- (7) I.G.Davis, J.M.Dennis and A.Hellawill: Met. Trans., **1**(1970), 275.
 (8) J.A.Marcantonio and C.F.Mondolfo: Met. Trans., **2**(1971), 465.
 (9) L.W.Barr and A.D.Leclair: Phil. Mag., **19**(1969), 1289.
 (10) T.R.Anthony: Acta. Met., **18**(1970), 877.
 (11) H.J.Kamack: Analytical Chemistry, **23**(1951), 844.
 (12) *Handbook of Chemi and Phys. Chemical Rubber*, Cleveland, (1973-1974), B-149, B-235.
 (13) D.Altenpohl: *Aluminium und Aluminiumlegierungen*, Springer, Berlin, (1965), 3.
 (14) S.A.Saltykov: *Stereometric Metallography*, 2nd Edition, Metallurgizdat, Moscow, (1958), 446.
 (15) F.Schiickhen: Acta Polytechnica Scandinavia, Stockholm, (1966), chap. 54.
 (16) 森棟文夫, 新宮秀夫, 小林紘二郎, 尾崎良平: 軽金属, **28**(1978), 70.
 (17) 森棟文夫, 新宮秀夫, 小林紘二郎, 尾崎良平: 投稿予定.

Cu-Ge合金結晶の変形双晶による擬弾性効果

成 田 舒 孝* 梅 本 利 明**
 高 村 仁 一* 山 本 彰 利***

Nobutaka Narita, Toshiaki Umemoto, Jin-ichi Takamura and Akitoshi Yamamoto :
 The Anelastic Effect due to Deformation Twins in Cu-Ge Alloy Crystals. An extraordinarily large anelastic strain is observed relating to twinning on an unload-reload cycle during the tensile deformation of *fcc* alloy crystals. The anelastic behaviour has been examined in detail for Cu-8at%Ge alloy crystals with particular reference to the dynamic nature of the twin interface. The results are summarized as follows. (1) The large anelastic strain (often more than 10% in shear strain) is observed at the stage of twinning in alloy crystals having high solute concentrations enough to show the pronounced Luders deformation. In such crystals only thin micro-twins are formed, the initiation of which is noticed by the bend point instead of the sharp load drop on the load-elongation curve. (2) The large anelastic strain on the unload-reload cycle is ascribed to the reversible motion of the interface of the thin micro-twins. (3) The stress required to contract the micro-twins on unloading is independent of the deformation temperature. The origin of the contraction stress is the back stress due to twinning dislocations piled-up against the structural barriers which are formed on the critical plane through the Luders deformation. (4) The magnitude of the anelastic strain varies with the crystal orientation, deformation temperature and strain rate. These dependences are explained in terms of the resistive stress for the motion of the twin interface; the orientation dependence results from the variation of the resistive stress related to work hardening, i.e., the variation of dislocation density, while the temperature (or strain rate) dependence mainly arises from the friction due to solute atoms. (5) The twin interface is highly mobile compared with slip dislocations, thereby the anelastic strain being far larger than the Bauschinger strain due to slip.

(Received August 4, 1978)

I. 緒 言

金属における変形双晶は、多くの場合応力-歪曲線上に荷重降下を伴って不連続的に発生する。このため、双晶界面の動的挙動を実験的に調べることは難しく、その動特性はほとんど解明されていない。しかし、双晶界面すなわち双晶転位集団の動的挙動は、すべり変形やマルテンサイト

型相変態における転位の集団的運動特性とも関連して、結晶塑性の分野において解明の待たれる重要な課題の一つである。

著者らは先に⁽¹⁾、変形初期に顕著なリュースダース変形を伴うような高濃度 *fcc* 合金では、双晶変形に際して巨視的な荷重降下は現われず、単に応力-歪曲線上に屈曲点が記録されるのみであることを見出し、その理由としてリュ

* 京都大学工学部金属加工学教室 (Department of Metal Science and Technology, Kyoto University, Kyoto)

** 京都大学大学院 (Graduate School, Kyoto University, Kyoto)

*** 京都大学大学院, 現在: 川崎重工業株式会社 (Graduate School, Kyoto University, Kyoto).
 Present address: Kawasaki Heavy Industries Ltd., Kobe)

ーダース変形によって導入された臨界面(critical plane)上に形成される構造欠陥が強い障害となって、巨視的双晶への成長が抑制されるためであることを指摘した。このように成長の抑制をうけた双晶は、そのまわりでの応力場の緩和が不十分な場合には除荷重によって収縮することが予想される。したがって、もしこのような現象が実際に見出されるならば、それはすべりにおけるバウシinger効果の場合と同じ手法によって⁽²⁾、双晶界面の動的特性を解析するのに役立つであろう。

本研究では、高濃度 Cu-Ge 合金の双晶変形領域において、除荷重-再荷重のサイクル時に双晶界面の可逆運動に起因する大きな擬弾性ヒステリシスの出現することが見出されたので、これらのヒステリシス・ループの結晶方位・変形温度・歪速度依存性を実験的に明らかにするとともに、この大きなヒステリシスの原因究明と関連して、双晶界面の動特性とくにその運動抵抗について考察を加える。

II. 実験方法

実験に供した Cu-8at%Ge 合金単結晶は真空中ブリジマン法により作製し、固相線より約 100°C 下で真空中 48 h の均質化焼鈍を加えたもので、その形状は 3×3 mm² の角棒および直径約 2 mm の丸棒で、長さは約 20 cm である。これを約 6 cm の長さに acid saw で無歪切断したのち、ゲージ長さが約 4 cm になるように真鍮ボールをろう付し、引張試験に供した。引張試験にはインストロン型試験機を用い、変形温度は 78 K および室温である。歪速度は、とくに指定しない限り 4.2×10^{-4} /s である。

光学顕微鏡観察のための試片面の仕上げには、第 1 液として無水塩化第 2 銅の濃塩酸飽和溶液、第 2 液として正磷酸 200 ml・氷酢酸 200 ml・濃塩酸 200 ml・無水塩化第 2 銅の濃塩酸飽和溶液 15 ml・ポリエチレングリコール 3 ml の混合液を用いて、2 段階化学研磨を行った⁽³⁾。結晶方位の決定には、X 線ラウエ背面反射法を用いた。

III. 実験結果

1. 微視的双晶とその可逆界面運動

変形初期に著しいリュ-ダース変形を示す高濃度 fcc 合金における双晶発生は、応力-歪曲線上に荷重降下を伴わず、そのかわり屈曲点を示すが、この場合に形成される変形双晶は厚さ 0.5 μm 以下の薄いマイクロ双晶のみである⁽¹⁾。このようなマイクロ双晶が発生した試片で除荷重-再荷重試験を行うと、応力-歪曲線上に大きな擬弾性ヒステリシスが現われる。Fig.1 は、Cu-8at%Ge 合金結晶試片(#G101A)の 1 mm 伸長ごとに除荷重-再荷重をくりかえして得られた荷重-伸び曲線である。この図でマイクロ双晶の発生を示す屈曲点は、横軸の伸び約 4 mm のところにあり、この点からヒステリシスの歪幅が急激に増大している。しかし加工硬化率が再び上昇するようになる伸び

Fig.1 The load-elongation curve of a Cu-8at%Ge crystal (#G101A) subjected to repeated unloading at 1 mm intervals of elongation. The anelastic hysteresis loop drawn by an unloading-load cycle becomes larger at more than 4 mm elongation, i.e., after the bend point of the load-elongation curve (see also Fig. 2), but again becomes smaller as the work-hardening rate increases.

Fig.2 Variation of the magnitude of anelastic strain ϵ_A with tensile strain ϵ for a Cu-8at%Ge crystal deformed at room temperature. Note the bend point on the stress-strain curve, which is indicative of the initiation of thin micro-twins⁽¹⁾. The anelastic strain shows a maximum ($\epsilon_A \approx 3\%$) at the middle of the twinning stage.

16~20 mm 附近からは、このヒステリシスの歪幅は次第に小さくなる。

いまこのようなヒステリシスの大きさを定量化するために、擬弾性歪 ϵ_A として、除荷重時の試片の収縮歪量からこの中に含まれる弾性歪を差し引いた歪量をとることにする。Fig.2 は、この擬弾性歪 ϵ_A の変化を応力-歪曲線と対比して示したものである。この図から明らかのように、 ϵ_A は屈曲点近傍から急激に増大し最大値(約 3.2%)に達したのち、双晶による変形段階(硬化率の低い段階)の後半になると再び減少する。

このように顕著な擬弾性歪の出現は変形双晶の挙動と密接に関連していると思われるが、このことを確認するために試片軸の方位回転を X 線によって追跡した結果を示したのが Fig.3 である。この図には室温変形の応力-歪曲線とそれに対応する方位回転が示され、右下のステレオ三角形

Fig.3 The movement of specimen axis during tensile deformation and the subsequent unloading. Numbers in the stereographic projection correspond to those on the stress-strain curve. Note that the specimen axis deviates from the slip direction to the twinning one at a strain of bend point (No.3→4), and also that the axis on unloading moves back opposite to the twinning direction (No.4→5→6).

の拡大図に示した番号は応力-歪曲線上の番号に対応している。図から明らかなように、試片軸は応力-歪曲線上の屈曲点に対応する No.3 まではすべり変形による理想回転方向に沿って移動するが、それ以降は双晶変形の剪断方向に向って回転している。さらに除荷重を開始した No.4 からは、No.5→6 と順に双晶の成長とは逆向きに引き返し、これと対応して試片は約3%収縮している。この試片軸方位追跡の結果は、擬弾性歪 ϵ_A が双晶界面の運動に起因することを明瞭に示唆している。

この除荷重に伴う双晶の収縮現象は、表面観察によってさらに確かめられた。すなわち、高濃度合金における双晶の厚さは極めて薄く、通常の光学顕微鏡ではその成長や収縮を追跡することは難しいので、干渉顕微鏡を用いて双晶による表面ステップの変化の追跡を行った。この目的のための観察面としては、双晶による表面ステップは現われるが主すべりによる表面ステップは現われないような試片表面が選ばれた。Photo.1(a)と(b)はそれぞれ、荷重時($\sigma = 85.1$ MPa)およびその後の除荷重時の同一視野の干渉顕微鏡写真である。これらの写真で干渉縞の間隔は $0.33 \mu\text{m}$ の高低差に対応し、主すべり面上の双晶がほぼ水平に走っているのがみられる。Photo.1(a)の荷重状態では双晶による表面ステップのために干渉縞が鋭く屈曲しているのに対して、除荷重時の Photo.1(b)では干渉縞の折れ曲がりが増減しており、除荷重による双晶の収縮現象をよくあらわしている。

以上において、Cu-8at%Ge 合金結晶で見出された異常に大きい擬弾性歪が、双晶界面の運動に由来するものであることを明らかにした。この合金でみられる双晶は既述の

Photo.1 Interferograms showing the contraction of thin micro-twins on unloading, at a specific crystallographic surface of specimen on which the primary slip direction is lying so that the slip step cannot be observed but only the twin step denoted by the sharp kink of interference contour is detected. The specimen (Cu-8at%Ge crystal) was deformed in tension at room temperature.

ように厚さの薄いマイクロ双晶であるが、変形双晶の形態はリュエーダース変形の有無とも関連して合金濃度に著しく影響されるので⁽¹⁾、観察される擬弾性歪量も合金濃度とともに変化することが予想される。

Table 1 はステレオ三角形のほぼ中央部に軸方位をもつ種々の合金濃度の Cu-Ge 合金結晶において実測された擬弾性歪量のピーク値 ϵ_A^{max} (Fig.2 における ϵ_A の最大値に相当)と、双晶変形の開始時における応力-歪曲線上での応力降下量 $\Delta\tau_T$ とを、78 K および室温変形に対して示したものである。表から明らかなように、低濃度合金では ϵ_A^{max} の値は極めて小さく、これに対して $\Delta\tau_T$ は大きい。しかもこの場合に形成されるのは巨視的双晶である。一方、高濃度合金では ϵ_A^{max} は大きく、 $\Delta\tau_T$ は逆に非常に小さく試験機の感度以下にまで低下し、形成されるのはマイクロ双晶である⁽¹⁾。

このように擬弾性歪量は、合金濃度とくに双晶の形態によって変化する。すなわち、双晶変形による歪が試片表面などで緩和されるような巨視的双晶の場合には ϵ_A は小さく、これに対して、双晶発生に伴う応力降下も看取し得ないようなマイクロ双晶の場合には大きい ϵ_A が観察される。

Table 1 The peak value of anelastic strain, ϵ_A^{max} , and the magnitude of load drop due to twinning, $\Delta\tau_T$, in Cu-Ge alloy crystals deformed in tension at 78 K and room temperature.

Alloy (at %Ge)	78 K		Room temperature	
	$\epsilon_A^{\text{max}}(\%)$	$\Delta\tau_T(\text{MN/m}^2)$	$\epsilon_A^{\text{max}}(\%)$	$\Delta\tau_T(\text{MN/m}^2)$
2	0.1	7.9	—	—
5	0.2	4.2	0.2	10.0
6	0.4	0.2	0.2	2.0
8	1.1	0.0	3.2	0.0

2. 擬弾性歪の温度依存性および歪速度依存性

双晶界面の可逆運動に由来するこの擬弾性歪の現われ方には、その界面すなわち双晶転位集団の運動の特徴が反映されるはずである。その動特性としては、例えば、溶質原子との相互作用という観点からの温度依存性や、あるいは林転位など障害物との相互作用という観点からの結晶方位依存性などが挙げられる。

この節ではまず、擬弾性歪 ϵ_A の温度依存性と歪速度依存性を取上げるが、その前に ϵ_A に対する繰返し除荷重-荷重サイクルの影響を確かめて置く必要がある。Fig. 4 は、同一方位の結晶を用いて Fig. 1 と同じように 1 mm の伸長量ごとに完全な除荷重をくり返しながらか得られた応力-歪曲線と、途中で除荷重サイクルを与えずに一気に伸長して得られた曲線との比較を示したものである。図から明らかなように、ほとんど双晶のみによって変形が進行している領域では、これら二つの曲線は非常によく一致している。したがって、以下においては除荷重-荷重サイクルによって格子欠陥量や内部組織構造上に重要な変化はもたらされないものとして議論を進める。

Fig. 4 Tensile stress-strain curves of Cu-8at%Ge crystals having the same orientation: one was deformed without repeated unloading (left) and the other with repeated unloading at 1 mm intervals of elongation (right). It is seen that the shape of the stress-strain curve during the stage of twinning is little affected by the repeated unloading.

さて、Fig. 5 は変形温度依存性を調べるために行った実験で、同一方位の二つの Cu-8at%Ge 合金結晶を用いて 78 K と 292 K とでそれぞれ変形した場合の擬弾性歪 ϵ_A の値を変形応力 σ に対してプロットしたものである。図から明らかなように、78 K 変形で得られた ϵ_A は 292 K の ϵ_A に比べて非常に小さい。しかしこの実験で測定された ϵ_A の温度依存性は、変形温度の違いのために生ずる内部組織構造上の変化によるものか、あるいは双晶界面の運動の温度依存性によるものかを識別することはできない。このため、1本の Cu-8at%Ge 合金試片を室温で引張変形し、途中の除荷重-荷重サイクルの時だけ交互に 78 K と室温とでループを描かせ、内部組織構造上の差異をなるべく少なくした状態で、 ϵ_A の温度依存性を調べた。その結果を示

Fig. 5 The effect of deformation temperature on the magnitude of anelastic strain in Cu-8at%Ge crystals of the same orientation, which were deformed in tension and subjected to the unload-reload cycle throughout at a temperature 78 K or 292 K. Note that the anelastic strain becomes small as the deformation temperature is lowered.

Fig. 6 The effect of deformation temperature on the anelastic strain in a Cu-8at%Ge crystal, which was subjected to the unload-reload cycle alternately at 290 and 78 K at 1 mm intervals of elongation during the tensile deformation at room temperature. It is seen that the anelastic strain is reduced at the lower temperature even in a condition of the almost identical dislocation structure.

したのが Fig. 6 であるが、 ϵ_A は Fig. 5 と同様の温度依存性を示し、低温ほど著しく小さくなるのがわかる。

このように双晶界面の運動に温度依存性があるならば、その歪速度依存性も期待できるはずである。Fig. 7 は二つの Cu-8at%Ge 結晶をそれぞれ 78 K と 273 K で一定の歪速度で引張変形し、除荷重-荷重サイクルの時だけ交互に歪速度をかえることによって得られた ϵ_A の測定結果を示したもので、予想されたように歪速度が大きくなると ϵ_A は小さくなる。すなわち、78 K 変形では 100 倍の歪速度の増大によって擬弾性歪 ϵ_A は 2~3 割小さくなり、273 K 変形では歪速度感受性は小さくなるが、100 倍の歪速度によって ϵ_A は 1 割程度小さくなっている。

Fig. 7 The effect of strain rate on the anelastic strain, ϵ_A , in Cu-8at.%Ge crystals deformed at 273 and 78 K. ϵ_A becomes smaller as the strain rate increases.

3. 擬弾性歪の結晶方位依存性

fcc 金属においては、変形双晶が発生する前にすべり変形が先行する。このすべり変形によって増殖される林転位など格子欠陥の導入は、双晶界面の運動ひいては擬弾性歪量に大きな影響を与えることが予想される。すべり変形による加工硬化量は結晶方位に依存する性質をもつので、導入される林転位などの擬弾性歪に対する効果は、 ϵ_A の結晶方位依存性として検出できるはずである。一方、Cu-8 at.%Ge のような高濃度合金の双晶応力 τ_T はほとんど結晶方位依存性を示さない⁽⁴⁾。したがって、結晶方位による双晶とすべりとの Schmid 因子比の違いを利用すれば、双晶発生までの加工硬化量すなわち導入転位量を変えることによって ϵ_A の変化することが期待される。Fig. 8 に、種々の方位をもつ Cu-8 at.%Ge 結晶において実測された ϵ_A の典型的な例を示す。図から明らかなように、試片軸が

Fig. 8 The orientation dependence of anelastic strain ϵ_A in crystals deformed in tension at room temperature. Note that ϵ_A is reduced as the specimen axis approaches [100].

$\langle 111 \rangle$ - $\langle 110 \rangle$ 境界に近い試片で ϵ_A が最も大きく、逆に $\langle 100 \rangle$ 軸に近づくほど ϵ_A は小さくなる。このような ϵ_A の結晶方位依存性は、種々の方位をもつ Cu-8 at.%Ge 結晶の系統的な結果を示した Fig. 9 によってよりよく理解される。Fig. 9 は種々の方位の試片で観察された ϵ_A のピーク値すなわち $\epsilon_A^{\max}$ を、擬弾性歪に参与した双晶の体積に関連づけるために、双晶方向の剪断歪量(%)で表示したもので、マルの大小でわかり易くしてある。すべり系の双晶系に対する Schmid 因子の比(τ/τ_T)は $\langle 111 \rangle$ - $\langle 110 \rangle$ 境界から $\langle 100 \rangle$ 軸に近づくほど増大するので、双晶発生までのすべりによる加工硬化量は $\langle 100 \rangle$ 軸に近づくほど大きい。したがって Fig. 9 の結果は、加工硬化量すなわち導入転位量が多いほど双晶による擬弾性剪断歪が小さくなることを意味していると考えるのが最も妥当である(ただし、厳密には発生した双晶の総量自身の変化も考慮する必要がある)。

Cu-8at.%Ge at Room Temp.

Fig. 9 The orientation dependence of the peak value of the anelastic shear strain in crystals deformed in tension at room temperature. The peak values become smaller near [100].

IV. 考 察

1. 双晶の収縮をもたらす駆動力

変形初期に顕著なリューダース変形を伴う高濃度 *fcc* 合金では、低濃度合金に見られるような巨視的双晶の発生は観察されず、薄いマイクロ双晶のみが形成される。この理由として以前著者は、リューダース変形によって導入される臨界面上に形成される構造欠陥が強い障害となって、巨視的双晶への成長が抑制されるためであることを指摘した⁽¹⁾。事実、高濃度 *fcc* 合金では臨界面上の多数の構造欠陥が透過電子顕微鏡で観察されているばかりではなく⁽¹⁾、今回行った光学顕微鏡による表面観察によっても、臨界系のすべりが優勢な領域へは双晶の成長が進行し得ないことが見出されている(Photo. 2)。このように巨視的双晶への発達の阻止された薄いマイクロ双晶の界面は、除荷重に際して逆運動を行い、試片の収縮をもたらされる。

ここではまず、除荷重時における双晶界面の逆運動すなわち双晶の収縮のための駆動力(収縮応力)について解析を

Photo.2 An optical micrograph showing primary twins (horizontal) arrested by the critical slip system (oblique) in a Cu-8 at%Ge crystal deformed in tension at room temperature.

Fig.10 A schematic representation of the anelastic hysteresis loop. σ_a^F and σ_a^B denote the applied stress required for the twin interface to move forward and backward, respectively.

試みる。いま、界面が双晶を大きくするように運動(前進運動)する場合および双晶を収縮するように運動(後退運動)する場合の負荷応力 σ_a を考える (Fig.10 参照)。前進運動時の負荷応力 σ_a^F は、溶質原子や林転位などによる界面の運動抵抗 σ_r と双晶を収縮させようとする内在的逆応力 σ_c の和と釣り合う。すなわち、

$$\sigma_a^F = \sigma_c + \sigma_r \quad (1)$$

一方、除荷重時の弾性変形に続いて双晶界面が後退運動を開始する負荷応力 σ_a^B (Fig.10 参照)は、運動抵抗 σ_r の方向が反転するので収縮応力 σ_c との差に等しくなる。すなわち、

$$\sigma_a^B = \sigma_c - \sigma_r \quad (2)$$

また、除荷重の過程で双晶界面が後退運動を開始する σ_a^B までは、 σ_c と σ_r の大きさに変化はほとんどないと考えられるので、式(1)と(2)から収縮応力 σ_c は次式で与えられる。

$$\sigma_c = \frac{1}{2}(\sigma_a^F + \sigma_a^B) \quad (3)$$

ここで σ_a^F と σ_a^B とは実験的に求まる値なので、収縮応力 σ_c の評価が可能となる。

これらの関係は、Fig.10 に示したように再荷重時にもほぼ当てはまる。すなわち

$$\sigma_c = \frac{1}{2}(\sigma_a^{F'} + \sigma_a^{B'}) \quad (3')$$

ここで σ_c は除荷重時の界面の後退運動により一部緩和した内在的逆応力で、 $\sigma_c - \sigma_c' \approx \sigma_a^B - \sigma_a^{B'}$ である。

Fig.11 は、一つの試片で交互に室温と 78 K とで除荷重して求められた σ_c を剛性率の温度変化で補正し、それらの値を室温の変形応力に対してプロットしたものである。この図から明らかなように、双晶変形が続いている段階では、収縮応力 σ_c は変形応力とともにほぼ直線的に増加するが、剛性率の温度変化で補正すれば σ_c にはほとんど温度依存性はみられない。またこの傾向はすべり変形で観察される内部応力の特徴と極めて類似しており⁽⁵⁾、双晶による擬弾性効果をすべり変形におけるバウシinger効果と対比して考えることができよう。とくに薄い双晶における双晶転位の配列は、すべりにおける堆積転位の場合と似た取り扱いが可能である。

Fig.11 The contraction stress given by eq. (3), which was corrected for the temperature dependence of shear modulus, is plotted against the flow stress at room temperature for a crystal subjected to the unloading cycle alternately at 78 K and room temperature. Note that the corrected contraction stress increases linearly with increasing the flow stress in the stage of twinning and is independent of the unloading temperature.

いま Fig.12 のように、臨界面上に形成される障害に堆積している双晶転位を考えてみよう。この場合の双晶転位は刃状成分のみであり、互いに極く近接する場合をのぞけば、双晶転位同志には斥力が働く。外力が増してこれら転位の間隔が狭くなると、その斥力は増大する。換言すれば外力の増加とともに、その反力としての双晶を収縮させようとする逆応力は増大することになる。このように逆応力が双晶転位間の弾性的相互作用に由来しているとすれば、Fig.11 の結果すなわち σ_c に温度依存性のないことがよく理解される。

双晶を収縮させる逆応力の起因としては、上述の弾性歪エネルギーのほかにもう一つの可能性が考えられる。すなわち、双晶界面エネルギーの σ_c に対する寄与である。いま Fig.12 のような双晶転位の配列を考える。先頭以外の

Fig. 12 A model for the contraction of a deformation twin. Twinning dislocations piled-up against the barrier formed on the critical plane⁽¹⁾ move back when unloaded.

双晶転位は、その前後に双晶界面を有し、前後方向に同程度の面張力がかかって釣り合い、双晶界面から直接には有効な力を受けない。一方、先頭の双晶転位はその後方だけに積層欠陥を有するので、この積層欠陥の面張力によって後方に向う力が生ずる。この力によって先頭の転位が逆運動をはじめの場合には、双晶転位同志の弾性的相互作用のために他の転位も連動して動き出そうとするので、その力は連動して動く双晶転位集団に分配されることになる。Cu-8at%Ge 合金における積層欠陥エネルギーは 2.4 mJ/m² 程度なので⁽⁶⁾、先頭転位一本だけが逆運動するとすれば面張力に相当する剪断応力は 17 MPa 程度となるが、 n 本の双晶転位が連動して動けば個々の転位に対する平均的な逆応力は 17/ n MPa 程度となる。この値と Fig. 11 に示した σ_c の実測値とを比較すればわかるように、数原子層の極端に薄い双晶をのぞけば、界面エネルギーに起因する逆応力の σ_c に対する寄与はあまり問題とはならないことが首肯される。

以上のように、高濃度合金の双晶による擬弾性効果は、すべり変形におけるバウシinger効果と極めて類似している。しかし、すべりのバウシinger効果の場合に観察される逆歪に比べて、双晶による擬弾性歪 ϵ_A は著しく大きい。このことは、低い逆応力状態でも逆(後退)運動しうるほど大きな可動性を双晶界面がもっていることを示唆している。次節ではこの可動性について詳細な検討を加える。

2. 擬弾性歪量と双晶界面の運動抵抗との関係

Ⅲ.2 節 (Fig. 6, 7) で述べたように、高濃度合金における擬弾性歪の量 ϵ_A には明瞭な温度依存性や歪速度依存性がみられる。一方、前節 (Fig. 11) で述べたように、双晶を収縮させようとする逆応力 σ_c にはほとんど温度依存性がない。したがって、観測された ϵ_A の大きさの温度や歪速度による変化は、主として双晶界面の運動抵抗 σ_r の温度依存性や歪速度依存性に起因していると考えるのが最も妥当である。この点を明確にするために、双晶界面の運動抵抗に関する解析を試みる。

双晶界面の運動抵抗 σ_r は、除荷重時には式(1)と(2)から

$$\sigma_r = \frac{1}{2} (\sigma_a^F - \sigma_a^B) \quad (4)$$

再荷重時には同様に

$$\sigma_r = \frac{1}{2} (\sigma_a^{F'} - \sigma_a^{B'}) \quad (4')$$

で与えられるので、実測される σ_a^F と σ_a^B 、あるいは $\sigma_a^{F'}$ と $\sigma_a^{B'}$ の値 (Fig. 10) を用いれば σ_r の評価が可能となる。

Fig. 13 は、このようにして求めた 78 K および室温における σ_r の値を、室温での変形応力に対してプロットしたものである。この図にみられるように、変形がほとんど双晶のみによって進行する領域内 (横軸の 100 MPa 前後) では、除荷重時 (○, ● 印) でも再荷重時 (△, ▲ 印) でも明瞭な温度依存性がある。すなわち、室温での抵抗力 σ_r (○, △ 印) は 78 K でのそれ (●, ▲ 印) に比べてかなり小さく、室温での擬弾性歪 ϵ_A が 78 K に比べて大きい原因がここにあることを物語っている。

Fig. 13 Resistive stress σ_r determined by eqs. (4) and (4') for the motion of twin interface at 78 K and room temperature is plotted against the flow stress at room temperature. Note that σ_r increases as the flow stress increases and also that σ_r at 78 K is much larger than that at room temperature.

この点をさらに確かめるため、実測された擬弾性ヒステリシス・ループを用いて、双晶界面の抵抗力 σ_r の温度変化と擬弾性歪 ϵ_A の温度変化との対応づけを試みる。Fig. 14 は、Fig. 6 に示した擬弾性歪のピーク値近傍、すなわちほとんど双晶だけで変形の進行する領域で測定された室温と 78 K とのヒステリシス・ループを対比させたものである。これらのループを求めるに当っては、図の左上の枠内に示したように、まず室温で除・再荷重してループ (A→B→C→A) を描かせてから、試片をさらに室温で 1 mm だけ伸長し、その後の除・再荷重サイクル (P→B'→C'→A') を 78 K で描かせ、室温でのループを横軸に平行にずらし、二つのループの除荷重時の直線部分 (AB と PB') を互いに重ね合わせて示したものである。

いまこの図の点 A' と P との負荷荷重の差、すなわち 78 K と室温で双晶変形に要する荷重差を ΔW とする。ただし、P と A との差は左上の図から明らかなように、1 mm の伸長による加工硬化量を示す。 ΔW をその時点の断面積

Fig.14 The effect of temperature on the anelastic hysteresis loop. The temperature dependence of the magnitude of anelastic strain is explained in terms of the temperature dependence of resistive stress σ_r (see Fig.13). A portion B'C' of the loop, can be drawn by shifting the curve BQ by an amount of ΔW which is equal to the load difference between A' and P.

で割れば変形応力の差となるが、ヒステリシス・ループ上の各時点での擬弾性歪量による細かい補正なしでも議論の大筋には変わりはないので、この図では便宜上応力ではなく荷重で表示してある。さて、前述のように、もし ΔW が双晶界面の運動抵抗の温度変化にだけ由来するものならば、この効果は界面の前進運動に際してばかりでなく、除荷重時における界面の後退運動に際しても影響を与えるはずである。実際に、除荷重時の二つのループの交点をQとし、室温(A→B→Q)と78K(P→B'→C')とを比べてみると、室温のループの直線部分ABを ΔW だけ延長してAB'とし、さらにBからQへの曲線を ΔW だけ平行にずらした曲線を描き、これがゼロ応力レベルと交わる点をC'とすれば、曲線AB'C'は78Kでの実測曲線と極めてよく一致する。すなわち、 ΔW の効果のために78Kのヒステリシス・ループが早くゼロ応力レベル(完全除荷重状態)に達し、その結果 ϵ_A が室温に比べて著しく減少したことを物語る。換言すれば、室温と78Kとでの ϵ_A の大きい違いは、界面の運動抵抗 σ_r の温度変化に起因していることが結論される。

擬弾性歪量の歪速度依存性 (Fig.7) についても上述の考察と同様に界面の動抵抗の歪速度による変化で説明することができる。Fig.15は、室温でヒステリシス・ループを描かせ、双晶界面が後退あるいは前進運動を行う領域で歪速度を急変し、負荷の変化を調べたものである。除荷重による収縮変形中に歪速度を 1.7×10^{-3} mm/s (図中の a) から 1.7×10^{-1} mm/s (図中の b) に100倍増大させると、6 N ($\Delta\sigma = 2$ MPa) 程度の荷重降下が見られる。これに対して、再荷重時には同じく100倍の歪速度の増加によって6 N ($\Delta\sigma = 2$ MPa) 程度の荷重上昇が生ずる。歪速度を急変して

Fig.15 An anelastic hysteresis loop for a crystal subjected to the sudden change of strain rate during an unload-reload cycle at 292 K. Note that the change in load on unloading is in the opposite direction to that on reloading, and also that the anelastic strain is reduced by about 10% by increasing the strain rate a hundred times as understood from the dotted curve.

もその瞬間では双晶の収縮応力に顕著な変化はないと考えられるので、上記の歪速度急変に伴う荷重変化は抵抗 σ_r の歪速度による変化のために生じたものと考えられる。このことは、III.2節 (Fig.7) で示した室温での歪速度急変による約1割程度の ϵ_A の変化量が、Fig.15で除荷重時に高歪速度 (図中の b) で得られる荷重を結んでゼロ応力レベルまで外挿した時 (図中の点線) の変化量と、極めてよく一致することからも支持される。

3. 双晶界面の運動抵抗の特徴

以上のように双晶界面の運動抵抗が擬弾性歪の量に対して大きな効果をもつが、双晶による擬弾性歪がすべりのそれに比べて著しく大きい原因も、この運動抵抗のもつ特徴、すなわち、双晶界面の運動抵抗がすべりのそれに比べて極めて小さいことに起因すると思われる。

たとえば Fig.13 において、双晶変形の初期段階での双晶界面の運動抵抗 σ_r は、室温で22 MPa 前後、78 Kで37 MPa 前後で、両温度での差は約15 MPa である。これに対して、同じ方位の結晶における領域Iでのすべりに要する変形応力は大きく、室温で34 MPa、78 Kで66 MPa 程度であり、両温度での差もまた双晶界面のそれに比べて大きく32 MPa である。このすべりに要する変形応力は、領域Iでのバウシinger歪が無視しうほど小さいことから考えて⁽⁷⁾、ほとんどそのまますべり転位の抵抗に相当するものとみなされる。このように、双晶界面の動抵抗はすべりのそれよりも極めて小さく、かつその温度依存性も異なることは明らかである。

双晶界面とすべり転位の易動度の温度依存性をより明確

Fig.16 The increment of flow stress, $\Delta\sigma^*$, caused by the sudden temperature change from room temperature to 78 K is plotted against the flow stress at room temperature. The increment $\Delta\sigma^*$ was corrected for the temperature dependence of shear modulus. Note that the value $\Delta\sigma^*$ is very small during the stage of twinning compared with the stage of slip deformation.

にする目的で、温度急変実験を行った結果を示したのが Fig.16 である。この図には、変形の各段階における変形応力 σ の 78 K と室温との差 $\Delta\sigma^*$ が、室温での変形応力 $\sigma_{(RT)}$ に対してプロットしてある。図から明らかなように、双晶発生前のすべり変形段階(横軸で 55 MPa 以下)における $\Delta\sigma^*$ は双晶変形段階の $\Delta\sigma^*$ よりもかなり大きく、また双晶変形の支配的な段階が終わってすべり変形が支配的になる高応力側(横軸で 130 MPa 以上)でも再び $\Delta\sigma^*$ は大きくなっている。すべり変形における変形応力の温度変化が主として転位の運動抵抗の温度依存性に起因すること⁽⁵⁾、および Fig.16 の双晶変形段階での $\Delta\sigma^*$ の大きさが Fig.13 に示した双晶界面の運動抵抗 σ_r の温度変化量(約 15 MPa)にはほぼ一致することを併せ考えると、Fig.16 の結果は双晶界面の運動抵抗の温度変化がすべり転位のそれよりもかなり小さいことを明瞭に示唆している。

次に、双晶界面の運動抵抗の温度依存性を支配する因子について考えてみる。この因子として挙げられるのは、林転位と溶質原子とである。まず林転位の役割に関しては、Fig.13 と Fig.16 との対比から理解されるように、双晶界面の運動抵抗の絶対値は変形応力の増大と共に増加しているにも拘わらず、運動抵抗力の温度変化量(Fig.13 では 78 K と室温との差、Fig.16 では $\Delta\sigma^*$ 自身)は双晶変形段階では変形応力に対してほぼ一定である。このことは、林転位などの構造欠陥は運動抵抗力の絶対値には寄与するがその温度変化 $\Delta\sigma^*$ に対してほとんど影響を与えないことを示唆している。したがって、双晶界面の運動抵抗の温度依存性は、他の支配因子すなわち溶質原子による抵抗に起因していると考えるのが最も妥当である。

以上の考察のように、双晶界面の運動抵抗はすべり転位と異なるいくつかの特徴を備えている。とくに、双晶界面がその運動に際してすべり転位に比べてかなり小さい抵抗しかうけないという結果は、すべり転位では緩和しにくい

ような低い逆応力状態においても双晶界面が逆運動しうることを意味しており、本研究で見出されたような大きな擬弾性歪の原因を考える上で重要な鍵となっている。

4. 擬弾性歪の発生に必要な条件

従来面心立方金属のように双晶発生前にすべりが先行する場合には、双晶のまわりに蓄えられる歪エネルギーはすべりによって緩和され易く、外力を除去しても双晶の収縮はおこらないと考えられてきた⁽⁸⁾。しかし本研究で見出されたように(Ⅲ.1 節参照)、すべりが双晶変形に先行する Cu-Ge 合金においても薄いマイクロ双晶が形成される高濃度合金では、除荷重に際して双晶の収縮による大きな逆歪が生ずる。

一般に方解石などの非金属結晶やいくつかの金属で観察されたいわゆる弾性双晶は⁽⁹⁾、除荷重-再荷重に際して可逆的な界面運動を行うという点で、本研究で見出された擬弾性的双晶と極めて類似している。しかしこれらの弾性双晶の多くは、試片を横断しきらないように局所的に(圧子などを用いて)形成された双晶であり⁽⁹⁾、本研究のように単軸応力による試片の全面変形のもとで形成された双晶が除荷重時に大きな逆歪をもたらしたという報告は、Fe₃Be 合金のように規則状態の変化を伴う双晶変形⁽¹⁰⁾や相変態に伴う双晶の場合⁽¹¹⁾をのぞけばほとんどなされていない。

上記の弾性双晶の場合でも、試片に局所的に形成された双晶が荷重の増加により試片を横断してしまえば、もはや弾性双晶の特徴は失われて除荷重による収縮はみられなくなる⁽⁹⁾。このことは、fcc 金属の単軸応力下での全面変形の場合に双晶による大きな擬弾性歪を得るための条件としては、双晶の十分な成長を抑制するのに有効な障害の導入が必要であることを示唆している。実際にこのような条件が本研究に用いられた Cu-8at%Ge 合金において満されていることは、Ⅳ.1 節で述べた通りである。すなわち、双晶の成長はリュースラー変形によって活性化された臨界面上のすべりによって抑止されており(Photo.2)、臨界面上に形成される構造欠陥が成長に対する有効な障害となりうるという指摘⁽¹⁾を強く支持している。

以上を要するに、変形初期のリュースラー変形に起因して臨界面上に形成される構造欠陥によって成長の抑制された薄いマイクロ双晶の界面の場合には、加工硬化による運動抵抗の増大のためにすべり転位では十分に緩和し切れない内部応力状態のもとでも、その低い運動抵抗のゆえに双晶界面は逆運動を続けることが可能であり、このため除荷重時に大きな逆歪が生ずる。このような双晶による大きな擬弾性歪は Cu-Ge 合金だけでなく、Ag-Sn 合金結晶などにおいても著者らによって確認されており、高濃度 fcc 合金に共通の現象であると言える。双晶界面のもつこのように高い易動度の原因の解明は、双晶の成長の問題のみならずすべり変形やマルテンサイト変態における集団転位の動特性を知る上にも重要な鍵を与えるものとなろう。

V. 結 言

リュース変形を伴うような高濃度 *fcc* 合金単結晶の引張変形中の双晶による変形領域において、除荷重-再荷重のサイクル時に双晶界面の可逆運動に起因する異常に大きな擬弾性歪が現われることを見出した。この特異な擬弾性挙動を、X線による試片軸方位追跡、干渉顕微鏡、あるいは変形温度や歪速度の急変試験等により詳細に調べ、双晶界面の動特性の解明を試みた。用いた試片は主として Cu-8 at%Ge 単結晶であるが、その主なる結果を要約すれば次のとおりである。

(1) 引張変形をうけた高濃度 Cu-Ge 合金結晶の双晶による変形領域において、負荷されている荷重を除くと試片に大きな擬弾性収縮歪が発生する (Fig.1)。この収縮に伴って、試片軸は双晶の進行方向とは逆方向に移動し (Fig.3)、また干渉顕微鏡で観察される双晶の発生による表面ステップは鈍化・消失する (Photo.1)。これらの結果から、除荷重時の収縮歪は双晶界面の逆運動に由来することを明らかにした。

(2) 双晶変形の過程で大きな擬弾性歪を得るためには薄いマイクロ双晶の形成が必要である (Fig.2)。このようなマイクロ双晶の成因は、以前にも指摘したように⁽¹⁾、リュース変形に伴い活性化した臨界 (critical) 面上に形成される構造欠陥により、その成長が阻止されることにある (Photo.2)。

(3) 擬弾性歪 ϵ_A は変形温度が低いほど、また歪速度が大きいほど小さい。この ϵ_A の温度や歪速度による変化は、引張変形中に付加する除荷重-再荷重サイクルの時のみ温度や歪速度を急変させた場合にも明瞭に看取されるので (Fig.6,7)、これらの変化は内部組織 (転位) 構造の変化によって生ずるものではなく、双晶界面の易動度の温度・歪速度依存性によるものであることが結論される。

(4) 擬弾性歪は試片軸が $\langle 111 \rangle$ - $\langle 110 \rangle$ 境界から $\langle 100 \rangle$ 方位に近づくほど小さくなる (Fig.8,9)。この方位依存性は、試片軸が $\langle 100 \rangle$ 軸に近づくほど双晶発生までのすべりによる加工硬化量の大きくなることと対応する。すなわち、導入転位密度が大きいほど擬弾性歪量は小さくなることを示唆している。

(5) 双晶の収縮をもたらす駆動力 (式 (3) の収縮応力 σ_c) は、変形応力と共に直線的に増大するが、剛性率の温度変化で補正すればほとんど温度依存性を持たないことを、擬弾性ヒステリシス・ループの解析から見出した (Fig.11)。この事実から、双晶の収縮駆動力は先に述べた臨界面上に形成される障害に対して堆積する双晶転位集団のもたらす

逆応力 (Fig.12 のモデル参照) に起因することを指摘した。

(6) 双晶界面の運動抵抗 (式 (4) の σ_r) は、低温ほどあるいは高歪速度ほど大きいことを見出した (Fig.13,15)。さらに、この運動抵抗の温度・歪速度依存性を解析することによって、擬弾性歪量の温度・歪速度依存性が定量的に説明されることを示した (Fig.14,15)。

(7) 双晶界面の運動抵抗の温度依存性は、すべり転位のそれよりもかなり小さい (Fig.13,16)。また、双晶界面の運動抵抗の温度依存性は、主として溶質原子による摩擦抵抗に起因することを明らかにした。林転位などの構造欠陥は運動抵抗の絶対値には寄与するが (Fig.13)、運動抵抗の温度変化に対してほとんど影響を与えない。

(8) 双晶界面はその運動に際して、すべり転位に比べてかなり小さい抵抗力しかうけない。すなわち双晶界面はすべり転位よりも大きな易動度を有する。したがって双晶界面は、すべり転位で緩和しにくいような低い応力状態においても十分な可動性を有することを意味する。このことが、双晶による擬弾性歪量を大きくしている原因であることを結論した。

終りに本研究の実験の一部に協力いただいた東田賢二氏に感謝する。また本研究の一部は、文部省科学研究費の援助によって行なわれたことを付記して謝意を表する。

文 献

- (1) N. Narita and J. Takamura : *Phil. Mag.*, **29** (1974), 1001.
- (2) 岸 輝雄, 堀内 良 : 日本金属学会シンポジウム講演予稿, (1977・10月), 92.
- (3) J.W. Mitchell, J.C. Chevrier, B.J. Hockey and J.P. Monaghan, Jr. : *Can. J. Phys.*, **45** (1967), 453.
- (4) N. Narita and J. Takamura : *Scripta Met.*, **9** (1975), 819.
- (5) H. Kronmüller : *Moderne Probleme der Metalphysik*, Ed. by A. Seeger, Springer-Verlag, Berlin, (1965), 126.
- (6) P. R. Thornton, T. E. Mitchell and F. B. Hirsch : *Phil. Mag.*, **7** (1962), 1349.
- (7) 長谷川 正 : 日本金属学会会報, **15** (1976), 509.
- (8) たとえば, 角野浩二 : 金属の強さ, 鈴木秀次監修, アグネ, (1972), 241.
- (9) たとえば, M. V. Klassen-Neklyudova : *Mechanical Twinning in Crystals*, Consultants Bureau, New York, (1964), 50.
- (10) R. H. Richman : *Deformation Twinning*, Ed. by R. E. Reed-Hill, J. P. Hirth and H. C. Rogers, Gordon and Breach Sci. Pub., New York, (1963), 237.
- (11) たとえば, S. Miura, T. Mori, N. Nakanishi, Y. Murakami and S. Kachi : *Phil. Mag.*, **34** (1976), 337.