

金材技研 1972

科学技術庁

NO.4

ニュース

金属材料技術研究所

銅製錬の連続化

銅製錬は鉱石から粗銅までの溶錬と、粗銅から電気銅までの電解精製にわけられる。溶錬についての連続化はかなり以前より研究、試験が行われているが、電解精製については陰極種板と陽極粗銅板を硫酸銅溶液中に吊して電解すると云う前提に基いた技術的な進歩のみであった。

製錬研究部非鉄製錬第2研究室では銅製錬全工程の連続化を目的とし、電解精製を連続化し同時に電解能力を増大させるためには電解は如何にあるべきかと云う問題から出発し、銅粒子を電解液中に懸濁させながら電解する新しい電解法（懸濁電極電解法）を開発した。

電解槽は内径13cm、高さ2.6cmの円盤形で、水平

に張った隔膜により上半分が陽極室、下半分が陰極室になり、それぞれの室に銅粉を入れ電解液を満たす。この電解槽全体に振動および揺動を与えて両室内の銅粉を液中に懸濁させつつ、底面の陰極板と網状の陽極との間に電流を通じる。すると陽極室内の銅粒子は溶解して小さくなり、陰極室内の銅粒子は電解析出により球状に成長する。写真1は陰極室に入れた種粒子（電解銅粉、100～150メッシュ）であり、これを10～50A/dm²、80℃にて繰返し電解して成長させたのが写真2（直径約1.7mm）である（いずれも断面、同じ拡大率）。

安定した電解を行なうためには陰極板上に均一に銅粒子が懸濁されることが必要であり、粒子径、装入量、粒子濃度、電流密度、振動条件、揺動条件、液温などについて調節が必要である。槽電圧は槽電流に完全に比例し50A/dm²の時2～3Vであり、最高100A/dm²位まで流し得る。表は製品分析値の一例であり、もっとも懸念された粒子内への電解液の包み込みは見られなかった。

製 品	分析値(%)
Cu	99.93
Fe	<0.0001
S	0.00028
O	0.018
H	約 0.001

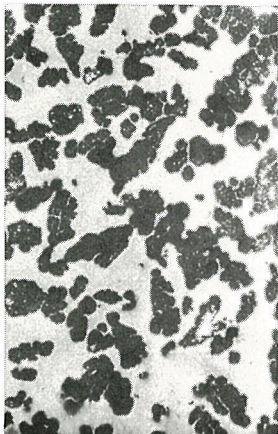


写真1 原料銅粉

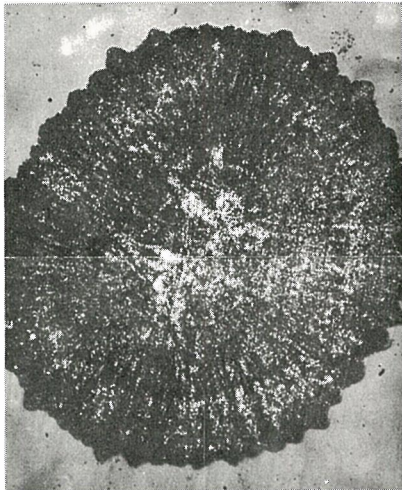


写真2 成長した銅粒子

水中溶接法の改良

海洋構造物加工技術の一環として、水中溶接法の開発が要望されている。溶接研究部特殊溶接研究室において継続してきたプラズマによる材料加工に関する研究結果からプラズマジェットを併用するプラズマアークは、湿式水中溶接用熱源として、独自の適性を有することが確信されるに至ったので、これを用いる水中溶接法、すなわち、水中プラズマ溶接法の開発を進めている。

本誌No. 5 (1971) に載せた水中溶接法は溶接か所をアルゴンシールドして行なう水中プラズマ溶接法で、それによる溶接継手は 100%以上の継手効率と十分な切欠き靱性を有し、機械的性質は良好であるが、溶接金属中に多少のブローホールが認められるという懸念を残していた。そこで、このブローホール発生の原因を究明したところ、シールドアルゴンがプラズマトーチ前面と母材の間隙から逸脱・浮上する際に誘発する周囲の水の揺動によって水が母材面を洗い、プラズマアーク陽極点を母材上でふらつかせ、また、プラズマアークをごく短時間消滅させること、ならびに溶融金属が急激に凝固することなどに起因していることが判明した。

これらの難点を打解するために、粘性液体で溶接か所をシールドする方式を開発した。粘性液体は気体と異なり、適当な変形抵抗を有するので、水の揺動に左右されること少なく、静かに、プラズマアークをシールドして、その安定化を助長し、

かつ、溶接か所を保温する効果を具備していると考えたからである。

シールド用粘性液体の一例として、水で稀釈した水ガラスを用いた。図1(A)、(B)および(C)は、それぞれ、シールドなし、アルゴンシールドおよび水ガラスシールド(粘性係数60cp, 送給量0.6 l/min)した場合のプラズマアーク電流と電圧の変動を示したものである。これによると、本方式によるプラズマアークはいちじりしく安定化され、その点滅は全く認められない。

ついで、厚さ12mmの鋼板のほぼ同一の溶接入熱($3.8 \sim 3.9 \times 10^4 \text{ Joule/cm}$)による水中プラズマ溶接におけるボンド下部中心の冷却速度は、500°Cにおいて、アルゴンシールド方式では96°C/secに対し、本方式においては44°C/secとなって、シールド水ガラスの溶接か所に対する保温効果は顕著であることがわかった。

以上の効果の相乗作用によって、たとえば、厚さ6mmのS M41鋼板のワンパス突合せ溶接において、X線透過検査によると、溶接金属中にブローホールの発生は全く認められなくなった。また、母材熱影響部の最高硬さが低下され、延性ならびに切欠き靱性が改善された溶接継手を形成できることが確認された。

なお、シールド水ガラスの粘性係数と送給量には適正な組合せがあり、本実験では、図2の点線で囲まれた範囲内にあることが明らかにされた。

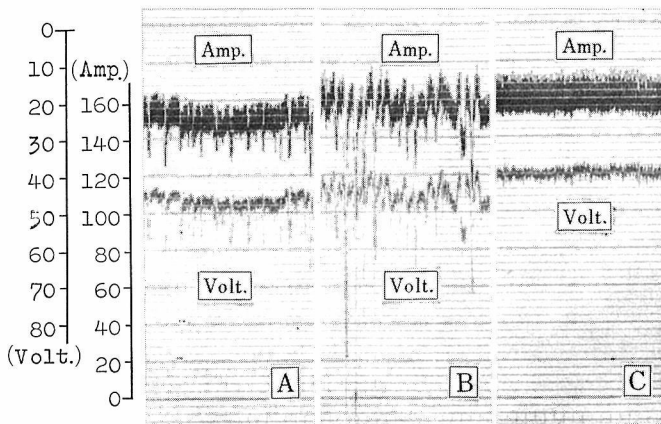


図1 各種シールド方式の水中プラズマアークの安定性におよぼす効果。(A)シールドなし (B)アルゴンシールド (C)水ガラスシールド

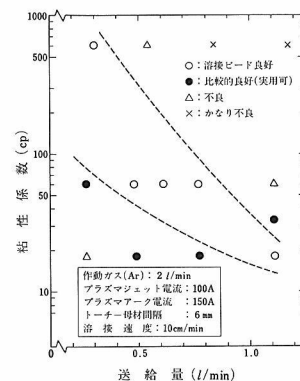


図2 シールド水ガラスの粘性係数—送給量と溶接結果の関係

網目状合金層による焼結鉄の強化

密度7.0g/cc 以下の中密度または低密度焼結部品の破壊は、一般に粒子間のネック部から生ずると云われており、その強化法としては次のような方法がとられあるいは考えられる。すなわち、(1) FeにCr, Mn, NiおよびCuなどの合金元素を微量添加して基質を強化してやる方法で現在工業的に実施されている。(2)空隙の球状化を計り、ネック部の面積を増大して強度を向上させる方法、たとえば、Fe粒子表面に塩化物を形成させ、空隙表面のFe原子の移動を促進させることによって球状化させる。(3)Fe粒子間ネックおよび空隙表面近傍のみを合金化した組織とし、強度の改善を計る方法、これは通常焼結時に液相が存在する場合に可能である。

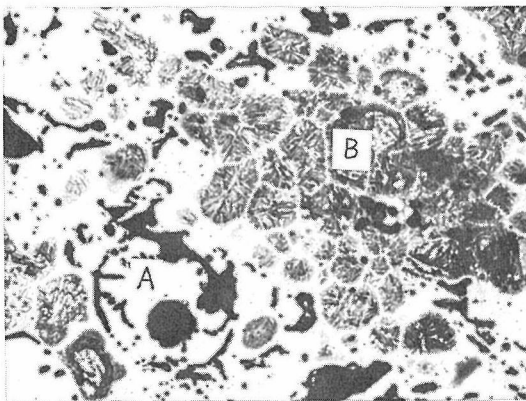
製造冶金研究部、粉末冶金研究室ではNiにCr, Mn, MoおよびSiなどを添加することによってFeへのNiの表面および粒界拡散が促進される現象に着目し、固相焼結で網目状合金層を形成させ、機械的性質のすぐれた網目状焼結体を製造する場合の製造条件を明らかにしている。この製造法の要点はFe-Ni合金またはNiにMn, Mo, SiおよびCrを単独あるいは複合添加した母合金粉とFe粉とを混合し、 γ 相あるいは $\alpha+\gamma$ 相下で焼結することによってFe粒子間に網目状合金層を形成させるということである。この網目状合金層の形成は使用するFe粉ならびに母合金粉の粒度、それら2種類の粉末の混合比、焼結温度、時間などが関係する。たとえば、母合金粉の配合量が3%以下では

網目状組織が十分に形成されず焼結体の強化はできない。逆に配合量が50%を越え母合金粉間の平均自由行路が短くなると、母合金粉と鉄粉の界面に生成したカーケンダル効果に基づく空孔の影響が大きくなり強度の向上はみられない。また、Fe粉の粒度が3~7 μ のように微細な場合にはFe粒子間の焼結と合金化が急速に進行するため網目状組織を得ることはむずかしい。

写真は本法によって製造した網目状焼結体の顕微鏡組織の一例であり、Aが母合金粉、Bがもとの鉄粉層でこの層にみられる白色の網目がNiに富むNi-Mn-Fe合金層である。その内部の組織は主としてFe-Mn合金であり、Fe中における拡散がNiよりもMnの方が大きいことを示している。空隙は母合金粉ともとの鉄粉層との界面に著しく成長しているが、Fe粉層側では密化が進行し多くの空隙は球状化しているのが観察される。

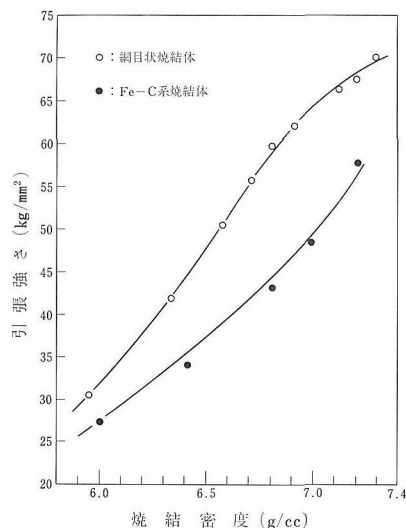
図は網目状焼結体と現在もっとも広く実用されているFe-C系統焼結体について密度と引張強さとの関係を比較したものである。図にみるように網目状合金層を有する焼結体の引張強さは従来のものと比べて数段高い値を示している。たとえば、密度6.8g/ccの焼結体の引張強さは、Fe-C系統焼結体では42kg/mm²であるが、網目状焼結体では58

kg/mm²にも達している(特許出願中)。



×500

写真 網目状焼結体の顕微鏡組織



成形圧力 2~6ton/cm², 焼結温度 1100°C, 焼結時間 60min

図 焼結密度と引張強さとの関係

金材技研の滞在を終えて



バイコフ冶金研究所 V. ペトルニチェフ

科学に関係ある公共機関に働く人達が直接交際すると、その人達によって伝えられる研究を通じて深く知り合い、問題の中にあるお互の興味を討議し、実験によって業績を互に交換できるようになります。

そこで、印刷された業績や訪問した学者達を通じて有名である金属材料技術研究所において数か月間研究できるというソ連科学アカデミーのバイコフ冶金研究所からの私への提案を喜んで受け留学することになりました。

私のもっとも強い印象をうけたのは蓮井 淳博士によって指導されている特殊溶接研究室の活動であります。

まず第一にこの研究室で行なわれている研究の範囲の広さとアクティビティ、さらにその実用的な指向性を指摘したいと思います。プラズマ溶融の分野では、比較的短い期間で金属の被覆や溶接に利用されるプラズマジェットとプラズマアークの熱およびガス流体力学的特性に関係した複雑な問題が研究されました。これらの業績を知っている人達はそれらの高い科学的水準を賞讃していますし、絶えず研究室を訪れる工業界の人達はその実用的価値を認めております。多くの研究はその独創性や実験の入念さに特徴があります。この点については、広く実用化されている摩擦溶接、いろいろな工業の分野で重要な意義のあるプラズマ

被覆および海洋開発に関連して大きな関心が示されている水中プラズマ溶接法が特徴あるところであります。研究室における研究結果は、基本的な装置、計器および補助装置が十分整っていることで決まることが多い。しかし、研究所長河田博士は、金属材料技術研究所要覧の序文の中で指摘しています。“……これらの設備を駆使して未知の世界をひらき、新しい材料やプロセスを開拓して行く原動力は、人間の創造的な頭脳とこれをなしとげようとする人間の情熱であります”。

特殊溶接研究室の研究者達がこれらの特質を十分に具えていることは確信をもって指摘できます。研究室の規模はあまり大きくないが整然としており、蓮井博士のグループへの科学的な寄与が大きくしかも仕事の内容をよく知っているのも、グループは大きな成果をおさめています。

もっとも新しく、しかも類のない研究方法を取り入れ、高い能力のある研究者の採用を目標としているこの研究所は、金属の科学については世界的にもっとも大きな中心の一つとなっています。

この機会を利用し、私が金属材料技術研究所に入所するために示された科学技術庁と研究所の御指導に心からの謝意を表します。また私のために特別な御配慮を賜った蓮井 淳博士と北原 繁氏さらに実験をするために御援助いただいた他の研究員の方々に厚く感謝申し上げます。

研究成果の発表

1. 国際会議

国際分析化学会議

開催期日 昭和47年4月3日～8日

開催場所 国立京都国際会館

発表論文

1. An Application of EDTA Masking Coprecipitation Method in the Trace Analysis of Metals
○H.OKOCHI, N.OYORI and E.SUDO

(○印は発表者を示す)

2. Effect on Decrease of Oxygen Blank by Addition of Silicon or Chromium, and Reaction of Metals and Graphite in Gas Analysis
○M.SAITO and E.SUDO
3. Ultra High Speed Photographic Observation on the Electrode Erosion Process of Spark Discharge in Spectrochemical Analysis
○T.TAKAHASHI and S.ODA

第5回磁性薄膜国際会議

開催期日 昭和47年4月16～19日
開催場所 河口湖, Fuji View Hotel
発表論文

1. Ferromagnetic Amorphous Ni-Fe Thin Films
H. NOSÉ
2. Ferromagnetic Resonance in Thin Films of Mn_5Ge_3
○ M. SAKATA and H. NOSÉ

超電導利用に関する会議

開催期日 昭和47年5月1日～3日
開催場所 アメリカ, メリーランド州アナポリス
発表論文

- V_3Ga and Other High-Field Superconductors being Developed in Japan (招待講演)
K. TACHIKAWA
Upper Critical Fields of Superconducting Laves Phase in V-Hf-X Ternary Alloys
K. INOUE and ○ K. TACHIKAWA

第2回チタン国際会議

開催期日 昭和47年5月2日～5日
開催場所 アメリカ, マサチューセッツ工科大学
発表論文

1. Heat-treatment and Mechanical Properties of Ti-6Al-2Co Alloy
○ H. KIMURA, S. KOMORI, H. SASANO and O. NAKANO
2. On Quenched Structure and Aging Process of Ti-8～15.8 wt% Al Alloys
H. SASANO, T. TSUJIMOTO and ○ H. KIMURA

第5回国際金属腐食会議

開催期日 昭和47年5月21日～27日

開催場所 東京, 高輪プリンスホテル
発表論文

1. The Adherence of Oxide Film to 80Ni-20Cr Alloys.
○ A. TAKEI and K. NII
2. Effect of Anions of Acidic Electrolytes on the Anodic Phenomena of Al.
○ Y. FUKUDA and T. FUKUSHIMA
3. The Effect of Sulfate on the Passivity of Iron in Neutral Buffer Solution
T. KODAMA
4. The Effects of Environmental Factors on the Protective Potential of Steel
T. KOBAYASHI

第25回国際溶接学会年次大会(I.I.W.)

開催期日 昭和47年7月9日～15日
開催場所 カナダ, トロント
発表論文 (注)論文提出のみ

1. Development of Underwater Plasma Welding (The 2nd Report)
A. HASUI, J. KINUGAWA and Y. SUGA
2. Creep Rupture Properties of Welding Joints of Type AISI 304 and 316 Austenitic Stainless Steels
I. OKANE and K. ŌSUMI

第9回国際結晶学会議

開催期日 昭和47年8月26日～9月7日
開催場所 京都国際会館
発表論文

- Experimental Determination of the Line Energy of a Basal Screw Dislocation in Zinc
○ T. NAGATA, K. M. JASSBY and T. VREELAND, Jr.

2. 国内の春季学・協会発表(口頭)

学・協会名	発表題目	担当研究部
日本物理学会	◇非晶質Ni-Fe合金膜の磁性	金属物理
	◇Fe-Be合金の時効とメスバウフ効果	"
	◇金薄膜の光学定数	"
	◇変形した銅単結晶のセル構造	電気磁気材料
	◇SmCo ₅ -SmCu ₅ 系合金の磁区観察	"
	◇FeSi ₂ の金属-半導体遷移	"
	◇強磁性半導体CdCr ₂ S ₄ の硫黄蒸気中雰囲気処理とその磁性	金属物理
	◇Nb単結晶の電頭内低温変形	金属化学
	◇Ta-D侵入型合金の規則-不規則変態と格子間重水素配置-	"
	◇80Ni-20Cr合金の初期酸化層の構造(その2)	製錬
日本金属学会	◇硫化鉄の水素還元	"
	◇銅製錬の連続化に関する研究	"
	◇鍍および白鍍の真空精製に関する基礎研究	非鉄金属
	◇Zr-Cu系の拡散による形成相の挙動について	"
	◇Nb-H合金の相変態と内部摩擦	"
	◇Nb-MoおよびNb-Zr合金のHの固溶度	"
	◇Ni-12%Ti合金におけるスピノーダル分解について	"
	◇VとAlを含むチタン合金の焼入組織について	特殊材料
	◇タングステンの電気泳動法	"
	◇W-Ta合金の耐酸化性について	"
	◇繊維材を含ませた一方向凝固組織	"
	◇ウイスカーを含む合金の製造	電気磁気材料
	◇Niを過剰に含むNiTiの時効析出と効果	"
	◇100°Cで圧延した(001)(110)と(111)(112)純タンタル単結晶の再結晶について	"
	◇V ₃ Ga超電導線材の研究(第8報)	"
	◇V基Laves相合金の超電導特性(第3報)	"
	◇CdCr ₂ Se ₄ の固相-気相平衡	"
	◇Pr-Co-Cu系磁石合金の磁気的性質	"
	◇280°Cまでの高温水溶液中における軟鋼の腐食と動電位分極挙動	腐食防食
日本鉄鋼協会	◇あらかじめ冷間圧延したFe-Ni合金におけるマルテンサイト変態について	製造冶金
	◇Nb単結晶の電頭内低温変形	金属物理
	◇高速度工具鋼鋼塊の凝固過程	製錬
	◇一方向凝固したりんを含むオーステナイト鋼鋼塊の凝固組織	"

電 気 化 学 協 会 日 本 鋳 物 協 会 日 本 非 破 壊 検 査 協 会	◇溶融CaO-SiO ₂ -P ₂ O ₅ 系の表面張力	製 錬
	◇還元剤内装ドライボールを用いた小型炉による製鉄	鉄 鋼 材 料
	◇非金属存在物と鋼の疲れ性質に関する一考察	"
	◇強力鋼の遅れ破壊の巨視的過程と微視的過程	"
	◇18Niマルエージ鋼の破壊靱性におよぼす特殊熱処理の影響（超強力鋼に関する研究Ⅶ）	"
	◇穴あきシャルビー曲げ試験の応用	"
	◇穴あきシャルビー曲げ試験の試験条件の考察	"
	◇18Niマルエージ鋼の破壊靱性におよぼすγ結晶粒度の影響（超強力鋼に関する研究Ⅷ）	"
	◇熱冷加工した18Cr-12Ni-0.25C系鋼の性質	工 業 化
	◇連続製鋼法のダイナミックモデルに関する一考察	材 料 試 験
日 本 溶 接 学 会	◇STB42およびSTBA12のクリープ破断データ（金材技研における長時間クリープ試験データⅢ）	"
	◇1Cr-1Mo- $\frac{1}{4}$ V鋼および12Cr-Mo-W-V鋼のクリープ破壊データ（金材技研における長時間クリープ試験データⅣ）	"
	◇浸炭窒化ガスにおけるNH ₃ の分解	製 造 冶 金
	◇溶融塩の移動論的研究	金 属 化 学
	◇還元ペレットを原料としたキュボラ溶解	製 造 冶 金
	◇うず電流検査の応用例（超電導合金線について）	材 料 強 度
	◇フィルタによるうず電流探傷欠陥指示の周波数解析について	"
	◇タンデム法による溶接部溶込み不足の探傷について（第1報）	"
	◇極間法の磁化性能（第4報）	溶 接
	◇常温圧接性に影響をおよぼす因子について	"
日 本 機 械 学 会	◇摩擦圧接過程について（第4報）	"
	◇水中におけるプラズマ溶接（その4）	"
	◇小径管専用自動TIG溶接法に関する研究（第1報）	"
	ービード形成制御方式の基本的な考え方ー	"
	◇小径管専用自動TIG溶接法に関する研究（第2報）	"
	ーガス圧サイクル制御方式の応用ー	"
	◇溶着金属の気孔生成に関する研究（第1報）ーアルミニウムと水素の関係ー	"
	◇中炭素鋼熱処理材における疲れ限度のばらつき	材 料 試 験
	◇常温～600℃における炭素鋼のすべり摩耗現象におよぼす夏・冬両季節の影響	材 料 強 度
	◇切欠材の疲れにおよぼす結晶粒大きさの影響（その4、停留き裂の仮説とFrostの関係との比較）	"
日 本 鋳 業 会	◇90℃におけるSO ₂ -H ₂ O系電位-PH図	製 錬
	◇銅溶錬における真空吸上げ精製	"
	◇懸濁電極電解法による銅電解	"
	◇粗銅の真空吸上げ精製（不純物の除去）	"
	◇鉍の真空吸上げ精製	"
	◇10200KVA金属シリコン製造炉の休止後の炉内生成物の解明	"
	◇金属シリコン製造における集塵の諸問題	"
	◇金属シリコン製錬反応と炉操業との関連性	"
	◇オーステナイト鋼の加工誘起変態に及ぼすフリーカーボンの影響について	材 料 強 度
	◇遊星圧延機による圧延について（第2報）ー18Crステンレス鋼の圧延ー	製 造 冶 金
日 本 塑 性 加 工 学 会	◇1-(2-チアゾリルアゾ)-2-ナフトールのパラジウム錯体の結晶構造	金 属 化 学
	◇炭素繊維のりん酸重クロム酸溶液による酸化（1）	特 殊 材 料
	◇実用高温材料の低サイクル高温疲労について（SUS27B鋼の破断寿命の温度、ひずみ速度依存性）	材 料 試 験
	◇実用高温材料の低サイクル高温疲労について（試験方法、機差の検討）	"
	◇焼結高速度鋼の諸性質におよぼすB添加の影響	製 造 冶 金
	◇アルミニウムの孔食におよぼす冷間圧延の影響	腐 食 防 食
日 本 化 学 会		
日 本 材 料 学 会		
粉 体 粉 末 冶 金 協 会 軽 金 属 学 会		

◇短 信◇

受 賞

1. 市村賞（奨励賞）

電気磁気材料研究部電気材料研究室長太刀川恭治は昭和47年4月4日「超電導マグネット用導線の開発」に対し、日本真空技術社長林主税氏とともに、新技術開発財団より、上記の賞を受けた。

2. 日本鉄鋼協会 西山記念賞

製錬研究部鉄製錬第3研究室長郡司好喜は昭和47年4月4日「鉄鋼製錬過程の化学冶金的研究」に対し、日本鉄鋼協会より、上記の賞を受けた。

3. 電気化学協会 棚橋論文賞

金属化学研究部金属化学第4研究室長河村和孝は、論文「溶融塩の移動論的研究」に対して、昭和47年3月30日上記の賞を受けた。

4. 溶接学会 田中亀久人賞

溶接研究部融接研究室前室長西川 淳（故人、昭和46年12月31日死去）は「TIG溶接のアーク現象に関する研究とその実用化」に対し、昭和47年4月6日上記の賞を受けた。

5. American Foundrymen's Society Malleable Iron Division

最優秀論文賞

溶接研究部主任研究官宇田雅弘は、論文「Solubility of Nitrogen in Cast Irons: M.UDA and R.D.Pehlke」に対し昭和47年5月9日、アメリカ合衆国 Philadelphia において開催される第76回 Meeting において上記の賞を受けることに決定した。

人事異動

田中龍男（鉄鋼材料研究部長） 退職

（現職、中越合金鋳工（株）技術本部） 47年3月31日付

岩本兼敏（材料強度研究部長）

文部省（久留米工業高等専門学校）へ出向

福本 保（電気磁気材料研究部長）

材料強度研究部長に配置換

河田和美（所長） 電気磁気材料研究部長に併任

津谷和男（鉄鋼第1研究室長） 鉄鋼材料研究部長に昇任

以上 47年4月1日付

通 巻 第160号

発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 林 弘
印 刷 株式会社 ユニオンプリント
東京 都 大田区 中央 8-30-2

東京都目黒区中目黒2丁目3番12号
電話 東京 (03) 719-2271 (代表)
郵便 番 号 (153)