

NO.6

金材技研

1967

ニュース

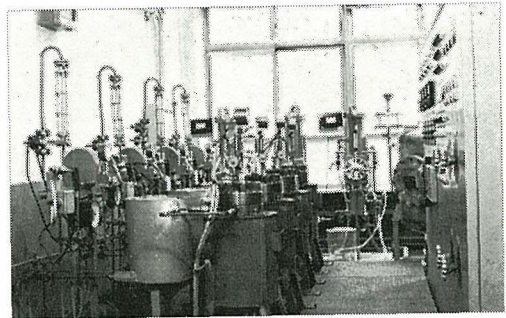
科学技術庁

金属材料技術研究所

高温高圧応力腐食割れ試験装置

軽水冷却型原子炉のような高温高圧水にふれる材料としては全面腐食率の低いことはもちろん、局部腐食とくに孔食や応力腐食割れに強いことも必須の条件として備えていなければならない。しかし、ステンレス鋼を用いても応力腐食割れにより事故を引き起こした例が諸外国で数例報告されており、最近わが国においても動力炉の建設にともない原子炉の安全性確保の観点からも応力腐食割れ試験法の確立が強く望まれている。

腐食防食研究部湿食研究室では、従来からオートクレーブを用いた高温高圧水による応力腐食割れ試験を行なっており、割れにおよぼす種々の影響因子について研究を行なってきた。高温水中での割れ発生は溶存酸素濃度や塩素イオン濃度に大きく左右されるが、オートクレーブの試験条件では溶存酸素濃度は試験時間とともに著しく減少するので、厳密に割れ発生の限界濃度を求めることは困難である。そこで、試験期間中濃度変化を生じない一定環境で試験を行なうため写真に示すような高温高圧応力腐食割れ試験装置を試作したので紹介する。本装置は純水精製系、腐食液調製系、熱交換器、オートクレーブ、排水系および計測器類からなり、純水精製系で得られた脱酸素イオン交換純水を貯水槽に供給し、ここで溶存酸素濃度の高い純水または食塩水を加えて所要濃度の腐食液を調製後高圧ポンプにより常時一定流量で流しながら一定濃度の高温高圧水中で割れ試験を行なう。試片への応力付与はインコネルー製の圧縮コイル



バネを用い、試片に一定荷重の引張応力を与えてオートクレーブ内に設置する。試片の割れ発生にともなう伸び変化をオートクレーブ下部に取り付けた差動コイルにより正確に測定する。したがって、試片の破断時間が正確に求められる。また、試験期間中給水系および排水系での液中の溶存酸素濃度、塩素イオン濃度それに水素イオン濃度もそれぞれ測定または記録される。

現在、本装置を用い合金組成の異なる種々の溶製ステンレス鋼について割れ試験を行ない、応力腐食割れ抵抗性の大きい合金の開発を目的とした基礎資料を求めている。以下に本装置の仕様を示す。

仕様

- 1) 常用圧力 200kg/cm²
- 2) 常用温度 350°C
- 3) 最大引張り荷重 200±10kg
- 4) 変位計測 0~10mm, 計測精度 ±5/100mm
- 5) 給水能力 低圧給水 10ℓ/min, 高圧給水 3ℓ/hr
- 6) 材質 高温接液部 SUS 32
低温接液部 SUS 27

パルス強磁場の発生と測定法

パルス磁場とはコイルに短時間大電流を流して強磁場を発生する装置である。超電導マグネット材料では臨界磁場 H_c が 80 kG から 250 kG もあるので、これらの材料の特性を測定するには 200 kG 以上の強磁場発生装置がどうしても必要となる。パルス磁場はこの程度の強磁場を定常磁場装置に比べて 100 分の 1 以下の設備費で発生可能にする。電気磁気材料研究部高純度金属研究室ではこの装置によりわが国ではじめて 200 kG 以上の強磁場での超電導測定に成功した。

図 1 にパルス磁場の簡単な回路を示した。図のコンデンサーに蓄えられた電荷はイグナイトロン(a)を動作させることによりコイルに放電され回路は LCR の減衰振動を行なう。この振動の $1/4$ サイクルの時イグナイトロン(b)を動作させコイルに循環電流を流して強磁場発生時間を長く保たせる。パルス磁場装置ではコイルの設計が最も重要であるが、使用したコイルは内径 30mm, 長さ 80mm のもので現在までの最大発生磁場は 220kG, 最大磁場までの立上り時間は 16m sec である。このコイルは写真 1 に示した液体窒素デュワーの内に吊され、さらにその内に液体ヘリウムデュワーが挿入される。コイルは強磁場と大電流によって非常に大きい電磁力をうけるためコイルを締める金具には当研究所鉄鋼研究室で

製造した低温に強い特殊鋼を用いた。

超電導試料は液体ヘリウムデュワー内に磁場に直角におかれ、磁場が加わっている間一定電流が流される。遷移の測定は XY シンクロスコープを用い、発生磁場強度を X 軸へ、試料の抵抗変化を Y 軸へ入れた。写真 2 は測定記録の例で、(a)では試料電流を変え、(b)では最大発生磁場を変えて H_c を測定した。(a)の微小電流範囲では電流を増しても H_c の減少は少なく、最大磁場(従って磁場の時間変化量)を変えた(b)の場合も H_c は殆んど変化しない。磁場が増す時と減る時で(a)では抵抗変化に履歴がないが、試料電流を増した(b)では履歴を生ずる。これは試料が常電導状態に遷移した時発生したジュール熱の影響で磁場が減った時に超電導状態に戻るのがおくれるためである。

パルス磁場では上記の H_c の測定の外、超電導体内部の flux flow による抵抗や peak effect などの観測も出来る。 H_c の高い化合物超電導線ではパルス磁場による測定が特に有用であり、現在種々の改良された化合物線の高磁場特性の測定を行なってよい結果をえつつある。本装置の最大発生磁場は近日中 250kG に高められる。またこの装置は将来他の材料の強磁場下での特性測定にも役立つであろう。

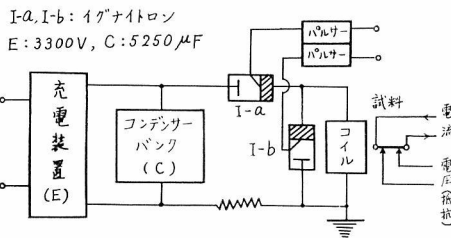


図 1 電気回路図

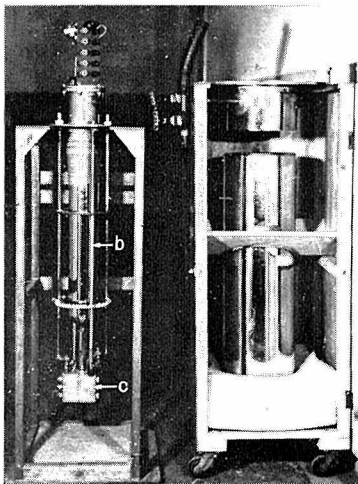


写真 1 装置の一部

- (a) 液体窒素デュワー
- (b) 液体ヘリウムデュワー
- (c) コイル

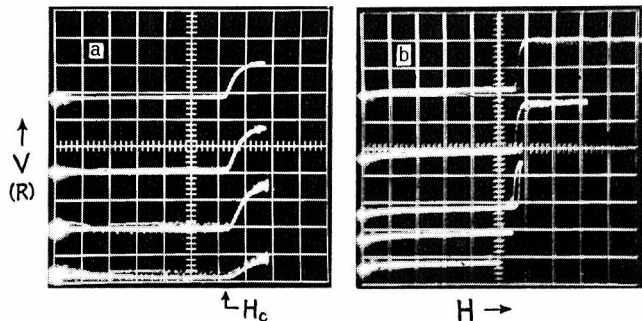


写真 2 記録写真の例

- (0.25mm ϕ Nb-Zr線)
- (a) 下より試料電流 10, 25, 50, 100mA
- (b) 試料電流 500mA (最高磁場変える)

ダイナパックによるフェライト磁石の成型

バリウムフェライト磁石はセラミック磁石ともいわれるとおり、酸化物の微粉末を圧縮成型し、高温で焼成するという工程を経て製造されるもので、最近、実用磁石として大量に使用されはじめた近代的磁石の一つである。

これは保磁力が大きいことが特徴の一つで、各種の発電機、モーターなどに用途が拓かれつつあるが、更に残留磁束密度を向上させ、より使い易い磁石にしようというのが、目下の課題でもある。

フェライト磁石の残留磁束密度はアルニコ磁石などに比べて、本質的には小さいものであるが、現状の製造工程では上述のように粉末冶金的手段によっているために、焼成後といえども内部に若干の空孔などが存在し、これが原因で見掛上、低い残留磁束密度を示すもので、したがって、これを高密度化することが望まれる。

一般にフェライト磁石の密度は焼成温度の上昇とともに増加し、したがって残留磁束密度も増加する。しかし、保磁力には最適焼成温度があり、過焼成の状態になると、反って急激に減少し、磁力が低下する。これは、予め微粉碎しておいた原料粉末粒子が過焼成により粒成長をおこすためである。

電気磁気材料研究部第2研究室ではこのようなことから焼成前の密度、すなわち、圧縮成型時の密度をダイナパック成型機によりできるかぎり高かめておいて、低い温度で焼成し、磁石特性の改善を試みた。

使用した原料粉末は $BaO \cdot 5Fe_2O_3$ および $SrO \cdot 5Fe_2O_3$ の組成をもつバリウムフェライトとストロンチウムフェライトで、何れも平均粒径1.6 μ 程度に微粉碎したもので、成型後の密度は3.8~4.2程度である。現在、一般の製造工程においては油圧または機械的静圧プレスが用いられ、圧力は1~2 ton/cm^2 、したがって成型後の密度は2.8~3.2程度でここでは約35%の密度上昇がみられた。また成型性は極めてよく、完全な成型体が常に得られた。

図1はダイナパックおよび通常の油圧プレスにて圧縮成型した試料も種々な焼成温度で焼成した

際の残留磁束密度および保磁力の挙動比較したもので、残留磁束密度は約20%増加する。また保磁力は通常の静圧プレスのものより低温側にて最高値を示す、図では1,150°C附近で最も高い値を示しているが、工業的には温度が低いということは種々な利点を生む。

ダイナパック成型において認められるもう一つの特徴は圧縮成型方向の磁性とこれに直角な方向の磁性に著しい差異のあらわれることである。これは通常の静圧プレスにおいても従来から若干存在することが認められていたが、例えば図に示したように、Srフェライトの保磁力は圧縮方向が直角方向に比し約45%大きい。

本実験に適用したダイナパックの成型圧力をその衝撃エネルギーより換算すると、約12 ton/cm^2 と計算されるが、参考のため油圧プレスにて約16 ton/cm^2 にて成型したSrフェライトの保磁力の値を※印にて示した。

ダイナパックによるフェライト磁石の圧縮成型においては、予想されるとおり、残留磁束密度および保磁力の増大がもたらされ、優れた特性の改善が、認められる。しかし、これは、通常の油圧による静圧プレスにおいても圧縮圧力を増加させれば同様の効果は現われるものである。ただ、油圧プレスによる場合、10 ton/cm^2 以上の圧力は工業的には種々問題があろう。

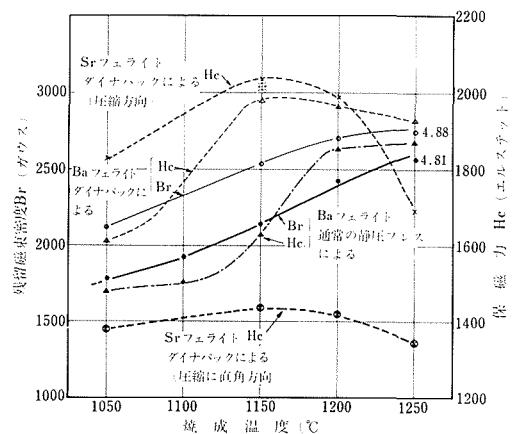


図1 種々な方法で圧縮成型したフェライト磁石の焼成温度と磁気特性

チタン—アルミニウム 2 元素のチタン側状態図について

アルミニウムはチタンの α 相を高温にまで安定にする唯一の有効な金属元素であり、耐熱チタン合金を考える場合に欠くことのできない合金元素である。さらにアルミニウムはチタン合金の α 相を固溶強化し、熱処理の際生じる脆い W 相の生成を抑制し、また合金の比重を軽くするという利点をもっている。

このようにアルミニウムはチタン合金に最も好影響を与える合金元素であるから、最近研究された全てのチタン合金はアルミニウムを含んでいる。しかしごく最近 Ti-8%Al-1%Mo-1%V 合金が開発されるまではチタン合金にアルミニウムを添加し得る最大限は6%までであり、アルミニウムを8%含む合金は脆くなると考えられていた。

チタン合金研究の初期に提案されたチタン—アルミニウム 2 元素状態図ではチタンの α 相はアルミニウムを25%固溶するため、アルミニウムを8%以上含む合金に見られる脆化の原因を理解できない。したがってこの2元素状態図はその後多くの研究者により繰り返して研究された。その結果 α 相はアルミニウムを25%固溶せず、 α 相が規則化したものである α_2 相が存在することが見出された。しかし各研究者は α_2 相の存在範囲に対して

それぞれ異なった結果を示しており、また α_2 相以外に別の化合物も存在するという提案もある。

非鉄金属材料研究部第2研究室では耐熱チタン合金には高アルミニウム合金が最適であると考えているが、アルミニウムを8%以上含む合金に見られる脆化の原因を知るためまずチタン—アルミニウム 2 元素のチタン側状態図の再検討をおこなった。得た結果を図1に示す。この研究には長時間熱処理をおこなった試料の顕微鏡観察を主として用いた。得た組織の1例を写真1に示す。長時間熱処理をおこなった試料では α_2 相ははっきりと観察できる。この実験結果によれば α_2 相はアルミニウムを8%以上含む合金に存在する。又状態図のこの範囲では α_2 相以外に他の化合物は存在しない。

実用合金を考える場合、 β 安定化元素などを加えて3元素以上の合金として取り扱うのが常である。この場合 $\alpha/\alpha+\alpha_2$ 境界がどのように移動するかが、一つの問題点である。

さらに非鉄第3研究室では α_2 相の存在そのものよりも、 α_2 相が析出する過程と α_2 相の形状がアルミニウムを8%以上含む合金におこる脆化に直接関係があると考え、現在 α_2 相の析出過程とそれに伴う脆化の研究をおこなっている。

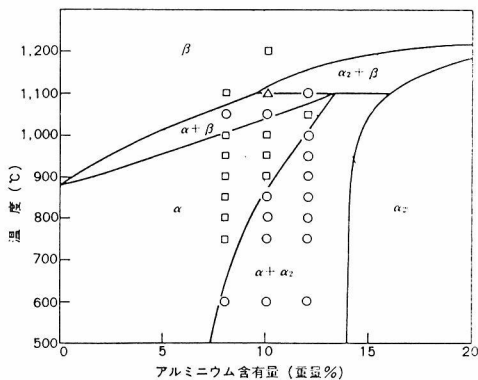


図1 本実験結果にもとづいて作成されたチタン—アルミニウム 2 元素のチタン側状態図。図中の記号は焼入試料の顕微鏡組織を示す
□：単相，○：2相，△：3相

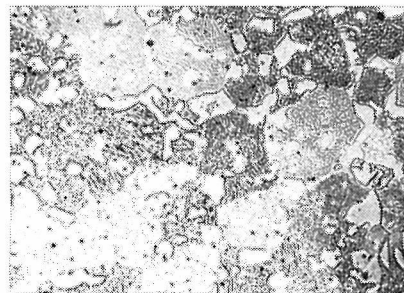


写真1 850°Cから焼入れたTi-12%Al合金の顕微鏡組織

A：高温で生成した粒状 α_2

B： α 相と低温で α 相から析出した α_2 相

熱処理：1000°C 1週間，950°C 1週間，900°C 2週間，850°C 2週間加熱の後850°Cから熱入れ

(通巻 第102号)

編集兼発行人 吉 村 浩
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3番12号
電話 目黒(712)3181(代表)