

が認められる。

3) Ni 基合金に Co を添加することは、高温強度特性をいちじるしく改善するが、Fe 基合金 C0F5 に Co を 10, 20% と添加することは逆効果である。これは body-centered cubic の β 相を析出するためである。この β 相の格子常数は基質のそれといちじるしく異なり、また基質との coherency も保ちがたく、凝集傾向もいちじるしく、一方基質格子常数の低下による過時効現象をとまなうために、いちじるしい強度低下をきたす原因となると考えられる。

4) 本研究において認められた β 相は、Ni-Ti-Al 三元系合金にあらわれる NiAl または Ni₂AlTi と同様のもの、X線回折試験の結果から body-centered cubic (CsCl型)、格子常数約 2.92 Å と認められたが、微量化学分析結果からは Cu₂MnAl 型の Ni₂AlTi に近い。これらの詳細に関しては今後の研究にまきたい。この β 相の析出にともなって、 γ' 相の析出は減少する傾向が認められる。これは γ' 相中の Ti および Al を β 相が食つて生長するためであろうと考えられる。

5) γ' 相の析出を利用して高温強度を維持する Type の耐熱合金においては、 β 相の析出する範囲をさけた γ 相の基質組成を選ばねばならない。

6) 各試料における時効過程の析出反応と高温強度との関係については現在検討中で、追つて報告する次第である。

おわりに本研究に関し種々御指導をいただいた名古屋大学金属工学科、助教授永井直記博士に深甚の謝意を表する次第であります。(昭和 36 年 5 月寄稿)

文 献

- 1) A. TAYLOR and R. W. FLOYD: J. Inst. Metals, 81 (1952~53) p. 25
- 2) W. B. PERSON: A Handbook of Lattice Spacing and Structure of Metals and Alloys (1958), Pergamon Press, London.
- 3) W. C. HAGEL and H. J. BEATTIE: Precipitation Process in Steel, Special Report No. 64, (1959), p. 98
- 4) 武田, 永井, 森本: Nimonic 系耐熱合金の析出物に関する研究 (第 1 報) (1959—4) 日本金属学会, 第 44 回講演大会にて発表

反射電子線回折における補助低速電子銃の応用*

成 田 貴 一**・森 憲 二**

Application of a Supplementary Low-Velocity Electron Gun to Electron-Diffraction Reflection.

Kiichi NARITA and Kenji MORI

Synopsis:

Utility of electron-diffraction reflection method has been shown by the present authors, for identification of the nonmetallic inclusions constituting sand-marks in steels.

However, when the nonmetallic inclusions are large enough to charge the electron on them, their electron diffraction patterns cannot be obtained because of irregular scattering of the diffracted electron beam. This phenomenon is usually observed in the electron-diffraction of a poor electrically conductive material.

To overcome this weak point of the electron-diffraction, it is adequate to apply the low-velocity electron bombardment on the specimen in operating the electron-diffraction. In the present work, it was recognized that good results were obtained by the electron-diffraction reflection method using the supplementary low-velocity electron gun to identify the macroscopic nonmetallic inclusions constituting sand-marks in steel, and the usefulness of this method were shown.

* 昭和 34 年 11 月本会講演大会にて発表 ** 株式会社神戸製鋼所中央研究所

I. 結 言

鋼中の非金属介在物に関する研究の一環として、著者たちは従来より鋼中における非金属介在物（以下かんたんに介在物と記載する）の熱力学的挙動、物理化学的性質、生因ならびに鋼におよぼす影響などについて検討をおこない既にその一部は報告したが、著者たちはそれらの報告において、介在物構成成分を正確に認定することが本研究を進めていく上において最も重要であることを指摘し、その一手段として反射電子線回折法が適用できることをしめしたり。この方法によれば介在物の大きさならびに形態が適当であれば、容易にその反射電子線回折像を得ることができるが、介在物がかなり大きい場合にはその表面上に帯電を生じ、電子線が異常に散乱されて明瞭な回折像が得られない。この現象は電気伝導度の小さい物質の電子線回折をおこなう場合に常に当面する問題である。このような場合、帯電を防止するために試料の側面に適当な金属を蒸着するとか、あるいは金属箔をはりつけるとか種々の工夫が講じられているが、いずれも完全とはいいがたく、また試料の作製にもかなりの技術的なむずかしさをともなう。そこで著者たちは第 I 項に述べる原理にもとずき、補助電子銃³⁾を用いて低速電子線²⁾で試料を照射し、帯電をのぞくことが最も適当な解決策であると考え、補助低速電子銃を試作し、その効果をしらべた結果、予想どおり試料表面上の帯電を防ぐことができ良好な反射電子線回折像を得ることに成功したので、本報ではその結果をかんとんに述べる。

II. 原 理

数万Vの入射電子線による二次電子収量すなわち二次電子数と入射電子数との比は一般に1より小さく、したがって試料に負の荷電を生ずることが考えられる。試料が電気的に良導体である場合には、この荷電は試料をおつてのがれ去るが、不良導体である場合には、荷電が試料表面上に蓄積されて電子線回折の妨害となる。

一方絶縁体に数100Vの電子線を照射した場合には、二次電子収量は Fig. 1³⁾ にしめしたように1より大きい極大値をもち、加速電圧のかなり広い範囲におたつて絶縁体は正に帯電する。したがって電子線回折における数万Vの照射電子線による負の帯電を数100V程度の電子線照射による正の帯電によつて相殺することができる。またこのような考えに対して、数100Vの電子線によつてイオン化された残留気体が試料の帯電を除去すると考えることもでき、これに対応するような実験的論証も発表されている⁴⁾。いずれにしても数100

Vの補助電子線を照射することによつて試料の帯電による影響を除去することができるはずである。

III. 試 作 装 置

前記第 II 項に述べた原理にもとずいて試作した補助低速電子銃の電気回路をしめすと Fig. 2 のとおりである。すなわちフィラメントを5~10Vの交流電流で加熱し、生じた熱電子をフィラメントと陽極間に付与した電圧によつて加速し、試料表面上に照射する。加速電圧は初換スイッチによつて400, 600, 800 および1,000Vの4段階に切りかえることができる。加速された電子電流は主としてフィラメントの加熱電流を調節することによつて調整する。補助低速電子銃の構造をしめすと Fig. 3

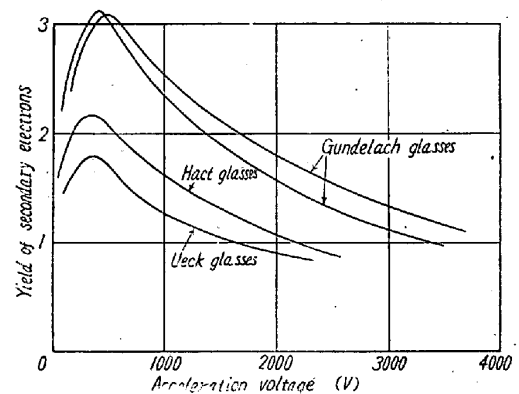


Fig. 1. Yield of secondary electrons from different glasses³⁾.

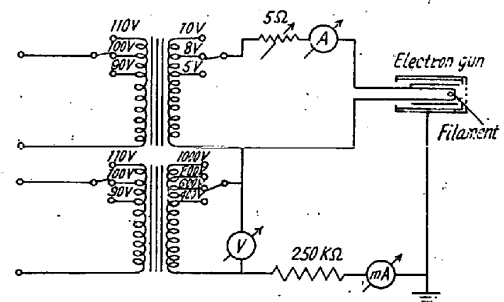
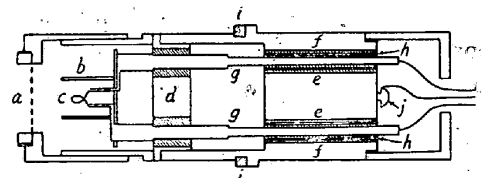


Fig. 2. Electrical circuit of a supplementary low-velocity electron gun.



a: Phosphor-bronze mesh, b: Wehnelt cylinder, c: Tungsten filament, d: Steatite, e: Air-tight and insulating zone, f: Chromium-plated brass body, g: Filament-supporting rod, h: Silica tube, i: Rubber gasket, j: Earth.

Fig. 3. Construction of a supplementary low-velocity electron gun.

のとおりでありフィラメント、グリッドおよび陽極よりなっている。aは燐青銅の金網であり陽極としてはたつき、bはグリッドであり熱電子流が電子銃の軸に対して直角の方向に失なわれるのを防ぎ、cはタングステン・フィラメントであり負の電圧を与え陰極としてはたらく。dはステアタイトであり、これによつて陰極と陽極を絶縁し、eの部分は外側の金属製の部分fとフィラメント支持棒gとの間を石英管hで絶縁したのち、ピセインをとかしこんで電子顕微鏡内を真空にたもつようにした部分である。またiはゴム・パッキングであり、これによつて鏡体内を外部の大気より遮断する。アース線はjよりとる。装置全体の組立外観をしめすとPhoto. 1のとおりであり、使用する場合はこの補助低速電子銃の先端を電子顕微鏡（日立製作所製 HU-10 型）の下部の試料室に挿入する。

IV. 実 験 結 果

反射電子線回折における補助低速電子銃の効果をしめす一例として、鋼中に認められる介在物、とくに一般に砂疵と称せられている巨視的介在物についておこなった実験結果を述べる。

酸性平炉溶製の中炭素鋼鍛鋼材に検出された砂疵部を適当な大きさに切断して研磨したのち、光学顕微鏡で観察して砂疵部の位置をしめすマークをつけ、表面に疵をつけないようにして4mm角の試料を切りだし、反射電子線回折用試料を作製した。Photo. 2はこのようにして作製した試料上の砂疵部を構成する介在物の光学顕微鏡的形態をしめしたものである。つぎに5%硝酸・アルコールを用いて鋼のマトリックスを腐食して砂疵部を突出させ、アルコールで数回洗滌し、最後にアセトンを用

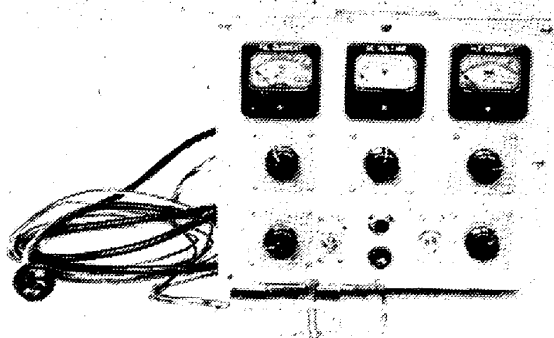
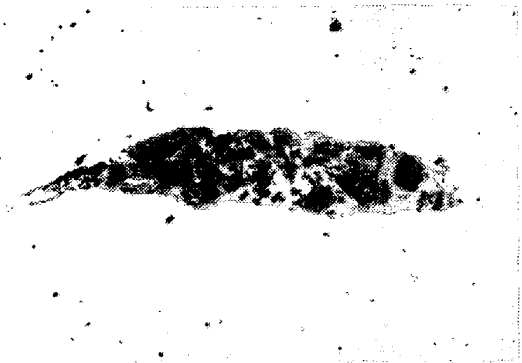
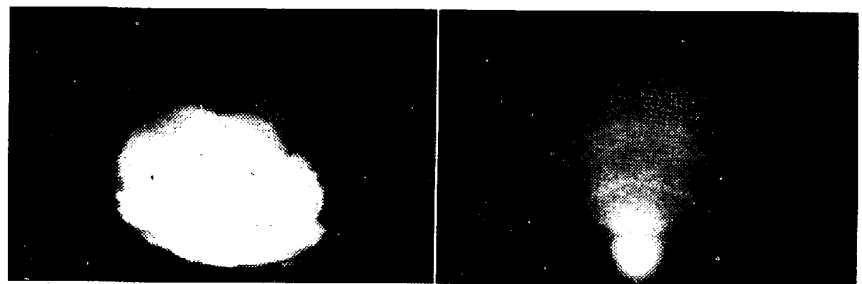


Photo. 1. Supplementary low-velocity electron gun.



×25 (4/5)

Photo. 2. Sand mark in a forged medium-carbon steel.



(a) Without use of a supplementary low-velocity electron gun. (b) When a supplementary low-velocity electron gun is used.

Photo. 3. Electron-diffraction reflection patterns obtained from nonmetallic inclusions constituting sand mark as shown in Photo. 2. (3/5)

いてよく洗滌し、ドライヤーで乾燥したのち試料を支持台にとりつけ、電子顕微鏡の試料室に挿入し、Hiller型回折装置を用いて砂疵部を構成する介在物の反射電子線回折をおこなった*。電子線の波長とカメラ長さとの積 $L\lambda$ は、同じ試料支持台上に金箔をとりつけ、砂疵部の回折像を撮影した直後に金箔の回折像を撮影して求めた。補助低速電子銃を用いずに、フィラメント電流 3.5 A、加速電圧 100 kV、電子電流 0.03 mA の条件下で電子線を 2° の角度で砂疵部の中心に照射した場合は Photo. 3(a) にしめしたように砂疵部に帯電を生じ、その反射電子線回折像は得られない。

ところがフィラメント電流 1.5 A、加速電圧 400 V、電子電流 0.9 mA の条件下で補助低速電子銃を用い、上記の場合と同じ条件下で電子線を照射した場合には、砂疵部における帯電は全く除かれ、Photo. 3(b) に示したように明瞭な砂疵部介在物の反射電子線回折像が得られる。さらに補助低速電子銃のフィラメント電流を 1.6 A、加速電圧を 600 V に増加すると電子電流は 1.2 mA に達するが、反射電子線回折像には大きな変化は認められない。Photo. 3(b) にしめした反射電子線回折像より格子面間隔を計算した結果をしめすと Fig. 4 のとおりであり、砂疵部を構成する介在物中には β -クリストバラ

* 反射電子線回折における試料表面上の最小照射面積はほぼ $50\mu \times 50\mu$ である。

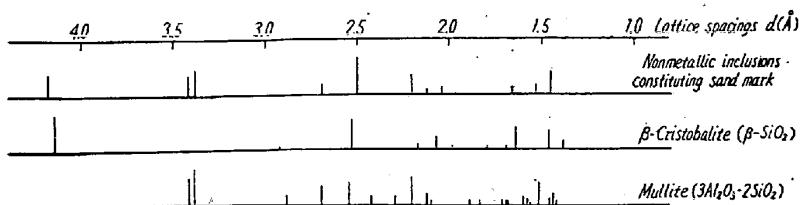
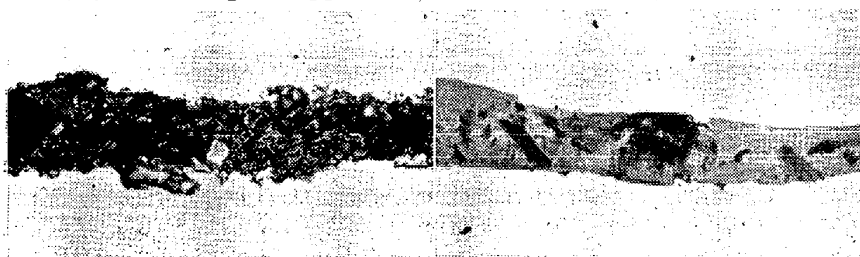
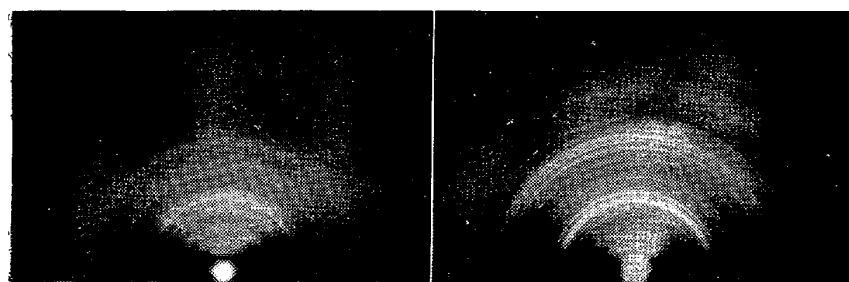


Fig. 4. Lattice spacings of nonmetallic inclusions constituting the sand mark obtained by an electron-diffraction reflection method using a supplementary low-velocity electron gun.



(a) Complicated type sand mark A. (b) Complicated type sand mark B.
Photo. 4. Complicated type sand marks in rolled chromium-molybdenum steel No. 21.



(a) Complicated type sand mark A. (b) Complicated type sand mark B.
Photo. 5. Electron-diffraction reflection patterns obtained from nonmetallic inclusions constituting sand marks A and B as shown in Photo. 4, when a supplementary low velocity electron gun is used.

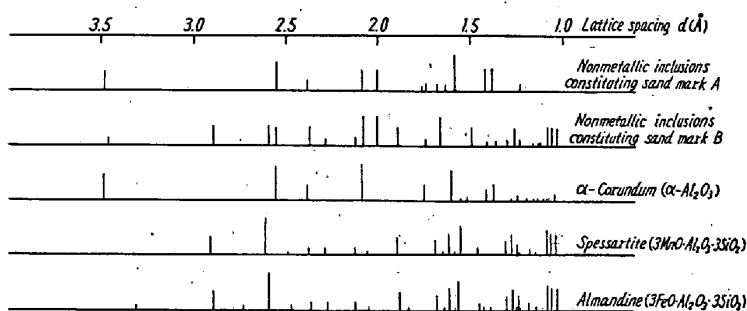


Fig. 5. Lattice spacings of nonmetallic inclusions constituting complicated sand marks A and B obtained by an electron-diffraction reflection method using a supplementary low-velocity electron gun.

* Spessertite ($3\text{MnO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{SiO}_2$) と almandine ($3\text{FeO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{SiO}_2$) の回折線スペクトルは非常に類似しており、電子線回折結果より区別することは非常にむづかしい。ところがバナジウムを添加した SCM 21 鋼材に現出する混在型砂疵の化学分析結果 (日本鉄鋼協会, 昭和 36 年 4 月春季講演会に発表) によればマンガン, シリコン, アルミニウムは多く, 鉄は少ない, したがってこの砂疵中に存在する介在物は spessertite と考えた方が妥当である。

イト (SiO_2) およびムライト ($3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$) の存在することが確認された。

同様にして砂疵部を構成する介在物の認定に補助低速電子銃を用いた反射電子線回折結果の一例をしめすと Photo. 4, 5 および Fig. 5 のとおりであり, 脱酸およびオーステナイト結晶粒度調整剤としてアルミニウムを添加したクロム・モリブデン鋼 21 種圧延材に認められる混在型砂疵 (Photo. 4-a) を構成する介在物中には α -コランダム (Al_2O_3), またカルシウム・シリサイドで脱酸し, オーステナイト結晶粒度調整剤としてバナジウムを添加した同鋼種圧延材に認められる混在型砂疵 (Photo. 4-b) を構成する介在物中にはスペサータイト ($3\text{MnO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{SiO}_2$) * および α -コランダム (Al_2O_3) の存在することが確認された。

V. 結 言

鋼中の介在物, とくに巨視的介在物の認定に反射電子線回折法を適用するにさいし, 回折の対象となる介在物の形態, 大きさならびにそれを構成する分子種のいかんによつては, 介在物表面上に帯電を生じ, 電子線回折が不能になる場合がある。そこで補助低速電子銃を試作し, 数 100V 程度の低速電子線で介在物表面を照射することにより帯電の影響をのぞき, 電子線回折の目的を達成し得ることを確認した。このような補助低速電子銃を使用することにより, 電気的不良導体表面の研究における反射電子線回折の利用分野を広範囲に拡大し得ることが期待される。
(昭和 36 年 5 月寄稿)

文 献

- 1) 成田, 森: 鉄と鋼, 49 (1959) 1052
- 2) H. KAMOGAWA: Phys. Rev. 58 (1940) 660

R. G. PICARD, P. C. SMITH, J. H. REIANER: Rev. Sci. Inrt. 20 (1949) 601

- 3) 本庄: “実験技術, 上” (物性論叢書, 第 2 巻) (1949) 朝倉書店
- 4) 文献 3) 中に引用, BRUBAKER, FULLER: J. Appl. Phys. 16 (1945) 128