

対称傾角粒界を有する双結晶の 塑性変形による方位差の変化

京都大学 大学院 野島 元
京都大学 学生 ○中村 浩也
京都大学 工学部 橋本 敏
京都大学 工学部 三浦 精

1. 緒言

結晶粒界は多結晶材料の機械的性質に大きな影響を与えるため広く研究されてきた。特に転位が粒界を横切るときのメカニズムおよび条件についての研究はTEMなどによる観察がなされ^{1), 2)}、転位が粒界を横切る際に粒界転位を生じることが理論的かつ実験的に示されている。また、均一なせん断ひずみが生じたとき生成する粒界転位の均一な分布が粒界構造を変化させ、一般に粒界は長範囲の応力場を生じることが理論的にはDasら³⁾によって系統的に調べられているが実験的にはBacmannらのGe⁴⁾を高温でクリープ変形させた研究のみである。またZaouiら^{5), 6), 7), 8)}は粒界における転位密度テンソルを用いて塑性不適合性から内部応力を求め、双結晶などでみられるInterfaceやひずみ不均一性を説明した。しかし、彼らはその時の粒界構造の変化やそれに伴う方位差の変化については述べていない。

以上をふまえ本研究ではDasらの微視的扱いとZaouiらの巨視的扱いとの関係を明らかにしCu-9at.%Al対称傾角粒界を有する双結晶を用いて室温の塑性変形でも粒界の方位差が生じうるかを調べ考察を加えた。

2. 粒界転位による方位差の変化

対称傾角粒界を有する二次元の双結晶を考える。結晶学的には、このような双結晶は粒界面に対し鏡面对称なので粒界面に含まれる軸方向に引張り応力をかけると各結晶粒は粒界面に関し対称に変形する。このとき結晶粒G1内の格子転位 b_1 が刃状転位だとすれば、まずG1内の格子転位 b_1 が粒界上で分解し、粒界上に粒界転位 b_r を残しG2内へ格子転位 b_2 を生じる(Fig.1)。即ちバーガースベクトル保存の法則、

$$b_r = b_1 - b_2 \quad (1)$$

が成り立つ。ところで、Bulluffiらの粒界の転位モデル⁹⁾によると一般に、高 Σ 値の粒界は低 Σ 値の粒界にその低 Σ 値粒界の適当なDSC格子をバーガースベクトルとするような二次転位を均一に配列することによって作ることができる。いまの場合には粒界転位 b_r はDSC転位であるのでこのような粒界転位が塑性変形により均一に分布すれば、対称傾角粒界の方位差は紙面に垂直な軸回りに次式で与えられる角 θ だけ変化する。

$$\theta = b_r / h. \quad (2)$$

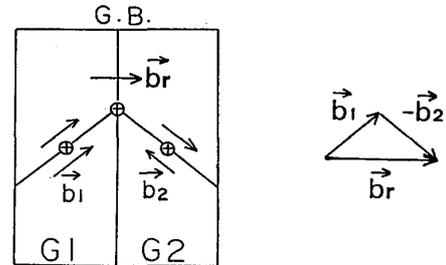


Fig.1 Dislocation reactions in 2-dimension symmetrical bicrystal.

ここで、 h は粒界転位 b_r の間隔である。

これを三次元の対称傾角粒界に適用するには、粒界転位の転位密度テンソル b_r を用いて一般的に表現するのが便利である⁵⁾。粒界転位の分布を表す転位密度テンソルは一般に次式のようにかける。

$$b_r = \sum d\rho_\rho \xi^{(1)}_\rho b_{r,\rho}. \quad (3)$$

ここで、 $d\rho_\rho$ は粒界転位 $b_{r,\rho}$ の粒界面上での密度で粒界転位 $b_{r,\rho}$ の間隔 h_ρ の逆数、また $\xi^{(1)}_\rho$ は粒界転位の転位線に平行な単位ベクトルである。特に対称傾角粒界を持つ双結晶が粒界に平行な軸方向に引張り変形をし両結晶粒中に均一なせん断ひずみ $d\gamma$ が生じれば、その転位密度テンソルは次のようになる。

$$db_r = \begin{bmatrix} 0 & 2m_y n_z & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & -2m_y n_x & 0 \end{bmatrix} d\gamma. \quad (4)$$

ここで、 m, n はそれぞれすべり面の単位法線ベクトル、すべり方向の単位ベクトルのことである。従って二次元の場合と同様に考えると、この双結晶は x 軸回りに θ_x 、 z 軸回りに θ_z だけ方位差が変化する。

$$\theta_x = -db_{r,xy} = -2m_y n_z d\gamma. \quad (5-a)$$

$$\theta_z = db_{r,zy} = -2m_y n_x d\gamma. \quad (5-b)$$

3. 適合性の条件^{5), 6), 10)}

適合性の条件からも方位差が変わることを示す。変位が連続である為の適合性の条件は次の様にかける。

$$\text{rot}U^e = 0, \quad (6-a)$$

$$\varepsilon_{hij} U^e_{i,j} = 0. \quad (6-b)$$

ここで、 ε_{hij} はpermutation tensor、 U^e は全変位勾配テンソルであり、塑性変位勾配テンソル U^p と弾性変位勾配テンソル U^e の和である。

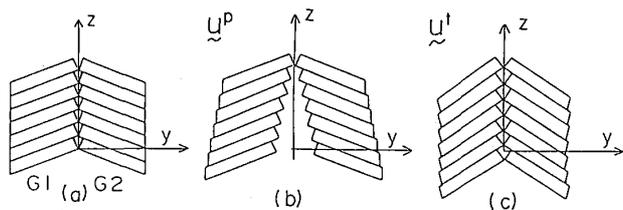


Fig. 2 The lattice rotations of the grain G1 and G2. (a)The initial state (b)The state of plastic distortion (c)The state of total distortion and lattice rotation.

y-z平面が粒界面であるような二次元の対称傾角双結晶を考える。各結晶粒が粒界面に拘束されずz軸方向の応力 σ_{zz} を受けたときそれぞれ均質な変形をしたとすると粒界面で変位の不連続性、即ち塑性不適合性が生じる(Fig. 2-b)。これが適合性の条件を満たすような弾性変位勾配、この場合は格子の回転により満足されたとすれば結晶粒G1,G2は引張軸であるZ軸と粒界面により拘束されているのでFig. 2-cに示すような状態となり方位差の変化が生じる。次に三次元の対称傾角双結晶の場合について定式化してみる。塑性変位勾配テンソルは次式の様に表される。

$$U^p = U^{(1)p} + dU^{(GB)p} H(y), \quad (7-a)$$

$$dU^{(GB)p} = (U^{(2)p} - U^{(1)p}), \quad (7-b)$$

;H(y)はHeaviside function

そこで適合性の条件が成立するには次のような弾性変位勾配テンソルの成分が必要となる。

$$U^e = U^{(G1)e} + dU^{(GB)e} H(y), \quad (8)$$

$$dU^{(GB)e}_{yx} = dU^{(GB)e}_{yx}, \quad (9-a)$$

$$dU^{(GB)e}_{yz} = -dU^{(GB)e}_{yz}. \quad (9-b)$$

従って、それぞれ成分の意味を考えればさきに求めたのと同様、x軸回りに θ_x 、z軸回りに θ_z の方位差の変化が生じることがわかる。

4. 実験方法

純度99.998wt.%のCuおよび99.999wt.%のAlを用いCu-9at.%Al Σ 9{221}対称傾角双結晶を縦型Bridgman法により育成した。育成の際、方位制御を行うため<26 7 20>軸方位を長手方向にもつ角状の種単結晶を炭素カーボンモールド底部に設置した。なお本研究における方位の決定は、X線背面ラウエ法により行った。各結晶粒のステレオグラフをFig. 3に示す。引張軸方向と平行な粒界を有する試験片を放電加工機にて切り出し機械研磨と化学研磨で加工層を取り除いた後、焼鈍を真空中で24時間行った。焼鈍後、ダイヤモンド研磨と電解研磨で試験片表面を鏡面に仕上げ、つかみ部を黄銅板で補強した。この試験片は各結晶粒の方位関係を調べ

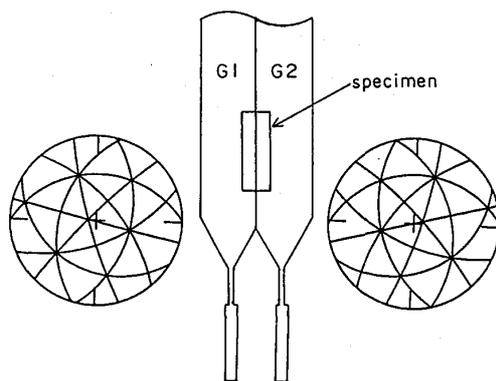


Fig. 3 Orientation of Grain 1 and Grain 2 in a Cu-9at.%Al bicrystal.

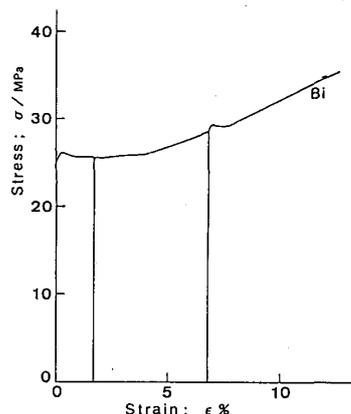


Fig. 4 Stress-strain curve of B5 bicrystal.

た後にInstron型引張試験機により室温(295±3K)で引張試験を行った。ひずみ速度は 2.4×10^{-5} /sで試験片の固定にはピンをもちいた。得られた公称応力-公称ひずみ曲線をFig. 4に示す。変形試験中、伸びひずみ1.7%と6.8%の段階で一旦除荷してノマルスキー型微分干渉顕微鏡ですべり線観察をし、さらに各結晶粒の方位関係を調べ、伸びひずみ12.6%まで引張った。各結晶粒の方位差の測定は、x線を粒界上に照射して得られた両結晶粒の回折点を用いた。

5. 実験結果および考察

5-1. 表面観察

$\epsilon = 1.7\%$ の段階では主すべり面(1 1 -1)の細いslip bandの他に(-1 1 1), (1 -1 1)のすべり面が観察されたが、それらのすべり線の数はその後の変形で特に増えることはなかった。主すべり面(1 1 -1)は $\epsilon = 1.7\%$ のときには試験片全体にまばらに存在するのみであったが、その後slip bandの幅が広がっていき $\epsilon = 12.6\%$ では試験片全体を埋め尽くした。表面観察から、主すべり系の(1 1 -1)<-1 1 0>が支配的に活動していると考えられるので、このすべり系のみが働いたときの伸びひずみ ϵ -方位差の変化 θ 関係を計算により求めてみる。

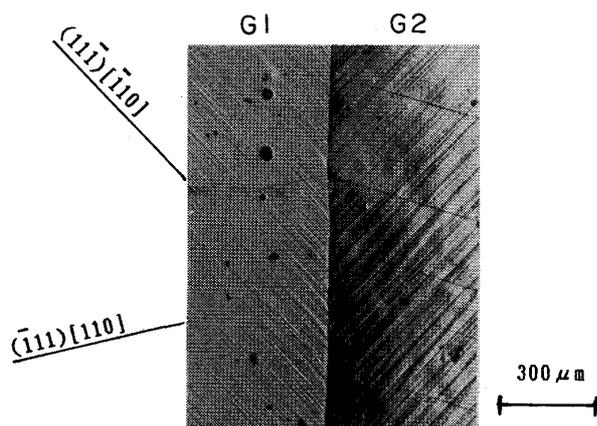


Fig.5 Optical micrograph showing the slip lines in B5 after 12.6% deformation. The tensile axis in this micrographs is vertical.

5-2. $\epsilon - \theta$ 関係

主すべり系(1 1 -1) \langle -1 1 0 \rangle の活動により生じる粒界転位は転位線の方向が双結晶の回転軸 \langle 0 1 1 \rangle 方向で、バーガースベクトルはG1に対し $a/3[-1 2 2]$ であるので粒界面と直交する。伸びひずみ ϵ と方位差の変化 θ の関係を上述した式より求めるとFig.6の曲線のようなになる。Fig.6の測定値は同様な試験片B2を用いてひずみ速度 1.2×10^{-5} /s, 室温295Kで12.4%まで引張ったときのデータも合わせてのせた。同じ伸びひずみ時の場所による方位差のばらつきは、チャックの近くを除いて最大で6deg.ある。これは、Cu-Alはslip bandの伝播により変形が進むため粒界全体で変形が均一でなかったことによると考えられる。詳しくは次に述べる。

5-3. 粒界構造の変化

粒界の転位モデルによると、この $\Sigma 9([0 1 1]/(1 - 2 2))$ 対称傾角粒界は変形前とは異なった $[0 1 1]$ 対称傾角粒界の構造に変化したと考えられる。しかし、この粒界転位は刃状転位であるためclimb以外の機構により粒界上で動くことができない。従ってCu-9at% Alの融点 $T_m=1339$ Kを考えると、観察された(1 1 -1)や(-1 1 1)のslip bandの形成による微視的な不均一変形により生じた粒界転位の不均一な分布が室温で再配列して均質な粒界構造になるのは難しく、この変形により生じた粒界構造はかなり不均一なものだと考えられる。同じ伸びひずみ時の同一試験片の測定場所における方位差のばらつきはこの粒界転位の不均一分布により説明できる。一方、Fig.6に本実験のデータと同時に示したBacmannのGeによる測定データが本実験のデータよりも計算値に近いのは彼らの試験温度 T は $T=490$ Kで、Geの融点が $T_m=980.5$ Kだから $T=0.6T_m$ であり、またクリープ試験という粒界転位がclimbして粒界上で再配列するの

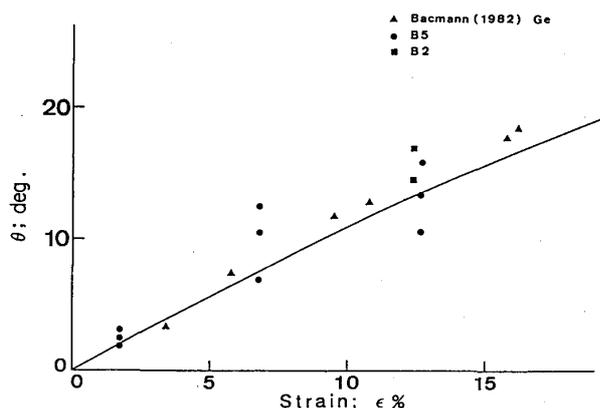


Fig.6 Strain(ϵ)-differential misorientation (θ) relationship.

に非常によい条件での実験であったためだと考えられる。しかし本実験においても計算値とこのような一致がみられることは室温でも粒界構造の変化を伴う方位差の変化が塑性変形により生じることを示している。 Σ 値を決定するための臨界ずれ角は一般に、Brandonの条件式 $\langle \theta = 15/\sqrt{\Sigma}$ (deg.)がよく用いられるがこれを用いると、B5およびB2の粒界は $\Sigma 9$ からそれぞれ $\Sigma 51b$ および $\Sigma 19a$ に変化したことがわかる。

6. 結言

本研究にて得られた知見を以下に記す

1. 対称傾角粒界に於て粒界転位の均一な配列による粒界構造及び方位差の変化と適合性の条件が満たされている状態は同一である。
2. Cu-9at.%Al $\Sigma 9$ 双結晶の塑性変形による方位差の変化が室温に於て観察され、計算値とよい一致をみた。

References

1. Lee, T.C., Robertson, I.M., and Birnbaum, H.K., *Phil. Mag.*, **62**(1990), 131.
2. Jacques, A., Gerge, a., Baillin, X., and Bacmann, J.J., *Phil. Mag.*, **55**(1987), 143, *Ibid.*, 165.
3. Das, E.S.P and Marcinkowski, M.J., *Act. Met.*, **20**(1972), 199, *Metal. Trans.*, **1**(1970), 3397.
4. Bacmann, J.J., and Gay, M.O., and de Touremine, R. *Scripta Met.*, **16**(1982), 353.
5. Zaoui, A., *Modelling small deformations of polycrystals*(edited by J.Gittus et al.)
6. Rey, C., and Zaoui, A., *Grain Boundary Structure and Related Phenomena Proceedings of JIMIS-4* (1986).
7. Rey, C., and Vroux, A.M., *Microstructure characterization of materials by non-microscopical technics*(edited by N.H.Andersen et al.).
8. Rey, C., and Zaoui, A., *Acta Met.*, **30**(1982), 523
9. Balluffi, R.W., and Olsen, G.B., *Metal Trans.*, **16A**(1985), 529.
10. Kroner, e., *Theorie der Versetzungen und Eigen spannungen*, Berlin, Springer Verlag (1958).
11. Hirth, J.P. and Balluffi, R.W., *Acta Met.*, **21**(1973), 929.
12. Hashimoto, S. and Miura, S., *Mem. Fac. Eng., Kyoto Univ.*, **48**(1986).