

金材技研

科学技術庁

金属材料技術研究所

1989 No. 4

ニュース

着々と進む筑波移転計画／液体ヘリウム温度でのクリープ試験／非晶質合金箔を溶接／応力緩和の新予測法／微量ケイ素の定量分析

筑波移転への第一歩を印すにあたって

所長 中川龍一

当研究所の筑波移転へ向けての具体的な作業に取りかかる4月を迎えるにあたり、一言ごあいさつ申し上げます。

昭和62年12月に国の行政機関等の地方移転の施策が打ち出され、昭和63年7月に当研究所の目黒本所が移転候補機関の一つになることが閣議決定されて以来、所内に筑波移転のための推進体制を整備し、移転計画について鋭意議論を重ねてまいりましたが、今年度よりいよいよ第一歩を踏み出すことになりました。現在筑波支所のある地区を中心として、これからの材料科学の発展を担うのにふさわしい研究施設を建設していこうと考えております。

この新しい施設は、当研究所が目指す材料科学技術分野における基礎的・先導的研究を強化・推

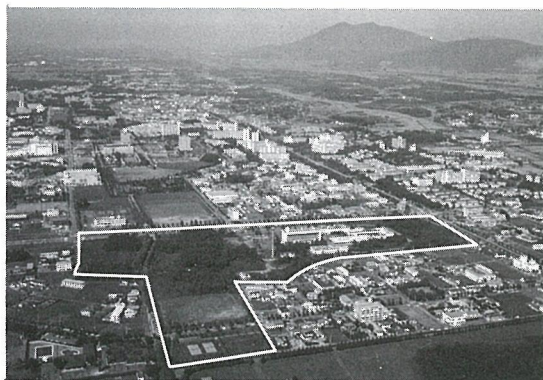
進し、更に、将来の発展性を確保するものでなくてはなりません。そのために、原子レベルの構造解析や構造制御等の精密実験に耐える研究施設の建設に重点を置きたいと考えております。

また、国内に対してだけでなく、国外に対しても広く開かれた研究所として寄与していくため、従来から力を入れて推進して参りました共同研究をいっそう拡充し、特に大型・特殊かつ先端的な研究設備を核とした共同研究を実施するための施設の整備を併せて行いたいと思っております。

当研究所は今回の筑波移転計画を目黒から筑波への単なる移転とは捉えず、昭和62年9月に策定した当研究所の第3次長期計画の理念をこの移転により具現化し、更にそれを発展させて、21世紀の新しい物質・材料系科学技術に対する期待に応える研究所に衣替えする絶好の機会であると捉えております。

以上のような考えによって筑波地区に新研究所を建設し、既に筑波地区に結集している各先端研究所との密接な交流を図りながら、材料研究の中核機関としての役割を果たしていくつもりであります。

関係各位の今後とも変わらぬご指導、ご支援をお願い申し上げます。



筑波支所全景

極低温クリープ現象にメス

—— 液体ヘリウム温度での試験機が活躍 ——

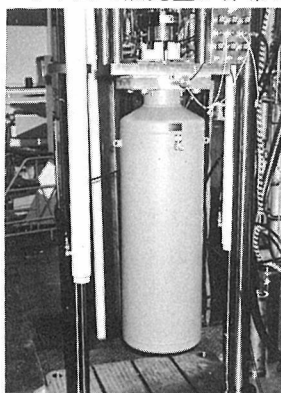
材料に一定の荷重が加わった状態が続くと、徐々に変形が進んでついには破断してしまう。この現象をクリープといい、一般には数百℃程度の高温で顕著であるので、発電プラントや化学プラントなどの構造材料にとっては極めて重要な特性の一つである。したがって、高温のクリープに関しては従来から多くのデータが集められて研究も進んでいる。これに対して、極低温でのクリープに関しては、このような温度での構造材料の必要性がほとんどなかったこととクリープ試験自体が困難であったことからあまり研究されておらず、極低温におけるクリープ変形の機構も高温の場合のようにには明らかになっていない。

ところが、超電導応用技術の急速な進歩に伴って、極低温でのクリープが注目されるようになってきた。例えば、強力な磁場を発生させるために液体ヘリウムの温度 -269°C (4.2K)で使用される超電導マグネットの構造材料が、毎秒約 $10^{-9}\%$ の割合で定常的に変形を続けたと仮定すると、6～7年で0.2%のひずみに達する。金属間化合物の超電導線材は、この程度のひずみを受けると性能に悪影響が現われることが知られている。

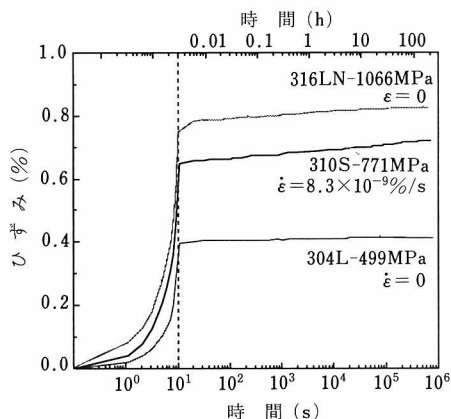
極低温におけるクリープ試験が困難な最大の理由は、測定が数百時間にも及ぶので、極低温に保つための液体ヘリウムの補給が、経費と労力の両面から制約を受けることにある。そこで、当研究所では液体ヘリウムの蒸発量が非常に少ないク

リプ試験機を設計して完成させた。この試験機では、圧縮応力が加わる治具を厚さ3mmの繊維強化プラスチックの円筒で作り、直径を細くしたチタン合金の棒で試験片を引張るなど、試験中に外部から熱が伝わるのを極力小さくするように工夫してある。その結果、試験中の液体ヘリウムの蒸発量は同規模の試験機の約5分の1(毎時0.3ℓ以下)となり、クライオスタット(低温槽)への液体ヘリウムの補給は2日に1度で済んでいる。容積が25ℓのこのクライオスタットは、アルミニウム製の内外槽の間を真空で断熱してあるので総重量が約15kgと軽く、台車やリフトを使用しなくても容易に取扱える。

現在この試験機を用いて、いろいろな材料のクリープ試験を行っている。例として、3種類のオーステナイト系ステンレス鋼の液体ヘリウム温度におけるクリープ曲線を示した。SUS304Lと316LNは100時間近くまではひずみが増大したが、それ以後は100時間以上測定を続けても、ひずみの変化は読取り精度の $0.5\mu\text{m}$ 以下であった。これに対して、SUS310Sは200時間後でも毎秒 $10^{-8}\%$ 程度のクリープ速度が測定されており、加工硬化率の小さい材料のほうがクリープ速度が大きいという高温の場合とは逆の事実も明らかになった。今後こうしたデータを更に蓄積して、極低温クリープ現象の解明を試みることにしている。



極低温クリープ試験機
(円筒が液体ヘリウムクライオスタット)



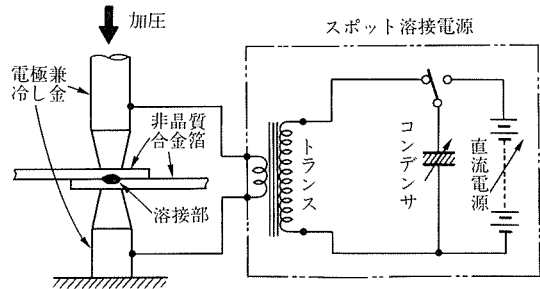
液体ヘリウム温度におけるオーステナイト系ステンレス鋼のクリープ曲線(0.2%耐力で測定)

急熱急冷で非晶質合金箔の溶接に成功

ある種の組成の合金を熔融状態から 10^5K/s 程度以上の速度で急冷して凝固させると、原子が不規則に配列した非晶質合金となる。非晶質合金は加熱すると結晶化するので、非晶質合金に特有な優れた特性が失われてしまう。したがって、熱を加える接合は困難であった。

当研究所では、非晶質合金が急冷凝固で作られることに着目して、トランスの磁心や磁気遮へい用の非晶質合金箔($\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$)の溶接に成功した。図のように、コンデンサからの大電流

で瞬間的に加熱し、銅電極で溶融部分を急冷してスポット溶接する。この溶接部が非晶質であることはX線回折と破面観察で確認されており、非晶質合金箔の溶接が可能になった。



クリープ破断時間から応力緩和を予測

応力緩和(リラクセーション)とは、材料を一定のひずみに保ったときに材料内の残留応力が徐々に低下することで、締付けたボルトのゆるみなどの原因になる重要な現象。クリープとは裏表の関係で、従来はクリープ試験中のひずみのデータから応力緩和の程度を予測していた。

当研究所では、クリープひずみデータに比べてはるかに整備されているクリープ破断時間データを使って、応力緩和の予測を試みた。その結果、残留応力の低下率の実測値とこのときの

初期応力でクリープ試験したときの破断時間をプロットすると、金属組織の変化に敏感なオーステナイト鋼を除けば、ある試験条件の範囲内では多少のばらつきはあるが鋼種にはあまり関係なく、経過時間ごとにそれぞれある曲線の周りに集中していることがわかった。

したがって、材料に加わるひずみから初期応力を求め、この初期応力に対するクリープ破断時間を調べると、上に述べた残留応力とクリープ破断時間の曲線から、直ちに各経過時間ごとの応力緩和の程度が予測できる。この予測結果は、実測値とよく一致していた。

高融点金属中の微量ケイ素定量法を確立

当研究所では、高融点金属(ニオブ、タンタル、ジルコニウム、バナジウムなど)中の微量のケイ素を、正確に定量分析する方法を確立した。ケイ素を定量する方法としては、モリブデン青法という溶液の青色の濃さを測定する方法が知られている。しかしながら、高融点金属はフッ酸以外では溶解が困難である上に、これらの元素がケイ素の邪魔をするので、モリブデン青法に結び付けることができなかった。

そこで高融点金属の溶解法を検討し、濃硫酸

と硫酸アンモニウムの混合溶液で高融点金属を溶解する条件を明らかにした。この溶液を希釈すると水酸化物が沈殿することがあるが、これは少量のシュウ酸アンモニウムで防いだ。また、希釈した溶液にフッ化ナトリウムを加えて加熱し、これに酸素を吹き込んで発生する四フッ化ケイ素のガスをホウ酸の水溶液に吸収させ、妨害元素と分離する条件も明らかにした。

これら一連の操作を最適条件で行うと、高融点金属中の微量のケイ素の99.6%以上がホウ酸溶液中に移る。これにモリブデン青法を適用すると、5 ppmのケイ素まで正確に定量できた。

科学技術庁長官当研究所を視察

宮崎科学技術庁長官は平成元年3月1日、当研究所（目黒本所）を視察された。



金属超微粉について中川所長から説明を受ける宮崎科学技術庁長官(右)

5月の研究発表（国内分）

学・協会名	開催期間	発表題目	発表者(所属)
日本鋳物協会 (大宮：ソニックシティ)	5.8～5.9	1. プラズマ溶射被覆ホーンによるAl合金溶湯への超音波振動の付加	大沢嘉昭(組織)
衛食防食協会 (東京：農林年金会館)	5.17～5.19	1. PM-Ni基超合金の高温腐食に及ぼす微量元素添加、超塑性鍛造及び熱処理の影響 2. イットリア粒子分散強化合金の乾式酸化と高温腐食 3. 煮沸硝酸溶液中におけるTi及びTi合金の分極抵抗及び交流インピーダンス測定 4. 変動荷重ΔK減少試験法による高張力鋼の低ΔK域腐食疲労伝ば機構の研究	沼田英夫(設計)ほか 富塚 功(設計)ほか 藤井哲雄(損傷)ほか
低温工学・超電導学会 (つくば：工技院)	5.17～5.19	1. 極低温における純チタンのセレーション変形開始挙動とその計算機シミュレーション 2. スパッタ法による酸化物超電導テープの作製 3. プラズマフラッシュ蒸着による酸化物超電導膜の作製	升田博之(環境)ほか 由利哲美(第1)ほか 福富勝夫(第1)ほか 福富勝夫(第1)ほか
日本塑性加工学会(東京：電通大)	5.18～5.20	1. 加圧溶浸による分散型複合材料の製造に関する研究	小島重信(組織)ほか
粉体粉末冶金協会(東京：早大)	5.23～5.25	1. モリブデン多重層結晶板の新創製法について 2. 真空スクリーディスク式ボールミルによるTiCの合成	藤井忠行(組織) 鰐川周治(第4)

◆短 信◆

●外国人研究員の受入れ

氏 名 王 新華
所 属 中国 北京科学技術大学
テーマ レアメタル含有複雑鉱の総合利用に関する研究
期 間 平成元年2月14日～3月30日

氏 名 Cynthia V. Bernas
所 属 フィリピン 材料科学研究所
テーマ 大気暴露試験を用いた材料の耐食性評価技術
期 間 平成元年2月23日～5月12日

氏 名 Yukikazu Iwasa
所 属 アメリカ マサチューセッツ工科大学
テーマ 超強磁界マグネットの開発
期 間 平成元年3月3日～3月31日

氏 名 Claude Bathias
所 属 フランス コンピェンヌ工科大学
テーマ 超音波顕微鏡による複合材料の変形・破壊挙動解析に関する研究
期 間 平成元年3月4日～3月17日

氏 名 Harry I. McHenry
所 属 アメリカ 商務省国立標準技術研究所
テーマ 異相界面の破壊変形挙動に関する研究
期 間 平成元年3月6日～3月25日

●海外出張

氏 名	所 属	期 間	行 先	用 務
和 田 仁	第1研究グループ	1.2.19～1.2.26	アメリカ	核融合用高磁界超電導材料及び標準計測ワークショップ
佐 藤 彰	組織制御研究部	1.2.25～1.3.6	アメリカ	アメリカ金属学会1989年集会
前 田 弘	第1研究グループ	1.2.25～1.3.15	アメリカ	超強磁界マグネットに関する個別重要国際共同研究
D.L.ディートリック	第1研究グループ	1.2.25～1.3.23	アメリカ	超強磁界マグネットに関する個別重要国際共同研究
北 島 正 弘	第2研究グループ	1.2.26～1.3.18	スイス, イギリス, イタリア, フランス, 西ドイツ	核融合炉材料のプラズマ表面相互作用と照射励起表面反応の調査

通巻 第364号

平成元年4月発行

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12

TEL (03)719-2271, FAX (03)792-3337

編集兼発行人

漆 原 英 二

印

株式会社 三 興 印 刷