

NO.2

研 技 研

1967

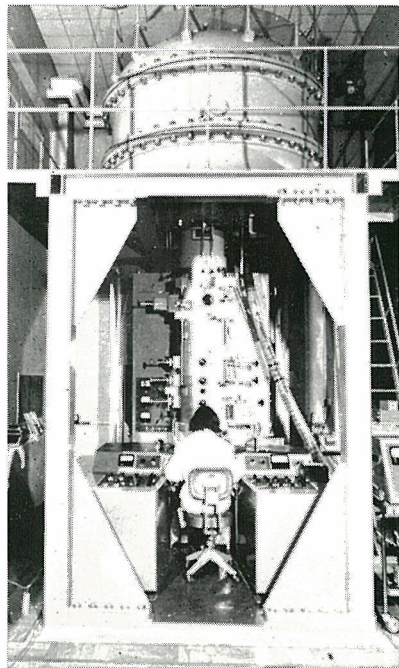
科学技術庁

ニ ュ ー ス

金属材料技術研究所

金属用 500kV 電子顕微鏡

金属物理部では既に報告した如く、1962年より金属屋として世界に先がけ加速電圧 500kV の電顕の製作、応用に着手して、種々に効用を確かめてきた。その間、島津製作所の協力を得て島津製 SMH-5A型500kV 電顕の性能向上、特に金属用として種々の改良を加え、写真に見られるような高性能金属用 500kV 電顕を完成した。その大略を示すと次の如くなる。(1)電源は、放電抑制のためにフロン・ガス中に封入した3段コックロフト昇圧方式で、電圧安定度は 500kV において 5×10^{-6} /分以下である。(2)電源と鏡体部は単相ケーブル接続(写真の右側に見られる)。そのため、電子線が電源によって括乱されることがない。(3)電子銃部、すなわち電子銃、加速管および分圧抵抗体は写真上部に見られるフロン・ガスを封入した高圧タンクの中に納められ、フィラメント交換時はタンクの上に見えるガス・ロック装置を用いて外部から簡単に行なえる。(4)加速管は20段加速で、全段耐圧は最高約750kV。(5)照射系は二重コンデンサー方式を用い、その上部に2組、下部に1組、計3組のビーム・デフレクターを備え、電子線の強度および軸合せが容易に行なえる。(6)試料室には万能試料台を備え、金属試料の加熱(900°Cまで可能)、引張り(標点間距離2mmで30%まで可能)、冷却(約-150°Cまで可)の処理が行える。しかも、これらの処理中、試料方位を一定に保てるように最大傾角8°の全方位傾斜が可能である。(7)制限視野回折には、上記試料台挿入のための20mm孔径の非対称物レンズの場合の対物レンズの倍率を51倍として、 $(0.1\mu)^2$ の領域の回折が得られる。(8)結像系は対物レンズ1、中間レンズ1、投射レンズ2の4段で、20mm孔径の対物レンズを使用した場合でも最高倍率は120,000倍。8mm孔径の高分解能用を用いた時は250,000倍以上の直接倍率を有する。(9)加速管内の微小放電を抑える目的で排気系には特に留意して、油蒸気の極度に少ない高真空を得ている。電子銃部で $< 1 \times 10^{-6}$ mmHg (コールドトラップ上部で $< 2 \times 10^{-7}$ mmHg)、鏡体部で $< 5 \times 10^{-6}$ mmHg ($< 2 \times 10^{-6}$ mmHg)。



(10)漏洩X線量は極めて少なく、最も条件の悪い軸合せの時に於いてさえ全体に < 0.5 mr/hr。観察窓では特に < 0.1 mr/hr に抑えてある。(11)除震対策も、固有振動数3CPSのゴム・ダンパーで支えた台の上に鏡体を置き、電子銃部は更に写真で見られるように柱で支えて固有振動数を約20CPSに高めることによって万全を期した。

以上の結果、鏡体は全高4,970mmの非常にコンパクトなものとなり、しかもその性能はパイロフェライトの4.5Å間隔の格子像の交叉したものが撮影出来る高分解能を示している。

含 Cr・Ni 鉄鉱石の流動炉による選択塩化焙焼

わが国の製鉄業界において、鉄原料は国内資源に恵まれず、広く世界各地の供給源に求めている。かかる立地条件下にあるわが国としては、常に未利用資源の開発にも力を注がなければならない。南方地帯に広く分布している例へばラテライトの開発利用もその対象鉱石の一つである。

製錬研究部製鉄原料研究室および製鋼研究室では、かかる見地に立ち含 Cr・Ni 鉄鋼石の処理法に関し研究を実施し、その基礎的研究に関してはすでに当ニュース (No. 7, 1963 および No. 10 1964) に紹介した。

その後流動焙焼炉 (2kg/hr) を試作設置し、適正流動条件を求め、選択塩化焙焼ならびに Fe の塩化を防止する観点から、送風室空气中に O₂ ガスを富化した実験を試みた。供試鉱石はインドネシア産鉄石 (L-I) および本邦神宝産鉄石 (L-G) を用い、十分仮焼し 32~150mesh に整粒した。その主な化学分析値は、L-I 鉄については T, Fe 56.63%, Ni 0.27%, Al₂O₃ 11.77%, SiO₂ 2.10% で、L-G 鉄のそれらは 46.60%, 1.68, 3.10 および 13.42% であり、鉄粒の密度は両鉄石の間かなりの差が認められた。

流動焙焼装置は内径 120mm、高さ 2,000mm の特殊鋳鋼管を炉体とし、ガス送装置、ダスト捕集装置、ガス洗滌装置などが附随し、炉はシリコンイト発熱体による外部加熱である。基礎実験から焙焼温度 1,000°C、Ni の揮発率を高めると同時に Fe の塩化を抑えるため、Cl₂/O₂ の比は 15/85 (vol. %) の一定に保った。

Ni 気化率におよぼす Cl₂ ガス量の影響を図 1 に示した。焙焼時間 180min における溢流鉄の Ni 品位は L-I 鉄 0.09%, L-G 鉄 0.35%, 産物重量を加味して算出した Ni 除去率はそれぞれ 68.3% および 80.9% となる。銘柄による焙焼の難易は、鉄石の単位重量当りの Cl₂ ガス量、Ni 鉄物の種類、品位および母岩の性質、鉄粒の表面積の差など起因するものと思われる。さらに Ni 品位の低い精鉄を得るためには、Cl₂ ガス量の増大を計るかあるいは鉄石の滞留時間を長くすることが有効であるものと考えられる。

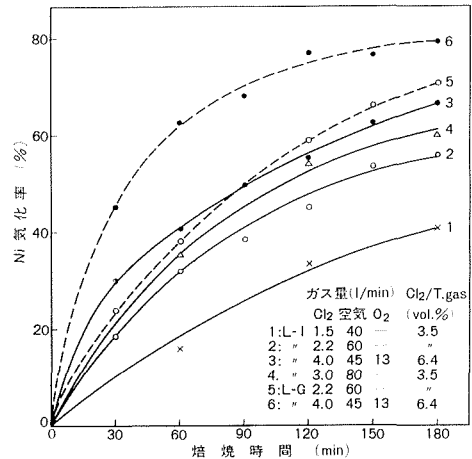


図 1 Ni 気化率におよぼす Cl₂ ガス量の影響

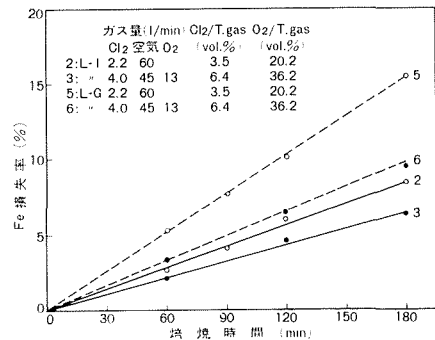


図 2 Fe 損失率におよぼす O₂ ガス富化の影響

一方 Fe の損失率は図 2 に示されるごとく、Cl₂ ガス量および焙焼時間の増加と共に増大する傾向にあるが、Ni 気化率とは逆に全ガス量が等しい同一流動条件下において、O₂ ガス濃度が高いと Fe の塩化揮発は防止できることが認められた。これらの原因については、鉄石中の各種鉄酸化物の酸化度、結晶度、結晶構造などの差異が高温における Cl₂ ガスとの反応性に影響するものと思われる。したがってラテライト鉄石のような複雑な鉄鉄石の塩化焙焼にあたっては、その予備処理で十分安定な鉄鉄物にしておくことが重要である。

Ni-Cr-Mo 鋼のベイナイトの生成挙動におよぼすマルテンサイトの影響

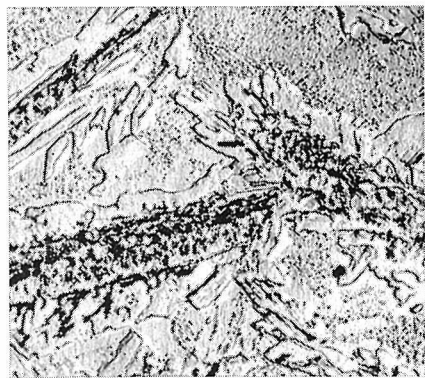
ベイナイト変態の温度域で段階的な焼入れ処理を行なった場合、第1段階において生成したベイナイトやマルテンサイトが第2段階におけるベイナイトの生成挙動にどのような影響をおよぼすかということは、実用な点からも興味のある問題である。

製造冶金研究部熱処理研究室では、JIS の SKT 4 に相当する Ni-Cr-Mo 鋼(0.59% C, 0.29% Si, 0.487% Mn, 0.016% P, 0.008% S, 1.71% Ni, 0.92% Cr, 0.47% Mo, 0.13% Cu) を用い、Ms 以下のいろいろな温度における第1段階の焼入れ処理でマルテンサイトを生成させた後に、ベイナイト変態域の各温度に昇温させた物合のベイナイトの変態挙動について研究した。

図において、●印は普通の恒温変態におけるベイナイトの変態曲線を示す。○印は第1段階の焼入れ(190°C)で25%のマルテンサイトを、そして□印は140°Cで60%のマルテンサイトをそれぞれ生成させた後の第2段階におけるベイナイトの変態曲線を示す。開始および終了曲線はそれぞれベイナイト生成量の1%および99%で表わしてある。一般的には、ベイナイト変態は第1段階で生成したマルテンサイトによって著しく促進されている。そしてマルテンサイト量の影響については変態温度が高い場合(約300°C以上)には、マルテ

ンサイト量の多い方がベイナイト変態の促進効果が大きい。しかし変態温度が低くなると、マルテンサイト量の増加はベイナイト変態の促進効果をかえって減少させる。

また、第2段階で生成するベイナイトは、先行のマルテンサイトのすぐ近傍に生成ししかも非常に微細化されることが顕微鏡観察によって認められた。写真は190°Cでマルテンサイトを生成させた後に450°Cに40sec保持した時の組織を示している。ベイナイトは、内部に炭化物が黒く析出したマルテンサイトの周囲に、優先的に生成している

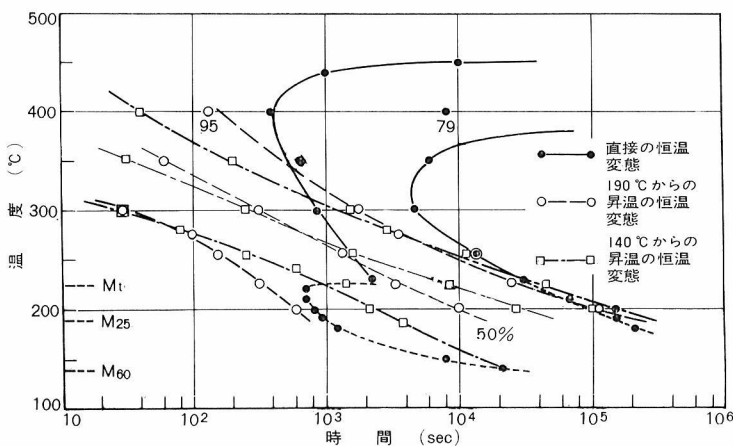


190°C × 300sec → 450°C × 40sec

写真 マルテンサイトの周囲に生成したベイナイト
 $\times 5,000 \times \frac{7}{9}$

ことがわかる。

Mf が常温以下にある鋼や質量の大きな品物の実用的な熱処理では、焼れて完全にマルテンサイト組織にならないままで焼戻すことが多い。そのような場合の未変態オーステナイトの変態挙動を上述のような変態曲線によって知ることができる。さらに、このような熱処理履歴をへた鋼材の機械的性質を知ることも重要で、現在その研究を行っている。



直接の恒温変態および昇温の恒温変態におけるベイナイト変態曲線

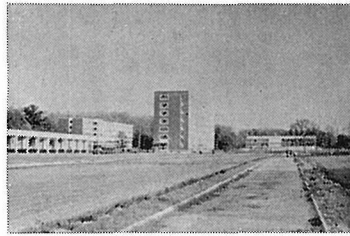
フランス留学記

材料強度研究部 岩尾 暢彦

昭和41年1月より約9ヶ月間フランス政府給費技術留学生としてフランスに学ぶ機会を得た。屠蘇の酔いも醒めぬ正月2日慌ただしく羽田を飛立った、正月のパリは人影も疎でエッフェル塔やセーヌ河もどんより曇った空に霞み底冷えのするような寒さであった。技術留学生の事務を扱っているA. S. T. E. F (Association pour l' Organisation des Stageen France) で身分証明書を受取りその他の手続を終え Préstage 先のブザンソンに着いたのは12日で珍らしくパリに十数cmの雪が積りパリッ子を震え上らせた翌日であった。ブザンソンはスイス国境に近くジュラ山系の麓だけに寒さも一層厳しかた。この街は一昨年この欄で星野氏によっても紹介されたが人口約10万の静かな学生の街でありまたフランスの時計工業の中心でもある。

その後私が6ヶ月間研究生活を送ったトゥルーズの街はパリから南に680km、急行列車で約8時間程の距離にありスペインに近く人口約33万でフランス第4番目の都市である。

技術留学先はトゥルーズ工科大学 (Institut National des Sciences Appliquées) で宿泊先の学生寮に入ったのは四月初旬で丁度 Pâques の休暇が始まったばかりで10日間程は大きい寮に殆んど学生も居なかった。INSA の名で呼ばれる四年制のこの工科大学は高級技術者を養成するために最近幾つかの都市に新設されたもので INSA de Toulouse の場合は設立3年目で建設途上だけにまだ規模も小さく学科数も化学、物理、電気、機械の4学科で学生数も400名足らずと云うことであったが新しいだけに職員も若手ばかりで皆張切って居た。私の所属して居た物理学科では電子顕微鏡で知られた FERT 科長の許に Conférence



(写真は INSA 正面より)

Professeurs には一昨年本研に外来研究員として一年間滞在して居られた COLLETTE 氏他3名 maîtres assistant Professeur 4名, Assistant Professeurs 8名, 他に機械工作員5名, 電子工作員2名, 製図係1名秘書2名と

云ったメンバーであった。特に maître Assistant は, Doctrat d' Etat 取得のための these を持ちまた assistant は Doctrat de 3^e cycle の順備に励んで居る者が多かった (フランスの学位は 3^e cycle Universito, Etat, Ingénieur の4種がある)。ここでは設立後日も浅く研究はまだ軌道に乗った状態とは云えないが特に感じたことはこのような小メンバーにも拘らず物理学科だけで製図, 機械工作, 電子工作の部屋を持ち旋盤工, フライス工, 溶接工等腕の良い技術員を揃えて居り教授等の着想は直ちに製図工によってトレースされ工作室で迅速に実体化して居る事である。既にこの工作室から 50kV 電子顕微鏡, 超高真空装置, ホール効果測定装置などが完成され, また私の実験で厄介になったコレット型内部摩擦測定装置, 極低速引張試験機もここで作られたものであった。

INSA はトゥルーズ大学理工学部と共に市の東部効外に広大な敷地を擁して Ensemble des Sciences の建中であつた。この理工学部は非常に大一模なものでこれが完成するとヨーロッパ最大との事でありフランスにおける科学技術教育に対する熱意が伺われる。

ここで少し学生生活に触れると INSA の構内に3棟500名程収容出来る寮があり全て個室で静かな環境にありその上学費も国家の補助によって学生の負担は至って僅かと云う恵まれた状態で学んで居るフランスの学生達を誠に羨ましく思った。

初めに予定して居た研究所の見学が休暇に入ったため出来ず非常に残念であったがフランスにおける研究の雰囲気には接した多くの知己を得たことは私にとって大きい収穫であった。

◇

◇

◇

◇

(通却第98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)