

金材技研 1976

科学技術庁

ニエース

金属材料技術研究所

NO.7

高温加圧流動還元実験パイロット・プラントの操業

近時、環境問題が少なく、原料炭を用いない製鉄法として直接還元法が注目されており、特に核熱エネルギーを利用する直接還元法の一つとしてのシャフト炉法は既に国の大型プロジェクト研究として開発が進められている。

製錬研究部においては還元剤として一酸化炭素、水素などの還元ガスを用いる還元法の中でシャフト炉法と同じく重要な流動還元炉法の開発を目的として高温加圧流動還元実験パイロット・プラントの操業を行っている。操業の目標は成品還元率95%以上、ガス利用率30%、生産性50t/m²・日以上とした。これはシャフト炉法と比べ得る操業効率として設定した。この操業効率を得るためにパイロット・プラントは次のような特徴をもっている。(1)還元過程における還元鉍の焼結防止のため粗粒鉍(16～115メッシュ)を使用する。(2)生産性を大にするために還元温度は最高900℃とし加圧水素還元を行う。(3)水素の900℃以上の

加熱は酸素吹込による直接加熱で行う。(4)成品還元率の向上のため向流、十字流併用の多段法を採用している。写真は装置の還元部を示す。中央部に3段の反応炉が見える。表は操業結果の一部で段数は上段と下段の向流2段と下段には分離板を用いた十字流2段の3段還元の場合である。下段の分離板による各段の温度差からその効果が明らかである。実験Ⅰにおいてはガス利用率は23%と目標値より低い成品還元率95.7%、生産性55.1t/m²・日と目標値に達し、焼結のない操業を行うことができた。実験Ⅱはさらに給鉍速度を大にした場合の結果でガス循環量がほぼ同量のため還元温度の低下に伴い成品還元率も低下したがガス利用率、生産性はかなりの向上を示した。今後さらに目標値の達成と安定操業条件の検討のため実験を進める計画である。

表 パイロット・プラント操業結果

		I	II	
実 給 鉍 速 度	kg/hr	153	209	
炉 内 圧	atm	8	8	
ガ ス 循 環 量	m ³ /hr	341	333	
水 素 濃 度	%	97.2	97.2	
酸 素 吹 込 速 度	m ³ /hr	9.5	10.2	
吹 込 水 素 温 度	℃	1180	1200	
温 度	上 段	℃	565	540
	下 段 入 側	℃	860	780
	“ 出 側	℃	893	836
成 品 還 元 率	%	95.7	80.0	
ガ ス 利 用 率	%	23.0	26.5	
生 産 者	t / 日	2.7	3.9	
生 産 性	t / m ² 日	12.0	17.3	
	t / m ² 日	55.1	79.6	



写真 流動還元実験パイロット・プラント

回折光の干渉を用いたモアレ法による疲れき裂先端のひずみ分布測定

構造物の疲れ破壊に先立って疲れき裂が伝播する過程が存在する。伝播する疲れき裂の先端には、数 $10\mu\text{m}$ から数 $100\mu\text{m}$ までの塑性変形域が存在し、き裂が塑性域を通過するまでに、先端の微妙な部分は強度の塑性ひずみを繰返し受けて破断することによって、き裂が伝播すると考えられる。そこで、疲れき裂先端のひずみ分布を知ることは、その伝播挙動を理解する上できわめて重要なことである。

疲れき裂先端のひずみ測定は、技術的に非常に困難を伴うため、この種の測定が行われた例はあまり多くない。疲れ試験部では、レーザ光の回折と干渉を利用したモアレひずみ測定装置を試作し、高い線密度のモアレ縞写真を撮影した。

普通のモアレ縞ひずみ測定は、試験片に格子を描き、変形後の格子と変形前の格子（参照格子）を重ね合せて得られるモアレ縞の間隔を測ることによって行われる。この場合、ひずみ ε 、格子間隔 a 、モアレ縞間隔 d の間には、 $d \div a/\varepsilon$ なる関係がある。一般に用いられる格子間隔は $25\mu\text{m}$ であるから1%のひずみに対して $d=2.5\text{mm}$ で、き裂先端のひずみ分布を求めるには感度が不足している。

試作したモアレ縞観察系では、 $1\mu\text{m}$ 間隔の高密度の格子線を試験片に転写し、レーザ光を二つに分けて格子で回折させ、レンズの焦点面上に結んだ1次および-1次の回折光のみを通過させる。これらの二つの焦点は、近接した可干渉な光源と

して写真乾板上に干渉縞を作る。この干渉縞は、いわゆる **Moiré fringe multiplication** 法によるモアレ縞に相当する。応力零の状態では適当な間隔 d_0 のこのようなモアレ縞を作っておけば、応力を加えた時の縞間隔 $d\varepsilon$ を測定することによって試料面のひずみ量が算出される。この場合、モアレ縞間隔の変化を $\Delta d (=d_0 - d\varepsilon)$ 、回折光の次数を n 次および $-n$ 次、レンズによる拡大率を m とすれば、

$$\varepsilon \div (m/2n)(\Delta d/d_0 \cdot d\varepsilon) \cdot a$$

の関係があり、上記の場合は $n=1$ に対応している。

実際に得られたモアレ縞の一例を写真に示す。これは、並通のモアレ法に於て、試験片に約 $0.5\mu\text{m}$ 間隔の格子を描いたのと等価である。

同写真を解析し、試料面上でのゲージ長さ約 $10\mu\text{m}$ の平均ひずみを計算した結果を図に示す。測定精度は、き裂から離れたところで $500\mu\text{ strain}$ 。き裂先端に近づくにつれて精度は次第に低下し、き裂先端で $2000\mu\text{ strain}$ 程度である。この図から、疲れき裂先端には非常に大きなひずみが生じており、き裂先端から離れるにしたがって急激にひずみが小さくなるのが分る。また、き裂が伝播した後の破面近傍に、引張の塑性ひずみが残留しているのが見られる。これは、疲れき裂先端部が引張荷重状態でも開口しない場合があることを示し、最近注目を集めているき裂閉開挙動の原因を実験的に明らかにしている。

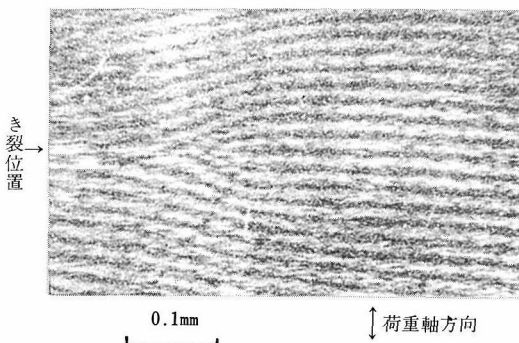


写真 疲れき裂先端部のモアレ縞写真

き裂長さ：18.84mm

応力拡大係数の振幅：50.8kg/mm^{3/2}

応力比：-1, 最大引張荷重(13.2ton)

普通のモアレ法に換算した格子間隔：約 $0.5\mu\text{m}$

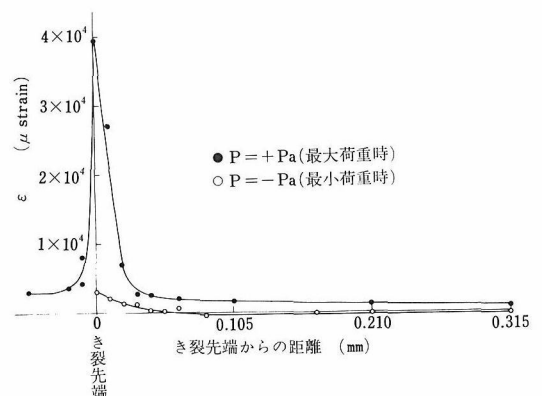


図 荷重方向のひずみ ε のき裂先端からの距離に対する変化

イオンめっきを利用した拡散溶接法

最近、航空機工業などで精密組立て溶接法として、固相溶接法の一つである拡散溶接法が注目されている。この溶接法は極力変形を少なくして精密で健全な溶接部を得ようとする点にねらいがあるため、従来法にくらべてはるかに厳格な技術管理が必要とされる。第一に問題となる表面清浄に関しては、低圧のアルゴン雰囲気中でのグロー放電による表面清浄技術を開発し、本誌(1974, No.9)で報告した。

次に、接合面の密着法として軟質または低融点金属を接合面間に挿入後溶接する方法がとられ、その挿入法として真空蒸着、化学めっき、箔の利用などが従来試みられている。しかしこれらの方法は、いずれも金属挿入作業と溶接作業が連続工程として同時に行われないうえ、どうしても接合面の汚染は避けられない欠点があり、その改善策が望まれている。

そこで溶接研究部では、金属挿入法として、グロー放電中での蒸着(イオンめっき法)を拡散溶接に適用することを目下研究している。

イオンめっき法は、雰囲気ガスおよびめっき金属のイオン衝撃を行いながらめっきするので、そのめっき膜は清浄であり、めっき膜とめっき基板との結合性に優れている。さらに、形状に関係なく全面にわたって一様にめっきできることから、従来困難とされていた複雑な形状の接合面への金属挿入法としても適している。

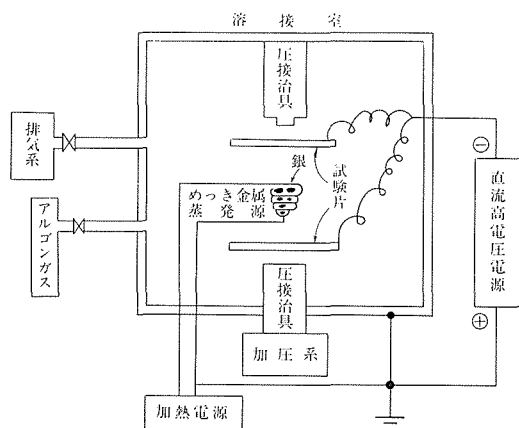


図1 実験装置の概略図

図1は実験装置の概略図である。溶接室は 10^{-4} Torr以下に排気後、アルゴンガスで置換した。そして10分間グロー放電による表面清浄化処理後、放電を持続しながら銀をイオンめっきし、その後直径4mmの突起のある圧接治具ではさみ重ね溶接をした。

図2は、放電電力を一定にして、1mm厚アルミニウム、銅および鉄板を用いて、放電電圧および雰囲気圧の溶接性への影響を調べた結果である。一定電力下で放電電圧を上げるために、アルゴン雰囲気圧を下げて、電流を減少させた。放電電圧の上昇に伴う溶接性の向上には、イオン衝撃による清浄作用の促進以外に雰囲気圧低下によるめっき膜の密着およびガス中不純物による再汚染の防止が寄与している。

イオンめっき法を用いた溶接部は、他の金属挿入法中最も優れている化学めっき法を用いた溶接部に比べて、約2倍の強さを示した。また、グロー放電表面処理のみによる直接接合の場合より、イオンめっきにより銀を挿入後接合した方が接合性に優れており、その際の最適銀厚さは5~10 μ mであった。

このようにイオンめっき法を拡散溶接に適用することにより、従来法に比べて優れた溶接性が得られることが明らかになった。

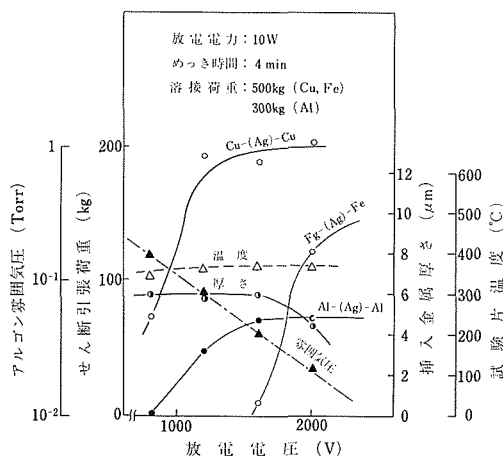


図2 銀をイオンめっきしたアルミニウム、銅、鉄板の溶接結果。板厚: 1mm

受託研究の成果

当所は、科学技術庁設置法（昭和31年法律第49号）第18条第1項第2号ならびに科学技術庁受託研究規定（昭和36年訓令第36号）に基づき、36年度から民間企業等からの受託研究を開始し、50年度までに126件を数えるに至った。

最近2年間における実績は表のとおりであり、研究を内容的にみると、材料部門7件、強さ部門8件、冶金技術部門6件、加工技術部門6件の計

27件となっており、受託研究を開始した36年度から48年度までの11年間に実施した99件に比べ大幅に件数が増加している。一方予算面においても、45年度は1,020千円であったが、46年度は2,218千円、47、48、49年度はおのおの2,292千円、50年度は4,367千円であった。

なお、近年受託研究の成果として工業化、実用化に結実するものがでてきた。

表 最近2年間における受託研究の実績

年度	研 究 題 目	担 当 研 究 部	年度予算額 (千円)
49	1. 高温用サーモモジュールに関する研究 2. 焼結部品用アルミニウム粉末の性状に関する研究 3. チタン材料に関する研究 4. Ni基合金の脱酸及び凝固に関する研究 5. アルミニウム合金管溶接部における疲れ破壊の様相 6. 微粒酸化鉄の焼結性及び還元性に関する研究 7. 溶接合成ビーム曲げ疲れ特性に関する研究 8. 湿式処理液中の不純物の分離回収に関する研究 9. 高温用熱電材料に関する研究 10. 新型転換炉圧力管等の腐食試験に関する研究 11. 沸騰水型原子炉復水給水系配管材料の防食に関する研究 12. 高速炉燃料被覆管のクリープ試験	電気磁気材料研究部 製造冶金研究部 非鉄金属材料研究部 製錬研究部 疲れ試験部 製錬研究部 疲れ試験部 製錬研究部 電気磁気材料研究部 腐食防食研究部 " クリープ試験部 "	2,292
50	1. 高速炉燃料被覆管のクリープ試験 2. 9%Ni鋼ビーム構造スティフナー貫通部の疲れ特性に関する研究 3. 湿式処理液中の不純物の分離回収に関する研究 4. 高温用熱電材料に関する研究 5. ATR原型炉構造材料の腐食と安全性の関連に関する研究 6. 沸騰水型原子炉復水給水系配管材料の防食に関する研究 7. チタン材料に関する研究 8. マルエージング鋼高強度素材の研究 9. 造船用材料の疲れき裂損傷の累積効果に関する研究 10. OGL-1用SUS316鋼の高温低サイクル疲れ強さに関する研究 11. 太径鉄筋T S継手の低サイクル疲れ試験 12. 微粒酸化鉄の動的焼成に関する研究 13. 極低温用磁界測定ホール素子の強磁界特性の研究 14. Fe-Al-Si合金のグリーンシート作成法に関する研究 15. 流動還元法による磁選機の適用に関する研究	疲れ試験部 製錬研究部 電気磁気材料研究部 腐食防食研究部 " 非鉄金属材料研究部 強力材料研究部 疲れ試験部 " 製錬研究部 電気磁気材料研究部 金属加工研究部 製錬研究部	4,367

◆ 短 信 ◆

● 受 賞

日本金属学会谷川・ハリス賞

依田 連平 鉄鋼材料研究部長

「超耐熱合金および高融点金属材料の性能向上に関する研究」により昭和51年4月4日表彰をうけた。

創意工夫功労者表彰

昭和51年4月15日科学技術庁長官より、下記3

名は職域におけるすぐれた創意工夫と、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。

材料強さ研究部 古屋 宣明

工業化研究部 佐久間信夫

"

福沢 安光

● 人事異動（昭和51年7月1日付）

昇任 管理部・筑波管理課長 樋口 晃敏

（管理部・企画課長補佐）

通巻 第211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 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