

N0.12

研 技 材 ニュース

1966

科学技術庁 金属材料技術研究所

超 高 真 空 加 熱 精 製 装 置

高純度試料の作成は金属の基礎研究や電磁気材料などの応用分野で重要である。超高真空中で高温加熱を行うと加熱温度と雰囲気中のガス分圧に応じて試料内のガス濃度を低下させることが出来、真空熔解、帯熔融精製などの後に併用すれば極めて純度の高い試料を得ることが出来る。電気磁気材料研究部高純度金属研究室ではこのような方法で、Nb, Ta, Vなどの超電導遷移金属の棒(線)状試料を精製することを目的として本装置を試作した。

写真1に本装置の全景、図1に真空槽部の断面図を示した。超高真空を得るにはイオンポンプも用いられるが、本装置では超高真空用油拡散ポンプ(液体窒素トラップ付口径6吋)を用いた。この排気系はイオンポンプに比べて排気速度が大きく、価格が安い特長をもち、到達真空度はイオンポンプと変わりなく、雰囲気中の油蒸気 の 分 圧 は $10^{-11} \sim 10^{-12}$ Torr に抑えられる。試料の加熱は直接通電方式を用い、試料周囲に多重熱シールド板がおかれ、その内側に挿入された W-W・Re 熱電対によって温度制御される。試料の温度はのぞき窓から Optical Pyrometer によっても測定される。また本装置には連続無人運転における停電、断水時の保護装置が附属されている。本装置のその他の性能は次の如くである。

排気速度：270l/sec (真空槽吸気孔にて)

到達真空度： 5×10^{-9} Torr (3~4時間のペー7時間を含み7時間以内に到達)、試料加熱時 (2000°C) 3×10^{-8} Torr (3時間以内に到達)

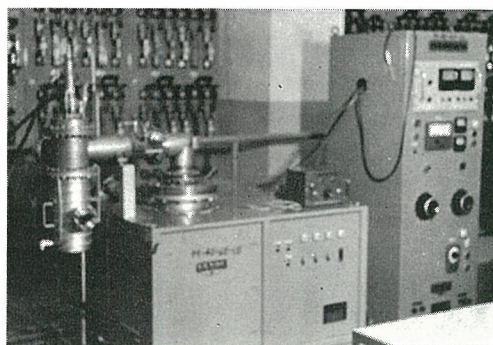


写真1 本装置の全景

試料寸法：1~5mmφ,
長さ 250mm
加熱保持温度：2500°
Cまで、均熱部150mm,
加熱用入力 20V×200
A.

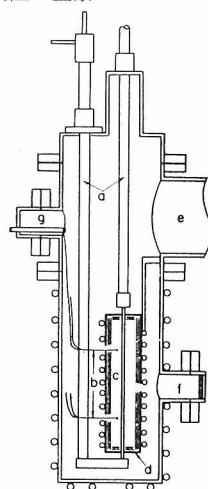


図1 真空槽部断面図
a：電流導体(水冷銅管)
b：熱電対 c：試料
d：熱シールド板(Mo板)
e：排気孔 f：視き窓
g：熱電対取出し口

高温ガス雰囲気気応力腐食試験装置

ガス冷却型原子炉の使用温度を上げて熱効率を高めようとする、高温で強くて、しかも耐酸化性の良い材料が必要になる。燃料被覆材は炉中で燃料の重量による応力や燃料の成長による変形を受けるので、このような応力による変形が酸化挙動にどう影響するかをしらべるため、本装置では、高温高压の炭酸ガス中における荷重下での環境で金属材料の酸化挙動ならびに伸び測定を検討するため、次のような試験条件が得られるようにした。

設計条件

常用圧力	100kg/cm ²
常用温度	800℃
使用ガス	炭酸ガス
ガス流量	0~120l/hr（標準状態）
試験片	1~2mm厚，50~100mm長さ
最大荷重	50kg
伸び精度	0.5mm

装置の試験部分の略図は図1に示すように、高温高压下の炭酸ガス中で荷重をかけて、試験ができることと、同時に2枚の伸び測定試片と、無荷重の試片を挿入することが出来、酸化増量は試験終了後天秤によって測定するが、伸びは差動変圧器コアに与へられた機械的変位を電気変換して直流電流計にmmとして表示し、さらに温度記録計に記録するようにした。この装置は伸びが50mm以上または、試片が切断した場合は、ただちに電源回路はマイクロスイッチによって切られると同時に切断時刻を表示するようにした。これは酸化試験が本来の目的であるためと、一定時間に試片を取出して重量増加を測定した後、再び試験を続けられるように試片はきづがつかないようにした

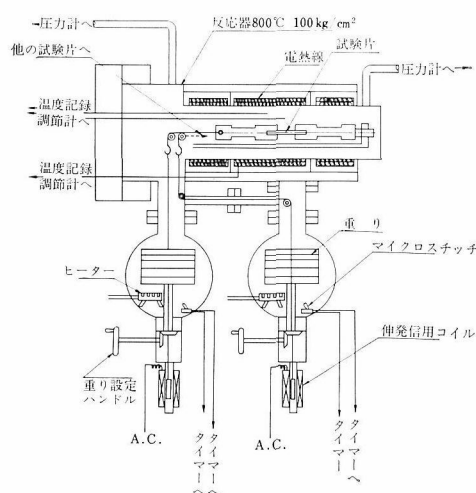
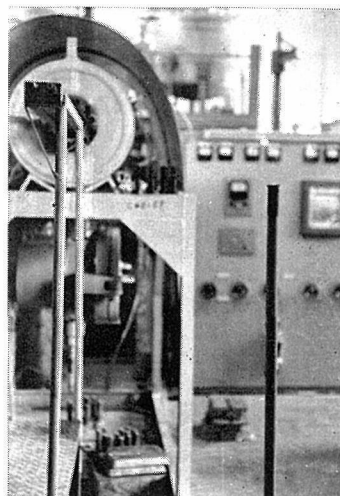


図1 本装置と装置試験部分の略図

ものである。

現在は鉄—アルミニウム合金について耐酸化性を、高温で強い材料の基礎データを探求している。

◆短 信◆

海外出張

鉄鋼材料研究部鋼質研究室長内山郁は昭和41年11月26日、英国ケンブリッジ大学において鉄鋼中の非金属介在物の研究を行なうため海外出張した。

帰 朝

特殊金属材料研究部主任研究官武内丈児は米国ユタ大学に於て、希土類、トリウム等の分離、精製に関する研究のため、昭和40年11月より出張中のところ、昭和41年10月28日帰朝した。

銅—ハフニウム合金の析出

最近高温強度のすぐれた導電用銅合金が要望されており、Cu—Zr, Cu—Cr などの析出硬化型銅合金が研究開発されている。その特徴は微量成分の添加によって加工軟化温度がいちぢるしく上昇することであるが、一般に固溶量がきわめて小さいので時効中の析出挙動がほとんど観察できず軟化温度の上昇機構も明らかでない。

非鉄金属第1研究室では第IV a 族元素 (Ti, Zr, Hf) を添加した銅合金の析出硬化に関する研究を行なっているが、特に Hf が Zr よりも Cu に対する固溶度が大きく又 Zr ときわめて類似した挙動を示すことに着目し、Cu—Hf 二元合金の基礎的研究を行なうと共に軟化温度の上昇機構をしらべた。その結果、Cu に対する Hf の最大固溶度が共晶温度 970°C において0.96%であり、時効処理による析出物が Cu_7Hf_2 であることが分った。又加工後の時効処理によって硬化が促進され導電率は増加する。図1は表1の試料を950°C より焼入れ、50%冷間加工したのち各温度で1時間時効したものの引張り強さの変化を示したもので

表1 Cu—Hf 合金の軟化温度

試 記 号	料 Hf重量パーセント	軟 化 温 度 (°C)
H 1	0.08	510
H 2	0.18	520
H 3	0.43	605
H 4	0.93	620
H 5	1.73	630

あるが、図から微量の Hf の添加によって軟化温度がいちぢるしく上昇するのが認められる。表1は図1より求めた Cu—Hf 合金の軟化温度を示したものである。写真1は Cu—0.5% Hf について薄膜による透過電顕観察を行なったものであるが、析出物 (Cu_7Hf_2) が {111} 面上に板状に析出している。加工後時効したものではセル状に微細な析出物が認められ、試料の傾斜からこれらの析出物は転位線に優先析出したものであることが分った。(写真2) 又、50%加工後500°C で48時間時効したもので加工組織がかなり残っており、これらの事実から加工軟化温度の上昇は時効中に微細な析出物が転位線などに優先析出し、転

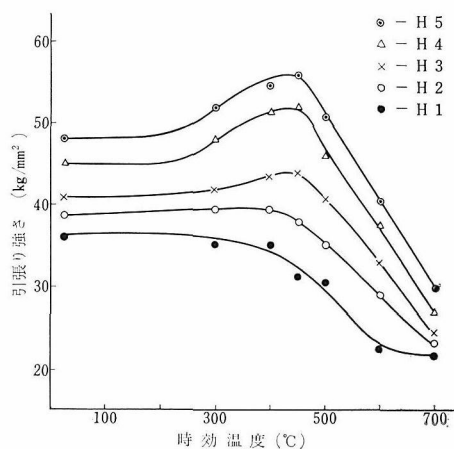


図1 50%冷間加工後時効したCu—Hf合金の引張り強さ

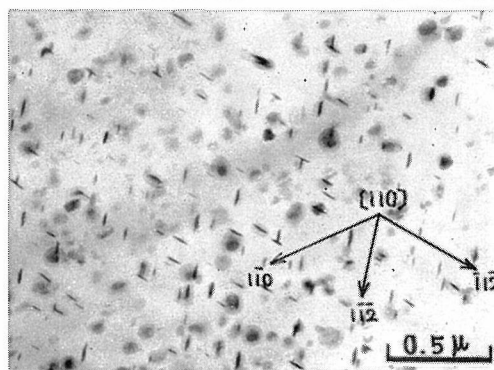


写真1 Cu—0.5% Hf, 500°C, 4 時間時効

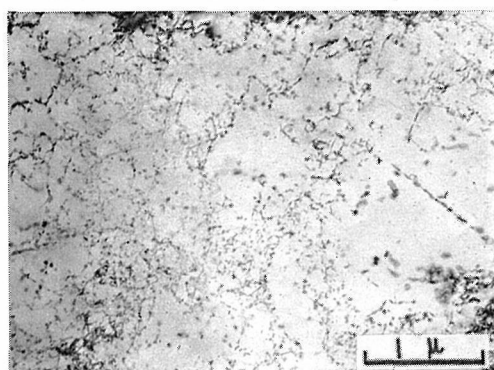


写真2 Cu—0.5% Hf, 10%加工後, 400°C
144時間時効

位の移動、消滅などがさまたげられこのために加工組織が長時間保持されることが分った。

アーク溶接におけるガス溶解

アーク溶接の場合、溶接金属中には比較的多量のガスが溶解することが従来から知られている。たとえば水素は溶接部の割れの原因となるため、特に嫌われるガス成分であるがアーク雰囲気中の推定水素分圧にくらべて溶接金属中の水素量は異常に大きいと考えられている。

溶接金属中の窒素は水素のような大きな害はなく、むしろ時には有益でさえある。しかしアーク雰囲気中の分圧にくらべて異常に大きな溶解度を示すことは水素の場合と同様である。溶接研究部ろう接研究室では、鉄鋼のアーク溶接における窒素の溶解を研究しており、雰囲気中に 3~5 %程度窒素を含むときでも 1 気圧窒素に相当する溶解度を示すことをすでに報告した。最近アーク溶解の実験をさらに続けていたところ、雰囲気ガスの供給を充分大きくしてやりさえすれば雰囲気中に 0.3% 程度の N_2 が存在するだけですでに 1 気圧窒素に相当する溶解度が得られることが判った。その結果を図 1 に示す。このように低い分圧で、異常に高い溶解度がえられることは未だ知られていない。実測結果はこの低い窒素分圧でも Sievert の法則に従うことが示されている。このように異常に高い溶解度は、アークによる雰囲気中の窒素の活性化に起因するものと考えられる。アーク溶解ではアーク直下の熔融金属表面はかなり高温になるが、おそらく 2500°C 程度であり、熔融金属の温度上昇だけからこの異常な溶解度を説明することは無理である。アーク柱内の高温の部分で

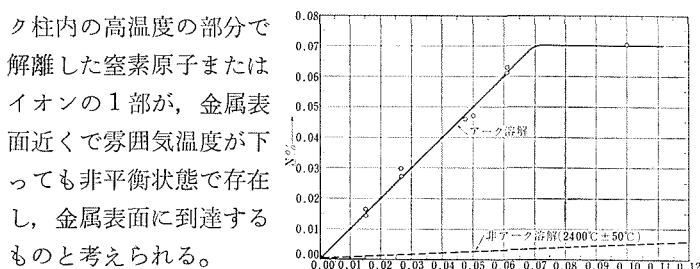


図 1 窒素分圧と窒素溶解度の関係

さらに、窒素の溶解度に及ぼす Cr, Mo, V な

ど合金元素の影響もしらべているが、現在までに種々の興味ある事実が明らかになってきた。たとえば Fe—Cr 合金に対する窒素溶解度を図 2 に示す。雰囲気ガスが 5 % N_2 のときはわれわれの常識通り Cr 量とともに窒素溶解度が増加している。しかしその相互作用助係数 e_N^{Cr} は製鋼反応で用いられるものとやや異なり、おそらく 2400°C 程度の温度に相当するものようである。このように高い見掛けの温度を示すものは、窒素の溶解度がアーク直下の高温の部分でコントロールされるためである。

さらに窒素分圧が低くなり、0.14% N_2 となると Cr による窒素溶解度の変化は同図に示すように異常となる。この原因は未だ完全に明らかになっていないが、Cr ばかりでなく Mo, V 合金でも類似の結果がえられることは注目すべきである。上に述べたようにアーク溶解では雰囲気は非平衡状態であり、見掛けの溶解度はいわば一種の定常状態濃度であるから、合金元素による表面状態の変化などがこのような結果を与えることも考えられる。将来にまつ問題である。

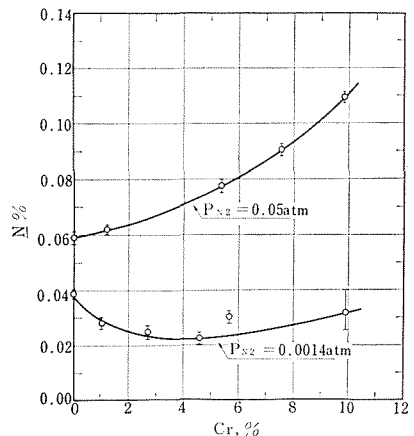


図 2 窒素溶解度におよぼす合金元素 (Cr) の影響

(通巻 第96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)