

研技誌

1964

科学技術庁 金属材料技術研究所

NO.12

ニュース

内熱式高周波加熱浮遊帯域精製装置

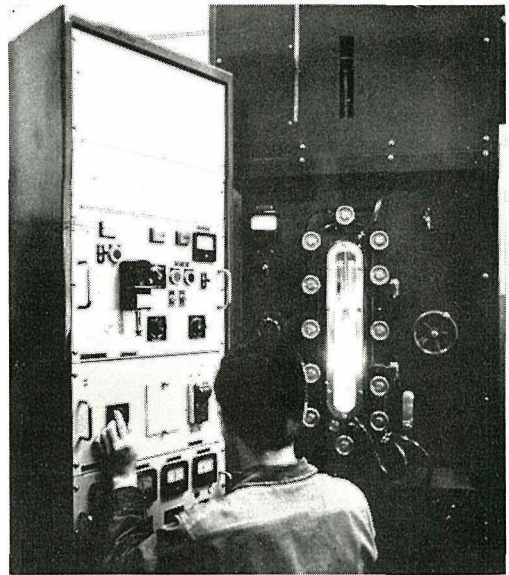
主に Si の精製に利用されてきた浮遊帯域精製装置は、その後、種々の改良が加えられ、今日では半導体材料以外の各種金属の精製にも広く利用されている。この方法は融体が凝固する際の正常偏折を効果的に応用したもので、融体はその表面張力で支えられ、るつぽを使用しないため、高純度金属材料製造の一方法として欠くことのできないものとなっている。

昨年当研究所に設置された内熱式浮遊帯域精製装置も、本ニュースNo. 21 (1960. No. 9) に紹介した半導体材料精製用の外熱式浮遊帯域精製装置に比べ、種々の改良がなされ、各種金属材料の精製用として製作されたものである。改良された主な点は高周波電力を能率良く試料に与えるため、真空溶解室中に熱伝導の小さな石英棒を介して垂直に保持した試料と加熱用コイル (3~4 巻) とをできるだけ接近させて取付けたことである。そのため外熱式に比べて、(1) より高融点金属 (例えば Nb, Mo など) の帯溶解が可能である。(2) 溶解帯の幅が狭く、より直径の太い試料 (Fe: 10mmφ) が、比較的均一な直径で帯溶解できる。またこの装置は高真空中あるいは各種ガス雰囲気中で使用でき、溶解室は 5 気圧までの耐圧がある。

外熱式では、溶解帯の上下移動に対し加熱用コイルが固定し、試料が移動する方式であったが、本装置ではこれと逆の方式で、加熱用コイルを移動させるので、溶解体の機械的振動がなく、より安定である。この他にも細かい点で改良が加えられ、使い易いものとなっている。

本装置の様子は次の通りである。

(1) 試料寸法は長さ最大 400 mm, 太さ 10 mm 以



下。

- (2) 加熱用コイル移動速度は 0.05~0.5 と 0.3~3.0mm/min の 2 段切換, 連続可変式である。なお送り速度は 0~150mm/min の連続可変。
- (3) 下部チャック軸, 回転速度は 0, または 10~100v. p. m の連続可変である。また上部チャック軸には直径制御機構が附属し, 最大 150mm までの範囲の電動機による上下移動が可能である。
- (4) 到達真空度は 1×10^{-5} mmHg 以上。
- (5) 高周波発振機は周波数 3Mc, 最大出力 15kW のものを使用している。

〔Liquid atomizer〕による

13Cr ステンレス鋼粉の製造

ステンレス鋼粉の製造法には粒間腐食法、化学的方法および噴霧法の3種類があるが、それらの方法によって製造される粉末は、それぞれの製造履歴を反映した特有の性状をもっている。一つの合金粉製造法が工業的に応用されるためには、鋼の組成に余り制限をうけないで、広範囲の合金粉を安価に製造できることであり、噴霧法は上記の製造法の中では最もこの条件に適している。

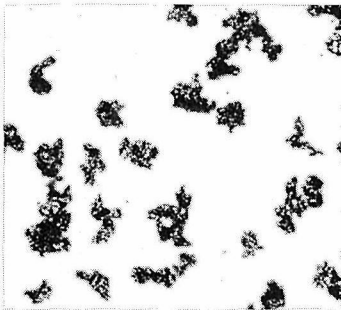
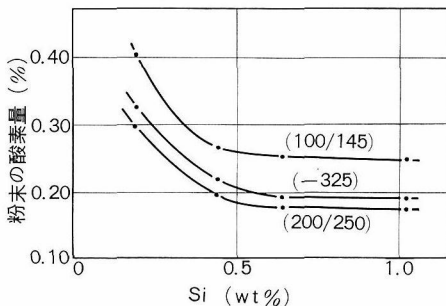


写真 1 13Cr ステンレス鋼粉の顕微鏡写真

製造冶金研究部、粉末冶金研究室では、13Cr ステンレス鋼粉を噴霧法によって製造する場合に鋼中の成分元素 (Si, Mn, C, Ni など) が生成粉末の酸素量、形状、見掛密度および流動率にあたる影響について詳細な研究を行い、この種の鋼の製造条件を明らかにしている。そして成型性並びに圧粉性の良い 13Cr ステンレス鋼粉の製造に成功している。第 1 図は溶湯中の Si 量が生成粉



第 1 図 溶湯に対する Si 添加量が主成粉末の酸素量にあたる影響

末の酸素量にあたる影響をみたものであるが、図にみるように Si 量が 0.5% までは Si 量の増加

とともに酸素量は減少するが、0.7% 以上になるとほぼ一定となっている。このことから Si 量は 0.5~0.7% の範囲が適当しており、その粉末の見掛密度は 2.0~2.8g/cc で可成低い。溶湯中の Si 量の増加は生成粉末の見掛密度並びに酸素量を低下するが、Mn 量を増すと見掛密度、流動率は高くなっていく。たとえば、Mn 量 0.5% のものでは酸素量は 0.5% に達し、見掛密度は 2.5~3.5g/cc にもなっている。したがって、溶湯中の Mn 量は Si 量が 0.5~0.7% の範囲内の場合には 0.15% 以下に抑えることが必要である。また、13Cr ステンレス鋼では焼入性を増すために C および Ni が添加されているが、C 0.15% あるいは Ni 0.5% の範囲内では、見掛密度、流動率いずれも顕著な変化は認められない。

水を用いた噴霧法では溶湯滴は急速に冷却されるため生成粉末の断面は急冷組織を示し、その組織は溶湯成分によってことになってくる。C および

第 1 表 生成粉末のかたさ値 (D. P. N, L : 50g)

成分	メッシュ		
	100/145	200/250	-325
0.7 Si, 0.05 C	244~262	314~350	339~347
0.7 Si, 0.15 C	571~634	358~382	397~468
1.0 Si, 0.03 C	323~379	321~384	294~367
0.5Ni, 0.7Si, 0.05 C	344~377	359~378	308~362
0.5Ni, 0.7Si, 0.14 C	484~701	454~650	537~549
800°C で 1hr. 焼鈍	146~201		

Si のことなる生成粉末についてかたさを測定してみると第 1 表のようであり、表にみるように C 量の高い粉末はマルテンサイト組織に相当するかたさ値を示している。このことから噴霧したままの粉末を使用する場合には適当な温度で焼鈍することが必要である。というのは粉末のかたさ値が高いと金型の摩耗が甚しく、時によっては満足する成型体を得ることがむずかしいからである。

焼鈍した粉末は圧粉圧力の増加にともない圧粉体密度は急激に向上し、5ton/cm² では 5.8~6.0 g/cc にもなっている。また、圧粉体のラトラ試験 (圧粉体の先端安定性をみる試験) による重量減少率は極めて少なく (1~2%, 圧粉圧力 5ton/cm²), 抗折力値も高いので粉末冶金用として十分に応用できる。

固体用質量分析器による

純鉄の分析について

金属の分析は簡単なようではなかなかむずかしい。その原因は色々あるがその都度サンプリングの問題が何時も繰り返し問題となってきた。微量元素の定量となると更にむずかしくなる。或人は従来の湿式法でも試料さえ多量にとかしてやればことたりと考えるむきもあると思われるが、最近の様にエレクトロニクスや原子力工業が発達し、半導体等の新しい電気材料や原子炉材料の研究がさかんとなりその不純物量は ppm (10⁻⁴~10⁻⁴%) はおろか ppb (10⁻⁹, 10⁻⁷%) のごとく超微量の存在がうんぬんされるに到っては非常に大量の試料を必要とすることになる。その大量の試料を溶解、分離、濃縮するにあたっては複雑な操作を必要とし、その操作の過程において損失や汚染のおそれが多分にあり、その結果の信頼性が危惧される。

又ゾーンリファイニングで高純度金属の精製をおこない、その行程中の不純物の減少してゆく状態をしらべるにあたっては多量の試料の溶解による方法は全く不可能なことである。従来この様な場合は発光分光法が用いられているが、この方法の難点は標準試料を必要とし、極微量成分にいたってはますます入手困難であることと、マトリックス元素の大量の蒸発による影響が大きいので定量の精度を低下させることがある。そこで現在注目されてきているのが質量分析法である。

金属化学部第3研究室では英国製AEI (Associated Electrical Industries Ltd) MS-7の質量分析器を用いてゾーンリファイニングした純鉄についてその不純物の測定を行った。

質量分析法について簡単にのべると試料を何等かの方法でイオン化し、質量のことなるイオンの分離測定によって元素を検出するのであるが、イオン化の方法はそれぞれの目的によって選ばれるが固体の分析の目的には固体炉型のイオン源や表

面電離型では物質によってはイオン化の難易があって不適当なので火花放電が用いられる。この方法によると固体中の全元素がほぼ同じ確率でイオン化するという利点がある。しかしイオン源がスパーク放電であるため発生するイオンは初速度に拡がりを持ち、しかもスパークにより安定なビームを得にくいという欠点もある。そこで速度と方向の二重収束の装置 (Mattauch-Herzog) により乾板の一直線上に質量スペクトルを結ぶ様にする。

図にこの装置の略図を示す。

試料の取り扱いについては充分に外部からの汚染のない様に注意することは勿論で、脱脂、酸で洗って表面の汚染を除去する。試料の大きさは 2 mmφ × 15mm が最適でこの様なものを 2 本作り電極としこの間に高周波高電圧をかけスパークさせる。高周波のパルス幅、パルス繰返しは変えることができる。

得られた写真乾板上のスペクトルの位置より元素を黒化度と露出量即ちモニター電極に集積された電荷より定量する。

ゾーンリファイニングした純鉄についての分析結果を表に示す。

今迄本研究所に於て測定出来なかった高純度金属の精製の有様をとらえることが出来た。

表 ゾーンリファイニングした純鉄の分析結果

不純物元素名	測定に使用した質量スペクトル線	含有量 (Atomic ppm)	
		A	B
Pb	208	0.8	0.04
W	184	5	<0.07
Sn	120	1	<0.07
Ag	107	0.08	0.04
Mo	98	2	0.9
Se	80	3	<0.04
As	75	4	0.2
Zn	64	0.9	0.04
Cu	63	6	0.9
Ni	60	60	8
Co	59	150	20
Mn	55	150	0.6
Cr	52	50	3
V	51	40	2
Ti	48	6	3
Sc	45	4	0.07
Ca	40	50	7
S	34	100	5
P	31	150	2
Si	30	20	20
Mg	25	30	3
B	11	0.08	0.08

A…原料の電解鉄

B…ゾーンリファイニングしたもの

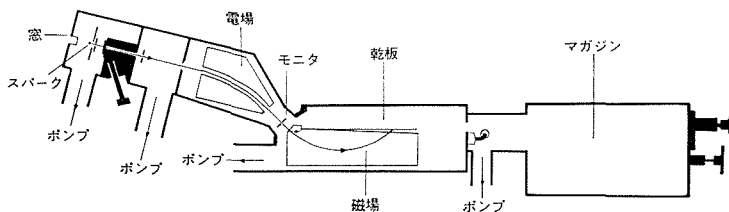


図 装置の略図

欧米出張寸記

管理部長 戸部健次郎

私は欧米各国における研究機関の管理方式とその運営に関する調査を命ぜられ9月11日より10月15日まで約35日間にわたり米国の Battel Memorial Institute, National Bureau of Standard, フランスの IRSID, Conservatoire National des Arts et Métiers, イギリスの The Electrical Research Association, Central Electricity Generating Board, ドイツの Max Plank, Mannesmann, Technische Universität Bundesanstalt für Materialprüfung, bei Allianz Versicherung, スイスの Amsler, EMPA, イタリアの Milano Engineering College, オランダの Philips, Röntgen Technische Dienst 等の15ヶ所の研究機関を視察してきた。

それ等の研究機関は施設、設備、研究内容等のそれぞれ異なることは当然であるが、わが国のそれに比較すると、一様に広い敷地を有し、建物が大きく近代的でいかにも便利であるのみならず能率的である。庭も広くしかも緑の芝が一面に敷き詰められその中に四季とりどりの花が美しく咲き乱れ、玄関、廊下なども必要以上にゆとりがあり、掃除が実に良くゆき届いていて感心させられた。設備についても最新の機器が多数あるのは当然だが、かなり古い機器類も数多くみられ、それ等はいずれも手入よく整備整頓されて有効適切に、しかも活発に使用されている。また小さな工具類に至るまで整理されているのは学ぶところが多い。こういう環境のせいか所員の服装も清潔で落ついて研究を楽しんでいるようにみえた。

施設についても科学技術の高度化ならびに研究の具体的進展に伴って益々拡大強化される傾向にあり、現に Battel においても広大な敷地にとこころ狭しとばかりに増築されつつあり、さらに現地在より数キロ離れたところに新たな土地を確保しているとのことであった。

とくに材料試験関係にあっては大型化の趨勢にあり、橋梁、建築物等の構造物は実物試験の必要がさげられており、ヨーロッパにおいては BAM, ENPA, Amsler 等において既に相当大規模の実験を行なっている。

Battel で羨ましく思ったことは大きな中央倉庫があることで、その特色は一つの研究が終了すればその研究に要した設備を直ちに撤去してつぎの新しい研究ができるように場所を準備するようになってる。その際一時不用になった設備を倉庫に保管しておくのである。また現に使用しない設備は倉庫に保管し、研究室にある設備は稼働されるものばかりで研究室も有効に使い遊休機械もなく非常に活動的にみえる。研究資材の入手については、どの研究所も重大な関心事であった。国立機関は国の予算に制約されるが、それ以外は極めて自由でわが国と会計制度が異なり複雑な手続きは必要としない。その他の機関においては全部一様ではないが業者との接衝は全部研究員が行ない、会計係は単に代金を支払う手続きをするだけの所が多い。しかし入手までにはやはり相当の日時を要するとのことであった。

研究職の新規採用状況と給与の関係について Battel と NBS で知見を得たが、ヨーロッパや日本とは大分事情が異なり採用に困難しないとのことだった。それは一にかかって研究者の待遇の問題に帰着するように考えられる。表は NBS で調べた研究職（大学卒以上）の俸給表の一部である。一般職の俸給表は1等級から18等級まで別れているが紙面の都合で割愛する。わが国の俸給表との比較についてはまだ検討していない。

次期階級へ昇進するために必要な勤務期間

等級	52週		104週			156週			昇級額		
	1	2	3	4	5	6	7	8		9	10
GS-5	5,990	6,155	6,320	6,485	6,650	6,815	6,980	7,145	7,310	7,475	165\$
GS-7	7,050	7,250	7,450	7,650	7,850	8,050	8,250	8,450	8,650	8,850	200\$
GS-9	7,710	7,955	8,200	8,445	8,690	8,935	9,180	9,425	9,670	9,915	245\$
GS-11	8,945	9,240	9,535	9,830	10,125	10,420	10,715	11,010	11,305	11,600	295\$

GS-5.....大学卒業程度 GS-7.....優秀な学士又は一年課程の修士
 GS-9.....大学院の年制修士又は一年制の修士課程出身の優秀な修士
 GS-11.....博士又は年制修士課程卒業の優秀な修士

(通巻第72号)

発行所

科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 吉村 浩
 印刷 奥村印刷株式会社
 東京都千代田区西神田1の10

東京都目黒区中目黒2丁目300番地
 電話 目黒(712) 3181(代表)