

# 多結晶変形における格子転位と粒界転位の反応

Interactions between Lattice and Boundary Dislocations during the Deformation of a Polycrystal

石 田 洋 一\*

Yoichi ISHIDA

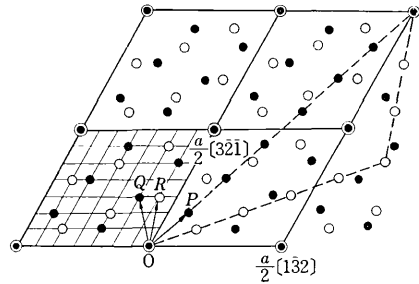
## 1. はじめに

格子転位と粒界転位の反応は多結晶変形の基本的な素過程であり、金属材料の機械的性質を左右する重要な因子である。しかしながら、これまで粒界転位の構造の知識が不充分だったため原子配列の尺度でこの反応の解析にあいまいさがさげられなかった<sup>1-4)</sup>。本報告は種々の規則粒界に生ずる転位のうちで<sup>5)</sup>、構造が比較的良好に知られており、かつ応力下でも安定に存在することが確かな対応粒界転位をとりあげ、格子転位との反応を幾何学的に考察したものである。パーガースベクトル保存則以外に粒界段階の關係式、反応にともない粒界に生ずる原子の過不足成分などを考慮した。

## 2. 転位反応の基本則

転位反応の第一条件はいうまでもなくパーガースベクトル保存則である。第1図にΣ7対応粒界の場合を示したが格子転位のパーガースベクトル(大丸)は粒界転位のその超格子<sup>6)</sup>であるから反応にともなって第1図にないパーガースベクトルをもつ転位が生ずるわけではない。転位反応の方向を決めるのはエネルギー条件であるが応力下では転位自身のエネルギーの他に結晶の弾性定数の異方性から界面に生ずる応力 (elastic incompatibility stress)<sup>7)</sup>などが働くので、後述する種々の項を考慮しなければならない。

粒界転位の幾何的特徴として重要なのは粒界段階成分の存在である<sup>8)</sup>。したがって転位反応の際に交差した格子転位のパーガースベクトルの粒界面に垂直な成分と粒界転位段階高さとの關係を考慮する必要がある。この解析にはパーガースベクトル格子は不充分で、もともとして第2図に示す対応關係図を用いる必要がある。第2



第2図 Σ7対応關係図。黒丸・白丸はそれぞれA・B両粒の結晶格子点、二重丸は対応格子点、細線の格子はパーガースベクトル格子である。

図は反応の結果、その場所に生ずる原子の過不足を解析する際にも有用である。

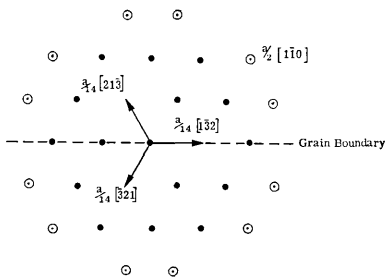
転位反応のタイプは粒界転位運動の程度によりよく影響される。上昇運動も充分におこなわれる高温領域では(1)格子転位の粒界転位への完全な分解がおこる。次にすべり運動のみ活性な温度では(2)一方の格子転位が他粒の格子転位とすべり運動できる粒界転位とに分解する場合が考えられる。さらに温度がひくく粒界転位のすべり運動がおこらず結晶変形の特徴として数多くの格子転位が同一すべり面上にそってやってきて集積したときは、(3)格子転位が他方の粒の二種以上の格子転位に分解する反応が重要である。以下に、この三種類の反応について考察する。

## 3. 格子転位の粒界転位への分解

粒界に近づいた格子転位はまず結晶の弾性定数の方位依存性に由来する正または負の鏡像応力をうける<sup>9)</sup>。先在する粒界転位の応力場もこれに重畳する。格子転位が一旦粒界に到達すると転位芯の緩和が生じ吸引力として働く。最後に生ずるのが粒界転位への分解で第2図の格子転位  $\vec{OP}$  の場合たとえば次のような反応が生じて数個の粒界転位に分解する。

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}0]^A \rightarrow \frac{a}{14} [3\bar{2}1]^{GB} + \frac{a}{14} [3\bar{2}\bar{1}]^{GB} + \frac{a}{14} [1\bar{3}2]^{GB} \quad (1)$$

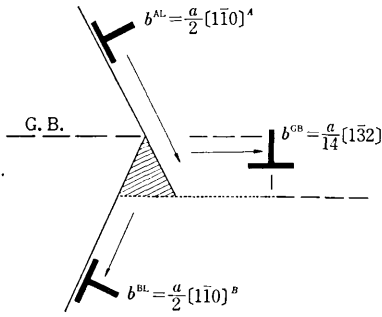
いずれもA粒の指標で示した。この種の反応は一般にエネルギーを放出する。弾性エネルギーだけを比較すると  $\Sigma b_a b_b^2 / b_L^2 \sim 0.4$ 、約60%のエネルギー低下が生じている。この低下は分解生成した粒界転位が粒界にそって移動して在来の粒界転位と異符号同志合体して消し合った



第1図 Σ7対応粒界上の転位のパーガースベクトル格子、大丸は格子転位のそれと一致する

\* 東京大学生産技術研究所 第4部

研 究 速 報



第3図 格子転位の粒界交差にともなう粒界転位の生成、この場合粒界階段は残らない。

り同符号転位の列中にわりこんだりしてはじめて完結する。

粒界から格子転位が発生する反応は変形の降伏前段階などで重要であるが、分解に対して逆反応に相当し、エネルギー吸収を伴うのでつよい応力集中機構の存在が必要である。

4. A 粒格子転位 → B 粒格子転位粒 + 粒界転位の反応

粒界転位が上昇運動できないまでもすべり運動できるとき、緩和がすべり運動できる粒界転位でのみ起る場合が考えられる。第2図の格子転位  $\vec{OQ}$ ,  $\vec{OR}$  の反応の場合

$$\frac{a}{2} [10\bar{1}]^A \rightarrow \frac{a}{2} [10\bar{1}]^B + \frac{a}{14} [\bar{1}3\bar{2}]^{GB} \quad (2)$$

この種の反応は転位の弾性エネルギーだけを比較しても吸収反応であるが、エネルギー項としてはこれ以外に粒界に高さ  $b^A \cdot n^{GB}$  なる高さの段階が生ずる項が含まれるとされている<sup>12)</sup>。しかしこの段階成分はすべて粒界転位のそれで肩代りされ粒界転位のエネルギーに含まれる。たとえば(2)式の場合第3図に示すように粒界転位が運動し去ると粒界はもとの平坦な規則粒界にもどる。同様な結果は、格子転位の分解反応でも生ずる。第2図において片方の結晶を格子転位のバーガスベクトルだけ変位させるとき対応関係図にはなんの変化も生じないことから、これは当然である。この交差反応のエネルギーとしては粒界に原子の過不足が生ずるための項(第3図斜線部分)も考慮する必要がある。これはすべり面の位置が原子的尺度で不連続であるために生ずる項である。

5. A 粒格子転位 → B 粒格子転位の反応

粒界転位の運動が凍結された温度領域、またはその運動速度が格子転位のそれにくらべてはやく、数多くの同符号転位が粒界に集積した場合、局所的に数多くの粒界転位を生成させるかわりに二次すべり系が活動する。Σ7 対応粒界の場合たとえば

$$7 \cdot \frac{a}{2} [1\bar{1}0]^A \rightarrow 5 \cdot \frac{a}{2} [1\bar{1}0]^B + 3 \cdot \frac{a}{2} [10\bar{1}]^B \quad (3)$$

これは対応格子ベクトルのB粒結晶格子ベクトルへの分解にあたるのが第2図の破線からわかる。この式は実は次の七個の反応の結果を示したもので、格子転位が七個粒界に集合してはじめて分解反応が生ずるわけではない。各反応の終結時には粒界転位が1個存在するにすぎない。

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}0]^A \rightarrow \frac{a}{2} [1\bar{1}0]^B + \frac{a}{14} [2\bar{1}\bar{3}]^{GB} \quad (3a)$$

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}0]^A + \frac{a}{14} [2\bar{1}\bar{3}]^{GB} \rightarrow \frac{a}{2} [10\bar{1}]^B + \frac{a}{14} [1\bar{3}2]^{GB} \quad (3b)$$

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}0]^A + \frac{a}{14} [1\bar{3}2]^{GB} \rightarrow \frac{a}{2} [1\bar{1}0]^B + \frac{a}{14} [3\bar{2}\bar{1}]^{GB} \quad (3c)$$

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}0]^A + \frac{a}{14} [3\bar{2}\bar{1}]^{GB} \rightarrow \frac{a}{2} [1\bar{1}0]^B + \frac{a}{2} [10\bar{1}]^B + \frac{a}{14} [\bar{3}2\bar{1}]^{GB} \quad (3d)$$

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}0]^A + \frac{a}{14} [\bar{3}2\bar{1}]^{GB} \rightarrow \frac{a}{2} [1\bar{1}0]^B + \frac{a}{14} [1\bar{3}2]^{GB} \quad (3e)$$

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}0]^A + \frac{a}{14} [1\bar{3}2]^{GB} \rightarrow \frac{a}{2} [10\bar{1}]^B + \frac{a}{14} [2\bar{1}\bar{3}]^{GB} \quad (3f)$$

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}0]^A + \frac{a}{14} [2\bar{1}\bar{3}]^{GB} \rightarrow \frac{a}{2} [1\bar{1}0]^B \quad (3g)$$

この諸反応の途中生ずる粒界転位のうちには(3b)のようにバーガスベクトルが粒界に平行なもの、 $b = \frac{a}{14} [132]^{GB}$  がある。この転位が粒界にそってすべり運動できるときには、反応はここでふりだしにもどって、結果としては、次のようになる。

$$2 \cdot [1\bar{1}0]^A \rightarrow [1\bar{1}0]^B + [10\bar{1}]^B + \frac{a}{14} [1\bar{3}2]^{GB}$$

これは前項で説明した反応の1種である。3(a-g)の諸反応においては粒界階段は通常粒界転位の階段に吸収されると考えられるが、上記六種類の粒界転位のうちには(3b)式の  $b = \frac{a}{14} [132]^{GB}$  のように粒界階段の高さが著しくたかいものがあり、このため分解して、対応格子間隔を単位とする階段(Brandon Step<sup>9)</sup>)を生ずる場合が考えられる。

この種の反応ではすべり系の幾何学的拘束条件のためにAB両結晶を合計して4つのすべり系の活動が一般に必要な<sup>7)</sup>。さらにこれらすべり系が均質に働かずすべり線を生ずることなどから余分なすべり系の局所的活動もみられ、結果として粒界近傍では変形初期から種類の転位がからみあって転内より先に硬化が進行し、みかけ上粒界の変形抵抗に貢献する。

(p. 39 につづく)

研究速報

%, H: 2.42%, ハロゲン: 26.27%, 未反応回収原料を得た。

#### 5. 11-クロルベンゾアントロンより 3-ブロム-11-クロルベンゾアントロンの合成

クロルベンゾアントロン 2.64 g, ヨウ素 80 mg を酢酸 40 g に 100° にて溶解させる。つぎに臭素 2.2 g と酢酸 11.5 g の混合物を 80° にて 10 分間で加える。その後 100° にて 4 時間半かきまぜ更に 1 時間煮沸した後 1 夜保置し、沈澱物を口別し、少量の酢酸と水で洗浄した後、110° にて乾燥し、クロルベンゼンより 2 回再結晶して 3-ブロム-11-クロルベンゾアントロン 800 mg を得た。(収率 23%) mp 228~230°。元素分析値 C: 65.58%, H: 2.30%, ハロゲン: 33.10%,  $C_{17}H_8OBrCl$  としての計算値 C: 59.40%, H: 2.33%, ハロゲン 33.61%。

#### 6. 11-クロル-3,4'-ジベンゾアントロニル (II<sub>a</sub>) の合成

前項で得た 3-ブロム-11-クロルベンゾアントロン 688 mg, ベンゾアントロン (mp 161~162°) 540 mg の混合物を前項 (3) の場合と同じ試薬を同じ量比で用いて反応させ、得られた粗生成物 1.20 g の中、1/2 量を前項と同じアルミナカラムにより分離し、クロルベンゼンで展開、溶離を行ない mp 242~245° の黄色結晶 130 mg を得た。(収率 26%)。元素分析値 C: 82.19%, H: 3.29

%, Cl: 7.12%  $C_{34}H_{17}O_2Cl$  としての計算値 C: 82.85%, H: 3.45%, Cl: 7.24%。

#### 7. 11-クロル-3,4'-ジベンゾアントロニル (II<sub>a</sub>) のヨウ素化による 11-クロル-9,9'-ジヨード-3,4'-ジベンゾアントロニル (II<sub>i</sub>) の合成

11-クロル-3,4'-ジベンゾアントロニル (II<sub>a</sub>) 123 mg を前項 (4) の場合と同一条件下で反応を行い、同一処理することによってカラム下層より 11-クロル-9,9'-ジヨード-3,4'-ジベンゾアントロニル (II<sub>i</sub>) 3 mg を得た。(収率 2%)。元素分析値 C: 54.95%, H: 2.12%, ハロゲン 37.90%  $C_{34}H_{15}O_2ClI_2$  としての計算値 C: 54.80%, H: 2.02%, ハロゲン: 38.88%。

(1973 年 6 月 20 日受理)

#### 文 献

- 1) 後藤信行, 李章鎬, 有合化, 31, 591 (1973)
- 2) 牧鋭夫, 永井芳男, 工化, 38, 115 (1935)
- 3) 牧, 菊地, 工化, 42, 638 (1939)
- 4) BASF, G.P. 193959 (1906)
- 5) 後藤信行, 李章鎬, 有合化, 30, 386 (1972)
- 6) 後藤, 永井, 時田, 湯清, 有合化, 27, 775 (1969)
- 7) P. Nawiasky et. al. (General Aniline) AP 2677693 (1954)
- 8) 後藤信行, 時田澄男, 李章鎬, 日化, 1972, 1114
- 9) 後藤信行, 李章鎬, 時田澄男, 有合化, 28, 937 (1970)
- 10) 牧, 菊地, 工化, 42, 638 (1939)
- 11) 永井芳男, 長沢孝太郎, 工化, 68, 1906 (1954)

(p. 48 からつづく)

Hall-Petch 効果で代表される粒界の変形抵抗は上記、転位反応におけるエネルギー吸収に由来する本質的なもの以外に、生成した多種類の格子転位の反応による間接的な効果が無視できない。

(1973 年 6 月 28 日受理)

#### 参 考 文 献

- 1) D.G. Brandon: Trans. J.I.M. 9 supplement. 497 (1968)

- 2) M.J. Marcinkowski and E.S.P. Das: Phil. Mag. 26, 1281 (1972)
- 3) H. Gleiter et al: Acta Mat. 16, 1053 (1968)
- 4) C.W. Price and J.P. Hirth: Mater Sci. Eng. 9, 15 (1972)
- 5) 石田, 生産研究, 25, 203 (1973)
- 6) Y. Ishida and M. McLean: Phil. Mag. 27, 1125 (1973)
- 7) J.P. Hirth: Met. Trans. 3, 3047 (1972)
- 8) J.D. Eshelby: Phil. Trans. Roy. Soc. 244A, 87 (1951)
- 9) D.G. Brandon et al: Acta Met. 12, 813 (1964)

#### 正 誤 表 (7月号)

ページ	段	種 別	正
43	左	図	図3・図4の図のみをいれかえる