

NO.5

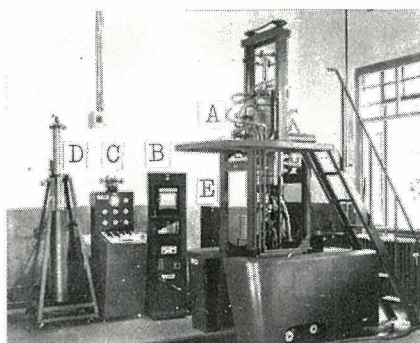
金材技研 1967

ニュース

科学技術庁 金属材料技術研究所

高温高圧ブリッジマン電気炉

高蒸気圧元素を含む金属間化合物半導体の中には、CdS, GaPなどの非常にすぐれた特性をもつものが多く存在するが、従来これらの結晶の作製はおもに昇華法あるいは気相反応法に依存しており、直接溶融法を試ることは困難な場合が多かった。電気磁気材料研究部金属間化合物研究室では、最近購入された高温高圧ブリッジマン電気炉を用いて、同様に作製困難なCdGeP₂などの三元化合物やCd₃P₂-Cd₃As₂系などの固溶合金を、直接溶融法により作製することに成功した。写真1に電気炉の全景を示す。炉室は18—8ステンレス鋼製で、最高気圧300kg/cm²および常用最高温度2,000°Cに耐える。炉室の中心部にある内径23mm、深さ120mmの黒鉛るつぼの外側に内径50mm、高さ350mmのスパイラルコイル型黒鉛ヒーターが設置されており、さらにその周囲は黒鉛および石英布などにより十分な熱遮断がなされている。高圧雰囲気には通常アルゴンなどの不活性ガスが用いられ、自動圧力制御装置により耐圧以下の任意の一定圧力に設定することができる。ポンペ圧以上の昇圧が必要な場合には附属の昇圧器を使用する。容量は40kW(48V, 835A)で、炉の温度は測面から挿入されたW-W/Re 5-26%熱電対により検出され、自動調節用プログラム信号発振器および電子管式記録調節部により、連続的にコントロールされ記録される。また炉体には



- A : 炉体
- B : 温度制御および記録部
- C : 電力および圧力制御用パネル
- D : 昇圧器
- E : 電源

写真1 電気炉の全景

炉の内外に置かれた2対の永久磁石からなる、るつぼ駆動装置がとりつけてあり、融体試料を攪拌するための回転(0.5~6.6 r. p. m.)およびブリッジマン法を行うための上下移動(0.17~35mm/min)をるつぼに与えることができる。

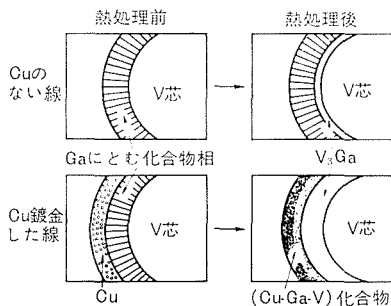
以上がこの特殊電気炉の概要であるが、るつぼとヒーターの中間に耐熱性パイプを挿入し、新たに自動圧力平衡装置を設置すれば、高圧酸化性ガス雰囲気中での結晶作製も可能であることを附記する。

V₃Ga 超電導線の新製法と特性

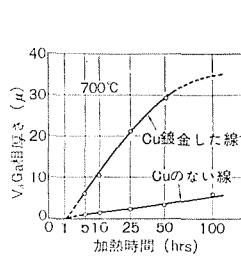
電磁部高純度金属研究室では V₃Ga 超電導線の新しい製法を發明し、超電導材料の内で最高の臨界磁場 H_c をうる事が出来た。まず、V線 (0.38mm φ) を 700°C で連続的に熔融 Ga と反応させ V線表面に Ga にとむ化合物相をつくり、ついで熱処理を行ない表面の化合物相と V芯の拡散により V₃Ga 相を生成させる。その際の加熱温度により V₃Ga 線の超電導遷移温度 T_c が影響を受け、700°C 附近の熱処理で最も高い T_c がえられることがわかった。

700°C の定温加熱で Ga にとむ化合物相を V₃Ga 相にかえるには長時間を要するが、次のような方法で V₃Ga 相の生成が著しく促進出来た。Ga にとむ化合物相の外側に Cu を鍍金したのち熱処理すると Ga 原子の Cu 中への急速な拡散がおり Ga 原子が吸出されて化合物相内の Ga 濃度が低下し、V₃Ga の組成に近づく。Cu は V₃Ga 相の内に拡散せず、V₃Ga 相の T_c は Cu 被覆によって変化しない。第 1 図にはこの熱処理における表面化合物相の変化を模式的に示し、第 2 図には 700°C 加熱における V₃Ga 相の生成巾を Cu 鍍金した線としない線について比較して示した。10 μ の厚みの V₃Ga 相をうるための加熱時間は Cu 被覆によって約 20 分の 1 に短縮される。

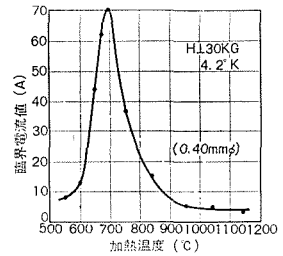
第 3 図に V₃Ga 線の製造温度による臨界電流値 I_c の変化を示したが、I_c も加熱温度によって著しく影響され、700°C 附近の加熱できわめて大きい I_c がえられることがわかった。第 4 図には 700°C、10 時間の加熱によりつくられた V₃Ga 線の外部磁場による I_c の変化を示した。本製造法による V₃



第 1 図 熱処理による V 線表面の化合物層の変化



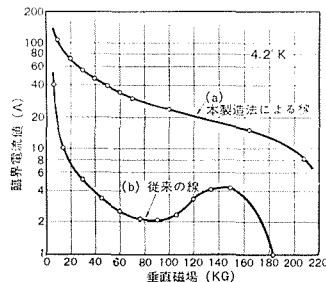
第 2 図 V 線表面の V₃Ga 相の生長 (700°C)



第 3 図 加熱温度による V₃Ga 線の I_c の変化

Ga 相の I_c (4.2°K) は 150kG の高磁場でも約 1×10^9 A/cm² の大きい値を示し、また H_c は従来の最高値であった Nb₃Sn の 210kG をこえた。同図には外国の報告にある V₃Ga 線の特性 (0.50 mm φ, 1, 200°C, 20 時間加熱) を比較して示した。

V₃Ga 相は高温で生成され易いため従来の外国の研究では V と Ga の拡散で 1, 200°C 以上の高温で V₃Ga 線がつくられていた。そのため第 3 図と第 4 図からわかるようにきわめて小さい I_c しかえられず、H_c も約 185kG であった。Ga にとむ化合物相を中間に利用し、Cu 被覆によって V₃Ga の生成を促進するわれわれの方法では 700°C の処理ではるかにより特性がえられ、他の化合物超電導材に比べて製造温度も低くてよい (Nb₃Sn では約 950°C)。マグネットでは発生磁場が高くなるほど電力の消費のない超電導材の利点が顕著となるから、H_c の大きい V₃Ga 線がつくられたことは超電導材の応用上大きい意義をもつとともにこの結果は化合物超電導材の機構を研究する上に興味深い問題となろう。



第 4 図 外部磁場による V₃Ga 線の I_c の変化
(a) 0.40mm φ, 700°C × 10hrs
(b) 0.50mm φ, 1, 200°C × 20hrs

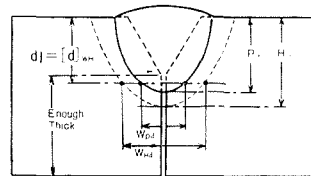
片面溶接法の基本的な考え方

片面溶接は板の片側から溶接を行ない、その裏側に裏波ビードを出させる溶接法で従来細径のパイプや複雑な構造物で裏側から溶接が不可能な場合などに利用されていたが、普通の突合せ継手においても片面溶接で行なえば裏はつり、裏溶接が不要であり板の反転の必要がなく、とくに大きな鋼板をあつかう造船関係などで作業能率の点から片面溶接の利用が重視され、最近この種の溶接法の開発実用化が鋭意進められ、新工場の建設にはこれが大きな命題になっている。

この片面溶接において適確な裏波ビードをうるためには開先条件（開先角度、ルート面高さおよび間隔）、裏あて（銅、フラックスなど）の有無および溶接条件の関係が適正でなければならない。従来これらの条件はほとんど経験によって定められている状態であるが、溶接研究部融接研究室ではこの溶接施工条件に対する基本的な考え方を確立し、適正な溶接施工条件を求めることを目的とした研究を行なった。

溶込み深さは溶接施工条件を決定するうえにきわめて重要であり、特に片面溶接においては裏波ビードが出るか否かを決定する重要な条件になる。しかしながらアーク溶接における溶込みの生成機構はきわめて複雑であり、特に最近のように溶接方法やフラックスなど各社独自のものが開発されその種類が多様多様のため電圧、電流および溶接速度などの溶接条件から溶込み深さを簡単に

推定することは難かしい。しかしながらいまかりに熱伝導的に十分厚い板にある溶接条件で溶接を行なったときの溶込み形状や熱影響部の形状がわかっている場合、その溶込み形状が板の寸法の変化や裏あての有無によりどのように変化するかといふことはある程度熱伝導的に推定することができる。すなわちある任意の溶接方法、溶接条件および開先条件で熱伝導的にルート面の高さを十分厚くとった板に溶接をしたときの溶込み形状および熱影響部の形状がわかっているならば、片面溶接におけるこれらの諸条件は対する裏波が得られる適正な板厚の範囲を決定することが可能である。図1はこの場合適正な板厚の範囲を決定するための基準の記号について示したものであり、ルート面を十分厚くとった板に溶接したときの溶込み深さ P_{∞} 、熱影響部の境界（約 A_{c1} に加熱されたエッチングによる境界）までの深さ H_{∞} 、板の表面からある一定深さ d の位置の溶込みの幅 W_{Pd} および熱影響部の境界の幅 W_{Hd} 、また逆に W_{Hd} 与えられている場合その位置までの深さを $[d]_{WH}$ と表わす。このような基準を採用することにより、溶



接方法、溶接条件および開先条件などに関係なくこの第4頁へ続く

図1 適正条件の選定のための基準

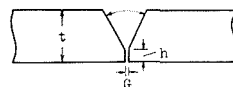
表1 片面溶接における基本的な適正溶接施工条件

| 片面溶接法 | 裏波の得られる板厚 t の範囲 | その他の条件 |
|--|--|--|
| 裏あてを用いない方法 | $[t]_{WH} = 6 \sim 8 \text{ mm} < t \leq H_{\infty} + \frac{0.27}{v} *$ | $G = 1.5 \sim 2 \text{ mm}$ 以上 低電流低速度溶接が適当 |
| バックリング・ストリップを用いる方法 (t' : バックリングストリップの厚さ) | $H_{\infty} - t' < t < P_{\infty}$ | $W' > W_{Ht}$ (W' : バックリングストリップの幅) 母板の裏面の溶融幅 $= W_{Pt} \sim W_{Ht}$ |
| フラックス・バックリング法 | $P_{\infty} \cdot \alpha_f \leq t < [t]_{WH} = 4 \sim 6 \text{ mm}$ (Gr. 20の場合 $\alpha_f = 0.2$) | $G \rightarrow 0$ $h \rightarrow$ 大 ($2 \sim 5 \text{ mm}$)** |
| フラックス・鋼バックリング併用法 | $P_{\infty} \cdot \alpha_{fc} \leq t < [t]_{WH} = 4 \sim 6 \text{ mm}$ | $\theta \rightarrow$ 小 ($30 \sim 50^\circ$)** |
| 鋼裏あて法 | $P_{\infty} \cdot \alpha_c \leq t < H_{\infty}$ | $W_B \cong W'_G$ 溝の幅 $W'_G < W_{Ht}$ |

* V : 溶接速度 (cm/min)

** サブマージアーク溶接の場合で、 \rightarrow の方がよい。

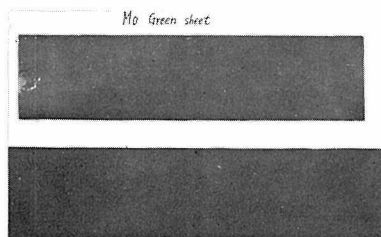
*** $\alpha_{FC}, \alpha_B = 0.6 \sim 0.8$



粉末圧延法によるMoシートの製造

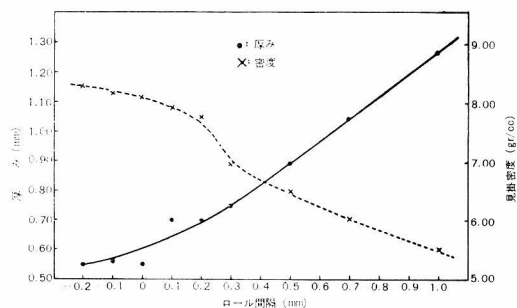
一般にMoの薄板は粉末冶金法の技術によって製造されている。すなわち、微細なMo粉末を冷間で圧縮成型後、仮焼結—直接通電による焼結—熱間鍛造—熱間圧延—冷間圧延などの工程を経ることにより、理論密度の100%に達するシートがつくられている。このような製造工程を短縮するための一つの方法としては粉末から直接シートを圧延できる粉末圧延法の技術が最も有用である。

製造冶金研究部、粉末冶金研究室ではMoあるいはWなどのシートを粉末圧延法でつくる場合に圧延時の諸因子（ロールスピード、ロール間隔、粉末供給方法など）がシートの性状に与える影響について詳細に検討し、密度および厚みの均一なMoシートを製造するための圧延条件を明らかにしている。更に焼結を行い、物理的、機械的性質を調べた結果、焼結後のシートは数多くのすぐれた性質を持つことが分かった。図は 2.05μ のMo粉末を用い、ロールスピード、粉末供給量を一定としてロール間隔を種々変化した場合、グリーンシートの密度および厚みに与える影響をみたものである。この図においてロール間隔が0より小さいということは粉末が圧延される前にすでにロール間にはある圧力が作用していることを意味しており、この圧力の大きさはロール間隔が小さくなるほど大きくなっていく。その結果、板厚は薄くなり密度は向上してくるが、その反面均一なシートが得られにくく、ロール間隔が -0.3mm 以下ではシートにクラックが発生する。ロール間隔 0.2mm で圧延したシートはクラックは発生しないが密度、厚みの均一なシートが得られない。逆にロール間隔が大きくなっていくと、板厚は増してくるが密度は低下し、シートは極めて脆弱となる。たとえば、ロール間隔が 0.7mm 以上になるとシートを年で持運ぶことはできない。強度の高い取扱い容易なMoシートをつくるためのロール間隔は $0\sim 0.6\text{mm}$ の範囲が適当である。写真はロ



ールスピード3 r. p. m., ロール間隔0.1mmで圧延したMoシートの概要である。このシートの密度は 7.2g/cc 厚みは 0.85mm であり、 $1,700^\circ\text{C}$ で2hr水素中で焼結すると密度 8.9g/cc になる。引張り強さは 45kg/mm^2 伸びは $1\sim 2\%$ である。表は曲げ試験の結果であるが、表にみるように粉末圧延法で製造したMoシートは展延性をもっていることが知られる。この研究は東京芝浦電気株式会社の協力によるものである。

| 曲げ半径 (mm) | 曲げ角度(度) | |
|--------------|---------|------|
| | 圧延方向 | 板幅方向 |
| 1.0 | 44 | |
| 1.5 | 74 | |
| 3.0 | 87 | 66 |
| 5.0 | 111 | 121 |



第3頁より

基準によって得られた結果を適用することができ。表1各種片面溶接についての基本的な溶接施工条件の概要をまとめておく。

通巻第101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3番12号
電話 目黒(712) 3181(代表)