

AI 単結晶の塑性変形に関するX線的研究

著者	若島 久男, 宮崎 猛, 尾西 隆
雑誌名	金沢大学工学部紀要 = Memoirs of the Faculty of Technology Kanazawa University
巻	8
号	2
ページ	97-104
発行年	1974-09-25
URL	http://hdl.handle.net/2297/25531

Al 単結晶の塑性変形に関する X 線的研究

若島久男* 宮崎 猛* 尾西 隆*

On the study of plastically deformed aluminium single crystals by X-ray Laue method

by

Hisao WAKASHIMA, Takeshi MIYAZAKI, and Takashi ONISHI

Abstract

In this paper a precise method to determine the rotational axis of deformed crystal by the X-ray Laue method was described. By this method several aluminium single crystals were investigated and the following results were obtained. About the crystals whose tensile directions are apart from $\langle 100 \rangle - \langle 111 \rangle$ zone, directions of rotational axes are nearly constant independently of rate of elongation. But about the crystals whose tensile directions are near to $\langle 100 \rangle - \langle 111 \rangle$ zone, directions of rotational axes vary largely with increasing plastic deformation. This is understood by the assumption that crystals having such directions have two kinds of slip plane, namely primary and secondary, therefore rotational axes are given as the resultant vectors of each rotational vector.

Moreover by this method, it was recognized that there are two kinds of lattice distortion, the one is shear distortion and the other is twist.

1. は し が き

Al 単結晶の塑性変形に伴う X 線 Laue 図形の変化は古く山口¹⁾の先駆的研究以来多くの人々により研究されしだいにその機構が解明されてきたが、研究が進むにつれ案外複雑な現象であることがわかかってきた。山口は塑性変形された結晶の Laue はん点の asterism はすべり面内においてすべり方向に直角な方向を回転軸とする格子面の湾曲が原因であるとした。すなわち $[111]$ をすべり面、 (011) をすべり方向とすれば (211) が回転軸であるとした。西村、高村²⁾はさらに詳細な研究により $\langle 211 \rangle$ 回転は変形帯とその境界部分においてのみ生じ、単純すべり領域においては発生しないことを示した。篠田、天野³⁾および Mathewson⁴⁾らも asterism の原因は変形帯における $\langle 121 \rangle$ を軸とする結晶の回転にあるとしている。一方橋口、服部⁵⁾はすべり面上すべり方向に垂直以外の軸のまわりの回転によって生ずる asterism もあるといっている。 $\langle 121 \rangle$ を回転軸とする結晶はステレオ標準三角形内においてその方位が $\langle 111 \rangle$ 極から離れた領域にあるもので、変形帯が生じやすいものである。しかし $\langle 111 \rangle$

*精密工学科

極に近い方位を持つ結晶では束状すべり (cluster slip) を生ずる。こうした束状すべりによる Laue 図形の変化については Calnan⁶⁾, 北島⁷⁾, 岡田および川島⁸⁾らの研究があり, この領域では $\langle 121 \rangle$ 回転と $\langle 111 \rangle$ 回転が共存するとしている。 $\langle 121 \rangle$ 回転は束状すべり領域内での変形帯に起因するものであり, $\langle 111 \rangle$ 回転はすべり面に垂直な軸のまわりの回転であるとされている。また $\langle 121 \rangle$ 回転は edge dislocation に, $\langle 111 \rangle$ 回転は screw dislocation に対応するものとされている。さらに辛島⁹⁾は細い slit を用いて異常な asterism が得られたことを報告している。asterism から結晶の misorientation を評価する試みは Hirsch¹⁰⁾や大南¹¹⁾らによってなされているが, この点についても少しく考察を行った。

上記のように塑性変形に付随する結晶の回転および Laue はん点の asterism の生因については多くの研究があるが, その現象が多様で, なお不明な点も多いようである。われわれは多少異なる観点から asterism を調べたのでその結果を報告する。

2. X 線 回 折 法

単結晶が塑性変形を受けた場合 Laue はん点に生ずる asterism の起因はある特定の軸のまわりの結晶の回転であるとするのが通説であるのでまづ特定軸のまわりの回転により Laue はん点がどのように変わるかを調べる。この問題はすでに山口¹⁾, Calnan⁶⁾により解明されているが, ここでは多少異なる方法を示す。

2-1 特定軸のまわりの回転による Laue はん点の移動

Fig.1 において単位球の原点 O に結晶をおき, 任意の格子面の法線を \mathbf{n} とし, これが回転ベクトル \mathbf{o} により \mathbf{n} に移ったとする。 \mathbf{o} を分解して図のように z 軸のまわりの回転 Φ と, これと直角方向の赤道面内の Y 軸のまわりの回転 Θ に分ける。z 軸を試料の面法線にとれば, 赤道面は試料面であり, y 軸を引張方向にとる。面法線の単位ベクトルを \mathbf{n} , \mathbf{n}' とすれば回転 \mathbf{o} による \mathbf{n} の変位 $\Delta \mathbf{n}$ は $\mathbf{o} \times \mathbf{n}$ で与えられるから次式が成立する。

$$\mathbf{n}' = \mathbf{n} + \mathbf{o} \times \mathbf{n}$$

この式を成分で示せば次のようになる。

$$\left. \begin{aligned} \sin \theta' \cos \varphi' &= \sin \theta \cos \varphi + \Theta \sin \varphi_0 \cos \theta - \Phi \sin \theta \sin \varphi \\ \sin \theta' \sin \varphi' &= \sin \theta \sin \varphi + \Phi \sin \theta \cos \varphi - \Theta \cos \varphi_0 \cos \theta \\ \cos \theta' &= \cos \theta + \Theta \sin \theta \sin(\varphi - \varphi_0) \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

ここに $\theta, \theta', \varphi, \varphi'$ は変形前後に撮影した Laue 写真から求められる。

(2)式の第3式から Θ は

$$\Theta = \frac{\cos \theta' - \cos \theta}{\sin \theta \sin(\varphi - \varphi_0)} \quad (3)$$

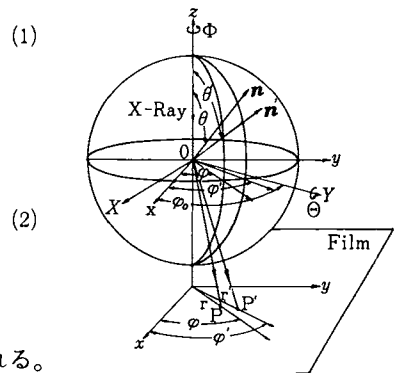


Fig.1 Explanatory view for the displacement of normal of crystal plane by the rotation (Θ, Φ) .

で与えられる。すなわち $\varphi - \varphi_0 = 0$ or π で $\theta = \theta'$ である。逆に $(\cos \theta' - \cos \theta) / \sin \theta$ と φ のグラフを描き

$(\cos\theta' - \cos\theta)/\sin\theta$ が0になる点の φ の値が φ_0 , すなわちY軸(回転ベクトルの経度)を与える。また $\varphi - \varphi_0 = \pm\pi/2$ において $\textcircled{H} = (\cos\theta' - \cos\theta)/\sin\theta$ である。このようにしてLaue図形から $(\cos\theta' - \cos\theta)/\sin\theta$ と φ の関係曲線を描けば \textcircled{H} の方向と大きさを求めることができる。 \mathbf{o} を完全に知るにはさらに \mathbf{o} がz軸となす角 θ_0 か、 \mathbf{o} の鉛直成分の大きさかを知る必要がある。 φ_0 と \textcircled{H} が(3)式の関係から得られるから、これを(2)式の第1あるいは第2式に入れて Φ を求めることができる。しかし変形前後のLaue写真から φ, φ' を測る場合 φ と φ' の差が小さいため計算結果に大きい誤差を生ずること、および変形前後のLaue写真を撮る際の試料の取付誤差も φ, φ' の値に大きく影響する。そこで θ_0 を直接求める方法を示す。いまFig. 2に示すようにX線方向、フィルム位置はそのままにして試料をX軸のまわりに角 α だけ回転する。回転前後のLaue写真から赤道面(フィルム面)内における回転軸の方向と大きさ($\varphi_0, \textcircled{H}$)と($\varphi'_0, \textcircled{H}$)が求められる。こうして得られた φ_0, φ'_0 と回転ベクトル \mathbf{o} がz軸となす角 θ_0 の間にはFig. 2から明らかなように次式が成立するから、これから θ_0 を求めることができる。

$$\tan \varphi'_0 = \frac{\sin\theta_0 \sin\varphi_0 \cos\alpha + \cos\theta_0 \sin\alpha}{\sin\theta_0 \cos\varphi_0} \quad (4)$$

(2)式の第3式は $(\cos\theta' - \cos\theta)/\sin\theta$ の値が φ について正弦波状に変ること、すなわち $(\cos\theta' - \cos\theta)/\sin\theta$ が0になる位置が 180° 離れており、その正負の最大値は等しいことを示している。実際は後例に示すようにかなりの偏りがある。また $(\cos\theta' - \cos\theta)/\sin\theta$ は θ と θ' の差が小さければ $\Delta\theta = \theta' - \theta$ に近似できる。この実験で扱った伸び率の範囲内ではこの近似は十分成立する。

以上の計算は変形前後のLaueはん点の移動から回転軸を求める方法を示したものであるが、asterismもある方向を回転軸とする格子面の湾曲によって生ずると考えれば上と同じようにして回転軸の方向と回転の大きさを知ることができる。

2-2 asterismによるmisorientationの評価

Fig. 3においてOを原点とする単位球を考え、 $-z$ 方向にX線を投射し原点においた塑性変形された結晶のLaueはん点がP'Q'に伸びたとする。P'Q'に対応する原子面法線を \mathbf{n}, \mathbf{n}' とすれば \mathbf{n}, \mathbf{n}' が単位球の中心に張る角 $d\psi$ は次式で与えられる。⁶⁾

$$d\psi = \frac{S(\omega) \sin\omega}{R_o \tan 2\theta} \left\{ \sin^2\theta + \frac{\sin^2 4\theta}{16 \tan^2 \omega} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (5)$$

ここに R_o は結晶とフィルムの距離、 $S(\omega)$ はasterismのフィルム上の長さ、 ω はフィルム上において、原点からLaueはん点までの動径とasterismの伸び方向とがなす角である。 $d\psi$ は原子面法線の分布範囲を与え、結晶のmisorientationの尺度として用いられている。

asterismは塑性変形に付随して、ある特定の軸を中心として結晶格子が回転する結果生ずるものと考えれば、 $d\psi$ なる角はFig. 4に示すように回転ベクトル \mathbf{o} による面法線 \mathbf{n} の軌跡が中心に張る角度で

$$d\psi = |\mathbf{o} \times \mathbf{n}| = |\mathbf{o}| \sin\beta \quad (6)$$

で与えられる。この式から各結晶面による $d\psi$ の値は単に回転ベクトル \mathbf{o} の大きさと結晶面法線のなす角 β の正弦に比例するに過ぎない。したがって各結晶面について $d\psi$ を求めることは原理的には不必要といえる。

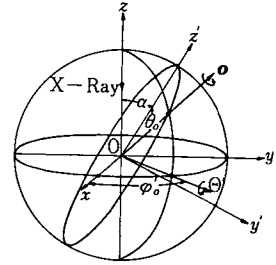


Fig. 2 Arrangement for Laue method to obtain the inclination θ_0 of rotation axis.

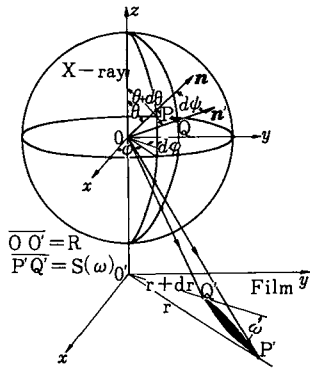


Fig.3 Explanatory view of the relation between asterism and distribution of lattice plane normals.

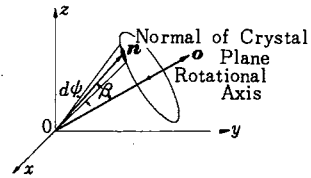


Fig.4 Relation between deflection-angle $d\psi$ of normal of crystal plane and rotation vector o of crystal lattice.

3. 実 験

3-1 試 料

厚さ 0.5 mm の市販の Al 板から幅 15 mm, 長さ約 70 mm の引張試験片を作り, 300°C で前処理をし, 数% の予ひずみを与えた後約 580°C で 5 時間加熱し単結晶を作った。供試材の方位を Fig.5 の標準ステレオ投影に, その Schmidt's Factor を第 1 表に示した。

Table 1. Schmidt's Factor of Specimens

No.	1	2	3	4	5
Schmidt's Factor	0.42	0.48	0.46	0.39	0.45

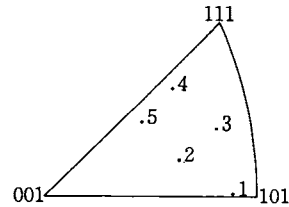


Fig.5 Stereographic Projection of Tensile Axes of Specimens

3-2 Laue 写真

Laue 写真用の slit は長さ 40 mm, 孔径 0.4 mm で, 透過 Laue 写真を試験片の引張の各段階に応じて撮影した。X 線照射位置は毎回試料の同じところを選んだ。

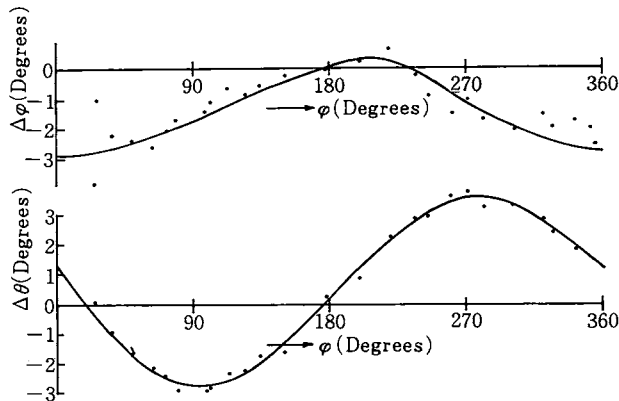


Fig.6 An example of the graph of $\Delta\theta$ and $\Delta\phi$ versus ϕ

3-3 引張変形による結晶格子の回転

2-1に説明した方法によって各 Laue はん点の引張前後の位置の変化から θ と φ の変化 $\Delta\theta$, $\Delta\varphi$ と経度 φ の関係曲線の1例を Fig.6 に示した。この例からもわかるように $\Delta\theta-\varphi$ 曲線に比し $\Delta\varphi-\varphi$ 曲線の方がばらつきが大きい。これは $\Delta\varphi$ が小さいため測定誤差が大きく影響するためである。また φ の値には試料をX線装置に取り付ける際の傾きが誤差の原因になる。この誤差は $\Delta\varphi-\varphi$ 曲線の平均値に影響する。これらの誤差のため(1)式から結晶格子の回転ベクトル θ の鉛直成分 Φ を求めることが困難になる。ところで先に述べたように(2)式によれば $\Delta\theta-\varphi$ 曲線は対称形で $\Delta\theta$ の正負の最大値は等しく、 $\Delta\theta=0$ の位置は 180° 離れているべきであるが、実際は Fig.6 からもわかるように $\Delta\theta-\varphi$ 曲線は正弦波から外れている。この偏りは格子ひずみを示すものと考えられる。

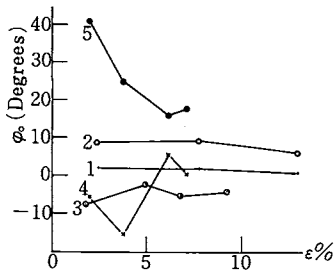


Fig.7 Relation between longitude φ_0 of axis of crystal lattice and rate of elongation.

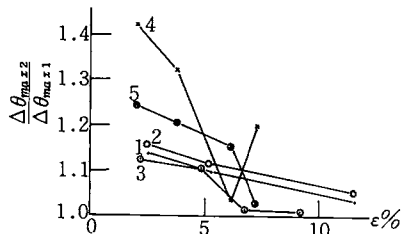


Fig.8 Relation between the ratio of two maximum values of $\Delta\theta$ on the graph of $\Delta\theta-\varphi$ and rate of elongation.

上のことを示すために次の3図を用意した。Fig.7は回転ベクトルの経度 φ_0 と試料の伸び率との関係を示す。試料1,2,3では φ_0 は 90° に近く、すなわち引張軸に直角方向に近く、しかも伸び率 ϵ に余り関係がなくほぼ一定であるが、試料4,5では φ_0 は 90° から大きく外れ ϵ が増すと 90° に近づく。Fig.8は正負二つある $\Delta\theta_{max}$ の値の比 $\Delta\theta_{max2}/\Delta\theta_{max1}$ と伸び率 ϵ の関係であり、一般的にいえることは ϵ が増すとこの比が1に近づく傾向がある。この傾向は試料4,5で特に著しいが、4,5は $\langle 100 \rangle - \langle 111 \rangle$ 帯に近い試料であることに注目したい。 $\Delta\theta_{max}$ の二つの値が異なることは回転軸をはさむ両側において面法

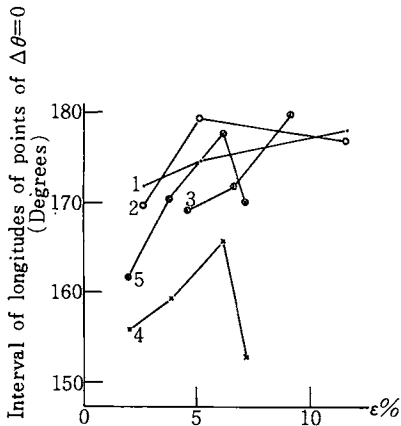


Fig.9 Relation between the interval of longitudes of points of $\Delta\theta=0$ on the graph of $\Delta\theta-\varphi$ and rate of elongation.

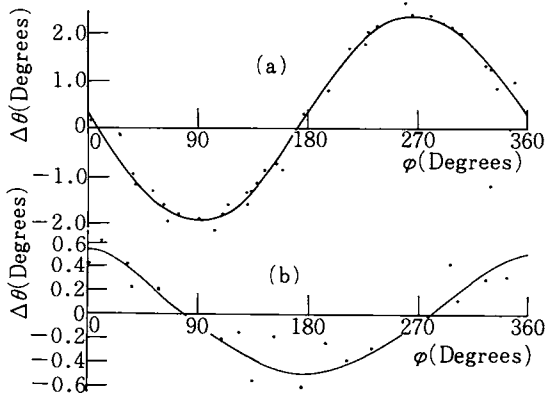


Fig.10 Examples of the curves of $\Delta\theta-\varphi$ (a) was derived from displacement of Laue spots and (b) from asterisms.

線の回転角が異なることを意味し、格子ひずみの存在を示すものといえる。Fig.9は $\Delta\theta=0$ の位置の間隔を調べたもので格子ひずみがなければ 180° になるはずであるが、これが 180° でないことは回転軸が湾曲していると考えらるべきで1種の格子ひずみの存在を示すものである。

3-4 asterism について

結晶の塑性変形においてはすべり方向は引張方向に移行する。これは結晶がすべり面内においてすべり方向に直角な方向を軸として回転するためと考えるのが通説である。Laue はん点が星ぼう状に伸びるのも、この回転のまわりの結晶の湾曲とみなすならば asterism から2-1の方法によって回転軸を求めることができる。回転軸の経度を求めるための $\Delta\theta-\varphi$ 曲線の1例を Fig.10(b)に示す。この図の(a)に示した同じ試料の Laue はん点の変形前後の移動から求めた $\Delta\theta-\varphi$ 曲線と比べると asterism から求める方が $\Delta\theta$ のばらつきが非常に大きい。この原因の最大なものは asterism 両端位置を正確に読み取れないことで、特に微弱なはん点でこのことがいえる。その他X線スペクトルの短波長限界や長波長側X線強度の不足による asterism の消失なども誤差の原因と考えられる。このように $\Delta\theta$ の誤差は大きい、一応 $\Delta\theta=0$ の位置すなわち φ_0 は求めることができるので、伸び率 ε と φ_0 の関係を Fig.11に示した。Laue はん点の移動から求めた回転軸の経度 φ_0 を示す Fig.7と比較すると大体同じ傾向を示すが、asterism から求めたものの方が伸び率 ε に対する φ_0 の変化が少ない。

4. 考 察

市販Al板からひずみ焼なまし法によって単結晶試料を作り、引張塑性変形を与えたときの結晶の回転および asterism から求めた結晶の湾曲あるいはその回転などが結晶方位や引張ひずみによりどのように変るかをX線 Laue 法により調べた。塑性変形による結晶の回転軸を求める方法は山口¹⁾や Calnan⁶⁾により示されているが、数個の Laue はん点から回転軸方向を計算することは Laue はん点の移動がわずかであるため誤差が大きいので別の方法を提案した。その方法は次のようである。まず試料面に垂直にX線を入射させ、Laue はん点の変形前後の位置変化から求めた Bragg 角の θ の変化 $\Delta\theta$ とフィルム面上のはん点の経度 φ から $\Delta\theta-\varphi$ 曲線を描けば、回転軸の経度 φ_0 と回転ベクトルの水平成分が求まる。次に試料をある角度だけ回転させると同様にしてベクトルの経度 φ_0' を求めれば φ_0 と φ_0' から回転ベクトルが試料面法線となす角 θ_0 が得られる。この方法は正確ではあるが、2枚の Laue 写真からしかも多くのはん点を処理する必要があるのでかなり繁雑である。本報告では回転ベクトルの方向、大きさを完全に知る必要がないので回転ベクトルの水平成分のみから考察を行った。

4-1 φ_0 の変化

Fig.7の $\Delta\varphi_0-\varepsilon$ 曲線は試料1,2,3では φ_0 は伸び率 ε によって余り変らないが、試料4,5ではかなり変ることを示す。すなわち試料4,5では回転軸が変形につれて大きく方向が変る。一般に結晶の回転はすべり面内においてすべり方向に直角な方向を回転軸とするのが最も妥当と考えられるから単一のすべりのみでは回転軸の方向が大きく変ることはない。ところで試料4,5は $\langle 100 \rangle - \langle 111 \rangle$ 帯に近い方位であるから2重すべりを起しやすい結晶である。したがって二つの回転ベクトルの合ベクトルの方向が回転軸になると考えれば二つの回転ベクトルの大きさの関係から合ベクトルはいろいろな方向をとり得る。このことは1次すべりと2次すべりが結晶中同一領域で起るとした場合にいえることである。二つのすべりが同一領域で起らないとすると Laue はん点は分裂するか、あるいは asterism は幅方向にもっとぼけたものになるべきである。しかしこの例では、asterism は幅方向にはほとんどぼけていないことから考えて、回転軸の方向が変るのは二つあるいは三つのすべりの合作用と考えるのが妥当と思われる。高純Alの実験では変形帯領域とその外部では Laue はん点の変位が異なるのが普通で

あるが、われわれの扱った市販Alでは試料の部位によるはん点の変化はほとんど認められなかった。

4-2 格子ひずみ

結晶の回転が剛体として行われたとすれば変形前後の Laue 図形から得られる $\Delta\theta-\varphi$ 曲線は完全に正弦波状でなければならないが、ひずんだ図形になることがある。このひずみの一つは正負二つある $\Delta\theta$ の最大値に差があること、他は $\Delta\theta=0$ の位置 φ_0 の間隔が 180° より外れていることである。前者は格子面によって回転角に差があること、例えば立方体が平行六面体になることを意味する。後者は回転軸が直線でなく曲っていること、結晶がねじれているような場合と考えられる。

一般に $\langle 121 \rangle$ 回転のみを有する試料では edge dislocation がすべりの役割を演ずるとされ、また、 $\langle 111 \rangle$ 極に近い方位の結晶を引張るとき生ずる束状すべりは $\langle 111 \rangle$ を回転軸とし、screw dislocation が変形にあずかっているとされている。上の $\Delta\theta-\varphi$ 曲線の形からみて edge, screw 両 dislocation が変形にあずかっているように思われる。

Fig.7, 8からこのような格子ひずみは ε が大になると小さくなる。これは次報において説明するが、変形が増すにつれポリゴン化が進み結晶格子のわん曲による格子ひずみが緩和されるものとして理解できる。

4-3 asterism について

asterism から求めた回転軸の経度を示す Fig.11 の $\varphi_0-\varepsilon$ 曲線は、Fig.7 のそれに対応するものであるが、この φ_0 はそのときのひずみ状態でのひずみに対応するものである。両者はかなり似ている点もあるが、asterism から求めたものの方がひずみ依存度が小さい。asterism から求めた $\Delta\theta-\varphi$ 曲線は Fig.10 からわかるように $\Delta\theta$ のばらつきが非常に大きい。このことは、2, 3の Laue はん点から回転軸を求める在来の方法は誤差が大きいことを意味し、従来 asterism に関する研究において不可解な点が大きかったことの一因ともいえる。また asterism から結晶の misorientation を求めることが行われているが、はん点によって大きい差があることを考慮すべきである。

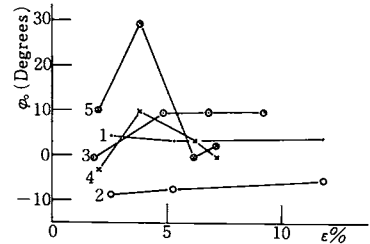


Fig.11 Relation between the longitude φ_0 of rotational axis calculated from asterism and rate of elongation.

5. 結 論

- (1) $\Delta\theta-\varphi$ 曲線によって塑性変形による結晶の回転ベクトルを求める方法は Laue はん点の変化から求める従来の方法に比べ精度が良いといえる。在来の方法の難点は個々のはん点の座標を正確に測らねばならないことで特に各はん点の経度 φ の測定精度が結果に大きく影響する。
- (2) $\langle 100 \rangle - \langle 111 \rangle$ 帯に近い方位の結晶では回転ベクトルの方向が塑性変形量と共に大きく変る。この現象は $\langle 100 \rangle - \langle 111 \rangle$ 帯に近い結晶は2次すべりを起しやすく、二つの回転ベクトルを持つから結晶格子全体としてはその合ベクトルのまわりに回転すると考えれば理解できる。
- (3) $\Delta\theta-\varphi$ 曲線のひずみから格子ひずみが求められる。このひずみは塑性変形が増すと消失する傾向があるが、その原因はよくわからない。
- (4) asterism から misorientation を求める場合には測定誤差が大きいことを考慮すべきである。
- (5) これまで塑性変形における結晶の回転において不明確な点が多かったのは回転軸の測定に誤差が大きいこと、また幾つかのすべり糸が共存する場合には回転軸は任意の方向をとり得ること、この2点が問題を複雑にしたものと考えられる。

参 考 文 献

- 1) K. Yamaguchi : Sci. Pap. Inst. Phys. Chem. Research, **11** (1929) 151.
- 2) H. Nishimura and J. Takamura : Tech. Rep. Eng. Resea. Inst. of Kyoto Univ., **2** (1952) 71.
- 3) 篠田, 天野 : 応用物理, **21** (1952) 363.
- 4) N. K. Chen and C. H. Mathewson : Trans. A. I. M. E., J. Metals. **3** (1951) 653.
- 5) 橋口, 服部 : 応用物理, **19** (1951) 30.
- 6) E. A. Calnan : Acta Cryst., **5** (1952) 557.
- 7) 北島 : Bull. Naniwa Univ., **2A** (1954) 71.
- 8) 岡田, 川島 : 日本金属学会誌, **19** (1954) 346.
- 9) 辛島 : 日本金属学会誌, **16** (1952) 140.
- 10) P. B. Hirsch and J. N. Keller : Acta Cryst., **5** (1952) 162.
- 11) 大南, 塩沢 : 日本機械学会論文集, **39** (1973) 769.

(昭和49年5月9日受理)