- (7) B.H.Kettell and G.E.Boyd : J. Am. Chem. Soc., **69**(1947), 2800.
 (8) K.A.Kraus and G.E.Moore : J. Am. Chem. Soc., **75**(1953), 1460.
 (9) G.E.Moore and K.A.Kraus : J. Am. Chem. Soc., **74**(1952), 843.
 (10) 井垣謙三, 大橋伸光, 高木清一 : 金属学会誌, **33**(1969), 904.
 (11) G.Blümel, W.Glaeser and H.Imgrund : Z. Metallk., **60**(1969), 364.

Al-Mg 固溶合金の高温クリープ変形組織の 透過電子顕微鏡による解析

森 藤 文 雄* 石 田 洋 一** 加 藤 正 夫**

Fumio Morito, Yoichi Ishida and Masao Kato : Transmission Electron Microscopy Studies on the Dislocation Structure of Creep-Tested Al-Mg Solid Solution Alloys.

Dislocations in Al-1.0 and 4.4% Mg alloys creep-tested in the temperature range 350 to 400°C and the stress range 0.6 to 4.4 kg/mm² were investigated by transmission electron microscopy to understand the mechanism of high temperature creep.

Dislocations were viewed parallel to [100] and [110] directions under two-beam diffraction conditions where one of the low index planes {111}, {200} and {220} was diffracting most strongly. The Burgers vector of the matrix dislocations was analyzed by using the micrographs. They were all of the $a/2$ [110] type and no a [100] dislocation was observed. All the six $a/2$ [110] dislocations are distributed almost uniformly. The matrix dislocation ended at three-fold dislocation nodes forming a loosely connected three-dimensional network. The dislocations were neither purely edge nor purely screw. They did not lie on any of the slip planes.

It is concluded that creep deformation of Al-Mg solid solution alloys at elevated temperatures are based on the "partly climb and partly glide" motion of mixed-type matrix dislocations forming a three-dimensional network.

(Received August 28, 1975)

I. 緒 言

Al-Mg 固溶合金が高温クリープ変形する際、透過電子顕微鏡で観察される結晶粒内転位は粘性的に運動して、高温クリープ変形の実際の担い手となっていること、したがって、これらの転位の性格を知ることが、高温クリープ変形の直接的な理解に結びつくことが、動的観察などにより指摘された⁽¹⁾。これまで、高温クリープ変形組織の解析は、転位密度、サブ粒径などのような定量化が容易な統計的因子を手がかりとするものが主であった⁽²⁾。これらの数値は個々の転位の運動や相互反応を記述していないため、変形機構を決める手がかりとしては間接的すぎこれだけでは充分でない。そこで本研究では、転位のバーガースベクトル分布、刃状・らせん成分などの転位の性格、すべり面と転位運動との関係、転位節の性格などを調べ、Al-Mg 固溶合金の高温クリープ変形における転位運動をより微視的に検討することを試みた。

II. 試料および実験方法

高純度 Al(99.99%) および Mg(99.9%) を黒鉛坩堝中で

大気溶解し、金型に鋳込んだ。その鋳塊を表面研削した後、焼鈍、圧延によって所定の厚さの薄板とした。機械加工により、Fig.1 に示すような平行部長さ 40 mm、幅 9 mm、厚さ 0.43~0.55 mm のクリープ試験片を作製した。クリープ試験片は 500°C × 4 hr の焼鈍を行なって炉冷したものをを用いた。試料組成は Al-1.0% Mg および Al-4.4% Mg 合金で、分析結果を Table 1 に示した。クリープ試験は大気中、定荷重方式で行なった。試験片を試料つかみ部に取付けてから、昇温を開始し、試験片中央部が所定の試験温度に達して 30 min~1 hr 保持した後、荷重を付加した。試

Fig.1 Creep test specimen (in mm).

* 東京大学大学院、現在：金属材料技術研究所 (Graduate School, University of Tokyo. Present address : National Research Institute for Metals, Tokyo)

** 東京大学生産技術研究所 (Institute of Industrial Science, University of Tokyo, Tokyo)

Table 1 Chemical composition of Al-Mg alloys (wt%).

Composition	Mg	Si	Fe	Al
Alloy				
Al-1.0% Mg	1.04	nil.	nil.	balance
Al-4.4% Mg	4.40	0.02	0.01	balance

試験片支持部の変位を差動トランスで検出し、試験片の伸びとした。所定の歪量までクリープ変形した後、試験片の加熱を中止し、炉を取りはずして荷重を付加したまま室温まで送風冷却した。この操作により、高温クリープ変形組織の凍結を図った。以上のようにして高温クリープ試験を中断して得た試験片から、長さ 1 cm 程度に切出した試料を、氷水中で冷却した過塩素酸 + メチルアルコール (1:3) 溶液で電解研磨し、電顕で透過観察可能な薄膜を作成した。この薄膜試料を、加速電圧 200, 500, 1000 kV の電顕で観察し、以下のような組織解析を行なった。

III. 組織の解析方法

1. 転位像の消失条件

電顕による転位像は、等方弾性体の場合、次式の条件が満たされるとき消失する⁽³⁾。 $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R} = 0$

但し

$$\vec{R} = 1/2\pi \{ \vec{b} \cdot \Phi + \vec{b}_e \cdot \sin 2\Phi/4(1-\nu) + \vec{b} \times \vec{u} \{ (1-2\nu)/2(1-\nu) \ln|r| + \cos 2\Phi/4(1-\nu) \} \}$$
 ここで、 α : 位相のずれ、 $\vec{g}$: 回折ベクトル、 $\vec{R}$: 変位ベクトル、 $\vec{b}$: 転位のバーガースベクトル、 $\vec{b}_e$: バーガースベクトルの刃状成分、 $\vec{u}$: 転位の線ベクトル、 r : 転位に垂直な面内における座標、 Φ : すべり面を基準にした転位に垂直な面内における角座標、 ν : ポワソン比である。らせん転位の場合、 $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ のとき転位像は消失する。一方、刃状転位の場合には、 $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ であっても、 $\vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{u} \neq 0$ のとき転位像が現われることがある。実際には $\vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{u} \leq 0.64$ のときには、転位像はほとんど観察されないとされている⁽³⁾。後に示すように像の性質が $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ のものと違うので、 $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ の条件のみで解析を行なうことができる。指数の大きい $\vec{g}$ を用いる場合、 $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ のときでも転位像が弱く見えない場合があることが報告されている⁽⁴⁾が、低指数の回折ベクトル $\langle 200 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 220 \rangle$ のみを用いればよい^{(5)~(7)}。Al-Mg 合金で存在する転位のバーガースベクトルとしては、 $\vec{b} = a/2 \langle 110 \rangle$ および $\vec{b} = a \langle 100 \rangle$ を考えた。このうち後者はサブ粒界で存在したという報告⁽⁸⁾があるので、検討の対象としたものである。

2. 転位組織とすべり面

Al および Al 合金のすべり面としては、 $\{111\}$ ⁽⁹⁾ の他に $\{110\}$ ^{(10)~(12)}, $\{100\}$ ^{(13)~(14)} が報告されている。このうち 6 種類ある $\{110\}$ 、3 種類ある $\{100\}$ すべり面に対しては、 $[100]$ 方向から観察するとき、それぞれすべり面の $1/3$, $2/3$

が観察面に垂直となる。したがって転位組織が、これらのすべり面を基調とする 2 次元的組織であれば、それがどのすべり面であり、どんな性格の転位組織であるかを明らかにすることができる。4 種類ある $\{111\}$ すべり面を垂直方向から観察するためには、 $1/2$ のすべり面が垂直となる $[110]$ 方向からの観察が便利であるが、高温変形では、転位がすべり面上に存在しているかどうかという問題自体明確でないで、まず全体の転位組織の特徴を調べるためにも、 $\{111\}$ 面がすべて等しく傾いて観察される $[100]$ 方向からの組織解析が有効である。

3. $[100]$ 方向からの解析

(1) 転位のバーガースベクトルの解析

観察方向を $[100]$ としたとき、Table 2 に示すように、4 種類の回折ベクトル $\vec{g} = [002], [020], [022]$ および $[0\bar{2}2]$ に対して、 $a/2 \langle 110 \rangle$ および $a \langle 100 \rangle$ 転位の像は $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ または $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ の条件によって、A, B, C, D, E の 5 種類に分類される。A, B にはそれぞれ 3 種類の転位が含まれるが、C は $a/2 [011]$ 転位、D は $a/2 [0\bar{1}1]$ 転位、E は $a [100]$ 転位となり、転位のバーガースベクトルの決定が可能である。

(2) 転位三重節の性格

結晶粒内で転位が網目組織を形成する場合、最小の結合単位である転位三重節に着目すると、 $a/2 \langle 110 \rangle$ 転位のみから成立しているならば、Fig. 2 のように、Frank の定理から転位三重節は (a) A+B+C, (b) A+B+D のいずれかでなければならない。一方、三重節のうち 1 本が $a \langle 100 \rangle$ 転位であれば、転位三重節は 3 本全部あるいは 2 本が A または B (c~f) および 1 本が A または B で残りは C および D (g, h) の 6 種類の組合せが存在する。したがって転位三重節の解析を行うと、 $a \langle 100 \rangle$ 転位の有無やこの解析法の妥当性を判定する手助けとなる。四重節以上の転位節は、極めて稀有にしか存在しないのでここでは考慮しない。

(3) バーガースベクトルを異にする転位の分布状況

高温クリープ組織において、上記のうちのバーガースベクトルをもつものが多いか、また場所によってどのように偏倚しているかについても調べた。これは C, D, E 転位について、その出現する割合を十分広い視野から求めて比較することにより推定した。

(4) 転位の刃状成分とらせん成分

C, D 転位はバーガースベクトルが観察面に平行となるから、転位線とのなす角度を調べることにより、転位の刃状成分とらせん成分との割合を統計的に求めることができる。一方 E 転位が存在するならばバーガースベクトルは観察方向に平行となるから、純らせん転位は観察できないが混合転位ならば試料厚さとみかけの転位長さとを比較する

Table 2 Dislocation image analysis in terms of $\vec{g} \cdot \vec{b}$ diffraction conditions.

$\vec{b} \backslash \vec{g}$	[100] observation				[110] observation			Dislocation type*	
	[002]	[020]	[022]	[0 $\bar{2}$ 2]	[1 $\bar{1}$ 1]	[$\bar{1}$ 11]	[$\bar{2}$ 20]		
$a/2$ [110]	×	○	○	○	×	×	×	A	F
$a/2$ [$\bar{1}$ 10]	×	○	○	○	○	○	○		G
$a/2$ [101]	○	×	○	○	○	×	○	B	H
$a/2$ [$\bar{1}$ 01]	○	×	○	○	×	○	○		I
$a/2$ [011]	○	○	○	×	×	○	○	C	
$a/2$ [0 $\bar{1}$ 1]	○	○	×	○	○	×	○	D	H
a [100]	×	×	×	×	○	○	○	E	G
a [010]	×	○	○	○	○	○	○	A	
a [001]	○	×	○	○	○	○	×	B	J

× : $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, ○ : $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$

* Dislocations distinguished by the diffractions are indicated by A to E types with [100] and F to J types with [110] observation. All the $a/2 \langle 110 \rangle$ dislocations may be distinguished by the [100]-[110] combined analysis.

Fig. 2 Types of three-fold dislocation nodes for [100] observation. A, B etc. correspond to dislocation types in Table 2.

ことにより、個々の転位についてその刃状、らせん成分の割合を調べることができる。

(5) 転位組織とすべり面との関係

高温クリープ変形の律速機構に関して、常にその有無が論点となっているすべり面を転位組織から、間接的に考察

することができる。既述したように、{110} すべり面は6種類のうち(011), (0 $\bar{1}$ 1)面, {100}すべり面は3種類のうち(010), (001)面が、観察方向[100]に対して平行となるので、これらのすべり面と転位組織との関係を、それぞれのすべり面のトレース方向と比較することによって調べることができる。ただし最も一般的なすべり面である{111}は傾いているので、次節に述べる[110]方向からの解析が必要である。

4. [110] 方向からの解析

(1) 転位のバーガースベクトルの解析

観察方向を[110]とすると、回折ベクトル $\vec{g} = [002]$, [1 $\bar{1}$ 1], [$\bar{1}$ 11], [$\bar{2}$ 20]に対して、 $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ の条件により転位像は Table 2 に示すように F, G, H, I, J の5種類に分けられる。したがって F, J 転位についてはそのバーガースベクトルを決定することができる。

(2) バーガースベクトルを異にする転位の分布状況

転位のバーガースベクトルが判別可能な F, J 転位については、分布状況を調べることができる。

(3) 転位の刃状成分とらせん成分

F 転位は観察方向に平行なバーガースベクトルを持つから、3. (4) で E 転位に対して言及したように転位線の見かけの長さや薄膜の厚さとを比較することにより、その転位の刃状成分とらせん成分の割合を調べることができる。また J 転位はバーガースベクトルが観察面に平行となるから、

転位線とのなす角度を測定して、転位の刃状、らせん成分の割合を統計的に求めることができる。

(4) 転位組織とすべり面との関係

主なすべり面である $\{111\}$ は $[110]$ 方向から観察するとき、4 種類のうち $(\bar{1}11)$ および $(1\bar{1}1)$ を垂直に眺めることができる。 $(\bar{1}11)$ すべり面には、Table 2 の分類によれば、H, F 転位が存在可能である。一方 $(1\bar{1}1)$ すべり面には I, F 転位が存在しうる。 $\{110\}$ すべり面のうちで、観察面に垂直に眺めることができるのは $(1\bar{1}0)$ であり F, J 転位が存在可能である。 $\{100\}$ すべり面のうちでは (001) が観察面に垂直となり、その上には F, G 転位が存在することができる。したがって F 転位については、観察面 (110) に垂直なすべり面 $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$, $(1\bar{1}0)$ および (001) に存在しうるのみだから、各すべり面と膜面との交点であるトレース方向、それぞれ $[1\bar{1}2]$, $[\bar{1}12]$, $[001]$ および $[1\bar{1}0]$ と比較すれば、転位がすべり面上にあるかどうか判定可能である。他の G, H, I, J 転位は必ずしも観察面 (110) に垂直なすべり面上に存在するとは限らないわけだから、他の垂直に眺めることのできないすべり面上に存在することも考慮しなければならない。しかし、統計的に多数の比較を行えば、高温運動中の転位がすべり面に強く拘束されているかどうかというような推定が可能である。

5. $[100]$ および $[110]$ 両方向からの解析

$[100]$ 方向と $[110]$ 方向とは 45° 傾斜しているため、同一視野を両方向から観察できない場合が多かった。このため各々の方向からの解析を詳述したわけであるが、両方向から観察できた場合もあり、このとき解析は更に有力な情報を与えてくれる。Table 2 に分類したように、転位像は AF, AG, BH, BI, CI, DH, EG, BJ の 8 種類に分けられる。このうち AG 以外の転位は少くとも二つ以上の $\vec{g}$ により、 $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ を満たすことになり従って転位のバーガースペクトルを判定できる。AG 転位については、 $\vec{b} = a/2[110]$ あるいは $\vec{b} = a[010]$ のいずれか不定であるが、転位節を形成している場合には、転位のバーガースペクトル保存則の適用により判別することができる。AG 以外の 7 種類の転位については、転位節でのバーガースペクトル保存則が満足されているか否かを検討できるので、 $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ の条件による転位像の判定が適当であったかどうかを再確認することもできる。またバーガースペクトルを異にする転位の分布、転位の刃状成分とらせん成分の割合、すべり面と転位との関係などについてより明確な解析が可能となる。以上のようにして、高温クリープ変形した Al-Mg 合金の転位組織について解析を行なった。

IV. 実験結果

1. Al-Mg 合金の高温クリープ転位組織

温度 400°C 、応力 1 kg/mm^2 で、歪 18.2% までクリープ変形させた後、試験を中断し荷重を付加したまま室温ま

で冷却して得た Al-1.0% Mg 合金の転位組織の一例を Photo.1 に示した。観察方向は $[100]$ 軸にはほぼ平行で、使用した回折ベクトルは $\vec{g} = [002]$ である。転位の多くは転位節を作らず、薄膜の表面から裏面へ抜けて、いわば孤立しているように見える。実際には、Table 2 に示されるように、 $\vec{g} = [002]$ のとき、平均して $a/2 \langle 110 \rangle$ 転位は $1/2$, $a \langle 100 \rangle$ 転位なら $2/3$ の割合で転位像を消失してしまっており、観察にかからないために一見孤立しているように見えるのである。Photo.2 には Photo.1 のうち破線で囲

Photo.1 Dislocation substructure in Al-1.0% Mg alloy creep tested at $T=400^\circ\text{C}$, $\sigma=1 \text{ kg/mm}^2$ and $\epsilon=18.2\%$. ($[100]$ observation, $\vec{g}=[002]$)

Photo.2 Variations of dislocation images with different reflecting vectors in the area P of Photo.1

(a) $\vec{g}=[002]$, (b) $\vec{g}=[020]$, (c) $\vec{g}=[022]$, (d) $\vec{g}=[\bar{0}22]$

んだPの部分拡大して、他の $\vec{g}=[020], [022], [0\bar{2}2]$ による転位像の変化を併せて示した。相異なる $\vec{g}$ により、Table 2 の分類に従って、各々の転位のバーガースベクトルの区別ができる。Photo.1 の視野を $[100]$ 方向からの解析により合成した結晶粒内転位組織がFig.3である。これによると、析れ曲った部分は、実は Δ 印で示されるように転位三重節を形成し、転位は網目状に結びついていることが理解される。転位三重節を形成しない転位は、結晶粒内で終えることはなく、 $\times$ 印で示されるように薄膜面に端部をもつが、両端とも薄膜面に抜け出ている転位の数はいくつか、全体として比較的ゆるやかに結合した3次元転位網目を形成していた。Photo.3に温度 400°C 、応力 1 kg/mm^2 で歪 10.5% までクリープ変形して得たAl-4.4% Mg合金の転位組織を $[110]$ 方向から $\vec{g}=[002]$ で観察した例を示した。Table 2 の分類に従って、転位像を判定した結果をまとめたものがFig.4の合成図である。Al-1.0% Mg合金の高温クリープ変形組織と同様に、転位は三重節を形成しており、比較的均整な転位網目をなしている。写真に角

Fig.3 Network substructure of matrix dislocations of Photo.1 ($[100]$ analysis)

Photo.3 Dislocation substructure in Al-4.4% Mg alloy creep tested at $T=400^\circ\text{C}$, $\sigma=1\text{ kg/mm}^2$ and $\epsilon=10.5\%$. ($[110]$ observation, $\vec{g}=[002]$)

ばった黒点が散見されるが、これは介在物あるいは溶体化処理の際に残存してしまった β 相と考えられる。これらの大きさおよび分布状態からみて、これらの存在が全体のクリープ変形に与える影響は少ないと思われる。Al-1.0% Mg合金を温度 400°C 、応力 0.6 kg/mm^2 で歪 4.25% までクリープ変形させて得た転位組織の例をPhoto.4に示す。大傾角粒界の近傍にサブ粒界が観察され、転位網目をなしている。Al-4.4% Mg合金の高温クリープ変形組織にも同様なサブ粒界が観察された。

Fig.4 Dislocation network substructure and the Burgers vector of Photo.3 ($[110]$ analysis)

Photo.4 Subgrain boundary observed in Al-1.0% Mg alloy creep tested at $T=400^\circ\text{C}$, $\sigma=0.6\text{ kg/mm}^2$ and $\epsilon=4.25\%$. ($[100]$ observation, $\vec{g}=[020]$)

2. 転位のバーガースベクトルと転位節

$[100]$ 方向からの解析例(Fig.3)および $[110]$ 方向からの解析例(Fig.4)に示されるように、転位節はすべて $a/2 \langle 110 \rangle$ 転位からなる三重節で構成されており、Fig.2の(c)~(h)のタイプの三重節は観察されなかった。また、 $[100]$ - $[110]$ 両方向からの解析結果においても、Table 2に示されるEG, BJ転位は認められず、AG転位は $a[100]$ でなく $a/2 [110]$ であることが転位節での転位のバーガー

Table 3 Burgers vector distributions of C and D dislocations in Al-1.0% Mg alloy creep tested at $T=400^{\circ}\text{C}$, $\sigma=1\text{ kg/mm}^2$ and $\epsilon=8.0\%$. ([100] analysis)

Observed area Type of dislocations	1	2	3	4	5	6	7
C dislocation ($\vec{b}=a/2[011]$)	19	13	7	2	5	15	4
D dislocation ($\vec{b}=a/2[0\bar{1}1]$)	12	11	5	15	7	9	8
Total number of dislocations	102	86	47	61	50	67	48
Ratio of C and D dislocations(%)	30.4	30.2	25.6	27.9	22.0	35.9	25.0

スペクトル保存則から支持された。したがって、本合金の高温クリープ組織においては、 $a<100>$ 転位は含まれないと考えられる。

3. 転位のバーガースペクトルの分布

Al-1.0% Mg 合金の高温クリープ変形組織を[100]方向から解析した、C 転位($\vec{b}=a/2[011]$)とD 転位($\vec{b}=a/2[0\bar{1}1]$)との分布例を **Table 3** に示す。各種 $a/2<110>$ 転位が均等に存在していれば、(C+D)/全数は $1/3$ となるはずであり、Table 3 の結果はこれを支持するようにみえる。

Table 4 は Al-4.4% Mg 合金について [110] 方向から解析した例で、ここでも $a/2<110>$ 転位は粒内に比較的均質に分布していると考えられた。**Table 5** は Al-4.4% Mg 合金を [100]-[110] 両方向から解析した場合である。写真の解像力が悪くて転位像が消失しているかどうか判定困難なとき、視野内の一部で転位密度が高くて分解できない

Table 4 Burgers vector distributions in Al-4.4% Mg alloy creep tested at $T=400^{\circ}\text{C}$, $\sigma=1\text{ kg/mm}^2$ and $\epsilon=10.5\%$. ([110] analysis)

Observed area $\vec{b}$	1	2	3	4	5
$a/2[110]$	10	20	6	16	21
$a/2[\bar{1}10]$	16	9	13	18	29
$a/2[101]$ or $a/2[0\bar{1}1]$	21	26	8	28	42
$a/2[\bar{1}01]$ or $a/2[011]$	22	22	41	19	71
Total number of dislocations	69	77	68	81	163

Table 5 Burgers vector distributions in Al-4.4% Mg alloy creep tested at $T=400^{\circ}\text{C}$, $\sigma=1\text{ kg/mm}^2$ and $\epsilon=10.5\%$. ([100]-[110] analysis)

Observed area $\vec{b}$	1	2	3	4	5	6	7	8	9
$a/2[110]$	2	2	2	3	0	4	2	1	1
$a/2[\bar{1}10]$	0	1	1	1	4	1	2	2	8
$a/2[101]$	0	3	1	3	2	3	2	2	4
$a/2[\bar{1}01]$	1	0	5	0	2	5	2	2	6
$a/2[011]$	2	2	1	6	7	10	7	2	11
$a/2[0\bar{1}1]$	10	4	6	4	10	8	15	4	2
Total number of dislocations	15	12	16	17	25	31	30	13	32

とき、 45° 傾斜したため転位が垂直になって判別できないときなどを除けば、すべての転位のバーガースベクトルは、転位節でのバーガースベクトル保存則も含めて、矛盾なく決定することができた。転位の分布についてみると、 $a/2[0\bar{1}1]$ および $a/2[011]$ 転位が、他のバーガースベクトルをもつ転位より数倍多く観察されており、 $[100]$ - $[110]$ 両方向からの解析結果は、 $[100]$ または $[110]$ 方向からのそれと比べて分布が均質にみえない。多数の写真を組合せておこなう解析であるため解析転位数が少なく、これが不均質さを目立たせていると思われる。6 種類の $a/2\langle 110 \rangle$ 転位のうち、数の最も多いものは全体の $1/3$ あるいはそれ以上の場合もあったが、いずれの場合でも、数の多い転位 3 種類を結んで転位三重節を形成することはできないことからわかるように、転位網目は多種類の転位節を含んだ 3 次元的構造をもっている。

4. 転位の刃状成分とらせん成分

Al-1.0% Mg 合金の高温クリープ組織を $[100]$ 方向から観察し、C および D 転位について、転位線とバーガースベクトルとのみかけの角度を 5° 間隔で測定した結果を Fig.5 に示した。これによると、粒内転位は大部分が混合転位であるが、全く任意の方向を向いているわけではない。もしそうであれば、頻度分布は水平になるはずで、らせん成分は完全にランダムな場合よりも多いように思われる。 $[110]$ 方向から Al-4.4% Mg 合金を解析して、F 転位 ($\vec{b}=a/2[110]$) について刃状成分とらせん成分とを調べた例が Fig.6 である。見かけの長さは純らせん転位ならゼロ、純刃状転位なら無限大である。F 転位は純らせん転位であれば、 $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, $\vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{u} = 0$ となって転位像は出現しない。刃状成分をもつとき、 $\vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{u} \neq 0$ の効果により

Fig.5 The angle θ between the apparent direction and the Burgers vector of C and D dislocations in Table 2 ($\vec{b}=a/2[011]$ and $\vec{b}=a/2[0\bar{1}1]$). The specimen is Al-1.0% Mg alloy creep tested at $T=400^\circ\text{C}$, $\sigma=1 \text{ kg/mm}^2$ and $\epsilon=18.2\%$.

Fig.6 The trace of the F dislocations in Table 2 ($\vec{b}=a/2[110]$) observed in Al-4.4% Mg alloy creep tested at $T=400^\circ\text{C}$, $\sigma=1 \text{ kg/mm}^2$ and $\epsilon=10.5\%$. The electron beam is parallel to $[110]$. No dislocation was found to lie on the possible slip planes marked in the figure.

像があらわれるが、 $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ のときの転位像とは異なって、強度の弱い、幅の広いコントラストをもち、かつ転位線の方角により像強度が変化するので、他の転位像と区別することは容易であった。Photo.3 の実線で囲んだ部分にみられる 2 本の転位はこの例である。膜厚が平均して 0.3μ とすると、分布が全くランダムであれば、転位の半数はみかけの長さが 0.5μ 以下となるはずである。Fig.6 では、半数程度の転位がこれ以上のみかけの長さを示すが、他方、らせん成分の特に大きい転位 (Fig.5 の左端のピークはこのような転位である可能性が大きい) は、像が弱いと観察できなかったり、見逃されたりする傾向があるので、特にどの成分が多いとはいえない。結局のところ、混合転位が一般的であった。

5. 転位組織とすべり面との関係

F 転位は 4 種類の $\{111\}$ すべり面のうちで $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ 面, 6 種類の $\{110\}$ すべり面のうちで $(\bar{1}10)$ 面, 3 種類の $\{100\}$ すべり面のうちで (001) 面上に存在可能である。また一般に, $(m, \bar{m}, n)$ なる高次のすべり面上を運動することも高温変形の場合には考えられる (m, n は整数)。 $[110]$ 方向から組織観察するとき, これら $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$, $(\bar{1}10)$, (001) および $(m, \bar{m}, n)$ すべり面は真横から眺めることができ, それぞれ膜面との交線のトレースとして, $[\bar{1}12]$, $[\bar{1}12]$, $[001]$, $[\bar{1}10]$ および $[n, \bar{n}, 2\bar{m}]$ をもつ。これらのトレース方向と F 転位との比較を行なったものが既出の Fig. 6 である。もし転位が高温変形中にすべり面に強く拘束されたすべり運動を行なうならば, 転位は各々のトレース方向に平行に配列することが期待されるが, そのような特定の方向へ並ぶ傾向は認められず, 比較的長い転位はかなりの曲率を有しており, 一定のすべり面上に存在しているとは考えられない。特に $\{111\}$ すべり面について, $[100]$ 方向からの解析によると, 3 次元の転位網目がいずれかの $\{111\}$ 面に密接に関連しているような傾向は認められなかった。したがって, 高温クリープ変形中に, 転位はすべり面に規定されることなく, 運動方向もすべり成分と上昇成分とを両方ともに含んだ形態で運動していることが推定された。

V. 考 察

1. 転位組織の凍結について

高温クリープ転位組織について検討する際に, まず問題としなければならないのは, 組織がクリープ変形中のものと同一かどうかということである。本実験では, 一定歪までクリープ変形させた後, 試験を中断し荷重を付加したまま送風冷却した。高温からの冷却速度は, この場合には最高 $100^\circ\text{C}/\text{min}$ 送風せずに炉を取りはずして冷却した場合には $30^\circ\text{C}/\text{min}$ 程度で, これらを電顕観察しても, 組織的に明瞭な差異は認められなかった。またクリープ試験片と同じものを, 荷重を付加しないで, クリープ試験と同様な熱履歴をうけさせたとき, 転位密度は低く, クリープ変形組織のそれとは明らかに異っていた。実験操作上, 加熱炉を取りはずすために, $10\sim 20$ sec 程度必要であったが, この間の温度低下は $10\sim 20^\circ\text{C}$ 位, またこの間の伸びは無視しうる程度であった。試験片が 200°C 以下に冷却されるまでに, ある程度の回復が生じることは避けられないので, 荷重を付加したまま送風冷却して, 冷却途中での組織変化をできるだけ少なくするように努めた。このようにして得られた組織は, 室温においては Mg 原子の固溶雰囲気中に固着され, かつ転位網目を形成しているので, 極めて動きにくい状態と考えられる。転位は過剰になった空孔の消滅場所のひとつであり, 冷却中に組織変化が全くないわけではない。しかし, 動的観察⁽¹⁾によれば, 高温変形中の転

位は, お互いに転位網目を形成して運動していたが, この際の転位組織と高温クリープ変形を中断して得た転位組織とは良く似かよっていた。このことから判断すると, 組織の凍結はほぼ十分になされたものと考えられる。

2. $a < 100 >$ 転位の存在について

本実験においては, 観察された転位のバーガスベクトルはすべて $a/2 < 110 >$ であった。もともと $a < 100 >$ 転位が観察されたという報告は少ない。Al-Mg 合金を融体から急速に凝固させた組織中に観察されるサブ粒界において, 例えば, $a/2 [110] + a/2 [\bar{1}10] \rightarrow a [100]$ のように, お互いに垂直な転位が合体して $a [100]$ 転位が形成されたと考えられている⁽⁸⁾。転位の弾性エネルギー E は, 等方弾性体の場合, $E \propto b^2$ の関係をもつ。したがって, 上式の転位反応では弾性エネルギーの利得はなく, $a [100]$ 転位の発生は転位網目における特別な応力状態に由来すると考えられる。もともと $a < 100 >$ 転位の観察例は, いずれの場合もサブ粒界において数例あるのみで, しかもその長さは 0.1μ 以下と比較的短いものである⁽⁸⁾。同じく面心立方晶の銅において, 塑性変形後, 組織が除荷や薄膜作製中に変化ないように, 中性子照射によって転位を固着した場合に, $a < 100 >$ 転位が見出されている⁽¹⁵⁾。このとき, 転位の長さは高々 2μ , 平均して 1μ で, そのときの転位密度は 10^3 cm^{-2} 以下と評価されており, 加工硬化に主要な役割を果たすとは考えられていない。Al-Mg 合金の高温クリープ変形においても, $a < 100 >$ 転位が主要な役割を果たすとは考えられないので, その影響は無視しても差支えないと思われる。

3. 3 次元転位網目とサブ粒界

本実験の観察範囲内では, 結晶粒内の 3 次元転位網目はすべて転位三重節から成立していた。転位三重節は結び目としては最も数の少ない場合だから, 出来上がった転位網目は幾何学的にみて決して強固な構造ではない。動的観察の結果⁽¹⁾からみても, 各々の構成転位の運動により, 転位網目はかなり自由に運動していた。したがって, クリープ変形の進行に寄与すると同時に, 転位網目は, 転位相互の消滅による動的な回復にも重要な役割を果たしていると考えられる。サブ粒界もしばしば観察されたが, これは低温変形でみられるセル組織とは異なり, 一般には 2 種以上のバーガスベクトルをもつ転位から形成された比較的規則的に配列した小傾角粒界であった。サブ粒界を構成している Al-Mg 合金の転位網目のなかに転位四重節および転位六重節が観察されている⁽¹⁶⁾が, 本実験ではそのような例は存在しなかった。サブ粒界はもともと粒内転位の相互作用によって形成されたと考えられるが, 粒内転位と相互消滅したりして, 転位の消滅場所としての役目を果たすとともに, 転位の放出場所としての役割も考えられる。クリープ変形の進行に伴って, サブ粒界内の転位の配列も変化し, 構成転位密度の変化も生じている⁽¹⁾。粒内転位密度よりは

るかに高密度なサブ粒界転位の場合、各々の転位の變形速度が遅くても、クリープ變形に対する寄与の割合が大きいこともありうるので、動的解析による詳細な検討が必要と思われる。

4. 転位のバーガースベクトル分布について

[100] 軸を引張方向とする Cu 単結晶の變形組織の解析⁽¹⁷⁾によると、6 種類の $a/2\langle 110 \rangle$ 転位がほぼ同じ頻度で出現したと報告されている。高温クリープ転位組織の厳密な解析のためには、単結晶試験片のクリープ組織観察が十分に行なわれる必要があるが、その成果から多結晶試験片のクリープ變形を説明する際には、単結晶變形の解析が特殊な變形の場合を観察していないか十分に考慮する必要がある。多結晶試料では、粒界で各結晶粒の拘束が働くためである。この点に関して本実験では、多結晶試料を用いたため、粒界による拘束条件下における高温クリープ變形組織について、より直接的な知見を得られることが期待される。多結晶の變形では、広い視野にわたって観察すれば、転位は比較的均質に分布すると予想される。実際にも、Table 3, 4 に示されたように、[100] または [110] 方向から組織解析すると、 $a/2\langle 110 \rangle$ 転位が比較的均質に分布していること推定された。これに対し、[100]-[110] 両方向からの解析では、Table 5 に示されるように一部の $a/2\langle 110 \rangle$ 転位が多く存在していた。これは [100]-[110] 両方向から解析するとき、観察領域が狭く、解析した転位数も少ないため、より局所的にみたときの転位分布の不均質性が強調された結果と考えられる。Table 4 においても、視野によっては、最も多数の転位と 2 番目に多い転位とで、過半数を占めている場合があった。転位節の種類についてみると、最も多数の転位と 2 番目に多い転位とで、 $a/2\langle 110 \rangle$ 転位が形成されなかったり、あるいは形成可能でも、第 3 の転位の数を実際には少ないことが多い。これは転位節が単一の三重節ではなく、いろいろな種類の転位三重節から成っており、局所的にも結晶粒毎にも、分布は異なっているためであろう。応力状態、粒界による拘束などの条件に関して、今後更に解析例を多くし、詳しい検討を進める必要があると考えられる。

5. 転位の刃状成分とらせん成分について

Cu 単結晶の高温クリープ變形組織⁽¹⁸⁾では、主すべり面 (111) に平行な薄膜を切出し、比較的長い転位が主すべり面上に存在すると仮定して、主すべり転位のバーガースベクトルとの見かけ上の角度を測定したところ、40% 近くの転位が純らせん方向から 22.5° 以内に存在したと報告されている。一方、高温變形された Al-Mg 合金単結晶の転位構造を電顕観察した報告⁽¹⁹⁾によると、主すべり面のみならず、主すべり系につぐ大きな分解剪断応力を受けている 2 次すべり面上にも、主として刃状成分よりなる転位がかなりの密度で一様に分布していたとされている。本実験で

は、Fig. 5 に示したように、もしすべての転位が {111} すべり面にのっていたとしても、純らせん方向から 5° 以内に存在する割合は 20% 弱でしかない。Fig. 6 では純らせん転位像を消失する条件で観察したため、転位は刃状成分に比較的富むことがいわば誇張的に表現されているはずなのに、決して刃状成分が圧倒的だとは考えられない。したがって、Al-Mg 合金のクリープ組織では、純らせん転位、純刃状転位ともに比較的少数であり、混合転位が大部分を占めていると考えられる。

6. 高温クリープ転位組織とすべり面について

組織解析の結果から、Al-Mg 合金の高温クリープにおいて、結晶粒内転位は転位三重節を構成しており、比較的均整な方向性の少ない転位網目を形成していることがわかった。転位網目をなした転位は、すべり面に強く拘束されず、高温クリープ變形中には、かなり自由な運動が可能である。これに対し、Al-3at% Mg 合金単結晶の高温クリープ組織⁽¹⁹⁾では、2 次すべりによる格子回転を考慮して、クリープ變形が説明されており、主すべり面に沿って切出した薄膜の組織観察より、主すべり面 (111)、臨界すべり面 ($\bar{1}11$) 上に転位が存在すると結論されているが、解析は厳密とはいえない。1 MV 電顕による Al-Mg 合金の高温變形の動的観察⁽²⁰⁾によれば、密度の低いすべり転位がクリープ歪の主体となっており、高密度に存在する転位網目を形成した転位は、上昇運動を行ない、主として回復に寄与していると考えられているが、これもすべり運動を幾何学的に厳密に同定したものではないので、実際はすべり成分と上昇成分が重なっている可能性が十分ある。一般には、高温、低応力ほど、転位のすべり運動成分は小さく、上昇運動成分が大きであろう。転位組織はこのようにクリープ条件によって微妙に変化するため、転位組織の 3 次元的な解析などを含めて、更に詳細な組織観察がなされなければならない。

7. 高温クリープ變形における転位運動の律速過程について

Al-Mg 合金の高温クリープ變形の律速過程は、サブ粒界が形成されないような比較的高濃度の Mg を含む場合には、転位の粘性的すべり運動であるとして、多くの解析がなされている^{(21)~(24)}。これ以外に、内部応力場を正弦曲線的に近似すると、回復の際の応力依存性指数 $p=3$ となり実験値と一致することから、転位網目の成長が律速するという報告⁽²⁵⁾や、転位芯に偏析した合金元素の動きが律速するとする考えもある⁽²⁶⁾。転位組織を比較した際に指摘したように、クリープ条件によって、律速機構が異なることも考えなければならない。本実験は試験温度と付加応力からみて、この合金にとっては平均内部応力が比較的大きい条件でのクリープ變形に相当するといえるが、それぞれのクリープモデルにおいて、個々の転位の運動や転位

反応は明確に示されているとはいえない。したがって、現段階で統一的にクリープモデルについて論じることは困難である。以下では動的観察の結果⁽¹⁾と併せて、転位相互の反応例として、Photo.3 の実線で囲んだ部分について検討する。Photo.4 から明らかなように、矢印で示す所で重なって見える 2 本の転位は、同一のバーガースベクトル $a/2[110]$ をもっている。見かけ上交差する部分で、お互いの転位は垂直になっており、これは転位の相互作用の結果と考えられ、高温クリープ変形中の転位交叉の際の上昇運動のしやすさの程度を示すものと思われる。動的観察⁽¹⁾でも、溶質原子の雰囲気を引きずりながら、同符号の転位同志が交叉する際に、お互いの応力場で影響し合って、運動が遅滞したり、相互に上昇運動して切合ったり、転位の一部を取換えたりする過程が見出されているが、高温クリープ転位組織でも、これと関係のあるような転位配列が観察されたことは、実際のクリープ変形中においても、この種の運動が生じていることを示唆している。もしそうであれば、転位の交叉反応の際のお互いの変形の遅滞や上昇運動の過程が、高温クリープを律速することが考えられる。動的な解析がまだ充分になされていないので、ここでは、律速過程となりうる変形機構のひとつとして、上述のような転位反応の指摘を行なうにとどめる。

VI. 結 論

Al-1.0% および 4.4% Mg 固溶合金の温度 350~400°C、応力 0.6~4.4 kg/mm² における高温クリープ変形組織の解析の結果、以下のような特徴が見出された。

- (1) Al-Mg 合金の高温クリープ変形組織では、サブ粒界が歪とともに次第に形成され、サブ粒内には方向性を余りもたない 3 次元的な転位網目が構成されていた。
- (2) 結晶粒内部の転位のバーガースベクトルはすべて $a/2\langle 110 \rangle$ タイプで、 $a\langle 100 \rangle$ タイプは認められなかった。
- (3) 粒内転位は大部分が混合転位で、特に刃状成分あるいはらせん成分に富むということとはなかった。
- (4) すべり面と転位との関係を調べたところ、電顕的尺度でみる限り、すべり面上に転位が強く拘束されるということとはなかった。したがって、高温クリープ変形中の転位は、かなり自由に曲り合って、上昇運動成分およびすべり運動成分を含む粘性的運動を行なうことが推定された。
- (5) 転位が交叉する際、変形の遅滞を引き起こすような、お互いの上昇運動の過程が、高温クリープを律速する変形機構として可能性をもつことを指摘した。

終りに、本研究の期間中、有益な助言をいただいた劉勝利博士ならびに電顕観察に協力された内田祐二博士、またこの報告をまとめるに当り、終始、激励していただいた岡田雅年博士、渡辺亮治博士に感謝いたします。

文 献

- (1) 例えば Y. Ishida and F. Morito : *Proc. Twenty-ninth Annual EMSA Meeting*, (1971), 108 ; K. F. Hale, M. Henderson-Brown and Y. Ishida : *Proc. Fifth European Congress on Electron Microscopy*, (1972), 350.
- (2) 例えば、松野伸男、及川 洪、辛島誠一：金属学会誌, **38**(1974), 1071 ; A. Orlová and J. Čadek : *Z. Metallk.*, **65**(1974), 200.
- (3) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan : *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Butterworths, (1965), 176.
- (4) L. K. France and M. H. Lorretto : *Proc. Roy. Soc.*, **A 307**(1968), 83.
- (5) J. W. Steed : *Proc. Roy. Soc.*, **A 292**(1966), 343.
- (6) M. H. Lorretto and L. K. France : *Phil. Mag.*, **19**(1969), 141.
- (7) D. E. Barry and D. M. Maher : *Phil. Mag.*, **21**(1970), 1255.
- (8) V. K. Lindroos and H. M. Miekko-oja : *Phil. Mag.*, **16**(1967), 593.
- (9) C. S. Barrett : *Structure of Metals*, McGraw-Hill, (1952), 336.
- (10) C. Crussard : *Bull. Soc. Fr. Min.*, **LXVIII**(1945), 174.
- (11) A. L. Stevens and L. E. Pope : *Scripta Met.*, **5**(1971), 981.
- (12) R. Le Hazif, P. Dorizzi and J. P. Poirier : *Acta Met.*, **21**(1973), 903.
- (13) P. Lacombe and L. Beaujard : *J. Inst. Metals*, **74**(1947), 1.
- (14) R. W. Cahn : *Trans. AIME*, **188**(1950), 1037.
- (15) H. Strunk : *Phil. Mag.*, **21**(1970), 857.
- (16) V. K. Lindroos and H. M. Miekko-oja : *Phil. Mag.*, **20**(1969), 329.
- (17) E. Göttler : *Phil. Mag.*, **28**(1973), 1057.
- (18) T. Hasegawa and S. Karashima : *Met. Trans.*, **1**(1970), 1052.
- (19) 大塚正久、堀内 良：金属学会誌, **36**(1972), 809.
- (20) M. Henderson-Brown, K. F. Hale and R. Lagneborg : *Scripta Met.*, **7**(1973), 1275.
- (21) 堀内 良、大塚正久：金属学会誌, **35**(1971), 406.
- (22) K. Linga Murty, F. A. Mohamed and J. E. Dorn : *Acta Met.*, **20**(1972), 1009.
- (23) H. Oikawa, J. Kariya and S. Karashima : *Metal Sci.*, **8**(1974), 106.
- (24) 吉永日出男、当摩 健、諸佐正太郎：金属学会誌, **38**(1974), 826.
- (25) C. N. Ahlquist and W. D. Nix : *Acta Met.*, **19**(1971), 373.
- (26) K. Kuchařová, I. Saxl and J. Čadek : *Acta Met.*, **22**(1974), 465.