

金材技研

科学技術庁

金属材料技術研究所

1993 No. 5

ニュース

VAMAS最終報告書／
鉄中極微量酸素の定量／
TiAl金属間化合物の接合

VAMAS低サイクル疲労の最終報告書を提出

—— 高温疲労試験の種々の問題点を解決 ——

VAMAS(新材料と標準に関する国際共同研究)の中の低サイクル疲労プロジェクトは、国際的な高温疲労試験法の標準化に向けて基礎データを取得、解析することを目的とした共同研究である。ヨーロッパからは6カ国、17研究機関が参加した。わが国からは10機関がラウンドロビン試験に参加し、データ解析や問題点の解決には日本鉄鋼協会内にVAMAS低サイクル疲労研究部会を設けて、多数の研究機関が共同で当たった。金材技研は本プロジェクトの日本側窓口および部会の幹事として活動の取りまとめ役を務めた。研究の成果は中間報告として(金材技研ニュース1990年No.7)に報告したほか、広く公表することに努めてきた。今回の最終報告書に盛られた内容は、1.ラウンドロビン試験用供試材と試験条件、2.高温低サイクル疲労試験法の現状、3.ラウンドロビン試験の結果、4.試験片の種々の温度測定法および精度、5.疲労寿命の定義の相違による破損繰返し数のばらつき、6.き裂長さとは応力低下率の関係、である。この中の主な事項を拾って以下に紹介する。

低サイクル疲労試験は丸棒の試験片に引張・圧縮ひずみを制御して繰返し応力を加える。そのため、き裂が生じてから試験片が完全に破断分離するまでに非常に多くの繰返し回数を要する場合がある。そこで実際の試験では、き裂がある程度の大きさに達した時点をもって疲労寿命と定義することが必要になる。しかし、その定義が国際的に統一されていなかったことが従来から問題となっていた。報告書では疲労寿命の定義として、引張応力がその低下傾向外挿線から、あるいは、平坦値から25%低下した時点(図a, b)とすることが提案された。種々ある定義の中で、これらを採用した場合には試験結果をばらつきが少なく整理できることが、今回わかったか

らである。なお、図bの方法はわが国でも従来から採用してきたものである。

疲労試験においては、制御伸び計と呼ばれるひずみ検出器の端子を試験片の側面に接触させて、試験片に与える変形ひずみを制御する。それゆえ、例えば、き裂発生点と端子が試験片の同じ側にある場合と反対側にある場合とでは、試験片にかかる応力の低下の様子が異なってくる。報告書ではこのことを指摘するとともに、これらの場合を含め、き裂発生点と端子の位置関係がさまざまな場合にも上記の疲労寿命の定義、すなわち、引張応力が25%低下した時点を経済寿命とするのが妥当であることを定量的に示した。このことのもつ意義は大きい。

このほか、温度測定のための熱電対スポット溶接がき裂の発生、ひいては疲労寿命におよぼす影響の大きさが試験片の材質によって異なることを実験データから示すとともに、熱電対スポット溶接に代わる種々の方法とその精度についても具体的に言及している。

以上の成果は、国内においては疲労寿命試験法のJIS制定に反映されることになった。

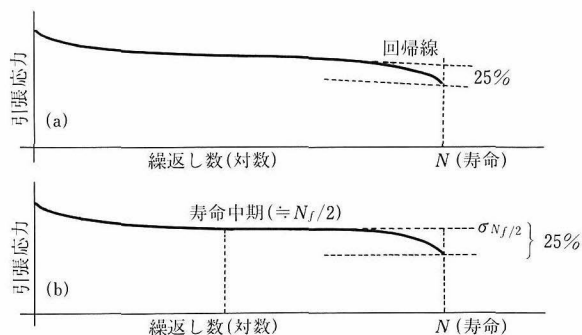


図 変形繰返し数-引張応力曲線と疲労寿命の定義。
 N_f は完全破断分離するまでの回数

超高純度鉄中極微量酸素の定量技術開発

—— 不活性ガス融解法のブランク値を低減 ——

材料の高純度化技術の進歩とともに、ガス成分の含有量をできるだけ低減した各種新素材の開発および製造が進められており、素材プロセッシングや素材特性の評価の際に特に重要となる不純物酸素のための高感度定量技術の確立が強く要望されている。現在、素材中の酸素定量にはインパルス加熱・不活性ガス融解赤外線吸収法が一般に広く利用されている。この方法は、水冷した上下電極の間に黒鉛をつぼを挟み、帯電流を流してつぼ自体を2000℃以上に加熱し、試験片をスズ、ニッケル等の溶金属(融解助剤)と一緒につぼ中で瞬時に融解し、その際に放出される一酸化炭素を酸化して二酸化炭素にする。それをヘリウム搬送ガスで検出部に送り、赤外線吸収により二酸化炭素濃度を測定して分析試料中の酸素含有量を決定する。しかし、市販の装置を用いて従来の方法で分析した場合は、いわゆる酸素のブランク値(ブランク試験における酸素量)が高くなり、極微量の酸素を定量することは極めて難しい。そこで本研究では酸素分析精度を高めるため、ブランク値低減化の検討、ならびに、極微量酸素の定量値に正の誤差を与える試料表面の酸素の除去について検討を行った。まず、酸素ブランク値の生じる要因として搬送ガス、黒鉛をつぼ、装置内の吸着ガスの3点に着目し、以下の一連の検討と改善を施した。すなわち、搬送ガスについては、水分および酸素用の吸着剤を詰めたドライカラムおよびガスクリーン(図参照)を用い、従来よりも厳密にヘリウムガスの精製を行うことによって、ブランク値の変動による分析値のばらつきを抑制できた。黒鉛をつぼについては、酸素との化学親和力が強いケイ素を融解浸透させてつぼ底部の表面層をケイ化することにより、分析温度2100℃付近における酸素ブランク値の発生率を従来よりも2、3桁低く、100秒間当たり0.01ppm以下に低減させることができた。ま

た装置内の吸着ガスについては、それがブランク値発生の最大要因であること、およびその根源がガス精製器とインパルス炉を連結する搬送ガス配管の内面に吸着した水分であることを突き止めた。その対策として、図に示すように、予め配管を130℃に加熱保持して吸着水を除き、酸素ブランク値の発生率を150秒間当たり0.01ppm以下に抑えた。これにより、つぼの酸素ブランク値を短時間に安定させることができた。試料表面の酸素除去に関しては、弱還元性のアルゴン-水素混合ガスによって還元し、空気にさらさずに試料を分析装置に搬入できる簡便な処理装置を開発した。試料表面を化学研磨または電解研磨する従来の方法では空気による酸化が避けられず、酸素含有率5 ppm以下の試料の酸素定量は困難であったが、本方法ではそれが可能となった。

上記のように、ブランク値低減化技術ならびに表面処理技術を開発して高純度鉄中の微量酸素の定量法を確立した。表に分析結果の一例を示す。この定量法による極微量酸素の定量値は荷電粒子放射化分析法によって得られた定量値と良く一致している。荷電粒子放射化分析法は高感度分析法として現在のところ最も信頼性が高いが、原子炉など特殊な装置を必要とするためその利用法が限られている。それに対して、本研究で開発した方法の大きな利点は、汎用性の高い市販の分析装置を用いてサブppmレベルの酸素を定量できることにある。

表 超高純度鉄中の極微量酸素定量値

試料	酸素定量値 (ppm)*	酸素定量値 (ppm)					平均値 (ppm)	相対標準 偏差(%)
		1.1	1.3	1.1	1.3	1.2		
A	1.2±0.04						1.20	8.3
B	4.8±0.1	4.8	4.9	4.8	4.8	4.9	4.84	1.1

* 荷電粒子放射化分析法

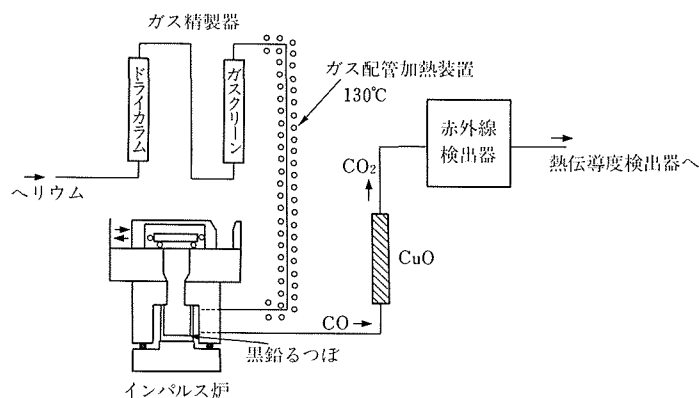


図 市販製品に改造を施した酸素分析装置の構成

チタン-アルミニウム系金属間化合物の接合技術

—— TiAl混合粉体を挿入し加圧下で通電 ——

航空機やロケットの機体などを軽量耐熱材料で作ることはエネルギーの有効利用に重要で、その材料の有力候補としてTi-Al(チタン-アルミニウム)系金属間化合物が注目を集めてさまざまな研究が行われている。

材料は一般に、それが有する特性に加えて、形状を付与するための各種加工法が適用できることが望まれる。特に構造材料では、組立技術としての有効な接合手法の開発はその材料の利用範囲拡大につながるので重要である。Ti-Al系金属間化合物の接合手法に関しては、国外で各種形状の試料に溶融溶接を用いた2、3の報告が、国内では拡散接合やろう接を用いた報告が見られるのみであった。このような状況の下に、本研究では、加圧下で通電加熱する方法をTi-Al系金属間化合物の接合に適用し、良好に接合させるための条件を探索するとともに、接合条件と接合部のマイクロ組織との関係を調べてきた。なお、通電加熱の利点としては、試料自身の抵抗による直接加熱であるほか、温度制御が容易である。

接合の実験に用いた母材は、組成がTi₆₀Al₄₀で、 α_2 相(Ti₃Al)と γ 相(TiAl)から成り、底面が11mm×11mm、高さが15mmの形状の合金である。等モル比の純Ti粉(粒径32 μ m)と純Al粉(43 μ m)からなる厚さ1mmの混合圧粉体を接合媒体(インサート金属)として2個の母材の底面に挟み、図に示すように、10~15MPaの圧力をかけながらアルゴン雰囲気中で0.7V、15kAの交流を通電して最高1200℃まで加熱した。加熱保持時間は最長160分である。この熱処理によって接合部に起きる反応を光学顕微鏡観察、X線回折、および、X線マイクロアナライザーで撮影した走査電顕像、組成像、Al特性X線像によって詳細に調べた。試料温度が660℃以上に達すると、まず接合媒体中のAlが溶融し、800℃以上になると接合部内でTiAl合金化反応が始まる。1200℃における反応の初期段階を調べるため、室温から1200℃まで6.8分間で直線的に昇温させた後、直ちに約8.3℃/sの冷却速度で室温まで下した試料の接

合部を観察した。この段階では、Al融液とそれに接する母材との反応領域が薄く形成され始め、一方、接合媒体中では未反応のTi粒子が残っている。次に、1200℃に一定時間保持した試料では、保持時間の経過に従ってAl融液と母材およびTi粒子との反応が進むとともに、母材との反応領域中で結晶粒の成長、および接合媒体中で結晶化と結晶粒の成長が起こって接合が進行する。Al融液と母材との反応は接合を緊密なものにしており、これが純Alを成分とする接合媒体を用いた利点である。

接合条件をいろいろ変え、接合部のマイクロ組織を調べた結果、圧力14MPaの下で1200℃に10分間以上保持することによって、容易に接合できることがわかった。写真1は1200℃で10分間保持した試料の接合部のマイクロ組織を示している。写真に見られる素地の結晶化した部分は γ 相、白く小さい塊状の部分は α_2 相、黒い塊状の部分は γ 相と α_2 相が層状に混在した領域である。

接合の強度を調べるため、試料から接合部を含む厚さ2mm~6mmの板状曲げ試験片を切り出し、4点曲げ試験を行った。写真2は、1200℃で10分間保持した2試料のき裂破断状況を示す。両試料ともき裂が接合部では起こらずに母材中で起きており、接合が良好であることを示している。

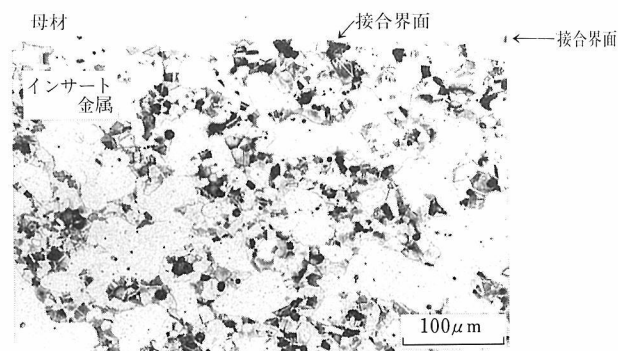


写真1 接合部のマイクロ組織

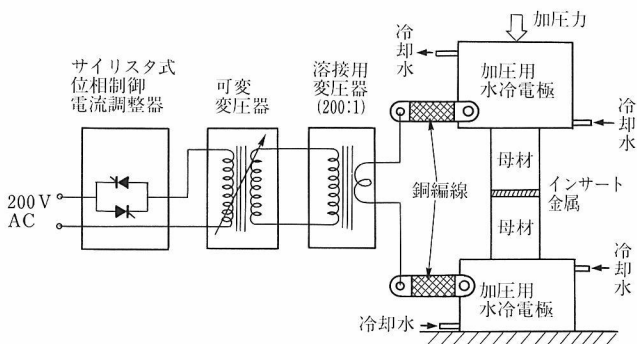


図 接合実験装置の概略

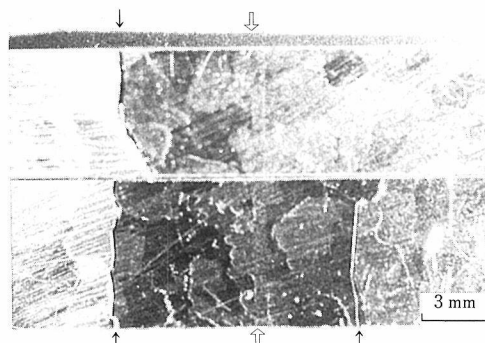


写真2 4点曲げ試験によるき裂(矢印↓)。矢印↑は接合面の位置を示す。左端部が明るいのは光の反射のため

6月の研究発表（国内分）

学・協会名	開催期間	発表題目	発表者(所属)
分析化学討論会 (茨城・茨城大学)	6.5～6.7	1. グロー放電質量分析法におけるKr/H ₂ 混合ガスと相対感度係数	斎藤 守正 (計測)

◆短 信◆

●人事異動

平成5年3月31日

定年退職 辻本 得蔵 (材料設計研究部長)

定年退職 中村 治方 (組織制御研究部長)

辞 職 秋山 武久 (管理部庶務課長)

平成5年4月1日

配 置 換 材料設計研究部長 田中 千秋 (環境性能研究部長)

配 置 換 第1研究グループ総合研究官 戸叶 一正 (表面界面制御研究部長)

配 置 換 強磁場ステーション総合研究官 前田 弘 (第1研究グループ総合研究官)

併 任 表面界面制御研究部長 岡田 雅年 (筑波支所長)

昇 任 管理部庶務課長 石井 治夫 (科学技術庁研究開発局企画課長補佐)

昇 任 組織制御研究部長 佐藤 彰 (組織制御研究部第1研究室長)

昇 任 環境性能研究部長 八木 晃一 (環境性能研究部第1研究室長)

●海外出張

氏 名	所 属	期 間	行 先	用 務
岸本 哲	損傷機構研究部	5.3.1～6.2.28	アメリカ	マイクロメカニカル技術と材料評価に関する研究 耐環境素子用化合物半導体表面の反応と界面形成の初期過程に関する研究
知京 豊裕	表面界面制御研究部	5.3.21～6.3.20	アメリカ	

一般公開——本所と支所で860人ほどが参観 SCIENCE NOW '93も大好評

当研究所では、科学技術週間行事の一環として、目黒本所（4月21日）と筑波支所（4月16日）を一般公開し、科学技術庁主催のSCIENCE NOW '93（4月12日～15日、東京・晴海）に出展した。

一般公開では、本所240名、支所約620名の来訪があり、研究成果の説明や質問に対する応答が、第一線研究者により熱心に行われた。

SCIENCE NOW '93では、当研究所が目指す今後の方向と幅広い研究の内容を紹介するパネルや展示物が、大勢の参観者の興味を集めた。

(写真: SCIENCE NOW '93を視察する村上科学審議官)



発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所
(本 所) 〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12
T E L (03) 3719-2271, F A X (03) 3792-3337
(筑波支所) 〒305 茨城県つくば市千現1-2-1
T E L (0298) 51-6311, F A X (0298) 51-4556

通巻 第413号 平成5年5月発行
編集兼発行人 松 岡 浩
印 刷 所 株式会社 三 興 印 刷
東京都新宿区西早稲田2-1-18