

金材技研

1973

科学技術庁

NO.2

ニュース

金属材料技術研究所

クリープの形状寸法効果

構造部材はその形状寸法の相違によって強さに差異があるといわれており、これを明らかにするため種々な形状寸法の試験片を用いて強さの研究が行なわれている。しかし、クリープの形状寸法効果については研究がまだ十分とは言い難いようである。現在、構造物の設計に際しては、一般に標準の形状寸法の試験片より得られたデータに安全率を掛けて設計値を得ているが、構造部材またはそれをモデル化した試験片についてのデータが得られれば、より有効な設計ができると考えられる。

そこでクリープ試験部では、クリープにおける形状寸法効果の基礎的資料を得るために、まず簡単な形状の試験片について研究を進めている。

材質の均一性および等方性を検証した低炭素鋼を供試材（AおよびB）として、種々の形状寸法の大型板状試験片（平行部距離 $L_0=60\sim 180\text{mm}$ 、板幅 $b_0=30\sim 60\text{mm}$ 、板厚 $t_0=2\sim 30\text{mm}$ ）を使用して、主として L_0 および t_0 を変えて、それらのクリープ破断時間、伸び、絞りおよび破断様式への影響を調べ、丸状試験片の場合を参考にしながら、形状寸法効果について検討した。

板状試験片は L_0 、 b_0 および t_0 の値によって種々の破断時間、伸びおよび絞りを示した。すなわち、 b_0 が一定の試験片の場合、破断時間に対しては t_0 よりも L_0 が大きな影響を与えたが、伸びおよび絞りに対しては t_0 の影響が大きかった。 L_0/\sqrt{A} (A : 断面積) を変数として破断時間について実験結果

の整理を試みたところ、図に示すように一つの曲線で整理されることがわかった。なお、板状と丸状試験片とでは、 L_0 および A を等しくしても、その破断時間は等しい値を示さなかったので、 L_0/\sqrt{A} であらゆる断面形状の試験片の破断時間を整理することが困難な場合があることもわかった。

板状試験片の破断部近傍の様相を写真に示す。 $b_0/t_0 > 10$ の板状試験片で、最小クリープ速度が大きい場合、引張軸に対して傾き (θ) を示す破断がみられ、 θ の値は約 60° であった。

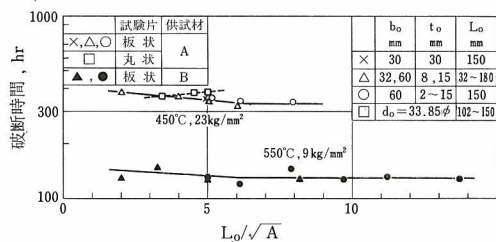
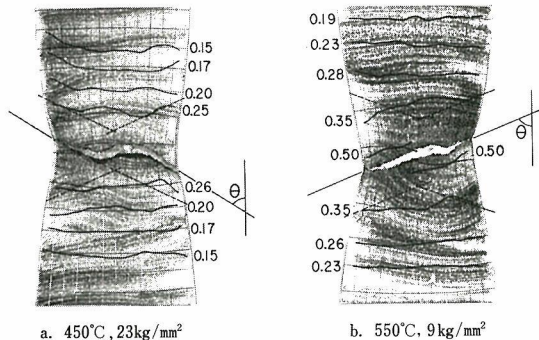


図 L_0/\sqrt{A} と破断時間の関係



a. 450°C, 23kg/mm²

b. 550°C, 9kg/mm²

写真 板状試験片の破断部近傍の変形の様相 ($b_0=60\text{mm}$, $t_0=3\text{mm}$)

タングステンの電気泳動析出

電気泳動析出法は非常にフレキシブルな被覆技術で、広く利用される可能性がある。すなわち、類似の被覆法として広く行なわれている電気めっき法と比較すると、この方法はすべての固体物質を単独でも複合でも被覆でき、析出速度が極端に大きく、しかも電流は少なくすみ、不規則な形状の素地に対しても厚さが均一でかなりの厚さの析出が得られる等の利点がある。

方法は水溶液あるいは非水溶液中に被膜物質のコロイドもしくは準コロイド粒子を懸濁させ、被覆素地をいずれか一方の電極として直流電場をかけその表面に粒子を電気泳動析出させるものである。この場合、粒子の電極への移動すなわち電気泳動現象はコロイド粒子と媒質との間に生ずる界面動電位によるものであるが、粒子間の強固な結合あるいは電極への密着は同時に析出するバインダーに依存している。

そこで特殊材料研究部ではアルギン酸アンモニウム水溶液を分散媒として用い、この中に直径0.5 μ のW粉末を懸濁させた液から、数ボルトの直流電場を適用することによりCu陽極上にWを析出させる方法および析出したWの焼結性について検討し、焼結密度が理論密度の90%以上のものを得ることができた。Wの析出状態の良否および乾燥後の割れの程度は、アルギン酸アンモニウム水溶液の濃度と懸濁W粉末の濃度により大きく影響されるのでその最適条件を求めた。すなわちアルギン酸アンモニウム水溶液の濃度は2~3%、そしてその中にW粉末を10~30%懸濁させた場合が最

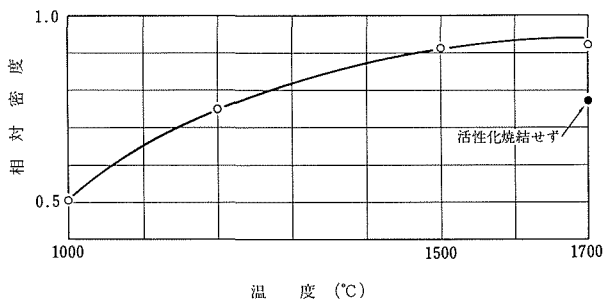


図2 Wの密度におよぼす焼結温度の影響 (焼結時間7hr)

も理想的である。また析出物の膜厚をコントロールするためには単位時間当りの析出量をコントロールする必要がある。ここで析出量を左右するのは析出にあずかるW粉末の数と大きさおよびその泳動する速度である。すなわち析出量の大小は、懸濁W粉末の濃度と析出(泳動)電流によりきまり(図1)、粒子の泳動する速度は与えられた直流電場の強さにより主に規定されるものである。これらと膜厚との関係を求めることにより析出膜厚のコントロールを可能とした。

乾燥した析出物はH₂気流中高温で焼結する。析出物の組成(W粉末とアルギン酸アンモニウムの混合比)は懸濁液の組成によりいくらか異なるが、焼結密度にはほとんど影響を与えないことを確めた。また、Wの粉末冶金で通常行なわれている室温プレス後焼結する方法において効果が認められているNi活性化焼結剤の添加はこの方法においても全く同様にその影響は大きく、たとえば活性化焼結を行なわない場合には1700°C、7hr H₂中での焼結により、理論密度の80%にも達しないものが行なった場合は同一条件で理論密度の90%を超えることを示した(図2)。

従来WあるいはMoのような金属は水溶液から電気泳動析出されることはなかったが、この研究ではアルギン酸アンモニウムの水溶液中よりW粉末を析出させたもので、実験室的には一応の成果を得たものと考えられる。

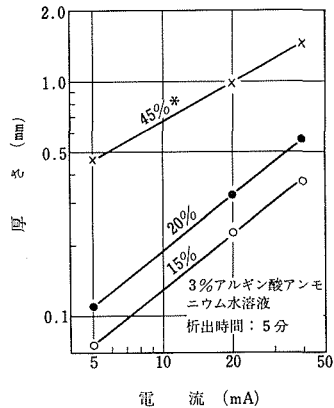


図1 析出電流と析出厚さとの関係 (*数字は懸濁液中のタングステン粉末の濃度)

粉末圧延法によるチタン薄板の製造

最近、粉末冶金法による焼結チタン部品の製造に関する研究が積極的に行なわれている。その理由は粉末冶金法によれば、(1)製造工程の短縮、(2)歩どまりの向上（特にチタンのように原材料が高価な場合には有効である）、(3)製品価格の低減など数多くの利点が期待されるからである。現在まで冷間圧縮-焼結法、Isostatic法、放電焼結法、Hot Press法およびHot Forging法による製造研究がなされており、密度比100%の焼結体の機械的性質は溶製材とほぼ同様であり、十分実用できることが確かめられている。このように機械部品としての製造研究は数多くみられるが、チタン粉末から直接薄板をつくる粉末圧延法に関する研究報告は余りみられない。

製造冶金研究部では粉末圧延法によってチタン薄板を製造することを目的として、圧延時の諸条件がグリーンシートの厚さ、密度に、また焼結条件、圧延率などがシートの密度、かたさおよび機械的性質にあたる影響について詳細な研究を行ない、満足する薄板を製造するための条件を明らかにした。実験に用いたチタン粉末はTiCl₄をNaで還元後、粉碎したものでその酸素量は0.10%である。圧延は横型の粉末圧延装置により、ロール直径300mm、面距離336mmのものである。図1は圧延時における粉末の横逃げを防ぐためにロール側面にサイドプレートを取りつけ、ロールスピード(6r.p.m)粉末供給量(16g/sec)を一定として、

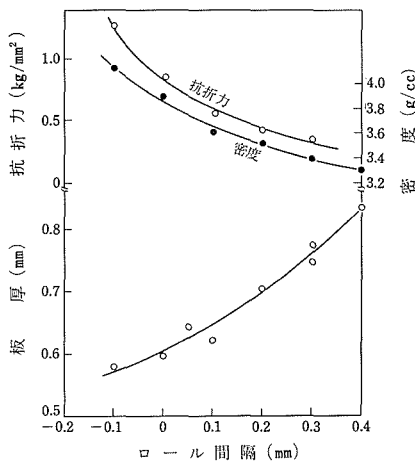


図1 ロールスピード、粉末供給量を一定とし、ロール間隔を変化した場合に圧延板の板厚、密度にあたる影響。

ロール間隔がグリーンシートの密度にあたる影響をみた結果の一例である。図にみるようにロール間隔が小さくなるにつれて、密度は高くなり、板厚は薄くなるが、この傾向は現在まで研究を行ってきたステンレス鋼、モリブデンおよびタングステンと同様である。ロール間隔が-0.1mmになるとグリーンシートの両サイドにクラックが発生し、逆にロール間隔が0.4mm以上になると板厚、密度いずれも不均一となり、脆弱で手でとりあつかうことはむずかしい。

ロール間隔0および0.1mmで圧延したシートを真空中(3~6×10⁻⁵mmHg)で、焼結温度、焼結時間が、焼結板の密度にあたる影響を調べたのが図2である。焼結温度が高くなるほど、時間が長くなるほど焼結板の密度は増加し、1300°C、60分焼結した焼結板の密度は4.0g/ccである。このシートを冷間圧延したときの圧延率と密度との関係は図3であり、圧延率の増加につれて密度は急激に増加し、50%の圧延率で密度比100%に達している。この圧延板を真空中(1×10⁻⁵mmHg)、700°Cで30分焼鈍したのちの焼結板の引張り強さは39~40kg/cm²、伸びは20~25%であった。現在、本法によって製造した圧延板の化学的耐食性ならびに大量生産を行なうための焼結時の雰囲気について検討を行なっている。

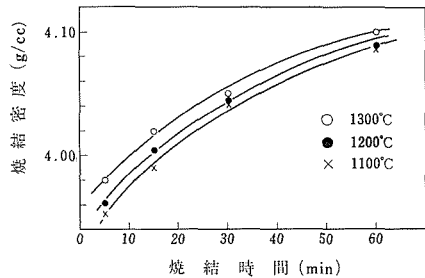


図2 焼結温度、時間が密度にあたる影響。

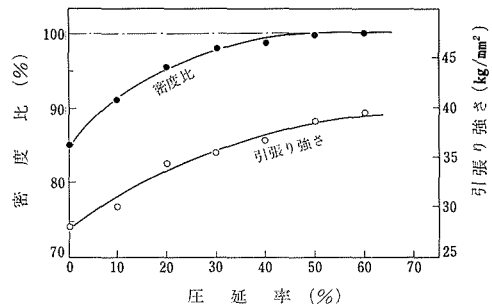


図3 圧延率と密度比との関係。

【特許紹介】

多孔質青銅合金粉末の製造法

特許出願公告 昭和47-24864

公告日 昭和47年7月7日

この発明は、見掛け密度が低く、しかも圧縮性、成形性のすぐれた多孔質の青銅合金粉末を製造する方法を提供するものである。

青銅合金系の焼結体は、銅粉とすず粉との混合粉を、または青銅合金粉末を成形、焼結する方法によって製造されている。前者の方法は成形性にすぐれているが組織中の閉じた空孔が空孔全体の約20%を占め、含油軸受に用いた場合の含油率が低い。また焼結温度が適当でない場合には組織中に未合金化部分が残る機械的性質も劣化する。後者の方法は近年噴霧法で製造できるようになった青銅合金粉末を用いたもので組織中の閉じた空孔を約5%以下にすることができる。しかしこの青銅合金粉末は見掛け密度が約2.9g/ccで成形性に劣る。本発明は粉末自体を多孔質にすることによって見掛け密度を2.2~2.0g/ccに下げ、成形性、圧縮性を向上させ、閉じた空孔が著しく少ない多孔質青銅合金系焼結体を得ることを可能にした。

本発明方法は、次の三つの過程からなる。(1)溶融した青銅合金に可燃性無機物質を1.5%以下添加し、これを液体噴霧装置(特許第552253号)等

の噴霧法によって粉末にする。(2)この粉末を600~850°Cに加熱して急冷組織から回復させるとともに粒界に析出した添加物質を酸化し粒界から飛散させて多孔質粉末とする。(3)酸化状態にある多孔質粉末を530~570°Cで1時間以上加熱して還元する。

図1には本発明の過程における青銅合金粉末の組織変化を示した。(a)は噴霧法により得た粉末で急冷組織である。(b)は急冷組織から回復し添加物質が粒界に析出した粉末。(c)は析出した添加物質が酸化して飛散し多孔質となった粉末である。

図2には本発明方法で製造した青銅合金粉末の圧粉体と市販の青銅合金粉末の圧粉体のラトラ試験による成形性を比較して示した。

本発明によって得られた青銅合金粉末は、含油軸受その他多孔質焼結体に適する金属粉末としての用途がある。

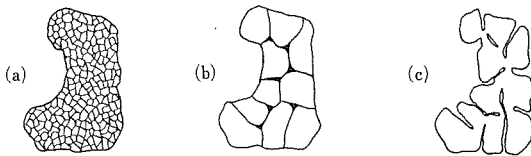


図1

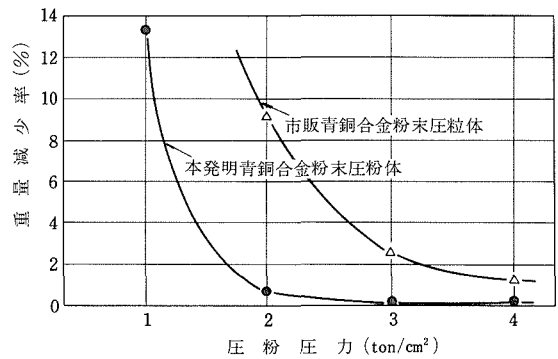


図2

◆ 短 信 ◆

○人事異動 昭和48年1月16日付
 昇任 管理部長 柳原賢二(管理部長庶務課長)
 併任 管理部長庶務課長 柳原賢二(管理部長)
 退職 管理部長 剛崎章二

昭和48年2月1日付
 採用 管理部長庶務課長 野口栄一(日本原子力船開発事業団総務部経理課長)
 併任解除 管理部長庶務課長 柳原賢二(管理部長)

○海外出張
 特殊材料研究部、特殊材料研究室長高橋仙之助は、「スカイラフA計画の実験および材料開発研究会議」出席のため昭和48年2月6日から2月19日までアメリカ合衆国へ出張した。

通巻 第170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)