

# 亜鉛の粗大結晶への成長

和田 次郎, 中村 健吾

(1953年5月11日受理)

## Coarsening of Zinc Crystals.

JIRO WADA and KENGO NAKAMURA

(Received May 11, 1953)

**ABSTRACT:** The processes that occur during the annealing of deformed crystalline zinc are usually classified in four groups: recovery which involves polygonization, primary recrystallization, grain growth, and secondary recrystallization or coarsening. It is the main purpose of this paper to discuss the fourth type which has only recently been studied systematically in face-centred cubic metals, and to explore its connection with others, particularly with primary recrystallization. The discussion centres largely on the process from primary recrystallized grains to non-uniform coarsened grains which consist in the selective growth of a few grains only, as distinct from uniform coarsening and the experimental results are as follows. The log  $D$ -log  $t$  curve in the high temperature annealing of four nine zinc sheets is similar to it in face-centred cubic metals, but the texture of zinc coarsened grains is hardly different from the primary recrystallization texture. However, sub-grains are found at the incubation period of secondary recrystallization, and this may mean the imperfect elimination of internal strains by primary recrystallization.

### 1. 緒言

塑性加工した多結晶金属を十分高温に加熱すると、小さな歪のない結晶粒よりなる再結晶組織が得られる。この変化を一次再結晶と呼んでいる。然しある条件の下で更に加熱を続けると少数の結晶粒が通常の結晶粒の成長では著しく安定な隣接する一次結晶を併合しつつ成長する。この過程によつて粗大な結晶が作られるが、W. G. Burgerによりこの過程は二次再結晶 (secondary recrystallization), 或は exaggerated grain growth と名付けられた。<sup>(1)</sup> この粗大化 (coarsening) は結晶の成長が何等かの原因により長時間停止した後、急激に異常に大きい結晶粒が成長し始める現象である。そしてこの粗大化の現象を通常の成長と区別するものは粒の成長の異常性ではなく、過程に於ける不連続的な突然の変化である。

この粗大化の現象は Cu, Ag, Al 等面心立方金属について観察され、種々議論の対象になつている。然し稠密六方格子の Zn についても粗大化された結晶を既に G. Masing 及び H. Strauman,<sup>(2)</sup> 或いは J. Czochralski 及び O. Lubinkowski<sup>(3)</sup> 等は観察している。Masing, Strauman は Zn に二次的な結晶粒の発達のあることを認め、この現象を sekundäre Rekrystallisation と呼んでいる。これは板を圧延した場合で加工度が大きくなれば低温でも生ずると述べている。又 Czochralski, Lubinkowski も圧延した場合に高加工度、高温焼鈍で巨大な結晶が発生することを認め、不連続的な再結晶線図を出している。

このように Zn の場合にも結晶の粗大化の起る事実が認められているが、この現象は面心立方金属のときの二次再結晶或はコースニングと言われるものと同一であるかどうかについては、單に現

象のみでは区別し難いので、その内容を検討することにより Zn に認められる粗大化された結晶の発生原因を明にしたいと思う。即ち単なる結晶粒の成長によるものか、二次再結晶によるものか、或は他の原因によるものかを明確にしたいと思う。このため高純度の Zn を使用し、加工方法も主として単純な引張加工によることとし、問題の中心となる点について二、三の実験を行った。

2. 亜鉛の結晶粗大化の起る条件

(1) 塑性歪量並に焼鈍温度の影響

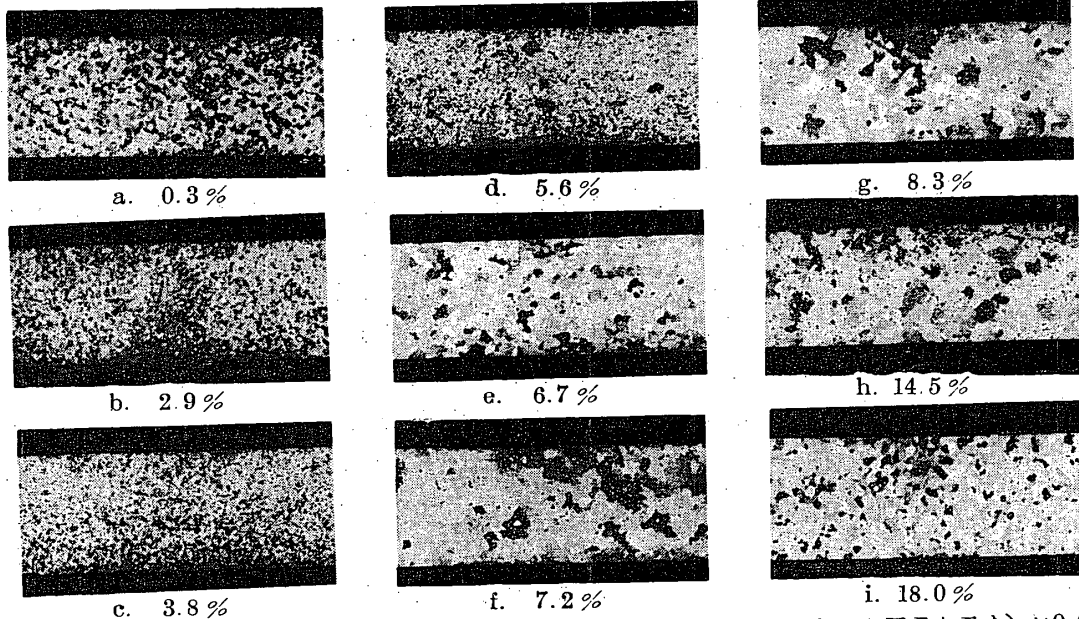
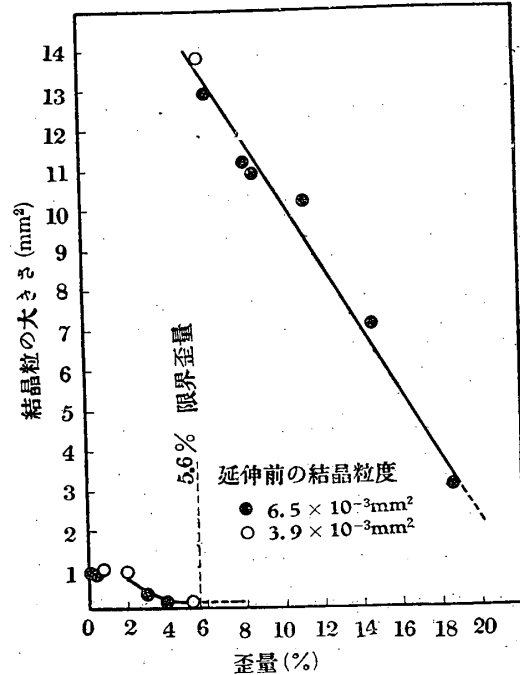


写真 1. 塑性歪量の影響 (400°C 1 時間焼鈍の場合, % は焼鈍前に加えた歪量を示す) × 0.8

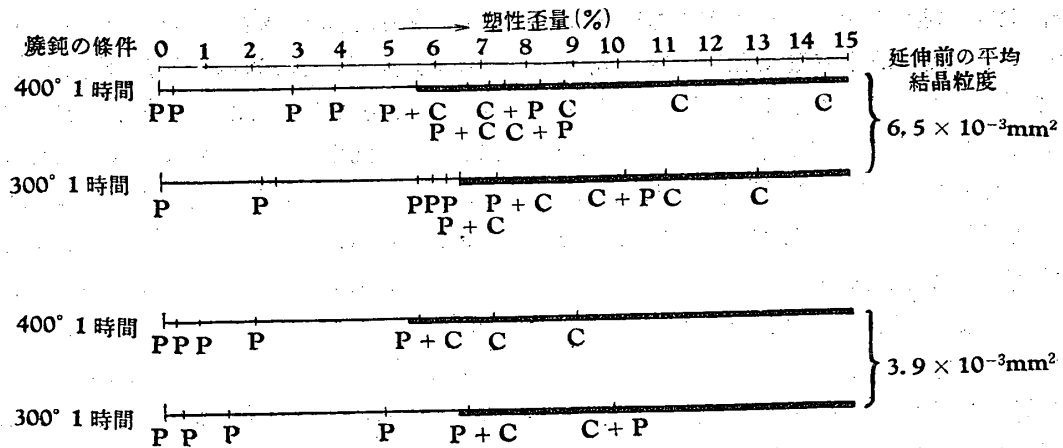
の量はコンパレーターで豫めけがいて置いた標線の伸びを測定することによつて比較した。

b. 実験結果: 写真 1 は 400°C で 1 時間焼鈍した場合の歪量と結晶粒との関係を示したものである。この場合には歪量が 5.6% に達する迄は歪量が増加するに従い、焼鈍後の結晶粒の大きさは次第に小さくなり、歪量が 5.6% に達すると急激に結晶の粗大化が起るこの傾向は 300°C の場合も同様である。この粗大結晶はこのように或る限界の歪量以下では決して生じないし、又その結晶粒の境界は直線的でなく不規則な線で囲まれている。このことを更に明確にするため、歪量と焼鈍後の結晶粒の大きさとの関係を纏めて第 1 図に示す。これより粗大結晶粒が限界歪量以下の場合と比較し、どの程度の大きさをもつて

a. 実験方法: 実験に用いた Zn 地金は Pb 0.002%, Fe 0.003%, Cb 痕跡の four nine zinc である。この純度の熱間圧延板 (厚さ 3.5 mm) を 120°C で 1 時間焼鈍後、冷間圧延によつて 0.35 mm (加工度 90%) にし試験片に製作した。この試料を更に 120°C で 2 時間焼鈍する。この時の結晶粒の平均直径は 0.045 mm である (測定は Zimmer 法による)。この試料を用いて引張加工により種々異つた変形量を与え、直に 400°C, 300°C の電気炉中で ±2°C の範囲で 1 時間焼鈍後、結晶粒の大きさを測定した。加工歪



第 1 図 塑性歪量と結晶粒度の関係 (400°C 1 時間焼鈍)



註 P:一次再結晶粒  
C:粗大結晶粒

第2図 焼鈍温度の影響

いるかが判るであろう。

このような粗大結晶を生ずる歪量は、又変形後の焼鈍温度によつて変化する、即ち第2図に示す如く焼鈍温度を300°Cに下げることにより粗大結晶を生ずる限界歪量は6.5%に増加する。このことは焼鈍前の歪量が増大すればする程、粗大化が低温度でも生ずることを暗示している。又上述の現象は別個に行つた約40%冷間圧延したZn板について圧延直後に200°Cで焼鈍した試料に粗大化を生じたという事実によつても裏書されるであろう。

又写真1によつて認められる如く、限界歪量附近では粗大結晶に混つて微細な結晶粒が残存している。而して限界歪量をこえて可成り大きな歪量を与えれば粗大結晶粒のみになり、微細な結晶粒は消滅する、

以上の現象によつて限界歪量以上で生ずる粗大結晶と限界歪量以下で生ずる微細結晶とは明確に区別出来る。而して後者の微細結晶は通常の一次再結晶により生ずるものであることが種々の点か

ら明らかである。

(2) 最後の塑性変形を与える迄の履歴の影響

a. 実験方法: 使用したZn地金は(1)の実験に用いたのと同程度の不純物を含むfour nine zincであるが、同一の地金でないので予め限界歪量については実験を繰返して定めた。熔解、熱間圧延等の条件を一定にし、冷間加工の場合の加工度並に最終焼鈍温度を種々変化し引張加工前の履歴が結晶粗大化に及ぼす影響について検討した。尚引張加工によつて塑性歪を与えるとか、焼鈍とかの実験は(1)の場合と同様である。

b. 実験結果: 第1表に試料の履歴と粗大結晶を生ずる歪量及びその場合の粗大結晶粒の大きさを纏めて示す。

第1表より最後の引張加工を行う前に試料に加えられた履歴が結晶の粗大化に影響することが認められるであろう。即ちこれらの処理によつて得られた引張加工前の結晶粒の大きさと粗大結晶との関係が次の如く示されたことである。それは初期の結晶粒の大きい程、歪量の小さい所で結晶の

第1表 最後の塑性歪を加える迄の履歴の影響

符 号	熱間圧延			中間焼 鈍温度 (°C) (1時間)	冷間圧延		仕上焼 鈍温度 (°C) (1時間)	平均結 晶粒度 (mm)	400°C 焼 鈍におけ る限界歪 量 (%)	限界歪量附 迄の粗大結 晶粒の大き さ (mm)
	加工度 (%)	温 度 (°C)	最終厚 (mm)		加工度 (%)	最終厚 (mm)				
1	>90	—	3.5	120	90	0.35	130	0.091	5.6	10~13
2	85	200	3.5	120	90	0.35	125	0.070	5.3	10~13
3	85	200	3.5	120	86	0.5	150	0.098	<0.5	15~
4	85	200	3.0	120	67	1.0	125	0.20	2.0	60~70

粗大化を生じ、然も大きな粗大結晶を生ずるといふことである。このことは初期の結晶粒が平均して同程度の大きさである場合にのみ言い得るのであり、初期の結晶粒の大きさが不均一である場合には仮令平均の結晶粒が小さい数値を示しても、歪量の小さい所で粗大化を起している。第1表で試料3に属するものはその一例である。

今迄は初期の結晶粒の大きさのみを考えたが、同時に変形歪を与える前の冷間圧延条件や最終焼鈍温度が異れば、試料の再結晶集合組織が変化することを考慮せねばならない。即ち比較的高度に集積した再結晶集合組織をもつた Zn 板と、集積度の低い Zn 板とでは粗大化を生ずるのに難易のあることが想像されるであろう。Zn の場合は面心立方金属の如く、圧延度が増すに従い高度に集積した集合組織をもつとは一概に言えないため、Zn に於ける最終塑性歪を与える前の集合組織と粗大化との関連性については、尙今後問題が残されている。

### (3) 不純物の影響

高純度の Zn 板について結晶の粗大化に及ぼす因子を前項迄に述べたが、不純物を含有することにより粗大化に著しい影響のあることが考えられる。この点について検討するため Zn 地金に通常含まれる不純物 Fe, Cd, Pb を夫々単独に或は二元素を同時に含有する場合について実験を行った。

a. 実験方法: (1) で述べた four nine zinc に Fe, Cd, Pb を添加した二元及び三元合金の板を用いた。この場合は引張加工によらず 40% の冷間圧延を行つた試料 (40% を選んだのは硬度—加工度曲線でこの附近がほぼ硬度の最大値をとるからである) について、50°C から 25°C おきに 400°C 迄各 1 時間焼鈍し結晶粒の変化を顕微鏡で観察した。

b. 実験結果: この場合のミクロ又はマクロ組織の中代表的のものを写真 2 に示す。これ等の組織から結晶粒の変化の過程を分類すれば第 2 表の

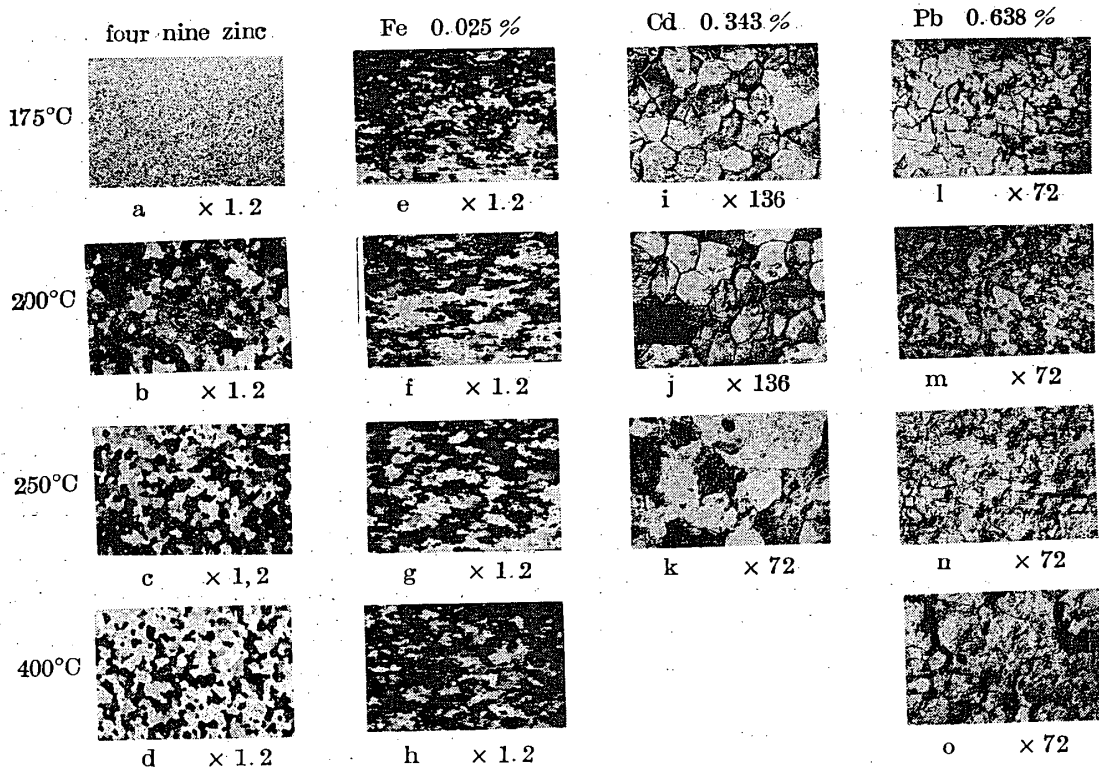


写真 2 不純物の影響 (各 1 時間焼鈍)

如くなる。今これ等の点より得られることを要約すれば次の如くなる。

(1) four nine zinc は 40% の冷間圧延を行い直に 200°C 以上で焼鈍すれば結晶の粗大化が起る。

(2) Fe 0.025% を含有する場合には 150°C の焼鈍でそれ以下の温度のときと著しく結晶粒に差異を生じる。その特徴は圧延方向に伸びた細長い形状をなすことである。更にこの結晶粒の粒界は直線ではなく非常に不規則な形をしている。然し

第2表 不純物の影響

成分 焼鈍温度	four nine zinc	Fe 0.025%	Cd 0.343%	Pb 0.638%	Fe 0.018% Pb 0.795%	Cd 0.359% Pb 0.600%	Cd 0.350% Fe 0.030%
150	×	?	×	×	—	×	—
175	×	?	×	×	—	×	—
200	△	?	×	×	—	×	—
225	△	?	×	×	—	×	×
250	△	?	×	×	—	×	×
275	△	?	×	×	—	×	×
300	○	?	×	×	—	×	×
325	○	?	×	×	—	×	×
350	○	?	×	×	×	×	×
375	○	?	×	×	×	×	×
400	○	?	×	×	×	×	×

備考 × 粗大結晶粒を含まず  
 △ 粗大結晶粒と一次再結晶粒と混在す  
 ○ 粗大結晶粒のみ

これを結晶粒の粗大化と考えることには疑問がある。

(3) Pb 0.638% を含有する場合には結晶粗大化は阻止され、粗大結晶を生じなくなる。

(4) four nine zinc は 40% の冷間圧延を行つた直後に於ても、圧延過程によつては部分的に一次再結晶組織の認められる場合もあるが、Cd 0.343% を含有する場合には 75°C 迄加工組織が残り、更に 400°C 迄加熱するも粗大化が起らない。この場合の結晶粒界は直線的で、多辺形組織の結晶粒となつている。尙焼鈍温度により Cd の析出が認められる。

(5) Fe-Pb, Fe-Cd, Cd-Pb の如く二元素を同時に含有する場合には結晶の粗大化は認められない。

以上の如く不純物を含有することにより一般に高純度 Zn 板に生ずる結晶粒の粗大化は抑制される。

### 3. 粗大結晶粒の結晶方位

a. 実験方法: 方位の測定を行つた試料は第1表の試料4の履歴をもつものである。粗大結晶は2の(1)で述べたのと同様に、引張加工後引続き焼鈍するという方法で作つた。これ等の結晶を HCl 溶液で約2分腐蝕するか、又は 10% NaOH 溶液中で電解腐蝕すれば、技術的に可成り難しいが Zn の etch pit を出すことが出来る。方位の測定には etch pit にもよつたが、これでは正確

な測定が不可能なので、主として X線解析により測定した。X線でラウエ写真を撮つた試料は粗大化を起す限界歪量より可成り多い 3.0% の歪量を与え、400°C に焼鈍したものである。焼鈍後 20 mm<sup>2</sup> 以上の面積をもつ粗大結晶が 15 個生じたが、この中 12 個の結晶粒について測定した。

b. 実験結果: etch pit は電解研磨面のような平滑な面では出難く、外觀が寧ろ汚れている面によく出るようである。Zn の粗大結晶の etch pit

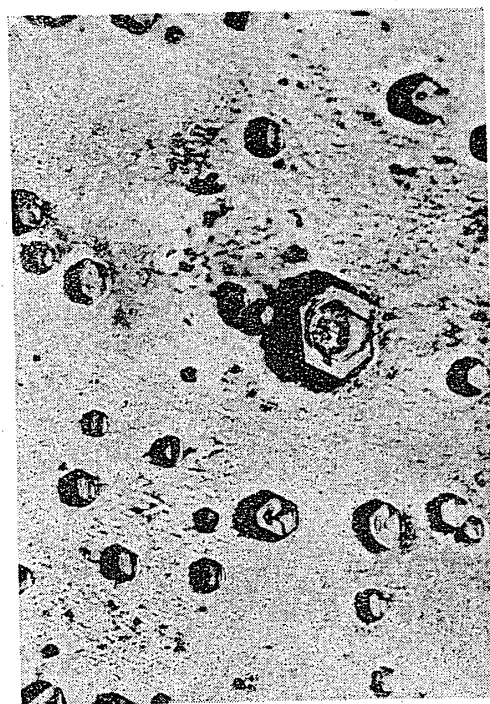
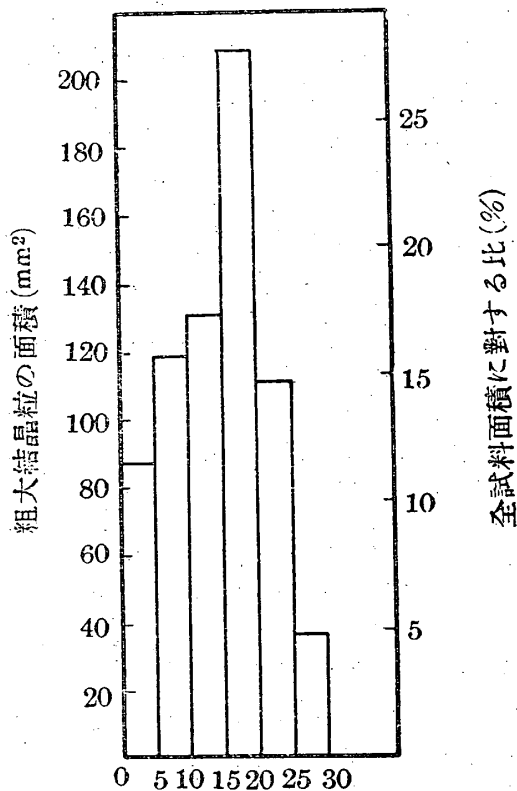


写真3 Etch pit の一例 × 400

は写真3の如く六角形をある角度廻転したような形のものが多い。これは Zn の六方格子の底面 (0001) が試料平面にある傾きをもっているものと想像出来るが、このことは更に X線 で確かめた。etch pit による結晶方位の測定には正六角形を  $[10\bar{1}0]$ ,  $[12\bar{1}0]$  を軸として廻転投影したときの内角を計算して、三つの角の組合わせをグラフにかいて置き、六角形の pit の内角を実測してこれと比較すれば、試料面と (0001) 面の傾きが大体判定出来る。この方法では当然誤差が多くて問題にならない。

従つて前述した試料について X線解析を行い、(0001) と試料面のなす角  $\theta$  を一つの基準として整理した。 $\theta$  を  $5^\circ$  おきに区切り、その範囲に属する結晶粒の面積総和と  $\theta$  との関係を示す。図よりある程度の集積のあることが認められる。 $\theta$  が  $15^\circ \sim 20^\circ$  の傾きをもつ結晶粒の面積の総和は実験に供した試料全面積の約 30% となっている。このことは Zn の一次再結晶集合組織と大差ないことを示している。



(0001) が試料面となす角  
第3図 粗大結晶粒の方位

#### 4. 粗大結晶粒の発生過程

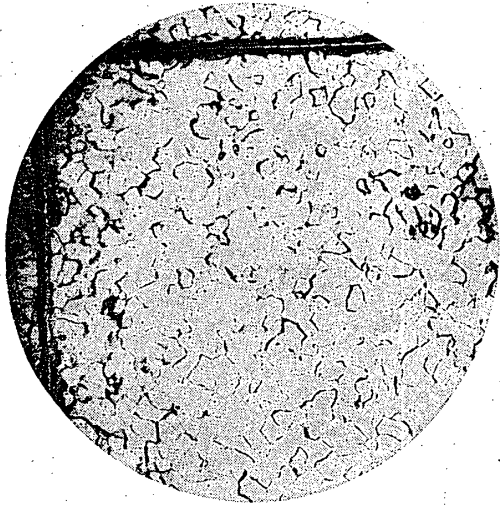
以上述べた粗大結晶粒が如何なる過程を経て生ずるものかということは極めて重要な問題である。それ故ここでは著者等の行つた顕微鏡的観察の結果得られた事実を述べ、それより粗大結晶粒の発生過程に於て問題となる点を考えてみたい。

**a. 実験方法:** 第1表中の試料4に属するような履歴をもつ four nine zinc を用いた。限界歪量を僅かに越した 2.2% の引張加工を加え、 $490^\circ \pm 0.5^\circ\text{C}$  で短時間焼鈍を繰返しながら、その都度顕微鏡組織を観察した。焼鈍はソルトバス中で行い、板表面は研磨せず、又曲げその他の変形を与えないように注意しながら濃  $\text{HNO}_3$  で腐蝕した。

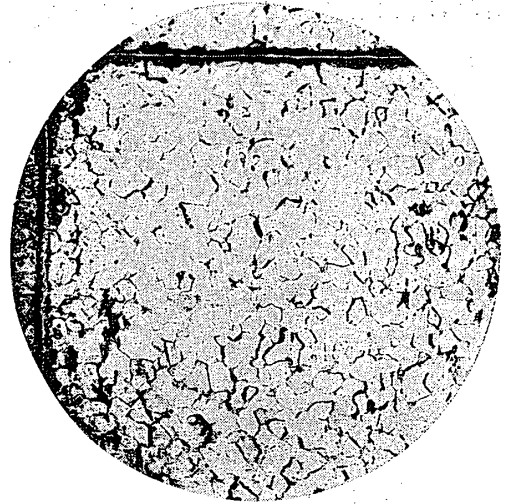
**b. 実験結果:** 写真4に初期状態より引張加工を与え、次で焼鈍した場合の顕微鏡組織の変化を示す。引張加工を加えたままの試験片は、部分的に機械的的双晶が認められる場合もあつたが、その数は全試料中に数個程度で非常に少なく、殆んど存在しないと云つて良い。腐蝕しないで見れば全域に亘り入り線が認められる。これを  $400^\circ\text{C}$  で5秒加熱すれば、平均直径 1.24 mm の最初の結晶粒 (写真4. —a) は平均直径 0.22 mm に成長し比較的揃つた結晶粒が出来る (写真4. —c)。この場合新しく発生した結晶粒の粒界は焼鈍前の結晶粒を横切り、もとの結晶粒とは無関係に存在する。この状態のものを更に加熱して行けばその後暫くの間結晶粒は徐々に成長を続ける (写真4. —d, e)。このことは一時的に安定になつたと思われる結晶粒が他の結晶粒を侵すのであり、この間粒界は徐々に移動する。このような状態が暫く続いた後焼鈍時間3分に到つて、突然視野内に粗大結晶が生じた (写真4. —f)。

写真4. —e と写真4. —f を比較すれば判る如く、突然発達したこの粗大結晶粒 A の粒界は、写真4. —e の結晶粒界を連ねた線と殆んど一致しており、結晶粒内を横切っていないことが観察される。従つて粗大結晶粒の粒界は不規則な形をとつている。又粗大結晶粒が発生する前には Al の再結晶の場合に観察された veining structure と類似の現象が観察され (写真4. —d), 又 lamella 状の平行した線が多数観察された。

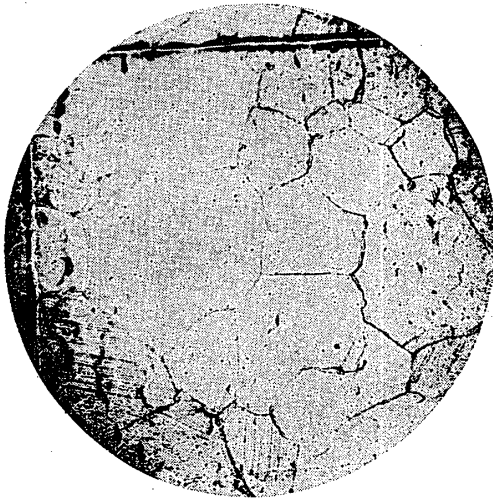
以上が顕微鏡で観察された粗大結晶発生過程であるが、今加熱時間  $t$  と共に変化する結晶粒の



a. 焼鈍状態 (120°C)



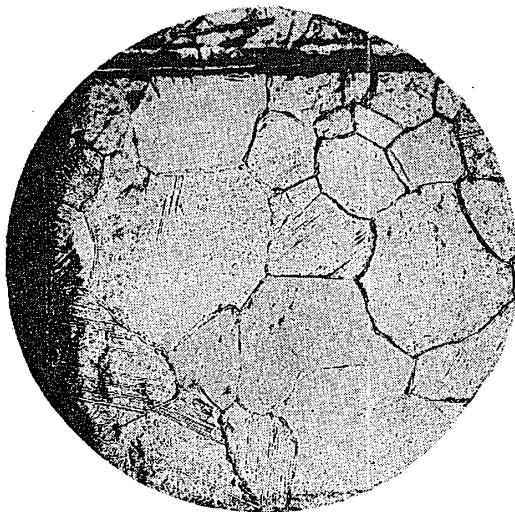
b. 2.2%の引張加工を加える



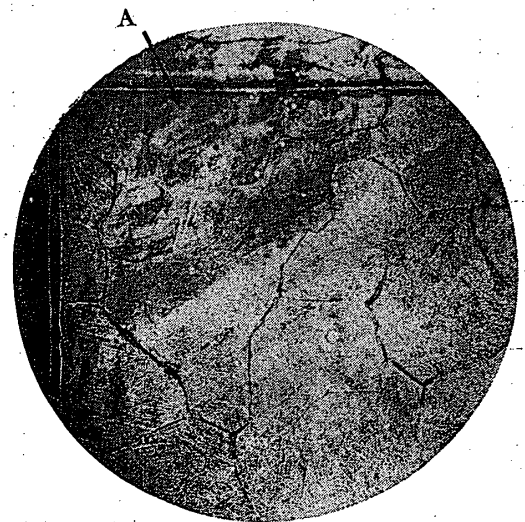
c. 400°Cで5秒焼鈍



d. 400°Cで20秒焼鈍



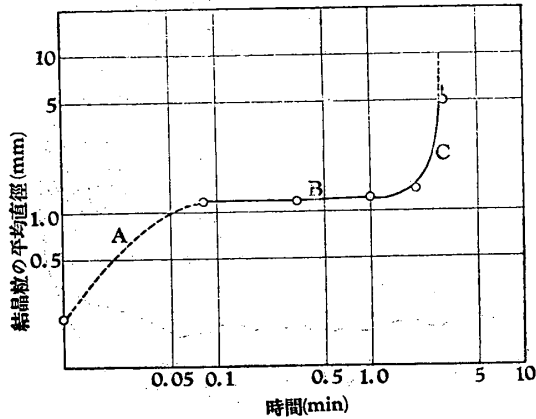
e. 400°Cで1分焼鈍



f. 400°Cで3分焼鈍

写真 4 粗大結晶粒の発生過程 × 60

大きさ  $D$  (平均直径) を  $\log D - \log t$  で示すと第4図の如くなる。第4図に於て再結晶の起る

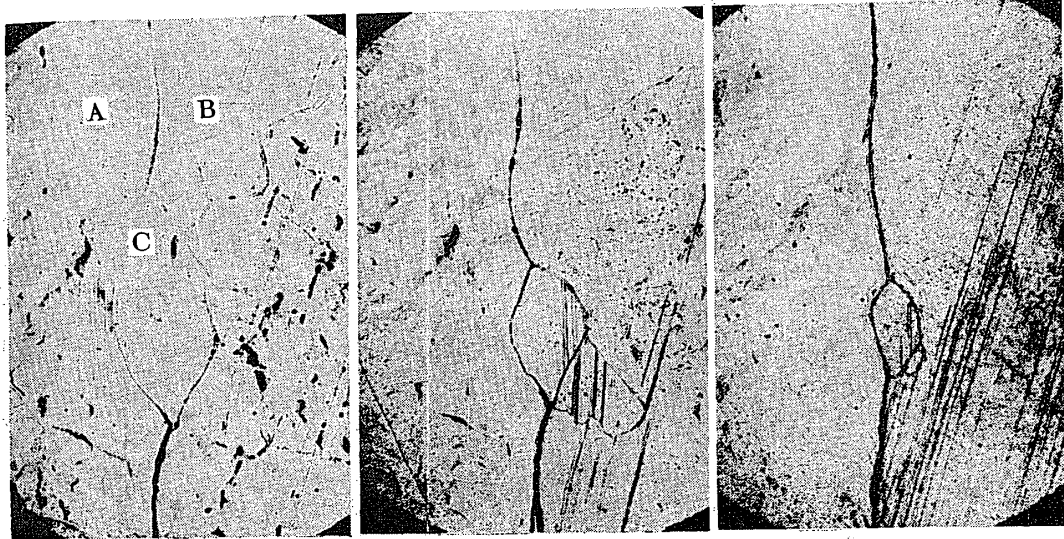


第4図  $\log D - \log t$  曲線

のは原点に極く近い僅かの部分である。次に結晶粒の成長が起る。これが第4図のAの部分に相当する。次にこの成長が長時間停止する。それがBの部分である。一定時間停止した後、Cの如く突然異常に大きな粒が出来る。この関係より見れば通常二次再結晶といわれる現象と同一に考えられるようである。このBの如き停止期間中に上述の如き再結晶過程で起る如き粒内の変化が認められたのである。

5. 粗大結晶粒の成長

- a. 実験方法: 4と同様な方法で行つた。
- b. 実験結果: 粗大結晶粒の発生する以前の Al



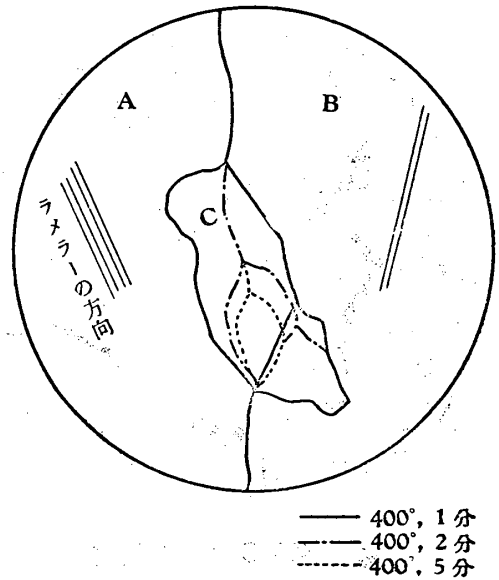
a. 400°C 1分

b. 400°C 2分

c. 400°C 5分

写真5 粗大結晶粒の成長。×60

に於ける veining structure の如き組織が生ずる時期並に粗大結晶粒の発生と成長の時期を通じて、結晶粒内に lamella 状の平行した線が多数現われた。写真5。—a, b, c は夫々 400°C 1分、2分及び5分の焼鈍をした時に観察された組織である。写真5—a で A, B は粗大結晶でその間にCという小結晶粒が挟まれている。このCなる小結晶は焼鈍時間と共に漸次 A, Bなる粗大結晶粒に併合されていく。この間の移動を纏めて図示すれば第5図の如くなる。この図より判る如く A, B なる粗大結晶は C なる小結晶をその周囲より一様に併合していくのではなく、ある一定の方向から侵していくことが判る。而してこの方向は lamella 状の平行な線に対しほぼ垂直な方向に一致するようである。又その場合 A, B 結晶の結



第5図 粗大結晶粒の成長過程



晶成長は C 結晶の凸なる部分を減少するように進行する。

写真5より計算すれば、この場合の最大線成長速度は  $3 \times 10^{-4}$  cm/sec 程度である。又結晶方位の相違によりエネルギー差を生ずるが、この方位差に基く surface energy により結晶粒界の移動を生ずる訳で、この粒界移動を測定するため、C.G. Dunn, W. Daniels, M.J. Bolton<sup>(4)</sup>が硅素鉄について行つたのと同様な実験を試みたが、未だ定量的な結論を得るに至っていない。

## 6. 実験結果の考察

加熱時間の対数を横軸に結晶粒の大きさの対数を縦軸にとつた場合に一次再結晶並に成長の過程を経て、次にこの結晶粒の成長が長時間停止する。この一定時間の停止の後突然異常に大きな結晶粒が出現する。この現象は連続的な結晶粒成長と明瞭に区別することが出来る、而してこれを通常二次再結晶又はコースニングと呼んでいる。

上述の二次再結晶なる言葉には結晶核となるものの存在を意味し、この核より迅速に成長するのであるが、その場合周囲の安定な小結晶を併合していく。この場合の driving force は strain energy ではなく結晶粒界の surface energy と思われる。然し strain energy を全然無視してしまう訳にはいかない。その理由は僅かな変形により二次再結晶の出現を促進するからである。<sup>(5)</sup> 又二次再結晶を生ずるための必要條件は一次再結晶により出来た結晶粒の成長を阻止することである。この成長阻止作用には二つの原因がある。一つは matrix 中に分散している第二相の微粒による成長阻止であり、他の原因は鋭い集合組織の存在である。<sup>(5)</sup>

又 J.E. Burke と D. Turnbull<sup>(5)</sup> によれば二次再結晶の核の生成については一次再結晶の場合と大体似た方法で説明される。即ち “block theory” によるのであるが、一次再結晶ではこのブロックは subgrain と考えられ、二次再結晶では屢々結晶粒と考えられるのである。前者については R.W. Cahn<sup>(6)</sup> 及び P.A. Beck<sup>(7)</sup> が夫々別個に polygonize した部分が結晶核となることを暗示したのである。然しこれについての反対意見もある。

前述の鋭い集合組織の存在に於ては Beck<sup>(8)</sup> が方位差の少ない結晶粒間の境界の移動の困難なことを示した。又二次再結晶の現象は、二次再結晶前後の結晶方向が或る特別な関係にあるという著しい特徴をもっている。例えば二次再結晶前の結晶の方位と二次再結晶後の結晶方位とは、Cu の立方体組織の場合に、[111] 軸を共通として、その廻りに  $30^\circ$  回転した関係にある。<sup>(9),(10)</sup> 而して再結晶により選択方位を作ることについては二つの異つた仮説が提出されている。一つは “oriented nucleation” 説であり、他の一つは “oriented growth” 説である。この後者の例としては M. Kornfeld と F. Rybalko<sup>(11)</sup> の 99.5% の Al を 12~18% 引張つた後  $570^\circ\text{C}$  で焼鈍した場合の成長速度の異方性の測定がある。又 Burke と Turkalo<sup>(5)</sup> も立方体組織の Cu の二次再結晶の場合に新しい結晶粒の成長速度は (111) 面にある matrix 中の [110] 方向が最大であると報告している。又この成長速度の異方性は高温より低温でより多いとも言っている。

これらの二次再結晶に対し現在迄に得られている知識を基礎にして、Zn の粗大結晶への成長過程について考えてみることにする。

本実験で用いた試料は大体 90% 程度の冷間圧延を行つたもので、大体分散度は大きいにしても圧延集合組織をもっているものと思われる。これを低温で焼鈍すれば再結晶集合組織が得られる。Zn では圧延集合組織と、再結晶集合組織との間には著しい差はない。従つて引張加工を加える前の試料は Zn の (0001) が板面に  $20^\circ$  前後傾き、且つかなり分散のあるものと思われる。又第一対角線 [1120] と第二対角線 [1010] の間の関係が  $30^\circ$  の回転によるため、圧延方向に [1120] が向くとしてもやはりその分散は大きいのである。このような試料に適当な引張加工を与える（大体双晶の出現する直前の状態の歪を加える）と引張方向に対し (0001) が  $45^\circ$  附近にあるものより変形し始めることになる。それらの結晶粒は隣接せる結晶粒の束縛を受け、簡単な迂り変形のみでなく “local curvature” と言われる内部歪の大なる格子面の彎曲を伴う変形も行つた。このような状態のものを加熱すれば、転位の移動により格子の完全さを取戻すことになる (poly-

gonization). このようにして作られた安定な部分が周囲の不完全な結晶を併合して再結晶を完了することになる。これを通常一次再結晶と呼んでいる。この時期を経て結晶の成長が起る。これは高温では非常に短時間に完了してしまうことになる。従つて方位の異なる結晶粒を短時間に合体することにより内部歪が増加することが予想される。これは結晶粒のその温度での自由エネルギーを考えた場合にその減少する方向として先づ surface energy の減少の方が strain energy の多少の増加より有効なことを示すものと思われる。このような状態にあるものを更に加熱すればどうであろうか。

最初の引張加工により (0001) の板面とのなす角が  $20^\circ$  内外になつた結晶粒は増加した筈である。従つて一次再結晶後に於ても Zn ではやはり (0001) と板面との角が  $20^\circ$  内外のものは可成り増加していると想像出来る。このような試料を加熱し続ければこの集合組織の存在によつて incubation period を生じ、一次再結晶粒の成長を阻止するのではなからうか。この成長阻止の間、結晶粒内部ではその温度での完全な平衡に達するために上述の安定状態で保持した strain energy を解放する方向に移動し、これが写真 4 で veining structure になつて示されたものと思われる。このように安定になつた sub-grain はその sub-grain 間の方位差の少いため、その surface energy を減少するために急速に合体し得るのである。このとき一次再結晶に於て strain energy を殆んど貯えなかつたものは sub-grain を生ずることがないと思われ、且つその方位が合体するのに都合よければそのまま合体することになる。

このように Zn に於ては面心立方金属の場合の如く高加工度により鋭い集合組織を得るということが、その変形機構より困難である。従つて結晶粒同志の方位の異なるのを漸次緩和する方向に動くものと思われる。即ち高温に於ての平衡は strain energy を含まず、且つ出来る限り surface energy を減少せしめることである。このために方位の異なる小結晶粒を二段階で粗大結晶へ成長せしめるのではなからうか。而して方位関係は Zn の結晶構造とその成長速度より異つた方位が二段階で示されないものと思われる。この粗大結晶への成

長過程に於ける一定時間の停止中に於て結晶核が作られるのか、或は以前より存在した結晶粒が核となるのかは現在の段階では断定出来ない。従つてこの現象を二次再結晶と呼ぶべきか、コースニングと言うべきかは更にこの incubation period に於ける変化を詳細に検討する必要がある。又面心立方金属に於ける如く或る温度以上で集合組織の変化することは、温度により結晶方位の安定度が異なることを想像させる。もし温度により結晶方位の安定度に差がなければ同一方位を維持することが出来るものと考えられる。Zn の場合この後者に相当するかどうかは判らないが、この点についても検討する必要があるものと思われる。

## 7. 結語

著者等は従来 Zn の二次再結晶と言われている粗大結晶の発生する条件を実験的に明にし、且つその場合に粗大結晶への成長過程を観察し、その機構をも探究せんとした。尙その粗大結晶への成長過程に於ては結晶の方位が本質的な役割を果たすので、この点についても追求した。これらの実験より得られた諸点を要約すれば次の如くである。

- (1) 粗大結晶を発生させるためには、或る限界歪量以上の変形を加える必要がある。この限界歪量は焼鈍温度が高い程少い方に移動する。
- (2) 粗大結晶の発生は不純物によつて阻止される。
- (3) 粗大結晶粒の方位は一次再結晶集合組織で示されるものと著しい差はない。
- (4)  $\log D - \log t$  曲線に於て成長が阻止される時期があり、この時期に於て一次再結晶後の成長した結晶粒内に sub-grain が認められ、引続き突然粗大な結晶粒に発達する。この sub-grain が Zn の粗大結晶への成長に寄与するものと思われる。而して  $\log D - \log t$  曲線に於ける連続的な結晶成長の後、一定時間の成長阻止期間があり、次で突然異常に大きな結晶粒が出現する。この事実より通常の結晶成長ではなく二次再結晶又はコースニングによるものと思われる。

## 文 献

- (1) F.D. Rosi, B.H. Alexander and C.A. Dabo: J. Met., 4 (1952), 189.
- (2) G. Masing, H. Strauman: Z. Metallkunde,

- 33 (1941), 74.
- (3) J. Czochralski, O. Lubinkowski: International Association for Testing Materials, London Congress, April 19-24. (1937), 101.
- (4) C.G. Dunn: W. Daniels and M.J. Bolton: J. Met., 2 (1950), 368, 1245.
- (5) J.E. Burke and D. Turnbull: Progress in Metal Physics 3 (1952), 220.
- (6) R.W. Cahn: Proc. Phys. Soc. London A 63 (1950), 633.
- (7) P.A. Beck: J. Appl. Phys. 20 (1949), 633.
- (8) P.A. Beck, M.L. Holzworth and P. Sperry: Trans. Amer. Inst. min. (metall.) Engrs. 180. (1949), 163.
- (9) J.S. Bowles and W. Boas: W. ibid. 74 (1948), 501.
- (10) M.L. Kronberg and F.H. Wilson: Trans. Amer. Inst. min. (metall.) Engrs. 185 (1949), 501.
- (11) M. Kornfeld and F. Rybalko: Phys. Z. Sowjet. 12 (1937), 658.