

### フェライト膜に関する研究

電気的および磁気的特性にすぐれているフェライトは、磁心材料、記録用材料、マイクロ波材料、永久磁石材料など広い範囲に使用され、電子工業の発展に重要な役割をはたしてきた。さらに、最近においては、電子機器の小型化、集積化にともなって、フェライトの薄膜化が強く要望され、記憶素子のみならず、マイクロ波用素子、電波吸収体、インダクタンスのIC化など多くの応用が期待されてきている。従来、フェライト薄膜に関しては、蒸着法やスパッタリング法などによる研究がなされてきたが、均質な薄膜を製造するには至っていないのが現状である。

そのため、昭和46年度に「フェライト膜に関する総合研究」の題目で、当所、電総研、理研で研究グループが結成され、フェライト膜の作製、物性、および応用研究が進められている。当所では、**電気磁気材料研究部**、**溶接研究部**および**金属化学研究部**がこのグループに参加し、プラズマ溶射によるフェライト膜の作成とその物性に関する分野を分担している。プラズマジェット溶射法は、溶融状態にある細かい粒子によって、下地面に薄膜を形成させるものであって、操作が簡単で、緻密かつ均一な特性をもつ薄膜を広い膜厚範囲にわたって作りうる特徴をもっている。本研究ではこの特徴をフェライト膜の作成に適用するために、溶射したフェライト膜の機械的、電磁気的性質を測定しながら最適溶射条件を検討している。

フェライト膜の特性に影響をおよぼす主要因は、(1)気孔および表面粗さ、(2)組成、(3)残留応力および下地との密着性などである。(1)の気孔および表面粗さは、粉末の送給方法や送給粉末の粒度と密接な関係があり、膜の諸特性に大きな影響をおよぼす。粒径が数 $10\mu$ 以上の粉末の場合には送給方法はあまり問題ではないが、しかし膜の表面粗さは非常に悪くなる。これを良くするためには、 $1\mu$ 以下の微粉末の均一送給が必要となる。本研究では、微粉末を液体に懸濁させて送給する方法および微粉末を浮遊させて送給する方法を開発し、非常に平滑な表面をもつフェライト膜の溶射に一応成功している。(2)の組成に関しては、特にフェライト中の酸素が溶射時の雰囲気や温度に著しく影響される。作動ガスとしてアルゴンを使用する場合には、プラズマ炎は中性の雰囲気となるため、多くのフェライト膜は酸素が欠乏し、膜中に $Fe_2O_3$ など別の相が認められる。しかし溶射後に $800^{\circ}C \sim 900^{\circ}C$ の熱処理を施すことによって、膜はフェライト構造にもどり、特性も一応回復してくる。一方、酸素に比較してメタルイオンは、亜鉛を除いてあまり変化していない。これらの結果から明らかかなように、溶射時の酸素の逸散を防止する方法については、今後も十分に検討する必要がある。(3)の残留応力や、下地との密着性は、溶射時の下地温度など溶射諸条件に大きく影響されるものであって、現在詳細に検討している。

## 高温における磁粉探傷試験用磁粉

磁粉探傷試験は、鉄鋼材料など強磁性体の表面欠陥を検出する場合とくに確実、簡便な方法として広く用いられている。また、近年、圧力容器、原子力用圧力容器など厚肉溶接構造物の急増にともない、多層溶接部のパス間など、溶接作業にひき続いて 200℃以上の高温の状態で探傷試験を行なう必要が高まってきた。しかし、一般に常温での磁粉探傷試験に用いられる磁粉（純鉄粉）をこの温度で使用すると、磁粉は著しく酸化し、飛散あるいは粒状に凝集し、また暗灰色の色調に変化して欠陥の磁粉模様の識別が困難となる。

この問題を解決するため、材料強度研究部および製造冶金研究部では高温における探傷用磁粉の開発を行なっている。

磁粉は200～400℃において探傷試験に必要な粒度、磁氣的性質および色調を有することが望まれる。

試作した磁粉は、高温での酸化、変色を避けるため、Cr、AlまたはSiなどを添加した合金鉄粉でアトマイズ法により製造した。粒度は70μ以下である。

図は、試験片の表面温度とA型標準試験片(JIS-G0565)の磁粉模様を得るに必要な極間式磁気探傷器の磁化電流（試験片の表面磁場の強さ）の関係を示したものである。一般に、表面温度が高くなるにしたがって、磁場は欠陥に付着しにくくなる。また、400℃までの温度域において、試作した

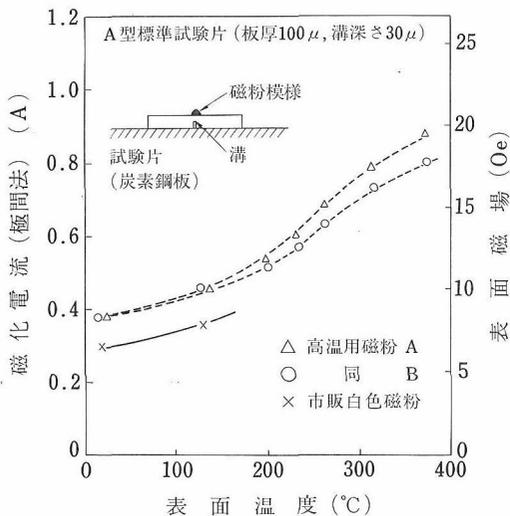


図 磁粉付着に必要な磁化条件 (A型標準試験片)

高温用磁粉の付着特性は、合金あるいは粒度の影響もあって、一般の純鉄磁粉のそれよりわずかに劣る。しかし、通常の探傷試験においては磁化電流は数A、表面磁場が数十エルステッドであることを考慮すると、試作磁粉はこの温度範囲において探傷に必要な磁気特性を十分に満足するものといえる。

探傷用磁粉は、欠陥の磁粉模様が鋼板表面上で十分識別できる色調をもたねばならない。写真1は、鋼板上に試作磁粉および市販白色磁粉（純鉄粉）を撒布して昇温した時の磁粉の色調変化の一例を示したものである。市販の純鉄粉は 200℃で酸化して青紫色を経て暗灰色に変化するが、高温用試作磁粉は200℃はもとより400℃においても色調の変化はほとんどなく、黒皮の鋼板地に対してコントラストのよい磁粉模様を得ることが可能である。

また、常温の探傷試験では、磁粉の粒度は20μ以下の細かなものが用いられるが、高温においては、熱気流のため、より大きな粒度のものが適する。写真2は丸棒横断面の微細な毛割れを 300℃で乾式法により検出した例である。

以上、試作した磁粉は高温において良好な探傷特性を有することが明らかになったが、成分、粒度等について更に最適化を計るため実用試験を実施中である。

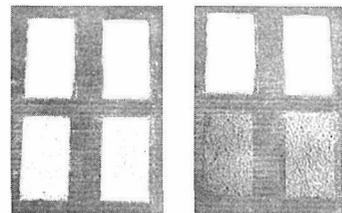


写真1 表面温度に対する磁粉の色調の変化  
上段：高温用磁粉  
下段：市販白色磁粉

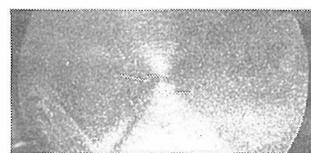


写真2 高温における探傷例 (300℃)

## 新しい促進耐候性試験について

構造用鋼のさび止めには塗装が最も実用的な方法であり、ZnやAlのような金属被覆を施した鋼でも最終処理として塗装される場合が多い。屋外で使用する塗装鋼のさび止め性の優劣を判定するには、塗膜の紫外線劣化および塗膜を侵透した水によるさび発生との2つの過程を含む試験をする必要があるが、このような試験法は未だ規格化されていない。規格以外の一般実用試験のうち、上記の2つの過程を含む試験機でも、紫外線領域の波長エネルギー分布が太陽のそれと異なっていたり、ウェザーメーターのように試験片の過熱による塗膜の変化（屋外ばくろの場合には生じないような亀裂など）の問題があり、また塗装された構造用鋼の耐候性は各種の塗装鋼の中でも比較的良好なもので、試験結果を得るのに長時間を要するという難点がある。

上記の問題を解決するため、腐食防食研究部では塗装した構造用鋼の性能評価に用いる新しい促進耐候性試験機を製作した。促進率を高める方法として、第1に紫外線エネルギーを従来に比して5倍以上とすることをはかり、つぎにさび発生を促進するために散水ノズルの寸法、数ならびに配置を適切にきめることによって食塩水または水を種々の乾湿サイクル（連続散水を含む）で散水できるようにした。光源には紫外線の波長エネルギー分布が太陽光に最も近いキセノンランプを使用し、その出力を6KW×3個のように増加し、試験片もできるだけランプに近づけた。ランプから

発生する赤外線による温度上昇を防ぐため、必要に応じて赤外線カットフィルターを使用できるように設計した。上記のように散水することは試験片の過熱を防ぐ上にも効果的であった。

照射エネルギーは図に示すとおり、従来一般に使用されているウェザーメーターに比べると非常に強力である。赤外線カットフィルターをつけた場合にも従来法に比べるとかなり強力である。

ランプの点滅、水または塩水のスプレーと中止の期間はそれぞれタイマーにより任意に調整できるように設計されている。

従来のカーボンウェザーメーター法によるとヌレ時間が短かいため、裸鋼の腐食度は低かったけれども、表のIの方式によるとデューサイクルと塩水噴霧の中間程度にさびが発生した。このことから、新法の塗装鋼に対する腐食作用は大きいものといえる。同じ方式により塗装鋼の試験をした結果は、表のIIに示すように従来の試験法と比べて2/3の試験時間で不良面積はむしろ大きかった。つぎに、表のIIIに示すように赤外線カットフィルターを除いて紫外線エネルギーを最大とし、水を連続散水して塗装鋼を試験した結果、従来のカーボンウェザーメーターでは得られないような腐食とBlisterを生じ、その量は塩水噴霧試験に匹敵するほど多く、しかも過熱による塗膜の亀裂は認められなかった。

このように新しい試験法は優れた特長をもっているため、今後ばくろ試験との相関を考慮しながらさび止めの研究に使用する方針である。

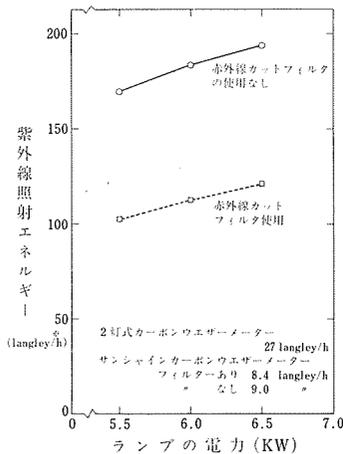


図 試験片表面の紫外線照射エネルギー  
※ 1 langley/h = 697.7 w/m<sup>2</sup>

表 耐候性試験結果

番号	試験片	従来の試験		新しい試験	
		条件	評価	条件	評価
I	裸鋼	デュー・サンシャインWM 600h	104 <sup>※</sup> mdd	赤外線カット、0.5%食塩水の連続散水、4週間	204 mdd
		塩水噴霧	387 <sup>※</sup>		
II	塗装鋼 6種類	8種類の促進試験の平均 6週間	R 2.8 <sup>※</sup> B 3.5 <sup>※</sup>	同上	R 2.3 B 2.8
III	塗装鋼 16種類	2灯式カーボンWM 62週間	R 5 B -	赤外線カットせず、水の連続散水 6週間	R 4.0 B 1.7
		5%塩水噴霧 6週間	R 4.2 B -		

※ mdd = mg/dm<sup>2</sup>/day  
※ ※ 不良の程度を表わす Rating No. (5段階法, 5:0 < 0.25, 4:0.25 ~ < 1, 3:1 ~ < 10, 2:10 ~ < 50, 1: ≥ 50%, (不良発生面積))  
R: さび, B: Blister (ふくれ)

# 1973年金材技研ニュース題目一覧

題 目 (部門別)	No.	通巻	題 目 (部門別)	No.	通巻
<b>材 料 部 門</b>			高温水溶液中における金属の不働態特性		
析出物による冷延鋼板の集合組織の制御	1	169	鉄鉱石の加圧還元	9	177
タングステンの電気泳動析出	2	170	新しい促進耐腐試験について	11	179
複合材料の熱膨脹	3	171	<b>加 工 技 術 部 門</b>		
鉄鋼の靱性と分散相の関係	4	172	溶接熱・拘束応力・ひずみサイクル試験装置の開発について	1	169
時効硬化型マルテンサイト鋼の脆性	同		粉末圧延法によるチタン薄板の製造	2	170
マルエージ型超強力鋼	5	173	鋳鉄の金型鑄造	5	173
V-Nb合金の双晶変形	同		水深300m相当の圧力下における湿式プラズマ溶接	10	178
カルコゲン・クロマイトにおける化学量論組成からのずれと磁性	6	174	同	同	
TiFe <sub>x</sub> Co <sub>1-x</sub> の磁性	同		<b>特許出願公告案内</b>		
強力鋼の遅れ破壊き裂の伝播過程	同		V基およびNb基の金属間化合物超電導体の製造法	1	169
Al-Mg <sub>2</sub> Si 擬2元共晶合金圧延材の性質	7	175	多孔質青銅合金粉末の製造法	2	170
高温還元ガス利用による直接製鉄に使用する超耐熱材料の開発	8	176	アルカリ性溶液中のタングステンの分離精製方法	3	171
モリブデンおよびタンタル高純度単結晶の再結晶	8	176	片面アーク溶接における裏波ビードの形成状態の探知方法および装置	4	172
機能素子用3元化合物半導体に関する研究	9	177	アーク溶接部の溶融位置の探知装置	同	
銀-酸化物系電気接点材料	同		耐熱含炭素ほう素ニッケル基合金	8	176
変調構造に関する研究	10	178	耐熱含炭素ほう素タングステンニッケル基合金	同	
加工性のよいオーステナイト系高アルミニウム耐酸化鋼	11	179	開先中心位置および開先精度の検出方法ならびに検出電極	10	178
フェライト膜に関する研究	12	180	水中のプラズマ溶接法	同	
<b>強 さ 部 門</b>			<b>そ の 他</b>		
クリープの形状寸法効果	2	170	新年のごあいさつ	1	169
中炭素鋼の確率疲れ特性	7	175	昭和48年度業務計画	No.4 増版	
オーステナイト・ステンレス鋼の高温回転曲げ疲れ特性	11	179	研究成果の発表(学協会, 国際会議口頭発表一覧)	4	172
高温磁気探傷用磁粉	12	180	同 上	10	178
<b>冶 金 技 術 部 門</b>			クリープデータシート作成の現況	5	173
ニッケルの懸濁電解	3	171	クリープ受託試験の現況	7	175
金属中の水素定量について	同		金材技研滞在記 (T.クルザティエ)	6	174
AlとFe組み合わせ品の陽極酸化	4	172	同 上 (孟 琰在)	9	177
鉄鋼スクラップの連続処理技術	7	175	出願公開発明の紹介と利用	11	179
Va族金属 (V, Nb, Ta) 中の水素の規則配列	8	176	特許出願速報	12	180

## 特 許 出 願 速 報

昭和48年4月1日～9月31日

出願日	出願番号	発 明 の 名 称	出 願 日	出 願 番 号	発 明 の 名 称
48.5.23	056725	脱炭焼なましによるフェライト系ステンレス鋼のリッジ防止法	48.8.21	092875	粉粒状フラックス中での高温スラグの検出方法
48.5.23	056726	加工性のよいオーステナイト系高アルミニウム耐酸化鋼	同	092876	粉体の気流輸送装置
48.6.4	061867	複合粉の製造法	同	092877	分散強化形金属の製造法
48.8.21	092873	流動床用溢流管	48.8.27	095169	オーステナイト耐熱鋼
同	092874	流動床用分離板	同	095170	変形抑制治具を用いたパイプの圧入圧接法

通巻 第180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)

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)