

## 銅のせん断帯の再結晶挙動

論文

小原 嗣朗\*・松下 明行\*<sup>2</sup>

## Recrystallization Behaviour of Shear Band in a Cold-rolled Copper Single Crystal

Shiro KOHARA and Akiyuki MATSUSHITA

## Synopsis :

The recrystallization behaviour of shear bands induced in a cold-rolled (112) [11 $\bar{1}$ ] copper single crystal was investigated. The orientations of small recrystallized grains were determined by means of the electron channelling pattern (ECP) and the Kossel pattern technique.

At the early stage, recrystallization occurred only within shear bands, however, the recrystallized grains did not grow into the matrix regions between shear bands. Most of grains grown in a shear band had the twin relationships of the first to the third order each other. At the later stage, recrystallization in the matrix region occurred and the preferential growth of the grains having a 30° <111> relationship with the matrix texture was observed. These recrystallization behaviours can be expressed by assuming that the texture in well-developed shear bands is different from that in the matrix region.

## 1. 緒 言

金属の多結晶体を圧延すると、試片の側面で板面に対して一定の傾きをもつ帯状の変形模様が観察されることは古くから知られていた<sup>1)2)</sup>が、このような変形模様が圧延変形によつて形成された塑性ひずみの集中した部分であることが明らかにされて、せん断帯と名づけられ、研究が行われるようになったのは比較的最近のことである<sup>3)</sup>。

一般に、圧延によつて変形ひずみが結晶内で帯状の部分に集中して、外見的にマクロ的な単純せん断変形を生じたように見える部分をせん断帯とよんでいるが、せん断帯は多くの面心立方金属及び合金において圧延の際に形成される。積層欠陥エネルギーの低い黄銅はせん断帯を発生しやすく<sup>4)5)</sup>、Cu-Ni 合金<sup>1)</sup>、Cu-Cr 合金<sup>6)</sup>、さらに積層欠陥エネルギーの高い銅<sup>7)</sup>、アルミニウム<sup>7)</sup>にも発生することが認められている。せん断帯の発生は結晶の初期方位によつて難易がある。銅の場合、圧延の最終安定方位に近い (112) [11 $\bar{1}$ ] 方位の単結晶を圧延すると、せん断帯を生じやすいことが知られている<sup>8)</sup>。再結晶においては、変形帯のような不均一変形組織が核発生の site になることがこれまでよく知られているが、せん断帯がどのような再結晶挙動を示すかということについ

ては、まだあまり知られていない。

この研究は、再結晶におけるせん断帯の挙動を明らかにすることを目的として、銅の (112) [11 $\bar{1}$ ] 方位の単結晶を圧延することによつてせん断帯を発生させ、これを再結晶させた場合に生じるせん断帯内部およびその近傍の結晶粒の方位関係を測定したものである。

## 2. 実験方法

OFHC 銅を原材として、Bridgeman 法により (112) [11 $\bar{1}$ ] 方位の単結晶を真空炉で作成した。これから 40 × 25 × 10 mm の板を切り出し、ロール径 240 mm の 2 段圧延機により、1 mm/pass で、1 pass ごとに RD まわりに 180° 回転させて、無潤滑で 50% まで圧延した。これより 20 × 13 × 5 mm の板を切り出し、試験片とした。試験片は、切削時のひずみを除くために、切断部を電解研磨で除去した後、silicon oil 中で 250~300°C で再結晶焼なましを行つた。

せん断帯及びその再結晶組織は、TD 方向に垂直な断面について、70 vol % りん酸水溶液で電解研磨及び 10 vol % りん酸水溶液で電解腐食後、主に光学顕微鏡により観察した。結晶方位の測定は、~10 μm 以上の微小な個々の結晶粒について、電子チャネリングパターン (ECP) あるいは反射型コッセル法によつて行つた。

昭和 59 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 3 月 12 日受付 (Received Mar. 12, 1984)

\* 東京大学工学部境界領域研究施設 工博 (Institute of Interdisciplinary Research, Faculty of Engineering, The University of Tokyo, 4-6-1 Komaba Meguro-ku 153)

\*<sup>2</sup> 東京大学大学院 (現: 金属材料技術研究所) (Graduate School, The University of Tokyo, Now National Research Institute for Metals)

### 3. 実験結果

#### 3.1 せん断帯の形成

圧延した (112) [111] 単結晶の側面で観察されたせん断帯の例とそのマクロな形状を Photo. 1 に示す。せん断帯の発生は全体の圧下率と 1 pass 当たりの圧下量によって左右される。図の例は 1 mm/pass で圧延したもので、このように表面から裏面まで貫通したせん断帯が発生しているが、1 pass 当たりの圧下量が小さいと、同じ圧下率でもせん断帯が十分発生しない場合がある。したがって、せん断帯の研究においては、単純に圧下率のみで比較することは、同じ条件を与えるとは限らないことに注意する必要がある。圧下率が非常に高くなると、圧延面に対して種々な傾きを持つせん断帯が形成され、その密度も高くなるが、図のように初期に発生するせん断

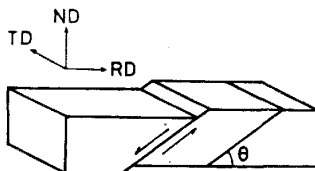
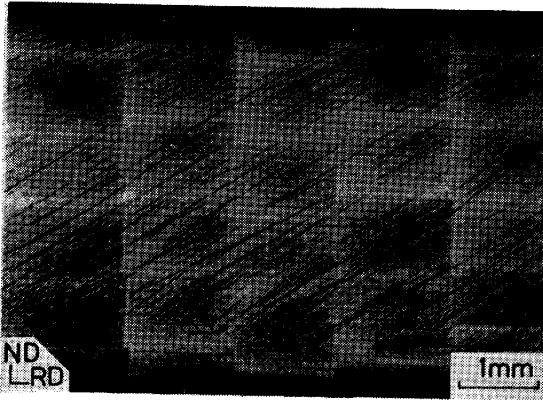


Photo. 1. Shear bands on a longitudinal section of (112)[111] copper single crystal cold-rolled 50%, and a schematic illustration.

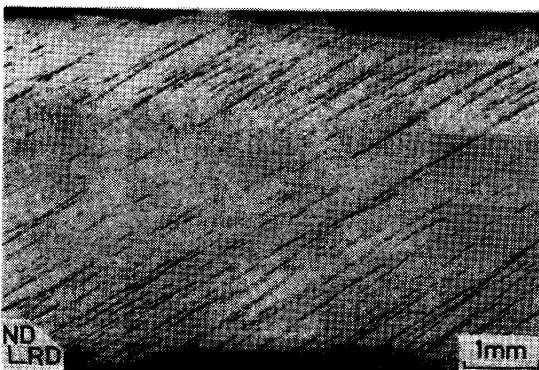


Photo. 2. Recrystallized grains in shear bands; cold-rolled 50% and annealed at 250°C for 9 h.

帯は板面に対して 37~40° の傾きのものが多く、その間隔も広い。

#### 3.2 せん断帯の再結晶

Photo. 2 は 1 mm/pass で 50% 圧延した試験片を 250°C×9 h の焼鈍を行った場合、試験片に発生した再結晶粒を示す。このようにせん断帯の内部は優先的に再結晶を起こすが、せん断帯間のマトリックスの部分にはほとんど成長しない。またマトリックス領域には、この段階では再結晶粒は発生していない。

Fig. 1 はこの段階でせん断帯内部に発生した再結晶粒の方位を ECP 及び Kossel 法で決定した(111)極点図で、TD 面を投影面にしたものである。この例では、~10 μm 以上の再結晶粒はすべて取り上げて方位決定を行ったが、全体として random でなくて TD 方向の回りに ring 状の分布をしている。これを大体似た方位に分類すると Fig. 2 (1)~(4)に示されるように、互いに双晶関係にある A~G の 7 つの成分と若干の例外的成分に分けられる。Fig. 3 は、これらの 7 つの成分間の方位関係を示したもので、主成分 A, B 及び D, E は互いに 1 次の双晶関係にあり、C, F, G はこれらの成分のいずれかと双晶関係にある。すなわち、A と C, D と F, E と G はそれぞれ 2 次の双晶関係にある。このような関係は多数の結晶粒の方位決定から導かれたものであるが、Photo. 3 は成分 A, B, C の方位を持つ結晶粒が実際に隣接して存在している例を示す。A-B の境界が直線的であり、また B-C の境界がやはり直線的で、A-B 境界と大きい角度をもつこと、およびこれらの境界が共通 <111> 軸に対応する {111} 面のトレースと大体一致することは、実際に上述の双晶関係をもつて存在して

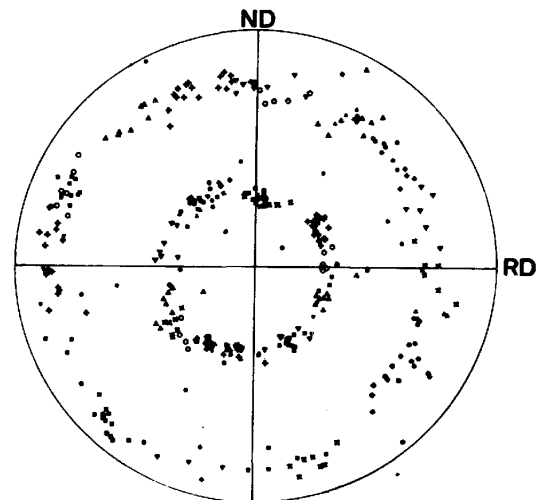


Fig. 1. (111) pole figure of recrystallized grains in shear bands after 50% cold-rolling and annealing at 250°C for 9 h.

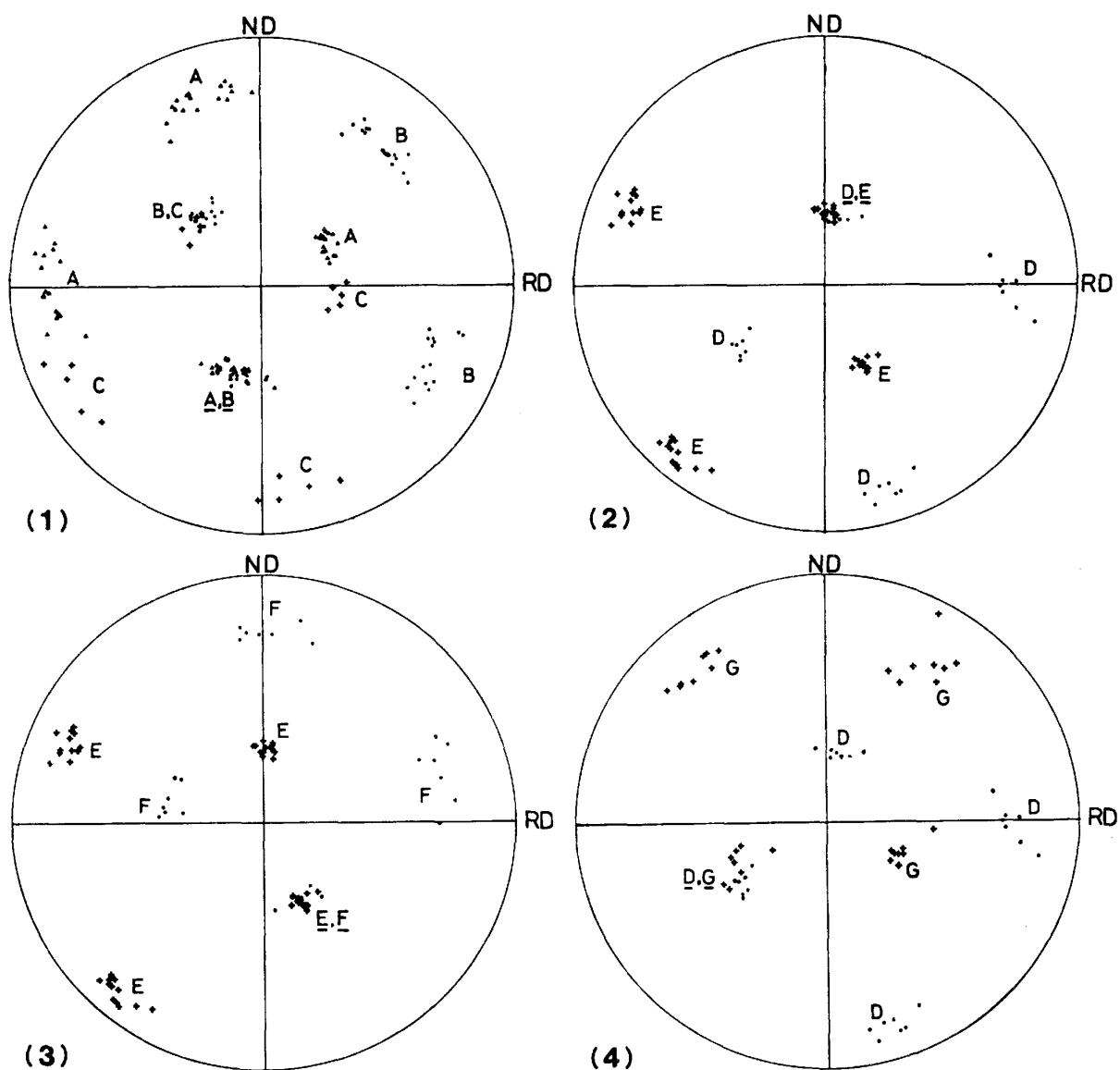


Fig. 2. Four groups of recrystallized grains derived from Fig. 1.

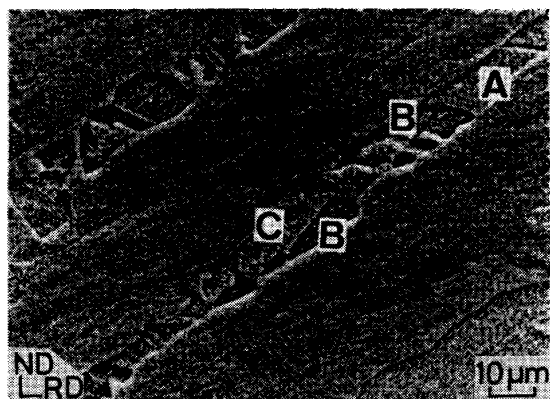


Photo. 3. Recrystallized grains in shear band. Orientations of grains A, B and C are shown in Fig. 3.

いることを示すものである。

せん断帯に発生した再結晶粒の方位関係をさらに調べると、隣接再結晶粒間に高次の双晶関係がみられる場合が観察された。そのような例について、Photo. 4 に組織写真を、また Fig. 4 にそれらの方位関係を示す。図の A と B、B と C は互いに 3 次の双晶関係にある。

せん断帯内で発生した再結晶粒は、せん断帯内部で成長するのみでマトリックス中には成長してゆかない。このため、これらの再結晶粒とマトリックスの間の方位関係を調べた。Fig. 5 はせん断帯内に発生した再結晶粒の A, B 成分とマトリックスの方位関係を示したものである。図中 M で示す方位は、ECP で決定したマトリックスの方位分布であるが、A-B 成分間の共通  $\langle 111 \rangle$  軸とマトリックスの  $\langle 111 \rangle$  軸との間には約  $17^\circ$  の差がある。また、D, E 成分とマトリックスの間にも同様な方位差

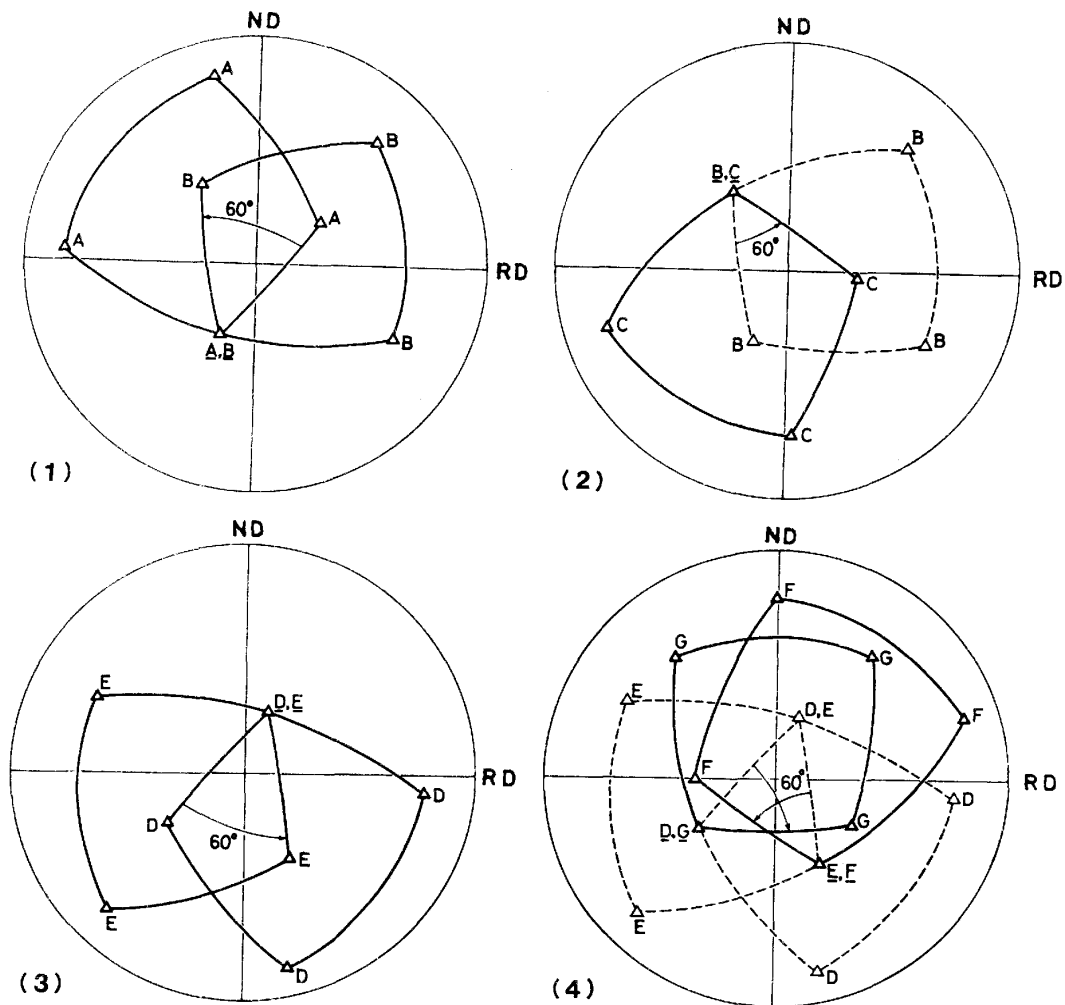


Fig. 3. Orientation relationships showing twin relation between the groups shown in Fig. 2.

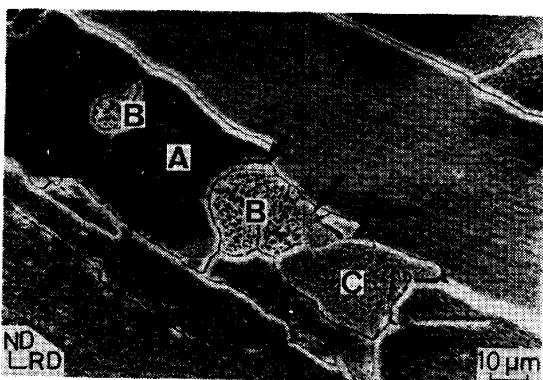


Photo. 4. Recrystallized grains in shear band. Orientations of grains A, B and C are shown in Fig. 4. Arrows show twins of the second order.

が認められるが、他の成分についてはこの方位差はさらに大きい値になる。このことが、せん断帯内部に発生した再結晶粒が、マトリックス内に成長してゆかない原因であると思われる。

### 3.3 マトリックスの再結晶

せん断帯の発達した銅単結晶のマトリックス部分の再結晶を調べるために、次の実験を行った。1 mm/pass で50% 圧延した (112) [111] 単結晶を順次 (1) 250°C×4 h, (2) 300°C×30 min, (3) 300°C×30 min の3段階の焼なましを行った。この過程に対応する組織写真をPhoto. 5に、またその再結晶率を Fig. 6 に示す。

Photo. 5 から明らかなように、第1段階及び第2段階ではせん断帯内部で再結晶が起こるが、それらはマトリックス中にはほとんど成長しないため、第2段階までは全体の再結晶率はわずかに上昇するだけである。第3段階でマトリックスの再結晶が進行するようになってから、再結晶率は急激に増加する。このことは、全体の再結晶に対するせん断帯の寄与は、あまり大きくないということを表している。

マトリックスに発生した再結晶粒は、いずれも大きく成長しているが、これらの結晶粒とマトリックスの方位

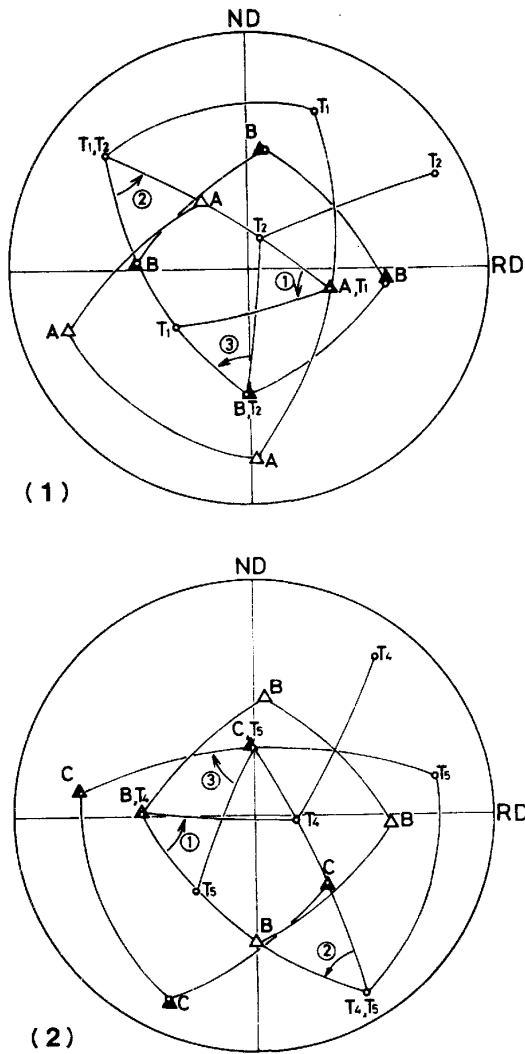


Fig. 4. Orientation relationships showing third order twin relation between the grains A and B, and C shown in Photo. 4.

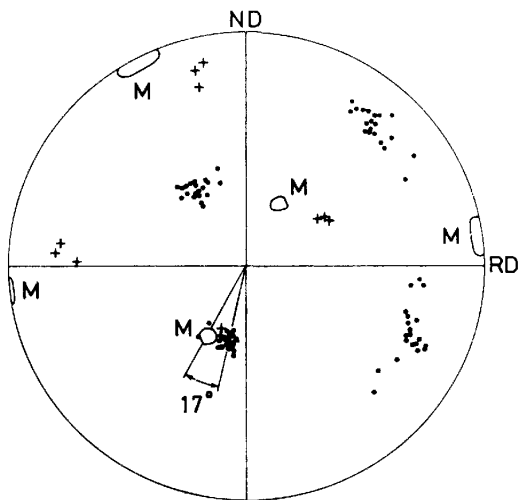


Fig. 5. Orientation relationship between recrystallized grains in shear band (groups A and B in Fig. 3) and texture of matrix region between shear bands.

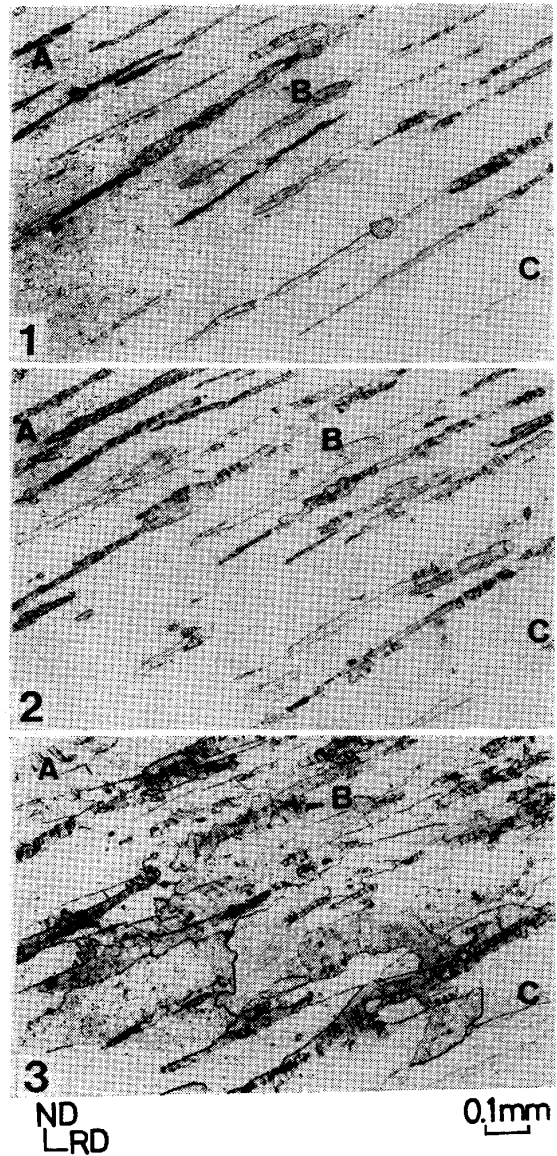


Photo. 5. Progress of recrystallization during successive three stages of annealing; (1) at 250°C for 4 h, (2) at 300°C for 30 min and (3) at 300°C for 30 min, after 50% cold-rolling.

関係を Fig. 7 に示す. このように, マトリックス中に成長した再結晶粒は, マトリックスと共通  $\langle 111 \rangle$  軸を持ち,  $\sim 30^\circ$  の回転関係にあるものが大部分を占め, 最大成長速度の方位関係を持っている.

再結晶におけるせん断帯とマトリックスの関係を表す実験例をさらに Photo. 6 に示す. Photo. 6 (1) は, 再結晶前のせん断帯の顕微鏡写真であるが, 写真の中の数字は, けがき線のずれにより測定したせん断帯に沿うせん断量 ( $\mu\text{m}$ ) を示す. これを再結晶させると, (2) のようになり, せん断量の大きいせん断帯で発生した再結晶粒はせん断帯内で成長するだけであるが, せん断量の小さいせん断帯で発生した再結晶粒は, マトリックス中へ

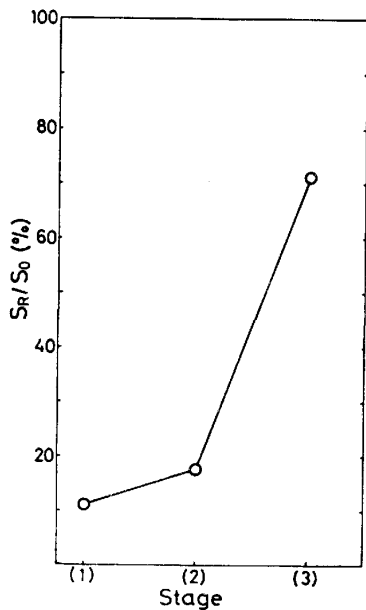


Fig. 6. Change in areal per cent recrystallized during successive three stages of annealing; (1) at 250°C for 4h, (2) at 300°C for 30 min and (3) at 300°C for 30 min after 50% cold-rolling.

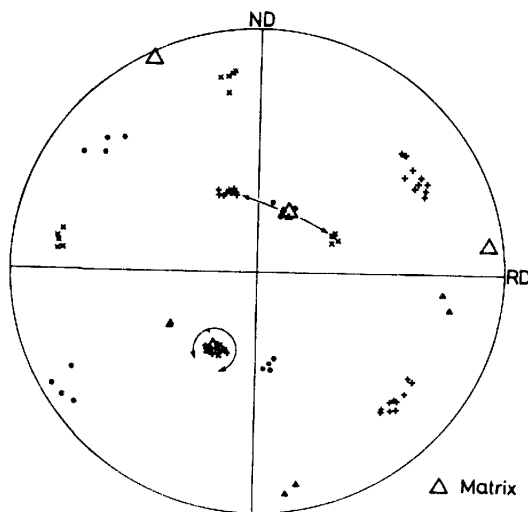


Fig. 7. (111) pole figure of grains recrystallized and grown into large grain in matrix region showing 30° <111> relationship with matrix texture.

大きく成長している。これらの再結晶粒は、上記のように、マトリックスと <111> 軸回転関係をもつものである。このように、せん断量が小さい未発達せん断帯は、マトリックスの再結晶に対して関係をもつが、発達したせん断帯の再結晶はマトリックスの再結晶に対する寄与は少ない。

#### 4. 考 察

以上の実験結果から明らかなように、銅の再結晶においては、せん断帯内部とマトリックスの部分は、それぞ

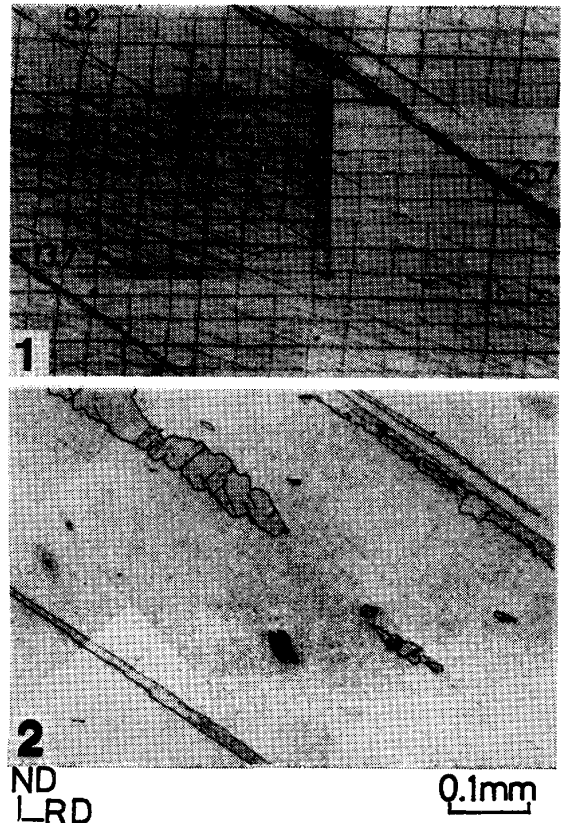


Photo. 6. Variation in recrystallization behaviour of shear bands with amount of shear. Numbers in Photo. (1) indicate amount of shear along shear band in  $\mu\text{m}$ .

れ別な再結晶挙動を示す。Fig. 5 に示すように、せん断帯内部に発生して成長した再結晶粒間には共通な <111> 軸が存在するが、これとマトリックスの <111> 軸の間には共通関係はなく、かなり大きい角度差がある。このことが、せん断帯内部で成長した再結晶粒がマトリックス内へ成長しない原因であろう。

このように、せん断帯とマトリックスが異なった再結晶挙動を示すということは、せん断帯内部とマトリックスがそれぞれ別な集合組織を持つのではないかと考えられる。しかし、せん断帯内部の集合組織を測定することは困難である。せん断変形による集合組織は、このような単純せん断変形について測定された例はなく、ねじり変形によって生じた集合組織に関する報告がある。それは、円柱または円筒状試片について(切平面)[軸方向]という表示で、銅の場合  $(11\bar{1})[112]$ ,  $(112)[11\bar{1}]$ ,  $(110)[001]$ <sup>9)</sup>,  $(100)[0\bar{1}1]$ ,  $(112)[1\bar{1}0]$ <sup>10)</sup>, (せん断面)[せん断方向]という表示で、 $(001)[1\bar{1}0]$ ,  $(111)[1\bar{1}0]$ ,  $(111)[11\bar{2}]$ <sup>11)</sup>とされている。これを(せん断面)[せん断方向]という表示に変換して考えると、 $(111)[1\bar{1}0]$ ,  $(001)[1\bar{1}0]$ ,  $(110)[1\bar{1}0]$ ,  $(112)[1\bar{1}0]$ ,  $(111)[11\bar{2}]$  という成

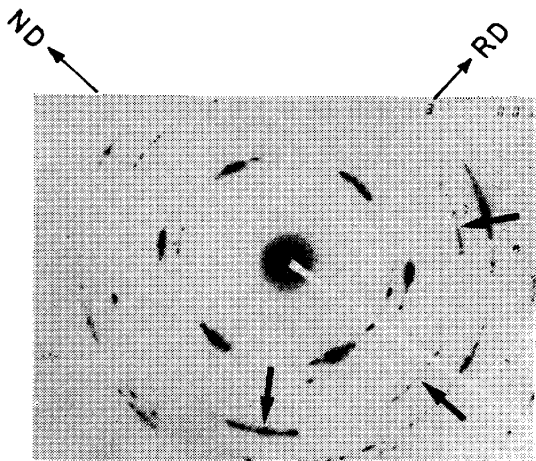


Photo. 7. Selected area diffraction pattern of shear band.

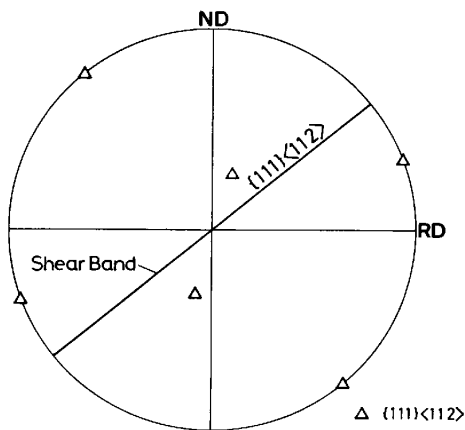


Fig. 8. Ideal orientation of  $\{111\}\langle 112 \rangle$  shear texture ( $\{\text{shear plane}\}\langle \text{shear direction} \rangle$ ) within shear band.

分が存在する可能性があると考えられる。Photo. 7 は、せん断帯を TD 方向から撮影した制限視野回折像である。この回折像の解析から、せん断帯の内部には  $(\bar{1}11)[1\bar{1}2]$ ,  $(001)[1\bar{1}0]$ ,  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[1\bar{1}\bar{2}]$  の3つの成分が存在していることがわかる。図中矢印は、これらの3成分に対応する  $(220)$  反射である。せん断帯内部の集合組織を決定することは困難であり、また、強加工状態の制限視野回折像から正確な方位関係を求めることも困難ではあるが、上記のこれまでに報告されているせん断集合組織と比較すると、これらの成分と一致しているものがあるので、このような方位成分をもつ集合組織がせん断帯内部に存在すると仮定しても矛盾はないと考える。ここで、回折強度がより強い方位の成分に注目して、せん断帯内部の集合組織を  $\{111\}\langle 112 \rangle$  ( $\{\text{せん断面}\}\langle \text{せん断方向} \rangle$ ) と表すことにする。いま、せん断帯が板面に  $39^\circ$  の傾きをもって形成されるとすると、 $\{111\}\langle 112 \rangle$  集合組織の  $(111)$  極は、Fig. 8 に示すような位置になる。これは

Fig. 5 に示した、せん断帯内部に発生した再結晶粒の  $(111)$  極の集積と一致するので共通  $\langle 111 \rangle$  軸の関係にあり、またマトリックスの  $(111)$  極とは約  $17^\circ$  離れた位置にある。このことは、せん断帯内部に発生して優先成長した再結晶粒は、マトリックスに対しては優先成長が困難な方位であるということを示すものである。このように、せん断帯内部に明瞭な集合組織が形成されると仮定することによって、せん断帯特有の再結晶挙動を説明できる。さらに、せん断帯がマトリックスと異なつた再結晶挙動を示すと、せん断帯が多数発生するほどマトリックスが分断されるので、マトリックスの再結晶集合組織の形成を妨げることになる。これにより、せん断帯が発達すると、銅の立方体集合組織の形成が妨げられるという実験結果<sup>12)</sup>を説明できる。

せん断帯は外見的にはマクロ的な単純せん断変形が生じているように見えるが、せん断面とすべり面は一致しているのではないから、実際にせん断帯に沿つて単純せん断変形が生じているのではない。せん断帯内部の結晶構造やせん断帯の形成過程の詳細については、現在の所まだ明らかでない点が多い。同じ結晶内で、異なつたすべり系による変形が生じると、その境界に変形帯が形成され、それがマトリックスの再結晶の核発生の site となることがよく知られている<sup>13)</sup>。せん断帯の場合も、変形帯と同様に核発生の site になり、他の部分より早く再結晶粒が発生して成長している。せん断帯の内部に発生した再結晶粒が互いに双晶関係、それも高次の双晶関係にあるものが多いことが示されたが、これが核発生の段階で形成されるのか、あるいはその後の成長の段階で形成されるのかということは明らかではない。これについては、1) 核発生の段階で双晶が形成される。2) 成長段階で焼なまし双晶が形成される。3)  $\langle 111 \rangle$  軸  $30^\circ$  回転関係で、逆方向の回転関係の結晶粒が隣り合つて見かけ上双晶関係を示す。などの可能性が考えられる。せん断帯内部に発生した結晶粒については、Photo. 3 に見られるように、明らかに焼なまし双晶と考えられる直線的な境界をもつものと、Photo. 4 のように、直線的でない境界で接して高次の双晶関係にあるものがある。核発生の段階で高次の双晶が形成されて、それがそのまま成長するということや、成長段階で焼なまし双晶が次々に形成されて3次の双晶まで形成されるというようなことは考え難い。一方、せん断帯内部に双晶の lamellae が観察されたという報告<sup>9)</sup>もあり、核発生の段階で双晶が生じ、これが成長段階でそれぞれ焼なまし双晶を生じたとすると、それらの結晶粒が隣り合つると3次の双晶関係になる。このような可能性は十分あり得ると考えら

れる。Photo. 4 に矢印で示す結晶粒は、それぞれ隣接する結晶粒と直線的な境界をもち、成長段階で形成された焼なまし双晶であると考えられるが、3次の双晶関係をもつて隣接する再結晶粒がそれぞれこのような結晶粒を伴うことは、上記の推測の可能性を示唆している。

この実験のように圧延による変形に対して対称的なすべり系をもつ単結晶を圧延する場合は、結晶が最初から多重すべりによつて変形し、せん断帯とマトリックスの間には、境界が形成される。BERGER ら<sup>14)</sup>は、変形帯の微細構造の観察から、変形帯とマトリックスの境界の ledge の部分に、微小な遷移領域が形成され、この部分が再結晶の際に核生成の site となつて、再結晶粒がマトリックス中へ成長してゆくことを報告している。せん断帯の再結晶の場合、せん断帯からマトリックス中へ成長してゆく再結晶粒がほとんど観察されないことは、マトリックスとの境界の細部の構造が変形帯の場合とは異なるのではないかということが考えられる。せん断帯が発達するほどその境界の形成が明瞭になるとすると、発達したせん断帯内部に発生した再結晶粒がマトリックスに成長しないということは、このような点に原因があると思われる。しかし、Photo. 6 に示すような、未発達のせん断帯では、まだマトリックスとの連続性が保たれているので、せん断帯で発生した結晶粒がマトリックス内部へ成長できると考えられる。

## 5. 結 論

銅の再結晶におけるせん断帯の挙動を研究した結果、次の結論が得られた。

1) せん断帯内部は、他の部分より速く再結晶が進行する。しかし、発達したせん断帯内部に発生した再結晶粒が、マトリックス内へ成長することは少ない。

2) せん断帯内部に発生した再結晶粒の方位は、互いに1次から3次までの双晶関係にあるものが多い。しかし、これらの結晶粒はマトリックスと〈111〉軸を共有する方位関係にはない。

3) マトリックス内で大きく成長する再結晶粒は、マトリックスと〈111〉軸を共有して30°の回転関係をもつものである。

4) このようなせん断帯特有の再結晶挙動は、せん断帯が独自のせん断集合組織をもつと考えることによつて説明できる。

## 文 献

- 1) F. ADCKOCK: J. Inst. Met., 27 (1927), p. 73
- 2) M. COOK and T. L. RICHARDS: J. Inst. Met., 69 (1943), p. 351
- 3) 野田龍彦: 日本金属学会会報, 19 (1980), p. 638
- 4) B. J. DUGGAN, M. HATHERLY, W. B. HUTCHINSON and P. T. WAKEFIELD: Met. Sci., 12 (1978), p. 343
- 5) 森井賢二, 目良光男, 中山 豊: 日本金属学会誌, 44 (1980), p. 555
- 6) J. GREWEN, T. NODA and D. SAUER: Z. Metallkd., 68 (1977), p. 260
- 7) K. BROWN: J. Inst. Met., 100 (1972), p. 341
- 8) K. MORII and Y. NAKAYAMA: Proc. ICOTOM 6 (1981), p. 327
- 9) W. A. BACKOFEN: Trans. Metall. Soc. AIME, 188 (1950), p. 1454
- 10) K. SEKINE, P. Van HOUTTE, J. G. SEVILLANO and E. AERNOUDT: Proc. ICOTOM 6 (1981) p. 396
- 11) P. J. REGENT and H. P. STÜWE: Z. Metallkd., 54 (1963), p. 273
- 12) A. A. RIDAHA and W. B. HUTCHINSON: Acta Metall., 30 (1982), p. 1929
- 13) A. KREISLER and R. D. DOHERTY: Met. Sci., 12 (1978), p. 551
- 14) A. BERGER, P. J. WILBRANDT and P. HAASEN: Acta Metall., 31 (1983), p. 1433