

Al-4.4% Mg 合金における高温クリープ 転位組織とすべり面との関係

Relation Between Dislocation Structures and Slip Planes in Al-4.4% Mg Alloy Creep
Tested at Elevated Temperature

森 藤 文 雄*・石 田 洋 一*・加 藤 正 夫*
Fumio MORITO, Yoichi ISHIDA and Masao KATO

1. はじめに

前報¹⁾で Al-1.0% Mg 合金の高温クリープ転位組織につき、{111} すべり面が全て同等な傾きをもつ、[100] 方向からの観察を行なって、結晶粒内転位の性格を解析した。その結果、粒内転位のバーガースベクトルは、 $\mathbf{b} = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ タイプで、それら 6 種類の $\mathbf{b} = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ 転位は、粒内に均一に分布していること、これら転位の性格は、一般に刃状成分に富んでおり、粒内で三次元的な網目構造を形成していることなどが明らかになった。今回の報告は、高温クリープ変形の律速機構を考えたときに、常に論点となっている、すべり面の問題を取扱う。転位はいかなる方向を向いていても、微視的にすべり運動することが可能で、これには動的な解析²⁾が決め手になると考えられるが、そのほかに電顕的尺度ですべり面にのっているかどうかを、調べておく必要がある。Al-Mg 合金のすべり面としては、{111} の他に {100} も報告されているが、前報で明らかのように、転位は {100} 面にのるような傾向は示さなかった。そこで、4 種類の {111} すべり面のうち、2 種類を垂直に観察できるような方向である [110] 方向からの解析を以下に行なった。

2. 実験方法

試料は Al-4.4% Mg 合金で、クリープ試験片は、平行部長さ 40 mm、厚さ 0.6 mm、幅 9 mm とした。クリープ試験は大気中で、定荷重方式によって行なった。クリープ試験を中断して、直ちに炉を取りはずし、荷重を付加したまま冷却させた。これから電解研磨によって、電顕観察用の薄膜試料を作製した。使用した電顕は HU 200 E および JEM 1000 である。

3. 解析方法

試料薄膜を電顕内で、傾斜、回転し (110) 回折パターンが生じた視野において、Table 1 に示した、4 種類の二波回折条件、 $\mathbf{g} = [002]$ 、 $[\bar{1}\bar{1}1]$ 、 $[\bar{1}11]$ および $[220]$

Table 1 Dislocation contrast images in terms of $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ diffraction conditions

| $\mathbf{b} \backslash \mathbf{g}$ | 002 | $\bar{1}\bar{1}1$ | $\bar{1}11$ | $\bar{2}20$ | type |
|------------------------------------|-----|-------------------|-------------|-------------|------|
| 101 | o | o | x | o | A |
| $10\bar{1}$ | o | x | o | o | B |
| 011 | o | x | o | o | B |
| $01\bar{1}$ | o | o | x | o | A |
| $1\bar{1}0$ | x | o | o | o | C |
| 110 | x | x | x | x | D |
| 200 | x | o | o | o | C |
| 020 | x | o | o | o | C |
| 002 | o | o | o | x | E |

x: $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$
o: $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$

について、それぞれ写真を撮影した。転位像は、 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ のとき、ほぼ消失するという条件を用いると、この場合には、Table 1 のように、A, B, C, D, E の 5 種類のタイプに分類できる。観察方向 [110] に直交するすべり面は、 $(\bar{1}\bar{1}1)$ と $(1\bar{1}\bar{1})$ の 2 種で、他のすべり面 (111) および $(11\bar{1})$ は、約 35° で斜交している。 $(\bar{1}\bar{1}1)$ すべり面に存在しうる転位のバーガースベクトルとしては、A タイプの $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [101]$ および $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [01\bar{1}]$ と D タイプの $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [110]$ であり、同様に、 $(1\bar{1}\bar{1})$ すべり面に存在しうる転位のバーガースベクトルとしては、B タイプの $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [10\bar{1}]$ および $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [011]$ と D タイプの $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [110]$ である。このうち、A と B については、斜交するすべり面上にも存在しうるわけで、膜面 (110) と直交するすべり面 $(\bar{1}\bar{1}1)$ 、 $(1\bar{1}\bar{1})$ のトレースである。 $(1\bar{1}\bar{2})$ 、 $(\bar{1}12)$ に平行に存在しないからとしても、必ずしもすべり面上にないとは言えない。しかし、統計的に A, B タイプの転位のうち、約半数が $(1\bar{1}\bar{2})$ および $(\bar{1}12)$ 方向に平行であれば、高温クリープ変形中の転位は、すべり面上にあると判定することが可能であろう。一方 D タイプの転位は、すべり面ととしては、 $(\bar{1}\bar{1}1)$ と $(1\bar{1}\bar{1})$ の二種類しかとれないので、個々の転位についてすべり面にのっているかどうか容易に見分けられる。

* 東京大学生産技術研究所 第 4 部

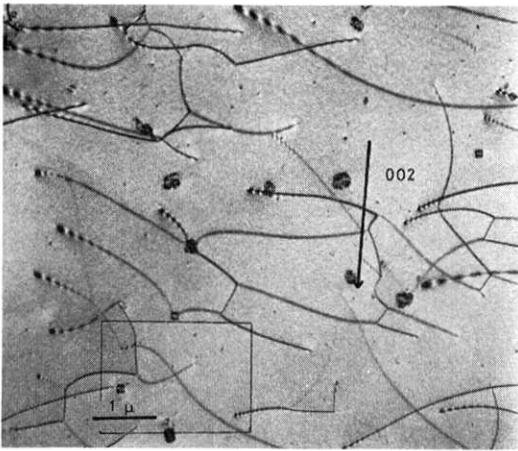


Fig. 1 (a) Transmission electron micrograph showing dislocation structures in Al-4.4% Mg alloy creep tested at a condition of $T=400^{\circ}\text{C}$, $\sigma=1\text{ kg/mm}^2$ and $\epsilon=10.5\%$

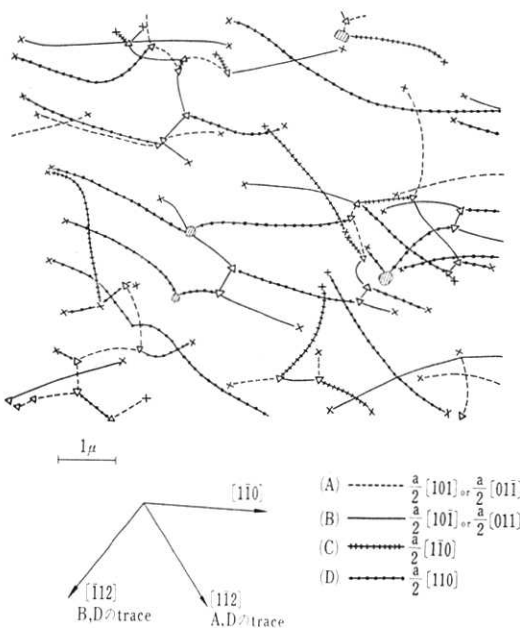


Fig. 1 (b) Dislocation network structure and the Burgers vector of the area

4. 結果および考察

1) 転位とすべり面との関係 (A, Bタイプの転位像の解析) 温度 400°C , 応力 1 kg/mm^2 で, 約 10.5% クリブ変形した転位組織の一例を, Fig. 1 (a) に示した. 転位は三重節を形成しており, 比較的均整な二次元的網目配列をなしている. これは前報の $[100]$ 方向から観察された. クリブ組織と相似している. Fig. 1 (b) の合成図に示すように, 膜面 (110) と, これに直交する

すべり面 $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ との交線は, それぞれ $(1\bar{1}2)$, $(\bar{1}12)$ となり, Aタイプの転位に対しては前者, Bタイプの転位に対しては後者と比較して, 平行であるかそうでないかの比率を取ってみたところ, Aタイプは, $0/22$, Bタイプは $6/26$ がすべり面に平行に存在するらしいことが推定された. この場合Bタイプの 23% の割合は, 転位がすべり面にすべてのっていると仮定したときの比率 50% とくらべ低い. A, Bタイプの総転位数 199 について統計をとったところ, Aタイプで $14/111$, Bタイプで $16/88$ が, すべり面に存在する可能性を有していた. すべての転位が, すべり面上にのってれば, この比は $1/2$ に近づくはずであるが, 15% 程度でしかないということは, 高温クリーブ変形中の転位は, すべり面に拘束されなくて, かなり自由に運動をしていることを示すと考えられる. このことは, 転位節を引きずりながら, 転位が運動しているという動的観察の結果と一致するものである³⁾. したがって, この合金では高温クリーブ変形機構として, らせん転位を主役とするモデル⁴⁾や, 刃状転位のすべり面にのった運動を含む諸モデル⁵⁾ は, 適当でないと考えられる. なおDタイプの転位については後述する.

2) CおよびEタイプの転位像について

Eタイプの転位像, すなわちバーガースベクトル $\mathbf{b} = a [001]$ をもつ転位について調べたが, 一例も観察されなかった. したがって, $[100]$ 方向からの解析と同様に, $\mathbf{b} = a \langle 100 \rangle$ タイプの Hirth 転位は存在しないことが支持された. これからCタイプの転位像は $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [1\bar{1}0]$ であると推定した. Fig. 1 (b) に示されるように, Cタイプの転位のみかけの方向は $(1\bar{1}0)$ に対して傾いたものが多く, 刃状成分が多いことがわかる. これは前報¹⁾ の結果と一致する.

3) Dタイプの転位像について

$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ の条件は, 転位の消失条件のひとつであって十分条件ではない. 転位線の方向を考慮した $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{u}$ の条件も必要である. すなわち刃状転位の場合には, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ および $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{u} = 0$ が, 転位像の消失条件である⁶⁾. Al-Mg 合金では, 刃状転位が多いので, 特に問題となってくる. $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ であっても, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{u} \neq 0$ のとき, 弱い像を生じる例を示すのが, Fig. 2 で, これは Fig. 1 (a) にわくでかこんだ部分を拡大したものである. この転位像は, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$ の条件で生じる像と比較して, 強度が弱く, 幅の広いコントラストを示していて容易に判別できる. この合金では $\mathbf{b} = a \langle 100 \rangle$ タイプの Hirth 転位が存在しないこと, および転位三重節でのバーガースベクトル保存則を考慮することによって, この弱い転位像は $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [110]$ をもつ転位であることが判定

研 究 速 報

された. この転位像は Fig. 2 のそれぞれの g に対して, 垂直方向に位置するとき, 強いコントラストを持ち, g に対して平行に近づくとつれて次第に弱まり, 像を消失してしまう. したがって, バーガースベクトル b と, 転位線の方向 u とが垂直の場合でも, 転位像はこの程度の強度であるから, $g=(200), (111), (220)$ のような強い回折を用いて判定するがぎり, $g \cdot b = 0$ の消失条件で, 転位のバーガースベクトルを判定する方法は正しいことが理解される. Dタイプの転位像は, すべり面 $(\bar{1}11), (1\bar{1}1)$ の2種だけであるから, これらと膜面 (110) との交線 $[1\bar{1}2], [\bar{1}12]$ に平行であるかどうかを比較することにより, すべり面上に存在しないことが, 直ちに判定できた. 同じバーガースベクトルをもつ二本の転位が見かけ上交差するところで互いに垂直になっているのは相互作用の結果と考えられ転位交差の際の上昇運動の程度を示す例と考えられる.

5. お わ り に

高温クリープ変形を中断して得た, 凍結転位組織の解析から, 前報の結果と合わせて, 刃状成分に富んだ, バーガースベクトル $b = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ タイプの転位が, 転位

三重節を生じ, お互いに絡み合って, 三次元的な網目組織を形成しており, 外力の影響をうけて, すべり面によって拘束されないで, 転位三重節を引きつりながら運動していることが理解された. 次の問題は変形の律速過程として, どの機構が効いているかを知ることである. このために, 転位相互の三次元的な位置関係を調べ, 内部応力場の検討から上昇運動しながら交差反応を行なう際の過程を調べてゆく予定である. 1 MV 電顕の撮影に協力された, 日本電子 KK, 内田祐二氏に感謝する.

(1973年5月28日受理)

参 考 文 献

- 1) 森藤, 石田, 加藤: 生産研究, 25, 136 (1973).
- 2) Y. Ishida and F. Morito: Proc. 29th Annual EMSA Meeting, 108 (1971).
- 3) K.F. Hale, M. Henderson-Brown and Y. Ishida: Proc. 5th European Congress on E. M., 350 (1972).
- 4) W.D. Nix and C.R. Barrett: Acta Met., 13, 1247 (1965).
- 5) 例えば, J. Weertman: Trans. Met. Soc. AIME., 216, 207 (1960).
- 6) A. Howie and M.J. Whelan: Proc. Roy. Soc., A 267, 206 (1962).

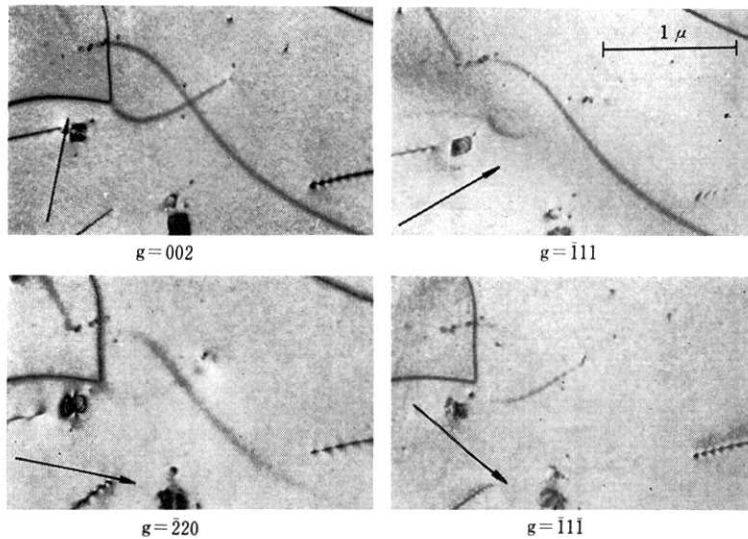


Fig. 2 Examples showing $g \cdot b \times u$ image effect at different diffractions