

所謂 “Dislocation ring” に就てのノート

Note on the So-called “Dislocation ring”.

鹽田 信雄 (Nobuo SHIOTA)

Abstract:—Smakula and Klein observed prismatic slip in thallium halide optically after being punched on the surface of the crystal. Both multiplication process of slow moving dislocation as proposed by Frank and Read, and formation of dislocation ring from plate like precipitated vacancy as shown in Seitz's paper are available for the explanation of above observation.

An electron microscopical study on single crystal of silver chloride by the “print out” process is carried out with same idea above noted. And the influence of solute hydrogen atom on the shape of particles segregating in aluminium-copper and aluminium-copper-iron alloys from the standpoint of the theory of dislocation ring is discussed from the change of electrical conductivity and electron microscopical study.

From these experiments noticeable results are obtained as follows:

The existance of correlation between slip band and intermediate structure θ' and the recrystallization phenomena before aging process are caused by the solute atoms.

(1) 緒 言

一般に金属の長方形面上の一点を打撃すると、その程度に應じて裏面には階円状又は円形に近い変形環 (deformation ring) を生ずることが知られてゐる。塑性変形に依つて生じた之等変形環が何等かの位り現象と密接な関聯性のあることは思考される所であるが最近 Smakula 及び Klein⁽¹⁾ に依る光学的研究から所謂 prismatic slip の傳播として解釈されることが明瞭にされた。又一方電子顕微鏡による位り帯の微細構造の観察から⁽²⁾ Fig. 1 に示す様に一個の位り面は最大約 2000 Å の位りを起してその後 200 Å 程度の中を有する層状位り領域を構成してゆくことが知られてゐる。単一の轉位がこの様に約 10³ 個の多数轉位となつて一つの位り面上を通過することを意味する様な実験事実を説明する爲に、Frank 及び Read⁽³⁾ は一つの線轉位の運動から生ずる位りの機構として遅い速度の轉位によるその多重形成機構を考へ、この機構 (slip production) が本質的には結晶の成長と類似するものであることを示した。即ち Fig. 2 に於ける ABC' を一個の線轉位、而も AB は固定され外部應力に依つて BC' 部分が回轉を起し一回轉毎に一原子距離だけ

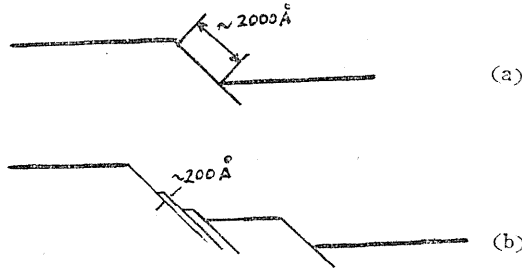


Fig. 1. Observation of fine structure on slip band in aluminum by electron microscope. (after Heidenreich and Shockley)

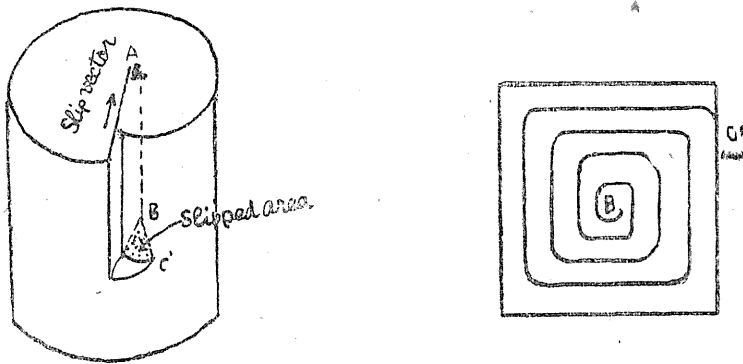


Fig. 2. Multiplication processes for slow moving dislocations.

り方向に迂りを生じて螺線を構成してゆく如き考へである。

融液から結晶が凝固する場合、過飽和な多数の空格子が plate like に而も ring 状に析出してその周りに転位を形成する可能性のあること、従つて最も大きく変形に関與する箇所であることが seitz に依つて示されたが⁽⁴⁾、螺線の形成と之等輪状転位の考へは一面では如上の層状迂り領域の規則的構成に多大の暗示を與へるものと考へられる。尙空格子点の一部が溶質原子に依つて置換へられたり⁽⁵⁾、或は母体格子間に侵入して存在する場合

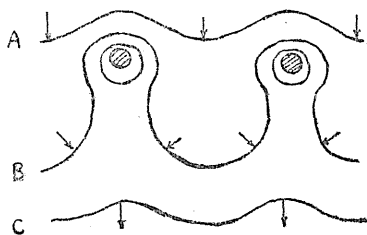


Fig. 3. The by-passing of widely spaced obstacles by flexible dislocations. (After Rowan)

以上の考へから前者では転位の発生率を減らす方向に、後者では増す方向に進むことが期待される。然し乍ら熱処理過程(融液からの凝固をも含む)での双状及びラセン状転位に依つて板状(数原子距離程度)に構成される dislocation ring は基本的には溶質原子により転位周辺の應力の場 (field potential) に作用して、より速かに結晶の表面或ひは何等かの粒界に拡散、消滅又は停止される現象が特に析出合金の様なものでは最も簡明且つ

顯著に認められる所であらう。溶質原子の存否に拘らず熱処理又は変形過程で Orowan⁽⁶⁾ は総括的にこの部分を flexible な轉位の存在箇所と考へて外部應力の増加でも容易に高いエネルギー (Fig. 3. B) を除去しうる模型を提出してゐる。

(2) 實 験

A) 打撃効果の傳播:

一例として他の報文で記述した様に⁽⁶⁾, 塩化銀単結晶の感光過程では最も多く轉位上に電子が捕獲される結果として銀微片を析出する可能性がある。打撃を與へた結晶の裏面に

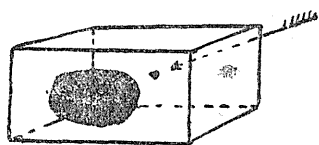


Fig. 4. Prismatic slip observation in the single crystal of silver chloride caused by punching.

数 KW のアークを約 2 hr. 当てた後電子顕微鏡に依つて, そのレプリカを撮ると前記報告⁽⁶⁾の Fig. 6 の如き像が得られる。(a) は打撃部が裏面に作用する中心附近, (b) はその外側を示したもので, 黒色部は完全に銀微片が析出して集合した状態, 黒環は析出の不完全性 (意味の嚴密性を欠くが) によるものと考へられ変形環の形成が中心附近に認められる (a)。實際この感光試料を定着液に浸して未或ひは

不完全感光面を洗ひ落とすと Fig. 4 の如く割然たる陥凹状近似の (打画面の如何で又形状も異なる) 白層を認めることが出来る。

B) 析出性合金に溶質原子が固溶した場合の焼戻し効果:

一般の金属が結晶構造の不完全性から多少その性状には析出性を具備してゐる。このことは加工学的に基礎的な面から採上げて見る必要のあることが痛感されてきたのは極く最近のことである⁽⁷⁾。緒言に述べた様な seitz の考への基礎を爲すものが, 二次元的に而も固溶体地に比して遙かに高い濃度換言すればより高いエネルギーを有する凝析出粒子を持つ合金の性質に多少の暗示と關聯性を受けてゐることは事實であらう。

Table I. Chemical analysis of specimens.

Content (%)	Al	Cu	Fe
Specimen			
No. 1	96.3	3.7	
No. 2	95.89	3.7	0.41

Table I. に示す如き二種類の試料に水素原子が融液中で飽和に固溶した時の試料との比較実験を電子顕微鏡並びに電氣抵抗の面から検討して見た。試料

は 520°, 2 hr. の溶体化処理を施しその水冷試料に 20% の圧延を行つたものと然らざる二試料に就て, 300° で 30 min. 1 hr. 及び 1.5 hr. の焼戻操作を施したものである。電子顕微鏡用レプリカとしては試料を過塩素酸系液にて電解研磨した後, 弗酸で軽くふき燐酸アンモン飽和溶液中で陽極酸化して得られる。析出合金の實驗的研究から焼戻し過程は次の如き変化で進行することが知られてゐる。

a: 固溶体 → b: Guinier-Preston 領域 (厚さ 1~2 原子層, 直径約 40~50 Å) → c: 中間相 θ' (厚さ 5 原子層, 径数 1,000 Å) → d: 最終状態 CuAl_2 化合物, 實驗の目的とする所と顯微鏡の分解能から c 及び d の初期を検討する必要がある。その結果を要約且つ図示すると次の如くなる。

Table 2. Relation between intermediate phase or compound and various alloys including hydrogen atoms after being aged for 1.5 hr. at 300°.

Kind Specimen	Diameter of θ' (Å)	One blocks diameter of CuAl ₂ Compound (μ)
Al-Cu	3,500~4,000	about 0.3
Al-Cu-H	23,000	
Al-Cu-Fe	5,000	about 0.7
Al-Cu-Fe-H	25,000	about 1

1.5 hr. の焼戻を例にとると、Table 2. に示す如く水素原子が固溶することによって中間相の形状は大きく、最終状態 CuAl₂ 化合物の大きさ (1 ブロック) も比較的大きい。

Fig. 5 はその一例を示す。尚 1 hr. 焼戻前の加工によつて水素が固溶

する場合、特に中間相 θ' が (100) 面の或る方向に顕著に出現する。之は加工によつて生じた位相帯に θ' が優先的に析出する結果であることは略々確定的である。このことは 30 min. 焼戻した圧延材にも僅かに認められる所である。

(Fig. 6)



×3,000

Fig. 5. Al-Cu-Fe alloy after being aged for 1.5 hr. at 300°.



×3,000

Fig. 6. Al-Cu-Fe-H alloy after being aged for 1 hr. at 300° (Rolled Specimen).

次に上述の試料の電気抵抗対焼戻時間曲線を Fig. 7 に示す。図から明らかな如く水素固溶試料では焼戻時間と共に電気抵抗が急速に減少する。このことは圧延試料で顯著である。以上が dislocation ring の形成、傳播その他に対する影響と密接な相関性のあることは容易に考へられうることであるが詳しくは他誌⁽³⁾に報告する予定である。同時に水素原子の固溶によつて再結晶 (焼入又は加工再結晶) 現象が時効硬化に先驅することを意味する実験事実は特に注目すべき事柄である。

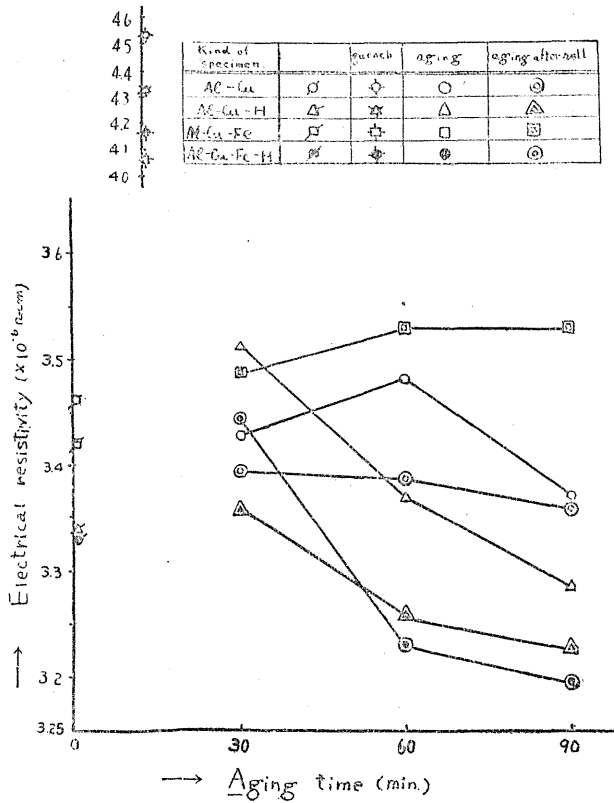


Fig. 7.

最後に終始、絶大なる実験上の支援を賜つた金属工学科の同僚たる有賀久氏に深甚なる感謝の意を表す。

(昭和26年10月15日受付)

文 献

- (1) A. Smakula & M. W. Klein : J. Opt. Soc. America. 39 (1949) 445
- (2) R. D. Heidenreich & W. Shockley : J. Appl. Phys. 18 (1947) 1029
- (3) F. C. Frank & W. T. Read : Phys. Rev. 79 (1950) 722
- (4) F. Seitz : Phys. Rev. 79 (1950) 723
- (5) 塩 田 : 本誌. 本号
- (6) E. Orowan : J. Inst. Metals. (Symposium) (1947) 451
- (7) N. F. Mott & F. R. N. Nabarro : Proc. Phys. Soc. 52 (1940) 86
- (8) 岩村, 塩田, 有賀 : 金属学会誌投稿予定