

材技研

NO. 15

エース

科学技術庁 金属材料技術研究所

新型溶接用連続冷却変態図作成装置

近年わが国においては高張力鋼の開発が盛んに行われているが、とくに引張り強さが 70kg/mm^2 、 80kg/mm^2 級の超高張力鋼になると溶接性が大きな問題となってくる。溶接性の判定試験には、従来、多量の鋼板を試験片として用いる必要があったが、稲垣らの研究によって鋼材の連続冷却変態曲線図から溶接性が判定できるようになったのでごく少量の試験片で一応溶接性の判定ができ、また鋼材を溶接するに当って選ぶべき溶接条件の範囲が示される。連続冷却変態図作成装置は以前、関口一稲垣が名古屋大学で試作報告した装置にさらに鈴木一稲垣考案による改良型を当所第6部において試作した。従来の溶接熱サイクル再現装置としては電気抵抗加熱方式を採用していたが、この場合には試片の保持と通電のために電極が必要であった。この電極の存在は熱膨脹記録および熱分析記録には不適當であるので電気抵抗加熱方式を採用することができない。そこで全く新しい試みである高周波加熱方式としプログラムコントロールによって溶接熱サイクルを完全に再現できるようにした。

この装置によって鋼材の溶接変質部のボンドに近接した部分の顕微鏡組織ならびに硬度を推定することができ、この図から鋼材の溶接性に対する良否を判定し選ぶべき溶接条件の範囲を提示することができる。この高周波式熱サイクル再現装置の外観を写真にまた装置の構成を図に示した。

Aは高周波発振部および加熱冷却用コイル

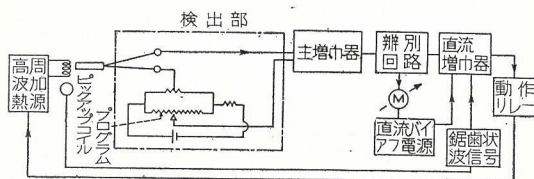
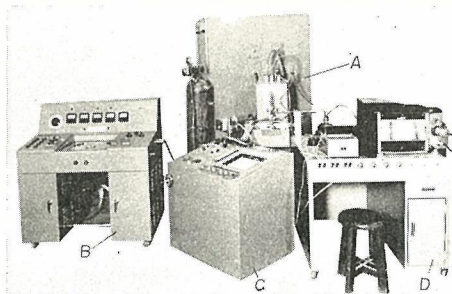
Bはプログラムコントロール装置

Cは溶接用熱膨脹記録装置

Dは溶接用熱分析記録装置

この装置によって石英管内に装入された熱膨脹試片（直径5mm、長さ15mm）および熱分析試片（直径5mm、厚さ1.5mm）を設定された

所定温度（ $1,350^\circ\text{C}$ ）まで数秒で急熱し、この温度から種々の溶接熱サイクルに従ってプログラムコントロールを行い冷却する。熱膨脹記録装置は差動変圧式を採用し、XYレコーダのX軸に熱膨脹Y軸に温度をとりペン書きで熱膨脹収縮曲線を直接記録するようにした。またX軸は熱膨脹の变りに時間軸に切替えることも可能であり、時間はX軸のfull scaleを4秒～180秒までの種々の時間間隔に設定し得る。従ってX軸に時間、Y軸に温度をとることにより溶接熱サイクルの“時間温度”曲線を自記することができる。また曲線上に1秒、5秒または10秒の時間パルスが熱膨脹曲線と同時に記入されるようにした。溶接用熱分析記録装置は従来のもとの原理的には変わらないが若干の構造を修正し使いやすくしたところもある。



高周波温度制御装置

沃度法による高純度シリコンの製造

電子工業の華々しい発展期にのぞんで、高純度シリコンの果す役割は非常に大きくなった。太陽電池、ダイオード、トランジスター、電力用整流器などその用途はますます広がっている。ナインナインあるいはテンナインと称せられてその純度も今までにないオーダーのものが要求されて世界各国はその開発に多大の努力を払っている。その製造法は主としてシリコンハロゲン化物の熱分解や水素還元で SiCl_4 , SiBr_4 , SiI_4 , SiHCl_3 , SiH_4 等が用いられているが中でも現在は塩化物系統のものが本命とされている。

第3部化学冶金研究室ではシリコンの沃化物も幾多の利点があることから、その水素還元法を研究して興味ある結果を得ている。シリコンの沃化物は SiI_4 で、これは 800°C 前後に加熱された粗金属シリコンのところへ N_2 , Ar などを担体として沃素蒸気を送ることより容易に作るができる。沃素の反応率は非常によい。

次ぎに蒸溜器にかけて不純物沃化物との蒸気圧差を利用して精製するのであるが SiI_4 は融点が 122°C 、沸点が 304°C であるので通常の液体の蒸溜と異なりかなり困難な操作に属するが石英の充填塔で行うことができる。

従来沃度法といえは Van Arkel, De Boer が初めて行ったように石英や耐食性金属容器の中へ粗金属と沃素を封入し、容器中に張られた加熱フィラメントの表面で熱分解を行わせ線を太く棒状にする方法が行われていたが、この型は旧式になってきている。今後発展する沃度法はあらかじめ沃化物を合成しそれを再結晶、昇華、蒸溜、帯融

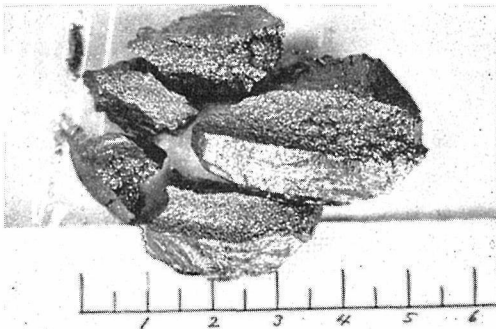


写真1 沃化物の水素還元による析出シリコン



写真2 析出シリコンの断面

精製等のような化学処理をほどこして高純度のものにし、続いて熱分解や水素還元する型式のものであって最近の外国文献にはこの種のものが数多く発表されている。

SiI_4 ガスと H_2 ガスを混合して約 $1,000^\circ\text{C}$ に加熱された反応管へ送って還元させると Si が単体となって遊離する。その形状には種々のものがあるが、その一つは針状である。針状結晶があるいは長くあるいは短く密生して発達するが、その1本1本の断面は六角形をなしている。また緻密に板状に発達するところもある。写真1はその状態を示したところである。またところによっては球状またはいぼ状に発達するものもある。写真2には析出したシリコンの断面でところどころにクラックが入っている。右半分に見える大小の半球状のものは結晶の生成核である。シリコンの析出の形状は原料や還元剤に何をいどんな条件で製造するかによって差異を生じ SiCl_4 の亜鉛還元では樹氷状に出る特長があるが、これらはすべて核発生と核生長および結晶型との微妙な組合はせによるものと思われる。このようにして化学的精製により得られたシリコンはルツボで溶かされてN型にドーブされて単結晶に引上げられるが、そのスペクトルや比抵抗等による純度の問題については目下研究中である。従来の金属製錬の概念に従えば原料としては塩化物のような安価なものがまず問題になることはもちろんであるが、沃化物のような原料でもその物理的・化学的性質の長短を利用する方法が確立されるならばその工業的開発の途はやがてひらかれるであろう。

アーク溶解モリブデンの特性を検討

真空アーク溶解した Mo は従来の粉末冶金法の Mo よりも優れた性質を有するように報告されているが、その特性（特に機械的性質）についての検討は比較的少ない。第 5 部原子炉構造材料研究室では、これらの点を解明するために、米国 Climax 社製のアーク溶解 Mo について再結晶特性、遷移温度、破面組織などを調べた。

図 1 はアーク溶解 Mo の再結晶特性を粉末冶金 Mo のそれと比較したものである。両者の再結晶速度の差は $1,000^{\circ}\text{C}\sim 1,100^{\circ}\text{C}$ 付近に現われ、これらの温度域ではアーク溶解 Mo の方が再結晶しやすい傾向を示している。Mo の再結晶特性の変化は加工条件に敏感に影響するので、アーク溶解 Mo は粉末冶金 Mo とは異った条件で加工しなければならないことがわかる。

つぎに再結晶したアーク溶解 Mo の遷移温度を低温抗張力試験によって調べると図 2 のようになる。他の体心立方金属と同様に Mo は靱性の顕著な遷移特性を示している。

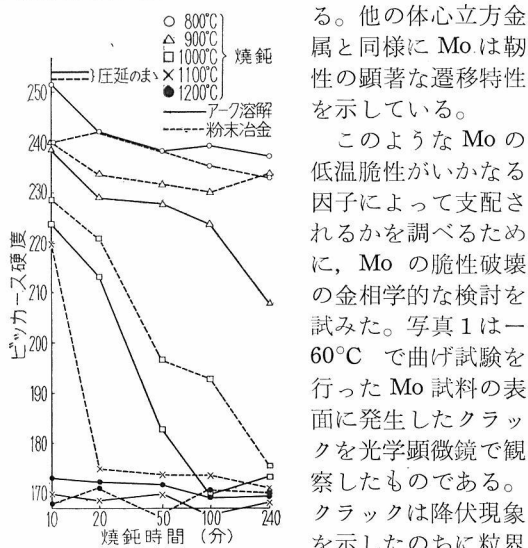


図 1

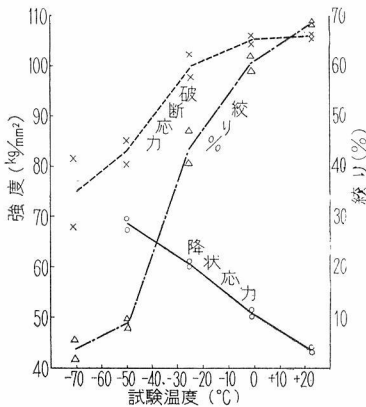
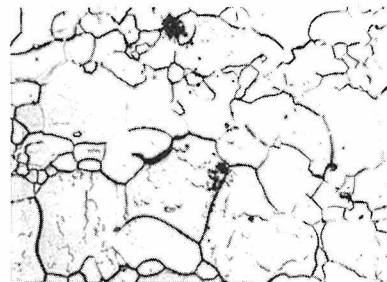


図 2

て粒内に進入する傾向を示している。写真 2 はこのようなクラックの観察と並行して行った電子顕微鏡による microfractography の結果で、 -70°C で曲げ試験を行った試料の破面組織である。視野の大部分の領域には脆性破壊組織に特有な river pattern が認められるが、一部分このような pattern の認められない平滑な領域が存在する。このような結果が何を意味するかは明かでないが、写真 1 と対応させて考えるとクラックはまず平滑な領域（粒界と想像される）に発生し、続いて放射状に拡った river pattern の方向に粒内を進行するものと思われる。

以上の結果からわかるようにアーク溶解 Mo の機械的性質は粒界に存在する不純物によって敏感に影響されるものと考えられる。それゆえ粒界不純物の少ない Mo についてさらに実験を行うことが望ましく、現在 Mo の電子ビーム溶解を準備中である。



(a) クラックの発生



(b) 破断後のクラックの状態

写真 1 ($\times 480 \times \frac{2}{3}$)

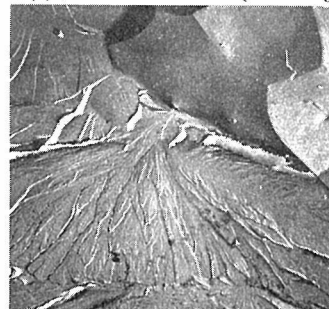


写真 2

($\times 2100 \times \frac{1}{4}$)

MIT の High Temperature Laboratory での研究

第7部 工博 足立正雄



MIT (マサチューセッツ工業大学)

MIT (Massachusetts Institute of Technology) の高温研究室は Grant 教授以下大学院学生を含めて20名ぐらいで、各飛行機会社、航空局、海軍その他から9項目の委託研究を59年度には受託していたが、そのほとんどは現在でも経続しているようである。1題目2〜3万ドルであるからうらやましいかぎり、この中から大学院学生の奨学金も出され、また人を雇うこともできる。研究所でも同様であり、その構成について日本ではできない点もあるが考えなければならぬ点が多いので別の機会に述べたい。この研究室の行っている研究題目と簡単な説明を述べて見たい。

1) Ni およびその合金

a) Ni およびその合金のクリープ挙動

クリープ試験によるクリープ速度、破断時間、雰囲気および冷間加工の影響、成分、組織などの研究

b) Ni 合金の時効

Nimonic 系について析出相の大きさ、量、成分などをクリープ強度および Ti/Al 比などに関連して研究するもの

c) 二元系Ni合金の solid solution strengthening 二元系合金の solid solution strengthening をクリープ破断試験により研究し、さらに第二相の存在の際の強化または脆化を研究するもの

2) Cr およびその合金

a) 合金の遷移温度

Cr への添加元素の遷移温度への影響の研究

b) 二元系 Cr 合金の solid solution strengthening

Ni の場合と同様のもの

c) Cr 合金の高温挙動および耐クリープ合金の開発

Cr 合金の高温でのクリープ試験、酸化、窒化などの研究から、Cr 合金の特性、種々の過程に

おける性質の変化を研究し、新合金の開発を検討するもの。

3) 分散硬化型合金

a) 分散硬化

金属母相中に機械的に、また内部酸化法や化学的方法などで第二相を分散させる方法を研究し、更にそれらの製法による合金の性質を検討するもの。

b) 内部酸化法による Cu 合金

Cu 合金の内部酸化法による分散硬化を研究し、この合金の主としてクリープ性質、熱安定性などを検討するもの。

c) 内部酸化法による Ni 合金

上記と同様である。

d) 粉末混合法による Ni 合金

混合法、酸化物の粒度、量など製造条件にの差による合金の諸性質の差異を研究するもの。

4) 金属の高温での変形

a) 高温での grain boundary sliding の機構とその靱性への寄与

高温クリープにおける grain boundary sliding の total elongation への寄与およびその機構を組織変化と関連して研究するもの。

b) 鍛造温度における鋼の変形

純鉄への微量元素の影響を高温で大きい歪速度での試験で検討し、脆性破断への各元素の役割を研究するもの。

5) その他

a) W-Hf, Nb-Re系

二元系平衡状態図の研究。

(筆者足立技官は昭和32年9月から34年9月までの約1年間MITで研究に従事した)

編集発行人 吉村浩

発行所

科学技術庁金属材料技術研究所

印刷 奥村印刷株式会社

東京都目黒区中目黒2丁目300番地

東京都千代田区西神田

電話目黒(712)3181(代表)