

材技研

NO. 24

1960 No. 12

ニュース

科学技術庁 金属材料技術研究所

容量 2 ton エル一式電気弧光炉

鋼のオーステナイト結晶粒度が鋼質に大きな影響を及ぼすことは周知の事実であり、すでに船体構造用鋼板・肌焼鋼・高温高压用管材、そのほか熱処理を必要とする特殊鋼などには、用途によって細粒または粗粒が規格として要求されはじめたため、所望の結晶粒度を有する鋼の製造は、製鋼技術上重要な課題となっている。この調整法を誤ると規定の結晶粒度とその整粒が得られないのみでなく、鋼材には砂疵や非金属介在物が発生し鋼質欠陥の原因となるため、結晶粒度の調整が確実に実施できる標準操業法の制定が強く要望されている。

当研究所としては、鉄鋼の溶解精錬の研究用として操業が安定であり、かつ造塊作業も含めて、実際の生産作業の諸条件とほぼ等しく、実用に供しうるデータが直接得られるような最小容量の製鋼炉として、容量 2 屯の電気炉を選定した。

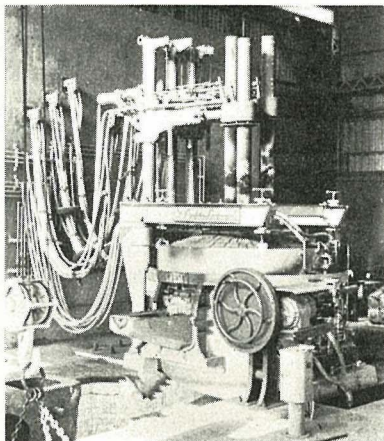
このため、溶解圧延実験場の新設に伴ない、同場内に、迅速溶解・炉蓋旋回・炉頂装入方式の



ル一式電気弧光炉が設置されたのでこの主要目について紹介する。

型 式	ダイドーレクトロメルト式
公 称 容 量	2 ton
変圧器容量	3 相, 1500KVA
1 次電圧	3300V
2 次電圧	215V 以下10段
リアクトル	3 相, 375KVA
	百分率リアクタンス25%以下4段
タップ切換装置	無電圧時電動操作式
電 極	人造黒鉛電極, 7 T
炉 殻	内径 2178mm

操業口扉の開閉	圧縮空気式
電極把持器	圧縮空気式 (遠隔操作)
炉蓋上昇, 旋回	油 圧 式
炉 体 傾 動	交流電動機式
電 極 昇 降	直流電動機式
	アンプリダイン式自動電 流調整装置付



電子ビーム溶解したモリブデン

最近モリブデンを真空アーク溶解法などの粉末冶金法以外の方法で成型加工することがしばしば試みられている。これは(1)モリブデンを構造材料として使うために大型の鋳塊が必要となって来たことや、(2)深絞り性などの加工性のよいモリブデン板の需要が多いことなどによるものと思われる。

第5部原子炉構造材料研究室では、このような要求を解決する手段として電子ビーム溶解法をとりあげ、この方法がモリブデンに対してどのような効果を有しているかを検討している。現在実験はまだ進行中であるが、今までに得られた結果の一端をここに紹介する。

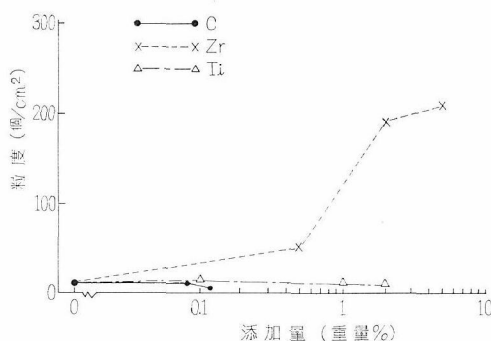
溶解に用いたモリブデン粉末は純度 99.95%以上の市販のものを用い、加速電圧10KV、ビーム電流 600mA で溶解を行なった。溶解時の真空度は 3×10^{-5} mm Hg 程度で、得られた鋳塊の形状は $15 \times 8 \times 200$ mm (重量約240g) であった。溶解した鋳塊の金属不純物はかなり減少していることが分光分析により確かめられた。またモリブデン中の酸素量をガス分析により調べると次表のように電子ビーム溶解のものが最も少ないことがわかった。

焼結モリブデン (国産)	62 ppm
アーク溶解モリブデン (米国 Climax社)	44 ppm
電子ビーム溶解モリブデン (材技研)	29 ppm

このようにビーム溶解したモリブデンの酸素含有量はかなり少ないが、できた鋳塊はまだ脆く、加工がむずかしいことが予想されたので炭素を添加して脱酸を試みた。炭素の添加は、モリブデン粉末に炭素粉末を0.08%または0.12%混合して行ない、これを 1200°C 水素中で半焼結したものを溶解した。そしてこのようにして作られた鋳塊から曲げ試験片をシェーパーにより削り出し曲げ試験を行なった。炭素脱酸を行なわない鋳塊は非常に脆く試験片を切削できなかったが、炭



写真 2



素を0.08%および0.12%加えたものは加工が可能であった。炭素脱酸したモリブデンは約 15° 曲がったのち破断したが、ある試験片は写真 1 のように約 120° 曲っても破断しなかった。写真 2 はこの曲げ試験片の破面組織で破壊はおもに結晶粒内を通過して進行していることがわかる。

以上の結果で脱酸を行なったモリブデンはある程度の加工性をもつことが推定されたので、実際の圧延試験を試みた。その結果(1)脱酸を行なわないものも行なったものも 1 mm 厚さまで加工できたが、0.08%のものがもっとも加工性がよく、(2)電子ビーム溶解したものは鋳塊の結晶粒が大きいので粒界から亀裂が出やすいことが認められた。

結晶粒の微細化は溶解速度を早くすることによっても達成できるが限界があるので合金元素を少量添加して結晶粒を小にすることを試みた。添加元素としては Ti および Zr をえらびモリブデン粉末に配合して溶解を行なった。図はこれらの元素の結晶粒微細化に対する効果を示したもので、添加量の範囲では Ti は全く効果がないのに対して、Zr は顕著な効果のあることが認められた。

以上が現在までに得られた結果であるが、電子ビーム溶解したモリブデンは脱酸および結晶粒微細化などの処理を十分に行なわないと加工がむずかしいことがわかった。



写真 1

—高純度クロム中の不純物の定量—

リン・硫黄の定量について

クロムはクロム鋼などの添加元素として広く用いられていたが、最近金属材料の性能の高度化と共に高純度クロムの生産が強く要求されている。さらに高純度クロム自身についても、その耐食性・耐熱性のために高純度クロムに対する関心が世界的に高まって来ている。当研究所でも高純度クロムについて研究を進めているが、高純度化によって、より新しい分析法が要求されるようになった。

第3部分析化学研究室ではこれら微量不純物の定量について研究を重ねており、数種の元素についてはすでに分析法を確立した。今回はさらに脆性も関係あると考えられるリン、硫黄の定量法について検討を行なった。当所のクロム中にはリンは数ppm、硫黄は数10ppm程度であるため正確な定量はなかなか困難である。

リンについてはクロムを過塩素酸に溶解・加熱して酸化した後、水酸化アルミニウムをキャリアーとしてリンを捕集する。リンはヒドラゼン還元によるモリブデンブルー法によって定量を行ないよい結果を得た。定量の妨害となる諸元素についても検討を加え、その除去法も解決が得られた。分析値の一例を示せば当所のクロムは 2.2ppm、他社の電解クロムは10.1ppmで、当所のクロムは沃度法による高純度クロムに匹敵出来る値を示している。

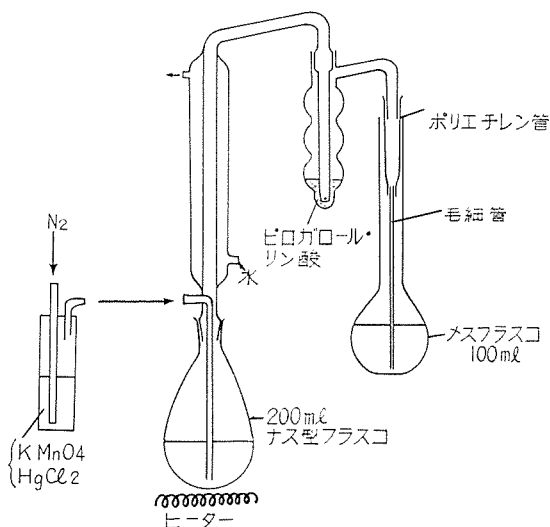
次に硫黄の定量については、従来用いられている燃焼法はクロムの完全燃焼が困難であるため採用できず、また発生法もその一部を定量されるにすぎず、さらに正確な硫黄の分離、定量が必要である。微量の硫黄をクロムから分離する方法として還元によって硫化水素として取り出すことを試み、数種の還元剤について検討を加え、赤リン・ギ酸・沃化水素酸を用いる還元剤が最も強力で完全な還元が行なえることを見出した。また定量方法としてはジメチルパラミンと硫化水素の反応によるメチレンブルー法を二・三の検討を加えて採用した。ここで問題となるのは試料の溶解方法で王水溶解では硫黄がガスとともに揮散するため、強力な酸化剤である臭素を常に共存させるか、発生ガスを硝酸、臭素を通じて洗い硫黄を固定することが必要である。この結果当所クロムでは29.7ppmの値を得、市販クロムの 590ppmの値に比して非常によい純度を示し、沃度法による値とほとんど変わらない。

さらに研究を進め、上記還元剤にクロムが容易に溶解することに着眼し、クロムを直接還元剤に溶解し、溶解と同時に硫化物型、硫酸塩型の硫黄も硫化水素として分離、ただちに定量を行なう方法を考案してよい結果を得た。この方法ではクロムの溶解と硫黄の分離操作が同時に行なわれるため、分析時間が短縮出来るとともに空実験値を下げることができ、精度も非常によくすることができた。

空実験値を小さくすることは微量分析では精度の向上に重要で、研究の努力の大半はここに払われるといって過言ではない。微量分析室ではこの点を重視して試薬の純度・精製に注意するとともに空気中の塵埃による汚染に充分な注意を払って実験室内の除塵を行なっている。前記リンの定量時の塵埃による汚染の例を取れば、普通の実験室では1日に沈降する塵埃中に $4\mu\text{g}/100\text{cm}^2$ のリンを検出しており、実験室内の雰囲気には充分の注意を払わなければならない。

また一例を鉄にとるならば、上記の条件では $20\mu\text{g}$ 程度の鉄が検出される。このような例をみると、分析するときのみならず、試料の調製など試料の取り扱いにも充分な注意を払わなければ分析値は何を表わしているのか、その意味が不明なこともでてくると考えられる。

当所では引続き高純度金属トリウム、金属テルルの不純物の分析に着手している。



硫黄分析装置

MK系磁石合金の塑性加工

MK系磁石合金はきわめて優れた磁気特性を有し、なかでもMK-5、NKS-3、Alnico VあるいはAlcomax 2などと呼ばれる一連のものは磁場冷却という特殊な熱処理を施すことにより、きわめて大きな磁気異方性を発生し、永久磁石としてはまさに理想的な特性を備えているといっても過言ではなく、したがって、工業的にも多量に生産され、使用されている現状である。

しかし、これらの合金はその優れた磁気特性の半面、きわめて堅硬脆弱であって、鑄造後研削加工するか、または粉末冶金法などによる以外はまったく成型法がないという大きな欠点を有していた。

この成型性に著しい障害があるということは最近の電気、通信または自動制御、電子関係機器の高性能化、小型化の方向に対して非常に大きな欠点ともいえる。

第2部磁性材料研究室においては、かねてより本系合金の性能改善に関する基礎的研究を種々な見地から実施しているが、このたびその塑性加工すなわち鍛造・圧延・押し出しなどの加工が適当な処理と条件を選ぶことにより比較的容易に行なえるということを確認した。

本系合金は前にも述べたとおり、きわめて堅く常温におけるビッカース硬さは500以上にも達する。

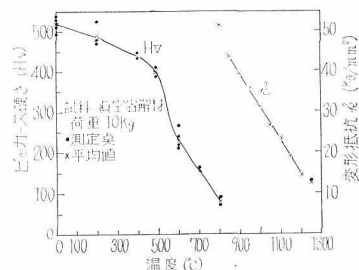
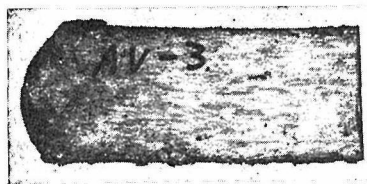


図1 高温硬さおよび変形抵抗の変化



圧延加工したもの一例
Co24%, Ni14, Al18%, Cu3%, Fe51%
真空溶解, インゴット厚さ25mmより,
4mm厚さまで圧延

しかし、図1からも明らかなとおり高温においてはこれが急速に軟化し、また変形抵抗も1200°C付近ではステンレスのそれに匹敵する程度に低下して、鍛造性試験後の試料の外観からも十分塑性加工の可能であることが認められた。

よってまづ真空溶解によ

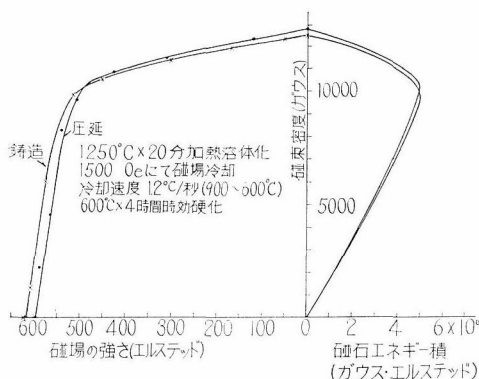


図2 圧延加工したものの磁気特性

り約5kgのインゴットを作り、これを種々な温度条件にて熱間圧延し、熱処理した際の磁気特性との関係を検討した結果、次のような加工条件および熱処理条件を決定した。

すなわち、インゴットを1250°C以上に適当な時間加熱保持して溶体化したのち、約1150°Cまで空冷し、1150~950°C間にて熱間圧延する。なおこれを再加熱し、さらに圧延する場合には試料を再び1250°C以上に加熱し、同一条件下において圧延を繰返すことが必要である。

写真は、このような操作で圧延したもの一例で、25mm厚のインゴットを4mm厚さまで圧延したものである。

熱処理としては所定寸法に加工仕上げしたものを1250°Cに適当時間加熱保持し、溶体化ならびに再結晶を完了せしめたのち、1000エルステッド以上の磁場中にて磁場冷却し、続いて600°Cにて時効硬化させる。

図2は写真の試料より試験片を切出し上記熱処理を施したものの磁気特性であって、従来の鑄造したものになら劣らない特性を示している。

以上は単に圧延加工について述べたものであるが、もちろん、型鍛造・押し出し加工も可能であって、これらの成型法を利用することにより、本系合金の欠点を補い、さらに多くの用途が開拓されるものと考えられる。なお以上のような塑性加工はその溶解作業が十分管理された状態にある場合には大気中溶解したものでも可能であって、当研究室においては塑性加工した本系合金の再結晶に関する問題とともに目下検討中である。

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
東京都千代田区西神田

東京都目黒区中目黒2丁目300番地
電話目黒(712) 3181(代表)