

と考える。

文 献

- 1.) T. S. Fitch: Metal Handbook, (1948), p. 542~545

5484:620.187.3:667.12

(203) 純鉄中転位の直接観察について

東京大学工学部

工博 橋口隆吉・工博○井形直弘

Direct Observation of Dislocations in Pure Iron.

Dr. Ryukichi HASIGUCHI and Dr. Naohiro IGATA.

I. 研究目的

純鉄ひいては鉄鋼材料の強度の問題を原子論的に明らかにして行くためには転位の挙動を直接観察する必要がある。本研究では純鉄にいろいろの処理を施したものに付き薄膜を作製し、電子顕微鏡透過像より転位の挙動を解析することを試みた。

II. 研究方法

(i) 試料 実験に用いたのは高純度純鉄(商品名 Puron)であり、その分析値は Table 1 のようになっている。これは 10mm φ の丸棒であるが、中間焼鈍(真空焼鈍)と圧延を繰返して 0.21mm 厚の板とし、この試料に次のような処理を施した。

- a) 900°C 2 hr 真空焼鈍
- b) 750°C 2 hr 真空焼鈍
- c) 850°C 2 hr 真空焼鈍後 2~3%引張
- d) c) を10%圧延
- e) c) を30%圧延
- f) 750°C 1 hr 真空焼鈍後顕微鏡下で引張
- g) 750°C 1 hr 真空焼鈍後 30% 圧延
- h) g) を 400°C 1 hr 真空焼鈍
- i) g) を 390°C 顕微鏡下で焼鈍

(ii) 薄膜作製 BOLLMANN<sup>1)</sup> の尖端陰極電解法による電解を行なった。電解液組成は水酢酸 135cc, クロム酸 25g, 水 7ccである。

陰極にはステンレス鋼を用い、電圧は25~30V, 電流は 0.2 amp/cm<sup>2</sup> の条件で電解した。陰極の尖端と試料の距離は 2mm とし、中央に 0.1~1mm の孔が開くまで電解した後陰極を 10~15mm にはなし、周辺部にも穴があくようにする。そうして中央の穴と周辺の穴がつながる一歩手前の状態で電解研磨を中止し、その部分を 1mm 角の大きさに切取る。その場合薄膜の状態に変化を与えないように薄くよくきれのカミソリのようなもので、きる部分に厚紙を当てた状態で上から押すようにして切取る。この切取った部分の厚さは3000~1000Å である。

(iii) 検鏡ならびに写真撮影 電子顕微鏡はJEM6C,

加速電圧 100 kV, 最高倍率 20 万倍である。

III. 実験結果ならびに考察

a) 950°C で 2 hr 加熱した場合(γ 焼鈍), ある領域にわたって六角形の転位の network がみとめられた。この六角形は正六角形ではなく一方方向に伸びている。これは亜境界であり, CARRINGTON<sup>2)</sup> が焼なましの試料で見出したものと同じであると考えられる。このような2次元的な転位の分布の他に3次元的な分布もみとめられている。(Photo. 1)

b) 750°C 2 hr 加熱した場合(α 焼鈍)ほぼ 120°に近い角で交わる粒界がみとめられた。これは薄膜面に垂直に入っている粒界であり, 交角が 120° であることは粒界エネルギーが結晶方位に著しく依存してはいないことを示している。またγ 焼鈍の場合にみとめられた安定した六角状の転位網はみとめられなかった。

c) 850°C 2 hr 加熱した場合 直線的な転位の配列した "tilt boundary" ないしは "twist boundary"

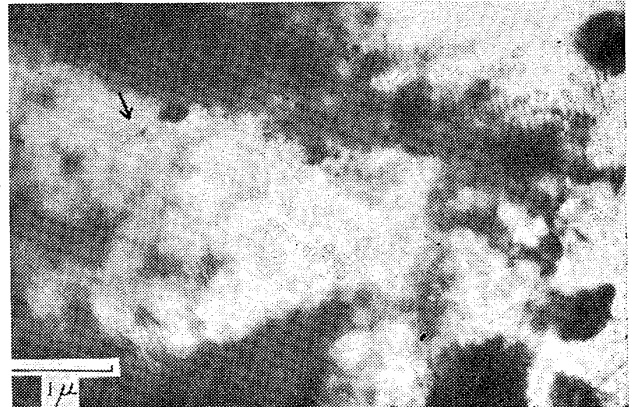


Photo. 1. Dislocation distribution in pure iron annealed at 950°C for 2 hrs. (Remark hexagonal dislocation network. Arrow shows three dimensional configuration.)

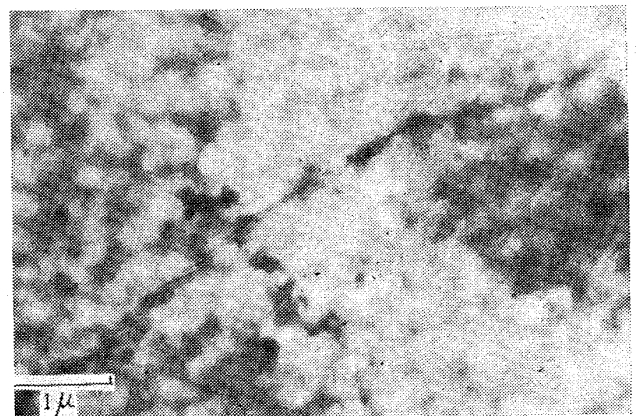


Photo. 2. Dislocation distribution in pure iron annealed at 850°C for 2hr. (Remark tilt or twist boundaries.)

Table 1. Chemical content in "Puron". (in wt%)

C	Si	Mn	S	Co	Ni	Cr	N	Al
0.007	0.007	0.003	0.006	0.000	0.012	0.001	0.0035	0.009

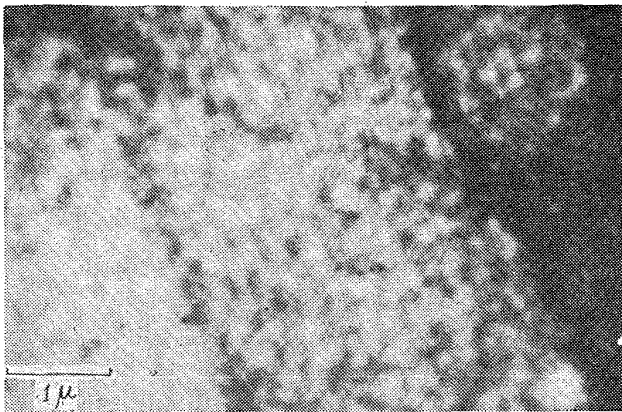


Photo. 3. Dislocation distribution in pure iron strained 2~3% after annealing at 850°C. (Remark uniform distribution of straight dislocation)

がみとめられた。(Photo. 2) 更にこれに 2~3% の引張を与えた場合には比較的平行に分布する転位がみとめられ (Photo. 3), また他の部分では joggy で彎曲した転位がみとめられている。また析出物らしいものから一方の側に転位が張出しているのがみとめられる。

d) c) の試料に 10% の加工を行なつたものでは転位の分布は複雑となり tangle を形成しているのがみとめられる。

e) c) の試料に 30% の加工を行なつたものではセルを形成しているのがよく判る。その size は  $\sim 0.8\mu$  である。(Photo. 4) また(a)(b)(c)(d)(e)を通じて平均転位密度は次のように増している。この場合転位密度は試料膜厚を 3000Å と仮定し, SMITH & GUTTMAN<sup>3)</sup>の方法にしたがつて求めた。

Table 2. Dislocation density.

Cold work degree	Average dislocation density
	lines/cm <sup>2</sup>
0%	$2.4 \times 10^8$
2~3%	$3.6 \times 10^9$
10%	$8.1 \times 10^9$
30%	$1.5 \times 10^{10}$

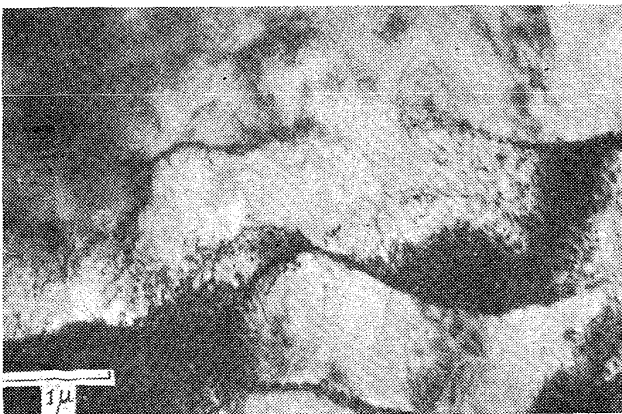


Photo. 4. Dislocation distribution in pure iron strained 30%. (Remark tangled dislocation and cell boundaries.)

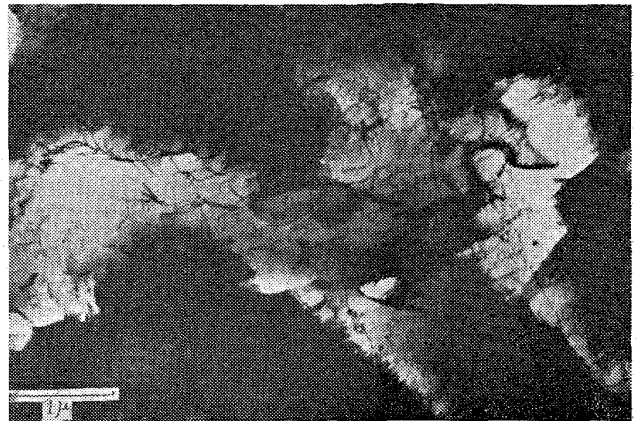


Photo. 5. Dislocation distribution after 390°C anneal in the microscope. (Remark recovered state of dislocation configuration.)

(f) 顕微鏡下で  $10^{-4} \sim 10^{-3}$  程度の引張を与えた場合同一視野で比較した場合引張後転位が不純物析出物に引かかつて彎曲しているのがみとめられた。また多くの転位が介在物からスタートしているのがみとめられている。また $\perp$ 方向に垂直な転位, 平行な転位がみとめられたが前者は刃状転位, 後者はらせん転位であると考えられる。

(g) 750°C 1 hr 真空焼鈍後 30% 加工を行なつた場合 (e) と同様セル構造がみとめられた。

(h) (g) に 400°C 1 hr 真空焼鈍を行なうと, セルの大きさは殆んど変わらないが, セル境界の転位が回復し安定した形の転位網かところどころにみとめられる。

(i) (g) に 390°C 加熱を顕微鏡下で与えた写真を Photo. 5 に示す。この場合 cell は殆んど消え平行な転位とか転位網がみとめられる。回復は顕微鏡外の焼鈍に比べてより進んでいる。顕微鏡外で焼鈍した場合の組織と類似していた。これは表面が回復に役割を果しているものと考えられる。

#### IV. 結 言

以上の実験結果より次のことが明らかとなつた。

(i) 安定した六角状の転位網は  $\gamma$  領域の焼鈍の場合にのみ見られた。

(ii)  $\alpha$  領域の焼鈍では "tilt boundary" あるいは "twist boundary" がみとめられた。

(iii) 加工を与えるると 2~3% の歪では一様に分布した転位がみとめられるが, 10% を越えると転位は tangle を形成し, セル構造をとる。

(iv) 転位は介在物からスタートする。また介在物は転位を阻止し, 彎曲させる。

(v) 低温 (400°C ~ 500°C) での回復ではセル境界の転位が再配列する。

(vi) 顕微鏡下での回復 (薄膜での回復) は顕微鏡外 (bulk の回復) に比べて早く進む。

#### 文 献

- 1) W. BOLLMANN: Phys. Rev. 103 (1956), p. 1588
- 2) W. CARRINGTON et al.: Proc. Roy. Soc. 259 (1960), p. 203

- 3) C. S. SMITH and L. GUTTMAN: Trans. Amer. Inst. Mining. Met. Petrol. Engrs., 197 (1953), p. 81

543.21:546.3-31:620.192.45

1669.15'26-196

(204) ヨードメタノール法による高炭素、クロム鋼中の酸化介在物の定量

関東特殊製鋼, 研究部 No.64366

工博 岡 友美・根本 弘

○細井 朝次・山崎 金治

Determination of Oxide Inclusions in High-C, Cr Steel with Alcoholic-Iodine Method.

Dr. Tomomi OKA, Hiroshi NEMOTO, Asaji Hosoi and Kinji YAMASAKI.

I. 緒 言

ヨードメタノール法<sup>1)</sup>によつて合金鋼, 特に, 高 C-Cr 鋼中の酸化介在物を定量し, 満足しうる結果を得ることは, 困難であるので, まだ定量法は知られていない。これは, 鋼に対するヨードメタノール液の溶解作用が, 他の溶解法 (たとえば, 酸溶解法<sup>2)</sup>) に比して, おだやかであることが, おもな原因であるように思われる。

そこで, Cr 合金鋼の酸化介在物を定量するために, ヨードメタノール法を用いる場合, 次のような点に, 特に考慮がはらわれなければならない。

(1) 分析される鋼試料の顕微鏡組織は, 耐薬品性の大きいマトリックスの部分 (たとえば, 残留オーステナイト, マルテンサイト) を, もたないような組織であること。

(2) Cr などが多量に固溶したセメンタイトを含まないこと。

(3) 鋼試料の形状は, 介在物の抽出時間を, なるべく短縮できるようなものとする。また, 抽出の条件を適当にすることによつて, その時間を短縮しうるようにする工夫も, 必要である。そのためには, たとえば, 削試料を用いる。

(4) 抽出された残渣から, 氧化物以外の混入物を, 容易に除去し得るように, 分析操作を工夫すること。

高 C-Cr 鋼は, 焼鈍, その他の操作により, 比較的高温度に長時間保持されると, セメンタイト中の Cr がマグネットにより分離できなくなる程度に, 高くなりやすい。このような鋼試料の酸化介在物は, 分析することが困難である。

いつたん, セメンタイト中に Cr が平衡状態に近くまで固溶した鋼試料を, 熱処理により, 分析可能なように改善することは, きわめて難しいので, 鋼を溶湯から冷却する途中で, 適当な処理を行なつて, セメンタイトの組成を, 分析に適当なものにするようにしなくてはならない。

一方, 鋼試料のヨードメタノール法による迅速な溶解には, 表面積の大きい削り試料を用い, さらに, 悪影響のない限り, なるべく高温で処理して, 鋼試料の溶解速度を早めて行なうことが必要である。

上述のような条件をそなえた (好ましい) 試料を得るための処理としては, 試料を適当な速度で冷却することが, 最も簡便で, 実際的であると考えられる。しかし, 冷却速度があまり速すぎると, 削ることができなくなると同時に, マルテンサイトや, 残留オーステナイトのような, 耐薬品性の大きな組織が残ることになる。

これらの条件を満たして, 酸化介在物の分析を容易にする組織は, ベイナイト, またはトルースタイトである。このような組織を得る方法は, 鋼を溶湯から冷却する際凝固後, 適当な量の薬灰を用いて, 徐冷すればよい。これは経験的に知り得たことであるが, 實際上このような組織が得られればよいわけである。

このような組織の鋼試料を, 削り試料とするとなお, 残渣抽出後のセメンタイトのマグネットによる分離, アルカリ洗浄による窒化物の除去などのごとく, 抽出操作 (磁気攪拌溶解法<sup>3)</sup>) に若干の改良を加え, NB S 標準試料を用いて, それらをチェックしたところ, よい結果を得ることができた。

そこで, 実際試料にこれを適用した場合, マトリックスのとけ残り, およびセメンタイトの混入が心配されるので, これらのチェックするため, 真空溶融法, および酸溶解法による比較を行なつたが, 心配されたこともなく, 上述のようないろいろの困難さを解決することができたように思われるので, ここに報告する。

II. 実験結果および結果に対する考察

1 酸化介在物の抽出

1) 試 料

鋼試料の組織は, ベイナイトもしくはトルースタイトとし, ドリルによる切粉を試料とする。分析用小型鋼塊から, カutting グラインダーによつて, 分析試料旋削部を切出した後切断面に肉眼的なきずのないことを確認してから, ボール盤にて, 10メッシュ程度のうすい試料を旋削し, 均一にまぜて, 四塩化炭素を用いて, 数回洗浄する。

2) 溶解用ヨード・アルコール液

金属ナトリウムを用いて, 2回蒸留脱水した特級メタノール (岩井化学製) 100 ml に対して, 特級ヨード (柳島化学製) を 8g の割合で溶かして, 静置後濾過し, 濾液を用いる。

3) 分析操作

残渣の抽出装置, および抽出方法は, 文献<sup>4)</sup>に示されたものとはほぼ同様であるが, 異なっているおもな点は, ヨード量と, 試料の量との比率 (12g-I<sub>2</sub>/1g-鋼試料), 加温溶解 (60°C 以下), および削り試料 6g を 2g づつ三分して用いる点とである。濾過の前に, 残渣をいつたんビーカーにあげ, 無水メタノールを用いて, フラスコ中に残留した残渣をビーカーに移す。この液中に, ビニールで被覆したマグネットを浸し, ビーカーを振りながら, 磁性成分を, 十分にマグネットに付着させる。マグネットを浸したまま傾瀉して, 非磁性成分を, 液とともに濾紙パルプをつめたグーチャーつぼの上に移し, 吸引濾過する。

ビーカー中に残った磁性成分には, 再び無水メタノールを加えて, マグネットを浸したまま, よく振つて, 傾瀉する。これを 3~4 回繰返して, 非磁性残渣を磁性成分