

大ひずみ多軸鍛造による結晶粒微細化 プロセスと機構

酒井 拓*・三浦 博己*

Strain-Induced Grain Refinement and Its Mechanisms during Severe Multi-Directional Forging

Taku SAKAI and Hiromi MIURA

Synopsis : The evolution processes of new high-angle boundaries as well as ultrafine grains processed by severe multidirectional forging (MDF) are studied in ferritic, austenitic steels and copper at low temperatures below $0.5T_m$ (T_m is the melting point), and aluminum and magnesium alloys at high temperatures above $0.5T_m$, where dynamic recovery operates mainly as a restoration process. The structural changes can be characterized by the evolution of deformation bands such as microshear or kink bands at moderate strains. MDF promotes the multiple shearing, which results in the formation of spatial net of mutually crossed bands subdividing the original grains. This is a mechanical induced event and so an athermal process. On the other hand, in large strain the fast operation of recovery processes accelerates the kinetics of ultrafine grain evolution with increasing temperature at low temperatures below $0.5T_m$. In contrast, the volume fraction of new grains decreases in large strain through hard development of deformation bands with increasing temperature at elevated temperatures above $0.5T_m$. The misorientations between (sub)grains evolved gradually increase with increase in strain, finally leading to the development of a new fine-grained structure. Temperature effect and the mechanism of strain-induced grain formation are discussed in detail.

Key words : severe plastic deformation; microshear band; kink band, grain fragmentation; ultrafine grain; dynamic recrystallization; dynamic recovery; continuous and discontinuous reaction.

1. はじめに

低中積層欠陥エネルギー (SFE) を有する多くの面心立方晶 (FCC) 金属・合金では、高温変形中に新結晶粒の核生成と成長による (不連続) 動的再結晶が生じるが、その核生成は変形初期に凹凸化した粒界部分での張出し機構により主に支配される^{1,2)}。一方、側方押出し (ECAP)、高静水圧負荷ねじり (HPT) や繰返し重ね圧延 (ARB) 法などを用いて金属材料に $0.5T_m$ (T_m は融点) 以下の低温度下で大ひずみ加工を施すと (Fig. 1 参照), SFE の大小に関係なくほぼ全ての材料に塑性加工だけで新粒組織を生じさせることが最近多数報告されている²⁻⁵⁾。これらをそれぞれ高温型、低温型動的再結晶と分類して呼ぶことがある。後者の大ひずみ加工中に起こる動的再結晶で生じる変形微視組織や新結晶粒の生成過程並びにその機構に関しては幾つかのモデルが提案されているが、蓄積データの不足もあって不明な点が多く、現在確立されたモデルはほとんど無い。

本報では、フェライト、オーステナイト両鋼と純銅に対しては主に $0.5T_m$ (T_m は融点) 以下の温間から低温度域、アルミニウム、マグネシウム合金に対しては $0.5T_m$ 以上の高温度域で多軸鍛造 (Multi-Directional Forging, MDF) を用い

て大ひずみ加工を施し、その際に生じる転位下部組織の展開並びに大ひずみ域で生じる微細結晶粒の生成過程を著者らの研究結果を中心に概説する。微細粒生成に及ぼす立方晶、最密六方晶などの結晶構造や材料種類、そして加工温度の影響に注目しながら、微細粒生成の動力学並びに生成機構に関して現時点での主な検討と理解の内容を概説する。

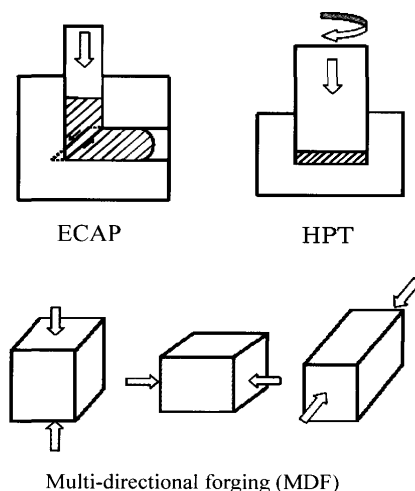


Fig. 1. Schematic representation of typical methods of large strain deformation.

2. 鉄鋼のMDF下の微細粒組織生成

3辺がある一定比を有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 $\Delta\epsilon$ を繰り返し施すのがMDFである (Fig. 1). $\Delta\epsilon$ が一定であれば、試験片寸法比が一定に保たれ、繰返し圧縮が無限回可能になる。金属材料に大ひずみ変形を施すECAP, HPT, ARBなどの大部分の加工法では、加工中の変形応力 σ 、ひずみ ϵ と微視的組織の三者の関係を系統的に調査することが一般には困難である。本報で主に採用するMDFではこの問題が解決でき、三者間の関係に加えてそれに及ぼす温度や加工速度などの影響を容易かつ系統的に調査研究できる⁶⁾。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)と電子顕微鏡(TEM)並びに結晶方位解析装置を備えた走査型電子顕微鏡(SEM/EBSD-OIM)を用いて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240 μm のフェライト鉄(Fe-20%Cr)合金にMDFを施して得られる代表的 σ - ϵ 曲線の例をFig. 2に示す⁷⁾。これらの σ - ϵ 曲線の包絡線は $\epsilon < 1.5$ の低ひずみ域では顕著な加工硬化を示し、その変形応力は温度によってほとんど変化しない。大ひずみ域の変形応力は773K ($0.43T_m$)ではほぼ一定となり定常状態に近い変形が現れるのに対し、573K ($0.32T_m$)では加工硬化が続いて起こるが、その大きさはひずみと共に減少する。これらの変形挙動と温度の影響は変形中に動的回復が主に働くことで説明できる⁴⁾。このMDFに伴うOM組織の変化の例をFig. 3に示す。直線上の鋭い変形模様が種々の方向に交差して生じており、しかも多くの交差点近傍に注目すると、せん断的ずれが観察され、そこでは不連続的变化が生じていることから (Fig. 3(a)), これらの変形模様はマイクロせん断帯 (Micro-shear band (MSB))⁸⁾を示すと判断される。MDFの繰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、波状化していき、大ひずみ域では組織の方向性が見られない粒状の微細組織が全域で均一に生成する (Fig. 3(b))。

Fig. 3(a)のOM組織に対応する代表的なTEM組織をFig. 4に示す⁷⁾。高密度転位下部組織中に種々の方向に走るMSBの束が多数生じ、MSBのネットワークがほぼ均一に分布している。これらは互いに交差し合い、その交差点領域では等軸状の微細結晶粒が優先的に生成する⁷⁾。TEMによる組織観察より、MSBと母地との境界間方位差は6~10°の範囲にほとんど入るのに対し、MSBの交差点領域で生じる微細粒組織内の粒界間方位差は10~50°と広範囲に分布し、それらの大部分が高角化している。さらに大ひずみの $\epsilon = 8.0$ における代表的なTEM組織をFig. 5に示すが⁷⁾、図中の数値は各粒界間方位差である。大ひずみ変形によって高角度粒界から成る直径約0.5 μm の微細粒組織が全域でほぼ一様に生じている。なめらかな粒界を有する

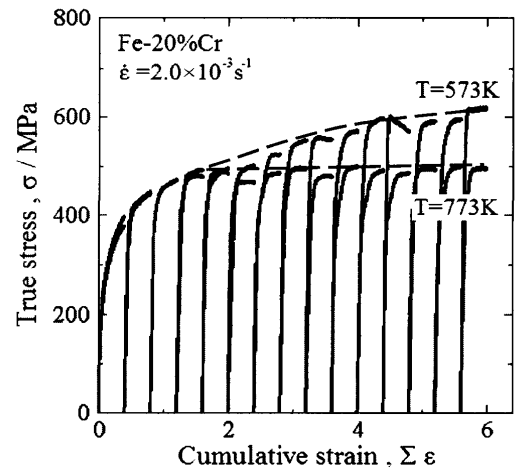


Fig. 2. True stress-total strain curves plotted over 15 MDF passes for a ferritic steel at temperatures of 573K and 773K.⁷⁾

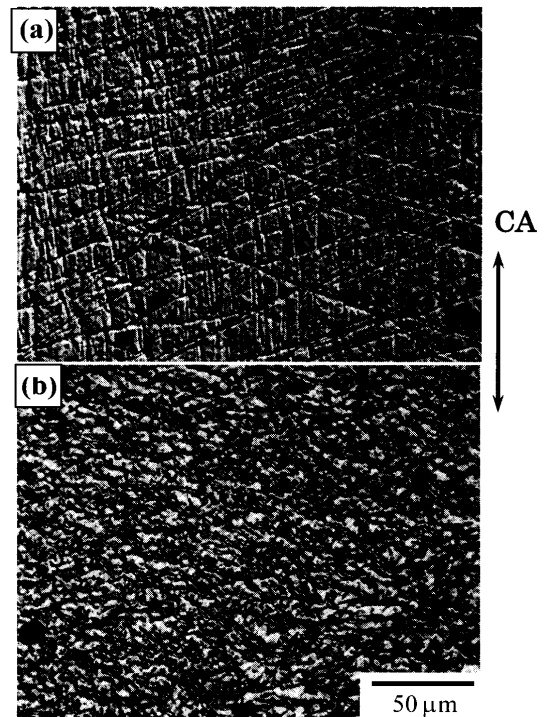


Fig. 3. Typical microstructures evolved in Fe-20%Cr steel after MDF at 773K to total strains of (a) 1.6 and (b) 6.0. CA indicates the direction of forging axis at the last pass.⁷⁾

ほぼ等軸状の微細結晶粒内の転位密度は加工硬化域で生じるそれ (Fig. 4) と比べて明らかに小である。これは変形誘起の微細粒形成過程では動的回復が活発に働くことを示唆している。

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角度境界が占める割合が増加する。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方位差分布に接近する⁷⁾。新粒間の平均方位差 θ_{av}

並びに15°以上の高角粒界が占める割合 F_{HAB} の変形に伴う変化とそれに及ぼす温度の影響をFig. 6に示す⁷⁾。304ステンレス鋼の873KでのMDFにおける平均方位差の結果⁹⁾もFig. 6(a)には含まれるが、フェライト、オーステナイト両鋼の結果は実験誤差内でほぼ同じである。 F_{HAB} (と θ_{av})は $\varepsilon > 1.5$ で大きく急増後は、その増加率を減少させながら

大ひずみ域ではある飽和値に接近するようであり、これがいわゆる連続的動的再結晶の基本的特徴の一つである^{6,7)}。

変形誘起微細粒組織の生成プロセスは、Fig. 6より次の3段階に分けてその特徴が記述できる。(1) θ_{av} が変形と共

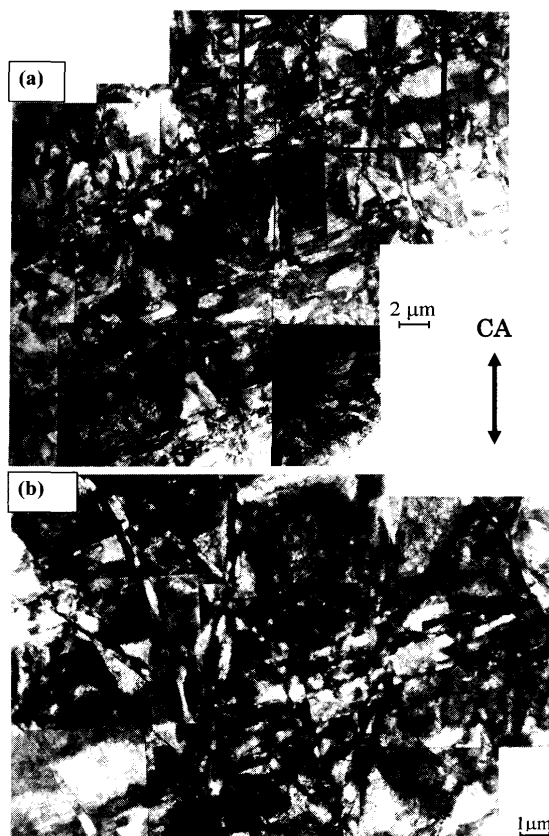


Fig. 4. TEM microstructure of microshear bands that cross the deformation substructures in Fe-20%Cr steel after MDF at 773K to total strain of 1.6. (b) is an enlarged microstructure in the portion outlined in (a).⁷⁾

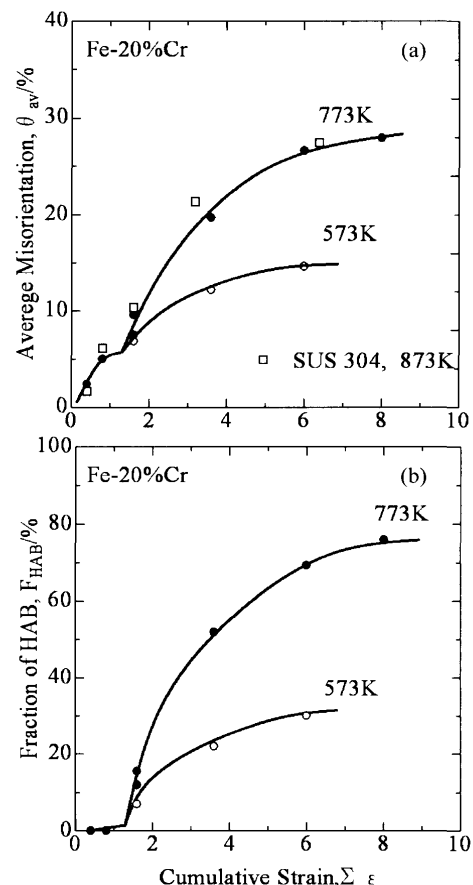


Fig. 6. Relationship between (a) the average misorientation of strain-induced (sub)boundaries (θ_{av}) or (b) the fraction of strain-induced high-angle boundaries (HABs) (F_{HAB}) and the total strain during repeated MDF of Fe-20%Cr steel at 573K and 773K.⁷⁾ The data for an austenitic steel processed by MDF at 873K are included in (a).⁹⁾

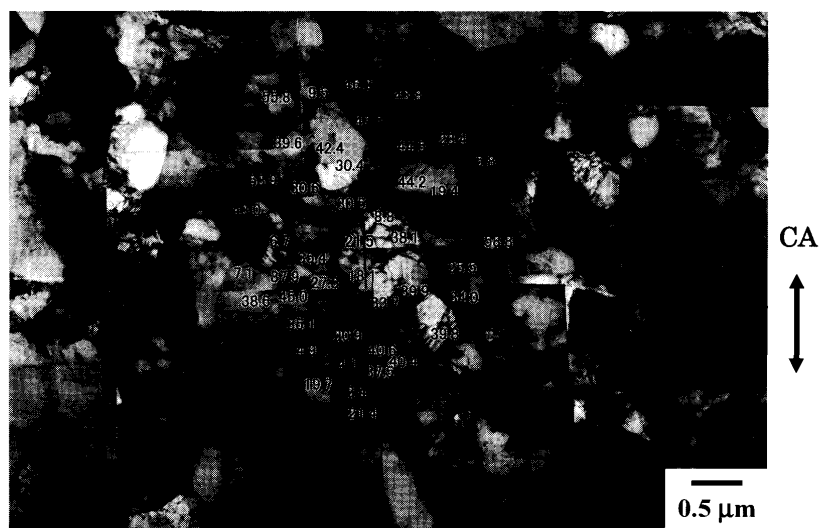


Fig. 5. Development of submicrocrystalline structures in Fe-20%Cr steel upon MDF at 773K to a total strain of 8.0.⁷⁾

に増加し5°付近で停滞するステージ1, (2) ある臨界ひずみ以降で θ_{av} が再び増加するステージ2, (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3, である。ステージ1では変形に伴い通常の転位下部組織に加えてMSBが生じるが, そこでのMSBと母地との境界間方位差は小さく, したがって F_{HAB} はほぼゼロである。また, ステージ1と2の事象に対する温度の影響はほとんど無視できることから, これらは非熱的現象である。これに対して, 大ひずみ加工による微細粒組織形成が顕著に起こるステージ3では, θ_{av} と F_{HAB} の変形に伴う増加は温度の影響を顕著に受けており, ステージ3の事象は熱的現象と考えられる (Fig. 2, Fig. 6)。

3. 非鉄材料のMDF下の微細粒組織生成

3・1 銅のMDF下の微細粒生成

初期粒径約60 μm の純銅を195~473KでMDFする際に得られる一連の σ - ϵ 曲線をFig. 7に示す^{6,10,11)}。これらの σ - ϵ 曲線の包絡線は, 低ひずみ域 ($\epsilon < 2$) 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を示している。後者の開始ひずみは温度の低下と共に約1から6へと増加する。195K ($=0.14T_m$) という低温度下でも大ひずみ変形中に定常状態に近い変形が現れることは興味深い。高温変形であれば, 定常状態変形は $\epsilon \ll 1$ にて容易に現れ, それは変形中の加工硬化を相殺するように動的回復が働くからである¹⁻⁴⁾。0.14 T_m という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。

純銅の室温でのMDF加工に伴う (サブ) 結晶粒径 d , *1 新粒界間の平均方位差 θ と粒内転位密度 ρ の変化をまとめてFig. 8に示す¹⁰⁾。変形と共に生じる低角境界からなる長方形のサブ結晶粒が, 変形に伴い次第に等軸化しながら高方位差粒界を持つ等軸状微細粒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転位密度が変形に伴い逆に減少する。これより, Fig. 7における大ひずみ域の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, 微細粒体積率の増加と新粒界間方位差の増加に基づく細粒化強化 (Fig. 8(b)) 並びに回復による粒内転位密度の減少に基づく (Fig. 8(c)) 加工軟化との大小関係に起因する見かけ上の現象と判断される。

純銅を195Kで $\epsilon=6$ までMDFする際に生じるMSBを含む典型的TEM組織をFig. 9に示す¹¹⁾。この微視組織の特徴はフェライト鋼のFig. 4に見られるものとほぼ同じと見なせる。銅やフェライト鋼に関する変形微視組織の変形に伴

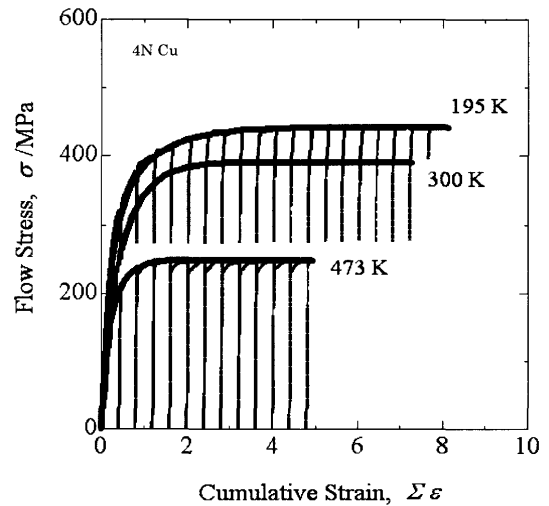


Fig. 7. A series of stress-strain curves obtained during MDF at 195K, 300K and 473K for pure (4N) copper processed to various levels of cumulative strain.^{6,10,11)}

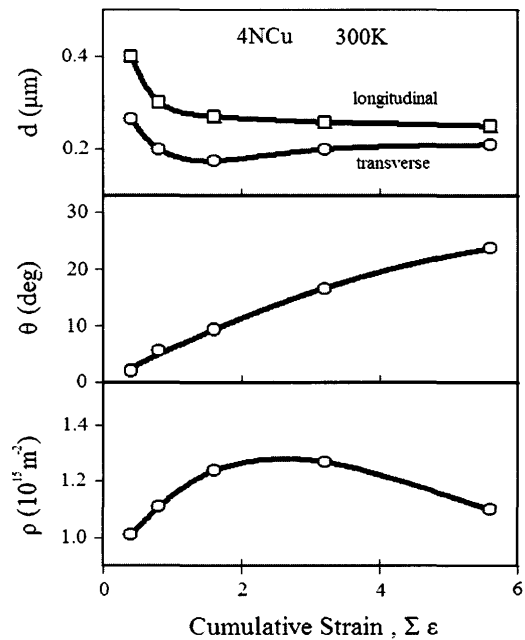


Fig. 8 Effect of MDF on the development of substructures; i.e. the (sub)grain size (d), the average misorientation (θ) of strain-induced (sub)grains and the dislocation density (ρ) developed in their interiors in pure (4N) copper.¹⁰⁾

う展開過程はほぼ同じであり, それは次のようにまとめられる^{7,10,11)}。すなわち, (1) 低中ひずみ域では高密度転位を含む下部組織中にMSBが頻繁に生成する。MDFによってそれらが種々の方向に生成するため, 繰り返し変形によってそれらが互いに交叉し合い, その密度が増加する。これらはFig. 6で観察されるステージ1と2に対応する。(2) 変形と共にMSB密度とMSB境界の平均方位差が次第に増加し, 大ひずみ域では平均方位差が30°前後のある一

*1 低, 中ひずみ域で生じる低中方位差の転位境界からなるサブ粒径が変形に伴い高方位差の粒界を有する結晶粒径へと変化するので, 両者は変形途中では常に混在する。ここでは両者を分離せずに (サブ) 結晶粒径としている。

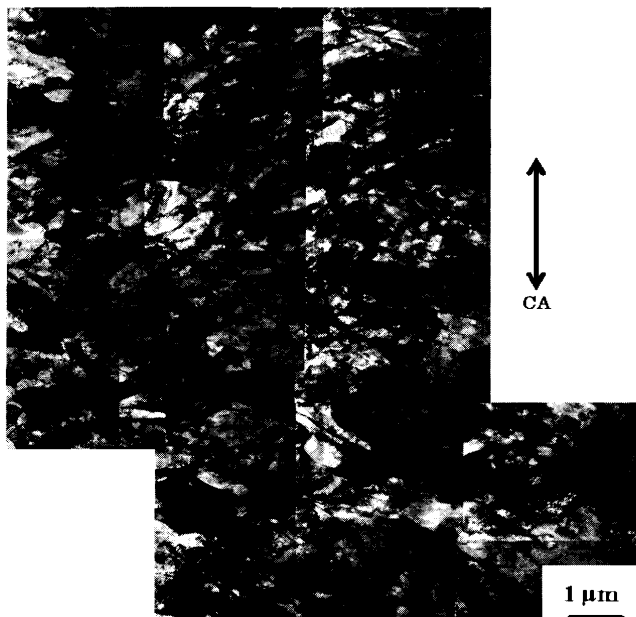


Fig. 9. Typical microstructure evolved at a strain of 6 for pure (4N) copper MDFed at 195K.¹¹⁾ Note the microshear bands intersecting and crossing high density dislocation substructures. CA indicates the final compression axis.

定値に近づく。(3) これらの高角度化した境界は一般に非平衡状態にあるが^{3,4)}、それが回復によって平衡状態へ変化し、大ひずみ域では高角粒界で囲まれた等軸化した新粒組織が生じる。この(2)と(3)がFig. 6におけるステージ3に相当する。

銅の大ひずみ域で生じる平均結晶粒径と変形応力との関係を、高温動的再結晶の結果と合わせて両対数座標でFig.10^{10,11)}に示す。 σ - D 関係は高温、低温の各変形領域でそれぞれ異なる直線関係で整理され、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、後者の領域での新粒生成では高温型の不連続動的再結晶とは異なる別の機構が働くことが示唆される。また、Fig.10の最高変形応力に対する結晶粒径(黒丸)が示すように、195KのMDFによってサブ結晶粒径 d より微細な結晶粒径 D が生じる。実際、195Kの大ひずみ域($\epsilon=12$)で生じる転位下部組織を観察すると、ミクロせん断帯内で生じる微細新粒組織の外側では低ひずみの加工硬化域($\epsilon=6$)で明瞭に観察されるセル状組転位組織がほぼ完全に崩れ、無秩序分布を示しており、また微細新粒内にはセル状転位境界が存在しないことなどで裏付けられる¹¹⁾。

低SFE材料にさらに低温度でMDFを施すと、低ひずみ域から変形双晶が頻繁に生成する。Cu-30%Cu合金に77KでMDF加工を施すと、変形双晶の形成による結晶粒の分割に加えて変形双晶同士の交叉が起こって超微細粒組織が比較的中ひずみ域($\epsilon=2\sim3$)からほぼ均質に生じ、大ひずみ域では約20nm径の超微細粒組織が生じることが報告されている^{12,13)}。MSBやキンク帯による変形誘起の微細結晶

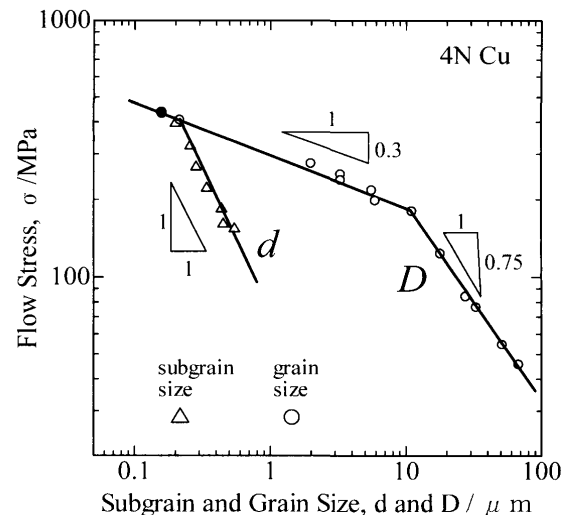


Fig. 10. Relationship between flow stress and dynamic grain or subgrain sizes developed in large strain for pure copper deformed in a wide range of temperature.^{10,11)} The data of 195K is indicated by a solid mark.

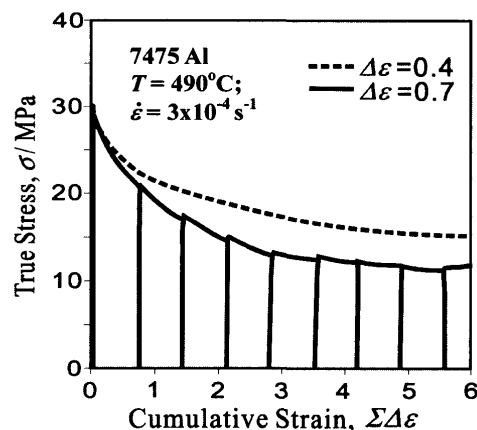


Fig. 11. Typical true stress-true strain curves for Al alloy 7475 deformed by MDF of $\Delta\epsilon=0.4$ and 0.7 at 763K and at $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.¹⁴⁾

粒組織では、最小粒径を100nm以下にすることが一般には困難である^{7,11)}。これに対し、変形双晶による結晶粒内分割を通して新粒組織が生成する場合、得られる粒径限界を10nmオーダーまで減少させることができ、バルク材に対して超微細粒組織を導入できる可能性が示唆される。

3・2 アルミニウム、マグネシウム合金のMDF下の微細粒生成

Fig.11は連続鍛造したアルミニウム (Al) 合金 7475を763K ($\sim 0.8T_m$) でパスひずみ $\Delta\epsilon=0.4$ と 0.7 にてMDFした際の σ - ϵ 曲線を示す^{14,15)}。このAl合金の初期結晶粒は鍛造方向に伸びた平均長さ1~10mmで平均幅100~200 μm の粗大粒組織を有する。Fig.11の σ - ϵ 曲線は、降伏直後の鋭い応力ピークに続き大きく加工軟化しながら大ひずみ域で定常状態に類似の変形を示す。それはパスひずみの影響を大きく受け、 $\Delta\epsilon=0.7$ における変形応力は常に小であり、よ

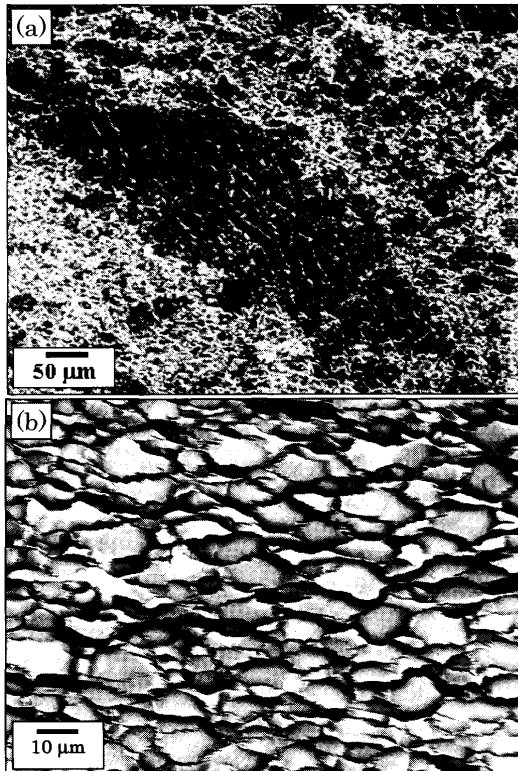


Fig. 12. (a) A typical microstructure evolved at $\varepsilon=1.2$ for Al alloy 7475 deformed by MDF of $\Delta\varepsilon=0.4$ at 763K (polarized light). (b) A SEM micrograph for the region in lower left side in (a).¹⁵⁾

り低ひずみ域から定常状態変形に入っているが、一方、そこではより微細な新粒組織が速やかに生じる¹⁴⁾。尚、Fig.11の各 σ - ε 曲線の変形中断前後の変形応力は実験誤差内で一致しているので、変形中断から再加熱中に起こる微視組織変化の影響はほぼ無視できる。したがって、高温MDFで施す各パスひずみ $\Delta\varepsilon$ は十分蓄積され、全加工ひずみが $\Sigma\Delta\varepsilon$ で表せると見なせる^{6,14,15)}。

Fig.12は $\Delta\varepsilon=0.4$ でMDFした $\Sigma\Delta\varepsilon=1.2$ における代表的変形微視組織を偏光顕微鏡で観察したものである¹⁵⁾。Fig.12(a)の中央部に黒く見える粗大な結晶粒内には互いに交叉するMSBのネットワークが生じており、それによって細かく分割された微細領域から構成される。Fig.12(a)の中央部結晶粒を境にして左下側の領域では微細結晶粒組織がほぼ完全に生じているのに対し (Fig.12(b) 参照)、その右上側の領域では細かく分割された初期粒の一部と新微細粒とが混在している。新微細粒組織が占める体積率はMDFの繰返しと共に増加し、大ひずみ域ではある飽和値約85%に接近する¹⁵⁾。微細新粒組織内の平均粒径はMDF中ひずみによらずほぼ一定であり、その粒径はMSBの最小間隔と大体一致する。これは高温MDFにより導入されるMSBによって分割される微細領域がそのまま新結晶粒形成に繋がる直接原因であることを伺わせる。Fig.11に見られる降伏直後の大きな加工軟化はこの微細粒組織形成と密接に関係して起こる。すなわち、微細粒組織内では高温

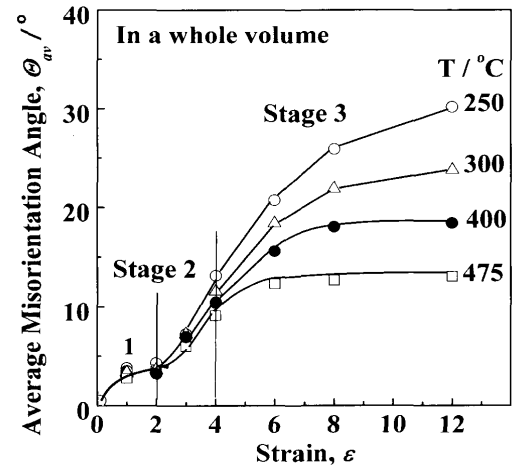


Fig. 13. Temperature effect on the relationship between average misorientation angle of strain-induced boundaries and cumulative strain by ECAP for an Al alloy 2219.¹⁶⁾

変形中に粒界すべりが活発に働くため、変形応力がその体積率の増加と共に減少するからである¹⁵⁾。

Fig.13は市販Al合金2219を種々の温度でECAP(ルートA)し、その変形誘起によって生じる転位境界を含む新粒界間の平均方位差 θ_{av} の変化をまとめて示す¹⁶⁾。方位画像(OIM)で測定される平均方位差 θ_{av} と ε の関係は、 $\varepsilon<2$ では3-5°の棚を示すステージ1、 $2<\varepsilon<4$ で θ_{av} が急増し出すステージ2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3、に分けられる。初めのステージ1と2は温度の影響をほとんど受けないが、ステージ3は温度の影響を顕著に受ける。この3段階からなる変形誘起の組織形成プロセスの特徴は、前記のフェライト鋼や純銅の $T<0.5T_m$ におけるそれらと酷似している。すなわち、変形誘起による新粒組織の3段階からなる形成過程は、材料や加工温度、加工法の違いによらずほぼ同じであると結論できる。

ところで、Fig. 6とFig.13のステージ3における θ_{av} - ε 関係を見ると、それに及ぼす温度の影響は $0.5T_m$ を境にして明らかに逆転している。すなわち、変形誘起の転位境界を含む新結晶粒界の形成速度は低温側では昇温と共に加速されるのに対し (Fig. 6)、高温側ではそれが昇温と共に減速している (Fig.13)。 $0.5T_m$ 以下の低温変形下では、MSB内で局所的に働く動的回復を通して非平衡転位境界から平衡状態の粒界への変化が促進されるので、ステージ3での新粒形成の動力学が高温ほど加速される^{7,11)}。一方、 $0.5T_m$ 以上の変形下では動的回復がより活発に働き、また微細粒領域内では粒界すべりによる変形が加わる結果、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による不均質変形の生起が高温ほど緩和されるだろう。したがって、より高温の変形下ではMSBのような変形帯の生成自体が次第に困難になると考えられる¹⁶⁾。

Fig.14は市販マグネシウム (Mg) 合金AZ31を673K、 $3\times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ で $\varepsilon=0.1$ と0.5へ圧縮変形する際に現れる微視

的組織のOIM像を示す¹⁷⁾。 $\varepsilon=0.1$ のOIM像 (Fig.14(a)) より、(1) 結晶粒界の顕著な凹凸化と若干の微細粒形成、(2) その一部の領域 (N_1 , N_2 , N_3) では中間方位差の転位境界が生成するのに加えて、幾つかの結晶粒内には低中方位差の転位境界が横断し交差するように生じる。後者の転位境界はキンク帯の境界に対応しており、通常これを遷移帯とかマイクロバンドと呼ぶ⁴⁾。キンク帯は低ひずみから活発に生じ、キンク帯境界と母地の方位差は変形と共に急増すると同時に、新たなキンク帯が多数生じる。 $\varepsilon=0.5$ 以下の低ひずみ加工でも高方位差を有するキンク帯境界で分割された微細領域がそのまま新結晶粒組織へとほぼ全領域で変化している (Fig.14(b))¹⁷⁾。

また、ここでは示していないが、573K付近以下の変形では粗大粒内に変形双晶が生じやすくなり、これも結晶粒分割に大きな役割を果たす¹⁸⁾。以上より、(1) すべり系の少ないMg合金では各結晶粒間の連続性を保つようキンク

帯が低ひずみから頻繁に生じ、(2) これらの転位境界間の方位差が変形と共に増加して通常の結晶粒界の値まで急速に接近するため、(3) 新粒組織形成が $\varepsilon \ll 1$ の低ひずみ変形でも完了すると結論される。この現象はこれまで説明してきた立方晶材料の大ひずみ加工中に生起するものと本質的にはほぼ同じである。ただし、HCP材料ではキンク帯形成と変形双晶発現に基づき結晶粒内が速やかに分割され、その分割領域がそのまま新粒へと変化するの、新粒組織形成が低ひずみ域の加工で完了する。これに対し、立方晶材料では微細粒の生成サイトとなるMSBを全領域で高密度に導入する必要がある、そのために大ひずみ変形が絶対必要になる実験結果 (Fig. 3, 6, 8) とは大きな違いを呈する。

4. 大ひずみ加工下の新粒生成プロセスとその機構

大ひずみ加工中に起こる新粒組織の生成プロセスは、高温変形中に起こる新粒の核生成とその粒界が長距離移動するという2段階プロセスを経る不連続動的再結晶とは明らかに異なる。大ひずみ変形によって誘起される新粒組織生成モデルの一つとして、低ひずみ域で導入される低方位差境界を有するサブ結晶粒が大ひずみ変形と共に次第に高角化した粒界から成る結晶粒組織へと変化する生成機構が挙げられる^{3,19)}。このサブ結晶粒起源説にしたがえば、(1) サブ結晶粒組織の形成から大ひずみ域の新微細粒形成までは、初期結晶粒内全域で均質様に生じるはずであり、(2) 新微細粒径はサブ粒径と密接に関係し、大ひずみ域で生じる微細粒径はサブ粒径にほとんど接近する、ことなどが予想される。

立方晶金属のMDF中に起こる変形誘起の組織変化において、そのステージ1ではこのモデルが大体成立すると考えられる。しかし、ステージ1の θ_{av} の飽和値約 5° は材料や温度によってはほとんど変化せず (Fig. 6, 13)、またこの飽和値は大ひずみ加工後でもほとんど変化しないこと^{8,16)}、さらに新微細粒組織の生成が低ひずみ域では局所的に不均質に起こるのが一般的である (Fig. 3, 4, 12, 14)。また、低温大ひずみ変形下ではサブ粒径より小さな新結晶粒径が生じ (Fig.10)、新粒組織の外側では高密度転位が無秩序に分布し、セル状転位組織の形成自体がほぼ不可能であるなどの実験結果¹¹⁾によって、サブ結晶粒起源説は支持されないだろう。

種々の立方晶金属にMDFを施して生じる微細粒組織の形成プロセスは、これまでの諸実験結果から明らかのように、材料の種類や加工温度範囲また加工法の違いによらずほぼ同じであることがわかった。これらの実験結果を説明し得る変形誘起の新粒形成機構の一つとして、Fig.15に模式に示すモデル⁷⁾が考えられる。すなわち、新粒形成プロ

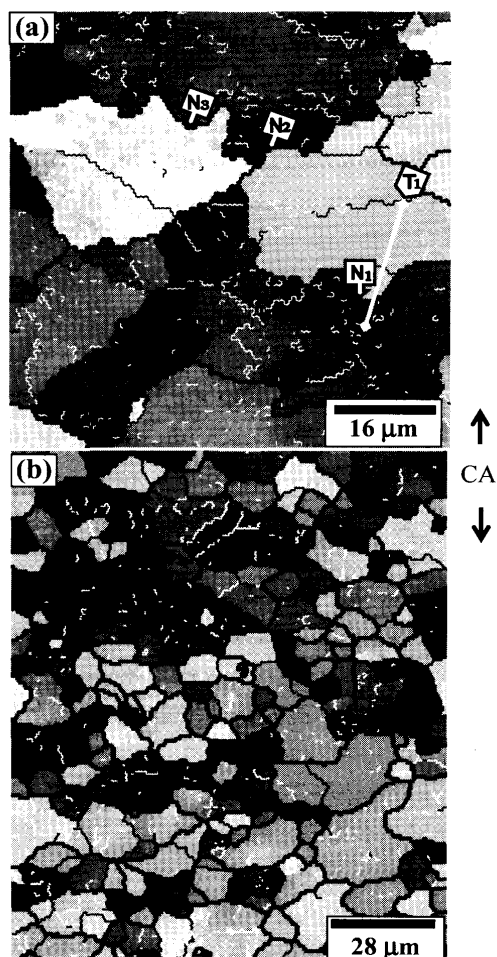


Fig. 14. Typical OIM maps of a magnesium alloy AZ31 deformed to strains of (a) 0.1 and (b) 0.5 at 673K and at $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.¹⁷⁾ Different grayscale levels indicate the different crystallographic orientations and the difference between neighboring grid points $2^\circ \leq \theta < 5^\circ$, $5^\circ \leq \theta < 15^\circ$, $\theta \geq 15^\circ$ are marked by narrow white, narrow gray and bold black lines, respectively. CA shows the compression axis.

セスは次のようにまとめられる。

(1) 変形に伴い転位下部組織に加えてマイクロせん断帯 (MSB) の芽が種々の方向に導入され¹⁶⁾, MSB が3次的に均質に生じて初期結晶粒内を次第に分割していく。しかし, これらの微細分割領域間 (例えば, Fig.15 の A と B) の結晶方位差は殆ど変化しない (ステージ1)。

(2) MSB が交叉する領域内では結晶回転が容易に起こるので, 新粒が優先的に生じ易い (Fig.15(b))。MDF の繰り返しの伴い新粒が MSB 交差点から先ず生じ, 続いて MSB に沿って新粒生成が展開していく (ステージ2)。ステージ1, 2 の事象は温度の影響をほとんど受けず, したがって非熱的現象と考えられる。

(3) 微細粒組織内に生じる粒界間方位差が変形に伴い増加すると共にこれらの粒界自身の局所的移動が起こり, それに囲まれた領域は次第に等軸化する。 $0.5T_m$ 以下の低温変形下では, MSB 内で局所的に働く動的回復を通して非平衡転位境界から平衡状態粒界への変化が促進され, ステージ3での新粒形成の動力学が高温ほど加速される。

(4) $0.5T_m$ 以上の変形下では動的回復がさらに活発に働き, また微細粒領域内での粒界すべりの働きが加わり, 初期結晶粒内における不均一変形並びにそれに伴う MSB 形成が次第に困難になる。その結果, ステージ3での新粒形成が高温ほど困難になり, 新粒組織が占める体積率が減少する (Fig.13)。

(5) 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る連続反応, すなわちその場で連続的に起きる動的再結晶 (*In-situ*,

Continuous DRX, (cDRX)) によると結論される。

新粒領域が Fig.15 のモデルにしたがって材料全体に展開するには, MDF によって MSB が種々の方向に高密度に生じて3次的に均質に分布せねばならず, そのために MDF の繰り返しのによる大ひずみ加工が必要である (Fig. 3(b) 参照)。したがって, MDF は等軸状微細粒の生成には好都合な加工法である²³⁾。立方晶金属に適用される以上の結晶粒形成モデルに対して, HCP 構造の 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キンク帯が低ひずみ域で容易かつ頻繁に生じ, それによって分割される微細領域がその場でそのまま結晶粒へ変化する (Fig.14)¹⁷⁾。したがって, Mg 合金に対しては MSB をキンク帯に変えれば, Fig.15(a) のモデルだけで十分であり, 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できる。

5. 大ひずみ加工材の焼なまし

大ひずみ加工で導入される高密度転位を含む微細粒組織は, 熱的には安定性が高くないとされている³⁾。したがって, 微細粒組織に対する焼なまし特性の研究は重要であるが, 紙面の関係でその詳細説明はここでは省略する。変形誘起微細粒組織の焼なましに関する著者らのこれまでの研究結果をまとめると²⁰⁻²²⁾, その主要なプロセスは次のようにまとめられる。種々の加工組織に対する静的再結晶率と焼なまし時間 ($X_{\text{rex}}-t$) との関係を模式化して Fig.16²¹⁾ に示す。各 $X_{\text{rex}}-t$ 曲線 (a), (b), (c) は, 通常の加工硬化組織, 高温動的再結晶組織, 大ひずみ誘起微細粒組織したがって低温動的再結晶組織にそれぞれ対応するものである。

(a) 冷間, 高温加工に関係なく低中ひずみ ($\epsilon < 1-2$) で生じる加工硬化域では, 転位下部組織は一般に初期結晶粒内では不均質に分布して生じる。そこでは新粒の生成と成

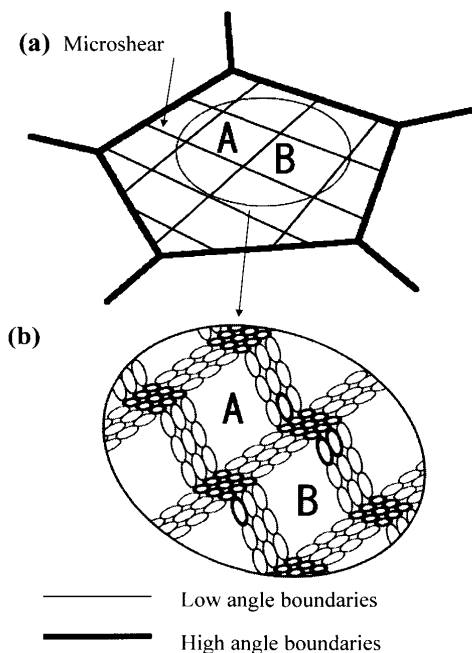


Fig. 15. Schematic drawing of the development of (a) microshear bands at low strains and (b) subsequent formation of new grains at the intersections and along the microshear bands at sufficiently large strains.⁷⁾

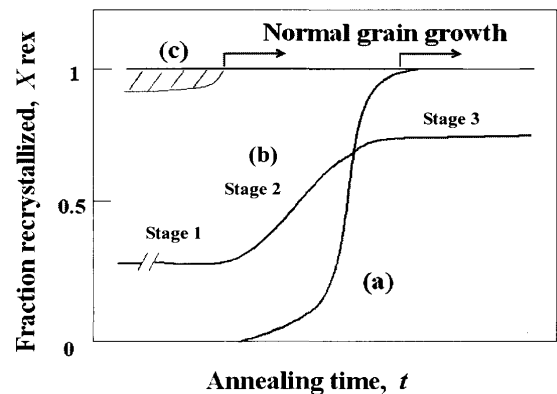


Fig. 16. Schematic drawing of effect of various deformation microstructures on the isothermal recrystallization curve. The curves (a), (b) and (c) are for a conventional strain hardening, a discontinuous DRXed and a continuous DRXed microstructures, respectively.²¹⁾

長を伴う不連続な静的再結晶が生じ、 X_v-t 曲線はS字形を示し、再結晶は完了する。再結晶完了後に正常粒成長を起こす。

(b) 高温加工中に動的再結晶が起これば、その加工組織は本質的に不均質な転位下部組織を有する^{1,24)}。そこではメタダイナミック再結晶²⁵⁾に伴い部分的な急速再結晶(ステージ1)に続いて通常の不連続静的再結晶が起こる(ステージ2)。転位を含む成長中の動的粒組織内ではメタダイナミック回復²⁵⁾が起こるだけなので、長時間安定に存在することができ、したがって不完全再結晶が現れる(ステージ3)^{25,26)}。^{*2}

(c) 冷間巨大ひずみ加工中に連続動的再結晶により導入されるサブミクロン径の微細粒からなる加工組織中には、かなりの高密度転位組織が存在する(Fig. 4, 9)。一方、高角粒界で囲まれた微細粒組織が全領域で均質様に生じており(Fig. 5)、それは実質的には再結晶完了に近い状態にあると見なせる。その焼なまし中には回復を伴う粒成長のみ、すなわち静的な連続再結晶が起こる。言い換えれば、大ひずみ加工誘起の連続動的再結晶で生成する微細粒組織に焼なましを施すと、静的に連続再結晶が主に働くと結論される²⁰⁻²²⁾。

6. まとめ

高角境界で囲まれた転位をほとんど含まない領域(再結晶核)が無秩序に生成し、その境界が長距離移動するという2段階プロセスを経て新粒組織が生まれる過程が、通常の再結晶または不連続再結晶であり、高温型の動的再結晶がこれに相当する。これに対し、塑性変形によって低ひずみ域では局所的に不均質にミクロせん断帯やキンク帯が生じるが、大ひずみ変形によってそれらの高密度な生成を通して微細粒組織が全域で均質に生じると同時に動的回復に伴い次第に高角化と局所的に微小な粒界移動を起こし、やがて全領域で新粒組織が均質様に生じるのが連続再結晶(その場再結晶)であり、低温型動的再結晶がこれに相当する。この場合の新粒の核生成位置は、大ひずみ加工で導入される高角方位差を有する転位境界で囲まれた領域自身である。それが高密度に生じるため、新粒の核生成後にそれらが成長できる余地は残されておらず、したがって核生成のみによる1段階過程であると考えられる²⁷⁾。

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ECAPで得られる結果のみを紹介したので、

他のHPTやARBなどの方法で得られる結果とも比較検討する必要がある。ここで注意すべきことは、大ひずみ加工法のほとんどは変形を途中で中断させながら継続的に繰り返す加工プロセスである点である。変形中断中に起こるであろう静的焼なましによる変形微視組織変化とそれが微細粒組織の展開へ及ぼす影響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になってくると考えられる^{16,28)}。

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奨学会、銅および銅合金技術研究会より研究助成金の支援を受けた。ここに深謝する。

文 献

- 1) T.Sakai and J.J.Jonas: *Acta Metall.*, **32** (1984), 189.
- 2) T.Sakai: Thermomechanical Processing of Steels (J. J. Jonas Symp.), TMS-CIM, Montreal, (2000), 47.
- 3) R.Z.Valiev, R.K.Islamgaliev and I.V.Alexandrov: *Prog. Mater. Sci.*, **45** (2000), 103.
- 4) F.J.Humphreys and M.Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd Version, Elsevier, Oxford (2004), 1.
- 5) R.Z.Valiev and T.G.Langdon: *Prog. Mater. Sci.*, **51** (2006), 881.
- 6) A.Belyakov, W.Gao, H.Miura and T.Sakai: *Metall. Mater. Trans. A*, **29A** (1998), 2957.
- 7) T.Sakai, A.Belyakov and H.Miura: *Metall. Mater. Trans. A*, **39A** (2008), 2206.
- 8) P.J.Hurley and F.J.Humphreys: *Acta Mater.*, **51** (2003), 1087.
- 9) A.Belyakov, T.Sakai and H.Miura: *Mater. Trans., JIM*, **41** (2000), 476.
- 10) A.Belyakov, T.Sakai, H.Miura and K.Tsuzaki: *Philos. Mag. A*, **81** (2001), 2629.
- 11) C.Kobayashi, T.Sakai, A.Belyakov and H.Miura: *Philos. Mag. Lett.*, **87** (2007), 751.
- 12) H.Miura, H.Nakao and T.Sakai: *Trans. Mater.*, **48** (2007), 2539.
- 13) H.Nakao, H.Miura and T.Sakai: *J. Jpn. Inst. Met.*, **72** (2008), 397.
- 14) O.Sitdikov, T.Sakai, A.Goloborodko, H.Miura and R.Kaibyshev: *Mater. Trans.*, **45** (2004), 2232.
- 15) O.Sitdikov, T.Sakai, A.Goloborodko, H.Miura and R.Kaibyshev: *Philos. Mag.*, **85** (2005), 1159.
- 16) I.Mazurina, T.Sakai, H.Miura, O.Sitdikov and R.Kaibyshev: *Mater. Sci. Eng. A*, **A486** (2008), 662. DOI:10.1016/j.msea.2007.09.070.
- 17) X.Yang, H.Miura and T.Sakai: *Mater. Trans.*, **44** (2003), 197.
- 18) X.Yang, M.Sanada, H.Miura and T.Sakai: *Mater. Sci. Forum*, **488-489** (2005), 223.
- 19) S.Gourdet and F.Monthellet: *Mater. Sci. Eng. A*, **A283** (2000), 274.
- 20) A.Belyakov, T.Sakai, H.Miura, R.Kaibyshev and K.Tsuzaki: *Acta Mater.*, **50** (2002), 1547.
- 21) A.Takayama, X.Yang, H.Miura and T.Sakai: *Mater. Sci. Eng. A*, **A478** (2008), 221.
- 22) X.Yang, H.Miura and T.Sakai: *Mater. Trans.*, **46** (2005), 2981.
- 23) T.Sakai, H.Miura and X.Yang: *Mater. Sci. Eng. A*, (2008), doi: 10.1016/j.msea.2007.11.098.
- 24) T.Sakai and M.Ohashi: *Mater. Sci. Technol.*, **6** (1990), 1251.
- 25) T.Sakai, M.Ohashi, K.Chiba and J.J.Jonas: *Acta Metall.*, **36** (1988), 1781.
- 26) T.Sakai, Z.Xu: *Mater. Trans., JIM*, **37** (1996), 1422.
- 27) T.Sakai and J.J.Jonas: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier, 7 (2001), 7079.
- 28) O.Sitdikov, T.Sakai, E.Avtokratova, R.Kaibyshev, K.Tsuzaki and Y.Watanabe: *Acta Mater.*, **56** (2008), 821.

*2 高温動的再結晶粒は次の3種類に大別される^{24,25)}。動的再結晶核(A)とその成長途中の動的粒(B)、それらの粒衝突後に高密度転位を均質に含む動的粒(C)である。動的再結晶核Aは潜伏時間無しに変形後直ちに連続して成長する。これをメタダイナミック再結晶と呼ぶ。成長中の動的粒Bの粒界附近では転位がほとんど無いため再結晶核の形成は不可能であり、粒中心部の転位は主にメタダイナミック回復だけで減少する。したがって、動的粒Bは転位を含んだまま長時間安定に存在する。高密度の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静的回復に続き不連続な静的再結晶を起こすことになる。