Ni の動的再結晶にともなう動的復旧速度の変化

岸 俊人* 鈴木克己** 遠藤孝雄***

J. Japan Inst. Metals, Vol. 46, No. 9 (1982), pp. 841-847

Change in Dynamic Restoration Rate of Nickel with Dynamic Recrystallization

Toshihito Kishi*, Katsumi Suzuki** and Takao Endo***

Hot compression tests of Ni were conducted in the range of temperature from 973 to 1223 K at strain rates from 3.3×10^{-4} to $8.6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Single and multi peak behaviours associated with dynamic recrystallization were observed in flow stress-strain curves under the present experimental conditions. The dynamic restoration rate ($r = -\partial\sigma/\partial t$) and the work hardening rate ($h = \partial\sigma/\partial\epsilon$) were measured as a function of strain by means of stress relaxation analysis. Values of r and h sharply increased at a strain of about $0.7\epsilon_p$ (ϵ_p is the strain to the flow stress peak). They reached maximum values at ϵ_p and sharply decreased before the softening of flow stress came to an end. r and h values remained constant during steady states. These behaviours of r and h were plausibly interpreted as follows: (1) The production rate of dynamically recrystallized grains is maximum around a peak strain. (2) Newly formed fine grains are liable to be deformed preferentially since they are much softer than old grains around them.

(Received June 1, 1982)

I. 緒 言

Ni は、高温変形中、ある条件下において動的再結晶を起こす金属の一つである⁽¹⁾⁽²⁾。近年、Niをはじめ、Cu、種々のオーステナイト鋼等について、動的再結晶に関する研究が広く行なわれ、多くの報告が出されている^{(3)~(10)}。これらの報告は、応力-歪曲線上に現れる応力ピークおよび定常状態変形応力が試験条件にどのように依存するか、定常状態変形中の動的再結晶粒径が試験条件によってどのように変化するか、などについて報告したものがほとんどで、動的再結晶粒の生成と成長という二つの現象が、塑性歪の増加に伴ってどのように変化するのかを述べたものはほとんどない。また、動的再結晶が起きた時の特徴として、応力-歪曲線上に応力ピークが現れることが指摘されているが、この応力ピークの持つ物理的意味にも不明の点が多い。その理由としては、動的再結晶の初期段階では、粒界の張り出しによるバルジング機構と、核生成機構とが共存する⁽¹¹⁾が、両者の軟化過程に対する寄与率が明らかにされていないこと、バルジング機構が優先的に起こる場合には動的再結晶した部分の体積率を顕微鏡観察の結果から決

定することが困難であることなどがあげられる。また、組織観察を行なう場合には、高温の変形組織を室温に急冷凍結する必要があるが、後再結晶(meta-dynamic recrystallization)⁽¹²⁾や、潜伏期の短い古典的再結晶等が存在するために、急冷凍結が技術的に困難であることも研究の障害となっている。それゆえ、そのための種々の工夫が行なわれているが、試験片が薄いものに限定されるという実験上の制約に加え、急冷時に応力が発生していないか、どの程度の確かさで急冷されているのかなど、明らかにし難い問題を今なお残しているのが実情である。

本研究は、組織観察によらず、種々の変形段階における応力緩和速度から、復旧速度と加工硬化率とを測定し、その結果を基にして動的再結晶前駆段階の挙動を明らかにすることを試みたものである。この方法を用いた理由は、応力緩和法による復旧速度および加工硬化率の測定が、高温変形組織を急冷凍結する際における前述のようなあいまいな点を含んでいないという考えに基づいている。

II. 実験方法

純度 99.75 mass% の Ni を、引抜き加工および機械加工により、直径 6 mm、高さ 10 mm の円柱とし、実験用

* 横浜国立大学大学院 (Graduate School, Yokohama National University, Yokohama)

** 横浜国立大学、現在：ヤマハ発動機株式会社 (Yokohama National University, Yokohama. Present address: Yamaha Motor Co., Ltd., Shizuoka)

*** 横浜国立大学工学部金属工学科 (Department of Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering, Yokohama National University, Yokohama)

試料に供した。また、1300 K、3.6 ks (1 h) の真空焼鈍により、試料の平均粒径は 0.2 mm に調整してある。

高温変形には圧縮試験を用いた。試験温度は 973 K (0.53 T_m) から 1273 K (0.76 T_m) まで、歪速度は $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ から $8.6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ までの範囲内で行なわれた。ここで、 T_m は、Ni の融点 1728 K である。また、試験機には冷却装置を取り付け、必要に応じて組織観察用試料を作成できるようにしてある。

復旧速度 (r 値) および加工硬化率 (h 値) は、変形中にクロスヘッドを停止して行なう応力緩和試験法⁽¹³⁾によって測定した。 $r (= -\partial\sigma/\partial t)$ および $h (= \partial\sigma/\partial\epsilon)$ の物理的意味は、それぞれ、加工硬化の影響を受けていない真の復旧速度、復旧の影響を受けていない真の加工硬化率である。これらの値は、Fig. 1 から求められる各値をそれぞれの歪において測定し、式 (1)、(2) によって算出した。

$$h = \frac{K(\dot{\epsilon} \cdot d\sigma/d\epsilon - \dot{\sigma}_{ro})}{\dot{\epsilon}K + \dot{\sigma}_{ro}} \quad (1)$$

$$r = -\frac{\dot{\epsilon} \cdot \dot{\sigma}_{ro}(K + d\sigma/d\epsilon)}{\dot{\epsilon}K + \dot{\sigma}_{ro}} \quad (2)$$

ここで、 $d\sigma/d\epsilon$ 、 $\dot{\sigma}_{ro}$ は、それぞれ、応力緩和開始歪 (ϵ_r) における、真応力 - 真歪曲線の傾き、真応力 - 時間曲線の傾きを示している。また、 K は、試料を含めた試験機系のバネ定数、 $\dot{\epsilon}$ は、応力緩和直前での歪速度である。応力緩和試験から r 値および h 値を測定する場合には、クロスヘッ

Fig. 1 Schematic illustration of a stress relaxation test. $d\sigma/d\epsilon$ and $\dot{\sigma}_{ro}$ were measured in order to obtain r and h values at ϵ_r .

Fig. 2 Schematic illustration of an interruption test. The definition of prestrain (ϵ_{pre}), the peak strain in the second loading (ϵ_{ap}) and holding time (t_h) are given in the figure.

ドの停止性能の吟味と、試験機系バネ定数の正確な測定が必要である。これらの詳細については前報に示したので、ここでは省略する⁽¹⁴⁾。

試験温度における静的復旧の程度を調べるために中断試験 (二段圧縮試験) を行なった。Fig. 2 は、試験方法を模式的に示したものである。まず、第一段圧縮で予歪 (ϵ_{pre}) を加えた後応力除去し、第一段圧縮時の試験温度で一定時間 ($t \cdot s$) 等温保持し、その後、第二段目の圧縮をする。再荷重後後に生じる応力ピークまでの歪 (ϵ_{ap}) を、予歪の関数として測定すれば、これは、保持時間中に生じる静的な復旧の程度を表わす指標となる。なぜなら、保持時間内における静的復旧の程度が零に近い場合には、 ϵ_{pre} と ϵ_{ap} との和が、単純一段圧縮でのピーク歪 (ϵ_p) に一致し、保持時間中に生じる静的復旧の程度が大きい場合には、 ϵ_{pre} と ϵ_{ap} との和は、 ϵ_p よりも大きくなるからである。

III. 実験結果

Fig. 3 は、種々の試験温度における応力 - 歪曲線の代表例で、歪速度は $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ である。単一の応力ピークを示す場合においては、高温ほど応力ピークを示す歪 (ϵ_p) および ϵ_p から定常状態変形に移行するまでの歪 ($\epsilon_0 - \epsilon_p$) が共に小さい。このことから、高温ほど動的再結晶の進行が速いと考えられる。また、1223 K および 1273 K においては、高温かつ低歪速度変形に特有な、複数個の応力ピークが現れて応力が振動しながら定常状態へ移行するのがみられる。また、今回の結果を、ピーク応力 (σ_p)、温度 (T)、および歪速度 ($\dot{\epsilon}$) の間の関係式

$$\dot{\epsilon} = A \sigma_p^n \exp(-Q/RT) \quad (3)$$

を用いて整理すると、 $n=5.9$ 、 $Q=338 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ となる。今回の変形条件を $z (= \dot{\epsilon} \exp(Q/RT))$ で表わすと、 z は、 $2.44 \times 10^{10} \text{ s}^{-1}$ から $1.20 \times 10^{16} \text{ s}^{-1}$ の間になる。本研究において得られた n 値は、純金属のクリープ変形において報告されている値 ($n \approx 5$)⁽¹⁵⁾ よりも大きく、また、活性化エネルギーも自己拡散の活性化エネルギー ($Q \approx 280 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$)⁽¹⁶⁾ よりも大きい値であった。これは、 σ_p を用いて整理した

Fig. 3 The flow stress-strain curves at a strain rate of $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ at various temperatures.

報告にしばしば見られる傾向である^{(8)(17)~(19)}。この原因については、IV.2.において議論する。

Fig.4, Fig.5, Fig.6 は、試験温度および歪速度がそれぞれ 1173 K, $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ($z = 3.7 \times 10^{11} \text{ s}^{-1}$), 1123 K, $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ($z = 2.44 \times 10^{10} \text{ s}^{-1}$), 1023 K, $8.6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ($z = 1.56 \times 10^{15} \text{ s}^{-1}$) の各条件において、動的復旧速度 (r 値) および加工硬化率 (h 値) を歪の関数として測定した結果である。この 3 種類の実験条件は、応力 - 歪曲線を用いて比較した時、それぞれ、応力ピークを一つだけ持つ条件、応力ピークを複数個持ち定常状態変形移行前に応力の振動を示す条件、測定範囲内に応力ピークを持たない条件に対応している。これらの 3 種類の形状は、動的再結晶について考え得るすべての形状であり、そのため、それぞれの図は r 値, h 値についても特徴のある傾向をもっている。

Fig.4 の条件は、明確な応力ピークが出る変形条件であるために、動的再結晶による応力 - 歪曲線の特徴と、 r 値および h 値の歪依存性との関係が整然と現れている。この条件における ϵ_p は約 9%, ϵ_e は約 17% である。 r 値および h 値はこの条件で 6% ($\approx 0.7 \epsilon_p$) から増加しはじめ、 ϵ_p で最大値をとり、その後急激に減少して定常状態変形中は一定値をとる。この傾向は、応力振動を示す条件である Fig.5 においても認められる。この条件ではさらに、応力振動に合わせて r 値および h 値も振動しているように見える。また、測定範囲内に応力ピークを持たない Fig.6 においては、 r 値および h 値がやや増加しているようには見

Fig.4 Strain dependence of flow stress, r value and h value at 1173 K and $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. It is to be noted that r value increases at $0.7\epsilon_p$ and sharply decreases before the completion of the flow stress softening.

Fig.5 Strain dependence of flow stress, r value and h value at 1223 K and $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. The values of r and h appear to change cyclic in response to the oscillations of the flow stress.

Fig.6 Strain dependence of flow stress, r value and h value at 1023 K and $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. The values of r and h change monotonously with strain.

えるが、Fig.4 および Fig.5 に見られるような明確なピークは存在しない。これらの結果から r 値および h 値は、動的再結晶の影響によって特異な挙動を示すことがわかる。それは、応力-歪曲線から求められるみかけの復旧速度の最大値(応力低下率が最も大きい所で Fig.4 においては ϵ_p よりも数%後がそれに対応している)では、加工硬化の影響を含まない真の復旧速度(r 値)は既に低下してしまっており、 r 値が最大値をとるのは、みかけの復旧速度が零になる応力ピークに対応していることにも現れている。同じことが変形中に応力振動を示す場合にもあてはまっている。つまり、これらのことは、 r 値が試料全体の軟化傾向(応力ピーク後における応力-歪曲線の傾き)以外の特別な現象に対応して変化することを示している。 h 値についても同様のことが言える。

Fig.7 は、試験温度 1173 K, 歪速度 $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ($\dot{\epsilon} = 3.8 \times 10^{11} \text{ s}^{-1}$) で変形した試料の光学顕微鏡観察を行ない、 1 mm^2 内に存在する直径 $5 \mu\text{m}$ 未満の粒の数を歪の関数として測定した結果である。 $5 \mu\text{m}$ 未満の粒のすべてが生成されたばかりの動的再結晶粒であるとは考えられない。しかし、変形前の試料の平均粒径(約 $200 \mu\text{m}$)や、顕微鏡観察から求められた定常状態変形中の動的再結晶粒の平均粒径(約 $70 \mu\text{m}$)と比較すると十分に小さい。それゆえ、直径 $5 \mu\text{m}$ 未満の微小粒の存在頻度は、動的再結晶粒の生成頻度と対応していると考えられる。Fig.7 で、微小粒の存在頻度は、歪が増加するにつれて急激に増加し、 ϵ_p で最大値を示し、その後徐々に減少して定常状態変形に移行している。微小粒の存在頻度は、 ϵ_p の前で急激に増加する点、 ϵ_p で最大値をとる点、の 2 点において r 値の歪依存性(Fig.4)と一致している。これは、 r 値が動的再結晶粒の生成頻度を

Fig.7 Number of fine grains per square mm as a function of strain. The grains smaller than $5 \mu\text{m}$ are defined here as fine grains. It is to be noted that the density of fine grains is maximum around the peak strain.

Fig.8 The effect of prestrain (ϵ_{pre}) on the peak strain in the second loading (ϵ_{ap}). At small prestrains, the sum of ϵ_{pre} and ϵ_{ap} is equal to the strain to peak (ϵ_p) in the isothermal continuous testing. The relation among them is expressed by a solid line. In the case of prestrains greater than $0.7\epsilon_p$, the behaviour of ϵ_{ap} changes with holding time.

反映して変化することを示唆するものである。

Fig.8 は中断試験の結果である。たて軸は第二段圧縮時のピーク歪、よこ軸は第一段圧縮によって与えられた予歪である。保持時間に 15 s と 50 s の 2 種類を用いた理由は、各予歪における静的復旧のし易さをより明確に判断するためである。従来、変形中断中に生じる静的復旧過程を評価する指標として、第一段圧縮時の降伏応力と、第二段圧縮時の降伏応力との比率が用いられてきたが⁽⁴⁾⁽⁵⁾、本研究では、測定が容易で、誤差が小さく、また再現性の高い、ピーク歪(ϵ_{ap})を静的復旧の程度を知る指標として用いた。その理由として、変形に圧縮試験を用いたために、第一段圧縮時の降伏応力を正確に決定することが困難であったことがあげられる。なお、図中の直線は保持時間中に試料が全く復旧しなかったと仮定した時に予想される点を結んだもので、この条件では、予歪(ϵ_{pre})と ϵ_{ap} との和が 9% となる点を結んだ直線である。Fig.8 から、 ϵ_{pre} が 6% ($0.7\epsilon_p$) 以下の時にはほぼ直線上にあり、このことから、保持時間中に静的再結晶が起こるには、その駆動力となる歪が不十分であることがわかる。その後、 ϵ_{pre} が増加し、11% までのところでは、保持時間の長いものは静的再結晶による復旧過程が十分に進んでおり、 ϵ_{pre} が 11% を過ぎると短い保持時間の場合にも十分な復旧が行なわれていることがわかる。

IV. 考 察

1. 動的再結晶粒の生成と成長

Fig.4 において r 値が最大になる歪は ϵ_p に一致しているが、変形応力低下率が最も大きくなる所、すなわち歪が約 13% の所では r 値が既に小さくなっていることに注目

する必要がある。この事実は、応力ピーク後定常状態変形に移行する過程において、変形応力の軟化を支配している因子と、 r 値の増大をもたらす因子とが、互に異なった現象であることを示している。Fig.4 における r 値の歪依存性と Fig.6 における微小粒の数の歪依存性を比較することにより、応力ピーク近傍における r 値の増加は動的再結晶粒の生成頻度を反映していると判断される。この考え方に対する問題点として次のことがあげられる。それは、動的再結晶粒の生成頻度の指標として用いた単位体積当りの微小粒の数 (Fig.7) は ϵ_p を過ぎてても緩慢な減少傾向を示しているのに対し、Fig.4 の r 値は ϵ_p を過ぎると急激に低下しており、両者の減少傾向に相違があるということである。しかし、これに関しては h 値の挙動に注目することによって説明することができる。すなわち、復旧過程の影響を受けていない真の加工硬化率 (h 値) は、低温における応力-歪曲線から判断すれば明らかのように、応力に依存せず一定の値をとるか、あるいは、応力の増加に伴って低下するはずである。しかし、 r 値が極大を示す部分においては h 値も増加している。このような h 値の挙動は、ピーク歪近傍における変形様式が不均一変形であり、動的再結晶によって生じた新粒は、周囲の結晶粒と比較した時に軟いために集中的な加工を受けていることを示している。最近、薄板や、単結晶の変形中に動的再結晶が起こると、鋭い応力の低下が起こることが報告されているが⁽¹⁰⁾⁽²⁰⁾⁽²¹⁾、これらの結果は、動的再結晶粒が生成後集中的な加工を受け易いことを示すものである。上述のように、生成されたばかりの動的再結晶粒は、生成後集中加工を受けるために、加工後の成長速度は静的再結晶のそれと比較した時、低いものであると考えられる。この結果、 ϵ_p 付近で生成された動的再結晶粒が、その後も微小粒として数えられる大きさで残り、 ϵ_p の後における微小粒の数の緩慢な減少を招くのである。これまでの議論において、動的再結晶粒は、生成後すぐに加工され、成長速度が低下することを強調したが、これは、動的再結晶の成長が生成後直ちに停止することを意味しているのではない。

本来 r 値は、個々の転位の消滅による動的回復速度、動的再結晶粒の生成頻度、そして、動的再結晶粒の成長速度に支配されると考えられる。Fig.4 のように単一の応力ピークを示す変形条件においては、歪が ϵ_p を超えると平均結晶粒径が徐々に低下し混粒組織になることが知られている⁽²²⁾。これは、 ϵ_p から定常状態変形への遷移過程で動的再結晶粒が成長していることを示すものである。しかし、 r 値-歪曲線においては、この過程では r 値が既に減少していることから、動的再結晶粒の成長は、 r 値に対して余り影響を与えないものであると考えることができる。また、動的回復機構による r 値の寄与は、動的再結晶しない金属について既に調べられており、 r 値が応力のほぼ 3 乗に比例することが知られている⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾。しかし、本研究では、Fig.4 において、ほとんど動的再結晶の影響を受け

ていないと考えられる、 $0.2\epsilon_p$ から $0.5\epsilon_p$ の範囲で、応力が変化しているにもかかわらず r 値は一定値をとっている。このことから、すべての歪の範囲で、動的回復による r 値の寄与はほぼ一定であると考えて差し支えないと思われる。以上のような考察から、 ϵ_p 付近における r 値のピークは動的再結晶粒の生成に対応していると結論することができる。ここで、これらの考察を前提として、 r 値のうち、動的再結晶粒の生成によって増加したと考えられる部分を示すと、Fig.9 の斜線部のようになる。この斜線部は動的再結晶粒の生成頻度の歪依存性を表わしていることになる。これを見ると、動的再結晶粒の生成は、この条件 (1173 K, $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) では、約 $0.7\epsilon_p$ から始まり ϵ_p において最も盛んになる。その後生成頻度は低下するが定常状態変形中も ϵ_p の時の約 3 分の 1 程度の生成頻度を保ち続けていることがわかる。酒井ら⁽²³⁾は、炭素鋼に関する詳細な光学顕微鏡観察結果から、歪が ϵ_p の 0.7 倍の所から動的再結晶粒が観察されると報告しているが、本研究においては、動的復旧速度の測定によって全く同じ結論に到達したことになる。

Fig.9 Schematic representation of three components of dynamic restoration rate. Dynamic restoration rate is composed of three components; (1) rate of recovery, (2) production rate of dynamically recrystallized grains and (3) rate of dynamically recrystallized grain growth. The third component is minor compared with the other components.

2. σ_p の温度および歪速度依存性

変形中に動的再結晶が起きた時に復旧過程に与える影響について考えてみる。通常、クリープ変形では、その歪速度は本実験の歪速度と比較して、低い範囲にある。この場合は、動的再結晶がほとんど起きていないか、あるいは、起きていても動的復旧速度に及ぼす動的再結晶の影響は極めて小さいと考えて良い。すなわち、この場合には、動的回復機構が動的復旧過程であると言うことができる。一方、本研究のようにクリープ変形に比べ歪速度が高く、動的再結晶が起きている場合には、動的復旧過程として動的回復機構と動的再結晶粒の生成による動的復旧過程とが、同時に並行して作用している (Fig.9)。従って、応力-歪曲線に応力ピークが生じる場合には、動的再結晶が動的復旧過程であると言われることが多いが、このような場合に

も動的回復の影響を無視することができないことから考えて、適切な表現であるとは思われない。

ここで、動的再結晶が起きている場合の、変形応力の温度および歪速度依存性について考える。この関係を論じる時に、一般には、式(3)にみられるようにピーク応力を用いて整理している。この式で、 n 値および Q 値は共にクリープ変形の時の代表的な値と比較すると大きい値をとっている。IV.1.において、 ϵ_p で動的再結晶粒の生成頻度が最大であることが結論された。ここで生成された動的再結晶粒は集中的な加工を受けるが、なお低速度で成長を続けるため、その結果として ϵ_p 後の応力の低下を招くと考えて良い。すなわち、ピーク応力と定常状態変形応力との差 $\Delta\sigma_s$ は、 ϵ_p における r 値と同様に、 ϵ_p における動的再結晶の活発さを示す目安となり得るであろう。ここでは、この前提に基づいて $\Delta\sigma_s$ を用いて議論を進めることとする。酒井らは $\Delta\sigma_s$ の値を詳細に測定し⁽²⁴⁾、 $\Delta\sigma_s$ が応力の増加とともに増加することを示している。これは、応力が高い程動的再結晶による動的復旧速度が大きいことを示している。Fig.10 は、動的再結晶が生じた場合に、なぜ n 値および Q 値がクリープ変形で値より大きくなるのかを模式的に示したものである。 $\Delta\sigma_s$ が応力依存性を持つことから明らかのように、動的再結晶が起きた場合には、応力の増加と共に r 値に及ぼす動的再結晶の寄与率が増大する。従って、動的再結晶が起きている領域での歪速度は、回復のみが動的復旧過程である場合に期待される歪速度よりも高くなる。これは当然、 n 値の増加につながってくる。活性化エネルギーについても同様の説明ができる。活性化エネルギーは一定応力値における歪速度の温度依存性として決定されるが、応力が一定の条件では温度が高くなるほど動的再結晶が盛んになるため歪速度の増加をもたらす、その結果として Q の増加を招くのであろう。

Fig.10 Schematic illustration of stress dependence of strain rate. Arrows indicate the change in strain rate due to the effect of dynamic recrystallization which increases with increasing stress.

3. 動的再結晶臨界歪

Fig.8 と Fig.9 とを比較検討すると、動的再結晶開始歪と静的再結晶開始歪(再結晶に必要な臨界歪)との関係がわかる。Fig.9 から動的再結晶に必要な臨界歪は、この条件において約 6% ($0.7\epsilon_p$) に相等する。一方、静的再結晶の

臨界歪は、Fig.8 から約 6% 程度であると考えられる。その理由は、保持時間が 50 s の場合には予歪が約 6% をこえると第二段圧縮時のピーク歪が、第一段のピーク歪の約 70% まで回復しているからである。Fig.8 の結果をみると保持時間がさらに長くなると、直線からずれ始める歪、すなわち静的再結晶の臨界歪がさらに低歪側に移動するように見える。しかし、同様の実験をタフピッチ銅について試み、保持時間を 350 s まで変化させた結果、ある程度以上の保持時間をとると、直線からずれ始める歪は変化しなくなってくるのがわかっている⁽²⁵⁾。それ故、Fig.8 の変形条件において静的再結晶開始歪も約 6% と考えて差し支えない。牧ら⁽²⁶⁾は、動的再結晶したオーステナイト鋼の光学顕微鏡組織と、低加工度の静的再結晶組織との比較から、動的再結晶と静的再結晶の間には、生成段階においては本質的な違いは見られないと報告している。Fig.8 と Fig.9 との比較によって静的再結晶の臨界歪が動的再結晶のそれとほぼ等しいことが明らかになったが、この事実は、牧らが組織観察から得た推論を支持するものである。

更に、保持時間の短い条件について考える。熱間加工組織の静的再結晶挙動は、再結晶が開始するまでに潜伏期を持つ古典的再結晶と潜伏期を持たない後再結晶とがあると報告されている。ここでは、時間的に後再結晶が先に生じると考え議論を進める。Fig.8 から、 ϵ_{pre} が 9% 前後のとき、動的再結晶粒の生成頻度が極めて高いことがわかる。しかし、この時、短い保持時間中に静的な復旧はほとんど行なわれていない。この結果は、生成されたばかりの動的再結晶粒から後再結晶が開始する場合には、試料全体に影響を与えるような復旧過程とはなり得ないということを示すものである。しかし 9% 前後で生成された動的再結晶粒がある程度成長している 11% を過ぎると、短い保持時間中に十分静的な復旧をしている。これは、ある程度成長した動的再結晶粒から後再結晶が開始する場合には静的な復旧に与える影響が大きいという考えで説明される。一方、これは、潜伏期の極めて短い静的な再結晶(古典的再結晶)による復旧と考えることも可能である。このように、後再結晶については、いまだに明確にされない部分が多いように思われる。

V. 結 論

Ni の熱間圧縮変形中に、動的復旧速度 ($r \equiv -\partial\sigma/\partial t$) と、加工硬化率 ($h \equiv \partial\sigma/\partial\epsilon$) とを測定した。試験温度および歪速度はそれぞれ、973 K から 1223 K、 $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ から $8.6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ である。 r 値および h 値の測定は応力緩和法によった。得られた結果は次のようである。

- (1) 応力-歪曲線の応力ピークを示す歪 (ϵ_p) において、 r 値は最大になり、定常状態変形中は一定の値を持つ。
- (2) 動的再結晶は、歪が約 $0.7\epsilon_p$ から始まり、この値は静的再結晶の臨界歪とほぼ等しい。
- (3) r 値は、動的回復速度と、動的再結晶粒の生成頻度

によって決定される。 ε_p において r 値が最大になるのは、 ε_p において動的再結晶粒の生成頻度が最も大きいためである。

(4) 歪が $0.7 \varepsilon_p$ 以上における変形様式は不均一変形で、動的再結晶粒は生成後集中的な加工を受ける。

最後に、本研究は、鉄鋼基礎共同研究会の高温変形部会における分担研究の一つとして行なわれたもので、田村今男部長をはじめ、各委員から有益な意見を戴いたことを付記し、感謝の意を表します。

文 献

- (1) 中村正久, 堀江史郎: 鋼の熱間加工の金属学, 鉄鋼基礎共同研究会, 高温変形部会, (1982), 79.
- (2) H.J. McQueen and J.J. Jonas: Trans. JIM, **9** (1968), 170.
- (3) H.J. McQueen and J.J. Jonas: *Treatise on materials science and technology*, vol.6 Ed. by R.J. Arsenault, (1975), 1633.
- (4) R.A. Petkovic, M.J. Luton and J.J. Jonas: Acta Met., **27** (1979), 1633.
- (5) M.J. Luton, R.A. Petkovic and J.J. Jonas: Acta Met., **28** (1980), 729.
- (6) 中村正久, 植木正憲: 材料, **23** (1974), 182.
- (7) 古林英一: 鉄鋼の高温変形挙動, 鉄鋼基礎共同研究会, 高温変形部会, (1979), 37.
- (8) G. Glover and C.M. Sellars: Met. Trans., **4** (1973), 765.
- (9) H.J. McQueen and S. Bergerson: Met. Sci. J., **6** (1972), 25.
- (10) G. Gottstein, D. Zabardjadi and H. Mecking: Met. Sci., **13** (1979), 223.
- (11) 牧 正志, 田村今男: 高温変形と高温破壊, 鉄鋼基礎共同研究会, 高温変形部会, (1981), 53.
- (12) R.A.P. Djaic and J.J. Jonas: Met. Trans., **4** (1973), 621.
- (13) 桜井茂雄, 阿部勝憲, 吉永日出男, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, **42** (1978), 432.
- (14) T. Endo and N. Marumo: Trans. JIM, **22** (1981), 848.
- (15) A.K. Mukherjee, J.E. Bird and J.E. Dorn: *The interactions between dislocations and point defects*, vol. II, Ed. by B.L. Eyre, H.M.S.O., (1968), 422.
- (16) R. Hoffman, F. Pickus and R. Ward: Trans. AIME, **206** (1956), 483.
- (17) H.J. McQueen: Met. Trans., **8A** (1977), 807.
- (18) M.J. Luton and C.M. Sellers: Acta Met., **17** (1969), 1033.
- (19) 酒井 拓, 大橋正幸: 日本金属学会講演概要, (1978・10月), 129.
- (20) 酒井 拓: 高温変形と高温破壊, 鉄鋼基礎共同研究会, 高温変形部会, (1981), 34.
- (21) 宮川 裕, 菊地潮美, 足立正雄: 日本金属学会講演概要, (1978・10月), 168.
- (22) 田村今男, 牧 正志, 岡口秀治: 鋼の熱間加工の金属学, 鉄鋼基礎共同研究会, 高温変形部会, (1982), 94.
- (23) 酒井 拓, 大橋正幸, 作井誠太: 鋼の熱間加工の金属学, 鉄鋼基礎共同研究会, 高温変形部会, (1982), 101.
- (24) 酒井 拓, 大橋正幸: 鉄と鋼, **11** (1967), 134.
- (25) 遠藤孝雄, 吉田賢次: 鋼の熱間加工の金属学, 鉄鋼基礎共同研究会, 高温変形部会, (1982), 28.
- (26) 牧 正志: 鋼の熱間加工の金属学, 鉄鋼基礎共同研究会, 高温変形部会, (1982), 61.