

研 技 研

1966

科学技術庁

NO.4

ニ ュ ー ス

金属材料技術研究所

ガス風呂に応用したサーモバッテリー

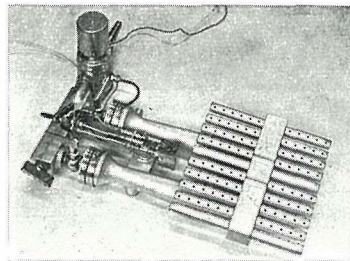
CrSi₂ と CoSi をそれぞれ *p* および *n* 分枝とするサーモバッテリーは耐熱性に富んでいる。この *p-n* 接合部を加熱し、両分枝端を冷却すると金属熱電対の数倍の熱起電力が得られる。この電力は小電源として使用される可能性を持っている。

金属酸化物研究室では、日本楽器製造株式会社からの受託研究としてサーモエレメントの実用化を行なった結果、ガス器具の電磁安全弁および温度制御の電源として実用することに成功した。

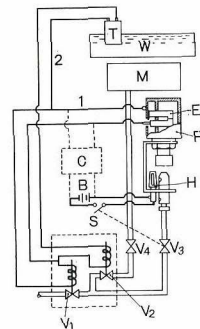
写真は電磁安全弁を備えたガス風呂バーナで、図はその作動原理を示す。電磁弁に電力を供給するサーモバッテリーは、パイロットバーナ内に設置され、*p-n* 接合部はパイロット炎で加熱され両分枝端は未燃焼ガスで冷却される。サーモバッテリーから得られた電力は図中 1, 2 の回路に分けられて電磁安全弁 V₁ および電磁弁 V₂ に供給される。サーモスタット T は主バーナ M で加熱され浴槽 W の水温を一定に保つように弁 V₂ を開閉する。したがって、M は断続的に点火され水温が調節される。一方、電磁安全弁 V₁ はパイロット炎が燃焼している間は開いているが、一度パイロット炎が消えると弁は閉されコック V₃, V₄ が開いていても未燃焼ガスは放出せず安全弁として作用する。

このバーナの仕様の概要を次に示す。

電磁弁作動電圧：17mV (minimum)



- E：サーモバッテリー
- P：パイロットバーナ
- M：主バーナ
- T：サーモスタット
- C：充電用コンバータ
- W：浴槽
- V₁, V₂：電磁弁
- V₃, V₄：コック
- H：点火ヒータ
- B：カドミニウムニッケル電池
- S：点火スイッチ (V₃ と連動)



吸 着 力：3.5kg (43mV, 100mA)

コ イ ル 抵 抗：0.43Ω

消 費 電 力：8.6mW

サーモバッテリー

個 数：1 対 (傍熱, ガス冷却)

最 大 出 力：20mW

耐 久 時 間：2,000hr 以上

取 付 方 式：差込み, 交換可能

500 kV 電顕 と その 分 解 能

500kV電顕の基礎性能については既に材技研ニュース No. 7 (1965) に報告したが、金属物理部ではその後も鳥津製作所との共同研究の形で種々の改良を加え、現在何等の不安もなく常時電圧500kVで使用している。ところで超高電顕には先に述べた如く透過能始め種々の利点があるが、分解能に関しては必ずしも満足すべきものでない。この分解能の点が解決すれば、他の特徴も更に有効となることは勿論であるが、実は加速電圧500kV以上の電顕の製作には(1)高圧電源(この程度の電圧になると現在コッククラフト方式が最も効果的とされている)の安定度、(2)励磁電流の安定度、(3)多段加速式電子銃の放電抑制など、幾つかの難問題を解決しなくてはならない。これらの点については、仏の Toulouse にある1500kV電顕では勿論の事、現在わが国で製作されている500kV電顕でも残念ながら従来の100kV電顕の域に達していない。これが電子光学的理論分解能では優位にある超高電顕が、実際には今迄10Åの分解能の壁を破れなかった大きな理由である。しかし、現在国産の電顕では、鳥津、日立製ともに高圧および励磁電源の安定度はフィードバック方式の進歩によって何れも 10^{-5} /分以下に保たれているので、波長の減少と云う利点を加味して、各所で10Å以下の高分解能を格子像の撮影(倍率の確実さから最近分解能の目安としてよくこの格子像が使用されている)で実現しようと努力を

重ねている。

これに対して、当研では前述の如く放電抑制に留意することにより電子線の安定度を非常に高くして、十数本のフランネル縞の撮影に成功している。これは実際結像に寄与する電子線の安定度に換算すれば 1×10^{-5} 以下となり、他の同種の電顕に比して可成り優れた値である。このような条件のもとに塩化白金カリ(K_2PtCl_4)の格子像の撮影を試みた結果超高電顕としては今迄何人も得られなかった格子間隔6.9Åの(100)面の格子像が図1の如く明瞭に撮影出来た。しかも当研では金属の研究を主眼として試料処理装置を使用する関係上、この撮影にも20mmφの大孔径非対称物レンズを使用しているが、このようなレンズは他の超高電顕で高分解能用に使用している。8mmφ程度の対称レンズに較べて収差の点から分解能には可成り不利(電子光学的理論分解能は約3Åとなる)となる点を考えると、如何に結像に寄与する電子線の安定度が他に較べてよいかが判る。何れにしても20mmφの大孔径非対称レンズで図の如き6.9Åの格子像を得たことは、今後超高電顕の分解能についても明るい見通しを得たものとして特筆される。

なお、金属物理部では500kV電顕の金属への本格的な応用を進め、大きい効用を確かめているが、それらについては又の機会に報告したい。

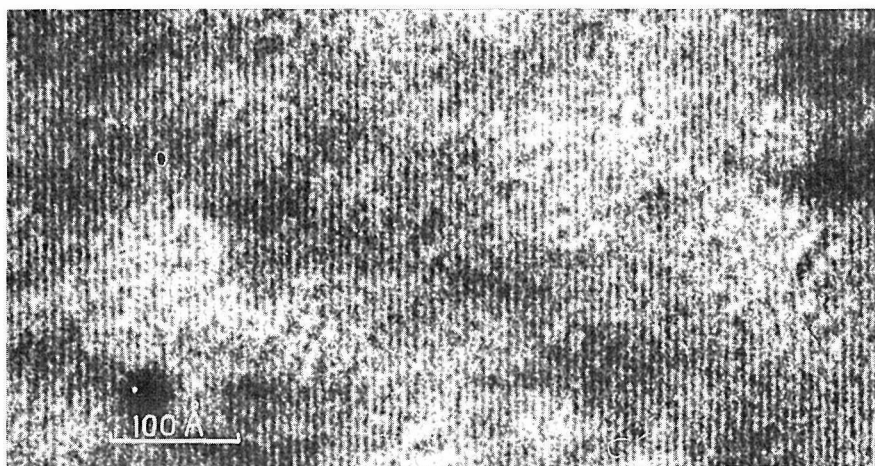


図 電圧500kVで撮影した K_2PtCl_4 の(100)面の格子像、图中格子間隔6.9Åの格子像が明瞭に現われている。

ケイ光X線分析における励起条件について

ケイ光X線分析法は他の機器分析法と比較して高い分析精度が得られるが、マトリックス効果等のために必ずしも高い正確度で分析出来るわけではない。特に高含有率成分の分析を行なう場合には、マトリックス効果は分析値の正確度に重大な影響をおよぼす。金属化学研究所化学分析室では「高濃度組成合金の分析精度向上に関する研究」を広範囲にわたって行なっているが、本研究はその一環として行なわれたものである。

高合金鋼のケイ光X線分析法についてはすでに多くの報告がなされているが、一定の励起条件（多くはタングステン対陰極のX線管球を使用して一定の電圧および電流）で実験を行なっており対陰極物質の種類およびその他の条件についての検討は行なわれていないので、現在市販されているX線管球（金、タングステン、モリブデンおよびクロム対陰極のもの）を使用してこれらについて検討を行なった。

X線管球電圧の選定

X線管球電圧の選定にあたっては次の事を考慮する必要がある。すなわち(1)検出器の数え落しが小さい事、(2)統計変動に基づく誤差が小さい事、(3)検量線の勾配が小さい事。

実験にあたっては(1)を考慮してX線管球の入力を決定し、含有率の高い元素については(3)を満足する条件を、含有率の低い元素については(2)を満足する条件を求めたところ、X線管球電圧は50kV付近が適当である事がわかった。

この実験結果の一例を図1に示す。

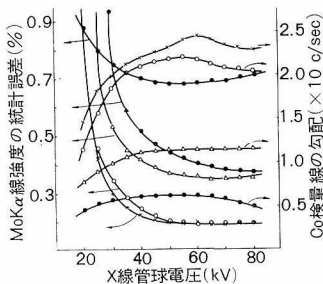


図1 X線管球電圧とケイ光X線強度の統計誤差および検出線の勾配との関係

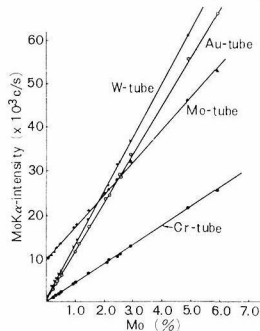


図2 Mo K α 線強度とモリブデン含有量との関係

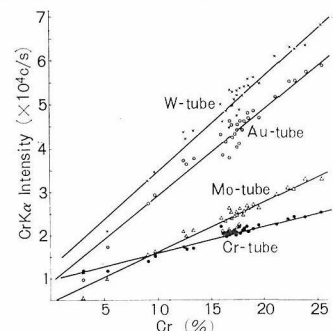


図3 CrK α 線強度とクロム含有量との関係

含有率—ケイ光X線強度の回帰関係

X線管球電圧を50kVとし定数法によりケイ光X線強度を測定して得られた含有率—ケイ光X線強度の散布図の一例を図2~3に示す。

これらのデータの回帰分析を行ない回帰からの不偏分散を Hertley の方法によって調べたところ回帰からの不偏分散には差は認められなかった。

一方X線管球から試料面に照射されている線波長の強度分布を知るために、アクリルガラスを使って散乱X線のスペクトルを記録したものが図4である。これによってX線管球の種類によりX線波長の強度分布が大きく変化している事がわかる。従ってマトリックス効果は主としてケイ光X線の吸収によって起るものと考えられる。

以上の結果からケイ光X線強度と試料の組成との間の関係は近似的に次式で表わす事が出来る。

$$I_i = \frac{K I_0 W_i}{\sum (c + M_{fij}) W_j} \quad I_i: i \text{ 元素のケイ光 X 線強度}$$

I_0 : 試料面に照射されているX線の最短波長から*i*元素の吸収端波長までの積分強度

W_i : *i* 元素の含有率

c: 試料面に照射されているX線の吸収に関する項で近似的には定数となる。

M_{fij} : *i* 元素のケイ光X線に対する*j* 元素の質量吸収係

W_j : *j* 元素の含有率

「数

上記式の I_0 はX線管球条件が定まれば定まるから*K*および*C*を実験的に定める事により高精度、高正確度でケイ光X線分析を行なう事が出来る。

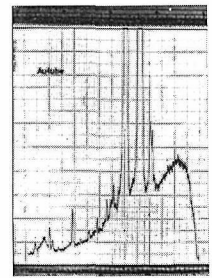
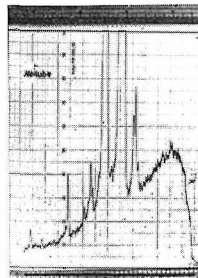
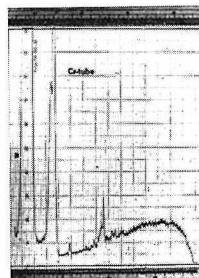
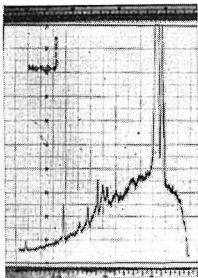


図4 X線管球からの散乱X線の分布

海外視察記

材料強度研究部長 岩元兼敏

本年1月10日から14日までパリで開かれた経済協力開発機構 (Organization for Economic Cooperation and Development 略して O. E. C. D.) の工業材料の摩耗に関する研究委員会 (Group of Experts on Wear of Engineering Materials) の会議に出席した往復の途中でロンドン郊外の物理研究所 (N. P. L.), チューリッヒ郊外の材料試験所 (E. M. P. A.), ダームシュタットのシェンク工場, 工科大学付設研究所, ガスナー研究所, ベルリンの材料試験所 (B. A. M.) などを主として疲れ部門に重点をおいて見学した。訪ねた研究所の数も少なく細い点まで十分に見届ける程の眼力もないので, 単に雰囲気を感じ取ることを目的に歩いたので参考にならないかも知れないが見聞したことを書き連ねてみる。

ガスナー研究所を除きいずれも移転・拡張などのために疲れ試験機を据付けている建物が新しく N. P. L. では据付中の試験機もあって試験機の整備状態を感じとることは無理であったが, 目につく範囲ではよく手入れされているようであった。B. A. M. の偏心荷重を利用した共振型の疲れ試験機を除いて試験機の種類は我国の研究者にもなじみの型式であって特に変わったものは見当たらない。N. P. L. ではクランク式の試験機で振りと曲げの組合せ応力疲れ試験を鋼・鋳鉄の多数の材料について行っており報告も出されているが, データの整理の方法には別に変ったことはない。また直接通電して加熱した板試験片の平面曲げ疲れ試験を行ない疲れきれつの進行速度を測定していたがこれは N. E. L. で行なっている研究の一部を担当しているものようであった。このグループの研究に学ぶべきことは実験結果をいろいろな角度から検討して多くの結論と予測を導き出している

ことである。E. M. P. A., B. A. M. は委託されたものの強度が規格に合格しているか否か試験する仕事で大部分のようであり, 疲れ試験では設計上必要なデータを得るための委託試験を行なっているが, その結果は単に委託先に渡すだけで設計上の助言をすることはあまりやっていないように見受けられた。材料面だけでなく構造物の強度についても国家機関の保証を与えることは是非必要なことのように思われる。工科大学付設研究所, ガスナー研究所も委託試験を行なっているが, 前者には表面関係のすぐれた研究者が居るということであって疲れ試験もメッキ, 切欠, 腐食疲れなど表面状態を対象にした研究にしばられている。これに対し後者は実働荷重疲れ試験の開発で有名であって多数のスリット付試験片を用いてプログラム疲れ試験を行なっている。このように有能な研究者の下に研究所を作りその研究を強力に進めているやり方は我国にはあまり見当たらないやり方のように思える。またガスナー研究所では20年位前のシェンク型疲れ試験機から最新の疲れ試験機まであって, この型の試験機の発達過程がよく分るが表面に種々のでっぱりがついた初期の試験機から現在のすっきりした形までその外観はずい分変わり, 使いやすさの点でも非常に改善されているがその動作原理は一貫して同じであって一旦よいと定めた原理はどこまでもこれを採用し改良を重ねて現在の形までもってきている。一つの機械を作り上げるにはこのような態度は当然のことと思うが我国の試験機メーカーにはこのような気構えが足りないのではなからうか。研究設備に関する限り当研究所は殆どすべての最新の設備をもっているように思われる。要はこれを如何に有用に使いこなすかであろう。

短 信

所内公開のお知らせ

当所は, 科学技術週間の行事の一環として4月23日10時から12時まで一般に公開することになった。

(通巻 第88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)