

高温における転位運動の透過電顕観察

Transmission Electron Microscopic Observation of Dislocation Motions at Elevated Temperature

森 藤 文 雄*・石 田 洋 一*

Fumio MORITO and Yoichi ISHIDA

1. はじめに

金属結晶が高温クリープ変形をしているとき、転位は一体どのような挙動をしているか、したがって転位のどの動きが高温クリープの律速段階であるかということについて現状をみると、この分野の研究者が一致して支配的であると認めることができるような転位モデルは存在していない。高温クリープの研究手段としては、クリープ試験に基づく機械的かつ定量的なアプローチが主であり、従来、これらの実験結果を数式的にまとめるとか、律速する転位運動を仮定して実験値と比較するという試みを中心であったが、近年、透過電顕法など金属組織学的な解析手段が発展し、その知見が深まるとともに、直接クリープ変形した試料の組織を観察して、クリープ変形機構を探ろうという試みが盛んになってきた。このような直接組織観察の方法には大別して二種類のものがある。第一には、現在盛んに行なわれている方法で、クリープ試験した試料を薄膜にして組織を観察し、転位密度、サブ粒径、巨大ジョグ間隔などの組織学的因子を測定し、クリープモデルと比較するものである。第二の方法は、クリープ試験した試料を薄膜にし、電顕内で加熱しながら、クリープ変形を行なわせ、そのときにみられる転位の挙動を直接観察することである。第一の方法で致命的であると考えられるのは、これが静的な観察にすぎず、実際に起っている転位の動きをみていない。すなわちあるモデルを仮定して変形過程での転位挙動を推測していることであろう。この問題は第二の方法を併用すれば除くことができるはずである。この研究は第二の方法の開発を目的としたもので、実験的にその有用性や問題点を追求しようというものである。この方法は薄膜のクリープ変形を透過観察しているのであるから、薄膜効果、電子線照射効果など、実験の解釈に際して注意を必要とするだろう。ともあれ、この方法は定性的、相補的なものであるにせよ、現在、混乱状態にあるクリープ転位論を整理する手がかりとなるのではないかと期待される。クリープ試験を行なった試料を用いる前に、まず手始めとして、Al-Mg 合金薄膜を電顕内で直接加熱し、先在した転位の運動を連続的に透過観察した。以下はその結果の報告である。

2. 試料および試験方法

試料は Al-1.3% Mg 合金である。これを 99.9% 冷間加工して、厚さ 80~150 μ の薄板とし、500°C で 4 時間焼鈍し徐冷した。粒径は 50~200 μ であった。この試料では、いわゆる cube texture が形成されて、{100} 面が板面に平行なものが多かった。次に HClO₄+C₂H₅OH (1:3) の研磨液を用いて電解研磨を行ない、透過可能な薄膜とした。これを 200 kV 電顕内で、250~400°C の温度範囲で直接加熱しながら、転位の高温における挙動を連続的に観察した。結晶の方位や転位のバーガスベクトルの向きについては、加熱終了後、薄膜を室温に冷却してから、転位をすべり運動させ、転位と薄膜表面との交点に生じる slip trace、および電子線回折から決定した。これに先立ち、参考のために室温における転位の挙動も観察した。

3. 結果および考察

(1) 室温における転位の挙動

高温における転位挙動と比較するため、室温における転位の運動を観察した。駆動力は電子線をその転位付近に集中させたとき生じる熱応力である。室温では交叉すべりが頻繁にみられた。Photo. 1 はその一例である。(ス

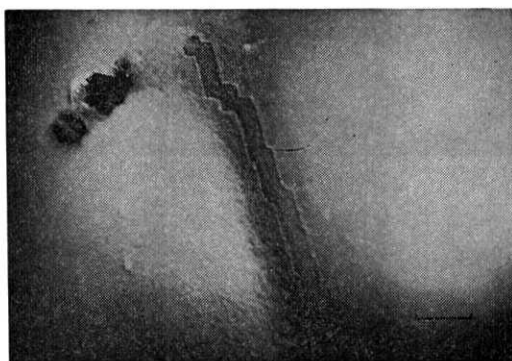


Photo. 1

ケールは 1 μ を示す。以下すべて同じである。)交叉すべりは他の転位や転位群に接近したときによく生じる。観察された転位は、薄膜作成前から先在した転位、あるいはこれが増殖したものが大部分で、薄膜端から導入されたものもみられたが、粒界からの転位の発生は観察されなかった。Photo. 2 は先在した転位が mono-pole type

* 東京大学生産技術研究所 第 4 部

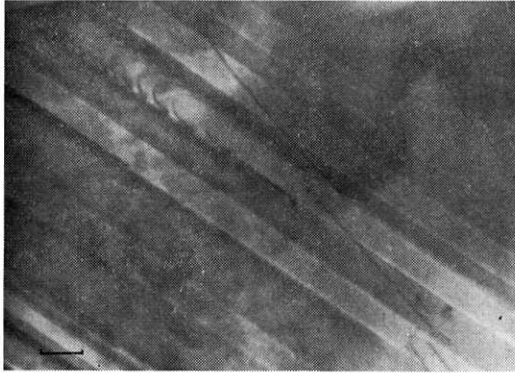


Photo. 2

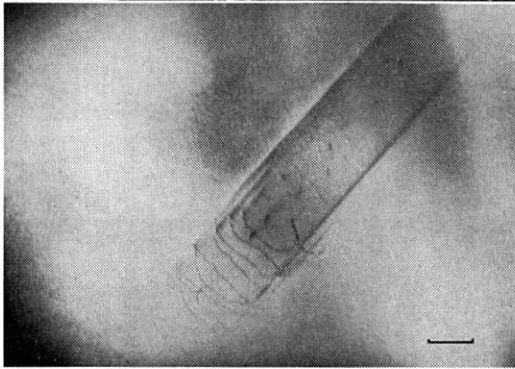
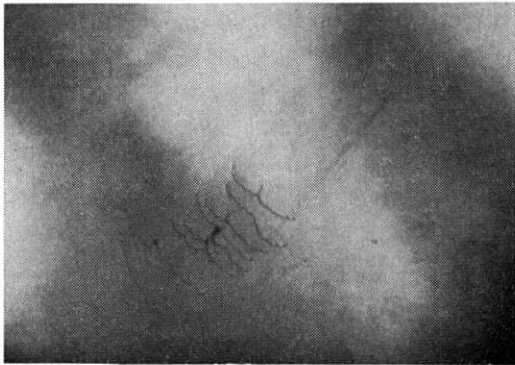


Photo. 3 上(a), 下(b)

増殖源となって、次々に転位を増殖させた場合で、転位が粒界へ移動していったことがわかる。Photo. 3 は粒内の発生源から生じたと考えられる転位が粒界へとすべり運動してゆく例である。この試料では転位が通過した軌跡として slip trace が強く現れる。これは時間の経過につれて不鮮明になってくるが運動過程の有力な情報を与えてくれる。これら一群の転位は、同一の発生源から生じた転位とみられるが、交叉すべりによって異なるすべり面上を運動している。また転位は任意のものが活動し、あるときには障害に止められたり、あるときには他のものに先行したりして運動する。(a), (b) とともに転位が運動した後に黒点が観察されるが、これは転位が

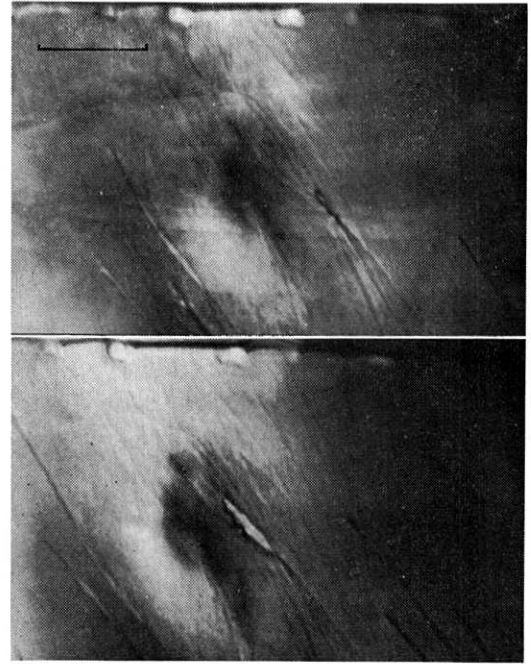


Photo. 4

運動する前には存在していないから、運動した結果形成されたものである。転位は (a) では黒点にひっかかっているが、(b) ではこれを離脱して移動している。この黒点は交叉すべりの結果残された転位ループと考えられる。転位の運動が巨大ジョグの両側で同時に起こるわけではないため、転位ループは動かなかった側の転位に沿って長く伸びた不規則なものになっている。

(2) 高温における転位の挙動

高温になるにつれ、空孔の移動を媒介とする転位の上昇運動がみられるようになる。本合金は固溶効果が大きく典型的な合金型クリープ現象を示し、個々の転位が合金雰囲気をはきずりながら運動するものと考えられている。もしそうであれば、この合金のクリープでは転位相互の干渉やサブ粒界のようなクリープ組織を考慮する必要はなく、個々の転位の運動を観察するだけで十分であろう。またこの機構が律速する場合には、律速過程にある転位の運動は必ずしも、上昇運動である必要はない。Photo. 4 は高温での転位運動を示す例である。実測された転位の速度は 300°C で数~数十 $\text{\AA}/\text{sec}$ であった。いずれもすべり面によっておらず、室温におけるような高速運動はみられなかった。この運動は転位密度を 10^8 cm^{-2} とすれば、ひずみ速度 $3 \times 10^{-3} \text{ hr}^{-1}$ 程度の逆遷移クリープを伴う合金型クリープの条件に相当していると考えられる。比較的長い転位の運動も観察したが、今までのところ巨大ジョグをもたせぬ転位が、非保存的に運動している例はみつかっていない。高温で運動させ

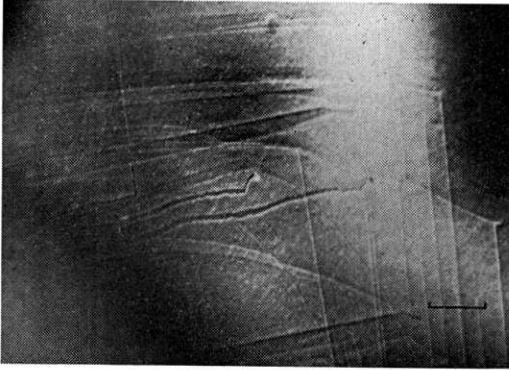


Photo. 5

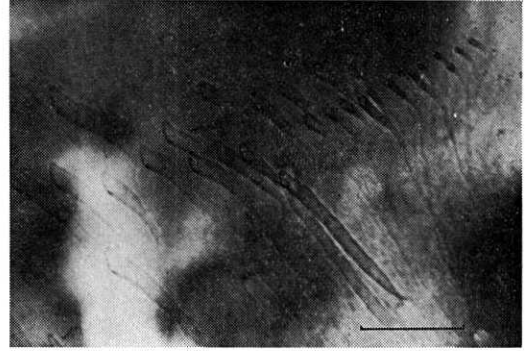


Photo. 7

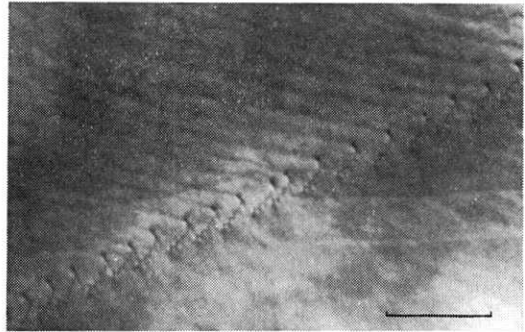


Photo. 8

た転位を室温まで冷却してから、すべり運動を生じさせ、slip trace および電子線回折によって、高温における転位運動を解析した。Photo. 5は膜面が $\{100\}$ で slip trace は $\langle 110 \rangle$ $\{111\}$ を示す。高温において左から右へと動いた転位が、室温において膜面にほぼ垂直な slip trace を残して、すべり運動している。slip trace が平行でないのは、この転位が薄膜内でくの字型あるいはもっと複雑に折れ曲って、二つの $\{111\}$ すべり面上をすべっていることを意味すると思われる。とすれば、バーガースベクトルは $\mathbf{b} = a/2\langle 110 \rangle$ であるから、高温での運動は \mathbf{b} に対してほぼ垂直な方向への動きであったことになり、したがってほぼ完全な上昇運動をこの転位は高温時に行なったことを示している。同様なバーガースベクトルの解析は室温における交叉すべりの観察からも可能である。Photo. 6は三の例で交線方向はバーガースベ

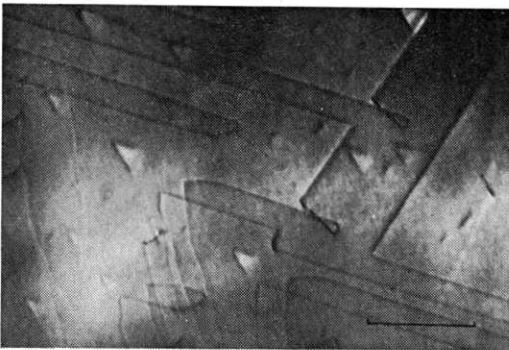


Photo. 6

クトルのらせん成分を表わしているはずである。ところが、高温での運動はこれに対してほぼ垂直方向であることと、slip trace の幅から比較すると高温での転位はもっと薄膜面に垂直に近いところに位置していることから、これはらせん転位ではなく、上昇運動を含んだ動きであ

ることを示している。Photo. 7は同一転位源から発生したと思われる転位が展開し、次第にある特定の方向に配列してゆく場合で、このような配列は刃状転位の場合に安定である。Photo. 8は膜面にほぼ垂直に並んだバーガースベクトル $\mathbf{b} = a/2\langle 110 \rangle$ をもつ刃状転位が配列したままで運動している場合で、ほぼ $\langle 100 \rangle$ 方向に trace を残しているところからみて、半分すべり成分、半分上昇成分をもった運動である。Clauer らは Mo 単結晶について、 $\{111\}$ 面に並んだ刃状転位の運動がクリープ変形を担っていると提唱している¹⁾が、これに相当する動きであると考えられる。

4. おわりに

ここでは Al-Mg 合金について、薄膜に先在する転位の高温における運動を主に観察したわけであるが、今後クリープ試験を行なって得られた組織を透過観察しながら、応力を加えて、より実際の高温クリープに近い条件での変形過程を追跡し、混乱した高温クリープ転位論に見通しを与えたい。(1970年12月24日受理)

参 考 文 献

- 1) A. H. Clauer et al. Acta Met. 18 (1970) 381