

# 1990 No. 4

# 金材技研

# ニュース

科学技術庁

金属材料技術研究所

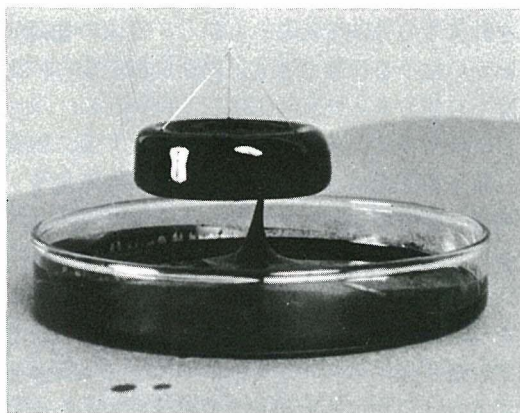
飽和磁束密度1700ガウスの新磁性流体／二次電子の縞模様で微小局所変形を精密測定／溶接で悪化しない高温水中の疲労き裂伝ば挙動

## 高性能な新磁性流体を開発

—— 窒化鉄の使用で飽和磁束密度は4倍以上に ——

当研究所は、飽和磁束密度が従来品の4倍以上の、高性能な新磁性流体を開発した。磁性流体とは、直径が10万分の1mm程度の磁性体微粒子に、ある種の有機物の被覆を施して水や油の中に高濃度に分散させたものである。磁性体微粒子は液体と分離することのないコロイドとなり、あたかも黒い液体そのものに磁性があるような振る舞いをする。

今回開発した新磁性流体は、従来の磁性流体が酸化鉄( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )の微粒子を主成分としているのに対して、窒化鉄( $\text{Fe}_x\text{N}$ )の微粒子を用いているのが特徴である。この窒化鉄微粒子を低コストで多量に製造するために、鉄カーボニルをポリアミン、アンモニア、およびケロシンと高温で反応させて鉄アンミンカーボニル化合物とした後、これを更に高温のアンモニアガス中で分解するという方法を開発した。この2段階の反応プロセスを最適に制御する条件を確立したことにより、非常に微細で粒度のそろった性能の良い窒化鉄微粒子が得られた。その結果、磁性流体の性能を表す最も重要な物理量である飽和磁束密度が、1700 Gauss(従来の磁性流体は400 Gauss)という大きな値になった。また、窒化鉄磁性流体は湿った大気中でも化学的に変化することがないので、高性能が長期間保たれるのもこの新磁性流体の大きな特徴である。



写真は、糸で吊り下げたドーナツ状のフェライト磁石に、窒化鉄磁性流体が引付けられている状態を示している。新磁性流体は飽和磁束密度が非常に大きいので、磁石を3cmぐらいまで近づけると磁性流体が噴水のように噴き上がり、数秒後には完全に磁石に吸い寄せられてその全面を覆ってしまう。磁性流体は既に回転軸の真空シール、コンピュータ磁気ディスクの軸受けシール、スピーカーのダンパーなどに実用されているが、高性能な窒化鉄磁性流体が開発されたことにより自動車のサスペンションやロボット握り手の制御など、大きな力を要する用途への利用も期待できる。

当研究所は、新技術事業団に設けられた高性能磁性流体開発推進連絡会などを通して、この新磁性流体の実用化を進めることにしている。

# 変形観察の新技术—電子線モアレ法

— 微小領域の変形の精密測定が可能に —

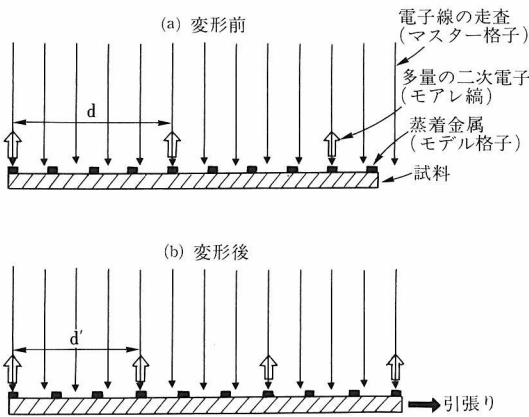
切欠きや粗大な介在物が存在する材料に力を加えるとこれらの部分の近傍に応力が集中し、極めて微細な領域が局部的に変形して微細な損傷が発生し、それが成長して材料が破壊する。したがって、材料破壊の原因となる損傷初期過程の研究には、微小領域の局部的変形を精度良く観察・測定することが必要である。

変形を測定する技術の一つに、モアレ法がある。モアレ法とは、試料上に規則的な幾何学模様（モデル格子）を作製しておき、これに他の規則的な幾何学模様（マスター格子）を重ねて、重なり合った部分と重なり合わない部分とで形成される明暗の縞、すなわちモアレ縞の間隔の変化から変形量を計算する方法である。しかし、従来の技術では細かい格子を作製できず、局部的微小変形の測定は不可能であった。

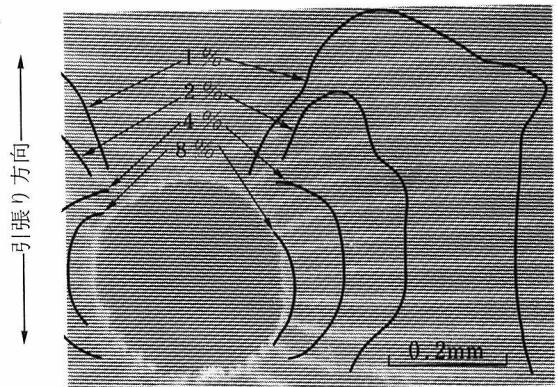
当研究所では、先に、試料から発生する二次電子（電子線が照射された物質から発生する電子）を利用して微小領域にモアレ縞を形成させる電子線モアレ法（金材技研ニュース、1989年、No.6 参照）を開発したが、その後改良を加えて局部的微小変形を精度良く測定するのに成功した。この電子線モアレ法を極く単純化して説明すると、半導体産業で実用されている電子線リソグラフィを用いて、試料の表面に試料とは二次電子の発生量が異なる物質の平行する帯を、200分の1 mm程度の一定の間隔で並べたモデル格子を作製する。これとはわずかに異なる一定の間隔でモデル格子と平行に電子線を走査してマスター格子とする。図(a)のようにモデル格子とマスター格子とが、一致したところから多量の二次電子が発生し、一定間隔の縞模様すなわち電子線モアレ縞が得られる。もし、モデル格子を作製した後で図(b)のように試料に変形が生じると、モデル格子とマスター格子の一致するところがずれて、縞の間隔が変化する。

写真は、直径約0.3mmの穴をあけたポリイミド樹脂の膜に変形を起こさせたときの、電子線モアレ縞である。穴をあけた試料の表面に金の蒸着膜で平行なモデル格子を作製した後、モデル格子と直角の方向に引張りながら走査型電子顕微鏡により、モデル格子に平行に電子線を走査させて写真を撮影した。明るく写っている電子線モアレ縞の間隔の変化から変形量を計算すると、写真に書き込んだようになる。穴の両横は変形量が大きく、この部分に応力が集中していることがよくわかる。

このように、電子線モアレ法を用いると従来不可能であった介在物周辺などの局部的微小変形を精度良く観察・測定できるので、この方法は材料損傷の発生過程や介在物と力学特性の関係等の解明に、非常に有力な手段として利用できる。



電子線モアレ縞による変形観察の原理図



電子線モアレ縞から計算した変形量

# 大型構造物の安全評価の指針を研究

## — 母材と変らない溶接部の高温水中疲労特性 —

原子力発電に使用されている軽水型原子炉では、直径が約5～7m、高さが約10～20m、厚さが約150～250mmの圧力容器の中でウランの核分裂を行わせ、発生した熱エネルギーを高温の水で取出して発電している。この圧力容器は原子炉の心臓部を構成するもので、全使用期間の安全が確保されるように製作されていなければならない。

このような大型構造物は、一般に厚板あるいは鍛造リングを溶接して作られる。当研究所では、構造材料の安全性評価の指針に役立てる目的で、溶接部を持つ圧力容器用低合金鋼材の高温水中における疲労特性の研究を行っている。試料としては、圧力容器に使用されている JIS SFVQ1A 低合金鋼厚板を実際と同じ条件で溶接した継手材から、それぞれ溶接金属、熱影響部、および母材をき裂が進むようにCT試験片(厚さ25mm)を切出して使用した。試験条件は、軽水型原子炉の一型式である沸騰水型原子炉の冷却材環境を模擬して、温度288℃、圧力80気圧とし、試験片に高温水中で

繰返し荷重を加えて疲労によるき裂成長の状況を調べた。

図1は、荷重の繰返し1回当たりのき裂の伝ば速度を応力拡大係数範囲(き裂先端の応力場の尺度)との関係で示したものである。一方、図2は溶接継手材の各部の硬さを調べたもので、溶接金属および熱影響部は母材よりも硬く、それぞれ組織が変化していることを示している。また、溶接金属および熱影響部には残留応力の上昇も認められた。しかし、図1に示したように溶接金属、熱影響部、および母材のき裂伝ば速度はほぼ等しく、溶融凝固や急熱急冷による組織の変化および残留応力は、高温水中のき裂成長にはほとんど影響していない。以上のことから、高温水環境における溶接構造物の疲労き裂成長速度は母材について調べておけば、いちいち溶接継手について調べなくても、安全上問題ないことがわかった。

図1には、原子炉の使用中の検査基準として世界中で使用されているアメリカ機械学会(ASME)コード セクション XI も、参考として示した。また、前述の試料と同種の低合金鋼母材について当研究所で得た室温大気中のデータの範囲を、ハッチを入れた帯域で示してある。低合金鋼の高温水中のき裂伝ば速度は室温大気中のデータの2倍ほどで、それだけき裂は速く進むが、ASMEの参照曲線と比較すると1桁ほど低い。我が国で使用されている材料は、溶接したものでも安全性に十分な余裕を持っていることが確認された。

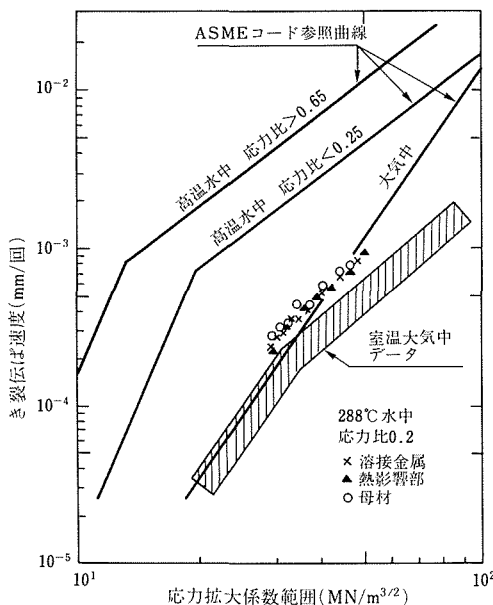


図1 低合金鋼 (JIS SFVQ1A) 溶接継手材の疲労き裂伝ば速度

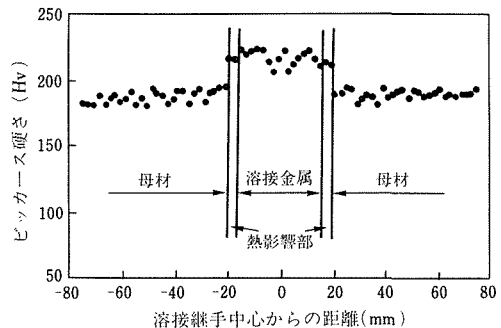


図2 溶接による硬さの変化

## 5月の研究発表（国内分）

学・協会名	開催期間	発表題目	発表者(所属)
希土類学会 (東京：明治大)	5.11～5.12	1. ジスプロシウムの高圧電解における侵入型不純物元素の挙動	長谷川 良佑 (反応) ほか
日本電子顕微鏡学会 (前橋：群馬県民会館)	5.17～5.19	1. MoS <sub>2</sub> の非底面断面構造のTEM観察	池田 省三 (表面) ほか
腐食防食協会 (東京：虎ノ門パストラル)	5.23～5.25	1. 水銀電量計を用いた携帯ぬれ時間計	黒沢勝登志 (環境) ほか
日本材料学会 (名古屋：愛知県産業貿易館)	5.24～5.25	1. 電子線モアレ法による切り欠き部周辺の変形量測定	岸本 哲 (損傷) ほか
日本材料科学会 (東京：青山学院大)	5.25	1. 炭素/炭素複合材料の空気中での高温クリープ破断試験	宮崎 昭光 (設計) ほか

### ◆短 信◆

#### ●外国人研究員の受入れ

氏名 **Justin Schwartz**  
 所属 アメリカ マサチューセッツ工科大学  
 テーマ Bi系酸化超電導線材の特性改善に関する研究  
 期間 平成2年2月12日～平成2年8月11日

氏名 **Cheng Chiang Liak**  
 所属 シンガポール 標準工業研究所  
 テーマ 腐食防食測定に関する技術の習得及びステンレス鋼の腐食防食の基礎技術習得  
 期間 平成2年2月19日～平成2年2月21日

氏名 **Bernd Gunter Ullmann**  
 所属 西ドイツ ゲッチンゲン大学  
 テーマ 酸化物高温超電導体の臨界電流密度に関する研究  
 期間 平成2年2月19日～平成2年2月21日

氏名 **Pansa Buranawanich**  
 所属 タイ 鉱物資源局  
 テーマ 大気腐食(有機被覆)共同研究「表面分析」  
 期間 平成2年2月26日～平成2年5月17日

氏名 **李 宏**  
 所属 中国 北京科学技術大学  
 テーマ ガリウムサブオキシサイドからの金属ガリウム分離抽出に関する基礎的研究

期 間 平成2年3月1日～平成2年3月29日  
 氏名 **Cameron W.M. McLead**  
 所属 イギリス シェフィールド市立工業単科大学  
 テーマ プラズマスペクトロスコーピーにおける高感度測光法の可能性に関する基礎研究  
 期 間 平成2年3月3日～平成2年3月31日

氏名 **Wolfgang Hollanek**  
 所属 オーストリア ウィーン農業大学  
 テーマ 金属間化合物の疲労き裂伝ば初期過程に関する研究  
 期 間 平成2年3月7日～平成2年3月24日

氏名 **Yukikazu Iwasa**  
 所属 アメリカ マサチューセッツ工科大学  
 テーマ 極低温における材料の弾性定数に及ぼす強磁界の影響に関する研究  
 期 間 平成2年3月8日～平成2年3月28日

氏名 **Joseph Cornelis**  
 所属 ベルギー 核エネルギー研究所  
 テーマ 超電導材料の試験評価技術の研究  
 期 間 平成2年3月11日～平成2年3月31日

氏名 **王 新華**  
 所属 中国 北京科学技術大学  
 テーマ レアメタル含有複雑合金の総合利用に関する研究  
 期 間 平成2年3月15日～平成3年3月15日

#### ●海外出張

氏名	所 属	期 間	行 先	用 務
山崎 道夫	材料設計研究部	2.2.21～2.3.2	西ドイツ フランス	国際協力による微小重力環境下での物理、化学及び生体現象の解明に関する研究
片田 康行	第5研究グループ	2.2.23～2.5.22	アメリカ	軽水炉用金属材料の寿命予測に関する研究
山田 裕	基礎物性研究部	2.2.25～2.3.12	アメリカ	イットリウム系酸化物高温超電導体について加圧下での中性子線回折実験
土佐 正弘	表面界面制御研究部	2.3.1～3.2.28	イギリス	宇宙環境における材料表面と酸素原子との相互作用に関する研究
緒形 俊夫	第1研究グループ	2.3.3～2.3.14	西ドイツ スイス オーストリア	新材料の試験評価技術に関する国際共同研究
中村 森彦	力学特性研究部	2.3.4～2.3.10	韓国	日韓共同研究打合せ及び金属間化合物に関する講演
小口 醇 小玉 俊明 絶不	科学研究官 環境性能研究部 管理部企画課	2.3.12～2.3.16	フィリピン	大気腐食(金属被覆)研究巡回指導調査
井上 廉	第1研究グループ			
新居 和嘉 吉川 明静	所長 基礎物性研究部	2.3.18～2.3.28	アメリカ	超電導関係の研究調査

通巻 第376号

発行所 **科学技術庁金属材料技術研究所**  
 〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12  
 TEL (03)719-2271, FAX (03)792-3337

平成2年4月発行

編集兼発行人 **漆 原 英 二**  
 印刷 株式会社 **三 興 印 刷**