α Cu-Al 単結晶の球状圧子による変形機構(I. 圧子押込みの場合)[†]

小林 真 造* 原 田 貴 夫** 三 浦 精***

Mechanism of Deformation in α Cu-Al Single Crystals
by Spherical Indentor
(I. Simple Indentation)

by

Shinzo KOBAYASHI*, Takao HARADA** and Sei MIURA***

Indentation tests using a steel ball were carried out on the (001), (011) and (111) faces of α Cu-Al single crystals in order to elucidate the mechanism of plastic deformation produced in the surface layer. The indentation configuration produced by the indentor and the slip trace distribution were studied in detail.

In addition, the dislocation density around the indentation on the (111) and $\bar{2}11$ faces was revealed by removing successively the thin surface layers and developing etch pits on the exposed surfaces.

The results obtained are summarized as follows:

- (1) The slip tends to occur in the $\langle 110 \rangle$ direction on the (001) and (011) crystal faces.
- (2) In the case of indentation on the (111) face, the slip occurs on two sets of planes arranged in truncated triangular pyramids, one diverging and the other converging into the material.
- (3) The distributions of the dislocation density and the range of plastic deformation on the (111) and $\bar{2}11$ faces were clarified.

Key words: Indentation, Dislocation density, Single crystal, Slip trace

1 緒 言

摩擦を繰返す条件のもとで使用される機械部品の精度や寿命は接触部での摩擦によって左右されることはよく知られている。

金属の摩擦の中でもアブレッシブ摩擦と呼ばれているものは、相手方の鋭い突起あるいは生成された摩擦粉が接触面に食込む形で摩擦されるために起ることが多い。

したがってこのような摩擦部での変形機構を明らかにし、摩擦機構を解明するためにはまず相手方の突起が押付けられて食込んだ場合の変形について知る必要がある。金属はその種類によって特有なすべり系を持っているのでこのような場合の変形機構を明らかにするためにはすべり系が明らかになっている結晶を用いて微視的な面から考察するのが有効である。

これまでこの問題を明らかにするために Dyer は銅の単結晶に球状圧子を押付けた場合の転位分布を調べ¹⁾、曾田らも銅およびアルミニウムにくさび形圧子を

押込んだ場合の表面損傷の異方性を報告している²⁾。また、Keh は酸化マグネシウムの結晶に球状あるいは四角すいの圧子を押し付けて、転位パターンを明らかにし³⁾、Rinder らはゲルマニウムやシリコンの結晶の球状圧子を押付けた場合のエッチピット分布を調べている⁴⁾。

さらに吉岡らは円すい形圧子による銅単結晶の圧こん形状および転位を観察している⁵⁾。しかしこれらの実験結果はいずれも圧こんを押付けた面について調べたもので、内部に向って塑性変形がどのように及び、また転位分布がどのように変化するかを明らかにした研究は現在のところほとんど見当たらない⁶⁾。

そこで本研究は平面上を相手方の突起が摩擦する場合に想定される突起の食込みを考え、 α Cu-Al 合金の単結晶の (001), (011) および (111) 面に対して球状の圧子を垂直方向に押込む実験を行い、それぞれの面で生じる圧こんの形状とその周辺に発生するすべり線を観察し、変形機構について考察するとともに、と

† 原稿受理 平成元年2月6日 Received Feb. 6, 1989

* 正 会 員 同志社大学工学部 京都市上京区烏丸今出川, Faculty of Engineering, Doshisha University, Karasuma-Imadegawa, Kamigyo-ku, Kyoto

** 正 会 員 鐘紡(株) 高槻市梶原, Kanebo Co., Ltd., Kajiware, Takatsuki

*** 正 会 員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町, Faculty of Engineering, Kyoto University, Yoshida-honmachi, Sakyo-ku, Kyoto

くに (111) 面に押込みを与えた場合については表面から順次薄層を除去するごとに腐食法による転位観察を行い、内部でのすべりの状態を明らかにするとともに、深さ方向への塑性変形の程度とその及ぶ範囲を明らかにした。

実際の粗い面同士の摩擦では突起が相手方に食込む形で引っかく状態が多く起っていることを考えると、このような押込みによる実験結果は実用機械部品の摩擦形態の基本的な機構を解明するのに役立つものである。

2 試験片および実験方法

2・1 試験片

供試材は純度 99.96% の無酸素銅と 99.99% のアルミニウムを真空溶解したのち圧延した Cu-14.7 at % Al 合金で、板状の素材から Bridgman 法によって円柱状の単結晶試験片を作成した。単結晶作成時の真空度は約 5.0×10^{-5} torr に保ち、炉の移動速度は 30 mm/h とした。この試験片から $15 \times 10 \times 8$ mm の直方体試験片を放電加工によって切り出したが、 15×10 mm の面が (001) 面、(011) 面あるいは (111) 面のいずれかになるように方位を決めた。切り出した単結晶の面方位の誤差は X 線背面反射ラウエ法により $\pm 1^\circ$ 以内であることを確認した。その後機械研磨を行い、さらに転位密度を減少させるために真空度 5.0×10^{-5} torr で、 750°C と 950°C の間で 50 時間 cyclic の焼なましを施した。焼なまし後の試験片の表面に形成された酸化皮膜の除去と、鏡面を得る目的でエメリーペーパーとバフによる研磨および電流密度 0.5 mA/cm^2 での電解研磨を施し、実験に供した。

なお、任意の試験片について実験前に修正した吉岡液を用いて腐食を行い腐食孔の数を測定して転位密度を調べたところ、いずれの試験片も平均転位密度は、約 $5.0 \times 10^5/\text{cm}^2$ であった。電解研磨液の成分と腐食液の成分をそれぞれ Table I, Table II に示す。

2・2 実験方法

試験面に押込みを与えるためには Fig. 1 に示すような負荷装置を使用した。この装置では圧子 ① を保持した重錘 ② をラック ③ によって試験片 ④ に接触するまで静かに下方へ動かし、接触後さらにラックを下

Fig. 1. Loading device.

げると重錘と圧子とが荷重となって試験面にかかるようになっている。押込み試験は荷重 10.0 N および 1.0 N、負荷時間 60 秒で、直径 6.4 mm の鋼球圧子（材質 SUJ2）を押付けるという方法を採用した。

除荷後の圧こん形状および圧こん周辺のすべり線の状態を観察した。とくに (111) 面への荷重 1.0 N の場合については押込みの深さ方向への影響を調べるために電解研磨によって表面から順次薄層を除去し、そのつど圧こん付近を腐食し、すべり線の変化の状態と転位の分布状態を観察した。

観察はすべて光学顕微鏡（倍率 $\times 570$ ）で行い、薄層除去の厚さは万能投影機によって試験片の厚さを測定する方法と電子天秤による重量減少量から求める方法とを併用し、その平均値を採用した。

3 実験結果ならびに考察

3・1 (001) 面への押込みによる結果

荷重 10.0 N で鋼球を (001) 面に押込み、除荷したのちの表面状態を示したものが Fig. 2 である。本実験では鋼球の材質と負荷荷重の大きさから考えて圧子は変形せず剛性体と見なしてよい。圧こんは $\langle 110 \rangle$ 方向に頂角を持つ正方形に近い形に形成されており、変形には明瞭な異方性が認められる。結晶の方向は同図に記入した通りである。

圧こんの中心から測った変形の及んでいる距離は $\langle 110 \rangle$ 方向に長く、それと 45° の角度をなす $\langle 100 \rangle$ 方

Fig. 2. 10.0 N indentation on (001) by 6.4 mm ϕ steel ball.

Table I. Chemical composition of electro-polishing solution (g).

H_3PO_4	500
$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	125

Table II. Chemical composition of etchant (ml).

H_2O	HCl	CH_3COOH	Br_2
100	60	20	2

向には短く, この場合結晶は $\langle 110 \rangle$ 方向に変形を起しやすく, $\langle 100 \rangle$ 方向にはそれよりも変形を起しにくいことがわかる. この圧こん形状の異方性はDyerが純銅の単結晶を用いて行った実験結果¹⁾と同じであり, また断面の形状が長方形のくさび形圧子を純銅とアルミニウム単結晶の(001)面に種種向きを変えて押込んだ場合, 圧こんの対辺距離が $\langle 110 \rangle$ 方向に長く, $\langle 100 \rangle$ 方向には短くなることを示した曾田らの結果²⁾とも対応するものである. すなわちこの異方性は面心立方晶の金属に見られる特徴であるといえる.

圧こん周辺には4種類の $\{111\}$ 面の活動によるすべり線が $\langle 110 \rangle$ 方向に互いに 90° の角をなして多数発生しているのが認められる.

3・2 (011) 面への押込みの場合

(a) Deformation at surface.
(b) Sketch of (a).

Fig. 3. 10.0 N indentation on (011) by 6.4 mm ϕ steel ball.

Fig. 3(a)は(011)面への押込みの場合の圧こんとすべり線の一例で, これをスケッチ図として表したのが同図(b)である. 圧こんとその周辺のすべり線は $\langle 110 \rangle$ 方向とそれに直角な $\langle 100 \rangle$ 方向に関して対称に形成されている. 圧こん形状は六角形に近く, その大きさは $\langle 110 \rangle$ 方向で大きく $\langle 100 \rangle$ 方向では小さい.

また図に示すように, すべり線は $[2\bar{1}1]$, $[21\bar{1}]$ 方向さらにそれらと 180° をなす方向に密に発生しているのが観察されるが, これらはそれぞれ押込み面と直角に交わる $(11\bar{1})$ 面と $(\bar{1}11)$ 面とが活動したことを示している. さらにこれらのすべり線で挟まれた領域Aにもすべり線が多数認められる. これらは押込み面と約 35° の角をなす (111) 面あるいは $(\bar{1}\bar{1}1)$ 面が活動したことによって現れたものであるが, そのうちのどちらが活動したかは押込み面に垂直な面で観察を行うことによって判定できると思われるが, 今回は圧こんの断面の観察は行っていない.

一方図中にBで示した領域にはすべり線は認められない.

3・3 (111) 面への押込みによる変形機構

(111)面への押込みの場合はFig. 4に示すように上述の(001)面および(011)面への押込みの場合に比べて変形の異方性が小さく, 圧こん形状はほぼ円形に近い.

変形状態をより明確にするためにこの面を腐食したのがFig. 5(a)で, そのスケッチ図が同図(b)である. 円形状圧こんの斜線を施した3ヶ所の部分では圧こんが欠けた状態になっている. つまりこの場合図中に記した $[11\bar{2}]$, $[1\bar{2}1]$ および $[21\bar{1}]$ 方向にはそれらと反対の方向に比べて変形が起りにくいことがわかる. この押込み面でのすべり線の状態を見ると, 圧こんの内側に $[211]$ 方向に頂点をもつ三角形状のものと, 圧こんの外側にそれとは逆向きの三角形状に形成されているものとが認められる.

一方Fig. 6(a)は同じ(111)面に荷重1.0 Nで押込

Fig. 4. 10.0 N indentation on (111) by 6.4 mm ϕ steel ball.

みを与えた場合の圧こんとその周辺状態を示したものである。圧こん周辺には押し込み面である (111) 面以外の $\{111\}$ 面の活動によるすべり線群が先の荷重 10.0 N の場合と相似の配置で形成されており、荷重 1.0 N から 10.0 N までの範囲で変形機構に違いはないとい

える。

この Fig. 6 (a) では一番外側に再び上に頂点を持つ三角形が認められる。以上の観察結果から、押し込みによる活動すべり面が押し込み面である (111) 面とどのような関係にあるかを知り、また変形が内部に向かってどのように及ぶかを調べるために表面から適当な厚さの層を電解研磨によって除去することによって観察したが、それらの結果をつぎに述べる。

Fig. 6 (b) は (a) の状態を腐食したものである。頂点の 1 つが下にある逆三角形形状の内部では腐食孔が密集している。腐食孔と転位とは対応することが確認されているのでこの領域はかなり高い転位密度であり、周囲の状態から判断してその値は $1 \times 10^8 / \text{cm}^2$ 以上と推定される。

Fig. 7 (a) は表面から深さ $60 \mu\text{m}$ の面を腐食したもので、表面で見られた上述の高転位密度領域内の腐食孔の数はかなり減少しておりその周辺の腐食孔の列がほとんどなくなっている。逆三角形の大きさが表面でよりも大きくなっているのは、深くなるほどすべり面が押し込み軸に対して外へ広がる方向に傾いているためである。その逆三角形の内側には上に頂点を持つ三角形形状の高転位密度領域が形成されているのが認められる (同図 (b))。この領域の存在は深さ $105 \mu\text{m}$ の面でもまだ明確に認められるがこの深さでは周辺部の腐食孔はほとんど消滅している (同図 (c))。そして (d) に

Fig. 5. 10.0 N indentation on (111) .

Fig. 6. 1.0 N indentation on (111) .

(a) Etched at 60 μm depth. (b) Etched at 90 μm depth. (c) Etched at 105 μm depth. (d) Etched at 120 μm depth.

Fig. 7. 1.0 N indentation on (111).

示すように中央部の転位が消えるのはおよそ 120 μm 以上の深さで、押込みによる影響はこの深さまで及んでいることになる。これらの結果から表面で $[\bar{2}11]$ 方向に頂点を持つ三角形のすべり線となって現れていたすべり面は (111) 面に対して垂直な $(\bar{2}11)$ 面が見れば表面からの深さが増すほど押込みの中心軸 $00'$ に向う方向に傾いており、一方表面でそれとは逆向きの三角形に現れていたすべり面は深くなるほど外側へ向っていることになる。この状態を図で示すと Fig. 8 のようになる。Dyer, 吉岡らはこの 2 種類のすべり面を収れん型、発散型と呼んで区別している。^{1),5)}

本実験結果で深さが増すほど大きくなる三角形を形成するすべり線群と逆に小さくなるそれらはそれぞれ $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$, $(11\bar{1})$ 面と $(\bar{1}\bar{1}1)$, $(\bar{1}1\bar{1})$, $(1\bar{1}\bar{1})$ 面が活動したことによるものである。Fig. 6(a)の結果から、(111) 面への押込みでは収束型（著者はこのように呼ぶことにする。）と発散型の 2 種類のすべり面でのすべりが圧こんの中心から外側へ向かって交互に現れることがわかる。そしてこのようなすべり線パターンが内部で観察されたことから、圧こんの中心部では

せん断応力が押込みの中心軸に向う方向に作用しており、周辺部では逆に外側に向って作用していると推定できる。

内部での応力の厳密な方向と大きさについては今後解析を試みて明らかにする必要がありさらに研究を進める予定である。

3・4 (111) 面への押込みによる転位密度

荷重 1.0 N の (111) 面への押込みの場合について表面から深さ 40 μm までの間で 8 μm の層を研磨することに転位密度を測定した。Fig. 7 に見られるように、

Fig. 8. Preferred slip system with ball indentation on (111).

Fig. 9. Dislocation density distributions under 1.0 N indentation on (111).

Fig. 10. Isoleths of dislocation density under 1.0 N indentation on (111).

(111) 面への押込みでは、 $[2\bar{1}1]$ 、 $[\bar{1}2\bar{1}]$ および $[\bar{1}\bar{1}2]$ 方向に腐食孔が三角形に密に分布するので、高転位密度領域の外側の領域を Fig. 5(c) に示すように幅 10 μm の台形の部分 a_1 , a_2 , a_3 , ... に分割し、それぞれについて単位面積当りの腐食孔の数を求めた。この測定を表面から 8 μm ずつ研磨して除去することにより上記 3 方向について行い、3 個の測定値の平均値と圧こん中心からの距離との関係を Fig. 9 に示す。いずれの面でも圧こん中心からの距離とともに転位密度は同じ傾向で単調に減少する。深さ 40 μm の位置では、転位密度が中心から約 100 μm のところで試験前のそれとほぼ等しく、この深さでは塑性変形の範囲が表面でのその約 80% であり、また転位密度の平均的な値も表面に比べて約 80% 程度におちている。図中一点鎖線で示す圧こんの中心からの距離が約 25 μm のところでは転位密度は表面でおよそ $8 \times 10^6/\text{cm}^2$ の値であり、それより中心に近い領域では腐食孔が密集しており転位密度の読み取りが困難である。

さらに深い面での転位密度を測定し、圧こん中心からの距離と深さ方向とに対するその分布状態を等転位密度曲線として示したのが Fig. 10 である。この結果から押込みによる塑性変形の程度と範囲を判別することができる。一点鎖線は転位密度が試験前のそれとほぼ同じ値の位置を示しているが、その位置は圧こんの中心から垂直方向、水平方向でそれぞれ約 145 μm , 125 μm で、押込みの影響は表面では直径約 250 μm の範囲に及んでいることになる。

一方、いわゆる高転位密度領域は表面で直径約 60 μm の範囲、深さでは約 100 μm まで及んでいる。

曲線はどの位置でも表面から少し内部に入ったところで転位密度が最大になることを示しているが、これは球を平面に押付けた場合、弾性論では接触部より少し内部でせん断応力が最大になることに対応した結果と考えられる。

4 結 言

Cu-14.7 at% Al 合金の単結晶の (001), (011) および (111) の各面に対して垂直な方向に負荷して鋼球を押込む実験を行い、圧こん形状とすべり線の様相ならびに転位の及ぶ範囲について考察しつぎのような結論を得た。

(1) 押込み面が異なることによって圧こんの形状とすべりの発生パターンが異なり、変形の異方性を知ることができる。(001), (011) 面で圧こんが最も大きくなる方向は $\langle 110 \rangle$ であり、また (111) 面では $[2\bar{1}1]$, $[\bar{1}2\bar{1}]$ および $[\bar{1}\bar{1}2]$ 方向に変形が起りやすくこれらと逆の方向には変形が起りにくい。

(2) (111) 面への押込みでは、活動するすべり面は内部に向うほど押込み中心軸に向う収束型のものと逆に中心軸から離れる発散型のものとに分けられるが、本実験条件のもとでは圧子の中心部から外へ向って収束型、発散型、収束型というように交互に現れる。

(3) 水平方向と深さ方向について圧こん周辺の転位密度を測定してその分布を明らかにするとともに押込みによる塑性変形の領域の大きさを明らかにした。

(昭和63年5月26日 日本材料学会第37期学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) L. D. Dyer, Trans. ASM, **50**, 620 (1965).
- 2) 曾田範宗, 佐藤準一, 日本機械学会論文集, **40**, 1751 (1974).
- 3) A. S. Keh, J. Appl. Phys., **31**, 1538 (1960).
- 4) W. Rinder and R. F. Trampusch, J. Appl. Phys., **34**, 758 (1963).
- 5) 吉岡正三, 目良光男, 助台栄一, 日本金属学会誌, **34**, 1122 (1970).
- 6) 吉岡正三, 目良光男, 助台栄一, 日本金属学会誌, **35**, 854 (1971).
- 7) K. Marukawa, J. Phys. Soc. Japan, **22**, 499 (1967).
- 8) 長崎誠三, “金属物理実験室”, 108 (1964) アグネ.