初方位 (100) [001] アルミニウム単結晶の圧延および 再結晶集合組織の生成について

高橋 恒夫*・村上 雄*

Formation of rolling and recrystallization textures in
aluminum single crystals having (100) [001] initial orientation

UDC 669.71-172:539.26:548.51

UDC TAKAHASHI Tsuneo* and MURAKAMI Takeshi*

Rolling and recrystallization textures of aluminum single crystals with the initial orientation near (100) [001] were studied with an X-ray pole figure method and a metallographic method. The results obtained are as follows:

(1) In crystals rolled about 50%, slip rotation took place around the transverse direction and a uniform cell structure was observed on a transmission electron microscope. However, with about 80% reduction, a rolling texture with two components symmetrical to the transverse direction was formed and a large number of prominent slip bands were seen parallel to the rolling direction.

(2) Beyond 90% reduction, a rolling texture, which was described nearly as a {358} <523> texture and had two components symmetrical to the transverse direction, was produced.

(3) It was found that the cube texture, developed on annealing, had an orientation relationship with both components of the rolling texture. The orientation relation was described as rotation by 40~44° around the common <111> axis.

(Received July 18, 1972)

1. 緒 言

面心立方金属の圧延板の焼なまし材にあらわれる立方体集合組織は、工業的見地からは、深絞りの際に圧延方向の0°および90°方向にあらわれる耳の発生原因となること¹⁻³⁾、また基礎的研究の面からは、方位の対称性が良いことや集合組織の鮮鋭度が強いことなど興味ある現象のため古くから多くの研究がなされている⁴⁾。この立方体集合組織を含めた再結晶集合組織の生成原因を究明するために、単結晶を加工して変形母相を単純にしてからその後の再結晶現象を調べるという方法が、各種の金属について多数の研究者により用いられてきた。なかでも、変形相と<111>軸まわりに40°の回転関係にある再結晶粒の優先成長性を示すアルミニウム単結晶についての Beck らの研究^{5,6)}は、オリエンテッド・グロス説の実験的な根拠となつてゐる。また圧延した銅単結晶における立方体集合組織については Liu⁷⁾, Verbraak⁸⁾ らの報告があり、Verbraak は変形相中の {112} <111> 双晶成分が立方体集合組織生成に関連があることを示し、オリエンテッド・ニュークリエーション説の立場から逆ローランド変態機構を提案した。しかし Beck は⁹⁾, Verbraak の示した三種の初方位の単結晶の圧延集合組

織は多結晶体の圧延集合組織に類似していることを挙げ、やはりオリエンテッド・グロス機構で説明できることを指摘しており、立方体集合組織の成因については、いまだ多くの解明されていない問題点が残されている。

一方これまで、アルミニウム単結晶を圧延・再結晶させて立方体集合組織を観察した報告はないが、著者らは初方位が(100)[001]に近い純アルミニウム単結晶において立方体集合組織がえられることをみいだした。またこの立方体集合組織が生ずる変形相は、上記の銅の場合と異なつてゐるので本報告では、アルミニウム単結晶を圧延・焼なましてえられる立方体集合組織の生成について考察した結果を述べる。

2. 実験方法

純度 99.99% のアルミニウム鑄塊より切り出したブロックを熱間および冷間圧延して 1 mm 厚の板にし、歪焼鈍法により単結晶を作成して、背面ラウエ法により単結晶の方位を決定した。このうち、板面が (100) と 6° をなす単結晶をえらびだし、大気中で 550°C, 2 hrs. の焼なましを行なつた後、長手方向が [001] と 5° をなす幅 7~12 mm の 5 個の試料を無歪切断して実験に供した。その後、各試料を、ロール径 150 φ 圧延速度 11 m/min の二

* 東京工業大学 (東京都) Department of Metallurgical Engineering, Tokyo Institute of Technology (Tokyo)

Fig. 1 (111) pole figures of (100) [001] aluminum single crystals rolled to (a) 51%, (b) 78%, (c) 81%, (d) 85%, (e) 91%, and (f) 95%. (○ initial orientation, △(358) [523], ▲ideal orientation derived from (100) [001] by 40 deg-rotation around [111] axis)

段圧延機を用いて、51～95%の数種類の圧延率で往復圧延した。1パスごとの圧下は、圧延率50%までは0.25 mm、80%までは0.015 mm、80%以上は0.01 mm ずつとした。

圧延後の試料について、電解研磨により表面層を除去したのち、光学顕微鏡観察、X線ディフラクトメータによる{111}極点図作成(Cu K α 線使用)、透過電子顕微鏡観察を行なった。焼なまし処理は、300℃に保った硝酸塩浴中で行ない、光学顕微鏡観察により再結晶状態調べたのち{111}極点図を作成した。

なお比較のために、純度99.99%のアルミニウム鋳塊を黒鉛るつぼ中で、アルゴン雰囲気のもとで溶解し、種づけを行なって作成した、厚さ5 mm、幅20 mm、長さ20 mmの初方位(100)[001]近くの単結晶についても上記と同様の実験を行なった。

3. 実験結果および考察

3.1 圧延集合組織

(a)

(b)

Photo 1 Microstructures of a crystal rolled to 78%. (a) Rolling plane. (b) Transverse cross section.

(a)

(b)

Photo 2 Transmission electron micrographs of crystals rolled to (a) 51% and (b) 82%.

Fig. 1 (a)～(f)に、51、78、81、85、91、95%圧延後の{111}極点図を示す。

まず51%圧延後の極点図では、圧延横方向のまわりに方位分散が生じており、圧延率78%では各々の{111}極点が二つに分割して二成分の方位が生成されている。81%圧延後は、この分割した二成分の方位がさらに回転して、圧延横方向に関して対称な二成分の圧延方位を生じている。また、85%圧延後の試料の場合は、圧延横方向に関する対称性がくずれており、方位分散が著しくなっている。

91%および、95%圧延後は、二成分方位のそれぞれの{111}極のうち、一つは圧延方向に垂直な大円上だがいに合致し、一つは立方体方位の{111}極と一致して、ほぼ{358}〈523〉型の方位を形成している。

Photo 1 (a), (b)に、圧延率78%で観察された変形帯組織を示す。圧延面内では、圧延方向に平行な幅60μ程度の縞模様を示し、横断面では、黒地と白地の領域が40

~45° の傾きをもって交互にあらわれている。この黒地と白地の領域は、極点図上の二成分の方位に対応するものと思われる。なお、このような変形帯は、78%以上の圧延率の場合つねに観察された。

Photo 2 (a), (b) に、51%および82%圧延後の透過電子顕微鏡組織を示す。変形帯が観察されなかった圧延率51%の場合は、セル壁の転位線が明瞭な均一なセル組織を構成している。82%圧延では、不均一なサブグレイン組織が観察された。なお、この電子顕微鏡観察の結果と対応して、透過ピンホール写真(Cu K α 線使用)上では、51%圧延で鋭いアステリズムがあらわれ、78%以上の圧延率では多結晶体の圧延板と同様な、圧延横方向に対称な分断した111, 200回折環があらわれた。

Dillamore¹⁰⁾らの圧延集合組織の理論では、(100)[001]方位はすべり系の対称性のために準安定方位であり、圧

延変形が理想的に行なわれるならば、正確な(100)[001]初方位は完全に維持されるが、圧延中の応力軸の変動により、対称性をくずして方位変化を起こすものとされている¹¹⁾。

本実験においては、初方位は(100)[001]理想方位から圧延方向および圧延面法線方向とも数度のずれをもち、最初からすべり系の対称性は保たれていない。そのため、圧延の初期から方位変化を起こし、圧延率78%程度では、Photo 1に示すような、すべり系の異なる領域が交互にあらわれる変形帯組織を呈するものと考えられる。また、幅の一番小さい試料の85%圧延の場合、非対称な分散の著しい圧延集合組織を生じたこと(Fig. 1(d))は、(100)[001]近辺の方位は、圧延中の応力軸の変動に敏感であることを示唆している。

3.2 再結晶集合組織

Fig. 2 (111) pole figures of (100) [001] aluminum single crystals. (a) Rolled to 78% and annealed for 60 min at 300°C. (b) Rolled to 85% and annealed for 60 min at 300°C. (c) Rolled to 91% and annealed for 60 min at 300°C. (d) Rolled to 95% and annealed for 1 min at 300°C. (▲ (100) [001])

Photo 3 Microstructures of a partially recrystallized crystal that was rolled to 90° and electrolytically-polished. (a), (b) and (c) were taken in the same specimen.

Fig. 2 (a)~(d) に、 ∞ , 85, 91, 95% 圧延後、300°C で各時間焼なましたときの $\{111\}$ 極点図を示す。

圧延率78%の場合は、明瞭な集積点はみられず圧延方向と同じ傾向の方位分散を生じており、これはいわゆる *recrystallization in situ*¹²⁾ によるものであると考えられる。

圧延率85%の場合は、方位分散は著しいが、分散の中心は立方体方位であり、*recrystallization in situ* による圧延集合組織の残留から立方体集合組織発生への過渡的現象であると解釈される。

一方、圧延率91%および95%の場合は、いずれも鋭い立方体集合組織が生成されている。この立方体再結晶集合組織が生じる前の圧延集合組織を示す **Fig. 1 (e)** および(f)に、立方体方位の $\langle 111 \rangle$ 軸の回りに40°回転した方位(▲印)と、同じく立方体方位と $\langle 111 \rangle$ 軸のまわりに44°の回転関係のある⁷⁾ (358)[523]方位(△印)を示す。これより、圧延集合組織と立方体集合組織の間には、共通の $\langle 111 \rangle$ 軸のまわりにほぼ40~44°の回転関係があることが明らかである。

面心立方金属における立方体集合組織の生成について Beck ら⁹⁾¹³⁾ は次のように説明している。すなわち、立方体方位は、圧延集合組織中の4つの $\{123\} \langle 412 \rangle$ 型の主方位すべてと、粒界移動度が最大である $\langle 111 \rangle$ 軸のまわりに40°という方位関係を満足する唯一の方位である。したがって、立方体方位粒が広範囲に成長するためには、変形母相の4つの主方位すべてと隣接することが望ましく、圧延前の結晶粒が細かいほど、また高圧延率の場合ほど鋭い立方体集合組織が発達することを説明できるとしている。

本実験においても、91%および95%圧延後における二成分の圧延方位の両方と、 $\langle 111 \rangle$ 軸のまわりに40°の回転関係をみたす方位は、立方体方位のみである。また、

Fig. 2 (c) および(d)を詳細に検討すると、立方体集合組織は圧延方向のまわりにわずかな方位分散を生じている。これは圧延集合組織の横方向の対称性に対応しており、多結晶体の圧延材では横方向ばかりでなく、圧延方向に関しても対称であるため、このような方位分散は生じないと思われる。なおこれと同様な現象が、著者らの銅単結晶¹⁴⁾および数個の粗大粒からなる銅多結晶体の¹⁵⁾ 圧延板で観察されている。

Photo 3 (a), (b), (c) に、凝固法により作成した板面が(100)と14°、圧延方向が $[001]$ と4°をなす単結晶を、90%圧延後電解研磨した試料に発生した再結晶粒の組織を示す。この凝固法により作成した(100)[001]近くのアリウム単結晶においても、やはり圧延横方向に対称な二成分の $\{358\} \langle 523 \rangle$ 型の圧延集合組織から、焼なましにより立方体集合組織が生成した。**Photo 3 (a)** においては、圧延方向に平行な変形帯中に、とくに変形帯の境界付近で発生初期の再結晶粒が随所に認められる。**Photo 3 (b)** は、**Photo 3 (a)** の視野内においてさらに高倍率にして観察した組織で、立方体方位粒と思われる再結晶粒の、変形相との境界が不明瞭な個所が認められる。**Photo 3 (c)** では、形成された再結晶粒の粒界がのこ歯状になっており、通常の再結晶粒とは様相が異なっている。すなわち、再結晶粒内で粒界を横切らずに、変形相をかこむ閉曲線を描くことができる。このような未再結晶の変形相を包含している状態は、**Photo 3 (a)** に示されるような初期に各所で発生した粒がほぼ同じ方位の立方体方位粒であるため、それらが合体しても粒界が腐食されないことによるものと推測される。

以上のように、極点図上の解析では、圧延集合組織と再結晶集合組織との間には、ほぼ一定の方位関係がみいだされるが、一方再結晶初期段階における組織観察では、変形帯の組織に影響をうける再結晶粒の発生とその

成長時における合体が生じていることが認められる。

4. 総 括

初方位が(100)[001]に近い純アルミニウム単結晶を圧延ならびに再結晶させたときの{111}極点図, 組織観察より以下の結果をえた。

(1) 圧延率が50%程度では, 圧延横方向のまわりの方位分散を生じ, 電子顕微鏡下では均一なセル組織を構成する。また圧延率が約80%以上では, 圧延横方向に対称な二成分の圧延集合組織を生じる。それとともに, すべり系の異なる領域が交互にあらわれる変形帯組織を呈する。

(2) 圧延率が約90%以上では, 横方向に対称な{358}<523>型の二成分の圧延集合組織が形成され, 焼なましにより圧延方向のまわりに方位分散をもつ再結晶(100)[001]立方体集合組織が生ずる。

この立方体集合組織は, 圧延集合組織の二成分の両方と<111>軸のまわりにほぼ40~44°の回転関係をもつことを明らかにした。

本報の実施に当たり, その費用の一部は文部省科学研究費補助金によった。付記して深甚なる謝意を表する。

参 考 文 献

1) 高橋, 柴田, 中村: 軽金属, **18** (1968), 29.

- 2) 高橋, 中村, 橋本: 軽金属, **18** (1968), 106.
- 3) M. Cook and T. L. L. Richards: J. Inst. of Metals, **69** (1943), 201.
- 4) C. S. Barrett and T. B. Massalski: Structure of Metals, McGraw Hill Book Co., (1966), 570.
- 5) S. Kohara, M. N. Parthasarathi and P. A. Beck: Trans. AIME, **212** (1958), 875.
- 6) M. N. Parthasarathi and P. A. Beck: Trans. AIME, **221** (1961), 831.
- 7) Y.C. Liu: Trans. AIME, **209** (1957), 836.
- 8) C. A. Verbraak: Acta Met., **12** (1964), 281.
- 9) P. A. Beck and H. Hu: Recrystallization, Grain Growth and Textures, ASM, (1966), 393.
- 10) I. L. Dillamore and W. T. Roberts: Acta Met., **12** (1964), 281.
- 11) 上城: 日本金属学会誌, **30** (1966), 207.
- 12) P. A. Beck and H. Hu: Trans. AIME, **194** (1952), 83.
- 13) A. Merlini and P. A. Beck: Acta Met., **1** (1953), 598.
- 14) 高橋, 村上: 日本金属学会シンポジウム講演予稿, (1970), 115.
- 15) J. Eady and M. Hatherly: Textures in Research and Practice, Springer-Verlag, (1969), 252.