

材技研

NO. 23

1960 No. 11

ニュース

科学技術庁 金属材料技術研究所

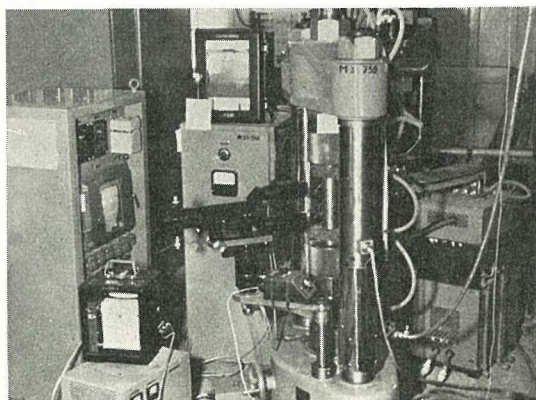
80 ton 両端固定式繰返熱応力試験装置

高性能化されたボイラ、タービン、ジェットエンジン、ディーゼルエンジンあるいは原子炉などの成型、組立はすべて溶接によって行なわれている。これらの部品は使用に際し大きな熱応力を受ける場合が多い。一般に溶接継手部は繰返し熱応力を受けた場合母材部に比し破壊しやすいが、この問題に関して系統的な研究はあまり行なわれていない現状である。溶接継手部は複雑な要素を含んでいるので小型試験片ではその性能を判定しがたい。今回当研究所においてはさきに発表した80 ton 溶接部不均一加熱熱応力破壊試験装置（材技研ニュース No. 18）に続いて表記の大型試験機を試作し、問題の根本的解決を図ることにした。

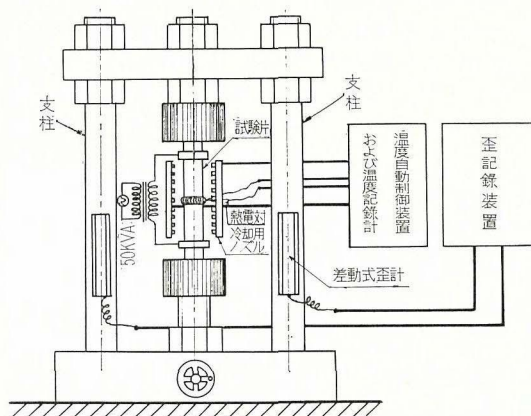
本装置においては、実物に近い大きな円筒状の溶接継手試験片を2本の支柱によって上下のフレームに強固に固定し、直接通電によって最高1200

°Cまで加熱する。自動温度調整装置、冷却装置および記録装置によって任意に設定された上下限度サイクルを試験片に与え、さらに記録させるようになっている。この際試験片に生じた熱応力によって検出し記録装置に自記して算出される。また試験片に生じた局部伸びは歪測定用顕微鏡によって試験片を取りつけたまま測定出来る。

本試験装置によって、実物大の溶接継手試験片が破壊するまでの繰返し加熱冷却数、温度サイクルおよび熱応力サイクルを測定して、キレツ発生条件と進展状況に及ぼす温度変化、溶接施工および溶接後処理の影響など種々検討することが出来る。その結果は高温用鋼材の材質改善、溶接施工法の確立、溶接構造物の設計に重要な資料を提供するものである。



80 ton 両端固定式繰返熱応力試験装置



系 統 図

==== SiHCl_3 を原料とする Si 高純度の製造 =====

SiHCl_3 (Trichlorosilane) は高純度 Si の原料として代表的なものとなり、その熱分解や水素還元が工業的に実施されている。すなわち熱分解は Pechiney、水素還元は Siemens が主として開発しその技術が米国およびわが国の一部に導入されていることは周知のことである。

第3部化学冶金研究室では SiI_4 を原料としたヨウ度法の外にこの SiHCl_3 を用いてアルゴンをキャリアーガスとした熱分解ならびに水素還元の実験を行なっている。写真1はその実験装置で左より水素精製装置、還元および熱分解炉、予熱炉、 SiHCl_3 蒸発槽がある。アルゴンまたは水素ガスの一部は SiHCl_3 の蒸発槽を通り一部は直接に予熱炉に入って予熱され反応管にはいる。Siの析出は石英反応管内に挿入された石英管内で行なわれる。 SiHCl_3 は 400°C をこえたとわずかに熱分解を始め 700°C から徐々に著しくなり $950^\circ\sim 1,000^\circ\text{C}$ に至るとそのほとんどが $4\text{SiHCl}_3=\text{Si}+3\text{SiCl}_4+2\text{H}_2$ および $2\text{SiHCl}_3=\text{Si}+\text{SiHCl}_4+2\text{HCl}$ に従って分解する。 750°C 析出の Si は緻密な板状となるが反応率は低い。約 950°C で SiHCl_3 の Si 析出率は21~22%前後の最上値を示す。水素添加の場合でも H_2 対 SiHCl_3 がほぼ10ぐらいまでは熱分解が反応の主体をなすものと考えられ反応率は25%ほどであるが、水素を多量に添加した場合は反応率も55%に向上し還元効果が著しくなる。

SiHCl_3 の水素還元は SiCl_4 の場合 ($1,200\sim 1,300^\circ\text{C}$) より低温度で還元が行なわれ、熱分解だけでも Si を製造しうるなどいろいろの利点もあるが、副生成物に多くの SiCl_4 が出てくるのでこの回収利用が問題になる。

析出 Si の純度は主として原料によるものであり、Union Carbide Corporation 輸入品級のものでは中型規模の水素還元では、N型で30~70オームセンチの比抵抗を示すが、さらに高純度にするには蒸溜などの操作で SiHCl_3 を精製しなければならない。析出 Si は多量に製造した場合は厚い塊状のものとなるが、Si析出の形態も種々あり、熱分解などではよく茶褐色の粉末が生成する。これ

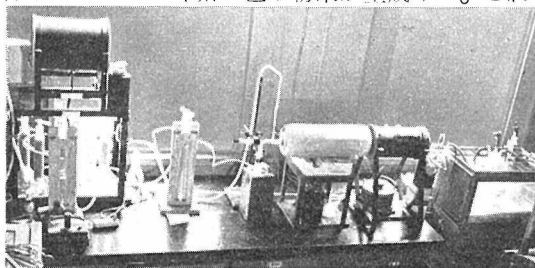


写真1

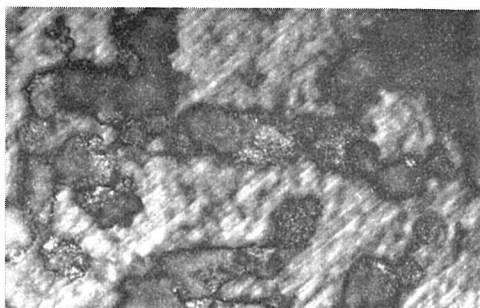


写真2

($\times 240 \times 3/5$)



写真3

($\times 78 \times 3/5$)

は結晶化の不充分な Si 粉末であり、それを写真2に示した。またこれと対称的に針状にも析出する。さらに場合によっては黒色の析出 Si の外に灰黒色、黄白色をしたかび状の析出物が認められるが、これを顕微鏡下で観察すると細かい絲状の Si がむらがって生成している(写真3)。このような条件によって Si は結晶学的にも種々興味深い形態となって析出する。なお SiHCl_3 は無色透明の液体で、沸点は 31.9°C 、融点は -126.6°C 、比重は 25°C で 1.335 あり引火性のほか空気中の湿気に触れると塩酸を生ずるなどの性質を持つ。製法は Si に塩化水素ガスを 300°C で反応させることにより大量に製造することが出来る。

短 信 ◇所長帰る

橋本所長はドイツ、フランス、イギリス、オーストリア、の各国における金属材料の技術水準の実態調査のため10月12日から出張中であつたが、11月23日帰国した。

◇放射性同位元素の使用開始さる

9月6日付をもって使用承認の許可があつた放射性同位元素などの使用が、11月1日から開始された。

◇新弧光炉の試運転実施さる

ダイドー・レクトロメルト式電気弧光炉(容量2屯炉蓋旋回、炉頂装入式)の試運転が11月9日実施された。

Cr 基合金の熱間加工に成功!

—Cr基耐熱合金の高温特性に関する研究—

宇宙開発に貢献する耐熱材料の役割は大きい。ところで材料の耐熱性には、高温酸化に耐えることと高温強度の高いことの二つの特性が必要である。各種金属元素中この両者の特性をもつ代表的なものは $1890 \pm 10^\circ\text{C}$ の融点をもつ Cr である。従ってこの金属はほとんどすべての耐熱合金に含まれて、その特性向上に役立っている。もし Cr を主体とした合金が開発されるならば、この種の材料は $1000 \sim 1100^\circ\text{C}$ の高温での長時間使用が期待出来る。しかしこの合金は融点が高く、鋳造も困難であり、また加工出来ず靱性に欠けるため各国ともまだ実用化に成功していない。

この合金については従来 Cr-Fe-Mo 三元合金が検討され、図1の矢印の間の組成、すなわち Cr が60% で Fe 15~25%, Mo 25~15% が将来有望な組成範囲とされている。そこで第1部耐熱合金研究室においては 60Cr-25Fe-15Mo 系合金について溶製雰囲気や添加元素の影響が高温特性に及ぼす影響を研究しているが、最近興味ある結果を得るに至った。

すなわち原料金属はいずれも市販の電解 Cr(99.2%), 金属 Mo (99.9%), 電解 Fe (99.9%) を用いて、溶製条件を変え、表1に示す試料を作った。そしてこのうち

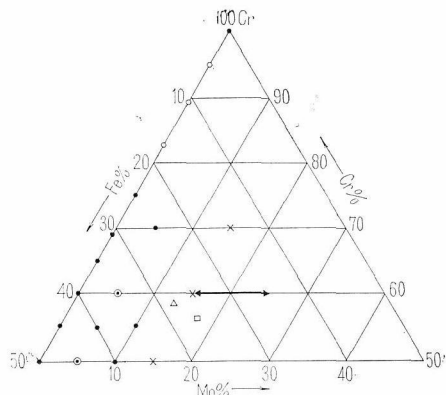


図1 Cr-Mo-Fe 系合金の熱間加工性と有望とされている組成範囲

- 板に加工可能
- 板に加工困難
- × 板に加工不能
- スエーディングにより加工可能 (R.M.Parkra)
- △ 熱間加工可能 (当研究所において溶製した減圧溶製合金)
- スエーディングより加工可能 (" " 真空 ")
- ↔ 基合金において有望とされている組成範囲

表1 試料の溶製条件と化学組成

合金	溶製条件	化学組成(%)				
		Mo	Fe	C	N	Cr
No. 1	大気溶解	13.50	29.35	0.108	0.140	残
No. 1 V	減圧溶解 ($10^{-1} \sim 10^{-2}$ mmHg)	13.49	28.24	0.06	0.0169	"
No. 1 VV	真空溶解 ($10^{-3} \sim 10^{-4}$ mmHg)	17.35	26.19	0.011	0.0141	"

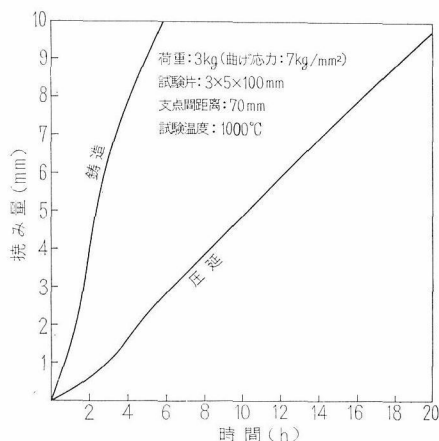
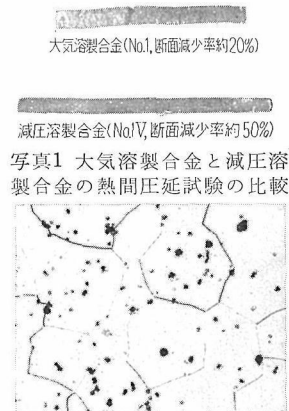
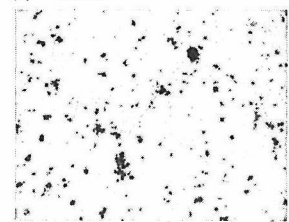


図2 減圧溶製した 60Cr-25Fe-15Mo 合金 (No. 1 V) の 1000°C における鋳造及び圧延試料のクリープ曲線

No. 1 と No. 1 V を 10mm 角に仕上げて 1200°C で 1 時間加熱し 1 回について 0.2mm ずつ圧延したところ、No. 1 は 1 回のパスでクラックが入りほぼ 9mm 角で割れたのに対し、No. 1 V は表面に多少のクラックは入ったがほぼ 7mm 角まで断面減少率にして約 50% の加工を行なうことが出来た。写真1にこの結果を示すところで Cr の ductile-brittle の遷移温度に及ぼす N の影響は O に比べると、きわめて大きいことが知られている。従って No. 1 V が熱間加工を行なうことが出来たのは表1からこれが No. 1 に比べて N がきわめて少なくほぼ $1/10$ 程度であるためと思われる。Cr-Fe-Mo 合金の熱間加工性については高純度金属を用いて溶製したものについて研究され図1にその可能組成が示されている。この図中△印は No. 1 V の組成を示したもので、これは従来可能とされているい



(a) 加工材



(b) 鋳造材

写真2 (a)~(b) 減圧溶製合金 (No. 1 V) の鋳造材と加工材の顕微鏡組織の比較

写真3 スエーディング熱間加工した真空溶製合金

ずれの組成よりも Mo を多く含んでいる。この結果から考えると Cr 基合金の熱間加工性には非常な高純度を要求されるものではないらしい。

写真 2 (a) は No. 1 V の鋳造組織、(b) は加工後の組織であるが、加工により結晶粒が微細化されていることがわかる。図 1 よりこの近辺の組成において Mo が増すと加工困難となるが、No. 1 V よりさらに Mo の多い図中口印の No. 1 VV はスエーディングマシンにより写真 3 のように容易に 10mmφ からほぼ 7mmφ まで鍛造出来た。

さらに興味深い事実は、この種の合金は結晶粒が微細化されると靱性が向上し、クリープ特性が改良されるこ

とである。すなわち No. 1 V について加工材と鋳造材の曲げクリープ試験を行なったところ、図 2 に示すように加工材は鋳造材に比べてクリープ特性が著しく向上した。また同じ鋳造材でも少量の Ti を添加して結晶粒を細かくしたものが高いクリープ強度をもつことも著者らはすでに報告済みである。

現在 Cr, Fe, Mo の量と加工可能範囲およびクリープ・ラプチャー強度との関係や、その高温特性に及ぼす第 4, 第 5 合金元素の影響について、すぐれた耐熱合金を得べく基礎研究を続行中であるが、この種超耐熱合金が実用化される日も間近いことであろう。

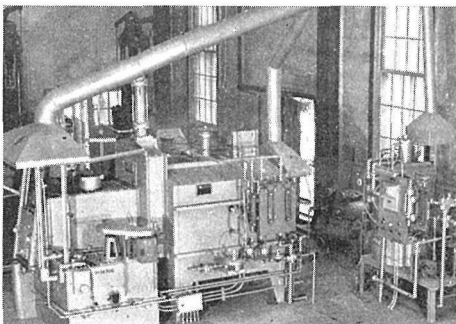
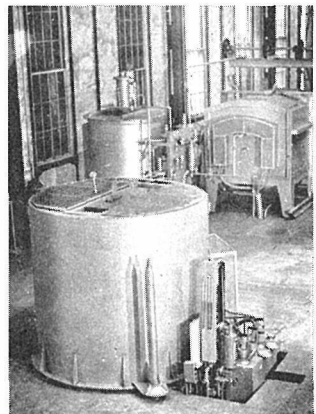
◇ 雰囲気熱処理炉設備の現況 ◇

金属材料の熱処理を雰囲気ガス中で行なうことによって材料の無酸化加熱が可能であり、また均一な熱処理を行なうことが出来る。当所設置の雰囲気熱処理炉設備

としては、無酸化加熱用としてアンモニアの分解ガスである AX ガス (75% H₂, 25% N₂) の還元性ガスを用い、滲炭性ガスとしてはプロパンの变成ガスである RX ガス (24% CO, 33.4% H₂, 42.0% N₂) を使用している。雰囲気ガス变成装置および熱処理炉の仕様内容は次の通りである。

写真左はジュニアオールケース炉
および PX ガス発生機

写真右はコイル焼鈍炉、パッチ型炉
および AX ガス発生機



R X ガ ス 関 係		A X ガ ス 関 係	
R X ガス発生機		A X ガス発生機	
変 成 温 度	1000°C	変 成 温 度	900°C
R X ガス発生量	8.5m ³ /h	A X ガス発生量	14m ³ /h (max)
R X ガス出口圧	350mm 水柱	A X ガス出口圧	700mm 水柱
プロパン消費量	0.7m ³ /h (max)	アンモニア消費量	6 kg/h
熱 源	都市ガス使用	電 力	30kW
ガス焚ジュニアオールケース炉		雰囲気パッチ型電気抵抗炉	
雰 囲 気 ガ ス	R X ガス	雰 囲 気 ガ ス	A X ガス
外 殻 寸 法	長さ 3500×巾1500×高さ2800mm	外 殻 寸 法	長さ 2200×巾1600×高さ2800mm
有 効 寸 法	長さ 760×巾380×高さ300mm	有 効 寸 法	長さ 1500×巾824×高さ475mm
最 高 使 用 温 度	950°C (常用 930°C)	最 高 使 用 温 度	1100°C
R X ガス消費量	8m ³ /h	電 力	80kW
熱 源	都市ガス使用	装 入 重 量	275~330kg/チャージ
装 入 重 量	100kg/チャージ	電熱式コイル焼鈍炉	
油 焼 入 槽	長さ 1100×巾1500×高さ900mm	雰 囲 気 ガ ス	A X ガス
(装入室と油焼入槽は一体となって雰囲気調整される。)		外 殻 寸 法	1800φmm×1980mm
用 途	ガス滲炭、複炭、透過滲炭、滲炭窒化、無酸化焼入の処理可能。	有 効 寸 法	850φmm×760mm
		最 高 使 用 温 度	1000°C
		電 力	110kW
		装 入 コ イ ル 寸 法	外径750×内径450×巾350mm, 2 個
		装 入 重 量	400kg/チャージ (max)

編集発行人 吉 村 浩
印 刷 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)