

JAERI-M
89-205

遠隔操作型電気抵抗測定装置の開発

1989年12月

星屋 泰二・高田 文樹・木崎 実・田 昭治*
須藤 健次・坂倉 敦・市橋 芳徳

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合せは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division Department of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokaimura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1989

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 いばらき印刷(株)

遠隔操作型電気抵抗測定装置の開発

日本原子力研究所大洗研究所材料試験炉部

星屋 泰二・高田 文樹・木崎 実・田 昭治*

須藤 健次・坂倉 敦・市橋 芳徳

(1989年11月13日受理)

優れた機能特性を有する形状記憶合金を原子力関連機器分野に応用する場合、形状記憶合金の放射線環境下における変態挙動や変形挙動変化を明らかにすることが不可欠である。しかしながら、これまで相変態挙動研究に必要な遠隔操作型温度可変式物性測定装置が開発されていないため相変態材料の照射後物性データについては殆ど報告されていない。このため、形状記憶合金特有の形状回復特性と密接に関連する照射後変態特性変化を解明する目的で、温度可変式の遠隔操作型電気抵抗測定装置を初めて開発した。さらにその装置を用いて、形状記憶合金の照射後等時焼鈍実験及び等温焼鈍実験（照射後試験）を実施した。

その結果、本装置に用いた単純試料駆動方式による温度制御方法はガンマ線感受性の高い半導体や温度センサーを使用しないため操作性及び信頼性の点からも遠隔操作型物性測定装置には最適であり、他の遠隔操作型装置への応用も可能であることが判明した。形状記憶合金の電気抵抗測定結果から、形状記憶合金の照射後電気抵抗は中性子照射により大きく変化し、負の温度依存性を示すこと、形状記憶合金の中性子照射に対する感受性が高いこと及び損傷回復効果の存在することが確認された。今回開発した遠隔操作型電気抵抗測定装置は、照射後の物性測定を行ううえで簡単な実験手段であり、構造敏感（structure sensitive）であるため中性子照射の影響を受けやすい相変態材料の研究に有用である。

Development of the Remote-controlled Electrical
Resistance Measurement Apparatus

Taiji HOSHIYA, Fumiki TAKADA, Minoru KIZAKI, Shoji DEN^{*}
Kenji SUDO, Atsushi SAKAKURA and Yoshinori ICHIHASHI

Department of JMTR Project
Oarai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Oarai-machi, Higashi-Ibaraki-gun, Ibaraki-ken

(Received November 13, 1989)

It is indispensable to the practical use of a shape memory alloy in a nuclear engineering technology field that the transformation and deformation behavior of that alloy under irradiation, which has superior functional characteristics to a common structural material, is clarified from the metallurgical viewpoint of the irradiation effect. Few studies, however, have been reported on the irradiated materials with phase transformation, because the remote-controlled apparatus with a variable-temperature controll has not yet been developed for the measurement of physical properties such as transformation properties of irradiated materials. Thus, a remote-controlled electrical resistance measurement apparatus with a variable-temperature controll has first been developed to understand changes in transformation characteristics of shape memory alloys after irradiation. Then, both isochronal and isothermal annealing experiments (post-irradiation experiments) have been carried out for irradiated Ti-Ni shape memory alloys intimately associated with shape recovery capabilities by using this apparatus.

From in-service testing results of this apparatus, it was shown that from the view point of the handling or reliability of the apparatus, a temperature controll method using the simple specimen-driving system was best suited for the remote-controlled measurement on physical pro-

* IRIE KOKEN Co., Ltd.

perties of specimens, because of no use of semi-conductors or temperature sensors to be highly sensitive to gamma ray irradiation and that it was applicable to other remote-controlled apparatuses. And thus, experimental results were obtained from electrical resistance measurements that electrical resistances of irradiated shape memory alloys markedly changed during neutron irradiation and revealed the negative temperature dependence and that those alloys are very sensitive to the neutron irradiation and that they have the damage-restoration effect. Furthermore, it makes clear that the newly developed remote-controlled electrical resistance measurement is quite a simple measuring method and can be used for the study of phase transformation materials to be associated with the structure-sensitivity, which are inclined to be influenced by neutron irradiation.

Keywords: Shape Memory Alloy, Ti-Ni, Electrical Resistance, Remote-controlled Measurement, Isothermal Annealing, Isochronal Annealing, Neutron Irradiation, Damage-restoration Effect, Structure Sensitive

目 次

1. 序 論	1
2. 電気抵抗測定の意義	1
3. 遠隔操作型電気抵抗測定の原理	4
4. 遠隔操作型電気抵抗測定装置の概要とその特性	7
4.1 遠隔操作型電気抵抗測定装置の概要	7
4.2 測定装置	7
4.3 試料駆動装置	7
4.4 ヘリウム霧囲気槽	8
4.5 遠隔操作型溶接装置	9
4.6 電気抵抗測定条件	9
5. 遠隔操作型電気抵抗測定装置を用いて得られた結果	25
5.1 形状記憶合金の中性子照射挙動	25
5.2 形状記憶合金の照射後等温焼鈍実験	26
5.3 形状記憶合金の損傷回復実験	26
6. 遠隔操作型電気抵抗測定装置の改造に関する検討	39
6.1 データ処理方法	39
7. 結 論	67
謝 辞	68
参考文献	68

Contents

1. Introduction	1
2. Metallurgical significance of the electrical resistance measurement	1
3. Principle of the remote-controlled electrical resistance measurement	4
4. Outline and its characteristics of the remote-controlled electrical resistance measurement apparatus	7
4.1 Outline of the remote-controlled electrical resistance measurement apparatus	7
4.2 Electrical resistance measurement instruments	7
4.3 Driving device for moving a specimen	7
4.4 Dual vessel with the helium atmosphere	8
4.5 Remote-controlled welding machine	9
4.6 Experimental conditions for the electrical resistance measurement	9
5. Results obtained from the remote-controlled electrical resistance measurement	25
5.1 Behavior of neutron irradiated shape memory alloys	25
5.2 Post-irradiation isothermal annealing experiments of shape memory alloys	26
5.3 Damage-restration experiments of irradiated shape memory alloys	26
6. Examination for alterations of the remote-controlled electrical resistance measurement apparatus	39
6.1 Data arrangement method	39
7. Conclusions	67
Acknowledgments	68
References	68

表 目 次

- 表5. 1 照射後等温焼鈍処理一覧
表5. 2 照射後等時焼鈍処理一覧
表6. 1 メニュー選択プログラム・サブルーチンの概要
表6. 2 測定プログラム・サブルーチンの概要
表6. 3 フロッピー記録プログラム・サブルーチンの概要
表6. 4 解析プログラム・サブルーチンの概要
表6. 5 エラー表示リスト一覧

図 目 次

- 図2. 1 TiNi形状記憶合金の電気抵抗変化
 図3. 1 電気抵抗測定の原理
 図3. 2 直流四端子法による電気抵抗測定の説明図
 図4. 1 遠隔操作型電気抵抗測定装置の概略図
 図4. 2 電気抵抗測定装置の構成
 図4. 3 試料駆動装置の外観
 図4. 4 試料駆動装置用制御盤の外観
 図4. 5 昇降ロッドの概要
 図4. 6 試料固定部の詳細
 図4. 7 試料及び昇降ロッドの位置関係
 図4. 8 試料駆動機構詳細図
 図4. 9 昇降ロッド詳細図
 図4. 10 昇降台詳細図
 図4. 11 気密蓋詳細図
 図4. 12 ヘリウム雰囲気槽内の温度勾配
 図4. 13 遠隔操作型溶接装置の概要
 図4. 14 電気抵抗測定試験片の形状
 図5. 1 非照射TiNi合金の電気抵抗変化（溶体化処理材）
 図5. 2 非照射TiNi合金の電気抵抗変化（時効処理材）
 図5. 3 照射TiNi合金の電気抵抗変化（溶体化処理材）
 図5. 4 照射TiNi合金の電気抵抗変化（時効処理材）
 図5. 5 照射実験方法
 図5. 6 照射Ti-49.9at%Ni合金の等温焼鈍実験結果(473K)
 図5. 7 照射Ti-49.9at%Ni合金の等温焼鈍実験結果(523K)
 図5. 8 照射Ti-49.9at%Ni合金の等時焼鈍実験結果(3.6ks)
 図5. 9 照射Ti-51.0at%Ni合金の等時焼鈍実験結果(3.6ks)
 図6. 1 改造後の電気抵抗測定装置構成概要
 図6. 2 電気抵抗値の相加平均
 図6. 3 電気抵抗値の除算
 図6. 4 電気抵抗値の温度微分
 図6. 5 電気抵抗値の比抵抗
 図6. 6 電気抵抗値の演算表示例
 図6. 7 改造後の制御装置外観図

- 図6. 8 信号処理結線図
- 図6. 9 ソフトウェア構成の概要
- 図6. 10 メニュー選択プログラムのC R T表示
- 図6. 11 測定プログラムのC R T表示
- 図6. 12 フロッピー記録プログラムのC R T表示
- 図6. 13 解析プログラムのC R T表示（解析）
- 図6. 14 解析プログラムのC R T表示（印刷）

List of Tables

- Table 5.1 List of post-irradiation isothermal annealing treatments
- Table 5.2 List of post-irradiation isochronal annealing treatments
- Table 6.1 Outline of the subroutine program for menu selection
- Table 6.2 Outline of the subroutine program for measurements
- Table 6.3 Outline of the subroutine program for recording data
on a floppy diskette
- Table 6.4 Outline of the subroutine program for analyzing data
- Table 6.5 Lists of error messages

List of Figures

- Fig. 2.1 Changes in electrical resistances of Ti-Ni shape memory alloys
- Fig. 3.1 Principle of the electrical resistance measurement
- Fig. 3.2 Diagram of the electrical resistance measurement system by DC four terminal method
- Fig. 4.1 Schematic drawing of the remote-controlled electrical resistance measurement apparatus
- Fig. 4.2 Construction of the electrical resistance measurement apparatus
- Fig. 4.3 External view of a driving device for moving a specimen
- Fig. 4.4 External view of the controller panel to control a driving device for moving a specimen
- Fig. 4.5 Outline of an up and down driving rod
- Fig. 4.6 Details of a specimen retainer
- Fig. 4.7 Configuration of a test specimen and the up and down driving rod
- Fig. 4.8 Detail drawing of the driving device for moving a specimen
- Fig. 4.9 Detail drawing of the up and down driving rod
- Fig. 4.10 Detail drawing of the up and down stand supporting the driving rod
- Fig. 4.11 Schematic drawing of the pressure and vacuum tight cover
- Fig. 4.12 Temperature distribution in a dual vessel with helium atmosphere
- Fig. 4.13 Outline of a remote-controlled welding machine
- Fig. 4.14 Dimensions of specimens for the electrical resistance measurement
- Fig. 5.1 Changes in electrical resistances of unirradiated Ti-Ni shape memory alloys (solution treated)
- Fig. 5.2 Changes in electrical resistances of unirradiated Ti-Ni shape memory alloys (aging treated)
- Fig. 5.3 Changes in electrical resistances of irradiated Ti-Ni shape memory alloys (solution treated)
- Fig. 5.4 Changes in electrical resistances of irradiated Ti-Ni shape memory alloys (aging treated)
- Fig. 5.5 Experimental procedures
- Fig. 5.6 Isothermal annealing experimental results of irradiated Ti-49.9at%Ni alloys
(annealing temperature: 473K)

- Fig. 5.7 Isothermal annealing experimental results of irradiated Ti-49.9at%Ni alloys
(annealing temperature: 523K)
- Fig. 5.8 Isochronal annealing experimental results of irradiated Ti-49.9at%Ni alloys
(annealing period of time: 3.6ks)
- Fig. 5.9 Isochronal annealing experimental results of irradiated Ti-51.0at%Ni alloys
(annealing period of time: 3.6ks)
- Fig. 6.1 Total construction of the altered remote-controlled electrical resistivity measurement apparatus
- Fig. 6.2 Arithmetical means of electrical resistivities upon inverting the polarity of a constant current
- Fig. 6.3 Normalized values of electrical resistivities dividing by a resistivity at a temperature
- Fig. 6.4 Differentials of electrical resistivities with respect to temperature
- Fig. 6.5 Specific resistivities
- Fig. 6.6 Calculation examples of the electrical resistivity
- Fig. 6.7 Schematic drawings of an improved controller for resistivity measurement
- Fig. 6.8 Signal diagram of a resistivity measurement system
- Fig. 6.9 Outline of softwares constructing resistivity data acquisition system
- Fig. 6.10 Displayed examples of the menu-selection program on CRT
- Fig. 6.11 Displayed examples of the measuring program on CRT
- Fig. 6.12 Displayed examples on CRT of the recording program on a floppy diskette
- Fig. 6.13 Displayed examples of the analysing program on CRT
(upon analysing)
- Fig. 6.14 Displayed examples of the analysing program on CRT
(upon printing)

1. 序論

照射実績や照射データが殆ど無い新材料の照射挙動研究を進める場合、依頼者側の要望の特殊・細分化に対応した照射技術ならびに照射後試験技術の高度化が不可欠である。最近、原子力分野における新素材の適用に関する検討が進むにつれて新素材特有の機能発現と深く関連する内部微細構造が照射によりどのように変化するかという照射効果の問題が注目されており、そのための測定手段である物性変化測定技術開発がこうした研究の成否を握る鍵となっている。核融合分野への応用も検討され始めている形状記憶合金の場合を例にとると、相変態材料特有の変態特性の照射による影響を明らかにするためには、変化後（変化済）の物性測定を中心とした従来の照射後試験ではなく、物性変化（形状記憶合金の場合、変態特性や変形挙動がこれに相当する）その場測定が可能な照射後試験装置が必要である。しかしながら、こうした物性測定を実施する際には、高精度測定を行うための測定機器類に使用される半導体やセンサー類はガンマ線に対する感受性が高いために高放射線下では使用出来ない。そこで単純・遠隔操作が容易であり、メンテナンスフリーの構造を有する、そして半導体やセンサー類を使用しない、しかも連続的な物性測定ができる形状記憶合金用遠隔操作型電気抵抗測定装置を開発し、数年間にわたる供用試験の結果、高放射線下においても照射後試験装置として使用出来得る見通しを得た。本報告では本装置の概要、性能について述べるとともに、これまで得られた測定データの一例を示す。さらに最近実施した装置の改良点についても報告する。

遠隔操作型電気抵抗測定装置の開発は 1984 年から 1985 年にかけて行われ、据付調整、コールド試験及び最適な照射後試験条件を求めるためのホットモックアップ試験の後、1985 年 6 月から本格的な照射後試験を開始した。さらに、本体装置の試料駆動操作性向上を図るため、本装置は、1985 年 12 月からの試料駆動機構の一部改造及び 1989 年 3 月からの試料駆動機構の再改造後、1989 年 7 月に至るまで形状記憶合金の変態特性測定用照射後試験装置として供用されている。

2. 電気抵抗測定の意義

近年、注目されている機能材料、複合材料、傾斜材料あるいは超伝導材料などの新素材の原子力分野への適用を図る試みが検討されている。照射環境下でのこれら材料の物性変化を把握することは、実用化を進めるうえで、重要な問題となっている。

機能材料を例にとれば、形状記憶合金では形状記憶効果や擬弾性がマルテンサイト変態及びその逆変態に起因しているため、電気抵抗測定を用いて、それらの相変態時の発熱反応（温度下降時）、吸熱反応（温度上昇時）に伴うピークから各々マルテンサイト変態開始、終了温度、逆変態開始、終了温度を正確に求めることができる。また電気抵抗-温度曲線での電気抵抗の温度依存性から変態温度以外の物性全般に関する定性的な情報も得られる。例えば、図 2.1 に示す Ti-Ni 形状記憶合金のマルテンサイト変態に先立って生じる前駆現象などは電気抵抗が一時的に負の温

1. 序論

照射実績や照射データが殆ど無い新材料の照射挙動研究を進める場合、依頼者側の要望の特殊・細分化に対応した照射技術ならびに照射後試験技術の高度化が不可欠である。最近、原子力分野における新素材の適用に関する検討が進むにつれて新素材特有の機能発現と深く関連する内部微細構造が照射によりどのように変化するかという照射効果の問題が注目されており、そのための測定手段である物性変化測定技術開発がこうした研究の成否を握る鍵となっている。核融合分野への応用も検討され始めている形状記憶合金の場合を例にとると、相変態材料特有の変態特性の照射による影響を明らかにするためには、変化後（変化済）の物性測定を中心とした従来の照射後試験ではなく、物性変化（形状記憶合金の場合、変態特性や変形挙動がこれに相当する）その場測定が可能な照射後試験装置が必要である。しかしながら、こうした物性測定を実施する際には、高精度測定を行うための測定機器類に使用される半導体やセンサー類はガンマ線に対する感受性が高いために高放射線下では使用出来ない。そこで単純・遠隔操作が容易であり、メンテナンスフリーの構造を有する、そして半導体やセンサー類を使用しない、しかも連続的な物性測定ができる形状記憶合金用遠隔操作型電気抵抗測定装置を開発し、数年間にわたる供用試験の結果、高放射線下においても照射後試験装置として使用出来得る見通しを得た。本報告では本装置の概要、性能について述べるとともに、これまで得られた測定データの一例を示す。さらに最近実施した装置の改良点についても報告する。

遠隔操作型電気抵抗測定装置の開発は 1984 年から 1985 年にかけて行われ、据付調整、コールド試験及び最適な照射後試験条件を求めるためのホットモックアップ試験の後、1985 年 6 月から本格的な照射後試験を開始した。さらに、本体装置の試料駆動操作性向上を図るため、本装置は、1985 年 12 月からの試料駆動機構の一部改造及び 1989 年 3 月からの試料駆動機構の再改造後、1989 年 7 月に至るまで形状記憶合金の変態特性測定用照射後試験装置として供用されている。

2. 電気抵抗測定の意義

近年、注目されている機能材料、複合材料、傾斜材料あるいは超伝導材料などの新素材の原子力分野への適用を図る試みが検討されている。照射環境下でのこれら材料の物性変化を把握することは、実用化を進めるうえで、重要な問題となっている。

機能材料を例にとれば、形状記憶合金では形状記憶効果や擬弾性がマルテンサイト変態及びその逆変態に起因しているため、電気抵抗測定を用いて、それらの相変態時の発熱反応（温度下降時）、吸熱反応（温度上昇時）に伴うピークから各々マルテンサイト変態開始、終了温度、逆変態開始、終了温度を正確に求めることができる。また電気抵抗-温度曲線での電気抵抗の温度依存性から変態温度以外の物性全般に関する定性的な情報も得られる。例えば、図 2.1 に示す Ti-Ni 形状記憶合金のマルテンサイト変態に先立って生じる前駆現象などは電気抵抗が一時的に負の温

度依存性を示すことからマルテンサイト変態との区別をつけることが出来る⁽¹⁾。変態温度を測定する手法としては他にも示差走査熱量計（DSC）による方法があり、個々の変態温度並びに変態熱量が容易に測定できる利点を有するが、電気抵抗測定に見られるような物性変化全体を確認出来ないうえに、照射損傷を受けやすい半導体センサーを使用しており、微小試料の取扱いなど、PIE 装置として遠隔装置化する際の技術開発上の問題点を数多く有することが欠点である。

電気抵抗測定はセラミック体超伝導材料の研究においても重要とされている。常伝導から超伝導に転移する際の臨界温度の測定は臨界電流や帶磁率測定とともに、物性測定の際の基本的実験手法として位置付けられ、様々な環境下における超伝導材料の臨界温度変化の機構を把握し、臨界温度上昇に役立てることを目的とした実験が数多くなされている。これらの場合においても、測定温度を液体窒素温度付近まで連続的に下降させた場合に検出される臨界温度の正確な測定が必要不可欠とされている。従来の照射後試験ではこうした物性測定に関する試験が実施されなかったため、上述の各種新素材に対する照射挙動に関する研究が着目されなかったともいえる。

結晶学的には、電気抵抗は構造敏感な（structure-sensitive）物性値であることから、照射欠陥の生成、再結合、成長あるいは照射欠陥の蓄積による化学的不規則化に起因する抵抗異常現象の検知に有用であり、さらに照射下の挙動をその場（in-situ）測定する場合のセンサーとしての利用も考えられている。また電気抵抗測定では、変態温度の測定や電気抵抗値の絶対量測定などの定量的データ以外に温度依存性などの定性的データが得られることから他の物性測定手法と組み合わせた構造解析や組織観察のための予備実験手段としての利用が一般的である。

電気抵抗値のセンサーとしての応用例としては、形状記憶合金の、医療用あるいは工業用ロボットのアクチュエータ部への適用の試みが代表的である⁽²⁾。これらはアクチュエータ部の位置制御系や力制御系にマイクロコンピュータを使用したフィードバック制御を取り入れていることが大きな特徴である。また、形状記憶合金ワイヤの温度制御方式として直接通電加熱及び強制（自然）冷却方式を採用し、変位センサーの代用として、形状記憶合金の内部状態である電気抵抗値変化を常時、直接検知する、いわば、抵抗値サーボ系を構成しており、実用的な超小型サーボアクチュエータ系の開発を目的としている。

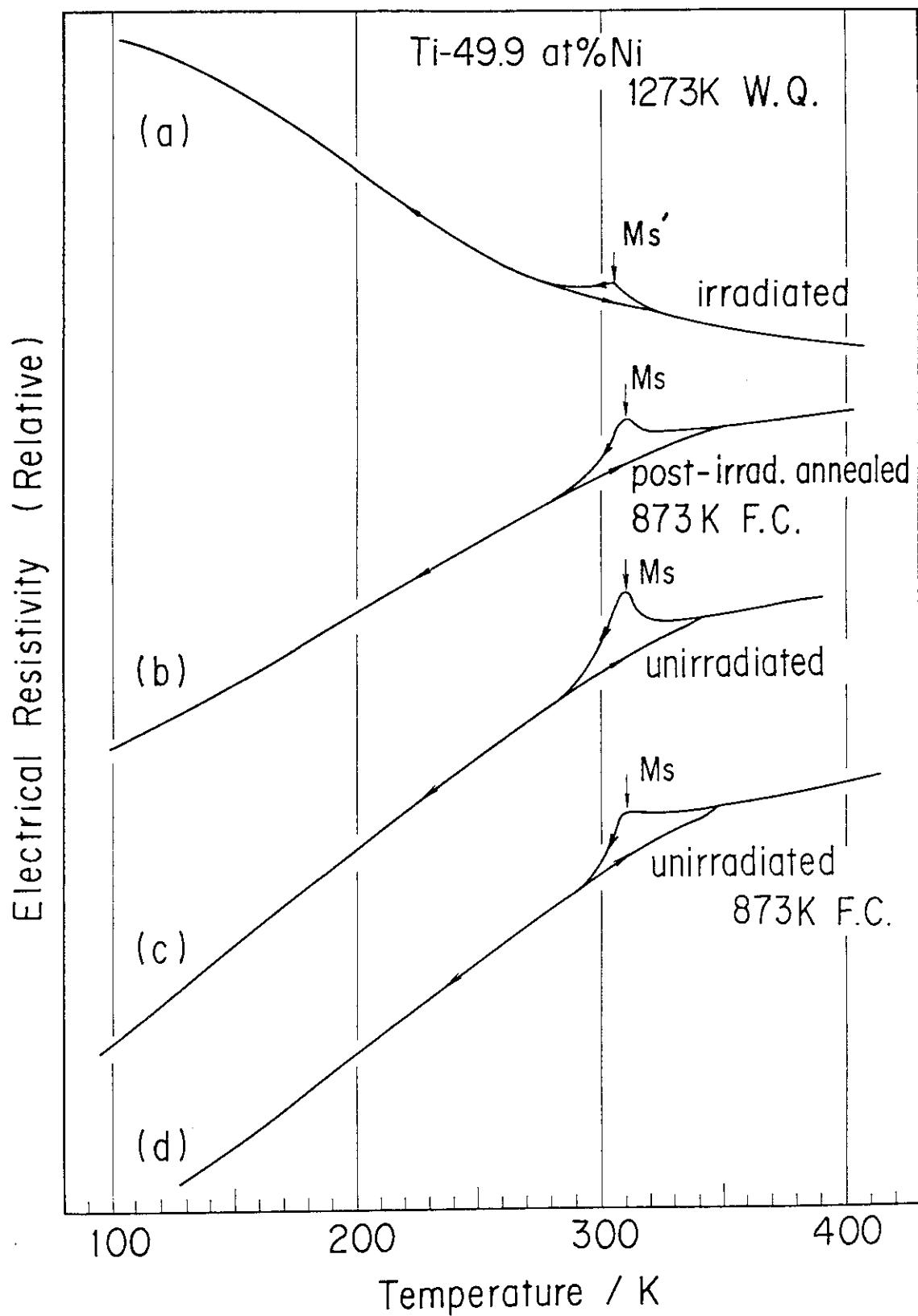


Fig. 2.1 Changes in electrical resistances of Ti-Ni shape memory alloys

3. 遠隔操作型電気抵抗測定の原理

機能材料の電気抵抗測定を行う場合、温度変化に伴う変態温度や臨界温度の挙動を調べるため、測定温度及び温度変化速度を可変とする必要がある。既製の電気抵抗測定装置では温度調節を冷凍機による冷却とヒータによる加熱とを併用した方式が採用されている。電気抵抗測定装置の遠隔操作性を検討すると半導体センサーを用いたこの方式は、電子冷凍機が高価であること、半導体センサーが放射線の影響を受けやすいこと、さらにはそれを避けるためにセンサー及び制御部をセル外に設置した場合、冷凍機と測定部との距離が長くなり過ぎ（約10 m）冷却効率が極端に悪くなることなど遠隔操作化にあたり種々の解決すべき問題がある。そのため、半導体センサーを必要とせず、かつ、故障ならびに保守点検の容易な機械式の駆動機構とヒータ及び液体窒素溜（液体窒素槽）からなる温度可変方式を開発した。

図3.1は遠隔操作型電気抵抗測定の原理を示す。それを更に模式化したものが、図3.2である。装置は、試料駆動機構部及びそれと直結しヒータ部を備えたヘリウム霧囲気槽から構成される。このヘリウム霧囲気槽の底部には液体窒素溜があり、ここに液体窒素を充填すると、上部にヒータをつけた液体窒素用のデュア瓶（二重瓶）内では上部側に高温のヘリウム層が、また下部側には低温のヘリウム層が比較的分離した形で生ずるため、温度勾配を乱す原因となる気体の対流発生が少なくなる。このため、複雑なサイリスタ温度制御を用いなくても容易に液体窒素温度近傍からヒータ温度付近までの幅広い温度範囲を有する温度勾配が得られる。この温度勾配を利用し試料駆動装置を用いて試料を比較的低速度で上昇下降させることにより、電気抵抗測定に必要な温度勾配を試料に与えることができる。この方式では、試料の温度変化速度は試料駆動速度に依存し、また試料駆動装置に取り付ける試料設定の幾何学的条件にも左右されるため、最適な測定条件を実験的に求めなければならない。

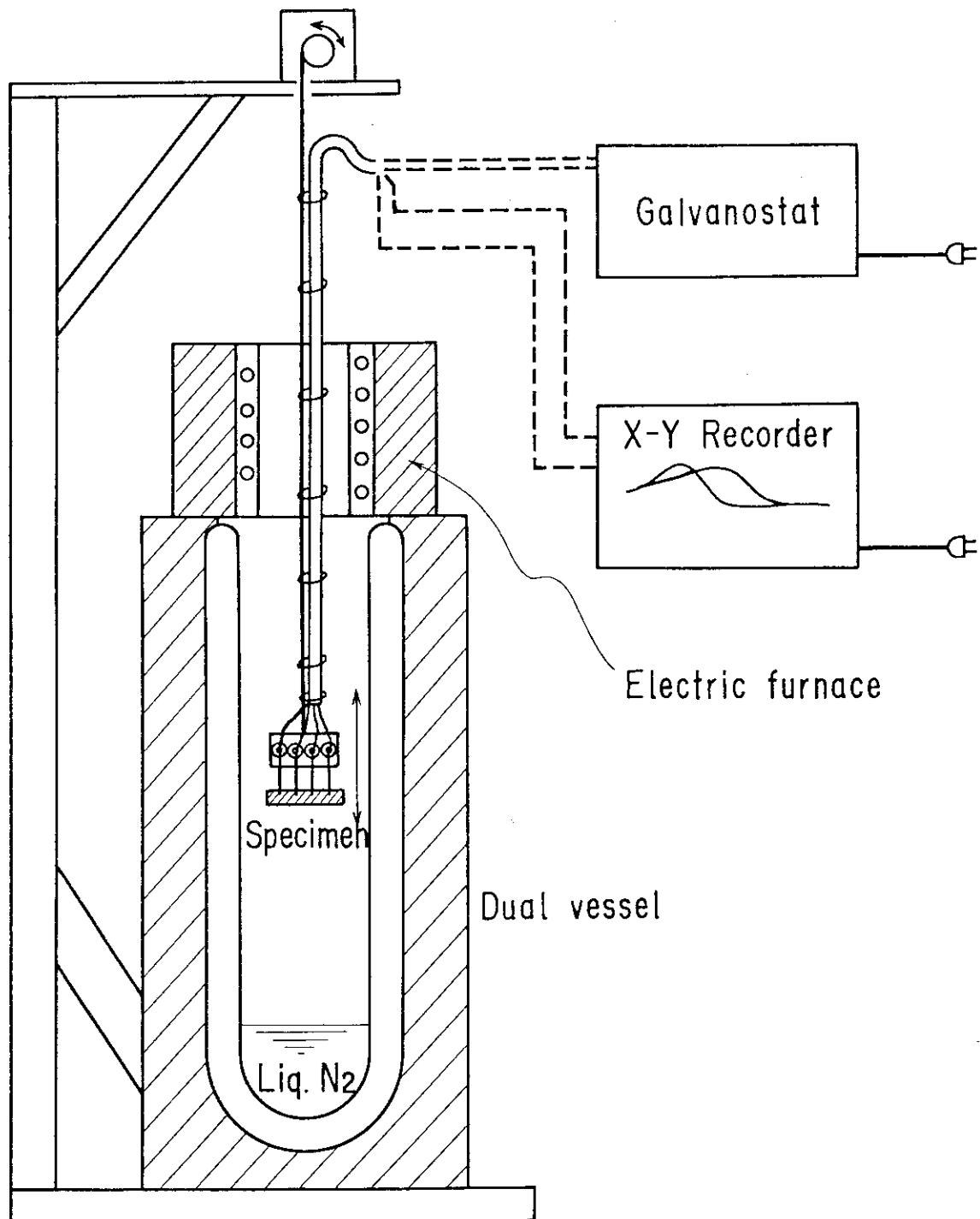


Fig. 3.1 Principle of the electrical resistance measurement

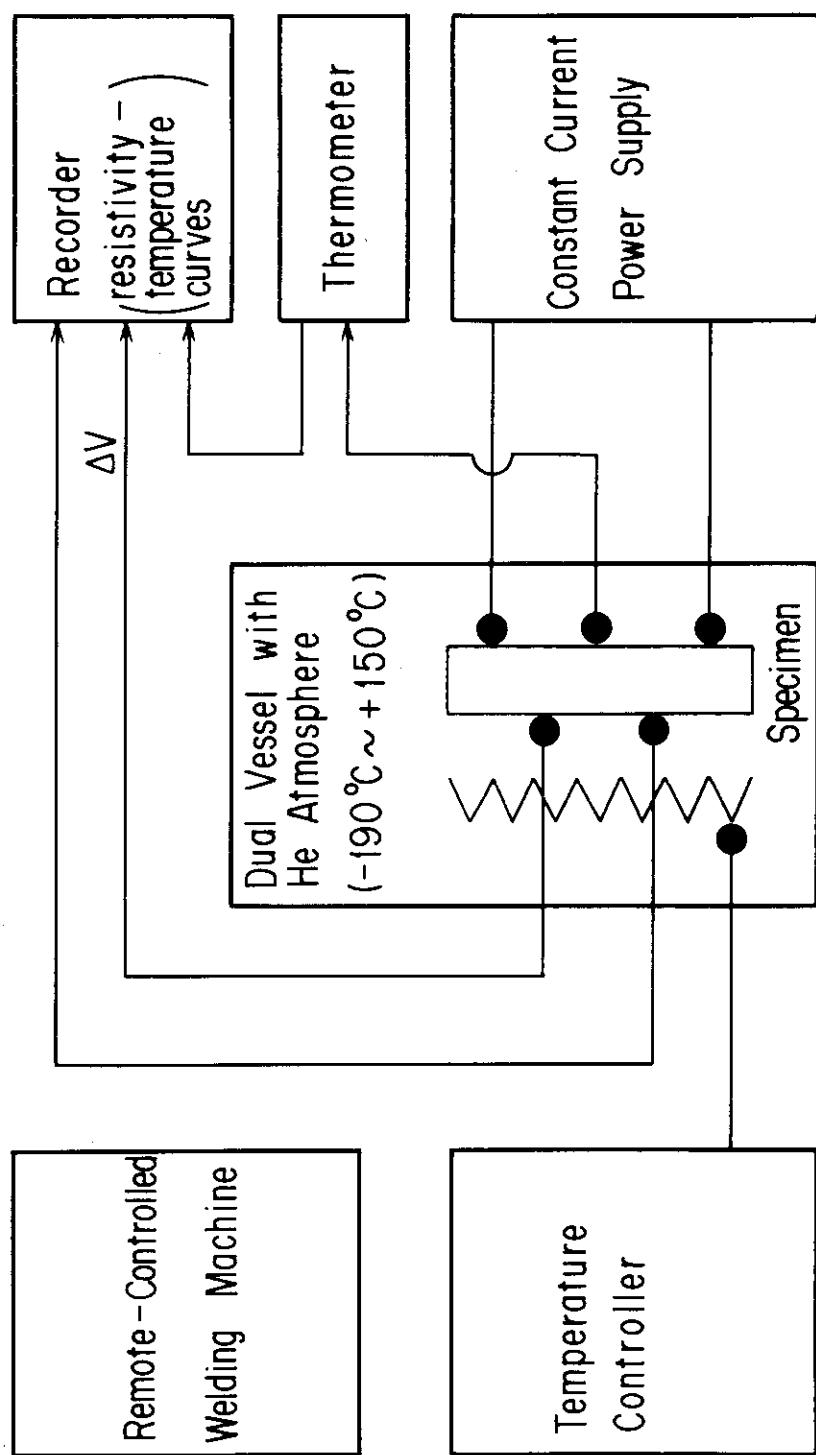


Fig. 3.2 Diagram of the electrical resistance measurement system by DC four terminal method

4. 遠隔操作電気抵抗測定装置の概要とその特性

4.1 遠隔操作型電気抵抗測定装置の概要

本装置は、定電流発生器と温度測定器からなる測定装置、試料駆動装置、ヘリウム霧囲気槽及び遠隔操作型溶接装置から構成され、JIS 規定の直流四端子法に基づき測定を行う⁽³⁾。

図 4.1 は本装置の本体部分を形成する試料駆動装置及びヘリウム霧囲気槽の概略図である。セル内で遠隔操作型溶接装置により電流端子、電圧端子及び熱電対を点溶接された試料は、試料駆動装置に取り付けられた後にヘリウム霧囲気槽内に挿入される。試料には、常時、定電流発生器から、試料に取り付けた外側の電流端子間に所定の定電流を流し、内側の電圧端子間に発生した電圧変化 ΔV を検知して記録計に電気抵抗-温度曲線として出力する。また、試料駆動装置に取り付けた試料を温度勾配の付いたヘリウム霧囲気槽内で上昇、下降させることにより試料に 150 °C～-190 °Cまでの温度変化を与える構造となっている。

4.2 測定装置

測定装置は図 4.2 に示すように、直流 4 端子法測定に必要な定電流発生器、温度計及び記録計から構成される。遠隔操作型溶接装置で試料に 4 端子（電流端子 2 本、電圧端子 2 本）及び熱電対を点溶接し、定電流発生器から外側の電流端子間に定電流を流した際、内側の電圧端子間に発生する電位変化量を取り出し、記録計に連続記録する。記録計には、試料に取り付けた熱電対からの熱起電力出力も同時に入力することにより、相対的な電気抵抗-温度変化に対応した照射試料の電圧変化と温度との相関曲線が得られる。

TiNi 形状記憶合金試料の電気抵抗測定においては、電気抵抗測定値の絶対値よりも、変態特性を調べるためのマルテンサイト変態温度や逆変態温度などの変態温度変化が重要となるため、本測定装置では電気抵抗-温度曲線の相対測定のみが可能な設計となっている。電気抵抗測定の絶対値測定方法については、熱起電力の影響を避けるため測定電流の極性を反転して測定し、その平均値を測定値とすること、さらに、測定回路に組み込んだ標準抵抗で電気抵抗値を校正することなどが一般的であるが、詳細は第 6 章の『本装置の改造に関する検討』で述べる。

4.3 試料駆動装置

試料駆動装置は、作業架台上の減速機、リードスクリュー、昇降台、ポテンショメータ及び作業架台の上下に亘る昇降ロッドから構成される。試料駆動装置及び試料駆動装置用制御盤の外観を図 4.3 と図 4.4 に示す。

試料駆動装置は、比較的剛性のある一体構造の支柱（SUS 304 製）にリニアモーションベアリングガイド（軌道台）を設けた構造になっており、駆動装置内のリードスクリュー（駆動軸）の

回転力をリニアモーションペアリングにより鉛直方向の駆動力に変換し、昇降ロッド（図4.5参照）を上下駆動させることで、ロッド先端部に保持した照射試料をヘリウム雰囲気槽内で鉛直方向に移動させ、所定の温度範囲（+150°C～-190°C）を得るものである。試料の昇降速度は種々の条件を想定し、1 mm/min から 29 mm/min までの任意速度調節が可能となっている。また、ポテンショメータは試験中の試料位置を監視するために設置されたものである。試料が取り付けられる昇降ロッドは、スペーサ、気密蓋、押えリング、昇降台取り付け部などから構成される一体構造を有することが大きな特徴である。また、その先端部には試料を水平に保持するための試料固定部を設けている（図4.6参照）。図4.7は試料及び昇降ロッドの位置関係を、図4.8～図4.11は、試料駆動機構、昇降ロッド、昇降台、気密蓋の各詳細寸法を示す。昇降ロッドの遠隔操作性向上を考慮した各種の特徴は以下の通りである。

- (1) 試料固定部はスライド機構となっており、試料にリード線及び熱電対を点溶接する作業時にはリード線を見掛け上（リード線は長さ調整が出来得る構造となっている）長くして作業を容易にし、溶接後に元の位置に戻すことで試験片を簡便に水平保持出来る（4.5項遠隔操作型溶接装置の項参照）。
- (2) スペーサは断熱材を内包しており、ヒータ上部付近の対流を防止出来る。
- (3) 昇降台取り付け部はハメアイジョイント方式となっており、昇降ロッドを装置本体に保持する際にはマニプレータにより約90度回転させるだけで前後、左右、上下方向の遊びが殆ど無い状態に固定することが出来る。

昇降ロッドのヘリウム雰囲気装置への装着は、ハメアイジョイント方式となっており、昇降台に仮置きした後、約90度回転させるだけで前後、左右、上下に遊びの無い状態に固定出来、試料の鉛直移動を容易に可能とするものである。試料固定部は、先端部分をマニプレータで上下にスライドさせることによってリード線の見掛け長さを調節出来るように設計されており、試料にリード線や熱電対を点溶接する溶接作業時には先端部を上側にスライドさせてリード線を長く引き出して作業を行い、溶接後は、その先端部分を下側方向にスライドさせて試料の水平を保持するものである。また、K(CA)熱電対(0.5 mm ϕ)を昇降ロッドの中心部から配線し、これを試料の中央部に溶接することにより試料の水平保持が容易となるよう考慮した。これらの方針を採用した事によって比較的容易なマニプレータ操作で再現性のある試験条件を確保することが出来た。

4.4 ヘリウム雰囲気槽

ヘリウム雰囲気槽は本体装置の概略図（図4.1参照）に示した様に、真空吸入口、ヘリウム送入口及び切り替え用の三方バルブからなるヘリウム置換口と上部にヒータ部、底部に液体窒素槽を有する特殊構造のデュア瓶で構成される。デュア瓶の中間部には対流防止用の遮熱板を設け、試料駆動機構を用いて昇降ロッドをヘリウムガス中で上下動させることにより、ロッド先端部に点溶接で保持された照射試料に+150°Cから-190°Cまでの温度変化を、特別な温度制御機構を付加すること無く容易に与えることができる。なお、遠隔操作性を考慮して、ヒータ部には予備ヒータ、また液体窒素槽には液面監視用の圧力センサーを備えた構造とした。この装置において

安定した温度勾配を得るために最も肝要なことは、雰囲気槽内のヘリウムガスの対流を防止すること及び試験中の試料を常時水平に保持することである。このヘリウム雰囲気槽内には、原理的には対流は生じないはずであるが、設計の都合上、ヒータの上側に、デュア瓶の蓋となる開口部との間に空隙層（熱遮蔽用）を設けており、また、昇降ロッドのスペーサ部にも間隙があるため、これら空隙部分での対流発生を考慮する必要がある。しかし、これらは实际上無視できることが予備実験により確認された。図4.12はヘリウム雰囲気槽内に液体窒素を充填した後の槽内温度勾配を示したものである。ヘリウム雰囲気槽の底部にある液体窒素槽に液体窒素を充填してから1時間後に測定を開始した場合には+150°C～-190°C、また、6時間後に開始すると+150°C～-150°Cの温度範囲が得られ、いずれの場合にも試料にはほぼ直線的な温度分布（温度と試料移動距離との直線的な関係）を与えられることが判明した。これらの温度条件を満たす試料駆動装置の昇降速度は7.5 mm/min以内であった。なお、実際の測定の際には、雰囲気槽内の熱伝導を良好に保つためにヘリウム雰囲気槽内の充分なヘリウムガス置換を行った。

4.5 遠隔操作型溶接装置

遠隔操作型溶接装置の概要を図4.13に示す。試験片はマニプレータを用いて試料溶接用固定治具に取り付けられ、マニプレータにて、前述した試料駆動装置の試料固定部からリード線を引き出し、リード線を試料上に固定した後、セル内に設置された溶接機により点溶接される。照射試料は電流端子2本、電圧端子2本及び熱電対1対が点溶接された後、試料駆動装置に取り付けられ測定に供せられる。試料溶接用固定治具の上部には、試料水平方向移動の微調整を図るためマニプレータ操作用のハンドルが設置され、溶接機電極と試料及びリード線との溶接距離（溶接に最適な間隔）の調整が可能となっている。実際のPIEではセル前面の窓から双眼鏡により、試料とリード線の状態を観察しながら溶接作業が実施された。なお、溶接機は市販の点溶接機（最大エネルギー200 W・s）を遠隔操作用に改造したものを使用した。以下に最適な点溶接条件を示す。

点溶接条件

(1) 溶接エネルギー

照射試料へのリード線 (0.2 mm ϕ) の溶接	40 W・s
照射試料への熱電対 (0.5 mm ϕ) の溶接	20 W・s

(2) 電極加压力

リード線 (0.2 mm ϕ)	1.2 kg/cm ²
熱電対 (0.5 mm ϕ)	1.2 kg/cm ²

4.6 電気抵抗測定条件

- | | | |
|------------------------|-------|----------------|
| (1) 負荷定電流 | | 500 mA (一定) |
| 但し電気抵抗変化が小さい場合 | | 500 mA～1A (一定) |
| (2) 電圧端子間距離 | | 約10 mm |
| (3) 試料移動速度 (昇降ロッド移動速度) | | 7.5～13 mm/min |

(4) 測定開始時間

液体窒素充填後、1時間以上経過した後で測定を行うものとし、充填後6時間を経過した場合には液体窒素を再充填してから測定を開始する。

(5) 試験片形状(図4.14参照)

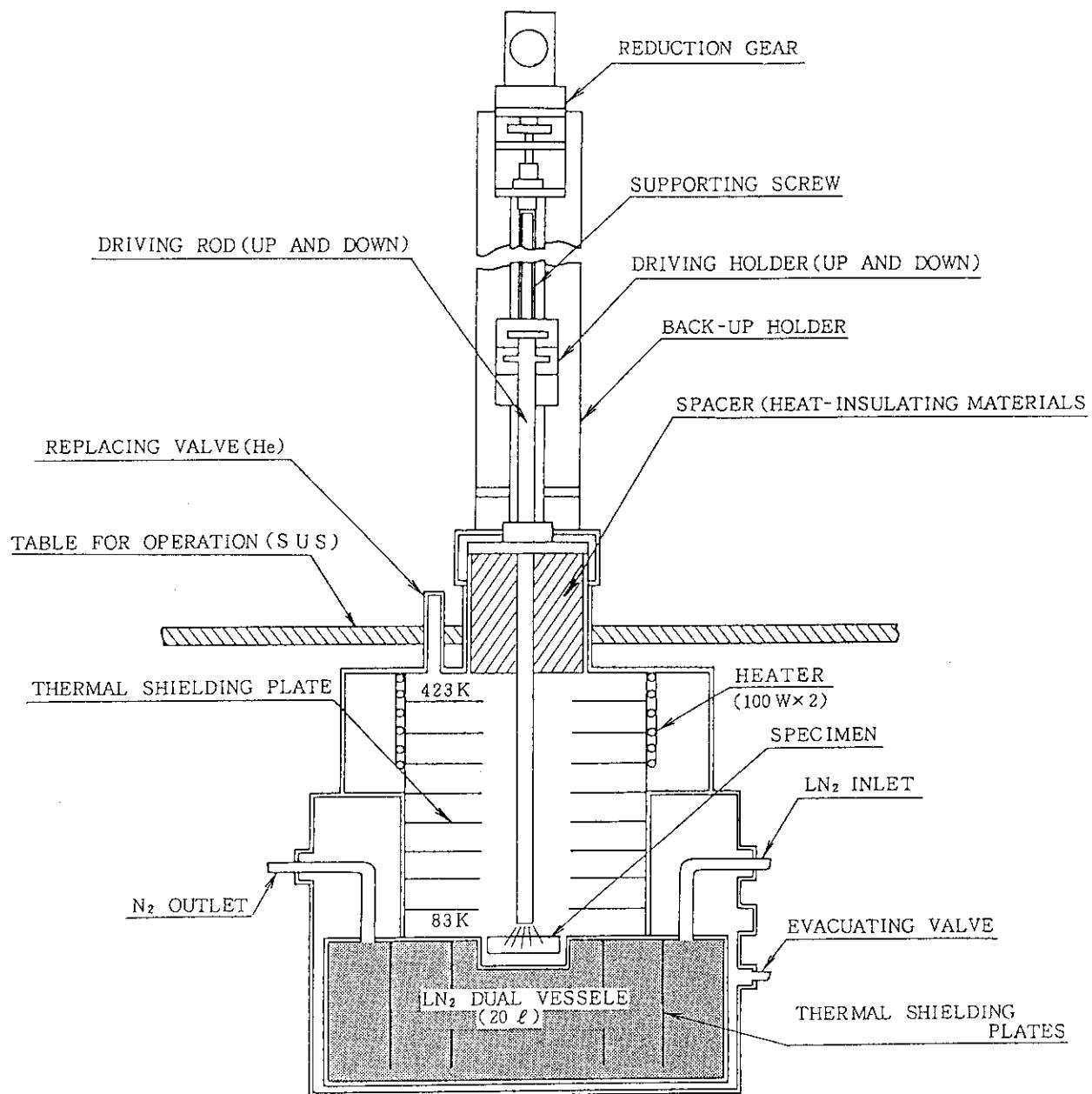
全長	55 mm
全幅	10 mm
ゲージ長さ	12 mm
平行部幅	4 mm
板厚	1 mm

(6) 測定温度範囲 -190°C ~ +150°C

(連続可変)

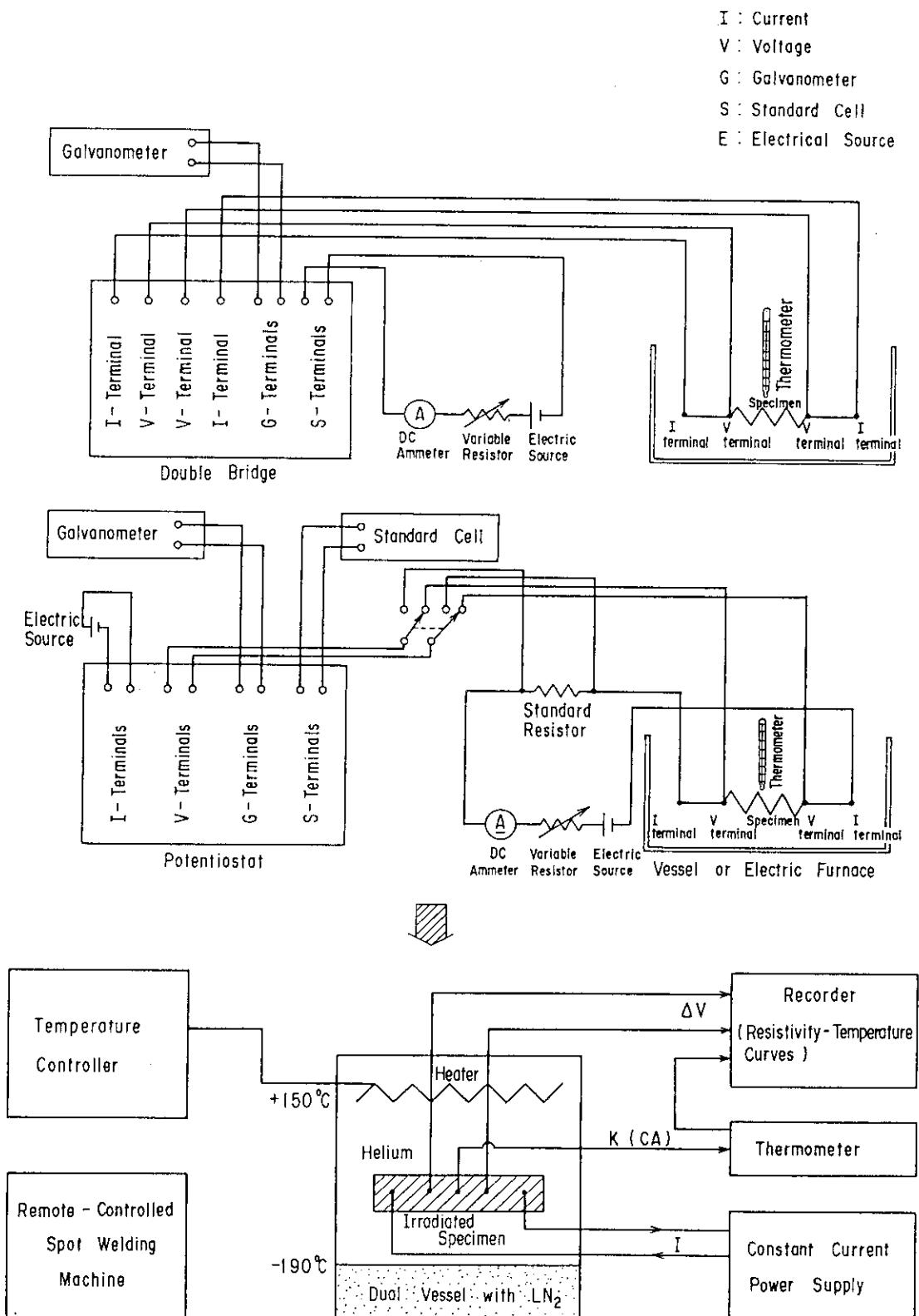
(7) 測定順序

- ① 試料を試料溶接用固定治具に取り付け、昇降ロッドの試料固定部から引き出したリード線及び熱電対をマニプレータにて試料上に保持し、遠隔操作型溶接装置を用いて4端子及び熱電対を点溶接する。
 - ② 試料固定部から引き出したリード線及び熱電対の長さを元に戻し(短くする)昇降ロッドを試料駆動装置に取り付ける。
 - ③ 試料の保持条件が一定となるようにマニプレータにより試料固定部を最終調整して試料を水平に保持する。
 - ④ 試料駆動装置を操作し、昇降ロッドの気密蓋が、ヘリウム雰囲気槽と連結した作業架台上の開口部に嵌るまで下降させ、決められた位置で停止させた後に押さえリングを締め付ける。
 - ⑤ 真空ポンプを作動させ、ヘリウム雰囲気槽を真空にした後、三方バルブをマニプレータにて操作しヘリウム置換口からヘリウムガスを流入させる。
 - ⑥ ヘリウム雰囲気槽内のヘリウム置換作業を数回繰り返す。
 - ⑦ 試料駆動装置を操作し(下降→上昇動作:自動運転)，測定を開始する。
 - (a) 降温曲線(+150°C → -190°C)
 - (b) 升温曲線(-190°C → +150°C)
- 降温曲線及び升温曲線を連続して測定し、降温時のマルテンサイト変態開始温度とマルテンサイト変態終了温度、升温時の逆変態開始温度と逆変態終了温度を記録する。



SCHEMATIC DRAWING OF THE REMOTE- CONTROLLED
ELECTRICAL RESISTIVITY MEASUREMENT APPARATUS

Fig. 4.1 Schematic drawing of the remote-controlled electrical resistance measurement apparatus



DC four terminal method

Fig. 4.2 Construction of the electrical resistance measurement apparatus

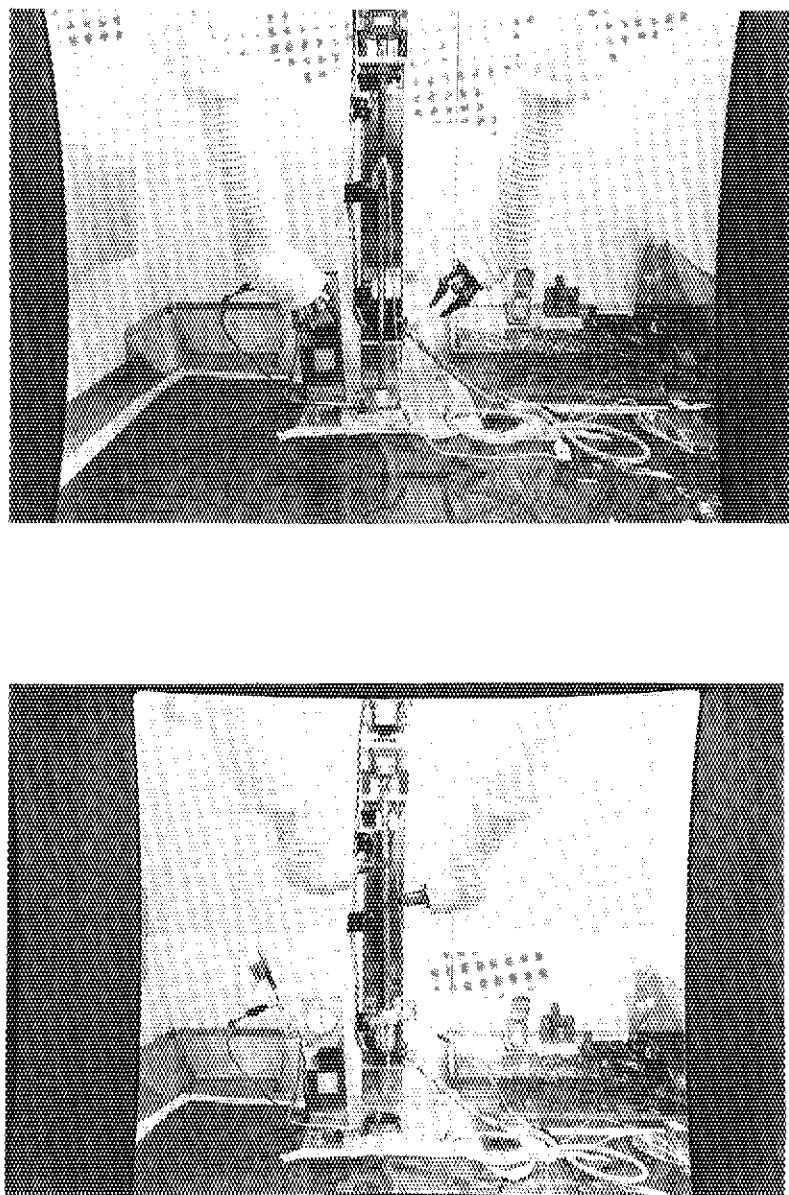


Fig. 4.3 External view of a driving device for moving a specimen

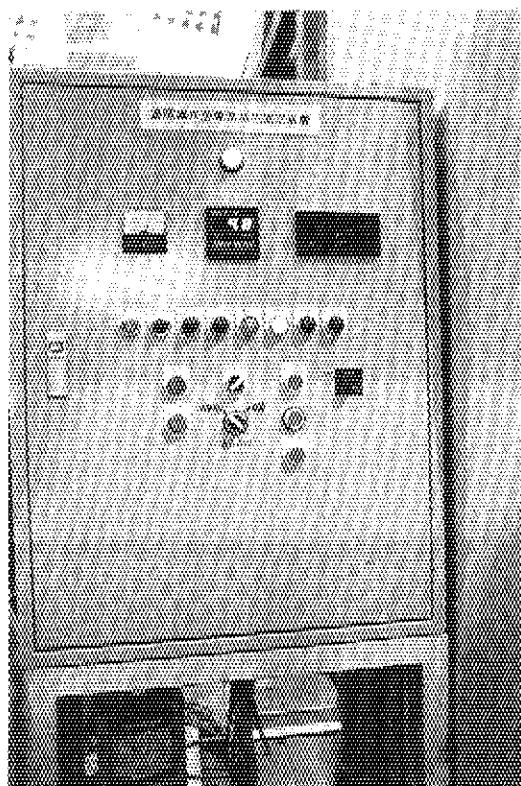


Fig. 4.4 External view of the controller panel to control a driving device for moving a specimen

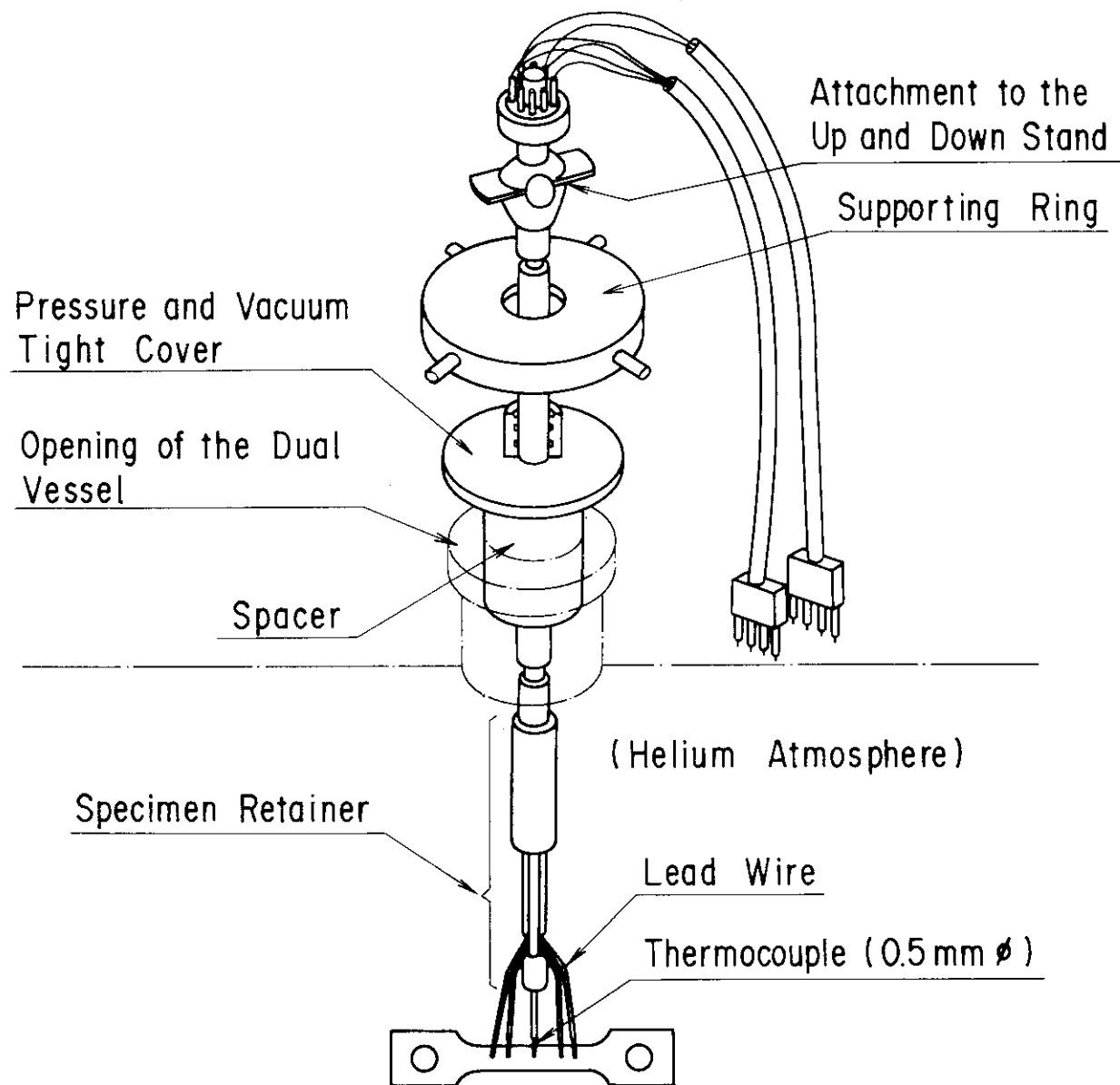


Fig. 4.5 Outline of an up and down driving rod

- Welding Operation
 - Remote-Controlled Manipulation
 - Required Lengths of Lead Wires for Welding : 10 cm
- Horizontal Support of a Specimen
 - Sliding Scheme of Supporting Tube
 - Thermocouple : 0.5 φ
 - Lead Wire : 0.2 φ

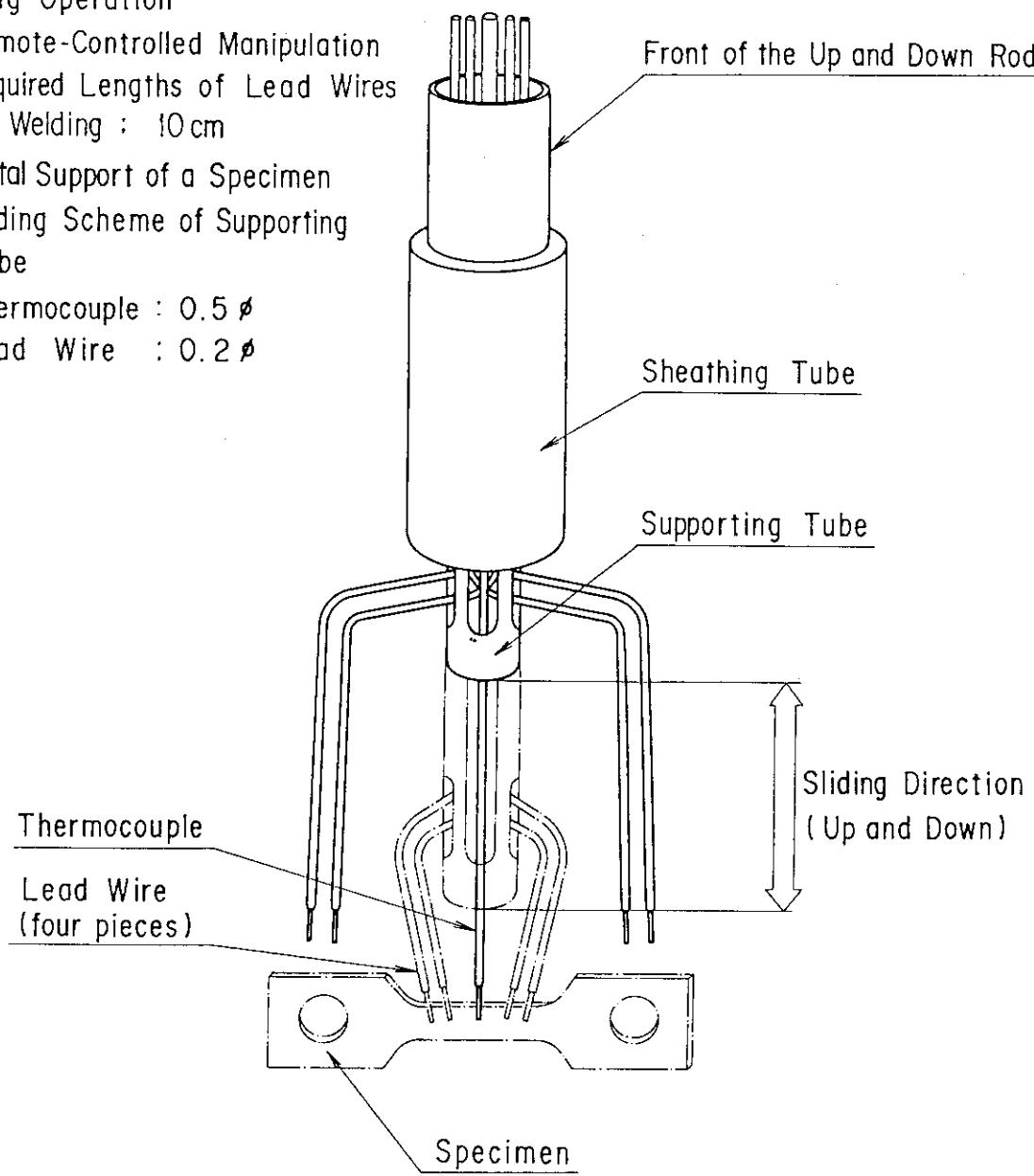


Fig. 4.6 Details of a specimen retainer

Configuration of a Specimen and the Up and Down Rod

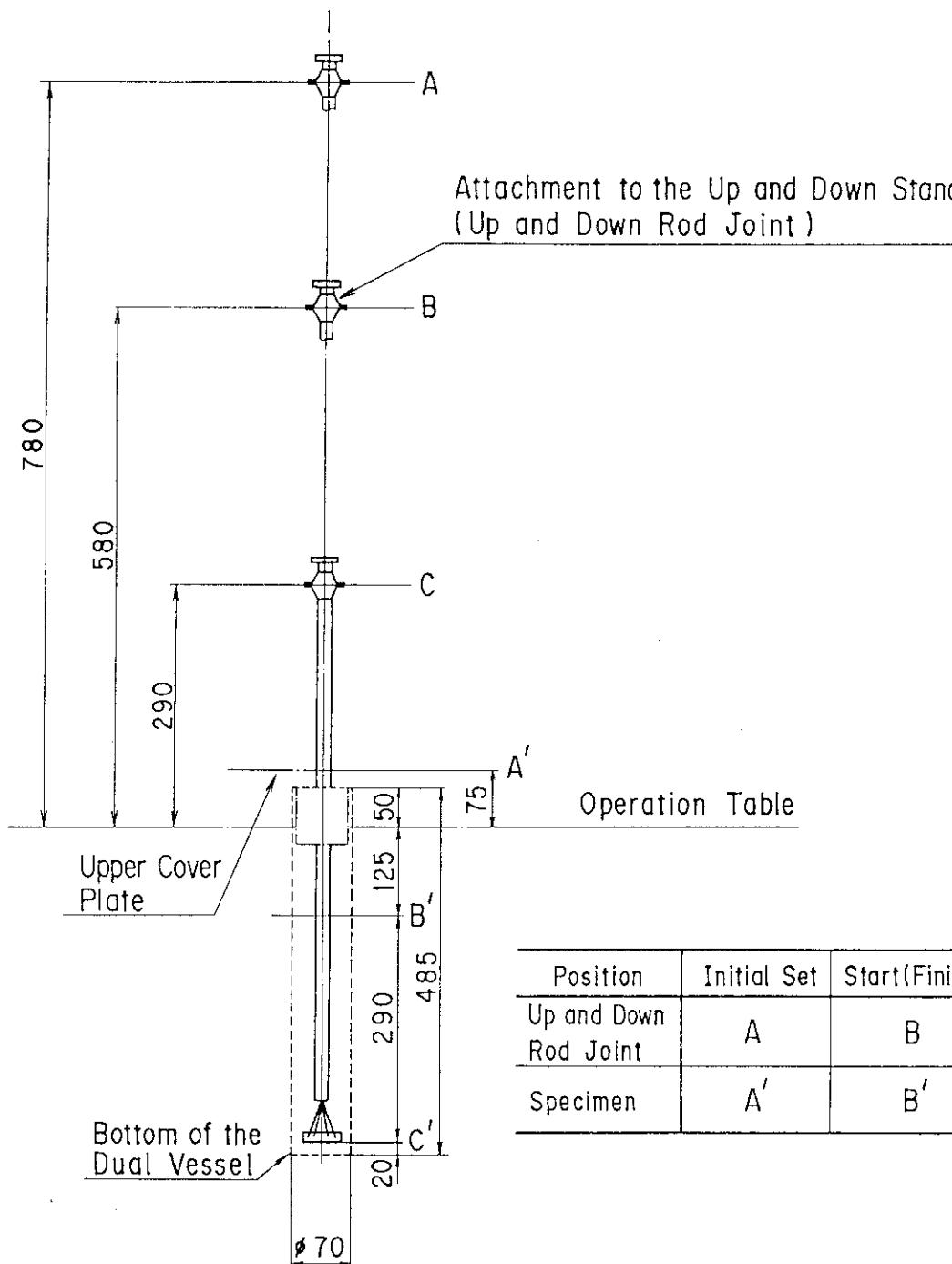
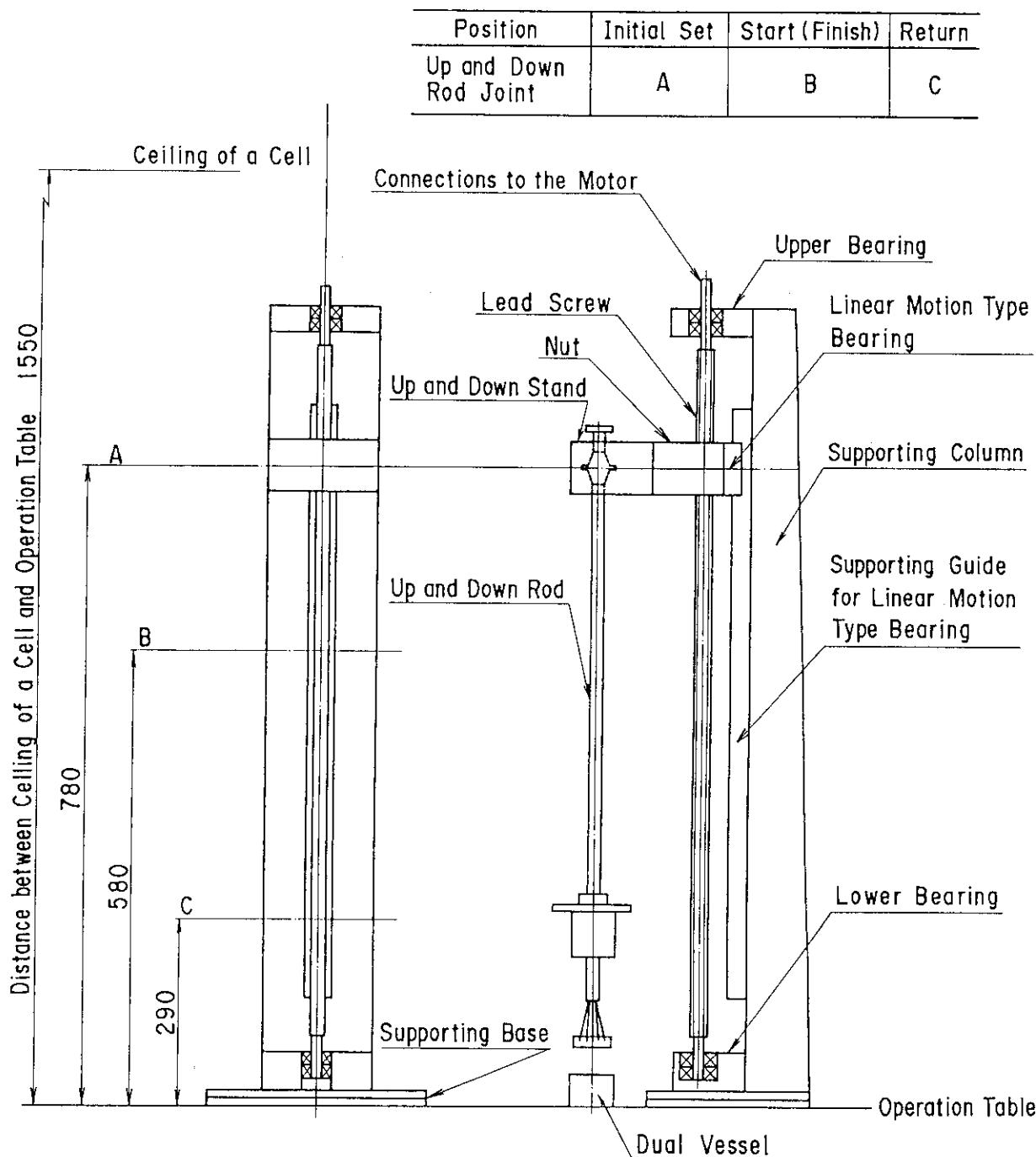


Fig. 4.7 Configuration of a test specimen and the up and down driving rod

Driving Device of a Specimen



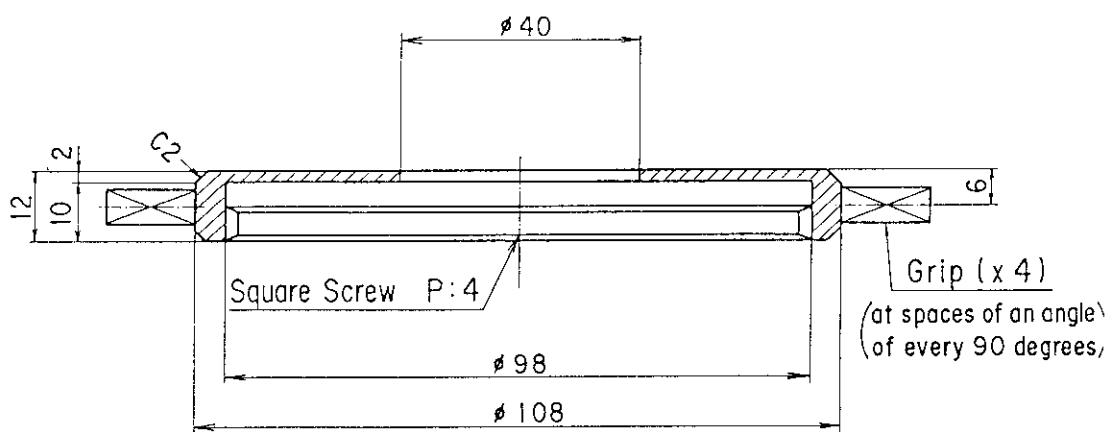
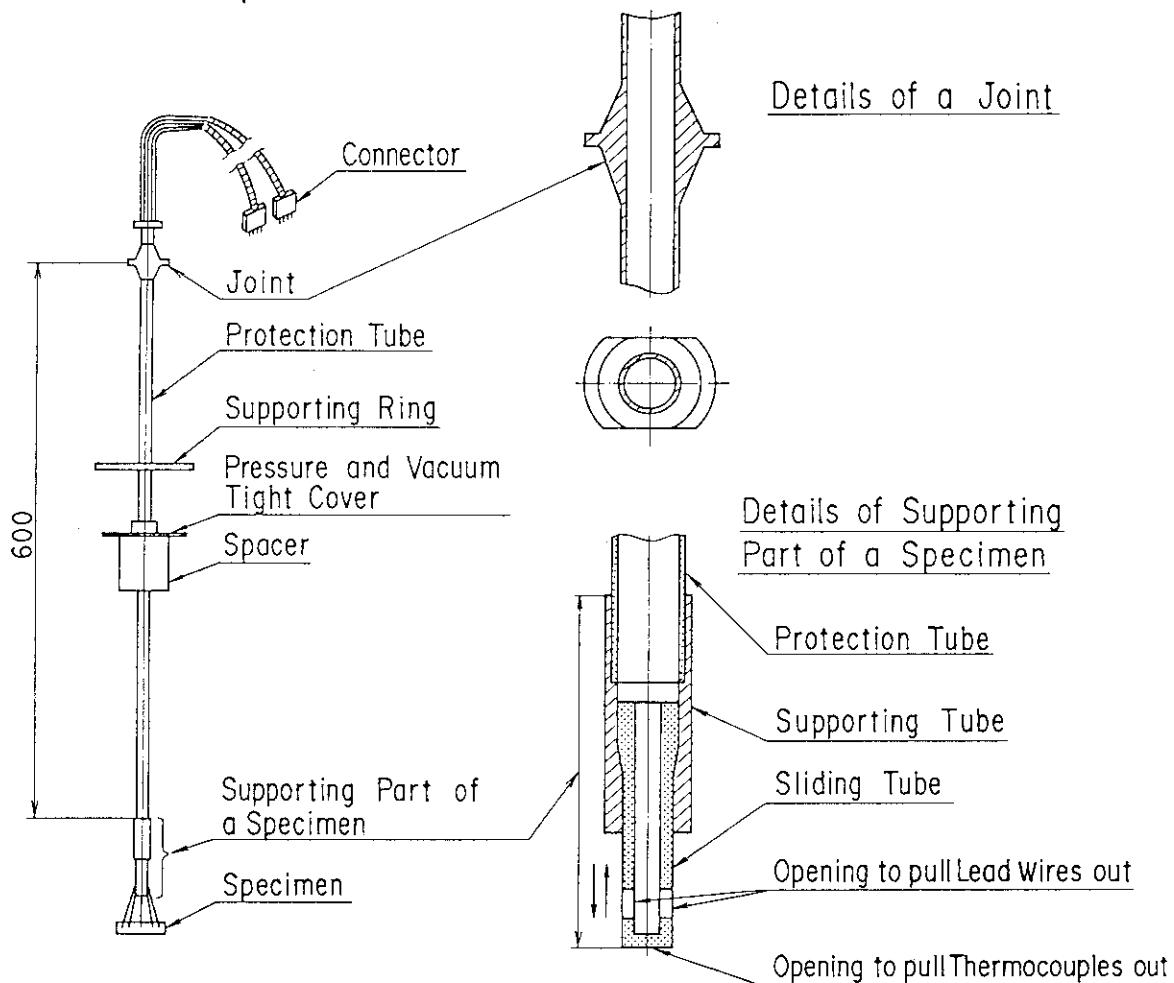
Remarks

Used Motor : 60W, 1:20, 100V

Reduction Gear : 1/50

Fig. 4.8 Detail drawing of the driving device for moving a specimen

Up and Down Rod



Supporting Ring (Used Material : Al)

Fig. 4.9 Detail drawing of the up and down driving rod

Up and Down Stand (for setting the Up and Down Rod)

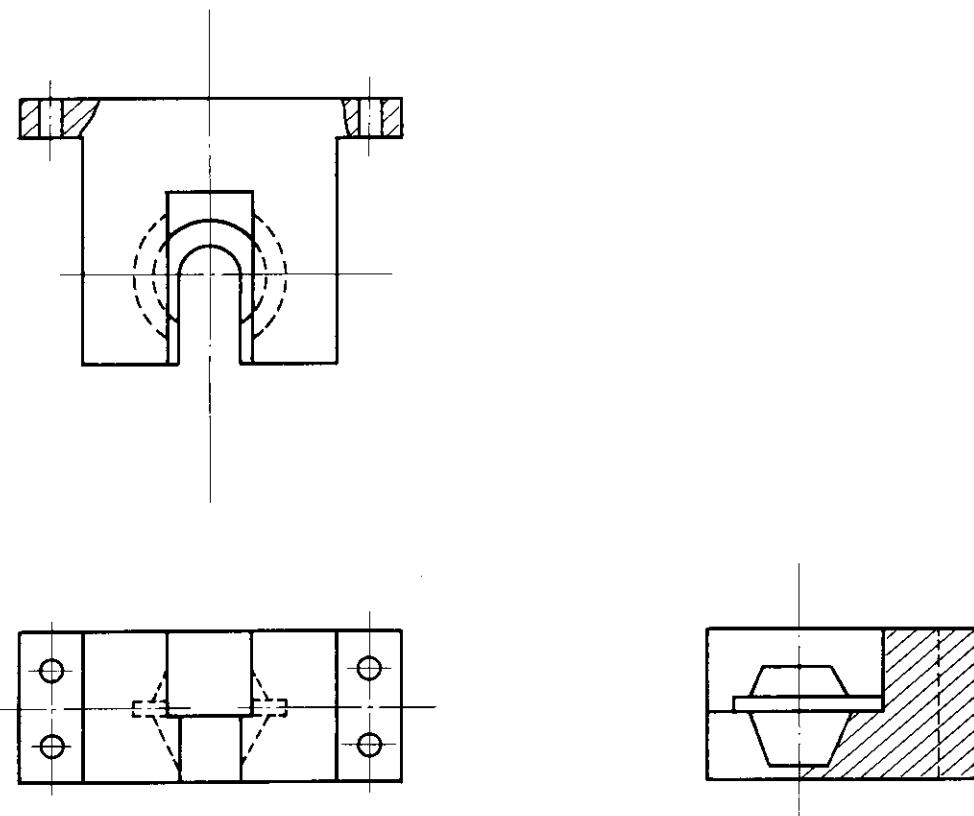


Fig. 4.10 Detail drawing of the up and down stand supporting the driving rod

Pressure and Vacuum Tight Cover

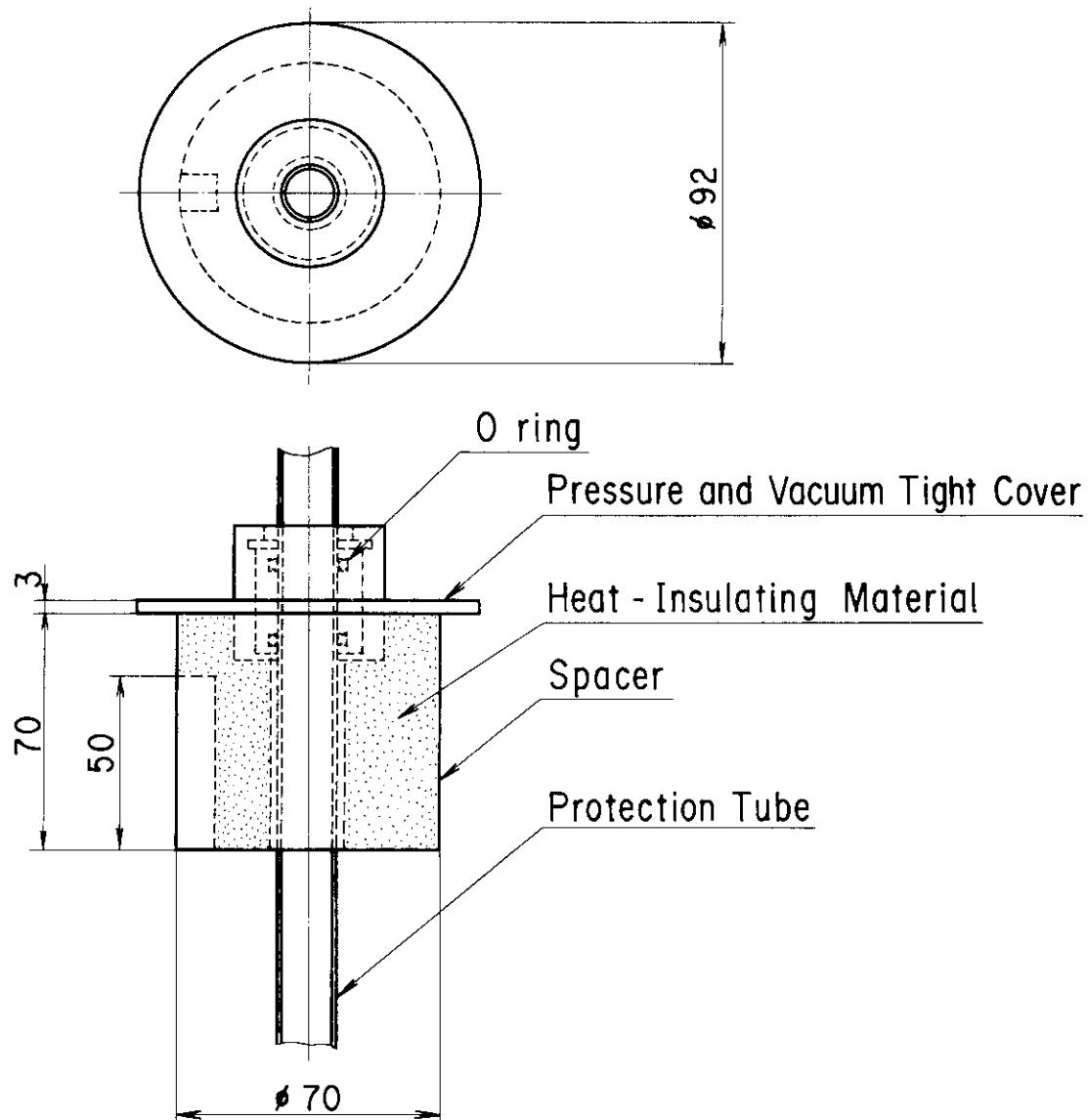


Fig. 4.11 Schematic drawing of the pressure and vacuum tight cover

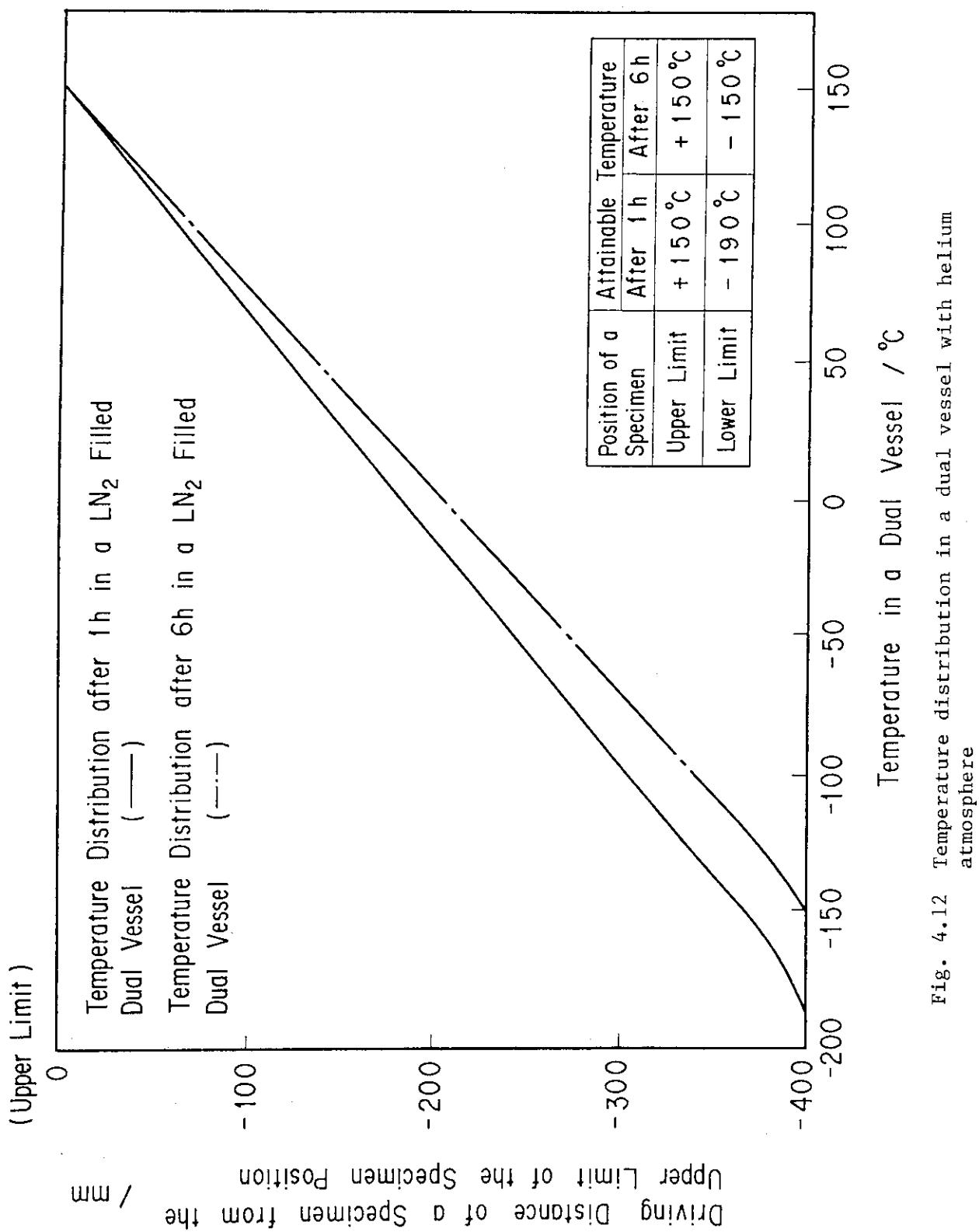


Fig. 4.12 Temperature distribution in a dual vessel with helium atmosphere

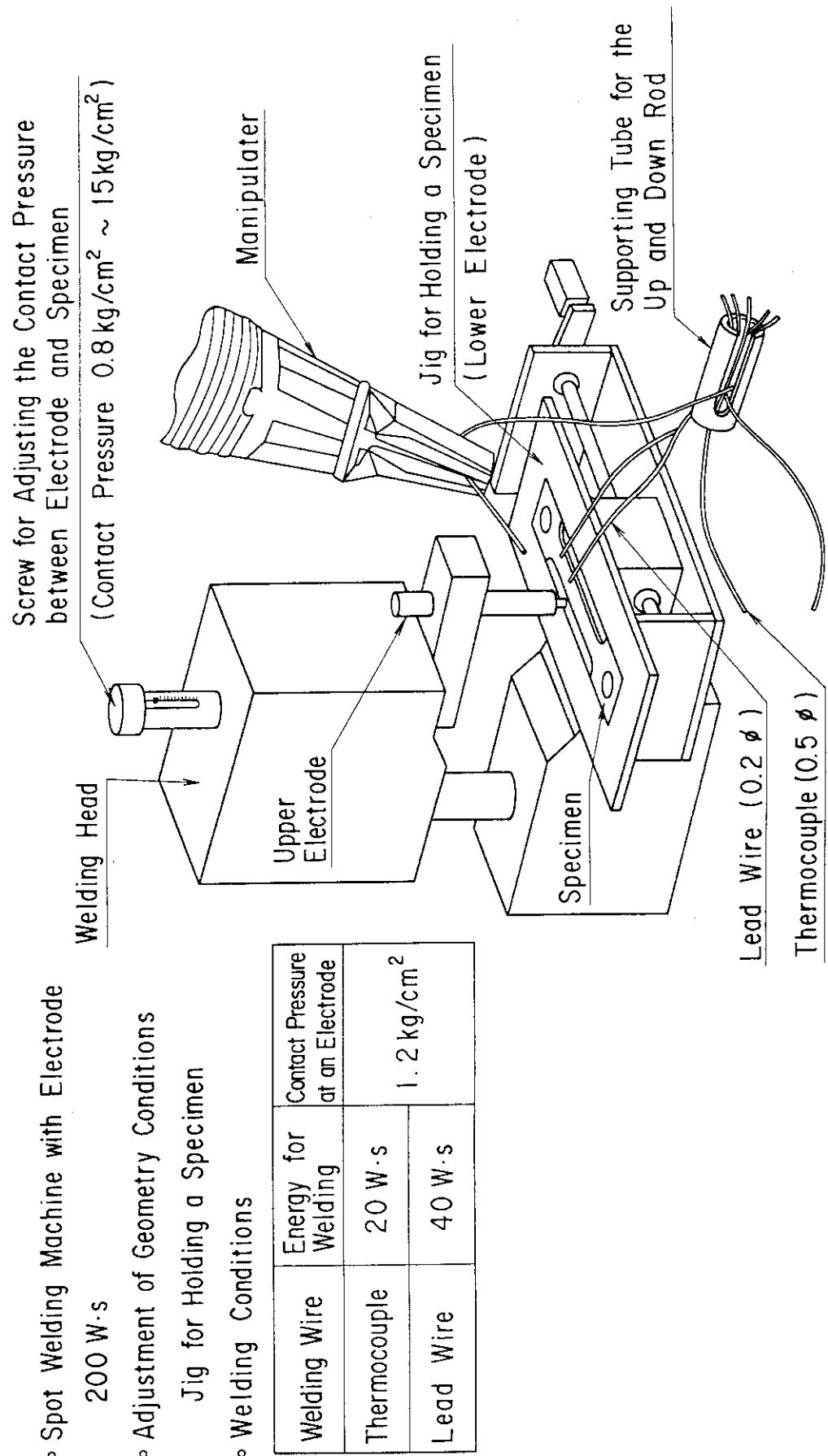


Fig. 4.13 Outline of a remote-controlled welding machine

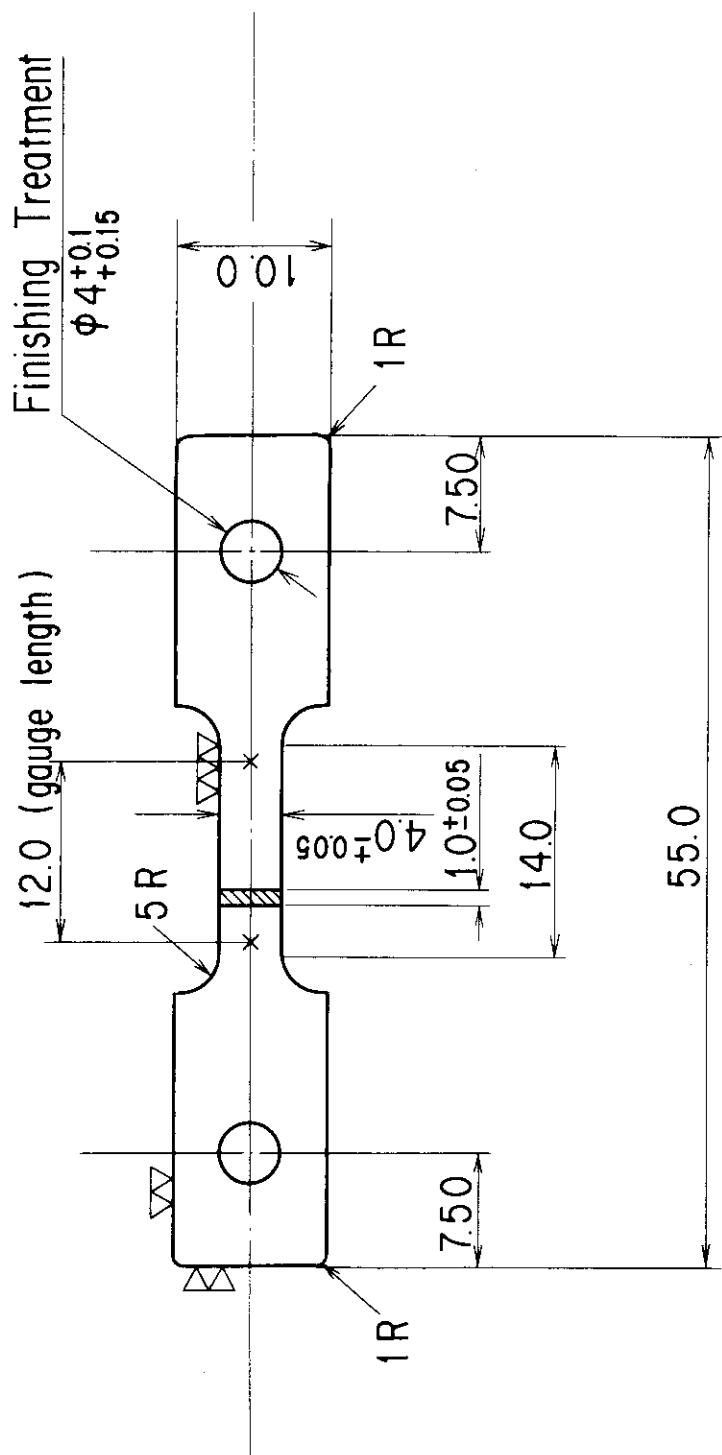


Fig. 4.14 Dimensions of specimens for the electrical resistance measurement

5. 遠隔操作型電気抵抗測定装置を用いて得られた結果

5.1 形状記憶合金の中性子照射挙動

TiNi 形状記憶合金は、変態温度の前後において高温相（B2型オーステナイト）から低温相（単斜相マルテンサイト）に変態する際に、発熱反応を伴うことが知られている（逆変態の場合は吸熱反応を伴う）。電気抵抗測定でこれら形状記憶合金の変態特性を調べる場合、通常の合金で観察される電気抵抗絶対値変化の他に正変態及び逆変態の際に伴う構造変化の開始温度及び終了温度が重要となる。電気抵抗の極大値すなわち電気抵抗が局所的に増加した後、低下し始める温度がマルテンサイト変態開始温度 (M_s 点) であり、ベースの電気抵抗とほぼ一致する温度がマルテンサイト変態終了温度 (M_f 点) である。電気抵抗測定は、示差走査型熱量計 (DSC) を使用した相変態時の発熱・吸熱反応測定と比較し、変態温度の決定以外に、物性変化自体を把握出来る利点を有する。図 5.1 は非照射の TiNi 形状記憶合金（溶体化処理材）の電気抵抗変化である。温度低下と共に電気抵抗は低下するという正の温度依存性を示すことが特徴であり、温度低下時に図中の矢印で示した変態開始温度に相当する発熱ピークが観察される。また、温度上昇時には同様に、逆変態開始温度に相当する小さな吸熱ピークも確認される。図では、TiNi 合金の Ni 濃度をパラメータにとって示しているが、Ni 濃度の増加と共に、変態開始温度は低下し、Ti - 51.0 at % Ni 試料では 100 K 近傍であることが判る。非照射 TiNi 形状記憶合金の時効処理材の電気抵抗を示した図 5.2 では、やはり同様の傾向が確認されるが、図 5.1 の溶体化処理材と比較すると 49.7, 49.9 at % Ni 試料では変態温度が変化しないことに対し、50.3, 51.0 at % Ni 試料では、時効処理の影響が顕著に現われ、変態温度が上昇している。この傾向は、高 Ni 試料である 51.0 at % Ni の場合に最も大きく、100 K から 250 K までの約 150 K 以上の上昇幅になっている。

図 5.3 及び図 5.4 は TiNi 形状記憶合金を原研大洗研 JMTR において中性子照射した後で、遠隔操作型電気抵抗測定装置を用いて電気抵抗測定したものである⁽⁵⁾。

$$\text{中性子照射量は } \Phi_f \ (\text{ }> 1 \text{ MeV}) : 8 \times 10^{23} / \text{m}^2$$

$$\Phi_{th} \ (\text{ }< 0.683 \text{ eV}) : 3 \times 10^{24} / \text{m}^2$$

照射温度は 323 K

である。

図 5.3 は溶体化処理材に、図 5.4 は時効処理材に対応している。中性子照射により電気抵抗は大きく変化し、半導体の電気抵抗測定の際に見られるような、温度低下と共に電気抵抗が増加するという負の温度依存性を示している。これは、TiNi 形状記憶合金が中性子照射に対し敏感であり、照射により、急激に変態温度が下降したことに対応している。

この変態温度の急激な下降現象は、超高圧電子顕微鏡によるその場観察実験においても報告されており、こうした照射処理を、今まで報告されている変態温度低下方法である Ni 濃度の増加、第 3 元素の添加、時効処理、強加工、熱サイクル（変態温度の前後における熱サイクル）な

どに代わる新しい簡便な変態温度調整方法として工業的に利用できる可能性を意味している。

5.2 形状記憶合金の照射後等温焼鈍実験

照射後等温焼鈍実験の目的は、前述のような中性子照射により広範囲に亘る微細な構造変化が生じたと予想される形状記憶合金をどのような条件下における、形状記憶特性を最大限に引き出すことが可能となるかを求める事であり、言い換えれば、照射環境下での安全な使用方法に繋がる、形状回復特性の増大するための最適条件を求める事にある。

実験条件を図 5.5 に示す。Ti - 49.7, 49.9, 50.3, 51.0 at % Ni の 4 種類の TiNi 合金を高周波真空溶解炉にて作成し、1123 K で熱間鍛造、熱間圧延した後、切削加工により約 1 mm 厚さの短冊状試料を切り出した。これらの試料は、1273 K, 3.6 ks の溶体化処理の後に、673 K, 3.6 ks の時効処理を行い、氷水中に焼き入れた。中性子照射は JMTR において以下の照射条件の下で実施した。

中性子フルエンス	$\Phi_f (> 1 \text{ MeV}) : 4.7 \times 10^{23} / \text{m}^2$
	$\Phi_{th} (< 0.683 \text{ eV}) : 2.9 \times 10^{24} / \text{m}^2$
中性子フルエンス率	$\phi_{th} (> 1 \text{ MeV}) : 2.8 \times 10^{17} / \text{m}^2 \cdot \text{s}$
	$\phi_f (< 0.683 \text{ eV}) : 1.7 \times 10^{18} / \text{m}^2 \cdot \text{s}$

照射温度 323 K

表 5.1 は、Ti - 49.9 at % Ni, Ti - 50.3 at % Ni 試料について 473 K 及び 523 K で照射後等温焼鈍した際の焼鈍時間一覧である。照射後、Ti - 49.9 at % Ni 試料について 473 K で等温焼鈍したときの電気抵抗経時変化を図 5.6 に示す⁽⁶⁾。図中の左側の矢印で示した変態開始温度は、焼鈍時間の増加と共に上昇し始める。また、電気抵抗曲線形状も熱履歴を徐々に増加させながら変化し、21.6 ks つまり 6 時間後には、ほぼ、非照射の電気抵抗曲線形状に戻ることが判る。同じ組成の試料を 523 K で等温焼鈍したときの電気抵抗経時変化を図 5.7 に示す。この場合、電気抵抗曲線形状は 7.2 ks (2 時間) 後では非照射のそれと近くなり、6 時間後には、変態開始温度は上昇を続け、非照射の変態開始温度に更に近づく。焼鈍温度が 473 から 523 K になると変態特性の回復挙動はさらに促進され、照射による非平衡な欠陥から生成した照射誘起構造変化は照射後焼鈍による空孔の移動促進のため減少する。

5.3 形状記憶合金の損傷回復実験

前節で述べた照射後焼鈍効果が最も有効となる温度を求めるために、Ti - 49.9 at % Ni, Ti - 50.3 at % Ni 試料について表 5.2 に示す様な 293 K から 573 K までの各焼鈍温度において焼鈍時間 3.6 ks (1 時間) 後の等時焼鈍電気抵抗変化を求めたものが図 5.8 (Ti - 49.9 at % Ni 試料) 及び図 5.9 (Ti - 50.3 at % Ni 試料) である。Ti - 49.9 at % Ni 試料では、523 K から 543 K、また Ti - 50.3 at % Ni 試料では、523 K から 573 K までの温度領域が効果的であることが判る。こうした照射後等温焼鈍実験及び照射後等時焼鈍実験結果から、照射により変化した TiNi 合金の形状記憶特性を非照射状態におけるそれに戻すための最適な焼鈍温度ならびに焼鈍時間を求め

ることが出来る。これらの結果は、放射線環境下であり、同時に中性子照射雰囲気であることも多い、いわば、極限条件下での利用が要求される原子力関連機器分野では TiNi形状記憶合金を供用する環境の温度（照射温度）を管理するか、あるいは、それが不可能な場合は、供用前に適当な焼鈍処理を行うことにより TiNi 形状記憶合金の形状記憶特性を損なうことなく利用できる可能性を示唆している。

Table 5.1 List of post-irradiation isothermal annealing treatments

ANNEALING EXPERIMENTSISOTHERMAL ANNEALING (473 K, 523 K)

ANNEALING PERIOD OF TIME ks (h)	473 K	523 K	
	49.9at%	49.9at%	50.3at%
0 (0)	0	0	0
0.6 (0.17)	0		0
1.8 (0.5)	0		0
3.6 (1)	0	0	0
7.2 (2)	0	0	
10.8 (3)	0		
14.4 (4)	0		
18.0 (5)	0		
21.6 (6)	0	0	0
25.2 (7)	0		
36.0 (10)	0		0
43.2 (12)	0		

Table 5.2 List of post-irradiation isochronal annealing treatments

ISOCHRONAL ANNEALING (3.6 ks (1 h))

ANNEALING TEMPERATURE (K)	Ni-CONTENT	
	49.9at%	51.0at%
293	0	0
473	0	0
523	0	0
543	0	
573	0	0

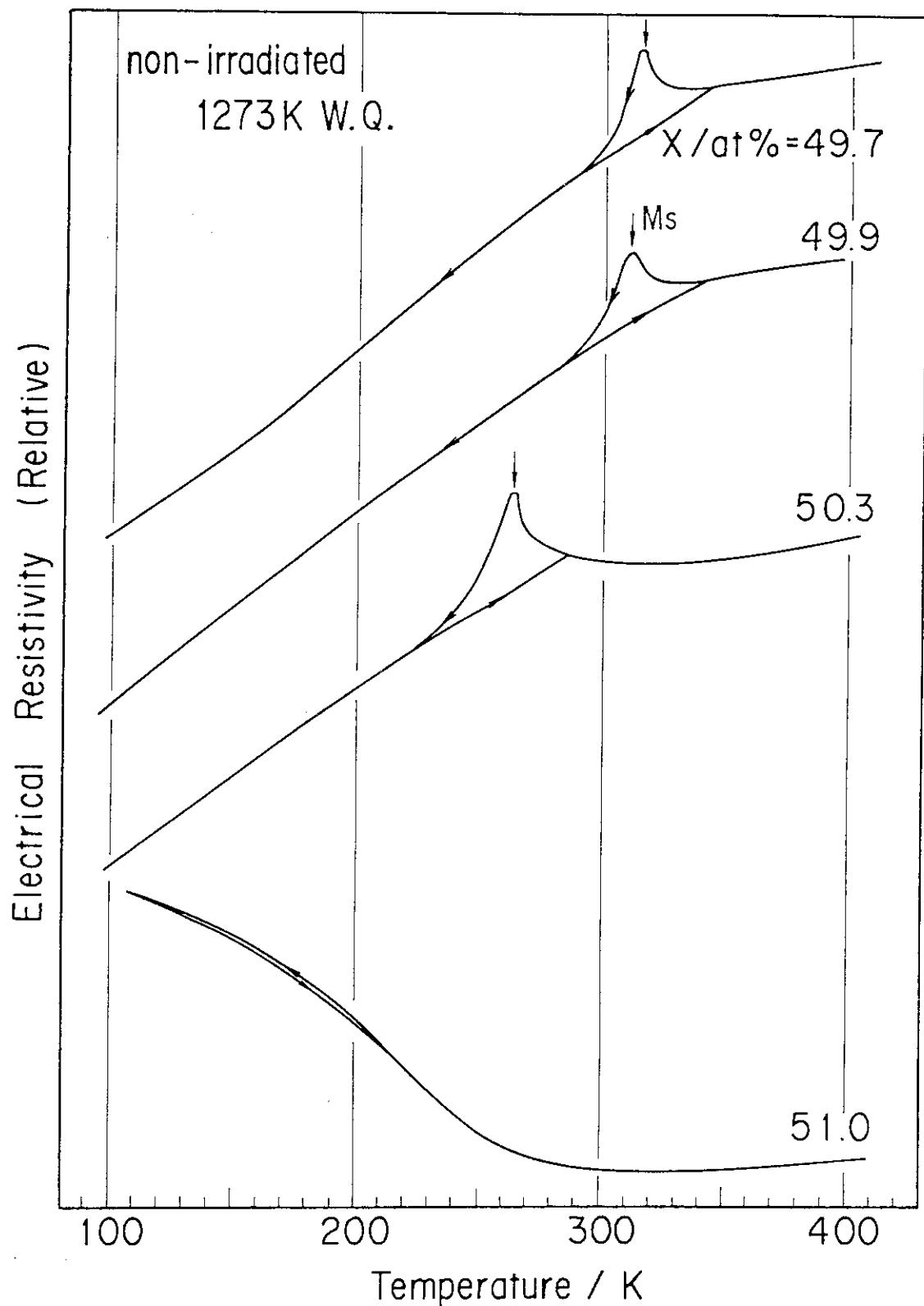


Fig. 5.1 Changes in electrical resistances of unirradiated Ti-Ni shape memory alloys (solution treated)

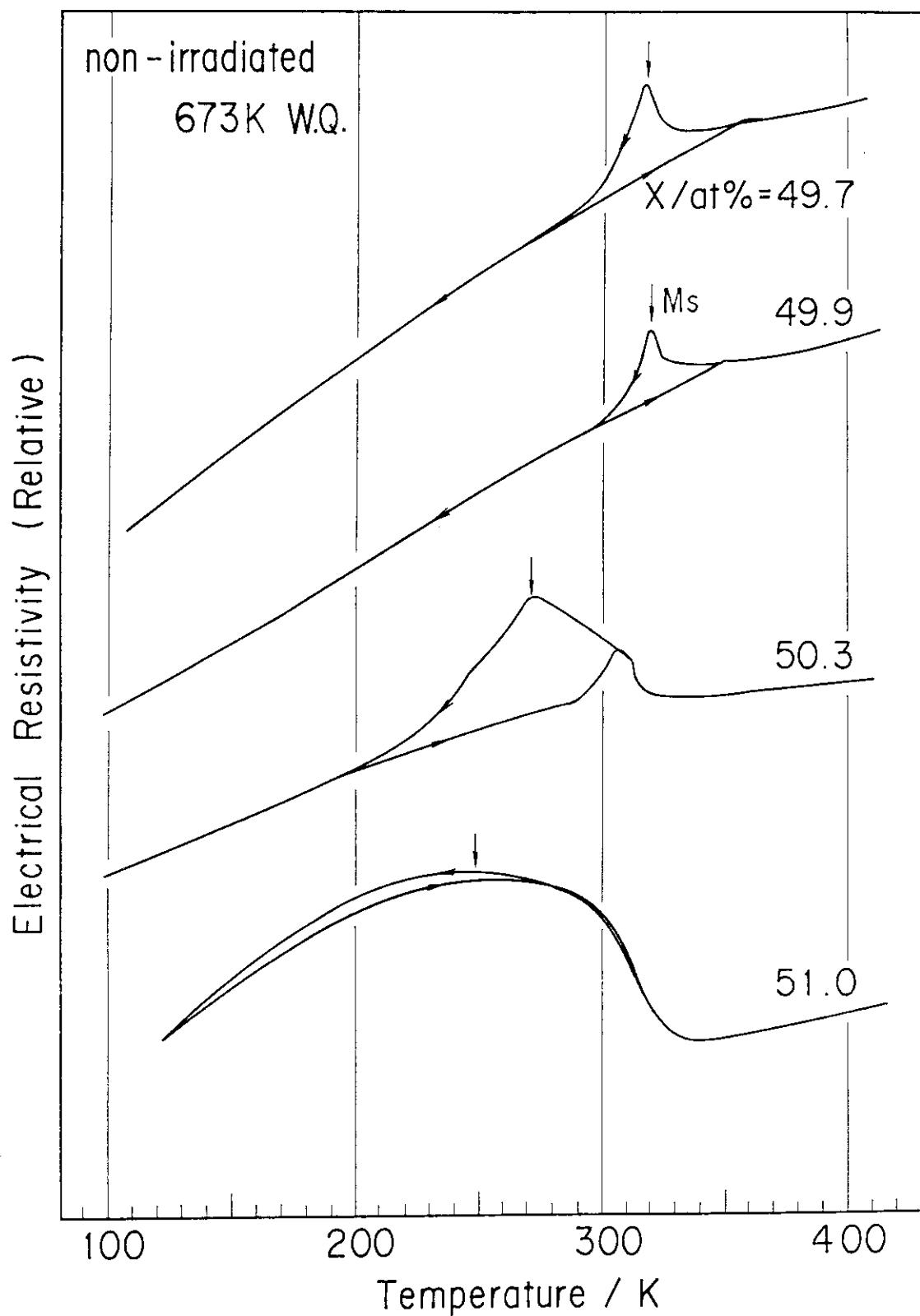


Fig. 5.2 Changes in electrical resistances of unirradiated Ti-Ni shape memory alloys (aging treated)

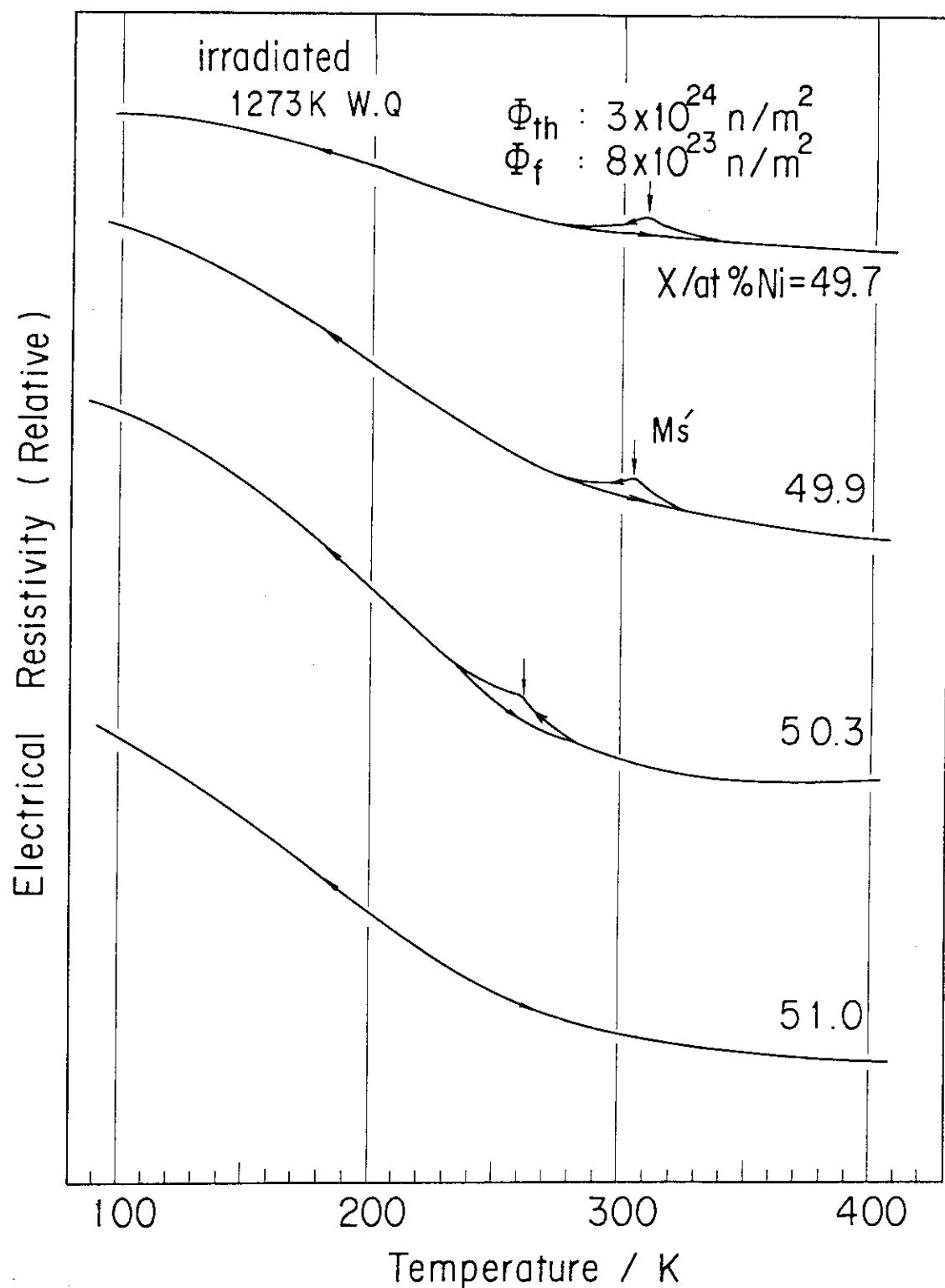


Fig. 5.3 Changes in electrical resistances of irradiated Ti-Ni shape memory alloys (solution treated)

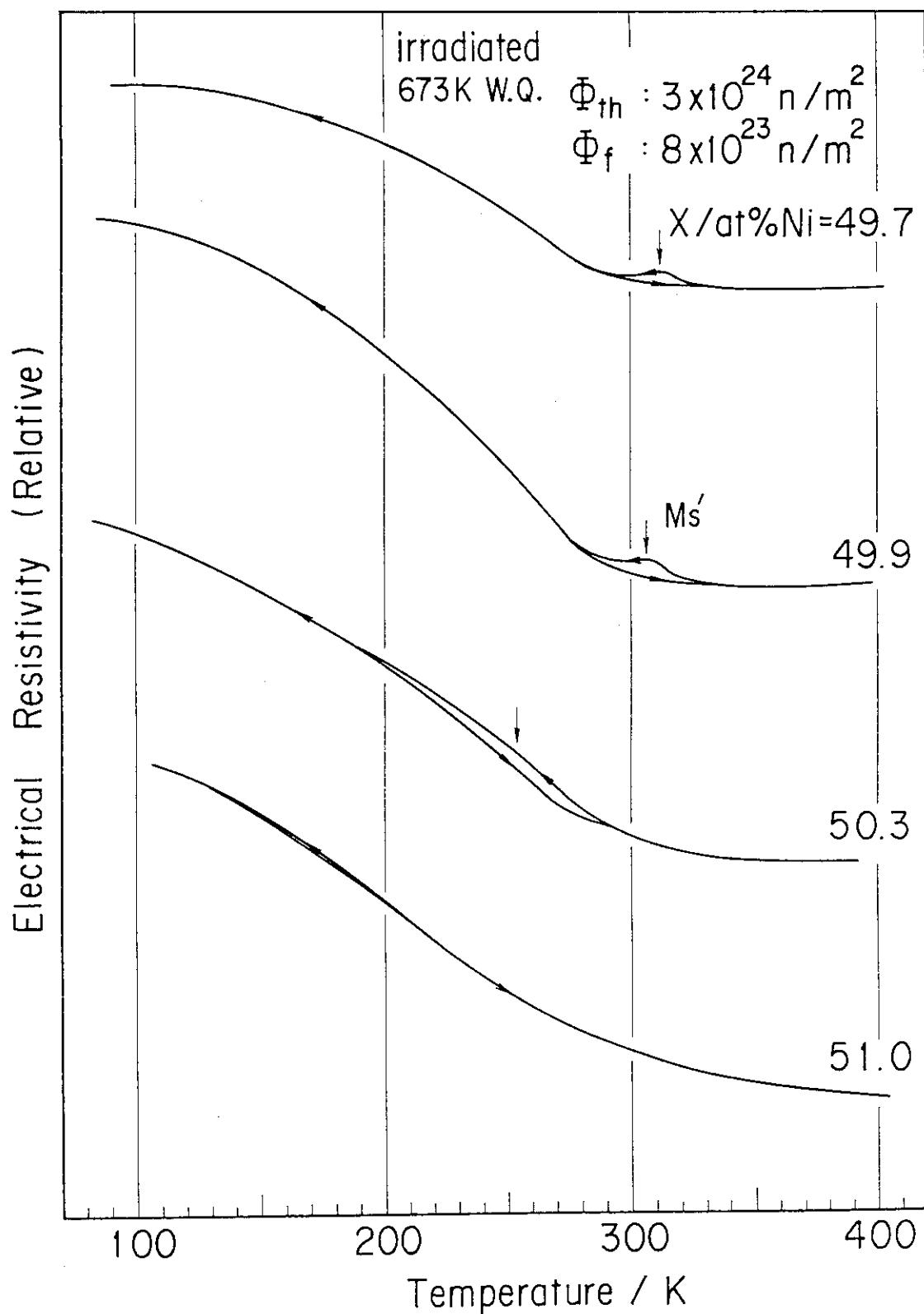


Fig. 5.4 Changes in electrical resistances of irradiated Ti-Ni shape memory alloys (aging treated)

EXPERIMENTAL PROCEDURES

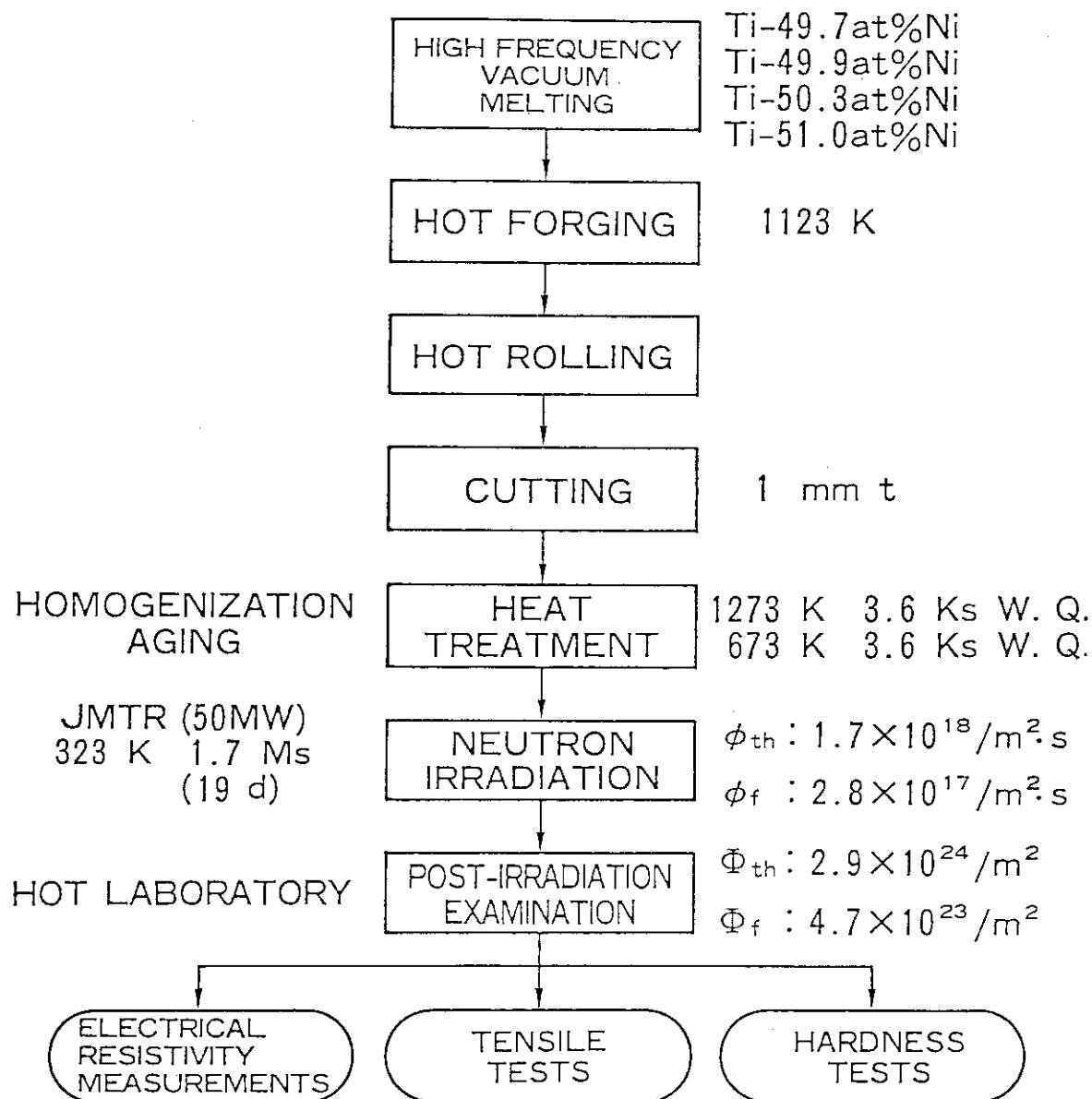


Fig. 5.5 Experimental procedures

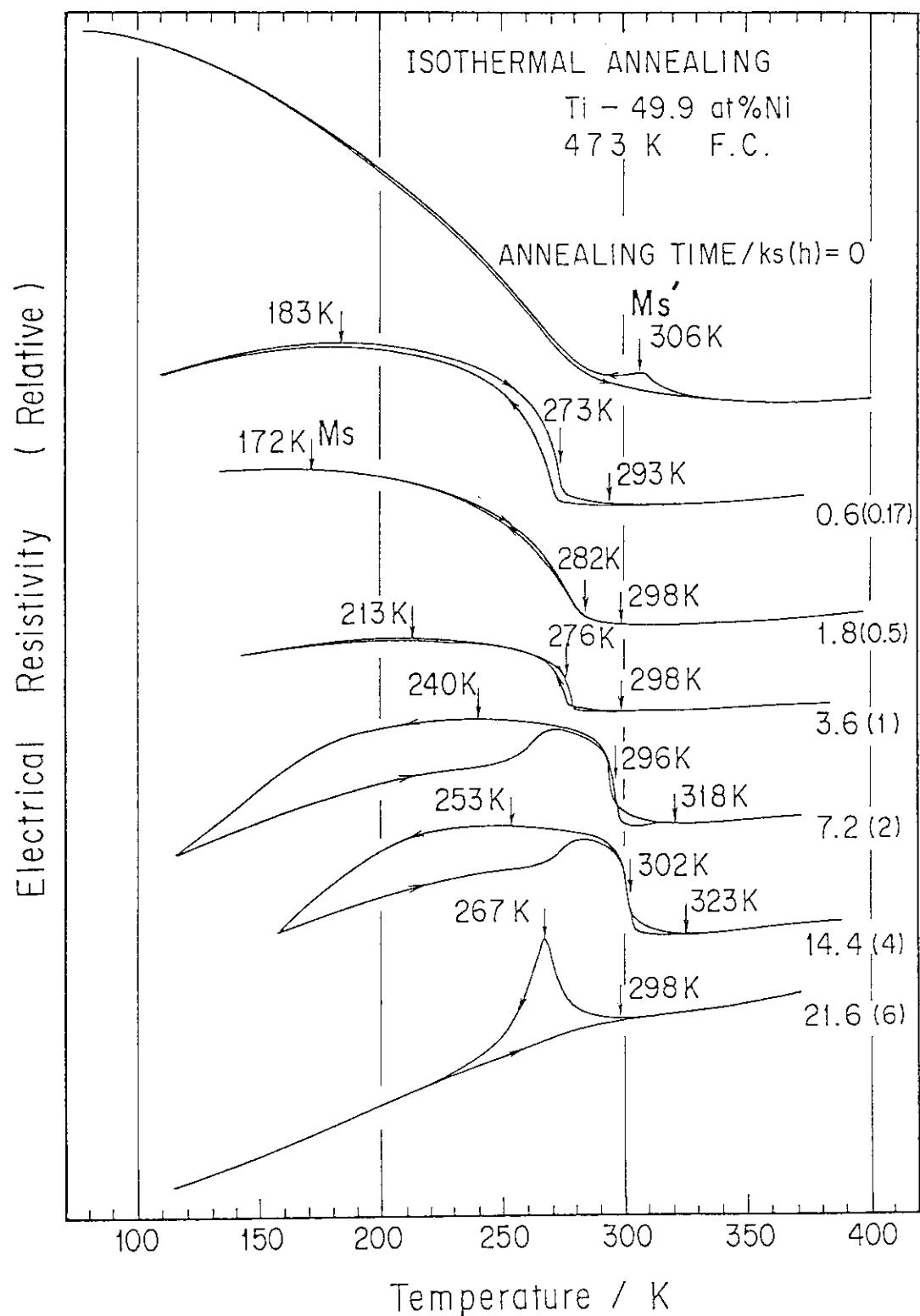


Fig. 5.6 Isothermal annealing experimental results of irradiated Ti-49.9at%Ni alloys
(annealing temperature: 473K)

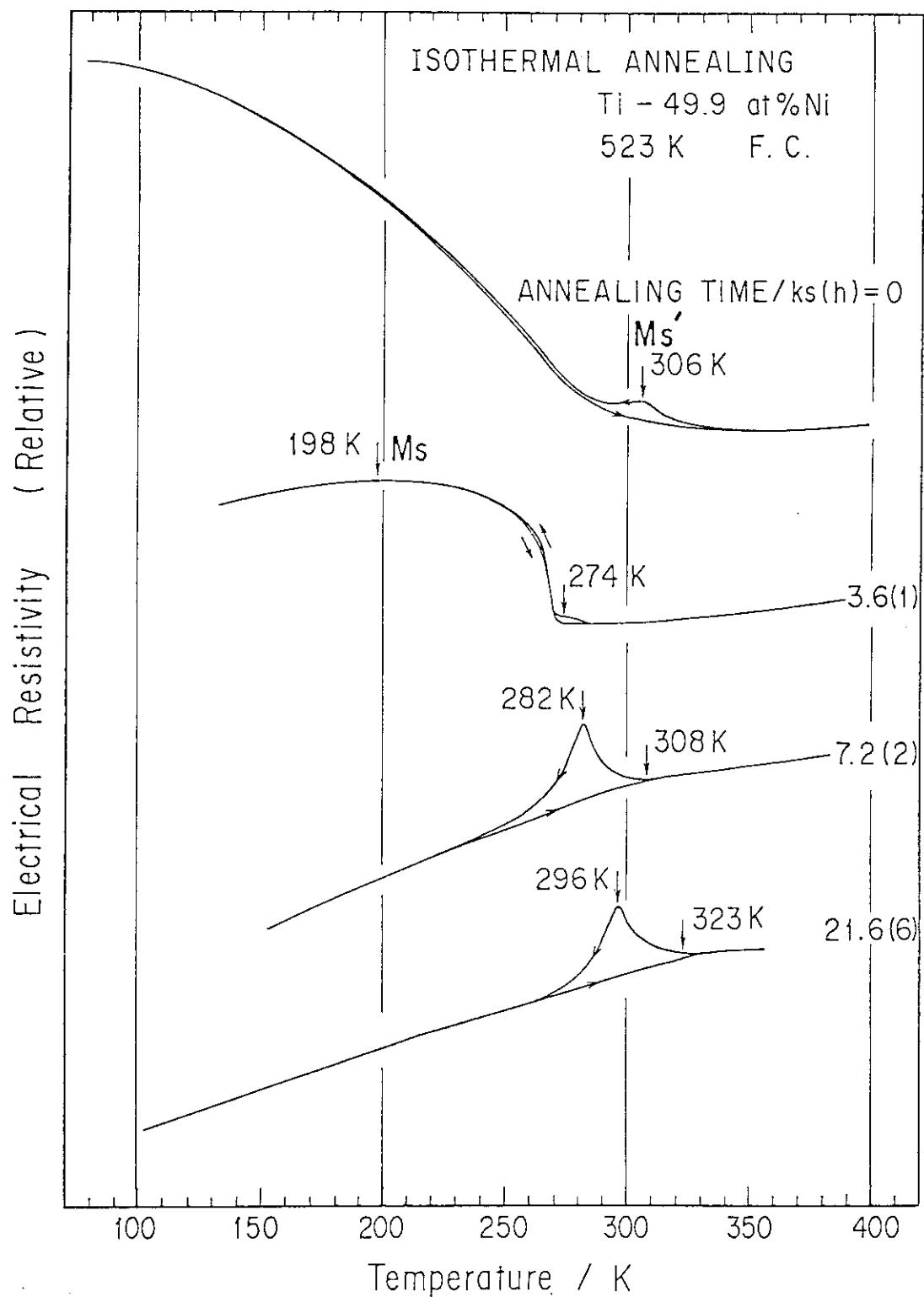


Fig. 5.7 Isothermal annealing experimental results of irradiated Ti-49.9at%Ni alloys
(annealing temperature: 523K)

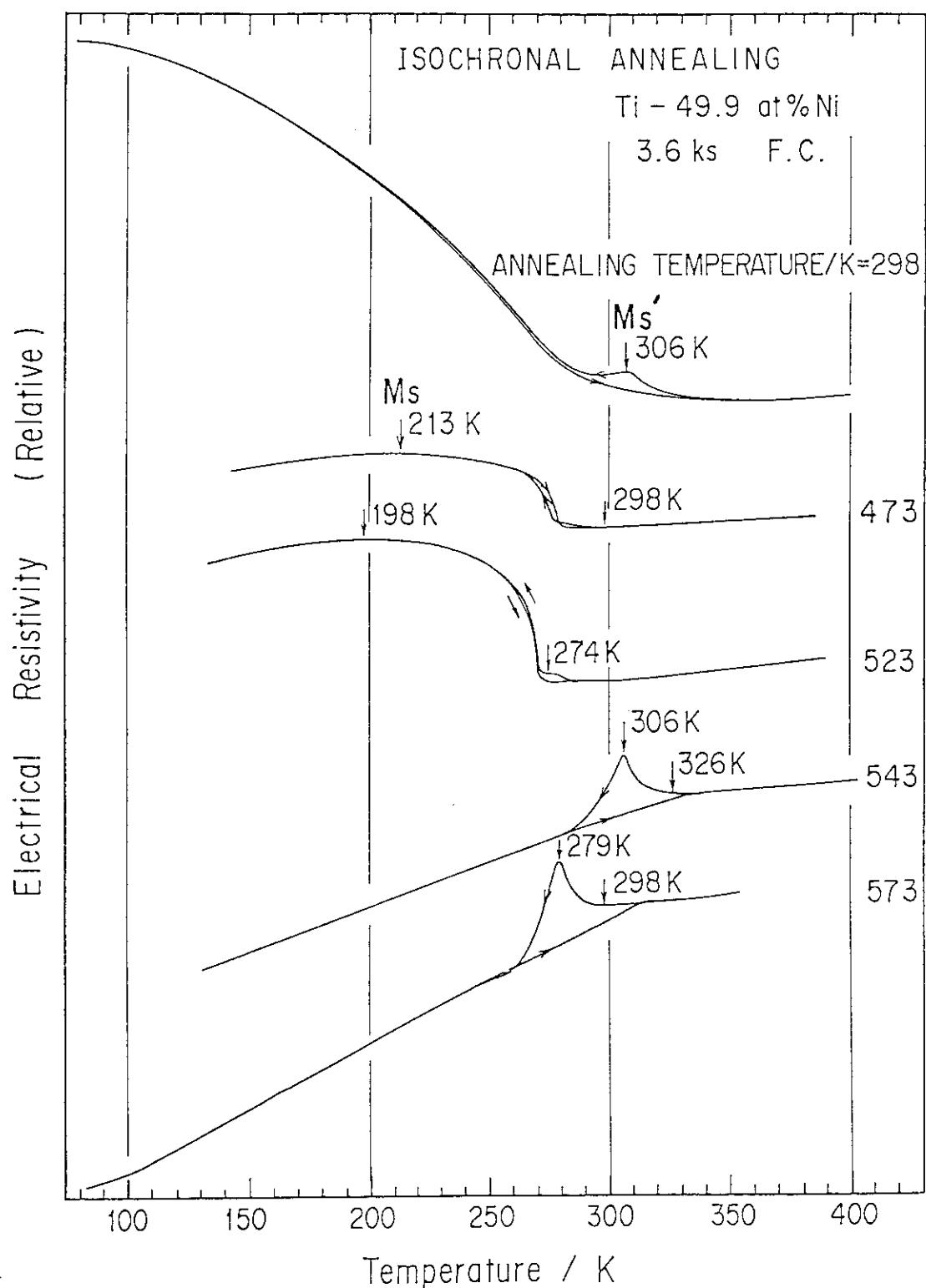


Fig. 5.8 Isochronal annealing experimental results of irradiated
Ti-49.9at%Ni alloys
(annealing period of time: 3.6ks)

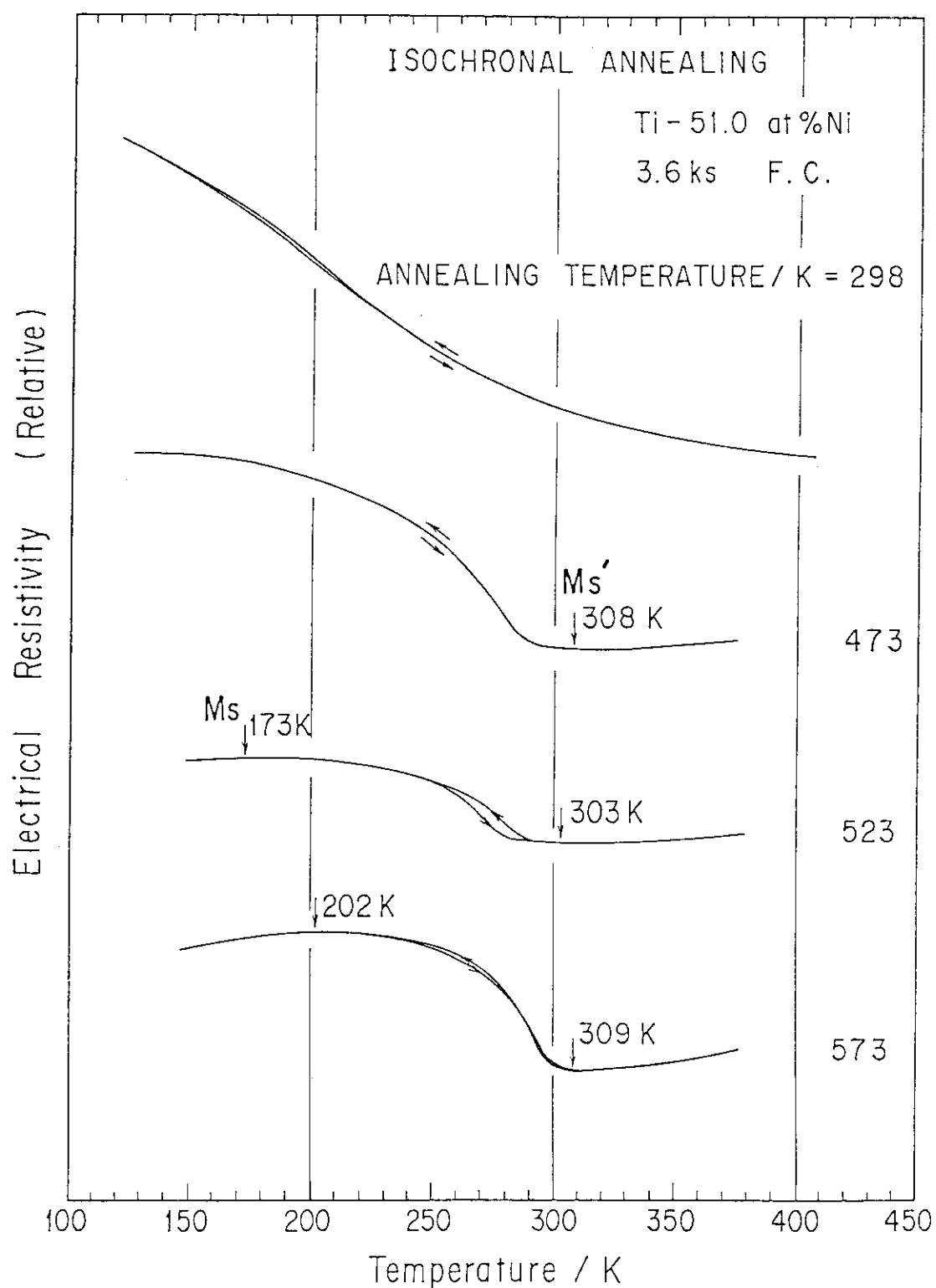


Fig. 5.9 Isochronal annealing experimental results of irradiated
Ti-51.0at%Ni alloys
(annealing period of time: 3.6ks)

6. 遠隔操作型電気抵抗測定装置の改造に関する検討

6.1 データ処理方法

4.2項の測定装置の項目で述べたように、本測定装置では、電気抵抗の測定温度に対する相対変化を電気抵抗-温度曲線として記録できるが、電気抵抗値の絶対値を精度良く求める設計にはなっていない。ここでは、既設の本装置に改造を加え、測定アナログ出力をデジタル量に変換した後、演算処理を行い、電気抵抗値の絶対値測定、標準化処理及び微分化処理などを、高速かつ高精度に処理する方法に関する検討結果について報告する。

測定原理は JIS-C-2526 で規定されるように、

- (1) 試料と標準抵抗器に交互に一定電流（矩形波）を流し、電気抵抗変化による電圧降下を検出し、デジタル表示、演算処理、するとともに記録する。
- (2) 電圧変化検出の際に生ずる熱起電力に起因するノイズは試料と標準抵抗器に流れる一定電流を交互に切り換えると同時に、瞬時に測定電流の極性を反転し、それらの平均値を代表値としてすることで解決する。
- (3) 標準抵抗器で個々の電気抵抗値を校正しながら測定・記録する。

からなる。改造後の本装置（特にデータ採取及びデータ処理方法など）に関する構成の概要を図 6.1 に示す。

本装置の改造に関する詳細仕様は以下の通りである。

A. 電気抵抗測定

A-1	測定原理	直流四端子法
A-2	抵抗測定範囲	$1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^3 \Omega$ (但し、定電流 $0.1 \text{ mA} \sim 2 \text{ A}$)

A-3 電圧測定範囲

最小検出感度	$0.1 \mu\text{V}$
最大表示電圧	549.99 V
表示	5 1/2桁 5 レンジ

A-4 热起電力補正

信号切換器によるプログラム制御極性切換

B. 温度制御・温度測定

既設の電気抵抗測定装置に設置された試料駆動装置及びヘリウム雰囲気装置による温度制御と高精度デジタル温度記録計による温度測定を用いる。

C. データ収録、演算

C-1	ハードウェア	
C-1-1	アーキテクチャー	16 ビット CLOCK 8, 10MHz
C-1-2	記憶装置	メイン RAM : 384 K バイト ハードディスク: 3.5 インチ 20M バイト フロッピーディスク: 5.25 インチ 1M バイト

C-1-3 インターフェイス …… GP-IB, RS-232C による。

C-2 ソフトウェア

C-2-1 メニュープログラム

システムを起動し、測定、フロッピ記録、解析、エラー表示などの各機能を選択する。

C-2-2 測定プログラム

- (a) 定電流電源から、標準試料及び測定試料に一定電流を流し、それによって生じる電位差と試料の温度を、経時的に高速測定し、記憶装置に記憶する。
- (b) 信号切換器を制御し、標準試料と測定試料を交互に測定するとともに、熱起電力による誤差を補正するために、定電流の極性切換を行う。
- (c) 予め設定した時間、及び、オペレータの指示により、生データの一部あるいは相加平均値を CRT 上に記録する。

測定時間 : 約 2 時間

サンプリング数 : 6 回／秒以上

測定点数 : 12000 点以上

C-2-3 解析プログラム

記憶装置に記憶されたデータに対し、下記の演算を実施する。

- (1) 相加平均 $\{ R_{(I=I)} + R'_{(I=I)} \} / 2$ (図 6.2 参照)
- (2) 除算 $R_{(T=T)} / R_{(T=T)}$ (図 6.3 参照)
- (3) 温度微分 $\{ dR / dT \}_{T=T}$ (図 6.4 参照)
- (4) 比抵抗 $R_{(T=T)} \times A / L$ (図 6.5 参照)

ここで R, R' : 電気抵抗値

I : 定電流値

T : 任意測定温度

T_1 : 指示温度

A : 断面積

L : 長さ

である。

上記のデータの作表及び作図を実施した後、CRT に表示し、プリンタ及び XY プロッタ (図 6.6 参照) に記録する。

また、ヘリウム霧囲気槽内の試料加熱・冷却部や試料駆動部から生じるノイズは演算解析のデータから除去する。

D. 構成

D-1 ハードウェア構成

本改造後の制御装置外観図を図 6.7 に、また、信号処理結線図を図 6.8 に示す。

D-1-1 キャビネット 19 インチ標準ラック

D-1-2 信号処理装置

(a) 定電流電源 : 北斗電工製 HA-310

(b) デジタル温度計 : 横河北辰電機製 YEW-2572

- (c) デジタル温度計用BCDアダプター：横河北辰電機製
YEW-2579-20
- (d) デジタル電圧計：アドバンテスト製 TR 6861
- (e) 信号切換器：東京工業製 #7070
- (f) GP-IB インタフェース：ゼニス計測システム製 ZS-6120
- (g) 標準抵抗器：横河北辰電機製 YE W-2792 (0.1 Ω)
試験精度 0.001 %

D-1-3 データ処理装置

- (a) CPU及び外部記憶装置：NEC製 PC-9801 VM4
- (b) GP-IB アダプタ : NEC 製 PC-9801-29
- (c) CRT : NEC 製 N-5913
- (d) シリアルプリンタ : NEC 製 PC-PR 201 CL
- (e) XYプロッタ : GRAPHTEC製 MP-2000

D-2 ソフトウェア構成

本装置の改造で使用する各ソフトウェア構成の概要を図 6.9 に示す。このデータ処理システムは、システムフロッピー、プログラムフロッピー及びデータフロッピーから構成される複数のソフトウェアから構成され、システムフロッピーには、PC-9801 の OS (N 88-BASIC) とメニュー選択プログラムが、プログラムフロッピには、測定プログラム、フロッピー記録プログラムと解析プログラムが、データフロッピーには測定データが各々収納される。

D-2-1 システムメインプログラム：SYS-PRO

PC-9801 VM4 の電源を ON し、OS を呼び終えると、自動的にスタートする。このプログラムにより各ドライブ内のフロッピーディスクの有無を確認してメニュー選択プログラムを呼び出す。

D-2-2 メニュー選択プログラム：MEN-PRO

各機能を呼び出すためのプログラム。エラートラップ後は、必ずこのプログラムに戻る(図 6.10 参照)。プログラムを構成するサブルーチンの内容を表 6.1 に示す。

D-2-3 測定プログラム：MEA-PRO

各測定条件を記憶し、測定開始指示と共に電気炉内の試料温度をモニターし、データ取り込み後、直ちに CRT に相加平均を表示する。

温度、試料電圧降下、標準試料電圧降下及びモータ電圧はハードディスクに記録され、測定終了後、0.1 °C 每のデータに整理され、記録する(図 6.11 参照)。プログラムを構成するサブルーチンの内容を表 6.2 に示す。

(測定終了法)

- (a) モータの電圧の極性から自動的に判断。
(b) オペレータの指示。

D-2-4 フロッピー記録プログラム：FIN-PRO

内部記憶されている測定データをフロッピーディスクに記録し、昇温データファイル(U),

降温データファイル(D)を作成する(図6.12参照)。プログラムを構成するサブルーチンの内容を表6.3に示す。

D-2-5 解析プログラム：CAL-PRO

フロッピーディスクから測定データを呼び出し、解析した後、オペレーターの指示により、相加平均、割算値、微分値や比抵抗をプリンタ及びXYプロッターにて作表、作図する(図6.13、図6.14参照)。プログラムを構成するサブルーチンの内容を表6.4に示す。

D-2-6 エラー表示プログラム：MEN-PRO

エラー発生時に、エラートラップを行う。エラートラップ後、オペレーターのキー入力ミス以外のエラーの場合は全て、メニュー選択部に戻る。

測定中、エラーが発生し、エラートラップするとデータは失われる。プログラム実行中、ストップキーを二度押すとプログラムは終了する。エラー表示リスト一覧を表6.5に示す。

表中の(a), (b), (c), (d), (e)記号は以下の通りである。

- (a) システムメイン部
- (b) メニュー選択部
- (c) 測定部フロッピー記録部
- (d) 解析部
- (e) エラー表示部

Table 6.1 Outline of the subroutine program for menu selection

プログラム" MEN - PRO" メニュー選択プログラム

サブルーチン	役割	備考
*MAIN	各機能の処理を選択する。各処理終了後及びエラートラップ後は、必ずここに戻る	
*STOP1	ストップキーが押されたら処理される	二回押されるとプログラムは終了する
*SET. CRT1	カーソル移動で処理を選択する時のメニューのCRT表示	
*SET. CRT6		
*SET. FRAME. 1	カーソル移動で処理を選択する時のメニュー枠のCRT表示	
*SET. FRAME. 2		
*INPUT. 1	キーボード入力処理	L = 入力許可文字数 DX = カーソルX座標 DY = カーソルY座標 AA\$ = 設定文字
*CAL. DATA. PRINT	測定条件のプリンター印字処理	
*BEEP1	オペレーター警告音発生	
*BEEP3		
*MAIN. ERR	エラートラップ位置でMASE GE\$にメッセージを代入する	*MAINに戻る
*SET. DEVISEC	GP - IBインターフェイス及びディバイスの初期設定	

Table 6.2 Outline of the subroutine program for measurements

プログラム"MEA-PRO"測定プログラム

サブルーチン	役割	備考
*MEAS	測定部のメインルーチン	
*MEIN, START. SET	変数初期設定	
*MAIN. MEAS. SET	変数初期設定	
*MAIN. MEAS	測定時のメインループ	
*MEAS. END. F	測定終了法のチェックをし、温度範囲を決定	*NAT.END.1 降・昇温測定 *NAT.END.2 昇温測定 *KEY.END.1 降・昇温測定(±) *KEY.END.2 昇温測定(±)
*DATA. RE. FIND	測定データの整理をさせる	1°C毎に間引きする
*SET. DATA	測定結果のCRT表示	
*GET. DATA. M	GP-IBインターフェイスを通して外部入出力機器からのデータの入力とそのチェック、電圧入力部	
*GET. DATA. T	温度入力部	
*PLOTT. CRT. XY	測定中CRTのグラフへデータのプロット	
*START. MEAS. Y. N	測定開始の指示待ちの状態	
*M10	キーF・10による	測定中止
*F1	キーF・1による	測定開始
*F10	キーF・10による	測定終了
*SET. KEY. 0	ファンクションキー機能表示の設定	
*SET. KEY. 2		
*SET. MENU. 2	測定条件入力処理	
*CHECKCOM	入力された測定条件をチェックする	
*SET. THENYO. 1	CRTグラフの表示	
*SET. XYDATA	CRTグラフ目盛の表示	
*CONV. DATA	0.1(K)のデータを1(K)毎のデータに間引きする	

Table 6.2 (continued)

*SET. TEMP	使用熱電対の決定	DATA1\$(18)="1" CC DATA1\$(18)="2" CRC
*CC	C Cの計算式	
*CRC	CRCの計算式	
*FILE. IN. U. DATA	昇温データをハードディスクに 書き込む	整理データ (0.1°C)
*FILE. IN. D. DATA	降温データをハードディスクに 書き込む	整理データ (0.1°C)
*SE. SET. DATA	変数初期設定	-9999
*SE. DATA	生データを 0.1°C毎のデータに 整理させる	

Table 6.3 Outline of the subroutine program for recording data on a floppy diskette

プログラム "FIN-PRO" フロッピー 記録プログラム

サブルーチン	役割	備考
*FILEIN. 0	フロッピーへ記録部のメインルーチン	
*FILEIN	フロッピーへのファイル処理	
*CHECK. DISK	データ用フロッピーの確認	

Table 6.4 Outline of the subroutine program for analyzing data

プログラム" CAL-PRO" 解析プログラム

サブルーチン	役割	備考
*CAL	解析部のメインルーチン	
*CAL. MESSAGE	データの情報をCRTに表示	
*CAL. M	電位差から各値を計算	
*CAL. 1	相加平均のプロット動作部	
*CAL. 2	除算値のプロット動作部	
*CAL. 3	微分値のプロット動作部	
*CAL. 4	比抵抗のプロット動作部	
*SET. P. RANGE	プロッター座標レンジの入力	
*PA. SIZE	プロッターの作図範囲の選択及び選定	
*CAL. 0	プリンターの動作指定部	
*SET. PRINTER	プリンタミシン目スキップ	未使用
*CAL. LABEL. PRINT	プリンターの項目表示	
*CAL. SET. PRINT	プリンターの出力設定	
*CAL. PRINT	プリンターへ出力	
*CAL. SET. DRAW	プロッターへデータプロットの初期設定	
*CAL. DATA. DRAW	プロッターへデータプロット	
*CAL. END. DRAW	プロッターへデータプロットの終了設定	
*CAL. END. PLOTT	プロッターへプロット動作の終了設定	
*CAL. DRAW. RANGE	プロッターへグラフのプロット	
*CAL. SET. DATA	プロッターのプロット項目の設定	
*CAL. SET. DATA1	プリンターのプリント項目の設定	
*FILEOUT. 0	データファイルを指定する	
*SELECT. FILE	データファイルの選択	

Table 6.5 Lists of error messages

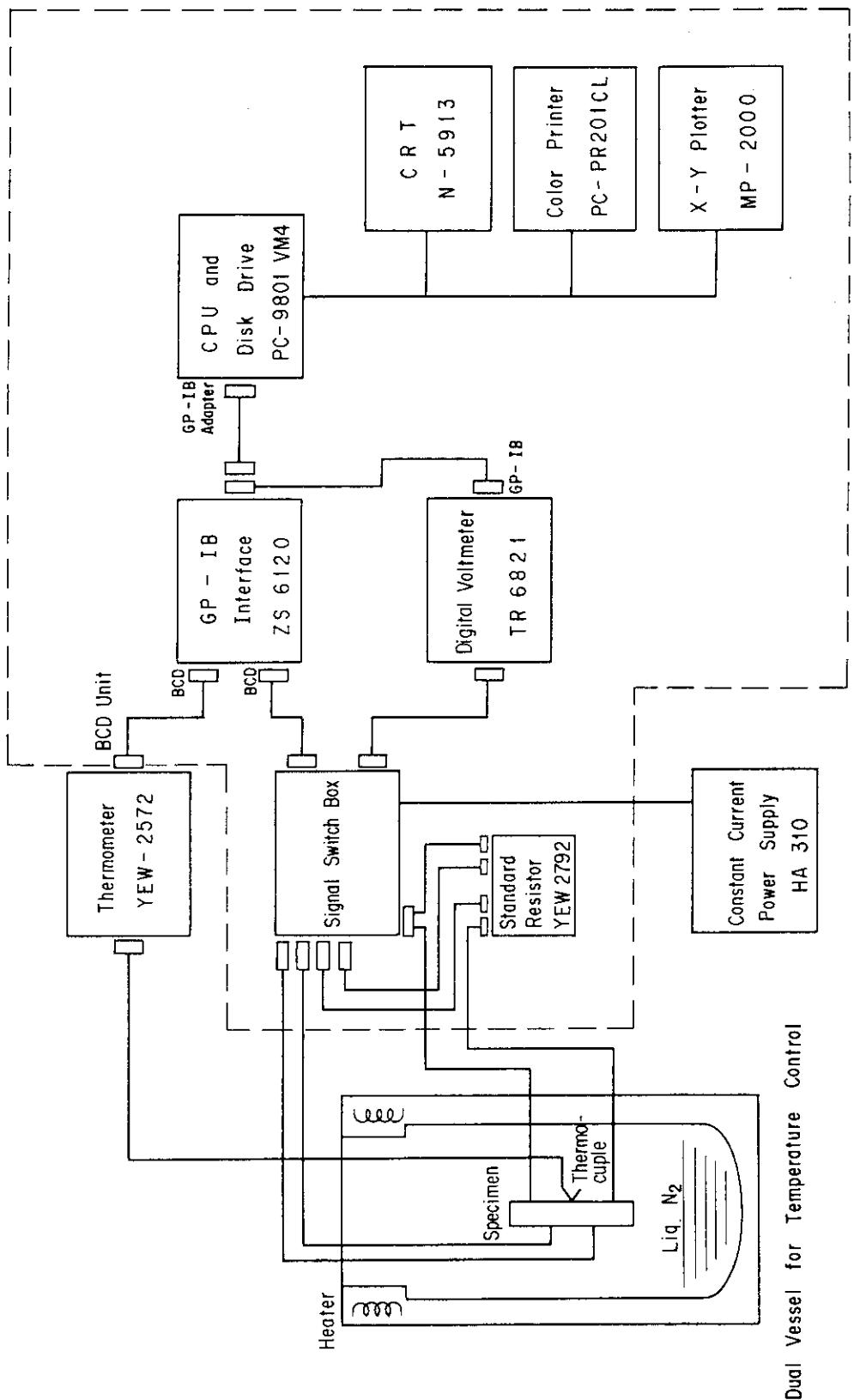
エラー後 初期メニューに戻ってしまうエラー種類

エラー表示	エラー原因	その対策
ディスクケットがフォーマットされていません フォーマット済みディスクケットと交換して下さい	(a),(b),(c) 実行時、フォーマット済みフロッピーがドライブ2に入っていなかった	フォーマット済みフロッピーをドライブ2に入れて、もう一度、処理を指示する
ファイル名の指定が間違っています もう一度	(d) 実行時、不当なファイル名を、オペレーターが割り当てた	現プログラムでは有り得ない
ディスクケットに書き込むスペースが有りません フォーマット済みディスクケットと交換して下さい	(d) 実行時、フロッピーがデータで、一杯になった	フォーマット済みフロッピー、または書き込むスペースがあるフロッピーをドライブ2に入れて、もう一度処理を指示する
I/O関係のエラーで、致命的なエラーです 再開不可能です	(d) 実行時、エラーが発生した	(d) 実行時はフォーマット済みデータ用フロッピーをドライブ2に入れて、もう一度処理を指示する それ以外の時は、その処理は中止する
ディスクが所定のドライブに入っています 処理してもう一度	(a),(b),(c),(d),(e) 実行時所定のドライブにフロッピーが入っていなかった	ドライブ1には常にプログラムフロッピー、ドライブ2には(d) 実行時に、必ずフォーマット済みデータ用ディスクケットを入れておく 所定のドライブにフロッピーを入れて、もう一度処理を指示する
指定したファイル名のファイルが有りません もう一度	(d) 実行時、ドライブ1、またはドライブ2のフロッピーがライトプロテクト(書き込み保護)処理されていた	ライトプロテクトを解除して、もう一度処理を指示する
測定装置の電源を入れて下さい 処理してもう一度	(c) 実行時、測定装置の電源または#9121の電源が入っていないかった	電源を入れて、もう一度処理を指示する
測定装置#9121が異常です 点検確認してもう一度 プログラム、または計算処理部のエラーです エラーバンゴウ ギョウバンゴウ	(c) 実行時、#9121の操作スイッチを誤って押してしまった (c) 実行時、オペレーターが誤って不当な値を入力してしまい、CPU規定値外の処理をした 各機能実行時に、オペレーターが不当な操作をした プログラムに不当な実行命令が存在していた	もう一度処理を指示する エラーバンゴウ、ギョウバンゴウから、エラーの内容を確認し、原因を検討してもう一度処理する
測定種類(温度モード) 入力か、測定装置の設定が誤っています もう一度	(c) 実行時、オペレーターが測定種類を誤って入力したか装置のスタートボタンを誤って押した	もう一度処理を指示する

Table 6.5 (continued)

エラー後 处理を継続するエラー種類

エラー表示	エラー原因	その対策
不当なキー入力です	オペレーターが不当な値を入力した	正しい値を入力する
測定データが格納されていません	測定データが格納されていないのに(d),(e)を実行しようとした	
最大値<=最小値です	測定条件入力項目の伸び最小値、最大値の値が逆転または同じだった	正しい値を入力する
ディスクケットを交換して下さい	(d) 実行時、ディスクケットの確認をしないで、データを記録しようとした	このメッセージが表示されると、使用クラスタ数が140以下のフロッピーでないと記録できないので、フロッピーを交換する



Alteration Range

Fig. 6.1 Total construction of the altered remote-controlled electrical resistivity measurement apparatus

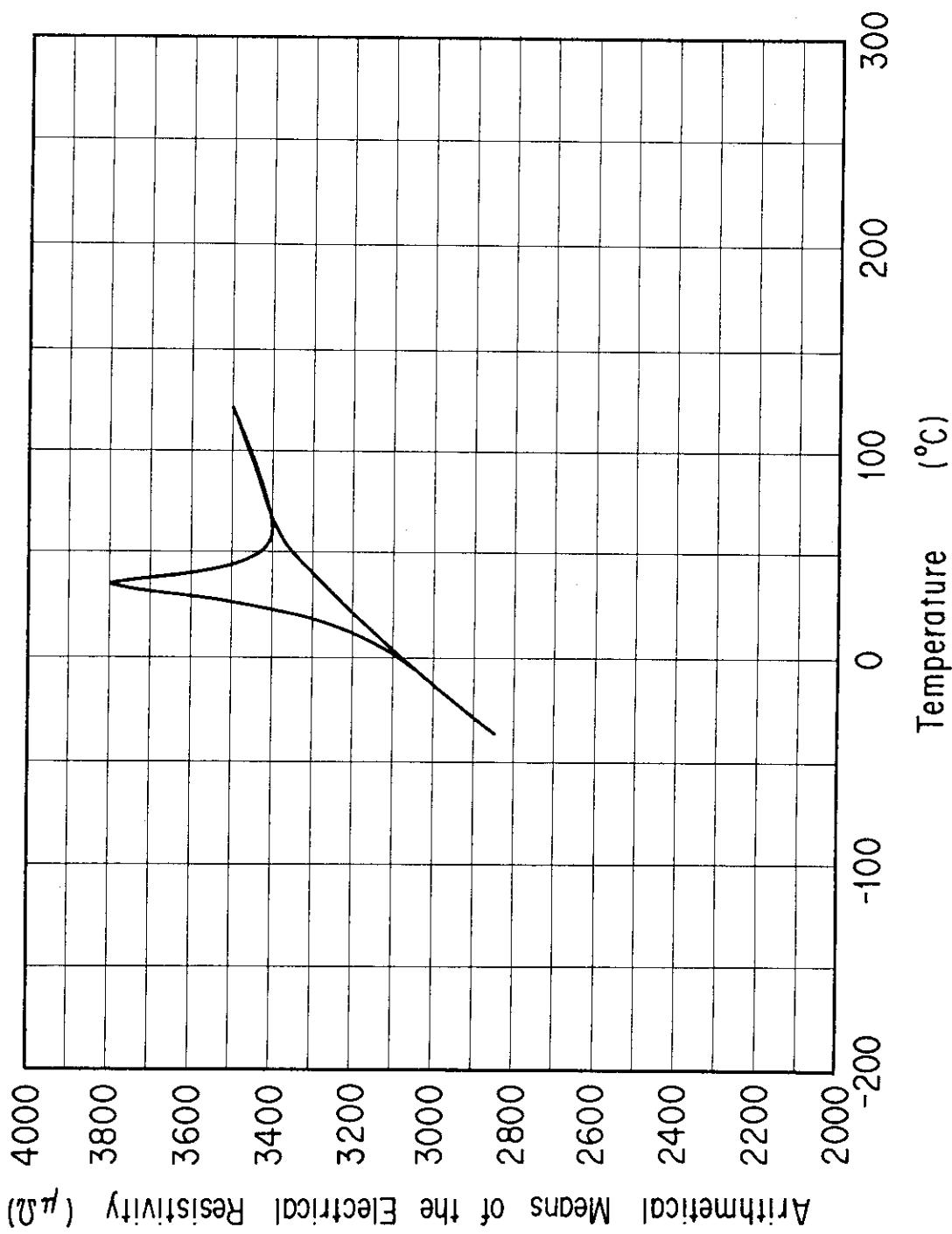


Fig. 6.2 Arithmetical means of electrical resistivities upon inverting the polarity of a constant current

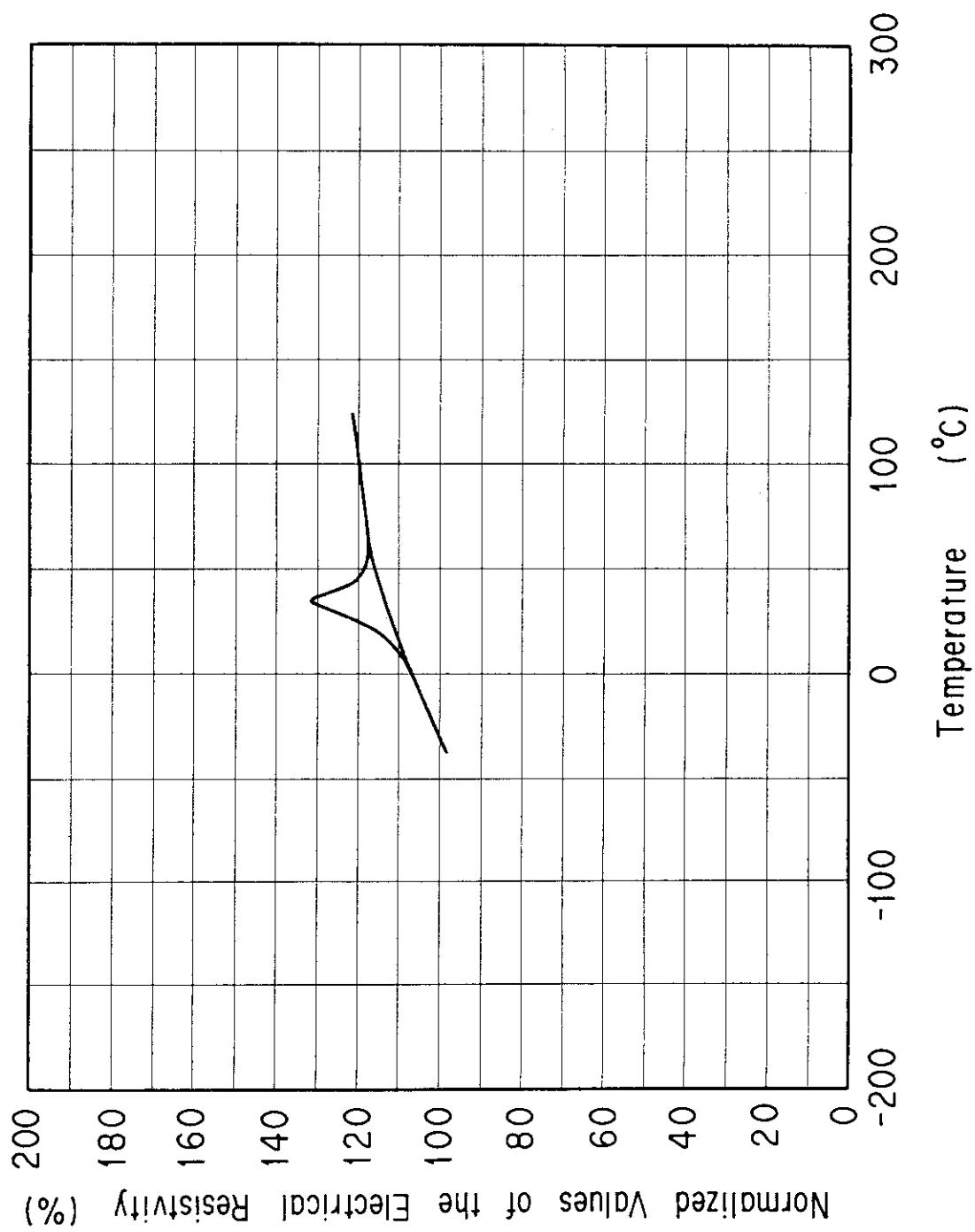


Fig. 6.3 Normalized values of electrical resistivities dividing by a resistivity at a temperature

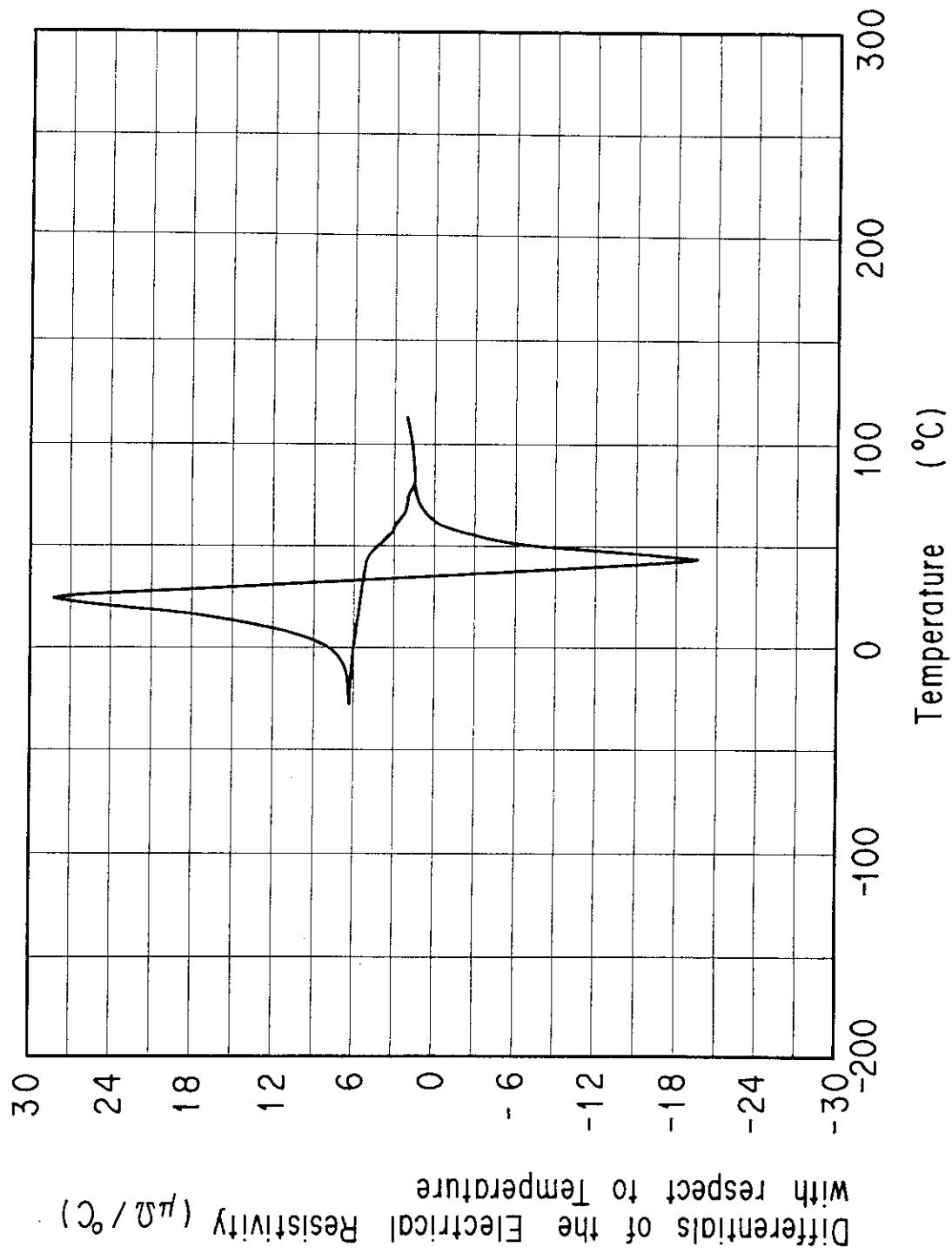


Fig. 6.4 Differentials of electrical resistivities with respect to temperature

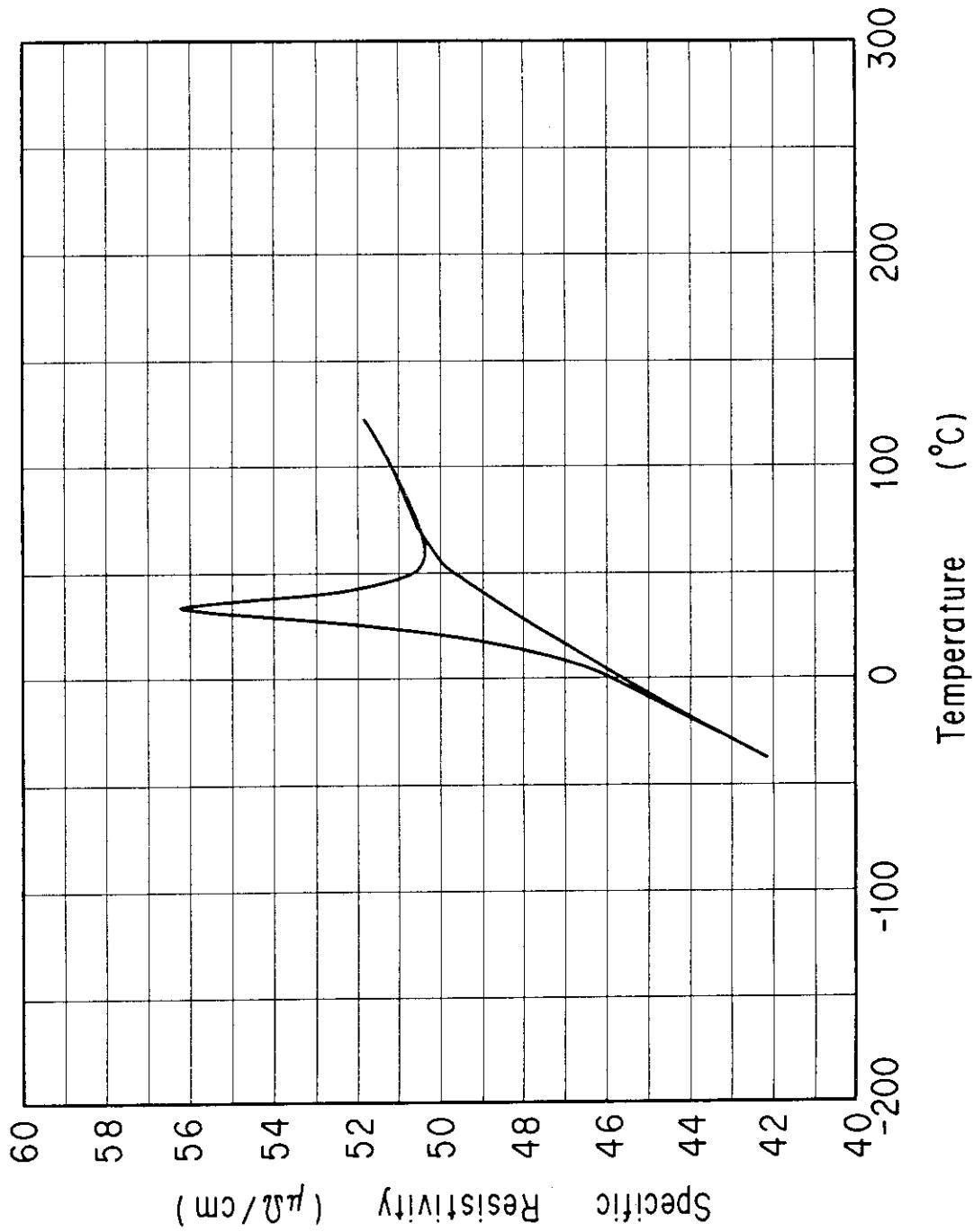


Fig. 6.5 Specific resistivities

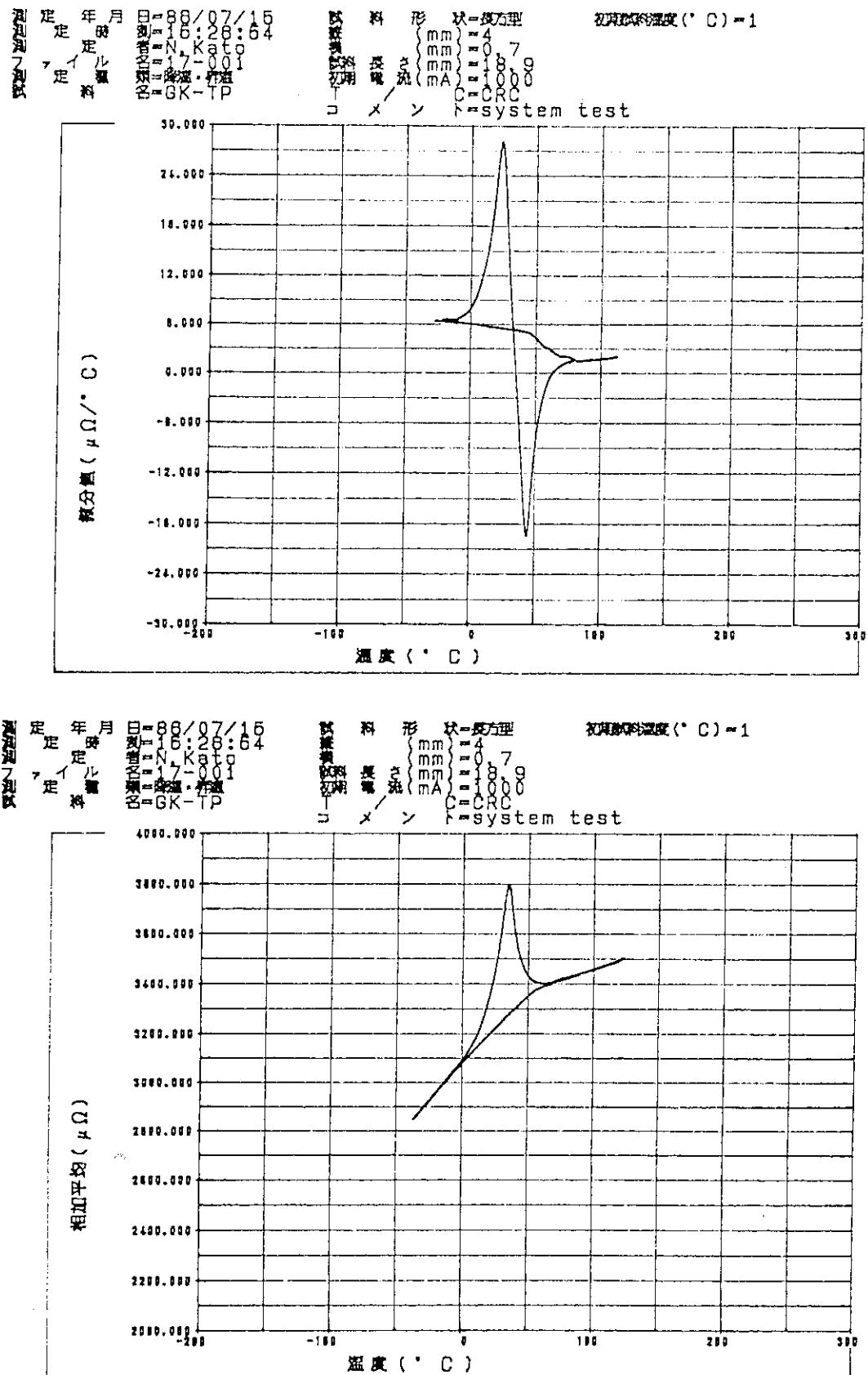


Fig. 6.6 Calculation examples of the electrical resistivity

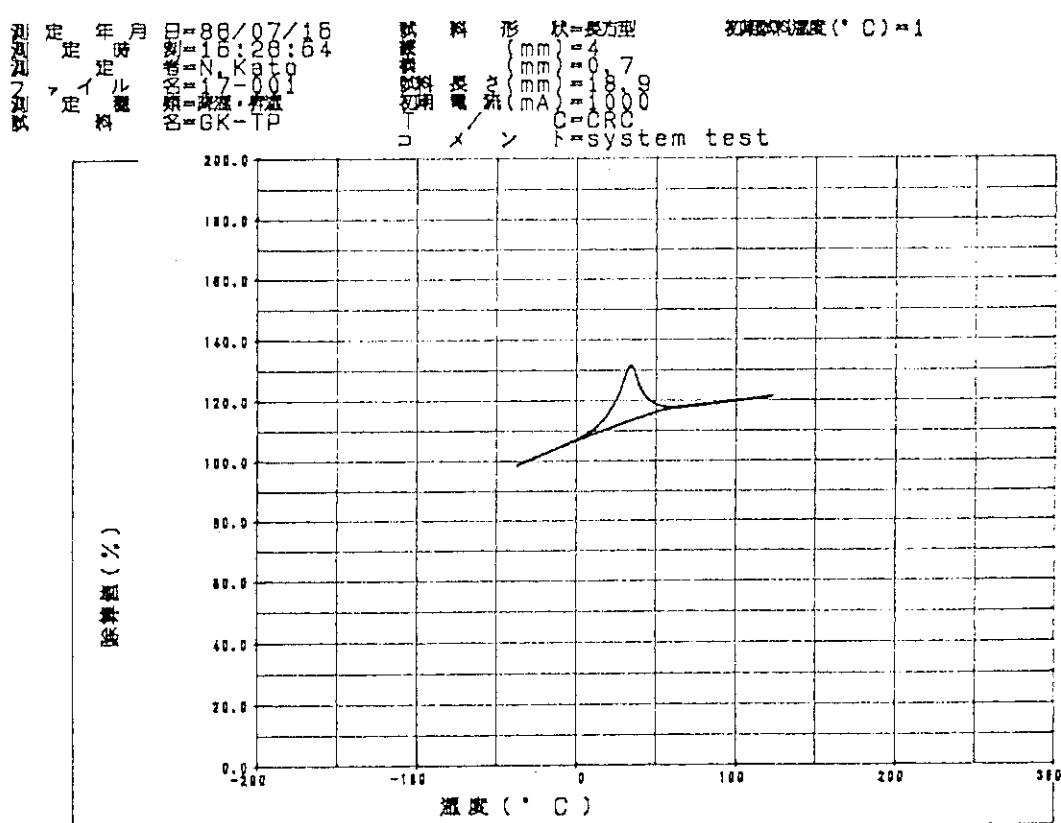
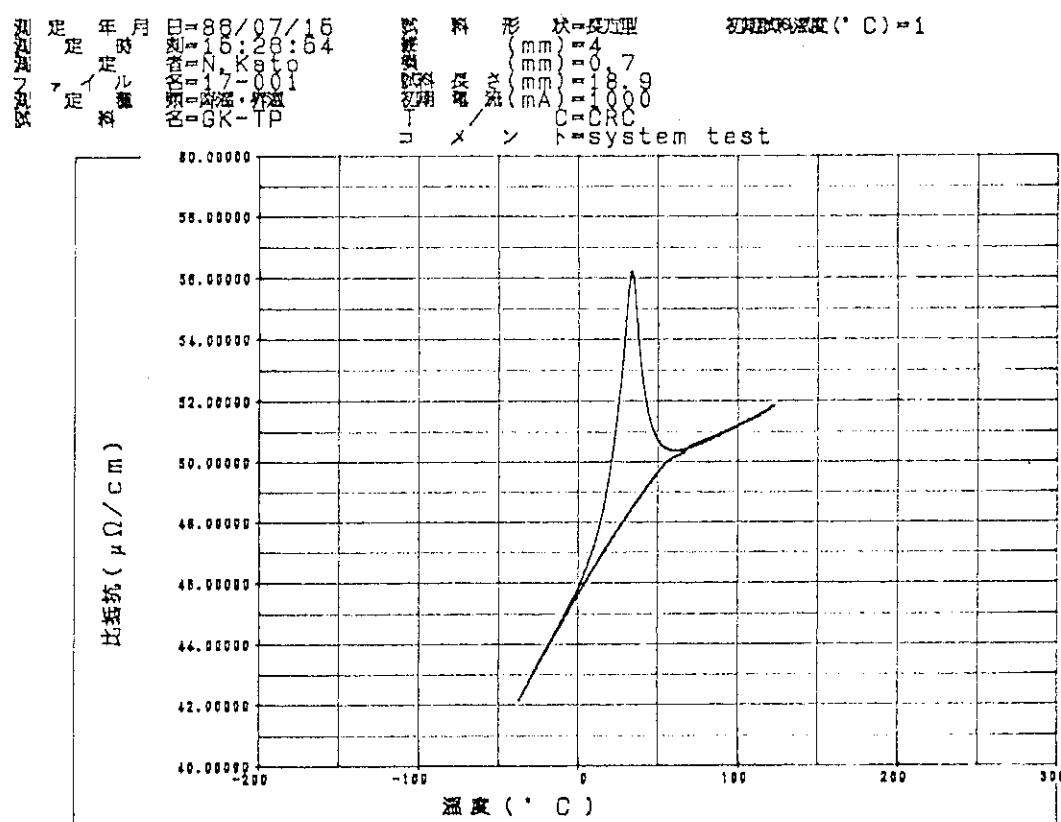


Fig. 6.6 (continued)

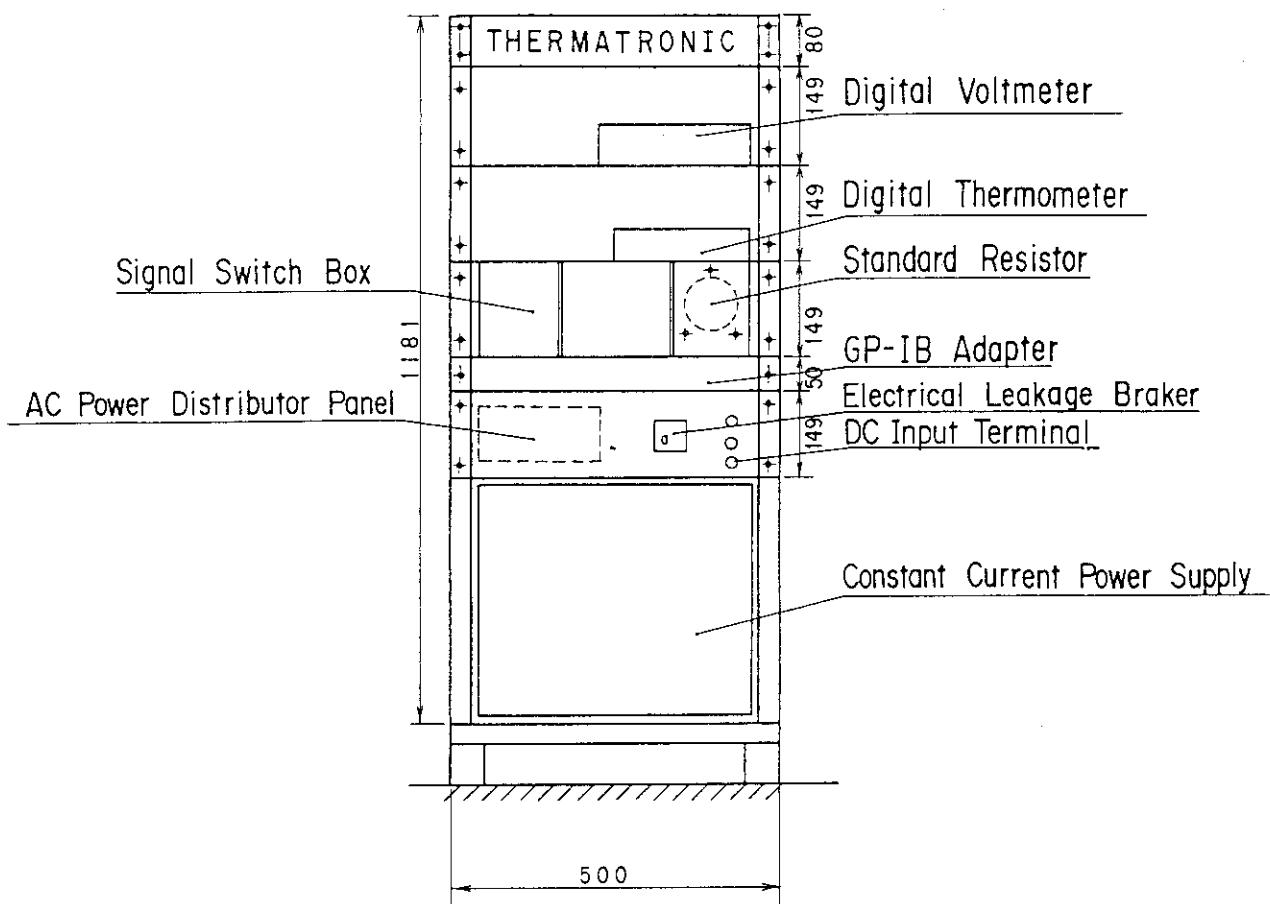
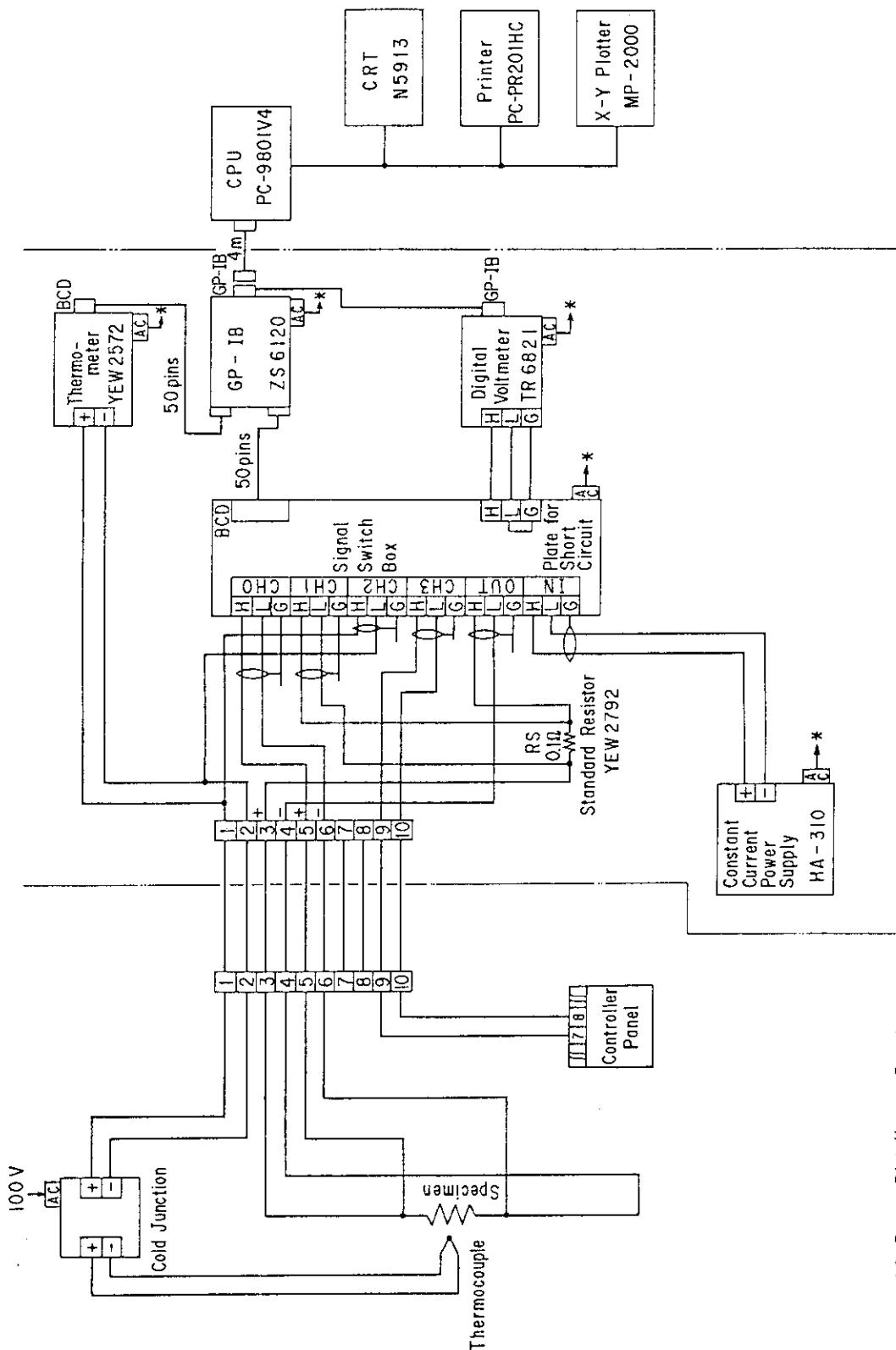


Fig. 6.7 Schematic drawings of an improved controller for resistivity measurement



* : to AC Power Distributor Panel

Fig. 6.8 Signal diagram of a resistivity measurement system

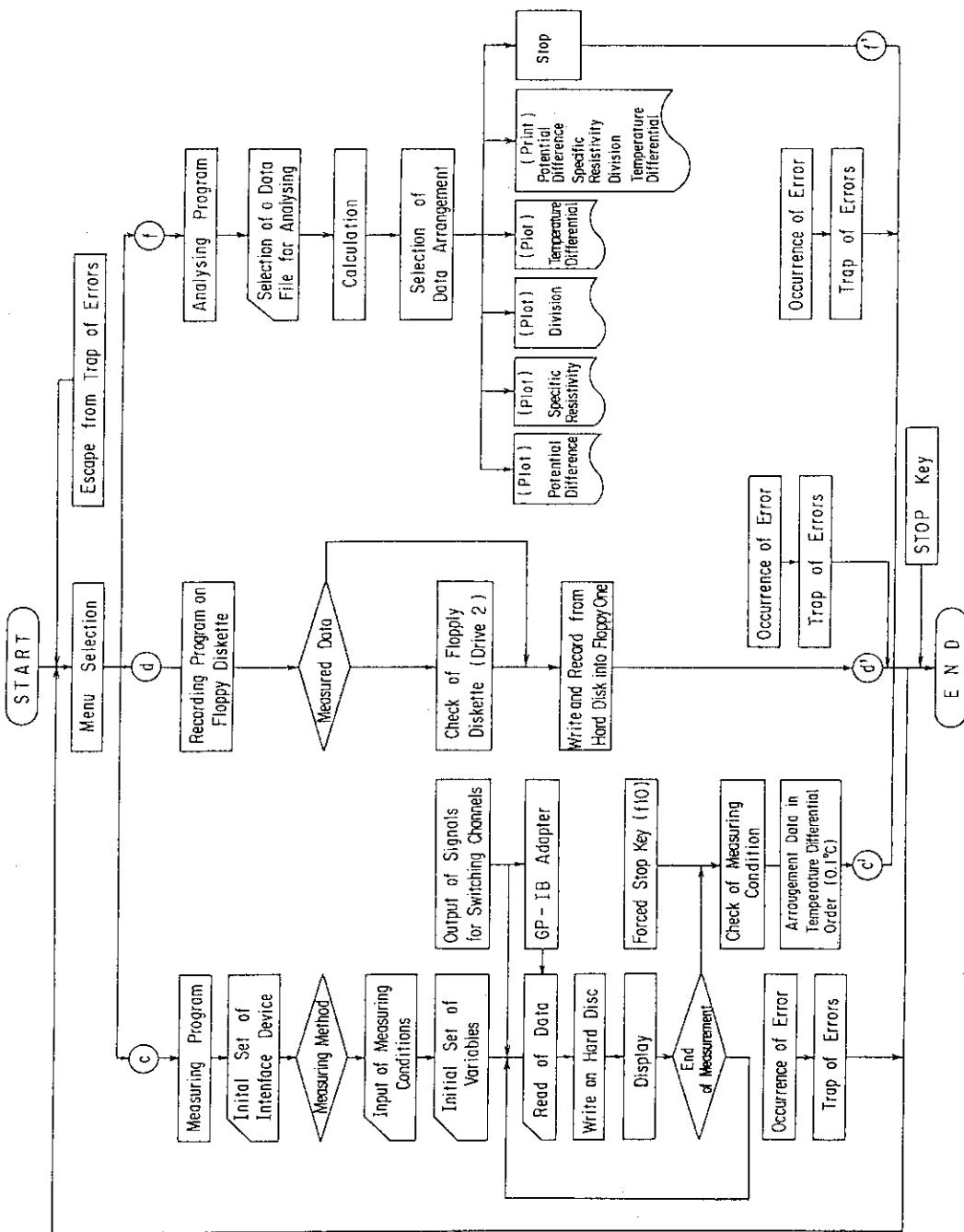


Fig. 6.9 Outline of softwares constructing resistivity data acquisition system

NEC N88 BASIC(86) version 3.0
Copyright 1986 by Tokyo Industries, INC./Naoki,Kato
Program is Thermatronic Measuring System

測定装置の電源，サンプルのセット
プロッターの電源，ベン1，2，3のセット
プリンターの電源，ペーパー インクリボンのセット
ドライブ2に，データ用ディスクケットのセット
ドライブ1に，測定プログラムディスクケットのセット

注 ドライブ1は，常に測定プログラムディスクケットが入っていること！！

以上の確認をしてください。

確認終了異常無し＝リターンキー

***** 電 气 比 抵 抗 测 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16

カーソル上下矢印キーにて処理を指示しなさい 実行＝リターンキー

[解 析]

[記録（フロッピー）]

[測 定]

[終]

Fig. 6.10 Displayed examples of the menu-selection program on CRT

***** 電 気 比 抵 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
測 定 处 理 中

カーソル位置が入力項目です（漢字不可）中止＝/ 決定＝リターンキー

日 付	186/07/16	自動入力
時 間	16:26:11	自動入力
測 定 者	N.Kato	10 文字以内
フ ァ イ ル 名	17-001	6 文字以内
測 定 種 類	Z	昇・降温 = 1 降・昇温 = 2
試 料 名	GK-TP	10 文字以内
試 料 形 状	1	長方 型 = 1 丸 型 = 2
寸 法	4.000 0.700	(mm)
横 寸 法		(mm)
直 径	18.900	(mm)
試 料 長 度	1000.000	(mm)
初 期 電 温		(mA)
電 温	/	C C = 1 C R C = 2
コ メ ン ト	system test	30 文字以内
測 定 最 専 濃 度	1	(°C)
初 期 試 料 溫 度	25.0	(°C)
入 力 終 了	再入力 = D E L キー 完了 = リターンキー	

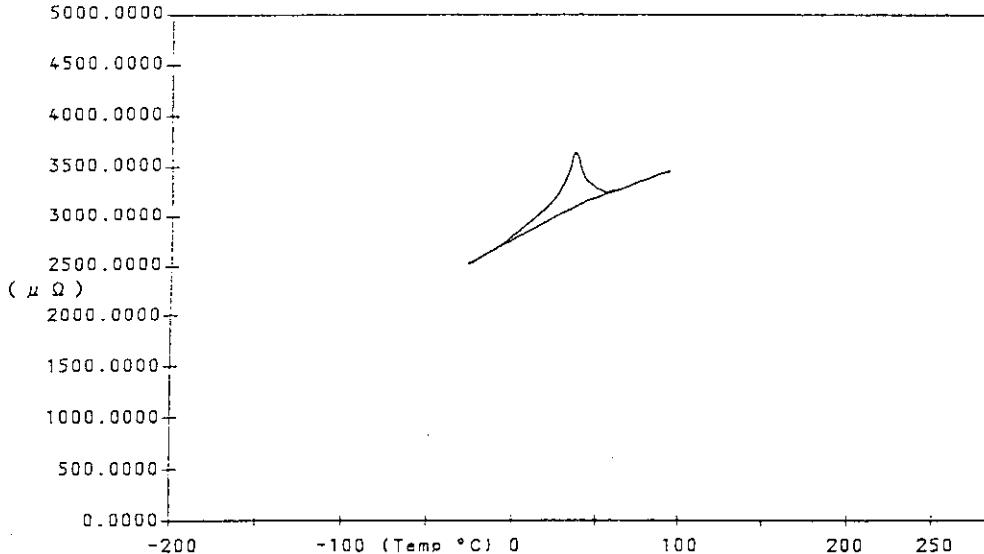
***** 電 気 比 抵 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
測 定 处 理 中

測定を開始します モーターの始動スイッチを入れて下さい 中止 = f + 10 キー

現在の試料温度 80 °C

Return

測定時間 = 24(sec) 試料温度 = 56.4(°C) 電位差 = 3387(μΩ) 有効データ 86/07/16



End

Fig. 6.11 Displayed examples of the measuring program on CRT

測定は 121.732°C で終了しました データが格納されています

ただ今の測定結果

確認できましたら任意のキーを押してください

昇温測定 完了

有効最小温度データ -30.0(°C)
有効最大温度データ 121.7(°C)

降温測定 完了

有効最小温度データ -30.0(°C)
有効最大温度データ 80.7(°C)

測定最小温度データ -30.0(°C)

測定最大温度データ 121.7(°C)

***** 電 気 比 烟 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
測定は 121.732°C で終了しました データが格納されています

カーソル上下矢印キーにて処理を指示しなさい 実行=リターンキー

Fig. 6.11 (continued)

***** 電 気 比 紙 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
記 録 (フロッピー) 处 理 中

ドライブ2のディスクケットの使用状態

確認して下さい 交換処理後 = Cキー 繼続 = Yキー 中止 = /キー

ディスクケットが一杯に近い時は、フォーマット済みディスクケットと交換して下さい
([] 点滅の時 [クラスター] 141] / 151) NOW [クラスター = 141 / 151] 151 = FULL



***** 電 気 比 紙 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
記 録 (フロッピー) 处 理 中

測定データをファイルに記録しています

ファイル名は 17-001 です

Fig. 6.12 Displayed examples on CRT of the recording program on
on a floppy diskette

***** 電 気 比 抵 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
解 析 处 理 中

カーソル上下矢印キーにて処理を指示しなさい 実行=リターンキー 中止=/キー

***** 電 気 比 抵 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
解 析 处 理 中

ファイルの内容を印刷しますか (FILES 2 ニヨル) Y e s = Y キー N o = N キー

***** 電 気 比 抵 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
解 析 处 理 中
確認できたら 任意のキーを押してください

21-001 U	7	21-001 D	5	23-002 U	1	23-002 D	3	23-003 U	1
23-003 D	1	23-004 U	1	23-004 D	1	23-005 U	1	23-005 D	1
23-006 U	10	23-006 D	10	24-001 U	6	24-001 D	4	26-001 U	7
26-001 D	7	27-001 U	7	27-001 D	7	1	U	1	D
19-001 U	1	19-001 D	1	20-601 U	1	20-601 D	2	TESTNO.ISE	1
07-001 U	1	07-001 D	1	14-001 U	2	14-001 D	2	15-001 U	2
15-001 D	2	17-001 U	4	17-001 D	3				

Fig. 6.13 Displayed examples of the analysing program on CRT
(upon analysing)

***** 電 気 比 抵 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
解 析 处 理 中

指 定 方 法 (FILES 223ル)

例) FILENAU FILENAO

ファイルメイ+U ファイルメイ+D
U・D のファイルは昇温・降温 データです 常にU・Dがついています
ファイルメイ だけを記録名(ファイル名)として指定してください

記録名(ファイル名)を6文字以内で指定して下さい 中止=/

17-001

***** 電 気 比 抵 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
解 析 处 理 中

試料名=GK-TP

昇温測定温度範囲 -37.1(°C) ~ 122.4(°C)

降温測定温度範囲 -31.1(°C) ~ 88.7(°C)

確認できましたら 任意のキーを押してください

***** 電 気 比 抵 抗 測 定 プ ロ グ ラ ム ***** 86/07/16
解 析 处 理 中

測定データ 計算中

昇温データ

- * 相加平均
- * 除算値
- * 比抵抗
- * 故分値

降温データ

- * 相加平均
- * 除算値
- * 比抵抗
- * 故分値

Fig. 6.13 (continued)

***** 電気比抵抗測定プログラム ***** 86/07/16
解 析 处 理 中

カーソル上下矢印キーにて処理を指示しなさい 実行=リターンキー

- プリント(全項目)
- プロット(相加平均)
- プロット(添算値)
- プロット(温度微分値)
- プロット(比抵抗)
- 終了

***** 電気比抵抗測定プログラム ***** 86/07/16
解 析 处 理 中

Print処理

下記の値を指定して下さい 中止=/ 全範囲=スペース

-37.1(°C)から 122.4(°C)まで 10 (°C)ごとにプリント

測定条件											
測定日	月	日	時	分	秒	測定条件	測定日	月	日	時	分
86/07/15			10:18:54			N-Katō	86/07/15			10:18:54	
フライス						7.111	フライス				
試験片						0.002	試験片				
試験片						GR-CF	試験片				
試験片						高型	試験片				
試験片						4	試験片				
試験片						0.7	試験片				
試験片						18.9	試験片				
試験片						100.0	試験片				
T/C						CRC	T/C				
コントラスト						System test	コントラスト				
試験片温度(°C)						1	試験片温度(°C)				

($^{\circ}$ C)	(μ V)	(μ V)	(μ V)	(μ V)	(μ V)	(μ V)	(μ V)	(μ V)	(μ V)	(μ V)	(μ V)
xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm	xx / 4mm
-37.1	1224.4400/1104.1000	11.04/1104.1000	11.17/1104.1000	2210.4107/1104.1000	100.7/100.3	41.3321/67.42.16320	98.5/97.7				
-37.1	3314.4400/2104.1000	11.04/2104.1000	11.17/2104.1000	1113.1107/1518.150	101.4/102.1	4.213/4.131	42.7421/67.42.23310	97.1/97.1			
-37.1	3314.4400/2104.1000	11.04/2104.1000	11.17/2104.1000	3018.1207/3014.300	104.1/104.3	4.192/4.119	44.5512/97.44.16410	97.7/97.7			
-37.1	3314.4400/2104.1000	11.04/2104.1000	11.17/2104.1000	3017.1207/3013.370	104.7/107.2	4.091/4.271	44.5974/67.41.21280	97.1/97.1			
-37.1	3314.4400/2104.1000	11.04/2104.1000	11.17/2104.1000	3017.1207/3013.370	104.7/107.2	4.091/4.271	44.5974/67.41.21280	97.1/97.1			
-37.1	3314.4400/2104.1000	11.04/2104.1000	11.17/2104.1000	3137.1307/3111.160	104.7/110.2	1.710/13.512	44.7792/67.41.32370	97.1/97.1			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3193.4207/3241.410	110.7/113.8	4.421/22.710	47.2095/67.41.31010	97.1/97.1			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3197.7707/3414.040	111.5/115.8	3.200/12.001	47.2095/67.41.31010	97.1/97.1			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3199.4107/3414.040	114.0/114.2	3.120/12.001	47.2095/67.41.31010	97.1/97.1			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3200.4107/3414.150	114.1/114.7	3.120/12.001	47.2095/67.41.31010	97.1/97.1			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3201.4107/3414.150	114.1/114.7	3.120/12.001	47.2095/67.41.31010	97.1/97.1			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3201.4107/3401.300	117.0/117.9	2.581/-0.847	48.2221/60.77730	97.1/97.1			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3404.2307/3407.000	118.1/118.1	1.021/0.947	50.1611/60.38490	97.4/97.4			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3423.0007/3429.160	118.7/118.7	1.471/-	50.1670/56.47410	97.4/97.4			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3423.0007/3429.160	119.7/119.7	1.511/-	50.1680/56.47410	97.4/97.4			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3423.0007/3429.160	120.7/120.7	1.440/-	51.1880/56.47410	97.1/97.1			
-37.1	3313.4400/2103.1500	11.04/2103.1500	11.17/2103.1500	3423.0007/3429.160	121.7/121.7	1.440/-	51.1880/56.47410	97.1/97.1			

Fig. 6.14 Displayed examples of the analysing program on CRT (upon printing)

***** 電気比抵抗測定プログラム ***** 86/07/16
 解析処理中
 相加平均 Plot t 处理

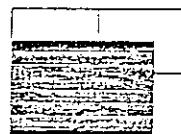
相加平均 Plot t Scale 設定 下記の値から 指定しなさい

相加平均最小値 = 2845.200 ($\mu\Omega$)
 相加平均最大値 = 3796.120 ($\mu\Omega$)
 溫度 最大値 = 122 ($^{\circ}\text{C}$)

Y · Scale (最小値)を指定	($\mu\Omega$)	2000.000
Y · Scale (最大値)を指定	($\mu\Omega$)	4000.000
X · Scale (最大値)は		300 ($^{\circ}\text{C}$)

用紙サイズを↓決定=リターンキー

用紙サイズ = A 4



指定する Y · Scale は 10 等分されて表示されます
 X 軸は 50 °C ごとに線が引かれて 100 °C ごとに表示されます

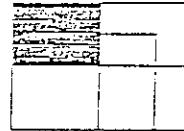
***** 電気比抵抗測定プログラム ***** 86/07/16
 解析処理中
 フロッターワー動作中

相加平均 Plot t Scale 設定 下記の値から 指定しなさい

相加平均最小値 = 2845.200 ($\mu\Omega$)
 相加平均最大値 = 3796.120 ($\mu\Omega$)
 溫度 最大値 = 122 ($^{\circ}\text{C}$)

Y · Scale (最小値)を指定	($\mu\Omega$)	2000.000
Y · Scale (最大値)を指定	($\mu\Omega$)	4000.000
X · Scale (最大値)は		300 ($^{\circ}\text{C}$)

用紙サイズ = A 5 左上



指定する Y · Scale は 10 等分されて表示されます
 X 軸は 50 °C ごとに線が引かれて 100 °C ごとに表示されます

Fig. 6.14 (continued)

7. 結 論

代表的な機能材料である形状記憶合金の中性子照射挙動を調べるために遠隔操作型電気抵抗測定装置を開発した。装置開発について得られた結論は以下の通りである。

- (1) ガンマ線感受性の高い半導体や複雑な温度センサーを使用せず、単純試料駆動方法による遠隔操作式電気抵抗測定が可能となった。
- (2) 本装置では 83 K から 423 K までの試料温度範囲が得られた。
- (3) 試料温度勾配は、ステンレス製二重容器（デュア容器）内に設けた温度雰囲気（77 K から 430 K）内を試料移動させることより得られた。
- (4) この温度雰囲気はステンレス製二重容器内の底部に液体窒素を充填するだけの極めて単純な方法である。
- (5) この温度勾配原理では、ステンレス製二重容器上部側にヒータを設け、底部側に液体窒素を充填することにより、対流を利用して極めて緩やかな温度勾配を得ることが出来る。
- (6) この温度制御方式は半導体や複雑なセンサーを使用する方式と比較し、照射環境下においても全く影響を受けないため信頼性の点からも良好である。しかも簡便に幅広い温度範囲が得られる利点を有しており、遠隔操作型温度制御方式として優れているため他の遠隔操作機器への応用も可能である。
- (7) 本装置は直流四端子法を用いており、試料とリード線及び熱電対は遠隔操作式点溶接により完全に接触しているため、機械的接触方法の場合に問題となる水分などによるノイズや誤信号発生が無い利点を有する。

また本装置を用いて得られた TiNi 系形状記憶合金に関する電気抵抗測定実験結果の結論は次の通りである。

- (8) 変態温度の急激な減少及び電気抵抗温度依存性の正から負への変化などに見られる TiNi 系形状記憶合金特有の中性子照射感受性の高さが確認された。一方、照射後の 473 K ~ 523 K 焼鈍処理により照射損傷は殆ど回復することが明らかになった。

中性子照射した形状記憶合金の変態特性を明らかにする目的で、開発された本装置は、試料の電気抵抗の連続的な温度変化を遠隔操作にて自動測定出来ることが大きな特徴である。物性測定用照射後試験装置は、装置の調整法、測定方法、測定精度、信頼性あるいは耐久性などの条件から遠隔操作化が難しいとされ、今まで実用化されたものは数少ないが、今回試作・開発した遠隔操作型電気抵抗測定装置は物性測定用 PIE 装置として初期の目的を十分満足するものである。

本装置を用いて実施した中性子照射 TiNi 形状記憶合金に関する遠隔操作式電気抵抗測定法は、形状記憶合金が有する機能特性、なかでも変態特性に及ぼす中性子照射の影響を評価する手段として極めて有用であり、変形挙動や組織・構造などを解析するための他の照射後試験手法と併用すれば照射挙動解明にさらに効果的となる。形状記憶合金を始めとする原子力用新素材の照射挙動解明を進める上で、物性測定用試験技術開発は研究の成否を握る重要な課題である。本報告で述べた、遠隔操作化にあたっての改良手法や簡便な温度制御方法は他の物性測定用実験装置に対

しても応用可能であるため、本装置開発が今後の照射後試験技術開発の一助となれば幸である。

謝　　辞

遠隔操作型電気抵抗測定装置の試作・開発にあたり筑波大学物質工学系宮崎修一講師、大塚和弘教授、大阪大学工学部材料物性工学科江南和幸助教授、佐分利敏雄教授には、測定原理に関し、適切な御助言をいただいた。また、藤平製作所の藤平誠一氏には本装置の製作、据付で御助力をいただいた。(株)東京工業の三村伸雄氏、加藤尚樹氏には本装置測定系及びデータ処理系に改造を加えた試作機の製作に御助力をいただいた。さらに、原子炉計測研究室からの、83M-7Aキャップセル(依頼元：原子炉計測研究室)に装荷された形状記憶合金試料に関する照射後試験(電気抵抗測定)依頼に基き、本装置駆動装置部の改造に係わる手続き及び検討に関し御尽力いただいた原子炉計測研究室の角田恒巳氏、荒克之主任研究員及び照射第1課 笹島栄夫氏(現反応度安全研究室)、露崎典平係長(現高温工学試験研究炉設計室)に、また本装置駆動装置部の改造作業に御助力いただいた(株)古河電工 田村裕一氏に謝意を表します。

参考文献

- (1) D.P. Dautovich and G.R. Purdy: Can. Met. Quart., 4(1965)129.
- (2) 形状記憶合金の用途開発に関する調査研究報告書Ⅲ、(財)大阪科学技術センター、形状記憶合金用途開発委員会 1985年3月 pp.49-61.
- (3) 金属抵抗材料の電気抵抗-温度特性試験方法。
- (4) K. Otsuka, T. Sawamura and K. Shimizu: Phys. Stat. Sol., 5(1971) 457.
- (5) T. Hoshiya, S. Den, H. Ito, H. Itami and S. Takamura: Proc. Int. Conf. on Martensitic Transformations (INCOMAT-86), The Japan Institute of Metals, Nara, Japan, August 1986, pp.685-690.
- (6) T. Hoshiya, S. Den and Y. Ichihashi: MRS Proc. Int. Meet. on Advanced Materials, Tokyo, May 1988, Materials Research Society, Vol.9, 1989, pp.225-230.

しても応用可能であるため、本装置開発が今後の照射後試験技術開発の一助となれば幸である。

謝　　辞

遠隔操作型電気抵抗測定装置の試作・開発にあたり筑波大学物質工学系宮崎修一講師、大塚和弘教授、大阪大学工学部材料物性工学科江南和幸助教授、佐分利敏雄教授には、測定原理に関し、適切な御助言をいただいた。また、藤平製作所の藤平誠一氏には本装置の製作、据付で御助力をいただいた。(株)東京工業の三村伸雄氏、加藤尚樹氏には本装置測定系及びデータ処理系に改造を加えた試作機の製作に御助力をいただいた。さらに、原子炉計測研究室からの、83M-7Aキャップセル(依頼元：原子炉計測研究室)に装荷された形状記憶合金試料に関する照射後試験(電気抵抗測定)依頼に基き、本装置駆動装置部の改造に係わる手続き及び検討に関し御尽力いただいた原子炉計測研究室の角田恒巳氏、荒克之主任研究員及び照射第1課 笹島栄夫氏(現反応度安全研究室)、露崎典平係長(現高温工学試験研究炉設計室)に、また本装置駆動装置部の改造作業に御助力いただいた(株)古河電工 田村裕一氏に謝意を表します。

参考文献

- (1) D.P. Dautovich and G.R. Purdy: Can. Met. Quart., 4(1965)129.
- (2) 形状記憶合金の用途開発に関する調査研究報告書Ⅲ、(財)大阪科学技術センター、形状記憶合金用途開発委員会 1985年3月 pp.49-61.
- (3) 金属抵抗材料の電気抵抗-温度特性試験方法。
- (4) K. Otsuka, T. Sawamura and K. Shimizu: Phys. Stat. Sol., 5(1971) 457.
- (5) T. Hoshiya, S. Den, H. Ito, H. Itami and S. Takamura: Proc. Int. Conf. on Martensitic Transformations (INCOMAT-86), The Japan Institute of Metals, Nara, Japan, August 1986, pp.685-690.
- (6) T. Hoshiya, S. Den and Y. Ichihashi: MRS Proc. Int. Meet. on Advanced Materials, Tokyo, May 1988, Materials Research Society, Vol.9, 1989, pp.225-230.

しても応用可能であるため、本装置開発が今後の照射後試験技術開発の一助となれば幸である。

謝　　辞

遠隔操作型電気抵抗測定装置の試作・開発にあたり筑波大学物質工学系宮崎修一講師、大塚和弘教授、大阪大学工学部材料物性工学科江南和幸助教授、佐分利敏雄教授には、測定原理に関し、適切な御助言をいただいた。また、藤平製作所の藤平誠一氏には本装置の製作、据付で御助力をいただいた。(株)東京工業の三村伸雄氏、加藤尚樹氏には本装置測定系及びデータ処理系に改造を加えた試作機の製作に御助力をいただいた。さらに、原子炉計測研究室からの、83M-7Aキャップセル(依頼元：原子炉計測研究室)に装荷された形状記憶合金試料に関する照射後試験(電気抵抗測定)依頼に基き、本装置駆動装置部の改造に係わる手続き及び検討に関し御尽力いただいた原子炉計測研究室の角田恒巳氏、荒克之主任研究員及び照射第1課 笹島栄夫氏(現反応度安全研究室)、露崎典平係長(現高温工学試験研究炉設計室)に、また本装置駆動装置部の改造作業に御助力いただいた(株)古河電工 田村裕一氏に謝意を表します。

参考文献

- (1) D.P. Dautovich and G.R. Purdy: Can. Met. Quart., 4(1965)129.
- (2) 形状記憶合金の用途開発に関する調査研究報告書Ⅲ、(財)大阪科学技術センター、形状記憶合金用途開発委員会 1985年3月 pp.49-61.
- (3) 金属抵抗材料の電気抵抗-温度特性試験方法。
- (4) K. Otsuka, T. Sawamura and K. Shimizu: Phys. Stat. Sol., 5(1971) 457.
- (5) T. Hoshiya, S. Den, H. Ito, H. Itami and S. Takamura: Proc. Int. Conf. on Martensitic Transformations (INCOMAT-86), The Japan Institute of Metals, Nara, Japan, August 1986, pp.685-690.
- (6) T. Hoshiya, S. Den and Y. Ichihashi: MRS Proc. Int. Meet. on Advanced Materials, Tokyo, May 1988, Materials Research Society, Vol.9, 1989, pp.225-230.