研究

電子線衝撃溶解法によって作製した Ta 単結晶の 機械的性質におよぼす結晶方位の影響*

金子 武**

Takeshi Kaneko: The Effect of Crystallographic Orientation on Mechanical Properties of Ta Single Crystals Grown by Electron Beam Melting Methods.

Effects of cold roll and compression on Ta single crystals grown by electron beam melting methods were systematically studied.

The rolling effect was determined using X-ray techniques and microphotography at successive stages of rolling, and the operating slip systems were determined from observations of slip traces on the side and front surfaces rolled. The mean grain size and the mean strain were determined by using the Hall method. The rolling texture was determined by the X-ray pole figure method at successive stages of rolling.

Stress-strain curves of various Ta single crystals were obtained in order to clarify the effect of compressive deformation. The following results were obtained: According to the X-ray investigations and surface observations, the mechanical structure of Ta single crystals subject to cold rolling is destroyed in the order, $\{110\}-\langle 110 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$, $\{111\}-\langle 110 \rangle$, and $\{100\}-\langle 010 \rangle$ and $\langle 011 \rangle$.

The work-hardening effect of Ta crystals, examined by using compression tests, was determined to be, small and in the order, of directions $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ and $\langle 100 \rangle$. The cold-rolled texture of Ta single crystals is grouped in $\{100\}-\langle 110 \rangle$ and $\{111\}-\langle 112 \rangle$ orientations, and it is the same as that of Fe single crystals.

(Received July 24, 1989)

I 緒 論

最近、電子線衝撃溶解法の発達と共に、高純度の高融点体心立方型金属の単結晶が比較的容易に製作されるようになり、その塑性変形機構を解明する試みが次第に行われた¹⁾。一方、宇宙原子力時代といわれる今日において異常環境における飛しょう体用耐高速、耐高温、耐高圧材料の研究開発の必要性に迫られるのは当然のことである。

そこで、耐熱性、耐蝕性にすぐれ、また、展延性に富む Ta について塑性変形機構を研究することは極めて重要になってきた。

本研究では電子線衝撃溶解法によって作製した Ta 単結晶の圧延によって生ずる内部ひずみ、真の結晶粒径、硬さ、表面模様をデイフラクトメータ、硬さ計、光学顕微鏡、電子顕微鏡などを用いて測定観察し、さらに圧延面の結晶方位と圧延集合組織の関係を極点図法及びラウエ写真法によって調べた。

また、圧延の過程に非常に関係の深い圧縮過程に関して、結晶方位の影響を明らかにするために比較的主方位

に近い単結晶試料について応力-ひずみ曲線を求め検討を行った。

以下にそれらについて述べる。

II 実験方法

II-1 試料作製方法

淵川金属(株)製の粒状 Ta (平均粒径 50~60 μm) を電子線衝撃溶解炉 (日本電子製 JEBM 103) のハース内に均等に入れた後、炉内の真空度が $5 \times 10^{-5} \text{ mmHg}$ になったところで鑄型を水平移動させ、原料の一端から逐次他端まで電子レンズで偏光された一定の強さの電子線束を一様に当てて溶解し、この操作を20回繰返して(ハース内は冷却装置付)粗大結晶を得た。原料として用いた粒状 Ta の主な不純物を Table 1 に示す。腐蝕後、長さが 15 mm 以上の単結晶部の結晶方位をラウエ写真を撮って決めた後、ひずみの入らぬように切り出し、整形研摩後、さらに腐蝕して約 0.1 mm 厚だけ取り去ったもの

* 平成元年 7 月 24 日受理。

** 防衛庁技術研究本部第 1 研究所第 1 部、〒153 目黒区中目黒 2-2-1。

Table 1 Chemical composition (wt%).

Al	Cr	Cu	Fe	Mg	Nb	Ni	Si	Ti	O	C	N	H
0.002	0.002	0.001	0.0021	0.001	0.0045	0.0015	0.005	0.002	0.08	0.0021	0.001	0.001

を単結晶試料として用いた。Fig. 1 に使用した全単結晶試料のうち代表的な単結晶試料の結晶方位を示した。図中の数字は試料番号で、面方位とは試料表面に垂直な方向の結晶方位で、圧延方位とは試料の長さの方向の結晶方位である。使用した化学腐蝕液は

conc. HF500cc + conc. H_3PO_4 40cc
+ conc. HNO_3 30cc + conc. H_2SO_4 10cc

の混合液である。

II-2 圧延方法

種々の結晶方位を有する Ta 単結晶試料を圧延機（大野製作所製，Work Roll（直径 50 mm）により圧延の方向を逆にする事なく，毎回の圧延率 2 % 程度で結晶の成長方向（軸方向）に平行に所定の圧延率まで室温で圧延を繰返した。

II-3 顕微鏡観察

先ず，圧延したままの表面を金属顕微鏡（olympus PN₆）で観察した。次いで上述の腐蝕液で腐蝕して表面層厚 0.1 mm だけ除去したものの圧延面，側面および圧延方向に垂直な面の表面観察を行った。電子顕微鏡（日

本電子製 JEM-T1 型）観察はクロム・シャドウ・カーボン 2 段レプリカ法で行った。

II-4 X 線観察

各圧延率（30～90%）で圧延した圧延板についてデイフラクトメータ（理学電機製 MODEL D-3F）を用い，Cu-K α_1 線を照射し，圧延面に平行になっている結晶面からの反射 X 線強度を求め，これら結晶面からの X 線反射強度が圧延につれて変わる様相と圧延量との関係を調べた。

また，同時にステレオ三角形の {100}<100>，{110}<110>，{110}<100> 及び {111}<110> に比較的近い方位を持つ試料について圧延面の表面を腐蝕して表面層除去後のラウエ写真を撮った。すなわち，これらの試料を 30%，60% 及び 90% の各圧延率において両面から腐蝕して約 0.1 mm 厚取り去ったものについて Cu-K α_1 線を使用してラウエ写真を撮って圧延率による反射 X 線強度の比較検討を行った。

Hall²⁾によると結晶格子にひずみが入ると X 線回折線の半価幅に変化が生じ，その間には次の関係がある。

$$\Delta(2\theta) \cdot \cos \theta / \lambda = 1/L + 2E \cdot \sin \theta / \lambda$$

E: 格子ひずみ

λ : X 線波長 (Cu-K α_1 , 1.5405)

θ : 回折角度 (Bragg 角)

L: 結晶粒径 (Å)

$\Delta(2\theta)$: 積分幅 (rad)

実際には，デイフラクトメータ自身の X 線回折幅の広がりやを考慮しなければならないので，本実験においては，真空中，870°C で約 5 時間焼鈍した α -Fe を標準試料としてデイフラクトメータによる広がり $\Delta_0(2\theta)$ を求め，次式により試料の真の積分幅 $\Delta(2\theta)$ を求めた。

$$\Delta(2\theta) = \sqrt{\Delta_1^2(2\theta) - \Delta_0^2(2\theta)}$$

$\Delta_0(2\theta)$: 装置による広がり

$\Delta_1(2\theta)$: 測定積分幅

$\Delta_1(2\theta)$ は各圧延率で圧延したものについて，それぞれ前記の化学腐蝕液で表層部を約 0.1 mm 厚取り去った後，デイフラクトメータを用い回折強度曲線を求め各ピークの半価幅を測定して求めた。

また，結晶方位の異なる冷間圧延板の初期方位と圧延集合組織の関係を調べるために腐蝕して 0.1 mm 厚除去した圧延板について背面反射法により CuK α_1 線を圧延板になるべく多くの方向から入射させ，それぞれの (110) 反射を測定した。すなわち，デイフラクトメータ

Fig. 1 The crystallographic orientation of the normal to the top surface of the tested single crystal plate.

を使用して X 線の入射面に回転軸を持ち、毎分 5 度で回転する回転試料台に圧延板の表面が回転軸に垂直になるように取り付けて回転軸が入射 X 線と反射 X 線とのなす角の 2 等分線上にあるときを 0° とし、 30° から 65° の間を各 3° ずつ変えて、各角度における X 線反射強度を回転角の関数として測定した。次いで、電子線衝撃溶解した Ta を粉末にしたものについて、同様の条件で X 線反射強度を測定し、前述の圧延板の値との比をとり、これを X 線反射強度比として、このようにして得られた (110) 面の X 線反射強度比をステレオネットの $30^\circ \sim 65^\circ$ の間に記録し、(110) 極点図を作成した。

また、強圧延板 (90%, 95% 圧延率, 中間焼鈍なし) の内部結晶組織を見るために約 0.05 mm 厚になるまで両面から腐蝕を行い透過 X 線回折写真 (Cu Target, 35 kv, 10 mA) を撮って圧延集合組織を調べた。

II-5 硬さ測定

初期結晶方位の異なる圧延板を前記の腐蝕液で腐蝕したものについて、硬さの違いを調べるために島津微硬度計 M 型 (電動式, 自動負荷方式) を用いてビッカース硬さを測定した。測定条件は荷重 200 gf, 負荷時間 10 sec とし、圧延面上で続けて 5 個所ビッカース圧子の打ち込み角度を一定 (打ち込み角度 0°) にして測定し、その平均値をとった。

II-6 圧縮試験

種々の方位を持つ単結晶試料の圧縮試験を行った。試験機はインストロン型を用いた。ひずみ速度は、 $10^{-4} \sim 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$ 程度である。また、光学顕微鏡により圧縮変形後の表面状態を観察した。

III 実験結果

III-1 圧延の影響

電子線衝撃溶解炉により成長させた Ta 単結晶試料を各圧延率で圧延し、その表面を観察した結果、初期結晶方位の違いによって Ta 単結晶の破壊模様に異方性が見られた。ステレオ三角形で初期結晶方位が比較的 $\{100\} \langle 100 \rangle$ に近いものは破壊されにくいが $\{111\} \langle 111 \rangle$ あるいは $\{110\} \langle 100 \rangle$ に近づくにつれて破壊されやすくなり、遂には圧延率 50% 付近から結晶微細化が起こり腐蝕模様も小さくなっている。

特に、 $\{110\} \langle 110 \rangle$ に近いものは圧延の初期段階で結晶粒径も細かくなっており破壊の度合いが大きくなっている。腐蝕模様も顕微鏡観察から圧延率 30% 程度で著しく小さく破壊されているようである。初期結晶方位の違いによる異方性が表れている。

Photo. 1 は、初期結晶方位が比較的 $\{110\} \langle 111 \rangle$ に近い試料 No. 2 について 30%, 60% 及び 90% の圧延率で圧延を施した圧延板の圧延面の表面観察写真である。因みにこれらは腐蝕により、その表層部を 0.1 mm 厚取り除いたものである。腐蝕模様は圧延面では圧延率が 30% では比較的大きく冷間加工の程度が 60% では小さく破壊されておりその形状が複雑になり次第に圧延方向に引き延ばされているが 90% になると先端が細長くなっており、その先端が丸味を帯びているのが観察されている。

一方、どの圧延板においても低圧延率で圧延した試料では明瞭なすべり線が観察された。

Photo. 2 は、その 1 例である。(A) は、初期結晶方位が比較的 $\{110\} \langle 100 \rangle$ に近い試料のすべり線を前記した腐蝕液で腐蝕して表層部を 0.1 mm 厚取り除いた後に観察したものである。すべり線は微細であることが観察できた。(B) は、初期結晶方位が比較的 $\{111\} \langle 112 \rangle$ に近い試料を前述の腐蝕液で処理したものである。交差すべりを示している腐蝕模様がよく観察された。

Photo. 1 Photomicrographs of the specimens No. 2 of which the 0.1 mm surface layer was removed by chemical etching in the reagent ($50 \text{ HF} + 40 \text{ H}_3\text{PO}_4 + 5 \text{ HNO}_3 + 5 \text{ H}_2\text{SO}_4$) for 30 minutes.

A: 30% rolled B: 60% rolled C: 90% rolled

Photo. 2 Slip bands on the surface of the specimens.
(A) the specimen No. 1 reduced by 70%. initial orientation is $\{110\}\langle 100 \rangle$
(B) the specimen No. 30 reduced by 65%.

Photo. 3 Electron microphotographs of the specimen No. 2
A: 30% rolled B: 60% rolled C: 90% rolled

Photo. 3 は、試料 No. 2 の圧延板を前述の腐蝕液で 10 分間腐蝕した後の圧延面の電子顕微鏡写真 ($\times 2000$) である。圧延率 30% ですでに結晶が碎かれ始めて圧延率が 60% になるとさらに細かく碎かれて長く引き延ばされて先端が細長くなっているのが観察された。

さらに、圧延率が 90% になると丸味を帯びた腐蝕模様が消失しかかっているのが観察された。写真からすべり線は波状で枝分かれしており、すべり面が 1 つの結晶面に限られていないことを示している。

体心立方型金属である Ta のすべり帯は室温付近では波打っており定まったすべり面を持たない。電子顕微鏡ですべり線を観察してもすべり線は滑らかにいろいろな方向に走っているのが観察された。

一方、各圧延板の X 線回折強度の測定の結果、腐蝕前と腐蝕後を比較すると腐蝕前ではいろいろな面からの X 線回折強度が見られたので、腐蝕後の X 線回折を改めて行った。その結果、特に強い回折強度を示すものは、(200) 及び (211) であった。また、圧延率の増加と共に、特に、(200) 面からの回折強度が著しく強く、(211) 面の回折強度がそれに次いだ。これより Ta 圧延集合組織は {200} 面を主方位に {211} 面が副方位になるものと推定できる。

前記したように Hall に依ると各圧延板に対応する直線を外挿した $\Delta(2\theta) \cdot \cos \theta / \lambda = 0$ の縦軸の値は真の結晶粒径 ($\text{\AA}$) の逆数を示す。また、それらの直線の勾配は格子ひずみを表している。この式により圧延による結晶の碎かれ具合を明らかにした。

Fig. 2 に、代表的試料 No. 2 の回折強度曲線から得られた積分幅 $\Delta(2\theta) \cdot \cos \theta / \lambda$ と Bragg 角 $\sin \theta / \lambda$ の関係を示す。他の圧延板についても同様の関係が得られた。圧延率が増加していくに伴って $\Delta(2\theta) \cdot \cos \theta / \lambda$ の値は増加しているが、この値は前記したように結晶粒径の逆数を示しているために結晶粒径が小さくなっていることが理解できる。

Fig. 3 に、初期結晶方位の異なる各試料について Hall の式から得られた結晶粒径と圧延量との関係を示す。その結果、ステレオ三角形で $\{110\}\langle 110 \rangle$ 及び $\langle 111 \rangle$ に比較的近い方位のものは結晶粒径は小さく結晶が碎かれ易くなっていることが推定できる。次いで

Fig. 2 Relation: $\Delta(2\theta) \cdot \cos \theta / \lambda$ vs. $\sin \theta / \lambda$ of the specimen No. 2.

Fig. 3 Relation between the grain size vs. rolled reduction.

{111}<112> に比較的近い方位のものが続き、また、{100}<100> 及び <110> に比較的近いものは結晶粒径は前者に比較して大きくなっていて、一番結晶が砕かれにくいと思われる。また、結晶粒径は顕微鏡観察写真の腐蝕模様の大きさとはほぼ一致している。

一方、初期結晶方位が比較的 {111}<110> に近い試料 No. 1, {110}<111> に比較的近い No. 21 及び {100}<110> に比較的近い No. 31 については圧延率が60%程度までは結晶粒径が大きくなっているがこれらの試料は初期結晶方位が <111> 及び <110> に近くなっているために圧延の初期段階で各すべり系に沿ってわずかな変形が起こり、この部分に転位がからみ合い変形抵抗が生じ、このために圧延率60%あたりまでは結晶粒径が大きくなっており以後圧延率の増加に伴って微細化していくものと思われる。

次に、各圧延板について硬さ測定を行った。

Table 2 に、初期結晶方位の異なる圧延板の各圧延度におけるピッカース硬さを示す。これらの値は圧延前の結晶の面方位が {100} に比較的近くて、圧延方位が <100>, <110> 及び {100} 面で圧延方位がステレオ三角形の中央に近いもの、{111}<110> 及び {112} 面で圧延方位がステレオ三角形の中央に比較的近いものならびに初期結晶方位が {110}<100>, <110> 及び <111> に比較的近いものを軸方位（生長方向）の方向にそれぞれ所定の圧延率まで圧延した圧延板の圧延率に応ずる硬さの関係を示したものである。X 線回折強度の測定から {111} 回折面に強い強度の増加を示す試料 No. 18 と {100} 回折面に強い強度を示しているもののうち No. 28 とを比較してみると、No. 18 の方が加工硬化の程度が著しくなっており、一般的に冷間加工による最終安定方位が {100}<110> になるときは加工硬化がゆるやかであり {111}<112> であるときは加工硬化が著しいという報告

Table 2 Vickers hardness of the rolled specimen.

Normal direction	Rolled direction	Specimen number	Rolled reduction (%)						
			30	40	50	60	70	80	90
{100}	<100>	No. 36		123	137	127	137	123	127
{100}	<110>	No. 28	110	110	110	118	118	118	148
{100}	<110>	No. 31		93	114	123	132	123	148
{100}	中央	No. 26		107	114	127	127	123	103
{111}	<110>	No. 18	137	143	127	137	148	143	148
{111}	<110>	No. 1	114	115	116	117	114	115	118
{111}	中央	No. 27	127	132	123	110	110	110	137
{111}	中央	No. 30		107	114	123	137	103	123
{110}	<111>	No. 21		114	118	123	127	110	143
{110}	<110>	No. 32	107	108	114	118	123	114	127
{110}	<111>	No. 2	118	120	122	132	118	127	143
{110}	<111>	No. 37	123		127		137	132	148
中央	中央	No. 45	97	103		110	127		137

Fig. 4(1) (110) pole figure of the specimen No. 54 cold rolled by 50%.

×: represents the initial orientation of the specimen No. 54.

◇: represents the (001) [110]

○: (117) [071]

Fig. 4(2) (110) pole figure of the specimen No. 54 cold rolled by 90%.

×: represents the initial orientation of the specimen No. 54.

◇: represents the (001) [110]

○: (115) [110]

と一致している。

総合的に考察すると初期方位が $\{100\}\langle 100\rangle$, $\langle 110\rangle$ または, $\{100\}$ 面で圧延方向がステレオ三角形の中央に比較的近いものは冷間加工による加工硬化の程度がゆるやかであるが, $\{111\}\langle 110\rangle$, または, $\{111\}$ 面で圧延方向がステレオ三角形の中央部にくるもの, $\{110\}\langle 100\rangle$, $\langle 110\rangle$ または $\langle 112\rangle$ になるに従って加工硬化の程度が著しくなっていることがわかった。

Photo. 4 Transmission laue photographs of the specimens.

(1) No. 31 (2) No. 21 (3) No. 30 (4) No. 32

他方, Ta 単結晶の圧延集合組織を調べるために, (110) 極点図を作成した。

Fig. 4 (1), (2) は, 試料 No. 54 の圧延率50%及び90%に冷間圧延を行った圧延板の (110) 極点図を示す。50%冷間圧延した結果の (110) 極点図から圧延集合組織は, (117)[071] 方位に近くなっている。さらに, これを90%まで圧延を繰返した圧延板の極点図からは, 圧延集合組織は (100)[110] 方位に次第に近づいている。

初期結晶方位から時計方向へ約 30° の回転を起こしている。以上 (110) 極点図の製作から電子線衝撃溶解法により製作した Ta 単結晶の圧延集合組織は, 元の単結晶の方位から次第に (100)[110] 方位に近づいていることがわかる。

また, 強圧延板 (95%圧延率) の内部組織を見るために約 0.05 mm 厚になるまで両面から腐蝕を行い透過 X 線回折写真を撮って検討した。

Photo. 4 は, 95%圧延板の透過 X 線回折写真の 1 例である。(1)は, 初期結晶方位が $\{100\}\langle 110\rangle$ に比較的近い方位の試料 No. 31 の透過 X 線回折写真である。圧延後の方位は $\{100\}\langle 110\rangle$ 方位に近く集合している。

(2) 及び (3) は, 初期結晶方位が $\{111\}$ でステレオ三角形の中央部に比較的近い試料 No. 21 及び No. 30 の透過 X 線回折写真である。No. 21 の圧延後の方位は $\{100\}\langle 110\rangle$ を方位に近く集合しており, No. 30 では, $\{111\}\langle 112\rangle$ 方位に近く集合していることが明らかとな

Fig. 6 Stress-strain curves.

極点図法による方法，ならびに透過X線写真法による考察と同様に圧延集合組織は，すでに60%から認められており $\{100\}\langle 110 \rangle$ であるのと一致している。

また，圧延板の表層部を腐蝕しなかったものと腐蝕により表層部を0.1 mm厚取り除いたものとを比較してみるとX線背面写真に変化が生じていて腐蝕しなかったものは表層部の結晶組織が微細になっており微細結晶粒がいろいろに傾斜して at random な方向を有している事が推察できる。

III-2 圧縮効果

Fig. 6 は，初期結晶方位が $\langle 100 \rangle$ ， $\langle 110 \rangle$ ， $\langle 111 \rangle$ 及び $\langle$ ステレオの中央 $\rangle$ に比較的近い，No. 28，No. 38，No. 24，No. 17 の応力-ひずみ曲線を示す。 $\langle 100 \rangle$ に比較的近い No. 28 は，加工硬化率が大きく僅かな第1変形段階を経て直ぐに第2変形段階へ移る傾向を示している。これは，変形の最初から二つ以上のすべり系が働くためと考えられる。 $\langle 111 \rangle$ に比較的近い No. 24 の応力-ひずみ曲線には長い直線関係が見られる。 $\langle 110 \rangle$ に比較的近い No. 38 の応力-ひずみ曲線は放物線的に緩やかに上昇しており，長い第1変形段階が見られる。ステレオ三角形の中央に近い No. 17 の応力-ひずみ曲線は，No. 38 と良く似た曲線となり，第1変形段階がやや No. 38 に比べて低いが第2変形段階からは僅かに高い加工硬化を示している。全体的に今回の電子線衝撃溶解法で成長させた Ta 単結晶の応力-ひずみ曲線にはほとんど Yield drop を持つ降伏点が観察されなかった。以上の結果からステレオ三角形上 $\langle 100 \rangle$ ， $\langle 111 \rangle$ ， $\langle$ ステレオの中央 $\rangle$ 及び $\langle 110 \rangle$ の順で加工硬化率は小さくなっている。 $\langle 100 \rangle$ から $\langle 110 \rangle$ へ行くに従って加工硬化率は小さく

Photo. 6 Photomicrographs of slip markings on specimens No. 28 and No. 38.

A. the specimen No. 28 reduced by 25%. the initial orientation is $\langle 100 \rangle$.

B. the specimen No. 38 reduced by 0.8%. the initial orientation is $\langle 110 \rangle$.

なっている。 $\langle 100 \rangle$ から $\langle 111 \rangle$ へ行くに従って第1変形段階に余り差は認められなかったが， $\langle 111 \rangle$ - $\langle 110 \rangle$ 帯上 $\langle 110 \rangle$ に近づくにつれて加工硬化率は小さくなっている。

Photo. 6 は，試料 No. 28 及び No. 38 の圧縮変形後，前述の腐蝕液で表層部を0.1 mm厚取り除いた後の表面観察写真である。圧縮力に依る結晶の破壊模様を観察するとステレオ三角形で比較的 $\langle 100 \rangle$ 方位に近い No. 28 では圧縮率25%で結晶が大きく砕かれているが，ステレオ三角形の $\langle 110 \rangle$ に比較的近い No. 38 では圧縮率0.8%で微細なすべり線の跡が多く観察された。上記の No. 28 では変形の後期まで圧縮した結晶は層状構造を呈していることが明らかとなった。

IV 考 察

電子線衝撃溶解法で製作した Ta 単結晶の圧延過程を表面観察及び X 線観察の結果から考察すると圧延による結晶の微細化は，その初期結晶方位が $\{100\}\langle 100 \rangle$ 及び $\langle 110 \rangle$ ， $\{111\}\langle 112 \rangle$ 及び $\langle 110 \rangle$ ， $\{110\}-\langle 111 \rangle$ 及び $\langle 110 \rangle$ 方位にそれぞれ近いものは，この順に見かけの粒径 ($\text{\AA}$)，腐蝕模様が小さくなって砕かれ具合も激しくなっているようである。これは，圧延の初期段階では圧縮力が働くために板面の法線方向の結晶方位が最初から $[100]$ にあるときは，8組の迂り系で迂りが同時に起こり， $[111]$ にあるときは，6組の迂り系で迂りが起こり，また， $[110]$ にあるときは，4組の迂り系で迂りが同時に起こることに関連する。体心立方型金属の場合には，すべりの生ずる面の方位は結晶学的に明確ではなく，一つのすべり系の発達はすべり面の平均方位とすべり自体の大きさの2つの条件を満たすと開始され，その機構は面心立方金属に比べて，ごくわずかしら知られていない。Fe のみが系統的な研究の対象となってきた。Fe では活

動的なすべり系として、 $(110)[\bar{1}\bar{1}1]$ が観察されてきた。また、表面観察写真から初期結晶方位が $\{100\}\langle 010 \rangle$ に比較的近い試料では、圧延率90%付近から $\{111\}\langle 110 \rangle$ に比較的近いものは70%付近から、また、 $\{110\}\langle 111 \rangle$ に比較的近いものは60%付近から腐蝕模様が引き延ばされており、逐には消失しかかっているのが観察された。これは、圧延率がこの付近から圧延板の内部では引張り力が働いたためと考えられる。X線回折強度測定から考察すると圧延による集合組織は60%付近から始まっており、腐蝕して0.1mm厚除去した圧延板のX線回折は、 (200) 、 (211) 、 (400) 面からのX線回折が主で、特に、圧延率の増加とともに (200) 面からの回折強度が増加しており、 (211) 面が次いでいた。また、圧延したままの圧延板のX線回折強度測定から考察すると多くの結晶面からの反射があり圧延面では各結晶粒が破壊され、それらの微細結晶粒がいろいろに傾斜して、at randomな方向をしているためであり、また背面X線回折写真からも明らかなように圧延率の増加と共に結晶格子がわん曲して、そのためにX線回折像の線幅が広がっており、デバイ・シェラー環を生ずるに至っていると推定される。

一方、圧延集合組織については、代表的体心立方型金属であるFeの圧延集合組織がBarrettとLevenson⁹⁾らによって提案されているように最終安定方位が二つのグループに分けられる。1つは、 $(111)[11\bar{2}]$ のように、 (111) 面が圧延面に平行になることである。そして1つは、 $(100)[011]$ または、 $(211)[0\bar{1}1]$ のように圧延方向に平行に $\langle 110 \rangle$ 方位を持つこととされており、今回の実験では $\langle 110 \rangle$ 極点図からは、 $\{100\}\langle 011 \rangle$ 方位へ、ま

た、X線回折写真からは $\{111\}\langle 112 \rangle$ 方位にも集合していることがわかり良い一致をみた。

V 結 論

(1)X線観察及び表面観察の結果から、Ta単結晶の圧延による碎かれ具合は、初期方位がステレオ三角形で $\{100\}\langle 010 \rangle$ 及び $\langle 011 \rangle$ 、 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 、 $\{110\}\langle 110 \rangle$ 及び $\langle 111 \rangle$ に比較的近いものは、この順に真の結晶粒径も小さくなっており従って碎かれ具合も激しくなっているものと考えられる。

また、硬さ測定からも加工硬化の程度が著しくなっている。

(2)Ta単結晶の圧縮試験により、加工硬化率は、 $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 111 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ の順に小さくなっており、 $\langle 100 \rangle$ — $\langle 110 \rangle$ 、 $\langle 111 \rangle$ — $\langle 110 \rangle$ 上 $\langle 110 \rangle$ へ行くに従って加工硬化率は小さくなっている。また、 $\langle 100 \rangle$ — $\langle 111 \rangle$ 上では、 $\langle 111 \rangle$ へ行くに従って加工硬化率はかなり小さくなっている。

(3)Ta単結晶の圧延集合組織は代表的体心立方型金属であるFeの圧延集合組織と同様に $\{100\}\langle 011 \rangle$ 、 $\{111\}\langle 112 \rangle$ 方位に近く集合している。

文 献

- 1) T. Taoka, E. Turubayashi and S. Takeuchi: *Transaction of National Research Institute for Metals.*, vol. 9, No. 4, (1967).
- 2) Hall, W. H.: *J. Inst. Met.*, 75 (1948-49), 1127; *Proc. Phys. soc.*, A62 (1949), 741.
- 3) C. S. Barrett and L. H. Levenson: *Trans. AIME*, 145 (1941), 281.

会 告

"Hot Isostatic Pressing of Ceramics, Metals, Composites, Coatings, and Engineering Plastics"

主 催 : Gorham Advanced Materials Institute.
日 付 : 1990年6月7日(木), 8日(金)
場 所 : Red Lion Hotel Sea Tac, Seattle, Washington
U.S.A.
基調講演 : 小泉 光恵 (龍谷大)

学会チャーマン及び連絡先
〒940-21 長岡市上富岡町1603-1
長岡技術科学大学 機械系 石崎 幸三
Tel 0258 (46) 6000 Fax 0258 (46) 6972