液体窒素温度および室温で引張変形した〈111〉アルミニウム単結晶の変形組織と再結晶

田上 稔¹ 檜原 恵蔵² 岡田 達也¹ 猪子富久治¹

¹徳島大学工学部機械工学科

²和歌山工業高等専門学校機械工学科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 65, No. 8 (2001), pp. 672-679

© 2001 The Japan Institute of Metals

Deformation Structure and Recrystallization in 〈111〉 Aluminum Single Crystals Deformed in Tension at Liquid Nitrogen- and Room-Temperatures

Minoru Tagami¹, Keizo Kashiwara², Tatsuya Okada¹ and Fukuji Inoko¹

¹Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Tokushima University, Tokushima 770-8506

²Department of Mechanical Engineering, Wakayama National College of Technology, Gobo 644-0023

99.99 mass% 〈111〉 aluminum single crystal specimens were deformed in tension to strains of about 20% at room- and liquid nitrogen (LN)-temperatures. Both specimens were annealed simultaneously at 773 K in an electric furnace until recrystallized grains were formed. At the same strain of 20% the flow stresses in the LN temperature and room temperature specimen were 238 MPa and 80 MPa, respectively. Its reason is due to the temperature dependence of cross slip. In neither specimen no deformation band was observed. The maximum misorientation among the cells measured by Electron Channelling Pattern (ECP) in the regions of the whole parallel-part of both specimens was only within 5°. The formation of recrystallized grains in 〈111〉 LN temperature specimen started earlier by 150 s at the same temperature of 773 K than that in 〈111〉 room temperature one. The rotation angles of the recrystallized grains to the orientation of the surrounding matrix about 〈111〉 axis normal to a common cross slip plane of the activated slip systems had approximately 15°~50°. So these large rotation angles could not be explained from the "coalescence and rotation of cells" and "strain induced grain boundary migration" mechanisms. Probably the intersections of cell walls with very dense dislocation density (DDW), slip bands with heavy shear strain etc. would become nucleation sites of the recrystallized grains. Especially, the special intersections which have inverse rotation and large angle boundaries to the surrounding matrix should be chosen as the nucleation sites.

(Received February 5, 2001; Accepted June 7, 2001)

Keywords: aluminum single crystal, tensile deformation, multiple slip, cross slip, recrystallization, 〈111〉 rotation recrystallization mechanism

1. 緒 言

前報¹⁾において、引張安定方位で多重すべりをする方位をもつ純度 99.99 mass% のアルミニウム単結晶を、交差すべりがし易いもの「〈001〉引張方位室温変形単結晶」、および少なくともマクロ的には交差すべりがし難いもの「〈001〉引張方位液体窒素変形(交差すべり温度依存性^{2,3)}単結晶」および「〈111〉引張方位室温変形(交差すべり方位依存性^{4,5)}単結晶」について、引張変形を行い、応力-ひずみ曲線、マクロ・ミクロ変形組織、活動すべり系、各領域の結晶方位などを調べた後、焼鈍することによって形成した再結晶粒の方位を変形したマトリックスの方位と比較検討した結果を示した。その結果、交差すべりが起こりやすい「〈001〉室温変形」は、耐力を過ぎたひずみ段階から加工硬化率が急激に低下し始め、応力値は飽和値に近づき、約 20% のひずみで 22 MPa の小さい値を示した。そのことは、長距離段差をもつ交差すべりが顕著に発生していることによく対応した。試験

片平行部に変形帯は観察されず、Electron Channelling Pattern (ECP) により測定したその領域における方位差は 5° 以内であり、ほとんど初期方位に近いものであった。内部転位組織は密度の低いルーズな転位からなるセル壁をもっており、高温の焼鈍によっても再結晶粒の形成はなく、「その場再結晶」⁶⁾をした。一方、「〈001〉液体窒素変形」および「〈111〉室温変形」の試料は、ひずみ約 20% においても加工硬化があり、高い応力値(それぞれ 106 および 71 MPa)であり、交差すべりが少なくともマクロ的には起こらず、転位密度の高い微細なセル組織を形成した。そのため、低い温度での短時間の焼鈍により、多くの再結晶粒が形成した。

そこで、本研究では〈111〉方位の同じ純度のアルミニウム単結晶を液体窒素温度および室温で引張変形し、方位依存性に温度依存性を加えて、交差すべりの発生をさらに抑制したときに、応力-ひずみ曲線、変形組織、再結晶粒の形成がどのような影響を受けるかについて調べた。なお、室温および液体窒素温度で引張変形した試料を同一熱処理条件で一緒に焼鈍し、変形温度の違いによる再結晶挙動の差異を検討し

た．さらに，先の結果¹⁾と比較検討し再結晶粒の形成機構について検討した．

2. 実験方法

引張方位が〈111〉で，観察面が〈011〉の純度 99.99 mass% アルミニウム単結晶をソフトモールド法によって作製した．その初期方位のステレオ投影図を Fig. 1 に，各すべり系のシュミット因子の大きさを Table 1 に示す．ここで P1~P4 は 4 つのすべり面の極を表し，引張方向は P2 面の法線方向である．記号 D1~D6 は活動可能な 6 つのすべり方向である． $P\bar{1}$ および $D\bar{1}$ は P1 および D1 のそれぞれが逆の面および方向を示す．P1D1 はすべり面が P1 ですべり方向が D1 のすべり系を表す．初期のシュミット因子の大きさから，主すべり系は P1D1, P1D3, P3D3, P3D6, P4D1 および P4D6 とみなされる．実際の試料で幾何学的方位からの引張軸の偏差は各試料ともに 2° 以下である．放電加工機で切り出した引張試験片 (Fig. 2) は試験部がそれぞれ $(4.7\text{ mm} \times 3.1\text{ mm} \times 10\text{ mm})$ および $(4.8\text{ mm} \times 4.7\text{ mm} \times 10\text{ mm})$ である．前者を引張変形および再結晶の観察用に，後者を変形後の内部転位組織観察用に使用した．表面をエメリー紙で丁寧に研磨した後，過塩素酸：エタノールが 1：4 の研磨液で電解研磨を行

って加工影響層を除去した．引張ひずみを与える前に 773 K-3600 s のひずみ取り焼鈍をほどこした．引張変形は室温および液体窒素温度においてそれぞれ二つの試料についてひずみ約 20%，ひずみ速度 $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で行った．それぞれ一方の試料を再結晶，もう一方を透過型電子顕微鏡 (TEM) 用試料として使用した．変形組織は走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて試料表面全体を観察し，全体にわたっての局所的方位を ECP で測定した．変形微視組織を TEM で観察し，局所方位を電子線回折 (EDP) で測定した．焼鈍は二種の試料の再結晶粒形成の様子が 1 次再結晶の初期の段階になるように，同一炉中で一緒に焼鈍温度および時間を変えながら断続的に行った．〈111〉液体窒素温度変形の試料が再結晶化した後は，〈111〉室温変形の試料のみで行った．再結晶組織を SEM を用いて観察し，得られた再結晶粒とその近傍の変形マトリックスとの方位関係を ECP で解析するとともに，再結晶粒形成数などを調べた．

3. 実験結果および考察

3.1 応力-ひずみ曲線と変形組織

3.1.1 応力-ひずみ曲線

引張方位が〈111〉で変形温度が室温ならびに液体窒素で変形した単結晶の応力-ひずみ曲線を Fig. 3 に示した．なお，Fig. 3 には前報¹⁾の引張方位が〈001〉の結果も追加した．〈111〉液体窒素温度単結晶を引張変形したときの応力-ひずみ曲線は〈111〉室温，先の〈001〉室温および〈001〉液体窒素温度単結晶の試料¹⁾より，応力値の高い曲線を示した．応力-ひずみ曲線は〈001〉室温単結晶が最も低く，低ひずみ領域ですでに応力は飽和値 22 MPa に近い値をとっている．〈111〉室温単結晶は加工硬化が高く，ひずみ 20% で〈001〉室温の約 4 倍弱の応力値 80 MPa を示している．〈001〉液体窒素単結晶の加工硬化はさらに高く，ひずみ 20% で 106 MPa と〈001〉室温の約 5 倍の大きい値をとっている．一方今回の〈111〉液体窒素単結晶は加工硬化が最も高く，ひずみ 20% で 238 MPa と〈111〉室温単結晶の約 3 倍，〈001〉液体窒素単結晶の約 2 倍さらに〈001〉室温単結晶の約 11 倍の大きな値と

Fig. 1 Stereographic projection of 〈111〉 aluminum single crystal specimen.

Table 1 Schmid factor of all slip systems in 〈111〉 aluminum single crystal specimen.

Slip system	Schmid factor	Slip system	Schmid factor
P1D1	0.263	P3D2	0.001
P1D3	0.270	P3D3	0.270
P1D4	0.001	P3D6	0.267
P2D2	0.003	P4D1	0.277
P2D4	0.002	P4D5	0.003
P2D5	0.009	P4D6	0.280

Fig. 2 Shape and orientation of 〈111〉 aluminum specimen.

Fig. 3 Stress-strain curves of $\langle 111 \rangle$ 99.99 mass% aluminum single crystal specimens deformed in tension to 20% at room temperature and liquid nitrogen temperature, including those of $\langle 001 \rangle$ specimens.

Fig. 4 SEM images and ECP of $\{011\}$ surface in $\langle 111 \rangle$ aluminum specimen deformed to 20% at room temperature.

なっている。

3.1.2 変形組織のSEM観察

変形温度が室温で引張軸方位が $\langle 111 \rangle$ P2極のアルミニウム単結晶の引張ひずみ約20%のSEMによる試料中央部、観察面 $\{011\}$ の変形組織、代表的なECP写真およびECPより方位解析した各すべり面をFig. 4に示す。前報¹⁾と同様に

Fig. 5 SEM image of $\{011\}$ surface in $\langle 111 \rangle$ aluminum specimen deformed to 20% at room temperature (large magnification).

巨視的に見て変形帯は観察されない。また準微視的には非常に細かな波状の複雑なすべり軌跡が主すべり面P1, P3およびP4のすべり軌跡に平行でなく、これらの中間的な方向をとっているのがわかる。これを詳しく観察するためにさらに拡大したSEM組織をFig. 5に示す、この微細な波状の多重すべりは試料内で三つの主すべり面P1, P3およびP4、ならびにシュミット因子がほぼ零のP2のいずれに対しても、数 μ mの短い距離で方向がずれているようにも見える、また、局所的不均一変形によるすべり軌跡の差があるとみなされる場所をECPにより方位測定を行ったが、試料全体にわたって初期方位からの方位差は数度以内であり、測定した局所方位間の方位差も数度以内であった。

一方、変形温度が液体窒素温度のアルミニウム単結晶の変形組織をFig. 6に示す。変形温度が室温のアルミニウム単結晶と同様に主すべり面P1, P3およびP4のすべり軌跡に中間的な波状の複雑なすべり軌跡が多数見られ、これをより詳しく見るためにさらに拡大したSEM組織をFig. 7に示す、変形を低温で行うことによって準微視的に波状のすべり活動のほぼ周期的な移動距離が室温変形のFig. 5に比較して短いことがわかる。また試料全体の中ですべり活動の差がある場所の方位差の測定をECPにより行ったが、測定不可能な場所がかなりあり、残留ひずみがより大きいことがわかった。測定可能な場所の方位は初期方位に対して変形後の方位は数度以内であり、各測定点間の方位差も同様に数度以内であった。

3.1.3 変形組織のTEM観察

室温および液体窒素温度で変形した二種の試料をTEMにより微視的に見た転位組織観察の結果について比較をする。まず、変形温度が室温における引張軸方位が $\langle 111 \rangle$ 単結晶の転位組織をFig. 8に示す。長方形のセル転位組織が規則的にみられ、セル壁の方向は、右上がりものはP1面に比較的近い方向をとりやや直線的であるが、右下がりものはP1およびP3, P4面に平行でなく中間的な方向である。転位密度の高いセル壁が形成されている。セル径は平均約2.4 μ m(1~5 μ m)である。一方、変形温度が液体窒素温度の $\langle 111 \rangle$ 単

Fig. 6 SEM images ECP of $\{011\}$ surface in $\langle 111 \rangle$ aluminum specimen deformed to 20% at liquid nitrogen temperature.

Fig. 7 SEM image of $\{011\}$ surface in $\langle 111 \rangle$ aluminum specimen deformed to 20% at liquid nitrogen temperature (large magnification).

結晶の TEM 組織を Fig. 9 に示す. この場合, 非常に微細で複雑なセル組織を形成している. 転位密度も高くセル径も相対的に小さい. セル径は約 $0.3 \sim 3 \mu\text{m}$ である. また, セル壁の方向も室温変形と同様に各すべり面に平行でなく中間的な方向を示している. 変形温度が室温および液体窒素温度のアルミニウム単結晶におけるセル間の方位差を ECP により測定した結果, 各セル間の方位差は両試料とも数度以内で

Fig. 8 TEM image of $\{011\}$ thin foil in $\langle 111 \rangle$ aluminum specimen deformed to 20% at room temperature.

Fig. 9 TEM image of $\{011\}$ thin foil in $\langle 111 \rangle$ aluminum specimen deformed to 20% at liquid nitrogen temperature.

Fig. 10 TEM image of {011} thin foil in $\langle 111 \rangle$ aluminum specimen deformed to 20% at room temperature (large magnification).

Fig. 11 TEM image of {011} thin foil in $\langle 111 \rangle$ aluminum specimen deformed to 20% at liquid nitrogen temperature (large magnification).

あった。活動したすべり系のセル壁の転位をより詳しく見るために種々の反射ベクトルで観察した。引張軸方位に平行である $\langle 111 \rangle$ 反射で観察した、変形温度が室温および液体窒素温度の転位組織は Fig. 10 および Fig. 11 に示すように、セル壁の幅は両試料とも同じ約 $0.5 \sim 3 \mu\text{m}$ 程度であり、室温変形のセル壁の転位密度は Fig. 10 に示すように高く、形は丸みを帯びた長方形である。変形温度が液体窒素の転位組織は Fig. 11 に示すようにセル壁の転位密度は非常に高くセル内にも転位が絡まっており、セルの形は明確でない。

3.1.4 応力-ひずみ曲線、転位組織と交差すべりとの関係

Fig. 3 に示す応力-ひずみ曲線と変形組織から検討すると、変形温度が液体窒素の $\langle 111 \rangle$ 単結晶の応力値は引張ひずみ 20%で室温の約 3 倍、変形温度が液体窒素温度の $\langle 001 \rangle$ 単結晶の約 2 倍に相当する 238 MPa であった。また、室温 $\langle 001 \rangle$ 単結晶の約 11 倍にもなる。変形温度が室温の $\langle 111 \rangle$ 単結晶は耐力を過ぎても応力が増加し、加工硬化を示し、20%ひずみで室温の $\langle 001 \rangle$ 単結晶の約 3 倍の 80 MPa であった。 $\langle 111 \rangle$ 軸方位単結晶試料を液体窒素温度 (77 K) および室温 (293 K) において変形させると両試料とも塑性変形開始直後から急激に加工硬化する。いずれにおいても多重すべりに対する交差すべりが困難なために変形応力は高ひずみに至っても増加し続けるが、液体窒素温度試料の応力値が室温の約 3 倍と高いことは、低温にすることによってより交差すべりが困難となり、室温より短い距離で結晶内に転位の障害が形成され転位の移動が阻止されたことによると考えられる。変

形温度が液体窒素温度の $\langle 001 \rangle$ 単結晶の応力値は 20%ひずみで変形温度が室温の $\langle 001 \rangle$ 単結晶の約 5 倍で 106 MPa であった。液体窒素温度における変形でも、より高い温度での変形と同様に変形初期には微細な四重すべりが生じ、結晶内に転位の障害が形成³⁾され、これらの障害が転位の長い距離の移動を阻止するため、微細な多重すべりが生じる。しかし、ひずみが増加するにしたがって室温変形では交差すべりが生じ応力が飽和するのに対して、液体窒素温度では低温にすることによって交差すべりがさらに抑制されるために応力が増加している。交差すべりが多数活動した変形温度が室温の $\langle 001 \rangle$ 単結晶では塑性領域に入り、約 2%にもなると、急激に加工硬化しなくなり、応力値が飽和し、その値は 20%ひずみで 22 MPa と非常に低かった。これは変形中に四つのすべり面上の転位が活発に長距離の段差をもつ交差すべりを促進し合うことによる。このことから、ひずみ 20%における応力の温度依存性、すなわち室温 (RT) の変形応力に対する液体窒素 (LNT) の比 $\sigma_{\text{LNT}}/\sigma_{\text{RT}}$ は $\langle 001 \rangle$ 単結晶の方が大きく、一方、変形応力の方位依存性 $\sigma_{\langle 111 \rangle}/\sigma_{\langle 001 \rangle}$ は、室温において約 4 倍に対して、液体窒素温度において約 2.3 倍で室温の方が大きかった。交差すべりの室温と液体窒素温度の温度依存性および $\langle 001 \rangle$ と $\langle 111 \rangle$ の方位依存性を加味すると、交差すべりを抑制することにより約 11 倍もの強度増加がある。交差すべりの抑制は大きな強度増加を生むことができる。

3.2 再結晶

変形温度が室温および液体窒素温度の $\langle 111 \rangle$ 単結晶の再結晶化のための焼鈍条件は、変形した二種の試料を 753 K に保った電気炉の中に入れ、2 から 3 分毎に電気炉から同時に取り出し再結晶粒 (R.G) が形成したかどうかを調べ、その形成が確認できたところで焼鈍を中止した。この焼鈍条件で TEM 観察において転位密度が高く、セル径の小さい、変形温度が液体窒素温度の $\langle 111 \rangle$ 単結晶は、TEM 観察においてセル径が大きく、セル壁の転位密度が低かった変形温度が室

Fig. 12 Macro SEM image, schematic diagram and stereographic projections of recrystallized grains and matrix of {011} surface in 〈111〉 aluminum specimen deformed at room temperature and annealed under a condition of 753 K-90 s + 753 K-120 s + 753 K-150 s.

温の〈111〉単結晶よりも、短い時間の 753 K-90 s + 753 K-120 s でトータル 210 s の焼鈍時間で 25 個の再結晶粒が形成した。一方、変形温度が室温の単結晶は同じ焼鈍条件の 753 K-90 s + 753 K-120 s では再結晶粒は形成せず、同じ温度 753 K で前者に 150 s 加えて、計 360 s で 29 個の再結晶粒が形成した。Fig. 12 は変形温度が室温、引張方位が〈111〉単結晶の再結晶組織、その模式図および個々の再結晶粒の方位の〈111〉極点図を変形マトリックスおよび初期方位とともに示している。変形マトリックスもわずかに残っているが、再結晶粒の形成は 1 次再結晶の完了近くから正常粒成長の初期の状態かも知れない。再結晶粒の形成を確認できたときには、ある程度粒成長しているので再結晶粒と変形マトリックスとの方位関係を調べる場合、核形成粒に隣接する変形マトリックスと比較することができないが、セル組織のセル同士の方角差が数度程度あること、ECP で測定した広範囲な領域の変形マトリックスの方角が数度以内であるので、方位の誤差は少ないと考えている。しかしながら、セル壁の交切部の正確な方位情報が得られないことから、変形マトリックスの各〈111〉極点の 10° 以内に再結晶粒の〈111〉軸が位置するものを〈111〉軸回転関係とした。Table 2 に示したように形成した再結晶粒 29 個のうちの 16 個 (55%) の再結晶粒が変形マトリックスと〈111〉軸回転関係⁷⁻¹⁰⁾にあり、形成した再結晶粒の回転関係の内訳は P1 面の法線回りの再結晶粒が 5 個、P2 面の法線回りが 3 個、P3 面の法線回りのものが 5 個および P4 面の法線回りのものが 4 個であった。また、変形後の試料全域の方角は初期方位からのずれが数度以内である安定

Table 2 〈111〉 rotation relation between recrystallized grains and deformed matrix.

Rotation axis	293 K The number of RGs (No. of R.Gs.)	77 K The number of RGs (No. of R.Gs.)
P1	4 (4, 5, 24, 28)	6 (2, 11, 12, 20, 21, 22)
P2	3 (9, 19, 23)	8 (6, 9, 14, 15, 16, 17, 18, 25)
P3	5 (1, 3, 14, 15, 20)	3 (1, 24, 23)
P4	4 (12, 17, 18, 27)	0
〈111〉 rotation	16 (55%)	17 (68%)
Unknown	13	8
Total R.Gs.	29	25

な方位であるにもかかわらず、再結晶粒の変形マトリックスに対する回転角度はそれに比べてはるかに大きい右回りが 30°~50°、左回りが 15°~50°であった。このことは、この場合、再結晶粒の核形成はセル合体回転成長機構¹¹⁾およびひずみ誘起粒界移動機構^{12,13)}で言われているような個々のセルが基準ではなく、セル壁の交切部(この場合せん断変形の大きいすべり帯)が基点となっている可能性がある。P1, P3 および P4 軸回りの再結晶粒の形成数がほぼ等しいのは活動すべり系によって導入された転位が再結晶粒の方角形成に影響するとして猪子ら¹⁴⁾および梶原ら¹⁵⁾の〈111〉軸回転機構にしたがえば SEM 組織写真およびシュミット因子 (Table 1) から判断して三つのすべり面、六つのすべり方向がほぼ等しく活動したことによると考えられる。

Fig. 13 Macro SEM image, schematic diagram and stereographic projections of recrystallized grains and matrix of {011} surface in $\langle 111 \rangle$ aluminum specimen deformed at liquid nitrogen temperature and annealed under condition of 753 K-90 s + 753 K-120 s.

一方, Fig. 13 は変形温度が液体窒素温度の焼鈍後の再結晶組織と, その模式図および形成した個々の再結晶粒の方位の $\langle 111 \rangle$ 極点図を変形マトリックスおよび初期方位とともに示している. 再結晶組織は室温の場合と同様にこの場合も1次再結晶完了から正常粒成長の初期段階のものかも知れない. Table 2 に示したように25個の再結晶粒が形成し, そのうち17個(68%)の再結晶粒が変形マトリックスと $\langle 111 \rangle$ 軸回転関係にあり, P1面の法線回り6個, P2面の法線回りが8個, P3面の法線回りものが3個および交差面P4のものは0個であった. また試料中央部に形成したNo. 15の再結晶粒は, 変形マトリックスと再結晶粒との傾角粒界関係の向きに大きく成長し, 成長の異方性を強く示した. 変形温度が室温のものと同様に変形後の試料全域の方位は初期方位からのずれが数度以内である安定な方位である. 形成した再結晶粒のマトリックスに対する回転角度はそれに比べてはるかに大きく, 右回りが $30^\circ \sim 45^\circ$, 左回りが $20^\circ \sim 50^\circ$ であった.

このように変形後の方位が 5° 以内という小さな方位差の範囲にあるにも関わらず, 再結晶粒とマトリックスとの方位差が $20^\circ \sim 50^\circ$ という大きい方位差をもつことは, セルが合体するとしても変形マトリックスに対して数度しか回転することができないので, $\text{Li}^{11)}$ のセル合体することにより再結晶粒が回転し大角粒界を作る機構では再結晶粒の形成が説明できないことを示している. この場合再結晶粒形成は主に $\langle 111 \rangle$ 軸回転機構^{14,15)}(Fig. 14(a))によるものと判断される. 再結晶の核としてはECPの測定では測定領域が微小過ぎ, ひずみが大き過ぎて正確な方位の測定が困難な箇所, たとえばDense Dislocation walls(DDW)¹⁶⁻¹⁹⁾, すべり帯などの交切部において, 特に, 引張ひずみをもつすべり帯(SB(TS))

Fig. 14 Schematic illustration of $\langle 111 \rangle$ rotation recrystallization mechanism about P1 pole (a), and intersection of a slip band with tensile strain (SB(TS)) and that with compressive strain (SB(CS)), rotated for the inverse direction to the surrounding matrix (b)²⁰⁾.

と圧縮ひずみをもつすべり帯(SB(CS))がFig. 14(b)のように交切すると, 変形マトリックス(DM)と交切部とは互いに逆回転し, 大角粒界を作るので再結晶粒の核となるとみなさ

れる²⁰⁾.

4. 結 言

純度 99.99 mass% のアルミニウム単結晶を用いて、交差すべりが巨視的には生じない<111>軸を引張方向にもつ試料を室温および液体窒素温度で引張変形し、応力-ひずみ曲線を求め、それぞれの多重すべり変形組織を観察し、同時に 773 K で焼鈍することによって再結晶粒の形成の違いについて調べた。応力-ひずみ曲線、変形組織と再結晶の関係におよぼす温度依存性を調べた。また、前報¹⁾の交差すべりが容易な<001>アルミニウム単結晶の結果との方位依存性についても比較検討した。その結果を以下に示す。

(1) ひずみ 20% における液体窒素温度変形<111>試料の応力値 238 MPa であり、室温変形<111>のそれ 80 MPa の約 3 倍であった。これに対して、同じひずみで、先の液体窒素温度<001>試料の応力値が 106 MPa であり、室温変形<001>のそれ 22 MPa の約 5 倍であり、温度依存性は<001>単結晶の方が大きかった。一方、変形応力の方位依存性 $\sigma_{111}/\sigma_{001}$ は、室温において約 4 倍に対して、液体窒素温度において約 2.3 倍で室温の方が大きかった。交差すべりの室温と液体窒素温度の温度依存性および<001>と<111>の方位依存性を加味すると、交差すべりを抑制することにより約 11 倍もの強度増加がある。交差すべりの抑制は大きな強度増加を生むことができる。

(2) SEM によるすべり観察では両<111>試料とも微細な多重すべりが生じ複雑な波状のすべり軌跡を示し、変形温度が低くなるとすべり活動距離がより短くなる。TEM による内部組織観察ではセル壁の転位密度が高いが、変形温度が低くなると室温変形に比較して転位の移動距離が短く、セル径は小さく、転位の集積度はより高くなる。

(3) 再結晶粒の形成時間はセル壁の転位の密度およびセル径に関係し、転位密度が高く、セル径が小さいと再結晶粒の形成時間は短くなる。また、集積した転位密度に再結晶粒の成長および形成数は関係し、転位密度が高いと再結晶粒の成長は早く、形成数も相対的に少なく現れる。

(4) 焼鈍により形成した再結晶粒は室温変形の試料においては形成数の 55% および液体窒素温度変形の試料においては 68% が再結晶粒と変形マトリックスとの方位関係が<111>回転関係で形成した。

(5) 本研究の再結晶粒の形成は、主として変形マトリックスに対して<111>軸まわり 15°~50°の回転関係をもち、変形マトリックス全体の方位差は 5°以内であるので、セル合体回転成長機構やひずみ誘起粒界移動機構によるものではなく、セル壁の転位が非常に集積し、変形後の方位の測定が難しい、転位密度の非常に高いセル壁(たとえば、DDW やすべり帯)の微小交切部を再結晶粒の核として成長する<111>軸回転再結晶機構によるとみなされる。

本研究の遂行にあたり、浜 敏雄氏の技術的協力ならびに軽金属奨学会の教育研究助成に深く感謝いたします。

文 献

- 1) M. Tagami, K. Kashiara, T. Okada and F. Inoko: J. Jpn. Inst. Metals **41** (2000) 535-542.
- 2) B. Berner and H. Kronmüller: *Moderne Probleme der Metallphysik*, ed. by A. Seeger, (Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1965) pp. 35-125.
- 3) Y. Saeki and S. Miura: Trans. JIM **18** (1977) 843-851.
- 4) J. Diel, M. Kause, W. Offenhauser and W. Staubwasser: Z. Metallk. **45** (1954) 485-492.
- 5) T. Mori and H. Fujita: Philos. Mag. **46** (1982) 91-104.
- 6) F. Haessner: *Recrystallization of Metallic Materials*, ed. by F. Haessner, (Dr. Riederer-Verlag GmbH, Stuttgart, 1978) pp. 1-10.
- 7) F. Inoko, T. Fujita and K. Akizono: Scripta Metall. **21** (1987) 1399-1404.
- 8) F. Inoko and K. Kashiara: J. Jpn. Inst. Metals **56** (1996) 361-370.
- 9) F. Inoko and K. Kashiara: J. Jpn. Inst. Metals **56** (1992) 371-377.
- 10) K. Kashiara, M. Tagami and F. Inoko: Mater. Sci. Eng. **271A** (2000) 207-217.
- 11) J. C. M. Li: J. Appl. Phys. **33** (1962) 2958-2965.
- 12) P. A. Beck and H. Hu: *Recrystallization, Grain Growth and Textures*, ed. by H. Margolin, (ASM, Ohio, 1966) pp. 393-433.
- 13) J. E. Beiley: Philos. Mag. **5** (1960) 833-843.
- 14) F. Inoko, M. Kobayashi and S. Kawaguchi: Scripta Metall. **21** (1987) 1405-1410.
- 15) K. Kashiara, M. Tagami and F. Inoko: Trans. JIM **37** (1996) 572-578.
- 16) N. Hansen: Mater. Sci. Technol. **9** (1990) 1039-1047.
- 17) B. Bay, N. Hansen, D. A. Hughes and D. Kuhlmann-Wilsdorf: Acta Metall. Mater. **40** (1992) 205-219.
- 18) A. Goderey, D. Juul Jensen and N. Hansen Acta Metall. Mater. **46** (1998) 823-833.
- 19) F. Inoko, T. Okada, T. Tagami and K. Kashiara: *Proc. the 20th Risoe Inter. Symp.* 1999, ed. by Bilde-Sorensen *et al.* (Roskilde) pp. 375-380.
- 20) F. Inoko, T. Okada, T. Tagami and K. Kashiara: *Proc. the 21st Risoe Inter. Symp.* 1999, ed. by Bilde-Sorensen *et al.* (Roskilde) pp. 365-370.