

金材技研

1974

科学技術庁

NO.2

ニュース

金属材料技術研究所

スカイラブ実験

アメリカのNASAによりポストアポロ計画の第一段階として行なわれたスカイラブ計画は、本年2月をもって8ヶ月にわたる宇宙での実験を終了した。スカイラブは、高さ435kmの円軌道にのった重量約100トンの宇宙実験室である。乗員は普通の服装で作業をしたり休息でき、また実験室の床も功妙な仕組になっていて自由に歩きまわることができる。スカイラブでの実験計画は、(I)医学、生物学実験、(II)太陽、宇宙空間観測、(III)地球観測、(IV)材料実験の4分野に分けられる。(III)の地球観測のなかには、日本近海の海洋調査、日本列島の気象におよぼす山岳地帯の影響を調べることなど日本に関連のある実験も含まれている。

軌道上を運行するスカイラブの中では、無重量状態が実現されるから、液体は表面張力によって球体となって浮遊し、熱対流や浮力は消滅する。このような条件は、種々の材料実験に対し、地上では得られない独特なものとなる。NASAでは早くから宇宙空間における材料実験について構想を練り、数項目の実験計画をすすめていたが、外部の研究者に対しても装置を利用してもらうことを考え、わが国に対しては科学技術庁を通じて昭和46年末に実験参加の呼びかけがなされた。当所はこれにこたえて、多目的電気炉を利用する「シリコンカーバイドウィスカー強化複合金属の製造実験」を昭和47年4月に提案した。この提案はNASAにより採択され、同年7月に科学技術庁とN

ASAとの間に正式の契約文書がかわされ、実験が行なわれるようになった。当所では、**特殊材料研究部**を中心として研究チームが編成され、直ちに試料作製にとりかかり、同48年2月実験用試料素材の作製を終り、NASAへ送付した。試料は同年5月打上げられたスカイラブに搭載されて宇宙へ送られた。そして9月16日に実験が行なわれた。試料は10月1日にNASAのマーシャル宇宙センターへいったん戻されて検査ののち、現在当所に保管され、解析がすすめられている。

実験用試料は、銀の微粒子中にシリコンカーバイドひげ結晶を粉末冶金的な方法で均一に分散させ、高温で焼結させたものである。この素材を無重量下のスカイラブの多目的電気炉で、銀の溶融温度よりも高温に加熱、一定の圧力を負荷し、密度を高めたのち冷却凝固させる。以上の過程は、熱対流と浮力の作用が全く欠如した状態で行なわれるから、地上では得られない性質をもった材料が得られるであろうというのが我々の実験の考えである。

さらに、第2回の実験は第1回と少し実験条件をかえてスカイラブ計画の最終段階で行なわれたが、その資料の当所到着は本年2月の予定である。なお、実験資料の分析結果は、本年5月、NASAのマーシャル宇宙センターで発表される予定である。

マグネシウム的高温強さにおよぼすランタンおよびセリウム添加の影響

La, Ce などの希土類元素を含む Mg 合金は高温における機械的性質および耐クリープ性が良好であるといわれているが、その与える影響の詳細については明らかにされていないのが現状である。

非鉄金属材料研究部では、Mgの強化に対する希土類元素の影響を明らかにするため、LaおよびCeを、それぞれ、単独に添加した場合の機械的性質におよぼす効果を引張試験によって検討した。

Mg-2.2%La合金およびMg-2.65%Ce合金について、それぞれ、最大強さが得られるような状態に時効処理を施し、引張強さ、耐力および伸びと、試験温度との関係を求めた。その結果を図1および図2に示す。なお、比較のため、図1には市販純Mgの結果も付記した。いずれの試料においても、引張強さおよび耐力の値は、試験温度に対して、ある遷移温度を境として、2本の直線とむすばれる。これらの遷移温度は、LaあるいはCeを添加することによって、市販純Mgのそれより高温側に移行するが、移行の程度はLa添加よりCeを添加した方が大きく、高温性質の改善に効果的である。

この遷移温度の存在は、低温側と高温側で、変形の様相が異なることを示す。組織観察および真応力-真ひずみ曲線の解析などにより変形の機構

を検討した結果、低温側では、変形初期の段階において、まず底面 $\{0001\}$, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ によって析出物の周りに転位環を残しながら変形が進み、後期の段階においては、析出物の周りに堆積した転位環のバックストレスによって、非底面 $\{10\bar{1}0\}$, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, および, $\{10\bar{1}1\}$, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ が活性化されることがわかった。

遷移温度以上の高温側の変形機構は、全体としては、おもに粒界 $\{111\}$ と、粒界近傍に生じた無析出帯の変形に依存していると考えられる。Mg-La系およびMg-Ce系合金では、それぞれ、析出の状態は異なるけれども、変形の様相は変わらないようである。

Mg-La系およびMg-Ce系合金の時効処理による強化は、低温側では、市販純Mgと比較して、析出による効果として現われている。さらに、高温側になるほど、その効果は顕著に認められ、例えば、200°Cでの試験において、Mg-Ce系合金の引張強さおよび耐力の値は、市販純Mgのそれと比較して、3.5倍程度向上する。

この合金系で、粒界での析出状態の制御と、粒界近傍に生じる無析出帯をなくするような操作ができれば、さらに高温強度を向上させることが期待される。

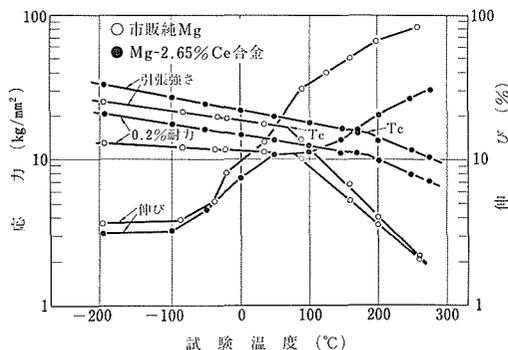


図1 市販純MgおよびMg-2.65%Ce合金の引張性質と温度との関係。(Mg-2.65%Ce合金は溶体化処理後、275°Cで1時間の時効処理をした)

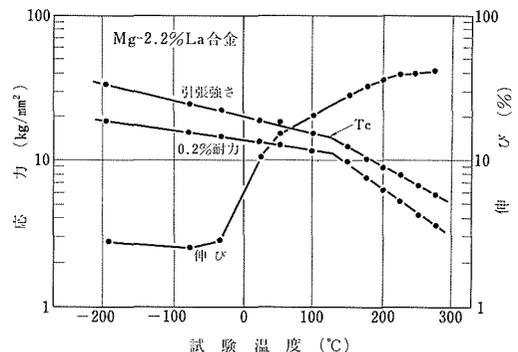


図2 Mg-2.2%La合金の引張性質と温度との関係。(Mg-2.2%La合金は溶体化処理後、275°Cで1.5時間の時効処理をした)

W-Cr-Pd焼結合金の耐酸化性

金属元素中で最高の融点(3410°C)をもつWは1000°C以上でのすぐれた高温強さのために超高温用構造材料として期待されているが、耐酸化性が欠如しているので大気中では使用できない。そこで、耐酸化性をもつW合金を得ようと多くの研究が行なわれてきたが、残念ながら実用に耐えうるものはまだ開発されていない。この種の合金の中ではCrを含むものが最も有望であることが以前から知られていた。しかし、Wの高い融点と高温におけるCrの大きな蒸気圧のために溶解、粉末冶金いずれの方法によっても均一なW-Cr合金を得ることが困難なため、その開発は行なわれなかった。ところが、最近、WにPdやNiなどを少量添加するとこれまで3000°C近くを必要としていたWの焼結温度が著しく低下できることが知られ、この現象を活性化焼結とよんでいる。そこで、特殊材料研究部では活性化焼結法を適用してW-Cr合金を調製し、その耐酸化性を検討した。

原料金属としていずれも純金属粉末を用い、10~20%Crと0.1~2%PdあるいはNiを含むW合金を粉末冶金法で調製したが、これらの合金はすべて1200~1500°Cの温度で焼結可能であった。しかし、得られた合金の均一性はPdの方がすぐれている。Ni添加の場合には素地金属中にCr濃度の高い相が混在しており、焼結温度やNi添加量を高めても均一相を得ることは困難であった。そこで、まず、W-20%Cr合金について活性化焼結剤とし

てのPd添加量が酸化特性に如何に影響するかを求めた。結果を図1に示す。明らかにPd添加量と共に酸化速度は遅くなり、1~2%Pdで耐酸化性が得られる。X線マイクロアナライザによる線分析と特性X線像の観察から、Pdを1%以上添加するとCr₂O₃単体の緻密な保護酸化被膜が形成され、素地金属中にはPdが存在することが知られた。そしてこの酸化被膜は大気中1000°Cで300時間まで加熱しても安定であった。そこで次にCrを低めたW-10Cr合金を、活性化焼結剤として1%Niおよび1%Pdを用いて調製して酸化特性を比較した。その結果は図2のごとくで、Pdの効果は著しいがNiを使用するとかえって酸化速度が高まり、その酸化生成物は、Pdの場合とは異なっていて、Cr₂O₃だけでなくCrとWの複酸化物とW酸化物が共存していた。

ところで、一般に、白金族元素はWの酸化を高めることが報告されており、PdはPtとならんでその作用が大きい。しかしPdやPtと同じ8族元素の中でNiはそのような作用を示さない。ところが、上述したように、W-Cr合金に対してはPdとNiによってもたらされる酸化特性は全く逆になっている。その原因は合金表面に形成される酸化被膜の組成や緻密性の相違によるものである。すなわち、Pdは酸化初期に形成されるCr₂O₃被膜の緻密性を促進する作用をもっているため、その後のWの酸化が著しく阻止されるのである。

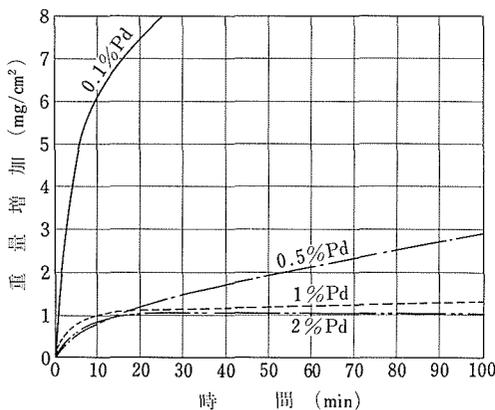


図1 1000°C-1気圧酸素中でのW-20%Cr-Pd合金の酸化特性

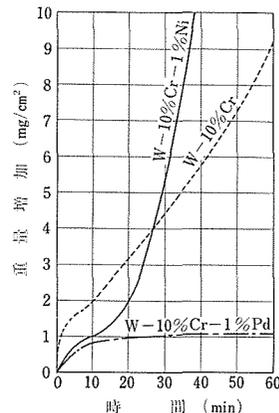


図2 1000°C-1気圧酸素中でのW-10%Cr合金の酸化特性におよぼすNiとPdの影響

【特許紹介】

バッチ方式によるアルミニウム及びその合金の硬質陽極酸化の高速化方法

公告番号 昭48-13221 昭和48年4月26日公告
特許番号 第705694号
発明者 腐食防食研究部
福島敏郎, 福田芳雄

この発明はアルミニウムまたはその合金を弱酸性水溶液中の直流電解により陽極酸化し、材料の種類による影響をほとんど与えることなく表面に堅ろうな着色皮膜を高速で生成させる方法である。

電解質は pKa 1.85～3.90の弱酸で、マロン酸、マレイン酸、酒石酸、リンゴ酸、クエン酸、乳液が適当であることが確認されている。この電解質の水溶液中で、浴温を30～70℃にして6～100 A/dm²の高電流密度で陽極酸化を行なう。水溶液の濃度、浴温及び電圧上昇速度を適当に制御する必要があるが、電解中に発生するジュール熱を浴温の調節に利用し、電解液の加熱冷却装置は簡単ですむ。皮膜は多孔度が小さく、硬さもHv400以上の硬質性を発揮する。

この陽極酸化法は、つぎに示す実施例のように良好な結果が得られる。

[実施例]

電解液 マロン酸2.0モル/ℓとクエン酸 1.0モル/ℓの混合水溶液、浴温50℃

電流密度 100A/dm²

電解時間 3分、初期電圧15V、最終電圧80V
各種のアルミニウム合金板を陽極とし、純アルミニウム板を陰極として陽極酸化を行なった。

6063合金例の皮膜の性質はつぎのとおりであった。

皮膜の厚さ 70μ 皮膜生成速度23μ/分

微少硬さ Hv435、耐食性(FACT値)6000以上

皮膜の表面色 ごく暗い黄赤(JIS Z8723による)

粉粒体供給装置

公告番号 昭48-23635(昭和48年7月14日)
特許査定 昭和48年10月19日
発明者 技術課, 製錬研究部
伊野口育雄, 尾沢正也, 鈴木信安

この粉粒体供給装置は粉粒体の貯槽内に生ずる架橋現象および架橋現象が消滅する時に発生するフラッシングを防止し、定量性の優れた粉粒体の供給を行なうもので、貯槽底部の粉粒体流出口下部に混合室を設け、その側面に輸送気体の出入口、その一方に連結した絞り弁及び他方の出入口に取付けた周期的開閉機構をもつ開閉弁から構成されている。

この粉粒体供給装置を示す図において、1は粉粒体、2は貯槽、3は粉粒体流出口、4は混合室、5は絞り弁、6は開閉弁、7は周期的開閉機構である。加圧された輸送気体源8を絞り弁の一次側に連結し、開閉弁6を周期的に開閉させると、絞り弁を通して混合室内へ導いた輸送気体の圧力が脈動する。これにより混合室と貯槽の圧力差により流出口に輸送気体の往復流が生じ貯槽の架橋現象及び流出口の閉そくを防止するので粉粒体を定量的に供給できる。構造的特長として貯槽下部へ簡単な付加装置をとりつけるだけであり、故障が少なく、故障の応急措置も比較的容易になる。

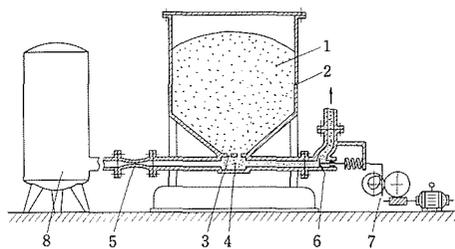


図 粉粒体供給装置

◆短 信◆

●人事移動

昭和48年12月17日付

併 任 材料強度研究部長 河田和美(所長)

昭和49年1月20日

死亡退職 材料強度研究部長 福本 保(休職中)

●海外出張

小沢英一 特殊材料研究部研究員

半導体の格子欠陥、不純物の研究のため、昭和49年1月20日から昭和51年1月24日までブラジル共和国サンパウロ州立カンピーナス大学へ出張した。

通巻 第182号

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)

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)