

NO. 6

研 技 研

ニ ュ ー ス

1962

科学技術庁

金属材料技術研究所

■■■■■■■■ プラズマジェット研究装置 ■■■■■■■■

プラズマジェットは、安定に得られる超高温熱源としての独自の有利性によって、材料加工への応用開発が各方面で望まれている。実際には、切断、溶接、溶射などの加工がその対象となっている。切断については、従来の方法では切断が困難または不可能であった材料を高効率に切断できるという点で注目され、既に生産現場において用いられていると共に、これに関する研究が、国内においても、盛んに行なわれつつある。また、溶射加工についても、その有用性は高く評価され、これの実用が行なわれ始めようとしているが、その基礎研究はまだ不十分である。溶接への応用は、各国で検討中で、他の溶接方法に対するプラズマジェット溶接の独自性は認められるまでに至っていない。これ等応用に関する多くの未解決の問題を解明すべく設置したのが本研究装置である。また、これによって材料の高温特性試験も行なえるよう計画されている。

なお、可変雰囲気溶射用容器を、本年度に、付属せしめることになっている。

本研究装置を写真1に示してあるが、電源部(写真後方)、制御箱(写真中央、電流、作動および粉末送給ガス流を制御)とジェットトーチ(制御箱の上に取付けてあるのがこれで、左方は溶射用手持ちトーチ、右方は切断溶接用固定トーチ)から成っている。

本装置の主要な仕様は次のとおりである。

- (1) 米国 PLASMADYNE CORPORATION 製、PM-4-322 型
- (2) 出力電圧：80, 160, 320, 640V 4段切換
- (3) 出力：50kW (定常), 64kW (最高)
- (4) 最高溶射温度：30000°F
- (5) 使用ガス：アルゴン、水素、窒素

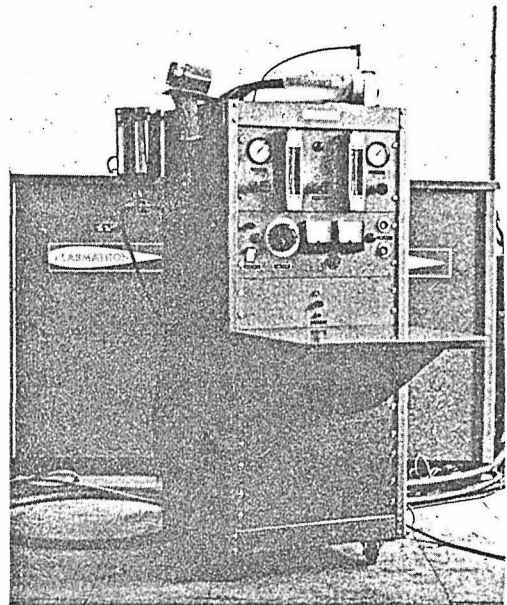


写真1 プラズマジェット研究装置

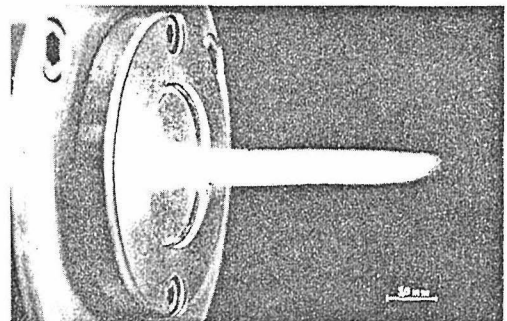


写真2 電流900A、電圧30V、アルゴンガス流量25l/minにて作動中

# 有機溶媒抽出における分相性

有機溶媒抽出法とは適当な組合せの有機相（抽剤, solvent）と水相（抽料, feed）を接触させて抽料中の 1 種または数種の成分を抽剤中に取り出して分離するもので、金属の分析の手段として広く利用されているが、近年いわゆる新金属の開発が進むにつれて、従来からの精錬法では分離不可能な Nb—Ta, Zr—Hf, U—Th—R.E. 等の分離精製法として有機溶媒抽出法が工業的に利用されるようになり、特殊金属材料研究部特殊冶金研究室においてもトリウム、希土類等の有機溶媒抽出法の研究を行なっている。有機溶媒抽出法では上述のように有機相と水相とを接触混合させるのであるが、一般に抽出しようとする成分の濃度に比して水相中に残すべき不純物の濃度がかなり高い場合が多いので、少量の水相が有機相中に分散混入していても製品の純度を相当低下させることになり、また有機溶媒のロスも無視できない問題である。すなわち工業的には分相性が大きな問題となってくるわけであるが、従来からこの点については定量的な研究はほとんど行なわれていなかった。分相性を調べる方法としては有機相中の水分を直接定量する方法の外に、電気伝導度、誘電率、表面張力、粘性の測定等種々考えられるが、比較的簡単に行なえる方法として有機相の濁り具合を比濁計を使用して測定する方法を採用して、トリウム、希土類の抽出に用いた 1 級アミン（Primene JM-T）の分相性を調べて見た。ケロシンを希釈剤として 0.2 M の溶液を作りこれを硫酸と 1 分間シェーカーでふり混ぜた後、遠心分離器で完全分相させた有機相を対照液として分相の進行具合を調べると図 1 に示すとおりで、測定の再現性も 1 時間程度まではかなりよい。実際

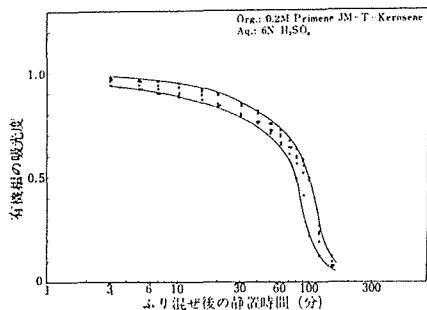


図 1 分相の進行状況

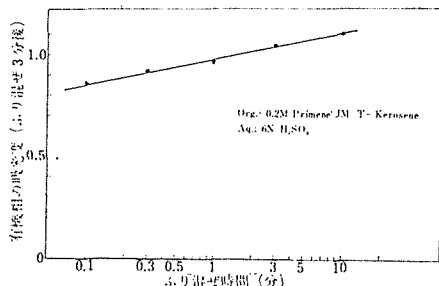


図 2 ふり混ぜ時間の影響

問題としてはふり混ぜ直後の分相性が重要なわけであるが、この方法では準備に 2 分近くかかるので 3 分後の吸光度と比較した。ふり混ぜ時間を種々変えた場合の分相性は図 2 に示すとおり、明らかにふり混ぜ時間の延長によって分相性が悪化している。一般に抽出の際には 10 秒程度のふり混ぜで平衡に達するので、必要以上にふり混ぜることは好ましくない。当然ふり方によっても影響を受けるわけであるが、この点に関してはまだ充分調べていない。普通有機溶媒は粘性が大きいのでケロシン等で希釈して使用するが、希釈剤の種類と分相性の関係を調べてみるとベンゼンが最もすぐれており、 $n$ -ヘキサンがこれにつき、普通一般に使用されているケロシンは分相性の点ではかなり劣っていることがわかった。しかし工業的に使用するためにはケロシンは価格が安いことや揮発性、引火性、毒性がない等の優れた特長を有しているので、その分相性を改善するような対策を講じる必要がある。これに対する方法としては高級アルコールの添加が行なわれている。図 3 は種々の高級アルコールをケロシンに添加した場合の効果を示したものである。いずれも少量の添加で分相性を大きく改善させることがわか

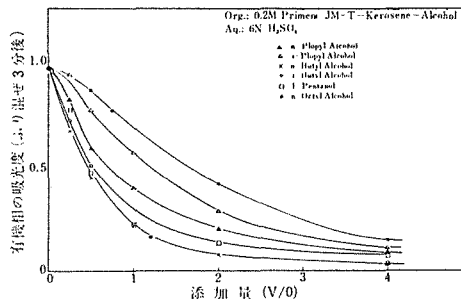


図 3 ケロシン希釈剤への高級アルコール添加の影響

るが、その程度はアルコールの種類によって差がある。 $n$ -ブチルアルコールと  $i$ -ブチルアルコール（ともに炭素数 = 4）ではその効果はほとんど同じであるが、 $n$ -プロピルアルコールと  $i$ -プロピルアルコール（ともに  $C = 3$ ）では多少差が認められる。ブチルアルコールは非常に効果的であるが、プロピルアルコールや  $n$ -オクチルアルコール ( $C = 8$ ) はこれより劣っており、炭素数や構造とは簡単な関係はないようである。温度と分相性の関係を調べると、明らかに温度の上昇によって分相性が改善され、 $40 \sim 50^\circ C$  に加熱すると非常に有効であることがわかる。実際操業においては硫酸酸性で抽出したアミンは硝酸で逆抽出した後塩基で再生して再使用するのでリサイクルの影響を調べて見た。アミン—ケロシン—アルコール系では数回のリサイクルによって分相性が相当悪化し、その後はあまり変化しない。このときの分相性はアミン—ケロシン系のリサイクルを繰返したものの（この場合あまり大きな変化はない）にアルコールを添加したものの分相性と同等度であることから、分相性悪化の原因はアルコール含有量の減少によるものではないと推定できる。

# 減圧下における溶融鉄と坩堝材の反応の解明

最近減圧下における製鋼技術が急速に発達し、真空溶解や減圧鋳造などの新技術が盛んに利用されている。しかしその基礎反応についての解明は割合に少なく、実際操業では経験的知識によることが多い。

鉄製錬研究室では、誘導真空溶解法における2, 3の基礎反応の解明を試みているが、溶鉄と坩堝材の反応について次のような結果が得られた。使用した坩堝は次表のものである。

坩堝	化学組成 (%)					気孔率%
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	ZrO	
A-1	<0.2	>99.6	0.05			0~5
A-2	<2.8	>95.8	1.3			0~3
A-3	<1.8	>98.2	0.07			31
M-1	0.18	0.21	98.9	0.25		28
M-2	0.72	0.32	97.5	0.71		8
Z	0.7	0.5		5.0	91.3	20

また溶解に使用した純鉄は電解鉄を精製したものでC < 0.01%, Si < 0.001%, Mn < 0.0002%, Al < 0.008%の組成を有す。この鉄約500gをH<sub>2</sub>気流中で約10時間溶解し、出来るだけ脱酸した後真空溶解を行なった。真空溶解は1550°C, 1600°Cの温度で1~3×10<sup>-3</sup>mmHgおよび5×10<sup>-5</sup>~5×10<sup>-4</sup>mmHgの真空度により行なったが、特殊装置により、任意の時間に真空度を保ったまま試料採取を行なった。

図に実験結果の一例を示すが、溶鉄中のO, C, Al, Siの変化から溶鉄と坩堝材の反応を考察してみる。

a) マグネシヤ坩堝。マグネシヤ坩堝による溶解ではAl, Mnは非常に少なく、Cは溶解後間もなく0.002~0.005%まで減少し一定となる。Siは当初0.03%含有されているが時間とともに減少する。これはSiがMgOを還元しSiO又はSiO<sub>2</sub>として分離すると考えられる。

Oは溶解当初から増加の一途をたどるが、1600°CにおけるMgOの平衡酸素圧がPo<sub>2</sub>=3×10<sup>-7</sup>atmであることから、MgOの分解によるOの増加であると考えられる。アルミナ坩堝と異なりOの極小点の現われないのは、Cの低いこと、坩堝と溶鉄の比反応面積の大きいことと共にMgOの分解速度の大きいためと思われる。又d[o]/dtと時間との関係から、数時間後にはd[o]/dtがほぼ一定となり坩堝表面が不活性化されて来ることが明らかとなった。

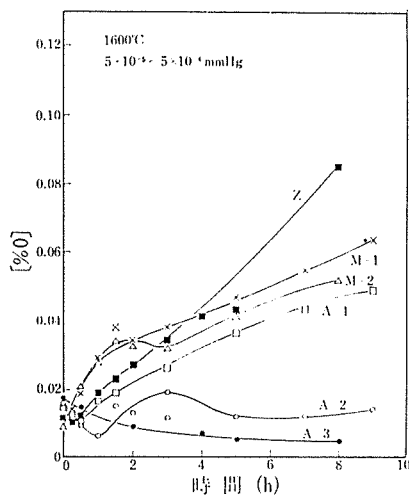
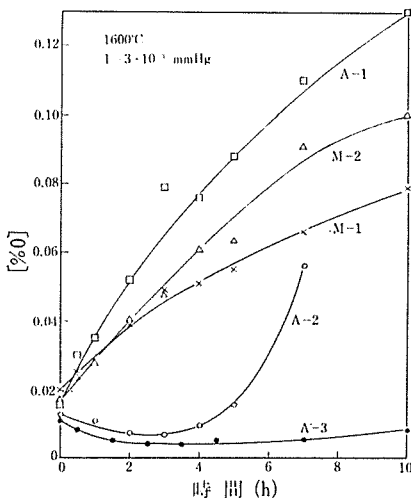
b) アルミナ坩堝。アルミナ系坩堝の反応性は複雑である。粒度の粗いA-3の場合はCによる脱酸が終るとともに溶鉄との反応がほとんど停止するが、これは溶鉄との接触面の凹凸にガスがたまり両者の接触を阻止するためと思われる。純度の高いA-1より純度の低いA-2の方がむしろ反応性の低いのはおそらく耐火物の焼結性によるものであろう。

CはOの極小点まで減少し、その後は0.002~0.005%の範囲で一定値を保つのはマグネシヤ坩堝の場合と同じであるが、この極小点は酸化物の分解、Cによる脱酸および拡散速度などがつり合ってd[o]/dt=0となる一種の定常状態である。この定常状態は坩堝の種類、性状、溶鉄の組成および操業条件などで異なった値をとるのであるが、実際操業では大きな意味を有するものである。

O, Si, Alはそれぞれ密接な関係があり複雑な機構で反応するようであるが、Alの場合にはOも増加し、真空度が高くなるにつれてAl<sub>2</sub>Oの蒸発によると思われるAlおよびOの減少が明らかに認められる。Siはいったん減少した後Oの増加と共に増加することから、SiO<sub>2</sub>の分解によるOの増加も又肯定出来ることである。坩堝の不活性化についてはマグネシヤ坩堝の場合とほぼ同じである。

c) ジルコニヤ坩堝。安定剤としての不純物の多いことからこれら不純物の分解がOの増加に大きく影響していると考えられる。

## 実験結果の一例



米国における

## “DYNAPAK” 使用状況の一断面

電気磁気材料第1研究室長

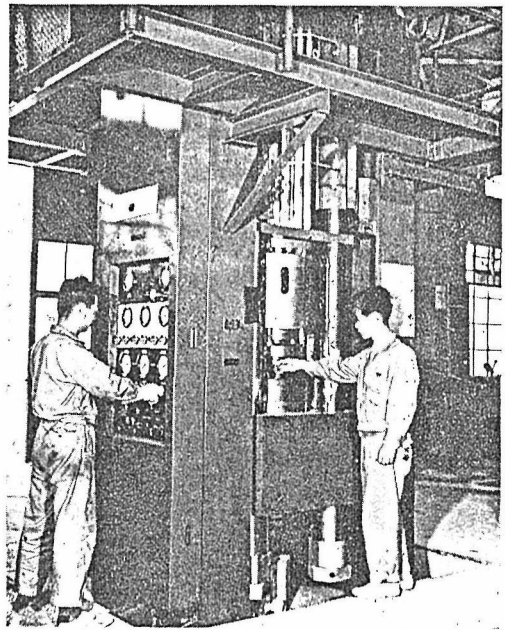
工博 森 本 一 郎

圧縮された窒素ガスの急激な膨脹を利用した高エネルギー速度の鍛造、押出し機械“DYNAPAK”は米国内においても多大の関心を集めており、それぞれの分野において本機の使用開発研究が行なわれている。この機械の特徴に関してはいろいろと取り上げられているが、代表する最大の特徴としては、型の取り付けが正確に行なわれ、再現性良く高精度の部品製作が可能なることにある。

本機は General Dynamics Corp. の Advanced Product Division の製作にかかるものであるが、当工場では単に組立調整と性能試験を行なっているにすぎず、構成素材はことごとくこれを外注している。一方“DYNAPAK”の使用状況に関しては、一切生産の目的を離れ、各社から依頼を受けた鍛造、押出しの試作を通して作業条件の確立を図っている。筆者滞在中の作業は、ステンレス403 タービンブレードの試作、低炭素鋼の熱間逆押出しおよび冷間押出し、水面打ちによる板材の成形等であったが、型のデザイン、潤滑剤の選定等には学ぶべきところがぎわめて多かった。

同じ General Dynamics Corp. の Pomona 工場では主として粉末の圧縮成形を行なっており、すでに KBr の粉末から直接赤外線レンズの試作に成功し、さらに LiCl<sub>2</sub> 粉末についても、同様な計画をたてている。そのほか粉末を対象としたものには各種のフェライト、原子炉用高密度黒鉛棒、タングステンおよびモリブデンの圧縮成形等がある。これらはいずれも高性能を示すが、大量生産の手段についてはまだ完全なものとはいえない。

American Brake Shoe では1810型の第1号機を設置し、現在は溶鋳が用ノズルの試作を主としている。このノズルは従来の引抜き鋼製の熱輻射を激しくうける面に耐熱材料を張り合わせた形のものであって、実用試験の結果からもかなりの性能を示している。



当所に設置されたダイナパーク高速押出機

一方 Precision Forg. Co., あるいは Bendix Corp. の Utica Division は米国における代表的な“DYNAPAK”による部品生産工場として多くの実績をあげている。前者はインペラーホイール、タービンホイール、タービンブレード、フランジ、バルブ、カップ、パイプおよびタングステン、モリブデンの各種部品等を対象とし、後者は主として特殊鋼を素材とするダイヤフラム、タービンホイール、ギヤー、クラッチハウジング、ローター等自社使用を含む23種類の部品を生産している。これら両社に共通する基本的な考え方は、まず素材の節約を重視している点にあり、製作部品はいたずらに寸法精度にこだわらず、また型の寿命を阻害する強制冷却等は一切これを避けている。このような作業条件は、十分に経済性を考慮した豊富な経験に基づいて確立されているものと考えられる。

### 短 信

★ 昭和36年度会計実地検査施行

6月1日および4日、5日にわたって行なわれた。

★ 月例所内研究報告会

6月5日午後1時30分から次により行なった。

- 電子ビーム溶解によるニオブの精製について  
希有金属研究室 佐々木技官
- 帰朝報告  
原子炉構造材料研究室 津谷 室長

(通巻 第42号)

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

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)