

討21 純鉄単結晶の3段階加工硬化における転位配列

防衛大・物理 山下忠美・種田庸二

1. 緒言

電子顕微鏡による転位の観察は、転位についていろいろ知見を与えるので、加工硬化の解明に重要な成果が得られている。しかしこの研究方法には次の問題点がある：(1) 薄膜中の転位配列や転位の形状が bulk のときとは異なる可能性がある、(2) すべての転位が同時には必ずしも観察されない、(3) 観測中に電子線照射の影響を受け、転位配列が変化する、(4) 転位密度算出のとき試料の正確な厚さがわからない場合が多い、また転位分布が不均一で平均転位密度を正確に求め難い場合がある。

体心立方格子(b.c.c.)金属 Nb¹⁾, Ta²⁾, Mo³⁾および Fe⁴⁾単結晶においても、面心立方格子(f.c.c.)金属結晶と同様に3段階(stage I, II および III)加工硬化が得られることが近年明らかになった。一方透過電子顕微鏡法で転位配列が調べられた。Nb単結晶においては特に詳しく調べられており、次の結果が得られている：(1) stage I における転位構造は edge dipoles の集団よりできている。らせん転位はほとんどなく、2次転位密度は低い、(2) stage II における転位構造はもつれた転位の束やより面に平行な転位網よりできている。これ edge multipole walls, twist boundary walls 等の特徴的な構造があり、2次転位密度は高く、1次転位密度と同程度である。1次らせん転位密度は高くなっている。他方純鉄については3段階加工硬化に対応する転位配列がNbにおける程詳しく調べられていない。

本討論会においては純鉄の3段階加工硬化における転位配列及びその硬化が現れないう時の転位配列の両者についての観察結果を述べる。この結果よりb.c.c.金属の3段階加工硬化の機構を明らかにすることが出来れば幸いに思う。

II. 実験方法

電解鉄から製作した厚さ0.4mmの板より幅40mm長さ300mmの板を切り出し、それを歪焼鈍法によって単結晶板とした。板面に結晶面{112}又は{011}が±3°以内の範囲で平行に現れているものを選び出し、幅10mm長さ40mmの細片をこれらの長さの方向に平行に結晶軸<123>, <110>又は<100>が向く様に多数切り出した。伸張試験片、ゲージ幅6mm ゲージ長さ20mm、はこれらの細片をやすりがけして製作した。やすり加工による歪を除くため化学研磨を行なった後、850°Cで5時間焼鈍した。応力-歪曲線はインストロン型伸張試験機を用いて、室温、-75°C(ドライアイスとメチルアルコールの温度)及び-196°C(液体窒素温度)において2×10⁻⁴/secの歪速度の下で求めた。

透過電子顕微鏡用薄膜は伸張試験片を所定の歪試験機で伸張した後、化学研磨と電解研磨とを併用して製作した。薄膜中の転位の写真を撮影し、いろいろの歪における転位密度を測定した。また電子線偏向装置と試料傾斜装置を用いて転位のバーガスベクトルを調べた。

III. 実験結果および考察

(1) 代表的な応力-歪曲線を図-1に掲げる。

伸張軸が<123>である一重たりの位の結晶(結晶<123>)では室温における変形においてstage I, II および III(矢印で各々の範囲を示す)が得られる。更にstage Iの前にstage 0が現れる。このstageは試料の純度が良くないために生ずるのであろう。結晶<123>の-75°Cにお

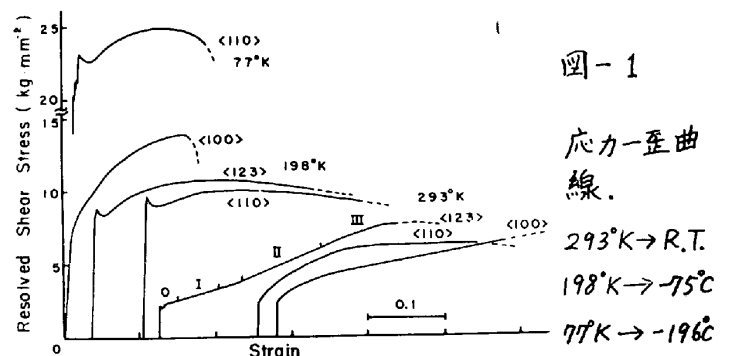


図-1

応力-歪曲線。

293°K → R.T.

198°K → -75°C

77°K → -196°C

ける応力-歪曲線は畧放物線状である。また多重文り走行なう結晶 $\langle 110 \rangle$ 及び $\langle 100 \rangle$ も畧放物線状であつて, linear hardening を示さない。

(2) 転位配列

変形された結晶中の転位配列は結晶方位, 変形量および変形温度によつて異なるから, 各結晶について個別に述べる。

(A) 結晶 $\langle 123 \rangle$.

室温で変形された結晶で得られる stage 0 においては (1) 孤立した転位, (2) 転位ループ, および (3) jogs, dipoles, loops を伴つてゐるもつれた転位より出来てゐる小さな短い転位集団が観察される。(写真1) 大部分の転位は1次 Burgers vector をもつてゐる。変形が進むにつれ, このような転位集団は密度を増し, stage I においては短い転位集団が1次より面と試料面との交線にほぼ平行に配列する。その集団と集団との間の転位密度は小さい。

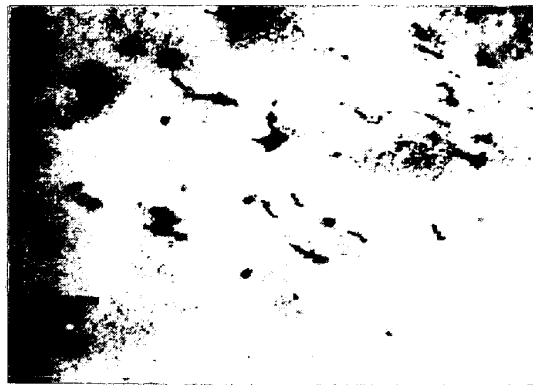


写真1. stage 0 における転位, 転位ループおよび転位集団. 1.6% 伸張。



写真2. stage I における転位集団. 一次より面の交線に平行に伸びてゐる。

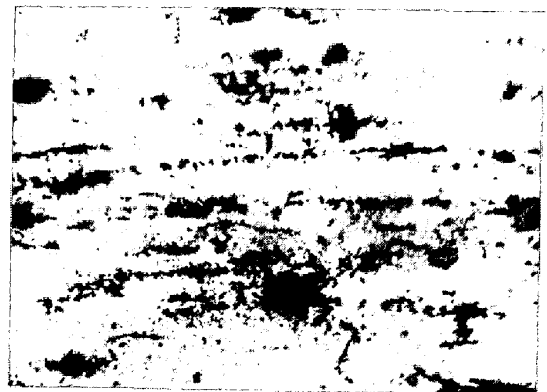


写真3. stage II における転位集団. 一次より面の交線に平行に長く伸びてゐる。

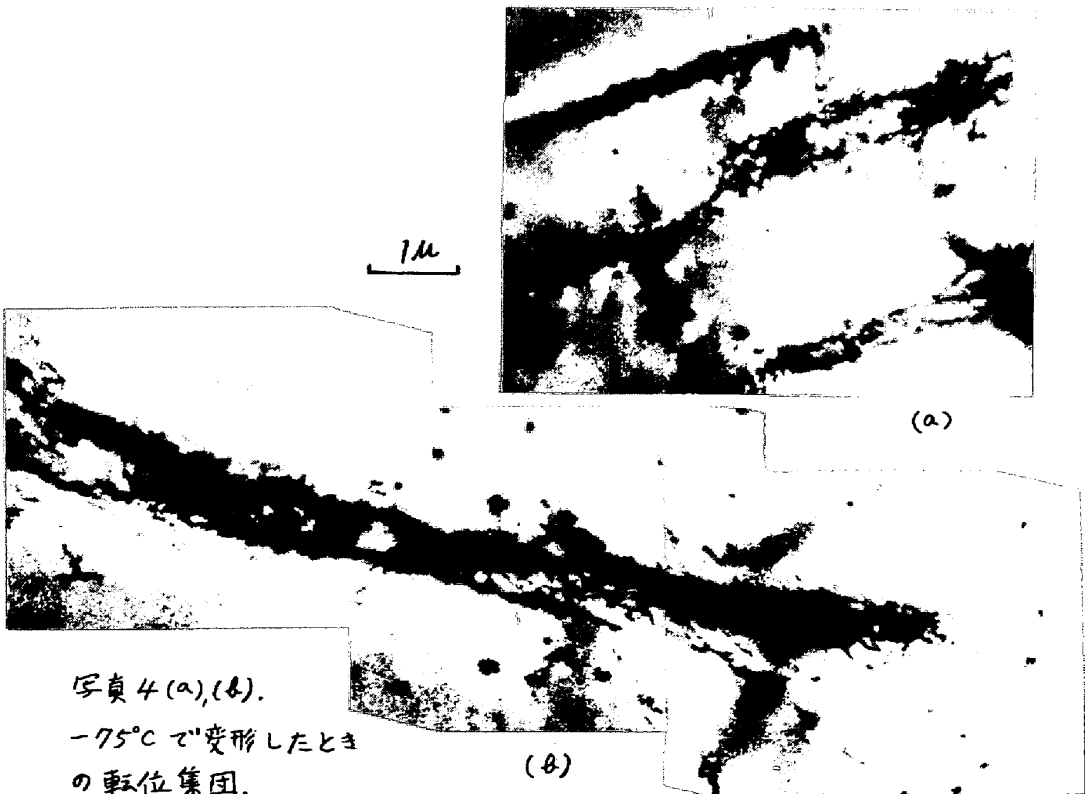


写真4 (a), (b). -75°C で変形したときの転位集団。

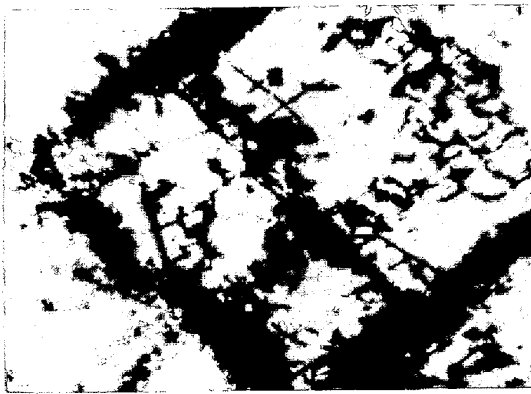


写真5. -75°C において14%伸張された結晶
 $\langle 110 \rangle$ 中にみられる転位配列, 格子構造.

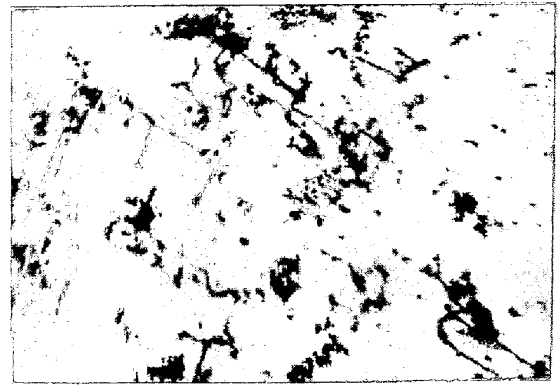


写真6. -75°C において8%伸張された
結晶 $\langle 100 \rangle$ 中にみられる転位.

(写真2). 変形量が大きくなると転位集団の長さが伸びる. 幅はほとんど変化しない. stage IIにおいて転位集団は更に長くなる.(写真3). このstageの初期, 中期および末期における集団の平均の長さはいずれも 0.43μ , 0.59μ および 0.83μ である. ある場所では転位集団と交叉してこれらをつなぐ他の転位集団がみられ, 他の場所では転位の細胞構造が見られる. stage IIIではいたるところで細胞構造がみられる. 歪33%のときの平均の細胞の長さは約 1.5μ 幅 0.7μ で, 歪が大きくなると細胞の大きさは減少する傾向がある.

-75°C において変形したとき変形初期における転位配列はstage 0の場合(写真1)によく似ている. もつれた転位からできている集団は, 変形が進行すると密度を増す. また1次交り面との交線およびそれに垂直の両方向に成長をみる.(写真4(a), (b)). (b)に示す様な巨大な転位集団もみられる. 転位集団内の転位配列は不均一で, 転位の壁があり, 1つの集団が1つの転位の細胞になっている. 破断まで明確な細胞構造はみられない. -75°C において変形した結晶中の転位密度は室温におけるものよりも小さい.

変形温度によって転位配列が異なる. また転位配列は結晶と密接に関連している.

(B) 結晶 $\langle 110 \rangle$.

この方位をもつ結晶中の転位配列は変形温度によってあまり変らない. しかし転位密度は -75°C において変形した方が室温におけるよりも小さい. 交り面の交線(2方向)に平行に転位集団がならぶ. 変形量が大きくなるとこの2方向の転位集団からできた転位の格子構造がみられる.(写真5).

(C) 結晶 $\langle 100 \rangle$.

この方位をもつ結晶中の転位配列も変形温度によって変らない. 転位密度は変形量が同じであれば, 変形温度によってほとんど変らない. 転位分布は他の方位の結晶の場合よりも一様である. 交り面の交線に平行にならんでいる転位集団が観察される.(写真6).

(3) 転位密度

すべての結晶に対して全転位密度の平方根と応力 σ との関係は

$$\sigma = \sigma_0 + Gb\sqrt{\rho}$$

の式で示されることを確かめた. ここに σ_0 は転位同志の相互作用以外の原因による摩擦力で, ρ は比例定数, G はずり剛性率, および b はBurger vectorである. 室温における σ_0 は $\sim 1\text{Kg/mm}^2$ で, -75°C におけるその値は $7\sim 8\text{Kg/mm}^2$ であり, 低温の方が値が大きいの. また室温における ρ は $0.2\sim 0.3$ であり, -75°C では 0.4 である.

次に全転位密度 ρ と歪 ϵ との関係が $\rho = C\epsilon^a$ で近似されるとして、定数 C および a を決めた。(表1)
 これらの関係より加工硬化率を求め、図1に示す応力-歪曲線より得られた加工硬化率と比較した。
 加工硬化率は $d\sigma/d\rho$ よりも $d\rho/d\epsilon$ により密接に関連がある。

stage 0, I, II および III における転位配列についてそれらの説明をすることは可能であるが、観察された転位配列より各 stage が現われる理由を明らかにすることは現段階では困難である。

IV. 終りに

b.c.c. 金属の加工硬化の研究は f.c.c. 金属におけるよりも著しくおこなわれている。b.c.c. 金属の変形は純度、結晶方位、歪速度、および変形温度に極めて敏感に影響される。これらの影響について詳しく調べ、早急に鉄鋼の塑性変形をより明らかにすることが望まれている。

化学分析

成分	C	S	Si	Mn	Ni	Cu	P	O	Fe, balanced
wt %	0.004	0.005	0.004	0.003	0.005	0.0009	0.0003	0.003	99.97

表1. σ_0 , α , a および C の値

Temp.	Orient.	σ_0 (Kg·mm ⁻²)	α	a	C (mm ⁻²)
R. T.	<123>	0	0.3	0.72	2.2×10^8
	<110>	0.5	0.3	0.72	2.9
	<100>	1.2	0.2	0.73	2.3
-75°C	<123>	6.8	0.4	1.0	1.7
	<110>	8.2	0.4	1.1	2.5
	<100>	6.8	0.4	1.2	7.5

文献

- 1) T. E. Mitchell, R. A. Foxall and P. B. Hirsch: *Phil. Mag.*, 8 (1963), 1895.
- 2) T. E. Mitchell and W. A. Spitzig: *Acta Met.*, 13 (1965), 1169.
- 3) F. Guin and P. L. Pratt: *Phys. Stat. Sol.*, 15 (1966), 539.
- 4) A. S. Keh: *Phil. Mag.*, 12 (1965), 9.
- 5) T. Yamashita and Y. Tameda: *Suppl. Trans. JIM.*, 9 (1968), 465.
- 6) G. Taylor and J. W. Christian: *Phil. Mag.*, 15 (1967), 893.
- 7) R. A. Foxall, M. S. Duesbery and P. B. Hirsch: *Canad. J. Phys.*, 45 (1967), 607.