

加工材の組織形成と熱処理

千星 聡

はじめに

我々の身近にある金属製品の多くは、溶解・鑄造法で「素材（鑄塊）」を作製した後、各種の塑性加工法により厚板、薄板、管、棒、線など様々な形状の「素形材」に一次加工される。さらに、素形材はより複雑な形状に二次加工し、必要に応じて熱処理工程や仕上げ工程を経て「製品」となる。

この素材-素形材-製品間の成形工程では、単に金属材料を使用に適した形状にしているだけではない。塑性変形や熱処理を介して金属材料の組織をコントロールし、製品の諸特性を向上させることも図られている。よって、製品に狙い通りの特性を付与するためには塑性加工や熱処理中に起こる組織変化をよく理解し、それと特性との関連を把握することは極めて重要である。本稿では、塑性加工および熱処理の工程で金属材料中にみられる組織的現象を概説する。加えて、塑性加工と熱処理を利用した関連技術をいくつか例示し、理解を深めていきたい。

加工組織

塑性変形と加工組織

金属材料を塑性変形させるためには、大きな力を加えなければならない。例えば、金属試料を引張試験に供した場合を考える。図1には金属材料の典型的な応力-ひずみ線図を示す。一般的な金属材料では、応力を付加していくと初期では弾性変形（応力を除荷すると元の形状に戻る変形）し、応力が降伏点以上になると塑性変形（応力を除荷後も塑性ひずみが残る変形）を生じる。塑性ひず

みの増加とともに変形応力は増加する。これが加工硬化（work-hardening）と呼ばれる現象である。

金属材料の加工は金属の塑性変形能を利用して行われる。では、金属材料が塑性変形したとき金属材料内では何が起きているのだろうか。金属材料が塑性変形に要したエネルギー（仕事＝荷重×変位）の一部は熱となって散逸するが、残りはひずみエネルギーとして金属組織に痕跡を残す。つまり、ミクロ的には図2に示すように結晶粒内に

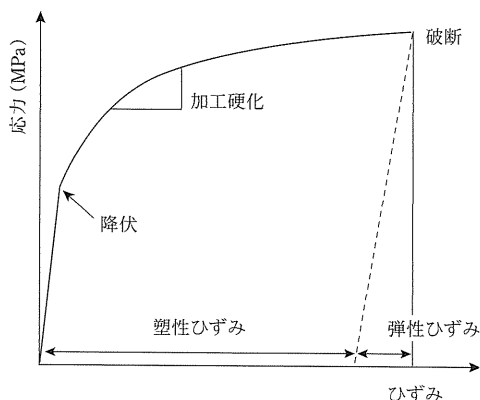


図1 金属材料の応力-ひずみ線図（模式図）。

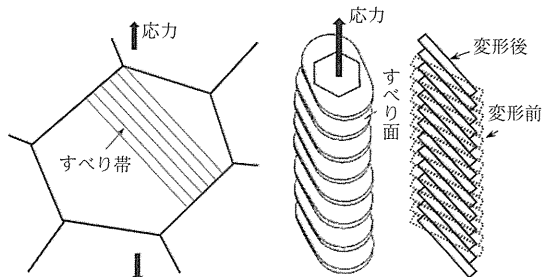


図2 引張変形を受けた金属材料中の結晶粒におけるすべり帯の模式図。特定のすべり系で金属結晶がすべて回転することにより変形が進行する。

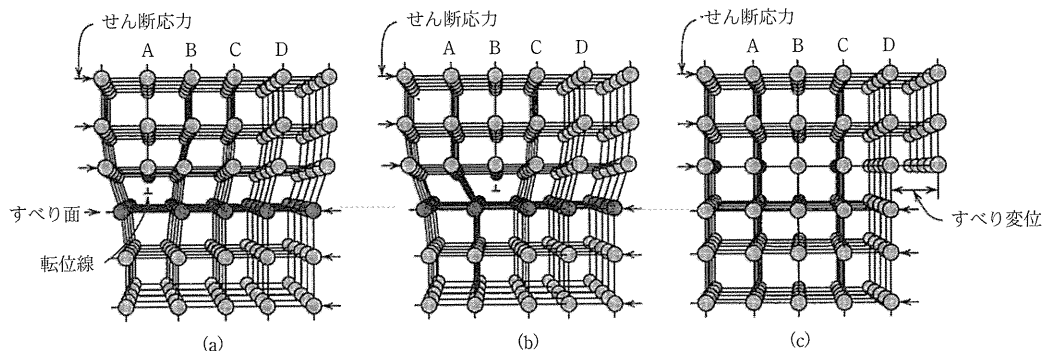


図3 転位の運動にともなう結晶原子配列の変化¹⁾。(a) 余分な格子半面 A (その底の線状の欠陥が(刃状)転位に相当)。(b) A は格子面 B の下の部分と連結し、転位線は格子間隔分だけ右に移動。これにより格子半面 B が余分になる。(c) 順次に結晶半面がずれることにより、1 格子間隔分のすべり変位ができる。

すべり帯が観察される。これは、原子オーダーでの格子欠陥の導入によってもたらされる。つまり、金属結晶が応力を受けたときは、その結晶構造に依存した特定の結晶面と結晶方向(通常、結晶格子の最密面、最密方向)に沿ってずれが起こる(図2, 図3)。このずれによる変形をすべり変形(slip deformation)という。このすべり変形は結晶面全体にわたって一斉に起こるのではなく、転位(dislocation)という線状の格子欠陥が図3のように活動することによって順々に進行する。塑性変形によって導入されるひずみエネルギーは、転位の増殖の他にも原子空孔や積層欠陥(双晶)など多数の格子欠陥の生成に消費されたり、残留応力となったりして材料内部に蓄積される。

金属材料で塑性変形を起こす機構^{*1}のうち最も一般的なのはすべり変形である。よって、塑性変形にともない結晶粒内ですべり変形が進むと、結晶粒内に転位密度が増加していくことは理解しやすい。具体的には次のように転位が増殖する。

- (i) 完全焼鈍し材もしくは低ひずみ材(塑性ひずみ1%未満)では、転位は比較的均質に分布している(図4(a))。転位のまわりにはひずみ場があるため、転位同士はお互いに相互作用を及ぼし合

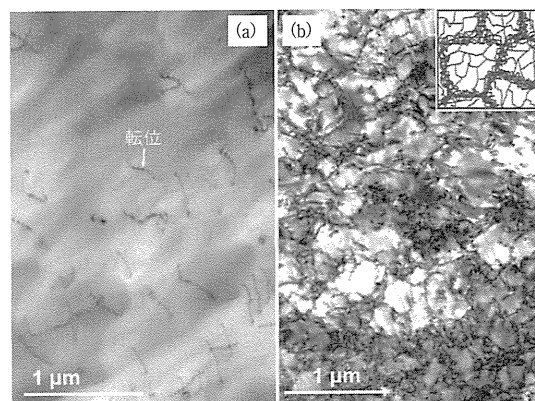


図4 Al-2 wt.% Li 合金結晶粒内の透過型電子顕微鏡像。(a) 完全焼鈍し材、(b) 10%冷間圧延材。(b) 左上はセル組織の模式図。黒線一本一本が転位を表す。

う。したがって、蓄積された転位はできるだけ全体のエネルギーが低くなるように配置しようとする。

- (ii) 転位密度が多くなると転位は互いに絡み合い、塑性ひずみが3%程度になるとセル組織が形成される(図4(b))。セル組織は、壁状に転位が絡み合った部分(セル壁)と転位密度の低い部分(セル内)からなる。これは、転位ができるだけ低いエネルギー形態をとろうとした結果である。
- (iii) 変形ひずみ量とともにセル組織サイズは減少していく。セル壁の転位密度が増加するため境界がシャープになり、セル組織間の結晶方位差がみられるようになる。セル壁で分割された組

*1 金属材料で塑性変形を起こす機構には、すべり変形の他に、双晶変形やマルテンサイト変態、高温だとクリープ変形など他の様式がある。

表 1 体心立方金属および面心立方金属の典型的な変形集合組織 (最終安定方位)⁴⁾*

変形モード	線引, 引張, スエーピング	圧縮	ねじり	圧延
(表示優先方位)	〈伸張軸〉	〈圧縮軸〉	〈せん断方向〉 { せん断面 }	{ 圧延面 } 〈圧延方向〉
体心立方金属	〈011〉	〈111〉 + 〈001〉	〈011〉 { 011 } 〈211〉	{ 001 } 〈110〉 { 112 } 〈110〉 { 111 } 〈112〉
面心立方金属	〈111〉 + 〈001〉	〈011〉		{ 110 } 〈001〉 { 110 } 〈112〉 { 112 } 〈111〉

* 板材でも線材でも, 変形集合組織は試料の内部と中央層で多少異なる. また, 加工度や加工温度によっても異なる. ここでは, 室温近くで十分強加工した材料における中心層の典型的な集合組織を記載している.

織をサブグレイン (亜結晶粒) という. セル間の結晶方位差は数度である.

(iv) さらに塑性変形を続けて大きな塑性ひずみ (相当ひずみ量が 4.0 (圧延なら減面率で 97%) 以上) を与えた強ひずみ加工材では, サブグレインが発達して粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒組織が得られる²⁾³⁾. 本手法は, 高強度かつ高靱性の構造用金属材料を作製する新しい手法として盛んに研究が行われている.

転位が増殖すると転位同士が互いに相互作用し合い, 転位の移動を妨げる. このため, すべり変形するための抵抗力が大きくなり, 加工硬化を招く. 加工硬化量は転位密度が増加するほど増加する^{*2)}. 一方, 塑性変形が進むと, それ以上変形できる余地が少なくなるため延性が乏しくなる.

変形集合組織

引張試験では塑性変形が進むと金属結晶に転位などの格子欠陥が導入されるだけでなく, 図 2 右のように変形前後で結晶が回転して引張方向にすべり方向が向いてくる. このように, 強く塑性変形した多結晶は, それぞれの結晶方位の分布はランダムではなく, ある傾向をもつようになる. 優先方位をもつ組織を一般に集合組織 (texture)

とよび, 塑性変形によって形成された集合組織を変形集合組織 (deformation texture) あるいは加工集合組織と呼ぶ. 表 1 に代表的な金属材料の各種変形モードによる変形集合組織を示す. これに示されるように, 同じ結晶構造をもつ金属でも圧縮, 引抜き, ねじれなど加工法によって変形モードが異なるため集合組織は異なる. 実際にどのような配向性 (どの優先方位を向いているか) や集積度 (どれくらい優先方向に集積しているか) を示す変形集合組織となるかは, 材料因子 (結晶構造, 積層欠陥エネルギー) や加工因子 (加工度, 加工温度など) によって少なからず影響するため.

加工材の焼鈍し

回復, 再結晶, 粒成長

前述したように, 塑性加工された金属材料は格子欠陥を多量に含んでいるためエネルギーが高い状態にある. つまり, 熱力学的に不安定な状態にある. よって, この状態の金属材料を加熱すると, 次第に原子の動きが活発となり, 拡散が起きて, 空孔の消滅や転位の再配列, 消滅など微視的な変化が起こる. この現象を回復 (recovery) という. さらに温度を高めていくと, ある温度を境に高ひずみ場などエネルギーの高い所で新たな結晶粒が核生成する (図 5). この現象を再結晶 (recrystallization) とよぶ. 再結晶粒は転位など格子欠陥が少ないのが特徴である. 加熱温度が高くなると再結晶粒の生成・成長が促進されて, 加工

*2 材料を変形させるのに必要なせん断応力 τ と転位密度 ρ との間には次の Bailey-Hirsch の関係がある.

$$\tau \propto \sqrt{\rho}$$

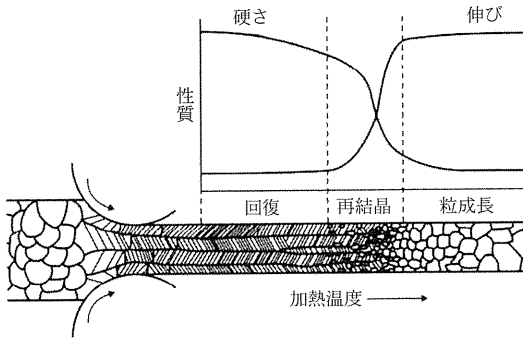


図5 圧延加工した金属材料の焼戻し処理における組織と特性(硬さと伸び)の関係⁵⁾。

組織と置き換わっていく。さらに高温で熱処理すると、急激な粒成長(異常粒成長)が起こる場合がある。これを二次再結晶と称する。

回復や再結晶が起こると特性はどのように変わるのか。図5には圧延ロールによって結晶粒にひずみが導入された板材を熱処理したときの加熱温度による組織変化と材料の性質(硬さと延性(破断伸び))の関係を定性的に示している。一般に、塑性変形により加工硬化した金属材料を適度に軟化させる熱処理を焼鈍し(annealing)という。焼戻しによる軟化の過程は図5のように3段階に分けることができる。第一段階は回復と対応しており、加熱温度が低くても転位の再配列や格子欠陥の減少が起こるため、徐々に軟化が起こる。ただし、図5の模式図のように光学顕微鏡レベルの観察では組織変化はほとんど認められない。第二段階は再結晶と対応している。ここでは、転位密度の低い再結晶粒が新しく生成されるため、急激な軟化がみられる。第三段階は粒成長であり、結晶粒は隣接する結晶と併合(オストワルド成長)しながら次第に粗大化していく。このとき、諸特性は大きくは変化しない。

図6は純鉄板材で再結晶が完了したときの結晶粒の大きさに及ぼす加工度(圧延率)と焼鈍し温度の影響を立体的に示した再結晶図を示す。図6より、圧延率が同じであれば焼鈍し温度が高くなるほど結晶粒が大きくなることがわかる。また、同じ焼鈍し温度で再結晶するとき、圧延率が大き

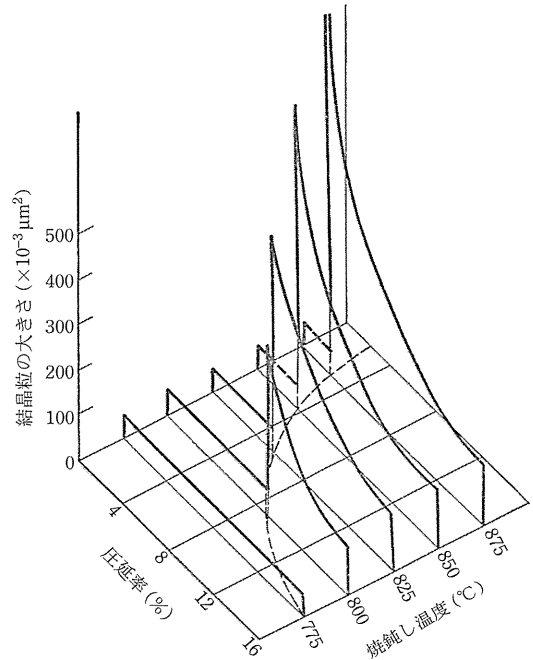


図6 純鉄の再結晶図(結晶粒サイズに及ぼす焼鈍し温度と圧延率(板厚減少率)の影響(焼鈍し時間:3h))⁶⁾。

いほど結晶粒が小さくなる。これは、圧延率が高いほど転位密度が高く、再結晶粒の生成数が多くなるためである。逆に、圧延率が数%の低加工率の板材を再結晶開始温度以上の低温度で焼鈍しすると結晶粒は著しく粗大化してしまい、機械的性質を損なうので注意したい。

図6における点線の曲線は再結晶温度を示している。図に示されるように、圧延率が高いほど再結晶温度は低くなるが、圧延率が数10%以上になるとほぼ一定の温度を示す。そのため、一般に再結晶温度といえば、十分強い加工を施した材料での再結晶温度を指す。表2には各種純金属の再結晶温度を示す。通常、金属材料の融点 T_m [K] の $1/3 \sim 1/2$ ($0.3 \sim 0.5 T_m$) が再結晶温度 T_r の目安になる。

再結晶温度は加工度だけでなく、素材の組成(溶質元素濃度)や析出物の有無によっても影響を受ける。図7には純鉄の不純物元素に対する再結晶温度の影響を示す。不純物元素の種類によっては、例えば 100 at.ppm の微量の不純物の混入でも再結晶

表2 各種純金属の再結晶温度²⁾。 T_r , T_m はそれぞれ再結晶温度と融点(絶対温度)。

金属	再結晶温度 (°C)	融点 (°C)	T_r/T_m^*
Fe	350 ~ 500	1535	0.40
Ni	530 ~ 660	1453	0.51
Al	150 ~ 200	660	0.45
Cu	200 ~ 250	1083	0.35
W	~ 1200	3410	0.40
Mo	~ 900	2620	0.41
Mg	~ 150	649	0.46
Zn	15 ~ 50	419	0.46
Sn	0 ~ 25	232	0.58
Pb	~ 0	327	0.45

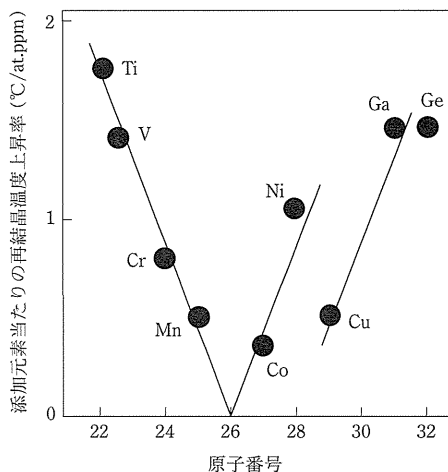


図7 鉄の再結晶温度に及ぼす合金元素の影響⁴⁾。

温度を 100°C 以上上昇させることがある。

再結晶集合組織

通常、加工を施した後で焼鈍した金属材料も集合組織をもつ。これを変形集合組織と区別して再結晶集合組織 (recrystallization texture) と称する。再結晶集合組織は、前述の回復、再結晶、二次再結晶のどの段階で処理したかによって異なる。例えば、回復段階でみられる集合組織は変形集合組織とほとんど同じである。一方、再結晶段階で得られる集合組織は変形集合組織と全く異なった配向性を示す場合が多い。ただし、その優先方位は再結晶粒が加工材のどのような場所で生成したの

か、周囲の加工組織とどのような方位関係を持ち、どのように成長していくかで異なってくる。これらは金属材料の結晶構造や合金組成、加工率や焼鈍し温度などがパラメーターであるため、再結晶集合組織を制御したいときは、これらを精査する必要がある。

熱処理による組織制御の実例

微細粒フェライト鋼板⁷⁾－結晶粒径の制御－

金属材料では結晶粒が小さくなるほど室温での強度が上昇し、同時に靱性が向上する^{*3}。そのため、鉄鋼材料のような構造用材料では結晶粒微細化は重要な組織制御となる。ここでは、フェライト (bcc α -Fe) 熱延鋼板における結晶粒微細化のための加工熱処理法 (Thermomechanical control process : TMCP) について紹介する。ここで、加工熱処理は塑性加工と熱処理を組み合わせたプロセスであり、成形加工工程の前後に実施される単純な熱処理と区別される。加工熱処理では、加工硬化と回復・再結晶、鉄鋼材料ではこれらに加えて相変態や析出現象を総合的に活用することがポイントとなる。

熱延鋼板の製造は基本的には、「連続 casting」→「鋼片の再加熱」→「加工熱処理」の工程からなる。加工熱処理の工程は図8で図示するような、いわゆる制御圧延・加速冷却プロセスがよく採用されている。すなわち、鋼板をオーステナイト (fcc γ -Fe) 域で加熱して多パスの熱間圧延^{*4}を施した後に、水冷にて急冷してからコイルに巻き取る。このプロセスの骨格となる現象は、①オーステナイトの微細粒化、②オーステナイトへの高ひずみ導入、③オーステナイトからフェライト変態を利用した

*3 結晶粒径 d と降伏強さ σ_s との間には次の Hall-Petch の式が成り立つ。

$$\sigma_s \propto \sqrt{d}$$

*4 塑性加工は、その金属材料の再結晶温度を境として冷間加工 (cold working) と熱間加工 (hot working) に分類される。再結晶温度以下の比較的高温での加工を温間加工 (warm working) ということもある。

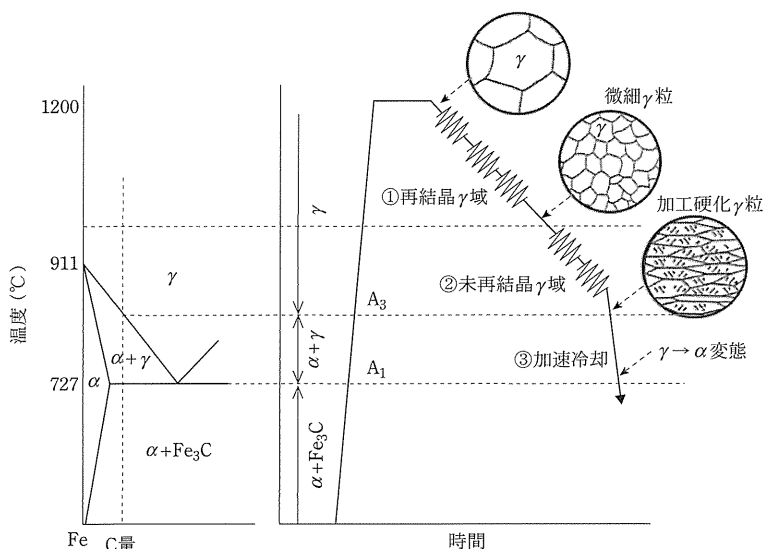


図8 左：Fe-C系部分状態図。右：低炭素鋼の加工熱処理（制御圧延・加速冷却）の3段階からなる工程図と各段階における組織。工程図中のギザギザは熱間圧延を示す。

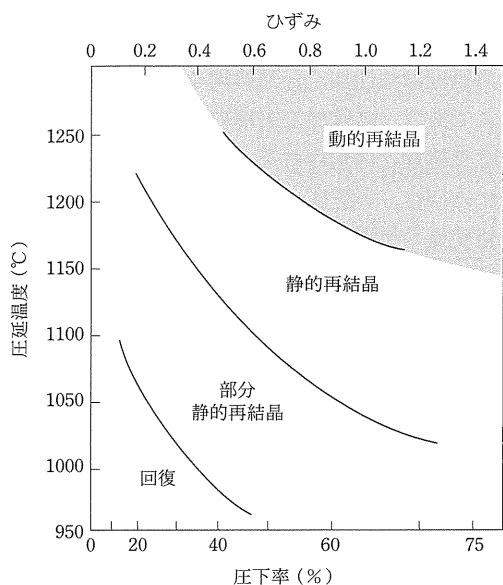


図9 熱間圧延組織に及ぼす圧延温度と1パス圧下率の影響（ひずみ速度：14/s, Fe-0.16%C-1.4%Mn-0.03%Nb）。

微細粒フェライト組織の形成である。①、②はオーステナイト→フェライト変態時の核生成サイトを多くするためであり、③は急冷により核生成のための駆動力を大きくするための工程である。

図9には低炭素鋼（Fe-0.16%C-1.4%Mn-0.03%Nb）厚板を熱間圧延したときの圧延温度、圧下率

と材料組織との関係を示している。熱間圧延では、塑性変形による加工硬化（組織的には転位の増殖）と同時に焼鈍しによる軟化（回復・再結晶）が起こる。この熱間加工の最中に起こる回復・再結晶をそれぞれ動的回復（dynamic recovery）・動的再結晶（dynamic recrystallization）と呼び、冷間加工後の焼鈍し処理による回復・再結晶と区別する。図9では、熱間圧延温度1200℃近傍では圧下率10～30%の圧延を施せば動的再結晶は起こらず、圧延後は加工硬化が残ったオーステナイト状態になることが示される。この加工硬化オーステナイトは圧延パス間の短時間で静的再結晶（前述の通常の再結晶であるが動的再結晶と区別するため静的再結晶とよぶ）を起こす。つまり、静的再結晶が終了した直後で粒成長する直前のタイミングで次の熱間圧延パスを施すことにより、オーステナイトを微細化することができる。このオーステナイトの微細化を目的で行う熱間圧延が制御圧延の段階①：再結晶オーステナイト域圧延である。

制御圧延の段階②：未再結晶オーステナイト域圧延では、熱間圧延を900～950℃で行うことにより加工硬化状態のオーステナイトを得ることが目的となる。ただし、熱間圧延ではかなり低温である950℃でも、通常の低炭素鋼では直ちに再結晶が起こるため、加工硬化状態を維持することは困

難である。よって、加工硬化オーステナイトを得るためには再結晶温度を上げる必要がある。そのために制御圧延用鋼板ではNbやTiが微量添加されている(図7)*⁵。段階③：加速冷却では、低炭素鋼においてオーステナイトからフェライトに相変態を利用してフェライトの微細粒組織を得る*⁶。この段階では、冷却速度を調整することにより、フェライト粒に加えてベイナイトやマルテンサイトなど低温変態生成物を一部生成させることにより高強度化を図っている。

以上の加工熱処理(制御圧延・加速冷却)により平均結晶粒径が5 μm 程度の微細粒組織が得られる。鋳塊時の結晶径が100 μm ～数 mm、通常の熱間圧延・熱間鍛造では結晶径が20 μm であるのと比較して、本プロセスでは微細粒化されているといえる。この結果、制御圧延鋼板では引張強さ600 MPa以上(通常の低炭素鋼板は400～500 MPa)で衝撃値も改善された低合金鋼が得られる。

方向性電磁鋼板⁴⁾－集合組織の制御－

交流電圧を変圧する変圧器(トランス)は、家電製品用や一般家庭への配電用から大電力送電用に至るまで広く利用されている。トランスは、図10に示すように鉄芯とその回りに電線(銅線)を巻いたコイルから構成されており、相互誘導作用により電圧を調整する仕組みとなっている。

トランス作動時には鉄損と銅損によってエネルギー損失が起こる。銅損とはコイルの銅導線における通電中でのジュール熱によるエネルギー損失であり、鉄損はコイル電流によって誘導される鉄芯中の渦電流による発熱(渦電流損)と鉄芯の磁化履歴による発熱(履歴損)の2つに基づくエネルギー

*⁵ NbやTiの微量添加は固溶により再結晶温度を上げる効果に加えて、オーステナイト中に炭窒化物(NbC、TiC)を微細析出させて、ピン止めによる結晶粒成長を抑制させる効果も担っている。

*⁶ 低炭素鋼のフェライトを微細化するには、再結晶を利用する方法に加えて、オーステナイトからの相変態を利用する方法が基本原理となる。

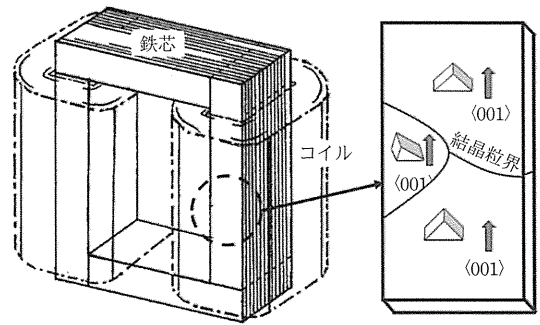


図10 左：変圧器(トランス)の構造。何枚かの鉄芯板(方向性電磁鋼板)が重ね合わせられている。右：方向性電磁鋼板の模式図。{板面}[コイル巻方向] = {110}[001]の優先方向をもつ粗大結晶粒組織となるように制御されている。

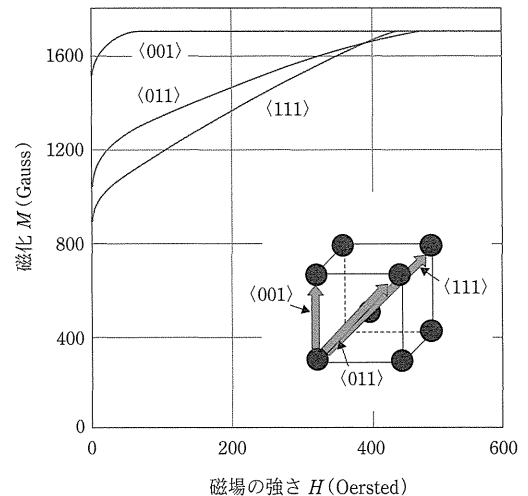


図11 鉄単結晶の磁化曲線に及ぼす結晶方位の影響。

ギー損失である。トランスが大型化するほどこれらのエネルギー損失を最小限に抑える技術が重要となる。

ところで、鉄芯に使われているフェライト鋼では磁化のしやすさに結晶方位依存性がある。つまり、図11に示すように α -Fe単結晶材の<001>方向では他の結晶方位と比べてわずかな磁場でも磁化が飽和に至る。この方位を磁化容易軸という。

α -Fe単結晶板材を鉄芯材として採用できれば良いが生産性とコストが問題となる。実際にトランスの鉄芯材料として最も利用されているのは方向

性電磁鋼板である。これは、合金組成が Fe-3% Si 程度^{*7} となる多結晶のフェライト板 (厚さ 0.3 mm 程度) であり、結晶粒の {110} 面が圧延面に平行で <001> 方向が圧延方向に平行である、いわゆる Goss 方位を集合組織にもつ鋼板である (図 10 右)。この集合組織は磁化容易軸と一致しているおかげで、圧延方向に平行にコイルを巻けば履歴損が軽減される。

Goss 方位を発達させた方向性電磁鋼板を製造するためには、基本的には熱間圧延された鋼板材を冷間圧延-焼鈍し-高温焼鈍しの工程に供する。冷間圧延-焼鈍しの工程では、鋼板に Goss 方位をもつ集合組織を付与するように図られている。加えて、本工程により鋼板中に AlN や MnS などの第二相が微細分散される。これら第二相は再結晶粒成長の抑制剤 (インヒビター) として効能があり、これによって高温焼鈍し工程で Goss 方位をもつ二次再結晶粒を異常粒成長させることができる。

おわりに

塑性加工と熱処理を組み合わせた材質改善は、それ自体は決して新しい技術ではない。例えば、日本刀や包丁の鍛錬では結晶粒微細化が起こるため材質のねばさ (靱性) が増す。鋏や鎌の鍛え直しは回復・再結晶によるところが多い。現代になって、金属組織学として塑性加工やその熱処理にともなう基本原理が明らかにされたことが、本稿で

紹介した加工熱処理法や方向性電磁鋼板の開発の礎になっている。一方、例えば、制御圧延・加速冷却法ではプロセス因子だけでも、圧下率、圧延速度、圧延温度、圧延パス数、冷却速度…があり、条件出しは無限にある。さらなる高付加価値製品の開発を目指して、現在では、IT 技術なども取り入れてプロセス全体を包括的に、かつきめ細かに把握しようとする研究開発が進められていると聞く。今後も新しい技術展開が続くことを期待したい。

本稿では、塑性加工材とその熱処理材にみられるエッセンスを概説したのみである。紙面の関係上、多くの関連事項を割愛せざるを得なかった。本分野では多くの文献・良書がある。本稿にて関連分野に興味を持ってもらったなら、続けて他書で金属組織学の深層を探究していただきたい。

参考文献

- 1) W. D. Callister (入野修 訳)：材料の科学と工学 [2] 金属材料の力学的性質，培風館，(2011)。
- 2) 森永正彦，古原忠，戸田裕之：金属材料の加工と組織，共立出版，(2010)。
- 3) 辻伸泰：溶接学会誌，**74** (2005)，92-96。
- 4) 古林英一：再結晶と材料組織，内田老鶴圃，(2000)。
- 5) 小岩昌宏，井野博満：原発はどのように壊れるか，原子力資料情報室編集・発行，アグネ技術センター発売，(2018)。
- 6) 須藤一 編：講座・現代の金属学 鉄鋼材料，日本金属学会，(1997)。
- 7) 牧正志：鉄鋼材料の組織制御，内田老鶴圃，(2015)。

せんぼし・さとし SEMBOSHI Satoshi

2001 東北大学にて博士 (工学) 取得。2003 大阪府立大学工学研究科助手。その間、ゲッティンゲン大学材料物理研究所在外研究員 (2007) として活動。2009 より東北大学金属材料研究所に講師として着任。2013 同所准教授。現在は、主に非鉄金属 (アルミ、銅、チタン、ニッケル等) の合金設計と組織制御、透過型電子顕微鏡による微細組織観察を中心に研究を進めるとともに、産学官連携活動に従事している。

*7 合金組成が Fe-3%Si である理由は、Si 添加によりフェライト鋼板の電気抵抗を増加させ、渦電流損を低下できるためである。Si (珪素) が含まれることから従来は方向性電磁鋼板を「珪素鋼板」とも呼んでいたが、現在は珪素を含まない電磁鋼板も登場している。