

金材技研 1976

科学技術庁

NO.4

ニュース

SUS 316鋼の中性子照射脆化と製造条件

高速増殖炉は核燃料であるUの利用率を飛躍的に高めるため、燃料効率上極めて有利であり、1980年代には商用炉が稼動することが期待されている。燃料被覆管としては、現段階ではSUS316鋼の溶体化処理材及び10～20%冷間加工材などが用いられようとしているが、照射脆化が大きな問題になることが予想される。

原子炉材料研究部では、脆化の機構を明らかにし、その改良の方向を見いだすための研究を行っている。延性に関する因子としては、合金元素、結晶粒度、炭化物分散形態、微量不純物などがある。これらの影響を調べるために溶解法、圧延率、熱処理条件、化学成分を変えた実験を行った。各試料に関する主な照射前処理条件は図中に示す通りであり、溶体化材(No.5～7)と再結晶材(No.1～4)に大別できる。再結晶材は熱処理温度を変えて微細組織を調節した。照射は原研の材料試験炉を用い、引張試験機はインストロン型を使用した。

照射による材質変化を示す照射感受性は照射材に対する非照射材の比で定義した。延性が最も重要なポイントであるから、これを破断伸びで代表させると、図の結果が得られた。溶体化材と再結晶材では全く挙動が異なる。溶体化材は高温になるに従って脆化する、いわゆる典型的なHe脆化を示す。炭素量を少なくするとHe脆性を促進する。再結晶材は650℃で脆化が最も著しい。これは粒内に炭化物が微細に分散するためであろう。またTi添加の効果は炭化物安定化によって延性の改善に寄与していると思われる。750℃における延性の回

復は、650℃で生成した炭化物の再固容と超塑性の重畳効果によるものと思われる。

今後の材質改良の方向としては、下記の二つが考えられる。

- 溶体化処理材の場合、できるだけ炭素量を高める。その上限値を決めるとともに、適当な炭化物安定化元素を添加する。
- 再結晶材及び組織微細化材の場合、炭素量を少なくする。この場合、強度、スエリングを考慮して、高Ni化、 γ' 型化合物析出強化の方向を検討する。

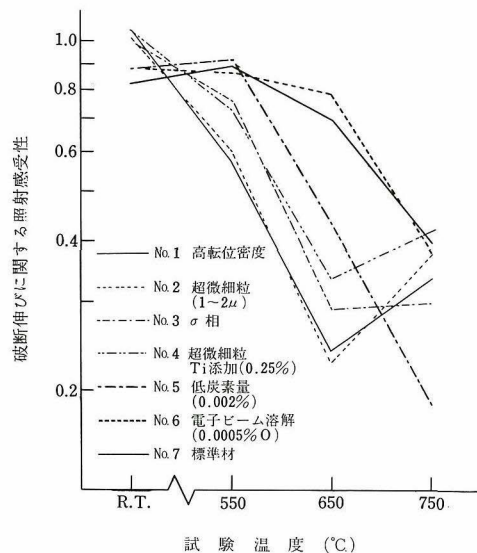


図 諸種の前処理を行ったSUS316鋼の破断伸びに関する照射温度感受性(照射材の非照射材に対する比)
照射条件 温度650℃、中性子線量 $2.5 \times 10^{20} \text{ n/cm}^2$
 $E > 1 \text{ MeV}$

質量分析法による金属中の水素定量

最近、鋼の遅れ破壊や水素脆性など金属中に溶解した微量の水素が原因となる現象が問題になっている。このような脆化現象は特定の微小部分に集積した水素に起因するとされ、微小部に点在した水素量を知ることが必要になってきた。

金属化学研究部では微小部に偏在している水素の定量法の検討を行っている。従来の融解抽出法は全水素量を求める方法であるので微小部の水素を求めることはできない。イオンマイクロアナライザ(IMA)、レーザーマイクロプローブ法などで微小部の水素定量が検討されているが、これらの方法は水素のバックグラウンド、イオンフィールドなどに問題があってまだ定量法は確立されていない。そこで微小部の微量成分の分析が可能なスパークイオン源質量分析法(AEIMS7)によって水素定量の検討を行った。

本装置を用いて水素を定量するとソース部(イオン発生部)の hidroカーボン、水、試料表面などの影響でバックグラウンドが高く定量が困難であったが、ソース部の真空をよくすることによって水素のバックグラウンドが減少することを見いだした。

ソース部にクライオポンプ(AEI製)を使用すれば 10^{-7} torr以下に下がるが、それだけでは水素のバックグラウンドが高く数十ppm以上の水素が存在した。そのため、ソース部を 50°C 前後の温度で10時間以上ベーキングした後、クライオポンプを使用すれば真空度が 10^{-8} torr(図)以下まで下がり水素のバックグラウンドも2～3 ppmになり精度よく定量できることが分った。

そこで、常温では水素が逃散しにくい水素量既知のステンレス鋼(NBSの標準試料など)、高純度チタン板(日本標準試料)、高純度ニオブ、およびタンタル中の水素定量にこの方法を応用した。それぞれの試料表面を化学研磨し、さらにプレスバーク(1×10^{-9} クーロン)を行って表面の水素の影響を小さくして得られた結果の一部を表に示す。ステンレス鋼、チタン、ニオブはいずれも正確さ、精度とも良好であったが、タンタルは悪かった。この原因はまだ明らかではないが、水素定量法に関する技術について一応の成果が得られたものと考えている。

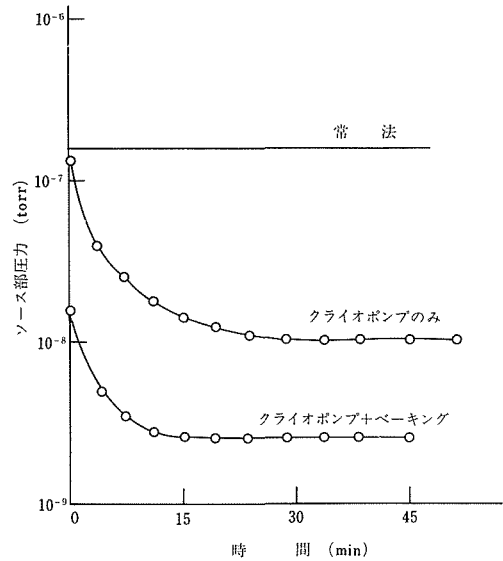


図 クライオポンプのポンプ特性

対極に金線(約 100μ)を用いるプローブ法の手段を用いれば更に微小部の水素が定量できるのでそれについて検討している。ステンレス鋼は試料履歴によって水素の偏在量が異なるなど種々の新しい知見が得られたが詳しいことは現在検討中である。

表 定量結果 (ppm)

試料	ステンレス鋼		Ti		Nb		Ta	
	NBS 442	SnS 27	H306	H307	A	B	A	B
標準値	2.0	4.3	20	16	12*	15*	10*	20*
定量値(x)	2.1	5.1	26	16	12	22	14	30
λ	0.5	1.1	4.4	4.0	1	1.4	20	6.0

*真空加熱法による値

高張力鋼の水素吸収に及ぼす応力の影響

海洋鉄鋼構造物の海水腐食防止対策には、電気防食法が適用されることが多い。しかし、これら構造物の構成材料に高張力鋼が使用された場合、過度の防食電流は腐食を防止する効果があっても鋼の水素脆化を導びく危険性をもつことが懸念されている。

腐食防食研究部では、海水環境における有効かつ適切な電気防食法の適用条件を明確にするのを目的として、さきは無負荷状態におけるカソード分極下での軟鋼および高張力鋼の水素吸収挙動について検討した。その結果によると軟鋼中の水素の拡散係数と温度の関係は $D = 4.93 \times 10^{-4} \exp(-\frac{1560}{RT})$ で表わされ、焼なました軟鋼中の水素は格子内拡散することを認めた。一方80キロ級高張力鋼の水素透過に及ぼす熱処理の影響を求めた結果によると焼入れ状態では水素の拡散係数 D (25℃) は $4.41 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{sec}$ であるが、焼戻し温度が高くなるにつれ D は増大し、680℃焼戻しでは $4.93 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{sec}$ になることを明かにした。今回、さらに同様な条件における高張力鋼の水素吸収と水素脆化感受性に及ぼす負荷応力の影響について研究を行った。

金属に応力が加えられると、塑性変形を起こして転位などの格子欠陥を増加し、これが水素原子の拡散を促進する。そのため、鋼の水素脆性においては、水素と転位との相互作用が重要な役割をなすことが指摘されている。そこで、図1に示すような2槽から成る電解槽を定荷重式応力腐食試験機

に取り付け、電解槽の中央部に設置した鋼試片に静的な定荷重で引張応力を負荷したのち、既報(本誌1971.No.12.p.2)の電気化学的水素透過測定法によって、測定側に到達した水素をイオン化する電流から透過速度を求めた。実験結果の一例として、680℃で1時間焼もどしをした60キロ級高張力鋼に種々な引張応力をかけた場合の水素透過速度の変化を図2に示す。水素透過速度は低応力下では小さいが、負荷応力が増大するとしだいに大きくなり塑性域になると始めに時間の遅れを生じるが、その後ある時間後には非常に大きくなることが認められた。また、この曲線から算出した水素の拡散係数 D は、応力が弾性域内では $D = 4.73 \sim 5.56 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{sec}$ とほとんど一定であるが、降伏点付近の塑性域では $D = 2.08 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{sec}$ となって急に減少しており、一方、水素の溶解度 C_0 は弾性域内では $C_0 = 1.19 \sim 1.40 \times 10^{-7} \text{ gr. atom/cm}^3$ とほとんど変化しないが、降伏点付近の塑性域では $C_0 = 2.26 \sim 9.96 \times 10^{-7} \text{ gr. atom/cm}^3$ となり急に増大する結果が得られた。

このように、水素透過は塑性変形域の応力を与えることによって影響をうけ、塑性変形が起こるような引張応力が働いている部分に水素が集中しやすくなることが認められた。これは、水素脆化機構の解明のうえから重要な結果であり、これらの増加は水素脆化試験による割れ感受性とよい対応を示した。

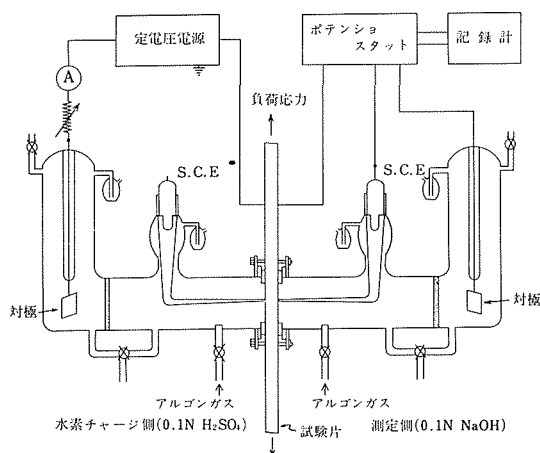


図1 引張応力下的水素透過測定装置図

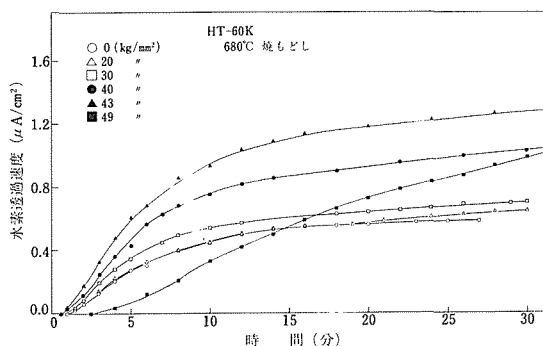


図2 60キロ級高張力鋼の水素透過曲線におよぼす応力の影響

【特許紹介】

強化素地を持つ繊維強化複合材料およびその製造法

出願公告 特公昭50-29684, 昭和50年9月25日

特許査定 昭和51年1月9日

発明者 塩田一路, 渡辺 治

この発明は共晶合金を繊維で強化し、合金素地が一方方向性凝固相又は金属酸化物等が析出した強化素地から構成されている繊維強化複合材料及びその製造法である。

合成樹脂を繊維で強化した複合材料は機械構造物部品や新建材に使用されているが、繊維強化複合金属材料(FRM)ではほう素又は炭素繊維でアルミニウムを強化したもののほか、医療用としてウイスキー強化金属材料が一部に使用されているに過ぎない。複合材料の強化基材として一般に使われている炭素繊維などは、比弾性率及び比強度の高い軽量高強度材料であるが、これを金属と組み合わせても予期した効果が必ずしも得られていない。

この発明では合金素地が共晶組成の一方方向性凝固相又はアルミナ、トリアなどの分散強化合金により強化されているため全体として強度の高い複合材料が得られる。この複合材料の作成は、通常の溶製法により合金中に繊維を一樣に分散させ複合材料を作る工程及びついで合金素地の熱処理により析出相を制御して素地の強化を行う工程から構成されている。繊維と合金との適合性を改善するため、繊維はあらかじめ前処理し、非金属、合金又は化合物を被覆するか、酸化処理を施すのが好ましく、これにより合金素地と強化繊維との密着性を十分確保することができる。

この発明によると強度比の高い種々の複合材料が提供できるため、多様な用途を期待することができる。

金属電解製錬装置

出願公告 特公昭50-29802, 昭和50年9月26日

特許査定 昭和51年1月16日

発明者 亀谷 博

この発明は電解槽の陽極室で水溶液に懸濁した

製錬原料の粗金属粉末又は金属硫化物粉末を溶解させ、陽極室から隔膜で仕切った陰極室で種粒子に純金属を電解析出させる金属の電解製錬装置に関するものである。

この電解製錬は、水溶液に懸濁した粒子が電極と接触する際の電子の授受による粒子表面の電解反応を利用するため、電解槽に粗金属板と種板を交互に吊って行う現行の電解法にはない電解表面積の著しい拡大に伴う能率向上とプロセスの連続化という新しい局面を展開する。

この電解装置の目的は水溶液中に原料粉末を良好に分散、懸濁させ、また微細な種粒子を粗い粒子に成長させるようにした点にある。図はこの発明の電解製錬装置の1例である。電解槽1は隔膜4にて、陽極11を備えた陽極室2と陰極12を備えた陰極室3に分けられている。多孔板5、6の中心部に取付けた軸7、8は自在継手を経て上下往復動装置9、10に連結され、この多孔板の上下動により水溶液を攪拌する。原料をリバルプした水溶液を流入口13に入れ、溶解後排出口15からとり出す。純金属種粒子は電解液と一緒に流入口14に入れ、電解析出による成長後排出口16からとり出す。この装置は槽の高さを小さくし、電極間距離を短くできるので電解液の電気抵抗を減少でき、槽全体の水溶液の攪拌が良くできる特徴がある。

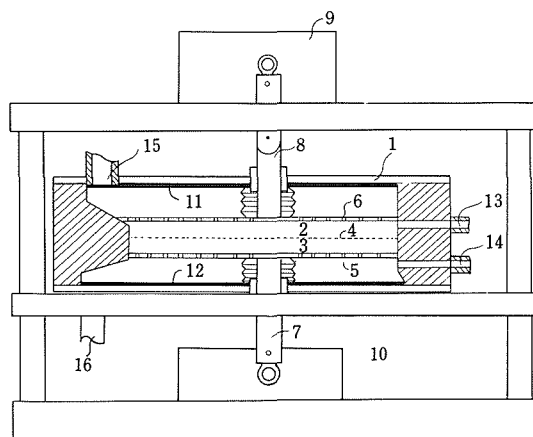


図 金属電解製錬装置

1. 電解槽 2. 陽極室 3. 陰極室 4. 隔膜
5. 6. 多孔板 7. 8. 軸 9. 10. 上下往復動装置
11. 陽極 12. 陰極 13. 14. 流入口 15. 16. 排出口

研究成果の発表

1. 国際会議 (○印は発表者を示す)

第3回チタン国際会議 (昭和51年5月18日～5月28日, ソ連・モスクワ)

発表論文 1. Serrated Flow in α -Titanium Alloys.

○ H.KIMURA and H.SASANO

国際溶接学会1976年年次大会 (昭和51年8月21日～8月28日, オーストラリア・シドニー)

発表論文 1. Japanese Comments on the Second Draft of ISO/TC17/SC3 Concerning Quenched and Tempered Steels (IIWDoc. IX-958-76)

○ M.INAGAKI

2. Recent Trend of Research on Cold Cracking with the Implant Test in Japan (IIWDoc. IX-76)

○ S.MATSI and M.INAGAKI

3. Survey on Present Practice of Jointing Steel Bars of Reinforcing Concrete in Japan.

○ M.INAGAKI, S.OHTA and S.HAKAMATA

2. 国内の春季学・協会発表 (口頭)

学・協会名	発表期日	発 表 題 目	担当研究部
日本金属学会分科会シンポジウム	3.16	1. 非鉄材料における水素誘起脆性	非鉄金属材料
応 用 物 理 学 会	3.29～3.31	1. $\text{HgCr}_2\text{Se}_4\text{-CdIn}_2\text{S}_4$ 異質接合	金 属 物 理
		2. 強磁性半導体 CdCr_2Se_4 単結晶の光学的特性	"
日 本 鉱 業 会	3.30～4.1	1. 鉛精鉱の懸濁直接電解 I 懸濁液の電位について	製 錬
		2. " II 電解	"
		3. 懸濁電解による塩化物液中の銅の採取	"
		4. 銅の噴霧溶錬に関する基礎研究	"
日 本 機 械 学 会	4.1～4.3	1. 鋼のすべり摩耗の摩擦速度依存性に及ぼすふん囲気の影響	材 料 強 さ
		2. 疲れき裂伝播におよぼす平均応力の影響	疲 れ
		3. 疲れき裂先端のひずみ分布	"
		4. 疲れき裂伝播における荷大荷重の影響 (第3報)	"
		5. ブラケットが溶接されたIビームの曲げ疲れ強さ (第2報)	"
		6. 層状及び粒状パーライト鋼のP-S-N曲線	"
日 本 金 属 学 会	4.4～4.6	1. 閉じた容器での蒸気圧測定による CdSe の非化学量論組成の決定	金 属 物 理
		2. $\text{Ni-8\%Ti}$ 合金のキュリー温度と時効挙動	"
		3. Ni 基超耐熱合金の開発研究	鉄 鋼 材 料
		4. FeTi , CoTi および NiTi の降伏強さにおよぼす温度と組成の影響	非鉄金属材料
		5. 低合金高張力鋼と7050アルミニウム合金の疲れ割れ伝播に伴う塑性仕事	"
		6. ニオブ結晶における転位セル構造形成の連続観察	"
		7. Fe-Ni-Mn 合金における等温マルテンサイトの形態	"
		8. $\text{Ni-6.05wt\%Al}$ 合金における γ' 粒子 (Ni_3Al) の核形成速度	"
		9. 公害対策を考慮した CrSi_2 のスリップ casting とその熱電特性	電気磁気材料
		10. $\text{SmCo}_{0.5}\text{Cu}_{1.5}$ 単結晶の磁区の振舞い	"
		11. 局在電子模型による $\text{Pr}(\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x)_5$ の結晶磁気異方性の解析	"
		12. 高速スパッター法により作成した超電導材料の特性と組織	"
		13. 複合加工 V_3Ga 線材の超電導特性に対する添加元素の影響	"
		14. タングステンを含む304系ステンレス鋼中の析出物の定電位電解抽出	金 属 化 学
		15. 304系ステンレス鋼の熱処理とその析出物	"
		16. モリブデンを含む304系ステンレス鋼中の析出物の定電位電解抽出	"
		17. 硫化ストロンチウムの製法とその電気伝導度	製 錬
		18. 高温高圧下曲げ試験装置について	金 属 加 工
		19. Fe-Cr 合金の高温酸化スケール中に生ずるマイクロクラックとそのヒーリング	腐 食 防 食
		20. α -鉄の表面拡散係数に及ぼす酸素吸着の影響	"
		21. 銀の表面拡散係数に及ぼす酸素吸着の影響	"

日 本 金 属 学 会	4.4 ~ 4.6	22.低重力環境におけるSiCウィスカー強化銀複合材料の作製 23.応力負荷による鋼およびアルミニウムの超音波速度の変化	材 料 強 さ "
日 本 物 理 学 会	4.4 ~ 4.7	1. CoAl規則合金の電子構造。 2. Dy _x Ce _{1-x} Ru ₂ の超電導と磁性。 3. AlのdHvA効果—磁氣的相互作用を中心にして 4. CuCr ₂ Se ₄ 単結晶の磁性 5. 引張り速度を周期的に変えたときの銅単結晶の変形応力。	金 属 物 理 " " " "
日 本 鉄 鋼 協 会	4.4 ~ 4.6	1. 713のγとγ'の量比を変えて組み合わせたNi基铸造合金。 2. 18-8ステンレス鋼の加工硬化におよぼす粒径の影響。 3. マルエージ鋼の繰返し熱処理による強靱化 4. 10Ni-8 Co系鋼の強靱性におよぼす酸素の影響 5. 微細粒フェライト組織を有する鉄置換型固溶体合金の低温延性 6. マルエージ・ステンレス鋼の強靱化 7. 350kg/mm ² 級マルエージ鋼の研究 8. 冷間圧縮した還元鉄ブリケットの再酸化に及ぼす酸化温度の影響 9. 加圧水素下における鉄鉱石の流動還元実験プラント操業 10. 加圧流動還元実験プラントにおける鉄鉱石の流動化について 11. 連続流動炉からの鉄鉱石粒子の還元率分布。 12. 19-9DL鋼及び12Cr-Mo-W-V鋼のリラクセーション曲線における屈曲。 13. 金材技研における長時間クリープ試験データ・IX STBA20およびASTMA387のクリープ破断データ 14. ボイラ管用0.5Mo鋼(STBA12)のクリープ破断延性について	非鉄金属材料 鉄 鋼 材 料 " 強 力 材 料 " " " " 製 錬 " " " ク リ ー プ "
電 気 化 学 会	4.5 ~ 4.7	1. 回転攪拌懸濁電解槽	製 錬 溶 接
溶 接 学 会	4.13~4.15	1. 拡散接合に関する研究 第4報 材料の高温変形特性と接合特性との関係 2. 金属の水素脆化現象における水素の存在に起因する原子間結合力低下度算出の1つの試み 3. TIGアークにおけるアーク特性 第1報 電極形状のアーク圧力に及ぼす影響 4. 突合せ溶接における角変形とルート割れについて 5. 予熱および溶接による冷却時間を推定する実験式の検討 6. 電子ビーム溶接における穿孔現象に関する実験 7. 湿式水中プラズマ溶接の熱効率 8. 突合せ溶接継手の表面き裂伝播について	" " " " " " " 疲 れ
低 温 工 学 協 会	5.6 ~ 5.8	1. 17万5千ガウス超電導マグネットシステム	電気磁気材料
JIM第1回国際シンポジウム	5.10~5.12	1. Cu-Zn合金サイクリック変態におけるマルテンサイト形成の再現性と母相の微細構造について 2. Co-Be合金のマルテンサイト変態におよぼす磁区の影響	非鉄金属材料 "
塑性加工春季講演会	5.11~5.13	1. 遊性圧延機の圧延荷重に及ぼす動的影響。	金 属 加 工
粉体粉末冶金加工協会	5.11~5.18	1. 噴霧法によるAl-Cu複合粉の製造	"
腐 食 防 食 協 会	5.12~5.14	1. 人工海水中におけるチタンおよびRuO ₂ 被覆電極のアノード挙動 2. 鉄の再不動態化に及ぼす塩化物およびモリブデン酸イオンの影響	腐 食 防 食 "
日 本 鋳 物 協 会	5.18~5.20	1. 鋳造用金型の変形現象について	金 属 加 工
金 属 表 面 技 術 協 会	5.26~5.27	1. Al陽極酸化皮膜中への硫酸イオンの混入について 2. 高濃度硫酸、リン酸混合浴中での銅の陽極挙動について 3. 塗装鋼の耐食性におよぼす鋼の表面状態の影響について 4. ホウ酸およびホウ酸塩による鉄鋼の化成処理	腐 食 防 食 " " "

◆ 短 信 ◆

● 所内公開

科学技術週間（昭和51年4月12日(月)～4月18日(日)）行事

として4月15日(木)13時～17時に本研究所を一般に公開し、研究業務及び設備の紹介を行います。

通巻 第208号

発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 榊 原 賢 二

東京都目黒区中目黒2丁目3番12号

印 刷 株式会社 ユニオンプリント

電話 東京 (03) 719-2271 (代表)

東京都大田区中央8-30-2

郵便 番 号 (153)

電話 東京(03)753-6969(代表)