

鉄の塑性変形および脆性破壊に関する基礎的研究 : I

北島, 一徳

<https://doi.org/10.15017/4743403>

出版情報 : 應用力學研究所所報. 19, pp.1-35, 1962. 九州大学応用力学研究所
バージョン :
権利関係 :



鉄の塑性変形および脆性破壊に関する基礎的研究

北 島 一 徳

概 要

鉄鋼材料はその高い降伏強度，抗張力等強度上の優秀な特性の故に広く各種機械および構造物において強度部材として使用されている．しかしながらその反面欠点としては低温時又は衝撃荷重に際していわゆる脆性破壊を示し，これは材料使用上安全性の上から重要な問題であり従来その解決を要望されてきた所である．

さて一般に材料強度の問題はその特性として巨視的な力学的条件のみでなく，材料内部の微視的挙動に依存して極めて多岐の変化を示すため，その合理的な解決には材料組織及び原子の特性をも考慮に入れた基本的解決が望まれている．本研究においては，従つて上述の問題に対し近年著しく進展をなしつつある結晶中格子欠陥の物理像に基づき，二三の実験的研究とともに理論的研究をも併せ行なつて問題の解決に若干の寄与を加えようとするものである．

まず鉄についての実験的な基礎的研究について言えば，従来高純度材料の入手がその大なる難関の一つをなしている．従つて本研究においてはまず純鉄の製作より始めた（Ⅴ）．つぎにこれより作製した純鉄単結晶について応力-歪曲線の測定，およびすべり帯の微細構造に対する光学および電子顕微鏡の観察を行ない，またこれらに対して転位論的な立場より統一的な説明を試みた（Ⅰ）．以上の塑性変形の問題はそれ自身独立した問題であるのみでなく，破壊機構の研究においても基礎的な重要性を持つものである．

つぎに我々は純鉄及び少量の析出炭化物を含む鉄単結晶および複結晶について劈開破壊の機構を追求した．そこでは特にクラックの発生源についての観察に基づいて純鉄と析出物を含む鉄における破壊機構の相違を明らかにする事を勉めた（Ⅱ）．

つぎに我々は結晶の劈開破壊の機構に対する一般的な理論的考察を試みた．そこでは従来未考察に残されている完全結晶の強度特性とその破壊機構への寄与を追求し，またそれと，Peierls 応力，不純物原子，および塑性変形等種々の要素による寄与との関連を明らかにする事を勉めた（Ⅲ）．

最後に我々は以上の理論および実験的研究に基づいて鉄鋼における脆性破壊の機構に対し理論的考察を試みた．その中では特に純鉄および析出炭化物を含む鋼における破壊の特性を二つの類型的な型に分類し，これらにおける破壊機構の相違を定性的に把握する事を

試みた (IV).

目 次

第1編 純鉄単結晶のすべり, および加工硬化に関する研究

I. 1 序 論	4
2 応力-歪曲線の測定	5
2. 1 試料, および実験方法	5
2. 2 実験結果	6
2. 2. 1) 圧縮試験による大歪特性	6
2. 2. 2) 引張試験による歪の微細構造	6
2. 2. 3) 歪速度の影響	10
3 純鉄のすべりに関する光学, および電子顕微鏡的観察	10
3. 1 試料, および実験方法	10
3. 2 実験結果	11
3. 2. 1) 鉄における転位網の観察	11
3. 2. 2) すべり帯に関する光学顕微鏡的観察	11
a) 温度, 歪速度, および純度の影響	11
b) すべり帯の結晶方位依存性	16
c) すべり帯形成過程の連続観察	18
3. 2. 3) すべり帯に関する電子顕微鏡的観察	21
a) すべり帯の微細構造	22
b) すべり線の結晶方位	24
3. 2. 4) 考 察	24
4 鉄における加工硬化の理論	25
4. 1 微量炭素の影響	25
4. 2 純鉄のすべり, および加工硬化の特性	26
4. 3 加工硬化の転位理論	27
4. 4 鉄における Peierls 応力について	32
5 結 論	33

第2編 鉄の脆性破壊に関する研究

1 序 論	36
II. 単結晶, および複結晶の劈開破壊	
2. 1 序 論	37
2. 2 実験装置, および方法	38
2. 3 実験結果	39
2. 3. 1) 単 結 晶	39
a) 電 解 鉄	39
b) 純鉄単結晶	42
c) 析出炭化物を含む単結晶	52
d) クラックの伝播	55
2. 3. 2) 複結晶, および多結晶	57
a) 複 結 晶	57

b) 多結晶	58
III. 結晶の劈開破壊に関する一般的な理論	
3. 1 序 論	59
3. 2 完全結晶の安定	60
3. 2. 1) 絶対零度における結晶の安定	60
a) Born の理論	60
b) 完全結晶の脆性	60
c) 原子間力の特性と結晶の脆性	61
3. 2. 2) 有限温度における結晶の安定	62
a) 熱揺動による劈開クラック, および転位ループの核発生	62
b) 活性化エネルギーの計算—I, 劈開クラックの発生	64
c) 活性化エネルギーの計算—II, 転位ループの発生, およびす べり, および双晶帯の発生	71
d) 活性化エネルギーの計算—III, 応力場の影響	77
3. 3 劈開クラックの発生の理論	78
3. 3. 1) 原子的尺度におけるクラックの発生	78
3. 3. 2) クラック発生における塑性変形の役割	80
3. 4 劈開クラックの伝播の理論	81
3. 4. 1) クラックの伝播における 3 段階	81
3. 4. 2) クラックの定常伝播における塑性変形の発生	81
a) 転位の核発生と移動	81
b) 既存転位の移動	87
c) 不純物その他の影響	90
d) クラック発生初期の伝播	91
3. 4. 3) 結晶粒内におけるクラックの非定常伝播—段階 I	91
a) 応力場におけるクラックの伝播	91
b) 他の理論との関係	96
3. 4. 4) 結晶粒界, および多結晶における伝播	97
a) 結晶粒界における伝播の条件—段階 II	97
b) 多結晶内における伝播の条件—段階 III	98
IV. 鉄鋼の脆性破壊	
4. 1 序 論	100
4. 2 純鉄における劈開クラックの発生	100
4. 2. 1) クラック発生の転位模型とその問題点	100
4. 2. 2) 完全結晶の脆性	101
4. 2. 3) Cottrell 効果	102
4. 2. 4) Peierls 応力	103
4. 2. 5) 純鉄におけるクラックの発生源に関する実験事実とその解釈	104
a) すべりによるクラックの発生	104
b) 双晶によるクラックの発生	104
4. 2. 6) 総 括	106
4. 3 低炭素鋼における脆性破壊	106

4. 3. 1) 低炭素鋼の破壊特性とその2つの型	106
4. 3. 2) 析出物によるクラックの発生	108
4. 4 劈開クラックの伝播と多結晶鋼の説明	109
4. 4. 1) 純鉄型の破壊特性	109
4. 4. 2) 析出物型の破壊特性	112
5. 第2篇 結 論	113
文 献	116
V 純鉄, および純鉄単結晶の製作	
1 純鉄の製作, および分析結果	118
2 純鉄単結晶の製作	121

第1編 純鉄単結晶のすべりおよび加工硬化に関する研究

I. 1. 序 論

金属結晶におけるすべりおよび加工硬化の機構については, 従来面心立方格子 (F.C.C.) および六方稠密格子 (C.P.H.) 金属につき多数の実験的研究が行なわれており, またこれらに対して Seeger 等により提案された転位論的理論も統一的な説明に一応の成功を収めるに至っている⁽¹⁾. これに対比して体心立方格子 (B.C.C.) 金属については, 従来かなりの実験的研究⁽²⁾⁽⁵⁾が行なわれているにもかかわらず, なお多くの問題が未解決に残されている.

実験的な困難の一つは試料の純度に関係していると思われる. すなわちとくに遷移金属では, 微量の格子間不純物原子の存在によつて降伏応力には決定的な影響を受け³⁾, これは最近までに得られた最も高い純度を持つ帯熔解鉄⁴⁾においてもなおまぬがれていないと思われる. この事情はまた, 後に本文にのべるように, これらの金属における加工硬化の特殊性ともからみ合つて, 純金属特性の実験的抽出に大きな障害を与えていると思われるが, 具体的には次の諸点に問題が残されている.

まず第一に, 最も初歩的でありまた基本的なすべり系の問題についてもいまだに定説が得られていない⁵⁾. すなわち, はじめ G.I. Taylor によつて, 光学顕微鏡および X 線回折による測定に基づいて, 鉄におけるすべり帯構造の特殊性が指摘せられ, 非結晶学的すべりの仮説が提案された. しかしながらこれについては更にその後同様の測定に基づいて, (110), (112), (123) の三種のすべり面をもつとする説, およびすべてのすべり帯は微視的には (110) 系のすべり面のみにより構成されているとする説が提案された. また最近では主として電子顕微鏡の研究により重要な知見が加えられつつあるが⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽¹⁸⁾, この問題についての決定的な結論はなお転位構造の基本的特性とともに, それに基づいた加工硬化をも含めたすべり機構の総合的解決に残されているといえよう.

第二に, 応力-歪曲線についても前述の理由によつて純金属に関する基本的特性はいまだ明らかにされていない. すなわち従来 B.C.C. 遷移金属についての研究は主として侵入型

不純物元素に基づく降伏現象の解明に集中せられ、純金属における加工硬化、特に変形初期の特性については疑問の点が多く残されているのである。ただアルカリ金属においては遷移金属におけるような不純物の影響はなく、その意味で Hull および Rosenberg の実験⁸⁾ は多結晶 (K, Na, Li) についての研究ではあるがとくに注目される。また遷移金属についても、比較的高温においては、応力-歪曲線に及ぼす不純物の影響は少なく、Fe⁴⁾, Mo, W, Ta, Nb, V³³⁻³⁷⁾ について従来 F.C.C. 金属とは異なる加工硬化の特性が指摘されて来た。また比較的低温においても、不純物含有量の十分に少ない材料においては少量の塑性変形の後には不純物の影響はかなり減少することが期待され、その意味で前歴歪を与えた試料についての研究は純金属の特性を推察する目的に有望であると思われる。

実際 Cottrell および Churchman⁹⁾, および Biggs および Pratt¹⁰⁾ は少量の常温歪を与えた鉄単結晶について低温における加工硬化特性を調べており、その意味で興味深いが、なお用いた材料の純度について改良の余地があり、また歪測定精度不足等の為に有用な結論が導かれるに至っていない。

第三には、上述とも密接な関係を持つ問題に、転位の基本的な特性として重要な Peierls 応力の問題がある。すなわち Petch¹¹⁾ らは遷移金属における原子間結合力の特性より推して B.C.C. 遷移金属は E.C.C. 金属に比してより大なる Peierls 応力を持つことを推論し、また鉄多結晶の実験に基づいて、90°K における鉄の Peierls 応力を 12kg/mm² 程度と推定し、鉄の脆性の主要な原因をこのように大なる Peierls 応力の特性に帰している。しかしながら彼の推論にはなお疑問の点が残されており純鉄単結晶について更に詳細な研究が要望されている。

さてこれらの問題に対し、本研究においては、まず高純度の鉄を製作し、それより作製した単結晶について応力-歪曲線の測定、ならびにすべり帯の微細構造に関する光学顕微鏡および電子顕微鏡的観察を行ない、またこれらを総合して純鉄のすべりおよび加工硬化の機構に対し一つの統一的説明を与えようとするものである。^{2,7)}

2. 応力-歪曲線の測定

2. 1) 試料および実験方法

炭素、窒素および酸素以外の不純物については分光学的に純粋なカーボニール鉄粉より湿水中で焼鈍 (700°C) による脱炭、水中融解による脱酸および真空脱ガスの操作によって純鉄を製作した¹²⁾。その主要な不純物は O₂ 0.001 %, N₂ 0.0005 %, C 0.001 %, Si 0.01 ~ 0.02 % Al 痕跡である¹³⁾。これより移動炉-再結晶法により単結晶を製作し、これを更に

(註) 炉材よりの汚染による不純物、とくに Si の侵入は避け難いが、我々の目的にはこれによる影響は他の C や N に比して少ないものと推定される。

湿水素中 700°C, 50 時間焼鈍により脱炭した (これより得られる最終純度は $C < 0.001\%$ と推定される). なお結晶方位は光像法により決定した. 純鉄および単結晶製作の詳細については V に示す.

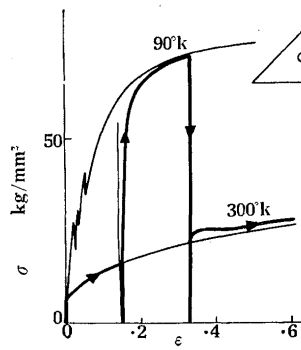
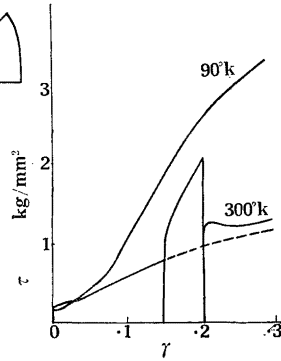
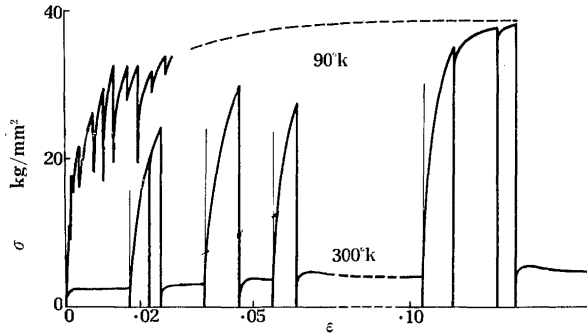
試験片の寸法は, 圧縮試験には $2\phi \times 2.5$ mm 丸棒試料, 引張試験には $2\phi \times 50$ mm 丸棒試料および $1 \times 5 \times 50$ mm 板状試料を採用し, 必要に応じて同一結晶方位の試料を使用した.

試験機は歯車減速装置を持つネジ駆動式の試験機であり, 荷重の測定には抵抗線歪計を付したロードセルを使用し, その出力を増巾自動記録させた. 荷重の測定誤差は $\pm 0.5\%$ である. つぎに伸びの測定には 2mm ϕ の丸棒状試料については駆動系減速歯車の回転角よりこれを定め, マーカーにより荷重と同一用紙に同時記録された. 伸びの測定精度は $\pm 5\mu$ であり, ゲージ長 50mm の場合に歪量 $\pm 10^{-4}$ に相当する. 次に板状試料については抵抗線歪計をニトロセルローズ系接着剤により試料に貼付し, 荷重とは別に自動記録させ, マーカーにより同時対応をつけた. 歪の検出精度は常温および低温を通じて $\pm 10^{-5}$ である. また低温における線歪計のゲージ率の低下は 90°K において約 2% である. なお低温における線歪計自身の熱収縮および弾性係数の増加は荷重の測定に対して無視出来ない影響を及ぼすので, 別に詳細な検討を行ないこれに基づいて測定結果を校正した. 低温についてはドライアイス—メチルアルコール中の浸漬 ($198^\circ \pm 2^\circ\text{K}$), および液体酸素中浸漬 ($90^\circ \pm 0.5^\circ\text{K}$) を利用した.

2. 2) 実 験 結 果

2. 2. 1) 圧縮試験による大歪特性 まず $2\phi \times 2.5$ mm 丸棒試料について圧縮試験を行なった. 圧縮試験は端末の影響の大なる不利はあるが, 鉄の場合に特性的な低温引張の際の局部収縮や破断を避けて大歪時の特性を定性的に見る目的には適している. 常温, および 90°K における応力—歪曲線の一例を (図 1) に示す. 同図にはまた変形途中で試験温度を $300^\circ\text{K} \rightarrow 90^\circ\text{K} \rightarrow 300^\circ\text{K}$ に変え, 除荷および再荷重した場合の曲線をも記入している. まづ 90°K 圧縮試験においては変形の初期に双晶の発生が認められるが, 歪の増大と共に双晶の発生は減少し歪量約 10% を超えるとほとんどすべりのみによつて変形している. 面心立方格子金属に比して特長ある事実は, 変形の初期に加工硬化の割合が大であり, またそれに引続いて歪の増大とともに硬化割合の急速な減少—加工軟化—が認められる点である. なお比較のために A1 についての測定の一例を (図 2) に示す¹⁴⁾. また $300^\circ\text{K} \rightarrow 90^\circ\text{K} \rightarrow 300^\circ\text{K}$ の曲線については, 90°K 再荷重に際して A1 の場合に比してきわめて急速な硬化を示し, また 300°K 再荷重に際して A1 の場合と同様な荷重降下 unloading の現象が認められる.

2. 2. 2) 引張試験による歪の微細構造 次に上述の結果を今少しく詳しく調べる目的

図 1. $2\phi \times 2.5 \text{ mm}$ 鉄単結晶圧縮試験図 2. Al 単結晶引張試験⁽¹⁴⁾図 3. $2\phi \times 50 \text{ mm}$ 鉄単結晶引張試験

で $2\phi \times 50 \text{ mm}$ の試料につき引張試験を行なった。その結果を (図 3) に示す。

まず直接 90°K において伸張した場合には双晶を多数発生するが、 300°K において少量の変形を与えた後一旦除荷し、 90°K において再び引張を与えた場合には、双晶の発生は抑制され変形は主としてすべりによつて進行する。降伏応力はかなり低く、常温における流動応力には近い。これは除荷一再荷重の際の弾性曲線 (図中細線) に比較して明瞭である。図中の点線は (図 1) より推定した 90°K 引張の応力—歪曲線である。(局部収縮はないと仮定した場合の曲線である)。

次に (図 3) に見られる 300°K 前歴歪— 90°K 再引張試験の詳細を更に追求するため、 $2\phi \times 50 \text{ mm}$ 丸棒試験片および $1 \times 5 \times 50 \text{ mm}$ 板状試験片について 300°K 前歴歪の量を種々に変え、それらの 90°K 応力—歪曲線への影響を調べた。まづ 300°K 前歴歪量 0, 0.03, 0.09 % の場合の板状試験片についての結果を (図 4) に、前歴歪約 0.1 % の場合の板状試験片について応力—歪曲線の詳細およびその結晶方位依存性を (図 5, 6) に、また丸棒試験片について前歴歪の影響を (図 7) に示す。ただしここに板状試験片においては、歪の測定精度は高いが、線歪計の低温における熱収縮、および弾性係数の変化によつて応力

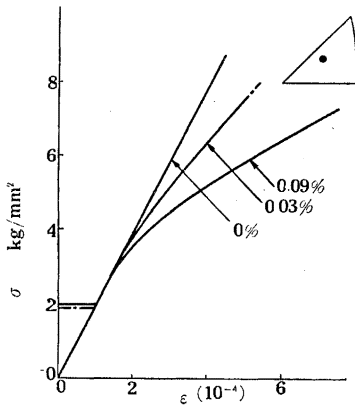


図 4. $1 \times 5 \times 50$ mm 鉄単結晶引張試験 300°K 前歴歪の影響

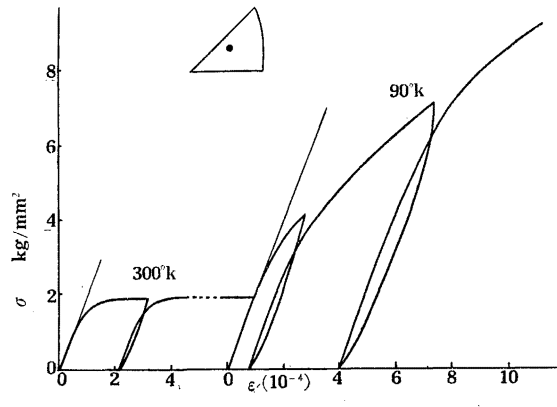


図 5. $1 \times 5 \times 50$ mm 鉄単結晶引張試験 300°K 前歴歪 0.009 %

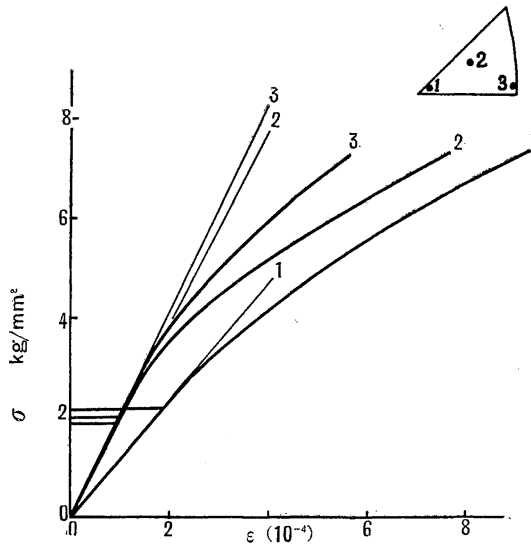


図 6. $1 \times 5 \times 50$ mm 鉄単結晶 90°K 引張試験—結晶方位依存性 300°K 前歴歪量は試験片 1, 2, 3 についてそれぞれ 0.15 %, 0.1 %, 0.15 % である。細線は弾性曲線を示す。

値には無視出来ない影響を及ぼされるため、別に線歪計自体について熱収縮量および弾性係数の変化を測定し、これらに基づいて応力値の較正を行なった。つぎにまた丸棒試料については、応力測定の影響は少ないが試験機の剛性や連結部の締めなどにより歪測定の精度は劣るため、比較的良好的な結果が得られる塑性歪量（流動曲線と弾性曲線—再荷重時の流動曲線弾よつて代用する—との差、測定精度は約 2×10^{-5} ）を測定した。

さて降伏応力におよぼす前歴歪の影響については（図 4）に見られるように焼鈍材料では降伏応力は高く弾性を示すが、わずかな（0.03 % 程度）常温歪によつて降伏応力は急激

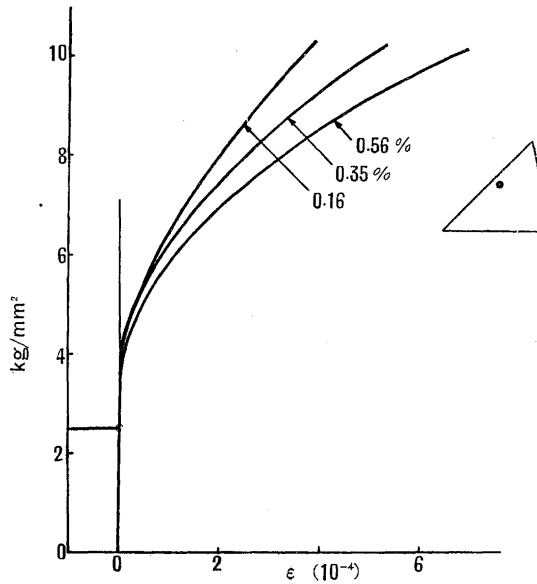


図 7. $2\phi \times 50$ mm 鉄単結晶 90°K 引張試験 同一方位単結晶について 300°K 前歴歪量の影響を示す. ϵ は塑性歪量を取っている.

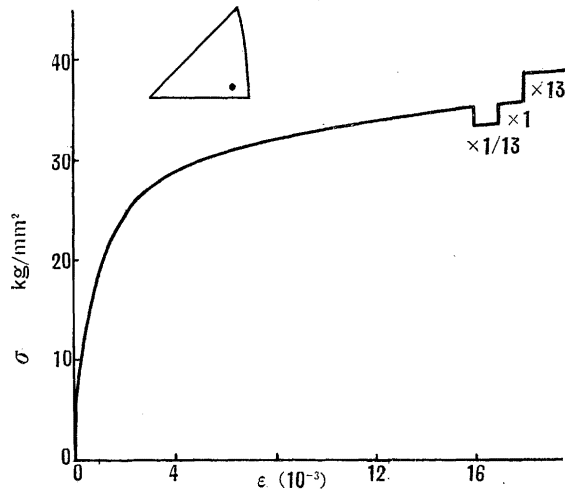


図 8. $2\phi \times 50$ mm 鉄単結晶 90°K 引張試験 300°K 前歴歪量は 5%, 歪速度は $1.6 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ である. 試験の途中で歪速度を $\times 1/13$, $\times 13$ にした場合の変化をも示す. ϵ は塑性歪量.

に低下し前歴歪量を増しても変化は少ない. これに対し 90°K 応力-歪曲線の立ち上り一勾配については最初歪量と共に勾配は急激に減少し, $0.1 \sim 0.2\%$ 程度で一応飽和し, それ以後はゆるやかに増加する. またこれらのデータを通じて 0.1% 程度の前歴歪の後には 90°K 再引張時の降伏応力は 300°K 降伏応力に近い, 両者の差は大きくとも 1 kg/mm^2 程度を越えないと結論することが出来る.

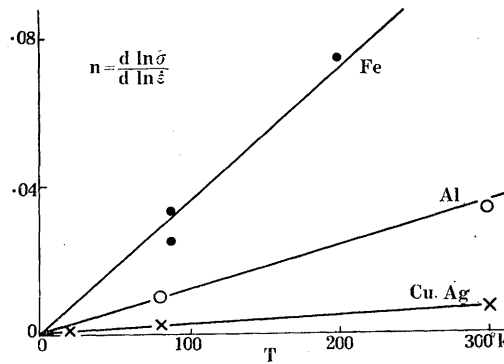


図 9. $2\phi \times 50$ mm 鉄単結晶 (図 8 と同一結晶方位) の流動応力の温度および歪速度依存性. 比較のために Al, Cu および Ag 多結晶についての値をも示す.

2. 2. 3) 歪速度の影響 最後に常温歪約 5 % の後に 90°K 引張りを行ない加工硬化が一応飽和した状態において, 同一試料につき歪速度を $\dot{\epsilon} = 2.1 \times 10^{-3}$, 1.6×10^{-4} , $1.2 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ に変えた場合の流動応力の変化を測定した (図 8).

なおこれより $n = d(\ln \sigma) / d(\ln \dot{\epsilon})$ を計算した結果を (図 9) に示す. なお同図にはまた比較のために F.C.C. 金属 Al¹⁵⁾ (5 % 前歴歪), Cu¹⁶⁾ (10 %), Ag¹⁷⁾ (10 %) 多結晶についての同様な測定結果をも記入してある.

3. 純鉄のすべりに関する光学および電子顕微鏡的観察

3. 1) 試料および実験方法

試料としては, 前述純鉄単結晶およびそれとの比較の為に市販電解鉄より作製した単結晶を用いた. 後者の純度を第一表に示す. 試料の観察面はエメリー紙により 06 番迄仕上げ, または再結晶のまま Jacquet の電解液を用いて電解研磨し

た. 電解研磨の際には出来るだけ酸化皮膜の附着を避ける様に留意し, すみやかに水洗し, メチルアルコールで脱水後乾燥させた.

またとくに酸化膜の形成を防止する為には, 水素中に保存し, 試験の全行程を通じて外気との接触を防止した. また特定方位の多

表 1

C	0.012 %
Si	0.152 %
Mn	0.047 %
P	0.0015 %
S	0.0052 %
Cu	0.0017 %

数の結晶が要求される場合には, その製作に便利な劈開破面 (100) を利用することもあった. この場合には破面の表面層に存在する双晶が消え去るまで機械研磨し, またある場合には深い双晶を残して, 局所的な結晶方位の決定に利用した. 変形は前述試験機による引張変形のほかに, 小型試片の変形に便利な三点曲げ用の器具を用い, この場合の歪量は引掻傷等の marker を用いて写真により計測した. 変形の温度は常温 300°K, メチルアルコールの氷点 176°K, および液体酸素沸点 90°K を利用した. また変形の動的過程を観察

する目的に、顕微鏡上の引張試験装置を用いたが、これについては後に述べることにする。

試料表面の観察は倒立型金属顕微鏡 YMB を用いた。またこれに Linnik 型の顕微干涉計を組み込み、Na 単色光を用いて干涉縞による観察をも併せ行なつた。

電子顕微鏡による観察は炭素蒸着膜を利用するアセチルセルローズ二段レプリカ法であり、Pre-shadow は常通 Cr を用いた。この場合分解能は約 $70\sim 100\text{ \AA}$ である。また特別の場合には Pt-Pd Pre-shadow およびベダクリル法¹⁸⁾ を用い、これによつては分解能約 $30\text{ \AA}$ が得られた。またレプリカ法のほかに結晶内部の転位を観察する目的に厚さ $500\text{ \AA}$ 程度の薄膜試料について透過法¹⁹⁾ による観察を行なつた。電子の加速電圧は $75\sim 100\text{ KV}$ である。電子顕微鏡は日立製 UH-9 および UH-10 型を利用した。

3. 2) 実 験 結 果

3. 2. 1) 鉄における転位網の観察

鉄の塑性変形について調べる前に、結晶中に先在する源始転位の性情を知っておくことは必要である。ここでは、まず電解腐蝕および熱腐蝕法による転位の間接的観察および薄膜試料についての転位の直接観察の三つの方法により調べた。

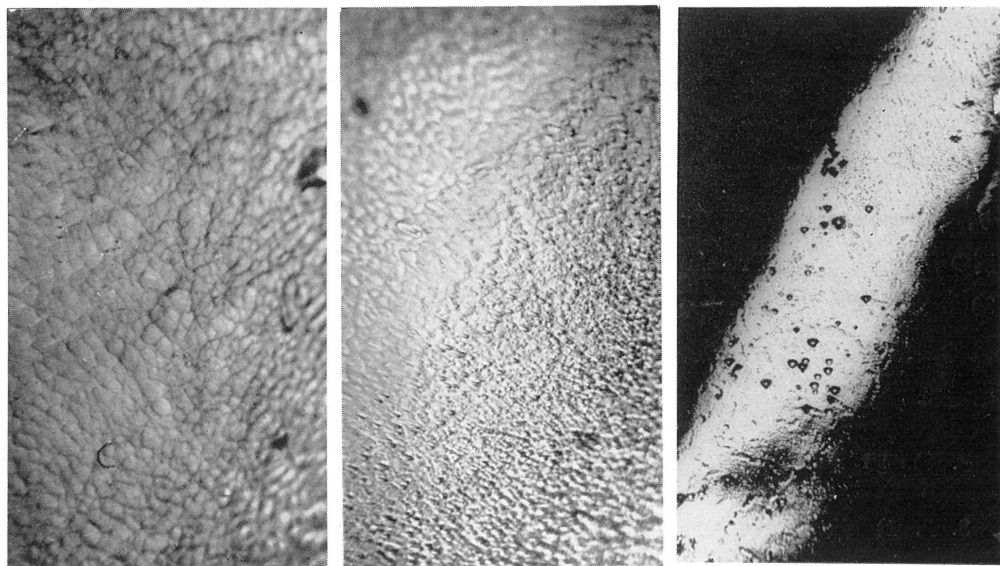
純鉄に 0.002% 程度の炭素を滲炭させ 700°C において焼鈍し、さらに 150°C において 8 時間程度時効させた単結晶について、電解研磨後、微小電流密度のもとで電解腐蝕を行ない腐蝕孔を形成させた。種々の方位の試料面についての腐蝕孔の分布を (写真 1) に示す。腐蝕孔は大体転位に対応しているとみなされる²⁰⁾。転位網の形状についての詳細はなお追求を要するが、これらの結果より結晶内転位密度として $10^7\sim 10^8/\text{cm}^2$ を推論してよいであろう。

つぎに電解研磨した多結晶を水素気流中で 700°C 10 分程度加熱し徐冷した試料について、レプリカ法により電子顕微鏡的観察を行なつた。(写真 2) は熱腐蝕により形成された腐蝕孔を示す。これらについても詳細については種々の問題があるが²¹⁾ 大体転位に対応しているものとみなされる。この方法によつても転位密度として約 $10^8/\text{cm}^2$ を与える。

最後に、純鉄薄膜について電子顕微鏡透過法により転位の直接観察を行なつた。(写真 3) にその数例を示す。帯状の extinction contour の中間領域に転位による contrast が認められる²²⁾。これらよりも上述と同程度の転位密度を得る。

3. 2. 2) すべり帯に関する光学顕微鏡的観察

a) 温度歪速度および純度の影響 鉄のすべり帯については従来多数の観察が報告されているが¹⁶⁾ 高純度の試料について、とくに温度依存性についての系統的研究はいまだ報告されていないので、この点を調べる目的でまず純鉄単結晶について、常温 300°K , 176°K ,



写 1.a

800 ×

b

800 ×

C

100 ×

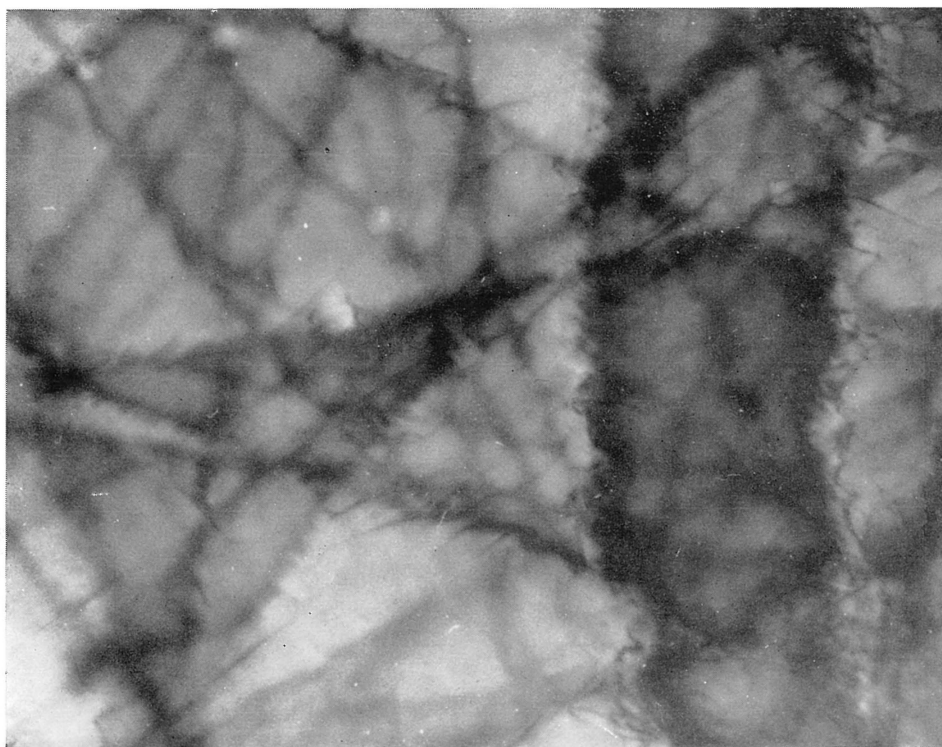
写真 1. a, b, c. 純鉄単結晶 (0.002 % c) の電解腐蝕による腐蝕孔, 結晶面は a (100), b (110), c (111).



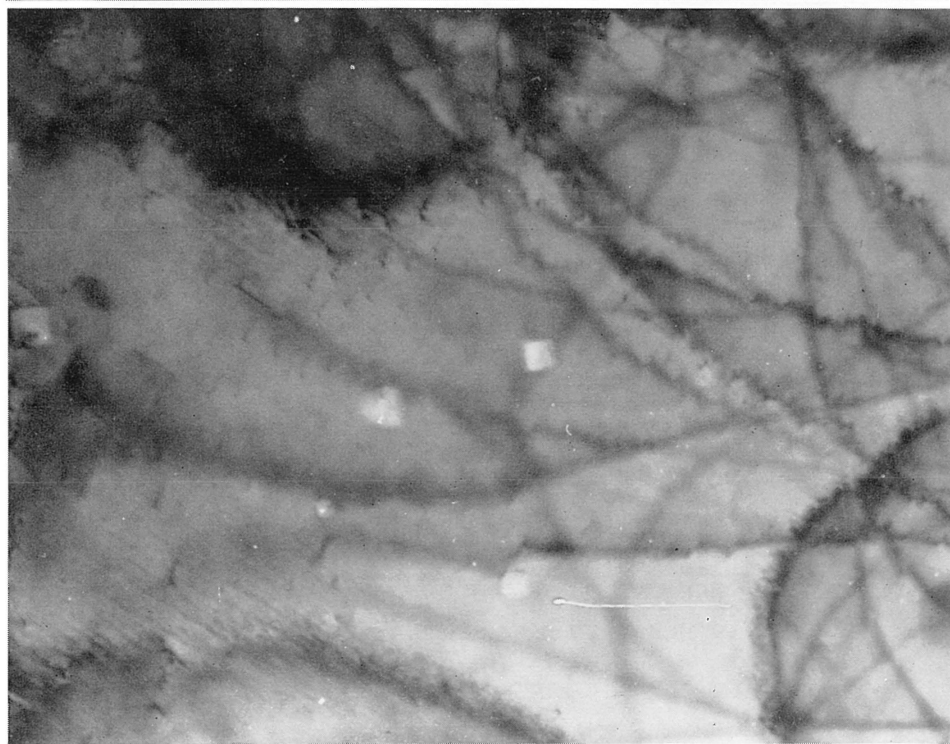
写 2.

6000 ×

写真 2. 電解鉄粒界付近に生じた熱腐蝕 (水素気流中 700°C 10 分加熱徐冷) による腐蝕孔。

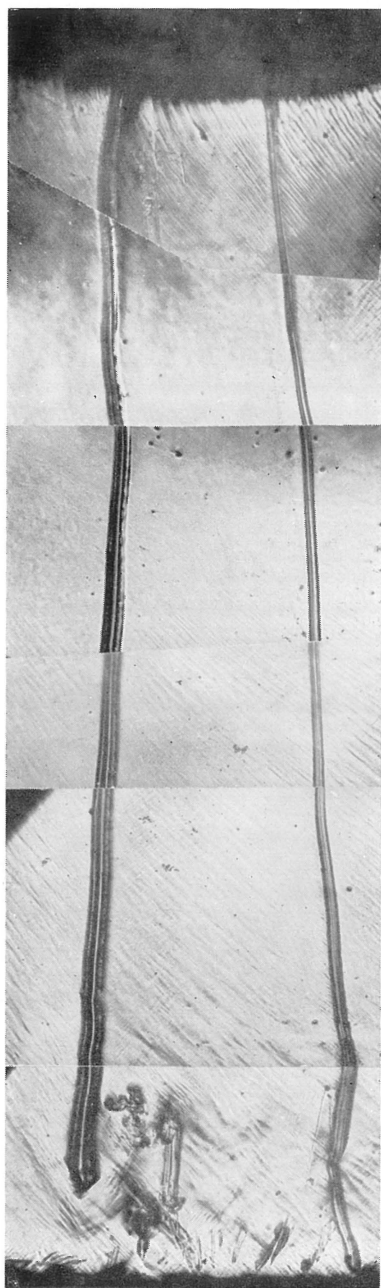


写 3. a
70000 ×



写 3. b
70000 ×

写真 3. a, b 純鉄薄膜中の転位の透過法（加速電圧 75 KV）による観察。規則的な帯状部分は extinction contour, 不規則な網状模様 (a, b) および短い点状模様 (b 左部) は転位によるもの。



写 4. a

65 ×



写 4. b

65 ×

写真 4. a, b 純鉄単結晶の種々の歪量におけるすべり帯の観察. 変形は観察面に垂直な軸(写真上方)のまわりの曲げにより与えた. 歪量は二本の marker 間の間隔の変化より測定. b より計測したすべり帯の起伏の量を(図10)に示す.

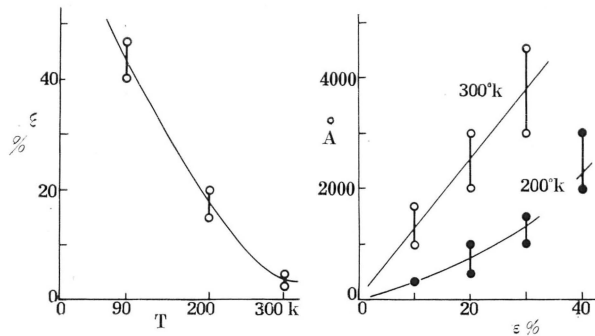
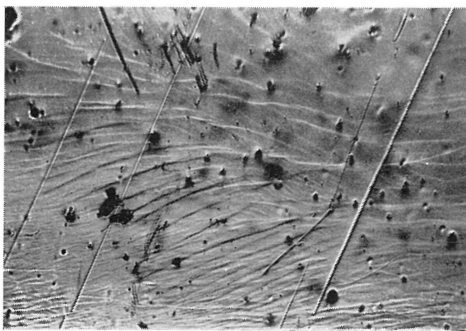


図 10. 純鉄単結晶（同一方位）におけるすべり帯発生の温度および歪量依存性，右図は顕微干涉計により初めてすべり帯発生認められる歪量と温度の関係，左図はすべり帯の深さ（表面の凹凸）の歪量による変化を示す。

よび 90°K における歪量とすべり帯特性の間関係を調べた。（写真 4）にその一例を示す。これらは $1 \times 5 \times 30$ mm の試料を観察面に垂直な軸のまわりに曲げ同一試料について広い範囲の歪量につき調べたものである。また（図 10）に干涉顕微鏡写真（写真 4b）より読み取ったすべり帯の深さ—すべり帯によつて起される凹凸の深さ—と歪量および温度との関係を示す。これらより解る特長的事実として、1) 純鉄のすべりは変形の初期には光学顕微鏡的によつては観察し得ない様な微細すべりより成り、すべり帯による起伏は或程度の変形の後に初めて現われる。2) 初めてすべり帯の認められる歪量は温度の低下と共に増大し、300°K では 2~3% であるが、176°K では約 20%，90°K では約 40% に及ぶ。3) 観察面がすべり方向 [111] に平行に近い場合を除き、すべり帯の様相は一般に波状を示し温度の低下と共にその模様は疎大になる。これらの特長は上例の曲げ試験のみならず引張試験においてもまた種々の方位を持つ結晶についてもほぼ同一の結果が得られた。



写 5.a

75 ×



写 5.b

250 ×

写真 5. a, b 電解鉄のすべり帯特性

観察面は (100)，常温変形，歪量約 3%。a は連続的に方向を変えていけるすり帯。b は (100) 面上の低指数を持たぬ結晶面上のすべり帯，引張軸の方位は [011] に近い。

また至速度の影響については、衝撃による変形は温度の低下によるのと同様の効果を示した。

次に純鉄に比較して、充分に脱炭 ($C < 0.001\%$) した電解鉄単結晶については、はじめてすべり帯の認められる歪量もより小であり— 300°K で 1% 、 176°K では 3% 程度—すべり帯の起伏も一般により非均質均である。一例を (写真 5) に示す。なお電解鉄単結晶中には、Mn, Si 等の固溶不純物のほかにも、Mn, Si, Fe 等の酸化物を主体とする非金属属在物が存在するから、上述すべり帯の形成はこれら介在物によつても影響を受けていると考えられる。

また炭素の影響については、純鉄に 0.03% の炭素を滲炭させ 700°C より水中急冷した試料については常温では純鉄に比し粗いすべり帯が認められるが低温では純鉄と同様微細すべりを示し、また炉中徐冷 89°C/hr した試料については上述電解鉄と同様の挙動を示した。なお析出炭化物の詳細については他の研究に譲る (後編 II 2.3.1. C を参照)。

b) すべり帯の結晶方位依存性 すべり帯の結晶方位依存性については、すべり面の決定に関連して、従来多くの議論がなされているにもかかわらず、研究者の意見は必ずしも一致していない⁵⁾。その理由としては、実験的には鉄のすべり帯が一般に波状を示し、すべり面の方位を正確に決定し難い点にあり、これについてはさらに電子顕微鏡による詳細な研究が要望されているが、また一方では調べられた結晶の数が必らずしも多くなく、とくに特定結晶方位について再現性の問題が充分に調べられていない点にもあると考えられる。

この点を追求する為に我々は、特定方位の結晶面の得られ易い方法として劈開面 (100) を利用した。すなわち (100) を観察面として $2 \times 2 \times 7\text{ mm}$ の試片を切出し、これに三点曲げによる変形を与え、すべり帯の観察を行なつた。またすべり帯の起伏は、前述のように電解鉄の方がより明瞭であり、観察に便利である為、主としてこれについて行なつた。さてこれらの試料における引張軸の方位は、ステレオ三角形において $[001]$ $[011]$ 辺上に示される (図 11)。まず $[001]$ $[011]$ 辺の中間部分に位置する試料については、すべり帯は主として $(\bar{1}01)$ $[111]$ 、および (101) $[\bar{1}\bar{1}1]$ のすべり系に沿つてあらわれた (写真 6)。

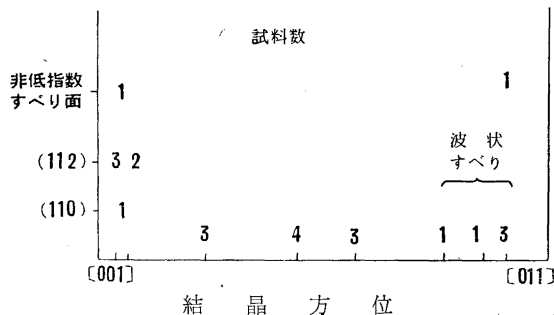
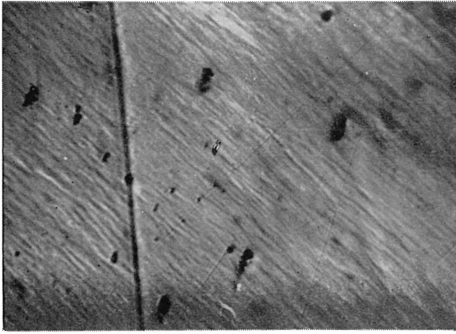
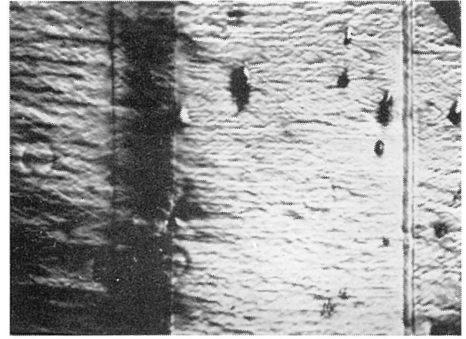


図 11 伸張軸の方位と種々のすべり帯の発生頻度



写 6. 320 ×



写 7. 320 ×



a

320 ×



b

100 ×

写 8.

写真 6, 7, 8. 電解鉄 (100) 面上のすべり帯方位

引張軸の方位は写真 6 $[001]$ $[011]$ の中間, (110) すべり帯, 写真 7 $[011]$ 近傍, 二つの (110) すべり帯の交叉, 写真 8 a, b $[001]$ 近傍, $(112) - [111]$ すべり帯を示す. 直線状帯は双晶. 試料側面についての観察と共に双晶とすべり帯のなす角度よりすべり帯の方位を決定した.

つぎに $[011]$ 軸の近傍では, すべり帯は一般に波状を示すが, $(\bar{1}01) [111]$, $(\bar{1}10) [111]$ の二つのすべり系の交叉によると認められる場合も多かつた (写真 7). 次に $[001]$ 近傍については, 主として (写真 8) に示すような明瞭に $(1\bar{1}2) [\bar{1}11]$ と認められるすべり帯があらわれ, これは多くの試料について再現性があつた. ただしこれらについては, すべり帯の方位決定の基準標識として前述の双晶を利用した. またこれらの場合についても詳細にみれば, すべり帯は部分的には波状を示し, また (110) 系と (112) 系の中間のすべり系が推定される場合も多くあつた. しかしこれらの観察はいわば巨視的すべり帯の方位

であり、これらが果して原子的すべり面に一致するか否かは、さらに電子顕微鏡による微細構造の研究を必要とする。また以上のすべり帯の様相は、300°K のみならず 176°K においても、また純鉄単結晶についても同様の結果が得られた。

なお上述三種の結晶方位において、前二者の例は他の研究者の結果^{2,11,2,5)}とも一致するが後者すなわち [001] 近傍については、従来鉄についての測定例が少なく興味ある結果である。なお Mo²³⁾ および最近 Fe, 3% Si-Fe⁵¹⁾ についても [001] 近傍に (112) すべり帯が見出されていることは注目される。

c) すべり帯の発生過程の連続的観察 すべり帯の形成速度の問題は、すべり帯の発生機構の上からきわめて興味深い問題である。これについては、Al 単結晶について二、三の研究が報告されているが²⁴⁾²⁵⁾⁵⁾、鉄についてはいまだ報告がないのでこの点を追求してみた。まず装置については、顕微鏡上で引張試験を行なう為に油圧式の試験機を設計した。使用

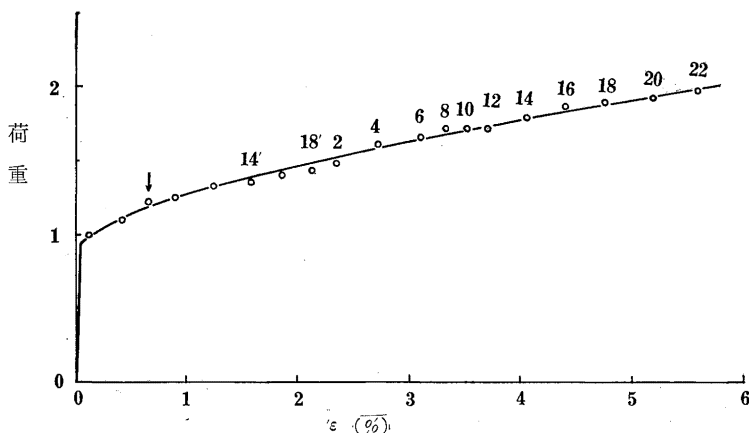


図 13. a 電解鉄単結晶の顕微鏡上引張、常温、○は写真撮影箇所、番号は写真の番号を示す。↓で初めてすべり帯の発生が認められた。

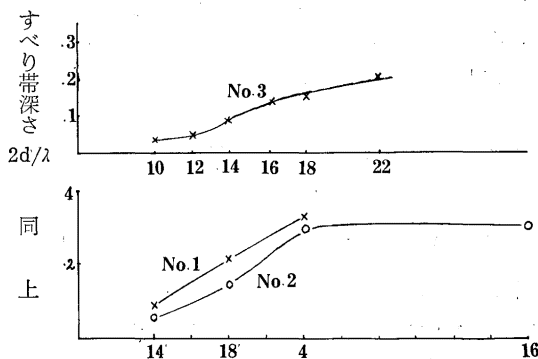


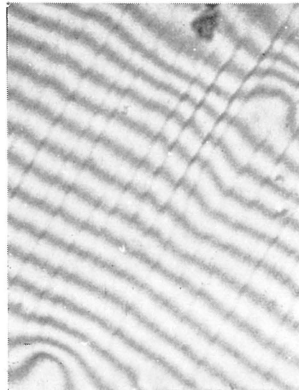
図 13. b すべり帯の起伏の深さ d の時間的变化、 λ は NaD 線波長 5893Å. 番号は図 13a 中の番号を示す。

油は 10poise のシリコンオイルであり、油圧の駆動は振動を避け、また使用に簡便な高圧ガスポンプを利用し、調節バルブにより変形速度を制御した。また常温のみならず、ドライアイスの温度 -78°C での計測も行なつた。後の場合水蒸気の付着を防止する為、対物鏡のまわりを充分に脱水した空気で蔽つた。つぎに試験については、まず目測による定性的観察を行なつた後に、応力-歪曲線の記録と同時に、すべり帯の形成過程を光学顕微鏡および干渉顕微鏡により交互に撮影した。撮影速度は毎分 6~10 コマ程度である。 $0.5 \times 5 \times 50\text{mm}$ 電解鉄単結晶についての 300°K 試験の例を (図 13) (写真 9) に示す。

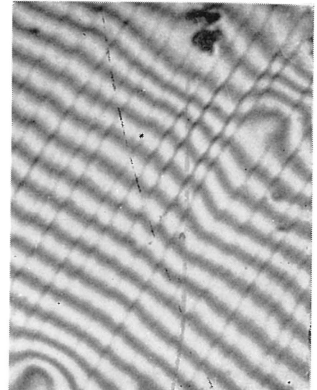
Al 単結晶についての観察例に比較して、特長的な事実、すべり帯の局所的形成の速度は、多少の緩急の差異はあるが、Al に比して一般的にきわめて緩やかであり、むしろ歪速度に比例して静的に生長している。(Al の場合には、かなり速い数 $10 \sim 100\text{m/sec}$ の生長速度とゆるやかな生長速度とが混つていた。) またこの特性は、 -78°C での実験においても



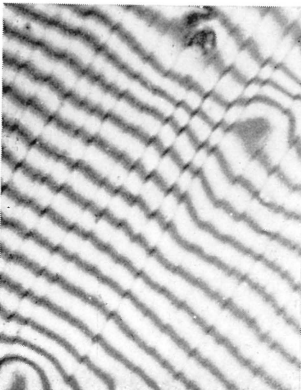
6



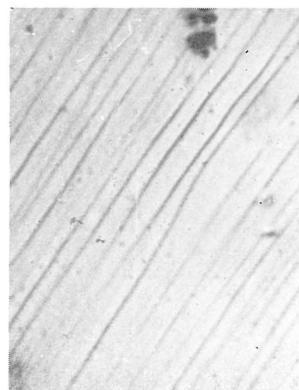
12



14



16



16

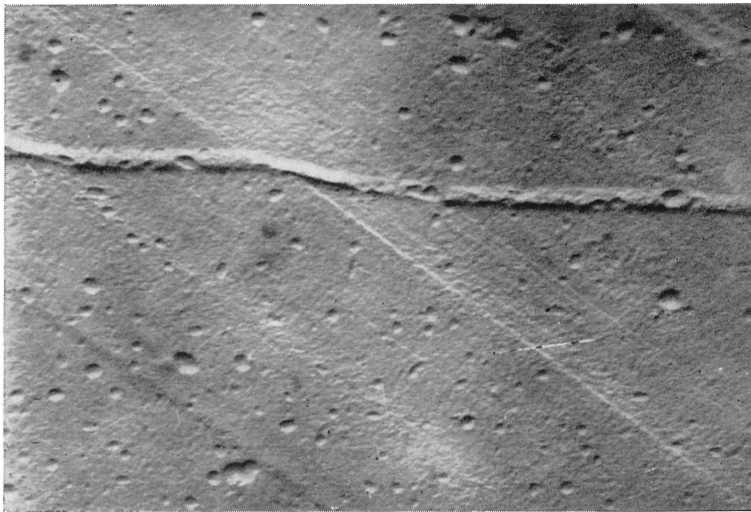
写 9.

800 ×

写真 9. 電解鉄単結晶のすべり帯形成過程
番号は図 13a 中の番号を示す。

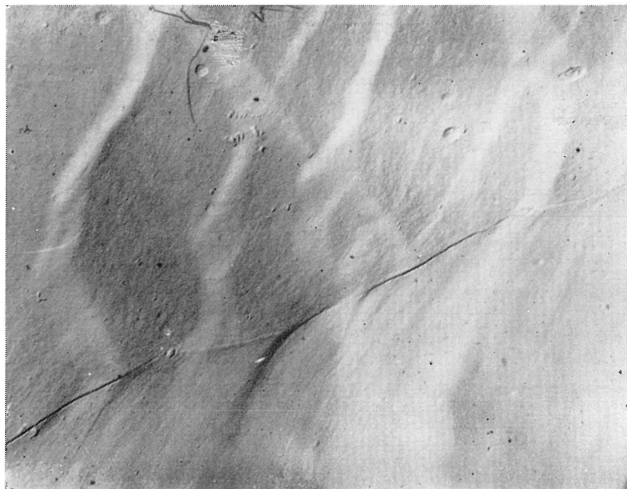
本質的に同様であつた。

さて従来一般に炭素を含む鉄においては、降伏に際して炭素の固着より解放された転位は、音速に近い高速度で移動すると考えられ²⁶⁾、従つてすべり帯もまた高速度で形成されるという推測が行なわれている²⁷⁾。これに対してよく焼鈍された電解鉄では、転位は通常炭素原子により固着されているにもかかわらず、上述のような結果が得られた事実はこれらの推測に対して興味ある批判を与えていると見なされる。この点はまた後に述べる様にすべ



写 10

24000 ×



写 11

10000 ×

写真 10, 11 電解鉄単結晶すべり帯の微細構造

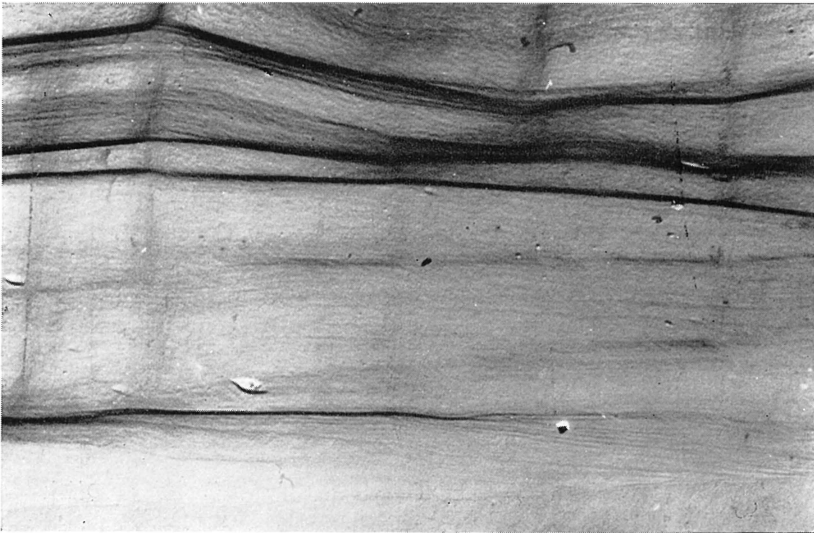
常温歪約 3%, 写真 10. 観察面がすべり方向 $[111]$ に平行に近い例.

写真 11. 観察面が $[111]$ と大なる角度をなす例, 下部は介在粒子.

り帯に伴う劈開クラック発生の模型においても、重要な関係を持つている。

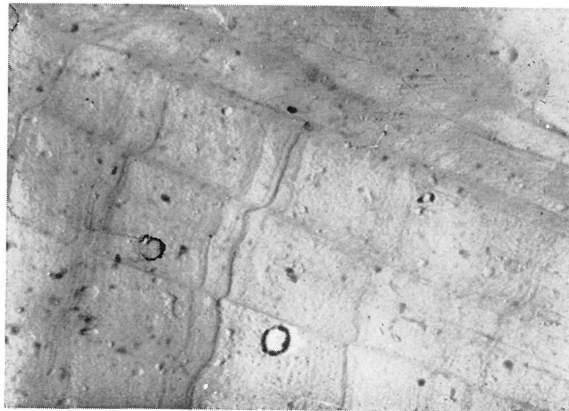
3. 2. 3) すべり帯に関する電子顕微鏡的観察

前節，光学顕微鏡的観察により残された疑問の解決は，多くすべり帯の微細構造に関する電子顕微鏡的観察にかかっていると思われる。さて，鉄のすべりについての電子顕微鏡による観察例は，従来いくつか報告されているが²⁴⁾⁶⁾，なお光学顕微鏡の場合と同様に純度，および温度の影響について系統的研究を欠いているため，ここでは少しくその欠を補



写 12

30000 ×



写 13

10000 ×

写真 12, 13 電解鉄単結晶すべり帯の微細構造，常温強変形領域。写真 12. すべり帯の先端が分裂していることに注意。写真 13. 二重に変形を与えたすべり領域。前のすべり帯の模様によつて後に生じたすべり帯内の歪分布が解る。



写 14

17000 ×

写真 14. 電解鉄単結 (001) 面上の $(\bar{1}\bar{1}2)[\bar{1}11]$ のすべり帯. 写真 8a の拡大写真, 右側は双晶, 双晶境界とすべり帯微細模様のなす角よりすべり線の方位が解る.

うことにしたい.

まず電解鉄単結晶について, 常温 176°K で種々の変形を与えた試料につきすべり方向 $[111]$ に平行に近い面および大きな角度をなす面について, すべり帯の観察を行なった結果を (写真 10~15) に示す. また純鉄についての同様の結果を (写真 16~18) に示す. ただし純鉄の場合には, 電解鉄に比し微細構造が現われ難いので, 一般に強度の変形を与えた.

a) すべり帯の微細構造 これらの例について, まず一般的に言つて鉄のすべり帯には, Al や Cu 等面心立方格子金属において, 従来認められている明瞭なすべり線 (約 50 Å 程度のすべり量を持つすべり線が, 数百 Å 間隔に並んでいる.) が観察されない点の特長である. またこのような微細すべりの特性は, 純度の高い程また変形温度の低い程顕著であつた. すなわち電解鉄については, 常温では (写真 10 および 12) に見られるように, 一般に $[111]$ に平行に近い面ではすべり線らしいものが認められることもあつた⁶⁾が, 176°K では, また純鉄 (写真 16 および 17) では一般にそれも欠除していた. またすべり帯は一般に数千 Å までの種々のすべり量を持つが, とくに (写真 13) の例に明瞭に見られるように, その構造は一つのすべり面に集中されたすべりではなく, 一般に微細すべり



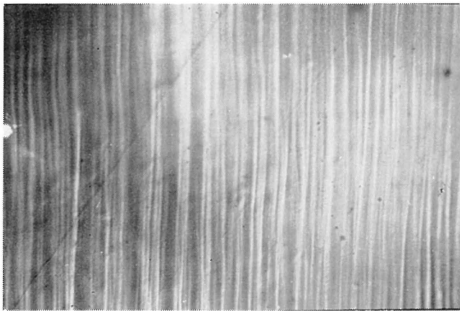
写 16. a

15000 ×



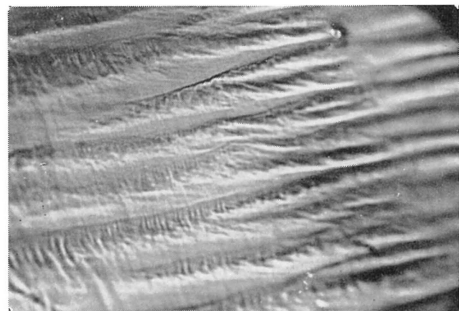
写 17. a

20000 ×



写 16. b

250 ×



写 17. b

250 ×

写真 16, 17 純鉄単結晶のすべり帯.

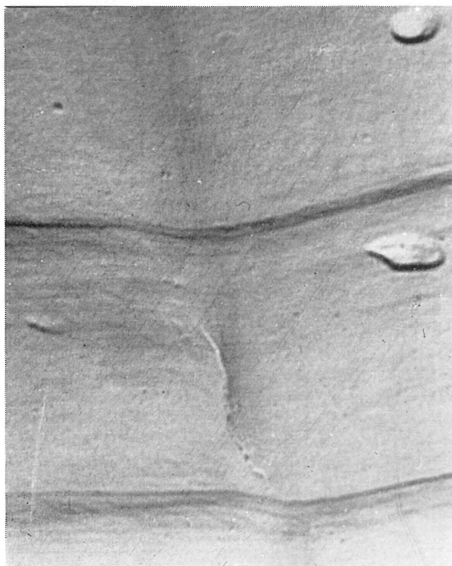
写真 16. 常温強変形領域, すべり方向 [111] は観察面に平行に近い.

写真 17. 176°K 強変形領域, すべり方向 [111] は観察面に垂直に近い.

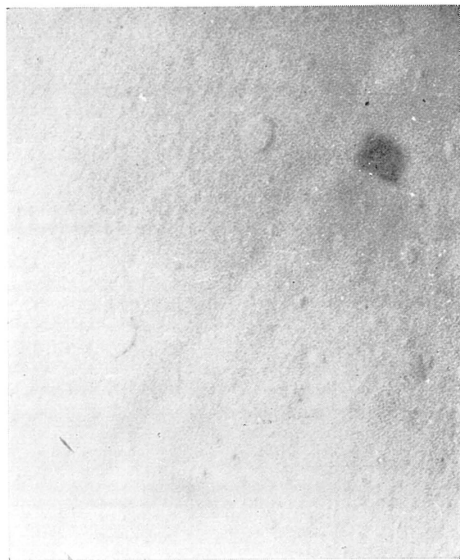
a は b の拡大写真.

の集合により成る数千 Å 程度の中を持つ緩やかな起伏をなしている. また低温程また純度の高い程起伏はより緩やかである. さてこのような微細すべりの特性をさらに追求するために, Pt—Pd Pre-shadow ベダクリル法により観察を行なった結果を (写真 15, 18) に示す. これらの例では分解能 30 Å 程度が得られているにもかかわらず, すべり線はいざんとして見分け得ない. またこれらの例では, ^(註) 試料は水素中に保存され出来るだけ空気

(註) 鉄の場合には, Al に見られるような著しい酸化膜の影響²⁸⁾⁵⁾ は認められていないように思われる. すなわちかなり長時間—数日—空中に放置した試料についても, またできるだけ空中に露出しないように注意して取扱った試料についても, 本質的に同一の結果を与えた. これについては常温における数分間の空气中酸化によつては, 成長する酸化膜の厚さは数 Å にすぎないこと²⁹⁾, また酸化鉄皮膜の強度は, 酸化アルミの皮膜のように強固でなく, その影響はより少ない等の原因が考えられる.



写 15

 $60000 \times \frac{3}{4}$ 

写 18

 $63000 \times \frac{3}{4}$

写真 15, 18. Pt — Pd Pre-shadow ベダクリル法による観察.

写真 15. 電解鉄単結晶, 常温強変形領域.

写真 18. 純鉄単結晶, 常温強変形領域, 分解能約 30Å.

中に露出しないように注意して取扱われており, 酸化皮膜の影響は除去されているものと考えられる.

b) すべり線の結晶方位 つぎに上述のように電解鉄については, 純鉄に比較して一般に微細構造があらわれ易く, 場所によつては可成り明瞭な微細構造が認められる例もあるので, 主としてこれについてすべり面の追求を行なつた. まず前述光学顕微鏡的に認められた (112) すべり帯の微細構造を (写真 14) に示す. 同写真中双晶帯の方向と微細構造のなす角度より (112) すべり線の存在を推論することが出来よう. またそれと同様にすべり帯の微細構造は一般に波状を示しており, またとくに (写真 12) において一つの深いすべり帯が放射状のいくつもの小さなすべり帯に分裂している例, および (写真 14) においてすべり帯の方向が漸変している例などは, すべり線は必ずしも (112) や (110) 面に限定されていないことを示している.

3. 2. 4) 考 察

従来鉄のすべり面については, (110) (123) (112) の三つのすべり面が存在するとする説, (110) 系のみのすべりより構成されているとする説, およびまた一定の結晶学的すべり面を持たないとする説が発表されている⁵⁾. これらは主として光学顕微鏡, および X線による結果であるが, まず前者の Barrett らの実験例³⁰⁾ では, すべり面の方位は $\pm 4^\circ$ 程度の誤差を入れて上記三種の面に分類されており, これより鉄の場合すべり面の決定の精度

は面心立方晶金属の場合に比較して著しく劣ることを否定出来ない。従つてこの事実はまた見方によれば、(110) (112) (123) の成分が比較的多いことを条件として、非結晶学的すべり面の説とも矛盾しない訳である。つぎに見かけのすべり帯の方位は、より微細な相異なる (110) すべり系の組合わせとして説明されとする説^{31)2,5)}は、(110) が最容易すべり面である所から一応もつともであり、検討に値するが、従来実証の実験事実に欠けている。これに対して上述の実験事実によれば、まず光学顕微鏡的に明瞭な (112) すべり帯が認められ、また電子顕微鏡的にも (112) 成分の微細構造が可成り卓越していることが確かめられており、この事実は (112) 方位はそれに近い方位に比較して可成り安定なすべり帯方位であることを示している。従つてこのような (112) すべり帯がさらに微細な (110) すべり系により構成されているとは考え難い。なんとなれば Maddin らによれば³¹⁾、(112) すべり面は二つの (110) すべり系の等量の組合わせにより説明されているが、もしこれらの (110) すべりが別々の転位の運動によるならば、100 Å 巾程度の (112) すべり線が卓越して現われる理由を説明するのは困難であろう。またもし同一の転位の異なる (110) すべり面上のジグザグ運動によるものとするならば、大きな振巾のジグザグ運動は力学的に困難であるし、また一原子振巾のジグザグ運動は本質的に (112) すべり面上のすべりと区別は出来ないであろう。いずれにしてもある応力条件のもとでは (112) すべり帯が選択的に起り易い事実は重要であり、これより我々は上述の意味で (112) すべり面の存在を推論してよいと思われる。

つぎにまた、すべり線は (110) (112) のみに限定されない事実から同様の論法によつて、鉄中の転位は種々の中間すべり面をも取り得ることが推論される。実際 3% Si-Fe については、転位の直接観察により転位が (110) より他の非結晶学的面に交叉すべりを起している例が報告されており⁷⁾、また純鉄薄膜試料については、非結晶学的面に存在する転位が観察されている⁶⁾。これらの事実はむしろ非結晶学的すべり面の説に近いことを示していると言えよう。しかしながら、この問題はむしろ B.C.C. 金属における転位の基本的特性に立ち帰つて論議さるべきであり、すなわち種々の結晶面における転位のエネルギーや Peierls 応力等の立場より、温度や応力条件に依存して種々のすべり面の現われる条件が定められるべきであろう。これについては前述すべり帯および加工硬化の特性とともに後章においてあらためて転位論的立場から考察を加えたい。

4. 鉄における加工硬化の理論

本節では前 2 節の実験事実に基づいてすべりおよび加工硬化の機構について考察を加えたい。

4. 1. 加工硬化におよぼす微量炭素の影響

Cottrell および Bilby の理論³⁾に示されているように遷移金属中に含まれる侵入型不純物原子はきわめて微量であつても転位を固着するに充分であり、これが従来純鉄の特性を炭素の影響より分離し得ない最大の原因であつた。実際従来得られている最も純度の高い帯融解鉄の実験⁴⁾においてもこれは例外ではないように思われる。従つてこの様な不純物原子を含まないと思われる B.C.C. アルカリ金属についての実験は特に興味深いが、Hull および Rosenberg による K 多結晶についての実験⁸⁾によれば、低温度においても降伏応力はかなり低く、変形初期における急速な加工硬化およびそれに続く加工軟化が特長的である (図 14)。

また遷移金属においても少量の塑性変形の後には、炭素の固着より離脱して多重形成を行なつた転位の数のはじめの転位数を容易に上まわるから、応力-歪曲線への炭素の影響は前歴歪の増大とともに漸次減少することが期待される。たとえば Churchman らの研究¹⁸⁾によれば充分に脱炭した鉄については 1% 程度の前歴歪の後には時効効果があらわれないことが示されている、我々の研究においてもすでに (図 7) に見たように 0.1% 程度の前歴歪の後にはその後の応力-歪曲線への炭素の影響はほぼ消失することが示されている。従つて我々は 0.1% 程度の前歴歪を与えた鉄の特性はまた炭素を含まない純鉄の特性をかなりよくあらわしていると推論することが出来よう、それと同時に (図 3, 5, 8) を (図 14) と比較することにより純鉄の加工硬化の特性はまた K の特性と多くの類似点をもつことに注意したい。

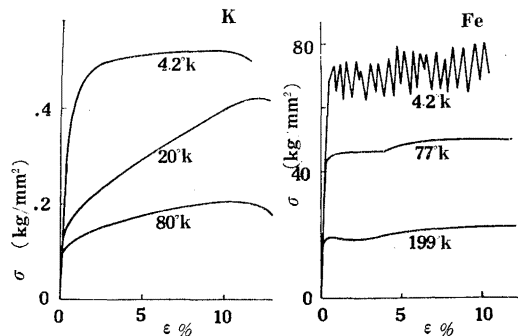


図 14. K⁽⁸⁾ および Fe⁽⁴⁾ 多結晶の引張試験

また比較的高温度においては、応力-歪曲線への Cottrell 効果の影響は少ないと考えられるが、実際 Fe⁽⁴⁾ Mo⁽³³⁾ W⁽³⁴⁾ Ta⁽³⁵⁾ Nb⁽³⁶⁾ V⁽³⁷⁾ についても従来類似な加工硬化の特性が指摘せられている。

4. 2. 純鉄のすべりおよび加工硬化の特性

Seeger 等¹⁾ は面心立方格子金属における加工硬化およびすべり線に関する種々の実験

事実をまとめて、加工硬化の過程を歪量に従って特性的な三つの段階、すなわち第Ⅰ容易すべりの領域、第Ⅱ線型の硬化の領域、および第Ⅲ加工軟化の領域に分ち、これ等に対して転位論的立場より統一的な説明を与えている。

さてこれら面心立方格子金属に比較してまず純鉄単結晶の加工硬化曲線の特長は、2. 2の実験結果をまとめて、1) 降伏応力の温度変化は少なく 300°K — 90°K 間に臨界剪断応力の上昇は 0.5Kg/mm^2 以下にすぎない。2) いわゆる容易すべり領域 一段階Ⅰ— はきわめて狭く、もし存在するとしても 0.1% 以内にすぎぬと推定される。3) 変形の初期 一段階Ⅱ— における加工硬化の速度は F.C.C. 金属に比しきわめて大である。すなわち τ/Gr について Cu に比し約 50 倍大、ただしここに G は剛性率、 τ および r はそれぞれすべり面、すべり方向への剪断応力および剪断歪量の成分である。また F.C.C. 金属のような明瞭な線型硬化領域は認められず、硬化割合は変形とともに漸次減少する(図1, 4) 4) 変形が更に進行するにつれて F.C.C. 金属の場合と異なり、すべての温度範囲を通じて急速に加工軟化 一段階Ⅲ— が開始する。たとえば(図 5, 8) では 300°K の場合歪量 2×10^{-4} に対して 90°K の場合には 4×10^{-3} 、(図 3) では 300°K で 2×10^{-3} に対して 90°K では 2×10^{-2} の程度より応力—歪曲線における勾配の変化が顕著になる。これらはまたすべり帯がはじめて明瞭に認められる歪量、 300°K で 3×10^{-2} 、 90°K で 4×10^{-1} (図 10) に比較されるべきであろう。5) 加工軟化領域における流動応力の温度、荷重速度依存性は F.C.C. 金属に比してかなり大である(図 9)。

次に純鉄におけるすべり線およびすべり帯の特性については 3. 2 の実験事実および利用し得る実験事実をまとめて、6) すべり線は一般に F.C.C. 金属に比してきわめて微細であり純鉄では $30 \text{ \AA}$ の分解能によつてもなお識別し得ない⁶⁾¹³⁾。7) すべり帯は第Ⅲ段階ではじめて現れるが、一般に数千 $\text{\AA}$ の巾と、すべり量をもち、低温では現われ難くその形も長く巾広いのに対して、高温では容易に現われ短く波状をなしている¹³⁾ 8) すべり帯の微細構造よりすべりは (110) および (112) 面¹³⁾ のほかにも低指数をもたない結晶面への成分を持ち、転位のらせん成分はこれらの面の間で交叉すべりを起こしているものと推定される。9) 3% Si—Fe に関する Low らの観察⁷⁾ によれば変形初期における転位ループはすべり方向に細長い $100 \times 5 \sim 20 \mu$ の形をなしており、とくにらせん成分は容易に交叉すべりを起こしている。同心ループの数はせいぜい 10 程度である。

4. 3. 体心立方格子金属における加工硬化の転位論

さて次に我々は前述の実験事実に対して体心立方格子金属の転位の特性より説明を試みよう。まず B.C.C. 金属においてはまず (110) 面では転位は分解を示さず、また (112) 面では転位は $a/2[111] = a/3[111] + a/6[111]$ のように部分転位に分解していると見なされ

るが³⁹⁾、これら二つの部分転位は完全転位のそれと同一方向の Burgers Vector を持つているため F.C.C. 金属の場合と異なり転位のラセン成分は拡張転位の収縮を起すことなく、部分転位はそれぞれ交叉すべりを起して容易に他のすべり面にうつることが出来る。これらの性質のため交叉すべりの活性化エネルギーは F.C.C. 金属に比較して一般に小さいものと推定される。

一方また Chalmers ら³⁹⁾ および Maddin ら³¹⁾ による Criterion によれば B.C.C. 格子においては (110) (112) (123) 面はいずれもすべり面として選ばれ易い条件をもっており、之等の面はまた同一晶帯に属していずれも交叉すべり面となり得るため、F.C.C. 格子の場合に比較してきわめて多くの交叉すべり面が存在することになる。

さてこれらのことを少しく定量的に考察してみよう。まず転位のエネルギーに関するものとも簡単な理論として転位の拡張を考察に入れないう Peierls model に基づく計算によれば、Burgers Vector の大きさを λ すべり面に垂直な原子面の間隔を d とするときラセン転位の自己エネルギー W は

$$W = \frac{\lambda^2}{4\pi K} \log \frac{r}{\sigma}, \quad \sigma = \frac{d}{GKe}, \quad (1)$$

ここに r は転位の外部切断半径であり e は自然対数の底、 G および K はすべり面とすべり方向に依存する剛性率および弾性常数である。⁴⁰⁾ つぎに転位が Burgers Vector の互に平行な二つの部分転位に分解している際には、もしそれらの部分転位間の間隔が充分大なる場合には、個々の転位のエネルギーは λ^2 に比例するから

$$\lambda^2 \rightarrow \lambda_1^2 + \lambda_2^2, \quad \lambda = \lambda_1 + \lambda_2,$$

の様に全エネルギーは減少する。しかしながら実際の転位間距離は二転位間の積層欠陥のエネルギー r' に依存するある有限の値を取り、その間隔は r' の大なる程小である。この場合転位のエネルギー W は個々の部分転位単独のエネルギー W_1 、両者間の弾性的相互作用によるエネルギー W_2 、および両者を結ぶ積層欠陥のエネルギー W_3 の三つの和より成る。

いまこれらを推算する為に、簡単のために個々の転位を内部切断半径 σ を持つ弾性的転位模型により置き換えると、

$$W = W_1 + W_2 + W_3,$$

$$W_1 = \frac{\lambda_1^2 + \lambda_2^2}{4\pi K} \log \frac{r}{\sigma},$$

$$W_2 = -\frac{\lambda_1 \lambda_2}{2\pi K} \log \frac{r}{x} \quad (2)$$

$$W_3 = x r',$$

ここに x は両転位間の距離であり $\frac{\partial W}{\partial x} = 0$ の条件により

$$x = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2\pi K r'}$$

の様に定められる。上述の計算より容易に解る様に、 r' の大なる程 x は小であり、従つて転位のエネルギー $-W$ は大である。

さてここで B.C.C. 格子における [111] 晶帯に属するすべり面上の転位を考えてみるに、まず Chalmers らによつて指摘されたすべり面 (110) (112) (123) と Parameter λ/d の関係を (表 2) に示す。これよりまず d に関しては (110) 面が最も転位のエネルギーが少ないことを知る。しかしながらつぎに r' に関しては、(112) 面は双晶面であるため積層欠陥のエネルギーは他の方位のすべり面と比較して著しく小なることを推定してよい。すなわち r' に関する実験値は未確定であるが、双晶

表 2

	λ	d	λ/d
(110)	$\frac{\sqrt{3}}{2}a$	$\frac{1}{\sqrt{2}}a$	1.22
(112)	$\frac{\sqrt{3}}{2}a$	$\frac{1}{\sqrt{6}}a$	2.12
(123)	$\frac{\sqrt{3}}{2}a$	$\frac{1}{\sqrt{14}}a$	3.22

の発生応力より推して

$$r' (112) \simeq 40 \text{ erg/cm}^2,$$

これに対して結晶粒界のエネルギーより

$$r' (110) \simeq r' (123) \simeq 700 \text{ erg/cm}^2$$

を推算してよいであろう。

これらより我々は、(110) は大なる d によつて、また (112) は小なる r' によつて転位のエネルギーは他の方位のすべり面に比して小なることを推察してよいであろう。しかしながらすべり系の決定には、さらに転位の芯付近に関して未考察に残された理論的剪断応力 τ_{th} および Peierls 応力をも重要な役割を持つので、我々の上述の推論は十分に精密ではないが、少くとも前述鉄における (112) すべりの存在の推定に対し一つの根拠を与えていると考えられる。つぎにまた前述のように F.C.C. 格子では交叉すべりの発生に転位の収縮を必要とするから、交叉すべりの活性化エネルギーは大略 (1) と (2) の差に比例するのに比較して、B.C.C. 格子においてはこのような収縮を必要とせず、活性化エネルギーは大きくとも $W(110)$ と $W(112)$ の差を超えない。従つてこれより B.C.C. 金属は F.C.C. 金属に比して一般に小さい交叉すべりの活性化エネルギーを持つことを推定することが出来よう。

このようにして B.C.C. 格子では転位のラセン成分は容易に交叉すべりを起し得るものと推定されるが、前述のすべりおよび加工硬化に関する基本的特性はこの性質より矛盾なく説明することが出来る。

すなわち、まず、容易に交叉すべりを起すことから、ラセン成分のすべり距離は刃状転位のそれに比して短かく、従つて転位ループは細長く；4.2.8), 9), 同心ループの数は少なく、すべり線は一般に微細になり；9), 6), また高温程波状すべりを起し易い；7)。またすべり距離が短いために加工硬化の速度が大であり；2), 3), 交叉すべりの活性化エネルギーが小

さいために加工軟化を起し易く；4)，流動応力の温度および変形速度依存性は大になる；5)。

いま転位の刃状およびラセン成分の平均的なすべり距離を L_1 , L_2 とし，転位は平均的に，単位体積当り N 個の障害物^{註1)}により阻止された n 個の転位を持つ集積転位群より成る分布状態をなしていると仮定しよう。この場合剪断歪量 r および流動剪断応力 τ は上述の幾何学的条件および転位間の力学的平衡条件より，

$$r = nbNL_1L_2 \quad (3)$$

$$\tau = \alpha Gnb(NL_1)^{1/2} \quad (4)$$

とあらわされる。ただしこれらにおいては $L_1 \gg L_2$ を考慮に入れて流動応力は主としてラセン転位間の相互作用によつて決定されると仮定している。(3)，(4) より NL_1 を消去すれば応力-歪の関係式として

$$\tau/G = \alpha \left(\frac{nb}{L_2} \right)^{1/2} r^{1/2} \quad (5)$$

を得る。いま $G=8000\text{kg/mm}^2$ ， $b=2.5 \times 10^{-8}\text{cm}$ ，また集積転位群は不規則な配列をもつものとして $\alpha=1/5$ とし¹⁾，つぎに 90°K における代表的な実験値として $\tau/Gr^{1/2}=1.2 \times 10^{-2}$ を取り， $L_2=1\mu$ と仮定すれば(5)より $n=14$ となる^{註2)}。

また $L_1/L_2=10$ と仮定すれば $r=10^{-2}$ に対して $N=L^{-3}$ ， $L/L_2=1.5$ となる。 L_1 ， L_2 は共に鉄中の源始転位の間隔と同程度であり，一応物理的に無理のない値である。つぎにこれらの値を Cu 単結晶についての代表的な値¹⁾ $\tau/G = 4 \times 10^{-3}r$ ， $L_2 = A_2/r$ ， $A_2=4\mu$ 従つて $r=10^{-2}$ のとき $L_2=400\mu$ ， $n=75$ ^{註3)} $L_1/L_2=2$ に比較するとき鉄の前述の特長，すなわち短いすべり距離と少ない集積転位数およびそれに伴う急速な加工硬化の特性を理解することが出来よう。なおまた N の値も Cu に比してきわめて大であり，これは変形の初期から Cu に比してきわめて多数の転位源が多重形成を開始することを示している。

さて以上の評価は転位間の力学的釣合のみを考慮して温度の影響を考慮に入れていないからむしろ 0°K における特性をあらわしていると見なされ，従つて有限の温度では温度の影響の比較的小さい変形初期の領域に対してのみあてはまると考えることが出来る。しかしながら更に変形が進み流動応力がある値以上に達すれば，ラセン転位は交叉すべりによ

^{註1)} Cottrell によれば B.C.C. 格子においては $\frac{a}{2} [111] + \frac{a}{2} [\bar{1}\bar{1}\bar{1}] = a [001]$ による不動転位の形成が推定され，実験的にも確かめられている¹⁹⁾。

^{註2)} Cu の場合にはすべり距離 L_2 は変形とともに短くなり直線の硬化を示すことが知られている。これに対して鉄の場合には前述の実験事実に基づいて一応すべり距離は変形量に依存しないと仮定し拋物線的硬化を仮定した。

^{註3)} Seeger 式¹⁾ (31)...(33) は正しくないかと推定されるので (33) に代る訂正せられた式 $d\tau/d\gamma = \alpha G (bn/A_2)^{1/2}$ より $n=75$ を導いた。実際 Seeger は $d\tau = bL_1L_2d\{Nn\} \dots$ (31) とし $n=25$ を導いているが正しくは本文 (3) より $d\tau = d\{bL_1L_2Nn\}$ とすべきでこれより上述の式が導かれる。これはまた本文 (5) にただちに L_2 の値を代入した式とも一致する。

つて初めのすべり面より脱出し、正負の転位対は合体して消滅し、またすべり距離は長くなる等の結果、集団転位の数はもはやそれ以上増加せず、歪量は増加しても硬化はそれ以上進行しなくなる。—加工軟化領域—。また容易に考えられるようにこのような領域では種々の熱的活性化過程が重要になつてくる。いま加工軟化領域における流動速度 $\dot{\epsilon} = d\epsilon/dt$ について考えてみるに、速度決定過程として上述の考察から交叉すべりによる熱的活性化過程を仮定して次のように置くことにしよう。

$$\dot{\epsilon} = Z \exp - U/kT \quad (6)$$

ただしここに Z は振動数係数 (Frequency factor), k は Boltzmann 常数, T は絶対温度, U は活性化エネルギーであり、

$$U = -U_0 \log (\tau/\tau_0) \quad (7)$$

と表わされるものと仮定する。

実験値として (図 9) より常数を決定すれば

$$U_0 = 0.25 \text{ eV}$$

$$Z = 2.3 \times 10^6 \text{ sec}^{-1}$$

$$\tau_0 = 39 \text{ kg/mm}^2$$

となる。同様の方法により前述の Cu および Al 多結晶の値より U_0 としてそれぞれ 3.4 eV, 0.78 eV を得る。

Seeger の理論¹⁾ によれば Al における転位は Cu におけるそれに比して部分転位間の積層欠陥のエネルギーは大きく、従つて転位の拡張の程度は少なく、従つてまた交叉すべりの発生に要する活性化エネルギーは Cu に比して小さいと考えられている。鉄では前述の理由により交叉すべりの活性化エネルギーはこれらより更に小さいことが予想されるが、実際上述の数値はこれらの予想を裏づけているものと思われる^(註)。

また我々の予備的実験⁴²⁾ によれば、多結晶の Ta の流動応力の歪速度依存性は、Fe や Mo に比してかなり小である。またこの特性は、Ta, Nb, V 等第五族 B.C.C. 金属に共通の性質であると推察されるが⁽³⁵⁾⁽³⁶⁾⁽³⁷⁾、一方これらについては W, Mo, Cr 等第六族および第八族 Fe に比較し、変形双晶を発生し難いことが知られている³⁵⁾。もしこの事実より我々が第五族原子は六、八族に比して、より大なる r' (112) を持つと推定するならば、前述の理論より交叉すべりの活性化エネルギーはより大となり、従つて上述流動応力のより小

註 Seeger⁴¹⁾ は Cu 単結晶の実験に基づいて第 III 段階の開始する応力の温度、荷重速度依存性より上述とは異なつた交叉すべりの活性エネルギーを導出している。($U_0 = 0.38 \text{ eV}$, Cu, 0.13 eV , Al) 鉄の場合にそれに対応する実験値が得られないので我々は上述の方法により比較を行なつた。両者はしかしながら互に対応すべきものと考えられる。

なる歪速度依存性に関係づけることが出来よう。

4. 鉄における Peierls 応力について

我々は前述のように純鉄の降伏応力は $90^\circ\text{K} \sim 300^\circ\text{K}$ 間において、温度にあまり依存しない事実を指摘した。この結果は鉄の Peierls 応力について現在行なわれている議論に対して若干の資料を提供すると思われるのでここで簡単にこの問題についてふれておきたい。

まず一般に体心立方格子は面心立方格子に比較して疎な構造をもっており、またとくに遷移金属については d 殻に存在する電子空孔によつて原子間結合力に方向性があり、それより推して鉄の Peierls 応力は Cu に比してより大きいことが予想される。Petch¹¹⁾ はこのような推察に基づいて、また彼自身による鉄多結晶の降伏応力に関する実験事実の分析により、鉄の 90°K における Peierls 応力を 12kg/mm^2 と推定し、鉄の示す脆性の主要な原因をこのように大なる Peierls 応力の特性に帰している^{註1}。しかしながら Petch の推定値は、彼の推論そのものに含まれている任意性のためにいまだ確定的なものとは云い難い。実際 Cottrell⁴⁵⁾ は Biggs および Pratt¹⁰⁾ の鉄単結晶に関する実験値に基づいて Petch の推定値のうちなお一部分は炭素による転位の固着の影響に帰し得ることを述べている。

一方我々の実験によれば 300°K より 90°K への温度の低下に伴う降伏応力の上昇 $\Delta\tau_y$ は (5, 6, 7 図) より 0.5kg/mm^2 よりは少ない。また一般に降伏応力に対して Peierls 応力は少なくとも付加的に作用するから降伏応力は少なくとも Peierls 応力よりは大きいことが云える。従つて温度の低下に伴う Peierls 応力の増加 $\Delta\tau_p$ は 0.5kg/mm^2 よりは小さいことを推論してよいであろう。この値は Petch の推定値に比して1けた小さい値を与える^{註2}。

なお Biggs および Pratt は前歴歪を与えた鉄単結晶について我々と同様の実験を行なっているがそれによれば $\Delta\tau_y$ は 10kg/mm^2 程度になつている。しかし彼らの使用した材料には Mn その他の不純物が含まれており、また歪の測定精度も我々のものに比して粗いことを指摘しなければならぬ。また Conrad⁴⁶⁾⁴⁹⁾ は種々の純度を持つ鉄単結晶および多結晶についての実験より、Petch と同程度の格子摩擦を推定しているが、これについても、Biggs らと同様歪の測定精度に対する吟味を欠いている。これは又 Jaoul ら²⁴⁾ の推論に対しても同様である。なお最近 Brown ら⁵⁰⁾ は前歴歪を与えた多結晶鉄について弾性限の

註1 Orowan⁴⁴⁾ も同じく体心立方格子金属において遷移金属がアルカリ金属に比してより大なる脆性を示す理由を同じ原因に帰している。またここでは Peierls 応力は純粋なそれではなく、Kink を含む自由な転位を移動させるに要する応力と定義しておく。

註2 しかしながら Peierls 応力は Cu に比してはなおかなり大きいかも知れない。また Low⁴⁸⁾ らは 3%Si-Fe 単結晶について炭素による固着から離れた自由な転位につきその移動に要する応力—格子摩擦—を測定し 90°K において 30kg/mm^2 程度になることを示しこれを Peierls 応力によるものと推定している。

温度依存性が小さいことを指摘し、交叉すべりによる変形機構を示唆している。

勿論、我々の試料においてもなお残されている微量の C, Si 等について吟味されなければならないが、又より低温度においての、より高精度の測定が望まれることは云うまでもない。またそれと同時に Peierls 応力の問題については内部摩擦⁴⁷⁾ 其他の方法による推定との比較も残された重要な課題である。

5. 結 論

1) 純鉄単結晶につき種々の温度における加工硬化の基本的特性が明らかにされた。加工硬化の特性は面心立方格子金属のそれに比し、変形初期における急速な加工硬化およびそれに引続く急速な加工軟化が特長的である。加工軟化領域における流動応力の温度および変形速度依存性は面心立方金属に比しきわめて大であり、活性化エネルギーは約 0.25eV である。

2) 純鉄におけるすべり線の特性は、面心立方格子金属に比し、一般に極めて微細であり 30Å の分解能によつても識別し得ない。すべり帯は一般に微細すべりより成るゆるやかな起伏を示し、高温度における程より小歪より発生し、低温または衝撃荷重に際しては発生し難く疎大な模様を示す。またすべり帯の微細模様は (110) (112) の成分のほかにも一般に非結晶学的挙動を示す。すべり帯の形成速度については歪量と共にむしろ静的に生長する。

3) 上述加工硬化およびすべり帯の特性は、体心立方格子金属における転位の特性すなわち転位のラセン成分は [111] 晶帯の種々のすべり面に容易に交叉すべりを起し得る性質より統一的に説明せられた。

4) 鉄の Peierls 応力は従来諸説に反して 90°K においても、1kg/mm² 程度を超えないことが推定された。なお以上の実験においては 0.1% 程度の前歴歪により、その後の変形に及ぼす微量炭素の影響は著しく減少することが示され、これに基づいて純鉄の特性が推定された。

I. 文 献

- 1) A. Seeger, Dislocation and Mechanical Properties of Crystals (John Wiley & Sons, New York, 1957) 243.
- 2.1) N. P. Allen, B. E. Hopkins and J. E. McLennan, Proc. Roy. Soc., 234 A (1956) 221.
- 2.2) J. J. Cox, G. T. Horne and R. F. Mehl, Trans. ASM, 49 (1957) 118.
- 2.3) B. Jaoul and D. Gonzalez, Compt. Rendus, (1959) 1932.
- 2.4) B. Jaoul and D. Gonzalez, J. Mech. Phys. Solids, 9 (1961) 16.
- 2.5) S. Dohi and T. Yamashita, J. Science Hiroshima Univ., A22 (1958) 233 および 5).

- 2.6) B. L. Mordike and P. Haasen, *Phil. Mag.*, 7 (1962) 459.
- 2.7) 北島一徳, 九州大学応用力学研究所所報, 15号 (昭 35) 171.
- 3) A. H. Cottrell and B. A. Bilby, *Proc. Phys. Soc. (London)*, A62 (1949) 49.
- 4) R. L. Smith and J. L. Rutherford, *Trans. AIME*, 209 (1957) 857, R. L. Smith and A. A. Hendrickson, *Ultra-High-Purity Metals*, (ASM, Ohio, 1962) 85.
- 5) R. Maddin and N. K. Chen, *Progress in Metal Physics V* (Pergomon Press, London, 1954) 53.
- 6) D. G. Brandon and J. Nutting, *Acta Met.*, 7 (1959) 101.
- 7) J. R. Low and R. W. Guard, *Acta Met.*, 7 (1959) 171.
- 8) D. Hull and H. M. Rosenberg, *Phil. Mag.*, 4 (1959) 303.
- 9) A. H. Cottrell and A. T. Churchman, *Nature*, 167 (1950) 943.
- 10) W. D. Biggs and P. L. Pratt, *Acta Met.*, 6 (1958) 694.
- 11) J. Heslop and N. P. Petch, *Phil. Mag.*, 1 (1956) 866.
- 12) K. Kitajima, *Rep. Res. Inst. Appl. Mech. Kyushu Univ.*, 5 (1957) 87.
- 13) K. Kitajima, 日本物理学会講演予稿集. (昭 33, 3 月) 37, (昭 34, 10 月) 2.
- 14) A. H. Cottrell and R. L. Stokes, *Proc. Roy. Soc.*, A233 (1955) 17. T. S. Noggle and J. S. Koehler, *Dislocation and Mechanical Properties of Crystals* (John Wiley & Sons, New York, 1957) 208.
- 15) T. A. Trozera, O. D. Sherby and J. E. Dorn, *Trans. ASM*, 49 (1957) 173.
- 16) R. P. Carreker and W. R. Hibbard, *Acta Met.*, 1 (1953) 654.
- 17) R. P. Carreker, *Trans. AIME*, 209 (1957) 112.
- 18) 深見 章, 電子顕微鏡 Vol 6. No. 12 (1957) 56.
- 19) W. Carrington, K. F. Hale and D. McLean, *Proc. Roy. Soc.*, 259A (1960) 203.
- 20) J. R. Low and R. W. Guard, *Acta Met.*, 7 (1959) 171.
- 21) P. E. Doherty and R. S. Davis, *Acta Met.*, 7 (1959) 118.
- 22) 北島一徳, 関西物理冶金談話会, 昭和 33 年 11 月.
- 23) J. H. Hoke and R. Maddin, *J. Mech. Phys. of Solids*, 5 (1956) 26.
- 24) N. K. Chen and R. B. Pond, *J. Metals*, Oct. (1952) 1085.
- 25) R. Becker and P. Haasen, *Acta Met.*, 3 (1953) 325.
- 26) N. F. Mott, *Phil. Mag.*, 44(1953) 742.
- 27) A. H. Cottrell, *Fracture*, 20 (MIT and John Wiley, 1959, New York).
- 28) S. Harper and A. H. Cottrell, *Proc. Phys. Soc.*, 63B (1960) 331.
- 29) D. E. Davies, U. R. Evans and J. N. Agar, *Proc. Roy. Soc.*, 225A (1954) 443.
- 30) C. S. Barrett, G. Ansel and R. F. Mehl, *Trans. A. S. M.*, 25 (1937) 702.
- 31) N. K. Chen and R. Maddin, *Acta Met.*, 2 (1954) 49.
- 32) H. W. Paxton and A. T. Churchman, *Acta Met.*, 1 (1953) 473.
- 33) J. H. Bechtold, *Trans. AIME*, 197 (1953) 1469.
- 34) H. W. Schadler, *Trans. AIME*, 218(1960) 649, J. H. Bechtold and P. G. Shewmon, *Trans. ASM*, 46 (1954) 397.
- 35) J. H. Bechtold, *Acta Met.*, 3(1955) 249.
- 36) E. T. Wessel, *Trans. AIME*, 209 (1957) 930.
- 37) J. W. Pugh, *Trans. AIME*, 209 (1957) 1243.
- 38) A. H. Cottrell, *Dislocations and Plastic Flow in Crystals*, (Clarendon Press, Oxford,

1958) 76.

- 39) B. Chalmers and V. M. Martius, *Prac. Roy. Soc.*, 213A (1952) 175.
- 40) A. Seeger, *Handbuch der Physik*, Band VII-1, 606, 615 (Springer, 1955, Berlin)
- 41) A. Seeger, R. Berner and H. Wolf, *Zeit. Physik*, 155(1959) 247.
- 42) 北島一徳, 未発表.
- 43) A. Seeger, *Handbuch der Physik*, Band VII-1, 638. (Springer, 1955, Berlin)
- 44) E. Orowan, *Fracture* (John Wiley & Sons, New York, 1959) 147.
- 45) A. H. Cottrell, *Trans, AIME*, 212 (1958) 192.
- 46) H. Conrad, *Phil. Mag.*, 5 (1960) 745, *J. Iron Steel Inst.*, 198 (1961) 364.
- 47) L. J. Bruner, *Phys. Rev. Letters*, 3 (1959) 411, D.H. Niblett and J. Wilks, *Adv. Phys.*, 31 (1960) 362, R. H. Chambers and J. Schulz, *Acta Met.*, 8 (1960) 585.
- 48) D. F. Stein & J. R. Low, *J. Appl. Phys.*, 31 (1960) 362.
- 49) H. Conrad and S. Frederick, *Acta Met.*, 10 (1962) 1013.
- 50) N. Brown and R. A. Ekvall, *Acta Met.*, 10 (1962) 1101.
- 51) D. F. Stein and P. D. Gorsuch, *Acta Met.*, 9 (1961) 904,
J. S. Erickson, *J. Appl. Phys.*, 33 (1962) 2499, 田岡忠美ら, 日本物理学会講演予稿 (昭 37 年
4 月, 10 月)