

金材技研 1978

科学技術庁

NO.4

ニュース

金属材料技術研究所

焼 結 鍛 造 装 置

焼結鍛造は有力な素形材加工技術として注目されて久しいが、現在まで大きい進展はみられず、わずかに農機具、自動車などの一部のギヤー加工に実用されているに過ぎない。その主な原因は従来の粉末冶金法に比べ工数が多く、金型寿命が短いため、製品コストが上昇し、他の素形材加工技術との競合分野において経済的メリットを打ち出し得ないことにある。強く要望されているのは、安価な原料粉をも含めたこの解決策である。

金属加工研究部では、焼結鍛造のプロセス及びそれによる高密度焼結合金の製造について基礎的データを得るため、写真に示す焼結鍛造装置を試作し、実験を進めている。

この装置は鍛造機とプレホーム搬送機、台車に載せた3基の加熱炉より構成される。プレホームを炉中で所要温度に加熱した後、空気シリンダー方式のプッシャーで鍛造機に送り、型鍛造するが、装置の作動機構には量産性が考慮されている。すなわち図のように1基目の炉①について鍛造が終了、次のプレホームがその炉に送入されると、台

車が自動的に横移動してすでに別のプレホームを加熱している2基目の炉②が鍛造機前面に移動してくる。そして3基目の炉③まで鍛造工程が終了、台車が移動して1基目の炉が再び鍛造位置にもどる。このようにして操業の連続化を図っている。

加熱炉は内径25mm、長さ260mmの金属炉心管に直接通電、加熱する方式で、最高使用温度1300℃、均熱部～120mm、不活性又は水素雰囲気が適用される。鍛造機は能力160ton、ストローク数60r.p.mのクランクプレスである。プレホームは炉から押し出されて約6sec後に鍛造される。

この装置によって先に開発した「焼結鍛造用含Cr低合金鋼粉」(特許願第135193号)のプレホームを1100℃、 $6.9 \times 10^4 \text{ N/cm}^2$ (7t/cm²)で鍛造した結果、焼結材密度比は99%を越え、所期の性能が確認された。一方この装置の加熱炉はプレホームを圧粉体とする粉末鍛造に有効とみられ、現在原料粉とプロセス両面からその可能性を追求している。

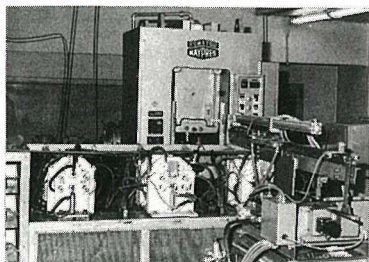


写真 焼結鍛造装置

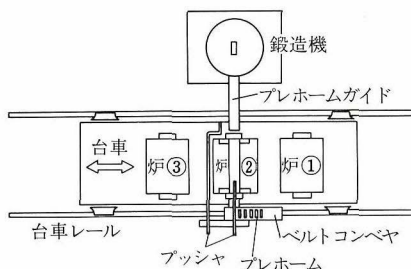


図 焼結鍛造装置構造図

SUS304鋼のクリープ挙動に及ぼす変動荷重の影響

高温で使用される構造部材は多くの場合に変動荷重を含む条件下で使用されているため、長時間におよぶ変動荷重下のクリープ挙動を明らかにすることが望まれている。しかし、従来の報告はほとんどが狭い応力範囲の短時間のデータについてであって、長時間の変動荷重クリープ挙動は必ずしも明確にされているとはいえない。

そこでクリープ試験部では、SUS 304鋼に間けつ型の変動荷重を与えてクリープ変形および寿命に及ぼす変動荷重の影響を調べた。試験は広い応力範囲で行い、寿命が短時間から比較的長時間までのものを含むようにした。

変動荷重波形は負荷と除荷を繰り返す間けつ型のもので、変動周期 ($t=t_1+t_2$) が 2~24h、除荷時間 (t_2) と負荷時間 (t_1) との比 (t_2/t_1) が 0.2~5 である。試験温度は 600°C および 700°C である。変動荷重クリープ試験の最小クリープ速度は負荷時間のみに対するひずみの増加率として求め、また寿命は破断までの負荷時間の総和として求めた。

クリープ変形に及ぼす変動荷重の影響を $t=2h$, $t_2/t_1=1$ の場合について定荷重クリープ試験結果と比較して調べた結果を図 1 に示す。変動荷重クリープ試験における最小クリープ速度 ($\dot{\epsilon}_{\min v}$) を定荷重クリープ試験の最小クリープ速度 ($\dot{\epsilon}_{\min s}$) と比較すると、600°C・高応力では加速 ($\dot{\epsilon}_{\min v} / \dot{\epsilon}_{\min s} > 1$) がみられた。一方、600°C・低応力および 700°C では減速 ($\dot{\epsilon}_{\min v} / \dot{\epsilon}_{\min s} < 1$) がみられ、その値は応力の低下に伴って零に漸近した。変動荷重クリープ変形の加速は負荷時の瞬間塑性ひずみと負荷中のクリープ速度の増加が原因

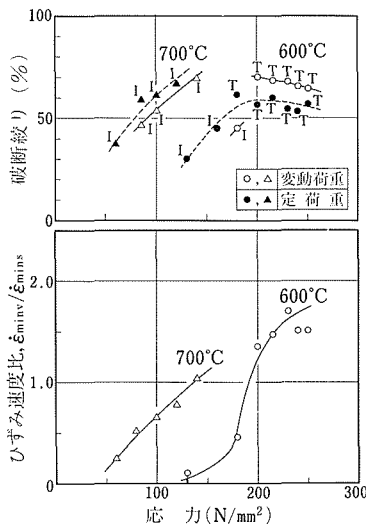


図 1 ひずみ速度比および破断繰りに対する応力の影響

し、変形の減速は除荷中の回復ひずみが原因していた。また応力の低下に従って変動荷重クリープ変形速度が零に漸近したのは、応力の低下に伴って 1 サイクル中でのクリープひずみが除荷中に回復する割合が増加するためであった。

また、図 1 に破断繰りと破壊の形態も示す。破壊の形態は破断繰りの測定点に付けた添字で表わした。I は粒界破壊、T は粒内破壊である。高温・低応力では変動荷重クリープ試験の破断延性は定荷重クリープ試験の場合と比べて低下し、破壊の形態は粒内から粒界破壊へと変化した。

高温・低応力での変動荷重クリープ寿命は、同一最小クリープ速度値での定荷重クリープ寿命よりもみじかかった。これは上述の破断延性の低下と関係していると考えられた。図 2 は ϵ_{cp} で補正した破断寿命 (t_R / ϵ_{cp}) と最小クリープ速度 ($\dot{\epsilon}_{\min}$) との関係を示す。ただし、 t_R は寿命、 ϵ_{cp} は破断までのクリープひずみである。試験結果は $\log t_R / \epsilon_{cp} \propto \log \dot{\epsilon}_{\min}$ の関係を用いて試験方法、試験温度および試験条件に依存せず、よく整理することができた。 ϵ_{cp} は破断延性と関係するパラメータであると考えられることから、低応力領域を含む変動荷重クリープ寿命については破断延性を支配する因子も含めて議論されなければならないことが示唆された。

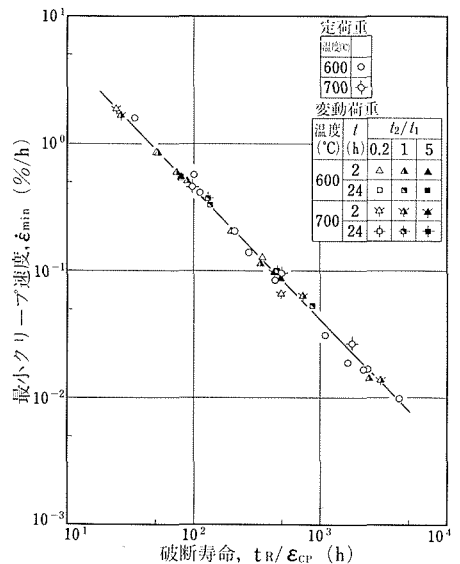


図 2 クリープひずみ (ϵ_{cp}) で補正した破断寿命と最小クリープ速度との関係

グラファイト炉原子吸光法による耐熱合金中の極微量銀の定量

高温環境下で使用される耐熱合金に比較的融点の低い元素が不純物として含まれると、たとえその量が極微量であっても耐熱合金の機械的性質に有害な影響を与えることが考えられる。従ってその含有量をチェックしてそれらの影響を適確に知ることが必要である。しかし耐熱合金は種々の高融点金属を多量に含み組成が複雑なのでこれまでの分析法では極微量の不純物を定量するのは難しく、簡便でしかも感度のよい分析法の開発が望まれていた。

さきに金属化学研究部ではグラファイト炉原子吸光法を用いてニッケル基、コバルト基耐熱合金中に含まれている鉛とビスマスの定量法を確立したが、今回は機器的な条件面からみて比較的検討しやすいと考えられる極微量の銀を定量する方法について検討した。グラファイト炉原子吸光法は試料溶液をグラファイト炉に注入した後温度を上げ、乾燥、灰化、原子化を行い原子吸光度を測定して目的元素を定量する方法であり、高感度な分析法として知られている。この方法を用いれば試料を酸溶解した後、直接目的元素を定量できる可能性があるので、煩雑な化学操作を避けることができ、迅速性においても優れている。

実験にあたっては実際試料として多量の高融点金属を含むニッケル基耐熱合金のNBS349, Inconel 738 LC, MAR-M246, Udimet CO263, コバルト基耐熱合金のNBS 168, WI-52, Modified S-816等を用い硝酸とフッ酸で加熱分解した。まずニッケル基、コバルト基耐熱合金を酸溶解した溶液、ニッケルまたはコバルトをマトリックス元素として加えた溶液および酸溶液それぞれに銀を添加した後、溶液をグラファイト炉に注入し原子化を行い吸光度を測定した。銀の吸光度の変化曲線から最適灰化温度として500℃、最適原子化温度として2400℃を選んだ。ニッケルまたはコバルトをマトリックス元素として加えた溶液と酸溶液とで銀の吸光度は同じであった。即ち耐熱合金の主成分であるニッケルまたはコバルトは銀の吸光度に影響しなかった。次に耐熱合金中に比較的多く含まれているクロムの影響について検討したところ、ニッケルまたはコバルトを主マトリックス元素とす

る溶液中に30 wt %含まれていてもクロムは銀の吸光度に影響しなかった。また耐熱合金中に含まれている種々の高融点金属等の影響についても調べてみると、ニッケルを主マトリックス元素とする溶液にアルミニウム、チタン、マンガン、鉄、ジルコニウム、ニオブ、モリブデン、タンタル、タングステン等の金属が10 wt %まで含まれていても銀の吸光度には影響しないことがわかった。コバルトを主マトリックス元素とする溶液ではアルミニウムとチタンを除く上記7金属は10 wt %まで含まれていても影響しなかった。多量のアルミニウムとチタンはコバルトを主マトリックス元素とする溶液で銀の吸光度に対して負の干渉を示した。しかし多量のアルミニウムやチタンを含むコバルト基耐熱合金は極めて少ないことから銀の酸溶液を検量線溶液としても実際上問題ないのでこの検量線法を検討した。ニッケル基、コバルト基耐熱合金試料について検量線法を用いて銀を定量したところ標準添加法による値とよい一致を示した(表)。本法による耐熱合金試料中の銀の定量下限は0.005 ppmであった。

以上のように複雑な組成のニッケル基、コバルト基耐熱合金を酸溶解した後、グラファイト炉原子吸光法を用いて極微量の銀を迅速に直接定量する方法を確立した。

表 検量線法と標準添加法による分析値の比較

耐 熱 合 金	濃 度 (ppm)	
	検量線法	標準添加法
NBS 349	0.14	0.15
Inconel 738 LC	0.17	0.17
MAR-M 246	0.04	0.04
Udimet CO 263	0.09	0.09

NBS 168	0.89	0.91
WI-52	0.53	0.53
Modified S-816	0.23	0.22

【特許紹介】

リッジングを防止するフェライト系 ステンレス鋼板の製造法

発明者 宮地博文, 渡辺 敏, 川原浩司

特 許 第847261号 昭和52年3月9日

公 告 昭51-30008 昭和51年8月28日

フェライト系ステンレス冷延鋼板は自動車や家庭用品に広く使用されているが、成形する際、板の表面に生じるリッジングと呼ばれる特有のしわにより外観の悪くなるのが大きな欠点となっている。

リッジングを防止する方法については古くから多くの研究が行なわれ、(1)造塊の際に柱状晶の発生を抑え、微細なフェライト晶とする方法、(2)熱延仕上げ温度を下げて動的再結晶を行なわせる方法、(3)二段冷延法とか、 α 、 γ 二相領域に再加熱する方法などが発表されている。

本発明は0.12%以下の炭素、11~20%のクロムを含むフェライト系ステンレス鋼、特にSUS 430鋼のリッジング防止法であって、 α 、 γ 二相領域に再加熱する前に低温側または高温側のフェライト単相域で均一な組織になるまで加熱することを特徴としている。図は本発明による製造工程を示したものである。

二相領域への再加熱によって発生した γ 相は、冷却後マルテンサイトに変態する。この変態相は冷延組織に影響を及ぼし、最終焼鈍工程において再結晶粒がランダム化する。しかし、一般に熱延組織中におけるマルテンサイト相の分布は局所的であり、リッジングの防止にあまり有効でない。本発明の前処理工程を行なえば、フェライト組織の均一化により γ 相の発生も均一になり、従ってマルテンサイト相の分散も著しく改善される。実際、本法で作製した鋼板の引張試験片表面でリッジングは全く観察されなかった。

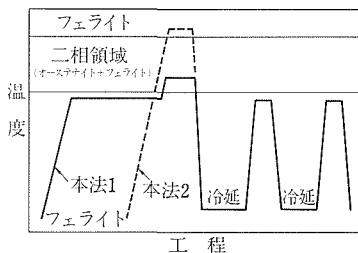


図 本発明による工程

脱炭焼なましによるフェライト系ステン レス鋼板のリッジング防止法

発明者 渡辺 敏, 宮地博文

特 許 第847262号 昭和52年3月9日

公 告 昭51-29864 昭和51年8月27日

本発明は高クロムフェライト系ステンレス鋼板のリッジング防止に関するもので、炭素を0.06~0.30%の範囲で含有する11~20%クロムフェライト系ステンレス鋼板を熱延後あるいは冷延後脱炭処理し、炭素量を少くとも0.12%以下に低下させることを特徴としている。

リッジングが起るのはほとんど高温までフェライト単相であるような鋼種に限られており、造塊あるいは熱延の際粗大化したフェライト結晶粒は冷延再結晶後もその特徴的な方位配列を維持している。もしこれらの鋼種に $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態が導入されるならば上記の傾向は解消され、リッジングもほぼ完全に消失する。

変態を促進させる元素として、すでに1%前後のNiやMnが利用されている。炭素はこの目的のために極めて有効な元素であるが、耐食性を著しく劣化させ、また耐力を上昇させるなど好ましくない影響を与える。しかし本発明のように製造工程の途中に脱炭処理を加えれば、最終的に規格値を満足し、耐食性良好でしかもリッジングの発生しにくい鋼板を得ることができる。図にその工程を示した。

本鋼種はクロムを含むため脱炭処理はやや困難であるが、通常最終焼鈍工程を多少変更するのみで所期の目的を達することができる。

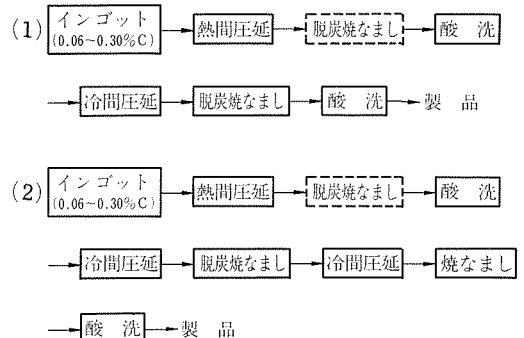


図 本発明による工程図

研究成果の発表

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
非破壊検査協会	3.23～3.24	1. 点焦点斜角探触子について 2. 垂直探触子のAVGダイアグラムの計算 3. プローブ形コイル（垂直配置）の欠陥インピーダンス特性	材 強 "
応用物理学会 日本物理学会	3.27～3.30 3.31～4.3	1. $\text{Hg}_x\text{Cd}_{1-x}\text{Cr}_2\text{Se}_4$ 薄膜の等温エピタキシャル成長 1. 鉛の磁気的相互作用—絶対測定 2. ニオブ中の酸素の拡散におよぼす圧力の影響 3. 理想的塑性材料における割れの生長条件	物 理 " 非 鉄 化 学
日本鉱業会	4.3～4.5	1. 硫化第1銅の無電源電解における硫黄中間生成物の薄層ラヂオクロマトグラフィによる検出 2. 単体硫黄懸濁系の電位測定	製 錬 疲 れ
日本機械学会	4.3～4.6	1. 疲れき裂伝ばが急速破壊に移行する条件について 2. 7075-T6 Al 合金の組合せ荷重疲れ特性 3. SNCM8 鋼の組合せ荷重疲れ特性（続報、時間強さの試験片形状依存性） 4. SNCM8 鋼の組合せ荷重疲れ特性 5. 疲れき裂伝ばの遅延現象におよぼす試験片板厚の影響 6. SUS316 鋼の高温低サイクル疲れ寿命に及ぼす溶鋼の相違の影響	" " " " " 物 理
日本金属学会	4.4～4.6	1. 電子線照射した Ni-Ti 合金中のボイドの形成 2. スピノダル分解型合金薄膜の析出過程と電子線照射効果 3. 強磁性半導体 CdCr_2Se_4 の Se_2 蒸気圧— CdSe 活量状態図 4. 17Cr 鋼の再結晶集合組織におよぼす Cu および Ti の影響 5. 溶融状態により急冷した Pd-Ni-Si 合金の組織観察 6. Fe-Ni 合金のマルテンサイト変態温度に及ぼす結晶粒度、前歪及び逆変態の影響 7. 9R マルテンサイト相における結晶境界の超微細構造——格子像による研究—— 8. Cu-37.7 at.%Zn 合金のマルテンサイトの逆変態(fct→bcc)に伴う転位の発生 9. 変形した〔145〕と〔112〕鋼単結晶のすべり線とセル構造の対応 10. α 型チタン合金の固溶強化 11. FeTi の水素吸蔵特性におよぼす熱処理の影響 12. 電解法による Ni-炭素、繊維複合材の強度について 13. 複合加工ラーベス型超電導線材 V/Hf-Zr の研究 14. 改良された複合加工 V_3Ga の超電導線材 15. Cu-V-Ga 合金線材の超電導特性 16. RCO_5 系化合物の減磁曲線と磁気クリーブ曲線 17. 18Ni マルエージ鋼の水素脆性 18. インコネル617中析出炭化物の組織観察による分析 19. 高圧下における純銅の再結晶及び Be-Cu 合金の析出について 20. 高温高静水圧力下における FeCr 合金(r相)の脆性破壊応力 21. 高温高静水圧力下における AlCu 合金の変形挙動 22. $(\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x})_{78}\text{Si}_{10}\text{B}_{12}$ 非晶質合金の低温時効による組織変化と機械的性質	" " " 鉄 鋼 非 鉄 " " " " 電 磁 " " " 強 力 化 学 加 工 " " 材 強
日本鉄鋼協会	4.4～4.6	1. 窒素添加2相ステンレス鋼について 2. 高張力鋼の低疲れき裂伝播速度領域での破面特性 3. 高 Mn, オーステナイト鉄合金の強度と低温靱性 4. 極低温用 Fe-13%Mo 合金の強度と靱性値 5. MIG 溶接した Fe-13%Mo 合金の強靱性 6. 黒鉛を混合した還元鉄鉱粉の熱間成形ブリケットの性状 7. Al-Ti-(Mn, Si) 合金による溶鉄の脱酸と生成する介在物の性質（複合脱酸剤の研究—VI） 8. 低還元率還元鉄ペレットの溶鉄中への溶解速度 9. 連続予備脱磷法の数学モデルについて 10. 国産実用金属材料の疲れ特性試験について 11. S25C, S35C, S45C, S55C 鋼の疲れ強さ 12. JIS 機械構造用炭素鋼の疲れ特性 13. SM58Q 鋼における巨視的及び微視的疲れき裂伝播速度 14. 疲れき裂伝播方式における指数 m と ΔK_{th} 値との関係 15. JIS 機械構造用炭素鋼の繰返し応力ひずみ曲線	鉄 鋼 強 力 " " " 製 錬 " 工 業 化 " 疲 れ " " " " "

日本鉄鋼協会	4.4～4.6	16. 球状黒鉛鑄鉄の疲れき裂伝ば特性 17. オーステナイト系ステンレス鋼の高温低サイクル疲労におけるき裂伝ば速度と疲労寿命の関係 18. SUS403-B鋼の高温高サイクル疲れ強さ 19. STB42及びSTBA12の長時間クリープ破断データの評価 (金材技研における長時間クリープ試験データ・XII) 20. SPV50 (60キロ級高張力鋼)のクリープ破断データ (金材技研における長時間クリープ試験データ・XIII) 21. 1Cr-1Mo- $\frac{1}{4}$ V鋼及び12Cr-Mo-W-V鋼の長時間クリープ破断データの評価(金材技研における長時間クリープ試験データ・XIV) 22. 21Cr-32Ni-Ti-Al合金鋼(管、板)のクリープ破断データ (金材技研における長時間クリープ試験データ・XV) 23. タービン・ロータ用Cr-Mo-V鋼のクリープキャビティ	疲 れ " " クリープ " " "
溶 接 学 会	4.4～4.6	1. アークによる溶融の変動現象と溶融池表面上の斑点の挙動 (第2報) — 双極性タイプの斑点の形成機構とその挙動におよぼす因子— 2. 拡散溶接に関する研究(第7報) — 超音波探傷によるステンレス鋼拡散溶接部の非破壊検査— 3. 湿式水中プラズマ溶接に用いる溶加材の検討 4. 電子ビーム溶接溶融過程に関する二、三の実験 5. ろう付におけるぬれ性と接着強さについて	溶 接 " " " "
電 気 化 学 協 会	4.5～4.6	1. フェライト被覆チタン電極のアノード特性 2. Ni-TaおよびNi-Nb合金のアノード特性	腐 食 "
日本高圧力技術協会	5.8～5.9	1. 航空機部品の事故破面調査例 2. SM58Q調質鋼の巨視的及び微視的疲れき裂伝ば速度	疲 れ "
腐食防食協会	5.18～5.20	1. 流通水道水による配管材料の腐食と分極測定	腐 食
日本材料学会	5.23～5.24	1. SUS316鋼の高温低サイクル疲れ寿命に及ぼす漸増平均ひずみの影響 2. Al合金A5083-O材溶接継手の室温及び低温における破面の様相	疲 れ "
日本鋳物協会	5.27～5.28	1. 鑄鉄における銑鉄接種処理効果の持続性 2. CO ₂ 硬化水溶性鑄型の高温性質 3. 発熱自硬水溶性鑄型の高温性質	加 工 " "
金属表面技術協会	5.29～5.31	1. 化学蒸着法によるモリブデンのSiC被覆 2. みがき鋼およびさび鋼の化成処理に関する研究	原 炉 腐 食

●受 賞

ホフマン・アワード(努力賞)

電 谷 博 製錬研究部非鉄製錬第1研究室長

「鉛の直接製錬のための鉛精鉱の酸化反応機構と懸濁電解」に対し鉛開発協会(ロンドン)より昭和53年1月26日表彰を受けた。

日本金属学会 谷川ハリス賞

吉 田 進 科学研究官

「高温用金属材料の機械的性質に関する研究」に対し昭和53年4月4日表彰を受けた。

日本鉄鋼協会 西山記念賞

中島宏興 鉄鋼材料研究部第1研究室長

「構造用低合金鋼の変態特性および靱性に関する研究」に対し昭和53年4月4日表彰を受けた。

◆短 信◆

【所内公開】

科学技術週間(昭和53年4月17日(月)～4月23日(日))行事として次のとおり一般に公開し、研究業務及び設備の紹介を行ないます。

本所 53年4月20日(木) 13時～17時

筑波 53年4月18日(火) 10時～16時

●海外出張

中村恵吉 金属化学研究部主任研究官

高融点金属とガスの反応に関する研究のため昭和53年3月8日～54年3月7日まで西ドイツ国へ出張した。

通 巻 第232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 三 興 印 刷

東京 都 新 宿 区 信 濃 町 1 2

電話 東京 (03)359-3811(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