

# NO.11

# 研 技 研 ニ ュ ー ス

## 1964

科学技術庁 金属材料技術研究所

### 質 量 分 析 計 (AIE I, MS2-SG)

本機器はガス試料分析に用いられると共に液体ないし固体試料（気化可能のもの）の分析と両用に用いられる。

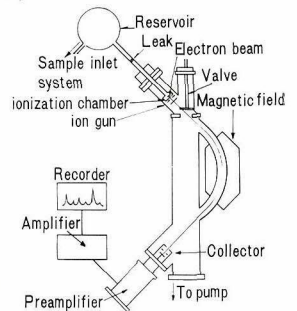
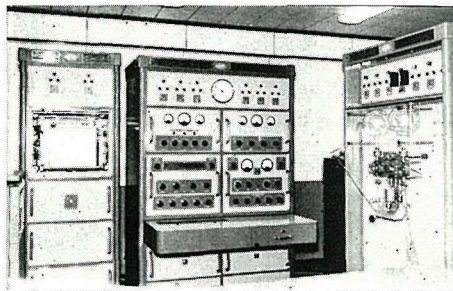
金属中のガス分析の重要性は申すまでもないが現在行われている真空融解法その他の方法では主として酸素、水素ガスを求め全ガス量からそれらをさしひき窒素の定量を行うなど金属中の全ガス成分を一度に定量することが困難であるが本器によると全ガスの定量が可能でしかも微量でも精度よく分析出来る。更にガス成分の経時変化の測定や同位元素の分析も可能である。この様な観点から当研究所に英国のAIE I (Associated Electrical Industries Ltd.) の MS2-SG が設置された。

装置は90°型のイオン軌道半径15cmの質量分析管をそなえ、ガスと固体の二用に使えるが、これは圧搾空気操作バルブにより主真空系を破ることなくイオン源部を交換出来る。ガス用は電子衝撃によりイオン化する。固体用はtriple filamentを使用し表面電離による。gas handling plantはdouble inlet systemになっており、測定にはdouble collectorが可能である。

その性能は以下のごとくである。

分解能            M/e 2~700  
到達真空度        10<sup>-7</sup> mmHg

イオン加速電圧 500~2000V(安定性 1/20,000/min以上)  
電磁石電流        20~350 mA (400~6,000 ガウス・安定性 1/20,000/min以上)



Schematic Diagram of type MS2-SG  
Mass Spectrometer With gas Source

試料所要量        ガス0.1~1cc, 固体 1~100μg  
トラップ電流      70~100μA (安定性 0.1%以上)  
電子加速電圧      15~85V  
直流増幅器        10段階感度切り換え。  
記録計              ペン記録式。automatic range changer, range marker あり。  
走査                  磁気走査

## 鋼中 Se Te 系

### 非金属介在物について

Se, Te, などの快削性元素は単独に、あるいはPb, S, などと複合的に添加され、鋼中非金属介在物を形成し鋼材の被削性を改善する。しかし従来この方面の研究は含セレン鋼、含テルル、鋼の被削性、耐蝕性、その他機械的性質に関する研究が比較的多いように思われる。

製造冶金研究部加工冶金研究室では Se, Te を含む二元、三元鉄合金および Cr : 0 ~ 10 % 含有する Se, Te 系快削鋼、各

々数種類を溶解し、実用快削鋼における S, Se, Te, 系非金属介在物の組成ならびに基礎的性質の類似点、相違点の一端を調べた。次に簡単に紹介する。

Te-Se-X系, Fe-Te-X系 (X=Nil, Si, Mn, Cr) 各 4 種類および Cr : 0 ~ 10% を含む Se あるいは Te 系介在物各 5 種類をタンマン炉にて溶解し、出来るだけ徐冷凝固させて、介在物の微小硬さ測定、各種腐蝕液に対する反応、および電解残渣の X線回折、X線マイクロアナライザーによる同定を行い、介在物の組成並びに 2, 3 の性質を調べた。

その結果、複合系試料の清浄度は Se, Te 系とも必ずしも T部に介在物が多くなく、B部の方に多い場合さえ見られた。これは溶湯よりの冷却速度が可成りおそく、直径 70 ~ 120 $\mu$  程度の介在物が生成していることから、生成介在物の比重は硫化物などに比べかなり大きいものと思われる。

微小硬さは Se, Te 系とも Cr の高い試料中の介在物は太であるが、Mn が高くなると低下す

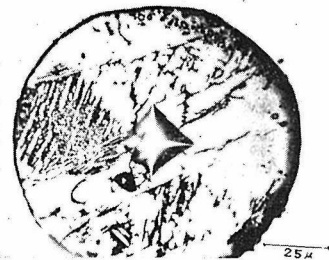


写真 1. 微小硬さ測定後の Fe-Mn-Te系非金属介在物のマイクロ写真, Hv : 136 荷重 : 50gr

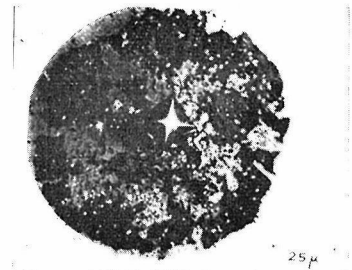


写真 2. 微小硬さ測定後の Mn, Cr を含む複合系非金属介在物のマイクロ写真, Hv : 214 荷重 : 50gr

る。これを S, Se, Te, について比較すると  $MnTe < MnS < MnSe, CrSe < CrTe < CrS$  となる。写真 1, 2 はこれら介在物のマイクロ写真を示す。

各介在物について約 10 種類の腐蝕液に対する作用を総合的に調べた結果は Se, Te 系とも Cr を含むものが比較的安定で、Mn の高いものは強酸性試薬 (硝酸アルコール, 塩酸アルコール, 弗化水素酸およびアルカリピクリン酸 (boil) などに侵蝕され易い。

各鋼塊の電解残渣の X線回折では Mn, Cr を含まない鋼塊中の介在物では FeSe, FeTe, (FeSe<sub>2</sub>) Mn を含むものでは MnSe, (MnTe), Cr を含む試料では CrSe, CrTe, (Cr<sub>3</sub>Te<sub>3</sub>) etc の化合物が認められた。

X線マイクロアナライザーにより複合系試料の同定では S, Se系介在物は Mn, Cr, (Fe), を主体とする化合物が析出しているのに対し、Te 系介在では matrix に比べ Cr の濃縮は見られないが、Mn, Cr のテルライドを主体とし、Si, Al, などの濃縮が著るしい点が硫化物と異なっている。

# Cr-Mo 鋼の恒温変態図について

熱処理研究室では従来から鋼材の各種熱処理変態曲線について研究を行なっているが、Cr-Mo 肌焼鋼 (SCM 22) に引続いて、自動車用部品などに多く使用される J I S の Cr-Mo 鋼 3 種および 5 種の恒温変態図を作成したので、緒外国で発表されているものと比較しながら述べてみよう。変態図の作成は熱膨脹計測定と顕微鏡組織観察を併用した。

図 1 および図 2 に SCM 3 および SCM 5 の恒温変態図を示す。後者の炭素量は前者よりも約 0.1 % 高い。しかし変態曲線はかなり似ており、特に変態の開始線はほとんど同様である。このように 0.1 % 程度の炭素量の相異では、変態曲線にあまり差が現われないことがある。両者のオーステナイト結晶粒度は 9.7 と 9.9 ではほとんど変わらないようであるが、変態後の組織観察では SCM 3 の結晶粒はかなり大きく変態を遅らせている主な原因になっていると考えられる。

SCM 3 は上部ベイナイト域では SCM 5 よりも変態の終了が遅れているが、これは帯状組織が存在して偏析が著しいためである。

SCM 5 にほぼ相当する鋼種について Max Planck (ドイツ、50CrMo 4) および IRSID (フランス、50CD 4) で作成した変態図(図 3)と比較すると、かなり異なっていることがわかる。SCM 5 に比べて 50 CD 4 は炭素量はやや高いが、変態の開始はかなり早い。しかし終了は逆に遅くなっている。50Cr Mo 4 の変態は全体に遅れているが、これは炭素量がやや高いためであろう。SCM 5 の上部ベイナイト域におけるパーライトの開始は著しく短時間側に移動しているが、50Cr Mo 4 ではやや早くなっている程度であり、50 CD 4 では全然影響されないようである。写真に SCM 3 の 525°C×600sec の組織を示す。

このように、変態図は同一鋼種でもその製造履歴や前処理によってかなり異なり、また研究方法や解釈の仕方によっても異なるが、その詳細については別に報告する。

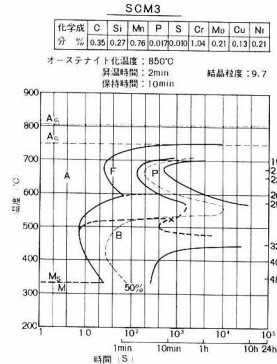


図 1. Cr-Mo 鋼 3 種の恒温変態図

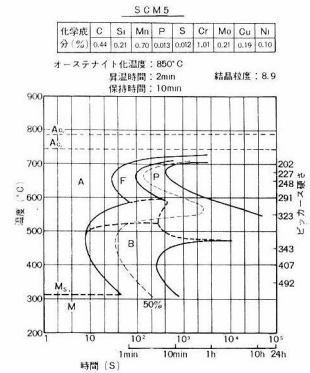


図 2. Cr-Mo 鋼 5 種の恒温変態図

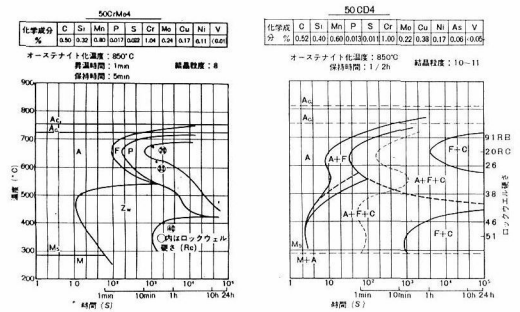


図 3. SCM 5 に相当する鋼種の恒温変態図 (Max Planck および IRSID)

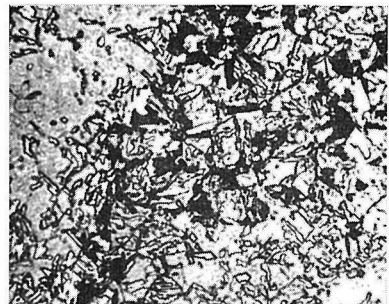


写真 図 1 の X 点の組織  
525°C×600sec (SCM3) ×500

## 傾角顕微鏡

光学顕微鏡で微小結晶粒を観察しながら、その結晶方位を決定したいということは、金相学の一つの課題である。この目的を達成するために、金属物理第3研究室で新たに企画されたのがこの傾角顕微鏡である。この顕微鏡は、高倍率で角度敏感な対物レンズを具えた顕微鏡と、複円測角器を組合せたもので、 $30\mu$ 程度の結晶粒の方位を容易かつ迅速に決定することができる。

試料はあらかじめエッチングにより、低指数結晶面より成るマイクロピットを作り、試料および顕微鏡を相互に傾けて、そのピットを構成する結晶面による反射光の強度が最大となる点を肉眼またはフォトセルで検出する。傾角顕微鏡設計の着眼点は (1)複円測角器の二つの回転軸は互に観察試料表面上のピント位置で直交するように作られているので観察している位置を見失うことなく角度の測定ができること、(2)最大反射の点を精度よく検出するため、対物レンズの像側焦点面に、巾と方向を連続的に変えられる「対物スリット」を置き、1度の精度で容易に最大反射をとらえることができることである。方位決定に要する時間は5分程度で、従来のマイクロX線法に比べて桁違いである上にその精度は少しも劣らない。また光像法に比べると測定領域( $>30\mu$ )を観察しながら方位の決定できる点に特徴がある。今後、正確簡便な微小結晶粒の方位決定法として重視されることが期待されるが、その外に次のような用途がある。

- 1) 双晶、亡り帯、クラック等、試料表面にできる微小な凹凸の傾き角の測定。
- 2) 工具、精密機械部品、カミソリ刃、スタイラス等の正確な仕上げ形状の監視等。

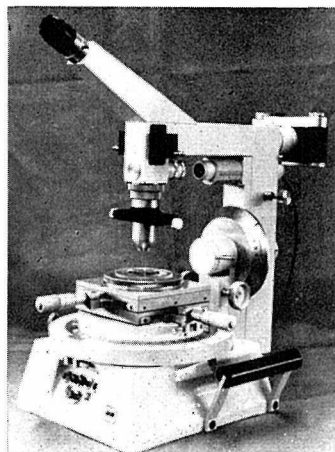


図1 傾角顕微鏡

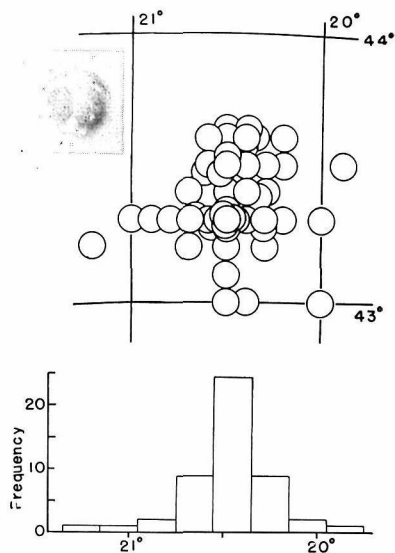


図2 エッチピット面の測定値の再現性

### 短 信

#### ★ 帰 朝

○金属化学研究部島岡室長は、米国ブラウン大学において金属表面構造物理化学に関する研究を行なうため、昭和37年8月28日から出張中のところ昭和39年10月3日帰朝した。

○戸部管理部長は、米国ならびに欧州における国立試験研究機関の管理方式に関する調査を終え、昭和39年10月15日帰朝した。

(通巻 第71号)

編集発行人 吉 村 浩  
 印 刷 奥村印刷株式会社  
 東京都千代田区西神田

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)