摩擦ロール表面処理／焼なましされたアルミニウム板材における集合組織の発達*

高山 善匡**・濱野 龍一***・荒川 卓弥***
野中 健太***・渡部 英男**・井上 博史****

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 65, No. 6 (2015), 234-243
© 2015 The Japan Institute of Light Metals

Texture evolution in aluminum sheet subjected to friction roll surface processing and subsequent annealing

Yoshimasa TAKAYAMA**, Ryuichi HAMANO***, Takuya ARAKAWA***
Kenta NONAKA***, Hideo WATANABE** and Hirofumi INOUE****

Textural evolution in commercial purity aluminum sheet subjected to friction roll surface processing (FRSP) by six combinations of plane/direction and subsequent annealing has been investigated. The characteristic microstructure consisting of fine- and coarse-grained layers in order from the processed surface are formed in the FRSPed and annealed specimens. The shear texture component E {111}〈110〉 mainly evolves in the specimen subjected to FRSP and annealing, the fraction of which depends on FRSP plane and direction.

(Received February 19, 2015 Accepted April 1, 2015)

Keywords: severe plastic deformation, friction roll surface processing, preferred orientation, aluminum, recrystallization, electron backscatter diffraction (EBSD)

1. 緒 言

強ひずみ変形 (Severe plastic deformation; SPD) は、ナノ組織形成とそれに関連する特性の向上の観点から注目されてきた。ECAP (equal channel angular pressing) 法¹⁾、ARB (accumulative roll bonding) 法²⁾、HPT (high pressure torsion) 法³⁾などのさまざまなSPDプロセスにおける超微細結晶粒の創成とその形成メカニズムの解明のために数多くの研究がなされてきている。強ひずみ加工された材料においては、すべり変形の際必然的に極めて大きなひずみがある方向に集中するため、しばしば集合組織が現れる。強い初期集合組織を持つAl-Zn-Mg-Cu合金のECAPにより、2つのすべり系{111}〈110〉と{001}〈110〉(せん断面|せん断方向)のみによって集合組織が発達する⁴⁾ことが報告されている。アルミニウム単結晶にECAPを適用すると理論的なせん断面と方向がすべり系と一致し⁵⁾、さらには結晶塑性有限要素法によりECAP屈曲部の横断方向周りの格子回転が示されている⁶⁾。ARBされたアルミニウムにおいて、さまざまな微細組織領域に対応してさまざまな局所的な集合組織が観察されており⁷⁾、強い勾配を持つ集合組織の発達が実験とシミュレー

ションにより詳細に研究されている⁸⁾。しかしながら、SPDプロセスによる集合組織制御の可能性への試みは限られている。一方、腐食性、加工性、摩耗特性などいくつかの材料特性が表面層の微細組織と集合組織に強く関係していることはよく知られている。

著者らは板材表面層に対する強ひずみ変形プロセスとして摩擦ロール表面処理 (friction roll surface processing; FRSP) を創案し、微細組織と集合組織の制御を目指してきた^{9),10)}。FRSPを工業用純チタンに適用した結果、表面層に大きい塑性ひずみが与えられ、約100nmまで結晶粒微細化が生じた。FRSPとその後の焼なましにより特徴的なせん断集合組織が形成され、その集合組織は処理方向と密接に関連していた^{9),10)}。FRSP材に形成されたせん断集合組織が焼なまし後優先性を保つことは、注目に値する。Sakaiら¹¹⁾はせん断圧延で発達したせん断集合組織が焼なまし後典型的なせん断集合組織成分の周りに拡がる集合組織を持つことをすでに指摘している。したがって、せん断変形で形成されたせん断集合組織は焼なまし後に残存する傾向にあることが示唆される。よって、せん断変形とその後の焼なましは集合組織制御の有効な方法となり得ると言える。

* 本論文は Materials Transactions, Vol. 56, No. 3 (2015), pp. 303-312に掲載したものである。

** 宇都宮大学大学院工学研究科機械知能工学専攻 (〒321-8585 栃木県宇都宮市陽東7-1-2) Department of Mechanical and Intelligent Engineering, Graduate School of Engineering, Utsunomiya University (7-1-2 Yoto, Utsunomiya-shi, Tochigi 321-8585)
E-mail: takayama@cc.utsunomiya-u.ac.jp

*** 宇都宮大学大学院生 (宇都宮市) Graduate student, Utsunomiya University (Utsunomiya-shi, Tochigi)

**** 大阪府立大学大学院工学研究科マテリアル科学類 (堺市) Department of Materials Science, Graduate School of Engineering, Osaka Prefecture University (Sakai-shi, Osaka)

Table 1 Composition of commercial purity aluminum (1050) used.

(mass%)

Material	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
1050	0.09	0.24	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.01	Bal.

Fig. 1 Schematic illustration of Friction Roll Surface Processing (FRSP). Rotating roll is fed on ND plane in feeding direction, which is parallel to TD (the width direction of rolled sheet sample) in the present figure. This processing is called ND/TD FRSP.

本研究では、FRSPとその後の焼なましを工業用純アルミニウムに適用し、6種類の処理面/処理方向のFRSPを施した試料における集合組織の発達を調べた。さらに、集合組織の発達を異周速圧延との比較ならびにFRSP面と方向依存性に着目して検討した。

2. 実験方法

2.1 試料

出発材料として1mm厚の工業用純アルミニウム板材（1050）を入手した。この材料は軽金属学会集合組織研究部会の共通試料として作製されたものであり、 casting, 熱間圧延, 90%冷間圧延, 623K–3.6ksの焼なましの工程で作られている。材料の化学組成を **Table 1** に示す。

2.2 摩擦ロール表面処理 (FRSP)

ロールの回転方向、試験片の送り方向とFRSP方向を **Fig. 1** に示す。半径70mm×幅5.0mmの工具鋼SK3製ロールは固定され、240rpmで回転する。回転するロールの試験片表面への押込み量は0.1mm、試験片の送り速度は0.3mm/sに設定した。FRSPは既報^{9),10)}で述べたように、まず、ロールと試験片がちょうど接触する界面の位置を確認し、これを押込み量0の基準面と設定する。次に、ロールを試験片に接触させずに所定の押込み量の位置まで下げる。ロールを回転させた後、試験片を前方へ移動させ、全表面を処理する。この手順により、基準面より下の処理面が作られ、極めて大きい摩擦が生じる。FRSPにおける変形モードは、異周速圧延 (asymmetric rolling; ASR) のそれと類似している。ASRの高速側ロールの接線方向速度は材料表面速度とほぼ同等であるが、FRSPロールの接線方向速度は送り速度より速い。FRSPの後、焼なまし中の集合組織の発達を調べるため、試験片にArガス中で573K、623Kおよび673K–3.6ks (1h) の

焼なましを施した。

ここで、FRSPの処理面と処理方向は、面/方向として、「FRSP」の前に書く。試験片軸として、圧延方向 (RD)、板幅方向 (TD) および板面法線方向 (ND) を用いる。例えば、ND/TD FRSP (**Fig. 1** 参照) は、試験片のND面 (NDに垂直な面) に対しTDに平行な方向にFRSPを施すことを意味する。

2.3 微細組織解析と力学的測定

焼なまし材の集合組織は、電解研磨後、SEM/EBSD (scanning electron microscope/electron back scatter diffraction pattern) 法 (HITACHI S-3500H, TSL Orientation Image Microscopy system) により評価した。電解研磨は過塩素酸とエチルアルコールを1:8で混合した研磨液中で温度283K、電圧8V、時間480sの条件で行った。解析領域は、FRSP方向に垂直な試験片断面上に選定し、組織と集合組織の厚さ方向の発達は、処理面から試験片中央方向に400 μ m×400 μ mの範囲、step size 3 μ mで調べた。

試験片全体の集合組織は、受入材、ND/TD FRSP材およびその焼なまし材についてFRSP前後、焼なまし前後の集合組織の違いを明らかにするためにCuK α 線によるX線回折 (XRD) により、{100}および{111}の不完全極点図として測定した。

せん断ひずみは、埋込みピン法 (embedded-pin method)¹²⁾ により測定した。FRSP面に垂直な断面について、荷重0.245N、保持時間30sでマイクロビッカース硬さ測定を行った。

3. 実験結果

3.1 せん断ひずみ分布

アルミニウム板材表面に与えられたひずみ量を確認するため、押込み量0.1mm、ツール回転速度240rpmにおけるND/RD FRSP材の厚さ方向のせん断ひずみ分布を測定した。**Fig. 2** は、FRSP後の厚さ方向に沿ったひずみ勾配を示す。表面から14 μ mの位置で11.9のせん断ひずみが付与されている。深さ50 μ mのところで、ひずみが急激に減少していることがわかる。工業用純チタンの先の結果^{10),13)}と比較すると、今回のアルミニウムにおいて表面へのひずみがより集中していることが観察される。これは、2つの材料の延性の違いによるものと考えられる。

3.2 硬さ分布

6種類のFRSP材について、FRSP面法線方向に沿ったビッカース硬さを処理面からの距離に対して図示したのが**Fig. 3**である。硬さとその勾配は、FRSP面と方向に明瞭に依存している。当然ながら、すべてのFRSP条件において表面近傍で最大硬さが現れている。硬さはFRSP表面からの距離とともに減少した。ND (RD-TD) 面に処理された試験片の硬さは最も高い傾向がみられた。RD (TD-ND) 面に対するFRSPにより相対的に高い硬さが得られると言える。FRSP方向に

Fig. 2 Shear strain imposed by FRSP as a function of distance from the processed surface in 1050 aluminum.

Fig. 3 Vickers hardness as a function of distance from the processed surface in six kinds of FRSPed specimens.

については、RD, TD, NDの順に高い最大硬さが得られる傾向がみられた。さらに、RD/TD, RD/NDおよびTD/ND FRSP条件において硬さ勾配が小さかった。これらの硬さの特徴は、試験片方向における結晶粒形状と結晶粒界密度により説明される。受入材は90%という高い圧下率で冷間圧延された後、焼なましされており、RD, TD, NDの順に結晶粒切片長さが大きい。よって、結晶粒断面積はND面で最も大きく、RD面で最も小さい。概して言えば、せん断変形はより大きい結

Fig. 4 Pole figures showing difference in texture before and after FRSP and subsequent annealing in 1050 aluminum. (a) As received, (b) ND/RD FRSPed and (c) Annealed samples. Contour levels of pole figures in (a): 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0, 5.5, 6.0, 6.5, 7.0; contour levels in (b): 0.8, 1.0, 1.2; contour levels in (c): 0.8, 1.0, 1.2, 1.4.

晶粒面積を持つ面上で容易である。さらには、せん断変形は大きい結晶粒切片長さの方向で容易に起こる。したがって、硬さの特徴は非等軸結晶粒組織においてFRSP面と方向に対してひずみ硬化の違いを生んだとみなされる。

3.3 FRSP材の集合組織

受入材、ND/TD FRSP材およびその焼なまし材のXRDによる規格化された極点図をFig. 4に示す。Fig. 4(a)のように、受入材の{100}および{111}極点図は典型的な立方体方位を示している。ND/TD FRSP材の{100}極点図は非常に弱い<001>/ND強度を示し、{111}極点図は<110>/TDを示している。よって、主要集合組織成分は{001}<110> (FRSP面)<FRSP方向>と言える。RDに拡がっている{111}極点図の中央の強度は、TD軸周りに回転した主要方位の形成を意味すると考えられる。焼なましの後 (Fig. 4(c)) は、主要方位{001}<110>の特徴的な回転の拡がりは残しながらその方位がいくらか先鋭化されている。

これらの結果は、侵入深さ0.01~0.1mmのX線回折によって得られており、10μmのオーダの表面層において主に形成された集合組織を示していると考えられる。焼なまし後の集合組織に関しては、断面のEBSD解析に基づく結果を後で述べる。

3.4 焼なまし後の微細組織

最初に、受入材のTD面ND中央の結晶方位マップをFig. 5に示す。本研究のすべての結晶方位マップにおける色はマップに垂直な試験片方向の結晶方位を表している。この図 (Fig. 5) ではTDである。試料は、RDにわずかに伸長した20から50μmの結晶粒度の結晶粒組織を持つ。試料は典型的な立方体集合組織を持つので、TD//<010>を示す赤色の多くの結晶粒がみられる。

Fig. 6は、4種類のFRSPと焼なまし (以下、FRSP/Aと略記する) 処理を施した1050試験片のFRSP面近傍の微細組織を表す結晶方位マップである。解析面は、FRSP方向に垂直で、図中左側の端がFRSP面であり、色はFRSP面法線方向の結晶方位を示している。RD/TD FRSP材を573Kで焼なましした試験片のTD面上の結晶方位マップを水平軸をRDに平行と

して Fig. 6(a) に示す。示したすべての試験片について処理面から順に、微細粒 (FG) 層, 粗大粒 (CG) 層, 残存 (RE) 層よりなる特徴的な組織を呈している。FG 層と CG 層は、右側に添えた小さい図 (縮尺は主要図の 1/2) にそれぞれ示した。FG 層は約 $30\mu\text{m}$ より小さい結晶粒よりなることがわかる。いくつかの斜め方向に伸びた結晶粒は EBSD 解析における試験片端部の傾斜と関係すると思われる。対照的に、CG 層では $80\mu\text{m}$ より大きい結晶粒がみられる。粗大粒の形状は FRSP 前の微細組織に依存しているものと思われる。伸長した粗大粒は、FRSP 前に圧延によって伸長した結晶粒に起因している傾向がある (Fig. 6(a) と (b))。特徴的な波打つ

Fig. 5 Orientation map on TD (or RD-ND) plane of as-received sample. Color in this map refers to crystallographic direction in the sample direction perpendicular to the analyzed plane.

結晶粒界 (矢印は図中の典型的な粒界を示す), これは相対的に低い粒界エネルギーを持つことと結晶粒内部の低角粒界 (あるいは亜粒界) により付随されていることを示唆するが, CG 層, 特に TD と平行な処理方向に FRSP した試験片において, 加えてより高い温度において (Fig. 6(d)), しばしば CG 層で観察される。Fig. 2 に示したように, FRSP は処理面から約 $300\mu\text{m}$ の距離までせん断ひずみを与えられる。よって, ひずみが小さい深層領域, すなわち RE 層は焼なまし後ほとんど変わらない。いくつかの RE 層は 573 K で焼なましされた試験片の結晶粒内部に結晶方位差を呈している (Fig. 6(a))。それは, 回復中の粒内方位差の増加¹⁴⁾ によるものとみなされる。より高い温度における焼なましは, FG 層と CG 層の両方でより大きい結晶粒とより幅広い層につながる (Fig. 6(c))。

FG 層および CG 層の形成は, より多くの再結晶核がより多くの再結晶粒を導き得ると理解できる。実際に, より微細な再結晶粒は処理面に近いより大きいひずみによって生成される多くの核から形成される一方で, 粗大再結晶粒はより小さいひずみを与えられた内部層において生成されたより少ない核から形成されている。

FRSP され焼なましされたすべての試験片は 3 層の類似した微細組織を呈した。しかしながら, FG 層と CG 層の割合は試験片の種類, すなわち FRSP パラメータと独立ではなかった。Fig. 7 は異なる FRSP と異なる温度での焼なましを施した 6 種類の試験片における各層の割合を示したものである。

図に示すように, 573 K での焼なましにおいて, RD 面および ND 面に FRSP された試験片の FG 層の割合は小さく, TD 面のそれは比較的大きかった。類似した傾向は, 623 K で焼なましされた試験片でもみられた。673 K での焼なましでは,

Fig. 6 Orientation maps showing microstructure which consists of fine- and coarse-grained layers near the surface of the specimens subjected to FRSP and subsequent annealing; color designates crystallographic direction in normal direction of FRSP plane: (a) RD/TD FRSP and annealing at 573 K; Attached figures in right-hand side refer to fine grained (FG) and coarse grained layers, respectively, (b) TD/RD at 573 K, (c) TD/ND at 673 K and (d) ND/TD at 623 K; Arrows show typical wavy boundaries in the coarse grained layer.

Fig. 7 Fractions of FG and CG Layers in analyzed area of FRSPed and Annealed samples: annealing temperature (a) 573 K, (b) 623 K and (c) 673 K.

ND/RD FRSPのFG層の割合が最も大きい、明瞭なFRSPパラメータ依存性はみられなかった。3つの温度での焼なましにおいて、CG層の割合はFG層の割合の増加とともに増加する。これは、各FRSP条件における蓄積エネルギーの違いに起因している。FRSPにより蓄積されるエネルギーの量と集中は、前述の硬さ (Fig. 3) の特徴が示すようにFRSP面と方向に関係していると言える。より小さい割合は、FRSP面近傍へのより強いあるいはより先鋭なひずみの集中を意味している。ND面へのFRSPが、より高い硬さが示すように、より強い変形を与えることは明らかである。一方、RD面へのFRSPは、結晶粒断面積が最も小さいために変形が難しい。硬さの際立った上昇はみられなかったが、変形は表面に鋭く集中していたと考えられる。したがって、RD面とND面への両方のFRSPはひずみの集中を生じさせ、焼なまし後に狭いFG層を形成させたと理解される。

より高温での焼なましの後は、結晶粒自体の成長を伴ったFG層の拡大が生じた。CG層も拡がり、EBSD解析面積の右端まで達している。そして、623 Kと673 Kで焼なましされた試験片の中には、FG層とCG層の割合の合計が100%に達したものもみられる。

3.5 焼なまし中の集合組織の発達

第1章で述べたように、FRSP後焼なましチタン^{9),10)}で典型的なせん断集合組織が観察された。さらに、優先方位形成におけるFRSPと異周速圧延の類似性と相違点は興味深い。純アルミニウムの異周速圧延 (asymmetric rolling; ASR) に関するいくつかの研究で優先方位が調べられている^{15)~17)}。それらの研究では、アルミニウムとアルミニウム合金のASRによって、3つの典型的なせん断集合組織成分であるH {001} <110>, E {111} <110> およびF {111} <112> が形成されると報

告されている。よって、比較のために本研究においても、3成分の割合を調べた。以下、FRSP材については、方位 {hkl} <uvw> は {FRSP plane} <FRSP direction> を意味する。

せん断集合組織の基礎的なデータを得るために、FRSP_nd//<100>, FRSP_nd//<111> およびFRSP_d//<110> の繊維集合組織の割合を調べた。ここで、FRSP_ndはFRSP面の法線方向、FRSP_dはFRSP方向である。

Fig. 8は、6種類のFRSP後3つの温度で焼なまし試験片のFRSP_nd//<100>の割合を、受入材とともに示す。割合は、全解析領域に対する割合として表している。受入材はFRSP面と方向に対応する断面上で解析した。例えば、受入材のRD/TDは、TD面上のNDの中央に位置する面積に対してRD//<100>の割合を意味する。図のように、RD//<100>の割合は、TD面およびND面 (受入材のRD/TDおよびRD/ND) で比較的高い。一方、ND//<100>の割合 (ND/RDおよびND/TD) は比較的低く20%程度である。TD//<100>の割合は、異なる断面 (TD/RDおよびTD/ND) 上の解析領域の違いを示している。FRSPと焼なましの後、すべてのFRSP/A条件でFRSP_nd//<100>の割合は全体的に減少している。FG層においてはFRSP_nd//<100>の割合は10%より小さい値に限られるが、より高い温度の焼なましにより増加する傾向がある。TD/NDおよびND/RD FRSP後673 Kで焼なまし試験片においてもFG層およびCG層の割合が高い場合が観察された。

受入材とFRSP/Aした試験片のFRSP_nd//<111> 繊維集合組織の割合をFig. 9に示す。受入材での割合は8%未満に過ぎない。FRSPと焼なましにより、FG層およびCG層の両方においてFRSP_nd//<111> 繊維集合組織が形成される。RD面とND面に対するFRSPは、ND/TD FRSPを除き573 Kで焼な

Fig. 8 Fractions of FRSP_{nd}//<100> fiber texture in fine- and coarse-grained layers of FRSPed specimens after annealing at 573 K, 623 K and 673 K.

Fig. 9 Fractions of FRSP_{nd}//<111> fiber texture in fine- and coarse-grained layers of FRSPed specimens after annealing at 573 K, 623 K and 673 K.

した試験片はFG層において約4%の高い割合を導くように思われる。CG層ではFG層での割合に対応する繊維集合組織の高い割合がみられる。より高温の焼なまし条件ではCG層で20%を超える高い割合がしばしば明瞭に形成され、FG層CG層全体の合計割合の最大値はRD/TD FRSPの673 K焼なまし材で29.7%に達している。673 K焼なましでは合計割合は全体的に増加することはなかった。ND/TD FRSP材の割合は3つの焼なまし温度で、特にCG層について限定されていた。

FRSP_d// $\langle 110 \rangle$ の割合も同様にFig. 10に示す。受入材の割合はTD/ND FRSPの24.1%を除けば比較的小さい。FRSP_d// $\langle 110 \rangle$ の割合もFRSP_nd// $\langle 111 \rangle$ の割合と同様にFRSPと焼なましによって著しく増加した。573 Kでの焼なましの後、FRSP_d// $\langle 110 \rangle$ 集合組織はRD/NDおよびND/TD FRSP以外はFG層CG層の合計割合が20%を超えて発達している。合計割合の最大値はTD/ND FRSP材での38.1%である。より高い温度での焼なましの後、合計割合は5%から30%の値を示した。これについては後で検討する。

Fig. 11は、受入材とFRSP/A材のCube $\{001\}\langle 100 \rangle$ 方位の割合を示す。Cube方位は、受入材の主要集合組織成分である。図のように、Cube方位割合はほぼFRSP_nd// $\langle 001 \rangle$ 繊維集合組織割合 (Fig. 8) に対応している。FRSPとその後の焼なましはCube方位割合を4%未満に減少させている。しかし、受入材の割合が10%未満のTD/ND FRSP材の場合は673 K焼なましによりCG層での割合が18.3%まで発達している。比較的高い温度での焼なまし中は、優先方位と競合方位の核生成速度の差が減少するために、優先方位の優先性が低下する傾向にある。これは、競合方位としてのCube方位の発達に繋がると考えられる。

Fig. 12は受入材とFRSP/A材のH $\{001\}\langle 110 \rangle$ 方位の割合を示す。H方位は、強度はかなり低いもののXRDによって測定した全体的集合組織においてFRSP後焼なまし材の主要方位として検出された (Fig. 4)。H方位の割合は受入材では非常に小さく5%未満である。焼なまし後、RD/TD FRSP材のCG層でわずかに形成されている。

Fig. 13は受入材とFRSP/A材のF $\{111\}\langle 112 \rangle$ 方位の割合を示す。受入材のF方位の割合も非常に小さく3%未満である。H方位と比較すると、焼なまし後のF方位の割合は幾分大きく、FRSP条件によってはっきりと異なっている。573 K焼なまし材では、RD/ND FRSPによりFG層CG層合計でわずかに大きい6.7%となっている。623 K焼なまし後はTD/RD FRSP材およびND/RD FRSP材でそれぞれ5.1%と13.0%に達しているが、一方で673 K焼なまし材ではすべての条件で5.0%未満の割合に留まっている。

E $\{111\}\langle 110 \rangle$ は、FRSP面と方向がすべり面とすべり方向の指数に一致しており、fcc金属の典型的で理解しやすいせん断集合組織成分である。Fig. 14に受入材とFRSP/A材のE $\{111\}\langle 110 \rangle$ 方位割合を示す。受入材では、すべてのFRSP条件でE方位の割合は3.3%未満の小さい値である。概して言えば、FG層のE方位は573 Kというより低い温度でより発達している。FG層におけるE方位の部分的な割合は573 Kで平均5.0%、673 Kで3.7%である。対照的に、CG層のE方位割合はいくつかの限られたFRSP条件で増加しており、その増加はより高い温度でより大きくより限定的となっている。E方位の合計割合はRD/TD FRSP後673 K焼なましでの22.0% (FG: 2.9%, CG: 19.1%)の最大値を示した。TD/ND FRSP材のCG層では、573 K、623 Kおよび673 Kの焼なましで

Fig. 10 Fractions of FRSP_d// $\langle 110 \rangle$ fiber texture in fine- and coarse-grained layers of FRSPed specimens after annealing at 573 K, 623 K and 673 K.

Fig. 11 Fractions of Cube $\{001\} \langle 100 \rangle$ orientation in fine- and coarse-grained layers of FRSPed specimens after annealing at 573 K, 623 K and 673 K.

Fig. 12 Fractions of H $\{001\} \langle 110 \rangle$ orientation in fine- and coarse-grained layers of FRSPed specimens after annealing at 573 K, 623 K and 673 K.

Fig. 13 Fractions of F {111}⟨112⟩ orientation in fine- and coarse-grained layers of FRSPed specimens after annealing at 573 K, 623 K and 673 K.

Fig. 14 Fractions of E {111}⟨110⟩ orientation in fine- and coarse-grained layers of FRSPed specimens after annealing at 573 K, 623 K and 673 K.

それぞれ12.2%, 18.7%および8.6%の割合となっている。一方, TD/RD FRSPおよびND/TD FRSPではE方位の発達がありみられない。これらは, E方位の元になる方位の存在を強く示唆する。

4. 考 察

FRSPとその後の焼なましによるせん断集合組織形成について考察する。

受入材は立方体集合組織を持つ (Fig. 4(a)) が, 3つの試料軸に対し, 方位の異方性を示した。このような異方性は Fig. 8およびFig. 11の受入材で確認できる。立方体方位はFRSPと焼なましによりせん断集合組織に変換された。KimとLee¹⁵⁾は, 異周速圧延で形成されたせん断集合組織がせん断/法線方向ひずみ比 α に依存すると報告した。 α の絶対値が増加すると, 安定方位がせん断集合組織に移行し, 最終的に $\alpha=\pm\infty$ でH {001}<110> およびF {111}<112> よりなる理想的なせん断集合組織に至った。焼なましの後は, 理想せん断集合組織が主要H方位とF方位を含む副次的ND//<111> 方位に変化した¹⁸⁾。これに対し, FRSP材ではせん断再結晶集合組織の主要方位成分としてE方位が発達した (Fig. 14) ことに注意すべきである。さらに, E {111}<110> は, FRSP面と方向がすべり面とすべり方向の指数それぞれに一致する, fcc金属の理解しやすいせん断集合組織成分であることも強調されるべきである。

FRSP後に焼なましされた表面層の集合組織の発達は, 処理面と処理方向に強く依存した。このことは, FRSP面と方向の適切な選択が, より先鋭な優先方位の形成に繋がることを意味する。前述の通り, TD/RD FRSPおよびND/TD FRSPではE方位の発達がありみられなかった (Fig. 14)。一方, FRSP面/方向の最適な組み合わせは各焼なまし温度で異なった。これはおそらく比較的小さい面積160000 μm^2 の解析組織に関する不均一性に起因する。E {111}<110> 方位は, FRSP_{nd}//<111> およびFRSP_d//<110> 繊維集合組織の両方に含まれる。FRSP_{nd}//<111> のFG層CG層合計割合は673K RD/ND FRSP/A材と3温度のND/TD FRSP/A材で小さかった。FRSP_d//<110> のFG層CG層合計割合は573K RD/ND FRSP/A材, 673K TD/RD FRSP/A材および3温度のND/TD FRSP/A材で小さかった。この考察から, ND/TD FRSP後焼なましによって両方の繊維集合組織に属するE方位は発達しなかったと言える。受入材の主要集合組織成分である立方体方位はFRSPの6条件に対し等価だから, これがFRSPと焼なましによりE方位の形成に繋がることはほとんどない。RD/ND FRSPおよびTD/RD FRSPについては, 2つの繊維集合組織の1つの形成が1つの焼なまし温度で抑制された。このことは, RD/ND FRSPおよびTD/RD FRSPを施された材料において繊維集合組織の成分の中でE方位が低い優先性を持っていたことを示唆する。この優先性はおそらく回復しやすさと蓄積ひずみ量に関係するものである。

5. 結 言

本研究では, 工業用純アルミニウムにFRSPとその後の焼なましを施し, 6種類のFRSP面/方向の組合せでFRSPした試験片の集合組織形成を調べた。さらに, FRSP面と方向を考慮して, 集合組織形成を考察した。得られた結果は, 次のようにまとめられる。

(1) FRSPと焼なましを施した試験片において, 処理表面から微細結晶粒層, 粗大結晶粒層の順に配置された特徴的な微細組織が形成された。

(2) fcc金属の処理により制御し得るせん断集合組織成分であるE {111}<110> 方位がFRSPと焼なましにより主に発達し, 一方, 受入材の主要方位成分であるCube {001}<100> 方位が減少した。発達したE方位の割合は, FRSP面と方向に依存した。

謝 辞

本研究を進めるにあたり, 材料をご提供いただきました軽金属学会集合組織研究部会ならびに実験に協力された伊藤健太氏, 赤井畑識氏に心より感謝致します。また, 公益財団法人軽金属奨学会の助成に対し, 深く感謝致します。

参 考 文 献

- 1) Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: *Scr. Mater.*, **35** (1996), 143–146.
- 2) Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R. G. Hong: *Scr. Mater.*, **39** (1998), 1221–1227.
- 3) A. P. Zhilyaev, G. V. Nurislamova, B.-K. Kim, M. D. Baro, J. A. Szpunar and T. G. Langdon: *Acta Mater.*, **51** (2003), 735–765.
- 4) S. C. Wang, M. J. Starink, N. Gao, X. G. Qiao, C. Xu and T. G. Langdon: *Acta Mater.*, **56** (2008), 3800–3809.
- 5) Y. Fukuda, K. Oh-ishi, M. Furukawa, Z. Horita and T. G. Langdon: *Acta Mater.*, **52** (2004), 1387–1395.
- 6) C. Lu, G. Y. Deng, A. K. Tieu, L. H. Su, H. T. Zhu and X. H. Liu: *Acta Mater.*, **59** (2011), 3581–3592.
- 7) N. Kamikawa, N. Tsuji, X. Huang and N. Hansen: *Acta Mater.*, **54** (2006), 3055–3066.
- 8) S. Li, F. Sun and H. Li: *Acta Mater.*, **58** (2010), 1317–1331.
- 9) M. Shi, Y. Takayama, T. Umetsu, H. Kato, H. Watanabe and H. Inoue: *Mater. Trans.*, **50** (2009), 210–214.
- 10) M. Shi, Y. Takayama, C. Ma, H. Watanabe and H. Inoue: *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, **22** (2012), 2616–2627.
- 11) T. Sakai, S. Hamada and Y. Saito: *Scr. Mater.*, **44** (2001), 2569–2573.
- 12) N. Kamikawa, T. Sakai and N. Tsuji: *Acta Mater.*, **55** (2007), 5873–5888.
- 13) Y. Takayama, M. Shi, Y. Ougiya, K. Nonaka and H. Watanabe: *Mater. Sci. Forum*, 702–703 (2012), 457–460.
- 14) T. Furu and E. Nes: *Recrystallization '92*, eds. M. Fuentes and J. Gil Sevillano, (San Sebastian, Spain, 1992), 311.
- 15) K.-H. Kim and D. N. Lee: *Acta Mater.*, **49** (2001), 2583–2595.
- 16) H. Jin and D. J. Lloyd: *Mater. Sci. Eng. A*, 399 (2005), 358–367.
- 17) J. Sidor, A. Miroux, R. Petrov and L. Kestens: *Acta Mater.*, **56** (2008), 2495–2507.
- 18) D. N. Lee and K.-H. Kim: *Innovation in Processing and Manufacturing of Sheet Materials*, ed. Y. M. Demeri, TMS, Warrendale, Penn., (2001), 219–235.