

金材技研

1978

科学技術庁

NO. 3

ニュース

金属材料技術研究所

鉛精鉱の懸濁直接電解

現在の非鉄製錬は、環境汚染の防止、生産性の向上、製錬費の低減など多くの点に関して一つの転換期にあり、さらに海外鉱依存の問題を基本的に解決するためには、国内に於てすぐれた製錬技術を開発して技術輸出を計らなければならない。

製錬研究部では、懸濁系の反応に関する基礎研究を継続して進めるとともに、その応用として金属や硫化物の懸濁系を用いて電解する新しい電解法の研究を進めた。その結果、さきに硫化鉛精鉱の直接電解製錬技術としてこのような電解法を組込んだ製錬フローシートを提案したが（本ニュース1976年11号）、その線に沿った研究が現在も進められている。

従来の鉛製錬法はいろいろあるが、基本的には焙焼—焼結、熔解—還元、電解精製の工程を必要とし、亜硫酸ガスや鉛ダストを含む廃ガス処理や

有害な珪弗酸電解液の使用などの問題をかかえている。

これに対して新しく提案された鉛製錬法は、浮遊選鉱から来た硫化鉛精鉱をそのまま、塩化ナトリウム溶液を用いた電解液に投入、攪拌して（写真1・右上方に2槽）これを懸濁陽極液とする。この陽極液をポンプ（右上方）により円筒型の直接電解槽（中央右より：外径29cm、高さ50cm）の中の陽極室に送り、ここで陽極酸化により塩化鉛と単体硫黄を生成させる。この陽極室排液を冷却槽（左方）で冷し塩化鉛の結晶を成長させたのち、揺動テーブル（写真2）によって粗塩化鉛（白色）と単体硫黄（黒色）を分離し、溶液は銀回収、不純物除去ののち循環使用する。粗塩化鉛は精製後陰極液槽（写真1・右下）に投入される。陰極液は電解槽—陰極液槽を循環し、陰極室中で純鉛を採取する。

現在、200アンペア程度の電流により部分的な実験、改良を進めているが、将来はさらに電流を高めて連続電解を行う予定である。

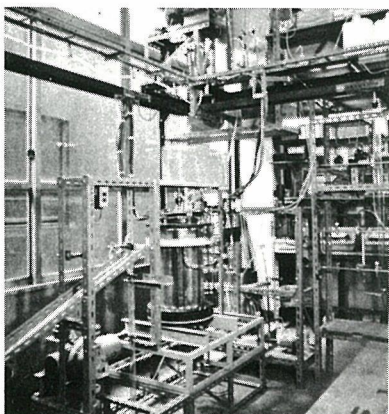


写真1 実験設備

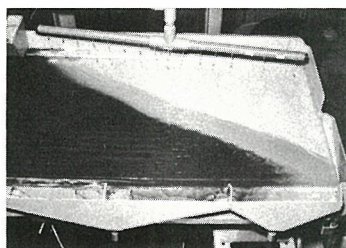


写真2 選鉱中の揺動テーブル

30%クロムステンレス鋼の475℃脆化による破壊

鉄鋼材料研究部では各種ステンレス鋼についてそれらの性質改善に関する研究を行っている。ステンレス鋼のうちオーステナイト系ステンレス鋼は応力腐食割れ感受性が高く、原子炉部品の事故などでしばしば問題になっている。これに対し高純度高クロムフェライト系ステンレス鋼は応力腐食割れに強い反面各種の脆性が存在し、この鋼を使用する際の大きな障害になっている。そこでまず30%クロム鋼の475℃脆化挙動について研究を行った。

この脆性は500℃附近で加熱するとクロムの低い成分と高い成分の2相に分解するために生じるもので、その結果降伏強さが増加し、すべり変形様式が変化し、変形双晶が生じ易くなって脆くなる。引張変形の場合、絞り値が脆化によって焼なまし状態のその $\frac{1}{2}$ に低下するときの試料の降伏強さ（臨界降伏強さ）は図に示すように結晶粒径 d の $\frac{1}{2}$ 乗と直線関係にある。そしてこの臨界降伏強さは双晶の発生と直接的な関係がある。しかし少くとも脆化の初期には双晶が発生するとすぐに不安定破壊が起るのではない。降伏強さが時効によって増加し、荷重—伸び曲線での双晶発生による最初の急激な荷重低下をもたらす応力より高く

なっているのはじめて写真に示すような粒界マイクロクラックが発生する。矢印1はクラックで、矢印2は変形双晶である。このようなクラックが発生しても全体的な破壊条件はまだ満足していないために破断は起らない。降伏強さが低いときには双晶が発生しても双晶による応力集中がすべりによって解放され易いためにマイクロクラックは殆んど発生しない。不安定破壊はこのような粒界マイクロクラックがへき開クラックによってつながることによって起る。したがって破面を観察すると、大部分がへき開で一部に粒界クラックが見られる破面となる。このように脆化は正確には双晶のほかに降伏応力、結晶粒度、変形様式等を含めた破壊条件によって定まる。

結晶粒度を微細にすれば前に述べたように臨界降伏強さが増加するので、溶接後や加熱後の材料の冷却条件が緩和されるであろう。たとえば炭素や窒素は適当な条件を選べば析出物の効果によって結晶粒を小さくすることができるが、窒素の場合は高温に加熱するとかえって結晶粒を粗大化させ脆化を促進することが知られている。これらの現象を整理して、合金成分の面のみならず、各種処理法をも通じて、高クロムフェライト系ステンレス鋼の結晶粒微細化をはかることは475℃脆性の緩和を含めた各種性質の改善に重要であると考えられ、それらの諸点について更に研究を進めている。

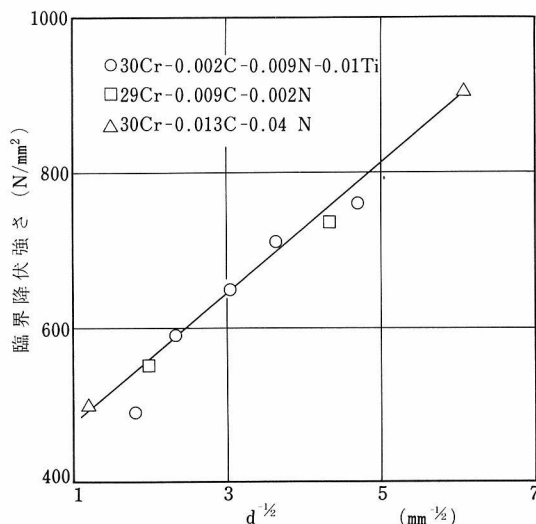


図 脆化の臨界降伏強さと結晶粒径の関係

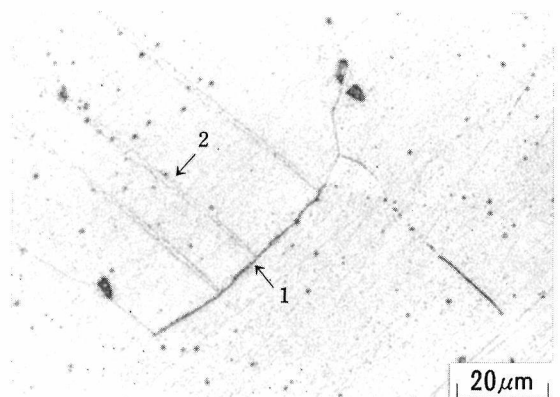


写真 粒界マイクロクラックと変形双晶

480℃ 100hr 時効

イオンプレーティングによるモリブデンの窒化ケイ素被覆

核融合炉第一壁は炉心プラズマとの相互作用により種々の表面損傷をこうむる。その結果プラズマに混入する不純物は、放射損失によるプラズマの温度低下をもたらす。このプラズマ汚染の原因となる不純物元素は、軽元素ほどその影響は小さい。そこで耐熱性の低原子番号のセラミック材(窒化物、炭化物など)の第一壁への応用が注目されている。これらの点を考慮して、**原子炉材料研究部**では、モリブデンの窒化ケイ素被覆材を研究している。この材料は核融合炉以外に、モリブデンを高温で使用する場合の耐酸化性被覆材として適用できることが期待される。被覆法は、活性化イオンプレーティング法によったが、本法は化学蒸着法などと同様に気相メッキ法であり、スパッタリング、プリスタリングなどにより損耗した核融合炉第一壁内面を運転中に修復、再生させ得る方法としても期待がもたれている。図は用いたイオンプレーティング装置を示している。電子ビーム加熱により蒸発したシリコンは窒素源として導入したアンモニアガスと共に、高周波グロー放電中で活性化される。プラズマ化学反応により生成した窒化ケイ素は直流負電圧を印加したモリブデン基板上に皮膜として析出する。写真は被覆材の皮膜の破断面を、表はおもな被覆条件と得られた皮膜の組成分析結果を示している。この方法で得られた窒化ケイ素皮膜は非晶質であり、1400℃以上で結晶化する。オージェ電子分光、赤外線吸収スペクトルなどにより、窒化ケイ素が生成していることが確認された。シリコンを蒸発させるための電子ビームが、蒸発したシリコンやアンモニアガスの活性化にも大きく寄与している事を明らかに

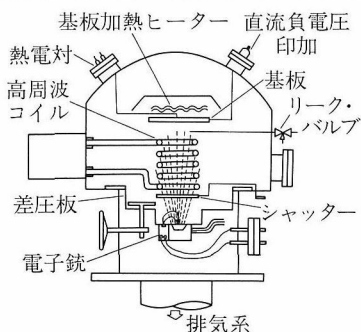


図 イオンプレーティング装置

し、毎分約1 μ mの速い速度で、化学量論組成に近い窒化ケイ素をモリブデン基板上に被覆することができた。得られた被覆材は、高温耐酸化性材料としての性能を試験するために、熱天秤を用いて、酸化試験を行ない皮膜と基板との密着性、皮膜の欠陥について検討した。約1200℃までモリブデン基板の酸化が抑制されるが、試験後の皮膜面にしばしばピット状の微細な欠陥が観察された。モリブデンは酸性溶液中で、モリブデンブルーの特異な呈色反応を示すが、これを利用して、エレクトログラフ法により皮膜中のピンホールの検出ができる。基板のモリブデンまで達するピンホールは、窒化ケイ素皮膜が10 μ m以上になると著しく減少するが、全くピンホールを含まない皮膜を得るのはかなり難かしく、下地の前処理などを検討する必要がある。

今後更に炭化ケイ素など他の軽元素セラミック被覆材を含め、第一壁材料、高温耐食性材料への適用性を研究していく予定である。

電子銃 出力(KW)	反応圧力 (m Torr)	高周波 出力(W)	化学組成 (Wt%)			
			Si	N	O	C
1.0	9.0	190	49	45	0	5.9
1.2	5.0	150	97	2.6	0	—
1.5	5.0	150	68	29	1.0	2.0
2.0	15.0	210	51	42	3.0	4.0
1.8	8.0	220	59	39	1.0	2.0

表. 窒化ケイ素皮膜の被覆条件および組成

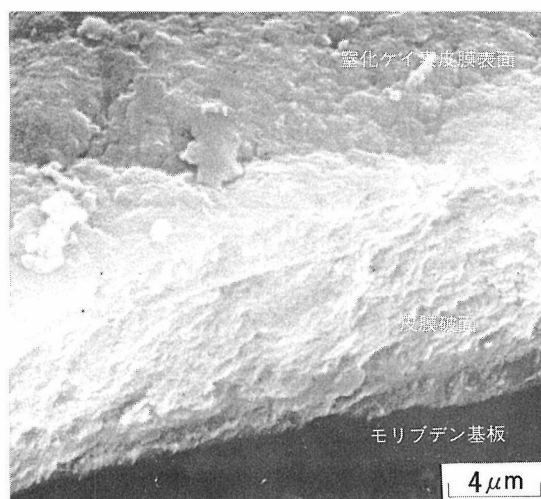


写真 モリブデンの窒化ケイ素被覆材破断面の走査電顕像

【出願公開発明の紹介】

鋳造用水溶性中子

特開 昭52-50923

昭和52年4月23日

アルミニウム合金のような低融点の軽金属類の精密鋳造に使用される水溶性中子の改良に関するもので、不溶性耐熱粒子を骨材とし、水溶性粘結剤で硬化させるため従来のものより製造が容易である。また骨材、粘結剤は回収し再利用できるため水質汚濁の防止、省資源に役立つ。

焼結鍛造用含クロム低合金鋼

特開 昭52-60207

粉及びその製造法

昭和52年5月18日

表層が多孔質で内部が密な形態を有し、成形性、圧縮性に優れた焼結鍛造用含Cr低合金鋼粉及びその製造法に関するものである。この発明による原料粉は噴霧法により製造されるが、低圧、低水流で噴霧されるため、Fe基高密度焼結機械部品用原料粉を安価にすることが期待できる。

鋳造用水溶性鋳型

特開 昭52-61126

昭和52年5月20日

基材として高純度アルミナの耐熱性粒子を用い、粘結剤としてアルミン酸ナトリウムまたはアルミン酸カリウムの1種または2種を添加し、成形性を得るため適当量の水を含有させた後、乾燥硬化させることを特徴とする鋳造用水溶性鋳型。この発明による鋳型は、型ばらし、中子の除去が容易になるためコストが低下し、更に粉塵、騒音、振動及び産業廃棄物問題等の解決に寄与する。

金属板の電磁気特性試験方法

特開 昭52-62073

および装置

昭和52年5月23日

主磁束が板面にほぼ垂直に作用する状態で使用に供される金属板の電磁気特性の試験方法および装置。キャン材料の特性の測定には従来、大型供試金属板が要求されたが、この発明を用いれば、

取扱いが簡単でしかも小型試料(2~12cm²)で特性の測定ができる。

繊維強化型鉄基複合材料の製造方法

特開 昭52-71310

昭和52年6月14日

粉末冶金法を用いて鉄基不均質合金をつくり、これを強加工し、必要があれば熱処理することによって強度の高い合金相と延性、じん性に富む相から成る繊維強化型鉄基複合材料を製造する方法。従来の方法より簡単に、しかも種々の物理的、機械的性質をもった複合材料が製造できる。

ジャイアントパルスレーザー光による溶融物質の直接分析装置

特開 昭52-72285

昭和52年6月16日

溶融物質にジャイアントパルスレーザー光を集光、照射部から発生する励起光を分光器へ導いて溶融物質を直接分析する装置。従来、レーザー光による溶けた鉄の中の炭素分析で問題のあった分析精度を向上させ、直接迅速分析を可能とする。

複合法によるNb₃Sn超電導材

特開昭52-127195

の製造法

昭和52年10月25日

SnとZnを含むCuまたはAgの合金と、NbあるいはNb合金との2種を構成要素とする複合体を線引、圧延等の方法により線状に加工したのち熱処理によってNbあるいはNb合金の周囲にNb₃Sn化合物層を生成させることを特徴とするNb₃Sn超電導線材の製造法。同線材の加工特性及び超電導特性の向上に寄与する。

ねずみ鋳鉄の鋳造法

特開昭52-136824

昭和52年11月15日

この鋳造法は、砂型を使用し、鋳鉄の溶解昇温速度の調節と接種剤の添加により共晶黒鉛の発生を防止すると同時に、材質的にも優れたA型片状黒鉛をもったねずみ鋳鉄を提供する砂型鋳造用鋳鉄の鋳造法である。

◆短 信◆

●人事異動 昭和53年1月16日付

退職 管理部庶務課長 田井直照
併任 管理部庶務課長 榊原賢二(管理部長)
昭和53年2月1日付
配置換 管理部庶務課長 松原勝定(無機材質研究所管理部総務課長)
併任解除 管理部庶務課長 榊原賢二(管理部長)

配置換 越川隆光(管理部材料試験業務課長)

無機材質研究所管理部総務課長

昇任 管理部材料試験業務課長 影山富恵
(科学技術庁原子力局専門職)

●海外出張

福島敏郎 腐食防食研究部第3研究室長
東南アジア地域における金属の腐食に関する研究調査のため昭和53年2月25日から昭和53年3月12日までインドへ出張した。

通巻 第231号

編集兼発行人 保坂彬夫
印刷 株式会社三興印刷
東京都新宿区信濃町12
電話 東京(03)359-3811(代表)

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 東京(03)719-2271(代表)
郵便番号 153