單結晶による亜鉛の壓延聚合組織の研究*

五 弓 勇 雄** 鈴 木 壽**

Isao Gokyo and Hisashi Suzuki : On the Crystal Orientation Developed by Progressive Cold-Rolling of Zinc Single Crystals. No study has ever been published describing the preferred orientations developed in single crystals of zinc as the results of systematic cold-rolling treatments. The changes in oriented structures produced are shown in this paper: Several kinds of single crystals of zinc (99.99 % purity) having different orientations are cold-rolled progressively to reduction from about 50 to 90 %. The results obtained are as follows: (a) At about 50~60 % cold-rolling reduction, four separate non-symmetrical poles corresponding almost to preferred twinned orientations are, in the basal pole figure, added to the pole of ideal rolling texture, (b) and at about 80 %, these poles are diffused and changed each other towards the transverse and the central directions respectively, that the central pole showing ideal texture becomes greater in density of crystal population, (c) but at about 90 % or more, the texture is again apart from the ideal and the crystals relating to twinned positions have largely but continuously been distributed around the axis of the rolling direction, (d) the $\{0002\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ texture is not always impossible as substable one, (e) these structures and their changes are rationalized by the fundamental mechanism of deformation, i. e. slip rotation and twinning of zinc crystals.

(Received December 4, 1963)

I. 緒 言

著者等は従来より稠密六方晶金属の變形組織について研究しているが、稠密六方晶金属の變形組織は最稠密球充填の構造を示す軸比 $c/a=1.633$ に近いマグネシウム ($c/a=1.624$) を界にして、軸比の大小により二大別されることを認めている。亜鉛およびカドミウムは $c/a>1.633$ の一群に属する。これらの中の多結晶亜鉛の壓延組織につい

ては従来種々の研究が行われている⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾⁽⁶⁾。その結果亜鉛の壓延組織は $\{0002\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ であり、しかも底面が壓延方向に壓延面に對して $20\sim 25^\circ$ 傾いているものとさ

- (1) E. Schmid and G. Wasserman, Z. Metallk., **23** (1931), 87.
- (2) V. Caglioti and G. Sachs, **11** (1932), 1.
- (3) M. A. Valouch, Metallwirt., **11** (1932), 165.
- (4) H. Mark, Z. Krist., **61** (1925), 75.
- (5) T. A. Wilson and S. L. Hoyt, Trans. AIME., **78** (1928).
- (6) 五弓, 鈴木, 本誌, **18**(1954), 236.

** 東京大學工學部冶金學教室

* 1952 年 4 月本會東京大會に發表。

れている。しかしこれらの結果は多結晶亜鉛についてのものであり、かゝる聚合組織の発生機構も解明せられておらず、また単結晶亜鉛についての結果すなわち亜鉛単結晶を壓延し段階的に壓延組織を検討した結果は見當らない。低壓延度の際の単結晶の格子歪變化については既に明らかにしているので(7)本報では各方位の単結晶試料を用い、壓延度約 50% 以上の場合について、壓延度の増加とともに壓延組織が如何なる變化をするかなどを實驗し、 $c/a > 1.633$ の稠密六方晶金屬の壓延組織を解明する基礎とした。

II. 試料および実験方法

試料は 99.99 % 純度の亜鉛鑄塊に 90 % 以上の壓延加工を行い、この壓延鋅から所定の寸法の引張試験片を作り、これを 150°×30 min 焼鈍後歪焼鈍法によつて作った 0.5 mm 厚のものである。單結晶の大きさは 15~30
→C. D. 1 2

mm 直径のものであつたので稀硝酸を用いて試料を切りつた。次に各種方位の単結晶試料を順次ハンド・ロールにて壓延し、各試料とも各壓延段階において極點圖法による壓延聚合組織の検討を行つた。この時の加工温度および X 線撮影時の温度は $8\sim 10^{\circ}$ であつて、加工および撮影時以外は $0\sim 2^{\circ}$ に試料を保ち試料の取扱ひには終始充分の注意を拂つた。加工度およそ 50 % 以下であれば加工度の増加とともに變化するラウエ寫眞の解析から、各場合の壓延組織が推定出來たので、ラウエ寫眞の解析が不可能となるところのおよそ 50 % 以上の加工度において本實驗を行つた。低加工度の場合の壓延組織については後報にゆずるが、高加工度の場合には選擇双晶方位乃至複合双晶方位*の副方位が特に注目された。

Table 1 には実験に用いた 5 種の試片の厚み, 壓延段階はその壓延度が示されている. たとえば試片 A-R とは壓

Photo. 1 X-ray transmission patterns of A, B and C specimens, cold-rolled approximately 50~65%. These taken with Cu-target tube. Beam perpendicular to sheet surface (1 and 3), and perpendicular to cross direction at 68° to rolling direction (2 and 4).

Table 1 Specimens used in this study.

Rolling stage Specimen and initial thickness(mm)		Reduction of thickness (%)			
		O	P	Q	R
A	0.250	52.0	64.0	80.0	88.0
B	0.250	52.0	64.0	80.0	90.0
C	0.240	50.0	62.5	79.0	89.5
D	0.305	54.0	70.5	85.2	—
E	0.315	55.6	73.8	84.2	—

(7) 五弓, 鈴木, 1951 年 10 月本會神戸大會に發表.

延前 0.250 mm 厚の単結晶試料 A を 88.0 % 冷壓したものと謂である。5 種の試料の方位を **Fig. 1** に示した。図中の × および ○ 印は試片の壓延方向および法線方向を

* 亜鉛においては双晶面は $\{10\bar{1}2\}$ 面で六面存在するがほぼ $\{0002\}$ //壓延面, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ //壓延方向の結晶を壓延する場合、横方向の双晶は発生せず残りの四双晶が同時に生じた場合、複合双晶といえ、1乃至2双晶を生じた場合僅生双晶といふ。

表わす。試料の方位が偏在して遺憾であつたが、これは亜鉛の粗大粒組織⁽⁸⁾によるものである。

壓延方向と $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向とは僅かずれていることがわかり、また双晶方位の極點が非對稱的である。以上の

Fig. 1 Orientation of specimens used; cross and open circle representations indicate rolling and normal directions of sheet specimens respectively.

X線撮影條件は $\text{CuK}\alpha$, 40 kV, 6 mA, 1 hr 露出であつた。デバイ輪上の集積の濃淡は目測的に見積つたが、試片による吸収の影響は充分考慮した。六方晶金屬の壓延および再結晶組織などを正確に定めるには底面の極點圖以外に柱面あるいは錐面の極點圖の何れかが必要である。底面の分散がわかっても方向性が不明であるためである。本報では底面だけの極點圖を示したが、以下に掲げたデバイ寫眞によつてその間の説明を行うことにした（六方晶の變形組織を示すデバイ輪上の集積は一般に不明瞭であるが本實驗の場合は極めて明瞭であつた）。

III. 實驗結果および考察

Photo. 1 に一例として A, B および C 試片の O および P 壓延段階において X 線を試片に直角および試片の横方向を軸として 22° 回轉した場合の 2 枚づつの寫眞を示した。各試片についての實驗結果は次の通りであつた。

1. A 試片

本試片の初期方位は壓延面に對する底

面の傾角 13° であり、 $\{0002\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ に近い (Fig. 1)。これを 52.0 % 壓延した A-O 試片では、從來見出されなかったことのない異質な壓延組織を示す (Fig. 2 (1), Photo. 1-a (1, 2))。かかる組織が中間組織であり、壓延度の増加とともに漸次安定組織へと變化することは以下に述べるが、この組織はほぼ理想壓延組織に複合双晶完了後の 4 ケの双晶方位が個々に加わつた形状である。なお極點圖中に画いた双晶方位を示す○印から、

Fig. 2 Basal plane pole figures for A, B and C specimens, cold-rolled approximately 50~90%. Open representations, twinned orientation.

事柄を X 線寫眞から説明する。直角投射の a (1) 寫眞の $\{0002\}$ 輪上にはそれぞれ分離した 3 ケの集積 (就中 2 ケが明瞭) があり、既述の極點の分離がわかる。またこれら集積位置はここに示さなかつたが、ラウエ寫眞における双晶の底面の痕跡方向と良い一致を示す。同寫眞の柱面乃至錐面の輪上の集積は、底面が試片面にほぼ平行しかも壓延方向と $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向が既述の如きずれを有することを示す。a (2) から同様なことがわかり、また双晶方位の極點の存在領域が明らかにされる。次に 64.0 % 壓延度の

(8) 五号, 鈴木, 本誌, 18 (1954), 282.

A-P 試片は Fig. 2-(2) に示す壓延組織となる。a (3, 4) の柱面および錐面の輪は前段階より一様に黒化した a (3) には底面の輪上の集積の黒化すなわち双晶方位を持つ結晶の減少が認められて、比較的組織が無秩序になったように見える。これは副方位すなわち双晶方位に該当する結晶の主として迂り回轉に依存するがこの點は後記する。他方 a (4) は壓延方向に對し左右の極點が互に近接し合うよう加工中結晶の方位變化のあつたことを示しており、また柱面乃至錐面のデバヤ輪上の集積が明瞭化して中央の極點がより濃密になったことが判る。かくて本試片は前試片より一層 $\{0002\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 壓延組織に近接している。次に壓延度 80.0 % および 88.0 % の A-Q, A-R 試片では紙面の都合上 X 線寫眞を省略して $\{0002\}$ 極點圖を Fig. 2-(3, 4) に示した。かかる壓延段階では加工中の再結晶が著しく、また副方位は依然存在する。80.0 % 壓延度における副方位は非對稱のまま残存してをり、88.0 % 壓延度では再びこれが増加してくる。従つて高加工度における副方位は低加工度のそれとは異り、これは加工時再結晶粒の双晶變形に基く双晶方位によるが詳細は後報にゆづる。加工度およそ 80 % 以上においては壓延方向と $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向とがよく一致し、80 % 程度の壓延度において從來認められている。壓延組織に最も近接するものの壓延度は高純試料のためである。

2. B 試料

加工前の方位は最も理想壓延方位に近い。52.0 % 壓延度の B-O 試片の壓延組織は左右の極點が二次黒化部分により連續して、壓延組織の形成が A-O 試片より進んでいる (Fig. 2-(5), Photo. 11-b (1, 2)). これは初期方位に依存して A-O 試片よりも低壓延度において双晶を生じ、この一次双晶の方位變化がこの加工度においてすでに現われたためである。しかし壓延組織は質的に A-O 試片と同一である。壓延度 64.0 % の B-P 試片では極點圖中 M の濃密化が認められた以外は前述の變化と同様であつた (Fig. 2-(6), Photo. 11-b (3, 4)). 壓延度 80.0 % の B-Q 試片はほとんど理想的 $\{0002\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 組織を示し、90.0 % の B-R 試片では再び副方位を生じた。これらの組織は前試片とは同様であつたので省略した。

3. C 試片

A, B 試片の 50~65 % 壓延度では壓延方向と $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向とが僅かにずれていた。C 試片では 50.0~62.5 % において壓延方向と $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方向とが平行な $\{0002\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ 組織となつた (Fig. 2-(7, 8), Photo. 11-C (1, 2, 3, 4)). かかる組織は $c/a < 1.633$ の Be, Ti, Zr などに見出⁽⁹⁾されており、亜鉛にては迄迄報告がない。しかしさらに壓延して 79.0 および 89.5 % 壓延度にすれば、これら組織は通常の組織に變化するので上記組織は低加工度に見られる一種の中間加組織である。これは低壓延度にて $[1\bar{1}20]$ および $[2\bar{1}10]$ 方向への二重迂りを生じ、材料

の流れ方向が近似的に $[10\bar{1}0]$ 方向に一致したためである。D, E 試片は A, B 試片と大體同様であつたので説明を省略する。

以上の如く何れの試片においても壓延度に依存して壓延組織の規則的變化が認められた。しかし極點圖の變化からは加工中の個々の結晶の舉動を知り得ない。一方亜鉛の

變形機構からこれらを推察し得るので次に簡単な説明を加える。

Fig. 3. Basal plane pole figure indicating some twinning reorientations possible during rolling processes.

變形機構からこれらを推察し得るので次に簡単な説明を加える。Fig. 3 に双晶による亜鉛結晶底面の方位變化の有様を模型的に描いた。圖中 A 領域は迂りにより結晶が方位變化して到達した領域であり、さらに D 領域に入ると直ちに双晶を形成し、B 或いは C への方位變化を行う。この時 B 領域は優先または複合双晶方位に該当しており、壓延による試料の形状の變化を考慮すればかかる双晶が當然起り得る (壓延變形においては板厚の減少と壓延方向への板の伸長とが同時になされる故、壓延中生ずる双晶はこれら條件を満さねばならぬ)。このことは低壓延度の場合ラウエ寫眞の解析により確認しており、また 50~65 % 程度の壓延度にては本報からも明らかである。なお壓延中横方向への巾擴りを考慮すれば、C 領域への方位變化も僅か期待し得る。次に B 或いは C 領域の結晶は前述の理由に基き、A, D 領域へ双晶變形によつては方位變化し得ず迂りに伴う結晶の回轉によらねばならないと推測される。

以上の考察によりおよそ 50~60 % の壓延度において、 $\{0002\}$ 極點圖中に分離して見られた極點は、一次の優先或いは複合双晶による副方位であり、かかる副方位をとる結晶は壓延度の増加とともに漸次迂り回轉を行つてその方位を變化し、極點圖中央の $\{0002\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 組織を示す極點に移行して、理想壓延組織形成に寄與すると考えられる。亜鉛壓延板の $\{0002\}$ 極點圖において、上下 2ヶ宛 4ヶの半島状の一次黒化が存在するが、これらは副方位の極點が中央部に移行したものである。またおよそ 80 % 以上の高加工度において再び副方位を増加するのは、加工時再結晶組織が壓延組織に近似であるという著者等の實驗結果⁽¹⁰⁾より、これら再結晶粒の双晶變形に依存していると考えられる。

IV. 總 括

亜鉛の單結晶試料について、壓延度およそ 50 % 以上の場合、壓延度の増加による壓延組織の變化を X 線的に検討して次の結果を得た。

(1) 何れの試片も初期方位に關係せずおよそ 50~60

(10) 五弓, 鈴木, 堀内, 1953年4月本會東京大會に發表。

(9) 五弓, 鈴木, 關, 本誌, 18 (1954), 149 その他。

%壓延度において $\{0002\}$ 極點圖は優先乃至複合双晶による 4 ケの極點と理想壓延組織に該當する極點と計 5 ケの極點から成る中間壓延組織を示す。そしてこの 4 ケの極點は前後左右非對稱であり、その中何れかの極點が消滅することもある。

(2) およそ 80 % 壓延度に達すれば壓延方向の左右にある $\{0002\}$ 極點が 2 ケ宛接近し合い、その濃密度を減じて行くと同時に中央の極點方向への移動が認められる。そして、極點圖は對稱性を高め、理想壓延組織に近づいて來る。

(3) 亜鉛壓延板の $\{0002\}$ 極點圖に特有な、双晶方向へ伸びた 4 ケの黒化は副方位に概當する極點の移動して來たものである。

(4) およそ 90 % 壓延度において加工時再組晶が著しくなり、組織は再び理想壓延組織に加えて副方位を生じて來る。この副方位は壓延横方向に連續して擴がる。

(5) 以上の壓延組織は亜鉛結晶の變形機構より説明出来る。

(6) なお特別の場合には中間組織として $\{0002\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ 組織の存在が認められた。