

# 技研

## 1964

科学技術庁 金属材料技術研究所

# NO. 7

# ニュース

## 浮遊溶解炉

金属を完全に溶解するためには必ず坩堝又はポートなどの容器を必要とする。従って溶融金属と容器との間には大なり小なりの相互反応が起り、金属の汚染を防ぐことは出来ない。浮遊溶解法 (Levitation melting) はそうした汚染を防ぐ溶解法として開発されたもので、特殊な形状のコイルに交番磁界を造り、金属塊に浮揚力を与え、同時に加熱溶解を行うものである。

本装置の原理は図に示す如くで、高周波発振機により浮揚加熱コイルに電流を送り、金属塊を浮揚せしむるとともに溶解し、その上部に逆向きの電流を流したコイルを置いて溶解金属の安定をはかるものである。

本装置の主な仕様は次のようなものである。

1) 高周波発振機 周波数 200KCS, 最大出力 30kW。

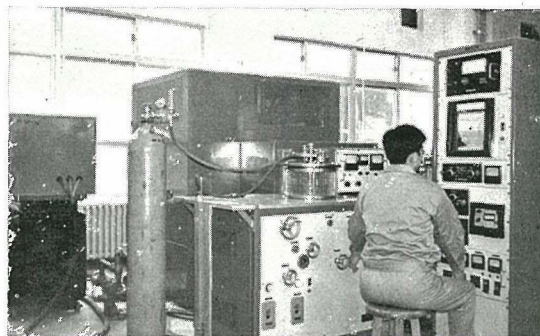
2) 温度制御および高周波定電流装置により 1,500°C 以上において ±10°C の精度で自動温度制御が可能である。

3) 真空 (到達真空度  $3 \times 10^{-5}$  Torr) 又は任意のガス中で溶解出来る。

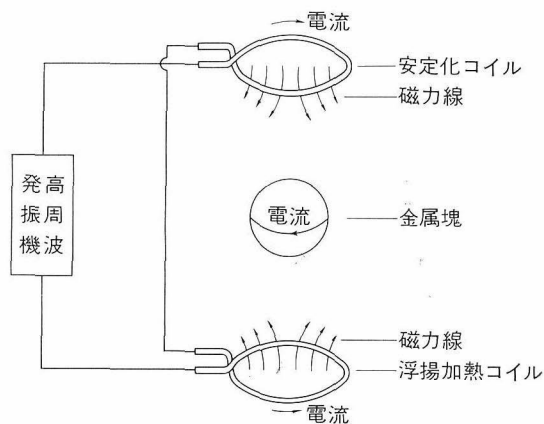
4) 1回の最大金属溶解量 20g(鉄), 連続溶解数は 6 個

5) 溶解可能な金属の種類は mpt 2977°C の Ta までにおける大部分の金属および合金。

本装置の主な用途は 1) 坩堝を使用しないで高融点又は活性金属合金の溶解および精製。2) 溶融



浮遊溶解炉



装置の原理図

金属とガスの相互反応、溶融金属と酸化物との相互反応などの高温における溶融金属の化学反応の測定、などである。

## 耐熱合金の進歩(10)

铸包み加工被覆した Mo のクリープ・ラプチャー強さにおよぼす 1150°C 加工度の影響

Mo を Nimonic90 合金で铸包んで、これを鍛圧加工する場合、加工温度としては 1150°C 附近が最もよい。加工温度が低すぎると高い硬度をもつ脆弱な Mo 合金層 (Mo と Nimonic90 との融着部) に、加工温度が高すぎると Nimonic90 被覆層に、いずれも割れが発生し易くなるからである。そこで加工温度を 1150°C とした場合その加工度は Mo のクリープ・ラプチャー強さに如何に影響するだろうか。

実験は 36%、64%、80% と加工度を変えたものについて、大気中 1000°C で行なわれた。その結果を図 15 に示す。この場合、応力は試験片に対して 3, 4, 5, 7, 10 kg/mm<sup>2</sup> の 5 通りで行ない、前回で検討したように、試験片断面中の Mo+Mo 合金層部に対する応力値に換算して示してある。この図から知られるように、加工度が 36% から 64% に増加するとラプチャー強さは向上するが、さらに加工度が 80% まで増加すると却って 36% 加工度の場合よりも劣った結果を示している。ところで各加工度に対する直線の傾斜をみると、加工度の大きなものは短時間ラプチャー強さを高める傾向があるが長時間試験ではその性能劣化が著しくなり、加工度の小さいものは短時間ラプチャー強さは低い長時間試験してもその性能劣化が少ない傾向を示している。そして更に低応力の試験を行なえば加工度の最も低い 36% のものが 64% 加工のものよ

り長時間ラプチャー強さが高くなる傾向をこの図は暗示している。

そこでラプチャー試験前の試験片の Mo の組織をみてみよう。写真 11a~c に示すごとく 1150°C の高温での加工でも Mo の結晶粒は明らかに加工度の増加と共に歪みが多くなっている。また 80% 加工のものには一部再結晶したとみられる細粒が存在している。すなわちこの加工処理は Mo に対しては必ずしも熱間加工とはいえず、熱冷加工に相当しているともみられる。ところで熱冷加工処理においては、クリープ・ラプチャー強さに対して最適加工度の範囲が存在し、あまり軽度の加工も強度の加工も好ましくないことが知られている。軽度の加工では歪強化作用が不十分であり、強度の加工では応力下長時間試験温度で保持中に再結晶軟化現象が進行する恐れがあるからである。事実写真 12 に示すごとく、80% 加工したものの 105 時間ラプチャー後の Mo 結晶粒は粗大化している。

以上の結果から 80% のような強加工は Mo の再結晶温度を低下させるので長時間ラプチャー強度には好ましくないが、長時間試験ならば一部残された歪強化作用でラプチャー強度は高くなる。そして長時間ラプチャー強度を向上させるには 1150°C で 40~60% の加工度が適当であることが判明した。

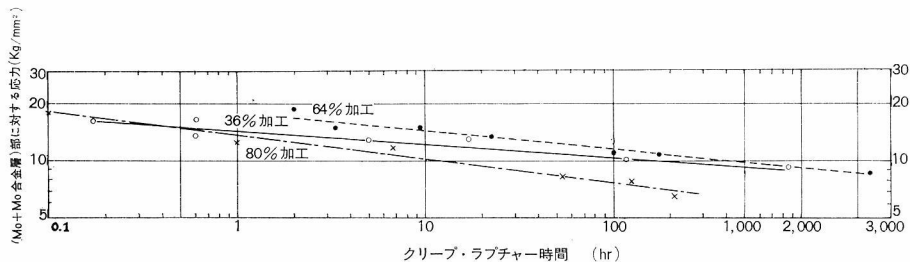
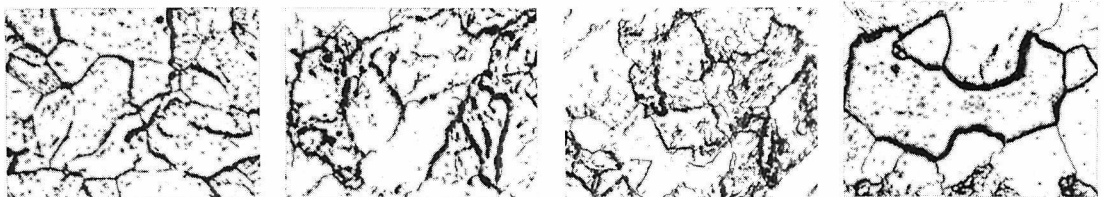


図 15 Nimonic90 合金で铸包み加工被覆した Mo 試験片の大気中 1,000°C クリープ・ラプチャー強さにおよぼす 1150°C 加工度の影響



a) 36% 加工

b) 64% 加工

c) 80% 加工

写真 11 a~c 1150°C 加工度による Mo の顕微鏡組織 (×600×4/5)

写真 12 1150°C—80% 加工した Mo の 1000°C—105 時間ラプチャー後の顕微鏡組織 (×600×4/5)

# オキシ三塩化ニオブの二、三の熱化学的性質

塩化物およびオキシ塩化物の熱化学的諸性質を明らかにすることは、塩素や金 (Chlorine Metallurgy) などに関連して基礎的に重要なことであるが、この方面の研究はいまだ少なく、今後のそれに待つところが多い。

金属化学第1研究室では、ニオブ、モリブデンの塩素や金に関する化学的研究の一環として、オキシ三塩化ニオブ ( $\text{NbOCl}_3$ ) および五塩化モリブデンなどの二、三の熱化学的性質を求めたので、ここでは  $\text{NbOCl}_3$  についての研究結果のあらましを述べる。

純粋に合成した  $\text{NbOCl}_3$  についてその蒸気圧をスプリングマンメータを用いて測定した。その結果は図1の  $P_T$  のようである。 $\text{NbOCl}_3$  は昇華すると同時に  $5\text{NbOCl}_3 = 3\text{NbCl}_5 + \text{Nb}_2\text{O}_5$  なる分解反応を起こすので、 $P_T$  は昇華と分解との合成圧であることがわかった。そこで、さらに昇華圧 ( $P_{sub}$ ) と分解圧 ( $P_{dec}$ ) とをそれぞれ求めた。図1のA点における固相部分を系外に除去して、気相部分の蒸気圧を測定した結果は図1の  $P_c$  のようである。 $P_c$  から  $\text{NbCl}_5$  の熱膨張による蒸気圧を差し引いたものが  $P_{sub}$ 、 $P_T$  から  $P_{sub}$  を差し引いたものが  $P_{dec}$  となり、これらを示すと図1のようである。

いま、 $\log P_T$ 、 $\log P_{sub}$  および  $\log P_{dec}$  と  $1/T$

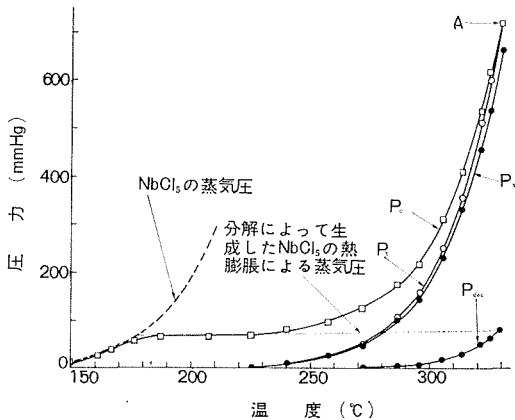


図1  $\text{NbOCl}_3$  の  $P_T$ 、 $P_{sub}$  および  $P_{dec}$

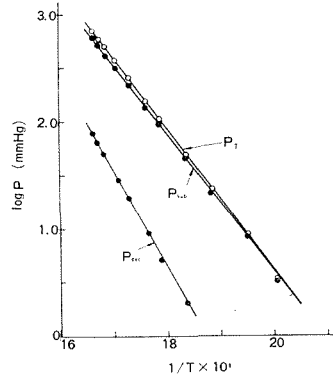


図2  $\log P_T$ 、 $\log P_{sub}$  および  $\log P_{dec}$  と  $1/T$  との関係

との関係を示すと図2のようであり、 $P_T$ 、 $P_{sub}$  および  $P_{dec}$  はそれぞれつぎのように表わされる。

$$\log P_T(\text{mmHg}) = 13.93 - 6667/T \quad (225 \sim 329^\circ\text{C})$$

$$\log P_{sub}(\text{mmHg}) = 13.35 - 6349/T \quad ( \quad )$$

$$\log P_{dec}(\text{mmHg}) = 17.30 - 9264/T \quad ( \quad )$$

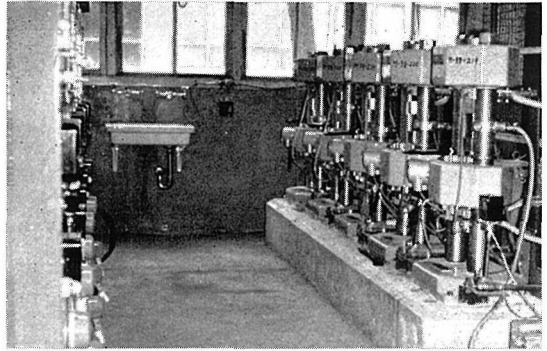
したがって、これらの式から下記の反応に関する自由エネルギー ( $\Delta G^\circ$ )、エンタルピー ( $\Delta H$ ) およびエントロピー ( $\Delta S$ ) を求めるとそれぞれつぎのようである。

(1)  $\text{NbOCl}_3(\text{s}) = \text{NbOCl}_3(\text{g})$  に対しては、  
 $\Delta G^\circ_{sub} = 29.1 \times 10^3 - 47.9T \text{ cal/mol}$   
 $\Delta H_{sub} = 29.1 \times 10^3 \text{ cal/mol}$   
 $\Delta S_{sub} = 47.9 \text{ cal/deg} \cdot \text{mol}$

(2)  $5\text{NbOCl}_3(\text{s}) = 3\text{NbCl}_5(\text{g}) + \text{Nb}_2\text{O}_5(\text{s})$  に対しては、  
 $\Delta G^\circ_{dec} = 127.1 \times 10^3 - 198.0T \text{ cal/5mol}$   
 $\Delta H_{dec} = 127.1 \times 10^3 \text{ cal/5mol}$   
 $\Delta S_{dec} = 198.0 \text{ cal/deg} \cdot 5\text{mol}$

(3)  $5\text{NbOCl}_3(\text{g}) = 3\text{NbCl}_5(\text{g}) + \text{Nb}_2\text{O}_5(\text{s})$  に対しては、  
 $\Delta G^\circ_{dec} = -18.1 \times 10^3 + 41.6T \text{ cal/5mol}$   
 $\Delta H_{dec} = -18.1 \times 10^3 \text{ cal/5mol}$   
 $\Delta S_{dec} = -41.6 \text{ cal/deg} \cdot 5\text{mol}$

## 熱疲労試験機



金属材料の温度が変化すると膨張または収縮を起こすが、その時材料の自由な膨張または収縮が妨げられると、材料には圧縮または引張の熱応力が発生する。したがって各種の熱機関に使われている材料のように、その温度がしばしば変動する場合には、熱応力も変動しそのため熱疲労現象を起こす。本試験機はこのような温度変動下における熱疲労試験を行なうことを目的としている。耐熱合金材料の高温強さを評価する方法としては温度一定のクリープ試験が行なわれているが、温度が変動するような条件下で使用される耐熱合金材料に対しては、この熱疲労試験も行なう必要がある。本研究においては、まず熱疲労試験法を確立し、耐熱合金材料の熱疲労データを集積すると共に、その特性を明らかにすることを目的として熱疲労の総合的研究を行なっている。

本試験機は試験機本体、加熱電源装置、熱サイクル制御装置、記録装置および空気圧縮機などからなり、その概要はつぎのとおりである。

(1) 試験機容量：荷量 5ton

- (2) 試験片形状：中実棒試験片  
平行部寸法 7mm $\phi$ ×10mm
- (3) 使用温度範囲：100～1300°C  
常用 300°～1,000°C
- (4) 加熱冷却法：直接通電加熱および圧縮空気の吹付け
- (5) 加熱冷却速度：100°～1,300°Cをそれぞれ10sec～1min 調節可能
- (6) 上限設定範囲：300°～1,300°C(連続)(設定感度：5°C以内)
- (7) 下限設定範囲：100°～1,300°C(連続)(設定感度：5°C以内)
- (8) 上下限温度調節精度：±10°C(室温変動を含む)
- (9) 自動記録：温度および荷重

### 短 信

- ◇ 4月26日に欧州に出張した荒木製造冶金研究部長は、約1ヶ月半にわたる各国の連続鑄造技術の研究状況視察およびドイツにおける鉄鋼の鑄造、加工冶金の基礎研究と応用研究との協力等の調査研修を終えて6月8日に帰国した。
- ◇ 5月17日に欧州に出張した橋本所長はドイツ金属学会大会およびロンドンで開催された第6回金属表面処理国際会議に出席し、欧州各地の主として鉄鋼関係の研究状況調査を終えて6月17日に帰国した。

- ◇ 昭和38年度受託研究は11テーマ受託し、内容はつぎのとおりであった。  
低炭素鋼板の材質改善、高炭素鋼の圧延性、特殊ブリケットを用いたステンレス鋼の溶製、高張力鋼、超高張力鋼板、リンクチェーンおよび薄板のショット溶接部の疲労強度、キャビテーション防止を目的とした高速流水腐食、高張力鋼の溶接割れ防止および原子炉構造用鋼溶接部の非破壊検査結果と機械的強さの関連性に関する研究を実施した。

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300番地  
電話 目黒(712)3181(代表)