単結晶による金属の加工歪並びに変形の研究 (第 1 報)*

吉 岡 正 三** 井 村 徹**

Shōzō Yoshioka and Tōru Imura : The Study of Work-stress and Deformation of Metal in Single Crystal. (1st Report). The experiments were carried out with the aim to investigate the essential relation between stress, strain and Laue pattern. This 1st report is mainly concerned with the change of internal structure of Al single crystal during the tensile deformation. It should be noticed that the direction of Laue spots elongated by tensile strain showed good coincidence with the Leonhardt's curves and that the degree of the elongation was almost in linear relation to the amount of strain. Taking into the consideration "mosaic structure" theory, the authors interpreted it as follows: the asterism must be due to the continuous accumulation of unit stresses in unit blocks of crystals. The break-up of elongated Laue spots by annealing might contribute to a sort of recrystallization, temporarily called "micro-recrystallization" by the authors. We also attempted T-formed slit which showed some convenient points in analysis operation of patterns photographed.

(Received July 27, 1950)

I. 緒 言

近年金属結晶の塑性変形に関する理論として転位論が採用され、定性的には勿論、定量的面においても変形に伴う種々の現象の説明に有利に適用され著しい成果を収めて来ている。これは転位論が理論系体において優れていることを意味するが、しかし実験面で直接転位そのものを対象にすることは困難である。そこで若干の実験結果の再検討が無意味でないと思ひ、こゝでは変形の各段階におけるラウエ X 線図形を詳細に検討し、これによる結晶内部組織の変化の観察を主体として、変形機構については従来の "Slip-mechanism" の概念をかりて説明し、その限界とか金属結晶内部歪なるものが如何なるものであるか等についての若干の試み並びに考察を行つて行く積りである。先ず本報においては Al 単結晶の歪りの解析とラウエ図形の星状化について述べることにする。

II. 試料の調製及び実験装置

試料は純度 99.9% の高純度 Al 板 (厚さ 0.3mm) を用い、これから幅 5mm, 長さ平行部 20~50mm の試験片を

作り、再結晶法によつて平行部を完全に単結晶化し、X 線で方位を決定し適宜種々の方位のものを使用した。試料の引張り変形を行い、その都度ラウエ写真を撮る場合、従来この種実験における試験器からの着脱の際の不注意から起る曲げ及び引張方向、試料支持の際の誤差等をなくするため Photo. 1 の如き小型引張り試験器付ラウエカメラを新たに設計製作して荷重は鉛分銅により 10g の精度内に、伸びは 1/100mm 目盛のダイヤルゲージで読み取ることとした。初めの内は伸びを 0.2% 位ずつ増加し荷重を記録し、ラウエ透過並びに背面反射写真を撮り、この図形処理と若干の考察から迂り要素を決め変形の過程を追つて行つた。使用した対陰極は主に W であり試料フィルム間 41mm, 使用電圧 35kV, 管球電流 6mA, 露出時間 6 時間を標準とし、猶スリットには 0.3mm 径の円形スリットを主としたが、後程 T 型 (長さ縦 5mm, 横 5mm, 間隙幅 0.3mm) のものを試用し、又背面反射写真の撮影には、対陰極を Fe とし特性線を混じた白色線を用いた。

III. 実験結果と考察

(イ) 迂りについて: 迂り要素を考える場合、従来主としてとられている方法は何らかの方法で結晶方位を決定し、一方迂り面の試料表面上への "visible traces" をたよりにして⁽¹⁾⁽²⁾、それについての測定と処理から要素を求めるような方法がとられている。しかしわれわれは既に迂り要素選択についての若干の予備知識を有するのでこれを一応容認して考慮に入れた上で迂り過程を逐次解析して行こうとする時には次のようなことも考えられる (この場合特殊な方位の Al 単結晶による藤原氏⁽³⁾の報告が参考になっている)。即ち試料に少量の伸張を与えては各段階でのラウエ写真を撮り、結晶儀或いはウルフ撮影網を用いて解析し、回転軸を想定して次々の図形を結晶の回転にて説明するのである。この際図形中の斑点特に特殊な面に対応する二、三の斑点の伸びの変化に着目すると迂り面とその回転軸と

Photo. 1 New Designed Laue Camera.

** 浪速大学工学部

* 1949年11月本会名古屋大会に発表

(1) 山口桂次, Sci. pap. I. P. C. R., 8 (1929), 289; 9 (1929), 277.

(2) E. N. Andrade & L. C. Tsien, Proc. Roy. Soc., A 163 (1937), 1.

(3) 藤原武夫, 広島文理大理科紀要, 13 (1944), 377.

を比較的簡単に指摘することが出来る。

例えば Photo. 2, 3, 4 の如く引張り軸に垂直な方向での斑点の見掛け上の伸びは小さく引張方向に大きい*。これは Leonhardt⁽⁴⁾ の曲線図形に対応させると曲げ軸が鉛直で写真面に平行な場合の曲線図形上に写真の引張り軸方向に直角

Photo. 2 cf. Fig. 1
elongated 0%
Spot No. 1 ($\bar{1}10$) No. 5 ($\bar{1}\bar{1}0$)
No. 12 ($2\bar{1}0$)

Photo. 3 cf. Fig. 1
Elongated 8.3%

Photo. 4 cf. Fig. 1
Elongated 33.2%

Photo. 5 Leonhardt's curves for Interpretation of Elongation of Laue Spots under Stress. A Pattern Superimposed upon Leonhardt's Curve. (D=41mm)

な軸方向を鉛直にして重ねると良く斑点の伸びのはのつてくるので (Photo. 5 参照), 引張軸に垂直 或いはそれに近い軸でしかも試料表面 (フィルム面に平行) に平行 或いはそれに近い一つの軸が曲げ軸になっていると考えてよいようである。Photo. 2, 3, 4 を見ればわかる如く事実 ($2\bar{1}0$), ($2\bar{1}1$) に対応する斑点はほとんど放射状に伸びていない。なお回転軸をいずれか明確に決定したいときはこれら予想されるそれぞれの方向から X 線を入射して写真を撮り、放射状に伸びないで円弧状に幅を持つ斑点の得られる方を選ばばよい。また送り方向であるが、これは先の回転軸に直角またはそれに近い方向が送り方向となることを考慮しつつ、一方従来の如く変形の進行と共に試料軸が既定結晶軸に対し移動して行く方向をステレオ投影して追跡すると、一例として Fig. 1, 2 の如くなり決定しうる (なお回転軸の想定にも関係してこの近き方には若干疑点があるが後

目にゆずる)。回転軸と想定されたものと送り方向から両者を含むかそれに近い低指数の面ということで送り面が一義的に選択決定される。これらの写真の解析から得られた結果*を Check するため Visible traces の明瞭なものはこのを観測し、並びに送り面、送り方向と目される方向について剪断力 (F), $F = T/A_0 \cos \theta \cdot \sin \theta \cdot \cos \eta$, T : 引張荷重, A_0 : 試料原断面積, θ : 引張り方

Fig. 1 Stereographic Diagram Showing the Direction of Tension during Deformation (sample 1).

Fig. 2 Stereographic Diagram Showing the Direction of Tension during Deformation (sample 2).

向と送り面の法線間の角。

η : 送り面上への引張り方向の射影と送り方向とのなす角を計算し、それより予想される結果と比較対照すると、良く一致することがわかる。Fig. 2 の試料の伸張前の位置で $T/A_0=1$ として計算したのが Table 1 である。なお先に若干ふれたことであるが、この際写真上送り方向に直

Table 1 Values of Shearing Stresses in 12 Directions, One of which Should be Chosen as the Direction of Slip.

($\bar{1}11$)	[$1\bar{1}0$] 0.48	[$0\bar{1}1$] 0.25	[101] 0.22
($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	[$\bar{1}\bar{1}0$] 0.20	[$0\bar{1}1$] 0.20	[$\bar{1}01$] 0.02
($11\bar{1}$)	[$\bar{1}10$] 0.24	[101] 0.18	[011] 0.41
($\bar{1}\bar{1}1$)	[$\bar{1}10$] 0.44	[$0\bar{1}1$] 0.34	[$\bar{1}01$] 0.10

* Fig. 1 については送り面 ($11\bar{1}$), 送り方向 [011], Fig. 2 では ($\bar{1}11$): [110].

* 矢印は引張方向を示す。

(4) J. Leonhardt, Z. Kristallogr., 61 (1924), 100.

(b) 焼鈍により Asterism がどうなるかについては微少伸張後の高温焼鈍により斑点のわれが観察されるものと、Fig. 2 と同一試料の切断後のものの如く相当高温 (450°) までほとんど変化を示さず、この温度で所謂再結晶を始め 500° では相当粒の成長が進行すると共に、歪んだ斑点が若干歪みを少なくするが、新結晶成長中も頑強に Asterism は残っているものとがあることがわかる (Photo. 7 参照)。

比較的低温での加工時に起る斑点の fine structure は

Photo. 7 Laue Pattern of the Same Crystal in Fig. 2 Annealed for 4 hours at 500° after Specimen was Broken Down.

Fig. 7 Distribution of Crystal Block after "Micro-recrystallization."

る。(b) 斑点の中心位置が求め易い。(c) 斑点による伸び或いは歪みの変化が明瞭で回転の状況を知るに都合が良い。

即ち T 型を使つて変形段階を追つて行くと、初め歪まぬ T 型図形が得られていたものが、先ず若干位置がずれ、変

Fragmentation によるものとするも、その金属の熔融点に近い高温変形とか加工後の高温焼鈍によるものは、一つの Gross grain (この場合単結晶) 内で歪を内包する Fig. 3 で考えたような block が高温で方位変換とか互に喰ひ合つて成長して "micro-recrystallization" ** というようなものを起したと考える方が妥当に思われる (Fig. 7)。

次に T 型スリットを試用して同様実験を行つたが、これによる利点として (a) 非常に広い範囲に X 線が照射出来一度にその範囲の変形状態が調べられ

Phot. 8 Laue Pattern Obtained by using T-formed Slit.

係するものであろう (Photo. 8 参照)。

IV. 総 括

変形の段階を考えて行くと先に藤原氏⁽³⁾の結果もある如く当初は一局部における結晶自体には変化が起らず、たゞ板全体に対する相対的方位が僅か変るだけであり、数%の伸びになると方位の変化だけでなくその局部の結晶が Fragmentation を始め、さらに伸びが大になるとその Fragmentation は著しくなり、結晶は微細化してしまうと考えられる。ラウエ図形の Asterism は往りによる結晶の Fragmentation の過程における限定された往りの両端近くでの面彎曲或いは格子攪乱を考へて説明される。変形のみでの斑点の分裂は Fragmentation によるか、或いは変形条件によつてはその再結晶類似現象として説明し、焼鈍後の斑点分裂については Asterism を起した結晶が高温で始めて或る程度粒内 block の集合が起り "micro-recrystallization" を起したとする。X 線解析から見た往りの機構は単なる Translation ではなく Rotation を合せて考えないと満足な説明が出来ない場合が多いようである。その際の packet 部の歪の有無或いは弾性、塑性変形時の格子常数の変化、格子の形といったような意味での加工内部歪の実体の検討は試料中の特殊細管 X 線管球による精密測定の結果をまつて報告する予定である。

本実験は文部省自然科学研究費の補助を受け遂行されているものであることを附記する。

** Micro-recrystallization については曲げ変形を扱った次報において斑点の分裂現象として綜合報告する。