

動的再結晶—連続反応と不連続反応

酒井 拓* 三浦 博己**

1. はじめに

中低積層欠陥エネルギー(SFE: stacking fault energy)を有する多くの面心立方晶金属・合金では、 $0.5 T_m$ (T_m は融点)以上での高温変形中に新粒の生成と成長を伴う(不連続)動的再結晶が生じ易いのに対し、高SFE材料では動的回復が速やかに働いて転位組織の再配列に続いてサブ結晶粒組織が既存の結晶粒内に生じ易くなり(表1(a)), これらの動的復旧過程の働きにより定常状態変形または加工軟化が現れる⁽¹⁾⁽²⁾。最近、動的回復が働く条件下すなわち高温は当然ながら $0.5 T_m$ 以下の温間から冷間加工域でも多くの材料に「大ひずみ変形」を施すだけで新結晶粒組織が生じる現象が頻繁に報告されている⁽³⁾⁻⁽⁶⁾。したがって、塑性変形中に新結晶粒組織が動的に生じる現象すなわち「動的再結晶」は、金属・合金の種類や加工温度範囲には関係なく起こる現象と結論できよう(表1)⁽²⁾。高SFE材料の高温ねじり加工や超塑性加工中に新粒組織が生じる現象を(連続)動的再結晶と呼んでいる⁽⁷⁾⁻⁽⁹⁾。一方、 $0.5 T_m$ 以下の低温大ひずみ変形下で生じる新粒生成現象も同じ用語で呼ぶことが多いが⁽⁴⁾⁽⁵⁾、これらに含まれる「再結晶」並びにそこで働く機構は通常の不連続再結晶とは明らかに異なる。大ひずみ加工中に起こる新結晶粒の生成過程並びに生成する組織に関しては、蓄積データの不足もあって現在不明な点が多い。また、その生成機構に関して幾つかのモデルが提案されているが、現在確立されたモデルはほとんどない。

本稿では、(1)温間から冷間での大ひずみ加工中に生じる新結晶粒組織の形成過程並びに変形微視組織に関する最近の研究結果を概説し、(2)新粒生成機構の代表的モデルを紹介する。次に、(3)大ひずみ加工後の焼なまし特性とそこで働く機構を検討し、最後に(4)動的、静的再結晶における通常の不連続反応と連続反応下で現れる諸特性の相違に関して、理解の

表1 (a)高温変形中の動的復旧課程と代表的金属・合金と積層欠陥エネルギーとの関係⁽¹⁾、(b)連続/不連続動的再結晶が働く加工温度(T/T_m)範囲⁽²⁾。

(a)復旧機構	動的再結晶	動的回復
材料	銅, ニッケル, オーステナイト系鉄, それらの合金	アルミニウム, マグネシウム, フェライト系鉄, それらの合金
積層欠陥エネルギー	低(中)	高
(b)	1	不連続動的再結晶 (高温加工一般)
加工温度 (T/T_m)	0.5	連続動的再結晶 (超塑性加工, 高温ねじり加工)
	0	連続動的再結晶 (大ひずみ加工: 側方押出し, 高圧付加ねじり, 繰返し重ね接合圧延, 多軸鍛造, など)

現状を紹介し、それを通して今後研究すべき課題を挙げてみる。

2. 大ひずみ加工による結晶粒組織の形成

側方押出し(ECAP: equal-channel angular pressing), 高圧付加ねじり(HPT: high pressure torsion), 繰返し重ね接合圧延(ARB: accumulative roll bonding)や多軸鍛造(MDF: multi-directional forging)などの大ひずみ加工法⁽³⁾⁻⁽⁵⁾は、加工後でも製品形状がほとんど変化しないため形状不変加工法とも呼ばれる⁽⁶⁾。本報では紙面の関係でMDFから得られる研究成果を中心に紹介する。矩形状試験片に圧縮負荷方向をその都度 90° 変えながらある一定のパスひずみ($\Delta\epsilon$)を繰り返して施すのがMDFであり、変形応力、ひずみと微視的組織の三者の関係を系統的に調査することができ、かつ三者間に及ぼす温度や加工速度などの影響を容易に調査研究できる利点

* 電気通信大学名誉教授; 知能機械工学科(〒182-8585 東京都調布市調布ヶ丘1-5-1)

** 電気通信大学准教授; 知能機械工学科

Dynamic Recrystallization—Continuous and Discontinuous Reaction; Taku Sakai (Emeritus Professor), Hiromi Miura (The University of Electro-Communications, Tokyo)

Keywords: dynamic recrystallization, dynamic recovery, continuous and discontinuous reaction, severe plastic deformation, ultrafine grain, microshear band, grain fragmentation

2009年5月29日受理

を有する⁽¹⁰⁾⁻⁽¹³⁾。最終加工軸に平行な試験片縦断面に対して、光学顕微鏡 (OM: optical microscope) と電子顕微鏡 (TEM: transmission electron microscope) 並びに結晶方位解析装置 (OIM: orientation imaging microscope) を備えた走査型電子顕微鏡を用いた微視組織の観察並びに菊池線による結晶方位解析が行われている。

初期粒径約 60 μm の銅を 195~473 K で MDF する際に得られる一連の σ - ϵ 曲線を図 1 に示す⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾。これらの σ - ϵ 曲線の包絡線には、低ひずみ域の加工硬化に続き大ひずみ域では変形応力がほぼ一定となる定常状態に類似の変形が現れることは興味深い。高温変形下では動的回復が活発に働いて定常状態変形は低ひずみ域 ($\ll 1$) にて容易に現れるが、0.14 T_m の低温度でも巨大ひずみ加工中には動的回復が働いて加工硬化が見かけ上無くなることが示唆される。

銅の室温での MDF 加工に伴う (サブ) 結晶粒径 D^* 、新粒界間の平均方位差 θ_{AV} と粒内転位密度 ρ の変化をまとめて図 2 に示す⁽¹¹⁾。変形と共に生じる低方位差の転位境界で囲まれた長形状のサブ結晶粒が、変形に伴い次第に等軸化しながら高方位差粒界を有する等軸状微細組織へと変化することがわかる。また、変形と共に急増する転位密度は定常状態変形の開始付近でピークを示し、大ひずみ域では回復が活発に働いて変形と共に転位密度が逆に減少する。これより、大ひずみ域で現れる定常状態類似の変形は変形微視組織がある定常状態に達するから現れるのではなく、変形に伴う微細粒体積率の増加並びに平均方位差の増加に基づく細粒化強化と回復による粒内転位密度の減少に基づく加工軟化との大小関係に起因して現れる見かけ上の現象と判断される⁽¹¹⁾。

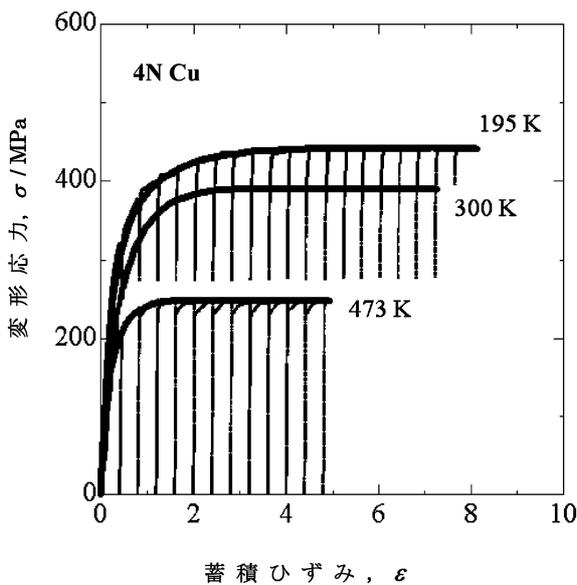


図 1 銅の多軸鍛造中の変形応力-蓄積ひずみ曲線に及ぼす加工温度の影響⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾。

† 低方位差のサブ結晶粒界からなる下部組織が変形に伴い高方位差を有する結晶粒界を有する組織へと変化するので、変形途中ではサブ結晶粒組織と結晶粒組織とが常に混在する。ここでは両者を分離せずに (サブ) 結晶粒組織としている。

銅を 195 K でひずみ 6 まで MDF すると、初期粒内には変形帯が多数形成され、それらが交差する部分では互いに曲げられ不連続的ずれを起こすことから、これらは結晶粒内に生じるマイクロせん断帯 (MSB: microshear band) と考えられる⁽¹²⁾⁻⁽¹⁵⁾。MSB を含む転位下部組織の代表的 TEM 組織を図 3 に示す⁽¹²⁾。MSB 交差部から離れた領域 (図 3(a)) で生じる延伸したセル状転位組織に対する制限視野電子線回折では単純な回折図形を示すのに対し、MSB 交差部のそれ (図 3(b)) では円形状図形へ変化している。これらの転位境界間の結晶方位差は、前者では約 5° 以下で鋭い分布を示すのに対し、後者では 15~60° の間に広く分布し、中高方位差粒界を有する多結晶粒に似た組織が生じている。これより、変形誘起の微細粒組織は MSB 交差部から優先的に生じることが示唆される。195 K でひずみ 18 まで MDF すると、MSB が高密度に一樣に生じると共に結晶粒界間方位差の平均値が約 30° に近づき、約 0.2 μm 径の等軸状微細組織が生じる⁽¹²⁾。

フェライト鋼 (Fe-20%Cr) を 773 K (0.43 T_m) で MDF した際の OM 組織を図 4 に示す⁽¹³⁾。ひずみ 1.6 では直線上の鋭い変形模様が種々の方向に交差して生じ、多くの交差点近傍ではせん断的ずれまたは不連続変化が生じる (図 4(a)) ことから、これらは全て MSB と判断される。鍛造の繰り返しによるひずみ増加に伴い MSB が種々の方向に生じると共にその密度が増加し、全域で MSB で埋め尽くされるようになる。ひずみ 3.6 ではまだ方向性のある組織が存在するが (図 4(b))、ひずみ 8.0 の大ひずみ域では組織の方向性が見られな

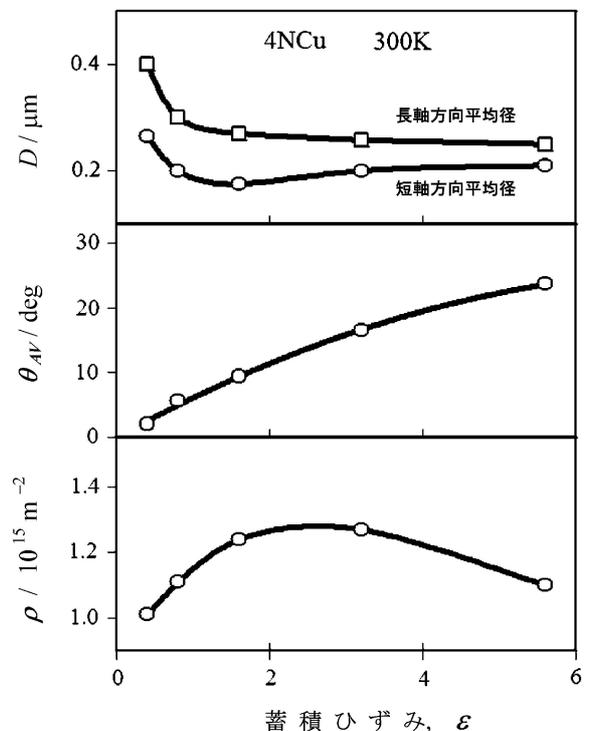


図 2 銅の 300 K における多軸鍛造中に生じるひずみ誘起 (サブ) 結晶粒径 (D)、その平均方位差 (θ_{AV}) とその結晶粒内の転位密度 (ρ) のひずみに伴う変化⁽¹¹⁾。

い粒状の微細組織が全域で均一に生じる(図4(c)). 実際には高方位差粒界から成る直径約0.5 μmの等軸状微細粒組織が生じていた⁽¹³⁾.

通常の(マクロ)せん断帯の模式図とフェライト鋼のMSBのOM組織を比較して図5に示す. 変形に伴い加工硬化が飽和してくると金属の種類によらず局部的すべりの集中領域

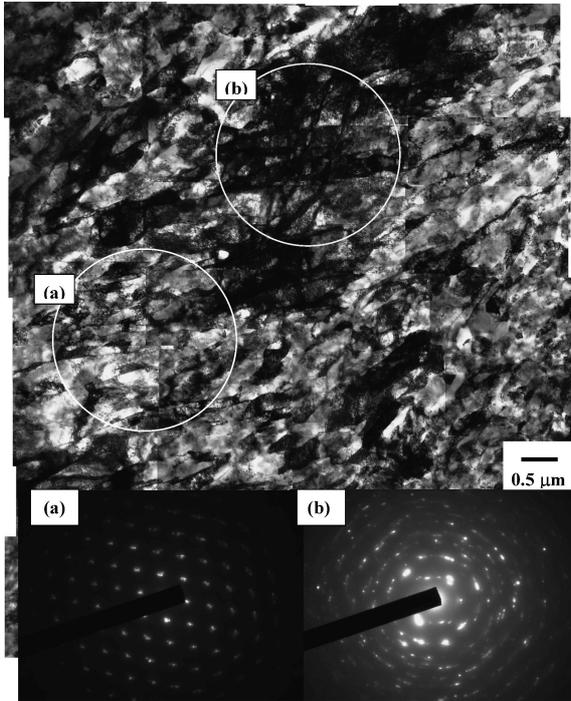


図3 銅を195 Kでひずみ6まで多軸鍛造した際に生じる代表的転位下部組織⁽¹²⁾. ミクロせん断帯の交差部における電子回折写真(b)とそこから離れた領域のそれ(a)との違いに注目.

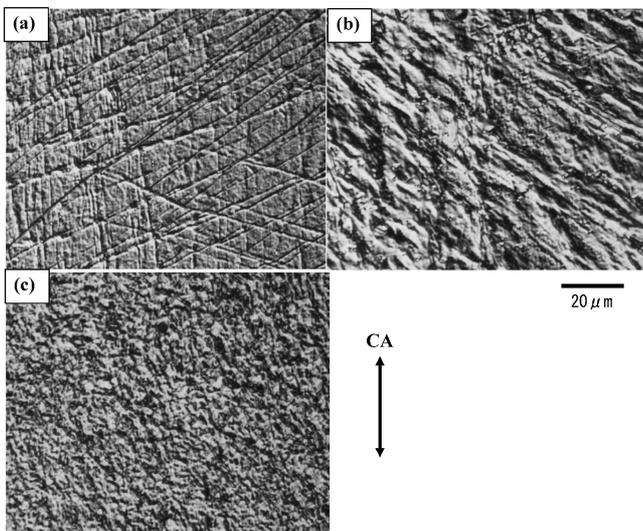


図4 フェライト鋼(Fe-20%Cr)を773 Kで多軸鍛造した際の光学顕微鏡組織の変化⁽¹³⁾. (a) $\epsilon=1.6$, (b) $\epsilon=3.6$, (c) $\epsilon=8.0$. CAは最終圧縮軸方向を示す.

であるマクロせん断帯が複数の初期結晶粒を横切るか, 板厚を貫通する規模で生じる⁽⁴⁾. これに対し, MSBの形成は初期結晶粒内にほぼ限られており, 粒界を貫通することは少ないようである. 金属を大ひずみ域まで均質に塑性変形するには, すべりと共にMSBによる変形が必然的に加わることを図5(b)が示唆しているとも考えられる. 大ひずみ域で生じるS帯(S-band)⁽¹⁴⁾と呼ばれる変形帯もMSBの一種と考えられるが⁽¹⁵⁾, MSBの形成原因やMSBとマクロせん断帯との関係などについては今後の系統的研究が待たれる. MSBの形成が変形誘起新粒組織と密接に関係する⁽¹⁶⁾ことを, 次章で詳しく検討する.

種々の転位境界を含む新微細粒間の結晶方位差分布を測定すると, 低ひずみ域のそれは低角度側($\theta < 15^\circ$)で単一ピークを示し, ひずみの増加と共に高方位差粒界が占める割合が増加していき, 大ひずみ域では低角度から高角度まで広範囲かつ無秩序に分布する完全焼なまし状態の結晶粒組織に対応する分布に接近する⁽¹⁰⁾⁻⁽¹³⁾. 変形誘起(サブ)結晶粒界間の平均方位差 θ_{AV} とひずみ ϵ との関係に関する銅⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾, Al⁽¹⁷⁾, Mg⁽¹⁸⁾合金の結果をまとめて図6に示す. ここでは結果が複雑になるのでフェライト鋼の結果⁽¹³⁾を省いている. 銅, フェライト鋼, Al合金などの立方晶材料における $\theta_{AV}-\epsilon$ 関係は大体類似しており, いずれも3段階からなる変化を示すのが特徴である. すなわち, (1) θ_{AV} が変形と共に増加し 5° 付近で停滞するステージI, (2)ある臨界ひずみ以降で θ_{AV} が再び増加するステージII, (3)大ひずみ域で新粒組織形成が活発に起こり, θ_{AV} がある飽和値に接近するステージIII, である.

図6より, 新粒組織の形成速度がMg合金では極めて大きく, 1以下の低ひずみ加工で完了することが注目される. Mgのような六方晶金属では高温変形中に変形帯としてキン

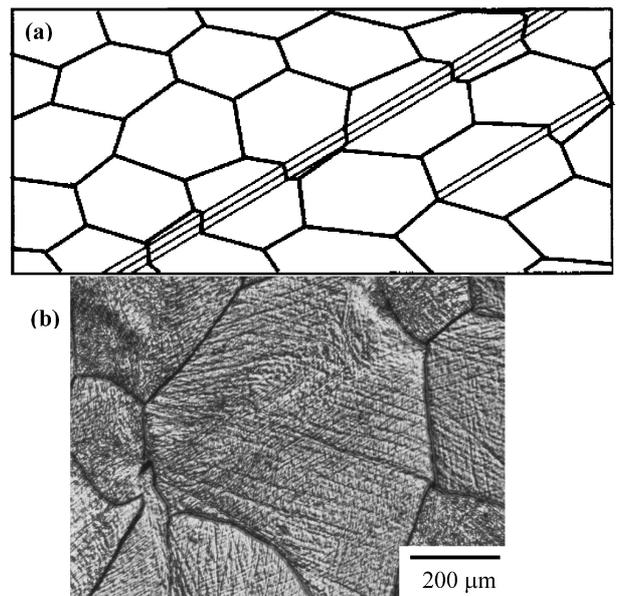


図5 通常のマクロせん断帯(模式図)(a)とFe-20%Crの773 K, $\epsilon=1.6$ で生じる結晶粒内のミクロせん断帯(b)との比較. 後者の変形組織(b)を拡大したものが図4(a)である.

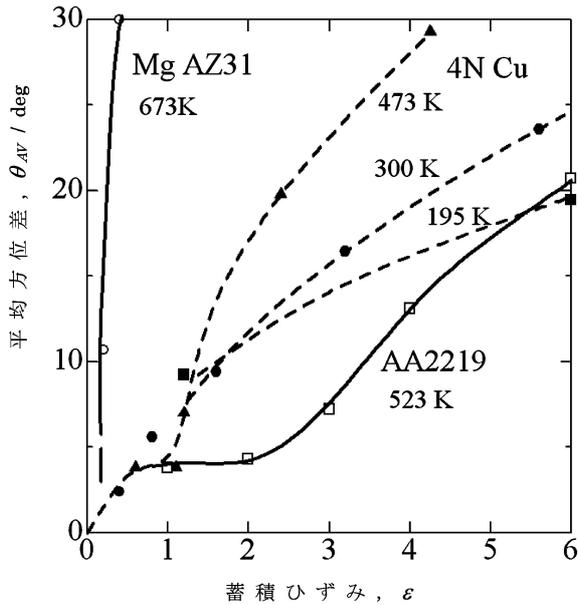


図6 大ひずみ加工中に生じる(サブ)結晶粒界間の平均方位差(θ_{AV})の加工ひずみに伴う変化. 多軸鍛造した銅⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾, 側方押し出し加工したアルミニウム合金 AA2219⁽¹⁷⁾, 単軸圧縮加工したマグネシウム合金 AZ31⁽¹⁸⁾の結果.

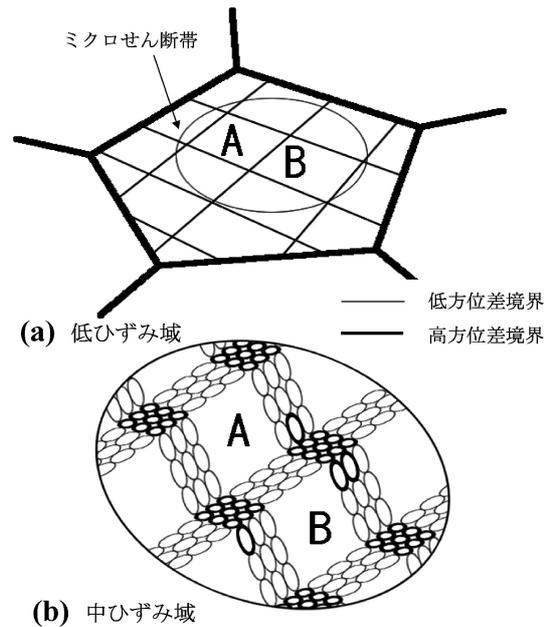


図7 (a)多軸鍛造中の低ひずみ域におけるマイクロせん断帯の形成と(b)中ひずみ域におけるそれらの交差点に続きそれに沿って優先的に形成する微細粒組織を示す模式図⁽¹³⁾.

ク帯(kink band)が頻繁に生じ、キンク帯による結晶粒の分割によって新粒組織が生じると考えられる⁽¹⁸⁾. Mg合金と立方晶材料間における結果の相違(図6)は、変形帯がキンク帯かMSBかの違いに基因する可能性が大であり、このことを次章で詳しく検討する. また、低SFE材料に低温でMDFを施すと、低ひずみ域から双晶が頻繁に生成し、双晶による結晶粒の分割に加えて変形双晶同士の交差が起こり、例えばCu-30%Zn合金では約20 nm径の超微細粒組織が比較的中ひずみ域(2~3)で生じることが報告されている⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾. MSBやキンク帯に基づき生じる微細粒組織の最小粒径を100 nm以下にすることが一般には困難である⁽¹²⁾⁽¹³⁾⁽²¹⁾. これに対し、変形双晶による結晶粒内分割によって生じる粒径限界を10 nmオーダーまで減少できることは注目される.

3. 連続動的再結晶モデル

大ひずみ加工によって誘起される新粒組織の形成機構が幾つか提案されているが、確立されたものは現在ない. 代表的モデルの一つとして「サブ結晶粒起源説」が挙げられる⁽³⁾⁽²²⁾. 低ひずみ域で生じるサブ結晶粒界が変形により導入される転位の堆積によって低方位差から次第に高方位差へと変化する結果、大ひずみ域で新結晶粒組織が生じるとするモデルである. これによれば、(1)低ひずみのサブ結晶粒組織から大ひずみ域の新粒組織の形成までは初期結晶粒内全域で連続的かつ均質様に起こるはずであり、したがってこれは連続した1段階プロセスである. (2)新微細粒径はサブ粒径と密接に関係することになり、大ひずみ域で新結晶粒径はサ

ブ粒径にはほぼ接近するが、それ以下になることはなからう、ことなどが予想される.

これに対して本稿では、(1)微細新粒組織の形成が3段階プロセスを経ること(図6, 9)や、(2)低ひずみ域ではMSB交差点のような局所の変形域から新粒が不均質に生じるのが一般的である(図3, 4)こと、(3)低温大ひずみ変形によってサブ粒径より小さな新結晶粒径が生じるとの報告(図8参照)や、(4)その場合の新粒組織内にはセル状転位組織が形成されにくいという実験結果⁽¹²⁾などによって、サブ結晶粒起源説は支持されにくい.

これに対し、種々の立方晶金属のMDF処理により生じる微細粒組織の観察結果(例えば、図3, 4)とその解析結果より、図7の模式図で示すようなMSBの形成と交差に基づく「MSB起源説」が提案されている⁽¹³⁾. このモデルは金属合金の種類や加工法の違いによらず、また広い加工温度範囲(0.14~0.8 T_m)の結果に対しても適用できそうである. 変形誘起の新結晶粒形成プロセスを図7のMSBモデルを用いて説明すると、

(1) 変形に伴い転位下部組織に加えてMSBが種々の方向に導入され、MSBが3次的に均質様に生じて初期結晶粒内を次第に微細分割していく(図7(a)). しかし、これらの微細分割領域間(例えば、図7(a)のAとB)の結晶方位差はほぼ 0° であり、殆ど変化しない(ステージI).

(2) MSBが交差する領域内では多重すべりと結晶回転が容易に起きるので⁽⁴⁾⁽²³⁾, そこでは高方位差粒界を有する新粒が優先的に生じ易い(図7(b)). MDFの繰り返しの伴い新粒がMSB交差点から先ず生じ(図3), 続いてMSBに沿っ

て新粒生成が展開していく(ステージII)。

(3) 微細粒組織における粒界間方位差が変形に伴い増加すると共にそれに囲まれた領域は次第に等軸化する。MSB内で局所的に働く動的回復を通して非平衡状態から平衡状態の結晶粒界への変化が促進されるため、ステージIIIでの新粒形成の動力学が高温ほど加速される(図6)。

低ひずみ域の変形に伴いセル状転位下部組織からサブ結晶粒組織が生じるが、その間のステージIではサブ結晶粒界間の平均方位差は5°程度とほぼ一定である⁽⁴⁾(図6)。MSBが頻繁に生成して平均方位差が5°付近から急増することによってステージIIが始まる。方位差が急増する臨界ひずみは、銅で約1、フェライト鋼で約1.4、Al合金では2付近であり、材料によって変化する(図6)。変形と共にMSB密度が増加し、その交差部からMSBに沿って微細粒が生じ、それらの粒界間方位差とその体積率が增加する。ステージIIIではやがて平均方位差が30°前後のある一定値に近づき、高方位差粒界で囲まれた等軸微細粒組織が生じる。ステージIとIIの事象は、温度の影響をほとんど受けないので非熱的現象であるのに対し、微細粒組織形成が顕著に起こるステージIIIでは温度の影響を顕著に受けるので熱的現象と考えられる(図6)。

以上の諸過程は大ひずみ変形下では材料全域で一様に生じることから、新粒形成はひずみ誘起によってその場で起きる動的連続反応、すなわちその場で連続的に起きる動的再結晶(*in-situ* または *continuous dynamic recrystallization*)によると結論される。新粒組織が図7のモデルにしたがって材料全域に展開するには、MSBが種々の方向に高密度に均質に生じてMSBで全域を埋め尽くさねばならず、そのためにはMDFの繰り返しによる大ひずみ加工が必要である。このモデルは多くの立方晶金属の結果に適用できるが、一方、六方晶構造をとるMg合金に対しては若干の修正を加えねばならない。すなわち、Mg合金の高温変形下ではMSBに代わってキンク帯が低ひずみ域から頻繁に生じ、それによって分割される微細領域がその場でそのまま新結晶粒へ変化する⁽¹⁸⁾ので、キンク帯の境界によって全域を埋め尽くす必要がない。したがって、MSBをキンク帯に変えればMg合金に対しては図7(a)のモデルだけでよく、変形誘起の新粒形成が低ひずみ加工で完了することが理解される(図6)。

4. 連続動的再結晶に及ぼす温度とひずみ速度の影響

低(中)SFE材料に大ひずみ変形を施す際に得られる変形応力 σ/G (G は剛性率)と(サブ)結晶粒径 D との両対数関係を高温動的再結晶の結果と合わせて図8に示す。銅⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾、304系ステンレス鋼⁽²⁴⁾、Ni-20%Cr⁽²⁵⁾、Ni-30%Fe⁽²⁶⁾各合金の結果が示す傾向はいずれも大体類似している。すなわち、(1)結晶粒組織に対する σ/G - D 関係は、高温と低温の各変形領域でそれぞれ異なる直線関係で整理できる。(2)それらの直線の傾きは高温側で約-0.75、低温領域では約-0.30である。これより、低温変形領域での新粒生成は高温での不連続

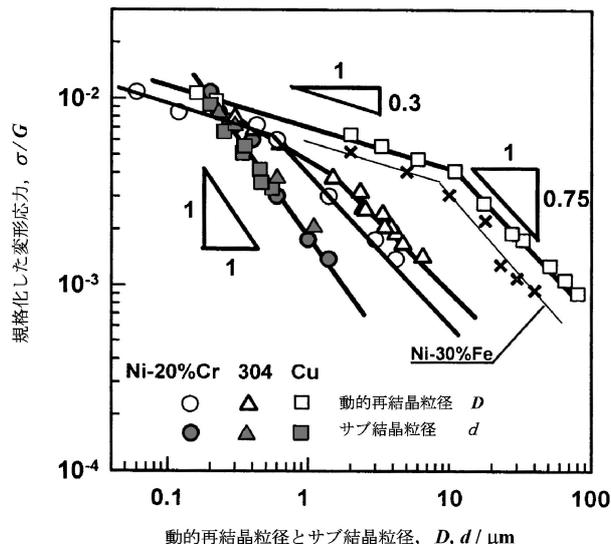


図8 大ひずみ加工中の変形応力(σ/G)と加工誘起の動的再結晶粒径(D)またはサブ結晶粒径(d)との関係。銅⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾、304ステンレス鋼⁽²⁴⁾、Ni-20%Cr合金⁽²⁵⁾。Ni-30%Feでは D だけのデータを示す⁽²⁶⁾。

動的再結晶とは異なる別の機構、すなわち連続動的再結晶が働くことが示唆される⁽¹¹⁾。(3)一方、サブ結晶粒組織に対する σ/G - d 関係は材料によらず実験誤差内で一致しており、その直線の傾きは約-1である。

動的再結晶機構が変化する遷移変形領域である $\sigma/G=5$ (± 1) $\times 10^{-3}G$ 付近では、2種類の機構が働くために混粒組織が生まれる。低ひずみ域では凹凸化した初期粒界の張出しに基づきネックレス状に再結晶粒が生じ、その後の粒成長中には必ず焼なまし双晶が生まれる。さらに変形を加えると初期結晶粒内部に生じる変形帯に沿ってひずみ誘起により微細粒が生成し出す。それらの新粒内には焼なまし双晶が生じないのが特徴である⁽²⁵⁾⁻⁽²⁷⁾。一方、図8は高応力が生じる変形領域において d より小さい D が生じることを示す。実際、銅の195Kの大ひずみ域で生じる変形微視組織を観察すると、マイクロせん断帯内で生じる微細粒組織の外側では、低ひずみ域で明瞭に観察されるセル状転位織(図3)がほとんど観察されず、セル状組織はほぼ完全に崩れており、また微細新粒内にはセル状転位境界が存在しない、などの結果によって裏付けられる⁽¹²⁾。

図9(a)はAl合金を種々の温度で側方押し出し(ルートA)加工する際の変形誘起によって生じる転位境界を含む新結晶粒界間の平均方位差 θ_{AV} をまとめて示す⁽²⁸⁾。OIMの分析により測定される平均方位差とひずみの関係は、低ひずみ域(<2)では3~5°の棚を示すステージI、中ひずみ域(2~4)で θ_{AV} が急増し出すステージIIを経て温度によって決まるある飽和値にゆっくり接近するステージIII、に分けられる。ステージIとIIは温度の影響をほとんど受けないが、ステージIIIはそれを顕著に受ける。このような組織形成プロセスの特徴はフェライト鋼や銅の0.5 T_m 以下におけるそれらとも酷

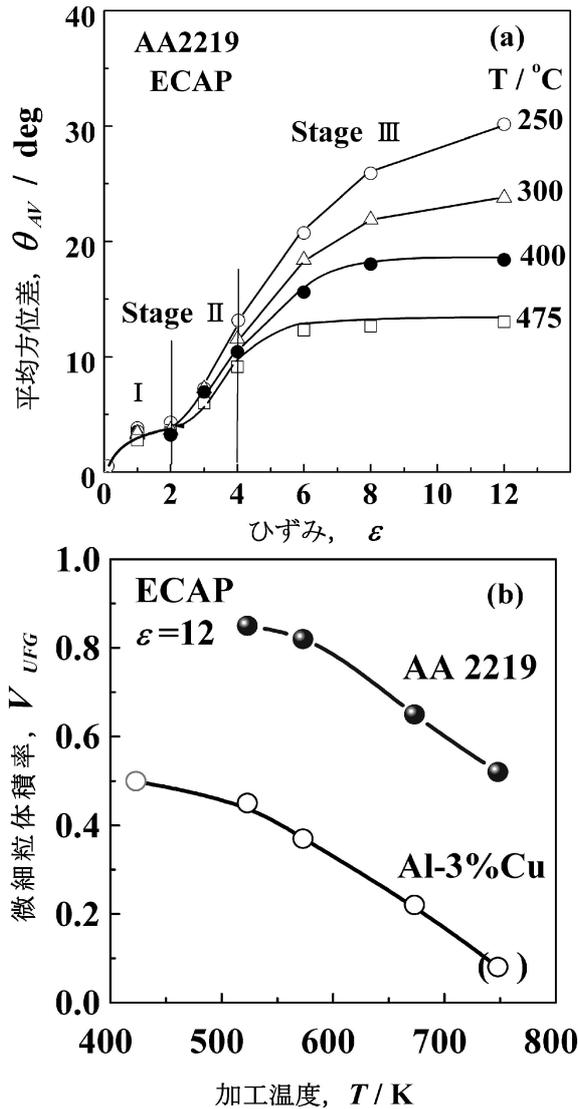


図9 アルミニウム合金の大ひずみ加工に伴う(a) (サブ)結晶粒組織の平均方位差(θ_{AV})変化におよぼす加工温度の影響⁽²⁸⁾と(b) ひずみ12で生じる微細粒体積率(V_{UFG})の加工温度に伴う変化⁽²⁹⁾.

似する(図6).

図9(b)は2種類のAl合金の側方押し出し加工によりひずみ12で生じる新結晶粒組織の体積率と加工温度の関係を示す⁽²⁹⁾. 体積率は高温での加工とともに減少するが, 微細分散粒子を含まないAl-3%Cuの方がより顕著に減少する. これより, 変形誘起の微細粒形成には加工温度の限界があり, 一般には温間以下から冷間での加工が適切であると結論できる. 大ひずみ変形によって導入される不均質変形の原因として, 隣接する結晶粒間で働く変形拘束やひずみ適合性の要請などによる材料学的要因に加えて加工工具と材料間での変形拘束などのマクロ的要因が挙げられる⁽²³⁾⁽²⁹⁾. 高温変形下では限界すべりや結晶粒内では動的回復が活発に起こるため, 結晶粒内に生じる不均質変形に基づき生じるひずみ勾配がそれらの働きによって高温ほど減少するようになり, したがっ

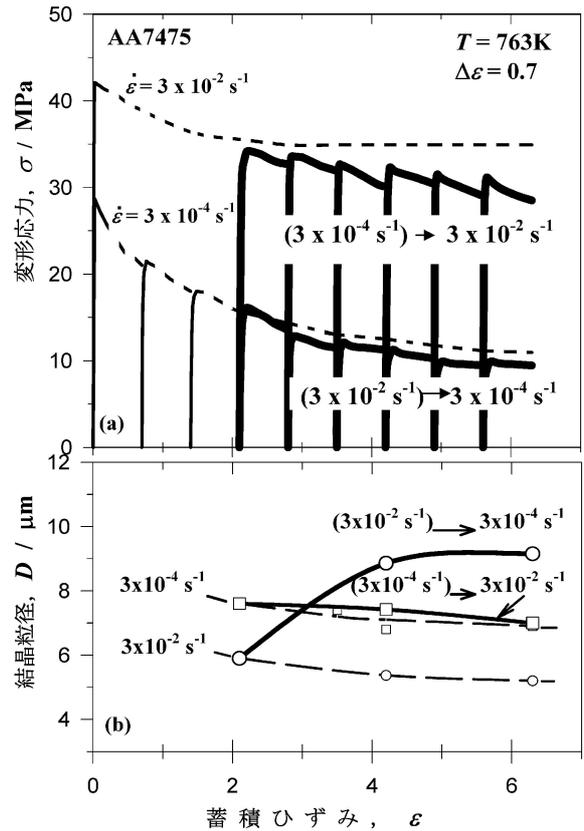


図10 アルミニウム合金7475の763 Kにおける多軸鍛造中($\Delta\epsilon=0.7$)のひずみ2.1におけるひずみ速度急変試験結果の例⁽³¹⁾. ひずみ速度急変後の変形応力と結晶粒径の遷移変化(実線)がひずみ速度一定試験における結果(破線)には接近しないことが注目される.

てMSBのような変形帯の形成自体が高温域での加工ほど困難になると考えられる⁽²⁹⁾⁽³⁰⁾.

Al合金を763 Kで2種類のひずみ速度でMDFし, その際にひずみ2.1で他のひずみ速度へ急変させる際の遷移変形特性を調査した結果(図10)⁽³¹⁾から, 機械的, 組織的特性に顕著な不可逆的变化が起こるのがわかる. 変形中にひずみ速度を急変させると, (1)変形応力と微細粒径は共に変化するが, その後大ひずみ変形を加えても一定ひずみ速度変形下で現れる値には接近しない. したがって, 大ひずみ変形下で現れる新粒形成現象は非可逆的であり, 一つの温度補償ひずみ速度因子では整理できない. (2)高温の不連続動的再結晶における同様な実験結果では, 上記と同種の遷移現象は可逆的に起こり, 高ひずみ域の変形特性は拡散支配の熱的活性化過程で一義的に整理できる⁽³²⁾. (3)連続動的再結晶過程ではこれに対して, 低中ひずみ域では非熱的過程が主に働き, やがて高ひずみ域で熱的過程へと変化することが明らかである(図6, 9). このように対照的な二つの過程が変形中に働くことと図10が示す非可逆学的現象が現れることの間には密接な関係が存在すると考えられる⁽³¹⁾.

5. 大ひずみ加工材の焼なまし特性

大ひずみ加工組織は高密度転位を含む微細粒組織である。それを焼なまし際に現れる諸特性を系統的に研究することは、微細粒組織の安定性評価と共に組織制御の観点からも重要である。紙面の関係でその詳細な説明をここでは省略する。これに関する著者らのこれまでの研究結果の解析から⁽³³⁾⁻⁽³⁵⁾、その主要な焼なましプロセスは次のようにまとめられる。

304ステンレス鋼を873 Kで大ひずみ加工後、973 Kで等時間焼なまし際に起こる微細粒組織の平均方位差と結晶粒径の変化を合わせて図11に示す⁽³³⁾。大ひずみ加工誘起によって微細粒組織の形成が起こり(ステージ0)、その後の焼なまし中にステージ1, 2, 3からなる過程が現れることを示す。ステージ0では、連続動的再結晶により生じる微細粒が次第に等軸化すると共に平均方位差が約30°まで漸増する。焼なましのステージ1では、微細粒内に生じる内部応力がほぼ消滅し、粒界は非平衡から平衡状態へと変化する⁽³³⁾。平均方位差と結晶粒径はその間ほとんど変化しない。大ひずみ加工で生じる高方位差粒界網から成る微視組織は、この段階で実質的な新結晶粒組織になると見せる。続くステージ2では方位差と粒径が共に短時間にある限られた量だけ増加するが、これは主として各結晶粒内の転位密度の若干の違いに基づき起こる粒成長である⁽³³⁾。したがって、ステージ2が終われば、転位密度の小さい完全な焼なまし状態の多結晶粒組織が生じる。ステージ3では平均方位差はほぼ一定であり、結晶粒径は時間と共に単調に増加するが、これは通常の正常粒成長による。大ひずみ加工後の3段階からなる焼なまし過程は銅⁽³⁴⁾やMg⁽³⁵⁾合金でも観察されており、この焼なまし中に変形集合組織はほとんど変化しない。これらの結果より、連続動的再結晶により生じる微細

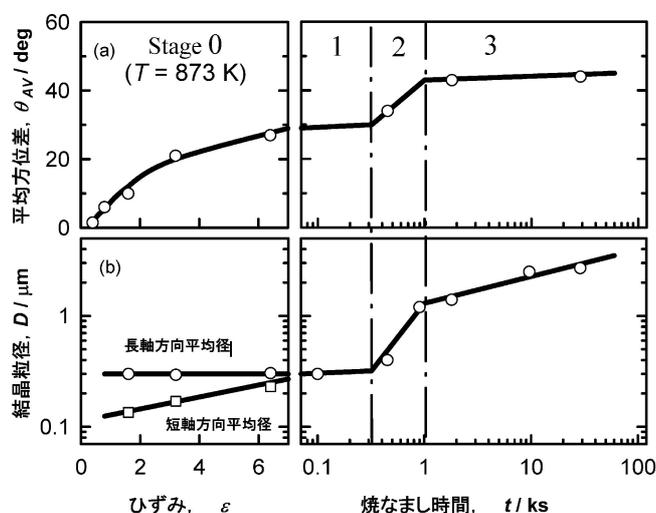


図11 304ステンレス鋼の873 Kでの多軸鍛造に続いて973 Kの等温焼なまし中に起こる平均方位差と加工誘起(サブ)結晶粒径との変化⁽³³⁾。

粒組織の焼なましでは主に回復を伴う粒成長のみ、すなわち連続的な静的再結晶が働くと結論される。

6. ま と め

動的または静的に起こる連続再結晶特性を図12に比較して模式的に示す。大ひずみ加工に続く等温焼なましに伴う微視組織の変化(図3, 11)を合わせて図12(a)に模式的に示す。一方、連続静的再結晶を実験的に初めて示した Ahlborn等⁽³⁶⁾の結果から類推される微視組織変化に加え、その前に施す塑性加工に伴う組織変化の結果を合わせて図12(b)に模式的に示す。両者における微視組織の特徴を表す特性値(ρ , θ , D)が異なる物理量(ひずみと時間)に対して大体類似の変化傾向を示すことから、大ひずみ加工に伴う新粒形成現象を連続動的再結晶と呼んでよいと考える。

大ひずみ加工中に起こる微細粒組織の3段階からなる形成プロセスは、材料の種類や加工温度だけでなく種々の加工法によっても大体同じに現れることを紹介した。加工法についてはMDFと側方押し以外の他の加工法から得られる結果とも比較検討する必要がある。ここで注意すべきは、大部分の大ひずみ加工法は変形を途中で中断させながら断続的に繰り返す加工プロセスである点である。変形中断中に起こり得る静的焼なましの影響が変形微視組織と微細粒組織の形成へ及ぼす効果を考慮すべきである。この影響は高温での大ひずみ加工では特に重要である⁽²⁹⁾⁽³⁷⁾。

ところで、一般的な変形組織の焼なまし中に静的再結晶が

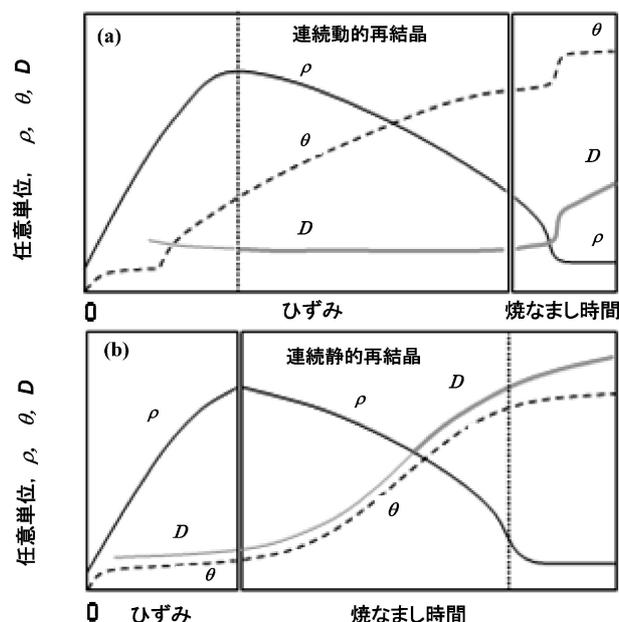


図12 連続動的再結晶と連続静的再結晶を比較した模式図。(a)大ひずみ加工と等温焼なましに伴う転位下部組織の変化、(b)微細分散粒子を含む合金の加工に続く等温焼なましに伴う転位下部組織の変化。 ρ , θ , D は転位密度、平均方位差と(サブ)結晶粒径とを示す。

不連続か連続的に起こっても、転位密度の少ない焼なまし多結晶粒組織が最終的に生まれることは同じである。一方、動的再結晶が不連続か連続的に起これば、前者では結晶粒ごとに大きく変化する高密度転位組織が生じるのに対し⁽³⁸⁾、後者の微細粒組織内にはほぼ同じような転位下部組織が生じており、両変形組織の特徴が明らかに異なる⁽¹¹⁾⁻⁽¹³⁾。したがって、両組織に対する焼なまし特性並びにその結果生じる結晶粒組織には顕著な違いが生じる。これらについては関連する論文⁽³³⁾⁻⁽³⁵⁾や解説論文⁽³⁹⁾⁽⁴⁰⁾を参照していただきたい。

最後に、本報に関連する一連の研究に対して複数の文部科学省科学研究費補助金並びに軽金属学会、銅および銅合金技術研究会より複数の研究助成金の支援を受けた。ここに感謝する。

文 献

- (1) T. Sakai and J. J. Jonas: Acta Metall., **32**(1984), 189-209.
- (2) T. Sakai and J. J. Jonas: Encyclopedia of Materials: Science and Technology, Elsevier, **7**(2001), 7079-7084.
- (3) R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev and I. V. Alexandrov: Prog. Mater. Sci., **45**(2000), 103-189.
- (4) F. J. Humphreys and M. Hatherly: Recrystallization and related annealing phenomena, 2nd Version, Elsevier, (2004), 1-628.
- (5) R. Z. Valiev and T. G. Langdon: Prog. Mater. Sci., **51**(2006), 881-981.
- (6) 梅本実編集：超強加工の最前線—強加工の現状と応用，日本鉄鋼協会，(2009)，1-127.
- (7) B. M. Watts, M. J. Stowell, B. L. Baikie and D. G. E. Owen: Metal Sci., **10**(1976) 189-206.
- (8) G. Gandhi and R. Raj: Acta Metall. Mater., **39**(1991) 679-688.
- (9) X. Yang, H. Miura and T. Sakai: Mater. Trans., **43**(2002) 2400-2407.
- (10) A. Belyakov, W. Gao, H. Miura and T. Sakai: Metall. Mater. Trans. A, **29**(1998), 2957.
- (11) A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura and K. Tsuzaki: Philos. Mag. A, **81**(2001), 2629-2643.
- (12) C. Kobayashi, T. Sakai, A. Belyakov and H. Miura: Philos. Mag. Lett., **87**(2007), 751-766.
- (13) T. Sakai, A. Belyakov and H. Miura: Metall. Mater. Trans. A, **39A**(2008), 2206-2214.
- (14) G. I. Rosen, D. Juul Jensen, D. A. Hughes and N. Hansen: Acta Metall. Mater., **43**(1995) 2563-2579.
- (15) P. J. Hurley and F. J. Humphreys: Acta Mater., **51**(2003), 1087-1102.
- (16) T. Morikawa, K. Higashida and T. Sato: ISIJ Int., **42**(2002), 1527-1533.
- (17) I. Mazurina, T. Sakai, H. Miura, O. Sitdikov and R. Kaibyshev: Mater. Sci. Eng. A, **473**(2008), 297-305.
- (18) X. Yang, H. Miura and T. Sakai: Mater. Trans., **44**(2003), 197-203.
- (19) H. Miura, H. Nakao and T. Sakai: Mater. Trans., **48**(2007), 2539-2541.

- (20) 中尾佳史, 三浦博己, 酒井 拓: 日本金属学会誌, **72**(2008), 397-406.
- (21) J. Xing, Y. Soda, X. Yang, H. Miura and T. Sakai: Mater. Trans., **46**(2005), 1646-1650.
- (22) S. Gourdet and F. Monthelet: Mater. Sci. Eng. A, **283**(2000), 274-288.
- (23) J. Gil Sevillano, P. vanHoutte and E. Aernoudt: Prog. Mater. Sci., **25**(1980) 69-412.
- (24) A. Belyakov, T. Sakai and H. Miura: Mater. Trans., JIM, **41**(2000), 476-484.
- (25) N. Dudova, A. Belyakov, T. Sakai and R. Kaibyshev: (未発表. to be submitted).
- (26) H. Beladi, P. Cizek and P. D. Hodgson: Metall. Mater. Trans. A, **40A**(2009), 1175-1189.
- (27) A. M. Wusatowska-Sarneck, H. Miura and T. Sakai: Mater. Sci. Eng., **323**(2002), 177-186.
- (28) I. Mazurina, T. Sakai, H. Miura, O. Sitdikov and R. Kaibyshev: Mater. Sci. Eng. A, **486**(2008), 662-671.
- (29) I. Mazurina, T. Sakai, H. Miura, O. Sitdikov and R. Kaibyshev: Mater. Trans., **50**(2009), 101-110.
- (30) A. Duckman, R. D. Kunutsuen and O. Englar: Acta Mater., **49**(2001), 2739-2749.
- (31) T. Sakai, H. Miura, A. Goloborodko and O. Sitdikov: Acta Mater. **57**(2009), 153-162.
- (32) T. Sakai, M. G. Akben and J. J. Jonas: Acta Metall., **31**(1983), 631-642.
- (33) A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura, R. Kaibyshev and K. Tsuzaki: Acta Mater., **50**(2002), 1547-1557.
- (34) A. Takayama, X. Yang, H. Miura and T. Sakai: Mater. Sci. Eng. A, **478**(2008), 221-228.
- (35) X. Yang, H. Miura and T. Sakai: Mater. Trans., **46**(2005), 2981-2987.
- (36) H. Ahlborn, E. Hornbogens and U. Koster: J. Mater. Sci., **4**(1969), 944-950.
- (37) O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, K. Tsuzaki and Y. Watanabe: Acta Mater., **56**(2008), 821-834.
- (38) T. Sakai, M. Ohashi: Mater. Sci. Technol., **6**(1990), 1251-1257.
- (39) T. Sakai, M. Ohashi, K. Chiba and J. J. Jonas: Acta Metall., **36**(1988), 1781-1790.
- (40) 酒井 拓: 銅と銅合金, **46**(2007), 1-6.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

酒井 拓
 1967年3月 横浜国立大学大学院工学研究科修士課程修了
 1986年10月 電気通信大学機械工学科教授
 2008年4月 同大学 名誉教授
 2008年4月 同大学 理事(研究戦略)
 現在に至る

専門分野：材料加工学，高速加工，高温加工の金属学，加工熱処理による組織制御，動的再結晶，大ひずみ加工金属学，などの研究に従事。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



酒井 拓



三浦博己