

透過電子顕微鏡による金属結晶粒界の観察

Observation of the Grain Boundary by Transmission Electron Microscopy

石 田 洋 一・長谷川 隆・永 田 文 男

Yoichi ISHIDA, Takashi HASEGAWA and Fumio NAGATA

透過電顕で金属薄膜中の粒界を観察すると、しばしば粒界上に転位像がみられ、ときには規則的な粒界微細構造がみられる。また、温度をあげると転位像が消失するのがみられる。筆者らは焼鈍した鉄-0.75% マンガン合金¹⁾を 300°C で軽く引張り変形した後薄膜を作り、日立 10 万ボルトおよび、新しい 100 万ボルト電顕で観察し、これから粒界の構造を分析し、粒界と転位との反応を考察したので報告する。

写真 1 に示すように粒界は薄膜の上面と下面で交差するので、2 本線となってみえる。このとき相接する 2 粒のうち少なくともどちらか一方が回析条件にあると、この 2 本線の間に回析干渉縞があらわれ転位像がそれと交差してあらわれる。これら転位像がはたして転位によるものかどうかは、1 対の Slip trace が粒界に向ってのび、そこに該当する転位像が見いだされる例 (写真 2) や、一部が粒界上にあり一部が粒内にあるとみられる転位像の例²⁾ から転位によるものであることは明らかである。このように粒界に吸着された転位が常温で分解しないことは、粒界が常温ではいわば凍結状態にあるか、または粒界がある種の規則的な微細構造をもっていることを暗示する。Brandon のイオン放射電子顕微鏡による解析結果によると³⁾、粒界はその多くのものが Coincidence lattice 関係を満足する規則的な部分をもっていると考えられている。事実、まれにはあるが焼鈍後の材料では写真 3 のように普通の粒界転位像よりもっと細かい非常に規則的な線列がみられることがあり、これからそのような規則的な粒界構造の存在が暗示される。変形によって粒界に入った粒界転位像は、変形が 0.3% 程度のときはほとんどの粒界で見いだされたが、変形の増加とともに急激に増加し各粒界転位が見わけがつかなくなり、さらに変形量がふえると粒界転位が見えなくなった (写真 4)。ここで回析条件を選ぶと粒界の回析干渉縞が凸凹になってみえる。これは累積した転位のひずみ場によるものとおもわれる。変形量が大きく多量の転位が粒界にたまったときは、粒界は焼鈍状態のときの規則的構造を失っていることも予想される。

変形量が結晶粒界をこえて伝ばするためには、これら粒界に至った転位の場合によって新たな転位が粒界から向う側の粒内へ向って射出されねばならないが、写真 5 で示すように粒界から転位ループがふくれ出している例が

みられ、これらが核となっていると思われる。とすると、これが結晶粒界による材料強化の正体であろう。

結晶粒界はかなり大きな析出物によっても移動をさまたげられる。写真 6 はその一例で粒界が 2 μ 程度の析出物のまわりで曲りこんでいる。粒界の一部は膜面にほぼ平行になり非常に広がってみえる。粒界上の転位は粒内の転位に比しずっと直線性がよくみえるが、このことは、このくらいの軽い変形では転位は交差すべりをあまり行なわず、一つのすべり面上をすべっているにもかかわらず 3 次元的効果で粒内転位が曲ってみえるのか、それとも粒内に残っている転位はもともと交差すべりを起こし曲ったために動けなくなり粒内に残っているので、実際に同一すべり面上にないのか——は明らかでない。

これら粒界転位像が高温ではどうなるかを知るために薄膜を電顕中で 300~450°C に数分間加熱し、冷却し、その前後に同じ領域について同じ回析条件のもとに写真をとってくらべてみた。薄膜中の温度の補正、温度こう配の検出は膜面に鉛を蒸着してこれがとけると球状になることを利用して行なった。粒界転位像は 300°C 以下の加熱ではなにも変化がみられなかったが、370°C で 5 分間加熱すると粒界転位像の多くは消失した (写真 7, 8)。転位像が消えたあとで粒界の回析干渉縞が波立った模様を示す場合もみられた。これはちょうど変形量が大きいときの粒界の干渉縞に似ており、粒界が凸凹になったのではなく、消失した転位の残留ひずみ場によるものと考えられる。粒界は 430°C 付近で移動をはじめ回析干渉縞のある領域の幅がだんだんせまくなってきた。もとの粒界と薄膜面との交差線は依然としてみられたが、これは薄膜作成の際電解研磨中にできたミゾによるものとおもわれる。粒界移動温度が転位の消える温度より 70°C 程度しかはなれていないことから、この温度では粒界の微細構造が不安定になって、粒界上に吸着された転位を粒界構造の一部としてわりこませてしまい、その転位のもつ広範囲のひずみ場を失わせてしまうものと考えられる。

(1967年9月14日受理)

参 照 文 献

- 1) Y. Ishida and D. McLean J. I. S. I. V. 205, p. 88, (1967).
- 2) Y. Ishida and M. Henderson-Brown Acta Met. V. 15, p. 857, (1967).
- 3) D. G. Brandon Acta Met. V. 14, p. 1479, (1966).

研 究 速 報

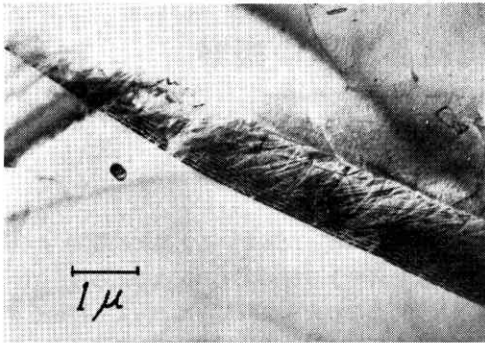


写真1 金属薄膜中にみられる粒界の一例。粒界上に吸着された転位像がみられる。日立100万ボルト電顕による。

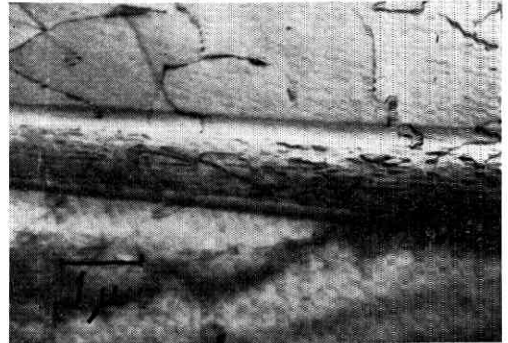


写真5 粒界から転位ループがふくれ出している例。これが核となって転位を射出すると考えられる。

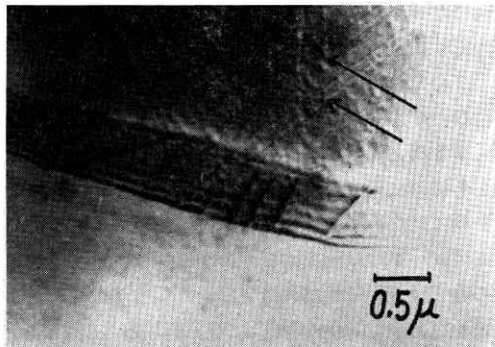


写真2 粒内転位が Slip trace の尾を残して粒界に至った一例。鉄-0.75% マンガン合金。

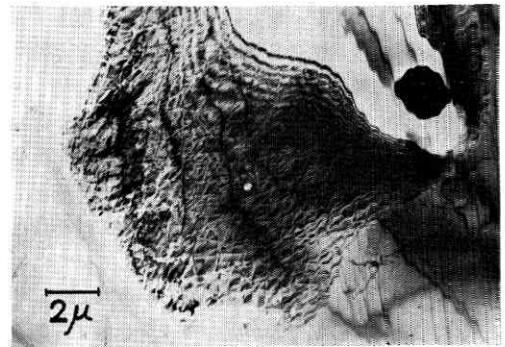


写真6 粒界移動が析出物によってさまたげられた一例。粒界の一部はほぼ膜面に平行になり広くみえる。



写真3 粒界微細構造の一例。通常の粒界転位像よりは細かく、規則的な線列がみえる。

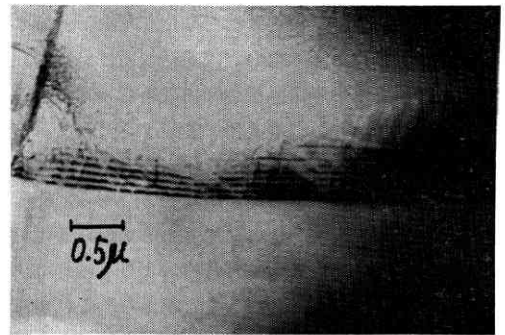


写真7 加熱実験前の粒界。鉄-0.75% マンガン合金。焼鈍再結晶後 300°C にて 0.3% 引張り変形したもの。

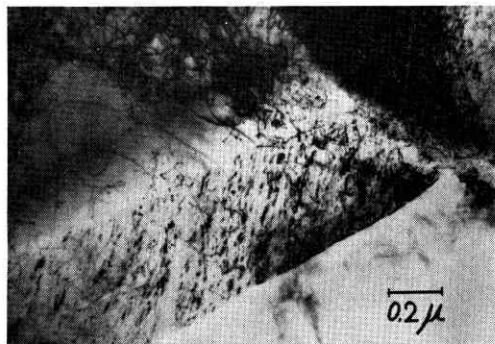


写真4 引張り変形量を大きくしたときの粒界像。黒点は粒界に重畳した転位の干渉場によるものと思われる。

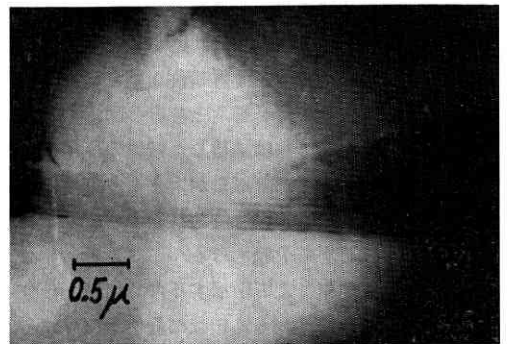


写真8 加熱実験後の粒界。370°C にて5分間加熱。粒界上の転位像が消失してしまった。