研究

焼結NKS金属磁石の性質に及ぼすボロン, 燐, チタニウム, チタニウム添加の影響及びAlの歩留について*

角尾 敏彦**・中鉢 光雄**・藤山 俊尚**

Toshihiko Tsunowo, Mitsuo Chubachi, and Toshitaka Fujiyama: The Effect Produced on the Property of the Sintered NKS Permanent- Magnets by Addition of Boron, Phosphorus, Zirconium and Titanium; and the Yield of Aluminum.

Studies were made, in order to improve the magnetic property of the sintered NKS permanent-magnets by using vacuum sintering technique, of the effect produced on it by addition of the above mentioned agents, to find their magnetic property, sintered density, hardness, dimensional changes, and microstructure. The addition of the above mentioned elements improves the quality of the sintered NKS permanent-magnets remarkably. The addition of boron or phosphorus causes grain growth in the structure of the magnets, and an eutectic structure appears in the grain boundary when the boron or phosphorus is added to excess in quantity. This grain growth scarcely appears in the structure by the addition of titanium but does appear when zirconium is added.

The yield of aluminum is 90~95% when 8~15% (wt) of aluminum is added, and increases straightly with the quantity of aluminum. Accordingly the loss of aluminum is 10~15% (wt). The lost of aluminum has mostly changed into aluminum-oxide by sintering process in low vacuum and remains as such in the magnets, but vaporizes by sintering process in high vacuum.

I 緒 言

粉末冶金法に依る焼結金属磁石は、欧州、米国では相当量使用され、小物は殆んど粉末磁石と聞いている。最近では磁場冷却を必要とする高級なものも量産化されているが、国産品は、殆んど見当らないのが現状である。

製造法としては、原料に合金磁石粉末、成分元素粉末、成分元素中 Al を母合金粉末として使用する3方法が考えられるが、成型性、Al の酸化等の問題があり、第3番目の方法で普通行われる。焼結の雰囲気としても、水素又は真空が使用されている。我々は、原料に Fe-Al の母合金粉末を使った方法で、真空焼結を行い、焼結に於ける Al の歩留及び B, P, Zr, Ti 元素の添加の影響を検討し、結果が得られたので以下に報告する。

II 実験方法

使用した原料は、Fe, Ni, Co, Cu に単体金属粉末、

その他は Fe-Al (50.5%), Fe-B (16.3%), TiH_2 , ZrH_2 の合金粉末、燐は Fe-P (22.6%) と赤燐の2種を使用した。粒度は -250mesh のものである。材質は NKS-3 (8%Al, 14%Ni, 24%Co, 3% Cu, 51% Fe) と NKS-IDA (11%Al, 23%Ni, 8.5%Co, 3.5% Cu, 0.5% Ti, 53.3%Fe) で、前者は磁場冷却効果のある異方性磁石である。NKS-3 には B, P, Zr, Ti, NK S-IDA には B, P の添加の影響を検討した。添加元素量(%)は B; 0, 0.03, 0.06, 0.08, 0.1, 0.5, P; 0, 0.06, 0.1, 0.3, 0.5, 0.8, 1.1, 1.5, 2.0, 3.0, Zr; 0, 0.8, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 5.0, Ti; 0, 0.25, 0.5, 0.75, 1.0, 1.5, 2.0 の如くで、Al の歩留を考慮して配合し、mixer で混合した粉末を、 $6t/cm^2$ の圧力で約 $20\phi \times 10mm$ に成型後、Photo. 1 に示す真空焼結炉を使用し、 $1300^\circ C$ で 1~3 時間焼結後、加工、熱

*昭和34年度粉末冶金技術協会東京及び仙台大会にて発表

**住友金属工業 K・K・電磁気材料事業部

Photo. 1 Vacuum sintering furnace used.

処理を行った。尚添加元素の量が多くて、 1300°C で熔けるものは 1250°C で2時間焼結した。測定を行ったものは、これ等の試料についての収縮率、密度、磁性、硬度、顕微鏡組織である。尚電子顕微鏡写真以外の組織は10%硫酸中で電解腐蝕したものである。Alの歩留は、上記の材質について行った。Alの量を変化させ、 $6\text{t}/\text{cm}^2$ で成型後、 1250°C 、 1300°C 、 1350°C 、 1400°C で1.0、2.0、3.0、4.0時間焼結し、Alを分析して歩留を計算した。焼結に際しての真空度は調節する事は困難で、加熱時のガスの放出等があり、

焼結温度保持中で $10^{-1}\sim 10^{-2}\text{mmHg}$ の範囲であつた。

III 実験結果

1. Alの歩留について

Alは酸素との親和力が非常に強く、水素中焼結では、純度が露点で少くとも -60° は無いといけなと云われている。従って真空焼結で行っている所も多い。実験結果は Fig. 1 に示す如くで、添加 Al が8~15%の範囲では直線的な傾向にあって、大体、歩留は90~95%である。勿論この歩留は、成型圧を一定とすれば焼結条件、及び真空度、原料等に依って変化する事は充分考えられるが、原料を一定とすれば、焼結条件より真空度の高低に依って大いに左右される。焼結条件の差では極度には変らない様である。

Alは高真空になると蒸発し、低真空になると酸化されて Al_2O_3 となり、Alの歩留が悪くなる。従って適当な範囲の真空度が当然考えられるべきで、定性的であるが、実験から得た真空度とAlの歩留は、Fig 2の如くになると思われる。焼結前に Green の中にある原料からの Al_2O_3 は、還元出来ないの、当然最後迄残る。最適条件では Green 中の Al_2O_3 のみが焼結後に残り、添加 Al の歩留が100%となるが、真空度の調整が出来ない為、実験上無理である。Fig 2

Without boron

+0.08% B

+0.1% B

+0.5% B

Photo. 2 Effect of boron on microstructure ($\times 300$) of the sintered NKS-3 magnet with 1.5% titanium addition.

Fig. 1 The yield of Aluminium of the sintered NKS magnets.

Fig. 2 The Yield of Aluminium and the degree of Vacuum.

からわかる様に同一の Al の歩留を示す点は、高低両真空側に存在するが、後者の場合は、 Al_2O_3 となって焼結体中に残り、磁性を悪くするので望ましくない。従って焼結真空度は、Al が酸化されて Al_2O_3 とならずに、Al の歩留の多い点を選ぶべきで $10^{-2} \sim 10^{-3}$ mmHg の範囲の様である。この範囲は炉の設計、装入量、成型圧力等にも影響されるので一概には云えない。最終製品で Al_2O_3 が 1.0% 迄は磁性に問題ないと云われているが、焼結後の熱処理でも Al_2O_3 の増加はあり、焼結密度の低いもの程多い。

2. B 添加の影響

F. Frehn & W. Hotop に依れば、B を添加する事に依り磁性を改善すると云われている。即ち酸素と結合し B_2O_3 となって真空中で焼結体から蒸発し、Grain は Growth を起して大きくなり、Fig. 3~5 に見られる如く、Ti 1.5% を含む NKS-3 に対して B は有効に働いている。焼結は $1300^\circ C$ で 3 時間行ったものである。磁性は B; 0.06~0.08% 附近で最高値が得られている。B; 0.5% にもなると Photo. 2 に見られる如く、Grain boundary に B を含んだ共晶と思われる析出物が現われ、磁性も悪くなっている。Grain も Growth を起して粗大化し、密度も増大している。寸法変化は、直径方向（成型時のプレスに対して直角方向）は B; 0.03~0.1% で収縮が最大で 0.5% では少なくなっている。高さ方向（プレス方向）は、B の少量の添加で急に収縮が多くなり、0.5% では更に増大する。

Fig. 3 Magnetic properties and added Boron of the sintered NKS-3 magnet with 1.5% Titanium addition.

Fig. 4 Sintered density, dimensional change and added Boron of the sintered NKS-3 magnet with 1.5% Titanium addition.

Fig. 5 Hardness and added Boron of the sintered NKS-3 magnet with 1.5% Titanium addition.

プレス方向と直角方向で、収縮の傾向が異っている事が云える。又その量も高さ方向が大である。硬度は B の添加でわずかに増大する。

次に NKS-IDA についても NKS-3 同様、 $1300^\circ C$ で 3 時間焼結したが、B; 0.5% のものは、形状が、つづみ型になった。結果は Fig. 6~8 の如くで、傾向は NKS-3 の場合と全く同様であるが唯、磁性、密度の最高値が、B; 0.03~0.06% で現われている。Photo. 3 は、その組織を示すもので Grain Growth が起り、B; 0.5% では B を含んだ共晶組織と思われるものが析出している。尚 B は焼結体を分析の結果残留していた。以上の様な B の効果は、脱酸作用に依り、粉末粒

Fig. 6 Magnetic properties and added Boron of the sintered NKS-IDA magnet.

Fig. 7 Sintered density, dimensional change and added Boron of the sintered NKS-IDA magnet.

Without boron

+ 0.06% B

+ 0.1% B

+ 0.5% B

Photo. 3 Effect of boron on microstructure (x300) of the sintered NKS-IDA magnet.

Fig. 8 Hardness and added Boron of the sintered NKS-IDA magnet.

子間の反応を促進させ、更に Grain boundary にBを含んだ熔融点の低い液相の発生に依り合金化が進行するものと考えられる。

3. P添加の影響

焼結金属磁石に対するP添加の影響については、文献は見当たらないが唯、梶山、信太両氏に依る「Fe-AI-Ni-Co-Cu 焼結磁石の性質におよぼす微量 燐添加の影響があるのみである。吾々は NKS-3 及び Ti0.3%を含む NKS-3, NKS-IDA について、P を Fe-Pの母合金粉末として添加し、その効果について検討した。更に NKS-3 には、P を赤燐粉末として添加した場合についてもその結果を得た。焼結温度は1300°Cで時間は NKS-IDA は1.0時間、NKS-3については2時間であるが、赤燐粉末添加のときは3時間とした。尚NKS-3では、P;1.5, 3.0%添加では試料が熔融するので、1250°C で2時間の焼結を行った。NKS-3に対する赤燐粉末の効果は Fig. 9~10 に示される如

Fig. 9 Magnetic properties and added red phosphorus of the sintered NKS-3 magnet.

Fig. 10 Sintered density, dimensional change, hardness and added red phosphorus of the sintered NKS-3 magnet.

くで、Fig. 9は、磁性と添加P量、Fig. 10は、密度、硬度、収縮と添加P量との関係を示すものである。磁性は添加P量と共に向上し、約0.5%で最高となり、0.8%では低下の傾向にある。密度は、P; 0.3%の添加で最高で、約7.0(g/cc)が得られた。収縮は、直径方向は添加P量と共に漸次増大の傾向にあるが、高さ方向は、0.3%附近で最大となる。硬度は、ロックウェル硬度、微小硬度共約0.5%で最大の傾向にある。次に、NKS-3にPをFe-P母合金粉末として添加した場合の同様な関係をFig. 11, 12に示す。磁性については、P; 0.5%で最大が得られているが、Hcの最大はP; 0.3%, BrはP; 0.5%と、HcとBrの最大値が得られる添加P量が少しずれている。これはB添加の

Fig. 11 Magnetic properties and added phosphorus of the sintered NKS-3 magnet.

Fig. 12 Sintered density, dimensional change, hardness and added phosphorus of the sintered NKS-3 magnet.

場合にも云える事であるが、この試料については、はっきり表われている。収縮、密度、硬度共赤燐粉末添加と同傾向で、密度、硬度はP; 0.8%で最高値を示している。Fig. 13, 14は、Ti; 0.3%を含んだNKS-3についての結果で、前と同様にPの効果がある事を示したもので、P; 0.5%で磁性は最高値となっている。次にNKS-IDAについても、Pを添加する事に依り、同様に磁性は改善される。Fig. 15, 16に示される如く、P; 1.0~1.5%で磁性は最高である。密度は添加P量に依り向上し、1.0~2.0%では殆ど変らないが、3.0%になると減少する。収縮も増大していくが、直径方向でP; 1.0~3.0%, 高さ方向ではP; 1.5~3.0%では殆ど変化しない。これは硬度でも同様であって、NKS-3の場合と幾分異っている。この様にPを添加する事に依り明らかに磁性が改善される事が云える。Photo. 4, 5, 6, 7は以上の顕微鏡写真を示すもので、Pを添加しないものはGrainが細かく、Grain boundaryが大きい、添加量が増大するにつれてGrain boundaryが細かく、且つGrain Growthに依って、Grainが発達している。更に多くなるとGrain boundaryにPを含んだ共晶組織と思われるものが発生して、boundaryが大きくなっている。これは低熔融点の液相と思われ、Pに依る脱酸作用と、液相を界しての反応で、合金化が進行したものである。Bの場合に比し、P添加では、その量が多くて効果がある点は、Pが脱酸、液相の発生で、反応促進をする以外に、Pが適量合金化する事に依って更に磁性を向上させるのではないかと考える。尚添加Pは焼結体を分析して見ると、何%かは蒸発しているが残留しており、赤燐粉末として添加した方が歩留は悪かった。Photo. 8~11はP; 0.5%添加したNKS-3焼結金属磁石の破断面、不純物の電子顕微鏡写真である。不純物

Fig. 13 Magnetic properties and added phosphorus of the sintered NKS-3 magnet with 0.3% Titanium addition.

Fig. 14 Sintered density, dimensional change, hardness and added phosphorus of the sintered NKS-3 magnet with 0.3% Titanium addition.

Fig. 15 Magnetic properties and added phosphorus of the sintered NKS-IDA magnet.

Fig. 16 Sintered density, dimensional change, hardness and added phosphorus of the sintered NKS-IDA magnet.

の形態が多様ある事から色々なものが存在していると思われる。Photo. 8 は断面をバフ研磨仕上して、2%ブロムアルコールで腐蝕後、カーボンレプリカを、Photo. 9 はバフ研磨仕上後、2%ブロムアルコールで第1段腐蝕後、カーボン蒸着し、更に5%ブロムアルコールで第2段腐蝕を行ったもので、Photo. 10, 11 は破断面を腐蝕せずカーボンレプリカを行ったものである。

4. Zr 添加の影響

Zr は酸素との親和力の強いもので、多量に添加する場合は真空度に特に注意しなければならない。Zr は普通 Fe-Zr 合金粉末、又は ZrH_2 として添加する。Al の酸化防止、及び Al_2O_3 を還元するには ZrH_2 が良いと云われているが、詳細な発表は無い様である。 ZrH_2 は、Green を焼結する場合、 $ZrH_2 \rightarrow Zr + 2H \uparrow$ の如く分解し、活性化の水素が、Al に対しては有効に働く事が考えられる。更に Zr は合金化する外、Green 内の炭素、酸素との反応、即ち $Zr + C \rightarrow ZrC$ 又は $Zr + O_2 \rightarrow ZrO_2$ で ZrC 又は ZrO_2 となる。磁性に対して有害なる脱炭反応及び脱酸反応をするものと想像される。これも真空度の問題で、悪ければ脱酸反応のみでなく、雰囲気中の酸素と反応して ZrO_2 なる酸化物となり、 Al_2O_3 と同様に還元出来なく磁性に有害となる。従って P, B の添加に比して更に雰囲気の問題が大切である。実験での焼結条件は $1300^\circ C$ で3時間行った。Fig. 17, 18 は、Zr添加量と磁性、密度、収縮、硬度の関係を示したもので、 Hc , Br の最高磁性を得る Zr 添加量には差があるが、大体 Zr; 2.0%で最高である。密度は Zr; 2.5%の添加で最高と

なり、収縮は直径方向は Zr; 2.5% で最大である。高さ方向は Zr; 1.5% で急激に増大し、5 % 迄漸次多くなる傾向である。微少硬度は添加 P 量と共に増大していくが、ロックウェル硬度 (HRC) は Zr; 0.5% で幾分下り気味である。Photo. 12 は各 Zr 添加量のと
きの試料の顕微鏡組織である。この様 Zr に量と共に Grain が Growth して Grain が大きくなっている。しかし Zr 量が多い所では Grain boundary に Zr を含んだ析出物が見られる。しかし Zr の場合は液相の発生による焼結の促進と考えるより、脱炭、脱酸反応による Grain の Refining によるものであると考える。尚 Zr は合金内に固溶しても Hc の向上の面か

ら有利である。多量 Zr の添加になると Al と Zr の酸素に対する親和力の差が問題になるので、雰囲気調整が更にむづかしくなる。試料を分析して見ると ZrO_2 もある程度含まれていた。

5. Ti 添加の影響

Ti も Zr と同様な効果が考えられて、脱炭、脱酸反応及び Ti を磁石合金に固溶させるだけで、Hc の増大と云う点である。Patent にも出されている如く、添加量と共に Hc は増大し、Br は減少するが鑄造の場合と異って、ある添加 Ti 量の点で (BH)max 又は (Br×Hc) に最高値が得られると云う事である。Ti の効果を見る為に 1300°C で 2 時間焼結した。結

Without phosphorus

+ 0.1% P

+ 0.3% P

+ 0.5% P

+ 0.8% P

Photo. 4 Effect of red phosphorus on microstructure (×300) of the sintered NKS-3 magnet.

Fig. 17 Magnetic properties and added Zirconium of the sintered NKS-3 magnet.

Fig. 18 Sintered density, dimensional change, hardness and added Zirconium of the sintered NKS-3 magnet.

Without phosphorus

+ 0.3% P

+ 0.5% P

+ 0.8% P

+ 1.5% P

+ 3.0% P

Photo. 5 Effect of phosphorus on microstructure ($\times 200$) of the sintered NKS-3 magnet.

果は Fig. 19 に示す如くで、添加 Ti 量と共に Hc は増大するが、Br は減少し Ti; 1.5% で $(Br \times Hc)$ の最大値が得られた。 鋳造では $(Br \times Hc)$ も漸次減少するから、この点粉末冶金法に依る時は磁性を改善すると云える。 Photo. 13 はその組織を示すもので、Grain は殆ど大きくなっていないが、Grain boundary が Refining され Grain 自体の角もとれて反応が進んでいる事が云える。 以上から Ti は液相の発生に依る焼結の促進と云うよりは脱酸、脱炭、合金内への固溶により磁性が改善されるものと推察する。

Fig. 19 Magnetic propertie and added Titanium of the sintered NKS-3 magnet.

Without phosphorus

+ 0.1% P

+ 0.3% P

+ 0.5% P

+ 0.8% P

+ 1.5% P

Photo. 6 Effect of phosphorus on microstructure ($\times 200$) of the sintered NKS-3 magnet with 0.3% titanium addition.

Without phosphorus

+ 0.3% P

+ 0.8% P

+ 1.1% P

+ 1.5% P

+ 2.0% P

+ 3.0% P

Photo. 7 Effect of phosphorus on microstructure ($\times 200$) of the sintered NKS-IDA magnet.

Photo. 8 Impurities in the sintered NKS-3 magnet with 0.5% phosphorus addition are observed by electron microscope ($\times 2,000$).

Photo. 9 Impurities in the sintered NKS-3 magnet with 0.5% phosphorus addition are observed by electron microscope ($\times 2,000$).

Photo. 10 Impurities in the sintered NKS-3 magnet with 0.5% phosphorus addition are observed by electron microscope ($\times 20,000$)

Photo. 11 Impurities in the sintered NKS-3 magnet with 0.5% phosphorus addition are observed by electron microscope ($\times 20,000$)

IV 考 察

以上に述べた如く、真空焼結法に依る NKS 金属磁石に対する B, P, Zr, Ti の添加の影響を検討したが、磁性の改善に有効である事が判明した。

Zr, Ti は酸素との親和力が特に強く、真空度には注意する必要がある、脱炭、脱酸作用に依る合金化促進での磁性向上、及び Zr, Ti の固溶に依る抗磁力の増大に依って改善されるもので、液相を界しての合金促進効果は少ないと思われる。Ti, Zr は結晶粒を微細化するので、脱炭、脱酸作用での結晶の成長は殆んどなく、B, P の場合と異なる。B は微量添加の脱炭

効果に依り、結晶粒の清浄化での合金化の促進で磁性が向上するものと考え、P は 0.5~1.0% で有効に働き、B の場合より添加量が非常に多いことより、脱酸作用での結晶粒の清浄に依る合金化促進及び結晶内への固溶に依り磁性が向上し、P は Zr, Ti の如く結晶の微細化を行なわないものと思われる。

V 総 括

焼結 NKS 金属磁石には B, P, Ti, Zr, 同じく NKS-IDA には B, P を添加し、その効果を見る為に実験を行い結果が得られたので以下に述べる。

1. Ti; 1.5% を含む NKS-3 に対して、B; 0.06~

+ 0.8% Zr

+ 1.5% Zr

+ 2.0% Zr

+ 2.5% Zr

+ 3.0% Zr

Photo. 12 Effect of zirconium on microstructure ($\times 300$) of the sintered NKS magnet.

0.08%の添加に依り磁性、密度の最高が得られる。収縮率は添加B量の増加と共に高さ方向は増大するが、直径方向は B; 0.1%迄は増大しているが、0.5%では減少する。硬度もB量と共に増加するが、B; 0.5%では幾分減少する。NKS-IDA では、B; 0.03~0.06%の添加で磁性は最高値となり、密度は B; 0.03%で最高が得られた。硬度及び収縮率は NKS-3 の場合と同傾向である。

2. NKS-3 に対してPを Fe-P 合金粉末及び、赤磷粉末として添加しても有効に働き、共に0.3~0.5%の添加で磁性は最大である。密度は、前者が P; 約0.8%, 後者は P; 約 0.3%の添加で最大値 7.0(g/cc) が

得られた。収縮率は、直径方向では、漸次Pの添加と共に増大の傾向にあるが、高さ方向はP; 0.3~0.5%で最高でそれ以上になると減少する。硬度も添加P量と共に増大するが、その量が多くなると低下の傾向になる。P を Fe-P 合金粉末、又は赤磷粉末として添加しても、諸特性への影響の傾向は変わらないが、効果のあらわれる添加量が幾分異っている。Ti; 0.3%を含んだ NKS-3 に対してもPの効果は変わらず表われ、

P; 0.5%で磁性、密度は最大を示した。NKS-IDA については P; 0.8~1.5% で磁性の最高が得られた。又密度は P; 0.8~2.0%で最大で約 6.8(g/cc) であった。硬度はP添加量と共に増大するが、1.1~3.0%ではほ

+ 0.25% Ti

+ 0.5% Ti

+ 0.75% Ti

+ 1.0% Ti

+ 1.5% Ti

+ 2.0% Ti

Photo. 13 Effect of titanium on microstructure ($\times 300$) of the sintered NKS magnet.

とんど変わらない。収縮率は直径、高さ方向共P添加量と共に多くなるが、前者はP; 0.8~3.0%では変化せず、後者もP; 1.5~3.0%では変らなかった。

3. ZrはNKS-3に対して1.5~2.0%の添加で最高磁性となる。密度はZr; 2.0~2.5%で、約7.0~7.1 (g/cc)で最大であった。微少硬度はZr量と共に増大する。ロックウェル硬度(HRC)は添加Zr量と共に増加するが、Zr; 5.0%で幾分減少の傾向にある。収縮率は、直径方向ではZr; 2.0~2.5%で最大となり、高さ方向はZr量と共に多くなるが、1.5%迄が急激で、それ以上は漸次増加の傾向にある。

4. NKS-3に対するTiの影響としては、Ti添加量と共に、抗磁力は漸次増大するが、残留磁気は、

わずかに減少の傾向にあるが、抗磁力と残留磁気との積はTi; 1.5%の添加で最高値が得られた。

文 献

- 1) Claus G. Goetzel; "Treatise on Powder Metallurgy" Vol. 11, P235~264
- 2) H.R. Williams; "Notes Production of cast and Sintered Alnico Magnet" B.I.O.S Final Report No.993 Item No.21
- 3) F.Frehn and W.Hotop; Symposium on Powder Metallurgy 1954, Special Report No.58 (1956)137.
- 4) S.J.Garvin; British Patent No.668, 278. 668,278
- 5) W.Hotop; Stahl u. Eisen, 61 (1941) 1105.
- 6) 信太; 日本金属学会誌, 23 576~580 (1959)
- 7) 特許公報; 昭28-3105
- 8) 特許公報; 昭28-5653
- 9) 特許公報; 昭18-3231

文 献

抄 録

焼結銅合金の性質に及ぼす内部酸化の影響 [R. H. Seebvbm, J. W. Martin: Metallurgia, 61 (1960) 163]

内部酸化は金属とそれより卑なる金属の稀薄固溶体からなる合金を硬化するために用いられている。合金を酸化雰囲気中で加熱すれば、酸素が合金中を拡散して金属酸化物が貴金属の母相の中に微細に分散する。

この分野の仕事はキャストアロイに限られていたが、酸化に必要な時間が非常に長く、且つ均一分散が得られない。そこで焼結合金を用いた実体がOxfordで始められた。酸化処理は空气中加熱によって得られた粉末表面の酸化被膜を酸素の供給源として焼結処理の間に行なわれる。原料は0.19% Alを含むCu合金、0.38% Beを含むCu合金及びCuのアトマイズ粉である。粒度はいずれも-200メッシュである。比較のため空气中に於ける酸化処理をしていない成型品を真空中で焼結した試料を作る。各試料のビーカースの硬度試験と圧縮試験をした結果、 Al_2O_3 、及びBeOの分散のため機械的性質は向上している。更にクリープ抵抗も向上すると期待される。光学顕微鏡によれば破断面は粒界に沿っていることが知られる。これは多分粒界に酸化物が存在しているためであろう。この他合金粉末と酸化物粉末の混合したもの、及びAlとBeを含むNi合金についても同様のことが考えられる。

(坂東尚周)

Zr-C系及びHf-C系の状態図 [F. Benesovsky, E. Rudy: Planseeberichte, 8 (1960), 66]

Zr及びHfにそれぞれ炭素を混入し、ホットプレスによりZrCとHfCを作り、X線によってZrC相とHfC相の均一相の領域を決定している。その結果ZrC相の均一領域は、1400°Cに於ては35 atomic %炭素から50 atomic %炭素までである。一方HfC相の均一領域は、1550°Cに於て、37 atomic %炭素から50 atomic %炭素までである。この結果は、組織写真の結果と同様である。従来までに決定されているH-C、及びZr-C系の状態図を元にして、本研究の結果を加えた状態図を提出している。

(坂東尚周)

水銀電極を用いて電解した鉄粉末 [J. Kaloc: Metallurgia (Moscow) No.3 (1960) 5293]

水銀電極による電解鉄粉の製造を鉄塩の水溶液を用いた直接法とナトリウムアマルガムを用いた間接法の2つについて研究している。いずれも鉄アマルガムが作られるので水銀を真空炉で取り除いて鉄粉を得る。間接法は複雑且つ高エネルギーを消費する割に低収率であるため、詳細は亜硫酸鉄の直接電解にしばらくしている。得られた鉄粉は1μ程度で、0.1%の不純物を含んでいる。この電解鉄粉の圧縮性及び焼結性はカーボニル鉄粉とよく似ている。同様の方法を適用して真空技術に使用される高純度電解ニッケル粉も得ている。

(坂東尚周)