

金材技研

科学技術庁

金属材料技術研究所

1991 No.7

ニュース

インテリジェント化して構造材料の信頼性を
向上／鉄基形状記憶合金の繰返し使用／デ
イップコート法で酸化物超電導テープを作製

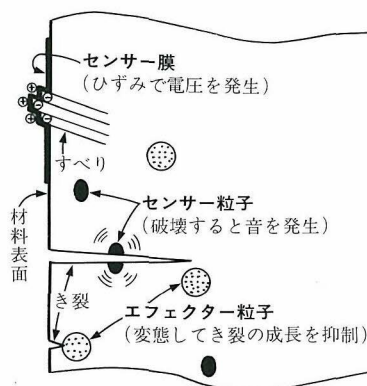
構造物の安全性の飛躍的向上へ

—— 自己診断・自己修復材料の開発 ——

科学技術庁長官の諮問「環境条件に知的に応答し、機能を発現する能力を有する新物質・材料の創製に関する総合的な研究開発について」に対する答申として生まれたのが、インテリジェント材料である。我が国独自のアイディアであるインテリジェント材料とは、生体に見られるように材料自身が、環境の変化や材料自体の変化を察知し、察知した情報を伝達・処理し、更にそれを受けて適切な対応をとる材料、と定義されている。

対象となる材料は多数考えられるが、当研究所では金属系構造材料のインテリジェント化を取り上げている。当面の研究課題は、材料に変形やき裂などの損傷・劣化が生じると、色の変化や音・電気信号などでこれを知らせる自己診断（センサー）機能や、応力によって起こる変態を利用して応力集中を緩和させるなどの自己修復（エフェクター）機能を、材料に持たせる研究である。

当研究所では、既に、変形すると電圧を発生する性質を持つ樹脂膜を用いて、金属疲労の前兆となる微小ひずみを発見するのに成功している。この方法では、ポリフッ化ビニリデン樹脂の膜（厚さ $10\mu\text{m}$ 程度）を材料の表面に張りつけておき、変形によって膜の表面と材料の間に発生した電圧を、金属針で測定する。探針先端の面積に等しい微小領域におけるわずか0.1%のひずみでも、測定することができる。本年度からは、破壊時に音波を



構造材料インテリジェント化の例

出す粒子や応力誘起変態をする粒子を材料中に埋め込んで、自己診断機能や自己修復機能を材料に持たせる研究も行っている。これらの研究と並行して、インテリジェント機能を原子・分子レベルで評価する計測装置の開発も進めている。

従来の目視や種々の探傷装置では疲労き裂がかなり成長して初めて発見することができたが、上記のポリフッ化ビニリデン膜の例のように、疲労き裂発生以前の損傷の段階で発見できれば、構造物の安全性・信頼性を格段に向上させることになる。また、宇宙空間や原子炉内などのように人間が容易には近付けない環境では、材料自身が損傷・劣化を検知するのみでなく修復までもできれば理想的であり、研究の進展が期待される。

鉄基形状記憶合金の回復力

—— 繰り返し数や応力で複雑に変化 ——

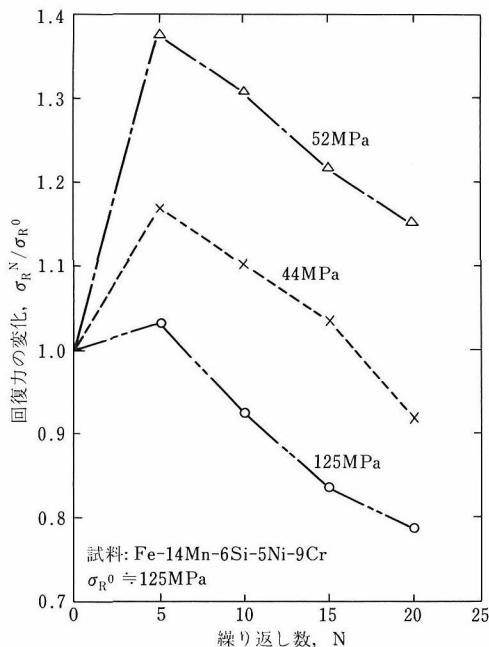
形状記憶合金は、変形しても加熱すると変形前の形状を回復する合金（前号参照）である。この現象を利用した代表的な用途にはパイプの継手があり、既にアメリカでは、ジェット戦闘機の油圧配管などの重要部材に実用されている。こうした継手の内径は接続するパイプの外径よりも小さく作っており、低温において継手の内径を広げてパイプを挿入した後加熱し、最初の形状すなわち元の内径を回復する際に発生する力（回復力）により、パイプを強く締め付けるものである。しかし、回復力の研究はあまり行われておらず、特に鉄基形状記憶合金を繰り返し使用したときのデータは、ほとんどないのが現状である。

そこで当研究所では、高温顕微鏡に引張試験機を取り付けた装置を使用して、既に実用化されている鉄基形状記憶合金に「応力誘起による変態⇄応力下の逆変態」を繰り返した場合の、形状記憶特性の変化を調べた。試験片はまず室温で少し引張って ϵ マルテンサイト（通常の体心立方構造とは異

なり、六方最密構造のマルテンサイト）を生成させた後、試験片を引張ったまま逆変態終了温度の620Kに加熱した。この際試験片が元の形状を回復しようとして発生する力が、最初の回復力 σ_R^0 である。次に、試験片を再び室温で引張って変態させた後、試験片に σ_R^0 以下の応力を加えた状態で加熱して逆変態させる操作を、N回繰り返して回復力 σ_R^N の変化を調べた。図に示したように、回復力は繰り返し数の増加とともに単調には低下せず、最初は増大する傾向を示すことがわかった。

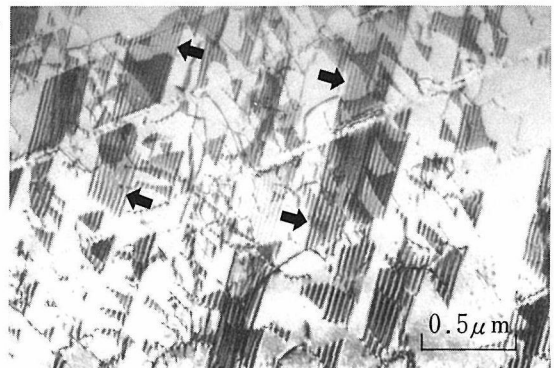
この原因を調べるために、応力下で逆変態を繰り返した試料の組織を、透過型電子顕微鏡で調べた。その結果、52MPaの応力を加えた場合には、小さく分断された多数の積層欠陥（写真の矢印）が観察された。この積層欠陥は ϵ マルテンサイト生成の核になると考えられることから、 ϵ マルテンサイトの生成が促進されて変態量が多くなり、これが最初回復力が増大する原因であると推定できる。一方、 σ_R^0 にほぼ等しい125MPaの応力を加えた場合には、 ϵ マルテンサイトが完全には逆変態せずに残留しているのが観察されており、このために上記の場合よりも回復力が全体的に低くなったものと思われる。

このように、鉄基形状記憶合金の回復力は、使用条件によって複雑に変化する。したがって、その正確な把握が重要部材の安全性や信頼性の向上にとって、極めて重要な研究課題といえる。



応力下の逆変態における回復力

(σ_R^0 : 最初の回復力, σ_R^N : N回繰り返し後の回復力)



応力下で逆変態を繰り返した試料の組織

(応力: 52MPa, 繰り返し数: 20回)

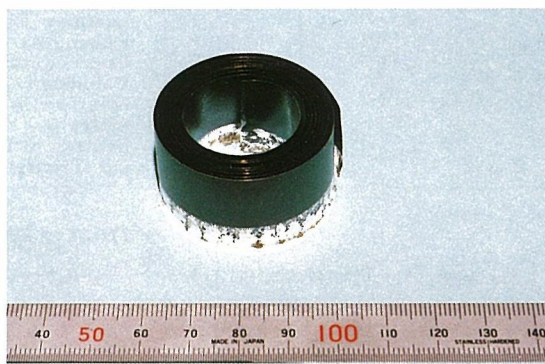
酸化物超電導体の簡便なテープ化法

—— 曲面にも適用できる厚膜成形法を開発 ——

当研究所が発見したビスマス系酸化物超電導体は、超電導になる臨界温度 T_c が液体窒素温度の77 Kよりも高いので、その実用化が期待されている。一方、この超電導体で $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x$ の組成のもの(Bi-2212)は、極低温における強磁界中での特性が極めて優れている。このため、テープ化あるいは線材化技術が完成されれば、従来の実用金属系超電導材料(Nb-Ti, Nb_3Sn など)では不可能な、20テスラ以上の強磁界を発生する超電導マグネットの実現が可能になる。

当研究所では、先に、液体ヘリウム温度の4.2 Kでは25テスラの磁界中でも 10^5 A/cm^2 以上の高い臨界電流密度 J_c を持つビスマス系酸化物超電導体テープの作製に、ドクターブレード法で成功(金材技研ニュース, 1990, No. 9 参照)した。その後更に研究を進めて、ドクターブレード法よりも実用的な、ディップコート法を利用した厚膜成形法を開発した。ディップコート法とは、酸化物超電導体の粉末を懸濁させたスラリーの中に基板のテープを浸漬(ディップ)し、その両面を酸化物で被覆(コート)するという簡便な方法である。

まず、焼結法で酸化物超電導体の粉末を作り、これを有機溶媒に分散させてスラリーとする。このスラリー中に銀テープの基板を浸漬して引き上げ、銀テープの表面に付着した酸化物スラリーの厚い膜を充分に乾燥する。つぎに、テープを500

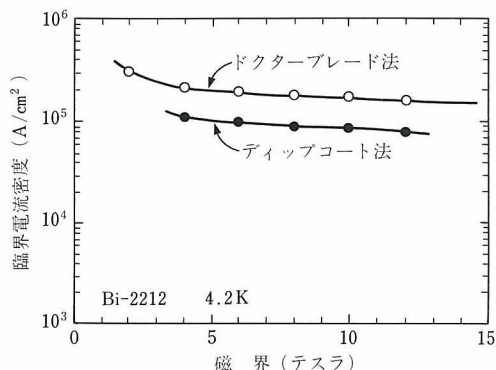


ディップコート法で作製したビスマス系酸化物超電導コイル

℃に2時間加熱して溶媒を完全に除去した後、ドクターブレード法の場合と同様な部分溶融—徐冷熱処理、すなわち890℃に加熱してから毎時10℃で860℃まで徐冷する熱処理を施す。これにより、酸化物超電導体の各結晶粒のc軸がテープ面に垂直に配向した微細組織が得られる。熱処理後の酸化物層の厚さは、スラリーの濃度により、10~50 μm の範囲で調節できる。酸化物層の厚さが20 μm 以下のときに良好な配向組織が得られるのは、ドクターブレード法の場合と同じである。

現状では、ディップコート法で作製した短尺テープの4.2 Kにおける磁界中の臨界電流密度は、ドクターブレード法による短尺テープの値よりも少し低い。これは、酸化物層の厚さの均一性がやや劣っているために配向組織に乱れが生じているからで、改善は可能であると考えている。こうして得られたテープをコイル状に巻けば、超電導マグネットになる。また、あらかじめコイル状に巻いておいた銀テープをスラリーに浸漬して、超電導コイルを直接作ることもできる。現在は、超電導マグネット用としてのビスマス系酸化物超電導体の有用性を実証するために、巻き数が多いコイルの作製に取り組んでいる。

一方、この方法によれば、任意形状の立体的基板表面を酸化物超電導体で被覆することができるので、磁気シールド体の作製なども試みている。



ビスマス系酸化物超電導体短尺テープの磁界特性

8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）
ICAS '91 （千葉・幕張メッセ国際会議場）	8.25～8.31	1. Axially Viewed Inductively Coupled Plasma for Improvement of Limit of Detection and Application to Analysis of River Water. 2. Determination of Traces Impurities in Molybdenum Disilicide by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry after Coprecipitation. 3. Enhancement of Sensitivity by Ar/H ₂ Gas Mixture in Glow Discharge Mass Spectrometry. 4. Scatter in Creep-Rupture Data and Statistical Treatment.	中村佳右(計測)ほか 鯨井 脩(計測)ほか 斎藤守正(計測)ほか 坂本正雄(第5)ほか

〜〜 クリープ受託試験の現況 〜

当研究所は、昭和42年に制定された「金属材料技術研究所クリープ試験受託規程」(科学技術庁訓令第69号)および「金属材料技術研究所クリープ試験受託約款」に基づいて、企業等からの委託を受け、クリープ受託試験を実施しています。

昭和42年度に開始してから平成2年度まで24年間を経過しましたが、ここでは平成2年度の実施状況について報告します。

受託件数は53件（新規22件，前年度からの継続31件），試験片数298本（新規207本，前年度からの継続91本）であり，受託試験受理状況は下表のとおりです。

平成2年度の傾向としては，受理件数はクリープ試験，クリープ破断試験とも前年度と同数でしたが，試験片数についてはクリープ破断試験が減少し，クリープ試験が増加しています。

受託試験受理状況	区 分		昭和42～平成元年度	平成2年度	計
	クリープ試験	受 理 件 数 (件)	1 8 9	1 1	2 0 0
		温 度 別			
		300～600℃	1, 3 0 8	7 6	1, 3 8 4
		601～800℃	1 9 2	1 0	2 0 2
		801～1,000℃	1 6 1	2 5	1 8 6
		小 計	1, 6 6 1	1 1 1	1, 7 7 2
	クリープ破断試験	受 理 件 数 (件)	4 3 2	1 1	4 4 3
		温 度 別			
		300～600℃	3, 5 2 0	3 8	3, 5 5 8
		601～800℃	1, 2 3 9	2 0	1, 2 5 9
		801～1,000℃	8 0 3	3 8	8 4 1
		小 計	5, 5 6 2	9 6	5, 6 5 8
	合 計	受 理 件 数 (件)	6 2 1	2 2	6 4 3
		試 験 片 数 (本)	7, 2 2 3	2 0 7	7, 4 3 0

◆短 信◆

●受賞

日本金属学会金属組織写真奨励賞

計測解析研究部 小川 一行

「高分解能電子顕微鏡によるY₂O₃の結晶構造観察」により4月2日，上記の賞を受けた。

科学技術庁長官表彰（業績表彰）

特別研究官 大河内春乃

「新金属系材料開発における化学分析の研究に貢献」

第1研究グループ 石川 圭介

「極低温構造材料の研究に貢献」

第4研究グループ 大野 悟

「新しい超微粒子製造法の開発に貢献」

により5月20日，上記の賞を受けた。

●人事異動

平成3年6月13日

配置換え 長官官房秘書課 石橋倫幸(管理課長)

平成3年6月14日

昇 任 管理課長 島 榮(管理課長補佐)

発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所
(本 所) 〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12
T E L (03)3719-2271, F A X (03)3792-3337
(筑波支所) 〒305 茨城県つくば市千現1-2-1
T E L (0298)51-6311, F A X (0298)51-4556

通巻 第391号 平成3年7月発行
編集兼発行人 真 鍋 烈
印 刷 所 株式会社 三 興 印 刷
東京都新宿区西早稲田2-1-18