

NO.7

材技研

1965

ニュース

科学技術庁

金属材料技術研究所

回 転 衝 撃 試 験 機

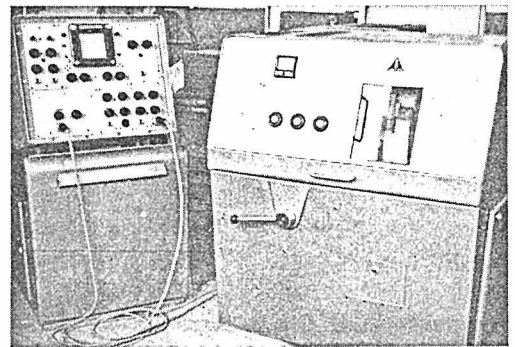
材料の脆性，靱性を試験する手段として，工業的にもシャルピー衝撃試験が最も多く利用されている。しかし，シャルピー試験法では原理上総ての材料に対して同一条件で試験することが出来ない，この点については Mass の大きい回転円板による衝撃は試料破断時の速度変化が小さく一定条件で試験を行うことが可能である。また最近高速に於ける塑性加工技術も非常に発達し高速変形に対する試験法の確立も要求されている。

これ等の試験の為の装置としては落重型，気体圧利用のもの，火薬の爆発圧を用いるもの等の方法が考案されている。これ等の内でも回転衝撃型ものは取扱が容易で安定した精度が得られる。

本研究所では金属材料の高速における脆性および塑性加工性の研究のためにジョッパー社製回転衝撃試験機を設置した。

本装置の特徴を挙げると，

- (1) 衝撃速度 5 ~ 50 m/s の間を無段で 2 m/s の誤差以内で試験し得る。
- (2) 治具の交換により シャルピー，アイゾット，引張の 3 種の試験が可能である。
- (3) 荷重測定用圧電トランスミッターおよび変形量測定用光電トランスミッターによりオ



回 転 衝 撃 試 験 機

シログラム上に荷重—変位曲線を指示し附属カメラでこれを記録することが出来る

主な仕様を記すと，

最大衝撃荷重	2,000 kg
最大エネルギー	約12,000 kg-m
衝撃速度（無段変速）	5~50 m/s
衝撃速度の最小目盛	2 m/s
衝撃による速度変化	$\frac{8 \times A}{V_2} \%$

(A = 試料破断に要するエネルギー kg-m)

測定し得る最大荷重	2,000 kg
測定し得る最大変形量	25 mm

◇ ◇ ◇

超高压電子顕微鏡の金属への応用

現在金属の研究に輝かしい成果を挙げている電顕による直接観察法も、一方では電子線の透過能の関係から、100kV電顕の場合で数千Å程度の厚さの試料しか使用出来ず、従って寸法効果の著しい現象の追跡には必ずしも十分信用出来る結果が得られるとはいえなかった。この点に関して、数年来一部の人々の間で電子線の透過能を増して、より厚い試料を観察出来るようにとの努力がなされて来た。そのためには、試料温度を下げるとか、大きい絞りを使用するとかの方法もあるが、電子線の加速電圧を増す方法が最も効果的であり、しかもそれによって、1)分解能の増加、2)制限視野の小さく出来ること、3)解像能の高い暗視野像が得られること、4)試料の汚染及び損傷の減少、などの大きい利点が余効果として得られる。金属物理研究部では早くからこの点に着目して、超高压電顕の開発応用に努めて来た。その間紆余曲折があり、現在なお種々の問題点を残してはいるが、一応基礎性能の検査も終り、ようやく金属分野への応用を始め得る段階に到達したので、ここにその1、2の応用例を報告する。なお以下述べる結果は、吾々が金属用として常用する傾斜回転、加熱、引張などの附属装置に共用出来る20mm口径のレンズを用いて得られたものである。

まず超高压電顕の場合に、金属によってどの程度の厚さのものが使用出来るかについては、電子線の非弾性散乱の度合いの異なるアルミニウム、鉄、ステンレス鋼及び銀を用いて、それらの湾曲部に現われる第1図の如き等厚干渉縞の強度分布から電子線の透過能を実測(第2図参照)して、同時に第3図に見られるように等厚干渉縞(縞の数から試料厚さが求まる)と内部組織との関係からどの程度の厚さ迄組織が観察出来るかを調べた。加速電圧の増加によって電子線の透過能の増加する現象は第1図から直視的に判るが、それらを具体的に示すと次のようになる。[A]電子線の透過能は原子番号の大きい金属ほど弾性散乱の場合の理論値に近づく。すなわちアルミニウムで450kVにおける透過能は100kVでのそれに比して2.36倍。鉄及びステンレス鋼の場合には2.34倍

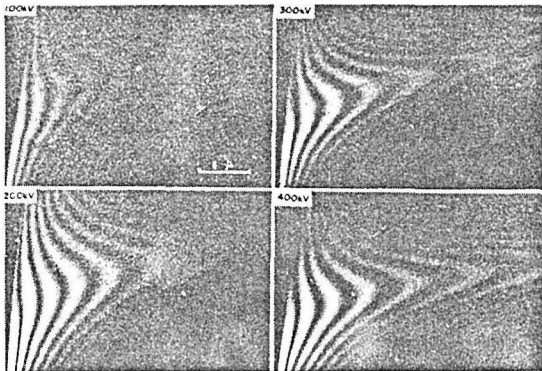


図1 アルミニウムの200反射の等厚干渉縞の電圧依存性

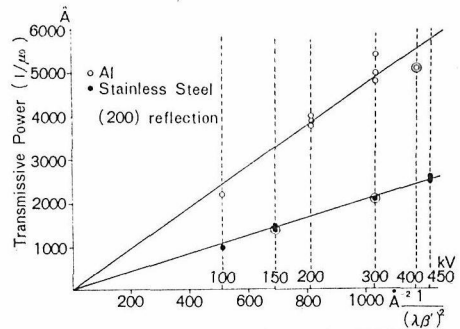


図2 アルミニウムとステンレス鋼における電子線の透過能の電圧依存性

となる。[B]アルミニウムは鉄及びステンレス鋼に比べて約2.3倍透過し易く、電子線の異常透過現象を利用すると3倍程度透過する。[C]第3図のステンレス鋼のε相での干渉縞から判断して、鉄系金属では数十Å程度の構造が観察出来る試料の厚さは、450kVで約1μ程度。アルミニウムだと3μ程度のものが使用出来る。この他、この電顕では12Å程度の格子縞は比較的容易に撮影出来、暗視野像の解像能も第4図に見られるように現在ほぼ明視野像のそれと同程度のもので得られ

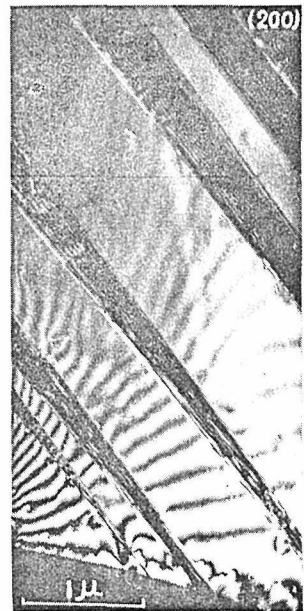


図3 ステンレス鋼の200反射の暗視野像

(以下4頁へつづく)

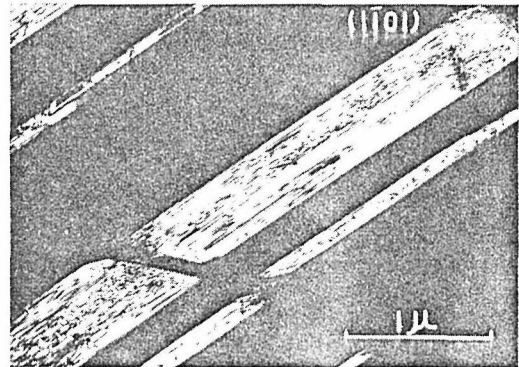


図4 1101反射でみたステンレス鋼中のε相の暗視野像

蛍光線分析法による Nb-Zr-Ta 合金の分析

蛍光X線分析法とは、試料に強力な連続X線を照射して、試料より発生する特性X線を測定する事により分析を行なう方法である。

この方法は湿式化学分析法に劣らない精度を有し、湿式化学分析法で分離の困難な元素を分析する場合には非常な偉力を発揮する。

他の機器分析と同様に、標準試料を必要とするが試料は液体、粉体、固体のいずれでもよい。しかし測定面は一定に規格化する必要があり、できるだけ大きい事が望ましい。

ところが最近になって注目されている希有金属等の合金は、電子ビーム溶解等により製造され、これを加工して研究に用いるため、分析に使用出来る試料は極少量の断片であり、分析に最適の試料を得る事も標準試料を入手する事も不可能である。

金属化学研究部化学分析室では、高濃度組成合金の分析精度向上に関する研究を行なっているが、その一環として極少量の試料を用いる表題の研究を行なった。

試料の調整方法は、溶液法、粉末法が考えられるが取扱が容易な粉末法を採用した。

標準試料は、各々の酸化物を目的とする組成となる様に磁器ルツボ中にはかりとり、ピロ硫酸カリウムと約600°C附近で融解後、200メッシュ以下に粉碎した後、1,000kg/cm²で試料容器中に加圧成型して蛍光X線の測定に供した。

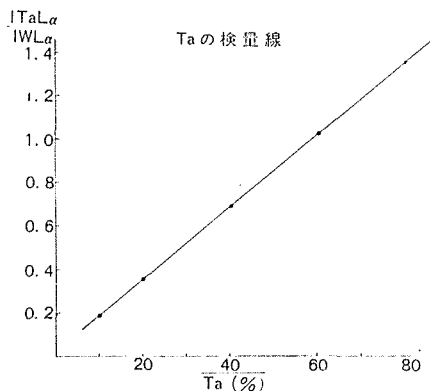
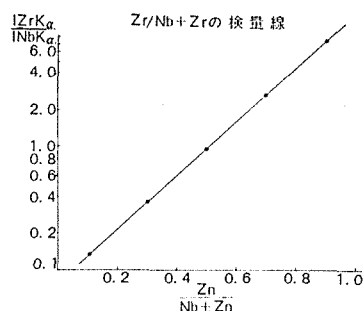
試料は一定量を磁器ルツボ中にはかりとりばい焼後、標準試料と同様にして作製した。

この方法により、蛍光X線強度は精度よく測定する事が出来るが、マトリックス効果により検量線の誤差分散が大きいので Ta の内部標準に W を用い、Ta の検量に $TaL_{\alpha}/WL_{\alpha 1}$ を、Zr/Nb+Zr の検量に $ZrK_{\alpha}/NbK_{\alpha}$ を用いた結果、つぎに図示する様な良好な検量線が得られた。

以上の様な方法で試料の調製をすれば、試料と添加した内標準とは均一に混合希釈され、共存元素の影響なく高精度で分析する事ができる。

方法の概略は次の通りである。

試料 0.5g を磁器ルツボ中にはかりとり、ばい焼



後、内標準として 200mg の酸化タングステンを加え、10g のピロ硫酸カリウムと共に約600°Cで融解する。冷却後200メッシュ以下に粉碎し、1,000 kg/cm² で加圧成型して蛍光X線強度比を測定し、検量線により含有量を求める。

次表は本法により分析を行なった一例を示したものである。

Nb-Zr-Ta 合金の分析結果

標準値 (%)			分析値 (%)		差 (%)	
Nb	Zr	Ta	Zr	Ta	Zr	Ta
86.9	13.7		13.4		-0.3	
55.2	54.8		54.5		-0.3	
12.7	87.3		87.3		0.0	
86.2		13.8		13.9		+0.1
39.8		60.2		59.9		-0.3
16.6		83.4		83.0		-0.4
	87.5	12.5		12.5		0.0
	51.3	48.7		48.8		+0.1
		9.7		90.3		+0.4
75.8	10.4	13.8	10.4	14.0	0.0	+0.2
28.2	35.6	36.2	35.4	36.1	-0.2	-0.1
14.5	21.8	63.7	21.5	63.6	-0.3	-0.1
5.3	6.4	88.3	6.6	87.8	+0.2	-0.5

昭和 39 年 度 年 表

昭 和 39 年 度 海 外 出 張 者

出張者氏名	出発年月日	帰国年月日	出張先国	出張目的
荒木 透	39. 4. 26	39. 6. 8	連合王国 ベルギー	各国の連続铸造技術の研究状況視察、及びドイツにおける鋼の铸造、加工冶金の基礎研究と応用工業研究との協力の実態調査及び研修。
橋本 宇一	39. 5. 17	39. 6. 17	西ドイツ 連合王国 フランス	ドイツ金属学会大会及びロンドンでの第6回金属表面処理国際会議出席。ヨーロッパにおける鉄鋼関係等の研究状況実態調査のため。
星野 明彦	39. 7. 11	40. 4. 2	フランス	フランス鉄鋼連盟において鉄鋼の熱処理に関する研究のため。
鈴木 敏之	39. 8. 28	40. 7. 31	アメリカ合衆国	ミネソタ大学大学院における金属工学特に電気磁気材料の研究の為。
戸部 健次郎	39. 9. 11	39. 10. 11	アメリカ合衆国 ドイツ、スイス 連合王国	アメリカ合衆国並びにヨーロッパ各地における国立試験研究機関の管理方式に関する試験研究のため。
依田 連平	39. 11. 10	40. 4. 2	アメリカ合衆国	超耐熱合金と耐火金属の性能向上に関する基礎的及び応用的研究のため。

昭和39年度見学者一覧

(注) 海外及び学会からの主な見学者
日付 見学者と主な目的

4. 21 Cornell 大学教授 Dr. L. H. Gernen 氏外 1 名、研究設備と研究状況視察
4. 24 中国金属学会常務理事王鉄雲外 4 名、研究状況と設備を見学した。
5. 8 米国 Unitron 社社長 Dr. Finn 氏、光学機械の金属物理冶金学への応用研究を調査した。
5. 13 R. C. A 社研究所副所長 Dr. H. W. Lexereng 外 2 名、研究設備と研究状況の視察。
5. 22 フィリピン国際科学開発委員会上級科学官 Mts. Leticia Brillo Marcelo, 研究状況の視察調査
6. 11 MIT 教授 Dr. M. Cohen 外 6 名、研究状況視察。
7. 6 米国 Battele Memorial Institute Mr. B. C. Allen, 非鉄金属の研究状況を主に見学。
7. 21 自動車工業会材料委員会 20 名、設備と自動車用材料の研究状況を見学。
7. 28 米国 Jet Propulsion Labo. Dr. D. B. Fischback, 金属物理の研究設備と研究状況を見学。
8. 5 独 Max-Plank Inst. für Metalf. Dr. Hinzner,

金属の塑性についての研究状況を調査。

8. 6 日本分析化学会 60, 分析関係設備を中心に研究状況を見学。
9. 30 中国アルミニウム代表団 5 名、非鉄金属を中心とした研究設備と研究状況を視察調査
11. 11 米 U. S. 社冶金研究マネジャー Dr. K. J. Irvine 外 2 名、研究状況の調査
11. 16 Krupp 社 Mr. Ulman, 研究設備と研究状況視察
11. 26 米, 国際銅研究協会 L. Mc Donald Schetky 氏, 研究設備の見学, 研究状況についての懇談。
11. 27 日本工学会 45 名, 研究設備と研究の状況を見学
12. 8 川崎特殊溶接専修学校 30 名, 溶接関係の研究設備を中心に見学。
12. 3 中国金属加工代表団 16 名, 研究設備と研究状況を視察。
12. 9 ソ連邦溶接技術代表団 7 名, 溶接関係の研究設備と研究状況を視察
12. 24 中国溶接代表団 6 名, 溶接関係の研究設備と研究状況を視察
40. 1. 29 日本非破壊検査協会会員 50 名, 研究設備と研究状況見学
40. 2. 16 神奈川県工業教育研究会機械部会機械科教員 50 名, 研究設備と研究状況見学。
40. 3. 8 ベルリン工科大学パウレック教授, 研究設備と研究状況視察。
40. 3. 23 ウェールズ大学ロイド教授, 研究設備と研究状況を視察
40. 3. 26 中華人民共和国化学機械考察団 高鵬氏 他 2 名, 研究設備及び研究状況を視察

(2頁からつづく)

る。従って、金属への本格的な応用は附属装置を使用する今後に期してはいるが、現在判っただけでも、超高压電顕(1)転位の分布とか密度の測定、2)面欠陥の種類(2)の判別、3)微細構造の研究、などに非常に有効である。

(通巻 第79号)

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

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

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