

技術資料

高温顕微鏡について

芥川 武*・馬田 豊 昭**

ON THE HOT STAGE MICROSCOPY —A REVIEW—

Takeshi Akutagawa and Toyoaki Bada

Synopsis:

The history of progress and application of the hot-stage microscope were reviewed. Moreover its application in future was mentioned. A new type hot-stage microscope with 16mm ciné camera developed by the authors was reported, and photomicrographs of the martensite and bainite transformation of Ni-Cr-Mo steel were explained.

By analysis of the film, it was observed that the martensite needles were formed abruptly at Ms point and successively with decreasing temperatures; the bainite needles nucleated and grew isothermally at transformation temperature.

The martensite transformation was the athermal "Umklappung" transformation by the shear process. And the bainite transformation proceeded with the nucleation rate and the coherent growth rate which depended on the transformation temperature. It seems that the growth rate of bainite needle was controlled by the diffusion rate of carbon.

The vacuum heating stage with loading mechanism was also manufactured by way of experiment, observation of steel during creep-rupture at elevated temperature was photographed in 16mm cine film, by use of this apparatus.

By analysis of the film, the structural change during creep-rupture of steel were related with their creep curves. It was observed that the appearance of crack which led to the rupture occurred at the transition point between the secondary and the tertiary creep.

I. 緒 言

英国の鉱物学者 Sorby が金属組織の観察を始めてから今日に到るまで、金属顕微鏡はわれわれ技術者、研究者には欠くべからざる研究手段として愛用されてきた。しかしこのように古くから用いられてきたわれわれの眼となる顕微鏡も新時代の金属への要求に対して万能とはいえなくなってきた。すなわち従来の顕微鏡観察は室温における静的金属組織に限られており、したがって高温において生じた金属の種々の変化の結果を観察しているに過ぎない。それゆえ金属組織の成因をしらべ、その生成の機構を知らうとするならば、必然的に金属顕微鏡は高温の世界へ向かわなければならない。例えば、炭素鋼のマルテンサイト変態は非常な高速度で現われるが、結晶粒界の移動は割合に緩慢である。このような金属組織の高温における動的変化を連続的に観察(撮影)することによってこれら金属の変態変化の進行状態や機構そのものを直接研究することが出来るようになる。それはちょうど生物顕微鏡が位相差の使用により動的な観察へ大飛

躍したように、高温金属顕微鏡は“生きている金属”の世界へ我々を導くのである。

このような金属研究者の夢は古くからいだけ、高温金属顕微鏡の試作研究は多数にのぼっている。先ず高温金属顕微鏡の創作者は P. Oberhoffer¹⁾であつて、1909年のことである。その後陸続として H. Esser²⁾, D.W. Dewhrist, M. J. Olney³⁾らの先駆者的研究が発表されてきたが、光学系の問題および金属の視窓ガラスへの蒸着などのため、充分な観察研究が出来ず、一時頓座してしまつた。ところが最近の苛酷な金属への要求、例えば航空機材料、原子炉材料などの耐熱材料ならびに新しい金属の台頭により、ふたたび金属への高温顕微鏡の利用研究が注目され始めた。著者等はいち早くこの点に注目し、高温金属顕微鏡の試作にかゝり、最近その研究結果が出るようになったので、こゝに高温金属顕微鏡の歴史、著者らの高温金属顕微鏡装置およびシネカメラ装置

* 東京大学工学部冶金学教室 工博

** " " 工修

第1表 高温顕微鏡の発展

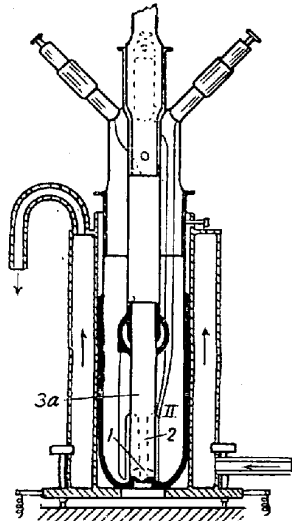
年代	実験者	型式	全倍率	実験題目
1909	P. Oberhoffer ¹⁾	倒立	100	焼入鑄鉄の焼戻黒鉛の形成
1912	F. Robin ²⁾	水平	100	鉄, 青銅, 黄銅の粒界, 鉛の研究
1931~32	H. Hanenann ³⁾ H. J. Wiester	倒立	100	鋼のマルテサイト変態
1933	H. Esser ⁴⁾ H. Cornelius H. Hanemann E. O. Bermhardt	倒立	200	鉄の α/γ 変態, その他の変態
1933	R. A. Rogers ⁵⁾ L. R. Van Wert	直立		アームコ鉄の α/γ 変態, 純銀および Cd-Bi, Cu-Ni 合金の溶融, Mn の α/γ 変態
1937	大日方一司 ⁵⁾ 林三樹男	Esser の型を使用		アルミニウム青銅の $\beta_1 \rightarrow \beta'$ 変態の研究
1948	R. King ⁷⁾ R. Shuttleworth	倒立	250	銀の層状組織と粒界
1948	D. G. Nickols ⁸⁾	直立	80	亜共析鋼の研究
1951	R. Maréchal ⁹⁾ M. Doncet	倒立	500	銅の再結晶と層状組織 (Zeiss Neophoto 使用)
1951	G. Brinson ¹⁰⁾ A. T. W. Moore	倒立	220	亜鉛の再結晶
1951	D. W. Dewhirst ¹¹⁾ M. J. Olney	直立	750	鋼の層状パーライト組織 (反射対物鏡を使用)
1950~51	R. F. Cech ¹²⁾ D. Turnbull	直立	440	純金属の最高過冷却度, デンドライト形成
1952	G. Reinacher ¹³⁾	直立	440	Cu-Ni 合金の組成による過冷却度 As, Bi, S, Si を含む Pt 化合物の高温脆性
1952	R. B. Pond ¹⁴⁾ N. K. Chen	—	125	Sn の凝固, Al の塑性変形
1953	B. W. Mott ¹⁵⁾ S. D. Ford	—	—	U. Be. Zr の変態, 再結晶
1953	P. J. E. Forsyth ¹⁶⁾	—	—	金属の結晶粒界の移動, 亜鉛のクリープ
1954	S. G. Glover ¹⁷⁾	—	—	鋼のベイナイト変態, マルテンサイト変態
1955	J. E. Jenkins ¹⁸⁾ D. R. Buchele R. A. Long	—	—	鋼の α/γ 変態
1955	H. A. Saller ¹⁹⁾ R. F. Dickerson R. J. Carlson	—	—	鋼の α/γ 変態
1955	津谷和男 ²⁰⁾ 三橋鉄太郎	直立	500~750	鋼のベイナイト変態 (52倍の反射対物鏡)
1956~57	芥川武 ²²⁾ 馬田豊昭	倒立	600	鋼のマルテンサイト, ベイナイト変態 鋼の高温クリープ破断, Ti の $\beta-\alpha$ 変態
1957	Irmtraud Pfeiffer ²³⁾	直立	250	Ni-Fe 合金の粒界移動, Ti の $\beta-\alpha$ 変態, 高導磁率磁石合金の不純物の固溶化

1957	沢村 宏, 盛 利貞 ²⁴⁾ 藤田清比古, 一瀬英爾	オリンパスの高温 顕微鏡	高温顕微鏡による鋼のオーステナイト結晶粒度 現出法について
1957	山路 賢吉 ²⁵⁾	ユニオン光学の高 温顕微鏡	テルル銅合金の研究
1957	草川隆次, 瀬良昭夫 ²⁶⁾	— —	白鉄の黒鉛化の観察
1957	長谷部 茂 雄 ²⁷⁾	— —	鋼のオーステナイト結晶粒の成長の観察

ならびにこの装置を用いた研究結果を報告する。

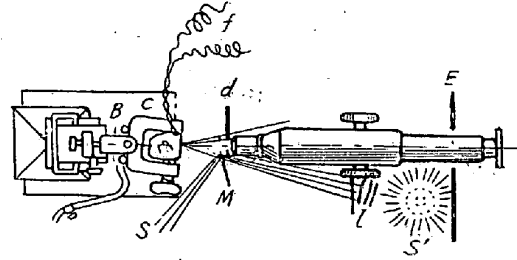
II. 高温金属顕微鏡の歴史

P. Oberhoffer によつて創めて高温金属顕微鏡の研究が始められてから今日までの研究の発展と歴史をこゝに詳細に述べることは頁数の制限で出来ないが、要点をかいつまんで述べることにする。第1表に金属を対象とした研究について年代順に示す。



第1図 P. Oberhoffer の真空加熱台 (1909)

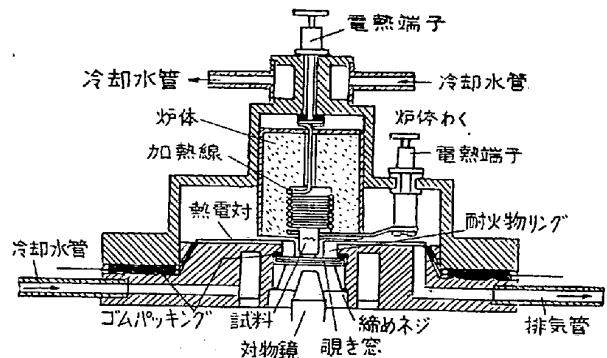
先ず P. Oberhoffer¹⁾ は第1図に示すような真空加熱台を硝子で製作し、倒立型顕微鏡の上に据えて使用した。硝子炉は加熱体(2)で囲まれた石英管(3a)であり、試料は、のぞき硝子の上に研磨面を下に向けて置かれる。このような装置で焼入鑄鉄の焼戻の際に出来る temper carbon の形成について観察している。また高温から焼入れた 1.7% 炭素鋼の焼戻しのさいのパーライト形成の観察は識別出来ないで失敗している。P. Oberhoffer¹⁾ の直後 F. Robin²⁾ が 1912 年に空气中で加熱して金属研磨面の顕微鏡観察をするという根本的に異つた第2図のような装置を作っている。支持台(c)で固定された金属は 50mm の作動距離にも拘らず 200 倍の倍率で観察される水平顕微鏡の前に置かれ、ブンゼンバーナー(B)によつて加熱される。温度測定は熱電対(f)で行ない光源(S)から反射鏡(M)または光源



第2図、F. Robin の加熱台と水平顕微鏡 (1912)

(S') からレンズ(l)によつて傾斜照明が行われる。金属遮蔽板(d)と(E)は試料の熱線から対物レンズと観察者を保護する。F. Robin はこの装置で空气中で金属を熱し、酸化腐蝕によつて、鉄、青銅、黄銅等の粒界や錆の研究をした。この装置を用いてさらに金属の溶融現象についても観察していることは非常に興味深い。この際 45° 傾いた反射鏡で、水平顕微鏡に金属表面が映るように、垂直に研磨面が置かれた。このように独乙で高温金属顕微鏡は誕生したが、この後 1930 年の初期までの独乙の論文には高温金属顕微鏡について懐疑的意見が存在していたので、上述の2人以外には金属への研究はなく、有機物についての高温顕微鏡加熱台が発展した。

高温金属顕微鏡が現在のような形をとるようになったのは Esser などの業績に負うところが大きい。すなわち 1933 年に H. Esser と H. Cornelius⁴⁾ は倒立型顕微鏡用に第3図のような真空加熱台を Leitz 商会と共同して作り発展させた。径 8mm, 高さ 20mm の棒状試料を耐火物で出来た加熱炉に入れ、ニクロム線で加熱する。温度測定は試片の研磨面に出来るだけ近くあけ

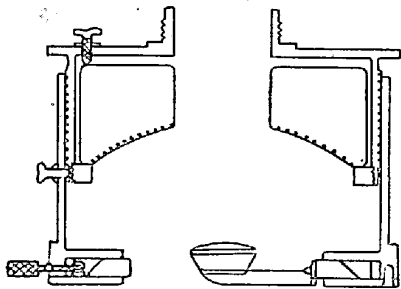


第3図 E. Esser の真空加熱台 (1933)

られた孔に通された熱電対で行われ、研磨面は石英の覗き硝子を通して観察される。炉の外部は水で冷却され、装置の排気には 10^{-4} mm Hg 以上にするため二段の水銀拡散ポンプが利用された。対物鏡は開口数 0.3, 倍率 $\times 16$ で顕微鏡の総合倍率は 200 倍であった。この装置を利用して H. Esser 等は鉄の α/γ 変態, その他種々の変態をフィルムにおさめた。この後高温金属顕微鏡は独乙の文献には現われなくなった。

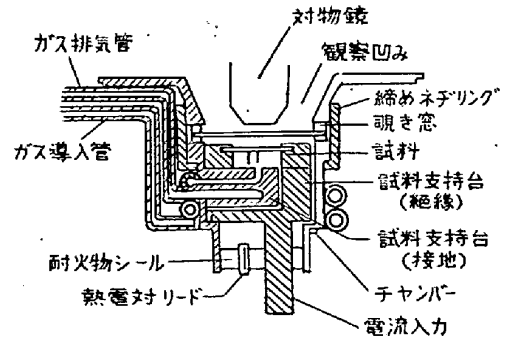
独乙以外の国でも高温金属顕微鏡用加熱台が作られた。フランスでは R. Maréchal⁹⁾ 等が Esser⁴⁾ に類似した炉を作っている。彼等が創めて、加熱炉にガスを導入出来るようにして、ガス腐蝕を行なつたことは一大発展であった。

米, 英においても同様な一連の加熱台が作られたが、特徴のあるものとして、英国の Dewhirst¹¹⁾ と米国の Cech¹²⁾ のものについて説明する。Dewhirst は創めて高温金属顕微鏡に反射対物鏡を利用した人である。(1951年) これまでの普通の屈折系の対物鏡では加熱炉からの熱輻射のため、空間の作動距離は 3 mm 以下では危険であるので、その最高倍率は 250 ないし 300 倍でしかなかった。Dewhirst 等は第 4 図のような反射対物鏡を作った。これは開口数 0.5, 作動距離 17 mm で固有倍率は 55 倍であった。J. Olney¹¹⁾ と協同して、層状パーライトを観察し、最高倍率は 750 倍に達することを認めている。



第 4 図 D. W. Dewhirst の反射対物鏡 (1951)

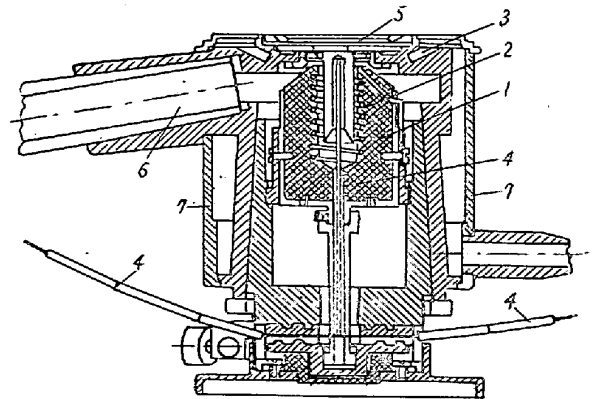
次に Cech¹²⁾ の研究の特徴は試料の加熱が、直接加熱であることである。今まで述べた加熱炉構造は間接加熱によつて試料を希望の温度までもつて来たのであるが、Cech はこの原理を放棄して、板状試料に直接電流を通ずることによつて試料を加熱した (1950年)。第 5 図のような構造をしており炉の容量は非常に小さく出来ているので、試料の急冷には炉台そのものを水中に没し、またガスを流入することが出来る。このようにして、30% Ni を含む Fe-Ni 合金の組織の研究において、加熱された試料を室温まで効果的に急冷した。この加熱法で試



第 5 図 Cech の直接加熱台 (1950)

料温度は 1550°C まで達した。非常に細かい金属粉末や電気伝導率のよい銀, 銅の試料では、直接加熱による温度上昇は不可能であるため、Pt または Mo 製の加熱板上に試料を置く。このとき試料と加熱板との合金形成を防ぐため石英板を間に入れる。この装置を用いて Cech 等は純金属の過冷却度を研究し、また Cu-Ni 合金の過冷却度に対する組成の影響を研究している。

最後にごく最近ふたたび Leitz 商会で組立てられた新型加熱台²⁰⁾ についてのべる。前の Esser の炉と第 6 図は類似しているが、新型は直立型であり、また真空法に非常な進歩が認められる。シリンダ型の試料 (3) はセラミック加熱炉 (1) の内に入れられ、250W の加熱線 (2) で最高温度 1100°C まで加熱される。試料は石英リングのバンドで支えられる。これは恐らく研磨面と入射光線とを直角させるために行う装置であると考えられる。試料の測温は中心に穴をあけ、熱電対 (4) が出来るだけ研磨面に近づくように入れられる。(5) は覗窓ガラス、(6) は排気管で、冷却水は外装 (7) と石英窓の周囲に通っている。2 台の油拡散ポンプで真空度は最高 10^{-5} mmHg に達する。試料が容易に蒸発する物質を含んでいる場合には、アルゴンガスを加熱炉に充填するため三方コックが連結されている。対物鏡は固有倍率が 22 倍で作動距離 3.3 mm, 開口数 0.40 の



第 6 図 Leitz の新型真空加熱台

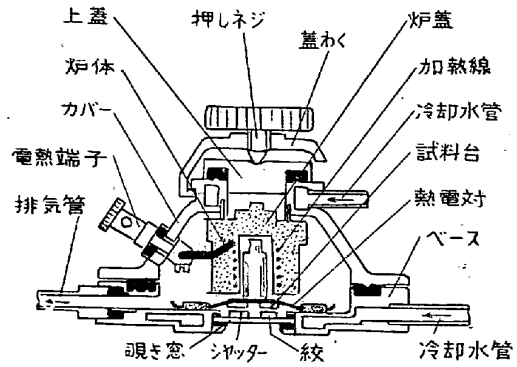
Achromat M11 が用いられ最高の全倍率は 250~300 倍である。この装置を用いて、近年独乙では金属の高温脆性の機構の研究が盛に行われている。今後もこの新型加熱台を用いた研究が豊富に報告されるであろう。

わが国では戦前、Esser の加熱台が輸入された。大日方氏⁶⁾はこの加熱台を用いて、アルミニウム青銅の $\beta_1 \rightarrow \beta'$ なるマルテンサイト型変態について研究し、それを 16 mm 映画におさめている。また山口氏²⁷⁾も顕微鏡のシネカメラ撮影を企てた。戦後は吉田氏³⁰⁾が真空加熱台を試作し、金属の再結晶および結晶粒成長の際の粒界移動について観察し研究している。また、津谷氏とオリンパス光学²⁰⁾との協同になる加熱台が発表され、宮田氏³¹⁾の設計による単独倍率 52 倍、開口数 65、作動距離 9 mm の反射対物鏡が用いられている。この装置を用いて鋼のベイナイト変態²⁰⁾³²⁾³³⁾の研究が報告された。またごく最近の学会講演会で、白鉄の黒鉛化の観察が、草川、瀬良両氏²⁶⁾により、テルル銅合金の研究が山路氏²⁵⁾によつて報告された。

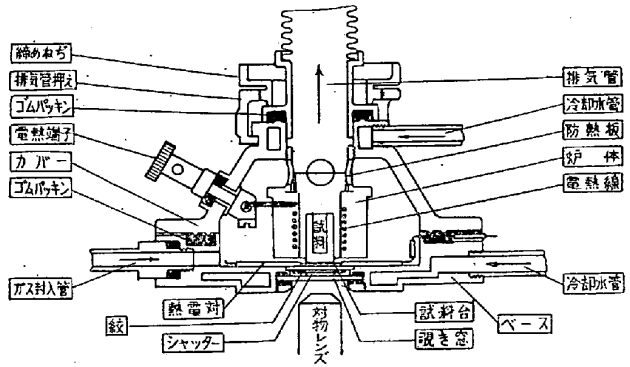
III. 新型高温金属顕微鏡装置

(1) 新型加熱台

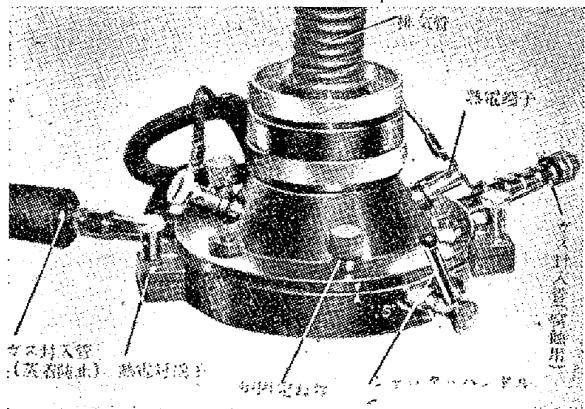
著者等はユニオン光学と協同して、最近第 8 図のごとき新型の高温加熱台を完成した。第 9 図がその外観である。この台は旧型(第 7 図)の加熱台に比べて、第 1 に最高温度が 1500°C になったこと、第 2 に真空法の改良である。上部から太い継目無銅管によつて、真空度が 10⁻⁵ mmHg 以上に容易に短時間で達するようになった。この台は倒立型金属顕微鏡用の加熱台で、真空またはガス中で加熱された試料は、視窓を通して下方から検鏡される。炉のカバー、ベース共に金属製水冷式であつて、試料はベースの石英製試料台の中央に立て、耐火物の炉体に収めた電熱線(タングステン線)で加熱される。この台の特徴は視窓ガラスへの金属蒸着防止に密着スライド式透明石英板を用いている。それゆえ、シャット中でも、この石英製シャッターを通して検鏡が可能である。このシャッター上に金属が蒸着して検鏡不可能になれば、このシャッターを少しスライドさせて、透明面を出し、視窓ガラスへの金属蒸着を防ぎながら観察が続行出来る。写真撮影の際には、開放にして視窓ガラスのみを通して撮影する。試料が蒸発しやすい金属を含む場合、または 1500°C のような高温で試料が蒸発しやすい状態にある時には、アルゴンガス等の不活性ガスを数 10 mm(Hg) 封入することにより、さらに効果的に金属の視窓への蒸着を防止することができる。試料の焼入れにはガスを通



第 7 図 真空加熱台



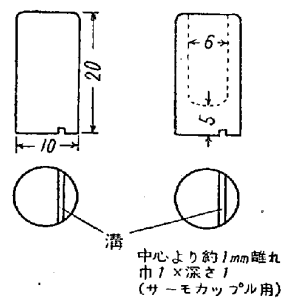
第 8 図 新型真空加熱台



第 9 図 新型真空加熱台の外観

入する。

ガス腐蝕の場合には腐蝕ガスを導入することも可能である。試料測温は第 10 図のごとく試料研磨面の溝にはめ込まれた PR 13 熱電対で行う。高温顕微鏡はあくま

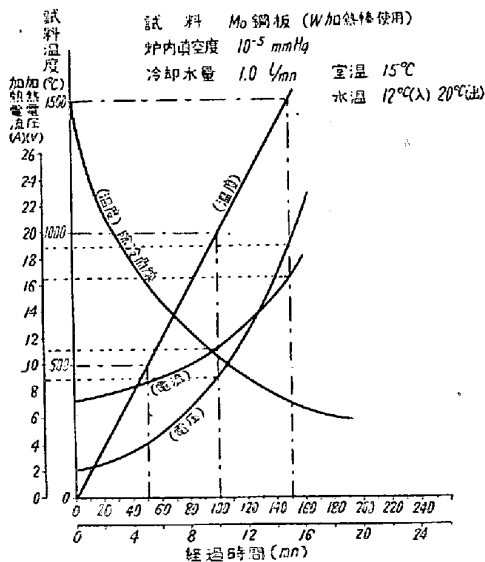


(イ) (ロ)
第 10 図 試料寸法

で試料の表面現象を観察しているのであるから試料研磨面の温度測定が重要となる。(ロ)のごとく孔を穿けると温度変化に敏感となり、試料の加熱、冷却が容易に行われる。板状試料、線状試料の断面を検鏡するときは、同一素材で圧着して第 10 図のごとくする。板状試料の平面を検鏡する時は第 10 図を加熱導体として板の上のせ加熱する。この操作は特に試料の溶融点に近い高温での検鏡のとき必要である。すなわち第 10 図のごとき試料では検鏡面と上部との温度差は大きく、検鏡面が 1500°C のとき上部は 1800°C ぐらいになるので、上部がとけ落ちてしまう恐れがある。そこで W, Mo で第 10 図のごとき加熱導体を作り、板状試料の上のせて高温での検鏡をしなければいけない。ちなみに、この台の性能を記すと次のごとくである。

- (1) 最高使用温度 1500°C
- (2) 到達真空度 10^{-6} mmHg
- (3) 最大所要電力 400w (max, 18A)
- (4) 冷却水量 0.5l/mn

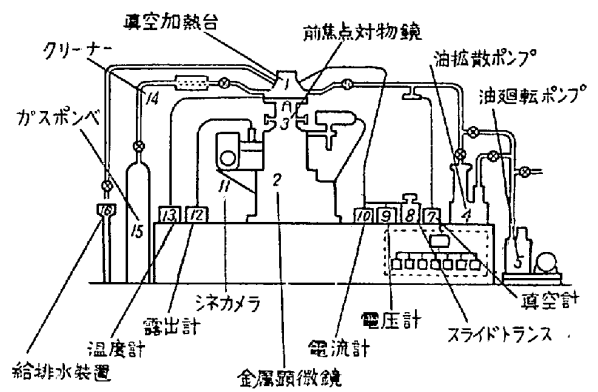
この炉の温度特性を第 11 図に示す。これはタングステン加熱導体で板状試料を 1500°C まで加熱したときのものである。電流を切つて後の試料の冷却速度は炉が水冷式であるため相当速い。



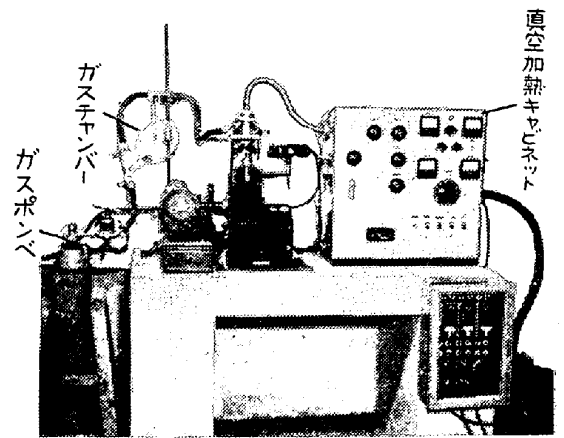
第 11 図 新型加熱台の温度特性

(ロ) 附属装置および 16mm シネカメラ装置³⁴⁾

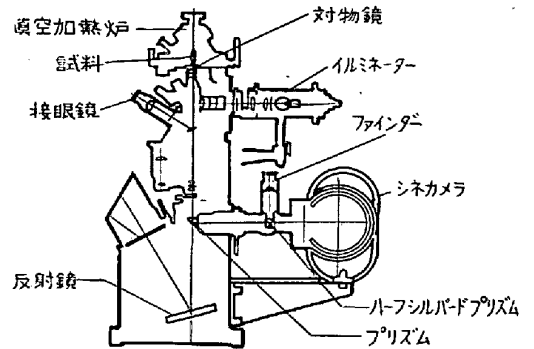
第 12 図は高温金属顕微鏡の配置図であり、第 13 図はその全景である。真空装置として、60l/sec. の油拡散ポンプと 100l/min の油廻転ポンプが併用され、真空度測定用に、低真空用にガイスラー管、高真空用に電離真空計を使用した。加熱炉入力はトランスおよびスライドトランスで調整される。真空、加熱キャビネットの操



第 12 図 高温顕微鏡配置図

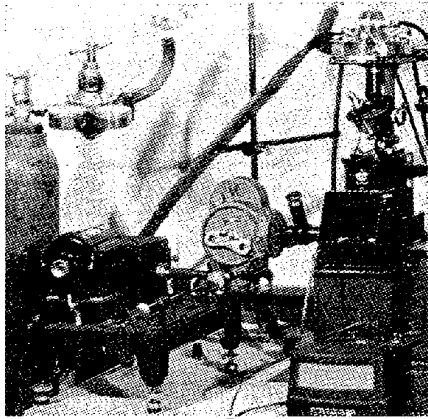


第 13 図 高温顕微鏡装置



第 14 図 シネカメラを備えた高温顕微鏡の光学系作盤上でほとんどすべての操作が行われるので、実験操作が簡単化された。

第 14 図にシネカメラを取付けた時の光学系を示す。このカメラは鏡体の腹部にとりつけられ、ハーフシルバードプリズムで主光路から 10% の光量を取り、ファインダーで撮影される映像を観察しつつピントが調整できるようになっている。第 15 図はカメラ装置を示す。カメラは Bell and Howell 16mm カメラで 8 駒/秒～最高 64 駒/秒 の 6 段切換えができる。カメラの駆動は、1 駒撮りと、スローシャッター装置を備えたシンクロナスマーターで行う。



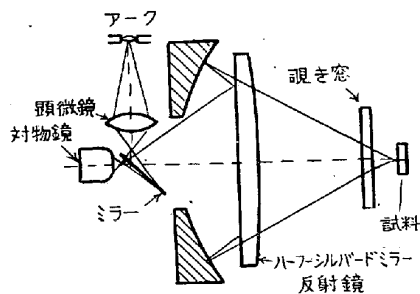
第 15 図 16 mm シネカメラ撮影装置

IV. 高温金属顕微鏡用対物鏡³⁵⁾

高温金属顕微鏡に使用する対物鏡は高温の試料に近接して検鏡を行う関係上、対物鏡を熱から保護するため、作動距離の長いものを必要とする。高倍率対物鏡では作動距離と分解能は逆比例するため、いままでの普通の屈折系対物鏡を使用して十分な作動距離を得るためには分解能(したがって開口数)を小さくしなければならない。例えば普通の 40 倍金属対物鏡では開口数 0.65 のとき作動距離は 0.4 mm である。そこで分解能を犠牲にせずに長作動距離で高い分解能を保持する方法が種々考案された。その主なものを挙げると、

- a. 反射対物鏡
- b. リレーレンズで対物レンズの焦点に像を結ばせる
- c. 第 16 図のような球面反射鏡でリレー式に対物レンズの焦点に像を結ばせる。
- d. b, c を組合せた反射屈折系の利用
- e. 特殊な組立てによる屈折系対物鏡

a) については前述の D. W. Dewhirst および宮田氏によって高温顕微鏡の目的で発表された。反射対物鏡は反射系だけであるから色収差がなく、写真撮影が楽かつ作動距離が長くなるが中心部を通る照明光が凸面鏡で反射されて直接接眼部に至り、フレアを生じ像のコントラストを悪化させる。そこで中心部の照明光をカット

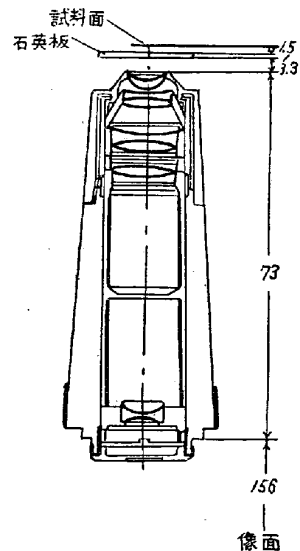


第 16 図 J. Dyson の反射光学系

しなければならぬから、映像がくらくることが欠点である。

b) は低倍率(100 倍程度)では容易にできる。筆者の一人はクリープ試験の伸び測定用に用いている。リレーレンズは 2 倍で総合倍率は 100 倍で作動距離は約 140 mm である。

c) については、1949 年、J. Dyson³⁶⁾ が大きな作動距離をもつ光学系を目的として考案した。これは対物鏡の作動距離内に試料の中間像を結ばせるために、第 16 図のように普通の屈折系対物鏡と試料との間に反射系を配置した。この組合せによつて開口数 0.5 で 34 mm の作動距離が保持された。e) について少し言及してみよう。高温顕微鏡対物鏡としては (1) 長作動距離 (少なくとも 3 mm 以上)、(2) 高倍率、(3) 像が明るく分解能がよいこと、この 3 点を満足するような特殊な組立てによる屈折系対物鏡が宮本氏によつて設計、試作された。第 17 図にその断面図を示す。開口数 0.62、作動距離 5.8 mm である。これは映像を鮮明かつ作像に十分な光量を利用し瞬間的シネカメラ撮影にも使用し得るために屈折式対物鏡を用いたものである。ところが前述のように高倍率対物鏡となるにしたがって作動距離が短くなるから作動距離を光学的に長くするため、負レンズ系を対物鏡の光学系中に組合わせて主焦点の位置を前方に移動したもので、前焦点対物鏡と名付けられる。



第 17 図 高温顕微鏡用前焦点対物鏡

V. 高温顕微鏡の金属学への利用³⁵⁾

今日までの高温顕微鏡の利用は金属、鉱物、有機化合物などについて行われたが、金属に利用された結果を第 1 表に示したが、今後予想される応用分野を大別してみ

ると、

1. 加熱または冷却時における相変態
2. 高温における結晶粒の成長
3. 表面拡散現象
4. 熱腐蝕によつて生ずる層状組織および金属の微細組織
5. 高温における塑性変形および破断現象
6. 高温脆性現象
7. 金属および非金属の焼結現象
8. その他の固体反応
9. 金属の溶融および凝固変化と、これに附随する過冷却、デンドライト形成などが挙げられる。

第1の相変態では変態の際に生ずる surface relief effect (表面起伏効果)を利用して観察し、変態の進行状況を研究出来るものにマルテンサイト型変態とベイナイト型変態がある。マルテンサイト変態のように変態生成物が母相の格子と連続 (Coherent) であつて、かつ形の変化を伴うような変態では、変態の進行に伴つて試料の自由表面に隆起を生ずる。第2表は各種金属および合金のマルテンサイト型変態の結晶学的データ³⁷⁾を纏めたものであるが、変態の surface relief effect を利用して高温顕微鏡で、これらの変態の機構を調べることもまた重要である。著者等は Ti の $\beta \rightarrow \alpha$ 変態について観察報告した³⁸⁾。surface relief effect を伴わない変態では、結晶粒界の変化によつて変態を知ることが出来る。鉄の $\alpha\text{-}\gamma$ 変態⁴⁵⁾(18)(19)のときには α 結晶粒界の網目組織中に γ の微細結晶粒が出来て、さらに成長する γ の双晶が認められるようになる。また六方晶系に属するような金属では偏光照明を使用して変態や結晶粒成長をしらべることが出来る。また鑄鉄の黒鉛化現象等¹²⁾⁽²⁰⁾の析出物を伴うような変態、変化の研究にも利用できる。炭化物や非金属介在物等²³⁾が温度の上昇と共に地に固溶してゆく変化の有様を調べることも可能である。

このことは金属の組成や状態図作成の際に、高温顕微鏡が従来の熱分析や熱膨張測定的手段に加えて直視的補充を行うことを物語っている。但し自由表面のみを観察しているのであるから、拘束された内部の変化とは時として差があることに注意しなければならない。

熱処理の研究利用にも種々の応用が考えられる。試料の加熱速度は加熱電流をスライダックで調節し、冷却速度は炉内にアルゴンガスのような不活性ガスを吹込むことにより適宜調整する。そしていわゆる等速度連続冷却曲線および不等速度連続冷却曲線が作成出来る。これら

の冷却曲線は恒温変態曲線より現場的には必要なものであるが、高温顕微鏡を利用すれば冷却速度の変化による Bs, Ms 点を簡単に知ることが出来る。また恒温変態曲線作成には、熱膨張測定、磁気測定、検鏡などが行われていたが、試料を炉中で恒温変態せしめることによつて S 曲線作成の一手段としても利用できると考えられる。

第2に結晶粒の成長の問題であるが、試料を高温顕微鏡の真空炉内で加熱すると粒界は何ら腐蝕を行わなくても熱腐蝕により明瞭に現われる。これは粒界には空孔や転位が多く密集しているため、地よりポテンシャルが高く熱エネルギーの振動によつて原子がとび出して溝ができて粒界が現われるのである。この現象は低い温度では起らないで、ある温度以上でないとは結晶粒界は出現しない。鉄および鉄合金の場合には、300~400°C で結晶粒界が現われる。また一度現われた粒界は結晶粒の成長に伴つて移動し、古い粒界が消えずに残ることもあるが、一般に時間をかければ次第に消失してゆく。この粒界の腐蝕を利用して、金属の再結晶および結晶粒成長の観察研究ならびにオーステナイト結晶粒の粒度測定にも利用出来る。オーステナイト粒度は従来、直接の測定は行われず、間接的方法によつて結晶粒界の現出を行つていた。しかしこれらの現出方法は鋼種により適用し得るものと得ないものがあり、また現出方法によつて粒度番号が変化することもある。高温顕微鏡によればオーステナイト粒を直接検鏡し、時間および温度との関係を記録することが出来る。オーステナイト結晶粒度とともに近年混粒度も重要視されるようになったが、混粒のはげしい 900~1000°C の温度では熱腐蝕による粒界は細くて見分けにくい場合があり、また粒成長による粒界移動がはげしいので新旧粒界が混合して、その粒度決定が困難である。このような場合には、微量の空気(酸素)を炉内に入れて試料面を酸化腐蝕すると第18図のようになる。これは 0.6% C 鋼を 950°C で酸化腐蝕したもので、各結晶粒および双晶によつて酸化度が異なり、粒内腐蝕により粒度測定は容易になる。この高温着色によるオーステナイト粒現出法は遠藤、大竹³⁹⁾の両氏によつて考案され



第 18 図 オーステナイトの酸化腐蝕

第2表 マルテンサイト型変態の結晶学的データ
Crystallographic data for Martensitic transformation.

Structural change on cooling	Alloy composition	Orientation relations (P=Parent phase) (M=Product phase)	Habit plane
f. c. c ↓ h. c. p.	Pure Co Fe-Mn (15~20% Mn)	$(111)_P \parallel (00\cdot1)_M$ $[\bar{1}\bar{1}0]_P \parallel [11\cdot0]_M$	(111) ?
f. c. c ↓ b. c. c	Fe-Ni (27~34% Ni)	$(111)_P \parallel (101)_M$ $[\bar{1}\bar{2}1]_P \parallel [10\bar{1}]_M$ (Nishiyama relation)	(259)
f. c. c ↓ b. c. t	Fe-C (0~0.4% C) Fe-C (0.5~1.4% C) Fe-C (1.5~1.8% C) Fe-Ni-C (0.8% C, 22% Ni) Fe-C, Fe-Ni-C, Fe-Cr-C, Fe-Mn-C (various high C contents)	? $(111)_P \parallel (101)_M$ $[\bar{1}\bar{1}0]_P \parallel [11\bar{1}]_M$ (Kurdyumov-Sachs relation) ? $(111)_P \sim 1^\circ$ from $(101)_M$ $[\bar{1}\bar{2}1]_P \sim 2^\circ$ from $(10\bar{1}]_M$?	Laths $\Delta \parallel \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle_P$ on {111} planes (225) {259} Between (3, 10, 15 and (9, 22, 33) ~{225} and ~{259} occur together
f. c. c. ↓ f. c. t.	In-Tl (18~20% Tl) Mn-Cu (10~25% Cu)	$(111)_P \parallel (111)_M$ $[01\bar{1}]_P \parallel [01\bar{1}]_M$ Orientation which is a twin on $(110)_M$ plane	(101)
b. c. c ↓ h. c. p.	Pure Li Pure Zr Pure Ti Ti-Mo (11% Mo) Ti-Mn (4.3~5.2% Mn)	Slight deviations from Burgers relation $(10\bar{1}]_P \parallel (0\cdot01)_M$ $[111]_P \parallel [11\cdot0]_M$ The two directions differ by 3° in Li and up to 2° in Zr. In Ti, the plane are inclined at an angle of 1/2° ?	{334} and {344}
b. c. c ↓ f. c. t.	Cu-Zn (40% Zn) Cu-Sn (25.6% Si)	? ?	~{2, 11, 12} ~{133}
b. c. c ↓ distorted h. c. p.,	Cu-Al (11~13.1% Al) Cu-Al (12.9~14.7% Al)	$(10\bar{1}]_P \ 4^\circ$ from $(00\cdot1)_M$, $[111]_P \parallel [10\cdot0]_M$ $(10\bar{1}]_P \parallel (00.1)_M$ $[111]_P \parallel [10\cdot0]_M + (1\bar{1}01)$ twin in which $(0\bar{1}1)_P$ is 4° from $(00.1)_M$	2° from {133} 3° from {122}
b. c. c ↓ Orthorhombic	Au-Cd (47.5% Cd)	$(100)_P \parallel (100)_M$ $[11\bar{1}]_P \parallel [110]_M$	($\bar{3}$ 31)
Tetragonal ↓ Orthorhombic	U-Cr (0.4 at-% Cr, and 1.4 at-% Cr)	(a) $(410)_P \parallel (0\bar{2}1)_M$ $[001]_P \parallel [124]_M$ (b) $(410)_P \parallel (0\bar{2}1)_M$ $[001]_P \parallel [\bar{1}24]_M$ (c) $(\bar{1}\bar{1}0)_P \parallel (001)_M$ $[001]_P \parallel [320]$	Between ($\bar{4}$ 41) and ($\bar{3}$ 21) Near (321) ?

たが、試料を適当に酸化着色することが困難である。しかし高温顕微鏡によれば直接検鏡しながら試料面を適宜酸化することが出来るので腐蝕は確実に失敗がない。高

温顕微鏡によるオーステナイト結晶粒の成長、および酸化腐蝕法については長谷部²⁷⁾および一瀬氏²⁴⁾によつて報告された。

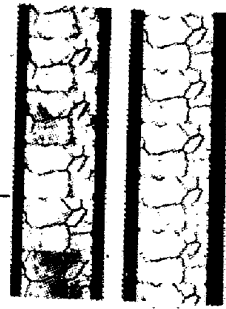
第3の表面拡散は今後期待されるものである。

第4の熱腐蝕による層状組織は第1表に示してあるように、Ag²⁾などについて研究が行われているが、この層状組織はすべての金属に多少の差はあるが現われるようである。これに関連して金属が真空加熱により蒸発して行くので、金属の転位の発生と移動をしらべ得ることが予想される。

第5の高温における塑性変形¹⁶⁾および破断現象²²⁾であるが、これは現在注目されている耐熱材料の研究にぜひとも行われなければならない実験である。

第6に高温脆性現象研究¹⁸⁾は近年ドイツで行われ、As, Bi, S, SiのようなPtに有害なものが粒界において、580~830°Cで共晶熔融変化を生じて、Ptの高温脆性が現われることを発見している。これはまたNi, Pd-Ag合金のSによつて生ずる高温脆性にも行われた。これらの研究も将来さらに広範囲に期待される実験である。

第7に焼結および固体反応の研究であるが、近年急速



第19図 亜鉛の溶解点を撮つたシネフィルム

に発展した超硬合金の研究、金属および非金属の焼結現象の機構の研究にぜひ高温顕微鏡を利用したいものである。

以上は金属の固体状態の組織変化についてであるが、金属の溶解凝固現象にも利用される。第19図は亜鉛の溶解²⁰⁾して行く有様をシネフィルムにおさめた写真である。また金属の過冷現象¹²⁾やデンドライト形成の観察も行われるであろう。(つづく)

昭和32年7月寄稿

“鉄と鋼”合本ファイル

—本誌の整理保存にテッサー合本ファイルを—



今回会員各位の御便宜のために写真のような体裁の良いかつ便利な本誌専用のファイルを作りました。一般に冊子を保存する場合に、穴をあけ、紐で綴るか、またそのままバラバラにしておきますが、穴をあけることは面倒で、また、真中が読み難く、バラバラにしておくと紛失のおそれがあります。

このファイルは本に穴もあけず、紐も糊も用いず、簡単にピンだけで綴ることができます。この合本用ファイルを御使用になれば本誌はいつも整然と保存され、しかも製本の要がありません。御試用下さい。

- B5判 クロース製、背および表紙に金文字本誌名入り
- Ⓐ 1957年(以降)用(1年分綴込可能) 1冊 ¥160円
- Ⓑ 1956年迄のバックナンバー用(1年分) ¥150円

(本の厚みの関係で、上記の通り2種あります)

申込先: 東京都千代田区丸ノ内2丁目10番地 日本鉄鋼協会
御申込と同時に代金添えて下さい。

送料 1冊24円、但し10冊以上まとめて御注文の場合は送料はいりません