3 次元的に方位の整列された多結晶 アルミニウムの圧延集合組織*

—純アルミニウム成長双晶圧延板の集合組織（第1報）—

別宮 宣克**・本間 梅夫***・雄谷 重夫****

Rolling textures of polycrystalline aluminum having orientations
three dimensionally controlled*

—Texture of rolled sheets of growth twinned aluminum (1st report)—

UDC 669.71-12:539.216

BEKKU Nobukatsu**, HONMA Umewo*** and OYA Shigeo****

The crystallographic orientation of polycrystalline cast aluminum can be three-dimensionally controlled only by “regrowing” lamellar growth twin crystals from seed crystals. In this work, the aluminum cast blocks having six different orientations produced by this technique were rolled in order to determine the dependence of the rolling textures on the initial orientations.

The rolling textures of aluminum mainly depends upon the initial orientations. The transitions of initial orientations to the rolling textures during rolling are:

orientation	texture
{110}<112> and {112}<110>	→ {110}<112>
{112}<111>	→ {112}<111>
{110}<111>	→ n {225}<353> or {112}<111>
{111}<112>	→ {157}<533> + {110}<225>
{111}<110>	→ {110}<335> + {135}<225>
{hkl}<100> columnar crystals	→ {110}<114> + {110}<001>
Equi-axed random crystals	→ n {146}<211> + {112}<111>

The orientations {110}<112> and {112}<111> are found to be stable in the rolling textures on the basis of experiments and analyses of slip systems. The orientation n {146}<121>, representing an intermediate orientation between {110}<112> and {112}<111>, is also found stable by experiments, but its little substantial evidence is given by analyses of slip systems.

(Received Nov. 8, 1971)

1. ま え が き

この研究は2つの意図をもっている。1つは、多結晶で、しかも3次元的に方位の整列した鋳造アルミニウムの圧延集合組織および変形過程を求めることである。いま1つは、アルミニウム成長双晶についての一連の研究の一部として¹⁻⁴⁾、柱状晶および等軸晶と比較しながら、その圧延集合組織を求めることである。

鋳造アルミニウムでは、多結晶体としての3次元的方位の整列は成長双晶によつてのみ達せられる。それは、**Fig. 1**に図示されるように、厚さ数十 μ の板結晶が平行に重つてラメリを形成したもので、個々の板結晶は両表面の間の中心近くにそれらに平行な双晶面 {111} をもち、優先成長面は {112} である^{3,4)}。したがって、互いに直交する3面が {112}, {111}, {110} の多結晶立方体を作成できる。

* 第37回秋期大会 (44-11) に発表した。

** 早稲田大学理工学部大学院 (東京都) (現在、三菱化成工業株式会社商品研究所) School of Science and Engineering, Waseda University (Tokyo)

*** 三菱化成工業株式会社商品研究所 (横浜市) Market Development Laboratories, Mitsubishi Chemical Industry Ltd. (Yokohama)

**** 早稲田大学鋳物研究所 (東京都) Casting Research Laboratories, Waseda University (Tokyo)

これまで、初期方位が3次的に規制された素材によるアルミニウム圧延集合組織の研究はほとんど単結晶によつて行なわれ^{5,6)}、わずかに Sundberg⁷⁾ だけが商用純度のアルミニウム成長双晶素材の圧延および再結晶集合組織を求めた。かれは初期方位 $\{112\} \langle 110 \rangle$ が92%冷間圧延で $\{110\} \langle 112 \rangle$ 、再結晶して $\{110\} \langle 001 \rangle$ 、また初期方位 $\{112\} \langle 111 \rangle$ が圧延で $\{123\} \langle 412 \rangle$ 、再結晶で $\{100\} \langle 001 \rangle + \{100\} \langle 011 \rangle$ をえた。けれども、かれは2方位について測定しただけであり、しかも初期方位の管理もそれほど厳密とは思われない。そこで、ここでは、成長双晶の再成長^{3,4)} によつて、結晶方位が3次的に完全に制御されたアルミニウム圧延素材、すなわち互いに直交する3面が $\{112\}$ 、 $\{111\}$ 、 $\{110\}$ の圧延素材が6方向、 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 、 $\{111\} \langle 110 \rangle$ 、 $\{112\} \langle 111 \rangle$ 、 $\{112\} \langle 110 \rangle$ 、 $\{110\} \langle 111 \rangle$ および $\{110\} \langle 112 \rangle$ に圧延されるとき集合組織およびそれらの形成機構が求められるであろう。

2. 実験方法

99.9%あるいは99.8%純度のアルミニウム成長双晶鋳塊は、すべて種子結晶を利用した再成長法^{1,2)} によつて、断熱鋳型中で一方向凝固された。これらの鋳塊はエッチピットあるいは背面反射ラウエ写真から確認された $\langle 112 \rangle$ 方向と $\{111\}$ 双晶面を基準として圧延用素材とされた。圧延用素材の初期方位、結晶粒の大きさ(成長双晶の場合は結晶の厚さ)、およびパススケジュールが **Table 1** に示される。比較のため、微細化剤添加で作られた等軸晶および柱状晶素材も圧延された。

圧延材は化学研磨によつて1/3以下の厚さにされ、銅ターゲットを用いて、Schulz の反射法⁷⁾ と Decker-Asp-Harker の透過法⁸⁾ によつて、 $\{111\}$ 極点図が決定された。吸収の補正は計算⁹⁾ によつてなされた。極点図の強

度はランダム試料の倍数で示される。

3. 実験結果および考察

3.1 成長双晶の初期方位と圧延集合組織

3.1.1 初期方位 $\{110\} \langle 112 \rangle$ の圧延集合組織

圧下率93%の $\{111\}$ 極点図 **Fig. 2** によると、初期方位 $\{110\} \langle 112 \rangle$ は圧延に対して安定であり、 $\{110\} \langle 112 \rangle$ 方位の分散が少なく、 $\{112\} \langle 111 \rangle$ 方位は全く存在しない。これは銅^{10,11,12)} およびアルミニウム単結晶⁵⁾ の結果と全く一致する。

いま、圧延変形を圧延面に垂直な圧縮応力 $-\sigma$ と圧延方向に平行の引張応力 σ が同時に働く2軸応力による変形と考えると、任意のすべり系に働く分解せん断応力 τ は;

$$\tau = \sigma (a_c b_c - a_t b_t)$$

ここで、 a_c と b_c は圧縮軸のすべり面法線およびすべり方向に対する方向余弦、 a_t と b_t は引張軸のすべり面法

Fig. 1 Schematic illustration of aluminum slab having growth twin crystals.

Table 1 Rolling Conditions.

Initial orientation	Grain size (transverse section) mm	Reduction %/pass	Total reduction %	Rolling
Growth twin crystals $\{111\} \langle 112 \rangle$ $\{111\} \langle 110 \rangle$ $\{112\} \langle 111 \rangle$ $\{112\} \langle 110 \rangle$ $\{110\} \langle 111 \rangle$ $\{110\} \langle 112 \rangle$	0.05~0.18 (thickness of crystal)	10~15 (total reduction up to 90%)	30, 45, 60, 75, 90, 93, 87.6, 99.2,	cold and reverse rolling
Equiaxed crystals random	1 (diameter)	<5 (total reduction more than 90%)		
Columnar crystals $\{hkl\} \langle 100 \rangle$	4 (diameter)		93	

さく、 $\{110\}<112>$ 方位は全く存在しない。これは銅単結晶の結果^{12,13,14)}と一致しているが、前述の Sundberg⁷⁾の結果とは異なっている。その理由は、かれの試料が連続鋳造で発生した成長双晶であるから、おそらく、初期方位のずれをもつためである。

(II2)[111] のすべり回転を示す (001) 極点図, Fig. 7 から、つぎのことが示される。活動すべり系は A 5, C 5, D 5 および D 3 ($1/\mu = 0.54, 35^\circ$) で, A 4 と C 1 はすべり方向が圧延方向と 90° であり, 圧延変形に寄与しないから, 活動すべり系として注目する必要はない。A 3 と C 2 は分解せん断応力が小さい。上記 4 つのすべり系が同時に活動するときには, 方位は変化しない。Fig. 6 にみられる TD を軸とした分散は D 2 と D 3 の 2 重すべりによるものであろう。D 2 と D 3 の 2 重すべり方向は RD と ND を含む面にあるため, この活動は圧延によって強いられる変形とよく一致する。しかし, この活動によって $\{111\}<112>$ 方位に近づくと, こんどは C 5 と A 5 の分解せん断応力が大きく, それらの活動で初期方位にもどる。

3.1.4 初期方位 $\{110\}<111>$ の圧延集合組織

初期方位 $\{110\}<111>$ で, 圧平率 30, 90, 93, および 97.6% の (111) 極点図が Fig. 8 に示される。圧下率 30% で, 圧延方向にある (111) 極の分散が認められ, 70% でその (111) 軸回りにさらに約 5° 回転し。90% ではその回転がさらに進み, 圧延方向も $<111>$ からずれている。93% では $(1\bar{2}1)[111]$ 方位, そして 97.6% では (225)[353] に近い方位となつている。

初期方位 (011)[111] のすべり回転経路を示す (001) 標準投影が Fig. 9 に示される。最大分解せん断応力のすべり系 C 5 および D 3 が活動すると, 圧縮軸は変化せず, 引張軸は 3 と 5 の中間にある $<211>$ へ向うが, こ

の回転は全く認められない。これらに次いで大きい分解せん断応力のすべり系 C 1 および D 6 は, すべり方向が圧延方向と 90° であるため, 板厚の減少には寄与するが, 圧延方向には伸びないため, 活動すべり系として無視できる。A 3, A 5, C 2 および D 2 は分解せん断応力は小さいが ($1/\mu = 0.27$), 圧延方向とすべり方向が 35° をなす。実験結果では, 圧下率約 75% まではほぼ初期方位が保たれる。これは C 1 と D 6 の活動が ND-RD を含む面に対する対称性がきわめて低いため, この回転に対応する量だけ A 3, A 5, C 2 および D 2 が活動するからであろう。圧下率 90% 以上では, 圧縮軸が (011) から $(1\bar{2}1)$ へ向う回転を起こしている。これには A 3 と A 5 が寄与している。A 3 と A 5 は C 5 と D 3 の交差すべり系であるから, C 5 と D 3 のすべりが困難になるとともに, 全体のすべりに寄与する割合が増加する。A 3 と

Fig. 6 (111) pole figure for rolling texture of $\{112\}<111>$ twin crystals rolled 93%.

Fig. 5 (001) standard projection showing slip rotation during rolling of (211)[011] crystal.

Fig. 7 (001) standard projection showing slip rotation during rolling of (112)[111] crystal.

Fig. 8 (111) pole figures for rolling textures of $\{110\} <111>$ twin crystals.

Fig. 9 (001) standard projection showing slip rotation during rolling of (011) $[111]$ crystal.

A 5 は圧縮軸を A に近づけるが、**Fig. 9** 中に I および II と示される等価の経路がある。応力軸の変動により、I あるいは II へ向うすべり回転が生じ、変形帯を生成する。A 3 と A 5 の活動は引張軸を $\langle 211 \rangle$ へ近づけるが、この実験では $\langle 111 \rangle$ に近い $\langle 001 \rangle$ への分散であり、C 2 と D 2 が活動するはずである。(011)[111] 方位のすべり回転には C 5, D 3, A 3, A 5, C 2 および D 2 という多くのすべり系が実際に活動していて、それら個々の活動量によつて、圧下率 90, 93, 97.6% の一見異なつた集合組織となる (**Fig. 8, b, c** および **d**)。[これらの極点図はすべて分散として (236)[343], (112)[111], および n (225) [353] を含み、このすべり回転の傾向を証明している。広範囲での各すべり系の活動量の一致は、成長双晶が単結晶に類似した多結晶のためであろう。現在の実験結果は上城ら^{(15)~(18)} の (011)[111] 方位をもつ銅多結晶の圧延集合組織の結果と総体的には一致している。

Fig. 10 (111) pole figures for rolling textures of {111} <112> twin crystals.

3.1.5 初期方位 {111} <112> の圧延集合組織

初期方位 {111} <211> の圧下率60, 90および97.6%での(111)極点図が**Fig. 10**に示される。圧下率60%では(112)[11 $\bar{1}$]+(110)[001]方位となる。(112)[11 $\bar{1}$]は高圧下率まで安定であり、一方、(110)[001]方位は(110)[11 $\bar{2}$]へ向うすべり回転を示し、90%で(110)[1 $\bar{1}$ 4]、97.6%で(110)[2 $\bar{2}$ 5]方位となる。99.2%および97.6%の圧延材は同じ集合組織をもつ。

初期方位(111)[11 $\bar{2}$]のすべり回転経路が**Fig. 11**に示される。すべり系A5, C5, D2およびD3が同時に活動するときには、集合組織は安定であるが、実際にはA5とC5およびD2とD3の2重すべりが活動し(112)[11 $\bar{1}$]+(110)[001]方位となる。これが60%圧下率でみられるすべり回転である。このすべり回転はRDとNDを含む面に対称で、圧延によって強い変形との一致が高い。

{110} <001> 方位の最大分解せん断応力のすべり系はB1, D2, B4およびD3 ($1/\mu = 0.82$)で、この方位も同時に4つのすべり系が働くときには安定である。90%圧下率では、応力軸の変動などによってB1とD2およびB4とD3の2重すべりが生じ、変形帯となって、それぞれ(110)[11 $\bar{2}$]と(110)[1 $\bar{1}$ 2]へ向うすべり回転を起こる。このすべり回転は97.6%圧下率でも進行の途中で、最終方位として(112)[11 $\bar{1}$]+(110)[11 $\bar{2}$]が考えられる。以上の事実は Heye および Wasserman¹⁹⁾ による銅の圧延集合組織の説明が不十分であることを示している。

3.1.6 初期方位 {111} <110> の圧延集合組織

初期方位 {111} <110> の圧下率30, 45, 60, 93および97.6%の(111)極点図が**Fig. 12**に示される。この初期方位も、{110} <111>方位と同様に、不安定なすべり

Fig. 11 (001) standard projection showing slip rotation during rolling of (111) [11 $\bar{2}$] crystal.

回転を示す。圧下率30および93%では (Fig. 12a, d), 理論的に説明困難なすべり回転をしており, 一方, 圧下率45, 60, 97.6% (Fig. 12b, c, e) では予想されるすべり回転が生じる。初期方位 (111)[011] 方位の説明可能なすべり回転経路が Fig. 13 に示される。

すべり回転の説明可能なグループス (Fig. 12 b, c, e) で, 初期方位 (111)[110] は圧下率45%で第1に圧延方向を軸として約12°回転し, 第2にTD近くの(111)極を回転軸として約±24°回転している。圧下率60%で完全に (145)[945] 方位だけとなり, 97.6%では (157)[533] 方位となる。この方位は圧下率99.2%でもほぼ同じである。C 5 と D 3 が同時に働くと, 圧縮軸はCとDの間(211)へ向い, 引張軸は3と5の間(011)にとど

Fig. 12 (111) pole figures for rolling textures of {111} < 110 > twin crystals.

まる。このすべり回転がRDの $[0\bar{1}1]$ を軸とした回転であり、 $(533)[0\bar{1}1]$ である。 $(533)[0\bar{1}1]$ 方位の最大分解せん断応力のすべり系は同じくC5とD3 ($1/\mu = 0.79$)で、すべり方向と圧延方向の角度は 60° である。ここで、C5とD3が独立して働き変形帯となつて $(415)[1\bar{2}1] + (451)[1\bar{1}2]$ となる。このすべり回転がTD近くの (111) 極を中心とした $\pm 24^\circ$ の回転である。このすべり回転は、けれども、最大分解せん断応力のすべり系の活動だけでは、説明がきわめて困難である。たとえば、C5だけが働く部分では引張軸と圧縮軸がそれぞれ5とCへ向い、2次すべり系としてB4が活動し、 $(101)[1\bar{2}1]$ となることが予想されるが、ここでは $(415)[495]$

となつていて、このすべり回転には、すべり面A, B, C, すべり方向4, 5の活動が必要である。さらに $(415)[495]$ 方位では、大きい分解せん断応力のすべり系はC5 ($1/\mu = 0.83$)とB4 ($1/\mu = 0.76$)で、ここでも $(101)[1\bar{2}1]$ へ向うと考えられるが、実際には $(157)[533]$ 方位となり、そこでほぼ安定している。したがつて、C5とB4の活動に加えて、その交差すべり系A4とA5の活動が必要である。

つぎに、圧下率30および93% (Fig. 12 a, d) で認められたすべり回転については、圧下率30%でNDにある (111) 極を回転軸として約 24° 回転し、さらにTD近くの $[101]$ 方向を回転軸として約 $\pm 30^\circ$ の回転域をもつ部分せんい組織となつている。これはすべり系C5とD3およびその交差すべり系A3とA5の活動によりNDの (111) は変化がなく、C1とD6の活動によりRDが $[0\bar{1}1]$ から $[1\bar{2}1]$ へ向う (あるいは $[1\bar{1}2]$ へ向う) すべり回転をおこして、さらにその後は前述のような複雑なすべり系の活動があると考えられる。圧下率30%でみられる方位はそれぞれすべり回転して、93%圧下率でみられるように、 $\{110\} <112> + \{123\} <121>$ の形になる。重要なことは、初期方位 $(111)[0\bar{1}1]$ は、分解せん断応力の大きいすべり系の活動だけでは、圧延によつて強いられる変形との一致がきわめて低く、それを補うすべり系が活動する事実である。この補助的活動すべり系の活動量の差によつて、異なつた集合組織が示される。

現在の結果から、 $\{123\} <121>$ に近い中間方位の安定性が立証され、そこでは主すべり系に対する補助的すべり系 (しばしば交差すべり系が重要) の活動が、圧延に強いられる変形に一致するため重要であることが示される。

Fig. 13 (001) standard projection showing slip rotation during rolling of $(111)[0\bar{1}1]$ crystal.

Fig. 14 (111) pole figure for rolling texture of equiaxed crystals rolled 93%.

Fig. 15 (111) pole figure for rolled texture of $\{khl\} <100>$ columnar crystals rolled 93%.

Table 2 Rolling Textures of Aluminum Growth Twin Crystals.

Initial Orientation	Rolling Textures (reduction)		
Growth twin crystals $\{110\} \langle 112 \rangle$	$\{110\} \langle 112 \rangle$ (0~99.2%)		
$\{112\} \langle 110 \rangle$	$\{110\} \langle 112 \rangle$ (90~99.2%)		
$\{112\} \langle 111 \rangle$	$\{112\} \langle 111 \rangle$ (5~99.2%)		
$\{110\} \langle 111 \rangle$	$n\{110\} \langle 111 \rangle$ (0~75%)	$\{236\} \langle 343 \rangle$ (90%)	$n\{225\} \langle 353 \rangle$ (97.6~99.2%)
	$\{112\} \langle 111 \rangle$ (93%)		
$\{111\} \langle 112 \rangle$	$\{112\} \langle 111 \rangle$ + $\{110\} \langle 001 \rangle$ (60%)	$\{112\} \langle 111 \rangle$ + $\{110\} \langle 114 \rangle$ (90%)	$n\{113\} \langle 553 \rangle$ + $\{110\} \langle 225 \rangle$ (97.6%)
$\{111\} \langle 110 \rangle$	$n\{335\} \langle 110 \rangle$ + $\{145\} \langle 945 \rangle$ (45%)	$\{145\} \langle 945 \rangle$ (60%)	$\{157\} \langle 533 \rangle$ (97.6~99.2)
	$\{335\} \langle 577 \rangle$ + $\{256\} \langle 301 \rangle$ + $\{567\} \langle 324 \rangle$ (30%)	$\{110\} \langle 335 \rangle$ + $\{135\} \langle 225 \rangle$ (97.6~99.2%)	
Columnar crystals $\{hkl\} \langle 100 \rangle$	$\{110\} \langle 114 \rangle$ + $\{110\} \langle 001 \rangle$ (93%)		
Equiaxed crystals random	$n\{146\} \langle 211 \rangle$ + $\{110\} \langle 112 \rangle$ + $\{112\} \langle 111 \rangle$ (93%)		

3.2 等軸晶および柱状晶の圧延集合組織

ランダム方位をもつ等軸晶鋳塊の93%圧延集合組織がFig. 14に示される。それは一般的な純金属型の圧延集合組織で、主方位は $n\{146\} \langle 211 \rangle$ （あるいは $n\{123\} \langle 121 \rangle$ 、 $n\{157\} \langle 533 \rangle$ でもよい）、副方位として $\{110\} \langle 112 \rangle$ および $\{112\} \langle 111 \rangle$ を含む。

アルミニウム柱状晶はその優先成長方位が $\langle 100 \rangle$ であり、それらが成長方向に93%圧延されると、すなわち初期方位 $\{hkl\} \langle 100 \rangle$ の圧延によって、Fig. 15の(111)極点図がえられる。それは(110)[1T4]を主方位とし、 $\{110\} \langle 001 \rangle$ を副方位とするもので、より以上の圧延で $\{110\} \langle 112 \rangle$ 方位になると考えられる。

4. 結 論

6種類の初期方位をもつ成長双晶の圧延集合組織が、等軸晶および柱状晶のそれと比較して、Table 2に要約される。アルミニウムの圧延では、つぎの3方位が安定である。

$\{110\} \langle 112 \rangle$ 、 $\{112\} \langle 111 \rangle$ 、および $n\{146\} \langle 121 \rangle$
 $\{110\} \langle 112 \rangle$ および $\{112\} \langle 111 \rangle$ 方位は、実験結果およびすべり系の解析から、安定であることが示された。 $n\{146\} \langle 121 \rangle$ 方位は $\{110\} \langle 121 \rangle$ と $\{112\} \langle 111 \rangle$ の

中間方位を代表し、 $n\{123\} \langle 121 \rangle$ あるいは $n\{157\} \langle 533 \rangle$ などでも本質的な相違はない。この方位は実験的に安定であることが示されたが、すべり系の解析からは明確な結論が導かれていない。このように、アルミニウムの初期方位は圧延によってそれぞれ前述の3方位へ向うすべり回転をし、圧延集合組織は初期方位に依存する。成長双晶の特性である交互にほとんど等間隔で平行に重なる平らな双晶面および結晶粒界の寄与は明確ではない。けれども、双晶面および結晶粒界が圧延方向および圧縮方向に対する角度関係から、すなわち $\{110\} \langle 112 \rangle$ 、および $\{112\} \langle 110 \rangle$ 、 $\{112\} \langle 111 \rangle$ および $\{110\} \langle 111 \rangle$ 、そして $\{111\} \langle 112 \rangle$ および $\{111\} \langle 110 \rangle$ がそれぞれ圧延集合組織で類似性をもつことから、それらが寄与をもつことはしられる。

参 考 文 献

- 1) 松石, 本間, 雄谷: 軽金属, **19** (1969), 287.
- 2) S. Miyazawa, U. Honma and S. Oya: Rept. the Casting Research Laboratories, Waseda Univ., **22** (1969), 55.
- 3) 渡辺, 本間, 雄谷: 軽金属, **19** (1969), 279.
- 4) S. Watanabe, U. Honma and S. Oya: Rept.

- the Casting Research Laboratories; **20** (1969), 45.
- 5) H. Hu, R. S. Cline and S. R. Goodman: Recrystallization, Grain Growth and Textures, ASM Seminar, (1968), 295.
- 6) 広沢: 金属学会, 集合組織シンポジウム, (1969), 113.
- 7) R. Sundberg: Z. Metalk., **51** (1968), 202.
- 8) B. F. Decker, E. T. Asp and D. Harker: J. Appl. Phys., **19** (1948), 388.
- 9) S. V. D. Beatty: International Tables for X-ray Crystallography, **11** (1957), 307.
- 10) I. L. Dillamore and W. T. Roberts: Acta. Met., **12** (1964), 281.
- 11) C. A. Verbraak: Acta Met., **6** (1958), 580.
- 12) W. R. Hibbard and W. R. Tully; Trans. AIME., **221** (1961), 336.
- 13) C. S. Barrett and F. W. Steadman: Trans. AIME., **147** (1942), 57.
- 14) C. A. Verbraak: Z. Metalk., **51** (1960), 646.
- 15) 上城: 日本金属学会誌, **30** (1966), 207.
- 16) 上城: " **31** (1967), 916.
- 17) 上城: " **30** (1966), 415.
- 18) 上城: 塑性と加工: **8** (1967), 3.
- 19) W. Heye and G. Wassermann: Z. Metalk., **59** (1968), 617, 693.