

金材技研

1974

科学技術庁

NO.4

ニュース

金属材料技術研究所

複合粉末製造法ならびに焼結加工法の研究

粉末冶金技術は低公害と量産性による製品価格の低減が期待されることから、各方面で注目され実用化が積極的に進められた結果、現在、溶接、鑄造、鍛造などとともに金属加工技術の有力な1部門として急速に発展している。特に小型部品の製造に関しては独自の分野を開拓し、その生産量の増加は年に20%を越え、成長産業としての地位を固めてきた。このような高度成長をしてきた粉末冶金技術がさらに飛躍するためには、焼結部品の大型化、高密度化、高強度化が必要であり、これによって、従来の精密鑄造法および精密鍛造法による製品と同等のあるいは焼結材特有の性質をもつ部品が比較的低廉に製造されることになろう。

現在、主として生産されている焼結部品は、40g程度のものが最も多く、500g以上の部品は生産量が非常にすくない。その理由は、大型高強度焼結部品を製造するために適した性状をもつ粉末ならびに加工技術に多くの問題が残されているからである。そこで**製造冶金研究部**では大型焼結部品、高密度、高強度焼結部品の製造技術を確立することを目的として、それに適した性状をもつ粉末の製造技術から出発し、加工法に至るまで一貫した研究を昭和49年より3ヶ年に亘って行うことになった。この研究の基礎となる粉末製造法は昭和47年より2年間行なってきたSn基の複合粉末製造技術である。これは溶湯流に核となる粉末を連続的に供給して混合溶湯流をつくり、この溶湯混合流をガスあるいは水で噴霧し粉末化する方法である。写真にこの方法で製造したSn-Cu複合粉末の組織

を示す。このように複合粉末は外殻を比較的圧縮性のよい合金基質の金属、核を添加金属またはそれと基質金属の合金とすることができ、ため、圧縮成形性がすぐれており、従来実用されている混合粉末、合金粉末のいろいろな問題点を解決できる。本研究ではAl基、Cu基、Fe基およびNi基の複合粉末の製造条件を調べ、それに適した加工条件を確立する。本複合粉末を用いることにより、単一加圧焼結法ですくなくとも密度比で96%以上の焼結部品の製造が可能となろう。また、これと並行して高温鍛造用粉末として要求される性質を具備した粉末の製造技術を開発する。この研究は現在まで経常研究で行ってきたガスおよび液体噴霧法の技術を基盤とするもので、新しい観点から噴霧装置、噴霧方法を検討し、生産歩留90~100%に達する粉末の製造条件を明らかにする。そしてこの粉末に適応した高温加工技術をいろいろの観点から詳細に検討し、新しい加工法を確立する。

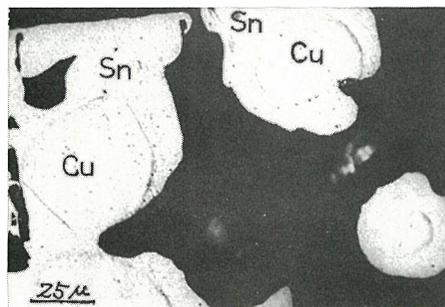


写真 Sn-Cu複合粉末の断面組織

α 鉄中の固溶炭素のエレクトロ・トランスポート

金属や合金に直流電場をかけたとき、中の不純物イオンはその電荷 Z^0e に応じたクーロン力のほか、伝導電子の衝突による力もうけて一方の電極側に移動する。この現象はエレクトロ・トランスポートと呼ばれ、これ迄金属の精製や、金属、合金中のイオンの電荷の測定に利用されてきた。しかし、イオンの電荷の測定という面からみると、従来の研究では測定の精度が充分ではなく、また測定された電荷に伝導電子の衝突の寄与が入っていることの補正がなされていなかった。すなわち、これ迄行なわれてきた実験では、まず、イオンの移動速度が測定され、これよりイオンに働く力を求め、そして伝導電子の衝突の寄与も含んだ見かけの電荷数 Z^* が計算されてきた。このような方法では、 Z^* を求めるのにイオンの拡散係数 D を使うため、えられた Z^* の誤差が大きい。

α 鉄中の炭素については鉄の機械的、電気的性質などに大きな影響を与えるため、その存在状態を明らかにしようとする試みが多くなされているが、真の電荷については固溶量が小さいため、これ迄測定された例がなかった。金属物理部では、以下に述べる定常法の採用と RI の利用によって、α 鉄中の炭素のエレクトロトランスポートの測定精度の向上をはかるとともに、伝導電子の衝突の寄与を考慮した解析を行なって、α 鉄中の固溶炭素の真の電荷を精度よく求めることができた。ここでは、その測定方法と結果の概略を報告する。

本研究で採用した定常法では円柱形の試料の両端面から炭素の出入りがないようにした実験条件下で試料を直流電流で均一温度に加熱する。電場による炭素の流れとそれによって生じた濃度勾配

を平均化しようとする化学拡散による流れが丁度釣り合った状態で炭素の分布は指数関数的になる。試料の縦断面における軸方向の炭素の分布を測定してその指数を求めると、これから D によらず直ちに Z^* が求まる。炭素の分布を精度よく測定するため、 ^{14}C を使って実験を行ない、縦断面のオートラジオグラムをとって指数を求めた。

次に、えられた Z^* から Z^0 を求めるには、伝導電子の寄与を差引く必要がある。この寄与は固溶炭素の不純物比抵抗と試験温度での試料の比抵抗の比に比例する形で与えられる。従って、伝導電子の格子振動による散乱に比し、炭素原子による散乱が無視できるような高温では、 Z^* に対する伝導電子の衝突の寄与は無視できる。実際には、 $600^\circ\text{C} \sim 840^\circ\text{C}$ の温度範囲で Z^* を求め、温度無限大に外挿した。 Z^* の測定結果を図 1 に示す。図には γ 鉄における測定値も併せて示した。α- γ 変態点で Z^* に大きな喰違いがあるほか、キューリー点 (T_c) でも小さな不連続があるようにみえる。α 域のデータだけで、 Z^* を各温度での試料の比抵抗 (ρ) の逆数に対しプロットすると図 2 のようになる。上に述べた理由から、 Z^* の $1/\rho = 0$ への外挿値が炭素の真の電荷数 Z^0 を与える。図示したように、 T_c 以下の測定点の外挿値 (実線) と T_c 以上の測定点も合せたものの外挿値 (点線) とでは若干 Z^0 の値が異なるが、いずれも殆んど 0 である。以上の結果から、α 鉄中の固溶炭素はほぼ中性で殆んどイオン化されていない状態にあることがわかった。また、 Z^* に及ぼす磁気変態の影響は伝導電子の衝突が T_c を境に変わることを示していると考えられ、不純物散乱の面から興味ある現象である。

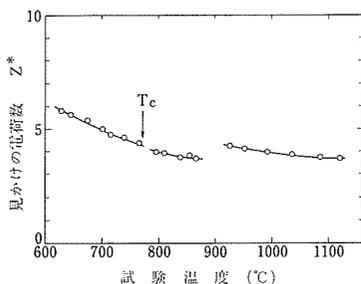


図 1 Z^* の温度依存性

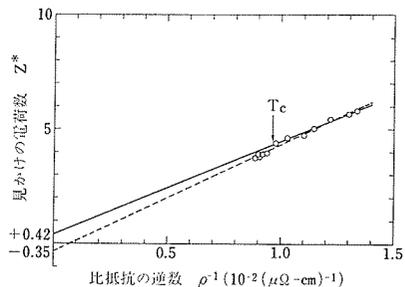


図 2 真の電荷数 Z^0 を求めるための Z^* 対 ρ^{-1} プロット

高分解能電子顕微鏡による炭素の構造の研究

'71年にロンドンで行われた炭素繊維の国際会議で、炭素繊維の強度と弾性率との関係や強度に対する表面の乱れ、空孔など中間規模の構造上の乱れについていろいろと議論された。その時の大方の見解としては、上記のような構造上の乱れを含まないような繊維を作るのはかなり困難であるが、もしそのようなものの全くない繊維が作れたとすれば、炭素繊維の強度は、主としてフィブリル同士の相互結合の状態とフィブリルを構成している結晶子間の剪断強度で決まるであろうということであった。その後、各地で行われた研究の結果は、大旨この結論の正しいことを示しており、炭素繊維の強度や弾性率を論ずるには、構造上の不均一性を考慮に入れることが不可欠であることが広く認識されてきている。このような状況のため、炭素繊維の研究に、従来のX線回折と併せて超高分解能電子顕微鏡が急速に導入され、各方面で多大な成果を挙げている。

特殊材料研究部では、以前から内外の炭素繊維を使用して繊維強化金属の研究を行ってきたが、その際に遭遇した多くの問題点の解決のため、繊維の微細構造を詳細に知る必要が生じた。このたび機会を得て、英国のリーズ大学の繊維工業科と協力し、今までこの面での知見が乏しかった国産の一連の炭素繊維について超高分解能電子顕微鏡による微細構造の研究を行い、その一部を今年2月に再びロンドンで行われた国際会議で報告した。

リグニンを原料とする炭素繊維およびピッチを原料とする炭素繊維のうちで、1500°C程度の低温処理した延伸しない繊維には、PAN(ポリアクリルニトリル)を原料とする繊維の炭化初期に相当するようななかすかなフィブリル構造が認められるが、このフィブリルには配向性は認められない。これらを2000°C程度で熱処理するとフィブリル構造はかなり顕著に発達してくるが、同時に黒鉛化の著しく進んだ部分が所々に現われるようになり、この傾向はリグニン系のものでは特に著しい。これはリグニン系のもとは不純物が多く、これが黒鉛化に対して触媒的な作用をするためと推定され、リグニン系の繊維の強度がピッチ系の繊維に比べて劣るのは、前者における上記のような不均一な構造が後者のそれに比べてはるかに多いことが一因と考えられる。延伸しながら3000°Cまで熱処理したピッチ系の繊維の構造はPAN系の高弾性繊維に類似しているが、やはりPAN系に比べると構造が不均一で、これがピッチ系の繊維の特性がPAN系のそれに及びにくい原因となっているものと思われる。**写真1**および**写真2**は、それぞれ、ピッチ系およびリグニン系の炭素繊維を超高分解能電子顕微鏡によって観察した結果の一例である。

この研究ではこの他に国産のPAN系繊維や炭素繊維が金属や酸化剤の作用によって劣化する現象も課題として取り挙げたが、これらについては近く学会誌上に報告する予定である。

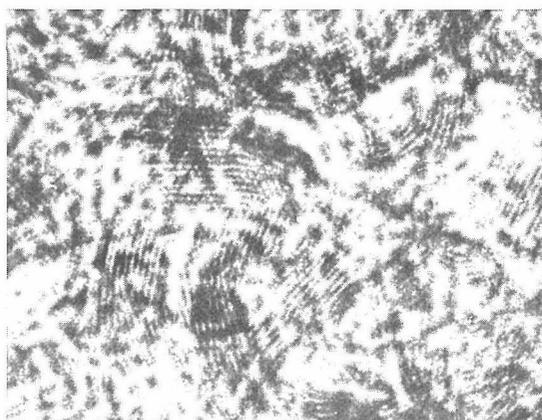


写真1 ピッチ系炭素繊維の超高分解能電子顕微鏡写真
($\times 2,000,000$)

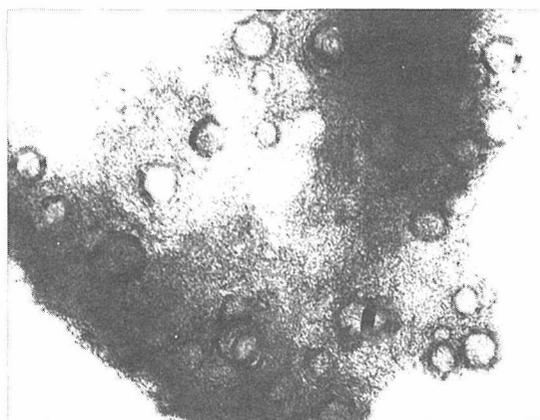
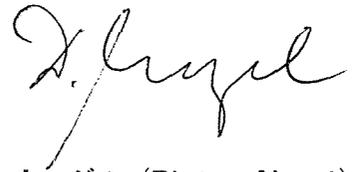


写真2 リグニン系炭素繊維の超高分解能電子顕微鏡写真
($\times 260,000 \times \frac{1}{2}$)

金 材 技 研 滞 在 記



D. ナーゲル (Dieter Nagel)

Bundesanstalt für Materialprüfung

科学技術庁招聘研究員として7ヶ月間日本に滞在できたことを、大変うれしく思っています。この間、金材技研において「ろう接継手強度におよぼす継手欠陥の影響」についての研究に従事し、日本の研究活動の現状、研究の進め方等に直接触れることができたのは、私にとって大変貴重な経験でした。短い滞在期間での経験から日本の研究状況を的確に批判することはできませんが、当研究所での研究活動を通じて気付いたことを参考までにいくつか述べさせていただきます。

私が知り得た範囲では、研究テーマは工業上の実用的な問題と密接な関係があり、工業的価値が高いと思います。そのため、金材技研が多くの大学の研究機関と区別されていることは、高く評価されるべきでしょう。

また、研究室の設備はよく整えられ、補助部品や研究資材の在庫も充分です。しかし、研究するためのスペースは、企業やその付属研究所にくらべて小さく、大部分の研究室は改善を必要としています。

工作室にある機械は一部は非常に古く、高精度に試験片を作製するための機械も充分とは言えません。たとえば、ならい施盤や、標準試験片を大量に作製する自動工作機もないようです。

図書室には良い雑誌が集録されており、自由に使えて便利です。また、ドイツの文献が沢山集められていることは非常にうれしく、当研究所で私が研究を進める上で大変役立ちました。

複写装置（ゼロックス）はモダンで非常に能率的です。これを誰でも使用できるのは、BAMと比較して好ましいことです。できれば、写真を複写するための付属装置（例えばドイツのFabrikat Agfaのような）などがあれば更に便利です。

人員構成をみると、中・少年令層の人員が不足しています。研究者が研究に関することを全て自分でしなければならぬために、貴重なエネルギー

が消耗され、研究能率が悪くなっています。たとえば、写真、製図、工作等をする人がもっと必要であり、そのための集中管理設備(室)も整えるべきでしょう。正式な研究補助者が少なすぎるため、本来の目的に合わない仕事を沢山やらざるを得ない結果になっているのは残念です。

研究者の負担を軽くするために、秘書をもっと増やし、仕事を分担する必要があります。そうすれば、報告や論文のタイプ、書類の整理、一般的な事務処理などに研究者が振りまわされることがなくなり、電話で重要な会議がしばしば中断されることも無くなるでしょう。

一般的な生活の面をみると、日本人とドイツ人の生活態度には大きな相異があります。しかし、日本人は常に友情が厚く、人助けが好きで、よく理解してくれるので、日本の環境に慣れるのは困難ではありません。

言葉を理解することが困難なため、外国人は自分の要求を満たすために多くの時間を必要とします。共通の言葉(英語)を持つようにすることは、緊急に解決が迫られている問題です。BAMでは、数年前から無料の会話コースが開かれています。この種の外国語を学ぶ努力は、特に日本人にとっては大切でしょう。

生活のし方についてみれば、ドイツ人は日本人から内面的な静かさを習得し、生活のしがいのある要素に集中する方法を学ぶべきであり、日本人はドイツ人の積極性と活潑さを見習い、生活をダイナミックにする方法を学ぶべきでしょう。

日本滞在は、私と妻にとって非常に有益なものでした。皆様の友情あふれる御配慮と絶え間のない御援助により、この短い期間が生涯のすばらしい期間となったことを感謝しております。

私達は、日本での体験を力のおよぶ限り全てドイツに伝えます。さらに日本との接触と友好をより親密にすることに寄与するつもりです。

研 究 成 果 の 発 表

1. 国 際 会 議 (○印は発表者を示す)

第 4 回炭素繊維国際会議 (昭和49年2月18日, イギリス・ロンドン)

発表論文 1. The Fine Structure of Lignin and Pitch-based Carbon Fibre
○D.J.JOHNSON and I.TOMIZUKA

第 4 回結晶成長国際会議 (昭和49年3月26日, 東京・経団連会館)

論文発表 1. Growth and X-ray Topography of Ferromagnetic CuCr_2Se_4 Single Crystals
K.MASUMOTO and ○I.NAKATANI

第 5 回国際低温工学会議 (昭和49年5月7日~10日, 京都・国際会館)

論文発表 1. Superconducting Current Capacities of Composite-Processed Laves Phase $\text{V}/\text{Hf}_x\text{Zr}_{1-x}$ Tapes
○K.INOUE and K.TACHIKAWA
2. Developments of V_3Ga Superconducting Materials (Invited talk)
○K.TACHIKAWA

国際鉄鋼会議 (昭和49年5月23日-31日, ドイツ・デュッセルドルフ)

発表論文 1. Study of NRIM Continuous Steelmaking Process
○R.NAKAGAWA, S.YOSHIMATSU, A.SATO, T.MITSUI, A.FUKUZAWA, F.OZAKI, and T.UEDA

電解採取および電解精製の槽設計に関する会議 (昭和49年7月15-17日, イギリス・サザンプトン大学)

発表論文 1. Some Aspects of Anodic Oxidation of Suspensions for Direct Electrowinning of Metals
H.KAMETANI (代読 D.S.FLETT)
2. Electrowinning of Zinc with a Vibrating Bed Cell.
H.KAMETANI and T.YAMAUCHI (代読 D.S.FLETT)

2. 国内の春季学・協会発表 (口頭)

学・協会名	発表期日	発 表 題 目	担当研究部
日本非破壊検査協会	1.23-1.24	1.電磁誘導検査における欠陥パターン認識のための信号処理方式 2.斜角探触子の指向性の理論	材 料 強 度 "
第4回宇宙航空材料シンポジウム	2.28	1.分散強化型合金としてのAl-MgSi共晶合金	非鉄金属材料
日本鋳業会	3.25-3.27	1.懸濁ニッケル濃液の定電位溶解 2.90°Cにおける硫化ニッケル-SO ₄ -懸濁系電位-pH図 3.硫化物の懸濁直接電解に関する二・三の考察 4.白鍍の懸濁陽極酸化	製 錬 " "
応用物理学会	4.1-4.4	1. $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ 系3元化合物半導体の結晶作製 2.強磁性半導体 CdCr_2Se_4 単結晶の光電導	電気磁気材料 "
日本化学会	4.1-4.4	1.ビス[1-(2-チアリルアゾ)-2-ナフトラト]コバルト(III)過塩素酸の結晶構造	金 属 化 学
日本機械学会	4.2-4.4	1.マクロ的に不均質な12Cr鋼丸棒の引張クリープ破壊時間 2.A5083-0, A7075-T6のP・S・N曲線 3.圧延H型鋼桁の曲げ疲れ強さ 4.金属材料の組合せ荷重疲れ特性(第1報)	ク リ ー プ 試 験 部 疲 れ 試 験 部 " "
日本金属学会	4.2-4.4	1. Fe_2B 単結晶の20°Cから800°Cまでの塑性挙動 2. NiAl型金属間化合物におけるNi空孔熱平衡濃度 3. Nb中転位の低温挙動のVTR解析 4.不完全再結晶したFeおよびFe2%Ni圧延材の強度と延性 5.高張力Al合金における微小切欠からの疲れ発生および伝播に関する研究 6. Zr-Nb-Ru合金熱処理材の300°Cクリープ 7.電気泳動法によるモリブデンのアルミ被覆 8.種々の脱酸剤を用いたWを含むニクロム系合金の高温クリープおよび加工性について	金 属 物 理 " " 鉄 鋼 材 料 " 非鉄金属材料 特 殊 材 料 "

日本金属学会	4.2-4.4	9.炭素とニッケルの固相反応について I. 組織観察 10. " II. 黒鉛化過程について 11.炭素繊維-アルミ合金複合材について 12.Nb ₃ (Al, Ge)超電導線材の研究(第2報) 13.V ₃ Ga極細多芯超電導線材の臨界電流 14.V ₃ Ga複合加工線材の超電導特性に対する添加元素の影響 15.Laves相複合超電導線材の研究 16.圧延した(111)[112]純Nb, Ta単結晶の再結晶粒方位について 17.Al _x In _{1-x} Sb系3元化合物半導体の結晶作製 18.高温水蒸気中におけるジルカロイ-2の酸化 19.高温低サイクル疲れ試験後における316ステンレス鋼の透過電顕観察	特殊材料 " " 電気磁気材料 " " " " " " 腐食防食 疲れ試験部
日本鉄鋼協会	4.2-4.4	1.マルエージ鋼の繰返し熱処理による前γ粒細粒化 2.圧延直接焼入れによる400級マルエージ鋼の強靱性および延性の改善 3.400級マルエージ鋼の組織と破壊靱性の関係 4.Fe-Ni基準安定オーステナイト合金の動的塑性応答 5.ε-Cu端子を含む鉄の低温延性におよぼす予歪の影響 6.鉄-炭素合金のα領域における硫黄の拡散 7.タービンプレード用12Cr鋼(SUS403B)のクリープ破断データ 8.2%Cr-1Mo鋼のクリープ挙動と組織 9.304Hおよび316H鋼における長時間クリープ破断強さの劣化	鉄鋼材料 " " " " " " 疲れ試験部 "
日本物理学会	4.3-4.6	1.2次反射消滅効果を用いた電子線照射中の試料温度の測定 2.FeAl規則合金の電子構造 3.多重すべりをする銅単結晶の加工硬化 4.Pr _x Ce _{1-x} Ru ₂ の超伝導と磁性 5.CuCr ₂ Se ₄ 単結晶の磁性	金属物理 " " " " 電気磁気材料
電気化学協会	4.5-4.8	1.α-鉄の表面拡散におよぼす酸素ポテンシャルの影響	金属化学
溶接学会	4.16-4.18	1.加圧水中で形成される溶接金属の形態 2.水中プラズマ溶接部の冷却曲線 3.拡散性水素の測定に関する検討(第3報)	溶接 " "
腐食防食協会	5.9-5.12	1.高温塩化物水溶液中におけるステンレス鋼の孔食電位 2.新しい促進耐侯試験について 3.リン酸鉄コロイドおよび皮膜の生成条件とその性質	腐食防食 " "
核融合特定総合研究合同発表会	5.10	1.核融合炉真空壁材料	原子炉材料
日本塑性加工学会	5.14-5.16	1.チタンの圧延-遊星圧延機による圧延について(第4報) 2.応力誘起変態を生ずる材料の一樣伸びに及ぼす静水压の影響	製造冶金 材料強度
粉体粉末冶金協会	5.14-5.17	1.高密度W-Cr合金焼結体の製造と酸化特性	製造冶金
金属表面技術協会	5.22-5.24	1.塗装鋼の大気腐食に関する研究(結報)	腐食防食
日本材料学会	5.23	1.S4SC材の-55°Cにおける疲れ挙動	疲れ試験部
日本R.I協会	6.17-6.19	1.β線核種のマイクロラジオグラフ像について	原子炉材料

◆短 信◆

●人事異動

昭和49年3月31日付

退職 管理部庶務課長

野口栄一(日本原子力船開発事業団総務課長)

昭和49年4月1日付

配置換 管理部庶務課長
管理部会計課長

田井直照(管理部会計課長)
後藤祥男(管理部材料試験業務課長)

併任 管理部材料試験業務課長 榎原賢二(管理部長)

●海外出張

渡辺亮治 原子炉材料研究部長

核融合炉の技術に関する第1回会議および調査見学のため昭和49年4月9日から昭和49年4月27日までアメリカ合衆国へ出張した。

●所内公開

昭和49年度科学技術週間(昭和49年4月15日(月)-4月21日(日))行事として、4月18日(休)13:00~17:00に所内公開とスライドパネル展示による研究業務の紹介を行ないます。

通巻 第184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)