

金材技研 1972

科学技術庁

NO.5 ニュース

金属材料技術研究所

ニオブの水素脆性

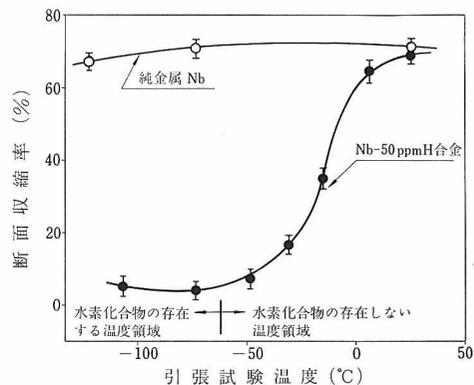
ニオブおよびニオブ合金は、高温強さや耐食性などの多くの優れた特性をもっている。したがって核融合炉や原子炉用材料、耐食材料さらに医科用材料などの分野において多くの用途が開発されつつある。しかしいずれの用途においてもこれら材料が、使用環境下に存在する水素または水分と材料との反応によって発生する水素のために脆化をおこす場合が多い。この脆化の原因は材料中に生成した水素化合物によるものと一般には考えられてきた。

しかし非鉄金属材料第2研究室においては、水素化合物が材料中に存在しないような場合、すなわち微量の水素を固溶したニオブにおいても脆化が起ることを観察し、その原因を明らかにするとともに水素脆化の防止法を研究している。

ニオブの丸棒を高純度水素ガス中で加熱して水素を吸収させ実験用試料とした。これらの試料を種々の温度において引張試験によって破断させ、その断面収縮率を求めた。Nb-50ppmH合金の場合の結果を図に示す。この図から明らかなように室温近傍においてNb-50ppmH合金は十分延性に富みその断面収縮率は純金属ニオブのそれとほぼ等しい。しかし引張試験温度の低下とともに断面収縮率の急激な減少すなわち脆性がいちぢるようになる。この延性から脆性にかわる遷移温度が水素化合物の存在しない温度領域内において認められるという結果は今までの通説に反し、大変興味深い。

前述の結果は次のように解釈される。引張試験によって試料の変形が進行しているときに、試料内部に発生した割れの先端部分すなわち格子の拡張部分に生地中の固溶水素が拡散集合して水素濃度上昇領域を形成し、この領域を割れが優先的に進行伝播して脆性破断が起る。すなわち水素化合物が存在しない温度(Nb-50ppmH合金では -60°C 以上)において水素濃度上昇領域が形成され、これが脆化に主要な役割をはたすものと考えられる。またNb-H合金に予歪を加えたのち、その電気抵抗や引張特性の温度変化からも水素濃度上昇領域の存在を確認することができた。

このほかニオブの水素脆性におよぼす水素濃度、酸素や窒素などの侵入型不純物元素の影響、変形速度の影響などを検討してニオブの水素脆性の本質を明らかにするとともに、合金元素の添加や熱処理などによって水素脆性の防止策の確立を急いでいる。



金属材料の低サイクル高温疲れ特性

高温用構造物の設計にあたっては繰返し温度サイクルに伴う熱疲れや低サイクル高温疲れの問題を無視することはできない。しかし熱疲れ現象を定量的に厳密に把握するには困難が伴い、熱疲れ試験の方法や、試験結果の設計への応用について活発な検討が加えられているのが現状である。低サイクル高温疲れについてはそれ自体の問題の他に、熱疲れ現象の基礎を与えるということで重要視されている。しかし、この方面の疲れ試験は未だ系統的には実施されておらず、そのデータの集積が望まれている。そこで**疲れ試験部疲れ第3試験室**では、低サイクル高温疲れ試験機を整備し、実用高温材料の低サイクル疲れ試験に着手した。

整備した試験機は傍熱型加熱炉を有する引圧の油圧サーボ式疲れ試験機(写真)で、その主な仕様は次の通りである。(1)荷重： $\pm 5\text{ton}$ 、(2)ピストン全ストローク： 100mm 、(3)動的ストローク： $\pm 2\text{mm}$ 、(4)繰返し速度： $0.1\sim 30\text{c/min}$ 、(5)波形：正弦、三角、台形、矩形波、(6)制御方式：ピストン変位制御($\pm 2\text{mm}$ 以下)、試験片伸び制御($\pm 1\text{mm}$ 以下)、荷重制御、(7)最高使用温度： 800°C 。

現在迄に着手した試験の供試材料は溶体化処理されたオーステナイトステンレス鋼であるがその一例としてSUS27の結果を図に示す。試験は試験片伸び制御で波形を三角波とし、破断繰返し数を支配する因子を明らかにするために、温度、ひずみ速度の条件を系統的に変えている。

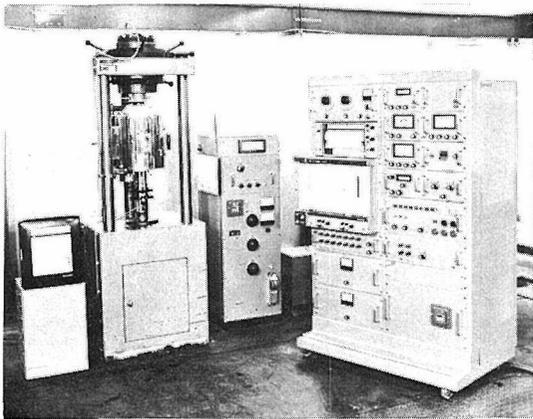


写真 低サイクル高温疲れ試験機

同じひずみ速度のもとで同一塑性ひずみ幅に対する破断繰返し数 N_f は温度が高くなるにしたがい単調に減少するのではなく、 $0.4\%/min$ のひずみ速度のもとでは 600°C よりも 700°C での N_f は大きくなり、また、 $40\%/min$ では 700°C よりも 800°C での N_f が大きくなっている。そして、同一温度では N_f のひずみ速度による差は室温ではほとんどなく、 450 、 600°C で顕著に現われ、ひずみ速度が小さいと N_f も小さくなる。しかし 700°C ではひずみ速度による差はわずかになり、 800°C で再び大きくなる。

このような N_f に対するひずみ速度効果の原因を明らかにすべく、ひずみ速度は $40\%/min$ で最大ひずみ時に保持時間を入れた試験を行なった。その結果は、 $450\sim 700^\circ\text{C}$ ではひずみ速度 $40\%/min$ の三角波の場合と N_f は一致したが、 800°C では塑性ひずみ幅によっては $40\%/min$ の三角波の場合に比べ N_f は大きく減少した。そこで、 $450\sim 600^\circ\text{C}$ で現われたひずみ速度効果と 800°C でのそれとは、それをもたす原因が異なるのではないかとの観点にたつてさらに検討を加えつつある。

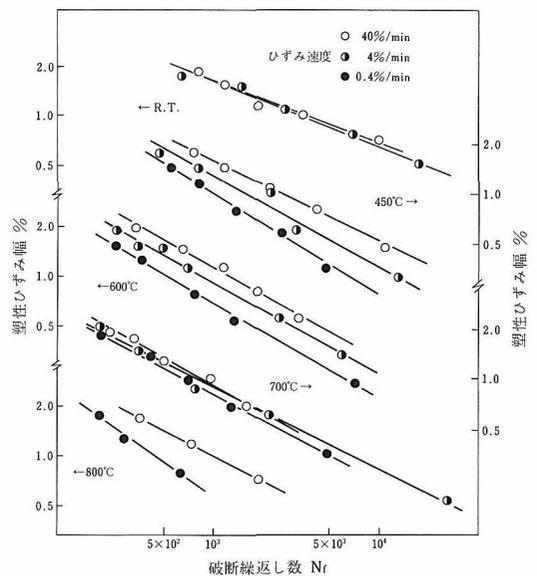


図 塑性ひずみ幅と N_f との関係

高圧下における金属材料の塑性

金属材料の塑性変形の挙動に静水圧がどのような影響を与えるかについて今まで多くの研究が行われてきており、すでにいくつかの興味ある知見が得られている。その一つは金属材料においても高静水圧下で延性が增大することで、材料によっては脆性から延性へ変化することもある。この現象はすでに静水圧押出加工法のような形で脆性材料の加工方法の一つとして応用が試みられはじめている。一方金属材料の応力(σ)—ひずみ(ϵ)曲線は、少なくとも純金属の場合、静水圧によって影響を受けないか、たとえ受けても極めてわずかであるという考え方が従来一般的であった。しかし σ - ϵ 曲線が静水圧によって明らかに変化するという報告もあり、まだ統一された見解が得られていない。

材料強度研究部静的強さ研究室では各種の金属材料を最高15,000kg/cm²までの静水圧下で引張試験し、 σ - ϵ 曲線に及ぼす静水圧の影響を調べている。実験には静水圧下での引張荷重測定に磁わい型ロードセルを用いているのが特徴である。このロードセルはその特性が静水圧の影響をほとんど受けないことが確かめられている。

アルミニウム、銅、純鉄、モリブデン、亜鉛、ジルコニウムの多結晶について行なった実験の結果によると、これらの材料の σ - ϵ 曲線はいずれも静水圧下で変化すること、およびこの変形応力の変化は次の3成分に分解することができることが明らかになった。すなわち、(I)液圧処理の効果、(II)一定内部構造の材料の変形応力の静水圧による変化、(III)加工硬化過程の静水圧による変化である。(I)は材料内部に弾性的不連続性が存在するとき静水圧によって材料の内部構造が変化するため生ずるものであって、Cu₂Oの介在物粒子を含むタフピッチ銅、FeOの粒子を含む純鉄、弾性定数の結晶異方性が大きい六方晶系金属などで現われる。(II)は転位の運動に対する抵抗が静水圧によって変化するためと考えられるものであって、これによる変形応力の変化は材料の剛性率の静水圧による変化に一致するものと考えられる。実験された材料についてはほぼこれと一致する結果が得られた

が、アルミニウムや純鉄のリュウダース変形時にはさらにそれ以上の変形応力の変化が観察された。(III)は変形による転位のからみ合いが静水圧下では大気圧下にくらべて促進されるために生ずるものと考えられる。上記の材料ではいずれも静水圧下で加工硬化が促進された。

図は以上のように静水圧による変形応力の変化を3成分に分解できることを示した例である。不純物酸素を多量に含むタフピッチ銅の12,000kg/cm²中での変形応力は大気圧下と比較するとAだけ増加するが、これを上記の(I)、(II)、(III)に分解するとそれぞれB、C、Dのようになる。破線はOFHC銅の結果で、A'は全変化率である。OFHC銅は純度が高いため(I)は現われないが、(II)、(III)に対してはC'、D'のようになり、これはタフピッチ銅のC、Dとほぼ同じである。

以上のように、純金属に関しては変形の挙動に及ぼす静水圧の効果が大きく明らかとなったが、現在さらに変形の機構が静水圧によって本質的に変化を生ずるような材料について実験を行なっている。またはじめに述べた静水圧下での延性増加の現象と共に、上記(I)~(III)の現象を積極的に材料の機械的性質の改善等に利用を試みることも今後の研究課題となろう。

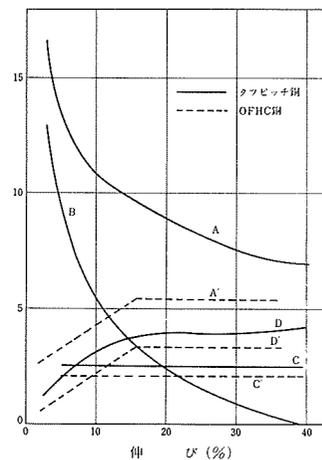


図 銅の変形応力の変化を各成分に分解したものの。

構造用マグネシウム基合金

特許出願公告 昭47-7973

公 告 日 昭和47年3月7日

この発明は、マグネシウムにランタンを添加してつくられる加工性の優れた構造用マグネシウム基合金に関するものである。

マグネシウムは六方晶系の結晶構造からなり、すべり系が少ないため変形し難く、常温加工が非常に困難な金属である。したがって従来マグネシウムの加工は一般に熱間で行われてきた。しかし熱間加工によると、素材のみならず、ロールなども適当な温度まで加熱することが必要で装置が複雑になるばかりではなく、これらの調整や操作に複雑な作業をとめない、さらに加工材の表面性状が劣るなどの問題がある。

このようなマグネシウムの欠点を改善することを目的として、当所は、先の特許第571871号でセリウムを含有させたマグネシウム基合金を加工する方法を提示した（金材技研ニュース1971年No.2で紹介）。この発明の合金は、先の特許発明と同様の目的から発明されたもので、微細な結晶粒度をもち、変形が均一となるので、曲げや絞り加工が容易にかつ均一に行なわれ、寸法精度が向上するとともに仕上り面が美しくなる等の特徴を有し、とくにその加工性は、先の発明と比較しさらに改善されている。

この発明の合金を溶製する工程の概略は次のとおりである。

- (1)溶解—適当な塩類溶剤の保護下、適当なるつばを用いて純マグネシウムを溶解する。マグネシウムの溶解後これを850~920°Cの温度に加熱し、0.05~0.3%以内の所望の組成を得るに必要な

ランタンを投入して溶融合金とする。

- (2)精製—つぼ中に追加の溶剤を投入し、攪拌して溶融合金を精製する。
- (3)铸造—溶融合金を約700°Cまで徐冷し、静置後適当な鑄型に、溶剤を分離しながら铸造する。
- (4)熱処理—铸造した合金の表皮を剥離除去し、450~550°Cで6時間以上、不活性ガス中に保持した後、熱間加工を施し、ついで500~570°Cで6~20時間不活性ガス中で溶体化処理を施し、ただちに水焼入れする。

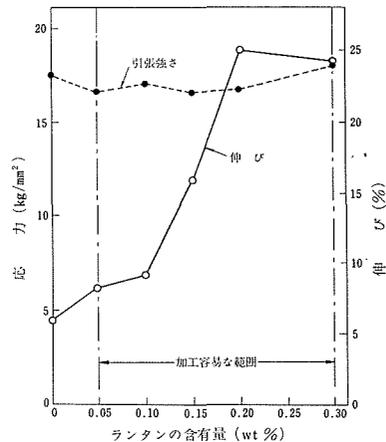


図 マグネシウムの加工性に及ぼすランタンの影響

図はマグネシウム中のランタンの含有量と引張強さおよび伸びとの関係を示したもので、マグネシウムの伸びはランタンの含有量0.05~0.30%の範囲で著しく増大している。

◆短 信◆

人事異動

森本一郎(磁性材料研究室長) 金属化学研究部長に昇任
 吉田 進(材料試験部長) 疲れ試験部長に配置換
 吉村 浩(金属化学研究部長) クリップ試験部長に配置換
 九島元治(材料試験部業務課長) 管理部材料試験業務課長に配置換
 以上47年5月1日付

科学技術庁 注目発明

科学技術庁、第31回注目発明に下記の2件が、4月18日付で選定された。

- 1.被溶接物の表側と裏側とのふん囲気圧力差による片面裏波溶接法
- 2.溶接継手に設置した電極の分電流で溶接アークを制御する溶接法

発明者 溶接研究部 稲垣道夫、岡田 明

創意工夫功労者表彰

昭和47年4月21日、科学技術庁長官より、下記の5名が職域においてすぐれた創意工夫により、科学技術の改善、向上に寄与した功績に対し、上記の表彰を受けた。

管理部技術課	松田 忠治	電気磁気材料研究部	吉田 勇二
"	渡辺 健二	工業化研究部	笠原 和男
金属物理研究部	菊池武至児		

通 巻 第 161 号

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

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)