

金属材料の超強加工に伴う超微細粒組織の形成

辻 伸泰*

Formation Mechanisms of Ultrafine Grained Structures in Severe Plastic Deformation of Metallic Materials

Nobuhiro TSUJI

Synopsis : Formation mechanisms of ultrafine grained structures in severe plastic deformation (SPD) of metallic materials are overviewed and discussed on the basis of experimental results. It is concluded that the formation of ultrafine grained structures in SPD can be understood in terms of grain subdivision. The ultrafine grained structures in the as-SPD materials are essentially deformation structures, although they can be simultaneously considered as grain structures from a viewpoint of large misorientation to each other. When the SPD processed materials are annealed, a continuous change in microstructures can happen, which might be called continuous recrystallization. The phenomenon is fundamentally discussed after determining the nucleation events in recrystallization.

Key words: severe plastic deformation; ultrafine grains; deformation microstructures; recovery; discontinuous recrystallization; continuous recrystallization; grain boundary.

1. はじめに

金属材料に対数相当ひずみ4~5以上の超強加工（あるいは巨大ひずみ加工：Severe Plastic Deformation (SPD)）を加えると、平均粒径1 μm 以下の超微細粒組織や、場合によっては平均粒径数十nmのナノ結晶組織が形成されることが明らかとなり、世界中で盛んに研究が行われている^{1,2)}。鉄鋼を含む構造用金属材料バルク体において従来達成することのできる微細結晶粒径の限界はほぼ10 μm であり、結晶粒超微細化は、合金元素を必要としない単純組成で非常に高い強度²⁻⁴⁾や優れた韌性^{5,6)}を得ることのできる手段として魅力的である。しかしながら、超強加工に伴う微細粒組織の形成機構は十分理解されていない。従来、結晶粒微細化の常套手段は、塑性加工後に焼なましを行った場合に生じる再結晶現象を利用することであった。しかしながら超強加工は通常、再結晶温度以下の低温で行われ、しかも加工ままで超微細粒組織が観察される。すなわち、超強加工に伴う超微細粒組織の形成は、再結晶とは異なる原理によるものと考えられる。本稿では、主に著者のグループによる実験結果をもとに、超強加工に伴う超微細粒・ナノ組織の形成過程を整理し、理解することを目的とする。

2. 再結晶、特にその核生成について

超強加工時の微細組織形成過程を検証する前に、従来の

結晶粒微細化の機構である再結晶、特にその核生成現象について考える。金属に塑性変形を施すと、転位をはじめとする種々の格子欠陥が結晶中に蓄積される。そうした加工材を高温に持ちきたしたとき、蓄積された格子欠陥を消滅させることで自由エネルギーを低下させようとして生じる現象が、回復および再結晶である^{7,8)}。再結晶(recrystallization)は、組織観察の手段が光学顕微鏡しかなく、塑性変形により金属が非晶質化すると信じられていた時代に見いだされ、名付けられた現象である⁸⁾。加工後焼なましされた試料を光学顕微鏡で観察すると、下部組織を有さないきれいな新粒（再結晶粒）が生じ、これらが加工組織を侵食して成長して行く。そこでこうした再結晶の進展は、相変態・析出現象と同じく、核生成・成長過程によると考えられた。

しかしながら、再結晶における核生成は、相変態・析出において生じる熱的揺らぎによるそれとは根本的に異なる^{7,8)}。まずは相変態・析出の場合に用いられる古典的核生成理論⁹⁾に沿って、再結晶の核生成を考えてみる。加工組織中に、転位密度の低い半径 r の球状の新粒が生じたと考える。新粒が生じることによる自由エネルギーの低下(ΔG_v)は、主に転位密度の低下によるものであり、単位体積あたりで考えると、

$$\Delta G_v = \alpha \mu b^2 (\rho_R - \rho_M) \cdots \cdots \cdots (1)$$

と表すことができる。これが再結晶の駆動力である($\Delta G_v < 0$)。ここで、 α は定数、 μ は剛性率、 b はバーガース・ベ

平成20年9月9日受付 平成20年9月11日受理 (Received on Sep. 9, 2008; Accepted on Sep. 11, 2008)

* 大阪大学大学院工学研究科知能・機能創成工学専攻 (Department of Adaptive Machine Systems, Graduate School of Engineering, Osaka University, 2-1 Yamadaoka, Suita 565-0871)

クトルの大きさ、 ρ_R と ρ_M はそれぞれ再結晶粒内と加工マトリクス中の転位密度である。一方、再結晶粒が生じることにより、新たに界面（粒界）が生じ、粒界エネルギー（ σ ）の分だけ自由エネルギーが増加する。従って、全体としての自由エネルギー変化 Δg は、

$$\Delta g = \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_v + 4 \pi r^2 \sigma \quad \cdots \cdots (2)$$

と表すことができる。転位密度の低下による自由エネルギーの低下と、粒界の形成による自由エネルギーの増加のバランスから、成長可能な臨界核サイズ r^* が決まり、それは次のように表される。

$$r^* = - \frac{2\sigma}{\Delta G_v} \quad \cdots \cdots (3)$$

ここで、再結晶の場合の最大限の駆動力として、 $\rho_R \sim 0$ 、 $\rho_M = 10^{15} [\text{m}^{-2}]$ （強加工材中の転位密度とされている値）を用いると、 $r^* \approx 0.1 \mu\text{m}$ となる。しかしこの臨界核は、原子の数にすれば約 10^9 個という非常に大きなものである。

ところで、再結晶核（粒）が満たさなければならないもう一つの重要な要件として、マトリクスとの方位差を挙げることができる。粒界の易動度（モビリティ）は粒界が担う方位差角と密接に関係しており、方位差の小さい小角粒界は、易動度が小さいことが知られている^{7,8)}。すなわち、回復に比して十分速い速度で再結晶粒が成長して行くためには、加工マトリクスに対して大きな方位差を有する必要がある。しかしながら、 10^9 個もの多数の原子が、熱的揺らぎによって一斉にマトリクスとは大きく異なる方位になるとは考えにくい。従って、再結晶の「核」とは、相変態・析出の場合の核のように原子構造の熱的揺らぎによって生じるのではなく、加工組織中にマトリクスとは大きな方位差を持つ領域がすでに潜在しており、それが核に

なる（潜在核）と考えられている^{7,8)}。このことを頭に入れた上で、次に、超強加工に伴う微細粒の形成過程を見てみよう。

3. 超強加工に伴う微細粒組織の形成過程

Fig. 1に、繰り返し重ね接合圧延 (Accumulative Roll Bonding: ARB) 法^{1,10-14)}により、種々のひずみ量（ARBサイクル数）まで加工された極低炭素IF(interstitial free)鋼の、EBSD (electron back-scattering diffraction) 測定¹⁵⁾により得られたバウンダリーマップ^{16,17)}を示す。ここでARBとは、接合圧延を繰り返すことによって板形状の材料に超強加工を施すことのできる巨大ひずみ加工法の一つであり、その詳細は文献^{1,10-14)}を参照されたい。Fig. 1に示したIF鋼試料の場合、厚さ1mmの板を2枚重ねて500°C（回復のみが生じる温度）で10min保持し、1パス50%の接合圧延により一体化する過程を1サイクルのARBとして、それを繰り返している。バウンダリーマップは、板のTD(transverse direction)に垂直な縦断面上で観察され、方位差 15° 以上の粒界を大角粒界として太い黒線で、方位差 2° 以上 15° 未満の小角粒界を細い灰色の線で表している。EBSD法では非常に小さな方位差を正確に測定・解析することが困難である¹⁵⁾ため、 2° 未満の方位差のバウンダリーは切り捨てている。

1サイクルARB材（50%圧延材：相当圧下ひずみ $\varepsilon=0.8$ ）においては、圧延方向に伸長した初期結晶粒が観察される (Fig. 1(a))。各初期粒内には、小角粒界により構成される下部組織が見られる。すなわち、この試料は典型的な加工組織を示している。3サイクルARB材（全圧下率75%； $\varepsilon=1.6$ ）では、初期結晶粒がさらに薄く長く伸長しているが、同時に、特に初期粒界近傍に、大角粒界に囲まれたサブミクロンサイズの微小領域が形成されつつあることが分

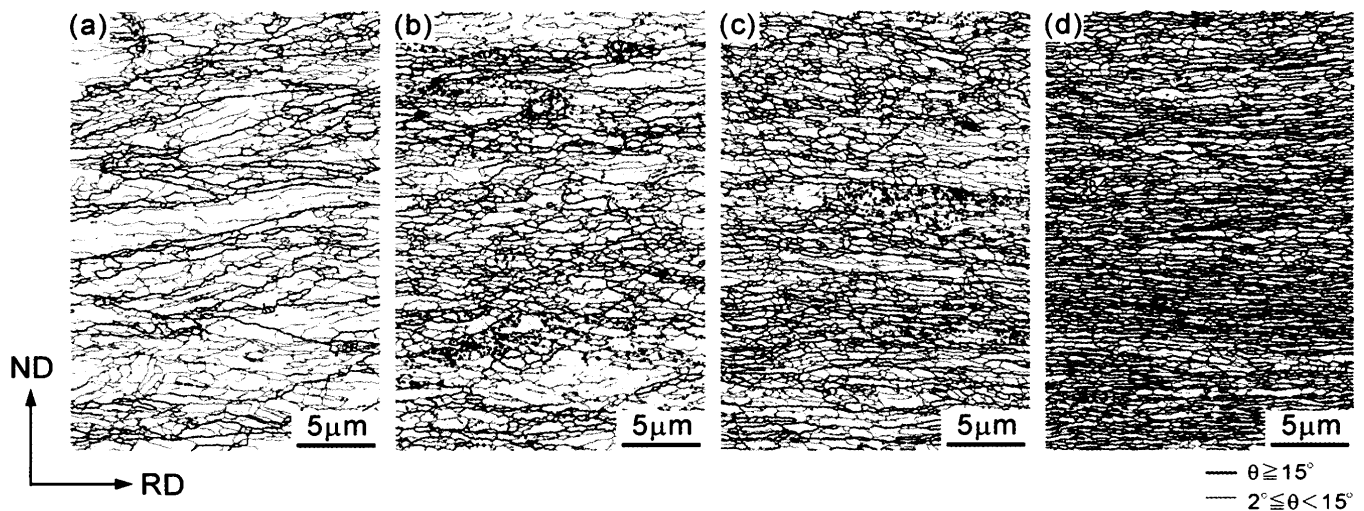


Fig. 1. Boundary misorientation maps obtained from EBSD measurements of the IF steel ARB processed by (a) 1 cycle, (b) 3 cycles, (c) 5 cycles, and (d) 7 cycles at 500°C. The EBSD measurements were carried out on the longitudinal plane perpendicular to TD of the sheets.

かる (Fig. 1(b)) (1 サイクル材においてもそうした微小領域は部分的に観察される)。サイクル数 (ひずみ) の増加とともにこうした過程がさらに進行し、7 サイクル ARB 材 (全圧下率 99.2%; $\epsilon=5.6$) は試料の全面が、大角粒界により囲まれた伸長超微細粒、あるいはラメラ状超微細組織に覆われている (Fig. 1(d))。伸長超微細粒の平均厚さ (あるいは平均ラメラ間隔) は、 $0.2 \mu\text{m}$ である。

こうした組織変化を、TEM (transmission electron microscopy) によりもう一度詳細に観察してみる。Fig. 2 は、3 サイクル ARB を施された IF 鋼の TEM 組織である^{18,19)}。この TEM 観察においては、各微小領域の Kikuchi 線回折図形

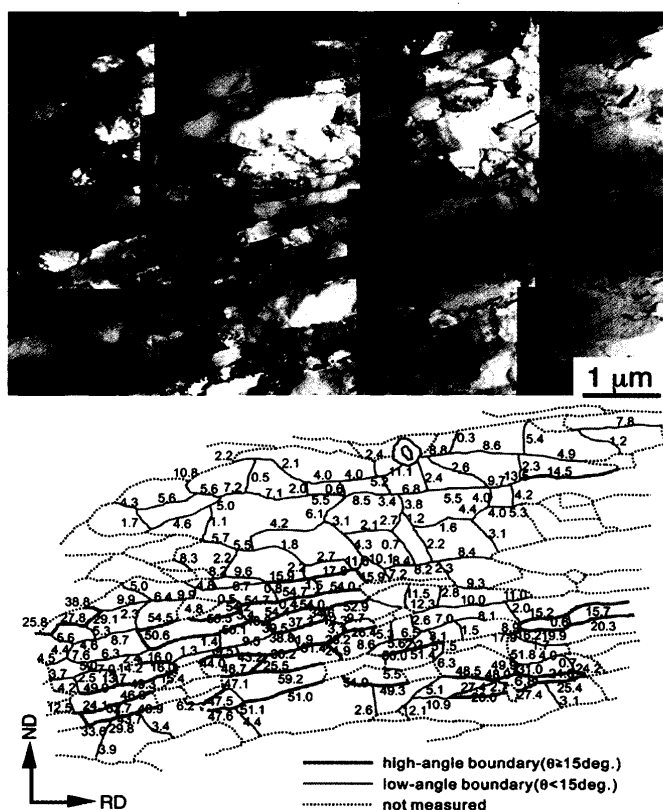


Fig. 2. TEM microstructure and corresponding misorientation map of the IF steel ARB processed by 3 cycles ($\epsilon=2.4$) at 500°C . The observation was done from TD.

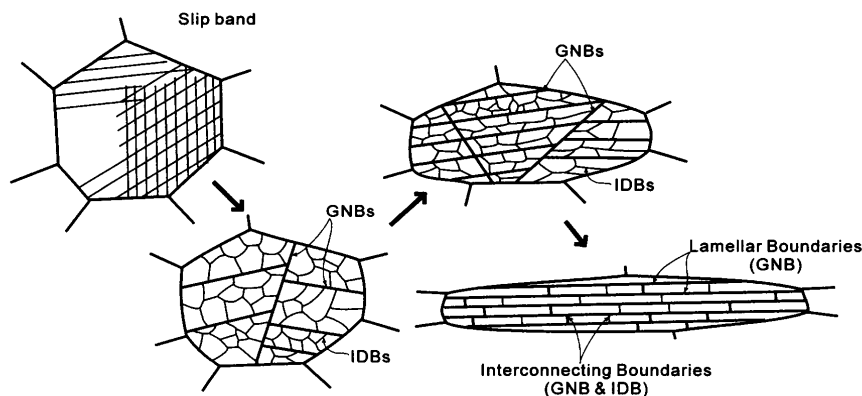


Fig. 3. Schematic illustration showing grain subdivision processes in polycrystalline metals.

を取得し、その解析により得られた正確な結晶方位をもとに隣接粒間の方位差を計算して、得られたバウンダリーマップを Fig. 2 下部に示している。ここでは、方位差 15° 以上の大角粒界を緑色の線で、方位差 15° 未満の小角粒界を赤色で描いている。明視野像においては、比較的不明瞭で種々の形状の転位セル組織により構成されている領域と、圧延方向に伸長した比較的シャープな粒界により構成されている領域とが混在している。こうした組織の違いと方位差とは、大変よく対応している。すなわち、転位セル領域には小さな方位差のバウンダリー (セル境界あるいはサブバウンダリー) が主に観察され、一方、ラメラ領域には大角粒界が高密度に存在している。ラメラ領域で大角粒界に囲まれた小領域は、伸長超微細粒と言ってよい。

ところで、ARB による超強加工の出発材は多結晶体であるから、大角粒界の密度の高いラメラ領域は、単に初期粒界により構成されている可能性もある。今回用いた出発材 (完全再結晶組織) の平均結晶粒径は $27 \mu\text{m}$ であり、3 サイクル ARB は全圧下率 87.5% の圧延に相当する。従って、3 サイクル ARB 後の初期粒界の平均間隔は $3.4 \mu\text{m}$ と計算できる。しかしながら、Fig. 2 で観察されたラメラ状粒界の平均間隔は $0.27 \mu\text{m}$ であり、幾何学的に計算された初期粒界の間隔よりはるかに小さい。このことはすなわち、大きな塑性変形に伴い、初期結晶粒内に新たな粒界が形成されていることを示している。

塑性変形に伴って結晶粒内に多数の転位境界および大きな方位差を持ったバウンダリーが形成され、それらにより結晶粒が分断されて行く過程は、grain subdivision と呼ばれ、中程度以上の積層欠陥エネルギーを有する FCC 金属の変形組織に関する系統的な研究により明らかにされている^{20,21)}。Fig. 3 には、grain subdivision の様子を模式的に表す。結晶の塑性変形は多数の転位のすべり運動により担われるが、活動した転位の一定の割合は結晶中に蓄積され、蓄積された転位は弾性エネルギーを相殺するような低エネルギー構造をできるだけとろうとする。こうして形成されるのが IDB (incidental dislocation boundary) であり、転位セル境界がその典型である。また多結晶体においては、隣接

粒間の拘束の影響等により、同一結晶粒内であっても活動するすべり系の量や種類(slip pattern)が場所によって異なる。Slip patternの異なる領域は、異なる方位回転を生じ、隣接領域間には方位差が生じる。この方位差を担うものが、GNB (geometrically necessary boundary)である。こうしたIDBとGNBにより結晶が分断されて行くのがgrain subdivisionであり、Fig. 1, 2で見られた組織変化は、その延長線上にあると考えられる。

Fig. 4に、7サイクルARB材($\epsilon=5.6$)のTEM組織とそのバウンダリーマップを示す^{18,19)}。この段階では、試料の全面が圧延方向に伸長した微細粒に埋め尽くされており、またそれらの大部分が大角粒界により囲まれていることが、Fig. 4のバウンダリーマップより分かる。90%程度の強圧延を施したFCC金属には、Fig. 3の右下に示したようなラメラバウンダリー組織が観察されることが報告されている²¹⁾。ARBにより形成される伸長超微細粒組織 (Fig. 1(d) および Fig. 4) は、大角粒界の割合が非常に多くなったラメラバウンダリー組織であると考えられる。Fig. 4の超微細組織は、互いに大きな方位差を有するという点においては、確かに「結晶粒」組織である。それと同時に、各「結晶粒」は圧延方向に伸長し、またその内部には転位や小角粒界などの下部組織が存在する。これらは明らかに加工組織の特徴である。すなわち、超強加工により形成される超微細粒組織は、結晶粒組織であると同時に、加工組織でもある。

種々のサイクルのARBを施されたIF鋼試料中に存在するバウンダリーの方位差分布 (EBSD測定結果、Fig. 1に対応) をFig. 5に示す^{16,17)}。1サイクルARB材に観察されるバウンダリーのほとんどは小角粒界で、この段階で観察された大角粒界はほぼすべてが初期粒界であると考えられる。これは、1サイクルARB (50%圧延) 材が通常の加工組織を有していることに対応している (Fig. 1(a))。サイク

ル数 (ひずみ量) の増加とともに、方位差15°以上の大角粒界の割合が徐々に増加し、7サイクルARB材においては、バウンダリーの8割以上が大角粒界である。これは、grain subdivisionの進行によって、互いに大きな方位差を有する伸長超微細粒組織が形成されて行く過程に対応している。Fig. 5(d), (e)には、ランダム方位の立方晶多結晶体において幾何学的に予想される方位差分布 (いわゆるマッケンジー・プロット²²⁾) を破線で示す。高サイクルARB材において得られる方位差分布の高角側は、マッケンジー・プロットに比較的良好に一致することが分かる。一方、ARB

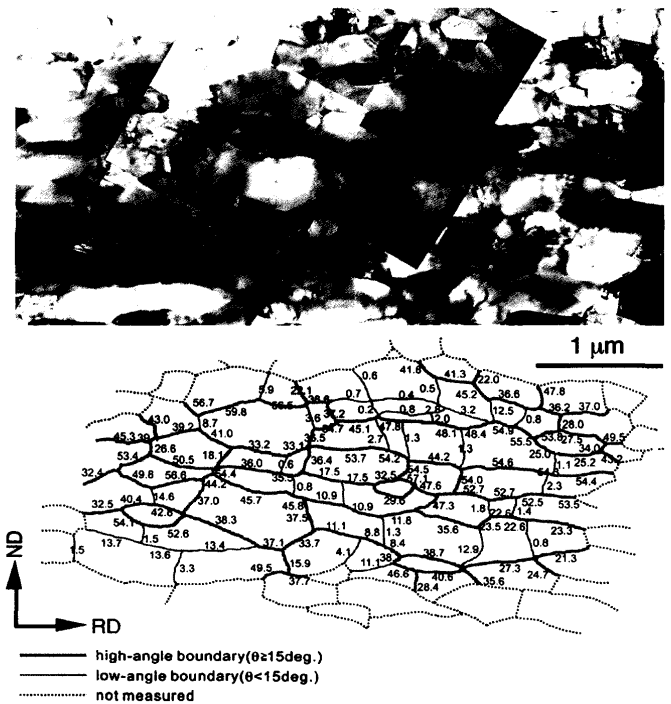


Fig. 4. TEM microstructure and corresponding misorientation map of the IF steel ARB processed by 7 cycles ($\epsilon=5.6$) at 500°C. The observation was done from TD.

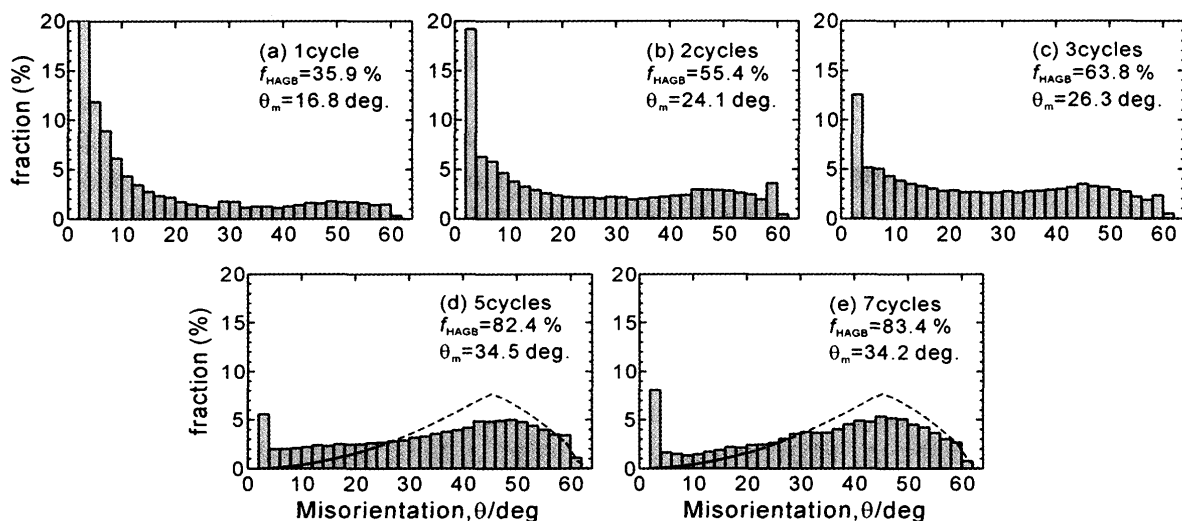


Fig. 5. Distribution of boundary misorientation measured by EBSD of the IF steel ARB processed by (a) 1 cycle, (b) 2 cycles, (c) 3 cycles, (d) 5 cycles, and (e) 7 cycles at 500°C.

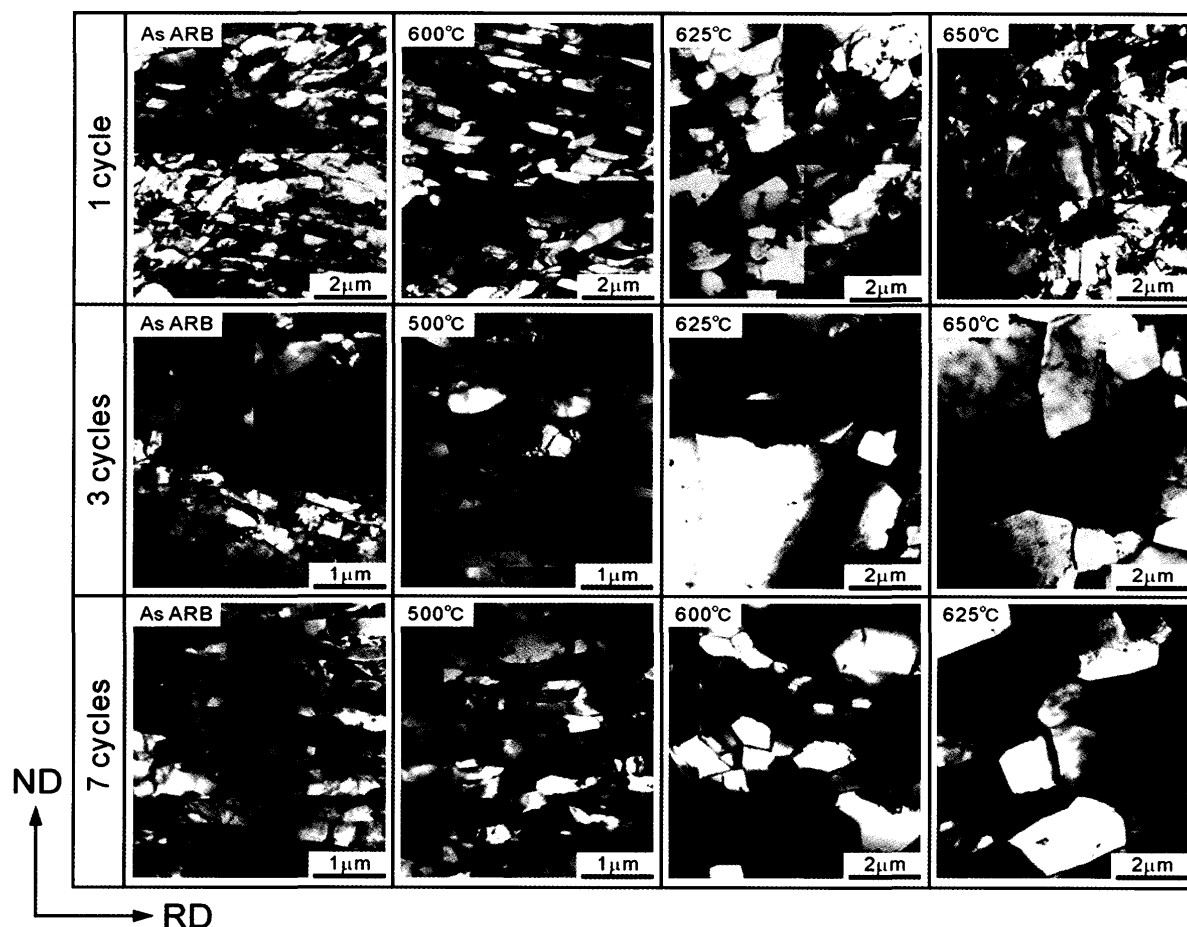


Fig. 6. TEM microstructures of the IF steel ARB processed by 1, 3 or 7 cycles at 500°C and then subsequently annealed at various temperatures for 1.8 ks. Observed from TD.

により得られる超微細粒材中には、多数の小角粒界が存在する。これは、前述のように、超強加工により形成される超微細粒組織が、本質的には加工組織であることに対応している。通常の再結晶組織には、このように多数の小角粒界は存在しない。なおこの特徴が、超強加工により得られる超微細粒材がしばしば示す特異な力学特性の原因となっている可能性が高い^{4,23-25)}。

4. 超強加工材の焼なましに伴う組織変化

次に、超強加工材を焼鈍した場合の組織変化過程を見てみる。Fig. 6は、1, 3, または7サイクルのARBを施されたIF鋼を種々の温度で焼鈍した場合のTEM組織である^{16,26)}。既に示したように、1, 3サイクルARBまま材の組織は、通常の加工組織、あるいは部分的に微小領域（超微細粒）に分断された加工組織であり、7サイクルARBままの組織は、ほぼ全面が伸長超微細粒組織である。1サイクルARB材の場合、625°Cまでの焼鈍では、回復による粒内転位密度の低下とサブグレインの等軸化のみが生じているが、650°C焼鈍で、周囲のサブグレインよりも明らかに大きく、粒内転位密度の低い再結晶粒が生成している。3サ

イクルARB材の場合には、より低い焼鈍温度である625°Cで、再結晶粒が生じていることが分かる。すなわち、1, 3サイクルARB材を焼鈍した場合には、いわゆる核生成と成長により特徴づけられる通常の再結晶が生じる。この過程は、より広範囲の組織観察によっても確認している。一方、7サイクルARB材の焼鈍に伴う組織変化は、3サイクルまでの試料とはかなり異なり、回復とともに結晶粒の等軸化と粗大化が、比較的均一に生じる。その結果、625°C焼鈍材は、等軸で転位密度の低い、再結晶完了組織とほぼ同等の結晶粒組織が形成される。しかしこの平均結晶粒径は約1μmであり、通常の加工・再結晶により得られる粒径（最小10μm程度）よりもまだ非常に小さい。

以上に見られた組織変化を模式的にまとめたものが、Fig. 7である^{16,26)}。第2節で述べたように、再結晶の「核」となるべき領域は、変形組織中に潜在していると考えられる。加工まま材の組織解析からも分かるように、3サイクルARB程度の加工度までは、大角粒界に区切られた微小領域、あるいは周囲と大きな方位差を有する微小領域は、加工組織中に部分的に存在している。焼鈍時にそうした領域が優先的に再結晶粒となり、通常の再結晶が生じたものと考えられる。一方、7サイクルARB ($\epsilon=5.6$) もの超強

加工を行った場合には、試料のほぼ全面が、大角粒界によってサブミクロンサイズに均一に分断されている。すなわち、各領域が全て、再結晶の核となる要件を備えている。その結果、焼鈍中に回復とわずかな粒界移動により、等軸微細粒組織が形成されるのである。形成される組織は、通常の再結晶完了組織とほぼ同等であるが、この過程は再結晶粒の成長（再結晶粒界の長距離の移動）を伴っておらず、通常の核生成と成長による再結晶とは大きく異なっている。そこでこれを、核生成・成長による不連続再結晶(discontinuous recrystallization)と区別して、連続再結晶(continuous recrystallization)（あるいはその場再結晶(*in-situ* recrystallization)）と呼ぶことがある²⁷⁾。

ではここで、何が「連続」で、何が「不連続」であるのか。この点は種々の文献においても必ずしも明確に示されていないが、筆者は、連続析出・不連続析出との比較で、以下のように区別できると考える。Fig. 8は、連続析出と不連続析出の違いを示す模式図である。ここでは、A-B二

元系において、 α 固溶体から β 相が析出してくる場合と、過飽和固溶体 α' から α 相と β 相が層状のラメラ構造を形成しながら析出してくる場合を考える。前者の場合、B-richな β 相の析出に伴って、マトリクス α 相中のB濃度は連続的に低下する。一方、後者の場合には、成長界面での元素分配により、平衡組成を有するラメラ状の α 相と β 相が形成されるため、未変態 α' マトリクス中のB濃度は反応中も変化せず、成長界面が通過したとたんに不連続に変化する。前者が連続析出(continuous precipitation)であり、後者が不連続析出(discontinuous precipitation)である。すなわち両者の「連続」および「不連続」とは、析出反応の進行（時間変化）に伴う、マトリクスの濃度変化のことを意味している²⁸⁾。

上記にならって、連続再結晶と不連続再結晶を、Fig. 9に模式的に示す。すでに実験事実により示した通り、超強加工材においては、サブミクロン以下の単位で結晶粒が分断され、大きな方位変化が生じている。これを焼鈍すると、回復による小領域内部の転位の消滅とよりシャープな粒界の形成とともに、短範囲の粒界移動によって、等軸微細粒

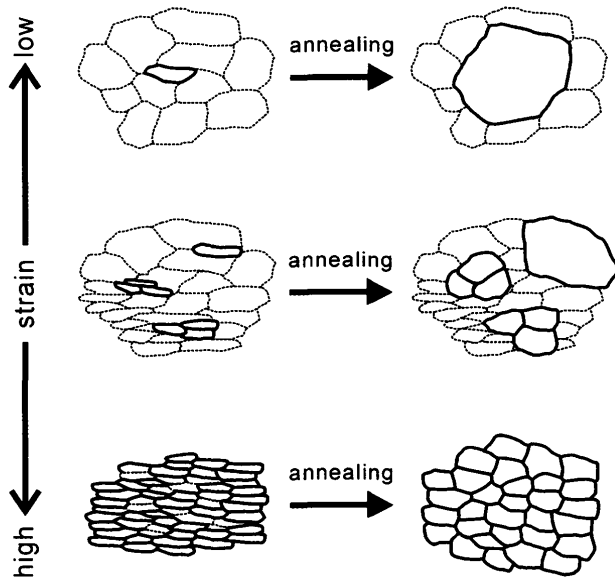


Fig. 7. Schematic illustrations showing the change in microstructures during annealing of IF steel deformed to various strains. Bold lines and dotted lines represent high-angle boundaries and low-angle boundaries, respectively.

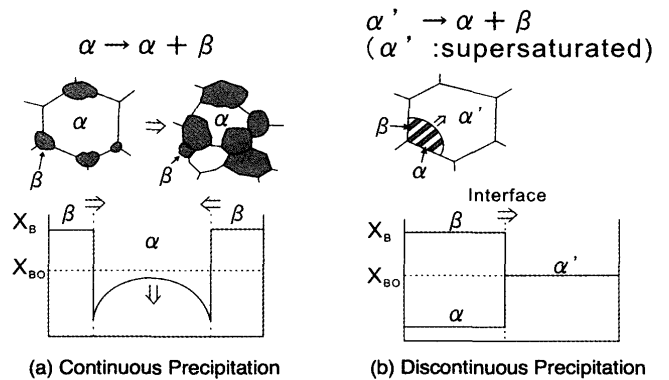
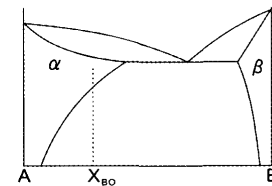
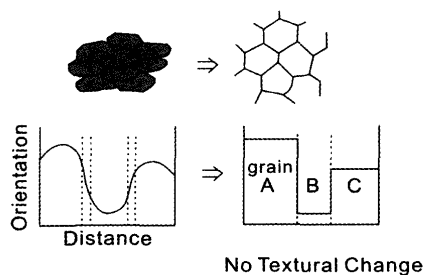


Fig. 8. Schematic illustration showing (a) continuous precipitation and (b) discontinuous precipitation.

(a) Continuous Recrystallization



(b) Discontinuous Recrystallization

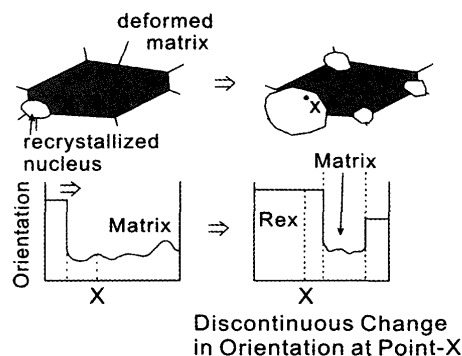


Fig. 9. Schematic illustration showing (a) continuous recrystallization and (b) discontinuous recrystallization.

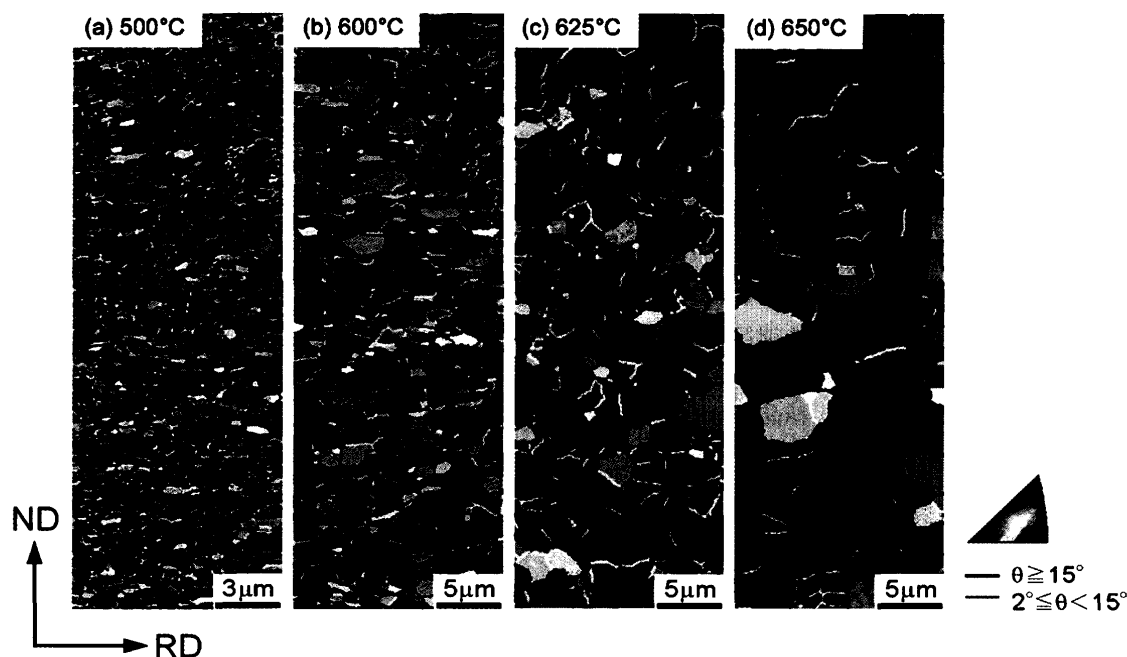


Fig. 10. ND orientation color maps obtained from EBSD measurements of the IF steel ARB processed by 7 cycles at 500°C and then subsequently annealed at various temperatures ((a) 500°C, (b) 600°C, (c) 625°C, and (d) 650°C) for 1.8 ks. Observed from TD.

組織が形成される。一方、通常の加工度の材料の場合、大きな方位差を有する局所領域は、初期粒界近傍や変形帯などの不均一変形部に局在しており、そうした部分から再結晶「核」が生じて、加工マトリクスを侵食して行く。このとき、加工マトリクス中のある点Xの方位に着目してみる。通常の再結晶の場合には、局所的に生じた再結晶粒の粒界（成長界面）が点Xを通過した瞬間に、結晶方位が不連続的に変化する。一方、超強加工材の場合、粒界は長範囲の移動をせず、従って加工組織の大部分は結晶方位を変化させないまま、再結晶組織と同等の組織を形成する。すなわち、析出の場合のマトリクスの組成の代わりに、マトリクスの方位に注目することにより、超強加工材における連続再結晶と、通常加工材における不連続再結晶の違いを理解することができる。

7サイクルARB後、種々の温度で30 min焼鈍されたIF鋼のEBSD方位マッピング結果をFig.10に示す¹⁶⁾。図中の各点の色は、各試料のND (normal direction) 結晶方位を示している。500°C焼鈍材は、ARBまま材と大きく変わらない伸長超微細粒組織（あるいは超微細ラメラ組織）を有している。焼鈍温度の増加とともに、結晶粒の等軸化が生じ、625°C焼鈍材は、Fig. 6にも示したように、等軸微細粒組織を示す。ここで、焼鈍に伴い組織が変化しても、EBSDマップの色合い、すなわち結晶方位分布があまり変化していないことがFig.10から分かる。すなわち、連続再結晶において予想される、集合組織の維持が示されている。

ところで、Fig.10を見ると、加工組織的なものから再結晶組織的なものへの変化は確かに起こっているが、どの段階で連続再結晶が完了したかを決定することは容易ではな

い。そもそも、第2節で述べたように、再結晶における核生成現象（再結晶粒の形成）自体が、相変態・析出の場合のような不連続なイベントではなく、加工組織からの連続的なものである。したがって、不連続再結晶と連続再結晶の違いは、再結晶粒界の移動量の大小だけであり、本質的に区別することが難しい。超強加工ままでも大きな方位差を備えた伸長超微細「粒」が形成されているのであるから、極端な話、加工ままの段階を持って「(動的) 連続再結晶」とよぶ場合さえある。しかし、この言い方を認めると、再結晶核が変形組織中に潜在しているという前提のもとでは、加工度を問わず全ての加工組織は部分的にであれ「再結晶している」と言うことになってしまい、再結晶現象そのものの定義がおかしくなってしまう。本稿で明確に示したように、超強加工材の組織は、本質的には、多数の（加工により形成された）大角粒界によって分断された超微細加工組織（未再結晶組織）と認識すべきであろう。

超強加工プロセスが比較的高温で行なわれた場合や、材料の融点が高い場合、または材料の純度が高く比較的低温でも回復現象が進行する場合などには、プロセス中に組織変化が進み、加工ままでも等軸結晶粒組織が観察される場合があり得る^{16,29)}。しかしこれは、例えばFig.10に示したような焼鈍時に起こるべき組織変化が、一連のプロセス中に先んじて生じただけのものとして理解することができる。

また、超強加工材が全て、焼鈍中に連続再結晶的な組織変化を示すわけではない。筆者の得た実験事実の範囲では、BCC構造を有するフェライト鋼や、FCC構造でも積層欠陥エネルギーの高いAl合金など、回復が生じやすく、通

常の焼鈍挙動においても「回復型」に分類される金属は、本稿で示した連続再結晶的な組織変化を示すことが多い^{3,26,31)}。ただしこれらの材料でも、特定の結晶粒が大きく成長する、不連続再結晶的な組織変化が見られる場合がある^{16,31,32)}。また、積層欠陥エネルギーが中程度以下のFCC金属（オーステナイト鋼を含む）や純Tiは、超強加工後に大きな方位差を有する超微細粒組織を有していても、焼鈍時には特定の結晶粒が大きく成長する、不連続再結晶的な組織変化を示す³³⁻³⁵⁾。

5. まとめ

ARB法により超強加工されたフェライト鋼（IF鋼）において得られた実験結果をもとに、超強加工に伴うサブミクロンサイズの超微細粒組織の形成が、grain subdivisionにより基本的に理解できることを示した。超強加工により形成される超微細粒組織は、互いに大きな方位差を有しているという点においては確かに結晶粒と呼ぶことのできる存在であるが、本質的には加工組織である。超強加工により得られた超微細粒材料（一種の加工組織）を焼鈍することにより、連続的な組織変化が生じる場合があり、これを連続再結晶と呼ぶ場合がある。連続再結晶と不連続再結晶（通常の核生成と成長による再結晶）とは、固相反応の進行に伴うマトリクスの方位変化に注目することによって区別することが可能である。しかしながら、そもそも再結晶における核生成現象が不連続なものではないため、超強加工材の場合、どの段階で連続再結晶が生じたかを決定するのは本質的に困難である。また、超強加工材が全て連続再結晶的な組織変化を焼鈍時に示す訳ではない。つまり、あまり用語(terminology)に左右されることなく、各段階で生じている組織変化過程の本質を、金属学の基礎に則って理解して行くことが肝要であると考えられる。

本稿の内容は、日本鉄鋼協会「超強加工の材料科学」研究会（主査：梅本 実・豊橋技術科学大学教授）の部会活動の中で議論されてきたものである。有意義なご議論をいただくとともに、本稿の執筆機会を与えてくれた梅本主査および研究会のメンバー諸兄に、衷心より感謝の意を表す。また、本稿で用いた実験結果は、上路林太郎（現・香川大学）、紙川尚也（現・東北大学金属材料研究所）両博士とともに行った研究成果であることを記す。

文 献

- 1) Severe Plastic Deformation toward Bulk Production of Nanostructured Materials, ed. by B.S. Altan, NOVA Science Publishers, New York, (2005).
- 2) R.Z.Valiev, R.K.Islamgaliev and I.V.Alexandrov: *Prog. Mater. Sci.*, **45** (2000), 103.
- 3) N.Tsuji, Y.Ito, Y.Saito and Y.Minamino: *Scr. Mater.*, **47** (2002), 893.
- 4) N.Tsuji: *J. Nanosci. Nanotechnol.*, **7** (2007), 3765.
- 5) N.Tsuji, S.Okuno, Y.Koizumi and Y.Minamino: *Mater. Trans.*, **45** (2004), 2272.
- 6) M.Tanaka, N.Fujimoto and K.Higashida: *Mater. Trans.*, **49** (2008), 58.
- 7) Recrystallization of Metallic Materials, ed. by F.Haessner, Dr.Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, (1978).
- 8) F.J.Humphreys and M.Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon, Oxford, (1995).
- 9) D.A.Porter and K.E.Easterling: *Phase Transformations in Metals and Alloys*, Chapman & Hall, London, (1992).
- 10) Y.Saito, N.Tsuji, H.Utsunomiya, T.Sakai and R.G.Hong: *Scr. Mater.*, **39** (1998), 1221.
- 11) N.Tsuji, Y.Saito, S.H.Lee and Y.Minamino: *Adv. Eng. Mater.*, **5** (2003), 338.
- 12) ナノマテリアル工学大系 第2巻ナノ金属編, フジ・テクノシステム, (2006).
- 13) 実験力学ハンドブック, 日本実験力学会編集, 朝倉書店, 東京, (2008).
- 14) J.G.Lenard: *Primer on Flat Rolling*, Elsevier, Oxford, (2007).
- 15) Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, ed. by A.J.Schwartz, M.Kumar and B.L.Adams, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, (2000).
- 16) N.Kamikawa: PhD Thesis, Osaka University, (2005).
- 17) N.Tsuji, N.Kamikawa and Y.Minamino: *Mater. Sci. Forum*, **467-470**, (2004), 341.
- 18) R. Ueji: PhD Thesis, Osaka University, (2003).
- 19) N.Tsuji, R.Ueji, Y.Ito and Y.Saito: *Proc. of the 21st RISØ Int. Symp. on Materials Science*, RISØ National Laboratory, Denmark, (2000), 607.
- 20) N.Hansen: *Metall. Mater. Trans. A*, **32 A** (2001), 2917.
- 21) N.Hansen and D.J. Jensen: *Philos. Trans. R. Soc. (London) A*, **357** (1999), 1447.
- 22) J.K.Mackenzie: *Biometrika*, **45** (1958), 229.
- 23) X.Huang, N.Hansen and N.Tsuji: *Science*, **312** (2006), 249.
- 24) D.Terada, H.Houda and N.Tsuji: *J. Mater. Sci.*, (2008), in press, online: <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-008-2809-5>
- 25) X.Huang, N.Kamikawa, N.Tsuji and N.Hansen: *ISIJ Int.*, **48** (2008), 1080.
- 26) N.Kamikawa, N.Tsuji and Y. Saito: *Tetsu-to-Hagane*, **89** (2003), 273.
- 27) F.J.Humphreys, P.B.Prangnell and R.Priestner: *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, **5** (2001), 15.
- 28) 須藤 一, 田村今男, 西澤泰二: 金属組織学, 丸善, 東京, (1972).
- 29) Z.Horita, M.Furukawa, T.G.Langdon and M.Nemoto: *Materia Jpn.*, **37** (1998), 767.
- 30) Y.Ito, N.Tsuji, Y.Saito, H.Utsunomiya and T.Sakai: *J. Jpn. Inst. Met.*, **64** (2000), 429.
- 31) N.Kamikawa, N.Tsuji, X.Huang and N.Hansen: *Acta Mater.*, **54** (2006), 3055.
- 32) D.Terada, B.L.Li, M.Sugiyama and N.Tsuji: *Mater. Sci. Forum*, **558-559** (2007), 357.
- 33) B.L.Li, N.Tsuji and N.Kamikawa: *Mater. Sci. Eng. A*, **A423**, (2006), 331.
- 34) N.Takata, K.Yamada, K.Ikeda, F.Yoshida, H.Nakashima and N.Tsuji: *Mater. Trans.*, **48** (2007), 2043.
- 35) D.Terada, M.Inoue, H.Kitahara and N.Tsuji: *Mater. Trans.*, **49** (2008), 41.