室蘭工業大学
学術資源アーカイブ
Muroran Institute of Technology Academic Resources Archive

繰返加熱による低炭素鋼の透過電顕組織の変化について

メタデータ	言語: Japanese
	出版者: 室蘭工業大学
	公開日: 2014-07-10
	キーワード (Ja):
	キーワード (En):
	作成者: 三浦, 寛
	メールアドレス:
	所属:
URL	http://hdl.handle.net/10258/3517

繰返加熱による低炭素鋼の透過電顕組織の変化について*

三　浦　　寛**

On the Changes in the Transmission Electron Micrograph in Low Carbon Steels by Thermal Cycling

Hiroshi Miura

Abstract

The changes in the trnasmission electron micrograph in commercial low carbon steels (0.08 and 0.20% C) by the thermal cycling below Ac_1 were investigated. Thin foils were taken from center of solid bar specimen (18 ϕ×130 mm) and the part near the crack by thermal fatigue in hollow circular cylinder specimen (50.0 ϕ×18.5 ϕ×100 mm). Many dislocation were induced in the matrix ferrite by thermal cycling. As the number of cycle was increased, cell structures were formed in the matrix ferrite and in the ferrite of spherodized pearlite colony. Cell structure was observed in the vicinity of crack by thermal fatigue. The dislocation by thermal cycling was curved strongly or had a shape of loop type. The size of the cell structure by thermal cycling was decreased with increasing of number of thermal cycle and contained many dislocations in a cell structure. These are characteristic features of the dislocation and the cell structure by thermal cycling. It may be considered that carbides in a ferrite may cause the formation of dislocation and cell structure in the case under cyclic thermal stresses.

I. 緒　　言

鉄鋼材料が加熱冷却の繰返し（以下繰返加熱と略する）を受けると熱疲労により亀甲状のクラックを発生することは[1)~4)]古くから知られているが，材料の材質の変化については不明な点が多い。

著者は熱疲労の機構を解明することを目的として，繰返加熱に伴う鉄鋼材料の材質の変化を系統的に調べ，光学顕微鏡組織[5)~8)]および機械的性質の変化[9)]などについて報告した。

著者のこれまでの研究によると繰返加熱による光学顕微鏡組織および機械的性質の変化には通常の熱処理材には認められないような特色があり，これらの特色にはその微細組織と密接な関係があろうと考えられるものが認められた。しかし，繰返加熱による微細組織の変化について検討した研究は見当らない。

---

*　1969年4月日本金属学会第64回講演大会に発表

**　元本学助教授，1970年5月29日死去

繰返加熱による材質の変化は低炭素鋼のほうが著しい[5)~9)]ので，低炭素鋼の透過電子顕微鏡組織（透過電顕組織と略する）を調べ，繰返加熱による微細組織の変化の問題点を明らかにしようとしたところ，二・三の興味ある微細組織が観察されたので報告する。この報告では，さらに，熱疲労クラック周辺の微細組織の観察結果について述べ，そして，光学顕微鏡組織および機械的性質の変化の特色と微細組織との関連について若干の検討を行なった結果についても報告する。

II. 実 験 方 法

供試材は市販の直径 18 mm の機械構造用炭素鋼，S10C (0.08% C, 0.48% Mn) である。供試材を焼準 (920°C×2 hr, AC) 後，焼鈍 (920°C×1 hr, FC) し，その原組織をフェライトと層状パーライトよりなる組織に調製して，繰返加熱用の試験片とした。繰返加熱は中実円筒型 (18 ϕ×130 mm) の試験片を用いて，塩浴浸漬加熱—水冷方式で行なった。熱サイクルは 690°C ×4 min, WC であり，塩浴剤，試験片の加熱速度および冷却速度は前報[8),9)]とほぼ同じなので詳細な説明は省略する。

透過電顕組織の観察用の薄膜試料は中実円筒型試験片より採取した。薄膜試料の調製方法は次のとおりである。所定の繰返加熱を行なった試験片を水冷しながら，旋盤で厚さ 1～2 mm に「突切り」を行ない小円板試料とする。別に用意してある丸棒の断面に小円板試料を接着し，1 面を湿式エメリー研磨後，溶剤で小円板試料を丸棒断面より剝離し，同じ操作で他の 1 面も研磨して厚さが約 0.5 mm の小円板試料とする。この接着剤は東亜合成化学社製のアロンアルファー No. 201 であり，溶剤は N.N ジメチルホルムアミドである。次に P_2O_5–H_2O_2–H_2O (3 : 5 : 2 容) の混合溶液で厚さを約 0.1 mm まで化学研磨を行なう。さらに竹山[10)]の噴射研磨法 ($HClO_4$: CH_3COOH = 1 : 10) および仕上研磨法 ($HClO_4$: CH_3COOH = 1 : 20) によって小円板試料の両側から電解研磨を行なって，厚さの中央に近いところから薄膜試料を作るように努めた。なお，旋盤の「突切り」操作により薄膜試料が影響を受けないことは，厚さ 0.5～5 mm の小円板試料を化学研磨のみで薄膜とした場合と上述の方法で薄膜とした場合の組織を比較することによって前もって確認した。この予備的実験によると「突切り」操作が試料の組織に影響を与えない限度の厚さは約 0.8 mm であった。

薄膜試料の透過電顕組織の観察はおもに日立製作所製の HU–125 型（最高加速電圧 125 kV) を用いて行なったが，一部は日本電子光学社製の電子顕微鏡（北海道大学工学部金属化学研究施設所属加速電圧 100 kV）を用いた。組織の観察はいずれも傾斜装置を用いて加速電圧 100 kV で行なった。

III. 実験結果および考察

1. 繰返加熱によるレプリカ電顕組織の変化

原組織の光学顕微鏡組織（写真省略）は少量のパーライトを含むフェライト組織である。繰返加熱後の光学顕微鏡組織（写真省略）はパーライトが粒状化[8]し，初析フェライトに多数の微粒セメンタイト[5),8)]が析出し，亜粒界[7),9)]が生じた組織である。

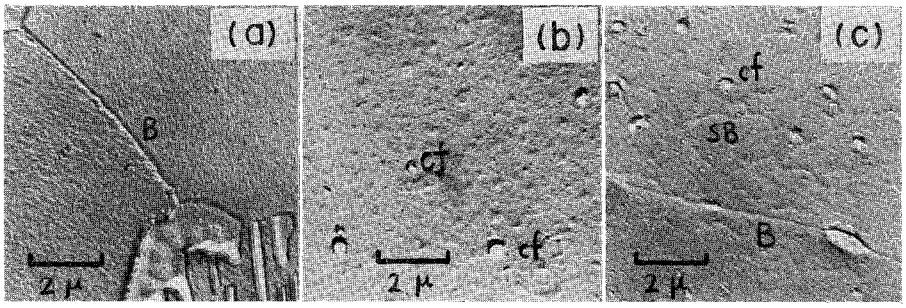

Photo 1. Electron micrographs, as annealed and after thermal cycling. (a) as annealed at 920°C for 1 hr, commercial low carbon steel containing 0.08% C. (b) after 20 cycles. (c) after 400 cycles. Thermal cycle: 690°C×4 min. water cool. cf: fine spherical cementite. B: boundary. SB: sub-boudary (2-step replica).

Photo. 1 はレプリカ電顕組織である。レプリカは2段フイルミー法を用いて調製したものである。この写真で明らかなように，原組織は通常の組織であり，20サイクル後の初析フェライトには微粒セメンタイト（cf）が認められる。400サイクル後のフェライト中に認められる不鮮明な網目模様は繰返加熱によって生じた亜粒界（SB）[7)]であり，亜結晶粒の大きさは約2μである。微粒セメンタイトの直径は20サイクルで約0.2μであり，400サイクルでは約0.3μである。

Photo. 1に示した初析フェライトにおける微粒セメンタイトの析出および亜粒界の形成によるフェライトの細粒化現象が繰返加熱によるフェライトの変化の特色である。

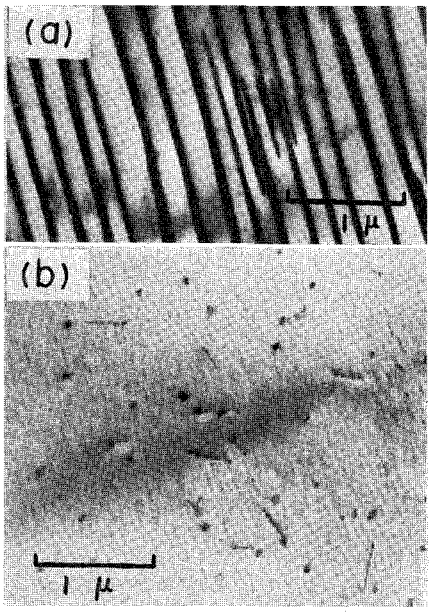

Photo 2. Transmission electron micrographs, as annealed specimen same as photo. 1 (a). (a) pearlite. (b) ferrite.

2. 繰返加熱による透過電顕組織の変化

Photo. 2 は原組織のパーライトとフェライト

の透過電顕組織（微細組織と略する）である。(a) はパーライトコロニーの微細組織である。パーライトフェライト中に転位が認められ，西山ら[11]の報告した 0.7% C 鋼のパーライトコロニーとほぼ同じ組織である。(b) は初析フェライトの微細組織であり転位は比較的短く，数も少ない。後述する理由により，黒色点状の組織の一部は焼鈍の炉冷の時に析出した微細な遊離セメンタイトと思われる。

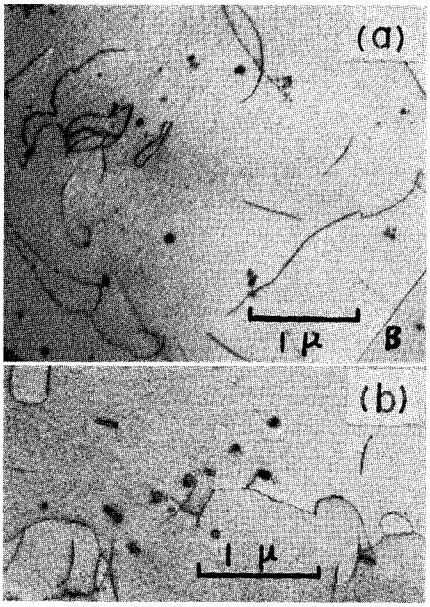

Photo 3. Transmission electron micrographs of ferrite after 1 cycle. Thermal cycle and specimen: same as photo. 1. These foil were taken from a solid bar, 18 ϕ×130 mm. (a) dislocation configuration near boundary (B). (b) very fine dislocation loops.

Photo. 3 は 1 サイクル後の微細組織である。1 サイクル後には黒色点状の組織の数は原組織より少なくなっている。微細なため電子回析による同定はできなかったが，数の変化より考えてこの黒色点状の組織の一部は遊離セメンタイトと思われる。そして，非常に多くの転位が発生し，転位の形状が複雑である。すなわち，1 サイクルの転位は湾曲しているかあるいはループ状であり，比較的長い転位も波型となっている。(b) に示してあるように，ループ状の転位にはきわめて微細なものがあり，長径が 0.1 μ 程度のループ状の転位が認められる。一部の転位は遊離セメンタイトとみられる析出物を連結したような形で観察される。なお，1 サイクルの場合には方向性をもつ直線状の転位はほとんど認められなかった。

1 サイクルの試料は急速加熱して溶体化し，焼入した試料である。時効に関する研究によると焼入ままのフェライトは転位が少ない[12),13)]と報告されているので，Photo. 2 の転位は多過ぎることになる。別の実験によると，厚さ 1 mm の軟鋼板の 1 サイクル後の転位は少なくなる（写真省略）ので，Photo. 2 のフェライトの転位が多いのは試験片に大きな熱応力が発生したためと考えられる。このように，著しく湾曲した転位，およびループ状の転位が多数発生することが 1 サイクルの場合の転位の特色であり，析出物が転位の発生と密接な関係があるものと考えられる。しかし，これらの微細組織の観察によって 1 サイクルで急激に硬化する現象[5),9)]を説明しうるような知見は得られなかった。

Photo. 4 は 20 サイクル後の微細組織である。20 サイクルは光学顕微鏡によって確認しうる微粒セメンタイトの析出開始サイクルに相当する。(a) は微粒セメンタイト (cf) と転位との関係を示したものである。微粒セメンタイトのまわりに多くの転位が認められるので，転位が

微粒セメンタイトの析出核の作用をもち，そして微粒セメンタイトが転位の発生源としての作用をもつ可能性が考えられる。これらの点については後述する。一部の微粒セメンタイトは転位を伴っていない。微粒セメンタイトの直径は約0.2 μである。

地質のフェライトはきわめて微細な円形の析出物状の組織が認められる。この析出物状のものは直径が150～200 Aであり，微粒セメンタイトや粒界の付近では認められない。そして，その大きさと分布状態は原組織 (Photo. 2) および1サイクル (Photo. 3) に認められた小さな析出物状のものとは異なる。現在この析出物状のものが如何なるものであるかは断定することはできないが，その形状，大きさ，分布状態および繰返加熱により試験片の密度が減少[14]することを総合すると，Photo. 4の析出物状のものは空孔と密接な関係をもつものと考えられる。この点については今後さらに詳細に検討を行なう予定である。

(b) は方向性をもった転位の1例である。しかし，この場合であっても著しく湾曲した転位とか小さなループ状の転位を混在している。微粒セメンタイトが2個並んでいる場合にはこれらの間に転位が発生し，微粒セメンタイトは転位によって連結されたように観察される。

(c) はパーライトコロニー付近のフェライトの転位の状態を示したものであり，

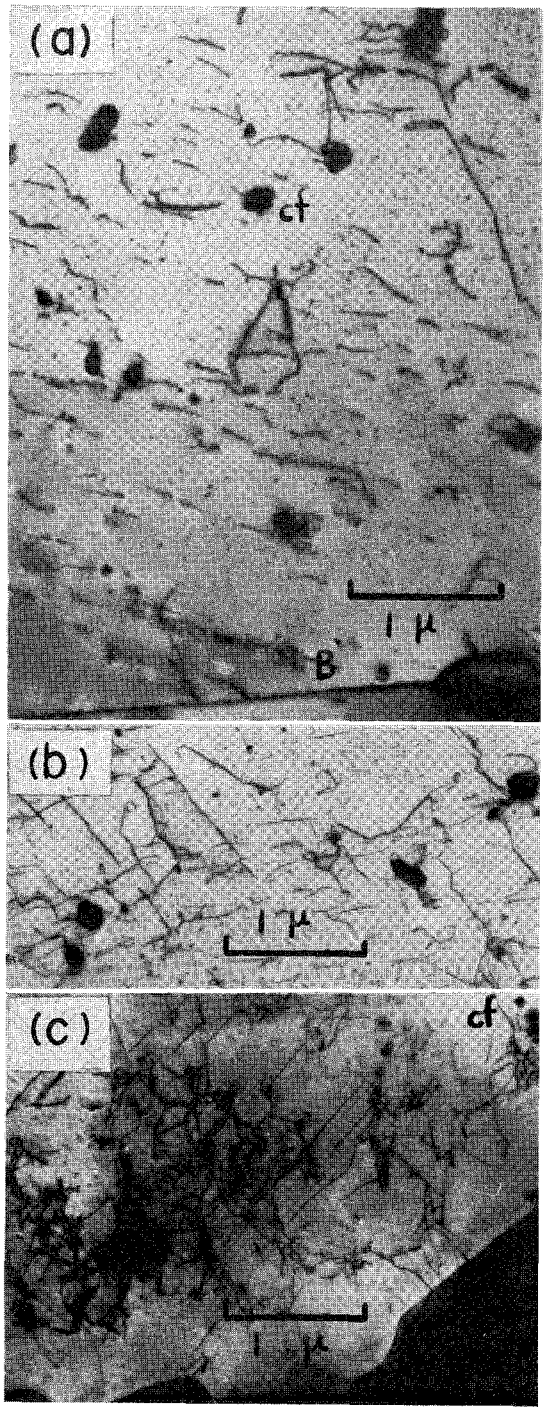

Photo 4. Transmission electron micrographs, after 20 cycles. (a) and (b), showing relation between dislocation and fine spherical cementite (cf). (c) tangled dislocation near pearlite colony.

転位は著しくもつれていて，微粒セメンタイトの直径は他の部分より著しく小さい。転位のこのような分布状態はパーライトコロニーと地質のフェライトとの間にミクロ的な熱応力が発生し，その熱応力によって多数の転位が発生することを暗示するものであろう。光学顕微鏡組織によると，パーライトコロニー周辺は微粒セメンタイトが認められない領域なので，コロニー周辺のフェライトのC原子はもつれた転位に析出しているものと思われる。

繰返数が増加し，100サイクルになると転位の数がさらに増加し，フェライト粒内に **Photo. 5** に示すようなセル壁を形成する。このセル壁が光学顕微鏡[7),9)]やレプリカ電顕（Photo. 1 (c)）で観察される亜粒界に対応するものと考えられる。100サイクル後にはこのようなセル壁が多数認められるようになり，セル構造の形成を開始する。フェライト粒内には不鮮明であるが20サイクル後の試料の場合と同じきわめて微細な析出物状の組織が認められる。

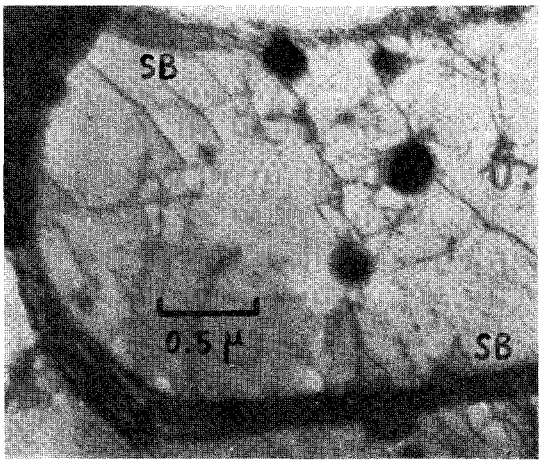

Photo 5. Transmission electron micrograph showing cell formation after 100 cycles. SB: cell wall, a kind of sub-boundary.

Photo. 6 は200サイクル後の微細組織である。(a) はセル構造の内部にさらに小さな新しいセル構造が形成を開始していることを示しているものである。この写真および後述する写真より，繰返加熱により生じたセル構造は繰返数が増加することにより，さらに微細なセル構造を形成することが明らかであり，光学顕微鏡で観察されるフェライトの細粒化現象はセル構造の形成によるものと考えてよい。そして，セル壁と微粒セメンタイトとの関係より，微粒セメンタイトはセル構造の形成を促進する因子であると考えられる。(b) はフェライト粒界の遊離セメンタイト付近の転位の状態を示したものであり，セメンタイトの先端およびくびれた部分より転位が発生し，セル壁を形成している。これらの転位は試験片全体のマクロ的熱応力，あるいはセメンタイトとフェライト間の微視的熱応力[15)]がセメンタイトの形状の不規則な部分に集中したために生ずるものと考えられる。(c) はパーライトコロニー内部の微細組織である。パーライトフェライトに多数の転位が認められる。一部の転位はセメンタイトの先端から発生し，矢印で示した短いセメンタイトは転位網を形成している。繰返加熱によって発生した転位がセメンタイトの新しい析出位置となり，C原子のトンネル拡散の役割を果すと考える[12)]と，繰返加熱による光学顕微鏡組織の変化の特色[9)]をある程度説明することができる。すなわち，繰返加熱によって発生した転位がC原子をトンネル拡散させて，セメンタイトの新しい析出位置に析出するため，パーライトの粒

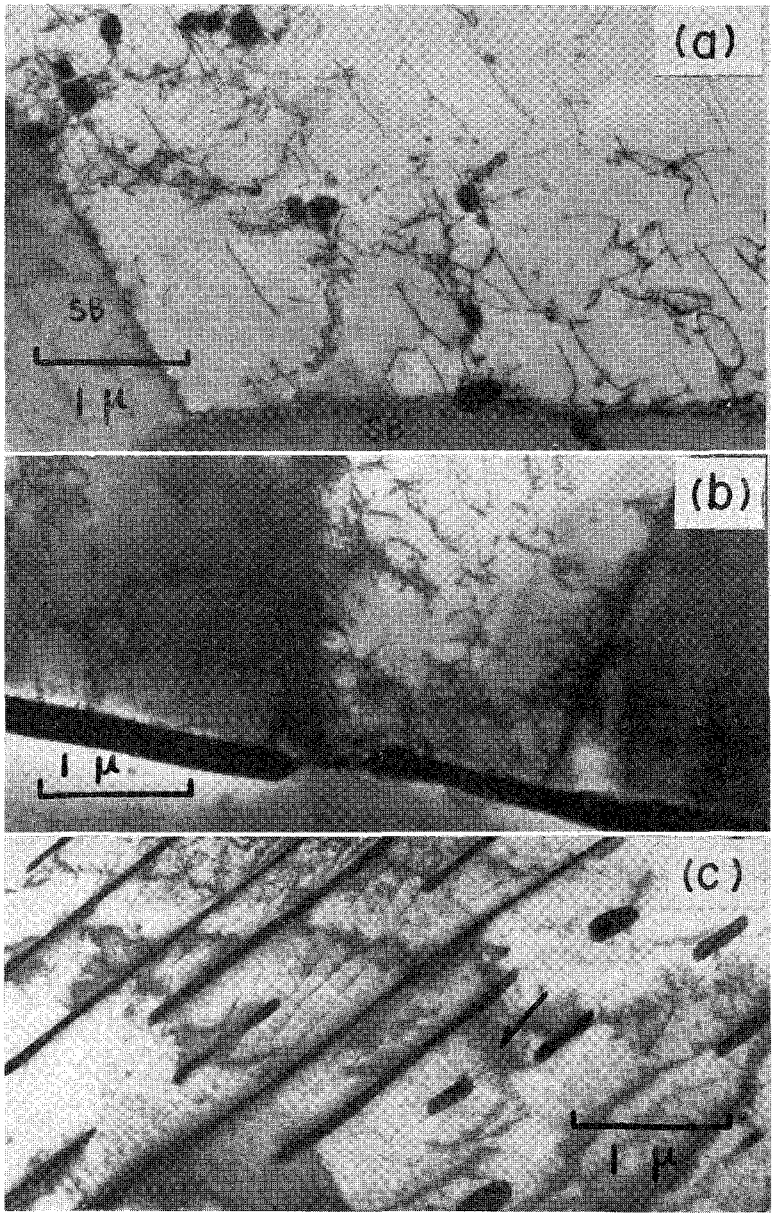

Photo 6. Transmission electron micrographs, after 200 cycles. (a) new cell formation in a cell structure. (b) dislocation distribution near free cementites. (c) dislocation in pearlite colony.

状化が著しく急速となり粒状化したパーライトセメンタイトが微細で，しかも大きさが均一になる特色が生ずると説明することができる。

Photo. 7 は 400 サイクル後の微細組織である。(a) は典型的なセル構造であり，セルの大きさは 2～6 μ であり，亜粒界（セル壁）と粒界の区別が困難となる。すなわち，400 サイクル

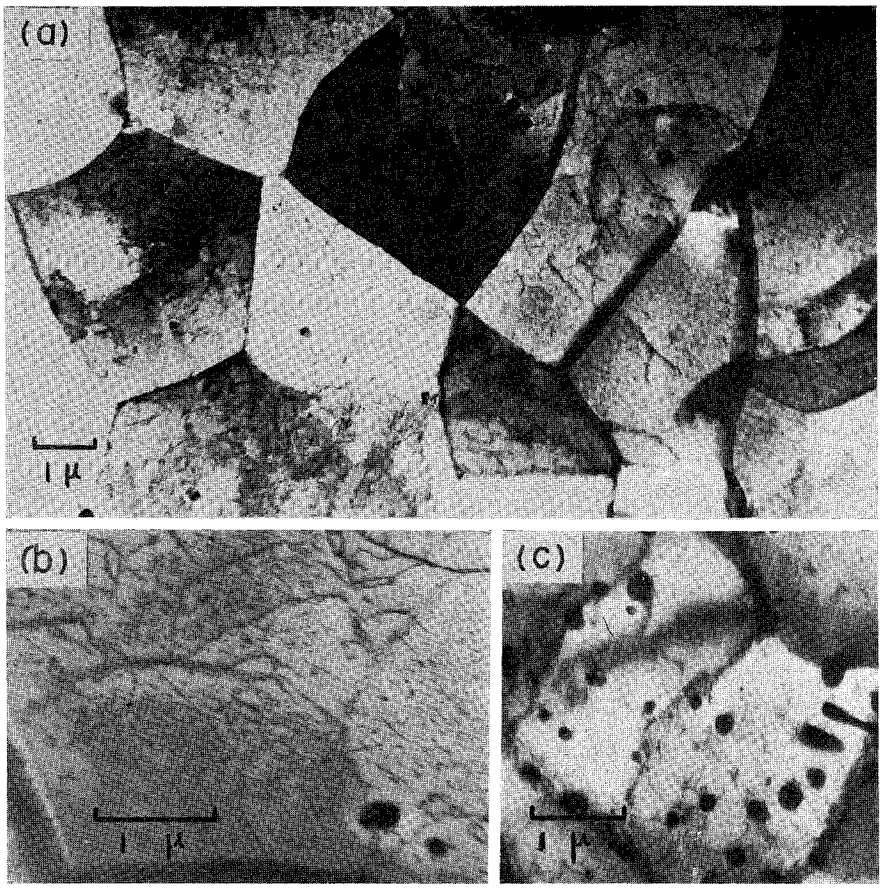

Photo 7. Transmission electron micrographs, after 400 cycles. (a) typical cell structures of thermal cycled specimen. (b) micrograph in a cell structure. (c) cell structure in the spherodized pearlite cementites.

後には試験片全体がセル構造となるのである。セル内部には (b) に示すように複雑に湾曲した転位やもつれた転位が多数認められ，通常のセル内部のようにきれいではない。そして，20 サイクルのフェライトに認められた微細な析出物状の組織が認められる。微粒セメンタイトの大きさは約 0.3 μ である。(c) はパーライトセメンタイトの粒状化した部分（原組織のパーライトコロニー部分）の微細組織であり，粒状化したパーライト中のフェライトがセル構造の形成過程を示している。セル壁は粒状セメンタイトを結んだ形となっていて，微粒セメンタイトとセル壁との関係 (Photo. 6) と同じである。

加熱冷却 1 サイクルの組織ではあるが，芽野[16] および竹山ら[17] は熱応力によって介在物の周囲にヘリカル転位が発生し，炭化物周辺には転位は認められないと報告している。本実験の場合の転位は繰返数の如何を問わずいずれも著しく湾曲しているか，あるいはループ状を呈し

ている場合が多い。1サイクル後の転位にはヘリカル状を呈しているものも認められるが，その形状および分布状態より考えて，プリズマチックパンチング[18]によって生じたものと断定しがたい。しかし，微粒セメンタイトを中心として多数の転位があたかも「クモの足」のように観察されること，2個の微粒セメンタイトを連結するような形の転位が認められること，および遊離セメンタイトおよびパーライトセメンタイトの形状の不規則な部分に転位および壁が認められることより考えて，フェライト中の炭化物が転位の発生源となり得ると考えてよい。この発生機構は今後さらに詳細な検討を要する問題であるが，転位の発生のおもな原因は急熱急冷時の試験片内外の温度分布によるマクロ的熱応力，パーライトコロニーとフェライト間のミクロ的熱応力およびセメンタイトとフェライト間のミクロ的熱応力であろうと考えられる。0.004% C 程度の純鉄であってもフェライトが細粒化する[19]ので，転位が著しく湾曲したり，ループ状を呈する原因としては急冷空孔および転位の交叉によって発生する空孔の挙動についても検討する必要があろう。本実験の転位の形状および分布状態は矢嶋ら[20]のアームコ鉄を高圧処理した場合に介在物の周囲に発生した転位と類似している。前述の数多くの写真で示したように，空孔と密接な関係があると思われるきわめて微細な円形の析出物状の組織もその本性や生成機構が不明であり，繰返加熱の微細組織には今後の研究に待つべき点が多い。

繰返加熱の微細組織で最も重要なことはセル構造であろう。繰返加熱により亜結晶粒の数が増加する実験結果[9]および前述の微細組織 (Photo. 6 および 7) より，繰返加熱によって生じたセル構造は繰返数の増加とともにその大きさが小さくなるものと考えられる。これは繰返加熱の場合には急冷によって転位が発生し，その後，再加熱されることにより，もつれた転位の一部が整理された後に再び急冷されて新たな転位が発生するためであろう。繰返加熱した試験片の薄膜試料は繰返数が多くなるほど，薄膜の仕上研磨過程でバラバラに飛散する傾向が著しくなるため，比較的厚い薄膜を用いて微細組織を観察しなければならない。このため，電子回析によっては隣接する亜粒界の方位関係を検討することは困難であった。繰返数が著しく増加すると，セル構造の大きさは極限状態の大きさ[21),22]まで小さくなるであろうが，このような状態になっても繰返加熱の熱応力によって新たな転位がセル内部に生ずることは困難になると考えられる。通常の加工硬化の場合のセル構造[23]および高サイクル疲労の場合のセル構造[24]は一般的にセル内部の転位密度が低いにも拘らず，すべり変形が困難であることを考えると，繰返加熱の場合のセル構造もすべり変形を著しく困難にする因子であると考えなければならない。

低炭素鋼が繰返加熱によって一時的に降伏点が上昇する現象，低温域において脆化する現象，衝撃値が上昇するにも拘らず脆性破面率が大きくなる現象および遷移温度が上昇する現象など[9]は繰返加熱の急冷によって過飽和状態の C 原子が，急冷で生じた多数の転位を固着するためかあるいはセル構造の形成と密接な関係があると考えられる。

3. 熱疲労クラック近傍の透過電顕組織

前述した微細組織はいずれも繰返加熱を行なった中実円筒型試験片の組織であり，これらの試験片の表面には熱疲労クラックは認められなかった。熱疲労と微細組織との関係を検討するためには熱疲労クラックの周辺より薄膜試料を採取することが望ましい。

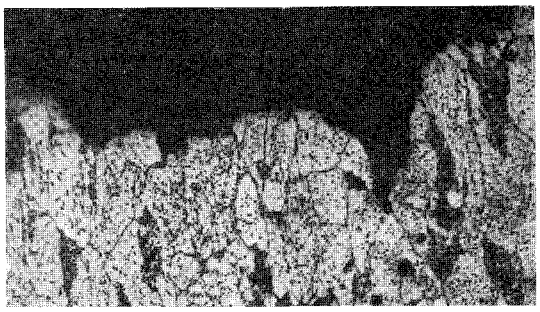

Photo 8. Optical micrograph near the crack by thermal fatigue of commercial plain carbon steel containing 0.20% C. Specimen: hollow circular cylinder, 50.0 $\phi\times$ 18.5 $\phi\times$100 mm. Thermal cycle: Max temp. = 650°C, Min temp. = 300°C, 200 cycles (×400).

Photo. 8 は厚肉中空円筒型試験片 (50.0 $\phi\times$18.5 $\phi\times$ 100 mm) を「電気炉加熱—水冷方式」の繰返加熱を行ない，試験片の冷却孔 (18.5 $\phi\times$100 mm) に発生した熱疲労クラックと光学顕微鏡組織の関係[25]を示したものである。供試材は市販の機械構造用炭素鋼，S20C (0.20% C, 0.41% Mn) の焼準材 (880°C 1 hr AC) である。試験片を外周部より電気炉によって加熱し，試験片の冷却孔付近 (内部より 3 mm の位置) が最高加熱温度に到達したら，冷却孔に水道水を所定時間通過させて冷却を行なう方式で繰返加熱を行なった。熱サイクルの周期は約 12 分であり，水冷時間は約 12 秒である。Photo. 8 に示した熱疲労クラック周辺の光学顕微鏡組織は初析フェライトに微粒セメンタイトが析出し，亜粒界を形成した組織であり，中実円筒型試験片の場合の組織[1)~9)] と同じである。パーライトコロニーが変形していることは熱疲労試験片が著しい塑性変形を受けていることを示すものと考えられる。

Photo 9. Transmission electron micrograph near the crack by thermal fatigue after 300 cycles. specimen and thermal cycle: same as Photo. 8.

Photo. 9 は熱疲労のクラック周辺 (5 mm 以内) の微細組織であり，繰返加熱によりセル構造に変化している。このセル構造は Photo. 7 に示した中実円筒型試験片のセル構造と同じである。

上述の実験結果より，繰返加熱の熱応力によって転位が発生し，転位が繰返加熱特有のセ

ル構造を形成することが熱疲労クラックの発生の原因と密接な関係があるものと考えられる。

IV. 総　　括

繰返加熱による炭素鋼の光学顕微鏡組織および機械的性質の変化の特色を詳細に検討し，熱疲労の機構を解明することを目的として，実用低炭素鋼の繰返加熱後の透過電顕組織を観察した。試験片の熱サイクルは共析変態点以下であり，薄膜試料は中実円筒型試験片より採取したいわゆる bulk 試料である。また，熱疲労と微細組織との関係を検討するため厚肉中空円筒型の試験片の繰返加熱を行なって熱疲労クラックを発生させ，クラック近傍より薄膜を採取してその微細組織を調べた。

実験結果によると繰返加熱によって多数の転位が発生し，繰返数が増加するとセル構造を形成することが明らかとなった。繰返加熱によって発生する転位は著しく湾曲しているか，あるいはループ状を呈するのがその特色である。繰返加熱によって転位が生ずるおもな原因は，試験片全体のマクロ的熱応力および地質相と析出相間のミクロ的熱応力と考えられる。繰返加熱のセル構造は繰返数の増加によりその大きさが小さくなり，セル内部に数多くの転位を含むことがその特色である。熱疲労クラック近傍の微細組織はセル構造であった。これらの観察結果より，繰返加熱によってセル構造を形成することが熱疲労の機構と密接な関係があるものと考えられる。

繰返加熱の場合にはフェライト中に炭化物が転位を発生する因子であることを示すような微細組織が数多く観察された。20サイクル以上のフェライトには空孔と密接な関係があるとみられる微細な円形の析出物状の組織が数多く観察された。そして，繰返加熱による光学顕微鏡組織および機械的性質の変化の特色と密接な関係があると考えられる微細組織が観察された。

しかし，繰返加熱による微細組織の変化にはまだ不明な点が多く，今後の研究に待つべき点が多い。

終りに本研究に際し御助言をいただいた北海道工業大学萩原教授および北海道大学工学部竹山教授に謝意を表する。

(昭46. 5. 13日受理)

文　　献

1) R. E. Lismer and F. B. Pickering: J. Iron Steel Inst, **170**, 263 (1952).
2) A. H. Waine: ibid. **165**, 276 (1950).
3) 藤原: 日本金属学会誌, **21**, 149 (1957).
4) 渡辺・柴崎: 材料, **12**, No. 114, 173 (1963).
5) 三浦・大内: 日本金属学会誌, **30**, 361 (1966).
6) 三浦: 日本金属学会誌, **31**, 964 (1967).
7) 三浦: 日本金属学会誌, **31**, 970 (1967).
8) 三浦: 日本金属学会誌, **33**, 693 (1969).

9) 三浦： 室工大研報, **7**, 393 (1971).
10) 竹山・八戸・佐藤： J. Electron Microscopy, **15**, 269 (1966).
11) 西山・是枝・清水： J. Electromicroscopy, **7**, 41 (1959).
12) E. Smith: Direct Observation of Imperfection in Crystals, Interscience, New York, 203 (1962).
13) 竹山・松坂： 北海道大学工学部研究報告, **48**, 201 (1968).
14) 三浦： 室工大研報, **6**, 965 (1969).
15) H. Stuart and N. Rldley: J. Iron Steel Inst. **204**, 711 (1966).
16) 芽野： 日本金属学会誌, **31**, 310, 316 (1967).
17) 竹山・高橋： 北海道大学工学部研究報告, **48**, 173 (1968).
18) D. A. Jones and J. W. Michell: Phil. Mag., **3**, 1 (1958).
19) 三浦： 未発表.
20) 矢嶋・石井： 日本金属学会誌, **32**, 697 (1968).
21) R. L. Nolder and G. Thomas: Acta Met., **12**, 227 (1964)
22) O. Joher and G. Thomas: Acta Met., **12**, 1153 (1964).
23) 例えば, 大井・佐藤： 日本金属学会誌, **32**, 363 (1968).
24) 例えば, 辛島・及川・小倉： 日本金属学会誌, **31**, 674 (1967).
25) 三浦： 鉄と鋼, **55**, S 202 (1969).