2 次再結晶集合組織形成における対応粒界の役割

原 勢 二 郎*

1. は じ め に

1949年に Kronberg と Wilson⁽¹⁾ は Cu(FCC 合金) の 2 次再結晶現象を解釈するために対応粒界という考え方を導入した。

すなわち Cu の 2 次再結晶粒と 1 次再結晶粒の特定の粒界面では、7 点に 1 点の周期で格子点が一致する点(対応格子点)が存在し、この粒界が他の一般粒界と比べて動き易いため、2 次再結晶が起こると解釈した。この対応格子点を持つ粒界を対応粒界と呼び Σ 値で表示する。 Σ 値は対応格子点の出現周期を示し、例えば $\Sigma 7$ とは両結晶の格子点が重なるように平行移動させると 7 格子点毎に、対応格子点が 1 点生ずる方位関係にあることを意味する。現実の界面では、厳密にこの条件を満足する例は少ないので、本稿では Brandon の条件⁽²⁾を満たす粒界を対応粒界と呼ぶ。 Σ 値としても 51 以下のものを対象とする。

1959 年 Aust ら⁽³⁾ は高純度 Pb(FCC 合金) に微量の Sn(固溶元素)を添加した素材で、固溶元素が多いほど粒界移動速度は遅くなるが、対応粒界では固溶元素の影響を受け難いことを示した。

ところで 3%Si-Fe(BCC 合金)では、どの Σ 値が 2 次再結晶を発現させているか、容易に予測出来るほど 1 次再結晶集合組織は先鋭ではない。また、2 次再結晶の発現には、インヒビター(MnS や AlN 等の析出物)が不可欠であり、これが更に 2 次再結晶現象の解明を複雑にしている。著者らは、Aust らの結果を析出物(インヒビター)の場合も当てはまると拡張して解釈し、2 次再結晶集合組織形成メカニズムを対応粒界に着目して検討した。その結果小傾角粒界はインヒビターとして働き、 Σ 値の小さい対応粒界($\Sigma 3$ を除く)は、一般粒界と比べて動き易いとする、

3%Si-Fe(BCC 合金)の 2 次再結晶も対応粒界に関連づけて説明できる。ここではその概要を紹介する。

2. インヒビターを添加しない場合の 2 次再結晶⁽⁴⁾

BCC 合金も集合組織が強く発達していれば、インヒビターの添加なしでも、2 次再結晶が発現する。図 1 に 3%Si-Fe の(110)[001]単結晶の冷延再結晶後(1 次再結晶板)と粒成長後(2 次再結晶板)の小傾角粒界の分布を示す。1 次再結晶板は小傾角粒界の存在頻度が非常に高い。図 2 に図 1 のすべての結晶の方位と、粒成長前で粒径の大きな結晶粒(上位 10% 相当の 22 個)の方位を示す。粒成長によりマイナーな方位がメジャーな方位となったが、大きく成長した結晶は、1 次再結晶板で粒径の大きな結晶ではない。図 2 に示した 2 次再結晶粒のなかで、およそ 10% 相当の 22

図 1 3%Si-Fe(インヒビターを含まない)の小傾角粒界の分布。
(a) 1 次再結晶板, (b) 2 次再結晶板。—小傾角粒界を示す。

* 新日本製鉄(株)技術開発本部鉄鋼研究所電磁材料研究部主幹研究員

Role of the Coincidence Boundary in the Secondary Recrystallization; Jirou Harase (Electromagnetic Materials, Steel Research Laboratories, Nippon Steel Corporation, Futtu)

Keywords: coincidence boundary, secondary recrystallization texture, inhibitor, precipitates solute, primary recrystallization

1991年9月18日受理

図2 図1の結晶方位.

(a) 1次再結晶板, (b) 2次再結晶板, (c) 1次再結晶板中の大径粒(上位10%相当), ○は最大径粒(108 μm)の結晶, この場合は2個存在.

個の粒径の大きな結晶粒の, 1次再結晶粒中の対応粒界の存在頻度(1%以上に限定)は, 平均すると $\Sigma 19a$: 5.46%, $\Sigma 33a$: 2.08%, $\Sigma 51a$: 1.21%である. これから2次再結晶核は, 粒径の大きな結晶ではなく, $\Sigma 19a$ 粒界の存在頻度が高い結晶粒であり, これが, 小傾角粒界で境を接し動きにくいマトリクス粒を食べて大きく成長すると解釈できる.

3. インヒビターを添加した場合の2次再結晶⁽⁵⁾

図3にインヒビター(MnSとAlN)を含んだ3%Si-Fe

図3 3%Si-Fe(インヒビターを含む)の小傾角粒界の分布.

(a) 1次再結晶板, (b) 2次再結晶板. 一 小傾角粒界を示す.

の1次再結晶板と2次再結晶板の小傾角粒界の分布を示す. 1次再結晶板では小傾角粒界の存在頻度が低い. 図4に2次再結晶の主方位である理想Goss方位および理想Goss方位をND軸廻りに回転させた方位の1次再結晶板の $\Sigma 5$ から $\Sigma 33$ までの粒界の累積存在頻度を示す. 図はこれらの対応粒界の存在頻度は理想Goss方位が最も高く, 理想Goss方位からのずれが増すに従って減少することを示す. この結果は次のように解釈できる. 2次再結晶焼鈍過程で温度の上昇によりモビリティが増加し, 粒界移動が始まるが, 最も対応粒界の存在頻度が高い理想Goss方位粒が最初に, 選択的に対応方位粒を食べて成長を開始し, 温度の上昇に伴い, 対応粒界の存在頻度の少ない結晶粒も選択的な成長を開始し2次再結晶集合組織が形成される. インヒビターによりマトリクス粒は大きく成長しない.

図4 理想Goss方位とその回転方位の1次再結晶板に存在する $\Sigma 5$ から $\Sigma 33$ までの対応粒界の累積頻度.

4. お わ り に

文 献

FCC 合金の 2 次再結晶現象を説明する必要から対応粒界の概念が生まれたが、その後の 2 次再結晶の研究では、殆ど注目されずにきた。著者等は BCC 合金の 2 次再結晶でも対応粒界が重要なことを示したが、その基礎となる、粒界移動の素過程の実験データは殆ど無い。今後の研究が待たれる。

- (1) M. L. Kronberg and F. H. Wilson: Trans. AIME, **185**(1949), 501.
- (2) D. G. Brandon: Acta Met., **14**(1966), 1479.
- (3) K. T. Aust and J. W. Rutter: Trans. AIME, **215**(1959), 119, 820.
- (4) 原勢二郎, 清水 亮, 河面弥吉郎, 牛神義行: 日本金属学会誌, **55**(1991), 615.
- (5) J. Harase, R. Shimizu, K. Kuroki, T. Nakayama, T. Wada and T. Watanabe: Proc. 4th JIM Int. Symp. on Grain Boundary and Related Phenomena, The Japan Institute of Metals, Supplement to Trans. JIM, vol. 27(1986), 563.

格子対応, 結晶方位関係と界面の幾何学的理論

マルテンサイト変態の現象論⁽¹⁾⁽²⁾と呼ばれる 3 次元の結晶学的理論がある。この理論では、母相とマルテンサイト相との界面(晶癖面)が不変面となるように、板状マルテンサイトの結晶学が決まると考える。行列代数学の知識を駆使した寸分の隙もない幾何学的理論体系である。現象論から遅れること約 30 年, Dahmen によって 2 次元の不変線理論⁽³⁾が作られた。この理論は界面での結晶学を考察するもので、現象論に比べてはるかに簡単な幾何学的理論である。現象論の 2 次元版とも言えるこの理論が、現象論よりずっと後になって出てきたことは面白い。その間にも、Bilby の界面転位理論⁽⁴⁾⁽⁵⁾や、Bollmann の O-格子理論⁽⁶⁾などの幾何学的理論の金字塔がうち建てられている。

幾何学理論を用いて、界面をはさむ二つの結晶間の方位関係を議論する場合を考えよう。現象論以外の理論では、界面は二つの平面状の結晶面で構成されていると考える。まず、二つの面の原子配列を比較して、格子変形行列 A を求める。そして、ある基準ののちによって界面のマッチングの良しあしを議論し、最適な方位関係を予測する。一方、現象論では、たとえば内部双晶マルテンサイトの場合、格子変形に加えて巨視的に平均化された双晶による格子不変変形まで考慮されたものが A に相当する。したがって、不変面である晶癖面も微視的に見ると、マルテンサイト側はある一つの結晶面で構成されているわけではなく、二つの双晶バリエーションの結晶面の原子配列をその体積率を考慮して平均化したものになっているはずである。そんな変な原子配列を暗黙のうちに考えているにもかかわらず、なぜ結晶方位関係まで予測できてしまうのであろうか？

一般に、 A を決めるためには、二つの結晶格子を関係づける格子対応を考えなければならない。たとえば、鉄合

金の fcc/bcc 界面では、Bain の格子対応が仮定される。このとき理論解析で予測される方位関係は、Bain 変形の主軸ひずみの大きさ A の一乗のオーダーしか Bain の方位関係と変わらないものとなる⁽⁷⁾。 $A=0.2$ としても、Bain 関係からのずれは高々 $0.2 \text{ rad}(11.5^\circ)$ に過ぎない。Kurdjumov-Sachs や Nishiyama-Wassermann の方位関係はその例である。すなわち、理論解析で求められる結晶方位関係は、本質的には格子対応によって決まっていることになる。

たとえ fcc/bcc 界面と言えども、二つの結晶のモル体積が大きく異なる場合は、Bain 対応はもはや合理的なものではなくなってしまう。そのときは別の合理的な方位関係を考えなければならない。方位関係の実験結果があれば格子対応が推定できるが、無数に考えられる格子対応のうち、ある特定のものが最も合理的である理由まで議論しないと、幾何学的理論による方位関係の予測は、単なる“机上の空論”に成り下がってしまう危険性がある。

文 献

- (1) M. S. Wechsler, D. S. Lieberman and T. A. Read: Trans. AIME, **197**(1953), 1503.
- (2) J. S. Bowles and J. K. Mackenzie: Acta Metall., **2**(1954), 129, 138, 224.
- (3) U. Dahmen: Acta Metall., **30**(1982), 63.
- (4) B. A. Bilby: Prog. Solid Mech., **1**(1960), 329.
- (5) B. A. Bilby: Discuss. Faraday Soc., **38**(1964), 61.
- (6) W. Bollmann: Philos. Mag., **16**(1967), 363, 383.
- (7) M. Kato and M. Shibata-Yanagisawa: J. Mater. Sci., **25**(1990), 194.

(東京工業大学助教授; 大学院総合理工学研究科)
加藤雅治