

討20 鉄鋼中の転位配列の形成過程

金材技研 古林英一

I. はじめに

透過電顕観察が格子欠陥に對する知見を飛躍的に増大させていることに異論はないであろう。それはエッチピット法やX線トポグラフィ等他の金相学的方法に比べて少くとも1%の大きさの微小部分を分解できるばかりでなく、回折条件を押えることによって転位のバーガースベクトル¹⁾ *loop* の *character*²⁾ 等の原子的大きさの歪の性質もある程度窺い知ることができるからである。しかし観察された転位配列が薄膜にしたために変形時とは異なるものに変化した可能性や、表面から転位が逃げる等の電顕特有の心配もある。転位配列とその材料の機械的性質との関連で調べる時には、残存している転位と変形に寄与した転位とがどういう関係にあるのかが必ずしも明らかにされてはいない。こうした点を直接調べる方法の一つは、電顕で観察中に試料を変形して転位の挙動を調べることである。ここではFe-3%Siを500kV電顕内で引張変形し、通常観察される転位構造³⁾がどのように形成されるかを調べた結果^{4,5)}を中心に、鉄および鉄合金の転位配列の形成過程を検討する。

II. 鉄鋼中の転位配列の特徴

ここでは鉄鋼といっても比較的簡単な固溶体合金を変形後薄膜にした通常の観察方法による結果を示す。

2.1 転位のバーガースベクトル Dingleyら⁶⁾は鉄中の転位のバーガースベクトルが、変形または焼鈍状態を問わず $\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ 方向に平行なものが各々60:20:20の比で存在していると報告した。これはもし $\langle 111 \rangle$ 方向以外のバーガースベクトルを持つ転位が変形に寄与するかも知れないというので話題をまいたが、どうもDingleyらの結果は誤りを犯している点があるようである。(Franceら⁷⁾)。また $\langle 100 \rangle$ を無理に起させようとする試みも否定的結果であった。(竹内⁸⁾)

2.2 転位配列と変形温度 他のbcc遷移金属と同様、常温以上の変形ではfccのようなedge multipoleが優先した転位配列が見られ、一方低温では直線的ならせん転位と、双極子転位や「debris」がみられ、じり帯がcoarseになる。⁹⁻¹²⁾この遷移温度は流動応力の温度依存性が消失し、三段階硬化が現われる温度にほぼ対応している。この遷移温度以下では活性化体積が小さく、例えばパイエルスカが支配的であると考えられている。

2.3 純鉄と固溶体鉄合金の相異 純鉄に比べて珪素鉄では変形初期の二次じり帯の転位密度が非常に小さい。他の合金では系統的データはないが、このことは合金で降伏応力が高く、加工硬化が小さいことと関連があるようで、合金の一般的傾向ではないかと思われる。合金元素の添加により、常温でも低温変形と同様の効果、即ちじり帯がcoarseになり^{13,14)}転位は主としてscrew的配向とする¹⁵⁾

2.4 転位の不均一分布 純鉄に比べて合金ではその硬さに応じてじり帯内の転位密度が高くなる(竹内¹⁵⁾)。しかしいずれの場合でも流動応力は転位密度の平方根に比例するとされている。⁹⁻¹²⁾変形量が10%を越えると転位のtangleした部分と転位の少ない部分から成るいわゆるセル構造が発達する。セルが形成されるのはstacking fault energyが大きい物質の特徴である。¹⁶⁾セル壁即ち転位が多い部分の中には主じり帯とはほぼ同じ量の二次じり帯の転位が含まれている。¹⁷⁾単一じり帯でも転位の集団ができるがこれはcluster等と呼ばれ、ここで言うセルとは区別される。実際連続的にセルの形成過程を調べると二つの異なる系に属するじり帯の交叉部分にのみセル構造が形成される。¹⁸⁾

このセル壁は多くの場合、主にり面にはぼ沿った層状と成しているが、厳密にはり面から明らかに3〜5度だけ法線と引張方向の成す角が大きな方向にずれている。(池田¹²⁾)

Ⅲ. 電顕内変形による観察と転位配列の形成過程

3.1 電顕でみえる転位配列と変形中の転位との関係 電顕観察のための薄膜作製中に転位が逃げたり再配列する心配は当初考えられていた程度にしないで良いことが判明(川崎ら¹¹⁾)したが、薄膜中での転位の動的挙動を調べるときは新たに転位挙動の膜厚依存性という問題を考えなければならない。一般に不純物を含む場合(Messenger¹³⁾、または硬い試料では厚さの効果は弱くなると考えてよい。Fe-3%Siのように硬い材料では厚さ0.3 μ より厚ければ転位の切り合いによるセルが形成される。⁴⁾電顕で観察中に形成されたFe-3%Siの転位配列は、バルク変形後薄膜にした試料にほぼ一致しており、この材料では試料変形後のunloadingやthinningの効果はほとんどない。更に、セルができる程変形が進んでいないかぎり、観察される多くのらせん転位は、外部応力が増加すると殆んど動き出すmobileな転位となる。⁵⁾このことは観察されるり帯内の転位が殆んど動くと考えられる解析¹⁵⁾の妥当性を与えよう。電顕の加速電圧が430kV以上になると鉄原子が高速電子とのラザフォード散乱により変位し、格子欠陥が導入される^{20,21)}ので、むやみに電圧の高い顕微鏡を用いることは、バルクな状態での転位の動的挙動を調べるといった目的には新たな問題となる。

3.2 転位の増殖機構 F.R.源が転位源としてどの位有効であるかは疑問視されているようであるが、single endのpole-multiplicationの連続観察はS.F.Eの大きいfcc金属ではしばしば観察されており(根本-幸田²²⁾ Drapier²³⁾、藤田-山田²⁴⁾)、またバルク変形した変形初期のFe-Siのり帯内の転位配列はやはりpole機構を思わせる配列をしている。井村らは大量の転位が一つの源と思われるところから発生する場面をビデオシステムでとらえている。しかし低温変形におけるような直線的ならせん転位が優先している時には、いわゆる二重交叉り帯が転位増殖の主役であると考えられる。この場合、一つの転位源(Superjog)から一つのループが発生する³⁾とはかぎらないから、F-R源のように多重発生することもあり得よう。

3.3 転位双極子の形成機構

Fe-3%Si単結晶のり帯を観察して、Low-Turkalo³⁾は転位双極子や「debris」が交叉り帯により生ずると考えたが、これに対してTetelman²⁵⁾はLowらの写真中にある双極子転位は、異なる転位源から来た、互に近いり面を運動する転位がトラップされて双極子を作るという考えを提案した。Fe-Siの常温の連続観察ではLowらの考えの方が事実に近いことが判明した⁴⁾が、しかし純鉄の常温変形のように転位がedge成分の優先している場合にもTetelmanの機構が重要でないという理由はない。二重交叉り帯で一つのsuperjogが直接形成されるという考えでは、対をなしたjogが観察されないという事実を説明できない(小川²⁶⁾)。しかし交叉り帯によってできた小さい(elementary) jogがMashburnの機構ではき集められてsuperjogに成長したと考えれば⁴⁾二重交叉り帯機構以外に解を求めるより事実にとまっている。

3.4 転位の運動とセル形成

らせん転位が優先しているFe-3%Siでは、superjogから発生した転位ループのうち、edge成分の速さが大きいため、あとにscrew成分が残される。edge成分は運動中も長いらせん成分の張力によってわん曲しているのに対し、らせん成分はjogの附近を除いて直線的である。全転位に対する運動転位の割合は応力レベルに依存し、応力が減少すると小さくなる。先行する転位、または他の系の転位に近づくると運動中の転位は停止する。edge転位が優先している純鉄の常温以上での転位の挙

動³¹⁾は未だ良く調べられていない。edge multipoleができる過程は、(1)変形はらせん転位が優先した形で進行するが unload や thinning によりらせん転位が再配列(鈴木³²⁾)によるのか、(2)変形中にすでにらせん転位が annihilate した²⁸⁾のか、または変形が edge 成分の優先した転位によって行われるのか不明である。NbやCu等と異なり、鉄の場合こうした再配列の可能性はよほどの高純度でない限りあまりきいて来ないと思われる。純鉄のセルまたは層状構造は変形温度によらずにり面にほぼ沿った平盤状構造としている^{12,29)}が Fe-Siも類似の構造を有している。Fe-Siの場合にはセル壁は明らかに転位の通路であり、転位の粗な部分(セル内部)は転位が通らない部分である。⁴⁾しかし純鉄の常温以上の変形ではセル内が転位の通路になっていると考えられている。(山下⁵⁾ 武内³⁰⁾)

3.5 転位を動かすに要する力(Fe-3%Si)

井村らは超高压電顕内で厚さの一樣な薄膜を一定応力で引張り、Fe-3%Siの転位の易動度を測定することに成功した³¹⁾ Steinら²⁹⁾のエッチピットの結果に比べて小さい応力で転位が動くのは、本質的な巨か、または試料の厚さの不均一からくるものかは明確ではない。これらの edge 転位の易動度を考える上で注意すべきことは、らせん転位と異なり純粋に直線的な edge 転位は観察されず、常に曲率を持っていることである。したがって測定されるのは edge 転位そのものの易動度ではなく、曲率による back stress を受けた転位の、保存運動に対するみかけの易動度にすぎない。直線的な edge 転位の易動度はもっとずっと大きい可能性があり、ラフは estimation でもこの back stress はらせん転位を動かす力(変形応力に対応)に匹敵する。⁵⁾ Steinらの測定にあるように、bcc金属では一般に一定の転位速度を与える応力は、温度の低下、不純物の導入で高められる。Fe-3%Siでは電顕内で引張り後、応力を除去しても曲率を有する転位は張力で真直ぐにならないことから、変形応力はほとんど、摩擦^(このことが判る。このような大きな摩擦力)力のもとでは、他の転位による内部応力は相対的に小さくなり、したがってりり帯内の転位密度が高くなる(竹内¹⁵⁾)ことが期待される。低温または合金のように摩擦力が大きい条件下では、りり帯が coarse で、多重りりしにくい事実はいずれもりり帯の転位構造と密接な関係にあると考えられる。即ちりり帯内では動ける転位が多いので、りり帯の外に比べて転位間の相互作用を考慮しても尚より小さい外部応力で変形できることになる。¹⁵⁾ したがってりり帯の加工硬化が小さいうちはりり帯が拡がる必要がない。一方ではこのことから他の系のりり帯を発生させることは当然不利になる。二次りり系の活動が転位間の相互作用で起ると仮定すれば、良くこの事情をうなずける。侵入型合金における coarse slip 化(知田・阪本¹⁴⁾)も同様に考えられよう。

- (文献) 1) Hirsch ら: Phil. Trans. A252 ('60), 499. 2) Groves ら: P.M. 6 ('61) 1527; 同 2, 892.
3) Low ら: A.M. 10 ('62), 215. 4) 古林: Trans. JIM. 9 ('68) S. 939. 5) 古林: J. Phys. Soc. J. 27 ('69), 130. 6) Dingley ら: Proc. Roy. Soc. A295 ('66), 55. 7) France ら: Proc. Roy. Soc. A307 ('68) 83. 8) 竹内: J.J.A.P. 8 ('69), 1205. 9) 山下・榎田: J.J.A.P., 2 ('63), 266. 10) Keh: P.M. 12 ('65), 9. 11) 山下・榎田: Trans. JIM. 9 ('68) S. 465. 12) 池田: J. Phys. Soc. J. 27 ('69), 1564.
13) 竹内ら: Trans. ISIJ, 9 ('69), 105. 14) 知田・阪本: Trans. ISIJ. 9 ('69), 100. 15) 竹内: J. Phys. Soc. J., 27 ('69), 929. 16) Hirsch: J. Inst. Metals, 87 ('59), 406. 17) 古林: 未発表.
18) 川崎・藤田: 第六回電顕国際学会(京都)プロシーディングス, 1 ('66), 291; J.J.A.P. 6 ('67), 214.
19) Messenger: Mém. Sci. Rev. Met., 58 ('61), 357. 20) Lucadsson ら: P.R. 127 ('62), 485.
21) Makin: P.M. 18 ('68), 637. 22) 根本・幸田: Sci. Rep. RITU, A18 ('66) S. 225. 23) Drapier: 日本電子写真集 ('68) P. 24. 24) 藤田・山田: J. Phys. Soc. J. 投稿中 25) Tetelman: A.M., 10 ('62), 813. 26) 小川: P.M., 14 ('66), 619. 27) 池田: 未発表. 28) Foxall ら: Canad. J. Phys., 45 ('67), 609. 29) 池田: Tr. JIM., 9 ('68), S. 469. 30) 武内: J.P.S.J. 投稿中. 31) 井村ら: J.J.A.P. 8 ('69), 405.