

(討18)

鉄鋼中の点欠陥の挙動

北海道大学 工学部

竹山太郎

1. 緒言

鉄などbcc金属合金の点欠陥のクラスターについては、本討論会(1970)において、吉田氏による詳細な報告がある。(1) 稠密構造での鉄の原子空孔は、稠密構造の金属に比して、より高い形成エネルギーとより低い移動エネルギーのため、普通に焼入水の場合、原子空孔を凍結させることは困難である。最近 Vyhmal 氏(2) は Fe-0.019% C 合金を固溶状態から高速度で焼入水する事により、原子空孔を鋼中に導入し、焼入水時刻に及ぼす原子空孔の効果と報告した。しかし、鉄鋼中の原子空孔・格子間原子の挙動、是水ら点欠陥と転位との相互作用ならびに点欠陥と侵入型溶質原子との離合集散の機構については、まだよく明らかでない。

最近超高压電子顕微鏡で試料の電子線照射損傷による格子欠陥の研究が、Makin(3) Norris(4) 氏による報告以来、超高压電子顕微鏡は点欠陥研究の有力な手段として注目されるようになった。

点欠陥を発生させる手段として超高压電顕を用いた場合、照射による生ずる欠陥の變化する過程が直接連続的に観察される。とくに、特定の格子欠陥に注目して、発生成長・吸収消滅や移動などの変化を動的に観察出来る利便がある。すなわち、超高压電顕で電子線と直径数μ程度の大きさの集束して、試料に照射した場合、電子線加速電圧に応じて、試料は電子線照射損傷をうける。この場合、試料温度によつて、欠陥の発生成長の様子が非常に異なる。純鉄の場合、加速電圧が50kV以上の高圧で加速された電子によつて、格子間から鉄原子がはき出され、電子線によつてはき出された1個の原子によつて、原子空孔と格子間原子の対であるフレニケル欠陥が形成される。是水ら点欠陥の合体して消滅するが、一部は水と水別に移動して、格子間原子および原子空孔の集合によるクラスター(複合欠陥)が作られる。本研究では、帯磁精製した高純鉄ならびに Fe-0.025% C 合金を用い、超高压電顕で照射する事により生じた点欠陥の挙動について、照射時間ならびに加熱温度を變化させて観察した。とくに、各種点欠陥クラスターの生成成長変化、転位と点欠陥の相互作用、照射による析出物の變化ならびに欠陥クラスターと炭素原子との相互作用などについて、連続的に観察した結果を報告する。

照射には加速電圧650kV超高压電顕を使用し、試料面上の照射面積は直径約10μのspotで照射電子流は、投影レンズの上部に設置したファラデーゲージで測定し、電子流密度は2.8~1.8×10¹⁰e/cm²・secである。試料加熱傾斜装置を用い、室温から300°Cの温度範囲で観察し、各試料はすべて真空カプセルに封入し、730°Cで30分間加熱し、0°Cの水水中に焼入水し、その後に用いた。

II 超高压電子顕微鏡による観察

1 高純鉄中の点欠陥の生成成長

試料を電子線で照射すると、欠陥が集まると、微細な黒点として認められるようになった。室温で28分間照射し、試料内に充分に点欠陥を導入し、照射を中止し、加熱設備の上で黒点が成長變化する様子と順を追って観察した。照射直後の試料は50~最大200Åの大きさの異なる多数の微細な黒点を含んでいた。(写真1)。是水らは格子間原子のクラスターと考えられる。試料を100°Cに保持し観察を続けると、黒点は次第に成長し、転位をそのようになす。単位体積当りの黒点の数はほとんど変化しない。100°Cから150°Cへ保持した場合、黒点は最大400Åに達し、一部の黒点はループ状になる。(写真2)。150°Cへ昇温して観察を続けると、黒点はループ又は析出に発達し、最大700Åに達し、ほとんどの位をその。(写真3)。是水ら17<100>方向に並んでおり、互不相同に50Å程度の微細な黒点を混在

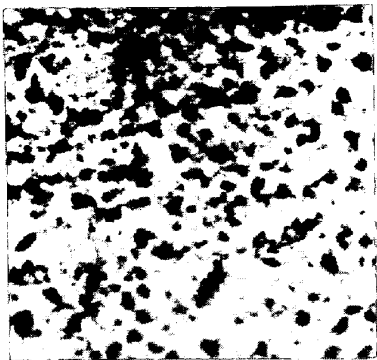


写真 1 室温で 28 分照射

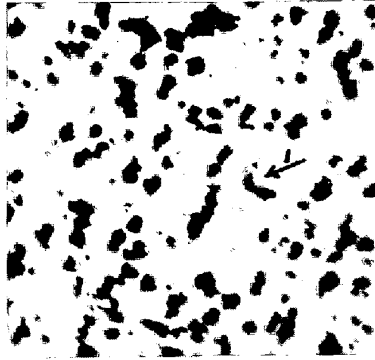


写真 2. 100°C 150 分時刻

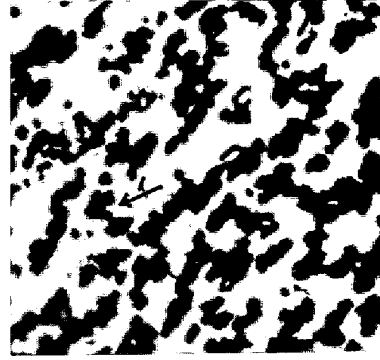


写真 3 同上 + 150°C 146 分時刻

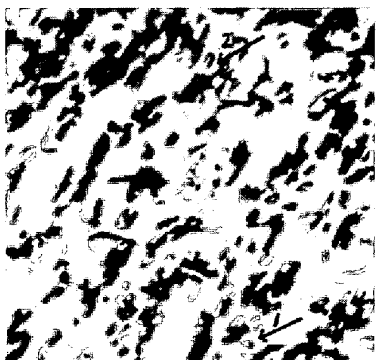


写真 4. 同上 + 200°C 124 分時刻
(矢印は変化に対応する位置を示す)

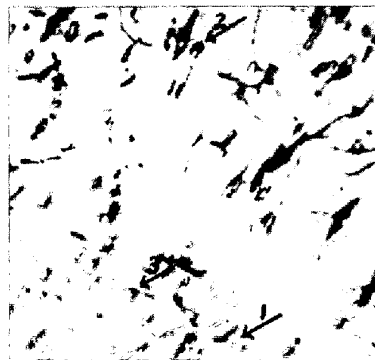


写真 5 同上 + 250°C 122 分時刻

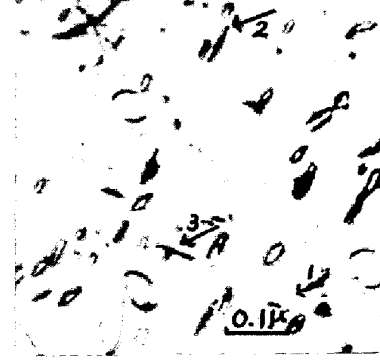


写真 6 同上 + 300°C 60 分時刻

12113. 加熱温度を 200°C にして観察を続けると、ループの成長とともに、転位が認められる。次第に転位の移動が顕著になり、転位がループと交差して止められる場合、ループを吸収して消滅させる場合がある。(写真 4)。更に 250°C に加熱すると、転位は増加するがループの数は減少する。新しいループの発生を認められる。この温度では、原子空孔の移動も活発なためと考えられる。侵入型格子間ループの減少と空孔型ループの成長が考えられる。(写真 5) 300°C に加熱すると転位の移動中表面に多く消滅するが転位密度は次第に減少する。成長した空孔型ループが認められる。(写真 6)。

なお観察したループはすべて unfaulted 型であり、これはループが空孔型か侵入型かによって、ループが微細なため正確な解析はできないが、位置では侵入型ループが形成され、200°C 以上では空孔型ループが形成されるものと考えられる。

2 転位と点欠陥の相互作用

急冷後大気中に 460 変形した転位を導入した鉄酸銅試料を照射し、点欠陥と転位との相互作用について観察した。試料の室温、84°C、144°C、および 276°C に保持し、照射による転位の挙動を追求した。この場合、200°C を境として転位存在の母体格子の形質は非常に異なっていた。

1) 200°C 以下で照射

照射によって生じた点欠陥はすべて転位に移動し、転位線上に黒点が集積して認められる。これは Fe-C 合金の侵入水時効による転位線の優先析出と非常に類似している。よって転位はハリカル化の傾向が認められる。この現象は温度上昇とともに顕著になる。よって転位のハリカル化の向きによって、最初黒点の現れ方が異なる。照射を続けると、母格子内にも黒点が認められる。よって転位のハリカル化は顕著になり、母格子内の黒点は次第に方向性を示し <100> 方向をとり、写真 7。母試料温度 84°C で 3 方向照射した場合、転位線上の黒点は成長して優先析出状になり、母格子内の黒点は方向性を示し、一部黒点の列となっていた。この優先析出状の転位、方向性を示す点列は次第に

50~100 Å の大きさの黒点群がループの集合に状態を変化し、転位の位置は不明瞭になつてくる。写真 8 は 84°C で 9 分の照射によって試料で微細な黒点に分解した様子を示している。

2) 267°C で照射

試料温度が上昇するにつれて、母格子内の黒点の生成は減少する。照射初期には、母格子内にも転位線上にも黒点はほとんど認められぬ。照射によって生成した点欠陥は、転位との相互作用が非常に顕著で、点欠陥は転位を消滅場所として除去された。

ため、刃状転位の上昇、らせん転位のヘリカル化が顕著になる。また存在している転位ループの成長も、刃状転位や他のループと合体、消滅がしばしば観察される。写真 9, 10, 11 はそれぞれ水 3 分、10 分、15 分照射した場合の転位と点欠陥の相互作用を示している。矢印 1 は近接するループ転位が次第に接近し合体する様子を示している。

矢印 2 は一本の転位が次第に接近し、ほとんど平行になり、ついに合体消滅した様子を示している。これは水の転位は、炭素の方向と同じバーガーズベクトルをもつ転位であることがわかった。矢印 3 は矢の先端に生じた黒点と近接して転位とが合体して、黒点を弾いてまわりこんで転位が移動していった。矢印 4 は同様に黒点の除去、転位がなくなり出ていった様子を示している。矢印 5 の転位は表面上出て消滅したと考えられる。母格子内の黒点は次第に成長していった。

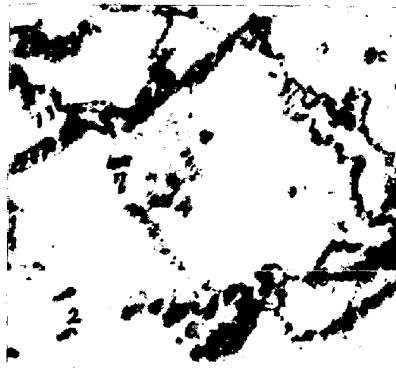


写真 7 転位と点欠陥。照射温度 84°C 照射時間 3 分 (数字は対応する析出物を示す)

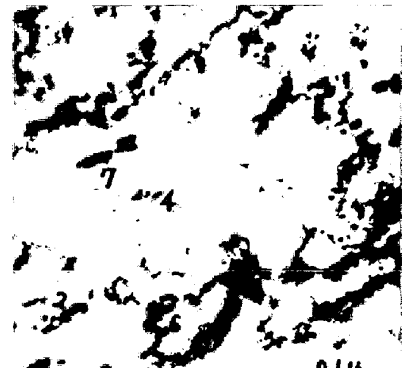


写真 8 同上。照射温度 84°C 照射時間 9 分。



写真 9 転位と点欠陥。照射温度 267°C 照射時間 3 分 (矢印は変化に対応する場所を示す)



写真 10 同上。照射温度 267°C 照射時間 10 分



写真 11 同上。照射温度 267°C 照射時間 15 分

写真 12(a)(c)(d) はヘリカル転位¹⁾の照射による変化を示したものである。照射時間はそれぞれ 4分、8分、15分、40分と照射するとともに、その変化の様子を示している。

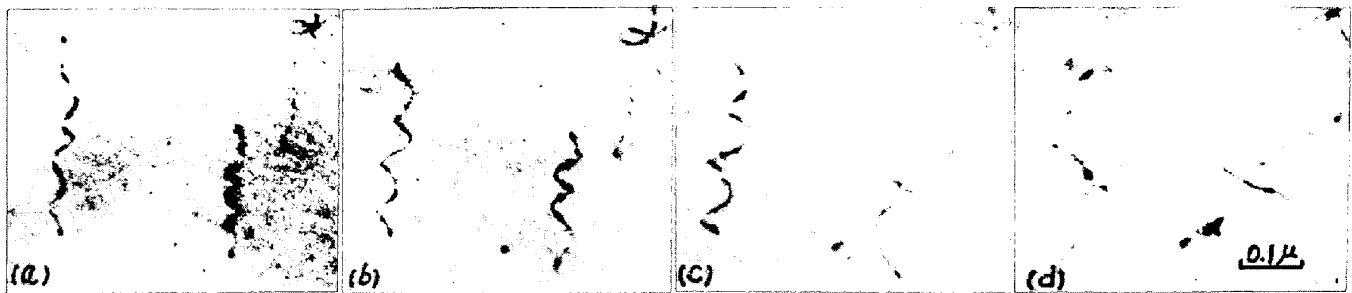


写真 12 電子線照射によるヘリカル転位の変化を示す。試料温度 267°C
照射時間 (a) 4分 (b) 8分 (c) 15分 (d) 40分

3 析出粒子と点欠陥

Fe-C合金²⁾に於いて、焼入水時効³⁾によって生ずるε相⁴⁾はセメントサイトの析出¹⁾と試料に於いて、照射による影響を観察した。

1) ε相と照射効果

焼入水1F試料と電顕内で加熱 86°Cで45分時効し、ε相を析出させた。その温度で照射した。ε相は100Å程度析出して、照射によって、微細な黒点の埋め込みが、この黒点はε相の転位線上にも認められる。(写真 13) 照射により黒点の成長し、ε相も転位線も黒点群の集合体となり、(写真 14) 次第に消滅し、約100Åの黒点の集団となる。この黒点は炭素と点欠陥の複合体と考えられるが、正体は不明である。

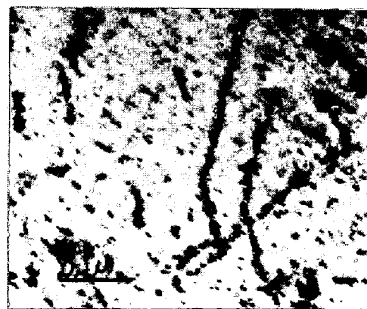


写真 13 ε相の電子照射による変化
照射温度 86°C 照射時間 4分

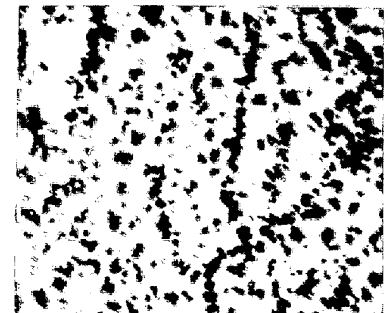


写真 14 ε相の電子照射による変化
照射温度 86°C 照射時間 12分

2) セメントサイト相と照射効果

セメントサイトの析出した温度で照射した場合、セメントサイトは照射による分解¹⁾は、母格子内は黒点の生成成長し、転位はヘリカル化が認められる。

4 点欠陥と炭素原子の相互作用

この問題はとくに今回の討論会の主テーマであり、点欠陥の時効初期に析出核として作用するが、その時効現象を促進させるか、遅滞させるかを明らかにすることは非常に興味がある。

Fe-C合金の焼入水時効に及ぼす点欠陥の挙動の研究に当って、特定結晶方位の試料に於いて、時効現象を追求するに、同一結晶粒内の特定場所を室温で数十分照射して領域とし、照射した領域に於いて、電顕から300°Cの温度範囲で焼入水時効1Fと2F、炭素と点欠陥の挙動、析出核の生成成長の様子を、連続的に観察1F。室温-100°Cの時効1Fの場合、照射1F部分は焼入水時効1Fの組織と比較して、黒点の生成成長が顕著である。この黒点は炭素と点欠陥の複合体と考えられるが、正体は不明である。現在この点に於いて詳細な研究を進めている。

以上、鉄および鉄-炭素合金に於いて電子線照射損傷による点欠陥に注目して報告した。

文 献

(1) 吉田; 本誌, 56(1970) No.4 P.5318 (2) R.F.Vyhnał & S.V.Radcliffe; Acta Met. 20(1972)435
(3) M.J.Hakin; Phil. Mag., 18(1968), 637 (4) D.I.R.Norris; J. Nucl. Mater., 40(1971) 66