

# 金材技研 1979

科学技術庁

# NO.7

# ニュース

金属材料技術研究所

## 宇宙空間を用いた新材料製造のための地上実験に関する総合研究

宇宙を飛行中のロケット内では重力は非常に小さくなり、いわゆる無重量状態となる。無重量環境下では、熔融材の中に密度の異なる物質が混合されていても、浮き上ったり沈んだりするようなことは起らない。また熔融材の熱対流も無視することができる。

材料強さ研究部では、総合研究の一環として、無重量環境における材料実験に必要な基本的条件を地上での実験によって検討している。

当面大阪工業技術試験所から供給されるTiCウィスカーを補強材としたNi系合金について、ウィスカーの容量率、組成、作製条件などの最適条件を研究している。

一方、無重量下で材料を処理するために必要な電気炉は、まだわが国では製作の経験がなく、その開発は宇宙材料実験にとって最も重要なことである。図には、宇宙開発事業団のTT500A小型ロケットに搭載することを目標にして作製した地上実験用電気炉を示した。

小型ロケットの飛翔により得られる無重量状態の時間は、約6分間と予定されているので、この短時間内に試料を処理できる性能が要求される。そのため、電気炉は炉内の試料を2分以内に約1500℃まで加熱熔融し、熔融試料に約10～20kg/cm<sup>2</sup>の圧力を負荷したのち、ヘリウムガスを吹きこんで試料を凝固させ、2分以内に1100℃まで冷却できるように作製されている。

炉内の試料および試料容器を加熱する方法と

しては、図に示したように、タングステン製のヒーターをボロンナイトライド製のポピンにコイル状に巻きつけた輻射加熱型を用いた。

電気炉はこのような熱的条件のほか、衝撃、振動、加速度試験などの特別な検査を受けて作製された。

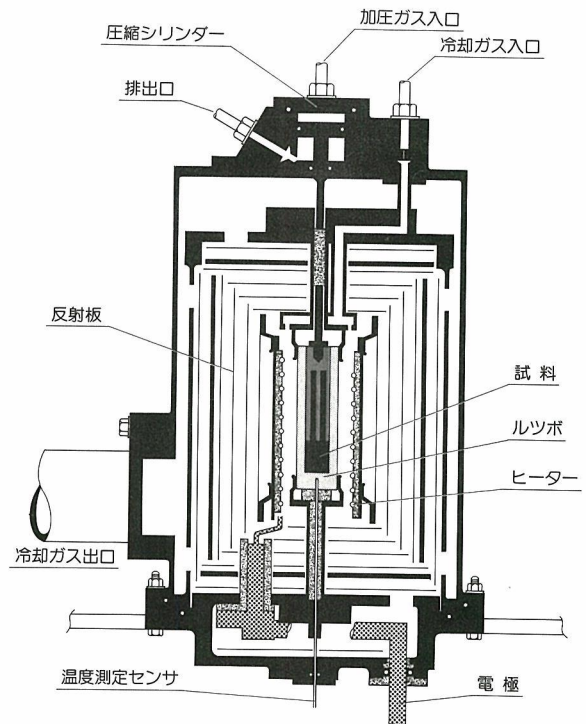


図 小型ロケットに搭載することを目標にして試作した地上実験用電気炉

## モリブデン及びモリブデン合金の高温Heガスとの共存性

モリブデンおよびモリブデン合金は高温強度に優れていることから核融合炉第一壁材料として有望とされている。しかし、モリブデンの機械的性質は酸素、窒素および炭素などの不純物の混入によって大きく影響されることも知られている。核融合炉の第一壁は、内壁は炉心高温プラズマに面し、外壁は冷却材に接する。冷却材として候補に挙げられているヘリウムガスは配管内壁面からのガス放出、外部からの漏洩などによって、微量の $O_2$ 、 $H_2O$ 、 $N_2$ 、 $CO$ 、および $CO_2$ などの活性なガス成分を含む事が考えられる。

原子炉材料研究部では、モリブデンおよびモリブデン合金と高温ヘリウムガスとの共存性を明らかにする目的で、まず市販のモリブデン（焼結材、電子ビーム溶解材およびアーク溶解材）ならびにTZMの機械的性質におよぼすヘリウムガス中の酸素濃度の影響を検討した。モリブデンおよびTZMには歪み取り焼鈍ならびに再結晶焼鈍の二種類の熱処理を施した引張り試験片を用いた。試験片を $1000^\circ C$ のヘリウムガス気流中で所定の時間さらした後、室温で引張り試験を行なった。図1に再結晶熱処理を施した材料の室温引張り性質とヘリウムガス中酸素濃度との関係を示す。図中、H. V.の点は高真空下（酸素圧 $< 1 \times 10^{-4} Pa$ ）での結果を表わしている。いずれの材料も $10^{-2} \sim 10^0 Pa$ の酸素圧ではほとんど延性を失なった。モリブデンの破断面には粒界破面が多く観察された。

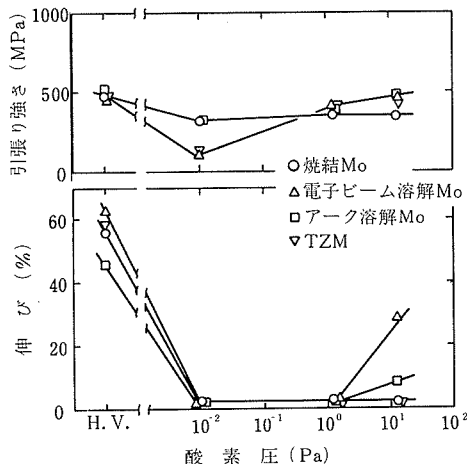


図1 1000°C、100時間のHe中腐食試験後の再結晶材の引張り特性

TZMについては試料内部はへき開、表面近傍は粒界破面が認められた。試料中の酸素分析の結果からモリブデンでは100時間後で数10ppm、TZMでは約300ppmの酸素量の増加を示した。したがって、酸素は主に粒界に侵入し、モリブデンの粒界の強度を弱めたと考えられる。また、TZMにおいては、試料中に含まれているチタンおよびジルコニウムの内部酸化による材料の硬化が脆化の主な原因と思われる。なお10Pa以上の酸素濃度では、試料の延性が認められた。これは、酸素濃度の高い雰囲気では、揮発性の $MoO_3$ が試料表面に生成するため、試料内に酸素が浸透しにくくなったためと考えられる。図2は歪み取り焼鈍材についての引張り試験結果を示している。歪み取り焼鈍を施した試料では、再結晶材に比べて結晶粒が極めて小さいので、酸素の侵入に対して再結晶材ほど敏感でない。しかし、 $1000^\circ C$ で再結晶化が進む焼結およびアーク溶解モリブデンでは、ヘリウム中の酸素濃度の増加とともに延性が低下した。またTZMは時間経過に従って、延性の低下と酸素吸収量の増大を示した。以上の様に、モリブデンは、再結晶化が進むとヘリウム中の酸素を吸収して粒界が著しく弱められること、さらにTZMは $10^{-2} Pa$ 以上の酸素を含むヘリウムガス環境下では、その使用が困難であることが明らかになった。現在、 $CO$ および $CH_4$ などの不純物ガスを含む高温ヘリウム中での同様の試験を進めている。

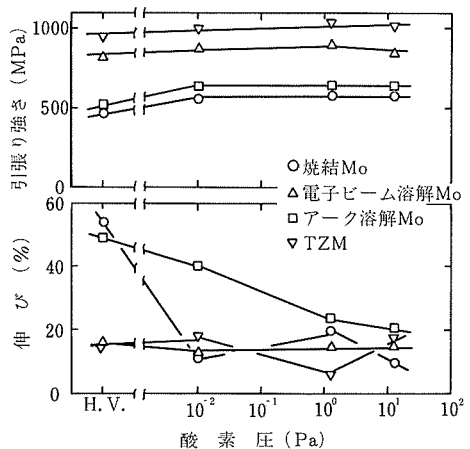


図2 1000°C、100時間のHe中腐食試験後の歪み取り焼鈍材の引張り特性

## 熱変形が小さい鑄造用金型の開発

鑄造用金型(以下、金型と略す)では、鑄込みに際し、その表面は急熱されるのに対してその裏側は徐熱されるので、金型内にその表裏の温度差にもとづく熱応力が発生し、金型の熱変形の原因となっている。この現象は、鑄物の寸法精度の低下、鑄張りの発生などをもたらす、金型鑄造の特長を阻害することになるので、熱変形に対して抵抗性のある金型の開発が望まれている。

金属加工研究部では、金型の熱変形に対する抵抗性向上の指針を得ることを目的として、研究を進めている。

金型の熱変形は、表面部の熱膨張・収縮を裏側の部分で十分に拘束できないから起こるので、金型の表裏の剛性に大きく影響される。すなわち、金型の表面部の剛性が低いあるいは裏側部の剛性が著しく高いかすれば、その金型の熱変形は起こり難いことになる。そこで、金型の表裏の剛性の差異が金型の熱変形挙動にどのような影響を及ぼすかを実験室的に検討することにした。すなわち、(1)機械的強度の異なる4種類の材料(FC25, FCD40, S10C, SK5)の表面部を鑄包み法により強度の低いねずみ鑄鉄(FC10)とする、(2)強度の異なる2種類の鋼材(S10C, SK5)の表面部に切込みをつけてその部分の剛性を低下させる、の2方法により試片を作製し、この試片を組ん

だ試験用金型に鑄鉄溶湯を注湯して試片の反りぐあいを測定する熱変形試験を行なった。

図1は、4種類の材料の表面部だけを鑄包み法により強度の低いねずみ鑄鉄とした場合の表面部のねずみ鑄鉄の厚さと熱変形量との関係を示したものである。この場合は、試片全体の厚さが10mmであるので、表面部の厚さが全体の約1/3のあたりに、熱変形の最も少なくなる点があることになる。

図2は、2種類の鋼材の表面部に切込み(幅0.3mm)を種々の条件(間隔および深さ)で付けた試片について熱変形試験を行なった結果である。横軸は切込み量の大きさを表わしている。この図で、S10CとSK5の熱変形は、切込みをつけることにより減少するが、塑性変形しやすいS10Cでは切込みの大きさによる影響は小さく、剛性の高いSK5では切込み量が大きくなり、とくに切込み深さが深くなるほど熱変形が少なくなる傾向が認められる。

以上の結果から、金型の表面に強度の低い材料を存在させるかあるいは切込みをつけるかして、金型表面の剛性を低下させることにより、金型の熱変形に対する抵抗性を向上させることができることになる。これは、金型の熱変形が問題となる鑄鉄等の金型鑄造に役立つことと考えられる。

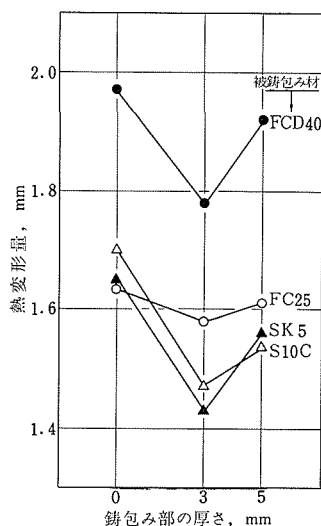


図1 鑄包み条件と熱変形量との関係

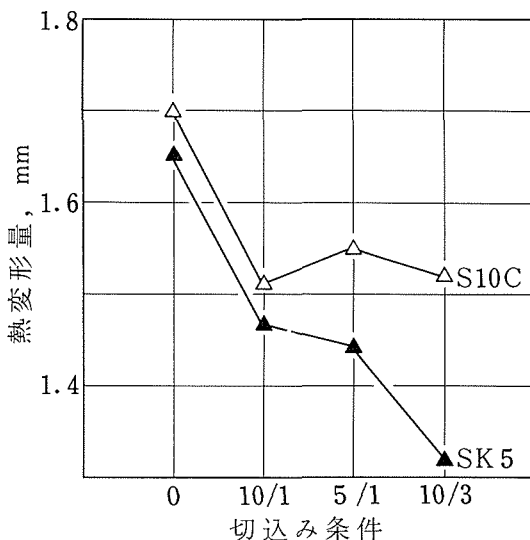


図2 切込み条件と熱変形量との関係  
(切込み条件: 切込み間隔, mm / 切込み深さ, mm)

## クリープ受託試験の現況

当所は、「金属材料技術研究所クリープ試験受託規定」(科学技術庁訓令第69号)及び「金属材料技術研究所クリープ試験受託約款」に基づいて、企業等からの委託に応じ、クリープ試験を実施している。

昭和42年度に開始してから昭和53年度まで12年間の実績をみると、鉄鋼、非鉄金属、機械、電力、重電機、原子力及び化学等、各分野の58社から357件の委託があった。試験を種類別に見ると、クリープ破断試験が82%と圧倒的に多く、クリープ試

験は18%となっている。また材料の種類は、低合金鋼、ステンレス鋼及び耐熱合金で約80%を占め、その他は炭素鋼、鋳造品及び非鉄金属などである。

昭和53年度の試験実施状況は、件数が69件(前年度より継続42件、新規27件)、試験片数462本、延試験時間が1,346,934時間で、試験片1本当りの平均試験時間は、クリープ試験が4,484時間、クリープ破断試験が2,176時間となっている。また試験受託手数料の歳入総額は25,543千円である。

次に年度別の受託状況を下表に示す。

表 受託試験受理状況

区 分	42年度	43年度	44年度	45年度	46年度	47年度	48年度	49年度	50年度	51年度	52年度	53年度	計		
クリープ試験	受託件数(件)	5件	7件	6件	4件	5件	6件	10件	11件	8件	11件	10件	90件		
	温度別 試験片数	300~600℃	14本	54本	31本	0本	66本	55本	66本	69本	38本	72本	56本	69本	590本
	(本)	601~800℃	0	6	0	10	2	0	7	5	24	24	9	0	87
		801~1000℃	9	0	16	13	2	6	3	6	5	7	6	0	73
クリープ破断試験	受託件数(件)	12件	26件	22件	21件	26件	29件	18件	18件	27件	24件	24件	20件	267件	
	温度別 試験片数	300~600℃	137本	186本	297本	325本	180本	264本	135本	90本	177本	238本	134本	150本	2313本
	(本)	601~800℃	47	80	34	51	121	57	40	58	43	10	59	46	646
		801~1000℃	12	35	47	12	77	49	24	35	26	52	18	26	413
合計	受託件数(件)	17件	33件	28件	25件	31件	35件	28件	29件	35件	35件	34件	27件	357件	
	試験片数(本)	219本	361本	425本	411本	448本	431本	275本	263本	313本	403本	282本	291本	4122本	

## 特許出願速報

出願日	出願番号	発明の名称	出願日	出願番号	発明の名称
53. 4. 3	38154	V <sub>3</sub> Ga複合超電導体の製造法	53. 8. 17	100207	バリ除去方法(共同出願)
53. 5. 15	56641	スキャンコンバージョン・メモリ装置による電子顕微鏡の画像処理方式	53. 8. 28	103920	モリブデン被覆高温耐食性材料の製造法
53. 6. 5	66828	純粋な硫黄の製造法	53. 8. 28	103921	連続製鋼の酸素吹精法
53. 6. 8	68346	不規則表面に発生する疲れ裂きの自動検出方法	53. 8. 28	103922	鋅滓中の金属・合金粒回収装置を備えた連続高温冶金反応器
53. 6. 20	74704	精錬原料の連続的予熱または還元方法(共同出願)	53. 9. 14	112191	Nb <sub>3</sub> Sn複合超電導体の製造法
53. 6. 23	75487	非磁性材料の表面欠陥検出方法	53. 9. 21	115179	金属表面の処理方法
53. 6. 23	75488	水溶液中の重金属の電解除去法	53. 9. 27	117849	異質半導体接合物およびその製造法
53. 6. 23	75489	電解による硫化水素の製造法	53. 9. 27	117850	電解質抵抗降下の自動的補正方法
53. 6. 23	75490	炭素繊維等の炭素成形物の表面処理方法	53. 11. 21	142851	コークス粉およびその製造方法
53. 6. 23	75491	炭素繊維等の炭素成形物の表面処理方法	54. 1. 29	8195	鉄-チタン-ニオブ系水素貯蔵材
53. 7. 25	89980	溶鋼用脱酸合金	54. 1. 29	8196	電子ビーム溶接法
53. 7. 25	89981	溶鋼用脱酸合金	54. 1. 29	8197	電子ビーム溶接法
53. 7. 25	89982	電子ビーム溶接法	54. 2. 9	13407	Nb <sub>3</sub> Sn拡散線材の製造法
53. 7. 25	89983	電子ビーム溶接法	54. 2. 15	15514	鉄系焼結材料の製造方法
53. 7. 31	92488	乾式流動水溶性ガスセット鑄型の製造法	54. 2. 15	15515	半還元鉄粉又は還元鉄粉を直接溶解する電弧炉
53. 7. 31	92489	湿式流動水溶自硬性鑄型の製造法	54. 2. 28	22022	溶鋼用脱酸合金
53. 7. 31	92490	V <sub>3</sub> Ga複合超電導体の製造法	54. 3. 7	25497	流体論理素子

### ◆ 短 信 ◆

#### ● 海外出張

荒木 透 所長

第87回アメリカ鉄鋼協会総会及び米国压力容器研究会出席並びにアメリカ金属学会訪問のため、昭和54年5月21日から昭和54年5月27日までアメ

リカ合衆国へ出張した。

白石春樹 原子炉材料研究部主任研究官

高速炉炉心構造部金属材料の照射挙動に関する国際会議に出席のため、昭和54年6月3日から昭和54年6月10日までフランス国へ出張した。

通巻 第247号

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 坂内 富士男  
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 153