

IV 總 括

以上の研究を總括的に述べると、

1. 前研究にて使用したと同様の熱傳導率測定装置を用いて、炭素鋼2種、Ni・Cr鋼3種、不銹鋼2種及高速度鋼2種に就き常溫近くの溫度より800°C位の高温まで繼續して熱傳導率を測定した。
2. 炭素鋼の熱傳導率測定結果は從來研究せられた結果と一致して居る。
3. Ni・Cr鋼の熱傳導率對溫度の曲線は大體炭素鋼の夫れと大體一致して居る。而して硬き鋼は一般に熱傳導率は低くなる。
4. オーステナイト系不銹鋼の熱傳導率は比較的 low、

その溫度に對する推移の狀況は炭素鋼とは趣きを異にし、溫度上昇と共に低下せず却て上昇する如く變化する。又パーライト系不銹鋼の方は炭素鋼と同様その熱傳導率は溫度上昇と共に低下はするがその割合は少ない。

5. 高速度鋼の熱傳導率は一般に低く、焼鈍状態に於てはその溫度に對する推移はパーライト系不銹鋼と似て居るが一層緩かに低下する。この種鋼の焼入状態に於ける熱傳導率は可なりに低くなつて居るが、550°C位の溫度にて焼戻されると著しく熱の傳導を良くする。

終りに臨みこの研究を發表する機を與へられた株式会社日立製作所常務取締役秋田政一氏に對し感謝する、なほこの實驗に勞せられた同社冶金研究所々員飯田新一郎氏に對し感謝する。

スンプ法に依る金屬組織面の轉寫法に就て

(日本鐵鋼協會第17回講演大會講演 昭和12年4月)

高 島 徳 三 郎*

DETECTION OF THE MICROSCOPIC STRUCTURE OF METALS AND ALLOYS BY MEANS OF THE "SUMP METHOD."

Tokusaburo Takashima,

SYNOPSIS :—The so-called "Sump Method" is a new device of making microscopic prints by means of placing a thin celluloid film with solvent on the surface of the specimen and removing it thus to reveal the structure of material. Hence, it is unnecessary to cut out the specimen from the body of material as is done in the case of ordinary microscopic preparation.

In the present paper the author intends to describe the way of its practical application and the efficacious operating method for the investigation of the structure of metals and alloys under the following headings.

1. Introduction.
2. The "Sump Method" and its way of manipulation.
3. Etching of the specimen.
4. "Sump" printing of the structure of metal.
5. Microphotography of the "Sump" preparation.
6. Polishing of the metal and its necessary apparatus.
7. Conclusion.

I 緒 言

金屬組織を現場的に檢鏡する方法としては從來より顯微鏡を直接可檢體に裝置してゐるが、可檢部の位置形狀等によつては檢鏡不能のことが多く、殊にその部分を寫眞撮影するが如きは實際上非常に困難であつて實用的で無かつたよつて斯る場合スンプ法を利用して充分効果を擧げ得れ

* 日本鋼管株式会社

ば非常に便利と思はれるが未だ一般に實用されてゐないやうである。これ本法による檢鏡法は間接法であつて、標本作製の巧拙が直ちに檢鏡結果に影響し、特に金屬組織の場合は腐蝕方法等が著しく結果の良否に關係するのであつて操作法如何によつては適確な結果を得難いためと思はれる。

從てこれを實用するには最初に正しき結果を得べき操作法について充分調査し熟達する必要がある。然るに今日ま

で金屬組織面に實施を試みた文献も 2~3¹⁾²⁾³⁾あるが、何れも應用例に關するもののみであつて、利用上直ちに必要な操作方法に關しては餘り詳細で無いため、非常に不便があつた。依て筆者はスンプ法による金屬組織の檢鏡上必要な研磨、腐蝕、轉寫及寫眞撮影法等全般に亘て良結果を得べき方法を調査して見たのである。以下これらの結果と筆者が多少試みた工夫考案を附加して報告する。但し本調査は本來の動機が實際現場的試験に實用するために操作上大體の規準を決定する目的を以て行つたものであつて、勿論實驗的方法に於ても不充分且適切ならずとの謗もあるやに思はれるが、スンプ法に依る金屬組織轉寫上の實際からはさまで嚴密を要せず、この程度を以ても充分役立ち得ると信ずる。若しこれによつて現場的試験が多少とも容易となり、斯の方面の試験法に資するところがあれば筆者の満足とするところである。

II スンプ法とその手法

スンプ法とは京都市綾部町郡是製絲株式會社技師鈴木純一氏の發明⁴⁾したもので、その名稱は鈴木氏萬能顯微印畫法の英譯名 Suzuki's Universal Micro-Printing Method から出たものである。今これを簡単に述べれば、溶劑を以てセルロイドに可塑性を與へ、これを物體面に貼り付けて暫時放置後乾燥したセルロイドを剝離して、微細な表面状態を轉寫する方法である。よつてこのセルロイドに

轉寫した標本を檢鏡すれば、種々なる物體の表面状態を間接に觀察し得るわけで非常に便利な方法である。但しこの方法は手法の差異によつて大體 2 種類に分類されてゐる。

(1) セルロイドを溶液として用ふる方法 (被膜法)

この方法はセルロイドを溶劑によつて濃厚溶液となし、これを目的個所に塗布して乾燥後剝離したセルロイド被膜を檢鏡する方法である。この手法は可檢面に殆ど壓力を加へることなく極めて理想的に轉寫の目的を達することが出来る。但し乾燥速度が遅いこと、乾燥經過中塵埃の附着し易いこと等の缺點があり、現場的な作業としては少しく不適當な方法である。只可檢部が複雑な形狀を有する場合には理想的な手法と謂へるであらう。

(2) セルロイド薄板に溶劑を塗布して用ふる方法 (薄板法)

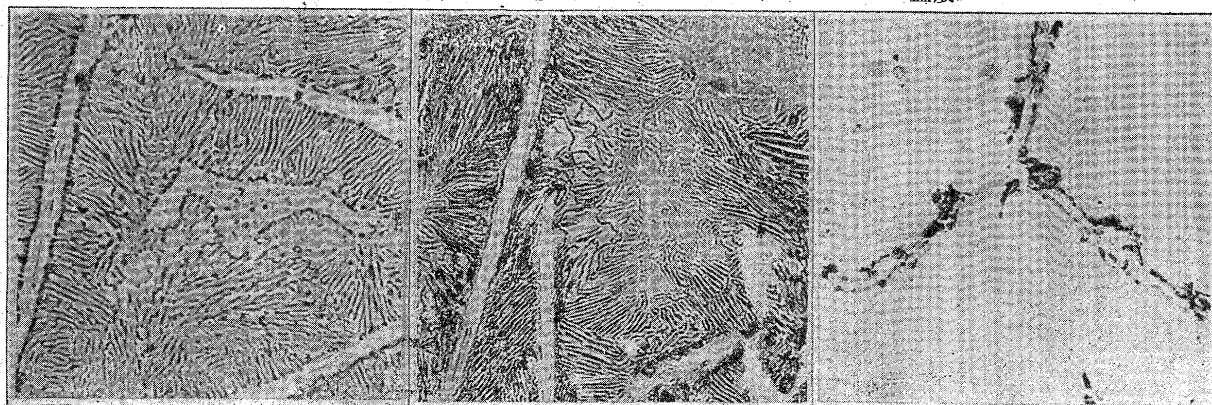
この手法はセルロイド薄板の片側に溶劑を塗て直ちに物體面に押し付けて轉寫する方法である。この方法は操作が稍複雑ではあるが壓着面の乾燥が迅速なこと、塵埃の附着する憂全く無きこと等の利點があり、且つ轉寫能力も前法と殆ど變りが無いから實用上非常に便利がある。依て筆者は實用上の見地から専ら薄板法による操作法を調査した。以下その結果に就て述べる。但し實驗用のセルロイド薄板 (直徑 20mm 厚さ約 0.1mm) 及薄板用液はスンプ同好會より購入した。又實驗に際しての手法は以下斷りなき場合は原則として次の順序によつて爲したものである。即ち約 1/100cc (實際轉寫に使用する液量程度) の薄板用

寫眞 1. 腐蝕劑の種類と轉寫の難易、鼠鑄鐵各 3% 溶液腐蝕 ×500

ピクリン酸アルコール

硝酸アルコール

鹽酸アルコール



- 1) 金屬顯微鏡組織のセルロイド印畫法に就て。河倉義安 機械學會誌, 第 34 卷, 第 165 號 (昭 6. 1)
- 2) 鐵鋼の研究及検査に對するスンプ法の應用。谷口光平, 上田哲三, 鐵と鋼, 第 19 年, 第 10 號, (昭 8. 11)
- 3) スンプ法に依る鐵鋼製品の検査に就て。鑄物, 第 8 卷, 第 8 號, (昭 11. 8)
- 4) 特許第 88,353 號 (昭和 5 年 9 月 16 日)「物體の表面を觀察すべき透明薄膜又は薄板狀顯微鏡標本の製作法」

液を硝子棒で可檢面に滴し、直ちにセルロイド薄板を乗せて指頭を以て壓着する。壓着より剝離迄の時間は 5 分間とした。

III 可檢體の腐蝕法

組織轉寫の良否に關係する最も重要な操作は研磨面の

腐蝕法である。依て先づスンプに適度なるべき腐蝕方法に就て調査した。

1) 腐蝕剤の種類による良否:— 腐蝕剤の種類によつてスンプに適否があるかどうかを知るために行つた實驗の一例を示せば寫眞1の如くである。

これは腐蝕剤の濃度を假りに3%とし、ピクリン酸、硝酸、鹽酸の3種アルコール溶液を以て普通鼠鑄鐵を腐蝕し、水洗乾燥後その組織を轉寫して3者の差異を見たものである。但し3者共最良腐蝕状態のもののみを轉寫したことは勿論である。この結果を見ると、ピクリン酸アルコールによる腐蝕は最もよく、一様に而も明瞭に轉寫されてゐる

硝酸アルコール腐蝕もかなり明瞭ではあるが幾分局部的腐蝕の傾向が見られる。次に鹽酸アルコールによるものは最も悪く、パーライトが殆ど轉寫されてゐない。即ち同一組織状態でも腐蝕剤の種類による良否難易の差はかなり大きなものであることはこの一例を以ても視はれる。尙ここに注意すべきは前2者の腐蝕剤は普通檢鏡用として用ひられてゐるものであるが、この結果よりすれば普通檢鏡用腐蝕剤がスンプにも適當してゐるやうに思はれる。依て他の場合にも同様か否かを更に多數の材料に就て實驗して見たが大體に於て良好な結果を與へることを認めた。只腐蝕進行の初期に緻密な保護被膜を形成する場合は腐蝕による凹凸も從て微弱のため轉寫の成績は極めて悪く、これを強ひて腐蝕する時は徒らに被膜の厚さを増すのみで何等の効果も無く、場合によつては被膜自體の龜裂其他の變化を轉寫して誤謬に陥ることがある。筆者はこの種組織面の轉寫法に就て、實驗室的に次の如き手段を行つて見たが稍有效なる結果を得た。

イ、腐蝕前 relief polishing を爲す方法

ロ、化學的に被膜を溶解し、更に腐蝕する方法

ハ、軽く再琢磨を行ひ、機械的に被膜を除去し、更に腐蝕を繼續する方法

ニ、適當な腐蝕剤の選擇

2) 腐蝕剤の濃度による良否:— 腐蝕剤の濃度は組織状態等によつても一々異なるべきを以て一概に律することは出来ないが、スンプ用として大約の傾向を知ることは實際上必要である。依て鼠鑄鐵の場合に就て實驗して見た結果を示せば寫眞2の如くである。

これを見ると鼠鑄鐵を硝酸アルコールによつて腐蝕した場合は1%溶液が最もよく、5%溶液は局部的腐蝕が見られ、3%溶液は大體兩者の間にある。即ち濃度は稀薄のもの程良結果を得てゐる。濃度をこれ以下にしても良結果は得られるが餘りに稀薄にする時は腐蝕作用が局部的となり、一樣な組織面を得ることが出来ないばかりでなく、腐蝕時間が甚しく長くなり到底實用的で無い。(腐蝕時間は第2表参照) 經驗によれば一般にスンプ用腐蝕剤の濃度は、普通檢鏡用よりも幾分稀薄溶液を用ふる方が良結果を得る。鐵鋼材料一般用としては1~3%硝酸アルコールがあらゆる點で手頃のやうに思はれる。

3) 最適腐蝕時間の檢出:— 組織轉寫の成績に影響する最も重要なる因子は腐蝕時間即ち腐蝕の程度であらう。今普通檢鏡時最良腐蝕状態の組織面をスンプして見ると、轉寫組織が極めて淡く、檢鏡、撮影共に非常に困難であつて到底實用的でない。依てスンプ法によつて轉寫するにはどの程度の腐蝕が最適なるかに就き普通檢鏡用最良腐蝕時間との比を求めて見た。

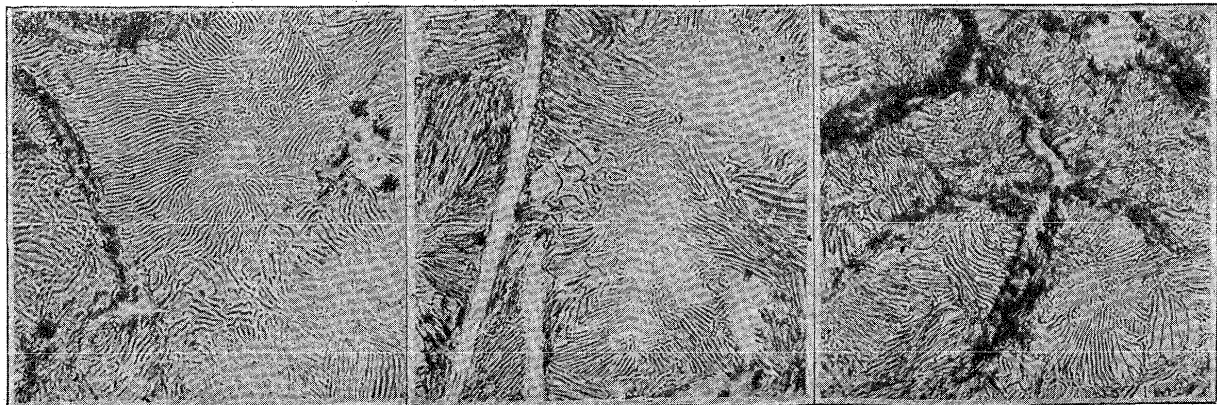
先づ各種の材料を採り、夫々適當な腐蝕剤を以て研磨面を腐蝕し、普通檢鏡時最良の状態となる迄の時間を測り、

寫眞2. 腐蝕剤の濃度による良否, 鼠鑄鐵, 硝酸アルコール腐蝕 ×500

1% の場合

3% の場合

5% の場合



この時間を基礎として更に一定時間毎に腐蝕を中斷して一々轉寫して得たスンプ・プレパレート全部を比較して最良状態のものを得るまでに要した腐蝕時間を検出した。この場合良否判定の標準は 100 倍及 500 倍に擴大檢鏡して組織上に崩壊等なく、且窓光によって透過檢鏡し、視野の状態が金屬顯微鏡による直接檢鏡の視野と濃淡其他の状態がなるべく同様状態に觀察される程度とした。即ち實驗例を示せば第1表の如くである。(表中には他の觀察事項も同時に記して置いた。)

實驗結果を主要材料のみに就て一覽表とすれば第2表の如くである。

第2表中 5) 6) の結果を見るにスンプによって最良結果を得る腐蝕時間は普通檢鏡用最良腐蝕時間の 2.7~3.0 倍といふことになる。但しこの數値は實驗の性質上さほど精密

第1表 最適状態の檢出例

(薄板用液約 1/100cc 使用, 壓着時間 5分)

腐蝕時間(秒)	腐蝕面の檢鏡状態(評)	腐蝕面の肉眼的状態		剝離時の粘着感(評)	プリント後薄板の状態	スンプ・プレパレートの檢鏡状態(評)		最適腐蝕時間の判定(秒)
		湿時	乾時			500倍觀察	100倍觀察	
イ, 0.2% C 炭素鋼(焼鈍) 1% 硝酸アルコール腐蝕								
30	良	灰	色	殆どなし	殆ど透明	未	未	} 80
50	少過	結晶質	見ゆ	稍あり	淡灰	少	良	
70	過	結晶質	見ゆ	相当あり	淡灰	少	良	
90	過	結晶質	見ゆ	相当あり	淡灰	少	良	
110	大過	結晶質	見ゆ	相当あり	淡灰	少	良	
ロ, 普通チルドロール。(チル部) 3%硝酸アルコール腐蝕 室温20°C								
15	良	真珠灰色	茶褐色	稍あり	殆ど透明	淡し	淡し	} 45
25	少過	真珠灰色	茶褐色	相当あり	淡褐色	稍不足	稍不足	
35	過	真珠灰色	茶褐色	相当あり	淡褐色	稍不足	稍不足	
45	過	灰	淡茶褐	相当あり	灰白色	少	良	
55	大過	灰	淡茶褐	相当あり	灰白色	少	良	
ハ, アルミニウム合金(鑄放し) 10%苛性ソーダ水溶液 室温24°C								
20	良	淡灰	色	殆どなし	殆ど透明	極淡	極淡	} 60
40	少過	淡灰	色	稍あり	淡灰	稍良	稍良	
60	過	淡灰	色	稍あり	淡灰	稍良	稍良	
80	過	淡灰	色	稍あり	淡灰	稍良	稍良	
100	大過	淡灰	色	稍あり	淡灰	稍良	稍良	

第2表 最適時の状態例 (薄板用液約 1/100cc 使用, 壓着時間 5分)

1) 種別	2) 試料	3) 熱処理	4) 腐蝕剤	5) 最適腐蝕時間(秒)		6) S/M	7) 室温 °C	8) 腐蝕面の檢鏡状態(評)	9) 腐蝕面の肉眼的状態		10) 剝離時の粘着感	11) プリント後薄板の状態
				普通用(M)	スンプ用(S)				湿時	乾時		
炭素鋼	0.2% C	焼鈍	1% Nital	30	80	2.7		少過	灰色	結晶質見ゆ	稍相当	淡灰
	"	"	3% "	13	38	2.9		"	"	"	稍	"
	"	"	3% Picral	30	80	2.7	24	"	灰色	色	"	"
	"	"	5% Nital	12	42	3.0		過	"	"	"	淡褐
	"	0.7% C	"	"	7	22	3.0		少過	結晶質, 曇る	稍相当	灰色
	"	"	850°C W.Q	3% "	15	50?	3.3	26	過	青灰, 青黒褐	相当	青煙色
	"	"	850°C O.Q	5% "	18	48?	2.7		少過	青紫色	稍	淡黄褐
鑄鐵	風		1% "	23	63	2.7		"	淡褐, 網状	稍相当	淡灰褐	
	"		3% "	10	35	3.5		"	灰色, 網状	"	"	
	"		3% Picral	20	60	3.0		"	"	相当	灰色	
	"		5% Nital	5	15	3.0		少過	"	稍	淡灰色	
	白		5% "	5	15	3.0		過	淡灰	殆どなし	灰色	
	黒心鍛		5% "	12	32	2.7		少過	"	稍	灰褐	
ロール	アダマイト		1% "	15	45	3.0	27	過	淡褐	真珠色	相当	淡灰褐
	普通チルド		3% "	15	45	3.0	20	"	灰色	淡茶褐	"	"
非鐵合金	黄銅	鑄放	過鹽化鐵+鹽酸	20	60	3.0	20	"	黄褐, 結晶質見ゆ	"	"	淡灰色
	ホワイトメタル	"	硝酸アルコール水	20	60	3.0	24	"	灰色	"	"	灰黒
	アルミニウム合金	"	10% 苛性ソーダ水溶液	20	60	3.0	24	少過	淡灰	色	稍	淡灰

なものでは無く、極く大體の範圍を示すに過ぎないから、便宜上 2.5~3.0 と變更しても誤りではない。なほこの比例的關係は第2表によつてもわかる如く、腐蝕劑の種類、濃度、腐蝕時の溫度、材料の種類等によつて大した差異は無いものと認めることが出来るから、實際現場に於て腐蝕する場合に、その時々普通の檢鏡時の最良腐蝕状態を從來の如く觀察によつて決定し、その時間を測れば比例的にスンプに最適な腐蝕時間が大體わかる故非常に便利である。なほこの比は同一組織面中に腐蝕度を異にする部分の混在せる場合はその中間の腐蝕時間を採た關係から、部分的組織を目的として轉寫する場合は多少の加減を要するわけである。以上の比例狀況を寫眞によつて例示すれば寫眞3の如くである。即ち普通の檢鏡時の最良腐蝕時間 15 秒を基準とし 15 秒づゝ腐蝕時間を増加したものを轉寫してその濃さを比較すると、普通の顯微鏡寫眞の 15 秒に相當するスンプ寫眞は大體 30 秒と 45 秒腐蝕の間に見出されて、上述比例範圍に大體合致してゐる。

4) スンプに最適な腐蝕面の觀察:— 實際に當てスンプに最適な腐蝕面を得ることは重要であつて、しかも困難な問題である。これに就て考へられる方法としては、

- イ、豫め實驗的に腐蝕時間を決定して置く方法。
- ロ、腐蝕を段階的に爲し、數回の轉寫を行つて最良を採る方法。
- ハ、腐蝕繼續中腐蝕面の色彩及肉眼的な變化を觀察する

方法。

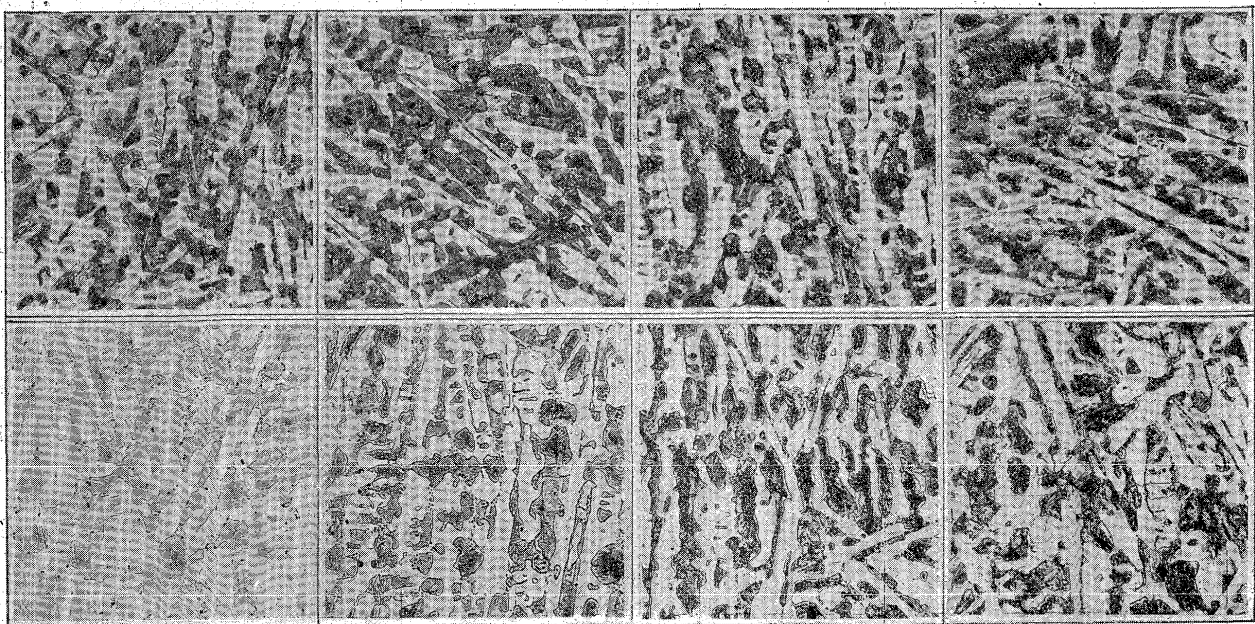
等である。このうち イ は未知材料か組織状態全く不明の場合には殆ど用を爲さない。ロ は最も確實な方法ではあるが、作業の迅速を要する場合には繁雜に過ぎる缺點がある。

結局 ハ が實際上最も多く利用せられる方法のやうに思はれる。依て一般に最良腐蝕状態にある腐蝕面は如何なる状態にあるかを普通の材料に就て肉眼及顯微鏡的に觀察して見た。その結果は第2表中 9) 8) の如くである。これによつても明かの如く、色彩及肉眼組織の状態は一々異つてゐて何等共通的な特徴は無く、適確な判定の標識を發見することは出来ない。即ち各人の經驗に俟つより外に方法は無いやうである。

次に最良状態の腐蝕面を直接金屬顯微鏡を以て觀察するに組織の崩壞は無いが、普通の檢鏡時に比較して腐蝕過度であつて不鮮明であつた。即ち逆説すれば組織不鮮明(この場合は主として生成被膜の影響に原因するやに思はれる。)になる迄過度の腐蝕をしてもスンプには明瞭な結果を得ることがわかつた。

5) 特殊腐蝕法:— 通常金屬組織の顯微鏡試験に於ては組織成分を腐蝕着色して他の成分より區別判定することがある。この着色部分が如實に轉寫し得ればスンプ法によつても組織成分の判定が可能となるわけである。普通一般に屢々行はれてゐる場合のみを列擧すれば

寫眞 3. 腐蝕時間と轉寫成績 チルドロール (チル部) 3% 硝酸アルコール腐蝕 × 100
 15 秒 腐蝕 30 秒 腐蝕 45 秒 腐蝕 60 秒 腐蝕



スンプ寫眞 (上段組織面を夫々轉寫す)

イ、セメントタイトの判定……

ピクリン酸ソーダ煮沸，褐色となる

ロ、タングステン複炭化物判定……

村上氏液により常温で，褐色となる

ハ、磷化鐵 (Fe_3P) 判定……

村上氏液により常温で，褐色となる

等である。このうちスンプ法によつて轉寫し得るものはイ及ロであつてハは不能であるが濃度を變更すれば可能となる。元來これらの着色物質は脆弱なるため容易にセルロイドの粘性面に附着するのであつて，逆に脆弱物質を形成せしむれば其他の場合に於ても可能となるわけである。

筆者は現場的操作を容易ならしむるため，上述イは煮沸法をやめ常温セメントタイト着色劑を以て試験して見たが，煮沸の場合と略同様に轉寫し得た。又磷化鐵の着色劑も次の如く濃度を變更して容易に轉寫することを得た。

イ、常温セメントタイト着色劑

A { 苛性カリ 120g
水 80cc

B ピロガロール飽和水溶液

A 及 B を使用前約 2:1 の比に混合，直ちに注加し，約 10~30 分間腐蝕す。

ロ、磷化鐵着色劑

A { 苛性カリ 120g
水 80cc

B 赤血鹽 飽和水溶液

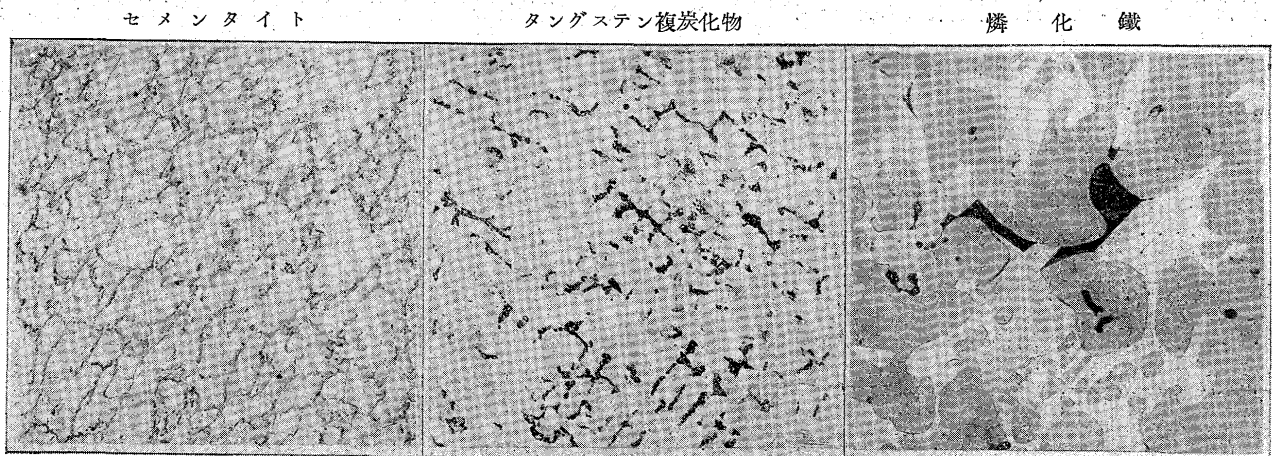
A 及 B を使用前約 1:1 の比に混合注加し，約 5 分間腐蝕す。

これらを轉寫した結果は寫眞 4 の如くである。

これに反して組織成分が固有の色彩を有するともこれを同様の色彩に轉寫することは出来ない。これ直接檢鏡時と著しい差異がある。即ち轉寫の結果は寫眞 5 の如くである。

6) 現場に於ける腐蝕方法:— 現場に於ける可檢體の腐蝕方法は，普通檢鏡試験の際實驗室内で行はれてゐる方法とは正反對のため特別な工夫を要する。現場に於ける腐蝕操作法としては普通 イ，滴下法 ロ，拂拭法 ハ，注入法の 3 種が考へられる。イは滴瓶等によつて腐蝕劑を滴下或は流下する方法であるがやり方によつては腐蝕が一樣に行かない。ロは脱脂綿等に腐蝕劑を浸潤して軽く拭ふ方法であつて，比較的一樣に腐蝕される代りに組織面によつては傷つけ，或は鮮明さを損ふ。ハは障壁を作て腐蝕劑を一舉に注入する方法であつて，理想的な方法ではあ

寫眞 4. 着色組織成分のスンプ寫眞 × 100



寫眞 5. 固有色彩成分のスンプ寫眞

(イ) 普通鼠鑄鐵中の黒鉛 × 200

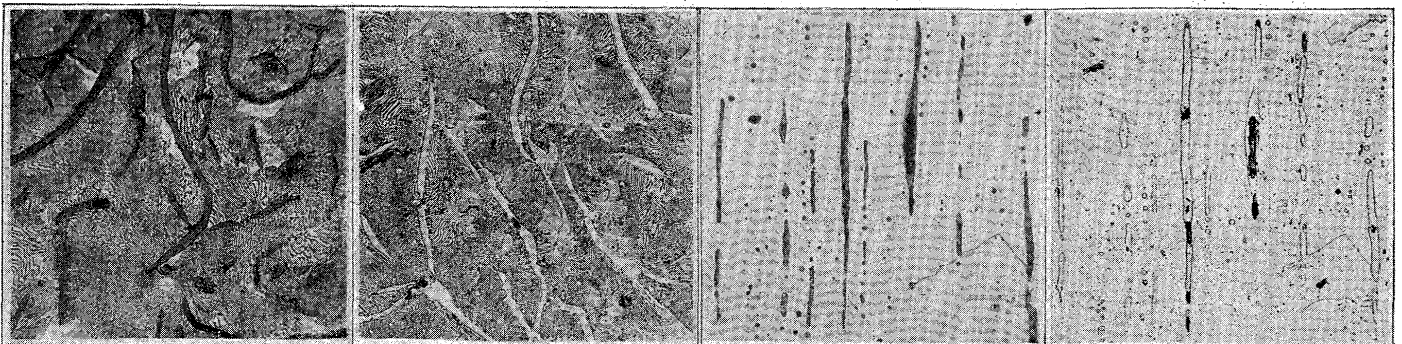
普通顯微鏡寫眞

(ロ) 鍊鐵中の鐵滓 × 100

普通顯微鏡寫眞

スンプ寫眞

スンプ寫眞



るが、可檢面が曲率を有する場合には行ひ難い不便もある。

以上3種中何れを使用すべきかは夫々得失があつて決しかねるが、場合に應じて適用すべきものと思ふ。なほ著者はハ法の障壁用としてグッタペルカ Guttapercha を使用して見たが、腐蝕剤に侵されることが無いため非常に便利であるこれは弗化水素の廢瓶を利用することが出来る。即ち適宜の大きさに切斷し、切り口を加熱することにより容易に金屬面に粘着する。使用後は剝離も容易迅速で清潔に操作し得る。

IV 組織の轉寫法

次に正しく轉寫すべき操作法に就て調査した結果を述べる。普通薄板法に於てはセルロイドに薄板用液を塗布し、粘稠となつた片面を物體面に壓着するのであるが、他に液を物體面に滴下してその上に薄板を壓着する方法もあり得る。各々得失があり何れを可とすることは出来ないが、實驗上の便宜のため後者によることとした。

1) 壓着時壓力の差異による良否:— 實驗の方法は、組織面に薄板用液を滴下し、次に薄板を乗せて直ちにこれを指頭を以て壓着する。この時の壓着條件は、イ. 力一杯押し附けた場合、ロ. 軽く指頭を乗せて押さへた場合、ハ. 全然指頭を乗せない場合の3種即ち、強壓、輕壓、無壓として比較して見た。その結果は寫眞6に示す如くである。

これを見ると輕壓及無壓の場合は正しく轉寫されてゐるが強壓の場合は轉寫組織が全く亂れて明かに悪い。即ち壓着はなるべく軽くする必要のあることがわかる。この點よりすれば無壓は理想的ではあるが、乾燥が少しく遅い缺點がある。又可檢面が曲率を有する場合は應用し難い。實際上からは輕壓程度がよく、壓着當初だけ靜肅に操作すれば

轉寫組織の攪亂等を來す憂は殆どない。

2) 壓着時間と轉寫成績の良否:— セルロイド薄板を可檢面に壓着して後剝離する迄の時間を何程にすべきかは壓着面の乾燥或は凝固程度、從て轉寫された組織の正しさ明瞭さ等によるものであるが、これらは轉寫された薄板の濃さによつて大體察知することが出来る。よつて今、春季晴天時 22°C 内外の室内で小試片に就て、壓着時間對轉寫薄板の濃さの程度を比較して見た。その結果を示せば寫眞7の如くである。

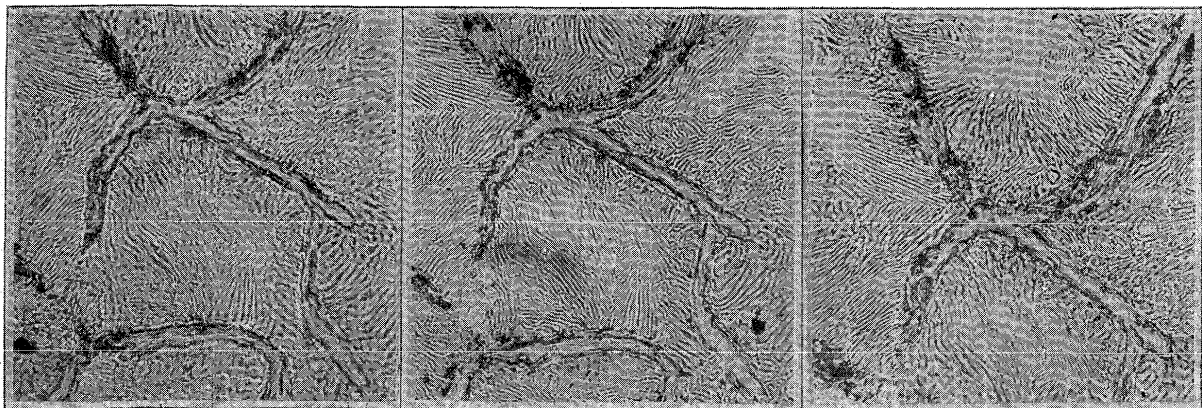
これを見ると1分以内では明かに濃度が淡いが4分附近より以後は餘り濃度の差が認められない。即ちこれ以上の時間を與へても大した効果が無いことを示してゐる。

以上は100倍擴大時の濃度上の比較であるが、これを400倍に擴大して細部の組織状態を見るに寫眞8の如く30秒間で剝離したのも完全に轉寫されてゐる。よつて壓着より剝離する迄の時間はこの場合實用上4~5分でもよいと言へる。(實際は最初1分間位壓着して後指頭を離しても結果に於て殆ど差は無いやうである。)

3) 壓着面の乾燥速度:— 壓着したセルロイド薄板を剝離する時期は出來得れば壓着面を完全に乾燥せしめて後剝離する方が良結果を得るやうに思はれるが、甚しく長時間を要する時は實際上困難である。よて壓着面の完全乾燥に要する時間を知るため、春季晴天の日約 23°C の室内と冬季晴天の日約 4°C に保た場合とについて實驗して見た。その方法は重量約 100g 切口直徑 25mm の鐵片の一端を鏡紙0迄仕上げ、この面に約 1/100cc の薄板用液を滴下し、直ちにセルロイド薄板を乗せて硝子板上に倒立靜置する。規定時間放置後鐵片より剝離し、直ちに用意せる印刷物上に5分間壓着して剝離し、附着物による黒さの程

寫眞 6. 壓力の差異によるスンプの正否 鼠鑄鐵 × 500

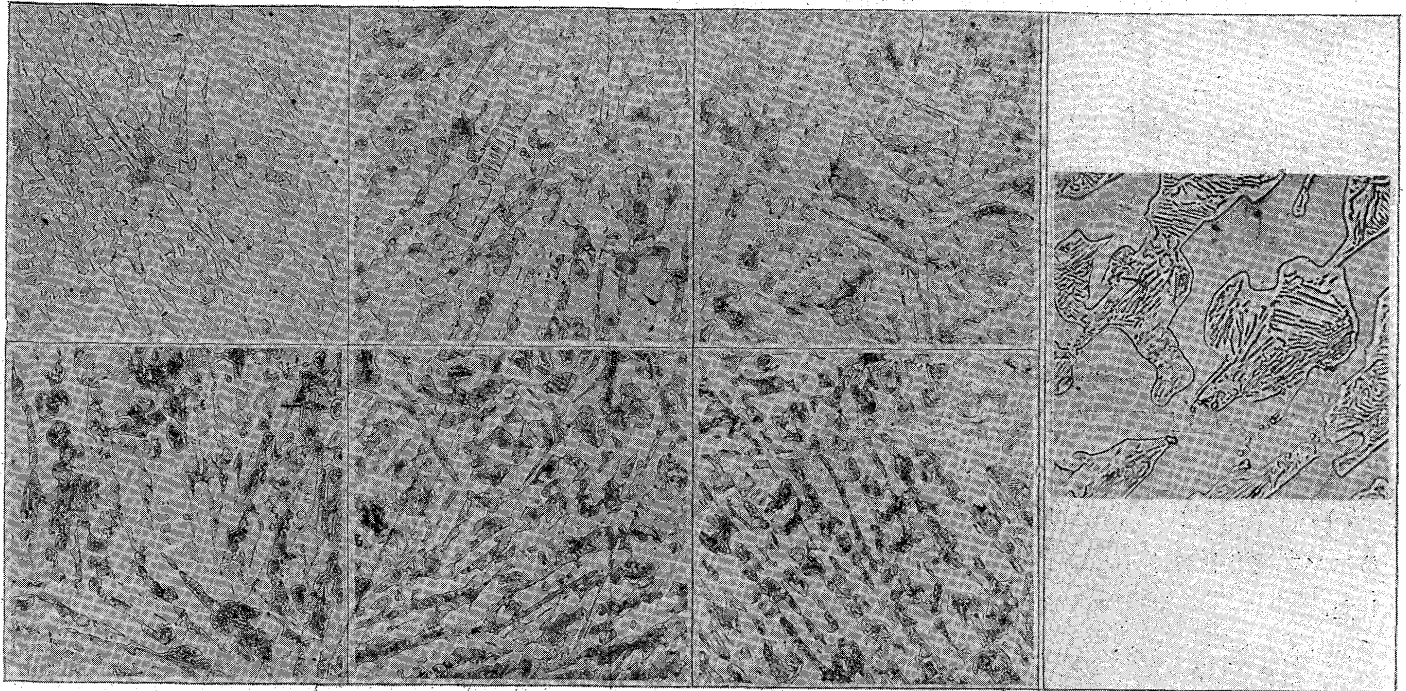
強 壓 輕 壓 無 壓



寫眞 7. 壓着時間と濃さの比較 × 100

寫眞 8.

實驗 3月晴天 室温 22°C チルドロール 3% 硝酸アルコール腐蝕 30秒壓着の組織状態 × 400



4分

30分

20時間(5分後指を離す)

度を比較する。即ち全く透明で何等の附着物も無い時は完全に乾燥したものと認める。この方法によって種々壓着時間を變へて實驗して見たが、黒さは壓着時間と共に大體順序的に變化し23°Cの場合は2時間で完全に附着物無く、4°Cの場合は6時間経過してもなほ微量の附着物を認めた。これによると壓着面の乾燥は意外に長く、通常は轉寫成績からも作業能率上からも必ずしも完全乾燥を待つ必要のないことは上述 2) の比較によつても明かである。なほこの實驗から推察するに湿度狀況にもよることゝ思はれるが冬季と夏季とは乾燥速度の差がかなりあるやうに思はれる。一般に冬季は轉寫成績甚しく不良となるものであつて、その原因としては

- イ、腐蝕剤の化學作用遅く、ために適度の腐蝕時間を誤ること。
- ロ、壓着面の乾燥遅きため早期に剝離し易きこと。
- ハ、セルロイドの粘着力の變化(但しこれは想像である)
- ニ、指頭の溫度による低温の腐蝕面に生ずる水滴等の障害。

等が考へられるが、そのうちロは最も陥り易い原因と思はれる。従てこれが對策として加熱方法が考へられるが不自然な加熱は却て不結果となる。加熱方法に就てはなほ研究を要する。

4) 剝離時の粘着感と轉寫成績の良否:— 剝離時の粘着感は腐蝕面の状態にもよるが、壓着面の乾燥程度を大體察知する手段ともなるのであつて、これを豫め記憶して置くときは實際に當て大いに役立つものである。よつて最良結果を得たときの剝離時の粘着感を記録して見ると第2表 10) の如くである。即ち實驗時の條件では何れも幾分の粘着力を感じられる程度が良結果を得てゐる。

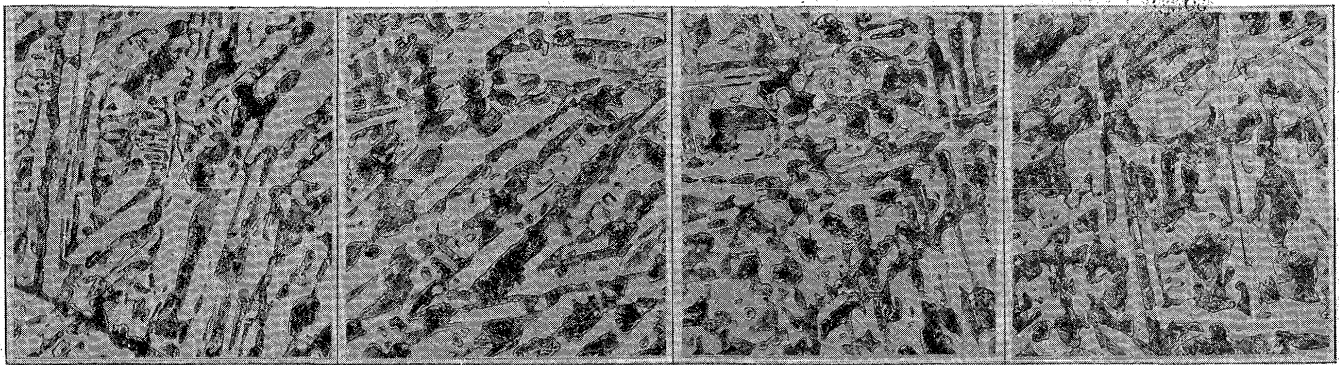
5) 轉寫薄板の状態と良否:— 轉寫したセルロイド薄板の色彩状態は結果の良否を判定する標識となる、特に現場に顯微鏡を携帯せぬ場合には大いに役立つものである。よつて良結果を得た場合のものに就て觀察した結果を示せば第2表 11) の如くである。即ち特別の場合を除き一般に淡灰、灰褐、灰黒等を呈するものが多く; 組織状態によつては磨硝子状を呈するものもある。

6) 繰返して轉寫せる場合の影響:— 同一組織面を何回も繰返して轉寫した場合、その成績に及ぼす影響を知るため、チルドロールの組織面に就て實驗して見た結果を示せば寫眞 9) の如くである。

これは 100 倍の場合の濃さの變化を見たものであるが 10 回まで繰返し轉寫した結果からは殆ど變化が認められない。又これを 500 倍位に擴大して細部の組織を見たが明瞭さにも殆ど差違は無かつた。但しこれは組織面の性質

寫眞 9. 轉寫回数と濃さの比較 材料, チルドロール(チル部) 3% 硝酸アルコール腐蝕 $\times 100$

第1回目 第3回目 第6回目 第10回目



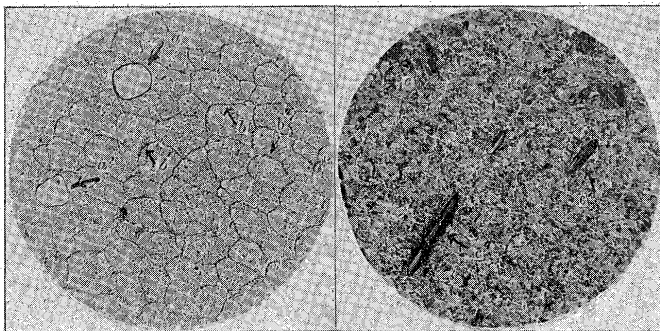
にもよることゝ思はれるが、以上の結果から推察すれば、失敗による5~6回位の繰返し轉寫では成績上に大した影響が無いものと認めることが出来る。

7) 轉寫中に於ける定型的失敗:— 筆者は薄板法によるスンプ実施中寫眞 10 A, B の如き定型的な失敗を経験した。

これらは組織或はインクルージョンと誤認せられ易いため一應その原因及判別法等を調査し、防止法の参考とした

寫眞 10. 定型的失敗例($\times 100$ を縮寫)

(A) 0.7% C 炭素鋼水焼入 (B) 過共析炭素鋼標準化



A はミスプリントと鱗状斑紋を示す。a は粗暴な壓着か、腐蝕過度のため空気を密閉し、轉寫し得なかつた部分

で、インクルージョンと誤認され易いが。顯微鏡によつてこの部分に焦點を合せると薄板固有の線條を認めることにより容易に區別することが出来る。b は壓着時の迂りが主なる原因で結晶粒界のやうに見えるが、鱗状をなして、組織とは無關係に多くは整然と列んでゐるため容易に區別出来る。B, C は壓延材に見られるインクルージョンの伸長せるものと類似してゐるが、伸長方向が一定しないこと、顯微鏡による焦點の位置が明瞭でないこと等によつてわかる。

このものもセルロイド中に封入された一種の氣泡のやうに思はれる。

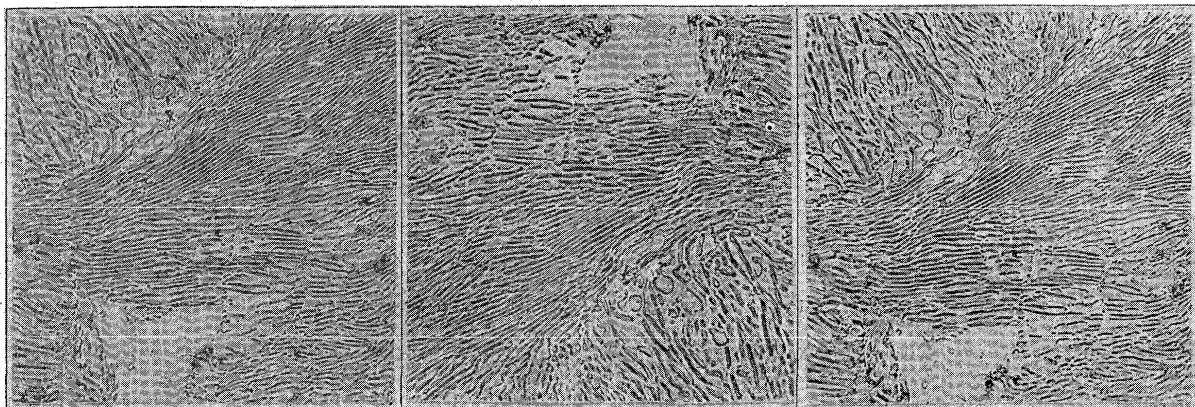
V 轉寫薄板の寫眞撮影法

1. 透過光線による撮影結果 薄板に轉寫された顯微鏡的組織は通常透過光線によつて觀察される故先づ透過光線による撮影法を調査した。

1) 照射光線の種類による良否:— 普通光線は光源とコンデンサーの位置の關係によつて、イ 放散、ロ 平行ハ 集斂の3種の光束を生ずる。3種の場合何れの光線に

寫眞 11. 照射光線の種類と撮影結果 パーライト $\times 500$

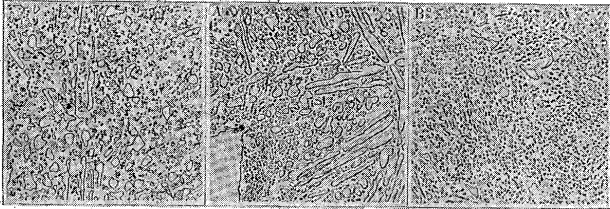
(イ) 放散照射 (ロ) 平行照射 (ハ) 集斂照射



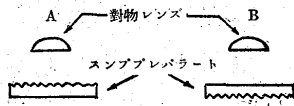
よる撮影法が適當なるかに就て實驗した結果を寫眞 11 に示す。

これを見ると三者共殆ど差異はない。只イは長く露出する必要があるので作業上不利である。

寫眞 12. 撮影面による良否比較 球状セメントイト × 500/2



普通顯微鏡寫眞



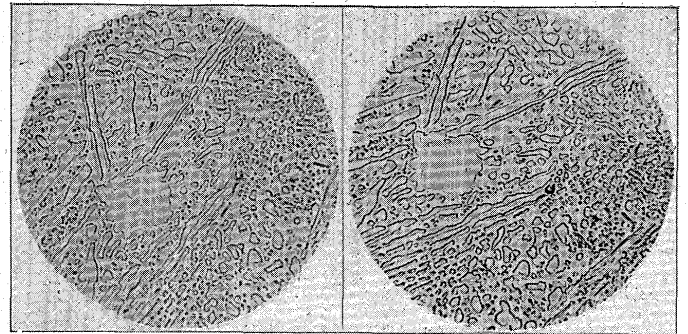
2) 撮影面による良否:— 轉寫したセルロイド薄板は

轉寫面が凹凸で、非轉寫面が平滑である。その何れより撮影するかによつて良否の差を生ずるであらう。即ち撮影せる結果は寫眞 12 である。

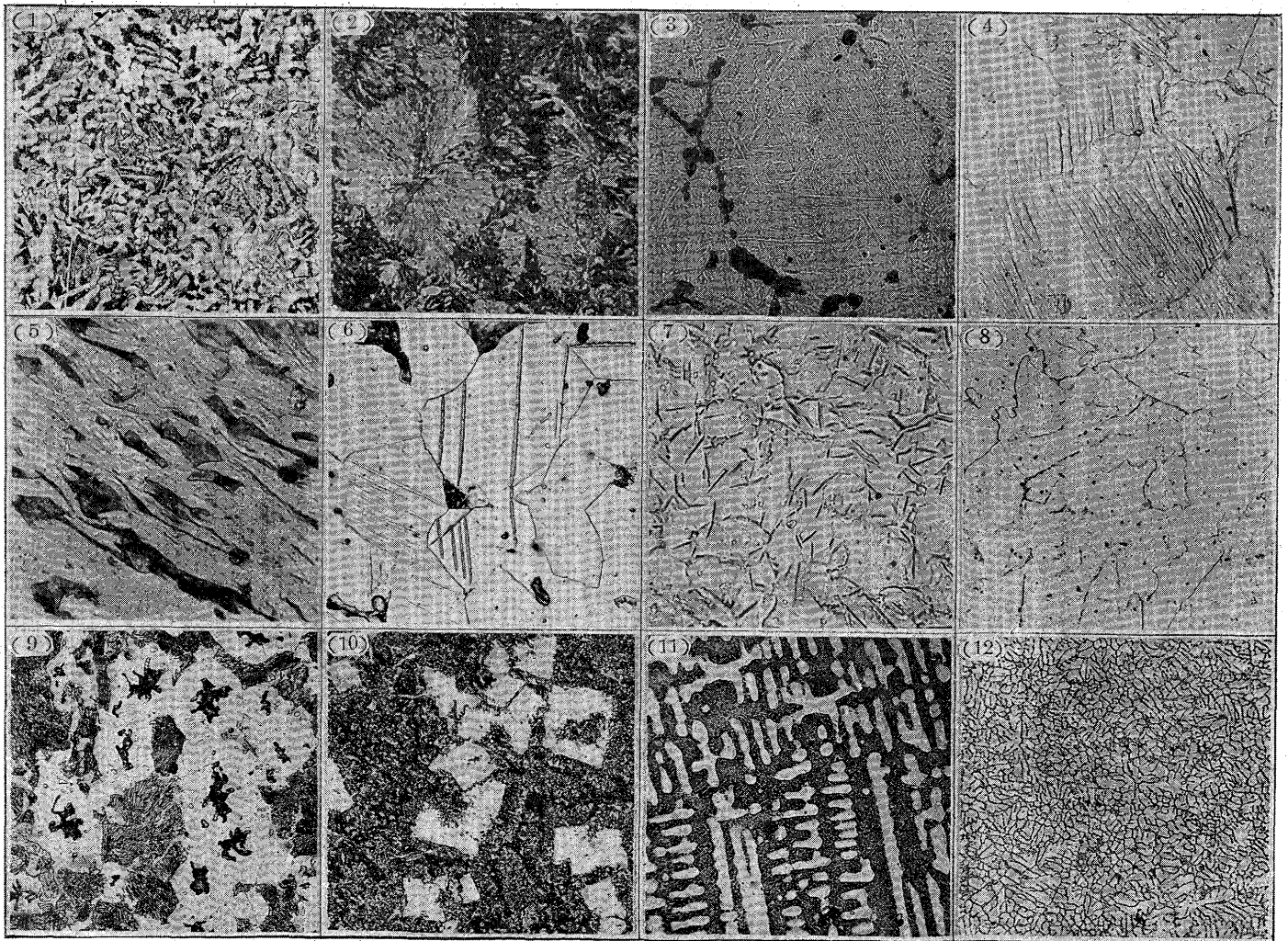
これを見るとB法が明かに優れてゐる。常識よりすれば

寫眞 13. 乾板の種類と撮影成績 球状セメントイト (×500 を縮寫す)

(A) アグファイゾクロム 乾板使用 (B) イルフォードプロセス 乾板使用



寫眞 14. 各種組織のスンプ寫眞



(1)フェライトパーライト ×100 (2)ツルースタイト ×500 (3)ツルースタイトマルテンサイト ×200 (4)スリップバンド ×100 (5)軟鋼の常温加工せるもの ×100 (6)ノイマンバンド ×200 (7)電弧熔接部 ×400 (8)ガス熔接部 ×100 (9)黒心可鍛鑄鐵 ×100 (10)ホワイトメタル ×100 (11)銅合金 ×100 (12)アルミニウム合金 ×400. (倍率は記入のものを0.86に縮寫す)

B法は對物レンズとの間にセルロイドの薄板が介在する爲光學的障害を來す如く思はれるが、4mmの對物レンズを用ひた場合は0.1mm内外の薄板は殆ど障害を認むることが出来なかつた。

3) 乾板の種類による良否:— 一般にスンプ薄板の撮影に當ては明暗のコントラストが不足であるから、コントラスト式乾板が適するやうに思はれる。よつてアグファ・イゾクロム及イルフォード・プロセスの兩種乾板で撮影して見た。但し何れもコントラスト式乾板ではあるが、後者の方が一層強いのである。撮影の結果は寫眞13の如くである。

これによると500倍程度の撮影では明かにプロセス級の乾板が優れてゐる。

4) 透過光線撮影による各種組織のスンプ寫眞實例:— スンプ薄板法による組織轉寫の可能程度を知るため、既に掲出せる組織以外の各種組織を透過撮影した結果を寫眞14に示す。

以上大體に於て多少の難易の差はあるが殆どすべての組

織は普通顯微鏡寫眞と大差なく轉寫撮影し得ることがわかる。但し透過光線による時はソルパイトの如き微細組織は檢鏡撮影共に非常に困難であつて、この點次に述べんとする、表面鏡による反射光線を利用する方が良結果を得る。

2) 反射光線による撮影結果:— 筆者はスンプ法によつて轉寫した金屬組織を檢鏡或は撮影するには、轉寫組織を表面鏡に出来得るだけ近接せしめ、反射光線によつて檢鏡或は撮影する方が從來の直接檢鏡の場合に近似した状態となるであらうと考へこれに就て調査した。

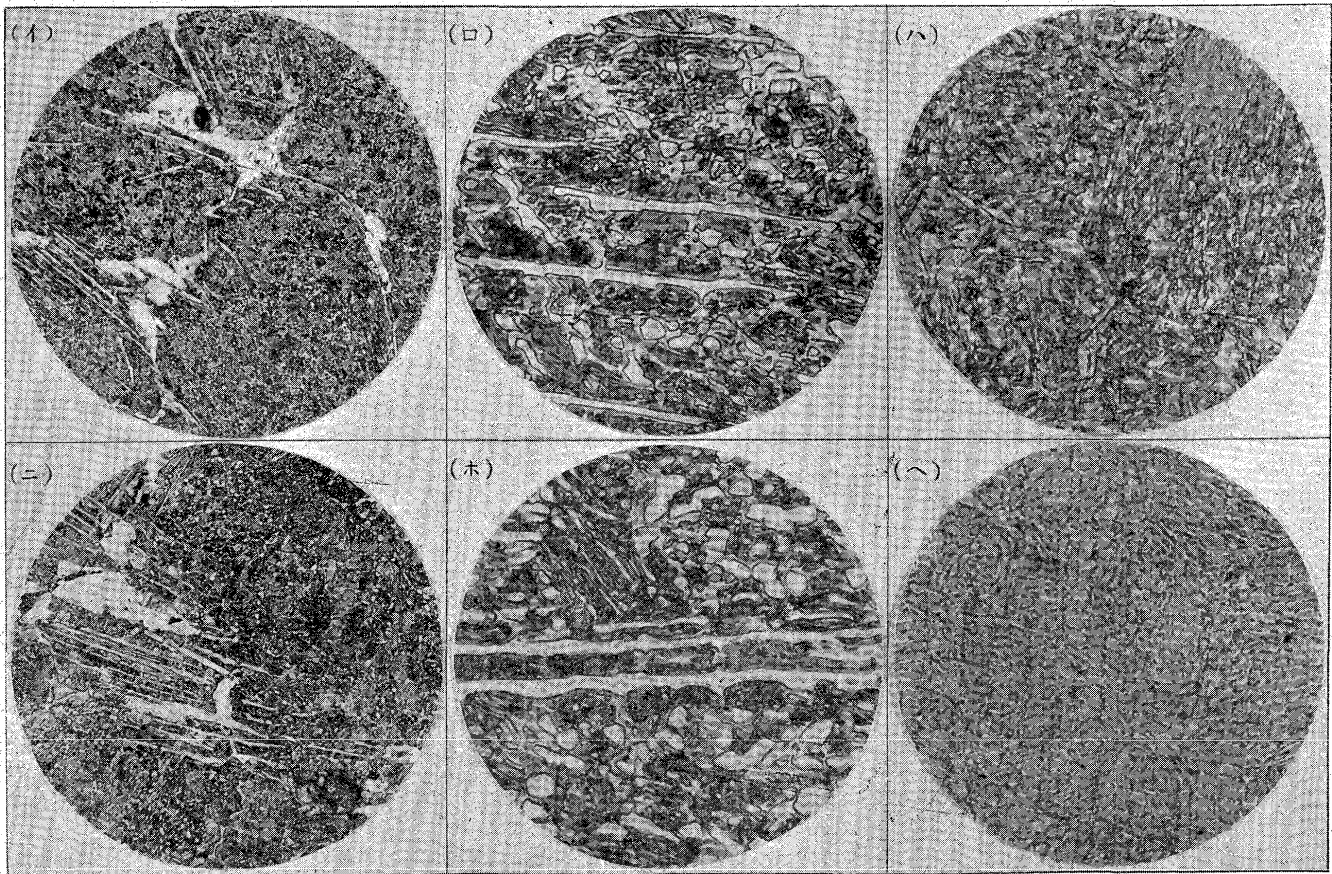
1) 普通反射光線による撮影結果:— 撮影面の位置、セルロイド板の厚さ等を種々に變化して一々比較調査した結果、結局第1圖の如き配置によつて撮影すれば最も良結果を得ることを知た。(但しセルロイド薄板の厚みはなるべく0.1mm内外或はそれ以下なる方可)この方法による時は透過光線による檢鏡或は撮影よりも細部の明暗を一層よく現はし得る。而も日常使用する金屬顯微鏡を以て極めて輕快に作業することが出来、撮影成績、作業能率共に理想的である。本法は高倍率の場合には愈々その効果を發揮

寫眞 15. 反射撮影による普通寫眞及スンプ寫眞比較

(イ)普通顯微鏡寫眞 ×50

(ロ)普通顯微鏡寫眞 ×500

(ハ)普通顯微鏡寫眞 ×500



スンプ寫眞 ×100

スンプ寫眞 ×500

スンプ寫眞 ×500

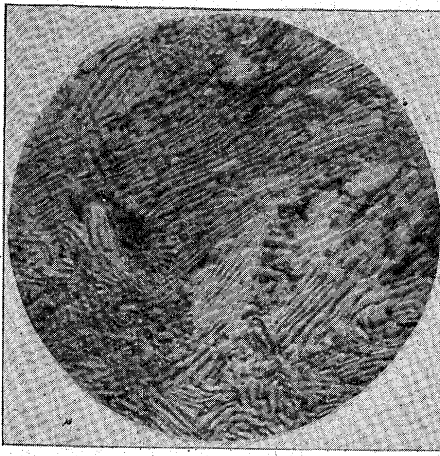
(イ)アダマイトロール材

(ロ)アダマイトロール材

(ハ)0.7% C 炭素鋼 (850°C 焼入 600°C 焼戻)

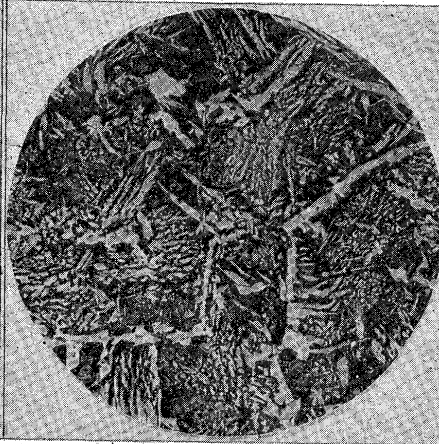
寫眞 16. 傾斜照明による

撮影結果 ×100

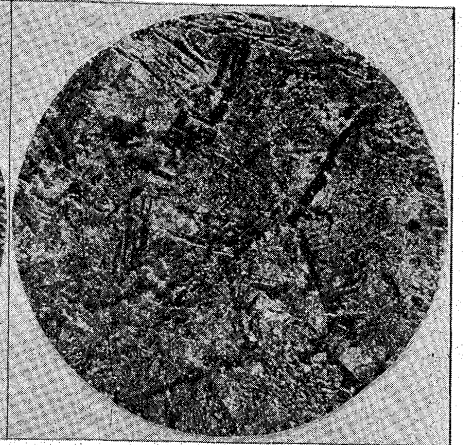


寫眞 17. 炭素鋼塊の明暗視野撮影比較

明視野撮影 ×50

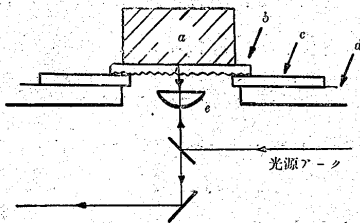


暗視野撮影 ×50



することを認めた。

第 1 圖 表面鏡による反射撮影配置圖



- a. 一面を琢磨し平面鏡とした焼入鋼或はステライトの如きもの
- b. 轉寫せるセルロイド薄板 (0.1mm 以下薄き程可) a と非轉寫面と接觸せしむるか或は薄板用液を以て貼附す
- c. スンプ臺板
- d. ルシャテリー式金屬顯微鏡のステーヂ
- e. 對物レンズ

この配置によつて撮影した結果は寫眞 15 の如くである即ちこれを見ても明かであるが普通顯微鏡寫眞と殆ど差異が認められない程度に撮影される。但しスンプ寫眞の方はコントラストが幾分劣てゐるが、これは適當な感光材料の使用によつて更に一層良結果が得られる。寫眞は比較のため兩者同一種の乾板 (アグファ・イゾクロム) を使用したものである。

2) 傾斜光線による撮影結果:— 所謂 Oblique illumination 或は Conical illumination による撮影法であるが凹凸微弱にして非常に微細な轉寫組織を撮影する場合に効果あることを認めた。寫眞 16 は Oblique illumination によつて、ニッケル・クロム鋼を 1,000 倍に撮影したものであるが透過光線によつては殆ど認められないがこの方法による時は寫眞の如く細部が撮影される。

3) 暗視野撮影結果:— 轉寫した組織は暗視野にも撮影し得ることを認めた。即ち寫眞 17 の如くである。

VI 可檢體の研磨法及必要器具

スンプ法實施のための可檢體の研磨法は普通の場合とは正反對であつて、普通とは逆に研磨機を持って試料を研磨する必要上特別な工夫と設備を要する。今鐵鋼材料の研磨用器具 材料 操作順序等を次に紹介する。

イ. 研磨機 ハンドモーター (重量 1.5kg 廻轉數 1,500/分) 本機は研磨圓板をモーターのシャフトに直結したる故、フレキシブルシャフトに於て屢々經驗する破損等の心配は殆ど無い。

ロ. 荒磨き 徑 50mm 厚さ 25mm のエメリーホイール (周邊を使用する)

荒磨用 製法 ヴィトリファイド 型式 A 粒度 46 硬度 K
中磨用 " " " " 70 " "

ハ. 中磨き 圓筒グラインダー 鍍布荒目細目の 2 種本鍍布はゴム圓筒に巻いてある。

ニ. 細磨き 紙鍍手磨きである。階段は次の 5 種
1F, 0, 2/0, 3/0, 4/0

ホ. 琢磨 琢磨用には圓板に羅紗を張り、琢磨液を塗布し、平面部を使用する。

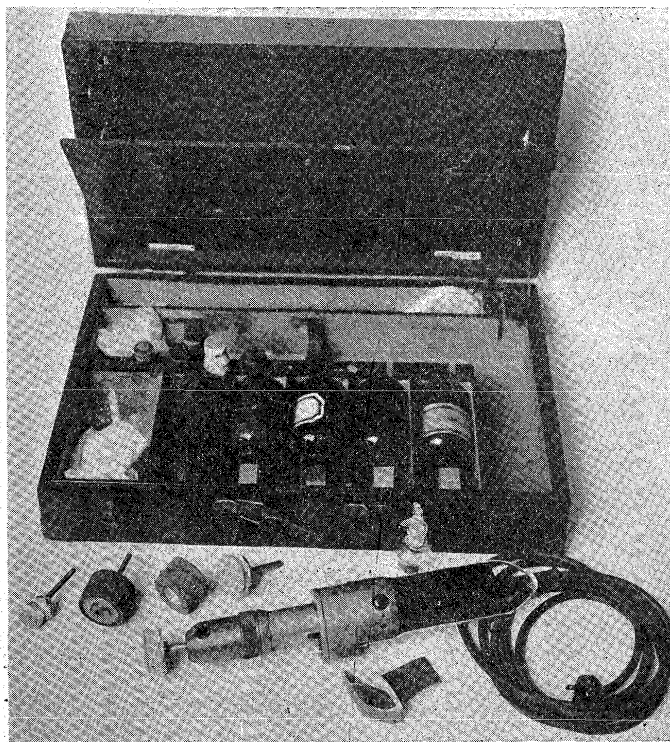
圓板の直徑は 25mm, 40mm の 2 種

ヘ. 琢磨材 酸化クロム, 硬質材或は琢磨初期に使用す
酸化アルミニウム, 軟質材或は仕上げに使用す。

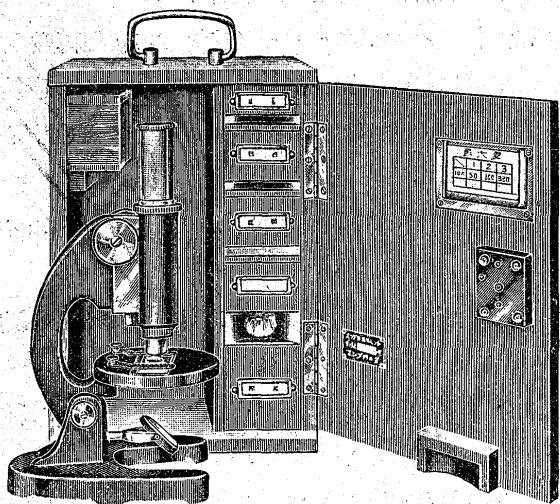
以上を以て操作適宜なれば、硬軟質材共に普通顯微鏡試料の琢磨と殆ど同程度迄の成績を擧げることが出来る。

必要品は携帯に便するため一箱に納め、他にスンプ顯微鏡セットを加へて、全部で 2 個とした。即ち寫眞 18 イ, ロに示した通りである。

眞寫 18. スンプ携帯用品 イ. 準備用品セット



ロ. スンプ顕微鏡セット (スンプ同好會製)



VII 總 括

1. スンプ薄板法に依る金屬組織面の轉寫方法に就て調査した。
2. 腐蝕剤は大體普通檢鏡用腐蝕剤を使用し得る。

3. 腐蝕剤の濃度は普通檢鏡時よりも幾分稀薄液を使用する方が良結果を得る。鐵鋼材料一般用としては 1~3% 硝酸アルコール溶液が手頃である。

4. スンプに最適な腐蝕時間は普通檢鏡時の大體 2.5~3.0 倍位を要する。

5. 現場的に組織面の最適腐蝕状態を得る方法に就きて論究した。

6. 着色せる組織成分の轉寫法に就き腐蝕剤の調合法を示した。

7. 現場に於ける腐蝕操作法に就きて論究した。

8. 薄板の壓着は輕壓或は無壓がよく強壓は悪い。

9. 薄板の壓着より剝離迄の時間は常溫附近では5分位でよい。

10. 薄板の剝離時期は壓着面の完全乾燥を待つ要がない。

11. 良結果を得た場合剝離時の感覺は幾分粘着感がある。

12. 良結果に轉寫された薄板の色彩は 淡灰 灰褐 灰黒等を呈するものが多く、磨硝子状を呈するものもある。

13. 轉寫は同一組織面を數回繰返しても良否に大差ない。

14. 轉寫中に起る定型的失敗の原因及判別法を調査して防止法の参考とした。

15. 透過光線による撮影法は非轉寫面よりコントラスト式乾板を以て撮影すれば良結果を得る。

16. 透過光線による各種組織のスンプ寫眞を示した。

17. 表面鏡を用ふる反射撮影法が最も優秀であり、高倍率の場合に特に効果あることを確めた。

18. 傾斜照明法による撮影は高倍率擴大を要する微細組織の轉寫薄板に有效なることを認めた。

19. 暗視野撮影の可能を示した。

20. 研磨法に就き、材料、操作順序を指示した。なほ必需品を掲出した。

終りに臨みスンプ法の發明者鈴木純一氏に敬意を表すると共に、終始御鞭達を賜た米國工學博士藤原唯義氏並に實驗上種々便宜を與へられた菊池浩介氏に深く感謝の意を表す。