

Al-2.4% Mg (5052)合金の冷間圧延集合組織 の形成に関する研究

加藤 良雄*・清水 保雄**

(昭和47年3月18日受理)

1 緒 言

F. C. C 多結晶金属の冷間圧延集合組織は純金属型 $\{123\}\langle 412\rangle$, 又は $\{011\}\langle 211\rangle + \{112\}\langle 111\rangle$ と合金型 $\{011\}\langle 211\rangle$ に分類される. $\{111\}$ 極点図によりその典型的な例を Fig. 1 に示す.

両者の差異の原因をその材料の積層欠陥エネルギーの大小と積層欠陥の形成頻度とに関連した交差すべりの進行の難易によって考察した, Dillamore-Roberts の理論¹⁾は高く評価されてきた. これによれば, 積層欠陥の大きな材料に対しては, 圧延中間段階で合金型成分 $\{011\}\langle 211\rangle$ が出現し, 更に交差すべりによって $\{112\}\langle 111\rangle$ へとすべり回転する. 一方, 積層欠陥エネルギーの低い材料では積層欠陥が多数形成され, 拡張転位群の反応による不動転位の形成により, 交差すべりが起りにくく, 合金型におちつくとしている. しか

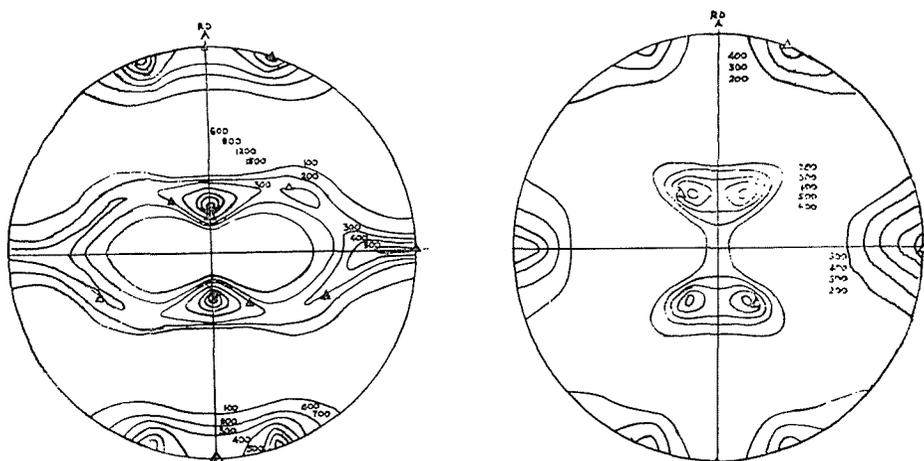


Fig. 1 Typical (111) pole figures for pure metal type and alloy type.

* 機械工学教室 教授

** 大学院修士課程

し、これと一致しない実験結果もあり^{2)~4)}、又、最近、上城⁴⁾は液体窒素温度での粉末焼結銅の圧延集合組織の形成過程において、Dillamore等のすべり経路と全く逆の過程を提案している。これは低温化による積層欠陥エネルギーの増加⁵⁾にもかかわらず、積層欠陥の形成頻度の増加⁶⁾の効果が大きく、結果的には、積層欠陥が多数存在するためであると考えることもできる。

この様に積層欠陥に関する因子とすべり機構の関連性が重要である。

しかし、積層欠陥エネルギーの測定には技術的困難があり、少数の材料について測定されているだけで正確な値を指定することは難かしい。

Al-Mg合金の組成に関する定量的な測定値は、Kritzinger等⁷⁾がAl-0.65% Mgについて得ているに過ぎないが、一般に合金化は積層欠陥エネルギーを低下させる傾向がある。

Al-Mg合金の圧延集合組織を論じた報告⁸⁾はほとんどないので、市販のAl-2.4% Mg (5052)材を素材として固溶域内での不純物添加による積層欠陥エネルギーの低下が及ぼす冷間圧延集合組織の形成とすべり回転の機構への影響を検討することを目的として実験を行なった。

2 F. C. C 結晶のすべり系

F. C. C結晶のすべりは{111}面上で<110>方向に生ずる。従って{111}<110>すべり系として表現でき、面と方向につき24の自由度をもつ。特定な方位に配置された単結晶に変形

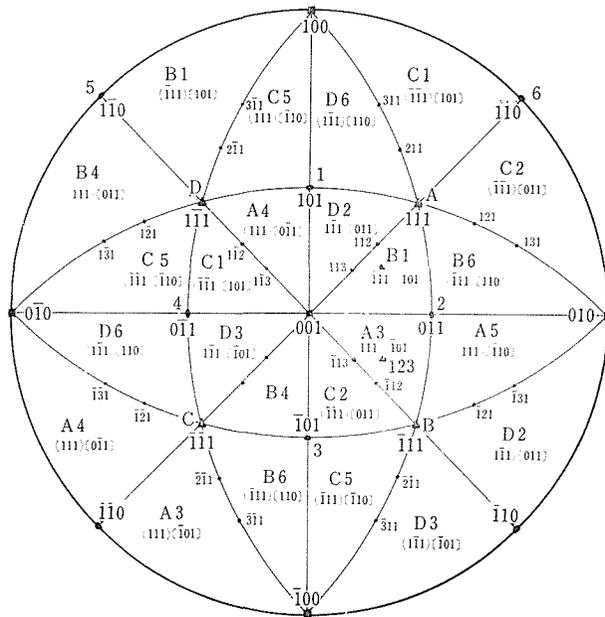


Fig.2 Active slip systems giving maximum resolved shear stress for F.C.C metal on standard (001) stereographic projection

応力が作用するとき活動するすべり系は、そのすべり系に作用する剪断応力によって決まる。

圧延変形時には、圧延面にすべり面が向かい、圧延方向にすべり方向が向かう回転が起る。これが集合組織を形成する根本原理である。

任意の結晶学的方位に対して単純応力（引張り、圧縮）が作用する時の最大剪断応力（分解剪断応力）が働くすべり系を(001)標準投影図上に示す。(Fig. 2)。また以下のすべり系に関する記号の表示もこれを用いる。

3 無方位性多結晶体の圧延集合組織

3.1 はじめに

多結晶体を構成する各単結晶粒の圧延応力によるすべり回転の機構は、その初期方位に大きく依存している。従って多結晶体の圧延集合組織は多数の単結晶のすべり回転の多重的、総合的結果として与えられる。それ故、多結晶供試材は初期条件として、無方位性であることが理想的である。

3.2 試料の調整及び実験方法

市販 5052 母板材を空气中で再溶解し、685°C から20×40×200に金型鑄造した。鑄造材側面は柱状凝固晶を造り顕著な配向性をもつから、外周部を切削除去し、中央部を10×30×200に機械仕上げし、至除去焼鈍した。この試料の化学組成の分析値を Table 1 に、また Al-Mg 系 2 元合金状態図を Fig. 3 に示す。方位配向性は Mo α 特性 X 線によるディフラクトメータの測定図形と粉末試料からの図形を比較することにより、更に Cu α 特性 X 線の透過ピンホール図形と、(111)極点図の作成により確認した。

Table 1. Chemical Composition (wt %)

Cu	Si	Fe	Mn	Mg	Zn	Cr	Al
0.01	0.12	0.25	0.03	2.50	0.02	0.22	R.

これを41.3%、50.3%、60.3%、70.0%、80.2%、90.0%、98.4%、99.5%に往復圧延し、その中心層を極点図作成用試料とするために、研磨(エメリー紙、電解研磨)、腐食(5% NaOH)により薄膜化し、150 μ ~ 200 μ 厚に仕上げた。

X 線極点図の作成は Cu α 特性 X 線を用いて Schultz の反射法⁹⁾ と Decker-Asp の透過法¹⁰⁾を併用して、X 線ディフラクトメータにより(111)回折線 ($2\theta = 38.2^\circ$) の強度の測定により行なった。試料の回転に伴う X 線の吸収による回折線強度の補正は、透過法については計算による解析値から行ない、反射法については、粉末試料による実験値から行なった。試料の回転は半自動極点図形試料台によった。

同時に、Cu α 特性 X 線透過ピンホール写真も求めた。

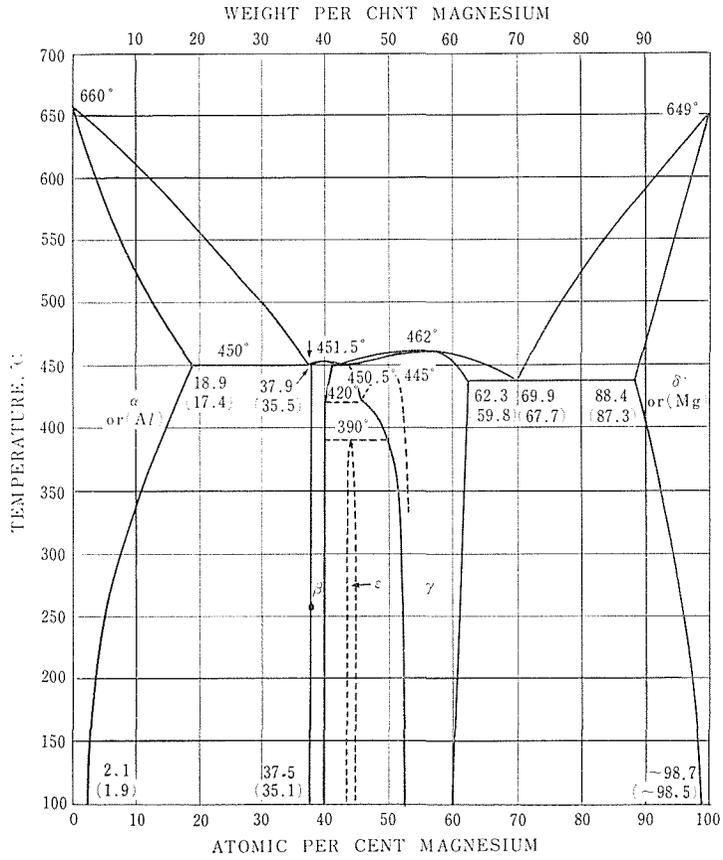


Fig. 3 Al-Mg binary equilibrium diagram

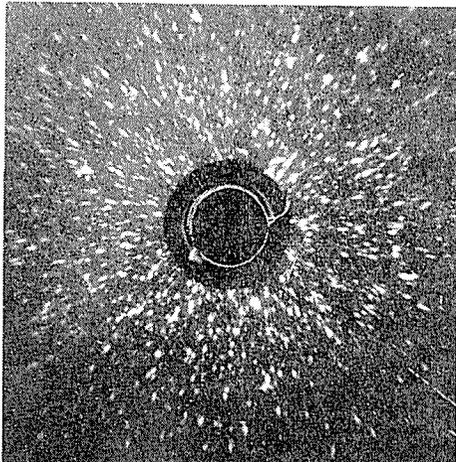


Fig. 4 Xray transparent picture for 0% starting position

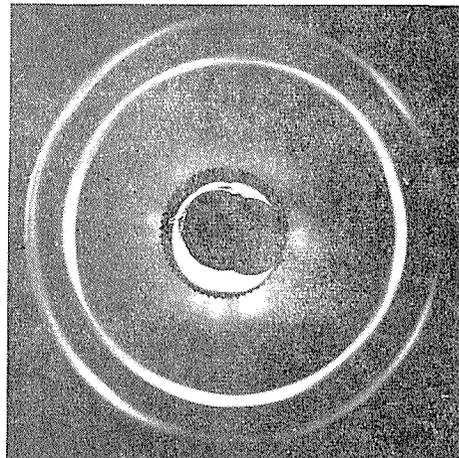


Fig. 5 90.0% rolled, inside circle (111) outside circle (200).

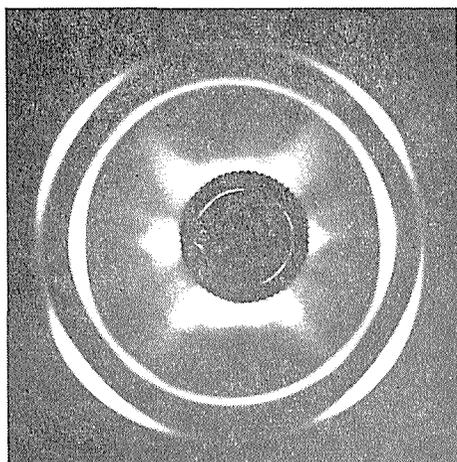


Fig.6 98.4 % rolled.

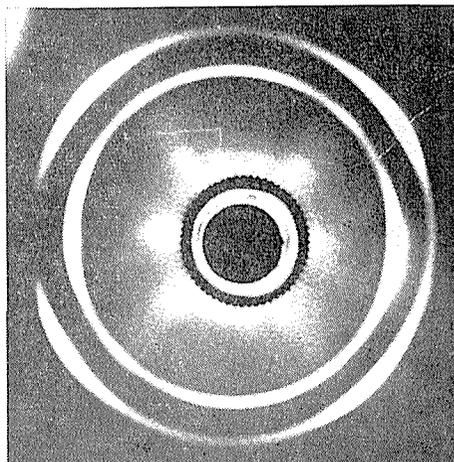


Fig.7 99.5 % rolled

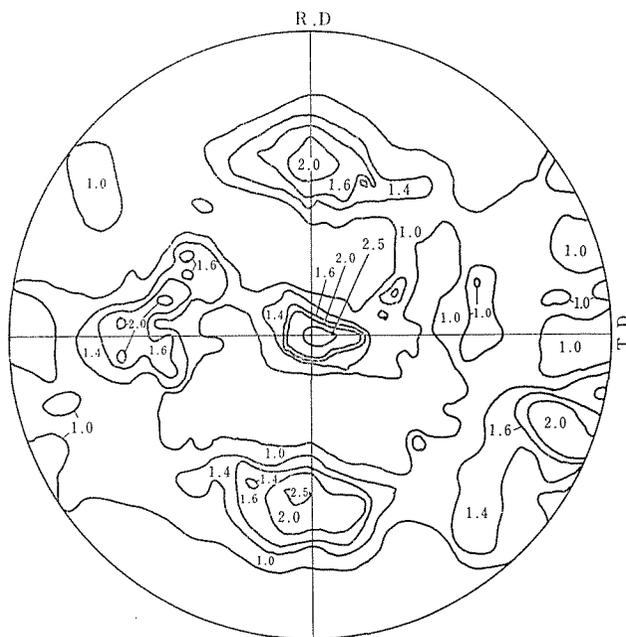


Fig.8 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 40.3 % rolled.

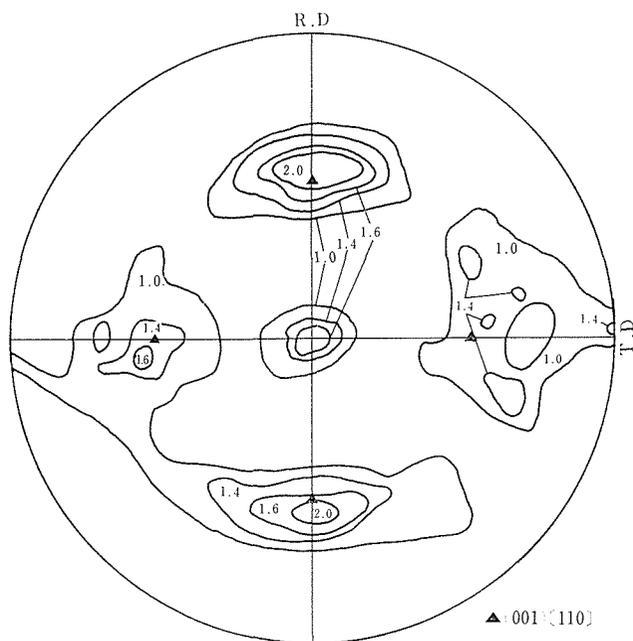


Fig.9 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 50.3% rolled.

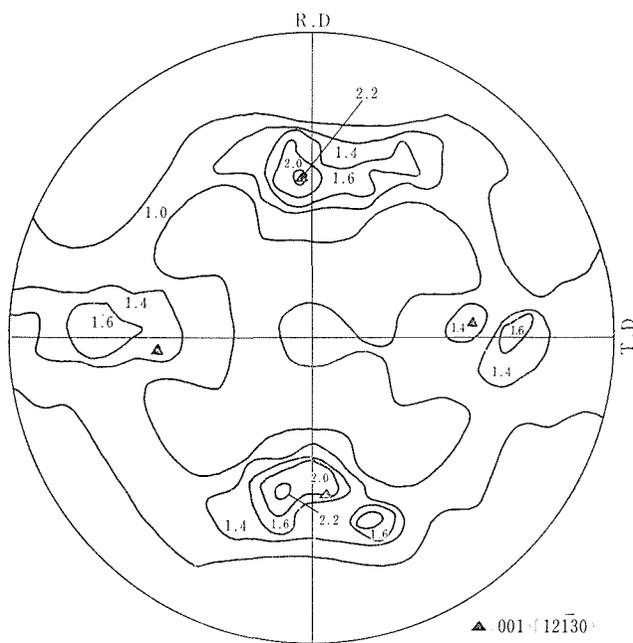


Fig.10 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 70.0% rolled.

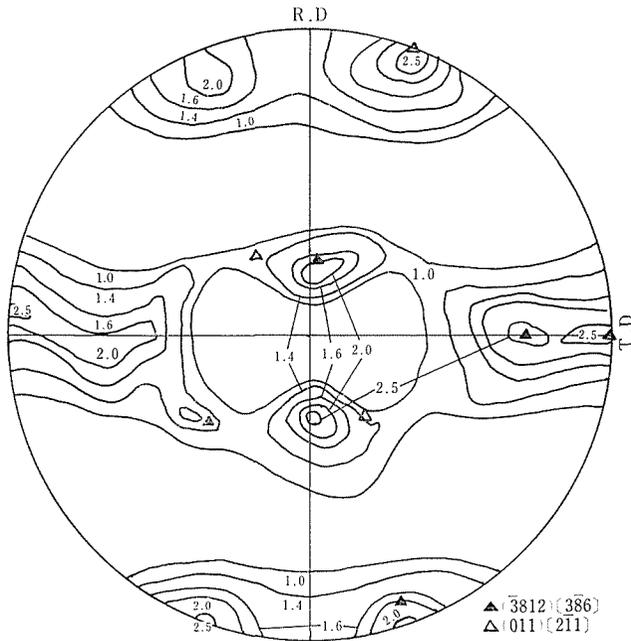


Fig.11 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 80.2% rolled.

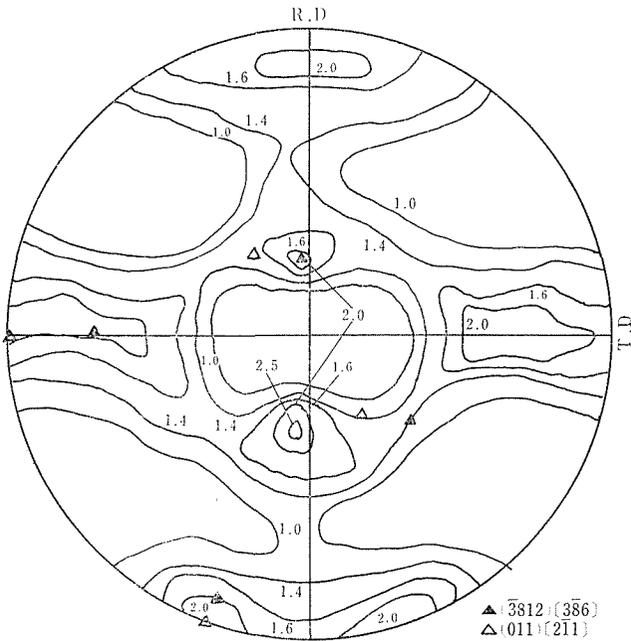


Fig.12 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 90.0% rolled.

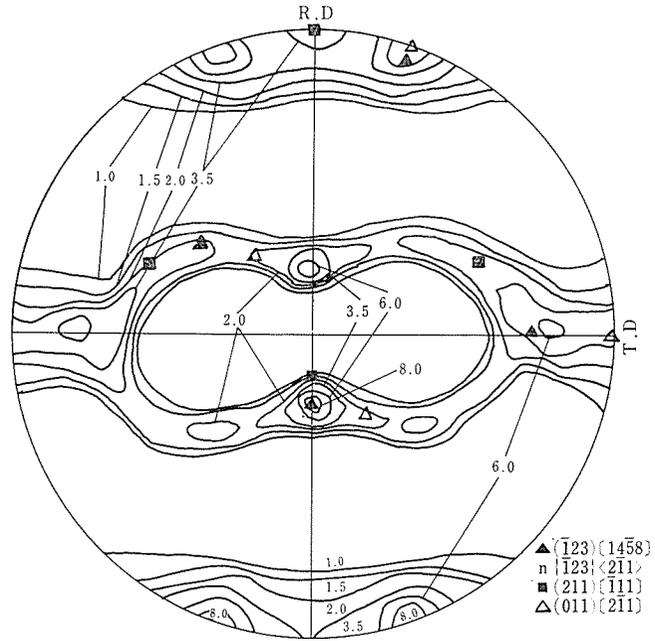


Fig.13 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 98.4 % rolled.

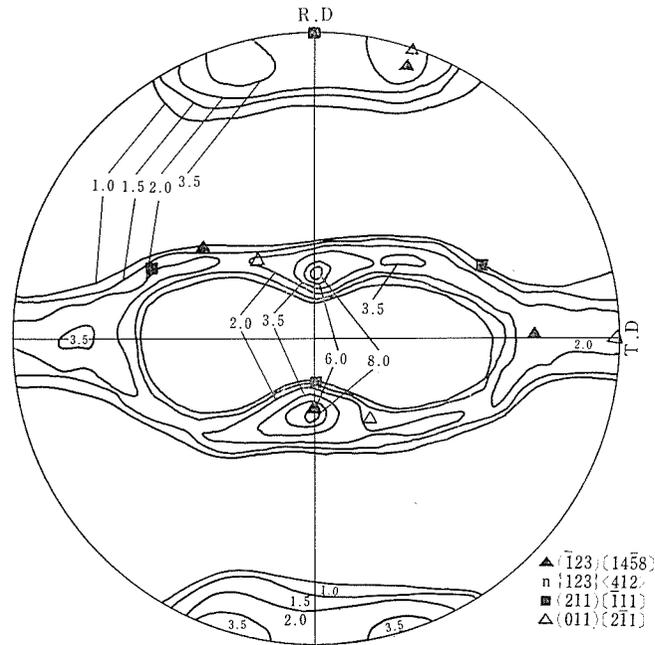


Fig.14 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 99.5 % rolled.

3・3 実験結果

X線透過ピンホール写真の一部を Fig. 4～Fig. 7 に示す。写真法によって集合組織を詳細に検討することは困難であるが、圧延度が90%以上にならないと顕著な集合組織を示さないことがわかる。(111)回折線強度から求められた極点図を Fig. 8～Fig. 14 に示す。回折強度を0%圧延開始点の無方位試料の回折強度の積分値の平均に対して規格化し、その値を等高線に表した、40.3%圧延では未だランダム性を残存していた。(Fig. 8)。70.0%になると(001)[110]集合組織の集積がみられるようになった。(Fig. 10)。90.0%になるとかなり対称性を示す極点図が得られ(3812)[386]になり(011)[211]も強く含んでいた。(Fig. 12)。99.5%においても(011)[211]をかなり強く残存させるが、典型的な純金属型集合組織を呈した。

3・4 考察

40.3%から70.0%圧延までに、あまり顕著ではないが表面集合組織(001)[110]に近い方位の集合組織が形成されたのは、低圧延段階において、素材の結晶粒が比較的大きく、無潤滑圧延条件からロールと素材間の摩擦が大きく、表面の応力状態が内部にまで及び表面集合組織が内部まで侵入したと考えられる。80.2%以上の(111)極点図は純金属型の集合組織を呈したが、すべり系に作用する剪断応力の解析から(001)[110]方位のすべり回転は、(112)[111]への移動が可能であり、このすべり系の影響によって、(3812)[386]に集積する結果となる。99.5%圧延まで(011)[211]方位が強く保存されたが、これがさらに交差すべりによって、(112)[111]へ回転するのか、あるいは、(011)[211]への集積を徐々に増加させるかが、対立する、Dillamoreと上城の理論の分れ目であるが、極点図のみからは、応力解析にもとづくすべり回転の効果と、交差すべりによる効果を区別することができない。

しかし、99.5%圧延の極点図(Fig. 14)でR.D(圧延方向)近傍の分散の収縮がみられることは、(112)[111]方位への移行を示唆しているとも考えられる。これが顕著にならないのは、供試料の積層欠陥エネルギーの低下として考察される。

2.4% Mgの添加は、圧延集合組織を純金属型にとどめ、合金型になる程¹¹⁾($\gamma_{s.F} \approx 35 \text{ erg/cm}^2$)積層欠陥エネルギーを低下させないことがわかった。

4 発達した集合組織からの圧延集合組織の形成 (I)

(001)[110]多結晶板からの圧延

4・1 はじめに

第3節の無方位性多結晶体の圧延過程において出現した(001)[110]方位は集積が弱かったため以後のすべり回転の考察に難点を残した。

この解析には単結晶を用いるのが理想的であるが、高圧延時まで単結晶が保たれないことと、大きな単結晶板の作成の困難を避けるために、発達した集合組織をもつ板材を用いて圧延に供した。

4・2 試料及び実験方法

市販5052板材は購入時に既にかなり発達した集合組織をもっていたので、この圧延方向

に直角方向に 80 % 圧延を行ない、450 °C、1 hr. 焼鈍を施こし立方体方位、(001)[100] 組織を得た。この試料の化学組成を Table 2 に示す。

Table 2. Chemical Composition (wt %)

Cu	Si	Fe	Mn	Mg	Zn	Cr	Al
0.02	0.13	0.25	0.03	2.4	TR.	0.22	R.

立方体方位を(111)極点図により確認した後、圧延方向を 45° 回転させて (2次圧延方向) (001)[1 $\bar{1}$ 0]方位として、16.2 %、42.6 %、53.3 %、70.0 %、80.1 %、89.9 %、95.7 %、98.0 % の 8 段階に 2 次往復圧延した。集合組織は前節と同様の方法で(111)極点図により検討した。また圧延面の {011}, {123}, {112} 面に関する移動を論ずるために、圧延面平面からの Mo α 特性 X 線による回折図形を求め、粉末試料の回折図形との比較から面配向性を検討し、すべり回転の考察に供した。

4.3 実験結果

(111)極点図の変化を Fig. 15~Fig. 22 に示す。圧延開始時 (0 % Starting position) では (001)[100]であり、これを 45° 回転すると 2 次圧延方向 (S. R. D) に関して (001)[1 $\bar{1}$ 0] になる (Fig. 15)。 (001)[1 $\bar{1}$ 0]から ($\bar{1}$ 13)[3 $\bar{3}$ 2]への移動 (Fig. 17) は S. R. D, R. P. N (圧延面法線) の 1 $\bar{1}$ 0- $\bar{1}$ 10 大円上の移動である。53.3 % から 70.0 % 圧延にかけて ($\bar{1}$ 23)[6 $\bar{3}$ 4] 方位への方向転換が生じた (Fig. 18~Fig. 20)。最終圧延時には、S. R. D 近傍の収縮と R. P. N

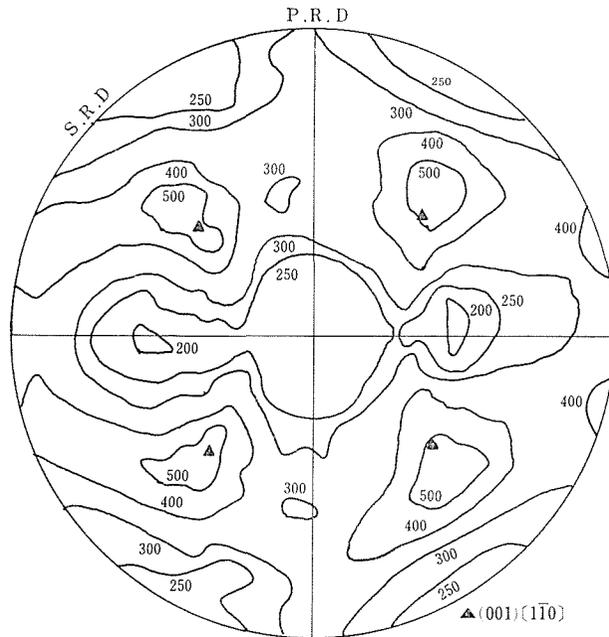


Fig. 15 (111) pole figure for the specimen at starting position of rolling.

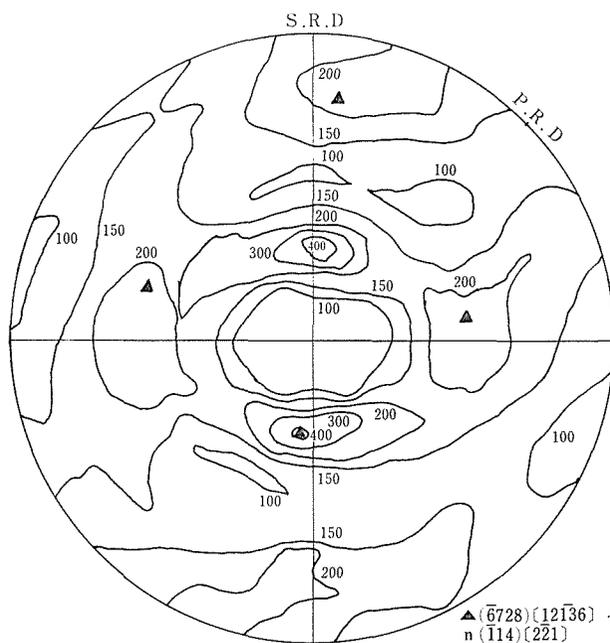


Fig. 16 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 16.2% secondary rolled 45° to the primary rolling direction.

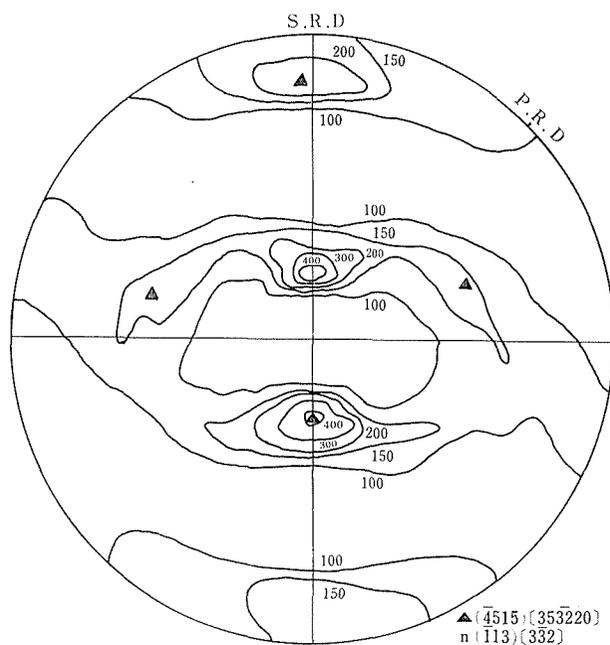


Fig. 17 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 42.6% secondary rolled 45° to the primary rolling direction.

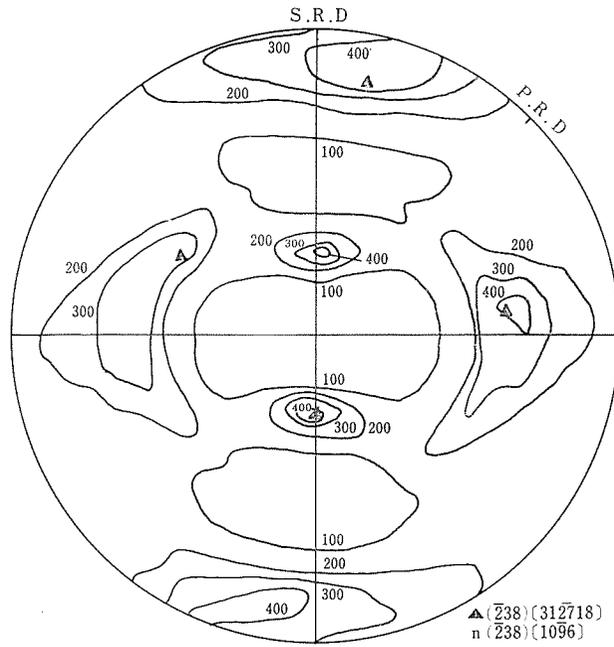


Fig. 18 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 53.3 % secondary rolled 45 ° to primary rolling direction.

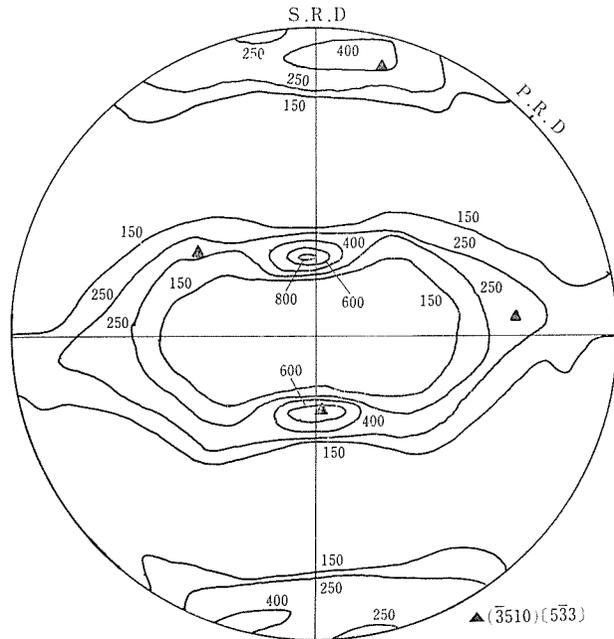


Fig. 19 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 70.0 % secondary rolled 45 ° to the primary rolling direction.

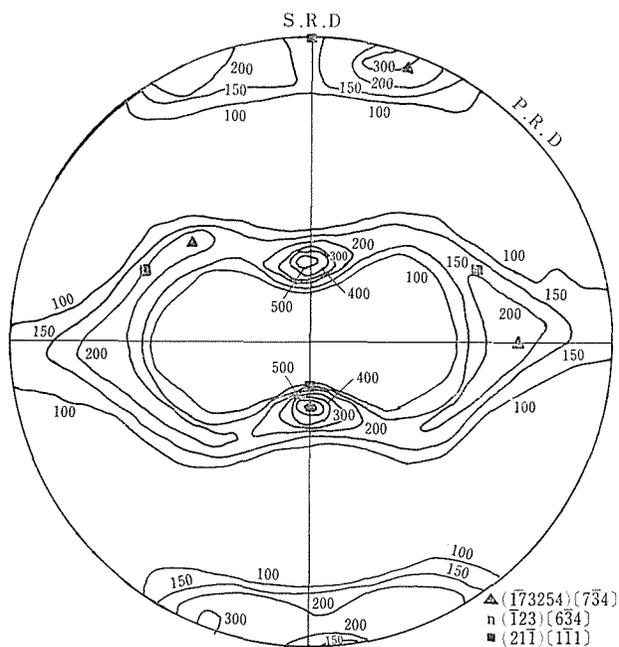


Fig.20 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 80.1 % secondary rolled 45° to the primary rolling direction.

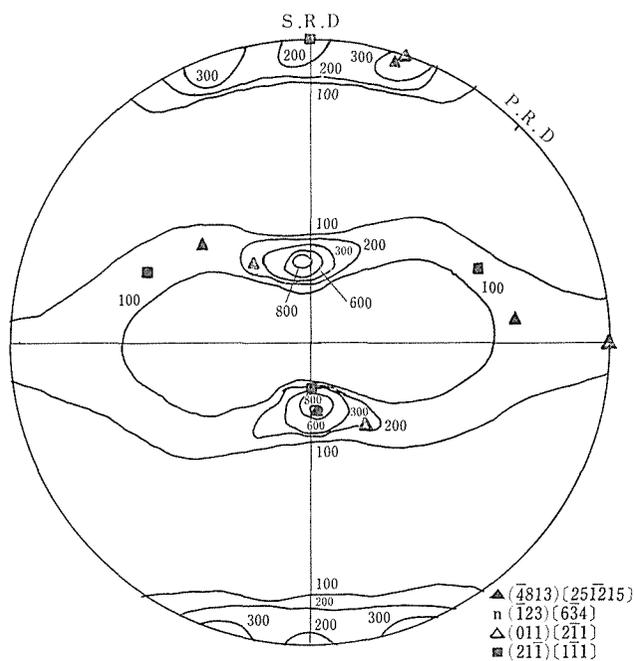


Fig.21 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 89.8 % secondary rolled 45° to the primary rolling direction.

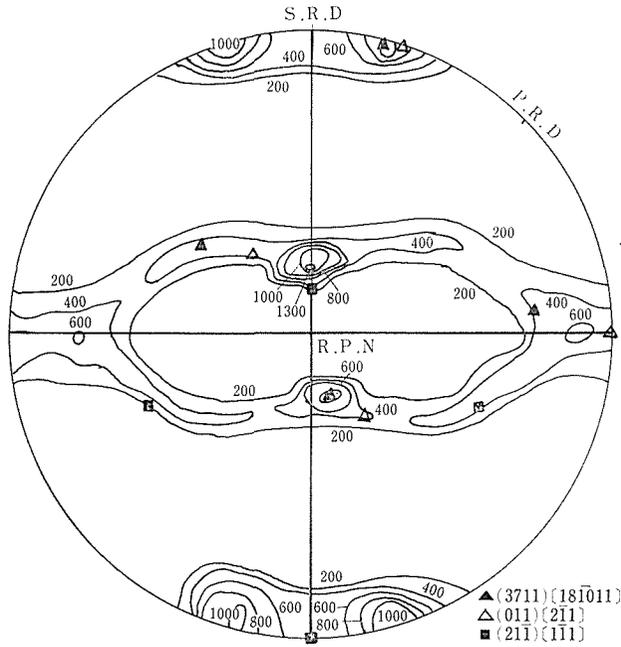


Fig.22 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 98.0% secondary rolled 45° to the primary rolling direction.

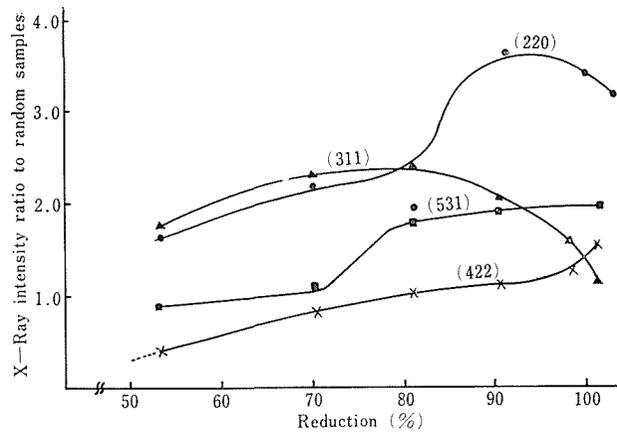


Fig.23 X-Ray intensities reflected from (220), (311), (422), (531) planes parallel to the rolling plane, as a function of secondary rolling. Intensity in random's unit.

への突出しがみられ (Fig. 22) $(\bar{1}12)[\bar{1}\bar{1}1]$ への逆行を示唆する結果を得た。

圧延面平面からの回折線強度を粉末試料からの回折線強度により規格化した値の圧延度による変化を Fig. 23 にプロットした。53.3% 圧延時に、既に (220) 面の回折度が大きかった。(531) は最終時まで増加を保つ。(220) は90%で最高になるが、以後、減少傾向が見えた。一方、(422) 回折線強度は、95.7%, 98.0% 圧延になると急上昇の傾向を示した。

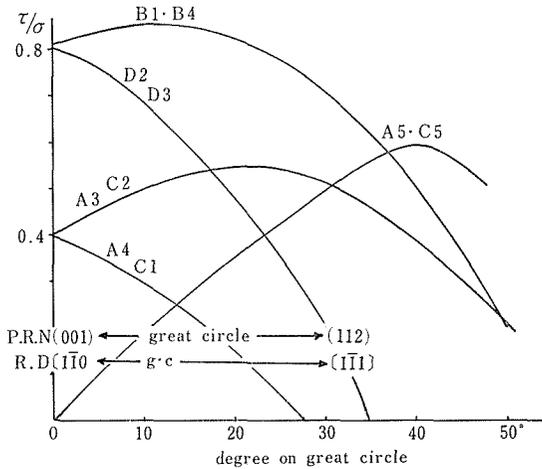


Fig. 24 Variation of relative resolve shear stresses of each slip systems as a function of their orientation.

4.4 考 察

圧延を 2 軸応力系とみなすとき、すべり系に作用する剪断応力 (τ) は

$$\tau = \sigma (a_c b_c - a_t b_t)$$

σ : 圧縮応力, 引張り応力

a_c : R. P. N の じり面法線への方向余弦

b_c : R. P. N の じり方向への方向余弦

a_t : R. D の じり面法線への方向余弦

b_t : R. D の じり方向への方向余弦

右辺の方向余弦係数を

Schmid-factor と呼ぶ。 σ が一定

のとき、Schmid-factor は剪断力の大きさの指標となる。

(001)[$\bar{1}\bar{1}0$] 方位に対する Schmid-factor の値を各すべり系に関して求め Fig. 24 に示す。B1 と B4 のすべり系が分解剪断応力最大値をとるから活動すべり系となる。このため、R. P. N は B($\bar{1}11$) へ、R. D は 1 と 4 のベクトルの合成方向 D($\bar{1}\bar{1}1$) に向い、 $(\bar{1}12)[\bar{1}\bar{1}1]$ になる。 $(\bar{1}12)[\bar{1}\bar{1}1]$ に達すると A5 が増大し、B1 と A5 が均合って R. P. N は (011) へ、R. D は $[\bar{2}\bar{1}1]$ へ向う 2 重すべりが作動する。

圧延面と圧延方向の移動について (111) 極点図から求められた S. R. D と R. P. N の変化の経路を、標準 (001) ステレオ投影上にプロットした Fig. 25 から考察しよう。42.6% 圧延まで (001)[$\bar{1}\bar{1}0$] \rightarrow $(\bar{1}12)[\bar{1}\bar{1}1]$ の経路を移動する。更に 53.3% 以上の圧延率になると A5 のすべり系が活動し始める。Fig. 24 の分解剪断応力の計算では $(\bar{1}12)[\bar{1}\bar{1}1]$ に回転するまで、B1 が A5 に比べて大きいにもかかわらず、その途中で A5 の作動が開始するのは、B1 のすべり系の加工硬化と考えられる。そのため R. P. N については $[\bar{1}13]$ から $[011]$ に向い回転することになる。さらに以降のすべり回転を R. P. N について追跡してみよう。Dillamore 型では、一旦 $[011]$ に回転していく挙動を示し、交差すべりによって再び $[\bar{1}12]$ へ逆もどりすることになる。一方、上城型では $[011]$ へ進行する過程が交差すべりにより、その速度が遅滞し $[\bar{1}34]$ 近傍に留まる。しかし、 $[011]$ が $[\bar{1}12]$ へ逆もどりすることはない。

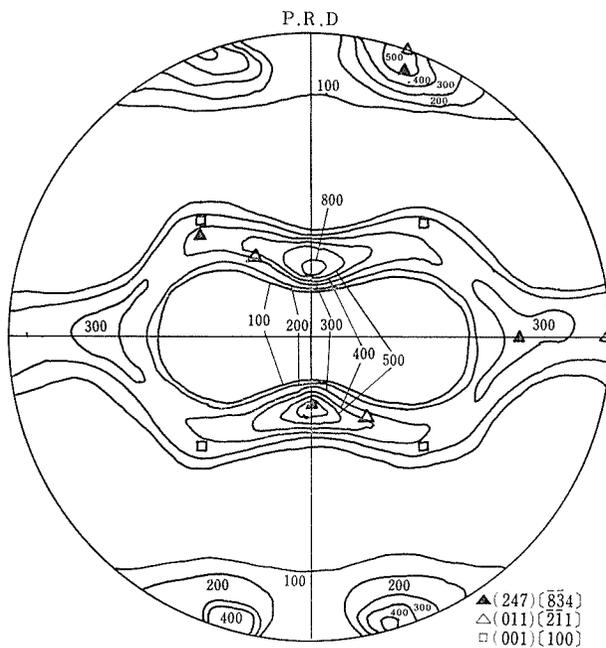


Fig.26 (111) pole figure for the rolling texture of Al-Mg alloy after initially 70% reduction.

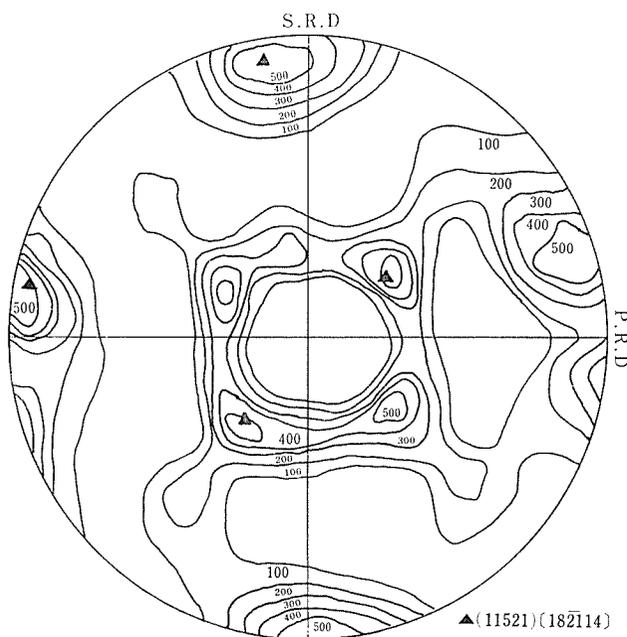


Fig.27 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 30.4% secondary rolled perpendicular to the primary rolling direction.

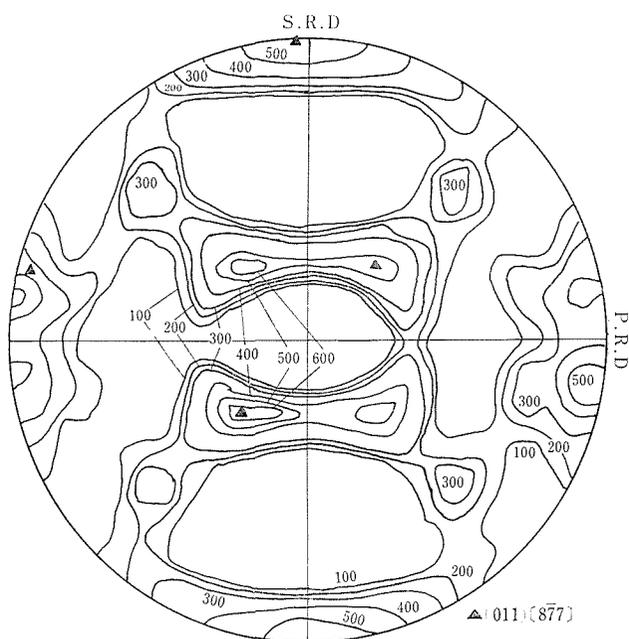


Fig.28 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 50.0% secondary rolled perpendicular to the primary rolling direction.

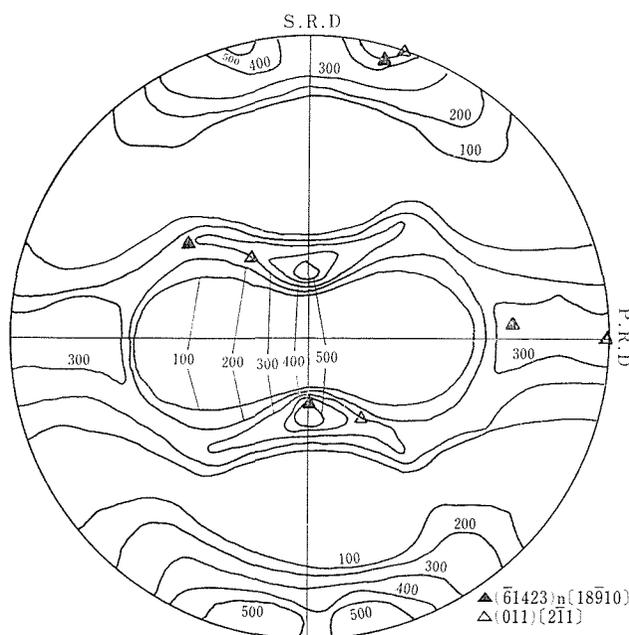


Fig.29 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 70.1% secondary rolled perpendicular to the primary rolling direction.

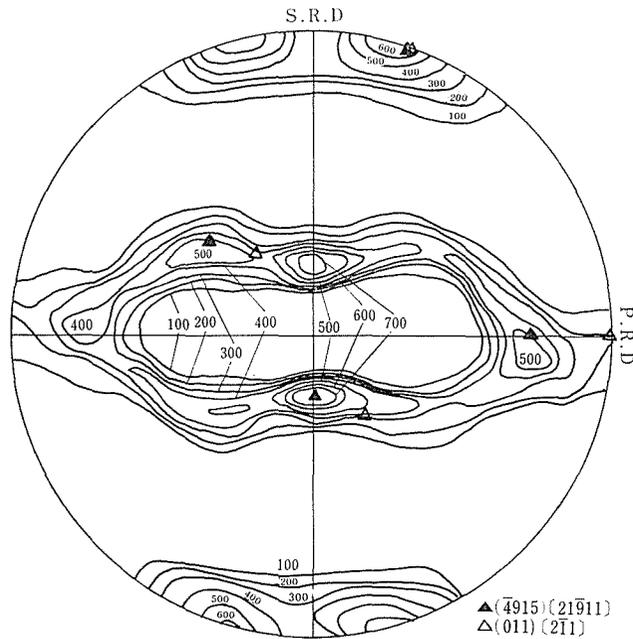


Fig.30 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 90.4% secondary rolled perpendicular to the primary rolling direction.

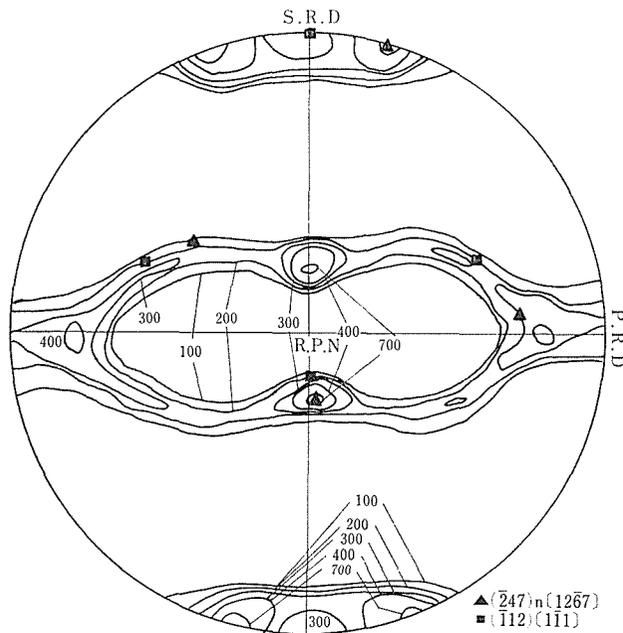


Fig.31 (111) pole figure for the rolling texture of the specimen 97.9% secondary rolled perpendicular to the primary rolled direction.

鈍を行ない(247)[834]集合組織を確認した。この圧延方向を 90° 回転させて、2次圧延方向に関して(247)[354]方位とした。これを30.4%、50.0%、70.1%、90.4%、97.9%往復2次圧延した。集合組織は(111)極点図により検討した。

5・3 実験結果

(111)極点図の変化をFig. 26~Fig. 31に示す。30.4%圧延で合金型成分に近い(11521)[182 $\bar{1}$ 14]に変化し(Fig. 27)、50%圧延ではS. R. D近傍の集積を除外すれば、非常に合金型に類似した極点図が得られた(Fig. 28)。70.1%圧延になると(011)[2 $\bar{1}$ 1]方位は強く残存するが純金属型へと移行した。97.9%圧延ではS. R. D近傍の分散が収縮し始め、R. P. N近傍での集積の突出しが観測された(Fig. 31)。

5・4 考 察

(111)極点図から求めたS. R. DとP. R. Nの移動の経路を標準(001)ステレオ投影上にプロットしたFig. 32と(247)[352]から(023)[332]、さらに(011)[1 $\bar{1}$ 1]への大円上の極移動の際のSchmid-factorの変化を示すFig. 33とを対照させながら考察する。30.4%圧延までB1の単一すべりが進行し(11521)[182 $\bar{1}$ 14]に達する。この方位ではまだB1のすべり系上の剪断応力は十分大きく、B1が継続して作動するが、この系の加工硬化とともに、2次すべり系としてA5が作動を開始する。A5の剪断応力に比べてB1が大きいので、B1の作動が活発で、S. R. Dが(1 $\bar{1}$ 1)近傍に留まると考えれば、50.0%圧延時の(011)[877]方位を説明できる。50.0%から70.1%圧延の移動はB1の交差すべり系C1、A5の継続、A5の交差すべり系C5の3要素の合成と考えられる。97.9%圧延時には($\bar{1}$ 12)[1 $\bar{1}$ 1]方位に近づく傾向がみられ、(247)n[1267]におちつく。

以上の極移動の経路はDillamore型に一致する。しかし、最終圧延時にも($\bar{1}$ 12)[1 $\bar{1}$ 1]に至らないのは、積層欠陥エネルギーの低下に原因していると考えられる。

6 結 論

本文はAlに2.4 wt%Mgを添加させた市販5052合金を用いて、その圧延集合組織の形成に及ぼす、合金化による積層欠陥エネルギーの低下の影響を検討し、さらに集合組織形成の機構を解明したものである。

その結果をまとめるとつぎの如くである。

- 1) この合金は純金属型の圧延集合組織を発達させた。
- 2) 3章から5章に渡る一連の実験は、冷間圧延集合組織の形成に関する、対立する2説のうちのDillamoreの理論を支持するものであった。しかし、圧延初期に($\bar{1}$ 12)[1 $\bar{1}$ 1]方位を生ずる可能性は十分に存在する。
- 3) ($\bar{1}$ 12)[1 $\bar{1}$ 1]近傍の方位から(011)[2 $\bar{1}$ 1]方位への回転が交差すべりにより遅滞するというよりむしろ、一旦(011)[2 $\bar{1}$ 1]へ向う回転が生じ、これが交差すべりにより、更に($\bar{1}$ 12)[1 $\bar{1}$ 1]へ逆転していく経路が肯定されたが、この方位が顕著にならないのは積層欠陥エネルギーの低下によると考えられる。
- 4) この機構の詳細は、積層欠陥エネルギーの正確なコントロールのもとに、更に検討されることが望まれる。

7 参 考 文 献

- 1) L.L. Dillamore and W.T. Roberts : Acta Metal., Vol.12 March 1964.
- 2) G.Wassermann : Z. Metalk., 54 (1963), 61.
- 3) Y.C. Liu and W.R. Hibbard : Trans. AIME, 197 (1953), 673.
- 4) 上城 : 日金誌, 34(1970) 913, 916.
- 5) 幸田等(訳) B. Jaoul, : 金属の塑性, p.133, 丸善.
- 6) H.Hu and S.R. Goodmann : Trans. AIME, 227 (1963), 627.
- 7) S. Kritzinger, R.E. Smallmann and P.S. Dobson; Acta Metal. Vol.17 (1969), 49.
- 8) 梶山等, 日金誌, 33(1969) 1099.
- 9) L.G. Schulz ; J. Appl. Phys., 20 (1949), 1033.
- 10) B.F. Decker, E.T. Asp and D. Harker ; J. Appl. Phys., 19 (1948) 388.
- 11) 橋口., 近角. 編, 結晶格子欠陥, p.123, 朝倉.

Summary

Studies on the Formation of the Cold Rolling Texture of the Al-2.4 % Mg (5052) Alloy

Yoshio KATO and Yasuo SHIMIZU

(Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering.)

The rolling texture of Al-2.4 % Mg (5052) alloy was studied by determining (111) pole figures after different reductions at room temperature using X-ray diffractometer method.

The effect of the decrease of the stacking fault energy due to alloying upon the rolling texture and the formation mechanism of the rolling texture were investigated in the present paper.

The results obtained from the X-ray pole figure are as follows :

- (1) The cold rolling texture of 5052 developed a pure metal type, and a series of the experiments supported the theory proposed by DILLAMORE et al.

However, as a consequence of the process of developing the rolling texture of the random orientation polycrystal specimen and the (001)[1 $\bar{1}$ 0] polycrystal, probability that ($\bar{1}$ 12)[1 $\bar{1}$ 1] was formed at an early stage of the rolling reduction was found out to exist.

- (2) When cross slip does not occur, the rolling texture is (011)[2 $\bar{1}$ 1]. The appearance of this orientation can be considered to take place owing to the operation of the primary and conjugate slip of B1 and A5, and then this orientation rotates towards ($\bar{1}$ 12)[1 $\bar{1}$ 1] orientation under the operation of C1 and C5, which are cross-slip systems of B1 and A5 individually, but, the stacking fault energy of the material is lower than that of pure aluminium, so that ($\bar{1}$ 12)[1 $\bar{1}$ 1] orientation is undistinguishable.