比容積分析について*

森 永 卓 一** 財 満 鎮 雄***

On the Specific Volume Analysis by

Takuichi MORINAGA, and Shigeo ZAIMA
(The Tokyo Institute of Technology) (Yamanashi University)

In this paper, we explain the method for analysing the structural changes of material by means of measuring the specific volume or gravity. As materials are to be affected in their specific volume or the gravity by the change of phase caused by heat treatment, aging and so on, and if the specific volume or the gravity reflects very sensibly the phase changes, we may be able to analyse the material conveniently by means of the precision chemical balance only, without using special apparatus.

So, we describe the measuring method, and by examining the data of the measurement, we know that the specific volume or the gravity well corresponds to the internal change.

The results are consistent with the change of length ascertained by means of the dilatometer (it is natural that the change of specific volume of materials is affected by the third degree as compared with the length), and agree with the changes of the lattice constant observed by the X-ray analysis (it means that the lattice constant decreases with microscopic volume and the increases with expansion, and the change of the specific volume macroscopically corresponds to the microscopic change).

We think the above justifies the analysis, and introduce some examples applied to the industrial method of the material analysis. That is: (1) Applying it on the analysis of the internal change in steel, iron and brass caused by heat treatment, there is a change peculiar to material in specific volume, so we can exactly know the internal change in composition. (2) And using the analysis of the aging in aluminium and its alloys, we can obtain the data as an aid for analysing the aging mechanism.

(Received December 6, 1956)

1. 緒 言

金属材料は熱処理によっていろいろな機械的性質が大きく変化を受ける。従来、検鏡、堅さの測定、膨脹計による長さの変化、電気抵抗の変化、磁気分析その他X線分析などの方法によって、材料の内部変化を調べている。本論文においては、精密化学てんびんによって比容積の変化を測定して、従来の方法によって得られた諸結果と比較してみた。

熱処理などによる内部変化に伴って、その比容積は当然変化すると考えられる。また、その変化が大きく、かつ敏感に現われるならば、手軽に適用できて便利である。いままでにも比重が内部変化の追求に利用されたことがあった。たとえば、本多・小久保氏¹⁾などはジュラルミンの時効硬化中の変化を、また、菊田氏は鋳

鉄の成長について見掛けの比重の変化を求めている²⁾。しかしながら、これらの測定方法があまりにも単純であるので、あまり関心をもたれなかった。

よって著者らは、あらためて比容積測定、あるいは比重測定が工業的試験法としての利用の可能性があることを確め、鉄鋼、黄銅およびアルミニウム合金などの時効過程³⁾中の内部変化を追求し、その結果の概要を述べる。

2. 測定方法および試料

いま、試料の空中における重さを w 、それが $t^{\circ}\text{C}$ の水の中における重さを w' 、水の $t^{\circ}\text{C}$ における比重を G 、そのときの室温における空気の密度を ρ とすれば、 4°C の水を標準とした場合の試料の比重 γ は次式で与えられる。

$$\gamma = \frac{w}{w-w'}(G-\rho) + \rho = \frac{w}{w-w'}G - \frac{w'}{w-w'}\rho \quad (1)$$

しかるに、金属材料の場合、第1項にたいし第2項

* 原稿受付 昭和31年12月6日、昭和31年11月20日 材料試験協会 秋期講演大会において講演。

** 東京工業大学

*** 正員 山梨大学工学部

は $10^{-5} \sim 10^{-6}$ の程度で影響を与えるにすぎないから、これを無視して、

$$\gamma = \frac{w}{w-w'} G \tag{2}$$

となる。また、比容積 v は

$$v = \frac{1}{\gamma} \tag{3}$$

となる。

一般に鑄造のままの材料では、内部に気泡、巣などの内部的欠陥の存在が考えられ、比重も見掛けの比重となるが、鍛造、圧延などの塑性加工を施したものは、内部的欠陥はないものと考えられるので、著者らは(2)式および(3)式に従って測定を行った。なお、比重の変化より容積の変化を考えたほうが検討がしやすいので、ここでは主として v について説明する。

試料は 10 mm×10 mm×20 mm を標準寸法とし、顕微鏡材料をつくる要領で各面をエメリー04までみがき、酸化クロムの水溶液で仕上げて表面に気泡や汚れの付着しないようにしておく。精密てんびんで0.0001 gまで精密に測定するが、その際、試料を吊るのは婦人の毛髪(約0.0011 g程度)を用いて、水中でも水をはじき、吸湿による重量変化のないようにした。

実験に供した試料は Table 1～3 に示すようなものである。

Table 1.

	Chemical component (%)							
	C	Si	Mu	P	S	Cr	Cu	W
1.29%C-Steel	1.29	0.20	0.33	0.030	0.020	0.42	—	
0.95%C "	0.95	0.18	0.41	0.028	0.025	—	—	
0.72%C "	0.72	0.25	0.30	0.031	0.010	0.09	0.26	
0.55%C "	0.55	0.34	0.50	0.034	0.033	0.06	0.25	
0.30%C "	0.30	0.27	0.71	0.030	0.020	—	0.32	
SKS-2	1.10	0.25	0.24	0.025	0.024	0.75	—	1.02
Pearlite cast iron	2.85	2.50	0.75	0.24	—	0.21	—	

Table 2.

	Chemical component (%)					
	Cu	Pb	Fe	Sn	Al	Zn
65:35 brass	65.47	0.17	0.64	0.92		bal.
60:40 brass	60.36	1.83	0.22	0.85	0.10	bal.
Naval brass	60.84	0.14	0.10	1.17		bal.

Table 3.

	Chemical component (%)							
	Cu	Mn	Mg	Fe	Si	Zn	Sn	Al
17S	3.56	0.78	0.30	0.37	0.32			bal.
2S	0.11	0.02	tr.	0.69	0.38	0.01		98.97
Al-Cu-Sn alloy	0.40						0.11	bal.

3. 分析の信頼性

かつて焼戻し炭素鋼の諸性質を調べていたさい、焼戻しに伴う比容積の変化について求めたことがある。しかし、100～300℃の焼戻し温度範囲でその変化が非常に複雑なためと、当時の常識では比容積は α マルテンサイト> β マルテンサイト>パーライト>オーステナイト のように単純な変化と考えられていたため、実験の事実は事実としても材料分析法としてその信頼性にいくぶんの不安があった。その後、岩瀬・竹内氏などが焼戻し炭素鋼の長さ⁵⁾の変化、あるいは電気抵抗⁶⁾の変化などを測定された結果を知り、その結果が全く類似していることがわかった。比容積は長さの変化に比べ3乗で効いてくるので変化が大きく現われ、前述のような単純な測定によっても、組織の内部変化が充分知れることを知った。

さらに、ジュラルミンの初期時効について研究中、X線分析による時効中の格子定数の変化とこの比容積⁶⁾の変化とが非常によく似た変化をすることを知った。X線的に決定された容積より比重を導き出す式も与えられている。すなわち、結晶の単位胞内の原子数(あるいは分子数)を n 、原子量(あるいは分子量)を M 、ロシュミット数 $(=6.0227 \times 10^{23})$ を N 、単位胞の真の容積 (cm^3) を V 、X線的に決定される単位胞の容積を V' 、 V' を V に換算するさいの定数 $(=1.65023)$ を K とすれば、

$$\gamma = (nM)/(NV) = KnM/V' \tag{4}$$

となる。 V' は格子定数 a により決定されるので、 v は a の変化と密接な関係にあることがわかる。格子定数の減少はミクロ的に容積の減少を意味し、格子定数の増加は膨脹を意味するが、比容積分析の結果は次に示

Fig. 1.

Fig. 2.

すようにマクロ的にも以上の変化に対応している。

Fig. 1 および Fig. 2 は炭素鋼の焼入焼戻しに伴う v の変化を示したものである(有効数字 6 桁)。これからわかるように 100~300°C の間でかなり複雑な変化をとり、岩瀬・竹内氏の指摘されたマルテンサイトの焼戻し温度 120°C 付近、析出 α_m の焼戻し温度 180°C 付近、および残留オーステナイトの焼戻し温度 240°C 付近などにおいて全く対応した変化を示している。測定値のばらつきからみても、この結果の再現性が認められる。

Fig. 3 は 17S について常温時効のさいの v (有効数字 5 桁)・ a (5 桁) および デバイ輪の変化を示したも

Fig. 3.

Fig. 4.

ので、デバイ輪のこのような変化は特に初期時効において内部で急激な変化があいついで生じていることを示し、 v と a の変化も急激であるが互に対応した変化をとっている。また Fig. 4 は、従来、時効はほとんどしないと考えられていた 2S について比容積分析を行った結果で、これによると時効の初期に相当するところにかんがりの変化があることを知った。なお、2S の焼入直後の結果で(これを純 Al とみて)、面心立方型で $n=4$ 、 $M=26.97$ として、X線分析より $a=4.036$ として(4)式を用いると $r=2.7073$ 、 $v=0.36937$ を得た。実測の結果(Fig. 4)は $r=2.7160$ 、 $v=0.36818$ となってよく一致する。

以上の結果、比容積分析は工業用測定法としてかなりの信頼性をもったものと思う。

4. 応 用 例

4.1 鉄鋼の焼戻し変化について

前述のように、特にC量が高い炭素鋼においては変化が敏感であるので、SKS 2 について適用してみた。その結果が Fig. 5 で、100~300°C に同様な変化が認められる。260~280°C のピークの大小は焼入温度の高低による残留オーステナイトの量の相違に基づくものであらう。また、さらに組織が複雑であるパーライト鋼鉄について求めた結果が Fig. 6 で、Fe-C 系合金の場合の v 変化を示している。

4.2 黄銅の焼戻し時効について

各種黄銅を 500°C で焼入して焼戻し温度を上昇したさいの v 変化を求めると Fig. 7 のようになる。($\alpha+\beta$) 領域の Cu 60% 黄銅ではたいした変化はないが、 $\alpha \rightarrow (\alpha+\beta)$ の変化に関連のある Cu 65% 黄銅では図の

Fig. 5.

Fig. 6.

Fig. 7.

Fig. 8.

Fig. 9.

ように変化が大きい。

4. 3 アルミニウム合金の時効について

アルミニウム合金の時効の研究¹⁾、特に常温時効のさいには試料を水中に吊したままてんびんの目盛を記録するだけで、連続的に時効の進行状況を知ることができる。前述のようにX線分析の結果と比べて充分信頼できる。Fig.8およびFig.9は2SおよびAl-Cu-Sn合金の時効温度をいろいろに変化した場合の v 曲線である。いずれも定常値に至るまで特に初期において、かなりの変動が見られ、単純な指数曲線の変化を示さない。また、この範囲では17Sの場合および2S²⁾で確かめられたことであるが、内部摩擦の変動が急激で数個のピークが現われる不安定な領域である。従来、時効測定に用いられてきた硬度測定で、飽和値に達するまで特に初期に、硬度値にいちじるしいばらつきが

見られた。それが測定値のばらつきのみによるか、あるいは実際にそうなるか不明であるが、以上の結果よりみて、その原因が単に測定値のばらつきのみによるものではないような気がする。

5. 総 括

以上の結果を要約すれば、

(1) 比容積分析(または比重分析)は敏感に内部組織の変化を示すから工業用分析法として利用できる。

(2) その測定法は単純かつ簡単であるが、充分な信頼性および再現性がある。

(3) いろいろな実例について述べたように、各種の試験法、分析法と併用すれば、従来、不明のまま残されている分野の解明に有力な手がかりの一つを与えるものとする。

なお、本研究は 文部省 科学研究助成 補助金による「金属の内部摩擦について」の一環の研究の一部なることを付記し、試料の分析に御協力いただいた帝国ビストンリング岡谷工場の各位に感謝する。

注：一

- 1) 本多, 小久保, 金属の研究, 7, 343 (1930) および 小久保, 金属の研究, 8, 289 (1931)
- 2) 菊田, 鈔物本質論, 345 (工業図書, 昭14版)
- 3) 財満, 山梨大学工学部研究報告, 4, 101 (1953)
- 4) たとえば, 機械学会編, 機械工学便覧, 1794 (昭12改訂版) (ただし, 昭26版にはない)
- 5) 金属学会編, 金属便覧, 517 (1952.12 版 丸善)
- 6) 森永, 財満, 山田, 中村, 金属学会第39回大会講演会 (1956.10.11) にて講演
- 7) F. Foote, E.R. Jatte, Phys. Rev., 53, 81 (1940)
- 8) さらに ガイガーフレックスでこのピーク付近をチェックしたところ, 同様な変化が認められた。
- 9) 森永, 財満, 金属学会第40回大会講演会(1957.4.3)にて講演

接着および非接着型防振ゴムの特性比較*

関 口 久 美** 西 村 正 己***

A Comparison of Characteristics of Bonded Type Rubber Vibration Isolators with the Unbonded by

Hisayoshi SEKIGUCHI and Masami NISHIMURA
(Himeji Technical College)

There are two kinds of rubber vibration isolators such as bonded and unbonded among the compression type. We compared these two types in vibration tests, in which correction of shape effect was made by applying Hattori-Takei's formula. In addition to this the authors checked the accuracy of successive approximation method by this formula. In this calculation one constant called shape factor... (cross sectional area)/(free surface area) was taken. When rubber is deformed the cross sectional area and free surface can roughly be obtained. If the rubber is compressed between lubricated metals the cross section varies uniformly along to its axis, enabling the calculation of true section and surface. In order to compare the characteristics, we took three cases as follows:

(A) Bonded type.

(B) The contents and dimensions of rubber are the same to (A). The used unbonded specimens are held between two metal parts polished by No. 0 sand paper.

(C) The specimen is the same to (B), provided it is lubricated with silicone in the contact faces between rubber and metals.

Using these types of isolators, we obtained many data in various mean stresses from experiments, and calculated characteristics in other mean stress from zero stress, and came to the following conclusions.

(1) The stiffness by the statical tests, (A) is the largest and (C) is the smallest.

(2) In (A) its complex modulus and loss factor are the largest, and in (C) they are the smallest.

(3) The amplitude dependencies are similar in these three cases.

(4) Calculated values by the successive approximation method are larger than (A) and smaller than (B), and (C) is quite another.

(5) Hattori-Takei's formula is applicable so long as statical deflection by mean stress is not too large.

(6) The differences between (A) and (B) are taken as chiefly due to the penetration of metal into rubber and sliding deformation of rubber on contact faces with metals as well.

(Received January 8, 1957)

* 原稿受付 昭和32年1月8日, 昭和31年11月20日 材料試験協会
秋期講演大会において講演

** 正員 姫路工業大学
*** 姫路工業大学