研究論文

強冷延した(112)[$\bar{1}\bar{1}1$]方位のアルミニウム 単結晶における再結晶集合組織

上城 太一* ・ 藤原 晶彦**
田中 英明*** ・ 多賀谷 敦****

Recrystallization texture in heavily cold-rolled aluminum
single crystals in the (112)[$\bar{1}\bar{1}1$] orientation

Taichi KAMIJO*, Akihiko FUJIWARA**
Hideaki TANAKA*** and Atsushi TAGAYA****

Aluminum single crystals in the (112)[$\bar{1}\bar{1}1$] orientation were cold-rolled to 99% reduction. The main component of rolling textures changed from the initial orientation towards (4 4 11)[$\bar{1}\bar{1}$ $\bar{1}$ 8] orientation above 80% rolling but it was sharp up to the maximum reduction. The weak intensity areas were observed spreading over the pole figures. The minor component which was symmetrical to the main component with respect to the transverse direction, was formed at 90% rolling and developed with increasing reduction. The deformation structure of a rotated cube orientation was observed in the (100) pole figure of the crystal cold-rolled 99%. The recrystallization textures were composed of a (1 1 10)[$\bar{7}$ $\bar{3}$ 1] orientation which was approximately related to the cube orientation by 22° rotation around the normal direction. Any orientation change from (1 1 10)[$\bar{7}$ $\bar{3}$ 1] to (001)[100] was not found with an increase in rolling reduction. The formation of the rotated cube texture is attributed to preferential nucleation from the deformation structure in the same orientation. The deformed matrix of S-orientation might be required for development of the cube texture of good symmetry.

Keywords: recrystallization texture, aluminum, single crystal, rotated cube, (112)[$\bar{1}\bar{1}1$] orientation

(Received August 6, 1990)

1. 緒 言

筆者らは FCC 金属の純金属型の圧延集合組織の C-方位: {112}<111>から S-方位: {123}<634>を経て B-方位: {011}<211>に至る安定方位系列¹⁾に含まれる初期方位を有する, アルミニウムおよび銅の単結晶における圧延・再結晶集合組織に関する研究を系統的に行い, 得られた結果は軽金属学会, 日本金属学会等の講演大会で発

表してきた^{2),3)}。前述の β -fiber 組織¹⁾を構成する S-方位すなわち(123)[$\bar{6}34$]方位のアルミニウム単結晶に関する結果は本誌に掲載されたが⁴⁾, (1)圧下率95%以上では cube に近い rotated cube 方位が再結晶集合組織の主成分となること, (2)rotated cube 方位の発達と同一方位の加工組織の形成との間には関連性があること, (3)単一成分の圧延集合組織から成長可能な他の7つのバリエーション方位の再結晶粒の成長はほとんど観察されなかったこ

* 横浜国立大学工学部生産工学科 (横浜市)。Department of Mechanical Engineering and Materials Science, Faculty of Engineering, Yokohama National University (Yokohama-shi, Kanagawa)。

** 横浜国立大学大学院 (横浜市)。Graduate School, Yokohama National University (Yokohama-shi, Kanagawa)。

*** 横浜国立大学大学院 (横浜市) [現在: 富士ゼロックス株式会社 (海老名市)]。Graduate School, Yokohama National University (Yokohama-shi, Kanagawa) [Present: Fuji XEROX Co., Ltd. (Ebina-shi, Kanagawa)]。

**** 横浜国立大学学生 (横浜市) [現在: 日立金属株式会社 (熊谷市)]。Student of Yokohama National University (Yokohama-shi, Kanagawa) [Present: Hitachi Metals Co., Ltd. (Kumagaya-shi, Saitama)]。

と、等の事実を報告した。そして cube texture の形成にはこの方位の核生成サイトの形成がきわめて重要であると結論した。本論文では C-方位すなわち $(112)[\bar{1}\bar{1}1]$ 方位のアルミニウム単結晶を取り上げた。C-方位の4つの $\langle 111 \rangle$ 軸のうちの等価の2つは $(001)[100]$ 方位のそれから相当離れている。圧延集合組織と $\langle 111 \rangle$ 軸まわり 40° の回転関係にある核生成サイトが形成されれば、前報の結果からみて成長可能な8つのバリエーションの中で、rotated cube 方位の再結晶粒が優先的に成長すると考えられる。一方、1986年に Hjelen と Nes は³⁾、electron Back Scattering Pattern 法を用いて、99.99%の高純度アルミニウム多結晶体の cube texture の成因に関する研究を行い、強い $\{112\}\langle 111 \rangle$ 方位成分をもつ加工組織中に形成される遷移領域で cube 方位の再結晶核が作られることを見出した。したがって、冷延した C-方位のアルミニウム単結晶で cube texture が形成されて可能性もある。本研究では今まであまり研究されていない C-方位のアルミニウム単結晶に99%までの冷間圧延を施し、圧延による初方位とは横方向に関して対称な $(112)[\bar{1}\bar{1}1]$ 方位成分の形成ならびに再結晶核の生成サイトとなる方位分散の先端にある方位成分の形成を詳細に調べ、単一成分からなる圧延集合組織から形成される再結晶集合組織の成因について明らかにする。

2. 実験方法

99.99 mass%のアルミニウムを真空中で黒鉛鋳型を用いて溶解し、タンマン・ブリッジマン法で、直径40 mm × 長さ200 mm の円柱状単結晶を育成した。単結晶は背面反射ラウエ法により、 $\pm 2^\circ$ 以内の精度で C-方位に切出した。冷間圧延はロール径320 mm の2段式圧延機を用い、周速2.15 m/min で油潤滑の下で行った。25 × 25 × 20 mm³ の大きいブロックは圧下率99%まで往復圧延し、25 × 25 × 10 mm³ の小さいブロックは97.5%まで一方向圧延した。1バスの圧下量は50%圧下までは0.3 mm、80%までは0.2 mm、それ以上は0.1 mm と定めた。圧下率が80、90、95、97.5、99%のところで試料を採取し、極点図作成に供した。再結晶焼鈍は473 K · 100 s の条件により塩浴中で行った。NaOH 水溶液で表面加工層を除去した後、中心部での圧延および再結晶集合組織の(111)および(100)極点図を作成した。極点図中の強度レベルは最大強度を10としたときの相対強度で表示した。

3. 実験結果

3.1 圧延集合組織

Fig. 1 に90%の往復圧延を行った試料の圧延集合組織の(111)極点図を示す。圧延集合組織の主成分は圧下率80%で初方位から $(4\ 4\ 11)[\bar{1}\bar{1}\ \bar{1}\bar{1}\ 8]$ 方位にずれたが、

▲ $(4\ 4\ 11)[\bar{1}\bar{1}\ \bar{1}\bar{1}\ 8]$
Level 0.005, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 7

Fig. 1 (111) pole figure for the rolling texture of the $(112)[\bar{1}\bar{1}1]$ aluminum single crystal cold-rolled reversely 90%.

鮮鋭なまま維持されている。この方位は Taylor model の最終安定方位であり、圧延変形の際に縦断面のせん断変形が拘束され C-方位から移行したものと考えられる⁶⁾。レベル0.2以下の等高線は横方向のまわりの方位分散が大きいことを示している。レベル0.005の等高線では初方位の $(112)[\bar{1}\bar{1}1]$ と横方向に関して対称な $(112)[11\bar{1}]$ に近い方位成分が形成されている。等高線の外側の回折 X 線強度も Back ground レベルよりは高くなっていた。Fig. 2 および Fig. 3 に99%の往復圧延を行った試料の(111)および(100)極点図を示す。主成分は最高圧下率まで $(4\ 4\ 11)[\bar{1}\bar{1}\ \bar{1}\bar{1}\ 8]$ 方位のままである。それと対称な $(4\ 4\ 11)[11\ 11\ \bar{8}]$ 方位の集積は圧下率が高くなるにつれてその強度が増加している。極点図に広く分散している集積に指数付けすることは困難である。しかし高圧下率では量的には少なくとも、種々の向きを持った加工組織が形成されていると考えられる。すなわち、大きな方位分散の中には C-方位を $\langle 111 \rangle$ 軸のまわりに $\pm 40^\circ$ 回転することによって得られる、合計8つの優先成長可能な方位の加工組織のいくつかが存在している可能性が高い。(100)極点図では低い強度の方位分散中に、cube に近い方位の加工組織が形成されていることが認められる。一方向に圧延した試料の極点図は往復圧延した試料のそれと合わせて類似しており、圧延集合組織が圧延の仕方に依存しないことがわかった。

▲ $(4\ 4\ 11)[\bar{1}\bar{1}\ \bar{1}\bar{1}\ 8]$

Level 0.005, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 7

Fig. 2 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen cold-rolled reversely 99%.

□ $(\bar{1}\ 1\ 10)[7\ \bar{3}\ 1]$

Level 0.5, 1, 2, 3, 4, 5

Fig. 4 (100) pole figure for the recrystallization texture of the specimen cold-rolled reversely 99% and annealed at 473K.

■ $(4\ 4\ 11)[\bar{1}\bar{1}\ \bar{1}\bar{1}\ 8]$

Level 0.005, 0.01, 0.05, 0.2, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 7

Fig. 3 (100) pole figure corresponding to Fig. 2.

△ $(1\ 1\ 10)[\bar{7}\ \bar{3}\ 1]$

Level 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 7

Fig. 5 (111) pole figure corresponding to Fig. 4.

3.2 再結晶集合組織

Fig. 4 および **Fig. 5** に99%往復圧延した試料の (111) および (100) 極点図を示す。再結晶集合組織の主成分は、中心が少しずれているが $(001)[100]$ 方位を板面法線のまわりにおよそ 22° 回転した $(1\ 1\ 10)[\bar{7}\ \bar{3}\ 1]$ と記述できる単一成分の rotated cube 方位となっている。この方位は

圧延集合組織と共通の $\langle 111 \rangle$ 軸のまわりの 40° の回転関係にある。このような rotated cube texture は圧下率90%以上の試料で形成されたが、それから $(001)[100]$ への変化はほとんどみられなかった。両極点図中には方位を特定できない弱い成分が共存している。ゴニオメーター・ストリップチャートには、極点図のほぼ全域で小さい鋭

△(1 5 28) [27 11 1]
 ▲(1 0 11) [10 5 1]
 Level 0.5, 1, 2, 3, 4, 5

Fig. 6 (111) pole figure for the recrystallization texture of the specimen cold-rolled unidirectionally 97.5% and annealed at 473K.

いピークが多数みられた。これはランダム方位の再結晶粒からの回折 X 線によると考えられる。FCC 金属の純金属型の圧延集合組織の β -fiber 組織の中で cube 方位と共通な $\langle 111 \rangle$ 軸をもつのはその一部だけである。圧延集合組織が S-方位から B-方位側か C-方位側にずれるにつれて共通の回転軸となる $\langle 111 \rangle$ 極は cube のその位置からずれてくる。そこで、再結晶集合組織と圧延集合組織の間に $\langle 111 \rangle$ 軸まわりの回転関係がある場合は、それに伴って再結晶粒の方位は cube から rotated cube に移行することになる。**Fig. 6** に 97.5% の一方向圧延を行った試料の (111) 極点図を示す。再結晶集合組織の主成分は同様に rotated cube 方位であるが、一方向圧延では往復圧延した試料にはみられなかった、圧延方向に関してほぼ対称な 2 つの方位成分からなる rotated cube texture が形成された。両者の方位はミラーの指標で記述すれば (1 5 28) [27 11 1] と (1 0 11) [10 5 1] である。

4. 考 察

Beck らは、(011) [21 $\bar{1}$]⁹⁾ および (123) [41 $\bar{2}$] 方位⁸⁾ のアルミニウム単結晶を 80% 迄冷延した後、人工的に不規則核生成させ、再結晶粒の方位が初方位と $\langle 111 \rangle$ 軸まわり 40° の回転関係をもつことを見出した。このような回転関係によって記述される 8 つの方位成分、その中には rotated cube 方位も含まれているが、それらの存在量は

等しくなく、欠けているものもあった。彼等はこの結果を oriented growth 説の決定的例証であると結論した。彼等の研究は、鮮鋭な圧延集合組織が存在する場合には核の方位がランダムであっても、再結晶集合組織が発達し得ることを示した点で重要であるが、自然核生成の場合にどのような再結晶集合組織が得られるか予測するものではない。Lücke ら⁹⁾ は (123) [41 $\bar{2}$] 方位のアルミニウム単結晶を、また村上ら¹⁰⁾ は同一方位の Al-0.03 wt% Fe 単結晶を用いて、(123) [41 $\bar{2}$] 方位と $\langle 111 \rangle$ 軸まわり 40° ~ 50° の回転関係にある単一方位成分からなる再結晶集合組織が形成されることを見出した。彼等はこの方位が圧延集合組織の方位分散の先端に一致することから、これらの結果は自然核生成でも再結晶集合組織の形成が oriented growth 説で説明できることを示すものであるとみなした。(001) [100] を大略板面法線のまわりに約 22° 回転した (1 1 10) [$\bar{7}$ 3 1] 方位は強冷延した多結晶銅やアルミニウム板中にはほとんど存在しない方位である。すべり回転の理論も、安定な C-方位から (1 1 10) [$\bar{7}$ 3 1] への方位変化を説明し難い。しかし S-方位の銅の単結晶が強冷延によって、局部的には rotated cube を経て cube にすべり回転する^{3), 11)} ことからみて、C-方位のアルミニウムの単結晶も圧延によって局部的には (1 1 10) [$\bar{7}$ 3 1] 方位を経た (001) [100] にすべり回転することがあり得るであろう。このように C-方位から (1 1 10) [$\bar{7}$ 3 1] 方位の加工組織が形成されるものとすれば、C-方位に対し成長可能な他の 7 つのバリエーション方位の加工組織も、たとえそれが圧延に対する安定方位でなくても、その中のいくつかは形成されてよいであろう。方位は同定できなかったが、弱い副成分の形成を示す集積は極点図上に広く分散しており、成長可能なバリエーション方位の核生成サイトとなる加工組織がその中に存在すると思えることは自然である。このようなバリエーション方位を含む、ほぼ不規則方位の小さな再結晶粒の形成はゴメーター・ストリップチャート上で確認された。しかし大きく成長し再結晶集合組織を形作ったのは rotated cube 方位の再結晶粒のみであった。すなわち、rotated cube 方位の加工組織は速やかにひずみエネルギーを解放して最初に再結晶核となったと解される。したがって rotated cube texture の発達はこの方位の加工組織が優先核生成サイトとして働いた結果であると言えよう。本研究で対称性のよい cube texture が得られなかったのは、{112} $\langle 111 \rangle$ または {4 4 11} $\langle 11 11 8 \rangle$ 方位の加工組織が遷移領域の形成を媒介として (001) [100] 方位の再結晶核の生成サイトとしては機能しなかったからではなく、(001) [100] 方位の加工組織が形成されなかったからであると考えられる。先に引用した Hjelen と Nes の結果では {112} $\langle 111 \rangle$ 方位からなる圧延集合組織から cube tex-

ture と言える再結晶集合組織が形成されたが、(4 4 11) $[\bar{11} \bar{11} 8]$ 方位の圧延集合組織の主成分が(001)[100]方位粒の成長には有利でないことも対称性のよい cube texture とならなかった一因であろう。

5. 結 言

C-方位のアルミニウム単結晶に99%までの冷間圧延を施した後焼なましを行い、その圧延および再結晶集合組織について調べ、以下の結果を得た。

- (1) 往復圧延した試料の圧延集合組織の主成分は、圧下率80%で(112)[$\bar{1}\bar{1}1$]方位から(4 4 11)[$\bar{11} \bar{11} 8$]方位に向かって変化した、高圧下率まで鮮鋭であった。
- (2) 低い強度レベルの分散は極点図上広範囲に及んでいた。主成分と横方向に関して対称な圧延集合組織の副成分が90%圧延で形成され、圧下率が増すにつれて発達した。圧下率99%では rotated cube 方位の加工組織の形成が(100)極点図において認められた。
- (3) 再結晶集合組織は圧下率90%以上ではほぼ不規則方位から単一成分からなる(1 1 10)[$\bar{7} \bar{3} 1$]方位となった。この方位は(001)[100]を大略板面法線のまわりに22°回転した rotated cube である。最高圧下率になっても rotated cube texture から cube texture への移行はみられなかった。
- (4) 一方向圧延した試料では、圧延集合組織は往復圧延した試料のそれと同一であったが、再結晶集合組織は圧延方向に関して対称な2成分からなる rotated cube texture となった。
- (5) 不規則方位の小さな再結晶粒が多数形成されたが、rotated cube 以外の $\langle 111 \rangle$ 軸40°の回転関係にあ

る7つのバリエーション方位の再結晶粒の成長はみられなかった。

- (6) 以上の結果から rotated cube 方位の再結晶集合組織の形成は(1 1 10)[$\bar{7} \bar{3} 1$]方位の加工組織からの優先的核生成に起因していると結論できるが、対称性のよい cube texture の発達には圧延集合組織の主成分がS-方位であることも重要な因子であると言える。

おわりに本研究の一部は軽金属奨学会の援助によるものであることを記し、同会に対して深く感謝致します。

参 考 文 献

- 1) J. Hirsch and K. Lücke: Acta Metall., **36** (1988), 2883.
- 2) 米田義之, 安達原浩, 藤原晶彦, 上城太一: 軽金属学会第78回大会講演概要(1990), 61.
- 3) 藤原晶彦, 米田義之, 池田 誠, 上城太一: 日本金属学会第106回大会講演概要(1990), 91.
- 4) 上城太一, 藤原晶彦, 米田義之: 軽金属, **40** (1990), 906.
- 5) J. Hjelen and E. Nes: 7th Riso Int. Symp. Metal. Mat. Sci., (1986), 367.
- 6) 上城太一, 福富洋志, 中野内幸雄: 軽金属, **34** (1984), 505.
- 7) S. Kohara, M. N. Parthasarathi and P. A. Beck: Trans. AIME, **212** (1958), 875.
- 8) M. N. Parthasarathi and P. A. Beck: Trans. AIME, **221** (1961), 831.
- 9) K. Lücke, R. Rixen and M. Senna: Acta Metall. **24**(1976), 752.
- 10) 村上 雄, 高橋恒夫, 高木 功: 鉄と鋼, **70** (1984), 1841.
- 11) T. Kamijo, A. Fujiwara, Y. Yoneda and H. Fukutomi: Acta Metall., 印刷中.