

NO.3

研 技 新 聞

1961

科学技術庁

金属材料技術研究所

電子衝撃浮遊帯域精製装置

電子衝撃法を応用した浮遊帯域精製装置は、普通の高周波加熱法に比べて、

1) 少ない入力で高融点金属の溶融が可能である。

2) 集中した電子ビームにより巾の狭い溶融帯が得られる。

という大きい特徴をもっている。また精製の過程についても、高真空で使用するため浮遊帯精製と真空精製が併用されるので、より高い精製効果が期待出来る。

第7部高純度金属研究室では、各種高融点金属の精製の研究のため、かねてからこの装置の試作を急いでいたが、このほど完成したのでここに紹介する。

本装置は写真1に示すように、円筒形の溶解室、駆動装置、制御盤および真空装置からなっている。溶解室の大きさは、直径350mm、長さ250mmであって、室内は陽極として、3~10mmφ、長さ200mmの棒状試料を、陰極として、0.35mmφのタングステン線をとりつけ400l/secの4インチ分溜式油拡散ポンプで

排気する。その到達真空度は 10^{-6} mmHg、動作中でも 10^{-5} mmHg以上である。試料は溶融帯の振動をさけるために固定し、陰極を移動する方式とした。

この方式によると限られた溶解室内で、移動距離を最も長くすることが出来る。試料は接地し、0~20 r. p. m. の回転を与えることが出来る。陰極は0~10kVの負の高圧に保ち、電子電流は最大400mA、衝撃電力は最大約4kWである。陰極は容量15V、25Aの電源により通常2600~3000°Kの温度に加熱して使用する。

溶融帯を常に一定にするために、電子電流はその一部を陰極電圧調整器にフィードバックさせて、陰極の温度を一定に保つことによって、自動制御される。

溶解室の正面には、直径80mmの覗き窓が二つ、側面に一つついていて、動作中の溶融状態を容易に観察することが出来る。

写真2、3は本装置によって浮遊帯域精製した5mmφのFe棒とSi棒の試料である。

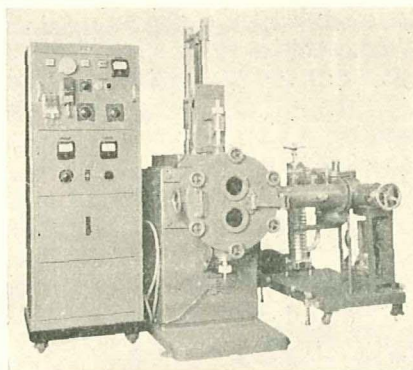


写真1 電子衝撃浮遊帯域精製装置

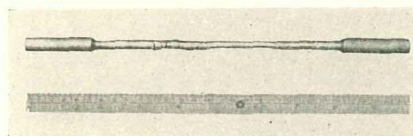


写真2 浮遊帯域精製した5mmφのFe棒

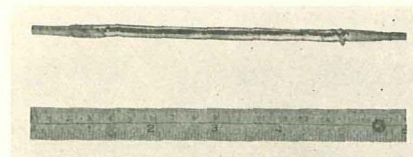


写真3 浮遊帯域精製した5mmφのSi棒

溶融鉄および鉄合金の水素溶解度

溶融した Fe, Ni, Co, Fe-Ni および Fe-Co の水素溶解度

最近技術の進歩に伴ない鋼中の各種元素の挙動も次第に明らかになるにつれ、水素と鋼との関係も漸次明瞭になって来た。特に白点の原因としての水素の影響は顕著なものであるが、他に水素脆性とか機械的性質の低下、あるいは溶接材に及ぼす影響など数多くの欠陥が注目されている。鋼の製錬または溶接中における水素は急速に溶融金属中に吸収され、凝固とともに比較的すみやかに放出されることは良く知られ、水素雰囲気と接触する溶融鉄は短時間の間にその平衡値まで水素を吸収する。製錬中における水素の供給源となるものは気体水素ではなく、炉内の雰囲気、添加物、耐火物などに含まれる水蒸気あるいは水分であるが、日本のように特に湿度の高い国における高温季の製錬では特に顕著な変化が見られる。すなわち、高温季における大量の不良材の発生は良く見られる現象であり、製錬作業では特に苦慮するところである。

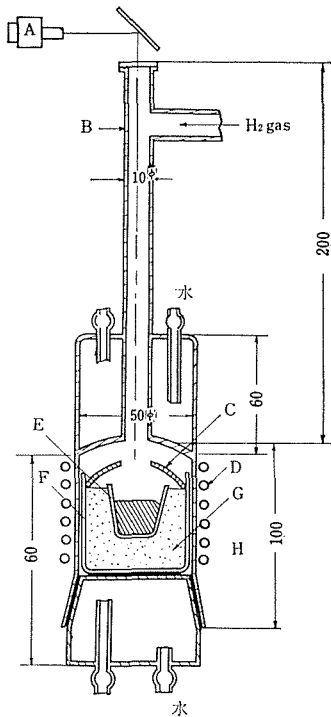


図1 吸気管概略図

- | | |
|-------------|-----------------|
| A 光高温計 | E トリヤ(ベリリヤ) ルツボ |
| B 石英反応管 | F 石英保護管 |
| C マグネシヤ カバー | G アルミナ粉 |
| D 加熱コイル | H デコチンセメント |

一方、鋼と水素の関係についての研究は比較的多く見られるが、そのおもなものは材質的なものとか、固体における水素の吸収量および拡散などに関するものである。そして、溶融状態の鉄および鉄合金に関するものはきわめて少なく、ほかのガス(窒素および酸素)の挙動についての知識に比べて非常におくれている。特に重要であると思われる合金元素との関係についてはほとんど見るべき資料が見当らず、その完備は製錬技術者の非常に渴望するところである。そのおもな理由は測定の大困難さにあるので、当所では測定法に改良を加え、各種の溶融鉄合金につき水素の溶解度を測定し、製錬技術の改良進歩のための資料を得ようとするものである。測定法は Sievert

の方法に準拠したものであり、図1に示すような吸収室によって行なわれた。この測定で最も問題になるのは使用する耐火物であり、これまでにこの研究が進歩しなかった最大の原因の一つは、適当な耐火物が得られなかったためであると思われる。たとえば Al_2O_3 とか MgO は製鋼温度で水素により還元をうけるために正確な測定は期しがたく、このような高温でも水素と反応

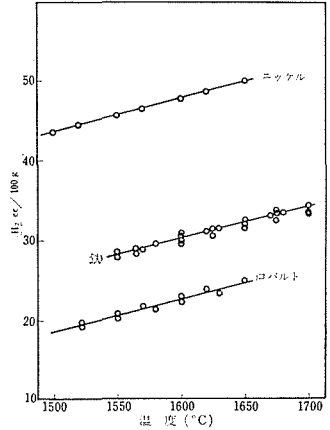


図2 1気圧水素と平衡する溶融金属の水素溶解度

しない耐火物が必要となって来る。当所ではその難点を克服するために高純度の ThO_2 および BeO を坩堝材として選んだが、その結果は良好で、この程度の温度では水素との反応が全く見られなかった。試料約 30g を坩堝に入れて水素中にて溶解し、坩堝または金属中の被還元性不純物を完全に還元した後 10^{-4} mmHg 程度の真空中にて充分脱ガスし、純アルゴンガスにより所定温度の熱容積を測定する。次に、再び充分に脱ガスした後、秤量した純水素ガスを吸収室に送り、所定温度における吸収量を熱容積との差から求める。試料の重量は測定終了後に坩堝から取り出して秤量することにより求めたが、蒸着した金属薄膜による吸着量は零として吸収量を計算した。

以上のようにして求められた結果は図2に示すとおりであるが、純鉄の溶解度はこれまでに報告されている二・三の結果とよく一致している。Ni および Co はこれまでに充分な測定がなされていないので完全な比較は出来ないが、固体の金属における溶解度の傾向から推して大体妥当なものと思われる。また Fe-Ni および Fe-Co 合金についても 1550~1650°C の温度範囲にわたり、合金の全領域について測定したが、その結果は Ni の増加とともに溶解度を増し、Co の増加とともに溶解度を減ずることが明らかとなった。Fe, Ni および Co の 1 気圧水素と平衡する水素溶解度と温度との関係は次式で表わされる。

$$\log[\%H]_{Fe} = -\frac{2010}{T} - 1.492(1550 \sim 1700^\circ C)$$

$$\log[\%H]_{Ni} = -\frac{1330}{T} - 1.656(1500 \sim 1650^\circ C)$$

$$\log[\%H]_{Co} = -\frac{2730}{T} - 1.233(1500 \sim 1650^\circ C)$$

海綿鉄を原料として溶製した軸受鋼

軸受鋼の品質向上のために多くの研究がなされているが、いずれも溶解法、鍛造加工法、熱処理法に関するものであり、溶解原料についての検討はほとんどなされていない。スウェーデンのSKFの軸受鋼では海綿鉄を溶解原料とし、わが国では砂鉄銑と返り屑を溶解原料の主体としている。直接製鉄法による海綿鉄が軸受鋼の寿命にいかに影響するかについて研究を行ってきたが、一応の結果をうるることが出来た。

表1に示すように原料の配合割合を変えた6種

表1 原料の配合割合(%)

試料	市場屑	返り屑	砂鉄銑	海綿鉄	Fe-V
No. 1	50	30	20	—	—
No. 2	50	30	20	—	0.2
No. 3	—	50	—	50	—
No. 4	—	—	50	50	—
No. 5	—	25	—	75	—
No. 6	—	—	—	100	—

類の試料(SUJ2)をSilicious slagの下に塩基性電気炉で溶製した。海綿鉄の配合割合が増すにつれて硫化物系および酸化物系非金属介在物の量は増加するが、アルミナ系介在物の量にはあまり差異がない。靱性を評価するために行なった静的振り試験の結果では、海綿鉄を配合すると大体において靱性が良好になる。

スラスト型軸受鋼寿命試験機による寿命試験の結果は図1に示してある。まず試験機について簡単に説明すると写真1はその外観写真で10台の試験機が設置されている。試験片は60φ×5mmの円板で熱処理後研摩仕上げし、試験機中央部の容器(写真2)に入れて4点でしめつけその上に3個

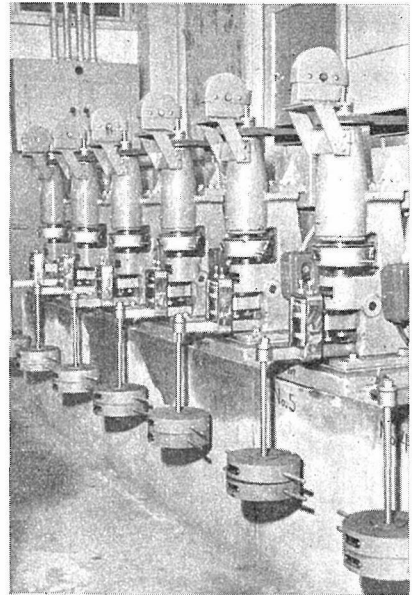


写真1 試験機の外観

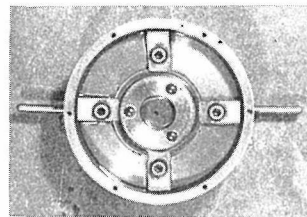


写真2 容器に試験片, ボール, 保持器をとりつけたと
ころ

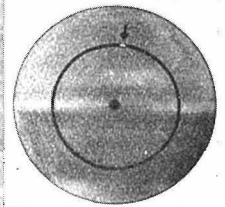


写真3 フレーキングの生じた試験片

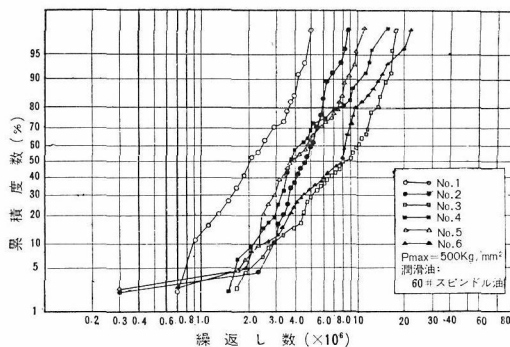


図1 フレーキングを生ずるまでの繰返し数の累積度数分布図

のボールが乗り、このボールを回転することによって円板試験片上に繰返し疲労を与える。試験片とボールの間のヘルツの最大接触応力は500kg/mm²になるように荷重を調節した。このようにしてフレーキングが生ずると異常振動が起こって試験機は自動的に運転を停止するように振動監視装置が併置されている。写真3はフレーキングの生じた円板試験片の一例である。寿命試験の結果(図1)は大体3つのグループに分かれる。曲線が右側にあるほど寿命が長く、海綿鉄50% 返り屑50%のNo. 3と海綿鉄100%のNo. 6が最良で、市販軸受鋼と同じ原料配合割合のNo. 1が最低である。この結果から軸受鋼の溶解原料に海綿鉄を配合することは寿命にかなり大きい効果があると考えられる。

AIME 金属学会および

電気化学会に出席して

第3部 理博 島岡五朗

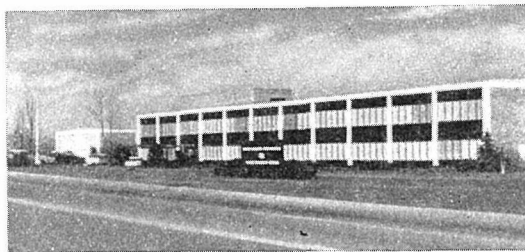
昨年10月6日羽田空港を出发して米国フィラデルフィヤ市で開かれた AIME の金属学会およびヒューストン市で開かれた電気化学会に出席後、米国およびカナダにおける金属関係の各研究所を訪問した。3ヵ月足らずの短期間の視察ではあったが、いろいろな面で多くの収穫があった。それらのうちからとくに印象に残った二・三の点について述べてみたい。

AIME の金属学会では、前もって講演者に発表はいかにすれば理想的であるかという7項目からなる注意書が渡される。要するに発表はあくまでも耳に訴えるものであるから、規定の時間内にいかにして自分の論文を出席者に理解させるかという点が重視されるわけである。従って講演者はこの点にかなりの努力と神経を使うので、講演は一般にすっきりしているようであった。筆者は第2日目の Observation of Imperfection, Grains and Surfaces の分科会に“溶融金属および合金上の初期酸化膜”第4日目の Diffusion Controlled Processes の分科会に“金属薄膜の高温酸化”の2論文を発表し責任を果たすことが出来た。これらの分科会では電子顕微鏡による転位の直接観察とか、熱陰極型電子顕微鏡によるオーステナイト中の双晶やグレインの生長の直接観察などの論文が発表され、また最近のステンレススチールの冶金学的な問題についてのシンポジウムがかなりの人気を呼んでいた。

テキサス州のヒューストンで行なわれた電気化学会では腐食分科会のシンポジウムに出席した。ここでは確詰の腐食の問題や金属の高温酸化などで興味のある報告があった。たとえば Whestinghouse 研究所の Dr. Copanらの発表した加工前後の鉄または銅上に生成した Oxide Whiskers の電子顕微鏡による観測などは将来高温酸化の研究の中心課題になると思われた。また金属表面処理の関係では気相メッキ（金属表面で化合物の蒸気を還元させてメッキする方法）が人気の中心で今後の発展が期待された。

学会はいずれも市内の大ホテルを会場として行なわれるため出席者のほとんどはホテルに泊り込みである。従って研究者同志の交流は盛んで、一つの社交の場ともなる。平素遠く離れていても一堂に会しました同じホテルに泊ればまた別な友情が成立し、お互いに研究のことを語り合える絶好の機会が得られる。筆者はこの両学会を通じて多くの知己を得て良い刺激と激励をうけた。

学会終了後、ニューヨーク、ワシントン、ボストン、オタワ、ピッツバーグ、クリーブランド、コロンバス、



デトロイト、シカゴ、サンフランシスコなどの各都市の周辺における20ヵ所の大学、研究所を訪問し、筆者の専門の立場から研究機関の活動状況についての視察を行なうことが出来た。これらの大学や研究所の中にはたとえばベル電話研究所 (Murray Hill)、GE 研究所 (Schenectady) や U.S.Steel の研究所 (Monroeville) などのように素晴らしい近代設備の整っているところもあったし、またあまり立派とはいえない設備のところもあった。しかし共通して言えることは、いずれも非常に明瞭な目標と旺盛な研究意欲をもち、外来の研究者に対して誠意ある態度で共通な研究問題について熱心に討論してくれたことである。たとえばオタワにある National Research Council はカナダにおける科学技術の中心研究所として重要な存在であるが、腐食研究室では主に金属の表面被膜の問題があらゆる角度からとり上げられ研究されている。筆者の研究についても非常に関心をもち種々有益な討論を行なってくれた。またブラウン大学 (Providence) の物理教室では Prof. Farnsworth の指導の下に 10^{-10} mmHg 程度の高真空中の金属表面に対する気体の吸着の問題が主に低速電子線回折によって研究されている。このようなきわめて困難な問題に対する長い研究の歴史に対しては全く頭の下がる思いであった。有名な自動車会社のゼネラルモーターの研究所は Detroit の郊外の Warren に敷地をもつ大研究所であるが、ここでは一見自動車と何の関係もないと思われる金属の Whiskers の研究が行なわれていた。約5cm 大の純鉄の見事な Whiskers に驚きの目をみはった。アメリカの研究所を見て特にうらやましく思ったのは応用研究と基礎研究の見事な結びつきである。わが国の科学研究の能力は決してアメリカのそれには劣るとは思われないが、ある面においては非常にすぐれ、ある面においては非常に劣るため結局バランスの面で劣るのではあるまいか。

金属の表面研究に対する新しい方法としては最近いろいろとすぐれた研究の武器が生まれ、たとえば Field Emission Microscope, Electron Probe Micro-analyser, Local-area Electron Diffraction, Ellipsometer などが金属腐食の研究に盛んに用いられる傾向にある。筆者の訪れた研究所でもこのような方法を用いて研究を行なっている所が多かった。また研究者相互間の連絡が非常に密接であることが、研究のむだをはぶき能率を上げるのに大いに役立っていると思われた。

(写真はオハイオ州パーマにある Union Carbide Co. の研究所。窓のない研究所として有名である)

(通巻 第27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

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)