

Cu [011] 対称傾角およびねじれ粒界の
ナノメートル粒界すべり

金沢大学工学部
金沢大学工学部
金沢大学工学部

学 二口光伸
正 ○門前亮一
正 北川和夫

1. 緒 言

粒界すべりの難易の粒界性格依存性に関する系統的な研究がいくつかの金属の双結晶を用いて行われている。これらの研究によって、粒界構造の乱れが小さくエネルギーの低いと考えられている低 Σ 値の対応粒界ではすべりが生じにくいこと⁽¹⁾、また対称傾角粒界において異方性が存在し、傾角軸に垂直な方向のすべりは平行な方向のそれより起こり易いことが明らかにされている⁽²⁾。しかしこれらの実験は $T_m/2$ 以上の高温で行われ、かつマイクロメートルオーダーの比較的大きなすべりを測定しているため、結晶中の転位の活動を避けることができない。もし結晶内の塑性変形を抑えることができれば、粒界すべりと粒界の乱れの程度を表す粒界エネルギーとの間にはさらにより相関を持つことが期待できる。最近、転位の活動を抑えた条件下でモアレ縞法を用いてナノメートルオーダーの粒界すべりを検出できることを著者らは見いだした⁽³⁾。粒界すべりが2つの結晶粒の一方とK-S方位関係を持つbcc Fe-Co粒界析出粒子によって阻止されることにより、粒子は弾性変形し格子面が回転する。この結果、Cu母相の111_r反射と析出物の011_b反射によって作られるモアレ縞が回転し、これを調べることによってすべりを検出することができる。本研究では、この手法を用いて323~548Kの温度範囲でCuの粒界すべりを調べる。このような低温ですべりが生じることは粒界内部摩擦により明らかになっているが、粒界すべりの粒界性格依存性や異方性について調べることは困難である。そこで、モアレ縞法を用いて[011]対称傾角およびねじれ粒界について粒界すべりの方位差依存性、また対称傾角粒界について粒界すべりのすべり方向依存性を調べた。

2. 検出原理

無限に広がった粒界に半径 r の粒子が、密度 ρ でランダムに分布しているとする。粒界に沿ってせん断応力 σ_A をかけると粒界すべりは粒子によって阻止され粒界上に内部応力が発生する。外部せん断応力とこの内部応力がつり合った時点ですべりが止まる。このときの平衡すべり量 $[\bar{u}]$ は理論的に

$$[\bar{u}] = \frac{8(1-\nu)}{\pi^2(2-\nu)} \frac{\sigma_A}{\mu \rho r} \quad (1)$$

表 1

Misorientation angle θ (degree)	Average diameter $2r$ (nm)	Precipitate density ρ (μm^{-2})	Angle between (111) _r and boundary α (degree)	Sliding displacement $[\bar{u}]$ (nm) theory	Rotation angle $\delta\psi$ (degree) measurement	Rotation angle $\delta\psi$ (degree) theory
14(⊥)	70	10	30	0.20	0.15	0.14
14(//)			30		0.06	0.06
26(⊥)	75	12	25	0.19	0.10	0.08
26(//)			25		0.04	0.03
50(⊥)	70	15	15	0.17	0.05	0.04
50(//)			12		0.04	0.03
64(⊥)	50	10	6	0.35	—	0.09
64(//)			4		—	0.03
75(⊥)	53	8	3	0.41	—	0.09
75(//)			3		—	0.09
89(⊥)	65	17	13	0.16	0.05	0.04
90(//)			13		0.03	0.03
110(⊥)	70	12	20	0.21	0.10	0.07
110(//)			20		0.05	0.03
130(⊥)	60	15	30	0.19	0.11	0.13
130(//)			28		0.06	0.03
150(⊥)	70	10	37	0.25	0.17	0.19
149(//)			37		0.03	0.03

表 2

Misorientation angle θ (degree)	Average diameter $2r$ (nm)	Precipitate density ρ (μm^{-2})	Direction cosines				Saturation sliding $[\bar{u}]$ (nm) theory	Rotation angle $\delta\psi$ (degree) measurement theory	
			n_{11}	n_{33}	n_{31}	n_{13}			
14	85	11	0.574	0.578	-0.819	0.816	0.18	0.11	0.10
26	110	6	0.560	0.578	-0.809	0.816	0.23	0.07	0.10
38	95	7	0.545	0.578	-0.767	0.816	0.20	0.09	0.10
48	110	7	0.530	0.578	-0.743	0.816	0.23	0.12	0.09
56	95	7	0.516	0.578	-0.727	0.816	0.26	0.11	0.11
64	85	8	0.500	0.578	-0.707	0.816	0.26	0.11	0.13
70	90	8	0.471	0.578	-0.667	0.816	0.24	0.10	0.11
80	95	8	0.438	0.578	-0.629	0.816	0.23	0.10	0.13

で表される⁽⁴⁾。ここで ν はポアソン比、 μ は剛性率である。式(1)ならびに、Cu-Fe-Co合金における粒界bcc Fe-Co粒子の析出特性⁽⁵⁾よりK-S方位関係の面平行を表す粒子の(011)_b(// (111)_r)の回転角度 $\delta\psi$ は、傾角粒界においてすべり方向が傾角軸に平行な場合⁽³⁾、

$$\delta\psi_{Ti(//)} = \frac{\sigma_A}{2\pi(2-\nu)\mu\rho r^2} (1-2\nu)\cos\alpha \quad (2)$$

すべり方向が傾角軸に垂直な場合⁽³⁾、

$$\delta\psi_{Ti(\perp)} = -\frac{\sigma_A}{2\pi(2-\nu)\mu\rho r^2} \{(1-2\nu)\cos^2\alpha + (5-4\nu)\sin^2\alpha\} \quad (3)$$

また、ねじれ粒界の場合、

$$\delta\psi_{Tw} = -\frac{\sigma_A}{2\pi(2-\nu)\mu\rho r^2} \{(1-2\nu)n_{13}n_{31} - (5-4\nu)n_{33}n_{11}\} \quad (4)$$

で表される。ここで、析出物の密度(ρ)、寸法($2r$)、

(111)_r面と粒界面のなす角(α)は電顕によって測定し、表1に対称傾角粒界について、表2にねじれ粒界について示す。 n_{ij} はすべり方向を x_1 軸、粒界面に垂直な方向を x_3 軸としたときの座標系と、(011)_b面に垂直な方向を x_1' 、その面に平行な方向を x_3' としたときの観察座標系との間の方向余弦である。ただし、すべり方向は方位差を規定する2つのベクトル[100]の間の角度を二分する方向である。回転角度 $\delta\psi$ はモアレ縞のそれとして拡大されて観察され、その拡大率Rは

$$R = d_r / (d_r - d_b) \quad (5)$$

で表される⁽³⁾。 d_r は(111)_r面の間隔(0.2083nm)、 d_b は(011)_b面の間隔(0.2022nm)であり、拡大率はほぼ34倍となる。

3. 実験方法

Cu-1.05w%Fe-0.45w%Co合金より種々の方位差の[011]対称傾角粒界および[011]ねじれ粒界を有する双結晶をBridgman法で育成した。これらを1273Kで2h溶体化処理した後、873Kで1h時効して粒界にbccFe-Co粒子を析出させた。粒界すべりを導入するために12.3MPaの粒界に沿ったせん断応力を、323~548Kの範囲で1h付加した。対称傾角粒界においては傾角軸に平行な方向と垂直な方向にすべりを導入した。この負荷試験片から電顕観察用薄膜を作製し、Cu母相の111_r反射と粒子の011_b反射によって作られるモアレ縞の方向を測定した。次に、粒子の阻止効果によって生じた内部応力を完全に拡散緩和させるために、623Kで1h焼鈍を行った⁽³⁾。その後再び同一析出物のモアレ縞の方向を測定し、焼鈍によるモアレ縞の回転量を決定した。約30個の粒子における平均値を実測値とした。

3. 実験結果と考察

3-1 粒界すべりの温度依存性と飽和

図1は $\theta=14^\circ$ の対称傾角粒界とねじれ粒界について(110)_b面の回転角度を負荷温度に対して示したものである。すべての粒界において負荷温度の増加とともに粒子の回転角度は増加しある一定値に飽和する。これは粒子の阻止効果による内部応力が外部せん断応力と釣り合った状態になっていることを示す。

ここで、飽和回転角度の実測値と式(2)~(4)から求められる理論計算値を比較する。 $\sigma_p=12.3\text{MPa}$ 、 $\mu=4.61 \times 10^4\text{MPa}$ 、 $\nu=0.33$ 、そして表1、表2に与えられる ρ 、 r 、 α 、および n_{ij} を用いて、表1、表2に示されているように $[\bar{u}]$ 、 $\delta\psi$ が計算できる。 $\delta\psi$ の理論計算値と実測値はほぼ一致していることがわかる。また、すべり量は1nm以下とときわめて小さい。

3-2 粒界すべりの方位差依存性と異方性

図1においてそれぞれの粒界は異なる飽和値を示している。そこで異なる粒界の間のすべりの難易を直接比較するため、実験対象としたすべての粒界について

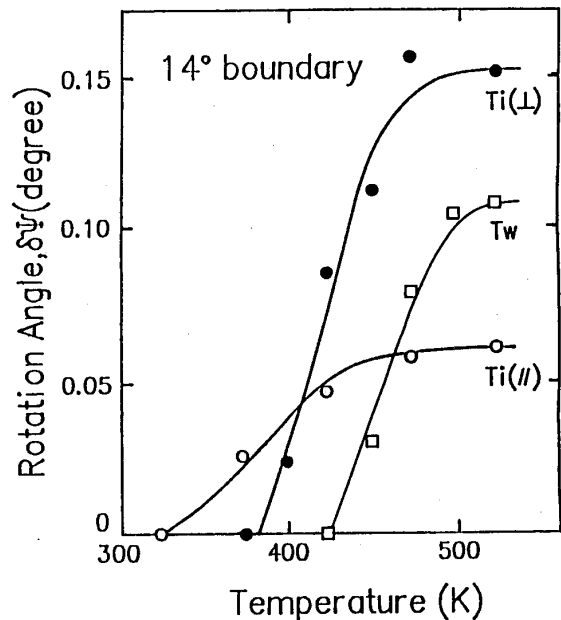


図1 (011)_b面の回転角度と負荷温度の関係

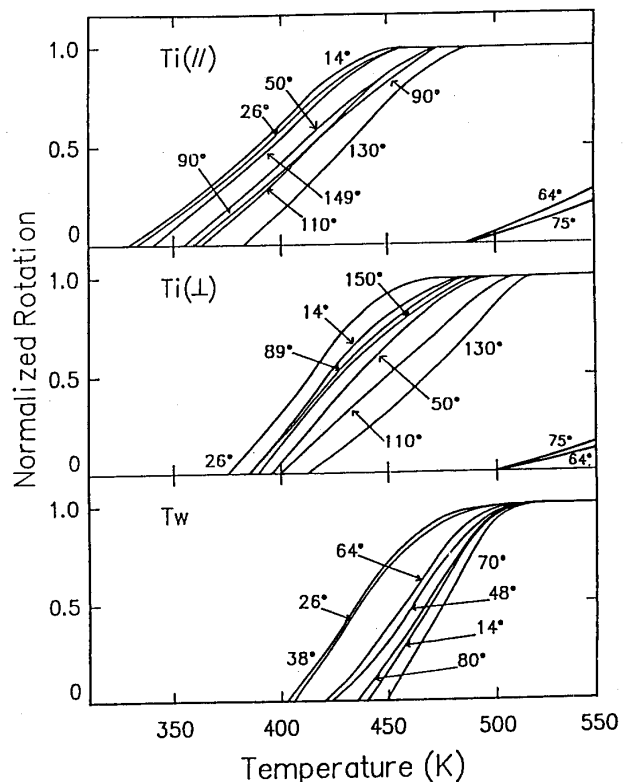


図2 規格化した回転角度と温度の関係

(011)_h面の回転角度をその飽和値で規格化し、負荷温度に対して示したものが図2である。ただし $\theta=64^\circ$ と 75° の傾角粒界は計算値を使って規格化した。これにより粒子径、粒子密度などの違いに関係なく直接粒界すべりの粒界性格依存性を評価することができる。この図からねじれ粒界よりも傾角粒界の方がすべり易く、また傾角粒界において異方性が存在し、傾角軸に垂直方向よりも平行方向の方がすべり易いことがわかる。この結果はねじれ粒界が傾角粒界よりもすべり易いというBellらによる観察結果⁽⁶⁾、ならびに垂直方向の方がすべり易いというBiscondiらの報告⁽²⁾とは対照的である。

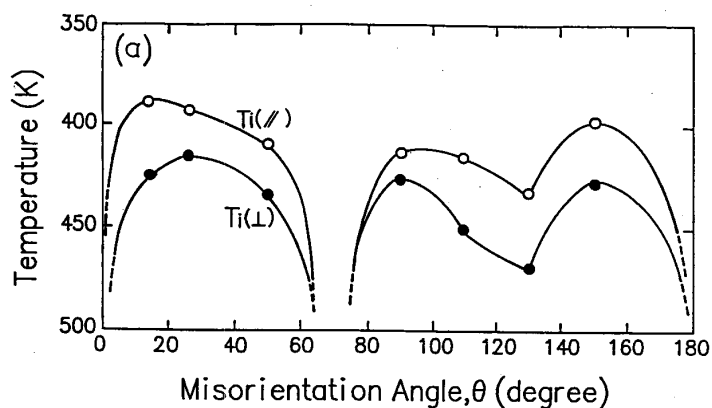
図3は図2において回転角度が0.5のときの温度を方位差に対して示したものである。(a)は対称傾角粒界について示したもので、白丸は傾角軸に平行な場合で黒丸はすべり方向に垂直な場合である。これより $\Sigma 3$ 整合双晶境界($\theta=70.5^\circ$)と $\Sigma 11$ 対応粒界($\theta=130^\circ$)近傍でカスプが存在し、粒界すべりが生じにくいことがわかる。(b)はねじれ粒界について示したもので、 $\Sigma 3$ 粒界($\theta=70.5^\circ$)と $\Sigma 11$ 粒界($\theta=50.5^\circ$)近傍でカスプが存在する。本実験における粒界すべりは粒界面を構成する原子配列にのみ支配されるものであるため、同じく原子スケールの乱れを表す粒界エネルギーとよい対応を示すはずである。実際、図3の曲線の形状は、これまでに報告されている[011]対称傾角粒界、およびねじれ粒界における粒界エネルギー-方位差曲線⁽⁷⁾の形状と非常に傾向が似ている。

本実験におけるナノメートルオーダーの粒界すべりの臨界的な原子過程には、Ashbyによって議論されたように⁽⁸⁾粒界拡散が大きく関与していると推定できる。図3(a)にみられるように、粒界すべりが傾角軸に垂直

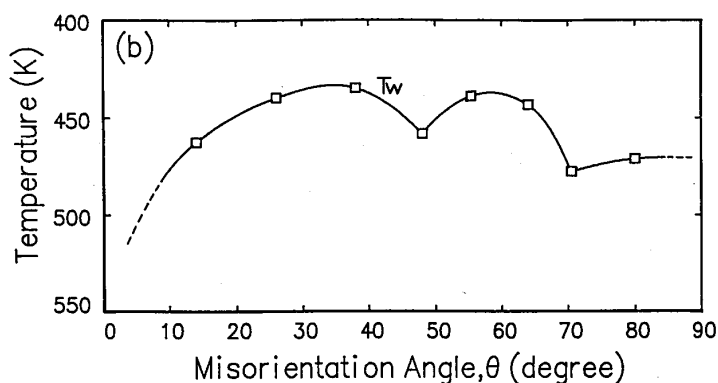
方向よりも平行方向に起こり易いという実験結果は、粒界拡散にも同じ異方性が存在することを示唆している。事実、この種の拡散の異方性はBiscondiらによってすでに報告されている⁽⁹⁾。彼らはまたAlの[011]対称傾角粒界上のZnの拡散性を調べ、図3(a)と非常によく似た形状の曲線を報告している。また、対称傾角粒界に比べねじれ粒界が拡散しにくいという研究報告もあり⁽¹⁰⁾、対称傾角粒界よりもねじれ粒界の方がすべりにくいという図3(b)の結果とよく対応している。

<参考文献>

1. M. Biscondi and C. Goux, Mem. Scient. Revue Metall. **65**, 167(1968).
2. I. Herbeval and M. Biscondi, C.r. Acad. Sci. Paris **C273**, 1416(1971).
3. R. Monzen, M. Koda and T. Mori, Acta Met. **37**, 1619(1989).
4. T. Mori, M. Koda, R. Monzen and T. Mura, Acta Met. **31**, 275(1983).
5. R. Monzen and K. Kitagawa, Scripta Met. **22**, 173(1988).
6. R. L. Bell, N. B. W. Thompson and P. A. Turner, J. Mat. Sci. **3**, 524(1968).
7. H. Miura, M. Kato and T. Mori, Colloq. de. Phys., **51**, C1-263(1990).
8. M. F. Ashby, Surf. Sci. **31**, 498(1972).
9. M. Biscondi, Physical Chemistry of the Solid State, Application to Metals and their Compounds, p. 225. Ed. by P. Lacombe, Amsterdam, Elsevier(1984).
10. 市ノ瀬弘之, 軽金属. **20**, 256(1970).



(a) [011]対称傾角粒界



(b) [011]ねじれ粒界

図3 粒界すべり-方位差曲線