

金材技研 1970

科学技術庁

ニュース

金属材料技術研究所

NO. 6

広幅 NMR による融解塩中の微量水分の検出

融解塩中に含まれる微量の水分は容器(耐熱材)を侵食するばかりでなく、電流効率の減少、析出製品純度の低下など多くの悪い影響を与えるので、その除去対策が強く望まれている。そこで水分除去法の開発を前提とした融解塩中の微量水分の定量を、すでに紹介した(金材技研ニュース 1968年 No.8)広幅 NMR を用いて行なってみた。

試料としては吸湿性の大きい融解 LiNO_3 を選び、種々の水分を含む標準試料を調整した。 LiNO_3 中の水分の絶対定量法としては Karl Fischer 法を採用し、標準試料中の水分をあらかじめ定量しておく。この標準試料を広幅 NMR にかけてプロトンの吸収曲線の微分をとり、その曲線を電子計算機に記憶させ 2 回積分して吸収曲線の面積を求め Karl Fischer 法による絶対水分量値と対応をつける。なお広幅 NMR 測定にあたっては定量が目的であるから、i) 試料管の大きさを厳密に揃え、ii) 試料管中で融解 LiNO_3 を凝固させる際には中央に“パイプ”ができないよう下端から徐冷する必要があり、iii) 更にプロトンの吸収曲線の微分をとる場合飽和をおこし易いので、飽和を起こさない範囲で、できるだけ強い高周波磁場を用いるなどの注意が特に必要である。

Karl Fischer 法では LiNO_3 のように吸湿性の強いものを精度よく求めるには 1,000 ppm 前後の水分を含むものでなくてはならないのに反し、広幅 NMR を用いた本方法では上述の方法で検量線

さえつくっておけばこの検量線を使って微量の水分を定量できる利点がある。このような方法での定量限界は 50ppm であったが、今後更に広幅 NMR に積算器などの付属設備をつければシグナル/ノイズ比を向上させることができるので定量限界を 50ppm 以下にし得る可能性が残されている。

表には従来融解塩中の微量水分の定量法として、いろいろな国で試みられている方法を列挙したが、その定量限界が互いにオーダ的に大差なくとも広幅 NMR 法以外は研究的なものが多く実際手近に多くの試料を定量するわけにはいかない。

この点広幅 NMR 法による微量水分の定量は設備さえあれば短時間に多くの試料を処理できるので非常に便利である。

表 融解塩中の微量水分定量法のいろいろ

定 量 法	定量限界(ppm)
氷点降下法(英国)	50
定電圧電解法(イスラエル)	~ 50
重量変化法(イタリー)	~500
広幅 NMR 法(日本)	50

☆

☆

薄肉ステンレス鋼管端栓溶接部の内圧破壊性質

高速炉燃料被覆管のように、薄肉ステンレス鋼管（肉厚 0.35mm）の端栓接合に適した溶接法として、TIG 溶接、電子ビーム溶接、プラズマアーク溶接、抵抗溶接およびろう付法などが挙げられる。これら各種溶接法のうち、過去の使用実績の豊富なことなどのため、TIG 溶接法が主として用いられているのが現状である。しかし、上記各種溶接法について、アークの安定、作業能率、接合精度、継手性能などを比較すると、必ずしも、TIG 溶接が薄肉ステンレス鋼管端栓接合に対する最良の溶接方法であるとは断言できない。

したがって、各溶接法の端栓接合への適用性を種々の角度より十分に比較検討することは、作業能率、精度および使用信頼度の向上を計るのに有意義であろう。

溶接研究部溶接冶金研究室および圧接研究室では、原子力平和利用試験研究の一環として、ろう付および電子ビーム溶接法による端栓溶接部を含む高速炉燃料被覆管の内圧破壊試験を行ない、これら溶接法の適用性を検討した。

供試鋼管は、SUS 32 の冷間引抜き管（6.3mm ϕ \times 0.35mm t）で、図 1 は本実験に用いた試験片の形状を示したものである。図中(1)は、PD-11耐熱パラジウムろう（21Pd-48Ni-31Mn）を用い、真空中で高周波誘導加熱により 1200°C で 1 min 保持後放冷してろう付した試験片である。

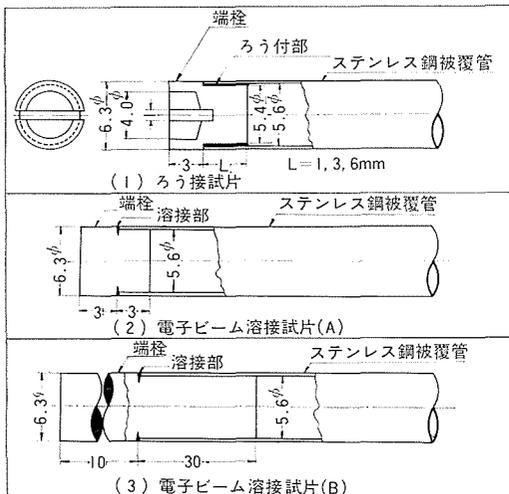


図 1 端栓溶接試験片の形状

図中(2)および(3)の電子ビーム溶接試験片は、加速電圧 50kV、ビーム電流 9.5~10.5mA、試料の回転速度 24RPM の条件で溶接した。なお、ろう付試験片は重ね代を 1, 3, 6mm の 3 種類、電子ビーム溶接試験片では長短 2 種類の端栓を用いた。

図 2 は、温度と破壊圧力の関係を示したものである。ろう付試験片および電子ビーム溶接試験片いずれの場合も、溶接することにより破壊圧力は低下するが、その低下の割合は温度上昇にしたがって小さくなる傾向を示している。また、ろう付試験片では、端栓の重ね代が大きいほど破壊圧力が高くなっている。電子ビーム溶接試験片の破壊圧力は、ろう付試験片より高い値を示しているが、溶接後にろう付条件と同一の熱履歴を加えた場合には、ろう付試験片と同程度の破壊圧力となる。なお、いずれの試験片もすべて熱影響部で破壊した。

以上の結果、端栓を溶接した薄肉管に内圧を負荷した場合、溶接方法の如何にかかわらずすべて熱影響部で破壊し、その破壊圧力は、施工時の熱履歴に影響されることが明らかとなった。したがって、薄肉管の端栓溶接部の性能向上には、溶接方法の選択よりもむしろその溶接施工法を十分に吟味すべきであろう。

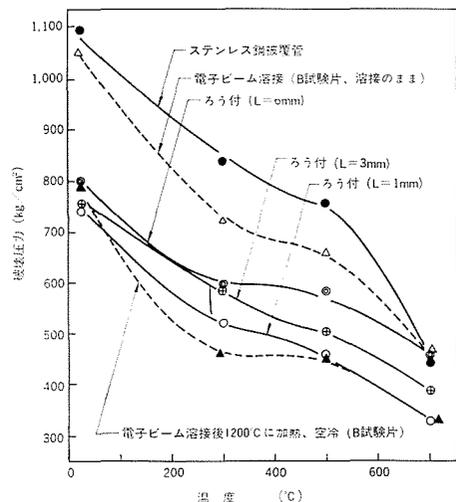


図 2 内圧破壊試験結果

純タングステン単結晶の圧延加工性

高温強度の点においてタングステンが耐熱材料としてすぐれていることは論をまたないが、一方では加工が困難であり、再結晶した材料は著しく脆くなるという重大な欠陥を示すこともよく知られている。電気磁気材料部高純度金属研究室では以上のような欠陥を改良するための基礎的資料を得る目的で、純タングステン単結晶を製作し、室温付近でその圧延加工性を調べた。

試料は市販の焼結タングステン棒を電子ビーム・ゾーン溶解し単結晶とした。通常この溶解処理によって得られる単結晶の方位はほぼランダムであるが、ランダム方位の単結晶から任意の方位の単結晶を得ることのできる種つけ治具を用いて、所望の方位を持つ単結晶を製作した。

今回は圧延面が(001)、圧延方向が[110]の試料と圧延面が(110)、圧延方向が[001]の短冊形試料について加工性を調べた。(001)[110]試料は室温では(100)と(010)面において劈開割れを生じたが、100°C以上では割れを生じなかった。これに反して(110)[001]試料は極めて脆く、200°Cにおいても(001)面において試料を分断する劈開割れを生じた。

表1 試料寸法の変化

純タングステン (001) [110] 試料		200°Cで圧延				
圧下率 %		5	12	20	34	51
幅広がり %		2	3	5	9	12
伸び %		5	11	17	38	85
純鉄 (001) [110]試料		200°Cで圧延 (-77°Cで圧延)				
圧下率 %		5(4)	12(13)	23(25)	34(54)	
幅広がり %		0(0)	0(0)	1(0)	1(2)	
伸び %		5(4)	14(15)	28(23)	52(107)	
純タングステン (110) [001]試料		200°Cで圧延				
圧下率 %		5	16	37	47	52
幅広がり %		0	0	0	0	0
伸び %		5	19	59	76	108

(001)[110]試料の圧延加工性において興味あることは、表1に示したように純タングステン試料は純鉄や硅素鉄の室温圧延では見られない幅広がりを示すことである。この現象はタングステンの塑性の本質にふれる問題と思われ、現在検討中であるが、同一すべり系で分解剪断応力が多少異なる場合、純鉄では単一すべりを起こすが、タングステンでは分解剪断応力が小さい面も同時に働き易いという性質によるとして説明される。

また(110)[001]試料は圧延不安定方位であって、圧延直角方向を軸として結晶回転を起こす試料であるが、上記のように、タングステンの塑性の特異性を考えると、少なくとも圧延初期の段階では純鉄、硅素鉄に比較して結晶回転を起こし難いことが予想される。この点を調べたのが図1である。この図から明らかなように硅素鉄に比較すると圧下率に対する結晶回転の度合いはタングステンではかなり小さいことが判った。しかしこれら両試料とも加工度の大きい場合の最終的な極点図は純鉄や硅素鉄と異なるところはないようである。

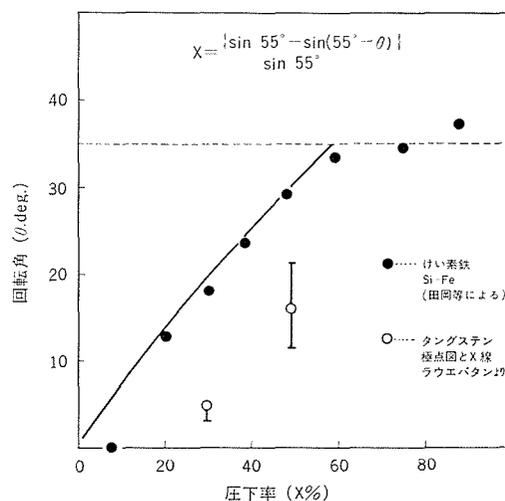


図1 タングステン(110)[001]試料における圧下率と圧延集合組織の回転角との関係

特許紹介

摩擦圧接法ならびに装置

公告 昭和45年1月21日
公告番号 昭45—1740

従来の摩擦圧接法は、制動方式と蓄勢方式とに大別されるが、いずれも圧接過程において生ずる「ぼり」が圧接材の接触面積を拡大し、この拡大に対応する加圧系の容量を制御することが困難であり、さらに発生した「ぼり」を第2の工程で切削除去しなければならない欠点を有していた。

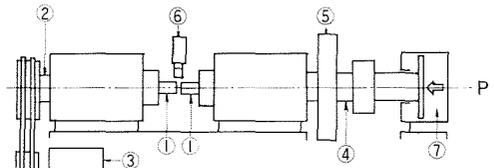
本発明は、駆動装置により回転する被圧接材が他方の圧接材を摩擦力で従動させ、両圧接材間の回転の相対速度が零となったとき圧接が完了するとともに、摩擦面に発生する「ぼり」を切削除去できるようにしたものである。この方法によれば被圧接材が常温において切削困難な材料、あるいは圧接熱で硬化する材料であっても「ぼり」の完全な高温切削が可能であり、著しく生産性を増大することができる。

この装置は、図に示すごとく被圧接材を回転軸にとりつけ駆動装置により回転させ、他の圧接材は回転自在軸（この状態では回転していない）と加圧装置による軸方向の推力Pをうけ、回転軸側の被圧接材の方へ押出される。回転自在軸には「回転抵抗体」がとりつけられている。被圧接材が接触後も回転軸の回転は維持されるから接触面における摩擦力により静止していた圧接材は回転

をはじめめる。回転軸と回転自在軸の回転数が同一となったとき摩擦熱の発生はやみ、軸の回転は停止する。

圧接装置の容量制御は「回転抵抗体」の運動のエネルギー、すなわち、回転軸の回転数および慣性モーメントを変えることにより行なわれる。このように圧接中の軸圧力および接触面積が初期の条件で維持されるので、同一径の材料の圧接にたいし従来方式に比較して低い軸圧力により完全な圧接がおこなわれる。

また、本発明により回転部、加圧部容量を小さくしうるので圧接機製作コストを下げることができ、その他「ぼり」を切削用工具による圧接中の被圧接材の横ぶれを防止できるので小径の圧接も可能である等の特徴を有している。



番号	各部名称
1	圧接材
2	回転軸
3	駆動装置
4	回転自在軸
5	回転抵抗体
6	切削工具
7	加圧装置

☆短信☆

海外出張

材料強度研究部 桑江良教技官は、フランス国立科学研究センタ金属電子物性研究所へ「強磁性材料の電磁誘導検査法に関する研究」のため4月24日出張した。

所内公開

当所は科学技術週間の行事の一つとして4月15日（水）に所内を公開し117名に及ぶ見学者があった。

☆

☆

☆

☆

通巻 第138号

発行所

科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行 佐々木 武

印刷 奥村印刷株式会社

東京都千代田区西神田1-1-4

東京都目黒区中目黒2丁目3番12号

電話 目黒 (719) 2271 (代表)