壓延加工せる Al 単結晶板の二次再結晶について (第 3 報)*

大河原 謙 二 郎**

Kenjiro Okawara: Study on Secondary Recrystallization of Cold-rolled Alu-minium in Single Crystal (3rd Report). Single crystals in nearly (111), (100) and (110) orientation were cold-rolled by 50, 75 and 90% and were annealed to produce both primary and secondary recrystallization structures. A detailed study of the change in grain size and in orientation was made using light figure, etch pit and X-ray method. When (111) specimens were cold-rolled by 75% and annealed for 60 min at 300°, the primary recrystallization produced a fine-grained structure with a high percentage of primaries in one preferred orientation, and when annealed for 2hrs more at 600°, relatively large primary grains in orientations deviating markedly from the primary recrystallization texture grew into secondary grains having specific preferred orientations. On the other hand, when (111) specimens were annealed for 2hrs at 600° directly after being cold-rolled by 75%, the secondary of the same orientation as the matrix were very often found and this phenomenon seems to mean that low-energy polygonized grain grow rapidly into secondary at the expense of the adjacent strained grains. Therefore, not only the grain boundary energy but also the internal strain energy seems to play an important role for the secondary recrystallization.

(Received November 24, 1955)

I. 緒 言

前報⁽¹⁾⁽²⁾において Al 単結晶板を 75% 壓延後 600°×2 hr 焼鈍せる際、著しい粗大化現象を呈せる (111) 近傍方位試料と、全くかゝる現象を呈しない (100) および (110) 近傍方位試料の壓延過程並びに焼鈍過程における諸性質變化を調べ、それらの結果について、發表した。その結果、X-ray photo. によれば (111) 近傍方位試料のみは、300°

焼鈍による一次再結晶後も極めて鮮鋭な聚合組織を呈していることがうかがわれた。

これは、粗大化現象と関連して、注目に値する現象である。著者は引續きこの現象の解明について研究を續けているが、今回は上記代表的三方位 (111), (100), (110) 近傍方位試料の壓延、再結晶過程における方位並びに組織の變化について研究した結果を報告する。

II. 實 驗 試 料

試料としては 99.996% 純度の Al を用い、再結晶法により作つた単結晶板より所要の方位のものを切出した。

その化學分析の結果は Table 1 の如くである。

** 東海金屬株式會社

* 1955 年 10 月本會金澤大會に發表

(1) 大河原, 本誌, 19(1955), 555.

(2) 大河原, 本誌, 19(1955), 558.

Table 1 Results of chemical analysis of metal used.

Impurity	Al	Fe	Si	Cu	Mg	Mr.	Ti
Metal							
Aluminium	99.996	0.001	0.002	0.001	none	trace	none

III. 實驗結果

實驗に使用せる試料の結晶方位は、Fig. 1 の標準ステレオ三角形内に示す如くである。

Orientation of the plane parallel to the rolling plane.

Orientation of the direction parallel to the rolling direction.

Fig. 1 Orientation of specimens used.

1. 壓延聚合組織

(111), (100), および (110) 近傍各方位の單結晶板を50, 75, 90, 各 % 壓延せる際の平均結晶方位を光像法並びに蝕像法により調べた結果は、Fig. 2 および Photo. 1 に示す如くで、(111), (100), (110) 三方位の試料ではその壓延聚合組織に明瞭な相違が見られ、壓延度による結晶方位變化は、まず壓延面に平行な面方位は、(111) group 試料では壓延度の増すに従つて(111) より (5910) を経て (156) に向い、75 % Red を超えると反轉して (123) 方位へ近づいて行くようであり、(100) group 試料では、

Fig. 2 Average orientation of cold-rolled texture.

single crystal

30% redu.

50% redu.

75% redu.

90% redu.

Upper: Specimen No. 5 (111) Under: No. 25 (100)

($\times 100 \times 1/2$)

Photo. 1 Change of the shape of etch pits due to cold rolling.

(100) より (113) を経て前者と同じく (123) 方向へ向い、90% Red で (236) 方位へ達している。また (110)

す。圖中實線の円は壓延面方位、點線の円は壓延方向方位を表わし、かつその集合度の大きさに應じて、實線の円の大きさを変えて示した。これら main-component の方位はいずれも、もとの結晶格子に對して [111] 軸の周りに 20~40° 回轉した關係にある。なお圖には各 main-component の大凡の集合度を面積%で示したが、これによると 75% 壓延せる (111) group 試料の一次再結晶組織のみは、(156) 型方位粒子の集合度が 96% におよび極めて鮮鋭な組織を示している。これは特に注目する現象であり、また前報⁽²⁾X-ray photo. の結果と極めてよく一致するものである。

Fig. 3 (111) Pole figure for the texture of 75% rolled Al single crystal.

group 試料では (156), (123) を経て (225) 方位へと變化している。一方壓延方向の方位は、單結晶狀態の壓延方向の方位にあまり關係なく、(111) group では $\langle 5910 \rangle \rightarrow \langle 456 \rangle \rightarrow \langle 223 \rangle \rightarrow \langle 223 \rangle$, (100) group では $\langle 233 \rangle \rightarrow \langle 456 \rangle \rightarrow \langle 236 \rangle$, (110) group では $\langle 126 \rangle \rightarrow \langle 113 \rangle \rightarrow \langle 112 \rangle \rightarrow \langle 157 \rangle$ と變化している。さらに光像法並びに蝕像法による聚合組織の決定を check する意味で、(111) および (100) group 75% 壓延試料を、X-ray により調べたところ、Fig. 3 に (111) 極點圖形で示した如く、前記の結果とよく一致しており、これらはこれまでの研究結果⁽³⁾⁻⁽¹³⁾による多結晶 Al の壓延聚合組織のそれぞれ一部分を形成していると考えてよいと思われる。

2. 一次再結晶聚合組織

次に上記 50, 75, 90 各 % 壓延せる試料を 300° × 1hr 焼鈍せる際に得られた一次再結晶組織の main-component の方位を、蝕像法により統計的に決定した結果を Fig. 4 に示

Fig. 4 Orientation of main components of primary texture. (Annealed 1hr at 300° after various % cold rolled)

- (3) Owen, E. A. & G. D. Preston, Proc. Phys. London., **38**(1926), 132.
- (4) Vargha, G. V. u. G. Wassermann, Metallwirtsch., **12**(1933), 511.
- (5) Göler, Frhr V. u. G. Sachs, Z. Phys., **56**(1929), 477.
- (6) Thewls, J. Phil. Mag., (7) **10**(1930), 953.
- (7) Burgers, W. G. u. J. L. Snock, Z. Metallk., **27**(1935), 158.
- (8) Göler, Frhr V. u. G. Sachs, Z. Phys., **41**(1927), 873.
- (9) Barrett, Structure of Metals.
- (10) 麻田, 小池, 輕金屬, **5**(1952), 35.
- (11) H. Hu & P. A. Beck, Trans. AIME, **188**(1950), 1214.
- (12) 五弓, 阿部, 本誌, **16**(1952), 534.
- (13) C. G. Dunn, Acta Met., **2**(1954), 386.

Fig. 5 Orientations of main components of secondary texture. (Annealed 2 hr at 600° after 75% cold-rolled)

により測定した結果を Fig. 5 に示す。これによると大略 secondary の方位は $\{156\} \langle 456 \rangle$ および $\{113\} \langle 456 \rangle$ 型方位によつて代表せられるが、この二つの型の方位は、その一次再結晶中にすでに存在しており、特に前者はその main-component である。すな

わち, secondary の方位は primary の方位と極めて密接な関係にあることが判る。

一方 (100) group 試料を 75 % 壓延後 $600^{\circ}\times 2\text{ hr}$ 焼鈍せるところ, 前記の如く secondary の発生は見られなかつたが, その組織は壓延組織からの残留方位粒子が消滅して [111] 軸回轉關係方位の粒子の生長が見られ, 特に立方體方位の増加が顯著に觀察され, その集合度は約 60 % に達した。

4. Primary の発生および生長の過程

以上の實驗より粗大化粒子の方位が, primary の方位と極めて密接な関係のあることが知られたので, この間の關係をさらに詳しく調べるため (111) および (100) 近傍方位試料を, 75 % 壓延後 300° で 15 min および 60 min, 續いて 450° で 1 hr, さらに 600° で 2 hr 焼鈍して primary の発生並びにその成長過程を肉眼並びに蝕像法により調べた。實驗結果の一例を Photo. 2 を示す。

Photo. 2 Changes in the grain structure produced by annealing.

これによると, まず (111) 近傍方位試料では, $300^{\circ}\times 15\text{ min}$ 焼鈍まではその再結晶組織は壓延組織の残留によつて形成され, 極めて微細な粒子の集合状態を呈しているが, $300^{\circ}\times 60\text{ min}$ 焼鈍によつて試料の 2ヶ所に matrix 粒子より稍々成長して大きくなつた (113) 型, 並びに (223) 型方位粒子が現れ, さらに $450^{\circ}\times 60\text{ min}$ 焼鈍によつてこれらの方位粒子は大きく成長し, matrix 中であつて傑出してくる。

これをさらに $600^{\circ}\times 2\text{ hr}$ 焼鈍すると, Photo. 2(e) に示す如く (113), (223) 型方位の secondary 発生が見られた。

このうち, (223) <678> 型方位 secondary の出現に關しては, 壓延後直ちに 600° 焼鈍せる際にはあまり見られなかつた現象で, これは高温で焼鈍する前, 低温で長

時間焼鈍せるため, 比較的正常的な變化, すなわち主として結晶粒相互間の方位差に基因する grain growth が起つた結果生じたものではないかと考えられる。

一方 (100) 近傍方位試料ではすでに $300^{\circ}\times 15\text{ min}$ 焼鈍によつて, (100), (113), (156) 型その他, 分散方位の再結晶粒子が発生混在しているのが見られ, $300^{\circ}\times 60\text{ min}$ 焼鈍では [111] 軸回轉關係の方位粒子が稍々増加し壓延組織からの残留方位粒子が減少しているのが見られたが, $450^{\circ}\times 60\text{ min}$ 焼鈍においては, 各方位粒子は比較的一様に揃つて大きくなり, $600^{\circ}\times 2\text{ hr}$ 焼鈍では前記の如くさらに立方體方位粒子の成長が見られ, その増加が顯著に觀察された。

以上 (111), (100), 兩方位近傍試料の primary の発生並びにその成長過程において, 特に兩者の相違點として顯著な現象は, primary texture が前者においては極めて微細粒でかつ, 鮮鋭な組織であるに反し, 後者においては粒子が一様に揃つて大きく, かつ比較的多数の方位粒子が殆んど同時に発生していることである。前者の如き鮮鋭な組織中に (113) 或いは (223) 型方位の如く matrix に對し [111] 軸 $20\sim 40^{\circ}$ 回轉の方位關係を有する粒子が weak な component として発生し, かつ matrix 粒子に對して際立つて大きな粒子となつていとき, この種方位粒子が高温において焼鈍されたとき secondary へ成長することは容易に期待できるのであつて, このことは Fe-Si 單結晶を使用しての C. G. Dunn⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾ の結果とよく一致するのであり, これもやはり oriented nucleation growth selectivity theory によつて説明されるのではないかと考える。しかし一方 matrix と同じ方位の (156) 型方位 secondary の発生についてはどう考えるべきであらうか, もつとも簡単な考え方としてすでに低温において, polygonization より生じた低エネルギーの核が, 温度の急上昇と共に周囲の deformed material を喰つて成長, 一気に secondary まで進行したとする考え方がある。

すなわちこの場合かゝる方位の secondary 発生 の要因として, 再結晶粒成長速度の異方性とか粒界エネルギーとかを挙げるのみならず, moving force として歪エネルギーも考慮に入れた方がよいのではないかと考えるのである。

IV. 總括

以上總括すると, まず (111), (100), (110) 近傍方位單結晶を壓延すると各々その壓延組織は, 多結晶 Al の壓延組織のそれぞれ一部分に相當する如き特異の方位 texture をとり, さらにこれを焼鈍すると matrix に對し大體 [111] 軸 $20\sim 40^{\circ}$ 回轉關係にある方位の再結晶粒子が発生するが, 75 % 壓延後 300° にて焼鈍せる (111) 近傍方位試料のみは殆んど壓延組織そのままの極めて鮮鋭なかつ微細粒の組織を呈し, これをさらに $600^{\circ}\times 2\text{ hr}$ 焼鈍すると, この鮮鋭な組織中であつて matrix に對し [111] 軸 $20\sim 40^{\circ}$ 回轉の方位關係にあり, かつ matrix の粒子に較べ比較的大

(14) C. G. Dunn, Acta Met., 1(1953), 163.

(15) C. G. Dunn, Acta Met., 2(1954), 173.

きな粒子に成長している (113) および (223) 型方位の粒子が, matrix を喰つて成長を続け secondary へと發展する. 一方 75 % 壓延後直ちに $600^{\circ} \times 2\text{hr}$ 焼鈍せる (111) 近傍方位試料では matrix と同じ方位の secondary の發生が多く, これは polygonization から一気に secondary ま で成長したものと考えられる. いずれにしても早期に形成

された primary が, matrix または他の方位 primary を喰つて成長し, secondary になるようであるが, この moving force としては粒界エネルギーのほかに歪エネルギーも考慮に入れなければならない.

終りに本研究遂行に際し, 終始御指導御鞭撻を賜つた東京工大山田教授に厚く感謝の意を表すると共に, 實驗に際し熱心に協力された柴田君並に 井田倉君に深謝する.