

金材技研

1986

科学技術庁

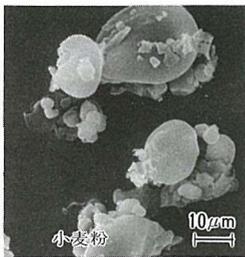
ニュース

金属材料技術研究所

粉体特集

古くて新しい粉体技術

——優れた機能をもつ新素材の開発をめざして——

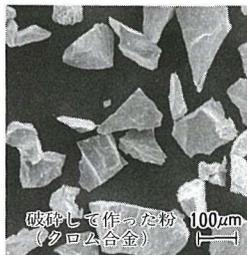
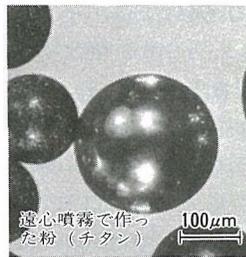


小麦粉

粉を作るための「たたき石」や「すり石」のようなものは、旧石器時代後期すでに存在しており、洞穴絵画や化粧用の顔料を作っていたものと思われる。紀元元年頃には、

ヨーロッパ全土から中国まで、現代のものと同じ原理の8分画6溝式の石うすが普及し、主として穀物の粉を作っていた。わが国に伝来したのは推古天皇の時代で、陶磁器、絵具、金銀、茶、そば、豆腐など当時の生活と直結した多くのものの原料粉を作っていた。このように粉の技術は人類の歴史とともに歩み、発達したといえる。

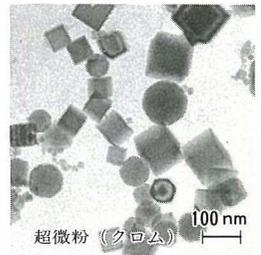
金属の分野で粉に関する技術が確立したのは、今世紀はじめ酸化タングステンの粉を用いた、タングステン線の製造にあるといわれている。この技術は粉末冶金とよばれ、超硬合金、含油軸受け、接点材料その他機械部品などの分野で大いに発展してきた。そして現在、我々の身のまわりの自動車、事務機器、電気製品など、何をとってもその中には粉体から作られた部品が含まれているといえるくらいである。

破砕して作った粉
(クロム合金)遠心噴霧で作った粉
(チタン)

粉体技術の発展には二つの流れがある。一つは機械部品の製造における切削や鋳造などの代替技術としての発展であり、もう一つは超硬合金や含油軸受けのように粉体

よってのみ作ることができる新材料の開発技術としての発展である。そして最近とくに後者に関心が集まっている。それは技術レベルが向上した今日、優れた特性をもつ新材料の出現を産業界が熱望しているためである。

現在、高純度粉、急凝固粉あるいは超微粉など特長ある粉体の作製が可能となっている。また、機械的合金化、熱間等方圧圧縮技術(HIP)など特殊加工技術の発達もめざましい。そして、これらを組合せることにより、金属とセラミックスとの複合材料など、これまで得られなかった新材料の開発も夢ではなくなってきている。当研究所では、新材料を作りだすための重点分野の一つとして粉体の製造および利用についての総合的な研究を進めている。以下それらを中心としていくつかの話題を紹介する。



超微粉 (クロム)

応用分野を広げる粉体の新製造技術

—— 優れた性能の微細合金粉末の製造に成功 ——

10 μm 以下の微細な金属粉は、粉末冶金の分野で気孔を含まない優れた焼結材料の製造や、射出成形用の原料として用いられている。これらはまた近年粉末冶金以外の分野でも、合成樹脂に混合してメタリックな色調の部品を作ったり、シリコンゴムに混ぜ合わせて感圧スイッチを作ったり、塗料に電導性をもたせたりする目的で使用されている。そしてこれら金属粉末を同じように微細な合金粉末に代えた場合、製品の性能は向上し、その用途はさらに広がるのが期待される。

10 μm 以下の金属粉末は、従来の粉末製造技術では電解法、熱分解法および還元法などで製造されている。しかし、これらの方法では合金粉を作ることがむずかしい。一方、合金粉の製造に適した噴霧法では、微細な粉末を作ることが困難で、得られる粉末の平均粒径が数10 μm 以上となる。これらのことから、现阶段では、やむを得ず鉄、ニッケル、銅、アルミなどの単一金属微粉で代用している。

当研究所では、微細な合金粉末の製造に関する一連の研究を進めてきた。そして、粒度の揃った合金粉を効率よく製造できる高圧液体噴霧法の開発に成功した。この方法の基本は水を主成分とする円錐状ジェットによって、熔融金属を粉砕することで、ジェットの噴射圧は50~70MPaと従来法に比較して数倍高く、そのエネルギーが円錐の頂点近くに集中されるようになっている。熔融金属

はこの円錐の頂点へ流れ落ち、高エネルギーのジェットに巻き込まれて微粉末になる。

粉の粒径は図に示すように、合金の種類によって異なるが、噴射圧50~65MPaで通常使いよい平均粒径約5 μm のものが得られる。粒子の形状は写真のように、粒径が小さくなるにつれて球状化がすすむ。この方法による合金粉は、熔融状態から急冷されるので冷却速度が極めて高く、1秒当り10万 $^{\circ}\text{C}$ 以上と推定される。したがって析出物が著しく細かく、かつ均一に分散した合金や、成分を過飽和に固溶した合金の原料としても適している。粒子形状の球状化をさらにすすめれば、射出成形やスリップキャストにも適用できる。前者は樹脂と金属粉の混合物、後者は水と金属粉の混合物を原料として使用するが、流動性をよくし、成形体の密度を高くするためには、微細で球状の粒子が必要不可欠となる。

高圧液体噴霧法は、新技術開発事業団で委託開発課題として採り上げられ、現在、工業化の準備がすすめられている。

遠心噴霧法による金属粉末製造の研究にも力を注いでいる。これはアーク炉などで溶解した金属を、不活性ガス雰囲気中で高速回転子に滴下し、遠心力によって飛散させ粉体を製造する方法で、純度の良い球状の粉体が得られ、粉体の利用技術の中に新しい分野を開く鍵として期待される。

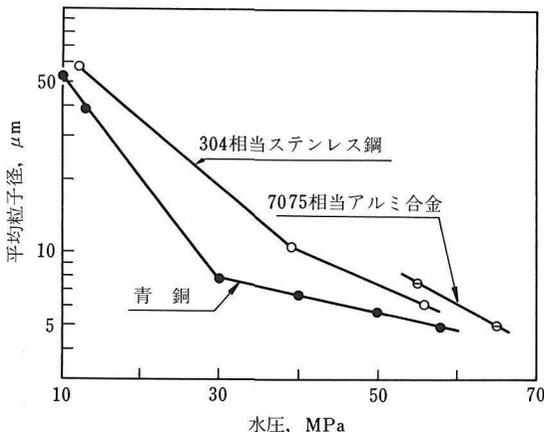


図 合金粉の平均粒子径と水圧との関係

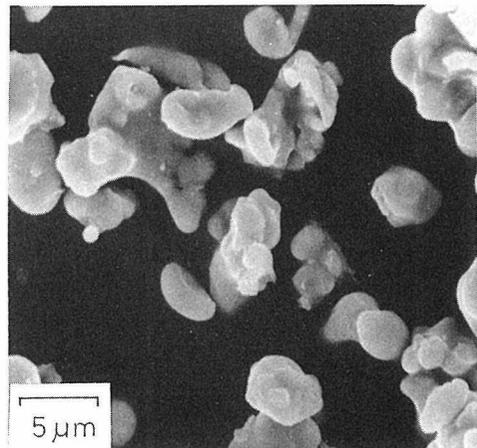


写真 410相当ステンレス鋼粉

超微粉を効率よく作る

—— 金属—セラミック複合超微粉の製造も可能 ——

金属のような不透明な物質を、光の波長(0.4~0.8 μm)以下の超微粒子と呼ばれる大きさまで細分化していくと、もはや光学顕微鏡で粒子一つ一つを見分けることができなくなる。このような超微粒子を集めると、真黒いふわふわとしたろうそくの煤のようなものになる(透明な物質では真白となる)。金や白金も外見上は同様になる。

金属を超微粒子化することにより現われる特性は、外見上ばかりでなく、超電導遷移温度の上昇、極低温での熱伝導性の向上、光吸収の増加、磁気特性の向上、融点の降下および触媒効果の増大など、極めて多岐にわたっている。そしてこれらの特性を利用して磁気テープや磁性流体、各種のセンサー、触媒などへ利用する研究が始まっている。

超微粉に関する研究・開発の進展にもなって、超微粉化される物質の種類も増加し、金属や酸化物ばかりではなく、炭化物や窒化物などの超微粉も作られるようになった。

当研究所では、このような超微粉の多様化に対応すべく、独自に開発した「反応性プラズマ—液相」法による各種超微粉の高効率製造技術の確立ならびに得られた超微粉の特性の解明について研究を進めている。

この「反応性プラズマ—液相」法は、水素、窒素、酸素など反応性を有するガス雰囲気中で発生させた熱プラズマ(直流アークなど)フレームで、

塊状の金属やセラミックスを溶融することにより、その溶融物質を強制的に蒸発させて超微粉を製造する方法である。この方法は、プラズマの超高温とプラズマガスの反応性を利用した点に特色があり、単なる加熱蒸発に比べて数百~数万倍効率よく超微粒子を製造できる。さらにプラズマガスや溶融物質の種類を種々組合せると、各種金属や合金の高純度超微粉のほか酸化物系、窒化物系あるいは炭化物系などのセラミックス超微粉を作ることできる。

当研究所では、この方法によって、例えば機械的な混合では製造困難な、異種物質がマイクロにまざり合った複合超微粉を製造することに成功している。写真にNi-TiC系複合超微粉のX線マイクロアナライザーによる分析結果を示した。NiK α 線およびTiK α 線像(写真の白点は各々の元素の分布状態を示す)に見られるように、これらの超微粒子は極めて均一に混合されている。

このことは、宇宙空間の無重力場でなければ製造困難と考えられた2相分離型合金や特殊な金属—セラミックス系複合材料などを地上で容易に製造できることを意味している。複合化による相乗効果を有効に用いれば、単一物質系超微粉では得られない革新的な機能を有する新素材の創製も期待できる。

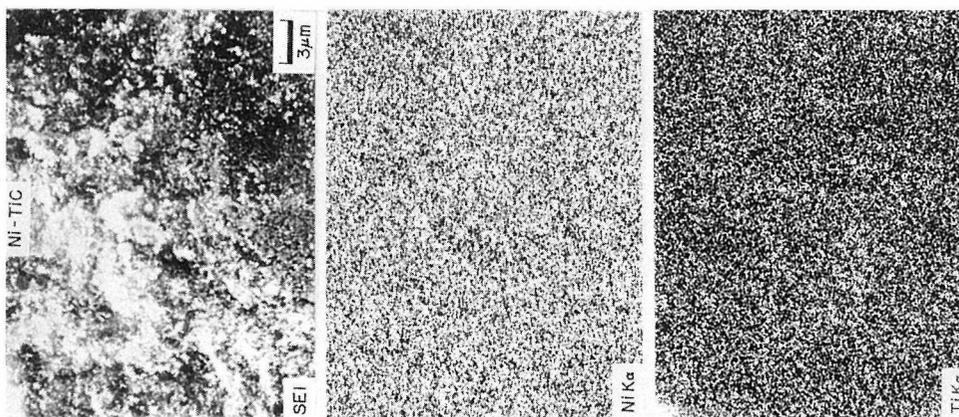


写真 90%Ni-10%TiC複合超微粉のX線マイクロアナライザー分析結果
(SEI: 2次電子線像, NiK α およびTiK α : NiおよびTiの特性X線像)

粉体の特性を高度に生かす利用技術

—— 粉体焼結製品の飛躍的性能向上を目指して ——

粉体から焼結製品を作るためには、混合、成形および焼結の3段階が必要である。混合では、近年、機械的合金化と呼ばれる方法が注目されている。通常のボールミルで2種の金属の粉を混合した場合、巨視的には均一の状態になるが、個々の粉自身は変化せず、両金属の粉が互いに隣り合って並んでいるだけとなる。しかし、かくはんエネルギーの大きいボールミルを用いると、金属同士のまざり合いが生じて両金属の区別がなくなり、合金の粉になる。この現象は、攪拌のさいのボールの運動エネルギーが高いため、粉がたたきのばされ、ちぎれまた圧着するということを繰り返す間に、他の粉を巻き込んでいくという機構で説明されている(写真参照)。この方法によれば、通常の溶解による方法では作ることができない材料を作りだすことができる。現在、超耐熱合金の開発の中で、酸化物粒子分散強化(ODS)合金が注目されており、ニッケル基の超耐熱合金中に酸化物の超微粉を均一に分散させるのに、この機械的合金化法が適用されている。

粉体の成型は、普通一軸圧縮の金型成形法によって行われるが、近年、静水圧を利用した冷間等方圧圧縮技術(CIP)が用いられることがある。この方法は、ゴム型に充てんした粉体を水圧で等方的に圧縮成形するもので、金型では成形困難な複雑な形状のもの、大型のもの、また成形性の悪い粉

体に大きな成果を挙げている。

焼結は、金属の場合水素炉や真空炉を使って行っているが、当研究所では図に示すような熱間等方圧プレス(HIP)を設置し、2000気圧、2000°Cまでの任意の高温高压状態で、粉体を成形すると同時に焼結する研究を行っている。また、各種の合金粉をカプセルに入れてHIP処理したり、CIP後、常圧焼結したものをカプセルなしでHIP処理し、空隙のない密度100%の焼結体を得る方法も検討している。HIPは超電導材料の熱処理、拡散接合の研究などにも用いられ、優れた性質を引き出すことに成功している。

以上のような比較的大きな粉体(数 μm 以上)の処理のほか、最近話題となっている $1\mu\text{m}$ 以下の超微粉の処理技術も重要な課題である。超微粉はそのままでは大気中で発火するなど、活性で取り扱いが困難なので、活性をある程度保持したまま塊にする技術や、超微粉のままで、発火などの危険性のない安全な条件で利用する技術の検討などを行っている。とくに活性を保持したまま塊状とした超微粉の圧粉体は、ガスの脱吸着によってその特性が変化し、ガスセンサーなどの材料として有望であるので、当研究所において圧粉体形成技術の確立と、その特性の研究に力を注いでいる。

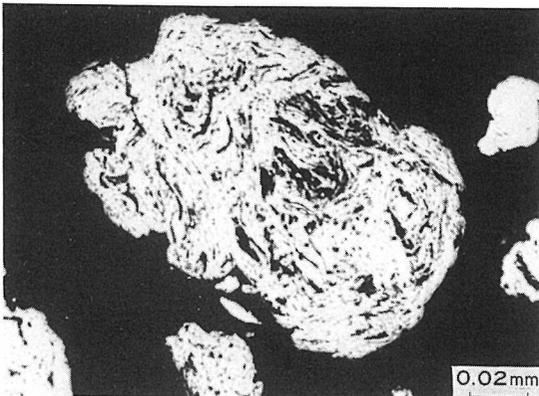


写真 機械的に合金化される途中の粉の断面、2種の金属(各々白と黒に見える)が混合している。

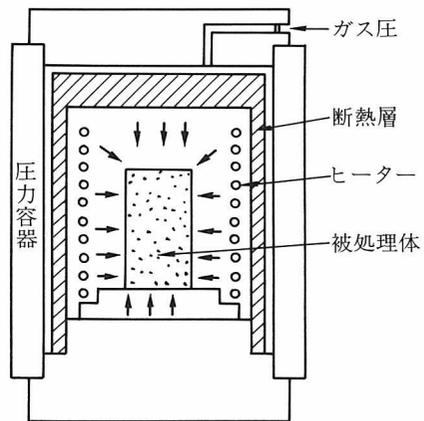


図 熱間等方圧プレス (HIP)

液体急冷MnAl金属間化合物

金属間化合物には、優れた特性をもちながら加工性が悪いため、実用化されていないものが多くある。

当研究所では、金属間化合物の加工性改善のため、各種の角度から研究を行っている。液体急冷法は、溶湯状態から超急冷する方法であるため、高温相が凍結され、偏析が抑制され、結晶粒が微細化されるなどの効果により、延性が改善される可能性がある。

MnAl 合金は磁石としての特性が優れているが、

強磁性相が準安定相であること、機械的強度が弱いなどの理由から、MnAlC合金以外は、実用化されていない。そこでMnAl-X (X=Ti, B, C, Cu, Niなど)系合金の液体急冷を単ロール法および双ロール法により行い、上記欠点の改善を試みた。

MnAlにTiを添加した溶湯を、不活性ガスの圧力でロール上にふきつけ急冷すると、延性が格段に向上し、保磁力、残留磁化などの磁気特性のすぐれた良好な薄膜を得ることができた。

液体急冷法は機械的特性の他に、機能特性の改善の手段としても有力な方法で、今後ますます多くの材料に適用されるものと思われる。

低欠陥磁気冷凍用ガーネット単結晶の育成に成功

超電導利用技術の発展にともない、その冷媒として不可欠な液体ヘリウムや超流動ヘリウムを効率よく作る磁気冷凍機の開発が要望されている。当研究所では、磁気冷凍機の実用化の鍵となる高性能の磁気冷凍作業物質の研究開発を進めている。今回高周波加熱引上げ法によって、新しい大型のガドリウム・ガリウム・アルミニウム・ガーネット($Gd_3(Ga_{1-x}Al_x)_5O_{12}$)単結晶の育成を試み、引き上げ条件を精密に制御することにより、写真のような、均一な直径を

持つほとんど転位や不純物などの欠陥のない高品質な単結晶を得ることに成功した。

このような低欠陥の単結晶は極めて高い熱電導率を有するため、磁気冷凍サイクルを高効率に行い得る作業物質として期待される。

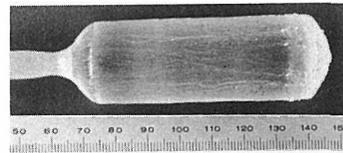


写真 育成された $Gd_3(Ga_{0.8}Al_{0.2})_5O_{12}$ 単結晶

金属材料の強度特性をデータベース化

近年、材料特性データを収集・整理して、データベースを作製し、これを使ってコンピュータによる機器・構造物の設計・製造および保守管理に利用しようとする動きが、各方面で高まっている。そこで当研究所では、昭和60年度から日本科学技術情報センター(JICST)がファクト・データベース事業の一環として採り上げている金属材料データベースの整備を、同センターとの共同研究のもとに進めている。

まず当研究所で蓄積している国産の構造材料

のクリープおよび疲れのデータを中核として、硬さ、高温引張および熱膨張係数などの特性を加えた金属材料強度データベースを構築し、電話回線を通じて、一般の設計および材料技術者に利用できるようなシステムを目指している。

このデータベースでは特に「評価」が重要視されており、検索されたデータを標準的な方法で解析・評価できるソフトウェアもサービスすることを予定している。これにより、当研究所が各界の支援のもとに長年にわたって蓄積してきた金属材料強度特性データが、さらに広く活用されよう。

科学技術庁長官 筑波支所を視察

河野科学技術庁長官は昭和61年1月14日、当研究所筑波支所を視察された。

超電導線材(写真右)、及び軽イオン照射下クリープ試験装置等について、説明を行った。



〔出願公開発明の紹介〕

衝撃試験用試験片取付け装置 特開昭60-162933
昭和60年8月24日

本発明は試験片誘導装置と試験片受台から構成される試験片取付け装置に関するもので、試験片を試験片受台ごと恒温槽に浸漬した後、直ちに試験片を試験機へ誘導できるため、従来、熟練を要していた各種温度条件でのこの作業が正確、迅速かつ安全に行うことが出来、その簡便さから広く普及することが期待される。

セラミック粒子分散アルミニウム鑄造合金の製造法 特開昭60-162740
昭和60年8月24日

本発明はアルミニウムとセラミックスの混合粉末を攪はんしながら溶解する、セラミック粒子が分散したアルミニウム合金の製造法に関するもので、攪はん羽根の機械的外力により、半凝固状態のアルミニウム粉末にセラミック粒子が均一に分散した良好な材料が得られる。その簡便さから広く普及することが期待される。

単結晶Ni基耐熱合金及びその製造法 特開昭60-177160
昭和60年9月11日

本発明はCr, W, Al, Ta, Coを含むNi基合金で一方向凝固により単結晶化し、かつ熱処理を施す方法に関するもので、クリープ破断強度の優れた材料が得られるため、ジェットエンジンや発電設備のガスタービン翼に用いてその熱効率の向上(燃焼ガス温度を上げることで可能となる。)に大いに寄与し、上記機械施設の経済性、性能向上の観点から広く普及することが期待される。

V₃Ga拡散線材の製造法 特開昭60-187667
昭和60年9月25日

本発明はVテープの表面にGa膜を付着させ、予備熱処理した後銅あるいは銀メッキを施し、その後2段階の熱処理を加えV-Ga界面にV₃Ga層を析出させることを特徴とする超電導線材の製造法に関するもので、熱処理条件を変更するだけでこれまでに確立されている表面拡散法の設備が使える超電導特性の改良されたV₃Ga線材が得られることから広く普及するものと期待される。

◆短 信◆

●海外出張

野田 哲二 原子炉材料研究部主任研究官
「核融合炉材料の低放射化についての検討」に関するワークショップ参加及び核融合研究の現状調

査のため昭和61年1月20日から昭和61年1月29日までアメリカへ出張した。

平岡 裕 原子炉材料研究部主任研究官
「核融合炉用高融点金属の機械特性の評価に関する研究」のため昭和61年1月22日から昭和61年4月21日までアメリカ、イギリスへ出張した。

通巻 第326号

編集兼発行人 越川 隆 光
印刷 株式会社 三興印刷
東京都新宿区信濃町12
電話 東京(03)359-3841(代表)

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

東京都目黒区中目黒2丁目3番12号
電話 東京(03)719-2271(代表)
郵便番号 153