77 K において〈001〉方向に引張変形した 純度 99.999 mass% Al 単結晶における 活動すべり系と〈111〉軸回転再結晶機構

宮崎 剛行^{1,*1} 田上 稔¹ 浜 敏雄¹ 小川 仁²
岡田 達也¹ 猪子富久治^{1,*2}

¹徳島大学工学部機械工学科

²徳島県立工業技術センター

J. Japan Inst. Metals, Vol. 68, No. 5 (2004), pp. 342-349

© 2004 The Japan Institute of Metals

Activated Slip Systems and 〈111〉 Rotation Recrystallization Mechanism in 99.999 mass% Aluminum Single Crystal Deformed in Tension along 〈001〉 Direction at 77 K

Takayuki Miyazaki^{1,*1}, Minoru Tagami¹, Toshio Hama¹, Hitoshi Ogawa²,
Tatsuya Okada¹ and Fukuji Inoko^{1,*2}

¹Faculty of Engineering, Tokushima University, Tokushima 770-8506

²Tokushima Prefectural Industrial Technology Center, Tokushima 770-8021

To study the slip and recrystallization mechanisms in high purity aluminum, a single crystal of 99.999 mass% purity was tensile-deformed along a 〈001〉 direction at 77 K and subsequently annealed. The deformation stress decreased by about 15% (15 MPa), compared with the previously reported 99.99 mass% aluminum single crystal with the same tensile orientation. Slip structure was very uniform, characterized by frequent short-distance cross-slip. No deformation band was observed. After annealing, many recrystallized grains (RGs) were formed. About 80% of the RGs had 〈111〉 rotation relationship with the orientation of the deformed matrix. There was no large difference in the occurrences of the four 〈111〉 rotation relationships. For each 〈111〉 axis, both clockwise and counterclockwise rotations were found.

(Received February 12, 2004; Accepted March 23, 2004)

Keywords: 99.999 mass% aluminum, single crystal, tensile deformation, cross-slip, 〈111〉 rotation recrystallization mechanism

1. 緒 言

前報¹⁻³⁾において、多重すべりする引張方位の純度 99.99 mass% アルミニウム単結晶の変形と再結晶に関する報告を行った。その研究の中で、室温 (293 K) および液体窒素温度 (77 K) で〈001〉単結晶を引張変形し、応力-ひずみ曲線を求め、変形組織を走査電子顕微鏡 (SEM) および透過電子顕微鏡 (TEM) で観察し、結晶方位の変化をエレクトロンチャネリングパターン (ECP) で評価した。その後焼鈍することによって形成した再結晶粒の方位を調べ、変形組織の方位および活動すべり系と比較することによって再結晶粒形成機構を検討した。その結果、〈001〉引張単結晶では、変形温度 293 K においては、引張ひずみ 5% を超えると変形応力は 22

MPa という低い値ではほぼ一定になり、ひずみ 25% に至るまではほとんど加工硬化しなかった。変形組織は、8 つの主すべり系間で最大で 100 μm にも及ぶ顕著な長距離交差すべりが連続して起こり、セル壁の転位密度は低く転位の絡み合いはルーズであり低い変形応力によく対応していた。変形後の方位は、試料の試験部全体において初期方位とほとんど変わらず 5° 以内に収まっており、変形帯は形成しなかった。変形後の試料を 753 K から 903 K まで段階的に焼鈍しても再結晶粒は生じず、「その場再結晶」をした。これに対して、77 K で 22% 変形した〈001〉引張単結晶では、変形応力は 293 K の約 5 倍と高い値 (22% ひずみで 106 MPa) となり、引張ひずみ 22% においても変形応力は飽和せず加工硬化中であった。変形組織は 293 K 変形の場合のような長距離交差すべりではなく、数 μm の細かい波状の短距離交差すべりの変形模様を示していた。内部変形組織は、セル壁の転位が密に絡んでおり、セル内にも転位が分布していた。ただし変形組織の方位は、この場合も安定方位で、試験部全体において方位のばらつきは初期方位の 5° 以内であった。これを 753 K-930 s の条件で焼鈍すると試験部に 6 個の再結晶粒が形成し

*1 徳島大学学生、現在：榊指月電機製作所 (Undergraduate Student, Tokushima University, Present address: Shizuki Electric Co., Inc.)

*2 徳島大学名誉教授、現在：CRTG (Emeritus Professor, Tokushima University, Present address: CRTG)

た．6 個のうち 5 個が活動すべり系の共通の交差すべり面の法線回りに再結晶核(粒)が形成し，<111>軸回転再結晶機構¹⁻¹⁴⁾により形成したと認められた．形成した再結晶粒は変形組織の<111>軸回りに 8~30°回転をしていた．変形組織の方位が試料の試験部全体で初期方位から 5°以内であり，セル合体が生じて 5°以上の角度差は生じることができず，再結晶粒の変形組織に対する回転角 8~30°は得られないので，この再結晶粒形成はセル合体再結晶機構^{15,16)}からは説明することができない．また，変形帯が形成せず準粒界が生じていないので，ひずみ誘起粒界移動(SIBM)機構^{11,17-21)}によっても再結晶粒の形成を説明できない．

本報においては，より高純度の 99.999 mass% アルミニウムを用いて同じ<001>引張方位をもつ単結晶を作製し，77 K で引張変形し，焼鈍することにより再結晶粒を形成させ，活動すべり系と再結晶粒方位との関係から再結晶粒の形成機構を検討し，前報の結果と純度などの点から比較検討した．また本報では，8 つの主すべり系が活動し多重すべり変形が対称的に行われた結果，再結晶粒の形成数が多かったので，BCC 金属の剪断帯で形成される再結晶粒が活動すべり系の共通の交差すべり面法線の<011>軸回りに一定方向に回転しやすい^{22,23)}のに対して，FCC 金属における再結晶粒の<111>軸回りの回転は，時計方向および反時計方向の両方向に起こりやすい現象¹⁻¹⁴⁾についても考察する．

本研究の主な目的は，従来行われていた純度 99.99 mass% より更に高い純度の 99.999 mass% アルミニウムにおける再結晶粒の形成，特に<111>軸回転機構について調査することである．<111>軸回転機構は，変形時に導入された転位の絡み合いおよび焼鈍時の解れによって再結晶粒核が形成されるモデルに基づいており，材料の純度の変更に伴うすべり変形の変化と密接に関連すると考えられる．それに加えて前報¹⁻³⁾においては，単結晶の引張変形時の温度を室温から液体窒素温度に低下させることにより，変形応力が約 5 倍に上昇することを<001>引張方位について確認している．この現象は，高純度アルミニウムの強化に適用することが可能であり，より高純度の材料においても，低温変形によりどの程度の応力上昇が見込めるかを調査することも，本研究の目的である．

2. 実験方法

修正ブリッジマン法を用いて作製した純度 99.999 mass% のアルミニウム単結晶から，引張方位が<001>，観察表面が{100}に相当する Fig. 1 に示すような試験部 6×4×35 (幅×厚さ×長さ)mm³ の引張試験片を，放電加工機により切り出した．Fig. 2 に試験片の初期方位をステレオ投影図を用いて表示した．記号 P1~P4 は 4 つのすべり面を示し，D1~D6 は 6 つのすべり方向を示す．Table 1 に 12 のすべり系のシュミット因子の値を示した．P1D1 はすべり面が P1 ですべり方向が D1 のすべり系を示す．P $\bar{1}$ および D $\bar{1}$ はそれぞれ P1 および D1 の逆の面および方向を表す．主すべり系は，P1D1, P1D4, P2D2, P2D4, P3D2, P3D6, P4D1, P4D6 の 8 つ存在しシュミット因子は約 0.41 である．その他のすべり系

Fig. 1 Shape and size of <001> aluminum single crystal.

Fig. 2 Stereographic projection of <001> aluminum single crystal.

P1D3, P2D5, P3D3, P4D5 は，すべり方向が引張方向に垂直でありシュミット因子はゼロである．試験片表面をエメリーペーパーで機械研磨し，体積割合で過塩素酸とエチルアルコール 1 対 4 の電解液中で電解研磨した．引張変形は 77 K において，ひずみ速度 $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ でひずみ 30% まで行った．ひずみ 30% を選択したのは，前報¹⁾において，純度 99.99 mass% の<001>引張単結晶に 77 K で引張ひずみ 20% を与えて焼鈍したところ，再結晶粒の核形成数が少ない状態で一次再結晶が完了していたことを考慮したためである．本報においては 99.999 mass% と純度が 1 オーダー高くなって

Table 1 Schmid factors of slip systems.

Slip plane	Slip direction	Schmid factor
P1	D1	0.41
	D3	0.01
	D4	0.40
P2	D2	0.42
	D4	0.41
	D5	0.00
P3	D2	0.40
	D3	0.01
	D6	0.41
P4	D1	0.40
	D5	0.00
	D6	0.40

いるので、ひずみを 30% に増加させることにより、観察できる再結晶粒の核形成数を増やすことを目的とした。すべり変形組織は JEOL JSM6400 を用いて SEM 観察した。焼鈍はできるだけ一次再結晶の初期段階を得るために、343 K-120 s + 403 K-120 s + 493 K-120 s + 573 K-120 s + 633 K-120 s + 633 K-60 s の条件で、電気炉を用いて大気中において行った。試験片を王水で腐食後 SEM 観察して再結晶の様相を調べ、再結晶粒方位の測定は ECP で行った。

3. 実験結果

3.1 応力-ひずみ曲線

Fig. 3 に、純度 99.999 mass% の $\langle 001 \rangle$ 引張方位をもつアルミニウム単結晶を 77 K で 30% まで引張変形したときの応力-ひずみ曲線を、前報¹⁾の 293 K および 77 K 引張の結果と一緒に示した。変形応力は、低ひずみ段階を除くと、99.99 mass% の 77 K 引張の応力-ひずみ曲線を下へ約 15 MPa 平行移動したものに類似している。この応力は 293 K 引張よりは約 70 MPa 大きかった。また、本研究の試験片は、ひずみ 30% においても加工硬化が進行していることが分かる。

3.2 変形組織と結晶方位

Fig. 4 に 30% 変形後の観察面 $\{100\}$ におけるすべり模様の SEM 写真を示した。細かい波状の短距離交差すべりを頻繁に生じたすべり模様で、短距離ではすべり面 $\{111\}$ に沿っているが、交差すべりが連続することによって、すべり帯の軌跡は巨視的には結晶学的な $\{111\}$ すべり面からずれたように観察される。前報¹⁾の結果は観察面 $\{011\}$ でひずみ 20% のものであるが、ほぼ同様の傾向を示していた。Fig. 4 から、表面はセル状を示しており、セルの寸法は約 2~10 μm と見なされる。293 K 引張の結果においては、各主すべり系がそれぞれの交差すべり系との間で最大約 100 μm にも達する長距離交差すべりをしていたが、本研究では、交差すべりの距離は 77 K という低温での変形のため約 2~10 μm の短距離に抑えられている。この変形組織を前報¹⁾の 293 K 引張の変形組織と併せて検討すると、 $\langle 001 \rangle$ 引張変形組織は、8 つの主

Fig. 3 Stress-strain curve of 99.999 mass% (5N) $\langle 001 \rangle$ aluminum single crystal deformed in tension at 77 K, along with stress-strain curves of 99.99 mass% (4N) $\langle 001 \rangle$ single crystals deformed at 77 K and 293 K.

Fig. 4 SEM image of slip bands in the front surface of $\langle 001 \rangle$ aluminum single crystal deformed in tension to 30%.

すべり系のそれぞれの交差すべり系に対する、長距離から短距離にわたる活発な交差すべり活動によって特徴付けられ、試験部の方位差は通常 5° 以内であり、変形帯(方位差の大きい領域の形成)は観察されない結論できる。

Fig. 5 に変形後の試験片の結晶方位をステレオ投影図を用いて示す。変形後の方位は変形前の方位から、観察面 $\{100\}$ の法線回りにわずかに数度反時計方向に回転しているだけで、ほぼ変形前の方位に近い。なお変形後の方位は、試験部の全域にわたって 10 カ所以上測定(ばらつきは 5° 以内)し、その平均値で示している。

3.3 再結晶

Fig. 6 および 7 に、焼鈍後の再結晶粒の形成について、おもて面 $\{100\}$ および側面 $\{010\}$ のそれぞれについて SEM 観察した様子、再結晶粒形成の模式図および再結晶粒方位のステレオ投影図を示した。Fig. 6(c) および Fig. 7(c) のステレオ投影図は $\langle 111 \rangle$ 極点図を用いて示しており、図中には変形後のマトリックス方位に対応する $\langle 111 \rangle$ 極点も、三角形の記

Fig. 5 $\langle 111 \rangle$ poles of the orientation of $\langle 001 \rangle$ aluminum single crystal before and after deformation.

号を用いて記入している。焼鈍後、試験部上下では変形(回復)組織(M)が一部残っているが、おもて面では 31 個、側面では 7 個の再結晶粒が形成している。側面における再結晶粒の形成・成長の様子には異方性が認められる。これは、No. 3 の再結晶粒が No. 2 および No. 5 との間で P4 面を双晶面とする双晶関係にあることおよび、No. 6 と No. 7 が P2 面を双晶面とする双晶関係にあることに起因する。Fig. 7(c)においては、再結晶粒 No. 6 と No. 7 の双晶関係を示すため、これらの極点番号を付加している。ただし、再結晶粒 No. 3 および No. 2, No. 5 については、極点図の煩雑さを避けるため、番号の付加は行っていない。再結晶粒間の双晶面のトレースはほぼ直線的で、再結晶粒は双晶粒界(境界)に沿った方向に成長しやすいように見受けられる。本研究において、側面でのみ相互に双晶関係の再結晶粒が見られた原因としては、試験片中の位置による活動すべり系の種類やすべり量の違いを想定している。単結晶の $\langle 001 \rangle$ 軸引張のような多重すべり変形においては、小さな方位のずれにより、活動する主すべり系の数が制限され、普通は、最大で 8 つのすべり系よりも少ない数のすべり系の活動が起こる傾向がある。また、本研究の場合は、試験片断面が長方形であったことも、この違いに影響を与えている可能性があると考えている。

Table 2 におもて面に形成した再結晶粒の変形組織に対する $\langle 111 \rangle$ 回転軸、回転方向(時計方向: C および反時計方向: CC)、形成した再結晶粒の番号(カッコ内に回転角度)、各回転軸・回転方向に分類される再結晶粒の個数、形成に必要な活動すべり系を示した。Table 2 に示すように、おもて面に形成した再結晶粒のうち変形組織に対して P1, P2, P3 および P4 軸回り回転になっているものが、それぞれ 7, 4, 9 および 4 個の合計 24 個存在しており、変形マトリックスと

Fig. 6 (a) Morphology of recrystallized grains in the front surface, (b) its illustration, and (c) stereographic projection of the $\langle 111 \rangle$ poles of the recrystallized grains along with the deformed matrix orientation.

$\langle 111 \rangle$ 軸回りの方位関係がないものは 7 個存在した。また回転方向については、 $\langle 111 \rangle$ 回転軸それぞれに時計方向回転と反時計方向回転の再結晶粒が形成した。側面の再結晶粒の形成数は総数で 7 個と少なかったが、P2, P3 および P4 軸回りの再結晶粒がそれぞれ 2, 1 および 3 個存在した。回転方向は P2 および P4 軸回転の再結晶粒に、時計回りおよび反時計回りの両方が見られた。

Fig. 7 (a) Morphology of recrystallized grains in the side surface, (b) its illustration, and (c) stereographic projection of the $\langle 111 \rangle$ poles of the recrystallized grains along with the deformed matrix orientation.

4. 考 察

Fig. 3 の応力-ひずみ曲線から、純度が 99.99 mass% から 99.999 mass% に高くなると転位の運動に対する抵抗が減少し、低ひずみ段階を除くと変形応力が約 15% (約 15 MPa) 低くなったことが分かる。応力-ひずみ曲線の形状はこの 15 MPa の違いを除けば、類似している。従って、ひずみに対する加工硬化の様相は純度に関係なく、77 K における $\langle 001 \rangle$ 引張変形は、8 つの主すべり系の活動とそれぞれに対応する

短距離交差すべりの顕著な活動により特徴付けられる。

Fig. 8 に $\langle 001 \rangle$ 引張方位に対して、すべり面 $\{111\}$ 面で構成する正八面体を示す。主すべり系は $P1D1$ ($P1D1$), $P1D4$ ($P1D4$), $P2D2$, $P2D4$, $P3D2$, $P3D6$, $P4D1$ ($P4D1$) および $P4D6$ ($P4D6$) の 8 つあり、それぞれが主すべり系である交差すべり系を一つもち、それらの組み合わせは $P1D1$ - $P4D1$, $P1D4$ - $P2D4$, $P2D2$ - $P3D2$ および $P3D6$ - $P4D6$ の 4 組である。ここで、たとえば $P1D1$ と $P1D1$ は同じすべり変形 (すべり帯) を表す。Fig. 9 に引張方向をステレオ基準三角形内に表示した場合の、主すべり系のシュミット因子 (m_p) に対する交差すべり系のシュミット因子 (m_c) の比の値を示した。ここで、赤色は比の値が + を示す領域で、そこでは引張変形したときに交差すべりを生じると「引張ひずみ」が生じ、青色は比の値が - を示す領域でそこでは「圧縮ひずみ」が生じることを示している。色が濃い方がよりその傾向が強いことを示している。従って、純度 99.99 mass% の $\langle 001 \rangle$ 引張単結晶の 293 K での引張変形においては、交差すべりが起こるとますます引張ひずみが生じ、引張変形が促進されることになる。これは、セル壁の転位密度が低く、転位の絡みがルーズであり、変形応力はひずみ 5% を超えると低い値 22 MPa でほとんど一定になったことによく符合している。試験温度を 77 K にすると、長距離の容易な交差すべりは抑制され、代わって短距離の交差すべりが顕著となり、転位密度は増加し、ひずみ 20% で変形応力は 106 MPa に増加する。99.999 mass% 試験片の 77 K での引張変形でも長距離交差すべりは抑制され、短距離の交差すべりが顕著となり、ひずみ 20% での変形応力は 91 MPa となった。純度が 1 オーダー高くなったことは約 15 MPa の応力の低下をもたらしている。これに対して、前報^{1,3)}において報告した、引張軸を $\langle 111 \rangle$ に設定した純度 99.99 mass% 単結晶の 293 K での引張変形においては、Fig. 9 から上記のシュミット因子の比の値が -1 であり、交差すべりが起こりにくく、しかも交差すべりすると圧縮ひずみが生じることになる。その結果、 $\{111\}$ 面に沿わない (この点が $\langle 001 \rangle$ 引張変形と決定的に異なる) 短距離の複雑な波状すべり模様を示し、変形応力はひずみ 20% で約 70 MPa で、293 K における $\langle 001 \rangle$ 引張の約 3.2 倍であった。

本報の 77 K において $\langle 001 \rangle$ 引張変形した 99.999 mass% 単結晶の変形組織および、前報¹⁾の 293 K および 77 K で変形した $\langle 001 \rangle$ 引張 99.99 mass% 単結晶の変形組織を観察すると、4 つのすべり面で互いにはほぼ均等に交差すべりをし合っている様子が見られるので、8 つの主すべり系がそれぞれの交差すべり系に均等に交差すべりをしたと判断することができる。このような多重すべり変形が $\langle 001 \rangle$ 引張変形の特徴であると見なされる。 $\langle 001 \rangle$ 引張変形に関する従来の研究においては、一つの主すべり系の活発なすべり活動 (幅広いすべり帯) とそれからの顕著な遠隔交差すべり (prominent cross slip) が $\langle 001 \rangle$ 引張の特徴として報告²⁴⁻²⁶⁾されてきた。

アルミニウムの変形集合組織と再結晶粒の作る再結晶集合組織の間には $\langle 111 \rangle$ 軸回転の関係があることを、Liebmann *et al.*²⁷⁾, Kohara *et al.*²⁸⁾, Yoshida *et al.*²⁹⁾, Lücke *et al.*³⁰⁾ および Senna and Lücke³¹⁾ らが報告している。特に、変形マト

Table 2 Classification of recrystallized grains (RGs) in the front surface. RGs are classified according to the <111> rotation axis with respect to the deformed matrix orientation, and the sense of rotation (clockwise (C) or counterclockwise (CC)). No. of RG (rotation angle (degree) for each RG) is listed. Activated slip systems (Schmid factor: m) necessary to produce the rotation of RGs are also shown.

Rotation axis	Sense of rotation	No. of RG (rotation angle in degree (°))	Number of RG	Activated slip systems necessary to rotated RG (Schmid factor: m)
P1	C	14(24), 23(24), 25(39)	3	7 P2D4(-0.41), P3D3(+0.01)*, P4D1(+0.40)* P2D4(+0.41)*, P3D3(-0.01)*, P4D1(-0.40)
	CC	1(22), 5(30), 10(36), 13(38)	4	
P2	C	8(60), 9(46)	2	4 P1D4(+0.40)*, P3D2(-0.40), P4D5(-0.00)* P1D4(-0.40), P3D2(+0.40)*, P4D5(+0.00)*
	CC	26(24), 4(30)	2	
P3	C	15(22), 16(34), 19(23), 24(21), 28(45), 29(55)	6	9 P1D3(-0.01)*, P2D2(+0.42)*, P4D6(-0.40) P1D3(+0.01)*, P2D2(-0.42), P4D6(+0.40)*
	CC	6(45), 17(50), 31(22)	3	
P4	C	18(52)	1	4 P1D1(-0.41), P2D5(+0.00)*, P3D6(+0.41)* P1D1(+0.41)*, P2D5(-0.00)*, P3D6(-0.41)
	CC	2(36), 3(33), 7(50)	3	
RGs not having <111> rotation relationship		RGs No. 11, 12, 20, 21, 22, 27, 30	7	

* Activated slip systems in the present sample.

Fig. 8 Slip systems in an octahedron composed of eight {111} slip planes.

リックスの<111>軸回りに約 40°回転した方位をもつ再結晶粒が優先的に成長することが示されている。また Senna and Lücke³¹⁾ は、<112>および<011>アルミニウム単結晶を、室温でそれぞれ 50 および 15%引張変形した後に焼鈍して得られた再結晶集合組織が、<111>の 4 軸それぞれに時計方向回転および反時計方向回転することを報告している。しかしながら、なぜ<111>の 4 軸全てに 2 方向の回転をする再結晶集合組織(再結晶粒の形成に対応)が存在するのかについては、活動すべり系を考慮した転位論的な説明はなされていない。

再結晶は、変形中にすべり活動し蓄積された転位が、焼鈍において再結晶粒の核を生成し、成長する過程と見なされる。そこで、Inoko⁴⁾, Inoko *et al.*^{5-9,12)}, Kashihara *et al.*^{10,11)} および Okada *et al.*¹³⁾ は、方位制御したアルミニウム双結晶や単結晶を用いて引張変形を行い、変形組織の結晶方位とそこから形成した再結晶粒の方位との関係を調べ、活動すべり

Fig. 9 The ratio of the Schmid factor of the cross-slip system (m_c) to that of the primary slip system (m_p) plotted for various tensile directions of FCC crystal.

系の転位に基づく<111>軸回転再結晶機構を提案した。Fig. 10 は P4 軸回りの時計方向回転をした再結晶粒と活動すべり系の相互作用の様子を示した図である。P4 面を共通の交差すべり面とする活動すべり系 P1D1, P2D5 および P3D6 の転位のうち、少なくとも 2 種類以上で円筒(再結晶核)を取り囲むと、P4 面の法線回りに変形組織(再結晶核の周囲)に対して時計方向に再結晶核が回転することを示している。Fig. 8 に示したように、<001>引張変形は 8 つの主すべり系で同時に変形する対称性の良い変形の例で、Fig. 4 から本報の変形は理想的な変形をしたことが分かる。その変形の対称性の良さから、形成した再結晶粒の方位にも対称性の良い分布が期待される。実際、Table 2 に示すように、再結晶粒の回転軸および回転方向に関して、特定の軸や方向に偏らない対称性の良い結果が得られた。

その特徴は、

- (1) P1, P2, P3, P4 の 4 つのすべり面{111}の法線回りに

Fig. 10 A schematic illustration of $\langle 111 \rangle$ rotation recrystallization model.

回転した再結晶粒が形成したこと

- (2) それぞれの回転軸に対して、時計方向および反時計方向に回転した再結晶粒が形成したこと

である。P1, P2, P3 および P4 軸回りの再結晶核(粒)の回転を作る活動転位の特徴は、まず、主すべり系同士の相互作用はいずれの軸周りの再結晶核をも形成しないので、再結晶粒の形成がすべり帯の交切部の数に比べると非常に少なくなることである。P4 軸を例にとると、時計方向の回転を司るすべり系(カッコ内はシュミット因子)は $P1D\bar{1}$ (-0.41)、 $P2D5$ ($+0.00$) および $P3D6$ ($+0.41$) の 3 組である。 $P3D6$ ($+0.41$) は主すべり系であり活発に活動している。これに対して、 $P1D\bar{1}$ (-0.41) は主すべり系の逆方向にすべるすべり系であり、この系がすべれば圧縮ひずみが発生するので、この $\langle 001 \rangle$ 引張変形の場合は活動するとは考えられないし、活動している形跡は見られない。 $\langle 111 \rangle$ 軸回転再結晶機構によれば、再結晶粒の回転をさせるには、もう一つのすべり系 $P2D5$ ($+0.00$) が局所的に活動したことになる。このすべり系 $P2D5$ は、変形初期から変形末期までシュミット因子がほぼゼロの値をとり、少なくとも変形初期は活動するとは考えられない。しかしながら、変形が進行しひずみ 20% 以上になると、主すべり系の転位の堆積も激しくなって、その応力集中により局所的に活動するようになるようである。シュミット因子ゼロのすべり系が変形の進行とともに活動するようになる例は、これまで数多く見出されている。例えば、アルミニウム単結晶の $\langle 111 \rangle$ 引張変形の場合においては、 $m_c/m_p = -1$ であり、交差すべりをすれば圧縮ひずみが生じ、転位密度が上昇して、変形応力が増加するにも関わらず、局所的に交差すべりは頻繁に生じており、再結晶粒の形成が多い原因になっている^{1,3)}。この単結晶の内部組織を TEM 観察すると、層状のセル群の集団的回転から判断して、 $\langle 111 \rangle$ 軸に垂直な面内の 3 つのシュミット因子ゼロのす

べり系も活動していることが認められる¹¹⁾。また、すべり面 $\{111\}$ を粒界面とするアルミニウム双結晶において、両結晶の主すべり系が活動し始め、粒界にらせん転位が侵入集積する場合は、シュミット因子ゼロの粒界面に平行なすべり系が変形初期から活発に活動する。この双結晶を焼鈍すると、粒界に沿って $\langle 111 \rangle$ 軸回転再結晶機構による再結晶粒が数珠状に形成する⁴⁻⁶⁾。また、引張変形に伴いキンク帯を形成する方位をもつアルミニウム単結晶においては、キンク帯の全域に変形初期の主すべり系 $P1D1$ の活動と、キンク帯形成に伴う圧縮ひずみを生じるすべり系 $P2D5$ の活動が見られ、焼鈍によって多数の再結晶粒が形成される^{7-9,32)}。また、アルミニウム単結晶の $\langle 112 \rangle$ 引張において²⁾、交差すべり系はシュミット因子ゼロであるが活動していることが認められる。以上の 4 つの例からも明らかのように、シュミット因子ゼロのすべり系も、変形の進行とともに局所的に活発に活動すると考えられる。従って、本研究の $\langle 001 \rangle$ 引張単結晶においても、シュミット因子ゼロに近いすべり系が、変形に伴う局所的な方位差により、正負の両方向にすべることにより、再結晶粒の変形組織に対する $\langle 111 \rangle$ 軸回りの時計回転および反時計回転が可能になると見なされる。

5. 結 論

純度 99.999 mass% で引張軸が $\langle 001 \rangle$ のアルミニウム単結晶を液体窒素温度 (77 K) で引張変形し、変形組織(活動すべり系)およびその結晶方位を調べた後、焼鈍し再結晶粒を形成させてその方位と変形組織の方位関係を検討した。その結果を、前報における、純度 99.99 mass% $\langle 001 \rangle$ 単結晶を室温 (293 K) および液体窒素温度 (77 K) で引張変形した結果と比較検討した。また本実験においては、再結晶粒の形成数が多く多重すべり変形の対称性が良いことから、アルミニウムの $\langle 111 \rangle$ 軸回転再結晶において、時計方向および反時計方向の両方向の回転が存在することに対する考察を、これまでの報告を参考にして行った。その結果、次の結言を得た。

(1) 純度 99.999 mass% の $\langle 001 \rangle$ アルミニウム単結晶の 77 K における引張変形の応力-ひずみ曲線は、純度 99.99 mass% のものより約 15 MPa (約 15%) 下へ平行移動したものであった。変形応力はひずみ 20% で 91 MPa、30% では 102 MPa であった。ひずみ 20% における 91 MPa という値は、99.99 mass% の室温 (293 K) 変形における 22 MPa の約 4 倍である。

(2) 室温変形では長距離 (100 μm 以上の場合もある) の交差すべりが顕著であるが、77 K では短距離 (約 2~10 μm) の交差すべりが顕著である。個々の交差すべりは階段的で、ほぼすべり面に近い軌跡をしている 8 つの主すべり系が、それらに対する同じく主すべり系の交差すべりと互いに交差すべりをして、引張変形を促進している。

(3) 最終焼鈍 633 K-180 s で、1 mm² 当たり約 0.17 個の再結晶粒が形成した。

(4) 形成した 31 個の再結晶粒のうち 24 個が、4 つの $\{111\}$ 面のいずれかの法線回りに回転していた。また回転は、それぞれの $\langle 111 \rangle$ 軸について、時計方向および反時計方

向に起こっていた。これは、主すべり系以外のシュミット因子ゼロの4つのすべり系が、局所的に逆方向にすべることによって生じたと考えられる。再結晶粒はその約8割が<111>軸回転再結晶機構で生じたと結論できる。

文 献

- 1) M. Tagami, K. Kashihara, T. Okada and F. Inoko: Mater. Trans. **42**(2001) 2013–2020.
- 2) M. Tagami, K. Kashihara, T. Okada and F. Inoko: J. Japan Inst. Metals **65**(2001) 517–523.
- 3) M. Tagami, K. Kashihara, T. Okada and F. Inoko: J. Japan Inst. Metals **65**(2001) 672–679.
- 4) F. Inoko: *Proc. 7th Riso Int. Symp. on Materials Science*, (Riso National Laboratory, 1986) pp. 373–378.
- 5) F. Inoko and G. Mima: Scr. Metall. **21**(1987) 1039–1044.
- 6) F. Inoko, T. Fujita and K. Akizono: Scr. Metall. **21**(1987) 1399–1404.
- 7) F. Inoko, M. Kurimoto and K. Kashihara: J. Japan Inst. Metals **54**(1990) 642–649.
- 8) F. Inoko and K. Kashihara: J. Japan Inst. Metals **56**(1992) 361–370.
- 9) F. Inoko and K. Kashihara: Mater. Sci. Forum **113–115**(1992) 821–826.
- 10) K. Kashihara, M. Tagami and F. Inoko: Mater. Trans., JIM **37**(1996) 564–571.
- 11) K. Kashihara, M. Tagami and F. Inoko: Mater. Trans., JIM **37**(1996) 572–578.
- 12) F. Inoko, M. Tagami and K. Kashihara: Textures and Microstructures **26–27**(1996) 303–319.
- 13) T. Okada, L. Ikeda, X. Huang, J. A. Wert, K. Kashihara and F. Inoko: Mater. Trans. **42**(2001) 1938–1944.
- 14) K. Kashihara, M. Tagami, T. Okada and F. Inoko: Mater. Sci. Eng. A **291**(2000) 207–217.
- 15) H. Hu: Trans. Metall. AIME **224**(1962) 75–84.
- 16) J. C. M. Li: J. Appl. Phys. **33**(1962) 2958–2965.
- 17) P. A. Beck and P. R. Sperry: J. Appl. Phys. **21**(1950) 150–152.
- 18) J. E. Bailey and P. B. Hirsch: Proc. R. Soc. London, Ser. A **267**(1962) 11–30.
- 19) F. Inoko, M. Kobayashi and S. Kawaguchi: Scr. Metall., **21**(1987) 1405–1410.
- 20) K. Kashihara and F. Inoko: Acta Mater. **49**(2001) 3051–3061.
- 21) T. Okada, X. Huang, K. Kashihara, F. Inoko and J. A. Wert: Acta Mater. **51**(2003) 1827–1839.
- 22) T. Okada, M. Tagami, K. Kashihara and F. Inoko: ISIJ Int. **38**(1998) 518–523.
- 23) T. Okada, W.-Y. Liu and F. Inoko: Mater. Trans., JIM **40**(1999) 586–593.
- 24) U. F. Kocks: Acta. Metall. **8**(1960) 345–352.
- 25) W. F. Hosford, R. L. Fleischer and W. A. Backofen: Acta Metall. **8**(1960) 187–199.
- 26) S. Miura and K. Hashimoto: J. Mater. Sci. **15**(1980) 2550–2558.
- 27) B. Liebmann, K. Lücke and G. Masing: Z. Metallk. **47**(1956) 57–63.
- 28) S. Kohara, M. N. Parthasarathi and P. A. Beck: Trans. Metall. AIME **212**(1958) 875–881.
- 29) H. Yoshida, B. Liebmann and K. Lücke: Acta Metall. **7**(1959) 51–56.
- 30) K. Lücke, R. Rixen and M. Senna: Acta Metall. **24**(1976) 103–110.
- 31) M. Senna and K. Lücke: Z. Metallk. **67**(1976) 752–757.
- 32) F. Inoko, T. Okada, M. Tagami and K. Kashihara: *Proc. 21st Riso Int. Symp. on Materials Science*, (Riso National Laboratory, 2000) pp. 365–370.