

# 金材技研 1978

科学技術庁

# NO.5

# ニュース

金属材料技術研究所

## ヘリウム雰囲気中の微量不純物成分の自動調整

昭和48年に省エネルギー対策の一つとして高温ガス炉の熱エネルギー利用を基礎とした通産省工業技術院の大型プロジェクト「高温還元ガス利用による直接製鉄技術の研究開発」が発足したが、その一環として当研究所では大気を含めた種々の雰囲気気下における各種の確性試験を熱交換器用超耐熱合金について行っている。

特に一次系で用いられる中間熱交換器用耐熱合金は原子炉から出てくる1000°C、40気圧の不純Heガス中で5万時間以上の使用に耐えることが要求されるので、このような条件下でのクリープ破断試験および腐食試験が重要な試験項目の一つとなってくる。(原子炉によって不純ガス成分は異なるが当研究所ではH<sub>2</sub>: ~300, CH<sub>4</sub>: ~4, CO: ~100, CO<sub>2</sub>: ~1, H<sub>2</sub>O: ~3, Vpm (体積ppm), を標準成分としている。)

原子炉材料研究部では前述の不純Heガスを試験ガスとして作するため図の如くHe雰囲気調整装置を試験機に接続して確性試験を行っている。この装置の基本原理は試験機を出た後のHe中の不純ガスを触媒および極低温吸着法で除去して純Heにした後、所定の濃度の添加ガスを加えて試験機に送り込むものである。全体のシステムはクローズドループを形成しており、Heの消費はできるだけ少なくするように配慮されている。又この装置の特徴は吸着筒の再生、添加ガス量の調整、試験機ガス圧の調整等がすべて自動的にできることである。

雰囲気気の成分管理はヘリウムイオン検出器付ガスクロマトグラフと露点計で行っているが、雰囲気試験で特に問題となるO<sub>2</sub>の混入については、配管のジョイント部すべてにわたって検査をし、リークを防止した結果現在ではガスクロマトグラフの検出限界以下におさえることができる。表に成分調整の可能範囲と試験ガスの分析結果の一例を示す。

純Heを作り出し更に不純ガスを添加することのできるこの装置は現在進行中の確性試験ばかりでなく、Heガスタービン用材料の開発や、核融合炉壁材料の開発研究にも有用なものとなるであろう。

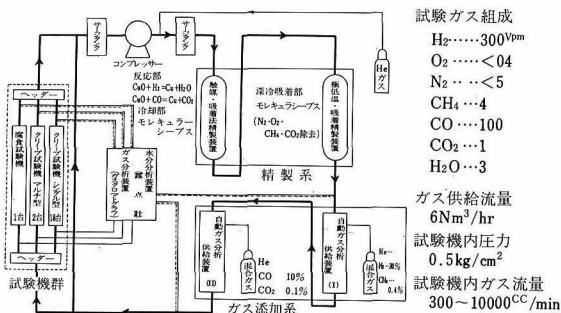


図 ヘリウム雰囲気調整装置

表1 不純ガス調整範囲および試験ガス分析の一例

成分	H <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	CO	CO <sub>2</sub>
単位Vpm						
調整可能範囲	0~500	0~40	0~40	0~40	0~300	0~40
試験ガス分析	300	検出されず	検出されず	3.8	100	0.9

## 蒸着アルミニウム膜の融点近傍での焼鈍し挙動

蒸着Al膜は鏡の被覆や集積回路に広く用いられている。しかしこれを焼鈍すると表面には起伏また内部には空洞が形成されるなどの形状変化、あるいは組織変化などをおこすため実用上問題となっている。それらの詳細な機構は十分に解明されていない。そこで非鉄金属材料研究部では焼鈍しにともなう蒸着Al膜、Al-Cu合金膜、Al-Cu二重膜の組織変化、析出現象および化合物形成を電子顕微鏡内での加熱および観察により調べている。ここでは蒸着Al膜を電子顕微鏡中 $1.33 \times 10^{-4}$  Paの真空下( $1 \times 10^{-6}$  mmHg)においてAlの融点( $T_m = 933^\circ\text{K}$ )より低い温度( $688 \sim 915^\circ\text{K}$ )で焼鈍した場合の組織変化について述べる。蒸着Al膜は厚さ100nm (1000 Å)で、明瞭な回折パターンを示すランダムな方位の結晶粒(約50nm  $\phi$ )からなる多結晶膜である(写真1)。この蒸着膜を加熱するとある遅延時間(12~75min)後に2つのぼけた電子回折線が観察された。回折線のぼけの原因としては膜の溶解、非晶質化、表面酸化(アルミナ $\text{Al}_2\text{O}_3$ )などが考えられる。表1に観察された2つのぼけた回折線の位置 $S$  ( $S = 4\pi \sin \theta / \lambda$ , ここに $\theta$ は回折角,  $\lambda$ は電子線の波長)とその比 $S_2/S_1$ を、研磨したAl表面、非晶質アルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )、非晶質Al-17.3at% Cu合金についての結果と共に示す。本実験の $S_2/S_1$ は非晶質 $\text{Al}_2\text{O}_3$ のそれと合わない。したがって、ぼけた回折線は表面酸化によるものとは考えにくい。研磨したAl表面で観察されるぼけた回折線は非晶質層によるものと説明されているが、本実験の $S$ および $S_2/S_1$ は研磨したAl表面、非晶質Al-17.3at% Cu合金に対する結果に近い。

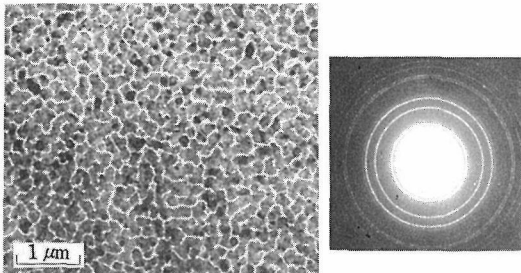


写真1 蒸着Al膜の電子顕微鏡写真とその電子線回折パターン

しかし、純金属の非晶質化は融点よりかなり低い温度 ( $0.2 \sim 0.3 T_m$ ) で起こるので、非晶質化によるものとも考えにくい。原子配列を調べるためにぼけた回折パターンから動径分布函数を求めたところ、それは $973^\circ\text{K}$ における溶融Alのものに近かった。したがって、焼鈍し中に微細結晶粒化が起こり、そのために融点が下がり $T_m$ 以下の温度でも蒸着Al膜は溶けたものと考えられる。ぼけた回折線が観察された後さらに焼鈍しを続けると再び固体化が起こる。例として写真2に $688^\circ\text{K}$ で2時間焼鈍し後さらに $915^\circ\text{K}$ で10分間加熱した蒸着Al膜の電子顕微鏡写真とその電子線回折パターンを示す。これは一見奇妙な現象である。しかし、詳しいことは省くが、この現象は熱力学的考察によって説明できるものである。現在Al-Cu合金膜についても同様の実験を行なっている。今後の課題は膜の純度、組成、厚さ、焼鈍し中の真空度、膜の結晶粒の大きさなどがどのように焼鈍し挙動に関与しているか調べることであろう。

表1 観察された2つのぼけた回折線の位置 $S$  ( $=4\pi \sin \theta / \lambda$ , Å $^{-1}$ )とその比 $S_2/S_1$

	$S_1$	$S_2$	$S_2/S_1$
本 実 験	2.85	4.75	1.66
研磨したAl表面	2.66	5.06	1.90
非晶質アルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	2.14	4.65	2.17
非晶質Al-17.3at%Cu	2.70	4.93	1.82

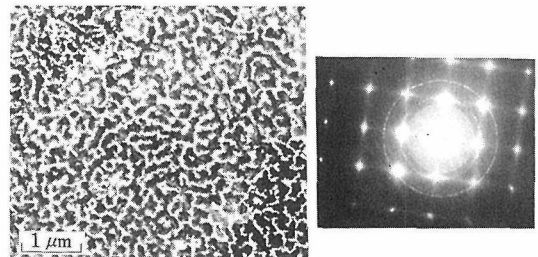


写真2  $688^\circ\text{K}$ で2時間焼鈍し後さらに $915^\circ\text{K}$ で10分間加熱した蒸着Al膜の電子顕微鏡写真とその電子線回折パターン。

## 鋼板のラメラテア感受性評価のための新しい試験法

近年溶接構造物の大型化に伴い、溶接継手での拘束状態が複雑化するとともに拘束力も増大する結果、溶接割れが発生し易くなっている。その割れの一つに多層盛溶接継手およびその付近に起こるラメラテアがあり、溶接継手部の信頼性向上の面から大きな問題となっている。

ラメラテアとは圧延鋼板が板厚方向に大きい拘束を受けた時に発生する割れで圧延面に平行に伸長された非金属介在物と母品との界面に沿って発達した階段状のものである。したがって非金属介在物特に伸長され易いMnSなどの存在と密接な関連がある。写真は典型的なラメラテアを起こした鋼板の縦断面写真で、圧延面に平行なテラスと呼ぶ割れとそれらを結ぶウォールと呼ぶ割れが連なった特徴的なものである。

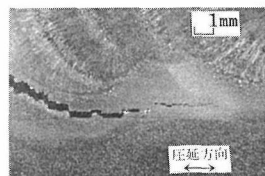


写真1 ラメラテアの代表例  
(縦断面マクロ写真)

溶接研究部では、このラメラテア防止のための溶接施工法の研究の一環として、まずラメラテア再現試験法(Z方向クランフィールド型試験方法)を提案し、鋼板のラメラテア感受性の評価を行ってきた。新しく提案したZ方向クランフィールド型試験とは、図1(a)に示すようにビード積層方向が鋼板の板厚方向(Z方向)となる試験片を用い、多層盛被覆アーク溶接を行なうことによってルート部より割れを発生伝ばさせる試験法である。この試験と同図(b)に示す圧延方向(X方向)にビードを積層するX方向クランフィールド型試験とによる割れ伝ば経路を比較することによってラメラテア感受性を評価した。

その結果、割れ伝ば特性は鋼板の介在物形状および分布状態によって変化し、ラメラテア感受性は図2のように三つの型に分類することができた。

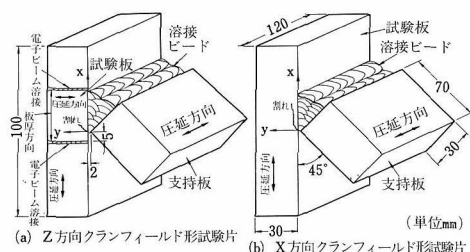


図1 Z方向及びX方向クランフィールド型試験方法

図2(a)は試験結果を基にして、割れ伝ば経路を大別した模式図である。同図(b)はX方向試験での割れ長さを $l_x$ 、伝ば方向の角度を $\theta_x$ としZ方向試験でのそれらを $l_z$ および $\theta_z$ として、X方向試験とZ方向試験とを比較するために、縦軸に $\theta_z/\theta_x$ 、横軸に $l_z/l_x$ をとり各鋼板の試験結果をプロットしたものである。この図でタイプIの鋼板はX方向試験では割れが同図(a)のIIの経路をとるがZ方向試験ではIの経路をとり、 $\theta_z/\theta_x$ および $l_z/l_x$ とも小さい値となる。このタイプの鋼板は介在物が割れ伝ば挙動に大きく影響するいわゆるラメラテア感受性の高いものである。タイプIIの鋼板は介在物の散在したもので、Z方向およびX方向試験とも割れは同図(a)のIIの経路をとり、おもに $l_z/l_x$ 値の変化が大きいものである。一方タイプIIIの鋼板はX方向およびZ方向試験とも同図(a)のIIIの経路(溶接金属部)を主として割れ伝ばするいわゆる耐ラメラテア鋼といえるもので、 $l_z/l_x$ および $\theta_z/\theta_x$ はともに1に近い。したがってタイプIIの鋼板はラメラテア感受性の中間的なものである。

以上の結果より、種々の鋼板のラメラテア感受性は次式で与えられるパラメータ $S_L$ の値にしたがってタイプI、IIおよびIIIに分類することができた。すなわち  $S_L = \sqrt{2} / \sqrt{(l_z/l_x)^2 + (\theta_z/\theta_x)^2}$

タイプI:  $S_L \geq 2$  (ラメラテア感受性大)

タイプII:  $2 > S_L > 1$  (ラメラテア感受性中)

タイプIII:  $S_L \leq 1$  (ラメラテア感受性小)

以上のようにZ方向およびX方向クランフィールド型試験を行なうことによって、容易に鋼板の耐ラメラテア性を評価できた。ラメラテア防止のための基礎研究として今後更にこの再現試験法の確立につとめる予定である。

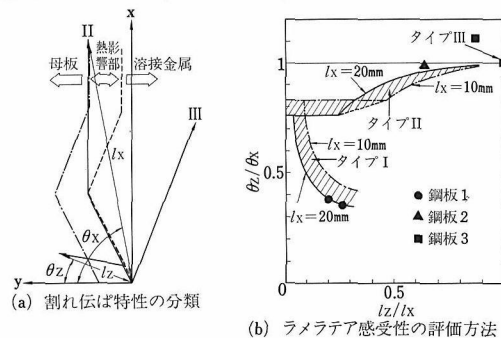


図2 Z方向及びX方向クランフィールド型試験によるラメラテア感受性の評価

## 金材技研滞在記

崔 炆 (Ju Choi)

韓国科学技術研究所(KIST)

学術誌等を通じて金材技研の優れた研究業績に接する度に、もし、機会が有ったらゆったりと研究所の雰囲気に触れたかったのが私のひそかな願いでした。

幸にも、科学技術庁の招請資金で1977年8月5日から1978年3月31日迄約8ヵ月間滞在する機会をもったと云う事は、私にとって誠に仕合せでした。

鉄鋼材料研究部第三研究室で山崎室長等が遂行中であるNi基鑄造合金開発研究に参加して、あらかじめ設定しておいた条件を充すよう、合金の許容組成変動幅を決める事と、この研究室の理論を実用合金に適用して見るのが私の研究課題でした。この理論にもとづいて既に何種類かの立派な合金が開発されたし、その上、理論の巧みさと、又、その豊かな可能性は興味をひくのに充分でした。研究室の皆様の御協力で、いくらかの結果を得た事は、私にとって滞在の記念になると思います。

御存知の通り、私共のKISTでは現場との研究契約にもとづいた短期的な応用開発研究が主体になっていますから、こちらのように整った設備、豊かな材料を使ってしっかりした研究をなさっている皆様を見る度に羨しい感じがします。ただ、ひとこと苦言を申し上げれば、先の外国人滞在者が金材技研ニュースで指摘した通り研究室のスペースがずいぶん狭い事と、秘書等の研究を助ける人員が足りない為、研究員が研究以外の雑事に時間を取られるのが残念です。この点ではKISTの方がむしろ恵まれていると考えます。しかし、夜遅く迄、ただひとすじに研究に励んでいらっしゃる皆様を見るとこれが日本を前進させる原動力だとつくづく感じました。

今度の滞日の機会に研究室の御幹旋で鉄鋼会社、研究所、大学等を見学しましたがさすがに日本が世界の中でも最尖端を走っている事実を経験しま

したし、私にも大いに勉強になりました。

日本は最も近い隣国ですから文化、生活様式、習慣等が私達と似た所が多いので日本ですごすのはそう不便ではありませんでした。今でも盛んですが将来にはもっと文化交流を強めて隣国としての連帯を益々強めて行く事を願っています。

身近な提案としては、私見ですが、まず金材技研とKISTの間でも研究員の相互交流、もし可能ならば共同研究迄もっていったらどうかと云う考えです。そうすれば研究に刺激にもなるし、両国の相互理解にも大いに助けになると思います。

ちょっとずれたお話ですが所内で碁を打った機会に、近い将来に金材技研とKISTとの間に碁の親善試合をやったらどうかと気軽に提案した事がありますが、実は、こう云う試合が実現されたらどんなによからうかと思っています。

碁の話ですが、滞在中、碁を通じて知り合いになった人々からいろいろな面で御援助を受けました。特に、金材技研碁同好会の皆さんの御声援で、今年のはじめ日本棋院で3段の免状をもらいましたが貴重なおみやげとして大切に保存したく思います。

元来山が好きですから休日には東京近郊の美しい山々をずいぶん歩き廻りましたし、又、あこがれの北アルプス奥穂高岳の登頂、気候不順のため途中下山はしましたが初冬の富士山登頂等、時間がすぎればなつかしい思い出になるでしょう。

終りに、今度の滞在の機会を与えて下さった科学技術庁並びに荒木所長、研究以外にも私事に対して本当に御親切に世話をなさって下さった依田部長、山崎室長を始め、第三研究室の原田、小泉さん、碁を通じて親しくなりました皆様、研究所の皆様に深く感謝を申し上げます。

### ◆短 信◆

●人事異動 昭和53年4月1日付

退職	科学研究官	吉田 進
	クリープ試験部長	吉村 浩
昇任	科学研究官	津谷 和男 (強力材料研究部長)
	強力材料研究部長	内山 郁 (強力材料研究部第1研究室長)
併任	鉄鋼材料研究部長	木村啓造 (非鉄金属材料研究部長)
配置換	クリープ試験部長	依田連平 (鉄鋼材料研究部長)

### ●受 賞

市村賞 貢献賞

蓮井 淳 慶応義塾大学教授 (元溶接研究部室長)

当所在職中の研究成果として特許取得した「二軸回転式摩擦圧接機の開発と実用化」に対し昭和53年4月4日表彰を受けた。

粉体粉末冶金協会 研究功績賞

武田 徹 金属加工研究部粉末冶金研究室長

「合金粉の製造と焼結に関する研究」に対し昭和53年5月16日表彰を受けた。

通巻 第233号

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

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)

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 1 5 3