Al 單結晶の加工變形における X 線的研究** (その 1)
<111> 極近傍方位を有する結晶の束状態りに基く廻轉軸について

岡 田 克 己* 川 島 信 夫*

Katsumi Okada, Nobuo Kawashima: Investigation of the Distortion of Aluminium Single Crystals by X-ray Laue Method. (1st Report). On the Rotation Axes of the Crystals Oriented Nearest to <111>. It has been found that cluster slips, uniform slips with deformation bands, or other slips would be formed by the different orientation of crystals. In the triangle of the stereographic projection, cluster slips are formed in the crystals <111> and uniform slips near the crystals <110> in the triangle. Much investigations on the

* 東北大學工學部金屬工學科

** 1953 年 4 月本會東京大會に發表

rotation axis of a uniform slip in extended crystals have been reported, but few of them examined the crystals nearest to $\langle 111 \rangle$. In the present report, the rotation axes of cluster slips in the crystals oriented nearest to $\langle 111 \rangle$ were determined by the new X-ray Laue technique. There are two rotation axes in the crystals $\langle 111 \rangle$: the one is $\langle 121 \rangle$ which is normal to the slip direction on the primary slip plane, and the other is $\langle 111 \rangle$ which is normal to the primary slip plane. The rotation of $\langle 121 \rangle$ is responsible for kink bands in the cluster slip region, while the rotation of $\langle 111 \rangle$ seems to be responsible for the screw dislocations.

(Received December 10, 1954)

I. 緒 言

加工の研究(第9報)⁽¹⁾において種々なる結晶方向を有する Al 單結晶を常温で延伸し, その結果束状り (cluster slip) 交叉り (cross slip) および uniform slip が生ずる領域は結晶方向に依存することを明らかにした。西村, 高村⁽²⁾によれば, 加工により生ずる廣い變形帯および單純り領域についてラウエ斑點に現れるアステリズムの起因は變形帯と單純り領域との境界においてのみ存在するとし, また單純り領域内ではたとえ細い變形帯が存在していてもアステリズムは生じ難いことを指摘し, それが生ずるためのり面の回轉軸は, り面上り方向に垂直な $\langle 121 \rangle$ であるとしている。また篠田および天野⁽³⁾, N. K. Chen および C. H. Mathewson⁽⁴⁾ 等もアステリズムの起因は變形帯にあるとし, その回轉軸は $\langle 121 \rangle$ であるとしている。一方このアステリズムが必ずしもり面上り方向に垂直な軸の周りの迴轉によらないという實驗結果が橋口, 服部⁽⁵⁾により報告されている。さらに Honeycombe⁽⁶⁾ は Cd 單結晶を 100% 延伸してもアステリズムは起らないが, 數 % 延伸した Al にはアステリズムが生ずることからアステリズムの起因は變形帯にあるとしている。その他束状りについても最近 Calnan⁽⁷⁾ および北島⁽⁸⁾の研究があるが $\langle 111 \rangle$ 方位に極く近接せる結晶について行つたものはない。本研究は主として $\langle 111 \rangle$ 方位に極く近接せる方位を有する Al 單結晶に生ずる束状りのラウエ斑點の形態およびアステリズムより解析せる回轉軸を uniform slip のそれと比較し, その變形機構に考察を加えようとするものである。

II. 實驗結果

實驗に使用した試料の結晶方向を Fig. 1 に, またその延伸度, 剪斷歪, 變形様式を Table 1 に示した。

- (1) 五十嵐, 岡田, 平形, 本誌, **16**(1952), 425.
- (2) 西村, 高村, Tech. Rep. of Eng. Res. Inst. of Kyoto Univ., **2**(1952), 139.
- (3) 篠田, 天野, 應用物理, **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, 應用物理, **19**(1951), 30.
- (6) R. W. K. Honeycombe, Proc. Phys. Soc., **63 A**(1950), 672.
- (7) E. A. Calnan, Act. Cryst., **5**(1952), 557.
- (8) 北島, 1953 年 10 月本會仙臺大會に発表; Bulletin of Naniwa Univ., **2A**(1954), 71.

1. 試料面に垂直に X 線を入射した場合に生ずるラウエ斑點の結晶方向による差異について

$\langle 111 \rangle$ 方位詳, および uniform slip を形成する方位

Fig. 1 Orientations of Crystals investigated.

のもの ($\langle 110 \rangle$ 方位およびステレオ標準三角形内方位のもの) の代表的ラウエ寫眞を Fig. 2 および Fig. 3 に掲げる。Fig. 2 は $\langle 111 \rangle$ 方位を有し典型的な束状りを示す試料の

Table 1 Tensile data and banding behavior of crystals investigated.

Specimen No.	Elongation pct.	Shear strain	Appearances of deformation
1	19.5	0.362	deformation bands
3	6.4	0.135	" "
14	5.6	0.110	" "
25	6.5	0.141	" "
28	8.7	0.190	" "
38	5.0	0.162	cluster slip
47	4.4	0.140	" "
48	14.6	0.430	" "

Fig. 2 Laue patterns obtained from the crystals oriented near to $\langle 111 \rangle$.

Fig. 3. Obtained from the Crystals oriented to the interior, of the stereographic triangle rather near to $\langle 110 \rangle$.

X 線寫眞であるが, これらの斑點は放射狀方向 (入射點と各斑點とを結ぶ方向) を境として分裂するのが観られる。ま

た延伸度に比してそのアステリズムが短く少ないことも著しい特徴である。この報告には示さぬがこのことは $\langle 100 \rangle$

Fig. 4 Asterisms obtained from crystals with cluster slip, deformation bands and unpredicted twist slip, respectively.

Fig. 5 Laue pattern obtained from the uniform slip crystals; direction of X-ray being parallel to the axis which 'perpendicular to slip direction on the slip planes.

方位の束状じりについても同様である。一方 Fig. 3 のように変形帯を生ずる結晶では数 % の延伸で著しいアステリズムを示すことは注目に値する。これらは X 線の波長および結晶面の方位、厚さを考慮してもなお明瞭である。また Fig. 3 の変形帯試料の斑點は放射状方向を境界とする分裂傾向は少い。繩状じりを有する試料は延伸度が少ない場合には斑點は 2 個乃至數個に分裂するだけでアステリズムはほとんど生じない(後に報告する豫定である)。Fig. 4 は (a) 束状じり、(b) uniform slip に変形帯が生ずるもの、および (c) 繩状じりのラウエ斑點の特徴を描いたものである。

2. 迴轉軸の決定

(i) 変形帯を容易に形成する試料については、その迴轉軸がじり面上じり方向に垂直な $\langle 121 \rangle$ あるいはその近傍で

Fig. 6 Laue patterns with incident X-ray beam normal to the primary slip plane ($\bar{1}11$).

あることは多數の研究者の認めるところであるが、これを最も直接的に立證するには X 線を $\langle 121 \rangle$ 方向から入射すればよい。Fig. 5-a は 19.5% 延伸した変形帯試料 No. 1 の $\langle 211 \rangle$ 方向から X 線を入射した場合で、アステリズムは正しく圓弧(入射を中心とする)となりかつ

斑點は數個に分れている。アステリズムが同心圓上にあることは迴轉軸が $\langle 211 \rangle$ であることを示す。また斑點が半徑方向を境界として分裂しているは延伸とともに変形帯による結晶面の屈折攪亂を生じたためと見做される。

(ii) 次に束状じり試料について同様に検討するため、結晶 No. 47 に現れる束状じり内の $\langle 211 \rangle$ 方向より入射した結果が Fig. 5-b である。アステリズムは圓弧状とはならず放射状になる。また斑點は分裂するが、分裂境界は放射方向に垂直である。このことから迴轉軸は $\langle 211 \rangle$ ではないことが明らかである。次に streak の方向を見るとこの場合むしろ半徑方向に伸びる橢圓上に横わる傾向が

見られる。同様の結果は $\langle 111 \rangle$ 方位の No. 38 について Fig. 5-c に示す。このことは一次じり面*の法射を迴轉軸とする迴轉の存在することを示唆するものと考察されるが、もしその傾向が強ければ、X 線を直接 $\langle 111 \rangle$ 方向から入射した場合同心圓上にあるはずである。これを驗めた結果が Fig. 6-a

(結晶 No. 47) および Fig. 6-b (No. 38) である。ここで注意せねばならぬのは No. 47 には束状じり内に變形帯が僅か生じているが、No. 38 にはほとんど變形帯が存在していないことである。この場合アステリズムは放射状方向に

Fig. 7-a Laue pattern with incident X-ray beam normal to the secondary slip plane ($\bar{1}11$).

伸びているが、これはじり面に垂直に X 線を入射した結果、多くの束状じりを横切るために束状じり内の變形帯を切る頻度が高くなり、結晶 No. 47 では特に變形帯が既存していることより Fig. 6-a に見られる如くアステリズムが sharp に現われたためである。解析の結果良くこれに合致する。また斑點により分裂境界が明らかに放射状にあることは $\langle 111 \rangle$ 迴轉による分裂を示すものである。すなわちこの場合のアステリズムは束状じり内の變形帯から強く生じ、 $\langle 111 \rangle$ 迴轉に基くアステリズムは弱い No. 38 の Fig. 6-b では斑點が圓弧方向に大きくふくらむことは $\langle 111 \rangle$ 迴轉を明示するものである。次に潜在的じり面が束状じりに影響することも考えられるので、第二じり面の法線 $\langle 111 \rangle$ 方向より X 線を入射したが、結果は Fig. 7-a に示すようにアステリズムおよび斑點の分裂状態より $\langle 111 \rangle$ を迴轉軸および分裂軸とすることは考えられない。

3. 同一結晶内で場所によるラウエ斑點の差異について

* Primary slip plane.

變形帶試料についても位相領域と變形帶領域とにおいてラウエ斑點に著しい差異が存在するのと同様に束状試料に

Fig. 7-b Specimen No. 47 showing macroscopic cluster slip and the locations of incident X-ray beams.

如く、隣接する束状位相領域間の距離は最大約 3 mm であるから束状位相領域および nonslip 領域とを分離して調べることが出来る。圖示せる如き場所を試料表面に垂直に撮影してみた結果、斑點の分裂は束状位相が集中しているところが特に著しい。

Fig. 8-a は束状位相が 3 本集中しているところ (Fig. 8-

においても束状位相領域と nonslip 領域において差異が存在する。その例として結晶 No. 47 について示す。

この結晶 Fig. 7-b に圖示せる

領域のものは Fig. 8-c に示す如く明瞭な斑點の分裂は見られない。これらは X 線束中に入る束状位相の數と分裂數とが對應することより、分裂は束状位相領域と位相領域との方位變化に基くものと思われる。これらの結果で注意すべき點は一次位相面 (111) の斑點は何れの場合も分裂せず、またそのアステリズムも他の斑點と較べて少い。このことは $\langle 111 \rangle$ を軸とする廻轉および分裂が生じていることを示す。

4. 廻轉軸の一般的決定法による検討

アステリズムよりその廻轉軸を決定するため山口、研野兩氏の方法⁽⁹⁾を一般化した chart を作製し解析を行つた。すなわち Fig. 9-a で XO を X 線入射方向、フィルムは OX に垂直とし、結晶 XI を軸 XA の周りに廻轉するとき、B なる法線を持つ結晶面の斑點の軌跡を XA がフィルムに對する正射影 OA' を坐標とする極座標 (γ, η) で示すと次の如くなる。

$$\begin{cases} \sin \gamma = \cos \alpha \cos \beta + \sin \alpha \sin \beta \sin \omega \\ \cos \beta = \cos \alpha \sin \gamma + \sin \alpha \cos \gamma \cos \omega \\ r = L \cdot \tan 2\gamma \text{ また } n\lambda = 2d \cdot \sin \gamma \end{cases}$$

ここで γ は入射角、 α は入射 X 線と廻轉軸 XA とのなす角、 β は結晶面の法線 XB と廻轉軸 XA とのなす角、 ω は入射 X 線と廻轉軸を含む面と廻轉軸 XA と面法線 XB を含む面とのなす餘角、 r は斑點 'B' と O との距離、 η は OA' と OB' とのなす角である。これらの方程式の α, β に種々の値を與えて得

られる Chart で解析を行つた。例として No. 47 試料の表面に垂直に X 線を入射した場合の (Fig. 8-a) アステリズムを検討する。廻轉軸 $\langle 111 \rangle$ として X 線寫真に重ね合わせてみると Fig. 9-b に示す如くよく一致する。Table 2 には各斑點の面指數と $\langle 211 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ を廻轉軸とする場合、これらと各面の法線とのなす角 β を示した。 $\beta \langle 111 \rangle$ の角度が Fig. 9-b によく合致していることがわかる。同様の解析を他の $\langle 111 \rangle$ 方位を有する結晶 No. 38 および No. 48 について試みたが同様な結果を得た。これらより $\langle 111 \rangle$ を廻轉軸とする廻轉量 ω をアステリズムより計算すると延伸度 4.4% で $\omega = 50^\circ$ を得た。この値は變形帶試料について $\langle 121 \rangle$ 廻轉量を測定した西

Fig. 8-a Laue pattern with X-ray beam directed to the three slip clusters indicated Fig. 8-b.

Fig. 8-b Three cluster slips concentrated.

Fig. 8-c Laue pattern with X-ray beam directed to the non-slip region between slip clusters.

Fig. 9-a Relation between rotation axis and Laue pattern.

Fig. 9-b Comparison of astereisms with proposed chart.

Table 2 Values of angle β .

Crystallographic plane	$\langle 111 \rangle$	$\langle 131 \rangle$	$\langle 010 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 101 \rangle$	$\langle 011 \rangle$	$\langle 121 \rangle$	$\langle 110 \rangle$
Values of $\beta \langle 211 \rangle$	66°	64°	65°	89°	78°	90°	83°	78°
of $\beta \langle 111 \rangle$	75°	80°	58°	0°	36°	90°	63°	36°

b) を径 0.8mm の slit を用いて撮つた結果であるが、斑點が數個に分裂している。0.5mm の slit を用いると分裂個數が 2~3 個に減少する。また束状位相間の位相領域

の 3° の何れよりも著しく少い廻轉量を示すもので、變形帶の如き局部的彎曲が著しいものとは相異なるものである。

(10) Gay and Honeycombe, Proc. Phys. Soc., A64(1951), 844.

(9) 山口, 研野, 理研彙報, 7(1932), 668.

村, 高村⁽²⁾の 5.5% 延伸における廻轉角 7°, 篠田, 天野⁽⁵⁾の壓縮 3% における 5°35', Gay および Honeycombe⁽¹⁰⁾

5. 班点の分裂について

3にて述べた如く、迂らない領域におけるアステリズムは少く、また班点の分裂も生じないところから班点の分裂は束状迂りによる結晶面の分裂であることが考えられる。また迂り面のラウエ班点が分裂していないこともすでに述べ

Fig. 10-a Incident X-ray beam between $\langle 211 \rangle$ and $\langle 212 \rangle$, the direction indicated X_1 in Fig. 11.

Fig. 10-b Incident X-ray beam is between slip direction $\langle 011 \rangle$ and $\langle 012 \rangle$, the direction indicated X_2 in Fig. 11.

Fig. 10-c Incident X-ray beam is near the slip direction, likewise Fig. 10-b.

Fig. 10-d Incident X-ray beam is near $\langle 111 \rangle$ and $\langle 221 \rangle$, likewise Fig. 10-a.

P: Orientation of No. 47
 X_1 and X_2 : incident X-ray direction of Fig. 10-a and b.

Fig. 11 Standard stereographic representation refer to crystal orientation, crystallographic planes, and direction of incident X-ray in crystal No. 47 about Fig. 10-a, and Fig. 10-b.

および迂り方向 $\langle 011 \rangle$ 近傍より入射し、迂り面およびこれらの方向を晶帯軸とする各面からの反射点を得るように入射した。Fig. 10-a および Fig. 10-b はその結果である。Fig. 11 に (100) を中心とせる標準ステレオ図に結晶方向 P, X 線の入射方向 X_1 , および X_2 , および生じた各班点の極点を示す。Fig. 10-a は X 線が $\langle 211 \rangle$ - $\langle 212 \rangle$ 間 X_1 より入射した場合で班点が明瞭に分裂している。特

に著しいのは (011), (133), $(\bar{1}\bar{1}3)$, (012) 等であり、これ

Fig. 12 Predicted asterism for rotation about $\langle 111 \rangle$ axis and Laue pattern of Fig. 10-a.

り方向近傍すなわち $\langle 012 \rangle$ - $\langle 133 \rangle$ - $\langle 011 \rangle$ 間 (Fig. 11 の X_2 点) より入射した場合で、迂り面は前同様分裂しないが彎曲が見られる。班点の分裂は (311), (111)(100)(011) 等の順で前同様迂り面となす角が大きいほど分裂が著しい。これらのことから束状迂りにより結晶内には迂り面の法線を廻轉軸とする結晶回轉の分裂が存在することが立證される。同様の試みを束状迂り試料 No. 48 および No. 38 について行つた。班点の分裂度は No. 48 ほどではないが、その傾向は同様である。Fig. 10-c および Fig. 10-d に No. 48 および No. 38 の迂り方向近傍および變形帯回轉軸近傍から X 線を入射したラウエ班点を掲げる。またこれら班点の分裂の著しいものゝ 2 方向のアステリズムを検討するために前述の chart を用い、Fig. 10-a に重ね解析した結果が Fig. 12 である。その結果分裂の少ない班点のアステリズムはことごとくよく chart の曲線に沿っている。(133) や (012) の如く分裂の甚しいものは見掛上 2 方向にやゝ偏れて見えるが、2 方向の 2 等分線上に chart の曲線がよく合致することから、束状迂りを境とする結晶の分裂に基く見掛上の偏倚であり、よく $\langle 111 \rangle$ 廻轉を実證する。

このことは $\langle 111 \rangle$ 極近方位の結晶を延伸せる際生ずる束状迂りには screw dislocations を堆積せしめ迂り機構の大半の役割を演じ、また $\langle 121 \rangle$ 回轉のみを有する變形帯試料では edge dislocation が迂り機構の役割を演ずるものと思われる。

III. 結 論

(1) 變形帯試料の廻轉軸は迂り面上迂り方向に垂直な方向 $\langle 121 \rangle$ である。(2) $\langle 111 \rangle$ 方位を有する試料に生ずる束状迂りの廻轉軸には $\langle 121 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ の二通りが存在する。 $\langle 121 \rangle$ 廻轉は束状迂り内の變形帯の廻轉であり、edge dislocations に基くものと思われ $\langle 111 \rangle$ 廻轉は迂り面に垂直な軸の周りの廻轉で、screw dislocations が堆積されたものと思われる。

(3) 束状迂り試料には $\langle 111 \rangle$ を分裂軸とし束状迂り領域を境界とする結晶の分裂が存在する。これは X 線を特定の方向より入射することにより明らかにし得る。(4) 束状迂り試料で X 線の入射方向を $\langle 111 \rangle$ とするものには $\langle 121 \rangle$ 廻轉が明瞭に現われ、 $\langle 121 \rangle$ より入射するものには $\langle 111 \rangle$ 廻轉が明瞭に生ずる。これは X 線が横切る領域に存在する迂り領域および廻轉軸との関係より考察される。