

(38) 反射型電子顯微鏡による 鋼組織の観察

(Observations on Structures of Steel Using an Electron Microscope in Reflection.)

Takeshi Akutagawa, Lecturer, et alii.

東京大学工学部教授 工博○芥川 武

日本電子光学研究所 理伊藤一夫

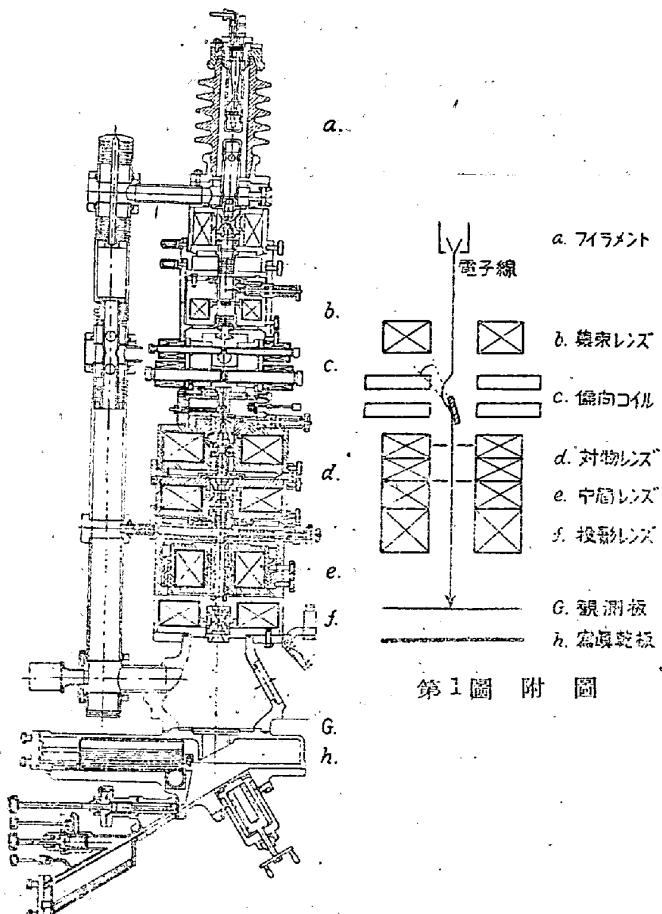
東京大学大学院学生 工内山 郁

I. 緒 言

1940 年に V. Borries によって光学的顕微鏡以上の解像力を有する反射型電子顕微鏡が初めて製作されたが、現在に於いてもその方法は確立されていない。筆者等は、今回反射型電子顕微鏡を用いて鋼の組織の観察を行つたので茲にその結果を報告する。

II. 反射型電子顕微鏡の構造

本観察は、日本電子光学研究所で製作した JEM 5 型電子顕微鏡（反射透過両用）を使用して行つたのであるが、その構造を第 1 図に示す。即ち加速した電子線を集



第 1 圖

束レゾンで集め、偏向コイルによつて電子線を試料に或る角度(max. 8°)を以つて投射し、その反射電子線を対物、中間、投影各レンズで結像せしめて螢光板で観察するのである。試料への電子線の入射角は偏向コイルによつて変化することが出来、又試料は、水平二方向の移動傾斜角の変化、更に回転角の変化を真空外から操作することが出来る。投影レンズにはコントラスト増加用の絞りを備えている。反射型の場合には、試料による反射電子線の速度に大きい異同を生ずるので、収差が著しくなる恐れがある為に、弹性反射した電子線だけを用いてこれを避ける必要がある。従つて電子束の入射角(θ)を小さくせねばならず、為に倍率を大きくすると明るさを減少し解像力もやや低下してくる。

III. 鋼試料の作成

試料としては 18-8 不锈鋼、渗炭鋼(異常組織)及び 0.9% 炭素鋼を使用した。反射型電子顕微鏡の構造の関係から、試料の大きさは 4mm × 4mm × 3mm の直方六面体とし、予めその寸法に切り出してから熱処理などを施した。観察面の研磨並びに腐蝕については次の事項に注意した。

- (イ) Beilby 層を除去すること。
- (ロ) 研磨底は或る程度許容出来るが、滑らかであつても“うねり”的な状態は不適當であること。
- (ハ) 表面の塵を除去し腐蝕生成物の存在せぬこと。
- (ニ) 表面は軽い腐蝕が適當である。
- (ホ) 試料の周辺が円味を帯びるのを極力避けること。

などで、初め Jacquet の方法を用いて電解研磨を行つたのであるが、観察に際して不適當な結果が現われた為に次の如き条件で電解腐蝕を行つた。

(A) 試料の予備処理としては、エメリー-05 の後、酸化クロームを用いてバフ研磨し、疵の殆んど見えぬ迄に仕上げた。

(B) 電解液 過塩素酸 20cc, 無水醋酸 75cc, 水 5cc.

(C) 電流密度及び電解時間

炭素鋼の場合 1~3 Amp/dm², 5 sec~30 sec.

不绣鋼の場合 5~8 Amp/dm², 3 min~10 min.

(d) 電圧 12 Volt.

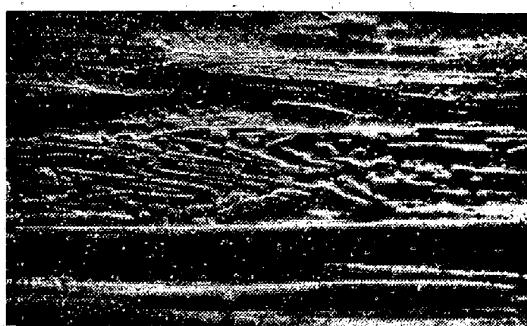
(e) 電解液の温度 25°C 以下。

IV. 反射電子顕微鏡写真

観察した組織の写真的例を 2, 3 挙げる。第 2 図は 18-8 不绣鋼を 1150°C に 1 hr. 保持後水中冷却してオ



第2圖 18-8 不銹鋼 ×8000 (1/2縮寫)



第3圖 渗炭鋼 ×8000 (1/2 縮寫)

ーステナイト単相に処理したものである。図中でもり上つた部分は双晶である。第3図は渗炭鋼の組織を示し、電解鉄を固態渗炭剤を用いて 950°C に 8 時間保持後炉冷した。異常組織を示し、やや太くもり上つて横に走るのは粒界のセメントタイト、内部に層状バーライト、凹んだ地はフェライトである。

V. 反射型電子顕微鏡の特徴

今回の観察などを通して現在の状態に於ける特徴を次に挙げてみる。長所として考えられる点は、

- (1) 透過法に比して凹凸が明瞭なること。
- (2) 薄膜を用いずに直接試料面の観察を行い得ること。
- (3) 試料の高温加熱による変化の観察及び電子線回折も可能なること。

などがあり、難点としては、

- (1) 試料に対する電子線の入射角(θ)が小さいために縦方向と横方向の倍率が異なること。 $(2\theta = 8^\circ \text{ のとき } 1:20 \text{ 程度})$

- (2) 像の焦点の合う範囲の狭いこと。

- (3) 現在のところ直接倍率(横方向)最大 4000~5000 である。

などが挙げられる。

(39) 高合金鋼分塊孔型の研究

(Design of Roll Pass for Blooming of High Alloy Steel) Hiroji Kato, Lecturer, et alii.

日立製作所安来工場

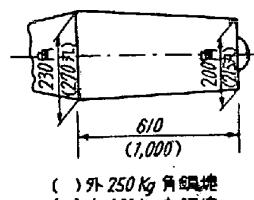
五賀善夫・富田増之助・○加藤弘次

I. 緒言

13 Cr 及び 17 Cr 系不銹鋼、その他の比較的高合金鋼の分塊作業は従来ほとんど鍛錬作業において Bloom 或いは Billet とされていたが、この作業の能率増進と歩留の向上を期し原価低減を計る目的をもつてこれを分塊圧延機 (600φ×1,700t 3-High) により、 Billet 或いは Sheet Bar とするための分塊孔型設計方法の研究に着手した。元来、鍛錬作業と圧延作業では、その加工方法が 1 回の加工度において相当に異なるため、これに基因して、前者においては疵裂の発生が皆無乃至は僅少である場合でも、後者では疵裂の甚しく発生する場合が屢々あり、この原因を現場的実験により圧延温度及び圧延率と疵裂の関係を求め孔型設計の基礎指針を確立し、これに基く新孔型により所期の目的を達する事が出来、製造原価低減を計る事が出来た。

II. 従来の製造工程と品位

JIS SEC 1~SEC 4 の従来の作業方法は第 1 図に示す 250 kg 鋼塊より 80×195 のスラブとし疵取研磨後第 2 図に示す圧延孔型 No. 11~No. 18 pass により 13×195×1,000 の Sheet Bar としていた。



第1圖 鋼塊略圖

この場合の鍛錬温度範囲は 1,150°C~950°C にして鍛錬作業中に発生する若干の疵はタガネにより落される。次に分塊圧延機による圧延温度は 1,000°C~1,100°C である。以上のような作業工程を経るならば小端疵は全く発生しないが、Sheet Bar 表面には若干のスケールが附着している。なお製品のマクロは 2.5~3.0、結晶粒度は 6~7 である。

III. 従来の分塊孔型による試圧延方法 と結果の検討

試圧延に用いた鋼塊は第 1 図に示す 400 kg 丸鋼塊を分塊圧延機により圧延せるに第 2 図に示す孔型 No. 6 及