

# 材技研

## NO. 22

# 1960 No. 10

# ニオブ

## 科学技術庁 金属材料技術研究所

### ニオブ精製装置

新金属として脚光を浴びてきたニオブは、高純度のときにはきわめて展延性に富んでいるので、薄板や箔を容易に造ることが出来る。しかし酸素、窒素や炭素のような不純物が含まれて品位が下がると著しくその加工性が悪くなるが、幸いなことにほかの新金属（たとえばチタン、ジルコニウムなど）と異なり、これらの不純物はニオブを高温高真空（たとえば  $2000^{\circ}\text{C}$ 、 $10^{-5}$  mmHg）中で処理することによって比較的容易に除去される特徴がある。第7部希有金属研究室では、金属ニオブの精鍊・精製および合金開発に関する一連の研究を実施するため写真1および図1に示されるような装置を試作した。

本装置の主部は到達真空度が  $10^{-6}$  mmHg の水冷ステンレス製ベルジャーで、その中で上下微動の可能な水冷電極の間に試料金属体を取りつけ、この試料に低電圧大電流を通電して直接加熱するものである。電源系は最大 3,000 A を供給しうる 2 段トランスで、電圧微調節はオートトランスによって行なわれる。真空系は 250 l/min の回転ポンプと 6 インチの拡散ポンプで、到達真空度は空試験時  $10^{-6}$  mmHg、作動時  $5 \times 10^{-5}$  mmHg である。

図2は精製処理の際の温度、真空度および時間との関係の一例であり、最終処理条件は本図から明らかのように大体  $2000^{\circ}\text{C}$ 、 $5 \times 10^{-5}$  mmHg であった。処理前の粗ニオブの硬度は V. H. N.

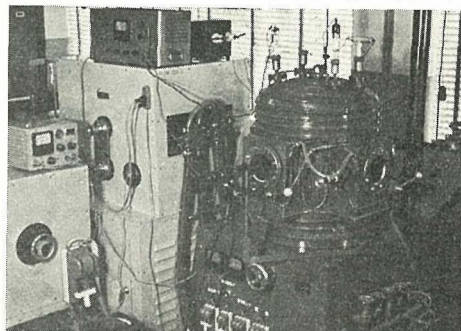


写真 1 ニオブ精製装置の外観

320 で加工が出来ない程度の品位であったが、図2のような処理によって硬度は V. H. N. 50~60 で冷間加工が容易であった。これらのことより粗ニオブ中の不純物はほとんど除去出来たと考えられ、精製の効果は明らかである。

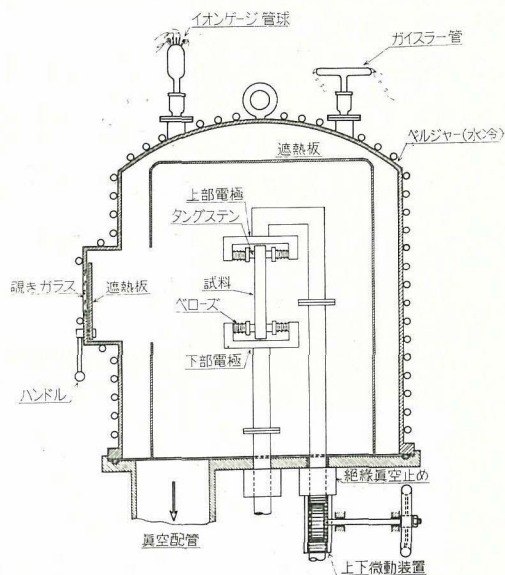


図 1 装置断面概略図

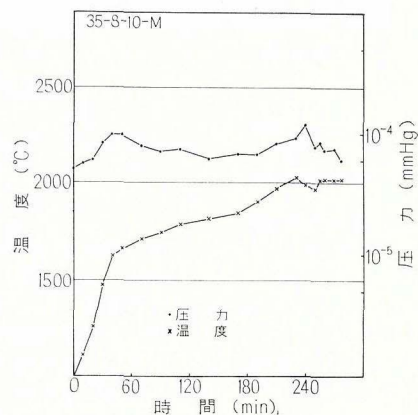


図 2 操作条件の一例

## ≡≡≡ 金属用高温顕微鏡の試作 ≡≡≡

金属材料の特性に重要な影響を与える変態，すなわち相変態，析出，再結晶などが高温での熱処理中に進行するので，これを直接連続的に観察出来る高温顕微鏡の試作研究は古くから多数あり，製品としても日，独などに数種あるが，いずれも研究者の要求を必ずしも満たしていない。われわれは再結晶機構の研究の必要から次の要求を主眼として，新しい型の高温顕微鏡を試作した。

- (1) 普通の熱処理条件を満たす。
- (2) 移動する現象を広い視野にわたり追跡出来る。
- (3) 高温での長時間の観察，撮影で分解能を下げない。

(1) の要求に対しては，真空，水素両雰囲気中で使用出来る発熱容量の大きい 40% Rh-Pt を発熱体とする熱容量の小さい炉を，大きい真空槽にセットし，最高温度 1500°C，加熱速度 300°C/min 以内，冷却速度も広い範囲に調節出来るようにした。

(2) の要求に対しては，炉の保持枠を 3 つのボールの上に寄せ，外からスムーズに，直角な 2 つの

方向に 10 ミリにわたって試料が移動出来る。従って小さい観察穴 (5 mmφ) を通して広い視野の観察出来る点は従来のものに比べて大きい特徴をもっている。炉内の温度の均一化，温度測定に対してもよい効果を与えている。

(3) の要求に対しては，アパーチャーの大きい (0.4) 作動距離の長い (20 mmφ) 対物レンズの分解能が高温での熱処理中にシャッターや観察窓に蒸発金属が付着してわるくなることを防ぐことに主眼をおき，観察窓を強制冷却して蒸発ガスを吸着すると共に，円形透明石英板のシャッターが回転して円周上の 36 視野でシャッターの役目が果せるようにした。これで，1200°C 以上，長時間の観察，35 mm，16 mm シネの撮影も可能になった。写真 1 はこの高温顕微鏡の外観図で操作の

簡易，部品の整理にも注意して設計された。写真 2 は，珪素鉄の再結晶の進行を示すもので，デヒューズした線は観察前にあった結晶粒界の位置，シャープな線は現在の粒界の位置で，次々に結晶粒の成長して行くようすが示されている。

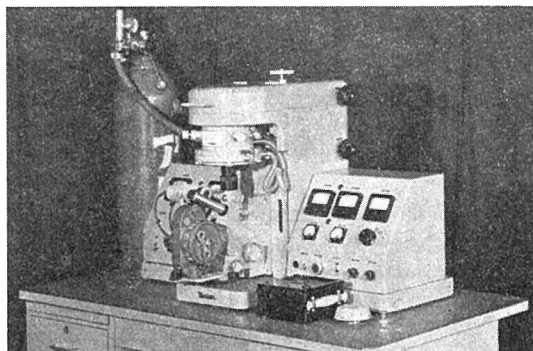
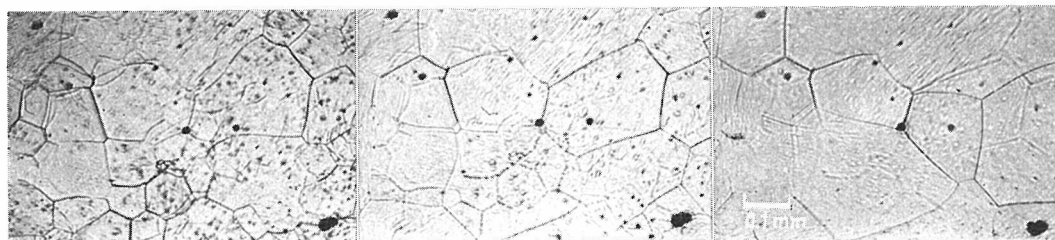


写真 1 高温顕微鏡の外観



a) 950°C 0分

b) 950°C 45分

c) 950°C 4時間

写真 2 a)~c) 珪素鋼の結晶成長

### 短 信

#### ◆ 海外出張 ◆

橋本所長はパリにおける世界冶金学会年次大会に出席，ドイツ国のシュトゥットガルト工科大学およびデュッセルドルフ研究活動協会で客員教授として講演，さらにイギリス・オーストリア各国の金属材料技術の実態調査のため 10 月 12 日出発した (11 月 23 日帰国の予定)。

第 3 部表面化学研究室長島岡五朗技官は AIME 主催

の金属学会および電気化学会議の秋期大会に出席のため 84 日間の予定をもって 10 月 6 日出発した。

第 3 部表面化学研究室山科俊郎技官は米国ブラウン大学物理学部にて金属の表面物理化学の研究のため 9 月の予定をもって 9 月 1 日出発した。

#### ◆ 研究報告第 3 巻第 3 号発行 ◆

金属材料技術研究所研究報告第 3 巻第 3 号がこのたび発行された。同号は 62 頁で掲載論文は 8 点である。

# 50~80kg/mm<sup>2</sup>級高張力鋼 (HT-50~HT-80) の溶接割れについて

高張力鋼の溶接割れの研究を第6部で行なっているが、割れ試験には小型鉄研式および小型リーハイ型割れ試験片を用いている。

これはいずれも 200×150 mm 角の板の中央に80mm長のスリット(溶接用溝)を切ったものであるが、小型鉄研式の場合にはこのスリットの型が y 型、小型リーハイ型の場合には U 型になっている。

これらの試験片を用いて溶接条件を変化して溶接時の冷却速度の変化に伴う割れ率の変化を求めた。その結果、各種の高張力鋼板と溶接棒の組合せについて、その組合せに特有な臨界冷却速度(その冷却速度以上では割れが急増する冷却速度)があることがわかった。

また今までの試験結果では小型鉄研式割れ試験は鋼材の溶接熱影響部に割れを生じ、小型リーハイ型割れ試験は溶接金属に割れを生ずることも明らかになったので、各種の高張力鋼板と溶接棒の組合せにつき図1に示したような3種

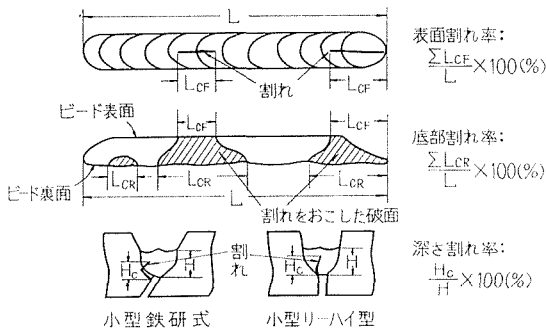


図1 各種割れ率の図解

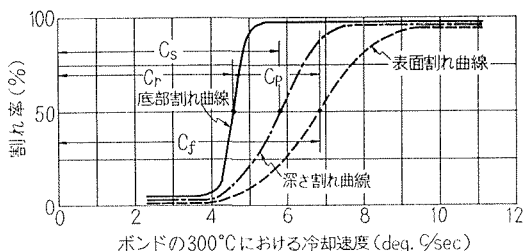


図2 割れ感受性判定諸量の図解

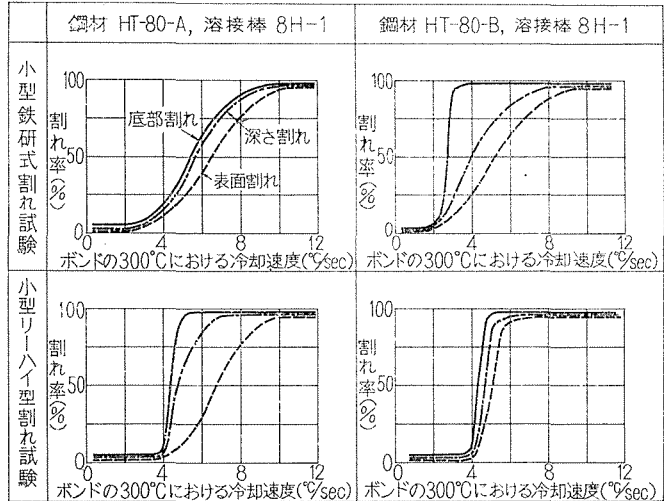


図3 HT-80の割れ試験結果の一例

類の割れ率を求め、図2に示したような割れ感度曲線をえがいて、この図に示した Cr, Cs, Cf および Cp の値を求め、次のような判定基準に従って高張力鋼板と溶接棒の割れ感受性を求めた。

- 鋼材の割れ発生感度をあらわす値
  - ..... 小型鉄研式の Cr の値
- 鋼材の割れ伝播感度をあらわす値
  - ..... 小型鉄研式の Cs, Cf, Cp の値
- 溶接棒の割れ発生感度をあらわす値
  - ..... 小型リーハイ型の Cr の値
- 溶接棒の割れ伝播感度をあらわす値
  - ..... 小型リーハイ型の Cs, Cf, Cp の値

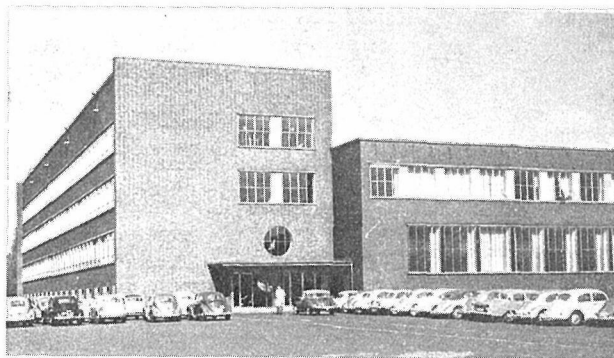
これらの値が小さいほど、割れの発生および伝播感度が高くなるわけであり、実際の溶接時には図2に示した割れ曲線が立ちあがる冷却速度(この場合には 4 °C/sec)以下の冷却速度を示す溶接条件で溶接施工すべきであることがわかる。

たとえば 80 kg/mm<sup>2</sup> 高張力鋼である HT-80-A および HT-80-B と HT80 用溶接棒である 8H-1 を組合せて行なった割れ試験結果を図3に示した。この場合には溶接棒が同じなので当然のことながら小型リーハイ型の割れ試験結果は大体同じ結果になっているが、鋼材の割れ試験である小型鉄研式の結果では HT-80-A の方が HT-80-B よりも割れ感受性が低い。図3の結果から HT-80-A 鋼は 8H-1 溶接棒よりも割れ感受性が低い、HT-80-B 鋼はその両者よりも割れ感受性が高いことが判定される。

# Max-Planck

## 鉄鋼研究所について

第4部 辻 栄 一



Max-Planck 鉄鋼研究所は Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaft e.V. に属する一研究所で、戦前は Kaiser Wilhelm 鉄鋼研究所と称せられた。同研究所は第2次大戦により破壊されたが、戦後復興された。その機構は次の通りである。(1960年7月現在)

所長 Prof. Dr. Oelsen 顧問 Dr. Wepner

研究室名	主な仕事	室長名
Chemie	残渣分析, ガス分析, 分光分析, 一般分析, 分析研究など	Prof. Dr. Koch
Elektronenmikroskopie	電子顕微鏡	Dr. Schrader
Kalorimetrie	カロリメーターによる各種の研究	Dr. Krisement
Korrosion	腐食, 防食など	Dr. Engell
Magnet-Labor	磁性材料, 粉末冶金など	Dr. Jellinghaus
Mechnik-Labor	クリープ	Dr. Krisch
Metallographi	光学顕微鏡および一般写真など	Dr. Nauman
Metallurgie	高温, セラミックなど	Dr. Fischer
Physikalische-Thermische-Labor	物理冶金など	Dr. Rose
Röntgen-Labor	X線回折など	Dr. Möller
Röntgenaußenstelle	X線による非破壊検査	Dipl.-Ing. Grimm
Schlackenstelle	スラグその他に関し	Prof. Dr. Trömel
Schwingungs-labor	疲労強度	Dr. Hempel
Technology	圧延, 引抜, 塑性加工など	Dr. Lueg
Theoretische Mechanik	静的強度など	Prof. Dr. Kochendörfer
Sonderaufgabe von Max-Planck-Gesellschaft	特別の問題について	Prof. Dr. Wever
Verwaltung	人事, 給与, 出納契約など	Dr. Weidemann
Werkstatt	試験片, 装置の製作	Klages

勤務時間は午前7時30分から午後4時30分で、その間昼食は午後0時~0時30分、午後0時30分~1時の2組に分かれて、所内の食堂です。昼の

休憩時間は原則としてこの30分間の食事時間だけのようである。午前9時前後に、若い人のため15分ぐらいの朝食の時間があるがサンドイッチなどを持参した人は適当に食べている。1週間の勤務日数は5日間で土曜、日曜は休みとなっている。

研究所の運営は、当材技研と同様にすべて伝票制度で行なわれている。図書室に閲覧希望の図書、雑誌がない場合には近くの Aachen 工大、または Bonn 大学などから取寄せてくれる。

給与は、推定であるが、研究所勤務の大学新卒者は、1ヵ月 600~650 D.M. (45,000円~49,900円)程度、短大程度の卒業者は、1ヵ月 400~450 D.M. (34,400円~38,700円)程度と思われる。ドイツにおいても研究所の給与は一般企業より低い。特に学位をとる前の大学卒の人には免税ならびに学生なみの定期的割引などの恩典がある。

研究所勤務の人員は1959年現在、総員270名、うち55名が学位をとるために働いている研究員であり、工作工場の人員は約40名である。

予算については非常に複雑なようだが、研究員の人から聞いたところによると、物理、化学というような基礎的研究は、Max-Planck-Gesellschaft が負担し、また国家的つながりのある研究、たとえば空気の汚染、ライン川の汚染などに関するような研究がもしあるとするならば、これについては国が負担する。応用研究については、たとえば Technology で行なう圧延などの研究は、Arbeitsgemeinschaft Walzwerktechnik が負担することであった。この場合 Tehnology の研究員は500 D.M (43,000円)までの研究に要する品なら、室長の許可のもとに研究員自身で購入ができるようになっている。人件費はすべて国が負担している。そのほか非常に多額の金を要するもの、たとえば研究庁舎の新築などは、Deutsch Forschungsgemeinschaft が負担している。

なお最後に研究所の感じとしては、非常に静か(ただし疲労試験室、工作工場などは別として)であり、所内外はいつもきれいに清掃され、清潔な感じで気持ちよく働ける思いであった。

(筆者辻技官は昭和34年8月から35年7月までの約1年間 Max-Planck 鉄鋼研究所で研究に従事した)

編集発行人 吉 村 浩  
 印刷 奥村印刷株式会社  
 東京都千代田区西神田

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)