

NO.10

研 技 材 ニュース

1961

科学技術庁

金属材料技術研究所

随 感

庶務課長 剛 崎 章 二

毎月私の手許に回付されてくる業務関係の雑誌類は5指をもって足りない。曰く「ビジネス」、「ダイヤモンド」、「工場管理」、「マネージメントジャーナル」等々。職業柄、仕事に近い頁をめくれば、さすが近代経営の専門家が蘊蓄を傾けて寄稿したものが多く、参考になる事例は数多い。我々の仕事の上に採り上げれば打ってつけの点が随所に散見できる。とくに物に関連して一分野の業務の流れを停滞することなく捌いて行くシステム等が実施事業所名などとともに併記してあると、「本研究所でも」と…いささか羨望に似た感を起す。

しかしよく考えてみると研究所の主体は人間である。しかも人の組織である。研究所のスタッフ群およびそれを取囲む一群の人々の活動が集大成しやがて本研究所の性格をつくり上げて行く。スタッフ群はあくまで研究業務の実施の手足ではなく物事をよく考え、方策を示し、下部機構の創意工夫を期待することが本筋でなければならない。幸いにして、私達を毎日指導されている周囲の方にはこのような点で立派な実践を示されているので感謝している次第である。

次に研究所内の人間関係をよい状態に置くことは人の問題のうち重要なものと信ずる。人間関係とは、別な言い方をすれば人の和と解すべきで、これに対する理解と心掛けが、根本的に大切であ



る。人の和は個人個人の自主性を尊重するところから始まる。中国の言葉に「動武」と言う言葉があり、よく日本人の命令だけにより人を動かしたり圧力をもって人に迫る態度を皮肉ったものであるが、このような世界には人の和は成立しない。すなわち民主主義の原則を心から信ずるところに立派な人間関係は生れて来るものである。

所内で種々の研修を行なったり、動向調査をしたり、提案制度、人事考査、職務分析等をやってみても、前提として人の和がなければ無意味で、それ程人間関係は不可欠な要件なのである。

以上のことは所内の総ての組織活動に於ても同じことなのである。幹部のいうことが行なわれることはその人々が相互に信頼されているからであって信頼が失われてくると命令が正面に押出されがちになり、権力に頼ってくることになる。こうなると不服者の分裂、裏切、反逆とか大変穏かない事態が生じ、不和が深まり、人のついて来ない権力者群が苦悩するという民主主義の反側が生来する。

さきにも申した通り本研究所の私共の周囲の方々は常にこういったことは固く戒めあって指導して下さるので、日々楽しい日を過ごすことが出来て気持ちよく仕事に携わっているわけである。

Mn—Cr パネ鋼の焼戻性

鋼の機械的性質を向上させるには先ず焼入において均一なマルテンサイト組織とすることであり、その後に焼戻を施せば靱性値が良好で、しかも降伏点の比較的高い材料が得られる。このような理由からパネ鋼の熱処理には焼入焼戻法が適用されている。

焼戻過程においては炭素その他の合金元素の拡散による組織変化に伴って機械的性質も異なってくるけれども、焼戻により所期の機械的性質とするための焼戻温度と焼戻時間が把握されていれば非常に都合である。

今 Mn—Cr 鋼 (0.54% C, 0.25% Si, 0.88% Mn, 0.85% Cr) を用いて 850°C より油焼入後 Ms 点直上より Ae₁ 点直下までの各温度で焼戻を行なって後、拡散反応式より誘導された焼戻変数 $T(C + \log t)$ と硬度 (HRc) との関係を求めると図 1 に示すように測定値はほぼ直線上に並ぶことが分った。この結果、焼戻硬度が HRc 35~50 の範囲内にあるときには硬度値に応じた焼戻変数値となるような T (焼戻温度 °K) または t (焼戻時間 min) をそれぞれ選んで熱処理すればよいことになる。ただこの図で HRc35 以下の場合に上述

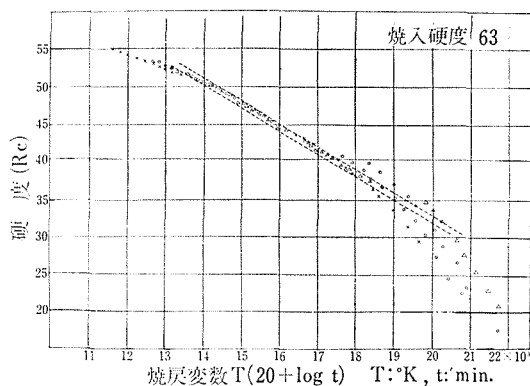


図 1 焼戻変数と硬度との関係

の関係の適用は困難となるが、これは Mn—Cr 鋼の焼戻では両合金元素ともに 550°C 以上では炭化物中への濃集が盛んとなってくるためである。

次に硬度と抗張力等との関係を示したのが図 2 であり、いずれも 1 時間焼戻の結果であるが、抗張力、降伏点、振り疲労限等は硬度と比例していることが明らかであるので、従って焼戻変数にも

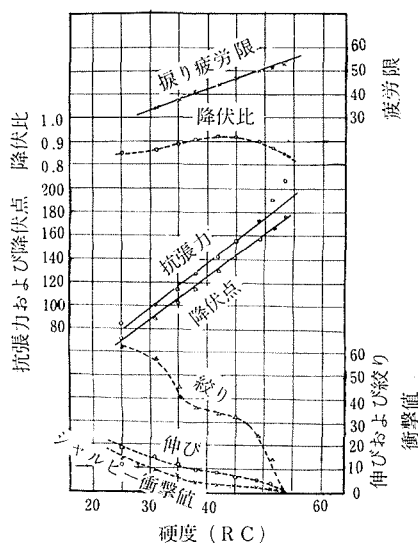


図 2 硬度と機械的性質

比例すると考えてよいことになる。ただ靱性値は焼戻による析出炭化物や粒界状況に著しく左右されるために一概に焼戻変数値より推定し難いようである。

パネ鋼においては弾性限の高い材料が要求されるので必要なのは抗張力よりもむしろ降伏点であるが、いま降伏比と硬度との関係を見ると明らかなように HRc 40~45 の範囲で最高となっていて、この硬度範囲より遠ざかるにつれて降伏比は低下している。HRc 45 以上の領域での降伏比および靱性値の低下は炭素原子の過飽和固溶による過大な格子歪の存在に基因し、また一方 HRc 40 以下での降伏比の低下は析出炭化物の凝集や合金元素のフェライト相よりの脱離によることがそれぞれ実験によって立証された。

結果的にはパネ材料の最適の焼戻硬度は Mn—Cr 鋼の場合、Rc 40~45 となり、この範囲では炭化物の凝集、合金元素の脱離は余り観察されず、また過大な格子歪も炭素原子を炭化物として析出させることにより消失しているのである。

要するに適切なる焼戻温度というのは、炭化物粒を微細に析出分布させ、かつ合金元素をフェライト中に固溶させている温度となる。

高純度クロム中のスズの定量方法

交流ポーラログラフ法

高純度クロム中の不純物の定量方法について種々検討を加えているが、第3部分分析化学研究室では今回低融点金属で、用途によっては嫌われる元素の一つであるスズの定量方法の研究を行ない、市販金属クロム(99.99%)中に1.8ppm、当研究所で試作した高純度クロム中には2.8ppmのスズを検出した。この方法の定量下限は0.1ppmで極微量のスズを定量することができる。

まず試料元素である多量のクロムよりスズを分離することが必要である。この方法として溶媒抽出法、イオン交換法や共沈法などが考えられるが、前二者について検討を進めた。

溶媒抽出する方法としてはクッペロン、ジエチルジチオカルバミン酸ジエチルアンモニウムや高分子量アミンが使用できるが、いずれもこれら有機物が完全に分解しないためポーラログラフ定量の際に影響を与える。このためポーラログラフ法と溶媒抽出法とを組合せるのは良法でない。イオン交換樹脂による分離は有機物が混入せずこの分離法を採用した。

8M程度の塩酸溶液ではクロムは陰イオン交換樹脂にほとんど吸着しないのに反し、スズ(IV)は強く吸着される。この性質を利用して、試料を塩酸に溶解し8M程度の塩酸溶液とし陰イオン交換樹脂カラムに通せばクロムは吸着されずに漏出するが、スズは吸着されてクロムと分離される。吸着されたスズは1M硝酸をカラムに通せば溶離される。この様子を図に示した。

次に分離されたスズの定量方法について検討した。微量のスズの定量方法としてはジチオール、フェニルフロロシヤやヘマトキシリン等による吸光光度法や塩酸性支持電解質を用いたポーラログラフ法が応用できるが、吸光光度法では感度が不足なので交流ポーラログラフ法を用いて定量することにした。

スズをポーラログラフで定量するときの支持電解質の

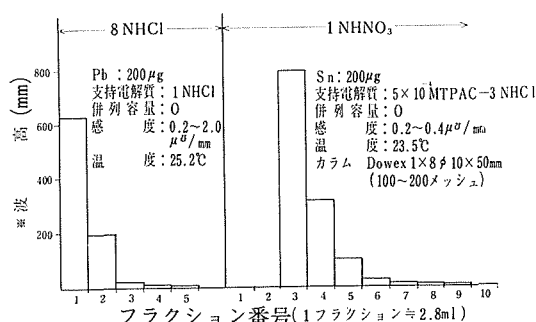
種類について検討した。従来スズの支持電解質としては直流ポーラログラフでは塩酸、塩酸-塩化アンモニウム等が用いられているが、交流ポーラログラフに用いた場合について、波高と支持電解質濃度との関係を求め波高変化の少ない支持電解質濃度を測定した結果、塩酸は3M、塩酸-塩化アンモニウムは1M、3Mがそれぞれ適当であることがわかった。

テトラフェニルアルソニウムクロライドを塩酸に $3 \sim 5 \times 10^{-4}$ M程度添加すれば波型がよくなり、定量精度が上がる。これが直流ポーラログラフ法について知られているので交流ポーラログラフ法に適用を試みた。テトラフェニルアルソニウムクロライドを添加すると交流の場合にも波型は良好になり、波高も前述の2種の支持電解質を用いるよりは高くなり、精度、感度ともに向上することがわかった。このため定量には塩酸(3M)-テトラフェニルアルソニウムクロライド(4×10^{-4} M)支持電解質を用いることにした。なおイオン会合体が沈殿するので10%エチルアルコール性として溶解する。この支持電解質を用いて定量する場合、妨害すると思われる金属イオンとして、ピーク電位の点から鉛、銅、鉄、アンチモン、ビスマス等が考えられるが、これらについて許容限界を検討した結果、鉛を除いては高純度クロム中に含まれているこれらの元素は微量で、許容限界内であり、妨害しないことがわかった。鉛は微量に存在しても、ピーク電位がほとんど同じであるため重複波を与えて高値を示す。

鉛の除去は前述の陰イオン交換分離で容易に行なわれる。鉛は8M塩酸溶液として陰イオン交換樹脂に通せばほとんど吸着されないで、クロムと同時に漏出し、除去される。この様子を図に併せて示した。

以上の結果を総合すると、陰イオン交換樹脂分離-交流ポーラログラフ法を組合わせて使用すると、實際上妨害元素については考慮する必要がなく、精度、感度ともによく定量することができた。方法の概略は次の通りである。

試料1~5gを塩酸に溶解し、空気酸化をした後、臭素で飽和した塩酸10~50mlを加えてクロムおよびスズを完全に酸化する。この溶液を陰イオン交換樹脂カラムに通じ、8M塩酸50mlで洗い、クロムおよび鉛を除去する。1M硝酸50mlでスズを溶離し、溶離液に硫酸(1+10)3mlを加えて蒸発し白煙を発生させる。冷却後3.75M塩酸4ml 2.5×10^{-3} Mテトラフェニルアルソニウムクロライドのエチルアルコール-水(1+1)溶液1mlを加えて溶解し、窒素を通じて酸素を除いた後、ポーラログラフを記録する。ピークの高さを測定しスズ量を求める。



※ 感度をそれぞれ $0.2 \sim 2.0 \mu\text{g}/\text{mm}$ および $0.2 \sim 0.4 \mu\text{g}/\text{mm}$ と変化させて測定し、 $0.2 \mu\text{g}/\text{mm}$ に換算

図 鉛とスズの溶離曲線

短 信

★月例所内研究報告会

10月3日(火)、5日(木)の両日にわたり、下記のとおりに行なった。

- X線マイクロアナライザーによる鋼中非金属介在物の同定
 - 第1部 鉄鋼研究室 内山 技官
- Ni-Cr ステンレス鋼の耐食性に及ぼす組織の影響 (Ni, Mo の影響)
 - 第1部 特殊鋼研究室 乙黒 技官
- Ni-Cr ステンレス鋼の諸性質に及ぼす組織の影響 (Mn, Al の影響)
 - 第1部 特殊鋼研究室 乙黒 技官
- Nimonic 系合金の再結晶について
 - 第1部 耐熱合金研究室 渡辺 技官
- Cr 基合金の高温特性に及ぼす Cr, Fe, Mo の影響
 - 第1部 耐熱合金研究室 吉田 技官
- 珪素鉄単結晶の再結晶組織
 - 第2部 物理冶金研究室 古林 技官
- Bordoni Peak の活性化エネルギー
 - 第2部 加工研究室 武内 技官
- 珪素鉄の再結晶粒の成長過程の連続観察
 - 第2部 物理冶金研究室 大河内技官
- 噴霧法による不規則鋼粉末の製造について
 - 第2部 粉末冶金研究室 武田 技官
- スリップ casting の研究
 - 第2部 粉末冶金研究室 田村 技官
- 0-ヒドロキシアゾチアゾール誘導体と銅との反応
 - 第3部 分析化学研究室 川瀬 技官
- 珪素鋼中の電化珪素の定量
 - 第3部 分析化学研究室 福田 技官
- 不銹鋼の個々の結晶粒上に生成した酸化膜の構造
 - 第3部 表面化学研究室 島岡 技官
- 17—10P の高温強度
 - 第4部 材料強度研究室 山崎 技官
- 原子炉用アルミニウムおよびその合金の研究 (第6報)
 - 比流量が初期腐食に及ぼす影響——
 - 第5部 腐食研究室 清水 技官
- 高温高圧水によるステンレス鋼の腐食
 - 第5部 腐食研究室 池田 技官
- 原子炉用高張力鋼溶接継手の高温引張およびクリープ・ラプチャー試験
 - 第6部 融接材料研究室 岡根 技官
- ニッケル基分散強化合金の組織と加工の影響
 - 第7部 非鉄金属研究室 高橋 技官
- ニオブのアーキ還元法に関する研究
 - 第7部 希有金属研究室 佐々木技官
- ヨウ度法による高純度 Si の製造 (第2報)
 - SiI₄ の精溜ならびに再結晶精製——
 - 第8部 非鉄製錬研究室 黒沢 技官
- ヨウ度法による高純度 Si の製造 (第3報)
 - SiI₄ の水素還元——
 - 第8部 非鉄製錬研究室 黒沢 技官
- 鉄-アルミ合金に関する研究 (第2報)
 - 磁性に及ぼす熱処理の影響——
 - 第9部 磁性材料研究室 前田 技官
- 帯状溶融法によるテルルの精製について
 - 第9部 金属間化合物研究室 田村 技官

★ 人事異動 (10月1日付)

総理府技官 (金属材料技術研究所) に併任する
(東京大学教授) 文部教官 五弓 勇雄

"

(京大大学教授) 文部教官 西原 清康

"

(九州大学教授) 文部教官 石橋 正

★ 海外出張

○ 第2部物理冶金研究室本多龍吉技官は、マサチューセッツ工科大学において鉄および鉄合金の低温脆性の研究のため、一年の予定をもって8月26日出発した。

○ 第9部磁性材料研究室長森本一郎技官は、ダイナパークによる高速加工技術の修得および米国における高速

加工の研究状況についての調査のため、109日の予定をもって9月16日出発した。

○ 第5部長伊藤佐郎技官は、米国ワシントンにおいて開催される第2回国際真空会議に出席並びにアメリカおよびカナダにおける金属関係研究所の研究状況実態調査のため10月8日出発した。

★ 学位授与

第1部特殊鋼研究室長中川龍一技官は、「オーステナイト系耐熱鋼の冶金学的研究」の論文により昭和36年10月29日付で、東京大学工学部教授会から工学博士の学位を授けられた。

(通巻第34号)

編集発行人 吉 村 浩
印刷 奥村印刷株式会社
東京都千代田区西神田1~10

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)