

Ni基耐熱合金の新しい改良法

航空機のジェットエンジンや発電設備をはじめ、各種産業用にもガスタービンが広く用いられている。ガスタービンの出力、熱効率を上げるには燃焼ガス温度を上昇させることが最も有効とされているが、このためにはより高温性能のよい耐熱材料、特に動翼材の開発が不可欠である。

現在用いられている動翼材はほとんどが γ' 析出強化型Ni基耐熱鋳造合金であり、 γ 相中に微細整合析出した規則格子 γ' 相(Ni₃Alにふつう合金元素が固溶している)によって強化されている。実用合金では一般に γ' 量の多いものほどクリープ強度は大きい、実用合金中の γ と γ' の組成は合金によって異なる。一方、 γ' 単相ではクリープ強度が小さい。

そこで鉄鋼材料研究部では、 γ と γ' の組成は一定で量比のみを変化させる一連のNi基耐熱合金を設計し、 γ' 量増加によるクリープ強度の改善を図るとともに γ' 量とクリープ強度の関係を調べた。 γ と γ' の組成としてはInconel 713Cからの抽出分析値を用いた。合金中の γ と γ' は互いに平衡しているので多元状態図中の結線で結ばれ、この結線にそって合金組成を変えてゆくことにより γ と γ' の組成を変えずに量比のみを変化させることができる。結線上の合金の組成は「てこの法則」によって容易に計算できる。つまり γ と γ' の組成にそれぞれ目標モル分率をかけて、得られた値を各元素ごとに加えると、 γ と γ' が目標モル分率で存在するような合金組成が得られる。この組成に炭素、ホウ素、ジルコンを713C合金と同じ原子%となるように加える。炭素、ホウ素については713C合金中で

存在すると考えられる炭化物、ホウ化物の組成で加える。このようにして得られた γ' 量0~100モル%の9合金を真空溶解し精密鋳造によりクリープ試験片を作製した。

これらの合金を1,000°Cで200時間加熱後水中急冷し γ' 体積%を測定したところほぼ設計どおりであった。また、 γ と γ' をEPMAで分析した結果それぞれの組成はほぼ一定であった。図は設計 γ' 量とクリープ破断寿命の関係を示したものである。713C合金よりも γ' 量の多い範囲すなわち60~75モル%で強度が最大になることがわかる。

さらに、本実験で得られた結果を用いて新しい合金設計を行ない成果が上がりつつある。

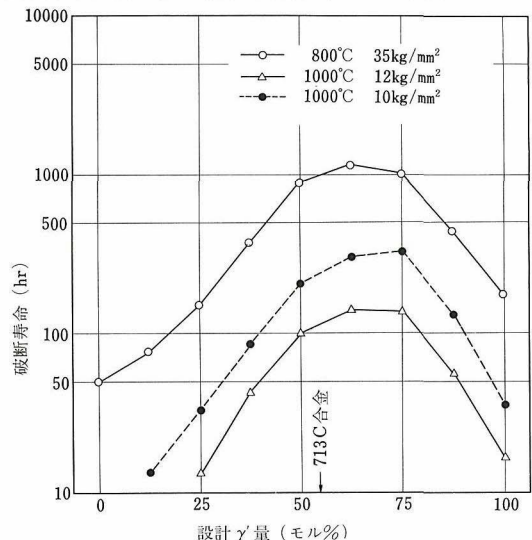


図 設計 γ' 量とクリープ破断寿命の関係

チタン合金の低温加工特性

チタンおよびチタン合金の利用の拡大を阻んでいる問題の一つに、加工が難しいということがある。このために現状ではチタン製品の加工費は、地金の価格に比べると10倍近くにもなる。一般に冷間加工性が悪い金属材料に対しては温間加工がおこなわれるが、チタンには200~500°Cの温度範囲でひずみ時効による脆性を伴うために、温間加工は適用し難い。しかしながら純チタンでは室温よりも低温における靱性が優れているという特徴があるので、室温以下の低温で加工すると、より強度の加工が可能となると考えられる。

非鉄金属材料研究部では、チタン合金の機械的性質および加工性の改善を目的とした研究の一環として、チタンの α 相の固溶範囲内で置換型金属元素を添加した各種 α -固溶体チタン合金の機械的性質を調べてきた。その結果、ある種の合金では、室温におけるよりも低温における靱性がはるかに高いものがあることがわかった。図1と図2には、それぞれ純チタンとTi-1at%Ag合金の25°Cと-196°Cの応力-ひずみ曲線を示す。25°Cでは純チタンの伸びはTi-1at%Ag合金よりも大きい

のに対して、-196°CではTi-1at%Ag合金の方が大きい。したがってこのようなTi-1at%Agなどの合金は低温ではより強い加工が可能となると考えられる。また低温で加工した材料の性質に着目すると、図1と図2にそれぞれの試料を-196°Cで10%引張加工した後、室温で再び引張り試験をおこなった場合の応力-ひずみ曲線も示してあるが、これらの曲線と室温のみで試験した場合を比較すると、あらかじめ低温で加工した場合は室温の引張り強さが大きくなるにもかかわらず伸びも大きくなっている。この傾向は純チタンに較べるとTi-1at%Ag合金ではより著しい。このことは、低温加工の容易な合金ほど低温加工後の機械的性質も優れていることを示している。

チタンおよびチタン合金の低温における靱性は、変形双晶の発生し易さと密接な関係がある。変形双晶は低温になればなるほど発生し易くなり、双晶が発生すると加工硬化率は上昇し、伸びも増大する。合金系の違いによる変形双晶の発生し易さを調べることによって、より低温加工に適した合金を選定できるものと考えられる。

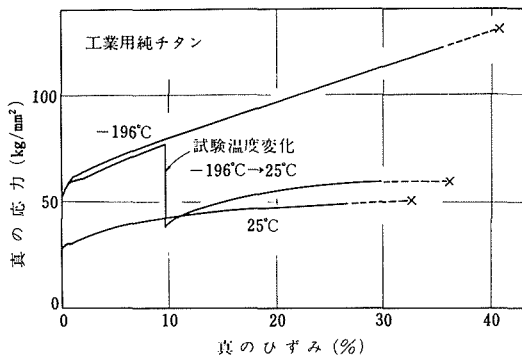


図1 工業用純チタンの-196°Cと25°Cにおける応力-ひずみ曲線。

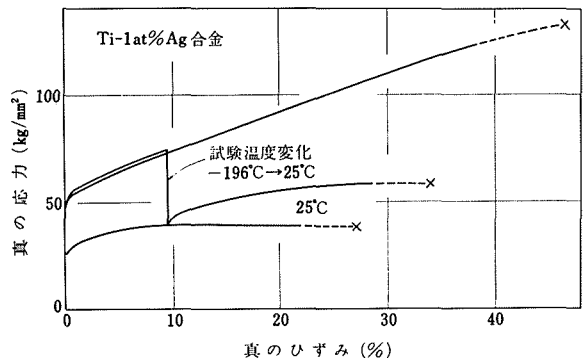


図2 Ti-1at%Ag合金の-196°Cと25°Cにおける応力-ひずみ曲線。

はんだぜい性について

金属材料は、使用環境によっては著しくぜい化することがある。特に液体金属との接触下において生じるぜい化現象は「液体金属ぜい化」、あるいは「はんだぜい性」などと呼ばれている。

種々材料をろう接する際や、あるいは肉盛などの作業を施す際に、熔融金属が固相側金属の結晶粒界に沿って浸入し、その結果、固相側金属にしばしば粒界割れが生じることがある。このため、溶接研究部では、この液体金属ぜい化現象の機構を解明し、その防止対策を確立すべく基礎的な研究を行っている。

供試材料には、固相側金属としてCu, Al, Fe, Ni, Ti, SUS304とSUS430を、また液相側金属としてCu, Zn, Ag, Sn, PbとBiを選定し、両者を種々組み合わせて実験に供した。実験は、引張タイプの高温顕微鏡の炉内で行い、固相側金属の中央部で液相側金属を溶融させ、一定の引張速度で引張ひずみを加えながら、固相側金属の結晶粒界などを直接観察すると同時に、荷重-伸び線図を求めた。

表に、実験を行った組み合わせと、その際の試験温度を示す。縦の列が固相側金属であり、横の列が液相側金属である。なお、○印は、本実験でぜい化が生じた組み合わせである。液体金属ぜい化はすべての組み合わせにおいて生じるものではなく、そこには選択性が存在している。この選択性の解明が、液体金属ぜい化現象の解明につながる。写真にFe-Cuの場合のFeの粒界割れの状態を示す。また、図は1100°CでのFeのみとFe-Cuの場合

の荷重-伸び線図を示す。Fe-Cuの場合に荷重の急激な低下がみられ、ぜい化が生じたことがわかる。

高温顕微鏡による直接観察の結果、ぜい化を生じる組み合わせにおいて、液体金属に接した固相金属の表面粒界部に非常に小さな初期亀裂の発生がみられ、そこへ液体金属の浸入がおり、その結果、微小な初期亀裂が拡大、伝播していることから、液体金属ぜい化の問題は、粒界での初期亀裂の形成と、その拡大伝播の2つの問題に分けて考えることができる。

このような立場から、種々考察を進めた結果、液体金属ぜい化を左右する因子として次の4つが挙げられ、これらが同時にある程度満足されたときに、ぜい化現象が生じるものと推察された。

- I) 液体金属原子の存在による固相側金属の原子間結合力の低下。
- II) 固相側金属のそ性変形能。
- III) 固相側金属と液相金属間のぬれ性。
- IV) 引張応力の存在。

なお、液体金属ぜい化の防止は、上述の4つの因子のうち、少なくとも1つを満足しないようにすればよいと考えられ、これについては、現在検討中である。

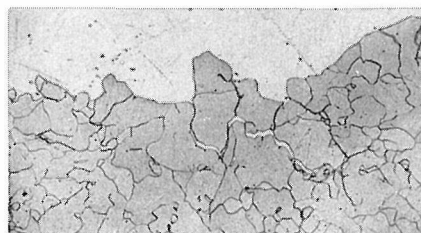


写真 ぜい化したFe-Cuの場合の粒界割れ

表 固相側金属と液体側金属の組み合わせならびに試験温度 (○印はぜい化した組み合わせ)

	Cu	Zn	Ag	Sn	Pb	Bi
Cu		460	550 ○	250	550	300 ○
Al		450		260 ○	350	280
Fe	1100,800 ○	430	1000	250	400	280
Ni	1100	450	1000,700	250	350	290
Ti	1100,800		1000,780	250		280
SUS304	1100,800 ○		1000			
SUS430	1100,800					

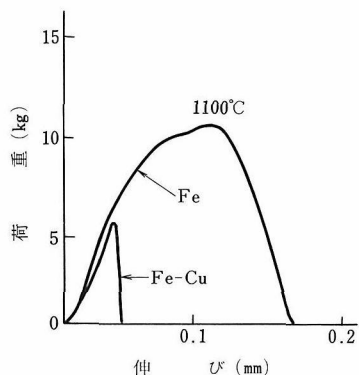


図 FeならびにFe-Cuの場合の1100°Cにおける荷重-伸び線図

【特許紹介】

V₃Ga超電導体の製造法

発明者 太刀川恭治 田中吉秋 福田佐登志
吉田勇二

出願公告 昭和50年8月11日 昭50-23797

特許 昭和51年9月22日 第829470号

この発明は、V₃Ga超電導線の製造法の改良に係り、工程を簡略化し、しかも特性の安定化を図ったものである。

V₃Ga超電導体は、少ない電力消費で200kOe以上の強磁界を発生する可能性をもっているが、加工性がないため線材の製造法には特に工夫がいる。この発明ではガリウムが低融点(29.5℃)であること及び低温度で銅や銀に対して容易に拡散することに着眼し、この特質を製造工程に採用した。

この発明による製造法は、銅に溶融ガリウムを被覆し、この被覆面にバナジウム又は少量のTi, Zr又はHfを含むバナジウム合金を接触させて構成された複合体を作り、これを線やテープ、管に圧延加工した後、450~950℃で熱処理して接触面に連続したV₃Ga超電導層を生成させる方法である。図1は本発明で作られる複合体の例で1銅、2バナジウム合金、3ガリウムである。また、4銅管、5、7ガリウム、6バナジウム管、8銀管である。後者の複合体を管引きグイスにより外径5mm、内径2mmの管に仕上げ700℃で10時間熱処理した結果、外側に約4μ、内側に約3μのV₃Ga層が生成した。

この発明によると従来複雑な工程を経なければできなかったV₃Ga超電導体の製造をきわめて簡略化でき、表面に銅や銀の被覆金属が形成されるので超電導安定化のために有効である。

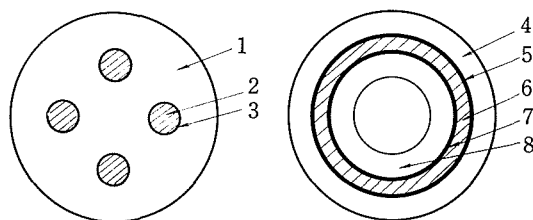


図1

集光装置

発明者 郡司好喜 高橋 務

出願公告 昭和51年2月19日 昭51-6147

登録 昭和51年10月20日 第1146055号

この考案はレーザー光を励起源にして溶融金属を直接分析する場合に、分析用試料にレーザー光を照射し試料から発した励起光を分光器スリットに有効に集光させるための集光装置に関するものである。

金属の製錬、精製においては溶融金属からサンプリングした試料を化学分析して品質管理をしている。しかし、プロセスの高速化や連続化が進むに従い溶融金属の直接分析が必要になっている。この考案はレーザー光を励起源とした場合に試料から射出した弱い励起光を有効に集光して分光分析の分光器スリットへ導く装置を提供した。

図2は溶融金属の直接分析に使用する集光装置の例である。反射鏡1の中央に小孔2を設け、レーザーヘッド25から射出されたレーザー光7は入射窓22、小孔2を通して保護筒16内を直進し、遮蔽窓17を通過して試料5に照射される。採光管19の先端は試料5の表面下に僅かに浸漬され、高温試料から絶えず発生するガスは入口20から出口21に流れる不活性ガスにより採光管内から排除される。このため高温試料は有効にレーザー光の照射を受け、同時に励起光は有効に反射光1により集光されて分光器のスリット6に結像される。本考案については溶融鉄中の炭素、りん、硫黄等の真空紫外域の分光分析も可能にした。

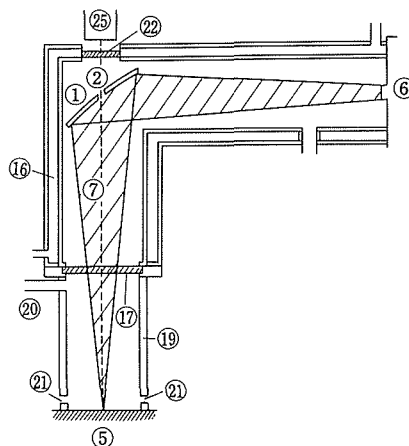


図2

研究 成 果 の 発 表

1. 国 際 会 議 (○印は発表者を示す)

第3回3元化合物半導体国際会議 (昭和52年4月11日～4月15日, 英国・エジンバラ)

発表論文 1. Preparation and Photovoltaic Property of $HgCr_2Se_4$ - $CdIn_2S_4$ Heterojunctions.

○ K.MASUMOTO and N.KOGUCHI

第6回高圧力国際会議 (昭和52年7月25日～7月29日, 米国・コロラド)

発表論文 1. Plastic Deformation Behaviour of a Brittle Material Under High Pressure and High Temperature

○ A. OGUCHI, M. NOBUKI, Y. KAIEDA and M. OTAGUCHI

2. 国内の春季学・協会発表 (口頭)

学・協会名	発表期日	発 表 題 目	担当研究部
日 本 機 械 学 会	4.1 ~ 4.3	1. 延性破壊における衝撃値と引張特性	強 力 材 料
		2. 熱処理鋼の低 σ_n 領域における疲れ破面の様相	疲 れ
		3. Elber による有効応力拡大係数の振幅の適用限界について	"
		4. 基準荷重の応力比が正の場合の疲れき裂伝ばの遅延現象	"
		5. 疲れき裂伝ば式における常数Cとmの関係	"
		6. 疲れき裂伝ばの遅延挙動と切欠き底のき裂伝ば挙動の類似性	"
		7. SNCM 鋼の組合せ荷重疲れ試験 (第5報)	"
		8. SUS310 鋼の高温低サイクル疲れ寿命の温度, ひずみ速度依存性	"
		9. 疲れき裂伝ば挙動観察に関連した2, 3の問題点	"
日 本 金 属 学 会	4.4 ~ 4.6	1. 遷移金属中の侵入型固溶原子のまわりの遮蔽電子	金 属 物 理
		2. Ni-8%Ti 合金の濃度変動と熱磁気曲線について	"
		3. Ni-Ti 合金薄膜の析出過程と電子線照射効果	"
		4. G. P. ゾーンの3相組織から2相組織への移行過程	"
		5. Fe-Ni 合金の $\gamma \rightarrow \alpha' \rightarrow \gamma$ 変態における γ 結晶方位の再現性	非鉄金属材料
		6. Ti-V 2元合金の焼ましにとまなう相変態	"
		7. 複合加工 Nb ₃ Sn 超電導線材におけるMg添加の効果	電気磁気材料
		8. 冷間加工性をもつ高磁界用超電導材料V-Hf-NbおよびV-Hf-Nb-Ti 合金	"
		9. SmCo _{3.5} Cu _{1.5} 化合物における磁区反転の直接観察	"
		10. Vの脆性に及ぼす侵入型不純物の影響	原子炉材料
		11. 時効したFe-10Mo合金の変形挙動におよぼす水素チャージの効果(II)	強 力 材 料
		12. Pd, Niをイオンプレーティングしたニオブの水素吸収速度	金 属 化 学
		13. ニッケル基耐熱合金(Inconel 617)の組織とその状態分析	"
		14. 同位体希釈・スパークイオン源質量分析法による鉄鋼中のイオウの定量 (No. I)	"
		15. 水素吸収速度改善を目的としPd, Niをイオンプレーティングしたニオブの性質	"
		16. プラズマ還元により生成した高チタン, スラッグの酸溶解性について	製 錬
		17. 高温高静水圧下におけるAgMg合金の変形挙動	金 属 加 工
		18. 高温高静水圧下におけるCuZn合金(Cu ₅ Zn ₈)の変形挙動	"
		19. 鉄(100)面上のS, P, Oの偏析挙動	腐 食 防 食
		20. 銀の表面拡散係数に及ぼす酸素吸着の影響(II)	"
		21. 低酸素ポテンシャル下でFe-Cr合金上に生じた保護性の悪い酸化スケール	"
		22. 304ステンレス鋼鋭敏化材の高温水による粒界応力腐食割れ発生と伝ばにおよぼす環境側因子の影響	"
日 本 鉬 業 会	4.4 ~ 4.6	1. Ni濃鉍の懸濁直接電解	製 錬
日 本 鉄 鋼 協 会	4.4 ~ 4.6	1. 高Crフェライトステンレス鋼の時効挙動におよぼすMnの影響	鉄 鋼 材 料
		2. 低炭素鋼の機械的性質におよぼすTiCの影響	"
		3. 銀系BCC極低温用構造材料の破壊	強 力 材 料
		4. 10Ni-8Co鋼の2段焼入れによる脆化	"
		5. 10Ni-8Co鋼の低温におけるシャルピ衝撃特性	"
		6. 280kg/mm ² 級マルエージ鋼の強靱性におよぼすAlの影響	"
		7. 珪素鉄単結晶の表面集合組織	"
		8. 小型流動還元炉の操業解析	製 錬

日本鉄鋼協会	4.4 ~ 4.6	9. 流動還元実験パイロット・プラントの操業条件	製 錬		
		10. 水素プラズマジェットによる粉鉄鉱石の還元	"		
		11. 熱間圧縮した還元ブリケットの性状	"		
		12. 還元鉄ペレットの溶鉄上における溶解速度 (連続溶解還元技術に関する研究II)	工 業 化		
		13. 小型溶解還元炉による予備還元鉱の溶解 (連続溶解還元技術に関する研究III)	"		
		14. 小型溶解還元炉による還元ガスペレットの溶解 (連続溶解還元技術に関する研究IV)	"		
		15. SUS321鋼の高温低サイクル疲労における粒界および粒内き裂の伝ば速度	疲 れ		
		16. リブ十字継手溶接部よりの疲れき裂の発生と伝ば	"		
		17. 過大荷重負荷に伴う疲れき裂伝ばの遅延現象	"		
		18. 組合せ荷重疲れ試験によって生じたき裂形態	"		
		19. クリープ・ダメージを与えた304及び316型オーステナイト・ステンレス鋼の引張特性	ク リ ー プ		
		20. SUS304, 316および321-HTBの長時間クリープ破断データの評価 (金材技研における長時間クリープ試験データ・X)	"		
		21. A286, S590およびInconel 700のクリープ破断データ (金材技研における長時間クリープ試験データ・XI)	"		
		22. SUS304鋼の変動荷重クリープに及ぼす変動波形の影響	"		
		日本物理学会	4.5 ~ 4.7	1. 鉛の磁気的相互作用	金 属 物 理
				2. $Dy_xCe_{1-x}Ru_2$ の超電導と磁性	"
				3. $CuCr_2Se_4$ の偏極中性子線回折・II	"
		溶 接 学 会	4.12~4.14	1. 液体金属接触下における応力割れについて(1)	溶 接
				2. ろう接継手の機械的性質(2)―せん断荷重での接合部の降伏―	"
				3. イナートガス噴流によるアークならびに熔融池の制御(第2報)―熔融池形状の直接制御と高速溶接への適用―	"
				4. 電子ビーム溶接におけるハンピング現象について	"
				5. 水中溶接部の変質	"
6. ニッケル, モリブデンおよびアルミナ粉末のプラズマジェット溶射現象	"				
7. 2, 3の継手形状に対する湿式水中プラズマ溶接の適用	"				
金属表面技術協会	5.16~5.17	1. Al合金の常温半硬質アノード酸化	腐 食 防 食		
粉末冶金協会	5.18~5.19	1. 含Cr低合金鉄鋼粉の焼結鍛造特性	金 属 加 工		
日本塑性加工学会	5.19~5.21	1. 遊星圧延機の圧延機構に関する模型実験 I	"		
高融点金属材料研究会	5.26~5.28	1. V-Mo合金の脆性におよぼす侵入型不純物の影響と液体ナトリウム浸漬	原 子 炉 材 料		
		2. PM-Moの溶接について	"		
低温工学協会	5.26~5.28	1. 冷間加工性をもつ高磁界用超電導材料V-Hf-NbおよびV-Hf-Nb-Ti合金	電 気 磁 気 材 料		
日本材料学会	5.26~5.27	1. 種々の熱処理鋼の低 σ_n 領域における疲れ破面の様相	疲 れ		
		2. 航空機部品の事故破面の観察例	"		
日本鑄物協会	5.29~5.30	1. 鑄鉄のチル生成防止に及ぼす鉄鉄接種の影響	金 属 加 工		
		2. 水溶発熱自硬性鑄型に関する研究	"		
		3. 水溶性CO ₂ 鑄型に関する研究	"		
		4. 水溶性鑄型のクロード化に関する一考察	"		

◆ 短 信 ◆

● 人事異動 (昭和52年4月1日付)

伊藤伍郎 (科学研究官) 退職
 吉田進 (疲れ試験部長) 科学研究官に昇任
 荒木透 (所長) 疲れ試験部長を併任

● 海外出張

増本剛 金属物理研究部長
 第3回3元化合物半導体国際会議および3元化合物半導体の研

究状況調査のため昭和52年4月9日から5月1日まで英国, フランス, およびスイスへ出張した。

【 所内公開 】

科学技術週間 (昭和52年4月18日(月)~4月24日(日)) 行事として次のとおり一般に公開し, 研究業務及び設備の紹介を行います。
 本所 52年4月21日(木) 13時~17時
 筑波 52年4月20日(水) 10時~16時

通巻 第220号

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 保坂彬夫

印刷 株式会社 ユニオンプリント
 東京都大田区中央 8-30-2
 電話 東京(03)753-6969(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