

科学技術庁

金属材料技術研究所

極低温冷凍システム／

アーク放電プラズマ／

サイアロン製ホーン

強磁場ステーションの極低温冷凍システム

—40 T級ハイブリッドマグネット用の大型冷凍機—

柴崎地区に新設された強磁場ステーションには世界最高クラスのマグネットが集められている。その一つが大口径超伝導マグネットと水冷マグネットとを組み合わせた40 T級ハイブリッドマグネットである。これは、臨界温度の高い酸化物新超伝導材料の強磁場特性を評価するために建設された。この大型超伝導マグネットを極低温まで冷却し、超伝導状態に安定して保つのが、ここで紹介するヘリウム冷凍機である。本体のコールドボックスと、ヘリウムガスを圧縮循環させるヘリウム圧縮機、液体ヘリウムを一旦貯蔵する液体ヘリウム貯槽から構成される。冷凍能力は4.4 Kで450 W、液化量に換算して毎時150 l、実際には180 l/hr以上の能力を発揮している。ちなみに磁気浮上列車の車載冷凍機は約5 Wであるからその百倍に近い冷凍能力をもっていることになる。この冷凍パワーをもっても設置された冷却重量17トンの大型マグネットを室温から4 Kまで冷やすのに4日を要する。マグネットと冷凍機は全体で閉ループを構成し、最初のヘリウムガス充填だけで後は外からの液体ヘリウムの補給なしに運転できる。

40 T級ハイブリッドマグネットの超伝導マグネットは、大気圧の4 Kヘリウムによる浸漬冷却方式であり、高磁場特性よりは超伝導状態の安定性と操作の容易さを重視した設計となっている。本冷凍機は、室温から極低温までの予冷過程を含めたさまざまな運転パターンに対応できる。最初の予冷過程ではマグネットと直結した冷凍機として作動し、冷やし込みが終了した時点からは液化機モードで液体ヘリウムを貯槽に生成する。液体ヘリウム貯槽は冷凍システムの中で緩衝器としての機能を持ち、マグネットに超伝導破壊などの異常がたとえ生じても冷凍システムは健全に保たれる。

共同研究施設としての稼働率を最大限に高めるための第一の“鍵”は、冷凍機が長期の連続運転に耐えられるか否かである。一般の冷凍庫は電源さえ入れれば何年でも冷え続けるが、極低温の冷凍機はヘリウムガス中に微量の不純物が混入しただけでそれが低温部で固化してトラブルの原因になる。このシステムでは、それを防ぐため、合成ゼオライトを用いた外部吸着器をヘリウム圧縮機の吐出ラインに2筒並列して設置し、冷却運転中に交互に外部吸着器を再生することで連続全量精製を実現し、長期連続運転への信頼性を向上させている。

大型冷凍機を長期にわたって運転する際には運転の簡易性と省力化も大きな問題となる。この冷凍機は、起動・停止、マグネットの予冷、液体ヘリウムの注液、マグネットの加温を始めとして外部吸着器の再生運転にいたるまで主要部分のほとんどが自動化され、併せて制御用計算機が全システムを監視することで運転者の誤操作も防止されている。



写真 冷凍機コールドボックスの全景

アーク放電プラズマによる金属合金の蒸発形態と挙動

— 蒸気圧と電離電圧を基に成分元素の影響を解析 —

金属イオンを利用して材料の微細加工や表面改質あるいは新材料の合成を行うプラズマプロセスにおいて、金属イオン源として金属材料を蒸気化させる技術は極めて重要である。アーク放電プラズマで金属材料を加熱して蒸発させる場合、加熱効率が良い方法として金属材料自身を陽極にする。

このアーク放電の際の陽極現象と金属面からの蒸発現象とは密接な関係にあることが、本研究の一連の成果から明らかにされた。またこの関係を基に、熔融金属面における蒸発形態やその挙動を把握する方法として、熔融面内の放電電流の分布やその変化を電氣的に調べる手法がすでに開発された(金材技研ニュース, 1992年No.2)。

その後この手法を用い、種々の金属・合金について熔融面からの蒸発形態を観測してきた。それらの蒸発形態を大別すると、熔融面の広い領域から均等に安定して発生する場合と、熔融面中心部の狭い領域から集中して起こる場合とがあることが判明し、今回この相違の原因を検討した。その結果、陽極となる金属材料の成分元素が蒸発形態に大きく影響することが明らかになった。

熔融面からの各元素の蒸発の相対的な速度は、その元素の含有率と蒸気圧によって概略決まり、そして各元素の蒸気のアーク放電への影響はその蒸発速度と電離電圧によって決定される。図1は縦軸に蒸気圧の関数としての温度 T_{VP} (蒸気圧が133 Pa(1 Torr)となる温度)を、横軸に電離電圧 E_{IP} をとった座標(蒸気圧-電離電圧座標)で、主な元素がプロットしてある。この図により各元素のアークへの影響の度合を相対的に知ることができる。

いま簡単のためにA、Bの2種類の元素からなる合金

を考えてみる。蒸気圧-電離電圧座標においてA、Bの典型的な位置関係を図2の(1)、(2)に示した。これらの場合、A元素よりもB元素のほうが蒸気圧が高いので、熔融面の広範囲からB元素の蒸発が起これ、この蒸発熱によって熔融面の温度上昇は抑制され、A元素の相対的な蒸発領域は温度の最も高い中央近傍のみに限定されて、下の模式図のような蒸発分布となる。

ここで(1)の場合は、A元素の電離電圧のほうが低いので、A元素が蒸発する経路に多くの電流が流れることになり、中心部がさらに加熱されてA元素がさらに蒸発する。すなわち陽極領域は中央に集中し、A元素の蒸発もそこに集中する。一方、(2)の場合は蒸発量の多いB元素の電離電圧のほうが低いので、陽極形成はB元素の蒸気によって完全に支配され、陽極領域は広範囲に分散し、B元素はより広範囲から蒸発する。

以上のように、蒸発させようとする材料が純金属である場合は熔融面の広範囲から蒸発が起こるが、合金の場合にはその主要元素に対して、添加元素の蒸気圧のほうが高く、かつ電離電圧がある程度高いか、あるいは低いか等の事情に依存して、アーク放電の陽極領域の大きさが支配され、その蒸発元素の比率や蒸発形態が大きく影響を受けることになる。

このほか、熔融面での蒸気圧の高い元素の蒸発による消耗により陽極形態や蒸発形態が時間の経過に伴って変化する現象や、陽極領域が集中する場合にその電流密度の集中に伴う電磁力作用によって局部的蒸発の回転運動が起こる現象など、陽極材料の成分元素とさまざまな蒸発挙動との関係も現在次第に明らかになりつつある。

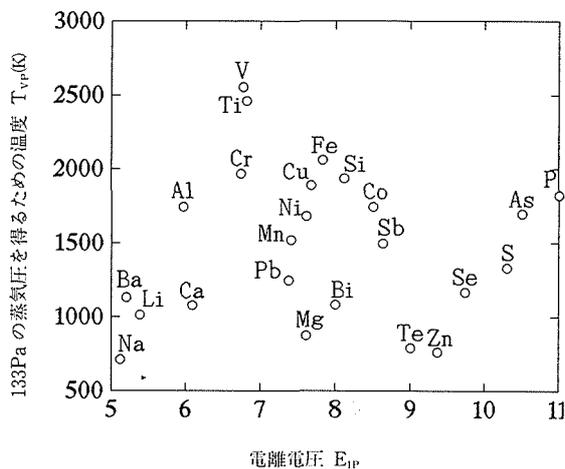


図1 陽極材料における各元素のアーク放電への影響度合の位置づけ

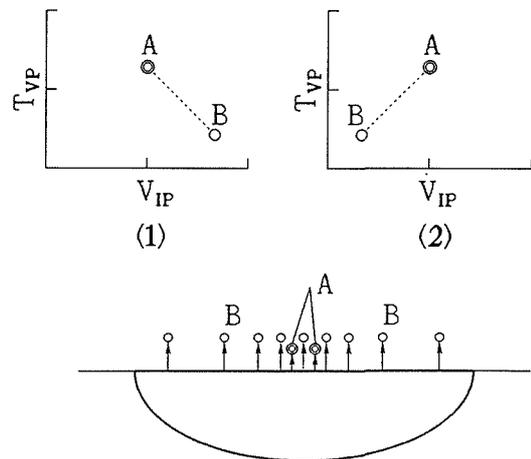


図2 蒸気圧-電離電圧座標における合金元素間方位と熔融金属面での蒸発の相対分布

溶融金属中にサイアロン製ホーンで超音波振動を付加

— 金属合金の凝固組織を著しく微細化 —

金属・合金を溶融後に経過させる凝固プロセスは製品の機械的特性など種々の性質に大きな影響を及ぼすことから工業的に重要である。当研究所では、金属合金の凝固プロセスによる新素材および新プロセスの開発を目的として、微細凝固組織材料を作製する研究を行ってきた。溶融金属を単に冷却するのではなく、超音波振動を付加しながら凝固させた場合に、結晶粒の微細化、偏析の防止、吸収ガスの放出、介在物の除去などの好ましい効果が期待される。しかし従来の方法は、鋳型を振動させるなどの間接的な振動付加法であり、溶融金属に直接振動を付加することはできなかった。それは、振動を伝えるホーン材料として、(1)高温強度が高い、(2)耐熱衝撃性がある、(3)金属溶湯に侵食されない、(4)高温までヤング率に変化がない、などの特性が要求され、これらを満たす材料が見いだせなかったためである。鋳鉄のような高温の溶融金属に振動付加する場合に、鋼製やチタン製などの金属ホーンでは、高温でのヤング率が低く、また溶融金属と反応する等の難点から、超音波振動を長時間付加することはできない。そこで、当研究所ではセラミックス製のホーン材料を探索することとし、品川白煉瓦(株)と共同研究を行い、種々のセラミックスの中からサイアロンを選定して超音波振動凝固装置を作製した。サイアロン(Sialon)はその名が示すように、窒化ケイ素(Si_3N_4)中のケイ素および窒素原子の一部をアルミニウム(Al)および酸素(O)原子で置換した化合物で、高温強度に優れ、金属溶湯に侵食されないなどの特徴を有する。

作製した装置は、超音波発振器(周波数 19 kHz、使用電力 1200 W)、振動子、振幅測定器、2段の水冷ブースタ、ホーン、鋳型および温度計測器から構成されている。作製に際しては超音波振動をサイアロンホーンに伝達させるのに工夫を要した。鋼製ブースタと鋼製ホーンの接続ならばネジで容易に接続できるが、サイアロンホーンでは焼結工程が入るのでネジ加工はできない。そこで鋼製ブースタとサイアロンホーンをフランジ付きの接続ナットで結び付ける方式を考案し、超音波振動を伝達できた。

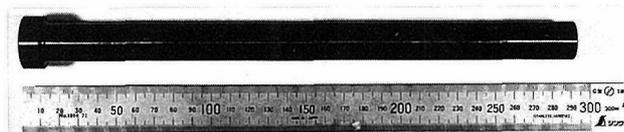


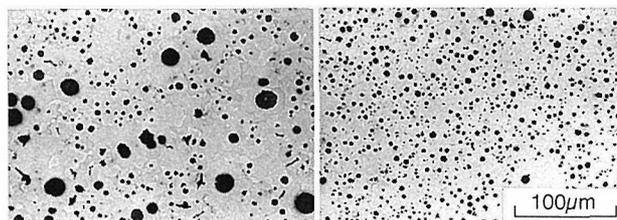
写真1 サイアロンホーンの外観

写真1はホーンの外観を示す。ホーンの振動実験はまず大気中で行った。次いで亜鉛、アルミニウム、銅、鋳鉄の溶湯中および凝固過程に超音波振動の付加を行い、振動特性ならびに結晶組織、鋳鉄中の黒鉛組織の品出に及ぼす超音波振動の影響を調べた。なお、高温の溶融金属中へのホーンの浸漬に際してはホーンへの急激な熱衝撃を避けるために先端部分を予熱した。各金属の溶解量は $1.4 \times 10^{-4} \text{m}^3$ で、凝固温度より 50 K~100 K 高い溶融状態から振動の付加を開始した。

実験の結果、大気中室温でのサイアロンホーンの振動周波数および先端部の振幅はそれぞれ 18.7 kHz, 20 μm 、先端部を 1273 K に予熱した場合は 18.7 kHz, 17 μm 、そして溶融金属中では 18.7 kHz, 13~18 μm であった。また、この実験により、ホーン先端部が 1273 K で、フランジ接続部が水冷ブースタで冷却されて室温となるような大きな温度勾配をもつ状態でも超音波振動することが実証できた。

凝固過程の溶融金属に超音波振動を付加することにより、結晶組織が微細化した。その例としてアルミニウムや銅の等軸晶組織は振動付加によって著しく微細なものとなった。凝固中の鋳鉄に振動を付加した場合にも黒鉛組織の微細化が顕著であった。鋳鉄中に形成される黒鉛はその形状から一般に片状、球状、および中間型のC/V(いも虫状)に分類されるが、特に球状黒鉛やC/V黒鉛は振動付加によって大きさが約 1/2 から 1/3 に減少した。写真2は、過共晶組成(3.7 重量% C, 2.6 重量% Si)の球状黒鉛鋳鉄に及ぼす超音波振動の付加効果を示している。

実験後のホーンの表面には溶湯が付着するものの、き裂や剝離などの損傷は認められなかった。以上のように、サイアロン製のホーンは高温溶融金属に浸漬させて凝固中に超音波振動を付加するのに優れた機器である。



振動無し

振動付加

写真2 球状黒鉛鋳鉄に及ぼす超音波振動の付加効果

海外での研究発表 (1995年1-3月分)

アメリカセラミック学会 (1月8日~1月12日, 米国・ココアビーチ)

1) Properties of TiNi Intermetallic Compound Produced Industrially by Combustion Synthesis.

海江田義也

4月の研究発表 (国内分)

学・協会名	開催期間	発表題目	発表者(所属)
日本セラミックス協会 (東京・東京工業大学)	4.1~4.3	1. アンチモン酸からの水脱離とマイクロ細孔	目 義雄 (反応) 他
		2. 微粒パーライトの合成	目 義雄 (反応) 他
		3. アルミナ超微粒子のプレッシャーフィльтраーション	打越 哲郎 (反応) 他
		4. セラミックス基板上への電子ビーム帯電による粒子配列 (I)	不動寺 浩 (5 G) 他
日本金属学会 (東京・東京理科大学)	4.4~4.6	1. Mgの水素透過特性	天野 宗幸 (機能) 他
		2. BaB ₂ O ₄ における固相転移	木村 秀夫 (機能) 他
		3. 画像解析を用いたクリープ伸び測定装置の開発	中澤 静夫 (設計) 他
		4. Ni基単結晶超合金の余寿命に及ぼすクリープ再熱処理の影響	小泉 裕 (設計) 他
		5. YBa ₂ Cu ₃ O _x 及びBi ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O _y における180 MeV Cu ¹¹⁺ 照射効果	熊倉 浩明 (1 G) 他
日本鉄鋼協会 (東京・東京大学)	4.4~4.6	1. フェライト中のダイポール濃度に及ぼす添加元素の影響	阿部 太一 (設計) 他
		2. ISO-stress法による2.25Cr-1Mo鋼の長時間クリープ破断余寿命の推定	清水 勝 (環境) 他
		3. 10Cr-30Mn オーステナイト鋼のクリープ破断時間の支配因子	金丸 修 (環境) 他
		4. 電子線モアレ法による321ステンレス鋼のクリープ変形挙動の観察	岸本 哲 (5 G) 他
		5. リサイクルのための材料設計	長井 寿 (力学)
		6. 残留オーステナイトと高サイクル疲労特性	長井 寿 (力学)
		7. LCAの方法論上の問題点の検討	原田 幸明 (4 T) 他
溶接学会 (東京・国立教育会館)	4.12~4.14	1. アルゴンイオン衝撃表面処理の拡散接合への影響	大橋 修 (組織) 他
		2. レーザースペックル法による局部加熱近傍の動的ひずみ測定 (第2報)	村松 由樹 (組織) 他

◆特許速報◆

●出願

発明の名称	出願日	出願番号	発明者名
減衰力可変型緩衝器およびこれに適する磁性流体流動制御機構	7.1.11	07-002907	中谷 功, 他2名 (日産自動車株式会社との共同出願)

●登録

発明の名称	登録日	登録番号	発明者名
Nb ₃ Al系超電導線材の製造方法並びに製造装置	6.11.8	5362331	井上 廉, 他3名 (日立電線株式会社及び株式会社日立製作所との共有特許権)
Nb ₃ Al化合物超電導線材の製造法 磁気記録媒体	6.12.7	1888312	井上 廉, 竹内孝夫, 飯嶋安男 中谷 功, 高橋 務, 土方政行, 古林孝夫, 小澤 清, 花岡博明
	6.12.7	1888363	
内部拡散薄膜型getter材料	6.12.7	1888374	吉武道子, 吉原一紘

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所
〒305 茨城県つくば市千現1-2-1
TEL (0298) 53-1045 (ダイヤルイン),
FAX (0298) 53-1005

通巻 第436号
編集兼発行人 石井利和
問合せ先 企画室普及係
印刷所 前田印刷株式会社
茨城県つくば市東新井14-5
平成7年3月発行