

討22 鉄単結晶の転位のセル構造

金材技研

池田省三

鉄の転位のセル構造の出来方を知るために、変形を与えた試料から、各種結晶面に沿って薄膜を切出し、電子顕微鏡で観察した。

1. 信頼性

観察のため、外部応力を除いたこと、及び、厚さ数千Åの薄膜にした事による応力状態の変化、取扱い中に与えた外力などによつて、電顕で観察している結晶では、変形中の転位配列と、若干変化している。脱炭した鉄から作った薄膜が、どの程度変形中の転位線の配列を、そのまま残しているかを知るには、各種の方法で観察して、比較推定することが、一つの方法である。

まず、鉄中に炭素を残しておいて、時効により転位を固着させてから薄膜にした試料と比較した。鉄の単結晶では、炭素が20 ppm残っていると、低温ではとり帯の形が異なっているし、室温以上では、dynamic Strain

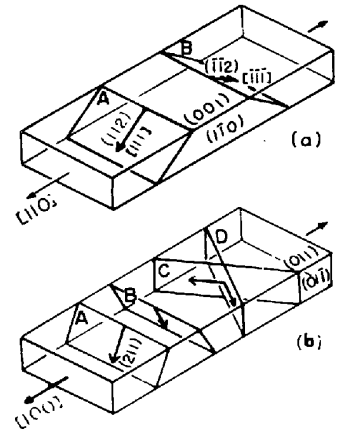


図1 結晶方位ととり面

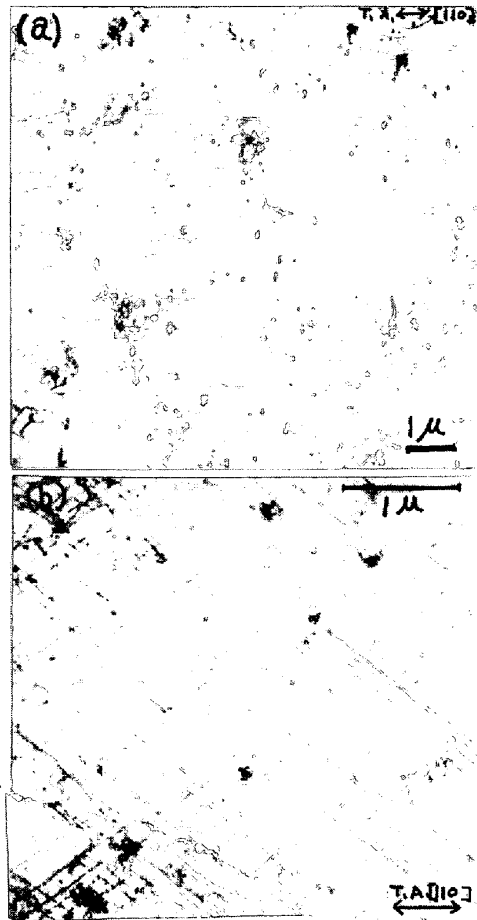


図2 -78°C [110] 引張り  
(a) 3.7% (001) 観察  
(b) 9.7% (110) 観察 (炭素が数 ppm 残っている試料)

Aging の影響があるかも知れないけれども、比較すると、炭素のあるものの方が刃状転位が若干多い程度で、基本的には似た形態をしていた。

次に、薄膜を電子顕微鏡の中で引張りながら、応力のかかった状態で観察した。その結果、(001)面の薄膜では、らせん転位がCuspを持っていることや、多くのループが存在することは、バルクから作った薄膜と同じであった。(110)面の薄膜では、バルクと同じようなセルが出来たが、刃状転位が、バルクから作った試料よりも、多く存在した。3番目に、バルクから切出す時の結晶面の違いによる比較をみると、以下に述べるように、大きかには差がなかった。しかし、らせん転位が膜面に平行になるように切出した場合、150 kVの電子顕微鏡で見える程度の厚さのところでは、 *jog*  や  *loop* ,  *tangle*  などによつて固着された位置の間隔が長いらせん転位は、ほとんど抜けてしまっていた。500 kVの電顕で見える厚い場所では、残っていた。しかし、一之、川崎ら<sup>2)</sup>は、低温で変形した鉄を、そのまま炭くして観察した結果、脱炭した鉄でも、薄膜の厚さによる転位密度の変化がなかったと報告しているので、転位がからんでいる場合や、らせん転位が膜面を存ために突抜けている場合には、転位配列の変化は少ないと考えられる。

2. [110] 又は [001] 方向に変形した鉄の転位配列

この実験で用いた方位の結晶のとり面は、だいたい {112} である。(面相互の関係を図1に示す) [110] 結晶では、上の面 (001) と側面 (110) で観察した。[100] 結晶では、(011) 面と (011) 面で観察した。-78°C で変形した [110] 結晶は、始め図2に示すように、らせん転位を主とし、転位の小さなからまりがあり、その付近で特にループが

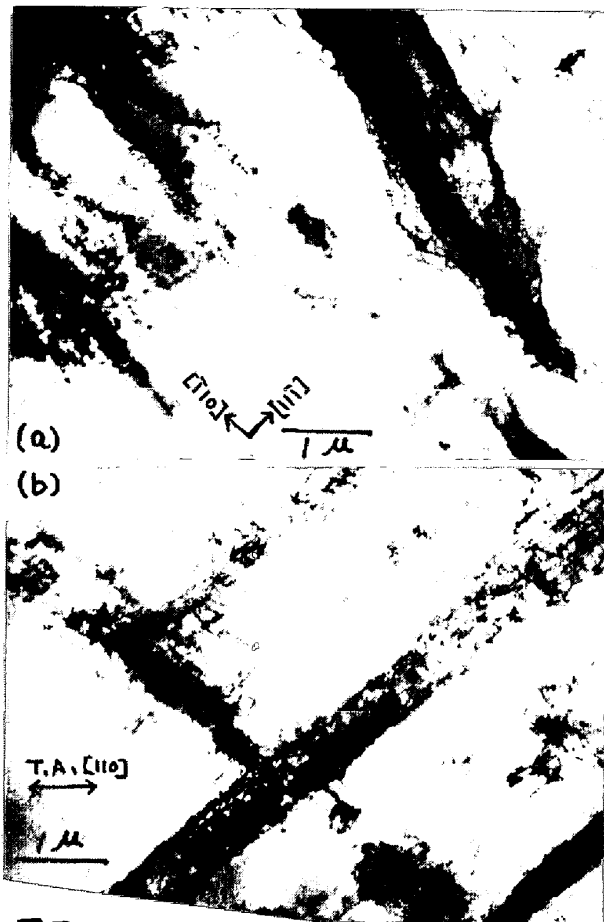


図3 -78°C [110] 引張り 22.3%  
(a): (112) 観察, (b): (110) 観察

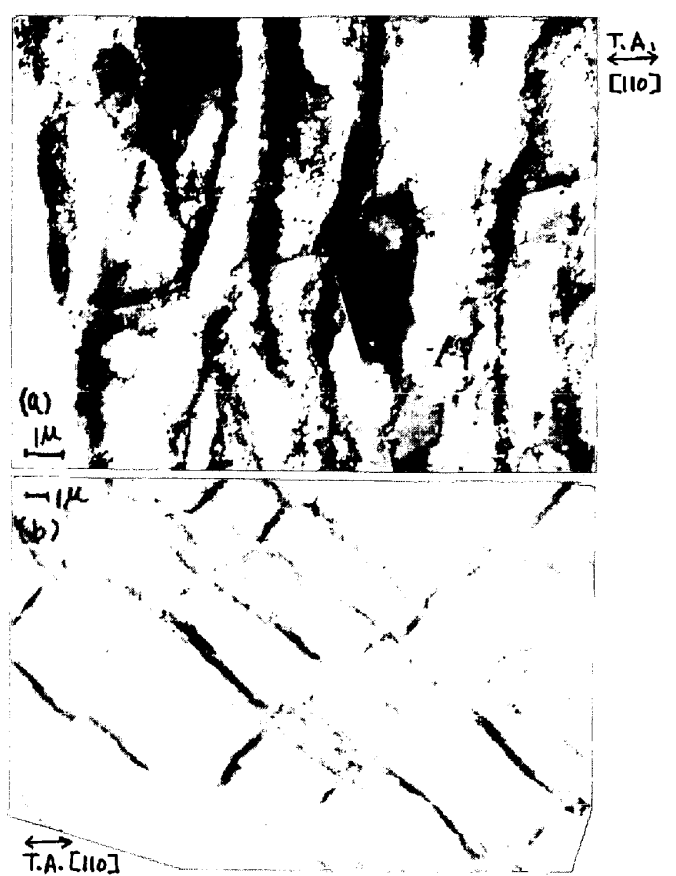


図4 23°C [110] 引張り  
(a): 20.4% (001) 観察  
(b): 8.7% (110) 観察

多い。歪の増加とともに、らせん転位の密度、タンゲルの数、量ともに増加した。歪量が10%以上では、図3に示すような、板状に転位のからまつたものが現れる。これらは(001)面を觀察すると、互に孤立している。この板状のタンゲルは、刃状転位を多く含むが、その他のところは、大部分がらせん転位である。板状のタンゲルは、歪の増加とともに、数、量ともに増す。[110]方向に23°Cで変形した結晶では、2%ぐらいまでは主としてらせん転位から成る構造であるが、5%ぐらいからセルが出来る。セル境界は、

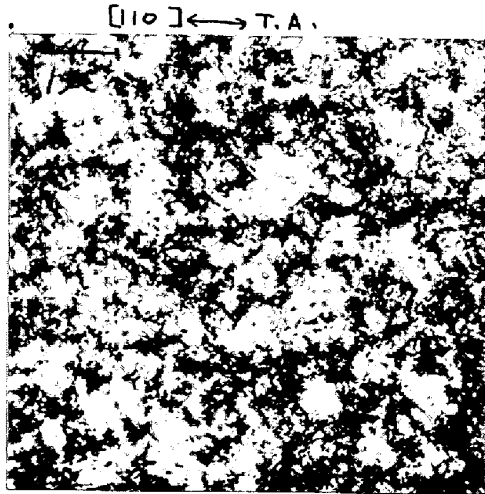


図5 -78°C [100] 引張り 13.1%

は、図4に示すように、低温で觀察された板状のタンゲルが、近い向隣で連なつたような形をしている。引張り軸が[100]の結晶は、-78°Cでは4つのにり系が均等に起り、変形とともに、4種のバースベクトルのらせん転位が均等に増え、タンゲルの場竹も増えて、図5に示すようなセル構造を作る。しかし、このセル境界は、単にタンゲルの部分が増えて行つただけで、板状のタンゲルとは異なるものである。[100]結晶を室温で引張つた場合は、4つのにり系のうち、一つが特に多く効く。そのため、出来上つたセルは図4と似た形の、特に多く上つた面に沿つたセル境界が出来る。単一にりの場合は、山下ら、Kehraらによって調べられ、基本的には同じ経過(始めはらせん転位が多く、後に、上り面に沿つたセル境界又はタンゲルが出来る)である。

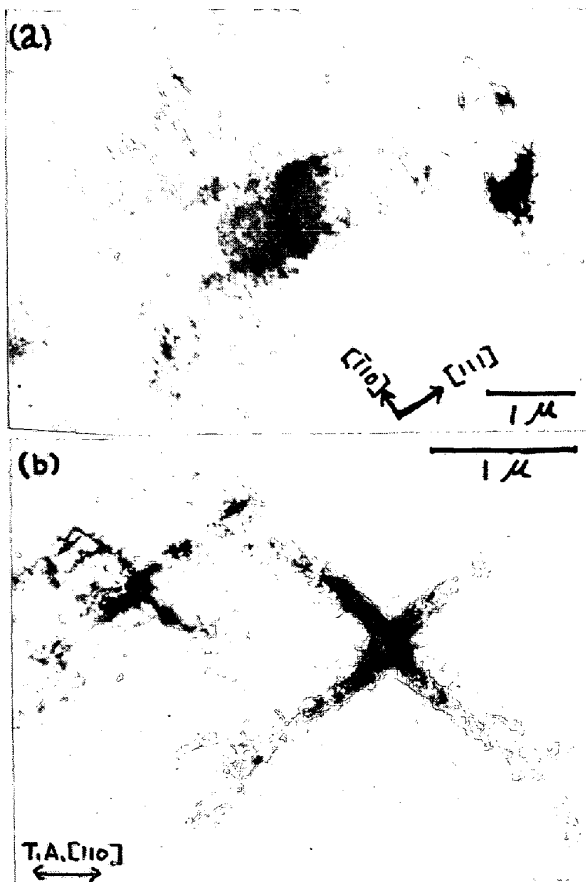


図6 -78°C [110] 引張り 5.1 %  
(a): (112) 観察, (b): (110) 観察.

いる場合がよくある。図6は、そのうちの大きさの小さいものである。(a)の右の白い部分は、蒸膜にしたとき、介在物の抜け落ちた窪みで、そこに、観察面と交わる板状のタンゲルの断面が、紡錘状に見られる。(b)の写真からも、タンゲルの面は{112}よりも{111}の方向に少しずれていることがわかる。

板状タンゲル又はセル境界は、図3a, 6aの如く、断面が紡錘形で、表面の転位密度は高く、内側の転位密度は外側よりは多いが、表面よりはずっと少ない。そして、セル境界の近くには、多数のループが存在する。表面の厚さは、0.05~0.15 μmぐらいである。板状タンゲルの厚さは、0.2~2 μmぐらいで、セル境界と云えるところ迄発達したものは、対の相手も、はつきり決められぬ場合がある。

2つの板状タンゲルの先端近くなどに、らせん転位の密度の高い部分がある。この部分は *twist boundary* を形成している。回復によって *hexagonal network* が出来るのは、このような場所であろう(図7)。板状タンゲルは、回復によって、刃状転位の列となる。展型的なものでは、刃状転位が並んだ形となる。

セル境界を構成する転位は、*edge dipole*, *loop*, これらを結ぶらせん転位から成る場合と、刃状転位とらせん転位が多く、三叉路で繞っていて、ループの少ない場所と

以上の観察結果を總括的にながめてみると、①変形の初期は、らせん転位が多く、②変形が進むと、らせん転位の密度とともに、タンゲルの数、量が増し、③板状のタンゲルが現われ、④板状のタンゲルが入り組んで、セル構造を作ると云う経過をたどっている。ただし、変形温度が低い場合は、転位密度の増加に対して、この経過の進行は遅く、又は進行しないで、[100]では②まで、[110]では③までで切れてしまう。タンゲル、又はセル境界の転位密度は、低温で出来たものの方が高い。

### 3. セルの微細構造

①~④の転位配列が、どのようにして出来て行くかを知るには、結晶を電子顕微鏡の中で引張り、連続観察する事が有力な方法である。その結果の一部は他で報告する<sup>7)</sup>。次の方法は、出来上ったセル構造の特徴を、くわしく調べる方法で、その結果について報告する。

低温で出来た板状のタンゲルも、室温で出来たセル境界も、その面はだいたい主として傾いたにり面である{112}面よりも、{111}面の方向に、3~8度傾いている(図3b, 4b)。これは、結晶が伸びる事によつて、物質に固定した座標軸が回転して行く方向と逆である。この傾きは、応力が逆に傾いたとき(圧縮)でも、同じ方向である。

板状タンゲルは、結晶中の介在物を中心として出来て

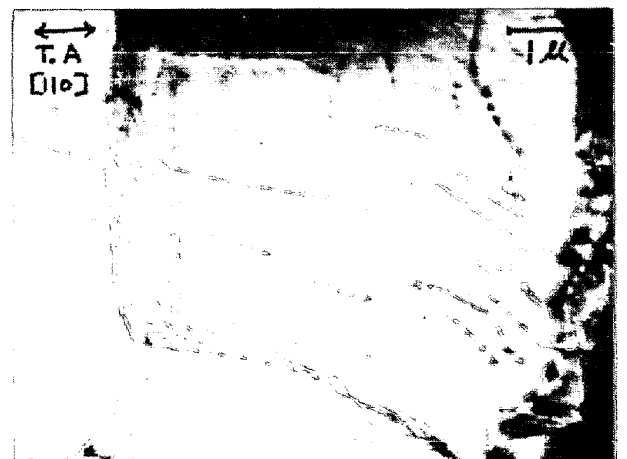


図7 23°C [110] 引張り 18%, 550°C  
2日16時間 回復, (001) 観察

がある。後者は、ある程度回復した場所であると推定される。

板状タンゲルの内側が、外部に対して結晶が回転していることが、電顕写真の明るさの違いから、明らかである。(110)面の薄膜を使い、タンゲルの中と外とが制限視野に入るようにして得られた回折図形からは、spotの割れは確認出来なかった。そこで、(001)面の薄膜を使い、板状タンゲルの中と外との回転を、菊池線のずれから解析して、回転の方向を決めた。また、同じタンゲルを±25度傾けることによつて得られたセル境界の像の巾の拡大又は縮小の傾向によつて、そのタンゲルが、薄膜に対して、どちら側に傾いているかを決定した。数個のタンゲル又はセル境界で調べた結果、いずれも、図8に示される方向に回転していた。回転の量は30分程度であった。

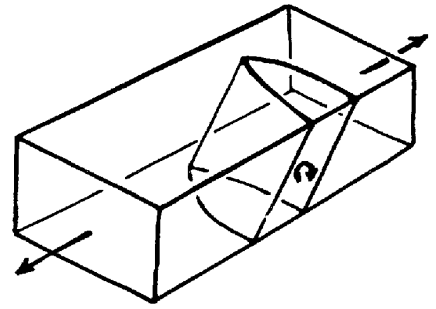


図8 板状タンゲルの結晶に対する傾きと、タンゲル内部の、外側に対する回転方向。

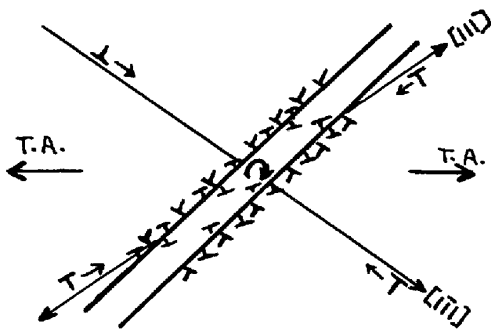


図9 板状のタンゲルの表面に集まった転位  $\rightarrow$  転位の進む方向

以上の観察結果から転位のセル構造が出来る過程を、出来る限り推定する。板状タンゲルの出来始めとして、ループ転位のからみ合いや、ループ密度の高い場所が帯状に連なつて存在する。これは、特定の面の近くで、特に多数の転位が動いて行つたとき、他のにり系の転位の存在した場所を通り抜ける過程で、突々とデブリを残して行つたものと推定される。このような場所は、ループが多く残っているので、あるループは成長してヒリ転位となり、他は、他の転位の運動を妨げて、板状タンゲルの核となる。そこに、転位が外からからみつき、太り、内側に押し込まれた転位は、消し合つて、中の転位密度が減少したのではないかと考えられる。

板状タンゲルがとり面よりも、少し傾いていることと、内側の回転方向、回復後の転位構造から推定すると、にり面に対して *Conjugate* な関係にある転位は、タンゲルの内側から発生したものではなくて、外からからみついたものである(図9)。板状タンゲルの面が、にり面よりも{111}に近い方向に傾いていることは、その方が、*Conjugate* 系の刃状転位の列が、安定した位置( $b$ に垂直)に近いからかも知れない。こうであれば、圧縮の場合に同じ方向に傾く事は理解出来る。

文 献

- 1) 武内: Tr. ISIJ 8 (1968) 251.
- 2) 川崎、藤田: Electron Microscopy 1966 (Maruzem Tokyo, 1966) Vol. 1 P. 291.
- 3) 池田: J. Phys. Soc. Japan 27 (1969) 1564.
- 4) 山下、種田: The Strength of Metals and Alloys, Japan Inst. Met. 9 suppl (1968) 465.
- 5) A.S. Keh: Phil. Mag. 12 (1965) 9.
- 6) A.S. Keh and Y. Nakada: The Strength of Metals and Alloys, Japan Inst. Met. 9 suppl (1968) 465.
- 7) 池田: 物理学会 (1970春, 仙台)