α 黄銅圧延材の圧延組織と弾性異方性*

和 泉 修** 門 馬 堯 義**

Osamu Izumi and Takayoshi Monma: Rolling Structure and Elastic Anisotropy of Cold-rolled α Brass.

The change in elasticity with rolling reduction of 70/30 brass was measured in three directions of the rolled plate, namely, parallel, diagonal and transverse to the rolling direction. The whole reduction range up to 90 % was divided into three stages by the types of the anisotropy. At the low reduction range up to about 40 %, the parallel direction showed the maximum elasticity value of the three directions, showing a peak value at the reduction of 20~30 %. This change was thought to be due to a geometrical inhomogeneity of strain distribution found especially in a coarse-grained material at the grain boundaries or at the band-shape regions existing along the rolling direction, rather than to a crystallographic directionality. At the high reduction range beyond about 70 %, the developments of the rolling texture and flaw-like strain markings produce a high elasticity value in the transverse direction, and a low one in the others. The intermediate reduction range probably represents a transitional stage between the two shown above. The abnormal work-hardening, previously pointed out by others, was also discussed in relation to the results of the experiment.

(Received December 4, 1957)

I. 結 言

すでに報告したように⁽¹⁾, α 黄銅の圧延に伴う組織変化は初期の結晶粒内のりから加工度の増加と共に次第に複雑となり, 高加工度に到つて結晶粒界とは無関係に圧延方向と一定の方位関係を持つ顕著な歪模様の発達へと移行する. そして圧延による加工硬化曲線から各加工段階の変形機構に不連続性があることはすでに指摘された通りである⁽²⁾⁽³⁾⁽⁴⁾. この一連の変形機構を加工組織学的に検討し, 低温焼鈍や普通焼鈍(再結晶, 結晶成長)などの現象関係を求めることは実用的見地からいつでも興味ある問題と思われる.

本問題追究の手段として今回は弾性異方性を選んだ. 何となれば弾性測定によつて多結晶材料の変化を総合的かつ鋭敏に検知することが出来, また試験方法が試料自体に何ら塑性歪みを加えないので変化の本質的な姿を量示し得るからである. 勿論弾性異方性を決定する因子は殊に加工材にあつては複雑であり, 単に結晶学的方位関係から論ずることは不可能に近い. 本稿においては観察された組織を基盤とし, 測定結果を考察するように心掛けた. また加工材のみならず後報において焼鈍硬化, 再結晶, 結晶成長などを含む熱処理範囲にまで触れるのは, 若しそれらの間に何らかの関連性が見出されたなら焼鈍硬化や再結晶の理論解明に, 或いは伸銅品の結晶粒度調整技術確立に有効な対策を求め得るであろうとの目算に他ならない.

II. 実験方法

1. 試 料

** 東北大学金属材料研究所

* 1957 年 10 月本会戸畑大会に発表

(1) 和泉: 本誌, 21(1957), 628; 632.

(2) M. Cook, T. Ll. Richards: J. Inst. Metals, 69 (1943), 351.

(3) 川崎: 本誌, B-14(1950), 41.

(4) 五十嵐, 根元: 本誌, B-15(1951), 599.

市販純度の 70/30 黄銅を結晶粒度調整を行いつつ適当な厚さまで中間工程で圧減し⁽⁵⁾, 仕上前焼鈍を 500° と 750° の 2 種の温度で行つて微細結晶材(結晶粒度 0.026 mm)と粗大結晶材(結晶粒度 0.3~0.4 mm)とを作り, それぞれ最終加工度 10, 20, 30, 40, 50, 70, 90 % で 0.5 mm 厚の板に仕上げた. なお圧延はすべて一方圧延である. 次いで圧延方向に対し 0°, 45°, 90° の 3 方向に試験片を切り取り, 寸法を 5×10 mm² に精密平削仕上げした.

2. 組織観察

(1) 顕微鏡組織

正磷酸溶液で電解研磨並びに腐蝕し, 次いで塩化第 2 鉄溶液で化学的に再腐蝕して検鏡した.

(2) X 線組織

50 % HNO₃ 溶液に浸漬して薄くした内部組織の試料はそのまま浸漬し, 表面組織の試料は片面にエナメルを塗り浸漬した後シンナーで塗料を除去した. 撮影は CuK α を用い, 30 kW, 15 mA, 1 hr の条件で行つた.

3. 弾性測定

測定は静電駆動による共振法により行つた. 装置の概略を Fig. 1 に示す. すなわち試料の基本振動の node の位置(試料の長さを l とすれば両端から $0.22418 \cdots l$ の個

Fig. 1 Schematic diagram of resonance method.

(5) 鳥羽, 和泉: 黄銅圧延材の結晶粒度調整に関する研究, 伸銅月報, (1956), 3~6 号.

所)を極細線(0.015 mm ϕ の黄銅線)で支え、試料の一端の駆動電極を通して静電駆動法にて横振動を与え、他端のピックアップ電極から周波数変調方式の増幅器で振幅に比例する変化を取出して陰極線オシログラフにより最大振幅になった時の振動数すなわち共振振動数を読みとる。この場合試料の弾性率 E と基本波共振周波数 f_0 との間には次の関係が成立する⁽⁶⁾。

$$E = (4\sqrt{3}\pi)^2 l^4 \rho f_0^2 / (4.73)^4 t^2 \\ = 0.9464 l^4 \rho f_0^2 / t^2$$

E : 弾性率 (dyne/cm²), f_0 : 基本周波数 (cycles/sec)

l : 試料の長さ (cm), t : 試料の厚さ (cm)

ρ : 試料の密度 (g/cm³),

従つて大体 E は f_0^2 に比例するものと考えられるので、本稿の測定結果はすべて f_0^2 を以て示した。 f_0 の測定には他に一端固定の振動子を用いた振動子制御発振法⁽⁷⁾でも行つたが、本実験におけるが如き薄板試験片の場合、試料の固定方式になお工夫の余地が認められたので、装置の説明並びに測定結果は省略する。

III. 実験結果並びに考察

1. 組織

圧延に伴う組織の変化はすでに報告⁽¹⁾したので詳述を避ける。低加工度では個々の結晶粒内における easy glide による単純なじり線が発達するが、加工度が増えるとじり線はゆがみ、また conjugate slip の発生などにより組織は複雑化する。後者の加工度は微細結晶材で約 20~30%, 粗大結晶材では約 30~40% である。また低加工度材では圧延方向に平行に細長く伸びる不均一な強歪帯や herring bone 状の変形帯が認められる。これらは粗大結晶材で顕著である。例を Photo. 1 に示す。不均一に強歪帯が存在することはこの部分に沿つて再結晶が先行することからも

×50

Photo. 1 Inhomogeneously strained band observed in cold-rolled 70/30 brass, reduction: 30%, coarse-grained specimen, rolling direction: horizontal.

判定される(Photo. 2)。また結晶粒界でも再結晶が先行するので粒界も不均一に強歪部となつておると考えられる。歪

×50

Photo. 2 Beginning of nucleation in 70/30 brass plate, cold-rolled 30% and annealed at 350° for 1hr, coarse-grained specimen, rolling direction: horizontal.

分布の不均一性は加工度が高くなるにつれて減少する。加工度が約 50% になると低加工度における個々の結晶粒内のじりによる変形は殆んど飽和段階に達し、さらに加工度が高まるにつれ、もとの結晶粒界或いはじり線を横切つてひび割れ状の歪模様が発達する。この模様は波状、枝分れ状を示すが大体圧延面にあつては圧延方向に直角、縦断面にあつては圧延面に 30~40° の傾斜をなして発達する(Photo. 3)。一方 X 線写真をみると低加工度材では方位の分散が大で集合組織を決定することは困難である。しかし高加工度材になれば方位の集積が顕著となる。また試料の表面と内部とを比較すると回折線のぼけ方は表面の方が大である。これは圧延に際して表面層の変形がロール接触の影響を受けるためと解される。

×364

Photo. 3 Flaw-like strain marking observed in heavily cold-rolled 70/30 brass, reduction: 70%, fine-grained specimen, rolling direction: horizontal.

2. 弾性変化

微細並びに粗大結晶材を 10~90% の加工度で圧延した

(6) 例えば永井: 同期とその応用, 学振, (1951), 2.

(7) 小熊: 1956 年電気三学会連合大会予稿, 701.

場合の変化を **Fig. 2** および **3** に示す。これらの数値は各試料厚を精密に測定して 0.50 mm を基準に補正したものである。また各曲線に附した記号 //, $\times$, $\perp$ はそれぞれ圧延方向に平行, 45°, 直角の 3 方向を示す。両図を比較するに異方性変化の傾向は似ており, 全加工度範囲を 3 方向の大小順により次の三つに分けることが出来る。すなわち,

Fig. 2 Anisotropy change of elasticity with rolling reduction of fine-grained 70/30 brass, straight rolled 10~90 %.

Fig. 3 Anisotropy change of elasticity with rolling reduction of coarse-grained 70/30 brass, straight-rolled 10~90 %.

- (i) // > $\perp$ > $\times$ 加工度約 40 % 以下
- (ii) $\perp$ > // > $\times$ " 40~70 %
- (iii) $\perp$ > $\times$ > // " 70 % 以上

いま α 黄銅多結晶体の圧延による変形を概略的に図示すると **Fig. 4** の如くなる。すなわち焼鈍状態の結晶粒を正方形で表わせば圧延により結晶は圧延方向に細長くなり, 直角方向には殆んど伸びない。低加工度では個々の結晶粒内の γ により変形は進むが, 結晶粒界に歪集中の多

いことは前述の顕微鏡組織からも当然考えられる。しかして直角方向の粒界には圧延により圧縮, 平行方向の粒界に

Fig. 4 Schematic show of deformation by cold-rolling.

は圧縮に加えるに伸張の歪が生じよう。この粒界歪の異方性は結晶粒形状の変化によつて倍加せられる。さらに前述した圧延方向に平行な細長い不均一強歪帯の発生は, ますますこの幾何学的異方性に拍車をかける結果となろう。顕微鏡組織をみると加工組織の発達は粗大結晶材の方が遅れ, また不均一歪帯の発生も顕著である。(i) の範囲の異方性はこれらの結果と考えられる。Cook, Richards らは低加工度における中間圧延集合組織を指摘しているが⁽⁸⁾, 著者の実験ではその検出は困難かつ若しそのような組織があつたとしてもこれほど顕著に変化を具現せしめ, また結晶粒度による差異を生ぜしめるものとは考えられない。加工度の増大につれて歪分布の不均一性は減少し, また γ 面 γ 面の発達により異方性の傾向は次第に変化して行く。45°方向が他に比べて小さな値をとるのは前述の幾何学的異方性の影響が3方向の中では最も小さいためであり, かつ γ 面 γ 面の発達によりこの傾向はさらに強くなる。高加工度になれば圧延面において圧延方向に大体直角をなすひび割れ状の歪模様が発達し, このため平行方向の弾性は低下して45°方向より低い値をとるに到る。一方直角方向の値が上昇するのは同方向に連なる歪模様と圧延集合組織 {110} <112> の発達によるためであろう。そしてまた 45°方向が他の2方向の間の平行方向寄りの値をとるのも幾何学的に首肯されるところである。平行, 45°方向の値の交叉は粗大結晶材の方がやや高加工度側にずれる。(ii) の範囲は(iii)の範囲への過渡的段階と解される。

以上の如く弾性異方性から区分される変形過程に3段階あり, 殊に粗大結晶材で変化は顕著である。そしてこの異方性の原因を単に結晶学的立場から説明することは不可能で, 顕微鏡的規模の幾何学的因子を考察する必要がある。五十嵐ら⁽³⁾は 70/30 黄銅 800° 焼鈍材の加工硬化曲線で 35~40, 55~60 % に異常加工硬化のあることを報告している。800° 焼鈍材であるから本稿の粗大結晶材に相当する。指摘された加工度を今回の組織変化から考えると一つは結晶粒内 γ の複雑化する段階であり, 他はひび割れ状の歪模様の出現発達する段階である。弾性変化ではいずれもとくに平行方向の変化の顕著になる段階である。勿論硬度と弾

(8) M. Cook, T. L. Richards, G. F. Bidmead: J. Inst. Metals, **83**(1954~55), 41.

性の意味する内容は異なるが、一応加工組織学的立場からこれら現象を関連考察し得よう。微細結晶材にくらべて粗大結晶材の方が異方性が大きいのは焼鈍状態においてすでに差のあることにも起因するが、変形に際して歪分布の不均一性或いは歪模様などの組織発達に差異のあることにもよう。このように弾性異方性が素材結晶粒度や加工度の影響を受けることはばね材料として使用する場合当然考慮されねばならない問題である。報告は別の機会に譲るが著者のばね性測定結果でも本稿の弾性と類似の傾向が認められた。しかしばね性の場合には塑性歪や疲労の因子が入るので変化は複雑となる。また弾性の熱処理による変化、すなわち低温焼鈍効果或いは再結晶、結晶成長により如何に変化するかについての検討は興味ある問題であるが、これの詳細については続報に報告したい。

IV. 総 括

70/30 黄銅圧延材の弾性異方性を加工組織学的立場から検討した。主な結果を総括すると次の如くなる。

(1) 圧延方向に対し平行、 45° 、直角の3方向間の弾性異方性は加工度と共に変化し、90%までの加工度範囲は3方向の弾性値大小順により大体3段階に区分せられる。

(2) 加工度約 40% 以下の弾性値は平行 $>$ 直角 $>45^\circ$ の順で、とくに平行方向の値は 20~30% の加工度で最大値を示す。この変化は主に結晶粒界並びに圧延方向に平行に存在する不均一な強歪部に起因すると考えられ、粗大結晶材の方が顕著にかつ稍々高加工度側に現われる。

(3) 約 70% 以上の高加工度になると圧延集合組織{110} $<$ 112 $>$ の発達と共に圧延方向に大体直角なひび割れ状の歪模様が顕著に発生し、このため弾性値は直角 $>45^\circ>$ 平行の順となる。範囲は粗大結晶材の方が稍々高加工度側にずれる。

(4) 加工度約 40~70% の範囲は上記 (1) の歪分布が次第に均一化され、圧延組織の発達と共に (3) に移行する過渡的段階で、弾性値は直角 $>$ 平行 $>45^\circ$ の順をとる。

(5) 弾性異方性が加工度、結晶粒度の影響を受けることはばね材料などの使用目的に対し考慮を払う必要がある。

(6) 五十嵐らの指摘した異常加工硬化現象も弾性変化と対応され、加工組織学的に関連づけられるように思われる。

本研究遂行に当り弾性測定に御懇切な御指導を賜った金属材料研究所の小熊一郎助教授、菅原 博技官に対し、また実験に御協力を戴いた同所工業化試験室、共通 X 線室の各位に対し衷心より謝意を表明する次第である。