アルミニウム及びその合金の真空放電脱ガス法に関する研究(第2報)

種々の脱ガス処理を施せる Al の格子常数変化精密測定について*

岩村 舜郎** 千 早 正** 鈴木 正敏**

Harerô Iwamura, Tadashi Chihaya and Masatoshi Suzuki: Studies on the Degassification of Al and Its Alloys by the Spark Method in Vacuo (2nd report) On the Effect of Gases to the Lattice Constant of Aluminium: In this report, the authors examined the changes of lattice constant of 99.7% Al, which was treated with various degassification methods. In general, the degassed specimens showed the contraction of lattice. Among the various methods under the atmospheric pressures, namely, remelting, flux treatment and the chlorine gas treatment, the last offered the best results.

By the vacuum melting method, superior to any other methods mentioned above, it is believed that every and all gases can be extracted, but by the spark method in vacuo, we obtained more contraction of lattice constant and more quantities of extracted gases, especially, when the specimens are used as the plus electrode, say, the electron bombardments are given, we obtained the best results.

(Received May 6, 1950)

I. 緒 言

前報においても報告した如く Al を真空中にて溶解し、これに真空放電を行わしむれば他の方法によるよりも多量のガスが放出されることを認め得るが、他面実験条件の複雑なことから、或いはその測定結果は装置への吸着ガス、その他の影響による誤差を相当に含むのではないかという懸念も起らぬでもないかと思われる。本報においてはその点を確かめるため、従来有効とされている種々の処理法を行つた試料を真空放電試料と比較すべく、背面反射法によつてその格子常数を精密測定して見た。その他真空放電法では処理時間を変化した場合の状況をも観察した。

II. 試料作製法

使用地金は 99.7% の刻印あるもので「製造所不明」昭和 19 年製この純 Al を黒鉛坩堝に装入し電気炉中にて溶解した。試料を区分すると、

(1) 地金を溶解したまま、何等の処理も施さず金型に鑄造したもの、(2) 溶湯を一旦坩堝中で凝固せしめ、これを再熔融して 720° 程度の比較的低い温度より鑄込んだもの、(3) 溶湯に NaCl 60%, NaF 40% のフラックスを使用して脱ガスせしめたもの、(4) 溶湯中に Cl₂ ガスを約 1 分間吹き込んで脱ガスせしめたもの。

以上のものに対しそれぞれ処理前に溶湯中に水蒸気を大約 30 秒吹き込んだものと然らざるものについて実験を行つたわけである。

この他上述 (1) において得られた試料に対して真空溶解及び真空放電溶解を行つたものを試料とした。更に水蒸気と炭化水素との比較のために、地金をフライス盤及びボール盤で切削した際の切屑の油に汚れたものを再熔融処理して同時に実験を行つて見た。

III. 実験装置

実験の装置としては前報に示したものと同一のものを

いたが、今回は特に放電による脱ガスは如何なる作用に基づくかを判然とさせるべく放電回路に高圧整流装置を挿入して直流による放電を行つてみた。

IV. 実験結果

(1) 格子常数の変化について

上述の各種試料に対し背面反射法による X 線回折寫眞を撮影し、その結果に対し精密計算法を適用して格子常数を精密測定した結果は Table 1 の如くなつた。こゝに比較をと

Fig. 1 The Experimental Results of Spark Method for Pure Aluminium,

つたのは、地金の格子常数に対してどの程度の膨脹若くは収縮を来しているかを示しているものである。なお真空放電処理を行つたものは試料の極性を交換し、又処理時間を 10 分から 10 分おきに 1 時間迄変えたものの各種試料に対し

** 茨城大学工学部

* 昭和 24 年 11 月本会名古屋大会に発表

Table 1 The Lattice Constant Changes of Aluminum after Various Degassification Treatments.

Treatment	Specimens	Lattice Constant	Comparison	Remarks
	Al ingot	4.0470 ₅		99.7% Al
As cast	Al	4.0493 ₀	+0.056	800° Cast with no flux
	Al-H ₂ O saturate	4.0502 ₅	+0.079	
Remelting	Al	4.0461 ₇	-0.022	720° Cast
	Al-H ₂ O sat.	4.0465 ₂	-0.013	
	Scrap No. 1	4.0461 ₉	-0.021	
	Scrap No. 2	4.0456 ₃	-0.035	
Flux treatment (NaCl 60% NaF 40%)	Al	4.0437 ₆	-0.082	750° Cast
	"	4.0465 ₃	-0.013	800° Cast
	Al-H ₂ O sat.	4.0447 ₅	-0.057	750° Cast
	"	4.0471 ₄	+0.002	800° Cast
Cl ₂ gas treatment (1 min)	Al	4.0450 ₁	-0.050	800° Cast
	Al-H ₂ O sat.	4.0464 ₂	-0.015	
Vacuum melting (60 min)	Al	4.0433 ₀	-0.093	800°
	Al-H ₂ O sat.	4.0442 ₉	-0.067	
Spark method Melting (in vacuo) (60 min)	Al	4.0419 ₆	-0.126	800° Samples are +pole
	Al-H ₂ O sat.	4.0421 ₁	-0.122	
	Al	4.0439 ₉	-0.076	800° -pole
	Al-H ₂ O sat.	4.0441 ₅	-0.072	

同様に精密測定を行つたが、その結果は Fig. 1 に示す如くになった。

(2) 真空放電処理を行つた際に現われる特異なる廻折図形について

以上の實驗中、真空放電処理を行つた試料の X 線寫眞を撮影して見ると、その撮影方向によつて特異な廻折図形を示すものがあることを發見した。

この点については現在未だ完全に追究し盡してはいないが、大体判明した点を列記すれば次の通りである。即ち、

(i) 特異図形は試料をその長軸、即ち Fig. 2 の AB 方向を軸として廻轉した際に現われる。(ii) それは特に熔湯に対し放電を継続しながら冷却し、炉中にて凝固に到らしめた場合に特に強く現われる。(iii) 特に Fig. 2 の × 印を附した邊において著しい。(iv) その特異図形とは廻折円上に結晶粒子の方向性を示すと思われる集積点を生ずるのであるが、通常の纖維図形におけるが如き集積点の対称性を示さない。(v) 現在の所はつきりと断言は出来ないが、集積点の非対称性より考えてその方向性は一種の円錐纖維組織の如きものでその方向は [110] らしく思われる。(vi) このような組織の出るのは勿論炉中で凝固せしめた場合が著しいのであるが、その場合表面層は相当大きな結晶粒の存在を示し、その内部 2 mm 程度の所からこの方向性が現われている。(vii) なおこの非対称図形は試料を廻轉せざる場合にも

Fig. 2 The Mark "X" shows the Points that has Especially strong Singular Diffraction Patterns.

適当な撮影方向をとれば現われてくる。(viii) 試料の極性を交換して見ても、この特異図形には殆んど変化を生ずることはない。

V. 結果の考察

計算の結果、地金の格子常数数は通常考えられている値よりも大分大きく出ており、いさゝか不安の点もないではないがその他の計算値もすべて同一地金を使用し、同一のカメラで撮影したものの結果であるから、少くとも定性的には正しい結果が出ていと信ずる。

さて Table 1 を見るに、フラックス等を一切使用せず、むき出しのままで熔解し、800° より金型に鑄造したものは既に地金よりも 0.1% 弱の格子の膨脹を示している。それは水蒸気吹込を行つたものにおいて一層著しいことから矢張り吸収ガスの影響によるものと思われる。

次に種々の脱ガス処理を行つたものを比較して見るに、再熔融処理とフラックス処理とでは処理温度の違いもあり一

概にはいぬかも知れぬが、適当な低温において行つた場合、フラックスを使用した場合の方が良好な結果を示すものと思われる。この場合フラックスとして用いたものは NaCl と NaF とであり、一般に塩化物が主に用いられているが、それを一層直接的に塩素ガスを熔湯に吹込んだ場合と比較して見ると、Table 1 から判る如く塩素ガスをを用いた場合の方がより一層効果的であると思われる。この点については高橋越二氏⁽¹⁾も塩素ガス使用が可成有効であることを既に報告されている。

真空熔融法は金属中の含有ガス定量の際に用いられる最も普通の方法であるが、その結果は確かに他の方法よりも格子が収縮していることを示している。但し本実験の場合処理時間が短いということはあるが、現に真空放電法によれば同一時間で更に小さな値を示している点から見て、果して真空熔融によつて完全にガスを除き得るのか否かには疑問を持たざるを得ないのではあるまいかと思われる。

最後に真空放電法であるが、本実験の結果から見てこの方法による時は他方に比して最も大なる格子収縮を示している。従つて脱ガスということを X 線的に格子の収縮という点のみから考えれば、上記の各方法に比して一層有効であると考えられる。

而して放電がそれでは一体如何なる効果を有しているの

かという点に関しては Fig. 1 よりもわかる如く、試料を十極に、即ち試料に対して高速の電子衝撃を與えた場合に格子収縮が著しい点より、その作用が相当な部分を占めているものと考えられる。又試料を一極にした場合は Table 1 によれば単に真空熔解を行つた場合と大差ない値が示されている。

次に真空放電法において見られる特異図形であるが、これはその図形が試料の極性によつて本質的な変化を示さない点と、Fig. 2 の × 印の点において最も著しく、しかもその邊から発散した方向軸を有していると考えられる点から推測して見ると、これは熔融点直上の結晶核が、電流の方向に従つて或る方向に配列したものでなからうかと考えられる。

VI. 總 括

(1) 99.7% の純 Al に対し種々の脱ガス処理を行つて見て、その結果を X 線的に、格子常数の精密測定を行つて比較検討した。(2) 脱ガス法としては、結晶格子の収縮という点のみから考えると、再熔融法、フラックス処理、塩素ガス処理、真空熔融法、真空放電熔融法の順に後者程有効であると考えられる。(3) 真空放電法の有効性は電子衝撃によるものであらうと思われる。(4) 真空放電法において特異な廻折図形を得ることがあるが、その本体については未だ完全には判明しない。然し目下の処では結晶核が電流の作用によつて、その方向に結晶の一定方向 ((110) かと思われる) に配列したのであらうと考える。

(1) 高橋, 本誌, 5 (1941), 465.