

討 25 鉄単結晶の変形によって生じた点欠陥と転位ループ

防衛大・物理

○山下 忠美
小島 宏造

1. 緒言

低温において変形された純鉄中に生ずる点欠陥の挙動が電気抵抗の測定によって調べられている⁽¹⁾が、変形中に生じた点欠陥と相互作用を行った転位の直接観察の例は極めて少ない。本実験においてはヘリカル状の転位の観察を透過電子顕微鏡法を用いて行い、点欠陥の存在を確認した。更に転位ループとして分解して観察されない微小転位ループのバーガースベクトルおよび応力の向き(外むきの応力を interstitial 型, 内むきの応力を vacancy 型とする。)の決定を行った。

2. 実験方法

厚さ 0.4 mm の圧延板より歪一焼鈍法によって幅 30 mm, 長さ 300 mm の大きな純鉄単結晶板を製作した。結晶方位の決定を行った後, $\langle 123 \rangle$ 近傍の方位(一重なりを行い易い方位)をもつ平行部分の幅 7 mm, 長さ 20 mm の試験片状単結晶細片を多数切り出した。切り出しによって生じた歪の大きい層を化学研磨を行って取り除き, 真空中で 850°C において 3 時間焼鈍した後, 炉中徐冷した。これらの試験片を伸張試験機にとりつけ, 室温, メタール・アルコールとドライアイスの混合物温度 (-75°C) 又は液体窒素温度 (-196°C) において 3~10% 伸張した。これらの試験片を化学研磨した後電解研磨をして薄膜にし電子顕微鏡用試料とした。試料の方位は制限視野電子回折によって決定した。転位の観察は傾斜装置を用いて行った。収差の少ない暗視野像を得るため, 回折電子線がレンズ軸を通るように電子ビームの偏向を行った。 $(\vec{g} \cdot \vec{b}) = 0$ の条件を用いて転位のバーガースベクトル $\vec{b}$ の決定を行った。こゝに $\vec{g}$ は回折を行っている格子面の逆格子ベクトルである。次に明視野像においては黒い斑点として観察される像の解析を行った。即ちこれらの像が歪コントラストによって生ずることを確かめた後, ブラッグ条件を丁度満足しているとき無コントラスト線を境とした暗い像より明るい像へむかう向きと $\vec{g}$ とのなす角が鈍角であるか鋭角であるかによって歪のむきの決定を行った。猶ほ無コントラスト線の方角よりバーガースベクトルを決定した。使用した電子顕微鏡は 100 KV で作動する JEM 5D および JEM 7A である。

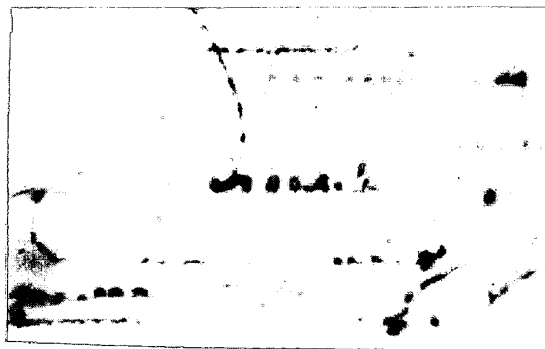
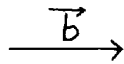
3. 結果と考察

(1) Helical 転位と転位ループ

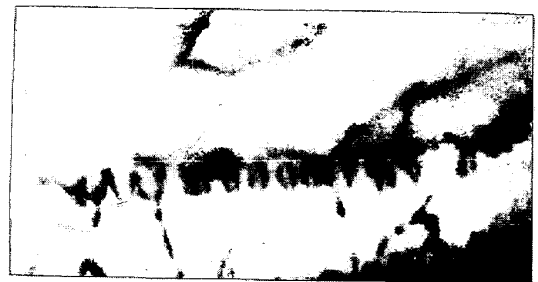
低温で変形された鉄中の転位は比較的直線状をしている。バーガースベクトルの決定よりこれらの大部分はらせん転位であることがわかる。これらのらせん転位の中に不完全なヘリカル転位および完全なヘリカル転位が観察される。写真 1 は液体窒素温度において変形した試料中のヘリカル転位, ヘリカル転位中の転位ループおよびらせん転位に平行にならんでいる転位ループ列を示している。写真中の矢印の方向が写真面上に投影したバーガースベクトル $\vec{b}$ の方向である。この様なヘリカル転位はらせん転位と変形中に生じた点欠陥との相互作用によって生じたもの⁽²⁾である。多数のヘリカル転位について $\vec{b}$ に垂直な面に投影された転位の曲率半径 R , らせんの 1 ピッチのすずみん および $\vec{b}$ と転位のなす角 ψ の正弦を求めた。それらはそれぞれ 180~800 Å, 400~1500 Å および 0.91~0.99 である。これらの値より変形によって生じた点欠陥の転位近傍の濃度 C と変形温度において熱平衡にある点欠陥の濃度 C_0 の比 C/C_0 として $10 \sim 10^3$ を得た。即ち変形によって C_0 の千倍程度迄の濃度の点欠陥がらせん転位の近傍にある。



(a)



(b)



5000 Å

(c)

写真1 (a)~(c). ヘリカル転位と殆んど"同じ"大きさで同軸にしかもらせん転位に平行にならんでいる転位ループ列

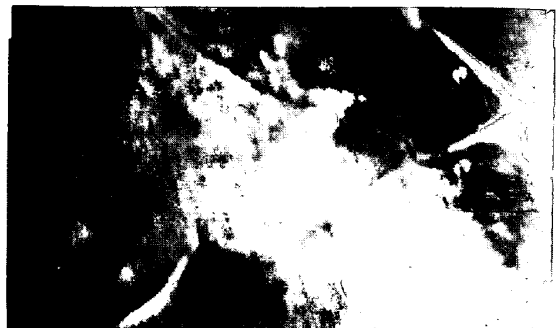
室温で変形したときには波状の形状をした転位が観察される。直線状のらせん転位は少ない。また完全なヘリカル転位は少なく不完全なヘリカル転位が稀に観察される。

いろいろの特徴をもつ転位ループがある。特にヘリカル転位中にヘリカル転位と殆んど"同軸"に配列し、しかもヘリカル転位の R と殆んど"同じ"半径をもつ転位ループ および 同じ大きさで同軸にしかもらせん転位と殆んど平行に並んでいる転位ループ列がある。これらの中比較的大きなループの電子線入射角の変化による像のコントラストの変化の様子は附近にあるらせん転位のコントラストの変化の様子と同じであるから、これらのループのバーガースベクトルはらせん転位のそれと同じであると推定される。

転位ループの形成の機構としてらせん転位の二重交叉⁽³⁾、平行な交り面内にある二つの混合転位の相互作用⁽⁴⁾、らせん転位への点欠陥の凝集⁽⁵⁾が提唱されている。殆んど同じ大きさの同軸でしかもらせん転位に平行に面を列している転位ループ列の形成はこれらの形成機構によって説明されない。それ故写真1に示すような結果より次の様にして転位ループ列が形成されたものとして説明される。変形中に発生した点欠陥がらせん転位へ凝集し



(a) 明視野像



(b) 暗視野像

写真2 (a), (b) 微小転位ループ

らせん転位は安定なヘリカル転位になる。ヘリカル転位中の各一捲きの転位が外力、点欠陥の助けによって転位ループになる。写真1(c)中の一つのループはこの過程を示していると考えられる。さらにこのようなループが次々と発生する。各一捲きの半径は同じでしかも同軸であるから出来たループも殆んど同じ大きさで同軸、しかもらせん転位に平行なループ列となる。外力が極めて大きい(剛性率の百~千分の1)ときには外力によってらせん転位がヘリカル転位になりうる可能性がある。ヘリカル転位は数 kg/mm^2 以下の変形応力で変形した試料中にも観察される。それ故外力によってヘリカル転位が出来たとは考え難い。

(2) 微小転位ループ

転位線および前述の如き転位と関聯のある転位ループ以外に転位線近傍又は転位線より離れたところに不規則に分布した転位ループおよび $10^{13} \sim 10^{14}/\text{cm}^3$ の密度をもつ黒い斑点が観察される。写真2(a)は液体窒素温度において変形された試料中の黒い斑点の明視野像である。斑点は変形しない結晶においては少ない。それ故これらの大部分は変形によって生じたものである。斑点内にコントラストのない線が観察される場合がある。コントラストの様子より斑点は試料面に垂直に立っている転位像ではないことが分る。斑点の分布は一様ではない。転位に接着してみえる斑点、孤立している斑点、集団的に存在している斑点がある。斑点が何であるかを明らかにするため、 $\{112\}$ 回折による暗視野像(写真2(b))を撮影した。写真中矢印で示してある部分がブラック条件を正しく満足している部分の一端である。コントラストのない線およびコントラストの異常がある像がある。他の回折面による暗視野像においてもブラック条件を満足する位置でさきと同じ方向にコントラストのない線が見える像がある。ブラック条件の外力による異常像(黒白像)の変化より試料の膜面に近い像源を見出さう。このような像源については歪コントラストによる電子顕微鏡像のコントラストが明らかにされている。それ故次のようなことがわかる。黒白像は板状をした応力発生源に起因したものであり、変位ベクトルは $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ である。明視野像でみられる黒い斑点の大部分は電子顕微鏡では分解して観察されない微小転位ループで、それらのバーガースベクトルは $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ のヘリカル転位のそれと一致している。転位ループによる応力は今迄得られた結果の範囲では interstitial ループと同じものが多い。

4. 要約

- (1) 変形された鉄結晶中に完全又は不完全ヘリカル転位が観察される。変形によって生じた点欠陥がらせん転位に凝集して生じたもので、そのときの点欠陥濃度は変形時の温度における熱平衡にある濃度の $10 \sim 10^3$ 倍である。
- (2) らせん転位に平行にしかも同軸に並んでいる殆んど同じ大きさの転位ループ列がある。これはヘリカル転位と点欠陥の相互作用又はヘリカル転位と外力とによって生じたものであるとして説明される。
- (3) 変形によって生じた転位、転位ループの外に明視野像では黒い斑点が観察される。暗視野像で調べた結果それらは微小転位ループで $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ のバーガースベクトルをもっている。微小ループには interstitial 型のものが多い。

文 献

- (1) A. Yoshikawa and M. Okamoto : J. Phys. Soc. Japan. 22 (1967) 996.

- (2) J. Friedel : Dislocations. Pergamon Press. New York.
- (3) W.G. Johnston and J.J. Gilman : J. appl. Phys. 31 (1960) 632.
- (4) A. S. Tetelman : Acta Met. 10 (1962) 813.
- (5) J. T. Fourie and H. G. F. Wilsdorf : J. appl. Phys. 31 (1960) 2219.
- (6) M. F. Ashby and L. M. Brown : Phil. Mag. 8 (1963) 1649.