

討18 鉄中の転位の電顕観察

東北大学金研

幸田 成康

1. 緒言

鉄における転位の透過電顕観察によって、今日までにどのようなことが明らかにされたか、逆にいえば、どのようなことが未解決かをまとめてみるのが、本稿の目的である。

2. 塑性変形に伴う転位分布の変化

2.1 引張り変形の場合

多結晶(1-7)、単結晶(8-12)の各種の純鉄について、引張り変形に伴う転位の観察が行なわれている。いずれの結果も、室温での変形初期で、真すじな転位、joggedな転位、小さい転位ループ、転位の cusp、わずかに tangle した転位を見ている。これらは、変形の進むにしたがって、tangle した転位の cluster 状になり、ついでそれらをつなべて cell 状の structure を形成しはじめるようになる。この過程の進行は、多結晶より単結晶の方がおそく、単結晶の場合とうぜん結晶方位に依存する。多結晶では結晶粒の大きい方がとうぜん進行がおそい。なお、このときの転位ループや cusp は、うせん転位の cross glide による superjog の運動の結果生じたものである。また、変形初期に長い真すじな転位がよく見られるが、これはうせん転位であること確かめられている(10, 12)

低温(-70°~-196°C)での初期の変形では、転位は jogy でなく直線状に近く、また分布も比較的一様である。それら転位の方向は $\langle 111 \rangle$ が多く、やはりうせん転位である。また、転位ループや cusp も見られ、変形の進むにしたがって tangle した転位やその cluster があらわれることは、室温での変形の経過と本質的にそう変らない。

Dingley と Hale (6) は、-117°C から 400°C に至る温度で 10% の引張りを行なったときの転位のバーガスベクトルを決定し、 $\frac{1}{2}a\langle 111 \rangle$, $a\langle 100 \rangle$, $a\langle 110 \rangle$ の比率が 57:22:21 になったという結果を出している。 $\frac{1}{2}a\langle 111 \rangle$ 以外の転位は、2つのすべり系の活動による転位の反応の結果である。

cell の形状、大きさについては、単結晶では細長いものが観察されている(9)。その大きさはだんだん小さくなる。

転位密度 ρ とそのときの引張り応力 σ 、あるいはせん断応力 τ との間には、 G を剛性率、 b をバーガスベクトルとするとき、 $\sigma = \sigma_0 + \alpha G b \sqrt{\rho}$ または $\tau = \tau_0 + \alpha' G b \sqrt{\rho}$ なる有名な関係が成立する(3, 7, 9, 11, 12)。 α, α' は、純度、多結晶では結晶粒度、単結晶では結晶方位、試験温度で変化する定数である。Fe-3%Si合金でも同様の関係が得られている(13)。

高温(400°C)の引張りでは、回復が起こるので、二次元の転位網からなる亜境界が観察される(7)。

2.2 圧延の場合

圧延度の低いときは、引張りのときの経過とそう変らないが、強圧延(70%)したものである、全部が全部ではないが細長く伸びた cell structure がよく観察される(4)。この外に、Fe-3%Si合金で、境界のはっきりした、いくつもの細長い帯状の領域の集合である microband とか transition band とかいわれるものが観察されたが(14-16)、同様のものが純鉄の80%圧延したのものにも観察された(17)。この band の伸びている方向は圧延方向である。

2.3 疲労による場合

小さい転位ループの patch があちこちにあらわれることが特色であり(18, 19)、同時に強く jogged した

た転位を伴う。Wei と Baker (20, 21) によれば、表面層では内部とちがって、*deformation bands* と転位ループの列が見られた。

2.4 フリーブによる変形の場合

600°C のフリーブ試験の場合、回復が伴うので転位網が観察された (22)。

3. 焼なましに伴う転位分布の変化

3.1 回復

引張り変形 (16%) 後 550°C に焼なましをすると、転位網からなる亜境界が形成される (3, 4)。しばしば観察される六角状の転位網において、その一つの枝が 2 つの $\frac{1}{2}a\langle 111 \rangle$ の反応でできた $a\langle 100 \rangle$ であることが知られている (2, 13)。

3.2 再結晶

再結晶粒の発生個所としては、粒内、大角粒界、存在物乃至第 2 相粒子の 3 つの場合がある。粒内での観察では、*cell structure* の 1 つのセルを出发点とする再結晶枝の発達が見られた (3, 17, 23-25)。完全に新規な再結晶粒の発生ではないわけである。発生直後の成長は境界移動ではなく、*subgrain coalescence* 機構による。したがって、加工組織の中に生れたばかりの再結晶粒の方位は、もとと余り変わらない。これらの枝の成長過程によける遅速で、再結晶集合組織の優先方位が形成されることになる。

4. その他の問題点

4.1 存在物からの転位の発生

1957 年細かいガラス球を入れたイオン結晶において、冷却の際、熱膨脹係数の差により *prismatic punching mechanism* で転位ループの発生がはじめて認められた。その後、いろいろな金属において同様の存在物からの転位の発生が透過電顕で見られた。鉄においては、エッチピット法でそのような事実を観察されていたが (26)、透過電顕でも観察された (2)。したがって、冷却に伴う変位発生の可能性は確かである (27)。

茅野 (27) は、引張り変形においても残留応力として熱応力などがあるときには、転位発生の可能性のあることを計算し、また実験でその事実を示した。矢島ら (28) は、数 μ の FeO 粒子のある純鉄を 14000 kg/cm² で高圧処理したとき、存在物近傍に多数の転位を認めたが、応力集中の程度からみて、これらの転位は存在物近傍にある古い転位が固着からはずされて増殖した結果と考えた。最近、古林 (29) は、電顕内での Fe-3%Si 合金の引張りにおいて、変形初期に存在物からの転位の発生を確認した。よって変形に伴う存在物からの転位の発生の可能性は確かである。

4.2 第 2 相粒子からの転位の発生

Leslie (30) は Fe-Mn-C 合金において Fe₃C 析出物から、また茅野 (31) は Fe-0.02% C の *metastable carbide* と思われる板状粒子からの転位の発生と見做せる電顕写真を得ている。古林 (29) は、電顕内での Fe-3%Si 合金の引張り変形において、大きい析出物からの転位の発生を認めた。しかし、室温で長時間保持した試料中の *metastable carbide* と思われる微細な析出物からは発生がなく、反ってこれらは動く転位の障害物として作用した。

4.3 粒界よりの転位の発生

Li (32) は、粒界にある ledge が 1 つの転位の発生源となりうることを幾何学的に示した。また、Worthington と Smith (33) は、Fe-3%Si 合金の光顕観察でスリップバンドが粒界から発したように粒界の近くにはけ見られるので、粒界がすべりの発生源になると考え、その機構についても一つの考之を

出した。一方機構はとにかく、大角粒界は転位の source にも sink にもなりうるという考え方があり(34, 35)。Carrington と McLean (36) は、Lüders extension 以下の応力で粒界からのすべりの発生を見た。

透過電顕を観察すると、変形初期の試料において、粒界上に直線状の転位 (boundary dislocation) が見えたり、粒内の粒界から遠いところには転位の増加がないのに粒界近傍、とくに粒界に接して多数の転位や、tangle した転位が見られる。それで粒界を転位源とする考え方が生れるのであるが、まず粒界転位について、石田(37)は、粒界転位の一部が粒内の転位にそのまま伸びていることから、変形初期の粒界転位は粒内から来たものであるとした。また、石田ら(38)は、純鉄等を 500°C でクリープ変形したときに現れた粒界転位について、そのバーガスベクトルを決めたところ、粒内にあるものと同じバーガスベクトルになることを認めた。そしてさらに、クリープのときの boundary sliding はこのような転位の粒界に沿う運動によることを考えた。

Gleiter と Bärn (39) は、Ni とその合金で粒界転位が粒界に沿って動くのを連続観察した。彼らは、粒界に存在する不純物粒子の応力集中でできた ledge が粒界から粒内に転位を送りこむ機構、あるいは粒界の屈曲で粒界転位が dissociate (バーガスベクトルの反応) して粒内に転位を送りこむ機構を考えた。いずれにせよ、転位源としての粒界の役割の有無は一つの問題点がある。

4.4 積層欠陥

竹山(40)は、高純度鉄で薄膜試料のうすい部分から発生した積層欠陥のフリンジをみとめた。Griffith と Riley (13) も Fe-3%Si 合金で同じように薄膜の孔から発生した、方向が $\{112\}$ 面のトレースと一致する積層欠陥のフリンジをみとめた。いずれも薄膜で発生したものと観察されたものである。

一方、B.C.C. 中のらせん転位の拡張の可能性が論議されているが(41, 42)、それを示す電顕観察結果はない。拡張がなかったためか、あっても小さいためか、電顕結果からは何もいえない。

4.5 変形双晶

低温で変形した試料で変形双晶が観察されるが、しばしば双晶内で転位密度が高いことが認められる。また、薄膜試料のうすい部分からの双晶発生も観察された(40)。(51)

4.6 集積転位

F.C.C. で見られるような粒界へ regular に集積した転位は認められていない。たゞ山下(43)のみが、純鉄の単結晶を引張変形した試料で、結晶内に集積転位のような regular な転位の行列を観察している。

4.7 転位の動き

Keh (3) は、電顕観察中に転位の動くのをみとめた。slip trace で真すぐな動きの外に wavy に動くのをみとめた。古林(29)は、電顕中の試料引張りでもやはり wavy な slip trace を観察したが、その方向は大体 low index plane に平行に近かった。また、同一研究で、転位の運動は jumping で進むこと、刃状転位の方がらせん転位より動きが早いこと、cross glide による jog をもった転位 dipole や、trail、あるいは転位ループの形成、double cross glide による転位の増殖や転位間の相互作用等を連続観察することに成功した。

4.8 照射損傷

Eyre (44) は、 1.0×10^{19} nut (60°C) の高速中性子の照射ではじめて点欠陥の集合と思われる $50 \sim 75 \text{ \AA}$ くらいの black spots を観察した。次いで Eyre (45) は、 2.5×10^{20} nut (60°C) の照射をした試料について焼なまし過程をしらべ、 425°C (1時間) の焼なましで、バーガスベクトルが $\langle 111 \rangle$ の interstitial loops にそれが発達することを知った。同様の観察を Bryner (46) も行なっている。これからみて black spots も interstitial Fe atoms のクラスターと考えられている。interstitial Fe atoms と同時に形成される空孔は、interstitial impurity atoms (炭素原子など) と結合しており、 250°C 以上になって解離するが、そ

れは直ちに interstitial cluster と結合して mutual annihilation をするので、鉄の照射では vacancy loops は観察されないことになる。なお、照射でできた $\frac{1}{2}a\langle 111 \rangle$ のバーガスベクトルの低位ループは $\{110\}$ 面にのるといふが (47)、鉄イオンの照射では、バーガスベクトルが $a\langle 100 \rangle$ の4角のものも $\{100\}$ 面に形成されたといふ (48)。

5. 結言

筆者は、以上に最近までの研究結果を集めてみた。直接見えるということは、確かに電顕の特色であるが、試料作成中の変化や観察が薄膜であることの制限等から、観察結果の信頼度や bulk への extension などに際していろいろの問題があることは、Seeger の指摘を待つまでもない。上述した諸結果をどう考へるべきか、また現在あるいは将来電顕を如何に利用したうよいか、今日はたしかにその反省期ではあるまいか。

文献

- (1) D. G. Brandon and J. Nutting: JISI, 196 (1960) 160 (2) W. Carrington, K. F. Hale and D. McLean: Proc. Roy. Soc., A269 (1961) 203 (3) A. S. Keh: "Direct Observation of Imperfection in Crystal", (1962) 213; A. S. Keh and S. Weissman: "Electron Microscopy and Strength of Crystals", (1963) 231 (4) W. C. Leslie, J. T. Michalak and F. W. Aul: "Iron and its Dilute Solid Solutions", (1963) 119 (5) N. Igata, R. R. Hasiguti and S. Seto: Sixth Intern. Congress for E.M., Kyoto, (1966) 307 (6) D. J. Dingley and K. F. Hale: Proc. Roy. Soc., A295(1966) 55 (7) D. J. Dingley and D. McLean: Acta Met., 15(1967) 885 (8) T. Yamashita and Y. Taneda: Japanese J. Appl. Phys., 2(1968) 266 (9) A. S. Keh: Phil. Mag., 12(1965) 9 (10) S. Takeuchi, E. Furubayashi and T. Taoka: Acta Met., 15(1967) 1179 (11) T. Yamashita and Y. Taneda: Trans. Japan Inst. Met., suppl., 9(1968) 465 (12) S. Ikeda: J. Phys. Soc., Japan, 27(1969) 1564 (13) D. Griffith and J. N. Riley: Acta Met., 14(1966) 755 Fe-Si (14) H. Hu: "Recovery and Recrystallization of Metals", (1963) 311 Fe-Si (15) J. L. Walter and E. F. Koch: Acta Met., 11(1963) 923 Fe-Si (16) H. Hu: Trans. AIME, 230(1964) 572 Fe-Si (17) 湯浅幸田: 日本金属学会誌, 31(1967) 646 (18) J. T. McGrath and W. J. Bratina: Phil. Mag., 11(1965) 429 (19) J. T. McGrath and W. J. Bratina: Phil. Mag., 12(1965) 1293 (20) R. P. Wei and A. J. Baker: phil. Mag., 11(1965) 1087 (21) R. P. Wei and A. J. Baker: Phil. Mag., 12(1965) 1005 (22) F. Garofalo, L. Zwell, A. S. Keh and S. Weissmann: Acta Met., 9 (1961) 721 (23) J. C. M. Li: J. Appl. Phys., 33(1962) 2958 (24) H. Hu: "Recovery and Recrystallization of Metals", (1963) 311 Fe-Si (25) E. Furubayashi: Trans. Iron Steel Inst. Japan, 9(1969) 222 Fe-Si (26) D. F. Stein and J. R. Low, Jr.: J. Appl. Phys., 31(1960) 362 (27) 某野: 日本金属学会誌, 31(1967) 310, 316; H. Kayano: Trans. Japan Inst. Met., 9(1968) 156 (28) M. Yajima and M. Ishii: Trans. Iron Steel Inst. Japan, 8(1968) 34 (29) E. Furubayashi: J. Phys. Soc. Japan, 27(1969) 130 Fe-Si (30) W. C. Leslie: Acta Met., 9(1961) 1004 (31) H. Kayano and S. Koda: Trans. Japan Inst. Met., Suppl., 9(1968) 431 (32) J. C. M. Li: Trans. AIME, 227(1963) 239 (33) P. J. Worthington and E. Smith: Acta Met., 12(1964) 1277 (34) D. McLean: "Grain Boundaries", (1957) 150 (35) E. Hornbogen: Trans. ASM, 56(1963) 17 (36) W. E. Carrington and D. McLean: Acta Met., 13(1965) 493 (37) Y. Ishida, T. Hasegawa and F. Nagata: Trans. Japan Inst. Met., Suppl., 9(1968) 504 (38) Y. Ishida and M. H. Brown: Acta Met., 15(1967) 857 (39) H. Gleiter and G. Bäro: Mater. Sci. Eng., 2(1967) 224 (40) T. Takeyama and E. J. Koepel: Phil. Mag., 8(1963) 2103 (41) A. W. Sleeswyk: Phil. Mag., 8(1963) 1467 (42) M. S. Duesberg and P. B. Hirsch: "Dislocation Dynamics", (1968) 57 (43) T. Yamashita and Y. Taneda: Japanese J. Appl. Phys., 2(1963) 266 (44) B. L. Eyre: Phil. Mag., 7(1962) 2107 (45) B. L. Eyre and A. F. Bartlett: phil. Mag., 12(1965) 261 (46) I. S. Bryner: Acta Met., 14(1966) 323 (47) B. L. Eyre and R. Bullough: Phil. Mag., 12(1965) 31 (48) B. C. Masters: Phil. Mag., 11(1965) 881 (49) D. McLean: Rev. Mét., 65(1968) 227 著者の研究集録 (50) "Work Hardening", Ed. J. P. Hirth and J. P. Hirth and J. Weertman, (1968) 27 (51) Y. Taneda, K. Ojima and T. Yamashita: Trans. Iron Steel Inst., Japan, 7(1967) 265