

抄 録

—原 料—

予備熱処理及び活性燃料を利用する特別焼結法

(W. WENZEL, et al.: Stahl u. Eisen, 97 (1977) 7, pp. 309~314)

アーヘン工科大学冶金学研究所では、金属学的熱処理を含む、焼結方法を開発した。燃焼前に焼結混合物を、発火点をこえるところまで予熱し、続いて燃焼させる。予熱は、原則的に、酸化性、中性、還元性の雰囲気で行なえるが、焼結混合物の発火点、軟化性によつて雰囲気は制限される。また、表面状態、多孔質性は焼結に影響を及ぼす。この方法は、コークス粉のかわりに、より活性な燃料を用いることを可能にした。さらに、固体の可燃物を気体燃料に代えることで、燃料の消費が著しく減少した。

焼結混合物を効果的に熱処理することで、最終焼結物の組織を変化させ、その結果、より活性な燃料を用いることができるということが実験で示された。最終焼結物中の相変化の有利な点は、焼結物の強度の増加と、より還元性がよくなるということである。焼結物の強度は、粉コークスの量と種類によつて変化する。顕微鏡観察では、予熱の間に、金属学的組織変化があることを示している。

混合物の最も望ましい予熱時間は、分圧、層高、ガス温度、ガス組成、フラックスなどの操業パラメータを最適化することによつて得られる。最適予熱時間は、この実験プラントでは、いろいろの混合物について行ない、 800°C で 10~15 min であつた。

性能の評価に関して、予熱、焼結、冷却の時間を考慮したものと、焼結時間のみに基づいた性能とでは、区別されるべきである。

この方法では50%以上の固体活性燃料が節約された。全種の低酸素廃ガス、高炉ガス、石油、気体、粉炭を燃焼してできるガスも予熱ガスとして用いられる。

(月橋文孝)

—製 鉄—

ヘマタイト鉱石の炭素による還元

(N. S. SRINIVASAN and A. K. LAHIRI: Met. Trans., 8B (1977) 1, pp. 175~178)

酸化鉄の炭素による還元反応の研究は数多く行なわれてきた。KOHL らはウスタイトの還元には潜伏期が存在し、その後の還元速度の増大には鉄の Boudouard 反応に及ぼす触媒作用が関与していると報告している。Eck は炭素量が多いほど還元は速いと報告している。大塚らは還元反応を2段階に分けて考え、後者のウスタイトから鉄への段階では鉄の自触媒作用の影響を認め、粒径とペントナイトの影響も大きいと報告している。

本研究では 925°C から 1060°C の温度範囲における N_2 ガス雰囲気中での単一球ペレットの還元実験を行ない、温度、 $\text{C}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ 比、ペレット粒径が総括反応速度に

及ぼす影響を調べた。試料のペレットは 300 メッシュ以下のヘマタイトとグラファイトに水分とペントナイト (1.5%) を加えて作製したものであり、還元率はペレットの重量変化と発生ガスの分析から求めた。 N_2 ガス流量は $11\mu\text{m}^3/\text{sec}$ である。還元後試料は X 線分析に供した。

温度上昇および $\text{C}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ 比の増大 (3~8) は還元速度を著しく増大させた。ペレット粒径は 9~12 mm の間で変化させたが、その影響は無視できる程であつた。活性化エネルギーは還元率 20% のとき 99.68 kcal/mol 、60% のとき 68.29 kcal/mol 、80% のとき 13.42 kcal/mol のように還元の進行につれて低下していることから、各時期での反応機構が変化していると考えられるが、初期から中期にかけては Boudouard 反応が律速であり、最終段階ではウスタイトの CO ガスによる還元反応が律速であると思われる。

(加藤公雄)

ベル無し炉頂装置の操業試験

(H. SCHOPPA: Stahl u. Eisen, 97 (1977) 7, pp. 314~318)

1973 年、Hoesch Hüttenwerk の Phoenix 工場では、第 5 号高炉新設の際にベル無し炉頂閉鎖装置の据え付けがなされた。これは、高炉の有効高さは減少するが、炉内の均一な通気性を得るための解決策として行なわれたものである。

高炉規模は、炉床径 9.5m、内容積 1450m^3 であり、銑鉄生産能力は月産 85000 t で、羽口を 28 本、出銑口を 1 つ備えている。鉱石は、落下角度の調節可能な漏斗状の装入管より、炉内に装入される。

先ず、送風の開始に先立つて、炉内に原料を落下装入して満たし、その分布状況を調査した。鉱石の滑落分布をさまざまに変化できるように、装入管の回転の傾斜角を調節して試験を行なつたが、その荷の分布状態は、ベルによる装入にくらべ、それほど良好なものではなかつた。

次に、装入管の傾斜角を調節によつて生じる荷の落下分布の変化に起因する、炉内の通気性の変化についての調査結果が報告されている。これによれば、炉内周辺部、中心部ともに良好な通気性を得ることが可能である。

ベル無し炉頂閉鎖装置を使用すれば、高炉作業は多くの点で容易になり、安定した操業が可能である。荷すべりおよび棚つりの形成を避けることができる。炉内の通気性も正確にかつ素早く変化させることができる。またこの新炉頂装置の維持は非常に簡単である。

(高木 泰)

—製 鋼—

酸化条件下のスラグによる溶鉄の脱 S

(K. KOCH, et al.: Arch. Eisenhüttenw., 48 (1977) 3, pp. 133~138)

スラグによる溶液の脱 S に関連し、 $\text{Fe}-\text{FeO}_n-\text{CaO}-\text{CaS}-\text{FeS}$ 系のオキシサルファイドの性状を調べた。ま

ず、著者らが Fe-Ca-O-S 系のオキシサルファイドとして前に報告した 2 種の化合物、I (Fe 40.5, Ca 23.0, O 20.5, S 16.0%) と II (Fe 39.0, Ca 26.5, O 9.5, S 25.0) の生成条件をタブレット状に成形した CaO と FeS を高温で接触、反応させて検討した。オキシサルファイド II は FeS, CaO のモル比が 1 の固溶体で、965°C 以下の CaO と FeS の反応生成物である。また、965~1100°C ではオキシサルファイド I, すなわち $4\text{FeO} \cdot 3\text{CaS}$ の組成の固溶体と CaS が CaO と FeS から生成される。さらに 1100°C 以上の反応生成物は CaS と液状のオキシサルファイドとなる。また高温 X 線回折によりオキシサルファイド、I, II ともに偏晶反応をとめない分解するなどの知見を得、Fe-FeO_n-CaO-CaS-FeS 系の状態図を示した。

これらの知見より、凝固後の CaO を含む酸化鉄スラグではオキシサルファイドが含 S 相の大部分を占め、同様に FeO_n 濃度の低い $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ 飽和スラグでは S は FeS として固定されることを示した。さらに、スラグ-メタル間の S 分配比と FeO_n 濃度の関係は (%FeO_n) の低い領域で大きい、(%FeO_n)=5~30 では 1 以下であり、スラグは 3% 程度の S を吸収するに過ぎない。また、(%FeO_n) ≥ 30 では分配比はやや増加するが、(%FeO_n) ≥ 45 の $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ 飽和面の Nose 付近では S はオキシサルファイド相と Ca-シリケート相の 2 相に偏折し、前者に対する S 分配比の方が 10 程度と後者に比べて大きい。以上の実験事実を Fe-FeO_n-CaO-CaS-FeS 系状態図と関連させて説明した。(鈴木健一郎)

液滴表面に気体を噴出させた場合の液滴飛散条件の研究 (W. KLEPPE und F. OETERS: Arch. Eisenhüttenw., 48 (1977) 3, pp. 139~143)

LD 転炉の酸素吹きがある臨界条件を越えると、スピittingがおきることはよく知られている。著者らは鋼浴表面のふくらみにおける遠心力 K_2 , 表面張力 K_σ , 重力 $K_g \cos \beta$ の力のつりあい。

$$K_2 = K_\sigma + K_g \cos \beta$$

から、液滴飛散の臨界条件を定めるモデルを提出し、パラフィンモデル実験を行なつて比較検討した。各パラメータを決定する際、遠心力 K_2 を定めるための鋼浴表面速度は Schlichting らの境界層理論に基づき計算で求めた。ふくらみ半径は実験観察から求め、液滴半径は近似的に液側境界層厚みに等しいとおいた。

結果は表面張力 K_σ と重力 $K_g \cos \beta$ の和が遠心力 K_2 よりも約 1.4 倍大きくなり上式が成り立たなかつた。しかし、浴凹みの表面が仮定したように十分滑らかでないことなどを考慮すれば、その不一致もおこりうる程度のものであり、このモデルの概念は有用であるといえる。

次に、液滴生成の力は臨界条件時と同じであるという仮定をして、モデルから飛散した鉄の量を推定する式を導いた。液側境界層厚み、鋼浴表面での速度が大きいほど飛散量はふえる。

またノズル-鋼浴間距離と飛散量との関係は距離が増すにつれて一つの極大値を有する曲線で示されることがノズル-鋼浴間距離と飛散速度との関係は距離が増すごとに単調減少することがわかつた。(加藤嘉英)

上吹転炉内フォーミング現象のモデル実験

(W. KLEPPE und F. OETERS: Arch. Eisenhüttenw.,

48 (1977) 4, pp. 193~198)

LD 転炉の生産性は O₂ ガスの供給速度に比例して増大するとはいうものの、スピitting やスラグの foaming 現象によりおのずと限界がある。多孔ランスの利用がきめ手となつてスピitting 現象はほぼ解決されたが、foaming 現象は今なお未解決の問題である。本研究の目的はこれをモデル実験により定量化することである。このためには foaming 現象をスラグの粘度、密度および表面張力などの物性値に帰着させ、かつそれらの影響を定量的に追求することが必要である。そこでモデル実験に先立つて常套手段の次元解析を行なつたところ、以下の 3 ケの無次元数を得た。 $\epsilon_g = V_{\text{gas}}/V_{\text{ges}}$, $[\text{Re} \cdot \text{Fr}] = u_0^3 \rho_{\text{Fe}} / \eta_{\text{Fe}} \cdot g$ および $C = \rho_{\text{Fe}} \cdot \sigma^3 / g \eta_{\text{Fe}}^2$, ここに V_{gas} は分散層中のガス体積、 V_{ges} は分散層の体積、 u_0 はガス体の浮上速度、 ρ_{Fe} は液体の密度、 η_{Fe} は液体の粘度、 g は重力加速度、 σ は液体の表面張力、 Re はレイノルズ数および Fr はフルード数である。 ϵ_g は foaming の程度を示すパラメータ、 $[\text{Re} \cdot \text{Fr}]$ は貫性力の平方に対する重力と粘性力の積の比を意味し分散層におけるガスの挙動を特徴づける、また C は分散層における液体の挙動を特徴づける。結局 foaming を記述する特性関数は、 $\pi = \epsilon_g^a \cdot (\text{Re} \cdot \text{Fr})^b \cdot C^c$ と書けることが判明したので、モデル実験により係数 a, b, c を決定する。

実験は径が 30 cm のプレキシガラス円筒の底に 2 種類の羽口 (それぞれ穴の数が 2.5 mm ϕ \times 230 および 4 mm ϕ \times 126) を設け、ここから空気を吹き込んで実施した。ガスの上昇速度は 0.5~1.15 m/sec の範囲で実験し、ガスの体積は光学的に求めた。同時に圧力測定も実施し foaming におよぼす液高さの影響もしらべた。モデル液には水、水-アルコール、水-グリセリン系を使用することにより液粘度が 1~43 Cp の範囲をカバーした。その結果、実験式として、 $\ln(1 - \epsilon_g) = -0.167 [(\text{Re} \cdot \text{Fr})^{1/2} C^{-1/14}]^{3/2}$ を得た。ただし実験は $10 \leq K \equiv (\text{Re} \cdot \text{Fr})^{1/2} C^{-1/14} \leq 60$ なる範囲で行なつた。実炉の K 値は 50~210 の範囲にあると推定された。(中西恭二)

大型鍛造用鋼塊製造のための精錬と鑄造

(W. H. BAILEY: Ironmaking and Steelmaking, 4 (1977) 2, pp. 72~80)

この文献では鍛造用鋼塊を製造する際の ESR 法、VAD 法の有利性を述べている。ただ、ESR 法については大型鋼塊を製造するためのスケールアップの際電極のサイズ、本数をどうするかなどの問題が出てくるので一考を要する。ちなみに西独では 1973 年に 165 t の能力を有する ESR 炉が設置されているが、この炉もフル操業を行なうには致つていない。同じく西独で開発された MHKW プロセスでは比較的容易に 300 t 鋼塊を製造できる可能性がある様である。また VAD 法を用いた大型鋼塊製造の例として BSC-River Don 工場のように上げていく。この工場では 30t/ch, 90t/ch の電気炉と 90t/ch の VAD 装置を用いて合わせ湯を行ない、真空鑄造で 210 t の鍛造用鋼塊を得ている。VAD プロセスでは Fink-Mohr 式と ASEA-SKF 式が有名であるが、ASEA-SKF 法では電極加熱部と脱ガス部が別のユニットになつており、また脱ガス時の湯の攪はん方式は誘導電流を利用するので炉壁は磁性を持たぬものを使用する必要があるためネックになつている。一方 Finkl-

Mohr 式では湯をアーク加熱しながら同時に脱ガスを行ない、取べ下部よりポーラスレンガを通じて Ar ガスバプリングを行なっている。以上の点より BSC では Fink-Mohr 式の有利性を重視して実操業に使用している。ただ、この脱ガス方式にも耐火物の溶損をどうするか、脱ガス時に減圧をおとさず脱硫剤を添加できるかなどの問題があり、社 Finkl & Sons がこの問題に取り組んでいる。(中田正之)

—加 工—

クロメート処理した亜鉛メッキ鋼板の各種湿気貯蔵試験の比較

(L. E. HEING: Metal Finishing, 75 (1977) 5, pp. 33~38)

亜鉛メッキ鋼板の屋外曝露試験の耐食性は水膜試験の結果と非常によい一致を示すことが知られているが、最近の亜鉛メッキ鋼板は化学処理が改良され、水膜試験では長時間を要するようになり、より早い腐食促進試験が必要となってきた。本論文は種々の腐食促進試験について検討した結果である。

腐食促進試験として、水膜試験は 25°C の蒸留水を連続的にかけ、腐食した表面積で評価し、腐食表面積が 50% になったとき中止した。水蒸気試験は 85 Kpa の水蒸気圧にし、30 min 間で冷却し、これを 8 回繰返した。湿気箱試験は 38°C の温度で行ない、また塩水噴霧試験は 5% NaCl 液を 35°C にして噴霧し、水噴霧試験は塩水噴霧と同様な方法で行ない、亜鉛の腐食速度、腐食生成物、赤錆発生、塩素の影響、化学処理の効果などを検討した。

すべての腐食試験において、ZnO の腐食生成物が発生し、とくに水膜試験と水蒸気試験の腐食生成物は ZnO だけであつた。湿気箱試験は ZnO の他に $4ZnO \cdot CO_2 \cdot 4H_2O$ が、水噴霧試験では $2ZnO_3 \cdot 3Zn(OH)_2$ が、塩水噴霧試験では $ZnCO_3$ 、 $ZnCl_2 \cdot 4Zn(OH)_2$ が生成した。49°C の水膜試験以外は 6 ヶ月間の試験では生成物はすべて $4ZnO \cdot CO_2 \cdot 4H_2O$ であつた。

化学処理のない試料の腐食速度は早く、とくに塩水噴霧試験では著しく、しかも一定で赤錆も発生した。しかし他の試験は比較的速度が遅く、また腐食生成物が生成するとともに遅くなり、6 ヶ月後でも赤錆は発生しない。水噴霧試験、湿気箱試験、水膜試験の順に腐食速度は遅くなる。

水中の不純物の影響は大きく、塩素の少量の添加で水膜試験の腐食速度は 2 倍以上となつた。またクロメート処理した試料の腐食速度はすべての試験においてクロム量に逆比例した。各促進試験を比較すると、塩水噴霧試験は水膜試験の約 20 倍、水噴霧試験は 4 倍、湿気箱試験は 2 倍弱腐食速度が早かつた。(石川 準)

—鑄 造—

鑄鉄の球状黒鉛形成の際の界面吸着の役割

(W. C. JOHNSON and H. B. SMARFT: Mech. Trans., 8A (1977) 4, pp. 553~565)

溶融鑄鉄に Mg または Ce を 0.1 wt% 鑄造前に添加すると、黒鉛は球状またはノジュール状となり、片状

黒鉛に比べ破壊強度が大きくなり、クラック伝播も起こりにくくなる。この研究はねずみ鑄鉄および球状黒鉛鑄鉄の黒鉛/金属の境界の組成を調べ、改質の機構を確立することである。

試料のねずみ鑄鉄は鉄を誘導加熱し、FeSi で接種後生砂型に鑄造した。球状黒鉛鑄鉄は鉄を誘導加熱後、5% MgFeSi 合金で改質処理し接種せずに生砂型に鑄造した合金と、FeSi で接種後 5% MgFeSi で改質処理し乾燥型に鑄造した合金二種である。三試料とも過共晶鑄鉄で市販品と同じ組成であつた。改質しない場合にジュールができるかを調べるために高純度の Fe-C 合金を真空鑄造した。

試片は破断面の汚染防止上 5×10^{-10} Torr 以上の高真空中で破断し、黒鉛/金属の境界の組成を走査型オーズ分光分析器 (SAM) で調べ、同一場所の走査電顕像 (SEM) も調べた。

ねずみ鑄鉄では境界面に硫黄約 5 at% と酸素約 20 at% が認められ、不活性イオンスパッタリングで約 5 原子層除去すると、境界面に極度に局在していた不純物も除去され、1100°C 加熱焼入後の分析結果から凝固時に不純物吸着が生じたことがわかつた。球状黒鉛鑄鉄では球状黒鉛の境界における組成は約 45% Mg 45% P 10% S であり、約 200 原子層除去しても組成が変化せず、SEM により Mg-P-S 析出物であることが示され、また Mg の SAM ピークのシフトはそれらが化合物であることを示していた。Mg が検出される所のみ S、P も検出された。またジュール/金属境界には Mg や不純物は検出されなかつたが、SEM の組成像から境界に金属質介在物が認められた。

以上から不純物が初期黒鉛表面に吸着されると、黒鉛の基準面方向の成長を阻害して境界を安定化し、片状に成長するが、不純物がない場合または改質処理で不純物を析出物として固定すると、黒鉛は正常に成長し球状となる。(玉井啓三)

18%Ni マルエージ鋼におけるクリープと応力緩和

(G. GUREWITZ, et al.: Met. Tech., 4 (1977) 2, pp. 62~65)

18Ni マルエージ鋼の薄肉管はシャースピニング (shear spinning) によつて製造されるが、製品の径と直線度に約 0.1% の誤差を伴う。マルエージ鋼より熱膨脹係数の大きいマンドレルを管の中に入れて時効処理すると、加熱中のクリープと時効中の応力緩和によつて管が塑性変形してこの誤差をなくすることができる。

本論文はこうしたクリープ、応力緩和による塑性変形量と塑性変形が時効におよぼす効果を明らかにしようとするもので、以下のような結論を得た。

加熱中の熱膨脹の差による応力上昇は直接に塑性変形を生じる程には大きくない。485°C における熱応力に相当する 50 kg/mm² の応力下で 485°C で、3 h クリープさせると約 0.7% の塑性歪を生ずる。一方 485°C における応力緩和試験後に残留する塑性歪は約 0.2% と計算できる。これらの歪量は管の矯正にとつて十分であり、また 485°C までの加熱時間の効果は認められないことから管の矯正は 485°C に保持している間に生じると結論される。

またこのように塑性変形と時効が同時に生じる場合に

は塑性変形量とともに室温における強度が上昇する。結局、マンドレルを用いたマルエージ鋼の薄肉管の時効は管の矯正と室温における強度増加の2つの点で効果がある。(紫田浩司)

放電加工による火花で影響を受けた純鉄と鋼の表面層の形態 (L. MASSARELLI and M. MARCHIONNI: Met. Tech., 4 (1977) 2, pp. 100~105)

鉄系金属の放電加工による表面変化については数多くの研究が行われ、それぞれ表面形態、断面性状について異なった定性的モデルが提案されている。本報は放電加工による表面層の化学組成、組織、炭素の拡散量と含有量などを絶縁体の熱分解や電極材質と関連させて定量的に調べたものである。

基材は純鉄(Fe), 0.1% 炭素鋼(C10), 0.7% 炭素鋼(C72), 低炭素ステンレス鋼(AISI 304)で、電極はグラファイトと電解銅を用いた。放電加工用パルス発生器の条件はパルス周波数 6 KHz, パルス持続時間は133.3 μ S, パルス間隔は 33.3 μ S, 極間電圧 100V, 基材極性は負で、絶縁体としてパラフィンを用いた。放電加工後表面の保護のために 20~30 μ ニッケルメッキを施した後マイクログラフアナライザー、走査顕微鏡、光学顕微鏡により断面の組織、炭素および銅の含有量を調べた。

おのおのの試料と電極について少なくとも3つの異なった部分について加工表面層を分析した結果、銅電極の場合白層(white layer)の最大銅含有量は例えば C72 で 1.70~79.00% 拡散層の深さは 18~27 μ m で、グラファイト電極の場合最大炭素含有量は例えば AISI 304 で 1.80~2.46% となり拡散層の深さは 12~48 μ m であった。表面からの深さと炭素・銅含有量の関係をとると各層における含有量の再現性が乏しかった。白層中での銅の存在は銅電極からの移動によるものであり、炭素は電極のグラファイト粒子と絶縁体の熱分解生成物の移動によるものと考えられる。白層はオーステナイト地中に主として微細な炭化物から成り、樹枝状と球状の共晶組織や急速冷却による極微細組織もみられた。

以上の結果から白層は溶融、再凝固した物質から成りこの層の炭素および銅含有量は、基材の含有量に関係なくそれぞれ最大 3.4% および 79% にも達し、深さは 76 μ m と 54 μ m であった。(矢崎勝仁)

帯鋼の焼鈍におけるカーボンエッジ生成に関する新機構 (T. ANDERSSON and U. SMITH: Met. Tech., 4 (1977) 2, pp. 106~114)

冷延鋼板をバッチ焼鈍すると、コイル側端にカーボンエッジと称する炭素質の物質の析出がおきることがある。これは通常、5~15 mm の幅を有する黒色帯で、コイル最側端とカーボンエッジ部との間には10~20 mm のカーボン析出のない光沢域がある。カーボンエッジは亜鉛めつきや塗装などの表面処理上で大きな問題となる。

カーボンエッジ部には、Cの濃化とともにSの濃化がみられること、ふんい気ガスとの関係があまりないことなどから、その形成機構として、圧延油と酸洗で残った硫酸鉄との間の反応にもとづくモデルを考えた。すなわち、焼鈍加熱時、コイル内層部でまず圧延油の蒸発、硫酸鉄の分解による SO₂ などの生成、さらに SO₂ と圧延油との反応による高分子重合がおこり、生成した高分

子ガスがコイル側面にぬけ出るさいに、コイルエッジ部で熱分解することにより炭素析出をおこすという機構を仮定した。

ベル型焼鈍炉などでコイルを加熱すると、当初コイル端面と内層部との間に大きな温度差を生じ、内層部が 100°C でも端面は 500~700°C に達しているため、内層部から出てきた高分子ガスが、端部で熱分解をおこすことは十分にありうる。最側端とカーボンエッジ部の間が光沢域となる理由は、ふんい気ガス中の H₂ による高分子ガスの分解にあり、ふんい気ガスを N₂ にすると光沢域が現われない。冷延板を 200×50 mm に切り、表面を十分清浄にしたのち、酸洗、圧延油塗布などの処理を個別または同時にほどこし、20枚の束として焼鈍したところ、酸洗し圧延油塗布したもののみが著しく炭素析出をおこし、酸洗のみ、圧延油のみの処理板は炭素析出がとくにみられなかつた。酸洗後、タンデムを通過してもなお板表面に硫酸鉄が存在するのは、酸洗後の板表面のポーラス層に残った硫酸鉄が容易に除去されないためである。酸洗液中の過飽和硫酸鉄の抑制と、酸洗後の洗浄強化が効果的である。(大内啓史)

爆発衝撃負荷によるハットフィールドマンガン鋼の歪硬化 (K. DORPH: Scand. J. Met., 6, pp. 38~39)

この論文はハットフィールド鋼の衝撃負荷の場合に、歪強化の原因が、次のいかなる機構によるかを解明した。

1) 炭化物 (Fe-Mn)₃C の析出による固溶体の分解、2) ϵ -マルテンサイトの形成、3) α -マルテンサイトの形成、4) 多量の転位による冷間変形効果、5) 積層欠陥および転位への炭素原子の拡散による固溶体効果、6) ホール・ペッチ効果。

試料には、炭素含有量が 0.5%、1% の Fe-Mn-C 合金 12 種類を用い、サイズは 40 ϕ × 20 mm で、これをダイナマイトの爆発力によつて衝撃加工した。衝撃加工後、試料の中心線に沿つて分割し、ビッカース硬度を測定して、強度増加程度を調べた。また衝撃下面より X線及び電子顕微鏡用薄膜試片を切出し、組織解析を行なつた。

実験の結果、高炭素のハットフィールド合金は、最大の強度増加が得られ、組織には炭化物あるいはマルテンサイトは認められず、(111) 面上に高密度の転位が認められる。電子回折により、双晶の関係があり、また X線回折により純粋な γ -相であることを確認した。また積層欠陥も認められる。

低炭素 (0.5%) の合金は X線回折でわずかな ϵ -相の形成が認められ、又 (111) および (211) 方向に層状 ϵ の痕跡と思われる縞模様も認められる。強度増加は高炭素の場合よりも小さいが、衝撃強化の効果はより深層におよんでいる。

最高の強化を示す高炭素含有のハットフィールド鋼の強化機構は、1)~3) の徴候は認められず、4)~6) によるものと思われる。特に積層欠陥とむすびついた高密度部分転位が、最重要の強化機構である。強化は交叉すべりの困難さと、炭素原子雰囲気による積層欠陥の固着によるものである。(笹谷 稔)

鋼のすりきず (galling) と表面仕上げの評価

(Sheet Metal Industries, 54 (1977) 2, pp. 147~153)
 アメリカの7つの会社は異種の鋼表面のすりきず(galling)と塗料の反射率を評価する協同研究を行った。その結果はアメリカ深絞り研究会から小委員会の報告書として、1973年3月に刊行された。

各社の試験結果

- クライスラー・エンジニアリング社：表面仕上げのなめらかな程、すりきずを発生しやすい。
- インランド・スチール社：表面がきわめて粗く、しかも高いピーク密度を持つ鋼A(表面粗度 $0.75\sim 0.88\mu\text{m}$)と対照としての鋼B(同： $0.63\mu\text{m}$)とを用いて迂り摩擦試験を行った。先端が球状の鋼製ピストンと表面研磨された台との間に、両面に油を塗布した試片を置き、ピストンに圧力をかけたとき、試片を引張る荷重 L は試片が動き始めるので増大し L_S (静荷重)となり動きはじめた瞬間 L_D (動荷重)となり、試片の動くのにしたがって変化する。 L_S/L_D の比 (S 値)は試験後の板の外観と関連している。鋼Bは S 値が1.2以上あり、すりきずが観察され、鋼Aは S 値 <1.1 であり単に焼き付きを呈しただけであった。潤滑油の種類はすりきずの発生傾向に対して重要であり、改良された油を用いることにより、2種の鋼間の荷重比に差違がなくなった。
- USスチール社：接触したときの支持面積率の大きい鋼はすりきずも大きい。
- ナショナルスチール社：表面粗さはすりきずと関係しているようである。

委員会による一般的結論

すりきずについての定量的評価は迂り摩擦試験機による S 値によつて得られ、 S 値がある値以上で、使用した潤滑剤、ピストン圧力、試験速度の条件により発生する。ピーク密度が低く、よりなめらかな表面である程、また平坦な部分の大きい程すりきずを発生しやすい。

(盛山博一)

幅狭溶接のシャルピーVノッチ試験における本質的な難しさ (J. A. GOLDAK and D. S. NGUYEN: Welding J., 56 (1977) 4, pp. 119~125)

微粒の合金鋼の電子ビーム溶接においては溶接部は幅が狭く、通常のシャルピーVノッチ試験(CVN)では誤りがあり、真の遷移温度を求めるために単純で経済的な交叉シャルピー試験を提案した。

材料は制御圧延されたラインパイプ用鋼で、化学組成は0.04%C, 1.66%Mn, 0.20%Mo, 0.05%Nbである。溶接はすべて10mm厚の板をつきあわせて電子ビーム溶接を行ない、とくに予熱や充填金属は使用しなかった。

はじめに熱入力 1.4 kJ/mm で溶接を行ない、その結果生じた溶融ゾーン(FZ)、FZ粗大粒子熱影響ゾーン(GCHAZ)境界、GCHAZ、GCHAZ-微細粒子熱影響ゾーン(GRHAZ)境界、GRAHZの5領域について溶接パス方向と平行なノッチをつけてCVN試験を行なった。次に溶接ビードがノッチの切り目方向に対して直角な交叉溶接シャルピー試験(CWCT)を行なった。CWCTにおいては熱入力 0.24 kJ/mm 、溶接幅 1.5 mm で行なった。微小硬度、加熱と冷却速度をしらべ、衝撃試験後に破面の走査電顕観察などを行った。

熱入力 1.4 kJ/mm での溶接材のCVN試験の結果、FZとGCHAZで脆性破面ができ、GRHAZで延性破面ができ、遷移温度は -37°C となった。ところがCWCT試験において、 -3°C と 21°C で溶接部を含む試料半分は脆性破壊し、母材は延性破壊であった。 50°C では裂開破面と延性ディンプルが等面積ずつ生じたが延性破面は $1/3$ しかなかった。温度変化に伴う吸収エネルギーや破面率のグラフではそれぞれ2つの曲線ができる。上側に位置する曲線は母材の靱性を示し、下側の曲線は破断のパスが溶接金属中かHAZ中を通過した場合である。電子ビーム溶接における幅の狭い溶融帯の延性脆性遷移温度のCVN試験とCWCT試験の差は約 $+90^\circ\text{C}$ もあり、潜在的に危険なものである。低エネルギーの電子ビーム溶接での溶融帯の遷移温度はCWCT試験で単純にまた経済的に測定できることがわかった。

(高橋恒雄)

一 性 質 一

低合金鋼の硫化物腐食割れ抵抗の評価法

(R. B. HEADY: Corrosion, 33 (1977) 3, pp. 98~107)

石油工業に於ける硫化物腐食割れの問題は数十年來のことであるが、最近油井が深くなるにつれて高張力鋼管を使用することが必要となつたため、この問題が深刻になつて来ている。そこで硫化物腐食割れを短時間に定量的に評価しうる試験法が求められているが、著者は環境調整および試片準備の両面から満足しうる試験法を提案し、報告している。すなわち試験環境は実験室で作るもので、候補に挙げる鋼を区別したり順位づけたりしうる適度なきびしさを有し、しかも屋外環境のきびしさの特性を保有するものでなければならない。また、試験片は使用しやすく、製作費が少なく、通常の管から切り取るに十分なだけ小さくて、しかも定量的な設計データが得られるものでなければならない。選んだ環境は $24\pm 3^\circ\text{C}$ 蒸溜水に 0.5 wt\% の氷醋酸を加え、脱酸素後硫化水素を飽和させたものである。試片は、くさびで負荷するダブルカンチレバービーム(DCB)型で、最も多く用いたものの大きさは $2.5\times 5/8\times 12\text{ cm}$ である。このような試片は小口径又は薄肉の管からは採取できないが、深い油井管用のものは厚肉なので採取可能である。

くさびを用いて試片に負荷し、諸元の測定をした試片は試験液に約2週間浸漬し、水洗、乾燥後試片開口部にヨークを取り付けて、引張試験機で荷重-変位図を取る。実験の結果から、この試験法は鋼の硫化物割れ抵抗に対して極めて感受性が大であることが認められた。そしてまた、同じような成分、熱処理、顕微鏡組織を有する低合金鋼の鑄造品でも、製造元の異るときは割れ抵抗は大きな変動を示すこともわかり、単に同一クラスの材料として分類されるからと云うことで硫化物割れ抵抗も同一であると考えたことの危険さを指摘した。

(鈴木正敏)

熱処理、塑性変形と低炭素鋼の腐食

(R. L. CHANCE: Corrosion, 33 (1977) 3, pp. 108~113)

2種類の低炭素鋼線 (AISI 1008, 0.04%C, 1.46

mm φ, および AISI 1010, 0.10% C, 1.59 mm φ) を非酸化性雰囲気中で熱処理後, 旋盤で振り変形を与え, 0.6 mol 硝酸アンモン浴中で陽分極してその腐食特性を求めた。

熱処理は完全焼なまし, 焼ならしなどを含む5種類で振り変形としては10cmの標点長さのもので20回転が代表的な値である。分極曲線, 光学および走査電顕による組織観察などから, 得られた結論は次のごとくである。

1. 低炭素鋼のフェライト基地中の鉄炭化物の析出や成長を促すような熱処理は, その鋼が塑性変形を受けた後の腐食を増大させる。

2. 塑性変形を受けた鋼の腐食量の増加は, 炭化物の脆性破壊, 環境の酸化特性, および変形度と互に関連を有する。

3. 破壊した炭化物が腐食の増加原因となる場合は, それらが鋼の表面にあるときで, そのような炭化物が存在しないときは, 塑性変形を与えても腐食に対して著しい影響は示さない。

4. 塑性変形の際に炭化物粒子が移動するのに伴って, 炭化物とフェライトとの界面が分離して毛細管状の通路, あるいは隙間ができ, そこを通って腐食性物質が金属中に侵入しうようになる。

5. 低炭素鋼において観察される腐食量の増加とか不働態の破壊の主な説明理由として, 微視的な隙間によることが挙げられる。

(鈴木正敏)

置換されたベンゾトリアゾール存在下での鉄の電気化学と腐食挙動

(M. ELDAKAR and K. NOBE: Corrosion, 33 (1977) 4, pp. 128~130)

硫酸溶液中における鉄の腐食および水素発生はベンゾトリアゾール ($C_6H_4N_3H$) やこれのメチル基置換体によって著しく抑制されることが知られている。ここではベンゾトリアゾール (BTA) 置換体の効果をみるため, 5-アミノ基 (NH_2^-), 5-ニトロ基 (NO_2^-), 5-クロル基 (Cl^-), 5-メチル基 (CH_3^-), 5-カルボキシル基 ($COOH^-$) 4-, 5-混合カルボキシル基 (mixed $COOH^-$) で置換した BTA を添加した硫酸溶液における鉄の腐食挙動について調べた。

試料は長さ 7.5 mm, 直径 12.5 mm で, これを研磨脱脂して $700^\circ C$, 1 h, 焼鈍したのち, 5N H_2SO_4 で活性化し, N_2 ガスで脱気した 1N H_2SO_4 に浸漬して, 腐食電位 (φ_c), 電流 (i_c), および分極測定を行った。

BTA 無添加液での φ_c と i_c は $-520mV$ (飽和カロメロ電極) $760 \mu A/cm^2$ であり, それぞれの BTA 置換体を 0.1m mol 添加したときの効果を比較すると, BTA (φ_c -520mV, i_c $400 \mu A/cm^2$) $< NO_2^- < CH_3^- < Cl^- < mixed COOH^- \sim NH_2^- < COOH^-$ (φ_c -470mV, i_c $55 \mu A/cm^2$) の順になり, その効果が飽和する濃度において比較すると, NO_2^- (φ_c -470mV, i_c $100 \mu A/cm^2$) $< Cl^- < mixed COOH^- < COOH^- < BTA \sim CH_3^- < NH_2^-$ (φ_c -490mV, i_c $22 \mu A/cm^2$) の順に腐食を抑制する。

またそれぞれの陰分極は勾配が $-110mV/deg$ の Tafel 直線に従い, これより水素発生に対する拮抗力を求めると, 0.1m mol 濃度では $BTA < NO_2^- < CH_3^- < Cl^- < mixed COOH^- < COOH^- \sim NH_2^-$ の順で, その効果が飽和する濃度では $NO_2^- < mixed COOH^- < Cl^- <$

$COOH^- < CH_3^- < BTA < NH_2^-$ になり, NH_2^- 置換体が最も水素発生を抑制する。Hammett による置換基定数 (σ) と i_c の間には 0.1m mol 濃度で明確な関係はないが, 抑制力が飽和する濃度においては, i_c の対数との間にほぼ直線関係があり, σ が大きいほど i_c は大きくなる。(小池一幸)

鉄-25% クロム合金の熱間延性に与える介在物の影響 (M. D. COWARD, et al.: Met. Tech., 4 (1977) 2, pp. 75~80)

熱間延性に与える介在物の有害な効果に関して, 鉄-25%クロム合金の介在物含有量および分布状態と金属組織のパラメーターとの相互作用の研究を行った。熱間加工中でのみ, 動的回復による軟化を生ずるフェライト系鉄-25%クロム合金の熱間加工性試験に関するもので, とくに介在物の分布状態を一定にした場合の結晶粒度の影響について調査したものである。

鉄-25%クロム合金は高酸素鉄を大気溶解し, 鑄造前にクロムを添加した後チル鑄造, 砂型鑄造, および砂型鑄造材を ESR 溶解したインゴット, および低酸素鉄を真空溶解しクロム添加後チル鑄造した4種類の分布状態の介在物を含むインゴットである。振り試験用試料はインゴットから直接加工したものと, 熱間押し出しと熱間圧延後に焼鈍し, 結晶粒度をそろえたものを使用した。熱間加工性試験は大気およびアルゴン中で振り試験を, 大気中で切欠き引張試験を行った。

真空溶解材は介在物含有量が最も少なく, ESR 材は大気中鑄造材よりも小さい介在物の含有量が多かった。加工材と焼鈍材の介在物の分布状態には相違は見られなかった。大気中の振り試験では結晶粒度の減少と雰囲気温度の上昇につれ延性の増加が見られたが, 試料表面に酸化されたクラックをとまなう隆起を生じた。大気中および $1000^\circ C$ 以下のアルゴン中における鑄造材と加工材の振り延性は試験前の結晶粒度にしたがい減少した。偏析のない場合, 鑄造組織の結晶粒度が粗大であることが延性の低下の主要因となっていた。酸化物系介在物の体積率が増加すると熱間延性は減少するが, 一定の体積率の場合は比較的少数の大きな介在物は多数の小さな介在物よりも有害であった。熱間延性は ESR 再溶解により改善されたが, 介在物の大きさが減少することがその一因であろう。(松井建造)

機械的性質を改善するための二相 Fe/X/0.1C 鋼の設計 (J. Y. Koo and G. THOMAS: Met. Trans., 8A (1977) 3, pp. 525~528)

靱性のあるフェライト地に荷重を支持する成分として強力なマルテンサイトを導入すると二相鋼合金を強化することができる。前報ではこの二相フェライト-マルテンサイト (DFM) 組織を持つ鋼の機械的性質におよぼす第2相 (マルテンサイト) の体積率と強さの影響について報告したが, ここでは 1010 鋼の熱処理のみによる機械的性質の改善について報告した。

供試材は 0.060~0.075% C 鋼に合金元素として Cr を 4% および 0.5%, Si を 2% および 0.5% 添加した 4 鋼種であり, 真空溶解し, 熱間鍛造で約 15mm φ に仕上げ, $1200^\circ C$ で 24 h 均熱し, 炉冷したものである。熱処理は試料を A_3 直上のオーステナイト域に加熱し ($880^\circ C$, 1 h), 焼入れによつて 100% マルテンサイト

組織とした後、いくつかの $\alpha + \gamma$ 域に加熱してマルテンサイトを一部オーステナイトに、残部をフェライトとし再び焼入れを行なうもので、 $\alpha + \gamma$ 域での加熱温度は転位のあるマルテンサイトを形成させるためオーステナイトの炭素レベルが 0.3% となる温度とした。

DFM 組織の形態は合金元素 X の種類と量により著しく異なり、0.5%Si 鋼と 2%Si 鋼ではマルテンサイトは針状であるが、0.5%Si 鋼と 0.5%Cr 鋼ではフェライト-マルテンサイト粒界に粗大な炭化物があつた。

約 31 mm と 51 mm のゲージ長で丸棒の引張試験を行なつた結果、前のオーステナイトの粒界に沿つて第 2 相マルテンサイトが球状に連つている場合は引張性質は若干劣つていた。前のオーステナイト粒内に針状のマルテンサイトがあり、前のオーステナイト粒界に連続した球状マルテンサイトがある場合は引張性質が若干改善された。

完全な針状マルテンサイトを得た場合は引張強さと伸び率による靱性は非常に改善された。とくに 2%Si 鋼では引張強さ 830 MN/m²、全伸び率 22% となり、市販されている HSLA 鋼の機械的性質にくらべはるかに優れていた。

(斧田一郎)

オーステナイト系ステンレス鋼の高温破断挙動に及ぼす粒径の影響

(K. BORGGREEN and A. R. THÖLÉN: Scand. J. Metallurgy, 6 (1977) 1, pp. 13~14)

AISI 316 に V, N を添加したオーステナイト系ステンレス鋼において高温での破断変形過程とフラクトグラフィに対する粒径の影響を調べた。

粒径は熱処理により 3 種類に調製し、それらを線分析法により 19 μ 、60 μ 、230 μ と決定した。熱処理はそれぞれ 1 100°C/20 min/WQ+50% 冷間圧延+1 000°C/3 min/WQ、1 100°C/20 min/WQ、1 200°C/120 min/WQ+1 100°C/20 min/WQ としている。これらの試料を使用して 650°C のクリープ破断試験を行ない以下の結果を得た。

粒径 19 μ の試料は 270 MN/m² の応力で、 ϵ_r (破断伸び) 36%、 t_r (破断時間) 839h、60 μ のものは 250 MN/m² の応力で $\epsilon_r=28\%$ 、 $t_r=1 560$ h、230 μ のものは 3 種の応力を負荷し 250、270、350 MN/m² で、 $\epsilon_r=15, 16, 26\%$ 、 $t_r=1 200, 624, 112$ h となつた。すなわち粗粒より細粒の方が破断強さ、伸びともに大きい。

また破断部の形状については細粒の試料においてのみくびれが見られた。

破断面を走査電顕、破断面より 30 mm の部分について透過電顕で調べた。破断面の形状は細粒試料のものがデインプルをともなつた粒内破壊、粗粒試料のものは安全な粒界破壊となつている。また透過電顕によると粗粒では V 窒化物は有効であるが、細粒では転位が粒子から離脱して、再びピン止めされないことがわかつた。従つて異なる粒径で、殆んど同じ応力と破断時間でこれらの破断形態が大きく異つている原因は、粒径と熱処理がマトリックスの消耗度に対して時間が強い影響を持つと結論される。これと同じ効果は類似鋼で NbC として早くから認められていた。

(山下幸介)

Ti, Al, Nb を含む高靱性 Fe-12Ni 合金の溶接性

(J. H. DEVLETIAN, et al.: Welding J. 56 (1977)

4, pp. 97S~103S)

-196°C の靱性が 304 型ステンレス鋼相当で、強度が 9%Ni 鋼より優れた Fe-12%Ni 合金の溶接性について調べている。使用した合金は Fe-12%Ni を基本としてそれぞれ 0.25 at %Ti, 0.5 at %Al, 0.25 at Nb を添加した 3 種類である。

1 mm, 7 mm 厚の板材をそれぞれガススタンピング溶接 (GTA 溶接) 法で溶接し、溶接性は -196°C, 25°C での K_{Icd} 値 (等価エネルギー法で計算した破壊靱性値)、引張試験および高温・低温溶接割れ感受性試験などの結果から評価した。

その結果得られた結論は次のごとくである。

(1) Fe-12Ni-0.25Ti は溶接性の点で 3 種類の合金中最も有望である。溶着金属、HAZ ともに溶接のまま高い K_{Icd} 値を示し、その値は母材のそれに匹敵する。なお予熱および後熱処理の有無によつてこの性質は左右されず、厚さによる影響もほとんどない。強度の点でも各部とも母材値とほとんど差がなく優れている。(2) Fe-12Ni-0.5Al は良好な溶接性を示し、溶接のままでは K_{Icd} 値は一般的にあつているが、溶接後 550°C 焼なましをすることにより、溶着金属、HAZ の K_{Icd} 値は母材値にほぼ等しくなる。(3) Fe-12Ni-0.25Nb は 3 種類の合金中最も溶接性が悪い。溶接のままの K_{Icd} 値は溶着金属は低く、HAZ は中程度であるが、溶接後 820°C の焼ならし処理で HAZ の K_{Icd} 値は母材値に近づくが、溶着金属の値は改善されない。また 7 mm 厚の板材の場合に他の合金では現われなかつた高温溶接割れが観察された。(4) 溶接方法自体については他の方法について検討の余地はあるが、使用条件などから侵入型元素 (C, N, O など) を極度に嫌うことを考慮すると、今回の GTA 溶接法は Fe-12Ni 系合金のすぐれた溶接法であると考えられる。

(長井 寿)

—物理冶金—

低合金高張力鋼の引張試験におけるスプリットिंगの機構 (A. J. DEARDO: Met. Trans., 8A (1977) 3, pp. 473~486)

構造用圧延鋼板において、引張試験や衝撃試験を行つた際に、溶接時のラメラテアと同じように、圧延面に平行にき裂が入るスプリットिंग (splitting) という現象が認められることがある。ラメラテアあるいはスプリットिंगを引き起こす微視組織的要因は様々で、圧延方向に引き伸ばされた介在物、ペイナイトとマルテンサイトの带状組織、結晶粒の伸長、フェライト粒界へのセメントイト析出などが報告されている。

本研究では、Nb または V を含む低合金高張力鋼に P, Si, Cr を添加してスプリットिंग感受性におよぼす成分の影響を調べるとともに、圧延終了後の冷却過程を変化させて、その影響を調べた。また板厚方向の引張強度とスプリットिंग感受性の関係についても調べた。

圧延終了後の試料は、所定の温度まで急冷したのち、空冷、徐冷および空冷後 650°C 2h 焼もどしという種類の熱処理をほどこした。いずれの鋼種においても、スプリットिंगが認められたのは徐冷材および空冷後焼もどしを行つた試料で、空冷材ではおこらなかつた。ス

プリッティング感受性の高い試料に共通している微視組織的特徴は、粒界近傍のセメントイト（塊状析出物およびパーライトコロニー）の量が多いことで、粒界へのセメントイト析出の少ないものではスプリッティングはおこりにくい。

すなわち熱処理ならびに添加元素は、粒界セメントイト量を変化させることによつてスプリッティング感受性に影響を与えると考えられる。

また本研究で扱った鋼種では、スプリッティング感受性を高めた状態にしても、ラメラテアの場合にみられるような板厚方向の延性低下は認められず、このことは引張試験におけるスプリッティングは溶接時のラメラテアとは、全く異なる現象であることを示唆している。

（姫野 誠）

5% Ni 鋼溶接物の熱影響部の破壊挙動

(H. I. MCHENRY and R. P. REED: *Welding J.*, 56 (1977) 4, pp. 104-S~112-S)

LNG 温度、つまり 111K で適当な強度と靱性を備えた構造材が、LNG 貿易の国際化に伴ない、その輸送・貯蔵などの設備に要求されている。現在 9%Ni 鋼, 5083-0 Al 合金が広く使用されているが、ASTM 規格 A645 の要求を満たすように熱処理された 5% Ni 鋼は価格軽減の大きな可能性を有しており、将来広く使用されるかも知れない。

著者らは、5%Ni 鋼溶接物の母材および熱影響部 (HAZ) の破壊特性を、室温、111K、76K において調べた 4 点曲げ試験片で疲労クラックの成長速度を求め、CT 試験片で破壊靱性試験を行った。従来、HAZ の疲労クラック成長抵抗が論じられ、母材では HAZ の 10 倍の成長速度を示すことが述べられていたのに対し、本実験では、111K でのクラック成長速度は母材では他の研究者の結果と本質的に同程度であったが、HAZ では従来の報告の 3~10 倍までの速さを示した。破壊靱性試験は荷重制御条件下で行われ、母材、HAZ とともに 111K での破壊靱性値は、従来同じ試験片について、変位制御条件下で得られていた靱性よりも 30~50% 低い値を示した。靱性値におけるこの従来の結果との違いは、採用した試験方法の違いのためであつて、材質的差異のためではない。

今回の研究の結果は、疲労寿命や臨界クラックサイズなどより控え目に評価すべきであること、さらに使用温度がほぼ 111K である LNG 用途に対しては、5% Ni 鋼が 9% Ni 鋼の代用に十分であることを示している。しかし液体窒素温度つまり 76K では、5% Ni 鋼は脆性的挙動を示し、依然として高い靱性値を有している 9% Ni 鋼にとつて代わることはできない。（今井嗣郎）

一分析

走査型透過電子顕微鏡とマイクロアナライザ

(K. E. EASTERLING: *Scand. J. Metallurgy*, 6(1977) 1, pp. 3~5)

走査型電顕は単なる 2 次電子像観察のための機能だけでなく、試料と入射電子との相互作用によつて生じる種々の電子を検出、利用することにより多くの重要な情報が得られる。本論文は透過電子を検出して得られる STEM (走査型透過電顕) について言及し、同時に電顕の工学的有効性を拡大するために STEM の収束プローブ

を用いて、X 線分析あるいは微小領域回折が得られる TEM (透過電顕) との結合を、著者の過去 2 年間の経験によつて得られた研究が要約されている。

この STEM 像を TEM 像と比較すると次のような特徴がある。

(1) 熱電子型 STEM 像の分解能は TEM よりも劣つているが、電界放射型 STEM は TEM と同等の分解能を有す。200kV STEM の高輝度電子銃では 100 000 倍まで倍率をあげ、T. V. と連結してディスプレイするため SEM 像をさらに高分解能にできる。(2) TEM より厚い試料が観察できる。(3) 微小電子プローブの手法を使うことによりポリマーの研究ができる。(4) 薄膜では 100Å づつ微小領域からの電子回折ができる。これは汎用 TEM の制限視野回折の 1/100 の領域である。(5) ロッキングビームチャンネルリング法により結晶学的情報 (TEM の菊地パターンは似ている擬菊地パターンが得られ、結晶方位解析ができる) が得られる。(6) 反射電子による磁区パターンのコントラストの改良は入射電子プローブを高電圧にすることで可能になる。(7) エネルギー分散型 X 線分光法を用いて、数 100Å 領域の化学分析を可能にした。これは TEM, SEM ベースのマイクロアナライザよりも約 50 倍小さい領域である。したがって、偏析や介在物の分析精度を高めることができる。特に薄膜の定量分析は前途有望である。(8) データ処理にミニコンやプリンタを用いることによつて、オンラインで粒子分析 (第 2 期粒子径、粒子数、相面積、形態など) が可能である。現在この粒子分析と X 線分析を組み合わせる計画をしている。（朝倉健太郎）

—その他—

材料科学における高電圧高分解能電子顕微鏡

(G. THOMAS: *J. f Metals*, 29 (1977) 2, pp. 31~37)

高電圧高分解能透過電顕の原理、応用を簡単に解説し、現在の問題点、将来の展望を述べている。まず原理について簡単に説明し、ついで高電圧電顕の利点と欠点についてまとめている。その利点については透過能および分解能の増加、その像観察などの点から、金属のみならず鉱石、セラミクス、生物、高分子などの広い領域にわたる応用例を紹介している。

高分解能電顕については比較的詳しい解説を行い、高温における SiN の粒界ガラス状相の発見、規則化した Ni₄Mo の逆位相境界付近の微小領域における組成の変化、規則相の成長機構、スピノーダル分解した Au-Ni 合金の組成の変調の測定を例に、格子像から得られる豊富な情報について述べている。

またレーザー微小回折を併用すると 10Å の範囲の格子定数変化 (組成変化) が約 1% の精度で検出できる。こうした格子像からより正確な情報を得るには、高電圧高分解能電顕への指向が不可欠で、そのためにはたとえば、ビーム源、レンズの収差の改善、格子像観察の簡便化とイメージ出力の増加、格子像解釈のための理論の進歩などが行わなければならない。

米国におけるこうした研究は日、英、独、仏などの国々にくらべ遅れており、経済的な面からも共同利用センター制度による研究体制が必要であり、超高压超分解能電顕が建設されその機能を十分に発揮するためには研究者間の協力が不可欠である。（柴田浩司）