一次再結晶核の形成機構

麻 田 宏* 小 池 吉 藏*

Hiroshi Asada and Kichizo Koike: Formation of Primary Recrystallization Nuclei. The orientation of recrystallized grains in the deformed single crystal of aluminium was investigated, and the following results were obtained: (1) There are two types of the formation of grain; one has definite-oriented grains, while the other has random-oriented grains. (2) The formation of grains having a definite orientation is affected by the initial orientation of the crystal before deformation, the degree of strain, the position of nucleation, etc. (3) The relation between the definite oriented recrystallized grains and the orientation of the parent crystal can be considered as the rotation upon the common axis $[111]$, which coincides with the pole of the latent slip plane with the smallest angle of inclination to the stress axis. As a rule, the magnitude of rotation is distributed between about 20 and 40 degrees. (4) To explain the experimental results above mentioned, a few lines of theory are pointed out as follows: (a) The reasonable mechanism for producing a preferred orientation should be "oriented nucleation", and the orientation of nuclei may be controlled by the type of deformation. (b) The

* 東京大學理工學研究所

latent slip system may have some more important effects rather than the active slip system for the formation of the definite-orientated nuclei. (c) The "low energy block hypothesis" to the effect that "a nearly perfect arrangement of atoms existing in the latent slip plane has a preferential action for the formation of definite-orientated nuclei" may be considered as right.

(Received December 28, 1955)

I. 緒 言

再結晶粒と變形結晶との方位関係についてすでに多数の報告がある⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾⁽⁶⁾。これら一連の研究は核の形成過程の詳細を知るためのもので、その多くは一次および二次再結晶聚合組織の起因との関係において論議され、"oriented growth" および "oriented nucleation" の兩假説が考えられてきた⁽⁵⁾⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾。しかしながら、これら兩假説に対する決定的な實驗根據は未だ提出されていない。

再結晶核は變形結晶内の高歪地域に優先的に形成せられる。従つて核形成がたとえどのような機構に基づくにせよ、結晶の變形様式は核形成に大きな影響をもたらすであろうことが當然考えられる。従來の機構では高エネルギー説の立場から主活動り系が核形成にあずかる主要因子であろうと考え、これを指示する如き實驗事實を擧げんとする努力がなされてきた⁽²⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾⁽⁶⁾。しかしながら、得られた結果は必ずしもこのような考え方を全面的には満足させていないと考えられる。

本報では、再結晶粒と變形結晶との方位関係を調査し、これに基づいて従來の核形成機構に検討を加え、主活動り系の他に潜在り系が核形成に關與するであろうことを指摘する。

II. 實驗方法

引張試片型に成型した單結晶および粗大結晶板を通常の引張試験機で引張歪を與え、焼鈍後の再結晶粒と舊變形結晶との方位関係を X 線的に調査した。試料は 99.98% と 99.7% 純度のアルミニウム板で、試片の標準寸法は全長 160 mm, 平行部の長さ 120 mm, 巾 10 mm, 厚さ 1 mm で歪焼鈍法によつて單結晶或いは粗大結晶とした。焼鈍は空氣中で行い、焼鈍温度は 450° より 600° の間を適宜選

擇した。

III. 實驗結果

1. 再結晶粒と變形結晶との一般的方位関係

再結晶粒と變形結晶との方位関係について實驗結果を總合すれば次のように大別される。すなわち、再結晶粒は個々の方位が無秩序となる場合と近似方位の再結晶粒が形成される場合とがある。このような整方位再結晶が形成される場合、これと變形結晶との方位関係は [111] 軸回轉關係にある。

2. 整方位再結晶粒の形成

整方位再結晶粒がどのような條件により形成され、かつ影響されるかについて、以下の項目に亘つて調査した。これらはいずれもその形成に對し支配的な因子であることを認めた。

a. 再結晶核の形成位置：一般に結晶粒界或いは變形様式の不連續境界近傍では核生頻度が高い。これは粒界のりに對する干涉によつて粒界附近では粒内と別個のり系が働き⁽¹²⁾、これに基づく不均質歪によるものであろう。事實粒界近傍の結晶破細は粒内に比して數倍の大きさに達することが X 線的に認められる⁽¹³⁾。かくの如き結晶内の不均質歪の存在は核生成頻度のみならず、核の方位にも影響を及ぼす。例えば、粒内では整方位再結晶粒が形成されるにもかかわらず、粒界近傍地域で核生した再結晶粒は無秩序方位を示す例が認められた⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾。

b. 引張加工度：同一初期方位のものについて、加工度が整方位再結晶粒の形成にどのように影響するかは興味ある問題である。一般に加工度の増大に伴つて整方位再結晶粒形成の傾向は増大する。この間に明瞭な臨界加工度はなく、加工度の増大と共に無秩序方位を示す結晶の中で、整方位再結晶粒の方位をとる結晶の数が漸増し、加工度 40% 以上で規整度は鮮鋭となる。

c. 初期方位依存性：加工度の増大に伴つて整方位再結晶粒が形成されるが、このことはどの初期方位に對しても適用されるや否やを調査した。

實驗には主として 99.7% 純度を用い、99.98% 純度を補足的に用いた。それぞれの加工度に對し同一初期方位の單結晶を準備するのは繁雜であるので、引張加工度の増大に伴つて順次試片を切斷してゆく方法を採用した。應力-歪線圖の型態の相違⁽¹⁵⁾ などから純度の影響が懸念されたのであるが、結果的に見て整方位再結晶粒形成に關する限

- (1) W. G. Burger und J. C. M. Basert, Z. Phys., **54** (1929), 74.
- (2) W. G. Burger und P. C. Louwerse, *ibid.*, **67** (1931) 605.
- (3) C. S. Barrett, Trans. AIME, **137** (1940), 128.
- (4) C. H. Mathewson, Trans. ASM, **32** (1944), 38.
- (5) R. Maddin, C. H. Mathewson and W. R. Hibbard, Trans. AIME, **185** (1949), 655.
- (6) N. K. Chen and C. H. Mathewson, J. Metals, **4** (1952), 501.
- (7) M. L. Kronberg and F. H. Wilson, Trans. AIME, **185** (1949), 501.
- (8) P. A. Beck, J. Metals, **3** (1951), 475.
- (9) P. A. Beck and Hsun Hu, Trans. AIME, **185** (1949), 627.
- (10) J. J. Becker, Trans. AIME, **191** (1951), 115.
- (11) P. A. Beck, Sperry P. R. and Husun Hu, J. Appl. Phys., **21** (1950), 420.

(12) 鈴木, 本誌, **15** (1951), 419.

(13) 著者, 1953 年春期本會大會に講演.

(14) 1955 年春期本會大會に講演.

(15) C. Masing und J. Raffelseiper, Z. Metallk., **41** (1950), 605.

れてきた⁽³⁾⁽⁵⁾⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾。本実験では整方位再結晶粒形成の條件として、臨界加工度、初期方位依存性および[111] 廻轉軸と γ 系との関係など一連の実験事實が確認された。これらの結果は變形機構との關聯における意味での“oriented nucleation”假説以外の説では説明しえないと考えられる。

單一 γ 系のみで變形する初期方位の試片は 20% 以下の加工度では再結晶せずに polygonization によつて恢復する。このことはいわゆる“easy glide”で變形した結晶は再結晶過程を経ずに恢復すること⁽²¹⁾と符合する。99.7% 純度の試片で easy glideに相當する變形がおこつたか否かは應力-歪線圖よりすれば疑問の餘地が多いが、初期方位によつて再結晶を起す限界加工度は相違するのは明瞭である。再結晶過程の起るためにはある値以上の轉位集積に基づく歪の局所的集中が前提となるが、初期方位によつて加工硬化度が著しい相違を示す⁽¹⁹⁾以上、この限界値に到着する平均加工度は初期方位に依存するはずである。

歪集中領域が再結晶核となるにはまず何等かの機構でその周邊に對し低エネルギー構造をとらねばならない。従つて、高歪の局所格子彎曲を持つ領域が他に比してより核形成に好都合であるとは限定されないことは當然指摘されるところで、この點が高エネルギー説の難點⁽²⁾⁽²²⁾⁽²³⁾でもある。高エネルギー説の根據の一つは核の方位が主 γ 系に關聯すると見做すことにあるが、著者らの実験結果では[111] 廻轉軸は引張軸に最小傾角の潜在 γ 面法線に相當している。かくして、こゝで從來の高エネルギー説を検討せねばならぬのであるが、それにはまず核の形成と潜在 γ 系との連繫について考察を進めねばならない。これに關聯する重要な實驗事實としては、結晶の潜在的硬化についての Röhms および Köchendorfer⁽²⁴⁾の示した實驗結果が擧げられる。

彼等の得た結果をこゝで考えるような一次および二次 γ の干涉による不均質歪の領域にそのまま適用することは疑問の餘地が多いが、整方位再結晶粒を形成する初期方位は單一 γ 系が活動する方位で、變形の後期に至つて二次 γ が局所的に附隨する。したがつて、各 γ 面に生じた轉位集積は一次 γ の時期でその大勢が決定的となるとすれば、主 γ 面以外に生じた潜在的硬化は應力軸に平行な γ 面においゝ最小であるとしてよいから、その面内の轉位集積は他に比して遙に少ない。従つて平均變形歪量は相當に大きくなつても低歪領域の存在しうる確率は他よりも高いと假定できる。かくして、變形結晶内で、 γ 帯で

分斷された區間内にかくの如き潜在 γ 面に平行する偏平な低歪領域が格子歪集中域に接して存在した場合、焼鈍の當初において、この領域が熱動揺によるわずかな原子移動で他にさきんじて安定領域となり、これを中心として周囲の不安定配列をとる原子が、轉位移動を媒介とした再配列運動を起して三次元的な成長を遂げ臨界核以上の大きさに到達するとしよう。この過程は、高度の格子歪を持つ地域が直接的な恢復過程をとる場合に比してエネルギー的には有利である。

熱動揺に基づいて、不安定配列をとる原子が安定格子點へと再配列する場合、いろんな配列法があろうが、そのうちで最も僅小な移動距離ですむ再配列法が高頻度であるはずである。この機構として考えられるのは、立方體方位銅板の二次再結晶で認められた 22° 或いは 38° の廻轉に對し、Kronberg および Wilson などの指摘した coincident plott で示される機構⁽⁷⁾が擧げられる。勿論、二次再結晶の場合と相違して一次再結晶核形成領域の matrix の方位分散は極めて大きいことが指摘されるから、たとえ個々の領域における廻轉量が 22° 或いは 38° などの一定値であつたとしても見掛け上は大きな分散を示し、廻轉量は約 20°~40° の間に廣く分布するであらう。

整方位再結晶粒は單一 γ 系の活動する初期方位で臨界加工度以上の加工を受けた場合にのみ形成される。上記の如き、潜在 γ 面内における低歪領域が核形成に優先作用を持つとする低エネルギー假説よりすれば、多重 γ が起る初期方位では轉位相互干涉に基づく硬化が大きく、かつ幾何學的關係よりしても應力軸に平行する潜在 γ 面を缺くため、單一 γ をおこす初期方位の場合と相違して核となりうる低歪領域は matrix の特定部に局限されない。したがつて歪集中域の原子は、それぞれ偶發的に結晶内に存在する低歪地域を母體とし、或いは既存領域とは無關係な機構で任意に恢復する。このため結果的には無秩序方位となるであらう。

臨界加工度以下では單一 γ を起す初期方位でも無秩序再結晶方位を示す。再結晶核の形成には低歪領域に隣接した格子歪集中域の存在が好都合であるが、いわゆる laminar flow に相當する變形では結晶の加工硬化は僅小である。したがつて、低加工度では polygonization による恢復が可能なのであるが、ある程度加工度がませば、引張變形に附隨する張力の不均質作用或いはまた析出物による γ の阻止などのために歪集中域の形成される頻度が増してくる。この場合、結晶の大部分はまだ polygonization による恢復が可能の状態にあるから、エネルギー的に最も安易な機構で任意に恢復するであらう。換言すれば、低歪領域を媒介とする場合或いはしない場合いずれも同様な頻度でおこりうる。このため結果的には無秩序方位とならう。加工度がさらにませば、變形帯内に二次 γ を誘發し、整

(19) 五弓, 阿部, 本誌, **16**(1952), 534.

(20) 著者, 東大理工研報告, **7**(1953), 437.

(21) R. W. K. Honeycombe, J. Inst. Metals, **80**(1951-2), 45.

(22) R. W. Cahn, Proc. Phys. Soc., **A63**(1950)323

(23) A. H. Cottrell, *Dislocation and Plastic Flow in Crystals*, 194.

(24) F. Röhms, A. Köchendorfer, Z. Metalk., **43**(1952), 55.

(25) C. D. Graham, R. Maddin, J. Inst. Metals, **83**(1955), 173.

方位再結晶粒はその領域において形成される。變形帯内の格子歪は二次亡りの發生に伴つて急激に増加を來たすが、この場合、歪集中域の原子は潜在亡り面に平行すると考えられる低歪領域を母體として恢復するのが最も容易な機構であろう。この場合でも、既存領域に無關係な型式の恢復はおこりうるであろうが、その頻度は低領域を媒介とする場合に比して少ないと考えてよいであろう。かくして近似方位の再結晶粒が形成されると説明しうる。このような意味よりすれば、臨界加工度は二次亡りが起りうる結晶軸回轉量に對應させうるであろう。

整方位再結晶粒の各結晶粒は、核形成位置によつて最大約 20° の方位分散を來すが、興味あることは個々の結晶粒はあたかも polygonize したかの如く、微細な副結晶より構成されていることである。このことは核の形成が matrix の状態に極めて敏感な依存性を持つもので、決して偶発的に形成されるものではないことを意味している。したがつて、このことは一次再結晶における “oriented nucleation” 説の正當性を指示する一つの根據とされえよう。

V. 總 括

アルミニウム結晶について、一次再結晶粒と舊變形結晶との方位關係を調査し次の結果を得た。

(1) 整方位および無秩序方位の再結晶粒の形成が觀察された。

(2) 整方位再結晶粒と變形結晶との方位關係は應力軸に最小傾角の亡り面法線の廻り約 $20^\circ \sim 40^\circ$ の回轉と見做しうる。

(3) 整方位再結晶粒の形成は核生位置、加工度 および初期方位などの因子によつて影響される。

(4) 再結晶核の形成に對し、活動亡り系以外に潜在亡り系の持つ意義を指摘し、これに基づいて核の形成機構を論議した。上記の結果から妥當とされる再結晶核の形成機構は變形機構との關聯における意味での “oriented nucleation” であるとされる。

本研究に協力された當時千葉工業大學學生中枝 進 君の勞を多とする。