

# 材技研

## NO. 14

# エース

## 科学技術庁 金属材料技術研究所

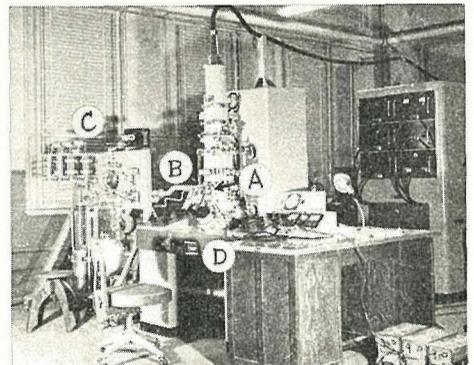
### ガス反応研究用電子回折装置

種々の高温ガスによる金属材料の酸化や腐食の問題は航空機材料や化学工業用材料としての観点から最近とみに重要視されているが、このような材料の表面に出来た生成物の種類や出来方を調べるのに電子回折法を用いるのが便利である。しかし従来は試料を電子回折装置外で反応を行わせ、冷却した後空気中にとり出してから調べる方法が多く行われていたので、試料は当然冷却の際の温度降下の影響や空気中の酸素や湿気的作用をある程度受け、実際の生成物の状態を間接的に調べていたことになる。従って反応の進行に伴って変化するなまの表面状態を直接知るためには電子回折装置内で化学反応を行わせ、その表面変化の過程を高温下で観測しなければならない。このような目的で第3部表面化学研究室では、このたび写真に示すようなガス反応研究用電子回折装置を完成した。

この装置の主要部分には試料を約1000°Cまで加熱出来るヒータを備えた試料保持器(写真A部)、試料室に反応ガスを導くガス導入管と反応ガスによって装置の高真空を乱さないための排気系(写真B部)、および反応ガス浄化装置と一定圧力のガスを導入するためのガス供給装置(写真C部)からなっている。反応中の試料から得られる電子回折像は蛍光板で眺めながら必要なところで写真を撮ることが出来るが、カメラ室(写真D部)には細隙を備えた蛍光板を付属し、またモーター駆動

による乾板連続移動方式を採用しているので、回折像がつねに一樣なデバイ環の場合には温度や時間による回折像の変化の模様を連続的に記録出来るようになってきている。また反応ガスとしては酸素、水素、窒素、アルゴンなども使用出来るので金属の高温酸化ばかりでなく窒化や相変態または酸化物の還元に伴う構造変化の過程などを調べることが出来る。

この装置はまた高性能の電子レンズを使用しているので、ガス反応による変化過程の高分解能回折像(分解能指数  $5 \times 10^{-6}$ )、高分散能回折像(カメラ距離約2米以上に拡大)、陰影型電子顕微鏡像、顕微回折像などの観察が可能である。加速電圧は50, 75および100kVの3段切換で、通常の高倍率の電子顕微鏡としても使用出来るがガス反応の場合は50kVを使用している。



ガス反応研究用電子回折装置

## クリープ・ラプチャー試験値のばらつき

近年高温材料の用途の増加は著しく、それに伴い材料の発展、改良の研究も盛んに行われている。これらの材料の高温性質の優劣をきめる最も一般的な方法としてのクリープ試験法あるいはクリープ・ラプチャー試験法も一応整理され各国において規格化されている。

しかしこれらの性質は非常にバラツキの多いものであり、高温で使用される装置、構造物などの設計の際にこの点をかなり考慮する必要がある。

また試験片寸法は規格には6, 10, 12mmφと規定されているが、試験片寸法が試験結果に影響を与えない限り、試験片の小さい方が鋳塊より試験片をとる場合有利であり、また試験機の能力が小さくすむ。その他クリープ・ラプチャー試験に先立つて行われる素材の一定焼入処理温度範囲内のバラツキのラプチャー時間におよぼす影響を考えて見る必要がある。

以上の目的から第2部熱処理研究室では18Cr8Ni不銹鋼を用いクリープ・ラプチャー強さのバラツキ、あわせてクリープ・ラプチャー強さにおよぼす焼入処理温度の影響、試験片寸法の相違による影響などを調べた。

試験機の荷重精度、試験温度への昇温、均熱、温度制御などはすべて規格内で実験を行った。試験温度は650°C、応力は13, 10kg/mm<sup>2</sup>の2種類である。

まず最初に1000°C~1200°Cの間で焼入処理温度の影響を調べた。クリープ・ラプチャー時間、伸び共に焼入処理温度の低い方が高く、1,100°Cまでは温度の上昇につれて低下し、それ以上の温

度では変化しない。1000°Cでは1100°Cの場合の破断時間の約2倍になり、焼入処理の影響はかなり顕著であり、試験片素材の熱処理には充分注意しなくてはならない。

次にクリープ・ラプチャー試験におけるバラツキを示す一例としてラプチャー時間、伸び、クリープ速度の度数分布を10kg/mm<sup>2</sup>の応力の場合を図1に、13kg/mm<sup>2</sup>の応力の場合を図2に示す。

クリープ・ラプチャー時間、伸び、クリープ速度の信頼限界を求めた結果99%の信頼度で10kg/mm<sup>2</sup>の応力の場合には各々1241時間59分±61時間40分、14.7±2.5%、0.00656±0.00127%/時間13kg/mm<sup>2</sup>の応力の場合には、各々163時間45分±16時間47分、1.86±1.24%、0.0615±0.0032%/時間となる。信頼限界の範囲の平均値に対する相対的な割合はクリープ・ラプチャー時間は10kg/mm<sup>2</sup>で±5.0%、13kg/mm<sup>2</sup>で±10.5%、伸びは±17.0%、±6.7%、クリープ速度は±19.4%、±5.2%であり、ラプチャー時間は長時間試験の方がバラツキの割合は少いが、伸びとクリープ速度は逆に短時間試験の方が小さい。またこれらラプチャー時間、伸び、クリープ速度の間には特別に相関関係はないと云つて差支えない。

寸法効果の結果は6mmφと8mmφの討験片の間では、クリープ・ラプチャー時間、伸び、クリープ速度の平均値の差は認められない。しかし10mmφの場合は上記の実験値のバラツキが大きく平均値の比較の対象とならない。

この原因としては試験片の直径方向での偏析かあるいは試料数の少いためと考えられる。

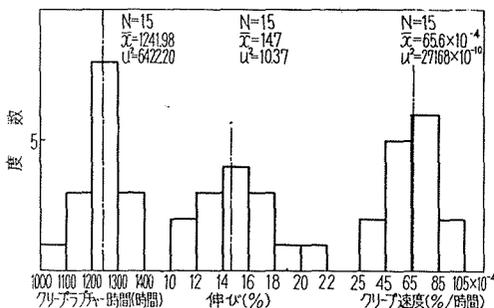


図1 650°C, 10kg/mm<sup>2</sup>でのクリープ・ラプチャー時間、伸び、クリープ速度の度数分布

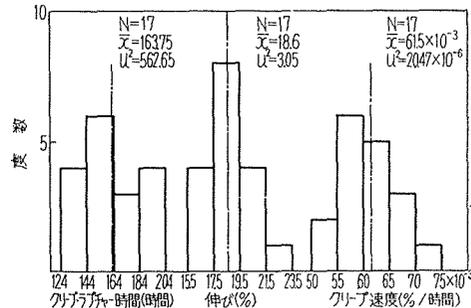


図2 650°C, 13kg/mm<sup>2</sup>でのクリープ・ラプチャー時間、伸び、クリープ速度の度数分布

### 短 信

このたび発行された金属材料技術研究所研究報告第2巻第4号の掲載論文は8篇で下記のとおりである。

- ◇Fe-Ni-CO-CO<sub>2</sub>系の平衡測定について
- ◇真空溶解炉で溶製した軸受鋼について
- ◇Cr基耐熱合金に関する研究(第1報)

- ◇TiCl<sub>4</sub>の酸素分解
- ◇Naの蒸留精製
- ◇原子炉用ステンレス鋼の溶接熱サイクル途上における高温延性に関する研究(第2報)
- ◇原子炉用オーステナイト系ステンレス鋼の溶接割れに関する研究(第2報)
- ◇高圧電子線回折による合金酸化皮膜の観察

昭和33年1月より34年8月まで約1年半にわたり、米国の Pennsylvania State University の冶金学教室に留学した。この間 Brookhaven, Argonne の両原子力研究所をはじめ、Armour Research Foundation, Battelle Memorial Institute 等の研究所を見学し、米国の原子炉用金属材料研究の一端を知ることができた。ここには同大学冶金学教室における研究の現状および以上の研究所につき原子炉用金属材料研究の概要を中心に二・三記したいと思う。

**Pennsylvania State University** は地理的に Pennsylvania 州のほぼ中央に位置し、Pittsburgh からは東北へ約200km、Philadelphia からは西北へ約300 km の地点、State College と呼ばれる人口2万人足らずの小さな町にある。Appalachia 山脈の山ふとこに深くつつまれ、四季の変化、特に秋の紅葉は美しい。この大学は学生数は約16,000人、理工科部門、特に Mineral Industries の関係各学科が優れている。また本大学が研究用の Swimming Pool の原子炉を持つていることはよく知られている。

冶金学教室では Head の Dr. A. J. Shaler をはじめ4人の教授、1人の準教授、1人の助教授の指導のもとに多くの研究が行われている。現在行われている研究の主なものは、Cu および Ni の Electrodeposits の内部摩擦、異方性内応力等の測定、合金鋼および特殊鋼の研究としてはオーステナイト系 Fe-Ni-Cr 合金の熱間加工性に及ぼす Ce の影響、Fe-C-Cr 合金の焼戻脆性に及ぼす P の影響、マルテンサイト系ステンレス鋼のマルテンサイト変態前後における塑性変形が機械的性質に及ぼす影響等の諸研究が行われている。

また帯溶融法を応用して粉末冶金により製造した Be 棒を純化し、ductile Be を得る研究、粉末冶金による Ag-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の dispersion hardening における焼結雰囲気浸透性、機械的性質に及ぼす影響、その他水素の鋼への浸透性、吸蔵性に及ぼす炭化物の形、量、冷間加工の影響、製鋼の際問題となる鋳滓と耐火物の反応の基礎的研究としての金属酸化物 (Mn 酸化物, Fe酸化物, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> etc.) の二元系三元系状態図の一連の研究および酸化物固溶体の親和力、活動度の測定、さらに物理冶金の関係では、純鉄の緩和スペクトル、高純度 Fe-B 合金の表面現象等の研究が進められ

ている。以上のほかここでは、学生実験の際テレビジョンカメラを顕微鏡にとりつけ、顕微鏡組織を受像機に写し出し、みんなが同時に同一組織を見ながら説明を聞くことのできるように工夫しているが、能率的な面白い試みであると思つた。

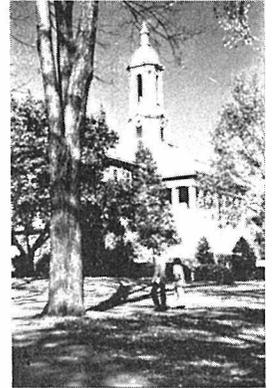
### Brookhaven National Laboratory

冶金研究室では腐食および耐食性の研究が、かなりの比重を占めているように思われた。特に構造材料の腐食の問題としては、液体燃料使用の原子炉 (LMFR) の設計に必要な基礎的データを得るために、液体燃料を電磁ポンプで環流させ質量移行の研究等を行つていた。液体燃料としては Bi-Zr-U 系がとりあげられ、同系の平衡状態図、同合金による鋼の腐食およびこの腐食に対する鋼中への Al および Ti 添加の効果が調べられていた。その他低 Cr 鋼 (5% Cr, 0.5% Mo) の溶接部の腐食、鋼が Bi-Zr-U 系に浸される際、鋼の表面に生じる Zr N および Zr C の結晶構造に関する研究、Na-Bi 系合金の基礎的研究等が主なものと見うけられた。

**Argonne National Laboratory** は Brookhaven と共にアメリカの代表的な原子力研究所であり、Chicago の郊外 Lemont にある。同所の研究も Brookhaven と同様、物理学、化学、原子炉工学等をはじめ放射線医学、農学等あらゆる分野にわたつている。

冶金研究室においても原子炉のより進んだ型の設計や操作の際に生ずる実際的な冶金学的な問題のみならず基礎的な研究もかなり広範囲に行われている。合金の結晶構造、金属および合金に及ぼす中性子線照射の影響、合金への拡散理論の応用、単結晶に関する種々の問題、純金属の物理恒数に関する研究等と共に、EBR-2 の設計資料を得るために大規模な液体金属 (Na-K) の環流装置を組み立て、腐食の実際の問題を検討していた。U 合金の研究としては U-2%Zr, U-5%Zr-1.5%Nb, U-Ti-Nb, U-3% Mo 等の金相学および加工の研究がすすめられ、その他 UO<sub>2</sub>-6% ThO<sub>2</sub> の冶金学的研究、構造材としての Al-1%Ni (X-8001) の研究、また Zr の高温酸化の研究もかなり広範囲にとりあげられていた。

**Armour Research Foundation** は Illinois Institute of Technology に付属し、Chicago にあり科学工学関係の総合的な研究所である。研究者約350名、技術者約870名が9研究部にわかれて



ペンシルヴァニア州立大学

働いている。1年間に700件以上の研究が行われ年間研究費は14,000,000\$を越える。

Fiber Metallurgy の研究者 Dr. Read の案内で冶金の研究部を見学した。この研究部は、次のような研究室より成つている。

Physical Metallurgy, Applied Metallurgy, Foundry and Steelmaking, Nonferrous Metallurgy, Extractive Metallurgy and Mineral Dressing, Welding Research, Electrochemistry, Powder Metallurgy, Reactor Metallurgy, Metallurgical Processes.

原子炉用金属材料の研究は主として Reactor Metallurgy の研究室が中心となり行つているが、その他 Physical Metallurgy, Nonferrous Metallurgy, Welding Research 等の各研究室でもそれぞれの研究室の特色に従つて研究をすすめている。Reactor Metallurgy 研究室では、核燃料の研究、特にU基合金の Stability の問題、時間-温度-変態曲線の研究、ジルカロイ被覆の燃料素の加圧水中における腐食の研究、耐熱合金の Order-Disorder に及ぼす中性子線照射の影響、W 基合金の研究が行われ、Welding Research 研究室では、約900°Cの液体状 Na 中で耐え得るステンレス鋼とインコネルとの硬膜付の研究、Ti よび Zr の鋼へのクラッド等が中心に行われ、また Nonferrous Metallurgy では主として強力新合金の研究がすすめられ、原子炉材料に関係あるものとしては、Be, Nb, Ti, Zr, Li, V, Al 基合金の機械的性質に関する研究が行われていた。Zr 基合金の平衡状態図、Zr および Ti の水素による脆化の問題も取扱われ、高溶融点金属の真空溶解の研究も盛んであつた。Physical Metallurgy 研究室の原子炉材料研究は Nb-O, Nb-C および Mg と H, Zr, Ti 等の平衡状態図の研究が主なものであつた。

Gordon Battelle の意志により1929年に設立された **Battelle Memorial Institute** は、アメリカの Columbus, Ohio のみならず、ドイツの Frankfurt, スイスの Geneva にも支所を持つ大きな総合研究所である。Columbus には約 2700 人が仕事に従事している。

研究は Armour R. F. と同じく各分野にわたり 20 の研究部に分れている。

冶金の研究部は Metallurgical Research for the Chemical Industry, Alloy Development, Nonferrous Physical Metallurgy, Steel, Corrosion-Resistant, Heat-Resistant and Superalloys, Titanium and Zirconium, Copper-base Alloys, Light

Metals, Welding Brazing and Soldering, Foundry Technology, Precious and Unusual Metals, Metal Working, Solid State Metallurgy の14研究室よりなり金属のあらゆる問題ととりくんでいる。原子炉用金属材料は各研究室がその専攻分野に応じて適当に分担し研究をすすめている。研究対象としている金属は U, Zr, Nb, Be 等をはじめ炉用金属として可能性のあるほとんどすべての金属およびその合金あるいは酸化物、セラミック等につき、物理冶金学的に、金相学的にあるいは機械的性質、腐食の問題等各方面から研究が行われている。たとへば Zr の物理冶金学的研究、Zr の溶解加工に関する研究、Zr の高温酸化、Zr-Mo および Zr-Nb 基合金の時効硬化、沃化 V に関する研究、Nb 合金の研究、燃料要素および構造材へのクラッドあるいはコーティングの研究、また Be, Nb, Th, U, Zr 上への Al の電着等の研究が行われていた。

Battelle 研究所はこの他 Columbus の西方約 25kmの所に Nuclear Research Center を持ち、MTR型原子炉 (Battelle Research Reactor BRR) をそなへ、放射線照射の材料に及ぼす影響もよく研究している。

これらの研究所見学で特に感じたことは、どこでも基礎的研究にかなりの人員と設備をさき、しかも応用研究との関連が実にうまくいつているということである。これはいわゆる物理屋、化学屋、材料屋等の連絡がうまくとれていることを示しているのかもしれない。そしてこのお互いに協力しやすいというのは、アメリカの大学制度の長所の一つの現われではないかと思われる。すなわちアメリカの大学では各学部各学科の聴講や受講が自由であり、転学転料なども比較的自由に行われている。そのため、学部 (undergraduate) で物理学あるいは化学を専攻し、大学院で冶金学を学んだとか、また機械工学で B. S. をとつた後マスター・コースでは物理学をおさめ、更に最後に冶金学で Ph. D をとつたという者が金属材料の研究者の中には多いようである。そのため各人が共通の地盤を持ち、お互いに協力しやすい下地ができていたためではないだろうか。

また Battelle のような研究受託会社が常に新しい合金の開拓や用途の研究をつづけているということも注目になつたと思われた。もうかるかどうかかわからないような研究を会社がすすめて行くことができるということは、経営者の科学技術に対する認識の深さもさることながら、アメリカの経済力の大きさを物語つているのかもしれない。

編集発行人  
印刷

吉 村 浩  
奥村印刷株式会社  
東京都千代田区西神田

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300番地  
電話目黒 (712) 3181 (代表)