

1960 No. 9

材料研究ニュース

NO. 21

科学技術庁 金属材料技術研究所

帯域精製装置

帯域精製法はまずGeの精製に応用され、さらにSiにも用いられるようになり、電子工業を今日の姿にまで一躍発展させた。以来半導体工業には欠くことのできない方法となった。第7部高純度金属研究室では、各種高純度金属や金属間化合物の製造および利用に関する研究のため横型帯域精製および区域均質炉、浮遊帯域精製炉、金属棒吸上炉の据付けおよび試験運転を終り、実験に入ったので、これらの装置の概略をここに紹介する。

帯域精製区域均質炉：本装置は写真1に示すように、電波遮蔽用ボックス内に水平方向に内径55mm ϕ 、長さ1mの透明石英管を配置し、その外側に試料加熱用高周波コイル（帯域精製の場合は4巻コイル4個、区域均質の場合は5巻コイルおよび補助加熱用9巻コイルをそれぞれ1個）を置き、管内に黒鉛リングおよび石英あるいは黒鉛ポートを入れる。ポートを移動して、真空（1×10⁻⁵mmHg以上）または不活性ガス雰囲気中で試料の帯域精製、あるいは区域均質を行なう。ポートの移動速度は0.2~2mm/min、ポートの傾斜角は0~5°で、それれ連続可変ができる。石英管の両端は水冷になっていて、また両端より温度検出用熱電対が挿入できる。

浮遊帯域精製炉：本装置は写真2に示すように、垂直移動架台に支えられた透明石英管中に、棒状の試料を上・下部の両チャックで固定し、石英管の外側から1~2巻の高周波加熱コイルにより不活性ガス雰囲気中で直接加熱し帯域精製を行なう。試料としては長さ200mm以下、太さ10~30mm ϕ のものが用いられる。移動架台のスト

ロークは200mm、移動速度は0~4mm/min、早送り上下移動速度は180mm/min、下部チャック回転速度は0~10r.p.m、連続可変、上部チャック回転速度は10r.p.m、固定である。本装置は試料に直接触れるるつぼ、ポートなどがないため、それから来る汚染の影響がなく、超高純度が得られる特徴をもっているが試料の比重および表面張力によっては作りうる試料の太さに制限がある。また上部チャックに種々取りつけて、単結晶を作ることもできる。

金属棒吸上炉：本装置は浮遊帯域精製を行うための棒状試料を製作する不活性ガス雰囲気炉で、その外観を写真3に示す。外径110mm ϕ 、長さ500mmの透明石英管が上下の水冷フランジにより支えられ、石英管の外側の高周波加熱コイルにより管内の黒鉛のつぼが加熱される。溶解したるつぼ中の試料は上部フランジ中央から挿入された石英管により棒状に吸上げられる。

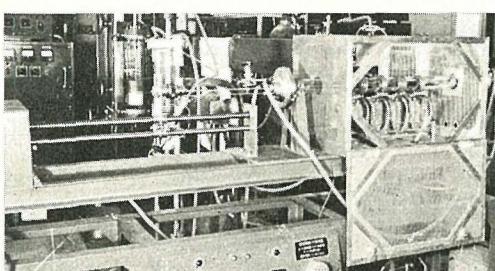


写真1 帯域精製区域均質炉

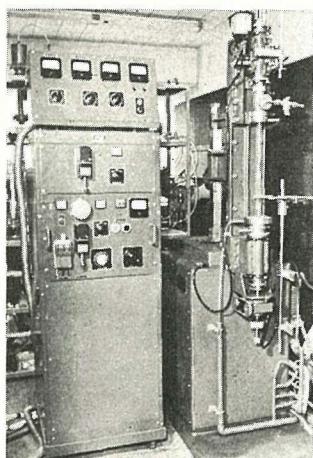


写真2 浮遊帯域精製炉

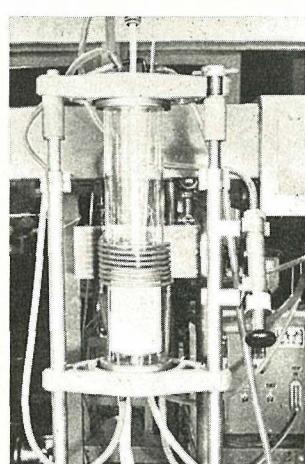


写真3 金属棒吸上炉

===== ステンレス鋼の熱疲労 =====

スチーム、ガスタービン、ボイラなどはその機械の運転、休止などの繰返しによって、機械部品の拘束条件あるいは温度分布、熱膨張率の不均一のため、その各部に熱歪による熱応力の繰返しを受け、そのためには疲労破損を生ずるにいたる。このような熱疲労現象は高温使用の機械にとってクリープ強度、高温疲労強度などとともに重要な特性の一つで、その研究はわが国でも最近行なわれつつある。

第4部材料強度研究室は 热疲労特性への平均温度、温度振幅、繰返速度温度、サイクル波形、上下限温度保持時間などの影響など基礎的な実験を現在行なっており、さらに種々の材料における熱処理などの影響、クリープ、高温疲労などとの関連についても研究を進めている。

本研究に用いている試験装置は写真1に示されているもので、試験片は上下両端を一定距離に固定される。試験片(図1)は薄肉中空円筒状で、これに直接電流を通じて加熱し、冷却は試験片に空気を吹付けて行なう。加熱冷却の繰返しにより試験片に生じた熱応力は試験片下部に設けた応力棒上の抵抗線歪ゲージにより測定され、記録され

る。試験温度は試験片中央部に溶接された白金熱電対によつて測定され、これは同時に温度サイクル制御にも用いられる。本装置は最高使用温度900°C、容量3ton、最大繰返速度5c/minで、さらに下限においてそれぞれ10sec~1hr一定温度に保つこともできる。また本装置は熱疲労と密接な関係がある高温定歪疲労試験も行なえるようになつてゐる。

今までの実験は試料としてSUS7ステンレス鋼を溶体化処理して用い、平均温度を250~500°C、温度振幅±50~±300°C、繰返速度0.6~4c/minなどの各

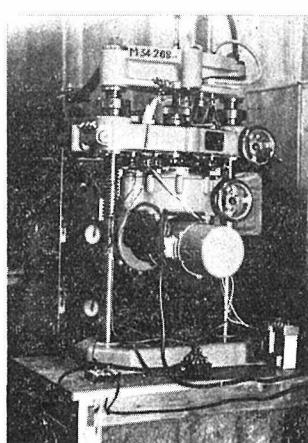


写真1 热疲労試験機



写真2 热疲労破損におけるクラック

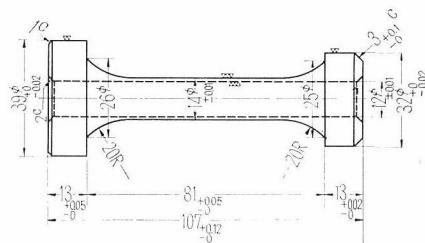


図1 热疲労試験片

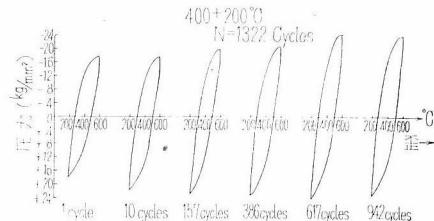


図2 热疲労過程の応力歪履歴

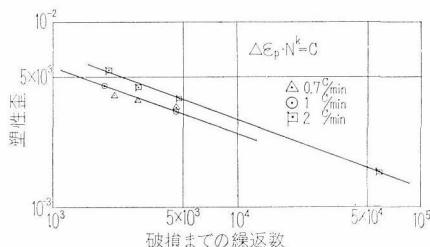


図3 塑性歪と破損までの繰返数との関係

種条件下で熱疲労試験を行なつた。図2はその試験の一例で応力温度履歴の変化を示したものである。図3は試験結果の一部をまとめたもので、熱サイクルの $1/2$ サイクルに伴う塑性歪 $\Delta\varepsilon_p$ と破損までの繰返数Nとの関係を示すもので、 $N^K \Delta\varepsilon_p = C$ なる関係が成立つことを示している。ここにKとCは材料、温度条件などにより定まる常数でありこれは定歪疲労などでもよく知られているとおりである。また繰返速度によってそのKの値は変わらないがCの値が若干異なり、繰返速度の大きい方が、破損寿命が若干長くなるように認められるが、これについてはさらに実験を重ねている。なお破損の際のクラックは貫粒型が認められ、写真2はその一例を示す。

また、上下限温度保持時間や温度サイクル波形の影響についても実験中であるが、保持時間の影響については結果のバラツキがやや多くはっきりしないが、20~180sec程度の保持時間では保持しない場合に比し大差は認められず、さらに長時間の保持について調べることにしている。

オースフォーミング処理により――

――ステンレス鋼の強度著しく向上!――

鋼の機械的強度を増すには、一般に焼入れ・焼戻し、析出硬化、合金元素の添加、加工硬化などが考えられる。最近これらの硬化技術を組合せ、鋼の強度をさらに向上させる試みがなされつつある。オースフォーミング (MIT の Cohen らにより Austforming あるいは Ausforming と呼ばれている) は加工硬化と焼入れ硬化を組合せ、単に焼入れによる場合よりも優れた機械的性質を有する鋼を得る技術であり、金属組織からいえば鋼をその準安定オーステナイト域にて加工後、焼入れによりマルテンサイト変態させる方法である。

第5部原子炉構造材料研究室ではこの方法を、準安定オーステナイト域が広く、熱処理性が優れ、原子炉のバルブ・コックなどの摺動部に多く使用されているマルテンサイト系ステンレス鋼に適用し、同鋼の機械的性質向上を図るとともに、その強化機構の解明に努力をしている。

図1は低炭素 12Cr ステンレス鋼の恒温変態曲線および加工温度範囲を示す。すなわち、鋼を適当な温度でオーステナイト化した後、準安定オーステナイトの温度に保持した塩浴中に急冷し、数分の間保持し、試料が塩浴と同温度になった後、圧延、スウェイジングあるいはそのほかの加工法により試料に塑性変形を加え、ただちに焼入れをする。図2はその結果の一例で、低炭素 12Cr 鋼を 955°C にてオーステナイト化した後 425°C の塩浴中に急冷し、スウェイジングにより塑性加工を与えた場合の加工率と機械的性質の変化を示す。図よりわかる通り、約 57% の加工を与えると、引張り強さは 148kg/mm² から 172kg/mm² に、降伏強さは 125kg/mm² から 144kg/mm² に増加し、ま

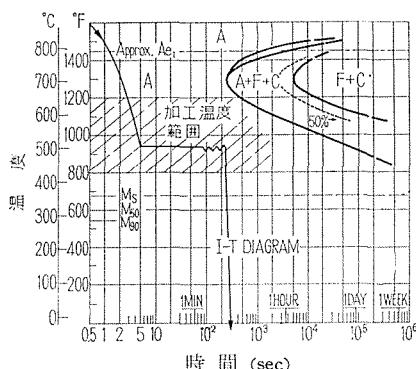


図1 12Cr-0.1C ステンレス鋼の恒温変態曲線と加工温度範囲

(変態曲線は "Atlas of Isothermal Transformation Diagrams by U. S. Steel, P. 67 (1951) より)

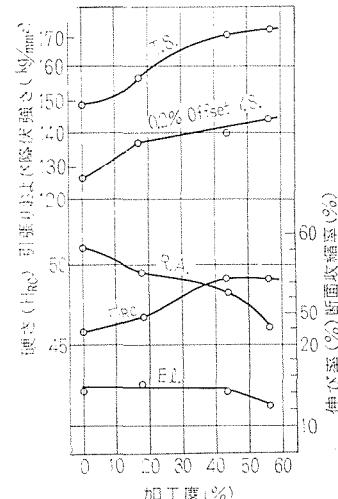


図2 低炭素 12Cr 鋼の機械的性質に及ぼす加工度の影響

(試料は 955°C にてオーステナイト後 425°C に急冷され、同温度でスウェイジングにより加工後油冷され、液体窒素中に浸漬処理された)

た硬さは約 3Rc の増加を得た。この場合、断面収縮率はやや減少したが、伸び率はほとんど変化がなかった。

この種の合金鋼は焼入れ焼戻しの際 450°C 付近で一般に二次硬化を起すが、この二次硬化は、オースフォーミング処理によりかなりの影響をうけるようである。すなわち加工率の増加につれてより硬化量が増すが、ある程度以上の加工を与えると、かえってはっきり現われなくなる。これは準安定オーステナイト域における加工により、二次硬化を起す原因と考えられる炭化物などの析出物が析出を促進され、析出温度が低温側へ移るためと推察されるが、現在さらに研究中である。

顕微鏡組織を見ると、準安定オーステナイト域にて加工を与えた試料は結晶粒が展伸し、オーステナイトが冷間加工を受けたことがわかる。またこのような変態前の加工により、マルテンサイトの核生成個所が増え、マルテンサイト組織が、普通の焼入れの場合にくらべ微細化されると思われる。このオーステナイトの冷間加工による加工硬化およびマルテンサイト組織の微細化が、オースフォーミング処理による強度向上の主な原因と考えられるが、なお詳細に研究をすすめている。

私の見た欧州事情

——欧州視察旅行から帰って——

第6部 工博 稲垣道夫

本年5月20日より7月16日までの58日間にわたる私の渡欧の目的は、ベルギー・リエージュで開催の国際溶接学会I I W (International Institute of Welding) 1960年年次大会に日本代表の一人として出席することと、欧州各地の金属および溶接工業を視察することにあった。

I I Wについては、すでに第6部長鈴木博士が、材研ニュースNo.12(1959)に記述された通りで、この年次大会は毎年主として欧州の加盟国を順に回って開催されるもので、本年は第13回目にあたり、米ソを含む世界の21カ国の代表者、専門家および傍聴者など合せて約700人、日本からは18人が出席した。

開催地リエージュは人口約20万のミューズ河に沿った細長い町で、周囲に石炭を産出し、製鉄、パイプ、兵器工場、大学および研究所などがある、ベルギーにおける重工業の一中心になっている所である。I I Wの会議場はミューズ河畔の近代的な建物で、6月13日(月)から18日(土)まで1週間にわたり開かれた。I I Wには15の分科委員会(Commision)があり、議事は主として、これら分科会ごとに分けられて進められた。私は第9分科委員会(溶接性)に正式な日本代表として出席し、日本から提出した次の論文を、16日(木)、17日(金)の2日間にわたりて約1時間発表し、どうにか責任を果すことができた。

(1) 溶接用鋼材の連続冷却変態図とその活用(関口、稻垣)

(2) Vシャルピー遷移曲線の統計的研究(吉識)

(3) 溶接構造物の分類に関する日本の見解(特別小委)
分科会における論文の発表は、普通の講演会のようにその場かぎりの講演ではなく、世界的に共通の重要問題について討議し、以前から懸案になっている問題の解決また今後の問題を取り上げて行くためのものである。上記の日本から提出の論文は、第9分科委員会として最も重要視している脆性破壊、溶接構造用鋼の選択方法の確立、鋼の溶接性とくに溶接割れと連続冷却変態の研究のそれぞれの核心に触れるものとして、好評を博した。

毎年日本から提出される論文は、世界の注目を集めつあり、I I Wに対する日本の寄与が高く評価されている。

今年の会議は、フランス語を多く使用するベルギーで開催された関係もあって、フランス語が多く、私ども日本人は大変困惑した。日本は欧米から遠く離れている関

係上、地理的にも言語的にもきわめて不利な立場にあると痛感した。この不利を少しでも打破するためには、こうした国際会議に多数の人々が毎年継続的に出席することが必要であると思う。

会議では、このほかに講演(Lecture)として「超厚板の溶接」4篇とSoete教授(ベルギー・ゲント大学)の「脆性破壊」に関するHoudremont記念講演があった。

この会議開催前5月20日から6月12日まで、羽田から北回りでデンマーク、スエーデン、ドイツ、フランス、イギリス、オランダ各地の見学をし、会議終了後6月19日から7月16日まで、ベルギー、再びフランス、再びドイツ、イス、イタリー、オーストリー各地の見学をして南回りで、途中バンコック、香港に各1泊して帰国した。その間、金属関係研究所8、溶接関係研究所8、溶接機材会社12、溶接工場11、原子力関係3、製鋼会社2、試験機関3、そのほか博覧会など4、合計51ヶ所を、主として溶接学徒としての眼を通して、欧州における金属材料の事情を見てきた。見学したことを総括的にいふと、一般に研究所はそれぞれ目的に応じて明確な性格を持っている。たとえば、ERA(ヨーロッパ研究協会)は基礎研究的性格を持ち、マックス・プランク研究所、イルシッド鉄鋼研究所およびベルギー国立金属研究所、BWR A(英国溶接研究協会)などは中立的立場から地味ではあるが抜本的な研究をとり上げている。一方会社の研究所ではそれぞれ会社の特殊性に応じて、たとえばマンネスマン研究所は会社がパイプを製造している関係から各種パイプの伝熱効果および流体実験も行なっており、フィリップス研究所では自社の新製品目ざして新しい溶接法の開発研究を行ない、それを急速に実用化している、という印象を強く受けた。

欧州における溶接界の動向としては、溶接の自動化がかなり進んでおり、溶接構造物および金属材料の種類に応じて、新旧の各種自動溶接法が実用化されてきている。従来のサブマージドアーク溶接法はなお根強く使用されており、他方新しいエレクトロスラグ溶接法、炭酸ガスアーケ溶接法および電子線溶接法などはすでに試用の段階から実用の段階に入っている。

材料試験としては、疲労試験およびクリープ試験が重要視され疲労試験では従来の小型試験片ではなく大型の実際構造物のパルセータ試験を多数の大容量の試験機で行ない、またそのための特別な床を持った建物も造っている。クリープ試験はまだ小型試験片が多いが、15,000時間程度の長時間クリープ試験を多数のクリープ試験機で行なっている。この点材技研の第6部で行なっているような実物大の溶接継手の大型試験機によるクリープおよび熱衝撃試験はかなり先見の明があるようだ。

とにかく欧州各地を旅して、日本という国と人は反省すべき点も多々あるが、しかしながらものであると認識した。こうした日本の再認識と国際的な視野を得たことをありがたく思っている。

編集発行人 吉 村 浩

発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所

印 刷 奥村印刷株式会社

東京都目黒区中目黒2丁目300番地

東京都千代田区西神田

電話目黒(712)3181(代表)