

Al-1% Mg 合金高温クリープ組織における転位の性格

On the Nature of the Matrix Dislocation in Al-1% 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

金属および合金の高温クリープ変形が、転位のどのような運動によって生じ、その運動の律速過程がどこであるかを知ることは、このテーマの最も基本的な問題である。筆者らは、これまで Al-Mg 合金について、転位の高温挙動を、直接電顕観察しながら、試料を引張り変形することにより連続的に解析した^{1)~4)}。この結果、クリープ組織としてみられるマトリックス転位は、いわゆる死骸でなく、この運動がクリープ変形の主体であること、転位同志は、互いの応力場で影響し合って曲っており、とくに交叉し合う場合には、上昇運動成分が大きいこと、この上昇運動が熱活性律速過程らしいことを結論した。この仮説は従来の理論のいずれにも似ているが、転位の障害の性格や、これを乗り越えてからの転位挙動、転位相互の応力場の考慮など詳細が異なっている。そこで、この考えを定量的に検討するために、従来の静的観察にたちかえて、クリープ実験を中断し、凍結して得た転位組織の解析を行なった。第1歩として、これら変形の主体である転位の、(1) バーガースベクトルの種類、(2) その分布、(3) 転位の刃状・ラセン成分比、(4) 転位の三次元的網目形状などを調べたのがこの報告である。高温変形ではあるが、室温でのすべり変形面が {111} 面であることを考慮して、まず、どの {111} 面に平行な変形が優先していても解析できるように、{100} 面について解析した。

2. 実験方法

試料素材は高純度 Al (99.99%)、および Mg (99.9%) を黒鉛坩堝中で大気溶解し、金型に铸込んだ。均質化焼鈍、冷間圧延、中間焼鈍を経た後、冷間圧延を繰返して所定の厚さ (約 0.6 μ) とした。これから試験片を切出し、仕上げ焼鈍を行なった。試験片の平行部は長さ 40 mm とした。試料組成は Al-1.04% Mg で、Fe, Si は 0.01% 以下であった。クリープ試験は大気中で行ない、試験片をチャックに取付けてから昇温を開始し、試験片が所定の温度に達して 1 時間保持した後、荷重を加えた。試験片の伸びは、差動トランスで検出し、それをレ

コーダに記録させた。定常状態に達したことを認めてから、直ちに炉を取りはずしてクリープ試験を中断し、荷重を付加したまま冷却させた。クリープ条件は、温度 $T=400^{\circ}\text{C}$ 、応力 $\sigma=1.0\text{ kg/mm}^2$ で、中断時の歪速度 $\dot{\epsilon}=1.16\times 10^{-4}\text{ sec}^{-1}$ 、伸び $\epsilon=18\%$ であった。つぎにこれを電解研磨によって、電顕で透過可能な薄膜を作製した。研磨液は、過塩素酸+エチルアルコール (1:3) の組成で、氷水で冷やしながらか使用した。電顕は HU-200 E を用いた。

3. 解析方法

試料薄膜を電顕中で傾斜・回転し、{100} 回折パターンが生じた視野につき、試料を細かく傾けて Table 1 の四種類の逆格子ベクトル g 、(002)、(020)、(022) および (0 $\bar{2}2$) について写真を撮影した。これらの低指数回折条件では、転位のバーガースベクトル b に対して直交する ($g\cdot b=0$) とき、転位像が消失する。転位像の消失条件は、転位像の方位も含んでおり⁵⁾、指数の大きい g では直交に近いとき、転位像が消えるという問題もある⁶⁾が、上記 {200}、{220} では直交条件で充分である。これは Table 1 で示される 4 種類のタイプの転位像しか、実験で生じなかったことや、後述するように、転位三重節で要求されるバーガースベクトル保存則が常に成立していたことから支持される。この合金で存在する転

Table 1 Diffraction conditions and dislocation contrast.

| $g \backslash b$ | 002 | 020 | 022 | 0 $\bar{2}2$ | type |
|-----------------------|-----|-----|-----|--------------|----------------|
| $a/2$ [$\bar{1}10$] | × | ○ | ○ | ○ | A |
| $a/2$ [110] | × | ○ | ○ | ○ | |
| $a/2$ [$\bar{1}01$] | ○ | × | ○ | ○ | B |
| $a/2$ [101] | ○ | × | ○ | ○ | |
| $a/2$ [011] | ○ | ○ | ○ | × | C ₁ |
| $a/2$ [0 $\bar{1}1$] | ○ | ○ | × | ○ | |
| a [100] | × | × | × | × | |
| a [010] | × | ○ | ○ | ○ | A |
| a [001] | ○ | × | ○ | ○ | B |

×: out of contrast.

○: in contrast.

* 東京大学大学院生

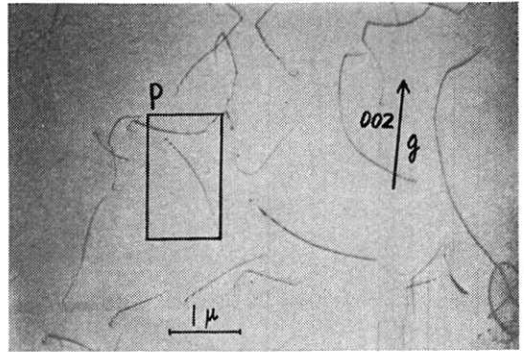
** 東京大学生産技術研究所 第4部

位のバーガースベクトルとしては、 $b = a/2\langle 110 \rangle$ と $b = a\langle 100 \rangle$ とを考慮する。これはサブ粒界では、後者が存在するという Lindroos らの結果⁷⁾ に対する配慮である。転位三重節を解析すると、転位が $b = a/2\langle 110 \rangle$ だけでできている場合、Table 1 のタイプに従えば、すべてが A, B, C よりなる転位三重節のはずである。一方、1本が $b = a\langle 100 \rangle$ 転位であれば、転位節は3本とも A あるいは B、または C 2本に A あるいは B のどれかになるはずである。つぎに、クリープ組織で、これらのバーガースベクトルのうちどれが多いか、どのくらい偏倚しているかについては、Table 1 の方法では、三種類の転位が A または B に含まれるので、完全にはできないが、 C_1 と C_2 の出現する数を統計的に比較することにより、ある程度推定できる。また、転位の刃状・らせん成分比は、 C_1 と C_2 転位につき、その方向を統計的に調べればよい。最後の転位網の形状は、それぞれの視野につき、上述の転位解析を行なうと、自ずから判明する。

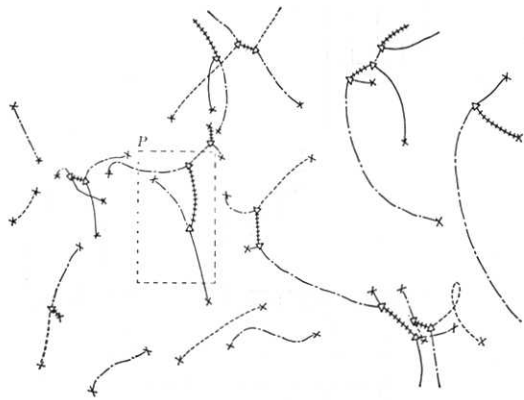
4. 結果および考察

(1) マトリックス転位のバーガースベクトルの種類
約 18% クリープ変形し、荷重を加えたまま、冷却した組織の一例を Fig. 1(a) に示した。転位の多くは三重節を作らず、薄膜の表面から裏面へ、抜けているように見えるが、これは像の消えている転位が多いため、折れ曲った部分は、実は三重節で、転位網を形成していることが Fig. 1(b)、の合成図より明らかになる。転位が薄膜の表面に抜出たところは、回折条件によって点状になっていることが多く、容易に区別できる。 $g = (002)$ では Table 1 でもわかるように、転位像は試料内部では途絶えることはない。P の部分を拡大して、4 種の g に対応する転位像を Fig. 2 に示した。Table 1 を用いて、これを解析して Fig. 1(b) に示したように、バーガースベクトルを決定する。三重節がすべて A, B, C 各 1本の転位から成ることから、マトリックス転位のバーガースベクトルは、すべて $b = a/2\langle 110 \rangle$ であると判定された。Miekk-oja らは、Al-Mg 合金で $b = a\langle 100 \rangle$ のいわゆる、Hirth 転位の例を報告しているが、これはサブ粒界を形成している場合で、マトリックス転位に関しては見出していない⁸⁾。

(2) マトリックス転位のバーガースベクトルの分布
観察方向 $[100]$ に垂直なバーガースベクトルをもつ、 $b = a/2 [011]$ (C_1) と $b = a/2 [0\bar{1}1]$ (C_2) とについて、各視野 (7 箇所) につき、出現する割合をとった。一例を除き、比率は 5:5 と 6:4 の間にあり、6種の $b = a/2 \langle 110 \rangle$ 転位は、ほぼ均一に分布しているものと推定



(a)



(b)

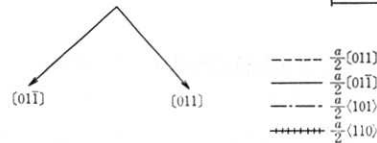


Fig. 1 (a) Electron micrograph of the matrix dislocations in creep tested Al-19%Mg alloy.
(b) Dislocation network of the area.

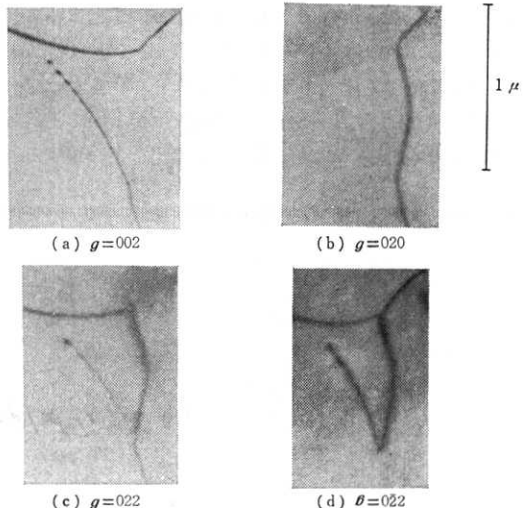


Fig. 2 Images of dislocation nodes at P in Fig. 1 with different reflections.

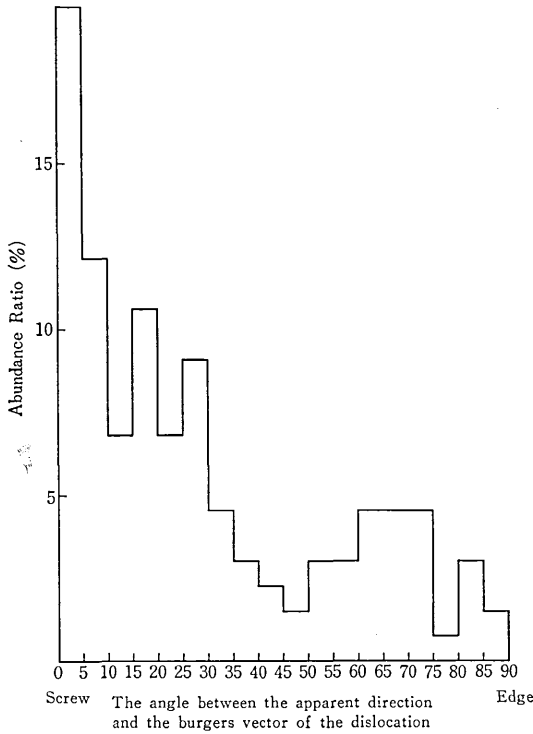


Fig. 3 Apparent direction of the matrix dislocation.

された。

(3) マトリックス転位の刃状・ラセン成分

同じく C_1, C_2 転位について、その転位線のバーガースベクトル方向との見かけの角度を測定して、その頻度曲線を示したのが Fig. 3 である。マトリックス転位が、そのバーガースベクトル方向に関係なく、任意の方位を向いているとすれば、頻度曲線は水平のはずで、今の場合、ランダムよりはラセン成分が多いことは明らかである。しかし、もともとランダムであるということは、刃状転位が主体であることを意味しているわけで、定量的にみれば、この合金では刃状転位が多いことは解析するまでもない。これは堀内らの報告⁹⁾と一致する。

(4) マトリックス転位の網目形状

Fig. 1 (b) から明らかなように、転位はあまり方向依存性のない均整な網目を組んでいる。転位三重節は結び目としては、最も数の少ないものだから、できあがった網目は決して強固なものとは考えられない。六角網目が少ないことからみて、 $\{111\}$ すべり面に影響された二次元的網目ではなく、三次元的網目であることがわかる。しかし、これを明らかにするには、 $\{111\}$ 面を垂直に観察するような方向からの解析が必要である。 $\{110\}$ 方向からの、同様な転位像解析を現在行なっているので次に報告する。

5. おわりに

以上、高温クリープ変形した内部組織のマトリックス転位の性格を統計的に解析した。次はこれを土台として、転位網目を構成した転位の三次元的配置関係を、もっとマイクロな観点から調べ、転位の切合いを律速機構とするモデルを検討してゆくつもりである。転位とすべり面との関係、転位の網目の安定な形状、サブ粒界の構造なども解析して種々のクリープ理論との関係も検討してゆく予定である。

(1973年1月12日受理)

参 考 文 献

- 1) 森藤, 石田: 生産研究, 23 (1971), 23.
- 2) 石田, 森藤: 金属および合金のクリープに関するシンポジウム予稿 (第3回), (1971), 1.
- 3) Y. Ishida and F. Morito: Proc. 29th Annual EMSA Meeting, (1971), 108.
- 4) 石田 et al.: 日本金属学会昭和47年秋期大会講演概要, (1972), 202.
- 5) P. B. Hirsch et al.: Electron Microscopy of Thin Crystals. Butterworths, (1965), 176.
- 6) L. F. France and M. H. Loreto: Proc. Roy. Soc., A307 (1968), 83.
- 7) V. K. Lindroos and H. M. Miekko-oja: Phil. Mag., 16 (1967), 593.
- 8) H. M. Miekko-oja and V. K. Lindroos: Surface Science, 31 (1972), 442.
- 9) 堀内, 大塚: 日本金属学会誌, 35 (1971), 406.

