

研 技 材

1961

科学技術庁

ニ ュ ー ス

金属材料技術研究所

NO.1

年 頭 に

所 長 理 博

産業、経済などはいずれの国においても世界の趨勢に影響されることが多く、これらの観点から、米国経済の影響を受けやすいわが国においては本年は相当困難な年になることも考えられないとはいえない。経済の浮沈はサインカーブを描くものであるから、こうしたことも当然ではあるが、東西両陣営のつりあいの上に立つ世界状況は従来とはやや異なっ

て一層きびしさを加えた様相にあり、この点一層むずかしさを加えているといえる。科学技術の振興はいかなる状態においても必要であるが、金属材料の研究が科学技術にまた産業に基幹的・共通的なものであるだけに、世界の状況、科学技術の動向を通観する場合特に地に着いた研究を進めると共にまたこの意味でわれわれの責任の重大であることを感ずる。しかし研究は射的であってではないものであって、特に本研究所における研究はこの点に留意しなければならないものとする。本年7月に本研究所も満5年を迎え、設立当初は管理部、研究4部、定員40名で発足したものが、昭和35年度には研究7部、定員約250名に達し、また36年度には研究2部の増設、人員54名の増員が認められ、研究成果も着々とあげて来た。設備も順次整備しつつあるが本年度には基礎的な研究設備に重点をおいて備えて行くと共に、本研究所の全般的運営をいかにして日本の金属材料振興に能率的に結びつけて行くべきかということに努力を払って行きたいと思う。欧米の材料研究は大学、研究所、産業研究組織などにおいても基礎的な研究、たとえば内部摩擦の問題、組織成分の材質に及ぼす影響、電磁気的性質に関する基礎研究課題、熱処理の基本問題または Emission Microscope による研究などつっこんだ研究が多く、また新しい研究方法、研究設備による研究が活発になって来ている。このような研究は開発的研



当 つ て

松 本 宇 一

究の基本として大切なものであって基礎的研究の背景のない研究は砂上の楼閣的なものである。そしてこうした研究の成果には時をかける必要があり、また方法としても、装置としても独創的な成果を研究成果とともに生んで行く必要があると思う。材料の研究には費用をかけ、最高の設備を用いて行なえばとにかく成果は得られ、これによっ

て一応材料界の各分野に貢献することができる。しかし本研究所のように金属材料研究の総合機関としてはこれでは充分であるとはいえず、従来から心がけてきた材料の「生れから製品に至る」一貫研究、材料界共通課題の解明のための大規模研究、ほかの研究機関では行ないない研究問題と共に研究の独創性を従来の方法、装置、研究組織などに頼ることなく実施して行かなければならないと思う。そのためには研究設備を自ら設計し、自ら製作し、自から研究的に検討するための人的、物的の構成を充実したいものと思うので、設計・工作・加工設備の拡充、試験設備の設置、計算センターの設備などと共に必要な人的構成の充実を図りたいと思う。尙何試験設備の拡充、急速加工設備の新設など、幾多の問題を持っているだけに、従来からの研究施設の整備計画をないがしろにすることなく、一層こうした方面の充実を力に致したいものと思う。そして、本研究所が全体的にみた理論的、基礎的な研究から応用研究、実用研究に至るまで、つりあいのとれた研究所となり、優秀かつ適切な研究をそろえ得た時に本研究所の機能も充分に発揮でき、世界状況に左右されない研究体制が成り立つであろう。このためには優れた研究者の待遇の抜本的改善とその機能の完全な発揮をさせることが国を榮えさす唯一の道である。これに対する期待と努力を念願して年頭の辞とする。

析出の型と時効前の加工

Al-Mg 合金の場合

析出の型は連続および不連続の二種に大別出来る。その過程はX線的方法や金相学的に追跡出来るが、金相学的方法による場合には連続、不連続のかわりに均一、不均一という術語を用いた方がより直観的であろう。不均一析出の典型はいわゆる grain boundary reaction であるが、これは必ずしもX線のな不連続析出とは結び付かないように思われる。

第7部軽合金研究室においては、Al-Mg 合金の析出過程を研究中、上記の析出の型について興味ある事実を得た。

本研究では7および10%のMgを含有するAl合金の析出現象に時効前の加工がいかなる影響を与えるかをX線や顕微鏡をもって研究した。試料にはスケーリング加工した細棒(0.6 mmφ)を420°Cに20時間加熱した後、水焼入れによって溶体化処理したものを用いた。これらの試料を種々の条件で熱処理したものの背面反射デバイ写真の

数例を写真1, 2に示す。写真1は連続析出の一例で回折線は析出の過程で非常にぼやけるが全体的にその位置を徐々に移動させている。一方溶体化処理後常温加工したものは写真2に示されているが、(c)に明らかなように過飽和固溶体からの回折線以外に矢印で示される新しい回折線が認められる。この回折線は時間の経過につれて強度を増加するが、依然として過飽和固溶体のそれと共存している(d)(e)。この種の析出が不連続型析出といわれるものである。顕微鏡観察では不連続析出の試料ではり帯に沿っての析出を示す線条組織が認められたが、いわゆる粒界反応は見出されなかった。

今回の実験では、Al-Mg 合金の析出過程において時効前の加工がその析出の型を変えること、不連続析出の場合には線条組織を伴うことなどを見出した。しかしこの機構については現在研究中である。

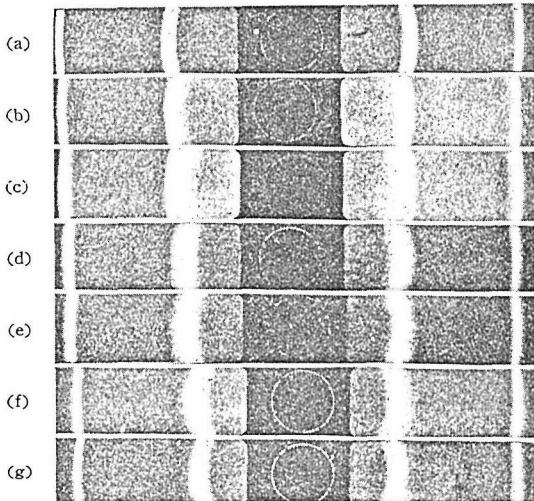


写真1 溶体化処理後加工することなく 170°C で時効させた Al-10%Mg 合金のX線写真

(a) 時効前 (b) 16hr. (c) 24hr. (d) 34hr.
(e) 46hr. (f) 64hr. (g) 88hr.

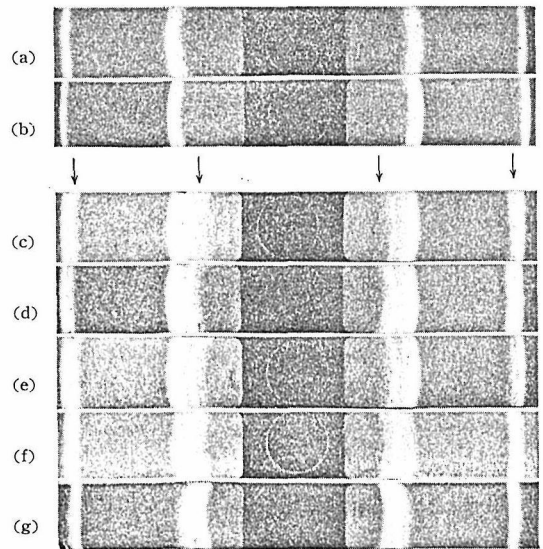


写真2 溶体化処理後常温加工してから 170°C で時効させた Al-10% Mg 合金のX線写真

(a) 時効前 (b) 10hr. (c) 16hr. (d) 23hr.
(e) 28hr. (f) 50hr. (g) 70hr.

矢印は新しい回折線を示す

高純度クロム中のカドミウム定量方法

当研究所製クロム中の0.002ppmを検出

高純度クロム中の不純物の分析方法として既に鉛、鉄、銅、亜鉛、コバルト、リン、硫黄などについては完成している。

第3部分分析化学研究室では、引続いてカドミウムの定量方法を研究し、市販99.99%電解クロム中の2.2ppmを検出したが当研究所製のものの純度は非常に良く、0.002ppmであったが、このような微量定量も十分に可能な最適の分析方法を確立した。

まず多量のクロムからのカドミウムの分離についての検討を行なった。操作の最も簡単な有機溶媒抽出法は比較的多量の試料の処理が困難なので不適当であった。このためイオン交換樹脂を用いることとした。

陰イオン交換樹脂に塩酸性溶液を通すとクロムはクロロ錯塩とならず通過するが、カドミウムはうすい塩酸溶液でもクロロ錯塩を形成し樹脂に吸着される。

このことを利用し、次のように操作を定めた。金属クロムを塩酸に溶解、塩酸として1Nくらいに酸度を調節して陰イオン交換樹脂カラムに通せばクロムは吸着されず流出するがカドミウムはほとんどカラムの上端に強く吸着されてクロムと分離される。カラム内に残存しているクロムは0.1N塩酸で洗って除去する。このようにして樹脂に捕捉されたカドミウムは硝酸によって容易に溶離される。このようすは図1に示した。

この分離は数十グラムの試料についても行なえるため、大量の試料中のカドミウムを濃縮できるので、定量が非常に容易にできる利点がある。

次に、カドミウムを定量する方法であるが、現在よく用いられているジチゾン法は妨害元素が多い

ため特別な注意が必要であるので、ポーラログラフ法で定量することにした。カドミウムの還元波は可逆波であるため高感度ポーラログラフでは非常に感度よく定量することができる。まず定量時の諸条件について検討を行なった。

支持電解質の選択については、塩化カリウム・塩酸、塩化

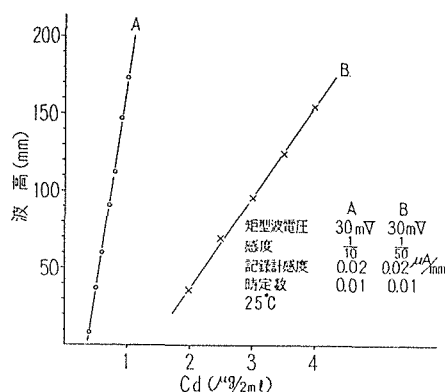


図2 検量線

カリウム・塩化ピリジン・ピリジン・塩化アンモニウム・アンモニア、クエン酸カリウム、硝酸、塩酸、酢酸・酢酸アンモニウム・チオシアン酸カリウムの7種について検討を加え、これらのうち塩酸が最もよい支持電解質であることをたしかめた。そのほか測定時の諸条件としてゲート時間、矩形波電圧、時定数、水銀滴下電極の滴下時間、電源電圧の変動などについても検討を加え適当な条件を選定した。塩酸支持電解質ではカドミウム波に続いてクロム波が現われるので、クロムが残存するときは感度をあげて測定ができないため、pH 8~9としジチゾン・クロロホルムでクロムと分離を行ない、クロロホルム層は塩酸で抽出しカドミウムを逆抽出した。

このようにして分離されたカドミウム溶液は、高感度ポーラログラフで定量する際の妨害元素より完全に分けられているためよい結果が得られた。

高感度ポーラログラフでカドミウムを定量する場合、0.3μg以下のときは還元波が現われず、実際上定量はできない。検量線は図2に示すように原点を通らない直線となり定量には都合が悪い。しかし0.3μg以上のカドミウムが存在するときは図2に示すように0.1μgのカドミウムの定量は容易になる。従って定量時にカドミウムの含有量が0.3μg以下となるような場合には定量時に既知量の標準カドミウム溶液を添加し、検量線の直線部分に入るようにすれば0.1μgの定量も正確にできることがわかった。

全操作の空実験値を求める場合にもこの技術を用いれば正確な定量ができる。

全操作を通じての回収値は98%で十分に満足できる。

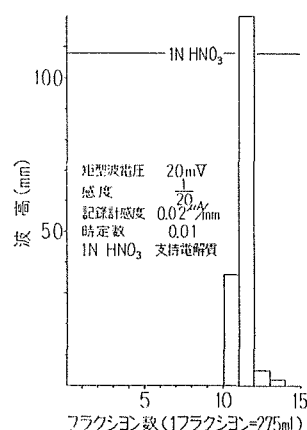


図1 カドミウムの溶離曲線

80kg級高張力鋼の溶接割れに及ぼす 水素の影響について

高張力鋼も80kg級 (HT80) になると溶接前にあらかじめ鋼板を適当な温度に加熱(予熱)しておかないと、必ずと言ってよいほど割れを生ずる。これは溶接時の急熱急冷の熱サイクルに基づく脆化が主原因であるが、それ以外に溶接時の拘束の度合、溶解水素量が大きく影響することは定性的には今までに周知の事実である。

第6部融接材料研究室および溶接棒研究室においては代表的な HT80である U. S. Steel 社製の Carilloy T-1 鋼を中心として、HT80 の溶接割れの研究を行なっている。現在までに明らかになった興味ある点を述べて参考に供したい。

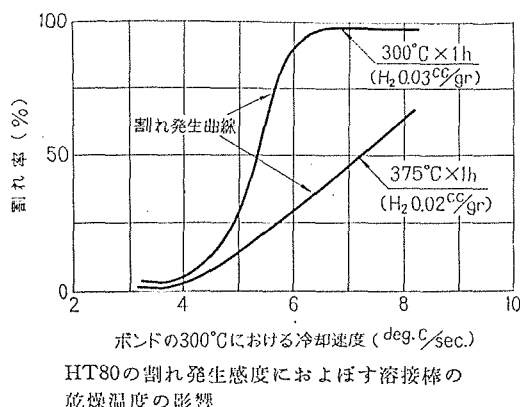
溶接熱サイクルによる脆化は焼入れによる硬化以外に、水素の拡散をも伴う時効を考慮する必要があると考えられるので、割れ試験の結果を溶接熱サイクルの300°Cにおける冷却速度で整理した。割れ試験方法としては既に材技研報告で述べたように鋼材の割れに対しては小型鉄研式割れ試験片、溶接棒の割れに対しては小型リーハイ型割れ試験片を用いた。

HT80 用低水素系溶接棒の使用前の乾燥温度は通常 300~425°C が適当とされているが、この点について少し実験を行なってみた。まず溶接棒の乾燥温度を300, 375, 400°C の3温度に変えて1~1.5時間乾燥した後、JIS 法による溶着金属中の水素定量および割れ試験を行なった。その結果300°C の乾燥では溶着金属中の拡散性水素量が約 0.03cc/gr であるのに対し、375および400°C 乾燥では約 0.02cc/gr である。割れ試験の結果では、

300°C 乾燥のものでは100%の割れ発生が認められる条件でも、375°C 以上の乾燥を行なったものは50%の割れ発生しか認められなかった。割れ試験結果の一例を図に示した。以上の結果から HT80 に関しては約 0.01cc/gr の溶着金属中の拡散性水素量の差異が割れに大きく影響していることが確認された。この程度の水素量は鋼材自体に含有されている水素量 (0.02~0.03cc/gr以下) と同程度のものである。それゆえ HT80級の鋼材では鋼材自体の水素量にも留意して割れ試験結果を検討する必要があるだろう。

次に現場で溶接施工する場合には溶接棒を高温度乾燥した後、比較的低温で (100~150°C) で貯蔵し、必要に応じてそれから取り出して使用するのであるが、この低温で貯蔵で溶着金属中の含有水素量が増加する恐れがないかを調べた。その結果では100°C 貯蔵では約3時間経過すれば溶着金属水素量が割れに対して危険と考えられる値 (0.03cc/gr) に達するが、150°C 貯蔵では8時間程度経過しても溶着金属水素含有量は約 0.02cc/gr に保たれている。そのため HT80用低水素系溶接棒に対しては乾燥後150°C での貯蔵が必要であり、今まで行なわれている100°C の貯蔵では、割れに対して危険であることがわかった。

以上のように 80kg 級の高張力鋼の溶接に際しては、割れ防止の観点から、溶着金属中の水素含有量に特に注意を払う必要があることが感じられたので、今後、水素と割れとの問題を掘り下げて研究を進めて行きたいと考えている。



短信

◇学位授与◇

第7部高純度金属研究室長増本剛技官は「数種の半導体材料に関する研究」論文により昭和35年12月2日付で、東北大学工学部教授会から工学博士の学位を授けられた。

◇海外出張◇

第7部高純度金属研究室長増本剛技官は、米国パーデュー大学において種々の半導体材料についての研究のため12月17日出発した。

第7部合金研究室松尾茂技官は日豪科学技術交流計画に基づく交換留学生として、オーストラリア科学技術研究所 (CSIRO) において特にアルミニウムについての研究のため1月17日出発した。

(通巻 第25号)

編集発行人 吉村浩
印刷 奥村印刷株式会社
東京部千代田区西神田

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)