

超微粒子…粒径をそろえて磁気特性をさらに向上

——磁性体超微粒子の粒径分別法を確立——

鉄、コバルト、ガンマ酸化鉄などの強い磁性を示す物質が超微粒子と呼ばれるようなサイズ（平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下）になると、もとの塊に比べて磁氣的性質が著しく向上する。カセットテープやキャッシュカードなどは、このような超微粒子の優れた磁気特性を利用したものである。

磁性体超微粒子の性能をより一層向上させるためには、磁性材料そのものの性質改善とともに、その粒径をそろえることが要求される。しかし、従来の粒径分別法では、磁性体超微粒子の粒径を分別するのは困難であった。

機能材料研究部では、流体中を運動する磁性体粒子に磁場を作用させるとその軌跡が変化するという性質を利用して、磁性体超微粒子を効率良く粒径分別し、補集する方法を開発した。

写真1は、メタルテープ用磁性材料である鉄-

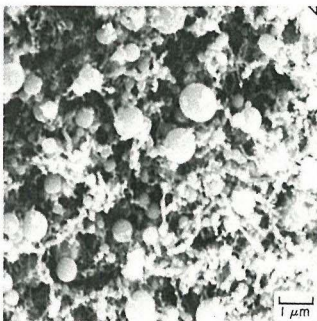


写真1 粒径分別前の Fe-Ni 合金粉末

ニッケル合金超微粒子の粒径分別をしていないものであり、粒子径は約 $0.03\sim 5\ \mu\text{m}$ の範囲にある。写真2は、同じ粉末を上記方法で粒径分別したもので、粒径分布は $0.03\sim 0.1\ \mu\text{m}$ の範囲になっており、粒径分別が効果的に行れたことがわかる。また、粒径分別したこの超微粒子の保磁力は $1000\ \text{Oe}$ （エルステッド）以上の値を示しており、分別前（ $500\sim 600\ \text{Oe}$ ）に比べて、磁氣的性質が一段と向上している。

この粒径分別法によれば、種々の磁性材料の超微粒子の粒径分別を容易に行うことができ、得られた超微粒子の使用により、磁気記録媒体の性能を著しく向上させることができるであろう。更に、従来困難とされていた特殊な合金や化合物磁性体超微粒子の製造や、それらの材料の新用途への利用などが期待できる。

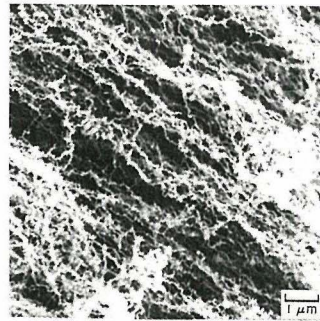


写真2 粒径分別された Fe-Ni 合金超微粒子

表面被覆層の損傷を加熱だけで修復する

——「自己修復性被覆法」の開発に着手——

自己修復性被覆法とは、表面析出させようと思う化合物の成分元素（例えば窒化ホウ素を表面析出させようと思うときにはホウ素と窒素）をあらかじめ金属中に添加しておき、それを真空中で加熱することによりその化合物を均一に表面析出させ、それで表面を被覆しようとする方法である。このような内部からの析出被覆法は、従来から行われている外部からの堆積被覆法に比較して以下のような大きな特徴をもっている。

その1つは自己修復特性である。表面の化合物被覆層が剥離した場合、外部からの堆積被覆法では補修被覆が非常に困難であり、実用上は不可能とってよい。これに対し、内部からの析出被覆法の場合には、真空中で再加熱することにより表面に再析出させ、容易に剥離した部分を補修被覆することができる。特に真空中で使用される材料については、その場で加熱するだけで補修できるので自己修復性被覆法ということが出来る。第2にこの方法による被覆層は内部からの析出によるため、下地金属との整合性がよく、密着性に優れていることが期待される。また複雑な形状のものにも均一に析出被覆することが可能である。さらに析出被覆する化合物を選ぶことにより、金属表面をガスの吸脱着に対して不活性にすることができる。

これらの特徴を考慮して、本被覆法は真空用材料の開発に使うのが最適であると考えられる。現在、核融合炉や大型加速器、各種分析機器など、超高真空を必要とする装置はますます多くなりつ

つあるが、日本の超高真空装置は容器のガス出しに大きな労力と時間を要するといわれている。これは真空装置材料の材質と表面処理に問題があると考えられるので、それらについて多くの研究が実施されてきたが、まだ材料改善についての明確な指針は得られていない。本被覆法の開発はこの分野での材料開発に大きな貢献をするものと期待される。

腐食防食研究部においては以上述べた自己修復性被覆法の開発についての研究を行っている。図はその結果の1例である。これは18-8ステンレス鋼に微量のホウ素と窒素を加えた合金を真空中、1000Kで加熱したときの表面組成の変化をオージェ電子分光により分析した結果である。表面のホウ素と窒素の量は時間とともに増加しており、表面に窒化ホウ素が析出してきたことを示している。また窒化ホウ素が析出すると、硫黄やリンの表面偏析が抑えられることもわかる。写真は窒化ホウ素の析出した合金表面（図と同じ試料）を走査型電子顕微鏡で観察した結果である。表面にみられるのは析出層で、写真からも窒化ホウ素の析出被覆の起こっていることが認められる。

今後は本被覆法を確立するための最適合金組成や最適被覆条件の検討、及び生成した被覆層のガス放出特性やスパッタリングに対する自己修復特性などを評価し、核融合炉や大型加速器などの真空壁への適用の可能性を検討する。

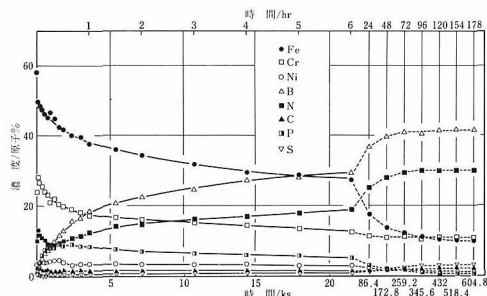


図 ホウ素と窒素を添加したステンレス鋼を1000K (727°C) で加熱したときの表面組成の変化

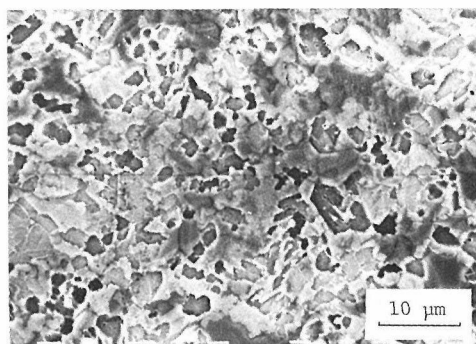


写真 窒化ホウ素の析出したステンレス鋼表面

350kgf/mm²級マルエージ鋼の 開発成功

航空機、ロケットなどの高速飛翔体やウラン濃縮遠心分離機などの高速回転体材料として、比強度の高い材料の開発が要望されている。マルエージ鋼では、高強度を得るために析出強化元素を多量添加する。それらの元素を基地中に固溶させるため高温で溶体化処理を行うと、結晶粒が粗大化し、低応力破壊が発生する。そこで、時効前の状態では析出物を完全に固溶させ、しかも10 μ m以下の微細粒組織とすることが必要である。このような組織を得るために、特殊加工熱処理を考案し、10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼に適用して約8 μ mの結晶粒組織に調整し、350kgf/mm²以上の引張強さを得ることに成功した。この方法は溶体化処理後の冷却過程で熱間加工を行うが、加工歪によって析出が誘起され易い温度区間での加工を一時中断し、その後すばやく加工を再開するというものである。(強力材料研究部)

超音波による 弾塑性破壊靱性値の測定

比較的靱性の高い材料の破壊への抵抗をあらわす指標である弾塑性破壊靱性値を簡単に求めるには、試験片の切欠先端からき裂が伝播し始める点を測定できればよい。当研究部では一つの方法として、切欠先端にあてた超音波の反射強度の変化を測ることにより測定している。超音波は材料中の小さな変化をもたやすく検出してしまうので、材料の種類によっては注意が必要である。しかし、反射強度の変化は大きいので、明瞭なき裂の伝播開始が測定でき、この方法は有効な試験法といえる。(材料強さ研究部)

原子炉運転中の 耐熱金属材料の水素透過推定法

高温ガス炉等の熱交換器では、管壁を透過する水素は冷却材を汚染する原因になるため、その透過特性を知ることが重要である。耐熱合金の水素透過特性は表面酸化物の影響を強く受けるので、表面に生成する酸化物の量および組成と水素透過

挙動との関係を調べ、次の点を明かにした。

表面酸化物は、成長に伴って厚さが変化するだけでなく組成等の質的变化も伴うが、水素透過という点だけから見れば質的变化は無視でき、均質な層と見なすことができる。この場合には、水素が酸化物層を透過する速度を求めることができる。従って、実際の利用系と同じ条件下でのガス腐食量を測定するだけで、実際に使用中の耐熱合金の水素透過量を、定量的に推定することが可能となる。(原子炉材料研究部)

応力下における Ni-Cr-Al 合金の高温酸化

一般に耐熱合金が高温酸化を受ける環境は、例えばガスタービンブレードの回転による引張り応力のように、多かれ少なかれ外部から応力が負荷された状態にある。このような外力は高温酸化挙動に大きく影響すると考えられるが、ほとんど研究されていない。

Ni-Cr-Al 合金の高温酸化について、引張り荷重による外力の影響を研究した結果、ある程度の応力下で、酸化層中の内部応力が緩和され、また合金中のAlの拡散速度が大きくなるため、保護皮膜としてのAl₂O₃の密着性が良好になり、酸化速度が最小になることがわかった。しかし外力がこれ以上大きくなるにしたがって、酸化速度は著しく加速された。(腐食防食研究部)

電気接点材料「銀-亜鉛系内 部酸化合金」の企業化に着手

当研究所の特許「電気接点材料(特許第1028527号・特公昭55-17093)」及び発明「電気接点材料(昭和52年8月5日出願・特公昭56-24023)」は、新技術開発事業団のあっせんにより(株)徳力本店において企業化されることとなった。

この材料は、銀中に亜鉛とテルルの酸化物を分散させた合金と、更にこの他にすず、インジウムなどの酸化物を分散させた合金接点材料であり、現在、中負荷以上で大量に使われている銀-酸化カドミウム合金に替わり得る優れた接点性能を有している。(極低温機器材料研究グループ)

研究成果の発表

1. 国際会議 (○印は発表者を示す)

第2回国際核融合炉材料会議 (昭和56年8月9日～8月12日, アメリカ・シアトル)

- 1) Effect of low cycle fatigue on the ductile-brittle transition of molybdenum.
○K. Furuya, N. Nagata, R. Watanabe and H. Yoshida (T. Noda 代読)
- 2) Surface damage of CVD-SiC coating on molybdenum under D⁺ irradiation.
○M. Kitajima, M. Fukutomi and M. Okada (T. Noda 代読)
- 3) Improvement of mechanical properties of molybdenum alloys in CTR gaseous environment.
○T. Noda, M. Okada and T. Kainuma

1981年度国際低温材料会議 (昭和56年8月10日～8月14日, アメリカ・サンジェゴ)

- 1) Recent Developments in Filamentary Compound Superconductors. (招待講演)
○K. Tachikawa
- 2) Effects of the IVa Element Addition to the Composite-processed Nb₃Sn.
○K. Tachikawa, T. Takeuchi, T. Asano, Y. Iijima and H. Sekine
- 3) High-field Critical Current and Mechanical Properties of In-situ processed V₃Ga Superconductors.
○K. Tachikawa, H. Kumakura and K. Togano
- 4) Multifilamentary Nb-Hf/Cu-Sn-Ga Composite wires.
○K. Kamata, K. Aihara, H. Sekine and K. Tachikawa

第8回国際高圧力会議 (昭和56年8月17日～8月20日, スウェーデン・ウプサラ)

Brittle Fracture Stress and Brittle to Ductile Transition of Some Brittle Alloys under High Hydrostatic Pressure and High Temperature.

○Y. Kaieda and A. Oguchi

第4回急冷金属国際会議 (昭和56年8月24日～8月28日, 日本・仙台)

- 1) Liquid Quenching on Hot Substrate.
○K. Togano, H. Kumakura and K. Tachikawa
- 2) The Order Parameter of Liquid-quenched A-15 Nb₃Si.
○H. Kawamura and K. Tachikawa
- 3) Structure of Amorphous (Fe₇₅Ni₂₅)₇₈ Si₁₀ B₁₂ Alloy
○M. Fukamachi, K. Hoshimoto and H. Yoshida

第9回国際原子分光学会議及び第22回国際分光学会議 (昭和56年9月4日～9月8日, 日本・東京)

- 1) X-Ray Fluorescence Analysis of Light Elements by Using Total Reflection Mirror.
○K. Ohno, J. Fujiwara and I. Morimoto
- 2) Simultaneous Determination of Trace Elements in Nickel-Base Alloys by Fixed Time.
○H. Okochi, K. Takahashi, S. Suzuki and E. Sudo
- 3) Determination of Traces of Tellurium in Heat-Resisting Alloys by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry after Coprecipitation on Arsenic.
○O. Kujirai, T. Kobayashi, K. Ide and E. Sudo

第8回国際金属腐食会議 (昭和56年9月6日～9月11日, 西ドイツ・マインツ)

Effects of Environmental Factors and Stress on the Progress of Stress Corrosion Cracks of Type 304 Stainless Steel in High Temperature Water.

○T. Ishihara, S. Matsushima and S. Ohashi

日中鉄鋼学会議 (昭和56年9月7日～9月11日, 中国・北京)

連続製鉄法の研究

○吉松史朗, 中川龍一

第6回材料集合組織国際会議 (昭和56年9月28日～10月3日, 日本・東京)

- 1) Cold rolling textures of pure BCC polycrystal metals
○Y. Ohba and T. Fujii
- 2) Effect of Heating Rate on Recrystallization Textures in Pure and TZM-Mo Sheets
○T. Fujii and Y. Ohba
- 3) A study of dynamic recrystallization of austenitic Fe-Ni crystals by orientation analysis.
○E. Furubayashi and M. Nakamura

日米超電導エネルギー貯蔵会議 (昭和56年10月19日～10月23日, アメリカ・マジソン)

High-field Superconductors for Energy Storage.

○K. Tachikawa

YAMADA CONFERENCE ON POINT DEFECTS AND DEFECT INTERACTIONS IN METALS

(昭和56年11月16日～11月20日, 日本・京都)

De Haas-van Alphen study of the solute atom Yttrium in Magnesium host.

○K. Ogawa and H. Aoki

2. 秋期学・協会口頭発表

学・協会名	発表期日	発表題目	担当研究部
第18回理工学における同位元素研究発表会	6.29～6.30	1. 硫化銅陽極酸化反応解明のためのRI利用	化学
第2回核融合研究集会	8.2	1. トリチウム材料の相互作用 2. 低Zコーティングの研究開発の問題点	原炉
日本分析化学会第18回X線分析討論会	9.13	1. 原子炉材料表面のバナジウムのけい光X線分析	化学
日本分析化学会	10.2～10.6	1. 14MeV中性子放射法による炭化ケイ素、窒化ケイ素薄膜の分析 2. スパークイオン源質量分析法によるニッケル基、鉄基耐熱合金の分析(第2報)	化学
日本物理学会	10.5	3. 共沈分離——黒鉛炉原子吸光法によるニッケル基耐熱合金中のセレンの定量	物理
応用物理学会	10.7～10.9	1. Nb-Mo合金のド・ハースファン・アルフェン効果	物理
計測自動制御学会シンポジウム	10.12～10.13	1. 分子線法による強磁性半導体HgCr ₂ Se ₄ 薄膜の製作 1. ポジティブフィードバック機構を用いたワンショットマルチバイブレータ	物理
化学工学協会シンポジウム	10.12～10.15	1. Fe-Ti-O合金の水素吸蔵特性と熱特性	機能
日本非破壊検査協会	10.13～10.14	1. 渦流探傷用貫通コイル及び内挿コイルの特性の双対性 2. 磁場分布・欠陥検出率による極間磁粉探傷法の考察 3. 吸音材によるSTB-Gの残響エコーの軽減について 4. 斜角探傷における帯状反射源の反射指向性と端部ピークエコーに関する一致値実験(連続波とパルスの比較)	材強
腐食防食協会第28回腐食防食討論会	10.15～10.17	1. 循環冷却水系でのスケーリングと金属腐食 2. 水道水中における炭素鋼の腐食	腐食
日本機械学会	10.20～10.22	1. 湿潤大気中における鋼の疲れき裂伝ばのフラクトグラフィの検討 2. HT 80鋼の小型CT試験片による疲労き裂伝ば下限界値の自動測定 3. 切欠の付いたタービン軸材のねじり変動荷重疲労強度 4. 振幅変動法によるSUS 316鋼の繰返し応力ひずみ曲線	疲れ
日本応用磁気学会	10.24～10.26	1. 高保磁力Co-Ni合金薄膜の構造と磁性	極低温
日本鋳物協会	10.21	1. ばら状黒鉛鑄鉄の生成条件と観察 2. アルミン酸ナトリウム系水溶性CO ₂ 鑄型の塗型について	加工
溶接学会	10.23～10.25	1. 種々の分布熱源の三次元熱伝導による溶込み・HAZ形状 2. T継手及び角継手における冷却過程——溶接継手におけるボンド部の冷却過程の検討(第3報)—— 3. フラッシュ過程の電流・電力と溶接継手性能との関係——フラッシュ溶接に関する研究(第3報)—— 4. 液相インサート拡散溶接部の合金元素濃度と析出γ'量との関係——Ni基鑄造合金の拡散溶接に関する研究(第3報)——	溶接
日本鉄鋼協会	11.1～11.3	5. 中央切欠試験片によるHT 80鋼突合せ溶接継手の疲れき裂伝播特性 1. 石炭ガス化炉における金属材料の曝露実験 2. TiC共晶分散強化耐熱鋼の研究 3. 拡散浸透被覆したNi基耐熱鑄造合金の流動層式熱疲労特性 4. 極低温構造材料のための6Kにおけるシャルピー衝撃試験 5. 極低温におけるオーステナイトステンレス鋼のシャルピー衝撃値におよぼす冷間圧延の影響 6. Fe-Ni-Si合金の温間加工2相組織 7. 高張力鋼の疲れき裂伝播速度に及ぼす種々の水環境の影響 8. 10Ni-8Co鋼各種再溶解材の機械的性質 9. 2種類の組成の280kgf/mm ² 級マルエージ鋼の水素ガス脆化感受性 10. 各種薄板マルエージ鋼の溶接継手強度と試験片寸法 11. 冷間圧延による350kgf/mm ² 級マルエージ鋼の強靱化 12. 水素還元における910C°付近の生成鉄層の焼結性について 13. プラズマ炉を用いた粉状還元鉱の溶解還元 14. 溶滓中酸化鉄の溶鉄中炭素による還元速度 15. G.P.レーザーによるFe ₂ O ₃ -CaO-SiO ₂ 系固体酸化物の発光分光分析 16. MIG溶接熱影響部の組織におよぼすウィーピングの影響 17. 焼もどし脆化した2 $\frac{1}{2}$ Cr-1Mo鋼の低速変動荷重下における水素せい化 18. SUS 316ステンレス鋼の高温低サイクル疲労組織 19. 浸炭材のフィッシュアイ破面の破壊力学的検討	疲れ エネルギー 極低温 強 力 製錬 工 化 溶接 材強 疲れ

学・協会名	発表期日	発 表 題 目	担当研究部		
日本鉄鋼協会	11.1~11.3	20. 各種構造用鋼板の疲れき裂伝ば特性と ΔK_{th}	疲 れ		
		21. 炭素鋼及びクロムモリブデン鋼鋼板の低サイクル疲労特性に及ぼす温度、ひずみ速度の効果	"		
		22. 複雑な形状を持つクリープ破断曲線へのTTP法の適用	ク リ ー プ		
		23. 潜弧溶接法による304厚板溶接継手のクリープ破断性質	"		
		24. SUS304ステンレス鋼の粒界析出物とクリープ破断挙動	"		
		25. SUS321ステンレス鋼の破断性質とクリープ破壊機構領域図	"		
		26. 18-8系ステンレス鋼の10万~30万時間破断強さの推定値と安全係数	"		
		27. クリープ疲労複合荷重を受けたSUS316鋼の破断寿命に対する線形損傷則による評価	"		
		日本金属学会	11.1~11.4	1. CaNi ₅ の水素吸蔵における同位体効果	物 理
				2. 10Ni-18Co-14Moマルエージ鋼の時効析出物の電子顕微鏡観察	"
				3. 成分蒸気圧測定による非化学量論組成の決定	"
				4. 粉末冶金によるTiNiの製造とその性質	機 能
				5. H. C. D法によるCr, Tiの窒化被膜について	"
				6. グリーンテープを用いたボロン-Al複合材料の二・三の性質	"
				7. Fe-Ni及びFe-Ni-Cマルテンサイトの逆変態によるオーステナイト相の安定化	"
				8. Fe-Ni-Cマルテンサイトの逆変態によって生じたオーステナイト相中の炭素原子	"
				9. 超強力マルエージ鋼の水素ガス中放置による脆性	強 力
				10. 超強力マルエージ鋼の水素ガス脆性におよぼす電着によるNiおよびCu被覆の影響	"
				11. 超強力マルエージ鋼の水素ガス脆性におよぼすイオンレーティングによるAl被覆の影響	"
				12. 高強度鋼のき裂伝播に及ぼす水素ガス中酸素の影響	"
				13. Fe-25Ni-15G-0.02c-X(Ti, Si, Mo, C)合金のボイド・スエリングに及ぼす長時間時効の影響	原 炉
				14. Heを注入したSUS316及び γ' 析出強化型合金のクリープ特性	"
				15. モリブデンの疲労挙動——第1壁あるいはダイバータ材料としての評価	"
				16. Ni-4at%Si合金における照射下クリープの遷移現象	"
				17. 高温ガス炉近似ヘリウム中の酸素分圧について	"
				18. MoのSiC系被覆材のD ⁺ 照射による表面損傷	"
				19. 水素雰囲気中アーク溶解したMoの機械的性質	"
20. 加熱基板への液体急冷法による遷移金属系非晶質超電導体の作製	極 低 温				
21. Ti添加Nb ₃ Sn超電導多芯線の特性	"				
22. 極細多芯Nb-Hf/Cu-Sn-Ga超電導線材の特性	"				
23. Co-Ni薄膜の高保磁力化と構造との相関	"				
24. Co-Ni薄膜の磁気特性と構造におよぼす添加元素の影響	"				
25. 極低温用析出型Fe-Ni-Cr-Mnオーステナイト合金(第一報)組織と物理的性質に及ぼすMnの影響	"				
26. 極低温用析出型Fe-Ni-Cr-Mnオーステナイト合金(第二報)機械的性質と相の安定性に及ぼすMnの影響	"				
27. TM系合金中の γ' の状態分析とクリープ強度	化 学				
28. TM系合金中の炭化物の図形処理による定量	"				
29. 耐熱合金よりの抽出分離物中の酸素のけい光X線分析	"				
30. インパルス融解法による高マンガン鋼中の酸素定量	"				
31. 黒鉛炉加熱原子吸光法による鉄鋼中のスズの定量	"				
32. Ni基耐熱合金上のCr-AlおよびCr-Si複合被覆層の耐食性	腐 食				
33. SUS321ステンレス鋼の表面へのTiCの析出	"				
34. B入り炭素鋼の表面への微量元素の偏析挙動	"				
35. 銅管の孔食に関する温水ループ試験	"				
日本材料学会 疲労シンポジウム	11.10~11.11	1. 浸炭材の疲れフラクトグラフィ	疲 れ		
		2. 小型CT試験片による ΔK_{th} の自動測定法について	"		
粉体粉末冶金協会	11.16~11.18	1. SKH 9相当高速度鋼粉の性状に及ぼす水噴霧条件の影響	加 工		
		2. 水噴霧Astroloy母合金粉の圧縮性に及ぼす真空焼鈍条件の影響	"		
日本化学会 高温討論会	11.17~11.19	1. A-15Nb ₃ Siの体積弾性率	極 低 温		
低温工学協会	11.18~11.20	1. Nb-Ti/Cu-Sn複合加工超電導線材の特性	"		
		2. Nb/Cu-Sn-Ti複合加工超電導線材の特性	"		
塑性加工連合講演会 (日本塑性加工学会他)	11.19~11.21	1. 側圧付加押し加工法について	加 工		

通巻 第274号

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 吉 沢 慎 介
 印刷 株式会社 三 興 印 刷
 東京都新宿区信濃町12
 電話 東京(03)359-3811(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