

## 論文

UDC 543.062 : 620.187.5

スリップトレース法による  $V_4C_3$  鋼中析出量定量の可能性\*

谷野 満\*\*・佐藤 豊彦\*\*\*

Determination of the Amount of  $V_4C_3$  Precipitates in a Low Carbon Vanadium Steel by Means of Slip Trace Method

Mitsuru TANINO and Toyohiko SATO

## Synopsis:

Determination of the amount of  $V_4C_3$  precipitates was carried out by means of "Slip Trace Method" using a 0.03% C-0.25% V steel subjected to a homogeneous dispersion heat treatment including solution treatment, cold working, and aging.

Assuming that the shape of  $V_4C_3$  particles was spherical, the calculated amount of  $V_4C_3$  precipitates was 0.184%, which was about 41% larger than that obtained by an electrolytic isolation method (0.133%).

The origins of the error introduced into the calculated amount of the precipitates were discussed. Large errors were caused by inaccurate measurement of the shape of precipitates. The inclination of the specimen (thin foil) surface can also become the origin of large error. In addition, the volume fraction of precipitates tends to be overestimated by the existence of strain fields and/or dislocations around the precipitates.

It was concluded that application of the "Slip Trace Method" to b.c.c. alloys was not so easy as to f.c.c. alloys since the determination of a unique slip plane from a pair of slip traces was difficult because of multiple slip system.

(Received Feb. 8, 1973)

## 1. まえがき

鋼中に析出する炭化物などの量を定量的に測定する手段として従来はもっぱら酸溶解法あるいは電解分離法のような化学的手法が利用されてきた。これらは簡便であり、また析出物が数百 Å 以上の大さきをもつ場合にはかなり精度よく定量することができる。しかしながら析出強化作用が有効に働くような大きさの析出物（約 100 Å 以下）についてはこれらの化学的手法による定量精度はかなり低下し、たとえば抽出された析出物量と材料強度の関係をとると負の相関性、すなわち析出物量の増加とともに強度が減少するという結果を得ることはしばしば経験するところである。

いつづく、電子顕微鏡観察などの物理的手法にもとづいて析出物量を決定する方法もいくつか提案されており、代表的なものとしては表面レプリカ法、抽出レプリカ法、および薄膜試料の直接観察による方法が挙げられる<sup>1)~3)</sup>。表面レプリカ法は析出物の形状が単純で、かつ

粒子の分布状態が比較的均一な場合には有効な方法であり、点算法などの解析手法によりかなり精度よく定量し得るが、不規則な形状の粒子についてはそのサイズ分布、分布密度、体積分率などをこの方法で決めるることはできないし、また粒子とマトリックスの界面における選択腐食により粒子の見かけのサイズの変化による誤差が含まれやすい。抽出レプリカ法の場合には抽出操作が完全ならば粒子のサイズ分布および単位面積あたりの粒子数の測定を正確に行ない得るはずであるが、実際には抽出操作中の微細析出物（とくに整合析出物の界面）の化学的溶損や、巨大粒子の抽出し残しなどのため析出物抽出率が不完全な場合が多く誤差がもたらされる。さらにこの方法では抽出深さの測定が困難であるため、析出物の体積分率を正確に求めることは難しい。

\* 昭和46年4月本会講演大会にて発表  
昭和48年2月8日受付

\*\* 新日本製鉄(株)基礎研究所 工博

\*\*\* 新日本製鉄(株)基礎研究所

このように析出物定量のために表面レプリカ法および抽出レプリカ法を応用することには多くの問題がある。それゆえ本研究では薄膜試料の直接観察法による析出物の定量を試みることにした。直接観察法の場合には析出物のサイズ、形状および分布状態に関して直接的なデータが得られる。したがって析出物の体積分率を求めるためには観察している視野の厚みがわかれればよい。薄膜試料の局部的な厚み測定法としては消衰距離法(extinction distance method)およびスリップトレース法(slip trace method)が利用されている。前者は電子線の動力学的回折効果によつて生ずる等厚フリンジの数から厚みを計算する方法であり、解析手法が単純であるためしばしば利用されているが、実際には正確なプラグ条件からのずれや多重反射の励起によつて実効消衰距離が真の値より減少するため膜厚が過大評価されやすい<sup>4)</sup>。いっぽう、スリップトレース法は薄膜試料中の転位の運動によつて生ずるスリップトレースの方向および幅より結晶学的解析によつて膜厚を計算する方法であり、fcc金属および合金については広く応用されている<sup>4)5)</sup>。しかしながら、多数のになり系が存在するフェライト系鉄鋼試料への応用例は皆無である。本研究では熱処理による析出状態の制御が比較的容易であり、かつ化学的抽出分離法が確立されている<sup>6)</sup>バナジウム炭化物V<sub>4</sub>C<sub>3</sub>の析出量を測定するためにスリップトレース法を適用し、鉄鋼試料におけるこの方法の汎用性を検討する。

## 2. 実験方法

### 2.1 実験試料

供試材は10kg高周波真空溶解炉で溶製したFe-V-C3元合金を熱間鍛造後厚さ15mmまで熱延したものである。化学組成はTable Iに示すごとくであり、セメンタイトの混入によるV<sub>4</sub>C<sub>3</sub>析出量の定量精度の底下を避けるため、Cに対してかなり過剰のVを添加してある。

### 2.2 炭化物の均一分散熱処理

スリップトレース法による解析を容易にするため、直徑約500ÅのV<sub>4</sub>C<sub>3</sub>粒子がなるべく均一に分散するような熱処理条件決定のための予備実験を行つた。試みに熱処理の種類は(1)焼入-焼戻、(2)焼入-冷間加工-焼戻、(3)恒温変態、(4)恒温変態-時効、(5)恒温変

態-冷間加工-時効などであるが、以下に示す熱処理条件によつてもつとも良好な結果が得られた。すなわち、1150°Cで1hrの溶体化処理の後、まず600°Cのソルトバス中で20hrの恒温変態を行つてから室温まで急冷し、室温で4パスで全圧下率44%のクロス圧延を行つたのち、さらに800°Cで2hr時効し放冷した。

### 2.3 電子顕微鏡観察

過酸化水素・フッ酸混液による化学研磨および冰さく酸・クロム酸混液による電解研磨によつて薄膜試料を作製し、日立製HU-200型電子顕微鏡(加速電圧200kV)と付属の試料引張装置(HD-1)を用いて電顕内で試料の変形を行ない、スリップトレースを発生せしめた。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 変形前の組織

2.2で述べた均一分散熱処理を施した試料の抽出レ

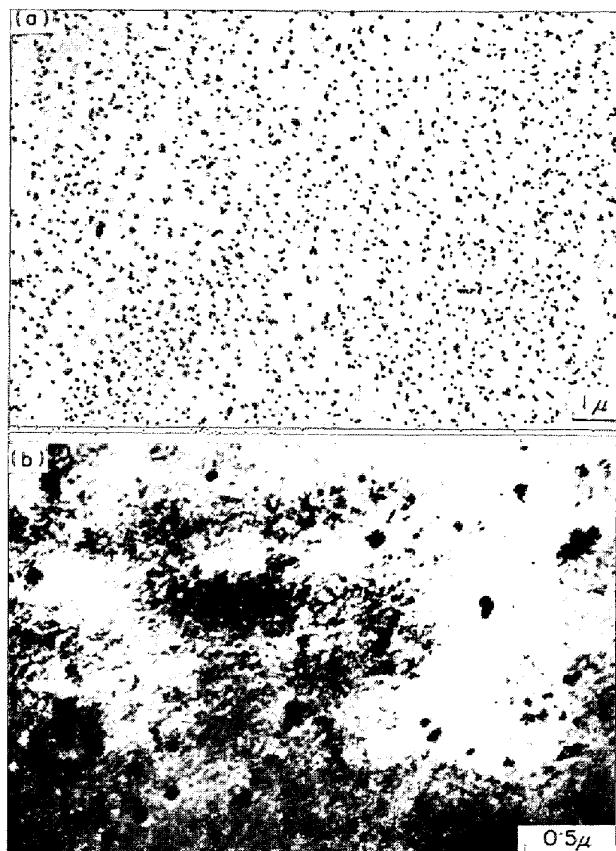


Photo. 1. Distribution of V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> precipitates;  
(a) carbon extraction replica,  
(b) thin foil.

Table 1. Chemical compositions of specimen used.

C	V	Si	Mn	P	S	O	N	Fe
0.031	0.24	0.02	<0.01	<0.003	0.005	0.0025	0.0035	Bal.

プリカ組織および透過電子顕微鏡組織を Photo. 1 (a), (b) に示す。Photo. 1 (a) にみられるごとく大部分の V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 粒子の粒径は 500~1000 Å の範囲にあり、粒径 2000 Å をこえる粗大粒子の数は非常に少ない。抽出レプリカ写真では V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 粒子の分布状態は比較的均一に見えるが、高倍率の透過電子顕微鏡写真 (Photo. 1 (b)) では粒径および分布状態ともに不均一さがみられる。したがって V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 粒子の体積分率を求める際には多数の視野についての測定結果を統計的に処理することが必要である。

### 3.2 膜厚の測定

スリップトレース法による膜厚決定の手法は以下に述べるとおりである。

いま薄膜試料の表面 (hkl) が電子線に対して垂直であり、かつ膜厚が一定であると仮定すると Fig. 1 に示すごとく、辺り面 (HKL) 上を転位が運動することによって [pqr] 方向に平行なスリップトレースが生ずる。ここで [pqr] は

$$\left. \begin{array}{l} p = k L - 1 K \\ q = 1 H - h L \\ r = h K - k H \end{array} \right\} \dots \dots \dots \quad (1)$$

で与えられる。いっぽう、立方晶の場合には (hkl) 面と (HKL) 面のなす角度  $\theta$  は

$$\cos \theta = \frac{hH + kK + lL}{(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} (H^2 + K^2 + L^2)^{1/2}} \dots \dots \dots \quad (2)$$

によつて求めることができるので、螢光板上に投影されたスリップトレースの幅  $W$  より次式によつて膜厚  $t$  を計算することができる (ただし  $\theta \neq 90^\circ$ )

$$t = W \cdot \tan \theta \dots \dots \dots \quad (3)$$

$\theta = 90^\circ$  の場合には辺り面が薄膜表面に対して垂直に存在するため  $W = 0$  となり、スリップトレース法を適用することはできない。

上記の原理にもとづき、以下に述べる手順にしたがつて総数 61 個の視野の膜厚決定を行なつた。

(1) 試料引張装置を用いて鏡体内で薄膜試料を変形し観察している視野内に適当な数のスリップトレースを生ぜしめる。ただし観察している視野で転位を都合よく運動させることは難しいので、あらかじめ適当量の歪を

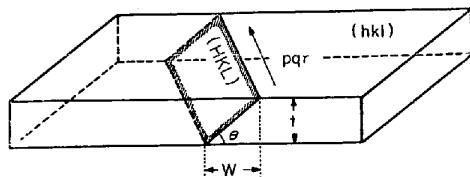


Fig. 1. Slip trace formed by intersection of a slip plane (HKL) with the foil surface (hkl).

試料に与えた後で観察したものも多数ある。

(2) 炭化物粒子の分布状態に関してまったく無作為的に視野を選び、電顕像および電子線回折像を撮る。

(3) 電子線回折像を解析して薄膜表面の面指数 (hkl) およびスリップトレースの方向 [pqr] を決定する。

(4) 辺り面として 6 種類の {110} 面、12 種類の {211} 面、および 24 種類の {321} 面が働くと仮定し、その中から (3) 項で決定したスリップトレースが生じる辺り面の指数 (HKL) を決定する。

(5) 辺り面 (HKL) と薄膜表面 (hkl) のなす角度  $\theta$  と、スリップトレースの投影幅  $W$  より (3) 式を用いて膜厚  $t$  を計算する。

(6) (4) 項の条件を満足する辺り面が 2 種類以上存在する場合には視野の明るさ、コントラストの鮮明さ、回折像の鋭さ、菊池線の出かたなどを参考にして、もつとも適當と考えられる辺り面を選び出す。またその視野内あるいはその近傍に粒界フリンジが見られる場合には消衰距離法で得られる膜厚を参考値として用いる。これらの付帯条件を利用してなおユニークな辺り面指数を決定し得ない場合にはそのデータは使用しない。

(7) 1 個の視野内に方向の異なる 2 組以上のスリップトレースが存在する場合には、それについて膜厚を計算し、その平均値を採用する。

(8) 薄膜の厚さが均一でない場合には 1 つの視野の中でもスリップトレースの投影幅は一定でない。このような場合には視野の中央部付近に存在するスリップトレースより求めた値、あるいは視野内の数個の投影幅測定値の平均値より求めた値を膜厚として採用する。

上に述べたような手法を用い、総数 61 個の視野について膜厚決定を行なつた結果を Table 2 に示す。ここで視野番号は撮影順に付した一連番号であり、(hkl) は薄膜表面の面指数、[pqr] はスリップトレースの方向指数であり、いづれも電子線回折像の解析によつて求めたものである。また (HKL) は解析の結果もつとも妥当と考えられる辺り面の面指数、 $t$  は膜厚の計算値を示す。この表にみられるように 54 個の視野については膜厚を計算することができたが、残り 7 視野のうちの 6 視野では辺り面が膜面に垂直に存在したため、また 1 視野については合理的な辺り系を決定することができなかつたため、膜厚を決定しえなかつた。

スリップトレース法による膜厚決定の実例を以下に述べる。Photo. 2 (a), (b) はどちらもスリップトレース形成の原因となつた転位が視野内に残つている場合であり、表裏のスリップトレース対を容易に選び出すことができる。Photo. 2 (a) の場合には膜面の方位は (531),

Table 2. Foil thickness calculated by slip trace method.

No	(hkl)	[pqr]	(HKL)	t		No	(hkl)	[pqr]	(HKL)	t	
1	(3̄31)	[43̄3]	(011)	2 117 Å		32	(531)	[12̄1]	(101)	2 990 Å	
2	(3̄31)	[43̄3]	(011)	1 898		33	(3̄31)	[45̄3]	(2̄11)	2 006	
3	(1̄32)	[111]	(2̄11)	2 095		34	(3̄31)	[45̄3]	(2̄11)	2 514	
4	(1̄32)	[111]	(2̄11)	2 052		35	(3̄31)	[45̄3]	(2̄11)	3 108	
5	(3̄31)	[434]	(10̄1)	2 190		36	(1̄11)	[53̄2]	(1̄32)	1 848	
6	(1̄11)	[121]	(10̄1)	—	膜面に垂直	37	(001)	[2̄30]	(321)	2 700	
7	(02̄1)	[324]	(2̄11)	2 021		38	(1̄11)	[53̄2]	(1̄32)	1 925	
8	(02̄1)	[324]	(2̄11)	2 308*	* 2 295 Å と 2 325 Å の平	39	(1̄11)	[43̄1]	(2̄31)	2 344	
9	(02̄1)	[324]	(2̄11)	2 156	均	40	(3̄31)	[343]	(10̄1)	2 418	
10	(1̄11)	[1̄34]	(132)	794		41	(3̄31)	[343]	(10̄1)	2 774	
11	(3̄31)	[11̄6]	(110)	1 825*	* No 16 と t が 同じと仮定	42	(3̄31)	[756]	(112)	1 048	
12	(3̄31)	[11̄6]	(110)	1 825*	"	43	(571)	[655]	(01̄1)	2 494	
13	(3̄31)	[11̄6]	(110)	1 825*	"	44	(3̄31)	[116]	(110)	—	膜面に垂直
14	(3̄31)	[11̄6]	(110)	1 825*	"	45	(02̄1)	[112]	(1̄10)	2 208	
15	(3̄31)	[11̄6]	(110)	1 825*	"	46	(2̄21)	[232]	(10̄1)	1 339	
16	(3̄31)	[43̄3]	(011)	1 825		47	(02̄1)	[112]	(1̄10)	2 471	
17	(3̄31)	[43̄3]	(011)	1 825		48	(032)	[546]	(2̄11)	2 195	
18	(1̄32)	[111]	(10̄1)	2 825		49	(1̄11)	[235]	(23̄1)	2 387	
19	(1̄32)	[111]	(10̄1)	2 825		50	(2̄21)	[354]	(11̄2)	1 947	
20	(1̄32)	[111]	(10̄1)	2 595		51	(1̄32)	[111]	(10̄1)	2 984	
21	(1̄32)	[537]	(211)	2 831		52	(3̄31)	[343]	(10̄1)	1 825	
22	(1̄10)	[11̄1]	(1̄21)	1 211		53	(02̄1)	[100]	(011)	3 375	
23	(3̄31)	[343]	(10̄1)	2 409		54	(1̄11)	[253]	(21̄3)	1 617	
24	(1̄10)	[11̄1]	(011)	3 158		55	(1̄11)	[21̄1]	(011)	—	膜面に垂直
25	(531)	[12̄1]	(101)	3 128		56	(1̄11)	[11̄1]	(011)	1 511	
26	(3̄31)	[576]	(11̄2)	1 572		57	(1̄11)	[21̄1]	(011)	—	膜面に垂直
27	(3̄31)	[259]	(21̄1)	2 571		58	(1̄10)	?	?	—	解析不能
28	(1̄11)	[121]	(1̄23)	4 950		59	(001)	—	—	—	slip trace なし
29	(1̄11)	[121]	(1̄23)	4 200		60	(031)	[313]	(10̄1)	1 635	
30	(1̄11)	[121]	(1̄23)	2 760	*Extinction Fringe より 計算	61	(1̄11)	[121]	(10̄1)	—	膜面に垂直
31	(241)	[31̄2]	(112)	2 515*							

スリップトレースの方向は [12̄1] であり、これは転位が (101) 面上で運動した結果形成されたものと解釈される。 (531) 面と (101) 面のなす角度は 61°44' であるから、スリップトレースの投影幅 1 700 Å より膜厚として 3 128 Å が得られる。同様にして Photo. 2 (b) の場合には膜厚は 2 208 Å となる。Photo. 3 (a), (b) の場合は視野内に転位が残っていないがスリップトレース対の選択は容易であり、したがつて膜厚も簡単に求めることができる。

Photo. 4 (a), (b) の場合には 1 つの視野内に 2 方向または 3 方向のスリップトレース群が観察される。すでに述べたように、このような場合にはそれぞれの方向の

スリップトレースより計算した膜厚の平均値を採用する。たとえば、Photo. 4 (a)においては [324] 方向および [100] 方向のスリップトレースからそれぞれ 2 291 Å および 2 325 Å の膜厚計算値を得るので、この視野についてはその平均値 2 308 Å を膜厚として採用した。同様に Photo. 4 (b) では平均膜厚として 2 387 Å を採った。

Photo. 5 (a)の場合にも [11̄6] 方向および [43̄3] 方向に 2 種類のスリップトレース群が存在する。しかしながら前者は膜面に垂直な (110) 面上の転位の運動によつて生じたものであるため膜厚決定には使用し得ない。したがつて後者のスリップトレースだけを用いて膜厚を計算した。なお視野番号 No. 11~15 の視野では [11̄6] 方

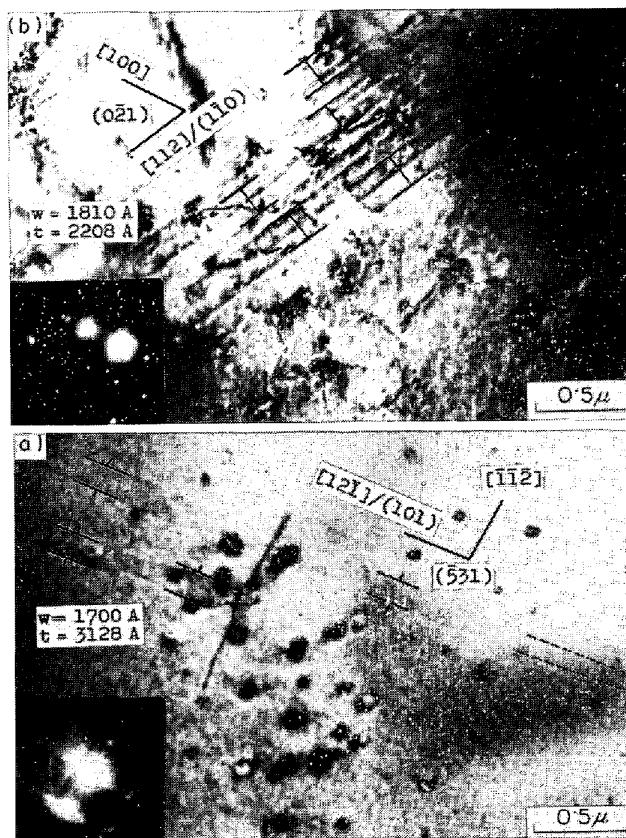


Photo. 2. Slip traces with original dislocations;  
(a) Area No 25, (b) Area No 45.

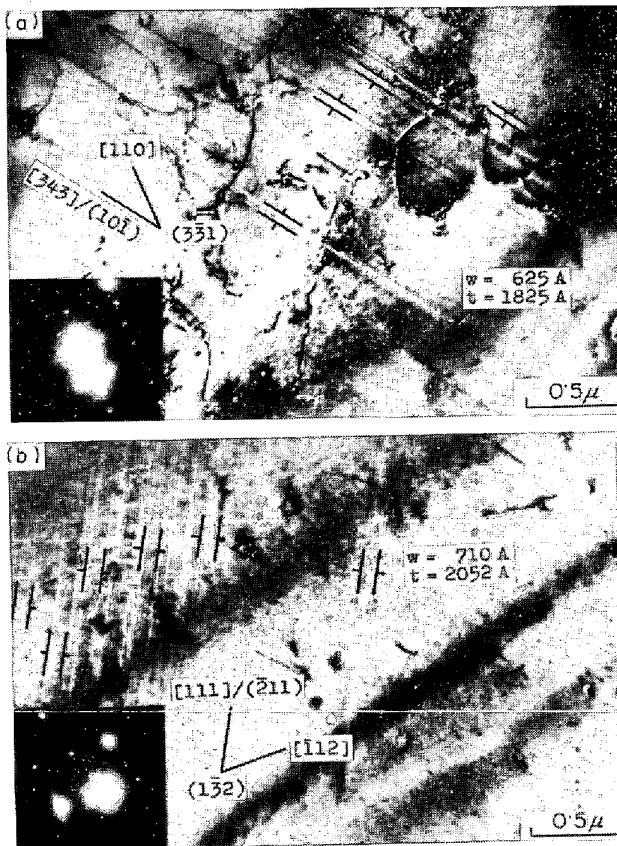


Photo. 3. Slip traces without original dislocations;  
(a) Area No 52, (b) Area No 4.

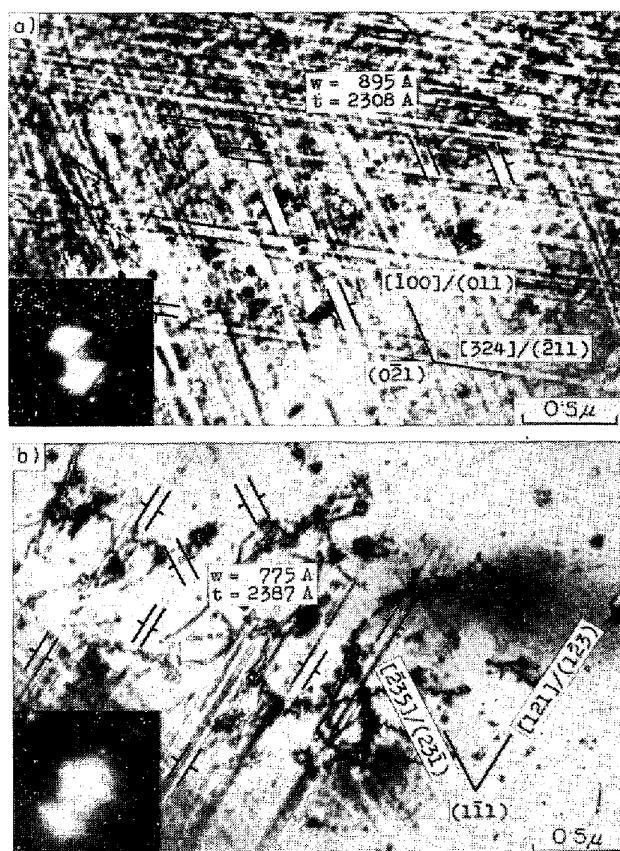


Photo. 4. Multiple slip traces; (a) Area No 8,  
(b) Area No 49.

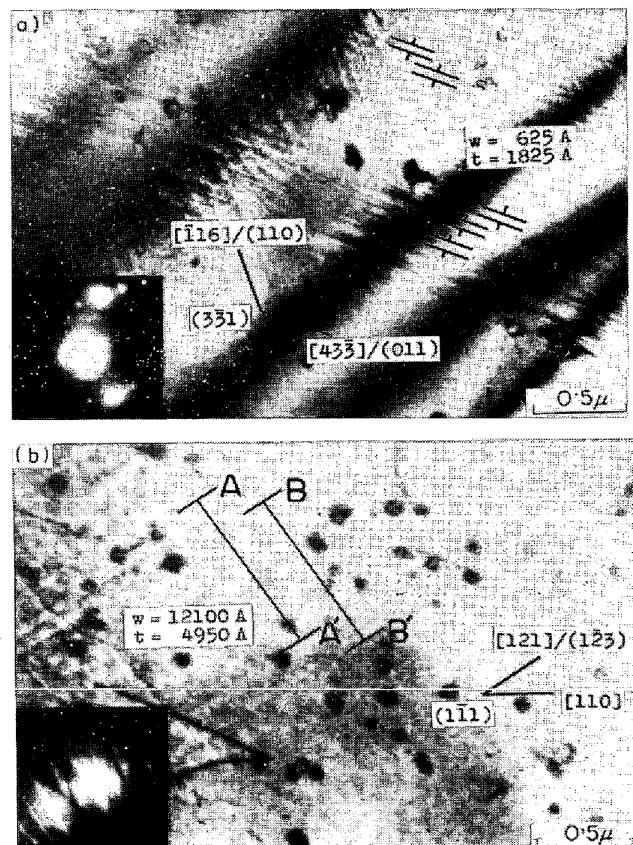


Photo. 5. (a) Area No 16, (b) Area No 28.

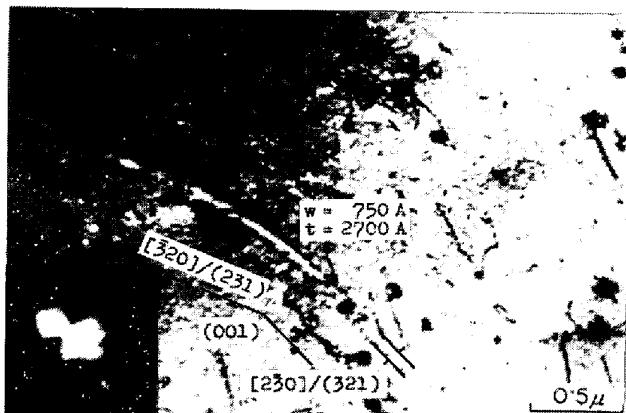


Photo. 6. Curved slip trace, Area No. 37.

向のトレースしか存在しないため、原理的には膜厚決定が不可能であるが、これらの視野が Photo. 5 (a) に示した視野 No. 16 と近接していることから、No. 16 と同じ膜厚を有するものと考えた。

Photo. 5 (b) の場合はスリップトレース対として幅約 2000 Å の AB ではなく、約 12000 Å 離れた AA' あるいは BB' を採用した。その結果得られた膜厚計算値は 4950 Å である。この値は 200 kV 電顕で観察可能な試料の厚さとしては最大限に近いものと考えられるが、この視野がかなり暗いこと、析出物粒子のコントラストが弱いこと、回折像中に多数の菊池線が存在することなどの事実はいずれも膜厚がかなり厚いことを支持するものである。これに対してスリップトレース対として AB を採ると膜厚計算値は約 800 Å にしかならず小さすぎる。このような理由によりこの視野では膜厚は 4950 Å とした。

Photo. 6 にみられるスリップトレースは直線的でなく視野の中央部で大きく彎曲している。このような彎曲はたぶん転位の cross slip によるものであり、フェライト系材料では比較的多く観察される。スリップトレースが彎曲している場合には一般にユニークな辺り面を決定することは困難であるが、この写真にみられるスリップトレースの場合はその両端の直線部分が [320]/(231) および [230]/(321) 辺り系に一致するので、それを利用して膜厚を計算した。

上述のような方法によって決定した 54 個の視野における膜厚の測定値の度数分布は Fig. 2 に示すとおりであり、大部分のものが 1000~3000 Å の範囲内にある。この図では 1800~1900 Å の範囲の厚さの視野数がとび抜けて多いがこれは幾つかの連続した視野 (Table 2 の No. 11~17) での観察結果が含まれているためである。したがつて、もしまつたく無秩序に視野が運ばれていたならばこのピークは低くなり、2000~2500 Å の範囲に

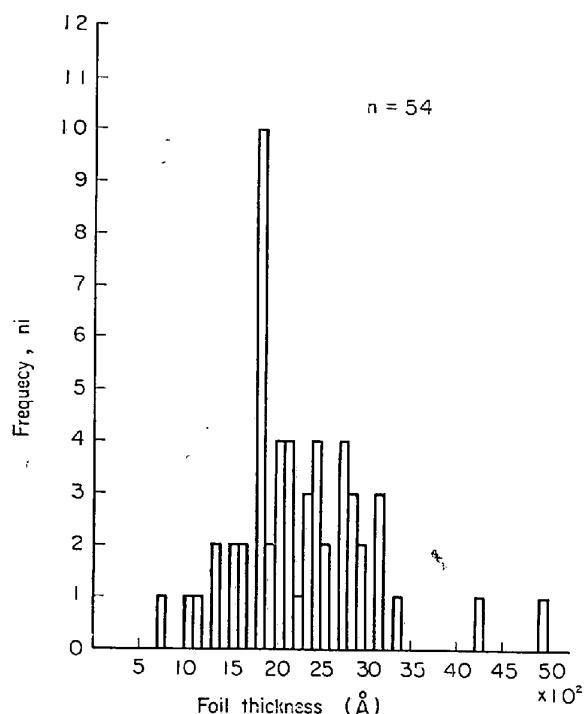


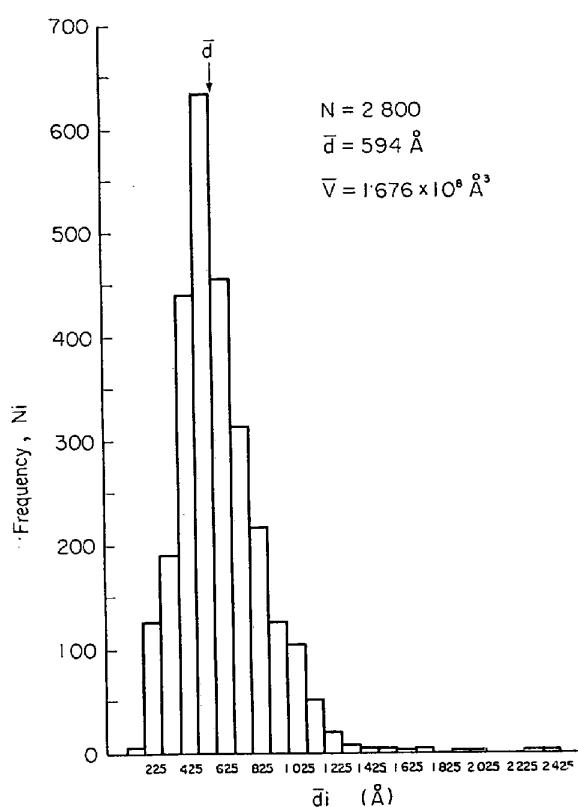
Fig. 2. Distribution of calculated foil thickness.

最頻値をもつ度数分布が得られるであろう。電子線の加速電圧が 200 kV であるからこの値は妥当なものと考えられる。なお 4200 Å および 5000 Å の厚さの視野が 1 個づつ存在する。一般に鉄鋼材料の場合には 200 kV の加速電圧で 0.5 μ の厚さの試料を観察することはかなり困難であると思われるが、回折条件が適当であれば不可能ではない。すでに述べたようにこれらの視野においてはイメージコントラストが弱く、また回折像に多数の菊池線が含まれていることからも膜厚が大であることが推定されるので本研究で得た結果は不合理ではないと考えられる。

### 3.3 V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 粒子のサイズ分布

Fig. 3 は 61 個の視野\*中に観察された全 V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 粒子 (総数 2800 個) の平均粒径 ( $\bar{d}_i$ ) の度数分布を示したものである。ここで平均粒径  $\bar{d}_i$  は V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 粒子の 2 方向の径の測定値 ( $d_x, d_y$ ) の平均値である。すでに述べたごとく本研究で用いた試料は V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 粒子のサイズを約 500 Å に揃えるように熱処理を施したものであるが、Fig. 3 から明らかなように実測した粒子サイズは約 100 Å から 2200 Å の範囲にわたって分布している。度数分布図においては 525 ± 50 Å の平均粒径を有する V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 粒子の数がもつとも多いが、粒径の大なるほうでの分布のそぞが長いため 2800 個の粒子の平均粒径の算術平均値 ( $\bar{d}$ ) は 594 Å となる。

\* 膜厚測定が不可能であつた 7 視野中の粒子も含む。

Fig. 3. Size distribution of  $V_4C_3$  precipitates.

#### 3.4 析出物の体積分率および重量分率

スリップトレース法によって膜厚を決定した 54 個の視野について  $V_4C_3$  析出物の体積分率および重量分率を求めた。その際  $V_4C_3$  粒子が平均粒径  $\bar{d}_1$  なる球であると仮定してその体積  $v_1$  を計算し、視野内に存在する全粒子の体積の総和  $v$  を求め、つぎにその視野の面積  $S$  および膜厚  $t$  を用いて体積分率  $f_V$  を計算した。

$$v_1 = \frac{\pi}{6} (\bar{d}_1)^3 \quad (4)$$

$$v = \sum v_i \quad (5)$$

$$f_V = \frac{v}{St} \quad (6)$$

いっぽう、化学的方法で求められる値は単位重量の試料から分離された析出物中に含まれるバナジウムの重量であり、析出物の組成式を用いてこれを析出物重量に換算することにより  $V_4C_3$  析出物の重量分率が得られる。スリップトレース法で求めた上記の  $f_V$  と化学的方法で求めた結果を比較するためには、次式を用いて体積分率  $f_V$  から重量分率  $f_W$  への変換を行なう必要がある。

$$f_W = \frac{f_V \cdot D_P}{f_V \cdot D_P + (1-f_V) \cdot D_M} \cdot \frac{4[V]}{4[V] + 3[C]} \quad (7)$$

ここで  $D_P$  および  $D_M$  はそれぞれ析出物およびマトリ

ックスの密度であり、[V] および [C] はそれぞれバナジウムおよび炭素の原子量を表わす。なおこの場合、析出物の組成式は  $V_4C_3$  であると仮定している。(7)式において  $f_V \ll 1$  なることを考慮し、 $D_P = 5.36 \text{ g/cm}^3$ <sup>7)</sup>,  $D_M = 7.86 \text{ g/cm}^3$ <sup>8)</sup>, [V] = 50.95, [C] = 12.01 を代入すると、

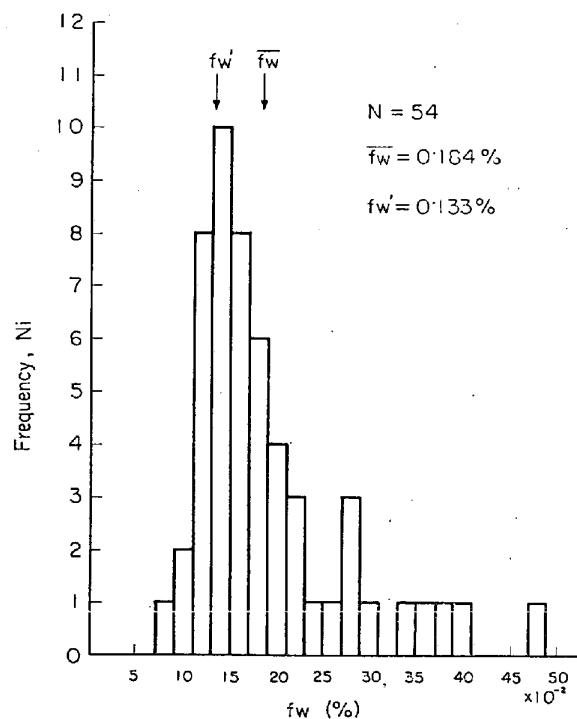
$$f_W \approx 0.579 f_V \quad (8)$$

を得る。

54個の各視野についての粒子数  $n$ 、単位面積あたりの粒子体積  $v'$ 、膜厚  $t$ 、体積分率  $f_V$  および重量分率  $f_W$  を Table 3 にまとめて示した。また Fig. 4 は  $f_W$  の度数分布を示したものである。 $f_W$  の値は 0.086~0.479 % の範囲にわたって分布しており、これは試料中の  $V_4C_3$  粒子の分布状態のばらつきに対応するものと考えられる。 $f_W$  の分布の最頻区間は 0.13~0.15 % であるが、図からわかるように  $f_W$  値が 0.30 % 以上の視野が全体の約 10% を占めている。これらの大いきい値は  $V_4C_3$  粒子数が著しく多い視野および粒径 2000 Å をこえる粗大粒子が存在する視野において得られている。なお、 $f_W$  の算術平均値  $\bar{f}_W$  は 0.184 % である。

#### 3.5 スリップトレース法による結果と電解分離法による結果の比較

電解分離法\*で分離した  $V_4C_3$  析出物量の定量結果は 0.133 % であった。この値と前節で述べた  $\bar{f}_W$  (= 0.184

Fig. 4. Distribution of calculated  $f_w$  value.

\* 7%HCl-3%FeCl<sub>3</sub>-エチレングリコール系電解液を用い、-300mV で定電位電解を行なつた。

Table 3. Calculated amount of  $V_4C_3$  precipitates.

No	n	$v'(\text{\AA})$	$t(\text{\AA})$	$f_v(\%)$	$f_w(\%)$	No	n	$v'(\text{\AA})$	$t(\text{\AA})$	$f_v(\%)$	$f_w(\%)$
1	26	5.627	2.117	0.266	0.154	32	46	7.572	2.990	0.253	0.147
2	41	5.394	1.898	0.284	0.165	33	56	12.898	2.006	0.625	0.373
3	34	5.273	2.095	0.252	0.146	34	59	15.314	2.514	0.609	0.353
4	34	4.857	2.052	0.237	0.137	35	65	17.846	3.108	0.574	0.333
5	33	4.561	2.190	0.208	0.121	36	68	9.000	1.848	0.487	0.282
6	117	11.342	—	—	—	37	55	10.413	2.700	0.386	0.223
7	52	4.259	2.021	0.211	0.122	38	52	4.254	1.925	0.221	0.128
8	48	5.524	2.308	0.239	0.139	39	39	5.517	2.344	0.235	0.136
9	40	4.201	2.156	0.195	0.113	40	47	7.025	2.418	0.291	0.168
10	25	1.969	794	0.248	0.144	41	60	8.893	2.774	0.321	0.186
11	34	5.613	1.825	0.308	0.178	42	39	5.170	1.048	0.493	0.286
12	42	4.679	1.825	0.256	0.149	43	64	5.621	2.494	0.225	0.131
13	31	6.418	1.825	0.352	0.204	44	40	5.438	—	—	—
14	40	5.649	1.825	0.310	0.179	45	37	3.281	2.208	0.149	0.086
15	45	9.251	1.825	0.507	0.294	46	25	2.806	1.339	0.210	0.121
16	32	4.782	1.825	0.262	0.152	47	40	3.975	2.471	0.161	0.093
17	33	6.147	1.825	0.337	0.195	48	58	7.534	2.195	0.343	0.199
18	41	4.372	2.825	0.158	0.090	49	46	7.115	2.387	0.298	0.173
19	55	11.220	2.825	0.397	0.230	50	19	4.438	1.947	0.228	0.132
20	49	7.430	2.595	0.286	0.166	51	38	8.100	2.984	0.271	0.157
21	43	6.069	2.831	0.214	0.124	52	24	5.509	1.825	0.302	0.175
22	22	2.197	1.211	0.181	0.105	53	36	9.982	3.375	0.296	0.171
23	70	6.352	2.409	0.264	0.153	54	45	3.122	1.617	0.193	0.112
24	92	11.465	3.158	0.363	0.210	55	25	2.334	—	—	—
25	71	7.509	3.128	0.240	0.139	56	37	6.566	1.511	0.435	0.252
26	95	12.982	1.572	0.826	0.479	57	23	5.932	—	—	—
27	70	10.191	2.571	0.370	0.215	58	23	1.495	—	—	—
28	88	22.795	4.950	0.490	0.284	59	37	5.153	—	—	—
29	74	12.158	4.200	0.289	0.168	60	36	3.859	1.635	0.236	0.137
30	39	9.251	2.760	0.335	0.194	61	30	5.200	—	—	—
31	47	9.182	2.515	0.365	0.212						

%) を比較すると後者は前者の 1.406 倍に相当し、スリップトレース法で求めた重量分率のほうが約 41% 大きくなつた。このような結果が得られた点についてはいくつかの原因を考えられる。

(1) 析出物の周囲に整合歪場が存在すると回折コントラスト効果のために見かけの粒子径が大きくなり、体積分率および重量分率が過大評価されやすい。正確な粒子サイズを測定するためには電子錠傾斜方式の暗視野像を用いることが必要である。

(2) 変形した試料では析出物粒子のまわりに転位がからみついているため粒子径が過大評価されやすい。これを避けるためには、すべての試料について変形を与えない状態で撮影した後スリップトレースを導入するようになることが望ましいが、そのためには希望する視野で転位が運動するよう薄膜試料の形状を整える必要があり、高度の試料作製技術の開発を要する。したがつてこの場合にも前項と同様に暗視野法を用いるのがよいであろう。

(3) 電解分離の過程における析出物粒子の化学的溶損あるいは分離残査捕集の過程における微細粒子の逸散のため、電解分離法で求めた重量分率が真の値より小さ

い可能性がある。

(4) 本研究では析出物粒子をすべて球状であると仮定して重量分率の計算を行なつた。しかしながら、従来よりしばしば観察されている<sup>9)10)</sup>ように  $V_4C_3$  粒子は板状に成長する傾向を有するため析出物重量がかなり大きく過大評価される危険性がある。

このようにスリップトレース法のほうが電解分離法よりも大きい重量分率を与える原因是いくつかあるが、定量精度の点でもつとも重大な誤差をもたらすものは(4)の粒子形状の問題である。いま  $V_4C_3$  粒子の形状を直径  $d$ 、厚さ  $\alpha d$  なる円板状であるとするとその体積は、球状として計算したときの体積の 1.5 $\alpha$  倍となる。ここで  $\alpha = 0.5$ 、すなわち  $V_4C_3$  粒子の形状をその厚みが半径に等しい円板状として前記の重量分率を補正すると  $f_w' = 0.138\%$  となり、電解分離法で求めた結果 (0.133%) とほぼ等しくなる。(001) 方位の視野における表面レプリカ観察の結果では  $V_4C_3$  粒子の厚さとして約 300 Å の値が得られているので  $\alpha = 0.5$  なる仮定は一応妥当であるとみなされるが、すべての粒子が相似的に成長するとして取り扱つてもよいかどうかについてはなお詳細な測定が必要である。

### 3.6 スリップトレース法の問題点

スリップトレース法は電解分離法と異なり、その解析過程において析出物粒子の大きさ、粒子間距離、整合歪の有無など析出強化作用に寄与する諸因子が測定され、さらにまた析出物粒子と転位の相互作用の直接観察も可能であるという長所を有する。したがつてスリップトレース法を簡便かつ精度よく利用することができるならば析出強化の分野における有力な研究手段の一つになると考へられる。しかしながら現段階ではこの方法は以下に述べるような種々の問題点を有する。

#### 3.6.1 解析の労力

スリップトレース法の短所の一つは電解分離法などの化学的方法に比べて解析に多大の労力を要することである。すなわち、スリップトレース法によつて析出物の重量分率を求めるためには電子線回折像の解析、スリップトレースの方向の決定、可能な辺り面の選択、辺り面と薄膜表面のなす角度の計算、スリップトレースの投影幅の測定、膜厚の計算、析出物の粒径の測定、体積分率の計算、ならびに重量分率への換算などの手順をふまなければならぬ。さらにスリップトレース法ではかなり高倍率の電顕組織について解析を行なうため1個の視野から得られる情報は局部的なものにならざるをえない。したがつてこの方法を用いて試料全体の平均的な情報を得ようとする場合には多数の観察を行なうことが必要になる。その数は析出物の状態によつても異なるが、解析結果の信頼度を高めるためには1個の試料について少なくとも50~100視野の解析が必要であろう。なお上記の手順のうちで实际上もつとも労力を要する部分は析出物の粒径の測定であるから、これを自動的に測定できるようすれば労力はかなり軽減されると考えられる。

#### 3.6.2 試料の傾きによつてもたらされる誤差

すでに述べたようにスリップトレース法においては試料表面が電子線に垂直であること、換言すれば試料表面が水平であることを前提条件として膜厚の計算を行なう。しかしながら一般にその確率をきわめて小さく、若干の傾きを有するのがふつうである。また試料傾斜装置を用いて回折条件を調整することによつても試料表面は傾くことになる。このように試料表面が電子線に垂直でない場合には螢光板上に投影されたスリップトレースの方向および幅に変化がもたらされる。以下、試料表面の傾斜にもとづくスリップトレース像の回転および投影幅の変化について考察する。

##### (1) スリップトレースの方向の変化

いま Fig. 5 に示すように試料表面が、直線 PQ と角度  $\phi$  をなす軸 OR のまわりに角度  $\epsilon$  だけ傾斜してい

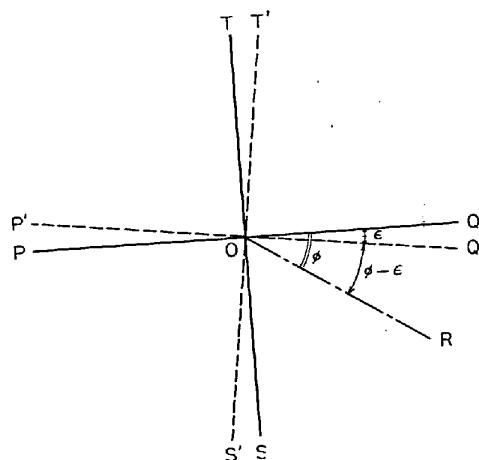


Fig. 5. Rotation of slip trace due to inclination of foil surface.

るとする。ここで OQ は試料表面が電子線に垂直に存在する場合のスリップトレースの方向 [pqr] である。試料表面が傾斜するとスリップトレース方向は変化し、螢光板上の投影像は  $\epsilon$  だけ回転して P'Q' の位置にくる。ここで  $\epsilon$  は、

$$\tan \epsilon = \frac{\sin \phi \cos \phi (1 - \cos \psi)}{1 - \sin^2 \phi (1 - \cos \psi)} \quad (9)$$

で表わされる。 $\phi = 0$ 、すなわち傾斜軸が正しいスリップトレースの方向 PQ に一致している場合には  $\epsilon = 0$  であり像の回転は起こらない。 $\phi = \frac{\pi}{2}$  の場合にも  $\epsilon = 0$  となり像は回転しない。 $0 < \phi < \frac{\pi}{2}$  の場合には  $\psi$  の増加とともに  $\epsilon$  も増加し、 $\psi = \frac{\pi}{2}$  のとき  $\epsilon = \phi$ 、 $\psi = \pi$  のとき  $\epsilon = 2\phi$  となる。しかしながら正常な電子顕微鏡観察条件のもとでは  $\psi$  はせいぜい  $5^\circ (= 0.087 \text{ rad})$  程度であるから  $\epsilon$  がそのように大きくなることはない。

(9)式より  $\psi$  がある一定値  $\psi_0$  のとき  $\tan \epsilon$  は  $\phi$  とともに変化し、 $0 < \phi < \frac{\pi}{2}$  の範囲のあるところで最大値をもつ。 $\tan \epsilon$  が最大になる条件は(9)式より、

$$\cot^2 \phi = \cos \psi \quad (10)$$

が満たされる場合であるのでこれを(9)式に代入して、

$$(\tan \epsilon_{\max})_{\phi_0} = \frac{1 - \cos \psi_0}{2\sqrt{\cos \psi_0}} \quad (11)$$

を得る。ここで  $\psi_0$  は 1 に比べて小さいので(11)式を展開して、

$$(\tan \epsilon_{\max})_{\phi_0} \approx \frac{\psi_0^2}{4} \quad (12)$$

とおくことができる。 $\psi_0 = 0.087 \text{ rad}$  ならば、

$$(\tan \epsilon_{\max})_{0.087} \approx 0.0019$$

ゆえに  $(\epsilon_{\max})_{0.087} = 0.0019 \text{ rad} = 0.11^\circ$  である。すなわち、傾斜角が  $5^\circ$  の場合には試料表面の傾きにもとづく

スリップトレース像の回転角はせいぜい  $0 \cdot 11^\circ$  であり、かりに  $\phi = 10^\circ$  の場合でも  $\epsilon_{\max}$  は  $0 \cdot 44^\circ$  に過ぎない。これらの値は電子顕微鏡観察に不可避的に伴う角度の不正確さ(～数度)に比べて小さいので無視してもさしつかえない。

### (2) 試料の傾きによるスリップトレース投影幅の変化

スリップトレースの投影幅は傾斜の軸 OR が PQ と一致するときに最大の影響を受け、 $\phi = \frac{\pi}{2}$  の場合には投影幅は変化しない。Fig. 5において軸 OR のまわりに試料を  $\phi$ だけ傾斜させたときスリップトレース像が P'Q' の位置まで変化することを考慮に入れ、P'Q' に垂直な面内における辺り面の傾き角の変化を  $\alpha$  で表わすと、

$$\sin \alpha = \frac{\sin \phi \cos \phi}{(\cos^2 \phi + \sin^2 \phi \cos^4 \phi)^{1/2}} \quad \dots \dots \dots (13)$$

$$\cos \alpha = \frac{\cos \phi (1 - \sin^2 \phi \sin^2 \phi)^{1/2}}{(\cos^2 \phi + \sin^2 \phi \cos^4 \phi)^{1/2}} \quad \dots \dots \dots (14)$$

が成り立つ。いつまでも、P'Q' に垂直な面内も試料が  $\alpha$  だけ傾くことによりスリップトレースの投影幅は  $W$  から  $W'$  に変化する(Fig. 6)。図から明らかのように、

$$W' = l \cos(\theta + \alpha) = W \frac{\cos(\theta + \alpha)}{\cos \theta} \quad \dots \dots \dots (15)$$

となる。したがつて傾斜軸および傾斜角が既知のとき、すなわち  $\phi$  および  $\psi$  が既知で(13)式および(14)式によつて  $\alpha$  を計算することができる場合には、

$$t = W' \frac{\sin \theta}{\cos(\theta + \alpha)} \quad \dots \dots \dots (16)$$

によつて正しい膜厚求めることができる。また一般に  $\psi$  は小さいので、

$$t = W' \frac{1}{\cot \theta - \psi \cos \phi} \quad \dots \dots \dots (17)$$

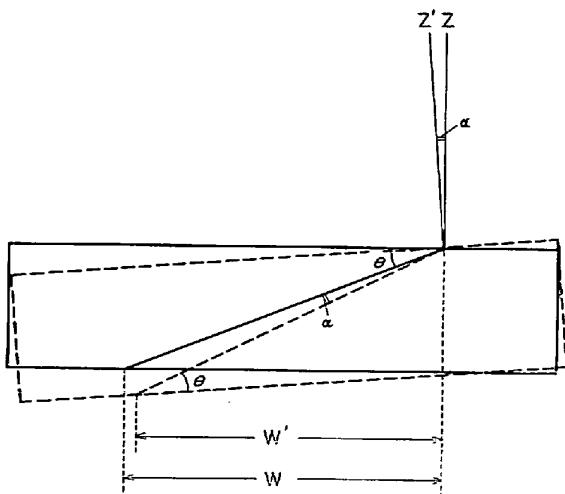


Fig. 6. Change in projected width of slip trace caused by inclination of foil surface.

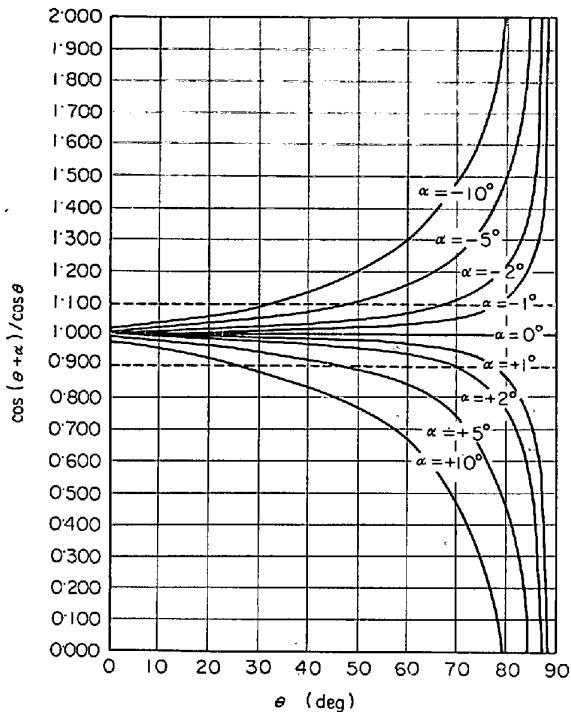


Fig. 7. Error introduced into calculated foil thickness due to inclination of foil surface.

で近似することができる。

上述のように  $\alpha$  の計算が可能な場合には試料表面の傾きにもとづく誤差は補正することができる。しかしながら一般には電子顕微鏡内に挿入した試料表面の傾きの軸ならびに角度を知ることはほとんど不可能であり、実際には試料表面が  $\alpha$  だけ傾いているにもかかわらず水平であると仮定して膜厚を計算せざるを得ない。この場合に計算で得られる見かけ上の膜厚  $t'$  と真の膜厚  $t$  の比は

$$\frac{t'}{t} = \frac{W'}{W} = \frac{\cos(\theta + \alpha)}{\cos \theta} \quad \dots \dots \dots (18)$$

となる(いま  $\alpha = \pm 1, \pm 2, \pm 5$  および  $\pm 10^\circ$  のときの  $\frac{t'}{t}$  を  $\theta$  に対してプロットすると Fig. 7 のごとくなる)。これからわかるように  $|\alpha| < 3^\circ$  と仮定すると  $\theta \leq 60^\circ$  の条件の辺り面について解析する限り、試料表面の傾きによつてもたらされる膜厚計算値の誤差が  $\pm 10\%$  をこえることはない。しかしながら、 $\theta$  の値が  $60^\circ$  をこえるとごく僅かな試料の傾きによつて大きい誤差がもたらされる可能性が強くなるので解析にあたつては注意が必要である。

### 3.6.3 その他

#### (1) 試料の形状

薄膜試料の形状としては上下両表面が平坦かつ完全に平行であることが理想的である。しかしながら一般に電解研磨法によつて作製した薄膜試料の断面は Fig. 8(a)

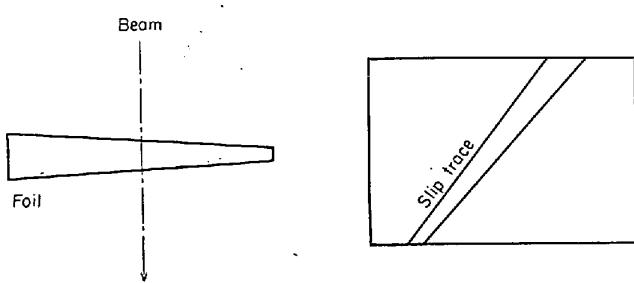


Fig. 8. Change in projected width of slip trace due to variation of foil thickness.

に示すように楔形をしており、その結果同図(b)のように場所によつてスリップトレースの幅が変化する。このような場合には視野の中央部におけるスリップトレースの幅にもとづいて平均膜厚を計算することになり、解析精度は低下する。さらにまた前節で議論した試料表面の傾きに由来する誤差も含まれてくることになる。

#### (2) 回折条件

観察している視野がブレッジ条件を満足していない場合、あるいは試料の彎曲などによつて2組以上の晶帯に属する回折斑点が同時に存在する場合には辺り系の決定が不正確になる。したがつて試料傾斜装置を用いて正しい方位に調整することが望ましい。もちろんその場合には(16)式あるいは(17)式による補正が必要である。

#### (3) スリップトレース対の選択

試料にあらかじめ変形を施した後で組織観察を行なう場合、多数の転位が運動した視野においてはスリップトレースの数が多くなりすぎるため正しいトレース対を選び出すことが困難になる。理想的には観察している視野で転位を運動させることができが、そのためには試料作製技術および変形技術の改善が必要である。

#### (4) 辺り系の決定

低合金鋼のごとくbcc金属ないし合金では辺り系の数が多いため、スリップトレースより一義的に辺り系を決定することが難しい。とくに試料の方位が対称性のよい低指数面の場合には1組のスリップトレースに対して複数個の辺り系が対応するため辺り面を決定できないことがある。また複雑な交叉辺りのため結晶学的に説明のつかないスリップトレースが生ずることもある。これらの場合には解析不能である。

## 4. 結 論

$V_4C_3$ 粒子を比較的均一に分散析出させた Fe-0.25% V-0.03%C合金を用い、スリップトレース法による薄膜の厚さ測定および析出物量の定量を試み、あわせてbcc鐵鋼試料に対してスリップトレース法を適用する場合の

問題点を検討した。おもな結果は以下のとおりである。

(1) 本研究で用いた試料は平均粒径約500Åの $V_4C_3$ 粒子が均一に分散析出するよう熱処理したものであるが2800個の粒子について測定した結果では平均粒径は100~2200Åの範囲にわたつてばらついていた。なおこれらの粒子の平均粒径の算術平均値は594Åであるが、度数分布図では $525 \pm 25\text{Å}$ の範囲の $V_4C_3$ 粒子の数がもつとも多かつた。

(2) スリップトレース法によつて54視野の膜厚を決定した結果では大部分のものが1500~3000Åの範囲にあつた。使用した電子顕微鏡の加速電圧(200kV)から考えるとこの結果は妥当である。しかし回折条件によつてはこの加速電圧でも約5000Åまで観察できることがわかつた。

(3) スリップトレース法で解析した54個の視野中の $V_4C_3$ 析出物の重量分率は0.086~0.479%の範囲でばらつくが、これは試料中の $V_4C_3$ 粒子の分布状態のばらつきを反映しているものと考えられる。全測定値の平均値は0.184%であり、これは電解分離法によつて定量した重量分率0.133%と比較すると約41%大きい値であるが、 $V_4C_3$ 粒子の形状をその厚みが半径に等しい円板状として補正すると両者はほとんど等しくなる。

(4) スリップトレース法は電解分離法と比較するとその解析過程において析出物粒子の形状、大きさ、粒子間距離などの因子が測定でき、また析出物と転位の相互作用の直接観察が可能であるという長所を有するが、欠点は電解分離法に比べてはるかに多くの労力を要すること、ならびに定量精度に影響する多くの要因が存在することである。とくに析出物の形状および試料の傾きが誤差をもたらしやすい。したがつてスリップトレース法の定量精度を高めるためには析出物の形状を正確に測定すること、および試料表面とのなす角度が比較的小さい辺り面だけを用いて解析することが必要である。

(5) bcc合金の場合には多数の辺り系の活動が可能であり、また交叉辺りも容易に起こるのでfcc合金に比べるとユニークな辺り面の決定が難しい。また実用鐵鋼材料においては析出物の大きさや分布状態は本研究で用いた試料よりもかなり複雑である。したがつてフェライト系鐵鋼材料におけるスリップトレース法の実用性についてはかなり難しい問題が含まれていると考えられる。

最後に、本研究は鐵鋼基礎共同研究会微量元素部会V分科会における共同研究の一環として行なつたものであり、部長今井勇之進東北大学名誉教授はじめ分科会に参加された諸氏の有益なる助言ならびに討論に対し感謝の意を表する。

文 献

- 1) M. F. ASHBY and R. EBELING: Trans. AIME, 236(1966), p. 1396
  - 2) W. E. STUMPF and C. M. SELLARS: Metallography, 1(1968), p. 25
  - 3) J. E. HILLIARD: Trans. AIME, 224(1962), p. 906
  - 4) P. B. HIRSCH, A. HOWIE, R. B. NICHOLSON, D. W. PASHLEY, and M. J. WHELAN: Electron Microscopy of Thin Crystals, (1965), p. 415 [Butterworth, London]
  - 5) B. VIGEHOME and J. LINBO: Trans. AIME, 245(1969), p. 883
  - 6) 神森, 田口, 鈴木, 小野: 金属学会誌, 32 (1968), p. 629
  - 7) H. J. GOLDSCHMIDT: JISI, 160(1948), p. 343
  - 8) 東京天文台編纂: 理科年表, (1972), 物18[丸善]
  - 9) 谷野, 西田: 金属学会誌, 29(1965), p. 794
  - 10) M. TANINO and T. NISHIDA: Trans. JIM, 9 (1968), p. 103

捕讀

#### 1. 試料の傾きによるスリップトレース像の回転

Fig. A1(a)において  $\overline{PQ}$  は試料が水平に存在する場合のスリップトレース(辺り面と試料表面の交線)の投影像であり、その上に原点OおよびOより長さ1だけ離れた点Aをきめる。いま  $\overline{OQ}$  と角度 $\phi$ をなす傾斜軸  $\overline{OR}$  のまわりに試料を反時計方向に角度 $\phi$ だけ傾斜したとすると線分  $\overline{OA}$  は半頂角 $\phi$ の円錐の側面に沿つて移動し  $\overline{OB'}$  の位置にくる(Fig. A1(b))。  $\overline{OB'}$  の投影像が  $\overline{OB}$  であり、AOBのなす角度 $\epsilon$ がスリップトレースの回転角になる。ここで  $\overline{AC} = \sin \phi$  であるからただちに  $\overline{BC} = \sin \phi \cos \phi$ ,  $\overline{AB} = \sin \phi (1 - \cos \phi)$ ,  $\overline{BB'} = \sin \phi \sin \phi$  などの関係が導かれる。いつぼう、

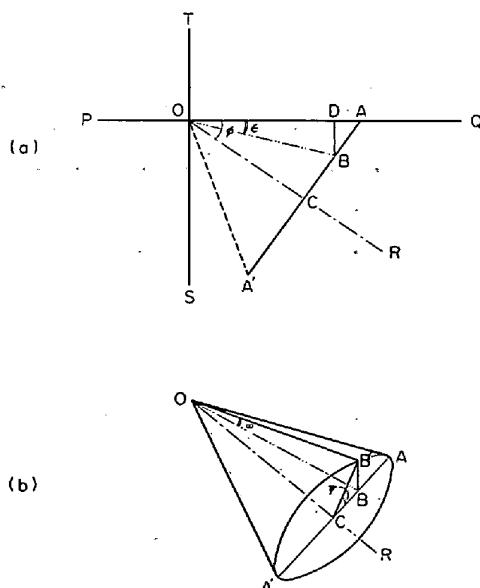


Fig. A1

$\overline{BOB'}$  のなす角度を  $\omega$  とすると  $\cos \omega = \frac{\overline{OB} \cdot \overline{OB'}}{\overline{OB} \cdot \overline{OB'}}$ ,  $\sin \omega = \frac{\overline{OB} \times \overline{OB'}}{\overline{OB} \cdot \overline{OB'}}$  となる. これらの関係から,

$$\cos \omega \cdot \cos \varepsilon + \sin^2 \phi (1 - \cos \psi) = 1 \dots \dots \dots \quad (20)$$

が得られる。したがつて、

$$\begin{aligned}\cos \varepsilon &= \frac{1 - \sin^2 \phi (1 - \cos \psi)}{\cos \omega} \\&= \frac{1 - \sin^2 \phi (1 - \cos \psi)}{(1 - \sin^2 \omega)^{1/2}} \\&= \frac{1 - \sin^2 \phi (1 - \cos \psi)}{(1 - \sin^2 \phi \sin^2 \psi)^{1/2}} \dots \dots \dots (21)\end{aligned}$$

六

$$\begin{aligned}\sin \epsilon &= (1 - \cos^2 \epsilon)^{1/2} \\ &= \frac{\sin \phi \cos \phi (1 - \cos \psi)}{(1 - \sin^2 \phi \sin^2 \psi)^{1/2}} \quad \dots \dots \dots (22)\end{aligned}$$

(21)および(22)式より

$$\tan \varepsilon = \frac{\sin \phi \cos \phi (1 - \cos \psi)}{1 - \sin^2 \phi (1 - \cos \psi)}$$

となり(9)式が導かれる.

## 2. 試料の傾きによるスリップトレース投影幅の変化

スリップトレースの投影幅の変化は、試料の傾きのうち、トレース投影像に直角な面内における傾斜の成分によつて決定される。いま Fig. A2 において  $\overline{PQ}$  を試料表面が水平に存在するときのスリップトレース投影像  $\overline{OR}$  を傾斜軸とし、そのまわりに反時計方向に試料を $\phi$ だけ傾斜すると前項で述べたごとく投影像は  $\overline{P'Q'}$  の位置にくる。この傾斜により  $O$  より立てた長さ 1 の垂線  $\overline{OA}$  の先端は  $B'$  の位置にくる。 $B'$  より  $S'T'$  面におろした垂線の足を  $C'$ ,  $B'$  および  $C'$  の水平面への投影点をそれぞれ  $B$  および  $C$  とすると、

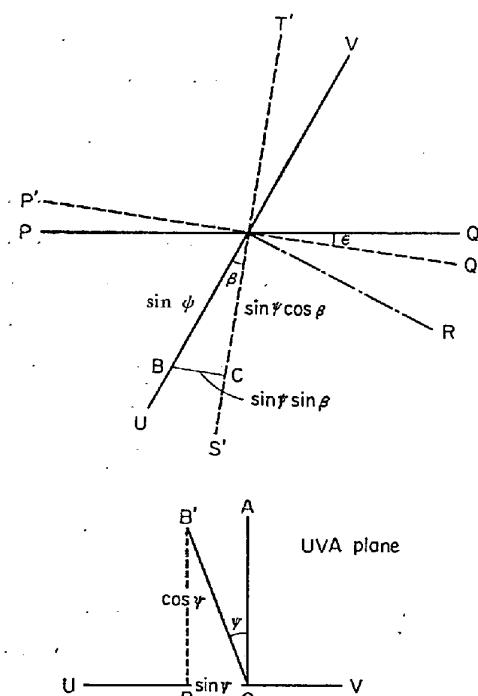


Fig. A2

$$\overline{OB} = \sin \phi \quad \dots \dots \dots \quad (23)$$

$$\overline{OC'} = (1 - \overline{B'C'^2})^{1/2} = (1 - \sin^2 \phi \sin^2 \beta)^{1/2} \dots (26)$$

となる。したがつて  $\overline{P'Q'}$  に垂直な面内における傾斜の成分を  $\alpha$  とすると、

$$\sin \alpha = \frac{\overline{OC}}{\overline{OC'}} = \frac{\sin \psi \cos \beta}{(1 - \sin^2 \psi \sin^2 \beta)^{1/2}} \quad \dots \dots \dots (27)$$

$$\cos \alpha = \frac{\overline{BB'}}{\overline{OC'}} = \frac{\cos \phi}{(1 - \sin^2 \phi \sin^2 \beta)^{1/2}} \quad \dots \dots (28)$$

となる。ここで  $\beta = \phi - \varepsilon$  であるからこれを(27), (28), (28)式に代入すると

$$\sin \alpha = \frac{\sin \phi \cos \phi}{(\cos^2 \phi + \sin^2 \phi \cos^4 \psi)^{1/2}} \dots \dots \dots (13)$$

$$\cos \alpha = \frac{\cos \psi (1 - \sin^2 \phi \sin^2 \psi)^{1/2}}{(\cos^2 \phi + \sin^2 \phi \cos^4 \psi)^{1/2}} \dots \dots \dots (14)$$

$$\tan \alpha = \tan \phi \frac{\cos \phi}{(1 - \sin^2 \phi \sin^2 \psi)^{1/2}} \quad \dots \dots \dots (30)$$

を得る.  $\psi = 0$  のときは当然のことながら  $\alpha = \psi$  である.