HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	軸受鋼組織の電子顕微鏡による観察法
Author(s)	幸田, 成康; 江木, 弘三; 和田, 一明
Citation	北海道大學工學部研究報告, 11, 143-155
Issue Date	1954-12-10
Doc URL	http://hdl.handle.net/2115/40555
Type	bulletin (article)
File Information	11_143-156.pdf

Instructions for use

Hokkaido University Collection of Scholarly and Academic Papers : HUSCAP

軸受鋼組織の電子顕微鏡による観察法

北海道大学工学部冶金学教室
幸　田　成　康
江　木　弘　三
和　田　一　明

(September 30. 1954)

The Technique to Observe the Structure of Bearing Race Steel by the Electron Microscope

Shigeyasu KODA, Kozo EGI
and Kazuaki WADA

Abstract

The best technique to observe the fine structure of bearing race steel by the eletron microscope was investigated.

The conclusion is that the replica method suitable for this purpose is the collodion replica of first step and the best etching reagent is nital with a small quantity of Zephiran chloride.

And some applications to the tempered bearing race steel were carried out.

目　　次

I　緒言 …… 1
II　試料作成法 …… 3
III　腐蝕液 …… 4
IV　応用 …… 6
V　結論 …… 7
附記 …… 8

I 緒　　言

最近機械工業の発達より転り軸受部分の精度及び寿命の向上が強く要望せられるに至つた．その向上の基礎には先づ素材たる軸受鋼の組織を知る必要があるが，普通の光学顕微鏡では余りにも微細なため，分解能の関係から詳細を明らかにし得ない．写真 1，2 で見る如く，球状炭化物は一応分るが，その間の地の組織は分らない．依つて我々はこの部分に対し分解能の高い電子顕

微鏡による観察を試みようとした．ところが未だ軸受鋼の組織観察を電子顕微鏡によつて行つた報告に接していないため，先づ最適な試料作成法及び腐蝕法に関する研究を行う必要に迫られた．本報告はその結果である．

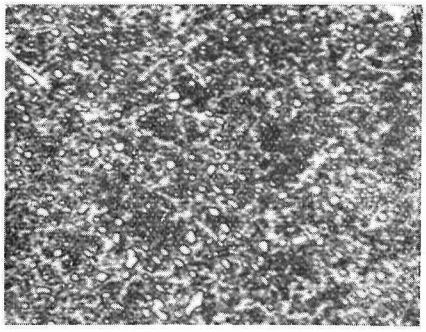


写真 1
810°C × 60 分油焼入，180°C × 2 時間焼戻
5%ピクリン酸アルコール腐蝕
光学顕鏡 × 600

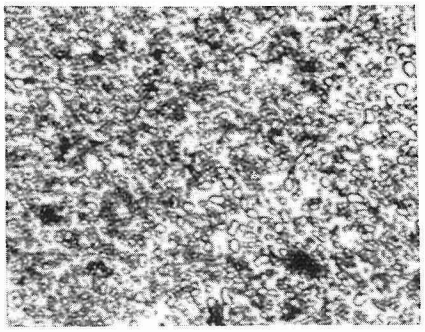


写真 2
840°C × 30 分から 220°C に焼入，220°C × 3分マルテンパリング油冷 180°C × 60 分焼戻5%硝酸アルコール腐蝕
光学顕微鏡 × 600

II 試料作成法

電子顕微鏡は透過型なので所謂レプリカ法により検鏡試片表面を転写した膜を作成して観察することになる．

レプリカ法としては

（1） 一段法

(a) コロヂオン法，(b) 酸化皮膜法，(c) フォルンバール法

（2） 二段法

(a) メチルメタクリル法，(b) ポリスチレン・シリカ法，(c) アルミニウム酸化アルミニウム法

等があるが，我々は時間，手数を考えてコロヂオン法を用いることにした．

コロヂオン法は次の順序による．

（1） 検鏡試片の研磨

（2） 検鏡試片の腐蝕

この腐蝕は多少浅目の方がよい．腐蝕液については後述する．

（3） 水 洗

ここまでは普通の光学顕微鏡と同じ．

（4） 乾 燥

先ずエチルアルコールで洗滌し，腐蝕液と水分を洗い落し，次にエチルエーテルで速やかに乾燥させる．これ等の処理を怠ると (7) 自然乾燥，(8) 温湯中で剝離の際試片表面上に銹を生ずるので念入りに行わねばならない．

(5)　コロヂオン塗布

コロヂオンを醋酸アミル中に 0.3％熔解したものを，試片表面上に一様な厚さになる様に迅速に塗布する．厚さが余り厚くなると電子顕微鏡写真のコントラストが悪くなるから，出来るだけ薄い方が良い．

(6)　エトセル裏打

コロヂオン膜の上に，トリクロールエチレン中に 1.5～3.0％エトセルを溶解したものを更に塗布する．これは前のコロヂオン膜のみでは薄過ぎて剝離が困難なので補強するためである．

(7)　自然乾燥

デシケーター中で行う．

(8)　温湯中で剝離

温湯の温度は約 40～50°C，試片の膜面にナイフで傷をつけ，傷のところからピンセットの尖端のようなもので静かに起して剝離する．

(9)　裏返して乾燥

裏返しをするのは，裏面の方即ち試片表面上の凹凸と逆の凹凸を有する面に次のシヤドウを行うためである．この際膜の裏表の区別は目で見たのでは分らないから剝す時充分注意して間違えないようにする．

(10)　シヤドウ

シヤドウは，写真にコントラストをつけ，又立体観を持たせるために行うものである．シヤドウ用の物質としては，クロム，パラヂウム，白金，ウラニウム等重金属が使用されるが，費用の関係上クロムを使用した．又シヤドウの角度はレプリカ面に対し 45° (1：1) と 27° (2：1) が普通用いられるが，組織の粗さを考えて 45° を採用した．

(11)　トリクロールエチレン中でエトセルを溶解

クロムシヤドウを行つた膜を 1～2 mm 四角の小片に切り，トリクロールエチレン中に入れてエトセルを溶解する．(2～4 日間) エトセルの溶液が不充分であると網目状の模様が残る．(写真 10)

(12)　トレーガー上に掬い上げる

トレーガー上に膜が重なり合わない様に注意してその中央に乗せる．

(13)　電子顕微鏡による検鏡

この膜を検鏡する．

III 腐 蝕 液

鉄鋼材料の腐蝕液としては，ピクリン酸アルコール，硝酸アルコール，最近に於ては硝酸アルコールに1～5％のゼエフイラン・クロライド（Zephiran chloride）を加えたもの[1]等が考えられるのでこの3種について試してみた．写真3は，焼入後 180°C に1時間焼戻したものに対して5％ピクリン酸アルコールを用いたもので，球状炭化物間にマルテンサイトらしい組織が認められるがその形は明確でなく又存在する筈の残留オーステナイトもはっきり分らない．

写真4は，焼入マルテンパー後 180°C に1時間焼戻したものを，5％ピクリン酸アルコールで腐蝕したものであるが，矢張りマルテンサイトらしい組織は分るが余り明瞭でない．

写真5は，焼入マルテンパー後 180°C に1時間焼戻したものを，5％硝酸アルコールで腐蝕した場合で，マルテンサイト組織であることははっきり分るが，残留オーステナイトは判然としない．

写真6は，焼入後 180°C に1時間焼戻したものを，5％硝酸アルコールにヂェフィラン・クロライドを添加した液* で腐蝕したものであるが，これだと球状炭化物の間のマルテンサイトと残留オーステナイトが判然と区別出来る．

写真6のような判然とした写真は，ピクリン酸アルコール及び硝酸アルコールを使用する限りは色々やってみても得られなかった事実からみて結局硝酸アルコールにヂェフィラン・クロライドを少量添加した腐蝕液が軸受鋼の組織検知には最良と結論したい．

なおヂェフィラン・クロライドの作用であるが，正確なことは分らないが量が増すと腐蝕時間が長くなるので結局全体の腐蝕の進行を妨げる作用を有するのであろう．そのため過度の腐蝕になるのを防ぎ，徐々に腐蝕を進行させるので，マルテンサイトと残留オーステナイトを明らかに判別させる様になるものと思う**．

IV 応　　用

未だ充分に多くの各種熱処理に対する電子顕微鏡写真を撮っていないが，上記の試料作成法及び腐蝕法で行った例を若干示したい．

試料はすべて焼入温度 845°C，加熱時間 15 分，保持時間 15 分，油焼入（油温 60～80°C）後色々の温度に焼戻したものである．

写真7は焼入のまま，非常に微細なマルテンサイトと残留オーステナイトらしいものが見られ

---

* 使用直前に調合する．

** ヂェフィラン・クロライドは光学顕微鏡の場合にも効果的である．

るが，所謂 α マルテンサイトなのでそれらの区別は充分でない．

写真8は，100°C，15 時間焼戻した試料であるが，この程度の焼戻では前の焼入のままのものと殆ど差異を認め難い．

写真9は，前に挙げた写真6と同じで 180°C，1時間焼戻したもの．この場合にはマルテンサイトは所謂 β マルテンサイト（初期のテンパード・マルテンサイト）に変化し，最も残留オーステナイトとの区別がつき易い．写真に示した部分は残留オーステナイトが非常に多く散在している．

写真 10 は，250°C，1時間焼戻した試料，地のテンパード・マルテンサイトは更に焼戻が進み，針状が目立たなくなると共に小さい炭化物が析出しはじめている．

写真 11 は，300°C，1時間焼戻した試料．析出した炭化物が段々成長し前より大きくなっている．

写真 12 は，350°C，1時間焼戻したもの．析出した炭化物が成長して大きくなっている．

V 結　　論

(1) レプリカを作るには，時間的にも手数的にも一段レプリカ法のコロヂオン法が適当である．

(2) 腐蝕液としては，硝酸アルコールにヂェフィラン・クロライドの少量を加えたものが適当である．ヂェフィラン・クロライドの量が多過ぎると腐蝕時間が長くなるので，ほんの少量で充分である．

(3) 応用として焼戻温度を変えた試料で実験したところ，所謂 α マルテンサイトが所謂 β マルテンサイトに変化する 180°C 位で一番マルテンサイトと残留オーステナイトの差が明らかに判別出来る．なお焼戻温度が更に高くなるにつれて炭化物が新たに析出し温度と共に大きくなって行く様子が明瞭に観察出来る．

試料の軸受鋼は株式会社日本製鋼所及び日本精工株式会社より御提供を賜ったもので，茲に感謝の意を表したい．

附　　記

(1) 試料とした軸受鋼の性能と組成

種　　別　　軸受鋼第2種

標準組成　　C 1.0, Cr 1.4

形　　状　　外径 80ϕ，内径 60ϕ，厚 20 の中空リング

性　能　次表

試料番号	熱　処　理*	硬度 Rc	圧潰値 kg	本文中の該当写真
A-3	810°C×60 min, OQ, 180°×2 hrs T	62.8	3,560	3
A-4	850°C × 5 min, 加熱 220°× 4 min MT, AC, 180°× 1 hr T	63.1	4,350	4
C-5	840°×30 min, 加熱 220°×3 min MT, OC, 180°×1 hr T	63.8	4,050	5
B-3	845° 加熱 15 min, 保持 15 min, OQ (油温 80°)	65.3	3,125	7
B-7	同上, OQ (油温 66°) 100°×15 hrs T	65.4	2,840	8
B-9	同上. OQ (油温 61°) 180°×1 hr T	62.8	3,780	6,9
B-16	同上, OQ (湯温 61°) 250°×1 hr T	60.0	3,860	10
B-19	同上, OQ (湯温 63.5°) 300°×1 hr T	60.1	3,970	11
B-22	同上, OQ (湯温 60°) 350°×1 hr T	57.0	4,520	12

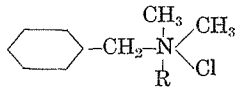
* OQ 油焼入, MT マルテンパリング, AC 空冷, OC 油冷, T 焼戻, なお本試料に対し必ずしも最高の性能を出す熱処理ではない.

化学組成

	C	Cr	Si	Mn	P	S	Cu	Ni
A	1.00	1.37	0.44	0.54	0.022	0.011	—	—
C	1.03	1.27	0.26	0.44	0.018	0.008	—	0.20
B	1.05	1.59	0.25	0.40	0.013	0.010	0.18	0.10

(2) ヂェフィラン・クロライド (Zephiran Chloride)

a. 化学式



式中 R は C_8H_{17}～C_8H_{37} の高分子アルキル基を示す.

普通 50％水溶液で市販される. 商品名ロカールとも呼び, 米国特許の衛生殺菌剤である.

b. 米国 ASTM の鉄鋼の電子顕微鏡小委員会の報告[1]によれば,

「腐蝕剤配合

2％硝酸アルコール　50 cc

濃ヂェフィラン・クロライド5～6滴

得点　焼入のまま又は僅かにテンパーした組織に最適

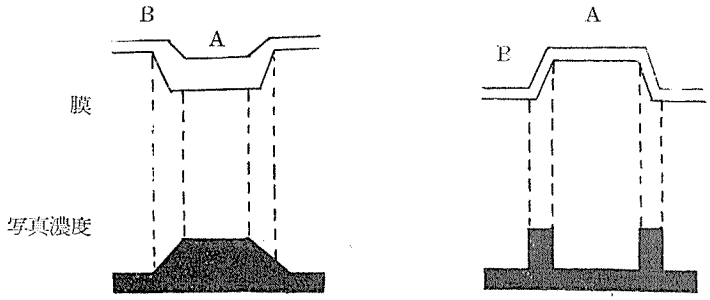
欠点　作用激しく加減が困難, パーライト及びベーナイト組織を過度に腐蝕する。」

と記されている.

(3) 鉄鋼組織検知に対する一段レプリカと二段レプリカ法の比較.

1. 一段法の方が光学顕微鏡に近い組織写真が得られる. 従って組織の理解が容易である. 但し光学顕微鏡の時と黒白が反対になることがあるから (例えばパーライト中のセメンタイトの如き), 注意を要する.

分り易い写真が得られる理由は, 腐蝕によつて出来た試片表面の凹凸が一段法では下図 (a) の如く転写されるから A 部と B 部に濃淡の差を生ずるが, 二段法で (b) の如くこの差がつかない. そのため場合によっては相の判別に苦しむことがある



(a) 1段法　　(b) 2段法

2. 1段法の方が同様の理由からコントラストの強い写真が得られる. 特にシャドウをすると更に鮮明になる.

3. 試片細部の解像度については2段法の方が優れている.

最後に両者の方法で撮った写真の実例をかす. (写真 13, 14)

参 照 文 献

1) "Electron Microstructure of Steel", First Progress Report Subcommittee XI on Electron Microstructure of Steel, A. S. T. M. Committee E-4 on Metallography (1950)

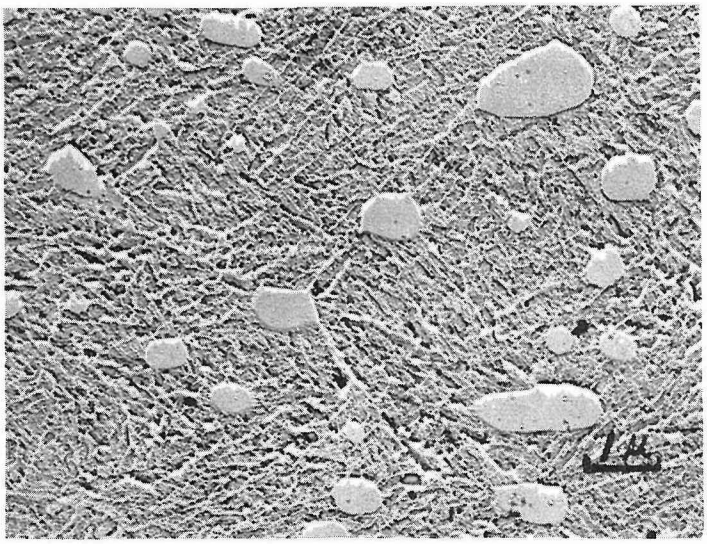


写真 3

810°C × 60 分，油焼入，180°C × 2 時間焼戻 5 % ピクリン酸アルコール腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000

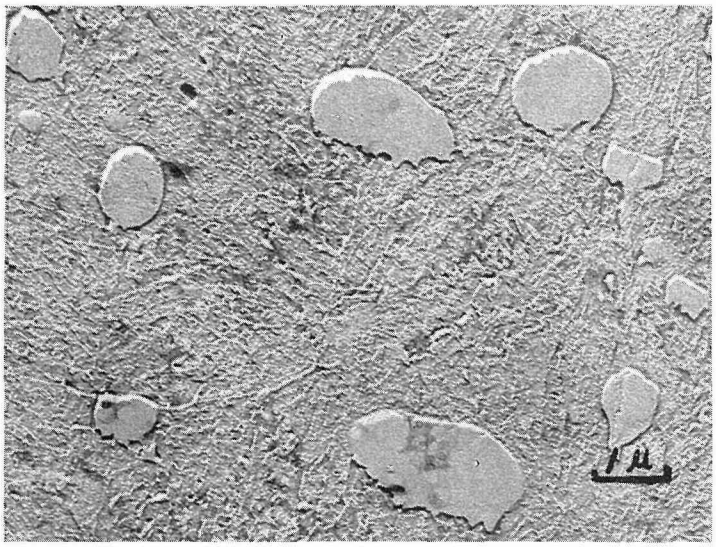


写真 4

850°C × 5 分から 220°C に焼入，220°C × 4 分マルテンパリング空冷 180°C × 60 分焼戻，5 %ピクリン酸アルコール腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000

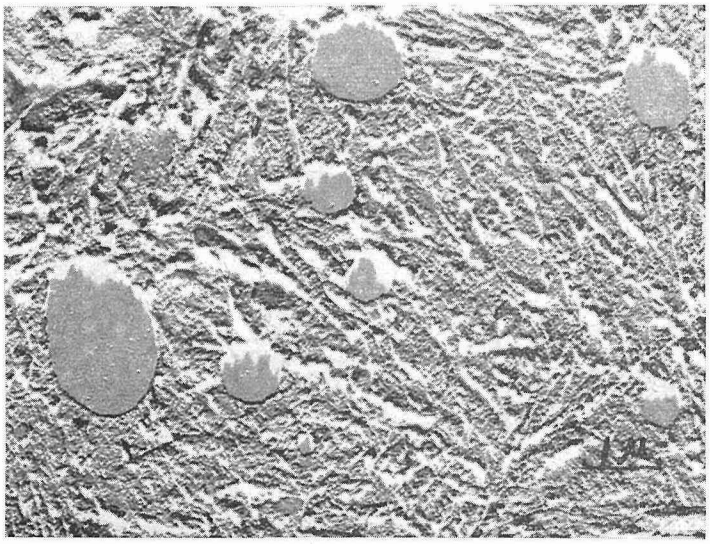


写真 5

840°C × 30 分から 220°C に焼入，220°C × 30 分マルテンパーリング油冷 180°C × 60 分焼戻，5 % 硝酸アルコール腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000

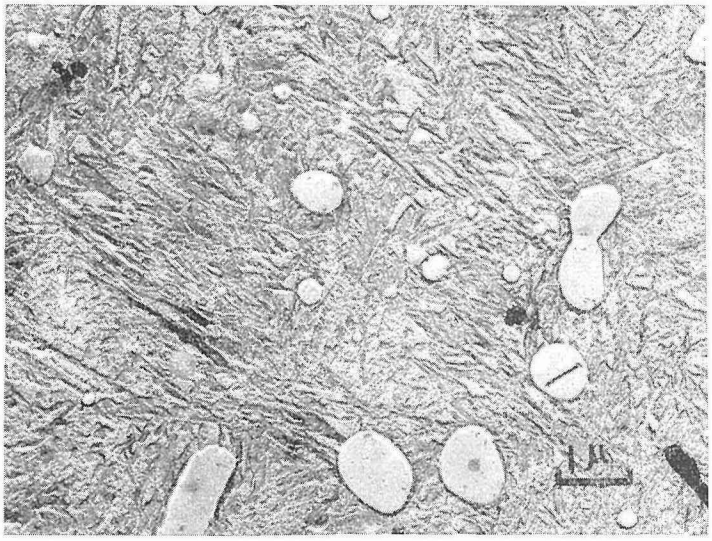


写真 6

845°C × 15 分油焼入（油温 61°C）180°C × 1 時間焼戻 5 % 硝酸アルコール＋ヂェフィランクロライド腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000

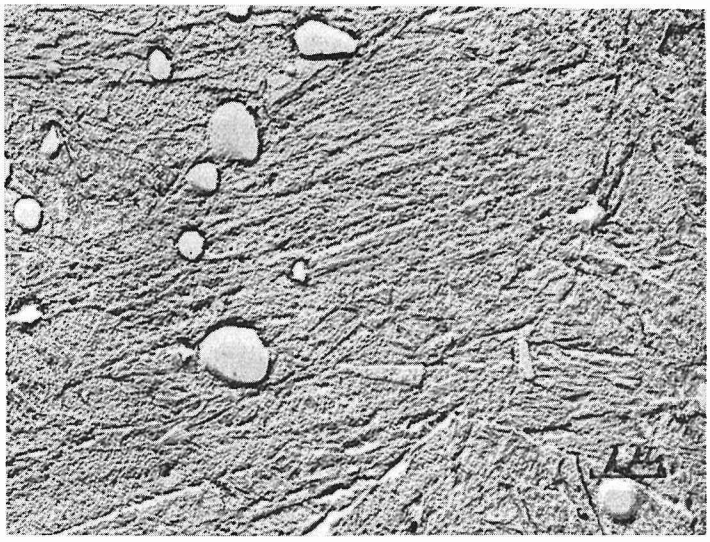


写真 7

845°C × 15 分油焼入（油温 80°C）そのまま 5 %硝酸アルコール ＋ ヂェフィラン・クロライド腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000

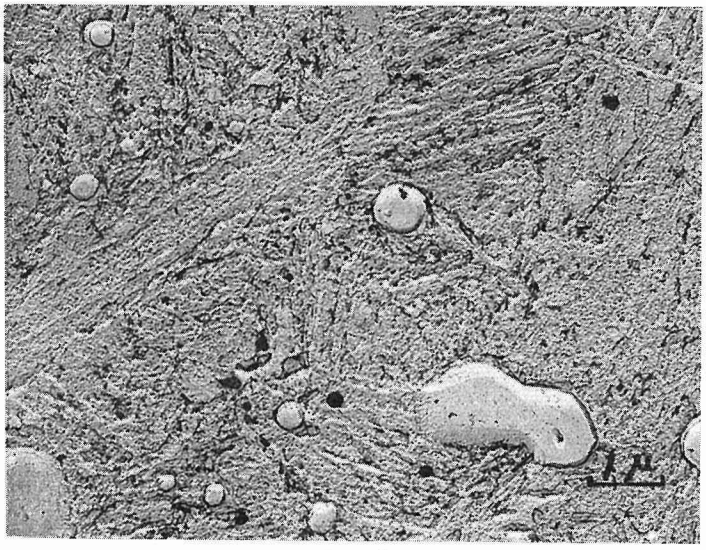


写真 8

845°C × 15 分油焼入（油温 66°C）100°C × 15 時間焼戻 5 % 硝酸アルコール＋ヂェフィラン・クロライド腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000

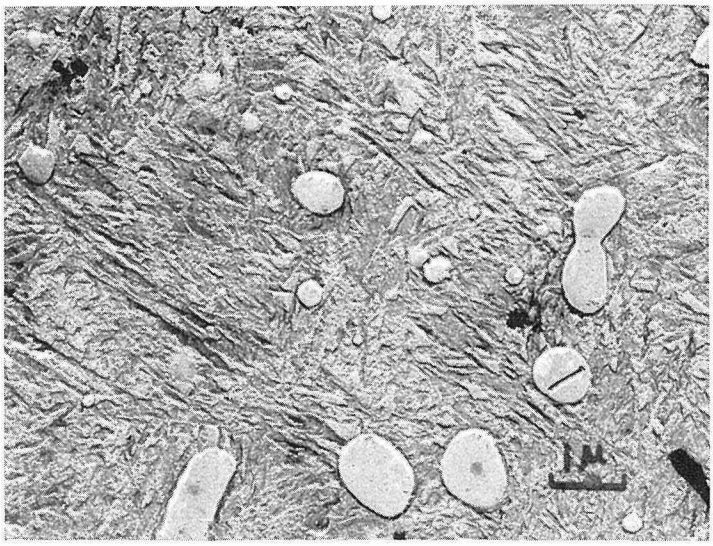


写真 9

845°C × 15 分油焼入（油温 61°C）180°C × 1 時間焼戻 5 % 硝酸アルコール＋ヂェフィラン・クロライド腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000

写真 10

845°C × 15 分油焼入（油温 61°C）250°C × 1 時間焼戻　5 % 硝酸アルコール＋ヂェフィラン・クロライド腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000
網目状模様は試料作成上の欠陥による．

写真 11

845°C × 15 分油焼入（油温 63.5°C）300°C × 1 時間焼戻　5 % 硝酸アルコール＋ヂェフィラン・クロライド腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000

写真 12

845°C × 15 分油焼入（油温 60°C）350°C × 1 時間焼戻　5 % 硝酸アルコール＋ヂェフィラン・クロライド腐蝕
コロヂオン・レプリカ法　クロム・シャドウ × 10,000

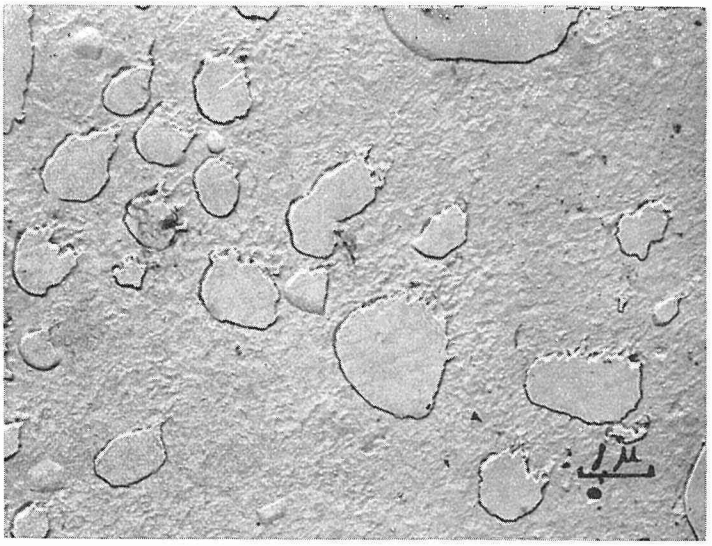


写真 13
熱処理前の素材，1段法レプリカ　× 10,000

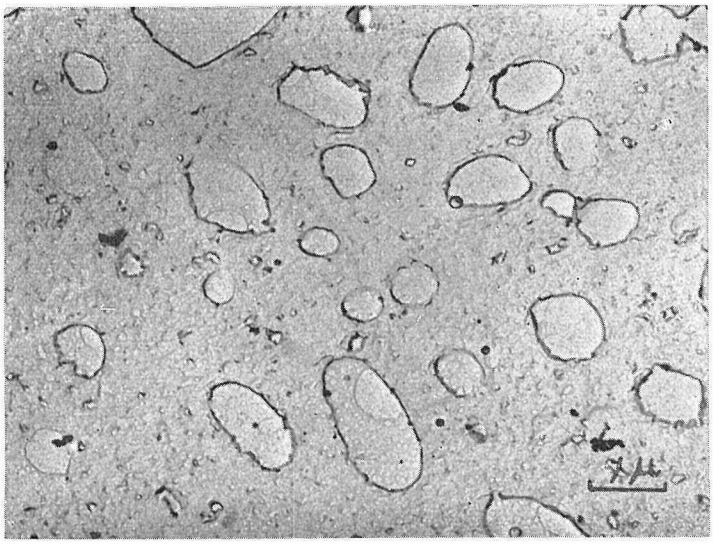


写真 14
同上，2段法レプリカ　× 10,000