アルミニウム及びその合金の諸性質に及ぼす 含有ガスの影響 (第5報) 下部組織に關聯する二, 三の現象*

岩 村 霽 郎** 鹽 田 信 雄** 小野崎長英**

Hareo Iwamura, Nobuo Shiota and Choei Onozaki: Effects of Gas on the Properties of Aluminium and Its Alloys(5th Report) Some Phenomena Relating to Subboundary Structure. A microscopic study on the structure of aluminium single crystal produced by the critical strain method was carried out with the etching solution of P. Lacombe. We recognized, by inserting in hydrogen gas, the considerable change in the structure, when uniform and non-uniform deformations or the heat treatment were done.

The results of the experiment may be summarized as follows:

(a) Etch pits of pure aluminium single crystal are smaller than those of the crystal prepared from the molten metal into which the water vapour is blown.

(b) The specimen cold-worked by about 60 per cent in reduction reveals the sub-boundaries, and the sizes of the sub-boundary become larger with an increase of the volume of the occlude hydrogen gas.

(c) A weakly deformed specimen including hydrogen gas often reveals sub-boundaries by annealing for 20 hours at 620°C.

(Received October 26, 1950)

I. 緒 言

加工試料を再結晶温度以上に數時間保持した場合に含有されるガスの多少に應じて試料表面に蝕肌の發生することを前報で報告したが⁽¹⁾, これに伴つて内部状態も變化していることは當然である。一般の金屬單結晶はモザイク・ブロックを單位とする下部組織(sub-grain)の集合として構成されている。この下部組織が再結晶の機構と密接な關聯性を有していることについては最近多くの報告がなされており⁽²⁾, 著者等も一部の實驗と考察を行つた⁽³⁾, 本文では主として均一なまたは不均一な加工条件下でアルミニウムの單結晶の下部組織が水素ガスの存在によつて可成り變化していることが顯微鏡的に認められたので, こゝに總括して報告する。

II. 實 驗 方 法

前報と同様に熔融アルミニウムに5及び15sec間水蒸氣吹込を行つた後, 歪加熱法で製作した單結晶試料を過飽和素酸(sp. gr. 1.52) 220 cm³, 無水醋酸 780 cm³ の電解液によつて電解研磨した後, 最初鹽酸, 硝酸及び沸酸の割合を約 10:5:1 に採つた腐蝕液を使用して見た。この腐蝕液は可成り腐蝕速度が遅くてしかも表面の一部を局部的に深

く腐蝕して面方位の決定等には好都合であるが (Photo. 1 (a) & (b)), しかし etch pits とによる下部組織の検討等には不適當である。何故ならば, 下部組織の境界を形成するものは轉位列であると考へられ⁽⁴⁾, そこでは必然的に他の部分よりも高いエネルギー状態にある筈であり, これ

(a) $\times 128$
Surface of Al Single Crystal Etched with a Mixture of Hydrochloric Acid, Nitric Acid and Hydrofluoric Acid, (10:5:1). Photo. 1

(b) $\times 128$
Surface of a Cold-worked Specimen Etched with the Same Etching Solution as in Photo 1(a).

が瞬時的に腐蝕される場合において始めて轉位列のみを顯微鏡的に現出することが出来るわけである。

それ故に Lacombe の使用した腐蝕液, 即ち 發煙硝酸 47 cm³, 鹽酸 50 cm³, 沸酸 3 cm³ の混液⁽¹⁾によつて軽く腐蝕した後に顯微鏡的觀察を行つた。

III. 實 驗 結 果

(1) 電解腐蝕: この場合 Photo. 2 の如く所謂, 網目組

(4) P. Lacombe, Rep. Conf. Strength. Solid., (1948), 91.

* 茨城大學工學部

** 1950 年9月本會北海道大會に發表

(1) 本誌, 14(1950), 16

(2) 例へば R. W. Cahn, J. Inst. Metals, 76(1949), 121; Guinier & Tennevin, Compt Rend, 226(1948), 1530; C. G. Dunn, J. Metals, Feb(1951).

(3) H. Iwamura & N. Shiota, J. Phys. Soc. Japan, 6(1951), No 4; N. Shiota, J. Faculty. Eng. Ibaraki Univ., 3(1951), 114.

織 (veining structure) に類似の形状を示すことがある。(a) は純アルミニウム、(b) は 15 sec 水蒸気吹込試料で網目が細かい。(c) は (a) 試料に 0.5% の伸長を與えたもので略々 (a) と (b) との中間程度の形状を示している。

(a) Veining Structure of Pure Aluminium when Electrolytically Etched.

(b) The Specimen Including Hydrogen Gas Under the Same Condition as (a)

(c) Electrolytically Etched Surface of Pure Aluminium. Elongated by 0.5 per cent.

Photo. 2 $\times 128$

(2) 均一加工變形: 單結晶製作のままで腐蝕孔が at random に散在している (Photo. 1 a)。これは個々のモザイク・ブロックの偏位度が極めて小さいため、即ち境界における轉位列によつて生ずる歪力が加工試料または加工試料の再結晶過程において生起される歪力よりも小さいため⁽⁵⁾、試料全面に均一な腐蝕が行われるものと考えられる。Photo. 3 (a) は純アルミニウムに 0.5% の伸長を與えた試料の腐蝕孔で、(b) の 15 sec 吹込試料に比して各 etch pit は小さい。また、いずれの場合にも試料面上に多數の層狀線が現われる。これは單結晶のみ、あるいは弱加工の面にしばしば認められる現象で、試料自體と本質的な關係を持つものゝようであるが未だ確定しない。次に 60% の強加工を與えた試料の腐蝕孔を驗べると Photo. 4 (a) 及び (b) の如きものが得られた。(a) 及び (b) は熔

融狀態でそれぞれ 5 及び 15 sec の水蒸気吹込試料である。水蒸気吹込量の増加に伴つて、下部組織と見做される腐蝕孔列よりなる粒界は擴大している。

(a) Etch Pits in Single Crystal Etched with a Mixture of Aqua Regia and Hydrofluoric Acid (47 % Fuming HNO_3 , 50 % Pure HCl and 3 % HF) After Being Stretched 0.5 per cent.

(b) Etch Pits in a Single Crystal into which the Water Vapour was Blown for 15 sec. in the Molten State.

Photo. 3 $\times 128$

(a) Blown for 5 sec. (b) 15 sec. Sub-boundaries are Formed by the Etch Pits of Aluminium Including Hydrogen Gas After being Reduced by 60 per cent.

Photo. 4 $\times 128$

上述の Photo. 3 (b) 及び 4 (a) の二試料をそれぞれ 620° において 44 hr 及び 20 hr 保持した後に再び電解研磨して腐蝕孔を現出せしめたものが Photo. 5 (a) 及び (b) である。即ち、Photo. 4 (a) $\rightarrow$ 5 (b); 下部組織を構成する腐蝕孔列の崩壊と移動。Photo. 3 (b) $\rightarrow$ 5 (a); 腐蝕孔自體の微小化、多數化 $\rightarrow$ 純アルミ單結晶の腐蝕孔への近接という如き二つの傾向が認められる。

(3) 不均質變形: 僅かなしかも適當した撓屈試験によつて變形された試料を熱處理後に腐蝕して更に撓げ返した試料では、 π 帯に略々直角に (我々の實驗では約 $84 \sim 5^\circ$) 美事な腐蝕孔列の形成されているのが Cahn によつて確

(5) 著者、本誌投稿中; N. Shiota, J. Faculty. Eng. Ibaraki. Univ., 3(1951), 121.

められた⁽²⁾水素ガスが介在した場合には腐蝕孔による境界(sub-boundary)が形成されると同時に迂り帯の発生が不明瞭になる傾向がある⁽³⁾。曲率半径は約 5 m, 偏位度

(a) The Sizes of Each Pit in Photo. 3 (b) The Sub-boundaries of Photo. 4(a) Have a
(b) Become Smaller and the Spacing Narrower by Annealing for 44 hr at 620°. Tendency of Slightly Disintegration hr Annealing Process for 20 hr at 620°.

Photo. 5 $\times 128$

0.014 Rad. で操作時間は約 1 hr. であつた。これ以上長時間の偏位を與えても、またこの試料を 620°, 10 hr 保持

した場合にも、腐蝕孔には單結晶の儘の試料と何等變化は認められなかつた。これは變形が表面層のみに誘起され、これが腐蝕液によつて除去された結果であると想われる。何故ならば上述の試料は抗張力結果において電解研磨試料より常に稍々高い値を示している如くである。

IV. 總 括

以上の結果から一應次のことが結論される。單結晶の儘でも局所的歪力が水素原子の介在によつて増大する結果、腐蝕孔自體の形状も大きくなる。60% 程度の強加工を與えた試料では水素原子の存在によつて下部組織と見做される腐蝕孔列の境界を示し、水素介入量の増加に伴つてその粒界は擴大する。それらの腐蝕孔は高温加熱に伴つて移動することが認められる。曲げ試験における如き不均質な内部歪力の加熱除去に伴つて水素含有試料で腐蝕孔の直線的な配列を採り難い事實は、水素原子に依存する既存内部歪力の存在が第一に考えられる。なお 60% 程度の強加工試料が電解研磨操作温度で下部組織を現わすことは、數%の變形後に高温處理を施した際に屢々(特に水素含有試料において著しい)下部組織を示すことと何ら本質的な差はないものと考えられる。