

高温顕微鏡による純鉄の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態ならびに 結晶粒界移動の観察

Studies on $\alpha \rightarrow \gamma$ Transformation of Iron and Migration of Grain-boundary by the Hot Stage Microscopy

根本 正* 小林 豊 治*
Tadashi Nemoto Toyoji Kobayashi

内 容 梗 概

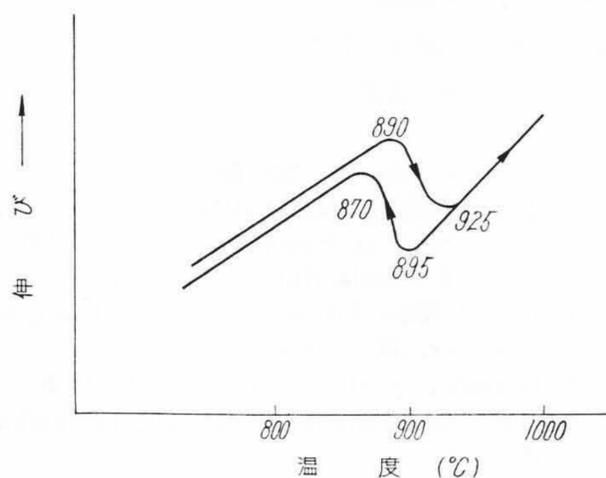
高温顕微鏡で純鉄の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態ならびに結晶粒の移動を観察し、35mm写真に撮影した。その結果 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態においては加熱温度が変態温度に達するとフェライト結晶粒を基盤としてオーステナイト結晶粒界が出現し始め、この粒界は加熱温度が上昇するとともに成長し、変態終了と同時に完全なオーステナイト結晶粒が形成される。また結晶粒界の移動についてみると、熱腐食によって出現した粒界は連続的な移行を示さず間欠的に移動するものであることおよび介在物が存在するとその部分で移動は停滞し、粒界は介在物を中心として凹形となるが、ある時間が過ぎるとその介在物をこえて移動することなどが知られた。

1. 緒 言

光学機器の進歩に伴い、ふたたび高温顕微鏡による組織の研究が活発に行われるようになり、すでに二、三の研究結果が発表されている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。周知のように高温顕微鏡は従来の金属顕微鏡のように室温で静的観察をなすものと異なり、金属の加熱および冷却過程における相変化、結晶粒の成長あるいは時効などの高温における組織変化を直接観察するための装置である。したがって本方法を熱処理の研究に応用することにより従来未解決であった諸問題の解明に寄与するところが大きい。著者らも

第1表 アームコ鉄の化学成分 (%)

T.C	Si	Mn	P	S
0.01	0.15	0.09	0.004	0.005



第1図 アームコ鉄の熱膨張曲線図

* 日立製作所日立研究所

まず純鉄について $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の様相および結晶粒界の移動について観察を行ったのでこれらの結果について報告する。

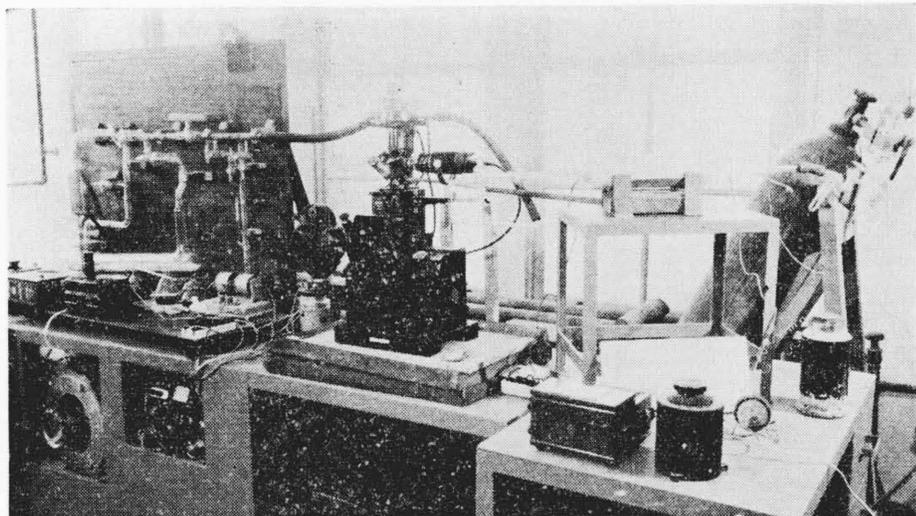
2. 試料および実験方法

2.1 試 料

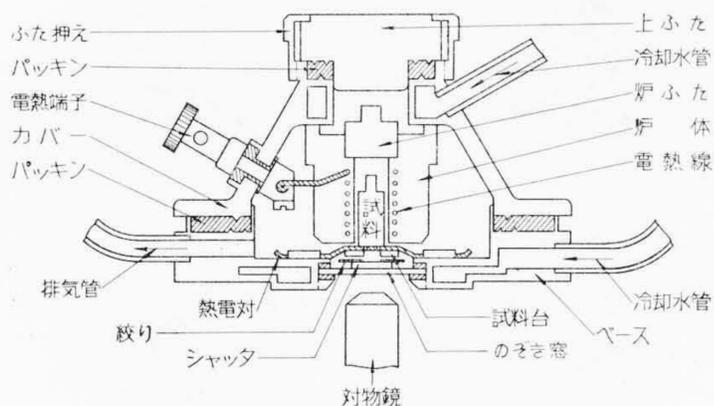
供試料としてはアームコ鉄を用いた。第1表はその化学分析値を示し、また第1図は熱膨脹曲線を示す。これによると本鋼の変態は890~925°Cであることが知られる。

2.2 実験装置

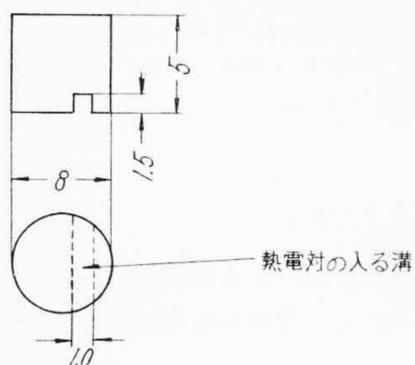
高温顕微鏡装置は試料を加熱する炉体部とこれを光学的に観察する顕微鏡とを組合わせたものであり、その炉体が主役となるものである。第2図は大形金属顕微鏡(UM形)に取付けられた高温金属顕微鏡の全容を示す。次にこの炉体について簡単に説明しよう。第3図は炉体の側面図で主要部分に名称を付記した。すなわち、炉体は水冷式のステンレス製カバーおよびベースからなり、試料は被検鏡面を下にしてベース上の三日月形石英製試料台に直立させ、円筒形電気炉により加熱される。またスライド式透明石英板(ぞくにシャッタと呼んでいる)を用い、のぞき窓ガラスへの金属の蒸着を防止する。このシャッタは検鏡時には開放し、観察または写真撮影を行う。またシャッタと石英製試料台との間にモリブデン板があるが、これも試料からシャッタへの蒸着を局限するために特に挿入されたものである。つぎに図からもわかるように排気管と導入管とがあって炉体内部を真空にもできるし、またガスを導入することもできる。したがって試料の冷却を早める場合には導入管から不活性ガスを導入して調節する。次に試料の温度は検鏡面の溝にはめ込まれたPt-Pt Rh熱電対により測温される。なお高



(真空セット炉体および顕微鏡UMよりなる)
第2図 高温顕微鏡装置の外観写真



第3図 炉体の構造図



第4図 試験片の形状ならびに寸法(mm)

高温顕微鏡においては炉内の試料を石英板をとおして検鏡する関係上対物鏡は長焦点のものが使用された。

2.3 試験片

第4図は試験片の形状ならびに寸法を示す。実験の初期には $8\phi \times 20$ mm の試片を用いたが、これは炉の容量が小さいために温度が局部的に上昇しやすいことが知られたので温度差を極力少なくするため特に短いものが用いられた。

2.4 実験方法

まず $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の観察には試料をバフ研摩してのち

1%硝酸アルコール溶液で腐食して結晶粒界を明りょうに現わしてから $300^\circ\text{C}/\text{h}$ の速度で $1,000^\circ\text{C}$ まで加熱しながら 100倍および 600倍に拡大して写真撮影を行った。次に結晶粒界移動の観察には試料を無腐食のまま加熱し、 500°C 以上においては炉内にアルゴンガスを導入して石英板への蒸着を防いだ。なおアルゴンガスは炉内の真空度が 10^{-5} mmHg に到達してから導入した。

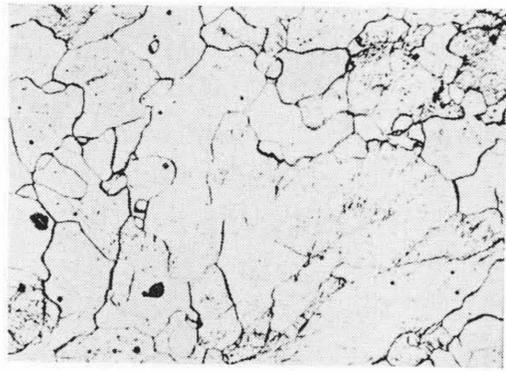
3. 実験結果とその検討

3.1 純鉄の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態

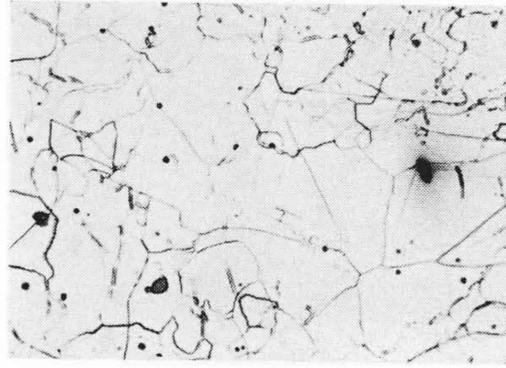
第5図と第6図は室温から $1,000^\circ\text{C}$ まで加熱途中の常温および 700°C 以上における 100倍および 600倍の組織を示したものである。これらの組織からわかるように漸次昇温して 700°C になると粒内にみられる無数の小さな黒い腐食生成物は蒸発によって消失するが、そのほか組織的にはなんら変化はみられない。ついで 880°C に達すると第6図 No. 3 に矢印で示すようにフェライトを基盤としてフェライトの結晶粒界に直角にオーステナイト結晶粒界の発生が認められ、さらに 900°C に達すると第5図 No. 3 のようなシャープな粒界によって漸次オーステナイト結晶粒が形成され、この状態は 930°C 付近(第6図 No. 4)まで続き 950°C になると急激に結晶粒が形成され、さらに $1,000^\circ\text{C}$ に達するとオーステナイト特有の双晶が出現するとともに、もとのフェライト結晶粒は淡く消えてそのきず跡を残す程度となる。このように高温顕微鏡を用いて直接観察すると熱膨脹曲線より求めた変態温度に比べ若干の温度差が認められるが、これは高温顕微鏡による場合、試料の表面を観察していることも一因をなしているものと考えられる。またオーステナイト結晶粒界はフェライト結晶粒界を基盤として出現するが、かならずしもフェライト粒界に沿って形成するものとは限らないことがわかる。

3.2 結晶粒界の移動

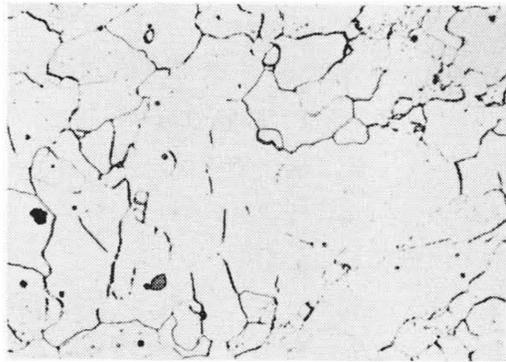
第7図および第8図は試料を無腐食のまま室温から $1,000^\circ\text{C}$ まで加熱し、同温度に 30分保持した場合の粒界移動の高温顕微鏡写真である。まず室温から加熱していくと 910°C 付近に達するとフェライト結晶粒界は消失しはじめ、一方コントラストのついたオーステナイト結晶粒が出現する。また一部には非金属介在物と連結した粒界がみられる。徐々に温度が上昇すると粒界のコントラストを増すものと逆に淡く消えるものとがみられる。一方介在物に連続している凹面の粒界はすでに移動を始めているが、もとの粒界のきず跡がわずかに現われている。このような現象は加熱温度の上昇するにともなって



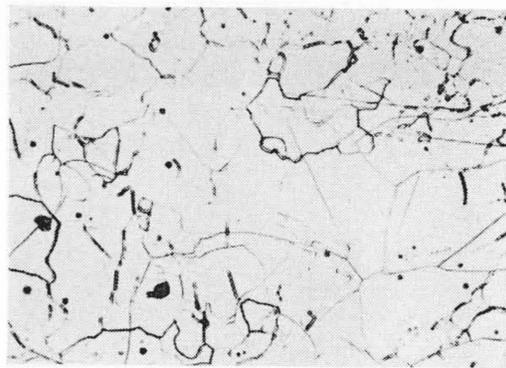
No.1 常温1% Nital で腐食したもの



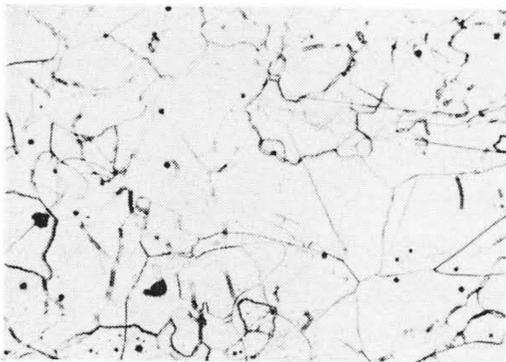
No.4 950°Cに加熱



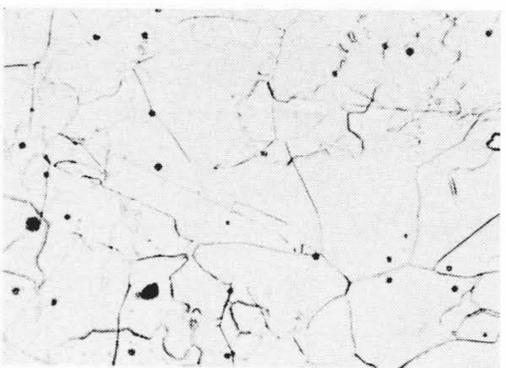
No.2 700°Cに加熱



No.5 980°Cに加熱



No.3 900°Cに加熱



No.6 1,000°Cに加熱

第5図 アームコ鉄の高温顕微鏡組織写真 (×100)

一層顕著に現われるが、介在物が存在するとそこで移動が一たん阻止されて停滞し、温度の上昇による粒界の合流をまってふたたび移動を開始する。このようにオーステナイト結晶粒が介在物をこえてどのように移動していくかという点が明りょうに知られる。なお第9図は介在物を中心とした結晶粒界移動の過程を図式的に示したものである。まず点線はもとの粒界を示し、実線は移動後の位置を示すものであるが、そのあいだに幾本かの点線が引かれているが、これはもとの結晶粒界で蒸発でくぼんだきず跡がまだ残留しているのである⁽⁴⁾⁻⁽⁷⁾。

以上の事実から粒界の移動は間欠的に行われるものと推定される。もしこの粒界が連続的に移動するものならば移動後に不連続的な粒界の残留は認められないであろう。

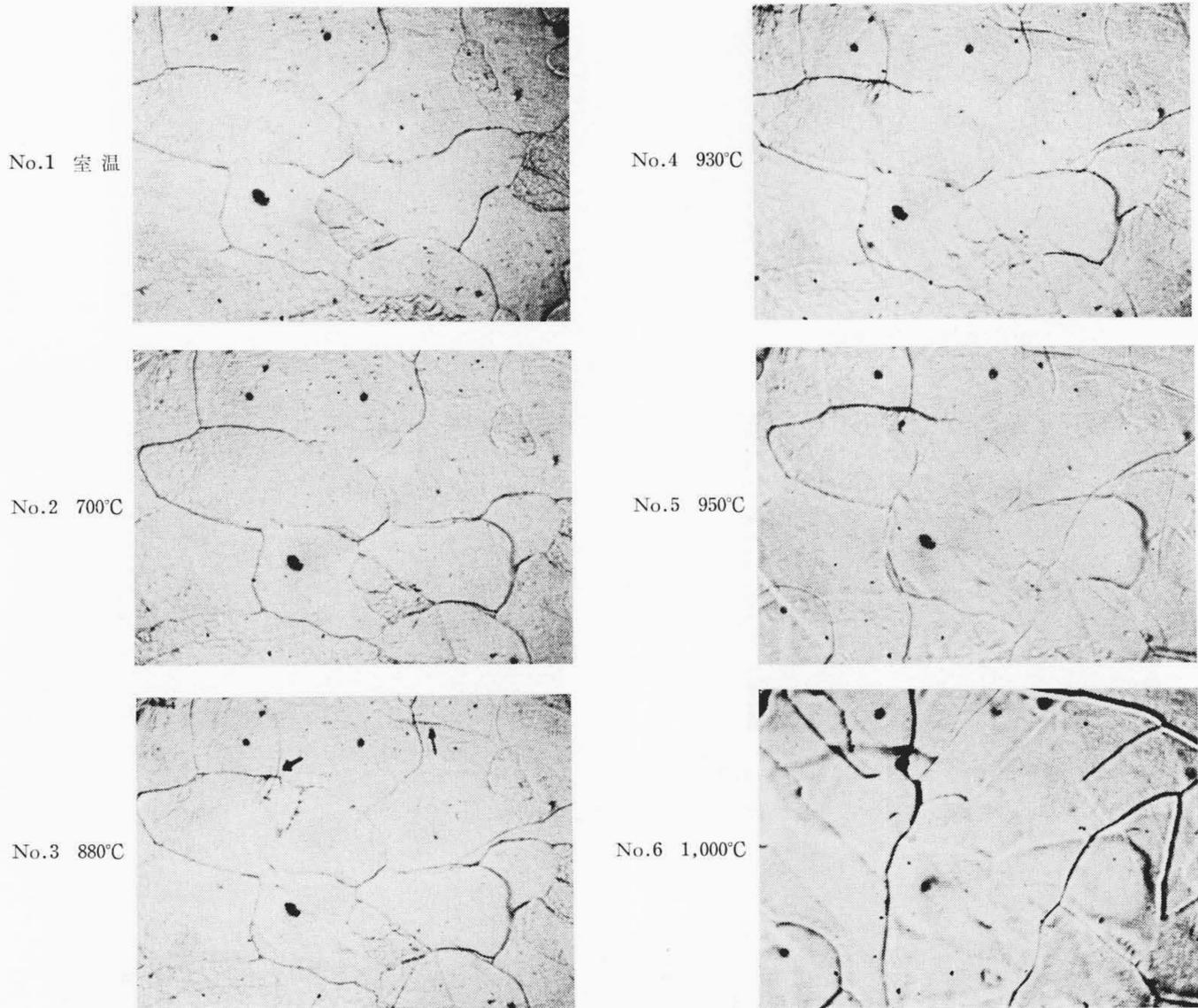
4. 結 言

以上の純鉄の変態ならびに結晶粒界移動の観察を要約

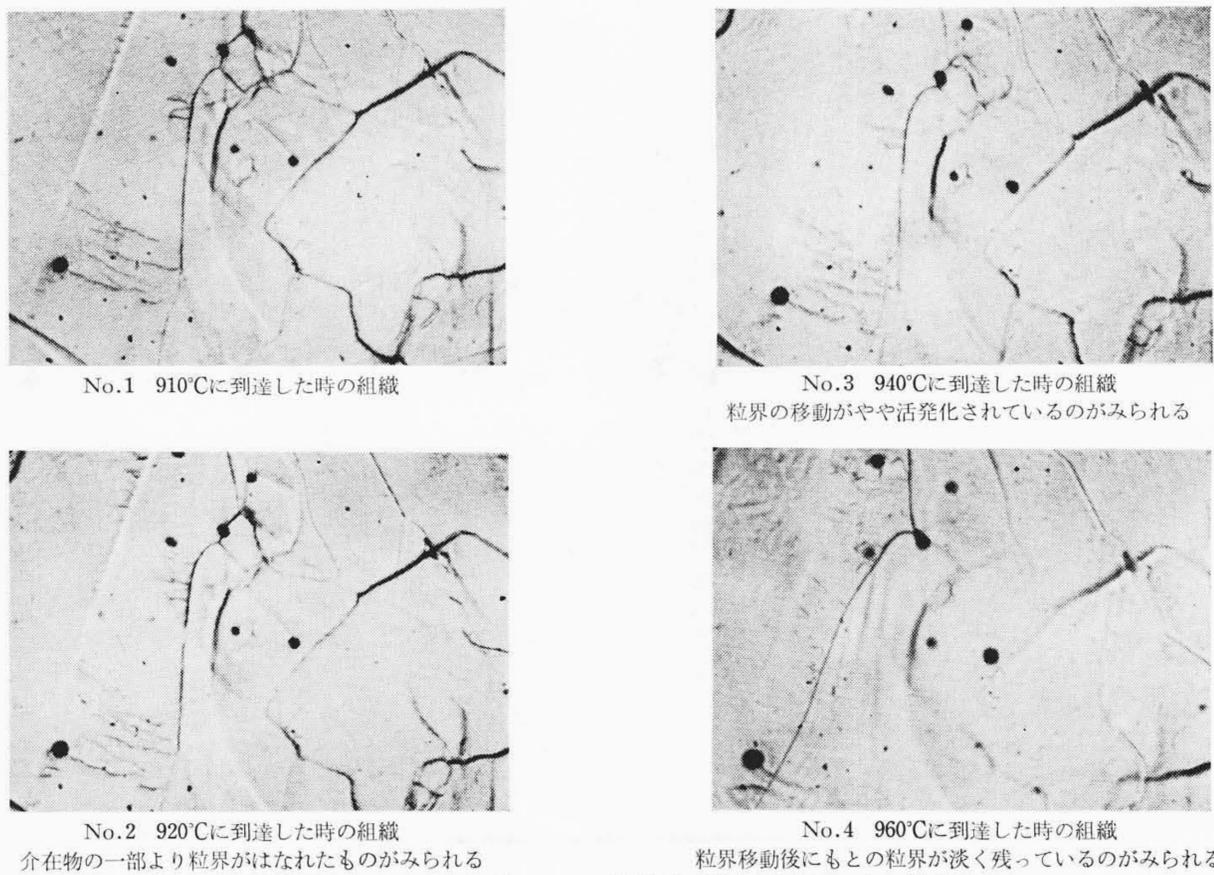
すると次のようである。

- (1) 高温顕微鏡による純鉄の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態は熱膨脹曲線から求めたその変態温度範囲とほぼ一致する。
- (2) $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態はフェライト粒界を基盤として発生するが、その発達はフェライト粒界と無関係に行われるようである。
- (3) 結晶粒界の移動は介在物によって著しく阻害される。
- (4) 粒界の移動は連続的に行われることなく常に間欠的に行われると推定される。

筆をおくにあたり本研究にご激励をいただいた村上武次郎先生、日立製作所日立研究所三浦所長ならびに終始ご指導賜わった小野部長に厚くお礼申しあげるとともに実験に協力をいただいた材料試験室の諸氏に謝意を表す。



第6図 アームコ鉄の高温顕微鏡組織写真 (×400)



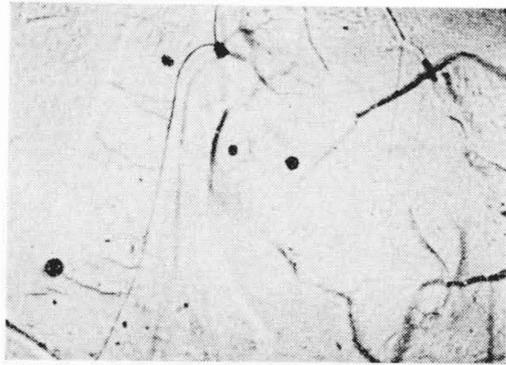
No.1 910°Cに到達した時の組織

No.3 940°Cに到達した時の組織
粒界の移動がやや活発化されているのがみられる

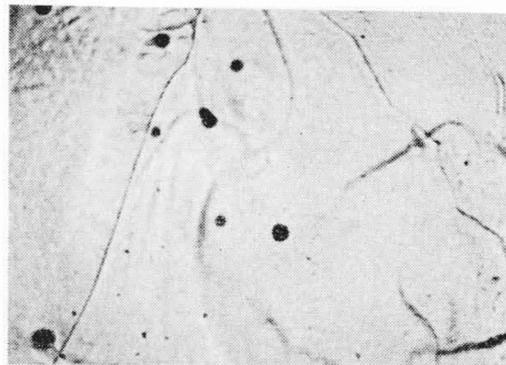
No.2 920°Cに到達した時の組織
介在物の一部より粒界がはなれたものがみられる

No.4 960°Cに到達した時の組織
粒界移動後にもとの粒界が淡く残っているのがみられる

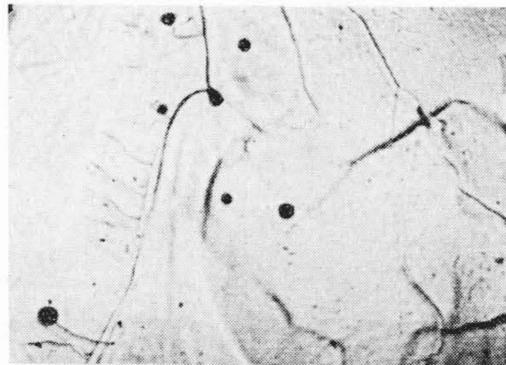
第7図 アームコ鉄による粒界移動観察写真 (×400)



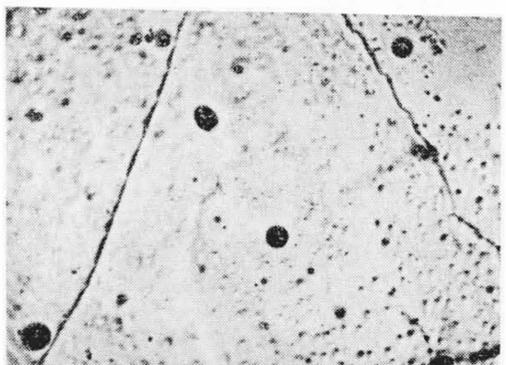
No.5 980°Cに到達した時の組織



No.7 1,000°Cに到達後10 min 保持した時の組織
介在物によって結ばれた粒界も介在物からはなれて直線的に移動している



No.6 1,000°Cに到達した時の組織
粒界移動とともにもとの粒界の痕跡の数が増しているのがみられる

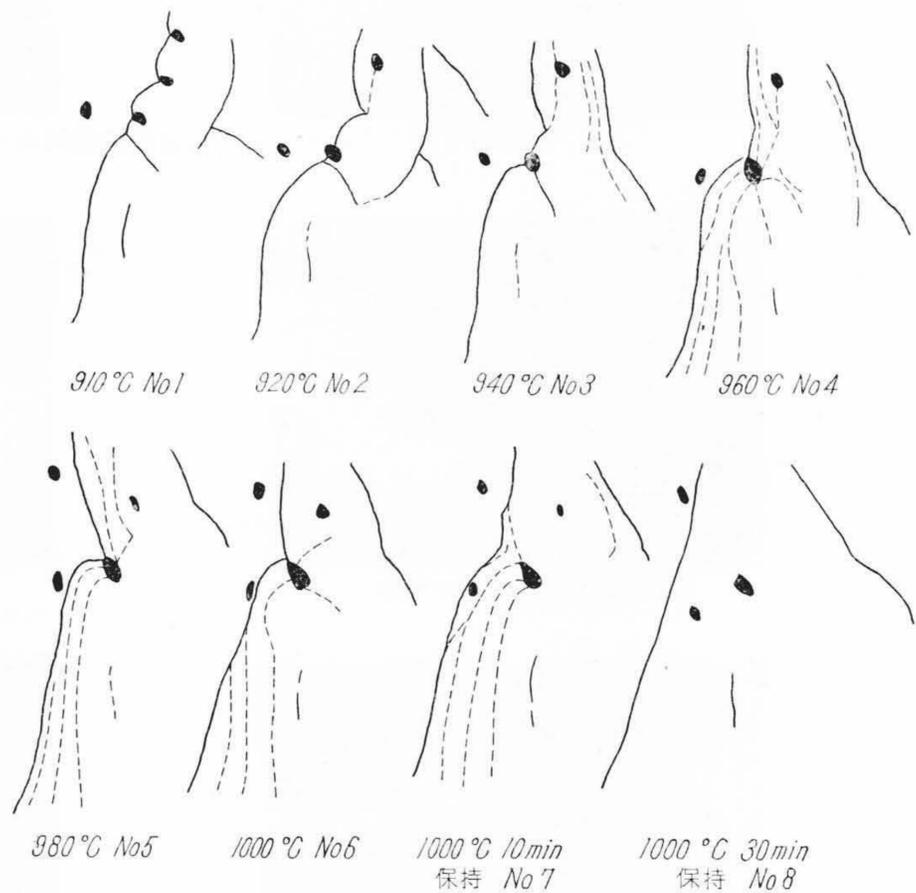


No.8 1,000°Cに到達後30min保持した時の組織
粒界の移動はほぼ完了したものとみられる

第8図 アームコ鉄による粒界移動観察写真 (×400)

参考文献

- (1) 芥川, 馬田: 金属 (1955-12月)
- (2) 芥川, 馬田: 鉄と鋼 43 (1957) 348
- (3) 津谷, 三橋: 日本金属学会誌 19 (1955) 612
- (4) 大原, 平野: 中研研報 (1954)
- (5) H. A. Saller R. F. Dicherson and R. J. Carlson; Metal Progress May (1955) 105
- (6) 日本金属学会編: 金属便覧(1954-11月)
- (7) 今井, 三橋, 津谷: 金属 (1955-12月)



第9図 粒界移動の見取図