高張力鋼の高温変形下における結晶粒の 成長と挙動について*

田村 博** 加藤 昇** 渡辺健彦***

On the behaviour and growth of grains of high strength steel during high temperature deformation*

by Hiroshi Tamura**, Noboru Kato** and Takehiko Watanabe***

Abstract

The behaviour of grains and its boundaries in HAZ, accompanied with grain-coarsening and under stress conditions which are caused by solidification of weld metal or by welding heat, is related to hot cracking and embrittlement of HAZ. Moreover, grain-boundary migration plays an important role in hot working, creep and high temperature fatigue.

In this paper, the behaviour of austenite grains and its boundaries of high strength steel during tensile deformation at high temperature around 1300°C was studied with microscope.

The main conclusions obtained in this study are as follows:

(1) Wide fluctuation of load was observed in load-elongation curves during hot tensile deformation. It was verified that its phenomenon is caused by dynamic recrystallization. The higher rate of deformation at high temperature around 1300°C and the lower rate at somewhat lower temperature less than 1100°C, the more easily dynamic recrystallization tends to occur.

(2) The higher rate of deformation at 1300°C, the higher grain-boundary migration rate and the faster it was saturated.

(3) Migration of grain-boundary triple point is caused by mechanical sliding at boundary and atomic diffusion. Consequently the triple point migrates alternately and zigzag.

(4) Dynamic recrystallized grains were observed. Its nuclei occurred preferentially and accidentally at the place near boundary within a grain.

1. 緒 言

金属を溶接する際には、アーク熱などにより溶接金属近傍の母材は広い範囲にわたってその融点から室温にいたるまでの複雑な熱サイクルを受け、結晶粒の粗大化や微細化がおこる。また溶接金属の凝固時の収縮応力や溶接熱による膨張、収縮と拘束が重畳し、この溶接金属近傍の結晶粒および結晶粒界には複雑な応力が作用する。これらの現象がいわゆる溶接熱影響部の諸性質に著しい影響を与える。特に、この際におこる結晶粒界の挙動は、溶接熱影響部に生ずる高温割れとも密接に関連していると思われる。さらにまた、粒界の移動現象は熱間加工、クリープそして高温疲労などにも重要な役割りを演じている。

そこで本報告は 80 kg/mm² 級高張力鋼を用い、1300°C~900°C の間の温度で引張変形速度を種々変化させ、その間の結晶粒界の挙動に引張型の高温顕微鏡を使用して検討を加えたものである。

2. 供試材および実験方法

2・1 供 試 材

供試材には 80 kg/mm² 級調質高張力鋼（新日本製鉄 WT 80 板厚 25 mm）を用いた。その化学成分ならびに機械的性質を Table 1 に示す。

2・2 実 験 方 法

本実験に用いた高温顕微鏡は引張型でその外観を Photo. 1 に示す。Fig. 1 は試験片形状で板厚は 1.5 mm、試験片中央部には約 0.1 R の切欠きを設けてあるが、これは高温顕微鏡で観察する場合に、塑性変形部が常に検鏡視野に入るようにするためである。

実験はまず試験片の中央部表面をバフ研磨したのちに炉内に装填し、その後、炉内を約 2×10^{-4} mmHg の真

* 原稿受付 昭和46年4月21日 (45年度秋季全国大会にて発表)

** 正 員 東京工業大学 Member, Tokyo Institute of Technology

*** 学生員 東京工業大学 Student Member, Tokyo Institute of Technology

Table 1 Chemical compositions and mechanical properties of test steel.

Chemical compositions (%)									Mechanical properties	
C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Y.S kg/mm ²	T.S kg/mm ²
0.12	0.37	0.89	0.012	0.007	0.33	0.97	0.71	0.53	90.5	94.0

Photo. 1 View of apparatus used **Fig. 1** Tensile test specimen. Rolling direction is perpendicular to this paper.

空にひき, つづいて高純度アルゴンガスを導入し, 炉内を1気圧アルゴン雰囲気とした. 試験片の加熱は交流直接通電により行ない, 加熱速度は $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ とした.

最初に, 試験片を 1350°C まで加熱し (1350°C の場合に電圧約 2 V, 電流は約 90 A であった.), ここで約 1 min 間恒温保持し, 結晶粒を ASTM オーステナイト粒度番号 No. 1 (約 $300\sim 400\mu$) 程度の大きさにした. ひきつづいて所定の温度 (本実験の場合は 1300°C , 1200°C , 1100°C , 1000°C , 900°C) まで下げ, その温度に保持したままで引張変形を行ない, その間の結晶粒および粒界の挙動を直接観察すると同時に写真撮影を行なった.

試作した引張装置は $1.85 \times 10^{-1}(\text{mm}/\text{sec})$ — $7.63 \times 10^{-4}(\text{mm}/\text{sec})$ の6段階の引張速度を有しており, 高温顕微鏡の炉体の引張軸とは $10\text{mm}\phi$ の軟鋼棒を介して連結し, 試験片に引張歪を加えている. なおこの連結棒の一部にストレインゲージを貼りつけて引張変形途上の荷重変動の様子をペンレコーダーで自動記録した. Fig.

Fig. 2 The thermal cycles used

2 に実験に用いた熱サイクル図を, Table 2 に6段階の引張速度を示し, 便宜上大きな引張速度から小さな引張速度へと V1~V6 の記号を付した.

3. 実験結果ならびに考察

3・1 雰囲気および試料表面仕上の影響についての予備的考察

通常高温顕微鏡による金属組織の観察は, あらかじめ機械的に鏡面仕上げをした試料表面を真空中またはアルゴンガスなどの不活性ガス雰囲気中で加熱し, 熱腐食により組織を現出させて行なう. このような場合, 高温に加熱された試料表面は雰囲気的作用に敏感であり, 原子の拡散の模様なども表面と内部では異なることが当然考えられる. また試験片製作過程, 特に検鏡面仕上のエメリーペーパー, バフ研摩による表面加工歪の組織に対する影響なども考慮されねばならない.

したがって試料の表面観察に基づいてただちに内部の状態を推論することは慎重を要するであろう. これらの点が高顕微鏡を使用するに際して常につきまとう問題ではあるが, しかしこれにもかかわらず従来, 高温顕微鏡によって加熱冷却時の相変態, 高温における結晶粒成長, 変形, 破断などが観察されており, かなりの成果を

Table 2 Tensile rates used.

Symbol	V 1	V 2	V 3	V 4	V 5	V 6
Rate (mm/s)	1.85×10^{-1}	6.17×10^{-2}	2.06×10^{-2}	6.86×10^{-3}	2.29×10^{-3}	7.63×10^{-4}

あげている。

そこで本研究を行なうにあたり、まず表面と内部の組織を念のために本実験条件であらかじめ調べてみた。それによると1気圧アルゴン雰囲気中での加熱では、母材から切り出し鏡面に仕上げたままの試験片と、それに表面の切削や仕上げによる変形層の歪りのため、550°Cで1時間の真空焼鈍を行なった試験片の両者とも表面組織と内部組織はほぼ一致し、本実験の場合、1気圧アルゴン加熱雰囲気および加工歪の影響はほとんどないものと考えた。

なお岡本と宮川らは、Al キルド 0.2% C 鋼について加熱雰囲気および表面研磨法の表面組織に及ぼす影響を研究している。それによると加熱雰囲気が0.6~1気圧アルゴンの場合は雰囲気の影響はほとんどなく、またエメリーペーパー、バフ研磨も同様にほとんど影響しないとしている。

3・2 高温引張変形下における荷重一伸び曲線

本供試高張力鋼を先の Fig. 2 に示した加熱サイクル

に従ってそれぞれ 1300°C, 1200°C, 1100°C, 1000°C, 900°C の各温度で恒温保持し、V1~V6 の6段階の引張速度で破断まで引張変形を加えた。その間の全伸び量と変形途上の荷重変動の様子を Fig. 3 の (a), (b), (c), (d), (e) に示した。これらの荷重一伸び曲線に共通していることは、引張変形途上で荷重が激しく変動していることである。この荷重の変動が引張装置の機構などからくる誤差ではないことを確かめるために、アルミニウムを室温で引張りその荷重一伸び曲線を求めた。その一例を Fig. 4 に示した。これに見られるようにほぼ正常な曲線が描かれており Fig. 3 の荷重変動は機械的な誤差ではないと断定した。

高温変形には加工硬化と高活性化エネルギーを必要とする拡散、相変化、特に回復、再結晶などが交互に起こると考えられる。ここにいう回復、再結晶はいずれも動的なもので動的再結晶 (dynamic recrystallization) と呼ばれ、冷間加工材の焼なまし時におこる再結晶、いわゆる普通の再結晶 (static recrystallization) と区別さ

Fig. 3 Load-elongation curves of test specimens during tensile testing at various higher temperatures, according to the thermal cycles shown in Fig. 2

Fig. 4 Load-elongation curves of aluminium specimens

れている。

Fig. 3 の荷重—伸び曲線にみられる荷重の変動は、この動的再結晶がおこることによって現われるものと考えられる。

(1) 1300°C での変形における動的再結晶現象

Fig. 3 の (a) に示した 1300°C の場合をみると、V1→V6 へと引張速度が小さくなるにつれて荷重の変動量が少なくなる傾向がみられるので、この 1300°C での変形の場合をとりあげて、荷重変動量の大きい場合として V2 (6.17×10^{-2} mm/sec) の変形速度を考え、また荷重の変動がほとんどみられない場合として V6 (7.63×10^{-4} mm/sec) の変形速度を考えて、荷重—伸び曲線にみられる荷重変動が動的再結晶に起因しているか否かを確かめた。

この動的再結晶を確かめる方法としては、第一に変形後急冷を行ない試料の切断内部組織に再結晶粒が現われているか否かを調べることにした。本実験の場合、急冷とはいっても炉内の冷却速度は 1350°C→600°C までが (約 75°C/sec) なので、冷却中にいく分再結晶が進行するであろうという見地から、試料を除荷し急冷する時期を引張変形途上でピーク荷重に対応する伸びより少し変形が進んだところに選定した。

Photo. 2 がその急冷内部組織であり、(a) は試料に歪を加える前の 1350°C に 1 分間恒温保持をした後の内部組織であり大きなオーステナイト結晶粒がみられる。(b) は V2 の高速度で引張った場合の内部組織で、微細なオーステナイト結晶粒が観察され明らかに再結晶がおこったことを示すものである。(c) は同じく V6 の低速度で引張ったもので、大きなオーステナイト結晶粒のみで微細化は見られず再結晶はおこっていないことがわかる。この大きなオーステナイト粒内にはいわゆる脈状組織が観察されている。なお腐食液としてはピクリン酸飽和水溶液 100 cc に対し、界面活性剤としてウラリルベンゼンスルホン酸ソーダ 0.2 g を加えたものを使用した。

次に動的再結晶を確認する第二の方法として高温顕微鏡を用いて再結晶粒を直接観察した。そのためにやはり、1300°C で V2 の速度で引張り Photo. 2 の (b) と同一場所で除荷し、その温度に恒温保持しその間の組織変化を直接観察し写真撮影を行なった。その模様を Photo. 3 (a) に示す。(1) は引張変形前の組織で、たまたま中央に異常成長した大きなオーステナイト粒 A がみられる。(2) は変形途上で除荷した直後の組織であり、A 粒がかなりの変形を受けている。(3) は恒温保持 1 分後の組織で A 粒内に新しい結晶粒がみられ、これが再結晶粒と思われる。(4) は恒温保持 30 分後のもので、再結晶粒界の幅が広がっていることから、この再結晶粒界が移動し成長していることがうかがえる。(5) は保持 40 分後の組織で粒界移動の痕跡がはっきりとみられる。(矢印)

Photo. 3 (b) は 1300°C で荷重変動がほとんどなかった V6 の低速度で引張りを与えた場合で、やはり変形途上で除荷し恒温保持の間の組織変化を示したものである。(1) は荷重を作用させる前の組織である。(2), (3) は引張変形途上のもので、結晶粒界の激しい移動がみられる。(4) は Photo. 2 の (c) と同一の変形量

Photo. 2 Microstructures of quenched specimens before and after deformation
(a) Before deformation (b) Deformed at 1300°C, V2
(c) Deformed at 1300°C, V6

Photo. 3 (a) Isothermally held high temperature structures after deformation at 1300°C, V2 ($\times 70 \times 7/10$)

(1) Before deformation	(4) After holding for 30 min
(2) Immediately after unloading	(5) After holding for 40 min
(3) After holding for 1 min	

Photo. 3 (b) Isothermally held high temperature structures after deformation at 1300°C, V2 ($\times 70 \times 7/12$)

(1) Before deformation	(5) After holding for 2 min
(2),(3) During deformation	(6) After holding for 5 min
(4) Immediately after unloading	(7) After holding for 7 min
	(8) After holding for 20 min

のところで除荷した直後の組織であり、(2)、(3)の撮影箇所とは異なるところであるが、粒界が激しく移動したあとがわかる。(5)は恒温保持2分後の組織であるが、なんらの変化もみられない。(6)、(7)、(8)はそれぞれ5分後、7分後、20分後であるがなんら組織変化はみられず、再結晶粒の出現はなかった。

以上の急冷切断による組織観察結果および高温顕微鏡による直接観察結果から Fig. 3 の荷重一伸び曲線にみられる荷重変動の波は動的再結晶によって現われ、加工硬化と軟化が交互に起こっているためであると解釈した。

(2) 動的再結晶におよぼす引張歪速度の影響

次に 1100°C で引張りを加えた時の荷重-伸び曲線 [Fig. 3(c)] では荷重変動すなわち動的再結晶の傾向は 1300°C の場合と逆になっている。つまり V1→V6 へと引張速度が小さくなるにつれて荷重変動量が大きくなっている。さらに 1000°C, 900°C と温度が下がるにつれて、この傾向は一層明瞭になっている [Fig. 3(d), (e)]. なお 1000°C で V4 以下の低速引張, 900°C で V3 以下の低速引張ではいずれも粒界破断を生じており、伸び量は少なかった。1200°C の場合は 1300°C と 1100°C との中間の傾向を示している。

そこで次に 1100°C の場合について高速引張として V2, 低速引張として V6 の場合を選んで変形途中で除荷し、さきと同様に高温顕微鏡を用いて、再結晶の有無を調べた。Photo. 4(a) は 1100°C で V2 の速度で変形を行ない、ピーク荷重から少し変形の進んだところで除荷し恒温保持した場合で、(1) は除荷直後の組織で粒内変形が進み、B 粒内には双晶ラインが深くみえる。(2) は恒温保持20分後の組織で A, B 粒内に新しい結晶

粒がはっきりと観察される。つまりこの荷重変動量が比較的少ない 1100°C, V2 の場合にも動的再結晶はおこりうると考えられる。Photo. 4 (b) は同様、1100°C, V6 の引張変形途中で除荷し、恒温保持した場合のものである。(1) は除荷直後の組織で、(2) は恒温保持17分後のもので再結晶粒が現出している。

以上の事柄から 1100°C では V2 の高速度で変形させても、V6 の低速度で変形させてもいずれの場合も動的再結晶が生じている。しかし、この 1100°C の V2, V6 の場合の荷重-伸び曲線にはいく分の相違が見られる。すなわち高速度で変形された V2 の方がやや荷重変動が V6 より小さい。これは高速変形の時は、加工硬化し蓄えられた歪エネルギーが、再結晶によってまだ十分に解放されないうちに、次の歪が重畳されてすぐにまた加工硬化がおこるために、荷重変動量が少なくなるものと考えられる。

このように 1300°C~900°C の高温度で引張変形を行なうと、その荷重-伸び曲線には動的再結晶による荷重

Photo. 4 (a) Isothermally held high temperature structures after deformation at 1100°C, V2 ($\times 70 \times 1/1$)

(1) Immediately after unloading (2) After holding for 20 min

Photo. 4 (b) Isothermally held high temperature structures after deformation at 1100°C, V6 ($\times 70 \times 1/1$)

(1) Immediately after unloading (2) After holding for 17 min

の変動がみられ、これから熱間変形中の動的再結晶現象を知ることができることがわかった。すなわち、約1200°Cを境にして、これ以上の高温での変形では変形速度が大きい程、またこれ以下の温度では変形速度が小さい程、動的再結晶はおこりやすい。

なお Fig. 5 は引張変形速度を一定にして荷重変動状態を温度別にみたもので、(a)に V2 の高変形速度の場合を、(b)には V5 の低変形速度の場合を示した。

Fig. 5 Change of load-elongation curves for various temperature when tensile rate is constant (a) V2. (b) V5

(3) 動的再結晶と活性化エネルギー

次に動的再結晶のおこりやすさを考えるために活性化エネルギーの導入を行なった。高温変形の場合、動的再結晶がおこるか否かは、加工硬化によって現われる最初のピーク荷重に対応する変形量に至るまでの過程で蓄えられる歪エネルギーの量によってきまると考えられる。

C. M. Sellars および W. J. McG Tegart²⁾ は熱間変形の数多くのデータから次の関係式を提案している。

$$\dot{\epsilon} = A(\sinh \alpha \cdot \sigma)^n \cdot \exp(-Q/RT)$$

特に低応力の時は

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^n \cdot \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

となる。

ここで

$\dot{\epsilon}$: 歪速度 σ : 応力

Q : 変形の活性化エネルギー

R : ガス定数 T : 絶対温度

A, α, n : 温度に独立な定数

n の値は普通 2~4 であり、鋼に関しては多くのデータから $n=3.5^3)$ が妥当である。

(1) 式を変形すると

$$\sigma^n = A' \cdot \dot{\epsilon} \cdot \exp(Q/RT)$$

$$\ln \sigma = 1/n \cdot \ln(A' \cdot \dot{\epsilon}) + 1/n \cdot Q/RT$$

いま σ として、荷重-伸び曲線に加工硬化によって現われる最初のピーク荷重を考え、これを両対数方眼紙の縦軸に、横軸に $10^4/T$ をとってプロットすると Fig. 6 に示す折れ線状の直線関係が得られる。この直線の傾きから変形の活性化エネルギーを求めると Table 3 のようになる。これから、1300°C で V6 の低速度の変形ではピーク荷重に対応する変形の活性化エネルギーが約 73,200 cal/mol となっており、これは γ -Fe の原子の自己拡散の活性化エネルギー 74,200 cal/mol⁴⁾ の値に非常に近く、この 1300°C で V6 の低速引張変形をさせた時にはピーク荷重に対応する歪が与えられるまでに、原子の自己拡散による激しい粒界の移動がみられるはずであり、Photo. 3(b) の (2), (3) にみられたように引張変形途上の激しい粒界移動に対応している。そしてまた、引張変形速度が大きくなるにつれて変形の活性化エネルギーは小さくなり、変形が拡散支配機構から非拡散支配機構へと変化し、変形途上の粒界の移動量は減少して、結晶粒内部へと変形が及ぼされ、歪エネルギーが蓄えられやすくなり動的再結晶を起こすものと考えられる。

Fig. 6 Peak load vs. $1/T$ relationship

Table 3 Activation energy for deformation.

Tensile rate	Activation energy (cal/mol)	
	1300°C~1200°C	1100°C~900°C
V1	34000	27200
V2	42900	
V3	52200	
V4	65800	
V5	69700	
V6	73200	

そこで高温顕微鏡を用いてこの 1300°C の場合について粒界の移動量の測定を行なった。その結果を Fig. 7 に示す。Table 3 の変形の活性化エネルギーの変化から予測されるように V6→V3 へと引張変形速度が大きく

なる程, 粒界の移動量は少なくなり, 早く飽和量に達している. Fig. 8 にはこの 1300°C の場合の粒界の移動速度を示したもので, 引張変形速度が大きい程, 粒界の

Fig. 7 Grain-boundary migration vs. time curves at 1300°C

Fig. 8 Grain-boundary migration rate vs. time curves at 1300°C

移動速度も大きくなっている. 1300°C での変形では低変形速度の時には粒界の移動が激しく, 外部から加えられた歪エネルギーはこの粒界の移動に費され動的再結晶はおこりにくい. また 1100°C~900°C での変形では引張変形速度にあまり関係なく変形の活性化エネルギーはほぼ同じで約 27,200 cal/mol である. つまりこの温度範囲内での変形は非拡散支配機構であり, 変形が粒内へと及ばされ, 多量の歪エネルギーが蓄えられ, 動的再結晶がおこりやすい状態となっている.

3.3 高温顕微鏡による高温引張変形時の直接観察

高温変形下における結晶粒および粒界の挙動に関する従来の研究としては, 金属を熱間加工直後に急冷して得た熱間加工組織を焼なまし, その間の組織変化から, 熱間変形中における組織変化を推定することが行なわれている⁹⁾. さらに温度や変形速度を変化させ, 変形後急冷してその切断面からこれらの熱間変形組織に対する影響などを間接的に調べている⁹⁾. しかし, いずれもこのような間接的な方法では高温変形下での組織変化, 結晶粒, 粒界の挙動の追跡は不十分であり, どうしても直接観察が必要になる.

従来, 直接観察による組織変化の研究は, クリープに関していくらか行なわれているが⁷⁾, クリープ以外のつまり高温で変形速度を種々変化させた場合の研究はほとんどみられず, 最近, 銀^{8), 9)} を使ったの高温圧縮変形途上の観察がようやく行なわれてきた程度であり, いまだ詳しい研究はなされていない. 特に動的再結晶, その核の発生状況, 再結晶粒の直接観察はまったくみられない.

(1) 1300°C, V4 (6.87×10^{-3} mm/sec) の引張変形時の観察

Photo. 5 High temperature structures during deformation at 1300°C, V4 ($\times 70 \times 2/3$)

Photo. 5 に 1300°C で V4 の速度で引張変形を行なった時の組織変化を示す。() 内は全伸び量 (mm) である。

(1) は荷重が作用しはじめて 1 秒後 (6.87×10^{-3}) の状態でほとんど変化はみられない。ここで各結晶粒に A, B, C … の記号を付した。(2) は 8.8 秒後 (6.05×10^{-2}) で A—B—C 粒界三重点が移動しはじめており、A 粒の併呑がおこりかけている。また A—E—F 粒界三重点も移動を開始しており、その進行方向は A 粒、E 粒間の粒界方向であるが、(3) の 15 秒後 (1.03×10^{-1}) になると、この三重点で移動方向は変化してきて A 粒内部へと向いはじめている。さらにこの (3) の状態には D 粒内に B—C 粒界のちょうど延長方向に fold の形成がみられ、この三重点の近傍に応力の集中がおこり、この部分には大きな歪が加わっていることがわかる。そしてこの fold 近傍には粒界からの突出し (bulge) が現われはじめ (矢印)、しだいに D 粒内部へと変形の進行とともに成長していくのがみられる。これは D 粒内の歪エネルギー (転位密度) が B 粒内のそれよりも高いので、この B—D 粒間の歪エネルギーの差が駆動力となり、この突出し状の粒界移動がおこったものと考えられる。これはいわゆる歪粒界移動 (strain induced grain-boundary migration) である¹⁰⁾。なおこの (4) 以降の状態には F 粒内に双晶が観察されている。

その後、変形の進行とともに A 粒の併呑はつづくが、各粒界の移動はそれほど大きくなく、(5) の 57 秒 (3.91×10^{-1}) 以降は変形が粒内へと及んで、各結晶粒のゆがみがますます激しくなっている。また移動後 A—B—C の粒界三重点には、大きなクサビ型のいわゆる W 型クラックが観察されている。このことから 1300°C の高温

度でも、変形速度が大きい時には加工硬化を伴う冷間型の変形を呈することがわかる。

(2) 1300°C , V5 (2.29×10^{-3} mm/sec) の引張変形時の観察

Photo. 6 は同様に 1300°C で V5 のかなりの低速度で引張変形を行なった時の組織変化を示す。() 内は伸び量 (mm) である。

(1) は変形開始 24 秒後 (5.50×10^{-2}) の状態で、あまり組織変化はみられない。(2) は 35.2 秒後 (8.08×10^{-2}) で A—D 粒間、B—C 粒間の粒界の移動がわずかにおこり粒界が太くみえる。そして 54.5 秒後 (1.25×10^{-1}) の (3) には A—B—C 粒界三重点 (P), A—B—D 粒界三重点 (Q) が移動しはじめている。三重点 (P) は A—B 粒界に沿った方向に移動しており、また三重点 (Q) は B—D 粒界と約 180 度の逆方向の A 粒内へと移動し、いずれも A 結晶粒を併呑しようとしている。

変形後 67 秒 (1.53×10^{-1}) の (4) には、この A 粒内に双晶ラインが観察され、歪エネルギーが高くなったことを示している。(5) の 96 秒後 (2.19×10^{-1}) には三重点 P, Q の両者が衝突しているのがみられる (矢印)。(6) の 118 秒 (2.69×10^{-1}) 位になると三重点 P の移動方向が変化し、A 粒内部へと向いはじめている。そして (7) の 188 秒位からしだいに粒界の移動は定常状態になり、各結晶粒内へと歪が加わり粒内変形および多数の双晶ラインが観察されるようになる。

ここで結粒粒 B, C, D を横切る直線状のマーカーの挙動に注目すると、変形が進むにつれて B—C 粒界でマーカーが階段を作って切れていく現象が観察される。そこで A—B—C 粒界三重点 P と直線状マーカーの挙動について考えてみた。

Photo. 6 High temperature structures during deformation at 1300°C , V5 ($\times 70 \times 7/11$)

Fig. 9 の図解で示す (a) は Photo. 6 の (2) の状態であり, 引張方向は図示のごとくである。引張応力の結果, B—C 粒界, A—C 粒界にはせん断応力 τ_1, τ_2 が作用する。この場合, B—C 粒界の方が A—C 粒界よりも引張方向に対して 45 度の角度に一層近くなっているため, B—C 粒界に作用するせん断応力 τ_1 の方が大きい。

(b) はまず第一段階であり, せん断応力 $\tau_1 > \tau_2$ のために粒界三重重点 P は $1 \rightarrow 2 (P \rightarrow P_2)$ へと動く。また直線マーカーは $1' \rightarrow 2'$ へと動く。この時, P は原子拡散によって, またマーカーは機械的なすべりによって動くと考えられる。

(c) の第二段階になると, 今度はせん断応力 τ_2' により, 三重重点 P_2 は $2 \rightarrow 3 (P_2 \rightarrow P_3)$ へと動く。(d) の第三段階も同様に考えて, 三重重点 P は $1 \rightarrow 2 \rightarrow 3 \rightarrow 4 (P \rightarrow P_2 \rightarrow P_3 \rightarrow P_4)$ へと移動する。このように粒界三重重点 P は交互にジグザグに移動していくものと考えられる。Photo. 7 はその状態を図解したものである。これから粒界三重重点は変形途中では粒界での機械的なすべりと原子拡散によってジグザグに交互に断続的に移動していく

様子がみられる。

(3) 1100°C, V5 (2.29×10^{-3} mm/sec) の引張変形時の観察

次に 1100°C で V5 の低速度変形を行なった時の観察結果を Photo. 8 に示す。() 内は全伸び量 (mm) である。

(1) は荷重が作用する前の状態で, ここに各結晶粒に記号を付す。(2) は約 37 秒後 (8.41×10^{-2}) の組織で E—A 粒界が太くなって見え, おそらくきれつが生じているものと思われる。(3) の 87 秒後 (1.98×10^{-1}) になると A—C—D 粒界三重重点に明らかにクサビ型の W 型クラックが生じており, 1300°C で同じ V5 の速度の変形でみられた粒界三重重点の挙動とはかなり様相を異にしている。1300°C の高温度では原子の拡散が激しいため, 粒界の移動が非常におこりやすく, 引張による歪エネルギーが非常に解放されやすい。しかしこの 1100°C では拡散がおこりにくく, 3・2 節にも述べたように変形が非拡散的支配下にあるので, 引張によって生じた歪は解放されにくく, 粒界にはきれつが生じ, 結晶粒内, 特に粒界近傍部は歪エネルギー (転位密度) の高い状態

Fig. 9 Schematic diagrams showing the migration of triple point
(a) The start (b) Stage I (c) Stage II (d) Stage III

(1)

(2)

Photo. 7 Photograph of (6) showed in Photo. 6 and its schematic drawing
The zigzag path of triple point is clearly shown

Photo. 8 High temperature structures during deformation at 1100°C, V5 ($\times 70 \times 7/10$)
Dynamic recrystallization is photographed in (6), (7)

となる。

さらに変形が進むにつれて A—B—C 粒界三重点から A 粒内へと fold の形成がみられる。また矢印の部分から突出し (bulge) がでて転位密度を下げようとしている。しかしこの突出しはその後、成長はしていない。E 粒内の結晶粒成長過程で取り残された粒界 G には応力が集中し、E 粒の表面は折れ曲がったようになっており、かなり歪エネルギーの高い状態となっている。さらに変形が進んで (6) の 447 秒後 (1.02) になると、A 粒内の下側近傍に動的再結晶粒と思われる新しい結晶粒が出現しているのが観察される。

ここでこの動的再結晶粒の生成について考えてみる。(5) から (6) の撮影の間隔は約 47 秒であり、この動的再結晶粒の出現過程を詳細には捕えてはいえない。しかし変形の進行状態から判断して、この 47 秒間に急激に新しい核の発生があり、それが成長したものと考えられ、元の結晶粒界の移動などによって生成されたものではない。さらに変形が進んで (7) の約 535 秒後 (1.25) には、さらに多くの動的再結晶粒が観察されている。

(4) 本観察結果からの動的再結晶粒生成についての推論

熱間変形中の結晶粒界の移動や動的再結晶などに関す

る研究は少なく、先述したように著者らの知るかぎりでは、銀について行なわれたものしかない。従来行なわれてきた粒界移動や再結晶の研究は、冷間加工材の焼なまし過程におけるつまり静的再結晶に関するものがその大部分である。この静的再結晶に関する研究から、再結晶の核生成機構に関しては

(1) 結晶粒界の移動 (2) サブ結晶粒の成長の 2 つの考え方がうち出されている¹¹⁾。

熱間変形時には、変形による歪エネルギーの解放と蓄積が同時におこるために、この静的再結晶現象がそのまま動的再結晶現象にあてはまるか否かはわからないが、ともかくこの本供試材 80 kg/mm² 級高張力鋼の場合には、動的再結晶粒の核の発生、成長があり、それは粒界近傍の歪の大きな部分に生ずるものであって、元の結晶粒界の移動によって生成されるものではないと結論した。

なお銀の圧縮検鏡によれば、熱間変形中は粒界移動、粒界すべりのみがおこり、これによって歪は解放されるので再結晶核の発生、成長はおこりえないとしている。

4. 結 論

引張型の高温顕微鏡を使用して供試 80 kg/mm² 級調質高張力鋼について高温変形下における結晶粒界の挙動

を調べた。結果をまとめると、大要次の結論が得られる。

1) 高温引張変形時の荷重-伸び曲線を求めた。この曲線にはいずれも変形途上で激しい荷重の変動が認められ、これが動的再結晶によって現われることを確かめることができた。さらにこの荷重-伸び曲線および変形の活性化エネルギーを考えて熱間変形下における組織変化を推定することができた。

2) 1300°C での変形で、変形速度が大きくなる程、粒界の移動速度は大きくなり、早く飽和量に達することを高温顕微鏡を用いて示した。

3) 引張変形途上の粒界三重点の移動は、機械的な粒界すべりと原子拡散によると粒界移動によって起こることをマーカーを使って観察し、かつその移動は交互にジグザグに進行していくことを明らかにした。

4) 動的再結晶粒を 1100°C で V5 の低速度の変形に際して直接観察を行なった。高温顕微鏡を用いてのその表面組織のみから判断してではあるが、高温変形下での動的再結晶粒の核は、粒内の粒界近傍部に優先的にかつ偶発的に発生し、元の結晶粒界の移動によって生成されるのではないと結論した。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、たえず御教示を賜わりました東工大石井勇五郎教授に、また試験片製作に御尽力

下さいました船舶技研の方々に深く謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 岡本, 宮川, 相原, 嵯峨, “鋼のオーステナイト粒度の高温顕微鏡観察”, 金属学会誌, Vol. 28 (1964), No. 6, 341~385.
- 2) C.M. Cellars, W.J. McG. Tegart, “On the Mechanism of Hot Deformation”, Acta Met., Vol. 14 (1966), No. 9, 1136~1138.
- 3) F. Garofalo, “Fundamentals of Creep and Creep-Rupture in Metals”, Macmillan, (1965), 邦訳: 足立正雄訳, “金属クリープの基礎”, 丸善, (1968), 96.
- 4) W. Hume-Rothery, “The structures of Alloys of Iron”; An Elementary Introduction, Pergamon Press, (1966), 邦訳: 平野賢一訳, “鉄鋼物性工学入門”, 共立出版, (1970), 285.
- 5) 佐藤, “高温加工した α 黄銅線の再結晶について”, 金属学会誌, Vol. 25 (1961), No. 6, 385~389.
- 6) 例えば, M.J. Luton, C.M. Cellars, “Dynamic Recrystallization in Nickel and Nickel-Iron Alloys During High Temperature Deformation”, Acta Met., Vol. 17 (1969), No. 8, 1033~1043.
- 7) 例えば, H.C. Chang, N.J. Grant, “Observation of Creep of the Grain Boundary in High Purity Aluminium” Trans. AIME, Vol. 192 (1952), No. 6, 619~525.
- 8) 小川, 田中, “銀の熱間圧縮中における高温顕微鏡観察”, 金属学会誌, Vol. 32 (1968), No. 10, 988~993.
- 9) 小川, “銀の高温圧縮中における粒界移動”, 金属学会誌, Vol. 34 (1970), No. 12, 1177~1184.
- 10) P.A. Beck, P.R. Sperry, “Strain Induced Grain Boundary Migration in High Purity Aluminium” Vol. 21 (1950), No. 2, 150~152.
- 11) J. Gerald Byrne, “Recovery Recrystallization and Grain Growth”, Macmillan, 1965, 邦訳: 小原嗣朗訳, “回復および再結晶”, 丸善, 1968, 83.