銅結晶における双晶形成と積層欠陥エネルギー

山本 彰利* 成田 舒孝** 高村 仁一***
坂本 弘樹**** 松尾 直人*****

J. Japan Inst. Metals, Vol. 47, No. 11 (1983), pp. 903-911

Stacking Fault Energy and Deformation Twinning in Copper Crystals

Akitoshi Yamamoto*, Nobutaka Narita**, Jin-ichi Takamura***,
Hiroki Sakamoto**** and Naoto Matsuo*****

The validity of our nucleation model of deformation twinning previously proposed for *fcc* metals has been quantitatively examined to determine the stacking fault energy γ_{SF} from the twinning stress τ_T , with particular attention to the orientation dependence of τ_T of pure copper crystals deformed in tension at 4.2 K. Main results obtained are summarized as follows:

(1) τ_T in Cu crystals is decreased as the specimen axis approaches [111] from [100] when twinning occurs in stage III, while in stage II little affected by the orientation. This orientation dependence, consistent with that previously observed in pure Ag and Cu alloy crystals, can be quantitatively explained by our model.

(2) The value of γ_{SF} of pure Cu at 4.2 K has been evaluated as $43.5 \pm 2 \text{ mJ/m}^2$ from the twinning stress τ_T by using the equation derived from our model.

(3) Upon nucleation of twins, the critical internal stress acting on the twinning dislocations, which arises from a dislocation pile-up in our model, is about 1.3 times as large as the applied stress in Cu crystals tested at 4.2 K. This ratio of internal stress to applied stress is the same as that previously reported in Ni-based alloys.

(4) By using this stress ratio, the equation derived from our model is simplified with good approximation as $\gamma_{SF} = \xi(R) \tau_T b_S$, where $\xi(R)$ is a parameter depending only on the specimen orientation and b_S the Burgers vector of a Shockley partial dislocation.

(5) This simplified formula can be applied to the case in which twinning occurs not later than early stage III where the relief of internal stress is ignored. Under this condition, the value of γ_{SF} in *fcc* metals and alloys is directly determined from τ_T in specimens oriented near [211] by a formula, $\gamma_{SF} = 2\tau_T b_S$.

(Received June 10, 1983)

Keywords: stacking fault energy, deformation twinning, twinning stress, orientation dependence, copper, *fcc* crystals, twin nucleation, low temperature deformation

I. 緒 言

面心立方金属における変形双晶の形成が積層欠陥エネルギー γ_{SF} に強く支配されることは、いまやひろく知られた事実である⁽¹⁾⁻⁽⁹⁾。このことは、金属および合金の力学的性

質に重要な γ_{SF} の値が、双晶形成との関連を利用して評価しうる可能性を示唆する。今日まで提唱されている *fcc* 金属の双晶形成機構に関する多くのモデル^{(1) (4) (6) (10)-(14)}は、たしかに幾何学的合理性を有してはいる。しかし、これらのモデルを用いて実際の巨視的特性、たとえば双晶応力

* 京都大学工学部金属加工学教室研究員，現在：川崎重工業株式会社技術研究所 (Research fellow, Department of Metal Science and Technology, Kyoto University, Kyoto. Present address: Technical Research Laboratory, Kawasaki Heavy Industries Ltd., Akashi)

** 京都大学工学部金属加工学教室，現在：同学部冶金学教室 (Department of Metal Science and Technology, Kyoto University, Kyoto. Now at Department of Metallurgy, Kyoto University)

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

**** 京都大学大学院生，現在：住友金属工業株式会社 (Graduate Student, Kyoto University, Kyoto. Present address: Sumitomo Metal Industries Ltd., Wakayama)

***** 京都大学大学院生，現在：松下電器産業株式会社 (Graduate Student, Kyoto University, Kyoto. Present address: Matsushita Electric Industrial Co., Ltd., Nagaokakyo)

の試片軸方位依存性や変形温度依存性を統一的に説明しようとする試みは殆んどなされていない。すなわち、これらの機構のいずれが実際の双晶変形を主体的に担っているかは、これらのモデルから理論的に予測される力学的特性が、実測される巨視的特性といかに合致するかによって判断されねばならない⁽¹⁵⁾。

今日まで双晶形成に関する巨視的特性、とくに双晶応力 τ_T の試片軸方位依存性まで定量的に取扱った理論としては、Venables⁽⁴⁾およびMiuraら⁽⁶⁾によって提唱された2つの双晶核形成モデルがある。しかし、この2つの理論は、 τ_T の方位依存性に対して、全く正反対の傾向を予測するものである。すなわち、Venablesの理論では、試片軸方位が $\langle 111 \rangle$ に近づくほど τ_T が上昇するThorntonらのCuの実験結果⁽³⁾を説明することができ、一方われわれの理論は逆に、純AgおよびCu合金の実験結果⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽¹⁵⁾、すなわち双晶変形が、変形段階Ⅲで開始する場合には試片軸が $\langle 111 \rangle$ に近づくほど τ_T は低下し、段階Ⅱで開始する場合には τ_T は結晶方位にほとんど依存しない、という傾向を満足に説明することができる。同じfcc1価貴金属およびその合金におけるこのような実験結果の相違は、上述の両理論の妥当性を検討する上で重大な支障である。したがって、これらの理論の検証には、実験結果自身の再検討が必要である。

本研究ではまず、両者の巨視的実験特性の不一致の原因が、Thorntonらの純Cu結晶のデータ⁽³⁾における双晶応力の算出法にある、すなわちその算出に当って、双晶発生時の結晶方位を実測せずに単に均質変形を仮定して、双晶応力を決めた点にあることを、追試によって指摘する。次いで、われわれのモデルに基づいて τ_T の値から純Cuの γ_{SF} 評価を行い、先にNi基合金の解析⁽⁹⁾において示した τ_T からの γ_{SF} の簡便な評価式の適用性と、この式を適用する際の実験上の制約条件について検討を加える。

II. 実験方法

本研究で使用した試片は、種継ぎ法によって育成された純Cu(純度99.999%)の正六角棒(1辺2mm)単結晶であり、それらの結晶方位はFig.1に示すステレオ三角形の

Fig.1 Orientation of copper crystals subject to tensile deformation.

$\langle 100 \rangle$ - $\langle 111 \rangle$ 斜辺上の6方位(以後A, B, C, D, E, F系列と呼ぶ)および $\langle 211 \rangle$ - $\langle 110 \rangle$ 大円上の1方位(以後M系列と呼ぶ)である。これらの結晶は、所定の方位をもつ角棒状結晶を用いて真空中ブリジマン法によって育成され(長さ約200mm)、これを約60mmの長さにacid sawで無歪切断して、真空中1253K, 173ks(48h)の焼鈍を加えた後、ゲージ長さが約40mmになるように真鍮球を両端に銀ロウづけして引張試験に供した。

引張試験は、インストロン型試験機を用い、初期歪速度 $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で行われた。また変形温度としては、双晶応力 τ_T 測定には4.2Kが、積層欠陥エネルギーの導出に必要な変形段階Ⅲの開始応力 τ_m 測定には78K, 290Kおよび480Kが採用された。

引張試験後に試片は、Mitchellらの2段階化学研磨液⁽¹⁶⁾を用いて表面研磨の後、過硫酸アンモニウム10g、水酸化アンモニウム(28%)10cm³、蒸留水90cm³の溶液中で化学腐食して、変形双晶発生の確認を行った。

双晶応力の算出は、双晶変形開始直後の結晶方位をX線で測定し、表面観察で活動した双晶系を調べ、その双晶系に対するSchmid因子を求めることによって行われた。なおX線による結晶方位の決定には、変形の不均質性によるラウエ斑点のアステリズムを避けるため、X線束を変形帯(kink band)の回転軸に近い方向から入射するよう留意した。

III. 実験結果

1. 変形双晶の形成と双晶変形開始応力

Fig.2は、ステレオ三角形斜辺上に種々の初期試片軸方位をもつ純Cu単結晶の4.2Kでの典型的な応力-歪曲線である。図のTで示される急激な荷重降下が双晶変形の開始点である。図に示されるようにD系列の試片軸方位から $\langle 111 \rangle$ 側の試片、すなわちA, B, CおよびD系列の試片

Fig.2 Shear stress-shear strain curves for pure copper rod crystals deformed in tension at 4.2K. Symbol T on the curve denotes the onset of twinning. Twinning was observed before necking in specimens of #A9, #B2, #C1 and #D1(see Fig.3), but in #E1 only at the necking part of specimen (see Fig.4). No twinning is observed in a crystal of #F2.

において、急激な荷重降下とともに双晶変形が開始した。急激な荷重降下直後に研磨・腐食した試片表面の光学顕微鏡写真の一例を Fig. 3 に示す。すべり線は研磨により消失しているので、変形双晶帯は明瞭に識別される。

E 系列の試片 (Fig. 2) では、双晶変形に伴う急激な荷重降下は試片のくびれ (necking) 発生後にはじめて認められ、Fig. 4 に示されるように双晶帯はくびれ部分にのみ観察された。〈100〉方位に近い F 系列の試片 (例えば Fig. 2 の #F2) では、くびれの後直ちに破断に至り双晶変形は全く生じなかった。また〈211〉-〈110〉大円上の M 系列の試片では、A, B, C, D 系列の試片と同様に急激な荷重降下とともに双晶変形が開始し、その直後の X 線解析では試片軸は〈100〉-〈111〉斜辺上の〈211〉にはほぼ一致した方位に到達していることがわかった。なお、いずれの試片においても、高応力側でいわゆる不連続すべり⁽¹⁷⁾による可聴音が認められたが、この場合のセレーションの振幅は極めて小さく、双晶変形とは明瞭に区別される。

以上の結果より、均一伸びの範囲内で双晶変形の開始する A, B, C, D, M 系列の試片においては、双晶応力が精度よく求められることが判明した。これらの試片で得られた結果を Table 1 に示す。ここで表中の*印は、双晶発生時の試片軸方位が〈100〉-〈111〉境界上にあり、双晶応力因子の等しい primary 系や conjugate 系の双晶が形成されたことを示す。この表から、双晶応力は、双晶発生時の試片軸方位が〈111〉から最も遠い D 系列の試片で最も高く、次いで M 系列、C 系列の順に低くなり、〈111〉

方位に近い B 系列と A 系列で最も低いことがわかる。この双晶応力の結晶方位依存性は、純 Ag で得られた結果⁽⁶⁾と同じ傾向である。

Fig. 3 Optical micrograph of deformation twins in a copper crystal (#D1) polished and etched after deformation. Black bands were identified as twins of the primary system by X-ray analysis.

Fig. 4 Deformation twins observed at the necked part of specimen E1.

Table 1 Observed twin systems and the twinning stress.

Specimen number	Initial orientation			Orientation at onset of twinning			Twin system	Twinning stress (10 ² MPa)
	θ_0	λ_0	ϕ_0	θ_T	λ_T	ϕ_T		
A 2 A 3 A 5 A 9	54.7°	19.5°	70.5°	54.7°	19.5°	70.5°	*	1.34 1.34 1.23 1.24
B 1 B 2 B 3	48.7°	23.1°	67.6°	47.5° 48.5° 47.5°	23.9° 23.2° 23.9°	67.0° 67.5° 67.0°	*	1.24 1.26 1.31
C 1 C 2 C 3	40.0°	30.4°	62.6°	39.5° 38.0° 40.0°	30.0° 33.1° 29.8°	63.5° 60.1° 63.5°	* conj. conj.	1.40 1.45 1.35
M 3 M 4 M 5	40.0°	29.1°	82.1°	35.3° 34.6° 34.7°	33.6° 34.9° 35.7°	61.9° 60.3° 59.0°	conj. conj. conj.	1.50 1.47 1.49
D 1 D 2	30.0°	39.2°	58.1°	32.5°	36.0°	61.0°	prim. prim.	1.56 1.55

* indicates the occurrence of both primary and conjugate twinning at whose onset the specimen axis was on the 〈100〉-〈111〉 boundary of the stereographic triangle.

θ_0 and θ_T : Angles between the specimen axis and the 〈100〉 pole before deformation and at the onset of twinning, respectively.

λ_0 and λ_T : Angles between the specimen axis and the twinning direction before deformation and at the onset of twinning, respectively.

ϕ_0 and ϕ_T : Angles between the specimen axis and the normal of the twinning plane before deformation and at the onset of twinning, respectively.

2. 変形段階Ⅲの開始応力

双晶応力の結晶方位依存性をわれわれのモデル⁽⁶⁾⁽⁹⁾により定量的に扱うためには、各方位の試片における変形段階Ⅲの開始応力 τ_{III} を知る必要がある。しかし4.2 Kでは、試片軸方位によっては τ_{III} の応力に達するまでに変形双晶が発生し、正確な τ_{III} を測定できない場合がある。このような場合には、段階Ⅲの開始まで双晶変形のおこらない78 K, 290 K および 480 K の温度で τ_{III} を測定し、それらの値から τ_{III} と変形温度 T との間に成立つ次の経験式⁽¹⁸⁾を用いて、4.2 Kにおける τ_{III} の値を外挿によって求めることとした。

$$\ln\left(\frac{\tau_{III}(T)}{G(T)}\right) = \ln\left(\frac{\tau_{III}(0)}{G(0)}\right) - BT \quad (1)$$

ここで G は剛性率、 B は定数である。

Fig. 5は、いくつかの温度で測定された段階Ⅲの開始応力 τ_{III} を、剛性率の温度変化⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾も考慮に入れて、各方位系列別に示したものである。各試片系列について $\tau_{III}(T)/G(T)$ は温度の上昇につれて低下し、式(1)がよく成立しているのがわかる。Table 2は、実測された τ_{III} の値および式(1)を用いて外挿された値を、 $\langle 111 \rangle$ からの軸方位系列順に示したものである。この表から明らかなように、 τ_{III} の応力は同一変形温度で比較すると、試片軸が $\langle 111 \rangle$

Fig. 5 Temperature dependence of the flow stress at onset of stage III in copper crystals. The dependence is well described by eq. (1). Note that the onset stress of stage III at each temperature increases as the specimen axis approaches $\langle 111 \rangle$.

Table 2 Onset stress of stage III.

Specimen	τ_{III} (10^2 MPa)			
	4.2 K	78 K	290 K	480 K
A	1.42*	1.27	0.74	0.49
B	1.31*	1.11	0.68	0.44
C	1.12	—	0.60	0.40
M	1.06	0.91	0.56	0.36
D	1.00	—	—	—
E	0.98	—	—	—
F	0.96	0.80	0.53	0.34

* determined by the extrapolation using eq. (1).

から $\langle 100 \rangle$ に近づくほど低下しており、この結果は他のfcc金属、例えば純Ag⁽⁶⁾⁽²¹⁾やAg-Au合金⁽²¹⁾で報告されている傾向とよく一致する。

3. 双晶の発生する変形段階と結晶方位および試験温度との関係

前節で述べた段階Ⅲの開始応力 τ_{III} の測定によって、4.2 Kで双晶の発生する変形段階は、AおよびB系列の試片では段階Ⅱ、他の方位系列の試片では段階Ⅲであることが判明した。Fig. 6は、双晶の発生する変形段階と双晶応力との関係を明瞭に示すため、双晶応力 τ_T を試片軸方位の $\langle 100 \rangle$ からの角度 θ_T 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、変形段階Ⅱで双晶が発生する $\langle 111 \rangle$ 方位に近い試片では、 τ_T は方位にかかわらずほぼ一定であるが、段階Ⅲで双晶の発生する $\langle 111 \rangle$ から遠い方位では、軸方位が $\langle 111 \rangle$ から遠ざかるほど τ_T は増加する。この傾向は、先に報告した純AgやCu合金における結果と同様である⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽¹⁵⁾。なお、図中の実線および破線はそれぞれ、われわれ⁽⁶⁾⁽⁹⁾およびVenables⁽⁴⁾の理論にもとづく計算結果であり、これについてはⅣの考察で詳述する。

Ⅲ.1節で述べたように、4.2 KではD系列の方位から $\langle 111 \rangle$ への方位側では鋭い荷重降下を伴って双晶が発生するが、F系列では全く双晶変形は見られない。変形温度が高くなると、双晶の形成される試片軸方位の範囲は $\langle 111 \rangle$ に向ってせまくなり、室温変形以上では、 $\langle 111 \rangle$ 方位の試片でさえ双晶変形は観察されなかった。このような双晶発生に対する変形温度と試片軸方位との関係を示し

Fig. 6 Orientation dependence of twinning stress τ_T in copper crystals deformed at 4.2 K. θ_T is the angle between the specimen axis and the $\langle 100 \rangle$ pole at the onset of twinning. Note that τ_T is increased as the specimen axis approaches $\langle 100 \rangle$ when twinning occurs in stage III but in stage II little affected by the crystal orientation. The solid curve was calculated from eqs. (3) and (6) or (7) by adopting the value of γ_{SF} to be 43.5 mJ/m². The dashed line indicates a relation computed from Venables' model by supposing $\gamma_{SF}=70$ mJ/m²(4).

Fig.7 The crystal orientation versus temperature diagram for twinning in pure Cu crystals, where τ_F is the fracture stress and τ_N the onset stress of necking. θ is an angle between the $\langle 100 \rangle$ pole and the specimen axis at the onset of twinning (○), necking (Δ) or fracture ($\times$). Note that twinning becomes difficult for the specimen oriented apart from $\langle 111 \rangle$.

たのが Fig.7 である。ここで横軸の角度 θ はそれぞれ、双晶発生時 (○印)、くびれ部での双晶発生時 (Δ 印)、あるいは双晶を発生せずに破断に至った時 ($\times$ 印) の試片軸方位を、 $\langle 100 \rangle$ からの角度として示したものである。この図に示されるように、変形温度が高くかつ試片軸方位が $\langle 111 \rangle$ から離れるほど、変形双晶は形成されにくいことがわかる。この結果は純 Ag や Ag 合金で先に報告した傾向⁽⁶⁾⁽⁷⁾ とよく一致するが、双晶の発生する変形温度や結晶方位の範囲は、純 Ag に比べて狭く (例えば、純 Ag の $\langle 111 \rangle$ 近傍試片では室温でも双晶が発生する⁽⁶⁾)、純 Cu における双晶発生が純 Ag よりも困難であることを示唆している。

IV. 考 察

1. 双晶応力の方位依存性と双晶核生成機構

面心立方金属における変形双晶の形成機構に関して、今までに多くのモデルが提唱されている⁽¹⁾⁽⁴⁾⁽⁶⁾⁽¹⁰⁾⁻⁽¹⁴⁾。その中で双晶応力の結晶方位依存性などの巨視的特性を定量的に取扱ったのは、Venables の理論⁽⁴⁾⁽²²⁾ が最初であり、次の様に要約できる。(1) 試片軸が $\langle 111 \rangle$ から $\langle 100 \rangle$ に近づくと、すべりに対する Schmid 因子は双晶のそれに比べて増大するので、すべりにより発生する局部的内部応力は $\langle 100 \rangle$ 方位に近いほど大きくなる、(2) この内部応力によって双晶の核生成が促進されるので、 $\langle 100 \rangle$ に近いほど双晶は形成されやすい、(3) したがって、双晶形成の分解剪断応力 (双晶応力: τ_T) は、試片軸が $\langle 111 \rangle$ から $\langle 100 \rangle$ へ近づくほど減少する (Fig.6 の破線)、というも

のである。Venables は、さらにその理論値と τ_T の実験値との比較も行い、Blewitt らの Ag の測定値⁽²³⁾ とは一致しないが、Thornton らの Cu の実験値⁽³⁾ とは矛盾しないと報告している。しかし、Thornton らは τ_T を求めるに当って、双晶発生時の結晶方位を実測せずに均質変形を仮定して算出しているため、実測値の集束性は十分でなく、Thornton ら自身でさえ、データのバラツキが大きく τ_T の方位依存性に系統的な傾向は見出せなかったと報告している⁽³⁾⁽²⁴⁾、ほどである。

その後われわれは、純 Ag および Cu 合金結晶を用いて詳細な τ_T の測定を行い、Venables 理論の予測する τ_T の方位依存性とは逆の傾向を見出した⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽¹⁵⁾。すなわち、双晶変形が段階Ⅲで開始する場合には、試片軸方位が $\langle 111 \rangle$ に近づくほど、また変形温度が低いほど、 τ_T は低下するが、段階Ⅱで開始する場合には、 τ_T は結晶方位や変形温度にほとんど依存しないという結果を得た。このような段階Ⅲでの τ_T の方位および温度依存性は、顕著な交差すべりによる内部応力の緩和を伴う段階Ⅲの開始応力 τ_m が、 γ_{SF} が小さく、また低温かつ試片軸が $\langle 111 \rangle$ に近づくほど高くなる傾向⁽⁶⁾⁽²¹⁾ とは正反対である。この実験事実に基づいて、われわれは双晶変形が交差すべりに対する相補的な内部応力の緩和機構である、との観点に立った双晶核生成モデルを提唱した⁽⁶⁾。このモデルにもとづく理論によって、純 Ag 結晶における τ_T の結晶方位および変形温度依存性を定量的に説明することができた。この理論が *fcc* 金属の双晶変形に対して普遍的に成立し得るか否かは、Venables の理論が依拠した Thornton らの純 Cu における τ_T の方位依存性の真偽が重要な鍵を握っている。

本研究においては、まず純 Cu における τ_T の方位依存性を再検討するために、(1) 双晶発生時の結晶方位の X 線による解析と活動双晶面の観察、(2) 双晶がくびれ部でなく均一伸びの範囲内で発生したことの確認を行うなど、Thornton らの実験的不備を改善して、 τ_T の方位依存性を注意深く調べた。その結果、双晶変形が段階Ⅲで開始する場合には、試片軸が $\langle 111 \rangle$ から遠ざかるほど τ_T は高くなり、また段階Ⅱで発生する場合には、 τ_T は方位にほとんど依存しないことが明らかとなり (Fig.6)、今まで明確さを欠いていた純 Cu における τ_T の方位依存性は、純 Ag と全く同じ傾向を有することが判明した。

いま、主すべり面 (δ) と交差すべり面 (α) の交線上に横たわるローマーの不動転位 DA に、主すべり系ラセン転位 BC が堆積している場合を考える。もし十分な応力集中があれば、堆積転位列の先頭転位 BC はローマーの転位 DA と反応して、1 本のフランクの不動転位 $D\delta$ と、2 本のショックレー転位 $B\delta$ すなわち双晶転位とを形成する⁽⁶⁾。すなわち、

$$DA + BC = D\delta + 2B\delta \quad (2)$$

なる反応で、双晶転位 $2B\delta$ は不動転位 $D\delta$ を残して、複層型積層欠陥をひきずりながら前方に飛び出し、双晶核を

形成する。この場合、双晶転位が臨界核の大きさまで前進しうるか否かは、双晶転位にかかる応力の釣合い、すなわち双晶転位を前進させようとする外力および内部応力と、双晶転位に対する抵抗力である積層欠陥の面張力および林転位による抵抗との、釣合条件によってきまる。この条件式については、すでに著者らは詳細な報告を行っているので⁽⁶⁾⁽⁹⁾、ここではその結論として導出された式のみを次に示す。

$$\frac{\gamma_{SF}}{b} = \frac{20\tau_T}{13\sqrt{3}} \left[1 - \frac{\beta_1}{\sqrt{3}\beta_2 R} + \frac{1}{\pi} \left(\frac{3(1-\nu)n\beta_1\tau_T}{2(2-\nu)\gamma_{SF}R} \right)^{1/2} \right] \quad (3)$$

ここで、 γ_{SF} は積層欠陥エネルギー、 b は完全転位のバーガス・ベクトルの大きさ、 β_1, β_2 はそれぞれ0.5, 0.3に近い定数、 ν はポアソン比、 n は堆積転位数、 $R(=\tau_T/\tau)$ はすべりと双晶に関する Schmid 因子の比である。式(3)右辺の大括弧内の第3項は、双晶転位の前進を助ける堆積転位列からの内部応力に対応する。この内部応力項に含まれている堆積転位数 n の評価は、現今の加工硬化理論の問題点とも関連して議論を要するところではある。しかし、以前に著者らが Cu 基および Ni 基合金の場合について検討したように⁽⁹⁾、堆積転位の先端から臨界双晶核の大きさの距離まで前進した双晶転位が受ける内部応力は、多少の幅はあるが、いずれの場合も外部からの負荷応力の1.3倍程度である。このため、式(3)を用いて τ_T から求められる γ_{SF} の値は、堆積転位数 n の値にそれほど敏感ではない。換言すれば、式(3)から求められる γ_{SF} の値は、 n の値を求めるための解析に必要な加工硬化理論自身に大きくは依存しないことを意味する。ここでは、 n の値の解析を最も定量的に取扱っている Seeger らの交又すべりの理論⁽²⁵⁾を用いて、 n の評価を試みる。

2. 交又すべりと堆積転位数

堆積転位群の先頭ラセン転位は $n\tau$ の応力を受けるが、Seeger らによれば⁽²⁵⁾、 $n\tau$ と熱振動との助けをかりて先頭ラセン転位が収縮し、交又すべりし得るようになれば段階Ⅲが開始する。いまもし、熱エネルギーの助けなしに0Kで交又すべりがおこる場合を考えると、その交又すべりに必要な負荷応力 $\tau_{II}(0)$ と堆積転位数 n および積層欠陥エネルギー γ_{SF} の間には、Seeger⁽²⁶⁾によって最初に導出されたものとよく似た形式で次の関係が成立する⁽⁶⁾⁽⁹⁾。

$$n\tau_{II}(0) = 2mG(0) \left(\frac{\sqrt{2}}{8\pi} - \frac{\gamma_{SF}}{Gb} \right) \quad (4)$$

ここで m は、 τ_{II} の試片軸方位依存性⁽⁶⁾を説明するために導入された方位因子であって、試片軸が $\langle 100 \rangle$ から角度 θ の方位をもつとき、その試片における τ_{II} の値 ($\tau_{II<\theta>}$) と $\langle 211 \rangle$ 軸試片の τ_{II} の値 ($\tau_{II<211>}$) との0Kでの比 ($\tau_{II<\theta>}(0)/\tau_{II<211>}(0)$) で与えられる⁽⁹⁾。式(4)を式(1)に代入して $\tau_{II}(0)$ を消去すると、次式が得られる。

$$\ln \left(\frac{\tau_{II<\theta>}(T)}{G(T)} \right) = \ln \left[\frac{2m}{n} \left(\frac{\sqrt{2}}{8\pi} - \frac{\gamma_{SF}}{Gb} \right) \right] - B_{<\theta>T} \quad (5)$$

ここで、 $\tau_{II<\theta>}(T)$ および $B_{<\theta>}$ は、方位 θ の軸方位をもつ試片における値である。

(1) 段階Ⅱにおける n の評価

Seeger の加工硬化理論⁽²⁶⁾によれば、堆積転位数 n は段階Ⅱにおいて一定値をとる。もし τ_{II} の応力に至るまで n が一定値をとるならば、 τ_{II} の測定によって式(5)より、段階Ⅱでの n を評価することができる。すなわち、式(5)を用いると

$$n = \frac{2mG(T)}{\tau_{II<\theta>}(T)} \left(\frac{\sqrt{2}}{8\pi} - \frac{\gamma_{SF}}{Gb} \right) \exp(-B_{<\theta>T}) \quad (6)$$

と書けるので、 $\tau_{II<\theta>}(T)$ 、 m 、 $B_{<\theta>}$ を実測すれば、 n は γ_{SF} の関数として求められる。いま双晶が段階Ⅱで発生する場合には、式(6)を式(3)に代入して n を消去すれば、実測された双晶応力 τ_T から積層欠陥エネルギー γ_{SF} の値を求めることができる。

(2) 段階Ⅲにおける n の評価

Seeger らの交又すべりの理論にもとづく変形段階Ⅲの実験的解析は、Mecking と Lücke⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾によって詳細に行われており、この解析結果を利用して段階Ⅲにおける堆積転位数 n を評価することが可能である。われわれは以前に Mecking らの解析法⁽²⁷⁾を用いて、段階Ⅲで双晶が発生する場合、双晶変形開始での堆積転位数 n は、次式によってよく表わされることを示した⁽⁹⁾。

$$n = \frac{2mRG(T)}{\tau_{T<\theta>}} \left(\frac{\sqrt{2}}{8\pi} - \frac{\gamma_{SF}}{Gb} \right) \exp(-B_{<\theta>T}) \quad (7)$$

ここで $\tau_{T<\theta>}$ は、 $\langle 100 \rangle$ から角度 θ の方位をもつ試片における τ_T の値である。式(7)を式(3)に代入し n を消去することにより、段階Ⅲで実測される双晶応力 $\tau_{T<\theta>}$ から積層欠陥エネルギー γ_{SF} の値を求めることができる。

3. 双晶応力からの純 Cu の積層欠陥エネルギーの評価

前節で述べたように、双晶応力 τ_T からの積層欠陥エネルギー γ_{SF} の導出は、式(6)または式(7)を式(3)へ代入することによって可能となる。Table 1 と 2 の実験値のほかに、この計算に必要なパラメータの値を Table 3 に示した。この Table の値は Table 1 と 2 の実験値から求められたものである。これらの値を用いて計算した γ_{SF} の値と、参考のために、双晶発生時の堆積転位数 n の値とを Table 4 に示す。

計算された γ_{SF} の値は、 $\gamma_{SF}=43.5 \pm 2 \text{ mJ/m}^2$ でよく表わすことができる。また逆に γ_{SF} の値を与えて、双晶応力の方位依存性を計算したところ、 $\gamma_{SF}=43.5 \text{ mJ/m}^2$ のときに実測した τ_T の方位依存性の傾向と最もよく適合した。この場合の計算結果を Fig.6 に実線で示した。以上の結果を総合すると、純 Cu の 4.2 K での積層欠陥エネルギー γ_{SF} は、

$$\gamma_{SF}=43.5 \pm 2 \text{ mJ/m}^2 \quad (8)$$

の値をとっていると考えられる。この値は、現在最も信頼

Table 3 Parameters relating to eqs. (1), (6) and (7).

Specimen number	R	$B(K^{-1})$	$\tau_{II}(0)/G(0)$ (10^{-3})	m
A 2 A 3 A 5 A 9	1.153	0.0020	3.10	1.34
B 1 B 2 B 3	1.080 1.090 1.080	0.0020	2.86	1.24
C 1 C 2 C 3	1.003 1.000 1.009	0.0019	2.44	1.06
M 3 M 4 M 5	0.962 0.961 0.967	0.0019	2.31	1.00
D 1 D 2	0.937	(0.0019)	2.18	0.94

Table 4 Values of γ_{SF} and n obtained from the analysis of experimental results.

Specimen number	θ_T	n	γ_{SF} (mJ/m^2)	Stage for onset of twinning
A 2 A 3 A 5 A 9	54.7°	45.2 45.2 45.5 45.4	45.4 45.4 41.7 42.1	II
B 1 B 2 B 3	47.5° 48.5° 47.5°	45.6 45.5 45.4	41.9 42.6 44.2	II
C 1 C 2 C 3	39.5° 38.0° 40.0°	36.5 35.1 38.1	43.6 44.6 42.7	III
M 3 M 4 M 5	35.3° 34.6° 34.7°	30.8 31.4 31.2	43.9 43.3 43.8	III
D 1 D 2	32.5°	27.1 27.3	43.5 43.3	III

されている weak-beam 法による室温での実測値 $\gamma_{SF}=41 \pm 9 \text{ mJ/m}^2$ ⁽²⁹⁾ともよく一致している†. このように、双晶

† 近年 γ_{SF} の値の温度依存性が問題にされ、純金属における γ_{SF} の温度依存性は、剛性率の温度変化あるいはそれより少し大きい程度と報告されている⁽³⁰⁾⁽³¹⁾. われわれの解析においてパラメータとして用いた τ_T や τ_{II} は、4.2 K での実測値あるいは 4.2 K への外挿値を採用しているの、今回得られた γ_{SF} の値は 4.2 K での値に対応している. この値は、平均値と比較すると、室温での weak-beam 法による実測値⁽²⁹⁾と比べて少し大きく、純金属における γ_{SF} の温度依存性の傾向⁽³⁰⁾と一致している.

ただし、純金属で実測された τ_T の値は、変形温度の上昇と共に増大しており⁽⁶⁾、温度上昇に伴う γ_{SF} の値の低下⁽³⁰⁾から期待される傾向とは一見逆である. この原因は、内部応力の緩和によるものである. このような場合でも、各温度での τ_T や τ_{II} の実測値を用いれば、内部応力の温度効果を分離して、各温度における γ_{SF} の値を求めることができるが、これについては別の機会に触れたい.

応力から積層欠陥エネルギーを求める方法は、巨視的力学特性を利用しうる点に大きな特徴があり、しかも十分信頼しうる精度の高い評価法であることが理解される.

次節では、この τ_T からの γ_{SF} の評価法を利用しやすうするために、式(3)の大括弧内第3項の内部応力項についてその特徴を検討し、内部応力の導出に用いた τ_{II} の測定をも必要としない簡便な評価式を示すとともに、この式を適用する際に必要な制約条件について述べる.

4. τ_T からの簡便な γ_{SF} 評価式とその適用条件

IV.1 節で述べたように、 τ_T からの γ_{SF} の評価法が種々の *fcc* 金属・合金に対して再現性のよい結果を与えるのは、式(3)から明らかのように、 γ_{SF} の値が堆積転位数 n に対して比較的鈍感であること、すなわち堆積転位から双晶転位に作用する内部応力が外力の 1.3 倍程度の低い値しか持たないことに起因している. Fig.8 は、今回の純 Cu の実験値を用いて、双晶の核生成時に、双晶転位に作用する内部応力 τ_i と外部から双晶転位に作用する 荷重応力 τ_T との比 $r_i (= \tau_i / \tau_T)$ の計算結果を示したものである. 図から明らかのように各方位の試片とも内部応力は外力の 1.3 倍程度の値になっていることがわかる. いま、式(3)の右辺の大括弧内第3項で示される内部応力項を $1.3/\sqrt{R}$ とおき、 β_1, β_2 に対して IV.1 節で述べた値を採用すると次式が得られる⁽⁹⁾.

$$\gamma_{SF} = \xi(R) \cdot \tau_T \cdot b_S \quad (9)$$

ここで

$$\xi(R) = 1.54 - \frac{1.48}{R} + \frac{2}{\sqrt{R}} \quad (10)$$

であり、 b_S はショックレー部分転位のパーガース・ベクトルの大きさである. $\xi(R)$ は、双晶とすべりの Schmid 因子比 R のみの関数で、方位だけに依存し、 $\langle 211 \rangle$ 軸試片では 2.04、 $\langle 111 \rangle$ 軸試片では 2.12 の値をもつ.

Fig.8 The ratio r_i of internal stress (τ_i) to twinning stress (τ_T) for various axis orientations of pure Cu crystals deformed at 4.2 K. Note that the internal stress acting on the twinning dislocations, which arises from a dislocation pile-up in our model, is only about 1.3 times as large as the applied stress.

注意を要することは、以前にも指摘したように、変形段階Ⅲのかなり進んだ段階で双晶が発生する場合には、交叉すべりによる内部応力の緩和のために、式(9)の近似が悪くなることである⁽⁹⁾。さらに、IV.2節の式(4)に含まれる m の方位依存性が金属・合金の種類によって必ずしも同一にならない(例えば、 $\langle 111 \rangle$ 軸試片の m の実測値が Ni 基合金⁽⁹⁾と今回の純 Cu とで異なる)ことや、変形中の試片軸移動に伴う R の値の変化を考慮に入れると、 m の値が1で変形中の軸方位移動の少ない $\langle 211 \rangle$ 軸試片が、式(9)を使つての γ_{SF} の評価に最適である。したがって、もし $\langle 211 \rangle$ 軸試片で段階Ⅲの初期までに双晶を発生させることができれば、

$$\gamma_{SF} \approx 2\tau_T b s \quad (11)$$

の関係⁽⁹⁾を用いて、双晶応力の測定値から積層欠陥エネルギーの値を直ちに見積ることが可能となる。式(11)はかつて Suzuki ら⁽⁴⁾によって先験的に用いられた関係式と同じであることは興味深い。

簡便式(11)を用いて実測の τ_T から求めた γ_{SF} の値が、式(3)と式(5)あるいは(6)を用いて厳密に計算した γ_{SF} の値とよく一致することは、Ag, Au および Cu の場合にすでに検証されている⁽⁹⁾。しかし、この式を使用するにあたっては、前述の条件、すなわち双晶変形が段階Ⅲの初期までに開始することという制約に注意する必要がある。一般に変形温度が高くなると、段階Ⅲの開始応力 τ_{II} が低下し、双晶変形の開始が段階Ⅲの後半に移行する。この場合、前述したように交叉すべりが頻発して内部応力を緩和するため、式(11)は成立しなくなる。換言すれば、式(11)の適用可能な変形温度に上限が存在する。

この臨界温度と双晶応力 τ_T の関係を、 $\langle 211 \rangle$ 軸試片について計算してみよう。Seeger らの交叉すべりの理論⁽²⁵⁾を用いると、式(1)に含まれる係数 B は次のように書くことができる⁽⁹⁾。

$$B = (k/A) \ln(\dot{\gamma}_0/\dot{\gamma}) \quad (12)$$

ここで k はボルツマン定数、 A は次式で与えられる。

$$A = \frac{0.35 G b^3}{\left(1 + \frac{n}{900}\right) \left(1 + \frac{180\gamma_{SF}}{Gb}\right)} \quad (13)$$

また、式(12)の $\dot{\gamma}$ は歪速度、 $\dot{\gamma}_0$ は定数で、今回の実験結果の解析によれば $5.4 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$ 程度の値である。段階Ⅲの開始点で双晶が発生する場合には、 $\tau_{II} = \tau_T/R$ であり、この関係および式(3)、(4)、(9)、(12)、(13)を用いると、式(1)は τ_T , T および $\dot{\gamma}$ の関数として表わされる。今回の実験で用いた歪速度 ($\dot{\gamma} = 4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) について計算した τ_T と T の関係を Fig. 9 の実線で示す。但し、この図では金属の種類に依存しない関係をあらわすため、規格化して縦軸を τ_T/G 、横軸を T/Gb^3 の単位にして示してある。また図中には参考のため、種々の fcc 金属および合金についての著者らの測定点⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁹⁾⁽¹⁵⁾を示した。ここで、記号の黒印、白印および白印の縦線入りは、それぞれ、双晶が変

Fig. 9 The normalized temperature versus twinning stress diagram for various fcc alloy crystals having the $\langle 211 \rangle$ specimen axis. Solid and open symbols indicate specimens subject to twinning in stage II and III, respectively. Symbols including a vertical line denote specimens twinned at the necked part. The solid curve shows the relation calculated for the twin nucleation at the onset of stage III by use of eq. (3) and the cross-slip theory⁽²⁵⁾.

形段階Ⅱ, Ⅲおよび試片のネック部で発生した場合に対応している。この図からも明らかなように、図中の実線より下側では双晶が段階Ⅱで発生し、上側では段階Ⅲで発生する場合に対応している。したがって、この実線近傍より下側では、交叉すべりによる内部応力の緩和がほとんど生じないので、式(11)は高い精度で成立する。

V. 結 言

金属の力学的性質を支配する重要な因子の一つである積層欠陥エネルギー (γ_{SF}) を双晶応力 (τ_T) から評価するためには、まず双晶形成理論の確立が必要である。本研究では、現在まで提案されている変形双晶形成に関するモデルの中で、双晶応力の結晶方位依存性などの巨視的特性までを説明する二つの理論、すなわち Venables⁽⁴⁾およびわれわれ⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁹⁾の理論に焦点を当て、この二つの理論が τ_T に対して互いに正反対の方位依存性を予測していることに着目し、実験的周到さの欠如の故に不明確であった Thornton らの Cu 結晶における τ_T の結晶方位依存性を低温実験で再検討し、これらの理論の検証を行った。また、 τ_T の実測値から厳密式を用いて γ_{SF} の値を決定するとともに、先に提示した γ_{SF} の τ_T からの簡便な評価式(9)の成立する条件を検討した。主なる結果を要約すれば、次の如くである。

(1) 純 Cu 結晶の 4.2 K における引張変形では、その試片軸方位がステレオ三角形の斜辺上で、 $\langle 100 \rangle$ からの角度 θ が 32.5° から 54.7° ($\langle 111 \rangle$ 方位) までの範囲において、変形段階ⅡまたはⅢで変形双晶が発生した (Fig. 2)。また試片軸がこの方位範囲より $\langle 100 \rangle$ に近づくにつれて

部での双晶の発生 (Fig. 4), あるいは双晶変形することなく破断に至った (Fig. 2).

(2) 双晶が変形段階Ⅲで発生する場合 (θ が 32.5° から 45° の範囲), 純 Cu 結晶の 4.2 K での τ_T は, 試片軸が $\langle 111 \rangle$ に近づくほど低下するが, 段階Ⅱで発生する場合には試片軸方位にほとんど依存しない (Fig. 6). この τ_T の方位依存性は純 Ag や Cu 合金で得られた結果⁽⁶⁾⁽¹⁵⁾と同じである.

(3) 上述の τ_T の結晶方位依存性は, われわれの双晶形成理論⁽⁶⁾⁽⁹⁾によってはじめて定量的に説明することができる (Fig. 6 の実線). しかし, Venables 理論⁽⁴⁾の予測 (Fig. 6 の破線)とは矛盾する.

(4) われわれが導出した τ_T からの γ_{SF} の厳密な評価法 (式 (3) および式 (6) または (7)) を用いて求めた Cu の γ_{SF} の値は $43.5 \pm 2\text{ mJ/m}^2$ である. また逆に, この値を用いて計算した τ_T の結晶方位依存性は, $\gamma_{SF} = 43.5\text{ mJ/m}^2$ のときに実測の方位依存性を最もよく説明しうる (Fig. 6 の実線). これらを総合して, 純 Cu の 4.2 K での積層欠陥エネルギーの値は $43.5 \pm 2\text{ mJ/m}^2$ と結論された (式 (8)). この γ_{SF} の値は, weak-beam 法による室温での値 $41 \pm 9\text{ mJ/m}^2$ ⁽²⁹⁾ともよく一致し, 上述の評価法が精度のよい巨視的測定法であることを示唆している.

(5) 上述の厳密評価式において, 双晶形成を助ける内部応力は, 双晶が段階Ⅲの初期までに発生する限り, 純 Cu においても, 他の fcc 金属および合金と同様に⁽⁹⁾, 外部からの負荷応力の 1.3 倍程度でしかないことが判明した (Fig. 8). この内部応力と負荷応力との関係を利用すれば, $\langle 211 \rangle$ 軸近傍の試片においては, 極めて簡便な式 $\gamma_{SF} \approx 2\tau_T b_S$ によって γ_{SF} の評価が可能となる (式 (11)).

(6) 変形温度が高くなって双晶の発生が段階Ⅲの後半へ移行すると, 内部応力の顕著な緩和が生ずるため, 上述の γ_{SF} の簡便な評価式はもはや成立しなくなる. この式の成立する上限温度を, 交叉すべりの理論⁽²⁵⁾を用いて, τ_T との関係において提示した (Fig. 9). この関係を目安とすれば, 簡便式の適用条件が判別できる.

文 献

- (1) H. Suzuki and C.S. Barrett : Acta Met., **6** (1958), 156.
- (2) P. Haasen and A. King : Z. Metallk., **51** (1960), 722.
- (3) R.R. Thornton and T.E. Mitchell : Phil. Mag., **7** (1962), 361.
- (4) J.A. Venables : J. Phys. Chem. Solid, **25** (1964), 685, 693.
- (5) E. Peissker : Z. Metallk., **56** (1965), 155.
- (6) S. Miura, J. Takamura and N. Narita : Proc. Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, Supplement to Trans. JIM, Vol. 9 (1968), p. 555.
- (7) N. Narita and J. Takamura : Phil. Mag., **29** (1974), 1001.
- (8) O. Vöhringer : Z. Metallk., **67** (1976), 518.
- (9) 成田舒孝, 幡野彰利, 高村仁一, 吉田基樹, 坂本弘樹 : 日本金属学会誌, **42** (1978), 533.
- (10) J.B. Cohen and J. Weertman : Acta Met., **11** (1963), 996.
- (11) J.P. Hirth : Deformation Twinning, Ed. by R.E. Reed-Hill, J.P. Hirth and H.C. Rogers, Gordon and Breach Sci. Pub., New York, (1964), 112.
- (12) M.N. Shetty : Trans. AIME, **233** (1965), 1787.
- (13) S. Mahajan and G.Y. Chin : Acta Met., **21** (1973), 1353.
- (14) H. Fujita and T. Mori : Scripta Met., **9** (1975), 631.
- (15) N. Narita and J. Takamura : Scripta Met., **9** (1975), 819.
- (16) J.W. Mitchell, J.C. Chevrier, B.J. Hockey and J.P. Monaghan, Jr. : Canad. J. Phys., **45** (1967), 453.
- (17) T.H. Blewitt, R.R. Coltman and J.K. Redman : Dislocations and Mechanical Properties of Crystals, Ed. by J.C. Fishers et al., John Wiley, New York, (1957), 179.
- (18) 例えば, E. Peissker : Acta Met., **13** (1965), 419.
- (19) W.C. Overton, Jr. and J. Gaffney : Phys. Rev., **98** (1955), 969.
- (20) H.B. Huntington : Solid State Phys., **7** (1958), 213.
- (21) B. Ramaswami, U.F. Kocks and B. Chalmers : Trans. AIME, **233** (1965), 1632.
- (22) J.A. Venables : Deformation Twinning, Ed. by R.E. Reed-Hill, J.P. Hirth and H.C. Rogers, Gordon and Breach Sci. Pub., New York, (1964), 77.
- (23) T.H. Blewitt and J.K. Redman : Bull. Amer. Phys. Soc., **7** (1962), 199.
- (24) T.E. Mitchell : Progress Appl. Materials Res., **6** (1964), 117.
- (25) A. Seeger, R. Berner and H. Wolf : Z. Phys., **155** (1959), 247.
- (26) A. Seeger : Dislocation and Mechanical Properties of Crystals, Ed. by J.C. Fishers et al., John Wiley, New York, (1957), 243.
- (27) H. Mecking and K. Lücke : Acta Met., **17** (1969), 279.
- (28) K. Lücke and H. Mecking : The Inhomogeneity of Plastic Deformation, ASM, Ohio, (1973), 223.
- (29) D.J.M. Cockayne, M.L. Jenkins and I.L.F. Ray : Phil. Mag., **24** (1971), 1383.
- (30) H. Saka, T. Iwata and T. Imura : Phil. Mag. A, **37** (1978), 291.
- (31) H. Saka, T. Kondo and T. Imura : Phil. Mag. A, **47** (1983), 859.