

技術資料

高温顕微鏡について(II)

芥川 武\*・馬田 豊昭\*\*

ON THE HOT STAGE MICROSCOPY (II) —A REVIEW—

Takeshi Akutagawa, Dr. Eng., and Toyooki Bada

—vol. 43 (1957) No. 10, p. 1142 よりつづく—

6. 高温顕微鏡による実験の実例

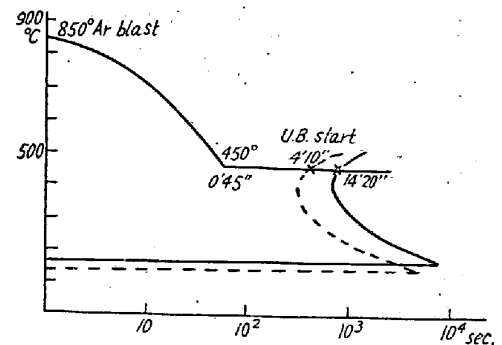
(1) 鋼のベイナイト変態およびマルテンサイト変態の観察<sup>21)</sup>

鋼のベイナイト組織については Bain, マルテンサイト組織については Marten がその発見者であり, その後多くの実験がなされたが, ベイナイト生成の機構にはまだ不明の点が多い. 最近 Ko 等<sup>40)</sup> がベイナイト変態のさいに生ずる surface relief effect を調べた. ベイナイトの形成はオーステナイト組成と変態温度によつて定まる核発生速度とその coherent な成長速度によつて進行し, ベイナイトの成長速度は炭素の移動速度によつて支配されることを示しているが, これはベイナイト変態の研究上劃期的なものである. マルテンサイト変態については古くから多くの実験がなされ, その変態速度によつて “Umklappung” 変態と “Schiebung” 変態<sup>41)</sup>とに大別されている. すなわち前者は変態速度が非常に大きく, 後者の変態速度は小さい.

著者等は Ni-Cr-Mo 鋼 (C 0.76, Si 0.33, Mn 0.85, P 0.015, S 0.012, Ni 2.16, Cr 1.14, Mo 0.24%) についてベイナイト変態, マルテンサイト変態, およびその混合変態の surface relief の変化を高温顕微鏡を使用して 16 mm シネカメラで撮影し, これを解析したのでその結果を報告する. 試料のオーステナイト化は 1100°C × 1 h で行ない, 焼入れはアルゴンガスを炉内の試料に吹きつけて行つた.

(I) 上部ベイナイト

1100°C × 1 h のオーステナイト化の後 850°C まで炉冷し, 850°C よりアルゴンガスを吹付けた. 試料の冷却曲線を, この試料の恒温変態曲線上に示したのが第20図である. 実線のS曲線は顕微鏡と熱膨脹測定よりもとめたもので, 点線のS曲線は高温顕微鏡を用いてもとめたものである. 一見して両S曲線の差が認められるが, こ



第 20 図 試料の冷却曲線

れは高温顕微鏡では試料の温度を目的の恒温変態温度に瞬間的にもつてくることができないことと, 試料の自由表面を検鏡して変態を調べていることによるものと考えられる.

写真1はオーステナイト化の後炉冷して, 850°C より 450°C に焼入れ, 4分 10秒後に上部ベイナイトが現われ 14分 20秒後まで, その変態進行状態を撮影したものである. (a) は 850°C のオーステナイト組織であるが, この組織は 4分 10秒後の変態開始まで変化しない. (b) のごとく変態開始して, 粒界からベイナイト変態による surface relief が出現する. ベイナイト relief はこのように針状である. (c) のごとくベイナイト針状 relief は平行に成長し, 粒界に衝突してその成長は止る. ベイナイト変態速度をこのベイナイト針状 relief の核発生速度および成長速度にひとしいとみなすならば, このようにベイナイト変態は緩徐である. (d) のごとく relief はさらに成長するが, このベイナイト針状 relief は他のベイナイト針状 relief に衝突すると, その成長はとまる. (○印をみよ) (e) は relief 成長終了後の組織である. このように上部ベイナイトの surface

\* 東京大学工学部冶金学教室 工博

\*\* // // // 工修

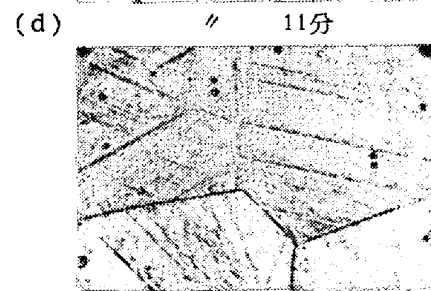
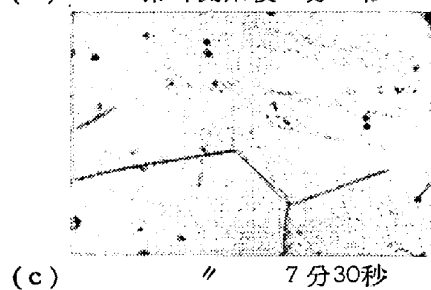
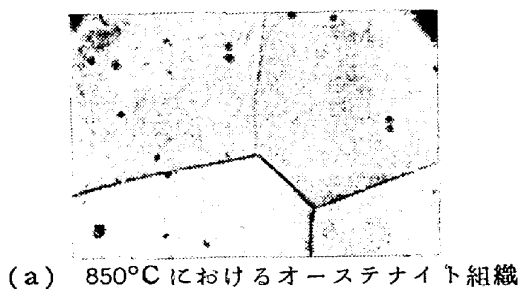
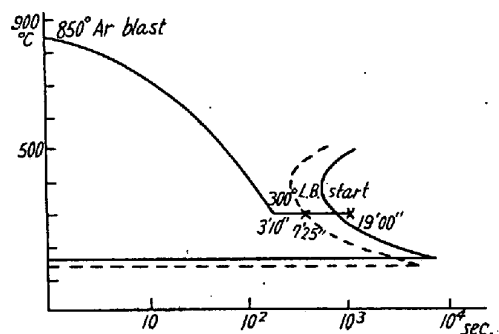
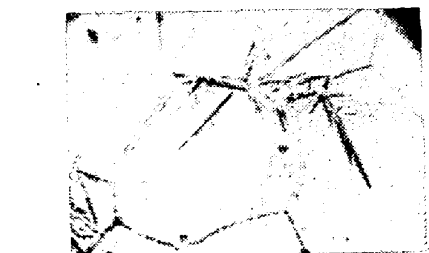


写真1 Ni-Cr-Mo 鋼の上部ベイナイト変態 (450°C 恒温変態) ×200(1/2)

界や非金属介在物から核発生する. そして(c)のごとくベイナイト針状 relief は成長するが, その形状はV字状に進行し, 上部ベイナイトのように平行縞状ではない. (d)に示すように下部ベイナイトも上部ベイナイトと同様, 粒界や他の針状ベイナイトに衝突してその成長はとまる. しかし上部ベイナイトにくらべて, その組織は黒く鮮明である. このことは下部ベイナイトの方が, surface reliefの高さが上部ベイナイトにくらべて高いことを示している. (e)は relief の成長が大体終了した組織で. このように下部ベイナイトはV字状模様組織<sup>20)</sup>である.



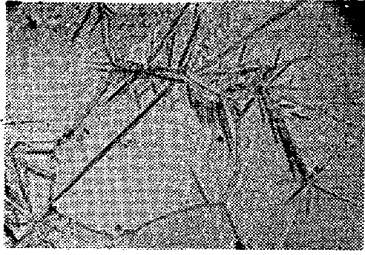
第 21 図 試料の冷却曲線



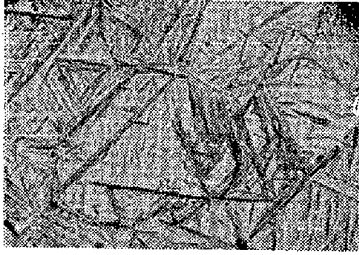
relief は大体平行縞状<sup>20)</sup>に現われる.

(II) 下部ベイナイト

下部ベイナイトについては第 21 図のごとく, 同じく 850°C から焼入れて 3 分 10 秒後に 300°C に達し, この温度に恒温保持した. そして 7 分 25 秒後に下部ベイナイトが出現し 19 分までその進行状態を撮影した. その結果を写真 2 に示す. (b)のごとく下部ベイナイトは上部ベイナイトと同じくその relief は針状であり, 粒

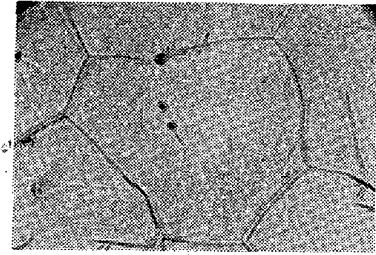


(d) // 16分

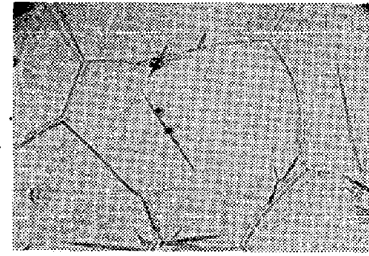


(e) // 19分

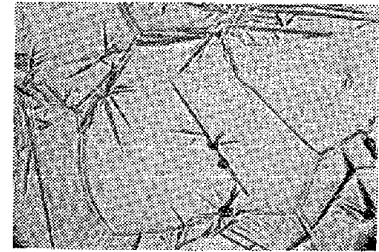
写真2 Ni-Cr-Mo 鋼の下部ベイナイト変態 (300°C 恒温変態) ×200 (1/2)



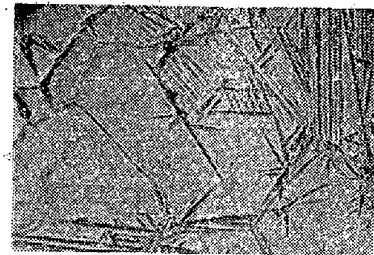
(b) 冷却開始後 4分10秒 (250°C 恒温保持)



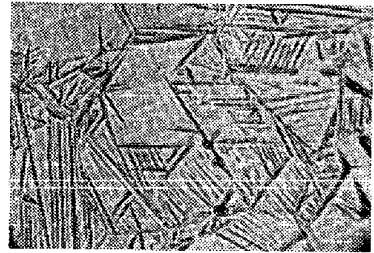
(c) // 14分30秒 (250°C 恒温保持)



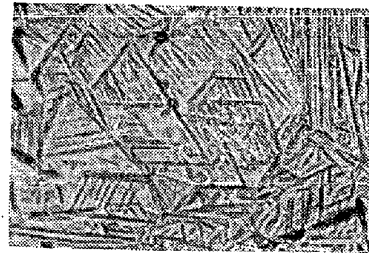
(d) // 28分5秒 (250°C 恒温保持)



(e) 焼入れによるマルテンサイトの出現



(f) マルテンサイト変態の進行

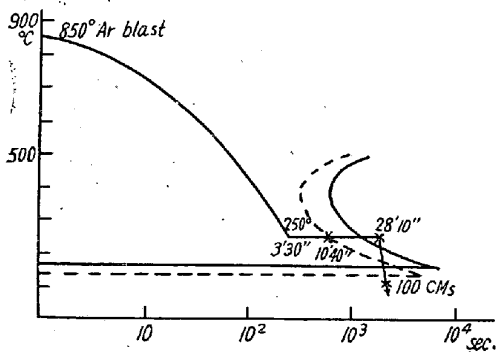


(g) マルテンサイト変態の進行

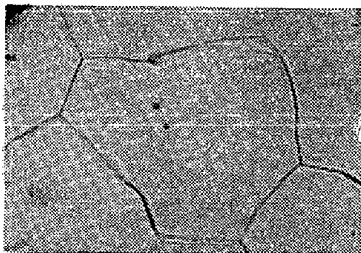
写真3 Ni-Cr-Mo 鋼のベイナイトマルテンサイト変態 ×200 (1/2)

(III) 下部ベイナイトとマルテンサイト

つぎに第 22 図に示すように 850°C より焼入れて 3 分 30 秒後に 250°C に達せしめ、250°C に恒温保持すれば、10 分 40 秒後に下部ベイナイトが現われ始める。そして 28 分 10 秒後まで一部ベイナイト化してより、ふたたびアルゴンガスを吹付けて焼入れ残留オーステナイトをマルテンサイト化してしまう。この変態進行状態を撮影した写真 3 にこの結果を示す。(b)は下部ベイナイトの核発生が粒界および非金属介在物から生じていることを示す。(c)(d)は前述の下部ベイナイトと同様に



第 22 図 試料の冷却曲線



(a) 850°C におけるオーステナイト組織

成長している。(e)はふたたびアルゴンガス吹付けで焼入れ 100°C に到つて、マルテンサイトが瞬間的に発生した組織である。(f)(g)はさらに温度が低下し、マルテンサイト変態が進行して行く。Ms 点は約 140°C であるが部分的ベイナイト変態によつてマルテンサイト変態の安定化が行われることが一般的に知られている。本実験では Ms 点が 100°C にいちじるしく降下してマルテンサイト変態は安定化された。マルテンサイト relief は針状であり、下部ベイナイトより relief の高さは大きい。

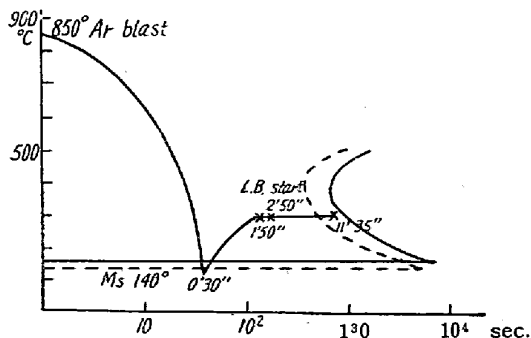
(IV) マルテンサイトとベイナイト

第 23 図に示すように、350°C から焼入れて、Ms 点直下まで 30 秒で急冷し、一部マルテンサイト変態せしめ、ただちに温度をあげて 1 分 50 秒後に 250°C にし、その温度に恒温保持する。そして 2 分 50 秒後に残留オーステナイトに下部ベイナイトが出現し始める。この変態進行状態を撮影した。写真 4 はこの結果を示す。(b) は Ms 点直下に至り瞬間的に出現したマルテンサイトである。(c) は 250°C に恒温保持し、下部ベイナイトが成長している組織である。このように下部ベイナイトは粒界や非金属介在物のみならず、オーステナイト、一マルテンサイト界面からも核発生している。そして第 23 図から明らかなように、ベイナイトは部分的マルテンサイト変態によつて、その変態開始が非常に早くなつていゝ。すなわち部分的マルテンサイト変態後のベイナイト変態は、その変態が促進されることを物語つていゝ。(d),(e) は下部ベイナイトの成長を示している。やはり V 字模様が発達していることは変りないが、relief は微細化されている。

(V) マルテンサイト

第 24 図に示すごとく、850°C より急冷して 35 秒後に Ms 点に達し、さらに冷却して行き、マルテンサイト変態の進行状態を撮影した。写真 5 にその結果を示す。

(a) はオーステナイト結晶粒で、双晶粒界が見られ



第 23 図 試料の冷却曲線



(a) 850°C におけるオーステナイト組織



(b) 冷却開始後 30 秒で Ms 点直下に至りマルテンサイトの出現



(c) 6 分 50 秒後のベイナイト変態 (250°C 恒温保持)



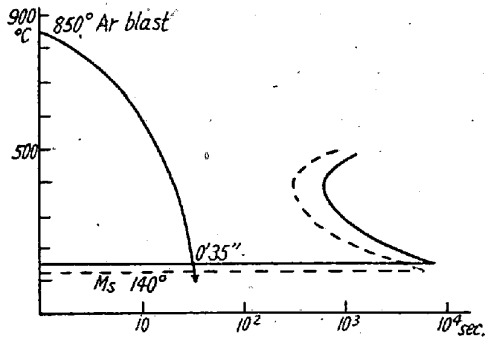
(d) // 9 分 50 秒 (恒温保持)



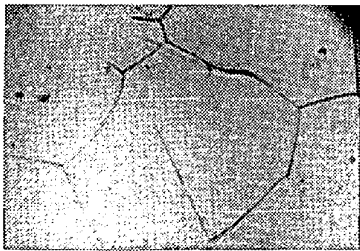
(e) // 11 分 35 秒 (250°C 恒温保持)

写真 4 Ni-Cr-Mo 鋼のマルテンサイトベイナイト変態 (×200)

る。(b)は Ms 点において瞬間的に出現した針状マルテンサイトである。丁度双晶粒界に沿つて大きなマルテンサイトが出現した。マルテンサイトの生成速度は $10^{-7}$ 秒といわれており、その出現は瞬時に粒界を横ぎつてしまふが粒界を越えることはない。(c)は 120°C における組織でさらにマルテンサイト変態は進行している。す



第 24 図 試料の冷却曲線



(a) 850°Cにおけるオーステナイト組織



(b) 冷却開始後35秒に Ms 点に至り  
マルテンサイト出現



(c) // 120°C



(d) // 100°C

写真5 Ni-Cr-Mo 鋼のマルテンサイト変態  
×200 (1/2)

なわち微細なマルテンサイトが出現している。このように Ms 点で出現する針状マルテンサイトは一番大きく、温度が低下するにつれて出現してくるマルテンサイトは

微細になつてくるのが特徴である。(a)は 100°C における組織でほとんど Ms 点に近く、変態を完了した組織である。マルテンサイトは下部ベイナイトにくらべて、さらにその relief の高さは大きく、組織も黒く明瞭になり嶺型に見える。マルテンサイト変態はベイナイト変態にくらべて、全くその変態の機構が異なる。すなわちマルテンサイトは温度の低下があつてはじめて出現し、その成長速度が瞬間的であるのにくらべて、ベイナイトはその成長速度が緩慢である。このようなマルテンサイト変態は Athermal な “Umklappung” 型変態として一般的に知られている。

(VII) surface relief 組織と化学腐蝕組織との関係

以上の観察はすべてベイナイト、マルテンサイト変態によつて生じた surface relief に関するものである。

この relief 組織を研磨して取除き nital (zephiran chloride を含む) で腐蝕して、同一視野を比較したものが写真6である。(a)は 450°C 上部ベイナイトであり、化学腐蝕によつて relief の部分が白く平行縞状になつている。(b)は 250°C の下部ベイナイト組織であるが、relif の部分が黒く腐蝕されている。このように上部ベイナイトと下部ベイナイトとは、その腐蝕した組織は非常に異なるが、surface relief を生ずるという点で全く同じであることがわかる。(c)は一部マルテンサイト変態せしめた後、残留オーステナイトを 250°C でベイナイト化したものである。大きい針状組織がマルテンサイトで、微細組織がベイナイトである。腐蝕ではマルテンサイトとベイナイトの区別がつかない。これは 250°C の再加熱によつてマルテンサイトが焼戻しマルテンサイトになりベイナイトと腐蝕の差がつかないためである。

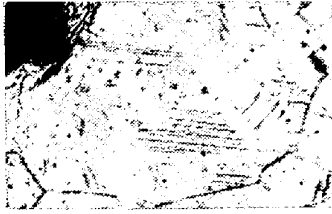
以上三種の surface relief 組織と化学腐蝕組織との比較によつて、両者は相対応していることが認められる。

(VIII) surface relief に対する変態温度の影響

前に述べた写真判定でもわかるようにマルテンサイトが一番 relief は高く、その針状組織も大きい。下部ベイナイト、上部ベイナイトになるにつれて組織は細くなり、relif の高さも小くなる。第 25 図はこの関係をもとめたものである。またマルテンサイトは Ms 点で現われるものが一番組織も大きく、relief も高いが、温度の低下とともに微細組織になり relief も低くなる。

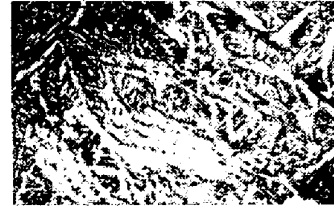
(IX) ベイナイト relief に対するマルテンサイト変態の影響

ベイナイト relief に対するマルテンサイト変態の影響



(a)

450°C の上部ベイナイトの surface relief 組織



左と同一視野の化学腐蝕組織

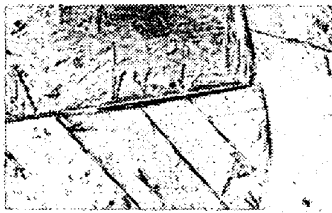


(b)

250°C の下部ベイナイトの surface relief 組織



左と同一視野の化学腐蝕組織



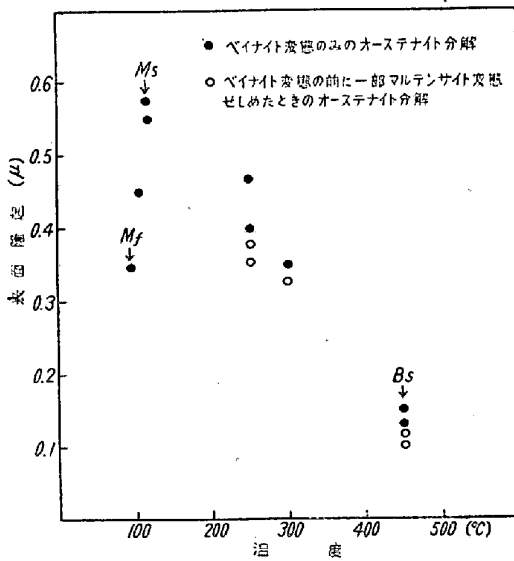
(c)

マルテンサイトとベイナイトの surface relief 組織

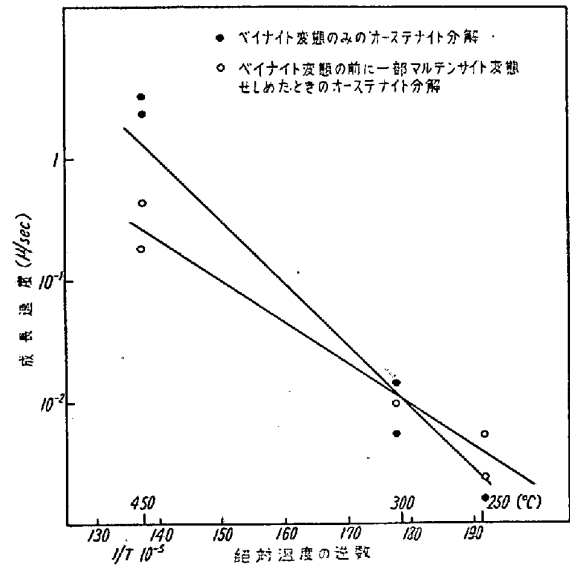


左と同一視野の化学腐蝕組織

写真6 surface relief 組織と化学腐蝕組織 ×100 (1/2)



第 25 図 オーステナイト分解後の鋼の表面隆起



第 26 図 針状ベイナイトの成長

響は第 25 図に示される。すなわちベイナイト変態の前に一部分マルテンサイト変態を行つた場合には relief の高さは相対的に幾分低目になることが認められる。これはベイナイト変態がマルテンサイト変態により促進され、組織が微細化されるものと考えられる。

(K) 針状ベイナイト relief の成長速度

シネフィルムを解析してもとめた針状ベイナイトの成長速度は第 26 図のようである。すなわち変態温度が高いほど、成長速度は早くなる。そしてこの活性化エネルギー

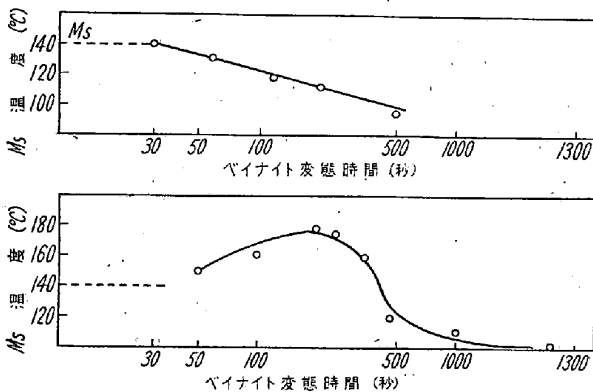
ギーは約 15000 cal/mol とまとめられたが、これは津谷氏<sup>20)</sup>の結果と一致している。この活性化エネルギーからベイナイト変態の機構について議論することは困難であるかもしれないが、この値がα鉄中の炭素の拡散の活性化エネルギー 18100 cal/mol に近似していることから、少くともベイナイト変態は炭素の拡散に支配される核発生とその成長で進行すると考えられる。

このベイナイトの成長速度も、前にマルテンサイト変態を行つた場合には幾分その速度勾配は下り、活性化エ

エネルギーは約 13000 cal/mol と定められた。これはマルテンサイト変態は下部ベイナイトの成長速度を促進するが、上部ベイナイトの成長速度を逆に遅滞させる作用があるからと考えられる。しかしマルテンサイト変態によつて、上部ベイナイト、下部ベイナイトともにその変態の潜伏期間は短縮される。

(X) ベイナイト変態による Ms 点の低下

ベイナイトの生成によつてオーステナイトの Ms 点を低下することが報ぜられ、津谷氏<sup>32)33)</sup>もこれについて報告しているが、全く一致した結果を得た。第 27 図はその結果である。高温では Ms 点は変態初期から低下するが、低温では Ms 点に近い変態温度では、変態初期に逆に Ms 点を上昇せしめ、変態末期になつていぢるしい低下が起ることが認められる。



- (a) Ms 点におよぼす 450°C でのベイナイト変態の影響
- (b) Ms 点におよぼす 250°C でのベイナイト変態の影響

第 27 図 Ms 点におよぼすベイナイト変態時間の影響

(II) 結 言

以上ベイナイト変態とマルテンサイト変態について高温顕微鏡で観察し、映画に撮り考察を行つた。ベイナイト変態はマルテンサイト変態とは全くことなる変態である。すなわちベイナイト変態は炭素の拡散に支配される核発生とその成長で進行し、surface relief を生ずることから coherent shear transformation<sup>42)</sup> であると考えられる。マルテンサイト変態は温度の低下によつて進行する athermal な変態で、その成長速度は非常に早い。(10<sup>-7</sup> 秒といわれている) そしてベイナイトと同じく surface relief を生ずる coherent shear transformation である。

(2) 高温顕微鏡による鋼の高温クリープ破断に関する研究<sup>22)</sup>

高温顕微鏡の金属学への応用の項で、金属の高温における塑性変形の研究について述べたが、こゝで鋼のクリ

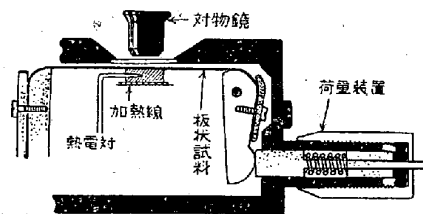
ープ破断へ応用した実例を述べる。

近年耐熱鋼の研究にはクリープ試験が欠くべからざるものとして重要視されている。しかし金属の高温クリープ破断にいたる過程の研究については Grant<sup>43)</sup> 等の報告があるがまだ充分でない。特に破断にいたるクラックがクリープ曲線上のどこで発生するかという問題は大切なことである。

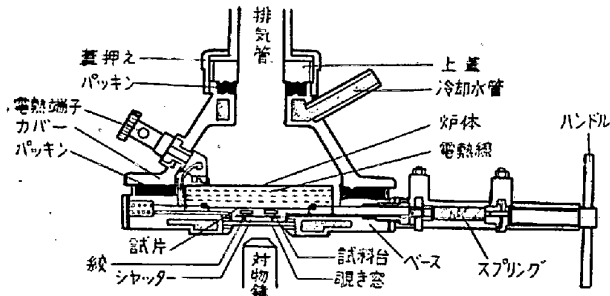
Andrade<sup>44)</sup> は加速クリープは断面積の減少による応力の増加によつておこると考え、Tapsell<sup>45)</sup> は局部収縮をとまなう破壊においてはクリープ曲線の彎曲点(加速クリープ開始点)は試験片の局部収縮のはじまる点に一致すると考えている。一方 Kanter<sup>46)</sup>, Sully<sup>47)</sup> たちは加速クリープは断面積の減少による応力増加によるものでないことを示した。また McAdram<sup>48)</sup> たちは最終クリープの初期に微視的な粒界クラックが発生し、温度の増加およびクリープ速度の減少とともに増加していくと報告している。Hadson と Wheeler<sup>49)</sup> は加速クリープ中に密度が減少することをたしかめた。同時に粒界クラックの顕微鏡的観察をおこない、密度の減少は粒界にクラックができて、これが成長していくためであると解釈した。かように、多くの場合において、加速クリープはクラックが材料内に発生するさいの挙動として理解される。著者らは高温顕微鏡を利用して鋼のクリープ破断の進行状態をシネフィルムにおさめ研究を進めてきたのでその一端を報告する。

(1) 実験装置

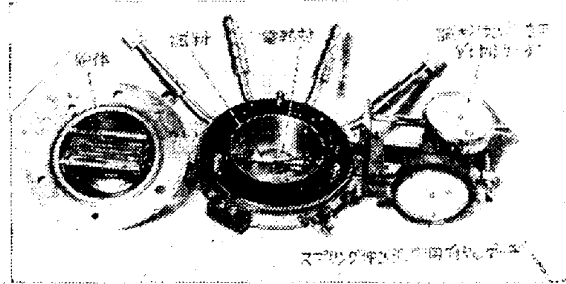
高温に加熱された試料に応力を附加する高温引張加熱台についての報告<sup>16)</sup>は従来ただ一つしかない。第 28 図がそれである。带状試料は加熱体によつて加熱され、スプリングの圧力によつて試料に引張応力を加えている。この装置で金属の高温における引張応力下の塑性変形の状態を観察している。著者らは第 7 図に示した加熱台を改良し、高温引張加熱台を試作した。その断面を第 29 図に示す。荷重をかけるには二本のスプリングを用いる。あらかじめスプリングの伸びと荷重との関係(バネ特性)をもとめておき、試験片の単位断面積あたりの荷重をもとめる。加熱線としてはニクロム線またはモリブデン線を用いた。第 30 図にこの台の内容を示す。シャフト部



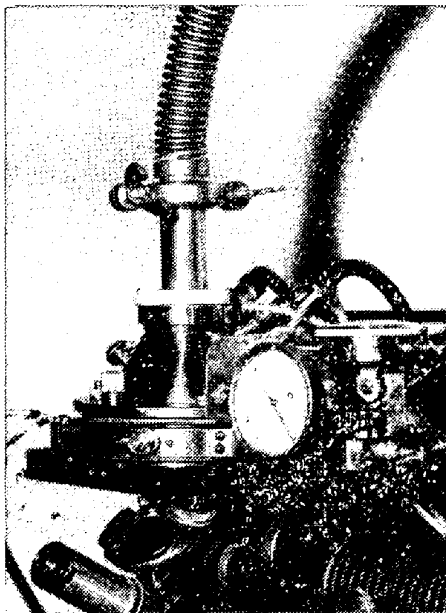
第 28 図 P.J.E. Forsyth の高温引張加熱台



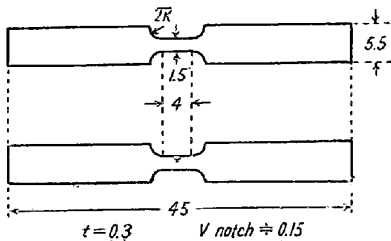
第 29 図 高温引張加熱台



第 30 図 高温引張加熱台の内容

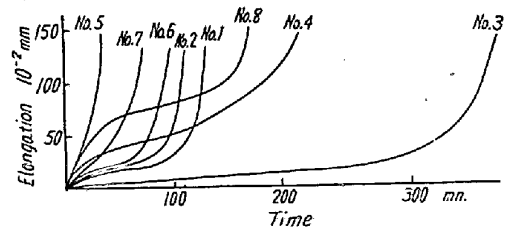


第 31 図 高温引張加熱台の外観



第 32 図 試料寸法

分のシールにWilsonシールをした結果、この部分の摩擦の影響はほとんど取除かれた。上側のダイヤルゲージは試料の伸び測定用、下側のダイヤルゲージはスプリングの伸び測定用である。スプリングはハンドルを回転



No.	温度 (°C)	荷重 (kg/mm <sup>2</sup> )	Vノッチの深さ (mm)	破断型式
1	500	6	—	粒内破断
2	500	6	0.15	粒内破断
3	550	2	—	粒界破断
4	550	4	0.15	粒内、粒界混合破断
5	550	6	0.15	粒内、破断
6	600	3—4	0.15	粒界、粒内混合破断
7	600	4	0.2	粒内破断
8	650	3	0.15	粒界破断

第 33 図 クリープ破断曲線とその結果

して伸縮させる。試料の測温は PR 13 熱電対で行い、熱接点は試料に接着される。この加熱台を第 31 図のように顕微鏡に装置して実験を行った。一定荷重をかけるには、スプリングの伸びを一定にするため、試料の伸びに応じて、ハンドルでスプリングの伸びを一定に調整する。

(I) 供試材および影響

第一回の実験として、結晶粒平均直径約 1.2 mm の珪素鋼板を使用した。試料寸法は第 32 図に示す。Vノッチは撮影のとき破断箇所をきめるためにつけたものであり、同時にノッチの影響も調べた。試料の化学分析値は C 0.0075, Si 3.294, Mn 0.09, P 0.018, S 0.005, Cr 0.27, Ni 0.017, Cu 0.26% である。第 1, 第 2 次クリープ過程は 5 秒間に一齣で、第 3 次クリープ (加速クリープ) は 3 齣/秒で撮影した。

(II) 実験結果および考察

ダイヤルゲージにより試験片のクリープ伸びが読取られ、クリープ曲線をプロットすることができる。温度、荷重を変え、そのクリープ曲線と、破断型式をしらべた結果を第 33 図に示す。500°C の低温度では荷重には関係なく粒内破断が比較的多く、Vノッチの影響はいちじるしくクリープ強度を低下する。550°C のやや高い温度では荷重の小さいときは粒界破断し、荷重の大きいときは粒内破断する。粒内破断と粒界破断をはつきりわかる荷重の範囲はなく、中間の荷重では粒内粒界と破断が混合して破壊することがある。温度が 600°C になると比較的荷重に関係なく粒界破断するようになるが、荷重が非常に大きいときは粒内破断する。650°C では圧倒的に粒界破断が多くなってくる。



粒界と粒内の見掛上の強度がひとしいような温度が存在すると考えられ、そのような温度を Equicohesive temperature<sup>51)</sup>と呼んでいる。この温度は、その金属の再結晶温度と一致<sup>52)</sup>するといわれている。供試材の再結晶温度は 580~650°C であるが、粒内破断から粒界破断にいたる Equicohesive temperature については本実験では精確にしらべなかつた。この Equicohesive temperature は歪速度<sup>53)</sup>や粒度<sup>54)</sup>にも影響をうけるので、この温度を測定することは非常に困難である。しかしながら最近ではいずれの場合でも、強度は粒界の方が粒内よりも弱く、最初のクラックの粒は粒界附近に発生すると考えられている<sup>55)</sup>。粒界、粒内の強度差は、低温で小さく温度が高くなるにしたがつて大となる。したがって低温では確率的に見て、粒界に発生したクラックも粒内を通り易く、高温では粒界強度がはるかに小さいので粒界に沿つて切れる。しかし、便宜上 Equicohesive temperature の存在を認めるのは、破壊型式を全体的に見て定めるさいには便利である。

クリープ破断にいたる過程の組織変化は大別して、結晶粒界の変形と結晶粒内の変形とに分類される。(1) 低温度、高歪速度では結晶粒内の変形が結晶粒界のそれよりもいちじるしい。第1次、第2次クリープにおいて、粒内にスリップバンドが成長し、さらに fissure ができて、この fissure が第3次クリープに入る彎曲点でクラックとなり、急速にクラックが成長して粒内破断にいたる。そして破断面は粒界破断にくらべてなめらかである。そして破断面の周辺に顕微鏡で見られるべきクラックはあまり存在しない。すなわち低温度、高歪速度による短時間クリープ粒内破断では、加速クリープは断面積の減少による応力増加によつて生ずる粒内クラックによつて破壊がおこると考えられる。この粒内破断の進行状態を写真7に示す。温度は 550°C で荷重は 6.5 kg/mm<sup>2</sup> の一定荷重である。

(a)は荷重をかける前の組織で熱腐蝕により粒界が現われている。そしてすでに粒界に沿つて粒が少しはがれているが、これは試料作製のときの傷である。(b)は荷重附加により、仕上傷がノッチの働きをしているため、すでに粒内に fissure が入り、また粒内は歪りを生じている。そして粒界も変位をおこし、変形されて太く見える。(c)では(b)の fissure とは違つたところに、大きく変形された部分が生じている。そして多重歪りを生じて変形がいちじるしく凸凹をおこして黒づんで見える。これに反し粒界の変形はたいして進んでいない。(d)のごとくこの fissure はさらに成長し(e)になつ

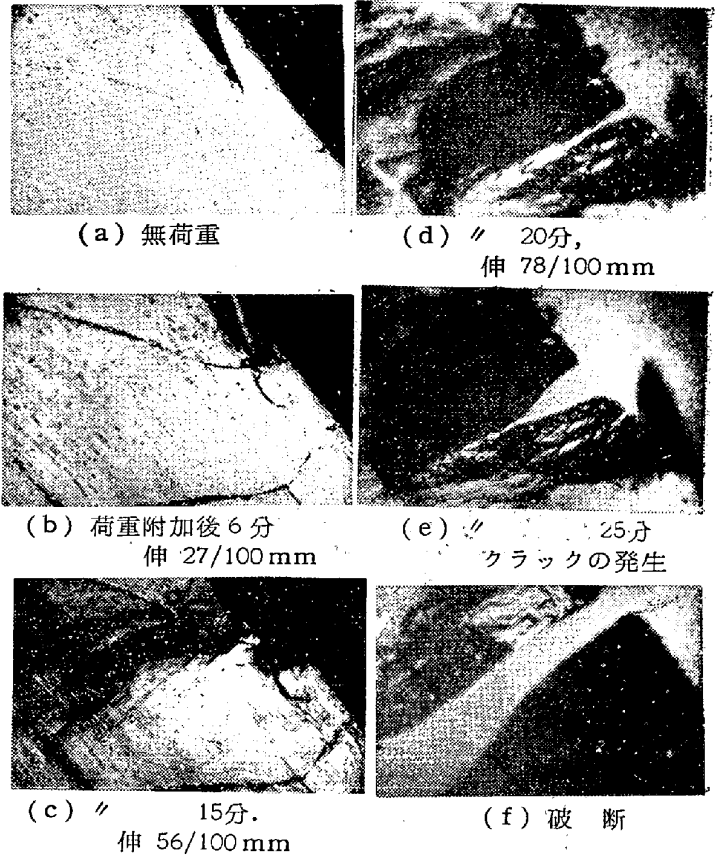
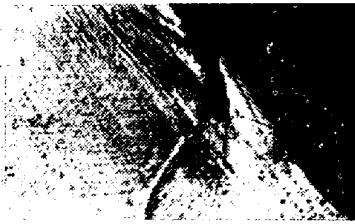
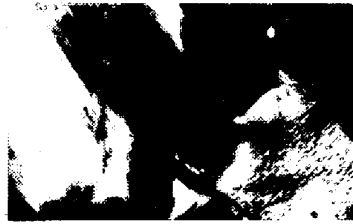


写真7 温度500°C, 荷重 6.5 kg/mm<sup>2</sup>, ×50 (1/2)

てクラックになり、そのクラックはさらに急速に成長し(f)のごとく破壊する。第三次クリープに入るわん曲点は(d)のような組織を示す附近と一致することが判明した。(2) つぎに高温度、低歪速度では、結晶粒界の変形は結晶粒内のそれよりも大きい。第1次、第2次クリープにおいては、粒内にスリップバンドができるが、それが fissure となり、その fissure がクラックとはならず、粒界の迂りおよび移動がいちじるしく、粒界の迂りによつて粒界は拡がる。第3次クリープに入るわん曲点において、粒界にクラックが入り、これが破断の原因となる。このクラックの密度は高温度、低歪速度になると増加するように思われる。そして一般に破断面は粒内破断にくらべて凸凹が多く、また破断面近くの粒界の変形はいちじるしく微細クラックとなつている。すなわち高温度、低歪速度の長時間クリープ破断では、加速クリープは粒界のクラックによる応力増加によつて生ずると考えられる。この粒界破断の進行状態を写真8に示す。温度は 600°C, 荷重は 1.8 kg/mm<sup>2</sup> である。(a)は荷重附加によりすでに粒界に沿つて結晶粒の端がはがれている。そして粒内は歪りを生じている。(b)のごとく粒内は二重歪りを生じ、粒界の変形もいちじるしく、粒界に沿つて破断が進行する気配を示している。(c)にい



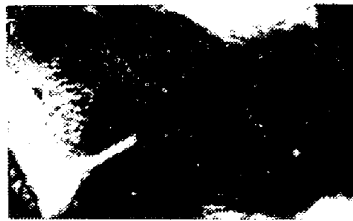
(a) 荷重附加後2時間58分  
伸 30/100mm ×100(1/2)



(d) 破断開始 ×50(1/2)



(b) // 4時間28分  
伸54/100mm ×50(1/2)

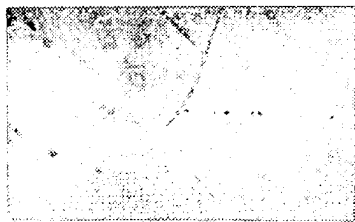


(e) 破断進行 ×50(1/2)

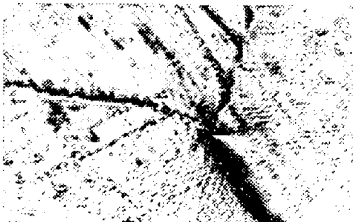


(c) // 4時間43分, 伸 75/100mm ×50(1/2)

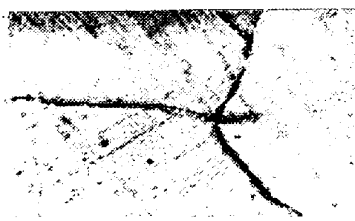
写真8 温度 600°C,  
荷重 1.8 kg/mm<sup>2</sup>



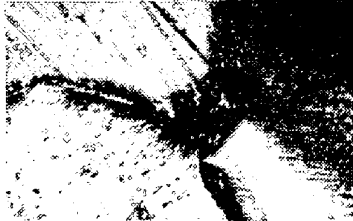
(a) 無荷重



(c) 荷重附加後49分  
伸62/100mm



(b) 荷重附加後27分  
伸 27/100mm



(d) // 75分  
伸 123/100mm

写真9 温度 550°C, 荷重 4 kg/mm<sup>2</sup> ×50(1/2)

たつて粒界にクラックが入り、結晶粒はたがいにたつて凸凹になつている。そして(d)のごとくこのクラックはさらに粒界にそつて成長し(e)のごとく破壊する。このように粒界破断は粒内破断にくらべて、破壊がぜい性外觀を呈するのが特徴である。そして第3次クリープに入れるわん曲点は(c)の組織を示す近傍と一致することを認めた。

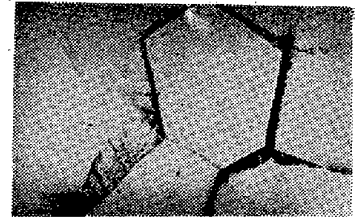
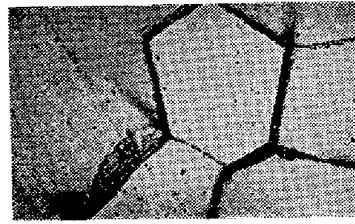
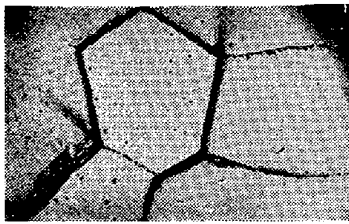
(3) 結晶粒界が結晶粒内より常に破壊強度は弱いと考

えられ、破壊にいたる最初のクラックの核は粒界附近に発生すると考えられる。とくに粒界の三重点については、Zener<sup>56)</sup>, Cottrell<sup>57)</sup>が示した破壊モデルと全く同じ模様を示した。すなわち結晶粒界がたると、その端における結晶粒に塑性変形がたると、こゝに応力集中が発生し、この高応力部分に空孔が選択的に集合して破壊にいたる可能性がある。写真9はクリープ過程中的粒界の三重点の変形の有様を示したものである。温度は 550°C, 荷重は 4 kg/mm<sup>2</sup> である。(a)は荷重をかける前で、熱腐蝕により粒界が現われている。(b)は荷重附加により、粒界は変形されて太くなり、粒内はたつてを生じている。そして上、下の結晶粒の粒界に左右の剪断たつてを生じ、粒界の右端の三重点の右の結晶粒内がいちじるしく局部的に変形され黒い尾を引いているのが認められる。(c)はさらに粒界の変形の方が粒内の変形より大きいことを示し、(d)にいたり三重点にクラックが発生している。このように粒界の三重点に破断を導くクラックの核が発生することが多い。したがつて粒度が大きくなるにつれて、高温における金属の強度は大きくなるということが推察される。

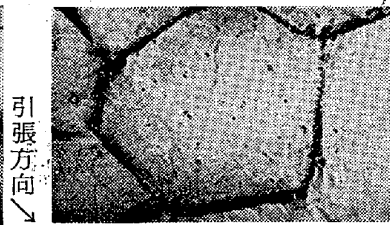
(4) 粒界の変位には粒界のたつてと粒界の移動とがあるが、粒界の移動はどのように進むかということに興味深いことである。著者らの実験において粒界の移動は粒界の曲率中心に向つて進むことを見出した。写真10は、粒界の移動を示すものである。この粒界移動は比較的高温度、低歪速度のクリープ過程に多く見出される。

(5) つぎに結晶粒変形によつて結晶粒が引張方向に伸びることがある。この場合には、粒の回転も生じている。写真11はクリープ過程に結晶粒が引張方向に伸びた有様を示す。温度は 550°C, 荷重は 3.6 kg/mm<sup>2</sup> である。引張方向に対して扁平な粒が存在している。(b)は荷重附加により粒界にたつてが生じ(c)のごとく粒界変形はいちじるしく、粒内にもたつてを生じている。そして引張方向に粒が伸び引張方向に垂直な方向には圧縮されている。そして(d)のごとく、粒は引張方向に沿つて扁平になる。粒界の変形がいちじるしく進み黒くなつている。

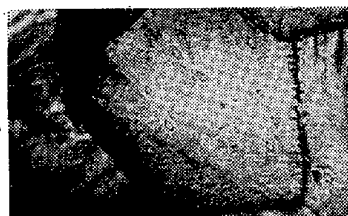
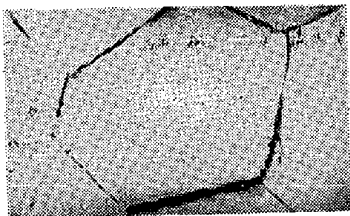
(6) Vノッチの影響はいちじるしく、わずか 0.15 mm の深さのものでも、そのノッチにたつて集中し、クラックがノッチに発生して破断する。ノッチの中はクリープが進むにつれてたつてが行き、ノッチの深さはそれにたつて



(a) 荷重附加後57分, 伸 14/100 mm (b) " 1時間20分, 伸 20/100 mm (c) " 2時間, 伸 30/100 mm  
写真10 温度 550°C, 荷重 3.6 kg/mm<sup>2</sup> × 50(1/2)



(a) 荷重附加後5分 伸 5/100 mm (c) " 3時間30分 伸 51/100 mm



(b) " 1時間20分 伸 20/100 mm (d) " 5時間30分 伸 95/100 mm  
写真11 温度 550°C, 荷重 3.6 kg/mm<sup>2</sup>

て浅くなってくる. ノッチ周辺にはクリープの初期から fissure が発生し, しかもこの fissure はノッチ面の法線方向に流れることが特徴である.

(IV) 結言

高温顕微鏡を利用して鋼のクリープ破断を観察するための高温引張加熱台を試作し, この台を用いて, クリープ破断の形態的研究を行った. その結果を示すと, つぎのごとくなる.

(1) 第1次クリープ過程

- (a) 粒内: スリップバンドの発生とその成長
- (b) 粒界: 粒界の変位 (粒界の迂りおよび粒界の移動)

(2) 第2次クリープ過程

- (a) 粒内: ダブルスリップバンドの発生および fissure の発生とその成長
- (b) 粒界: 粒界の変位 (粒界のいちじるしい迂りおよび移動)

(3) 第3次クリープ過程

- (a) 粒内破断: fissure のいちじるしいものがクラックに成長し, 局部収縮をともなつて, こゝに集中応力して粒内破断する.

(b) 粒界破断: 粒界の変位のいちじるしいものがクラックとなり, これが粒界にそつて成長して応力集中がおこり粒界破断する. この場合粒内破断にくらべて, 破断がぜい性外観を呈する.

粒内, 粒界破断ともに, 破壊にいたるクラックはクリープ曲線上の2次から3次過程に移るわん曲点附近に発生することが明らかとなつた.

7. 総括

高温金属顕微鏡の歴史を簡単にのべ, 著者らが試作した高温金属顕微鏡用加熱台, 高温引張加熱台および長焦点対物鏡について言及した. そしてさらに高温金属顕微鏡の金属学への応用について一言し, 著者らが実際に行つた実験例について報告した.

高温顕微鏡で観察するのは金属の表面の変化であり, この変化は必ずしも試作内部の変化と同一でないという点に注意が肝要である. 一般に試料は真空中で加熱されるが, ガスを導入する場合にも, そのガスの種類によつては内部とことなつた組織を呈すること (脱炭・酸化) もありうるわけである. そこで研究手段として使用する場合は充分その実験目的に対する適不適を考慮する必要がある.

高温顕微鏡はわが国でも近年さかんになり, 今後多くの研究報告が発表されることであろう. 将来の発展を心から期待するものである. 最後に本研究に協力されたユニオン光学の諸氏に感謝する次第である.

(昭和 32 年 7 月寄稿)

文 献

- 1) P. Oberhoffer, Z. Metallurgie 6 (1909) 554
- 2) F. Robin, Bull. Soc. Encouragement pour l'Ind, Nat. 118 (1912) 204/31
- 3) H. Hanemann and H. J. Wiester, Arch. Eisenhüttenw 5 (1931/32) 377
- 4) H. Esser and H. Cornelius, Stahl and Eisen 53 (1933) 532
- 5) R. A. Rogers and L. R. von Wert; Metal

- Progress 23 (1933) 46
- 6) 大日方, 林: 鉄と鋼, 23 (1937) 1092
- 7) R. King and R. Shutteworth; Proc. Roy. Soc. 193 (1948)
- 8) D. G. Nickols; J. Iron & Steel Inst. 160 (1948) 145
- 9) R. Maréchal and M. Doncet; Rev. Met. 48 (1951) 561
- 10) G. Brinson and A. T. W. More; J. Inst. Met. 79 (1951) 429
- 11) D. W. Dewhirst and M. J. Olney; Iron Steel Inst. 169 (1951) 221
- 12) R. E. Cech; Rev. Sci. Instruments 21 (1950) 747
- 13) G. Reinacher; Werkstoffe und Korrosion, 3 (1952) 192
- 14) R. B. Pond and N.K. Chen; The Iron Age, 7 (1952) 122
- 15) B. W. Mott and S. D. Ford; Research, 6 (1953) 396
- 16) P. J. E. Forsyth; J. of Inst. of metals, 81 (1953) 150
- 17) S. G. Glover; J. of Inst of Metals, 83 (1954) 181
- 18) J. E. Jenkins, D. R. Buchele and R. A. Long, Metal Progress, may (1955) 101
- 19) H. A. Saller, R. F. Dickerson and R. J. Carlson, Metal Progress, May (1955) 105
- 20) 津谷, 三橋: 日本金属学会誌, 19 (1955) 612
- 21) 芥川, 馬田: 鉄と鋼, 42 (1956) 200
- 22) " " " 43 (1957) 348
- 23) Irmtraud Pfeiffer; Z. Metallkde. 48 (1957) 171
- 24) 沢村, 盛, 藤田, 一瀬: 高温顕微鏡研究会第三回報告会
- 25) 山路賢吉: 日本金属学会昭和 32 年春季講演会
- 26) 草川, 瀬良: " "
- 27) 長谷部茂雄: 高温顕微鏡研究会第三回報告会
- 28) G. Reinacher; Z. Metallkde, 45 (1954) 453
- 29) 山口珪次: 岩波講座, 機械工学, 金属顕微鏡法 p. 24
- 30) 吉田 錦: 日本金属学会, 昭和 31 年春季講演会
- 31) 宮田尚一: 応用物理, 22 (1953)
- 32) 津谷, 三橋: 日本金属学会誌, 20 (1956) 112
- 33) " " " 20 (1956) 453
- 34) 芥川, 馬田: 特殊鋼, 5 (1956) 67
- 35) " " " 金属, 25 (1955) 905
- 36) J. Dyson; Nature 163 (1949) 403
- 37) Institute of Metals Monograph and Report Series, No. 18 p. 130
- 38) 芥川, 馬田: 日本金属学会誌, 昭和 32 年春季講演会
- 39) 遠藤, 大竹: 日本金属学会誌, 19 (1955) 51
- 40) T. Ko; J. Iron & Steel Inst. 172 (1952) 307
- 41) F. Förster, E. Scheil; Z. Metallkde. 32 (1940) 165
- 42) T. Ko; J. Iron & Steel Inst. 175 (1953) 16
- 43) J. Grant and W. Mullendore and Nicholas; J. of Metals; 6 (1954) 973
- 44) E. N. dae. Andrade; Proc. Roy. Soc. A 84 (1911), 1
- 45) H. J. Tapsell; Creep of Metals (1931) Oxford, New York
- 46) J. J. Kanter; Trans. A.S.M. 24 (1936) 870
- 47) A. H. Sully; G.N. Cale and G. Willoughly; Nature, 162 (1948) 411
- 48) D. J. McAdram, G. W. Geil and D. H. Woodard; Proc. ASTM 46 (1946) 902
- 49) D. Hanson and M. A. Wheeler; J. Inst, Metals, 45 (1931), 229
- 50) P. J. E. Forsyth, the Microscopy of Metals, The Institute of Metallurgists p. 91
- 51) Z. Jefferies J. Am, Inst of Metals (1917) 300
- 52) N. J. Grant: High temp. pro. of Metals ASM (1950) 51
- 53) C. Crussard; Metal Treat. 14 (1947) 149
- 54) N. J. Grant; Trans, Am. Soc. for Metals 39 (1947) 281
- 55) 横堀武夫: 材料強度学, p. 134
- 56) C. Zener; Fracturing of Metals (1948) 3. ASM
- 57) A. H. Cottrell; Dislocations and Plastic Flow in Crystals (1953) (Clarendon press, Oxfrd)