

技 研

1964

科学技術庁

ニ ュ ー ス

NO. 4

金属材料技術研究所

硬質陽極酸化皮膜処理装置

アルミニウムおよびその合金の陽極酸化皮膜は、低温度、高電流密度で化成すれば、通常の陽極酸化法よりは、厚い酸化皮膜が得られ、耐食性を増し、表面の硬さも大、磨耗に対する抵抗も向上させることができるという特性をもつ。しかし、これらの性質は、浴温度はもちろん、浴組成、電流密度、電解時間、材質成分の影響を受ける。

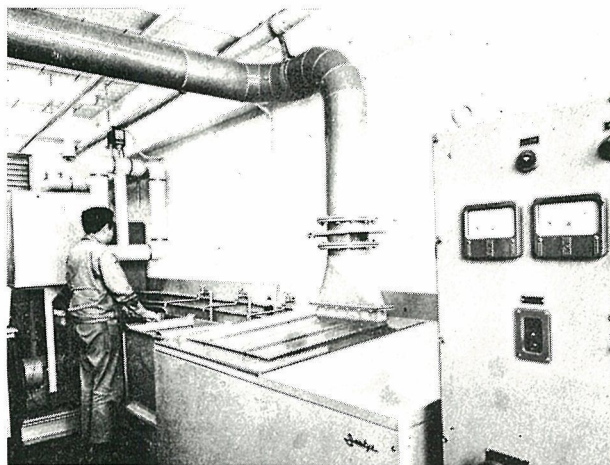
ここで、高温度で高電流密度が使用でき、短時間に厚い皮膜を得ることができれば、実際の作業上、いちじるしい利点となる。

本装置は、陽極酸化用電源、電解液冷却装置およびブライン冷却装置、電解槽(500×500×500)、電解液温度制御装置などよりなり、電解用電源の定格は、直流、自冷型130V、50A、交流重畳用変圧器は入力200V、単相出力100V、50Aの容量をもち、電解液冷却装置は、電動機出力7.5kW、蒸発温度 -20°C 凝縮温度 35°C 、冷凍能力7000kcal/hrの能力をもつ半密閉形冷凍機により、ブラインを冷却し、ブラインは、循環ポンプにより電解液冷却器に送られ、同じく循環ポンプに

より電解液冷却器に送りこまれた電解液と熱交換して、ブライン槽にかえる。ブライン槽では、ブライン冷却コイル内冷媒液の蒸発作用により、冷却される。

電解液冷却装置は、 -10°C より 25°C までの範囲内において、任意温度調節が可能で、定負荷条件下、設定温度において $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ の精度のもとに陽極酸化処理が可能である。

現在、陽極酸化皮膜の性質(色、耐磨耗性、耐食性)におよぼす電解液組成の影響について研究をおこなっている。



硬質陽極酸化皮膜処理装置

耐熱合金の進歩 (7)

Ni基合金の析出相

前回までに Ni 基耐熱合金の高温強度を支配する因子のうち、素地強化に関連した再結晶挙動について述べてきたので、ここでは他の重要な因子である析出相を考察してみよう。

一般に強力な耐熱合金は多くの合金元素を含み、その析出相も多種多様で解明は容易でない。そのため多元合金の析出相を知るには単純な合金から複雑な合金へと順次合金元素を添加して行き、その各々について系統的に析出相を求めて行かねばならない。そこで表7に示した

表7 合金の化学組成(%)

組成種類	Cr	Co	Mo	Al	Ti	C	B	V	Nb	Zr	Ni
No. 1	12	20	5	0.5	4	—	—	—	—	—	〃
No. 2	〃	〃	〃	6	〃	—	—	—	—	—	〃
No. 3	〃	〃	〃	〃	〃	—	0.5	—	—	—	〃
No. 4	〃	〃	〃	〃	〃	0.3	—	—	—	—	〃
No. 5	〃	〃	〃	〃	〃	0.3	0.5	—	—	—	〃
No. 6	〃	〃	〃	〃	〃	0.3	0.5	1.0	—	—	〃
No. 7	〃	〃	〃	〃	〃	0.3	0.5	1.0	1.0	—	〃
No. 8	〃	〃	〃	〃	〃	0.3	0.5	1.0	1.0	1.0	〃

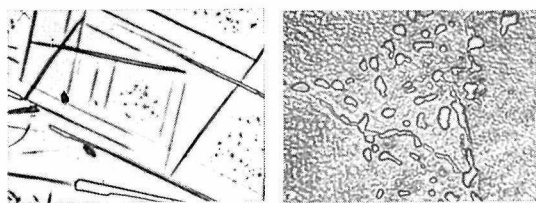
ように No. 1から No. 8 までの合金を高周波真空溶製し、1150°C で 15時間加熱油冷の溶体化処理したもの、およびこれを900°C で 250時間時効処理したものについてX線解析と検鏡により析出物の検討を行った。表7中 No. 3, No. 4, No. 5の合金はそれぞれ耐熱合金研究室でこれまでに発見した強力な No. 64B, No. 64C, No. 64BC系合金に相当している。

この種の Ni 基合金に現われる析出相としては Ni₃(Al Ti) の γ' 相, Ni₃Ti の η 相の他に種々の炭化物や硼化物が考えられるが、これ等を収率よく電解抽出するためには適当な電解条件を選ばねばならない。そこで電解液として20%硝酸水溶液、10%塩酸水溶液および10%塩酸アルコール溶液を用い、40mA/cm² の電流密度で電解を行った結果、硝酸水溶液では η 相と γ' 相のみが抽出され、塩酸では水溶液、アルコール溶液とも主として

炭化物と硼化物が抽出されて γ' 相は収率が非常に悪く、 η 相は抽出できないことを見出した。従って析出相の解明には硝酸と塩酸の両種溶液を使用しなければならない。12%Cr-20%Co-5%Mo-Niの基本組成に0.5%Alと4%Tiを添加した No. 1合金には η と γ' の二相の析出が考えられるが、溶体化処理ではいずれの相も大部分固溶しているので残渣としては殆んど得られない。しかし時効処理すると両者がかなり抽出できる。その時効合金の組織は写真8aの如くで、針状の η 相と微細な γ' 相が見られる。Alを6%に高めた No. 2合金では多量の γ' 相が析出して η 相の存在は見られない。さらに0.5%Bを添加した No. 3合金では Ni₂B, Co₂B, CrB₂, Mo₂B, AlB₂, TiB₂ など各種の硼化物が検出されるが、その各々を分離することは出来なかった。そして塩酸溶液で電解した場合、溶体化処理したものは γ' 相の存在が認められるが、時効処理したものは γ' 相の回折線は消失し、

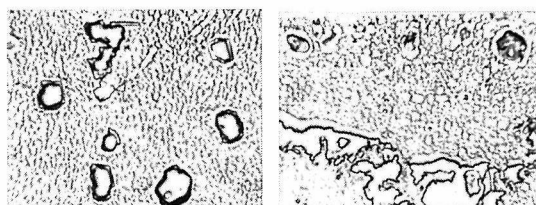
(硝酸法では多量の γ' 相が検出される。) AlB₂とNi₂Bの線が強くなる。これはBを含むこの種の合金では長時間加熱中に γ' が更に安定な硼化物に変化することを示している。耐熱合金の進歩(2)で述べたBを含む γ'_B なる新相の析出強化作用はこの現象に相当することが今回の研究で明らかになり、 γ'_B 相はAlB₂であることが確認された。写真8bは No. 3合金 (No. 64Bに相当)の組織で、結晶粒内には微細な γ' 相が、粒界付近には各種の硼化物が大きな粒子として析出している。No. 2合金にCを添加したNo. 4合金 (No. 64Cに相当)では溶体化処理状態で γ' 相の外に多量の炭化物が検出されたが、X線回折の結果TiCであることが判明した。そして時効処理したものは Cr₂₃C₆ が析出してくる。TiCは1600°Cの溶湯中ですでに存在し、これが高温でも非常に安定なためこの合金系の高温強化にすぐれた役割をもつことは既述したとおりである。時効処理した No. 4合金の組織とX線回折図を写真8cと図9に示しておく。写真8c中の角状の大きな介在物はTiCで、素地には微細な γ' 相が多量析出している。BとCを複合添加した No. 5合金 (No. 64BCに相当)では、 γ' 相、硼化物、炭化物が存

※(次頁下段※印へつづく)



a. No. 1 合金

b. No. 3 合金



c. No. 4 合金

d. No. 5 合金

写真 8 a~d 900°Cで250時間時効処理したNi基合金の組織

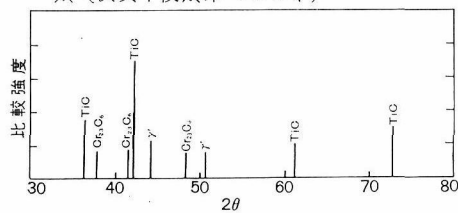


図9 時効処理したNo. 4合金の塩酸法X線回折図

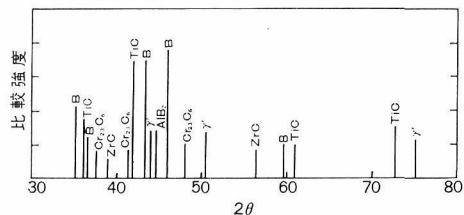


図10 時効処理したNo. 8合金の塩酸法X線回折図

ボイラ用鋼板のエレクトロスラグ溶接部の高温強度

最近、エレクトロスラグ溶接部の高温における機械的性質が重要な問題となっている。

溶接研究部特殊溶接研究室ではこの問題の解明のために、ボイラ用鋼材 ASTM-A302B (調質鋼) の溶接金属中心部、溶接境界部および母材の種々の位置から採取した試料 (G.L.=60mm, d=10mm) について、常温、150, 300, 450, 550, 650°C において引張試験を行った。

供試母材、電極鋼線および溶接金属中心部の化学成分を表1に示す。

図1, 2は、それぞれ、上記温度における引張強さおよび伸びを示したものである。これらによると、各温度において、溶接金属中心部における引張り強さは母材よりもはるかに高くなっている。また、溶接境界部でも母材より高い引張強さをもち、破断はすべて母材で生じた。なお、試験温度300°Cにおける溶接金属中心部での

表1 母材、電極鋼線および溶接金属中心部の化学成分		C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo
母材		0.18	0.14	1.31	0.015	0.021	0.69	0.38
電極鋼線		0.15	0.06	1.82	0.015	0.018	—	0.49
溶接金属中心部		0.17	0.09	1.39	0.017	0.019	0.37	0.40

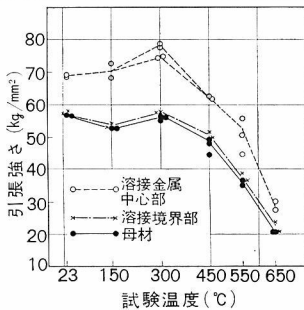


図1 温度と引張強さの関係

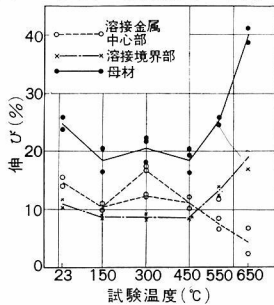


図2 温度と伸びの関係

※ (前頁※印からつづく)

在し、析出相の量も更に多くなる。写真8dがその組織で、TiCは濃く、硼化物は薄く着色し、両者は容易に識別出来る。そして炭化物や硼化物は、それらの周辺部の素地中のTiやAl濃度が減少しているために、 γ' 相が存在しない領域で取こまれている。V, Nbを添加したNo.6, No.7合金ではVC, NbCなどの析出が考えら

破断は二つの異った形態で行なわれた。すなわち、一つはいわゆるせん断破断によるもので引張り強さが高く、他の一つは Cup and cone 破断を生じたもので低い値を示している。したがって、この温度での測定値を二線に分岐して図示した。しかし、溶接境界部ならびに母材ではこの現象が見られなかった。各温度における母材の破断伸びは可成り高いが溶接金属中心部では低下している。(300°Cにおいて、せん断破断によるものは Cup and cone 破断によるものより低い伸びを示している。) なお、550, 650°Cでの溶接金属中心部の試料の破断は、すべて溶接境界部で生じたため伸びが低下している。また溶接境界部を中心にもつ試料では、さらに伸びは低下するが、破断が母材で生じるため、高温度においては伸びが母材と同様に上昇している。なお写真1は溶接金属中心部から採取した試料を高温下で引張試験したものである。(この場合の300°Cにおける試料は、せん断破断によるものである。)

図3は450°Cにおいて、溶接金属中心部および母材のブラチャー強さと破断時間を示したものである。これによると母材よりも溶接金属中心部が高い値を示している。

以上の結果では、ASTM-A302B鋼材のエレクトロスラグ溶接部の高温強度は実用し得るものと思われる。

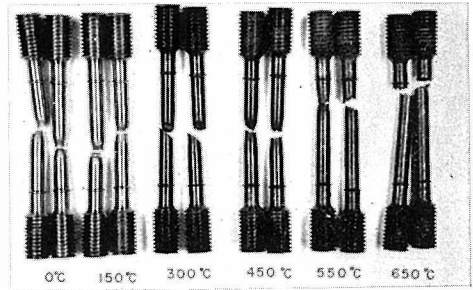


写真1 温度の変化による試験片の破断状態 (溶接金属中心部)

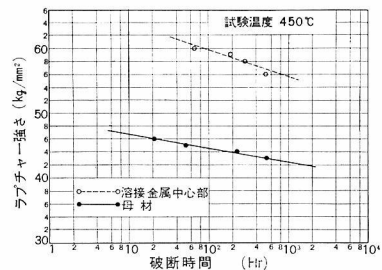


図3 母材と溶接金属中心部のラプチャー強さ

れるが、X線回折の結果からはこれらの単独の炭化物は検出されず、TiCと時効後に析出する $Cr_{23}C_6$ のみであった。しかしZrを添加したNo.8合金では4%Tiの存在にもかかわらず図10に示したように明瞭なZrCの回折線が現われ、ZrとCとの結合力の強いことが知られた。この事実はこの種の合金へのZr添加がその特性に変化を与えることを暗示している。

帰朝報告

非鉄金属材料研究部希有金属研究室長

木村啓造

科学技術庁短期在外研究員として昭和38年9月より11月まで Battelle Memorial Institute (Columbus, Ohio, U. S. A.) で研究生生活を送る機会を得て、この間に見知したことを紹介しよう。

Battelle Memorial Institute は約30年前に故 Goden Battelle 氏 (Ohio 州で製鉄業を営んでいた人) の遺志により、科学技術の進歩発展に貢献する目的で創られた民間研究所である。創設当初は極く小規模なものであったが委託研究を引受けて研究所をまかない、着実にその規模を大きくするとともに研究分野も拡げ、現在 (1963年) での1ヶ年の総経費は人件費等一切を含み円貨換算で約100億円で約3000人の大世帯に発展した実績を持っている。

研究分野は金属工業に関する問題を中心としているが機械、電気、化学、原子力等の工業の他、食料品や農業問題や工業経済の問題まで必要とあれば何でも取り上げることができる仕組みになっている。これは特定の会社や団体に属していないための自由さであるが、反面受託研究によって経費をまかなうため義務の完遂やこれに伴う制限も相当多いことは確かである。委託者の要求によっては研究の秘密の保持に充分に配慮が払われている。

Metal Science Group の研究者達と研究生生活を共にして私が感じたことは個々の研究者の義務と権利が良い意味でうまく守られていることである。これらのことは我が国とアメリカにおける雇傭条件や考え方、更に社会習慣、生活環境から果ては体力までも違っているためにいちがいに比較することは無理であろう。

勤務は土曜・日曜は休みで週5日制であるが月曜から金曜までは8時から5時までの勤務時間中は契約通りみっちりとお実によく働き、決められた目標に向って協力することは一目に値する。この

合理主義が今日のアメリカの繁栄をもたらした原動力の1つであると考えられる。

研究員の給料は研究成果に従って決められ Battelle の研究員は官庁や大学よりもかなり高い水準にあることが彼等の誇りであり、それだけに義務も厳しい様である。俸給に対する考え方は実にドライで研究成果が挙げた時には要求してジャンプする仕組みとの事で、苦勞の仕甲斐もあろう。研究員は原則として月給制であるため残業手当てが出ない場合でも研究の遂行に必要とあらば遅くまで実験を続けるのは当然であるとしてやっている。

研究補助員は独立して特技を持っているか又は特定の装置の操作に精通している年配の人が多く、技術も優秀な人が多い。仕事は各方面の研究者の指示に従って作業をやっているが、給与は各々実際に従事した研究費の枠内から集計して支払われる様になっている。

研究課題は受託の目的に添うように決められ、項目毎に独立採算がとれるように運営されている。研究費には必要な設備や消耗品の他に研究員補助員の給与も含まれていて作業量も経費に換算して整理されている。これらの集計作業には電子計算機を活用して能率よく処理されている。

このような説明では物質万能の世界のような感じを受けるが実際には有機的にマネージャーの調整が加えられ、研究意欲が盛んになるように運営されている。

私のいた Metal Science Group の Assistant Manager の Dr. Jaffee は研究員の信望も厚く毎朝各実験室を訪れて討論することを8時の日課とし、なかなか成果を挙げている。研究室は8時にはすでに自発的に研究作業にかかり午前中は充分4時間あるため能率が上っている。

羨ましいと思ったのは Columbus 市は地方都市で交通地獄はなく各人が車を持ち通勤に費す時間は郊外に住んでいても15分~20分以内であるため、朝8時きっかりの作業開始も決して無理ではなく、東京の通勤事情から見れば極楽のようである。我が国の研究所に於て意欲的な給与と恵まれた生活環境を望むものは贅沢な夢であろうか。

(通巻第64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)