

NO. 9

金材技研
1984

ニュース

科学技術庁

金属材料技術研究所

極低温疲れ試験装置の運転

—— 極低温下で連続300万サイクルの疲れ試験を達成 ——

超電導機器用材料は、極低温(4.2 K, -269°C)にさらされ、しかも繰返し強い応力を受ける。一般に金属材料は極低温下では脆くなる性質をもっている。そこで極低温用構造材料の開発には極低温における疲れ強度データが不可欠となる。

当研究所では昨年3月、再凝縮冷凍方式を用いた極低温疲れ試験装置を設置し、主としてチタン(Ti)合金の極低温における疲れ寿命を予測するための研究を行っている。材料の疲れ寿命を予測するには、少なくとも破断までの繰返し数(N_f)が、100万サイクル程度のデータが必要である。そして極低温における疲れ試験の場合、変形に伴う発熱が問題となるので、周波数(繰返し速度)を高め試験時間を短縮することはできない。発熱による温度上昇をおさえ、かつ、100万サイクル程度の繰返し試験を行うために長時間、試験槽内を極低温に保つことができる装置が必要となる。本装置は、液体ヘリウムの液面を常に一定に保つことができる再凝縮冷凍方式を世界で初めて採用し実用化した結果、300万サイクル、300時間以上の連続運転ができるようになった。

本装置では閉ループで液体ヘリウムを循環供給するため、ヘリウムの補充が不必要となり、省資源および省力化につながる。また、クライオスタットを開放して試験片を交換する際、再凝縮器を働かせることにより、2時間以内に試験を再開で

きる。定常状態に到達後は、自動的に冷凍量の制御が行われる。さらにマイクロコンピュータによる冷凍機およびクライオスタット内部の温度監視システムを用いることにより、各部の温度が即座に監視できるようになり、操作性が向上した。

図は本装置を用いて新しく得られたデータの一例で、Ti合金の4 Kにおける応力-破断繰返し数線図である。たとえば核融合炉超電導磁石材料では、50万サイクル程度の試験が必要とされているが、本装置はこれに対して十分な能力がある。

極低温における材料の疲れ強さを把握するための貴重なデータが得られる本装置は、極低温利用機器の進歩に貢献をするものと、内外から大いに期待されている。

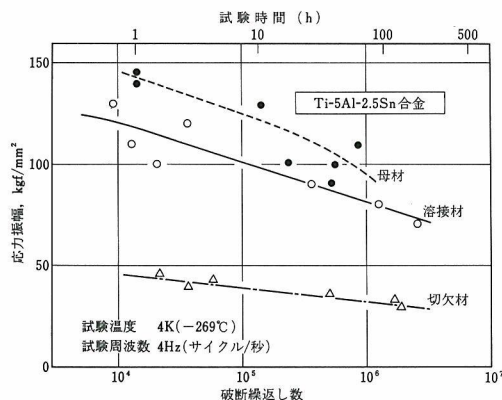


図 本装置を用いて得られたデータの一例

新しい製法により高保磁力磁性薄膜を開発

—— 高密度磁気記録への応用に期待 ——

磁気記録を利用した製品は乗車券、キャッシュカード、カセットテープなどの小物から、放送用録画や電子計算機の磁気テープ、磁気ディスクなどの大型のものまで数多く見ることができ、社会生活にかかせぬ存在になっている。なかでも、磁気ディスクはコンピュータシステムの大容量記録装置として重要な位置を占めており、最近の情報処理分野の発展に伴い、よりいっそうの高密度記録化がつよくのぞまれている。

記録媒体（磁気テープ、磁気ディスクなど）の磁気記録密度を高めるためには、①厚さを薄くするとともに図に示すように、②保磁力 H_c を高める、③検出感度をよくするため磁化曲線の角型比 S^* を1に近づける、などが要求される。現在使用されている針状の酸化鉄微粒子を塗布した磁性膜は非磁性のバインダーを含むために、飽和磁化 M_s が低く、ある一定以上の厚さが必要とされ、性能的にはほぼ限界に達している。一方、強磁性の金属薄膜は M_s が高いため酸化鉄の場合に比べ膜厚を薄くすることが可能なことから、優れた高密度磁気記録特性をもち、メッキ法、真空蒸着法およびスパッター法などで製造されている。Co および Co-Ni 合金薄膜は六方晶構造で、C 軸方向が磁化されやすいという結晶磁気異方性をもっている。これらの合金薄膜を N_2 とArガスの混合雰囲気中でスパッター法によって作製すると膜中にNが含有される。

当研究所では、この膜を熱処理すると、図に示すように S^* が1に近く、高い H_c をもつ新しい磁性膜が得られることを見いだした。膜中に固溶するN量は

主としてスパッター雰囲気中の N_2 ガス濃度によって制御することができる。これらの膜では、スパッターしたままの状態の H_c はきわめて低い。また、膜中のN量が10at%を超えると非晶質（アモルファス）構造となり、磁性は消失する。ところが、この膜を 280°C 以上の温度で熱処理すると、 $S^*=0.95$ と角型性が良く、さらに、1000Oe（エルステッド）の高い H_c をもつ磁性膜に変化する。この膜の S^* 値は先に述べた塗布膜に比べてきわめて大きいため、コンピュータなどのデジタル記録に適している。また、 H_c の値は従来の塗布膜の約2倍もあり、N量12～16at%と比較的広い範囲で1000Oe以上の高い値を示す。これらの膜では膜面に六方晶構造のC軸が優先配向し、その配向性も H_c の高い範囲で最も強い。この配向性は通常みられるC軸が膜面に垂直に成長する配向性と異なり、膜の成長機構の面からも興味をもたれる。これらの薄膜は熱処理してあるため、磁気特性の温度変化や経時変化がきわめて小さい特徴もかねそなえており、優れた実用磁気記録媒体として期待される。

なお、本磁性薄膜とその製法は、科学技術庁の昭和58年度注目発明に選定された。

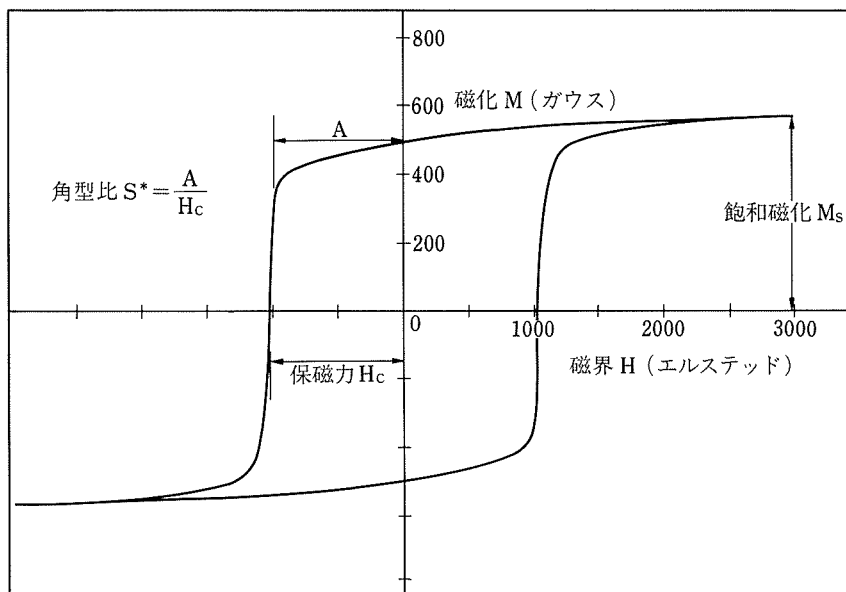


図 Co₇₀Ni₃₀ 熱処理膜の磁化曲線（膜厚0.1μm）

結晶粒微細化により β 型Ti合金の強度、靱性を向上

航空・宇宙の分野で使用する材料として、超強力鋼、Ti合金、複合材料などが競合して用いられているが、比強度（強度／密度）の高いことが条件となっている。

Ti合金としては、これまでTi-6Al-4V合金を中心に研究が進められてきたが、この合金は冷間加工性と時効硬化性があまり良くないという難点があった。しかし最近、VやMoなどを含ませた β 型Ti合金の優れた冷間加工性と時効硬化性が注目を浴びている。

そこで当研究所では、高強度で靱性の高い β 型Ti合金の開発を目指して、Ti-10V-2Fe-3Alの組成を中心とした合金の添加元素の影響と加工条件の研究を行っている。そして適当な組成の合金にたいして、700～800℃で加工した後熱処理すると、結晶粒が微細化し、120kgf/mm²以上の引張強さと高い靱性が得られることを見いだした。（強力材料研究部）

イットリヤで分散強化したNi基耐熱合金の開発

酸化物微粒子による分散強化と析出強化を併用したNi基合金は、Ni基単結晶合金を上回る性能を示し注目されている。

当研究所では、1.1%のイットリヤ（Y₂O₃）を配合した粉末原料を高エネルギーボールミルで混合し、高温押出加工を行う機械的合金化法により、イットリヤ分散強化型Ni基合金TMO-2を開発した。この合金は1050℃、16kgf/mm²の条件下で3500時間のクリープ破断時間を示した。この強さは機械的合金化法で製造した後、特殊な熱処理で一方向再結晶させたMA-6000合金（インコ社）の約2.5倍であり、今後熱処理法の研究により、いっそうの性能向上が期待される。なおこの研究は、工業技術院の

次世代産業基盤技術研究開発制度に基づいた「高性能結晶制御合金の研究開発」の一環として行われたものである。（エネルギー機器材料研究グループ）

高温疲れ過程での硬化、軟化と組織変化の解明

金属材料には、高温での疲れにより、硬化するものと軟化するものがある。硬化や軟化の機構を知ることが、疲れき裂が発生する原因を追求するために重要である。

当研究所では、透過型電子顕微鏡を使って、繰返し硬化する純鉄単結晶、炭素鋼、ステンレス鋼および繰返し軟化するCr-Mo鋼の疲れによる組織変化を研究している。

その結果、硬化する材料では、転位密度が初期には低く、疲れにより増加するのにたいし、軟化するCr-Mo鋼では、転位密度が初期には高く、疲れによって減少することがわかった。この鋼はベイナイト変態によって多量の転位が導入され、焼戻して準安定化しているため、600℃以下の加熱のみでは転位は減少しないが、繰返し変形を加えると転位密度は減少していく。以上のことから、疲れ過程での硬化あるいは軟化の現象は、転位密度の増減によってもたらされることが明らかになった。

（機能材料研究部）

クリープ疲れ相互作用下の破断寿命の予測にてがかり

高温機械構造物は、起動、運転、停止のサイクルにより、クリープ、疲れを繰返すうける。構造物に累積する損傷は、クリープと疲れそれぞれの損傷のほか、これらの相互作用がくわわり複雑となる。この相互作用は、材料信頼性の面から重要な課題となっている。

そこで当研究所では、クリープと疲れを交互に繰返す複合荷重試

験法を用い、破断寿命におよぼすクリープ損傷と疲れ損傷を、主として金属学的立場から明らかにし、これら両損傷と疲れとクリープの相互作用との関連を求めてきた。

その結果、SUS316鋼の複合荷重下の破断寿命は、クリープ条件での温度、荷重で定まる粒界クリープ損傷形態と密接な関係があり、この形態が同じであれば、クリープ損傷、疲れ損傷およびクリープと疲れの相互作用の関係が定まることを明らかにした。したがって、クリープ条件での損傷形態が明らかになれば、その荷重条件下の破断寿命は予測できるようになり、より複雑な条件下での寿命予測のてがかりも得られつつある。

（クリープ試験部）

固体試料を用いた鉄鋼の直接ICP発光分光分析

高温のプラズマを光源とするICP（高周波誘導結合プラズマ）発光分光分析法は、光源の安定性がよい、分析精度、検出感度が優れている。さらに多元素の同時測定が可能であるなどの多くの利点をもっているため、ここ数年めざましく発展してきたが、対象試料は溶液が主であった。

そこで当研究所では、金属固体試料を直接分析する目的で、まず低圧スパーク放電を用い、固体試料をエアロゾル化し、つぎに輸送管を通しキャリアガス（Ar）でエアロゾルサイクロンに導き、粗大粒子を落して粒子を均一化後、プラズマに導入する方法を試みた。

その結果、低合金鋼中のP、S、Si、Mn、Ni、Cr、Co、Mo、V、As、Nb、Ti、Zr、AlおよびCuの検量線はすべて直線となった。スパークを光源とする従来のカントバック分析のような検量線のカーブはみられず、同程度の分析精度で容易に定量でき、日常分析への適用が期待される。

（金属化学研究部）

昭和59年度 金属材料技術研究所研究発表会

金属材料技術研究所では、研究活動をより広く理解していただくために毎年研究発表会を開催しております。本年度は新素材とその製造技術を中心に下記の題目について発表いたします。関係各位の多数のご来聴を得たく、御案内申し上げます。(聴講自由)

日 時：昭和59年11月6日(火) 13:30～16:40

会 場：金属材料技術研究所大会議室

東京都目黒区中目黒2-3-12 電話 03-719-2271(代)

(東横線・地下鉄日比谷線 中目黒駅下車徒歩10分)

* プ ロ グ ラ ム *

13:30～13:40 あ い さ つ

所長 中川 龍一

13:40～15:00 (座長 極低温機器材料研究グループ総合研究官 太刀川恭治)

1. 新しい超電導化合物線材 極低温機器材料研究グループ第4研究グループリーダー 戸叶 一正

超電導現象は、核融合炉、高エネルギー物理、エネルギー貯蔵、磁気浮上列車、医療用NMR-CTなど多くの革新技術に応用されつつあり、そのための高性能超電導線材の開発が重要な研究課題となっている。本講演では化合物系超電導材料を中心に、既存の実用線材の特性改善、新しい製造法による高性能材料の開発及び、その線材化技術など、当研究所における最近の研究成果を紹介する。

2. 磁気冷凍材料 極低温機器材料研究グループ第6研究グループリーダー 前田 弘

最近、極低温から室温までの広い温度領域における磁気冷凍が新しい冷凍法として注目を集め、現在、その作業物質となる磁性体の開発が重要な課題となっている。本講演では、室温近傍の磁気冷凍を対象にした二、三の強磁性合金についての研究成果をもとに、その作業物質としての可能性を検討する。さらに極低温を対象にした良質な反強磁性 Gd 系ガーネット単結晶の製法とその特性についても述べる。

15:00～15:20 休 憩

15:20～16:40 (座長 腐食防食研究部長 新居 和嘉)

3. 表面析出現象を利用した被覆法 腐食防食研究部第1研究室長 吉原 一紘

当研究所では、ステンレス鋼を真空中で加熱すると固体内部に析出していた炭化物や窒化物のあるものが表面に析出し、表面はそれらの化合物皮膜で覆われる現象を見いだした。今回は、気体の付着に対して不活性だとされる窒化ボロンをステンレス鋼の表面に鋼内部から析出させ、真空容器用材料としてふさわしい材料を開発した経過について報告する。

4. 高圧液体噴霧法による合金の超微粉化 金属加工研究部粉末冶金研究室長 武田 徹

最近金属粉の応用分野の多くで平均粒子径数ミクロンの合金粉が要望されている。このニーズに対する噴霧技術の現状を概観し、当研究所で開発した高圧液体噴霧装置による合金溶湯の超微粉化と生成粉の性質について述べる。

通巻 第309号

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 越 川 隆 光

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)359-3841(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