



# HOKKAIDO UNIVERSITY

|                  |                                                                                                              |
|------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Title            | 電解コンデンサ用アルミニウム箔の立方体集合組織形成に及ぼす加工熱処理条件の影響                                                                      |
| Author(s)        | 高田, 尚記; 池田, 賢一; 吉田, 冬樹 他                                                                                     |
| Citation         | 軽金属, 53(5), 218-223<br><a href="https://doi.org/10.2464/jilm.53.218">https://doi.org/10.2464/jilm.53.218</a> |
| Issue Date       | 2003-05                                                                                                      |
| Doc URL          | <a href="https://hdl.handle.net/2115/75347">https://hdl.handle.net/2115/75347</a>                            |
| Type             | journal article                                                                                              |
| File Information | Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 53, No. 5 (2003), pp. 218-223.pdf                           |



# 電解コンデンサ用アルミニウム箔の 立方体集合組織形成に及ぼす加工熱処理条件の影響

高田 尚記\*・池田 賢一\*\*・吉田 冬樹\*\*  
中島 英治\*\*・阿部 弘\*\*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 53, No. 5 (2003), pp. 218-223

## Effect of thermo-mechanical treatment on cube texture in aluminum foils for electrolytic capacitor

Naoki TAKATA\*, Ken-ichi IKEDA\*\*, Fuyuki YOSHIDA\*\*  
Hideharu NAKASHIMA\*\* and Hiroshi ABE\*\*

The present study was carried out to clarify the effect of condition of thermo-mechanical treatment (partial annealing and additional rolling) on behavior of cube texture in high purity aluminum foils for electrolytic capacitor. Foils were partially annealed at 503, 523 and 543 K and additionally rolled to 12, 17 and 22% reduction. They were finally annealed at 573 K. All foils were evaluated by SEM-EBSP method. It was elucidated that the foil partially annealed at 523 K and additionally rolled to 17% reduction, had larger area fraction of cube-oriented grains than the other foils after final annealing. From the examination of that, it was concluded that the distribution and diameter of cube-oriented grains depended on the partial annealing temperature and that grain growth in final annealing was affected by the residual strain in grains attributed to the degree of reduction of the additional rolling. It was considered that the optimized condition of thermo-mechanical treatment enhanced growth of cube-oriented grains and suppressed the other grains. On the basis of the theory to bulge nucleation, the critical diameter of growth of cube-oriented grains was estimated. The estimated diameter was compared with the distribution of the measured diameter of cube-oriented grain. The result explained well the dependence of the area fraction of cube-oriented grains on foils with different conditions of thermo-mechanical treatment after final annealing.

(Received October 11, 2002)

**Keywords:** high purity aluminum foil, recrystallization, cube texture, SEM-EBSP method, thermo-mechanical treatment

### 1. 緒 言

高圧電解コンデンサ用陽極箔として用いられる高純度アルミニウム箔<sup>1)</sup>は、静電容量増加に良好なエッチング特性を持つ立方体集合組織 ( $\{100\} \langle 001 \rangle$ の方位を持つ)の高集積している組織が要求される。一般に立方体方位<sup>2)</sup>はアルミニウムの再結晶集合組織の主成分の一つであるが、厚さ100  $\mu\text{m}$ 程度の箔になると立方体方位の集積度が低くなる傾向にある<sup>3)</sup>。しかし、製造工程中の冷間圧延と最終熱処理の間に比較的低い温度の焼なまし (部分焼なまし) とその後の軽圧延 (付加的圧延) を加えることにより、95%以上の占有率を有する立方体集合組織が形成することが知られている<sup>4)</sup>。

近年更なる立方体集合組織の高集積化の要求から、立方体集合組織形成機構に関する多くの研究<sup>5)~8)</sup>が行われてきた。再結晶集合組織である立方体集合組織は、立方体方位粒の生成と成長により形成される。そこで池田ら<sup>9),10)</sup>は、粒界性格とひずみ分布に着目し冷間圧延以降の立方体方位粒の成長を

検討した。その結果、部分焼なまし中に粗大化した立方体方位粒は、内部にひずみが蓄積されにくいという特性<sup>11),12)</sup>を生かし、付加的圧延により立方体方位粒以外の結晶粒に導入された多くのひずみを利用し、ひずみ誘起粒界移動によって優先的に成長することを明らかにした。このように、立方体方位粒の成長理論や製造工程中の部分焼なまし、付加的圧延が立方体集合組織形成に及ぼす効果が徐々に明らかになりつつある。その一方で、アルミニウム箔の製造プロセスにおいては、立方体方位粒の集積度が90%以上となる最適な部分焼なまし温度、付加的圧延率の条件が工業的に用いられている。しかし、これらの加工熱処理条件は長年の経験に基づいて得られたものであり、この理論的根拠は明らかにされていないのが現状である。

そこで本研究では、最適な加工熱処理条件を理論的に解明するため、加工熱処理条件の異なるアルミニウム箔におけるひずみ量やその分布状態および立方体方位粒の存在状態と立方体集合組織形成挙動との関係を明らかにする目的で、「部

\* 九州大学大学院総合理工学府院生 (〒816-8580 福岡県春日市春日公園 6-1)。Graduate student, Kyushu University (6-1 Kasugakouen, Kasuga-shi, Fukuoka, 816-8580). E-mail: takata@mm.kyushu-u.ac.jp

\*\* 九州大学大学院総合理工学府院融合創造理工学部門 (春日市)。Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University (Kasuga-shi, Fukuoka).

分焼なまし温度」と「付加的圧延率」の2種類の加工熱処理条件に着目し、それぞれの条件が立方体集合組織および内部組織形成に及ぼす影響について詳細に検討を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

本研究では、東洋アルミニウム㈱から供与された99.9%純度のアルミニウム箔を用いた。この箔の主な不純物元素はFe: 16 ppm, Si: 20 ppm および Cu: 40 ppm であり、Fig. 1 に示すような熱間圧延、冷間圧延、部分焼なましおよび付加的圧延が施されている。

本研究では、部分焼なまし温度250°C、付加的圧延率17%の条件で加工熱処理を施された試料（以下部分焼なまし温度と付加的圧延率の条件を示すため25T-17Rと記す）を基準として、部分焼なまし温度が230°C (23T-17R), 270°C (27T-17R)と異なる試料、および付加的圧延率が12% (25T-12R), 22% (25T-22R)と異なる試料、計5種類の試料を用いた。これらをまとめた表をTable 1に示す。

### 2.2 最終熱処理に伴う立方体集合組織形成過程の観察と内部ひずみの評価

2.1で示した加工熱処理を施した箔から約10×5 mm<sup>2</sup>の板

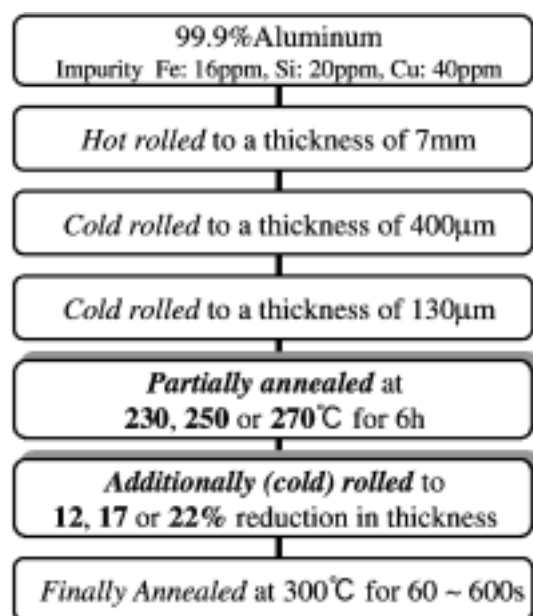


Fig. 1 Production process of samples.

Table 1 Samples of condition of the partial annealing and the additional rolling

| Reduction of additional rolling | Temperature of partial annealing |               |               |
|---------------------------------|----------------------------------|---------------|---------------|
|                                 | 230°C                            | 250°C         | 270°C         |
| 12%                             |                                  | 25T-12R foils |               |
| 17%                             | 23T-17R foils                    | 25T-17R foils | 27T-17R foils |
| 22%                             |                                  | 25T-22R foils |               |

状の試験片を切出した。その試料を約 $2 \times 10^{-3}$  Paの真空中、昇温速度1.5~1.7°C/sの条件で300°Cまで昇温し、この温度で60~600 sの所定時間保持する最終熱処理を行った。その後、試料をSEM-EBSP (Electron Back-Scatter diffraction Pattern) 法を用いて観察することにより熱処理時間に伴う組織変化を検討した。観察に用いた試料表面は電解研磨により鏡面処理した。電解研磨は過塩素酸、エチレングリコールおよびエタノールを容積比で1:2:7の電解液を用い、液温約2~3°C、電圧約23 Vの条件で行った。

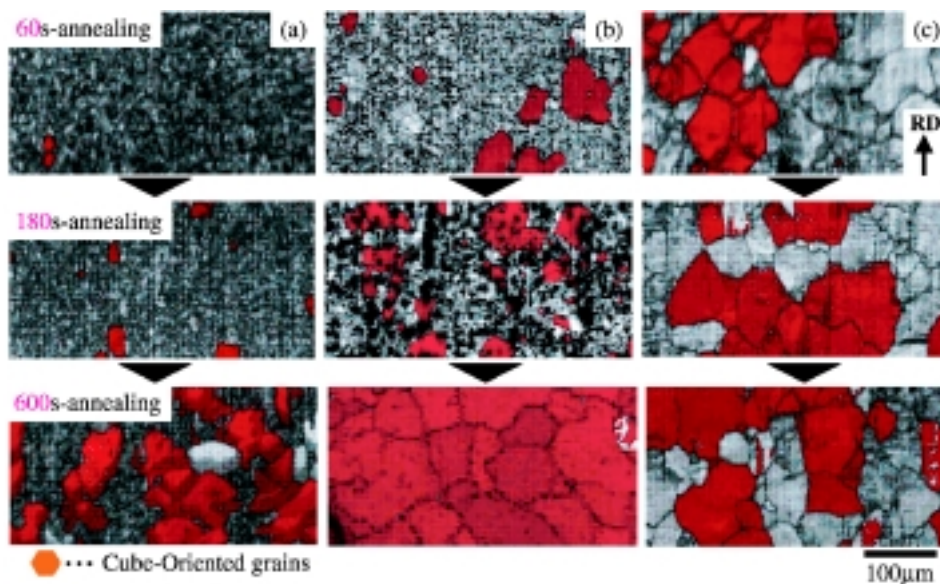
SEM-EBSP 法による組織観察には、㈱日本電子製のSEM (JSM-5310) を用いた。結晶方位解析には、TSL社製のOIM™を用いた。条件は加速電圧25 kV、電子線走査ステップ幅0.5~5 μmである。また1回の測定領域は約200×1000 μm<sup>2</sup>であり、同一試料において2~3回の測定を行った。

部分焼なまし後と付加的圧延後のそれぞれの試料でビッカース硬さ測定を行った。測定は㈱アカン製のMVK-H1 Hardness Testerを用い、条件は荷重10 g、圧入時間15 s、温度約22°Cおよび湿度約34%である。本研究では試料全体に蓄積されている平均的なひずみを評価することを目的としたため、測定箇所は無作為に選択し、1試料について5点測定を行いその平均値を測定値として用いた。

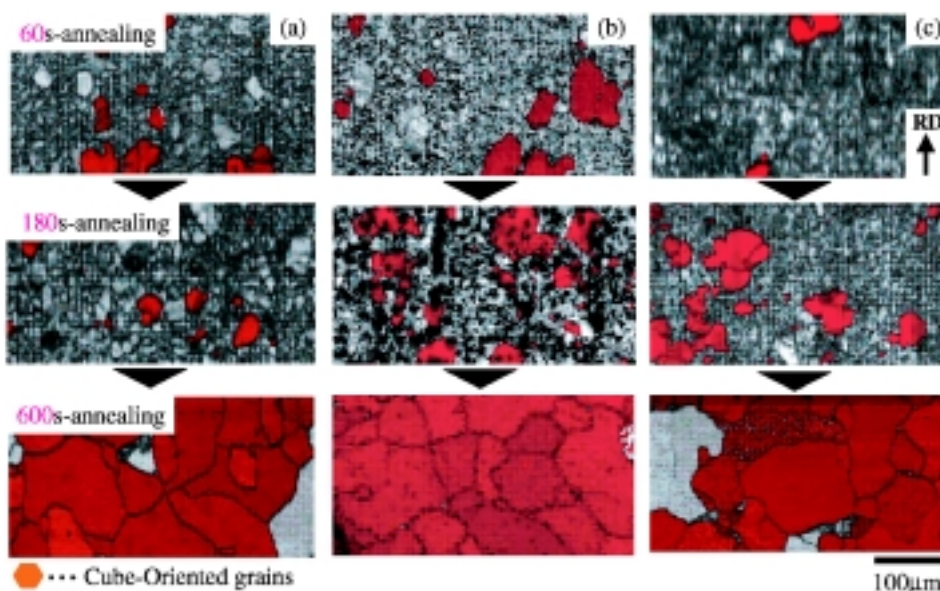
## 3. 実験結果および考察

### 3.1 立方体集合組織の形成過程

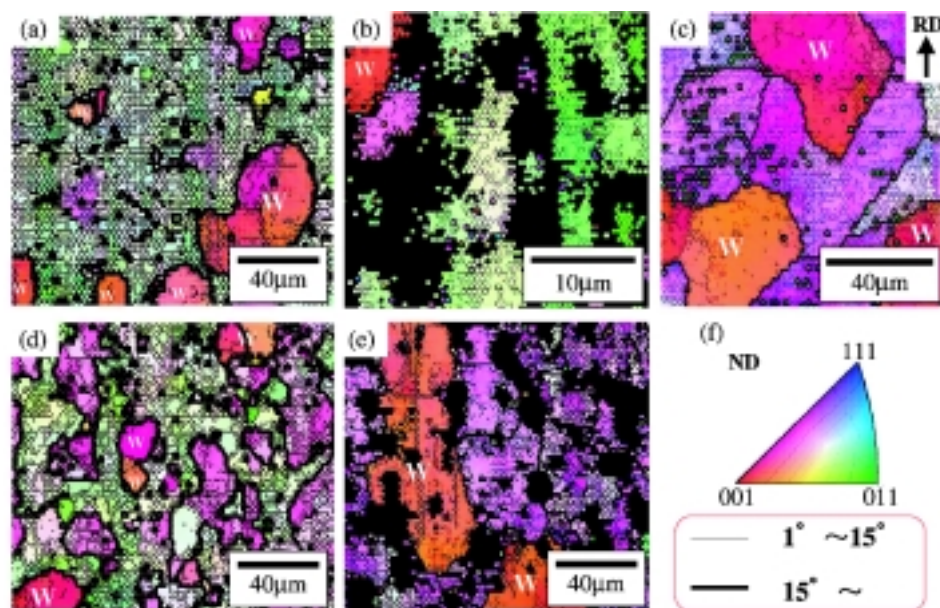
Fig. 2に23T-17R, 25T-17R および27T-17Rの圧延面における60, 180および600 s最終熱処理後の立方体方位粒分布図を示す。ここでは立方体方位の理想方位である{100}〈001〉から方位差15°以内の方位を持つ結晶粒を立方体方位粒として赤色で表示した。またFig. 2のようなSEM-EBSP解析結果では上下方向が圧延方向 (RD)、左右方向が圧延横方向 (TD) となるよう示した。(以下のFig. 3およびFig. 5についても同様に示す。) Fig. 2から各試料において最終熱処理後の立方体方位粒の大きさや分布状態が異なることがわかる。本研究で用いた条件の中で最も立方体方位の集積度の高かった試料の25T-17Rは、180 s最終熱処理後に試料表面上の立方体方位粒は増加し、600 s最終熱処理後にその占有率は97%まで上昇した。一方23T-17Rでは、25T-17Rと比べて60 sと180 s最終熱処理後の立方体方位粒の数が少なく粒径も小さかった。また600 s最終熱処理後の立方体方位粒の占有率は69%までしか上昇しなかった。27T-17Rでは、60 s最終熱処理後の立方体方位粒以外の他方位粒も平均粒径約40 μmまで粗大化しており、600 s熱処理後立方体方位粒の占有率は42%と最も低かった。これらのことから、部分焼なまし温度が異なる試料では内部組織が大きく異なっており、600 s最終熱処理後の最終的な立方体方位粒の占有率に大きな差が生じることが明らかになった。またFig. 3に25T-12R, 25T-17R および25T-22Rの圧延面の60, 180および600 s最終熱処理後の立方体方位粒分布図を示す。60 s最終熱処理後では25T-12Rと25T-17Rの立方体方位粒の粒径および個数に大きな差は認められなかったが、25T-22Rの立方体方位粒の個数は他に比べて少なかった。また600 s最終熱処理後では、25T-17Rでの立方体方位粒の占有率は97%であったが、25T-12Rと25T-22Rの立方体方位粒の占有率はともに91%で、わずかに低かった。以上SEM-EBSP法の



**Fig. 2** The distribution maps of cube-oriented grains in the surface of (a) 23T-17R, (b) 25T-17R and (c) 27T-17R, finally annealed at 300°C for 60, 180 and 600 s.



**Fig. 3** The distribution maps of cube-oriented grains in the surface of (a) 25T-12R, (b) 25T-17R and (c) 25T-22R, finally annealed at 300°C for 60, 180 and 600 s.



**Fig. 5** The distribution of the local orientation differences in (a) 25T-17R, (b) 23T-17R, (c) 27T-17R, (d) 25T-12R, (e) 25T-22R and (f) unit triangle, "W" shows cube-oriented grains.

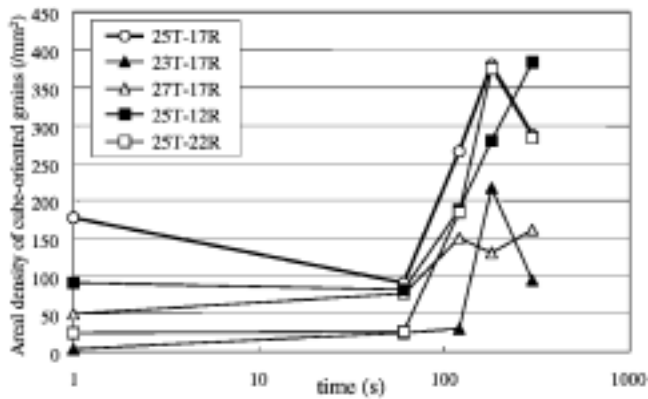


Fig. 4 The relation between the areal density of cube-oriented grains and the final annealing time.

観察結果から、部分焼なましと付加的圧延率は最終熱処理後の立方体集合組織形成に影響を及ぼしており、本研究で検討を行った中では部分焼なまし温度は250°C、付加的圧延率は17%が最適であることがわかった。

### 3.2 試料中の立方体方位粒の分布状態と粒内ひずみの蓄積状態

Fig. 4に単位面積当たりの立方体方位粒の個数と最終熱処理時間の関係を示す。最終熱処理前および最終熱処理後において25T-17Rの立方体方位粒の個数は23T-17Rと27T-17Rより多く、顕著な差が見られた。この結果は23T-17Rでは部分焼なまし温度が低く、再結晶粒となる立方体方位粒が少なく粒成長も不十分であったためと考えられる。一方27T-17Rでは、他の方位を持つ結晶粒も成長し、立方体方位粒が蚕食されたため、個数が減少したと考えられる。したがって立方体方位粒の個数とその分布は部分焼なまし温度によって大きく異なることがわかる。また25T-12Rと25T-17Rおよび25T-22Rの最終熱処理後における立方体方位粒の個数とその増加速度を比較すると、25T-12Rのみわずかに遅いものの大きな差は認められない。したがって付加的圧延率の相違による立方体集合組織変化は、12~22%の圧延率に依存した立方体方位粒の成長挙動に起因するものではなく、むしろ他方位粒の成長挙動に起因するものであると考えられる。

180 s最終熱処理以降、立方体方位粒の数の急激な増加が認められる。これはFig. 2とFig. 3で見られるように試料表面で観察される10  $\mu\text{m}$ 以下の立方体方位粒が多く分布していることによる。10  $\mu\text{m}$ 以下の立方体方位粒の数は、180 s熱処理後の25T-17Rにおいて約170個/ $\text{mm}^2$ と非常に多く分布していたが、23T-17Rでは約30個/ $\text{mm}^2$ 、27T-17Rでは約10個/ $\text{mm}^2$ と25T-17Rより著しく少なかった。一方で、25T-12Rと25T-17Rおよび25T-22R間には大きな差はなかった。この粒径10  $\mu\text{m}$ 以下の立方体方位粒は120 sより短時間の熱処理後の試料でほとんど観察されないことから、この多くは箔内部の立方体方位粒が粒成長し、表面で観察されたものと推察される。したがってこの結果から、25T-17Rは箔表面だけでなく内部まで立方体方位粒が数多く分布しており、その分布状態は部分焼なまし温度に強く依存していると考えられる。

Table 2に各試料のビッカース硬さの値を示す。部分焼なまし後より付加的圧延後の硬さが高いことから、付加的圧延

Table 2 Vickers hardness ( $\pm$  refers to standard deviation), dislocation density and critical diameter for growth of cube-oriented grains of each sample (25T-0R is the foil, partially annealed at 250°C before the additional rolling)

| Sample  | Vickers hardness ( $\times 10^7$ Pa) | Dislocation density ( $\times 10^{13}/\text{m}^2$ ) | Critical diameter ( $\mu\text{m}$ ) |
|---------|--------------------------------------|-----------------------------------------------------|-------------------------------------|
| 25T-0R  | $25.2 \pm 0.6$                       | 5.17                                                | 18                                  |
| 25T-17R | $30.1 \pm 0.6$                       | 7.38                                                | 13                                  |
| 23T-17R | $33.2 \pm 0.8$                       | 8.97                                                | 10                                  |
| 27T-17R | $28.1 \pm 0.6$                       | 6.41                                                | 15                                  |
| 25T-12R | $28.4 \pm 0.5$                       | 6.55                                                | 14                                  |
| 25T-22R | $33.5 \pm 0.5$                       | 9.09                                                | 10                                  |

を施すことにより内部に蓄積されているひずみが増加していることがわかる。また、それぞれの付加的圧延後の試料と比較すると、部分焼なまし温度が低く付加的圧延率が高いほど、試料中に蓄積しているひずみ量は多いことがわかる。

Fig. 5に(a) 25T-17R, (b) 23T-17R, (c) 27T-17R, (d) 25T-12R および (e) 25T-22Rの圧延面の結晶方位像を示す。この方位像は(f)ステレオ三角形に従って結晶方位を色付けしたものであり、図中のWは立方体方位粒を表す。また測定間の方位差15°以上の太線は大角粒界、1°から15°未満の細線は結晶粒内の亜粒界やひずみ等の下部組織の存在に対応するものと考えられる。Fig. 5(a)より本研究で最も高い占有率であった25T-17Rの立方体方位粒内部には、他方位を持つ粒内より細線が少ないことがわかる。他方位を持つ粒内には、立方体方位粒に比べ発達した下部組織が形成されており、それに対応するひずみが蓄積していると考えられる。この結果は本研究で用いたものより純度の高い99.99%純度のアルミニウムを用いた池田らの結果<sup>9)</sup>と同じものであり、この立方体方位粒と他方位を持つ粒とのひずみ勾配が立方体方位粒の優先成長の重要な因子であると結論できる。

一方、(b) 23T-17Rと(e) 25T-22Rにおいては、黒で示される領域が多くみられる。これは大きなひずみの蓄積により結晶方位解析可能な菊池線が得られなかったためであり、この領域は高ひずみ領域であると考えられる。この黒い領域は特に25T-22Rで均一分布していることが観察された。これより25T-22Rでは蓄積されたひずみが増加している一方で、立方体方位以外の方位を持つ粒も高ひずみ領域とのひずみ差を駆動力として成長できるため、立方体方位粒成長の優位性が25T-17Rと比べ失われていると考えられる。それに対して25T-12Rでは、内部に細線がない多くの他方位粒が多く確認される。このことから他方位粒と立方体方位粒との相対的なひずみ量の差は減少していると考えられることから、25T-22Rと同様立方体方位粒成長の優位性が失われていると推察される。以上のことが、25T-12R、25T-22Rの立方体方位粒の占有率が25T-17Rより低くなった原因であると考えられる。

以上の検討結果から、立方体集合組織の集積度を向上させる一つの要因として、最終熱処理前の試料に立方体方位粒を数多く存在させることが必要であると考えられる<sup>13)</sup>。しかし

最終熱処理中において他方位を持つ粒も成長するため、他方位粒によって蚕食される立方体方位粒も存在すると予想される。したがって、加工熱処理条件と立方体集合組織の集積度との関係を明らかにするためには、立方体方位粒の分布とともにその中で成長可能と考えられるものの同定を行い議論することが重要であると考えられる。そこで bulge nucleation 機構<sup>14)</sup>に基づいて、最終熱処理後に成長可能な立方体方位粒の大きさを評価し、その条件を満たす立方体方位粒の個数と立方体方位粒の集積度との関係についても検討を行う。

### 3.3 立方体方位粒優先成長における bulge nucleation 機構の適用

Bailey と Hirsch<sup>14)</sup>によると粒界張出による核生成の臨界直径  $d^*$  は次式で与えられる。

$$d^* \geq \frac{4\gamma}{\Delta E_V} \quad (1)$$

ここでは  $\gamma$  は粒界エネルギー、 $\Delta E_V$  はストアードエネルギーの変化量である。立方体方位粒の優先成長についても式(1)を適用できるものと仮定すると、立方体方位粒成長の駆動力  $\Delta E_V$  と粒界エネルギー  $\gamma$  が与えられれば、最終熱処理後速やかに成長可能な立方体方位粒の臨界粒径を求めることができる。

粒成長の駆動力  $\Delta E_V$  は、立方体方位粒内の転位密度を  $\rho_{\text{cube}}$ 、マトリックス内の転位密度を  $\rho_m$  とすると次式で与えられる。

$$\Delta E_V = \rho_m G b^2 - \rho_{\text{cube}} G b^2 \quad (2)$$

ここで、 $G$  は剛性率 (26.2 GPa),  $b$  はバーガースベクトルの大きさ ( $2.86 \times 10^{-10}$  m) である。式(2)より立方体方位粒内とマトリックス中の転位密度の差が粒成長の駆動力に比例することがわかる。また立方体方位粒はひずみが蓄積しにくいという特性を持つことから  $\rho_{\text{cube}}$  は極めて小さいと考え、 $\rho_{\text{cube}} = 0$  とした。

本研究では粒内の転位密度を、以下に示す関係式を基にビッカース硬さを用いて求めた。一般にビッカース硬さは引張強さ  $\sigma$  の約3倍であることが経験的に知られている<sup>15)</sup>。そこでビッカース硬さの1/3を変形応力とし、変形応力  $\sigma$  と転位密度  $\rho$  との関係を示した Bailey-Hirsch の式(3)を用いて、転位密度を概算した。

$$\sigma = \alpha M G b \sqrt{\rho} \quad (3)$$

ここで、 $M$  は Taylor 因子 (FCC : 3.06) である。定数  $\alpha$  の値は0.3~0.6であるが、本論文では一般的に多く用いられている0.5<sup>16)</sup>を採用した。式(2)と式(3)を用いて部分焼なまし後および付加的圧延後の箔のビッカース硬さから粒成長の駆動力  $\Delta E_V$  を概算した。計算にはビッカース硬さの値に結晶粒径および結晶方位の影響を考慮しておらず、これらの影響については今後の検討課題である。また、池田らによる検討結果<sup>9)</sup>から最終熱処理前の立方体方位粒周りの粒界はほぼランダム粒界で占められていることが明らかとなっている。そこで粒界エネルギー  $\gamma$  には純アルミニウムの大角粒界のエネルギー ( $0.5 \text{ J/m}^2$ )<sup>17)</sup>を用い、 $\Delta E_V$  の概算値と合せて式(1)から成長可能な立方体方位粒の臨界粒径  $d^*$  を求めた。その値と SEM-EBSP 法で得られた立方体方位粒の粒径分布を比較することにより、最終熱処理中に成長できる立方体方位粒の割合を求めた。

### 3.4 立方体方位粒分布と臨界粒径 $d^*$ の比較

各試料のビッカース硬さ、式(3)から求めた転位密度および式(1)、式(2)から求めた成長可能な立方体方位粒の臨界粒径をまとめて Table 2 に示す。また立方体方位粒の粒径分布を  $d^*$  と合せて Fig. 6 に示す。 $d^*$  より粒径が大きな灰色の領域が成長可能と考えられる立方体方位粒である。250°C部分焼なまし後の臨界粒径  $d_{PA}^*$  は  $18 \mu\text{m}$  であるのに対して17%付加的圧延後の臨界粒径  $d_{AR}^*$  は  $13 \mu\text{m}$  と小さくなっている。この値の差は立方体方位粒と圧延組織とのひずみ差に対応するストアードエネルギーの差が増加し、小さな立方体方位粒が最終熱処理において速やかに成長できることを示している。このことは付加的圧延の効果の一つであると考えられる。

Fig. 6 をもとに部分焼なまし温度が  $d^*$  より大きな立方体方位粒の個数に及ぼす影響に着目すると、本研究で観察を行った中で最も立方体方位粒の占有率が高かった25T-17R が成長可能な立方体方位粒の数が最も多いことがわかる。このように成長可能な臨界粒径を用いた検討は、実際の実験結果とよい対応を示している。しかしながら、SEM-EBSP 法により確認された180 s 最終熱処理後の立方体方位粒の個数は27T-17R より23T-17R の方が多いが、600 s 最終熱処理後の占有率は23T-17R の方が高い。この点では実験結果と検討結果と一致していない。これは23T-17R では圧延組織が多く残り、27T-17R はすべての結晶粒が粗大化していることから、他方位の結晶粒径が立方体方位粒の成長に影響を及ぼしていることを示している。またこの立方体方位粒分布は箔表面観察のみの結果であるので、立方体方位粒分布が箔厚により異なる可能性<sup>18)</sup>が考えられる。

同様に付加的圧延率が異なる試料についても臨界粒径を求めた。最も立方体方位粒の占有率が高かった25T-17R の  $d^*$  が  $13 \mu\text{m}$  であり、25T-12R は  $14 \mu\text{m}$ 、25T-22R は  $10 \mu\text{m}$  であ

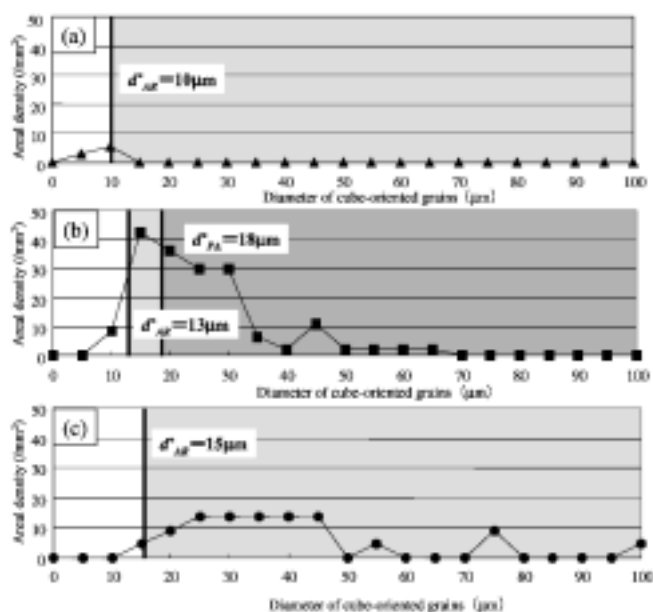


Fig. 6 Diameter distribution of cube-oriented grains in (a) 23T-17R, (b) 25T-17R and (c) 27T-17R, and each critical diameter. ( $d_{PA}^*$ : critical diameter after the partial annealing,  $d_{AR}^*$ : critical diameter after the additional rolling).

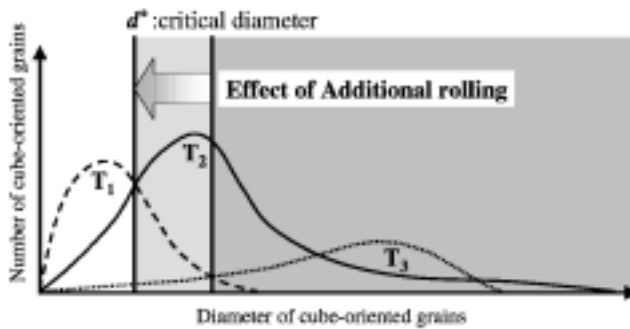


Fig. 7 Schematic representation for the effect of the partial annealing (Temperature:  $T_1 < T_2 < T_3$ ) and the additional rolling.

った。本来25T-22Rの臨界粒径が最も小さくなり付加的圧延の最も高い効果が得られると考えられるが、3.2で示したように局所的なひずみの多い領域が試料全体に分布し立方体方位粒成長の優先性が失われたため、計算と異なる実験結果になったと考えられる。またそれぞれの $d^*$ の大きな差がないことから、今回検討を行った付加的圧延率の範囲では立方体方位粒より他方位粒の成長挙動に及ぼす影響の方が大きかったものと結論付けられる。

立方体方位粒の成長可能な臨界粒径を用いた以上の検討結果から、部分焼なましと付加的圧延の効果を示した模式図をFig. 7に示す。 $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_3$ と異なる温度で部分焼なましを施すと、立方体方位粒の分布は変化する。一方、付加的圧延を施し他方位を持つ粒にひずみを蓄積し、臨界粒径 $d^*$ を小さくすることで、成長可能な立方体方位粒の個数は増加する。また圧延率を変え、ひずみ分布状態を変化させることにより、 $d^*$ および他の結晶粒の成長挙動を制御できると考えられる。以上の結果は、部分焼なまし温度と付加的圧延率を調整することにより成長可能な立方体方位粒の個数を最大にし、工業的な最適条件を決定することが可能となることを示唆している。

#### 4. 結 言

電解コンデンサ用高純度アルミニウム箔の立方体集合組織形成に及ぼす部分焼なまし温度と付加的圧延率の影響を明らかにするために、SEM-EBSP法を用いて加工熱処理条件を変えた試料を解析し、立方体方位粒の分布、成長挙動と粒内のひずみ、成長可能な臨界粒径に着目して検討を行った結果、以下の結論を得た。

(1) 部分焼なまし温度が変化すると、最終熱処理後の立方体方位粒の占有率は変化する。これは部分焼なまし温度により立方体方位粒の分布状態および内部組織が変化するためである。よって部分焼なまし温度を最適化することにより、立方体方位粒を広範囲に分布し、他の結晶粒のひずみを残し成

長を抑制することができる。

(2) 付加的圧延率が変化すると、最終熱処理後の立方体方位粒の占有率は変化する。これは付加的圧延により導入される粒内に蓄積するひずみの分布状態が異なり、立方体方位粒だけでなく他の結晶粒の成長挙動が変化するためである。よって付加的圧延率を最適化することにより、立方体方位粒と他方位粒とのひずみ差を導入し立方体方位粒の優先成長を促進するとともに、他方位を持つ回復粒および再結晶粒にひずみを蓄積させ成長を抑制することができる。

(3) bulge nucleation機構に基づいて、成長可能な立方体方位粒の臨界粒径 $d^*$ を求め、実際の分布状態と比較した。その結果予測される成長可能な立方体方位粒の個数と最終熱処理後の占有率とは比較的良好な対応関係にあることがわかった。

最後に本研究の一部に協力された九州大学大学院生 津曲兼一郎氏（現：ソニーセミコンダクタ九州㈱）に深く感謝する。本研究は、軽金属学会・粒界近傍の材料物性部会の研究の一部として共通試料を用いて行われたものである。部会関係各位に深く感謝の意を示す。なお、本研究の一部は、財団法人軽金属奨学会および平成12年度文部省科学研究補助金・奨励研究（A）（課題番号12750624）の援助により行われたものである。ここに特記して感謝の意を示す。

#### 参 考 文 献

- 1) 山口謙四郎：軽金属，**35**（1985），365.
- 2) 伊藤邦夫：軽金属，**43**（1993），285.
- 3) B. Pokrzywnicki and E. Langer: Aluminium, **42**（1966），300.
- 4) 高橋恒夫，村上 雄，グエン・コン・ダン：軽金属，**28**（1978），35.
- 5) 関 史江，上城太一：軽金属，**48**（1998），507.
- 6) 崔 祺，齊藤 洋，大堀紘一：軽金属，**49**（1999），583.
- 7) 上城太一，関 史江，玉井宏規，伊藤邦夫：軽金属，**49**（1999），589.
- 8) O. Engler and M. Y. Huh: Mat. Sci. Eng., A271（1999），371.
- 9) 池田賢一，津曲兼一郎，吉田冬樹，中島英治，阿部 弘：軽金属，**51**（2001），119.
- 10) 吉田冬樹，池田賢一，中島英治，阿部 弘：まてりあ，**40**（2001），638.
- 11) A. A. Ridha and W. B. Hutchinson: Acta. Metall., **30**（1982），1929.
- 12) 田上 稔，樫原恵蔵，岡田達也，猪子富久治：日本金属学会誌，**64**（2000），535.
- 13) 梶原 桂，徳田健二，杉崎康昭，関 勇一：軽金属，**51**（2001），182.
- 14) J. E. Bailey and P. B. Hirsch: Proc. R. Soc., A267（1962），11.
- 15) 日本材料学会：機械材料およびその機械的性質と試験法，（1987），85.
- 16) たとえば，大谷泰清，高村仁一，成田舒孝，原口 勤，吉村昭三：日本金属学会誌，**41**（1977），1290.
- 17) 伊藤邦夫：アルミニウム材料の基礎と工業技術，（村上陽太郎編），軽金属協会，（1985），118.
- 18) 関 史江，菅野幹宏：軽金属学会第100回春期大会講演概要，（2001），321.