



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	軟鋼の機械的性質におよぼす回復および再結晶過程の影響
Author(s)	高橋, 平七郎; Takahashi, Heishichiro; 上塚, 寛 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 75, 193-202
Issue Date	1975-07-26
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/41281
Type	departmental bulletin paper
File Information	75_193-202.pdf



軟鋼の機械的性質におよぼす回復および 再結晶過程の影響

高橋 平七郎* 上塚 寛* 竹山 太郎*

(昭和49年8月1日受理)

The Effect of the Recovery and Recrystallization Processes on the Mechanical Properties of a Mild Steel

Heishichiro TAKAHASHI, Hiroshi UETSUKA and Taro TAKEYAMA

(Received August 1, 1974)

Abstract

The effect of recovery and recrystallization on the mechanical properties of a mild steel were investigated after rolling from 10 to 40% reduction in thickness and annealing in a temperature range between 200 to 800°C.

After annealing below 500°C, both the yield and the ultimate tensile stresses became higher, and the elongation decreased with increasing reduction in thickness. Also, with the rise in annealing temperature above 200°C, the strength decreased gradually and the elongation became larger. Dislocation structures observed after annealing in such a temperature range still showed well-developed cell structures, but were not rearranged into stable low-angle polygonization boundaries, i.e., subboundaries.

When the annealing temperature exceeded 500°C, the yield stress and the ultimate tensile stress of the materials after 30-40% rolling rapidly decreased, and in contrast the elongation became very large. While, in material after 10% rolling a relatively larger elongation was obtained without a great decrement of strength even after annealing at elevated temperatures.

From an observation of the corresponding dislocation structures, it was clarified that the change of the mechanical properties of heavily deformed materials contributed to the occurrence of recrystallized grains, and on the other hand high strength and large elongation after annealing above 500°C of the weakly deformed materials took place by the stable subgrain formation.

1. 緒 言

金属材料の加工においていかに金属特有の靱性を失うことなしに金属材料の強度を向上させることが可能であるかは重要な課題であり、今日なお多くの未解決な問題が残されている。

金属材料は一般に再結晶した多結晶集合体であるためその強度はとくに結晶粒界機構^{1,2,3)}と強く関係していることが明らかであり、結晶粒の調整が材料強度を相当に改善⁴⁾することが知られてきている。

一般に結晶粒度は合金元素の添加⁵⁾や圧延率、再結晶温度および焼鈍時間などの熱処理^{6,7)}によ

* 脚注金属化学研究施設金属物理部門 *Metals Research Institute*

って、ある程度まで微細化できるが、数ミクロン程度の非常に微細な再結晶粒を得ることは極めて困難である。

しかし、加工材を再結晶温度以下で焼鈍することによって再結晶粒に類似した効果を有する亜結晶粒^{8,9)}を得ることができる。この亜結晶粒は調整条件によって数ミクロン以下にできる。それ故、このような微細結晶粒は機械的性質改善にどの程度寄与し、また、いかなる機構の作用のもとになされるかを明らかにすることは強化機構を理解するためにも意義深いと考えられる。しかしながら巨視的な機械的性質と微視的な内部組織との関係についてはいまだ十分に研究されていない。

本研究ではこれら亜結晶粒の機械的性質におよぼす効果を回復現象との関係で明らかにするための基礎的知見を得ることを目的とした。

2. 実験方法

研究試料として炭素を 0.025 wt % 含有する極軟鋼を使用した。その主たる化学組成を **Table 1** に示す。試料調整において、加工で生じた素地の回復効果を詳細に調べるため、最初の結晶粒界の影響をできるだけ少なくする目的から比較的大きい結晶粒からなる試料を作成した。その平均結晶粒径は 150 ミクロンである。この試料を最終的に試料厚さが 0.5 mm になるように 10%、20%、30% および 40% の加工率で冷間圧延した。この圧延板を幅 4 mm、ゲージ長さ 20 mm の寸法の引張試験片を作製するため放電加工法によって切断した。続いて石英管に真空封入して 200~800°C の間の温度で 1 時間焼鈍した。引張試験はインストロン型引張試験機を用い 0.5 mm/min の速度で変形した。

Table 1 Chemical compositions of specimen (wt%)

C	N	O	Si	Mn	P	S	H	Cr
0,025	0.0015	0.006	0.001	0.001	0.002	0.004	0.0001	0.001

引張変形以前の前加工試料の回復組織を調べるために 650 KV の超高压電子顕微鏡による透過組織観察を行い、さらにマクロ的な転位分布を調べるためエッチピット法¹⁰⁾による転位の表面分布組織を光学顕微鏡で観察した。

3. 実験結果

1. 回復過程での機械的性質の変化

圧延後 200°C から 800°C までの各温度で 1 時間焼鈍したときのビッカース硬度測定結果を **Fig. 1** に示す。未加工すなわち再結晶状態における硬度は 72 であったが、10%冷間圧延直後で 120、さらに 40%圧延状態では 165 と圧延率が高いほど非常に硬くなる。しかし、圧延後の焼鈍において温度の上昇とともに各圧延試料はしだいに軟化してくる。30~40%圧延材は 500°C 以上でとくに軟化が著しくなっている。焼鈍温度がさらに高くなり約 650°C 以上では 30~40%圧延材の方が 10~20%低延材よりも低い硬度となっている。これは後に示すごとく試料の一部が再結晶したためと思われる。

次に 10%冷延後、各温度で 1 時間焼鈍した後、引張変形の結果から得られたおもなる機械的性質の変化を **Fig. 2** に示す。

硬度の変化と同様に圧延直後は高い降伏強度を示す。200°C~300°C で一度、圧延状態よりも

高くなる。これは加工で導入された転位が炭素や窒素原子の Cottrell 雰囲気形成によって可動転位から固着された状態になるいわゆる、ひずみ時効¹²⁾に起因するものと思われる。さらに焼鈍温度が上昇すると降伏強度や抗張力は徐々に低下し始める。500~700°Cでも抗張力は約25 kg/mm²もあり未加工材の約23 kg/mm²よりも幾分高い。同様なことは降伏強度でも観察され高温焼鈍まで一般に未加工材よりも高い強度である。一方、伸びに関しては強度とは逆に焼鈍温度の上昇とともに増大し、500°C以上でとくに高い伸び率となっている。このように10%圧延後の焼鈍ではとくに600~700°Cになると伸びの回復が大きく、また強度の大きな低下なく、機械的性質は改善されている。

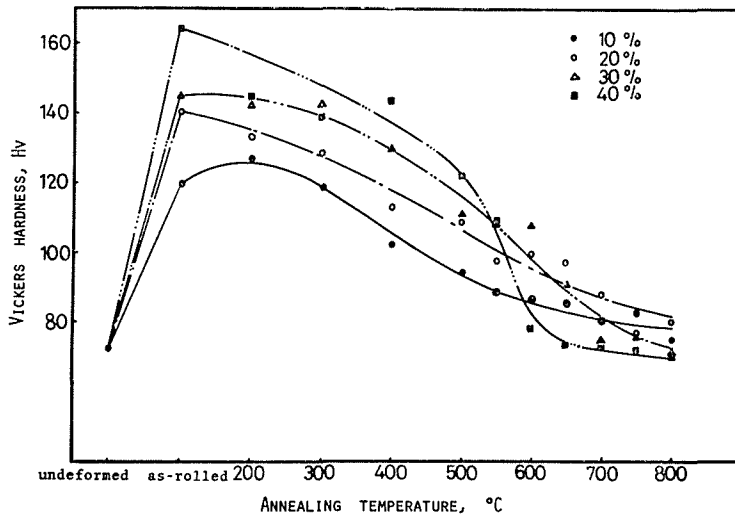


Fig. 1 Change in vickers hardness as a function of annealing temperature for specimens rolled to different reductions in thickness

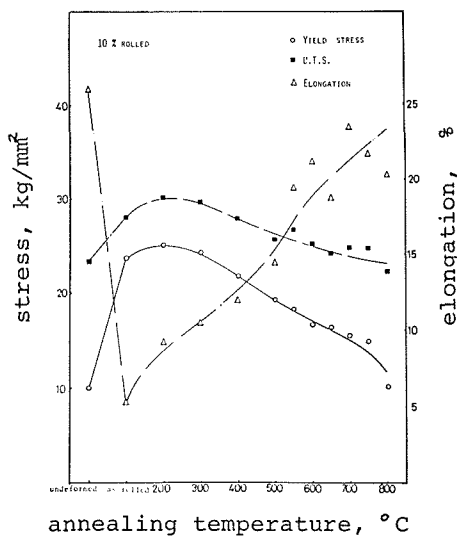


Fig. 2 Change in mechanical properties as a function of annealing temperature for the 10% rolled specimen

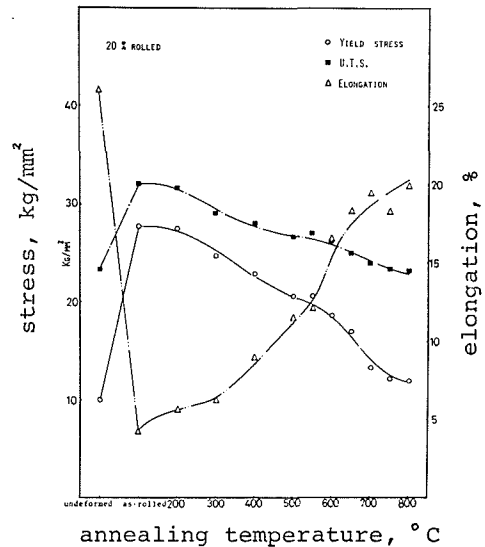


Fig. 3 Change in mechanical properties as a function of annealing temperature for the 20% rolled specimen

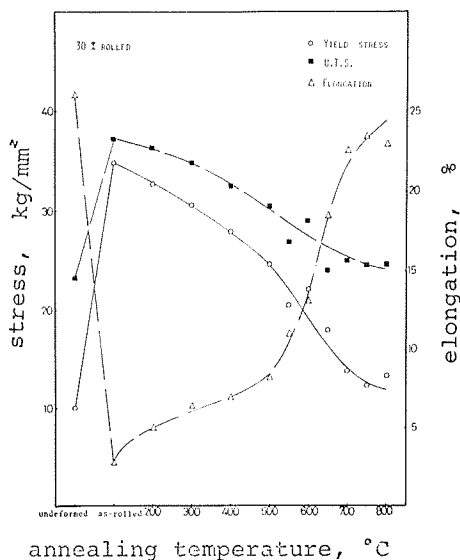


Fig. 4 Change in mechanical properties as a function of annealing temperature for the 30% rolled specimen

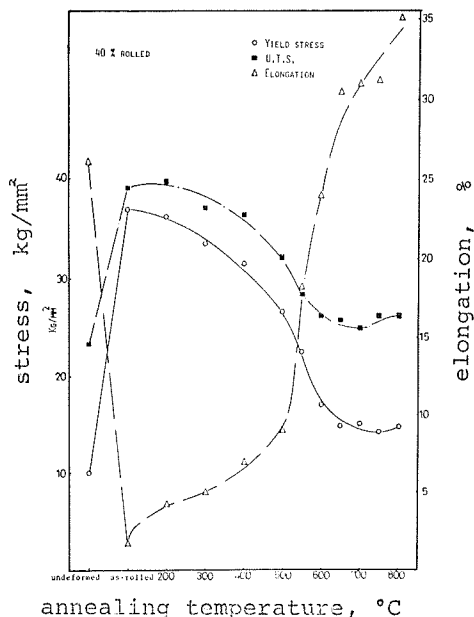


Fig. 5 Change in mechanical properties as a function of annealing temperature for the 40% rolled specimen

加工率（圧延率）20%のときの引張強度変化を Fig. 3 に示す。ほぼ10%圧延材と同じような機械的性質の変化を示すが、700~800°Cで抗張力は大きく低下している。伸びは600°C以上で急に増大しているが、800°Cでも20%程度で未加工材の8割程度の回復である。

さらに圧延率を高くし30%圧延したときの例が Fig. 4 である。圧延状態での強度も、降伏強度で38 kg/mm²、抗張力で約35 kg/mm²と非常に高く、それに反し、伸びは2~3%とほとんど塑性伸びがない。200°C以上の温度の焼鈍によって次第に強度は低下し始め、500°C以上から急にその低下は大きくなっている。一方、伸びは400°C附近までは緩やかに回復しているが500°Cを越えると強度とは逆に急に増大する。700~800°Cで23%前後にまで回復している。

圧延率を40%と強圧延したときの機械的性質の回復挙動を Fig. 5 に示す。圧延後の強度は38~40 kg/mm² 近くになり、伸びは1~2%とほとんどなくなる。その後の焼鈍による強度や伸びの回復は30%圧延材と類似している。400°C以上で急な強度の低下がみられ、600°C以上では降伏強度、抗張力ともにほぼ一定になる。伸びも500°C以上から急速に大きくなり800°C焼鈍後は約35%にも達し、未加工材のそれよりも高い値を示す。この変化は後に示す組織観察からも明らかのように部分的再結晶化に原因すると考えられる。

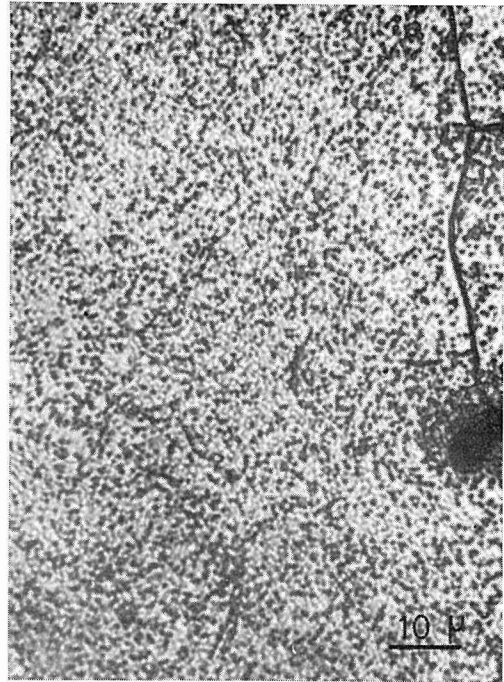
2. 組織観察

Photo 1 (a) は10%冷間圧延後の透過電子顕微鏡組織である。転位は顕著にタングルし局部的にセル構造を呈している。これと同一試料の表面のエッチピット組織を Photo 1 (b) に示す。このエッチピットは転位の表面ピットに対応¹³⁾していると考えられるが、その分布はほぼ均一な状態である。これら内部の転位組織は焼鈍温度の上昇とともにタングルした部分を中心にほぐれた状態になっていき、同時に転位密度も減少する。こうした回復過程の進行にともない転位の再配列が行われる。

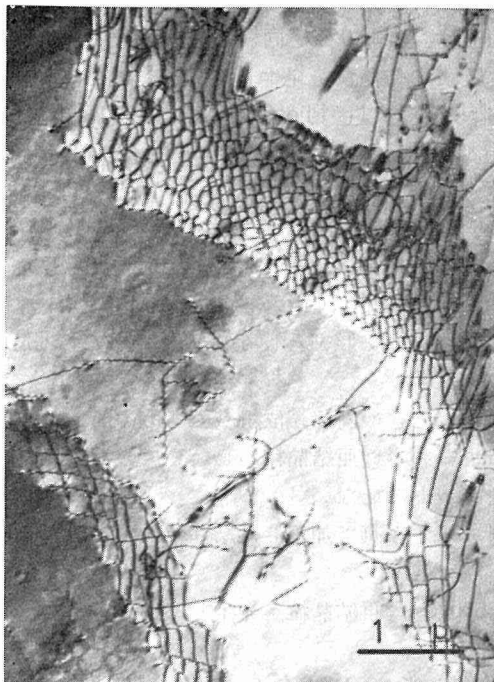
焼鈍温度を800°Cにし、1時間保持したときの組織を Photo 1 (c) に示す。2~3ミクロン程



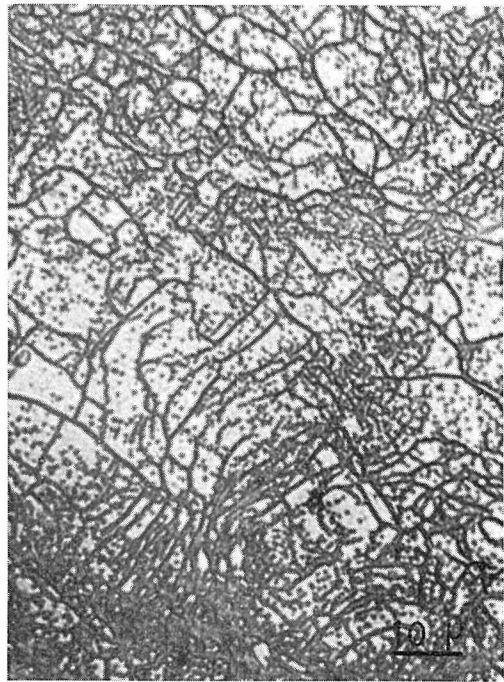
(a)



(b)



(c)



(d)

Photo 1 Transmission electron micrographs and optical micrographs of etched structures. (a) and (b); structures after 10% rolling, and (c) and (d); structures annealed at 800°C for 1 hr

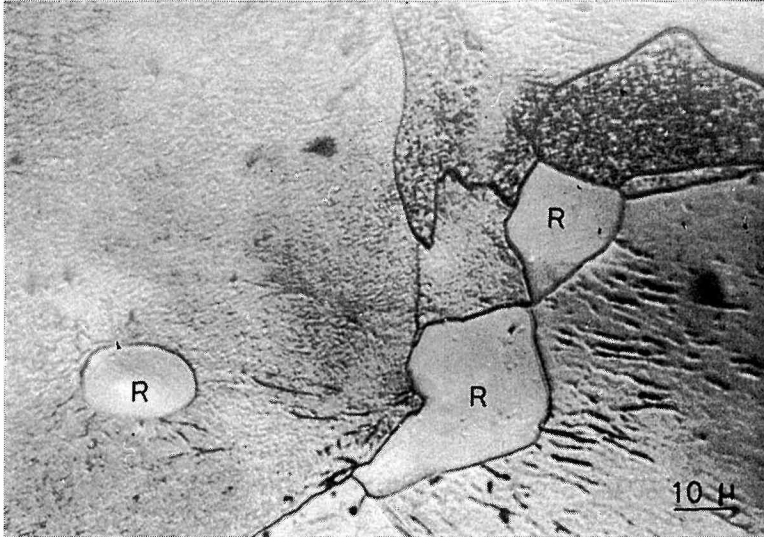


Photo 2 Optical micrograph of etched structure of the specimen annealed at 600°C for 1 hr after 20% rolling

度の亜結晶粒が形成されている。この亜結晶粒の粒界は安定な転位配列である転位網の形成を示している。しかし、このような高温でもこの10%圧延材には再結晶粒を観察することはできず亜結晶粒だけの組織である。このことは **Photo 1 (d)** のエッチピット組織からも明らかである。すなわち、試料全面にわたって数ミクロンの亜結晶粒の集合体が観察されるが再結晶粒の発生は全く認められない。20%圧延後の焼鈍による回復組織もほぼ10%と同様な転位分布を示すが **Photo 2** に示すごとく局部的ではあるけれど 600°C で再結晶粒が発生している。

さらに強圧延したときの組織写真を **Photo 3 (a~d)** に示す。Photo 3 (a) は30%圧延後の電顕組織である。10%圧延材よりも非常に発達したセル構造を形成している。そのセルの寸法としてのセル境界間の間隔は約1ミクロン程であり非常に狭くなっている。

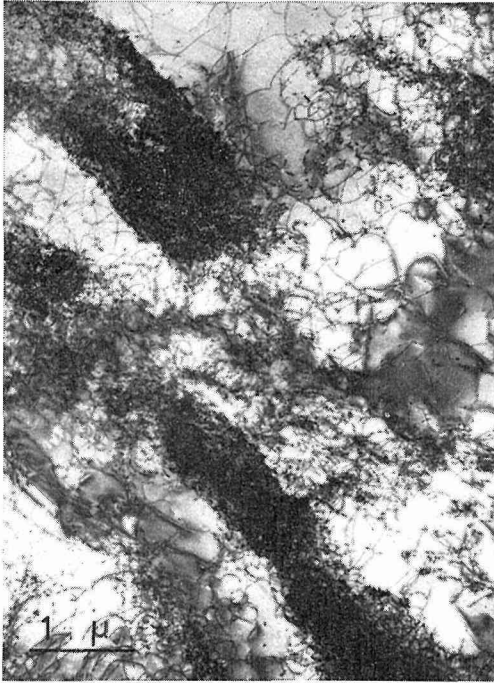
Photo 3 (b) は同一試料のエッチピット写真である。試料全面にエッチピットが均一に多数形成されている。しかし、内部組織にみられるような加工で生じたセル構造に対応するピット組織は観察されない。加工状態だけで転位ピットが鮮明に現われない理由として、この状態では新しく加工によって導入された転位の炭素や窒素による溶質雰囲気形成としてのデコレーションが不十分なためと思われる。

Photo 3 (c) は30%圧延後 500°C で1時間焼鈍したときの内部転位組織である。部分的に再結晶粒 (**R**) の発生が観察される。またその粒の周囲は小さい亜結晶粒からなっているけれど亜結晶粒界は転位網をともなう転位の十分な再配列を形成していない。

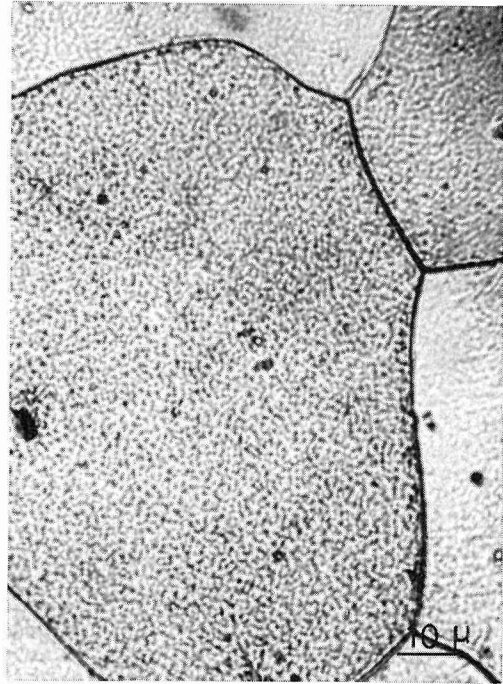
Photo 3 (d) は Photo 3 (c) と同一試料のエッチピット写真で加工した結晶粒の中に新しい再結晶粒の発生が認められる。

このように30%の圧延では局部的ではあるが約 500°C で再結晶粒が発生している。しかし、その再結晶化の割合は非常に少ない。

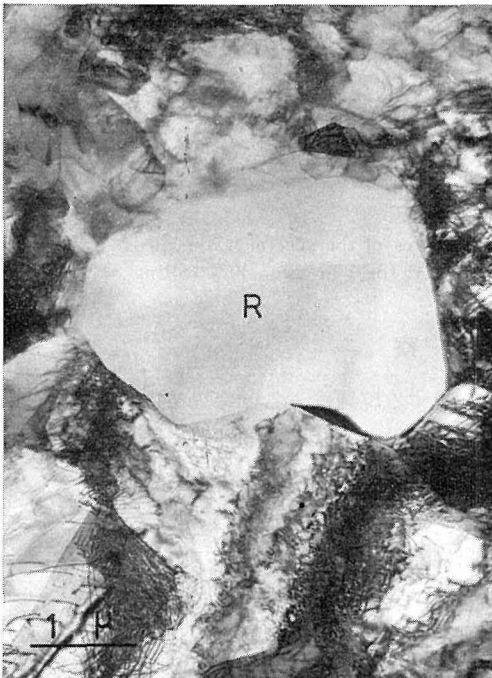
40%の強圧延後焼鈍処理でも30%と同様な焼鈍過程を伴う。**Photo 4 (a), (b)** は、それぞれ 500°C, 600°C で1時間焼鈍したときのエッチピット写真である。500°C で再結晶粒が観察され 600°C では再結晶粒は非常に多くなり20%圧延材の同一処理よりも明らかに再結晶化が進んでいる。



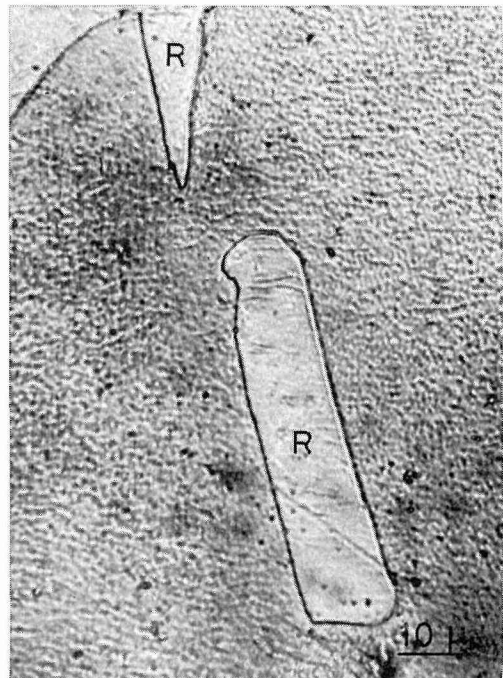
(a)



(b)

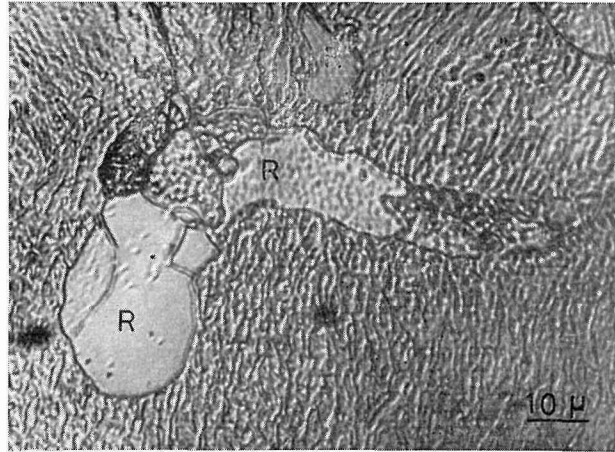


(c)

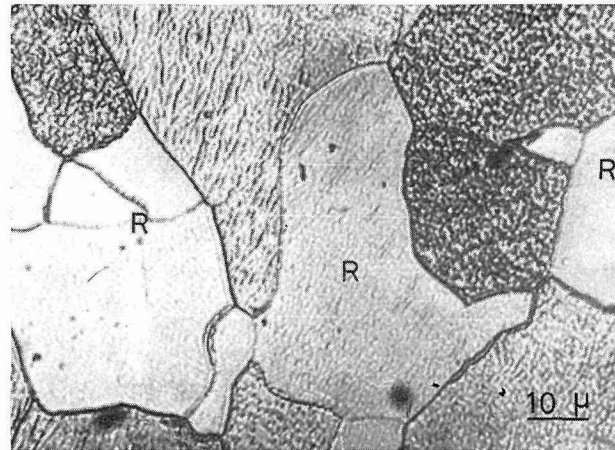


(d)

Photo 3 Transmission electron micrographs and optical micrographs of etched structure. (a) and (b); structures after 30% rolling, and (c) and (d); structures annealed at 500°C for 1 hr



(a)



(b)

Photo 4 Optical micrographs of etched structures of the specimen annealed at (a) 500°C for 1 hr, and at (b) 600°C for 1 hr after 40% rolling

4. 考 察

機械的性質としての降伏強度、抗張力および伸びに対する焼鈍による回復効果は圧延率によって異った挙動を示すことが実験結果から明らかになった。代表的な機械的性質である伸びおよび降伏強度に対する圧延率の影響をまとめて **Fig. 6** および **Fig 7** に示す。

降伏強度の焼鈍過程における変化は **Fig. 6** から明らかなごとく、500°C までの回復過程で圧延率の高いほど高い降伏強度を示し、焼鈍温度の上昇とともに強度は徐々に低下する。この高圧延率での高い強度は高加工率のため多数の転位の導入によってタングルからさらに進んだセル構造¹⁴⁾の形成によるものと思われる。そして、この加工で生じた転位は焼鈍中の再配列によって亜結晶粒を形成するが、その粒界はセル境界の形を保ちつつ再配列¹⁵⁾する転位網から¹⁶⁾なる。それ故、最初の加工状態で微細なセル構造をつくることによって亜結晶粒も細くなる。その粒の大きさが細かいほど強度は高くなるから^{17,18)}、強度改善だけを考慮すれば加工率を高くした方がより有効となる。しかし、**Fig. 7** にもみられるようにこれら強度の変化とは逆に、高い加工率

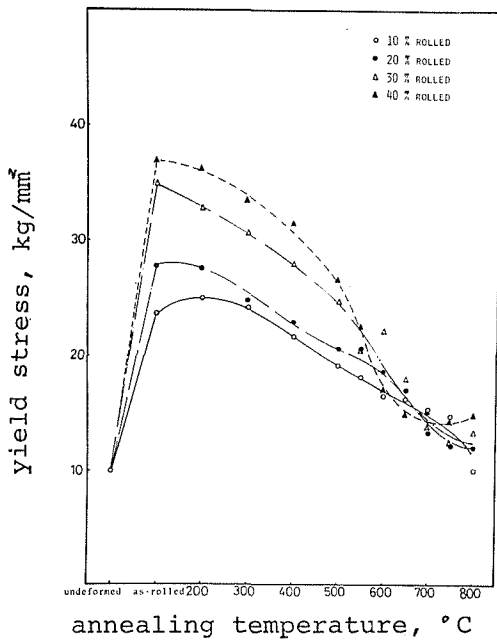


Fig. 6 Change in yield stress as a function of annealing temperature for specimens rolled to different reduction

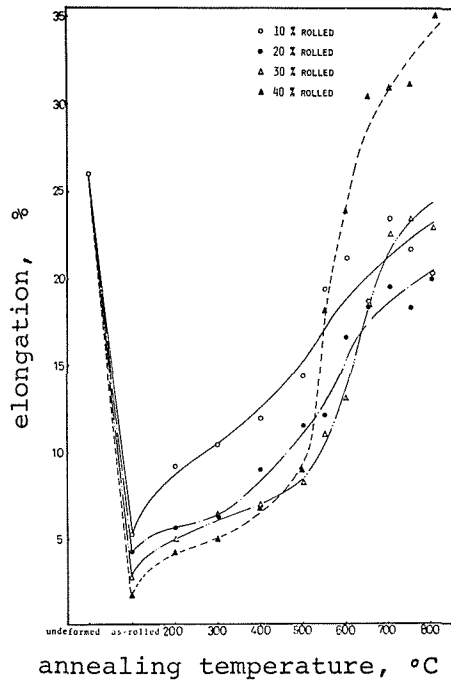


Fig. 7 Change in elongation as a function of annealing temperature for specimens rolled to different reduction

ほど 500°C までの温延で焼鈍したときの伸びは非常に小さい。

このことは靱性の面からは好ましくないことを示している。

一方、500°C 以上の焼鈍過程を比較してみると、30~40%圧延材の降伏強度の低下が著しくなっている。20%圧延材においても 600°C 以上で急に強度は低下している。しかし10%のときは余り大きい変化は認められない。

これに対し伸びは40%のときに500°C 以上で急速に増大し、20、30%圧延でも40%ほどではないが500°C を越えると大きな伸びを示す。この500°C 以上の温度では組織観察からも明らかのように加工材の再結晶が開始する。そして加工率が高いと比較的低温度(約500°C)で再結晶を開始する。しかし、この場合、未再結晶領域での加工組織は完全に安定な亜結晶粒を形成していない。また、さらに温度が高くなると再結晶化は加工率の高いほど早いようである。そのため伸びはとくに大きくなるものと思われる。

以上のような点を考慮すると、伸びはとくに再結晶粒の発生と深く関連がある。しかし、再結晶粒だけによる機械的性質改善には結晶粒の調整に問題があり、とくに微細化には限度がある。それ故、亜結晶粒の形成によって機械的性質の向上を図ることが重要であり、こうした意味で再結晶化の生じない状態が望ましい。さらに亜結晶粒と再結晶粒の混在は実際の材料の2次加工などの用途において材質の均一性の点に問題があり、余り好ましくない。このように加工率を高めると比較的低温度で再結晶を生じ、その発生を抑制しようとする十分な亜結晶へ回復できず加工組織が残り、伸びがないことになる。それ故、必要以上の加工を与えることは良好でない。

10%圧延材では他の高圧延率のときよりも強度は幾分低いが高温(600°C 以上)でも相当な高い値を有し、また伸びも20、30%圧延材よりもむしろ大きい。さらに内部組織は再結晶は全くみ

られず、例え 800°C でも亜結晶粒からだけで構成されている。このような内部組織と引張変形強度からだけの結果から推して、材質の均一化を含む靱性面の改良のための亜結晶化のための圧延率は10%前後が一つの適当な条件を備えているといえよう。

さらに強度を改善向上させる場合にはこうした低加工率の条件のもとで加工と回復処理を繰り返すことによって亜結晶は一層微細化し、大きな伸びの減少を生ずることなしに、強度が高められるものと思われる。

5. ま と め

以上本研究結果をまとめると次のようになる。

1) 引張変形前に圧延加工を加えて回復焼鈍した場合、500°C までは前加工率が高いほど降伏強度、抗張力とも大きい。しかし、逆に伸びは減少する。このときの組織は高転位密度からなるセル構造を呈しているが転位再配列による回復は不十分である。

2) 焼鈍温度が 500°C 以上になると強圧延材の強度低下は大きく、それ反し伸びは回復し増大してくる。こうした挙動はこの温度での再結晶の開始と関係している。

3) 加工率が約10%と低い場合、600°C 以上でも再結晶の発生は認められず、安定な亜結晶粒だけの組織である。機械的性質も高温度で高い強度と比較的大きい伸びを維持している。

最後に本研究の実施にあたり費用の一部は昭和48年度北海道科学研究補助金によることを付記する。

参 考 文 献

- 1) Hall, E. O.: Proc. Phys. Soc., B 64 (1951), p. 747.
- 2) Petch, N. J.: J. I. S. I., 174 (1953), p. 25.
- 3) Armstrong, R. W.: Met. Trans., 1 (1970), p. 1169.
- 4) Miller, R. L.: Met. Trans., 3 (1972), p. 905.
- 5) Irvine, K. J.: J. I. S. I. 207 (1969), p. 837.
- 6) Grange, R. A.: Trans. ASM, : 59 (1966), p. 26.
- 7) 金属熱処理技術便覧編集委員会: 金属熱処理技術便覧, (昭40), p. 133, 日刊工業新聞社.
- 8) Worrington, D. H.: J. I. S. I., 201 (1963), p. 603.
- 9) Abson, D. J., and Jonas, J. J.: Met. Sct. J., 4 (1970), p. 24.
- 10) Fry, A.: Stahl und Eisen, 41 (1921), p. 1093.
- 11) Cottrell, A. M., and Bilby, B. A.: Proc. Phys. Soc., 62 A (1949), p. 49.
- 12) Baird, J. D.: Iron and Steel, 36 (1963), p. 186.
- 13) Hahn, G. T., and Sapey, D.: Trans. ASM, 59 (1966), p. 16.
- 14) 幸田成康: 金属物理学序論 (昭39), p. 275, コロナ社.
- 15) Himmel, L.: Recovery and Recrystallization of Metals, (1962), p. 269, JOHNS WILEY and SONS, New York. London.
- 16) 竹山太郎, 高橋平七郎: 北大工学部研究報告, No. 48, (1968), p. 187.
- 17) Young, C. M., and Sherby, O. D.: J. I. S. I., 211 (1973), p. 640.
- 18) Embury, J. D., Keh, A. S., and Fisher, R. M.: Trans. AIME, 236 (1966), p. 1252.