

耐熱鋼の研究(VI)

(微小硬度計による Timken 16-25-6 の析出現象の研究)

(昭和 28 年 4 月本会講演大会発表)

浅野 繁一郎*

STUDY ON HEAT-RESISTING STEEL (VI)

Eiichiro Asano

Synopsis:

The precipitation phenomena of Timken 16-25-6, heat resisting alloy for gas turbine materials, were already reported in author's paper (Tetsu-to-Hagané, August 1954 p.785).

In this report, micro-hardness at a point in the middle of the grain, near the boundary and on the boundary, were determined for the purpose of studying the precipitation phenomena. Samples used in this report were the same as those used in the report (V) in this issue. There were three different chemical compositions among the samples. They were solution-treated at 1150°C (2100°F) for 1 hour, and aged at 700°C (1290°F), 800°C (1470°F), and 900°C (1650°F). The aged sample at each temperature for each time was tested by micro-Vickers hardness and observed through microstructure.

Results were as follows:

(1) In the case of micro-hardness testing, it is usually said that the micro-hardness at the middle of the grain is observed to be lower than the hardness at a point near the grain boundary, because of the metal flow which is caused by the diamond cone. However, according to the author's tests, this must be more complex, in accordance with crystallography. Because, the samples which were aged and precipitated excessively showed that the micro-hardness at points near the grain boundary, on the grain boundary, and in the middle of the grain had similar hardness, although there were different hardness at points in the middle of the grain, on the grain boundary, and near grain boundary at the stage immediately after solution treatment.

(2) Besides, the difference of micro-hardness between points in the middle of the grain and points near the grain boundary was found very often during precipitation process. So, the statistical significance tests were made between them, and most of them showed that the hypothesis was true at level of significance 1%.

(3) Sometimes, the different micro-hardness was recognized in one sample, when a different micro-structure, especially a different degree of precipitation, was also found.

(4) The relation between the micro-hardness and microstructure was considered. At early stage of the precipitation process, in general, the hardening at points on the middle of the grain was larger than the hardening at points near the grain boundary. At the next stage, when an intermediate maximum of usual hardness was observed, the micro-hardness at points in the middle of the grain continued to harden in its own place, but the micro-hardness at points near the grain boundary showed an intermediate maximum hardness parallel to the usual hardness. According to this point of view, the phenomena of the intermediate maximum hardness are

* 東都製鋼 K.K. 技術部

related with that which depends on the micro-hardness at points near the grain boundary.

In this report, as described above, the information of precipitation phenomena of Timken 16-25-6 alloy made one step forward.

I. 緒 言

Timken 16-25-6 耐熱鋼の析出現象に就いては既に二、三回にわたりて本誌上に報告¹⁾²⁾³⁾⁴⁾をなしたがこれを更に深く考察する目的で、今回は微小硬度計（明石製作所製）を使用して、種々の時効状態に於ける結晶粒内、粒縁*、粒界**の微小硬度を測定し、本合金の析出現象を考察した。

先づ、こゝで微小硬度計といふものについて触れておくことは実験方法及びその結果の検討に必要なる事であるので簡単に微小硬度計に就いてその利害得失を述べておく。微小硬度計の利点は小荷重であるため圧痕が小さく従つて狭い部分、例へば結晶内の硬度、或は薄い試片の硬度、渗炭部分の硬度等の測定が可能な事である。しかしこゝに留意すべきは研磨面の影響で機械的に研磨された試料の面には Beilby 層と呼ばれる歪を相当に持つた層がある事で、微小硬度計の如くに微小荷重で非常に小さい圧痕を作るものでは、この Beilby 層の影響は避け難い。この場合電解研磨を用いればこの歪を避けることができるよう⁵⁾。

一般に、結晶粒界附近（以下粒縁と呼ぶ）に圧痕をあけた場合にはダイヤモンド・コーンの圧入による排除された金属の流れが粒界によって妨げられるので粒縁の微小硬度は粒内のものより稍高目に示されると云われて居り本実験にても固溶体化処理直後の微小硬度でもかような傾向が認められているが、その理由は III (5)-(c) に示す如く必ずしも粒界による金属の流れの機械的な妨害といふべきでなく、むしろ粒界及びその近傍の結晶学的な問題に依るものと思われる。

II. 試料及び実験方法

実験に供した試料は Timken 16-25-6 合金でこの標準試料たる N 0.16% のもの及び N 0.10%, N 0.04% の 3 種であり、その化学成分は第 1 表の如くである。こ

れを 1150°C にて 1hr 加熱して固溶体化処理し 700°C 800°C, 900°C の各温度或はその中の一つの温度で時効させたものであり、これ等の試料は前回の報告（耐熱鋼の研究 (V)⁴⁾）に於いて析出硬化の研究を行うに際して使用したものとそのまま微小硬度測定用に流用したものである。

第 1 表 試料の化学組成 %

記 號	C	Si	Mn	Ni
# B4	0.10	0.54	1.24	24.82
# B6	0.04	0.75	1.33	24.32
# B7	0.04	0.74	1.32	24.42
記 號	Cr	Mo	N	Fe
# B4	16.00	5.89	0.16	Balance
# B6	17.43	6.22	0.10	"
# B7	17.43	6.88	0.04	"

研磨は普通のバフ研磨が行つてあるので前記の Beilby 層の影響から免れ難いが、何れも同一方法の研磨なので比較の上には差支えないと思われる。測定は各試料に就いて、結晶粒内、粒縁、粒界の 3 種類づつ行い、且各種に対しては 6 ケづつの測定を繰返している。又 1 ケの試料でも顕微鏡組織上で析出程度の異つた個所の出ているものではその両者に対して測定を行つた。測定硬度は、先づ夫々の試料の粒内、粒縁、粒界に於いて硬度差が認められるかを統計的手法によつて検定し、各々 6 ケの測定点より有意差検定を行つた。次に析出による硬化の過程を各グループ毎に有意差検定し、時効時間に伴う微小硬度の変化を調べた。以上の硬度の変化と顕微鏡組織上に見られる析出現象とを対照して析出過程を考察した。

III. 實験結果及び考察

(1) 粒内、粒縁、粒界の微小硬度の有意差検定

粒内、粒縁、粒界の微小硬度値に於いて、夫々の硬度値の差が見られる傾向のあることを有意差検定を行つた結果として第 2 表に示す。これによると、三者の間に 1 % の危険率で有意差のあるものが最も多く 5 % の危険率で有意差のあるものもあり、又、有意差の認められないものもある。しかし析出の過程に於いては粒内、粒縁等に於いて析出の進行度に差のある事も想像されるので、

* 粒縁なる言葉は本文中に定義してある。

** 微小硬度計に於いても、ダイヤモンドの圧痕の大きさは粒界のものより遙かに大で従つて粒界硬度の測定は出来ない。こゝに粒界硬度とは、圧痕の一部が粒界にかゝつている場合を指す。

第 2 表

試 料	時 效 溫 度	固溶體 化處理 直後	時 效 時 間									
			40min	1hr	3hr	6hr	15hr	30hr	50hr	75hr	100hr	150hr
# B4	700°C 冷間加工 後	AB	**				**				(a) なし	(b) **
		AC	*								**	*
		BC	**				**				**	**
	700°C 冷間加工 後	AB			(c)							**
		AC			**							**
		BC			**							**
	800°C	AB	**	なし		**	なし				**	
		AC	*	なし		**	なし				**	
		BC	**	なし		**	なし				なし	**
# B7	900°C	AB	**		**						**	
		AC	*		**						なし	
		BC	**	なし		**	なし				**	
# B6	800°C	AB	**			なし					**	
		AC	*			*					**	
		BC	**			*					**	

第2表(註) A: 結晶粒内 B: 粒縁 C: 粒界

その状態に於ける析出程度: (a) 普通の部分 (b) 多目の部分 (c) 少目の部分

**: 1% の危険率にて有意差あり,

*: 5% の危険率にて有意差あり.

第2表の結果は必ずしも粒内、粒縁、粒界による本質的な差のみではなく、析出の進行度の相違による硬度の差も含まれていると思われる。

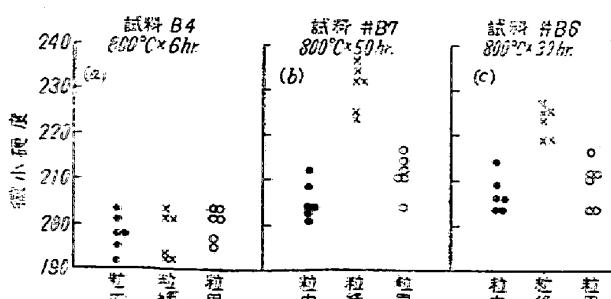
是等の測定結果の各々の測定値に就いてこれを総べて図示する事は紙面の都合上省略し、二、三の典型的な例について第1図(a)(b)(c)に示す。第1図(a)は試料#B4について固溶体化処理後 6hr 時効したもの微小硬度測定値を示したものであり、第2表に見る如く粒内、粒縁、粒界の硬度間に有意差は認められていない。第1図(b)は試料#B7について 800°C にて 50hr 時効したもので第2表に見る如く粒内一粒縁、及び粒縁一粒界間にて 1% の危険率で有意差が認められるが、粒内一

粒界間には有意差は認められていない。又、第1図(c)は試料#B6を 800°C にて 30hr 時効した際のものでやはり粒内一粒縁、粒縁一粒界間にには有意差が認められている。

(2) 同一試料にても測定部分によつて微小硬度の異なる場合

前述の第1図に示した試料は夫々均一な析出を行い、可成揃つた微小硬度値を示すものであつたが、試料の時効時間によつてはたとえ同一試料にても測定部分によつて微小硬度に相当の差の出でてくる場合がある。かような状態の試料を顕微鏡にて検鏡してみると明かに異つた析出状態を示している。即ち、析出の過程中に於いて部分々々によつて析出の進行度に差異が認められ、且その相異なる状態の部分が時によつては一つの視野(0.8mmφ以下)中にて同時に認められる場合もあり、更には相隣れる結晶粒に於いても析出量の相違が認められている場合もある。是等の場合の測定結果については、既に示した第2表中にも見られる如く、可能なる限り種々の析出状態に分離して別個に測定を行つた。次に此等の実例をあげて、簡単に説明を加える。

(例1) 試料#B4, 時効 700°C × 100hr



第1図

此の試料に於ける組織を大別すると、析出状態を二つに分類する事が出来る。此の条件に於ける普通の析出状態では粒内、粒縁に析出物が均一に分布しておるが一方他の部分では析出が更に進んで粒界の周辺に析出の見られない部分（以下非析出帶と呼ぶ）が現われてくる。この場合の組織写真は省略するが、是等の微小硬度は前者の方が粒内、粒縁、粒界共に高く、又、両者の粒内同志についての有意差検定の結果は、1% の危険率で有意差がある。（第3表参照）

（例2） 試料 #B4, 時効 $900^{\circ}\text{C} \times 15\text{hr}$

この試料にも検鏡に於いて析出量の少目の部分と多目の部分とが認められ、微小硬度は後者の方が高く、両者の粒内微小硬度の間には1% の危険率で有意差がある。

（例3） 試料 #B4, 固溶体化処理後約10% 冷間鍛造、時効 $700^{\circ}\text{C} \times 1\text{hr}$

冷間鍛造を行つた試料は、加工効果が均一に及んでいないためか析出が均一に進行せず、微小硬度もこれに伴つてくる。検鏡の結果、析出量の程度によつて少量のもの、中程度のもの、多量のものゝ3種に分け（写真1及び写真2）夫々の微小硬度を測定した結果は、一般に析出量の多い程高い硬度を示していた。

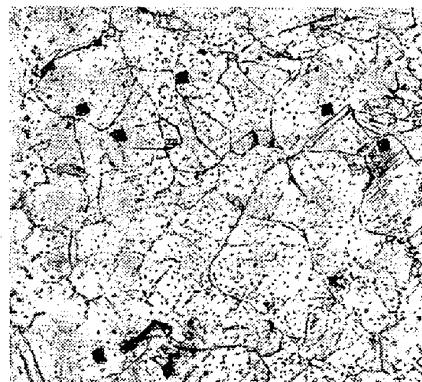


写真1 $\times 100 (2/3)$ 縮寫
試料 #B4, 10% 冷間加工
 $700^{\circ}\text{C} \times 1\text{hr}$ 時効



写真2
写真1と同じ

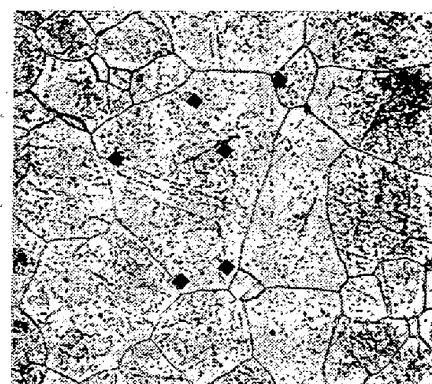


写真3 $\times 100 (2/3)$ 縮寫
試料 #B6 $900^{\circ}\text{C} \times 15\text{hr}$ 時効

第3表 試料 #B4

		700°C 時効		100hr	
時効時間	固溶體化處理	15hr	、	(a)	(b)
固溶體化處理		*	*	*	*
15hr	*	*		*	*
100hr	(a)	*	*		*
	(b)	*	*	*	*

		800°C 時効		75hr		200hr	
時効時間	固溶體化處理	40min	3hr	6hr	75hr	200hr	
固溶體化處理		*	*	*	*	*	*
40min	*	*		なし	*	*	*
3hr	*	*	なし		*	*	*
6hr	*	*	*	*		*	*
75hr	*	*	*	*		*	*
200hr	*	*	*	*		*	*

時効時間	固溶體化處理	15hr		100hr	200hr
		1hr	(c)	(b)	
固溶體化處理		*	*	*	*
1hr	*	*		*	*
15hr	(c)	*		*	*
	(b)	*	*	*	*
100hr	*	*	*	*	*
200hr	*	*	*	*	*

[註] (a)(b)(c) は第2表に同じ

(3) 時効時間による微小硬度の変化

時効が進むにつれて硬度が変化し、一般に上昇していくものであることは説明を俟たないが同一成分、同一時効温度毎の各グループに就いて粒内硬度に関する有意差検定を行つた結果は第3及び第4表の如くである。

第4表
試料 # B6

800°C 時効					
時効時間	固溶體化處理	3hr	50hr	75hr	150hr
固溶體化處理		なし	**	**	**
3hr	なし		**	**	*
50hr	**	**		なし	*
75hr	**	**	なし		なし
150hr	**	*	*	なし	

試料 # B7

800°C					
時効時間	固溶體化處理	3hr	50hr	75hr	150hr
固溶體化處理		**	**	**	**
3hr	**		**	**	**
50hr	**	**		**	**
75hr	**	**	**		**
150hr	**	**	**	**	

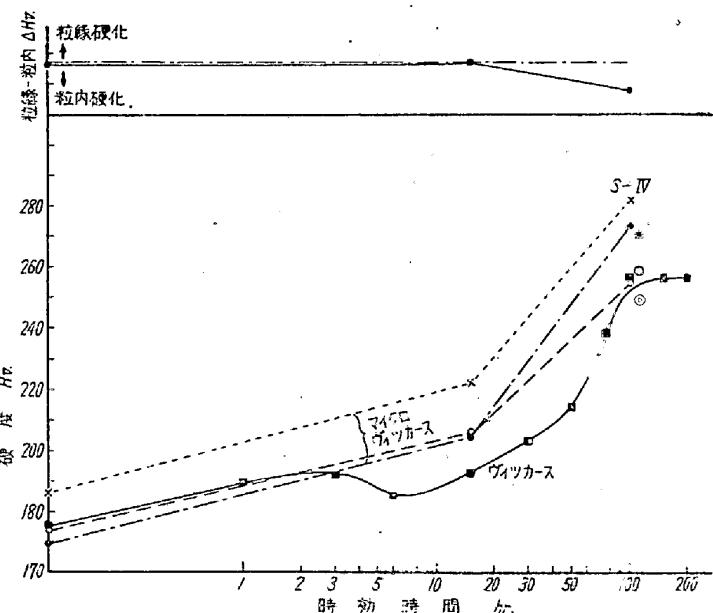
(4) 微小硬度数と普通ピッカース硬度数との比較

第2~6図は微小硬度の測定結果と普通のピッカース硬度計による測定結果とを示したもので、各々の測定点は必ずしも一致はしないので、厳密な比較をする事は出来ないが、大体の傾向を知ることは可能である。図に示される如く、硬度数は微小硬度計にて測定したものの方が一般に高く出ているが、これには研磨に於ける前記Beilby層の影響も含まれると思うが、その他のファクターについてはつきり断ぜられない。しかしその硬化の傾向に於いて微小硬度計による測定値が普通ピッカース硬度計による測定値と極端に異なるという事はないと言える。

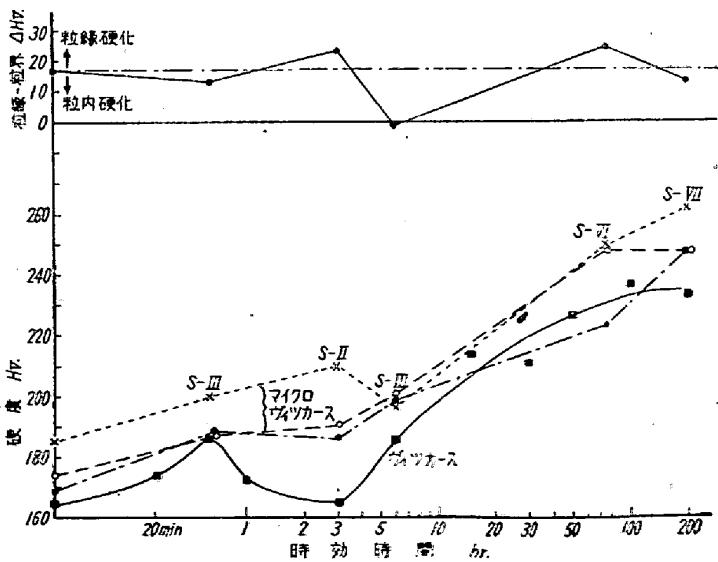
(5) 微小硬度変化と顕微鏡組織との関係

試料を高温時効させてゆく過程で、析出の進行と共に顕微鏡組織が変化し、且一方ではこれに伴つて微小硬度も変動してゆくので本項では検鏡によつて観察された組織と微小硬度との関係について考察した。

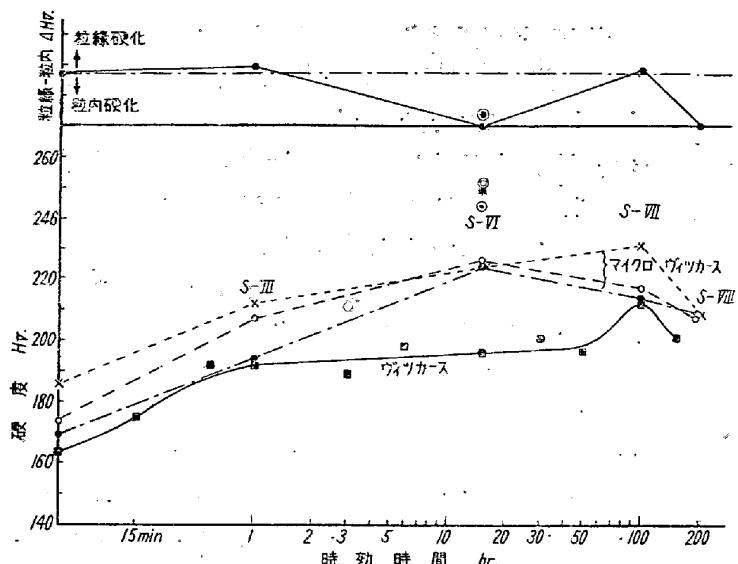
先づ、微小硬度の変化については既に述べた如く、特性として粒内、粒縁の硬度には最初から差が現われるものであり、従つてこの初めからの硬度差は其の後の析出硬化過程の測定値にも影響を及ぼすものであると考えられるので、一応均質化したと思われる固溶体化処理直後の試料を出発点として採り上げ、その場合の(粒縁-粒内)硬度差を標準としその後の硬化過程に於ける(粒縁-粒内)硬度差が標準より大となつた時には粒縁の方が粒内より硬化が激しかつたと判定し、その逆に硬度差が



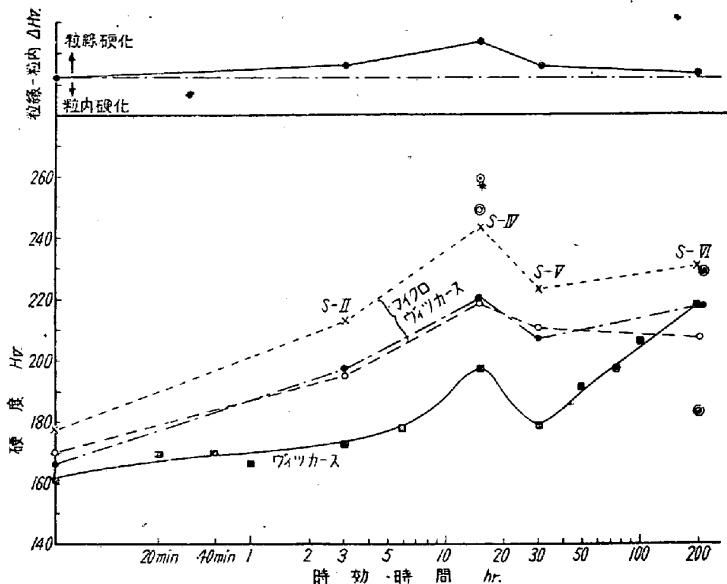
第2図 試料 # B4, (700°C 時効)



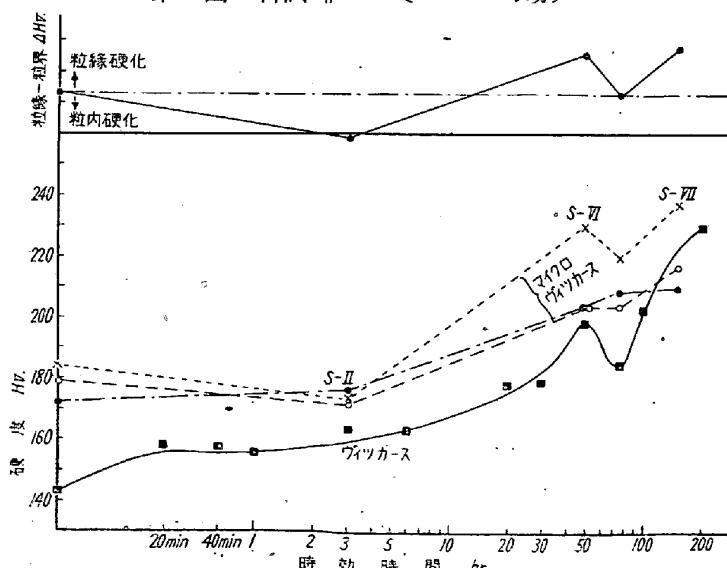
第3図 試料 # B4, (800°C 時効)



第4図 試料 #B4 (900°C 時効)



第5図 試料 #B6 (800°C 時効)



第6図 試料 #B7 (800°C 時効)

標準より小さくなつた際には粒内の方が粒縁より硬化量が大であつたと判定することにした。第2～6の図中で上部のカーブは此の間の事情を現わしたもので、例えば#B4を800°Cにて時効した第3図の場合の(粒縁-粒内)硬度数の曲線が、初の(粒縁-粒内)硬度数 M.Hv 17 を現わす直線より上へ出た場合には粒縁の硬化が粒内より著しく下へ降つた際には粒内の方の硬化量が大であつたと判断する。

一方此の場合の組織を検鏡すると大体次の8段階(S-I～S-VIII)に分けることが出来る。即ち
(S-I) 粒界にのみ僅かの析出が行われ、粒界が稍明瞭に認められる様になつた段階。

(S-II) やはり析出は粒界にのみ行われているが(S-I)よりは粒界が多少太く観察され析出の進行が想像される段階(例写真4)

(S-III) 析出は粒界を主として行われているも、粒内にも僅かの析出物が認められる段階(例写真5)

(S-IV) 粒内一面に微細な析出物が分布している段階であるが、これは析出温度が比較的低い場合、例えば700°Cに限られ、800°C, 900°Cでは析出物が凝集し易いので、かような組織は余り認められない。(例写真1)

(S-V) 析出が可成進んでいるが、その程度は必ずしも均一ではなく、一つの粒内或は相近接した結晶粒にても多量に析出している部分と夫程でもない部分とが共存している段階(例写真3)。

(S-VI) 析出が進行し、大体に於いて均一に析出している。その析出物の大きさは(S-IV)より大きく、しかし(S-VIII)よりは小さい段階。

(S-VII) 析出が(S-VI)より更に多く進み、且均一に分布し、析出がほぼ完了と云える段階。

(S-VIII) これについて行つた処理は拙著(第Ⅳ報)³⁾に於ける析出完了処理を行つたもので、析出温度が高いために析出は完了し、且析出物が凝集して(S-VII)よりも更に大きくなつてゐる段階(例写真6)

以上述べた点を考慮に入れて、微小硬度の測定結果と、その場合の顕微鏡組織との関係を考察してゆくと次の如くにまとめられる。

(a) 時効温度によつて析出の状態は異なるが、一番例の多い800°Cの場合を見ると#B4, #B6, #B7共、析出過程の初の段階では組織は(S-I)

(S-II) (S-III) で (粒界一粒内) の差は、固溶体化処理直後の値と大差ないか或は粒内の方が硬化していることを示す結果となつてゐる。しかし、析出が更に進行して組織が (S-V) (S-VI) (S-VII) となつてくるにつれ粒縁の硬化量の方が多くなつてくる。#B4 の 700°C 時効では前述せる如く析出物が微細で、組織は (S-IV) となり 800°C の時とは異つてくる。更に 900°C 時効では 800°C の場合とは又異つてゐるがこれは高温のため析出物の凝集が早くなつてくるからであろう。

(b) (粒界一粒内) の差を見ると (粒縁一粒内) の動きや組織の変化と必ずしも一致せず、且その変動量も少いが粒界には本質的に種々の不純物が集合し易いので観察に適當な例とは思えない。且既に説明した如く、本報に於ける粒界硬度とは、ダイヤモンド・コーンの圧痕の一部が粒界にかゝつた場合を指しているので、こゝにかような定義の下に粒界硬度を提出して、粒内、粒縁硬度と比較するのは不都合と思われ。(粒界一粒内) 硬度の差の変動についてはこゝでは触れない。

(c) 析出が殆んど完了し、しかも時効温度が高温であつたために析出物が凝集して大きくなつた場合、例えば試料 #B4 を 900°C で 200hr 時効させた場合とか、

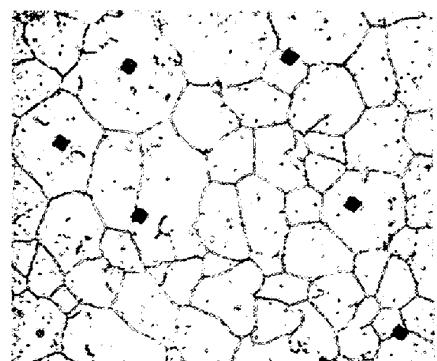


写真4 $\times 100(2/3)$ 縮寫
試料 #B7 $800^{\circ}\text{C} \times 3\text{hr}$ 時効

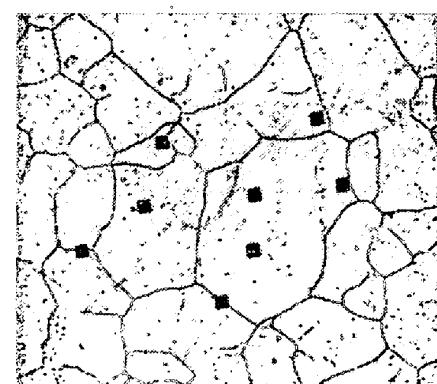


写真5 $\times 100(2/3)$ 縮寫
試料 #B4 $900^{\circ}\text{C} \times 1\text{hr}$ 時効

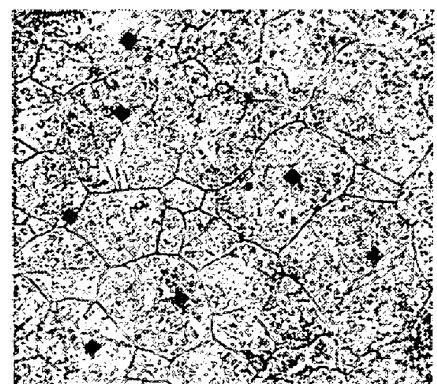


写真6 $\times 100(2/3)$ 縮寫
試料 #B4 析出完了處理

析出完了処理（固溶体化処理後徐々に温度を下げながら 900°C 近長時間加熱し、更にこれを 700°C にて 100hr 以上加熱する）を行つた各試料では、粒内、粒縁、粒界の微小硬度数は殆んど同じとなり有意差は勿論認められなくなり、組織は (S-VIII) を示す。この場合は析出が非常に進行した結果、試料全体が均一な状態となつて粒内、粒縁の硬度差が認められなくなつたものと考えられる。一方、前述せる如く固溶体化処理直後の試料では粒内、粒縁に微小硬度差が認められるのであるから、換言すれば固溶体化処理直後の試料でも結晶学的には完全に均一な状態に到つたわけではなく、且その場合の粒内、粒縁間の硬度差も必ずしもダイヤモンド・コーンの圧入による金属の流れが粒界によつて機械的に妨げられたことによつて起つたもののみではなく、そこには粒界及びその近傍に関連した結晶学的な問題が介在していることが想像されるが、詳細の検討は別の機会に譲り度い。

(d) Timken 16-25-6 合金の析出過程に於いて二段の硬度の山が現われる場合が多い。即ち、先づ一度硬化したものが軟化し、次に再び硬化を行う現象で、これについて既に著者も耐熱鋼の研究 (I) 及び (V)⁴⁾ に於いて報告した。(V) に於いては此の問題を含有窒素量による影響、硬度測定値上よりの観察、硬度の変動に伴う組織及び格子常数の変化等の面より検討した。本報に於いても此の問題を再び採り上げ微小硬度数の変動の面より検討した。

先づ、試料 #B4 にては 800°C 時効に於いて普通ピッカース硬度計によると硬度の第一段の山が 40min 時効した点にあり、それに続く硬度の谷は 3hr にあり、其以後再び硬化が進行している。これを顕微鏡組織上にて観察すると 40min で組織 (S-III) を示し 3hr 時効では多少析出量が減つて (S-II) となり 6hr で再び組織 (S-III) となつてゐる。この場合の微小硬度測定値では粒内では普通ピッカース硬度に於ける如き谷は認められず、硬化速度が稍低下している程度であるが粒縁硬度は 6hr 時効にて硬度の谷が現われている。この結果は普通ピッカース硬度の 3hr に於ける谷より稍遅れているものではあるが、硬化の過程が二段に現われるという傾向は一致している。

次に試料 #B6 では普通ピッカース硬度計によると、800°C に於ける時効で 15hr の処に第一の山、30hr にて谷となり、その後再硬化している。顕微鏡組織上でも 15hr の山では組織 (S-VI)、30hr の谷にては析出の進行が逆に稍減退して組織 (S-V) となり、その後再び析出が進んでいる。さて、この点に於いて微小硬度値を見

ると粒内、粒縁共に普通ピッカース硬度の傾向と一致して軟化或は硬化中止を行つているが、#B4 の例と同じく粒縁の軟化が著しい。但し、軟化後は普通ピッカース硬度値程再硬化は認め難い。

さて、試料 #B7 にても前者二例と同じ傾向を示す。即ち、普通ピッカース硬度にては 50hr で山、75hr で谷となり、組織は (S-VII) から (S-VI) へと戻り 75hr 以後再び (S-VII) となる。一方微小硬度値は、粒内の硬度変化にはかような山と谷は認められないが、粒縁では普通ピッカース硬度と一致した時間に硬度の谷が認められている。

これを要するに、時効過程に於ける硬度の二段の段階は微小硬度では主として粒縁硬度値に認められるものであると考えられ、これは此の二段の硬化過程を考察する上に前報の普通ピッカース硬度、顕微鏡組織、格子常数等の測定値と共に一つの有望な手掛りになるものと想像される。

(e) 以上の考察を総合して、微小硬度測定の観点から各試料の 800°C に於ける時効経過を考えると、初期の段階では析出硬化は粒内、粒縁全般的に起るか或はむしろ粒内の方の硬化が多く、この際の組織は (S-I) (S-II) (S-III) である。組織上では析出は粒界に始ることが認められるから、最初の粒界に起る析出は粒縁の硬化には余り作用がなく、むしろ次に析出を行う前段階にあるべき粒内の方が若干硬化量が多いものと想像される。さてその次に起る硬度が二段に現われる析出段階では粒内の硬度はそのまま進行する場合が多いのに対し、粒縁の硬度は普通ピッカース硬度値と一致した傾向に二段の山をなす：これによりこの二段の変化を起す現象は粒縁の微小硬度に影響を及ぼすものと関連があると考えられる。更に加熱を進めると析出が進行し、粒縁の硬化の方が粒内より著しくなり、その場合の組織は (S-V) (S-VI) (S-VII) である。此の析出を一層進行させると析出物は凝集し粒内、粒縁、粒界の硬度はほど同一となり組織は (S-VIII) となる。

(f) 尚、本実験に於いては試料として含有窒素量の異なる 3 種の化学成分のものを採り上げ、各時効時間に於ける微小硬度を測定し、普通ピッカース硬度、顕微鏡組織等のデータと比較検討したのであるが、これによつて各試料中の含有窒素量の影響を考察するには到らなかつたことを記し度い。含有窒素量の影響に就いては前報に於いて報告している。

IV. 総括

(1) Timken 16-25-6 合金の析出現象に対し本報では微小硬度計（明石製作所製）を用いて微小硬度の面より追究した。即ち、各試料の種々の時効状態に於ける結晶粒内、粒縁、粒界の微小硬度を測定し、併せてその場合の普通ピッカース硬度値、顕微鏡組織を求めて此等の関連を考察することにより本合金の析出現象を研究した。

(2) 微小硬度の測定では結晶粒内の値は粒縁より本質的に低い値を示す傾向があるので各試料の粒内、粒縁粒界微小硬度の測定値に就いて有意差検定を行い、1% の危険率で有意差のあるものが最も多い事を知つた。

(3) 同一試料にても測定部分によつて硬度の異なる場合があり、かような時には組織にも相違が認められた。此等の例について検討した。

(4) 加熱時間による微小硬度の変化について同一成分、同一時効温度の各グループ毎に粒内硬度に関して有意差検定を行つた。その結果 1% の危険率で有意差の認められるものが最も多い。

(5) 微小硬度値の変化と顕微鏡組織の関係を考察した。組織は析出の進行による変化の過程を便宜上 (S-I) ~ (S-VIII) のグループに分類した。その結果、析出の初期の段階では一般に粒内の方が粒縁より硬化が大きくなり普通ピッカース硬度の山が二段に現われる時期には粒内の硬化はそのまま進行するのに対して粒縁硬度は普通ピッカース硬度と一致して二段の山或は谷を示した。これにより硬度の二段の変化をなす現象は、粒縁の微小硬度に影響を及ぼすものと関連があると考えた。更に加熱を進めた場合に就いても検討した。

終りに御懇篤な御鞭撻を賜はつた東大三島徳七名誉教授、御指導を頂いた三島助教授並びに、有意差検定の繁雑な計算を援助して頂いた当社の方々に深謝する。

(昭和 29 年 4 月寄稿)

文 献

- 1) 著者：鐵と鋼，Vol.38, No.5 (昭和27年) 328
- 2) 著者：鐵と鋼，Vol.38, No.6 (昭和27年) 389
- 3) 著者：鐵と鋼，Vol.39, No.5 (昭和28年) 531
- 4) 著者：鐵と鋼，Vol.40, No.8 (昭和29年) 785
- 5) 三島良績、金屬，Vol.23, No.4, (1953) 289