

鉄及び鉄合金単結晶中の照射欠陥と動転位との相互作用

青野, 泰久
九州大学応用力学研究所 : 助手

佃, 昇
九州大学応用力学研究所 : 助教授

蔵元, 英一
九州大学応用力学研究所 : 教授

吉田, 博行
京都大学原子炉実験所 : 助教授

<https://doi.org/10.15017/4743746>

出版情報 : 應用力學研究所所報. 60, pp.185-201, 1984-09. 九州大学応用力学研究所
バージョン :
権利関係 :



鉄及び鉄合金単結晶中の照射欠陥と 動転位との相互作用

青 野 泰 久* 佃 昇†
蔵 元 英 一‡ 吉 田 博 行§

概 要

低温電子線照射実験 (2.5, 28 MeV, 77 K) が高純度鉄単結晶および低濃度合金鉄単結晶 (Fe-Ni 及び Si 合金単結晶) に対して行なわれ, 塑性変形に及ぼすその効果が調べられた. 鉄の 77 K 以下の温度域における照射特性として大きな軟化が全方位で起った. この現象は自己格子間原子とらせん転位との相互作用に基づくものであり, この相互作用はらせん転位への格子間原子の吸収, 最大せん断応力面へのすべり面の変化を引き起こすことが詳細な実験, その解析から明らかにされた. 一方, 77 K 以上の温度での焼純により形成される種々の照射欠陥集合体は, 又格子間原子による塑性変形特性とは異なる特徴を示し, 欠陥の電気抵抗回復曲線の各ステージに対応する結果を示した.

一方, 低濃度の置換型溶質原子 (Ni, Si) の添加は, 照射軟化の減少, 特に 1.3 at % Si 合金においては 300 K まで焼純温度に依存しない硬化を与える効果を及ぼした. 又この降伏応力の等時焼純曲線の挙動から, 合金中の原子空孔の移動開始温度を予測する方法が示された.

Key words: BCC metals, High-purity iron single crystals, Iron alloys, Screw dislocation, Self interstitial atom, Vacancy, Clusters, Low-temperature electron-irradiation, Irradiation softening

1. は じ め に

体心立方金属の塑性変形特性に及ぼす粒子線照射効果に関する研究は, 実際問題として実用原子炉の圧力容器に鉄鋼材料が使用されていることから, それら材料の強度性に及ぼす中性子照射効果 (照射脆化) の問題から発している¹⁾. 通常原子炉温度で炉材料中に形成される照射欠陥は瞬時的には基本的な点欠陥であるが, 蓄積される欠陥はそれらの集合体である. 種々の力学的環境下にある材料としては基本的欠陥 (自己格子間原子, 原子空孔) からかなり大きく成長したそれら集合体の転位ループまで種々の欠陥がその強度に影響と及ぼすと考えられる. 又これらの問題は近年鉄鋼材料及び他の体心立方金属

* 九州大学助手, 応用力学研究所

† 九州大学助教授, 応用力学研究所

‡ 九州大学教授, 応用力学研究所

§ 京都大学助教授, 原子炉実験所

をその候補材とする核融合炉壁材に対する照射効果にも共通するものである。

上述の体心立方金属の強度に及ぼす照射効果の問題を基礎的立場から解き明かすにはまず変形を担う転位と個々の照射欠陥との相互作用を詳細に研究する必要がある、そのためには基本的点欠陥の格子中での移動が起こらない温度での照射実験、すなわち低温照射実験を行う必要がある。この種の実験においては通常、電子線、中性子線が用いられているが、より基本的立場からは前者の方が有用である。

低温粒子線照射実験は体心立方金属の中でも鉄に対してよく研究がなされている。主要な照射特性としては照射により降伏応力が大きく低下する軟化現象が顕著である。この軟化は初め鉄単結晶の 20 K における低エネルギー (2~3 MeV) 電子線照射によって Sato 及び Meshii²⁾ により見い出され、さらに鉄多結晶について 77 K での電子線 (2 MeV) 及び速中性子照射によって Groh 等³⁾ によりさらには鉄単結晶の 5 K 速中性子照射によって Kitajima 等⁴⁾ 及び Takamura 等⁵⁾ により見い出された。他の体心立方金属についても、例えば Nagakawa 等のニオブ⁶⁾、Aono 等のモリブデン⁷⁾ についても一部の温度あるいは結晶方位で軟化が認められている。

鉄に関する以上の結果は照射温度が鉄の大きな回復ステージ I_D 以下であることから、基本的照射欠陥の自己格子間原子と体心立方金属の塑性変形を担うらせん転位との相互作用に由来するものと考えられる。

この種の相互作用に対する理論的考察は弾性論的立場から Sato と Meshii⁸⁾ 及び Arsenault と Cadman⁹⁾ によってなされており、らせん転位の運動に際して自己格子間原子のまわりの局所歪場がらせん転位のバイエルスポテンシャル上のキンク対形成を容易にするとして軟化を説明している。しかしながら上述の軟化を引き起すらせん転位—自己格子間原子型相互作用においても、十分な理解のためには多くの多面的実験及び原子論的立場からの理論的研究が引き続いて残されている。例えば、Sato と Meshii の結果では、降伏応力の結晶方位依存性において双晶方位近くでは軟化が小さく、反双晶方位では大きな軟化を示すのに対して Kitajima 等の中性子照射実験の結果では全方位で大きな軟化を引き起こすことが示されている。さらに種々の照射欠陥クラスターとらせん転位作用についても、ほとんどその研究は見当たらない。一方、置換型合金元素の影響についても Takamura 等の断片的な報告 (中性子照射)¹⁰⁾ があるのみで、未だ基礎的研究は十分になされていない。

今回の研究は、基礎的かつ系統的な実験からまず高純度鉄単結晶中の自己格子間原子とらせん転位の相互作用の特性を解明し、それを基礎にして各種格子間原子集合体との相互作用のプロファイルを明らかにすることにある。又、基本的照射欠陥の原子空孔の挙動についてもその知見を得ることにもある。さらに、合金元素添加により純鉄での照射特性がどのような影響を受けるか調査することにある。

2. 実験方法

使用された引張試料は、高純度 ($RRR_H \sim 4000$) の鉄単結晶及び $RRR_H \sim 900$ の純度の鉄ロッドを母材とした Fe-0.1, 1.0 at. % Ni 合金単結晶と Fe-0.09, 0.52 及び 1.3 at. % Si 合金単結晶である。これら材料の純化及び作製方法の詳細に関しては他の文献¹¹⁾¹²⁾、参照されたい。試料の方法については、純鉄は $0.2 \text{ mm} \phi \times 20 \text{ mm}$ (変形部 10 mm) の丸棒及びすべり面決定のために用いられた

0.2×0.4×20 mm³ (変形部 10 mm) の板試料である。合金鉄については鉄の丸棒と同じである。

低温電子線照射については、日本原子力研究所高崎研究所のダイナミトロン (2.5 MeV) 及び京都大学原子炉実験所の LINAC (28 MeV) を用いて行なわれた。照射温度、照射量はそれぞれ共に 77 K、 $\sim 10^{18}$ e/cm² であった。77 K で試料中に形成される フレンケルペアの濃度については鉄を基準にして、電気抵抗測定から 30 Ω cm/% F.P. の値を用いて 2.5 MeV 照射で 16 at. ppm F.P. 及び 28 MeV 照射で ~ 100 appm F.P. である。照射後試料は液体窒素中に保存し、九州大学 RI 総合実験室にて引張試験がなされた。

引張試験は 1.7×10^{-4} sec⁻¹ の歪速度で行なわれ、4.2 K から 77 K の温度域で as-irradiated 試料の実験が、又 77 K から 373 K の温度域において焼純 (20 分間) された試料の変形実験が行なわれた。

3. 実験結果

3.1. 照射鉄の特性

3.1.1. 自己格子間原子による効果

77 K 照射鉄に対してのこの温度以下の実験結果は格子間原子の大きな回復が起る温度が約 100 K (ステージ I_D) であることから、格子間原子自身の効果によるものと考えられる。図 1, 2 は 77 K で変形された電子線照射鉄 (2.5, 28 MeV) の応力-歪曲線である。双方に共通して言えることは変形初期の降伏近傍では大きな軟化が生じており、この軟化は変形量の増加と共に非照射鉄の流動応力レベルに回復する傾向を持った。電子線エネルギー間の相違は軟化の回復速度にあらわれるが、これについては照射量は同じであっても フレンケルペア濃度から言えば高エネルギーの 28 MeV 照射の方が欠陥の多重形成を行うことからより高い、より高濃度試料において一定軟化域が長い結果を与えた。一方 4.2 K では照射の伸びは少くなり、降伏挙動は 2.5 MeV 照射鉄では非照射と同じ降伏応力を示したが、28 MeV 照射鉄では初め大きな硬化を示した後数%までの継続的な流動応力の低下と高歪での定常変形を示した。この変形初期の硬化は 77 K での転位の予歪により消失したところから照射中の grow-in 転位への格子間原子の固着効果と思われる。77 K で予歪を与えられた照射鉄の 4.2 K における非照射鉄に対しては硬化量は約 30 MPa のであった。77 K 以下の降伏応力の温度依存性に関しては、2.5 MeV 照射鉄では 4.2 K 以下で全て軟化特性を示したが、28 MeV 照射鉄では 4.2—25 K 温度域で硬化、25 K—77 K 温度域で軟化を示した。

上述の照射鉄の軟化特性は、図 3 に示される同じ侵入型合金の Fe-N 合金単結晶におけるものと異なる¹³⁾。すなわち Fe-N 合金では変形の進行と共に軟化の回復は起らない。むしろ軟化量は変形を通じて不変である。照射鉄の変形量に対する軟化回復は他の実験事実からも認められた。図 4 は変形量の増加に対する流動応力及び転位の運動の素過程である熱活性化過程を表示する活性化面積 A^* の挙動を示したものである。変形初期の大きな軟化は小さな A^* 値を持つことに対応している。軟化量の減少は A^* の非照射鉄の値 (変形に対して不変) の復帰をもたらした。すなわち転位運動の素過程を表示する A^* のこの挙動は、転位が格子間原子との相互作用においてそれを吸収し、格子中の格子間原子濃度を

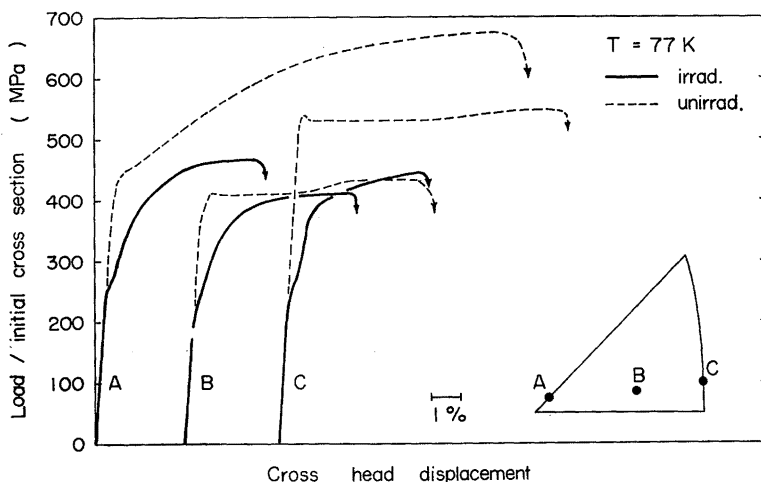


図1 77 K における 2.5 MeV 電子線照射鉄, 非照射鉄の応力-歪曲線.

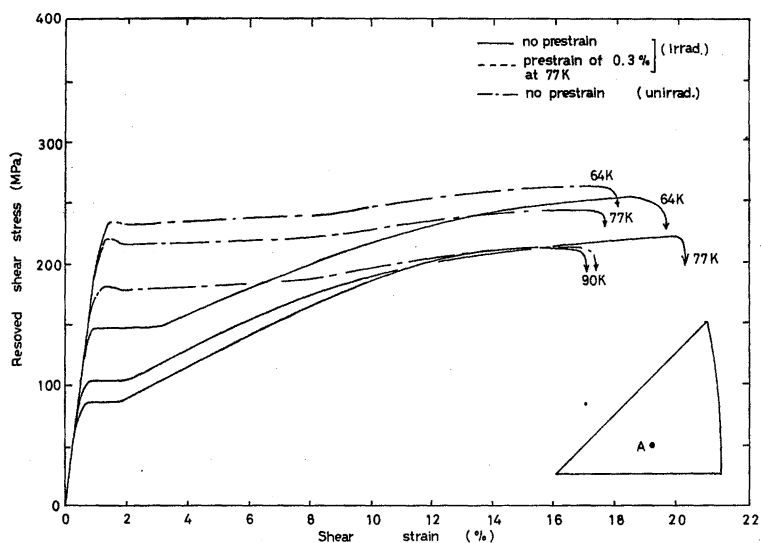


図2 64, 77 及び 90 K における 28 MeV 電子線照射鉄, 非照射鉄の応力-歪曲線.

減少させていることを暗示しているものと思われる。

図5に照射鉄の軟化特性における結晶方位依存性が示されている。降伏応力は最大せん断応力面に分解した値で示されている。28 MeV 照射鉄の軟化は方位依存性を示さず、軟化量は結晶方位を通じて40~50%にもなった。一方 2.5 MeV 照射鉄では軟化は全方位で起っているが非照射の concave 型の傾向を若干持っており、28 MeV 照射鉄に比べてその量は小さかった。ここで Meshii と Sato¹⁴⁾の結果 (2 MeV, $T_{\text{irrad}} = 20 \text{ K}$, $1.2 \times 10^{18} \text{ e/cm}^2$, 60 K 変形) は我々のものと異なる。彼等の板状の照射鉄は $\kappa < 0^\circ$ で軟化は小さく、特に $\kappa = -30^\circ$ で軟化は無く、一方 $\kappa \geq 0^\circ$ では κ の値の増加と

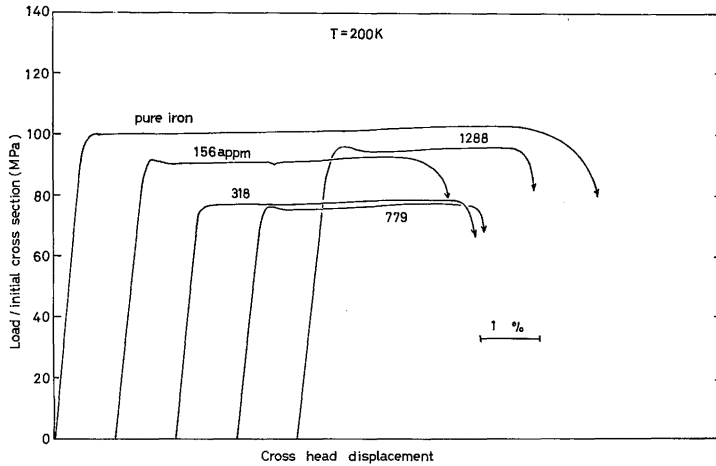


図3 200 K における純鉄，鉄窒素合金鉄（156，318，779 及び 1288 appm N）の応力—歪曲線¹³⁾。

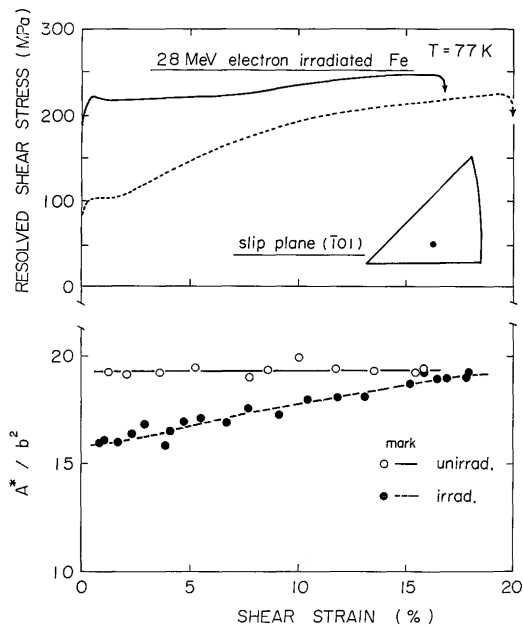


図4 変形量の増加に対する流動応力及び活性化面積の回復。

共に軟化は増加する。 $\chi=30^\circ$ で最大となる。

我々の二種類の照射における特徴はすべり面の観察からより明瞭となる。図6は一例として二種類の照射における $\chi=-30^\circ$ 方位のすべりパターン及び活動するすべり面を示したものである。2.5 MeV 照射では 77 K のすべり面は非照射の primary $(\bar{1}01)$ 面 ($\phi_p=0^\circ$) に近い $\phi_p=-10^\circ$ から -20° の非結晶学的すべり面を示した。さらに conjugate $\phi_c=-10^\circ$ のすべりも起った。一方，高濃度格子

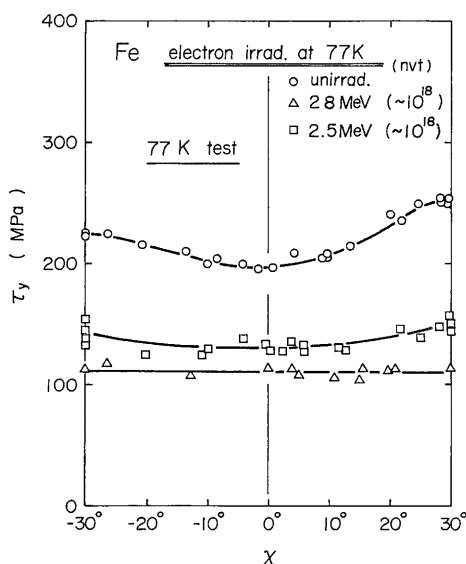


図5 77 K における電子線照射鉄，非照射鉄の降伏応力の結晶方位依存性。

間原子を有する 28 MeV 照射では最大せん断応力面の ($\bar{1}\bar{1}2$) 面 ($\phi = -30^\circ$) を示し $\phi = \chi$ となった。このようにより濃度の高い試料ではすべり面は大きな変化を受けることになる。このすべり面の結晶方位依存性 ($\phi - \chi$ 関係) がまとめて図7に示される。非照射鉄では 77 K のすべり面は全方位で primay ($\bar{1}01$) 面 ($\phi = 0^\circ$) であった。これに対し 28 MeV 照射ではすべての方位でその最大せん断応力面 ($\phi = \chi$) を示し、2.5 MeV 照射では $\phi = 0^\circ$ と $\phi = \chi$ の中間的關係を示した。以上の結果から $\phi - \chi$ 及び $\tau_y - \chi$ (図5) の間には Schmid の法則を考えれば十分な相関が存在することがわかる。

一方変形量に対するすべり面の方位に関しては、図8に示すように、変形初期では最大せん断応力面を示したが、変形の進行と共に primay ($\bar{1}01$) 面がより支配的となった。このすべり面の変形量依存性は、軟化量、 A^* 値のその依存性と密接な関係を持っていることに示しており、転位—格子間原子相互作用の重要な側面を与えるものと思われる。

3.1.2. 照射鉄の焼鈍効果

77 K 以上の温度で焼鈍を行うことにより 格子間原子あるいは空孔の移動が起り、それらの集合体が形成される。焼鈍温度で決められる種々のタイプの照射欠陥集合体と転位との相互作用が調べられた。図9は個別の照射鉄単結晶を 90 K から 295 K までの各温度で 20 分間焼鈍を行ない、77 K で引張変形した結果を示す。焼鈍時間に対する依存性は 20 分以上で無い。非照射鉄に対する焼鈍鉄の降伏応力レベルの変化量 $\Delta\tau$ は 77 K では各種照射共に大きな軟化量を持っていたが、焼鈍温度の上昇に伴ない電子線照射に対しては、 $|\Delta\tau|$ の減少が直ちに起り約 100° K 付近からその減少速度は加速され、約 150 K で $\Delta\tau = 0$ となった。一方参照の中性子照射鉄 (日本原子研究所東海研究所の JRR-3 炉で 5 K, 3×10^{17} nvt 照射)¹⁵⁾ では軟化の回復ピーク及び $\Delta\tau = 0$ となる温度は電子線照射に比べてより低温と考えられる。その後の硬化に関しては、電子線照射ではそのピークは 200 K 付近となるが 250 K 以上で

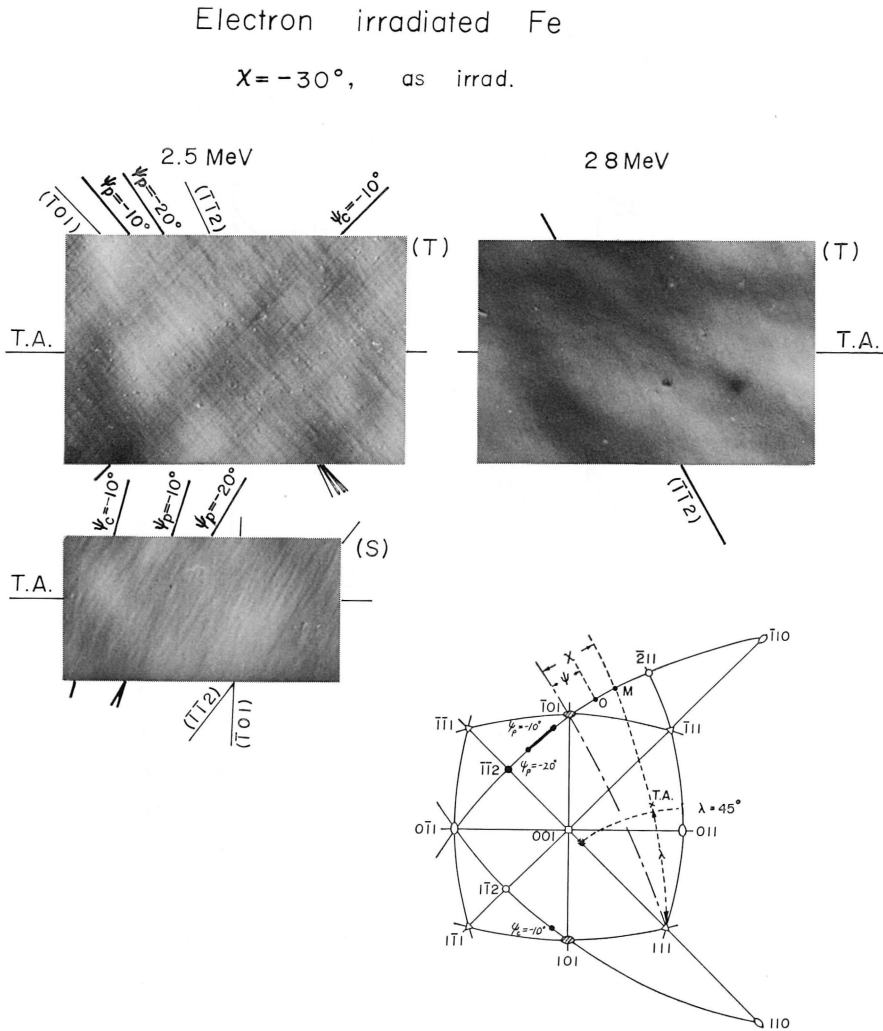


図6 電子線照射鉄(77 K 変形)の降伏 ($\varepsilon_p \sim 0.5\%$) 時におけるすべり線のパターンとすべり面。

焼純鉄の応力レベルは非照射の値にほとんど戻ってしまった。中性子照射においては硬化は 150 K から 295 K まで一定値を保った。電子線照射に関して見れば、変化の顕著な ~ 120 K, ~ 220 K はそれぞれ電気抵抗回復曲線のステージ I_E 及びステージ III の開始温度に相当する¹⁶⁾。

焼純鉄に対する結晶方位依存性 ($\tau_y - \chi$ 及び $\phi - \chi$ 関係) が 28 MeV 電子線照射に対して調べられた (図 10, 11)。焼純温度はそれぞれステージ I, II の終末の 130, 200 K である。変形温度は 77 K である。非焼純鉄の $\tau_y - \chi$ 関係は前述したように (図 5) χ に依存しないタイプであったが、130 K 焼純鉄においては全方位で軟化がかなり減少し、特に $\chi < 0^\circ$ で顕著であった。その依存型は非照射鉄に類似した concave 型であった。しかし、より高温の 200 K 焼純では依存性は逆転して元の照射鉄

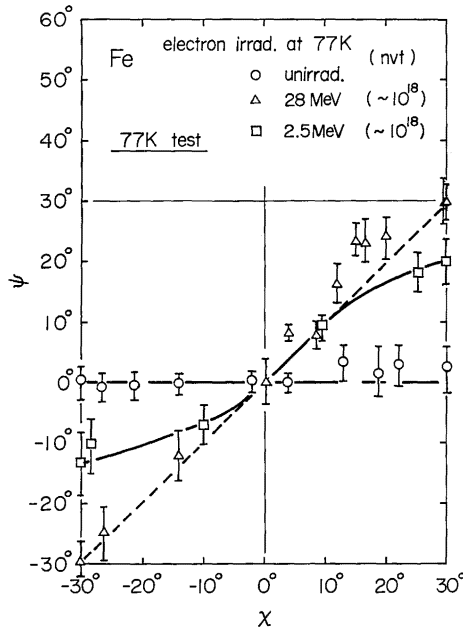


図7 77 K における電子線照射鉄，非照射鉄のすべり面の結晶方位依存性。

の無依存となった。一方すべり面に及ぼす焼鈍効果については、まず非焼鈍鉄では $\psi = \chi$ 型であるが、130 K 焼鈍鉄では非照射鉄の $\psi = 0^\circ$ に近い型を示した。しかし 200 K 焼鈍鉄においてまた元の非焼鈍鉄の型となった。このように $\tau_y - \chi$ 及び $\psi - \chi$ 関係の挙動は互に良く対応性を持っており、それらの特性が焼鈍によって形成させられる照射欠陥集合体の特性と密接に関係していることが十分予想され得る。

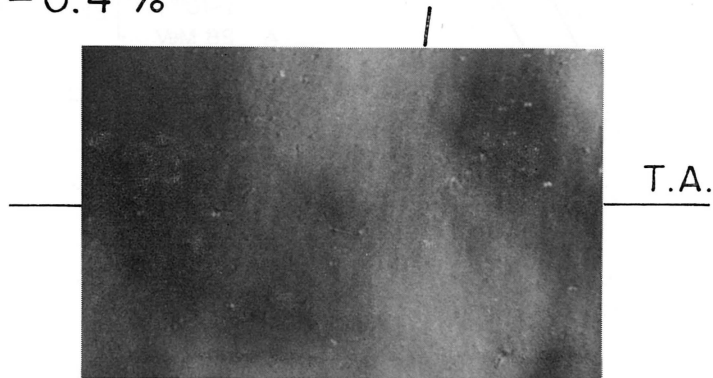
3.2. 照射合金鉄の特性

低濃度鉄合金単結晶の系統的实验は未だ十分なされていないが、今回使用した Fe-0.1, 1 at. % 合金及び 0.09, 0.52 及び 1.3 at. % Si 合金では、それぞれの溶質原子により非照射料は $\chi > 0^\circ$ 方位で固溶体軟化を起した。これは図 12, 13 中の非照射合金鉄の降伏応力の値を見ればわかる。一般に純鉄の $\chi = 12^\circ, 28^\circ$ における降伏応力は 210 MPa 及び 260 MPa である。このような非照射試料の塑性特性に対する電子線照射の効果が焼鈍曲線において図に示される。0.1 at. % Ni 合金では 77 K での軟化量は純鉄より少ないが 200 K 付近の硬化、その後の硬化の減少量は比較して大きい。1.0 at. % Ni 合金では照射による軟化は起らず、焼鈍においてもゆるやかな硬化の増加が 250 K 付近まで続いた。等時焼鈍曲線における硬化の減少が最大となる温度、例えば純鉄の 220 K に相当する温度は 0.1, 1.0 at. % Ni 合金に対し、それぞれ 240, 260 K ぐらいであった。一方 Si 合金においては、合金濃度の増加に対して、77 K での軟化は硬化に変化し、1.3 at. % Si 合金では 300 K 近くまで焼鈍温度を上げてても大きな硬化は一定であった。又、一般に照射による硬化度感受性は Si 合金の方が大であった。硬化の減少が起る温度は 0.1, 0.52 at. % Si で約 250 K, 1.3 at. % Si で 310 K であり、Ni

Strain dependence of slip plane

$\chi = 30^\circ$, 28 MeV, as irradi.

$\epsilon_p = 0.4 \%$



$\epsilon_p = 2.6 \%$

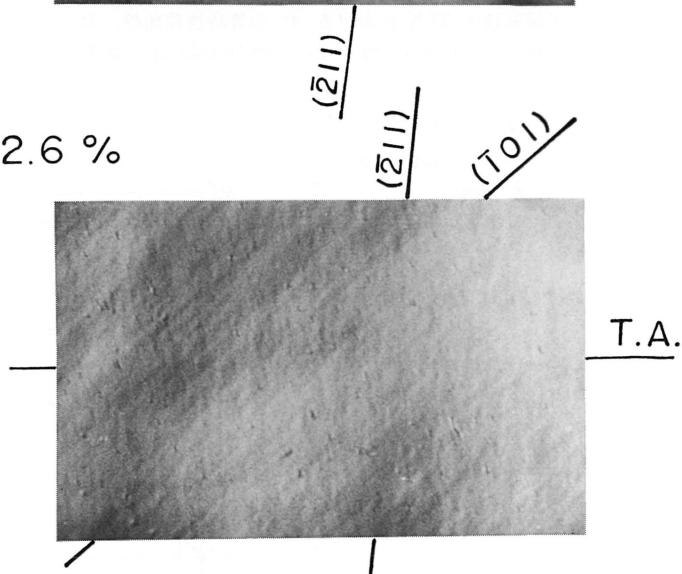


図8 28 MeV 電子線照射鉄におけるすべり面の変形量依存性.

合金と同様濃度増加に対し高温に移動する.

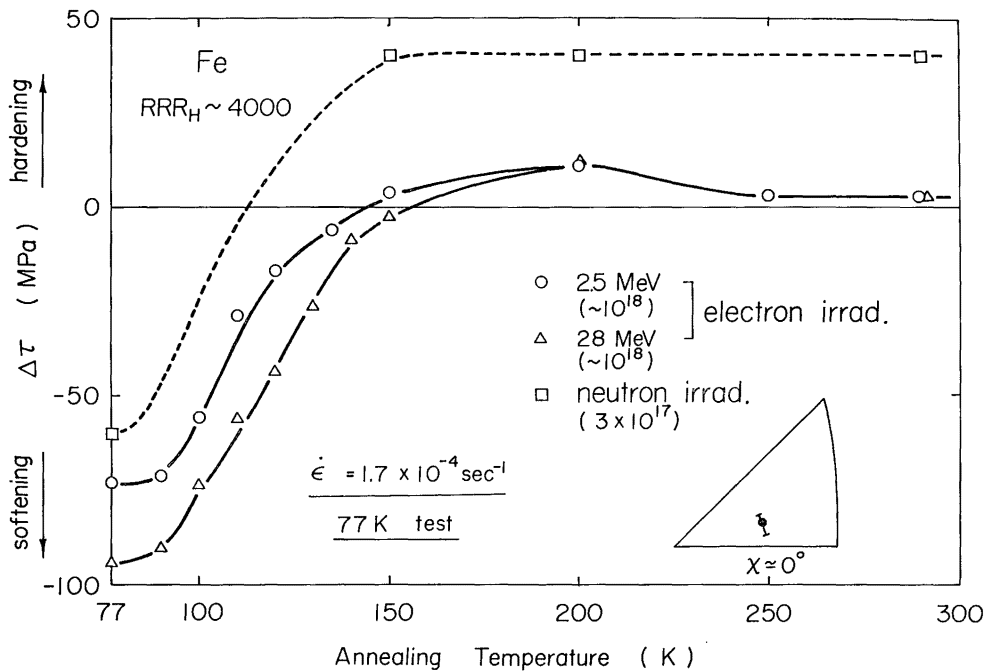


図9 電子線，中性子照射鉄の 77 K における $\Delta\tau$ の等時焼鈍曲線。 $\Delta\tau$ は 77 K での非照射鉄に対する降伏応力の相対的変化量を示す。すべり面の焼鈍による変化は無い。(101) 面がすべり。

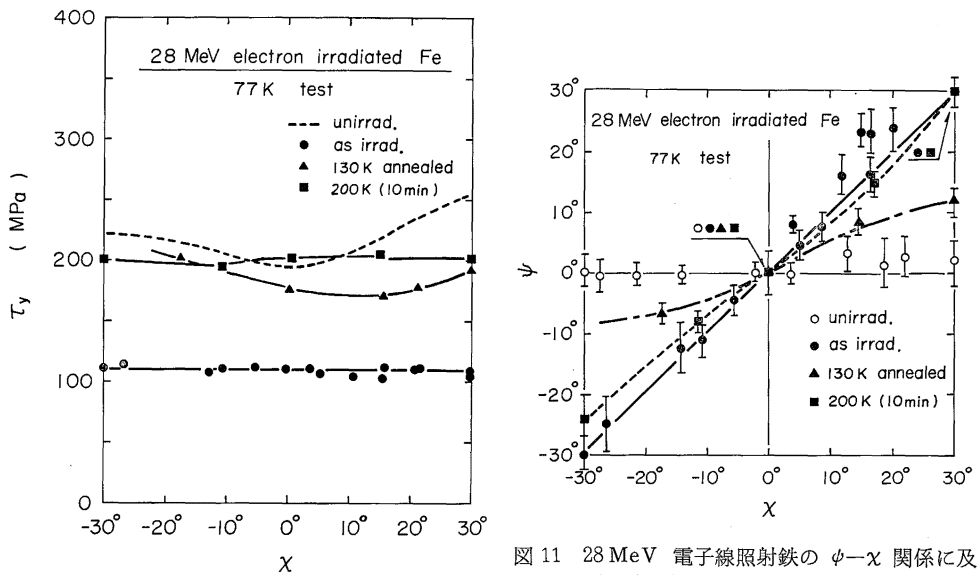


図10 28 MeV 電子線照射鉄の降伏応力の結晶方位依存性に及ぼす焼鈍効果。

図11 28 MeV 電子線照射鉄の ψ - χ 関係に及ぼす焼鈍効果。

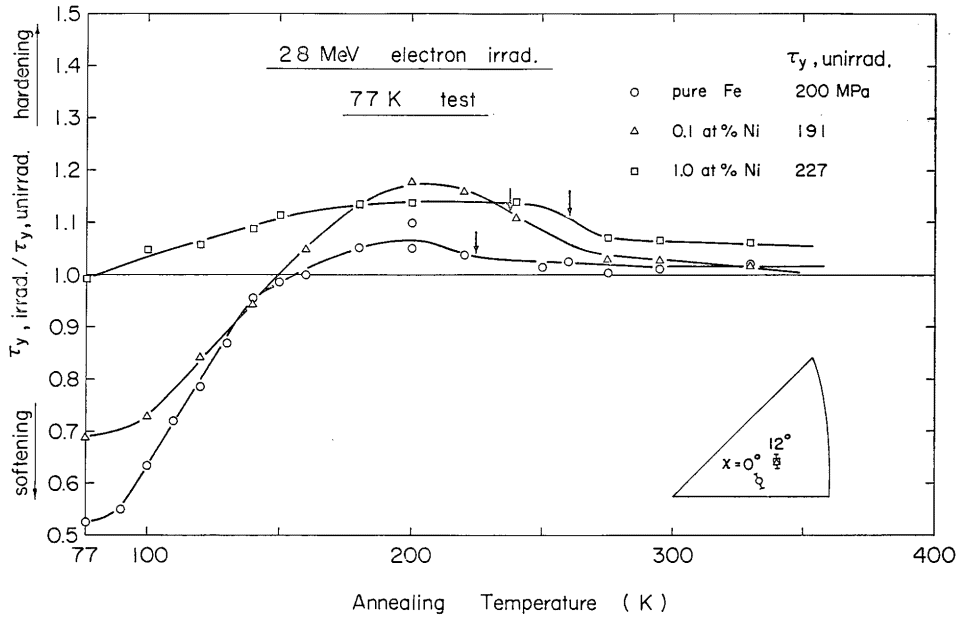


図 12 28 MeV 電子線照射された 0.1, 1.0 at. % Ni 合金鉄の 77 K における 4τ の等時焼鈍曲線。

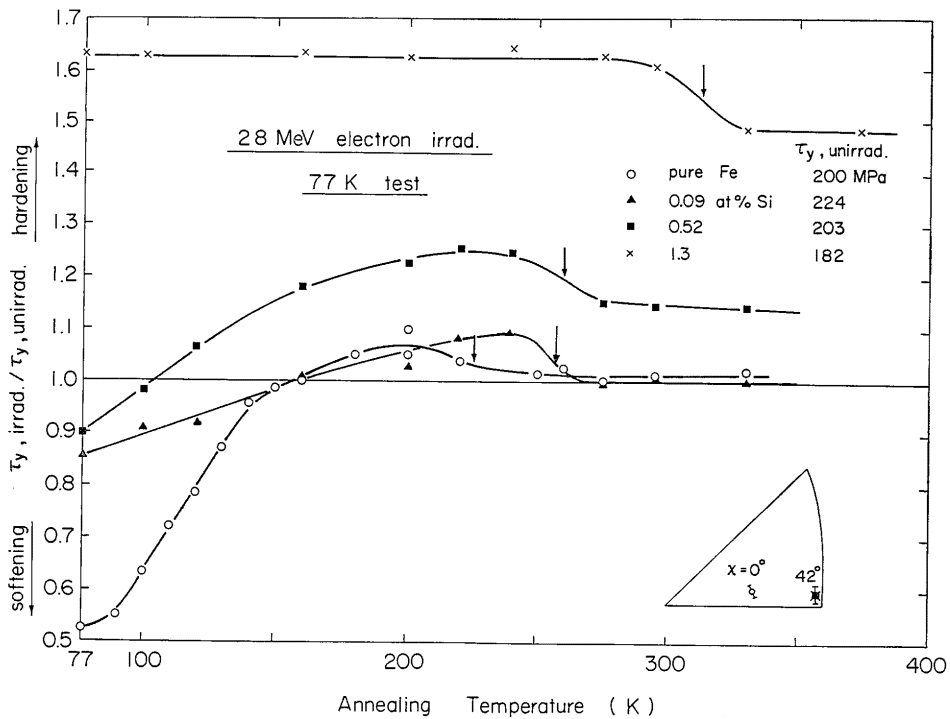


図 13 28 MeV 電子線照射された 0.09, 0.52 及 1.3 at. % Si 合金鉄の 77 K における 4τ の等時焼鈍曲線。

4: 考 察

4.1. 鉄の低温照射特性

4.1.1. 転位—自己格子間原子相互作用

本研究で得られた 77 K 照射鉄に対する 77 K 以下の温度域の引張特性は次の点で鉄の自己格子間原子による効果であると認められる．一つは使用された鉄単結晶は高純度 ($RRR_H \sim 4000$) であり，残留不純物量は極めて少ないこと，それに加えて前述したように，例えば図 14 の Schultz 等¹⁶⁾¹¹⁾ の電子線照射された高純度鉄 ($RRR_H \sim 5000$) の電気抵抗回復曲線を参照すればわかるが，鉄の自己格子間原子の大きな回復は約 90 K 付近から始まり約 100 K (I_D) あたりピークとなる．したがって今回の 77 K 照射鉄中には，より低温の close-pair I_A, I_B の 10 数%の回復を考慮しても，十分な量の格子間原子が存在し得る．ところで原子空孔と転位との相互作用は非常に小さいことが知られているが¹⁸⁾，後で述べる焼鈍実験に対する考察からもそれが裏付けられる．

まず降伏時の照射軟化の特性について整理してみると，軟化は実験結果から示されるように照射量に依存し，又 Merhii と Sato¹⁴⁾ の報告あるいは我々の最近の実験から結晶方位が多重すべり系か否か又予歪が与えられているか否かで大いに異なる．前者については軟化は照射量（あるいは格子間原子濃度）の増加と共に増加するが最大軟化量に関しては不明である．しかし我々の最近の実験では約 200

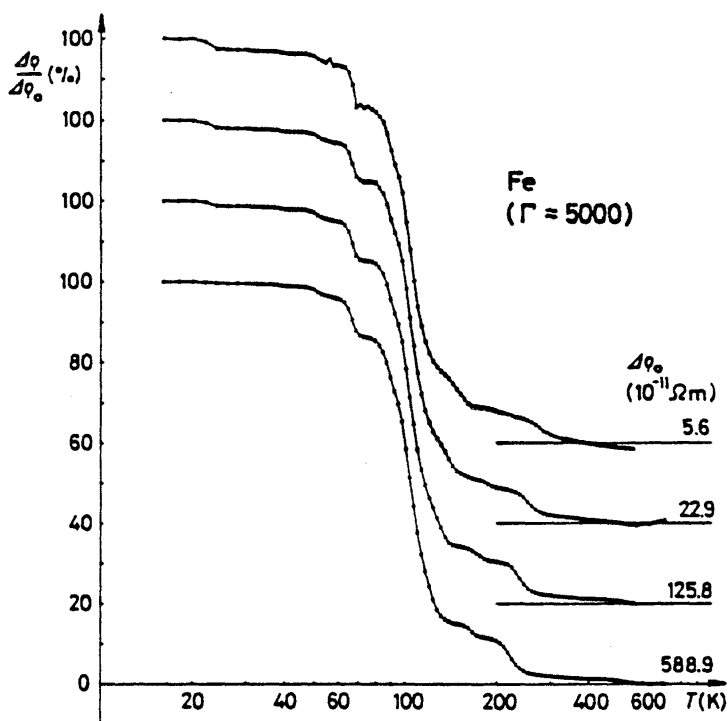


図 14 8 K で 3 MeV 電子線照射された鉄 ($RRR_H = 5000$) の電気抵抗回復曲線.

appm F.P. の濃度で軟化はさらに進行し、 $\alpha=0^\circ$ の方位で降伏応力は 96 MPa (52 %の軟化) を示した。一方後者については多重すべり系の方位、あるいは単一すべり系の方位でもより多くの予歪が与えられたものは、特に低照射量の場合において軟化量は極めて減少し、変形による軟化の回復速度も速い。100 at. ppm F.P. の高濃度になればこの依存性はほとんどない。この事実は巨視的降伏（らせん転位の運動が始まる応力レベル）前の格子間原子濃度の低下、枯渇を意味する。このような現象は、降伏前に可動な非らせん転位によるすべり面上の格子間原子のある種の sweeping away 機構かその吸収機構があること示す。これはらせん転位の吸収機構とは異なるかもしれない。高濃度の場合は降伏時にらせん転位の運動を十分容易にするだけ量は残されているものと考えられる。このような軟化減少に関する二次的要因も転位-格子間原子相互作用においては非常に重要な問題となるが、ここでは転位として降伏あるいは流動応力を支配するらせん転位について考えてみる。

らせん転位-自己格子原子型相互作用は、従来 Sato と Meshii⁸⁾ 及び Arsenault 等⁹⁾ により弾性相互作用の立場から論じられており、彼等の理論では格子間原子を固溶体合金元素と考え、固溶体軟化の問題として展開されている。つまり体心立方格子中のらせん転位はその結晶構造（転位芯の問題）に由来して高いパイエルス障壁を持ち、これをキンク対形成と引き続いて起るキンクのらせん転位線方向の運動の過程で乗り越える。この場合格子間原子の存在は、その大きな歪場ゆえにらせん転位の応力場と強い相互作用（パイエルスポテンシャルの局所的低下）を行ない、より容易にキンク対形成を行なうことを助ける。つまり低応力下での運動を促進する。このことかららせん転位に対する抵抗はキンク-格子間原子相互作用で決まる。非らせん成分からなるキンクは、体心立方金属に特徴的な方位依存性を持たず、したがって依存性のない τ - α 関係（図5）を示すことになると考えられる。キンク対形成の熱活性化過程に対する自己格子間原子の寄与は、温度の減少に伴ない熱的擾乱そのものが低下するため、絶対零度では消失する⁸⁾。したがって 77 K 以下のより低温では種々の軟化に関係する特性は高温のそれに比べ弱められ、より非照射的側面が出てくると考えられる。このように従来の理論から照射軟化のある程度の説明あるいは推論はなされ得るが、次の点でこれら固溶体硬化軟化理論は適用できない。低エネルギー電子線照射鉄では 4.2 K で硬化も軟化も見られないのに対して、同じ侵入型の炭素、窒素を含む鉄合金¹⁹⁾ においては 4.2 K で大きな硬化が生じる。又格子間原子のらせん転位吸収機構については転位芯の問題であることから取り扱えない。前者の問題に関しては Kitajima 等²⁰⁾ により相互作用時における点欠陥の移動の問題として議論された。従来の理論のように侵入型溶質原子と同じ点欠陥と考え、それらの相違を misfit strain の大きさにもたせるならば、より大きな歪²¹⁾ をもつ格子間原子が 4.2 K で大きな硬化を引き起すはずであるが、実験事実は逆である。又軟化に対しては格子間原子の寄与（77 K~90 K で 50 %の軟化）は侵入型溶質原子のそれ（200 K で最大 25 %の軟化）²¹⁾ よりも大きく、歪の大きさに依存し合理的と思われる。これら硬化軟化の矛盾は、相互作用において点欠陥の移動を考慮すれば明らかになると思われる。すなわち相互作用エネルギーが各々の点欠陥の移動エネルギーよりも大である場合には移動が起き硬化の寄与は無くなる。一方逆の場合には、例えば反発型相互作用の場合相互作用力によりらせん転位自身が交差すべり面にキンク対を形成する。この時、らせん転位上にジョグが形成され得る。ジョグの抵抗は 4.2 K の降伏応力の増加に寄与する。し

たがって前者の立場は格子間原子 ($E_m \sim 0.3 \text{ eV}$) に後者のそれは例えば炭素 ($E_m \sim 0.9 \text{ eV}$) 等に対応すると考えられる。又後者の考えについては次のような議論もなされ得る。キンク運動に対する点欠陥の影響としては、キンクのパイエルス障壁は小さいため、それらの相互作用では抵抗となる。格子間原子の場合、先述したように軟化域ではその降伏応力に一致することが予想されるが、極低温では、その容易な移動のため抵抗とならず、むしろキンク対形成応力が高くこれが変形を律速する。一方侵入型不純物の炭素、窒素原子においては低温ではキンクの大きな抵抗（移動が起き難い）となり、すなわちキンクの易動度の減少のためにらせん転位上の異なる部分で隣接する $\{110\}$ 面上のキンク対形成頻度が高まる。これが多くのジョグを生成させる要因（硬化）となると考えられる。さて第2の問題の格子間原子吸収の問題は、弾性論的立場のみからは論じられない。相互作用はおそらく弾性相互作用部分（長距離での相互作用）及び転位芯との相互作用（近距離での相互作用）の二面を持っている。実際らせん転位のすべり面上に目標の格子間原子がなければ前者の相互作用が有力となるが、長いらせん転位上ではどこかで直接格子間原子と遭遇する可能性は非常に高い。この場合、転位芯との相互作用が直接生じる。この問題はモデル結晶を用いた計算機シミュレーションの手法で求めることができる。絶対零度の条件下であり、有限温度の問題は解けないが、最近の Tsutsumi 等²²⁾の結果では応力下でらせん転位が格子間原子に近づいて来ると転位線の一分は引き寄せられ、小さなキンク対が形成されるがそのキンクの転位線上の運動は起らず、格子間原子が転位芯に入るところから格子間原子の $\langle 110 \rangle$ 方位はらせん転位のバーガースベクトル方向 $\langle 111 \rangle$ に再配列する様子を示す。さらに、格子間原子位置を通過時には、逆にこの部分が遠くの転位部分から取り残され、 $\langle 111 \rangle$ 再配列を起し、らせん転位はこの位置より逃さかる。相互作用は引力型であることがわかる。この絶対零度の計算結果では格子間原子はキンク対形成を起すがらせん転位の運動を助けることはできない。又格子間原子が転位芯にとり込まれる時には局所的に芯構造は乱れ、芯構造の範囲が広がる。しかし、格子間原子の転位への吸収は起らない。この結果は、むしろ 4.2 K における我々の実験結果を支持する。もし計算機シミュレーション実験で熱的擾乱の効果が取り入れられれば、 $\langle 111 \rangle$ 再配列時における芯への吸収過程が見られるかもしれない。とにかく転位芯との直接的な相互作用は非常に強いことが理解できた。又、格子間原子吸収問題に関しては、Thomson の報告²³⁾を利用できる。彼は原子空孔—らせん転位相互作用において空孔は四つのキンクに分解することを示しました。実際は、その相互作用は小さいと考えられるが、格子間原子にこの考えを適用すると相互作用の強い格子間原子においても基本的には複数のキンクが異なる $\{110\}$ 面に形成されることが期待され得る。言い換えれば、外力の元で最もキンク対形成エネルギーの低い面がすべり面となる、すなわち、応力の軟化、基本的な $\{110\}$ すべり面上の交差すべりによる最大せん断応力面指向のすべり及びキンクの応力下での運動の結果としての格子間原子消滅等が説明される。

以上種々の理論、モデル計算はそれぞれ軟化特性の一側面を説明することができたが、統一的に論じる所までには致っていない。今後のより一層の理論的發展が期待される。

4.1.2. 転位—格子間原子集合体型相互作用

従来の極低温照射実験による照射欠陥の回復挙動に関しては、図 14 でわかるように鉄のステージ I 回復は 20 K から 140 K まで拡っており、 $I_{D2}=106 \text{ K}$ までの回復は close-pair によるものである。

又 $T_E=122\sim 144\text{ K}$ で自己格子間原子の free migration が起る. ステージ II ($140\text{ K}\sim 220\text{ K}$) では格子間原子の集合体が形成され, ステージ III の回復は $\sim 220\text{ K}$ で起り, 原子空孔の移動と見られている¹⁶⁾¹⁷⁾. 一方我々の転位と照射欠陥の相互作用から見た回復挙動 (図 9) はほぼ上述のステージに対応する. すなわち約 150 K までの軟化の連続的な減少 (ステージ I), 150 K から 220 K 近くまでの硬化 (ステージ II), 約 220 K 以上での硬化の減少 (ステージ III). ステージ I の軟化の減少は close-pair 回復による格子原子濃度の減少によるものである. すなわち低照射量試料の塑性的側面が現われる. このことはステージ II 開始前の 130 K で焼純した試料に対する $\tau_y-\chi, \phi-\chi$ 関係 (図 10, 11) に示されている. ここでは格子間原子濃度の減少に伴い, concave 型 $\tau_y-\chi$ 関係, $\phi=0^\circ$ 及び $\phi-\chi$ 中間に位置する $\phi-\chi$ 関係を与える. つまり低照射量の 2.5 MeV 照射の結果に酷似する.

ステージ II では現在のところ格子間原子の集合体の規模は不明であるが, その転位との相互作用の様式には自己格子間原子のそれと共通性, 相違性がある. 図 10, 11 におけるステージ II の終末の 200 K 焼純実験から, 相違性としての応力の硬化 (軟化を示さない), 及び共通性としての結晶方位依存性のない $\tau_y-\chi$ 関係と $\phi=\chi$ の関係である. この場合の相互作用の詳細については次のことが推論される. キンク対形成に際しては, 集合体の回りのより大きな歪場で対形成を助けるあるいは転位芯との直接的相互作用で, 集合体の分解, 転位への吸収が起るかもしれない. とにかくこの場合はキンク対形成は助けられる. $\tau_y-\chi, \phi-\chi$ 関係より一方キンク運動に対しては, 集合体の移動がおそらく考えられないことから抵抗となる. この場合実験では硬化を示すことから, らせん転位の運動 (降伏応力) を律速しているのはキンク-集合体相互作用であろう.

ステージ III では II での硬化が減少し, 照射効果がなくなってしまうが, これは格子間原子集合体の規模が小さくなり, キンク運動に対する抵抗が小さくなるためであると考えられる. この規模縮小の原因は原子空孔-集合体反応によるとするのが最良の考えであり, 他の回復実験における考え¹⁵⁾ ととも一致する.

以上の今回の実験事実, 種々の議論から, らせん転位と点欠陥の相互作用の可能な様式を下にまとめてみた.

1) 点欠陥の移動を伴わない相互作用

a) 点欠陥の消滅が無い相互作用

点欠陥として低温での侵入型溶質原子その集合体又より大きな照射欠陥集合体

b) 点欠陥の分解, 消滅の生じる相互作用

点欠陥として小さな照射欠陥集合体

2) 点欠陥の移動を伴う相互作用

a) 点欠陥の消滅がない相互作用

点欠陥として水素, ヘリウム及び高温での侵入型溶質原子

b) 点欠陥の分解, 消滅が生じる相互作用

点欠陥として自己格子間原子, 原子空孔

4.2. 合金鉄の照射特性

置換型合金元素 (Ni, Si) の添加により 77 K での軟化量が減少することが実験的に示された。一方 Abe¹⁹⁾ の 185 at. ppm 炭素を含有する合金鉄では、相対的な軟化量は、純鉄のそれと同じある。侵入型合金鉄の系統的な実験は無いが、置換型合金元素の軟化への影響はより大きい。この事実は、明確な説明は与えられないが、侵入型の場合には溶質原子と格子間原子が個別に作用していることが定性的に言える。一方置換型では、溶質原子と格子間原子の協力作用が降伏応力を決めているように思われる。すなわち特に under size の Si は、格子間原子との結合が強く、77 K 以下での鉄格子中での照射によって導入された侵入型 Si の回復挙動については不明であるが、圧倒的に多い鉄の格子間原子の I_A, I_B 回復時に形成される鉄の格子間原子と Si の complex (mixed dumb-bell) が重要と思われる。100 K 以上の焼純実験から多くのこの complex が形成されるが、この時の軟化回復は純鉄に比べて速く、又より高濃度の 1.3 at. % Si 合金では硬化のみであることから、77 K におけるより低濃度合金の軟化は主として鉄の格子間原子によるものと考えられる。又この際 complex はキソクの運動に大きな抵抗となることが理解される。77 K で形成されている complex の量は当然合金濃度に依存して増加し、実験での軟化量の抑制を支持する。Ni の場合については、鉄よりもわずかに under size にあることからその効果はより大きくない。

低濃度合金鉄の照射回復挙動に関する研究はほとんど見当たらないが、今回の塑性的アプローチによれば、Ni 合金、0.09, 0.52 Si 合金の場合には、純鉄の回復曲線に類似しており、鉄格子の回復挙動が主役を演じているように思える。一方、1.3 at. % Si 合金の場合については、単純ではなく、mixed dumb-bell の挙動が最も重要と考えられる。回復時に順次形成される mixed dumb-bell がどの温度で移動が起き、どのような集合体を形成するのかは不明である。

一方、同じ回復曲線上に現われる硬化の減少は、これを純鉄では原子空孔の移動によるものと考えたが、純鉄と同じ立場を取るならば、合金添加により、原子空孔の移動開始温度はより高温に移行することになる。しかし mixed dumb-bell の種々の回復特性が十分明らかにされていない現状では一つの推論でしかない。このように実際面で重要である合金中の各種照射欠陥の基本的な挙動は現段階で極めて不明であり今後の一層の系統的研究が待れる。

謝 辞

本研究の遂行に当り、研究の機会を与えて頂いた上、常に御討論、御指導を頂いた北島、吉田両教授に厚く感謝いたします。また安部助手には実験的な面での援助及び御討論を頂き感謝いたします。高純度鉄、合金鉄の作製に御尽力下さいました宮本技官に対しても感謝いたします。さらに最後になりましたが照射実験に際し多大な労力をおかけしました京都大学原子炉実験所の照射グループの方々、また日本原子力研究所高崎研究所の方々にも厚く御礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) D. Hull and J. L. Magford, Phil. Mag., 3 (1958) 1213.
- 2) A. Sato, T. Mifune and M. Meshii, Proc. 2nd Inter. Conf. on Strength of Metals

- and Alloys, Amer. Soc. Methal Park, Ohio, (1970) 747.
- 3) G. Groh, F. Varoni and P. Moser, Proc. Inter. Conf. on Defects and DefectClusters in BCC Metals and Alloys, (1973) 19.
 - 4) 北島一徳, 安部博信, 九大応力研究報 No. 40, (1972) 409.
 - 5) S. Takamurs, K. Kitajima, K. Abe and S. Okuda, Scripta Met., **11** (1977) 597.
 - 6) J. Nagakawa, M. Meshii and B. A. Loomis, Scripta Met., **13** (1979) 241.
 - 7) Y. Aono, H. Abe, E. Kuramoto and K. Kitajim, to published.
 - 8) A. Sato and M. Meshii, Acta Met., **21** (1973) 753.
 - 9) R. J. Arsenault and T. W. Cadman, Proc. Inter. Conf. on Defects and Defect Clusters in BCC metals, (1973) 41.
 - 10) S. Takamura, K. Kitajima and H. Abe, Scripta Met., **14** (1980) 247.
 - 11) Y. Aono, E. Kuramoto and K. Kitajima, Rep. Res. Inst. Appl. Mech. **28** (1981) 127.
 - 12) K. Kitajima, Y. Aono and E. Kuramoto, Scripta Met., **15** (1981) 919.
 - 13) Y. Aono, K. Kitajima and E. Kuramoto, Scripta Met., **14** (1980) 321.
 - 14) M. Meshii and A Sato, Proc. Inter. Conf. of Fundamental Aspects of Rediation Damage on Metals, (1975) 984.
 - 15) 安部博信, 九大応力研究所 No. 57 (1982) 595.
 - 16) H. Schultz, Yamada Conf. V on Point Defects and Defects Interaction in Metals, (1982) 183.
 - 17) H. Kugler, T. A. Schwirtlich, S. Takagi, U. Ziebart and H. Schultz, Yamada Conf. V on Point Defects and Defects Interaction in Metals, (1982) 191.
 - 18) M. S. Bapna and M Meshii, phys. stst. sol., **40** (1970) 725.
 - 19) 青野泰久, 学位論文
 - 20) K. Kitajima, Y. Aono, H. Abe and E. Kuramoto, 5th Inter. Conf. on Strength Metals and Alloys, (1980) 171.
 - 21) N. Tsukuda and Kitajima, Yamada Conf. V on Point Defects and Defect Interaction Metals, (1982) 171.
 - 22) 堤 哲男・私信
 - 23) R. M. Thomson, Fundamental Aspects of Dislocation Theory, (1970) 359.

(昭和59年5月31日 受理)