純 Al 板の再結晶集合組織 {110} <001> についての一考察*

梶山正孝** 福迫達一** 佐藤 彰***

Masataka Sugiyama, Tatsuichi Fukusako and Akira Sato: A Study on Recrystallization Texture {110} <001> in Pure Aluminium Sheets. The recrystallization texture of annealed pure aluminium sheets made from direct-rolled plates at a low directrolling speed is {110} <001> and the formability of the annealed sheets with {110} <001> is better than that of those with {112} <111> and {112} <123>. Conditions for the formation of the recrystallization texture {110} <001> have been studied and the following results are obtained. (1) In order to form the recrystallization texture {110} <001>, the rolling texture {110} <112> must be strong in the cold-rolled sheets before annealing. And conditions for the formation of the rolling texture {110} <112> and the recrystallization texture {110} <001> are as follows: (a) The cold-rolling direction must be parallel to the growth direction of columnar grains. (b) The reduction degree of cold-rolling should not be so high as to develop the rolling texture {112} <111> and {112} <123>. (c) Direct-rolled plates contain the solid solution element of aluminium. (2) Soaking of direct-rolled plates promotes the rolling texture {112} <111>, {112} <123> and the cube texture {100} <001> as the recrystallization texture.

(Received September 26, 1968)

I. 結 言

溶湯の直接圧延法によって製造された純 Al 焼鈍板では、低直接圧延速度の場合に再結晶集合組織として、{110} <001> 方位がきわめて強いことが認められ、また {110} <001> 方位が発達している焼鈍板は、耳として高い 90° 耳を発生させるが、成形性は圧延集合組織が残存して 45° 耳を発生させるものより優れており、深絞りカップ肌も良好であることが確認された⁽¹⁾。純 Al 板の再結晶集合組織 {110} <001> 方位については報告も少なく、さらにこの方位の焼鈍板の成形性が優れていることは非常に重要であり、本方位による 90° 耳と、残存圧延集合組織 {112} <111>, {112} <123> 方位の 45° 耳との組合せによって、これまでに報告されているものより成形性が優れた耳の低い純 Al 焼鈍板を製造できる可能性が得られたので検討した。

II. 実験方法および結果

1. 試 料

溶湯の直接圧延(以下直圧と略す)の 2 号試験機を用いて市販純度 Al(0.07% Si, 0.08% Fe, Cu Tr) および結晶粒微

細化のため Al-4.94% Ti 母合金を用いて、これに 0.1752% Ti 添加した厚さ 15 mm, 幅 100 mm の板状試料と、比較のため直圧速度無限大に相当する水冷金型試料を製造した。この板状試料の両面を面削して板厚 12 mm とし、焼鈍板の集合組織に強い影響をおよぼす均質化熱処理⁽²⁾は、均質化熱処理なし、400°C×24 hr および 500°C×24 hr の 3 通りをえらび、これらの試料を直圧方向と同一方向に一方方向冷間圧延し、6 mm 厚板(50% 冷間圧延)、1 mm 厚板(92% 冷間圧延)を製造した。焼鈍熱処理はマッフル炉中で 400°C×1 hr で行ない、焼鈍板を作製した。

2. 板厚の 1/4 深さの集合組織

X線デフラクトメーターによる試料の板厚の 1/4 深さの(200)極点図を作成した。Fig.1 は、高直圧速度(628 mm/min)試料の均質化熱処理なしの 6 mm 厚焼鈍板(a), 500°C×24 hr 均質化熱処理 1 mm 厚圧延板(b)および焼鈍板(c)の(200)極点図である。6 mm 厚焼鈍板では、圧延集合組織 {112} <123> が強く残存しているだけである。均質化熱処理した場合にも、圧延集合組織は、均質化熱処理なしの場合と同様 {112} <111>, {112} <123> 近傍の方位が認められる。これを焼鈍すると再結晶集合組織として残存圧延集合組織とわずかの {100} <001> 方位が認められる。Fig.2 は低直圧速度(377 mm/min)試料の均質化熱処理なしの 6 mm 厚焼鈍板(a), 500°C×24 hr 均質化熱処理 1 mm 厚圧延板(b)および焼鈍板(c)の(200)極点図である。6 mm 厚焼

** 東京大学工学部冶金学科(Department of Metallurgy, Faculty of Engineering, University of Tokyo, Tokyo)

*** 東京大学大学院(Graduate School, University of Tokyo, Tokyo)

* 1968 年 9 月本会仙台大会に発表

(1) 梶山, 福迫, 佐藤: 金属学会誌, **33**(1969), 1109.

(2) たとえば, 網谷: 金属学会誌, **24**(1960), 765, 769; 五弓, 木原, 落合: 金属学会誌, **31**(1967), 1001.

鈍板(a)では、圧下率が低いため未発達であった圧延集合組織が消失し、 $\{100\}<001\>$ が認められる。均質化熱処理した場合の圧延集合組織(b)は、均質化熱処理なしの場合に著しく強く観察された $\{110\}<112\>$ 方位は認められず、

均質化熱処理した場合の再結晶集合組織(b)は、Ti添加なし高直圧速度試料のものと同様、残存圧延集合組織 $\{112\}<111\>$ 、 $\{112\}<123\>$ と $\{100\}<001\>$ 方位であり、均質化熱処理なしの場合に著しく発達して観察された $\{110\}$

Fig.1 (200) pole figures of pure Al plates at higher directrolling speed (700°C, 628 mm/min). (a) 6 mm thick as annealed, (b) 500°C×24 hr soaked 1 mm thick as cold rolled, (c) 500°C×24 hr soaked 1 mm thick as annealed
□: $\{100\}<001\>$ ○: $\{110\}<001\>$ ⊗: $\{110\}<112\>$ ▽: $\{112\}<111\>$ △: $\{112\}<123\>$

Fig.2 (200) pole figures of pure Al plates at lower directrolling speed (700°C, 377 mm/min). (a) 6 mm thick as annealed, (b) 500°C×24 hr soaked 1 mm thick as cold rolled, (c) 500°C×24 hr soaked 1 mm thick as annealed
□: $\{100\}<001\>$ ○: $\{110\}<001\>$ ⊗: $\{110\}<112\>$ ▽: $\{112\}<111\>$ △: $\{112\}<123\>$

高直圧速度試料の場合と同様 $\{112\}<111\>$ 、 $\{112\}<123\>$ 近傍である。しかしこれを焼鈍して得られる再結晶集合組織(c)は、高直圧速度試料のものに比較して残存圧延集合組織は弱い。また均質化熱処理なしの場合に著しく発達して観察された $\{110\}<001\>$ 方位は認められない。

Fig.3はTi添加低直圧速度試料の均質化熱処理なしの6mm厚焼鈍板(a)と500°C×24hr均質化熱処理1mm厚焼鈍板(b)の(200)極点図である。6mm厚焼鈍板では、集合組織の発達は少なく、ランダムに近い。

Fig.3 (200) pole figures of pure Al plates with Ti addition at lower directrolling speed (700°C, 377 mm/min). (a) 6 mm thick as annealed, (b) 500°C×24 hr soaked 1 mm thick as annealed. □: $\{100\}<001\>$ ○: $\{110\}<001\>$ ⊗: $\{110\}<112\>$ ▽: $\{112\}<111\>$ △: $\{112\}<123\>$

<001>方位は全く認められない。

400°C×24 hr の均質化熱処理の場合、500°C×24 hr の場合と同様の集合組織が得られるが、500°C×24 hr の場合より集合組織は未発達である。均質化熱処理した場合の再結晶集合組織は立方体方位 {100} <001> が主であり、残存圧延集合組織は少ない。均質化熱処理なしの場合に著しく発達して観察された {110} <001> 方位は全く消失した。

III. 考 察

面心立方金属焼鈍板の再結晶集合組織 {100} <001> 立方方位の形成については、圧延集合組織 {112} <111> 方位と密接な関係にあることが確認されている⁽³⁾が、再結晶集合組織 {110} <001> 方位についての報告はきわめて少ない。麻田⁽⁴⁾は、99.7% Al を 50% および 55% 仕上冷間圧延し、350°C×1 hr 焼鈍すると、再結晶集合組織として {100} <001> と {110} <001> が主方位となることをエッチングピット法による集合組織の測定から観察している。この場合の圧延集合組織については、{110} <112> と {112} <111> 方位が認められたことが記されている。また上山⁽⁵⁾は Al-1% Mn 合金連続铸造铸塊からの 570°C×24 hr 均質化熱処理後 95% 冷間圧延した 400°C×1 hr 焼鈍板において、再結晶集合組織は {110} <001> 方位を中心とした {hko} <001> 方位であることを確かめ、{110} <001> 方位は圧延集合組織 {110} <112> とは (110) 極について 35° 回転、(7, 12, 22) <458> 方位とは (111) 極について 42° 回転関係にあることを観察している。さらに相山⁽⁶⁾は柱状晶铸塊を 500°C×24 hr 均質化熱処理後熱間圧延し、さらに 90% 冷間圧延した 350°C×1 hr 焼鈍板において、再結晶集合組織として {110} を主成分とする {hko} <001> 方位が強く存在することを確かめ、粒状晶铸塊から全く同様にして得られた焼鈍板には {110} <001> 方位は存在しないことを観察している。著者⁽¹⁾は、均質化熱処理なしの低直圧速度試料から一方向冷間圧延 (92% 圧延) した 1 mm 厚圧延板においては {110} <112> 方位が著しく発達しており、これを 400°C×1 hr 焼鈍したものでは再結晶集合組織として {110} <001> 方位がきわめて強いことを観察した。

本実験の結果、純 Al 焼鈍板の再結晶集合組織 {110} <001> が発達するための必要条件としては、圧延板において圧延集合組織 {110} <112> が発達していることであると考えられる。したがって純 Al 板の圧延集合組織として {110} <112> 方位が発達する条件と再結晶集合組織として {100} <001> 立方体方位が発達しない条件について検討する。

Dillamore⁽⁷⁾の説明によると、多結晶面心立方金属の場合 1 次および 2 次迂り系の活動によって、圧延集合組織として {110} <112> 方位が発達し、交叉迂り系が活動すると {112} <111> 方位となるとしている。したがって麻田⁽⁴⁾の観察した再結晶集合組織 {110} <001> は、低圧延率のため圧延集合組織として {110} <112> が発達していたからと考えられる。またこのことから圧延率を高くすると、再結晶集合組織として {110} <001> が減少し、残存圧延集合組織 {112} <111>、{112} <123> が増加すること⁽¹⁾が容易に説明されよう。本実験において 50% 冷間圧延した焼鈍板で再結晶集合組織 {110} <001> が観察されなかったのは、圧延集合組織として {110} <112> が発達するほど圧延率が高くなかった⁽¹⁾ためであり、圧延集合組織 {110} <112> が発達するには、圧延率に最適範囲が存在することがわかる。すなわち圧延率は圧延集合組織として {110} <112> 方位が発達するためには十分であるが、交叉迂り系が活動して {112} <111>、{112} <123> が発達してしまうほど高くはならない。

圧延集合組織として {110} <112> 方位が著しく発達するためには、冷間圧延前の直圧板の柱状晶の成長方向が圧延方向と平行である必要があり、柱状晶の成長方向に圧縮応力が作用するような圧延方向の場合には、圧延集合組織として低圧延率のときでも {112} <111>、{112} <123> が発達することが観察された⁽¹⁾。このことは柱状晶の成長方向が <100> 方向であること⁽⁸⁾⁽⁹⁾から、つぎのように説明することができる。Fig. 4 において (i) は柱状晶の成長方向と平行に圧延する場合、(ii) は柱状晶の成長方向に圧縮応力が作用するように圧延する場合を示す。圧延の場合紙面に垂直方向には圧縮応力が作用し、圧延方向には引張応力が作用するから {111} 面内の迂り量の合成は (a) の矢印で示される⁽¹⁰⁾。(b) に示されるように圧延方向が柱状晶の成長方向と平行の場合には、冷間圧延前の方位は {hko} <001> であり、TD 線上に集積点が存在する。これを冷間圧延してゆくと圧延集合組織は {110} <112> 方位となり、焼鈍によって再結晶集合組織として {110} <001> が得られる。圧延率の高い場合には交叉迂り系の活動によって圧延集合組織として {112} <111>、{112} <123> 方位が増加する。他方柱状晶の成長方向に圧縮応力が作用するような圧延方向の場合には、冷間圧延前の方位は {100} <okl> であり、集積点は極点図の中心にある。これを冷間圧延してゆくと集積点は RD 線上あるいはその近傍を移動し、圧延集合組織は {112} <111>、{112} <123> となり、焼鈍によって立方体方位 {100} <001> と残存圧延集合組織が得られるものと考えられる。上山⁽⁵⁾および相山⁽⁶⁾の観察において

(3) たとえば、堀内、大久保、五弓：金属学会誌，29 (1965)，589；辺見、永井：金属学会誌，31 (1967)，329。

(4) 麻田、田中、小池：軽金属，1 (1951)，16。

(5) 上山：金属学会誌，31 (1967)，552。

(6) 相山、梅田、M. フスニ、B：金属学会講演概要，(1968.4)，182。

(7) I.L.Dillamore and W.T.Roberts：Acta Met.，12 (1964)，281。

(8) B.Chalmers：Principles of Solidification，(1964)，91/125。

(9) C.Barrett：Structure of Metals，(1962)，510/520。

(10) 五弓、木原：金属学会講演概要，(1968.9)，218。

連続铸造铸塊を用いていることは、柱状晶の成長方向と圧延方向とがかなり平行であったということが十分に考えられるから、以上のことによって説明されよう。鑄込温度が低いため粒状晶が得られる低直圧速度試料において、再結晶集合組織として $\{110\}<001>$ 方位が発達すること⁽¹⁾は、粒状晶の形状が直圧方向に長い楕円形であることから、凝固中の圧延作用によって結晶粒の成長が規制され、結晶粒の成長方向が圧延方向と平行になるからと考えられる。

Fig. 4 Relation between the rolling texture and the rolling direction of columnar grains: (a) Rolling deformation of columnar grains, → shows slip component in $\{111\}$ planes. (b) Stereographic projection of (200) poles, showing the orientation relationship between the rolling texture and the recrystallization texture of columnar grains. (i) $\{hko\}<001>$ texture is in parallel to the growth direction of columnar grains. (ii) $\{100\}<okl>$ texture is in perpendicular to the growth direction of columnar grains

柱状晶の成長方向に圧縮応力が作用する圧延方向の場合、水冷金型鑄造試料と高直圧速度試料の圧延集合組織はともに $\{112\}<111>$, $\{112\}<123>$ 方向であるが、再結晶集合組織は直圧試料では残存圧延集合組織が強く、立方体方位 $\{100\}<001>$ は少ない。これに対して水冷金型試料では残存圧延集合組織は少なく、 $\{100\}<001>$ 方位が強いことが観察された。これは析出物の種類、大きさ、形状、分布の違い⁽²⁾によって、 $\{112\}<111>$ 方位が $\{100\}$

$<001>$ 方位に移行しやすくなったからと考えられる。他方低直圧速度試料の均質化熱処理した場合、焼鈍板で再結晶集合組織 $\{110\}<001>$ が認められないのは、圧延板で圧延集合組織 $\{110\}<112>$ が観察されないからである。均質化熱処理後の低直圧速度直圧板では、集合組織が $\{110\}<112>$ 近傍ではなく、 $\{100\}<okl>$ 近傍となったためおよび均質化熱処理によって $\{100\}<001>$ 方位が発達しやすくなったためと考えられる。

結晶粒微細化のため Ti 添加した場合、再結晶集合組織 $\{110\}<001>$ が観察される。すなわち水冷金型試料および高直圧速度試料の場合には、主方位として $\{100\}<001>$ が観察されるが、わずかの $\{110\}<001>$ 方位も認められる。低直圧速度試料の場合には、主方位として $\{110\}<001>$ が認められる。これは圧延集合組織 $\{110\}<112>$ 方位が合金型圧延集合組織であるから Ti 固溶の結果、圧延板において本方位が発達しやすいためと考えられる。また結晶粒が微細化され、成長方向がランダムであるため、圧延集合組織として $\{112\}<111>$, $\{112\}<123>$, $\{110\}<112>$ が同程度に発達するので焼鈍板に $\{110\}<001>$ 方位が現われるのであろう。低直圧速度試料の再結晶集合組織として $\{110\}<001>$ 方位が発達することは、凝固中の圧延作用によって結晶粒の成長方向が圧延方向と平行になるためであらう。合金元素(不純物)の固溶から、上山⁽⁵⁾ および相山⁽⁶⁾ の結果が説明できる。すなわち Mn の固溶あるいは Fe, Si の固溶の結果、圧延集合組織として $\{110\}<112>$ 方位が発達したため、再結晶集合組織として $\{110\}<001>$ 方位が現われたものと考えられる。

IV. 総 括

溶湯の直接圧延法によって製造された純 Al 焼鈍板では、低直接圧延速度の場合に再結晶集合組織として $\{110\}<001>$ 方位がきわめて強いことが観察され、 $\{110\}<001>$ 方位の焼鈍板は高い 90° 耳を発生させるが、成形性は 45° 耳を発生させるものより優れていることが確認されたので、本集合組織の発達条件を検討した。得られた結果は以下のとおりである。

(1) 純 Al 焼鈍板において再結晶集合組織 $\{110\}<001>$ が発達するためには、焼鈍前の圧延板において圧延集合組織 $\{110\}<112>$ が発達していることである。

(2) 再結晶集合組織 $\{110\}<001>$ が発達するための条件と、圧延集合組織 $\{110\}<112>$ が発達するための条件とは全く一致した。すなわち

(a) 柱状晶の成長方向と冷間圧延方向とは平行である。

(b) 冷間圧延率は圧延集合組織として $\{110\}<112>$ が発達するだけ高くないといけないが、交叉ミリの活動による $\{112\}<111>$, $\{112\}<123>$ 方位が形成されるほど高過ぎてはならない。

(c) 少量の固溶元素を含有する。

(3) 直接圧延板を均質化熱処理すると、圧延集合組織として $\{112\}<111>$, $\{112\}<123>$ が発達し、再結晶集合組織として立方体方位 $\{100\}<001>$ が形成されやすくなる。