アルミニウム単結晶押出し材の不均一組織

八木謙二郎* 池田圭介** 田中英八郎**

Kenjiro Yagi, Keisuke Ikeda and Eihachiro Tanaka : Inhomogeneous Structures in Extruded Aluminium Single Crystals. It is wellknown that the formation of deformation bands exerts an important influence on the development of the $\langle 100 \rangle$ fiber texture in drawn or extruded *fcc* metals. It is considered that slip on different systems caused by a constrained plastic flow under an axially-symmetric deformation results in band formation. However, lattice rotation in the bands during deformation, especially the formation process of the $\langle 100 \rangle$ component, has not been analysed in detail. In this work, the formation of deformation bands along flow directions in the plastic zone was studied with extruded rods of aluminium single crystals. The following results were obtained :

(1) The difference in band appearance, which depends on the initial orientation of the crystal, results from the difference in the distribution of "unit patterns".

(2) A unit pattern is composed of two regions. Region A in which the $\langle 111 \rangle$ component is dominant located at the center of the unit pattern. In region B on four sides of region A, each $\langle 100 \rangle$ component exists on toothed boundaries between two $\langle 111 \rangle$ components. In the other regions the $\langle 111 \rangle$ component is dominant.

(3) The area where flow directions in the plastic zone are in the range of $\langle 001 \rangle \sim \langle 011 \rangle \sim \langle 112 \rangle$ on the stereographic triangle becomes the origin of unit pattern. Flow directions ranging from $\langle 013 \rangle$ to $\langle 112 \rangle$ determine the boundary between A and B.

(Received August 24, 1971)

I. 緒 論

* 第二精工舎株式会社 (Daini Seiko Co., Ltd., Tokyo)

** 東北大学金属材料研究所 (The Research Institute for Iron, Steel and Other Metals, Tohoku University, Sendai)

(1) C.S.Barrett : Trans.AIME, 135 (1939), 296.

Barrett ら^{(1)~(6)} は冷間で変形した立方晶金属の結晶粒内に現われる帯状の組織, すなわち変形帯についての詳細な研究を行ない, 変形帯そのものが局部的な格子の屈曲を

含んでいる上に、変形帯によって細分化された各領域が互いに異なった方位を有しているなどの事実から、変形集合組織の形成におよぼす変形帯の影響を考察した。しかしその後 Hu ら⁽⁷⁾ が圧延集合組織の形成に対して、変形帯の影響を示唆した程度で、これまでの変形集合組織形成の理論において、変形帯形成が結晶回転におよぼす効果が考慮されたことはほとんどなかった。最近になって Reed⁽⁸⁾, Ahlborn⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾ らが、fcc 金属の押出し、引抜き材での $\langle 100 \rangle$ せん維成分の形成に変形帯が関与していることを明らかにし、また同じ fcc 金属の圧延集合組織における skelton line の形成にやはり変形帯が寄与していることが、池田⁽¹¹⁾⁽¹²⁾ らによって報告されている。

ところで単結晶を押出し、引抜きなどで軸対称変形すると、初期方位に依存した対称性をもって変形帯が分布するのが観察される。この事実に関しては、初期方位に依存して各部分での活動すべり系の分布が異なるためであるとの考察がなされている⁽⁸⁾にすぎず、変形中の流れに沿って変形帯形成の過程が追求された例はほとんど見当たらない。また低温での変形においては $\langle 100 \rangle$ 成分が増加する傾向にあり、変形帯の微細化と結びつけて考察されてきた⁽⁸⁾。加工温度の変化と加工速度の変化とは類似の効果をもたらすことはよく知られており、事実高速押出した棒材は、 $\langle 100 \rangle$ 成分が増加する傾向にあるといわれている⁽¹³⁾が、変形帯との関連は知られていなかった。

本研究は、低速および高速で押出した Al 単結晶棒の縦、横断面に現われる変形帯の分布を比較し、さらに初期方位との厳密な関連を明らかにするため、従来ほとんど顧みられることのなかった押し残り部での結晶回転の様子を検討したものである。

II. 実験方法

99.99% 純度の Al 素材をもとに、ブリッジマン法により、長さ約 80 mm、直径 40 mm の単結晶を作製し、軸方位を X 線背面反射ラウエ法により決定した後、長さ 40 mm、直径 40 mm の押出し供試材を切り出した。高速の押出しには、ダイナパック 600 型を用い、衝突時のラム速度は約 10 m/sec とした。高速の押出しでは、加工中の温度上昇により再結晶することが予想されたので、押出し開始とともに水冷できるようにし、加工組織の残留を期した。一方低速押出しは、ダイナパックで用いた工具をそのまま移設

し、水圧プレスで行なった。その際のラム速度は 0.6 mm/sec 程度である。低速、高速押出しのいずれも押出し比は 10 とし、摩擦の影響は極力少なくするようにした。

押出された棒、押し残り部について、エッチ・ピットによる方位変化の追跡を行なうと同時に、陽極酸化腐食法⁽¹⁴⁾による変形帯の分布および微細組織の観察を行なった。この方法によれば、結晶面によって酸化皮膜の厚さが異なるため、偏光下で各結晶面に対応した色に着色して見える。したがって全体的な方位の配向の把握が容易なこと、およびエッチ・ピットでは追いきれない微小範囲での結晶配向の変化を観察できるという利点をもつ。

III. 実験結果および考察

1. 変形帯の分布について

Photo.1 は初期方位が $\langle 001 \rangle$ 近くの単結晶を押出した際の横断面における組織である。加工速度の大小にかかわらず、類似した模様が見られる。エッチ・ピットおよび陽極酸化皮膜法とにより、組織の各部分の方位を調べた結果、Photo.1 において、中央部近傍の黒い線が密に集まった部分は $\langle 111 \rangle$ 方位と $\langle 100 \rangle$ 方位とが混在しており、それに囲まれた部分が $\langle 100 \rangle$ 成分が多くを占める領域、その周囲にあって比較的広い面積を占める部分は $\langle 111 \rangle$ 方位であることがわかった。

初期方位が $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ の場合について、横断面における組織を Fig.1 に模式的に示したが、この図から $\langle 100 \rangle$ 成分領域が初期方位に応じて分布していることが明らかである。すなわち $\langle 001 \rangle$ 初期方位では 4 回対称に、 $\langle 011 \rangle$ では 2 回対称に、また $\langle 111 \rangle$ では 3 回対称に $\langle 100 \rangle$ 成分領域が分布している。初期方位による変形帯分布の違いは単に $\langle 100 \rangle$ 成分領域の分布する位置が異なるに過ぎない。そこでこの $\langle 100 \rangle$ 成分を中心に $\langle 100 \rangle$ と $\langle 111 \rangle$ 成分の混在領域を含めて、これを“基本型”と名付け、その模式図を Fig.2 に示した。A の領域には $\langle 100 \rangle$ 成分が優先的に存在し、B では二つの $\langle 111 \rangle$ 成分の境界に $\langle 100 \rangle$ 成分が存在する。またそれを取囲む C 領域は $\langle 111 \rangle$ 成分からなっている。

2. A 領域 ($\langle 100 \rangle$ 成分域)

初期方位によって基本型の分布する位置のみが変化するという事実は、変形中の材料の流れの方向とある特定結晶方位とが密接な関係にあることを示唆しているように思われる。そこで各試料の押し残り部を縦割りにし、エッチ・

- (2) C. S. Barrett and L. H. Levenson : Trans. AIME, **135** (1939), 327.
- (3) C. S. Barrett : Trans. AIME, **137** (1940), 128.
- (4) C. S. Barrett and L. H. Levenson : Trans. AIME, **137** (1940), 112.
- (5) C. S. Barrett and F. W. Steadman : Trans. AIME, **147** (1942), 57.
- (6) C. S. Barrett : *Structure of Metals*, McGraw-Hill (1952).
- (7) H. Hu, P. R. Sperry and P. A. Beck : Trans. AIME, **194** (1952), 76.

- (8) R. E. Reed and C. J. McHargue : Trans. Met. Soc. AIME, **239** (1967), 1604.
- (9) H. Ahlborn : Z. Metallk., **56** (1965), 205.
- (10) H. Ahlborn : Z. Metallk., **56** (1965), 411.
- (11) 池田, 杉山 : 金属学会誌, **34** (1970), 786.
- (12) 池田, 田中 : 日本鉄鋼協会春期講演概要集, (1971), 288.
- (13) 大山, 池田, 和泉 : 金属学会誌, **29** (1965), 277.
- (14) P. Lacombe : Mét. Corros. Ind., **28** (1953), 471.

Photo.1 Deformation bands on cross sections of extruded aluminium single crystals. Starting orientation was near $\langle 001 \rangle$
 (a) deformed at a high speed
 (b) deformed at a low speed

Fig.1 Schematic drawing of deformation bands in cross sections of extruded aluminium single crystals
 (a) Initial orientation $\langle 001 \rangle$
 (b) Initial orientation $\langle 011 \rangle$
 (c) Initial orientation $\langle 111 \rangle$

Fig.2 Schematic drawing of the "unit pattern"

ピットによって方位の回転を観察した。

初期方位が $\langle 001 \rangle$ の場合についてを Fig.3 に示すが、基本型の A-B-A-B-A を含む面で切断すると、その面は未変形域では $\{100\}$ 面に相当し、流動方向に沿う方位が $\langle 001 \rangle$ 近傍の領域が、基本型における A の源となっている。また C-A-C を含む切断面は $\{110\}$ 面に相当し、これからやはり流動方向に沿って $\langle 001 \rangle$ 近傍を有する領域が、基本型の A を形成することを確かめることができた。初期方位が $\langle 011 \rangle$ の場合についても Fig.3 (c), (d) に示されているが、まったく同様の結果が得られた。加工速度の

Fig.3 Schematic representation of the origin of $\langle 001 \rangle$ components in extruded aluminium single crystals
 (a), (b) initial orientation $\langle 001 \rangle$
 (c), (d) initial orientation $\langle 011 \rangle$

変化は微細構造を変えるに過ぎず、大要は同一であった。このことに関しては後に述べることにする。

3. C領域 ($\langle 111 \rangle$ 成分域)

C領域、すなわち $\langle 111 \rangle$ 成分領域は押し出し材のもっとも多くの部分を占めている。しかし同一C領域内にあっても結晶回転の履歴の差によって下部組織が形成されるのが常である。Fig. 4 は初期方位が $\langle 001 \rangle$ の押し残り部における結晶回転の様子を、 $\{110\}$ 断面上で観察した結果である。流動方向に沿った方位が $\langle 001 \rangle$ から $\langle 112 \rangle$ 近傍の範囲では、基本型のAを形成するように回転してゆく。一方 $\langle 112 \rangle$ から $\langle 110 \rangle$ の範囲はC領域を形成するが、中間にある $\langle 111 \rangle$ 方向を境にして回転挙動が異なる。すなわち流動方向の方位が $\langle 112 \rangle \sim \langle 111 \rangle$ 近傍の領域では、 $\{110\}$ 面を示すピットが観察面法線を軸に反時計回転をしながら流動し、最終的には $\{110\} \langle 111 \rangle$ となる。これに対し、流動方向の方位が $\langle 111 \rangle \sim \langle 110 \rangle$ 領域内にあっては、流動方向と $\langle 111 \rangle$ 方位とを一致させるまでは $\{110\}$ 面を保ったまま反時計回転をするが、流動方向が変化する部分において、 $\langle 111 \rangle$ 軸まわりに $\{110\}$ から $\{112\}$ 面に向かって回転するようになる。さらにダイス出口近くの流動方向が変化する部分で $\{110\}$ 面に戻り、 $\{110\} \langle 111 \rangle$ 方位をとる。結果だけを見れば、 $\langle 112 \rangle \sim \langle 111 \rangle$ 領域も $\langle 111 \rangle \sim \langle 110 \rangle$ 領域も同じ $\{110\} \langle 111 \rangle$ 方位となるが、そこには結晶回転履歴の差があり、境界には $\{112\} \langle 111 \rangle$ 成分が細い線状組織としてとに残される。

Fig. 4 Etch pits on a longitudinal section of the discard of the crystal which had a starting orientation near $\langle 001 \rangle$

Fig. 4 の初期方位は $\langle 001 \rangle$ から $\langle 011 \rangle$ 側へ 8° ずれていたため、流動方向が $\langle 110 \rangle \sim \langle 551 \rangle$ 近くまでの結晶回転の様子も観察することができた。この領域においても $\{110\}$ 面を示すピットは反時計回転を示し、流動方向に $\langle 111 \rangle$ が平行となる。ダイス出口での急激な流動方向の変化にも $\{100\}$ 面を維持し、流れに沿って $\{110\} \langle 111 \rangle$

を保つ結果、流動方向が $\langle 112 \rangle$ から $\langle 110 \rangle$ の範囲におけるエッチ・ピットとは鏡面对称の関係になる。このことはC領域同士の境界は $\{112\}$ 面であることを意味している。また各C領域は三つの基本型に囲まれているが、基本型に対しては $\langle 112 \rangle$ 方向を向いている。

以上のことは初期方位が $\langle 001 \rangle$ の単結晶に限らず、すべての方位に共通したことである。初期方位が $\langle 001 \rangle$ である単結晶の $\{110\}$ 縦断面の観察から、流動方向の方位が $\langle 113 \rangle \sim \langle 112 \rangle$ を境にして $\langle 100 \rangle$ に近い部分は $\langle 100 \rangle$ へ、 $\langle 111 \rangle$ に近い領域および $\langle 111 \rangle \sim \langle 110 \rangle$ 領域は $\langle 111 \rangle$ へ向かって回転することが明らかとなったが、他方位での結果も総合すると、 $\langle 001 \rangle \sim \langle 013 \rangle \sim \langle 112 \rangle$ に囲まれる方位を流動方向とする部分は基本型のAを、 $\langle 112 \rangle \sim \langle 011 \rangle \sim \langle 111 \rangle$ に囲まれる方位を流動方向とする部分はC領域を形成することが明らかとなった。

4. B領域 ($\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ 混合域)

B領域における典型的な組織を Photo. 2 に示したが、B領域は、二つの $\langle 111 \rangle$ 成分が鋸刃状に入り組み、その境界に $\langle 100 \rangle$ 成分が存在する部分である。B領域を形成する流動方向の方位はおおよそ $\langle 013 \rangle \sim \langle 112 \rangle \sim \langle 011 \rangle$ の範囲内にある。 $\langle 001 \rangle$ 初期方位の $\{100\}$ 切断面でB領域の形成過程を観察してみると、Photo. 3 に見られるように、二つの $\langle 111 \rangle$ 成分が交互に帯状に並び、その間にとに残された $\langle 001 \rangle \sim \langle 011 \rangle$ 線上の方位が安定方位として $\langle 100 \rangle$ を求めて回転してゆく。 $\{100\}$ 切断面上に現われる方位は $\langle 001 \rangle$ から $\langle 011 \rangle$ までであるが、 $\langle 001 \rangle \sim \langle 011 \rangle$ 線上の方位は回転方向を二つ持つ、いわゆる鞍部に位置する方位であるが故に、二つの $\langle 111 \rangle$ 成分が交互に並ぶものと考えられる。そしてその境界においては両側からの拘束により、 $\langle 100 \rangle$ への回転をひき起こすようなすべり系の活動が誘起されるのであろう。 $\{100\}$ 切断面上で $\langle 111 \rangle$ 成分になる領域は、初期の $\{100\}$ 面から変化して、 $\{011\} \sim \{112\}$ に至るあらゆる面を示すようになるが、一般的傾向としては、流動方向が $\langle 001 \rangle$ に近いところでは $\{112\}$ を、 $\langle 011 \rangle$ に近いところでは $\{011\}$ 面を示す。

Photo. 2 Typical microstructure of region B on cross section

Photo.3 Typical banded $\langle 001 \rangle$ components in a single crystal extruded with slow speed

当然のことではあるが、 $\langle 100 \rangle$ 成分を境にして二つの $\langle 111 \rangle$ 成分は鏡面对称の関係にある。

押出し変形中の結晶回転を厳密に知ろうとするには、変形領域内の応力分布状態を把握しなければならないが、ここでの実験結果は流動方向に沿った方位から最終方位の決定が可能であることを示している。しかもその結晶回転の様子は Boas-Schmid⁽¹⁵⁾, Taylor⁽¹⁶⁾, Bishop⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾ などの軸対称引張変形での結晶回転の結果とはほぼ一致している。Thomsen⁽¹⁹⁾ は押出し変形時の応力分布を実験的に求め、外周に近い部分を除いては、各微小部分の応力状態は円柱状態に近いことを明らかにしている。したがって押出し変形での結晶回転を論じるにあたっては、各微小部分が流れの方向に沿って軸対称伸張変形していると近似して取扱うほうが、従来の考え方より適確であるといえる。

以上に述べてきた結果をもとに、任意の初期方位に対応した変形帯の分布を類推することができる。すなわち押出し方向の結晶方位を図心とするステレオ投影上の各方位は流動方向に沿った方位にほぼ対応すると見なすことができるから、押出し棒横断面上において基本型のAが存在する位置と、ステレオ投影上の $\langle 100 \rangle$ の位置とが対応することとなる。Fig.5は $\langle 001 \rangle$ を図心とするステレオ投影で、細かい斜線内の領域は $\langle 100 \rangle$ に向かって回転し、基本型のAを形作る。一方流動方向の方位が白地の部分にあってはC領域を形成し、粗い斜線部分では近接する二つの $\langle 111 \rangle$ に向かう回転を示し、境界に $\langle 100 \rangle$ 成分をもつところのB領域となる。したがって Fig.5 そのものが $\langle 001 \rangle$ を初期方位にもつ押出し棒での基本型の大要を示すもので

Fig.5 Stereographic representation of distributions of unit patterns

あり、任意の方位を図心に移動させるならば、その方位における基本型の分布となる。

5. 加工速度の影響

結晶回転の大略は、加工速度に依存せずほぼ同一であるが、微細構造の上で幾つかの違いが見られる。

A領域を比較してみると、高速押出しでは塊状に $\langle 100 \rangle$ 成分が占めており、下部構造を有しているが、わずかな方位差しかなく、全体として均一な $\langle 100 \rangle$ 成分であるといえる。しかし低速での押出しでは $\langle 100 \rangle$ 方位以外への回転が認められ、結果的には帯状の $\langle 100 \rangle$ 成分の間に $\langle 112 \rangle$ を中心とする $\langle 100 \rangle \sim \langle 111 \rangle$ 帯上の中間成分を含んでいる場合が多い。

同様のことがC領域についてもいえ、高速押出しの場合結晶回転の履歴の差による下部構造はあるが、それは $\langle 111 \rangle$ 軸まわりの回転によってもたらされるもので、 $\langle 111 \rangle$ 成分のみを有するという点は均一であるといえる。それに対し低速での変形においては $\langle 112 \rangle$ に近い成分が存在するのが常である。

しかしながらB領域においては、高速押出し材にむしろ多様な微細組織が観察される。先に述べたように二つの $\langle 111 \rangle$ 成分が刃状に入り組み、境界に $\langle 100 \rangle$ 成分が帯状に存在するのがB領域の典型であるが、低速押出しでは一つの刃の間隔が $100 \sim 200 \mu$ 程度であるのに対し、高速押出しでは $20 \sim 50 \mu$ と細かく、 $\langle 111 \rangle$ 成分域を横切って $\langle 100 \rangle$ 成分が存在する。また $\langle 100 \rangle$ 成分が帯状ではなく、粒状に存在することがあるのも高速に特有である。その例を示したのが Photo.4 である。

低温 (77°K) での押出しにおいては、不均一組織が微細になる結果として $\langle 100 \rangle$ 成分が増加するといわれている⁽⁸⁾。高速での押出しでもB領域に関しては類似の傾向にあり、変形温度とひずみ速度とは、変形に対する熱揺動の効果という点で、両者が等価であるとの考え⁽²⁰⁾ が成り立つかのごとくみえる。しかAおよびC領域はむしろ高速で

(15) W. Boas und E. Schmid : Z. Tech. Phys., **12** (1931), 71.

(16) G. I. Taylor : J. Inst. Metals, **62** (1938), 307.

(17) J. F. W. Bishop and R. Hill : Phil. Mag., **42** (1951), 414, 1298.

(18) J. F. W. Bishop : Phil. Mag., **44** (1953), 51.

(19) E. G. Thomsen : J. Appl. Mech., **23** (1956), 225.

(20) 作井, 角間, 森 : 金属学会誌, **29** (1965), 903.

Photo.4 Granular $\langle 001 \rangle$ components in a crystal extruded with high speed

押出したほうが均一な組織を呈し、その結果として $\langle 100 \rangle$ 成分が増加しているように思われる。したがって必ずしも低温変形と高速変形とは等価であるとはいえないように思われる。

IV. 総 括

単結晶押出し材に現われる変形帯の分布を結晶学的に明らかにするために、Al単結晶を低速および高速で押出し、

押し残り部から棒部までの結晶回転の様子を追跡し、次の結果を得た。

(1) 初期方位による変形帯分布の違いは、基本型の位置の違いとして見る事ができる。基本型は $\langle 100 \rangle$ 成分が中心のA領域と二つの $\langle 111 \rangle$ 成分の境界に $\langle 100 \rangle$ 成分が存在するB領域とから成っている。

(2) A領域は変形域における流動方向の方位が $\langle 001 \rangle \sim \langle 013 \rangle \sim \langle 112 \rangle$ 範囲内にある部分によって形成される。

(3) B領域を形成する流動方向の方位は $\langle 013 \rangle \sim \langle 011 \rangle \sim \langle 112 \rangle$ 内にある。

(4) 流動方向の方位が $\langle 011 \rangle \sim \langle 112 \rangle \sim \langle 111 \rangle$ 範囲内にある場合には最終的に $\langle 111 \rangle$ となる。

(5) 高速押出しでは、B領域が微細な不均一組織を呈するが、A領域および $\langle 111 \rangle$ 成分領域は、低速での押出しよりもむしろ均一な組織となる。

本研究の遂行にあたり、東北大学金属材料研究所の大山致知氏、渡辺貞夫氏および渋谷俊昌氏に有意義なる御教示を賜りましたことをここに深く感謝いたします。