



新しい電子顕微鏡解析法の鉄鋼材料研究への応用

谷 野 満*

Application of Modern Electron Microscopy to Ferrous Materials

Mitsuru TANINO

1. ま え が き

電子顕微鏡 (以下電顕と略す) が RUSKA らの手によって誕生して以来 50 年を経過した。いまや電顕は材料科学の分野だけでなく、生物学や医学の分野においても欠かすことのできない重要な研究機器としての地位を確立している。

電顕はもともと物質の微細構造をより詳細に観察し、さらに電子線回折によつて微小領域の結晶学的知見を得ることを目的として発展してきたが、加速電圧 500 kV をこえる超高圧電顕 (HVEM) の出現はその場観察 (動的観察) や電子線照射損傷の解析などの新しい研究分野を拓き、走査型電顕 (SEM) は焦点深度が大きいこととあいまつて立体構造および表面微細構造の観察を容易にした。さらに走査型透過電顕 (STEM) はエネルギー分散 X 線分光法 (EDX) や電子線エネルギー損失分光法 (EELS) と組み合わせることによつて元素分析機能を有する分析電顕 (AEM) として発展し、電顕の活用範囲を著しく拡大した。最近では収束電子線回折法 (C BED) が結晶構造解析の有力な手段として脚光を浴びつつある。また、高性能電子レンズの開発、高輝度電子銃の採用、電圧安定度の向上、鏡筒内の高真空化などによつて電顕の分解能が 1 Å 近くまで向上した結果、結晶中の原子配列に対応した多波格子像 (結晶構造像) の観察が可能になった。

さて、筆者に与えられたテーマは「新しい電子顕微鏡解析法の鉄鋼研究への応用」である。電顕は鉄鋼材料の物理冶金学に関する我々の知識を飛躍的に高め、新しい鋼材の研究開発に対する強いインパクトをもたらした。最近では電顕を利用した研究論文の数は著しく多くなつており限られた紙面ではとうてい扱いきれない。それゆえ、本稿においては最近の約 10 年間に発展した電顕の新しい機能とその活用という点に的を絞つて解説する。引用文献も個々の論文よりもむしろレビューや解説記事を多くした。読者はこれらの文献によつて最新の電顕解析技術の概略を知つた後、原論文を参照すればより深い

理解が得られるであろう。

2. 超高圧電顕 (HVEM: High Voltage Electron Microscope)

加速電圧が 500 kV 以上の電顕を超高圧電顕と呼び、現在約 60 台が稼動している。最近の超高圧電顕は 1 000~1 500 kV 級が一般的であるが、我が国の大阪大学とフランスの国立電子光学研究所には 3 000 kV の大型超高圧電顕がある。超高圧電顕の特徴と応用についてはすでにいくつかの解説^{1)~3)}があるが、加速電圧を高くすることの主な効用は観察可能な試料厚さの増大、分解能の向上、電子線照射損傷や臨界電圧効果など特有の現象の解析が可能なることである。

2.1 その場観察 (動的観察) (In Situ or Dynamic Observation)

電顕の中で試料の塑性変形や熱処理を行い、その際起こる微細組織変化、たとえば転位の運動、再結晶、相変態などを直接観察する手法をその場観察あるいは動的観察と呼ぶ。その場観察の目的はバルク材中で起こる変化を再現させて解析することにあるので薄膜特有の現象が起こることを避けなければならない。転位の運動などを解析するためには薄膜の厚さとして少なくとも 3 μm は必要であるとされており⁴⁾、鉄鋼試料の観察においては 1 000~1 500 kV の加速電圧が必要になる。もちろん 200 kV 級の普及型電顕を用いて転位の運動を観察することは (薄い試料を用いることによつて) 可能ではあるが、得られる結果がバルク材と対応していない危険性が大きい。その場観察を行うためには目的に応じた特殊な試料ホルダーが必要であり、種々のタイプのものが考案されている^{4)~6)}。

超高圧電顕による転位の動的性質の研究は名古屋大学および大阪大学で精力的に行われ、数多くの成果が報告されている^{7)~10)}。これらの研究によつて転位の運動、相互作用などの素過程はかなりの所まで明らかにされている。しかしながら、電顕中の変形においては試料形状の調整が難しく、正確な応力状態、歪み状態はわからな

昭和 58 年 10 月 3 日受付 (Received Oct. 3, 1983) (依頼解説)

* 新日本製鉄 (株) 第一技術研究所 工博 (R & D Laboratories - I, Nippon Steel Corp., 1618 Ida Nakahara-ku Kawasaki 211)

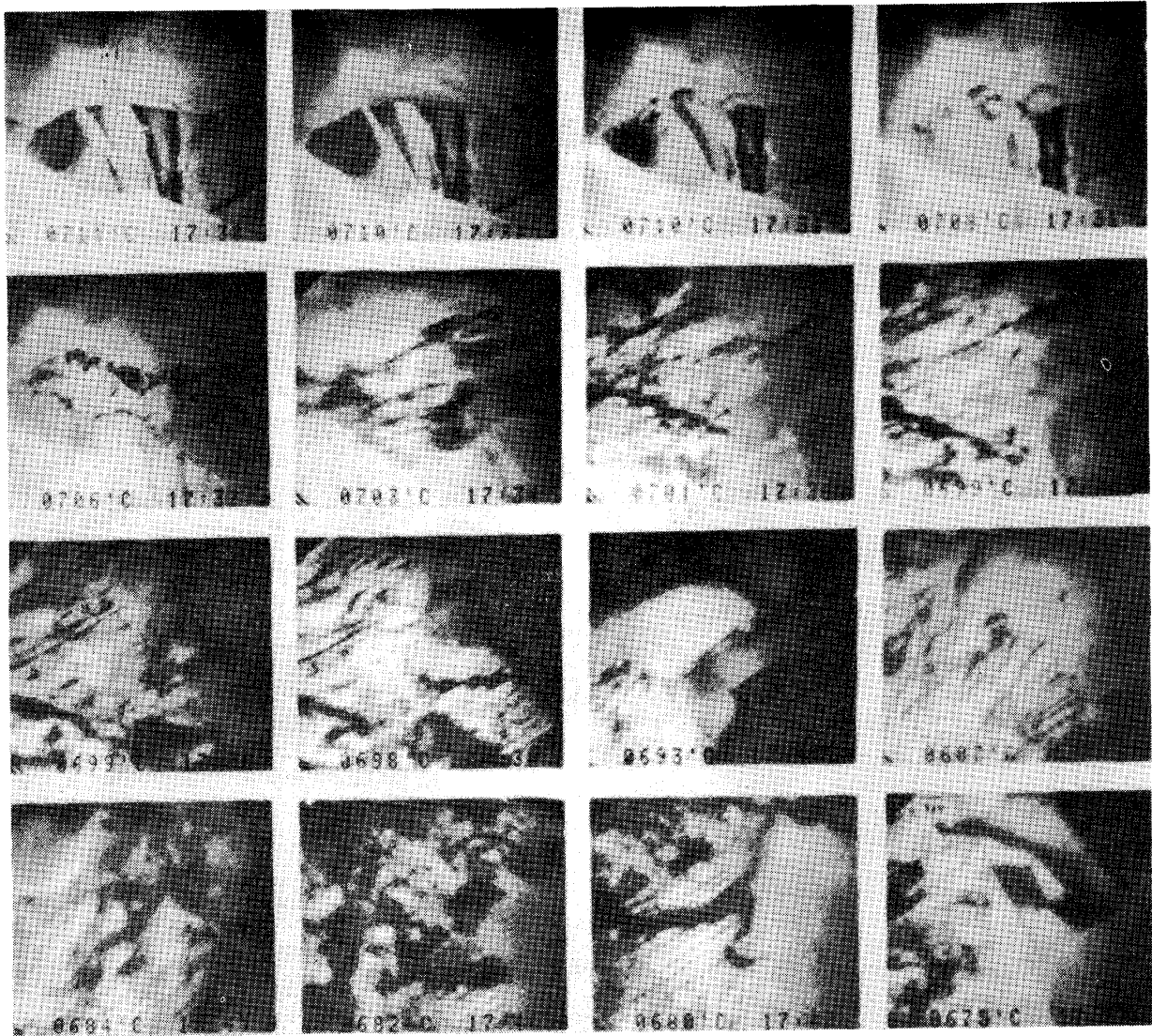


写真 1 0.2% C 鋼中のパーライト変態の進行過程 (1000 kV HVEM でその場観察)¹²⁾

い。

その場観察のもう1つの重要な分野は高温現象の解析である。この場合、試料温度のコントロールとともに、加熱時の試料の酸化あるいは脱炭を防止することがきわめて重要な課題である¹¹⁾。筆者らは薄膜試料の一端に熱電対を点溶接し、ほぼ $\pm 10^\circ\text{C}$ の精度で温度をコントロールしている。加熱中の酸化および脱炭は試料室付近に残留している H_2O および O_2 によつて起こるものであり、 10^{-5} Torr 程度の真空度の試料室では避けられない。防止対策としては試料室近傍の真空度を向上すること、特殊な構造の試料室ないしカプセルを用いること⁶⁾などが行われているが、筆者らは高純度の不活性ガスで試料室を洗浄し、また観察中も常時 0.1 Torr 程度の不活性ガスを流して試料室に残留する不純物ガスの分圧を 10^{-8} Torr 以下に抑えることにより酸化、脱炭の防止をはかっている¹¹⁾。

写真1は高温その場観察の一例で、0.2% C 鋼中のパーライトの核生成・成長過程を追跡した連続写真であ

る¹²⁾。パーライトの核生成は 1/30s 以下の短時間で起こるため活性核がフェライトであるかセメンタイトであるかの判定は難しいが、パーライトの成長速度は約 700°C におけるフェライト中の C の拡散速度とよく対応している。また、パーライト中のフェライト成分の結晶方位はつねに初析フェライトの方位と同じであることが確認された¹²⁾¹⁵⁾。高温現象のその場観察例としてはベイナイトの生成¹⁶⁾、セメンタイトの溶解^{19)~21)}、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態^{23)~25)}、マルテンサイトの焼もどし²⁴⁾、窒化物の析出²⁶⁾などの報告がある。また低温現象としてはオーステナイトステンレス鋼のマルテンサイト変態のその場観察⁹⁾¹⁷⁾が行われている。そのほかに特殊な雰囲気カプセルによる酸化現象の観察も報告されている²⁷⁾。

2.2 臨界電圧効果 (Critical Voltage Effect)

加速電圧を変えながら電子線回折を行うとき、ある臨界電圧において2次反射が消滅する現象があり²⁸⁾、臨界電圧効果あるいは2次反射消滅効果と呼ばれる。この現象は電子線回折における相対論的效果と動力学的多波効

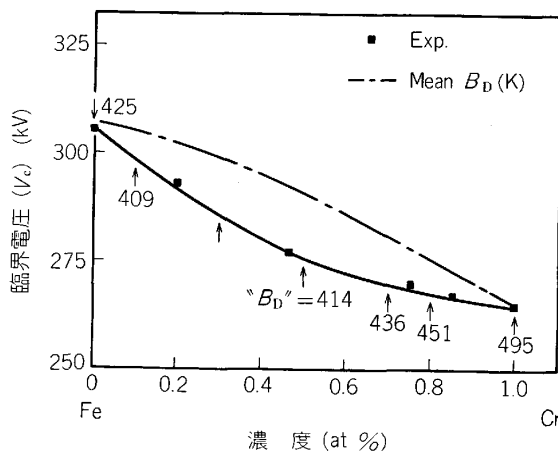


図 1 Fe-Cr 系合金の臨界電圧 (V_c) とデバイ温度 (B_D) におよぼす Cr 濃度の影響¹⁸⁾

果によつて起こる²⁹⁾。元素によつて臨界電圧は異なるが一般に 200 kV 以上の電圧で現れるので超高压電頭を用いて始めて明らかにされた。この臨界電圧効果を利用すると原子散乱因子の精密決定やデバイ温度の測定が可能である。合金の場合には溶質濃度によつて臨界電圧が変化する。たとえば図 1 は Fe-Cr 系合金の臨界電圧とデバイ温度におよぼす Cr 濃度の影響を示したものであり¹⁸⁾、このような効果を利用することによつて時効析出物の組成や界面近傍の濃度勾配を決めることができる¹⁸⁾³⁰⁾。

2.3 電子線照射損傷 (Electron Radiation Damage)

結晶に高エネルギーの粒子が衝突すると原子がその格子位置からはじき出されて他の格子位置の間に押し込められ (格子間原子)、一方もとの位置は空席 (原子空孔) となる。これら一対の点欠陥をフレンケル対と呼ぶ。電子線照射の場合にも電子線のエネルギーがある臨界値 (Fe の場合 650 keV) より高くなるとフレンケル対が発生し、移動しやすい格子間原子が集まつて転位ループを作る。電子線による照射は、中性子など比べるとエネルギーが揃つており、かつ高密度の照射が行えるので、格子間原子や原子空孔の挙動を解析するのに適している³¹⁾。さらに、照射中の格子欠陥の発生過程や、照射後の焼なましによる欠陥の消滅過程などをその場観察できるという利点を有する³¹⁾³²⁾。

電子線照射はまた拡散促進、析出相の不安定化、不規則化などを引き起こし、照射誘起偏析や照射誘起析出などの非平衡状態を作り出す³³⁾。たとえば竹山ら³⁴⁾³⁵⁾は鋼に電子線照射を行うと、C 原子が空孔に捕獲されて (C·V) 対を形成してその拡散や、 ϵ 炭化物および Fe_3C の析出が強く抑制されるが、240°C 以上に加熱すると (C·V) 対は解離し、解放された C は ϵ 炭化物の段階を経ることなく、直ちに Fe_3C を形成すること (写真 2) などを明らかにした。また、森川ら²²⁾は Fe に添加された合金原子と原子空孔の結合の強さを推定するのに電子線照射を

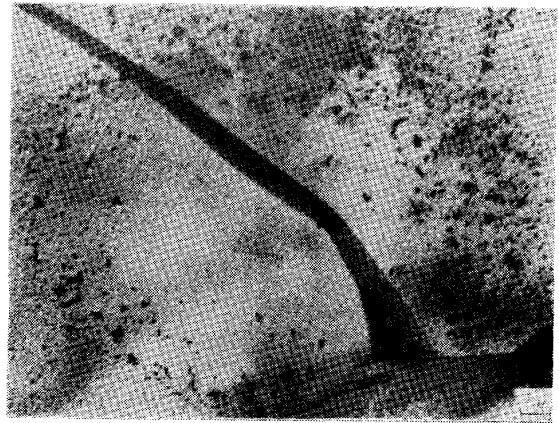


写真 2 $1.7 \times 10^{21} e \cdot cm^{-2}$ の電子線照射後、250°C、20 min 時効によつて照射・未照射境界領域の内側に析出した Fe_3C 。(Fe-0.025 wt% C)³⁵⁾

利用している。

3. 分析電頭 (AEM : Analytical Electron Microscope)

3.1 分析電頭の機能

物質に電子線をあてたときに発生する特性 X 線を用いて元素分析を行う方法は EPMA として早くから普及しているが、空間分解能が数 μm 程度であるため微小領域の分析は難しい。これに対して高性能の走査型透過電頭 (STEM : Scanning Transmission Electron Microscope) とエネルギー分散 X 線分光法 (EDX : Energy Dispersive X-ray Spectrometry) および電子線エネルギー損失分光法 (EELS : Electron Energy Loss Spectrometry) とを組み合わせることによつて空間分解能の高い微小領域分析法が実現した。このような元素分析機能を有する電頭を分析電頭 (AEM) と呼び、図 2³⁷⁾

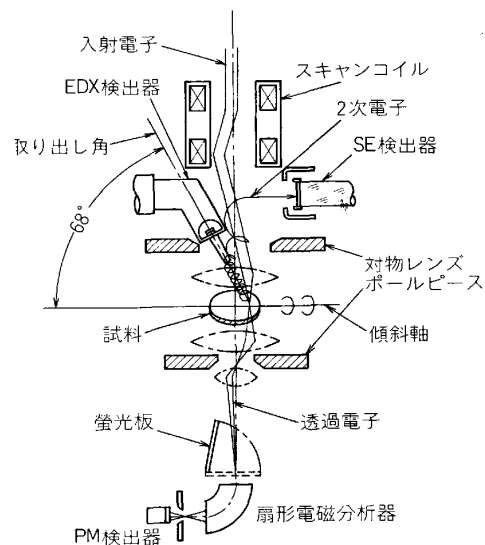


図 2 分析電頭の EDX および EELS のシステム構成³⁷⁾

に示すような構成になっている。分析電顕では通常の観察法 (TEM モード) のほかに、数百 Å まで絞った電子ビームで試料上を走査し、透過した電子線によって CRT 上に像を再現させる STEM モードに切り換えることができ、試料上の任意の場所に電子ビームを止めたときに発生する特性 X 線を Si (Li) 半導体検出器で検出して元素分析を行う (EDX)。また、透過した電子線を磁場で曲げてエネルギー損失を測定するのが EELS である。電子ビームを止めた微小領域についての微小回折 (microdiffraction) も可能である。このように最近の分析電顕は金属組織だけでなく、結晶構造および化学組成に関する情報が同時に得られる機能を有しており、材料研究における電顕の有用性は著しく高くなつた³⁶⁾³⁷⁾。

3.2 エネルギー分散 X 線分光 (EDX) の応用

EDX の鉄鋼材料への応用についてはすでに解説³⁸⁾したごとく多くの報告があり、(1)相間の元素分配の測定、(2)析出相の組成分析、(3)粒界偏在の測定、に大別される。相間の元素分配については 2 相ステンレス鋼中の δ -フェライト (α) とオーステナイト (γ) の間の Ni と Cr の分配³⁹⁾、高 Mn 低温用鋼中の逆変態 γ と α の間の Mn の分配⁴⁰⁾、5.5% Ni 低温用鋼中の γ と α の間の Ni の分配⁴¹⁾、 γ 相とパーライト中の α および Fe_3C 間の Mn の分配⁴²⁾などが報告されている。

微小析出相の組成分析には EDX は広く利用されている⁴³⁾⁴⁴⁾⁴⁹⁾⁵⁰⁾。ただし通常の EDX では原子番号 11 (Na) 以上の元素しか検出できないので、析出相が炭化物、窒化物、酸化物のいずれであるかを直接決定することはできない。軽元素を検出するためには Be 窓の代わりに薄いプラスチック膜を用いた検出器を用いなければならないが、寿命の点で問題がある。また後述する EELS は軽元素の検出感度は高いが、試料の厚さに制限がある。

粒界偏析の測定にはふつうオージェ電子分光法 (AES) が用いられるが、粒界破面を用いることが必要であり、微細組織との対応性も低い。Dorg^ら^{45)51)~57)}は薄膜試料について STEM/EDX により P, Sn^{45)51)~55)}, Cr⁵⁶⁾, Si, Mn⁵⁷⁾の粒界偏析の測定を行つている。ただしこれらの測定では偏析領域の幅について一定の仮定を置いた上で粒界偏析量を計算しているのでかなりの誤差が含まれる危険性がある。そのほかの応用例としては、SUS 304 ステンレス鋼を 600°C 付近の温度で時効したときの粒界近傍の Cr 濃度が 10~14% 程度まで減少することが報告されている¹³⁾⁵⁸⁾⁵⁹⁾。このような Cr 欠乏領域にはマルテンサイト⁵⁹⁾あるいはフェライト¹³⁾(写真 3)が観察される。

3.3 電子線エネルギー損失分光 (EELS) の応用

図 3 は SUS 304 ステンレス鋼から得られた EEL スペクトルの 1 例である⁴⁶⁾。エネルギー損失 0 のピークは弾性散乱ないし擬弾性散乱された電子線によるものでゼロロスピークと呼ばれる。25 eV 付近のピークはプラズ



写真 3 600°C で 1000h 時効した SUS 304 ステンレス鋼の粒界近傍の Cr 欠乏層およびフェライト¹³⁾

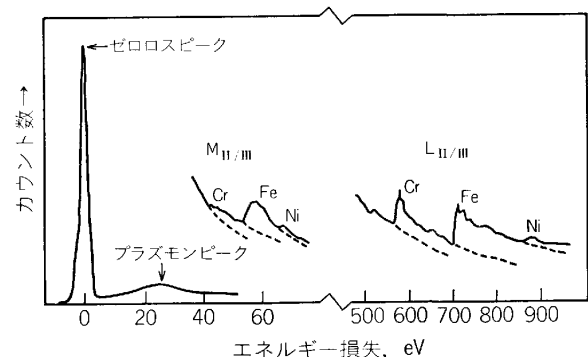


図 3 SUS ステンレス鋼から得られた EEL スペクトルの 1 例⁴⁶⁾

モンロスピークと呼ばれ、これは価電子や伝導電子雲によって非弾性散乱を受けたときのエネルギー損失に対応する。40~70 eV の範囲には Cr, Fe, および Ni 原子の内殻電子のイオン化によるエネルギー損失ピークが現れている。この場合はいずれも M 殻電子のイオン化によるものであり、L 殻電子のイオン化によるピークは 600~900 eV に認められる。このような内殻エッジのスペクトルによって構成元素の定性分析を行うことができる⁶⁰⁾。EELS は軽元素 ($Z \geq 3$) の検出感度が高いので EDX と相補的に用いるのが理想的であるが、EELS の場合は試料の厚さが数百 Å 程度でないとピークが不明瞭になること、コンタミネーションの影響を受けやすいこと、定量性に欠けることなどの欠点がある。

鉄鋼材料への EELS の応用例としてはイオン窒化した SUS 304 ステンレス鋼表面層の分析¹⁴⁾、9%Cr-1%Mo 鋼中の Cr_2N および M_{23}C_6 の分析⁶²⁾などがある。また、山本^ら⁶³⁾は 26%Cr 鋼中の Cr 酸化物、TiN, NbC, BN などの分析例を報告している。炭化物などを分析するときには Al 抽出レプリカを用いることもある⁴⁷⁾。写真 4 は低合金鋼中の V (C, N) を Al 抽出レプリカによって抽出し、EELS で分析した例であり、V の L_{2-3} ピークの他に C および N のピークが検出されて

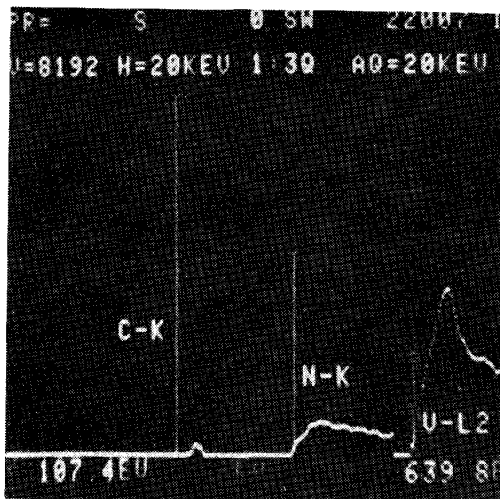


写真 4 低合金高張力鋼中に析出した V(C, N) の EELS スペクトル (AI 抽出レプリカ)⁴⁷⁾

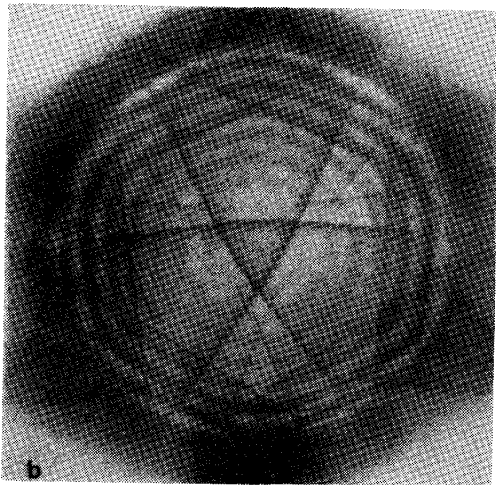


写真 5 SUS 316 ステンレス鋼の (111) 面から発生したゼロ次の CBED パターン (100 kV)⁶¹⁾

いる。

4. 収束電子線回折 (CBED: Convergent Beam Electron Diffraction)

原理はふるくから知られていた⁶⁴⁾が、最近になつて広く利用されるようになった解析法に収束電子線回折法 (CBED) がある。通常の制限視野電子線回折においては平行ビームを試料に照射して回折図形を得るが、CBED の場合は 10^{-2} rad 以上の開き角をもつ電子ビームを試料上の微小領域 (100~500 Å) に収束させる。その際得られる回折図形は写真 5⁶¹⁾に示すような回折ディスクである。これらの回折ディスクの内部には高次ラウエゾーン (HOLZ) 線と呼ばれる暗線が存在する。このようなパターンおよび HOLZ 線の対称性を解析することにより 32 の点群のすべてを区別することが可能である。ちなみに X線回折法では 32 の点群のうち反転中心をもつ 11 の点群 (ラウエ群) しか判別できない。さら

に CBED の場合には点群と消滅則を組み合わせることによつて空間群を決定することもできる⁴⁸⁾⁶¹⁾⁶⁵⁾⁶⁶⁾。

HOLZ 線を利用すると $\approx 2 \times 10^{-4}$ の精度で格子定数を測定することができ⁴⁸⁾、これを利用すると微小領域の組成分析、とくに EDX では検出不可能なごくわずかの組成変動も解析することができるとされている⁴⁸⁾。CBED はまた試料中の微小歪みの解析⁶⁷⁾や膜厚測定⁶⁸⁾⁶⁹⁾にも利用されている。

鉄鋼材料への CBED の応用例はまだ少ないが、STEEDS⁴⁸⁾は長時間時効した SUS 316 ステンレス鋼中の析出相および介在物の解析に CBED を応用している。SUS 316 の時効材中には $M_{23}C_6$ および M_6C が析出するが、これら 2 つの炭化物はどちらも立方晶であり、格子定数もほぼ同じであるから電子線回折によつて区別することはほとんど不可能である。しかし $M_{23}C_6$ の空間群は Fm3m, M_6C の空間群は Fd3m であつて対称要素が異なるので CBED を用いれば両者を容易に区別することができる。

5. 高分解能電顕 (High Resolution Electron Microscope)

ここ 10 年ぐらいの間に急速に発展した応用分野に高分解能電顕による結晶格子像 (Lattice Image) および結晶構造像 (Structure Image) の観察がある。とくに多波干渉高分解能像では結晶中の原子配列と 1:1 の対応づけが可能なた相コントラストが得られるため^{70)~72)} 広汎に活用されるようになった。たとえば金属材料の分野では主として非鉄合金の GP ゾーン⁷³⁾、規則格子⁷⁴⁾、金属間化合物⁷⁵⁾などの結晶構造像観察や、原子空孔、格子間原子、転位⁷⁶⁾、双晶境界⁷⁶⁾、積層欠陥⁷⁶⁾、結晶粒界⁷⁷⁾などの観察が報告されている。とくに、転位のすべり、上昇、分解過程、双晶境界や積層欠陥四面体の移動などの原子尺度での動的観察⁷⁶⁾は興味深い。そのほかに無機化合物⁷⁸⁾⁷⁹⁾、鉱物結晶⁸⁰⁾、分子性結晶⁸¹⁾、非晶質合金⁸²⁾などの構造像観察が行われている。また、格子像の間隔の変動を利用して幅 ~ 20 Å 程度の極微小領域の局所組成の分析も試みられている⁸³⁾⁸⁴⁾。

フェライト系の鉄鋼材料は強磁性をもつために非点収差を増加しやすく、他の金属材料に比べると高分解能観察が難しいとされており、論文も少ないが、いくつかの興味深い観察結果を以下に述べる。

近年、中ないし低炭素鋼のラスマルテンサイトの境界にはほとんど例外なくフィルム状の残留オーステナイトが存在することが明らかにされている^{85)~87)}。これらの薄い残留オーステナイトの組成 (C 濃度) を決めることは非常に難しいが、格子像の幅から C 濃度を推定する試みが行われており⁸⁸⁾⁸⁹⁾、バルク組成の C 量が 0.3% の鋼の中の残留オーステナイトの C 濃度は約 0.4~1.04% (濃縮度 1.4~3.5 倍) の範囲にわたつてばらつてい



写真 6 二相鋼のフェライト/マルテンサイト境界近傍領域の格子像⁹⁰⁾

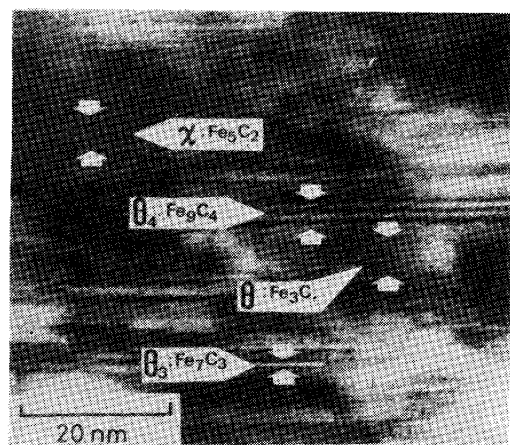


写真 7 高炭素マルテンサイトの 267°C 焼もどしで生成した炭化物相の格子像. 種々の組成をもつ炭化物の混存を示す⁹²⁾

ると報告されている⁸⁶⁾. また、ベイニティックフェライトを生じるような温度で変態させた鋼中の残留オーステナイトへのCの濃縮度は3~8倍に達する⁸⁹⁾.

フェライトマトリクスの中にマルテンサイトあるいは残留オーステナイトを細かく分散させた2相鋼は低降伏比高延性の自動車用鋼板として注目されているが、Kooら⁹⁰⁾は750°C ($\alpha+\gamma$ 域)で10min加熱後水冷したAISI 1010鋼の格子像の解析結果を報告している. 写真6⁹⁰⁾はフェライトとマルテンサイトの境界の両側約100~150Åの領域の格子像であり、左下方のフェライト(F)の(110)面の格子縞の間隔2.03Åに対して左上方のマルテンサイト(M)の(101)面の間隔は2.05Åである. 格子縞間隔の精密測定によつて(101)面のd値は $2.047 \pm 0.003 \text{Å}$ の範囲に存在し、これはマルテンサイト中のC濃度が0.50~0.65wt%であることを示している⁹⁰⁾.

マルテンサイトを250~350°Cの温度域で焼もどす際に生成する χ 炭化物(Fe_5C_2)と、析出初期のセメンタ

イト(Fe_3C)を区別することはかなり難しい⁹¹⁾. 長倉ら⁹²⁾は格子像観察によつて炭化物相の解析を行った. 写真7は267°Cで焼もどしたときに生成した炭化物の格子像であるが、これは $\chi\text{-Fe}_5\text{C}_2$ と $\theta\text{-Fe}_3\text{C}$ が“micro-syntactic intergrowth”(複数の相が等価な結晶軸を共有して単位胞スケールで共成長すること⁷⁹⁾)した関係にあること、さらに局所的には Fe_7C_3 や Fe_9C_4 のような組成に対応する狭い領域が介在していることを示している. これらの $\text{Fe}_{2n+1}\text{C}_n$ の組成をもつ過炭化物相はいずれも Fe_3C や Fe_5C_2 と同じ3角プリズム構造を基本単位とする繰り返し構造をもつ⁹¹⁾が、nが大きいかほど不安定であり、高温の焼もどしではCを吐き出してしまいに Fe_3C になると考えられる. このような局所的な構造は高分解能電顕による格子像ないし構造像の観察によつてはじめて明らかにされたものである.

6. おわりに

以上、鉄鋼材料研究における電子顕微鏡の新しい利用法について概説した. これらの方法はいずれも有用であるが、得られる情報に関してはそれぞれ限界があり、相補的な使用ないし目的に応じた使いわけが必要である. また、原子尺度における原子配列および元素の分布状態を知りたいという要求は今後ますます強くなると思われる、アトムプローブなどを併用した解析が必要になると考えられる.

文 献

- 1) 田岡忠美: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 988
- 2) 藤田広志: 日本金属学会会報, 21 (1982), p. 915
- 3) 藤田広志: 電子顕微鏡, 16 (1982), p. 158
- 4) U. VALDRÈ: High Voltage Electron Microscopy, ed. by P. R. SWANN, C. J. HUMPHREYS, and M. J. GORINGE (1974), p. 124 [Acad. Press.]
- 5) 井村 徹, 藤田広志: 電子顕微鏡, 10 (1975), p. 59
- 6) E. P. BUTLER and K. F. HALE: Practical Methods in Electron Microscopy, ed. by A. M. GLAUERT, 9 (1981) [North-Holl and Publ.]
- 7) 井村 徹: 日本金属学会会報, 12 (1973), p. 609
- 8) T. IMURA: Electron Microscopy 1980, Vol. 4 (1980), p. 280
- 9) E. P. BUTLER, M. G. LACKEY, and K. B. GUY: 同上, p. 306
- 10) 藤田広志: Denken (1981) No. 9 & No. 10, p. 37, p. 51 [大阪大学超高压電子顕微鏡センター]
- 11) 谷野 満, 坂田茂雄, 森川博文: 製鉄研究 (1977) 290, p. 35
- 12) M. TANINO and H. KOMATSU: Electron Microscopy 1982, Vol. 2 (1982), p. 547
- 13) T. THORVALDSSON, A. SALWEN, and G. L. DUNLOP: 同上, p. 229
- 14) H. YOSHIDA, R. URAO, and F. WATARI: 同上, p. 609
- 15) H. MORIKAWA and T. SATO: Microscopie éle-

- lectronique à haute tension (1975), p. 289
[Soc. Française de Microscopie Electronique]
- 16) M. NEMOTO: High Voltage Electron Microscopy, ed. by P. R. SWANN, C. J. HUMPHREYS, and M. J. GORINGE (1974), p. 230 [Acad. Press]
 - 17) B. LEHTINEN and K. E. EASTERLING: 同上, p. 211
 - 18) L. E. THOMAS, C. G. SHIRLEY, J. S. LALLY, and R. M. FISHER: 同上, p. 38
 - 19) M. NEMOTO: J. Microscopy, 97 (1973), p. 239
 - 20) M. NEMOTO: Acta Metall., 22 (1974), p. 847
 - 21) M. TANINO, S. SAKATA, and H. KOMATSU: Proc. Fifth Conf. HUEM, Kyoto (1977), p. 447
 - 22) H. MORIKAWA and T. SATO: 同上, p. 531
 - 23) M. NEMOTO: Metall. Trans., 8A (1977), p. 431
 - 24) 谷野 満, 小松 肇: 鉄と鋼, 64 (1978), S442
 - 25) G. R. PURDY: Acta Metall., 26 (1978), p. 477, p. 487
 - 26) P. HAYES, W. ROBERTS, and P. GRIEVESON: 同上, 23 (1975), p. 849
 - 27) H. M. FLOWER and B. A. WILCOX: Corros. Sci., 17 (1977), p. 253
 - 28) F. NAGATA and A. FUKUHARA: Japan J. Appl. Phys., 6 (1967), p. 1233
 - 29) 渡辺伝次郎: 日本金属学会会報, 14 (1975), p. 481
 - 30) E. P. BUTLER: Phil. Mag., 26 (1972), p. 33
 - 31) 桐谷道雄: 日本金属学会会報, 13 (1974), p. 115
 - 32) 桐谷道雄: 同上, 17 (1978), p. 646
 - 33) 高橋平七郎, 竹山太郎: 同上, 22 (1983), p. 702
 - 34) 竹山太郎, 高橋平七郎: 日本金属学会誌, 38 (1974), p. 138
 - 35) 竹山太郎: 日本金属学会会報, 13 (1974), p. 591
 - 36) 吉田博行: 同上, 21 (1982), p. 925
 - 37) 竹山太郎: 同上, 22 (1983), p. 646
 - 38) 谷野 満: 同上, 22 (1983), p. 653
 - 39) R. A. RICKS, P. D. SOUTHWICK, and P. R. HOWELL: J. Microscopy, 124 (1981), p. 23
 - 40) D. DUCHATEAU and M. GUTTMANN: Acta Metall., 29 (1981), p. 1291
 - 41) J. I. KIM and J. W. MORRIS, Jr.: Metall. Trans., 12A (1981), p. 1957
 - 42) R. A. RICKS: Quantitative Microanalysis with High Spatial Resolution (1981), p. 85 [Metals Society]
 - 43) T. N. BAKER and S. P. DUCKWORTH: 同上, p. 73
 - 44) R. B. CARRUTHERS and M. J. COLLINS: 同上, p. 108
 - 45) P. DOIG, D. LONSDALE, and P. E. J. FLEWITT: 同上, p. 65
 - 46) S. A. COLLETT, L. M. BROWN, and M. H. JACOBS: 同上, p. 159
 - 47) A. J. GARRATT-REED: 同上, p. 165
 - 48) J. W. STEEDS: 同上, p. 210
 - 49) 谷野 満, 安保秀雄, 小松 肇, 水沼武久, 黒沢文夫: 鉄と鋼, 66 (1980), S540
 - 50) 小松周一, 中村新一, 中橋昌子: 日本金属学会誌, 43 (1979), p. 485
 - 51) P. DOIG and P. E. J. FLEWITT: J. Microscopy, 112 (1978), p. 257
 - 52) P. DOIG, P. E. J. FLEWITT and R. K. WILD: Phil. Mag., 37A (1978), p. 759
 - 53) P. DOIG and P. E. J. FLEWITT: Acta Metall., 26 (1978), p. 1283
 - 54) P. DOIG, D. LONSDALE, and P. E. J. FLEWITT: Metall. Trans., 12A (1981), p. 1217
 - 55) P. DOIG and P. E. J. FLEWITT: 同上, 13A (1982), p. 1397
 - 56) P. DOIG and P. E. J. FLEWITT: Acta Metall., 29 (1981), p. 1831
 - 57) P. DOIG, D. LONSDALE, and P. E. J. FLEWITT: Met. Sci. J., 16 (1982), p. 335
 - 58) C. S. PANDE, M. SUENAGA, B. VYAS, and H. S. ISAACS: Scripta Met., 11 (1977), p. 681
 - 59) E. P. BUTLER and M. G. BURKE: Proc. Int. Conf. Martensitic Transformations (ICOMAT 82), Leuven (1982), p. C4-121
 - 60) D. C. JOY: Introduction to Analytical Electron Microscopy, ed. by J. J. HREN, J. I. GOLDSTEIN, and D. C. JOY (1978), p. 223 [Plenum Press]
 - 61) J. W. STEEDS: 同上, p. 387
 - 62) R. D. LEAPMAN, S. J. SANDERSON, and M. J. WHELAN: Met. Sci. J., 12 (1978), p. 215
 - 63) 山本厚之, 綿引純雄, 清水真人, 小西元幸: 日本金属学会会報, 22 (1983), p. 658
 - 64) W. KOSSEL and G. MÖLLENSTEDT: Ann. Phys., 36 (1939), p. 113
 - 65) 田中通義: 電子顕微鏡, 17 (1982), p. 195
 - 66) L. P. STOTER: J. Mater. Sci., 16 (1981), p. 1356
 - 67) R. W. CARPENTER and J. C. H. SPENCE: Acta Cryst., A38 (1982), p. 55
 - 68) P. M. KELLY, A. JOSTSONS, R. G. BLAKE, and J. G. NAPIER: Phys. stat. sol. (a), 31 (1975), p. 771
 - 69) S. M. ALLEN and E. L. HALL: Phil. Mag. A, 46 (1982), p. 243
 - 70) J. G. ALPRESS, J. V. SANDERS, and A. D. WADSWLEY: J. Appl. Cryst., B25 (1969), p. 1156
 - 71) S. IJIMA: J. Appl. Cryst., 49 (1971), p. 5981
 - 72) 飯島澄男: 電子顕微鏡, 10 (1975), p. 35
 - 73) 高橋恒男, 里 達雄: 日本金属学会会報, 22 (1983), p. 614
 - 74) 平林 真: 同上, 20 (1981), p. 845
 - 75) 小村幸友: 同上, 22 (1983), p. 626
 - 76) 橋本初次郎, 高井義造: 同上, 22 (1983), p. 595
 - 77) 石田洋一, 市野瀬英喜: 同上, 20 (1981), p. 487
 - 78) 堀内繁雄: 同上, 14 (1975), p. 315
 - 79) 弘津禎彦, 里 洋: 同上, 19 (1980), p. 819
 - 80) 森本信男, 北村雅夫: 電子顕微鏡, 15 (1981), p. 156
 - 81) 植田 夏: 同上, 11 (1976), p. 126
 - 82) 井村 徹, 土井 稔: 日本金属学会会報, 22 (1983), p. 610
 - 83) R. SINCLAIR and G. THOMAS: Metall. Trans., 9A (1978), p. 373
 - 84) C. K. WU, R. SINCLAIR, and G. THOMAS: 同上, 9A (1978), p. 381
 - 85) G. THOMAS: 同上, 9A (1978), p. 439
 - 86) B. V. NARASIMHA RAO and G. THOMAS: 同上, 11A (1980), p. 441
 - 87) M. SARIKAYA, K. EASTERLING, and G. THOMAS: Electron Microscopy 1980, Vol. 1 (1980), p. 176

- 88) B. V. NARASIMHA RAO and G. Thomas: Proc. Int. Conf. Martensitic Transformations (1979) (ICOMAT 79), Cambridge, p. 12
- 89) P. G. SELF, H. K. D. H. BHADSHIA, and W. H. STOBBS: Ultramicroscopy, 6 (1981), p. 29
- 90) J. Y. KOO, M. RAGHAVAN, and G. THOMAS: Metall. Trans., 11A (1980), p. 351
- 91) 谷野 満: 日本金属学会会報, 11 (1972), p. 203
- 92) S. NAGAKURA, T. SUZUKI, and M. KUSUNOKI: Trans. JIM., 22 (1981), p. 699

統 計

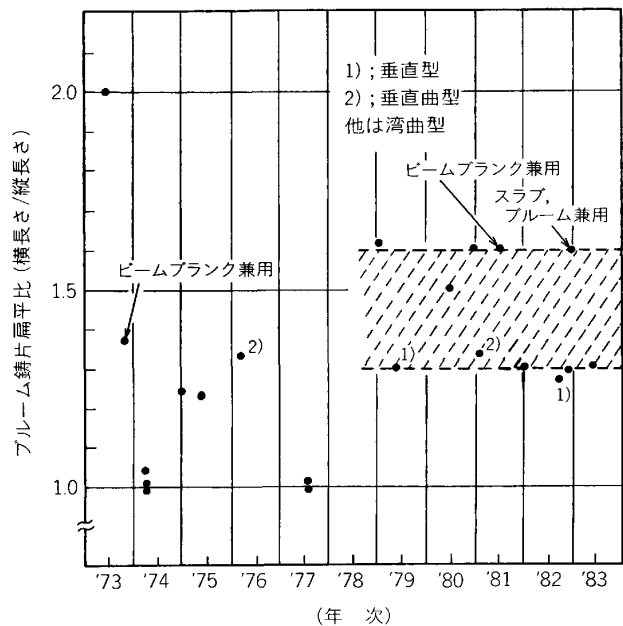
ブルーム連铸々片の断面扁平比の推移

ブルーム連铸々片は、従来の造塊材に代わつて高級条鋼用の素材に使われるため、その内部品質、特に中心偏析の低減に対する要求はきわめて厳しい。いつぼう、ブルーム連铸機の場合、正方形の断面では四つの辺から均等に冷却されて、最終凝固域が中心の一点に集まるため、中心偏析が強くなることが知られている。これを低減するためには最終凝固域を直線化する長方形断面が良いと考えられている。かといつて長方形の断面の縦横比を大きくさえすれば良いというものでもない。おのずと最適の縦横比が存在するはずである。

図は我が国で1973年から1983年に至る10年余りの間に建設あるいは改造された主要ブルーム連铸機22基の铸片断面扁平比(横長さ/縦長さ)の経年推移である。1978年の年を境に、1979年以降、扁平比は略々1.3~1.6の間に納まつている。他方、垂直型および垂直曲げ型連铸機では、ここ10年間略々1.3に収斂している。

1) 特殊鋼, 32 (1983) 5, p. 11

((株)神戸製鋼所中央研究所 森 隆資)



ブルーム連铸铸片断面の扁平比の推移