

# 研技誌

## 1962

科学技術庁

# NO.5

# ニュース

金属材料技術研究所

### Cary 14 型 分光光度計

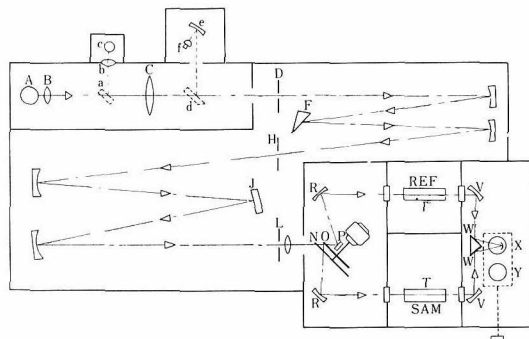
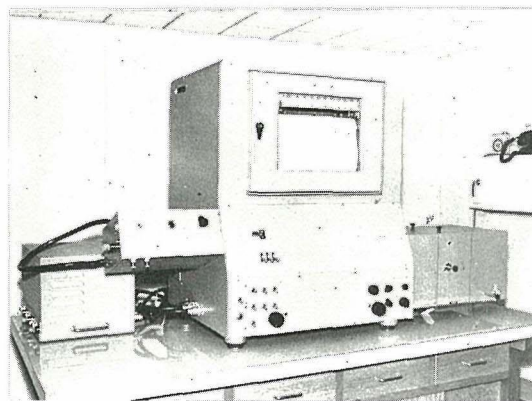
この光度計は非常に高い分解能と光度測定精度を有していることで知られている自記式分光光度計である。近時分析化学における微量分析の要求はますます高度化して従来のものでは不満足となってきたため、このたび購入を行なったものである。

この光度計の測定波長域は  $1860 \text{ \AA} \sim 2.6 \mu$  の広範囲にわたり、ダブルモノクロメーターとして溶融シリカプリズムとエシェレット・グレーティングを用いグレーティングの高分解能とプリズムの高い光学効率との組合わせで高分解能を得ている。

他のおもな特長としてはマルチポット使用により細かに零線の調整が電氣的に出来ること、透光が  $0.001\%$  でほとんど認められず微量分析の場合など特に有利であること、ペン記録はダブルペンシステムで吸光度  $0 \sim 1$  の範囲と  $1 \sim 2$  の範囲でおのおの1ケのペンを用いて両者の連動は自動的に行なわれこのために正確な記録が出来ること等で全般にわたって精巧で操作も便利に出来ていることである。

図にこの光学系を示した。水素放電管AまたはタンゲステンランプCより出た光は入射スリットDよりダブルモノクロメーターにはいり、プリズムFおよびグレーティングJで分散される。Hは種々の幅を持つ中間スリットである。スリットLから出た単色光は回転半円鏡Oによって30サイクルで交互に補償セルT'および試料セルTに送られる。すなわち交互に鏡RおよびPとR'により反射され、同時に切断円板Nがおのおのの交互半サイクル間に暗間隔を生じる。30サイクルの単色光のパルスはそれぞれ補償セル、試料セルを通ったのち、鏡V、V'、W、W'によって光電子増倍管Xで受光される。2つの光束のパルスは互いに相外にあるので光電子増倍管は一時に1光束のみを受光する。

近赤外域使用の時には光源Yを用い、上述の紫外、可視域の場合と逆の光路を通り、鏡dおよびeによって硫化鉛セルfによって受光測定を行なうようになっている。



Cary MODEL 14 分光光度計の光学系図

また本計の分解能は紫外可視域で  $1 \text{ \AA}$ 、近赤外域で  $3 \text{ \AA}$ 、波長再現性は  $0.5 \text{ \AA}$ 、光度測定精度は吸光度で  $\pm 0.002$  である。

# 異なった疲労試験機から得られた結果の比較

## 慣性力による誤差の修正

疲労試験機には共振型、機械式、油圧式など多くの形式があり、それぞれ繰返しの速度、荷重容量、制御精度が異なるので、これ等から得られたSN線図は同一材料を用いても一致しないことが多い。このことは試験結果を設計資料とする際にしばしばこまることで、この原因としては繰返し速度、試験片の寸法および形状の相違、検力器の精度、試験機自身の偏心あるいは剛性の程度などが挙げられる。

材料強度研究部 動的強さ 研究室で検討した結果、上記の他に慣性力による荷重の誤差が無視できない量になり得ることが明らかになった。

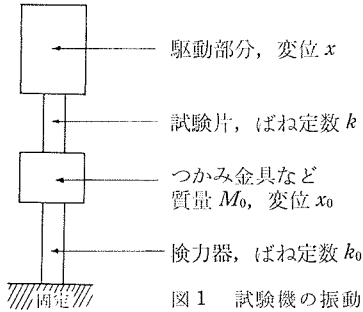


図1 試験機の振動モデル

最も普通の疲労試験機は図1に示すように駆動部分、試験片、つかみ金具、検力器がその順序で配列されているものであるが、試験片と検力器の間の質量  $M_0$  の運動方程式は式1で見わされる。

$$M_0 \ddot{x}_0 + (k_0 + k)x_0 = kx \quad (1)$$

$x$  は普通  $a \sin \omega t$  の形をとるから式1の定常解を  $a_0 \sin \omega t$  とおけば、

$$a_0 = \frac{k}{k + k_0 - M_0 \omega^2} a \quad (2)$$

であり、一方試験機の運転中に試験片および検力器に作用している力を  $P, P_0$  とすれば、

$$\frac{P}{P_0} = \frac{k}{k_0} \cdot \frac{a - a_0}{a_0} = 1 - \frac{M_0 \omega^2}{k_0} \quad (3)$$

すなわち

$$P = (1 - \kappa) P_0 \quad (4)$$

但し  $\kappa = \frac{M_0 \omega^2}{k_0}$

なる関係が得られる。この意味は実際に試験片に作用する力は検力器で測定される力より常に小さく、その割合は  $(1 - \kappa)$  倍になるということである。 $\kappa$  は試験片に依らない試験機定数で、速度の二乗に比例して増加する。実際に 3000 c. p. m. の速度のシェンク式振り試験機において  $\kappa$  は 8~19% の範囲であり、曲げ試験用アタッチを用いた場

合は 22% にも達することがある。これは式4の  $M_0$  (この場合は慣性モーメント) が特に大きいために生じた極端な例であり、電磁共振型のパイプロフォアにおいては 18000 c. p. m. の速度においても 7% 程度に留まる。

図2にS30C焼鈍材による試験結果を示し、図3に上述の修正を加えた結果を示す。

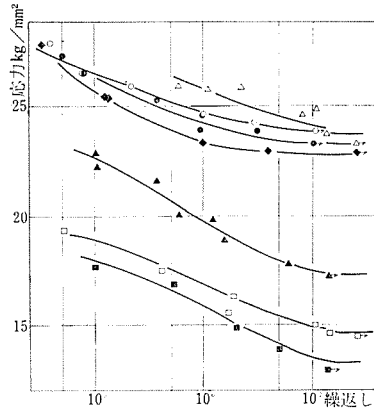


図2 S30C焼鈍材のSN曲線

	記号	試験機名	速度 c. p. m	使用レンジ	試験片
引張 圧縮	△	パイプロフォア	15000	10 ton	7φ
	○	"	8700	"	"
	●	"	8700	2	"
	◆	"	5100	"	"
振り	▲	シェンク式	3000	4 kgm	7φ
	□	パイプロフォア	5400	70	12φ
	■	西原式	2500	10	"

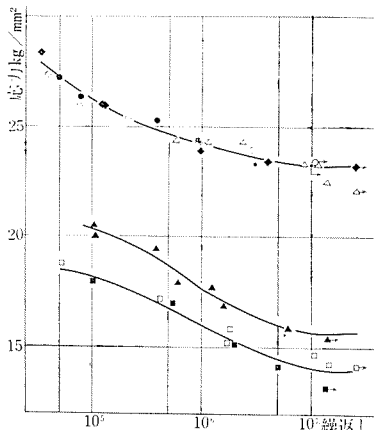


図3 修正を加えたSN曲線

これを見ると慣性力の誤差を考慮することは重要なことであり、疲労強度の寸法効果、速度効果などを調べるために異なった試験機を使用する際には特にこの点を無視することが出来ない。疲労試験の作業基準にもこれに沿って改善を加えた。

## 鉄鋼中の非金属介在物の同定

鋼の品質向上に関連して、鋼中の非金属介在物の研究が重要視されている。しかし、その非金属介在物の生成過程は複雑であり、その結果生じた非金属介在物の組成や結晶構造もまた簡単なものではない。従って、非金属介在物の研究において、それらの形状、大きさ、量および分布を知る以上に、まずその種類を判定することに重点が置かれている。

鉄鋼研究室では、既に、電子顕微鏡や超音波ジャックハンマー装置などを用いて非金属介在物を調べ、成果をあげてきたが、更に詳細な知識を得るためにX線マイクロアナライザーを用いて、その組成の決定の可能性を検討した。

X線マイクロアナライザーは、微小部分の元素分析を行なう装置で、顕微鏡で観察しながら希望する部分を調べ得るのが特長である。しかし、電子の試料中への侵入および得られる特性X線の強度などを考えると、調べ得る介在物の大きさは最小 2~3 μφ である。



写真1 硫黄快削鋼中の硫化物、矢印は走査方向 ×500

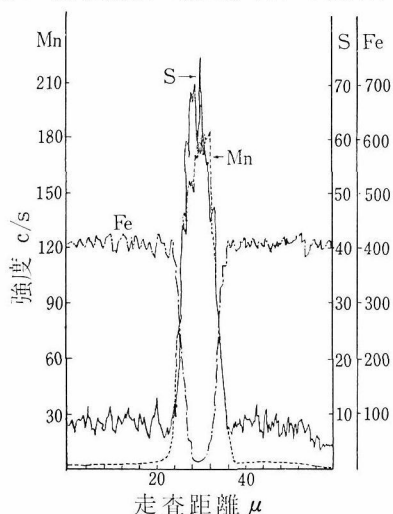


図1 硫化物中の Fe, Mn および S の分布

写真1は、市販硫黄快削鋼中の硫化物介在物で、これを矢印の方向について Fe, Mn および S の濃度分布を調べると図1のようになる。これから、Mn と S からなる硫化物の中に Fe が少し固溶していることが明白である。調べ得る元素は Mg より重い元素だけであるため、非金属介在物を構成する O や N などが検出し得ないことは、不便であり定量の際に問題となる。しかし、非金属介在物特に個々のそれらの定性的な分析は非常に有効で、多くの新しい知識が得られ、非金属介在物に対する考察を容易にした。

次に非金属介在物の定量分析の可能性を検討した。表1は、Mn で脱酸した海綿鉄中の球状介在物を分析した例である。これらの値をみると、顕微鏡ではほぼ同じように見えるものでも、その組成にはかなりバラツキがあることが分った。ここで、得られた値は、組成成分の特性

表1 Mn で脱酸した海綿鉄中の球状介在物の定量分析

	Fe (%)	Mn (%)	Si (%)	Fe+Mn+Si (%)	Bal. (%)
1	14.3	23.2	4.3	41.8	58.2
2	7.5	18.9	4.5	30.9	69.1
3	6.8	15.4	4.8	27.0	63.0
4	15.7	24.2	4.5	44.4	55.6
5	15.1	24.9	4.5	44.5	55.5
6	15.3	24.8	4.5	44.6	55.4
7	15.5	24.5	4.5	44.5	55.3
	18.2	28.9	6.8	53.9	46.1

X線はそれぞれ他の成分によって吸収その他の影響を受けるために補正を要する。Castaing の式で補正した例は表1の最後の欄の点線の下に示す。点線の上の値と比べると Fe は約10%程度の補正を要するのに対し、Si は約50%もの高い補正値を示す。この点は下記の諸事項と共に今後検討せねばならない。

- 1) 定量値は、標準試料と比較して求めるために、その標準試料の選択と調製を検討せねばならない。
- 2) 試料表面に大きな凹凸があると、発生したX線の強度はそれにより影響される。
- 3) 組成成分の多い時には、それらの間の特性X線の吸収を考える必要があるが、吸収に関する知識があまり得られていない。
- 4) O, H, N および C のようなガス成分は検出し得ないので、介在物の場合には特に支障を来たす。
- 5) S のように、電子線投射により蒸発し易い元素を含む場合には、その対策を要する。

従って、非金属介在物の定量分析特に化学式を求めることは困難であり、更に研究を要する。

### 短 信

★ 月例所内研究報告会

5月1日午後1時35分から次により行なった。

- ニッケルクロム二元合金の再結晶について  
耐熱合金研究室 渡辺技官
- Xylenol Orange による希土類元素の吸光度法  
(希土類元素の定量法の研究—第1報)  
金属化学第3研究室 谷口技官

- 第3元素添加の影響について  
(金属珪素の発光分光分析—第1報)  
金属化学第3研究室 高橋技官
- エレクトロスラグ溶接金属の CCT 図とその性質について  
融接材料研究室 宇田技官
- 白金-ロジウム合金の研究  
希有金属研究室 木村室長
- 再現溶接金属の連続冷却変態図 (RW-CCT 図)  
融接材料研究室 稲垣室長

# 昭和 37 年度 研究 計画

- 1) 耐熱材料に関する研究
  - 1 耐熱材料の性能向上に関する研究
- 2) 純金属の製造とその利用に関する研究
  - 1 加圧浸出法に関する研究
  - 2 金属塩化物の各種還元剤による還元反応に関する研究
  - 3 ニオブ、タンタルの和水酸化物ならびに塩化物の化学的性状に関する研究
  - 4 タングステンの加工性向上に関する研究
  - 5 アルミニウム等のハロゲン化物の熱分解に関する研究
  - 6 ニオブおよびタンタル合金に関する研究
  - 7 電子ビーム浮遊帯状溶融装置による高純度金属製造法に関する研究
  - 8 有機試薬による純金属等の分析に関する研究
  - 9 発光分光分析法による高純度物質および希土類元素の分析に関する研究
  - 10 機器による微量元素の定量法に関する研究
- 3) 鉄鋼および特殊鋼の品質向上に関する研究
  - 1 鋼の異方性組織に関する研究
  - 2 鋼中の非金属介在物に関する研究
  - 3 鋼材の恒温変態曲線および連続冷却変態曲線に関する研究
  - 4 鉄の疲労および脆性破壊機構に関する研究
  - 5 残渣分析法の確立に関する研究
  - 6 特殊製鉄製鋼法に関する研究
  - 7 低温用鋼の品質向上に関する研究
  - 8 低温における鉄の塑性に関する研究
  - 9 主として内部摩擦による鋼材の脆性遷移現象に関する研究
  - 10 減圧下における製鋼反応に関する研究
  - 11 特殊溶銑炉の操作法に関する研究
  - 12 溶解ふん閉気の調整による強靱鋳鉄の製造に関する研究
  - 13 硫化鉍の湿式塩素処理による良質製鉄原料の製造法に関する研究
  - 14 製鋼過程における脱酸に関する研究
  - 15 ステンレス鋼のオースフォミングに関する研究
  - 16 鉄鋼中の不純金属の含有許容量に関する研究
  - 17 鋼の組織と強度に関する研究
  - 18 鉄合金中における析出に関する研究
  - 19 金属薄膜と格子欠陥の磁性に関する研究
  - 20 強加工による Fe-Ni 系合金の性能向上に関する研究
  - 21 快削鋼の性能向上に関する研究
- 4) 材料強度と欠陥防止対策に関する研究
  - 1 非破壊試験結果と強度との関係に関する研究
  - 2 非破壊試験結果と傷の実態との関連に関する研究
  - 3 非破壊試験結果と材質の実態との関連に関する研究
  - 4 疲労強度における繰返し速度および荷重変動の影響に関する研究
  - 5 高温強度におよぼす温度応力条件および雰囲気の影響に関する研究
  - 6 高温における工具鋼の機械的強度に関する研究
  - 7 クリーブのデータシート作成に関する研究
  - 8 非鉄金属のクリーブ機構に関する研究
- 5) 電子工業材料の製造に関する研究
  - 1 高導磁率 Fe-Al 合金の製造に関する研究
  - 2 耐食性弾性材料の製造に関する研究
  - 3 微粉末磁石の製造と利用に関する研究
  - 4 金属間化合物半導体の製造と利用に関する研究
  - 5 遷移金属酸化物に関する研究
  - 6 電気接点材料の製造に関する研究
  - 7 高純度フェライトの製造に関する研究
  - 8 高純度鉄の製造および利用に関する研究
  - 9 半導体のエネルギー構造に関する研究
- 6) 溶接材料に関する研究
  - 1 溶接棒の改良に関する研究
  - 2 特殊溶接法に関する研究
  - 3 鋼材の溶接性に関する研究
  - 4 特殊ろう接に関する研究
  - 5 厚肉溶接継手の高温性能に関する研究
  - 6 プラズマジェットの方法加工への応用開発に関する研究
- 7) 工業化研究
  - 1 溶接構造用高張力鋼に関する研究
  - 2 けい素鋼板に関する研究
  - 3 細粒鋼の溶製法に関する研究
  - 4 耐熱耐食性アルミ鋼に関する研究
  - 5 非鉄金属の連続製造に関する研究
- 8) 製造冶金に関する研究
  - 1 金属材料の高速加工に関する研究
  - 2 粉末製造法に関する研究
  - 3 新しい焼結技術に関する研究
- 9) 非鉄金属材料に関する研究
  - 1 マグネシウム合金の性能向上に関する研究
  - 2 ニッケル基分散強化型合金に関する研究
  - 3 チタン合金に関する研究
  - 4 アルミニウムの特殊溶解による微量不純物の挙動に関する研究
  - 5 希有金属添加による非鉄合金の性能向上に関する研究
  - 6 低品位アルミニウム鉱物の還元によるシルミンの製造に関する研究
  - 7 高濃度組成合金の分析精度向上に関する研究
- 10) 金属材料の腐食防食に関する研究
  - 1 腐食計測法に関する研究
  - 2 応力腐食に関する研究
  - 3 金属材料の高温酸化防止に関する研究
  - 4 EPMA による鉄系合金の酸化現象に関する研究
  - 5 清浄表面の性質およびその酸化還元反応の基礎的研究
  - 6 表面処理が金属材料の耐食性におよぼす影響に関する研究
- 11) 原子炉材料に関する研究
  - 1 原子炉用金属材料の腐食防食に関する研究
  - 2 原子炉用ベリリウムの成型加工と機械的性質に関する研究
  - 3 原子炉材料の新しい溶接方法の開発に関する研究
  - 4 融解塩電解の基礎的研究
  - 5 希土類元素の分離精製に関する研究
  - 6 原子炉用セラミックに関する研究
- 12) RI を利用する金属材料の品質向上に関する研究
  - 1 RI を利用する鍛圧品の品質向上に関する研究
  - 2 RI を利用する鋼中の非金属介在物に関する研究
  - 3 放射化分析法に関する研究

(通巻 第41号)

編集兼発行人 吉村 浩  
 印刷 奥村印刷株式会社  
 東京都千代田区西神田 1 の10

発行所

科学技術庁金属材料技術研究所

東京都目黒区中目黒 2 丁目 300 番地  
 電話 目黒 (712) 3181 (代表)