



その場再結晶 —背景と問題点—

© 1984 ISIJ

古 林 英 一*

Critical Review on the Recrystallization *in situ*

Ei-ichi FURUBAYASHI

1. はじめに

「その場再結晶」すなわち *recrystallization in situ* とはどんな現象をさすのか、その定義は何かが時折話題になるが、いつもあまり明確な解答がえられない。この問題について解説した参考書はほとんどなく、筆者の知る範囲では CHALMERS¹⁾ 及び長嶋²⁾ の著書に各々数行の記述が見られるぐらいである。しかし一方では、20 年ぐらい前の再結晶の文献に時折登場する用語であり、一般には再結晶する前の加工を受けた結晶（以下では地またはマトリックスと記す）と同一方位を持つ再結晶粒の形成を意味しているようである。

このような説明は、再結晶について多少とも知識のある者にとっては全く矛盾した内容に聞こえる。すなわち、再結晶粒とはモビリティの大きい大傾角粒界で囲まれた結晶粒であると考えられるので、地と同一方位では再結晶粒になり得ないからである。すなわち回復のことを意味するのかという疑問が生ずる。そこで本稿では、その場再結晶とは何か、また現在の再結晶に関する知見に照らしてどのような現象であると理解すべきかを考えてみたい。

2. その場再結晶の由来

その場再結晶に対する上述の説明が正しいかどうかを最初に検討するのが得策であろう。そこで、これまで文献等に記されたその場再結晶に関する記述を調べてみることにする。

CRUSSARD (1944 年) によれば³⁾、*recrystallization in situ* という用語の由来は、ANDRADE が冷間圧延したナトリウムの焼鈍を調べた論文の中で用いたものである。すなわち、X線のラウエ斑点のアステリズムが、加熱によつていくつもの点の列に分離する。これは金属を高温で変形した時に見られるのと似ており、結晶がわずかに方位の異なる小さな要素に分解する現象で、X線写真のアナロジーから *recrystallization in situ* と呼んだという意味のことを述べている³⁾。これは我々が「ポリゴン

化」とその後呼ぶようになった現象と同じ定義のようである。

CHALMERS¹⁾ は次のように言っている。すなわち、再結晶で生ずる新しい結晶粒の方位は一般にランダムではないが、これまで観察された集合組織はバラエティに富んでいて戸惑うほどである。しかし、新結晶粒の中には加工集合組織（すなわちマトリックス）と同一方位を持つものが見出されることがしばしばある。これら結晶粒の核はマトリックスのポリゴン化したセルであるが、何かの理由でさらに成長するために必要な臨界の大きさに達したもので、この過程を *recrystallization in situ* と呼ぶ¹⁾。CHALMERS はポリゴン化しただけではなく、粒界移動により成長したと考えているようである。

長嶋も大体 CHALMERS と類似の説明を与えているが、ポリゴン化した部分は等しい方位の隣接部分に囲まれているため、それを食つて成長することはないという見解を述べている²⁾。

以上の内容から明らかなことは、その場再結晶とはマトリックスと同一方位の「再結晶した」結晶粒の出現を指す用語である。しかし、そのメカニズムについては、いまだ研究手段がX線ラウエ法にたよつていた昔に提案されたこともあり、その後の十分な研究による裏付けがなされていないと見てよさそうである。

3. その場再結晶の同定に対する疑問

再結晶のいわゆる核生成は、加工された結晶中での転位の回復（異符号転位の合体による消滅）とポリゴン化（同符号転位の規則配列⁴⁾）によつて、比較的欠陥の少ない領域が形成される現象である。その領域がある臨界の大きさを超えると、その領域をとり囲む（再結晶）粒界の駆動力として、加工を受けた結晶中の転位のエネルギーによる成長させる力が、その粒界自体のエネルギーによる縮小させる力に打ち勝つようになる。これが再結晶粒の発生であり、その粒界がマトリックス中の転位を吸収するという新しい過程による成長が始まる。これが再結晶という現象に対する少なくとも筆者らの認識であ

昭和 59 年 3 月 7 日受付 (Received Mar. 7, 1984) (依頼解説)

* 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku 153)

る^{5,6)}。

一方単結晶を用い、再結晶粒の方位を個々に測定してマトリックスと対比した研究⁵⁾⁷⁾⁸⁾によると、マトリックスとの方位差が15度に達しないような再結晶粒はほとんど存在しない。再結晶粒と認めるまでには粒界移動による成長が生じているから、小傾角粒界は移動によるマトリックスの転位の吸収消滅作用が弱く、移動しにくいことをこの結果は示唆している。すなわち、その場再結晶は「再結晶」とは考えにくい。

しかしながら、再結晶集合組織が加工集合組織に類似しているという理由から、比較的多くの研究者がそれらの観察事実をその場再結晶であると記述している。これに対して現状では決定的反論はできないが、その場再結晶ではなく、再結晶していないのではないかという疑問を感じずにはいられない。それは上述の小傾角粒界が移動しにくい事実のほか、以下に述べるように再結晶の速度が地の方位によつて著しく相異なるからである。また極点図で測定した集合組織から、再結晶前後の方位変化を多結晶体で論ずるのも一つの問題と言えよう。

α 鉄の単結晶を用いた多くの研究によれば、(001)[110]方位に圧延された結晶は非常に再結晶しにくく、3%けい素鉄での結果⁹⁾によれば、注意深く圧延すると1200°Cで30hの焼鈍でも再結晶しないという。筆者らの実験¹⁰⁾でも1100°Cまでは再結晶しなかつた。これは同一圧延率まで圧延した他の方位の単結晶が600°Cで1~20hで50%再結晶する¹⁰⁾のと比べて、500~600°Cの再結晶温度の差が存在する。その結果、700~1000°Cで焼鈍したと仮定すると、多結晶体の特定方位の結晶粒は未再結晶であるのに、他は再結晶完了という混合状態になるはずであるが、この事実は多結晶では判別しにくく、一般には十分認識されているとは言いがたい。 α 鉄だけでなく、 γ 鉄でも同様の現象があることが銅単結晶の研究¹¹⁾から推定される。表1に圧延方位によつて再結晶の難易が異なることをまとめて示す。いろいろの方位が混ざつた多結晶で混粒が現れる原因は、この再結晶挙動の方位依存性にあるとさえ考えられる。

再結晶という現象は、いわゆる核生成がいつ生ずるかすなわち、移動しうる粒界の発生が現象を律速しているので、(001)[110]方位結晶のように再結晶しにくい粒では、その結晶内での転位の回復が進み、次第に再結晶

に必要な駆動力が低下し、再結晶が困難になつていく。事実、透過電顕で観察すると、再結晶による粒界の掃引がないので、再結晶粒に比べれば転位やポリゴン化した小傾角粒界は多いが、加工状態に比べれば非常にわずかの転位密度であり、もはや再結晶しないように思われる組織を示す¹²⁾。しかしこうした試料でも、1100°C以上に加熱するとやはり再結晶し、例外なく全く異なる方位の粗大粒にとつて変わることを認めている¹²⁾。つまり十分高温に加熱すれば、その場再結晶の特徴であるマトリックスと同一方位の結晶は消失するというのが筆者の見解であり、その場再結晶は未再結晶を意味している可能性が非常に強い。

粒界の掃引によらずに、いわゆる回復だけでマトリックスの欠陥密度が低下し、もはや容易には再結晶しえなくなつただけである。その原因は再結晶の核生成の生じにくいことであり、地の結晶方位、あるいは加工度の低いことなどに由来する。

4. 小傾角粒界の移動による再結晶はありうるか

以上述べたような考え方で観察事実を整理して見た場合、若干考えさせられる問題も残されている。銅の単結晶を引張変形し、その動的¹⁷⁾または静的¹⁸⁾再結晶の方位を測定した最近の報告によれば、明らかに方位差が10度以下の粒界の移動による再結晶としか考えられない結果が示されている。この不可解な点について原著者は何も述べていない。これは条件によつては小傾角粒界の移動によるその場再結晶が存在することを示唆するとも考えられる。引張変形では圧延に比べて変形が比較的均一であり、大傾角粒界が発生しにくいので、速度論的に不利な小傾角粒界の移動が律速過程になつたとも考えられる。

小傾角粒界の特徴は、構造上格子転位の配列から成つてきていることであるが、この構造は各転位の歪み場が大きく、粒界移動の際に加工による粒内転位を粒界拡散によつて吸収するさまたげとなるであろう。しかし一方では動的再結晶のように外力が加わつた場合や、他の転位からの応力の影響で、力学的に粒界上の格子転位を移動させる作用が働く。単純チルト粒界ではこれによつて粒界が移動するが、動きながら他の異なる種類の転位を掃き集めると動きにくくなるという^{13)~15)}。ポリゴン化過程自体も、単一すべりに比べて多重すべりでは生じにくい¹⁶⁾。すなわち、転位のすべり運動だけでなく、上昇運動についても異種転位の混在する現実の小傾角粒界では難しいように思われる。

現在、我々が知つている粒界の構造と性質についての知見はあまりに限られている。上述の小傾角粒界の転位モデルで、個々の転位の歪み場という見方が適用できる範囲の方位差はせいぜい1度までであり、10度もの「中傾角」粒界を同一視するのは問題である。しかし集合組

表1 単結晶データなどによる圧延方位と再結晶特性の関係

BCC 金属(α 鉄) の圧延集合組織	FCC 金属の圧延集合組織		再結晶 の難易	再結晶 温度	再結晶完 了粒径
	純銅形	黄銅形			
{100}<011>		{011}<100>	難	高	大
{211}<011>	{011}<211>	{011}<211>			
{111}<011>	{123}<856>	{123}<856>	容易	低	小
{111}<112>	{112}<111>				

織の測定手段からは、局所的な方位差を直接調べるのではない限り、小傾角と中傾角を区別することはできない。従つて、方位差が1度から15度ぐらいまでの中傾角境界の移動が、その場再結晶という現象ではないかというのが、現在のところ、一番もつともらしい説明である。

最後に、本稿でその場再結晶に対する疑問として述べたいいくつかの論点は、今後の研究によつて立場が変化する可能性を秘めているので、そのような新しいデータの出現を希求したいところである。また、浅学非才をかえりみず執筆した点で、誤解や重要研究の見落としなどがあることを恐れている。御教示をお願いする次第である。

文 献

- 1) B. CHALMERS: *Physical Metallurgy* (1959), p. 332 [Wiley & Sons]
- 2) 長嶋晋一: 集合組織 (1966), p. 131 [日本金属学会]
- 3) M. Ch. CRUSSARD: *Revue de Métallurgie*, 41 (1944), p. 111
- 4) 阿部秀夫: 再結晶 (1969), p. 9 [共立出版]
- 5) 古林英一: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 734
- 6) 古林英一: 日本金属学会会報, 16 (1977), p. 751
- 7) 阿部秀夫: 再結晶 (1969), p. 131 [共立出版]
- 8) T. TAOKA, S. TAKEUCHI and E. FURUBAYASHI: *Trans. TMS AIME*, 239 (1967), p. 13
- 9) 和田敏哉, 松本文夫, 黒木克郎: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 767
- 10) 田岡忠美, 古林英一, 竹内 伸: 鉄と鋼, 54 (1968), p. 162
- 11) W. R. HIBBARD and W. R. TULLY: *Trans. TMS AIME*, 221 (1961), p. 336
- 12) 古林英一: 未発表データ
- 13) 古林英一: 鉄鋼の高温変形挙動 (鉄鋼基礎共同研究会高温変形部会編) (1979), p. 37 [日本鉄鋼協会]
- 14) R. W. CAHN: *Recrystallization, Grain Growth and Textures*, (1965), p. 99 [ASM]
- 15) B. LIEBMANN and K. LÜCKE: *Trans. AIME*, 206 (1956), p. 1413
- 16) F. L. VOGEL: *Acta Metall.*, 6 (1958), p. 532
- 17) G. GOTTSTEIN, D. ZABARDJADI and H. MECKING: *Met. Sci.*, 13 (1979), p. 223
- 18) P.-J. WILBRANDT and P. HAASEN: *Z. Metallkd.*, 71 (1980), p. 385

コ ラ ム

再結晶集合組織に関する用語の不統一について

最近、鉄と鋼 再結晶特集号の編集委員を仰せつかり、従来不明確なまま気にかかっていた幾つかの事項が具体的な問題点として提起され、この分野における表示法の不統一があらためて認識させられた。

まず、集合組織や結晶方位をミラー指数で表す場合に特定の面と方向を表す場合には () [], 結晶学的に等価なすべての面と方向を含む場合は { } < > が用いられる。しかし、結晶面内にある特定方向を示す場合に、面と方向がそれぞれ独立に結晶学的に等価なすべての面および方向を含むものとすれば結晶面内にはない方向も含まれることになるため { } < > を用いる場合でも集合組織の表示には {111} <112>, {554} <225> 等負符号を付して表示している場合が多い。一方、板の集合組織を表す場合には、板面に平行な面と圧延方向に平行な方向を示していることから当然 < > で示される方向は { } で示される結晶面内に含まれるものに限定されると考えると負符号は不要となり、負符号を付けないで表示している論文も多い。実験結果を表示する場合、(222), (200) 等実際に測定した面の指数を用いる場合と、(111), (100) 等等価な低指数面を用いる場合がある。また回折の場合には () や { } をつけないとされているが必ずしもそのようになっていないように思われる。

次に集合組織の三次元表示法について、現在 ODF とベクトル法が用いられているが、それらの表示法もまだ統一されていない。ODF については一般に ϕ 一定で $\phi-\theta$ を 2 軸とする直角座表で示されているが、どちらを x 軸, y 軸にするか人によつて異なるようである。

ベクトル法については、まだ十分に確立しておらず、幾つかの異なる表示法が用いられており、また ODF と同様の表示を用いる場合もあるようで、どのような表示法が最も適しているか検討しておくことが望ましい。

次に冷延鋼板における再結晶核の定義について、表面エネルギーと体積エネルギーの関係から、安定に存在し得る臨界の大きさに達したものを核 (nuclei)、達しないものを embryo とする VOLMER らの古典理論の適用が成り立たないことは明らかであるが、どのようなものを核と称するか明確でない。

また電磁鋼板で一般に用いられている Goss 方位という表現と {110} <001> 方位という表現との使い分けが必要かどうか編集委員会で論じられた。このような話はその席に居た人以外はわからない。そこで当分野の研究者の意見を調整し、統一したものを公示することが望まれる。

(川崎製鉄(株)技術研究所 小西元幸)