

球状セメンタイトの電子顕微鏡的研究

The Electron Microscopic Study on Structure of Spheroidal Cementite

菊田 光 男* 守 谷 光 正*

Mitsuo Kikuta

Mitsumasa Moriya

内 容 梗 概

高炭素鋼の球状セメンタイトについて電子顕微鏡を用いて微細組織を調べた結果、セメンタイト粒は粒界腐蝕溝を有し、光学顕微鏡で見える黒色円環はこの腐蝕溝を含むものであること、およびこの円環の幅は炭化物の大きさには関係なく、腐蝕溝および炭化物の傾斜部の大小により影響されることを明らかにした。また研磨法の差異は、電解研磨が機械的研磨の場合よりセメンタイト粒を立体的に現わし、かつ微粒をよく出現し、さらに炭化物表面部の微細組織を観察できるに對し、機械研磨の場合、セメンタイト粒は扁平で過大セメンタイトを出現する傾向がある。焼入組織中の球状セメンタイトは、粒界腐蝕が少く、焼鈍組織の場合と異なりセメンタイトは浮出しがたく、電解研磨法の差異はほとんど認められない。

〔I〕 緒 言

双物鋼の切味靱性およびそのほかの特長を十分発揮させるには焼入前に鋼中のセメンタイトを球状化させることが重要な予備処理となつている。この球状セメンタイトの顕微鏡的形態は従来より論議されたところであるが、当時は光学顕微鏡を使用したため球状セメンタイトそのものの微細構造を直接観測することは不可能でありその結論も推理的なものが大部分である。筆者らはさきに層状パーライトの電子顕微鏡組織と金相学的観点につき考察を加えた⁽¹⁾。

本文は高炭素鋼の粒状パーライトあるいは球状セメンタイトについて前報同様電子顕微鏡を用い研磨法による差異および球状化組織について検討したものである。

〔II〕 試料および実験方法

本実験に供した試料は高炭素鋼白紙1号である。その化学成分を第1表に示す。素材の球状化処理は変態点の上下を繰返加熱する方法すなわち680~780°Cに3回繰返焼鈍を行つた。

焼入焼戻組織は上記処理したものを780°Cより水焼入後200°Cに焼戻したものである。

研磨法は電解研磨⁽²⁾および従来のエメリーとバフによる機械研磨の2種とした。

〔III〕 実 験 結 果

(1) 焼鈍試料中の球状セメンタイト

第1図は球状化焼鈍試料の光学顕微鏡組織を示す。一

第1表 試料の化学成分

鋼 種	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu
白紙一號	1.42	0.13	0.32	0.014	0.002	Nil	0.07	0.04

* 日立金属工業株式会社安来工場

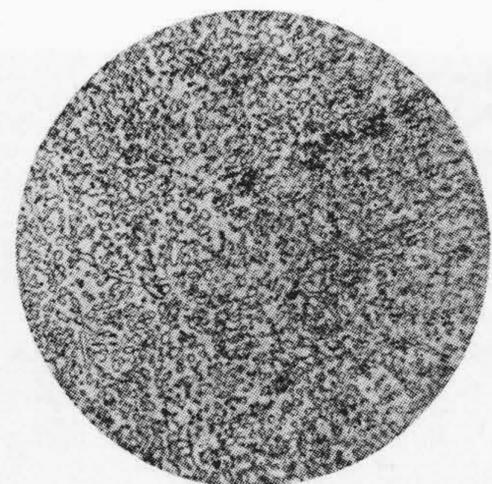
部になお球状化不完全のセメンタイトがみられるが、大部分は良好な球状セメンタイトである。球状セメンタイト組織でもバフ仕上げ、および腐蝕が不完全であると、実際より過大に現われることはすでに指摘したところであるが⁽³⁾、その傾向は初析セメンタイトあるいは網状セメンタイトの場合のように著しくはない。この球状セメンタイトの粒度と研磨法との関係の詳細については別に報告する。

第1図は通常機械的研磨を入念に行つた場合である。各炭化物はすべてその輪廓が黒く一様に縁どられているのが観察される。

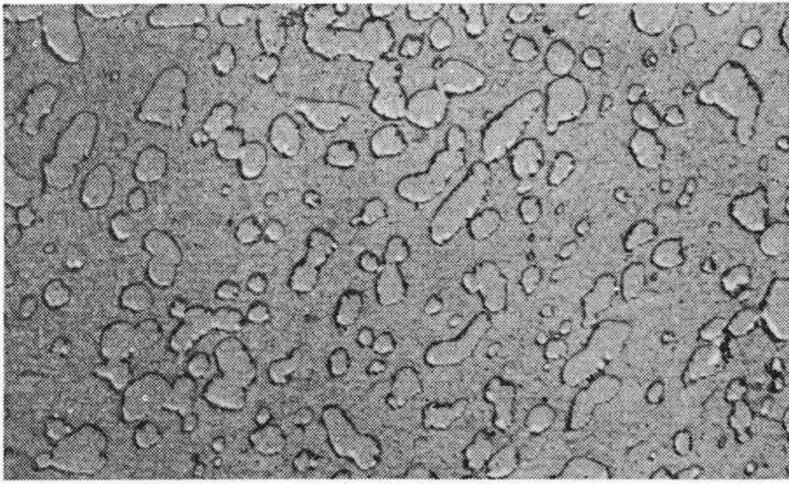
第2図はこれを電子顕微鏡で観察した場合で、球状化セメンタイトの形状がさらに明瞭である。すなわち特に小さい炭化物を除けば球状に近いものはほとんどなく、かつ炭化物の面は平滑である。

第3図は同じ試料を電解研磨した場合で、前図に比し平均してやや小さく、かつ球状に近づいている。さらにシャドウィングの状況からみて機械的研磨の場合よりも浮出していることがわかる。

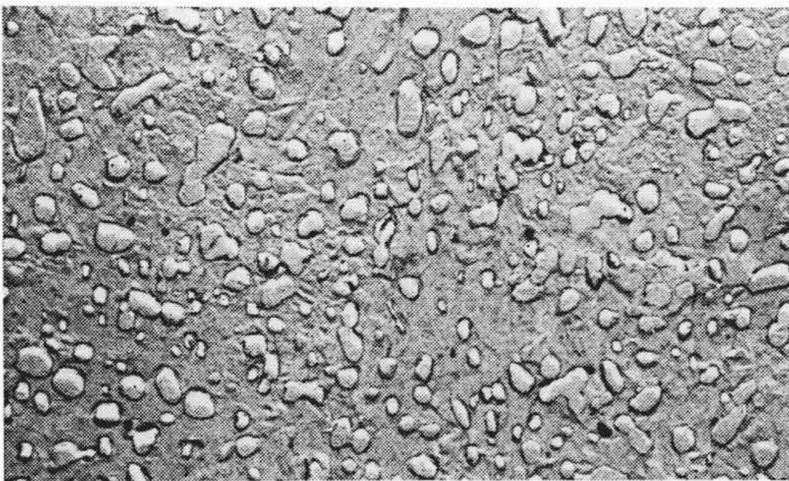
第4図、第5図はこれらをさらに拡大して撮影した場



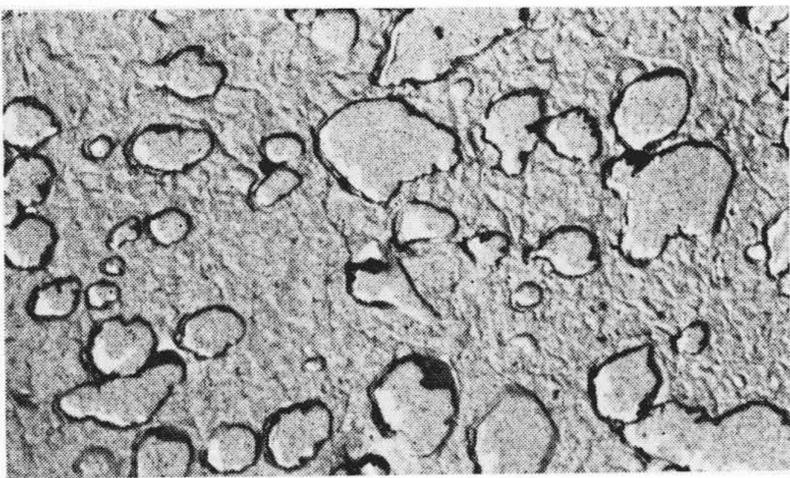
第1図 球状セメンタイトの光学顕微鏡組織 (680~780°C 3回繰返焼鈍せるものを機械研磨)×400



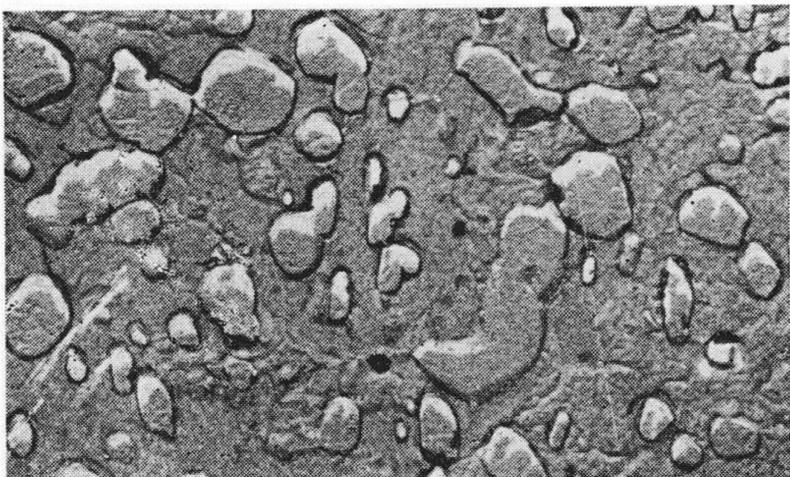
第2図 第1図のものを電子顕微鏡でみた場合
(3% Nital) $\times 2,000$



第3図 第2図と同じ試料を電解研磨した場合
(3% Nital) $\times 2,000$



第4図 機械的研磨した場合の球状化セメン
タイト $\times 4,000$



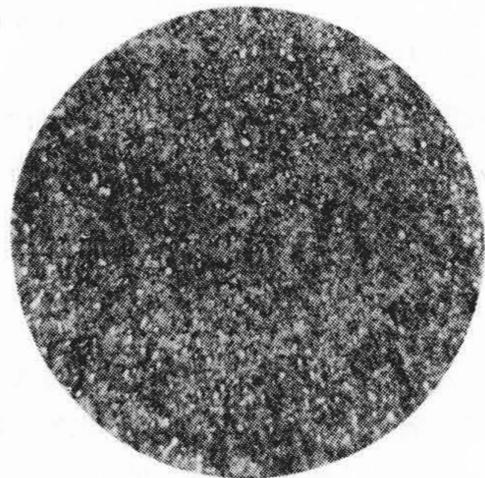
第5図 電解研磨した場合の球状化セメン
タイト $\times 4,000$

合で、各セメンタイトの形状がさらに微細に観察できる。両者を比較して電解研磨した場合の方が立体的で球に近く、またセメンタイト表面部の状況がより明らかである。両図において注目されるのはセメンタイトの周囲は光学顕微鏡組織にみられる単調な黒環でなく、大部分は二重あるいは溝らしいものを有している点であり、これについては後で検討を加えたい。

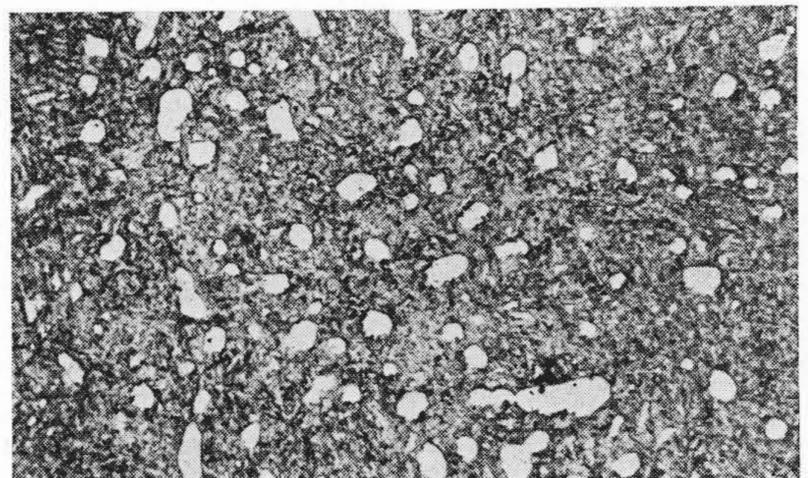
(2) 焼入焼戻組織中の球状セメンタイト

第6図は焼入焼戻試料の光学顕微鏡を示す。すなわち基地マルテンサイト中に球状セメンタイトが一様に分布している。この場合は従来の機械的研磨法によつたもので、前節の球状化焼鈍組織の場合より黒色円環は細いが基地マルテンサイトが着色されるので比較的明瞭である、これを電子顕微鏡でみると第7図のようになる。

第8図は同じ試料を電解研磨した場合で両者を比較するに、炭化物の粒度および形状ともに余り変りないが基地マルテンサイトは電解研磨の方が微細針状を呈している、現在のレプリカ法で針状マルテンサイトが Keying のため正確な組織を得難い点⁽⁴⁾を考慮しても、この場合は電解研磨の方が正確な組織に近いことを示していると考えられる。また両図より球状化焼鈍組織中のセメンタイトと異なり、基地よりあまり浮出していないことが明らかである。



第6図 焼入焼戻組織中の球状セメンタイト
(第1図のものを 780°C より水冷 200°C 焼
戻機械研磨) $\times 400$



第7図 第6図のものを電子顕微鏡でみた場合 $\times 2,000$

第2表 電子顕微鏡写真中のセメントタイト粒分布

熱処理	焼鈍組織中のセメントタイト		焼入焼戻組織中のセメントタイト	
	機械研磨	電解研磨	機械研磨	電解研磨
0.5 μ 以下	80	158	60	60
0.5~1.0 μ	60	100	47	65
1.0~1.5 μ	51	64	25	44
1.5 μ 以上	27	8	5	6
総計	218	330	137	175

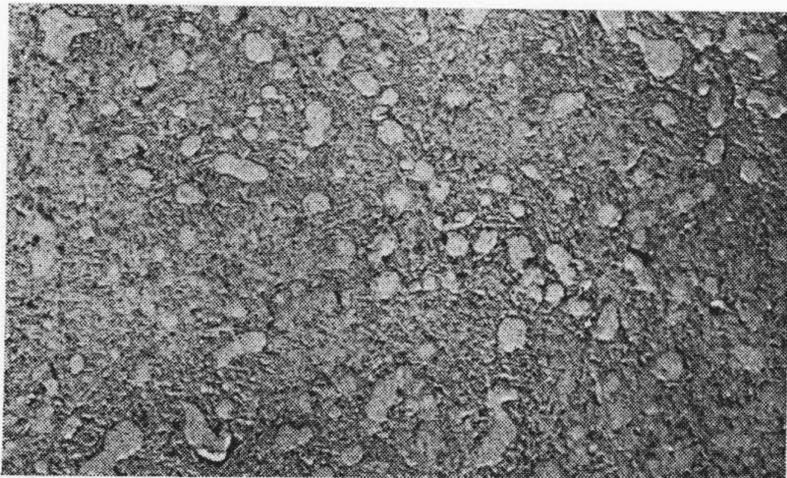
以上の実験結果から注目すべきは球状セメントタイトの大きさおよび分布である。いまこれらの電子顕微鏡写真第2, 3, 7, 8図よりセメントタイト粒の大きさと分布数を比較すると第2表のようになる。すなわち球状化焼鈍試料のセメントタイト粒はこれを焼入焼戻した場合より粒度に関係なく総数をはるかに多い。また電解研磨試料では機械研磨した場合より粒数が多く、特に焼鈍組織ではこの傾向が大きい。焼鈍球状セメントタイトは1.5 μ 以上のものが機械研磨試料で特に多く、電解研磨の方は0.5 μ 以下のものがよく出現することがわかる。

もちろんこれらの写真は試料のごく一部分であるから正確を期しがたいが、他の部分を撮つても大体に同様な結果を示すから、全般的な傾向と考えて差支えあるまい。

始めの球状化焼鈍時のセメントタイト粒が焼入加熱中オーステナイトに溶解込む率は小粒ほど大きく、また大粒もその一部が溶解するから、焼入組織中には0.5 μ 以下のものは少く、同時に1.5 μ 以上の大粒も少くなるのは当然である。本実験では780°Cに20分加熱後水冷したのであるが、加熱温度が更に上昇し、あるいは加熱時間が増加すれば当然焼入試料の球状セメントタイトは小さく、かつ少くなり針状マルテンサイトは大となるであろう。

〔IV〕 実験結果の検討

層状パーライトの顕微鏡組織については前報で述べたように多くの研究があるが、粒状パーライトあるいは球



第8図 第7図と同じ試料を電解研磨した場合
×2,000

状セメントタイトについてはあまりなく、本邦における近藤氏⁽⁵⁾⁽⁶⁾の研究が代表的なものと思われる。

同氏は粒状セメントタイト組織を有する試料の研磨面を腐蝕液に浸漬し、光源の方向を変えて試料面における反射光の強さ対、時間曲線を主として検討した結果、平均直径2 μ 、浮出高さ0.12 μ の粒状パーライトは、(1)研磨面(基底フェライト面)に平行な面を有し、(2)粒界腐蝕溝は認められず、(3)黒色円環はセメントタイト粒の傾斜部であり、(4)真珠光沢を有するのはセメントタイト粒研磨面と腐蝕により低下したフェライト面との両面からの反射光線の相互干渉により生じ、(5)この反射光線が干渉し合つて弱くなるときは全体に暗く撮れ、強くなるときは映像が不鮮明になり、(6)小なる炭化物が容易に現出するのは粒が凸状をなすためとし、(7)試料研磨の際生ずる表面異状部(変質層)は腐蝕速度に関係しないとしている。

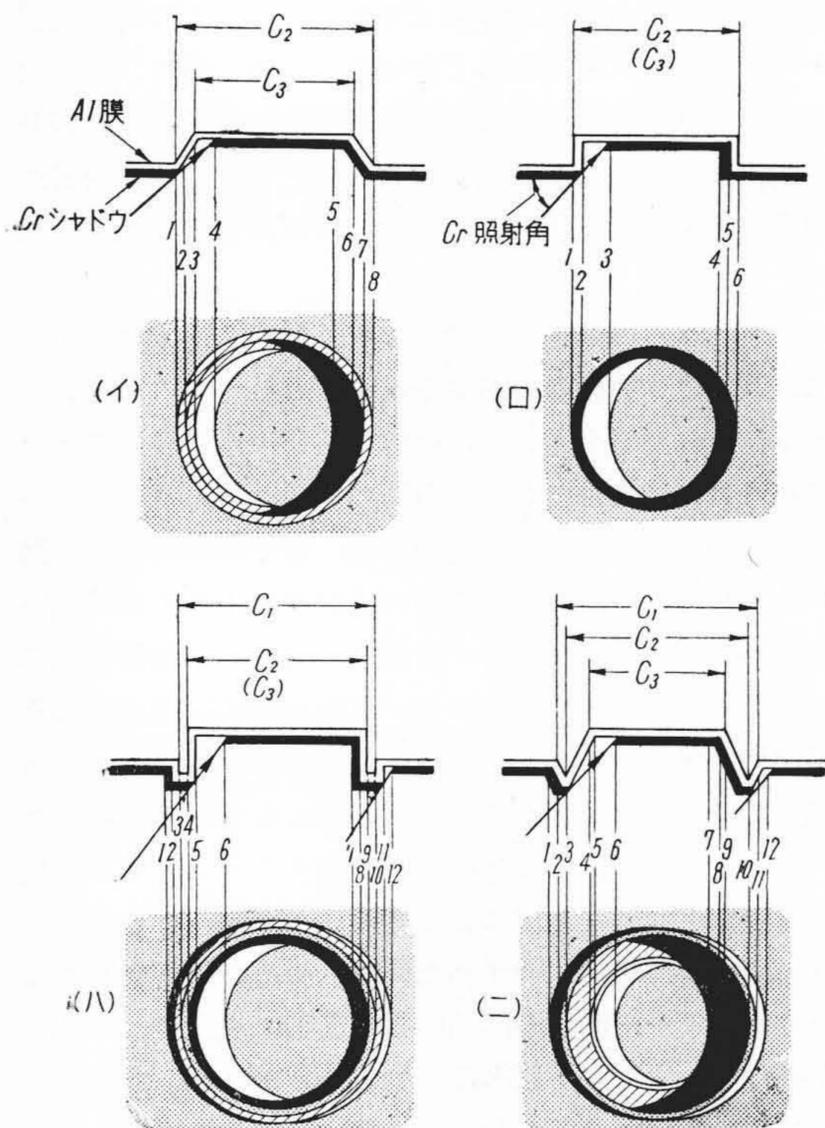
いまこれらの結論と筆者らの実験結果を比較検討するに、試料は本実験の方がやや炭素含有量多く、セメントタイト粒度はやや小さいが、硝酸アルコールを腐蝕剤としている点は同条件である。(1)の球状セメントタイトの平行部については機械的研磨の場合、電子顕微鏡写真(第4図)からはやはり平行部がセメントタイトの大部分を占めるが、電解研磨では必ずしもそうでない。電解研磨においては尖端効果でエッジ部が電気化学的に溶出される可能性も考慮する必要があるが、これよりもむしろ機械研磨でセメントタイト粒の表面が平面になるものと考えたい。筆者らの考えでは機械研磨で過大セメントタイトを生ずる現象と同様な理由によるものと予想しているが、これについては後報にゆずりたい。このほか電解研磨ではセメントタイト表面部の凹凸がよく微細に現出することも平行部を少なくする原因の一つと考えられる。

(2)の粒界腐蝕溝が認められないとする結論は、はなはだ疑問である。第9図(イ)(ロ)は粒界腐蝕がない場合を、第9図(ハ)(ニ)はこれがある場合のレプリカと電子顕微鏡陽画との関係を示したものである。実際の電子顕微鏡組織は研磨法のいかんを問わず、(ハ)(ニ)に属するものが大部分で(イ)(ロ)に属するものはめつたになく、(ハ)のレプリカ切断図中腐蝕溝部の点線はKeyingを考慮したものである。

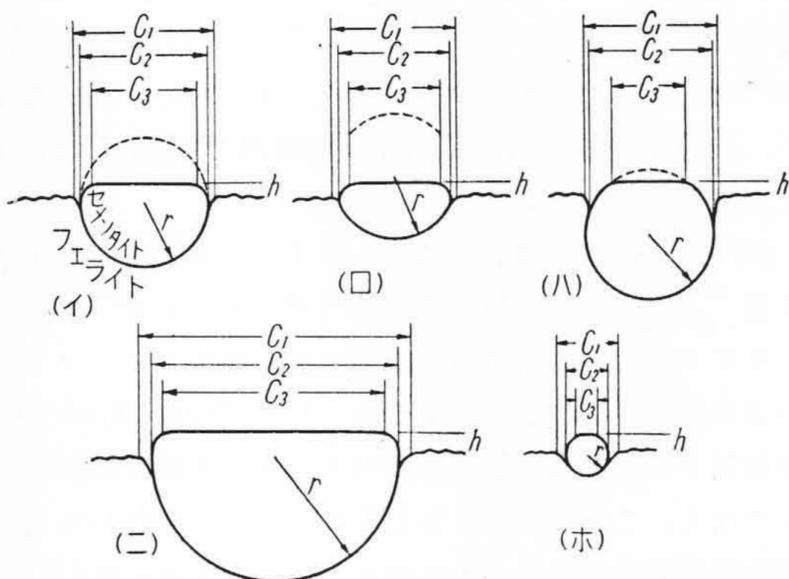
Edwards氏⁽⁷⁾はさきにパーライトにおける境界腐蝕を論じ、筆者らも前報⁽¹⁾において層状セメントタイトとフェライト間に境界腐蝕溝を認めたが、球状セメントタイトの場合も同様のことが云いうる。したがって(3)の光学顕微鏡下における黒色円環はセメントタイト粒の傾斜部のみでなく、この腐蝕溝を含むものである。すなわち光学顕微鏡組織中の球状セメントタイトは(ハ)あるいは(ニ)図のC₁を外周としC₃を内周とする黒色円環で示される。

電子顕微鏡組織では C_2 が実際の大きさである。第9図のレプリカは簡単のため直線模型で示したが、実際研磨および腐蝕したセメンタイト粒の断面は第10図のようになるであろう。

第10図(イ)(ロ)(ハ)は同一直径を有する球状セメンタイトの研磨程度による変化を(ニ)(ホ)は粒の大小による差異を示したものである。図中 C_1 は腐蝕溝を含む最大直径を、 C_2 は切断面におけるセメンタイト粒の真の直径を、また C_3 は平行面すなわち金属顕微鏡で白くみえる部分を示す。



第9図 各種球状セメンタイトのレプリカおよび電子顕微鏡陽画説明図 (メチルメタクリルアルミニウム法)



第10図 球状セメンタイトの顕微鏡組織説明図

(6)の結論、小なる炭化物が凸状をなすため容易に現出するというのもやはり粒界腐蝕を考える必要がある。ただし小なる粒ほど電気化学的に粒界腐蝕を受け易いということはいえない、光学顕微鏡における黒環、また電子顕微鏡組織における粒界腐蝕量はセメンタイト粒の大小にかかわらず同程度である。ただ相対的にセメンタイト粒の小なるものは大なるものより粒界腐蝕率が大きいといえよう(第10図(ニ)(ホ)参照)。

焼入マルテンサイトにおける球状セメンタイトもその程度は少ないが、やはり粒界腐蝕を受けているものと考えられる。しかしこの場合はセメンタイトとフェライトの場合と異なり、両者間に硬度差少く、また電気化学的に硝酸に対する貴卑の差も少いから当然セメンタイトは基底上に浮彫されがたく、かつ粒界腐蝕も少ないのである。

(7)の試料表面の変質層が腐蝕速度に関係なしとする結論も問題である。事実、流動非晶質層はごく薄く、その下の研磨歪層は加工により歪力を受けているから腐蝕され易いはずで、この点については筆者の一人のすでに報告したところである。ただこの歪層がごく少なければ腐蝕速度に差異は現われなないかも知れない。

(4)(5)の真珠光沢に関する反射光線の干渉説はすでに層状パーライトにおいて Sauveur 氏⁽⁸⁾も論じたところで、理論的にも正しいものと思われる。

セメンタイト粒が研磨あるいは腐蝕により脱落した場合に脱落孔があるものとすれば、第9図(イ)の陽画のシャドウ方向を逆にした組織が現われるはずであるが、実際にはほとんど認められない、これは脱落前は第10図(ロ)または(ホ)の状態に近く、脱落孔は浅く、また多くの場合は更に腐蝕溶解されるため光学的にあるいはレプリカのコントラスト少く認め難いものと思われる。

球状化焼鈍組織とこれを焼入れた場合の球状セメンタイトの大きさの関係は興味ある問題であるが、別に研究中であるからここでは触れない。

〔V〕 結 言

以上の実験結果を要約すれば次の通りである。

(1) セメンタイト粒は粒界腐蝕溝を有し金属顕微鏡下では実際の直径よりもやや大なる黒色円環状に観察される。この円環の幅はセメンタイト粒の大きさによらず、腐蝕溝および傾斜部の大小によるものである。

(2) 電解研磨は機械研磨の場合よりセメンタイト粒を立体的に現わし、かつ微粒セメンタイトおよびその微細構造をよく表現する。また機械研磨では過大セメンタイト粒を現出する傾向がある。

(3) 焼入マルテンサイト中の球状セメンタイトは粒界腐蝕が少なく、浮出しがたい。したがって光学顕微鏡下では黒色円環の幅も細いが基底マルテンサイトが着色す

るため比較的明らかである。電解研磨と機械的研磨による差異はほとんど認められない。

最後に本研究に対し御指導賜った日立金属工業株式会社小柴冶金研究所長に厚く御礼申上げる。

参 考 文 献

- (1) 菊田, 守谷: 日立評論 36 別冊 16号 金属特集号第2集 (1956)
- (2) 菊田, 塩谷: 日立評論 34 No. 8 (1956)
- (3) 菊田: 日本金属学会 昭和31年度春期大会講演概要 (1956)
- (4) A. L. Ellis: The Electron Microscope in Metallurgy AISI 24 (May. 1930)

訂 正

本誌 Vol. 39 No. 3 (昭和32年3月発行)掲載論文「潮発電所自動負荷周波数調整装置」の執筆者名中、大木 正氏は木本 正氏の誤りでありました。ここに謹んで訂正申し上げます。
—編集部—

- (5) 近藤: 日本金属学会誌 7 484 (1942-11)
- (6) " : " 11 10 (1946-7, 8,)
- (7) C. A. Edwards: The Physico-chemical Properties of Steel 59 (1916)
- (8) A. Sauveur: The Metallography and Heat Treatment of Iron and Steel 49 (1926)



新 案 の 紹 介



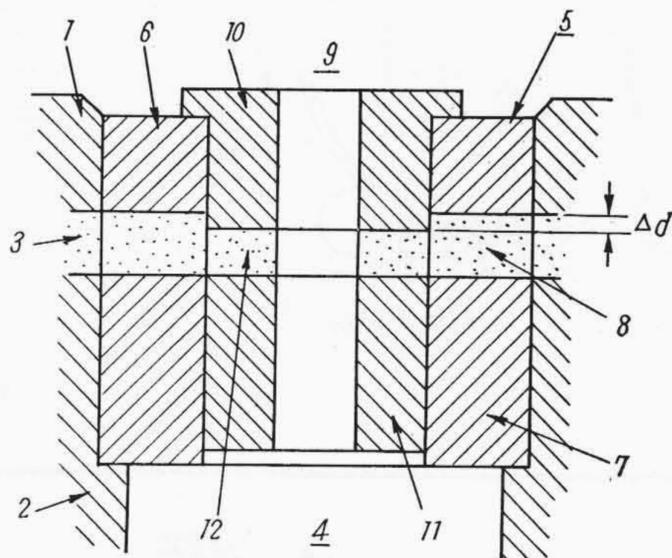
実用新案第 444934 号

藤 岡 健 夫

磁 気 レ ン ズ

本案は電子顕微鏡の磁気レンズに関するもので、1および2は中間に非磁性体3を有する磁極であつて、中央にレンズ孔4を有している。5は親レンズで、磁性体6, 7の間に非磁性体8が介在する。9は親レンズに嵌合する子レンズで、これも磁性体10, 11の間に非磁性体12が介在させてある。一般に磁気レンズの倍率はレンズ孔径にはほぼ逆比例する。したがつて親レンズのみを使用するときは低倍率であり、これに子レンズを嵌合して使用するときは高倍率となり、簡単に倍率が変えられる。

上記のごとく親子レンズを使用する場合には、親レンズに対して子レンズが浮上つてはならない。本案はこのため環状磁性体10の下端を、環状磁性体6の下端よりややわずか Δd だけ突出させ、環状磁性体10, 7間の距離を、6, 10間の距離より小さくして子レンズ9を子レンズ5内に吸込ませる磁力を与えたものであるから、不用意に子レンズが浮上ることなく、安定した複合磁気レン



ズが得られたものである。

(田中)

Vol. 39

日 立 評 論

No. 5

- ◎系統周波数制御と調速機の特性
- ◎セメント焼熱汽罐について
- ◎タービン翼の振動応力と減衰率
- ◎系統分離用同期外れ継電器
- ◎大型貨物エレベータ
- ◎高圧ガス循環ポンプおよび循環ポンプ用流体継手
- ◎HA-5自動式およびHC-5共電式電話機
- ◎マイクロ波可搬型テレビジョン中継装置

- ◎ゲルマニウム単結晶
- ◎合成ゴムの絶縁電線への応用 (第7報)
- ◎鉛被用 Pb-Sb-Cu 三元系合金の諸性質
- ◎高炭素工具鋼の熱処理に関する研究 (第3報)
- ◎シャープブレード用 Ni-Cr-Mo 鋼および Cr-Mo 鋼の熱処理による性質について
- ◎高C, 高Cr系ダイス鋼(CRD)における Mn の影響

発行所 日立評論社 東京都千代田区丸の内1丁目4番地 振替口座東京 71824 番
取次店 株式会社オーム社書店 東京都千代田区神田錦町3丁目1番地 振替口座東京 20018 番



実用新案 第451146号

田中春雄

チップラの停止装置

この装置は、チップラを自動的に確実に停止することができるようにしたもので、その構造上の特長および作用は次のとおりである。

構造

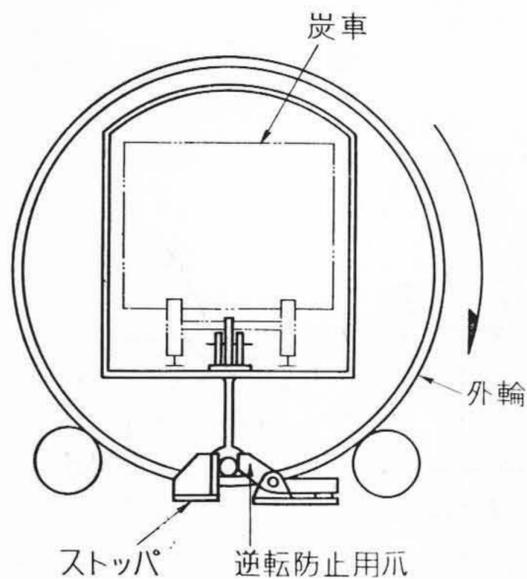
(1) 炭車の車軸により揺動されるフートレバーの動きを利用して引込ませるストップピンをチップラの外輪に支持させる。

(2) ストップピンをチップラの運転停止状態においてはさむストップおよび揺動可能な逆転防止用爪を設け、チップラの1回転終了付近でストップピンと接触してこれを押し出す案内面を形成したガイドを適宜位置に固定する。

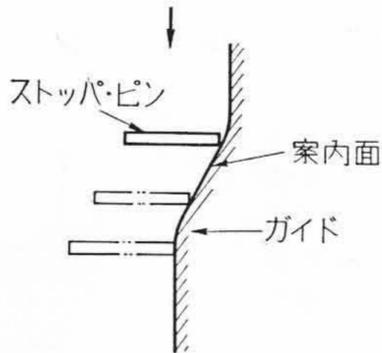
作用

炭車をチップラ内に押しこむと、炭車の軸によりフートレバーは時計方向(第2図について)に揺動させられる。それと同時に作動杆が時計方向に揺動し、操作ロッドの端部に当り、これを左方に移動させる。したがって、揺動杆は反時計方向に揺動し、ストップピンが外輪内に引込み、ストップから離脱する。そしてチップラは回転可能の状態になる。

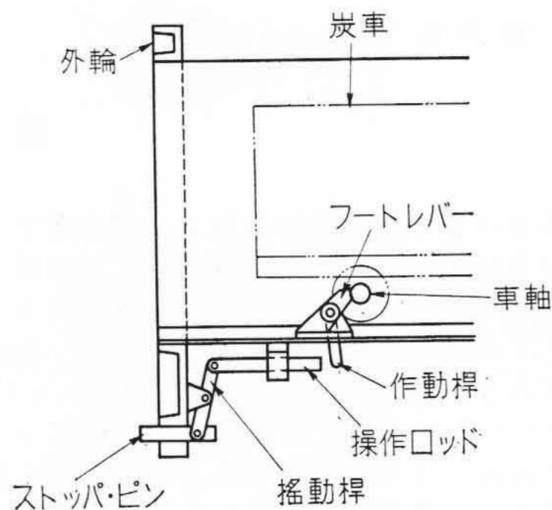
ついで、チップラを矢印方向に1回転させるのであるが、その1回転の終り近くになると、ガイドの案内面によりストップピンの右端が押され、ストップピンは左方向に移動し第2図の状態になる。したがって、ストップピンは逆転防止用爪に当つてこれを揺動させ、続いてストップに当つて停止する。(富田)



第1図



第2図



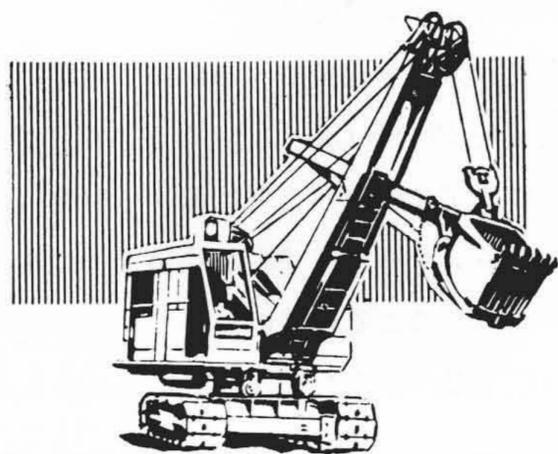
第3図

開発作業に

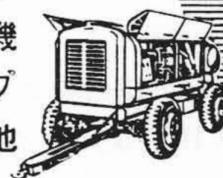
独自の機能を発揮する



日立の建設機械



万能掘削機
ケーブルクレーン
タワーエキスカベータ
バッチャープラント
圧縮機
ポンプ
その他



東京・大阪・名古屋・福岡・仙台・札幌

日立製作所