

NO.12

金材技研

1969

科学技術庁

ニュース

金属材料技術研究所

G. P. レーザーを用いる溶鋼の直接分析法

LD転炉で代表される酸素製鋼法の発達はめざましく、短時間に大量の溶鋼を生産することが常識的になったばかりでなく、連続製鋼法の実現も夢ではなくなって来た。しかし短時間精錬であるためにその製錬過程の制御は必ずしも容易ではなく、制御に必要な周辺技術の開発についての要望は非常に高い。とくに溶鋼成分の時間変化の正確な情報化は重要な技術の一つである。

製錬研究部製鋼研究室と金属化学研究部金属化学第3研究室では、G. P. レーザーを用いる溶鋼の直接分析法について研究をはじめ、その基礎的研究に成功した。

使用したG. P. レーザーは日本電子JLR-O2A型で、尖頭出力50MW、出力パルス巾25nsec、焦点距離15cm、スポット径0.5mmである。図1のような位置で溶鋼面にレーザーを照射し、発光したプラズマの光をスリット結像法によって島津QF60型に導き、写真測光法によって分析した。

図2は以上の方法によって描いた検量線の1例である。スパーク放電を用いる普通の分光分析法に比べて検量線の勾配は小さく、分析精度の低下が予想される。この原因は、自己吸収によるものであることがスペクトル写真から推定された。しかし固体鉄の光電測光法による分析では、低濃度領域において理想的な検量線が得られ、自己吸収の小さいことが確かめられた。したがって各元素が約0.5%以下の濃度であれば十分な精度で分析す

ることができる。もちろん高濃度領域における自己吸収についても幾つかの対策があるので、この領域での分析も十分可能であると考えられる。

またG. P. レーザーを用いる分光分析の大きな特徴はマトリックス効果の小さいことであり、それによっていろいろな鋼種が同一の検量線で分析できるのであろうと推定される。

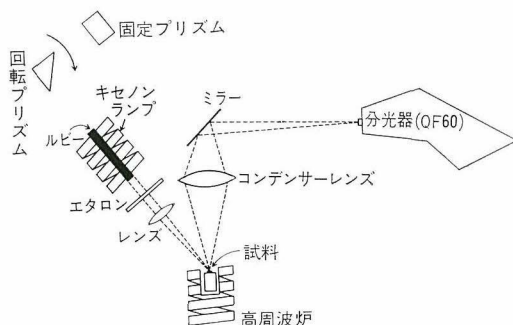


図1 実験に用いた光学系

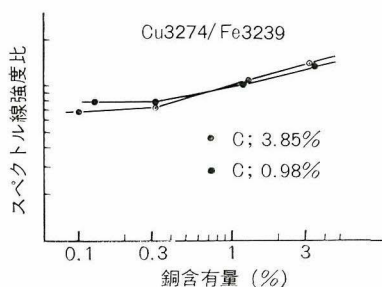


図2 1400°Cで溶融した鉄中の銅の検量線

高温水によるオーステナイトステンレス鋼の応力腐食割れ

高温水中でのオーステナイトステンレス鋼の応力腐食割れによる事故は水冷原子炉、ボイラーならびに熱交換器などについて起こっており、それらの安全性を確保する上から割れ感受性の低いオーステナイトステンレス鋼の開発が要望される。

腐食防食部湿食研究室では、合金成分ならびに組織が応力腐食割れに及ぼす影響をしらべ、割れ抵抗性の大きな鋼を求める研究を行なった。

まず、成分が応力腐食割れに及ぼす影響を求めるために純粋原料を用いて、Crを18%にしNi含量を0~50%の範囲で変えた鋼、ならびにステンレス鋼の耐孔食性を良くすると報告されているAl, Si, V, Mo または Re を添加した19Cr-9Ni 鋼をつくった。

これらの合金は種々の熱処理をしてフェライト量を変化させた。

塩素イオン 600ppm を含む300°C の高温水中での高純度合金の割れ発生率とフェライト量との関係は図1に示したようで、合金の応力腐食割れ感受性はそのフェライト量と密接な関係にある。すなわち感受性のある合金はフェライト量が5~10%のものおよび40~80%のものであり、また感受性のない合金は5%以下、10~40%および80%以上のものであった。

割れの顕微鏡検査の結果、それらの割れの特長を二つのタイプに分類できる。すなわち、フェライト10%までの合金では写真1(a)に示したように割れは粒内を通り、食孔から割れていた。ところがフェライト40%以上でマルテンサイト組織を有するものでは、写真1(b)に一例を示すように元のオーステナイト結晶粒界に沿って割れが進行しており、食孔とは共存していなかった。

前者の割れは塩化物応力腐食割れの特長を示しているが、後者は水素脆化による割れに似ているのでこれを確かめるために、塩化物を含まない高温純水中で割れ試験および5%硫酸溶液中での水素チャージ試験を行なった。その結果、フェライト40%以上の合金はいずれの試験でも割れたが、40%以下では割れなかった。したがって、フェライト10%までの合金の割れは塩化物応力腐食割れ

であり、40%以上の合金の割れは腐食過程中に生じた水素が鋼中に滲入して脆化させたものと考えられる。

ところが市販のオーステナイトステンレス鋼は図1にも示したように割れ感受性が極めて高く、フェライトで整理した高純度合金の曲線にのらない。このような差異を生じた理由を明らかにするため、P, C, N, Si, Mn などの不純物を市販合金に含まれている程度の量含有する合金をつくって試験した結果、P 単独またはP, C の共存が割れ感受性を高めることがわかった。しかし、高Niにするか、またはフェライト量を15~30%にすればこれらの不純物の悪影響を防止できる。これらの不純物元素が割れに悪影響を及ぼす理由については、今後さらに確かめねばならない。

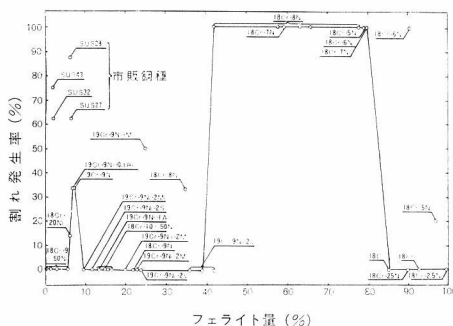
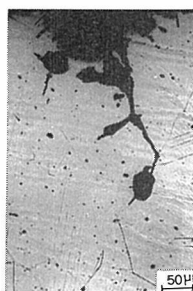


図1 300°C の希薄食塩水中に300hr 暴露した高純度合金のフェライト量と割れ発生率との関係
割れ発生率(%)=(割れ試片個数/試片個数)×100



(a) 食孔と共存した18Cr-20Ni 合金における粒内割れ



(b) マルテンサイト組織を有する18Cr-8Ni 合金における粒界割れ

写真1 300°C の希薄食塩水中に暴露した高純度合金に発生した割れの顕微鏡組織(10%シュウ酸電解腐食)

マグネシウムの加工性におよぼす希土類金属の影響

マグネシウムは実用金属の中で最も軽く、かつ比較的強い金属であるが、常温附近での加工性と耐食性が問題である。加工性は希土類金属の添加によって改善されるが、その理由は必ずしも明らかにされていない。この点を調べるために軽金属研究室では希土類金属のうち、ランタンおよびセリウムを取り挙げ、Mg-(0.047~0.29wt%)La合金、Mg-(0.040~0.29wt%)Ce合金の溶体化処理材について、引張試験による応力-歪曲線図の解析、常温圧延加工の際に生ずる割れ発生状況および組織観察による変形の様相などを検討した。

0.2%引張耐力はMg-Ce合金では純マグネシウムのそれとほとんど変わらないが、Mg-La合金ではランタン添加量が増すにつれて減少し、極小値を示した後増大する。引張強さはMg-La合金、Mg-Ce合金ともに純マグネシウムのそれとほとんど変わらないが、伸びはランタンあるいはセリウム添加量が0.2%までは増大し、添加量がそれ以上になるとかえって減少する傾向が認められた。

六方晶金属であるマグネシウムの変形は底面 $\{0001\}$ $\langle 12\bar{1}0 \rangle$ 非底面 $\{10\bar{1}0\}$ 、 $\{10\bar{1}1\}$ $\langle 12\bar{1}0 \rangle$ および $\{10\bar{1}2\}$ 双晶などによって生ずる。室温近傍における変形では、純マグネシウムの場合、非底面 $\{10\bar{1}0\}$ の臨界せん断応力は底面 $\{0001\}$ のそれと比較して100倍程度高いため、非底面 $\{10\bar{1}0\}$ が生じにくい。しかし、ランタンあるいはセリウムを添加したマグネシウム合金では、わずかの塑性変形によってすでに非底面 $\{10\bar{1}0\}$ を生じているのが観察され、明らかに変形の様相が純マグネシウムの場合と異なる。

図は圧延加工試験の一例で、純マグネシウム、Mg-0.2wt%La合金およびMg-0.2wt%Ce合金を室温で一方向圧延をくり返した場合の加工度-硬さ変化曲線図を示したものである。矢印は割れ発生が認められた加工度を示したものであり、ランタンあるいはセリウムが0.2%までは添加量が増すにつれて割れ発生までの加工度が増大する。また加工度が15%以上になるとMg-0.2wt%La合金、Mg-0.2wt%Ce合金では加工軟化現象が認められた。

写真はMg-0.2wt%Ce合金を室温で41.5%圧延した後の組織を示したもので、強圧延加工することにより、せん断方向に圧縮変形帯を生じている様子を示したものである。この圧縮変形帯は純マグネシウムと比較してランタンあるいはセリウムを含有する加工性の良いマグネシウム合金ほど細かく密に分布していることが観察された。この圧縮変形帯はマグネシウム合金の加工軟化現象とも関連するもので、加工性を支配する重要な一つの変形機構である。薄膜透過電顕観察ならびに電子線回折により、圧縮変形帯の構造を調べ、おもに $\{10\bar{1}1\}$ 双晶であることを明らかにした。

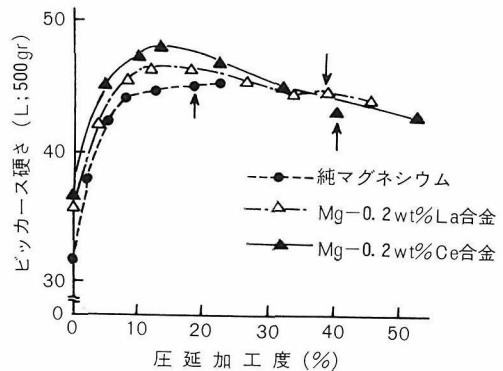


図 圧延加工度-硬さ変化曲線
↑;割れ発生点

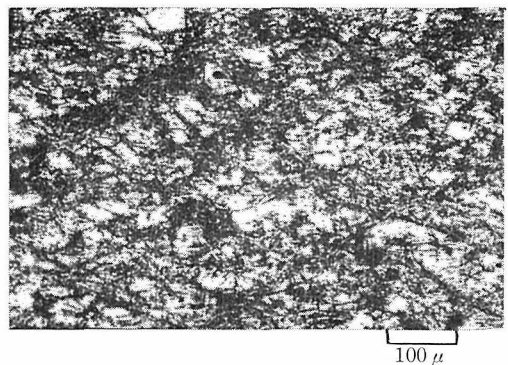


写真 Mg-0.2wt%Ce合金を室温にて41.5%圧延加工した後の組織。圧延方向に平行な試料の側面の組織であり、せん断方向に黒く帯状に見えるのが圧縮変形帯である。

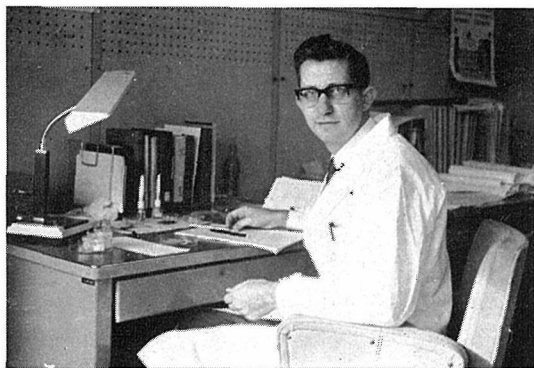
金 材 技 研 の 滞 在 を 終 え て

Dr. E. NEMBACH

1968年、私は、フォルクスワーゲン基金から、一年間の日本滞在を保障する奨学金を得て、日本に来ることになりました。来日にあたり、私は三つの目的を持っていました。すなわち超電導材料の分野において、どのような研究が成されているかを知ること、500 K V の電子顕微鏡を用いて実際に研究すること、固体物現の分野で仕事をしている多くの研究者と接触を持つことでした。さて、金属材料技術研究所の太刀川博士のところでV₃Ga 超電導材料の研究に従事することになり、この一年間、500K V の電子顕微鏡を用いてV₃Ga化合物の欠陥構造を調べました。このことは、金材研が私の希望と素晴しく一致した研究環境を提供してくれたことを意味します。

滞在中、金材研の外に十幾つもの研究所を見学する機会を得ましたが、どこにおいても、私の予想と違わず、高度の研究が遂行されていることを知らされました。しかし一方、研究所における一般研究予算が少いことに驚いたこともあり、たとえば教授自らが助手の人達と標準の研究用磁石を巻いている光景にも遭遇しました。このようなハンディキャップにもかかわらず、彼等の研究が世界的水準に達していることを思い合わせると、このような状態が、いかに能力と労力のロスであるかと思わざるを得ませんでした。

他に興味深く印象づけられた点と言えば、科学技術庁等に属する国立の研究機関における研究テーマを挙げることが出来ます。すなわち政府が将来の大きなポテンシャルとなるべき問題の開発研究、たとえば硬超電導材料部門とかM. H. D 発電の研究にも積極的援助をしている点です。(ドイツでは、開発研究は民間の研究所に委ねられています。)そしてこれらの国立の研究所は、少なくとも高額の研究設備に関しては、素晴しく整備され



ているように思えました。

様々の研究所で、個人的に日本の研究者と接したことは、私にとって、素晴らしい体験でありました。彼らと問題を討議したり、共同で実験をする時はいつも、非常な熱心さと楽しさを覚えました。誰もが、世界中で一番といって良い程、忙しく研究に励まれているにもかかわらず、いつも、一介の外国人研究者の為に気持ちよく忙しい時間を割いて下さいましたことが有難く思い出されます。

最後に、金材研における諸設備を使い、多額の費用を要する研究を行なう機会を与えて下さいましたことに対し、所長をはじめ関係者各位に心から謝意を表したいと思います。さらに研究所の皆様方の御示し下さいました御親切に対して、心から御礼申し上げます。御蔭様で、当研究所での一年間の滞在を、素晴しく実りあるものにすることが出来ました。

(昭和43年12月～44年11月電気磁気材料第2研究室に滞在、現在ゲッチンゲン大学金属物理研究所)

☆

☆

(通巻 第132号)

編集兼発行人 佐々木 武
印刷 奥村印刷株式会社
東京都千代田区西神田1-1-4

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 (719) 2271 (代表)
郵便番号 153