

の増加として説明している理由について質問した。山崎は第1の点は n 値は決して等しくはないが、この実験の範囲で系統的な変化はなく、また変化量が小さいので一定と仮定したこと、crucible 1383は加工によつてマルテンサイト化することがよく、また粒界破断のない材料であり、実験に用いた材料の加工による粒界破断の減少の理想化状態のものと見做すことができること、第3の点に関しては時効温度で熱冷加工度が増大しても加工硬化と回復とが釣合つて耐力は変化せず、また圧延方向に長く伸びた結晶となるため粒界割れが生じにくくなるために生じた現象であることを述べた。中村(前出)は本実験は結晶粒界への欠陥の増加を室温破壊により推論したものであるが、このような材料が高温クリープをうけるときは結晶粒界の形状の複雑化によつて粒界すべりを阻止する効果をねらつており、小指らの発表と関連し興味深い結論であることを述べたが、山崎もそのようなことを期待する旨回答した。

この討論会は熱間加工中および熱間加工後の組織と温度、ひずみ速度、変形量などの関係に関する各種の材料の資料を提出しあつて、制御圧延に代表される熱間加工技術への寄与をねらつて行なわれた。研究室における実験は純金属またはそれに近い状態の材料だけが行なわれており、現場の実験は複雑な材料を対象とした発表に限られたものが多く、両者を結びつける討論も少なく、決して十分なものではなかつた。今後両者が十分に討論し合えるように研究されることが望まれた。それでも、熱間変形抵抗の整理、動的再結晶、強加工された γ 相より α 相への変態などに関する重要な知見がまとめられたことは成果であつたものと思われる。

IV. 鋼の低温焼もどしによる炭化物の析出とその影響

新日本製鉄(株)基礎研究所 理博

座長 西山善次

鋼の低温焼もどしにおける現象は以前から問題とされ研究も多く行なわれて、その真相はほぼ明らかになつたようであるが、肝心のところに曖昧な点がある。それはまず、常温あるいはそれ以下の温度で固溶炭素原子が移動して生ずるものはどんなものであるかである。つぎにいわゆる焼もどしの第1段階(100°~150°C)で起こる現象は、 ϵ 炭化鉄によるものでその構造は六方晶とされているが果たしてそうであるか。つぎの第2段階はオーステナイトの分解によるものとして解釈されているのはそれでよいとして、その次の第3段階に問題がある。これについては、一説では、始め χ Fe_3C_2 が生じ然る後セメンタイトが析出するとされているが果たしてそうであるか。このように問題は3点になることを座長が前置きし討論に入る。

i) 常温あるいはそれ以下で起こる炭素原子の移動

討11 藤田(英)氏 普通焼入れして得られたマルテンサイトは、室温あるいはそれに至るまでの低温ですでに焼もどしの過程に入つていて、もはやパーズン・ステートにはない。その証拠の一つは極低温に焼入れしたものは室温に至るまでの間に電気抵抗の異常変化があることである。これはLYSAKらによる格子定数の変化と対

応する。これに対するLYSAKらの解釈によれば、パーズンの状態では炭素原子は八面体位置と四面体位置とに等量分布しているが、常温あるいはそれに至るまでの温度に保持することによつて四面体位置にあつたものが八面体位置に移るためである。藤田氏らのメスパウアー効果による研究によつてそのことが証明された。またIso-tovらはX線回折像に散漫散乱を観察し、これに対してはたとえば Fe_4C のような炭素原子の集合体が生じたためであるとした。

以上の論述に対し、長倉氏(東工大)はつぎのような意見の陳述と質問を行なつた。すなわち、自分らの電子回折および電子顕微鏡による研究(討12)によると、Iso-tovらがX線散漫散乱を炭素原子の凝集そのものによるとしたのは誤まりで、むしろそれによつて鉄原子が変位することによるとすべきである。また常温に長年月時効させると散漫散乱でなく規則格子反射が生ずる。これは一応 Fe_4C として説明はつけられるものであるが断定はできない。とにかく、炭素原子の短範囲規則配列と規則格子領域の形成があることは確かである。これらの変化は藤田氏らの電気抵抗変化のstage 2に対応するものと思われるがどうか。

これに対し藤田氏はつぎのように答えた。stage 2は四面体位置から八面体位置への炭素原子の移動とともに集合体が生じる過程であることは確かであり、その集合体は長倉氏の唱える性質を持つものであろう。

ii) 焼もどしの第1段階で生ずる炭化鉄

討12 長倉氏(弘津氏) 1.13%Cと0.45%Cの炭素鋼を120°C 1~100日時効したものの制限視野電子回折図形をとり、それを解析した結果、析出炭化鉄の結晶格子は斜方晶で規則格子斑点が観察されたのでこれに η - Fe_2C と名づけることを提案した。この炭化鉄の構造は ϵ 炭化鉄とよく似てはいるが、六方晶を非等方的にわずかに伸縮し、炭素原子を規則配列させたものになつている。

これに対し、岡本氏(清水氏)(阪大産研)は0.79%C鋼を焼入れ後150°Cに3日間焼もどしたものについて、同研究室の考案になる極微小領域制限視野電子回折法を用いて研究した結果、析出炭化鉄の構造は、長倉氏らと同様に正しい六方晶ではなかつたが、規則格子斑点は観察されなかつたことを述べた。もつとも長倉氏らがすでに発表した論文の中に規則格子斑点としていたものと同じものが観察されたけれども、それは規則格子斑点ではなく方位の異なつた別の結晶(Variant)からの斑点が混合しているとして説明がつくことを付言した。

これに対し長倉氏はあの写真はどのように説明できるかもしれないが、別の方位のもの回折図形にはVariantによるものとしては説明できない規則格子斑点が観察されたと答えた。

その他2, 3の質疑応答が行なわれた後、座長はつぎのようにまとめた。第1段階で生ずる炭化鉄は、焼もどしが十分長ければ、六方晶が非等方的にわずかに変形して斜方晶となつている。つぎにその中の炭素原子が規則配列をとっているか否かについてはなお疑問が残るが、六方晶よりわずかに変形している理由を炭素原子の規則配列に求められる可能性がある。しかし、長倉氏らの実

験したような試料では炭素原子の規則配列を認めるとしても焼もどしが不完全な場合には炭素原子はまだ規則位置に至らない場合があるかもしれない。とくに不純物その他の合金元素が含まれている場合にはそうであろう。そのような場合には、従来の見解のように ϵ 炭化鉄として差支えないことになる。そうすると、 ϵ 炭化鉄と η 炭化鉄は連続してくる。そのような理由から、個人的意見であるがとことわつて座長はつぎのように述べた。第1段階では六方晶の ϵ 炭化鉄を析出するのであるが、焼もどしが十分進むと、中に含まれた炭素原子が規則配列をとるようになり、格子を斜方晶にひずませるようになるという表現に止めて、新しく η 炭化鉄と名づける必要はないのではあるまいか。

iii) 焼もどしの第3段階で生ずる χ 炭化鉄

討13 井上氏(増本氏, 小倉氏) 0.017~1.34% C の6種の炭素鋼を用いて 150~450°C に 1, 3, 4hr 焼もどしたときの ϵ , χ (Fe_5C_2), θ (セメンタイト) の炭化物の出現領域について電子顕微鏡的に調べた。その中で χ に関することでは、1.34% C 鋼を 275°C 5hr 焼もどしたときは χ で説明できる電子回折図形が得られ、析出物の分布と形態から $\epsilon \rightarrow \chi$ の移り変わりは separate nucleation によると考えられ、 χ の晶癖面は $\{112\}_\alpha$ であった。1.11% C 鋼を 375°C 1hr 焼もどしたものは χ から in-situ で生じたと思われるような θ を観察した。0.86% C 鋼を 275°C 5hr 焼もどしたものでも χ による回折斑点をみた。0.48% C 鋼を 275°C 5hr, 0.017% C 鋼を 375°C 3hr 焼もどしたものでもまた同様であった。すなわち、 χ は焼もどしの温度および時間のかなり広い範囲にわたつて現われ、その析出領域は ϵ および θ のそれをかなり重複していた。さらに χ とその析出地のフェライトとの結晶方位関係について調べ、 $(100)_\chi = (121)_\alpha$, $(010)_\chi = (101)_\alpha$, $[001]_\chi = [111]_\alpha$ を得、磁気測定結果からも焼もどしの過程に χ が現われることを確認した。

討14 大森氏(杉沢氏) 1.2% C 鋼を焼入れ後 5°C/min の等速焼もどしするときの熱膨張変化や電気抵抗変化を測定するとともに、各到達焼もどし温度における組織変化を電子顕微鏡によつて調べた。その結果の中で χ 炭化鉄に関するものとしては、340°C 焼もどしの変態双晶上に現われる炭化物が単斜晶の χ 炭化鉄と同定できる電子回折図形を示した。この炭化物は 400°C 以上で次第にセメンタイトに遷移し 550°C では完全にセメンタイトになる。その変化は in-situ に変わる。一方マルテンサイトに内部双晶のない場所では、 ϵ 炭化鉄は 375°C 近傍まで安定であるが、400°C になると完全にセメンタイトになる。しかし両者の晶癖は全く異なるので、この場合のセメンタイトは separate nucleation によると考えられる。

以上2つの講演に対して長倉氏(東工大)はつぎのような注意を与える意見を述べた。その一つは、上記両氏が χ 炭化鉄として解析している電子回折図形には多数の禁制反射が現われているのにその説明が与えられていない。また両研究とも析出物の格子定数が明示されていないし、回折強度の計算値と実測値との比較もなされていない。これらの検討は結晶構造を定める際には常になさ

るべき手段であるにもかかわらず、十分な精度をもつて行なわれているとは思えない。単に回折図形が χ Fe_5C_2 の逆格子図形と類似であつたことだけで同定することは軽率ではないか。

また是枝氏(阪大産研)は別の立場から χ 炭化鉄によると断定できないことを述べた。その理由は、セメンタイトには (θ) よく $(001)_\theta$ の面欠陥が生じ逆格子点はその面に垂直な方向にのびるのであるが、討14で χ によると解釈していた写真4, 5, 6はいずれもそのような面欠陥のある θ によるものとしても解釈できるからである。もちろん $(001)_\chi$ に面欠陥のある χ としても、またそれらが共存しているものとしても解釈できる。

その他質疑応答が活発に行なわれた後、座長はつぎのようにまとめた。第3段階で現われる炭化鉄は、その回折写真から欠陥の多いものと考えられることは以前から知られていたとおりである。以前には、これを二次元的なセメンタイトと考えたものであるが、電子顕微鏡組織からはそのように考えられないことは明らかである。ただ以前二次元的と言つたのはX線回折斑点がのびていたためであるから、今日の言葉を使えば欠陥面があるものと言いかえるべきである。つぎに元来 θ は斜方晶で χ は単斜晶であるが、原子配列は似ている点が多く、 χ は θ の (001) 面に1原子層おきに Sequence fault を入れたもので、その結果として c 軸が傾いているのである。そのことを考えると θ の (001) 面に欠陥の多いものと、 χ の (001) 面に欠陥の多いものとは非常に似ていて精密な解析をしない限りその何れであるかの判定は困難である。それゆえ、今後は、その点をとくに考慮した特別の実験をする必要がある。

以上でこの討論会は終つたが、焼もどしの重要な問題は合金鋼にこそ多数あるので、本日の討論の結果を基礎として次の機会には合金鋼の焼もどしの問題に発展させたいものであるとの座長の言葉で本討論会は終了した。

VI. 鋼中の析出物および非鉄金属介在物の態別定量

(株)神戸製鋼所中央研究所 工博理博

座長 成田 貴一

1. 講演題目

討18—電解抽出法による鋼中非金属介在物分離上の問題点

○石井照明, 西田岱輔, 井樋田陸 (日本鋼管, 技術研究所)

討19—鋼中炭化物の抽出分離定量法における問題点
成田貴一, ○宮本醇, 岩切治久 (神戸製鋼, 中央研究所)

討20—低合金鋼中のクロムの状態分析

○若松茂雄 (トピー工業, 開発本部)

討21—鋼中析出物・介在物粒度別分離分析法

○田口 勇 (新日本製鉄, 基礎研究所)

討22—水素雰囲気中加熱による鋼中窒素の状態別定量について

川村和郎, ○大坪孝至, 森隆 (新日本製鉄, 製品技術研究所)