

§1 序

純鉄は波状逆り帯を示すが、珪素を約4wt.%(7.1at.%)以上添加すると逆り帯は直線状になることが知られており¹⁾²⁾、この逆りの模様の変化をWalter and Koch²⁾は珪素濃度の増加に伴う積層不整エネルギーの低下に帰している。しかしながら鉄-珪素系では約8~27at.%珪素の広い範囲にわたりDO₃規則格子が存在し³⁾⁴⁾、従って規則格子の形成が転位の模様を変え(規則格子転位)、その結果逆り機構に変化を生じることが予想される。本実験の目的は鉄-珪素合金中に熱的に生じた逆位相領域構造及び規則格子形成に伴う転位の模様の変化と逆り機構との関係を明らかにすることである。充分な強度の規則格子反射を生じうる最低の珪素濃度として13at.%珪素を選んだ。

鉄-13at.%珪素合金は高温の無秩序状態から冷却すると、約1000°CでB2規則格子に変態し、更に冷却すると約800°CでDO₃規則格子に変態する⁴⁾。B2及びDO₃規則格子はFig.1に示す如く四つの面心立方の副格子が組み合わさったものとして表わすのが便利である⁵⁾。鉄-13at.%珪素合金中のB2規則格子は珪素原子を副格子I, IIに無秩序に置き、III, IV及び残りのI, II(珪素は13at.%であるから)には鉄原子を置いたものとして表わすことが出来る。故に実際にはB2規則格子では二つの副格子が区別出来るだけである。DO₃規則格子は珪素原子をIのみに置き、II, III, IV及び残りのIに鉄原子を置いたものとして表わすことが出来る。DO₃規則格子中には二種類の逆位相境界が考えられる⁶⁾⁷⁾。即ち一方は逆位相ベクトル(半)a'₀<111>を有し、最近接原子の誤りによるものであり、他方は逆位相ベクトル(半)a'₀<100>を有し、非最近接原子の誤りによるものである。これら二種類の逆位相境界は熱的にも、あるいは又運動する転位により機械的にも生じることが予想される。熱的には無秩序→B2の変態の際に(半)a'₀<111>逆位相境界が生じ、B2→DO₃の変態の際に既存の(半)a'₀<111>領域内に(半)a'₀<100>逆位相境界が生じることが期待される⁶⁾。Marcinkowski and Brown⁷⁾による結晶学的解析によるとDO₃規則格子中の規則格子転位は、Fig.2に示す如く逆位相境界により連結された(半)a'₀<111>なるバーガスベクトルを有する普通の転位四本より成り立っていると考えられる。転位1及び2, 3及び4の間の逆位相境界は(半)a'₀<111>型であり、2及び3の間のそれは(半)a'₀<100>型である。各々の逆位相境界エネルギーの大きさにより逆位相境界の中(Fig.2のr及びr₁)は変化することが予想される。規則格子反射のみが逆位相境界のコントラストを生

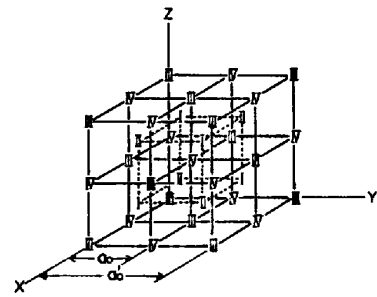


Fig. 1

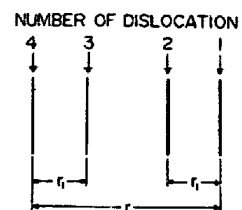


Fig. 2

じうる故、暗視野法は逆位相境界の観察に便利である。DO₃規則格子からはS_IとS_{II}の二種類の規則格子反射がある⁶⁾。低次の反射に対して、二種類の逆位相境界により生じる位相角をTable 1に示す。これより分

Table 1 Phase angles associated with $(\frac{1}{2})a'_0\langle 111 \rangle$ and $(\frac{1}{2})a'_0\langle 100 \rangle$ APB's for low index reflections hkl.

hkl	Type of reflection	Phase angle for $(\frac{1}{2})a'_0\langle 111 \rangle$ APB	Phase angle for $(\frac{1}{2})a'_0\langle 100 \rangle$ APB
111	S _I	$\pm\frac{\pi}{2}$	$\pm\pi$
200	S _{II}	$\pm\pi$	0
220	F	0	0
311	S _I	$\pm\frac{\pi}{2}$	$\pm\pi$
222	S _{II}	$\pm\pi$	0
400	F	0	0

る如くS_I反射は $(\frac{1}{2})a'_0\langle 111 \rangle$ 及び $(\frac{1}{2})a'_0\langle 100 \rangle$ 逆位相境界のコントラストを生じることが、S_{II}反射は $(\frac{1}{2})a'_0\langle 111 \rangle$ 逆位相境界のコントラストのみを生じるであろう。

§ 2 実験方法

99.9% 電解鉄と98.8% 珪素と真空(10⁻⁴ mmHg) 溶解し、鉄-13at.%珪素合金を造り、鍛造、熱間圧延により0.4 mm厚の板状試料とした。熱的逆位相境界に対する熱処理の効果を調べるため、試料には下記の三種類の熱処理(A, B, C)を施した。

A 1100°C, 1時間 空冷 → 室温

B 1100°C, 1時間 3°C/分 → 700°C, 1時間 空冷 → 室温

C 1100°C, 1時間 7°C/分 → 700°C, 15時間 5°C/分 → 600°C, 20時間 5°C/分 → 500°C, 20時間 3°C/分 → 400°C, 21時間 3°C/分 → 300°C, 32時間 空冷 → 室温

規則格子転位及び機械的逆位相境界を観察するため、上の各々三種類の熱処理を施した試料のうち一部に冷間圧延により歪みを与えた。電子顕微鏡用薄膜は化学研磨後、電解研磨により作製した。観察にはJEM-7型電子顕微鏡(100KV)を用いた。

§ 3 実験結果

3.1. 熱的に生じた逆位相境界

Fig. 3は鉄-13at.%珪素合金中に熱処理Aにより生じた $(\frac{1}{2})a'_0\langle 111 \rangle$ 逆位相境界を示す暗視野像($\bar{2}22$ (S_{II})規則格子反射による)である。この場合 $\bar{1}11$ 規則格子反射(S_I)によっては逆位相境界らしきものは観察されなかった。これはDO₃型の規則格子も既に試料中に存在するが、多分その逆位相領域が小さすぎて観察しえないものと思われる。次に熱処理Bでは、 $(\frac{1}{2})a'_0\langle 111 \rangle$ 逆位相領域は成長して非常に大きくなるが $(\frac{1}{2})a'_0\langle 100 \rangle$ 逆位相領域はまだ観察にかゝる程大きくなる。熱処理Cの下では大きな $(\frac{1}{2})a'_0\langle 111 \rangle$ 逆位相領域の中に、 $(\frac{1}{2})a'_0\langle 100 \rangle$ 逆位相領域も観察しうる程度にまで成長する。この熱的に生じた $(\frac{1}{2})a'_0\langle 100 \rangle$ 逆位相境界をFig. 4に示す。Fig. 4は $\bar{1}11$ 規則格子反射による暗視野像である。逆位相領域の大きさは1000Å



Fig. 3

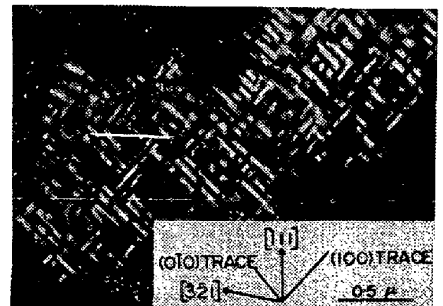


Fig. 4

程度である。Fig. 4に観られる如く $(\frac{1}{2})a'_0\langle 100 \rangle$ 逆位相境界は $\{100\}$ 面上に優先的に存在する傾向が強い。これは Marcinkowski and Brown⁶⁾による結晶学的な考察結果とよく一致する。又同じ様な観察結果が、最近 Gempferle and Hočik⁸⁾により報告されている。

3.2. 規則格子転位及び機械的逆位相境界

A, B, C いずれの熱処理を施した試料でも、その後の圧延により生じたと思われる転位は対になっていることが観察された。Fig. 5(a)及び(b)はそれぞれ、転位対及びこれらの転位を連結している逆位相境界を示す。

Fig. 5(a)は明視野像であり、Fig. 5(b)は同じ領域の002規則格子反射による暗視野像である。Fig. 5(a)の転位1-2, 3-4, 5-6はそれぞれFig. 5(b)の逆位相境界A, B, Cにより連結されていることがよくわかる。

002反射は S_{II} であるからFig. 5(b)の逆位相境界は(※) $a'_0\langle 111 \rangle$ 型である。又トレースアナリシスによるとこれらの逆位相境界のトレースは $(1\bar{1}\bar{2})$ 面のトレースに平行であり、逆位相境界は $(1\bar{1}\bar{2})$ 面上にあることを示唆する。 $(1\bar{1}\bar{2})$ 面上にあるとして逆位相境界の中から試料の厚さを計算すると約1000Åとなり、妥当な値である。転位線の方向は $[1\bar{1}1]$ であり、全てラセン転位であると思われる。Fig. 6は020規則格子反射による暗視野像であり、やはり熱処理Bを施した試料中の機械的に生じた(※) $a'_0\langle 111 \rangle$ 逆位相境界を示す。逆位相境界のトレースには3方向があることがわかる。

トレースアナリシスすると、これらはそれぞれ (011) , (121) , (132) 面のトレースと一致する。これは逆子が $\{110\}$, $\{112\}$, $\{123\}$ 面上で起っていることを示唆する。Fig. 6の転位線は又すべて $[1\bar{1}1]$ 方向に平行であり、多分ラセン転位であろうと思われる。Fig. 6からは二つの転位対が更に(※) $a'_0\langle 100 \rangle$ 逆位相境界により緊密に連結されている様にはみえず、転位は四本が一組になって動くのではなく、二本が一対として動くものと考えられる。もしそうであるなら、各転位対はその背後に(※) $a'_0\langle 100 \rangle$ 逆位相境界の帯を残していなければならない。転位対の背後に残されたものと考えられる(※) $a'_0\langle 100 \rangle$ 逆位相境界はFig. 7(a)に示す如く熱処理Cを施した試料中に観察された。

Fig. 7(a)は111規則格子反射による暗視野像であり、 $\{100\}$ 面上にあると考えられる熱的に生じた(※) $a'_0\langle 100 \rangle$ 逆位相境界及び、それらを横切って機械的に生じたと考えられる長い逆位

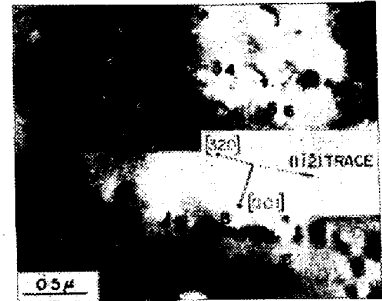


Fig. 5(a)(上), (b)(下)

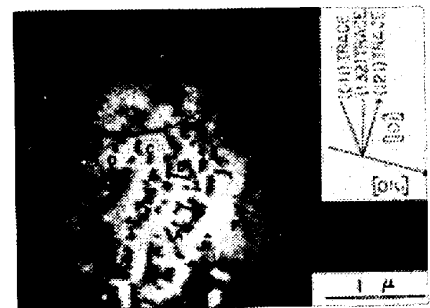


Fig. 6

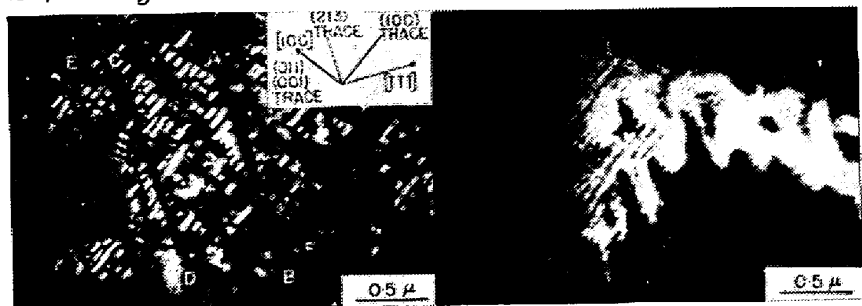


Fig. 7(a)

Fig. 7(b)

相境界 A-B, C-D ((213) トレースに平行), E-F ((011) トレースに平行) を示す。(213)面は試料表面と $68^{\circ}48'$ の角度をなす故、(213)面上の逆位相境界は比較的中広くみえ、試料表面とほぼ直角な(011)面上のものは非常に細くみえる。これらの機械的に生じた逆位相境界は Fig. 7(b) に示す如く 222 反射ではみえない故 (注) $a_0' \langle 100 \rangle$ 型であることが結論出来る。同じく熱処理 C を施した試料について他に多数観察を行ったが、いずれの場合も長い逆位相境界は S_{II} 反射によつてはみられず、 S_{II} 反射によつてのみ観察可能であった。 S_{II} 反射では、熱処理 C を施した試料でも比較的短い逆位相境界 (Fig. 8) のみが観察される。Fig. 8 は 200 反射による暗視野像であり、短い (注) $a_0' \langle 111 \rangle$ 逆位相境界 (A 及び B) を示す。現在迄のところ (注) $a_0' \langle 111 \rangle$ 型及び (注) $a_0' \langle 100 \rangle$ 型両方を同一視野で観察することは成功していないが、 S_{II} 反射のみで観察しうる長い逆位相境界は、(注) $a_0' \langle 111 \rangle$ 逆位相境界により連結された (注) $a_0' \langle 111 \rangle$



Fig. 8

転位対の背後に残されたものであることは、ほぼ確かであると思われる。長い (注) $a_0' \langle 100 \rangle$ 逆位相境界は殆んどすべて真直ぐであり、これは (注) $a_0' \langle 111 \rangle$ 逆位相境界で連結された転位がクロススリップしにくいことを示唆するものである。本実験により得られた情報によれば、Walter and Koch²⁾ により観察された転位対は、いわゆる積層不整により連結された部分転位ではなく、逆位相境界により連結された規則格子転位であろうと思われる。そして Barrett 等¹⁾ 及び Walter and Koch²⁾ により観察された鉄-珪素合金の近りの様子の珪素濃度による変化は規則格子の形成に起因しているものと考えられる。同様なことが Marcinkowski and Chessin⁹⁾ により FeCo について見出されている。

References

- 1) Barrett, C. S., Ansel, G., and Mehl, R. F., 1937, Trans. Amer. Soc. Metals, 25, 702.
- 2) Walter, J. L., and Koch, E. F., 1965, Trans. Amer. Inst. min. (metall.) Engrs, 233, 1209.
- 3) Hansen, M., and Anderko, K., 1958, Constitution of Binary Alloys (New York: McGraw-Hill), p. 713.
- 4) Meinhardt, D., and Krisement, O., 1965, Arch. Eisenhuettenw., 36, 293.
- 5) Bradley, A. J., and Jay, A. H., 1932, Proc. roy. Soc. A, 136, 210.
- 6) Marcinkowski, M. J., and Brown, N., 1962, J. appl. phys., 33, 537.
- 7) Marcinkowski, M. J., and Brown, N., 1961, Acta Met., 9, 764.
- 8) Gemperle, A., and Kočík, J., 1965, physica status solidi, 11, 5.
- 9) Marcinkowski, M. J., and Chessin, H., 1964, Phil. Mag., 10, 837.