



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	繰り返し引張り圧縮によりニッケルに導入された転位構造
Author(s)	浜田, 弘一; 桐谷, 道雄
Citation	北海道大学工学部研究報告, 132, 71-76
Issue Date	1986-07-31
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/42001
Type	departmental bulletin paper
File Information	132_71-76.pdf



繰り返し引張り圧縮によりニッケルに導入された転位構造

浜田 弘一 桐谷 道雄

(昭和 61 年 3 月 31 日受理)

Dislocation Structure Introduced in Nickel by Cyclic Push-Pull Deformation

Koichi HAMADA and Michio KIRITANI

(Received March 31, 1986)

Abstract

A fatigue deformation apparatus was designed and constructed to test a thin plate suitable for making electron microscope specimens. Equal inclination fringes have been effectively used for the detection and measurement of small local orientation difference, and a new $\pm g$ stereo method has been introduced to characterize the sign of each individual dislocation in a high density region of dislocations. In cyclically deformed nickel, the orientation difference between two dislocation free regions bordered by a large number of tangled dislocations was found to be extremely small. Tangled dislocations are confirmed to be composed of the equal number of dislocations of opposite signs.

1. 緒 言

繰り返し応力荷重により材料内に導入される転位がいかに集積していくかを明らかにすることは、応力集中の経過を明らかにし、疲労破壊に至る原因を解明するうえで重要である。疲労変形にともなう転位組織の発達、転位の部分的なからみ合いに始まり、疲労変形が進むにつれてよりその形態が明確になり、セル組織を形成するまたは疲労変形の特徴的なラダー組織へ発達する。しかし、どのようにして転位がからみ合うのか、からみ合った転位がどのような性質をもっているかなどの転位構造については未だ不明の部分が多く、今後疲労現象解明のうえで重要な課題となっている。本報告では、繰り返し引張り圧縮変形により導入され集積された転位が、どのような構造をもっているかについて、主に電子顕微鏡（以後 EM とする）観察により明らかになった点について報告する。疲労試験には本来丸棒などのバルク材で行なうことが望ましいが、EM 観察用試料作製の為に薄片の切り出しをはじめとして多段の操作が必要であり、電子顕微鏡による試料内部転位構造観察を主目的とした本研究において、特に薄い平板を用いた疲労試験装置を考案したので、あわせて報告する。

2. 実験方法

試料には、Johnson Matthey 社製の純ニッケル (99.99%) を用い、厚さ 0.2 mm まで冷間圧延し、巾 5 mm に切り、その後真空中 (1×10^{-4} pas) で通電加熱により 1000℃, 10 min の歪とり焼純を行ない、次いで長さ 30 mm に切断したものを疲労試験片とした。試験片は結晶粒径 0.1 mm 程度の多結晶板であり変形方向に対し種々の結晶方位のものを観察できる利点を持ったものである。

歪量は、純ニッケルの弾性限界の約半分 $\pm 0.17\%$ に、応力は 2.5 kg/mm^2 に設定した。疲労試験装置としては島津製作所製の偏心回転振動型試験機を用い、歪速度は 25 c/s とした。薄い平板の試験片は引張り変形はできるが、圧縮変形は試験片が湾曲するため一般には可能でない。勿論曲げによる繰り返し変形は返形は容易に行ない得るが、歪が一様に入らないなど問題点があり、ここでは平板の引張り圧縮繰り返し変形を可能にするため薄い平板の両面を平行板によりサポートする方法で疲労装置を試作し使用した¹⁾。その機構を図 1 に示す。この方法の利点は、薄い平板をそのまま試験片とするため、試験片作りが極めて容易であるとともに EM 観察用試料を容易に作り得ることにある。

この方法においては側面からサポートする圧力を適切に選ぶ必要がある。強すぎると平板によるサポート部分が変形せず試験片のつかみ近傍に変形が集中し、弱すぎると試験片は湾曲する。今回はサポートに黄銅板を用い、ニッケル試験片との摩擦 ($\mu = 0.66$) も考慮し試験片が湾曲せずしかも変形が全体にわたるように実験を繰り返し、最適のサポート圧力として 200 g/mm^2 を選定した。この値は印荷した繰り返し変形応力の 10 分の 1 以下である。この装置で繰り返し変形を行ない試験片のつかみの近傍、中央部分を EM 観察した結果大きな差はなく試験片は一様に変形していることを確認した。

繰り返し変形後の試験片より $\phi 3 \text{ mm}$ のディスクを打ち抜き、テヌポール (EM 用試料ジェット電解研磨装置) を用いて電解研磨により薄くし、EM 観察用試料を作製した。使用した電解液は、酢酸：過塩素酸 = 95：5 であり、研磨条件は、電圧 55 V、電流密度 120 mA/mm^2 である。疲労組織を観察する場合、ある程度広い範囲を観察する必要がある。そのため EM 試料作製上での考慮する点として、低倍率で広範囲を観察できるように小穴の回りの極く薄い部分 (100 nm 以下) を広くすることが必要である、試料が両面から平行に研磨されること、穴ができるだけ小さな段階で研磨を終えることなどに注意がはらわれた。観察に使用した電子顕微鏡は、日本電子(株)製 JEM 200 CX である。

3. 観察結果と考察

本論文の EM 観察は、すべて疲労変形により破断に到った試験片に対して行なった。変形繰り返し数は多少のばらつきはあるが 1.6×10^5 回程度であった。

疲労組織の代表的な例を図 2 に示す、転位が部分的にからまり 1μ 程度のセル組織を形成しており、転位ループが全体にばらついている。また転位のない部分のコントラストがほぼ同じになっており、転位の集団による結晶の傾角はあまりないものと思われる。そこでいくつかの観察方法

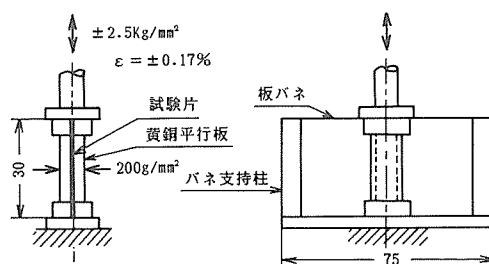


図 1 薄い平板用疲労装置

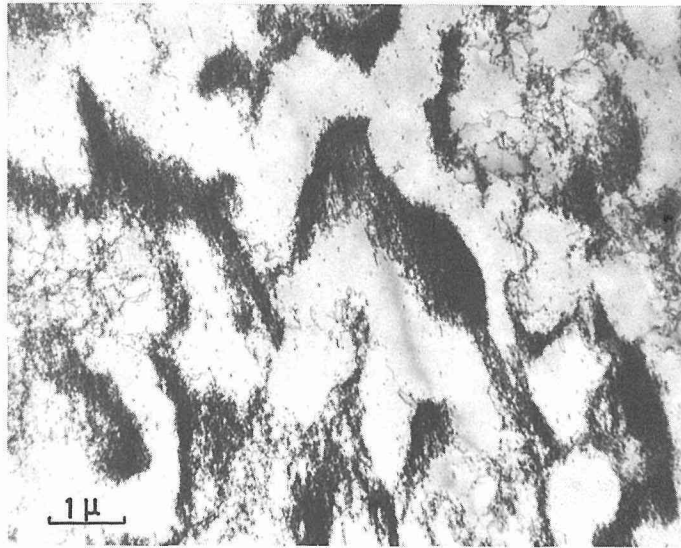


図2 引張り圧縮によるNiの疲労組織(1671×100回で破断したもの)

により、この転位集団部分の構造を検討する。

引張り圧縮により導入される転位組織は、転位の密集部分が殆んど完全に転位の存在しない領域を取り囲んだ転位構造となっている。単純な引張り変形等により導入されるセル構造と大きく異なる点は転位の存在する部分が巾を持ち、極端には転位の広い範囲の中に転位のない領域が散在する構造となっている。この意味で通常のセル構造とは異なるが本論文では記述の単純化のためセル構造と称する。

3-1. 転位集団による結晶の傾角

観察されるセル組織において、転位集団の両側の結晶傾角差を電子顕微鏡における等傾角縞を使って測定した。EM観察試料は一般にくさび形の薄膜を使うため極く薄いエッジの部分ではエッジに沿った方向を回転軸として僅かに湾曲している。反射ベクトル $\mathbf{g}$ をこの回転軸に対し直角方向にして観察することにより等傾角縞を見ることができる。この場合、縞の部分が同じ角度にあることを示している。回折像に表われた菊地パターンを利用して試料を正確に傾け、その時の等傾角縞の移動量より試料上の位置の差による結晶面傾角の変化を測定することができる。

図3の3枚の写真は試料を傾けることにより等傾角縞が移動することを示したもので、横方向に約1 μm 移動している。これに対して下の写真はそれぞれの回折パターンである。メインスポットに対する菊地ラインの移動量から、試料を傾けた量は0.09 deg.と計測される。すなわち上の写真において横方向に1 μm 離れた位置が0.09 deg.の傾角差を持っていることになる。

次に、上の写真の等傾角縞を見ると上から下まではほぼ直線になっており、転位集団によっての縞のずれは僅かに0.1 μm すなわち0.01 deg.程度となっている。したがって転位集団によるこの方向の結晶方位差が殆どないことを示している。

さて、転位の集団を境としたその両側の結晶傾角差を小傾角粒界との類似から考察してみよう。試料の厚さ t に対しバーガスベクトル $\mathbf{b}$ への転位が n 本、 h の間隔にあるとすると、傾角差 θ は、

$$\theta = b/h = (n/t)b$$

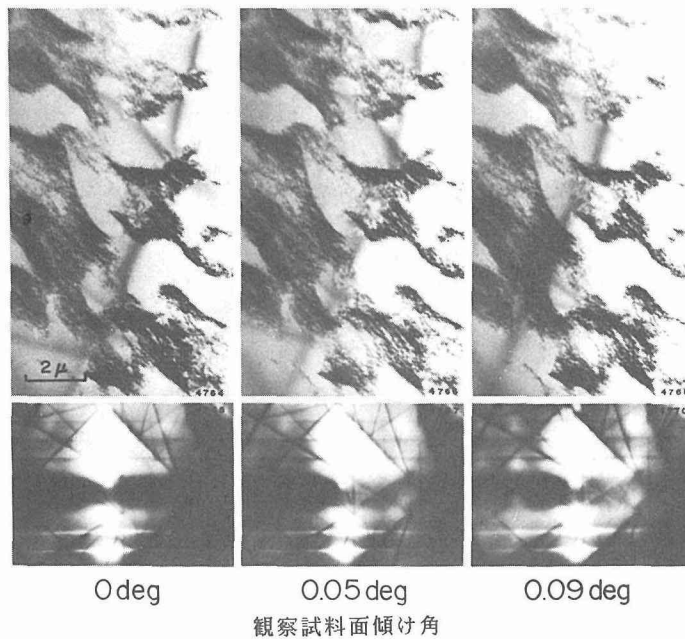


図3 等傾角縞を用いた結晶面傾角側定

である。電子顕微鏡の代表的な厚さ $t=1000 \text{ \AA}$ とし、 $b=3 \text{ \AA}$ とすると

$$\theta = n(3/1000) \text{ rad.} = 0.17 n \text{ deg.}$$

n (本)	1	10	100
角度差 (deg.)	0.17	1.7	17

となる。

疲労破断する直前の転位密集部分では、転位密度は $10^9 \sim 10^{10} \text{ n/cm}^2$ に達し、厚さ $t=1000 \text{ \AA}$ に換算し数十本の転位が含まれていることになる。単純に、一方向の転位だけの集団であれば10度以上の傾角になるが、実際の傾角は0.01 deg. 程度であり、このことは±の逆向きの転位がほぼ完全に相殺していることを示している。

このように、繰り返し変形によるセル組織においては、多数の転位がからみ合ってた転位集団を介しても結晶傾角差が殆んどなく、これは転位集団が正負同数の転位によって構成されていることを示している。

3-2. 転位密集部分における転位の符号

転位のまわりの結晶格子の歪により発生する転位の電子顕微鏡像の像位置は、転位の中心（転位芯）とは一致せず、反射ベクトル $\mathbf{g}$ およびブラッグ条件からのずれ s によってずれの量と符号が変化する²⁾。これを利用して転位の符号を簡単に判定できる方法を± $\mathbf{g}$ ステレオ法と名づけて以下に説明し、疲労変形した転位構造に適用する。

明視野像において転位が鮮明に観察できる条件は、ブラッグ反射条件から、 $+$ に僅かにはずれた ($s > 0$) ところにある。反射ベクトル $\mathbf{g}$ を逆向きとし s を同じにすると、像質は同じであるが各転位の像位置の転位芯からのずれは逆方向に反転する。すなわち、図4に示したように $+\mathbf{g}$ と $-\mathbf{g}$

の2枚の写真では、写真上に映る転位の影は g の向きによって本来の転位の位置より左または右にずれ、そのずれの方向は転位のバーガスベクトルの向きによっても反対になる。

この2枚の写真を、 g の方向を横向きにしてステレオ観察する(通常のステレオ観察は g を縦向きにして行なう)と視差によりバーガスベクトルの向きが違う転位、すなわち a の転位は上、b の転位は下というように分かれて見え、転位の符号を判定することができる。これが $\pm g$ ステレオ法であり、転位集団などの観察には極めて有効である。

$\pm g$ 法により転位の密集部分を観察したのが図5である。この2枚の写真ステレオ観察した結果、一本一本の転位について上下に見分けることが可能であり、転位の符号をそれぞれ判定することができた。この転位集団を切るように一本の直線を引きその線に交わる転位の上下関係について調べると、図5の線の上下の黒丸で示したように上下に見える転位は、転位双極子のような隣接した転位対にはなっておらず位置的にはランダムになっているが、上に見える転位と下に見える転位の数の総和が同数になっている。すなわち逆向きのバーガスベクトルをもつ転位が同数存在する転位構造になっていることが明らかである。

この転位構造は、転位集団の両側での結晶の方位差が殆どないという先の等傾角縞を応用した結果をよく説明している。また、引張りおよび圧縮を正確に同量づつ繰り返した今回の変形において、逆符号の転位が同量づつ交互に導入されつつ変形するという、極めて理解のしやすい構造となっていることが実験的に立証された。

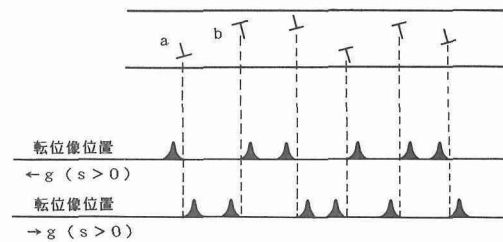


図4 $\pm g$ ステレオ法

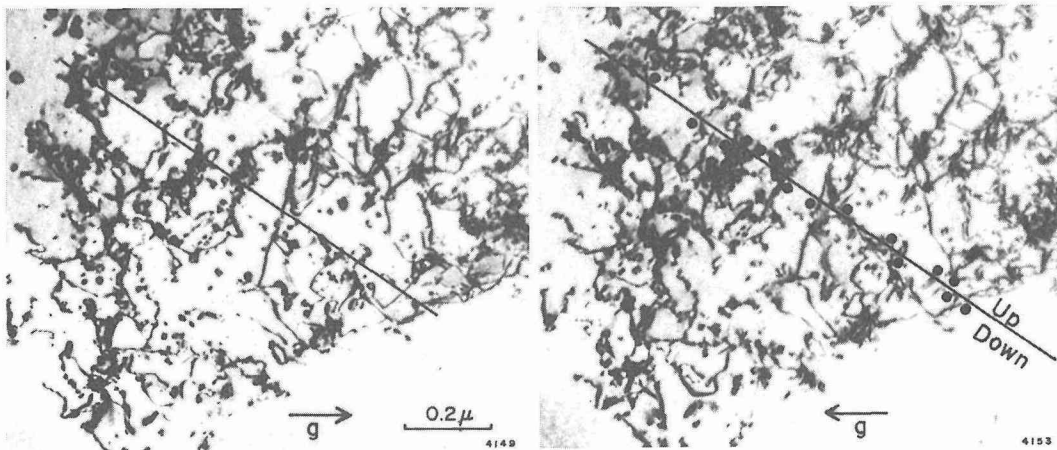


図5 $\pm g$ ステレオ法による転位密集部分の符号判定

4. 結 論

今回の繰り返し引張り圧縮変形によりニッケルに導入された転位構造の電子顕微鏡観察による実験と解析の結果は次のように要約される。

- 1) この実験, 研究を進めるにあたり, 薄い平板の引張り圧縮による繰り返し変形を行なう必要があり, そのために考案した試験片を両側面から平行板によりサポートする方法が有効であることを立証した。
- 2) 繰り返し変形により形成されるセル組織においては, 多数の転位がからみあった転位集団を介しても結晶方位差が殆どないことが, 電子顕微鏡像における等傾角縞をもちいて明らかにされた。
- 3) 転位集団における個々の転位の符号の判定のため, $\pm \mathbf{g}$ ステレオ法を考案し, その有効性を実証した。
- 4) 転位集団内の個々の転位の符号を $\pm \mathbf{g}$ 法により判定した結果バーガスベクトルの逆向きの転位が同数からみあった転位構造になっていることが確認された。
- 5) 繰り返し引張り圧縮変形において予想される, お互いに逆符号の転位の対称な動きによる変形転位構造の発達が実証された。

参 考 文 献

- 1) M.kiritani and S.weissmann : Metallurgical Transaction, 3 (1972) , p. 1229
- 2) 例えば, P.B.Hirsch et. al : Electron Microscopy of Thin Crystals, (1965) ,p. 156