

# 動的再結晶とその関連現象に関する研究の進展

酒井 拓\*

Advances in Dynamic Recrystallization and Its Related Phenomena

Taku SAKAI

**Key words :** hot deformation ; dynamic recrystallization; austenite; single and multiple type of flow; dynamic nucleation; dislocation substructure; metadynamic recovery and recrystallization; static recovery and recrystallization.

## 1. はじめに

鉄鋼のオーステナイトを含む中低積層欠陥エネルギーを有する多くのfcc金属・合金では、高温変形下で新結晶粒の形成と成長を伴う動的再結晶が生じることは広く認められている。これは変形後直ちに生じる静的再結晶と区別しにくいことから、その存在自体に対する論争が1960年代末まで続けられている。動的再結晶に関するその後の高精度な実験データの蓄積と現象論的、理論的検討が1970年代末までかなり進展したこともあり、動的再結晶は高温変形中に生じる復旧過程の1つであり、その組織は高密度の転位下部組織を有する加工組織の1つとして認識され、現在に至っている。したがって、動的再結晶に関する代表的な総説や解説論文は、1980年代前半までかなり報告されている<sup>1)~6)</sup>。

鉄鋼では制御圧延で代表される加工熱処理法の工業化が実施されるに伴い、1970年代以後高温加工の金属学的研究の重要性が増し、国の内外でこの方面の国際会議の開催と研究成果が数多く報告され、その流れは現在が続いている<sup>7)~18)</sup>。その中でも動的再結晶を利用する加工熱処理に基づく組織制御は極めて魅力的な研究課題であるが<sup>11)</sup>、動的再結晶の実操業下での応用または実施例はほとんど報告されておらず、これを工業的に利用することはほとんど疑問視されてきた。

本稿は、1980年代後半から現在までの約10年間に動的再結晶に関して得られた研究成果や新たな知見を整理検討し、また種々の問題点を列挙してこの現象の解明の現状を概説することを目的とする。また、動的再結晶後の静的復旧過程とその微視組織に関する最近の研究成果並びにこれらの工業的利用に関する研究例を紹介し、併せて種々の問題点を指摘することにする。

## 2. 動的再結晶型変形曲線

動的再結晶に伴って現れる典型的な応力-ひずみ ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) 曲線は、Fig.1の炭素鋼の結果が示すように<sup>19)</sup>、低Z側の変形では多重ピーク型、高Zになるに伴い単一ピーク後滑らかに加工軟化し、高ひずみではいずれも変形応力がほぼ一定となる定常状態変形を示すようになる。Zは次式で定義される温度補償ひずみ速度であり、高温変形特性におよぼす温度Tとひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ の影響を解析する際に一般に用いられる。

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp(Q/RT) \dots\dots\dots (1)$$

ここで、Qは変形のための見かけの活性化エネルギー、Rはガス定数である。LutonとSellars<sup>3)20)</sup>は、 $\sigma$ - $\epsilon$ 曲線が多重ピークか単一ピーク型となる条件を初めて理論的に検討し、

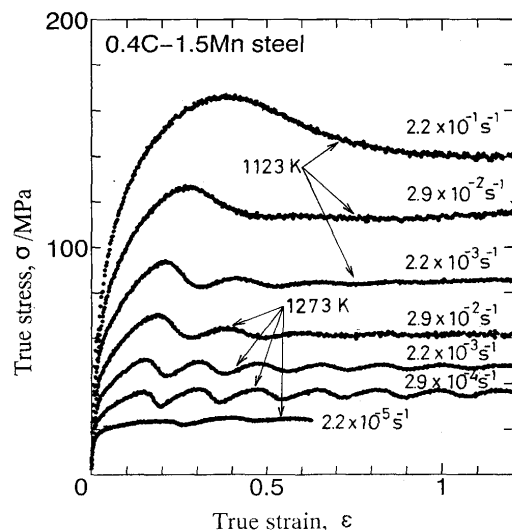


Fig.1. Typical flow curves characteristic of dynamic recrystallization for 0.4 mass% carbon steel, deformed at 1123 K and 1273 K and at strain rates between around  $10^{-5}$  and  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ <sup>19)</sup>.

平成6年9月5日受付 平成6年10月14日受理 (Received on Sep. 5, 1994; Accepted on Oct. 14, 1994) (依頼解説)

\* 電気通信大学 (The University of Electro-Communications, 1-5-1 Chofugaoka Chofu 182)

ピーク応力が現れるひずみ  $\epsilon_P$  とそこから最初の加工軟化が完了するまでのひずみ  $\epsilon_X$  を用いて、 $\epsilon_P = \epsilon_X$  となる時に曲線形状が変化すると結論している。この臨界ひずみモデルはねじり試験の結果にはよく適応できるが、引張や圧縮などの他の実験結果には適応できないことが指摘され、種々検討されている<sup>21)22)</sup>。

一方、酒井らは  $Z$  を一定とする変形条件においても、 $\sigma$ - $\epsilon$  曲線は初期粒径  $D_0$  の増加に伴い多重ピーク型から単一ピーク型へ変化することを見だし<sup>23)</sup>、この問題に関する系統的な研究結果により、 $\sigma$ - $\epsilon$  曲線の形状は  $D_0$  と高ひずみで生じる安定な動的再結晶粒径  $D_s$  の大小関係すなわち次式で決まることを提案している<sup>4)5)21)~25)</sup>。

$$D_0 = 2D_s(Z) \dots\dots\dots (2)$$

$D_s$  は  $Z$  に伴い敏感に変化する (Fig. 6, Fig. 7)。高  $Z$  の変形下では一般に  $D_0 > 2D_s$  となるので、微細粒組織の形成に伴い単一ピーク型  $\sigma$ - $\epsilon$  曲線が現れるのに対し、低  $Z$  下の変形では  $D_0 < 2D_s$  が成立し、結晶粒の粗大化に伴って多重ピーク型曲線が現れることになる。これは  $\sigma$ - $\epsilon$  曲線の  $Z$  依存性を示す Fig. 1 の結果とも矛盾しない。この臨界粒径モデルは動的再結晶粒の大部分が結晶粒界付近から生じるという観察結果に基づいて導出されるが、その内容の詳細は文献 4) と 5) を参照していただきたい。

動的再結晶に伴う特徴的な変形曲線の導出に対する理論的検討は、Sellars ら以後 Stüwe ら<sup>26)</sup>、Sandström<sup>27)</sup> ら、Roberts<sup>6)28)</sup> らによって試みられている。彼らは転位密度、粒界エネルギー、拡散速度などの物理因子を用いて Sellars らのモデルを発展させているが、動的核の形成速度 ( $\epsilon_P$  に関係) と再結晶速度 ( $\epsilon_X$  に関係) が動的再結晶を支配していると考えられる点では基本的に同じである。以上の諸理論はいずれも定量的、定性的にある限られた実験結果しか説明できない<sup>4)5)</sup>。

最近、Luton らは動的再結晶に伴う  $\sigma$ - $\epsilon$  曲線や組織変化をモンテカルロ法を用いて計算により導き出す研究を進めている<sup>29)30)</sup>。静的再結晶における核形成モデルと粒成長モデルをそのまま動的再結晶に適用できるとして計算しているが、動的再結晶におよぼす初期粒径  $D_0$  の顕著な影響は計算結果の  $\sigma$ - $\epsilon$  曲線や組織変化には現れず、またネックレス状再結晶<sup>4)5)28)</sup> は特別な場合にしか生じないなどの結果が導かれている。計算機シミュレーションによる検討の試みは開始したばかりであり、新しい研究手法として今後の発展が望まれる。

一方、変形中に動的再結晶が生じる場合でも上述の如き特徴的  $\sigma$ - $\epsilon$  曲線が現れない場合がある。その実験結果の 1 例を Fig. 2<sup>31)</sup> に示す。Cu-Be 合金における鋭い降伏点降下を伴う降伏変形は、Be 原子雰囲気を引きずる転位の粘性運動により支配されるのに対し、高ひずみで現れる加工軟化と定常状態変形は Cu 原子の体積拡散による動的再結晶により主

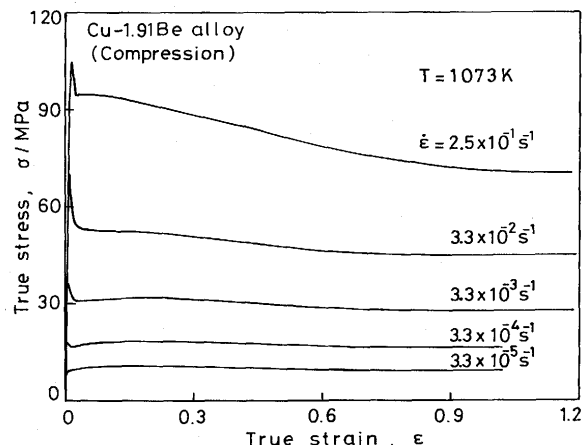


Fig. 2. Effect of strain rate on hot compression flow curves for Cu-1.91 mass% Be alloy, in which dynamic recrystallization takes place at high strains<sup>31)</sup>.

に支配されると考えられる<sup>31)32)</sup>。Cu-Be 合金では通常より微細な動的再結晶粒が生じるため (Fig. 6 参照)、Fig. 2 の変形条件下では  $D_0 > 2D_s$  の関係が常に成立する。臨界粒径モデルにしたがえば、この場合には多重ピーク型曲線は現れない。

### 3. 核形成と動的再結晶組織

動的再結晶に伴う新粒組織の形成に関しては、これまでに多くの報告がなされている<sup>1)~6)</sup>。鉄鋼では相変態によって転位下部組織を含む微視的組織の観察は困難であるので、相変態の無い Ni や Cu を用いて変形微視組織の詳しい解析が進められている。2 種類の初期粒径  $D_0$  を持つ Ni を用いて、動的再結晶に伴う組織変化を調べた結果を Fig. 3 に示す<sup>33)</sup>。これらは平均粒径  $D$  と粒径  $10\mu\text{m}$  以下の微細粒密度  $N$  の変形に伴う変化とそれにおよぼす  $D_0$  の影響を示すが、動的再結晶におよぼす  $D_0$  の影響は極めて大きい。

粗粒試験片 ( $60\mu\text{m}$ ) の  $N$  はピークひずみ  $\epsilon_P$  の約 1/2 付近から増加し出して、高ひずみである一定値に近づくのに対し、細粒試験片 ( $30\mu\text{m}$ ) では約  $0.5\epsilon_P$  から急増した  $N$  は  $\epsilon_P$  で極大値を示し、その後は変形に伴い逆に減少しながら粗粒試験片における値に大体近づく。このことは動的再結晶型  $\sigma$ - $\epsilon$  曲線が  $D_0$  によって多重ピークまたは単一ピーク型となることに密接に関係しており、いずれも式 (2) で表せる臨界粒径モデルで説明できる<sup>33)</sup>。

動的核の形成機構については静的再結晶のそれに比べてあまり検討されていないが、結晶粒界付近で生じる再結晶粒は張り出し機構<sup>2)~6)20)22)</sup> や連鎖双晶<sup>34)35)</sup> により、また結晶粒内の核形成では変形帯などのひずみ集中域において働く副結晶粒の成長による機構<sup>35)</sup> が提案されている。最近、三浦らは<sup>36)</sup> 粒界方位差の異なる数種類の Cu-Si 合金双結晶を用いて動的再結晶の核形成を観察し、変形初期から粒界すべりが生じ、それが粒界への転位の堆積と粒界の凹凸化を引き

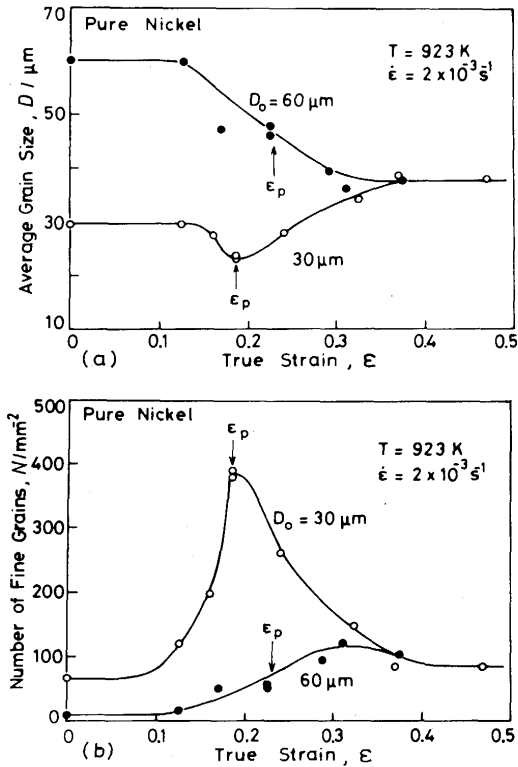


Fig.3. Effect of strain and initial grain size  $D_0$  on (a) the average grain size and (b) the number of grains per unit area less than  $10 \mu\text{m}$  in diameter. Nickel was deformed in tension at 923 K and at a strain rate of  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

起すことを明らかにしている (Fig. 4).

Fig. 5 に示すモデルにしたがえば、高温変形中に生じる粒界張り出しのための臨界条件は次式で表せる。

$$\Delta E = 4K_1 \gamma_B / L \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $\Delta E$  は隣接粒間のひずみエネルギー差、 $\gamma_B$  は粒界エネルギー、 $L$  は張り出す部分の粒界長さである。静的な再結晶核形成に関する Bailey と Hirsh の条件式<sup>37)</sup>は  $K_1 = 1$  であるのに対し、高温変形下では粒界の凹凸化が進んでいるので、 $K_1 < 1$  が必ず成立する。したがって、粒界は最も有力な核形成サイトになり得る<sup>38)</sup>。多結晶体に関するこれまでの多くの研究でも、副結晶粒の生成と粒界の凹凸化に続いて動的核がそこから生じることが多く報告されている<sup>20)23)28)31)34)</sup>。動的核形成の前駆段階として粒界すべりが働き、不均一ひずみが導入されることの重要性は、最近他の研究によっても指摘されている<sup>38)39)</sup>。

ところで、Fig. 3 は高ひずみ域の結晶粒組織はひずみや  $D_0$  に依存せずある一定状態に近づくことを示している。高ひずみで生じる動的粒径  $D_0$  は  $Z$  またはその際生じる変形応力  $\sigma_s$  の関数として表すことができるが、その実験結果の 1 例を Fig. 6 に示す。各材料の  $\sigma_s$  と  $D_0$  との関係は次式で近似的に表せる。

$$\sigma_s = K_2 D_0^{-N} \dots\dots\dots (4)$$

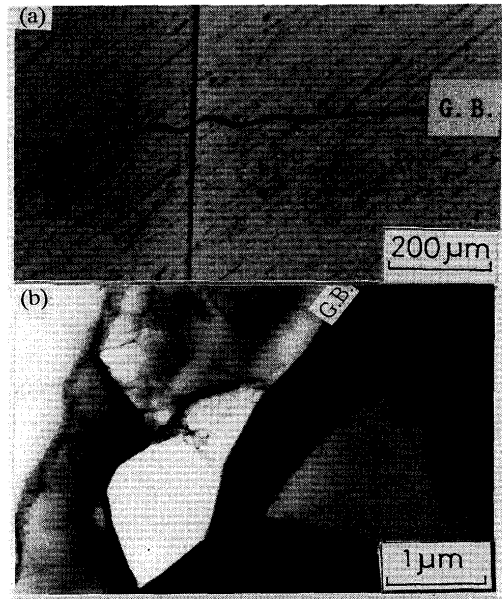


Fig.4. Microstructures near the grain boundary of a Cu-Si alloy bicrystal with  $[001]$  twist boundary, deformed to a strain of around 0.15 at 1023 K and at  $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , followed by  $\text{H}_2$  gas quenching. The misorientation angle was  $10^\circ$ .

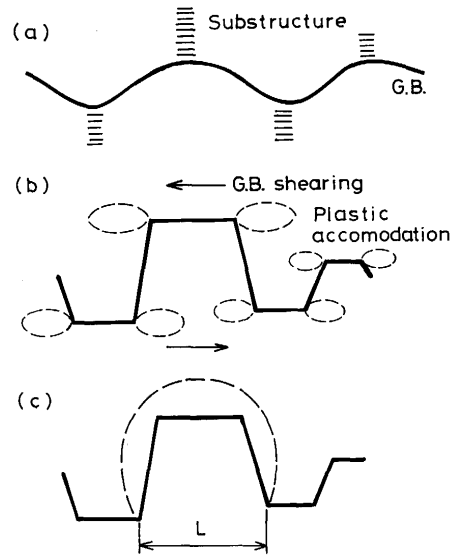


Fig.5. Schematic representation of the nucleation of a dynamically recrystallized grain<sup>38)</sup>. (a) Boundary corrugation accompanied by the evolution of subboundaries. (b) Partial grain boundary sliding, leading to the development of inhomogeneous local strains. (c) Bulging out part of a serrated grain boundary, leading to the formation of a new grain.

ここで  $N$  は Cu-Be 合金を除けば 0.7~0.8 の範囲に入る実験定数である。Cu-Be 合金の  $\sigma_s$ - $D_0$  関係<sup>32)</sup>は、高応力を生じる変形条件下では式 (4) ではば表せるのに対し、50MPa 以下の応力を生じる条件下では微細粒側へ顕著に移動している (尚、この結果は Fig. 2 の  $\sigma$ - $\epsilon$  曲線と対応する)。Cu-Be 合金では

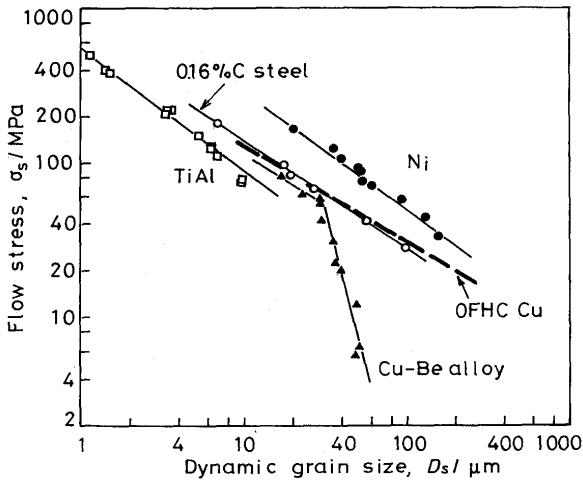


Fig. 6. Relationships between flow stress and dynamic grain size at high strains for 0.16% C steel in austenite<sup>23)</sup>, Cu-Be alloy<sup>32)</sup>, Ni<sup>33)</sup>, Cu<sup>40)</sup> and TiAl<sup>41)</sup>. The  $\sigma_s$ - $D_s$  relations for 0.16% C steel and Ni are derived from the  $\sigma_p$ - $D_s$  ones by using  $\sigma_s = 0.88 \cdot \sigma_p$  (see Fig. 10).

(CoCu)Be粒子が高温でも安定に存在するため、低Z側で生じる動的再結晶粒径はZではなく微細分散粒子による固着作用によって安定化するとされている<sup>32)</sup>。動的再結晶におよぼす微細分散粒子の役割は現在系統的にはほとんど調査されていないが<sup>42)</sup>、Fig. 6の結果が示すように、工業材料の組織微細化法の1つとして今後研究すべき重要課題であろう。

一方、金属間化合物TiAlの $\sigma_s$ - $D_s$ 関係は<sup>41)</sup>、これまでの金属・合金の結果の外挿線上にあってほぼ平行していること、しかし後者の結果に比べてほぼ1桁以上微細な $D_s$ 側へ移動していることは興味深い。金属間化合物は金属に比べてセル状転位組織が一般に形成しにくいこと、粒界の凹凸化と粒界張り出しに伴い微細な新粒がネックレス状に形成すること、しかしそれは高ひずみでも初期結晶粒の中心部まで発達することではなく、そこでは超塑性的変形が支配的に生じるといったように、金属材料の結果と類似する部分とそ

うでない部分とが混在するようである<sup>39)41)43)44)</sup>。金属間化合物に特有の動的再結晶特性とその機構が解明されれば、金属材料の動的再結晶の理解も一段と進展することが期待される。

最後に、これまでの金属・合金や金属間化合物に加えてイオン結晶材、氷や鉱物などでも動的再結晶は起きるとされており、これらの材料に関しても式(4)は一般的に成立する(Fig. 7<sup>44)</sup>)。Derbyは<sup>45)</sup>、変形に伴う転位下部組織の形成速度と粒界移動速度との動的平衡を考慮して、実験式(4)に酷似する次式を理論的に導出することに成功している。

$$\sigma/\mu (D_s/b)^{2/3} = K_3 \dots\dots\dots (5)$$

ここで $K_3$ は1~10の定数、 $\mu$ は剛性率、 $b$ はバーガスベクトルである。金属から鉱石までの広範囲な材料に関する実験結果が式(5)で整理できる理由は、これらの材料の融点近くの拡散速度はほぼ同じオーダーの値に近づくからである。動的再結晶組織が式(5)で記述される普遍的法則で支配されるとするDerbyの検討は、動的再結晶現象の本質を明らかにする上で大いに注目されよう。

#### 4. 動的再結晶下の転位下部組織

初期の加工硬化段階で生じるセル状転位組織は、ピークひずみ $\epsilon_p$ に近づくにつれセル径の減少とセル境界のタイト化が生じ、粒界近くの転位密度は内部に比べて大となり、またそのセル径は明らかに小さくなる<sup>38)46)</sup>。約 $1/2\epsilon_p$ から粒界の凹凸化とその付近から動的再結晶粒の核形成が始まり、それらは $\epsilon_p$ に近づくにつれ激しく起こるようになる(Fig. 3参照)。Fig. 8 (a)に示す粒界上の2つの動的再結晶粒内にはすでにかかなりの転位が生じている。 $\epsilon_p$ 付近で生じる動的再結晶粒の他の例をFig. 8 (b)に示すが、中央部に存在する結晶粒の転位密度は粒界近くでは小さく中心部で大となっている。これは成長途中の動的粒内の転位下部組織に特有なも

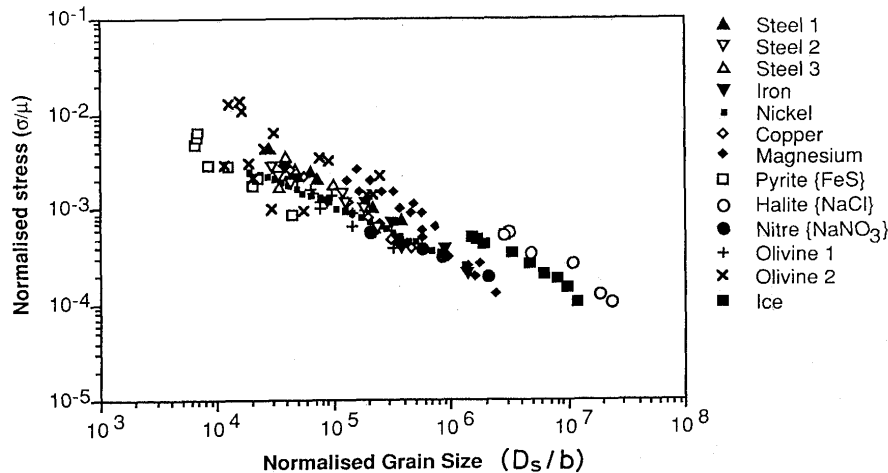


Fig. 7. Relationship between flow stress, normalized by the shear modulus and dynamic grain size, normalized by Burger's vector (After Derby<sup>45)</sup>).

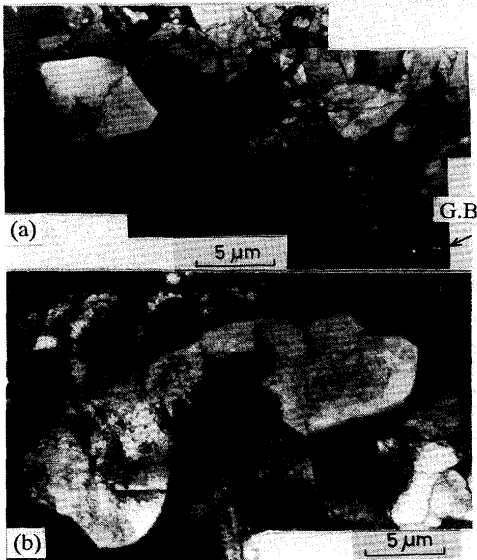


Fig.8. Typical TEM micrographs of dislocation substructures of nickel, deformed to near peak strain (0.185) at 923K and at  $2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ , followed by  $\text{H}_2$  gas quenching<sup>46)</sup>. (a) two new grains at the existing grain boundary. (b) growing dynamic grain containing dislocation density gradient.

のと考えられる<sup>46)47)</sup>。

高ひずみ域の転位下部組織は各結晶粒ごとに異なる不均質な分布を示すが、それらはFig. 9の模式図の実線で示すような3種類の典型的な型に分類され、検討されている<sup>46)</sup>。すなわち、転位をほとんど含まない微細粒A(動的再結晶核)、粒界近くでは転位を含まず、粒内では高密度の転位組織を有する成長途中の動的粒B、ほぼ均質で高密度の転位組織を有する動的粒Cである。 $\rho_0$ と $\rho_c$ は焼なまし状態と動的再結晶核の形成に要する転位密度であり、Dはそれぞれの動的粒径を示す。

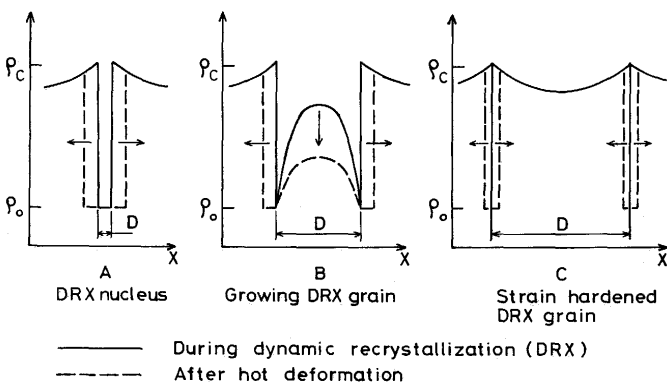


Fig.9. Three types of dislocation density distribution developed in the dynamically recrystallized grain structure (full lines), and the post-dynamic restoration behavior in each of the three regions (broken lines) (After Sakai et al<sup>46)65)</sup>).  $\rho_0$  is the initial (annealed) dislocation density,  $\rho_c$  is the critical value required for dynamic nucleation and D is the current dynamic grain size.

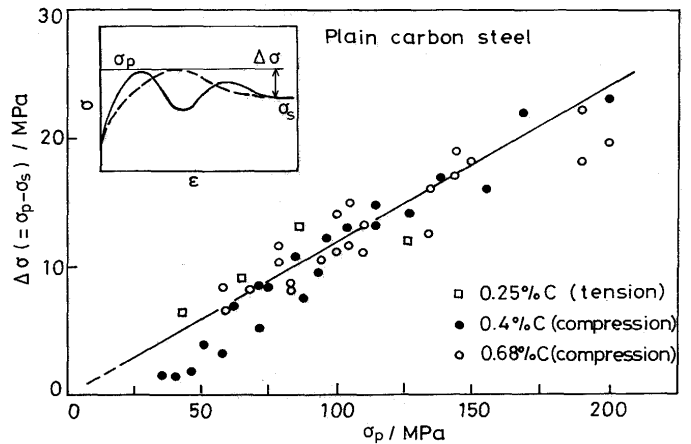


Fig.10. Relationship between peak flow stress and stress decrement  $\Delta\sigma$  during dynamic recrystallization of austenite in carbon steels.  $\square$ : 0.25 mass% C steel (tension)<sup>48)</sup>,  $\bullet$ : 0.4 mass% C steel (compression)<sup>19)</sup>,  $\circ$ : 0.68 mass% C steel (compression)<sup>49)</sup>.

Fig. 9の転位分布モデルを用いれば、ピーク応力 $\sigma_p$ は動的再結晶開始までの比較的均一に分布する転位組織の密度 $\rho_c$ でほぼ決まるのに対し、動的再結晶下で $\rho_0$ から $\rho_c$ まで不均一に分布する転位組織に対応して生じる定常状態応力 $\sigma_s$ は、それらの全結晶粒にわたる平均値 $\bar{\rho}$ で決まると考えれば、 $\sigma_p$ から $\sigma_s$ までの応力軟化量 $\Delta\sigma$ は次式のように表される<sup>46)</sup>。

$$\Delta\sigma/\sigma_p = 1 - (\bar{\rho}/\rho_c)^{1/2} \dots\dots\dots (6)$$

炭素鋼の $\Delta\sigma$ と $\sigma_p$ に関する結果をFig.10にまとめて示す<sup>19)48)49)</sup>。 $\Delta\sigma$ - $\sigma_p$ 関係はほぼ直線で表せ、その傾き0.12を式(6)に入れると、 $\bar{\rho}/\rho_c \approx 0.77$ が得られる。この値は動的再結晶下の転位分布の不均質の程度を表すことになる。動的再結晶下の転位組織に関する研究例は動的回復組織に比べてまだ少なく、特に鉄鋼のそれに関してはオーステナイト合金鋼を含めても極めて少ない<sup>50)</sup>。

### 5. 高温変形に伴うその他の新粒組織の形成

積層欠陥エネルギーの大きい $\alpha\text{Fe}$ , Alやそれらの合金では変形中に動的回復が速やかに働くために、動的再結晶は生じないとされている<sup>1)2)</sup>。しかし、ある特定の高温変形下ではこれらの材料でも新粒組織が生じることが最近しばしば報告されている。冷間または温間加工された時効硬化型Al合金の幾つかは、高温下で高密度の転位組織を有したまま安定に存在することができ、そこへ高温変形を加えると微細粒の形成と同時に超塑性変形が現れることがある<sup>51)52)</sup>。これはこれまでの核形成と粒界移動を伴う不連続再結晶とは異なるので、動的連続再結晶と呼ぶのが正しい<sup>55)</sup>。 $\alpha$ ,  $\gamma$  2相からなる鉄鋼材料を高温変形させても、動的連続再結晶によって微細粒組織が生じると同時に超塑性変形が発現することが報告されている<sup>53)54)</sup>。

また、Al合金を高ひずみ( $\epsilon=10\sim 20$ )まで強加工するだけで微細粒組織が生じることがある<sup>55)-57)</sup>。強加工によって亜結晶粒の形成と同時に結晶粒界が凹凸化し出し、やがでパンケーキ状結晶粒の短径が亜結晶粒の大きさに近づくと、結晶粒界同志が至る所で衝突し結合して微細粒組織が生じることがあり、McQueenらはこれを幾何学的(Geometric)動的再結晶と呼んでいる<sup>54)55)</sup>。また、凹凸化した結晶粒界上で局所的な粒界すべりが生じると、結晶回転が局所的に生じて凹凸化した部分が非対称となり、その結果粒界付近から新微細粒組織が生じることがある。これは回転(Rotation)再結晶と呼ばれる<sup>57)</sup>。以上の高温変形下で起る細粒化現象は、動的回復に伴う亜結晶粒組織と粒界セレーションの形成に加えて粒界すべりが局所的に働くことが密接に関係して現れており、いわゆる動的再結晶による細粒化現象とは区別すべきである。また、これらの高温変形を律速している復旧機構は動的回復であることに変わりはない。

ところで、適当な大きさの硬い分散粒子を有するAl合金では、高温変形下でこれらの粒子周囲のひずみ集中域から再結晶粒が生じることがある<sup>58)59)</sup>。この場合の動的再結晶は高ひずみまで変形しても粒子周囲から材料の全域へと拡大することはない。一方、最近山縣らは、5Nの高純度Al単、多結晶の高温変形中に応力振動とそれに伴う新粒の形成過程を詳細に観察し、この場合の変形は動的再結晶により律速されると結論している<sup>60)-62)</sup>。これは結晶粒の成長速度が高純度化に伴い増加することで現れるが、同じ理由から変形後の冷却中または組織観察の準備中にも静的再結晶は起こり易いことになる<sup>55)</sup>。硬い粒子を有するAl合金や高純度Alにおける動的再結晶については、現在研究例も少なく今後の問題として残される。

### 6. 動的再結晶後の静的復旧過程

鉄鋼のオーステナイト( $\gamma$ )域の動的再結晶後に生じる静的回復、再結晶過程に関する研究は、Petkovicらが初めて系統的に行っており<sup>49)63)64)</sup>、最近徐らによって精力的に進められている<sup>65)-67)</sup>。0.15% C鋼の高温変形後の回復、再結晶特性を中断再負荷試験を用いて調査している結果の1例をFig. 11に示す<sup>67)</sup>。 $\epsilon=0.06$ の動的回復組織に対する静的軟化曲線は、回復によって $X\approx 0.2$ まで増加して飽和するが、 $\epsilon=0.10$ 、0.15の軟化曲線は回復に伴う緩やかな軟化に続いて、再結晶によって急増し完全軟化に至るいわゆるS字型の形状を示す。これに対して、 $\epsilon=0.38$ の動的再結晶組織に対する軟化曲線は、3段階からなる特徴的形状を示して、実験範囲内では完全軟化には至らない。このように、軟化の動力学は加工組織の違いすなわち動的回復か動的再結晶組織かによって顕著に変化する。

動的再結晶後の静的軟化特性におよぼす温度の影響を調べた結果をFig. 12<sup>66)</sup>に示す。これはX-t曲線を次のAvramiの

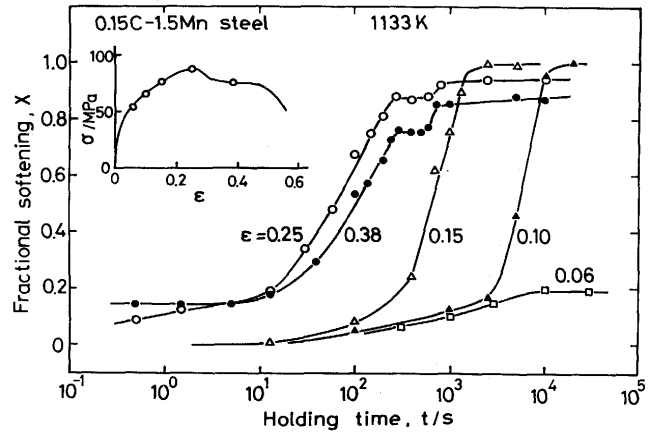


Fig. 11. Effect of prior strain on the fractional softening-holding time (X-t) curve for 0.15 mass% C steel. The inset shows the flow curve at 1133K and  $2 \times 10^{-3} s^{-1}$ <sup>67)</sup>.

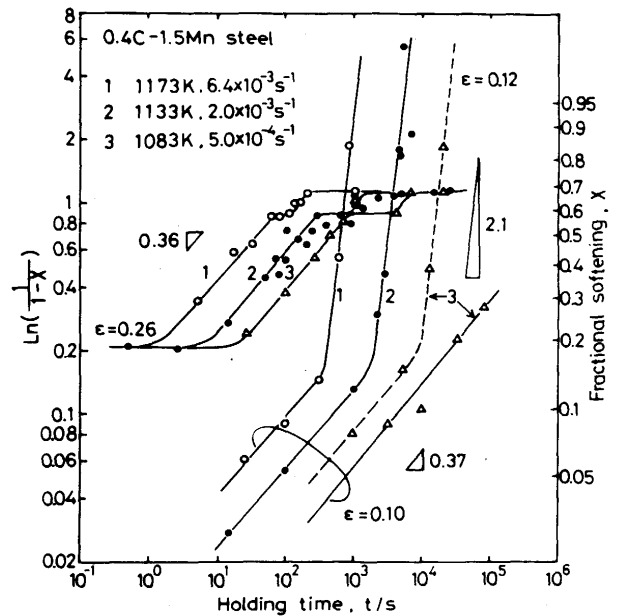


Fig. 12. Effect of annealing temperature on X-t curves plotted according to the Avrami equation for 0.4 mass% C steel. Interrupted tests were carried out at the strains of 0.10 and 0.26 at the three conditions of temperature and strain rate, which gave a same value of  $Z$ <sup>66)</sup>.

式を用いて $\ln(1/(1-X))$ と $t$ との両対数座標で整理したものである。

$$X = 1 - \exp(-A \cdot t)^k \dots\dots\dots (7)$$

ここで、 $A$ と $k$ は実験定数である。動的再結晶後の $\epsilon=0.26$ における軟化曲線は、短時間で急速軟化後停滞する段階(ステージI)、その後大幅に軟化後再び停滞する段階(ステージII)、引き続いて若干の軟化は生じるが、完全軟化に至らぬ段階(ステージIII)の明瞭な3段階からなる。静的軟化のための活性化エネルギーは、 $\epsilon=0.1$ と0.26の結果ではほぼ同じく、動的再結晶のための値と大体一致する。

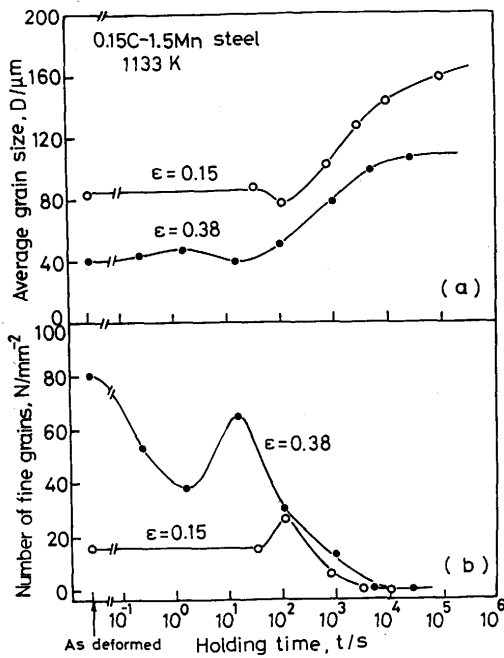


Fig.13. Effect of annealing time and prior strain (a) on the average grain size and (b) on the areal density of fine grains ( $<12\ \mu\text{m}$  in diameter) for 0.15 mass% C steel, hot deformed at 1133K and at  $2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$  (see Fig.11).

炭素鋼の $\gamma$ 粒組織の焼なましに伴う変化を、平均粒径 $D$ と $12\ \mu\text{m}$ 以下の微細粒密度 $N$ に関して測定した結果をFig.13<sup>67)</sup>に示す(これらはFig.11の各軟化曲線に対応する)。 $\epsilon = 0.15$ の $N$ - $t$ 曲線における100s付近のピークから再結晶粒の発生と成長とが識別できる。これに対し、 $\epsilon = 0.38$ における $D$ 、 $N$ と $t$ との関係は $\epsilon = 0.15$ の結果と明らかに異なる。0.2sの短時間焼なましによって $D$ の若干の増加または $N$ の顕著な減少とが対応して現れる。保持時間が1.5s以上になると再結晶粒の形成に伴い $N$ は逆に増加し出し、10s付近でピークを示した後は時間と共に単調に減少する。後者の粒成長速度は $\epsilon = 0.15$ のそれに比べて小さく、またより速くある一定の大きさに近づくのが注目される。

動的再結晶後に現れる以上の特徴的な静的復旧挙動は、Fig. 9に破線で模式的に示すように、動的再結晶下の下均質な転位組織と密接に関連して生じると考えられる<sup>65)</sup>。すなわち、動的再結晶核Aは変形後直ちに連続して成長し、いわゆるメタダイナミック再結晶を起す<sup>63)</sup>。成長中の動的粒Bの粒界近くでは転位がほとんど無いため再結晶は起り得ず、粒中心部の転位は主にメタダイナミック回復により消滅する<sup>65)~67)</sup>。高密度で均質な転位組織を有する結晶粒Cを含む領域では、焼なましに伴い通常の古典的回復に続き古典的再結晶を起すことになる。

2種類の再結晶粒が転位を含むメタダイナミック粒と衝突すると、それらの粒界付近の転位密度差はほとんど無いため、成長はほとんど停止するかその成長速度は極めて遅くなる<sup>67)~70)</sup>(Fig.14(a)参照)。一方、メタダイナミック回復

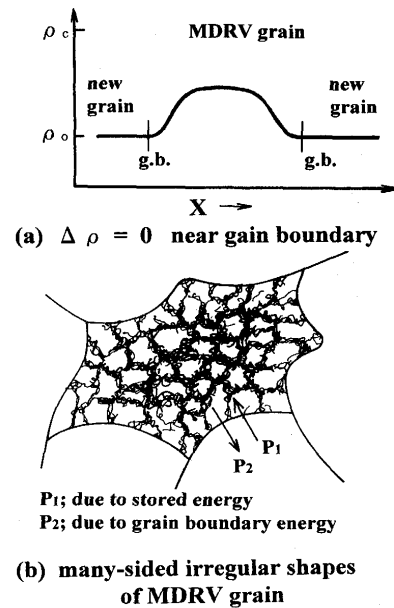


Fig.14. Schematic representation of the reason why new recrystallized grains cannot grow in the regions of metadynamic recovery grains. (a) The difference in the dislocation density across the grain boundaries is nearly zero in stage 1 and 2. (b) The driving forces ( $P_1$  and  $P_2$ ) can act in opposite directions on the grain boundaries in stage 3<sup>70)</sup>.

粒の粒界は多角形の不規則形状を呈し、それらの曲率中心は周囲の再結晶粒側に在るように凹状を呈していることが電子顕微鏡観察で明らかにされている<sup>65)68)</sup>。このような場合、問題の結晶粒は高密度転位を有するにもかかわらず、粒界エネルギーを駆動力として周囲に向かって成長することができよう(Fig.14(b))。CuとNiに関する粗い計算によると、 $10^{13}/\text{m}^2$ 程度の転位密度を有するメタダイナミック回復粒は、再結晶粒に食われることなく安定に存在できる<sup>68)69)</sup>。この現象は微細粒組織を作製制御する観点から学問的だけでなく工業的にも極めて重要であり、基礎研究から応用研究への展開が待たれよう。

## 7. 動的再結晶の工業的応用と今後の問題

高温加工プロセス下で動的再結晶またはメタダイナミック再結晶が重要な役割を果たすことは、これまであまり関心が払われていないし、その可能性は疑問視されてきた。しかし、押出し、遊星圧延加工や継目無しパイプに対するせん孔圧延などの1回で大変形を与える加工だけでなく、最近の制御圧延下における低温仕上げとパス間隔の短縮に伴うひずみの蓄積効果によって動的再結晶が起こる可能性は十分高い。

Fig.15は0.12%C-0.16%V鋼のねじり試験による中断再負荷荷曲線を示すが、これはストレッチレデュース圧延に対してシミュレーションした実験結果である<sup>72)</sup>。この変形曲線は単一ピーク型形状を示すことから、動的再結晶に伴い細粒

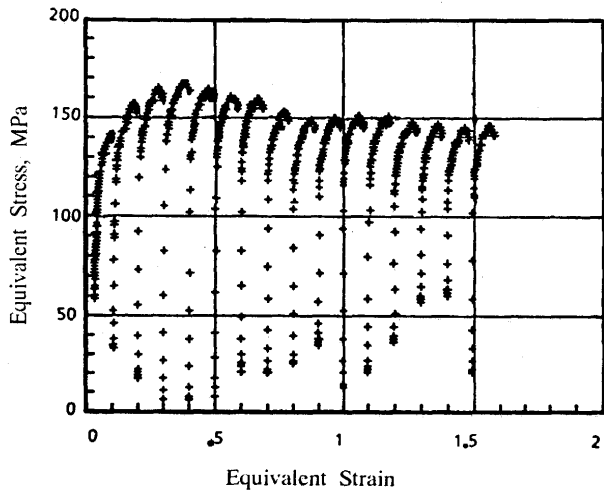


Fig.15. Interrupted flow curves for a 0.12% C-0.16% V steel, corrected to a constant temperature of 1178K. Note that the flow curve envelop displays the single peak behavior characteristic of dynamic recrystallization<sup>72)</sup>.

化が進むはずである。Jonasら<sup>73)74)</sup>は、V鋼を用いてホットストリップミルの模擬試験を行い、動的再結晶を起こすことによって平均 $\gamma$ 粒径が $5\mu\text{m}$ 以下の微細粒組織を得ている。このような動的再結晶制御圧延法(Dynamic recrystallization controlled rolling)の問題点と今後の発展の可能性については、Jonasによる最近の解説論文<sup>75)</sup>を挙げておく。

動的再結晶に関連する最近の研究の動向と問題点を述べると共に、今後解明すべき課題について若干の紹介を行った。動的再結晶下の核形成、粒成長そして集合組織の形成などに関する基礎研究は、静的再結晶下の問題の解明とも関連して今後更に進展することが期待される。また、高Z加工で生じる微細粒組織の一部が高温度下で長時間安定に存在できることは、学術上だけでなく工業上も極めて重要であり、今後は基礎から応用までを含めてこの方面の研究を系統的に発展遂行して行くべきだろう。このことは特に、相変態を持たないフェライト、オーステナイト系合金鋼だけでなく多くの非鉄材料の組織制御に対して、重要な研究課題になると考える。本稿により、動的再結晶とその関連現象に関して幾らかでも関心を持っていただき、また研究の端緒となるようなことがあれば、著者にとって誠に幸いである。

文 献

- 1) J.J.Jonas, C.M.Sellars and W.J.McG.Tegart: *Met. Rev.*, **14** (1969), p.1
- 2) H.J.McQueen and J.J.Jonas: *Plastic Deformation of Materials*, ed. by R.J.Arsenault, (1975), p.393 [Academic Press]
- 3) C.M.Sellars: *Metalurgia I. Oldewnictwo (Poland)*, **5** (1979), p.377
- 4) 酒井 拓: *日本金属学会会報*, **22** (1983), p.1036
- 5) T.Sakai and J.J.Jonas: *Acta Metall.*, **32** (1984), p.189
- 6) W.Roberts: *Deformation, Processing and Structure*, ed. by G. Krauss, (1984), p.109 [ASM]

- 7) *Microalloying 75*, ed. by M.Korchynsky, (1975), [Union Carbide Co., New York]
- 8) *Hot Deformation of Austenite*, ed. by J.B.Ballance, (1977), [AIME, New York]
- 9) *International Conference on Steel Rolling*, (1980), [ISI]
- 10) *Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenites*, eds. by A.J.DeArdo et al, (1982), [AIME, Pa]
- 11) 鋼の熱間加工の金属学, 田村今男編, (1982), [日本鉄鋼協会]
- 12) *Annealing Processes-Recovery, Recrystallization and Grain Growth*, eds. by N. Hansen et al., (1986), [Risø National Lab.]
- 13) *Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals (THERMEC-88)*, (1988), [ISI]
- 14) *Recrystallization'90*, ed. by T. Chandra, (1990), [TMS-AIME]
- 15) *Mater.Sci.Forum*, 113-115 (1993), *Recrystallization'92*, eds. by M.Fuentes and J.Gil Sevillano, [Trans. Tech.Pub.]
- 16) *Modelling of Metal Rolling Processes*, (1993), [IOM, London]
- 17) *Advances in Hot Deformation Textures and Microstructures*, eds. by J.J.Jonas et al, (1994), [TMS-AIME]
- 18) 変形特性の予測と制御, 吉永日出雄編, (1994), [日本鉄鋼協会]
- 19) 酒井 拓, 徐 洲: *電気通信大学紀要*, **6** (1993), p.143; *高温変形データ集* (日本鉄鋼協会編), (1994), p.22
- 20) M.J.Luton and C.M.Sellars: *Acta Metall.*, **17** (1969), p.1033
- 21) I.Weiss, T.Sakai and J.J.Jonas: *Metals Sci.*, **18** (1983), p.77
- 22) J.J.Jonas and T.Sakai: *Deformation, Processing and Structure*, ed. by G.Krauss, (1984), p.535 [ASM]
- 23) S.Sakui, T.Sakai and K.Takeishi: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **17** (1977), p.718
- 24) T.Sakai, M.G.Akben and J.J.Jonas: 文献10), p.237
- 25) T.Sakai, M.G.Akben and J.J.Jonas: *Acta Metall.*, **31** (1983), p.631
- 26) H.P.Stülwe and B.Ortner: *Metal Sci.*, **8** (1974), p.161
- 27) R.Sandsröm and R.Lagneborg: *Acta Metall.*, **23** (1975), p.387
- 28) W.Roberts, H.Boden and B.Ahblom: *Metals Sci.*, **13** (1979), p.195
- 29) A.D.Rollett, M.J.Luton and D.J.Srolovitz: *Acta Metall. Mater.*, **40** (1992), p.43
- 30) P.Peczak and M.J.Luton: *Acta Metall. Mater.*, **41** (1993), p.59
- 31) T.Sakai, H.Miura and N.Muramatsu: *Strength of Materials (ICSMA10)*, eds. by H.Oikawa et al, (1994), p.795 [JIM]
- 32) 酒井 拓, 三浦博巳, 村松尚国: *日本金属学会誌*, **58** (1994), p.15
- 33) 大橋正幸, 遠藤孝雄, 酒井 拓: *日本金属学会誌*, **54** (1990), p.435
- 34) 古林英一, 中村森彦: *鉄と鋼*, **68** (1982), p.2507
- 35) G.Gottstein and U.F.Kocks: *Acta Metall.*, **31** (1983), p.175
- 36) 三浦博巳, 青山 洋, 酒井 拓: *日本金属学会誌*, **58** (1994), p.267
- 37) J.E.Bailey and P.B.Hirsh: *Proc.Roy.Soc. (London)*, **A267** (1962), p.11
- 38) U.F.Kocks, J.D.Embury, J.D.Cotton, S.R.Chen, A.J.Beaudoin, S.I.Wright and A.D.Rollett: 文献17), p.459
- 39) G.Gottstein, E.Brunger and D.Ponge: 文献17), p.477
- 40) L.Blaz, T.Sakai and J.J.Jonas: *Metal Sci.*, **17** (1984), p.77
- 41) S.Mitao, Y.Kohsaka and C.Ouchi: 文献13), p.620
- 42) M.G.Ardakani and F.J.Humphreys: 文献15), p.213
- 43) G.Gottstein, L.Chang and H.F.Yung: *Mat.Sci.and Techn.*, **7** (1991), p.158
- 44) H.Fukutomi, C.Harting and H.Mecking: *Z.Metallkde*, **81** (1990), p.272
- 45) B.Derby: *Acta Metall. Mater.*, **39** (1991), p.955
- 46) T.Sakai and M. Ohashi: *Mater.Sci.Tech.*, **6** (1990), p.1251
- 47) 大橋正幸, 酒井 拓, 遠藤孝雄: *日本金属学会誌*, **56** (1992), p.1401
- 48) C.Rossard and P.Blain: *Mem.Sci.Rev.Metall.*, **59** (1959), p.285
- 49) R.A.Petkovic, M.J.Luton and J.J.Jonas: *Can.Metall.Q.*, **14** (1975), p.137
- 50) L.Fritzmeier, M.J.Luton and H.J.McQueen: *Strength of Metals and Alloys (ICSMA5)*, eds. by P.Haasen et al, (1979), p.95 [Pergamon]
- 51) B.M.Watts, M.J.Stowell and D.J.E.Owen: *Metal Sci.*, **10** (1976), p.189
- 52) A.K.Ghosh and R.Raj: *Acta Metall.*, **34** (1986), p.447



- 53) 前原泰裕：鉄と鋼, **73** (1987), p.1722
- 54) 津崎兼彰, 松山博久, 長尾 護, 牧 正志：日本金属学会誌, **54** (1990), p.878
- 55) H.J.McQueen, E.Evangelista, N.Jin and M.E.Kassner：文献 17), p.251
- 56) H.J.McQueen, O.Kunstad, N.Ryum and J.K.Solberg：Scripta Metall., **19** (1985), p.73
- 57) M.R.Drury and F.J.Humphreys：Acta Metall., **34** (1986), p.2259
- 58) T.Sheppard and M.G.Tutcher：Metal Sci., **14** (1980), p.579
- 59) H.J.McQueen, E.Evangelista, J.Bowles and G.Crawford：Metal Sci., **18** (1984), p.395
- 60) H.Yamagata：Scripta Metall.Mat., **27** (1992), p.201, p.727, p.1157
- 61) 山縣 裕：軽金属, **44** (1994), p.373
- 62) K.Tanaka, M.Otsuka and H.Yamagata：Strength of Materials (ICSMA10), eds.by H.Oikawa *et al.*, (1994), p.791 [JIM]
- 63) R.A.P.Djaic and J.J.Jonas：Met.Trans., **4** (1973), p.621
- 64) R.A.Petkovic, M.J.Luton and J.J.Jonas：Acta Metall., **27** (1979), p.1633
- 65) S.Sakai, M.Ohashi, K.Chiba and J.J.Jonas：Acta Metall., **36** (1988), p.1781
- 66) 徐 洲, 酒井 拓：日本金属学会誌, **53** (1989), p.1161；Mater. Trans.JIM, **32** (1991), p.174
- 67) 徐 洲, 酒井 拓：鉄と鋼, **77** (1991), p.462
- 68) 徐 洲, 酒井 拓：日本金属学会誌, **55** (1991), p.1182
- 69) T.Sakai and M.Ohashi：文献15), p.521
- 70) 酒井 拓, 徐 洲：日本金属学会誌, **59**(1995)印刷中
- 71) P.D.Hodgson, R.E.Gloss and G.L.Dunlop：Mechanical Working and Steel Processing Proceedings, (1990), p.527 [Iron Steel Soc., AIME]
- 72) L.N.Pusseghoda, S.Yue and J.J.Jonas：Metal Trans., **21A** (1990), p.153
- 73) F.H.Samuel, S.Yue, J.J.Jonas and K.R.Barnes：ISIJ Int., **30** (1990), p.216
- 74) J.W.Bowden, F.H.Samuel and J.J.Jonas：Metall Trans., **22A** (1991), p.2947
- 75) J.J.Jonas：Mater.Sci.Eng., A184 (1994), p.155