α 黄銅圧延材の組織に及ぼす圧延方法と 低温焼鈍の影響*

和 泉 修**

Osamu Izumi: Effect of Rolling Method and Low-temperature Annealing on the Structure of Cold-rolled α Brass. The difference in structures produced by three types of rolling method (straight-, reverse- and cross-rolling) and the change in the structures due to low-temperature annealing were investigated into with samples of 70/30 brass having different grain-sizes (fine and coarse), and were discussed in relation to the change in hardness previously reported. (1) At the rolling reduction of 40%, straight- or reverse-rolling gave a structure an inhomogeneity of deformation in some grains (in the case of fine-grained specimen) or within each grain (in the case of coarse-grained specimen). On the other hand, cross-rolling produced a comparatively uniform structure with conjugate slip. At the high reduction of 80%, a rolled structure seemed to be characterized by the remarkable development of flaw-like deformation markings. The structure was more complex in the fine-grained and cross-rolled specimens than in the others. The change in structure by annealing at 200°C was observed as diffuse or faint etched figures in the first stage of hardening and as a development of a kind of polygonization in the second stage of hardening. The latter was thought to contribute to the intermediate stage of softening between the first and the second stages of hardening. After those stages, nucleation by recrystallization gradually proceeded in accordance with the development degree of deformation structure.

(Received November 25, 1958)

I. 緒 言

前報⁽¹⁾において 70/30 黄銅圧延材の結晶粒度と圧延方法

が異なる場合の低温焼鈍による硬度変化について述べた。本報においてはそれら各試料について観察された組織変化につき報告する。すなわち一方、逆、交叉の 3 種の圧延方

** 東北大学金属材料研究所

* 1958 年 4 月本会東京大会に一部発表

(1) 和泉：本誌，23(1859)，246.

法による加工組織の差と素材結晶粒度の影響、並びに熱処理した場合の焼鈍硬化・再結晶軟化過程の組織変化について述べたい。

II. 実験経過

1. 試料

前報⁽¹⁾で測定に供した試料をそのまま使用した。試料製造工程や熱処理条件は前報に述べたので省略する。

2. 組織観察

(1) 顕微鏡組織

圧延材の圧延面及び縦・横断面につき観察した。すなわち表面をエメリーペーパーで充分研磨后、正磷酸溶液で電解研磨・腐蝕を行ないさらにコントラストを出すため塩化第2鉄溶液で化学的に再腐蝕した。断面組織は試料を導線と共に合成樹脂に埋込んで腐蝕・観察した。

(2) X線組織

硝酸溶液中に試料を浸漬して0.1mm以下の厚さにしたが、とくに表面組織をみる場合は試料の片面にエナメルを塗り浸漬した後シンナーでエナメルを除去した。写真撮影に当つては target に Cu(30 kV, 15 mA, 1 hr) および W 45 kV, 9 mA, 3 hr) を用い、透過並びに背面反射の写真を撮った。

III. 実験結果並びに考察

1. 圧延組織

(1) 40% 圧延材

微細結晶の40%圧延材の組織の3種の圧延法による差はまず結晶粒の形状に明らかに認められる。すなわち一方、逆圧延したものは結晶粒が圧延方向に伸ばされた形になっているが、交叉圧延したものはかゝる異方的形状は見られない。さらに詳細に観察すれば一方圧延材は **Photo. 1** に示す如く結晶粒によつて変形のムラが多い。これは材料の変形流動が強制的に方向づけられるために最も変形し易い方位を持った結晶粒が優先的に変形された結果であろう。かかる結晶粒による変形のムラは逆圧延材になるとやゝ軽減する傾向がみられた。交叉圧延材では **Photo. 2** に示す如く conjugate slip の発達が極めて顕著となり、結晶粒による変形のムラも殆んどみられない。断面組織についても同様なことがいえる。前報の硬度測定において測定値のバラツキは一方・逆・交叉圧延材の順に小となったが、上述の組織の差と併せ考えれば首肯されるところである。

次に粗大結晶材の組織をみるに結晶粒の形状については上述の微細結晶材と同様のことがいえるが、さらには詳細に観察すれば一方或いは逆圧延の場合には結

晶粒内における不均一な歪の分布が目立つ。例を **Photo. 3** に示す。これは変形方向に対して迂り易い方位を持つ結晶粒の数が微細結晶にくらべて少なく、従つて迂り難い方位の結晶も変形を強制されて局部的な不均一変形を受けるためと解される。しかし全般的な組織としては primary slip の形態が多く、また特定方位の結晶でこの primary slip が圧延方向に平行な層状に起つて Herring-bone 状組織を呈するものも粗大結晶材の一方・逆圧延材の特徴である。交叉圧延材では微細結晶の場合と同様に **Photo. 4** の如く conjugate slip の発達が顕著である。また断面組織の圧延法による差は寧ろ微細結晶材よりも顕著である。

以上加工度 40% の微細並びに粗大結晶材の圧延組織を通覧するに、変形機構は大体結晶粒内の迂り線*によるものと考えられ、結晶粒の形状は圧延法により異なるとはいえ粒界は明瞭に残存している。しかし迂り線の発達の様相は圧延法により大分異なり、組織は一方、逆、交叉圧延の順に複雑化する。この差に応じて前報⁽¹⁾の硬度変化に差異を生じて来ておると考えられる。

(2) 80% 圧延材

80%の高加工度になると前述の個々の結晶粒内における迂り線とは別個に圧延方向と大体一定の方位関係を持ったひび割れ状の変形模様が顕著に発達する。すなわちこの模様は圧延面においては圧延方向に略々直角、縦断面においては圧延面に対して約 30~40° の傾斜を示すが、結晶粒度や圧延方法により若干現われ方が異なる。

微細結晶の一方圧延材では **Photos. 5, 6** の如く模様は比較的細かく密に発達し、かつ縦断面においてはそれらが交叉して菱形を形成する。逆圧延の場合は縦断面における菱形の形成がやゝ多くなる。しかるに交叉圧延材ではこれらの変形模様は互いに干渉し合つて **Photos. 7, 8** に示す如く、複雑な組織を呈する。

粗大結晶の場合ひび割れ状変形模様の発達は微細結晶の場合とは若干異なり大きく疎に現われる。 **Photos. 9, 10** は一方圧延材の組織例であるが、縦断面における菱形の形

×364

Photo.1 Rolling surface of fine-grained 70/30 brass, Straight-rolled 40%, Rolling direction: →

×364

Photo.2 Rolling surface of fine-grained 70/30 brass, Cross-rolled 40%, Rolling direction: ⇄

×100

Photo.3 Rolling surface of coarse-grained 70/30 brass, Reverse-rolled 40%, Rolling direction: ⇄

成はやはり逆圧延材の方が多い。また低加工度で Herr-

* 厳密に言えば迂り線の cluster である。

ing-bone 状組織を示した結晶粒にはひび割れ状の模様が
発生し難い。交叉圧延材では **Photos. 11, 12** の如く組織は

めて検討した結果、一応一方・逆圧延材の圧延集合組織は
80% 加工材で $\{110\} \langle 112 \rangle$ を主体とするものと認められ

×364

Photo.4 Rolling surface of coarse-grained 70/30 brass, Cross-rolled 40%, Rolling direction: $\updownarrow$

×364

Photo.5 Rolling surface of fine-grained 70/30 brass, Straight-rolled 80%, Rolling direction: $\rightarrow$

×364

Photo.6 Longitudinal section of fine-grained 70/30 brass, Straight-rolled 80%, Rolling direction: $\rightarrow$

×364

Photo.7 Rolling surface of fine-grained 70/30 brass, Cross-rolled 80%, Rolling direction: $\updownarrow$

×364

Photo.8 Parallel section to rolling direction of fine-grained 70/30 brass, Cross-rolled 80%

×364

Photo.9 Rolling surface of coarse-grained 70/30 brass, Straight-rolled 80%, Rolling direction: $\rightarrow$

×364

Photo.10 Longitudinal section of coarse-grained 70/30 brass, Straight-rolled 80%, Rolling direction: $\rightarrow$

×364

Photo.11 Rolling surface of coarse-grained 70/30 brass, Cross-rolled 80%, Rolling direction: $\updownarrow$

×364

Photo.12 Parallel section to rolling direction of coarse-grained 70/30 brass, Cross-rolled 80%

複雑な乱れ方を示すが微細結晶材とはやゝ異なる。

以上加工度 80% の組織を通覧するにいずれも変形は結晶粒内じりの極限化に加えるに顕著なひび割れ状の断層的じりによるものと解される。組織は圧延方法並びに結晶粒度により様相を異にし、一方・逆・交叉圧延の順に、また結晶粒の粗大なものより微細な方が複雑性を増す。この組織の複雑性に応じて熱処理による硬度変化に差異を生ずることは前報に述べた通りである。

(3) X線組織

CuK α 線の試料に対する入射角度を種々変え極点図を求

めた。これは 1 pass reduction を小さく (5%) 区切つた影響も加味されておると考えられる。交叉圧延材の優先方位決定は不可能であつたが、背面反射の線巾の拡がり最も大きく、顕著な内部歪を示唆している。

2. 焼鈍組織

熱処理による組織変化は 200° 処理の粗大結晶材が最も顕著で見易いので、本稿ではそれについてのみ述べる。

(1) 40% 圧延材

前報⁽¹⁾に述べた如く粗大結晶 40% 圧延材は第1次及び第2次の硬化の最大値をそれぞれ約 1/2 hr 及び 4 hr の処理時間で示し、7hr 以上になると再結晶を起して軟化する。第1次硬化段階の組織は加工のままのそれと区別をつけ難いが、しかしじり線がやゝ太くボケて腐蝕される傾向がみられる。これはいずれの圧延材についても同様である。第2次硬化段階に入ると組織には明瞭な変化が現われる。

すなわちその特徴はじり線の形状が単純化されて小さなブロックに分割される傾向を生じ、また局部的にはじり線が消滅する。例えば **Photo. 13** は前述の **Photo. 3** の結晶粒内の不均一変形部に対応する組織であるが、じり線は明らかに単純化されてブロックに分割され、各ブロック内ではじり線は略々直線状となつている。交叉圧延材では conjugate slip のために組織変化を明瞭に検出することは困難であるが、詳細に加工組織と比較すると上述の傾向が窺える。この傾向は前報⁽¹⁾でも指摘したように一種のポリゴニゼーションであろうと思われる。

焼鈍硬化後再結晶軟化過程に入るが、再結晶核は強歪部に優先して現われる。そして残留する加工組織は益々ポリゴニゼーションの傾向が強くなつて来る。**Photo. 14**は逆圧延材の粒界の核生成とポリゴナイズされた加工組織を示す。再結晶は処理時間 24 hr に到るも完了しないが、殊に交叉圧延材の核生成は他よりも遅れる傾向がみられた。**Photo. 15**は交叉圧延材の処理時間 24 hr における迂り線に沿った核生成を示す。

(2) 80% 圧延材

この場合も組織変化の本質的傾向は 40% 圧延材と同様である。すなわち第 1 次硬化段階の蝕像は太くボケを示し、第 2 次硬化段階になると例えば **Photo. 16** のようにポリゴニゼーションの傾向が見受けられる。しかし 80% 圧延材に顕著に発達したヒビ割れ状の変形模様部が焼鈍硬化の範囲内で如何なる組織変化を示すかについては顕微鏡観察からは判定出来なかつた。

再結晶領域に入ると核生或は先ずひび割れ状の変形模様部に優先して現われる。**Photo. 17**は一方圧延材の例である。時間と共に再結晶が進行するが Herring-bone 状組織の如き単純な組織部は **Photo. 18** の如くその進行が遅

以上の焼鈍組織を通覧するに、圧延方法の如何を問わず第 1 次硬化段階では蝕像のボケが目立ち、第 2 次硬化段階では一種のポリゴニゼーションの進行が推測され、以後変形組織の発達度合に応じて再結晶に入る。これら一連の組織変化は既報⁽²⁾の場合と同様で硬度変化と対応される。なお恢復過程で迂り線の fade out するのを Maddigan ら⁽³⁾、また弱加工の 65/35 黄銅が 250° でポリゴニゼーションを示すのを Jacquet⁽⁴⁾ も指摘している。

(3) X 線組織

第 2 次硬化段階のものについて調べた結果既報⁽²⁾の傾向と殆んど一致した。すなわち CuK α 線による Debye-ring は透過写真では加工状態と区別をつけ難いが、背面反射では僅かながら ring にムラを生じて spotty になる傾向が窺われる。また W 連続 X 線による透過写真では中心附近のアステリズムが熱処理により階段状に長くなり L 線による Debye-ring も出て来る。階段状を示すのは film の Ag, Br の吸収によるものと思われる⁽⁵⁾。前述の顕微鏡組織と併せ考え、熱処理により加工歪が除去せられると同時に一種のポリゴニゼーションが進行しているものと推測される⁽⁶⁾。

×364

Photo. 13 Straight-rolled 40%, then annealed at 200° for 4 hr.

×364

Photo. 14 Reverse-rolled 40%, then annealed at 200° for 10 hr.

×364

Photo. 15 Cross-rolled 40%, then annealed at 200° for 24 hr.

×364

Photo. 16 Cross-rolled 80%, then annealed at 200° for 2 hr.

×50

Photo. 17 Straight-rolled 80%, then annealed at 200° for 4 hr.

×100

Photo. 18 Straight-rolled 80%, then annealed at 200° for 10 hr.

れる。残留する加工組織では 40% 圧延材の場合と同様にポリゴナイズ化が進行する。焼鈍 24hr に到れば再結晶は殆んど完了し加工組織はみられなくなる。また再結晶の進行速度は組織の上からは大差ないがやや交叉圧延材が速い傾向が窺えた。

VI. 総 括

微細並びに粗大結晶粒度の 70/30 黄銅を異なる 3 種の圧延法で圧延した場合の組織と、200° で焼鈍した場合の焼鈍硬化・再結晶軟化を通じての組織変化を調べ、前報⁽¹⁾の硬度変化と関連考察した。加工度 40% の圧延組織は、一方・逆圧延によるものは微細結晶材では結晶粒により、粗大結晶材では結晶粒内で変形の不均一性を示し、交叉圧延によるものは conjugate slip による変形が比較的均一であつた。加工度 80% の組織は圧延方向と特定方位を持つひび

(2) 和泉：本誌，21(1957)，632.

(3) S.E.Maddigan & A.I.Blank: Met. Tech., 7 (1940), T.P. 1166.

(4) P.A.Jacquet: Compt. rend., 238(1954), 2165.

(5) 中島(耕): 私信による。

(6) C.Crussard, F.Aubertin, B.Faoul & G.Wyon: Prog. Met. Phys., 3(1950), 193.

割れ状の変形模様が発達するが、一方・逆圧延材よりは交差圧延材の方が、また粗大結晶材よりは微細結晶材の方が組織は複雑となる。200°焼鈍による組織変化は第1次硬化段階では蝕像のボケ、第2次硬化段階後は一種のポリゴン化が観察され、爾後変形組織の発達度合に応じ

て再結晶が進行する。

本研究遂行に当り終始真摯なる協力を戴いた当時東北大学金属工学科学生鈴木和夫君に心から感謝申上げる。また試料作製に細心の御努力を払われた金属材料研究所工業化第一試験室各位にも厚く御礼申上げる次第である。