

希土類—コバルト系化合物の磁性

希土類金属と鉄属遷移金属との間には磁氣的に非常に興味ある金属間化合物が形成され、物性、応用の両面から研究が進められている。とくに希土類金属(R)とCoとの原子比が1:5の化合物 RCo_5 は $CaCu_5$ 型六方晶構造をもつが、従来知られている材料に比較して、結晶磁気異方性が非常に大きく、また保磁力が著しく高い秀れた特徴を有しているため、高保磁力永久磁石材料として実用的に大きな注目を集めている。しかし、大きい磁気異方性や高保磁力を生じる原因については、現在ほとんど明らかにされておらず、材料開発の指針をたてる上に大きな支障をきたしている。

電気磁気材料研究部では RCo_5 およびCoの一部をCuで置換した $R(Co_{1-x}Cu_x)_5$ 化合物について、磁気異方性や保磁力の温度依存性、および磁化機構について検討してきた。その過程において、問題解決の端緒になると考えられる興味ある現象を見出したので、その概要を紹介する。

この系の磁化反転は磁化の回転にはよらず、磁壁の生成と移動によるため、高保磁力が生ずる機構として次の2つが考えられる。(1)磁壁の移動を束縛する不純物の生成、(2)磁壁エネルギーが増加し、磁壁巾が著しく狭くなるため、本質的に磁壁移動が起りにくくなる現象。とくに(2)の機構が支配的な材料では保磁力を著しく高めることができるので実用的に非常に重要となる。

図は $Pr(Co_{1-x}Cu_x)_5$ における保磁力(Hc)の温度依存性を示す。c軸が磁化容易方向である高

温側ではHcの絶対値も、温度変化も小さいが、試料に加工を加え、また粉末状にし欠陥を導入すると、Hcの温度変化も、絶対値も増加し、(1)の機構が支配的因子となることが定量的に説明される。これに反し、容易方向がc軸から傾く低温側では、温度の低下とともにHcは急激な増加を示し、ほぼ対数的に変化する。とくにc面内が容易方向となる $x > 0.3$ で著しい。このようなHcの急激な増加は粉末の粒度には無関係で、単結晶でも認められ、その絶対値も等しいことから、(2)の機構が支配的と考えられる非常に興味ある事実である。同様に重要な現象はNd系でも見出されており、現在、単結晶を用いての磁気異方性の測定結果から定量的解析を試みている。

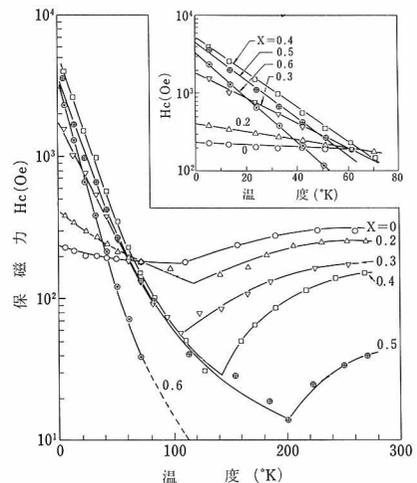


図 $Pr(Co_{1-x}Cu_x)_5$ の保持力の温度依存性。

ニオブ-水素合金の転位組織

ニオブはVa族の金属元素の一つであり、水素吸蔵特性、耐食性、耐熱性などにすぐれている。ニオブやニオブ合金は、水素吸蔵用材料、化学装置材料や高温材料としての実用開発が期待されている。ニオブを水素吸蔵用材料として用いる場合には水素化物の形成がみられ、また水分の共存する環境下で耐食材料として使用する場合にも水の分解によって生じた水素が材料中に吸収されて水素化物の形成がみられる。このように水素化物を形成したニオブやニオブ合金は、降伏強さの増加と伸びの著しい低下を示すようになる。これら機械的性質の変化は、将来の実用開発の際に考慮に入れておかねばならない問題である。

非鉄金属材料研究部では、従来からニオブ-水素合金の機械的性質についての研究を行ってきた。ニオブは水素ガスと発熱的に反応して水素を吸蔵し水素化物を形成するが、この水素化物は高温では不安定である。いまガス反応によって作成したニオブ-水素合金(30at%H) 試料を転位の再配列や消滅がほとんど起らない 700°C で30分間真空中で加熱すると水素化物は分解し、試料中に水素化物として含まれていた水素のほとんどは試料表面から放出除去される。真空加熱後に試料に残留している水素量はニオブ素材のそれ (<0.05at%) とほぼ等しい。このように脱水素処理された試料の微細組織を透過電子顕微鏡によって観察し、写真に示すようなレンズ状の特徴ある転位組織を見出した。

この転位組織はもつれあった高密度の転位によって構成されており、その形状や晶癖面などから水素化物の痕跡であるとみなされる。加熱温度の

上昇にともなって転位の再配列や消滅が進行し痕跡の境界は徐々にぼやけて行くが、高密度の転位領域は1000°Cにおいても安定に残存する。したがって転位によって構成された水素化物の痕跡は、変形に対する障害としての役割をはたし変形抵抗の増大を導く。

ニオブ単結晶中に水素化物の痕跡を形成させ、その痕跡の平均間隔(=L)と常温降伏強さの関係は図中の白丸のようになる。図から明らかなようにHall-Petchの関係と類似の関係が得られた。したがって水素化物の痕跡は結晶粒界と同様の役割をして運動する転位への障害になると考えられる。また図中の黒丸は、脱水素処理前の試料の降伏強さと水素化物の間隔の関係を示している。白丸と黒丸の示す降伏強さは同程度であり、水素化物の形成にもとづく降伏強さの増大は写真に示したような高密度の転位に起因していることを明らかにした。これらの結果から材料の降伏強さの増大や伸びの低下を導く機構の一つとして、このような高密度の転位組織の形成が提案されるであろう。

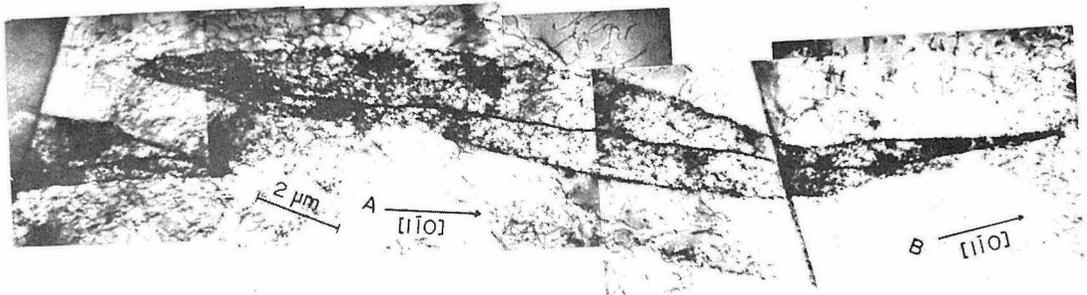
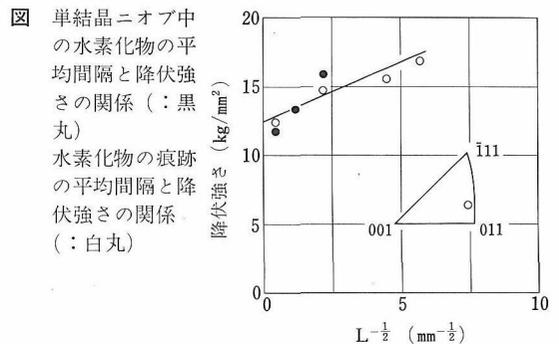


写真 真空加熱によって脱水素処理したニオブにみられる転位組織

オーステナイト・ステンレス鋼の高温疲れ 破面における条痕の形成

材料が破壊した場合の破面は、破壊の形式によって異なる様相を示すので、破面を観察し解析することは、破壊機構の解明や、破壊事故の原因究明にきわめて有益な情報を与える。このような破面の観察と解析をフラクトグラフィーと呼んでいる。たとえば、疲れ破面の特徴をフラクトグラフィーによって把握しておけば、破壊事故の調査に際し、その破壊が疲れによるものかどうか、疲れによるものとすればどのような荷重条件で疲れ破壊したものかの判定が可能となる。

疲れ試験部では、疲れ強さデータシート作成の一環として、試験した疲れ破面について走査型電子顕微鏡によるフラクトグラフィー・データの集積と解析を進めているが、ここではその一例について紹介する。

オーステナイト・ステンレス鋼(SUS316)の高温低サイクル疲れ破面には、疲れ破面特有の条痕(Striation)が観察される。それらの条痕の中には写真に見られるように2本の平行線を境にして規則的に屈曲しているものがしばしば見られる。この材料は多くの焼鈍双晶を含んでおり、その幅もわかっているので、2本の平行線で区切られた領域が双晶領域であろうということは容易に推定できる。

疲れ破面にあらわれる条痕は、繰返しひずみの

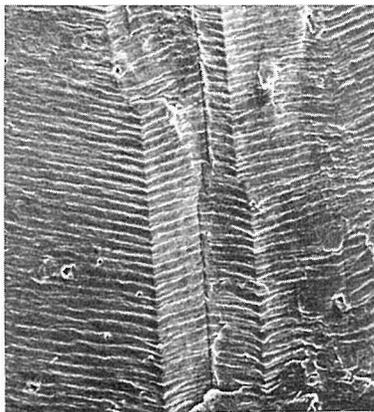


写真 高温低サイクル疲れ破面の条痕
(450°C、破断寿命：5192回) 10μ

1サイクル毎に対応して生じるものとされており、その幅を測定することによってき裂成長速度を知ることができるので重要な意味がある。一般に疲れ破面に条痕の発生する機構は図のように考えられている。すなわち、き裂の先端では応力集中によって、一對の塑性すべりの集中する面が生じ、これらの面とき裂面との交線がき裂のフロントになり、また条痕ともなるというのである。銅のような面心立方晶系の金属の単結晶では、 $\langle 001 \rangle$ 方向に引張り圧縮の繰返しひずみサイクルを与えると、すべり面は $\{111\}$ 面であるから、 $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ 方向の条痕をもつ(001)面に平行なき裂面が $\langle 110 \rangle$ 方向に進行する。

以上のようなことは、一定方位の単結晶を用いる実験ではじめて明らかにされたわけであるが、本実験の場合は、観察された双晶に関連する特異な条痕模様をステレオ写真を用いて解析することによって、特に単結晶を用いないでも、オーステナイト・ステンレス鋼の高温低サイクル疲れにおける条痕形式の機構をほぼ推定することができた。

その結果、写真の場合は、荷重軸が双晶領域と母相領域に対しほぼ対称にある場合で、条痕は双晶境界線に対して常に直交している。条痕形成の機構は、上に述べた銅単結晶のような面心立方晶系金属について標準的な機構と考えられているものと同様と思われる。またこの写真の例以外に条痕が双晶境界線と直交せず約60°で交わる場合も観察されている。これは荷重軸が対称方向から大きくずれている場合で、き裂先端でのすべり面は $\{111\}$ 面の交叉すべりによって形成される高次の指数の面となっていると推定される。

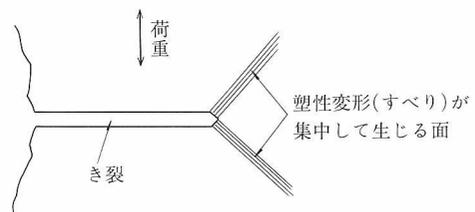


図 き裂先端での変形と条痕形成

【特許紹介】

ルテニウムを含有する強力ジルコニウム合金及びその製造法

公告番号 特公昭48-27173 (昭和48年8月20日)

特許番号 730307

発明者 木村啓造, 上原重昭, 渡辺亮治
佐々木靖男, 津谷和男

この発明はジルコニウム及びジルコニウム合金にルテニウム0.1~2%を含有させた合金で、時効硬化により強化をはかったものである。原子炉用ジルコニウム合金では、ジルカロイ-2がよく知られ、常温及び高温で比較的強度が高く、加工性及び耐食性が良好で、熱中性子の吸収断面積が小さい等の性質をもつが、それより強いものとしてはZr-2.5Nb合金が使用されている。しかし、原子炉の炉芯部構造材料としてさらに強さの向上が要求される。

ジルコニウムの α , β 変態は862°Cで、ルテニウムを加えると655°Cで β ZrとZrRu化合物の析出した α Zrが平衡する共析反応がおこる。Zr中のRu固溶度は常温で殆んどなく1000°Cで約8%なので、Ru 0.1~2%を含む本発明ジルコニウム合金は、高温で十分に加熱保持後焼入れすると、Ruを過飽和に固溶した α' 相となる。これを適当な温度で保つとZrRuの金属間化合物が析出して時効硬化する。Zr-1%Ru合金を1000°Cで1時間溶

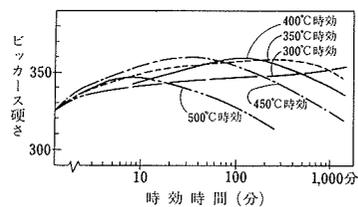


図1 Zr-1%Ru合金の時効と硬さの関係

体化処理後水焼入れしたものについて、各温度での時効時間と硬さの関係を図1に示した。焼なましZr-2.5Nb合金のビッカース硬さ約170に対し、本発明合金では時効硬化で約360に達す。この合金は原子炉構造材料として利用が期待される。

微細結晶粒子鑄物の製造方法

公告番号 特公昭48-38060 (昭和48年11月15日)

特許番号 730047

発明者 依田連平, 渡辺 亨, 佐藤有一

この発明は鑄造結晶粒子が微細になる鑄物を製造するため、耐火物系鑄型の内面にミルスケール粉末を付着させておき、鑄造合金に対して凝固初期の核生成触媒作用と奪熱効果を与え、鑄造結晶粒を微細化させる方法である。

金属材料の機械的性質は結晶粒が微細化するほど向上する。耐熱材料についても、熱変化に耐える性質は微細結晶の方がすぐれ、長い寿命をもつ。

この発明は、容易に入手できるミルスケールをボールミルで数ミクロンの微粒粉末として鑄型内壁にコーティングなどにより含ませしておき、鑄物の結晶粒子の微細化を行う。ステンレス鋼鑄物SCS12を溶解し約1560°Cで保持した溶湯を800°Cの鑄型に鑄込み階段状試験片を作り、鑄物の肉厚と平均結晶粒数との関係を調べた結果が図2である。ミルスケールはスラリー中に10%混合して鑄型としたもので、従来の酸化コバルトなどの高価な金属酸化物で処理したものより鑄造結晶粒子を細くするのに遙かに有効である。

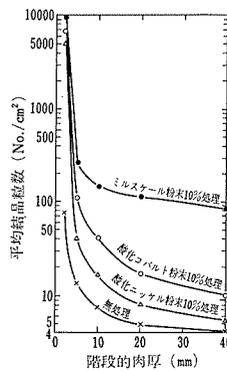


図2 各種の金属酸化物によるSCS12鑄物の段階的肉厚と平均結晶粒子の関係

◆ 短 信 ◆

● 叙 勲

昭和49年4月29日付

勲三等旭日中綬章 元科学研究官 岩村霽郎

昭和49年6月22日付

従五位勲四等瑞宝章

元製造冶金研究部粉末冶金

研究室長 故田村院司

● 受 賞

昭和49年8月9日付

ドイツ連邦共和国功勞勲章大功勞十字章

元所長 橋本宇一

通巻 第188号

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 林 弘

印刷 株式会社 ユニオンプリント

東京都大田区中央8-30-2

電話 東京(03)753-6969(代表)

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)