

研 技 材

1966

科学技術庁

ニ ュ ー ス

金属材料技術研究所

NO.9

超高温クリープ・ラブチャー試験機

宇宙開発用材料としてアメリカではW（溶融点 3410°C ）、Ta（ 2996°C ）、Mo（ 2610°C ）、Nb（ 2468°C ）などの高融点金属（耐火金属ともいう）やその合金の研究が盛んに行なわれている。これらの材料の高温性質は 2000°C 以上の超高温まで求める必要があり、また耐酸化性が欠如しているので、その試験は高真空中あるいは不活性雰囲気中で行なわなければならない。

そこでWやMo材料研究のためアメリカSA-TEC社製の超高温クリープ・ラブチャー試験機を設置した。写真はその加熱炉部分で、超高温、高真空のために耐火物は一切使用していない。中央の試験片は円筒状のTa薄板製発熱体で囲まれ、通電により 2300°C まで加熱される。発熱体円筒はさらにこれと同じ材料でできている5層の薄板からなる熱しゃへい用反射体で囲まれている。そして反射体はさらにステンレス鋼製の水冷ジャケットで囲まれ、この加熱部分はステンレス鋼製の大きな炉体容器の中央部に位置している。この容器内は超高温下で $10^{-5}\sim 10^{-6}\text{mmHg}$ の高真空度に維持される。また試験片はその上下部をTa製のアダプターに引っ掛け、アダプターはさらにステンレス鋼製のロッドに引っ掛けられる。そして水冷がロッドの部分まで行なわれる。

荷重負荷の機構は原理的には一般のクリープ試験機と同様で、炉体容器の上下についている2箇のペローズを通して応力が伝達される。その最大荷重は 270kg であり、また伸びは差動トランスを用いて電氣的に取出して自動記録される。

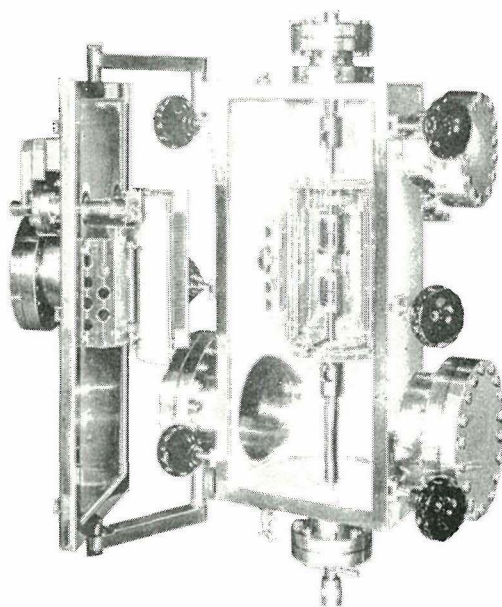


写真 超高温クリープ・ラブチャー試験機

温度測定にはPt-Pt-RhとW-W-Reの2種の熱電対が低温側と高温側に分けて使用できる。自動温度調節系は温度設定指針と記録ペンとの間の偏差電位が可飽和リアクトルを制御する形式になっているので、系内にon-offスイッチがなく、温度保持を連続的に行なうことが可能である。

なおこの種の試験機はアメリカでもまだ開発されて間もなく、発熱体にタングステン・スクリーン（W製の網）を用いると 3000°C までの試験ができるといわれている。

ボロンを含む 18Cr-12Ni-3Mo 鋼の高温強度

耐熱鋼を研究している一人として、日頃、我々は実用上意味のある高温強度の特性値を把握しているだろうかという事に疑問を感じている。そして、実用材料を研究しているものにとってはこの疑問は一層痛切である。この事は我々が求めている高温強度、即ちクリープ及びクリープ破断強度が不正確なものであるということを意味するのではなく、実際には5~10万時間でも使用されその過程で必然的に複雑な組織変化が生ずる材料を千時間からせいぜい3、4千時間での破断強度で材料の強弱を判定していることに対する疑問である。このような点から、単に千時間程度の破断強度のみでなく、応力-破断時間曲線での勾配をも特性値として取りあげ、長時間強度を出来るだけ正確に求められるよう努める必要があると思われる。

工業化研究部工業化第1研究室では従来から高温高压で使用される蒸気タービン、ボイラ用材料としてボロンを含むオーステナイト系耐熱鋼の開発を進めているが、現在、Ti, Nb, C, N 量の影響を検討している。これらの元素は炭化物、窒化物としてクリープ過程中に析出し、材料を強化することが期待されるため、長時間で破断する応力で試験し特に曲線の勾配を正確に把握することに努めた。

その1例として図1(a)は700°Cでのクリープ破断強度におよぼすTi量の影響を示した。これらの測定点は $\log \sigma = a - b \log t$ 。又は $\log \sigma = a - c (\log t)^2$ (σ : 応力, t : 破断時間) の関数で表示でき、特に長時間側の強度を安全側で求めるため後者の式で表示することにした。この曲線より1000時間強度と曲線の勾配を示す係数 c におよぼすTi量の影響を求め図2に示してみた。Tiを0.47%添加した試料は強度も高く、係数 c も著しく小さい。Tiを過剰に添加すると強度は低下し、係数 c も増加する。Nbを添加した場合も同様な傾向が認められるが、係数 c はTi添加の場合ほど小さくならない。しかし、NbとNを同時に添加すると係数 c は著しく小さくなる。このような最も好ましい添加元素の例は、固溶体強化と同時に適量のTiC, NbNの析出が生じた時に得られることを明らかにした。

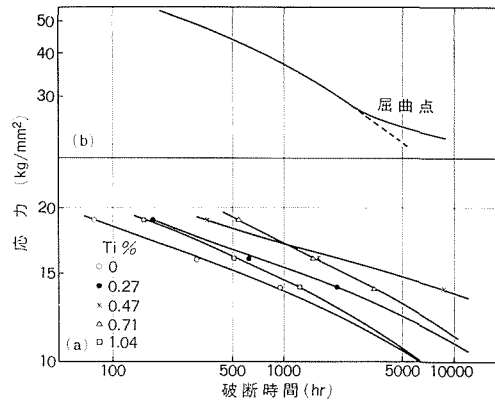


図1(a) 18Cr-12Ni-3Mo-0.2C-0.05B 鋼の 700°Cでのクリープ破断強度におよぼす Ti 量の影響

(b) クリープ破断曲線の図式的表示

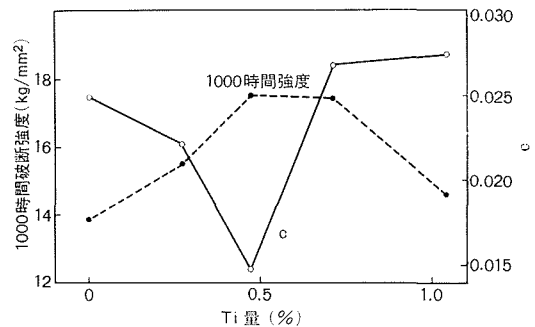


図2 700°C, 1000時間強度と係数 c におよぼす Ti 量の影響

しかし、この函数関係が5~10万時間の更に長時間側でも成立するかという点になると疑問がある。なぜなら、この関係が成立するとすればほとんど応力0の状態でも破断してしまうことになる。そのため更に長時間側では図1(b)に図式的に示したように屈曲する点が必ず現われるはずである。しかし、この屈曲点はどの程度の応力、時間で現われ、どの元素を添加した時顕著に現われるかという点になるとほとんど何もわかっていない。唯定的には、細かくかつ均一に分散した析出物が多量認められた時、このような屈曲点が現われてくるものと思われる。結局、1000時間程度の強度が高く、曲線の勾配も小さく、又長時間側で細かな析出が生ずる組成を求めることがすぐれた耐熱鋼の開発に繋がるとと思われる。

高炭素鋼の工具特性に及ぼす少量の Ni, Cr の影響について

将来ラテライト鉱が鉄資源として脚光をあびた場合、最終鋼材に Cr の一部、Ni の大部分が残留することが考えられる。又ごく一般的には製鋼の際の戻り材からの混入による残留 Ni, Cr がある。然るに最も需要の多い普通鋼の範囲でこれら少量の Ni, Cr の影響を系統的に調べた研究は非

常に少く総合的な調査が望まれている。工業化研究部工業化第 1 研究室では以上の観点から、低炭素鋼から高炭素鋼までその用途にあわせた諸性質に関して少量の Ni, Cr の影響を調べ、その含有許容量決定への基礎資料を提供してきている。

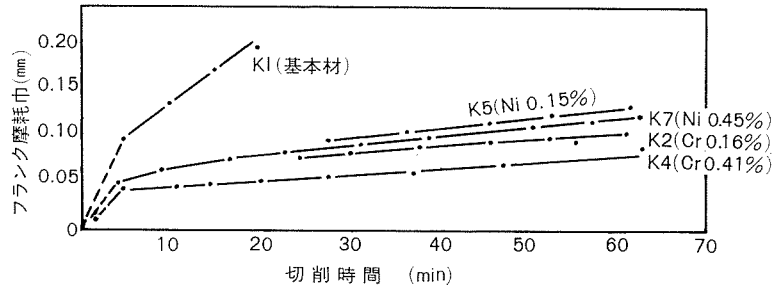
本研究はその一環で、高炭素鋼の工具としての用途に関してその熱処理特性、工具特性などにおよぼす影響を調べたものである。供試材は炭素工具鋼第 2 種を代表として選び 0.45% までの Ni, Cr を単独に添加してその影響を調べた。

実用的見地から球状化处理条件を一定に (760°C×30min→20°C/hr 冷却) して以下諸性質を調べると、まず焼入性は $\gamma+\theta$ 共存域からの焼入において Ni はやや増加せしめる効果を示し、Cr は逆にやや低下せしめる。焼入状態の地鉄中の炭素濃度を電解抽出により定量すると Ni の添加で増加、Cr の添加で減少することから、焼入性に対しては固溶炭素量への両元素の影響が優先してあらわれるものと考えられる。次に焼入の際焼割性が問題になるが、2~20mm の肉厚変化を持つ扁心円試料で調べた結果、水冷の場合に Cr の悪影響

表 1 水焼入の際の焼割れ性におよぼす Ni, Cr の影響

	基本 材	Cr 0.16%	Cr 0.30%	Cr 0.41%	Ni 0.15%	Ni 0.30%	Ni 0.45%
焼割なし	5	4	3	6	4	5	6
表面割れ	1	3		1	2		
部分割れ			3		1		1
完全破壊	1		1			2	

響がやや認められる。(表 1 参照) 油冷、マルテンパーの場合には全く問題はなかった。従って多



切削条件

工具形状 (0, 0, 10, 8, 15, 15, 0.3)

送り; 0.2mm/rev

切込み; 1.5mm

被削材; 快削黄銅

図 1 フランク摩耗巾と切削時間曲線

少硬さを犠牲にすればこの悪影響は回避できることがわかった。

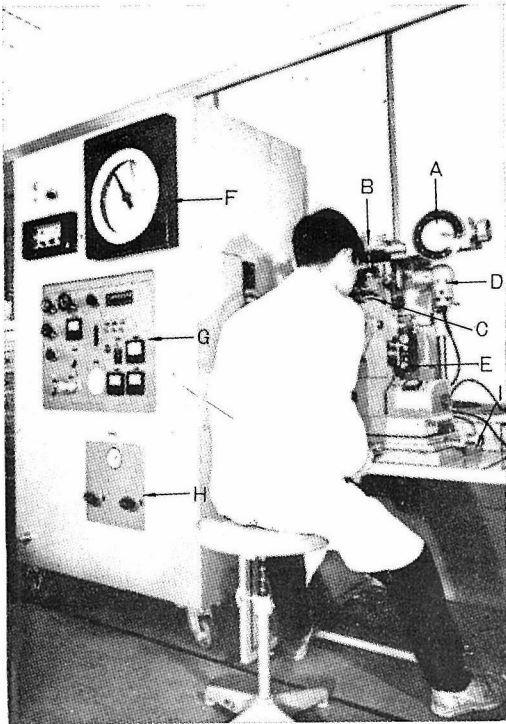
焼入後 50°C から 200°C の間で種々の時間焼戻しをおこなってその Kinetics を電気抵抗測定により調べた結果、この過程の活性化エネルギーおよび反応の Time exponent の推移から考察して Cr の添加により焼戻第 1 段階は促進され Ni の添加でやや遅滞することがわかった。

次に焼入後 200°C×30min の焼戻しをおこなって快削黄銅を被削材にしてその切削能(工具寿命)を測定した。切削条件は図 1 中に示したもので、フランク摩耗幅と切削時間の関係から Ni, Cr の含有により明らかに工具寿命の延長が認められ、特に Cr の効果が大きい。供試材の焼戻マルテンサイト地の M.F.P の測定から Cr の効果はセメント相の分散にその因があり、Ni は M.F.P をあまり変化させない所からおそらく Ni の効果は地鉄中の炭素量を増加せしめることから考えてマルテンサイト自身の強化によるものであろう。

以上のように炭素工具鋼第 2 種に 0~0.45% の Ni Cr を添加してその影響を調べた結果、焼割性に対する Cr の悪影響を考慮しなければならないが、他方実用上は少量の Ni, Cr の含有は切削能などの点ではむしろ好ましいと考えられる。

高温変形観察装置

近年、高温用材料、耐熱材料に対する要求がますます増大しつつある。本装置（写真）は高温用材料の研究に関連して高温における変形機構を顕微鏡観察により追究したいと考えて設置したもの



- A：負荷装置。最大荷重 100kg
- B：加熱装置。最高使用温度1200°C
- C：観測装置。対物レンズ×20、×10
- D：光源。30W電球または水銀灯。
- E：記録装置。35mmカメラ以外に乾板、ボラロイドカメラ、16mm撮影機を附属する。
- F：加熱温度調節装置
- G：排気装置。加熱装置を 10^{-5} mmHg の真空度にし得る。
- H：雰囲気ガスの圧力調節装置。
- I：観察部を移動する装置。マイクロネジにより移動量は5/1000mmまで読みとれる。

写真 高温変形観察装置

である。

この装置は試料に荷重を加える部分と、それに伴う試料表面や組織の変化、割れの伝播を顕微鏡観察する部分に分れる。ここで特に留意したのは荷重を連続的に加えられるようにした点と、観察箇所を試験中に変えることが出来るようにした点である。荷重を連続的に加えるためにはバネを使用し、この強さを予め検定しておくこととした。試験中に観察に適当な場所を探すためには、顕微鏡自体をボールベアリングに乗せて移動することとした。この方法により、 $\phi 15\text{mm}$ である観測窓の全域にわたって顕微鏡観察が可能となった。この際試験片につけた標点の間隔を顕微鏡の移動量から知ることにより伸びも同時に求められる。この装置に用いられる試験片の形状は比較的小さく、厚さ1mm、幅4mm程度である。

現在この装置はジルコニウムなどの高温変形を調べるために用いられており、原子炉の高温にたえるジルコニウム合金を開発する研究の一端になっている。

◇短信◇

★学位取得

金属物理研究部 吉川明静技官

東大工博 昭和41年6月30日付東京大学工学部より授与

★帰朝

溶接研究部松田福久主任研究官は昭和40年9月21日から特殊溶接および溶接冶金研究のためアメリカ合衆国レンスラー工業大学に海外留学中のところ昭和41年9月10日帰朝した。

★材技研ニュース通巻91号（7月号）の訂正

1頁、14行目の「プラズマジェット」は「プラズマ」の誤り、又4頁の題目「溶解度」は「窒素溶解度」の誤りです以上お詫し訂正いたします。

（通巻 第93号）

編集兼発行人 吉 村 浩
印刷 奥村印刷株式会社
東京都千代田区西神田1の10

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)