



# HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	氷再結晶粒の結晶軸方位
Author(s)	大伴, 武都美; OHTOMO, Mutsumi; 若浜, 五郎 他
Citation	低温科学. 物理篇, 41, 1-11
Issue Date	1983-03-22
Doc URL	<a href="https://hdl.handle.net/2115/18452">https://hdl.handle.net/2115/18452</a>
Type	departmental bulletin paper
File Information	41_p1-11.pdf



## 氷再結晶粒の結晶軸方位\*

大伴 武都美

(北海道大学大学院 理学研究科)

若 浜 五 郎

(低温科学研究所)

(昭和 57 年 10 月受理)

### I. 緒 言

氷の再結晶は多結晶氷の結晶主軸方位分布 (Fabrics) の選択方位配向 (Preferred orientation) の形成機構を明らかにするために重要な鍵であるので、今までにも多くの人々によって研究が行われてきた<sup>1-5)</sup>。多結晶氷を用いた従来の再結晶実験は、再結晶前後の試料全体の結晶主軸方位分布の変化を知る上で有効な方法である。しかし個々の再結晶粒の成長時の挙動を詳細に観察したり、再結晶粒の結晶主軸方位がどのような要因で決定されるかを論ずるには多結晶氷の再結晶過程は複雑に過ぎる。そこで我々は単結晶氷を用い人工的に再結晶粒を発生、成長させ、その成長過程を観察すると共に再結晶粒の結晶軸方位を調べる実験を行なった。その際に以下に述べる問題が生じる。すなわち、1) 再結晶粒の発生には成長と較べて大きな歪エネルギーが必要である。2) 観察中の再結晶粒が他の粒によってその成長を妨げられないことが必要である。3) 多結晶氷の場合は、再結晶粒は通常結晶粒界で発生する。本実験の結果を今後多結晶氷の再結晶の研究に役立てるには、多結晶粒界における再結晶粒の発生現象を再現する必要がある。この 1) と 2) の問題を解決するために実験の際に工夫をこらし再結晶粒の発生領域と成長領域を分離した。その結果、3) については、本実験の核発生領域と多結晶の粒界を本質的に同じと考えることにより、解決した。

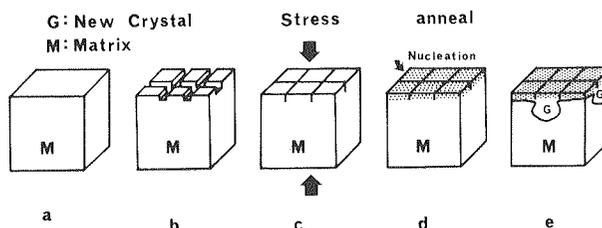
実験の結果、再結晶粒の結晶主軸方位は、試料に与えた応力場によってきまるのではなく、試料 (母相) の元来の結晶軸方位に支配されることが明らかになった。以下にその結果を報告し、併せて再結晶粒の主軸方位が何によってきまるのかを考察する。

### II. 実験の方法

我々は次のような方法で氷の直方体試料の一端から再結晶を起こさせるようにした。フラスカのメンデンホール氷河産の巨大単結晶氷<sup>6)</sup> から 4 cm × 5 cm × 4 cm の直方体の試料を切り出し (第 1 図 a), 第 1 図 b のようにその一面に帯鋸で深さ 5 mm の切れ目を基盤の目状に入れる。この面と圧縮軸が直交するように試験機にとりつけ、-10°C で歪が 20% に達するまで一

\* 北海道大学低温科学研究所業績 第 2498 号

軸圧縮を行なった。圧縮の進行と共にこの碁盤目状の切り目はつぶれて閉じ(第1図c), それと共に全体の変形が進むが試料に与えられた歪の70%以上はこの切れ目を入れた部分で起こる。次に変形された試料は $-0.3^{\circ}\text{C}$ の温度で約



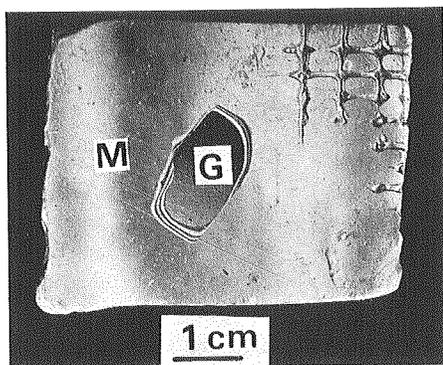
第1図 模式的に示した実験の手順

70時間焼鈍 (Annealing) される(第1図d)。切り目の面(核発生領域)には多数の再結晶粒(第1図にGで示す)が発生するが、このうちのごく少数のものが母相(成長領域, 第1図にMで示す)に向かって大きく成長するのが観察された(第1図e)。

再結晶粒の成長過程は、焼鈍中に交叉偏光板の下で観察し、焼鈍終了後再結晶粒と母相の結晶軸方位を透過ラウエ法で測定した。また再結晶粒の結晶軸方位が決定されるのは、核発生の段階なのか、あるいは成長時なのかを明らかにするため、変形終了後・焼鈍前に核発生領域における成長初期の再結晶粒の結晶軸方位分布をX線ピンホール写真で調べた<sup>7,8)</sup>。またエッチ・ピット法<sup>9)</sup>により圧縮歪を与えられた母相内の基底面における転位密度を求め、再結晶粒の成長に必要な駆動力を推定するのに用いた。

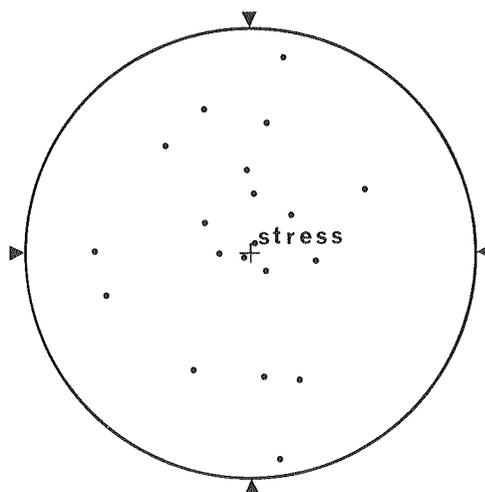
### III. 実験結果

第2図に再結晶粒と母相の薄片の偏光写真を示す。この写真でMと印した部分は母相で、Gは再結晶粒である。第3図に変形前の試料の結晶主軸と圧縮軸との方位関係を圧縮軸を投影円の中心としたステレオ投影法で示す。図中の▶印は試料上面の各辺の方向を示し、試料のc軸は黒丸で示す。このように、圧縮軸に対して試料の結晶主軸を変えて圧縮・焼鈍したのちの母相と再結晶粒の方位関係を母相の



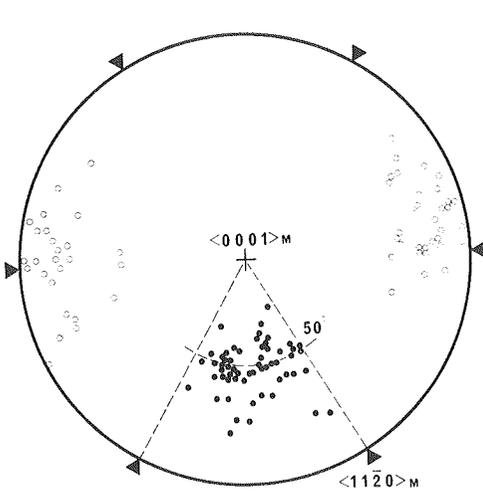
第2図 焼鈍後に試料から切り出した薄片の偏光写真。圧縮軸は紙面に垂直な方向

G: 再結晶粒  
M: 母相



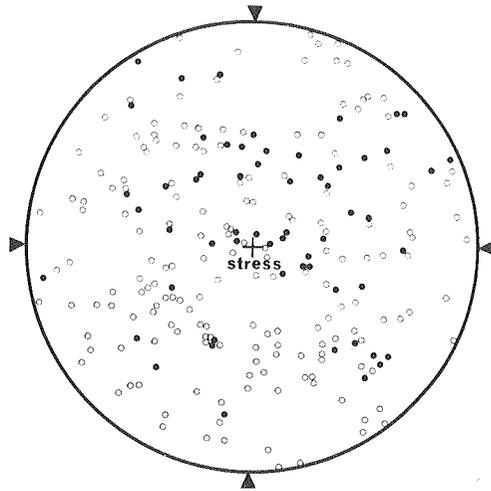
第3図 圧縮軸を投影の中心として示した変形前の試料の結晶主軸方位分布。黒三角印は試料の上面の四つの辺の方向

c軸方向を中心とするステレオ投影法で第4図に示す。图中、再結晶粒の結晶主軸は黒丸で、また三本の副軸(a軸)のうちで母相と最も方位差角度の小さいものの方位を白丸で示した。ただしc軸方位は氷の六回回転対称性を利用して1/6円内にまとめた。図に見られるように、再結晶粒と母相とは両者の主軸方位差が $50^\circ$ 近傍に集中している。次の第5図に圧縮軸を投影円の中心とするステレオ投影法で結晶軸方位を記入した。第4図と同様、黒丸が再結晶粒のc軸、



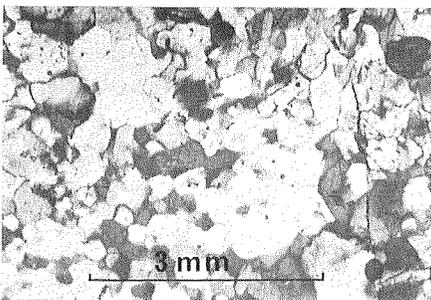
第4図 再結晶粒と母相の結晶主軸の方位関係。投影円の中心は母相のc軸方位

- : 再結晶粒のc軸方位
- : 再結晶粒のa軸(3本)のうちで、母相のa軸と最も小さい方位差角をもつもの

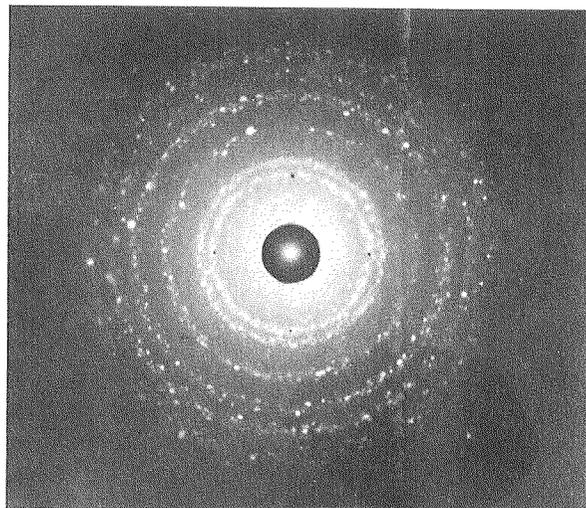


第5図 再結晶粒の結晶軸方位と圧縮軸との関係。圧縮軸を投影内の中心として示す。

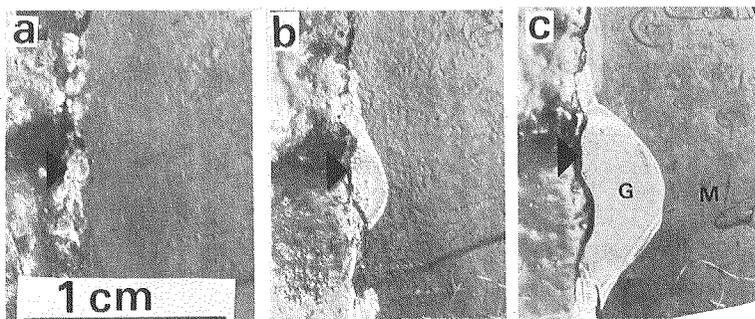
- : 再結晶粒のc軸方位
- : 再結晶粒のa軸方位
- ▶: 試料上面の四つの辺の方向



第6図 焼鈍前の再結晶核発生領域から切り出した薄片の偏光写真。圧縮軸は紙面に垂直な方向



第7図 第6図の試料にX線(Cu-K $\alpha$ 線)をあてて得られたデバイ環。環上の比較的強いスポットは、大きな結晶粒による反射による



第8図 再結晶粒の成長過程を示す偏光写真。a), b), c) はそれぞれ焼鈍を開始してから2時間後、50時間後、および72時間後の写真

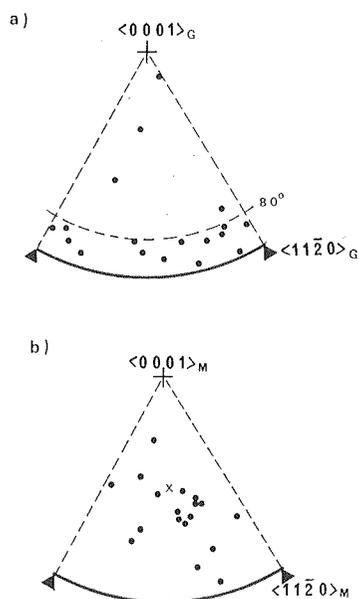
G: 再結晶粒 M: 母相

白丸がa軸、そして▶印が試料上面の四つの辺の方位を示す。この図から再結晶粒の結晶軸方位と圧縮軸との間には、特定の関係がないことがわかる。

第6図に圧縮軸に垂直な試料上面から切り出した薄片の偏光写真を、また第7図に、この薄片について得たデバイ環 (Debye-rings) を示す。薄片写真に見られるように、多数の再結晶粒が、この段階ですでにある程度成長しているにもかかわらず、同心状のデバイ環の各環の強度がほぼ一定であることから、多数の再結晶粒がほぼ無定方位に配向していることがわかる。なお第7図のデバイ環にみられる比較的大きなスポットは粒径の大きな結晶粒からの反射によるものである。

第8図に再結晶粒の成長過程を間欠写真で示した。再結晶粒と母相は第8図cにそれぞれGとMと印してある。これらの写真から明らかのように、再結晶粒の成長の初期には粒界はなめらかで丸みをおびているが(第8図a, b), 再結晶粒の成長速度の異方性のために粒界に特定の結晶面(フェセット, Facet)が発達しているのがわかる(第8図c)。第9図a, bに成長後期に成長界面(粒界)に発達したフェセットの方位をステレオ投影で1/6円に示す。

第9図aはフェセットの方位を再結晶粒のc軸方位を投影円の中心にとって記入したものであり、b図は母相のc軸を投影円の中心にとって表したものである。成長中に発達したフェセットは、再結晶粒のc軸にほぼ平行であり、母相側から見ると、母相のピラミッド面近傍の面であることがわかる。



第9図 再結晶粒の成長後期は発達した結晶粒界フェセットの極(Pole)の方位

- a): 極の再結晶側への投影。再結晶粒のc軸が投影の中心。点線は中心から80°の円を示す  
 b): 極の母相側への投影。母相のc軸が投影円の中心。×印は母相の{1102}面の極の方位を示す

エッチ・ピット法で求めた変形直後の母相の基底面での転位密度は  $10^7/\text{cm}^2$  程度であった。しかし、この値は本測定法で測定可能な限界の値である。これらの理由から、柱面における真の値は、得られた測定結果よりもさらに  $10\sim 10^2$  程度多い可能性がある。転位密度が  $10^7/\text{cm}^2$  の場合の再結晶粒成長のための駆動自由エネルギーは  $6 \times 10^2 \text{ erg}/\text{cm}^3$  であり、転位密度が  $10^9/\text{cm}^2$  なら  $6 \times 10^4 \text{ erg}/\text{cm}^3$  となる。

## IV. 考 察

### 1. 再結晶粒の結晶軸方位分布と応力場との関係

多結晶試料を用いた従来の再結晶実験では再結晶粒の結晶主軸方位が圧縮軸に対して  $45^\circ$  の方位をとること、またその理由は与えられた応力場に対して再結晶粒が変形し易いような方向に結晶主軸が配向するためであると説明されてきた<sup>1-5)</sup>。しかし多結晶試料の再結晶過程にはいくつかの要因が重畳して働くので再結晶粒の結晶主軸方位を決定する因子が応力場なのか、あるいは他の因子であるのかを明確に分離することはできない。そこで我々は単結晶氷を用いて実験を行なったのであるが、その結果、再結晶粒の結晶主軸方位は母相の結晶主軸方位に支配されることが明らかになった。

### 2. 再結晶核の結晶方位分布

それでは、再結晶粒と母相の結晶軸方位関係はいつ、どのようにしてきまるのであろうか。第7図のデバイ環のところ述べてのように試料上部に発生した多数の再結晶粒の結晶主軸方位は、ほぼ無定方位である。これは再結晶の成長初期には、再結晶粒と母相の間には特定の方位関係がないことを示す。このような無定方位分布をもつ多数の再結晶粒のうち母相に向かって成長できるのは、母相に対してある方位差をもつ少数の再結晶粒である。このことは、再結晶粒と母相の方位関係が核発生の時にきまるのではなく、再結晶粒が成長する時の成長の異方性によってきめられることを示している。

### 3. 再結晶粒と母相との方位関係の平衡論による考察

再結晶粒と母相の間の結晶主軸方位には第4図に示したようにならかなり大きな分散があるが両者の主軸間の方位差は  $50^\circ$  近辺に集中している。この方位差を説明するため再結晶粒と母相の格子間にある特定の幾何学的な関係(たとえば対応格子<sup>10,11)</sup>)を有するか否かを吟味したところ、これらの間には  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ,  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  のような低指数の共通軸は存在しないことがわかった。

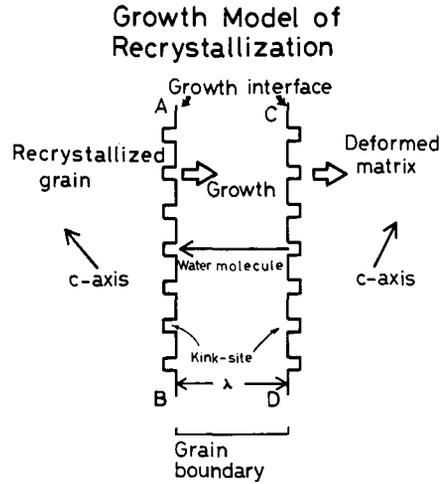
### 4. 速度論による再結晶粒と母相の間の方位関係の考察

それでは、再結晶粒と母相の結晶主軸間の方位差はどのようにして与えられるのであろうか。この種の問題は従来しばしば対応格子説のような平衡論に基づいて論じられてきたが<sup>12)</sup>、本実験では再結晶粒の成長を扱っているので、実験で得られた再結晶粒と母相の方位関係を速度論的な立場から考察する。

再結晶は成長する再結晶粒と母相との界面、すなわち結晶粒界が母相に向かって移動することによって起る。そこで両者の間の結晶粒界は第10図のモデルに示した構造をもつと考える。すなわち、結晶粒界は  $\lambda$  なる間隔をおいた二つの界面 AB, CD から成り、これらの間には液体状の水分子で充たされているとする<sup>13)</sup>。両界面 AB, CD とともに面上にキンク (Kink, 半結晶位置)

が存在する。キングの密度は、界面の面方位によってきまる。各界面の成長速度の異方性はそれぞれのキング密度による。水分子は歪を与えられているためにエネルギー的に不利な母相側 CD 面のキング位置から離脱し、CD 面から AB 面側に移動してエネルギー的に有利な AB 面上のキングに付着する。その結果、界面 AB, CD とも右に移動するので再結晶粒の母相側への成長が進行する。この際粒界の移動速度（成長速度）の異方性はキング密度の小さいいずれかの界面の成長速度で律速される。そこで次に氷の表面のキング密度を数値計算で求めた。すなわち氷の結晶構造をある面指数の面で切った断面を考え、その面により、二本の水素結合手を切られた酸素原子の密度を計

算し、その結果を第 1 表と第 2 表にそれぞれ  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  および  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  の両晶帯面について示す。これらの表中でキング密度の最も高いのはピラミッド面  $\{11\bar{2}2\}$  である。従って上記の考えに従うと移動速度の最も大きいのは、二つの  $\{11\bar{2}2\}$  で構成された粒界である（以下  $\{11\bar{2}2\} // \{11\bar{2}2\}$  粒界と記す）。しかし、キング密度の面方位依存性は高次の面指数をもつ面では小さいので、 $\{11\bar{2}3\}$ ,  $\{22\bar{4}3\}$ , あるいは  $\{10\bar{1}1\}$  などの面で構成される粒界もほぼ  $\{11\bar{2}2\} // \{11\bar{2}2\}$  粒界と同程度の粒界移動速度（成長速度）をもちうる。



第 10 図 氷再結晶における成長界面のモデル

第 1 表 氷表面のキング密度  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  晶帯面

面 指 数	c 軸 と 面 法 線 の 角 度	一 くり 返 し 単 位 あ た り の キ ン グ 数	単 位 面 積 あ た り の キ ン グ 密 度
$\{11\bar{2}0\}$	90.0	0	0
$\{11\bar{2}1\}$	72.9	1	0.552
$\{22\bar{4}3\}$	65.2	3	0.785
$\{11\bar{2}2\}$	58.4	2	0.979
$\{11\bar{2}3\}$	47.3	2	0.845
$\{11\bar{2}4\}$	39.1	2	0.727

第 2 表 氷表面のキング密度  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  晶帯面

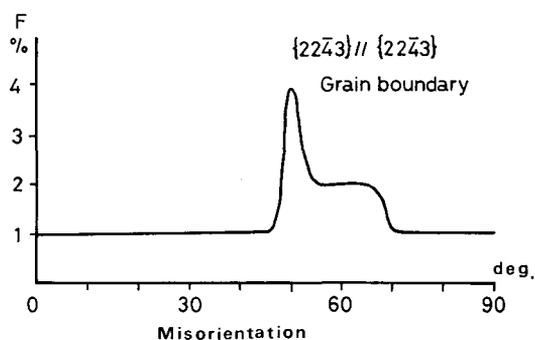
面 指 数	c 軸 と 面 法 線 の 角 度	一 くり 返 し 単 位 あ た り の キ ン グ 数	単 位 面 積 あ た り の キ ン グ 密 度
$\{10\bar{1}0\}$	90.0	0	0
$\{20\bar{2}1\}$	75.1	1	0.483
$\{10\bar{1}1\}$	61.9	1	0.883
$\{10\bar{1}3\}$	32.0	1	0.530

第 1 表と第 2 表において、(単位面積)=(a 軸の長さ)×(c 軸の長さ)とした。

IV-2節でのべたように、再結晶粒の主軸方位は、再結晶粒の成長時にきまる。次に上記の粒界移動速度の異方性に関する速度論的考察に基づいて、実験で得られた再結晶粒と母相の主軸方位関係の説明を試みる。再結晶成長の初期には、再結晶核の形が球状とすると、再結晶粒の成長（換言すれば再結晶粒の体積増加）に寄与するのは、成長速度の最も大きい粒界である。本実験の場合、多数の再結晶核は不特定な方位をもって母相に接している。その中で母相に対して成長し易いのは成長速度が最も大きい粒界をもつ再結晶粒であろう。

前述のようにキンク密度の大きい界面をもつ粒界ほどその移動速度が大きい。従ってキンクの密度の高い粒界、たとえば母相との間に  $\{11\bar{2}2\} // \{11\bar{2}2\}$  傾角粒界 (Tilt grain boundary) をもつような再結晶粒は成長速度が大きい。この場合、再結晶粒と母相の主軸間の方位差は  $62^\circ$  である。この他、成長速度の大きい  $\{22\bar{4}3\} // \{22\bar{4}3\}$  傾角粒界の場合は方位差が  $50^\circ$ 、 $\{10\bar{1}1\} // \{10\bar{1}1\}$  傾角粒界の場合は  $56^\circ$  となる。これらの主軸間の方位差は、第4図に示した実験結果とほぼ一致する。

母相と再結晶粒の相対方位<sup>14)</sup>を考えるには、上記の傾角粒界の場合に加えて粒界の法線方向(極, Pole)を回転軸とする回転の自由度も考慮する必要がある。いわゆるねじれ粒界 (Twist grain boundary) の成分を考慮に入れると主軸間の方位差が変化するのである。今一例として  $\{22\bar{4}3\} // \{22\bar{4}3\}$  粒界に注目し、 $\{22\bar{4}3\}$  の極を回転軸として  $0.1^\circ$  きざみに  $360^\circ$  回転した場合の二つの結晶間の主軸方位差の生起頻度を数値計算で求めてみる。その結果を第11図に示す。



第11図  $\{22\bar{4}3\} // \{22\bar{4}3\}$  結晶粒界において、結晶粒界の極 (Pole) を回転軸として  $0.1^\circ$  きざみに  $360^\circ$  回転した場合における  $c$  軸方の方位差とその方位差角が全体の数の数に対して占める頻度 (結晶の対称性のため、 $0^\circ \sim 90^\circ$  だけを表示した)

$\{22\bar{4}3\} // \{22\bar{4}3\}$  傾角粒界の主軸間の方位差は  $50^\circ$  であるが、もし粒界にねじれ成分があれば、主軸間の方位差は  $45^\circ \sim 70^\circ$  の範囲をとりうるということがわかる。これは主軸間の

方位差が、ある特定の角度をとらずあるていど分散することを暗示している。我々が実験で求めた方位差が  $50^\circ$  近辺にかなりばらついたのは (第4図)、このような理由によるものと考えられる。

## 5. 再結晶粒の成長形の変化と粒界ファセットの発達

次に結晶粒の成長形 (Growth form)<sup>15)</sup> について考察する。前節で述べたキンク密度の高い面で構成された結晶粒界は、成長初期には再結晶粒と母相の方位関係を決定する重要な役割を果たすが、再結晶が進むに従って成長速度のより小さい粒界が大きく発達する<sup>15)</sup>。これは雪結晶や氷晶の成長時にも見られる現象である。例えば平板結晶において成長速度の最も大きい柱面の面積が最も小さく、結晶底面が面積最大になるのと同じである。第8図に示した再結晶粒の成長過程はこのことを示している。粒界ファセットの方位は第9図に示したように、再結晶粒側から見ると主軸に平行に近い面であり、第1表および第2表によるとキンク密度の小さい

面なので上述の議論に従えばこのような界面で構成される粒界の移動(成長)速度は小さい。このようにして再結晶粒界に発達したファセットの形成は、第10図のモデルで仮定したような粒界面におけるキンク密度の大小によって説明される。

なお、単結晶氷について得られた以上の実験結果と考察は、多結晶氷の再結晶過程にも適用されうるものと考えられる。多結晶氷では再結晶核は主に粒界で発生し、それが歪エネルギーが蓄えられた周囲の結晶粒に向かって成長するが、この過程は我々が行なった単結晶氷における再結晶過程と本質的に同じと考えられるからである。

## V. ま と め

1. 氷の再結晶機構を明らかにするための実験が単結晶氷試料を用いて行なわれた。
2. 実験の結果、再結晶粒と母相の結晶主軸間の方位差はかなりの分散はあるもののほぼ $50^\circ$ 近傍であった。
3. 再結晶粒と母相は低指数(たとえば、 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ,  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ )の共通軸をもたなかった。
4. 再結晶粒の結晶軸方位は、成長初期には無定方位であった。このことから再結晶粒と母相の結晶主軸間の方位差は、再結晶粒の成長の段階できまることが明らかになった。
5. 以上の実験結果を説明するため、結晶粒界モデルが提案され、再結晶の成長過程および母相と再結晶粒の方位差関係が、速度論的に説明された。
6. 大きく成長した再結晶粒を構成する粒界ファセットの方位が、上記成長モデルを利用して説明された。
7. 本実験は単結晶について行なわれたものであるが、その結果を多結晶氷の再結晶現象に適用しうるものと考えられる。

本研究について様々な角度から議論して下さった低温科学研究所 黒田登志雄博士に感謝いたします。実験に用いた単結晶氷は北海道大学第3次アラスカ氷河調査隊(隊長: 北大工学部 東 晃教授)により採取されたものである。氷表面のキンク密度の計算には学習院大学理学部 入沢寿美氏らによって作成された氷の結晶構造計算プログラムを利用させていただいた。上記の計算、実験データの処理および数値計算には北大大型計算機センターの HITAC M-200H システムを利用した。併せて感謝いたします。

## 文 献

- 1) Kamb, B. 1973 Experimental recrystallization of ice under stress. *Geophys. Mem.*, No. 16, 211-352.
- 2) Brace, W. F. 1960 Orientation of anisotropic minerals in a stress field. *Mem. Geol. Soc. Amer.*, 79, 9-20.
- 3) Fletcher, N. H. 1970 *The chemical physics of ice*, Cambridge Univ. Press. 197.
- 4) Tanaka, H. 1972 On preferred orientation of Glacier and experimentally deformed ice. *J. Geol. Soc. Japan.* 78, No. 12, 659-675.
- 5) Wilson, C. J. L. and Russell-Head, D. S. 1982 Steady-state preferred orientation of ice deformed in plane strain at  $-1^\circ\text{C}$ . *J. Glaciol.*, 28, 145-161.

- 6) Higashi, A., Matsuda, M., Shōji, H. and Ohtomo, M. unpublished.
- 7) Barrett, C. S. and Massalski, T. B. 1980 Structure of metals, 3rd rev. ed., Pergamon Press, 193-222.
- 8) Cullity, B. D. 1956 Elements of X-ray diffraction, Addison-Wesley, N. Y. 松村源太郎訳, X線回折要論, アグネ, 東京, 165-166.
- 9) Kuroiwa, D. and Hamilton, W. L. 1962 Studies of ice etching and dislocation etch pits. *In* Ice and Snow, (W. D. Kingery ed.) M. I. T. Press, Cambridge, Mass., 34-55.
- 10) Kronberg, M. L. and Wilson, F. H. 1949 Secondary recrystallization in copper. *Trans. Met. Soc. AIME*, **85**, 501-514.
- 11) Bruggemann, G. A., Bishop, G. H. and Hart, W. H. 1972 Coincidence and near-coincidence grain boundaries in hcp metals. *In* The nature and behaviour of grain boundaries, (H. Hu, ed.) Plenum Press, 83-122.
- 12) Chadwick, G. A. and Smith, D. A. 1976 Grain boundary structure and properties, Academic Press. 388 pp.
- 13) Ohtomo, M. and Wakahama, G. Growth Mechanism of Recrystallization in Ice. *J. Phys. Chem.* to be published.
- 14) 渡辺忠雄 1980 結晶粒界の性格決定および表示法. 日本金属学会報, **19**, 253-259.
- 15) 大川章哉 1977 結晶成長. 裳華房 187-191.

### Summary

Despite that extensive studies have been made of recrystallization of ice, the knowledge of it is far from answering questions on it. Thus, not much data is available concerning the formation mechanism of the preferred orientation of crystallographic axes of polycrystalline ice resulting from recrystallization. Using polycrystalline ice samples, most of the past studies paid attention mainly to a change, before and after recrystallization, in distribution of crystallographic orientations of axes. However, they are not suitable for looking into the problem about how the orientation of axes of a recrystallized grain is determined. Therefore, the present authors conducted an experiment using a single crystal of ice in growing a recrystallized grain by the strain annealing method.

A recrystallized grain was grown in the following procedures in the deformed matrix (Fig. 1): First, a rectangular solid sample of single crystal of ice, about  $4 \times 5 \times 4$  cm in dimensions, was cut out as a matrix (Fig. 1-a). Next, using a band saw, grooves were made in a gridiron pattern on the top face (Fig. 1-b). Then, after adjusting this face so that it became vertical to the axis of the applied stress, the sample was compressed uniaxially. The sample was deformed by about 20% at 263 K. By this time the gaps of the grooves on the top face were closed up (Fig. 1-c). Then, the sample was annealed at 272.8 K (Fig. 1-d). Some of a large number of recrystallized nuclei formed at the top face on which the stress was concentrated started growing toward the deformed matrix (Fig. 1-e). Time lapse photographs were taken to record the growth behaviour of a recrystallized grain. The crystallographic orientation of planes of the growing grain boundary was measured by the universal stage. Upon completion of recrystallization, measurements were made of the orientation of axes of the deformed matrix and the recrystallized grain using a transmission Laue method.

Using the data obtained by the experiment, Fig. 4 gives, in an equal-angle projection, the relation of misorientation between the crystallographic axes of the recrystallized grain

and the deformed matrix. In the figure the *c*-axis of the deformed matrix is related to the center of the projection circle. This figure represents only a 1/6 quadrant of the projection circle because of a sixfold symmetry of ice. As shown in it, the misorientation between the *c*-axis of the new grain and the deformed matrix is about 50°. However, they have no low-indexed common crystallographic axis (e. g.  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ,  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ).

As the *c*-axis of the recrystallized grain was related to that of the deformed matrix, a Debye-Scherrer photograph was taken to study the origin of the relationship. Figure 7 gives such a photograph taken at the cut portion of the deformed matrix before it was annealed, and Fig. 6 gives a photograph of the same portion taken under crossed polaroids. Though recrystallized grains shown in Fig. 6 already started to grow before annealing, the Debye-Scherrer photograph shows no sign of preferred orientation in this initial stage of recrystallization. It is clear from this result that the crystallographic orientation relation between the recrystallized grain and the deformed matrix is characterized not at the nucleation stage, but at the growth stage.

Figure 8 shows the growth process of the recrystallized grain under the crossed polaroids. As shown in it, the recrystallized grain shows anisotropy in growth rate and facets are gradually evolved on the grain boundary during the growth process. Meanwhile Fig. 9 shows the crystallographic orientation of the pole of these facets. They are the crystallographic orientation of the pole of the facet on the grain boundary seen from the recrystallized grain side (Fig. 9-a) and from the deformed matrix side (Fig. 9-b).

It is clear from the experimental result that the crystallographic orientation relation between the recrystallized grain and the deformed matrix cannot be explained by the past consideration using the stress field as well as the thermodynamic equilibrium condition (e. g. Coincident Site Lattice). The present authors attempted to discuss the phenomenon of growth of a recrystallized grain from a standpoint related to the kinetic condition. Figure 10 gives a model of growth of recrystallized grain. They assumed that grain boundary of the recrystallized grain has two growth interfaces. They also suppose that the growth rate of each interface is the function of the kink-density of the interface (Tables 2 and 3). As a result, anisotropy in growth rate of the grain boundary is determined by the interface which has a smaller kink-density than the other.

Crystallographic orientation of the recrystallized grain grown in the deformed matrix is determined by the factor which contributes to an increase in the volume of the recrystallized grain. If the shape of the recrystallized nucleus is a sphere, the factor is the growth velocity of the grain boundary. At the first stage of the recrystallization growth, many random oriented small recrystallized grains contact with the deformed matrix. Though having the same driving force, only a few new grains, which have the grain boundary that gives the largest growth rate, are capable of growing into the deformed matrix. The orientation relation experimentally obtained between the recrystallized grain and the deformed matrix is characterized by such recrystallized grains.

The grain boundary which has the largest growth rate is constructed by two  $\{11\bar{2}2\}$  interfaces that have the largest kink density in both Tables 1 and 2. However, both tables shows that anisotropy in kink-density is rather small near  $\{11\bar{2}2\}$  plane. So, grain boundaries which are constructed by  $\{11\bar{2}3\}$ ,  $\{22\bar{4}3\}$ , and  $\{10\bar{1}1\}$  planes are also capable of having a similar growth rate. If the recrystallized grain has the grain boundary which is constructed

by two  $\{11\bar{2}2\}$  interfaces at the initial stage of recrystallization growth, the  $c$ -axis of it has the misorientation of  $62^\circ$  to that of the deformed matrix. If it is constructed by two  $\{22\bar{4}3\}$  interfaces, misorientation between them is  $50^\circ$ .

They limited the consideration of the geometry of the grain boundary to the tilt grain boundary. If the effect of rotation around the pole of the grain boundary is considered, the misorientation relation is slightly dispersed (Fig. 11). It is considered that relatively large scattering of the misorientation relation obtained by the experiment is caused by the effect of rotation around the pole of the grain boundary and rather small anisotropy of growth rate.

The cause of the grain boundary facet evolved during the recrystallization growth is explained by the concept of "growth form" of the recrystallized grain.