

Alloy MA956の冷間加工および 焼なましに伴う組織変化

Microstructural Evolution with Cold-Rolling and Annealing in Alloy MA956

細田 孝*¹ Kip O. Findley*² John G. Speer*²

Takashi Hosoda, Kip O. Findley, and John G. Speer

Synopsis: The microstructural developments of MA956 plate in as-hot-rolled condition consisting of a layered and inhomogeneous microstructure before and after cold-rolling and annealing were investigated using light optical microscopy (LOM), Vickers hardness testing, and electron backscatter diffraction (EBSD). Locally introduced misorientations by cold-rolling in each region were evaluated by Kernel Average Misorientation (KAM) maps. The as-hot-rolled plate contained a layered and inhomogeneous microstructure consisting of thin elongated grains, coarse elongated grains, and aggregation regions which consisted of fine grains and sub-grains with $\{100\} \langle 011 \rangle$ texture parallel to the longitudinal direction. The microstructure of the cold-rolled plates contained deformation bands (DB) and heavily deformed regions (HDR) where the deformation bands were intricately tangled. The magnitudes of KAM angles varied through the thickness depending on the initial microstructures. Recrystallization occurred in regions where high KAM angles were dense after annealing, and their nucleation sites correspond to the aggregation regions, deformation bands, and heavily deformed regions. The shape and size of the recrystallized grains varied depending on the feature of each nucleation site.

Key words: ODS; MA956; ferritic alloy; body-centered-cubic; BCC; recovery; recrystallization; columnar grain; electron backscatter diffraction; kernel average misorientation.

1. 緒言

フェライト系酸化物分散強化 (Oxide Dispersion Strengthened: 以下、ODS) 合金はクリープ強度と1300℃以下での耐熱性に優れており、高速増殖炉や超高温熱交換機向けの候補材として期待されている材料である¹⁻³⁾。その優れたクリープ強度は該材料のフェライトマトリクス中に微細かつ均一に分散したナノサイズの酸化物粒子が高温下での転位の運動を妨げて回復および再結晶を遅らせることで実現する⁴⁾。Alloy MA956 (UNS S67956) は商品化されているフェライト系ODS合金の一つであり、質量%で20Cr、5.0Al、0.5Tiを合金基本組成とした融点 (1480℃) まで安定なフェライト相を基地組織とし、その基地中に熱的に安定なY₂O₃が微細分散した材料である。更に高Al含有のため、高温下では材料表面に安定かつ緻密なAl、Al-Crスピネル酸化物を形成し、酸化、硫化および浸炭の各雰囲気下においても優れた耐性を示す材料でもある⁵⁾。なおMA956のクリープ強度においては、前述の微細酸化物の分散に加え、応力負荷方向に伸長した高アスペクト比の粗

大粒や粗大柱状粒で構成されたマイクロ組織とすることで更に向上することも知られている⁵⁻⁶⁾。

MA956の板、棒、および管製品は酸化物を分散させるため、メカニカルアロイング法を用いて製造した粉末を固化成型したピレットが発材となり、熱間および冷間加工、熱処理を経て目的の高温特性を発揮できるような内部組織へと制御される。こうした製造過程の間に、MA956は固化成型ままの微細組織から、回復、動的および静的再結晶を経る複雑な組織変化を伴う。MA956製品の性能を決める上で加工熱処理による組織制御が非常に重要であり、これまで多くの研究者らによって加工熱処理に伴うマイクロ組織の発達挙動が議論されている⁷⁻¹⁴⁾。その多くは熱間加工ままの状態における動的再結晶を伴った加工組織と、その後の加工熱処理によって生成する静的再結晶組織との関係や、加工熱処理前後での結晶方位の変化や再結晶挙動を調査し、如何にして粗大柱状粒組織を得るかに注目している。優れた高温強度特性を得るためには粗大柱状粒組織の形成が好ましいといえるが、その反面、各種材料特性は異方性が増し、柱状粒長手方向に垂直な応力に対しては弱くなる

*1 山陽特殊製鋼株式会社 研究・開発センター 高合金鋼グループ

*2 Department of Metallurgical and Materials Engineering, Colorado School of Mines

ため、製管時など多方向から負荷がかかる場合には問題となる。粗大柱状組織は微細粒組織よりも材料の延性や靱性が低下し、特に低温下では(100)面に沿った亀裂伝播を著しく促進させる^{13,15)}。また当柱状組織によって生じる材料特性の異方性は冷間加工の場合にも障害となり、MA956の汎用性を妨げている。冷間での製造性も加味した等方的な材料特性を有するMA956製品を供給するためには、等軸かつ均質な組織へ制御する製造方法が必要であり、冷間加工率や加熱温度といった加工熱処理条件がMA956の回復、再結晶組織発達挙動にどのような影響を与えているかを明らかにすることは重要と考える。

そこで本報告では再結晶粒と未再結晶粒が混在した不均質なMA956熱間圧延材を用い、冷間加工率と熱処理温度による組織変化を系統的に明らかにすることを目的とし、それぞれの状態の供試材を準備し、光学顕微鏡、電子線後方散乱回折法 (Electron Back Scatter Diffraction:以下、EBSD) にて組織変化の過程を調査した。

2. 実験方法

本研究で使用したMA956供試材の化学組成をTable 1に示す。本供試材はLos Alamos National Laboratoryより熱間圧延状態での板材 (以下、熱間圧延材)、および圧下率40、60、80%の冷間圧延材の計4種類提供していただいたものである。熱間圧延材はメカニカルアロイング

(MA) 法にて製造したMA956粉末を熱間押しにて固化成型して母材とし、その後1050℃にて厚さ9.7mmに熱間圧延している。各供試材に施した焼なましは大気雰囲気にて1000℃、1200℃、及び1380℃で1時間保持後、空冷の条件で実施した。組織観察は光学顕微鏡にて全て長手断面(L面)で実施し、腐食にはVilella試薬 (2mgピクリン酸+10ml塩酸+200mlエタノールの混合液)を用いた。硬さはマイクロピッカース硬度計を用いて荷重500gfで供試材の板厚方向平行に上表面から下表面にかけて硬さ分布を測定した。マイクロ組織構造の解析はEBSDにてOrientation Imaging Microscopy (以下、OIM)を用いて実施した。EBSD回折パターンは加速電圧20kVにて取得した。EBSDデータは各視野で認められた結晶粒の方位や集合組織、そして結晶粒界を判別するために極点図 (Pole Figure:以下、PF)、逆極点図 (Inverse Pole Figure:以下、IPF)、IPFマッピング、イメージクオリティ (以下、IQ) マッピングへ、微小領域の歪分布を可視化するためにKernel Average Misorientation (以下、KAM) マッピングへ出力し、各供試材の組織の解析を行った。

Table 1 Chemical composition of MA956 (mass%)

Fe	C	Cr	Al	Ti	Y ₂ O ₃
Bal.	0.02	20.0	4.8	0.4	0.4

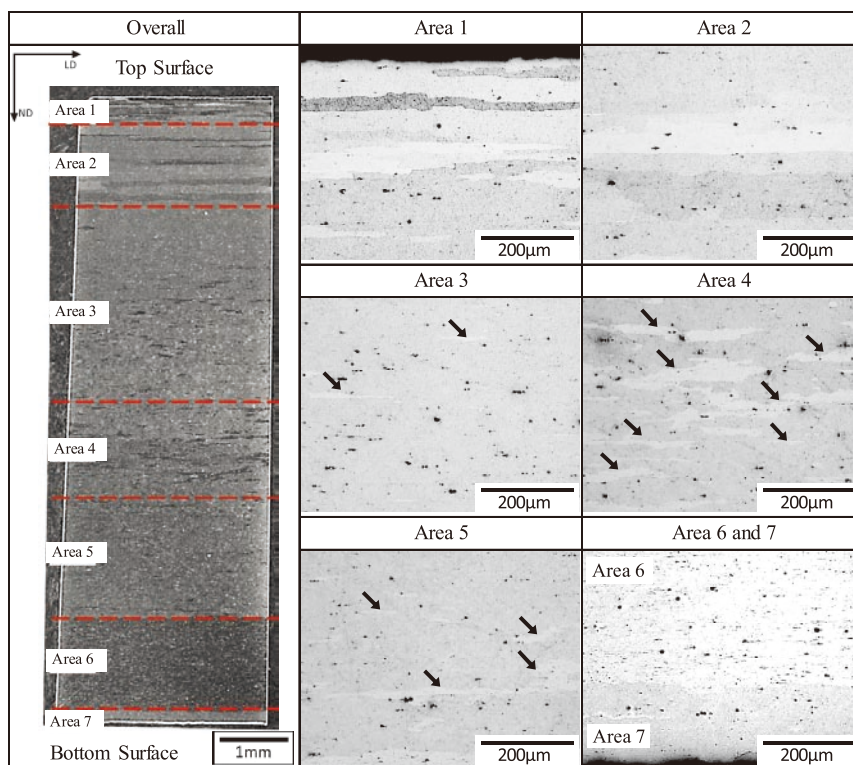


Fig.1 Longitudinal plane LOM of the as-hot-rolled plate. Etched with Vilella's solution. Arrows indicate small elongated grains.

3. 実験結果

3.1. 熱間圧延材の組織構造

Fig.1に熱間圧延材の光学顕微鏡組織を示す。本供試材は長手方向に対して平行に層状組織を呈しており、そのミクロ組織の特徴から7層 (Area1~7) に大別した。熱間圧延材のArea1は上側最表面であり、100 μ m以下の厚みを持つ長手方向に伸びた結晶粒からなり、上側最表面から深さ約0.3mmまでの範囲に渡る。ここで認められた結晶粒は以後、TEG (Thin Elongated Grain) と呼称する。Area2は、Area1から更に深さ約2.5mmまでの範囲に及び、100 μ m以上の厚みを持つArea1と同様に長手方向に伸びた結晶粒からなる。結晶粒はCEG (Coarse Elongated Grain) と呼称する。Area3からArea5の領域はそれぞれArea2から深さ約8.5mmまでの間に分布し、いずれもCEGを基地組織とし、更に図中矢印で示す幾つかの厚み50 μ m以下、最大長さ1mm程度の島状の結晶粒が点在した組織で、この結晶粒が占める面積の大小によってArea3、4、5と3層に分けた。Area6は深さ約8.5mmから約9.4mmまでの範囲で、他のCEGとは腐食によるコントラストが異なって観察される。Area7はArea6から下側最表面までの範囲で、CEGのみからなる。熱間圧延材の上表面から下表面までの硬さ分布をFig.2に示す。Area6に該当する範囲のみ300HVの硬さを示し、他の層 (Area1~5、Area7) は平均して270HV程度となっており、硬さに若干の差がみられた。

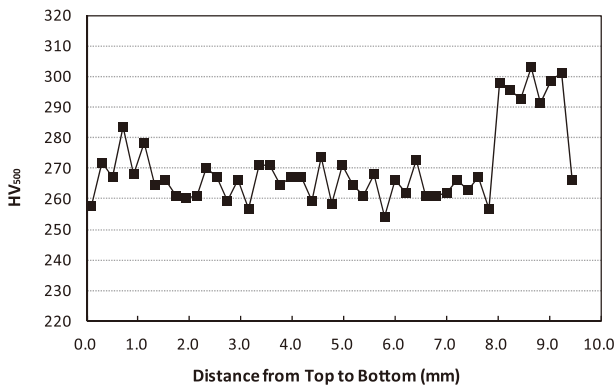


Fig.2 Vickers hardness profile from the top to bottom surface on the longitudinal plane of the as-hot-rolled plate.

更に熱間圧延材の各層の特徴を明らかにするため、EBSD法のIPFマッピングにより解析した結果をFig.3に示す。Area1は光学顕微鏡でみられたのと同様に、厚さ100 μ m以下の長手方向に伸びた結晶粒で構成されている。それらはIPFマッピング上ではそれぞれ異なる色で示されており、特定方位に偏った集合組織ではなかった。一方、Area2もCEGのみで構成されているが、結晶粒は全てピン

クや紫といった赤系の色で占められている通り、集合組織を呈していることが分かる。Area3~5は代表としてArea4のIPFマップを示すが、Area2同様の赤系の色で示されたCEGと、ほぼ緑色で示される島状の組織からなる。またArea6はArea3から5で認められた島状組織と同様のほぼ緑色で占められている。そしてArea7は紫色で示されたCEGのみからなり、熱間圧延材はTEG、CEGおよび島状組織が混在した不均質な組織を呈している。

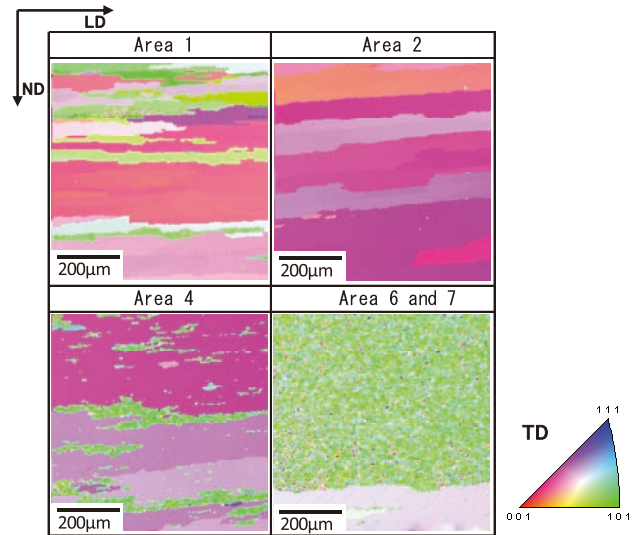


Fig.3 IPF maps on the longitudinal plane of Areas 1, 2, 4, and Areas 6 and 7 of the as-hot-rolled plate.

熱間圧延材で認められた集合組織についてIPFおよびIQマップを用いて解析した。IPFでは各結晶粒の方位が分かり、IQマップから、結晶粒内の転位密度の多少が輝度により示され、結晶粒界も判別できる。IPFマッピングにて赤系の色で示されたCEGは、Fig.4に示す通りNDおよびLDのIPFの対比によって $\{318\}$ $\langle 311 \rangle$ の集合組織であることが分かった。一方、Area3から6で認められたIPFマップ上での緑色組織は、Fig.4、5で示す通り $\{100\}$ $\langle 011 \rangle$ の集合組織であると同時に、低角粒界 (赤: $2\sim 5^\circ$)、中角粒界 (緑: $5\sim 15^\circ$) および大角粒界 (青: $15\sim 180^\circ$) の階層分けを加えたIQマップによれば、長手方向へ伸長した微細な結晶粒およびサブグレインが凝集した組織 (Aggregated Grain: 以下、AG) であった。この $\{100\}$ $\langle 011 \rangle$ 集合組織は、これまでにMA956や様々なフェライト系合金の加工組織で認められている^{7,13,14)}。上述の通り、熱間圧延材は厚みの異なる伸長粒とAGが混在した不均質な層状組織を呈していた。Table 2に熱間圧延材の以上の各種調査結果をまとめて示す。

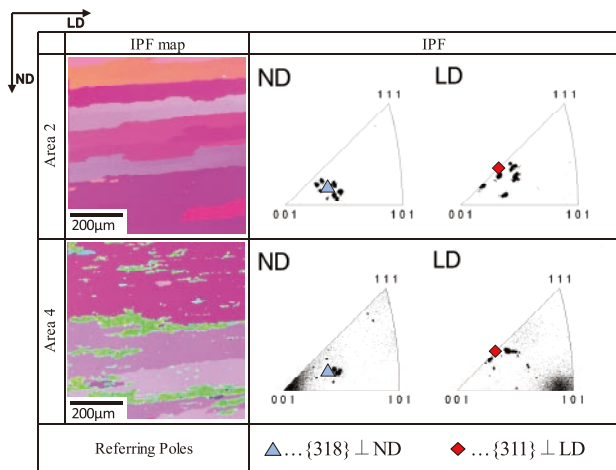


Fig.4 Texture analysis by IPF mapping and IPF analysis for coarse elongated grains in (a) IPF map, (b) IPF in ND, and (c) in LD on Area 2, and (d) IPF map, (e) IPF in ND, and (f) in LD in Area 4 of the as-hot-rolled plate.

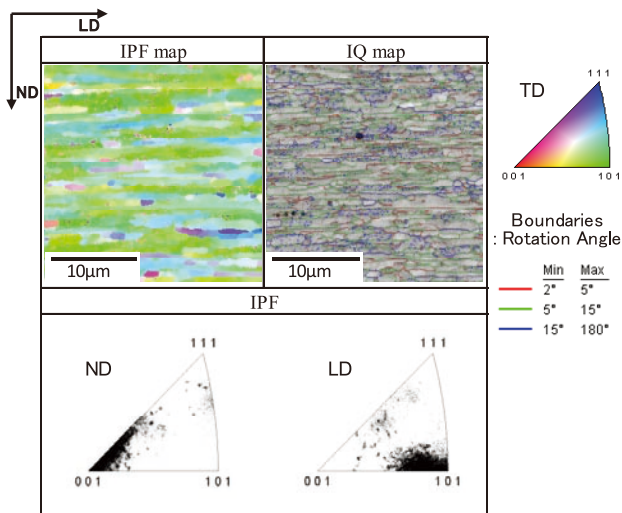


Fig.5 Microstructure and texture analysis in Area 6 of the as-hot-rolled plate. (a) IPF and (b) IQ maps, and (c) IPF in ND and (d) in LD.

Table 2 Characterization of observed microstructures and textures on the longitudinal plane of as-hot-rolled plate.

Area	Depth from Top to Bottom surface (mm)		Microstructure (%)	Hardness	Texture
	(mm)	(%)			
1	0.0-0.4	0-4	TEG	260-280 Hv	Randomly distributed
2	0.4-2.5	4-26	CEG	260-280 Hv	{318} <311>
3	2.5-5.2	26-54	CEG AG regions	260-280 Hv	CEG: {318} <311> AG: {100} <110>
4	5.2-6.6	54-68	CEG AG regions	260-280 Hv	CEG: {318} <311> AG: {100} <110>
5	6.6-8.5	68-84	CEG AG regions	260-280 Hv	CEG: {318} <311> AG: {100} <110>
6	8.5-9.4	84-97	AG region	300 Hv	{100} <110>
7	9.4-9.7	97-100	CEG	260 Hv	{318} <311>

3.2. 冷間圧延による組織状態の変化

40、60、および80%の冷間圧延材の組織も熱間圧延材と同様に、光学顕微鏡、硬さ測定、およびEBSDにて観察および解析を実施した。さらに冷間圧延材においては、KAMマッピングにて冷間圧延によって局所的に導入された方位差を可視化した。一般に、大きな歪みが導入された場合、KAM 角は高くなる傾向が認められている¹⁶⁾ ため、定性的であるがKAMマッピングは冷間圧延によって導入された歪エネルギーを可視化するのに有効である。Fig.6に本報告におけるKAM角度の階級分けを示す。また、各冷間圧延材の光学顕微鏡によるミクロ組織はFig.7に示すように、それぞれの圧延率に対応して各層の厚みは異なるが、熱間圧延材と同様の7層からなる組織を呈している。Fig.8に各冷間圧延材および比較として熱間圧延材の断面内部硬さ分布を示す。40、60、80%と圧延率の上昇に伴い、硬さ領域がそれぞれ340~360HV、350~370HV、360~380HVと徐々に増大し、一方で、Area6のみが他の領域に比べ高い硬さを示した熱間圧延材と異なり、ほぼ均等の硬さ分布を示している。このことは冷間圧延によってAGよりもTEGやCEGに高い歪エネルギーが蓄積された可能性を示唆している。



Fig.6 Color-coded Map Legend: Kernel Average Misorientation angles (units: degree).

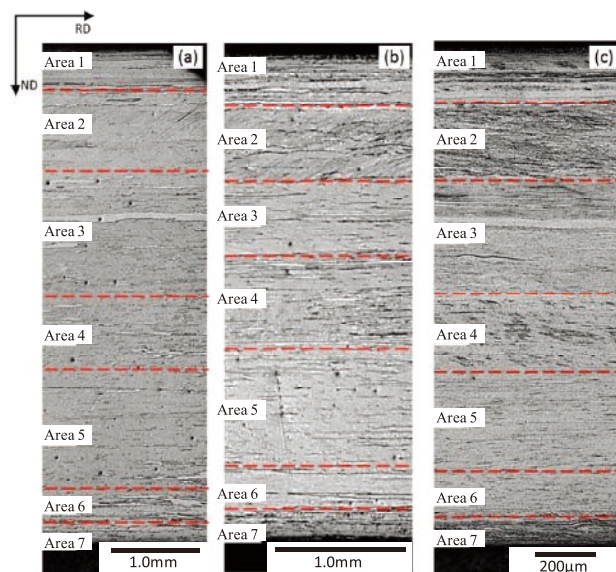


Fig.7 Longitudinal plane of (a) the 40%, (b) the 60%, (c) the 80% cold-rolled condition. Etched with Vilella's solution.

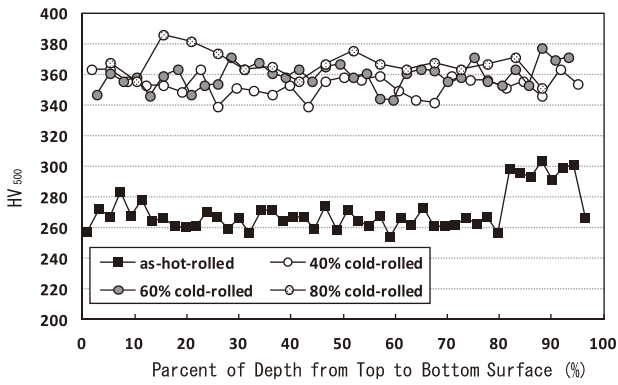


Fig.8 Vickers hardness from top to bottom surface on the longitudinal plane of the as-hot-rolled plate and cold-rolled conditions as a function of percent of depth from the top surface.

また、40%冷間圧延材のArea2にはFig.9に示すように圧延方向に対して約40°傾斜した方向に走る直線的な変形帯 (Deformation Band:以下、DB) が認められ、さらに加工率が高い60、80%冷間圧延材の場合、Area2において交差、湾曲したDBが観察された (Fig.10)。このような加工組織を有する領域はFig.9に見られるようなDBと区別してHeavily Deformed Region (以下、HDR) と呼称する。なお、DB、HDRはFig.11のKAMマップでは10°を超える高KAM角を示し、高歪エネルギーが導入されている状態となっていた。

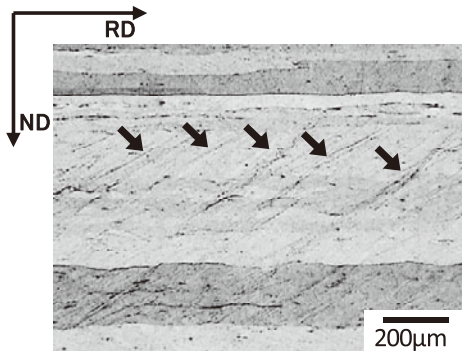


Fig.9 Example of DBs observed on the longitudinal plane LOM of Areas 2 in the 40% cold-rolled condition. Arrows indicate DBs. Etched with Vilella's solution.

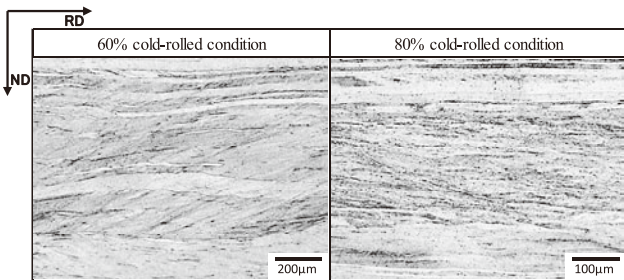


Fig.10 HDRs observed on longitudinal planes LOM in Area 2 of the 60% and the 80% cold-rolled condition. Etched with Vilella's solution.

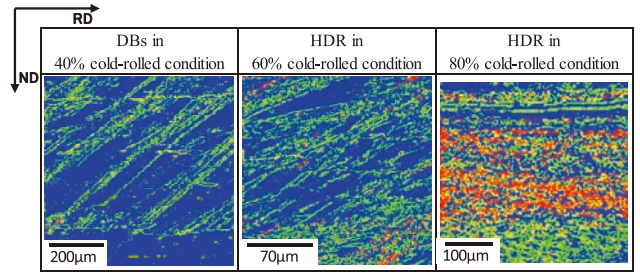


Fig.11 KAM maps of DBs and HDRs observed on longitudinal planes in Area 2 of the 40%, the 60%, and the 80% cold-rolled condition.

3.3. 焼なましによる組織の変化

本実験で用いた供試材は熱間圧延段階で不均質な層状組織を呈しており、冷間圧延後はその組織の影響を継承しつつ、部分的にDBやHDRといった高い歪エネルギーを有した加工組織が新たに導入された結果、その後の焼なましによって多様な組織変化が生じた。以下、焼なまし後の組織を熱間圧延材、40、60、80%冷間圧延材の焼なまし後の組織について調査結果を示す。

3.3.1. 熱間圧延材の焼なまし後組織

熱間圧延材の焼なましに伴う断面内硬さ分布をFig.12に示す。1000、1200℃焼なまし材では、Area4に該当する上表面から深さ5.2~6.6mmの範囲で数点高い硬さを示したが、これは1000、1200℃焼なまし用試料のArea4に分布していたAGの面積が熱間圧延材よりも大きかったことによるもので、焼なましによって生じた変化ではない。その他の硬さは熱間圧延材と大きく変わらず、組織観察および方位解析の結果からも熱間圧延材と同様の特徴を示した。一方、1380℃焼なまし材ではすべての領域において軟化が認められ、Area6の高硬さ領域も消失した。

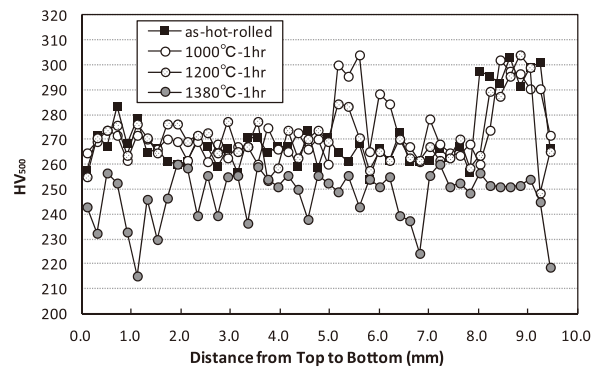


Fig.12 Changes in Vickers hardness, measured on the longitudinal plane, after annealing the as-hot-rolled plate.

Fig.13にArea6~7の1380℃焼なまし前後のIPFマップ、IQマップおよびIPFを示す。1380℃焼なまし後、粒界やAGが消失して単一方位に近い粗大な粒となっていた。IPFが示すように{100}〈011〉集合組織が消失した一方で、

焼なまし前の時点でArea7のCEGが保有していた方位が残存していた。他のAGを含んだ層であるArea3~5も同様の組織変化を示しており、この現象は1380℃焼なまし時にCEGが優先的に成長して微細な結晶粒群から成るAGを吸収した結果であると考えられる。

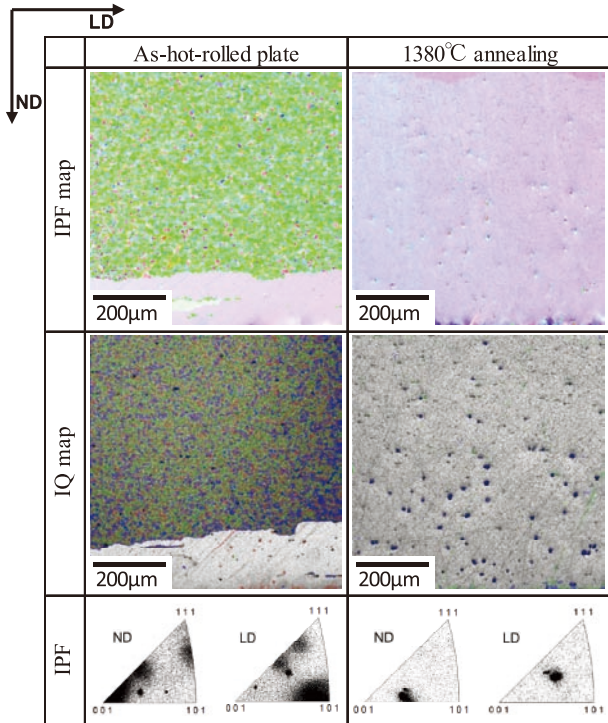


Fig.13 IPF, and IQ maps, and IPFs of Areas 6 and 7 of longitudinal planes in the as-hot-rolled plate, and 1380℃ annealed as-hot-rolled plate.

3.3.2. 40%冷間圧延材の焼なまし後組織

40%冷間圧延材の焼なましに伴う硬さ分布変化をFig.14に示す。1000、1200℃焼なまし後の硬さは40%冷間圧延材の約360HVに対して約320HVへ低下し、さらに1380℃焼なまし後は約290HVまで軟化する。1200、1380℃焼なまし材においては、Area2~3に該当する上表面から深さ2mmの辺りにそれぞれ約280HV、260HVまで硬さが低下している部分も認められた。Fig.15にArea2の焼なまし前後のIPFマップ、IQマップおよびKAMマップを示す。冷間圧延状態で高角度のKAMを有していたDBからは焼なましによって再結晶が生じており、それらのサイズおよび占有面積は焼なまし温度の上昇に伴って増大した。Fig.16にArea2~3の焼なまし前後のIQマップを示す。焼なまし後、Area3のAGからも再結晶粒が生じており、Area2同様、再結晶粒のサイズおよび占有面積は焼なまし温度の上昇に伴って増大していた。したがって1200、1380℃焼なまし材で認められた上表面から深さ2mm辺りでの顕著な硬さ低下は再結晶によるものと考えられる。

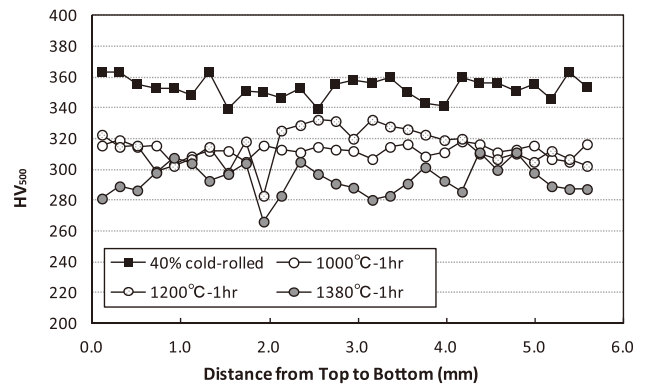


Fig.14 Changes in Vickers hardness, measured on the longitudinal plane, after annealing the 40% cold-rolled condition.

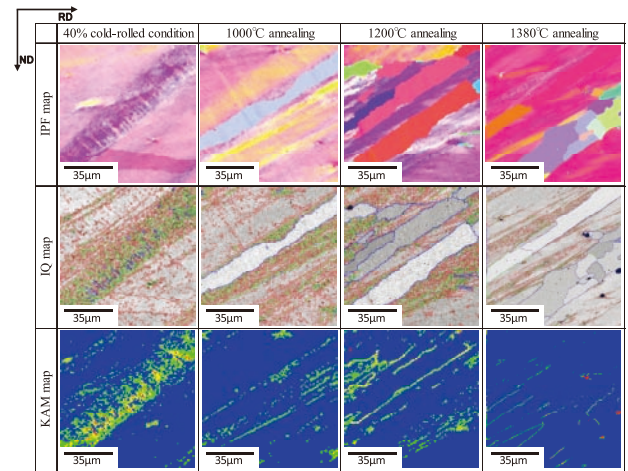


Fig.15 IPF, and IQ, and KAM maps of Area 2 of longitudinal planes in the 40% cold-rolled condition, 1000, 1200, and 1380℃ annealed 40% cold-rolled plates.

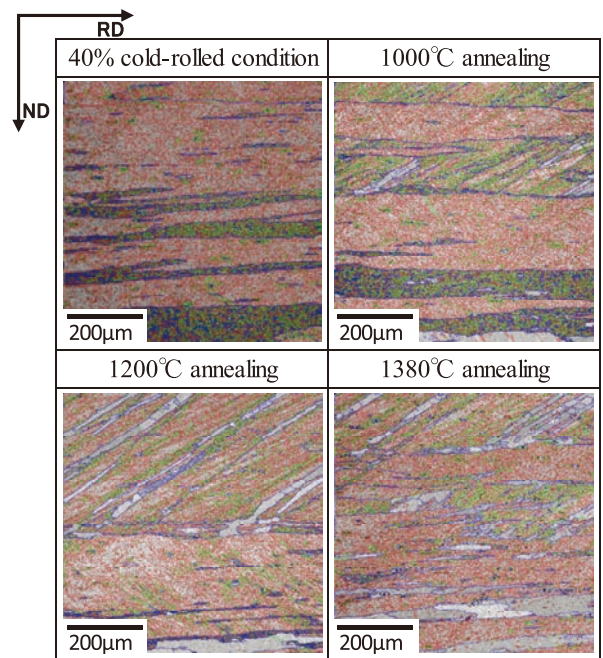


Fig.16 IQ maps of Area 2-3 of longitudinal planes in the 40% cold-rolled condition, 1000, 1200, and 1380℃ annealed cold-rolled plates.

3.3.3. 60%冷間圧延材の焼なまし後組織

60%冷間圧延材の焼なましに伴う硬さ分布変化をFig.17に示す。硬さは焼なまし前の約360HVから1000、1200℃焼なまし後、全体的に310~320HV程度まで下がり、特にArea2と7に該当する範囲は硬さの低下が顕著で、280HV程度まで低下した。1380℃焼なまし後の硬さは平均260HV程度まで下がっているが変動が大きい。Fig.18にArea2の焼なまし前後のIPFマップ、IQマップおよびKAMマップを示す。Area2で認められた再結晶粒は40%冷間圧延材の焼なまし後のDBから生成したものの(Fig.15)よりもアスペクト比が低く、個数も多い。Fig.19にArea6の焼なまし前後のIPFマップおよびIQマップを示す。当該領域においては各焼なまし温度によって観測される組織が異なっており、1000℃焼なまし後はAGから一部再結晶粒が生成し、その形状は圧延方向に平行に伸びている。1200℃焼なまし後は、1000℃焼なまし後で見られたような再結晶粒に加え、Area2でも見られたような、比較的アスペクト比の低い再結晶粒が混在している。そして1380℃焼なまし後は圧延方向に平行で粗大な再結晶粒が形成されていた。

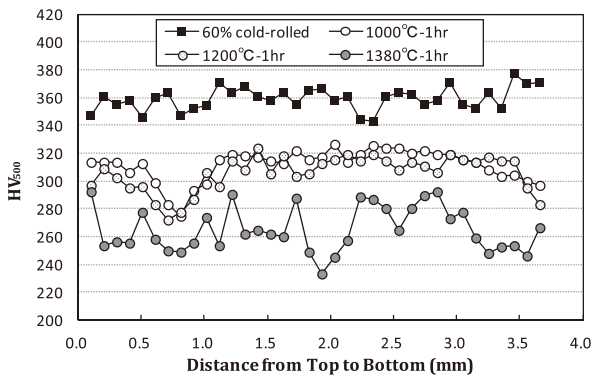


Fig.17 Changes in Vickers hardness, measured on the longitudinal plane, after annealing the 60% cold-rolled condition.

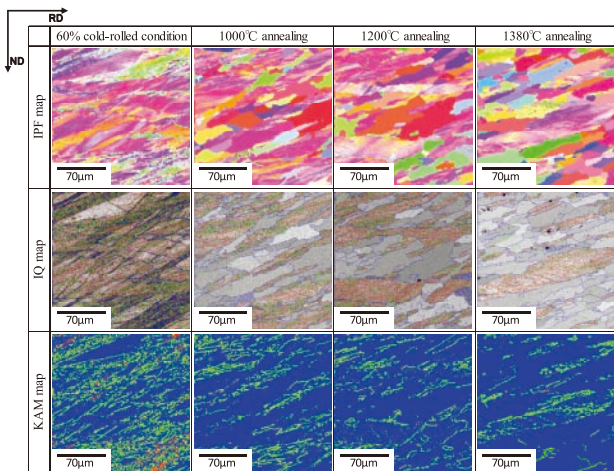


Fig.18 IPF, and IQ, and KAM maps of Area 2 of longitudinal planes in the 60% cold-rolled condition, 1000, 1200, and 1380°C annealed 60% cold-rolled plates.

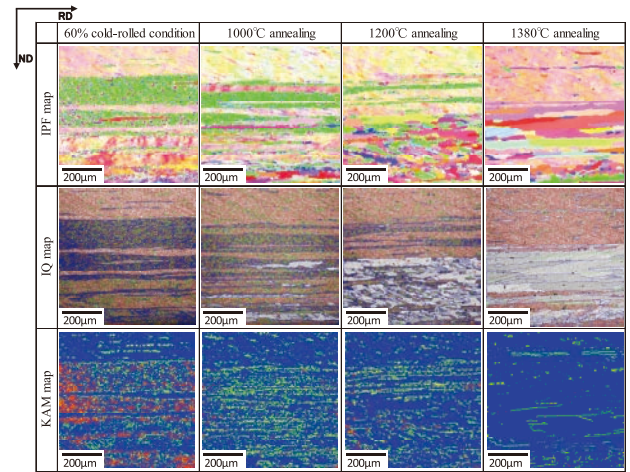


Fig.19 IPF, and IQ, and KAM maps of Area 6 of longitudinal planes in the 60% cold-rolled condition, 1000, 1200, and 1380°C annealed 60% cold-rolled plates.

3.3.4. 80%冷間圧延材の焼なまし後組織

80%冷間圧延材の焼なましに伴う硬さ分布変化をFig.20に示す。約370HVあった硬さは焼なまし後、240~340HVの範囲まで低下し、1000、1200℃焼なまし材は変動が大きく、1380℃焼なまし材はArea5に該当する範囲で比較的高い硬さを保っている以外はほとんどの範囲で250HV程度となっていた。Fig.21に80%冷間圧延材のArea2、Area3、およびArea5~6における焼なまし前後

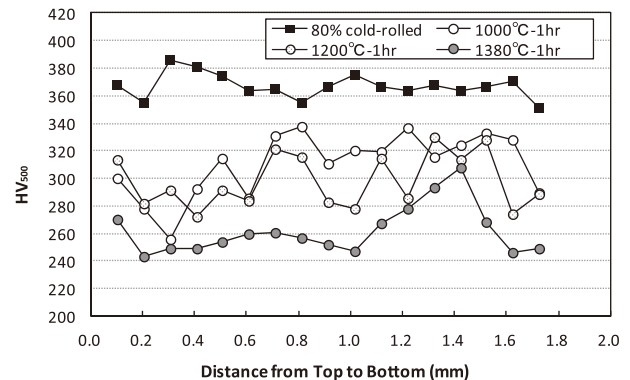


Fig.20 Changes in Vickers hardness, measured on the longitudinal plane, after annealing the 80% cold-rolled condition.

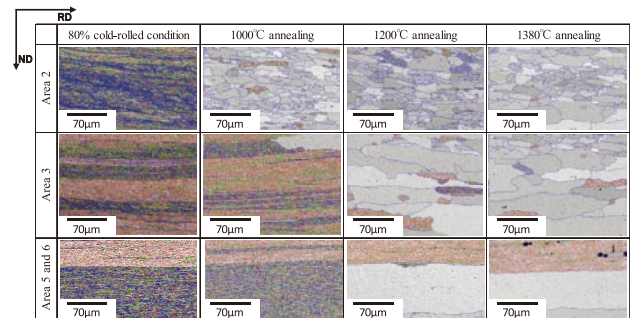


Fig.21 IQ maps of Area 2, 3, and 5-6 in the 80% cold-rolled condition, and after annealing at 1000, 1200, and 1380°C.

のIQマップを示す。焼なまし前のArea2はHDRを含んだCEGで構成されており、1000℃の焼なましでは圧延方向に伸長した再結晶粒に加え、アスペクト比の低い微細な再結晶粒で構成されていた。また、焼なまし温度の上昇に伴って再結晶粒サイズが増大していた。Area3においては、1000℃の焼なましでAGから再結晶が生じており、Area2で認められた再結晶粒よりも粗大なことからAG領域を吸収しながら成長したことが伺える。Area5では1380℃の焼なまし後でも再結晶が生じていないものの硬さは低下していることから、回復組織になっていたと考えられる。

Area6では、1000℃の焼なましまでは顕著な変化が認められないが、1200℃の焼なましになると、AG帯を全て消費して粗大な再結晶粒が占有していた。

3.4. 焼なましに伴う組織変化

不均質な層状組織を呈したMA956熱間圧延材は、同一の冷間圧延・焼なまし条件であっても、それぞれの層が焼なまし前に保有していた組織状態に依存して様々な組織変化を見せた。Table 3~6に熱間圧延材と各冷間圧延材の焼なましの各温度におけるミクロ組織の変化をまとめる。

Table 3 The predominant microstructure (MS), the texture, and morphology of recrystallized grains (Rx grains) on the longitudinal plane of as-hot-rolled plate with annealing

Area	as-hot-rolled		1000°C-1hr		1200°C-1hr		1380°C-1hr	
	MS	Texture	MS	Texture	MS	Texture	MS	Texture
1	TEG	Randomly Distributed	TEG	Randomly Distributed	TEG	Randomly Distributed	TEG	Randomly Distributed
2	CEG	{318} <311>	CEG	{318} <311>	CEG	{103} <311>	CEG	{318} <311>
3	CEG	{318} <311>	CEG	{318} <311>	CEG	{318} <311>		
	AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>		
4	CEG	{318} <311>	CEG	{318} <311>	CEG	{318} <311>		
	AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>		
5	CEG	{318} <311>	CEG	{318} <311>	CEG	{318} <311>		
	AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>		
6	AG band	{100} <110>	AG band	{100} <110>	AG band	{100} <110>		
7	CEG	{318} <311>	CEG	{318} <311>	CEG	{318} <311>		

Table 4 The predominant microstructure (MS), the texture, and morphology of recrystallized grains (Rx grains) on the longitudinal plane of 40% cold-rolled plate with annealing

Area	40% cold-rolled		1000°C-1hr		1200°C-1hr		1380°C-1hr	
	MS	Texture / Morphology of Rx grains	MS	Texture / Morphology of Rx grains	MS	Texture / Morphology of Rx grains	MS	Texture / Morphology of Rx grains
1	TEG	(001)/Rollig Plane	TEG	(001)/Rollig Plane	TEG	(001)/Rollig Plane	TEG	(001)/Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
2	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
			Rx grains	//DB	Rx grains	//DB	Rx grains	//DB
3	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
			AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>
4	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
			AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>	Rx grains	//RD
5	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
			AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>	Rx grains	//RD
6	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
			AG bands	{100} <110>	AG bands	{100} <110>	Rx grains	//RD
7	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane	CEG	(001)/Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
			AG grains	{100} <110>	AG grains	{100} <110>	Rx grains	//RD

なお熱間圧延材では、TEGの方位はランダムに分布し、CEGは{318}〈311〉の集合組織を呈していたが、冷間圧延は格子回転が起こり、いずれも(001)が圧延面に平行となる傾向にあった。以下では、各供試材の各層で形成された焼なまし後の組織について、その生成メカニズムを考察、整理した。

焼なましによる重要な組織変化は再結晶である。本研究で認められた再結晶核生成サイトは三種類に分けられる。AG、DB、そしてHDRである。まずAGは熱間圧延材中に

も存在する組織であり、前述の通り、1000~1200℃の焼なましでは顕著な組織変化は生じなかった。一方、Fig. 13および22が示すように1380℃焼なまし後は{100}〈011〉集合組織が消失し、焼なまし前から存在していたCEGの方位が残ったことから、{100}〈011〉集合組織であるAGが、熱間圧延材の大半を占めていたCEGの結晶粒成長によって浸食されたと見られる。Fig.23に熱間圧延材および80%冷間圧延材のArea6におけるAGのIPFマップとKAMマップを対比して示す。AGは結晶粒とサブグレインの集合体であるが、熱間圧延材の当該組織部のKAM角

Table 5 The predominant microstructure (MS), the texture, and morphology of recrystallized grains (Rx grains) on the longitudinal plane of 60% cold-rolled plate with annealing

Area	60% cold-rolled		1000°C-1hr		1200°C-1hr		1380°C-1hr	
	MS	Texture / Morphology of Rx grains	MS	Texture / Morphology of Rx grains	MS	Texture / Morphology of Rx grains	MS	Texture / Morphology of Rx grains
1	TEG	(001)//Rollig Plane	TEG	(001)//Rollig Plane	TEG	(001)//Rollig Plane	TEG	(001)//Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	Rx grains	tilt 40° with respect to RD
2	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane
	HDR	(001)//Rollig Plane	Rx grains	// DB	Rx grains	// DB	Rx grains	// DB
3	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
	AG grains	{100}〈110〉	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD
4	CEG	(001)//Rollig Plane	HDR	(001)//Rollig Plane	HDR	(001)//Rollig Plane	HDR	(001)//Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD + // DB
	AG grains	{100}〈110〉	AG grains	{100}〈110〉				
5	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
	AG grains	{100}〈110〉	AG grains	{100}〈110〉	AG grains	{100}〈110〉	Rx grains	// RD
6	AG bands	{100}〈110〉	AG bands	{100}〈110〉	AG bands	{100}〈110〉	Rx grains	// RD
			CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane
7	HDR	(001)//Rollig Plane	HDR	(001)//Rollig Plane	HDR	(001)//Rollig Plane	Rx grains	// RD
	AG grains	{100}〈110〉	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD + // DB		

Table 6 The predominant microstructure (MS), the texture, and morphology of recrystallized grains (Rx grains) on the longitudinal plane of 80% cold-rolled plate with annealing

Area	80% cold-rolled		1000°C-1hr		1200°C-1hr		1380°C-1hr	
	MS	Texture / Morphology of Rx grains	MS	Texture / Morphology of Rx grains	MS	Texture / Morphology of Rx grains	MS	Texture / Morphology of Rx grains
1	TEG	(001)//Rollig Plane	TEG	(001)//Rollig Plane	TEG	(001)//Rollig Plane	TEG	(001)//Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD
2	CEG	(001)//Rollig Plane	Rx grains	fine, low GAR	Rx grains	fine, low GAR	Rx grains	fine, low GAR
	HDR	(001)//Rollig Plane						
3	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	Rx grains	// RD
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD		
	AG bands	{100}〈110〉	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD		
4	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	Rx grains	// RD
	DB	tilt 40° with respect to RD	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD		
	AG grains	{100}〈110〉						
5	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane	CEG	(001)//Rollig Plane
	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD	DB	tilt 40° with respect to RD
	AG grains	{100}〈110〉	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD
6	AG bands	{100}〈110〉	AG bands	{100}〈110〉	Rx grains	// RD	Rx grains	// RD
7	HDR	(001)//Rollig Plane	HDR	(001)//Rollig Plane	HDR	(001)//Rollig Plane	Rx grains	// RD
	AG grains	{100}〈110〉	AG grains	{100}〈110〉	AG grains	{100}〈110〉		

は高くないため、歪エネルギーは殆ど蓄積されていない状態と考えられる。すなわち、熱間圧延状態のAG中には焼なまし時の静的再結晶に必要なエネルギーが不足しており、結果的によりエネルギー的に安定な状態を求めてCEGに吸収されたものと考えられる。その一方で、80%冷間圧延材のAG内には高KAM角が高い密度で観測されており、局所的に高い歪エネルギーが蓄積されている状態と言える。この80%冷間圧延材のArea6は1200℃以上の焼なましで粗大な再結晶粒に転じる。よって、AGは再結晶核生成サイトとなり得るが、そのためには冷間圧延による歪エネルギーの導入が不可欠と考えられる。またここで生じた再結晶粒は、隣接する微細な結晶粒あるいはサブグレインを消費しながら成長するため、CEGとの境界（大角粒界）まで急速に発達する。その様な結晶学的拘束によってAGから核生成した再結晶粒は焼なまし前のAGの形状と同様、圧延方向に平行に伸長した形になったと考えられる。

第二の再結晶核生成サイトはDBである。KAMマップからも明らかなようにDB自体は高歪エネルギーを有している。そこから生成した再結晶粒も自ずからDBと同様に圧延方向に対して40°程度傾斜した方向に伸長した形となる。もちろんDBも静的再結晶サイトとして機能するためには十分な歪エネルギーが蓄積されている必要がある。Fig.24に40%冷間圧延材のArea1、Area2、およびArea5のIPFマップおよびKAMマップを示す。まずCEGのみで構成されていたArea2には冷間圧延によって、高KAM角を有するDBが形成される。一方、TEGで構成されていたArea1は図中矢印で示す通りDBが確認できるものの、KAM角はArea2で観測されたものよりも低かった。また、CEGとAGからなるArea5にもDBは認められたが、こちらもKAM角は低かった。その結果、1000℃焼なまし後、DBからの再結晶はArea2で認められ、Area1および5では認められなかった。このことは基地の結晶粒の厚さおよびAGの分

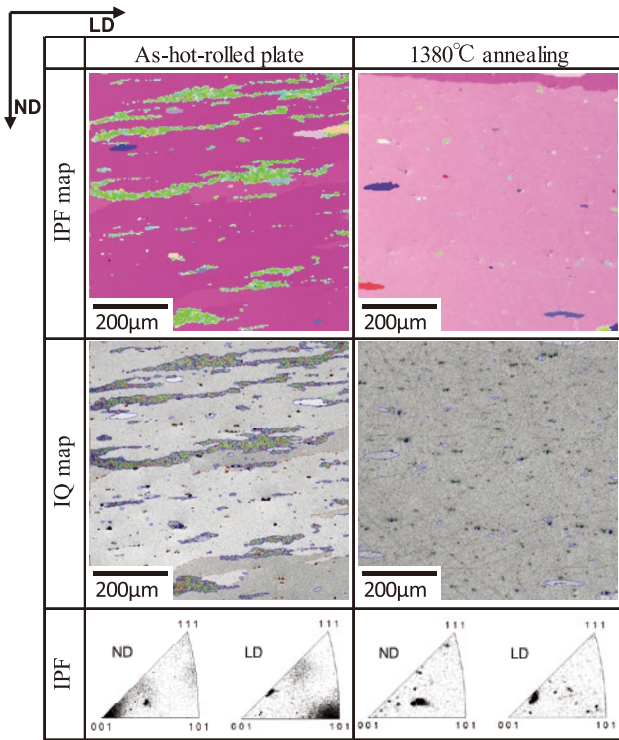


Fig.22 IPF and IQ maps, and IPFs on the longitudinal plane of Areas 3 in the as-hot-rolled plate and 1380℃ annealed plates.

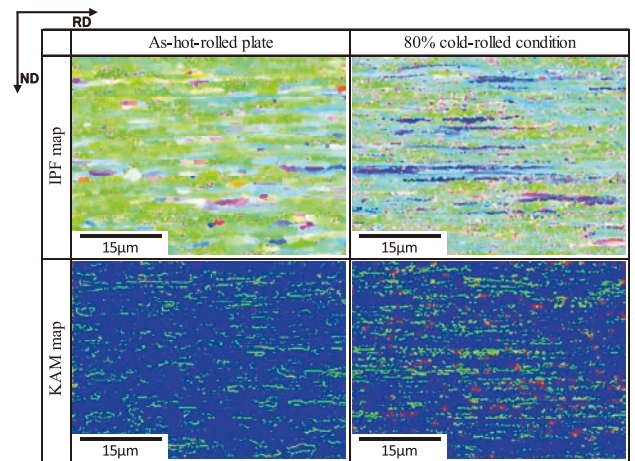


Fig.23 IPF and KAM maps on the longitudinal plane of a region containing AG band in the as-hot-rolled plate and 80% cold-rolling condition.

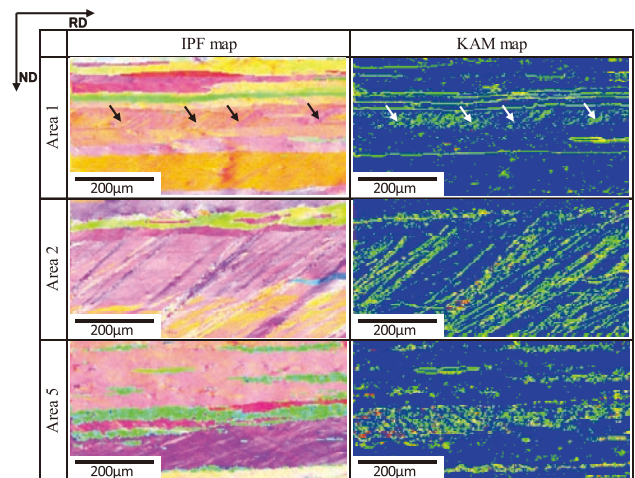


Fig.24 IPF and KAM maps of Area 1, 2, and 5 on the longitudinal plane of regions containing DB in the 40% cold-rolling condition.

布状態が、再結晶核生成に十分な歪エネルギーを有するDBの形成に影響を及ぼしていることを示している。TEGで構成されたArea1、およびAGとCEGで構成されたArea5は、CEGのみで構成されたArea2よりも冷間圧延時の圧縮方向に対する粒界間距離が短く、Area5に至っては硬質組織のAGも点在しているため、冷間圧延時に導入される歪みはArea2に集中するものとみられ、結果Area1やArea5では高歪エネルギーを有するDBを形成できず、焼なまし中は再結晶までに至らず回復のみが起こったと考えられる。

第三の再結晶核生成サイトはHDRで、これは60%及び80%冷間圧延といった比較的強加工を施した後のArea2にて見受けられた。DBと同様に加工前の状態において結晶粒が厚く（CEG）、かつAGのような硬質組織が多く分布していない領域においてHDRは構成された。HDRは強加工によってDBが複雑に交差した状態であると考えられ、Fig 18.のIPFマップでも示した通り、HDR内の結晶方位も複雑となっている。HDRには、AGやDBより歪エネルギーの高い場所が密集しているため、再結晶核生成頻度がAGやDBよりも高いとみられる。したがって焼なまし中にHDRで生成した多数の再結晶粒は、互いに粒成長を阻害し合い、結果としてここで見られる再結晶粒はアスペクト比が低く、結晶粒サイズも比較的微細なものになったと考えられる。

以上の通り、初期状態である熱間圧延材の不均質な組織は、DBおよびHDRの形成、焼なましに伴う回復・再結晶、およびそれに続く粒成長の全過程で組織発達挙動に影響を及ぼしていた。MA956の冷間圧延と焼なましに伴う組織発達挙動の研究は、高温強度に優れる粗大柱状粒組織の形成に好ましい集合組織の形成や再結晶挙動制御に焦点を当てられがちではあった。しかしながらMA956板の組織発達挙動は単純ではなく、特に今回用いたような不均質かつ層状を呈した熱間圧延材では複雑なものとなった。冷間圧延によって導入される方位差は基地組織の厚みやAGの分布状態に依存して変化し、80%の強加工を施して1380℃の高温焼なましを実施した場合、大半は粗大柱状粒で構成されるが、低アスペクト比で比較的微細な再結晶粒を有する領域や、回復しか起こらず、再結晶が生じない領域が混在していた。MA956の組織制御において、本研究結果は冷間加工や焼なまし前の初期状態の重要性を強調するものであり、それとともに製管工程等の多方向から応力が付与される条件下において柱状粒組織よりも延性と靱性の観点から好ましい、結晶粒が等軸で微細な状態へと組織を制御することも可能であることを示した。

4. 結言

再結晶粒と未再結晶粒が混在した不均質な層状組織を有するMA956熱間圧延材を用い、冷間加工と熱処理の条件を変えて組織変化を調査した。その結果、当MA956にお

いては一般的なFe基材料同様、冷間加工率の増加は高い歪エネルギーを内部に付与し、それに続く熱処理の加熱温度の上昇は高い熱エネルギーを供給して再結晶を促進させるが、冷間圧延加工組織、再結晶の可否、および再結晶粒の成長速度、サイズや形状に対して加工熱処理前の初期状態が大きく影響を及ぼした。すなわち当材料の組織制御においては加工熱処理条件に加えて加工前の組織状態が極めて重要な因子であることを示した。

5. 謝辞

本論文は、筆者（細田）が米国コロラドスクールオブマイズでの留学中にJhon G. Speer教授、Kip O. Findley助教と行った研究成果である。研究にご指導、ご協力いただき、多くのご助言も頂戴した同教授ならび同学の方々、そして、試料を提供して頂いたLos Alamos National LaboratoryのKester D. Clarke氏に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) Incoloy alloy MA-956 Data Sheet, Special Metals Corporation, (2004) .
- 2) A. Czyska-Filemonowicz, B. Dubiel, "Mechanically alloyed, ferritic oxide dispersion strengthened alloys" , J. Mater. Proces. Tech., 64, (1997) , 53.
- 3) J.J. Fischer, Ind. Heat., "Properties of mechanical alloyed superalloy related to industrial heating uses" , 40, (1988) , 25.
- 4) K. Murakami, K. Mino, H. Harada, and H.K.D.H. Bhadeshia, "Author Reply" , Metall. Trans. A, A25, (1994) , 652.
- 5) E.F. Bradley: Superalloys: A Technical Guide, ASM International, Metals Park, OH, (1988) .
- 6) C.T. Sims, N.S. Stoloff, and W.C. Hagel: Superalloys II, John Wiley and Sons, New York, NY, (1987) .
- 7) C.L. Chen, G.J. Tatlock, and A.R. Jones, "Effect of annealing temperatures on the secondary recrystallization of extruded PM2000 steel bar" , Journal of Microscopy, vol. 233, Pt 3, (2009) , 474.
- 8) M.F. Hupalo, A.F. Padilha, H.R.Z. Sandim, and A.M. Kliauga, "Cold swaging, recovery and recrystallization of oligocrystalline INCOLOY MA 956 – part I: Deformed State" , ISIJ Int., 44, (2004) , 1894.

- 9) M.F. Hupalo, A.F. Padilha, H.R.Z. Sandim, and A.M. Kliauga, "Cold swaging, recovery and recrystallization of oligocrystalline INCOLOY MA 956 – part II: Annealed state" , ISIJ Int., 44, (2004) , 1902.
- 10) T.S. Chou and H.K.D.H. Bhadeshia, "Grain control in mechanically alloyed oxide dispersion strengthened MA 957 steel" , Mater. Sci. Technol., 9, (1993) , 890.
- 11) W. Sha and H.K.D.H. Bhadeshia, "Characterization of mechanically alloyed oxide dispersion-strengthened nickel-base superalloy MA760" , Metall. Trans. A, A25, (1994) , 705.
- 12) W. Sha and H.K.D.H. Bhadeshia, "Directional recrystallization in mechanically alloyed oxide dispersion-strengthened metals by annealing in a moving temperature gradient" , J. Mater. Sci., 30, (1995) , 1439.
- 13) R.C. Klug, G. Krauss and D.K. Matlock, "Recrystallization in oxide-dispersion strengthened mechanically alloyed sheet steel" , Metall. Trans. A, A27, (1996) , 1945.
- 14) T.S. Chou, "Recrystallisation behaviour and grain structure in mechanically alloyed oxide dispersion strengthened MA956 steel" , Mater. Sci. Eng. A, A223, (1997) , 78.
- 15) H.D. Hedrich, "Properties and applications of iron-base ODS alloys" , in New Materials by Mechanical Alloying Techniques, ed. by E. Arzt and L. Schultz, 1988, DGM Conf. papers, Deutsche Gesellschaft fur Metallkunde, Germany, (1989) , 217.
- 16) K. Sasaki, M. Kamaya, T. Miura, and K. Fukuya, "Correlation between microstructural scale plastic strain and misorientation" J. Jpn. Inst. Metals, 74, (2010) , 467.

■ 著者



細田 孝