

金材技研

1967

科学技術庁

ニュース

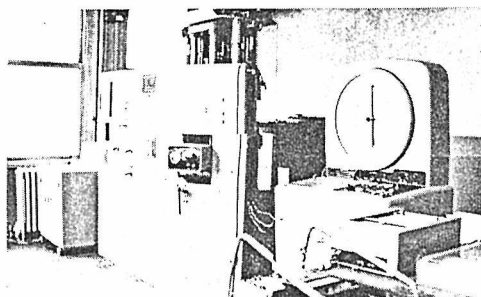
金属材料技術研究所

NO. 9

高 圧 下 塑 性 実 験 装 置

固体を高静水圧中におくとその種々な性質が変化することは以前より知られている。電気磁気材料研究部では材料強度研究部と協力して高静水圧下における金属材料の機械的性質の変化を研究し、静水圧塑性加工法の基礎資料を得る目的で41年度に高圧下塑性実験装置を製作した。

この装置は最高常用圧力 $15,000\text{kg/cm}^2$ で、常圧より最高圧力までの任意の圧力中で引張試験を行うことができる。圧力容器は厚肉円筒で、この中に液体を封入しこれを圧縮することによって高圧を得るピストンシリンダー型で、円筒の上下により同寸法のプランジャーを挿入して昇圧する。引張試験はシリンダーとプランジャーの変位によって行い、上下のプランジャーの相対位置は変化しないため円容積は一定で、従って試験中圧力変動が生じない。装置の基礎になっているものは Riehle 式 50 ton 万能試験機で、この可動クロスヘッドに高圧円筒をとりつけ、固定クロスヘッドにとりつけた増圧機、及びプランジャーで円筒内の液体を圧縮して圧力を上げ、その状態でシリンダーのみをうごかすことにより引張試験を行うものである。昇圧系統は油圧ユニット (140kg/cm^2) 一次増圧機 (2000kg/cm^2) 二次増圧機で構成されている。引張試験を行う際はあらかじめ外部で試験片を挿入した引張器をロードセルと一体で円



装置の主要諸元

- 最高常圧力： $15,000\text{kg/cm}^2$
- 引張試験中の圧力変動：設定値の $\pm 0.5\%$ 以内
- 圧力室：内径 30mm ，長さ約 150mm
- 引張荷重：最大 $1,500\text{kg}$
- 引張速度： $0.1 \sim 10\text{mm/min}$
- 試験片寸法：標準直径 3mm ，有効長 30mm 及び 40mm

筒中に入れ昇圧するだけでただちに試験が行なわれるように設計されている。引張荷重の測定には磁歪型ロードセルを用いている。従来一般に用いられている抵抗線歪ゲージ貼布型のは、はがれ等の問題で寿命が短かく不安定であるのに比べ、磁歪型のは安定で半永久的に使用でき、かつ圧力の影響が本質的に少いという利点がある。歪の測定は高圧容器外で行なっているが、歪の大きい場合には容器その他の弾性歪の分は無視することができる。

微粉酸化鉄の迅速還元法

10mm 前後の大きさの粗粒鉄石の還元炉としてはシャフト炉、回転炉が適し、100メッシュ前後の粉鉄石の還元には流動炉が有効である。しかし325メッシュ以下の微粉鉄の還元炉としても流動炉を用いることには問題がある。その第一は還元速度の低下である。これは粒子を活動させるガス流速が粒径の自乗に比例して小さくなるため微粉になると流動炉に供給するガス量が急減して還元に必要なガス量が極度に不足状態となることに起因する。第2は流動還元において必ずおこる焼結現象である、この現象は微粉になるほどおこりやすく大きな障害である。これらの2つの問題点から流動還元炉は微粉鉄に対しては還元炉としてのすぐれた特色を両く失ってしまうので、これらの微粉鉄に適した還元法が必要である。大きな表面積をもつ微粉鉄の特徴を充分に活用できる還元法が実用化されるならば還元速度はきわめて大であり、近時微粉鉄の増大とともに有用な方法となると思われる。ここにおいて微粉鉄の還元法として考えられるものは輸送層による還元法である。これは高温の還元ガスの流れの中に微粉鉄石を噴射し微粉鉄は還元ガスの中を輸送されながら還元されるものである。この方法によれば供給する微粉鉄石の還元に必要な還元ガス量が充分に使用可能であり、また反応は流動層では濃厚層で行なわれるのに対してこの方法では稀薄層で迅速に行なわれるため焼結がおこらないなどの特色がある。

製鉄研究室ではこの輸送層還元法の実用化の可能性を検討することを目的として図1に示すような装置を用いて微粉酸化鉄の還元実験を行なった。反応管は内径30mm、長さ4,700mmであり材質はSUS42である。外熱用電気炉は6分割して各炉の温度を強弱トランスを用いて所定温度に自動調節した。また反応管内壁に微粉鉄石の附着を防止するために電磁ハンマーによる反応管に振動を加えた。微粉試料はT. Fe; 58.9%, Fe⁺⁺; 0.2%で平均粒径約3 μ の硫酸滓を用い還元ガスとしては水素ガスを使用した。給鉄はガラス製流動管により水素ガスによって硫酸滓を流動させ飛びだし鉄を反応管に導いて還元を行なった。還元

鉄採取は採取瓶中に脱脂綿を充填して集捕した。図2は垂直上昇輸送層における還元実験結果である。これによると還元温度の上昇と共に還元速度も大となる。還元温度600°Cでは還元時間7.8秒で還元率25.4%と低いが、900°C還元では還元時間約3秒で還元率90%に達する。つぎに還元速度と還元温度との関係から還元温度が600°C～800°Cにおいては還元温度の影響が大きく界面化学反応が律速であると思われるが850°C～900°Cでは温度の影響が少なくなりガス境界拡散が律速となることが推察された。今後酸化鉄の粒度、種類および還元ガスの影響、微粉鉄量に対する還元ガス量の割合と還元速度との関係などについて研究を進める計画である。

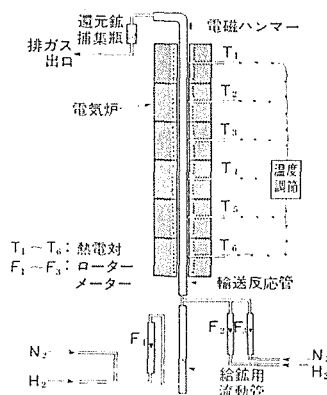


図1 輸送層還元装置

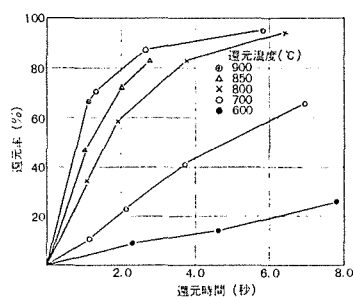


図2 垂直上昇流による輸送層還元における還元率と還元時間との関係

ニュース No.104 (8月号) 第2頁の図1中の式を

$$\mu = \tan\left(\tan^{-1} \frac{P}{\pi Q} - \alpha\right) \text{ に訂正する。}$$

合金元素の挙動を究明

—— オーステナイト系耐熱鋼の高温強度 ——

実用されている耐熱材料は一般に複雑な多元系合金である。多元系にしている理由は個々の元素に異なった役割を持たせ合金の性能を高めると共に、多くの強化機構を併用して強化をはかるためである。この様な考え方は特に鉄基の耐熱合金において顕著であり、例えば組成の異なる析出物を持続的に析出させて強化する方法などが良くとられている。また複合的に元素を添加している以上は、単独添加では得られない様な効果、すなわち複合添加による交互作用を引き出すことがなくては、多くの元素を添加した意義が少ないと思われる。

そのため工業化研究部工業化第一研究室では、18Cr-12Ni/12Ni-0.2C オーステナイト鋼を対象として多元系合金における個々の元素の役割を量的にも明らかにすると共に、特に複合添加による交互作用の内容を究明してきた。

高温強度に対する複合添加による交互作用は、低炭素鋼におけるNとMn、低合金鋼におけるCとCr、Moなどの例の様に、侵入型元素と置換型元素を同時に添加した場合に認められ、かつその強化機構はかなり詳細に検討されている。それに対して、オーステナイト系耐熱鋼においては、MoとN、MoとBを同時に添加すると著しい強化作用があることは認められているが、その

詳細はまだ明らかにされていない。そのため、この機構を究明する一環として、まず現象を正確に把握することに努めている。特に、この様な現象が起こる限界の条件を明らかにしたいと考えている。

図1はMoとN、MoとBを複合添加した際に現われる交互作用が、試験温度、破断時間に依じてどの様に変化するかを求めた結果である。この交互作用の両元素を複合添加した際の強化量を、両元素の主効果量の和を差していた残量、いわば両元素が共存することだけによって得られる特別の効果量である。この図から明らかな様に、MoとNの交互作用は高温、長時間側で著しく、最高で強度の40%にも達する。MoとBの交互作用は700°Cで最大になり、強度への寄与率も最高で20%程度である。この様に、この現象の試験温度、時間依存性ははっきり現われる原因は拡散現象、すなわちクリープ中の組織変化と密接な関係にあることを示唆していると考えて良いであろう。この組織変化を観察すると、MoとNを複合添加した際にはこの温度、時間範囲内で微細なCrMoN_x窒化物の析出が生じ、MoとBを複合添加した試料では700°Cで微細な、多量のM₂₃C₆の析出が生じている。また、クリープ破断はすべて粒界で生じるが、交互作用が現われる範囲では破断伸びが著しく大なる。

従って、添加元素は粒内の変形抵抗を高めクリープ速度を遅くする作用と、粒界を強化しクリープ破壊が生じる時間を引伸すという2つの作用があるが、この両者の機能を同時に達せられる様に合金元素を組合せて添加した時、交互作用が現われ、著しく強化されると考えられる。

そして、この様な複合添加による交互作用は長時間強度の改善と靱性の改善にすぐれた効果を示すことが大きな特徴であらう。

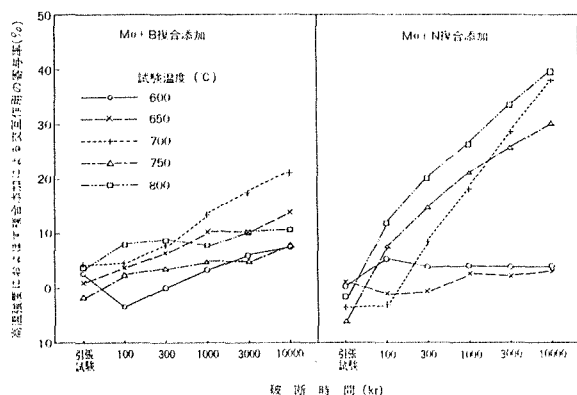


図1 高温強度に及ぼす複合添加による交互作用の寄与率と試験温度、破断時間との関係

腐食率測定装置

金属の腐食速度（腐食率）は、一般に腐食環境に暴露した試片の重量減によって求められている。この方法は簡単であるが、かなりの試験時間を要するうえに、腐食量が時間とともに変化する場合にはその間の平均腐食速度のみを与えるにすぎず、また腐食生成物を除去しにくい場合には大きな誤差の原因となりやすい欠点を有する。従って腐食速度の測定においては腐食生成物の除去を行わず、金属部分のみの減少を迅速に測定しようような方法が望まれる。

腐食防食研究部腐食計測研究室においては、金属の腐食速度の迅速測定として重量減法に代わる二、三の測定法について研究を行なっている。その一つの方法は金属薄片試験片として、腐食の進行によるその電気抵抗の変化から腐食量を測定する方法である。

この方法においては、測定感度を高めるために厚さ 0.025~0.25mm のリボン状の腐食試片を試用し、これと同種同寸の絶縁被覆を施した温度補償用試片とを一組のプローブにし、これらを交流ブリッジの 2 辺とする。測定装置は可変抵抗、示零器、サーボ増巾器、定電圧電源、プログラム設定器などから構成されている。腐食の進行により試片の抵抗が増加すると、ブリッジに不平衡を生ずるが、その不平衡分をサーボ機構によって常に平衡を保たせ、そのために必要な抵抗の変化量から腐食量を続とり、同時にその値を電子管式 mV 記録計に連続記録しうようになっている。試作した腐食率測定装置の外観を写真に示す。本器はサーボ増巾回路および定電圧回路がトランジスタ化されているため、消費電力が小さいうえに、安定度が高く、長時間の使用に適するよう考慮されている。

本法による腐食量測定結果の一例を図 1 に示す

同図は種々の pH 値を有す 3%NaCl 溶液中における軟鋼について腐食速度の経時変化を示すもので、重量減法では測定できない短時間における腐食量の変化が連続的に求められている。

この方法の第 1 の利点は腐食生成物を除去する必要のない点で、このため試験片を腐食環境から取出さずに腐食過程を連続的に記録することができる。

第 2 の利点は感度がきわめて高い点で、かなり耐食性のよい金属も比較的短時間で腐食量を求めることができる。

本器は軟鋼、ステンレス鋼、アルミニウム合金等について、0.1mm 厚のリボン状試験片に対し 0.01μ 程度の肉厚変化が測定できる感度を有する。また試料形状にはリボン状のほかに管状または線状のものがあ、使用条件に適して各種の厚さまたは径のものが使用される。

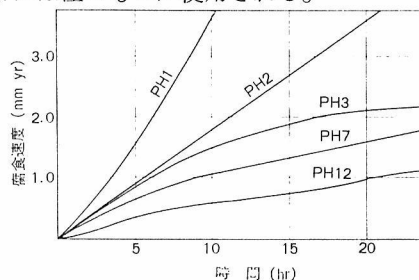
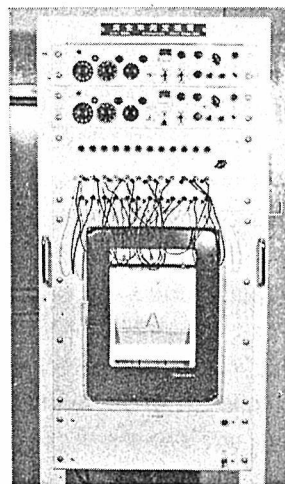


図 1 pH 1~12 の 3%NaCl 溶液中における軟鋼の腐食速度の経時変化 (25°C 静止)



(通巻 第 105 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3番12号
電話 目黒 (712) 3181 (代表)