

NO.8

研 技 材 ニュース

1961

科学技術庁

金属材料技術研究所

虚心坦懐になりたい

第7部長 工博 岩村 霽郎

我々日本人に本当の研究能力があるのだろうか。私が今筆を執っている所は畳を敷いた日本部屋である。それなのに天井を見れば電燈、横を見れば電話に扇風機、また手にしているのは万年筆、えもん掛には洋服、何だかすべてが欧米人の作り出したものばかりに見えて来る。

研究が創意とすれば、研究などとおこがましくて口にするのが恥ずかしい気がして仕方がない。終戦後16年、我々日本人は生きんがために日夜これ努力して、ただ一筋と言ってよいくらいに工業技術の向上に打ち込んで来た。しかも欧米のそれを追っかけて。

そして或る程度成功を収めて来た。身近な例をとってみても、鉄の生産高またアルミ等に於いては、ゆうに世界屈指の仲間入りが出来たのは事実である。しかしその大半は外国からの技術導入、そして多くの外資を払って成し遂げた成果である。

とかく我々は物真似或いは小手先が器用だと思われ、また半分自認して来たきらいもある。

さて、本当に我々の素質はその程度のものに止まるのであろうか。

彼等欧米人の近代自然科学は、ガリレオ、ニュートン以来6・7百年の歴史を持ち、我々は明治維新以来百年余りにしかならない。更に人口において彼等は我等日本人の十数倍を有している。



人数と時間をかけ合わせて考えると、彼等が数十倍の学問研究上の仕事を持っていても不思議はない筈である。しかし、我々日本人の過去の業績が零であるならば、全く比較にもならないのであるが、まさかそのような事はなさそうである。数学界、物理学界等、また近くは金属学界においても、世界的レベルからみて一応一流と見なし得る業績がいくつかはある筈である。

此のように考えて来ると、我々の才能は決して捨てたものではない。まして今日の工業的發展は単なる物真似ではなく幾多の創意工夫が含まれている事を思えば、今後我々が如何に努力するかによって勝負がきまる筈である。

今までにも述べたように急速な国力回復を期する余り、我々日本人自身が生んだアイデア、そして研究室的研究成果を育てる余裕もなく、外に技術を求めたきらいがある。またそうでなければ、このような短期間の立ち直りも成し得なかったのであろうが、これから先は自由経済を背景として我等は我等のものを育てなければならぬ段階に来ていると思われる。

特に信頼性のある工業製品を生み出すには、どうしても金属材料の改良發展と共に、開発、そしてその経済性を考慮した我々の研究と試験、更に工業化が一番大切なことではなからうかと思われる。

ニオブを添加した白金の電気特性

オートメーションによる大量生産は品質の向上とコストの低下に貢献し、近代工業の発達をもたらしたことは周知のことである。オートメーションは広い分野にわたり、均整のとれた高い工業レベルがその根本であって複雑な装置を縦横に活用している訳であるが、その頭脳とも言うべき部分には白金などの高級な材料もしばしば使われている。

これは白金がきわめてすぐれた性質をもっているためである。すなわち白金は融点が 1770°C で、通常の炎では溶けず、空気中で灼熱しても錆びたり変質したりすることがなく、また各種の化学薬品にも侵されない上、きわめて安定した電気的特性をもっているからである。

たとえば温度を一定に保つオートメーション作業を考えると、これに用いる制御素子に要求されることは、僅かな変化があっても鋭敏にこれを受け入れ確実に信号を制御系に与えることであるが、さらに重要なことは長期の使用に際してもその絶対値が変化せず、常に信頼出来る値を保つことである。さらに実際問題としては、高温度の作業は排ガスやその他悪条件が重なるのが普通であるため、以上の諸条件を満足する材料は現在では白金以外には求められないので高価であるにもかかわらず、広く白金-白金ロジウム熱電対や白金抵抗温度計などが用いられている。

ニオブはいわゆる新金属と呼ばれるもので、金属材料として実用されるようになったのは最近のことである。この融点は 2468°C で白金よりもさらに高く各種の化学薬品に対しても安定で大気中では全く錆びることがないなどすぐれた性質をもっているが、価格は白金に比べるとはるかに低廉である。

白金に数パーセントのニオブを添加するとき、融点は若干高くなり硬度値、強度共に大となる。この組成範囲では、これらは白金の固溶体組織でその結晶構造は面心立方体であって、加工性も良く薄板や細い線に加工することも容易である。白金の電氣的抵抗はニオブを加えると、図1のように、含有量にほぼ比例して大となる。

ニオブを含む合金と純白金とを組み合わせさせた熱電対の熱起電力には異常点が認められず、

ニオブ量が増えるに従って大となっている。2at%のニオブを含む合金の熱起電力は図2に示すように13%ロジウム-白金合金とほぼ同一である。またこれらは3000時間にわたり高温劣化試験を行ったが変化量は微小であった。

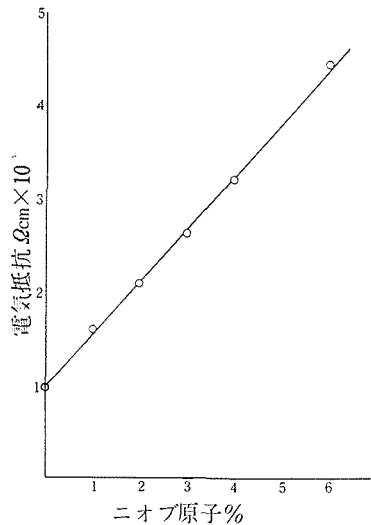


図1 白金ニオブ合金の電気抵抗

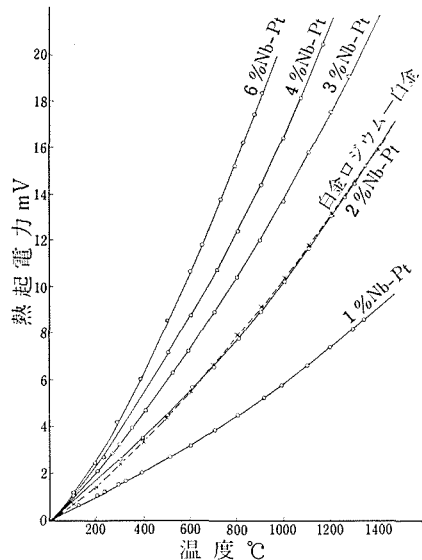


図2 白金ニオブ合金の熱起電力

高純度シリコンの製造 — SiI₄ の精製

高純度 Si の原料としては SiHCl₃, SiCl₄, SiH₄ などが工業的に使用されている。Si のヨウ化物 SiI₄ も合成の比較的容易なうえ、精製に各種の方法をとりうること、ヨウ度の資源が我が国では豊富であることなどの利点から、第 8 部非鉄製錬研究室ではその水素還元法を研究した。SiI₄ は粗 Si 粒を 500~800°C に加熱したところへアルゴンを担体としてヨウ度蒸気を送って直接合成した。

精製法として初め n-ヘプタン、トルエン、ベンゼンを用いた再結晶法を行なった。石英フラスコ中に精製された有機溶媒と粗 SiI₄ を入れてアルゴン雰囲気中で加熱溶解した。濃度は 50 モル% SiI₄ である。溶液中には僅かの不溶性残渣を含むのでこれを石英ウールで濾過し、溶液を別の容器にうつし 0°C まで徐冷し SiI₄ を再結晶させた。溶媒で 3 回洗滌した後精製試料の純度をみるため少量の結晶を取り出し、残りの試料は再び精製を行なうため新たに溶媒を加えて再び加熱溶解を行なった。採取した SiI₄ は水和した後焼いて SiO₂ にしてスペクトルにかけ定性分析を行ない精製効果を検討した。Al, Ti, Cr, Cu その他を除去すること

n-ヘプタンによる再結晶精製

| 試料 | 元素 | Al | Cu | Fe | Mg | Ni | Ti |
|--------------------|----|----|-----|-----|----|----|-----|
| 粗 SiI ₄ | | 3 | 4 | + | + | + | 2.5 |
| 1 回精製 | | + | 1.5 | + | + | — | — |
| 2 回 " | | + | + | + | + | — | — |
| 3 回 " | | + | + | + | + | + | — |
| 4 回 " | | + | (+) | + | + | + | — |
| 5 回 " | | + | (-) | (-) | + | + | — |

ベンゼンによる再結晶精製

| 試料 | 元素 | Al | Ca | Cr | Cu | Fe | Mg | Ti |
|--------------------|----|----|-----|----|-----|-----|-----|-----|
| 粗 SiI ₄ | | 2 | + | 3 | 5 | 3 | 1.5 | 1.5 |
| 1 回精製 | | + | (-) | — | + | (-) | 1.5 | — |
| 2 回 " | | + | (-) | — | + | 1.2 | + | — |
| 3 回 " | | + | (-) | — | (-) | + | + | — |

トルエンによる再結晶精製

| 試料 | 元素 | Al | Ca | Cr | Cu | Fe | Mg | Ti |
|--------------------|----|----|----|----|----|-----|-----|-----|
| 粗 SiI ₄ | | 2 | + | 3 | 5 | 3 | 1.5 | 1.5 |
| 1 回精製 | | + | + | — | + | (-) | 1.5 | — |
| 2 回 " | | + | + | — | + | + | 1.5 | — |
| 3 回 " | | + | + | — | + | (-) | 1.5 | — |

ができたが初回に最も顕著に精製が認められた。

表中に示さなかった元素はスペクトルには表われなかったものである。

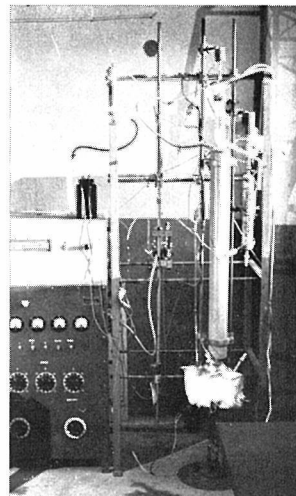
次に SiI₄ の精留を試みた。SiI₄ は沸点が 304°C であって割合高いので、膨脹率が小さくかつボロンなどの混入をさけるため透明石英製の単巻らせん充填塔をつくり、アルゴン 1 気圧の下で精留を行なった。塔の理論段数は n-ヘプタン、メチルシクロヘキサン系で測ると約 13 段である。写真はこの精留装置を示す。蒸発蒸気量の調節は籠側から U 字管を出しその中に流動パラフィンを入れ籠内圧と外圧の差を光線の屈折を利用して加熱ヒーターを on-off 制御した。

蒸気圧の関係から B, P, I, Cl などのヨウ化物は初留に、As, Ga, アルカリ金属, アルカリ土金属, その他重金属類は籠に残る傾向をもつ。塔頂冷却部で液化した SiI₄ を適量づつ分岐管をへて装入 SiI₄ 中、初留 1/5, 主留 3/5, 残留 1/5 の割合で分別採取した。各部の SiI₄ を前と同様に処理したのちスペクトル分析を行なった。

SiI₄ の精留におけるスペクトル分析

| 試料 | 元素 | Al | Ca | Cr | Cu | Mg | Ti | Mn |
|---------------------|----|-----|-----|----|-----|-----|----|-----|
| 原料 SiI ₄ | | 2.5 | (-) | — | 1.7 | + | + | 3 |
| 初留 (1) | | (-) | + | — | + | + | — | — |
| 初留 (2) | | 2.5 | (-) | — | + | — | + | — |
| 主 留 | | 1.5 | (-) | — | — | — | — | — |
| 残 留 | | 3 | — | + | 4 | 2.5 | — | 3.5 |

主留は多くの不純物が除かれて最も精製されているが AlI₃ は SiI₄ と蒸気圧が近く分別が困難であって主留に僅か混入していた。また籠中には Cr, Cu, Mg, Mn, Al などが表われ不純物が濃縮している。このように有機溶媒による再結晶および精留により SiI₄ が精製されることがわかったが、なおその他石英などのポート又は管に入れてゾーン精製する方法、減圧下で SiI₄ を昇華させることにより精製 SiI₄ 凝縮物をうる方法などがある。

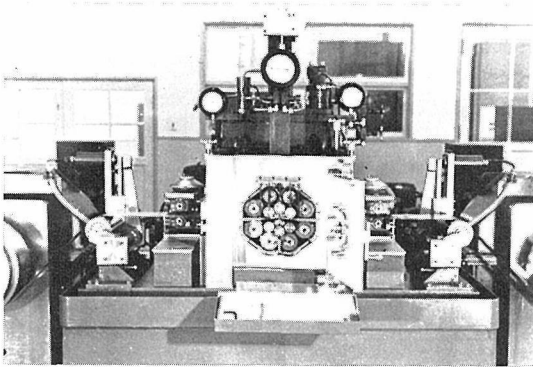


SiI₄ 精留装置

セ ン ジ ミ ア 冷 間 圧 延 機

近年、特殊鋼、珪素鋼、ステンレス鋼、非鉄金属等の冷間圧延材料の品質改良が、要望されるとともに、極薄物の要求が盛んになりつつある。このために、作業ロールの直径が、きわめて細く、一対以上の支えロールで補強した圧延機の進歩に関心が、高まっている。センジミア圧延機は、圧延圧力・圧延馬力が、少なくすみ、また作業ロール直径が小さいので、ロールの偏平変形 (Roll

写真はセンジミア冷間圧延機



仕 様 の 概 要

| | |
|-------------|--|
| 型 式 | Z R 34-7½型 |
| ワークロール | 直径10mm(0.4"), 胴長230mm(9") |
| 圧 延 速 度 | 46/92m/m(150/300ft/min) |
| 主 電 動 機 | DC30kW(40HP)1150/2400 rpm. 一台 |
| 圧延可能ストリップ寸法 | 板巾最大 190mm (7½") 厚み最小 0.01mm 最大 2. mm |
| 巻 取 胴 | 外径355mm(14"), コイル最大外径530mm(21") |
| 巻取電動機 | DC30k(40HP)1150/2400rpm 二台 |
| 最大巻取張力 | 2720kg(600lbs), 圧延速度 60m/min (200ft/min)まで 1810kg(4000lbs)5 圧延速度 92m/min (300ft/min) まで |
| 最小巻取張力 | 23kg(50lbs) |
| 付 属 装 置 | 走間厚み計, テンションメーター, 潤滑油熱交換器 |
| 製 作 者 | Waterbury Farrel Foundry & Machine, Co; U. S. A. |

flatening) 量が少ない。これは極薄物の圧延および非常に硬い材料でも中間焼鈍なしで圧延することができる。強固な一体のハウジングとバックアップベアリング装置および高性能の電氣的制御装置は高精度の圧延を可能にし、板厚の変動は±0.003mm 以下である。

当所では昭和35年度 100kgプラント設備の一環として、センジミア圧延機を据付完了したのでその概要を紹介したい。

圧延作業の例

材質：ミガキ帯鋼, 焼ナマシのもの
寸法：板厚 0.3mm, 板巾 130mm

| パス回数 | 板 厚 mm | 圧下率 % | 前方張力 kg | 後方張力 kg |
|------|--------|-------|---------|-----------|
| 1 | 0.160 | 52 | 500 | プレッシャーボード |
| 2 | 0.085 | 47 | 350 | 400 |
| 3 | 0.044 | 48 | 200 | 250 |
| 4 | 0.028 | 36 | 130 | 190 |
| 5 | 0.020 | 28 | 90 | 150 |
| 6 | 0.013 | 35 | 60 | 90 |
| 7 | 0.011 | 8 | 40 | 70 |
| 8 | 0.009 | 18 | 40 | 50 |

電 気 設 備 の 概 要

| | |
|------|--|
| 母線接続 | 各個発電機式 3 組 |
| 張力制御 | テンションメーター (差動トランス式) による方法 |
| 速度調整 | 手動式 |
| 各種補償 | コイル巻太り補償 (電動機反抗起電力式) 付 加減速補償, 圧下率補償, 抵抗降下補償は付属していない |
| 増巾器 | トランジスタ, 真空管, サイラトロン増巾器 |
| 制御盤 | パッケージ型キャビネット 3 組 |
| 電 源 | 3 φ, 50c/s, 200V |

張力制御系略図



★月例所内研究報告会

短 信

- 8月1日午後1時30分から次により行なった。
 ○ 鉄中における炭素の挙動に関する研究 (第2報)
 ○ 排気鑄造による銹巣の減少について

- 第一部 鑄造研究室 牧口技官
 第一部 鑄造研究室 菊地技官

(通巻 第32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 (712) 3181 (代表)