塩の中で浸けい層が生成されることになり、浸けい層の生成にはMOの存在が大きな影響を及ぼしていると考えられる。そこでMOとして市販の化学用BaO粉末を使用し、SiあるいはSiC 40%, BaO 10%, KCl 25%, およびNaCl 25% からなる熱浴で浸けい層が生成されるかどうか検討した。Photo. 5は1000°C 5 hr 処理したS15CKの場合で浸けい層が明らかに生成されている。(a)のSiの場合にはその試料の重量減少が処理前と比べて $2.4 \times 10^{-3}\%$ とときわめて小さかった。また処理時間の増大とともに浸けい層厚さも増大した。したがって浸けい機構としては中性塩浴に存在するMO、すなわち Na_2CO_3 では Na_2O 、 K_2CO_3 では K_2O 、が浸けい作用を促進すると考えることが妥当のようである。

IV. 結 論

Siと炭酸塩(K_2CO_3 , Na_2CO_3 , Li_2CO_3 , SrCO_3 , BaCO_3)、中性塩(NaCl, KCl)からなる熱浴へ鉄鋼を浸せきすることによって炭素とけい素を同時に浸透させる炭けい化処理について検討した。得られた結果はつぎのようなことであった。

(1) SiあるいはSiCと中性塩からなる熱浴へ鉄鋼を浸せきすると表面にうすい浸けい層が生成される。SiCを含む熱浴では浸炭現象も認められる。

(2) Si, 炭酸塩および中性塩からなる熱浴では鉄鋼へ炭素とけい素が同時に浸透し、表面には浸けい層が、その内側には浸炭層が生成された。この同時浸透では炭酸塩として K_2CO_3 および Na_2CO_3 が望ましい。

炭素およびけい素の同時浸透機構としては、つぎのよう

な浸炭と浸けいの機構が同時に行なわれる過程を考えた。すなわち、炭酸塩は高温においては

のように熱分解を行ない、この CO_2 とSiとの間に

のような反応が行なわれ、このCOによって浸炭がおこる。残余のSiは式(1)のMOの存在によって浸けい作用が促進され、浸透する。

(3) 炭素とけい素の同時浸透にもっとも望ましい浴組成はSi 15%, Na_2CO_3 10%, K_2CO_3 25%, KCl 25% およびNaCl 25% で浸けい層にはわずかに孔が認められ、そのけい素濃度は約12%から6%へと濃度勾配がある

この研究を行なうにあたり試料の化学分析、X線エミッシェンアナライザーに関して(株)不二越、蜂須賀武治氏、永田 寛氏に、X線マイクロアナライザーについて富山大工学部 中谷訓幸氏にお世話になりました。ここに厚く感謝いたします。また有意義な御助言をいただきました金沢大工学部 関 文男教授、上田益造教授に、実験に熱心にご協力いただきました石川工業高専 和多利典子氏に、厚く感謝いたします。

文 献

- (1) 細川一夫, 上田益造, 関 文男: 金属学会誌, **38** (1974), 1122.
- (2) 細川一夫, 西村展明, 上田益造, 関 文男: 金属学会誌, **36**(1972), 418.
- (3) 三谷裕康, 大西正己: 金属学会誌, **26**(1962), 161.
- (4) 鹿田幸生, 横山時雄, 鹿内 聡: 金属学会誌, **37** (1973), 815.
- (5) 加瀬 勉: 金属の研究, **12**(1935), 397.

亜鉛の転位腐食孔

頓 田 英 機* 後 藤 卓 史**
中 島 裕 生*** 川 崎 頼 雄*

Hideki Tonda, Takushi Gotoh, Yuusei Nakashima and Tatsuo Kawasaki: Etch Pits at Dislocations in Zinc. Four etchants revealing both fresh and old dislocations as etch pits in zinc (99.999%) crystals were developed. (1) G solution: The chemical composition by volume is 190 parts CH_3COOH , 10 parts 35% H_2O_2 , 1~2 parts 36% HCl, and 50 parts H_2O . This etchant produced etch pits with rhombic shapes and those with arrowhead-like shapes on $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ and $\{3\bar{2}\bar{1}0\}$ surfaces, respectively. (2) K solution: The composition is 95 parts HCOOH and 5 parts 35% H_2O_2 . Etch pits developed on $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ surfaces in this solution were rectangular. (3) N solution: The

* 熊本大学工学部金属工学科(Department of Metallurgy, Faculty of Engineering, Kumamoto University, Kumamoto)

** 熊本大学工学部, 現在: 熊本大学大学院(Faculty of Engineering, Kumamoto University. Present address: Graduate School, Kumamoto University, Kumamoto)

*** 熊本大学工学部, 現在: 東京工業大学大学院(Faculty of Engineering, Kumamoto University, Kumamoto. Present address: Graduate School, Tokyo Institute of Technology, Tokyo)

composition is 40 parts CH_3COOH , 10 parts 35% H_2O_2 , one part 36% HCl , and 20~40 parts H_2O . This produced two kinds of etch pits on $\{10\bar{1}0\}$ surfaces, that is, light(rectangular) and dark(lenticular) pits corresponding probably to basal and non-basal dislocations, respectively. The addition of a small amount of $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, surfactants, etc. to N solution modified the shape of etch pits. (4) T solution: The composition is 10~30 parts CH_3COOH , 10~30 parts 35% H_2O_2 , 1~3 parts 36% HCl , and 1000 parts H_2O . This yielded etch-pits or-grooves on $\{0001\}$ surfaces corresponding to non-basal dislocations.

(Received September 4, 1974)

I. 緒 言

亜鉛において転位と対応する腐食孔を形成させる液には Brandt et al.⁽¹⁾, Sinha et al.⁽²⁾⁽³⁾, Gilman⁽⁴⁾ および Mikuriya et al.⁽⁵⁾ のものがある。これらの腐食液は腐食孔形成のために、Cd, Cu, Hg などの異種金属原子による転位デコレーションを必要とするし、形成された腐食孔は直線的なかつ明瞭な縁をもたない。Johnston ら⁽⁶⁾ が LiF を、そして Young⁽⁷⁾あるいは北島ら^{(8)~(11)} が Cu を用いて、個々の転位の運動を詳細に追跡し、降伏機構などを明らかにすることができたのは、これらの結晶ではデコレーションを必要としないエッチピット法が確立されていたからである。本実験では、LiF⁽⁶⁾, Cu⁽¹²⁾⁽¹³⁾, Ag⁽¹⁴⁾ などで確立されている腐食液と同じようにデコレーションを必要とせず、しかも鮮明な腐食孔を出現させる亜鉛の腐食液を開発することを目的とした。

II. 実験方法

純度 99.999% の亜鉛を内径 20 mm の硬質ガラス管に真空 ($\sim 10^{-3}$ mmHg) 封入し、ブリッジマン法により引上速度 3 cm/hr で単結晶を作製した。かかる結晶から濃硝酸を用いた無歪化学切断機でスライスを切りだし、それらを無歪化学研摩機(研摩液の組成: 160 g $\text{CrO}_3 + 20$ g $\text{Na}_2\text{SO}_4 + 500$ cc 水)を用いて、 $\sim 20 \times \sim 20 \times 5$ mm³ の板状試験片に仕上げた。そのときに板面がそれぞれの試験片で $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$, $\{3\bar{2}\bar{1}0\}$, $\{10\bar{1}0\}$, あるいは $\{0001\}$ 面になるようにした。腐食孔観察までの過程は次のとおりである。

化学研摩 (10~60 sec) → 流水中で洗浄 → 開発した液で腐食 (0.5~120 sec) → 流水中で洗浄 → エチルアルコールで洗浄 → 温風乾燥 → 光学顕微鏡観察。

ここで化学研摩液の組成(体積比)は 36% 塩酸 5 部, 35% 過酸化水素水 85 部, エチルアルコール 10 部であった。腐食孔観察には光学干渉顕微鏡ユニオン ME-IC を用いた。

III. 実験結果ならびに考察

1. $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ 面

$\{0001\}$ 面について稠密な $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ 面において腐食孔(以後ピットという)を形成させるには酢酸、過酸化水素および水の 3 成分が必要である。この 3 成分液への塩酸の添加は形状のより良いピットを出現させる。ピットを出現させる組成範囲を、その形状の良し悪しを区別して、3 成分組

成図のうに示したのが Fig. 1 である。比率は体積比率であらわされている。図のうに示す如く、酢酸と過酸化水素水の和に対する塩酸の体積比は一定とし、便宜上塩酸の体積を無視した。クロスハッチング部の組成をもつ腐食液によって形成されるピットは直線状のかつ極めて明瞭な縁をもち、斜線部のものは明瞭だが、曲線の縁をもち、点部のものは曲線状の明瞭でない縁をもち、基底は荒れる。

Fig. 1 Chemical compositions of etchants revealing dislocations as etch pits on $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ surfaces. The diagram is described using volume percentage, and the volume of HCl is neglected. The etchants in the cross-hatched region develop etch pits with sharp and straight edges, those in the hatched region develop etch pits with sharp and curved edges, those in the spotted region develop etch pits with blunt and curved edges, but those in other regions do not develop etch pits.

その他の領域では全くピットが出現しない。図の上を示した塩酸の体積比を増加すると、クロスハッチング部は水、過酸化水素水の比率が大きい方へと移行する。最も鮮明なピットを出現させる腐食液の組成を正確な体積比であらわすと次の如くである。

氷 酢 酸	190 部	} G 液
35% 過酸化水素水	10 部	
36% 塩酸	1~2 部	
水	50 部	

さて、新たに開発した腐食液によって形成されるピットが転位と対応することを確認するには、転位の直接観察によって対応づけることが最良であるが、間接的な方法として次のような条件を同時に満足するならば、ピットと転位が対応すると考えてよい。

(i) 結晶を変形することによってピットが増加する。また、そのときピットが特定方向(たとえば観察面と既知のすべり面との交線方向)に配列する。

(ii) 結晶成長時に形成される亜結晶粒界に相当するピット列が出現する。

(iii) ピットの形状と大きさは均一で、底は点状に尖っている。

(iv) 2重腐食試験によるピットの形状変化。すなわち、ピットが転位に対応しているならば、1回目の腐食後、結晶に応力を加え、転位を運動させ、その後2回目の腐食を行なうと、転位のもとの位置には底の平らな大きなピット

{2 $\bar{1}\bar{1}$ 0} Surface

Photo.1 Etch pits developed on {2 $\bar{1}\bar{1}$ 0} surfaces in G solution. (a) Many etch pits are observed to be aligned along {0001} basal slip plane traces near the indentation. (b) Short-range and long-range alignments of etch pits perpendicular to {0001} traces correspond to glide polygonizations and sub-grain boundaries, respectively. (c) Etch pits with rhombic shapes are developed. Etch pits corresponding to dislocations in the sub-grain boundary are distinguishable.

が、運動後の位置には底の尖った小さなピットが形成される(6)(7)(13)。

本報告では、以上の4点に注目し、著者らが開発した腐食液のピット-転位対応性について以下に述べることをとする。

Photo.1 (a), (b) および (c) は G 液中で 1~2 sec 間 {2 $\bar{1}\bar{1}$ 0} 面を腐食したとき出現するピットである。(a) は {2 $\bar{1}\bar{1}$ 0} 面に垂直に針でパンチしたとき、その周囲に形成されるピット群を示している。明らかに他の領域にくらべ極めて多数のピットが圧こん近傍に配列している。配列には {0001} 面のトレースに沿った直線配列とそれに対し垂直な方向への短範囲の配列がある。(b) は試験片整形時にわずかな変形が加えられた結晶のピット分布である。(a) と同様のピット配列が観察される。(a), (b) は条件(i)を満足している。室温における亜鉛の容易すべり面は {0001} 底面であるから、特殊な方向†に応力を加えないかぎり、増殖される転位の大部分は底面すべりの転位である。したがって (a), (b) で観察される {0001} 面のトレースに沿ったピットの1本の直線配列は1つの底面上でのすべりに対応し、{0001} 面のトレースに垂直な方向への配列は底面すべり転位のグライド・ポリゴンゼーションに対応すると考えられる。個々のピットの形状は(c)に示された如く、大きさは一様であり、明瞭な菱形で、底が点状に尖っている。すなわち条件(iii)を満足している。さらに(a), (b)の中央部には曲線あるいは直線の腐食溝が観察される。このような腐食溝を低倍率で観察すると、観察面全体にわたって不均一な網目状に存在する。その様子は銅などで見られる亜結晶粒界と全く同様である。もしこれらが亜結晶粒界であるならば、粒界中の個々の転位が分解されてしかるべきであり、転位運動に対する障害物になってしかるべきである。事実、(c)の中央部左寄りのピット列は明らかに菱形ピットが重なりあったものである。また(b)の中央部ピット列は、その近傍に他のピットを堆積させている。したがって(a), (b), (c)にみられる腐食溝は亜結晶粒界に対応すると結論できる。**Photo.2** は2重腐食試験の結果を示している。1回目の腐食後パンチングを行ない、そのまま2回目の腐食をすると、底の平らな大きなピット(A)と底の尖った小さなピット(B)が多数形成される。この結果は条件(iv)を満足している。但し、写真上においてAとBのピットは{0001}面のトレースに沿って互いに対応していない。これはパンチングの大きな応力が既存の転位を長距離にわたって運動させただけでなく、転位増殖をも生じさせたためである。また、底の尖った大きなピット(C)はパンチングによって運動しなかった既存の転位に相当する。結局、以上の結果(Photo.1と2)は、G液で形成されるピットが前述の4条件を同時に満足する、つまり転位と1対1の対応性を有することを示している。

† たとえば、{0001}面の剪断応力が0になるような方位の結晶を引張ったとき。

Photo.2 Change of etch pit shape by a double-etch experiment. The large pits (A) having flat bottom represent original positions of dislocations moved by punching, the small pits (B) having pointed bottom show final positions, and the sites of unmoved dislocations are revealed as large pits (C) having pointed bottom.

ところで、Photo.1, 2 に示された如く、G液は結晶を時効することなく、亜結晶粒界の転位ならびに変形によって生じる転位を同時に出現させる。本実験で開発された他のK, N, T液(後述)についても同じことがいえる。つまり著者らの開発した腐食液では、異種原子による雰囲気形成はピット出現に全く関与していない。緒言で述べた如く、従来の腐食液^{(1)~(5)}はこの雰囲気形成を必要としていた。

さて、G液中の塩酸を硝酸などの強酸に置きかえても、以上の結果と同様のものが得られること、そしてG液は $\{3\bar{2}10\}$ 面[†]にも適用されることが確認された。

Fig.1 から推測されることは、ピット出現のために酢酸と過酸化水素が重要な役割を演じていることである。過酸化水素のかわりに他の酸化剤を用いてもピットは出現しないが、酢酸と同じく $-\text{COOH}$ 基をもつ酸を酢酸のかわりに用いると、ピットの形状に顕著な変化が生じた。ギ酸を用いた場合のピットを出現させる組成範囲をFig.2に示す。表現方法はFig.1と同様である。最も鮮明なピットを出現させる腐食液の組成を体積比で示す。

Fig.2 Chemical compositions of etchants revealing dislocations as etch pits on $\{2\bar{1}10\}$ surfaces. This is the same expression as in Fig.1, but HCOOH is substituted for CH_3COOH in Fig.1.

† ピットの形状はやじり形である。

ギ酸 95部 } K液
35% 過酸化水素水 5部 }

K液で1~2 sec間 $\{2\bar{1}10\}$ 面を腐食したときのピットをPhoto.3(a), (b)に示す。(a)はPhoto.1(b)と全く同じ領域である。 $\{0001\}$ 底面のトレースに沿ったピットの直線的配列、亜結晶粒界に相当するピット列、それに堆積するピット群などが観察され、それらは、微小の変位はあるが、Photo.1(b)と完全に対応している。個々のピットの形状は、G液によるピットとは対照的に、長方形であり、底は点状に尖っている(Photo.3(b))。また、Photo.3(b)の試験片は腐食中のミスハンドリングによりわずかな応力がかえられたものであるが、多数のピットの中には、Photo.2の場合と同様に、底の平らな大きなものと、底の尖った小さなものが $\{0001\}$ 面のトレースに沿って矢印方向に配列している。

以上 Photo.3(a), (b)に示された結果を用いて、G液の場合と全く同様の議論を前述の4条件に関してすることができる。すなわち、K液もまた転位に対応するピットを出現させると結論できる。さらに腐食液が異ってもピットの

Photo.3 Etch pits developed on $\{2\bar{1}10\}$ surfaces in K solution. (a) Etch pits are aligned along basal slip plane traces or perpendicularly to that traces in short-range. Etch pit arrays at the center of the photograph correspond to sub-grain boundaries. Compare with Photo.1(b). (b) Etch pits with rectangular shapes are developed. Some etch pits correspond to dislocations moved by mishandling during etching (see Photo.2).

出現する位置が変わらない事実(Photo.1(b)と3(a))はG, K液ともに転位と対応するピットを出現させることを強く証拠づけるものである。したがって、Photo.3(b)は底面すべりの転位が矢印で示されたわずかな距離だけ運動したことを示している。

2. $\{10\bar{1}0\}$ 面

$\{10\bar{1}0\}$ 面にピットを出現させるに必要な成分は酢酸、過酸化水素、塩酸および水である。その組成範囲を、Fig.1と全く同じ表現方法で、Fig.3に示す。図上に示した塩酸の体積比を増加させると、ピット出現範囲は酢酸の割合が大きい領域へ移行する。また、塩酸が存在しなければピットが決して出現しないことが確認された。Fig.3において最も鮮明なピットを出現させる腐食液の組成を正確な体積比であらわすと次のとおりである。

氷酢酸	40 部	N 液
35% 過酸化水素水	10 部	
36% 塩酸	1 部	
水	20~40 部

Fig.3 Chemical compositions of etchants revealing dislocations as etch pits on $\{10\bar{1}0\}$ surfaces. This is the same expression as in Fig.1.

N液で $\{10\bar{1}0\}$ 面を0.5~2 sec間腐食したときに出現するピットをPhoto.4(a),(b)に示す。(a)において圧こんの近傍には他の領域にくらべ多くのピットが形成され、それらは明らかに2種のピットに分類される。すなわち、1つは圧こん近傍とそれを中心とした蝶ネクタイ状の領域に集団となった黒いピットであり、1つは $\{0001\}$ 面のトレースに沿って直線的に配列した白いピットである。黒いピットは圧こんの近傍と蝶ネクタイの先端近傍では直線的に配列している。その方向は $\langle 0001 \rangle$ 方向とそれぞれ約 $28^\circ 30'$ と 47° の角度をなしている。また黒いピットは圧こんから遠く離れた領域では数が少なく分散しているか、もしくは亜結晶粒界に相当する列をなしている(Photo.4(a)の下部)。個々のピットの形状をPhoto.4(b)に示した。写真中Aと示された形状のピットは前述の白いピットに相当し、丸い角をもつ長方形で、底が極めて浅い。Bは黒いピットに相当し、底の深いレンズ状の大きなピットである。両ピットともに底が点状に尖っている。

$\{10\bar{1}0\}$ Surface

Photo.4 Etch pits developed near indentation on $\{10\bar{1}0\}$ surfaces in N solution. (a) Light etch pits are observed to be aligned along basal slip plane traces, and dark etch pits are observed to be aligned and accumulated near the indentation and distributed dispersedly far from it. (b) Etch pits A and B correspond to light and dark pits in (a), and have rectangular and lenticular shapes in outline, respectively.

さて、以上の結果から明らかな如く、Photo.4(a)は条件(i),(ii)を、(b)は条件(iii)を満足している。また、このN液においても2重腐食試験(条件(iv))の結果はPhoto.2で示されたものと全く同様であった。したがって、N液が $\{10\bar{1}0\}$ 面に形成するピットもまた転位に対応すると結論できる。ところで上述の白および黒のピットは次のように考えることができる。白いピットは $\{0001\}$ 面のトレースに沿って配列しているから、底面すべりの転位に対応すると考えられる。黒いピットは非底面すべりの転位に対応する可能性が充分にある。第1の理由はパンチング近傍に特に多数の黒いピットが配列しているからである。なぜなら、パンチングによる大きな応力集中は底面すべりはもちろん非底面すべりも生じさせる可能性がある。第2の理由は黒いピット列の配列方向が非底面すべりをする面のトレースと一致するからである。すなわち、亜鉛における可能な非底面すべりの面は $\{10\bar{1}0\}$, $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$, $\{11\bar{2}1\}$ および $\{11\bar{2}2\}$ の5つであり⁽¹⁵⁾、これらと観察面との交線方向は $\langle 0001 \rangle$ と次に示す角度をなす。 $\{10\bar{1}0\}$ ではすべて 0° , $\{10\bar{1}1\}$ では 90° あるいは $28^\circ 30'$, $\{10\bar{1}2\}$ では 90° ある

いは 47° , $\{11\bar{2}1\}$ では $27^\circ 30'$ あるいは 15° , $\{11\bar{2}2\}$ では 47° あるいは $28^\circ 30'$ である。前述の如く, Photo.4(a) に示された黒いピット列は観察面上において, $\langle 0001 \rangle$ 方向に対し, ほぼ 47° もしくは $28^\circ 30'$ の角度をなすから, 黒いピットは $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$, $\{11\bar{2}1\}$, $\{11\bar{2}2\}$ のいずれかの面上におけるピラミダルすべりの転位に対応すると考えられる。

さて, A ピットは, G, K 液で $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$ 面に形成されるものと比較して, 一般に外形が一定ではなく, 底が極めて浅いため明視野高倍率での観察は困難である[†]。Photo.5 は N 液 91 cc に塩化第二鉄 0.3 g を添加した液で 0.5~2 sec 間 $\{10\bar{1}0\}$ 面を腐食したときのピットである。Photo.4(b) と同様, A, B はそれぞれ白いピット, 黒いピットに相当する。Photo.4(b) のピットと比較すると, 形がかなり揃い, A ピットの底は深くなっていることがわかる。またピット内の稜が明瞭になり, さらに長方形の長軸が短くなっている。N 液 91 cc に界面活性剤(アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム)5 mg, クロム酸 100 mg あるいは沃化カリウム 0.25 g を添加した腐食液でも, 上述と同様の改良効果が得られた。上述の量以上に添加してもあまり効果がないか, むしろ悪化する。

$\{10\bar{1}0\}$ Surface

Photo.5 Etch pits developed in the etchant added 0.3 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ to 91 cc N solution.

3. $\{0001\}$ 面

$\{0001\}$ 面と交差する転位は当然非底面すべりの転位であり, この面に形成されるピットはそれと関連している。

Photo.6(a), (b) は下に示す体積比をもつ腐食液で $\{0001\}$ 面を 30~120 sec 間腐食したときのピットである。

水	酢酸	10~30 部	} T 液
35% 過酸化水素水		10~30 部	
36% 塩酸		1~3 部	
水		1000 部	

Photo.6(a) の左上の円形領域はパンチングの跡である。この円形領域を中心として放射状にピットもしくは細長く伸びた腐食溝が多数観察される。溝の方向は巨視的には特定ではない。Photo.6(b) はパンチングによって生じた腐食溝と亜結晶粒界に相当するピット列である。G, K, N 液に

$\{0001\}$ Surface

Photo.6 Etch pits developed near indentation on $\{0001\}$ surfaces in T solution. (a) Etch-pits or-grooves are observed to be dispersed outwards from the indentation. (b) The both ends of the grooves are developed strongly. Etch pit array at the right side on the photograph corresponds to the sub-grain boundary.

よるピットとは異なり, ピットあるいは溝の縁は明瞭でなく, 溝の中の微細構造はほとんどわからない。

さて, パンチング近傍以外の領域では亜結晶粒界に相当するピット列と分散したピットの他には何も観察されなかったから, 腐食溝はパンチングによって生じた非底面すべりの転位(すべり系は不明)に対応するといえる。但し, 1つの溝が1本の転位に相当するとは考えられない。むしろ1つの堆積転位列に相当すると考えた方が妥当である。堆積転位による応力集中は腐食を促進し, 溝の両端を広く深くする(Photo.6(b))可能性がある。

IV. 結 言

亜鉛(99.999%)において転位に対応する腐食孔が出現させる4つの腐食液を開発した。これらは従来のものと違って転位デコレーションを必要としない。得られた結果を要約する。

(1) G 液。化学組成(体積比)は酢酸 190 部, 35% 過酸化

[†] Photo.1(c), 4(b), 5 および 6 は干渉像である。

水素水 10 部, 36% 塩酸 1~2 部, 水 50 部である。これは $\{2\bar{1}10\}$, $\{3\bar{2}10\}$ 面上にそれぞれ極めて明瞭な菱形, やじり形の腐食孔を形成させる。

(2) K 液。ギ酸 95 部, 35% 過酸化水素水 5 部。これは $\{2\bar{1}10\}$ 面上に, G 液とは対照的に, 極めて明瞭な長方形腐食孔を形成させる。

(3) N 液。酢酸 40 部, 35% 過酸化水素水 10 部, 36% 塩酸 1 部, 水 20~40 部。これは $\{10\bar{1}0\}$ 面上に 2 種類の腐食孔を形成させる。1 つは底面すべりの転位に対応する長方形の底の浅い腐食孔であり, 1 つは非底面すべりの転位に対応するレンズ状の底の深いものである。N 液への塩化第二鉄, 界面活性剤などの微量添加は孔の形状を改良する。

(4) T 液。酢酸 10~30 部, 35% 過酸化水素水 10~30 部, 36% 塩酸 1~3 部, 水 1000 部。これは $\{0001\}$ 面上に非底面すべりの転位に対応する腐食孔あるいは腐食溝を形成させる。

文 献

(1) R.C.Brandt, K.H.Adams and T.Vreeland, Jr. : J.Appl.Phys, **34**(1963), 587.

- (2) P.P.Sinha and Paul A.Beck : J.Appl. Phys., **32** (1961), 1221.
- (3) P.P.Sinha and Paul A.Beck : J.Appl. Phys., **33** (1962), 625.
- (4) J.J.Gilman : Trans.AIME, **8**(1956), 998.
- (5) N.Mikuriya and M.Ohkohchi : Japan J.Appl. Phys., **6**(1967), 1141.
- (6) J.J.Gilman and W.G.Johnston : J.Appl. Phys., **30**(1959), 129.
- (7) F.W.Young : J.Appl.Phys., **33**(1962), 963.
- (8) S.Kitajima, H.Tonda and H.Kaieda : Proc. Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, Supplement to Trans. JIM, **9**(1968), 740.
- (9) 太田道雄, 北島貞吉, 青柳勝乃祐, 海江田弘也 : 金属学会誌, **35**(1971), 929.
- (10) 太田道雄, 北島貞吉, 海江田弘也 : 金属学会誌, **36** (1972), 617.
- (11) 頓田英機, 北島貞吉, 海江田弘也 : 金属学会誌, **37** (1973), 164.
- (12) J.D.Livingston : J.Appl.Phys., **31**(1960), 1071.
- (13) F.W.Young : J.Appl.Phys., **32**(1961), 192.
- (14) H.J.Levinstein and W.H.Robinson : J.Appl. Phys., **33**(1962), 3149.
- (15) 幸田成康 : 金属物理学序論, コロナ社, (1973), 321.

低炭素鋼の急速加熱変態超塑性

井口信洋* 岡 良樹** 早乙女康典**

Nobuhiro Iguchi, Yoshiki Oka and Yasunori Saotome : Transformation Superplasticity in the Commercial Low Carbon Steels under Rapid Heating. The transformation superplasticity occurs depending not on the factor of micro-fine structure required in the micro-grained superplasticity but on the factor of the transformation proceeding under the applied stress. In this report the effects of heating rates upon the transformation superplasticity generated during the isothermal process were investigated in the low carbon steels with the same method done for pure iron in the previous paper.

The main results obtained are as follows.

(1) The transformation superplasticity in the low carbon steels occurred in the range of 750 to 1050°C under rapid heating (the heating rate : 35~100°C/sec).

(2) The linear law between the applied stress τ and the total strain γ per cycle was recognized within $\tau=0.6$ kg/mm.

(3) The flow curves induced by the transformation superplasticity were determined at each heating rate. The value of the strain rate sensibility m was about 1.

(4) The transformation superplasticity was not observed in the A_1 ~ A_3 point ($\alpha+\gamma$) region during the isothermal process.

(Received September 11, 1974)

I. 緒 言

超塑性には微細結晶粒超塑性と変態超塑性あるいは動的超塑性といわれるものに大別され, 前者の研究⁽¹⁾に比べ後者のそれは少ないのが現状である。

変態超塑性は前処理として, 試料の組織が微細である必要はないが, 応力負荷状態で, 変態温度区間を変動する熱サイクルが加わる条件では, Lozinsky⁽²⁾の指摘のように, かならず変態超塑性流動が発生し, 著者ら⁽³⁾の定ひずみ熱疲労試験中にも確認されている。

* 早稲田大学理工学部(Faculty of Science and Engineering, Waseda University, Tokyo)

** 早稲田大学大学院(Graduate School, Waseda University, Tokyo)