

# NO.3

# 金材技研 1976

# ニュース

科学技術庁

金属材料技術研究所

## 高温高圧下塑性試験装置

材料の延性は一般に高温において増加するが、また周囲圧力の増大によっても増加する。したがって、高温、高圧力を同時に加えた場合、各種の脆性材料においても大きな延性を示すようになり、塑性加工も可能となることが期待される。

金属加工研究部では、高温高圧を利用した塑性加工法の検討を行うための基礎データを得る目的で、各種脆性材料の高温高圧下における機械的性質を調べている。写真はこの目的のため新しく試作した装置であって、最高 $900^{\circ}\text{C}$ 、 $10000\text{kg}/\text{cm}^2$ までの任意の温度、圧力下で曲げ試験を行うことができるものである。この装置は、材料試験を行うためのものとしては、温度、圧力共わが国最高の能力をもつもので、さらに下記のような多くの特徴をもっている。

装置はアルゴンガスポンプ、増圧機、高圧シリンダー、各種安全装置等により構成されていて、試験は $10000\text{kg}/\text{cm}^2$ の高圧シリンダー内に設置された加熱炉内で行われる。この炉は上、中、下の3ゾーンに分割されていて、それぞれ独立に温度制御を行うことができ、直径約 $35\text{mm}$ 、長さ約 $200\text{mm}$ のスペースを、均一温度に、あるいは温度勾配をつけて、最高 $900^{\circ}\text{C}$ までに維持することができる。

この炉内に設置する曲げ試験装置は3点曲げ方式で、負荷用ロッドは高圧パッキンを介して、高圧シリンダーの外部から、速度調節可能な電動機によって駆動される。試験片は最高7本まで同時に装着でき、順次試験を行うことができる。また試験荷重は、高圧シリンダー内で、負荷用ロッド

に連結した磁わい型ロードセルで測定し、曲げ変位と同時に記録される。なお、この高温高圧下塑性試験装置によって、この他に引張試験等や簡単な塑性加工実験も行うことができるが、その場合には上記の曲げ試験装置はこれらの試験装置と容易に交換できる構造になっている。

この高温高圧下塑性試験装置を用い、Fe-Al-Si合金、アルニコ合金等について実験を行ったところ、これらの材料の脆性-延性遷移温度が $3000\text{kg}/\text{cm}^2$ で $50\sim 75^{\circ}\text{C}$ 低下するなどの結果が得られつつある。



写真 高温高圧下塑性試験装置の高圧シリンダー部分

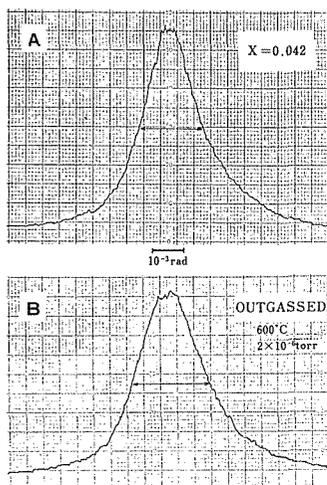
## ニオブ合金中の水素の挙動

ニオブはVa族の金属元素で、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材料、耐食材料さらに医歯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、使用環境下に存在する水分や水素とニオブが反応し、材料の脆化がみられることが多い。脆化の原因は材料中に生成した水素化物によるものと一般には考えられている。この脆化を抑止する方法が確立されれば、その用途の開発や実用化は飛躍的に促進される。例えば一つの方法としては、合金化によってニオブの水素固溶度を増大させ水素化物の形成を抑制することが考えられる。

このような立場から、非鉄金属材料研究部においては、数年来ニオブおよびニオブ合金の水素脆性およびニオブ合金中の水素の挙動に関する研究を進めてきた。このニュース欄でも“ニオブの水素割れ”(1970-4)、“ニオブの水素脆性”(1972-5)、さらに“ニオブ-水素合金の転位組織”(1974-8)を速報した。

水素脆性に関連するとみなされる水素固溶度については、常温ではニオブが約5at%であるのに対して、VやMoを合金化したニオブでは、顕著な増大が認められることを当研究部で見出した。と同時に、添加合金元素と水素原子との相互作用に関する興味ある現象が見出された。図1に示されるように、Nb-V合金への水素添加は、粉末X線写真における回折線の半価幅の減少をひき起した。

図1 Nb-5at%V合金の粉末X線回折線(110)のプロファイル  
A: 水素を添加(X=0.042)した合金試料。  
B: Aを脱水素処理した試料。



その添加水素を真空加熱処理で除去すると図1(B)のように半価幅は再び増大する。一般に水素は金属中に格子間原子として固溶し、水素の固溶にもなって回折線半価幅を増大させる場合が多い。本合金においては、逆に回折線半価幅を減少させている。すなわち固溶した水素がV原子のまわりにトラップされ、Vによってひき起された格子歪が水素によって緩和された結果と解釈した。

また本合金における $^{93}\text{Nb}$ 核の核磁気共鳴吸収線幅の室温での水素濃度(X)依存性を図2に示す。図2から明らかなように水素濃度の増大(X=0.05まで)にもなって線巾は急激に減少する。すなわち水素の固溶による線巾の減少を、Vによってひき起されたNb核での電場勾配が水素添加によって減少することを示しており、前述の回折線半価幅の挙動と同様に、V-H対の形成によって説明しうる。

近年エネルギー問題が社会的に関心をもたれており、新しいエネルギーシステムの模索が行われている。新エネルギーの一つとして水素の利用が挙げられ、その実用化への見通しが議論されている。水素の貯蔵輸送の一手段として金属水素化物の利用が考えられ、多くの研究が進められている。

ニオブ合金中の水素の挙動に関する当研究部の一連の研究は、現時点においては水素貯蔵合金の探索方針に有用な知見を与えるのみならず、固溶体合金中の水素の挙動を知る基礎研究の立場からも大きな興味と関心をもたれている。

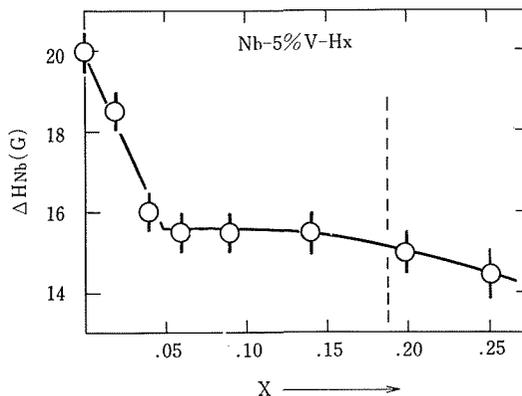


図2 Nb-5at%V-Hx合金の室温での $^{93}\text{Nb}$ 核の核磁気共鳴吸収線幅( $\Delta H_{\text{Nb}}$ )の水素濃度(X)依存性。縦の点線は水素固溶限を示す。

## 耐熱材料の状態分析

金属材料中に形成される析出相の種類、形態、分布状態および生成量などは材料の諸特性と密接な関係を持っている。特に材料の使用中に析出状態が変化し、それに伴ないその機械的性質も変化する耐熱材料系にあっては、これらの関連を解明することが重要である。

そこで金属化学研究部では鉄鋼材料研究部の協力を得て、状態分析の一環としてSUS304ステンレス鋼を含めた2, 3の耐熱材料中の析出物の研究を行っている。ここではSUS304系ステンレス鋼について検討した結果の一部を述べる。

各種析出物の定量的な抽出分離法については多くの研究がなされてきたが、現在では定電位電解抽出法が最もよいとされている。そこで主として電解法により析出物の抽出分離を行った。

炭化物を多量に析出させるため、炭素量を増した19Cr-10Ni-0.3C鋼をベースとし（プレーン鋼と名付けた）、これにTiあるいはNbを3%加えた鋼を試料とし、1200°C×2hr水冷の溶体化処理を行った試料について、700°C×250hr空冷、および800°C×10hr空冷の2種の時効処理を行い、これについて、主として炭化物および金属間化合物の抽出と解析を行った。

抽出分離のための電解液として、水溶液系2種、メタノール溶液系2種を検討した。水溶液系は先に行った炭素鋼中のセメントイトの抽出に良好な結果を与えたものであり、メタノール溶液系は従来から抽出に広く用いられているHCl-メタノール溶液と最近提案されたスルホサリチル酸-メタノール系のものである。これらを用いて種々の条件で電解を行い、それぞれの場合の分解量、抽出率、分解状態、さらに抽出残渣の濾別の際の作業性などを総合的に判断

した。その結果、1%テトラメチルアンモニウムクロライド(TMAC)-4%スルホサリチル酸(SS)-メタノール溶液を選んだ。さらに参考のため、

従来から用いられている化学的分解液2種についても検討したが、これらは収率が極端に低く、ここでも電解法のすぐれていることが確かめられた。

この電解液で試料の定電位電解を行い、析出物を抽出分離した。抽出物粉末のX線回折の結果、主成分は700°C、800°C時効材共、プレーン鋼ではCr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、Ti含有鋼はTiC、Nb含有鋼はNbCであった。

化学分析の結果もこれを裏付けるものであった。しかし、抽出物の電顕などによる観察では主成分と思われるものの他に微細な粒子が多数認められた。そこで試料鋼についてのEPMA、抽出レプリカあるいは電解抽出物の電子回折などで、これら微細粒子の同定を行った。その結果を表に示す。700°C時効材では3種の鋼すべてにCr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>が認められるが、800°C時効材ではプレーン鋼にのみCr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>が認められる。鋼種別に見れば、プレーン鋼ではCrの炭化物が主、Ti含有鋼ではTiCが主であり、Nb含有鋼ではNbCが主であった。

この他に微量成分として、各種の炭化物および金属間化合物などが認められた。このように上記電解液での電解により、多種類の析出物が抽出でき、また抽出率、作業性も良好であり、この電解液の優秀性が確認され、SUS304系ステンレス鋼中の析出物の抽出については一応の成果が得られた。

これら抽出残渣の濾別にはポアサイズ0.1μmのフィルターを用いているので、それ以下のサイズの粒子は捕集されていないが、これら微細粒子も材料の性質にかなりの影響をおよぼしていると考えられるので、完全捕集をすることが状態分析において解決していかねばならぬ課題の一つである。

表 抽出された析出物 (TMAC-SS-メタノール電解液による)

	700°C時効材	800°C時効材
プレーン鋼	Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> (主), Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub> (Cr, Fe) <sub>7</sub> C <sub>3</sub> , σ-FeCr	Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> (主), Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub> σ-FeCr
Ti含有鋼	TiC(主), Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , η-Ni <sub>3</sub> Ti NiTi <sub>2</sub> , TiN, σ-FeCr	TiC(主), NiTi <sub>2</sub> η-Ni <sub>3</sub> Ti, FeTi
Nb含有鋼	NbC(主), Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub> Cr <sub>2</sub> Nb, Ni <sub>3</sub> Nb, σ-FeCr	NbC(主), Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub> Ni <sub>3</sub> Nb, σ-FeCr

## 【出願公開発明の紹介】

**高温高強度構造材用  
V-Cr-Zr 合金** 特公開昭50-125907  
昭和50年10月3日

V-Cr合金にジルコニウムを添加し加工性、高温靱性及びナトリウム耐食性を著しく改善させた合金。核特性、核燃料との共存性、及びナトリウム耐食性に優れているので高速増殖炉燃料被覆管用材料等に利用が期待される。

**加工性の優れたCu添加フ  
ェライト系ステンレス鋼板  
の製造法** 特公開昭50-125919  
昭和50年10月3日

フェライト系ステンレス鋼板にCuを添加し、析出処理することにより深絞り加工性の改善を図ったフェライト系ステンレス鋼板の製造法。耐食性に優れ、美しく廉価であるため各種容器、外装材等深絞り製品への用途が期待される。

**被溶接物の表面と裏面の  
温度位相差による溶融状  
態の検出方法** 特公開昭50-128645  
昭和50年10月9日

片面溶接および厚肉管の突合せ溶接の溶込み状態を検出するため、アーク電流にパルス電流または交流電流を重畳して生ずる温度変化を被溶接物の裏側で測定し、この温度変化とアーク電流との位相差、波形を比較することにより溶接部の溶融状態を検出する方法。

**低見掛密度銅粉の製造法** 特公開昭50-128670  
昭和50年10月9日

オイルレスベアリング等、銅系焼結部品の不規則形状の銅粉を得るため、アトマイズ法による銅粉の粗粒子と微粒子の混合粉を還元処理した後、粉碎して低見掛密度銅粉を製造する方法。

**銅電解法** 特公開昭50-131814  
昭和50年10月18日

非鉄金属の電解製錬に関し、電解能率の向上、プロ

セスの連続化および直接化を図るため、電解槽の水溶液を隔膜で仕切り、一方に銅粒子を、他方に白鍍粒子を懸濁させてpHの差による起電力により電解を行う無電源電解方法。

**鑄造品の表面欠陥を防止  
する生型粘結剤** 特公開昭50-154115  
昭和50年12月11日

鑄造品の製造の際にしばられ、すくわれ等の表面欠陥を防止するため、けい砂を骨材とし、水酸化マグネシウムと水酸化アルミニウムの混合物をベントナイトに添加してスピネル効果により鑄型表面層の破損を防止した生型粘結剤。

**水溶性鑄型** 特公開昭51-159818  
昭和51年1月6日

砂型鑄造の際、造型、型ばらし工程での騒音、振動、塵埃、悪臭等を防止するため、アルミナ、珪砂その他の骨材に、酸化バリウム、ほう酸またはほう素系の化合物を含有させた水溶性鑄型。

**超電導V<sub>3</sub>Ga線材の製造方法** 特公開昭51-3595  
昭和51年1月13日

大型強磁界発生装置に使用される臨界電流密度の高い多芯超電導材の製造法で、バナジウムにガリウムを被覆し、これを銅パイプ中に挿入し、その複合棒を減面加工した後、熱処理してバナジウムと銅との境界にV<sub>3</sub>Ga層を生成させる方法

**キャンドモーター用キャン** 特公開昭51-4510  
昭和51年1月14日

モーターの固定子と回転子の間に挿入するキャンによる磁氣的隙間を補ない、モーターの効率、力率等の低下を防止した、高出力小容量のキャンドモーターに適した、{001}〈110〉の集合組織を有する強磁性金属材料でできたキャンドモーター用キャン。

### ◆ 短 信 ◆

#### 世界最高磁場の超電導マグネットを完成

昭和48年度より3カ年にわたり2億5200万円で建設を進めていた超電導強磁界発生装置をこの程完成し、50年10月

筑波地区に竣工した超電導材料実験棟に設置された。この装置は当研究所の製法特許で作ったV<sub>3</sub>Ga超電導テープを組み込み、世界で初めて172KGという高磁場の記録を立てた。今後、超電導材料の強磁界特性の試験研究に使用される。

通巻 第207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  
電話 東京 (03)753-6969(代)

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)