

オフライン荷重センサーの開発

焼結体による荷重測定素子の特性測定 (その1)

区 分 変 更	
変更後資料番号	PNC-TN9410 90-082
決裁年月日	平成10年3月26日

1990年6月

動力炉・核燃料開発事業団
大洗工学センター

この資料は、動燃事業団の開発業務を進めるため、限られた関係者だけに配布するものです。従って、その取扱いには十分注意を払って下さい。なお、この資料の供覧、複製、転載、引用等は事業団の承認が必要です。

オフライン荷重センサーの開発 焼結体による荷重測定素子の特性測定（その1）

奥田英一*，工藤文夫***，村井和夫****
小林孝良*，加納茂機**，金城勝哉*

要 旨

原子炉の環境下においてオフ・ラインで荷重を測定するために考案された、焼結体による荷重測定素子に関する基礎的特性データを取得した。特性測定に用いた素子の形状は、常陽における炉心変形反力測定を念頭において設定した。基礎的測定データ取得のために実施した試験は、次の通りである。

- 1) 熱膨張測定試験
- 2) Na 中浸漬試験
- 3) 室温圧縮試験
- 4) 高温圧縮試験
- 5) 圧縮クリープ試験

なお、高温圧縮試験においては、Na 浸漬試験に使用したサンプルの圧縮試験も実施した。

特定データは、極めて良好な結果を示しており、今後の実用化研究を進める上で貴重なデータがえられた。

* 実験炉部 技術課
** 技術開発部 フロンティア技術開発室
*** 三菱原子力工業(株) 新型炉統括部
**** 三菱原子力工業(株) 東海研究所

Development of off-line load sensor
Characterization of sintered-metal load gauge element (1)

Eiichi Okada*, Fumio Kudou **, Kazuo Murai***
Takayoshi Kobayashi*, Shigeki Kano**, Katsunari Kinjo*

Abstract

Characterization has been made on the sintered-metal load gauge element which is under development for use in off-line load measurement in the reactor environment. The shape of the element was determined with due consideration for possible use in the sub-assembly interaction force measurement in the Joyo core. The testing conducted is as follows :

- 1) Thermal Expansion Measurement Test
- 2) Sodium Immersion Test
- 3) Compression Tests at Room Temperature
- 4) Compression Tests at Elevated Temperatures
- 5) Creep Tests at Elevated Temperature

Compression tests for sodium-immersed elements were also conducted at an elevated temperature. Characteristic data obtained have been highly satisfactory, thereby encouraging further study for practical applications.

* Reactor Technology Section, Experimental Reactor Division, OEC-PNC
** Frontier Technology Development Section, Technology Development Division, OEC-PNC
*** Mitsubishi Atomic Power Industries, Inc.

目 次

	頁
和文要旨	I
英文要旨	II
表リスト	IV
図リスト	V
写真リスト	VII
1. まえがき	1
2. 予備試験	3
3. Na 中浸漬試験	7
4. 特性把握試験	10
5. 考 察	37
6. 今後の課題	83
7. あとがき	85
8. 謝 辞	86
9. 参考文献	87
付録A 焼結金属の化学成分	88
付録B SUS316L 焼結体の製作工程	90
付録C 材料試験報告書	92

表 リ ス ト

	頁
表 4. 2 - 1 試験マトリックス	14
表 4. 2 - 2 室温圧縮試験の試験マトリックス	15
表 4. 2 - 3 高温圧縮試験の試験マトリックス	16
表 4. 3 - 1 熱膨張率測定結果	25
表 4. 3 - 2 室温圧縮試験結果一覧表	26
表 4. 3 - 3 (1) 高温圧縮試験結果一覧表(1)	27
表 4. 3 - 3 (2) 高温圧縮試験結果一覧表(2)	28
表 4. 3 - 4 圧縮クリープ試験結果一覧表	29
表 5. 4 - 1 形状別密度測定結果	73

図 リ ス ト

	頁
図 2.2 - 1 永久歪に対する粒度の影響	4
図 2.3 - 1 圧縮速度が異なる時の L-D 曲線の比較	5
図 2.3 - 2 永久歪に対する圧縮速度の影響	6
図 4.2 - 1 サンプルの形状	17
図 4.2 - 2 熱膨張測定装置	18
図 4.2 - 3 圧縮試験装置	19
図 4.2 - 4 圧縮試験治具	20
図 4.2 - 5 圧縮クリープ試験装置	21
図 4.2 - 6 試験前後のサンプルの寸法測定位置	22
図 4.3 - 1 熱膨張測定結果(100 μ m 供試材の伸び率)	30
図 4.3 - 2 熱膨張測定結果(40 μ m 供試材の伸び率)	31
図 4.3 - 3 圧縮試験における荷重-クロスヘッド変位記録チャートの例	32
図 4.3 - 4 圧縮試験における変位測定器記録チャートの例	33
図 4.3 - 5 圧縮クリープ試験における変位記録チャートの例	34
図 4.3 - 6 圧縮クリープ試験結果(100 μ m 供試材の変位の経時変化)	35
図 4.3 - 7 圧縮クリープ試験結果(40 μ m 供試材の変位の経時変化)	36
図 5.1 - 1 熱膨張測定結果(100 μ m 供試材の平均線膨張率)	38
図 5.1 - 2 熱膨張測定結果(40 μ m 供試材の平均線膨張率)	39
図 5.2 - 1 到達荷重が異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例	46
図 5.2 - 2 室温圧縮試験結果(二段円柱を除く)	47
図 5.2 - 3 高温圧縮試験結果(530°Cのみ、二段円柱を除く)	48
図 5.2 - 4 荷重パターンが異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例	49
図 5.2 - 5 荷重パターン B の試験途中の詳細データ(粒度 100 μ m)	50
図 5.2 - 6 荷重パターン B の試験途中の詳細データ(粒度 40 μ m)	51
図 5.2 - 7 サンプル形状が異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例	52

図 5.2-8	単純円柱と二段円柱の比較 (室温)	53
図 5.2-9	単純円柱と二段円柱の比較 (530°C)	54
図 5.2-10	試験温度が異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例	55
図 5.2-11	温度依存性 (粒度 100 μm)	56
図 5.2-12	温度依存性 (粒度 40 μm)	57
図 5.2-13	粒度が異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例	58
図 5.2-14	粒度依存性 (室温)	59
図 5.2-15	粒度依存性 (530°C)	60
図 5.2-16	粒度依存性 (600°C)	61
図 5.2-17	荷重と試験後の密度の関係 (室温)	62
図 5.2-18	荷重と試験後の密度の関係 (530°C)	63
図 5.2-19	荷重と試験後の密度の関係 (600°C)	65
図 5.3-1	クリープ試験後の変位	68
図 5.4-1	予備圧縮試験結果	74
図 5.4-2	圧縮特性のバラツキ比較	75
図 5.4-3	荷重-変位特性 (RT100-103)	76
図 5.4-4	荷重-変位特性 (RT100-101)	77
図 5.4-5	荷重-変位特性 (RT100-201)	78
図 5.4-6	MARCによる変形図	79

写真リスト

	頁
写真3.3-1 浸漬試験前のサンプル状況	9
写真5.2-1 焼結体の圧縮前後の金相状況	64
写真5.4-1 二段円柱サンプルの断面(受入材)	80
写真5.4-2 二段円柱サンプルの断面(100kgまで圧縮後)	81
写真5.4-3 二段円柱サンプルの断面(500kgまで圧縮後)	82

1. ま え が き

高速炉プラントの長期的な運転管理、及び原子炉施設の安全確保を目的として、原子炉のプラントを構成する機器、構造材に作用する荷重測定の技術開発は、これらの構造材の供用中に於ける健全性評価の一手法として、重要な研究課題である。

オフライン荷重センサーの開発は、高速炉の炉心内等の高中性子束、高 γ 線、高温Naという環境下に於いて機器、構造物に作用する荷重をオフラインで測定できる素子の開発を目的に、昭和63年からフロンティア材料開発業務の一環として着手したものである。

本センサーの開発目標の一つとして、高速炉に於ける炉心変形挙動解析コードの検証試験が挙げられる。炉心変形挙動は、炉心に装荷された炉心構成要素群が炉内の中性子束、及び温度勾配に起因して、湾曲を引き起し、炉心構成要素のスペーサパッド部間で相互に接触し干渉し合う挙動をいう。現在、高速炉の稼働率向上、燃料サイクル費低減を図るため、高燃焼度、長寿命の炉心燃料開発が進められているが、この際、炉心変形挙動が顕挙となるため、原子炉運転時の反応度特性、炉心構成要素の健全性、燃料交換等に影響を及ぼす。従って、炉心変形挙動は、高速炉の燃料寿命を制限する要因の一つとなる可能性があり、実用化FBRの炉心設計、長期的な運転計画の策定時、炉心管理上、詳細に考慮すべき事象である。本研究は炉心変形挙動のための炉内試験の一案として、炉心構成要素のパッド部に荷重センサーを取り付け、原子炉運転時にパッド部に作用する荷重を安価でかつ容易に測定できる手法の成立性について検討するものである。

本報告書では、オフライン荷重センサー開発の第一段階として原子炉内の環境下において荷重を測定しうる荷重測定素子の候補材としてSUS316Lの焼結体を選定し、荷重素子に関する基礎的特性データを取得した結果を報告する。

本法の測定原理は、弾性域がほとんど存在せず、かつ荷重と塑性変形量がほぼ線型関係にある、焼結体金属が有する「超塑性特性」に着目し、素子に作用した「圧縮荷重」を除荷後の「残留変形量」から測定するものである。

特性試験に用いた素子の形状は「常陽」における炉心変形反力測定を念頭において設定した。基礎的データ取得のために今回実施した試験は次の通りである。

- 1) 熱膨張測定試験
- 2) Na中浸漬試験
- 3) 室温圧縮試験

4) 高温圧縮試験

5) 圧縮クリープ試験

尚、高温圧縮試験に於いては、Na中浸漬試験に使用したサンプルの圧縮試験も実施した。更にこれらの特性データを取得すると共に、原子炉内でのオフラインによるセンサーとしての用途、たとえば荷重測定、変形測定、隙間測定などへの用途を切り開くための設計手法の確立も検討した。

2. 予 備 試 験

2.1 概 要

焼結体の特性試験に先立ち、粒度による特性の変化を調べ、本試験に使用する粒度を選定することとした。

2.2 粒度の選定

焼結体材料としては、ステンレス鋼、ブロンズなど色々な材料が使われる。今対象としている焼結体の使用目的は、原子炉内での荷重測定であるので、材料としてはオーステナイト系ステンレス鋼 SUS 316 L（以下 SUS 316 L と略す）を採用している。SUS 316 L の場合、焼結前の粉末の粒度は、 $20\mu\sim 120\mu$ である。予備試験においては、両極端を避け、 40μ 、 70μ 、 100μ の粒度を採用し室温での圧縮試験を実施することとした。予備試験のサンプル寸法としては、炉心変形の荷重反力測定用パッドの寸法を基本と考え、 $6\phi-3t$ を採用した。

圧縮試験の結果を図 2.2-1 に示す。同図より粒度と残留歪は、ほぼ直線関係にあることが分かる。この結果より、本試験には 40μ 及び 100μ を採用することとした。また、基本粒度としては、炉心変形の荷重反力測定の観点から適正と考えられる 100μ を選定した。

2.3 圧縮速度の選定

本試験における圧縮速度を決定するため、圧縮速度をパラメータとした予備試験を行った。予備試験のサンプルとしては圧縮速度の効果がより明確になると思われる $6\phi-6t$ を使用した。圧縮試験より荷重-変位の関係を図 2.3-1 に示す。また、荷重 800kg における残留歪に対する圧縮速度の関係を図 2.3-2 に示す。両図より、圧縮速度として $0.1\text{mm}/\text{min}$ でも問題ないことから、 $0.1\text{mm}/\text{min}$ を基準の圧縮速度とすることとした。

2.4 基本形状の選定

本試験における基本形状としては、炉心変形の反力測定を念頭に単純円柱と二段円柱とした。二段円柱の目的は、集合体上部パッド部の取り付けを考慮したものである。本試験に供するサンプルの寸法、形状は図 4.2-1 に示す通りである。

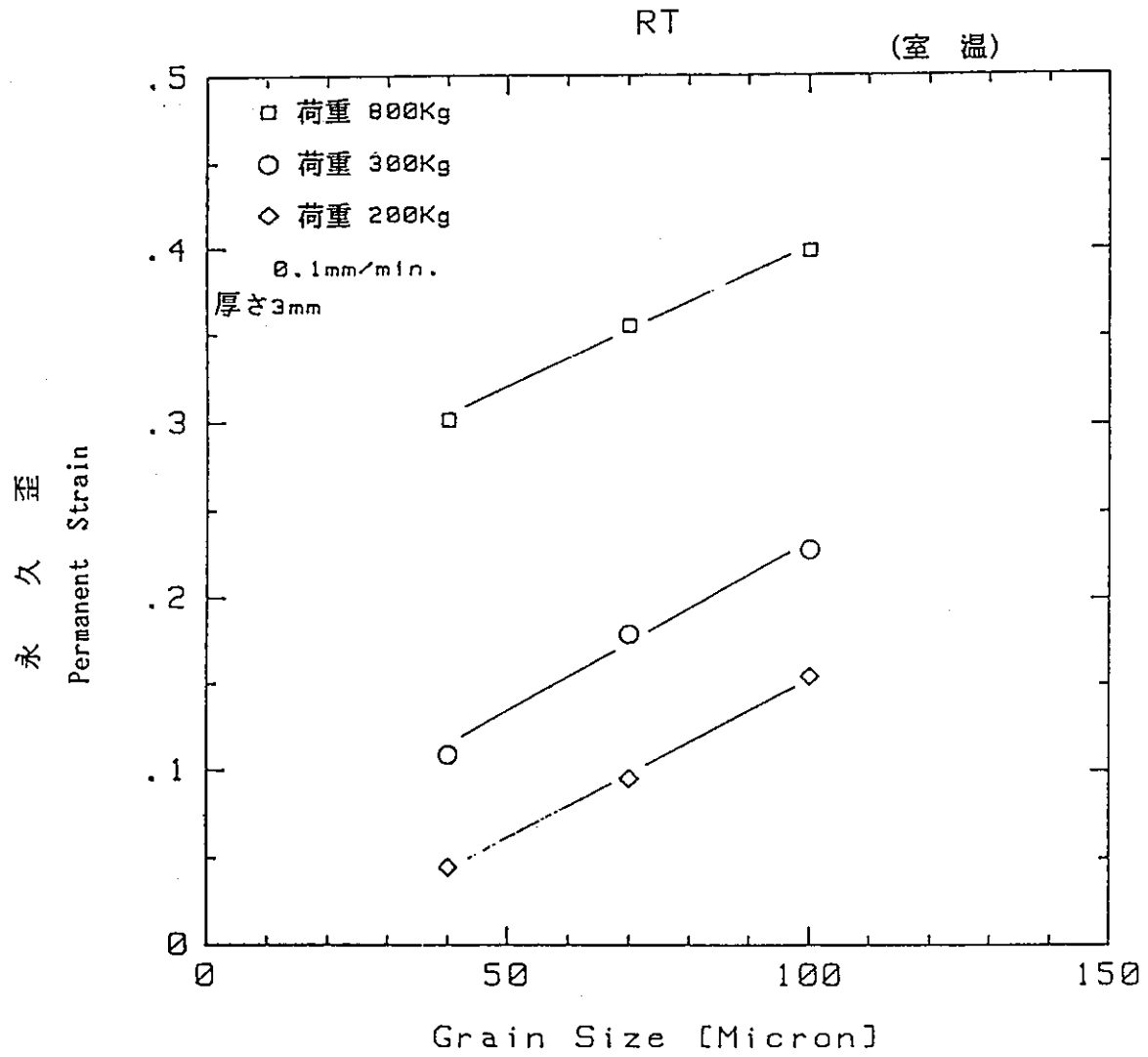


図2.2-1 永久歪に対する粒度の影響

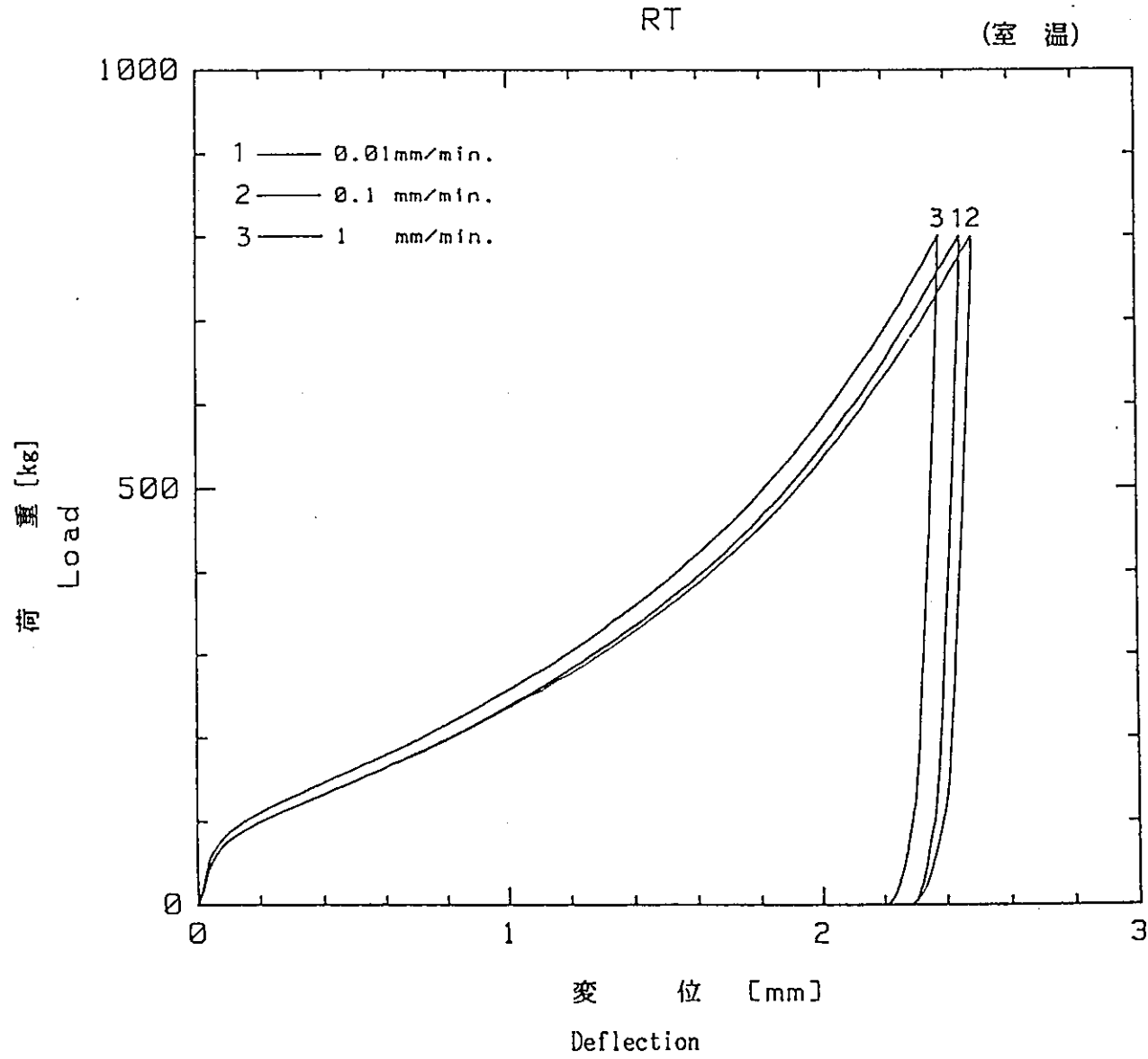


図 2.3-1 圧縮速度が異なる時の L-D 曲線の比較

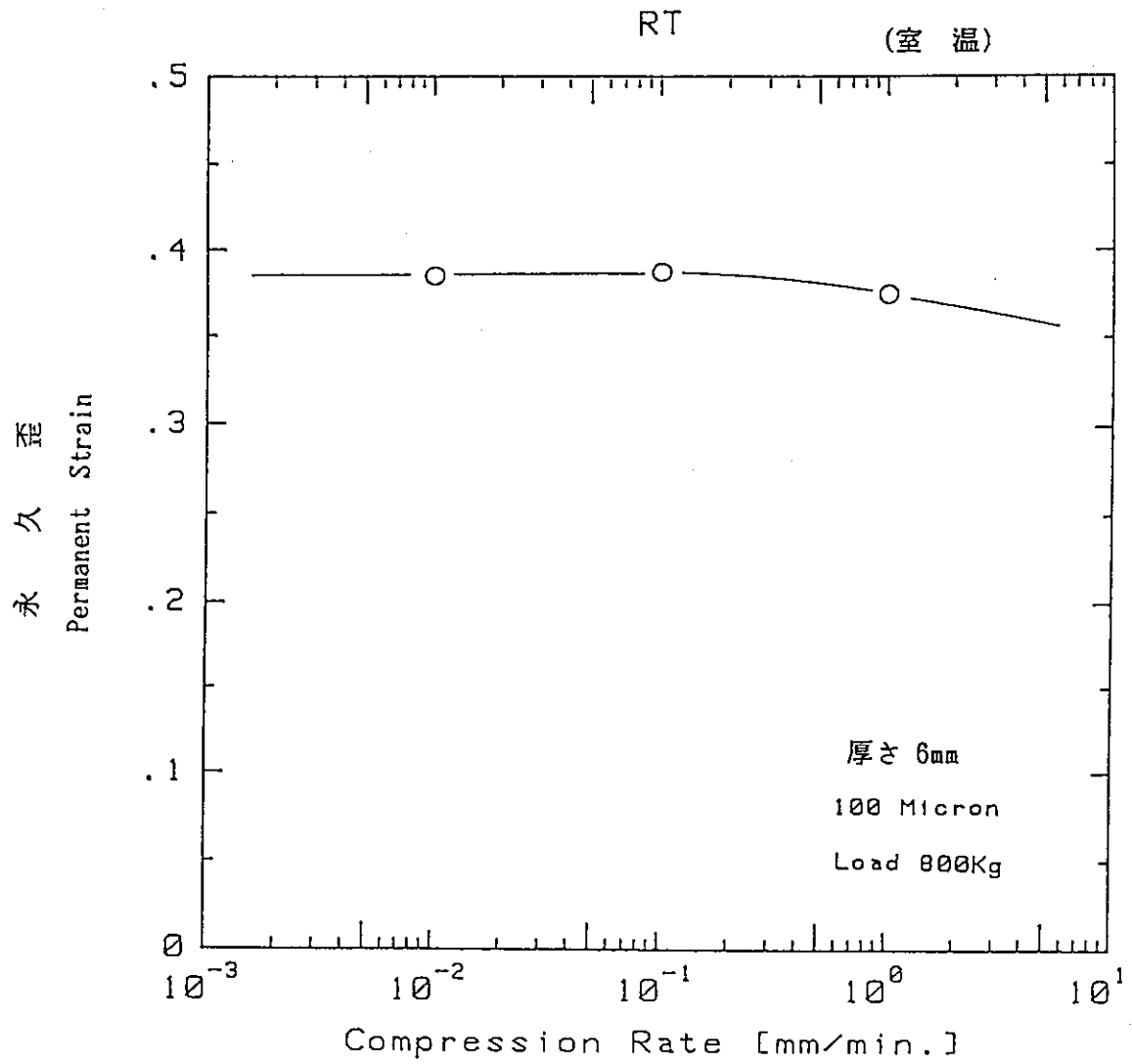


図 2.3 - 2 永久歪に対する圧縮速度の影響

3. N a 浸漬試験

3.1 概 要

SUS316L焼結体のNa浸漬による特性変化を調べるため、Na浸漬試験を実施した。Na浸漬後のサンプルは、高温圧縮試験に供するだけであるが、今後の材料開発研究に資するため、種々形状・粒度に対してNa浸漬試験を実施した。サンプルのNa中浸漬は、機器構造開発部材料開発室の浸炭挙動ループ試験ポートNo.2を使用して実施した。材料試験報告書を付録Cに示す。

以下、試験条件、試験結果について記す。

3.2 試験条件

Na浸漬試験条件は、次の通りである。

- 1) 浸漬材料 SUS316L焼結体
形状・粒度・個数の組合せは、次の通り。

形 状	粒 度 (μ)	個 数
6 ϕ -3t (Aバッチ)	40	5
	100	10
6 ϕ -3t (Bバッチ)	40	5
	100	10
二段円柱	40	2
	100	2
10 ϕ -10t	40	1
	100	1

- 2) 浸漬温度 550°C (約 2 ppm O₂ 濃度)
CT温度 : 140°C
- 3) 浸漬時間 1415時間
- 4) 浸漬装置 浸炭挙動ループ 試験ホットNo.2

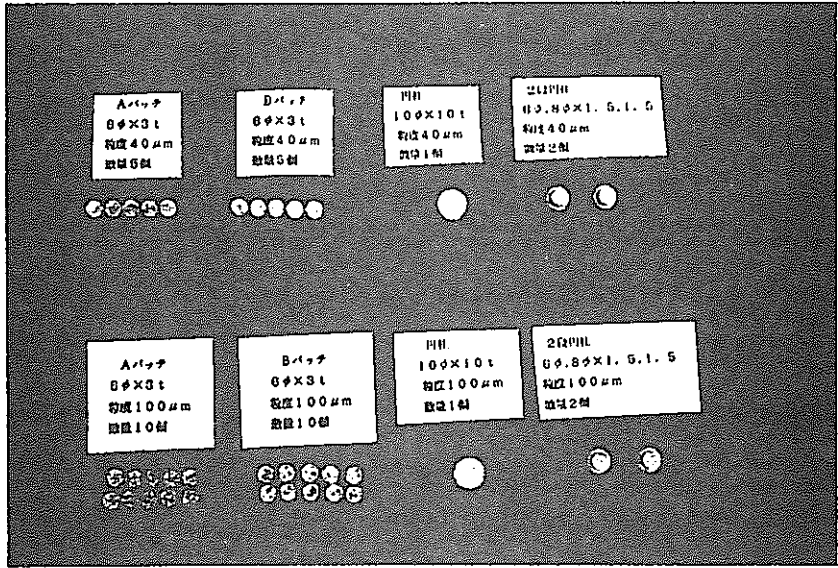
- 5) 洗浄方法
- 試験装置取り出し後、直ちに大量のエタノールに3時間浸漬し、付着しているNaの洗浄。
- その後、さらに新しいエタノールに浸漬し、サンプルから気泡が出なくなるまで洗浄(1~3日間)
- 洗浄終了後、約1週間真空デシケータ中に入れ、乾燥。

3.3 試験結果

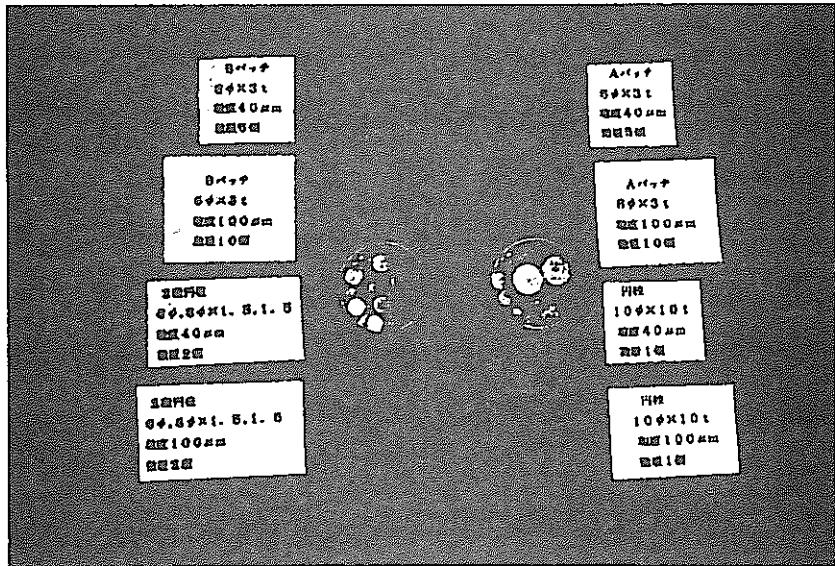
浸漬試験前のサンプル状況を写真3.3-1に示す。

1415時間浸漬試験後、3.25)に示す洗浄を行った。洗浄後のサンプル表面はごくわずかに白色のNa酸化物が付着していたが、特に問題となるほどではなく、高温圧縮試験に供しうることが分かった。SUS316LのNa浸漬試験の結果をまとめると次の通りである。

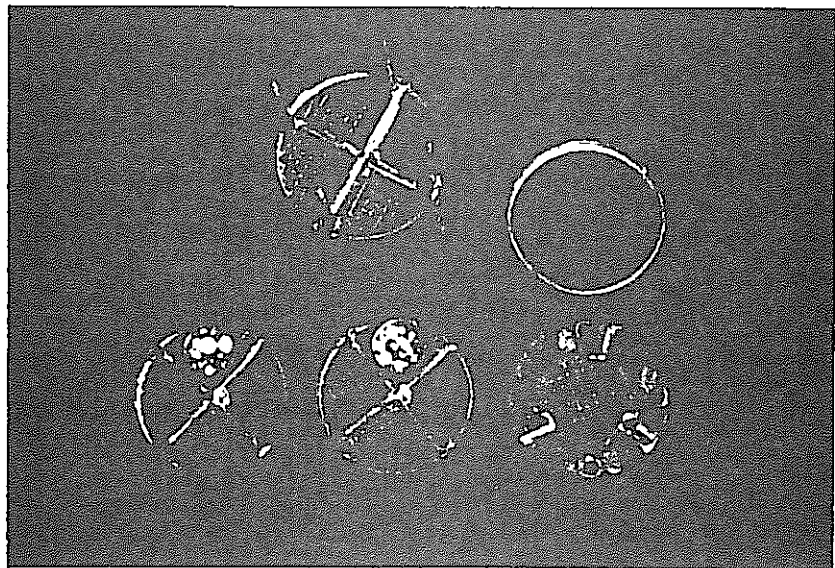
- 1) 高温Na中でも使用しうる。
- 2) 当初懸念されたNa洗浄については、アルコール洗浄で可能であることが分かった。
- 3) しかしながら、構造物に取り付けた状態(たとえば、燃料集合体の上部パッド部に取り付けた状態)での洗浄をどうするかについては、今後検討する必要がある。



1) Na 浸漬用
サンプル



2) サンプルの浸漬
ケース収納状況



3) 浸漬カゴ収納
状況

写真 3.3 - 1 浸漬試験前のサンプル状況

4. 特性把握試験

4.1 試験項目

SUS316Lの焼結体を炉内での荷重測定素子として使用する上で、予め把握しておくべき特性を調べる試験を行った。試験は次の4項目から成る。

(1) 熱膨張測定

焼結体の基礎特性把握のため熱膨張率を測定した。この結果は、焼結体の炉内使用時の高温初期寸法の較正用として、また、炉心変形解析の入力データの1つとして用いられる。

(2) 室温圧縮試験

焼結体の機械的特性の基礎データ取得のため、室温での圧縮試験を行い、荷重-変位特性を把握した。この試験は、高温での圧縮試験に先立ち実施したもので、焼結体の製品としてのばらつき把握の目的も有している。

(3) 高温圧縮試験

焼結体の炉内使用温度条件下における荷重-変位特性を把握するため、高温での圧縮試験を行った。また、炉内では冷却材であるNaに接するので、この影響を調べるため、Na中浸漬試験後の焼結体についての高温圧縮試験も実施した。

(4) 圧縮クリープ試験

焼結体が炉内使用温度条件下にて有意なクリープ変形を起こさない、即ち、荷重-変位特性が荷重負荷時間に支配されない線形性を有していることを確認するため、高温での圧縮クリープ試験を行った。

4.2 試験内容

4.2.1 試験サンプル

サンプルは、2章に述べた理由により、 $40\mu\text{m}$ と $100\mu\text{m}$ の2種の粒度のものをを用い、また、特性把握に適した単純な形状と、炉内使用時の取付け方法を想定した形状の2種の形状のものをを用いた。具体的な形状は単純円柱形と二段円柱形で、図4.2-1に示す通りである。

4.2.2 試験条件

特性把握試験の全試験条件をまとめたものを表4.2-1に示す。まず、熱膨張測定は、

炉内使用温度条件を包絡するよう、室温から 650℃までの範囲で行った。この試験目的は、金属粉焼結体が通常の金属塊と同等の熱膨張特性を持っているかどうかを調べることであるので、2種の粒度について試験した。しかし、形状の効果はないと考えられるので、形状については単純円柱形の1種とした。

次に、圧縮試験のうち室温試験においては、焼結体の基礎的圧縮特性を把握する目的から、単純な荷重パターン、即ち、所定の荷重まで圧縮した後、除荷して試験を終了する通常の圧縮試験の方法（荷重パターンAと称する）を用いた。この試験用のサンプルの粒度については、いずれが炉内荷重測定素子に適しているか予め不明のため、2種とも同等数量を供試した。しかし、供試材形状については、基礎特性把握に重点を置き、それに適した単純円柱形を多く供試した。1種の粒度当り単純円柱形のサンプル8個を試験することとしたが、荷重対変形の間接関係をできるだけ詳細に調べるために、その内訳は到達荷重をパラメータとするものに多く割当て、同一荷重でのばらつきを調べるものは必要最小限とした。設定した詳細な荷重履歴は表4.2-2に示す通りである。ここに設定した荷重は、炉内で生じうる荷重範囲を包絡するものであるが、また、後述する試験結果からわかるように、今回の供試材の寸法（受圧面積）に対して、有効な変位を得る荷重限界（荷重が大きくなるにつれ変形しにくくなるため、ある荷重以上では変位があまり増加しなくなる）付近を上限とした設定ともなっている。

一方、高温圧縮試験においては、炉内使用温度条件の代表と上限の2種の試験温度を採用した。両者は具体的にそれぞれ 530℃と 600℃である。サンプル数の上では、前者に重点を置いた部分とした。温度依存性を明確にするため、350℃の試験を1サンプル追加したので、温度条件は最終的には4種となった。室温試験と同じ理由により、供試材の粒度については、2種とも同等数量を供試し、また、形状については単純円柱形を重点的に供試した。ところで、高温試験ではサンプルを所定の温度へ昇温し安定させるのに長時間を要するため、1つのサンプルで多くのデータを採取することが望ましい。そこで、高温試験では荷重パターンAだけでなく、負荷-除荷を繰返しながらかの到達荷重について調べられる繰返し増加荷重パターン（荷重パターンBと称す）を併用することとした。なお、炉内使用環境であるNaの影響を調べるため、代表条件（粒度100 μ m、単純円柱形、試験温度530℃）へNa浸漬試験済のものを供試した。高温圧縮試験の試験条件と設定荷重履歴の詳細を表4.2-3に示す。

室温及び高温圧縮試験の圧縮速度は、2.3予備試験の結果から、静的荷重の範囲でな

るべく早い条件として0.1mm/minを採用した。

圧縮クリープ試験については、荷重測定素子としての有効性のためには、炉内使用温度条件下で有意なクリープ変形を起こさないことを確認しておく必要があるため、上限温度(600℃)にて代表的荷重(300kg)の1条件で行うこととした。当初の計画では、粒度100 μ mと40 μ mの2種それぞれを各3サンプル供試し、各々最大10日間の保持時間としたが、圧縮試験の結果から荷重測定素子としては粒度100 μ mが有望であることがわかり、一方、クリープ試験の途中段階で有意なクリープ変形を生じている徴候が認められたことから、粒度100 μ mの供試材を中心とし、最大20日間まで保持時間を延長するよう計画を変更した。

4.2.3 試験方法

熱膨張測定には、示差膨張方式の熱膨張測定装置を用いた。装置の構成と仕様の概要を図4.2-2に示す。図からわかるように、熱膨張特性が既知の標準試料と未知の供試材を同一温度に昇温し、標準試料に対する供試材の相対的な熱膨張を測定する方式のものである。この方式によれば、装置の各種構成材料の熱膨張による測定誤差の混入を防ぐことができる。

次に、室温及び高温圧縮試験には、一般的な試験機を用いた。装置の構成と仕様の概略を図4.2-3に示す。荷重パターンBの高温試験においては、試験途中の除荷時にサンプルを取外して変形量を測定することができないため、試験中のサンプル変位を連続的に測定する方策を講ずる必要がある。そこで、図4.2-4に示すように、圧縮装置試験治具に変位測定用ロッドを取付け、これを電気炉外へ導いて、この先端に電気出力付きダイヤルゲージを取付け、この出力を試験中連続して記録することとした。サンプルの圧縮変位は、上下の押し具の変位の差から得られる。これらの圧縮試験治具及び変位測定器は、荷重パターンBの高温試験だけでなく、全ての圧縮試験に用いた。

圧縮クリープ試験には、図4.2-5に示す試験装置を用いた。図からわかるように、この方式で分銅による一定荷重を印可する方式のものである。試験中のサンプルの変位は、圧縮試験のものと似た方式の変位測定器で連続的に測定される。この変位測定器の検出系は精密光学方式を用いている。

圧縮試験及びクリープ試験に供したサンプルについては、試験中の変位測定だけでなく、試験前後に詳細な寸法測定を行った。寸法測定の要領を図4.2-6に示す。後述の試験結果の整理においては、図中に示した計算式による外径及び長さのそれぞれの平均

値を用いた。また、各サンプルの重量を試験前に測定しておき、平均径及び長さを用いて、試験前後の密度を算出した。一方、熱膨張測定においては、試験前の全体的な長さ（図4.2-6の表示に従えば①の箇所）を測定し、膨張率の計算に用いた。

いずれの寸法測定においても、読取り制度1/1000mmのミクロンマイクロメータを用いた。また、重量測定には1/10mgまで読取れる電子式天秤を用いた。

表4.2-1 試験マトリックス

試験項目	試験条件			粒度 100 μ m		粒度 40 μ m		取得データ
	雰囲気	温度	荷重条件	単純円柱	2段円柱	単純円柱	2段円柱	
熱膨張測定	不活性ガス	室温~650 $^{\circ}$ C	—	3	0	3	0	平均線膨張係数
室温圧縮試験	大気中	室温	荷重パターン ^{*1} A	8 ^{*2}	3	8 ^{*2}	3	(1) 試験中の荷重-変位の 経時変化データ (2) 試験後の残留変位データ
高温圧縮試験 ^{*6}	大気中	530 $^{\circ}$ C	荷重パターン ^{*1} A	3 + 3 ^{*4}	3	3	3	
			荷重パターン ^{*3} B	3	0	3	0	
		600 $^{\circ}$ C (350 $^{\circ}$ C)	荷重パターン ^{*3} B	3 (+1)	0	3	0	
圧縮クリープ試験 ^{*6}	大気中	600 $^{\circ}$ C	荷重 300kgにて 最大 240hr保持 (480hr)	3 (うち2)	0	3 (-2)	0	(1) 同上 (2) 同上
合計サンプル数 ^{*6}				26 (+1)	6	23 (-2)	6	

- *1 荷重パターンAは一律増加方式(右図参照)
- *2 8サンプルのうち6サンプルにて到達荷重をパラメータとし、荷重-永久変位曲線を把握する。
- *3 荷重パターンBはくり返し増加方式(右図参照)、荷重-永久変位曲線の把握を兼ねる。
- *4 6サンプルのうち3サンプルはNa浸漬試験済のもの
- *5 圧縮試験の圧縮速度は約0.1mm/min(歪速度0.333/min担当)
- *6 ()内は計画変更の内容

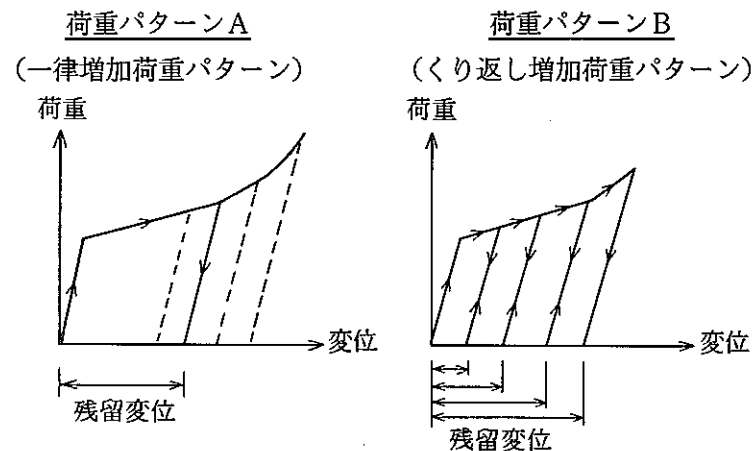


表4.2-2 室温圧縮試験の試験マトリックス

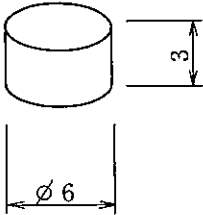
粒 度	形 状	サンプルNo.	試験温度	荷重パターン	荷 重 履 歴		
100 μ m	単純円柱	RT100-101	室 温	A	0 kg → 100kg → 0 kg		
		" 102			0 kg → 200kg → 0 kg		
		" 103					
		" 104			0 kg → 300kg → 0 kg		
		" 105					
		" 106			0 kg → 400kg → 0 kg		
		" 107			0 kg → 500kg → 0 kg		
		" 108			0 kg → 800kg → 0 kg		
	2 段円柱	" 201			0 kg → 100kg → 0 kg		
		" 202			0 kg → 300kg → 0 kg		
		" 203			0 kg → 500kg → 0 kg		
		40 μ m			単純円柱	RT 40-101	0 kg → 100kg → 0 kg
						" 102	0 kg → 200kg → 0 kg
" 103							
" 104	0 kg → 300kg → 0 kg						
" 105							
" 106	0 kg → 400kg → 0 kg						
" 107	0 kg → 500kg → 0 kg						
" 108	0 kg → 800kg → 0 kg						
2 段円柱	" 201	0 kg → 100kg → 0 kg					
	" 202	0 kg → 300kg → 0 kg					
	" 203	0 kg → 500kg → 0 kg					

表4.2-3 高温圧縮試験の試験マトリックス

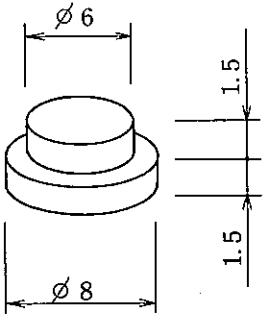
粒度	形状	サンプルNo.	試験温度	荷重パターン	荷重履歴	備考
100 μm	単純円柱	HT100-101	530°C	A	0 kg → 100kg → 0 kg	Na浸漬 試験済
		" 102			0 kg → 300kg → 0 kg	
		" 103			0 kg → 500kg → 0 kg	
		" 104			0 kg → 100kg → 0 kg	
		" 105			0 kg → 300kg → 0 kg	
		" 106			0 kg → 500kg → 0 kg	
	2段円柱	" 201	0 kg → 100kg → 0 kg			
		" 202	0 kg → 300kg → 0 kg			
		" 203	0 kg → 500kg → 0 kg			
	単純円柱	" 107	600°C	B	0 → 100 → 0 → 200 → 0 → 300 → 0 → 400 → 0 → 500 → 0 kg	
		" 108			0 → 100 → 0 → 300 → 0 → 500 → 0 → 800 → 0 kg	
		" 109			0 → 100 → 0 → 200 → 0 → 300 → 0 → 400 → 0 → 500 → 0 → 600 → 0 → 700 → 0 → 800 → 0 kg	
		" 110			0 → 100 → 0 → 200 → 0 → 300 → 0 → 400 → 0 → 500 → 0 kg	
		" 111			0 → 100 → 0 → 300 → 0 → 500 → 0 → 800 → 0 kg	
" 112		0 → 100 → 0 → 200 → 0 → 300 → 0 → 400 → 0 → 500 → 0 → 600 → 0 → 700 → 0 → 800 → 0 kg				
40 μm	単純円柱	HT 40-101	530°C	A	0 kg → 100kg → 0 kg	
		" 102			0 kg → 300kg → 0 kg	
		" 103			0 kg → 500kg → 0 kg	
		" 104			0 kg → 100kg → 0 kg	
		" 105			0 kg → 300kg → 0 kg	
		" 106			0 kg → 500kg → 0 kg	
	2段円柱	" 201	0 kg → 100kg → 0 kg			
		" 202	0 kg → 300kg → 0 kg			
		" 203	0 kg → 500kg → 0 kg			
	単純円柱	" 104	600°C	B	0 → 100 → 0 → 200 → 0 → 300 → 0 → 400 → 0 → 500 → 0 kg	
		" 105			0 → 100 → 0 → 300 → 0 → 500 → 0 → 800 → 0 kg	
		" 106			0 → 100 → 0 → 200 → 0 → 300 → 0 → 400 → 0 → 500 → 0 → 600 → 0 → 700 → 0 → 800 → 0 kg	
		" 107			0 → 100 → 0 → 200 → 0 → 300 → 0 → 400 → 0 → 500 → 0 kg	
		" 108			0 → 100 → 0 → 300 → 0 → 500 → 0 → 800 → 0 kg	
" 109		0 → 100 → 0 → 200 → 0 → 300 → 0 → 400 → 0 → 500 → 0 → 600 → 0 → 700 → 0 → 800 → 0 kg				

追加サンプル HT100-113は、温度を 350°Cとした以外は全て HT100-112と同じ。

材質：SUS316L粉末焼結体



(1) 単純円柱形



(2) 二段円柱形

図4.2-1 サンプルの形状

概略仕様

- 測定方法 : 示差膨張方式、天秤加重式
- 膨張差検出方式 : 差動トランス
- 測定レンジ : 20~5000 μm /FS
- 荷重調整範囲 : 500mg~ 450 g
- 測定温度範囲 : 室温~1800°C
- 測定雰囲気 : H_2 、 $\text{H}_2 + \text{N}_2$ 、Ar $\text{CO} + \text{CO}_2$ ガス等
- 試料寸法 : 8~10 $\phi \times 12 \sim 17 \ell \text{ mm}$ (1~6 mm ℓ も可)

径方向に於ける測定も可能

データ処理装置 : 熱膨張率計算、作図

熱膨張係数計算、作図

データの多重プロット等

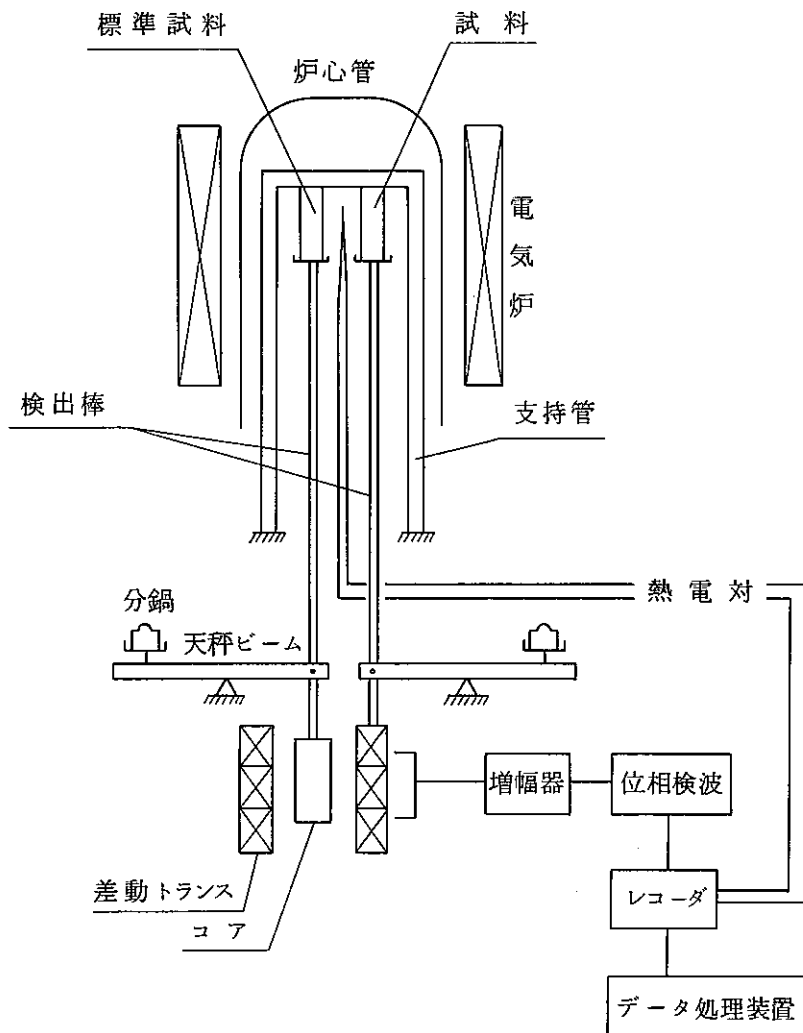
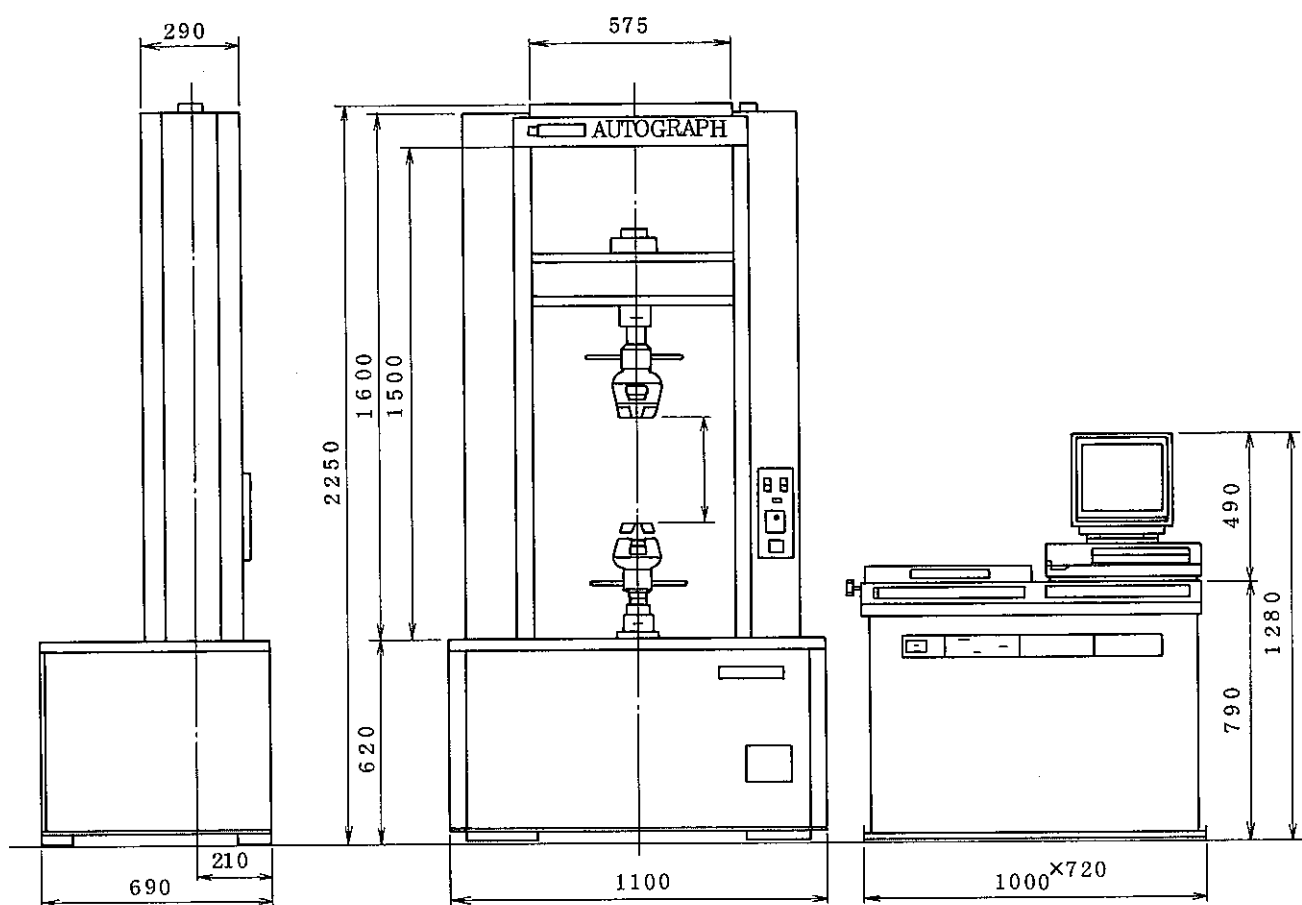
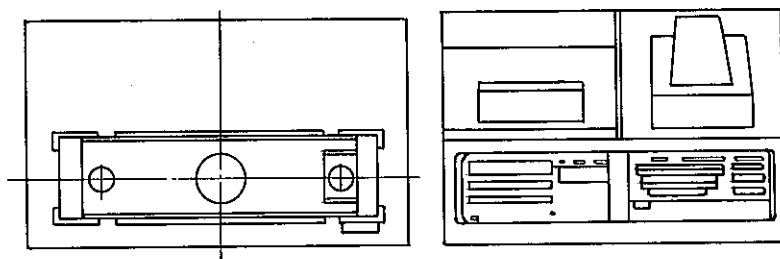
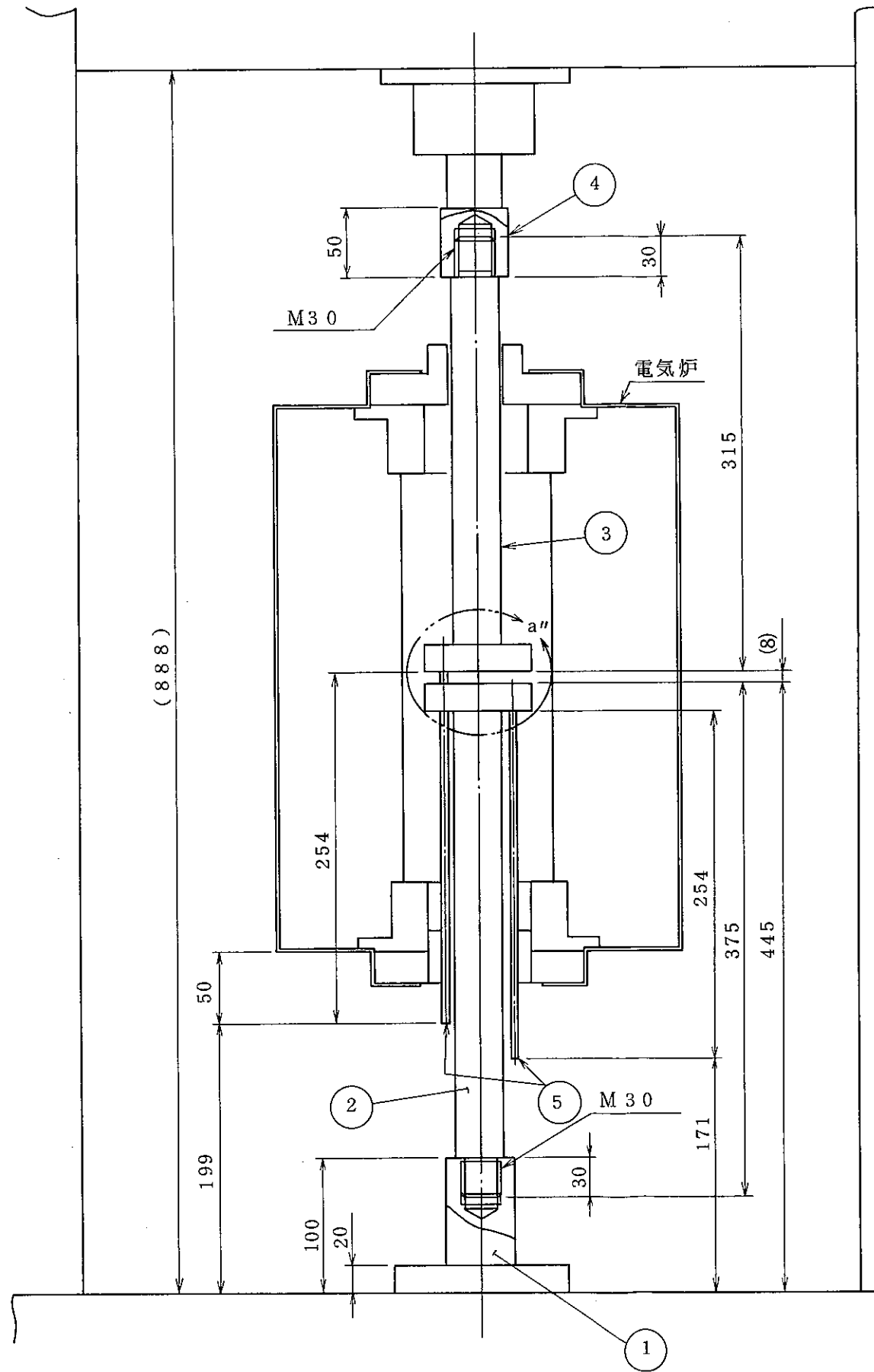


図 4.2 - 2 熱膨張測定装置

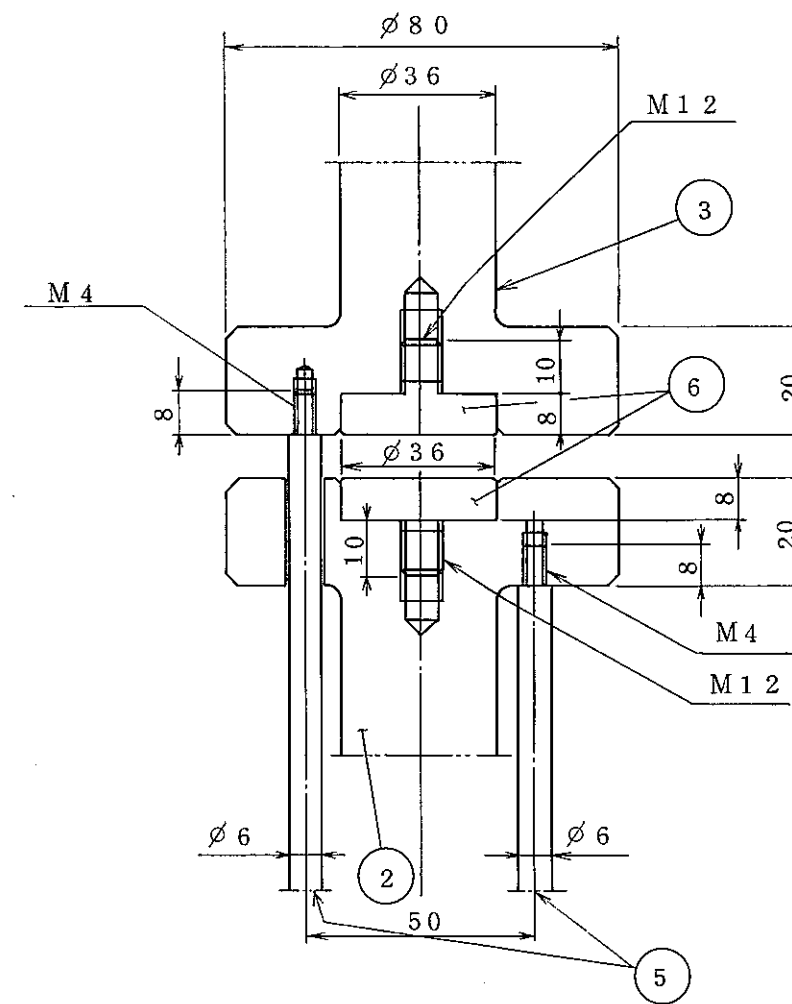


最大荷重	10,000 kgf
クロスヘッドストローク	1,200 mm
有効ストローク	570 mm
クロスヘッド速度	0.05~500 mm/min

図4.2-3 圧縮試験装置



1	支持具 (1)	UE ₁ 7490 14-3002	SUS 316	1
2	押し具 (1)	" -3003	"	1
3	" (2)	"	"	1
4	支持具 (2)	" -4004	"	1
5	変位測定用ロッド	" -4005	"	2
6	受座	" -4006	Si ₃ N ₄	2



"a" 詳細 (1/1)

(注) 変位測定用ロッド⑤の先端には、電気出力付きダイヤルゲージを取り付け、試験中のサンプル変位を連続的に測定する。

図4.2-4 圧縮試験治具

クリープ試験機の仕様

最大圧縮負荷容量	3000 kg
レバー比	1 : 10
許容変位	5 mm
試験片寸法	10 ~ 20 mm 直径 × 20 mm 高さ相当
試験温度	最高 1800 °C
試験雰囲気	還元性または不活性雰囲気

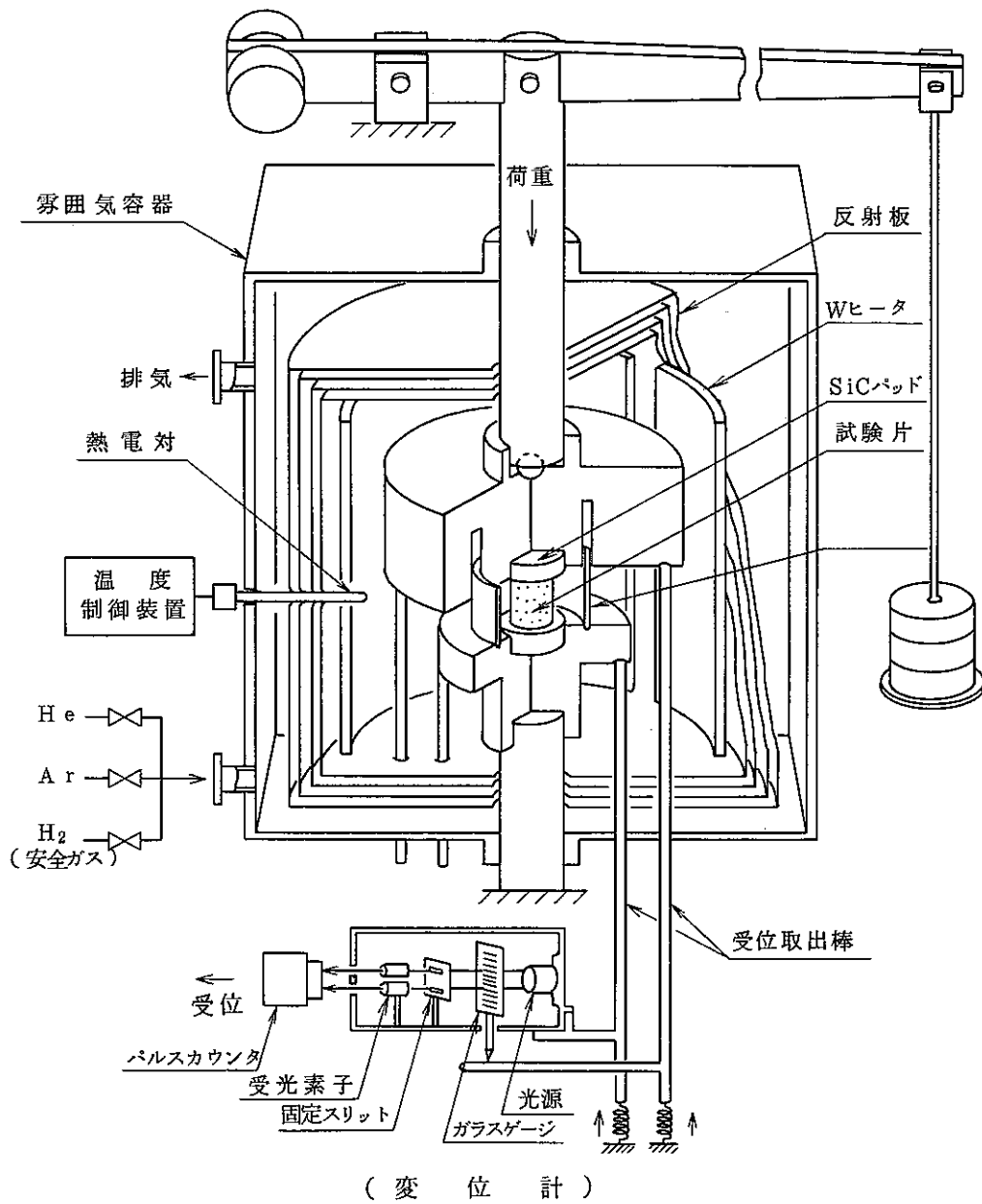


図4.2-5 圧縮クリープ試験装置

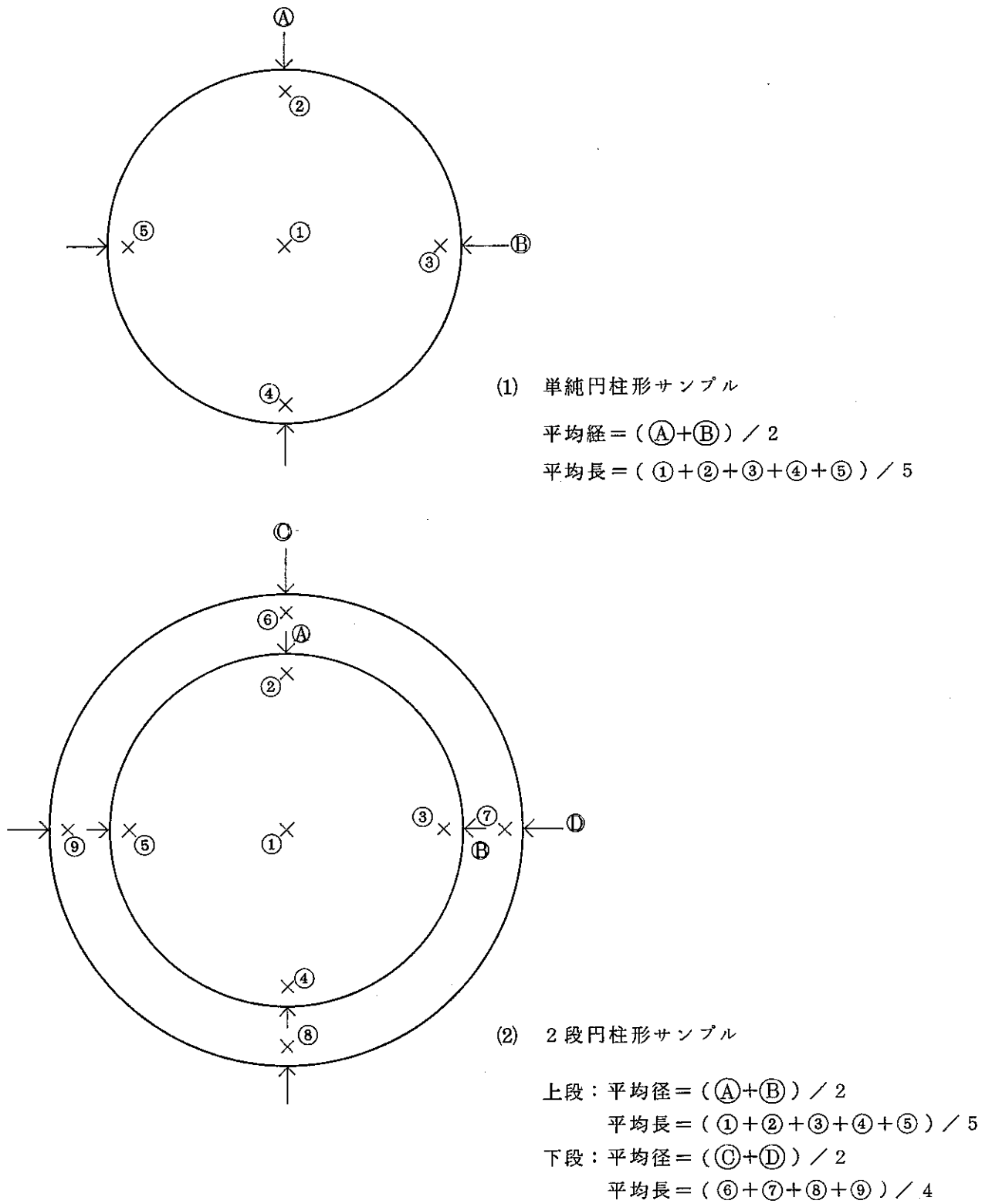


図 4. 2 - 6 試験前後のサンプルの寸法測定位置

4.3 試験結果

4.3.1 熱膨張測定結果

全サンプルの測定結果を表4.3-1に示す。結果は、各サンプルごとに、室温から650℃までの間で50℃ごとに、室温からその温度までの長さ増加率と平均線膨張係数の形で示してある。結果のうち、長さ増加率と温度の関係を図4.3-1にと図4.3-2に示す。粒度100 μ m及び40 μ mのいずれも温度に対してほぼ直線状に伸びが増加する熱膨張特性を持っているようである。なお、図中にPNC式と表示した曲線については5章で述べる。

4.3.2 室温圧縮試験結果

室温での圧縮試験の結果を表4.3-2に示す。表の中で、試験前寸法及び試験後寸法の欄には、図4.2-6に示した要領で測定し計算した平均径(D)と平均厚さ(L)を記載した。二段円柱形のものについては、上段及び下段のそれぞれについて記載してあるが、上段の長さは全長であることに注意する必要がある。試験前密度と試験後密度の欄には、平均径と平均長さで計算される円柱体積と重量測定値とから、SUS金属塊の理論密度を7.968 g/cm³ (25℃における値¹⁾)として、理論密度に対する割合を表示した。荷重履歴の欄には、図4.3-4に示す変位測定器による測定結果を、試験開始時、設定荷重到達時、除荷時の順に示した。試験後縮み率の欄には、試験前寸法と試験後寸法の欄に示した長さを比較して求めた減少率を示してある。

試験中の記録チャート例は次項に示す。

4.3.3 高温圧縮試験結果

高温での圧縮試験の結果は表4.3-3(1)及び(2)に示す通りである。表の内容は室温圧縮試験結果の表と同じであるが、荷重パターンBのもの荷重-変位履歴は、試験手順通り設定荷重到達時と除荷時の記録が左から右へ2行にわたって記載されている。

試験中に取得される記録チャートの例を図4.3-3と図4.3-4に示す。このうち、前者は体験機本体から出力される荷重-クロスヘッド移動量のヒステリシス曲線である。一方、後者は変位測定器の出力(上下2チャンネル分)をサンプルに取付けた熱電対の出力とともにx-tレコーダへ書かせた経時変化曲線である。

4.3.4 圧縮クリープ試験結果

圧縮クリープ試験結果を表4.3-4に示す。室温及び高温圧縮試験結果の表とほぼ同じ形式で整理してあるが、変位の経時変化の欄のみ、経過時間1日ごとの試験開始時か

らの変位量増分を記載してある点が異なる。

試験中に取得される記録チャートの例は図4.3-5に示す通りである。例では、試験開始から約30日間の間の変位の漸増の様子が示されている。上記で表にまとめた1日ごとの変位量増分の経時変化を図示したものが図4.3-6と図4.3-7である。粒度100 μm の3サンプルはほぼ同じクリープ曲線を示し、再現性が良い。これと比べ粒度40 μm の結果は、変位量増分の大きさは全般に小さいが、漸進傾向の曲線の形はよく似ている。これらについては、5章で考察する。

表 4.3 - 1 熱膨張率測定結果

粒 度 (μm)	温 度 ($^{\circ}\text{C}$)	100-1		100-2		100-3	
		$\frac{\Delta L}{L_0}$ (%)	$\alpha \times 10^5$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	$\frac{\Delta L}{L_0}$ (%)	$\alpha \times 10^5$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	$\frac{\Delta L}{L_0}$ (%)	$\alpha \times 10^5$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)
100	100	0.107	1.775	0.107	1.789	0.103	1.714
	150	0.193	1.753	0.189	1.718	0.200	1.817
	200	0.279	1.746	0.269	1.683	0.284	1.776
	250	0.365	1.737	0.357	1.698	0.371	1.768
	300	0.446	1.715	0.445	1.713	0.456	1.755
	350	0.531	1.713	0.533	1.719	0.542	1.748
	400	0.618	1.717	0.621	1.726	0.630	1.749
	450	0.702	1.713	0.711	1.735	0.718	1.750
	500	0.784	1.705	0.798	1.734	0.805	1.749
	550	0.869	1.705	0.888	1.742	0.895	1.754
	600	0.958	1.711	0.981	1.751	0.988	1.765
	650	1.046	1.715	1.074	1.761	1.082	1.773

粒 度 (μm)	温 度 ($^{\circ}\text{C}$)	40-1		40-2		40-3	
		$\frac{\Delta L}{L_0}$ (%)	$\alpha \times 10^5$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	$\frac{\Delta L}{L_0}$ (%)	$\alpha \times 10^5$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	$\frac{\Delta L}{L_0}$ (%)	$\alpha \times 10^5$ ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)
40	100	0.097	1.618	0.106	1.761	0.092	1.534
	150	0.185	1.682	0.195	1.769	0.188	1.707
	200	0.273	1.709	0.282	1.765	0.276	1.724
	250	0.358	1.707	0.371	1.766	0.364	1.735
	300	0.443	1.706	0.460	1.770	0.456	1.756
	350	0.535	1.727	0.550	1.773	0.543	1.753
	400	0.626	1.739	0.642	1.782	0.632	1.756
	450	0.718	1.751	0.730	1.780	0.722	1.762
	500	0.810	1.761	0.817	1.776	0.812	1.766
	550	0.903	1.771	0.908	1.780	0.905	1.775
	600	1.002	1.789	1.000	1.786	1.002	1.790
	650	1.103	1.808	1.095	1.795	1.100	1.803

表 4.3 - 2 室温圧縮試験結果一覧表

粒度 (μm)	形状	試験温度 ($^{\circ}\text{C}$)	荷重方向	サンプル番号	試験前寸法 (mm)	試験後寸法 (mm)	試験前密度 (%TD)	試験後密度 (%TD)	荷重-変位履歴			試験後縮み率 (%)
									上段は荷重 (kg)		下段は縮み率 (%)	
100	単純円柱	室温	A	RT100-101	6.068D×3.039L	6.114D×2.868L	49.3	51.5	0	100	0	5.6
										0	6.3	
				RT100-102	6.066D×3.033L	6.242D×2.536L	48.9	55.2	0	200	0	16.4
										0	17.8	
				RT100-103	6.068D×3.033L	6.327D×2.329L	49.5	59.3	0	300	0	23.2
										0	25.4	
				RT100-104	6.068D×3.040L	6.312D×2.353L	49.5	59.1	0	300	0	22.6
										0	24.0	
	RT100-105			6.068D×3.034L	6.319D×2.338L	49.8	59.5	0	300	0	22.9	
									0	25.4		24.4
	RT100-106			6.067D×3.029L	6.393D×2.155L	49.3	62.4	0	400	0	28.9	
									0	31.0		29.7
	RT100-107			6.063D×3.043L	6.474D×2.054L	49.4	64.2	0	500	0	32.5	
									0	34.8		33.2
	RT100-108			6.069D×3.025L	6.653D×1.807L	49.4	68.8	0	800	0	40.3	
									0	42.6		40.7
	2段円柱			RT100-201	6.078D×3.007L 8.097D×1.543L	6.113D×2.815L 8.106D×1.492L	50.5	53.2	0	100	0	6.4
									0	9.6	9.0	
RT100-202		6.070D×3.022L 8.095D×1.561L	6.257D×2.250L 8.219D×1.465L	48.6	58.5	0	300	0	25.5			
						0	27.8	26.5				
RT100-203		6.090D×3.011L 8.099D×1.585L	6.220D×2.012L 8.301D×1.460L	49.7	63.9	0	500	0	33.2			
					0	37.5	36.2					
40	単純円柱	RT 40-101	6.018D×3.099L	6.022D×3.058L	53.8	54.4	0	100	0	1.3		
								0	2.3		1.9	
		RT 40-102	6.018D×3.091L	6.104D×2.830L	54.1	57.4	0	200	0	8.4		
								0	9.7		8.7	
		RT 40-103	6.020D×3.099L	6.193D×2.606L	53.8	60.4	0	300	0	15.9		
								0	17.1		16.1	
		RT 40-104	6.023D×3.094L	6.213D×2.600L	53.9	60.3	0	300	0	16.0		
								0	17.5		16.2	
	RT 40-105	6.018D×3.113L	6.201D×2.628L	54.2	60.4	0	300	0	15.6			
							0	17.0		16.1		
	RT 40-106	6.023D×3.115L	6.281D×2.440L	53.6	62.9	0	400	0	21.7			
							0	24.1		22.8		
	RT 40-107	6.021D×3.093L	6.363D×2.294L	53.9	65.1	0	500	0	25.8			
							0	27.8		26.5		
	RT 40-108	6.025D×3.101L	6.525D×2.027L	53.9	70.2	0	800	0	34.6			
						0	37.1	35.1				
2段円柱	RT 40-201	6.070D×2.989L 8.058D×1.578L	6.075D×2.929L 8.059D×1.484L	54.7	56.4	0	100	0	6.4			
						0	3.3	3.0				
	RT 40-202	6.049D×2.989L 8.065D×1.520L	6.154D×2.523L 8.113D×1.480L	55.1	61.4	0	300	0	15.6			
						0	16.7	16.1				
	RT 40-203	6.048D×2.984L 8.063D×1.485L	6.248D×2.225L 8.193D×1.456L	54.9	65.0	0	500	0	25.4			
					0	27.1	25.8					

(注) 理論密度を 7.968 g/cm³とした。

表 4.3 - 3 (1) 高温圧縮試験結果一覧表(1)

粒度 (μm)	形状	試験温度 ($^{\circ}\text{C}$)	荷重 $\mu\text{-}$	サンプル番号	試験前寸法 (mm)	試験後寸法 (mm)	試験前密度 (%TD)	試験後密度 (%TD)	荷重-変位履歴 : 上段は荷重 (kg) 下段は縮み率 (%)				試験後縮み率 (%)													
									0	100	200	300														
100	単純円柱	530	A	HT100-101	6.068D×3.032L	6.154D×2.691L	48.9	53.5	0	100	0	0	0	11.2												
				HT100-102	6.066D×3.047L	6.416D×2.165L	50.0	62.9	0	10.7	10.4	0	0	28.9												
				HT100-103	6.034D×3.092L	6.515D×1.890L	48.7	68.3	0	300	0	0	0	38.9												
				HT100-104*	6.069D×3.163L	6.199D×2.769L	46.8	51.1	0	28.7	27.9	0	0	12.5												
				HT100-105*	6.072D×3.041L	6.522D×2.131L	48.6	60.1	0	500	0	0	0	29.9												
				HT100-106*	6.071D×3.045L	6.773D×1.871L	49.7	65.1	0	39.5	38.2	0	0	38.6												
	2段円柱	530	A	HT100-201	6.025D×3.076L 8.106D×1.578L	6.164D×2.643L 8.127D×1.499L	50.0	55.5	0	100	0	0	0	14.1												
				HT100-202	6.042D×3.019L 8.102D×1.558L	6.279D×2.115L 8.262D×1.461L	50.3	62.4	0	9.8	9.4	0	0	29.9												
				HT100-203	6.068D×3.000L 8.100D×1.630L	6.329D×1.875L 8.337D×1.420L	49.4	66.4	0	300	0	0	0	37.5												
	単純円柱	530	B	A	HT100-107	6.036D×3.088L	6.509D×1.923L	49.6	68.5	0	100	0	200	0	左下へ	37.7										
										0	10.4	9.4	22.0	20.7	0											
										300	0	400	0	500	0											
				A	HT100-108	6.036D×3.093L	6.729D×1.621L	48.0	73.7	0	100	0	300	0	300	0	400	左下へ	47.6							
																				0	11.3	11.0	30.7	29.7		
																				500	0	800	0			
B				HT100-109	6.032D×3.103L	6.714D×1.630L	47.9	73.6	0	100	0	200	0	300	0	400	左下へ	47.5								
																			0	10.6	10.3	20.6	20.0	28.4	27.7	34.2
																			0	500	0	600	0	700	0	800
600	単純円柱	600	B	HT100-110	6.036D×3.091L	6.582D×1.808L	48.1	69.2	0	100	0	200	0	左下へ	41.5											
									0	11.3	11.2	22.5	22.1	0												
									300	0	400	0	500	0												
				B	HT100-111	6.036D×3.087L	6.724D×1.589L	48.2	75.5	0	100	0	300	0	300	0	400	左下へ	48.5							
																				0	10.9	10.5	31.4	30.6		
																				500	0	800	0			
B	HT100-112	6.036D×3.090L	6.772D×1.597L	49.0	75.3	0	100	0	200	0	300	0	400	左下へ	48.3											
																0	10.7	10.4	23.3	22.7	31.1	30.4	36.6			
																0	500	0	600	0	700	0	800	0		
350	単純円柱	350	B	HT100-113	6.304D×3.082L	6.671D×1.702L	49.4	73.2	0	100	0	200	0	左下へ	44.8											
									0	9.1	8.8	20.4	19.8	28.6		27.6	33.4									
									0	500	0	600	0	700		0	800	0								
									32.4	38.0	36.7	40.9	39.6	43.5	42.2	46.1	44.1									

* Na 浸漬試験済

(注) 理論密度を 7.968 g/cm³とした。

表 4.3 - 3 (2) 高温圧縮試験結果一覧表(2)

粒度 (μm)	形状	試験温度 ($^{\circ}\text{C}$)	荷重方向	サンプル番号	試験前寸法 (mm)	試験後寸法 (mm)	試験前密度 (%TD)	試験後密度 (%TD)	荷重-変位履歴 : 上段は荷重 (kg) 下段は縮み率 (%)								試験後縮み率 (%)					
									0				100					200				
40	単純円柱	530	A	HT 40-101	6.023D×3.089L	6.065D×2.946L	54.2	56.0	0	100	0	0	0	0	0	0	0	0	4.6			
				HT 40-102	6.021D×3.118L	6.284D×2.452L	53.8	62.8	0	1.3	0	300	0	0	0	0	0	0	0	21.4		
				HT 40-103	5.980D×3.035L	6.440D×2.060L	54.8	69.7	0	22.5	0	500	0	0	0	0	0	0	0	32.1		
				HT 40-201	6.039D×2.986L 8.055D×1.511L	6.099D×2.825L 8.066D×1.486L	54.8	56.8	0	34.3	0	100	0	0	0	0	0	0	0	0	5.4	
				HT 40-202	6.057D×2.994L 8.058D×1.508L	6.242D×2.366L 8.138D×1.473L	55.1	63.5	0	5.7	0	300	0	0	0	0	0	0	0	0	21.0	
				HT 40-203	6.034D×2.995L 8.063D×1.503L	6.098D×2.024L 8.066D×1.484L	54.6	71.2	0	22.7	0	500	0	0	0	0	0	0	0	0	32.4	
									0	32.4	0	31.4	0	0	0	0	0	0	32.3			
		2段円柱	530	A	HT 40-104	6.039D×3.030L	6.495D×2.050L	54.0	69.0	0	100	0	200	0	0	0	0	0	0	32.3		
	HT 40-105				6.041D×3.050L	6.682D×1.800L	53.5	74.0	0	5.3	0	500	0	0	0	0	0	0	0	41.0		
	HT 40-106				6.041D×3.036L	6.692D×1.776L	53.8	74.9	0	21.8	0	100	0	0	0	0	0	0	0	0	41.5	
												0	5.2	0	800	0	0	0	0	0	0	33.8
												0	100	0	200	0	300	0	400	0	0	43.3
												0	5.3	4.9	15.2	14.5	22.7	22.1	28.7	0	0	43.4
		単純円柱	600	B	HT 40-107	6.041D×3.026L	6.536D×2.004L	54.0	69.6	0	100	0	200	0	0	0	0	0	0	33.8		
	HT 40-108				6.042D×3.036L	6.741D×1.722L	53.8	76.3	0	5.9	0	500	0	0	0	0	0	0	0	43.3		
	HT 40-109				6.039D×3.025L	6.750D×1.712L	54.0	76.4	0	22.8	0	100	0	300	0	0	0	0	0	0	43.4	
												0	5.9	5.9	24.7	24.0	0	0	0	0	0	43.4
												0	100	0	200	0	300	0	400	0	0	43.4
											0	5.3	5.0	15.2	14.5	23.1	22.1	29.1	0	0	43.4	

(注) 理論密度を 7.968 g/cm³ とした。

表 4.3 - 4 圧縮クリープ試験結果一覧表

粒 度 (μm)	形 状	試験温度 ($^{\circ}\text{C}$)	荷重(トン)	サンプル番号	試験前寸法 (mm)	試験後寸法 (mm)	試験前密度 (%TD)	試験後密度 (%TD)	上段は期間(日) 荷重-変位履歴 :					試験後縮み率 (%)	
									1	2	3	4	5		下段は相対変位(mm)
100	単純円柱	600	300	C 100-101	6.034D×3.078L	6.382D×2.178L	49.1	62.0	1	2	3	4	5	左下へ	29.2
									—	—	0.007	0.082	0.088		
									6	7	8	9	10		
									0.091	0.094	0.096	0.098	0.101		
									1	2	3	4	5		
				C 100-102	6.035D×3.093L	6.429D×2.131L	48.8	62.4	0.056	0.070	0.079	0.085	0.088	左下へ	31.1
									6	7	8	9	10	左下へ	
									0.092	0.095	0.097	0.099	0.104	左下へ	
									11	12	13	14	15	左下へ	
									0.105	0.115	0.107	0.108	0.110		
				C 100-103	6.036D×3.079L	6.405D×2.127L	49.5	63.6	16	17	18	19	20		30.9
									0.110	0.111	0.113	0.114	0.114		
									1	2	3	4	5	左下へ	
									0.056	0.071	0.079	0.085	0.086	左下へ	
									6	7	8	9	10	左下へ	
C 40-102	6.040D×3.050L	6.348D×2.349L	53.8	63.3	0.093	0.096	0.099	0.099	0.102		23.0				
					11	12	13	14	15	左下へ					
					0.102	0.104	0.106	0.107	0.108						
					16	17	18	19	20						
					0.109	0.111	0.111	0.112	0.113						
40								1	2	3	4	5	左下へ		
								0.037	0.049	0.056	0.062	0.068			
								6	7	8	9	10			
								0.071	0.076	0.077	0.080	0.084			

(注) 理論密度を 7.968 g/cm³とした。

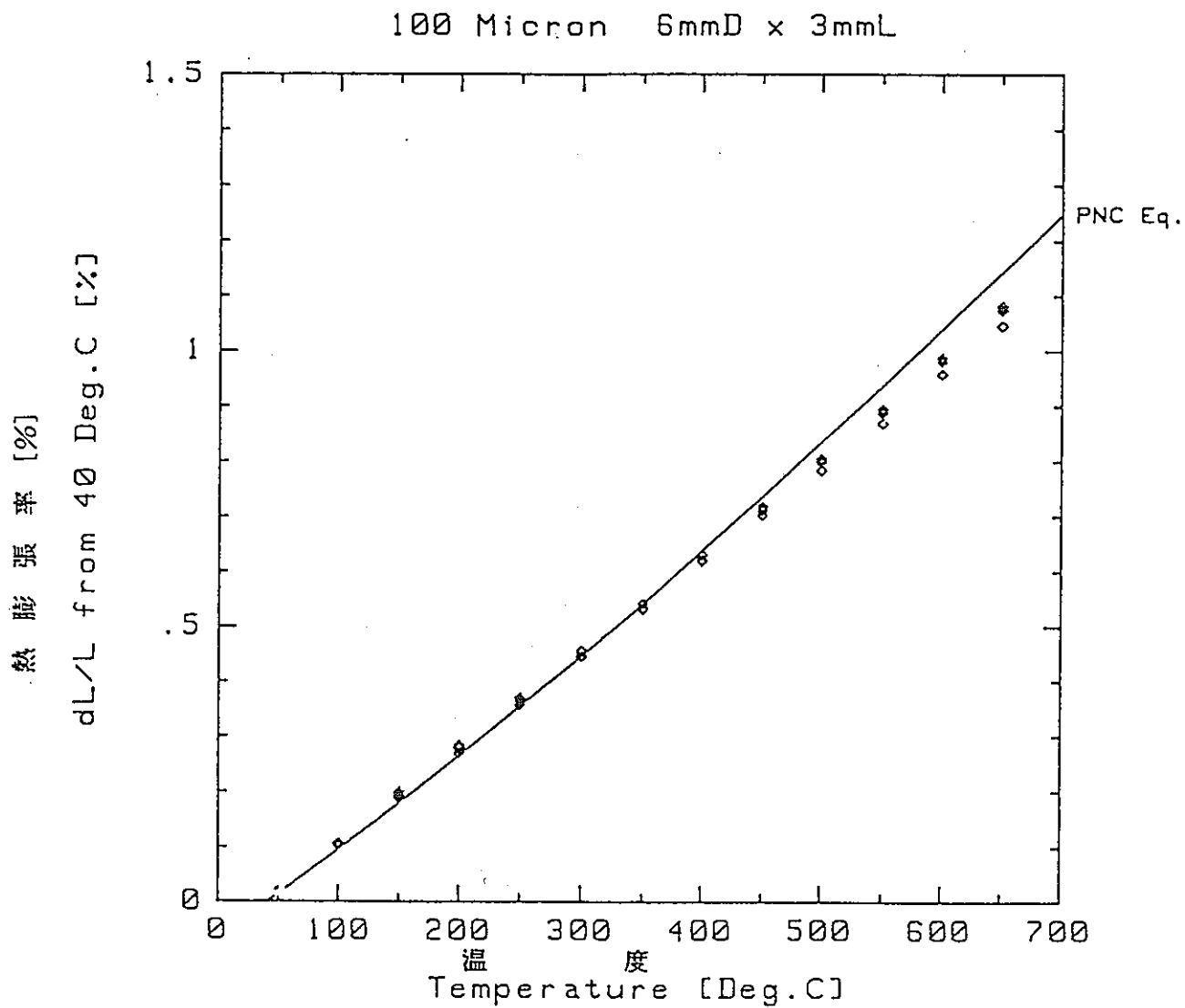


図 4.3 - 1 熱膨張測定結果(100 μ m 供試材の伸び率)

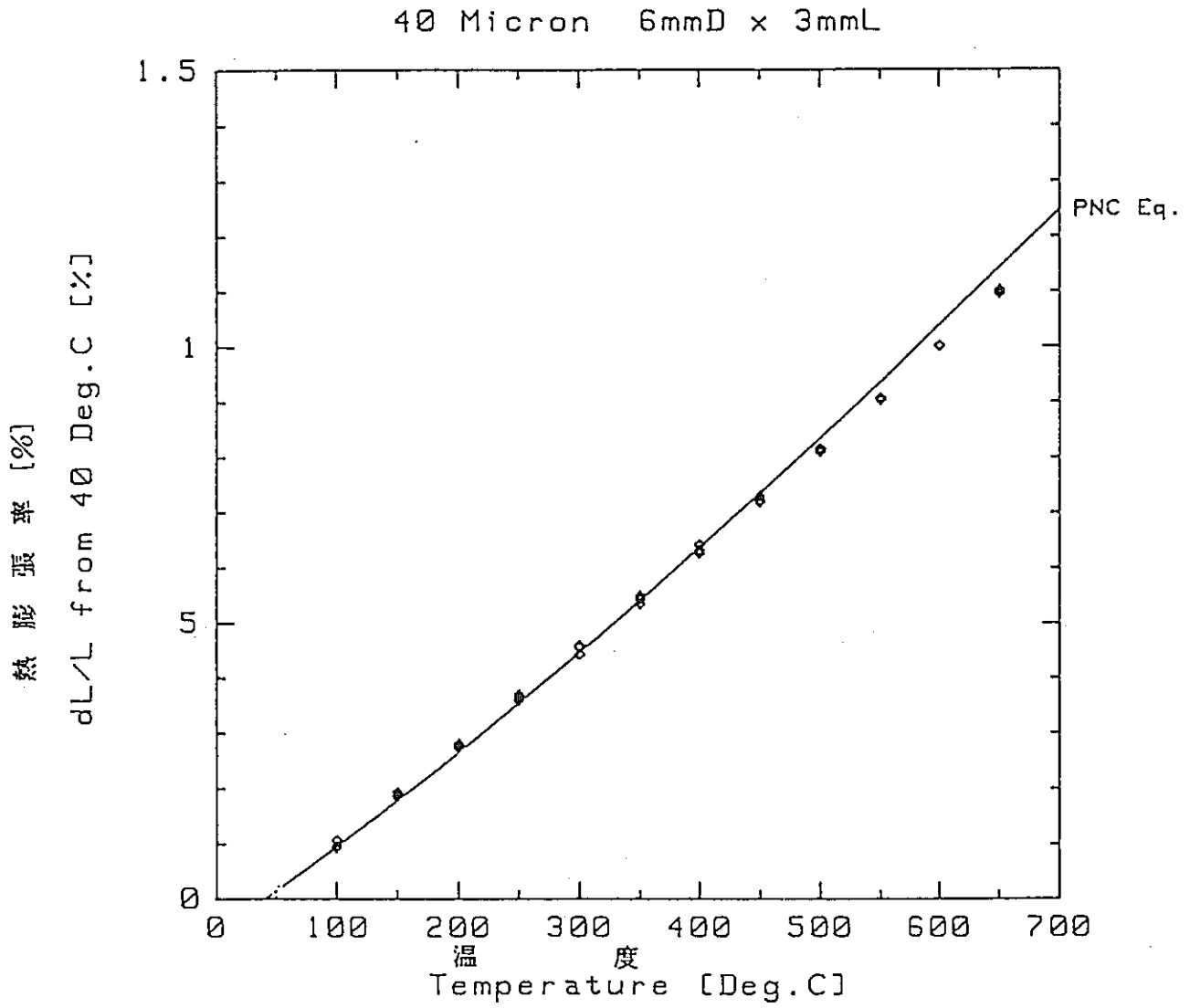


図 4.3 - 2 熱膨張測定結果 (40 μ m 供試材の伸び率)

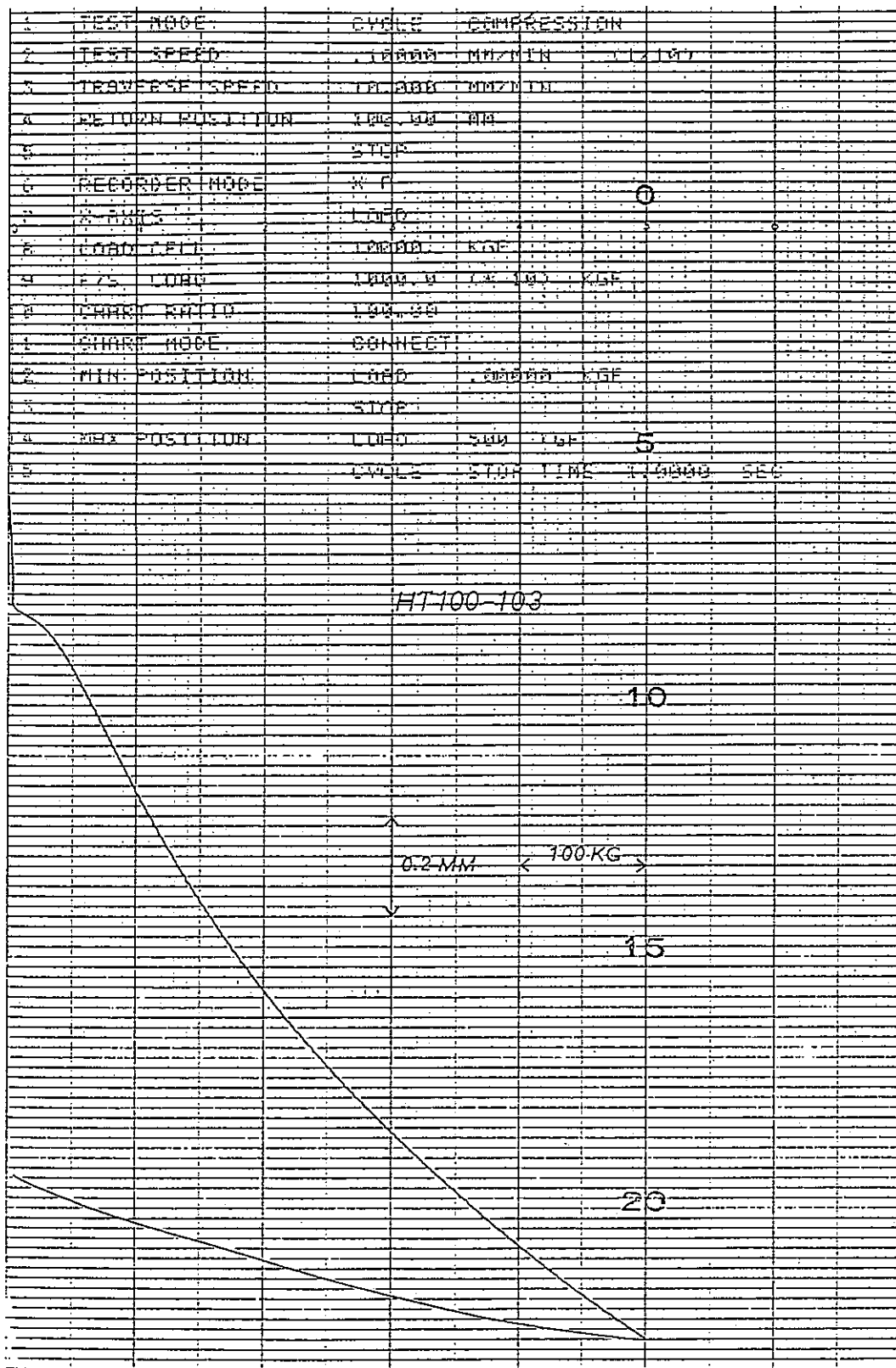


図 4.3-3 圧縮試験における荷重-クロスヘッド変位記録チャートの例

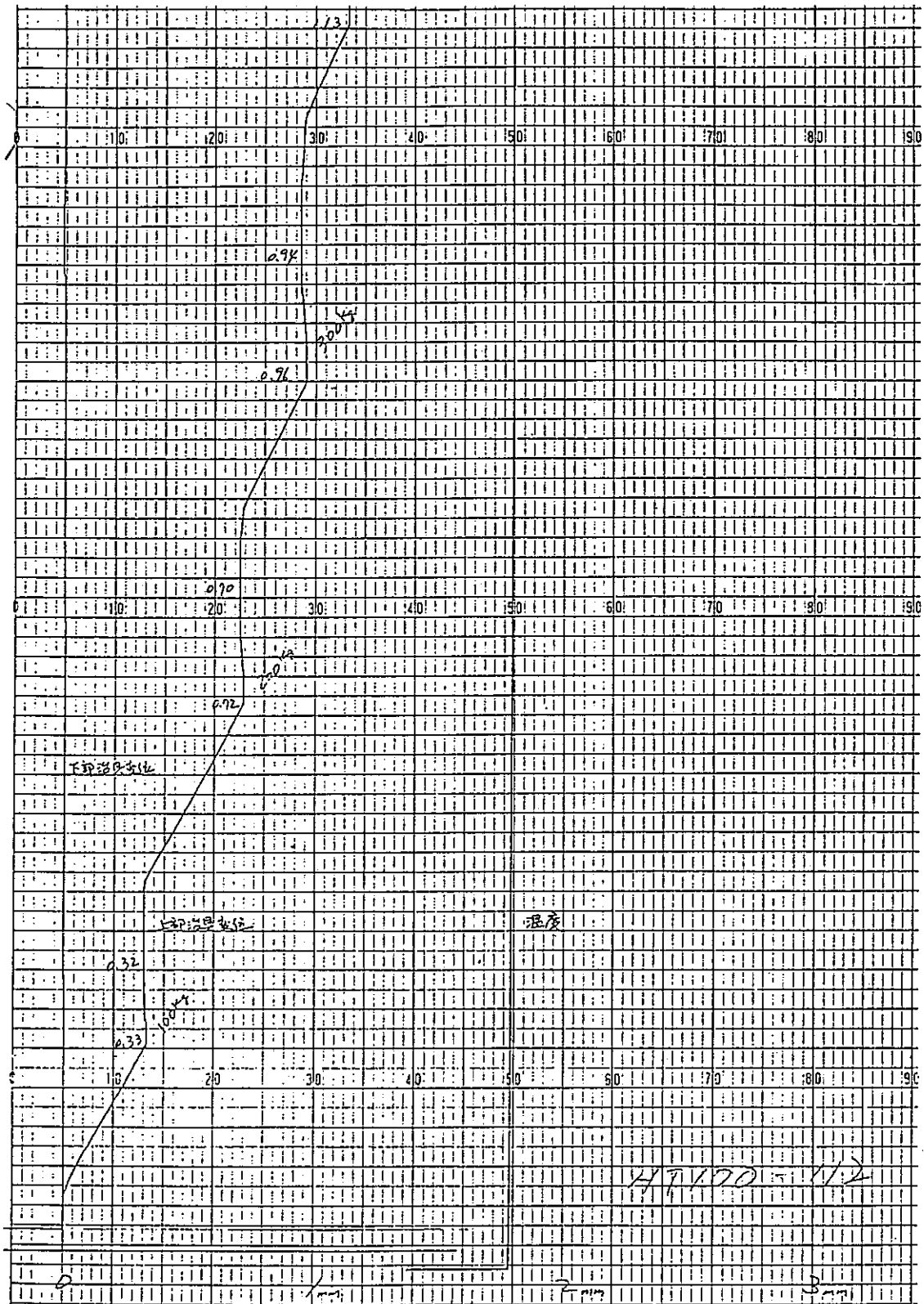


図 4.3 - 4 圧縮試験における変位測定器記録チャートの例

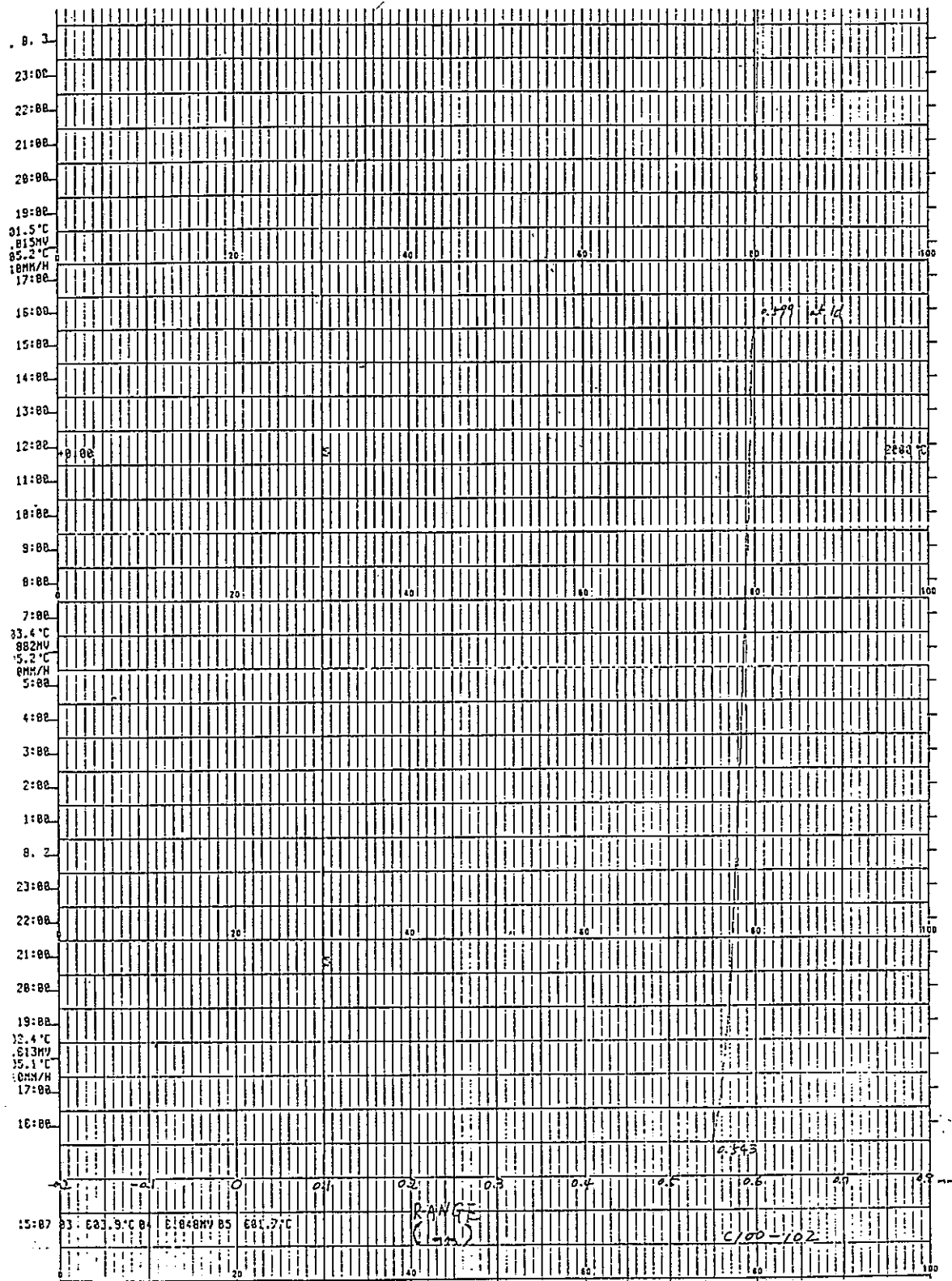


図 4.3 - 5 圧縮クリープ試験における変位記録チャートの例

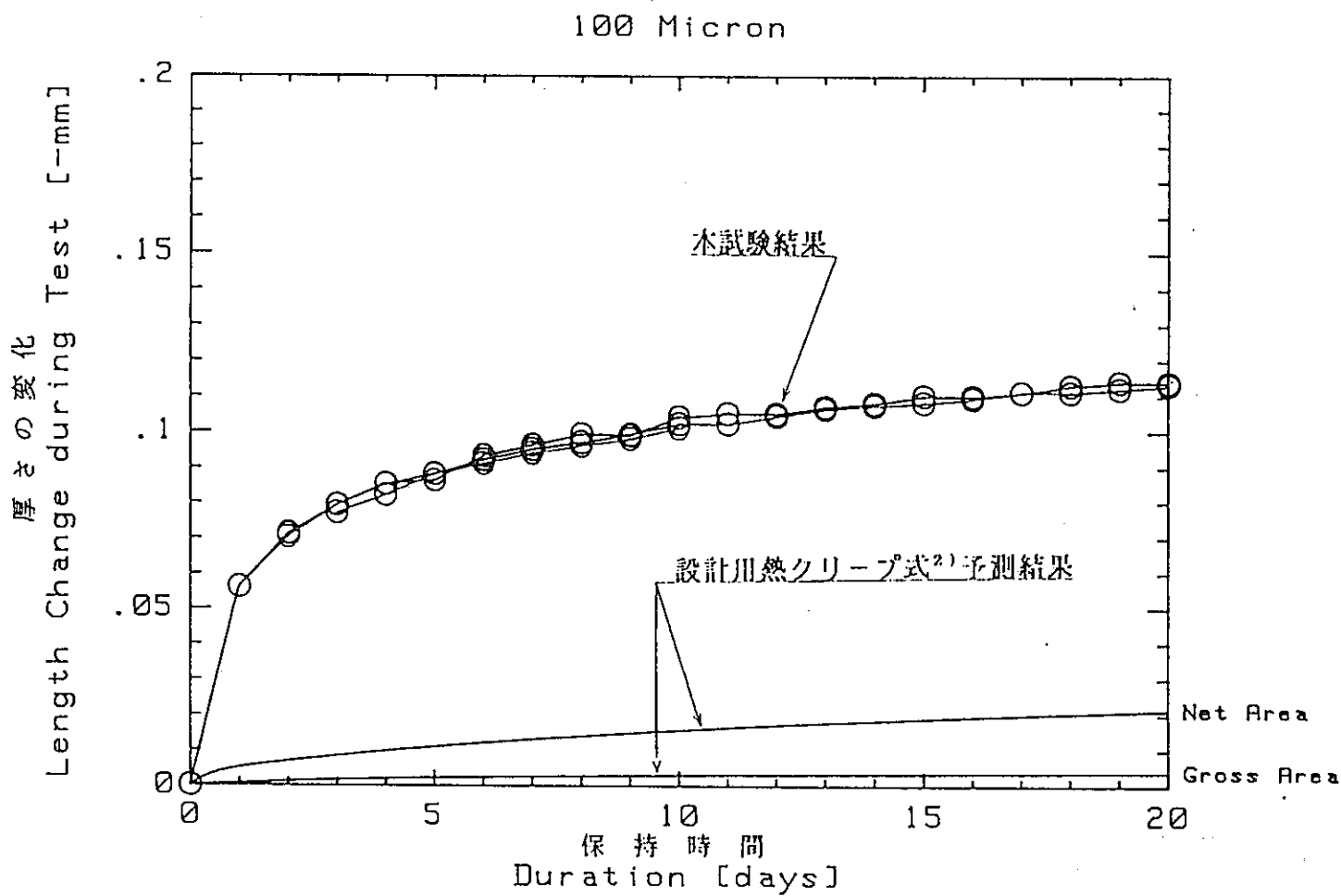


図 4.3-6 圧縮クリープ試験結果(100 μ m 供試材の変位の経時変化)

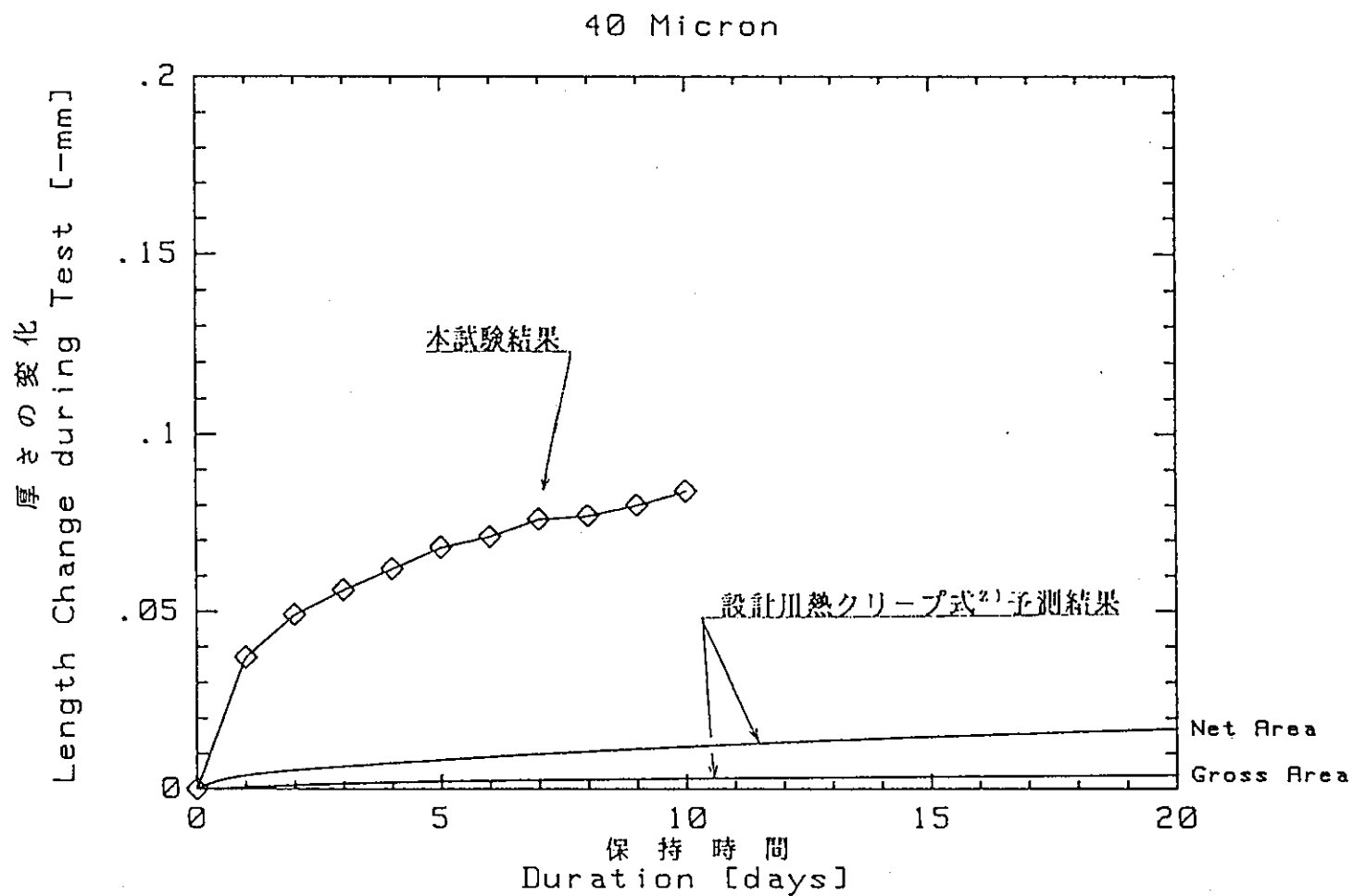


図 4.3-7 圧縮クリープ試験結果 (40 μ m 供試材の変位の経時変化)

5. 考 察

5.1 熱膨張特性

図4.3-1及び図4.3-2に示した焼結体の熱膨張測定結果を、SUS金属塊のものと比較してみる。図中にはPNC式と記した曲線が表示してあるが、これは焼結体と同材質であるSUS316（金属塊）に対する設計用物性値から引用したものである。図から、焼結体（測定値）は金属塊（設計曲線）と概ね良い一致を示していることがわかる。また、2つの図を比べることから、粒度 $100\mu\text{m}$ と $40\mu\text{m}$ のものはほぼ同じ熱膨張特性を持っていることがわかる。

次に、室温から各測定温度までの平均線膨張率の形で表示してみると、図5.5-1及び図5.1-2の通りである。図中の曲線は上記と同じ設計用物性値を表示したものである。詳細には、設計用曲線が温度に対し若干右寄りであるのに対し、焼結体のデータでは、測定された全温度領域に亘ってほぼ一定（ $17\sim 18\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ）である点が異なるが、大まかに見れば良く一致していると言うことができる。

以上より、焼結体の熱膨張特性は以下のようにまとめられる。

- ① 粒度 $100\mu\text{m}$ と $40\mu\text{m}$ の焼結体はほぼ同じ熱膨張特性を持っている。
- ② 焼結体の熱膨張測定値は、設計用熱膨張曲線と概ね良く一致していることから、金属塊のそれとほぼ同等であると考えられる。
- ③ 室温から 650°C までの温度範囲における焼結体の平均線膨張率はほぼ一定で、 $17\sim 18\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ である。

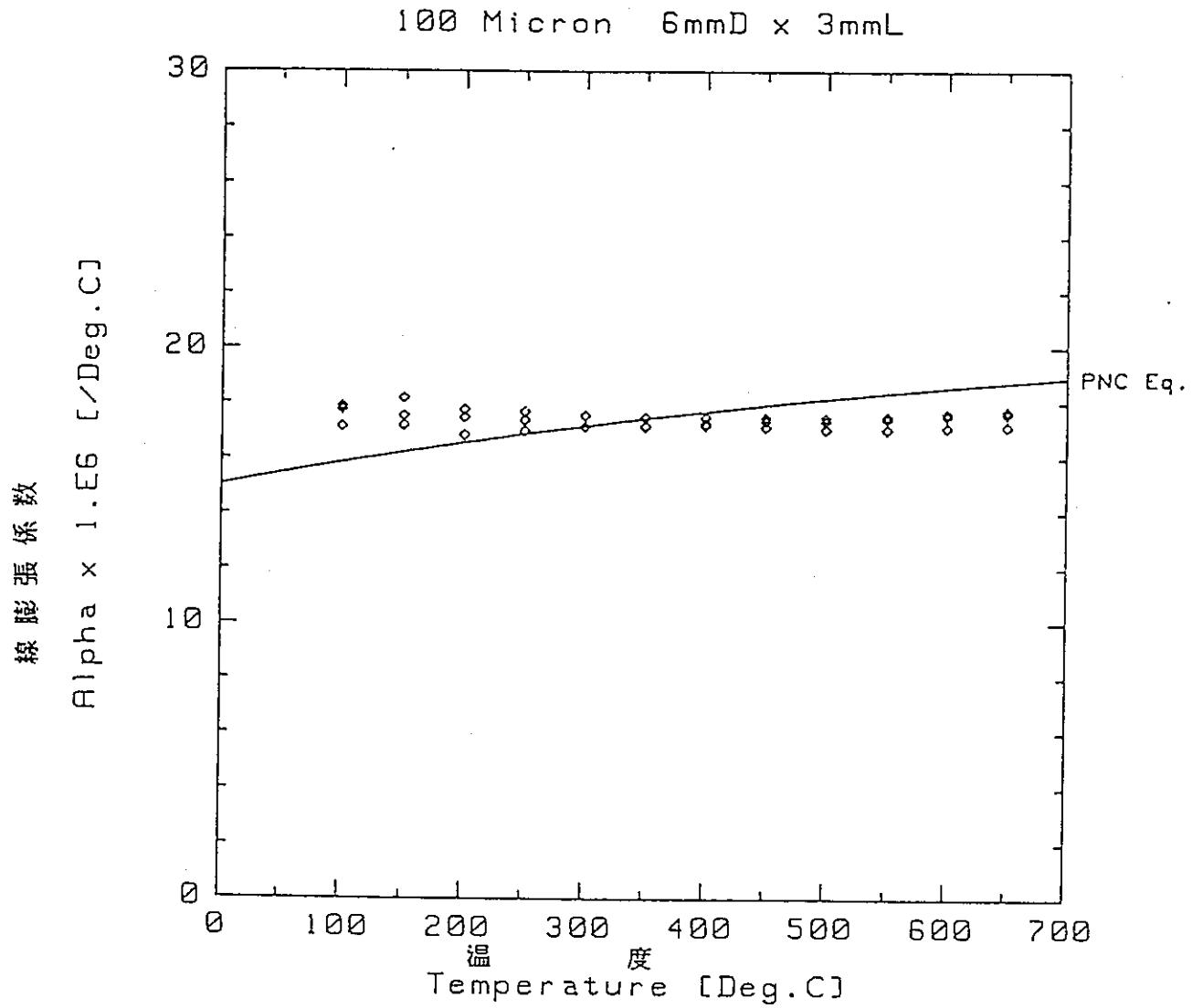


図 5.1 - 1 熱膨張測定結果(100 μ m 供試材の平均線膨張率)

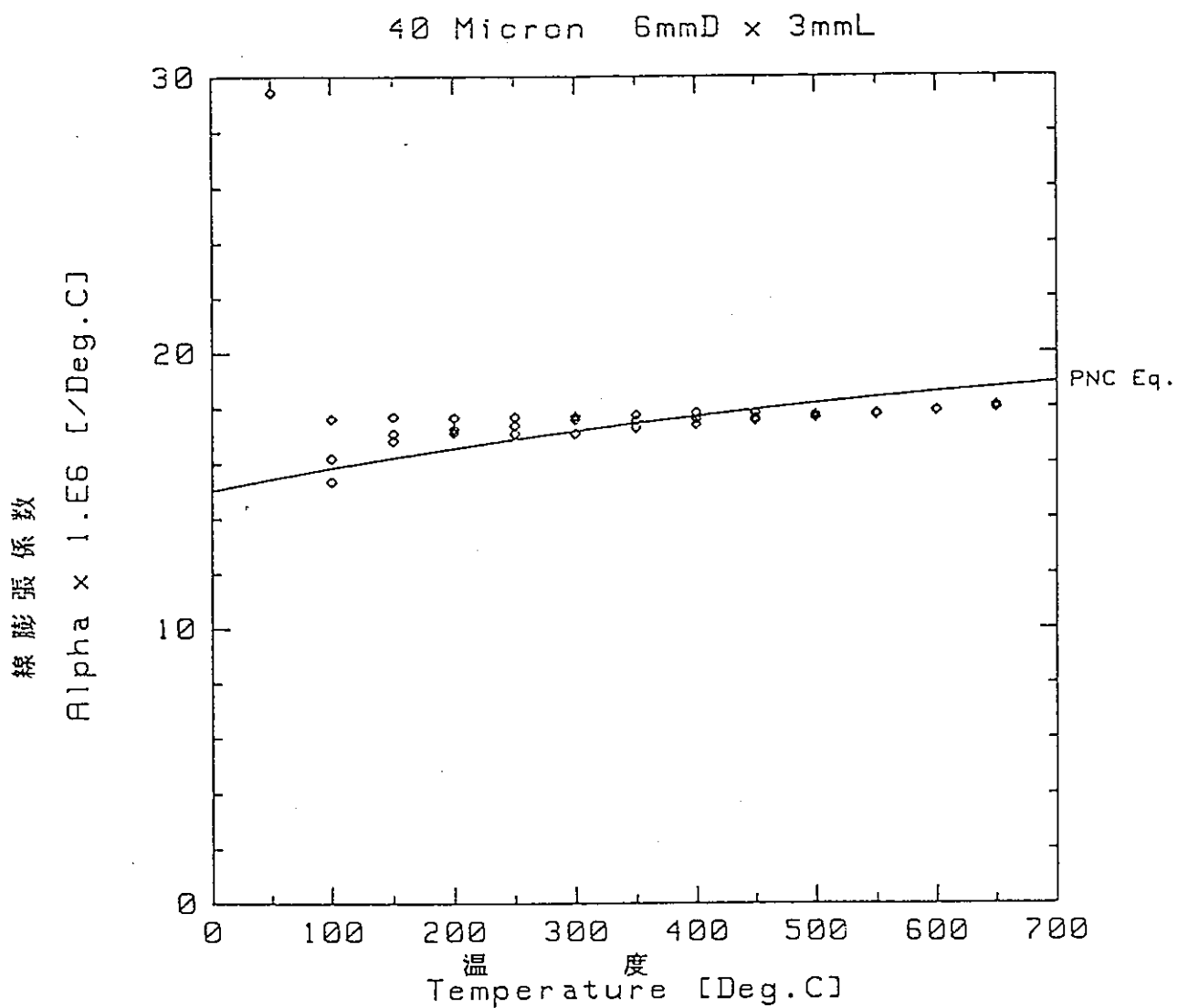


図 5.1 - 2 熱膨張測定結果 (40 μ m 供試材の平均線膨張率)

5.2 圧縮変形特性

5.2.1 焼結体の変形過程

図4.3-3に代表的な荷重-変位（クロスヘッド変位）曲線を示した。この例（粒度 $100\mu\text{m}$ 、温度 530°C ）に従って、焼結体の変形過程を説明すると、まず、かなり小さな荷重（約 20kg ）で弾性限が終わり、曲線は降伏の様子を示す。その後はしばらくの間安定した塑性変形が進むが、荷重がある程度大きくなる（約 150kg 以上）と徐々に変形しにくくなり曲線は立上がっていく。この変化は少しずつ連続的に生じるもので、明確な遷移点状のものは見られない。なお、後掲の例（図5.2-10）からわかるように、いずれの温度においても、荷重が 800kg 程になると荷重の増加に比べ変形はあまり増加しなくなる。除荷の過程では、荷重負荷開始の初期と同程度の傾き、即ち、弾性状の降下曲線をたどり、最終的に大きな塑性変形を残す。

SUS316金属塊の降伏応力²⁾から計算される荷重（室温で約 600kg 、 530°C で約 300kg ）に比べはるかに小さい荷重（室温で約 50kg 、 530°C で約 20kg ）で塑性変形に入る焼結体の変形メカニズムは、通常の金属の変形と異なり、空隙部へ粒が押込まれる形で変形が進行するものであろう。これについては、5.2.8でもう少し検討を試みる。

5.2.2 荷重と永久変形量の関係

図5.2-1は、到達荷重が異なるのみで他の試験条件が同一の3ケースの荷重-変位曲線を比較したものである。共通する部分の曲線は良く一致しており、再現性が良い。また、到達荷重の大きさに応じた永久変形が残ることがわかるが、高荷重になるほど変形しにくくなることを反映して、永久変形量の増加が小さくなることが窺われる。

試験前に対する試験後の長さの減少率（表4.3-2及び表4.3-3(1)、(2)に試験後縮み率として表わしたもの）と最大到達荷重との関係を図5.2-2及び図5.2-3に示す。前者は室温、後者は高温のうち 530°C の結果を示したもので、いずれも単純円柱形サンプルの結果だけをまとめたものである。まず、図5.2-2の室温試験結果では、粒度 $40\mu\text{m}$ は $100\mu\text{m}$ のものより変形しにくいことが明確に示されているが、いずれの粒度とも到達荷重と長さ減少率との間にきれいな相関があることがわかる。また、いずれの粒度とも荷重 300kg の試験において、くり返し数を3としてばらつきを調べているが、再現性が良く、他の荷重のデータがある相関曲線上に全て乗っていて大きくずれたものがないことと合わせて、ばらつきが小さく特性が揃っていることが推察される。

一方、図5.2-3の 530°C 試験結果では、上記室温試験結果と同様の粒度間の差、荷

重-永久変位の相関性が見られる。ここにはNa浸漬試験のサンプル及び荷重パターンBのサンプルのデータが含まれているが、これらについては5.2.3及び5.2.4で述べる。

5.2.3 Na浸漬の影響

図5.2-3の530℃圧縮試験結果には、Na浸漬試験後のサンプルのデータが含まれている。サンプルは、3.2節に示した浸漬及び洗浄の履歴を経たものである。図からわかるように、Na浸漬試験履歴を持つものと他のものとに有意差は認められない。従って、Na浸漬は焼結体の荷重-永久変位特性にほとんど影響を与えないことが確認されたこととなるので、以降ではNa浸漬履歴の有無を区別せずに扱うこととする。

5.2.4 荷重パターン影響

図5.2.3の530℃圧縮試験結果には、荷重パターンBの最終（最大）到達荷重除荷後のデータをプロットしてあるが、荷重パターンAのものとは比べ、荷重-永久変位特性上有意差が認められない。

図5.2-4は、530℃において荷重パターンの異なるケースの荷重-変位曲線を比較したものである。ケース間で若干の差はあるが、概ね一致していると見て良い。また、荷重パターンBのみに注目すると、試験途中の除荷後の再負荷時の曲線は、除荷時の最大荷重点までほぼ正確に戻り、引続きその延長線上をたどって行く。即ち、荷重パターンBの曲線は除荷時を除いて荷重パターンAのそれとほとんど同じであることが確認され、焼結体は荷重履歴によらず、履歴中の最大荷重に対応した永久変位を残すという望ましい特性を持っていることが推察される。

ところで、荷重パターンBでは、試験途中の除荷時にも変位測定器から永久変位のデータが得られている。これを荷重パターンAのデータと比較したものを図5.2-5及び図5.2-6に示す。両図から、荷重パターンAとBのいずれも同じ荷重-永久変位特性曲線に乗っていることがわかる。以上から、荷重パターンによる荷重-永久変位特性への有意な影響は認められないので、以降では区別せずに扱うこととする。

5.2.5 サンプル形状の影響

次に、サンプル形状の影響について見る。図5.2-7はサンプル形状が異なるのみで他の条件は全て同じ2ケースを比較したものである。曲線の形に若干の有意差がある可能性はあるが、大まかに見ればほぼ同等と言うこともできる。荷重-永久変位の図上で、単純円柱と二段円柱の結果を比較すると、図5.2-8及び図5.2-9の様になる。ここで単純円柱の結果には、上述通り、Na浸漬のもの及び荷重パターンBのもの（但し、

最終結果のみ)を区別せずに用いている。これらの図から、荷重-永久変位特性において(即ち、実験結果上)、単純円柱形と二段円柱形のサンプル形状の有意な影響はないものと考えられる。

なお、焼結体の変形挙動への形状の影響については、5.4にて解析的なアプローチからの検討を加える。

5.2.6 温度の影響

圧縮試験温度の影響については、当初計画の室温、530℃及び600℃に加え、350℃の1ケースを追加して調べられた。荷重-変位曲線の比較を図5.2-10に示す。温度が高いほど高荷重側の曲線が右へシフトする。即ち、変形しやすくなる様子が示されている。横軸に温度をとり、到達荷重をパラメータに永久変位との関係を調べると、図5.2-11及び図5.2-12の通りとなる。粒度100 μm 、荷重800kgのみが中間温度350℃の点を含んでいるが、これから、温度依存性はほぼ直線状であることが認められる。

5.2.7 粒度の影響

最後に、粒度が圧縮変形特性へ与える影響について整理する。図5.2-13は粒度のみが異なる2ケースの荷重-変位曲線を比較したものである。粒度40 μm は100 μm のものに比べ変形しにくいことが明瞭に示されている。横軸に粒度をとり、到達荷重をパラメータに永久変位との関係を調べると、図5.2-14から図5.2-16に示す通りである。これらの図には、上記の議論から、サンプル形状、荷重パターン等による区別はせず、試験された全データがプロットされている。これらの図から、粒度と永久変位の関係は荷重によらず、ほぼ同じ傾きの直線で表わされると思われる。なお、これらの図で表わした粒度依存性を直線状とした背景には、予備試験において100 μm 、40 μm の他に70 μm の粒度のサンプルを加えて試験した結果(図2.2-1参照)から類推したものである。

さて、直線の傾きは条件間で多少差があり、必ずしも同じとなっていない。その理由の1つとして、永久変位が微小な低荷重条件では、高荷重側から外挿されるよりも大きな永久変位が生じやすい、換言すれば、焼結体の変形は弾性域と見られる部分から既に一部塑性変形が始まるため、低荷重でもある永久変位が残ることが考えられる。図5.2-14(室温)で200kg以上の各直線がほぼ同じ傾きであるのに対し、100kgの直線のみ傾きがゆるやかな点は、図5.2-2の40 μm の曲線が200kg以下でゆるやかとなっている(その結果、100 μm の曲線との間隔が狭くなっている)ことと対応し、上記を裏

付けていると思われる。

一方、もう1つの理由として、高荷重側では変位が増加しにくくなるため、永久変位がある量へ近づくと飽和する。換言すれば、高荷重時の粒度依存性の傾きは水平に近づくことが考えられる。図5.2-15(530℃)の800kgの傾きは、他のものと比べ特にゆるやかとなっていないが、これと図5.2-3の100 μ mと40 μ mの2本の曲線の間隔が800kgまでほぼ同じであることは対応しており、この条件ではまだ変位の飽和には到っていないことが窺われる。これに対し、図5.2-16の800kgの傾きが500kgの傾きよりゆるやかとなっているのは、上記理由の可能性はある。しかし、他の温度条件の800kgの傾きと比べて、顕著にゆるやかとなっているわけではなく、確定的ではない。

中間的な荷重での傾きが多少異なる点については、特に系統だった理由は考えられず、各粒度-荷重条件当りのデータ数が少ないことから、データのばらつきによると考えられる。いずれにせよ、図5.2-14~図5.2-16に示した各直線は単にデータ点(の平均値)を結んだだけであり、荷重をパラメータとした正確な粒度依存性を表わす直線とする場合には、多重回帰式を求めればよい。

5.2.8 焼結体の圧縮変形メカニズム

金属粉の焼結体は、粉体と金属塊(一様連続体)の中間的なふるまいを示すと考えられ、いずれに近いかは空隙率(あるいは体積率、密度)によって定まると考えられる。本試験の供試材のようにかなり空隙率の高い焼結体は、粉体に近いふるまいを示すと見られる。粉体の場合、荷重を受けたときのふるまいには以下の特徴がある。即ち、応力は粒子同士の接触部を通じて、粒子間力の形で伝わることと、接触部の変形に伴い充填が生じ密度変化を起こす(体積変化を伴う変形である)ことである³⁾。

粒度70 μ mを含む予備試験供試材の圧縮前後の断面組織を調べると、写真5.2-1のようになっている。理想的な粒体(球状粒子が等間隔に並んでいる)とはおおいに異なり、不定形の粒が複雑にからみ合った状態にあるが、変形の過程は上述と同様、からみ合った粒同士の接触部(連結部)付近に応力が集中し、空隙を埋めるように粒が移動して、全体形状が変化するものと考えられる。局所的な応力集中により、荷重と全体形状から考えられる平均応力よりかなり高い応力が粒間接触部に働くと考えられること、及び実質的に変形するのはその接触部近傍に限られ、粒の大部分は移動するのみ、という点を考えると、金属塊の場合に比べ、はるかに小さな荷重で大きな変形を生じること(5.2.1項参照)は当然なことと考えられる。

粒体を圧縮成型する場合、条件が定まれば、圧縮荷重と到達密度にはある相関が得られる⁴⁾。これを拡大解釈し、また、空隙率の高い焼結体が粒体に近い変形裕度を残していると仮定すると、焼結体がある荷重を受けたときに到達する密度は初期密度によらず同じとなることが期待される。本試験の供試材では、粒度 100 μm に比べ 40 μm は変形しにくかったが、初期密度は前者が 49% TD 前後であったの対し、後者は 54% TD 前後であったことから、変形しやすさの差はこれによるもので、到達密度はほぼ同一となっていたのではないかと推測される。これが確認されれば、変形量だけでなく到達密度を測定することで、履歴中の最大荷重を知ることができるわけで、初期密度（空隙率）の管理等の煩雑さを回避できることが期待される。

そこで、荷重と試験後の密度の関係を温度ごとに整理すると、図 5.2-17~図 5.2-19 の通りとなる。変形しやすさが最も顕著な 600°C では、初期密度（及び粒度）によらず、同一荷重ではほぼ同じ密度に達するという関係が成立しそうであるが、室温及び 530°C では初期密度（及び粒度）の差が残っているようである。このことは、空隙率が高くとも焼結体となっているため、連結部での連続体状拘束の効果、あるいは、粒体と見なした場合でも粒度の大小の効果が現われているものと考えられる。従って、荷重測定素子としての焼結体については、粒度及び空隙率の管理は避けられないこととなる。

なお、焼結体の変形メカニズムに対し、粒体の降伏・破壊条件が TRESCA や von Mises よりも Mohr-Coulomb に従うこと³⁾ や、焼結体を実質部の中に空隙部を含む体系に近似して、実質部（一様金属）の既知の降伏条件から推定する構成方程式の作成を試みる⁵⁾ ことも可能である。しかしながら、本試験の目的は、焼結体が元の金属塊からどの程度変わった特性を持つようになったかを調べるのではなく、焼結体の特性そのものを調べることにあり、間接的な手法で精度の高くない予測式を得るよりも、本試験の結果を用いて、直接的な定式化を行う方が、目標に対して有効である。

5.2.9 まとめ

以上より、焼結体の圧縮変形特性は以下のようにまとめられる。

- 1) 焼結体に圧縮荷重を加えると、ごくわずかの弾性変形ののち塑性変形を示し、荷重に対応した永久変形を残す。
- 2) 荷重と永久変位はばらつきの小さいきれいな相関を示すが、荷重が大きくなると変形しにくくなり、今回の供試材寸法では荷重 800kg 付近で、荷重の増加に対し、変形量があまり増加しなくなる。

- 3) 圧縮変形特性に対し、Na 浸漬の影響はほとんどない。
- 4) 所定の荷重までの荷重履歴（即ち除荷パターンの有無）は、圧縮変形特性に対しほとんど影響しない。即ち、履歴中の最大荷重によって永久変位が定まる。
- 5) 二段円柱サンプルも、圧縮特性は良好である。
- 6) 温度が高いほど同一荷重による永久変位は大きい。変位量の温度依存性はほぼ直線状であると思われる。
- 7) 粒度が大きいほど同一荷重による永久変位は大きい。変位量の粒度依存性はほぼ直線状であると思われる。

(100 μm , 単純円柱, 530°C, 荷重パターンA)

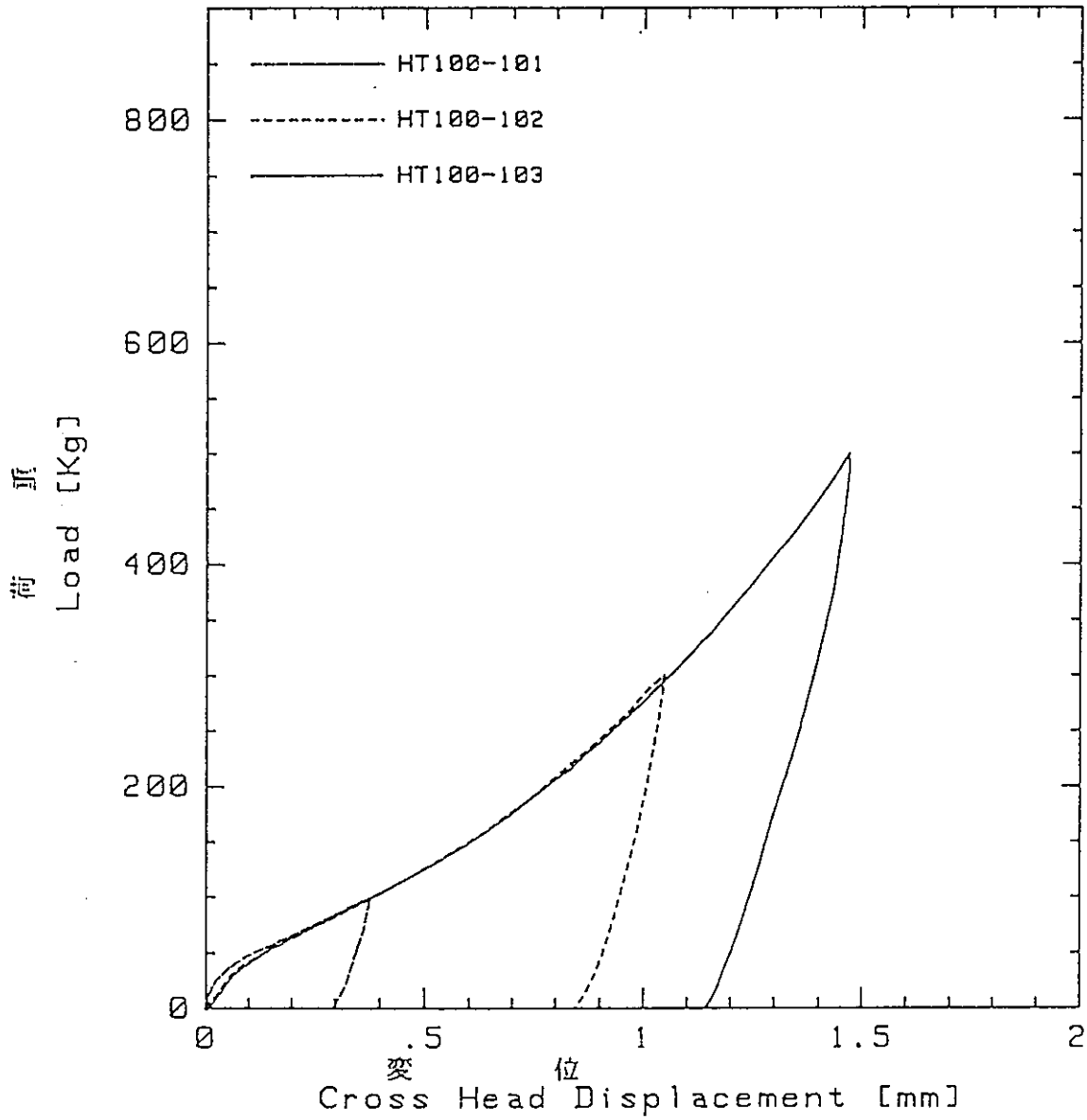


図 5.2 - 1 到達荷重が異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例

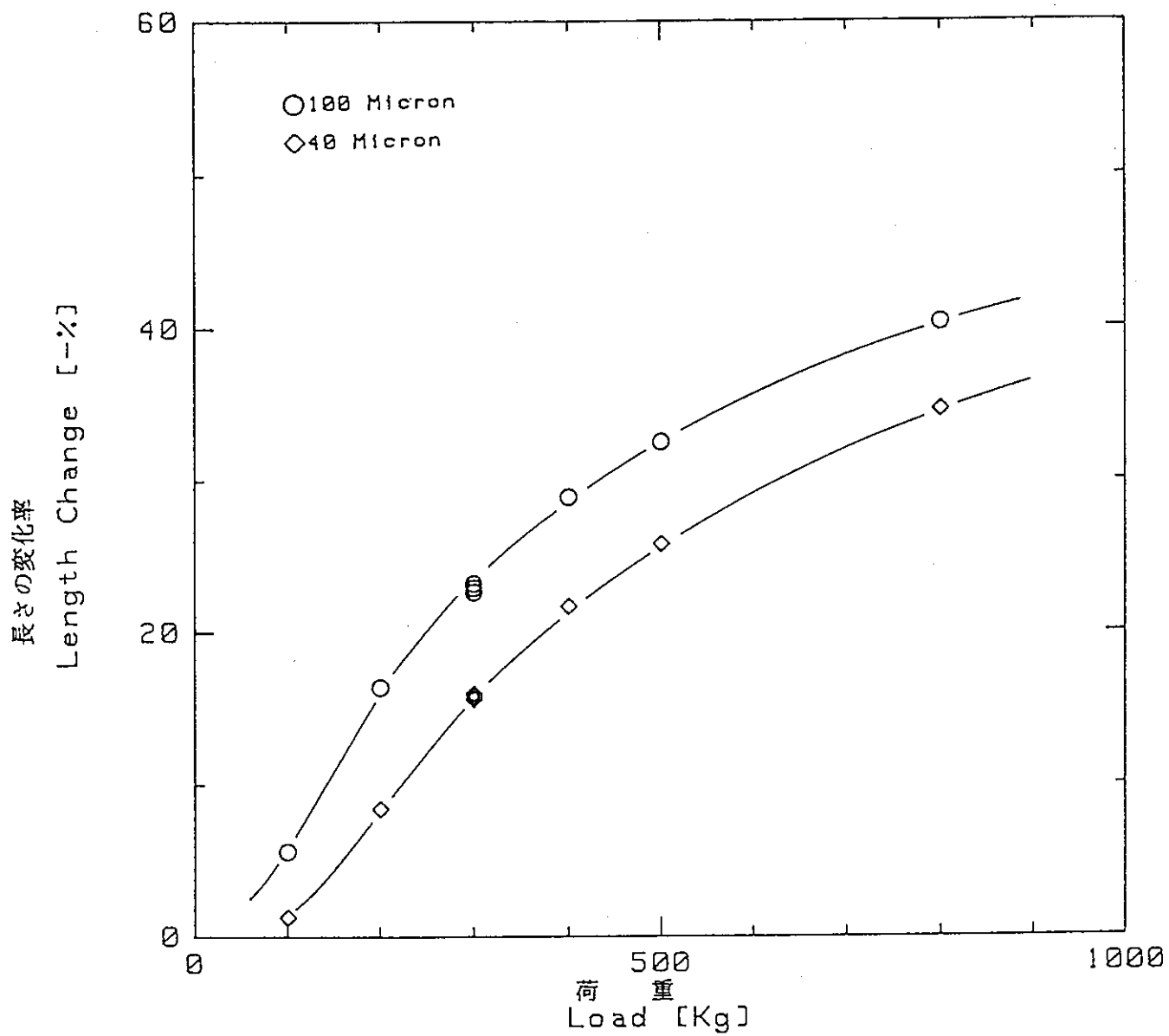


図 5.2 - 2 室温圧縮試験結果 (二段円柱を除く)

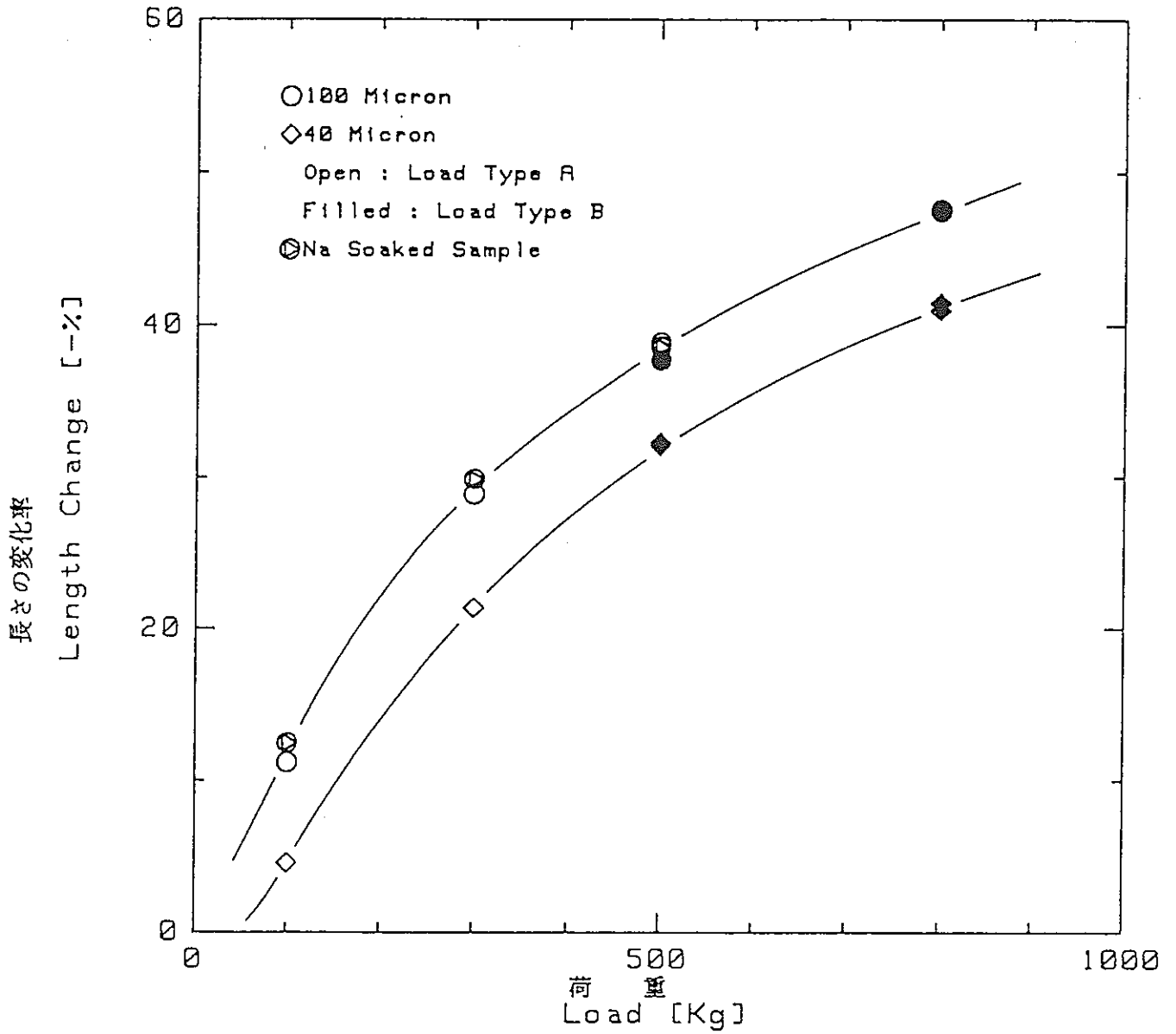


図 5.2 - 3 高温圧縮試験結果(530°Cのみ、二段円柱を除く)

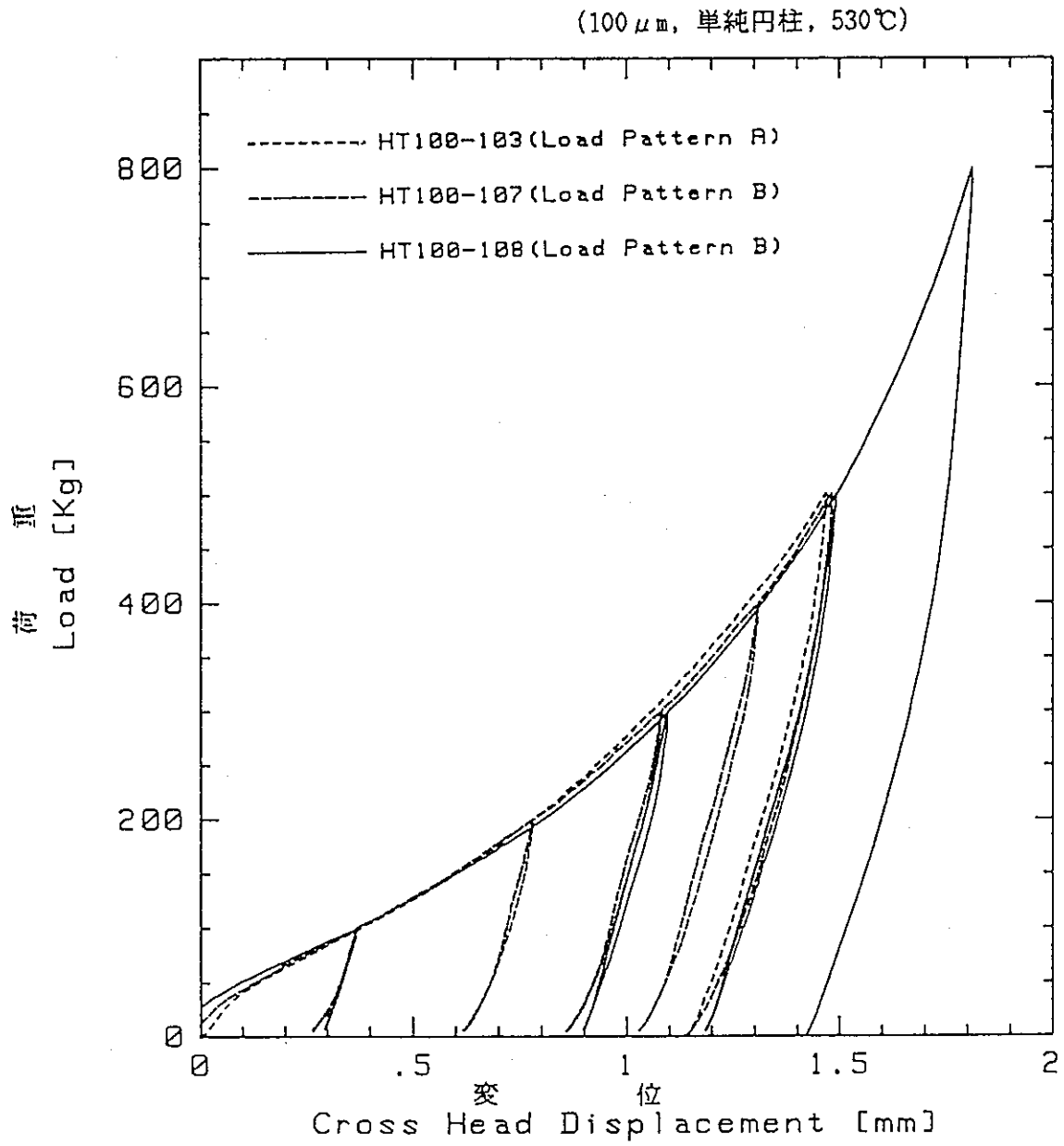


図5.2-4 荷重パターンが異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例

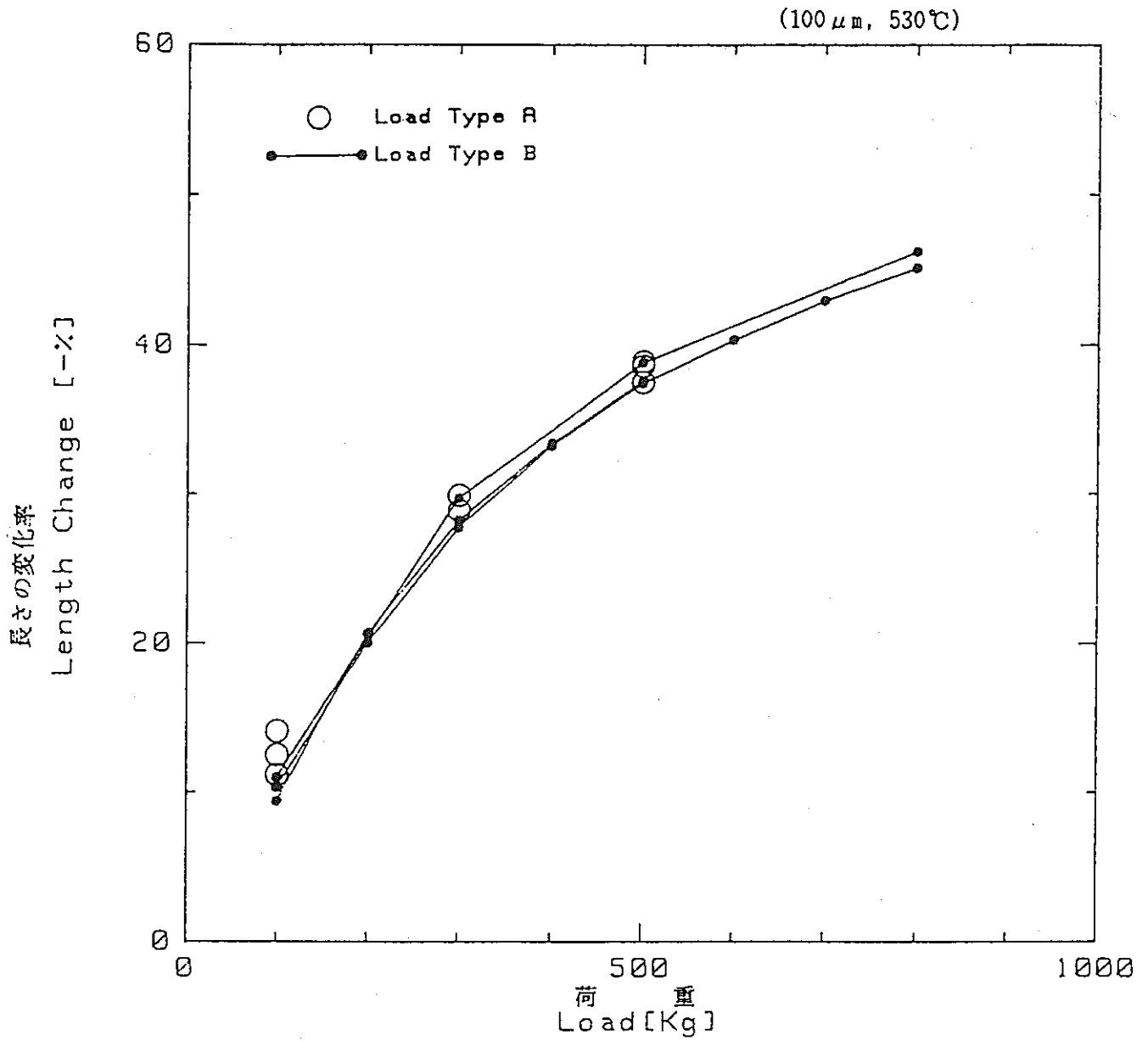


図5.2-5 荷重パターンBの試験途中の詳細データ (粒度 100 μ m)

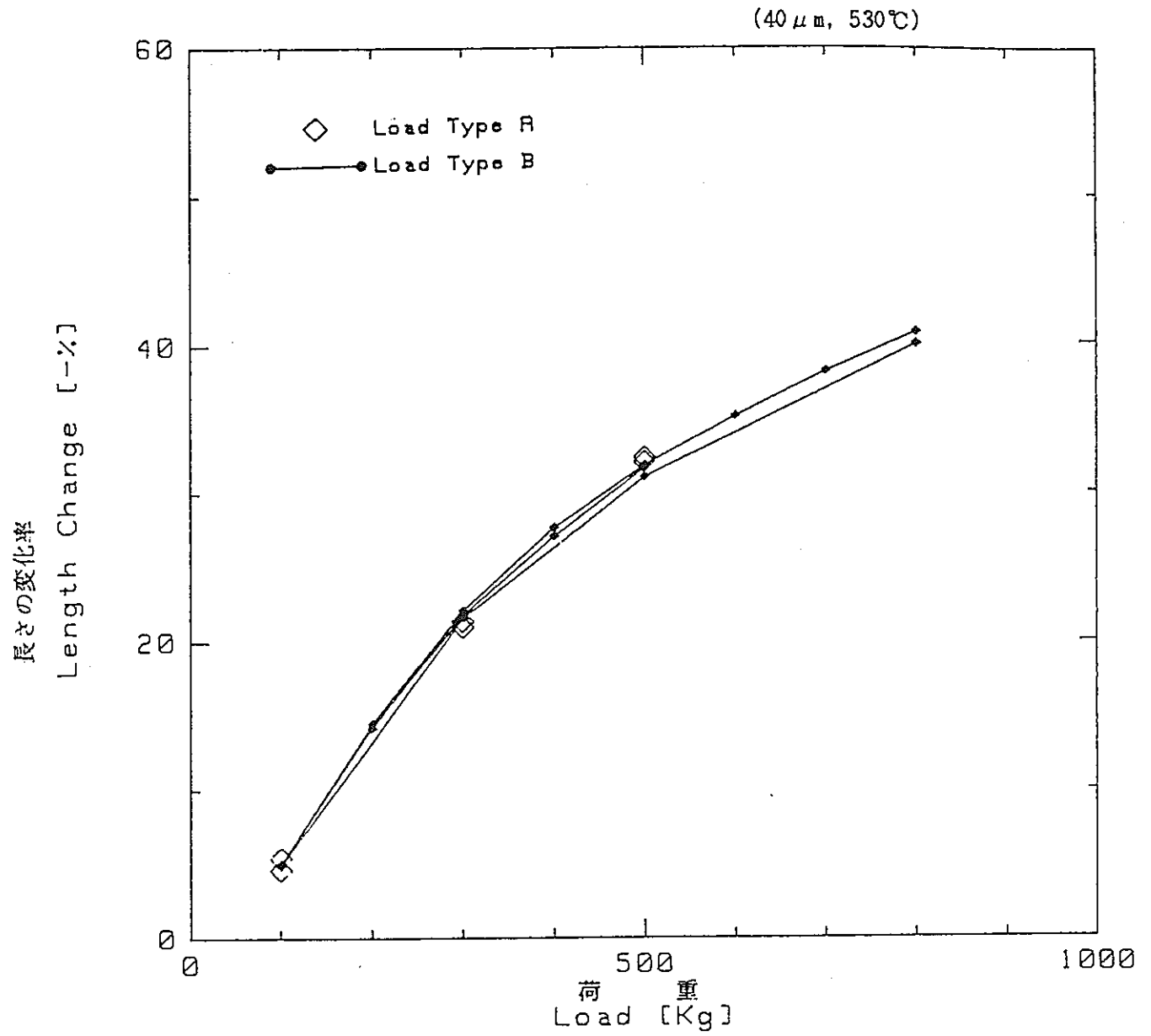


図 5.2 - 6 荷重パターンBの試験途中の詳細データ (粒度40 μ m)

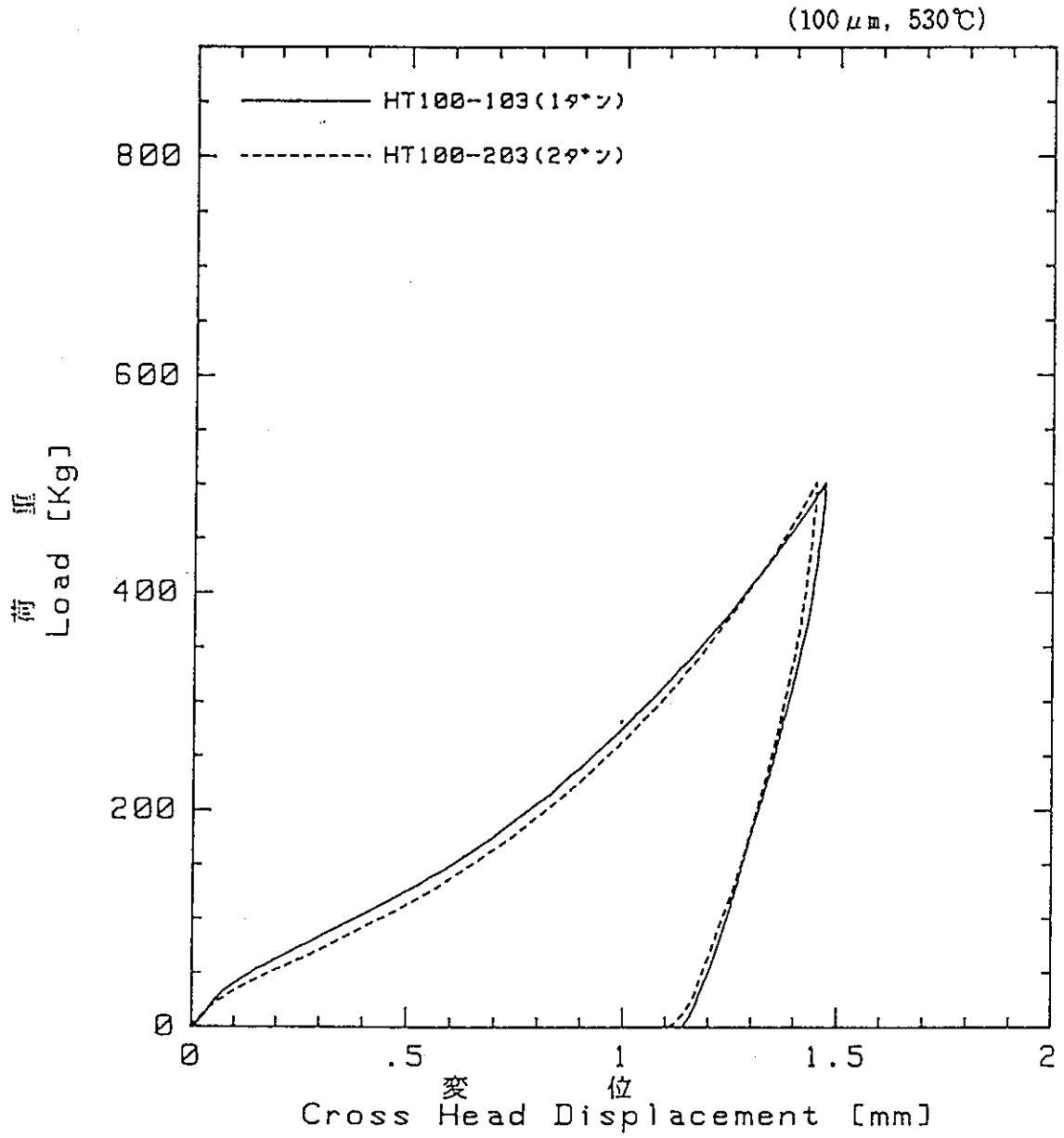


図5.2-7 サンプル形状が異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例

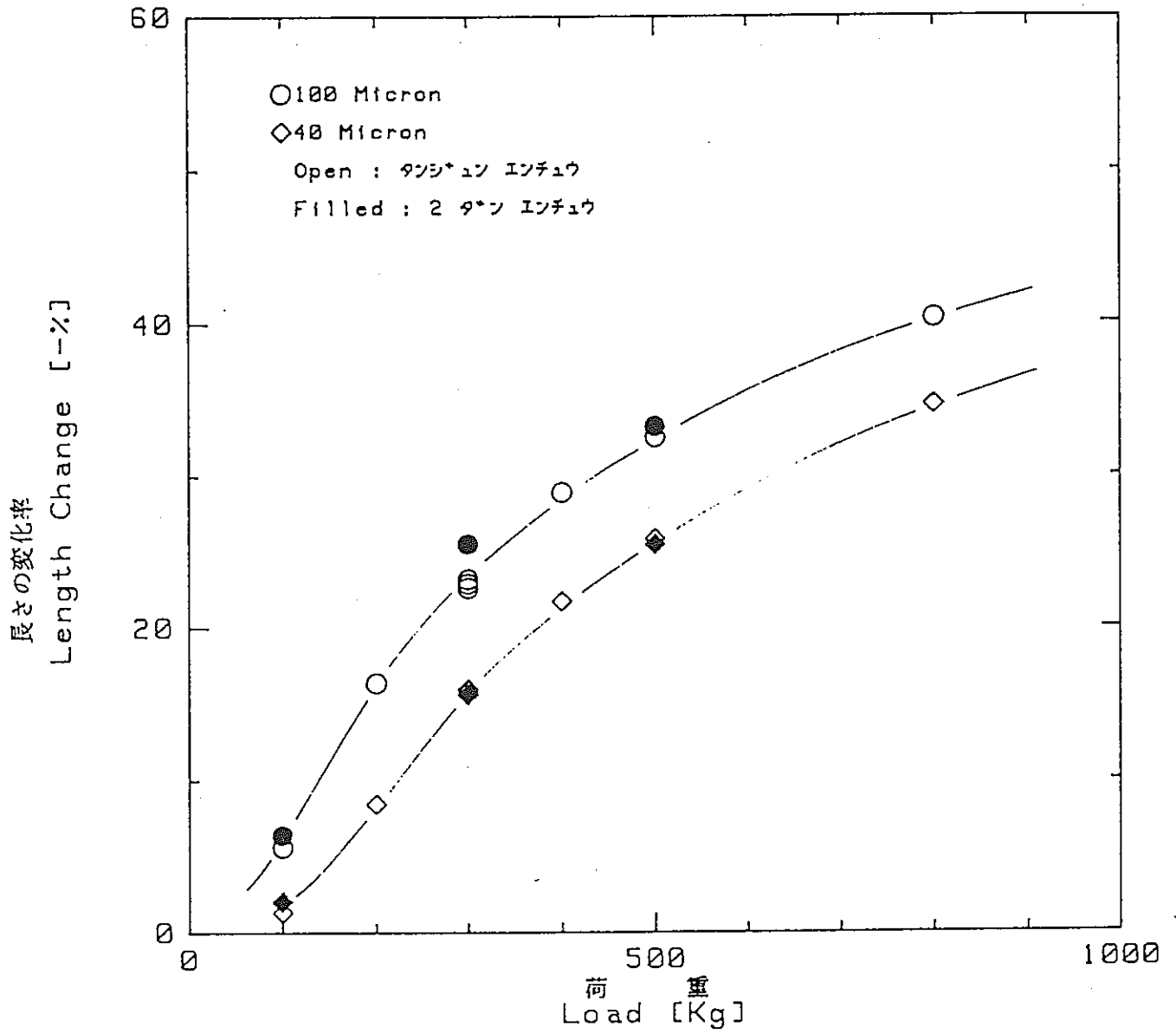


図 5.2 - 8 単純円柱と二段円柱の比較 (室温)

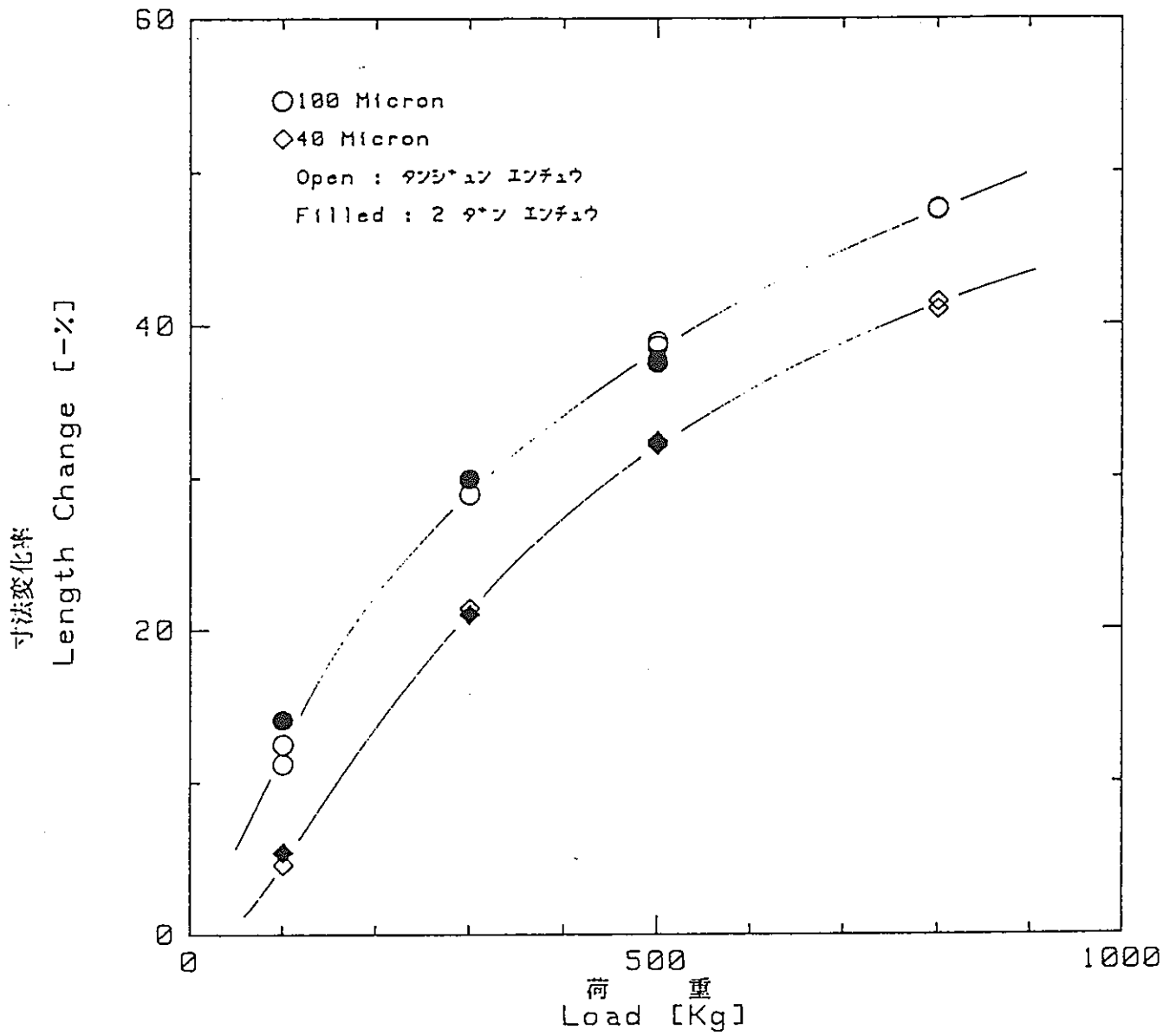


図 5.2 - 9 単純円柱と二段円柱の比較(530°C)

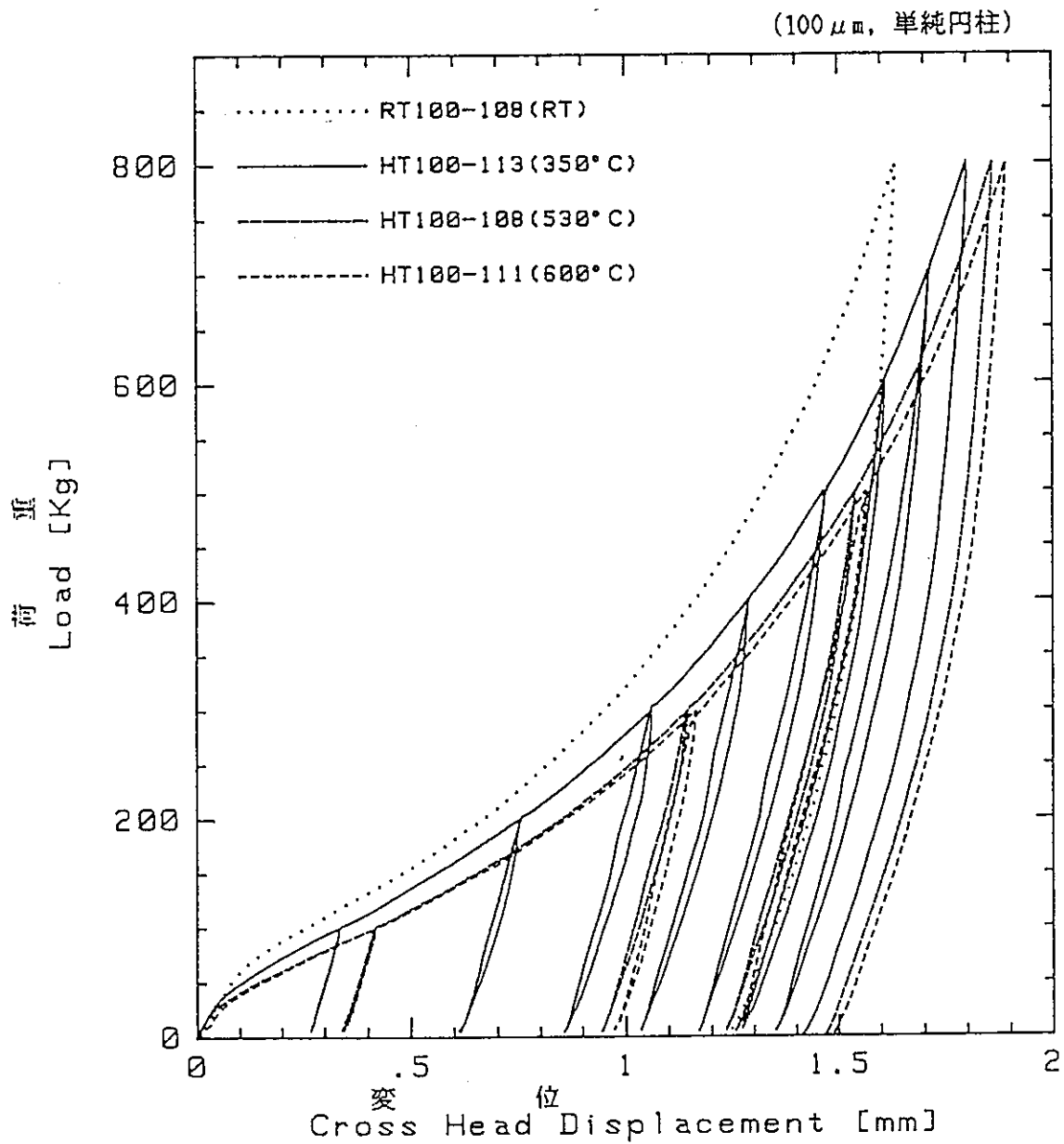


図 5.2 - 10 試験温度が異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例

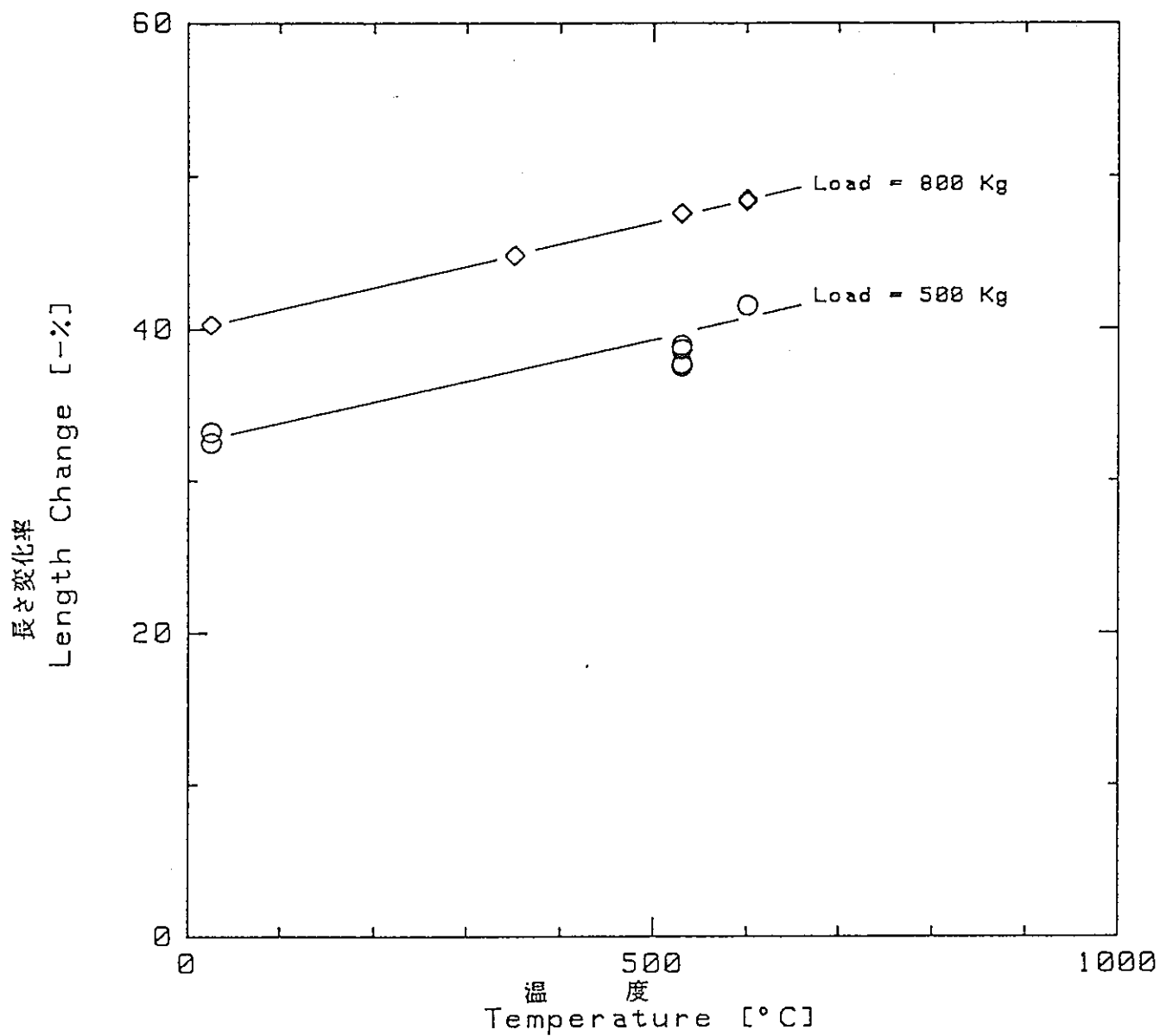


図 5.2 - 11 温度依存性 (粒度 100 μ m)

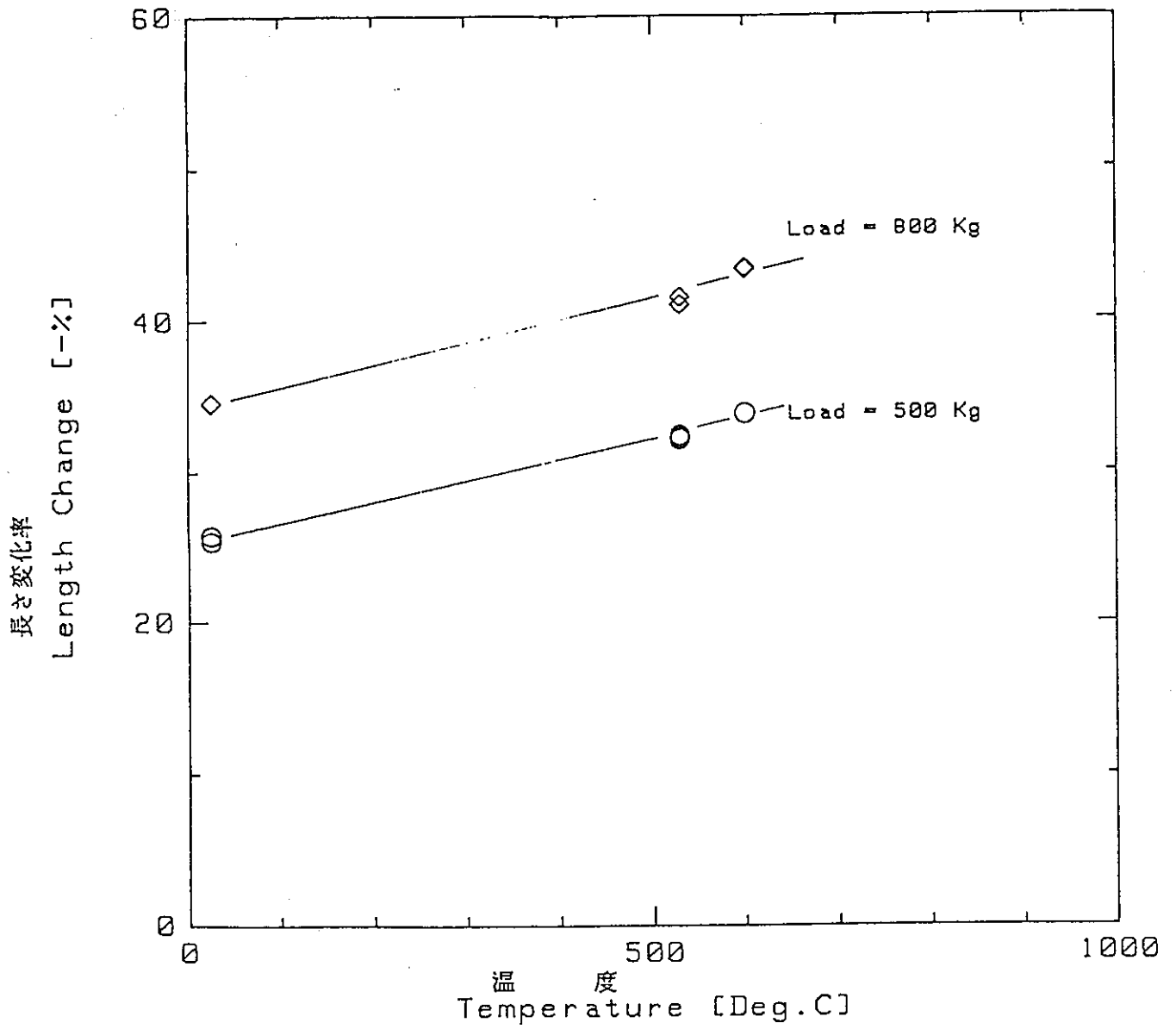


图 5.2 - 12 温度依存性 (粒度 $40\mu\text{m}$)

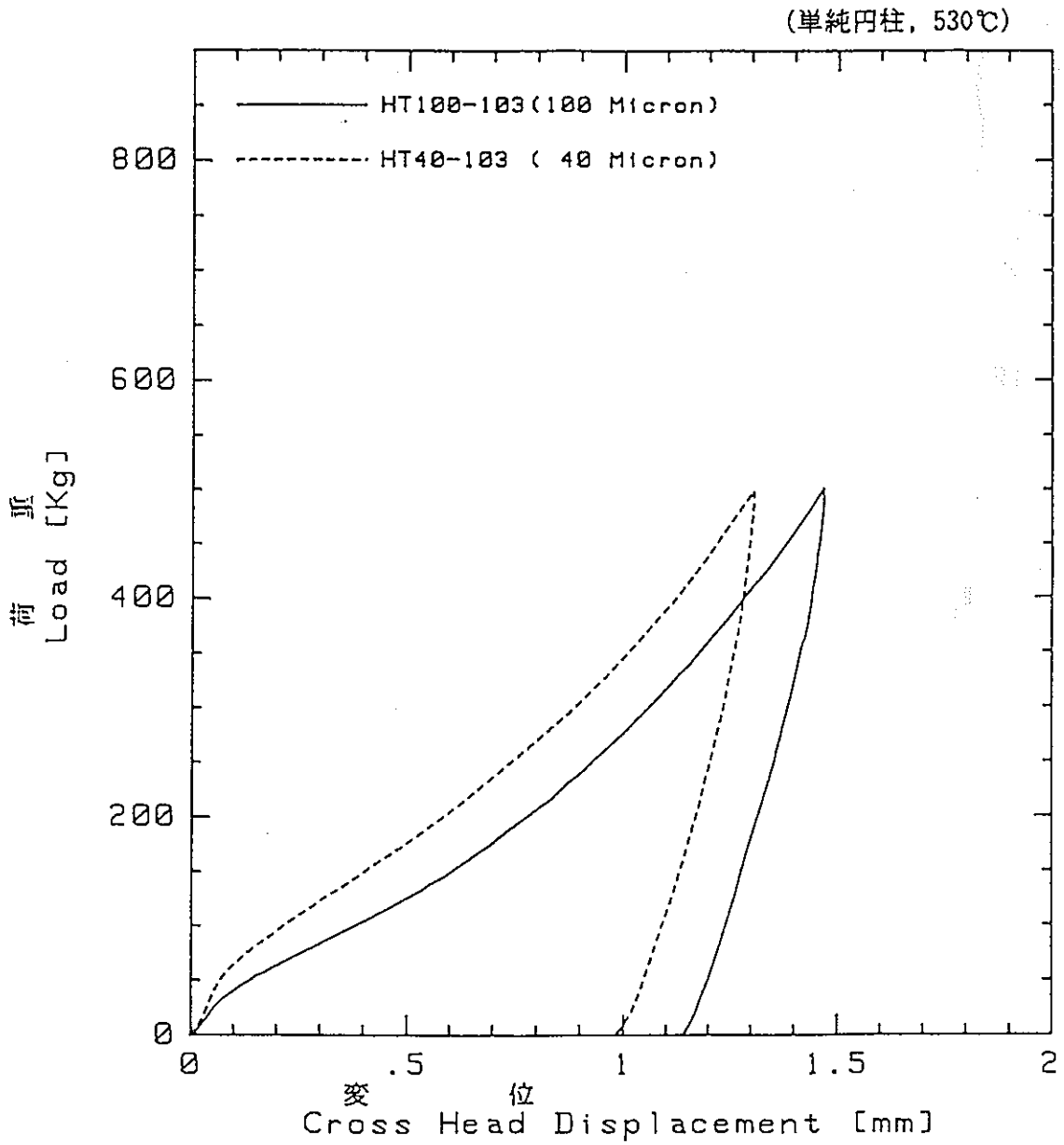


図 5.2 - 13 粒度が異なる場合の荷重-変位曲線の比較の例

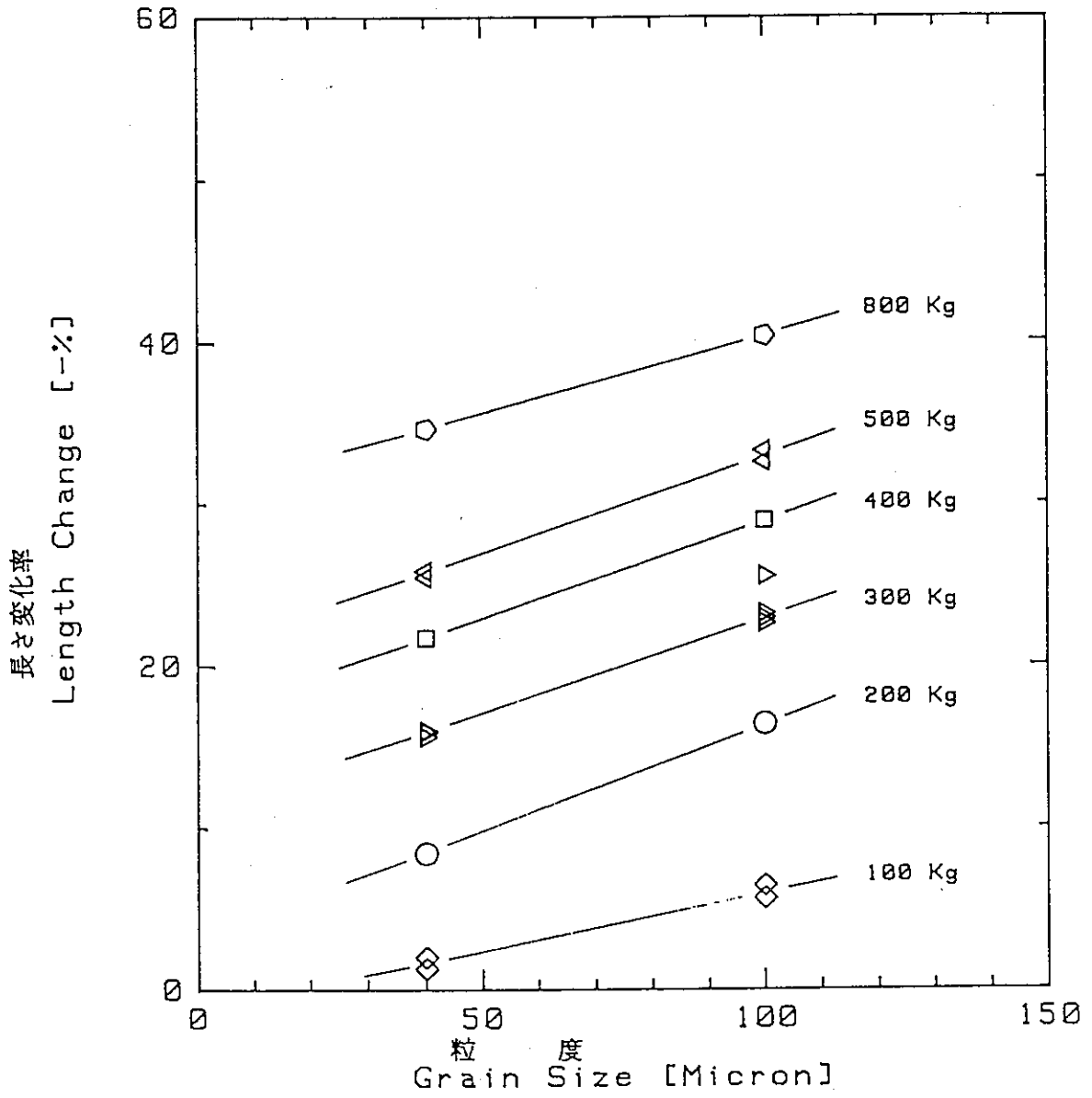


図 5.2 - 14 粒度依存性 (室温)

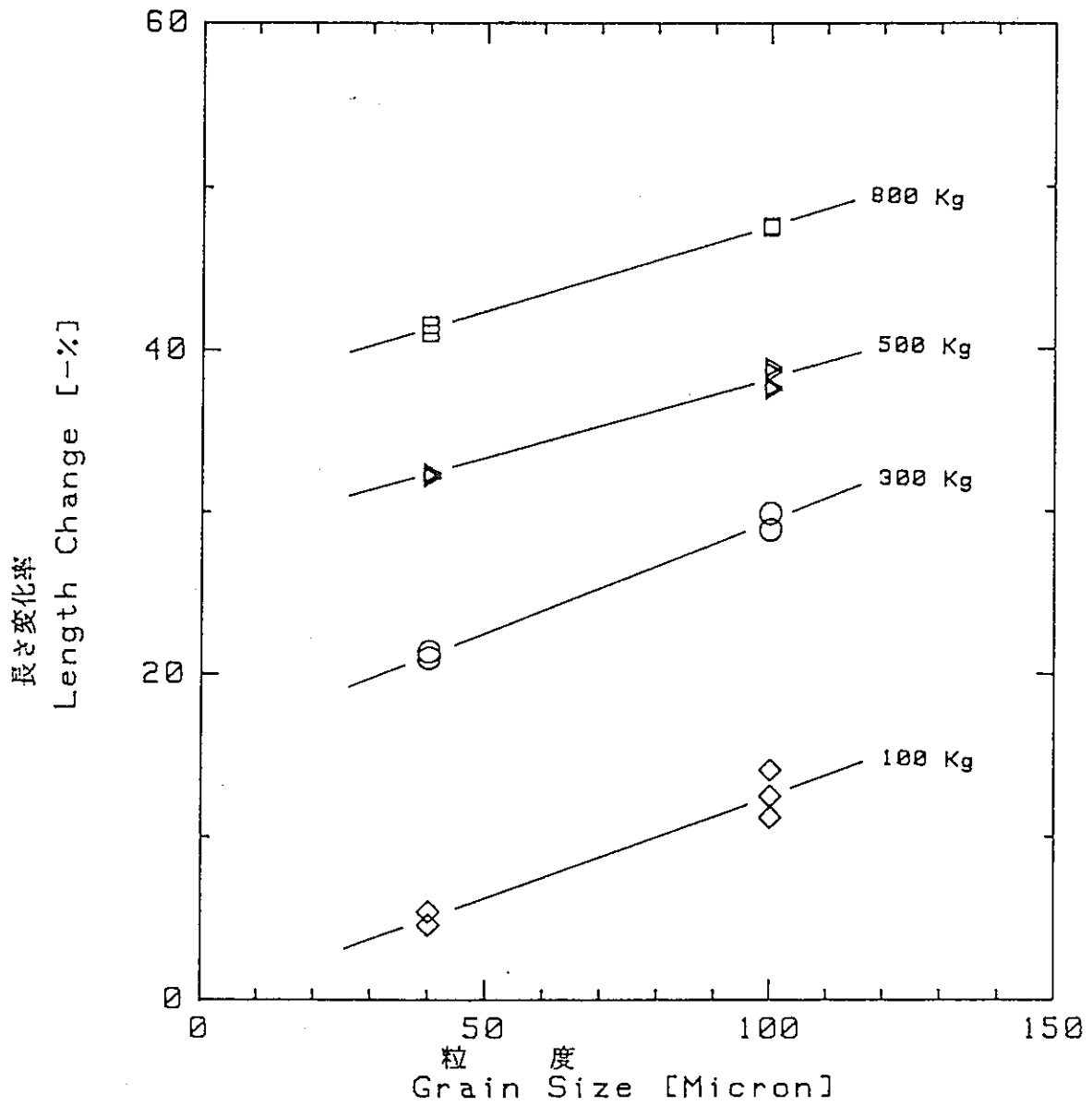


图 5.2 - 15 粒度依存性(530°C)

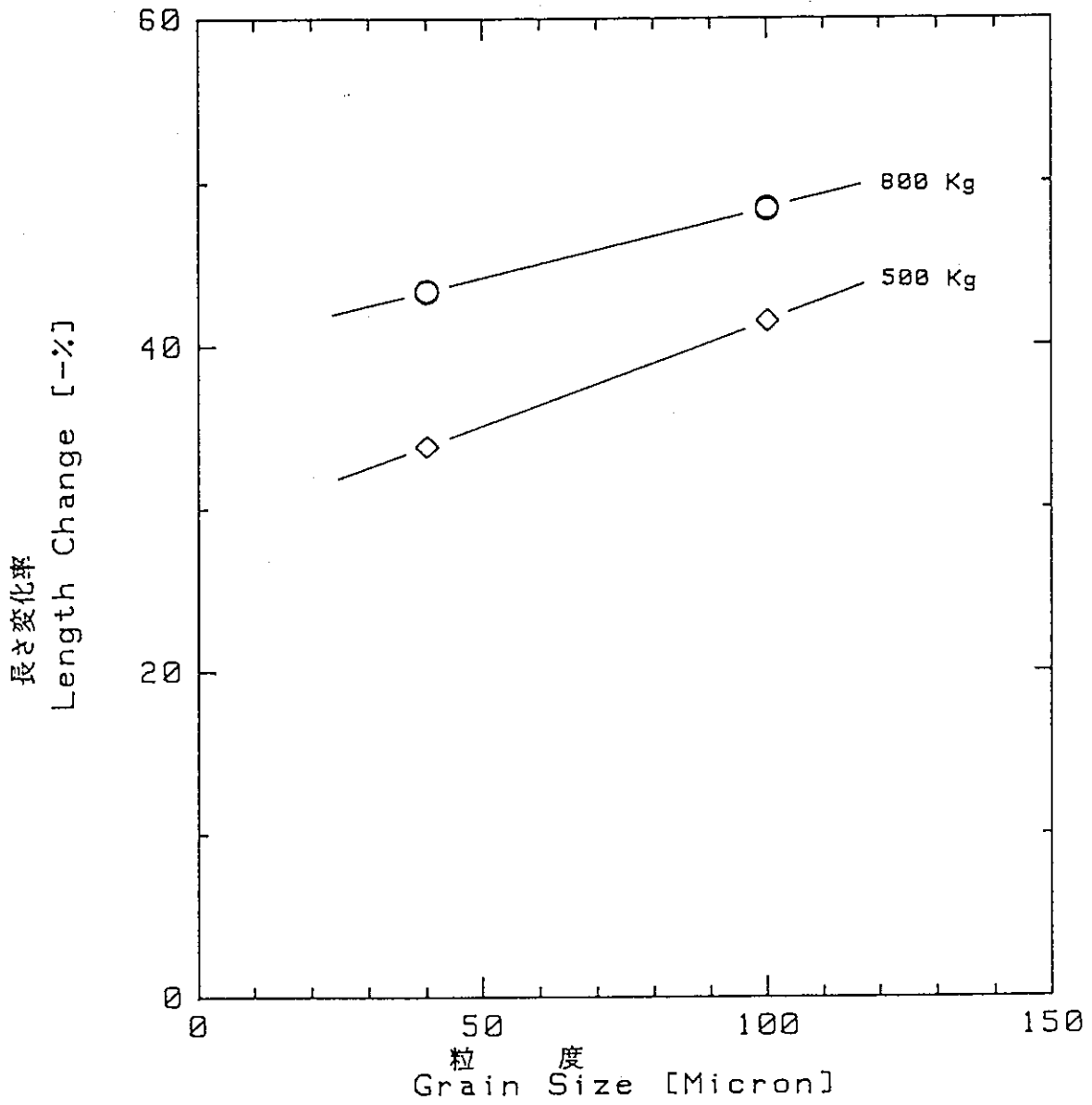


图5.2-16 粒度依存性(600°C)

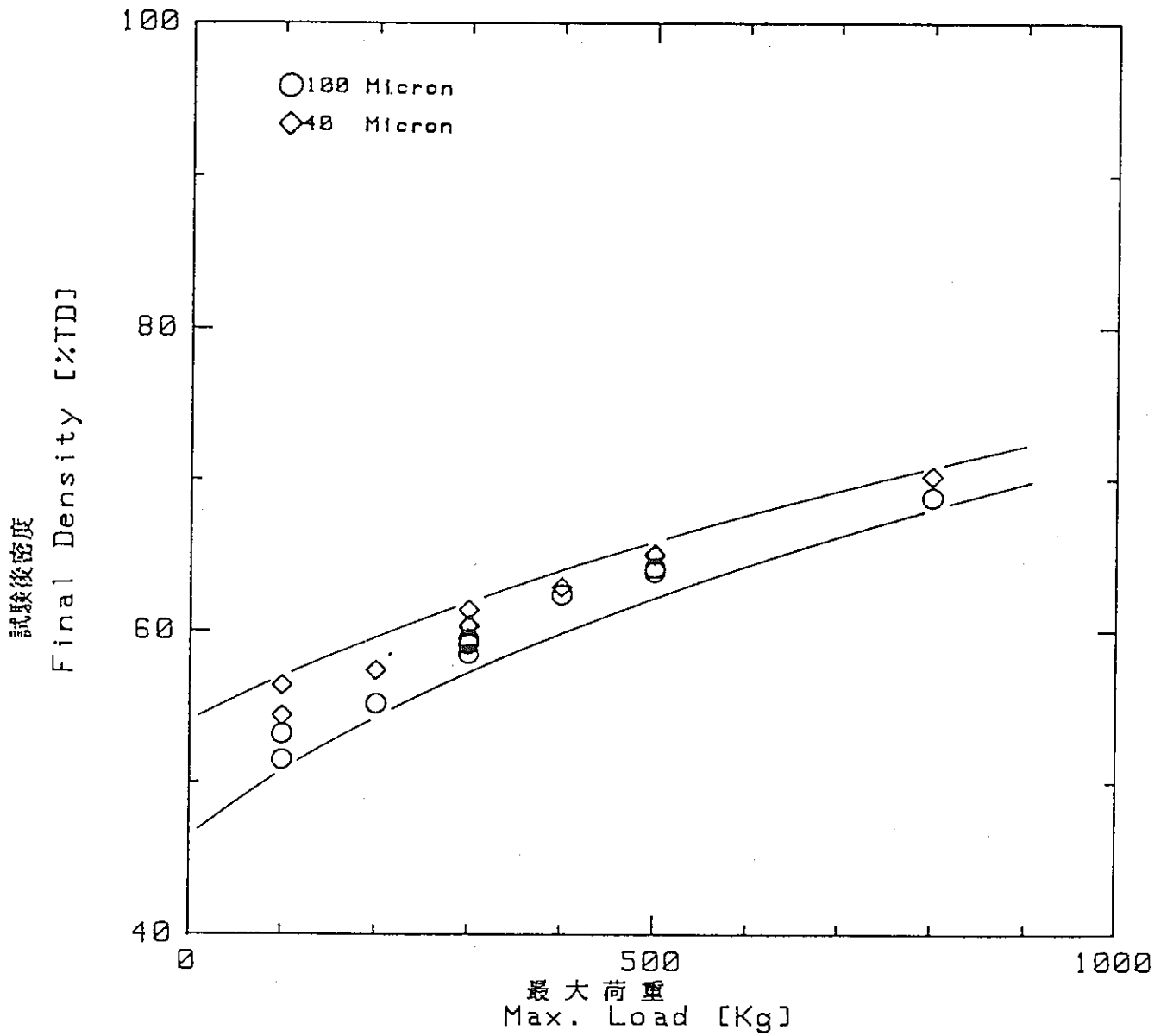


図 5.2 - 17 荷重と試験後の密度の関係 (室温)

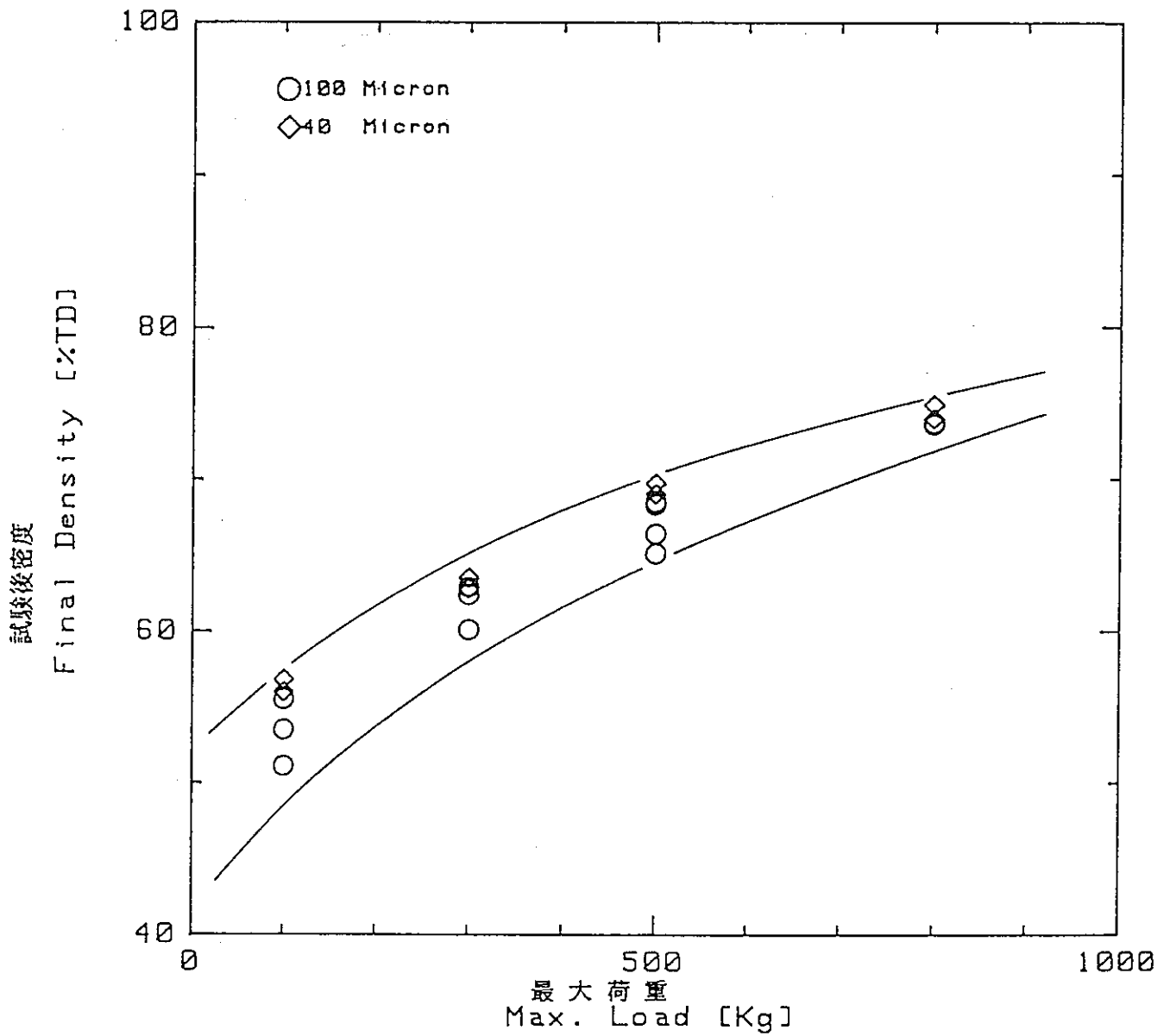


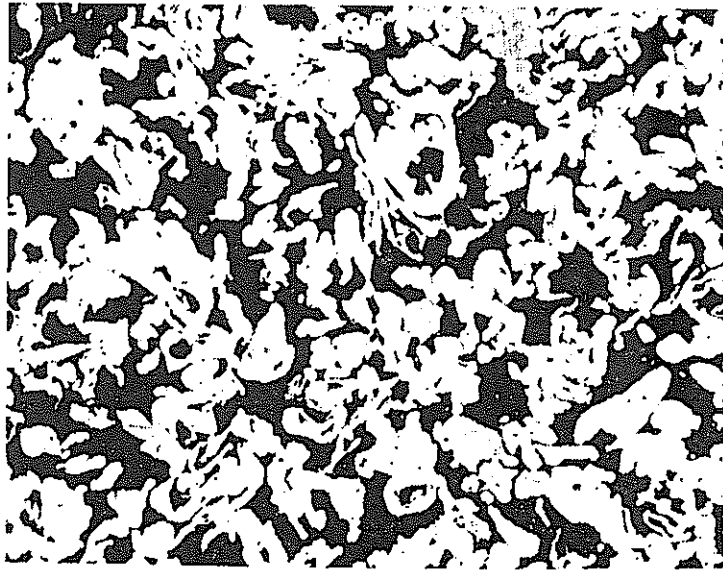
図 5.2 - 18 荷重と試験後の密度の関係(530°C)

説明

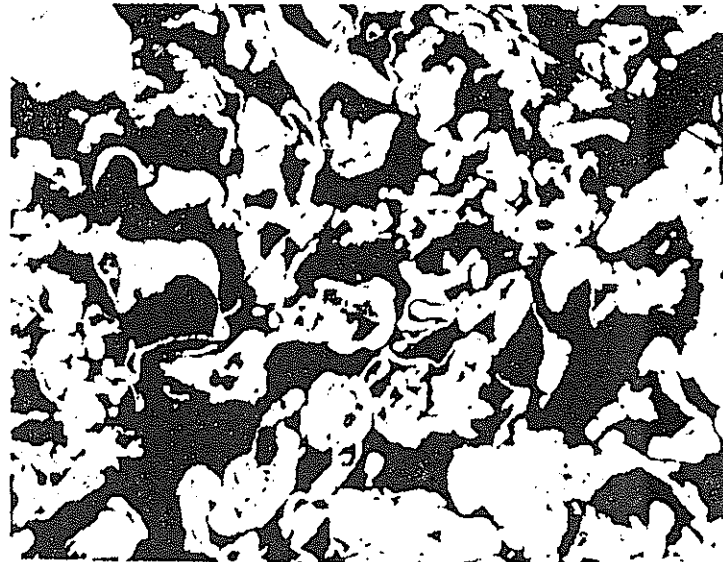
白い部分: SUS316L

黒い部分: 空隙部

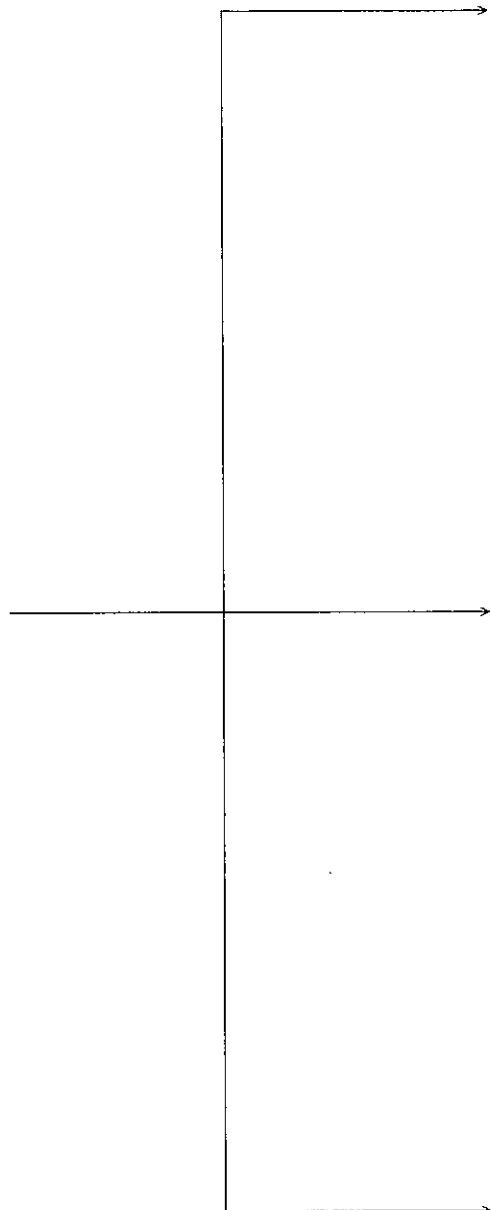
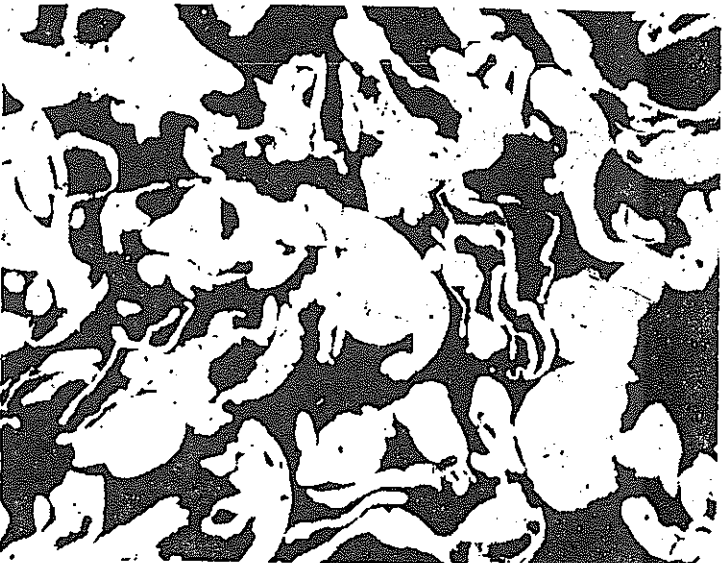
粒径 40 μ m
受取材



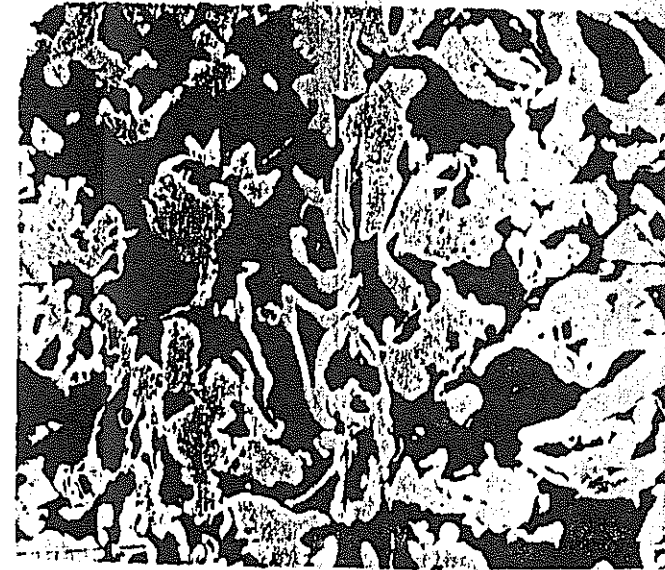
粒径 70 μ m
受取材



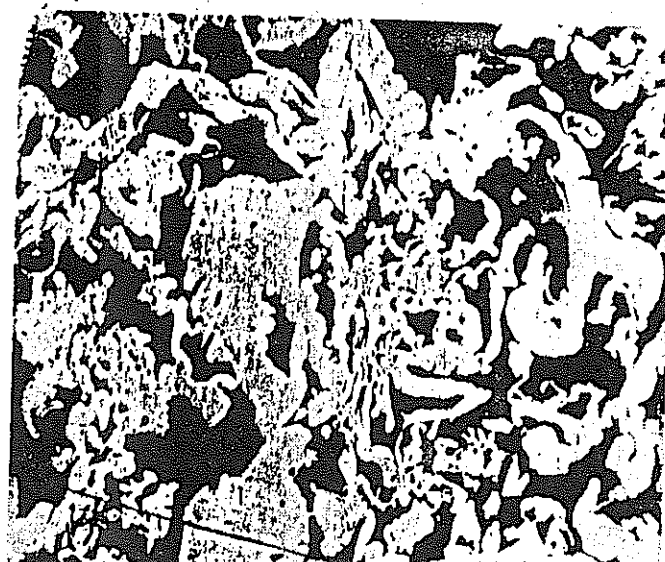
粒径 70 μ m
受取材



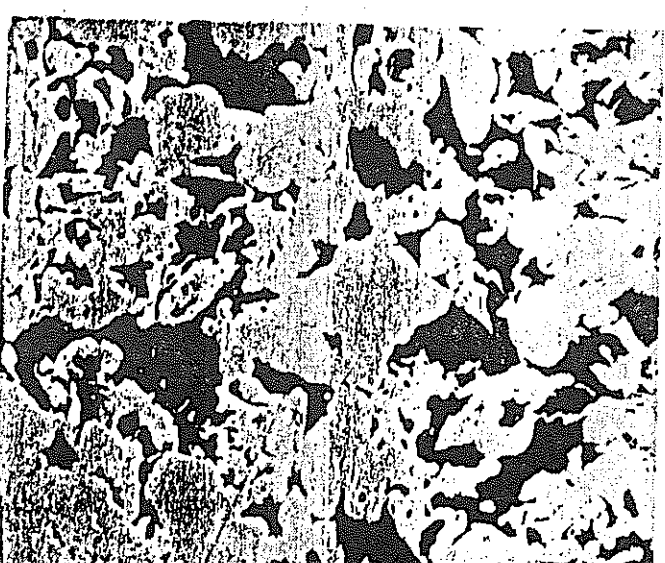
粒径 70 μ m
200 kgまで圧縮後



粒径 70 μ m
300 kgまで圧縮後



粒径 70 μ m
800 kgまで圧縮後



(倍率×50)

写真5.2-1 焼結体の圧縮前後の金相状況

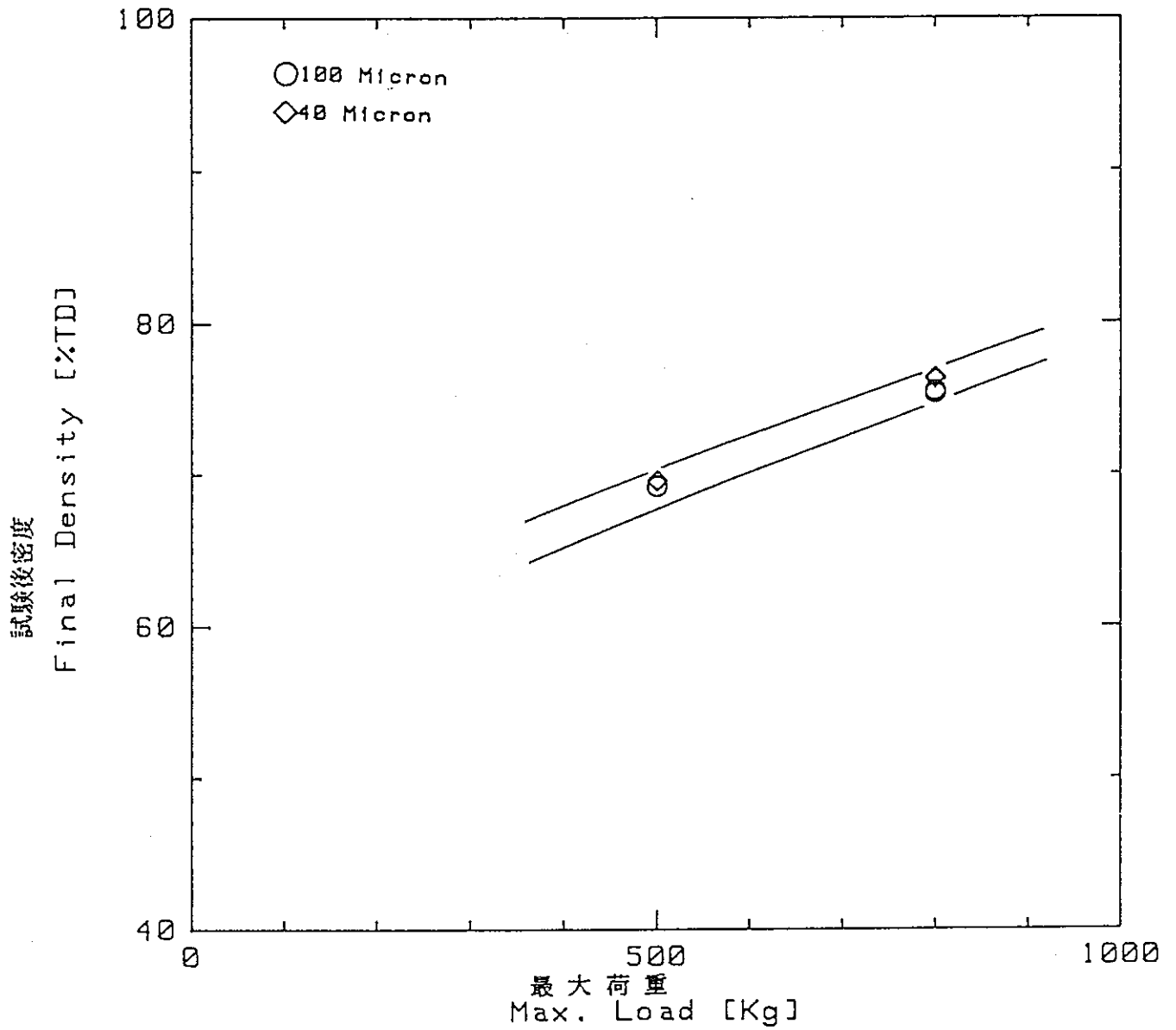


図 5.2 - 19 荷重と試験後の密度の関係(600°C)

5.3 圧縮クリープ特性

圧縮クリープ試験結果は図4.3-6及び図4.3-7に示した通りであるが、明瞭で典型的なクリープ曲線が得られている。600℃という高温ではあるが、300kgの一定荷重で10日間での変位増分は、粒度100 μ mの場合約0.1mm、40 μ mの場合で約0.08mmであり、初期長さ3mmに対する割合ではそれぞれ約3.3%と約2.7%に当る。さらに、当初計画を変更して20日間まで試験時間を延長したものにおいても、わずかながら変形の漸増傾向が続いていることが注目される。

SUS316に対する設計熱クリープ式²⁾のうち、より大きなクリープ歪を与えるST(液体化処理)材の式を用いて、温度600℃、荷重300kg、時間240hrのクリープ歪を計算すると約0.1%となり(図4.3-6及び図4.3-7でGross Areaと表示した曲線参照)、初期空隙率を考慮して実効的受圧面積を低減(円柱断面積に対して(体積密度)^{2/3}を乗じて算出)した場合でも、約0.5%にしかならない(図4.3-6及び図4.3-7でNet Areaと表示した曲線参照)。上記実測値との大きな差は、圧縮変形特性において述べたことと同じく、焼結体のクリープ変形メカニズムも、通常の金属塊のクリープと異なり、空隙を埋める形で進行するものであり、金属塊に比べはるかに小さい荷重にて有意な変形が生じるのであろう。

ところで、図4.3-6及び図4.3-7は、試験開始時(昇温後荷重負荷時)の寸法から変位増分の経時変化を示したものであるが、クリープ試験後に測定される永久変位で見たクリープ歪の経時変化を図5.3-1に示す。この図からも、クリープ変形の漸増傾向が認められる。

ところで、図5.3-1のY軸上のデータ点は、圧縮クリープ試験装置の予備試験として実施した600℃、300kg、保持時間2minの試験結果である。即ち、試験内容としては5.2節で議論した圧縮試験と同等のものである。このときの永久変位(長さ減少率)は26.7%であった。これと比較できる高温圧縮試験結果は、100 μ m、単純円柱の600℃での荷重パターンBの荷重履歴途中のものがある。表4.3-3(1)の該当欄から300kg除荷後の変位を拾うと30.4~31.2%となっており、上記図5.3-1 Y軸上のデータと若干差がある。この理由としては以下が考えられる。

高温圧縮試験においては、試験温度計測用熱電対はサンプルのごく近傍に置かれ、できるだけサンプル温度に近い温度を測定するよう配慮されており、さらに、この熱電対の表示温度と、ダミーサンプルにスポット溶接した熱電対の表示温度とにほとんど差がないこ

とを実際に確認した上で試験を行ったが、圧縮クリープ試験においては、試験装置の構造上、計測用熱電対をサンプルへ接触させることができず、また、サンプルにスポット溶接した追加の熱電対を挿入することもできない。ヒータ板を貫通して設置された熱電対が中央に置かれたサンプルよりも若干高温になることは考えられる（図4.2-5参照）ので、上記の差は、サンプル温度が設定温度（即ち、熱電対が計測する電気炉内温度）より低かったことによるのではないかと推察される。

また、設定どおりの荷重がサンプルに負荷されなかったことも考えられるが、荷重負荷系は正確に校正されており、この可能性は小さい。

いずれにせよ、試験中の変位増分測定値は信頼できる（図5.3-1で0日から20日への永久変位増分約4%と図4.3-6の20日後の変位増分約0.11mmはほぼ対応する）ことと、温度が不明で行っても設定値の600℃よりは低いであろうということから、注目する温度・荷重領域で焼結体に有意なクリープ変形が生じることに変わりはない。

以上より、焼結体の圧縮クリープ特性は以下のようにまとめられる。

- ① 高温下で焼結体に圧縮荷重を加え続けるとクリープ変形を生じる。
- ② 焼結体に見られるクリープ歪は、設計用熱クリープ式で予測されるものより大きいことから、焼結体は金属塊よりクリープしやすいものと考えられる。

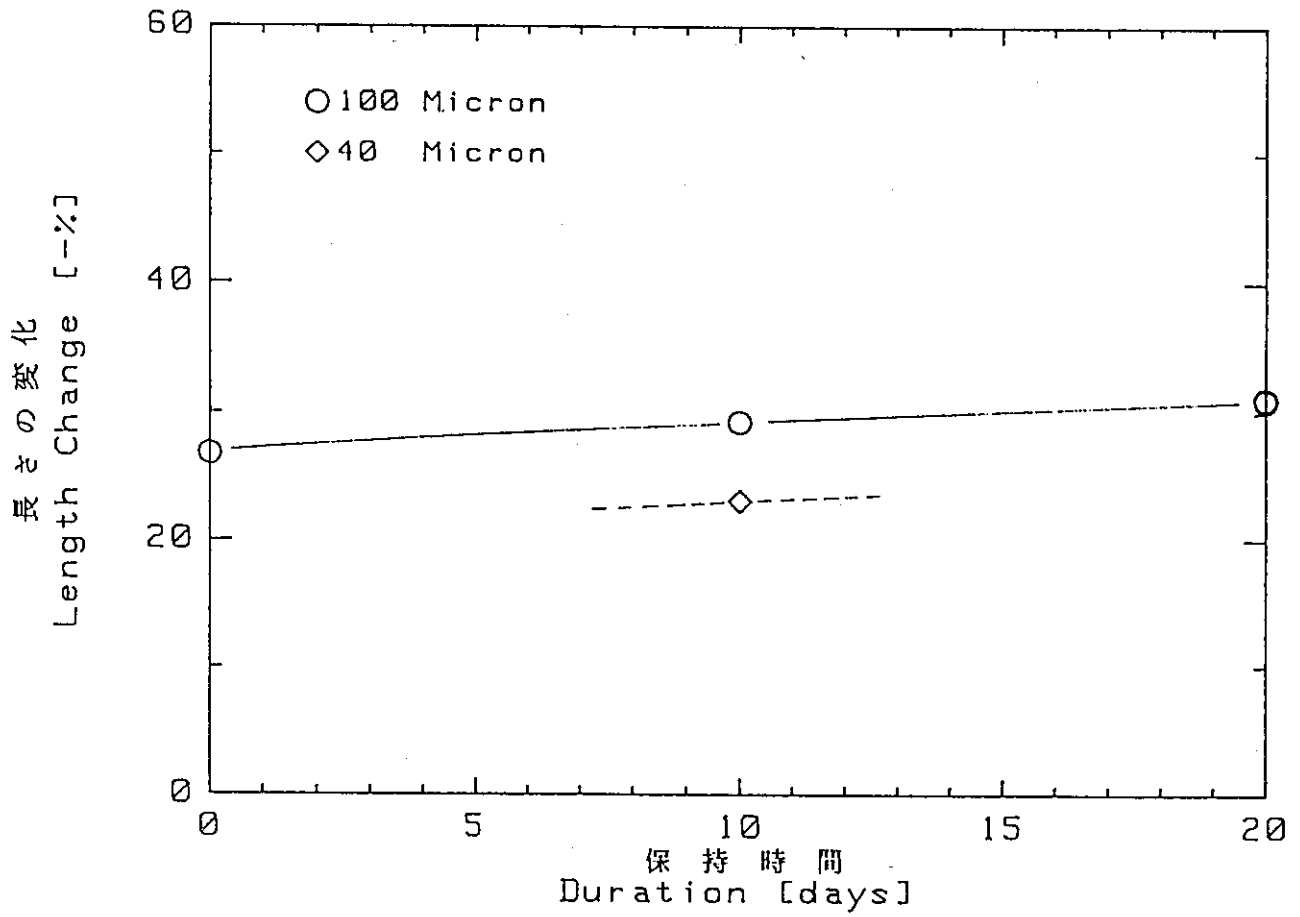


図5.3-1 クリープ試験後の変位

5.4 設計手法の確立

5.4.1 概 要

焼結体による荷重測定素子の応用分野を拡大するためには、形状によらず、特性が一定であること、及び一般化された手法で設計が可能である必要がある。このような観点から、ここでは、形状による特性の変化、及び「解析による設計」が可能か否か、について考察する。

5.4.2 形状による効果

下記サンプルについて予備圧縮試験を実施し、形状効果についての一般性を考察した。

形 状	径 (mm)	厚さ (mm)	粒度 (μ)
A	5	3	100
B	7	3	100
C	6	6	100
D (基準)	6	3	100

圧縮試験結果を図 5.4-1 に示す。同図より次のことが分かる。

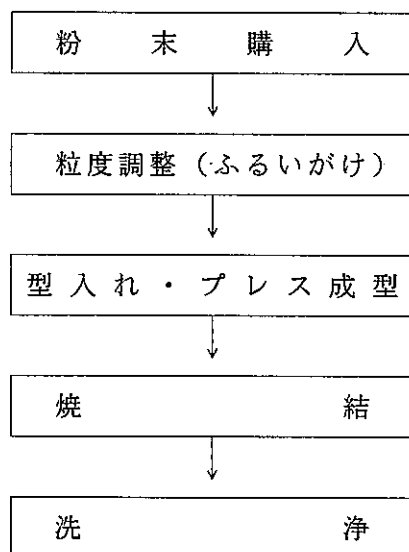
- i) 形状 A のサンプルは、基準形状 D よりも寸法変化率が約 17.2% 大きい。
(応力 19.55kg/mm^2 で基準化。以下同じ。)
- ii) 形状 B のサンプルは、基準形状 D と寸法変化率はほぼ等しいが、若干形状 B の方が大きい。(約 2.4%)
- iii) 形状 C のサンプルは、基準形状 D よりも寸法変化率が約 4% 小さい。
- iv) この傾向は、圧縮率に関係ない。

この様な形状による違いの原因を考察する。

原因と考えられるものとして、サンプルのバラツキが挙げられる。サンプルのバラツキには、同一形状内でのバラツキと、形状の違いによる製法のバラツキが考えられる。同一形状内でのバラツキを調べるため、サンプル C、及び D について、追加の試験を行ったところ、図 5.4-2 の△及び▲の比較で示す通り、同一形状内でのバラツキは、顕著ではないことが分かった。

製法のバラツキを考察するにあたっては、製作工程を知る必要がある。焼結体の製作

工程を示すと次の通りである。



この製作工程のうち形状によりバラツキが有り得るのは、型入れ・プレス成型及び焼結である。即ち、プレス成型においては、形状によりプレス時の応力が変わる可能性があること、また、焼結時には収縮率が変わる可能性があることにより、結果として充填率（密度で表わす）が変わり得ることになる。なお、非充填部分は、空隙であるので、「空隙率が変わり得る」と言い替えてもよい。荷重測定素子は、この空隙部が埋め尽されるように変形していく特性を利用するので、空隙率は重要な意味を持っている。

試験に供したサンプルの充填率（密度）を示すと、表 5.4 - 1 の通りである。同表より次のことが分かる。

- i) 形状 A のサンプルは、基準形状 D のサンプルより密度が小さく空隙率が大きい。よって変形しやすいと推定される。
- ii) 形状 B のサンプルは、基準形状 D のサンプルと密度がほぼ等しく、よって空隙もほぼ等しい。従って変形性状は、基準形状サンプルとほぼ同等と考えられる。
- iii) 形状 C のサンプルは、基準形状 D のサンプルより密度が大きく空隙率が小さい。よって、変形しにくいと推定される。
- iv) 以上の傾向は、予備圧縮試験の結果と一致する。

以上の考察より、形状による特性の変化を極力排除するためには、空隙率の管理が重要となることが分かる。現状では、空隙率を管理した製作法となっていないので、今後

のサンプル製作においては、空隙率を管理していく必要がある。

5.4.3 解析による設計の検証

解析による設計が可能か否か調べるために、次の手順で非弾性解析を実施した。

- i) 基準形状 ($\phi 6$ 、 $t 3$) の実験結果から、縦弾性係数、及び加工硬化係数を設定する。
- ii) 基準形状について非弾性解析を実施し、実験結果との比較を行い、手法の妥当性を確認する。
- iii) 二段円柱について同一手法により非弾性解析を実施し実験結果との比較を行う。

図 5.4-3 に基準形状の荷重-変位特性を示す。同図より縦弾性係数、及び加工硬化係数は、次の通りである。

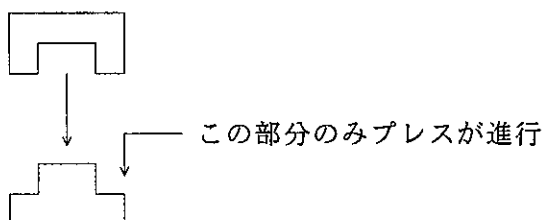
縦弾性係数	133.17 kg/mm ²
加工硬化係数 (bi-linear で近似する)	22.995 kg/mm ²
降伏応力	1.786 kg/mm ²

上記数値を用いて非弾性解析コードMARCによる非弾性解析を実施した。結果を図 5.4-4 に示す。同図よりbi-linear で近似できる範囲に本手法を適用することは、実用上問題ないと考えられる。よって、二段円柱に本手法を適用する。二段円柱に対する解析結果は図 5.4-5 に示す通りである。同図より、二段円柱については、解析結果と実験結果の誤差が大きく、実用上問題ないとは言い難い。ここで、解析結果と実験結果に食い違いが出る原因について考察する。

まず解析であるが、二段円柱の場合、単純円柱より受圧面積が大きい部分があるため、変位は同じ荷重で比較すると単純円柱より小さくなると予想される。図 5.4-5 の結果から見ると、解析結果は、予想通りの結果となっており、解析結果に問題があるとは考えられない。

次に実験であるが、二段円柱では、変位が同じ荷重に対して単純円柱より大きくなっており、予想に反している。よって、上記の食い違いの原因は、実験にあると推断される。ここで、より詳細に実験結果を考察するため、サンプルの断面写真を写真 5.4-1 ~ 3 に示す。MARCの解析による変形図を図 5.4-6 に示す。図 5.4-6 と写真 5.4-2 ~ 3 と比較すると挙動が大きく異なっていることが分かる。写真によると、変形は凸部のみ進行し、下段部は変形が進行しないことが分かる。下段部の変形が進行しない原因

は、製作時のプレス成型にあると考えられる。即ち、二段円柱をプレス成型する場合、下図に示す様なプレス治具を使用するため、下段部の罅のみがプレスされ、この部分の密度が高くなっている。一方、凸部はプレスの度合が弱く密度が小さくなっている。言い替えると、サンプルの内部で密度が均一でない訳である。



以上の結果を踏まえると、複雑な形状に対しては、密度を均一化する製作法の見直しが必要である。製作法の見直しとしては、たとえば、

- i) 機会加工による凸部の削り出し
 - ii) 型側を下に凸にし、プレス治具側を平坦化する
- 等が考えられる。

5.4.4 ま と め

焼結体による荷重測定素子の設計手法を一般化するには、焼結体の空隙率の管理、及び複雑な形状に対し密度を均一化する製作法の確立が必要である。以上の2点が達成されれば、「解析による設計」が可能になると考えられる。

なお、「解析による設計」によらず、「実験による設計」によるかぎりは現状の製作法でも実用上は、差し支えないものと考えられる。

表 5.4 - 1 形状別密度測定結果

形 状	径 (mm)	厚さ (mm)	密度 (g/cm ³)	基準形状との密度化
A (5φ - 3 t)	5.12	3.12	3.58	0.894
	5.12	3.14	3.45	0.903
B (7φ - 3 t)	7.16	3.11	3.85	0.987
	7.16	3.09	3.81	1.008
C (6φ - 6 t)	6.06	6.09	4.03	1.044
	6.06	6.09	4.09	1.071
D (基準形状 6φ - 3 t)	6.03	3.11	3.86	—
	6.03	3.12	3.82	

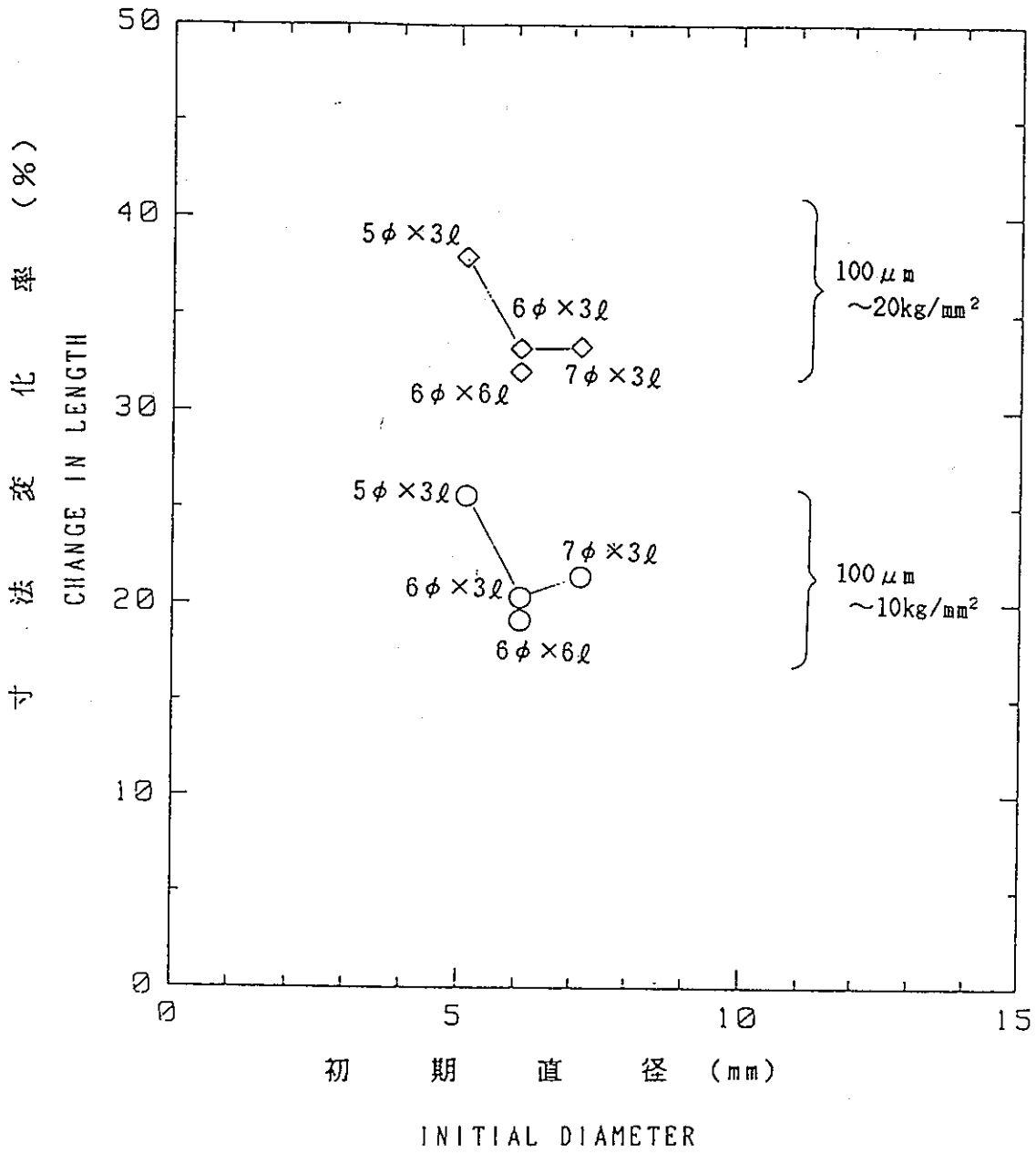


図 5.4 - 1 予備圧縮試験結果

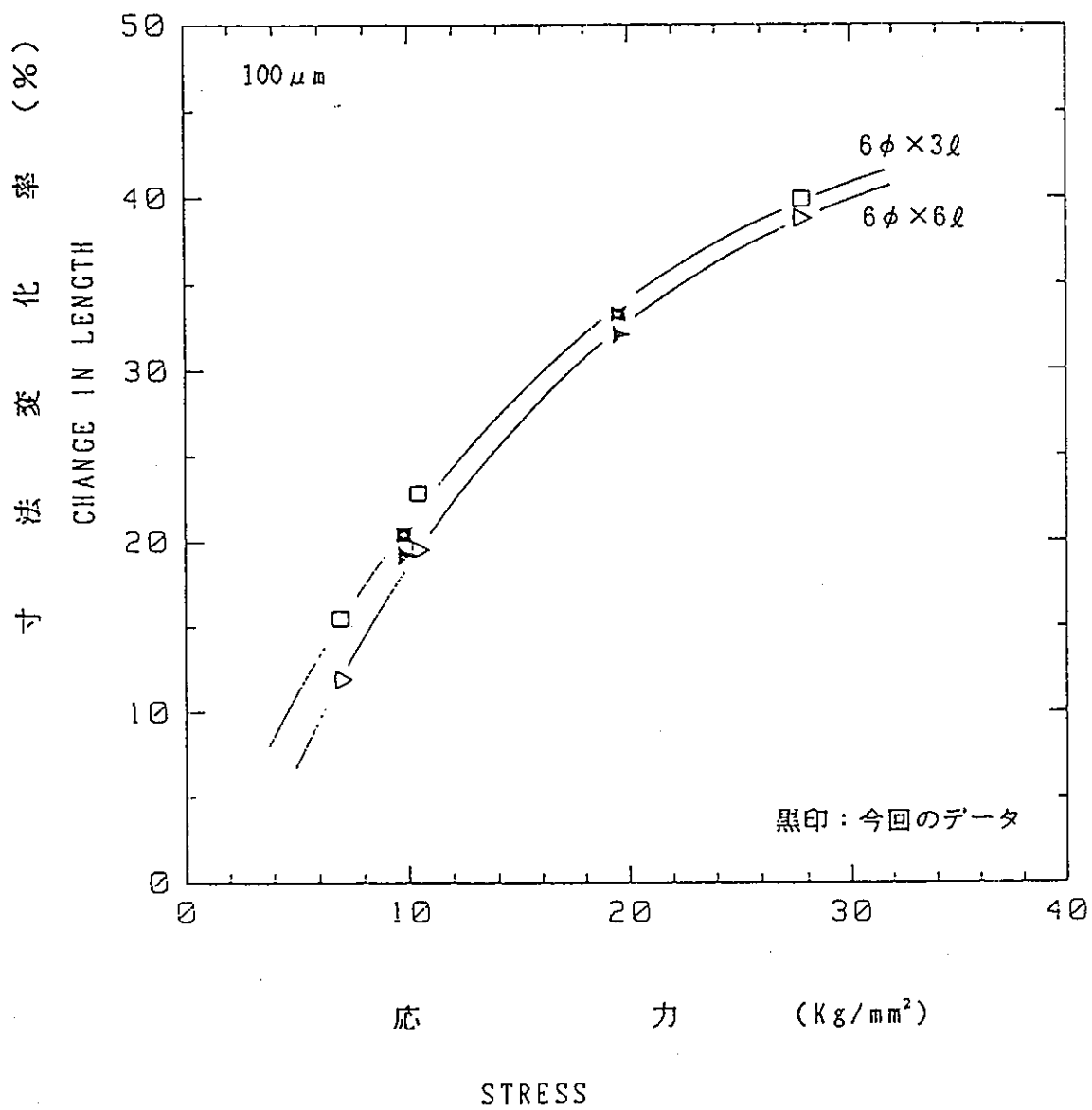


図 5.4 - 2 圧縮特性のバラツキ比較

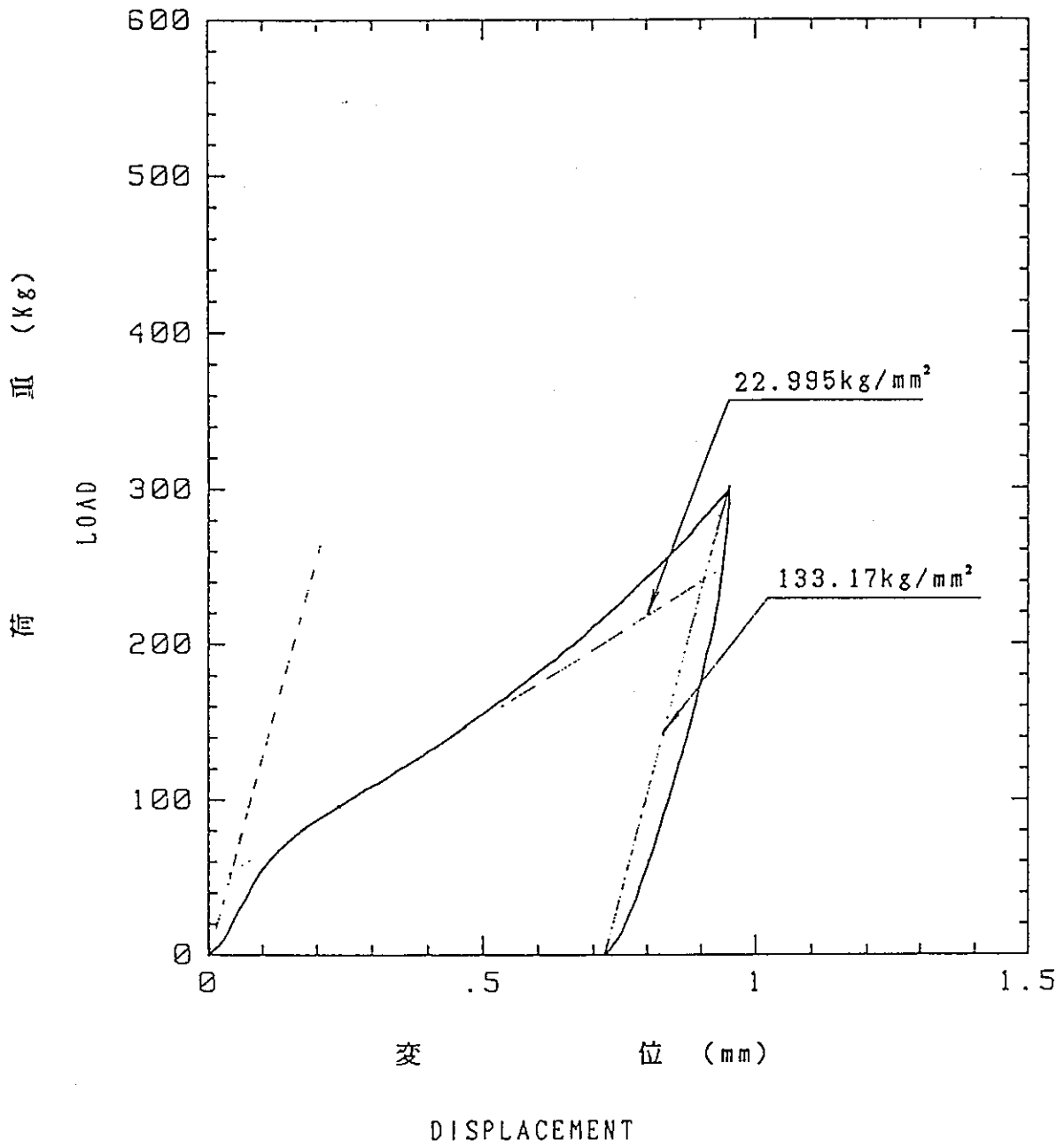


图 5.4 - 3 荷重-变位特性 (RT100-103)

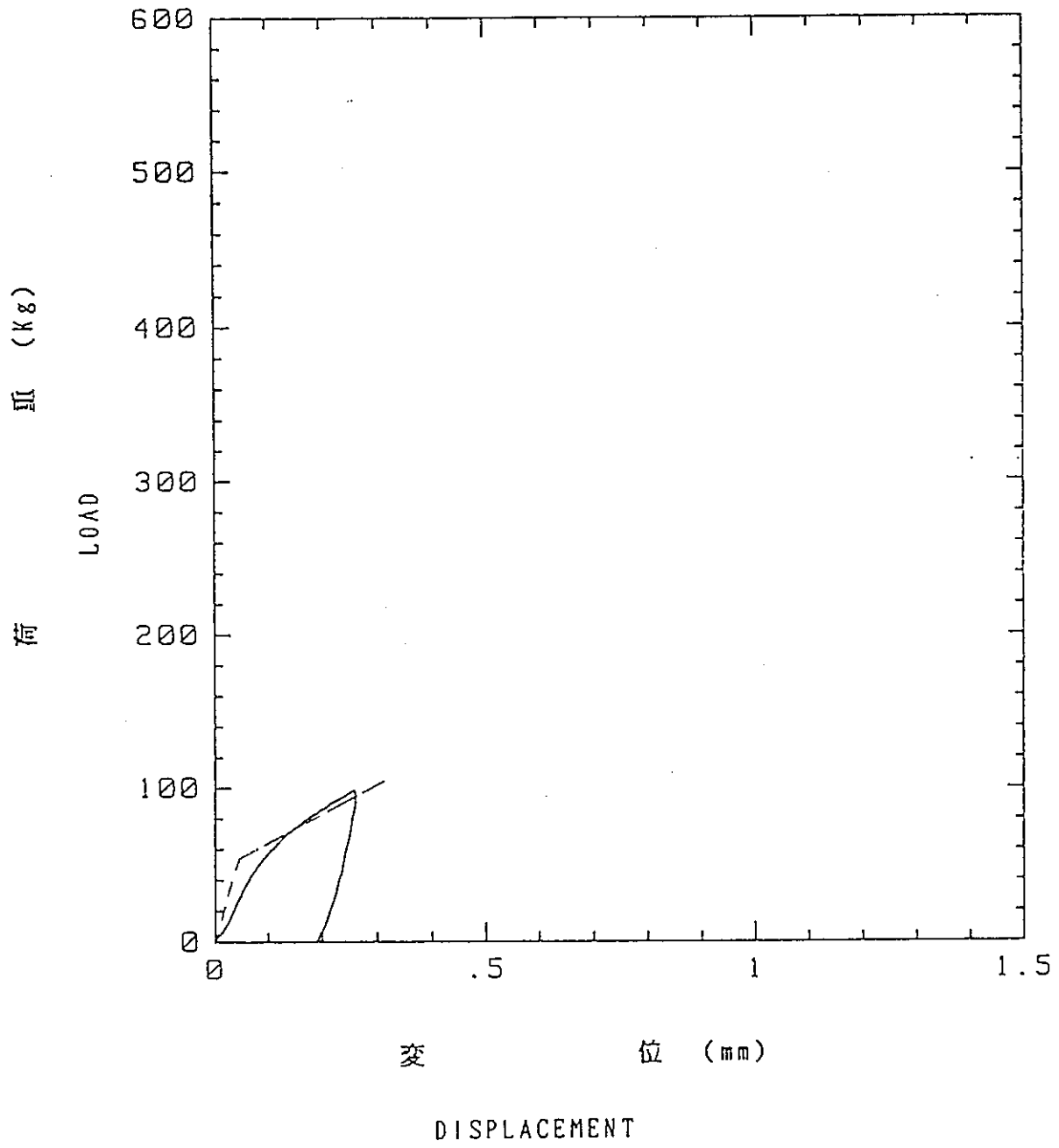


图 5.4 - 4 荷重-变位特性 (RT100-101)

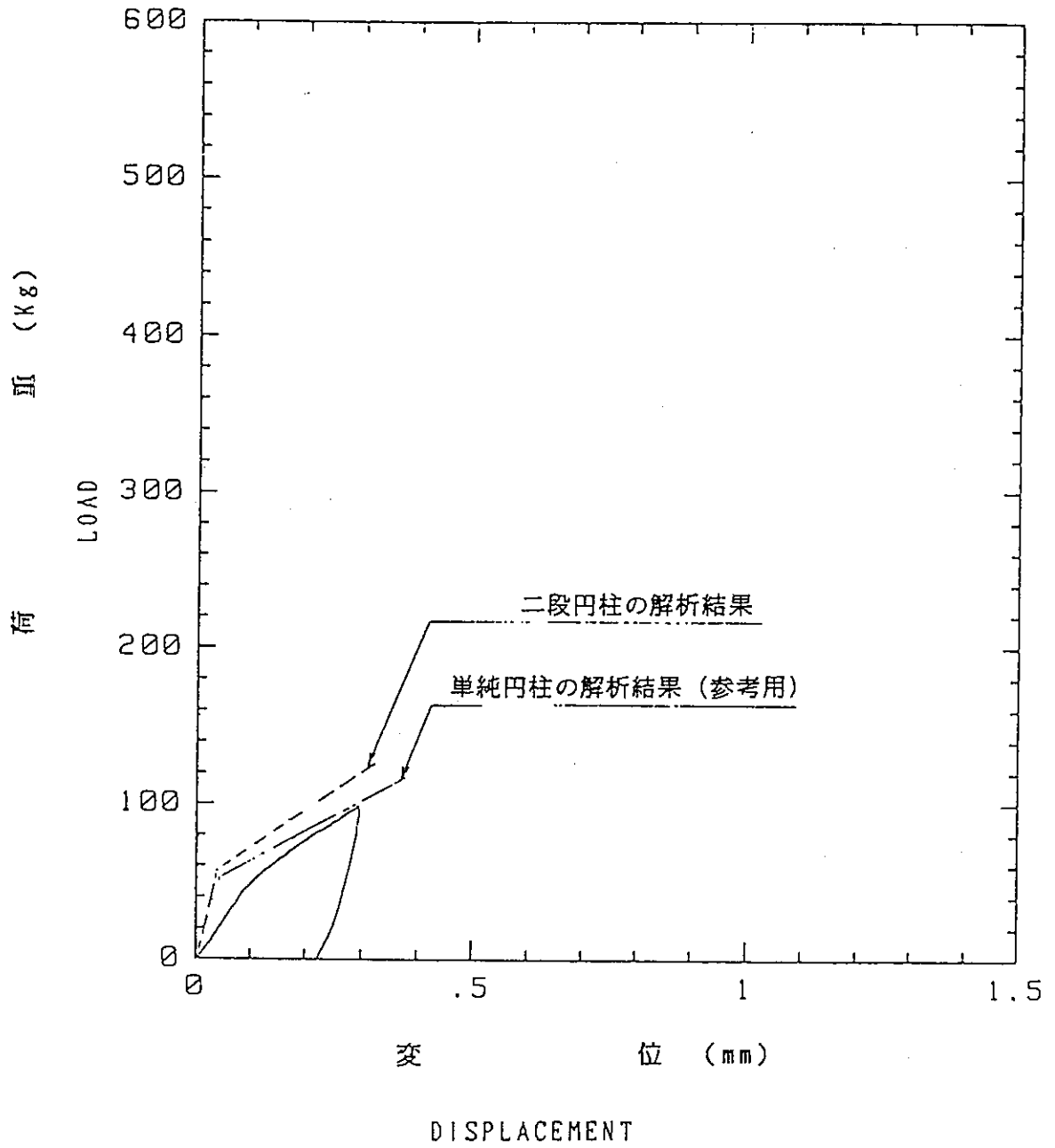


図 5.4 - 5 荷重--変位特性 (RT100-201)

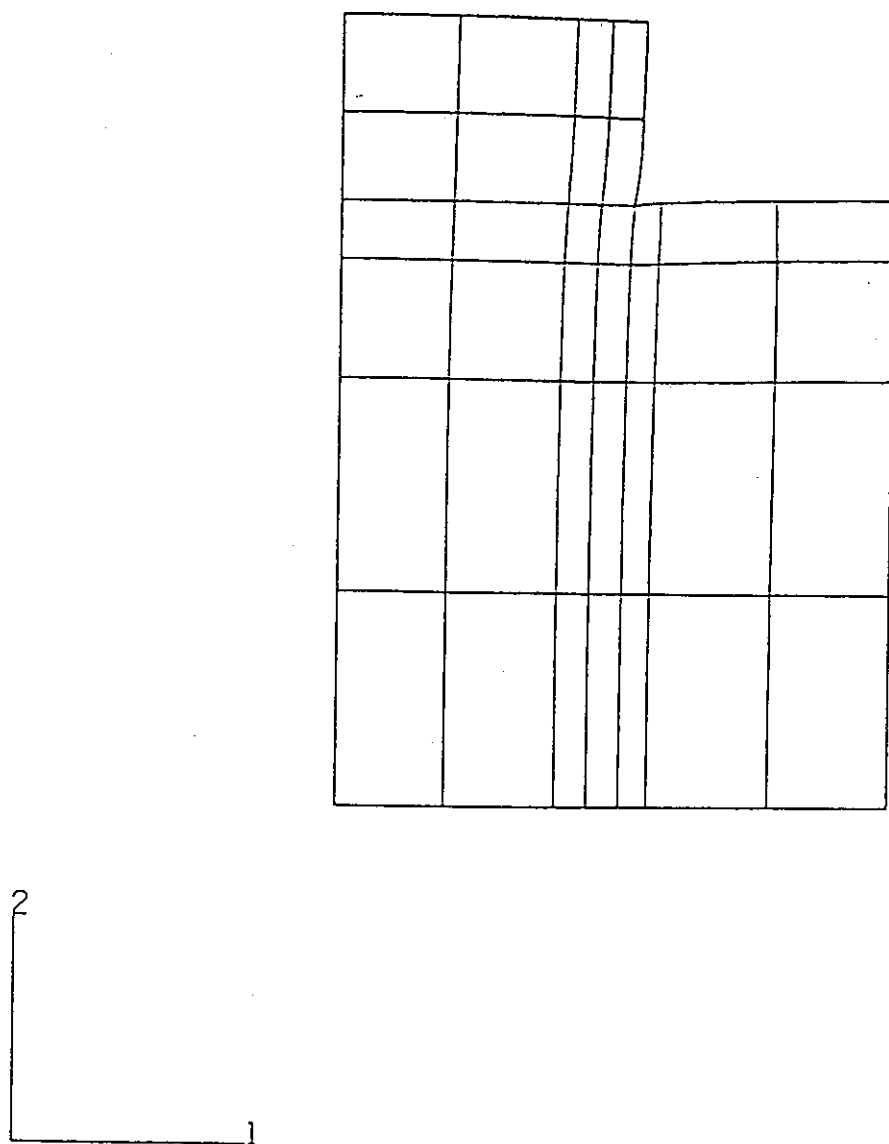


図5.4-6 MARCによる変形図

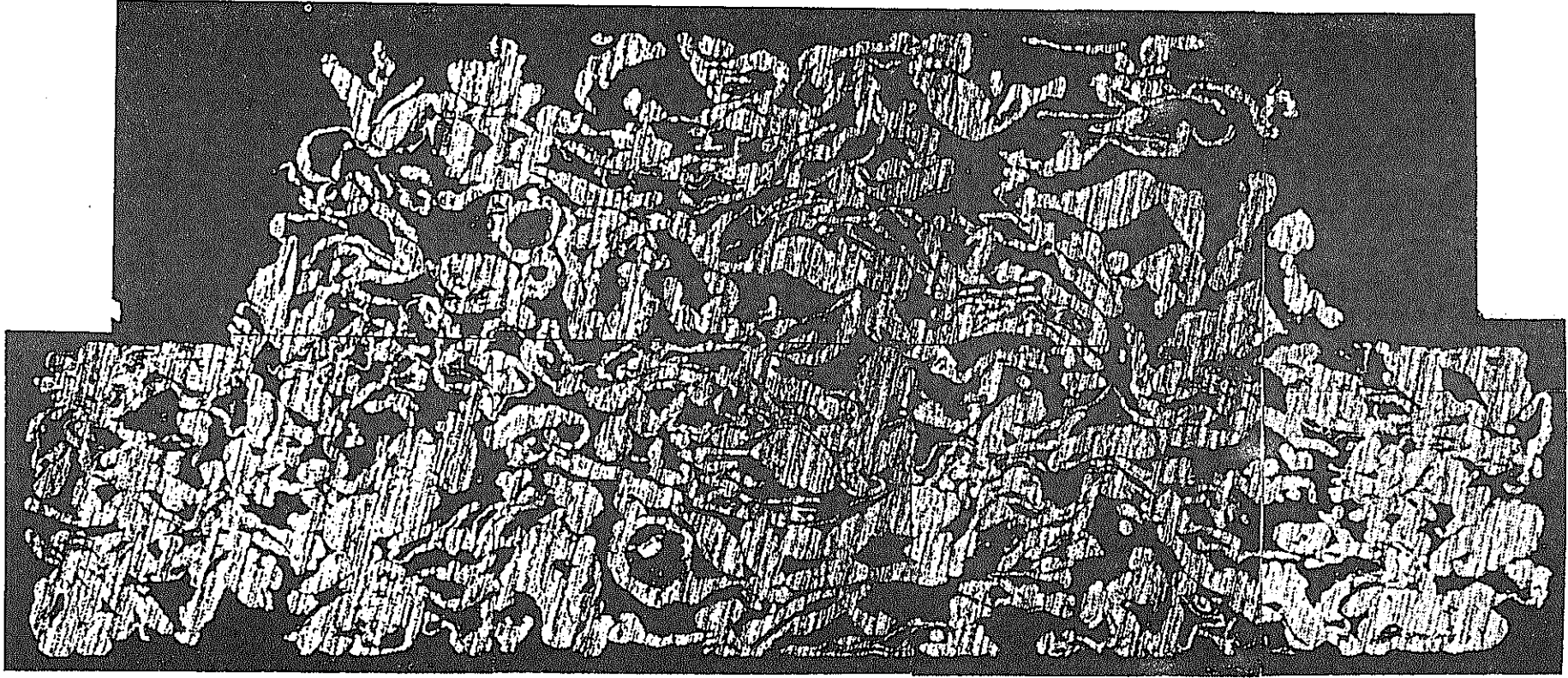


写真5.4-1 二段円柱サンプルの断面（受入材）

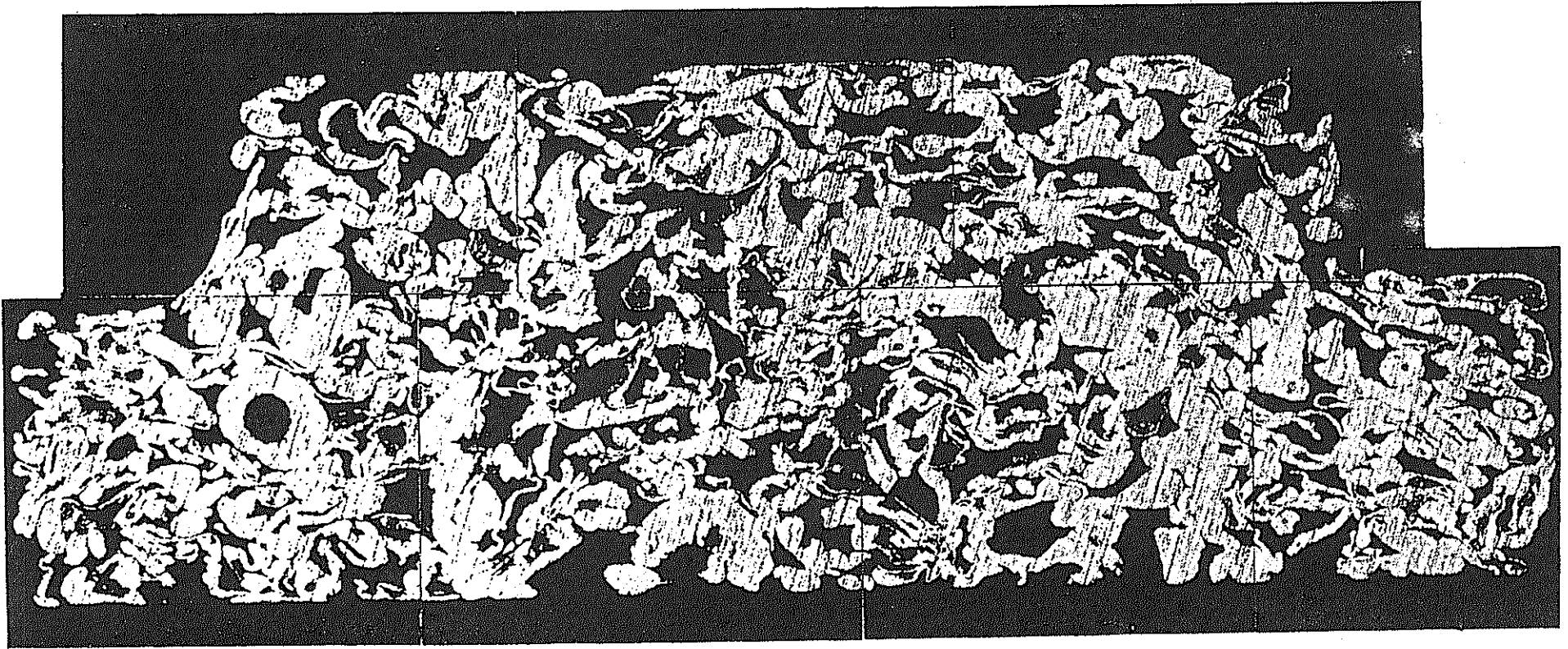


写真5.4-2 二段円柱サンプルの断面(100kgまで圧縮後)

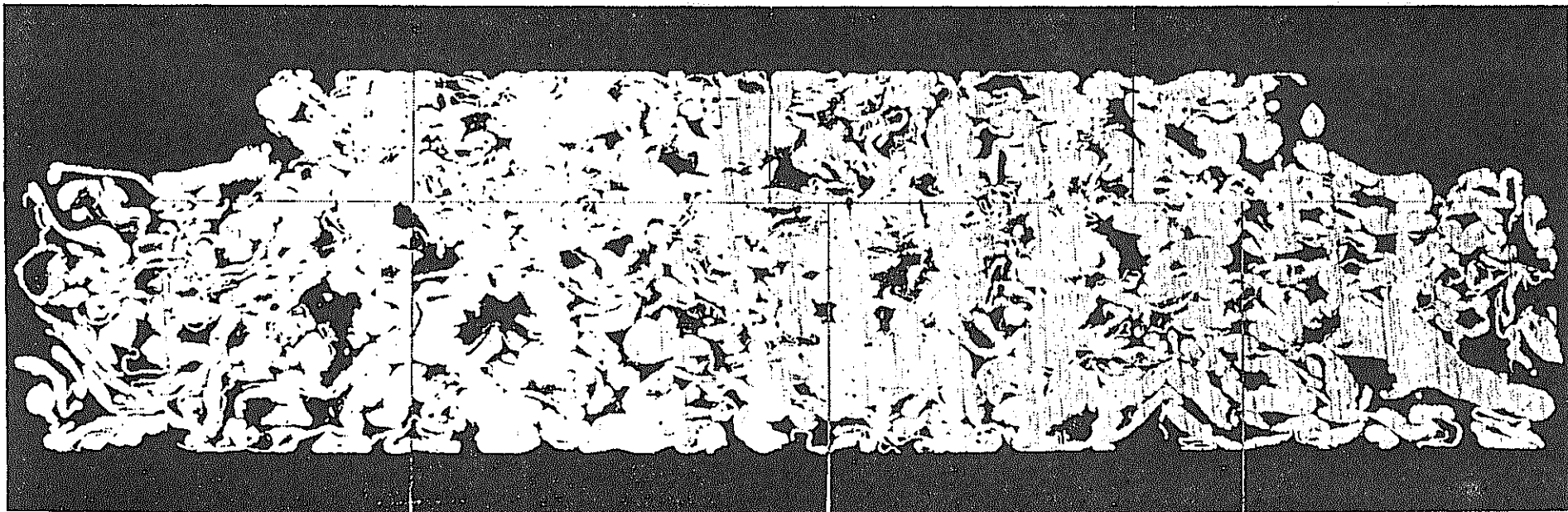


写真 5. 4 - 3 二段円柱サンプルの断面(500kgまで圧縮後)

6. 今後の課題

焼結体による荷重測定素子は、今回の設計・製作・試験を通じてその基本的特性が明らかになったが、実用化にあたっては、さらにデータを整備しつつ改良が必要である。今回の研究で抽出された今後の課題を以下に示す。

〈圧縮変形特性についての課題〉

焼結体の圧縮変形特性については、5.2節末尾にまとめたように、Na浸漬、サンプル形状、荷重履歴の影響もほとんどなく、履歴中の最大荷重と永久変位の間にきれいな相関があることがわかった。荷重測定素子の寸法を決定すれば、永久変位置量から履歴中に受けた最大荷重を算出する相関式を作成することは可能である。

今回の試験に供した材料は粒度 $100\mu\text{m}$ と $40\mu\text{m}$ の2種で、これら間には圧縮特性に差があり、得られた結果の範囲では、低荷重の範囲も十分カバーできる点から、粒度 $100\mu\text{m}$ の方が実用性が高いと判断される。しかし、今回の供試材は、1つの粒度においては初期密度がよく揃っていたものの、粒度間では差があった。焼結体の変形メカニズムが空隙に深く関係していると推察されることから、焼結体の変形と荷重の関係において、密度あるいは空隙率に注目することは今少し追求してみる必要があると思われる。少なくとも、焼結体の実用化においては、密度・空隙率の管理を厳しくする必要がある。

また、上記で荷重測定素子の寸法が決定されれば、永久変位から荷重を求める相関式が作成できると述べたが、このためには、当該寸法の代表条件下のデータを取得し、今回のデータとの関連を明確にして、効率的な相関式作成を行う必要がある。また、最終的な寸法が異なる場合寸法の違いによる影響がないことを確認する必要がある。

〈圧縮クリープ特性についての課題〉

今回の試験から、温度 600°C 、密度 300kg の条件にて焼結体に有意なクリープ変形が生じることがわかった。クリープ変形の程度から考えて、もう少し低い温度、及び荷重においても有意なクリープ変形が生じる可能性がある。また、今回の試験は最長20日間の保持時間としたが、クリープ変形は飽和せず、なお、わずかながら漸増傾向にあることが示された。

これらのことは、焼結体の荷重測定素子としての用途に対して、データ整理の複雑化をもたらす。即ち、未知の荷重による塑性変形量とその後の保持条件に応じたクリープ変形量を分離する手間が必要となる。しかしながら、これが焼結体の荷重測定素子としての有

効性を損なうものではない。但し、この問題を乗り越えるためには、想定される使用条件下の全範囲において予測性能の高いクリープ式を作成しておく必要がある。このためには、想定使用条件範囲をカバーする温度、荷重、時間をパラメータとしたクリープ試験データを取得する必要がある。

〈設計上の課題〉

- 1) 今回は、荷重の作用方向が受圧面に垂直であったが、より実際上生じうる受圧面に垂直でない場合について、試験データを蓄積し設計手法を確立する必要がある。
- 2) 二段円柱については、実験による設計手法をとれば実用上問題ないが、解析による設計によるかぎりにおいては、手法が確立されたとは言いがたい。したがって、今後は製作法の見直しも含め、更なる検討が必要である。
- 3) 高温圧縮及び圧縮クリープの特性方程式の確立とその方程式を用いた非弾性解析結果と実験結果との比較検証が必要である。

〈製作上の課題〉

- 1) 焼結体による荷重測定素子の特性が、形状によらず一定であるためには、空隙率を一定に管理する必要があることが分かった。よって空隙率を一定にする製作法を確立する必要がある。
- 2) 二段円柱については、解析による設計で特性が予測できるように凸部の成形法を工夫する必要がある。

〈その他〉

- 1) 実用化にあたっては、焼結体が原子炉内で、欠け・脱落などが生じないよう対策を講じる必要がある。この観点からの設計、及び製作法の検討が必要である。
- 2) 同じく、実用化にあたっては、PIEにおける寸法測定法を確立する必要がある。

7. あ と が き

原子炉内等の環境下においてオフ・ラインで荷重を測定する荷重測定素子の基礎的特性データを取得した。特性データは、極めて良好な結果を示しており、今後の実用化研究を進める上で貴重な結果が得られた。

8. 謝 辞

本研究にあたり、適切な助言をいただいたプラント工学室 前田清彦担当役、材料開発室 上野文義研究員、及び実験炉部照射課 水谷友律担当役に感謝いたします。

9. 参 考 文 献

- 1) 高速原型炉燃料集合体及び炉心構成要素設計用物性値集：
PNC SN241 85-23(1)、1985
- 2) 高速原型炉燃料集合体の構造設計方針 材料強度基準（案）：
PNC SN241 85-22(1)、1985
- 3) 長尾高明、粒体力学の現状：鉄と鋼、第73巻、第9号（1987）
- 4) 沖本邦郎、金属粉末及び焼結金属の成形・破壊・接合に関する研究：
粒体及び粉末冶金、第34巻、第2号（1987）
- 5) 大矢根守哉 他、粉末焼結体の塑性基礎式：日本機械学会論文集、第39巻、
第317号（1973）

付録 A 焼結金属粉体の化学成分

表A-1 SUS316L化学成分 (40 μ)

(42/60 mesh)

Item	Chemical Composition (%)											
	C	Cr	Ni	Si	Mn	Cu	Mo	P	S			[N] p.p.m
Specification	Max. 0.030	16.00 ~18.00	12.00 ~15.00	Max. 1.00	Max. 2.00		2.00 ~3.00	Max. 0.045	Max. 0.030			
Results	0.015	16.45	12.31	0.84	0.08		2.08	0.031	0.005			

表A-2 SUS316L化学成分 (100 μ)

(24/32 mesh)

Item	Chemical Composition (%)											
	C	Cr	Ni	Si	Mn	Cu	Mo	P	S			[N] p.p.m
Specification	Max. 0.030	17.00 ~18.00	12.00 ~15.00	Max. 1.00	Max. 2.00		2.00 ~3.00	Max. 0.045	Max. 0.030			
Results	0.020	16.55	12.24	0.81	0.09		2.12	0.030	0.006			

付録B SUS 316L 焼結体の製作工程

SUS316L 焼結体の製造工程と内容

項 目	内 容
1. 粉 末	原料は、金属粉末メーカーより購入する。ロット毎に材料証明書（ミルシート）を添付してもらい、材質の確認をする。
2. 分 級	主に分級（ふるい分け）したものを購入するが、必要に応じて分級工程が入る。
3. 加圧成形	金型に粉末を充填し、プレス圧により成型する。バインダー等は使用しない。
4. 焼 結	決められた焼結温度、焼結時間で焼結を行う。 焼結体は、還元性の雰囲気で行う。
5. 洗 浄	必要に応じて酸洗浄及び脱脂を行う。 酸洗浄は酢酸ベースの酸液、脱脂は四塩化炭素を使用する。
6. 検 査	傷、割れ、変色、異物付着や寸法を検査する。必要に応じて、濾過精度、平均空穴径、圧力降下などを測定する。

付録 C 材料試験報告書

実験炉部 技術課 奥田 殿

管理No. _____

材料試験報告書

決 裁	試験グループ

報告者 材料 ・ ⑤課Gr 小林 _____

起 票 平成 元 年 7 月 4 日

Rank																				
件 名	焼結体金属荷重センサー材のナトリウム浸漬試験		種 類	<input checked="" type="checkbox"/> R & D <input type="checkbox"/> 事故解析 <input type="checkbox"/> その他	依 頼 元	材料室内 <input checked="" type="checkbox"/> 技術課														
実施期間 (予定)	平成元年4月21日～平成元年7月4日 (予定 年 月 日)		材料室試験依頼書No. 89-09G																	
試験項目	(6) EPMA (7) TEM (8) 電子線回析 (9) IMA (10) 炭素分析 (11) 硬さ試験	(12) 引張試験 (13) 衝撃試験 (14) クリーブ試験 (15) クリーブ破断 (16) リラクゼーション 試験	(17) 疲労試験 (18) 高サイクル疲労 (19) クリーブ疲労 (20) き裂進展 (21) 多 軸 (22) 挙 動	(23) <input checked="" type="checkbox"/> 浸漬試験 (24) <input checked="" type="checkbox"/> Na洗淨 (25) トライボロジー (26) アルカリ腐植 (27) 母材 ・溶接部 (28) その他																
報告形式	<input checked="" type="checkbox"/> 生データ <input type="checkbox"/> memo <input type="checkbox"/> 運転月報 <input checked="" type="checkbox"/> 工程表																			
添付資料	<input type="checkbox"/> 試験データ <input type="checkbox"/> 試験条件詳細 <input type="checkbox"/> 希望試験工程 <input type="checkbox"/> その他																			
試験方法	標記の件終了したので報告する。 (1) 浸漬材料 : SUS316L焼結金属 計 36個 <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; margin: 5px 0;"> <thead> <tr> <th></th> <th>Aバッチ 6φ×3t</th> <th>Bバッチ 6φ×3t</th> <th>二段円柱</th> <th>10φ×10t</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>粒度 40μm</td> <td>5個</td> <td>5個</td> <td>2個</td> <td>1個</td> </tr> <tr> <td>粒度 100μm</td> <td>10個</td> <td>10個</td> <td>2個</td> <td>1個</td> </tr> </tbody> </table> (2) 浸漬装置 : 浸炭挙動ループ 試験ポットNo.2 (3) ナトリウム浸漬条件 : 浸漬試験温度 550℃、約 2 ppm O ₂ (C/T 140℃) : 浸漬時間 1415hr <div style="text-align: right; margin-top: 10px;">- 以 上 -</div>						Aバッチ 6φ×3t	Bバッチ 6φ×3t	二段円柱	10φ×10t	粒度 40μm	5個	5個	2個	1個	粒度 100μm	10個	10個	2個	1個
	Aバッチ 6φ×3t	Bバッチ 6φ×3t	二段円柱	10φ×10t																
粒度 40μm	5個	5個	2個	1個																
粒度 100μm	10個	10個	2個	1個																
備 考																				

* 報告書を受領した後、確認印を押して決裁

工 程 表

平成元年4月21日 第 回改訂

分類番号		発注先		完了予定期日	平成 元 年 6 月 30 日		発行先																												
名 称	浸炭挙動ポット焼結体金属荷重センサー材のナトリウム浸漬試験			設 置 場 所			部 長	部 員																											
No.	項 目	4 月							5 月							6 月																			
		24	25	26	27	28	⑳	㉑	1	2	③	④	⑤	6	⑦	8	9	10	11	12	Ⓣ	Ⓢ	⑩	19	20	21	22	23	㉒	㉓	26	27	28	29	30
	試験片取付	○	○																																
	予熱・ナトリウムチャージ		○	○																															
	精製運転		○					○																											
	浸漬試験									○																									○
	降温・ナトリウムドレン																																		○
	試験片取出・洗浄																																		○
配布先	控									△																									