

金材技研 1975

科学技術庁

NO.1

ニュース

金属材料技術研究所

新年のごあいさつ

所長 理博 河 田 和 美

1975年の年頭にあたり謹んで新年のおよこびを申し上げます。

顧りみますと昨年は激動の年といわれ、これを科学技術の面からみますと、一方にはエネルギーや資源の安定確保の問題、他方には環境・安全など国民の日常生活に直結した問題などがあり、これらの解決が強く要望されました。

将来のエネルギー源は多様化されるといわれ、石油エネルギー、原子力エネルギーをはじめとして、太陽エネルギーや水素エネルギーの利用も研究の対象といわれております。これらのエネルギー開発、利用装置に用いられます金属材料としては、たとえばウラン濃縮遠心分離機の回転胴体に用いられる超強力材料、増殖炉、高温ガス炉、核融合炉などにおいて、強い放射線照射、或は特殊雰囲気のもとで、しかも高温で使用する耐熱材料、又強い磁場を発生させたり電力輸送に用いる超電導材料などいろいろの新材料があり、当研究所はこれら新材料開発のための研究に勢力を注いでおります。

地球上の金属資源には限りがあるため、その製錬にあたっては収率を高めたり、低品位鉱や複雑鉱の利用など利用効率を高めると共に利用資源を拡大し、又一方使用済み金属の再利用技術の開発などいろいろな技術の開発が必要といわれております。そこで当研究所では銅やニッケルなどについて新しい懸濁直接電解製錬技術の開発や、還元

鉄や鉄鋼スクラップを対象とした連続溶解製錬技術の開発などにも努めております。

さらに鉄道車輛・自動車・橋梁、高压容器などの様に繰返して応力のはたらく機器や、ボイラー・タービン・化学装置の様に高温高压下や腐食性の環境で

はたらく装置の安全性に関連して、材料の疲れ特性、クリープ特性、腐食特性などのデータを多くの国産材料について集積しておくことが是非必要であります。これらのデータは機械装置の設計に当って材料の選定やその加工法をきめる上で、またその安全性を確保するためきわめて重要なものでありますから、私共は国産材料の各種のデータシートの作成に努力しております。

金属材料は産業技術の基盤でありますので私共の生活に密着した問題から先端技術・未来技術の分野まで金属材料の広い分野にわたって当研究所では研究を進めております。

新しい年を迎えて所員一同は最大の努力と熱情をかたむけて研究にまい進しておりますので何とぞ相変らぬご指導とごべん撻をお願い申し上げます。



非晶質Ni-Fe合金の強磁性

金属や合金における非晶質の研究は1950年代から行われているが、最近になって非晶質合金が新しい金属材料としていろいろ注目を集めている。ここでは非晶質磁性体について金属物理研究部で行っている研究を紹介する。

非晶質でも強磁性体になる可能性を初めて予言したのは Gubanov (1960年)であったが、強磁性の出現条件には結晶構造が関係していないので、非晶質状態でも強磁性が現れて不思議はないであろう。その後数年たってから実例が提出され始めている。現在まで共晶合金系の非晶質磁性体に関する研究が多いので、当研究部では固溶合金系で、しかも比較する結晶質の磁気量が最も良く知られている面心立方型のNi-Fe合金を選んで研究している。

非晶質体の作成法としてはいろいろの方法が提唱されているが、急速冷却法の中で最も高速の冷却が得られて、純金属の場合でも非晶質体が出来やすい蒸気急冷法を採用した。これは液体ヘリウムや液体窒素を用いて冷却した下地の上に真空蒸着を行って薄膜状の非晶質体を作成する方法である。

蒸着原料としては50~100% Ni-Fe合金を用い、液体窒素により冷却したガラスまたは石英下地(いわゆる下地温度は100~150 K)の上に、蒸着中真空度 $2\sim 3\times 10^{-5}$ Torr および蒸着速度 $20\sim 40\text{\AA}/\text{sec}$ の条件下で、膜厚範囲 500~2000 \AA の試料を作成した。

実験としては、まず試料が非晶質になるかどうか、

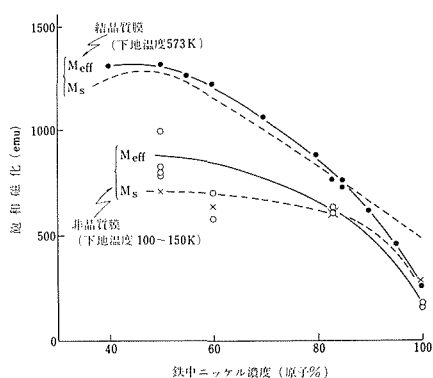


図1 非晶質Ni-Fe合金の飽和磁化。(M_{eff}:強磁性共鳴による測定値, M_s:磁力計による測定値)。比較のため結晶質の場合も示してある。

また非晶質の場合にはその強磁性は結晶質に比べてどのように変化するかを調べた。最初に蒸着後から室温までの電気抵抗の温度変化を連続的に測定して、室温以下での非晶質-結晶質変態の有無を確認した。この変態がおこると急激な抵抗減少を生ずる筈であるが、これらの試料ではいずれも急激な抵抗変化は認められなかった。またその抵抗の温度係数は通常が多結晶体のそれより数倍大きかった。次に室温で電子線回折を行った結果、非晶質に特徴的なハロー図形であることがわかった。このようにしてこれらの試料では非晶質が室温で安定に存在することが確認されたので、その磁性について強磁性共鳴、スピン波共鳴、試料振動型磁力計による飽和磁化、などの測定を行なった。

結晶質の磁気量と比較して、g因子はほとんど変わらないが、図1に示したように有効磁化 M_{eff}も飽和磁化 M_sも減少している。しかし83%Ni附近を境にしての非晶質体の M_{eff}と M_sの大小関係は、結晶質の場合と同一傾向であり、これは磁気弾性効果が支配的であることを示している。スピン波共鳴では磁場間隔が Kittelの自乗則に従う試料もいくつか認められたが、図2に示したように一般に共鳴巾は広がり、共鳴曲線の形がくずれて非対称となり、吸収強度の解析は困難であった。これらの現象は、非晶質磁性体に特有な現象であり、構造的不規則に基づく磁気量の偏差が多いと考えれば説明できる。

非晶質強磁性体の中には、磁気バブル材料として最近注目されているものもあり、これら材料の開発には非晶質磁性の基礎の確立が急務であろう。

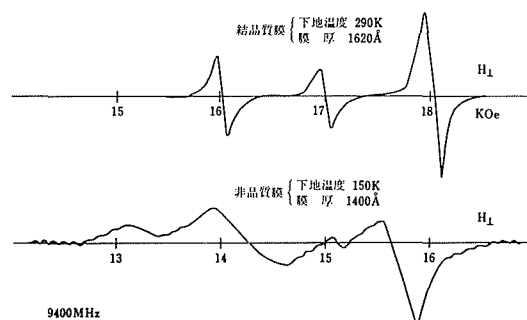


図2 非晶質50%Ni-Feのスピン波共鳴。比較のため結晶質の場合も示してある。

高純度ニッケルおよびコバルト中の微量酸素の定量

金属中に固溶した酸素あるいは析出酸化物は金属の物理的、化学的特性に大きな影響を与える不純物である。

電子管材料用として使用される高純度ニッケルや、ゾーン精製した高純度ニッケルやコバルト中に含有される微量酸素はその材質の物理的特性に大きな影響を与えるが、これらの高純度金属中の酸素は10ppm以下であるので、微量酸素の定量法の確立が必要になってきた。

金属化学研究部では、真空融解法による金属中の微量酸素の定量法について研究を行ってきた。この方法は標準的方法といわれ、精度が良くしかも感度の高い方法であるが2 ppm前後までの酸素を精度よく定量するためには、さらに次の4つの問題を検討する必要がある。(1)感度、(2)表面処理、(3)るつぼ類からのブランク値、(4)金属などを使用した迅速で正確な酸素抽出の問題である。

第1の感度の問題は試料を2 g以上採取することにより、第2の表面処理の問題は電解研磨法を利用することにより、第3のブランク値の減少は高純度黒鉛のるつぼを使用し、新しい方法であるシリコンを添加する方法により解決できた。次に金属浴の検討であるが、従来用いられている鉄浴法または金属浴を用いない空浴法などで、試料2 g以上使用すると試料を投入するにしたがって低値を与え、しかも精度が悪いことが分った。この傾向は空浴法では特に著しかった。そこで新しく16~20メッシュの粒度のカーボンチップを用いる方法

を検討し精度よく定量できることを確かめた。抽出温度をニッケルの場合には1750°C、コバルトの場合には1700°Cとして定量した結果の平均値を図1、2に示す。図1にはニッケルの場合の鉄浴法、空浴法の抽出温度を検討した結果も示してある。

鉄浴法では、1570°Cで最も高い酸素定量値を示したが、その値でも本法に比べて低く、しかも精度が悪い。また空浴法ではいずれの抽出温度とも低値を示した。コバルトについても、ニッケルの場合と同じく鉄浴法、空浴法について抽出温度と定量値の関係を求め、その結果を図2に示した。鉄浴法で、1550°Cの抽出温度で行った値は本法による値とよい一値を示したが、精度は悪く、変動係数で30%以上ばらついた。また空浴法はいずれの抽出温度とも低い値を示した。

本法によるくりかえし精度は、酸素含有量7.6 ppmの電解ニッケルで変動係数にして5.5%、ゾーン精製したニッケル(酸素含有量:2.2ppm)、およびコバルト(酸素含有量:7.5ppm)の試料で変動係数はそれぞれ7.7%、9.4%であった。他の試料でも10%以内の精度で定量できた。

しかし、鉄浴法、空浴法とも上述のような10 ppm以下の試料では定量不可能であった。本法は試料中の酸素の偏析などを考慮すればガス分析の精度としては十分と思われる。

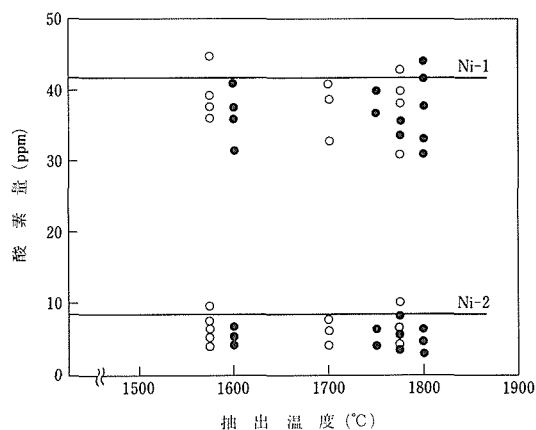


図1 高純度ニッケル中の酸素定量
鉄浴法(白丸), 空浴法(黒丸), 本法の平均値(直線)

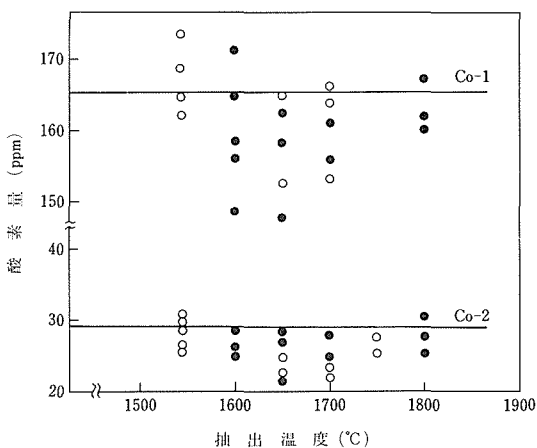


図2 高純度コバルト中の酸素定量
鉄浴法(白丸), 空浴法(黒丸), 本法の平均値(直線)

1974年外国人訪問者

●アメリカ (21名)	3月23日	Dr. H. C. Feng, Univ., Pennsylvania Inst., Genecologic Research.	
	3月26日	Dr. J. D. Livingston, G. E. Corp.	
	3月30日	Dr. A. A. Tzavaras, Republic Steel Corp. Research Center	
	4月30日	Dr. B. W. Robert, Director, Superconductive Materials Data Center, G. E. Corp.	
	5月15日	Mr. T. F. Kearns 外2名, 国防省	
	5月17日	Dr. R. D. Blaugher, Westinghouse Research & Development	
	6月3日	Dr. A. C. Haven, デュボン日本支社	
	6月11日	Prof. R. Green, The Johns Hopkins Univ.	
	8月8日	Dr. R. L. Strombothe, Department of Transportation USA.	
		同	Mr. D. C. Foster. A E C
	8月10日	飯井政博, Northwestern Univ.	
	8月17日	Prof. B. Avitzur, Director, Inst, Metal Forming, Lihigh Univ.	
	8月19日	Dr. O. Johari, Illinois Inst., Technology	
	8月26日	Prof. W. S. Owen, MIT	
		同	Dr. S. T. J. Peng, Jet Propulsion Lab., California Inst., Technology
	8月30日	Dr. K. L. Jerina, MTS Systems Corp.	
	9月3日	Prof. R. F. Soohoo, Univ., California	
	9月28日	Mr. P. W. Ramsey, Manager, Welding & Development, A. O. Smith Co.	
	11月15日	Prof. M. C. Flemings, MIT	
	11月21日	Mr. M. Korshinsky, Union Carbide Corp.	
●韓国 (13名)	2月14日	李瑣再, コロンボ計画による科学技術庁職員の研究	
	8月30日	海外技術者研修協会の韓国人技術研修生12名	
●西ドイツ (6名)	2月5日	Prof. U. Gonser, Univ., Saarlandes	
	3月4日	Dr. Koch, August Thyssen-Hütte AG.,	
	3月22日	Dr. B. Pamplin, Bath Univ.	
	9月27日	Prof. H. Hoffmann, Univ., Regensburg	
	10月30日	Dr. D. Blind, Univ., Stuttgart 外1名	
●カナダ (5名)	7月15日	Prof. Dr. Lu. McMaster Univ. 外3名	
	8月8日	Prof. S. Saimoto, Queen's University	
●中国 (5名)	12月23日	李東英, 中国金属学会冶金部, 外4名	
●ソビエト (4名)	2月26日	Dr. A. J. Krasowsky, 材料強度研究所 (キエフ), 外1名	
	7月31日	N. M. サマーリナ, モスコウ中央鉄鋼研究所	
	8月1日	Mr. Lachkov, モスクワ国立機械工業研究所	
	11月28日	Dr. N. I. Ivanovich バイコフ名称冶金学研究所 外1名	
●オーストラリア (3名)	1月7日	Dr. T. R. A. Darey, 豪州政府機関 C. S. I. R. O	
	3月25日	Mr. Jaeger. C. S. I. R. O.	
	6月25日	H. J. Gardner, C. S. I. R. O.	
●スイス (3名)	3月28日	Dr. E. Meyer, Univ., Lausanne, Inst., Physique Experimentale	
	8月27日	Mr. R. Stauffacher, Wolpert Werkstoffprüfmaschinen	
	9月10日	Mr. C. T. Speiser, Sandoz Co. Ltd.	
	5月17日	Jaroslav Micke, チェコスロバキア大使館	
	12月12日	Vojtech Hotek, チェコスロバキア大使館, 外1名	
●フランス (3名)	3月6日	Dr. A. Constant, Director IRSID Saint Germain-en-Laye, 外1名	
	11月8日	Dr. P. Lacombe, Univ., Paris	
●イギリス (2名)	1月22日	Dr. S. Klemantaski, British Steel Corp.	
	9月5日	Mr. R. A. Smith, Univ., Cambridge	
●ベルギー (2名)	8月27日	Prof. J. Charlier, Univ. Libre de Bruxelles, 外1名	
●ポーランド (2名)	8月27日	Prof. J. Kaczmarek, 科学技術・高等教育大臣 外1名	
●イスラエル (1名)	3月30日	Mr. I. Minkoff, Israel Inst., Technology	
●イタリア (1名)	3月28日	Mr. Aurelio Ascoli, イタリア原子力研究所	
●エジプト (1名)	9月18日	Mr. M. K. Hussein, National Research Center	
●スエーデン (1名)	10月30日	Prof. S. Eketorp, Royal Inst., Technology	
●東ドイツ (1名)	12月17日	Dr. U. Rabe, 東独駐日大使館, 科学アタッシュ	
●フィリピン (1名)	9月24日	Dr. A. V. Arizabal, フィリピン投資局長	
●フィンランド (1名)	5月13日	Prof. S. Heiskanen, フィンランド国立研究所	
●ルーマニア (1名)	8月9日	Mr. Grecu. Liviu, Metallurgical Research Inst.	
その他 (13名)	3月14日	昭和48年度金属加工技術集団研修コース 研修員 13名	

通巻 第193号

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 林 弘

印刷 株式会社 ユニオンプリント

東京都大田区中央 8-30-2

電話 東京(03)753-6969(代表)

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)