変形した Cu-Al 単結晶における転位の分布 および配列について*

吉岡 正三** 中山 豊** 伊藤 太一郎***

Shozo Yoshioka, Yutaka Nakayama and Taichiro Ito: The Arrangement and Distribution of Dislocations in Deformed Cu-Al Single Crystals. The dislocation distribution and arrangement in Cu-2.5 at% Al, Cu-5 at% Al, Cu-10 at% Al and Cu-15 at% Al single crystals deformed into stage I and stage II were studied by means of the etch pit technique. Etch pit observation was made on the surface of the $(1\bar{1}\bar{1})$ plane, and also on the planes cut parallel to the $(11\bar{1})$ and (111) planes of each specimen. The etch pits on the (111) and $(1\bar{1}\bar{1})$ planes gave information on the primary $(11\bar{1})$ dislocations, and those on the $(11\bar{1})$ plane, on the secondary dislocations.

Dislocation distribution on the (111) plane of Cu-2.5 at% Al was rather regular in stage I and became long concentrated dislocation arrays in stage II. On the $(11\bar{1})$ plane a cell structure formed in stage II.

Dislocation distribution on the $(11\bar{1})$ for Cu-5 at% Al was similar to that of Cu-2.5 at% Al but the slip direction was clearer in the former. From the etch pit arrays on the $(11\bar{1})$ cut plane it became possible to distinguish the plane to which etch pit arrays belong. For Cu-10 at% Al and Cu-15 at% Al, deformation proceeded due to the widening of primary slip bands, and in the region between the slip bands no dislocation multiplications were observed. From the observation on the $(11\bar{1})$ plane it was found that dislocations which belong to the $(1\bar{1}\bar{1})$ plane were observed at the early stage of stage I, but the dislocations which belong to the $(11\bar{1})$ and (111) planes were multiplied where the stress-strain curve entered into the transition region from stage I to stage II. And they were observed at the restricted areas. From these experimental results it was assumed that the Lomer-Cottrell dislocations formed by interaction between $(11\bar{1})$ and $(1\bar{1}\bar{1})$ or (111) dislocations would be related to the transition of the stress-strain curve from stage I to stage II.

(Received September 2, 1966)

I. 緒 言

最近, Cu⁽¹⁾ および Cu-10 at% Al⁽²⁾ について特定の迂り面に平行に切断して転位の分布, 配列を電顕直接観察によつて調べる試みがなされている。しかしながら, この方法は観察視野が狭いため, とくに不均質変形をする場合に不都合なことが多い。

一方, Cu および Cu 合金単結晶の塑性変形に対して, 薄膜透過観察よりはマクロ的であるが, エッチピット法が有効であることを前論文⁽³⁾で明らかにした。著者らは Cu-15 at% Al 単結晶を引張り変形した場合, stage I における転位の挙動を表面エッチピット観察によつて調べ, 迂り帯の成長や2次迂りの発生, さらに主迂り面および2次迂り面の転位密度を調べてきた。その結果, 主迂り面の転位密度に比して2次迂り面のそれはかなり低いことを明らかにした。

Cu では stage I の領域は短く, かつ stage I の終りで主迂り面の転位密度が2次迂り面のそれと同じ程度になるこ

とが Basinski ら⁽⁴⁾の研究から明らかにされている。このように Cu と Cu-Al 合金の間にみられる著しい結晶塑性における諸性質の相違は, 短範囲規則格子の形成, その他固着作用に起因するところがあるとしても, 積層欠陥エネルギーの変化が最も大きい要因と考えられる。転位の配列は Cu では主迂り転位の tangle がおこるが, 高 Al 濃度では pile-up に変化する。迂り線は比較的微細なものから粗大迂りに変化し, エッチピットの分布も比較的一様なものから迂り帯に局在するような分布にかわる。

そこで, 観察視野が広くかつ場所的な対応性の良好なエッチピット法を使用して Cu-2.5 at% Al, Cu-5 at% Al, Cu-10 at% Al および Cu-15 at% Al 単結晶を試料とし, とくに単一迂り方位のものを選び出し, 結晶表面 $(1\bar{1}\bar{1})$ 面, および試料内部に存在する主迂り面 $(11\bar{1})$ 面ならびに critical 迂り面である (111) 面に平行に切断し, 迂り面の区別を行ないながら転位の配列, 分布ならびに転位密度などを調べた。

本論文においては, stage I および stage II まで変形した試料について, 主として転位の分布および配列について述べ, 転位密度に関する数値的な取扱いは次論文で述べる。

II. 実 験 方 法

** 大阪府立大学工学部 (College of Engineering, University of Osaka Prefecture, Sakai)

*** 大阪府立大学大学院 (Postgraduate Student, University of Osaka Prefecture, Sakai)

* 1965 年 10 月本会福岡大会に一部発表

(1) Z.S.Basinski: Discussions of the Faraday Society, *Dislocations in Solids*, No.38 (1964), The Faraday Society, London, p.93.

(2) J.W.Steeds and P.M.Hazzledine: 同上 p.103.

(3) 吉岡, 中山, 伊藤: 本誌, 29(1965), 1189.

(4) Z. S. Basinski and S. J. Basinski: *Phil. Mag.*, 9 (1964), 51.

試料の作製方法、焼鈍条件などは前論文⁽⁵⁾と同様であり、subgrain の大きさ、subgrain 内部の転位密度も前論

Fig. 1 Tensile axes and shear stress-shear strain curves for Cu-Al single crystals.

文⁽⁵⁾におけるのと同程度である。

試料はいずれも Fig. 1 に示すように $(11\bar{1})$ $[101]$ を主なり系とする単一なり方位を持つものとした。図中 025, 050, 100 および 150 にそれぞれ Cu-2.5, 5.0, 10, 15 at% Al を表わす。このうち 050-3 と 150-2 は $(11\bar{1})$ 面が結晶表面から $3^\circ \sim 4^\circ$ 以内にあるので、結晶表面でエッチピット観察を行なった。その他の試料は主なり面 $(11\bar{1})$ 面および critical なり面 (111) 面に平行に acid cutter を用いて無歪的に切断した。変形量の小さい試料を切断後 100μ 程度電解研磨してピットを観察しても転位が機械的に導入された形跡はないが、酸琢磨による切断面成形をかねて 1 mm 程度切断面から離れたところでピットで観察した。

転位密度の低い段階では光学顕微鏡により、高い転位密度の段階では Ge シェードした carbon レプリカ法によつて、 $10^8/\text{cm}^2$ 程度まで測定した。Cu-10 at% Al および Cu-15 at% Al では、なり帯内の転位密度が $10^8/\text{cm}^2$ のオーダーであるため、主としてレプリカ法によつた。

試料の断面は一辺が 3.0~3.2 mm の正方形に近いもので、gauge length 20 mm, cross head 下降速度 0.5 mm/min で引張りによつて室温で変形した。チャック掴み部を接着して、チャック部の影響を少なくして変形したが、チャックに近い部分では強制された変形を受けているおそれがあるため、ピット観察はできるだけチャック部から離れた部分で行なつた。

III. 結 果 お よ び 考 察

1. 応力 - 歪曲線

引張り変形した試料の剪断応力 - 剪断歪曲線を Fig. 1 に示す。剪断応力は単一なりのみによる変形を仮定して、引張り軸の方位と、歪量とから計算してえられるものであつ

て、本論文において剪断応力として表わす場合すべてこの補正された剪断応力を示すものとする。

2. 転位の分布および配列

本研究において、 $(11\bar{1})$ 面を主 (primary) なり面、 (111) 面を critical なり面、 $(1\bar{1}\bar{1})$ 面を conjugate なり面、 $(1\bar{1}\bar{1})$ 面を cross なり面と呼ぶことにする。050-3 および 150-2 では試料表面 $(11\bar{1})$ 面を観察し、ほかの試料では $(11\bar{1})$ 面および (111) 面に平行に切断してそれぞれの面に端を有する転位を観察した。観察面上にはその観察面以外の三つのなり面に属する転位が観察され、 $(11\bar{1})$ 面上には $(11\bar{1})$ $[101]$ 、 $(1\bar{1}\bar{1})$ $[110]$ 、 (111) $[01\bar{1}]$ 、 $(11\bar{1})$ 面上には (111) $[1\bar{1}0]$ 、 $(1\bar{1}\bar{1})$ $[011]$ 、 $(1\bar{1}\bar{1})$ $[101]$ 、 (111) 面上には $(11\bar{1})$ $[1\bar{1}0]$ 、 $(1\bar{1}\bar{1})$ $[10\bar{1}]$ 、 $(1\bar{1}\bar{1})$ $[01\bar{1}]$ が含まれることになる。また本研究ではバーガース・ベクトルの如何を問わず $(11\bar{1})$ 面に属さない転位を 2 次なり転位—forest 転位—と呼ぶことにする[†]。

Photo. 1~Photo. 3 にそれぞれ Cu-2.5 at% Al, Cu-5 at% Al および Cu-15 at% Al を stage I および stage II まで変形したときの $(11\bar{1})$ 面、 (111) 面および $(11\bar{1})$ 面上に観察される転位の分布および配列を示す。

(1) Cu-2.5 at% Al について

Photo. 1 (a) は stage I 初期に (111) 面上に観察される代表的な転位像で 5 at% 以上の Al を含んだ合金に比較して一様な分布を示す。一方この変形量では Photo. 1 (b) のように $(11\bar{1})$ 面上では転位の増殖はほとんど認められない。遷移領域では Photo. 1 (c) のように (111) 面上の転位密度が増加するとともに、比較的転位密度の高い領域が形成され、 $(11\bar{1})$ 面上では Photo. 1 (d) のように 2 次なり転位の増殖が顕著に観察されるようになる。stage II では Photo. 1 (e) のように (111) 面上で $(11\bar{1})$ 面に属すると思われる転位からなる長い転位密度の高い領域—なり帯—が形成される。一方、 $(11\bar{1})$ 面上には Photo. 1 (f) のように高転位密度の領域にかこまれた直径 1~3 μ 程度のほとんど転位の存在しない領域が形成されるようになるが、高い 2 次なり転位密度からも、セル組織の形成に対応するものと考えられる。

(2) Cu-5 at% Al について

stage I の初期に (111) 面上では Photo. 2 (a) のように $(11\bar{1})$ 面に属する pile-up 転位列が観察されるが $(11\bar{1})$ 面上ではほとんど転位の増殖も認められない。遷移領域では Photo. 2 (b) のように $(11\bar{1})$ 面に属する pile-up 列の集団からなるかなり転位密度の高い領域が形成される。一方、 $(11\bar{1})$ 面上には Photo. 2 (c) のように $(1\bar{1}\bar{1})$ 面および $(11\bar{1})$ 面のほか、 (111) 面に属する転位の増殖も認められる。これらのうち、 $(1\bar{1}\bar{1})$ 面および (111) 面に属するものは局在性が大で、特定のバーガース・ベクトルを持つものは

† 以後、転位の配列方向からなり面を区別できないものについては観察面“ $\{111\}$ 面上の”という表現を用い、なり面を区別できるものについては“ $\{111\}$ 面に属する”という表現を用いる。

Photo.1 Distribution of etch pits in Cu-2.5 at% Al.

- (a) On (111) plane of 025-2. $\epsilon=0.020$. (d) On (111) plane of 025-2. $\epsilon=0.092$.
 (b) On (111) plane of 025-2. $\epsilon=0.020$. (e) On (111) plane of 025-3. $\epsilon=0.11$.
 (c) On (111) plane of 025-2. $\epsilon=0.092$. (f) On (111) plane of 025-3. $\epsilon=0.22$.

Photo.2 Distribution of etch pits in Cu-5 at% Al.

- (a) On (111) plane of 050-1. $\epsilon=0.011$. (d) On (111) plane of 050-3. $\epsilon=0.010$.
 (b) On (111) plane of 050-1. $\epsilon=0.054$. (e) On (111) plane of 050-3. $\epsilon=0.035$.
 (c) On (111) plane of 050-1. $\epsilon=0.054$. (f) On (111) plane of 050-3. $\epsilon=0.185$.

$$-\frac{a}{2} [101] + \frac{a}{2} [\bar{1}\bar{1}0] \rightarrow \frac{a}{2} [0\bar{1}1]$$

$$-\frac{a}{2} [101] + \frac{a}{2} [01\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{2} [110]$$

なる反応により主なり転位 $-\frac{a}{2} [101]$ と Lomer-Cottrell 転位を形成する可能性があるので、Photo.2(b)に観察される高転位密度の領域は不動転位の形成によつて迂りを阻止さ

れた pile-up 転位群である可能性がある。

050-3 に関する表面 (111) 面観察では、stage I で Photo. 2(d) のように [101] 方向に (111) 面に属する pile-up 転位列が観察される。遷移領域では、Photo.2(e) のように比較的転位密度の高い領域で [110] 方向の転位も観察されるが、そうでない領域での隣接 pile-up 転位列との間隔は Photo.2(d) の場合とあまり変わらないようである。stage II で

Photo.3 Distribution of etch pits in Cu-15 at% Al.

- (a) On $(1\bar{1}\bar{1})$ plane of 150-2. $\epsilon=0.088$.
 (b) On $(1\bar{1}\bar{1})$ plane of 150-2. $\epsilon=0.33$.
 (c) On $(1\bar{1}\bar{1})$ plane of 150-1. $\epsilon=0.10$.
 (d) On $(1\bar{1}\bar{1})$ plane of 150-1. $\epsilon=0.17$.
 (e) On $(1\bar{1}\bar{1})$ plane of 150-1. $\epsilon=0.47$.

は1次じり帯とともに2次じりも活発になり、Photo.2(f)のようにじり帯で挟まれた領域で2次じりにかこまれたセル組織ができるようになる。

(3) Cu-10 at% Al および Cu-15 at% Al について

Cu-10 at% Al は低い積層欠陥 エネルギーを持ち、変形の挙動は Cu-15 at% Al ときわめて類似している。そこでデータの豊富な Cu-15 at% Al について考える。

Photo.3(a)のように stage I では pile-up 転位群からなる明瞭なじり帯を形成して変形し、じり帯で挟まれた領域では転位の増殖はほとんど認められない。stage I では一般にじり帯内の転位密度は $5\sim7\times 10^8/\text{cm}^2$ 程度で、2次じりの発生が少ないじり帯では stage I を通じてあまり変化しないようである。150-2は150-1よりも2次じりの発生しやすい方位であるため、一部 stage I の初期に $(1\bar{1}\bar{1})$ 面 $[110]$ 方向のじりも観察されるが、顕著に現われるのは遷移領域に入ってからで、主としてじり帯に挟まれた領域で発生する。一方、 (111) 面 $[0\bar{1}\bar{1}]$ 方向にも転位の増殖が遷移領域で認められるが、じり帯内部や周辺部に多いようである。stage II に入ると2次じり転位の増殖とともにじり帯で挟まれた領域で $(11\bar{1})$ 面、 $[101]$ 方向の転位の増殖も著しいが、すでに存在している2次じり転位によつてじりを阻止されているのでじり距離は stage I よりずつと短くなろう。また、stage II では stage I で形成されたじり帯内でも $(11\bar{1})$ の転位の増殖が認められ、隣接 pile-up 転位列との間隔が $1000\text{ \AA}$ 程度のものも多数見うけられる。

150-1は150-2よりも望ましい単一じり方位を持ち、 $(11\bar{1})$ 面に平行に切断することによりすべての2次じりについて情報をえることができる。stage I では Photo.3(c)

のようにほとんどが $(1\bar{1}\bar{1})$ 面に属する転位で、15~30個の pile-up 転位からなり、比較的局在せずに増加し続ける。遷移領域に入ると Photo.3(d)のように $(1\bar{1}\bar{1})$ 面および (111) 面に属する転位の増殖も顕著になるが、これらはきわめて局在しており、 (111) 面に属する転位にとくにその傾向が強い。そのような領域のレプリカ写真を Photo.3(e)に示す。

3. 2次じり転位について

一般に転位密度の測定は電顕観察によつて行なわれ、単位体積あたりの総転位長さ一線密度—として求められる。また、エッチピット法による測定では $\{111\}$ 面に交切る転位端の数を測定するので、表面に垂直な方向への単位体積あたりの分解長さに相当する。一方、Livingston⁽⁶⁾ は Cu において後者を前者に変換するのに2倍した値を採用している。Cu 合金でも係数が大きく変るとは考えられないので、本研究でも測定値を2倍して転位密度とした。

Table 1は $(11\bar{1})$ 面あるいは $(1\bar{1}\bar{1})$ 面観察によつて、エッチピットの属する2次じり面を区別できるもののうち代表的なものにつき、各じり面に属する転位密度を表わしたものである。

$(1\bar{1}\bar{1})$ 面に属する転位は stage I の比較的初期から観察される。これまで、Cu-Zn⁽⁷⁾、Cu-Al⁽⁸⁾ について主としてじり線観察から $(1\bar{1}\bar{1})$ $[101]$ じりが報告されており、ここで

- (6) J.D.Livingston: Acta Met., **10**(1962), 229.
 (7) J.Meakin and H.G.F.Wilsdorf: Trans. AIME, **218** (1960), 737.
 (8) D.Avery and W.A.Backofen: Trans. AIME, **228** (1963), 835.

観察されるものも同種のものと考えられる。(111) [101]は主なり転位と同じバーガース・ベクトルであり硬化に対し

(1) Cu-2.5 at% Al の stage I における転位は(111)面上では主なり面に平行にならび比較的一様な分布をとる。

Table 1 Secondary dislocation density.

Specimen	Shear stress	Total secondary disl. density	(111)	(111)	(111)
050-1	1.05 kg/mm ²	4.4×10^6 /cm ²	/cm ²	4.4×10^3 /cm ²	/cm ²
	1.15	2.0×10^7	0.7×10^7	0.9×10^7	0.4×10^7
	1.29	3.4×10^7	0.9×10^7	2.1×10^7	0.4×10^7
050-2	1.34	4.3×10^7	0.8×10^7	2.2×10^7	1.3×10^7
100-1	1.21	2.8×10^6		2.8×10^6	
	1.56	5.4×10^7	1.6×10^7	3.2×10^7	0.6×10^7
	2.06	1.1×10^8	0.3×10^8	0.6×10^8	0.2×10^8
150-1	1.62	2.9×10^7	0.9×10^7	0.9×10^7	1.1×10^7
	1.80	6.2×10^7	1.5×10^7	2.9×10^7	1.8×10^7
	2.49	1.6×10^8	0.4×10^8	0.8×10^8	0.4×10^8
150-2	1.68	1.7×10^7	1.3×10^7	×	0.4×10^7
	2.16	7.4×10^7	4.6×10^7	×	2.8×10^7
	2.87	3.2×10^8	2.0×10^8	×	1.2×10^8

“×” Because of the surface (111) observation, dislocation density of (111) plane can not be obtained.

て寄与しないし、他の二つのバーガース・ベクトルを持つものも主なり転位とは 60° で交切するだけであるので硬化に対する寄与は小さいと考えられる。一方、(111)面および(111)面に属する転位の一部はさきにあげた反応により、主なり転位と Lomer-Cottrell 転位を作ることができ、加工硬化に寄与するところが大きいと考えられる。050-1, 100-1, 150-1 および 150-2 について(111)面および(111)面で顕著な転位の増殖が認められる歪量と、応力-歪曲線の勾配が変化して遷移領域へ移る点とはほぼ一致している。この事実は(111)面と(111)面に増殖される転位と主なり転位との反応によつてできる Lomer-Cottrell 転位が応力-歪曲線を stage I から stage II へ変化させる一つの要因であろうことを暗示している。

IV. 結 論

Cu-2.5 at% Al, Cu-5 at% Al, Cu-10 at% Al および Cu-15 at% Al 単結晶を stage I および stage II まで引張りによつて変形し、表面(111)面および試料を(111)面や(111)面で切断して転位の配列および分布をエッチピット法によつて調べた。

得られた結果はつぎのとおりである。

stage II に入ると高い転位密度を持つ領域からなるり帯を形成する。(111)面上では stage I の初期にはほとんど転位の増殖は認められないが、徐々に密度を増し、stage II ではセルを形成するようになる。

(2) Cu-5 at% Al については Cu-2.5 at% Al と類似のことがいえる。しかし表面観察によると Cu のような比較的均一なり帯から Cu-10 at% Al 以上の不均一変形へ移行しつつある状態であることがわかる。

(3) Cu-10 at% Al および Cu-15 at% Al はり帯の形成による変形をし、り帯で挟まれた領域では転位の増殖は認められない。2 次り帯のうち(111)面に属するものが stage I の初期から観察され、観察面に pile-up 転位としてかなり一様に分布する。他の 2 次り帯に属するものの増殖は応力-歪曲線の勾配が変化して遷移領域へ入るあたりで顕著に認められるようになるが、とくに(111)面に属するものは局在する。

(4) 主なり転位 [101] と 2 次り帯転位(111) [110] あるいは(111) [011] とは Lomer-Cottrell 不動転位を形成することが知られており、(111)面および(111)面に属する転位の増殖と応力-歪曲線の stage I から stage II への移行が Lomer-Cottrell 転位の形成と関係するものと考えられる。

終りにのぞみ、試料を提供していただいた日立造船株式会社上田実彦氏に深く感謝の意を表します。