



# Fe-32Ni合金の粒界三重点における動的再結晶の発現に及ぼすひずみ速度と温度の影響

Sutandyo ANDIARWANTO\* · 三浦 博己\*<sup>2</sup> · 酒井 拓\*<sup>2</sup>

Effect of Strain Rate and Temperature on Nucleation of Dynamic Recrystallization at Triple Junctions in Fe-32Ni Alloy

Sutandyo ANDIARWANTO, Hiromi MIURA and Taku SAKAI

**Synopsis :** Effect of strain rate and temperature on nucleation of dynamic recrystallization (DRX) at triple junctions (TJs) in Fe-32Ni alloy was investigated in compression at the temperature from 1123 to 1323K and at strain rate from  $2.0 \times 10^{-5}$  to  $2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . It was revealed that DRX grains nucleated preferentially at TJs at the strain lower than the peak strain. DRX nucleation at TJs became easier with decreasing strain rate and increasing temperature. More than 80% of DRX grains nucleated at TJs were twins. The mechanism of the preferential DRX nucleation was discussed in relation with the effect of grain boundary misorientation composing TJs and angle between loading axis and sliding grain boundary.

**Key words :** dynamic recrystallization; nucleation; triple junction; twin; high-temperature deformation; Fe-32Ni alloy.

## 1. 緒言

中低積層欠陥エネルギーを有する金属材料では、 $0.5T_m$  ( $T_m$ は融点)以上の高温加工下において新たな結晶が発現する動的再結晶とそれに伴う結晶粒の微細化が起こる。そのため、動的再結晶組織の諸特性および微細化プロセスの出発点となる低ひずみ域での動的再結晶粒の核生成機構についても数多く研究されてきた<sup>1-5)</sup>。動的再結晶は結晶粒内の高転位密度で同時に高ひずみ勾配を有する箇所が生じやすい。粒界三重点はその中でもっとも優先的な動的再結晶粒の核生成サイトになり得ると考えられる<sup>5,7-10)</sup>。例えば、Chenらは有限要素法(FEM)を用い、変形中に生じる応力分布を調査して、三重点付近で応力集中が生じることを示した<sup>6)</sup>。実際、Miuraらは銅三重結晶を用いた実験から、粒界三重点における優先的な動的再結晶の発現を報告した<sup>5,7,8)</sup>。彼らによると、高温変形によって発生した粒界すべりが粒界三重点で抑止され、そこに応力集中と変形集中が起き、その結果動的再結晶が容易かつ優先的に生成する。このような粒界三重点での優先的な核生成は、通常多結晶材料中においても観察される<sup>9,10)</sup>。従来、動的再結晶の核生成はピークひずみ直前で起きるとされていたが<sup>11,12)</sup>、

粒界三重点においては試験条件に関わらず動的再結晶粒はピークひずみの約2/3以下で発現した。他の動的再結晶粒の核生成サイトとされる結晶粒界<sup>4)</sup>や変形帯<sup>2)</sup>での核生成には、より大きなひずみの蓄積を要する。

粒界三重点での動的再結晶の優先的な発現とその特性に関する以上の諸研究は、すべて銅を用いて行われてきた。そこで、本研究では、Fe-32Ni合金オーステナイト鉄での粒界三重点における動的再結晶粒の優先的な核生成を調査し、粒界三重点での動的再結晶発現の普遍性について検討した。さらに、動的再結晶に及ぼすひずみ速度と温度の影響、並びに粒界三重点を構成する粒界の方位差や粒界と応力軸方向との成す角度の影響を検討した。

## 2. 実験方法

試験材料として用いたFe-32Ni合金の化学組成をTable 1に示す。この熱間圧延材から、圧延方向に沿って高さ12 mm、直径8 mmの円柱状試験片を機械切削によって切り出した。試験片を1473Kで1.8 ks焼鈍し、平均結晶粒径を380  $\mu\text{m}$ に調整した。インストロン型圧縮試験機を用い、温度1123~1323Kとひずみ速度 $2.0 \times 10^{-5}$ ~ $2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で

Table 1. Chemical composition of Fe-32Ni alloy employed in the present study (mass%).

Ni	Mn	Al	O	Si	C	P	S	N	Fe
32.4	0.040	0.022	0.020	0.010	0.007	0.005	0.0006	0.000074	bal.

平成15年10月14日受付 平成16年2月12日受理 (Received on Oct. 14, 2003; Accepted on Feb. 12, 2004)

\* 電気通信大学大学院生 (Graduate Student, The University of Electro-Communications, 1-5-1 Chofugaoka Chofu 182-8585)

\*2 電気通信大学電気通信学部 (Faculty of Electro-Communications, The University of Electro-Communications)

真空中にて圧縮試験を行った。潤滑剤として窒化ボロンを使用した。また、潤滑剤保持のためにあらかじめ試験片の両端面に深さ約0.15 mmの同心円状の溝をつけておいた。各試験片は所定のひずみまで変形させた直後に、組織変化を凍結するために水焼入れした。機械研磨および電解研磨を施した後、変形微視組織を光学顕微鏡を用いて観察した。動的再結晶粒の結晶学的方位関係は、結晶方位分析装置(OIM; Orientation Imaging Microscopy)で分析した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 動的再結晶挙動と組織

Fe-32Ni合金多結晶を高温圧縮した時の典型的な真応力-真ひずみ( $\sigma$ - $\epsilon$ )曲線を Fig. 1に示す。Fig. 1(a)より、ピーク応力はひずみ速度が小さいほど低くなり、同時に

ピークひずみは低ひずみ側に移ることがわかる。大規模な動的再結晶に伴う加工軟化を表す応力低下は、低ひずみ速度側でより顕著に現れる。一方、Fig. 1(b)において、温度の影響を示す $\sigma$ - $\epsilon$ 曲線では温度が低くなるにつれてピーク応力は上昇し、同時にピークひずみは高ひずみ側に移動する。これは高温ほど動的再結晶がより発現しやすく、それに伴ってピーク応力がピークひずみと共に低下すると理解できる。動的再結晶は一般にピークひずみ直前で発現するとされるが<sup>11,12)</sup>、我々は銅と同様にFe-Ni合金の場合でもピークひずみより低いひずみ域で粒界三重点で核生成が起こると考え、Fig. 1に点線で示した低ひずみ域を中心に微視組織観察を行った。

高温圧縮変形後の微視組織の光学顕微鏡写真を Fig. 2に示す。ピークひずみの約1/3のひずみで既に動的再結晶粒が粒界三重点で生成した(Fig. 2(a))。OIMで分析した結果

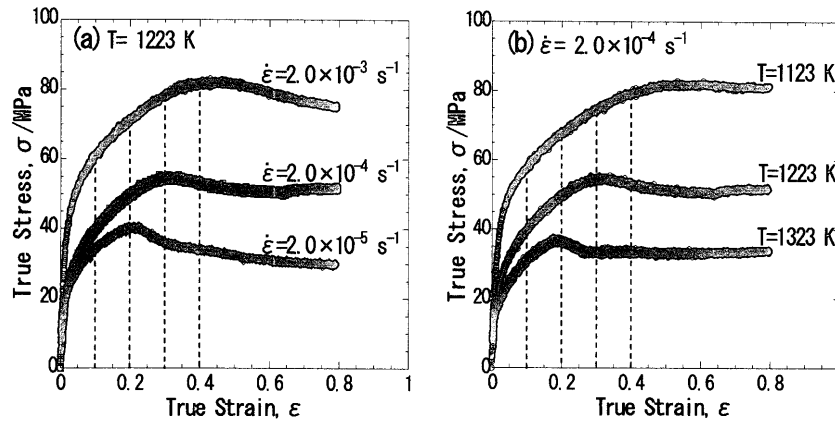


Fig. 1. Effect of (a) strain rate and (b) temperature on true stress-true strain ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) curves of Fe-32Ni alloy. Broken lines indicate the strain for microstructural observation.

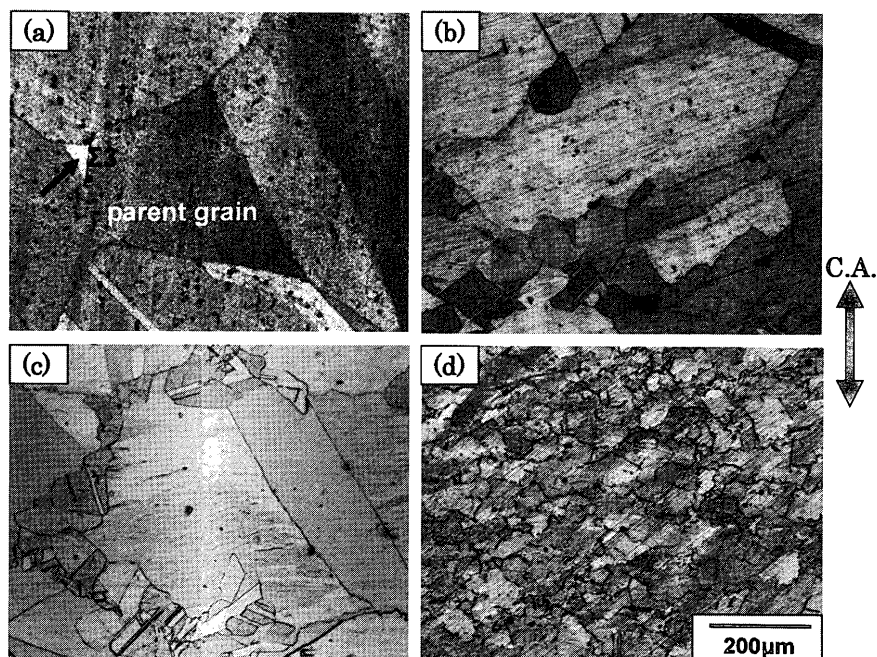


Fig. 2. Optical micrographs of the evolved microstructure in Fe-32Ni alloy deformed at  $T=1223\text{K}$  and at  $2.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ . (a) Preferential DRX nucleation at TJ at  $\epsilon=0.10$ . A new grain is pointed by arrow mark. Evolution of necklace DRX at (b)  $\epsilon=0.20$  and (c)  $\epsilon=0.30$ . (d) Most area was covered by DRXed grains at  $\epsilon=0.40$ .

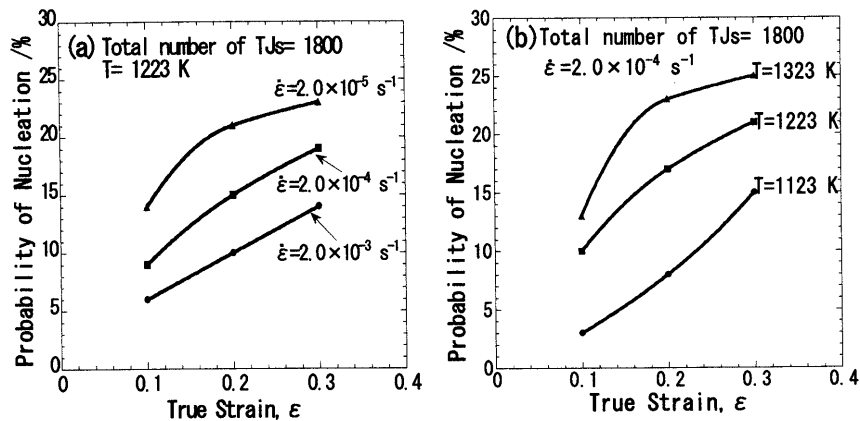


Fig. 3. Probability of DRX nucleation at TJ's in Fe-32Ni alloy depending on (a) strain rate and (b) temperature, respectively.

では、この動的再結晶粒は母結晶(parent grain)と双晶関係を持っているがわかった。このことについては、3・2節で詳しく述べる。その他の動的再結晶粒の核生成箇所とされる、例えば粒界等での動的再結晶粒の生成はこのひずみでは観察されなかった。この結果より、Fe-32Ni合金においても、動的再結晶はピークひずみより低いひずみ域において粒界三重点で優先的に発現することが明らかとなった。オーステナイト系鉄においても粒界は優先的な動的再結晶粒の発現サイトであり、ピーク直前のひずみで動的再結晶粒が粒界上に現れることが報告されている<sup>13)</sup>。しかし、微視的には既にそれより低いひずみで粒界三重点において動的再結晶が開始していることになる。ピークひずみの約2/3である $\epsilon=0.20$ では、動的再結晶領域は粒界三重点から粒界に沿って広がったことが確認できる(Fig. 2(b))。ピークひずみ付近( $\epsilon=0.30$ )では、旧結晶粒界に沿って動的再結晶粒がさらに発達し、ネックレス状再結晶を呈する(Fig. 2(c))。応力降下がほぼ終了し、定常状態変形領域に入った $\epsilon=0.40$ では、動的再結晶粒は全体に起こっている(Fig. 2(d))。以上の結果より、Fe-Ni合金の再結晶過程は粒界三重点での動的再結晶粒の核生成から始まり、その後、ネックレス状に粒界に沿って動的再結晶が発達し、最終的に結晶全体に広がって行くことと理解できる。

粒界三重点で発現した動的再結晶粒を光学顕微鏡とOIMを用いて分析し、その発現率を集計してFig. 3にまとめた。双晶境界を含む三重点では動的再結晶粒の核生成はほとんど起こらなかったとするMiuraらの過去の研究結果から<sup>9,10)</sup>、本研究でも双晶境界を含む三重点は調査対象外とした。これは、双晶境界はすべり難い性質を持ち<sup>14)</sup>、粒界三重点での核生成に必要な応力集中と変形集中が起こりにくいからである。実際、双晶境界を含む三重点では、動的再結晶の発現はほとんど確認されなかった。粒界三重点での動的再結晶核の発現確率に及ぼすひずみ速度の影響と温度の影響を分けて、それぞれをFig. 3(a)と(b)に示した。Fig. 3(a)より、低ひずみ速度ほど粒界三重点での動的再結晶粒の核生成はより容易となる。これは、銅三重結晶の実

験結果<sup>8)</sup>と一致している。また、Fig. 3(b)においては、高温ほど動的再結晶の核生成が起こりやすい結果となった。低ひずみ速度および高温ほど粒界すべりが起きやすいため動的再結晶が容易に発現すると考えられる。このことは、3・2節でさらに詳しく検討することにする。

### 3・2 粒界三重点での動的再結晶機構

ひずみ $\epsilon=0.20$ における粒界三重点での動的再結晶粒と母結晶との結晶方位関係をOIMで分析し、動的再結晶粒の方位分布に及ぼすひずみ速度と温度の影響としてまとめた結果をFig. 4に示す。Fig. 2(a)に例示した動的再結晶粒の場合では、母結晶との方位関係を $\Sigma 3$ (双晶)として数えた。これは動的再結晶粒の核生成過程を議論する上で、再結晶核と母結晶との関係が特に重要であって、残る2つの結晶との方位関係は重要ではないからである。Fig. 4より、本研究で用いたFe-32Ni合金の粒界三重点で発現した動的再結晶粒は、試験条件によらず実にその8割以上が双晶であった。これより、粒界三重点における動的再結晶核の発現は、本実験の範囲内ではひずみ速度および温度に関わらず双晶生成によって支配されていると言える。粒界三重点で生成された動的再結晶の双晶面のバリエーション分布をFig. 5にまとめた。すべての試験条件下で、活発なすべり面すなわち低次のすべり面ほど双晶面と成りやすいことがわかる。しかし、3次と4次すべり面も双晶面となる場合があった。古林と中村は焼鈍双晶形成の際には必ずしも主すべり面が双晶面になるとは限らず、外力の絶対的な影響を否定した<sup>13)</sup>。本研究の結晶では、容易すべり面ほど双晶面に成りやすい結果となっている。しかし、これは多結晶体を用いての平均的な結果であって、より詳細な機構の解析には、例えば三重結晶を用いた実験が必須であろう。Mahajanらは双晶形成に対する粒界移動の重要性を理論的に示し、移動中の粒界の背後に双晶面が形成されるとした<sup>15)</sup>。銅を用いた実際の実験でも、粒界移動を伴った双晶形成の結果が報告されている<sup>16)</sup>。粒界三重点での動的再結晶も同様な機構によって形成されることが推察される。一方、その粒界および粒界三重点の移動の最も重要な駆動力となり得

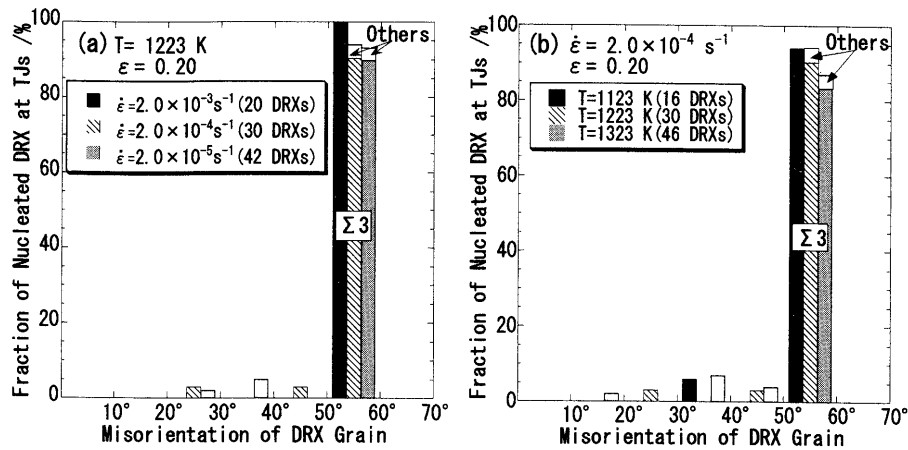


Fig. 4. Crystallographical orientation distribution of the nucleated DRX grains at TJs in Fe-32Ni alloy depending on (a) strain rate and (b) temperature, respectively.

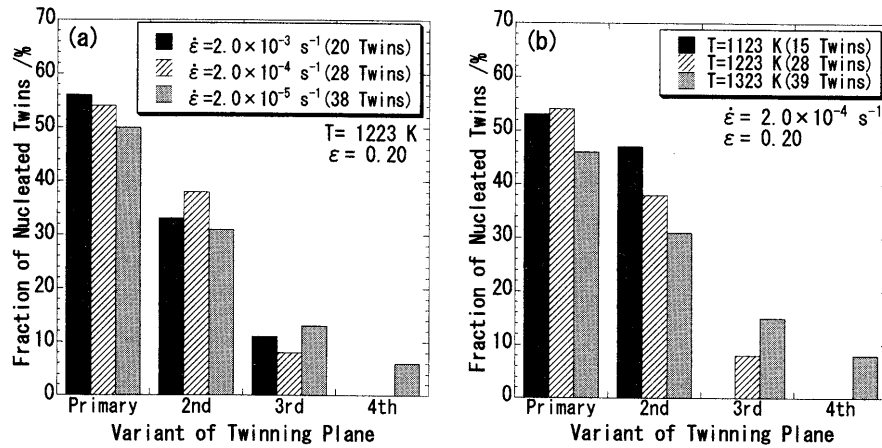


Fig. 5. Variant of twinning plane selection of the nucleated twins at TJs among the slip systems in the parent grains depending on (a) strain rate and (b) temperature.

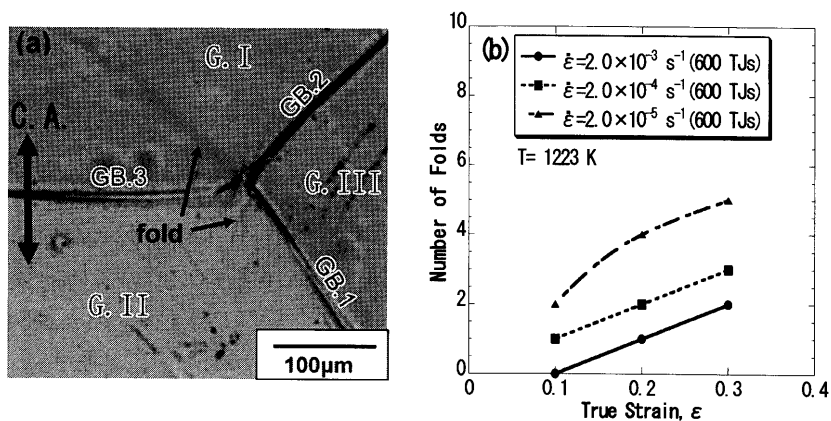


Fig. 6. (a) Folds formed at a TJ when deformed to  $\epsilon=0.20$  at 1223K and  $2.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . (b) Strain dependence of the number of folds formed at TJs at various strain rates.

るのは、しゅう曲(fold)であると著者らは提案している<sup>7)</sup>。その提案に基づき、しゅう曲の発生数を調査した。その結果をまとめたものをFig. 6に示す。粒界GB.1ですべりが起こると、それを抑制するように結晶粒G.I内に、粒界三重点からしゅう曲が形成される。結晶粒G.II内においても微小なしゅう曲が形成されていることがわかる。しゅう曲と

は、粒界すべりが起きる際、すべりを抑しようとする働く結晶粒内に生じた不均一変形領域であり、粒界すべり方向と結晶粒内のすべり面の成す角度が小さいときに形成されやすい<sup>17-19)</sup>。しゅう曲で蓄積されたひずみエネルギーの解放を駆動力として、しゅう曲に沿ったひずみ誘起粒界移動および粒界三重点移動が起こると考えられる。実際にしゅう

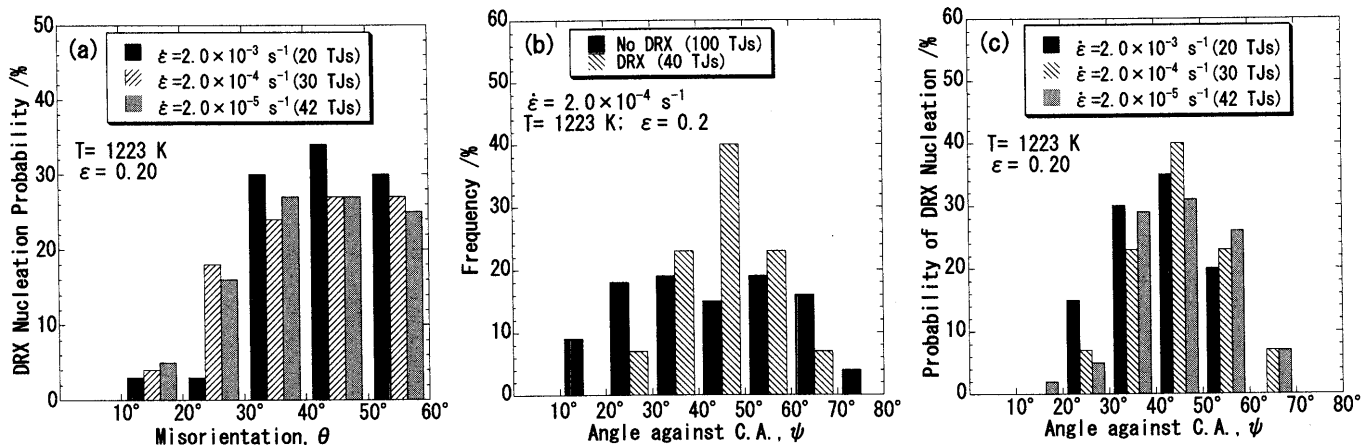


Fig. 7. (a) Effect of the misorientation of all grain boundaries composing TJs on DRX nucleation probability at TJs. (b) Distribution of the angle  $\psi$  between grain boundary and compression axis (C.A.) of DRX was nucleated TJs and not-nucleated TJs. (c) Effect of strain rate and  $\psi$  on DRX nucleation at TJ. The data were collected at a strain of 0.20 at 1223K under various strain rates.

曲の形成によって引き起こされる粒界三重点の移動が過去にも報告されている<sup>20)</sup>。しゅう曲は観察し難いためカウント総数は少なかったが、ひずみが大きくなるほど、またひずみ速度が低くなるほどしゅう曲の形成される頻度が増加する傾向が明らかとなった(Fig. 6(b))。低ひずみ速度ほどしゅう曲が発生しやすいのは、低ひずみ速度ほど粒界すべりが起こりやすいためである<sup>8)</sup>。紙面の都合上ここには示さないが、高温ほどしゅう曲が形成されやすかった。形成されたしゅう曲の数は、Fig. 3で示した動的再結晶の発現頻度の傾向とよく一致している。このことから、しゅう曲形成は粒界三重点での動的雙晶生成の要因のひとつであると考えられるが、今後両者の因果関係等のより詳細な検討が必要である。

粒界三重点を構成する粒界の性格も動的再結晶の発現挙動に影響を及ぼすと考え、その三重点を構成する粒界方位差と、粒界と圧縮軸の成す角度の影響を調査した。Fig. 7(a)は動的再結晶が発現した粒界三重点を構成するすべて(3つ)の粒界の方位差の分布をまとめた結果である。動的再結晶粒が生成した粒界三重点を構成する粒界のほとんどは、高角度粒界であった。粒界すべりの難易は厳密には粒界方位差の大小で表すことができないが、粒界方位差が大きいものほど粒界すべりが起きやすいと仮定すると、動的再結晶が高方位差の粒界三重点で起こったのは容易な粒界すべりの発現によるものと考えられる。すなわち、粒界すべりが起こりやすいほど、それを抑止しようとする粒界三重点での応力集中と変形集中、あるいはしゅう曲が発生しやすくなる。動的再結晶は、高転位密度で高ひずみ勾配の存在する箇所が発生しやすいため、粒界三重点で優先的に動的再結晶が発現しやすくなる。また、その時に発現するしゅう曲は粒界移動を引き起こし、雙晶形成を促すこととなる。

粒界三重点での動的再結晶粒の発現に及ぼす圧縮軸と粒界のなす角度  $\psi$  の影響を Fig. 7(b)と(c)にまとめた。尚、粒

界三重点を構成する3つ粒界の中でもっともすべりやすく、粒界三重点での動的再結晶の発現にもっとも貢献すると予想される、圧縮軸に対する角度が45°にいちばん近い粒界だけを抽出してまとめたものである。例えば、その角度が70°、20°と30°の場合では、45°にいちばん近い30°を選び出した。これは粒界と圧縮軸の間に成す角度が45°のときに粒界に働くせん断応力が最大となり、したがって粒界すべりが起こりやすいと考えたからである。実際Fig. 7(b)を見ると、動的再結晶粒が生成した粒界三重点では圧縮軸に対して45°に近いほど動的再結晶の発現確率が高くなることが示された。それに対して、動的再結晶が発現しなかった粒界三重点の  $\psi$  の多くは20°から70°の間に幅広く分布しており、幾何学的に粒界すべりのそれほど起こらない  $\psi < 30^\circ$  あるいは  $\psi > 60^\circ$  の粒界が多数存在した。この結果は、上の説明とよく一致し、すなわち圧縮方向に対する粒界の幾何学的影响があり、粒界三重点での動的再結晶の核生成では粒界すべりが重要な要因であることがわかった。また、これらの結果は鋼の三重結晶と多結晶の結果とも良く一致する<sup>5,7-10)</sup>。一方、動的再結晶粒が生成した粒界三重点を構成する粒界の  $\psi$  はひずみ速度に関係せず、40°~50°をピークにして分布している(Fig. 7(c))。すなわち、ひずみ速度によらず粒界すべりを容易に起こす粒界から成る粒界三重点で動的再結晶が発現しやすい。

以上のことから、中低積層欠陥エネルギーを有するFCC材料における粒界三重点での動的再結晶の核生成に及ぼす主要な因子は、粒界すべりの発生、粒界三重点による粒界すべりの抑止、その後の粒界移動である、とまとめることができる。

#### 4. 結言

Fe-32Ni合金を高温圧縮変形させ、変形微視組織と動的再結晶粒の結晶方位分布に及ぼすひずみ速度と温度の影響

を調査した。結果は以下のようにまとめられた。

(1) 動的再結晶は本研究の実験条件内では粒界三重点において優先的に発現した。その動的再結晶粒の発現開始ひずみはピークひずみの約1/3であった。

(2) 低ひずみ速度ほど、また高温ほど粒界三重点における動的再結晶の核生成が起こりやすかった。また、動的再結晶粒は高方位差でかつ圧縮軸に対して45°近くの角度を持つ粒界で構成される粒界三重点に核生成しやすかった。これらの条件下では、粒界すべりが発生しやすいため、粒界三重点において大きな応力集中と変形集中が発生し、したがって動的再結晶核が容易に生成されたと考えられる。

(3) 粒界三重点で生成された動的再結晶粒のほとんどが双晶であったが、その生成頻度は試験条件に影響されずほぼ一定であった。このことから、本Fe-32Ni合金における粒界三重点での動的再結晶粒の核生成は双晶形成であると結論された。

## 文 献

- 1) F.J.Humphreys and M.Hatherly: Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press, Oxford, (1996), 327.
- 2) L.Blaz, T.Sakai and J.J.Jonas: *Met. Sci.*, **17** (1983), 609.
- 3) A.Belyakov, H.Miura and T.Sakai: *Mater. Sci. Eng.*, **A255** (1998), 139.
- 4) H.Miura, H.Aoyama and T.Sakai: *J. Jpn. Inst. Met.*, **58** (1994), 267.
- 5) H.Miura, S.Andiarwanto, K.Sato and T.Sakai: *Mater. Trans.*, **43** (2002), 494.
- 6) C.R.Chen, S.X.Li, J.L.Wen and W.P.Jia: *Mater. Sci. Eng. A*, **A282** (2000), 170.
- 7) S.Andiarwanto, H.Miura and T.Sakai: *J. Jpn. Inst. Met.*, **66** (2002), 760.
- 8) S.Andiarwanto, H.Miura and T.Sakai: *Mater. Trans.*, **44** (2003), 2213.
- 9) H.Miura, H.Hamaji and T.Sakai: *Mater. Sci. Forum*, **408-412** (2002), 755.
- 10) H.Miura, S.Andiarwanto and T.Sakai: *Mater. Sci. Forum*, **426-432** (2003), 4387.
- 11) D.Ponge and G.Gottstein: *Acta Mater.*, **46** (1998), 69.
- 12) T.Sakai and J.J.Jonas: *Acta Metall.*, **32** (1984), 189.
- 13) E.Furubayashi and M.Nakamura: *Tetsu-to-Hagané*, **68** (1982), 2507.
- 14) R.Monzen, Y.Sumii, K.Kitayama and T.Mori: *Acta. Metall. Mater.*, **38** (1990), 2553.
- 15) S.Mahajan, C.S.Pande, M.A.Imam and B.B.Rath: *Acta Mater.*, **45** (1997), 2633.
- 16) H.Miura, M.Ozama, R.Mogawa and T.Sakai: *Scr. Mater.*, **48** (2003), 1501.
- 17) W.Betteridge and A.W.Franklin: *J. Inst. Met.*, **80** (1951-52), 147.
- 18) S.Hashimoto, T.K.Fujii and S.Miura: *Scr. Metall.*, **21** (1987), 169.
- 19) A.V.Sisanbaev and R.Z.Valiev: *Acta Metall. Mater.*, **40** (1992), 3349.
- 20) H.Brunner and N.J.Grant: *J. Jpn. Inst. Met.*, **85** (1956-57), 77.

1) F.J.Humphreys and M.Hatherly: Recrystallization and Related An-