 4$  MPa and  $\epsilon = 0.61$ )

される再結晶粒の成長過程によつて主に決まると結論される<sup>†4</sup>.

### 3.3 変形下部組織の影響

高温変形組織は、3.1 節で調査したひずみの他に、温度とひずみ速度に敏感に依存し、特に高ひずみのそれは温度とひずみ速度の関数である変形応力によつて一義的に整理できる<sup>10)12)18)24)</sup>. Fig. 10(a) は 1063 K で  $1.4 \text{ s}^{-1}$  と  $0.02 \text{ s}^{-1}$  の 2 つのひずみ速度でひずみ 0.61 まで変形した後の再結晶曲線を示す (これらの  $\sigma$ - $\epsilon$  曲線については Fig. 6 参照). Fig. 10(b) は同じ各試験片を用いて測定した未再結晶領域の副結晶粒径  $d$  と保持時間との関係を示す. 高ひずみの変形応力  $\sigma$  が 51 MPa から 132 MPa へ増加するに伴い再結晶速度はほぼ 1 桁増加することと、高ひずみで生ずる  $d$  が  $\sigma$  増加に伴い  $6.7 \mu\text{m}$  から  $2.4 \mu\text{m}$  へ減少することは対応している.

Fig. 10(b) より、未再結晶領域の  $d$  は  $X \approx 0.7$  前後までは高温変形時の値すなわち動的回復によつて生じた  $d$  とほとんど等しく、その後若干の増加を示している. 副結晶粒組織はこのように安定に存在するようだが、Photo. 2 が示すように、副結晶粒内の転位密度は再結晶の進行に伴い減少しており、特に  $X > 0.6$  ではそれが明瞭に現れることがわかつた. 再結晶後期で明瞭となる副結晶粒内の転位密度の減少と更に後期で生ずる副結晶粒径の増加は、3.1 節で調査検討したように、ほぼ同じ時期から生ずる AVRAMI の式(1)の不成立 (Fig. 1(b)) や再結晶粒の成長速度の減少 (Fig. 4)

の主原因と考えられる.

ここで、再結晶速度の温度依存性を示す実験式(4)が  $X=0.5$  だけでなくすべての  $X$  で成立し、しかも  $Q_R$

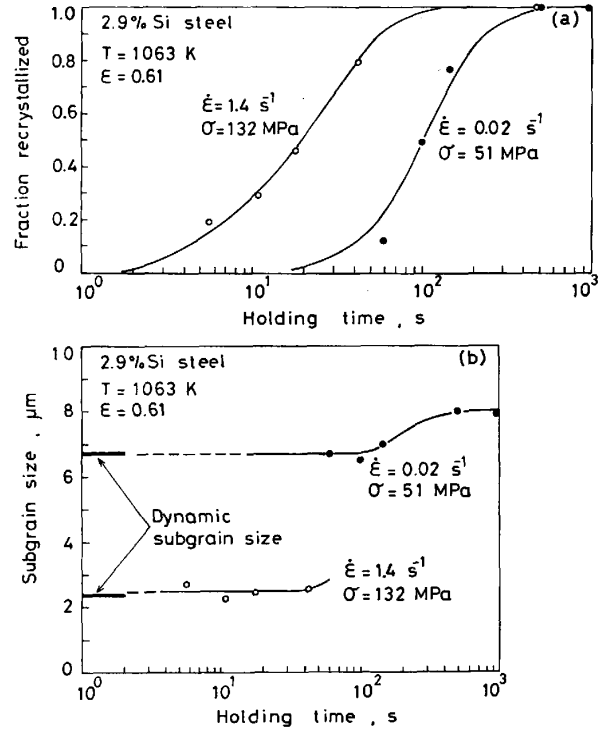
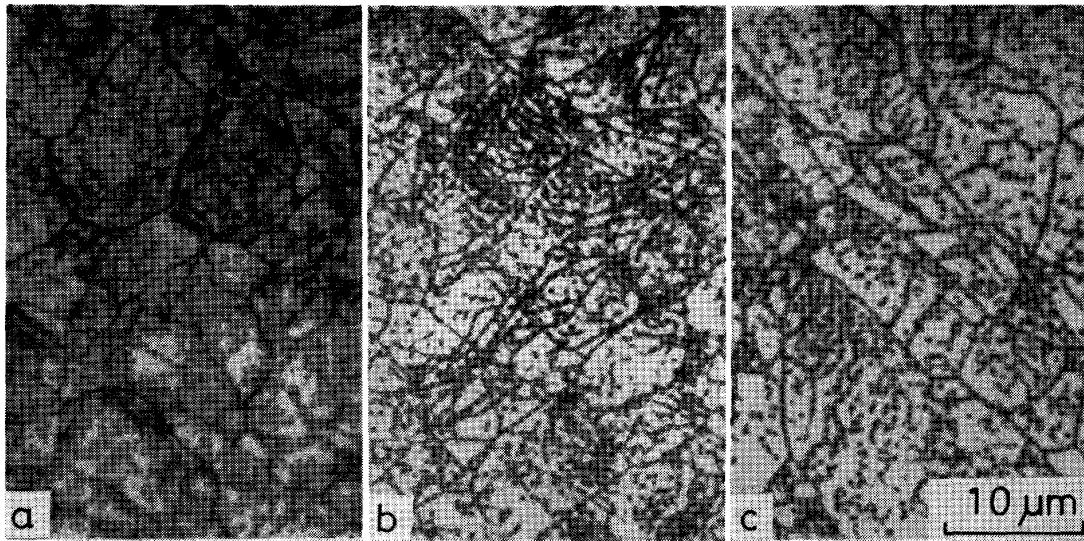


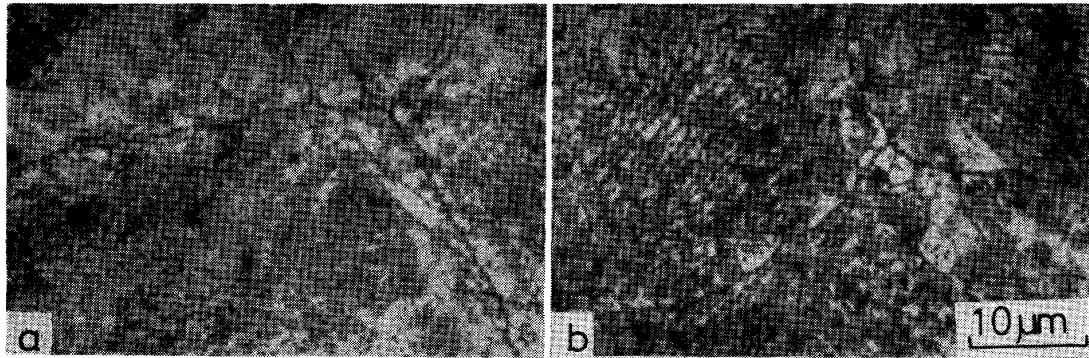
Fig. 10. Effect of strain rate (a) on the isothermal recrystallization curves, and, (b) on the changes in subgrain size in unrecrystallized grains with holding time for a 2.9% Si steel deformed to a strain of 0.61 at 1063K.



(a) Fraction recrystallized,  $X=0$ , (b)  $X=0.54$  and (c)  $X=0.77$ .

Photo. 2. The changes in substructure in unrecrystallized grains with recrystallization for a 2.9% Si steel deformed at 1063 K and  $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , revealed by electric etching.

<sup>†4</sup> Fig. 9 と純鉄の結果<sup>9)</sup>を比較すると、 $G$  におよぼす Si 添加の影響は大きい. Si の影響は式(3)における  $Q_G$  よりも  $G_0$  に主に現れるが、このことは MILLS らの<sup>23)</sup> 拡散に関する検討結果ともほぼ対応する.



(a) Fraction recrystallized,  $X=0$ , (b)  $X=0.15$ .

Photo. 3. The changes in substructure with recrystallization for a 2.9% Si steel deformed to a strain of 0.17 at 1173 K and  $18\text{ s}^{-1}$ , Electric etch.

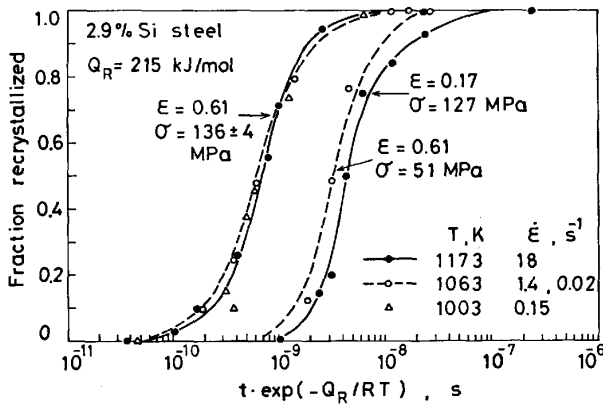


Fig. 11. Relation between fraction recrystallized and temperature compensated recrystallization time,  $t \cdot \exp(-Q_R/RT)$ , after hot deformation of a 2.9% Si steel. These data are derived from Figs. 1 (a), 7 and 10 (a), but the data on strains of 0.06, 0.10, 0.36 and 0.48 in Fig. 1 (a) are omitted for simplification.

がひずみやひずみ速度によつてほとんど変化しないと仮定できれば、式(5)で表される温度を補償した再結晶時間  $t'$  を用いることによつて、Fig. 1(a), Fig. 7 と Fig. 10(a) のこれまでのすべての  $X-t$  曲線を  $X-t'$  曲線に整理し直して比較検討することが可能になる。

$$t' = t \cdot \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \dots\dots\dots (5)$$

Fig. 11 は以上の考えに沿つて計算した  $t'$  に対して各実験のデータを再整理したのだが、図面が複雑になるため 1173 K,  $18\text{ s}^{-1}$  で変形した際のひずみ 0.06, 0.1, 0.36 と 0.48 の各データは省略してある。予測した通り、Fig. 7 における3種類の高ひずみのデータは実験誤差内で1つの曲線にのつている。

一方、51 MPa でひずみ 0.61 を与えた組織と 127 MPa で 0.17 まで変形した組織の再結晶速度はほぼ同じであることが Fig. 11 からわかる。もし変形応力と転位密度  $\rho$  の平方根が比例し、更に転位に基づく蓄積ひ

ずみエネルギーが  $\rho$  に比例するとすれば<sup>20)</sup>、上記の2つの変形組織における蓄積エネルギーは両者で約 6.5 倍の違いがあることになるので、Fig. 11 の示す結果は一見奇異に思われる。しかし、高応力で低ひずみの高温変形組織は転位がほぼ均一に分布した下部組織を呈するのに対して (Photo. 3(a))、低応力だが高ひずみの変形組織は動的回復によつて生じたほぼ完全な副結晶粒組織である (Photo. 2(a)) という違いがある。転位が均一に分布する前者の組織では、再結晶の前駆段階として、静的回復による転位の再配列と副結晶粒組織の形成を起さねばならない<sup>20)</sup> (Photo. 3(b))。これより、問題としている高応力、低ひずみで生ずる変形組織はほぼ均一に分布した転位組織を有するため、再結晶の駆動力は 6.5 倍ほど大きいにもかかわらず、静的回復による副結晶組織の形成にある時間を要する。これに対し、低応力だが高ひずみの変形組織は動的回復による均一な副結晶粒組織となつているため、この場合は静的回復に要する時間はきわめて小さく、その分再結晶速度は増加するだろうと考えられる。

以上の検討から、転位密度の関数として表せる蓄積ひずみエネルギーとともに転位下部組織の微視的状态すなわち転位の分布状態も、再結晶を支配する因子となると結論される。したがつて、均一な副結晶粒組織を持つ高温加工材の静的再結晶過程は、それとほぼ同じ転位密度を有する加工硬化段階の組織または冷間加工材のそれに比べ、急速に進行すると考えられる。Fig. 1 や Fig. 5 で見られる再結晶に対するひずみの促進作用は、単に転位密度の増加によるだけでなく、転位下部組織が均一な分布状態から副結晶粒組織へ変化することにも原因すると結論される。また、Fig. 1, Fig. 4 で見られるように、ひずみ 0.06 の再結晶特性は他のものと大きく異なつたが、これも静的回復の効果によつて説明できる。すなわち、そこでは再結晶開始とともに副結晶粒径の増加

と転位密度の減少とがほぼ同時に生じていたことから、再結晶初期から回復による減衰効果が現れた結果であると解釈される。

#### 4. 結 論

2.9%Si 鋼の高温引張変形後の静的復旧過程を調査して、次に示す諸結果を得た。

(1) 再結晶に対するひずみの促進作用は、加工硬化段階の低ひずみ側で著しく現れ、変形応力がほぼ一定となる高ひずみ側ではほとんど現れなかつた。低ひずみ側における促進作用は、単に転位密度の増加によるだけでなく、変形中の動的回復によつて生ずる副結晶粒組織にも起因することがわかつた。

(2) 再結晶核の大部分は、初期から集団的にもとの結晶粒界上で生じた。再結晶核の数は初期に急増して再結晶率  $X=0.1$  付近で最大値を示した後減少したが、中期 ( $X=0.2\sim 0.6$ ) のそれは最大値の  $1/2$  ほどもあり、また  $X>0.6$  の後期でも新たな再結晶核の形成が観察された。

(3) 副結晶粒内の転位密度は再結晶後期において明らかな減少を示し、また副結晶粒径も増加した。この静的回復が原因して、再結晶速度と結晶粒成長速度は再結晶率約  $0.6$  付近から明瞭な減少を示した。

(4) 高温変形組織をほぼ一定として、再結晶速度と再結晶粒の成長速度の温度依存性を測定した結果、再結晶のための活性化エネルギーは  $215 \text{ kJ/mol}$ 、再結晶粒成長のためのそれは  $230 \text{ kJ/mol}$  であり、これらは  $2.9\% \text{ Si}$  鋼における鉄原子の自己拡散のための値  $218 \text{ kJ/mol}$  とほぼ等しかつた。これより、再結晶速度は再結晶粒の成長速度によつて主に支配されると結論される。

(5) 副結晶粒組織を有する高温加工材の静的再結晶は、それとほぼ同じ転位密度を有する加工硬化段階の組織または冷間加工材のそれに比べて、急速に起こることがわかつた。これは、再結晶の前駆段階としての静的回復に要する時間が、前者ではきわめて小さく、後者では大きいことに原因している。

最後に本研究における実験の一部にご協力いただいた土井茂和工学士に深く感謝致します。

#### 文 献

- 1) Hot Deformation of Austenite, ed. by J. B. BALLANCE (1977) [AIME, New York]
- 2) Thermomechanical Processing of Micro-alloyed Austenites, ed. by A. J. DEARDO et al (1982) [AIME, Pa]
- 3) 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編) (1982) [日本鉄鋼協会]
- 4) 酒井 拓: 日本金属学会会報, 22 (1983), p. 1036
- 5) C. ROSSARD and P. BLAIN: Mem. Sci. Rev. Met., 57 (1960), p. 153
- 6) A. T. ENGLISH and W. A. BACKOFEN: Trans. Metall. Soc. AIME, 230 (1964), p. 396
- 7) I. KOZASU, T. SHIMIZU and H. KUBOTA: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 367
- 8) R. A. PETKOVIC-DJAJIC and J. J. JONAS: JISI, 210 (1972), p. 256
- 9) G. GLOVER and C. M. SELLARS: Metall. Trans., 3 (1972), p. 2271
- 10) C. OUCHI and T. OKITA: Trans. ISIJ, 23 (1983), p. 129
- 11) 作井誠太, 酒井 拓, 村瀬暉生: 日本金属学会誌, 39 (1975), p. 535
- 12) 作井誠太, 酒井 拓, 沢田裕治: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 1284
- 13) S. SAKUI, T. SAKAI and K. TAKEISHI: Trans. ISIJ, 17 (1977), p. 718
- 14) 酒井 拓, 大橋正幸, 和田重伸: 文献 3), p. 108
- 15) L. BLAZ, T. SAKAI and J. J. JONAS: Met. Sci., 17 (1983), p. 609
- 16) C. E. MORRIS: Metal Progress, 56 (1949), p. 696
- 17) W. R. HIBBARD and C. G. DUNN: Acta Metall., 4 (1956), p. 306
- 18) R. G. STANG, W. D. NIX and C. R. BARRETT: Metall. Trans., 6A (1975), p. 2065
- 19) R. A. VANDERMEER and P. GORDON: Recovery and Recrystallization of Metals, ed. by L. HIMMEL (1963), p. 211 [Interscience Pub.]
- 20) J. G. BYRNE: Recovery Recrystallization and Grain Growth (1965), p. 1 [Macmillan]
- 21) 酒井 拓, 香西雅文, 大橋正幸, 作井誠太: 日本金属学会誌, 41 (1977), p. 298
- 22) 酒井 拓, 大橋正幸, 香西雅文, 作井誠太: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 1556
- 23) B. MILLS, G. K. WALKER and G. M. LEAK: Phil. Mag., 12 (1965), p. 939
- 24) 例えば J. J. JONAS, C. M. SELLARS and W. J. McG. TEGART: Met. Rev., 14 (1969), p. 1