

6. 回復，再結晶および粒成長

6.1 塑性変形された単相金属材料の高温における組織変化

材料に塑性加工を施すと，内部に転位等の格子欠陥が導入され，それらに由来する内部エネルギーが蓄積される．塑性加工を施した金属を高温で保持すると，原子の拡散が起こり，格子欠陥が移動する．正負の符号を持つ転位の合体消滅や安定配置への移動（転位の再配列）によって，内部エネルギーが減少しようとする．この現象を，**回復（recovery）**と呼ぶ．この時，光学顕微鏡レベルでは金属組織の変化は観察されない．さらに高温で保持すると，大角粒界に囲まれた転位密度が著しく低い結晶粒（再結晶粒）が生成・成長する（光学顕微鏡で観察可能である）ことによって，材料内に蓄積された内部エネルギーを開放する．この現象を，**再結晶（recrystallization）**と呼ぶ．再結晶によって材料内に蓄積された転位に起因するひずみエネルギーが消費された後，再結晶粒間の粒界エネルギーを駆動力とした**粒成長（grain growth）**が起こる．この時，特定の粒だけ成長する現象を異常粒成長（abnormal grain growth）という．この場合，粒界エネルギーを駆動力とした異常粒成長は，二次再結晶（secondary recrystallization）とも呼ばれる．図6にそれらの過程の模式図を示す．

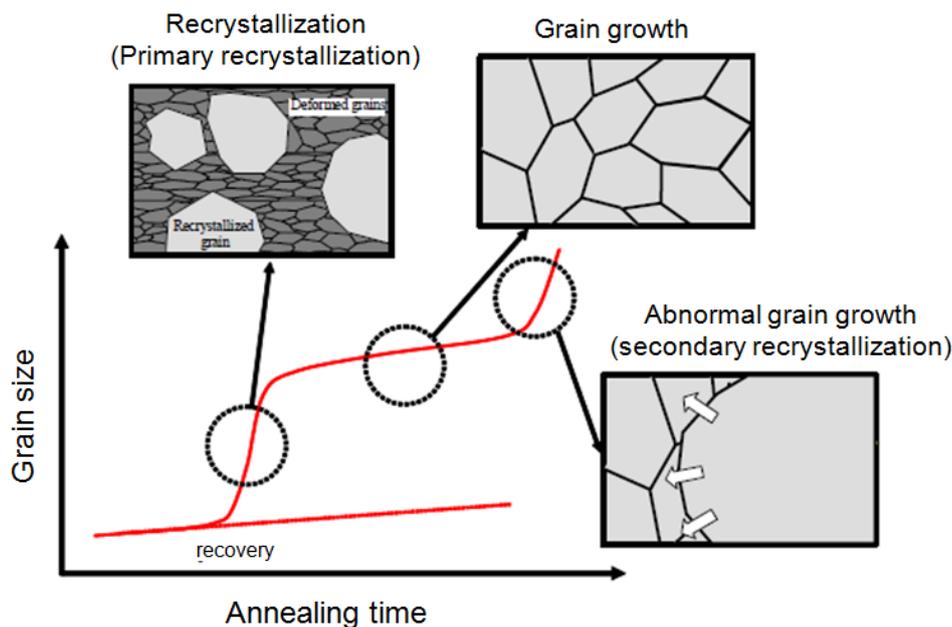


図 6.1 塑性変形された金属（単相）の高温における組織変化：回復，再結晶及び粒成長

6.2 回復

塑性加工を施した金属（格子欠陥に由来するひずみエネルギーを蓄積する）を高温で保持すると，原子の拡散が起こり，格子欠陥が移動することができる．正負の符号を持つ転位の合体消滅や，転位の再配列による安定配置への移動によって，蓄積されたエネルギーを解放する現象を回復と呼ぶ．この場合，

光学顕微鏡による金属組織の観察によって変化は認められないが，電子顕微鏡による観察では転位が再配列によってネットワーク構造を形成し，亜粒界（sub-boundary）を形成することがわかる（図 6.2(a)）。

一般に亜粒界は方位差 15° 以下の小角粒界（low-angle grain boundary）であり（図 4.1 参照），その構造は規則正しく配置した転位で理解できる．刃状転位（edge dislocation）を垂直に配列することによって形成する小傾角粒界（low angle tilt boundary）の場合（図 6.2 (b)），刃状転位の間隔 D は小傾角粒界の方位差 θ と転位のバーガースベクトル b を用いて次式で表される．

$$D = \frac{b/2}{\sin(\theta/2)} \quad (6.1)$$

ここで θ が小さい場合は， $D \cong b/\theta$ と近似できる．同様に小角ねじり粒界（low angle twist boundary）は 2つの異なる転位線を持つらせん転位（screw dislocation）で表される（図 6.2(c)）．したがって，亜粒界の構造の観点からも，回復によって形成する亜粒界は転位の再配列によるものであると理解できる．

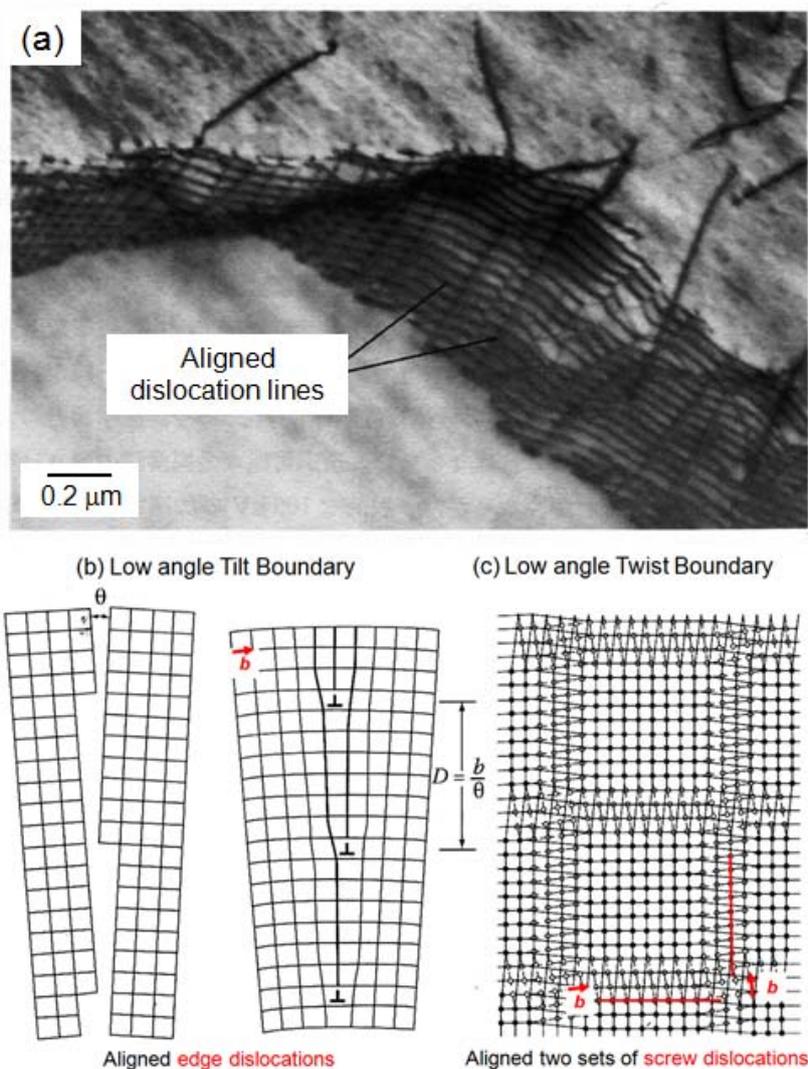


図 6.2 (a) Fe-33%Ni 合金の動的回復によって形成した亜粒界とそれを構成する転位 [5]，
 (b) 小傾角粒界と(c)小角ねじり粒界の転位による記述を示した模式図 [3]

6.3 再結晶

塑性加工を施した金属材料を高温で保持すると、材料内の転位の対消滅や再配列によるエネルギーの低下に対応する回復が起こる。しかし、回復後も多数の転位に起因するエネルギーが材料内部に蓄積されており、このエネルギーを駆動力とした新しい結晶粒（著しく低い転位密度を持つ）が生成・成長する。この現象を、再結晶（recrystallization）と定義される。その結果、材料は等軸な結晶粒組織となり、機械的性質も塑性加工前の状態に戻る。図 6.2 に 33%冷間加工を施した真鍮（Cu-Zn 合金）の焼鈍に伴う組織変化を示す。冷間加工によって多結晶体は塑性変形し、結晶粒内部に多数のすべり線が認められる（図 6.3 (a)）。580°Cで 3 s 焼鈍すると、各結晶粒のすべり線の交点付近から微細な再結晶粒の生成が認められる（図 6.3 (b)）。その後、多数の再結晶粒が生成し、成長することによって試料全面が再結晶組織で覆われる（図 6.3(c, d)）。その後、高温で保持すると結晶粒は全体的に大きくなる（図 6.3 (e, f)）。これは、粒成長に対応する。

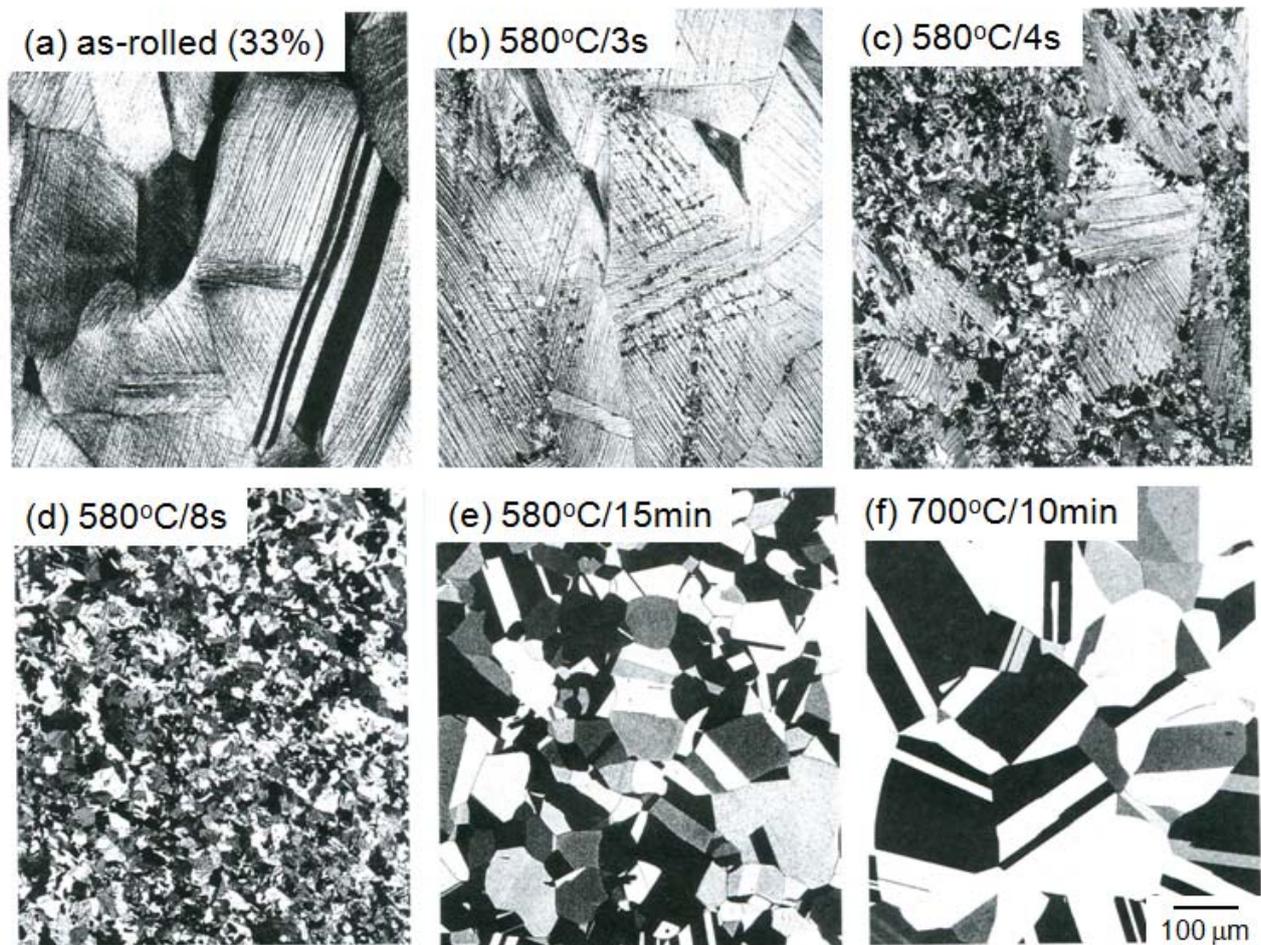


図 6.3 33%冷間加工を施した真鍮（Cu-Zn 合金）の焼鈍に伴う組織変化 [1]

図 6.4 に、33%冷間加工を施した真鍮の焼鈍温度に伴う機械的性質及び組織の変化を示す。冷間加工のまま及び回復のみが起こる温度域（ $T < 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）では、引張強度は高く、延性は小さい。一方、再結晶

が起こる温度域 ($200\text{ }^{\circ}\text{C} < T < 500\text{ }^{\circ}\text{C}$) では再結晶粒の占める割合が増大するとともに延性は増加し，強度は低下する．これは，再結晶粒の生成によって材料内の転位密度が低下したため，転位強化の効果が著しく低減したことに対応する (図 5.2 参照)．再結晶完了後，粒成長によって結晶粒径は増大するが，機械的性質には大きな変化はみられない．したがって，金属材料の機械的性質は，再結晶が生じる温度域において大きく変化させることができる．

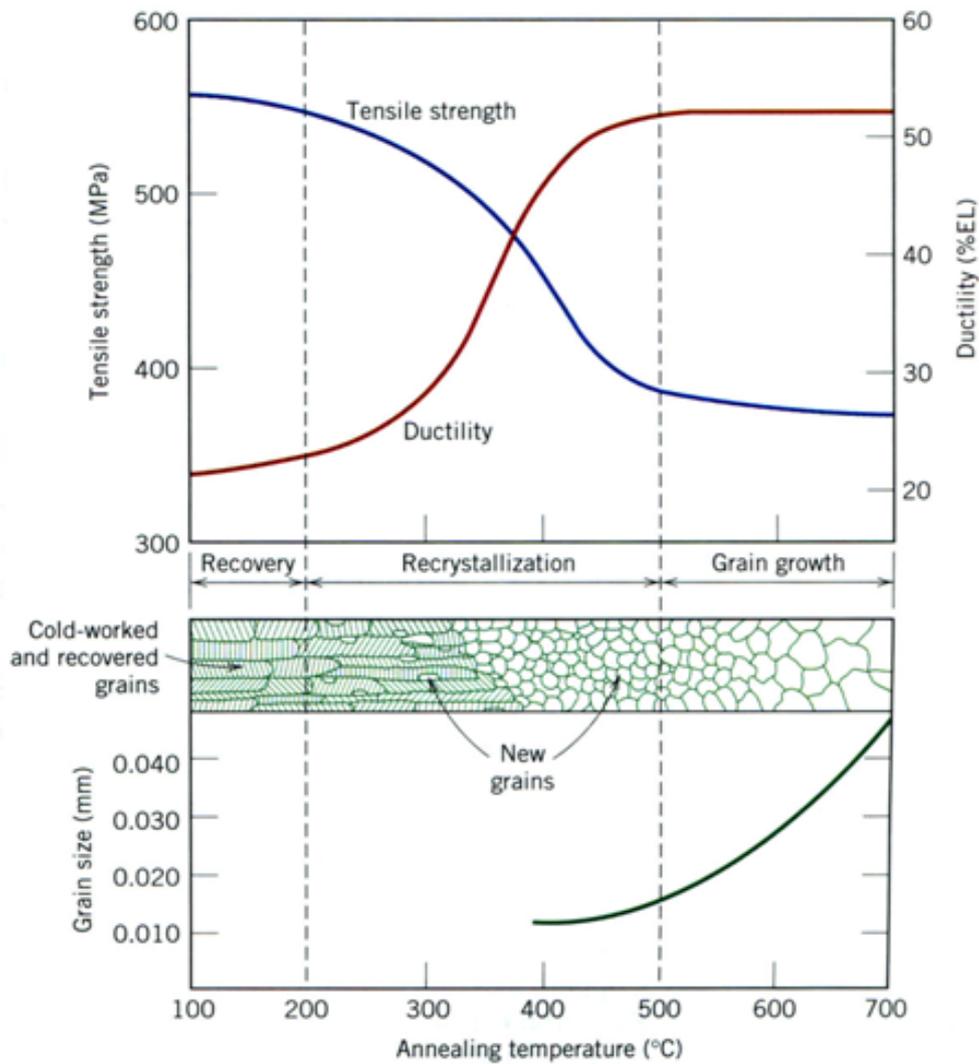


図 6.3 33%冷間加工を施した真鍮 (Cu-Zn 合金) の焼鈍に伴う組織変化とそれらの強度・延性の関係 [1]

表 6.1 種々の金属と合金の再結晶温度と融点 [1]

<i>Metal</i>	<i>Recrystallization Temperature</i>		<i>Melting Temperature</i>	
	<i>°C</i>	<i>K</i>	<i>°C</i>	<i>K</i>
Lead	-4	269	327	600
Tin	-4	269	232	505
Zinc	10	283	420	693
Aluminum (99.999 wt%)	80	353	660	933
Copper (99.999 wt%)	120	393	1085	1358
Brass (60 Cu-40 Zn)	475	748	900	1173
Nickel (99.99 wt%)	370	643	1455	1728
Iron	450	723	1538	1811
Tungsten	1200	1473	3410	3683

一般に再結晶温度 (recrystallization temperature) は、ある温度において 1 時間焼鈍したとき再結晶が完了する (試料全体が再結晶粒で占められる) 温度を示す。再結晶温度は冷間加工率が高いと低温になり、合金の純度が高いと低温になるなど、様々な因子の影響を受けるが、一般に材料の絶対温度における融点 (melting temperature) のおよそ 3 分の 1 から 2 分の 1 である。表 6.1 に、種々の金属と合金の再結晶温度と融点を示す。大半の純金属の再結晶温度はその材料の融点の 0.3~0.5 である。

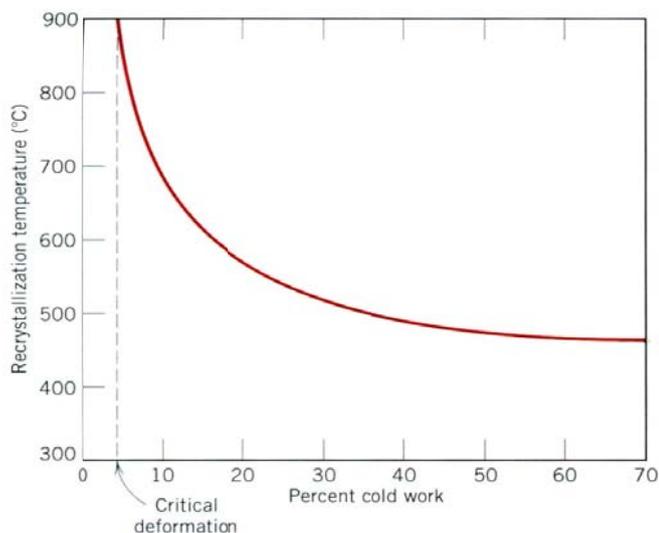


図 6.4 真鍮の冷間加工率と再結晶温度の関係 [1]

特に再結晶温度は冷間加工率の増大に伴って低下する。これは、加工率の増大に伴って、金属材料に導入される転位密度が高くなり、再結晶の駆動力となる蓄積されるひずみエネルギーが増大するためである。図 6.5 に、真鍮の冷間加工率と再結晶温度の関係を示す。冷間加工率の増大に伴って再結晶温度は低下し、475°C に近づく。これが文献等に記載されている再結晶温度に対応する。また、加工率が数パーセントと低い場合は再結晶は起こらず、回復のみが生じる。これは、塑性変形によって蓄積する転位の密度が低いために、再結晶を発生する駆動力 (ひずみエネルギー) が十分でないためである。

参考図書

- [1] Materials Science and Engineering 8th edition, William D. Callister and David G. Rethwisch, Wiley (2011).
- [2] Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Anthony Rollett, F. J. Humphreys, Gregory S. Rohrer, M. Hatherly, Elsevier (2004).
- [3] Phase Transformations in Metals and Alloys 3rd edition , David A. Porter, Kenneth E. Easterling and Mohamed Y. Sherif, CRC Press (2009).
- [4] 回復および再結晶, J. Gerald Byrne, 小原 嗣朗, 丸善 (1968).
- [5] 再結晶と材料組織 金属の機能性を引き出す, 古林英一 内田老鶴圃 (2000).