

アルミニウム-マグネシウム合金粒界転位の高温挙動

Motion of Grain Boundary Dislocation in Al-Mg Alloys at Elevated Temperatures

石田 洋一*・劉 勝利*

Yoichi ISHIDA and Shyori RYU

1. はじめに

焼鈍状態にある金属多結晶試片で結晶粒界を透過観察すると粒界転位列がみられる場合のあることが鉄マンガ合金などで見出された¹⁾。粒界転位が存在するということはその粒界に規則構造があることを意味する²⁾。一方、粒界が規則構造をもっているときには、その方位関係はすべて対応方位関係のどれかに一致する³⁾。粒界転位はこのような粒界規則構造における規則性の乱れの一様式であり、これが並んで列をつくるとちょうど小傾角粒界が格子転位列でできあがるときのようにその方位関係を完全な対応関係からずらすことができる。粒界転位のパーガースペクトルはその種類が対応関係各々に決っている⁴⁾種々の粒界物性、たとえば高温クリープ条件でみられる粒界すべりや内部摩擦にみられる粒界ピークは粒界転位の運動として説明できると考えられる。

本報告はこれらの機構の是非を確かめるための手はじめとして、Al-Mg 合金を電顕内で直接加熱して粒界転位の高温挙動を透過観察した結果である。

2. 実験方法

使用した材料は Al-1.9%, Mg, Al-1.3% Mg の 2 種類である。地金の微量不純物は Si 0.12%, Fe 0.12%, Cu 0.01% 以下であった。この試料を 99% 圧延し厚さ約 0.1mm の薄板とし、500°C で 4 時間焼鈍した。これを電解研磨し粒界を透過電顕観察しながら 100~300°C に加熱し粒界転位の高温、応力下における挙動を観察した。電子線により観察部分が局部的に加熱され周辺より高温になるため熱応力が生ずる。この応力は大きく、たとえば純アルミニウムでは格子転位が激しく運動して粒界へやってくるため、粒界転位の挙動の観察に不便である。そこで、材料の強度をあげるために Mg が加えられた。1.9% Mg では長時間加熱すると β 相 (Al_3Mg_2) とおもわれる粒界析出がおこったので、1.3% Mg のものも使用した。後者では析出はみられなかった。

3. 実験結果および考察

写真 1 は Al-1.9% Mg 合金で粒界転位の高温挙動を透過観察した例である。a, b はそれぞれ加熱試験の前後で同じ回折条件で写真をとって比較したものである。まず粒界の種類を知るために両側の結晶につき回折パターンを比較し、これが小傾角粒界でないことをたしかめ、次に試料を傾斜して両側の結晶の回折斑点がいずれも網

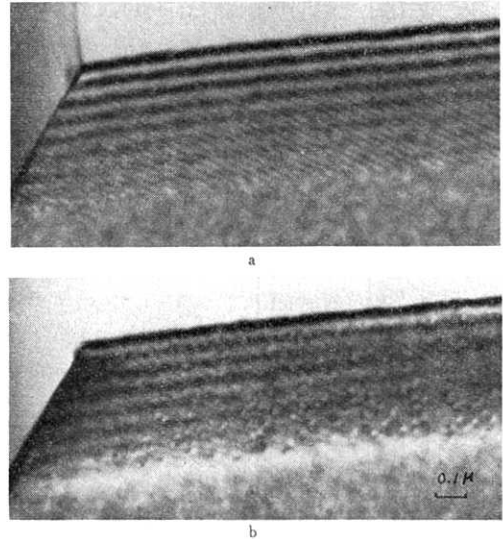


Photo. 1. An example of grain boundary dislocation motion in Al-1.9% Mg alloy during heating at 270°C for 8.5 min.

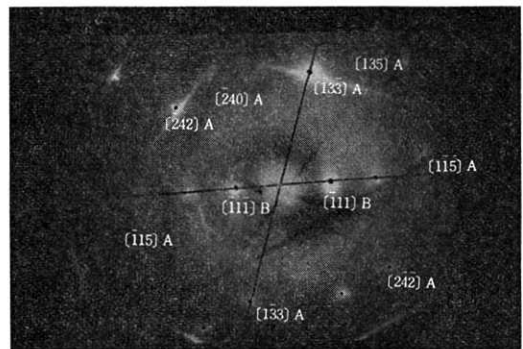


Photo. 2. Selected area diffraction pattern with the aperture on the grain boundary of photo 1.

状にひろがるような方位をみつけた。写真 2 はこれである。この操作の際、回折条件が変化しても粒界転位像が変化しないことから、これがモアレ像ではないことがわかった。写真 2 から両側の結晶は大よそ次のような方位関係にあることがわかった。

[941] A と [532] B は電子線に平行

[133] A と [111] B は電子線に垂直

[133] A と [111] B は 72.0° または 108.0° の角度をなす。すなわち二つの方位関係が考えられる。これをきめるため回折写真としてもう一枚、別の傾斜で撮ったものが入用であるが残念ながらない。そこで双方について

* 東京大学生産技術研究所 第 4 部

研 究 速 報

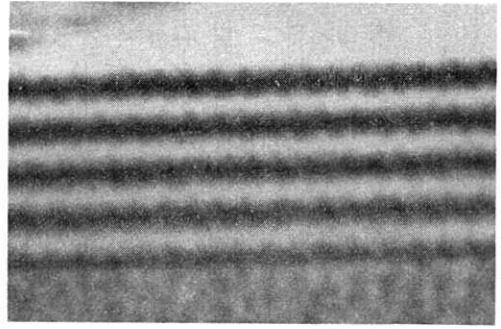
電子計算機を用いて回転関係を調べ、対応方位関係と比較した。立方晶ゆえ、24 種類の同等な回転関係が存在するが、対応方位関係では必ず 180° 回転の回転関係が存在するという性質を利用して⁵⁾、 180° 回転に近いものにつき比較した。まず、この方位関係のうち前者は $\{3.00\ 1.04\ 1.03\}$ 軸のまわりに 179° 回転した関係で示される。これは $\Sigma 11$ 対応方位関係 ($\{311\}$ 軸のまわりに 180° 回転) に十分近い。一方、後者の方位関係は $\{6.00\ 1.25\ 0.92\}$ 軸のまわりに 180° 回転した関係にあり、重要な対応関係のうち一番近いものとしては $\Sigma 19a$ ($\{611\}$ 軸のまわりに 180°) であり $\Sigma 19a$ 対応関係にもとづく規則粒界の存在範囲からはみだしている。写真 1 では粒界転位列がみられ、規則粒界であることにはまちがいないのであるから、多分前者の方位関係が正しく $\Sigma 11$ 対応粒界に粒界転位列が重畳した構造をしていたものと考えられる。この粒界のエネルギーが低いことは写真 1 の左端にみられる粒界三重点で他の二つの粒界のなす角度が 120° よりずっと大きいことから容易に推察できる。

写真 1b はこの粒界を透過観察しながら 270°C で 8.5 分間加熱した結果で、粒界転位が移動したことがわかる。観察領域は電子線ですらに加熱されるので 300°C 程度にはなっていたものと考えられる。 300°C という温度は Al-2% Mg 合金にとっては特別な温度で、これ以上の温度では粒界クリープすべり量の全変形量に対する比が大きくなり⁶⁾、引張変形の際の応力が定常値を示すようになる⁷⁾。また、アルミニウムの粒界内部摩擦ピークの位置もこの辺にある⁸⁾。これらの現象はすべて、粒界転位が運動するためにおこるとして解釈することが可能である。写真 3 は Al-1.3% Mg 合金で粒界転位の運動を観察した例である。写真 2 と同様にして方位関係を調べたところ

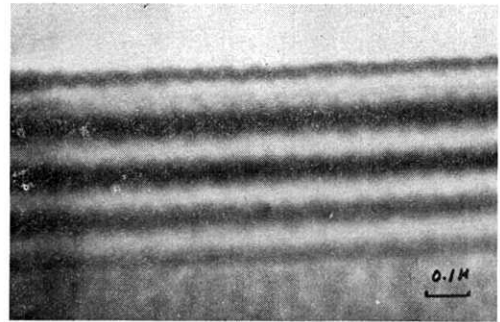
- [110] A と [831] B が電子線に平行
- [$\bar{1}\bar{1}1$] A と [$\bar{1}\bar{3}1$] B が電子線に垂直
- [$\bar{1}\bar{1}1$] A と [$\bar{1}\bar{3}1$] B とがなす角度は 49.0°

この場合、たまたま結晶粒の [110] 軸が電子線に平行で面心立方晶は {110} 面に関し面対称であることから、24 写真 2 の場合のように方位関係に二つの可能性はない。種類の回転関係のうち 180° 回転に近いのは $\{3.00\ 1.96\ 1.09\}$ 軸のまわりに 178° 回転で、これは $\Sigma 7$ 対応方位関係 ($\{321\}$ 軸のまわりに 180° 回転) に近く、したがって、 $\Sigma 7$ 対応関係にもとづく規則粒界上に粒界転位列が重畳した構造になっていたものと考えられる。この場合も同じ転位像が傾斜をかえてもみられたことからモワレ像ではない。

粒界転位は 140°C で 5 分間加熱したところ移動した。この種の実験ではふつう間隔がせますぎて電顕像の生じ



(a)



(b)

Photo. 3. Array of grain boundary dislocations in Al-1.3% Mg alloy. The grain boundaries moved during heating at 140°C for 5 min.

ない粒界転位列も一緒に存在するため方位関係から粒界転位のバーガスベクトルを同定することはできないが、挙動からバーガスベクトルを推定できる場合が考えられる。粒界転位は粒界上にしか存在できないから、すべり運動できるのはそのバーガスベクトルが粒界面に平行なときだけである。それ以外のときは必ず粒界拡散を伴ったうごき、非保存運動である。しかし、対応方位関係にある規則粒界ではバーガスベクトルが粒界面に平行な転位が必ず 1 種類は存在するという事情があるので応力や温度が十分にたかければ⁹⁾ すべり運動の観察が可能と考えられる。泡模型ではこのようなすべり運動が観察された¹⁰⁾。写真 1 の粒界転位は 300°C で移動したので非保存運動と考えられる。すべり運動であったとしても合金元素または不純物雰囲気をはきつったすべり運動と考えられる。一方写真 3 の粒界転位は 140°C で移動したのですべり運動の可能性も考えられる。もっと低い温度で移動した例は今まででのところ見付かっていない。これらの実験ではいずれも転位間隔がせますぎたため転位の個々の動きを追跡できず、したがって移動速度の測定ができなかった。写真から明らかのように粒界転位互いに干渉し合っ同志はており転位列全体として移動している。

(1970年8月26日受理)

p. 28 へつづく

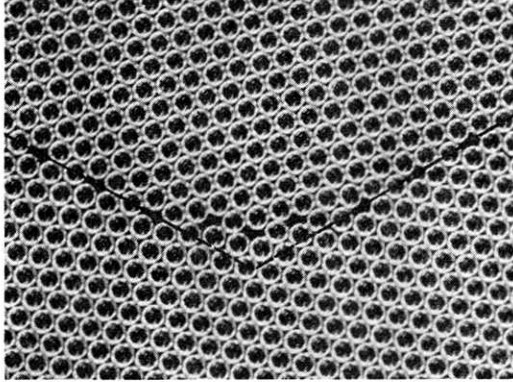


Photo. 5. Grain boundary of $\Sigma 7$ coincidence consisting of two ordered boundaries.

折れ曲っているものと考えられている。後者の場合、泡模型では面心正方晶で $[111]$ 軸のまわりの回転関係にある粒界ばかりなので、いずれも互に 60° 傾いた三本の同種類の規則粒界が可能である。したがって、Photo. 5 にみられるように 120° で折れ曲っているものが多い。しかしなかには 30° づれた方向に、二番目に低エネルギーな規則粒界が可能な対応関係もある。Photo. 6 は $\Sigma 7$ 対応方位関係にある粒界のうちで二番目に対応格子点密度の高い対応粒界面にもとづく規則粒界である。一番目のものは Photo. 3 にすでに示されており、これとは 30° の角度をなす。したがってこの種の粒界が十分低エネルギーな場合には粒界は 150° で折れ曲っている。

(1970年8月26日受理)

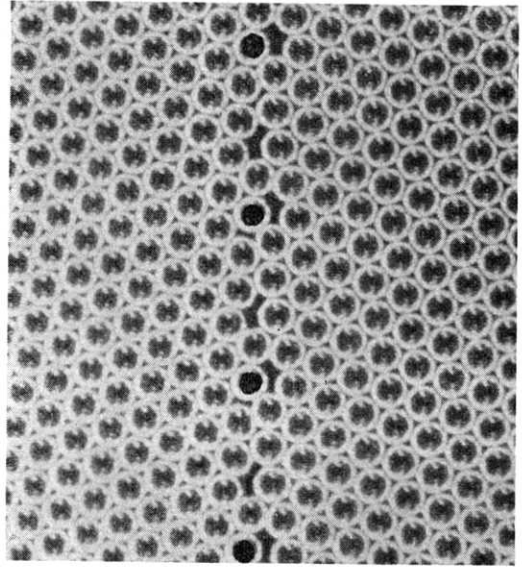


Photo. 6. An ordered grain boundary corresponding to the second sites densely packed plane of the coincidence sites in $\Sigma 7$.

文 献

- 1) 石田, 生産研究, 22, 249 (1970)
- 2) " " 252 (1970)
- 3) E. Fukushima and A. Ookawa; J. Phys. Soc. Japan. 8, 609 (1953) 9, 44 (1954), 12, 139 (1954)
- 4) M. L. Kronberg and F. H. Wilson; Metals Trans. 185, 501 (1949)
- 5) B. B. Rath and Hsun Hu; Trans. AIME., 245, 1243 and 1577 (1969)

p. 30 よりつづく

文 献

- 1) Y. Ishida, T. Hasegawa and F. Nagata; J. Appl. Phys. 40, 2182 (1969)
- 2) 石田: 日本金属学会会報, 9 巻, 156 (1970)
- 3) 石田: 日本結晶学会誌, 3 巻 (1970)
- 4) Y. Ishida; Trans Japan Inst. Met. 11, 107 (1970)
- 5) 石田: 生産研究, 21, 581 (1969)
- 6) A. W. Mullendore and N. J. Grant; Trans AIME 227, 319 (1963)
- 7) V. K. Kindroos and H. M. Miekko-Oja; Phil. Mag. 18, 119 (1968)
- 8) T. S. Ké; J. Appl. Phys. 20, 274 (1949)
- 9) 石田, 生産研究, 21, 42 (1969)
- 10) 石田, 生産研究 (この号)