

## 70567 3%珪素鋼板における優先方位再結晶粒の成因\*

古 林 英 一\*\*

\*An Origin of the Recrystallized Grains with Preferred Orientations  
in Cold Rolled Fe-3% Si Alloy

Ei-ichi FURUBAYASHI

## Synopsis:

The origin of the preferred recrystallized texture (011)[100] in cold rolled (111)[2 $\bar{1}\bar{1}$ ] single crystals of Fe-3% Si was studied by observing changes in microstructures while heating foil specimens inside a 500kV electron microscope, and by determining the statistical distribution in orientations of small recrystallizing grains.

The formation and the growth of subgrains are found to be a continuous process, in which the size of cells or subgrains increases gradually through 'cooperative rearrangement' of the subgrain boundaries; in other words, a composite process of boundary decomposition, combination and migration.

The subgrain growth is enhanced in the regions of heavily curved lattice, where the (011)[100]-oriented cell groups are embedded. The (011)[100] grains grow appreciably larger than other grains in the later stages of rearrangement, and extensively according to the rapid migration of the high angle boundaries in the final stage.

The predominance of the (011)[100] orientation in the recrystallized textures is the result of the (011)[100] subgrains to be far larger in number than that of the other recrystallizing grains. The preferred formation of the (011)[100]-oriented cell groups and subgrains was discussed, as proposed by САИН, on the basis of the accumulated dislocations belonging to a predominant slip system in the rolling deformation.

(Received Dec. 25, 1969)

## 1. 緒 言

3%珪素鋼の圧延集合組織、再結晶集合組織に関する多くの研究<sup>1)~16)</sup>によって、再結晶粒の優先方位は圧延組織によつて、細部を除き、一義的に決定されていることが示された。特に冷間圧延率70%以上では、{111}<2 $\bar{1}\bar{1}$ >圧延組織を有する試料の再結晶組織は、初方位に依らず強い(011)[100]方位を有する成分を含んでいる<sup>3)</sup>。また{001}<110>圧延組織からは{113}<hkl>再結晶粒が優先発達する<sup>5)</sup>。このように圧延組織に固有な優先再結晶方位がなぜ存在するかを知るため、これまで圧延集合組織との方位関係<sup>5)6)</sup>を始め、再結晶粒の分布状態<sup>29)</sup>、圧延率との関係<sup>8)9)11)29)</sup>などが検討された。

一方、優先方位を持った再結晶粒の発達について、oriented nucleation 説<sup>17)~20)</sup>と oriented growth 説<sup>21)~23)</sup>の2つの考え方が提案され、いろいろの論争<sup>20)23)~28)</sup>が行なわれた。この両者の立場を区別しうる実験的根拠のうち、最も直接的なものは、優先集合組織が再結晶粒の形成、成長のどの段階で形成されるかを直接調べることである。しかしながら、光学顕微鏡で容易に見える程度の大きさに成長した再結晶粒はほとんど優先方位を有

している<sup>15)29)</sup>ので、それよりもつと発達の初期にある微小再結晶粒についての研究が必要となる。この目的には透過電子顕微鏡観察を除いて適当な方法は見当たらない。

最近、加速電圧が高く、透過能のよい超高压電顕が開発され、特に電顕内で引張、加熱などの処理をしながら観察できる金属専用機<sup>30)31)</sup>が現われるに及んで、圧延材を電顕内で加熱して再結晶過程を観察することが容易になった<sup>32)~34)</sup>。再結晶を始め、金属の諸性質は試料の厚さが透過電顕で観察可能な0.2 $\mu$ 程度になると大幅にバルクと異なつたものになる<sup>33)</sup>。超高压電顕はこの弱点を著しく前進せうる可能性がある。透過電顕の制限視野回折法、特に高い加速電圧によれば<sup>35)</sup>、1 $\mu$ 以下の大きさの微小結晶粒の方位をまわりと区別して測定が可能である。

再結晶粒の方向性を論ずるには、できる限り単一な優先方位を有する試料を用いることが効果的で、またその圧延変形による微視的組織が単純なものが好ましい。

\* Trans. ISIJ, 9 (1969), p. 222 に掲載され、昭和44年度ヘンダーソン賞受賞論文である。昭和44年12月25日受付

\*\* 金属材料技術研究所

さらに集合組織や再結晶過程が代表的であり、現象の再現性がよいこと、薄膜にしても再結晶が容易に起きることが望まれる。これらの諸条件を満足する最も適当な試料として、初方位  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  の3%珪素鉄単結晶を用いることとした。

本実験では500kV超高压電顕を用いて上記試料の再結晶過程の連続観察を試みるとともに、制限視野回折法と傾角顕微鏡(エッチピット)法<sup>36)~38)</sup>により、再結晶初期における微小再結晶粒の方位を多数測定し、成長のどの段階で再結晶の優先  $(011)[100]$  組織が形成されるかを検討した。

## 2. 実験方法

単結晶は前報<sup>29)</sup>と同じ方法で歪焼鈍法により作成した。方位は  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  の単結晶を2枚用い、いずれも正確な  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  方位より3度以内の方位を有していた。この単結晶は圧延によつてほとんど方位回転せず<sup>3)</sup>、若干の方位分散を生ずる(Fig. 1 参照)。この分散成分の量は圧延率の増加とともに増加する<sup>29)</sup>。Fig. 2 に示すように70%程度圧延すると強い再結晶集合組織を発達させる<sup>3)</sup>。圧延率が60~83%の範囲では、圧延率による圧延および再結晶集合組織の顕著な差は見られない。

光学顕微鏡観察によれば、 $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  圧延集合組織に

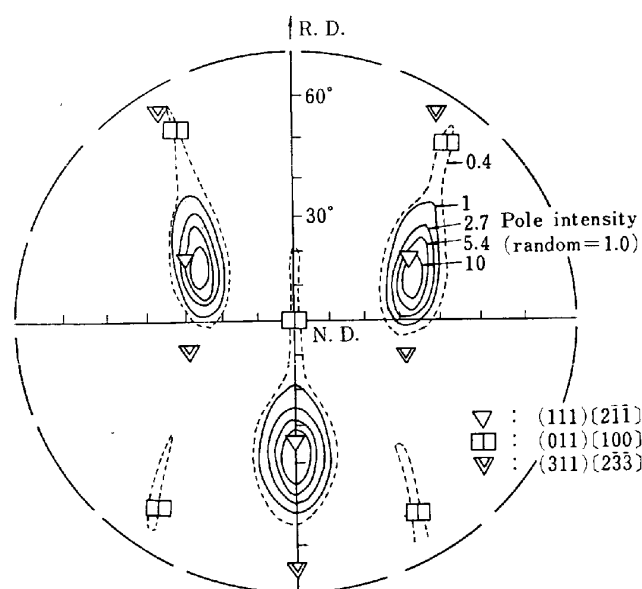


Fig. 1. (110) polefigure showing as-rolled texture in 73%-rolled  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  crystal. Numbers attached on contour lines indicate intensity referred to randomly oriented powder specimen. Triangles, rectangles, and double triangles show (110) poles of  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$ ,  $(011)[100]$ , and  $(311)[2\bar{3}\bar{3}]$  orientations, respectively. R.D. and N.D. indicate rolling direction and normal direction to specimen surface, respectively.

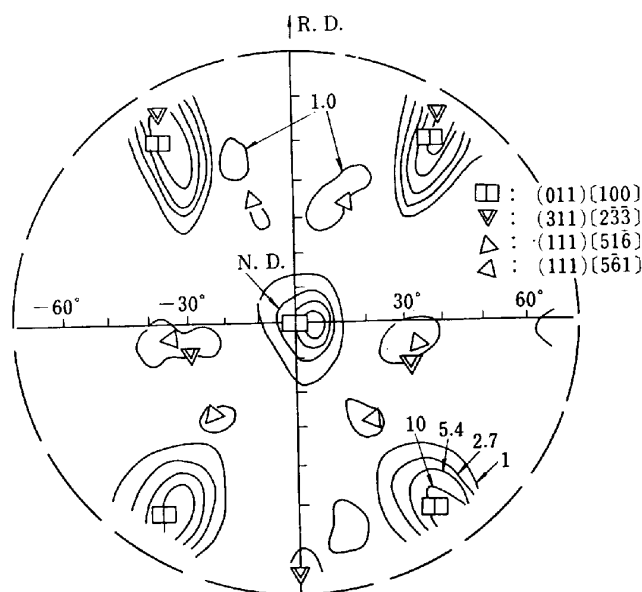


Fig. 2. (110) polefigure showing completely recrystallized texture in  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  crystal, 73%-rolled and 600°C-4hr-annealed. Rectangles, double triangles, and triangles indicate (110) poles of  $(011)[100]$ ,  $(311)[2\bar{3}\bar{3}]$ , and  $\{111\}\langle 516 \rangle$  orientations, respectively.

特有な筋状微細組織(Photo. 1)に沿つて再結晶粒が発生する<sup>29)</sup>。この筋状組織を電顕で詳細に調べれば、再結晶過程についてかなり有効な知見が得られるものと思われる。

これらの単結晶をそれぞれ60, 73 および 70, 83%の各圧延率まで圧延した。圧延後の厚さはそれぞれ約0.3 mm, 0.22 mm, および 0.24 mm, 0.14 mmであった。圧延後両表面より、不規則変形を受けた表面層として各面より板厚の20%を化学研磨で除去してから、前報<sup>29)</sup>と同じ水素炉で焼鈍してわずかに再結晶させた後薄膜にした。また一部の試料は焼鈍せず、またはわずかに再結晶させた後薄膜にし、電顕内で加熱して再結晶過程を観察した。

薄膜の作り方は、上記試料を50%塩酸水溶液で、焼鈍の際形成された酸化物などの膜を除去後、軽くエメリー研磨してから正リン酸に無水クロム酸を過飽和に溶かした電解液を95°Cに保つて電解研磨した。電解条件は平板ステンレスの陰極を2枚試料に対向させて用い、電圧15ボルト、電流密度5A/cm<sup>2</sup>であった。

10 $\mu$ 以上に成長した再結晶粒の方位決定は、バルクのままマイクロエッチピット法<sup>37)</sup>を用い、それ以下の粒は透過電顕の制限視野回折法によつた。制限した視野以外からの情報が回折像に寄与する「まわり込み」について十分注意して実験した場合、後者の方法で決定できる最小の面積は約0.5 $\times$ 0.5 $\mu$ <sup>2</sup>であった。この値は回折理

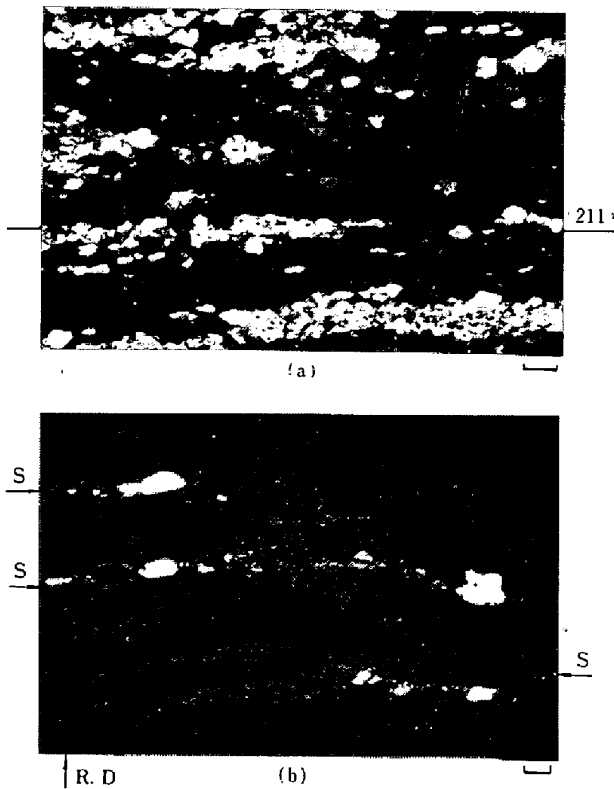


Photo. 1. Optical micrographs showing characteristic structure of partially recrystallized specimen, as observed in  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$ , 73%-rolled and  $600^{\circ}\text{C}$ -8min-annealed. Recrystallized grains, having bright appearance, are distributed along striations S in deformed matrix, as indicated in the figure. Striations lie nearly parallel to slip plane (211). Photo. (a) and (b) show similar place but with different magnifications.

論から予想される値<sup>35)</sup>よりかなり大きく、主として中間レンズのリーケーシフラックスが試料位置に及ぼす影響と考えられている<sup>39)</sup>。

観察に用いた電顕は島津 SMH-5B 型の 500kV と、補助的に日本電子 JEM-6A 型 100 kV の 2 つである。SMH-5B は藤田ら<sup>31)</sup>の設計による加熱、引張などの試料筒を収納する万能傾斜試料台を有し、試料を最高  $900^{\circ}\text{C}$  まで加熱しながら 8 度まで任意方向に傾けて観察することができる。

### 3. 実験結果

#### 3.1 圧延および再結晶組織の観察

Photo. 2 は電顕でみた 83% 圧延材の組織で、図中に B と記した領域はセルの大きさが小さく、帯状をなして分布している。これは Photo. 1 の光学顕微鏡組織の筋状領域に対応している。制限視野回折像はこの帯状領域で多くの方位成分からくる合成のパターンを示し、しか

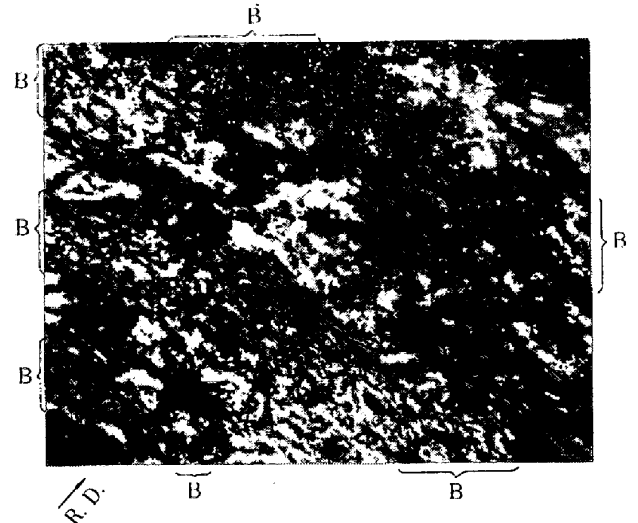


Photo. 2. Electron micrograph showing typical banded structure indicated by B in 83%-rolled  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  crystal.

もパターンは場所によつて非常に大きく変化する。すなわちこの領域には多くの方位が含まれている。しかしそれ以外の場所ではほとんど単一の  $(110)[2\bar{1}\bar{1}]$  成分のパターンを示す。セル構造の大きさは帯状領域では約  $0.2\mu$  で周囲での約  $1/10$  である。Photo. 3 は電顕の暗視野法によつて各方位が試料内にどのように分布しているかを調べた一例である。(a) は Photo. 2 と同様の場所の明視野像で、特に記号 B で示した帯状領域では等厚干渉縞(コンター)が複雑に入り乱れていることから、そこでは方位が局所的に相当異なつていることがわかる。写真の中央付近の B 領域から得られた制限視野回折像には (e) に模式的に示したように  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$ ,  $(011)[100]$ ,  $(133)[6\bar{1}\bar{1}]$  などの方位が含まれている。すなわち Fig. 1 の極点図の方位回折分散成分から予想されるように、 $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  から  $(011)[100]$  に至る連続的方位成分が存在することを意味している。Photo. 3 の (b), (c), (d) は、(e) の回折パターンのもそれぞれ b, c, d 印の位置に対物絞りを置いて撮つた暗視野像である。(c) と (d) で明るく写っている領域は  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  方位を有し、(b) では  $(011)[100] + (111)[2\bar{1}\bar{1}]$  方位の領域が示されている。このような写真を多くの場所について撮り、その結果を検討してわかることは、帯状領域は大体において  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  方位を有するが、その中に微小な  $(011)[100]$  領域が含まれていること、帯状領域の外では方位変化が少ないことが確認される。また帯状領域以外でも  $(011)[100]$  方位を有する場所が存在するが、このような場所では再結晶粒が発生しない。

Photo. 3 で明らかなように、幅  $1\mu$  程度の帯状領域の中にたがいに  $35$  度も方位差のある  $(011)[100]$  方位が

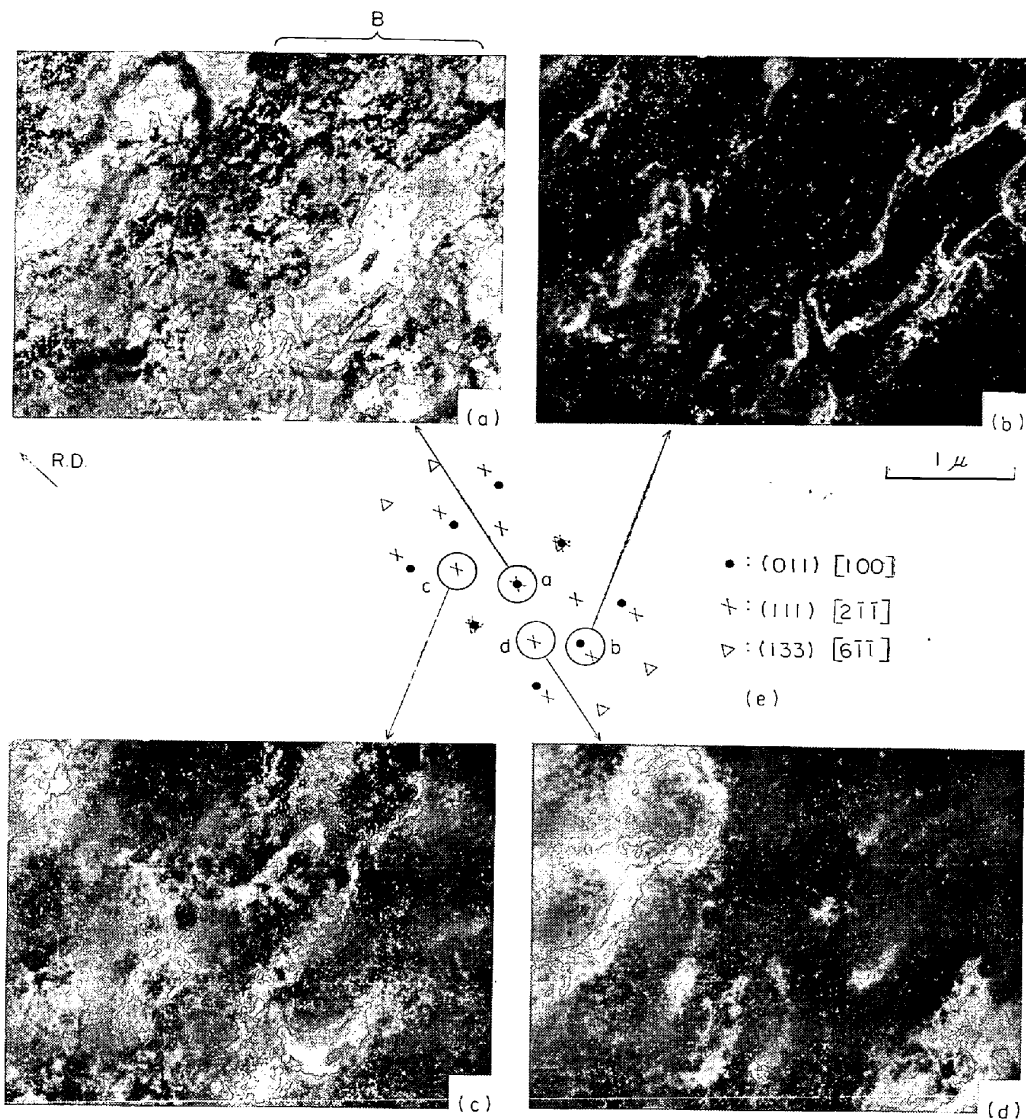


Photo. 3. Bright-field and dark-field electron micrographs obtained in the same field of as-70%-rolled (111)[211] crystal; (a) is bright-field image, (b) to (d) are dark-field ones as obtained by denoted diffraction spots in (e).

ら (111)[211] 方位にわたる方位成分を有する部分が含まれている。再結晶粒は実際この帯状領域から発生するが、ここではサブグレインが少し成長すれば必然的に大傾角粒界を生ずるような状況になっている。

成長初期の再結晶粒は Photo. 4 に示すようにいわゆる subgrain coalescence によつて形成したと思われるような、たがいに方位の近い粒の結合とみられる場合が多い。制限視野絞りを(b)または(c)のように大きさを覚えて回折パターンをとると、それらはたがいに非常に似ていることから、これらのサブグレインはまわりのマトリックスと高々5度程度の方位差を持っていることがわかる。

次にもう少し大きく発達した粒は Photo. 5 に示すようになりに転位密度が低く、まわりのマトリックスとの

方位差も大きくなる。Photo. 5の中央の結晶粒は(155)-[10, 11, ]に近い方位であることが回折パターン(b)からわかる。まわりの領域はほとんど (111)[211] 方位のパターンを示しているが、領域(c)には中央の結晶粒(b)と同じ方位のパターンも含まれている。このことから、サブグレインが発達するためには、Photo. 4のようにマトリックスとの方位差が小さくてもよいが、しかしそれが再結晶粒に発達するには、Photo. 5のように近くに方位差の大きいマトリックスの存在が必要であることが想像される。なお完全度の高い結晶粒から得られた回折スポットには菊池線を伴っていることが特徴的で、これからまわり込みの有無についてある程度確認ができる。これらの写真から、再結晶の核は帯状領域内で他より早期に形成されたサブグレインであると考えられる。

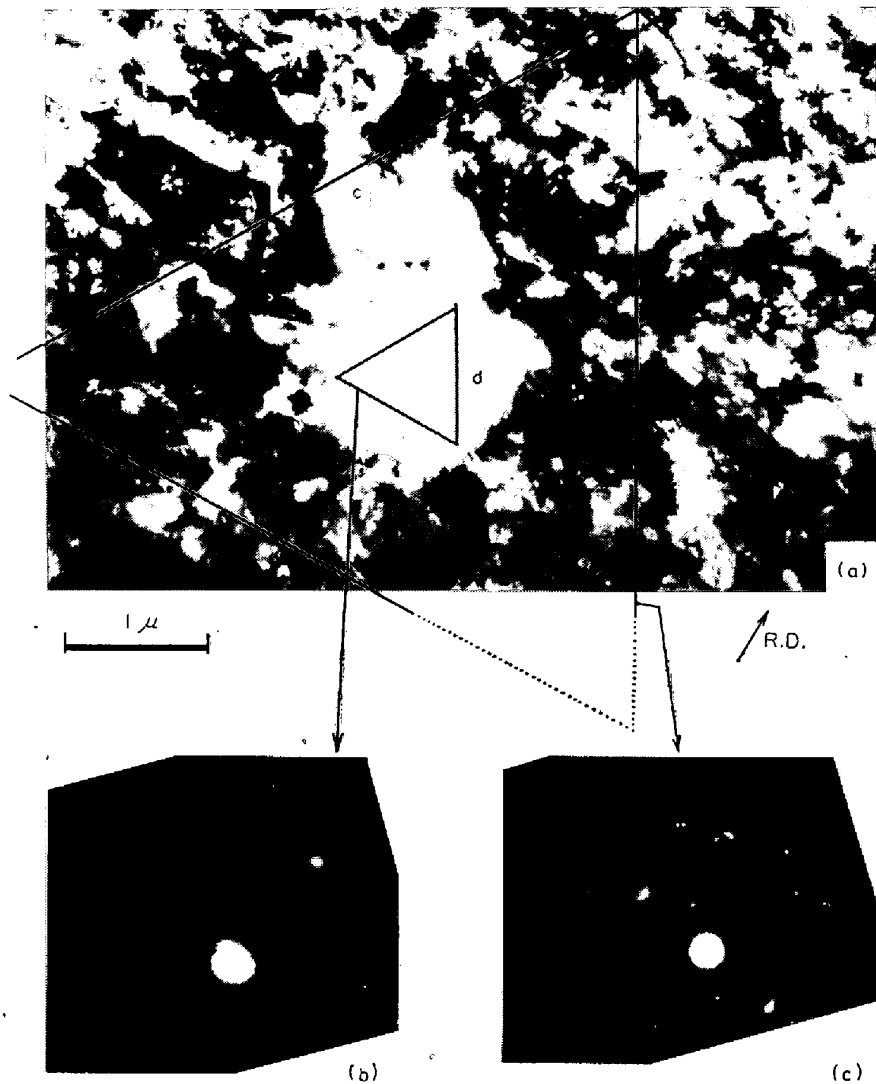


Photo. 4. Size dependence of intermediate stop on selected area diffraction pattern from a small recrystallizing grain and the matrix.

同様な方法で、再結晶しつつある結晶粒を多数調べた。その結果、粒径が大きいほど転位密度が低く、まわりの領域との方位差が大きいことが判明した。特に、 $3\mu$ 以上の大きさの結晶粒では転位がほとんど存在せず、いわゆる「再結晶粒」と呼んでもよいものばかりであった。一方、Photo. 4の説明で述べたように、発達初期の再結晶しつつある結晶粒は必ずその結晶粒とほぼ同じ方位を有する領域と接しており、この粒がその付近から発達を開始したことを暗示している。

再結晶しつつある粒の方位を一つ一つ調べてみると、 $(011)[100]$  またはそれに近い方位を持ち、大きく成長したサブグレインは特定の場所に集中して分布していること、それ以外の方位（弱組織に対応）を有する粒はこれとは離れた場所にやや粗に分布していることが確認された。たとえば、成長した  $(011)[100]$  サブグレインは

$(111)[2\bar{1}1]$  マトリックスに、 $(111)[5\bar{6}1]$  サブグレインは  $(311)[2\bar{3}\bar{3}]$  マトリックスに、また  $\{113\langle 211\rangle$  サブグレインは  $(511)[2\bar{5}\bar{5}]$  マトリックスに取り囲まれていることが多いことなど、それぞれ発達可能な特有のマトリックスを持っていることが認められた。この点はまだデータ不足のため断定的結論を下せないが、異なる方位のマトリックスの分布状態を反映して、再結晶粒が方位によつて特有の分布をすることは、実際に観察された光学顕微鏡組織<sup>29)</sup>とよく対応し、重要な点と考えられる。

Photo. 6は大きく成長した再結晶粒とそれを取りまくマトリックス中のサブグレインの典型的例である。マトリックスにはサブグレインをはつきり形成しているところと、まだ変形組織を残しているところが混っている。この写真は、もしスケールを40倍に拡大すれば、二次再結晶粒が一次再結晶したマトリックスを食つて成長し

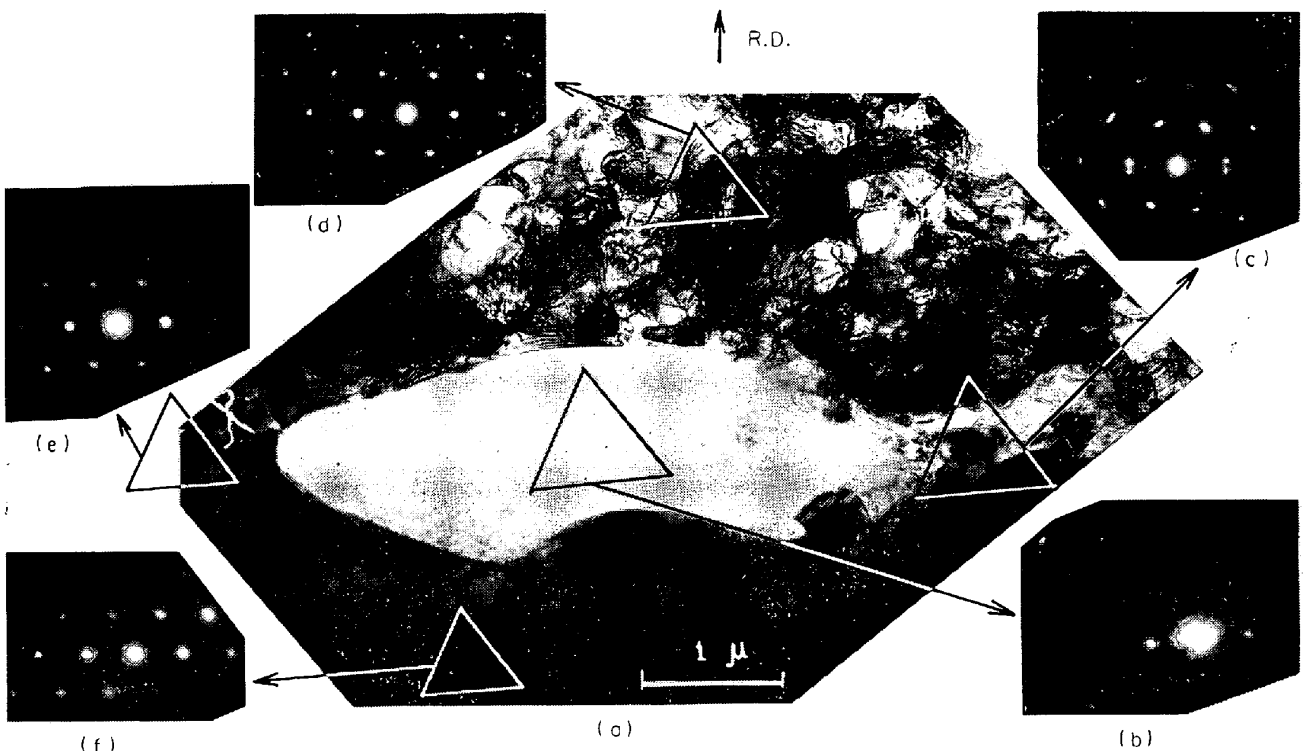


Photo. 5. Diffraction patterns obtained from a dislocation-free grain and surrounding matrix indicated, as observed in  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  crystal 83%-rolled and  $600^\circ\text{C}$ -1 min-annealed. Orientation of the surrounding areas are  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$ , whereas that of (c) contains the  $(155)[10, \bar{1}, \bar{1}]$  similar to the recrystallizing grain (b).

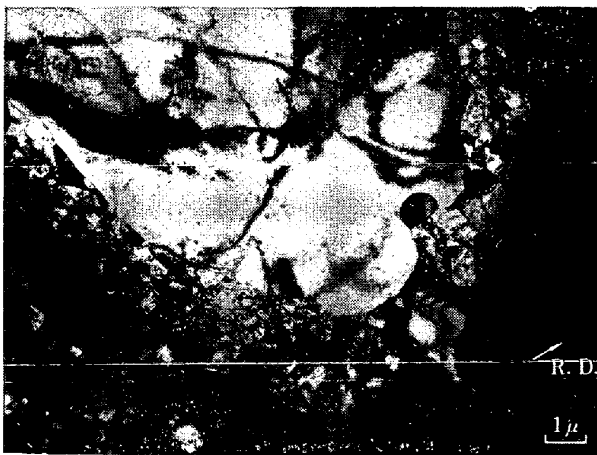


Photo. 6. A typical recrystallized grain surrounded by many small subgrains in matrix, as observed in  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  crystal, 73%-rolled and  $600^\circ\text{C}$ -2 min-annealed

ている光学顕微鏡組織とある意味で非常に似ている。すなわち再結晶粒はそれ自身に比べてずっと小さいサブグレインによって囲まれている。したがって再結晶粒とはいわば異状に大きく成長を遂げたサブグレインであると考えられる。

3.2 成長に伴う結晶粒の方位分布の変化

Fig. 3 は Fig. 1 および Fig. 2 に示した  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$

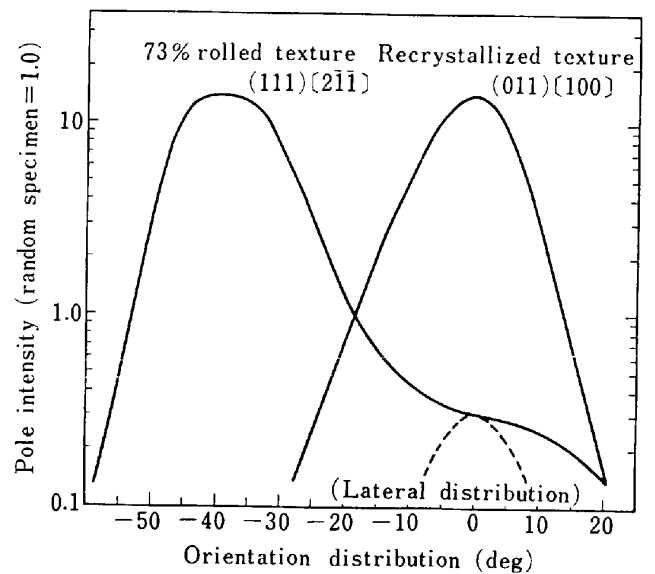


Fig. 3. A comparison of pole-intensity distribution in  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  crystal between as-73%-rolled and fully recrystallized textures which appeared in Fig. 1 and 2.

試料の 73% 圧延材および再結晶完了材の  $(110)$  極点図の中心付近にある極点分布の比較を示す。この試料では集合組織が単純なのでこの極点分布をそのまま方位分布と考えてよい。圧延材では  $-35$  度付近にピークを持つ

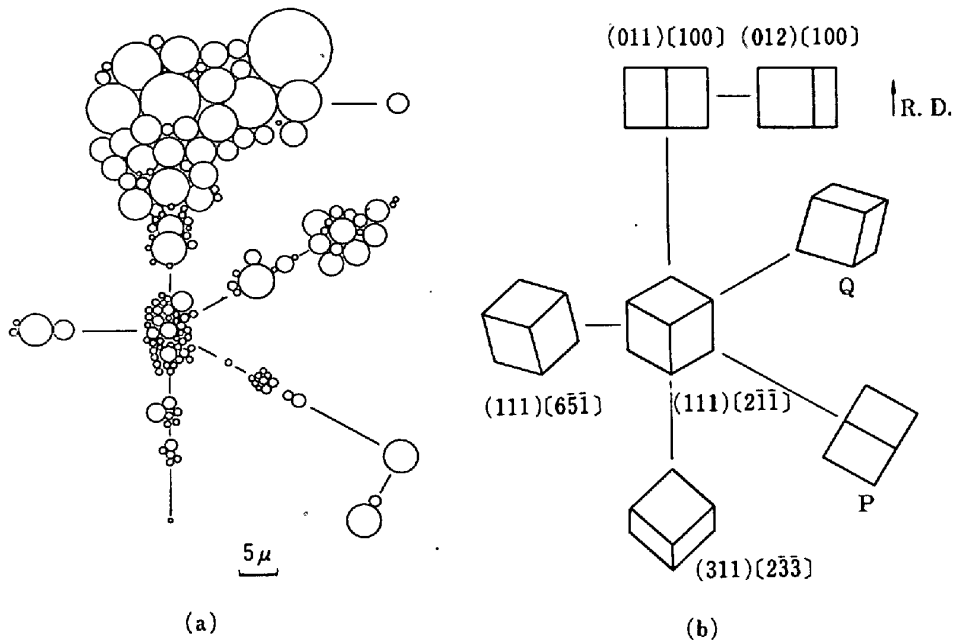


Fig. 4. Orientation distribution of grains at early stages of recrystallization in 70%-rolled (111)[211] crystal, annealing being 550°C-15 min or 750°C-10 min in bulk state. Position and diameter of each circle in (a) represent orientation and size of the grain, respectively. The orientations with simple indices are shown by schematic drawings at corresponding position of (b). Connecting lines and distances along the lines in (b) indicate rotations and differences in orientations, respectively.

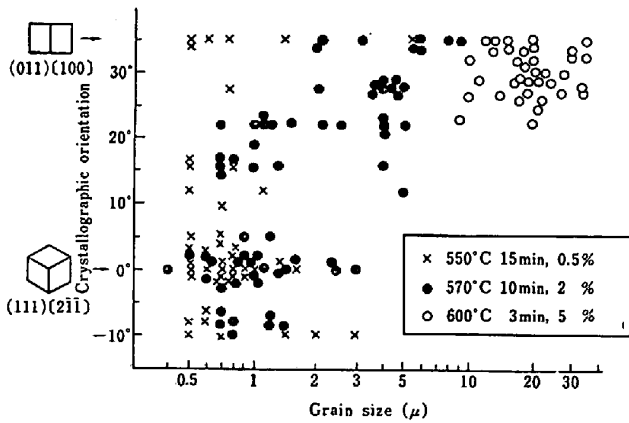


Fig. 5. Relation between orientation and size of grain at three stages of recrystallization as replotted from Fig. 6. Each stage corresponds to annealing of 550°C-15 min, 570°C-10 min, and 600°C-3 min, and is distinguished by different marks. Ordinate indicates rotation angle from (111)[211] towards (011)[100] around [011] axis.

(111)[211] 圧延集合組織を有するが、その分布の裾は再結晶の優先方位の (011)[100] (角度 0 度付近) の先まで達している。しかしその強度はピーク値の 2%、またランダム試料の強度の 30% 程度で相当弱い。再結晶集合組織では (011)[100] 方位にピークを持つ分布を形成

し、この方位を持つ粒が何らかの理由により発達しやすいことを示している。

焼鈍により、圧延集合組織から再結晶集合組織にどう変化してゆくかを調べるには極点図によることもできるが、ここでは核発生を調べるのもつと感度のよい次のような方法を採用した。すなわち 70% 圧延した (111)-[211] 試料をバルク状態で焼鈍し、再結晶初期段階にある種々の大きさの結晶粒の個々の方位を統計的に多数測定し、結晶粒の成長に伴う方位分布の変化を調べた。焼鈍は 550°C × 15 min, 570°C × 10 min, 600°C × 3 min の三段階で、おのおの再結晶した割合が面積比で約 0.5%, 2%, 5% であった。調べた結晶粒はまわりのサブグレインより大きいもので、この中にはいわゆるサブグレイン、再結晶粒、それに再結晶しつつある粒が含まれている。結果は Fig. 4 と Fig. 5 に示すように、粒の大きさと方位の関係として表わした。やや大きな再結晶粒は帯状領域に平行に細長く伸びた形をしているものが多いが、その場合の大きさは面積の平方根で表わした。Fig. 4 には 550°C と 570°C の焼鈍試料の結果を区別せず、マトリックスとの方位回転軸によって分けて示してある。Fig. 5 では全測定のうち、[011] 軸が圧延直角方向にほぼ平行な粒について焼鈍条件を区別して話してあるが、Fig. 5 から洩れた結晶粒の数は多くない。な

お、この図で  $600^{\circ}\text{C} \times 3 \text{ min}$  のデータはエッチピット法で決定したので、 $5 \mu$  以下の大きさの結晶粒は測定していない。

Fig. 5 から次のことがわかる。  $550^{\circ}\text{C} \times 15 \text{ min}$  の焼鈍では大部分の結晶粒は  $1.5 \mu$  より小さく、その分布はほぼ圧延集合組織と同じである。しかし (011)[100] 方位を有するサブグレインも確かに含まれている。  $570^{\circ}\text{C} \times 10 \text{ min}$  焼鈍では最大粒は  $10 \mu$  付近まで成長し、 $2 \mu$  以上に成長した結晶粒の方位は再結晶集合組織に近い。しかし圧延集合組織 (111)[2 $\bar{1}$ 1] に近い方位を有する結晶粒はまだ小さい。  $600^{\circ}\text{C} \times 3 \text{ min}$  焼鈍では、大きく成長した粒はすべて再結晶集合組織と同じ方位を有する。 Fig. 4 の (011)[100] 方位以外に少数の結晶粒が集積しているのは、いずれも再結晶集合組織の弱成分に相当している。

このように結晶粒が  $2 \mu$  以上に成長する方法が、再結晶集合組織の発達をきめる鍵を握っていることが明らかになったが、このことは前節に述べた結晶粒の構造の変化と対応し、優先方位を有しないサブグレインは、転位を含まない  $2 \mu$  以上の大きさを持つ結晶粒に成長できないことを示している。この成長方法の変化を直接調べる目的で、電顕内で再結晶過程を連続観察した。

### 3.3 再結晶過程の連続観察

もし、帯状領域を観察しながら再結晶させることができれば、再結晶機構を始め、集合組織が形成される原因が直接明らかになるはずであるが、実際には次のようになりかなりむずかしい点がある。

第一に、個々のサブグレインの方位を決定するには、そのサブグレインの大きさと同程度の試料厚さの部分で回折パターンを撮らなければならないが、そのような薄い場所では再結晶は起きない<sup>33)34)</sup>。第二に、再結晶温度  $600^{\circ}\text{C}$  付近に昇温された試料のコントラストは常温に比べてきわめて悪く、その結果として転位などの識別可能な最大厚さは常温での値約  $1.5 \mu$  程度から、高温では  $1 \mu$  以下に低下する。第三に、圧延材では転位密度が著しく高いので、電子線の透る厚さは焼鈍材の約半分になる。以上の諸条件のため、圧延試料の透過可能な厚さの部分を見ても再結晶粒は現われず、再結晶粒はもつと厚い部分に発生して次第に観ている視野に侵入してくる。また再結晶粒が発生する場所の組織は再結晶する前には何も見えない。これは超高压電顕を用いても必ずしも乗り越えられない困難である。しかし通常の  $100\text{kV}$  電顕に比べれば、特に以下に述べる工夫によりかなり現象を追跡できる。したがってこれから述べることは完全な意味での連続観察への一つの試みである。

再結晶という過程は一般に次の三段階から成ると考えられている。第一の段階 (ステージ I) では、変形によつてできたセル構造が明りようになり、サブグレインができる。次にステージ II ではサブグレインが徐々に成長する。そして最後は (ステージ III) 多くのサブグレイン中で特定のものが大傾角粒界の移動によつてマトリックスを食つて成長する。実際にはこれらの過程の進行速度は場所によつて異なり、特に帯状領域では速やかにサブグレインを形成し、それが成長を始めているのに、周囲はまだステージ I の初期にあるというように、場所的にそれぞれ異なっているが、このことはむしろ再結晶が起こるために本質的重要性を持つている。薄膜にすると蓄積された歪エネルギーが逃げやすく、核発生に必要な局所的な高い歪の部分が消滅して試料全体の歪エネルギーが一様化することが、再結晶の膜厚効果の一つの原因と考えられる。したがって高純度試料より不純物の多いもののほうが膜厚効果が少ない<sup>32)</sup>。

再結晶過程の最初の観察は、当然正攻法で 83% 圧延材を試みた。この試料では上記の困難を避けるべく、加熱後常温まで冷却してコントラストを高めて厚い場所の組織を観察し、更に加熱、冷却中に生ずる試料の傾きのわずかな変化によるコントラストの変化を補正するため試料をたえず傾けて同一のコントラスト条件を得よう努めるなどの試みを行なった。それにもかかわらず、結晶粒の成長を連続的にとらえることはできなかつた。この方法でも大きく成長した結晶粒が得られるが、これはステージ II にある「大きなサブグレイン」であり、バルク加熱の場合の再結晶粒のように転位を含まない状態にはなっていない。また周囲の結晶粒との大きさの差もない。すなわちまだステージ II の様相を示している。薄膜ではステージ III が特に大きな膜厚効果を有するためにこうした結果になりやすい。ステージ III が観察される最小の厚さは約  $1 \mu$  である<sup>33)34)</sup>。しかしステージ II までの過程の起こりうる臨界厚さは  $0.3 \mu$  以下であるから、かなり薄い部分で観察しても少なくとも定性的には十分その現象を観察できると考えられる。

そこで次にステージ I の現象を調べるため、圧延率をもつと低く、セル構造が微細化しない試料を用い、転位構造が加熱中も十分透過して見えるようにして実験した。Photo. 7 は 9% 圧延材の厚さ約  $1 \mu$  の試料の場合で加熱によつて転位密度が減るとともに、圧延組織のセル構造中の転位が集められて亜粒界を形成するところである。セルの大きさ  $0.3 \mu$  に比べてずっと大きい ( $3 \mu$ ) サブグレインが形成される。圧延率が增加するとサブグレインサイズは減少し、サブグレインの粒界はセル構造の



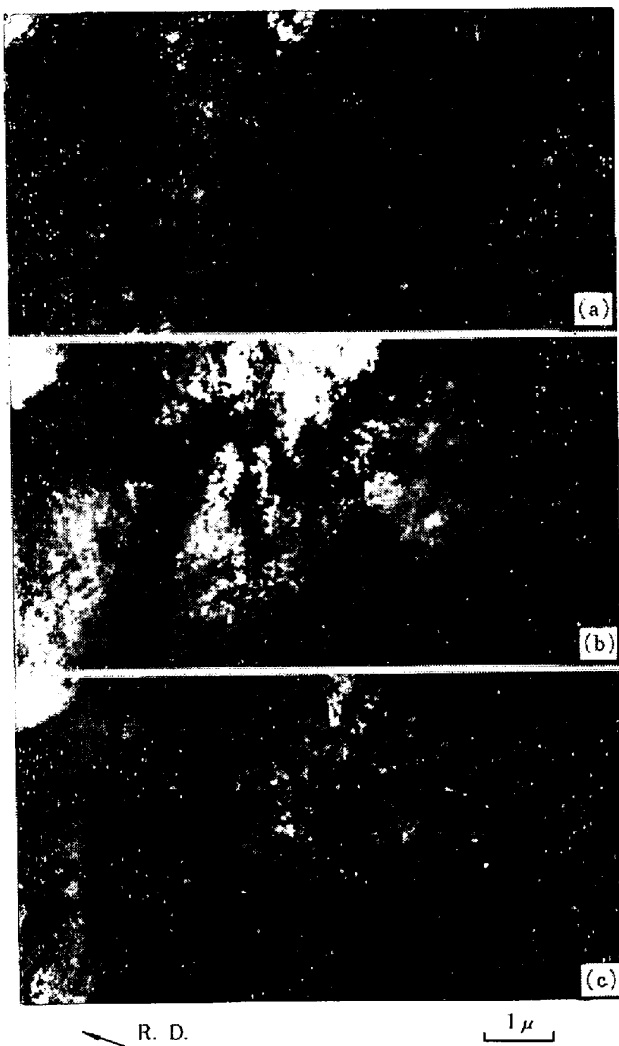


Photo. 7. Successive stages of sub-boundary formation in 9%-rolled (111)[211] crystal. Photograph (a) was taken at room temperature (before heating), (b) at 440°C and (c) at 580°C; thickness being about 1 $\mu$ .

像のコントラストが大きく変わっているところ，すなわち方位差が比較的大きく，長範囲の内部応力が蓄えられているセル境界（またはセル群の境界）の近くに形成され，低圧延材の場合よりセルとサブグレインの対応がはつきりしてくる．50%以上圧延すると帯状領域の発達が顕著になり，そこでは方位の局所の変化が大きいため優先的にステージ I の過程が進行する．

Photo. 8 と 9 はステージ II における 83% 圧延材のサブグレインの成長過程を示す連続写真である．これらの写真は 5~7 sec に 1 コマの割合で撮影した．ここで用いた試料の厚さではステージ III の過程が起きないので，800°C という高温に至るまでステージ II が観察される．しかし温度の上昇のために現象がすみやかに進行し，粒界や転位が少なくなつて観察が容易になつた点を除けば，

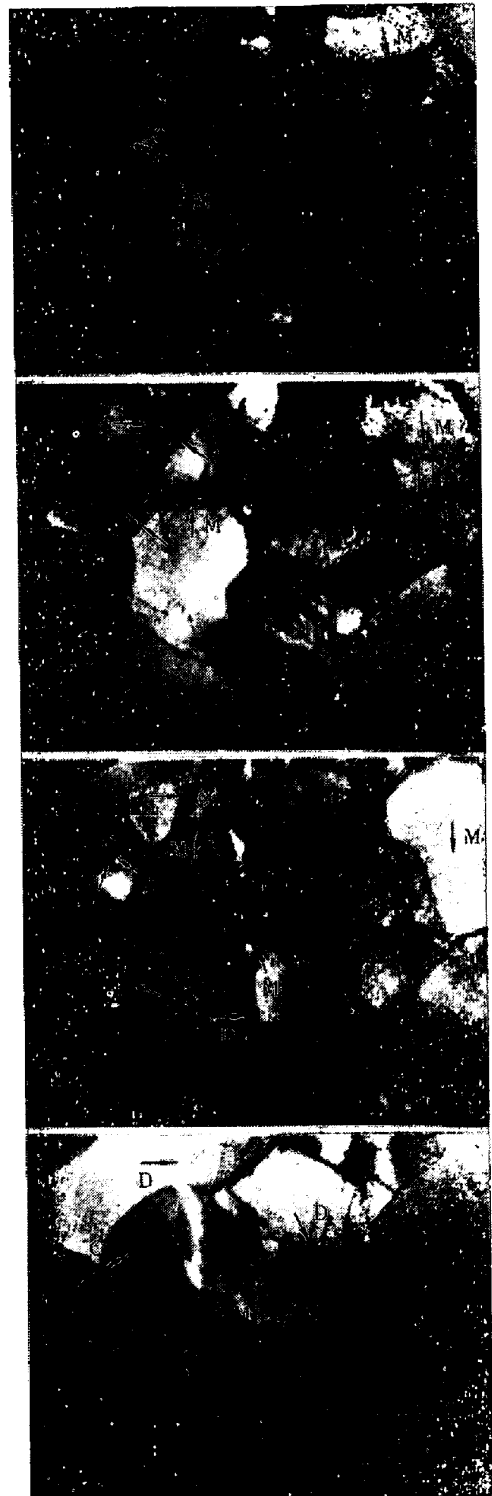


Photo. 8. Successive stages of subgrain growth in 83%-rolled (111)[211] crystal at 800°C; thickness being about 0.4 $\mu$ . Migration (indicated by M), decomposition (by D) and combination (by C) of boundaries can be seen.

定性的には高温にしたつめの現象の相異は顕著ではないと考えられる．言いかえれば，バルクの再結晶温度 600°C ではステージ II はきわめて緩慢であることである．

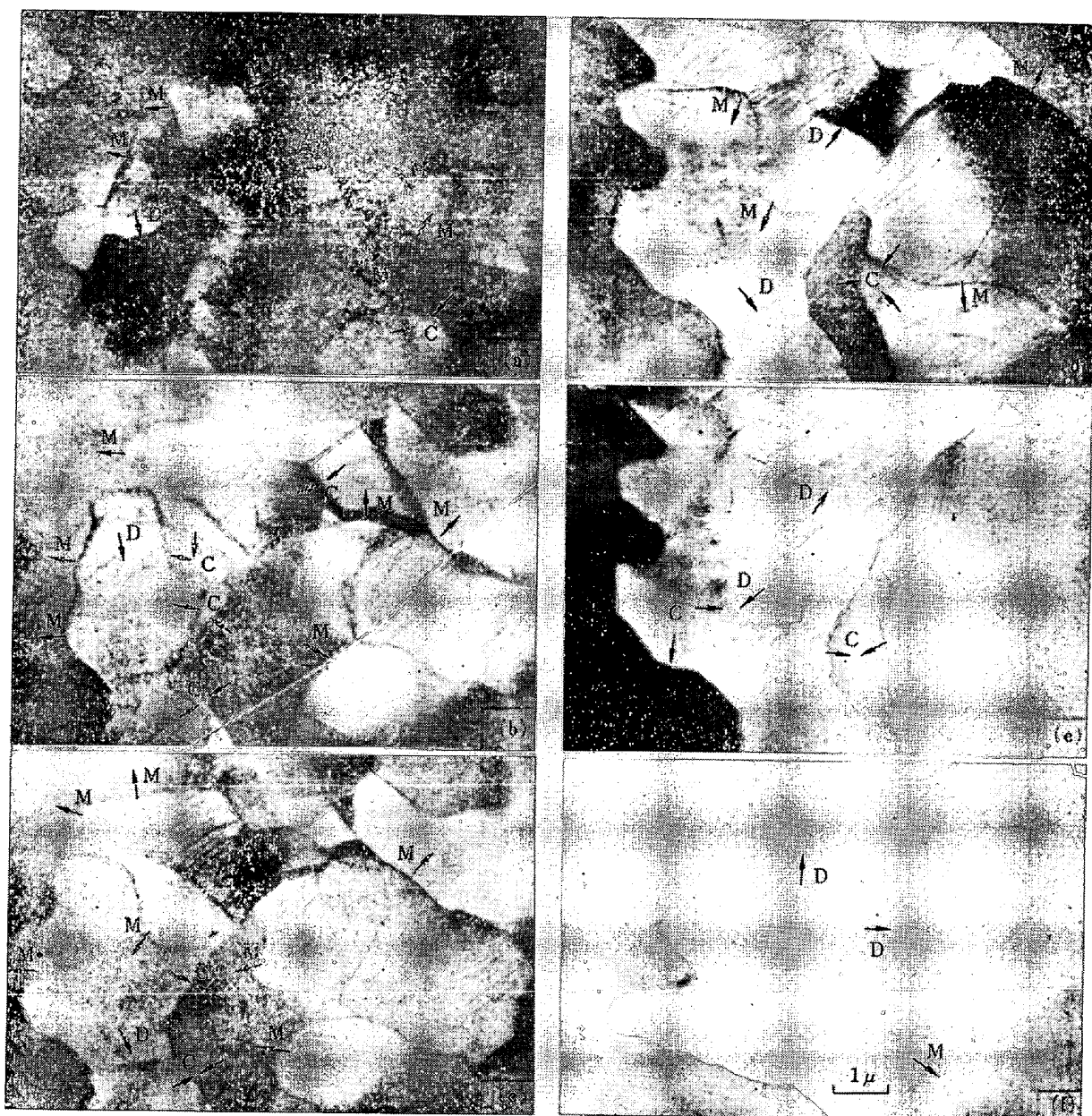


Photo. 9. Successive stages of subgrain growth in 83%-rolled (111)[211] crystal observed at 880°C; thickness being about  $0.6\mu$ . Subgrains grow through boundary migration (indicated by **M**), decomposition (by **D**), and combination (by **C**), finally large grains surrounded by higher angle-of-misfit boundaries are formed.

サブグレイン粒界（亜粒界）は熱的に不安定で、かなり移動（写真中**M**と記す）する。加熱に伴いサブグレインは平均として増大し、あるものは消失する。またサブグレイン内部の転位密度も次第に減少する。亜粒界は移動しながら2つの亜粒界、また時には個々の転位に分解（**D**と略記）する。分解した粒界は隣りの、より大傾角な粒界に結合（**C**と略記）し、より大傾角（または小傾角な）粒界に変化させる。この過程がサブグレイン成長の素過程であり、同様の過程がAlについても観察されていることから<sup>4)</sup>、Fe-Siばかりでなく一般的な現象と思われる。

ここで注意すべき点は、Fig. 5に示したようにサブグレインは成長しても $2\mu$ くらいまでは圧延集合組織とほぼ同じ方位分布を有していることである。したがって、ステージⅡでは方位によって成長速度が大幅に異なることは一応ないとみられる。それは、この段階では非常に局所的な成長であるため、そのまわりのごく近傍の方位関係だけが重要なためであろう。しかし(011)[100]方位と(111)[211]方位のサブグレインを比較すると、前者はサブグレインの成長に伴ってマトリックスと大きな方位差を持つようになるが、後者ではマトリックスの方位に近いので、易動度の大きい大傾角粒界はできない。

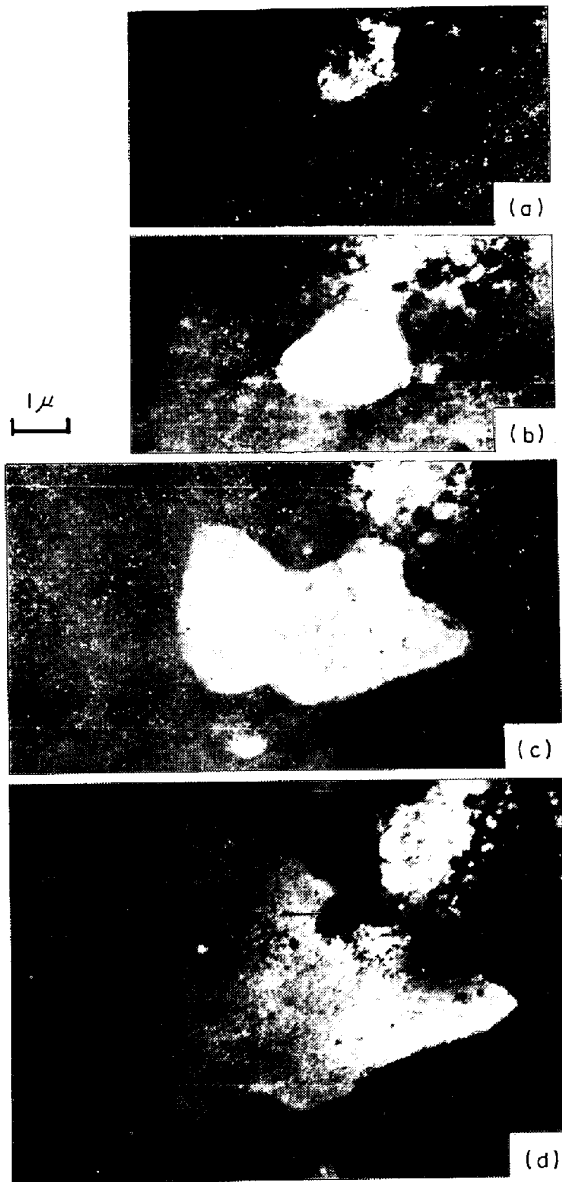


Photo. 10. Growth of a recrystallized (011)[100] grain by migration of high angle boundary at 600°C. Time interval between (a) and (d) was shorter than 30 sec. Specimen is 83%-rolled (111)-[2 $\bar{1}1$ ] crystal with thickness a little larger than 1 $\mu$ .

したがって長距離にわたる粒界掃引(ステージⅢ)は前者にのみ起こる。ステージⅡからステージⅢへ移行する結晶粒, すなわち 2 $\mu$ 以上に成長した粒がほとんど(011)[100]方位を有する理由の一つはこのためである。

Photo.10は1 $\mu$ 以上の厚さを有する83%圧延材で観察した(011)[100]再結晶粒が成長する(ステージⅡ)の過程を連続観察した典型例である。この厚さの場所ではバルクな試料の再結晶温度600°CでステージⅡが起こる。大傾角粒界の移動は連続的に、水平な床の上にペンキをこぼしたように拡がってゆく。(a)から(d)ま

で30sec以内といふかなりの速さで粒界がマトリックスを掃くので、短時間にマトリックスが食われ、潜伏期間の少し長い結晶粒はたちまち食われてしまう。マトリックス中にあるやや大きく成長したこれら潜伏期間の長い粒((d)図中の矢印)は、再結晶粒界の移動を一たん止める役目を果たすが、やがてその周囲の高転位密度のマトリックス領域が先に食われ、「島」状に取り残される。または特に小さい結晶粒では少しして食われてしまう。大傾角の再結晶粒界で掃かれた領域は、BAILEYが指摘<sup>43)</sup>したのと同様、転位が残っていない。3 $\mu$ 以上に成長した結晶粒が転位を含んでいないのは、したがってそれが大傾角粒界の移動によるステージⅢの成長を始めていることの証拠である。

連続観察で最初に急速な成長が発見される結晶粒の大きさは、83%圧延材では1 $\mu$ 前後であり、この大きさは集合組織(011)[100]が顕著になり始める大きさに対応している。言いかえれば、この優先組織は成長した(011)[100]サブグレインがステージⅢに達するに伴って発達し始め、その粒界の速やかな移動により優先方位の強度が急速に増大する。

#### 4. 考 察

##### 4.1 Huの(111)[2 $\bar{1}1$ ]結晶に関する電顕観察との比較

Huは本章と同様の(111)[2 $\bar{1}1$ ]方位3%珪素鉄単結晶を5%から70%まで圧延し、その圧延、再結晶組織を透過電顕観察した<sup>48)</sup>。それによると、小さなサブグレインが発達する場所と、サブグレインはできずに転位密度が大幅に減少しているところがあり、再結晶核は前者の部分に発生しやすい。これは本研究における帯状領域での優先再結晶に対応していると考えられる。Huはまた(011)[100]方位単結晶の70%圧延材の再結晶組織をバルク加熱<sup>49)</sup>および電顕内加熱<sup>45)</sup>により調べ、(111)面を有する圧延変形領域にはシャープな回折パターンの場所と、リング状パターンを伴う場所があることを見いだした。電顕内で再結晶させた場合、バルクよりかなり再結晶温度の上昇がみとめられた。特に観察している薄膜部分の温度上昇は大電流と大きなコンデンサー絞りのため著しいと考えられる。100kVの電顕で透過可能な厚さではステージⅢがバルクのように起きないこと、サブグレインが異状に安定でほとんど亜粒界が動かないなど本研究の結果より膜厚効果の影響を大きく受けている。subgrain coalescenceもこうした試料の薄さに基づく薄膜特有の現象、少なくとも薄い場所ほどサブグレインの成長が粒界移動以外の方法で進行しやすいこと

は確かである。

本研究では Hu の場合の少なくとも 4 倍以上の厚さの試料を用いているので、先に示した<sup>33)34)</sup>再結晶の顕著な膜厚効果をのがれることがより容易である。更にコンデンサー絞りを大きくして電子ビーム電流を増すような手段は採らず、したがって高速電子線の試料内でのエネルギー損失の少ないことも加えて試料の付加的な温度上昇は Hu の場合に比べて無視できる。この電子ビームによる観察部分の局所的な温度上昇は本研究の場合 50°C 以下と推定された。

加速電圧の上昇による好ましくない点として、高速電子による原子変位が生じ、純鉄では加速電圧が 430 kV 付近より上では格子欠陥が導入される<sup>46)</sup>が、500 kV では明確な効果はみとめられなかつた。これは多分材料が比較的純物が多く、そのために点欠陥の移動が抑えられていることも関係しているようである。

#### 4.2 大傾角粒界の形成機構

再結晶集合組織は転位を含まない優先方位再結晶粒がその大傾角粒界の移動によつて成長することによつて発達する。このような大傾角粒界はしかし、単結晶を圧延したままの試料では当然存在しない。したがっていかにして大傾角粒界が形成されたかが問題となる。

この点について、変形を受けた結晶中の方位の局所的な曲がり大きい部分がポリゴン化し<sup>49)</sup>、直接かなり大きな角度差の粒界が生ずるとする考え<sup>48)</sup>もある。確かに Photo. 3 に示したように帯状領域は局所的方位変化が大きいので、ここに発生したサブグレインは大傾角粒界を持ちやすい。しかしこのような場所では必ず小さいサブグレインが形成され、一つ一つの粒間の傾き角は決して大きくない<sup>49)~53)</sup>。したがってこうした小傾角粒界がどのように大傾角になるかは検討の必要がある。

Subgrain coalescence と呼ばれている現象は、藤田<sup>40)</sup>が変形した Al 中のサブグレインの成長をバルク加熱に

より観察し、通常の粒界移動による成長のほかに、明らかにサブグレインが集団を作ることによつて、その集団内のサブグレイン間の粒界が集団間の粒界に吸収されることにより成長するという考えを提出したのが最初である。彼はこの過程を subgrain grouping と呼んだ。Hu はこれと独立に、よく知られているように珪素鉄の観察に基づき類似の考えを発表した<sup>51)52)45)43)</sup>。Hu は亜粒界のあるものが次第に消えてより大きいサブグレインになり、その消え方は粒界内の転位が抜け出して隣りの粒界にはいると想像されるような組織を観察した。

しかしながら、WALTER ら<sup>49)50)</sup>は Hu<sup>51)52)</sup>と同様の試料を調べているにもかかわらず、明らかに亜粒界の「移動」によつてサブグレインの成長が起きていると考えた。

本実験で明らかのように、サブグレインの成長は亜粒界の移動、分解、結合の組み合わせた過程で起こる。この過程は圧延組織からサブグレインが形成されるステージ I およびそれが成長するステージ II までずっと引続いた一連の変化である。この変化は一つの粒界だけの变化に留まらず、必ずそれと続いている他の粒界にも変化が及んでくる。coalescence か migration かの論争<sup>53)</sup>はしたがって両方共正確には正しくない。サブグレインの成長はちょうど石けん泡の成長に似ており、筆者はこれを亜粒界の「協力的再配列」と呼びたい。

ここで次に問題となることは、粒界エネルギーが方位差によつて Shockley-Read の関係式<sup>54)</sup>に従つて変化しているとすれば、粒界の分解はエネルギー的に不利になると考えられることである。しかし実際に粒界の分解が起こるときは、粒界の面積が変化し、ちょうど Nielsen の二次元における geometrical coalescence モデル<sup>55)</sup>のように、分解による全系のエネルギーの減少が期待される。このモデルでは、Fig. 6 に示すように結晶粒 2 と 3 の方位差が、結晶粒 1 と 3、1 と 2 などに比べて大きく、結晶粒 1 と 4 がほぼ同じ方位を有する場合、エネルギー的により安定な配列 (b)、(c) に変化する。この過程は以下に示すように、条件によつては熱的活性化を経ることなく進行できることが注目される。

簡単のために Fig. 7 に示すように、最初の粒界位置 (実線) において  $AC = BC = FG = FH \equiv a$  を仮定する。この仮定は得られる結果の一般性をそこなわない。粒界が少し移動して一点鎖線の位置まで来たとき、全粒界のエネルギーがどう変化するかを、 $\langle ADF \equiv \alpha$  の関数として表わす。α の初期値を  $\alpha_0$ 、粒界の特性エネ

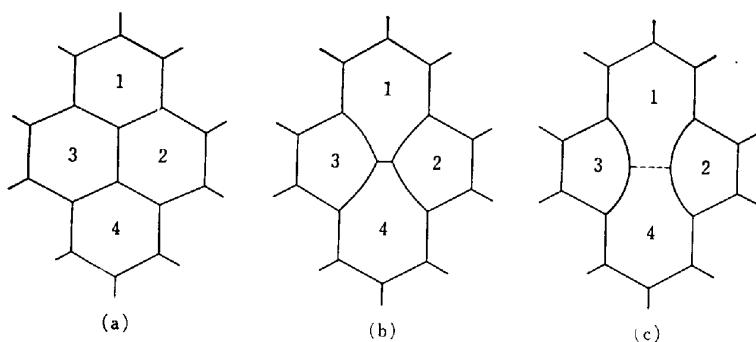


Fig. 6. Process of 'geometrical coalescence' at junction of grain 1 and 4 each having identical orientations (after: NIELSEN<sup>54)</sup>).

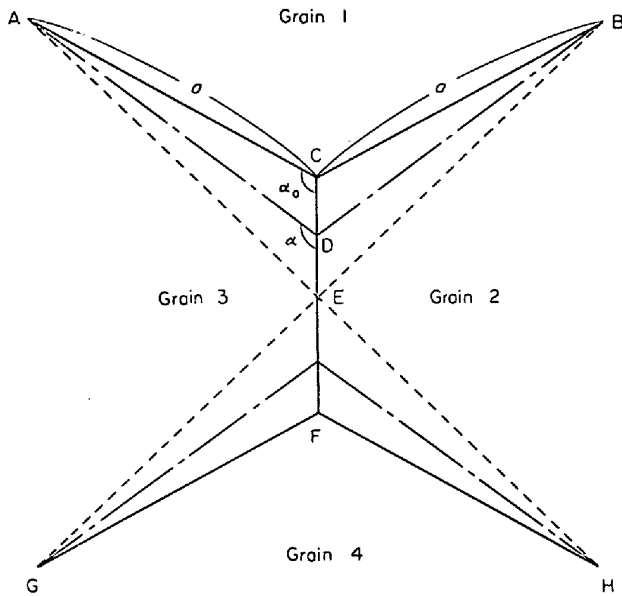


Fig. 7. Detailed representation of change in boundary structure between (a) and (b) of Fig. 6.

ルギーを  $\gamma_{12}$ ,  $\gamma_{23}$ ,  $\gamma_{31}$  などと表わせば、粒界の交点が C から D に移動したために減少する系全体のエネルギー  $-\Delta E$  は

$$-\Delta E = \gamma_{23}\overline{CD} - \gamma_{31}(\overline{AD} - \overline{AC}) - \gamma_{12}(\overline{BD} - \overline{BC}) \dots\dots\dots (1)$$

一方,

$$\frac{a}{\sin \alpha} = \frac{\overline{AD}}{\sin \alpha_0} = \frac{\overline{CD}}{\sin(\alpha - \alpha_0)}, \overline{AD} = \overline{BD} \dots\dots (2)$$

であるから、(2) 式より  $\overline{AD}$ ,  $\overline{BD}$ ,  $\overline{CD}$  について解き、(1) 式に代入すると、

$$-\Delta E = \gamma_{23} a \frac{\sin(\alpha - \alpha_0)}{\sin \alpha} - (\gamma_{31} + \gamma_{12}) a \left( \frac{\sin \alpha_0}{\sin \alpha} - 1 \right) \dots\dots\dots (3)$$

を得る。この式の  $\alpha$  に関する微係数は

$$\frac{d(-\Delta E)}{d\alpha} = \frac{a \sin \alpha_0}{\sin^2 \alpha} [\gamma_{23} + (\gamma_{31} + \gamma_{12}) \cos \alpha] \dots\dots (4)$$

ここに  $\alpha$  の値は  $120^\circ$  から大きくずれることは、実際にはほとんどないと考えられるので、 $\cos \alpha$  の値は  $-\frac{1}{2}$  にほぼ等しい。(4) 式の括弧の前のファクターはいずれも正であるから、

$$0 \leq \gamma_{23} + (\gamma_{31} + \gamma_{12}) \cos \alpha = \gamma_{23} - \frac{1}{2}(\gamma_{31} + \gamma_{12}) \dots\dots (5)$$

が活性化過程を要しないための必要条件となる。すなわち、 $\gamma_{31}$  と  $\gamma_{12}$  の平均値が  $\gamma_{23}$  より小さければよい。こうして粒界の交点が E 点に達すれば、あとは  $\gamma_{14}$  が小さいのでエネルギーは単調減少となる。

(111)[2 $\bar{1}\bar{1}$ ] 単結晶では再結晶初期に (011)[100] 方位のサブグレインが Fig. 6 の結晶粒 1 と 4 のように接近して分布している。したがって (011)[100] サブグレ

インは他に比べてこの過程による合体が起こりやすい。ここで注意すべきことは、小さなサブグレインの比較的大傾角な粒界は、それ自身移動を始めるより消滅することによつて、方位の近いサブグレインの合体を助ける点である。

粒界、特に大傾角粒界の分解が起こる可能な説明として、分解してできた粒界が Shockley-Read の関係よりずつと低エネルギーを持つエネルギー cusp、たとえば双晶境界または対応 (coincidence) 境界<sup>56)</sup>になっていることが考えられる。特に再結晶粒がマトリックスと対応の関係になっているという事実<sup>15)57)58)</sup>はこの考えを支持している。この観点に立てば、ステージ II におけるサブグレインの成長もステージ III と同様、優先方位の再結晶集合組織の形成に指導的役割を果たしているわけである。しかしステージ III の急速な結晶粒の成長が開始されるまでは、Fig. 5 に示したように優先方位の強度は見かけ上は増大していない。すなわちステージ II では成長はあくまで短範囲に限られ、集合組織の変化となつて現われるにはステージ III すなわち長範囲にわたつた急速な粒界移動が必要である。

4.3 再結晶の核について

前節でサブグレインがどのようにその亜粒界の方位差を増加または減少させながら成長するかを考察した。しかし成長したサブグレインが再結晶粒となつてマトリックスを食つて成長するには更に付加条件が満たされなければならない。前報<sup>15)20)</sup>で述べたように、(1)「サブグレインの方位がマトリックスと特定の優先方位関係を有すること」がまずあげられる。このことは、(2)「帯状領域などの局所的歪の大きい領域に存在していること」が必要となる。また、再結晶粒は突然急速に成長を開始し、マトリックスを短時間に食い尽くすので、(3)「再結晶 (ステージ III) の潜伏期間の短いこと」が要求される。

潜伏期間の長さを左右する要因はいろいろ考えられるが、マトリックスの歪エネルギーと結晶粒の粒界エネルギーから決まる成長可能な最小の結晶粒の臨界半径  $r_c$  と、その結晶粒のステージ II における成長速度とのかね合いで潜伏期間が決まることは確かである。この臨界半径  $r_c$  は膜厚が  $1 \mu$  程度のところでは三次元の問題と考えられるので、次の等式を満足する  $r$  として与えられる。

$$\frac{d}{dr} \left( \frac{4\pi r^3}{3} \cdot E_V \right) = \frac{d}{dr} (4\pi r^2 \cdot \gamma) \dots\dots\dots (1)$$

ここで  $E_V$ ,  $\gamma$  はおのおのマトリックス中の歪エネルギー、粒界の界面エネルギーである。左辺は半径  $r$  の球形結晶粒が単位長さだけ成長したときに減少するマト

リックスの歪エネルギー、右辺はそのときに増加する粒界エネルギーである。(1)式を変形すれば、

$$r_c = \frac{2\gamma}{E_V} \dots\dots\dots (2)$$

を得る。 $E_V$  が大きいと考えられる帯領域で、実際に潜伏期間が短いのは、これらの領域でのサブグレイン成長の駆動力((1)式の左辺)が大きい上、更に臨界半径も小さいという二重の効果が効いている。 $r$ として大傾角粒界のエネルギー $1000 \text{ ergs/cm}^2$ <sup>59)</sup>、本実験で測定した再結晶粒が発達する直前の転位密度 $5 \times 10^9/\text{cm}^2$ とし転位のエネルギーを $2.4 \times 10^{-4} \text{ ergs/cm}$ とすれば、臨界半径 $r_c$ は $1.5 \mu$ となる。この値は電顕内で再結晶粒の急速な成長(ステージⅢ)をとらえることができる最小の大きさとはほぼ一致する。

マトリックス中の転位密度は加熱とともに減少するので、それに伴って臨界半径も増大する。したがって臨界値の増大速度より成長速度の遅い結晶粒は成長できない<sup>60)</sup>。薄膜では特に前者が大きく、後者は小さくなる傾向があるので、ステージⅢの現象は起きにくくなる。Fig. 5でみた結晶粒方位の分布が臨界値 $1.5 \mu \times 2$ をすぎると圧延集合組織から再結晶集合組織に顕著に移行するのは、臨界値を越えてステージⅢに達した結晶粒はすべて優先方位またはそれに近いものであることを示している。

oriented nucleation か oriented growth かを論ずる際に、再結晶の核とは何かを明確にする必要がある。ステージⅡにおいて臨界の大きさに達し、急速な粒界移動を始めんとする結晶粒を核と呼べば、核はFig. 4, 5にみるとおり、ほぼ最終の優先方位に近い方向性を持っている。しかしその前段階のサブグレインを核と定義するならば、マトリックスとの方位関係が優先関係からはずれたものは成長できないので、oriented growth 説が有利となる。この場合でも核の方位はランダムと仮定<sup>22)23)</sup>することは事実と反する。マトリックス(111)[2 $\bar{1}\bar{1}$ ]と優先方位関係にある多くの方位のうち、(011)[100]方位以外の強度が弱い理由はFig. 4から次のような事情による。すなわち(011)[100]方位とそれ以外の優先方位を有する結晶粒は、成長速度の点では差は少なく、むしろその数が前者で圧倒的に多いことである。更に再結晶が進行すると、(011)[100]再結晶粒は密集して多数発生するため、個々の粒径は他の方位の再結晶粒よりむしろかなり小さく留ってしまう。優先方位を有する結晶粒の大きさではなく、数が多いことは、五弓-阿部が指摘<sup>15)</sup>しているように oriented nucleation 説に有利な事実である。

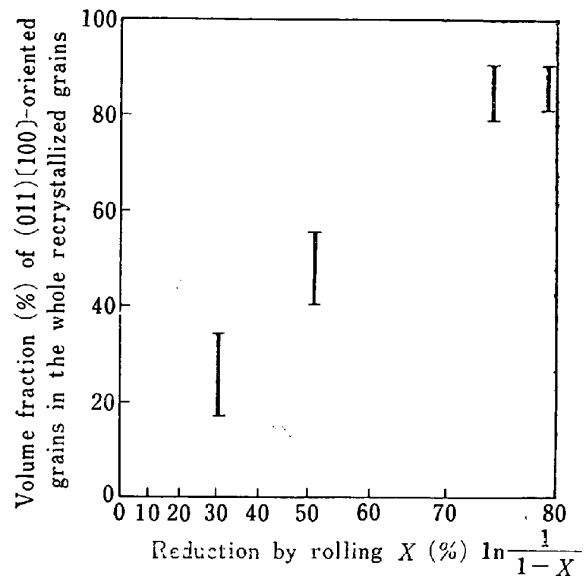


Fig. 8. Increase in fraction of (011)[100]-oriented recrystallized grains with increasing reduction by rolling, as measured by polefigures taken after recrystallization was completed.

(111)[2 $\bar{1}\bar{1}$ ]と(011)[100]との間の優先方位関係が、成長ばかりでなく核発生にも重要な関係であることには必然性はないことを強調する必要がある。ステージⅢの大傾角粒界の易動度を規定している要因と、ステージⅠまたはⅡの短範囲での亜粒界の離合集散をコントロールしている原因とが同じである証拠はない。(011)[100]サブグレインがステージⅡでも優先発達するのは、局所的方位変化が大きく、したがって歪エネルギーの大きな領域に(011)[100]方位をもつた場所が優先的に存在しているという事情に基づいている。そして、ここに存在する局所的方位分散成分のうち、(011)[100]成分が増大するのはステージⅡ後期およびステージⅢにおいてである。ここでは geometrical coalescence<sup>55)</sup>および oriented growth の過程<sup>17)</sup>をいきている。

(011)[100]方位を有するサブグレインが優先形成される理由は何かが残された問題である。Fig. 8に示すように、(011)[100]方位の強度は変形量とともに増加することから、この現象は迂りの量と直接関係していると推察される。(111)[2 $\bar{1}\bar{1}$ ]単結晶を圧延すると、Fig. 9に示すように $f2$ ,  $D\bar{3}$ ,  $D4^*$ の3つの迂り系が主として活動している。このうち $f2$ 系は他の二系の約3.5倍の剪断歪量の迂りを起こさないと、この方位が圧延によつて不変である事実を説明できない<sup>29)</sup>。したがって $f2$ 系に属する転位の動きによつて変形がほとんど進行する「擬単

\* この記号は前報<sup>29)</sup>と同一の方法で定義したもので、大文字A, B, C, Dは迂り面 $\{110\}$ を、小文字a, b, c...は迂り面 $\{211\}$ を、数字1, 2, 3, 4は迂り方向 $\langle 111 \rangle$ を示す。迂り系は迂り面と迂り方向を並記して表わし、剪断歪の向きはマイナス記号で区別した。

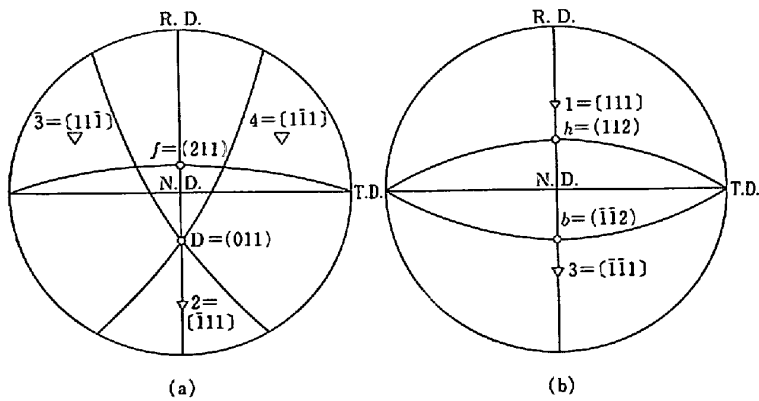


Fig. 9. Slip systems mainly operating in deformation of (a)  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  crystal and (b)  $(001)[110]$  crystal.

一送り」の状態となつている。この系の転位が送り面  $f$  に沿つて蓄積された場所が筋状<sup>29)</sup>または帯状領域と考えられ、ここでは Fig. 10 に示すように、BURGERS-CAHN<sup>17)19)</sup>流の局所的格子の曲がりを生ずる。こうしてできた格子の曲がりは一送り方向と送り面法線と共に直角な軸のまわりに生ずる<sup>61)</sup>ので、この場合図に垂直な  $[0\bar{1}1]$  軸まわりの回転となる。しかもその回転の向きは必ず  $(011)[100]$  方向へ向かう回転となり、その外側では反作用で逆の  $(311)[2\bar{3}\bar{3}]$  方位に向かつて回転した部分を生ずる。再結晶弱成分  $(311)[2\bar{3}\bar{3}]$  の成因の一つはこの機構によると思われる。変形中特定の送り系が他に優先する擬単一送りの場合に単一の再結晶組織が優先することは、 $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  単結晶に限らず一般に成立することが確認される。ただし送りの優先性によつては常にその送りと簡単な BURGERS-CAHN の関係で結びつけられる再結晶集合組織が得られるとは限らない。しかし、この擬単一送りの条件を満足しない  $(001)[110]$  型の圧延組織を有する結晶は、局所的に格子歪が大きい場所が存在せず、マトリックスとの方位差が優先方位関係を満たすほど大きな場所が少なく、再結晶しにくいとともに集合組織も弱いことが注目される。土肥によれば純鉄単結晶の引張変形により変形帯が顕著に発達するのは、単一送りまたはそれに近い変形条件のときである<sup>47)</sup>。圧延した  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  結晶中の帯状組織は、この変形帯の一種と考えられ、その擬単一送りの系の転位により  $(011)[100]$  方位を含む再結晶しやすい場所が形成されることが優先方位のサブグレインを多数形成する原因と考えられる。

### 5. 結 言

多くの単結晶の中で代表的な再結晶挙動を示す  $(111)[2\bar{1}\bar{1}]$  方位単結晶圧延材中に、 $(011)[100]$  方位再結晶組織が優先形成される機構を、500 kV 電頭を用いて調べた。微小再結晶粒の方位を電頭の制限視野回折法と光学

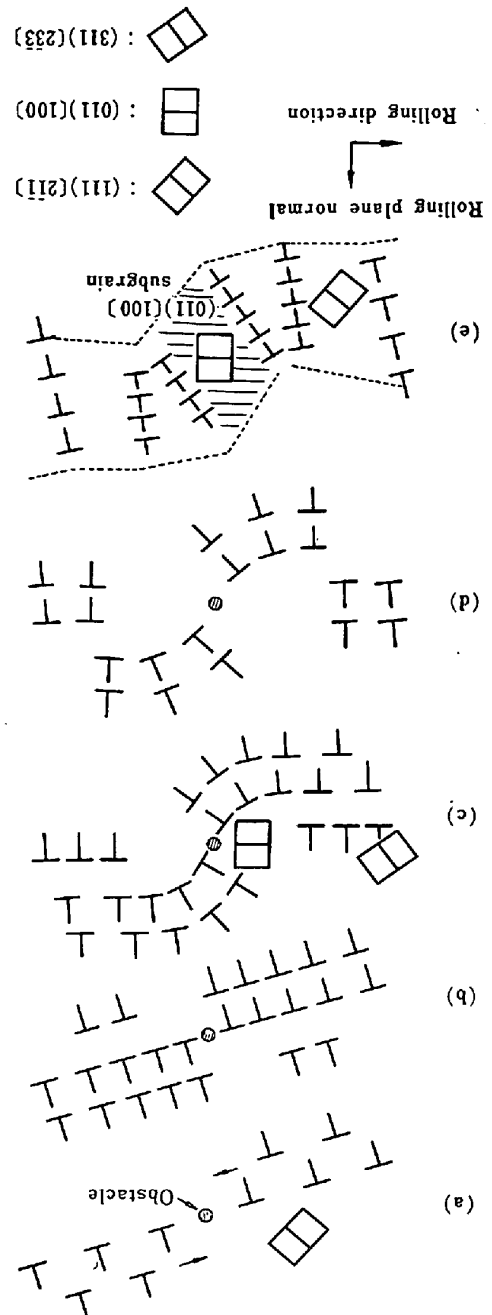


Fig. 10. Schematic illustrations in longitudinal section showing development of  $(011)[100]$ -oriented subgrains through accumulation of dislocations belonging to  $f_2$  system, during deformation in (a) to (c), followed by polygonization in (d) and (e) during annealing process. Axis of lattice curvature is perpendicular to figure plane  $(0\bar{1}1)$ . Direction of orientation change is towards  $(011)[100]$  (counterclockwise) at obstacle, and towards  $(311)[2\bar{3}\bar{3}]$  (clockwise) in both side regions.

的マイクロピット法により多数測定し、種々の大きさの結晶粒の統計的方位分布を再結晶初期の各段階で測定した。

結論として、圧延試料中に存在する (011)[100] 方位を有する小領域が以下に述べる理由により優先再結晶粒の核となつたと考えられる。すなわち、(011)[100]方位の領域は格子が局所的に大きく歪んでおり、そこではサブグレインの形成が促進され、(011)[100]方位のサブグレインは協力的な粒界の再配列によつて他に比べて加速度的に合体して大きくなる。大傾角粒界を持つに至つた結晶粒はやがて臨界値に達し、すみやかに再結晶粒として成長し、まだ十分に回復していない領域、ある程度成長したサブグレインを短時間に食い尽くす。

再結晶粒に発達したサブグレインはマトリックスとの間に優先方位関係を有するが、特に (011)[100] 方位を有する集合組織の強度が強いのは、この方位を有するサブグレインだけが成長速度が大きいためではなく、優先方位関係にある他のサブグレインに比べて、その数が圧倒的に多いことによる。

局所的に (011)[100] 方位を有する小領域が圧延材中に優先形成される理由は、圧延中に最も活発に活動した迂り系  $f_2$  に属する転位が、帯状組織を形成して蓄積されたと考えて説明される。

本研究を遂行するに当たり、田岡忠美先生には終始ご指導をいただいた。藤田広志先生は超高压電顕グループの一員として励ましとご援助をしていただいた。橋口隆吉先生、阿部秀夫先生は論文の原稿と内容に貴重なご意見を下さつた。吉田秀彦部長、武内朋之氏、竹内伸氏、今村淳氏には多くの実り多きご討論をいただいた。川崎要造氏、岩佐信男氏には実験技術上のアイデアをいただいた。ここに更めて感謝の意を表します。

#### 文 献

- 1) 五弓, 阿部: 日本金属学会誌, 13(1949), p. 9; 同 B14 (1950), p. 68
- 2) B. F. DECKER and D. HARKER: J. appl. Phys., 22 (1951), p. 900
- 3) C. G. DUNN: Acta Met., 2 (1954), p. 173
- 4) C. G. DUNN and P. K. KOH: Trans. Met. Soc. AIME, 203 (1955), p. 401
- 5) C. G. DUNN and P. K. KOH: Trans. Met. Soc. AIME, 206 (1956), p. 1017
- 6) J. L. WALTER and W. R. HIBBARD: Trans. Met. Soc. AIME, 212 (1958), p. 731
- 7) H. HU: Acta Met., 8 (1960), p. 124
- 8) H. HU: Trans. Met. Soc. AIME, 221 (1961), p. 130
- 9) H. ABE, M. MATSUO, and K. ITO: Trans. JIM, 4 (1963), p. 28
- 10) 阿部: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 1221
- 11) 五弓, 松尾: 日本金属学会誌, 31 (1967), p. 31
- 12) S. TAGUCHI and A. SAKAKURA: Acta Met, 14 (1966), p. 405
- 13) 中江, 山村: 日本金属学会誌, 32(1968), p. 130
- 14) T. MATSUOKA: Trans. ISIJ, 7 (1967), p. 19
- 15) T. TAOKA, S. TAKEUCHI, and E. FURUBAYASHI: Trans. Met. Soc. AIME, 239 (1967), p. 13
- 16) 和田, 松本, 黒木: 日本金属学会誌, 32(1968), p. 767
- 17) W. G. BURGERS and P. C. LOUWERSE: Z. PHYSIK, 67(1931), p. 605
- 18) 五弓, 阿部: 日本金属学会誌, 16 (1950), p. 534
- 19) R. W. CAHN: Proc. Phys. Soc., A63 (1950), p. 323
- 20) W. G. BURGERS and T. J. TIEDEMA: Acta Met., 1 (1953), p. 234
- 21) C. S. BARRETT: Trans. Met. Soc. AIME, 137 (1940), p. 128
- 22) P. A. BECK, P. R. SPERRY, and H. HU: J. Appl. Phys., 21(1950), p. 420
- 23) P. A. BECK: Acta Met, 1 (1953), p. 230
- 24) P. A. BECK and H. HU: Trans. Met. Soc. AIME, 185(1949), p. 627
- 25) J. J. BECKER: Trans. Met. Soc. AIME., 191 (1951), p. 115
- 26) J. J. BECKER and J. N. HOBSTETTER: J. Metals, 5 (1953), p. 1235
- 27) H. YOSHIDA, B. LIEBMANN, and K. LÜCKE: Acta Met., 7 (1959), p. 51
- 28) C. D. GRAHAM and R. W. CAHN: Trans. Met. Soc. AIME, 206 (1956), p. 517
- 29) 田岡, 古林, 竹内: 鉄と鋼, 55(1968), p. 162
- 30) T. TAOKA, H. FUJITA, K. KANAYA, M. IWANAGA, and N. IWASA: J. Sci. Instr., 44 (1967), p. 747
- 31) H. FUJITA, T. TAOKA, M. IWANAGA, Y. SAKAMOTO, and S. SHIBATA: Trans. NRIM., 9(1967), p. 54
- 32) H. FUJITA: Japan. J. Appl. Phys., 5 (1966), p. 729
- 33) H. FUJITA, Y. KAWASAKI, E. FURUBAYASHI, S. KAJIWARA, and T. TAOKA: Japan. J. Appl. Phys., 6 (1967), p. 214
- 34) E. FURUBAYASHI, H. FUJITA, and T. TAOKA: Proc. Int. Congr. Electron Microscopy, (Kyoto) 1966, 1, p. 415
- 35) G. DUPONY, F. PERRIER, R. UYEDA, and M. A. BONOQUE: Compt. Rend., 257(1963), p. 1511
- 36) T. TAOKA, E. FURUBAYASHI, and S. TAKEUCHI: Japan. J. Appl. Phys., 4(1965), p. 120
- 37) 田岡, 小笠, 古林, 竹内: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 820
- 38) T. TAOKA et al.: Praktische Metallographie, 5 (1968), p. 22
- 39) 上田良二: 私信
- 40) H. FUJITA: J. Phys. Soc. Japan, 16(1961), p. 397



- 41) H. FUJITA: J. Phys. Soc. Japan, 26(1969), p. 1437
  - 42) J. E. BAILEY: Phil. Mag., 5(1960), p. 833
  - 43) H. HU: Trans. Met. Soc. AIME, 230 (1964), p. 572
  - 44) H. HU and A. SZIRMAE: Trans. Met. Soc. AIME, 221 (1961), p. 839
  - 45) H. HU: Trans. Met. Soc. AIME., 224 (1962), p. 75
  - 46) P. G. LUCASSON and R. M. WALKER: Phys. Rev., 127(1962), p. 485
  - 47) S. DOHI: J. Sci. Hiroshima Univ. A24 (1960), p. 313
  - 48) J. E. BAILEY: *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, (1963), p. 535
  - 49) J. L. WALTER and E. F. KOCH: Acta Met., 10 (1962), p. 1059
  - 50) J. L. WALTER and E. F. KOCH: Acta Met., 11 (1963), p. 923
  - 51) H. HU: Acta Met., 10 (1962), p. 1112
  - 52) H. HU: *Recovery and Recrystallization of metals*, Interscience, (1962), p. 311
  - 53) J. L. WALTER, E. F. KOCH and H. HU: Acta Met., 11 (1963), p. 999
  - 54) W. T. READ: *Dislocations in Crystals*, p. 155
  - 55) J. P. NIELSEN: Trans. Met. Soc. AIME, (1954), p.1084
  - 56) M. L. KRONBERG and F. H. WILSON: Trans. AIME, 185(1949), p. 501
  - 57) K. T. AUST and J. W. RUTTER: Trans. Met. Soc. AIME, 218(1960), p. 50
  - 58) H. GLEITER: Acta Met., 17(1969), p.853, 565
  - 59) C. G. DUNN and K. T. AUST: Acta Met, 5 (1957), p. 368
  - 60) M. HILLERT: Acta Met., 13(1965), p.227
  - 61) W. G. BURGERS: Rep. Int. Conf. Phys., (1935), p. 139
  - 62) C. MESSEGER: Mém. Sci. Rev. Met., 58(1961), p. 357
-