

低炭素鋼の高Z因子大歪加工における 超微細粒組織の形成

大森 章夫*・鳥塚 史郎*・長井 寿*・山田 賢嗣*²・向後 保雄*³

Evolution of Ultrafine-grained Structure through Large Strain-High Z Deformation in a Low Carbon Steel

Akio OHMORI, Shiro TORIZUKA, Kotobu NAGAI, Kenji YAMADA and Yasuo KOGO

Synopsis : Ultrafine-grained structure formed dynamically through severe plastic deformation at elevated temperatures has been investigated in a 0.1%C–0.4%Si–1.5%Mn steel. The effects of the strain, the strain rate and the deformation temperature on the microstructural evolution were examined using a compression technique with a pair of anvils. The maximum strain was 4, the deformation temperature was below the A_{c1} temperature, and the Zener-Hollomon parameter (Z) ranged between $10^{12} s^{-1}$ and $10^{16} s^{-1}$. The ultrafine ferrite grains surrounded by the high angle boundaries evolved when the equivalent plastic strain exceeded the critical value of about 1. The number of newly evolved ultrafine grains increased with the strain; however, the average sizes did not depend on the strain. The grain size, d , depended on the strain rate and the deformation temperature. An equation, $d(\mu m) = 10^{2.07} Z^{-0.16}$, was obtained experimentally. The details of the phenomena are compared with the dynamic discontinuous recrystallization in ferritic steels.

Key words: low carbon steel; severe deformation; ultrafine-grained structure; ferrite; grain size; Z-H parameter; dynamic continuous recrystallization; *in-situ* recrystallization.

1. 緒言

金属材料の結晶粒微細化は、脆性亀裂の発生を抑制しつつ降伏強さを飛躍的に上昇させる優れた強化方法である。鉄鋼材料の製造プロセスにおいては、性能の向上と高い生産性を両立できる結晶粒微細化手法として TMCP (Thermo-mechanical Controlled Processing) が発展し、極めて広範に利用されている。低合金鋼における TMCP では、オーステナイト相を塑性加工してその後の冷却中の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時に微細なフェライト粒を生成させる。ここでの塑性加工の主たる目的は、変態前オーステナイト粒の細粒化や扁平化さらには微細な下部組織形成（これらはすべて広義の「オーステナイト組織微細化」と解釈できる）によりフェライト核生成サイトの密度を増加させ、間接的にフェライト粒微細化を図ることにある。

また別の方法として、低温・高歪速度の加工条件すなわち高 Z † 条件下でのフェライト相の大歪加工と、加工中あるいは加工後の回復・再結晶などの復旧過程を経て超微細粒組織を得る方法がある¹⁾。この方法では、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態を利用することなく、加工によって材料内部に大きな歪を導入して超微細粒を形成する。真歪 4 を超える極めて大きな

歪を材料中に導入する高 Z 大歪加工プロセスとして、メカニカルミリング^{2,3)}、ECAP（またはECAE: Equal-Channel Angular Pressing/Extrusion）法^{4,5)}、繰り返し重ね接合圧延 (ARB: Accumulative Roll-Bonding)⁶⁾、多軸多段圧縮による方法⁷⁾、溝ロール圧延⁸⁾などが提案されてきた。鉄鋼材料においても、これらのプロセスを用いた温間あるいは冷間の強歪加工によってサブミクロンから数十 nm までの超微細粒組織が得られる⁹⁻¹⁴⁾。

高 Z 大歪加工における超微細粒形成機構は、加工組織からの新粒生成過程としてよく知られている再結晶と関連づけられて議論されることが多い。最近では、大角粒界に囲まれた再結晶粒の核生成と成長の2段階過程を経て新粒組織が形成されるという一般によく知られた再結晶（不連続再結晶 discontinuous recrystallization）とは区別して認識されることが多い。すなわち、この現象に対して、動的連続再結晶 (continuous dynamic recrystallization)、低温動的再結晶¹⁵⁾、その場再結晶 (*in-situ* recrystallization)¹⁶⁾、幾何学的動的再結晶 (geometric dynamic recrystallization)¹⁷⁾、回転再結晶 (rotation recrystallization)¹⁸⁾などの用語が提案されている^{15,19)}。または、主たる復旧機構が大角粒界の長距離移動を伴わない回復のみであることから、“拡張した回復 (ex-

平成14年5月10日受付 平成14年10月30日受理 (Received on May 10, 2002; Accepted on Oct. 30, 2002)

* 物質・材料研究機構 (National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen Tsukuba 305-0047)

*2 東京理科大学大学院生 (Graduate Student, Tokyo University of Science)

*3 東京理科大学基礎工学部 (Faculty of Industrial Science and Technology, Tokyo University of Science)

† Z : Zener-Hollomon parameter, 温度補償歪速度因子。

tended recovery)” と呼ばれる場合もある¹⁹⁾。これらの機構の詳細にはまだ不明な点が多く、それぞれの定義が明確とは言い切れない。

高 Z 大歪加工における超微細粒形成機構を解明し、実用材料の結晶粒微細化手法として活用するためには、大歪加工による超微細粒生成過程の詳細、形成される組織と加工プロセス条件との関係を系統的な実験・観察によって明らかにする必要がある。しかしながら、一般に低温・高歪速度の加工条件、すなわち高 Z 条件になるほど変形抵抗が増大して材料中に大歪を導入することは困難になり、加工温度や歪速度などのプロセス条件を正確に制御することも難しくなる。そのため、オーステナイト系の鉄鋼材料では、Z 因子の値がおおよそ 10^{16}s^{-1} 、フェライト系ではおおよそ 10^{13}s^{-1} を超える高 Z 領域や、真歪が 1 を超える大歪領域における系統的な研究は少なかった。

筆者らの一部は、2個のアンビル間で試料を圧縮して温度と歪速度を制御しながら最大4程度に達する歪を1パス加工で導入する手法を用い、種々の鉄鋼材料について高 Z 大歪加工を行った際の動的な復旧挙動および組織変化を調べてきた²⁰⁻²²⁾。前述したその他の大歪加工プロセスが多パス加工によって大歪を導入するのに対し、この手法は1パス加工であるため、パス間の静的保持中の組織変化や複雑な多軸加工を受ける可能性を排除できる。そのため、条件を単純化しやすく、現象の本質を捉えるための基礎実験に適している。本論文では、この手法を用いて、低炭素鋼を対象に A_{c1} 点以下のフェライト+セメンタイト温度域での、 10^{13}s^{-1} を超える高 Z 条件の大歪加工における超微細粒組織形成について、特に粒径の支配因子に注目して、加工温度と歪速度などの影響を検討した。

2. 実験方法

SM490相当成分 (0.16%C–0.4%Si–1.5%Mn) の熱間圧延鋼板から切り出した長15×幅13×厚12(mm)の試験片を実験に用いた。供試鋼の化学組成を Table 1 に示す。加工前の初期組織は、Fig. 1 に示すようなフェライトとパーライトのバンドがほぼ等間隔に並ぶ層状組織であった。フェライト粒の初期公称粒径は $15 \mu\text{m}$ 、パーライトバンドの平均間隔は $27 \mu\text{m}$ であった。

高 Z 大歪条件下において試料温度と歪、歪速度を制御できる加工熱処理シミュレータを用いて、Fig. 2(a) に示すように、試料を A_{c1} 点 (約 993K) 以下の 823~973K の温度に加熱・保持した後、試料厚さを 12 mm から 3 mm まで 75% 圧下するアンビル圧縮加工を行った。均一に変形されたとすると、試料に導入される見かけの圧縮歪は、加工前後の試料厚さ変化 (12 mm → 3 mm) から $\ln(12/3)=1.38$ となる。見かけの圧縮歪速度 $\dot{\epsilon}$ が一定の 10s^{-1} および 0.1s^{-1} となるように、変形に要する時間を 0.138 s および 13.8 s とし

Table 1. Chemical composition of the steel (mass%).

C	Si	Mn	P	S
0.16	0.41	1.43	0.014	0.004

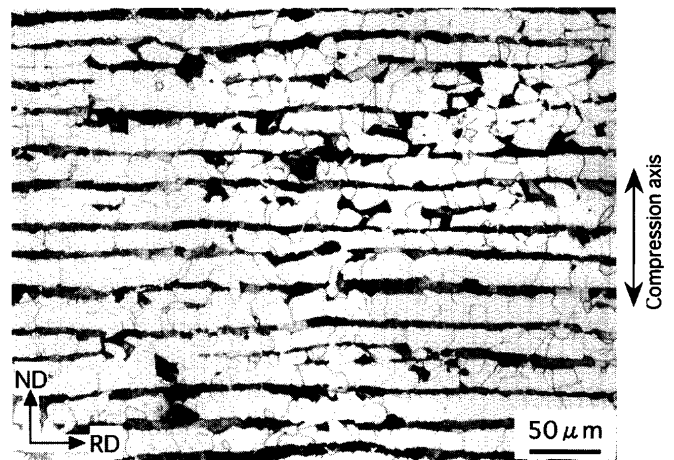


Fig. 1. Light micrograph of the initial microstructure of the specimen.

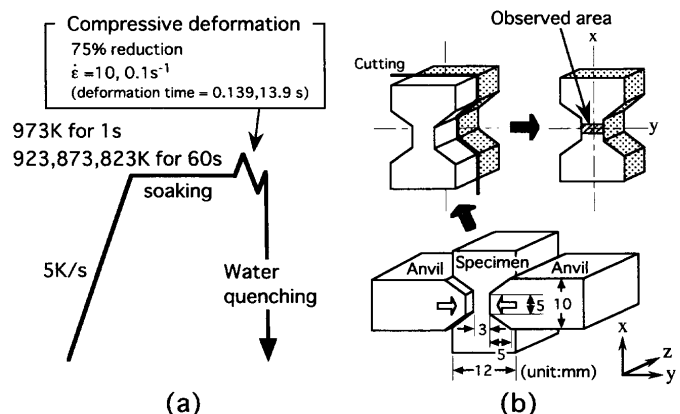


Fig. 2. Schematic illustrations showing (a) the processing conditions and (b) the deformed specimen after the compression using a pair of anvils.

て加工を行った。 $\dot{\epsilon}=10 \text{s}^{-1}$ では A_{c1} 点より若干高い 1023K で加工する実験も行った。加工の後、直ちに試料を水冷して組織を凍結した。試料内部の冷却速度は 100K/s 程度であった。切断・研磨の後に 1.5% ナイタルでエッチングし、光学顕微鏡および SEM を用いて Fig. 2(b) に示す領域の組織観察を行った。FEM 解析²³⁾ によれば、試料中心部における試料幅方向 (Fig. 2(b) の z 方向) の歪はほぼ無視できるので、観察領域においては平面歪条件が成り立つ。

さらに、粒界の方位差角を測定するためにショットキー型 FE-SEM (Philips XL30 SFEG) を用いた EBSP (Electron Backscattering Pattern) 法による結晶方位解析を行った。データの解析には、TexSEM Lab. Inc. 製の OIM™ (Orientation Imaging Micrograph™) システム²⁴⁾ を使用した。結晶粒径の測定にあたっては、SEM 写真あるいは EBSP 解析像

を用いて画像解析により結晶粒の平均面積を求め、その平方根をもって公称粒径とした。

3. 結果および考察

3.1 試験片内部の歪分布

本研究で採用したアンビル圧縮試験では、試料中心部に歪が集中し、試料内部に連続的な歪分布が生じる²³⁾。加工前の初期組織のパーライトバンドがほぼ 27 μm の等間隔で並んでいたことを利用すると、加工前後のパーライト間隔の変化から試料各部位に導入された局所的な圧縮塑性歪を見積もることができる。今回の観察領域においては平面歪条件が成り立つので、Von Mises の降伏条件を用いれば、局所的な相当塑性歪 ϵ_{eq} は (1) 式により求められる。

$$\epsilon_{eq} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{L_0}{L} \right) \dots \dots \dots (1)$$

ここで、 L_0 は加工前の初期パーライトバンド間隔、 L は加工後のパーライト間隔である。

923K, $\dot{\epsilon}=10\text{ s}^{-1}$ で加工した試料のマクロ組織を Fig. 3(a) に示す。パーライトバンドの間隔は、試料表面から中心に近づくにつれて狭くなっており、歪が中心部に集中していることがわかる。Fig. 3(b) には、パーライトバンド 10 本毎の平均間隔を用いて (1) 式から求めた相当塑性歪を示す。相当塑性歪は試料表面近くで小さく中心部に集中し、0 から 3.8 の範囲で分布している。種々の条件で加工した試料について、同様にして歪分布を求めた結果、歪分布の形状に大きな差はなく、歪の最大値は 3.2 から 3.8 の間にあった。これらの実験結果は、同じ装置・条件下でのアンビル圧縮による歪分布を計算した FEM 解析結果と一致する^{20,23)}。

試料内部に存在する歪分布を利用すると、歪の変化に伴う組織変化を 1 つの試料内で観察することができる。ただし、歪分布が生じるということは、歪速度分布の存在を意味しており、解析には注意が必要である。

3.2 歪の増加に伴うミクロ組織変化

923K, $\dot{\epsilon}=10\text{ s}^{-1}$ で圧縮加工した試料の種々の部位のミクロ組織を Fig. 4 に示す。前項 3.1 で述べた手法により求めた各部位の局所的な相当塑性歪の値と対応させることによって、歪増加に伴う組織変化を追うことができる。Fig. 4(a) に示すように、相当塑性歪 $\epsilon_{eq}=0.5$ では圧縮されて変

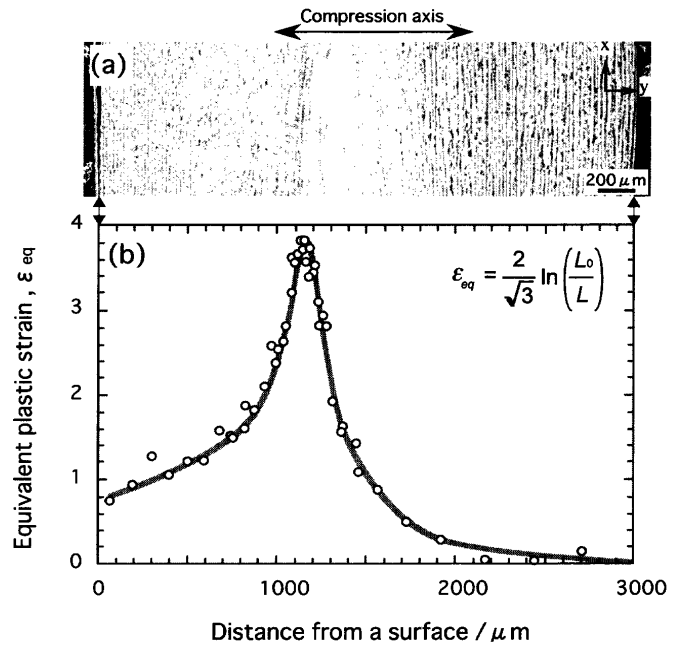


Fig. 3. (a) Optical microstructure of the specimen deformed at 923K and a strain rate of 10 s^{-1} , and (b) distribution of the equivalent plastic strain through thickness.

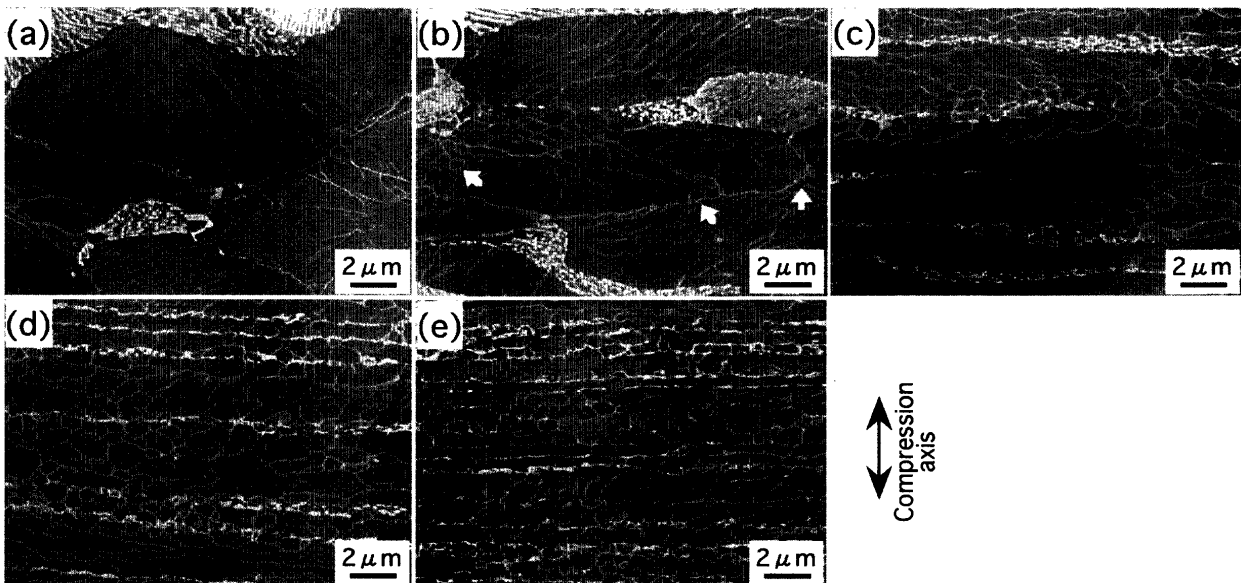


Fig. 4. SEM micrographs showing the change in microstructure with strain through the deformation at 923K and a strain rate of 10 s^{-1} , (a) $\epsilon_{eq}=0.5$, (b) $\epsilon_{eq}=1.2$, (c) $\epsilon_{eq}=1.7$, (d) $\epsilon_{eq}=2.7$, and (e) $\epsilon_{eq}=3.8$.

形したフェライト粒が観察される。明瞭にエッチングされる粒界は初期フェライト粒界のみである。初期フェライト粒内には、エッチングにより薄く現出される不明瞭な筋状模様（変形帯またはマイクロバンド）が認められた。 $\epsilon_{eq}=1.2$ では、Fig. 4(b)に示すように、筋状模様はより明瞭な境界線として観察され、初期フェライト粒を複数のサブグレインに分割している。ただし、初期フェライト粒界と

比較するとエッチングの程度が薄いものが多い。本論文ではこれらをサブバウンダリーと呼ぶことにする。そして、写真中に矢印で示したような初期フェライト粒界に沿った場所には、初期フェライト粒界と同等にエッチングされる明瞭な粒界に囲まれた粒径 $1\mu\text{m}$ 未満の等軸結晶粒が新たに生成した。Fig. 4(c), (d), (e)に示すように、歪が増加するにしたがってこれらの新粒は増加し、また、パーライトは

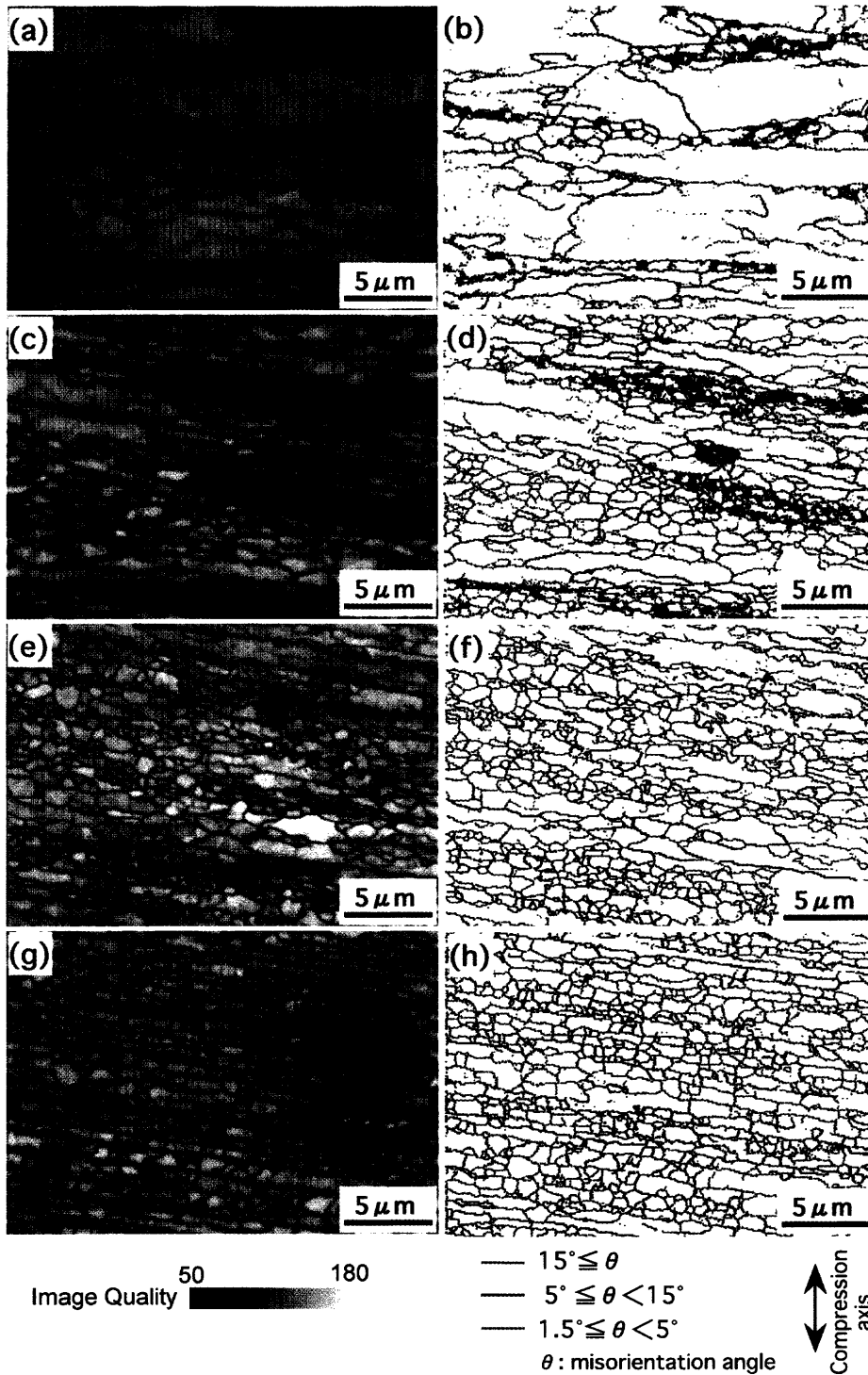


Fig. 5. EBSD results showing the Image Quality maps ((a), (c), (e) and (g)) and the Boundary maps ((b), (d), (f) and (h)) for the specimen deformed at 923K and a strain rate of 10 s^{-1} ; (a) (b) $\epsilon_{eq}=1.2$, (c) (d) $\epsilon_{eq}=1.7$, (e) (f) $\epsilon_{eq}=2.7$, and (g) (h) $\epsilon_{eq}=3.8$.

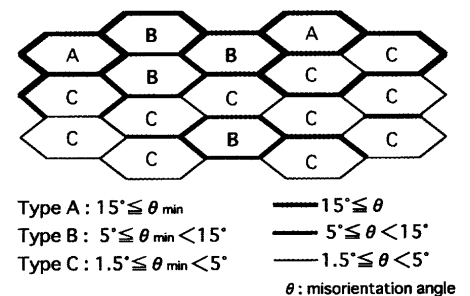


Fig. 6. Classification of grains according to the misorientation.

分断・球状化して列状のセメント粒子群に変化した。最も歪の大きい $\varepsilon_{eq}=3.8$ では、大部分が等軸状の超微細新生フェライト粒と分散した粒状のセメントからなる組織となった。新粒は、歪によらず約 $0.7\mu\text{m}$ のほぼ一定の粒径であることが注目される。

次に Fig. 5 に EBSD 測定による Image Quality map と、粒界の方位差を表した boundary map を示す。boundary map では、方位差角 θ によって粒界を3色に色分けした。赤い線が $\theta \geq 15^\circ$ の大角粒界、濃い青色の線が $5^\circ \leq \theta < 15^\circ$ の比較的方位差角の大きな小角粒界、薄青色の線が $1.5^\circ \leq \theta < 5^\circ$ の小角粒界を示す。boundary map で黒く表示されている点は、Image Quality (IQ 値) が 60 未満あるいは信頼性指数 (Confidence Index; CI 値) が 0.1 未満の点であり、結晶方位情報の信頼性が低い測定点である。これらはおおむねパーライトあるいは粒状セメントの多い位置に対応している。Fig. 5(a) に示すように、 $\varepsilon_{eq}=1.2$ では初期フェライト粒内に新たに形成された粒界の多くは方位差角 5° 未満の小角粒界であったが、大角粒界に囲まれた粒径 $1\mu\text{m}$ 未満の等軸粒が、初期フェライト粒界に沿って少数ながら生成していた。Fig. 5(d) (f) (h) から明らかなように、歪の増加に伴って大角粒界および方位差角 5° 以上の小角粒界は増加し、初期フェライト粒は、加工により扁平化しながら新たに形成される粒界によって分断され、等軸状の新生超微細粒からなる領域が増加した。そして、大角粒界または方位差角 5° 以上の小角粒界によって囲まれた新粒の粒径は、歪にかかわらずほぼ一定である。これらの EBSD による観察結果は、Fig. 4 に示した SEM 観察結果と一致する。boundary map と比較しながら SEM 組織を詳細に観察すると、エッチングにより識別できた粒界のほとんどは 1.5° 以上の方位差角を持つこと、そして、その中でもおおむね 5° 以上の方位差角を持つ粒界は比較的濃くエッチングされており、 5° 未満の小角粒界のエッチングは一部を除いて薄いことがわかる。また Image Quality map を見ると、どの歪においても粒内は明るく表示されており、粒界とのコントラストも強い。IQ 値の定量的解釈は困難であるが、転位や弾性歪によって結晶の完全性が低下すると IQ 値は一般に減少する²⁵⁾。Image Quality map の結果は、大歪加工によって生成したにもかかわらず、何らかの復旧機構によって超微細粒内部の転位密度が低下しており、かつ明瞭な粒界構造が形成されていることを示唆している。

粒界の方位差角と粒径の関係を定量的に明らかにするために、Fig. 6 に示すように、ある結晶粒を囲む粒界の方位差角の最小値 θ_{min} を用いた基準にしたがって、加工によって新たに生じたサブグレインを含む結晶粒を3つのタイプに分類した。type A は周囲がすべて大角粒界に囲まれている結晶粒 ($\theta_{min} \geq 15^\circ$)、type B は方位差角 5° 以上の小角粒界と大角粒界のみによって囲まれている結晶粒 ($5^\circ \leq \theta_{min} < 15^\circ$)、type C は粒の周囲の少なくとも一部分に方位差

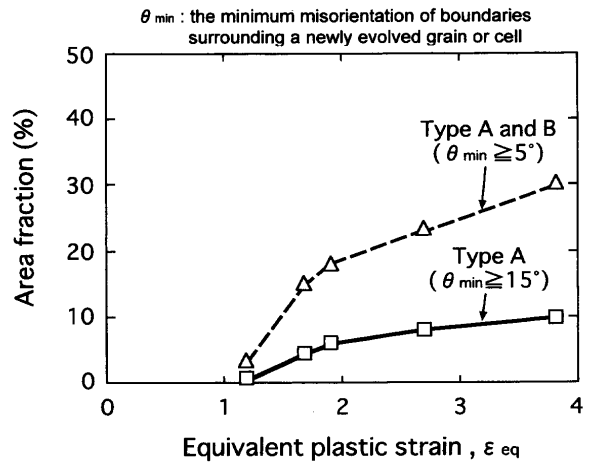


Fig. 7. Effect of strain on the area fraction of newly evolved ultrafine grains through the deformation at 923K and a strain rate of 10 s^{-1} .

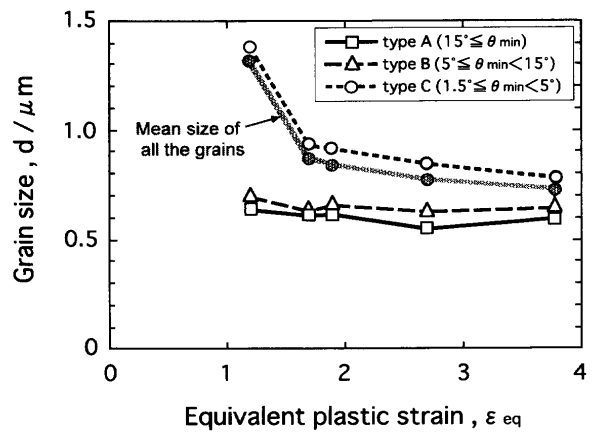


Fig. 8. Effect of strain on the size of the newly evolved grains through the deformation at 923K and a strain rate of 10 s^{-1} .

角 5° 未満の小角粒界を含む結晶粒である ($1.5^\circ \leq \theta_{min} < 5^\circ$)。ここで検討の対象とした「結晶粒」とは、EBSD および SEM 観察結果を総合して内部に明瞭なサブバウンダリーが存在しないと判断された結晶粒である。粒内部にサブバウンダリーが存在する場合は、サブバウンダリーによって分割された各々のサブグレインを「結晶粒」として扱った。type A および type B の結晶粒の面分率を Fig. 7 に示す。type A または type B の結晶粒はおよそ 1 を超える歪によって生成し、歪の増加に伴って面分率は増加した。Fig. 8 にはそれぞれのタイプの結晶粒の平均粒径に及ぼす歪の影響を示す。type C の平均粒径は、歪の増加に伴って単調に減少するのに対し、type A と type B の粒径の差は小さく、歪にほとんど影響を受けずほぼ一定であった。

Fig. 7 と Fig. 8 の結果は、相当塑性歪 4 以下では、全体としての組織はまだ定常状態に達していないが、大角粒界の割合は歪とともに増加し、粒径は一定の値に収束しつつあることを示している。歪の増加により組織が定常状態を呈する前の段階で、既にほぼ定常組織と等しい粒径を持つ

超微細粒が一部に生成し、歪の増大に伴ってそのような超微細粒からなる領域が増加することが明らかとなった。

3.3 加工温度と歪速度の影響

種々の条件で圧縮加工した試料の歪最集中部 ($\epsilon_{\text{eq}} > 3$) の SEM 組織を Fig. 9 に示す。すべての実験条件において超微細フェライト粒組織が得られた。さらに、歪増加に伴う組織変化を観察した結果、本研究の実験条件範囲内で加工温度や歪速度を変化させた場合にも、3.2 で述べたと同様に、相当塑性歪がおよそ1を超えた領域で等軸状の超微細粒が生成し始め、歪の増加に伴ってその数は増加した。そして、これらの新粒の粒径は歪にほとんど依存していなかった。

Fig.10 には、EBSP 測定による種々の加工条件における boundary map を示す。SEM で観察された超微細フェライト粒の多くは大角粒界あるいは方位差角 5° 以上の小角粒界で囲まれている。歪速度一定のもとでは、粒径は加工温度の低下とともに減少する。

Fig. 9(a) に矢印で示したように、 A_{c1} 直下の 973K において $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ で加工した組織には島状マルテンサイトが認められた。これは加工発熱によって試料温度が A_{c1} 点を超えたために部分的に $\alpha \rightarrow \gamma$ 逆変態が起きたことによるものである。このように $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ の場合、組織に及ぼす加工発熱の影響が無視できない。試料表面に溶接した熱電対による温度測定によれば、 $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ の場合の加工発熱量 ΔT はおおむね加工直前の均熱温度 T_{soak} が低いほど大きく、 $T_{\text{soak}} = 1023, 973, 923, 873, 823(\text{K})$ の時、それぞれ $\Delta T = 40, 38, 53, 85, 101(\text{K})$ であった。 $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ では、加工中の試料温度は均熱温度 T_{soak} のまま一定に制御され、 $\Delta T = 0(\text{K})$ であった。したがって、Fig. 9 あるいは Fig.10 に

よって T_{soak} が等しい組織同士を単純に比較するだけでは、歪速度の影響を論じることはできない。粒径に及ぼす歪速度の影響については、加工発熱の影響を考慮する必要がある。加工直前の温度 T_{soak} に加工発熱 ΔT を加えた温度を加工温度 T_{def} ($T_{\text{def}} = T_{\text{soak}} + \Delta T$) として粒径との関係を整理した図が Fig.11 である。粒径は、SEM 写真および EBSP による boundary map を用いて、歪最集中部 ($\epsilon_{\text{eq}} > 3$) について測定した。加工温度の低下あるいは歪速度の増加に伴って、粒径は微細化した。

3.1 で述べたように、アンビル圧縮試験では試料内に歪および歪速度の分布が生じる。したがって、歪量の影響の解析において、厳密に歪速度の影響を除く必要がある。本論文で扱う相当塑性歪は、およそ 1.2 から 3.6 の範囲であり、局所的な歪速度には最大3倍程度の差が存在することを意味する。しかしながら、Fig.11 によれば、歪速度が $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ から 0.1 s^{-1} に 1/100 に減少したとしても、超微細粒の粒径は高々 1.5 倍程度にしか変化しない。したがって、本論文においては、試料内部の歪速度分布が超微細粒の粒径に及ぼす影響は無視できるほど小さい。

3.4 粒径支配因子

以上の結果から、およそ1を超えるある臨界歪以上の相当塑性歪の導入により、大角粒界に囲まれた粒内転位密度の低い等軸結晶粒が新たに生成すること、そしてその粒径は歪量には影響を受けず、加工温度と歪速度によって支配されていることが明らかになった。これらの特徴は動的再結晶による新粒形成過程と類似している。定常状態における動的再結晶粒の粒径は、(2) 式で定義される Z 因子 (Zener-Hollomon parameter) によって決定されることが知られている^{26,27)}。

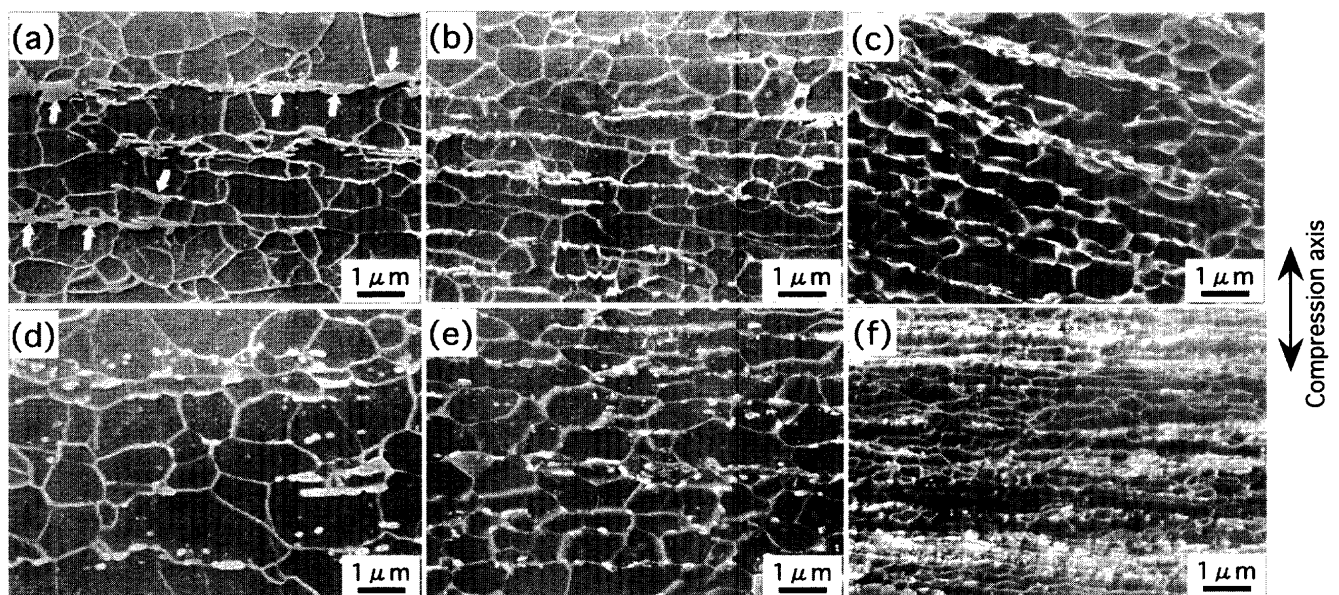


Fig. 9. SEM micrographs showing the effects of the deformation temperature and the strain rate on the microstructure in the areas of maximum strain ($\epsilon_{\text{eq}} > 3$) through the deformations (a) at 973K, $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$, (b) at 873K, $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$, (c) at 823K, $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$, (d) at 973K, $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$, (e) at 873K, $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$, and (f) at 823K, $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$.

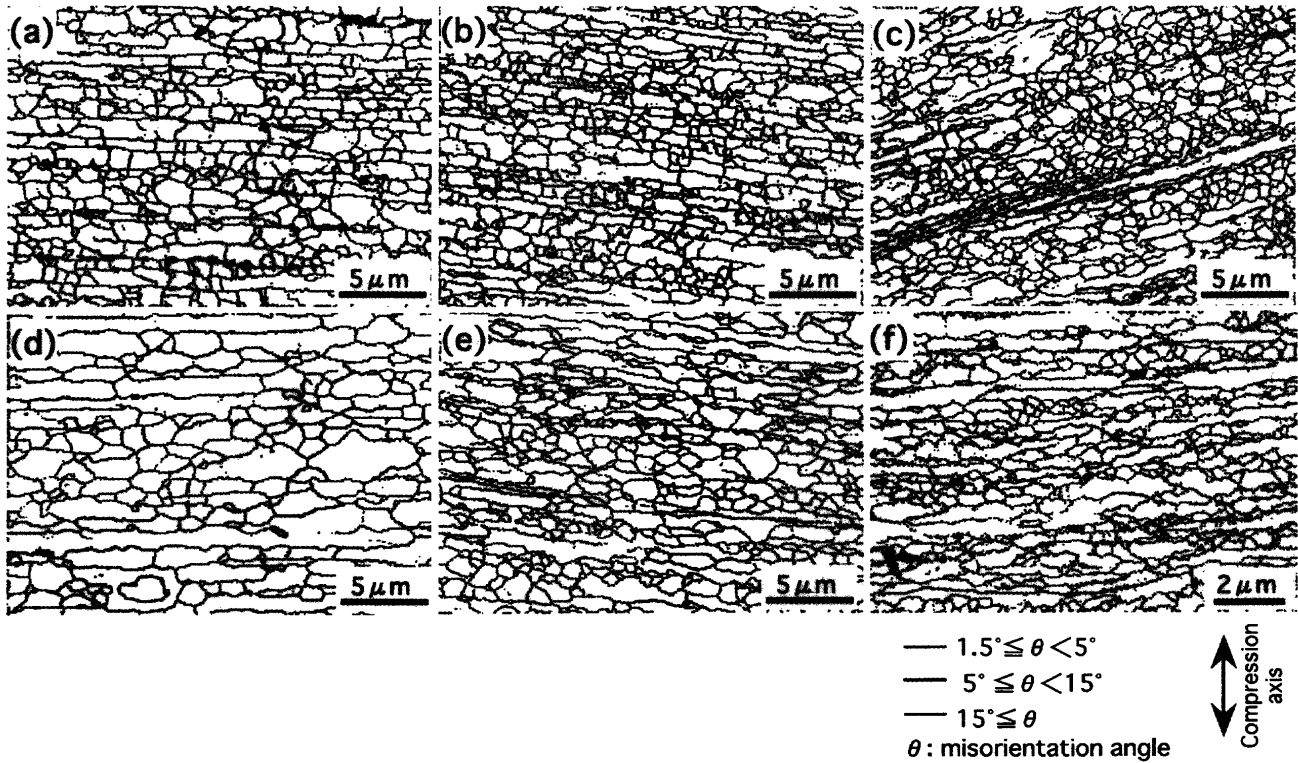


Fig. 10. Boundary maps obtained from the EBSD analyses in the areas of maximum strain ($\epsilon_{eq} > 3$) through the deformations (a) at 973K, $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$, (b) at 873K, $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$, (c) at 823K, $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$, (d) at 973K, $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$, (e) at 873K, $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$, and (f) at 823K, $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$.

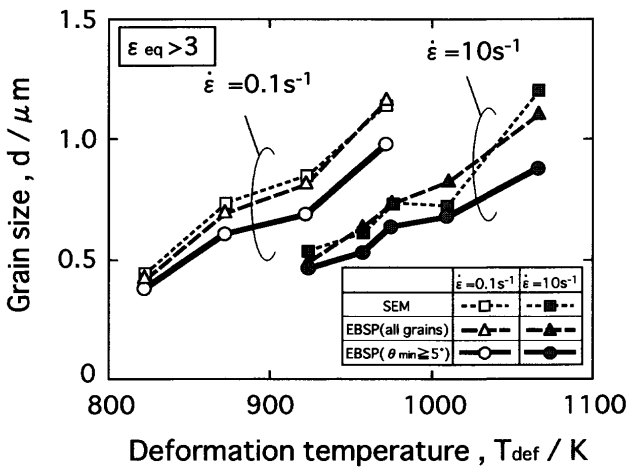


Fig. 11. Effects of the deformation temperature and the strain rate on the grain size. ($T_{def} = T_{soak} + \Delta T$, T_{soak} : soaking temperature, ΔT : deformation heating)

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \dots\dots\dots (2)$$

$\dot{\epsilon}$ は歪速度 (s^{-1}), R は気体定数 ($8.314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$), T は加工温度 (K) である。 Q は高温変形の見かけの活性化エネルギー ($\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$) であり、一般に原子の自己拡散の活性化エネルギーに近い。 5° 以上の方位差角を持つ粒界で囲まれ内部にサブグレインを含まない新粒の粒径 (Fig.11 に示した $\theta_{min} \geq 5^\circ$ の平均粒径) の Z 因子依存性を Fig.12 に示す。

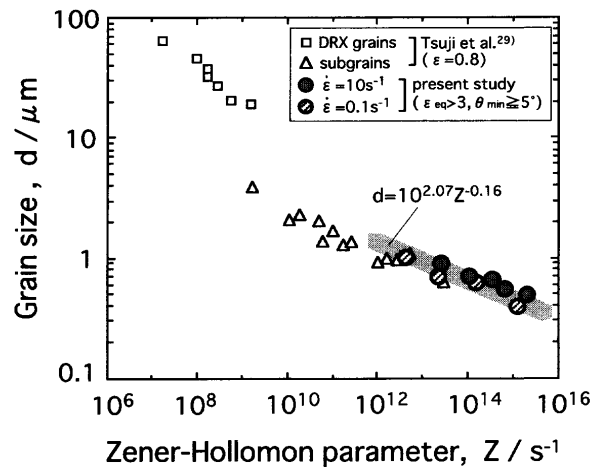


Fig. 12. Relationship between the grain size and the Z-H parameter.

Q にはキュリー点 ($T_c = 1053 \text{ K}$) 以下のフェライト鉄の自己拡散の活性化エネルギー $254 \text{ kJ/mol}^{28)}$ を、歪速度には見かけの圧縮歪速度 $\dot{\epsilon}$ を用いた。辻ら^{29,30)} は円柱状試料を用いた一軸圧縮試験 (圧縮歪 $\epsilon = 0.8$) によって、フェライト鉄における動的不連続再結晶の発現を報告している。Fig.12 には彼らの IF 鋼に関するデータ²⁹⁾ も同時にプロットした。本研究のデータはほぼ1本の直線上に乗り、粒径 d と Z 因子の間には次の関係があった。

$$d(\mu\text{m}) = 10^{2.07Z^{-0.16}} \dots\dots\dots (3)$$

Fig.12 に示した本研究のデータは、辻らによって報告さ

れている動的再結晶 (DRX) 粒径よりも、むしろサブグレイン径のデータの延長線上にある。オーステナイト鋼やフェライト鋼で従来報告されている高温変形時の動的再結晶は、大角粒界に囲まれた再結晶核の生成と成長からなる過程であると言われ、動的不連続再結晶と呼ばれている。それに対して、本研究において観察された温間加工時の新粒形成過程において大角粒界の長距離移動を伴う粒成長が起きているとは考えられず、回復の過程のみで大角粒界からなる結晶粒組織が加工ままで形成されている。

辻ら^{31,32)}は ARB 法による大歪加工を調べた別の研究で、温間大歪加工による新粒形成過程を核生成・成長による不連続再結晶とは区別し、その場再結晶 (*in-situ* recrystallization) と呼ぶことを提案している。また、酒井、Belyakov ら^{33,34)}は Cu やオーステナイト系ステンレス鋼における同様の新粒形成過程を動的連続再結晶 (continuous dynamic recrystallization) と呼んでいる。両者の立場には相違点もあるが、新粒形成機構に関する考え方は基本的には一致している。すなわち、大歪加工により導入された大きな方位差を持つ新たな転位境界 (deformation induced high-angle boundary) が初期粒を分断 (fragmentation または sub-division) することによって、粒界の長距離移動を伴わずに、いわば核生成のみの 1 段階過程で新粒が形成されるとする点である。本研究における超微細粒形成過程も同じ機構によるものと考えられる。そして、この場合の新粒の粒径は変形によって形成される変形下部組織のサイズに近いと考えられるので、粒径の Z 因子依存性が、高温変形時に従来観察されてきた動的不連続再結晶粒とは異なり、転位セルやサブグレインに近い傾向を示すことも理解できる。また、本来 Z 因子は拡散が変形に強く寄与するような高温変形を記述するためのパラメータである。従来の加工条件を超えた高 Z 領域においても Z 因子が粒径を決定するという今回の結果は、高 Z 大歪加工による新粒形成機構を熱活性化過程として解釈できる可能性を示す。

4. 結論

0.16%C-0.3%Si-1.5%Mn 鋼について、823K から 1023K の温度範囲で、 Z 因子が 10^{13} s^{-1} を超える高 Z 条件の大歪温間加工を行った際に形成される超微細フェライト粒組織に及ぼす歪と加工条件の影響を調べた結果、次の結論を得た。

(1) およそ 1 を超える相当塑性歪の導入により、大角粒界に囲まれた粒内転位密度の低い等軸超微細粒が新たに生成する。

(2) 歪の増加に伴って、大角粒界に囲まれた超微細粒からなる領域が増加する。

(3) 5° 以上の方位差角を持つ粒界に囲まれた超微細粒の粒径 $d(\mu\text{m})$ は、歪量に影響を受けず、 $d=10^{2.07} Z^{-0.16}$ の

関係に従う一定の値を示す。

(4) 本研究における高 Z 大歪加工による超微細粒組織の形成過程は、その場再結晶あるいは動的連続再結晶と呼ばれる現象と同一の機構によるものと考えられる。

本研究の遂行にあたり、FE-SEM/EBSP 測定は (株) コベルコ科研に依頼した。同社関係者各位のご協力に謝意を表す。

文 献

- 1) 牧 正志: 日本金属学会セミナーテキスト「結晶粒微細化への新アプローチ」, 日本金属学会, 仙台, (2000), 15.
- 2) J.S.Benjamin and J.E.Volin: *Metall. Trans.*, **5** (1974), 1929.
- 3) R.Watanabe: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **27** (1988), 799.
- 4) R.Z.Valiev, N.A.Krasilnikov and N.K.Tsenev: *Mater. Sci. Eng. A*, **137** (1991), 35.
- 5) Z.Horita, M.Furukawa, T.G.Longdon and M.Nemoto: *Materia Jpn.*, **37** (1998), 767.
- 6) Y.Saito, N.Tsuji, H.Utsunomiya, T.Sakai and R.G.Hong: *Scr. Mater.*, **4** (1998), 1221.
- 7) A.Belyakov, W.Gao, H.Miura and T.Sakai: *Metall. Mater. Trans. A*, **29A** (1998), 2959.
- 8) T.Hayashi, S.Torizuka, T.Mitsui, K.Tsuzaki and K.Nagai: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 385.
- 9) Y.Kimura and S.Takaki: *Mater. Trans., JIM*, **36** (1995), 289.
- 10) M.Ameyama, M.Hiromitsu and N.Imai: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998), 357.
- 11) A.Azushima, K.Aoki and T.Inoue: *Tetsu-to-Hagané*, **81** (2001), 762.
- 12) Y.Saito, H.Utsunomiya, N.Tsuji and T.Sakai: *Acta Metall.*, **47** (1999), 579.
- 13) A.Belyakov, T.Sakai, H.Miura and R.Kaibyshev: *ISIJ Int.*, **39** (1999), 592.
- 14) A.Belyakov, T.Sakai and H.Miura: *Mater. Trans. JIM*, **41** (2000), 476.
- 15) 酒井 拓: 再結晶・集合組織とその組織制御への応用, 日本鉄鋼協会, 東京, (1999), 2.
- 16) E.Furubayashi: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 1816.
- 17) M.E.Kassner, H.J.McQueen and E.Evangelista: *Mater. Sci. Forum*, **113-115** (1993), 151.
- 18) M.D.Drury and F.J.Humphreys: *Acta Metall.*, **34** (1986), 2259.
- 19) F.J.Humphreys and M.Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier Science Ltd., Oxford, (1995), 167, 377.
- 20) I.Salvatori, T.Inoue and K.Nakai: *ISIJ Int.*, **42** (2002), 744.
- 21) D.Suh, S.Torizuka, A.Ohmori, T.Inoue, K.Nagai and H.Lee: *ISIJ Int.*, **42** (2002), 432.
- 22) A.Ohmori, S.Torizuka, K.Nagai, K.Yamada and Y.Kogo: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 665.
- 23) T.Inoue, S.Torizuka, K.Nagai, K.Tsuzaki, and T.Ohashi: *Mater. Sci. Technol.*, **17** (2001), 1580.
- 24) S.I.Wright, D.P.Field and D.J.Dingley: *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, ed. by A.J.Schwartz *et al.*, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, (2000), 141.
- 25) O.Umezawa: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **50** (2000), 86.
- 26) M.Maki and I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 2073.
- 27) T.Sakai and J.J.Jonas: *Acta Metall.*, **32** (1984), 189.
- 28) D.W.James and G.M.Leak: *Philos. Mag.*, **14** (1966), 701.
- 29) N.Tsuji, Y.Matsubara, Y.Saito and T.Maki: *J. Jpn. Inst. Met.*, **62** (1998), 967.
- 30) H.Yagi, N.Tsuji and Y.Saito: *Tetsu-to-Hagané*, **86** (2000), 349.
- 31) N.Tsuji, R.Ueji, Y.Saito and Y.Minamino: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 494.
- 32) N.Tsuji, R.Ueji, Y.Ito and Y.Saito: *Proc. of the 21st RISØ Int. Symp. on Materials Science, RISØ National Laboratory, Denmark*, (2000), 607.
- 33) T.Sakai, A.Belyakov and H.Miura: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 470.
- 34) A.Belyakov, T.Sakai, H.Miura, R.Kaibyshev and K.Tsuzaki: *Acta Mater.*, **50** (2002), 1547.