

1995 No. 6

金材技研

科学技術庁

金属材料技術研究所

ニュース

銀繊維分散強化銅合金／
ZrとStainless鋼の接合／
Ti-Al化合物の耐摩耗性

強磁場への応用進む銀繊維分散強化銅合金

— 量産による製造コスト低減が多方面での応用の鍵 —

超強磁場を発生するパルスマグネットや水冷銅マグネットに使われる導電材料に不可欠な特性として、超強磁場を閉じ込めるに十分な高強度と、大電流による発熱が小さくなるよう優れた導電率を合わせ持つことが求められる。当研究所では16原子%程度の銀を含むCu-Ag合金インゴットを300～450℃での中間焼鈍を繰り返し加えながら冷間加工すると、優れた強度と電導特性を合わせ持つようになることを見出した。この合金は極めて細かい銀繊維が銅マトリックス中に多数分散した組織を持ち、多量の銀繊維が転位の動きを抑えることで、高強度を実現している。さらに銀繊維と銅マトリックスのどちらも純金属に近く、優れた導電率を持つことから、合金そのものの導電率も優れている。

すでにこの新合金の線材、板材の小規模な工業レベルでの試作に成功しており、製作された新材料は世界のさまざまな強磁場研究所に送られ、実用に耐えるかどうかを多方面から試験されて、極めて高い評価を受けている。現在、一部のマグネットに試験的に使用されており、この段階でもいくつかの画期的成果をもたらしている。

例えばパルスマグネットでは、この新合金線材を使って当研究所、ベルギーのルーベンス大学、オーストラリアの国立パルス磁場研究所で従来の記録を8～10T程度上回る60～74Tのロングパルスマグネット作製に成功している。その他の多くの研究所で、この新合金線材を使った超強磁場パルスマグネットの開発計画が提案されている。

さらに、この新合金板材はピッター型水冷銅マグネットと呼ばれるマグネットの性能向上に役立つことが予想される。米国フランスピッター国立磁石研究所のハイブリッドマグネットIIIの、ピッター型水冷銅マグネットに使うピッター円盤の一部を当研究所支給の新合金板材

に取り替えたところ、発生磁場を34Tから35.3Tまで向上させることができた。この値は現在の定常磁場発生の世界記録である。また、米国国立強磁場研究所では当研究所と共同でこの合金を使った30Tピッター型水冷銅マグネットの開発を進めている。写真は最強磁場発生部用の新合金板材製ピッター盤を示す。このマグネットは近々稼働状態に入る予定で、完成すると水冷銅マグネット単独発生磁場記録が27Tから30Tに塗り替えられる。当研究所に現在、ピッター型水冷銅マグネットが存在しないため、共同研究で開発を進めてきた。当研究所のピッター型水冷銅マグネット計画が実現すれば、材料開発から一貫した高磁場水冷銅マグネット技術開発ができるようになる。

なお、この合金の大規模工業レベルでの製造技術開発が新技術事業団による新規委託開発課題として取り上げられることが決定している。量産による製造コスト低減に成功すれば高磁場マグネット用導体以外に、ロボットアーム用配線材、高速鉄道用架線材、IC回路用リードフレーム材等、多くの分野で広く使われる可能性を秘める新材料である。また、この新合金は製造工程、加工工程で有害物質を産出する恐れが少なく、リサイクルが容易であり環境に優しい材料である。

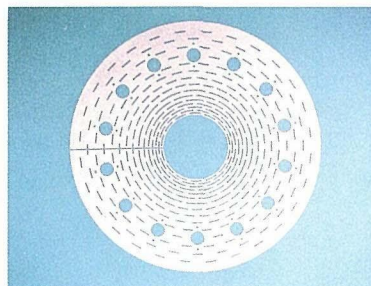


写真 32Tピッター型水冷銅マグネットの最強磁場発生部に使われる銀繊維分散銅合金製ピッター盤

ジルコニウムとオーステナイトステンレス鋼の接合

— 固相拡散接合法を難溶接の材料組み合わせに応用 —

核燃料再処理装置では、使用済み核燃料からプルトニウムを抽出するため、高濃度沸騰硝酸溶液で使用済み燃料を溶解する。このため再処理装置で使用される材料は、高濃度沸騰硝酸溶液に対して高い耐食性が要求される。沸騰硝酸に対してジルコニウムやチタン合金(Ti-5Ta)は強い耐食性を有し、有力な材料候補に挙げられている。しかしジルコニウムやチタン合金はかなり高価であり、再処理装置全体をこれらの材料で製造することはできない。そこで高い耐食性を必要とする部分はこれらの材料で製造し、他の部分は硝酸耐食性の良いオーステナイトステンレス鋼で製造することが考えられている。

これらの金属の間では当然異種金属接続部分が必要となり、いくつかの方法が考えられているが、放射性物質を完全に閉じ込めることが安全上の絶対条件である。好ましい接続方法の一つとして溶接・接合技術を適用すると言っても、これらあまりにも性質の異なる材料同士の接合は大変に困難な問題である。通常使用されるアーク溶接などは両異種金属を溶融し混合するため、溶接部には大量の脆弱な金属間化合物が形成される。それに加えて溶接中に発生した両金属の熱膨張量の差が、溶接後の収縮過程で大きな応力を発生して割れを誘起する。

そこで考えられるのが、溶融を伴わずに固体のまま接合するプロセスである。固相接合は原理的には固体のままの接合で、このような異種材料の組み合わせに最適であると言われているが、実際の接合プロセスはさほど単純ではない。固相接合を困難にしている因子は(1)両金属の密着を阻害する接合面の表面粗さ、および、(2)両金属の結合を阻害する接合面での酸化皮膜である。この2つの因子が解決され両金属の構成原子が適正に結合すれば

好ましい接合が完成する。これを解決する固相接合プロセスでは、強引に接合面に塑性流動を起こす爆発圧接と摩擦圧接、高温でわずかに変形させて密着させ時間をかけて酸化皮膜と原子を拡散させる拡散接合がある。当研究所では後者の方法を採用し研究を行っている。図はジルコニウムとステンレス鋼を接合させた場合の結果を示している。表面の粗さ、接合温度をさまざまに変え、さらに両金属を直接接合した場合と、接合面に第3の金属(Ta箔)を挿入して接合した場合の継ぎ手の引張り試験結果を示している。

最も高い強度が得られたのは、接合面を精密研磨し、1773Kで真空焼鈍したTa箔を挟み、1123Kで接合した場合で、480MPaの望ましい強度が得られた。

この結果は拡散接合における次の現象を意味している。接合面の精密研磨と焼鈍軟化したTa箔の使用は接合面の密着性を高める。また直接接合では高温での酸化皮膜の消滅と同時に原子の多量の相互拡散が起こり、脆弱な金属間化合物の生成が多く形成されるのに対して、Ta箔の挿入は相互拡散を抑制し、化合物の生成を抑制する。写真は引張り試験での破断面を示している。直接接合では破断が脆性的に進行するのに対して、Ta箔を挿入した場合には延性的に進行することを実証している。

以上のように固相拡散接合は、接合面の密着性、酸化皮膜の解消、適正な原子の相互拡散などを図ることにより、溶接困難な材料の組み合わせに対しても良好な接合を可能にする。

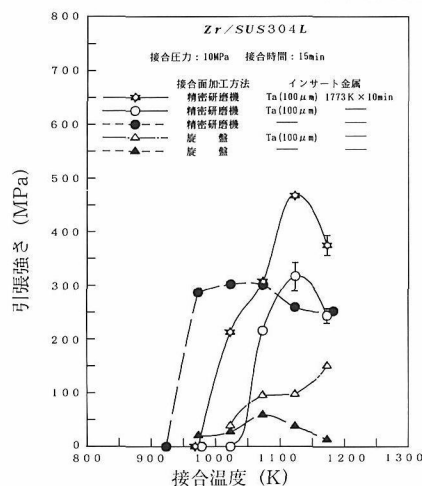
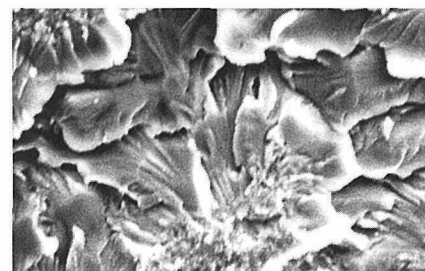
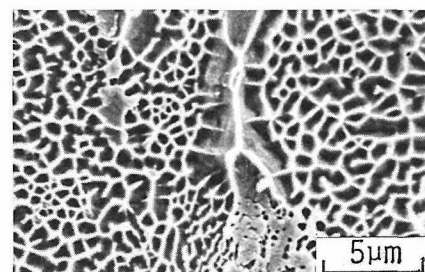


図 さまざまな条件で拡散接合したジルコニウム／オーステナイトステンレス鋼の引張り試験結果



(a) 直接接合継手



(b) Ta箔挿入継手

写真 直接および Ta 箔挿入して接合した継手の破断面

Ti-Al金属間化合物の高耐摩耗性の機構解明

—長寿命機器用部材としての応用に期待—

機械の寿命の大半は部品の摩耗損傷で決まることから、耐摩耗性の向上は資源とエネルギーの節約上重要である。産業用ロボット、自動車、航空機器などの回転・摺動部位には従来、軽量のセラミックスやプラスチックを用いて駆動エネルギーや摩耗損失の軽減を図ってきた。しかし、セラミックスは衝撃に対して脆く、プラスチックは熱に弱い。一方、Ti-Al金属間化合物は軽量で高温強度が高いというセラミックスに似た性質と、衝撃に対して粘り強いという金属に似た性質を合わせ持っている。それゆえTi-Al金属間化合物の耐摩耗性が保証でき、回転・摺動部位の材料として使用すれば、高温で安全に機器を運転することが可能となり、エネルギー効率的にも有利である。これまでは価格面からTi-Al金属間化合物を構造用材料として積極的に用いる機運はあまりなく、耐摩耗特性についての研究もほとんどなかったが、最近ではTi-Al金属間化合物が宇宙航空機器用の材料候補に挙げられ、その強度および変形能の向上の研究が行われている。本研究では、耐摩耗特性も極めて重要な性質の一つであることから、下記のような実験を行い、Ti-Al金属間化合物の優れた耐摩耗特性を見いだすとともに、摩耗の機構を電子顕微鏡直接観察から明らかにした。

試験片として2種類のTi-Al合金を用いた。その一つは1640°Cで真空溶解して铸込んだTi-50at%Al合金で、もう一つは真空溶解後に1100°Cで75%の圧縮変形(恒温鍛造)を行ったTi-49Al合金である。铸込んだTi-50%Al合金の粒径は50 μm で、その組織は γ 相(正方晶)と α_2 相(DO₁₉構造)の2種の金属間化合物がラメラ構造を形成しており、酸素濃度は0.15%であった。恒温鍛造したTi-49%合金の

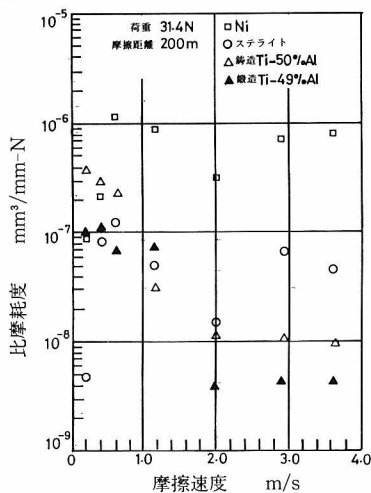


図 種々の摩擦速度における比摩耗量
相手材：焼き入れS55C(硬度655)、
荷重：62.7N、摩擦距離：200m

粒径は30 μm で γ の単相から成り、酸素の濃度は0.05%であった。両合金の耐摩耗特性を大越式迅速試験機で測定した。この試験機の原理は試験片に一定荷重をかけ、一定速度で回転する相手材に押し

付けて、摩耗した量を測る。相手材として焼き入れ処理した硬いS55C(Fe-Mn-C系合金、ピッカース硬度655)を用い、乾式(油を使わない)、湿度40%、温度20°Cの条件下で測定した。その結果、図が示すように2種の合金とも実用耐摩耗合金ステライト(Co-Cr-Ni-W系)に匹敵することが分かった。

試験片の摩擦面直下の変形層を電子顕微鏡で直接観察し、試験片の摩耗特性と変形機構との関係を調べた。一般に、Ti-Al金属間化合物を引張り試験した場合、室温付近では主に双晶によって変形し、高温では転位の運動で変形する。しかし、摩擦試験の変形層では室温でも高温変形の場合と同じく転位の運動によって変形することが明らかになった。Ti-Al合金やステライトより摩耗し易いニッケル、鉄、銅の変形層についても調べて比較検討した結果、摩耗に関する重要な知見が得られた。すなわち、写真(a)が示すように純金属の変形層内部では転位の形状は曲線的で、摩擦による変形に伴って転位が増殖、運動すると互いに絡み合っ転位セル組織が形成され、さらに変形が進むとこの転位セル組織から金属微細粒子が剥げ落ちる。これが摩耗の機構である。一方、Ti-Al合金の転位(写真(c))やステライトの転位(写真(b)、正しくは転位の一種の部分転位)は直線的で、転位セル組織は形成せず、そのため微細粒子の剥離が起りにくい。このことがTi-Al合金やステライトの耐摩耗性の高い理由である。

また、酸素濃度が0.1%以上のTi-Al金属間化合物は一般に変形能が低く、構造材として不適当と考えられるが、図が示すように酸素濃度は摩耗特性に大きな影響を与えない。このことは生産費の低いTi-Al金属間化合物でも耐摩耗材料として使用し得ることを意味する。

以上のほか、熱処理によってTi-Al金属間化合物の内部組織を調整したり、添加する合金元素の種類と濃度を選択することにより、耐摩耗特性が飛躍的に向上するなど、重要な事柄が次第に明らかになりつつある。

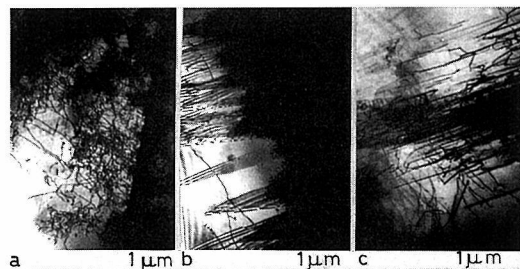


写真 摩擦面直下の変形層内の転位組織

a) ニッケル：転位は曲線的で、セル構造が発達している
b) ステライト：部分転位が動き、セル構造は発達しない
c) Ti-49%Al：転位は直線的で、セル構造は発達しない

注目発明の選定，当研究所から 3 件

科学技術庁第54回の注目発明に，当研究所から下記 3 件の発明が選定された。

磁性体微粒子の配列格子構造

発明者 中谷 功，土方政行

公開番号 特開平 04-188705

公開日 平成 4 年 7 月 7 日

従来，高周波用磁心材料としてセンダスト（アルミニウム-シリコン-鉄合金）粉，モリブデンパーマロイ（モリブデン-ニッケル-鉄合金）粉，及びカーボニル鉄粉に結合剤を混ぜ合わせて加圧形成したダストコアが用いられていた。それらの透磁率はそれぞれ80，140及び30程度であり，周波数の増大とともに減少する。またこの分野では材料開発努力の多くの部分が粉体の合金の種類の開

発に費やされていた。

それに対して微粒子配列格子構造の本発明は，従来と異なる機構による透磁率の発生の原理を提供するものでそこで用いる合金の種類を問うことなく，配列構造自体により高い透磁率を実現するものである。また従来のダストコアよりもはるかに高い透磁率（実施例では窒化鉄微粒子格子構造により透磁率180）が実現する。この技術により，今までの磁性合金種類の開発に費やされていた研究努力が軽減されるとともに，様々な格子の構造により変化に富んだ，知能的な透磁率材料が設計並びに実現可能となる。さらに軟質で可とう性に富んだ高透磁率材料が可能であり，また板，管状，その他複雑形状への加工性が優れている。

Fe-Ni-Co-Al-C 合金

発明者 大塚秀幸，梶原節夫

公開番号 特開平 03-257141

公開日 平成 3 年11月15日

形状記憶合金は，パイプの継手をはじめ，エネルギー変換材，各種アクチュエータ，センサ，防振及び防音材料さらには医療分野まで幅広く用いられる可能性があ

る，きわめて有用な材料である。しかしながら，実用化されている形状記憶合金はほとんどがNi-Ti合金で，この合金は優れた形状記憶特性を有するものの，製造，特に溶解時に特殊な技術を必要とし，製造コストは極めて高価で切削性が悪いという欠点がある。

本発明の合金は以上の欠点を解消し，安価に，しかも容易に製造可能で，強度，加工性，耐食性，形状記憶特性に優れている。

超電導磁気シールド容器及びその製造方法

（三井金属工業株式会社及び日本計器製作所株式会社との共同発明）

発明者 吉田勇二，湯山道也，井上 廉，前田 弘

（小池 淳，小高博文，加藤和彦，星野和友，

亀川 豊，鈴木雅之，中山 清，清水輝夫）

公開番号 特開平 05-283881

公開日 平成 5 年10月29日

生体磁気のような極微弱磁場の計測には，従来，強磁性体（パーマロイ等）を積層した構造の磁気シールドルームがもちいれられてきた。しかし，この場合，最も重要な低周波領域（10Hz以下）での磁気シールド効果が低下してしまい，正確な磁場の計測が困難であった。これを解決するには超電導体を用いた磁気シールドが有効であるが，従来の金属系超電導体では，液体ヘリウムを必要とし，装置の大型化や維持費の増大が避けられず普及し

なかった。

最近発見されたBi系酸化物超電導体，特に，高Tc相（2223相）は液体窒素温度で使用でき，しかも化学的に安定なため超電導磁気シールドには最も適しており，今までに，溶射等の方法で金属基材上に皮膜を形成する方法が試みられてきた。しかし，熱処理過程での皮膜の体積膨張が著しく，基材からの剝離や微細な割れが生じ，磁気シールド効果が著しく低下してしまった。本発明は，これを解決するために，特性は劣るが基材との密着性を高め，しかも熱処理中に膨張しないBi系酸化物低Tc相（2212相）と高Tc相との積層を試みた。即ち，低Tc相が高Tc相を包むようなサンドイッチ構造に積層することで，溶射後の熱処理過程での高Tc相の膨れを防止するもので，実用域の10°の磁気シールドを持つ容器の作製に成功した。この方法は，特性の改善だけでなく，より大型化を可能にするもので現在，医学分野で注目を集めている脳磁気を始めとする生体磁気計測の実現に道を開くものである。

海外での研究発表 (1995年4—6月分)

MRS 春季大会 (4月17日～4月21日, アメリカ・サンフランシスコ)

- 1) Evolution of Nanocrystal Ferromagnetic Particles in Co-Cr and Cr-Fe Alloys Observed by Atom Probe Field Ion Microscopy.

宝野和博, 他5名

タービンとコンプレッサーのための機械工学 (4月25日～4月27日, イギリス・ニューキャッスル)

- 1) Phase Decomposition in NiTi-Ni₂TiAl Alloy System.
ポール・ウォーレン, 村上秀之, 小泉 裕, 原田広史
- 2) Atom-Probe Microanalyses of Some Ni-base Single Crystal Superalloys.

村上秀之, ポール・ウォーレン, 原田広史

材料の機械的性質に関する国際会議 (5月28日～6月2日, オランダ・ハーグ)

- 1) Effect of Environment and Microstructure on the Creep Rupture Behavior of TiAl Alloy Ti-46Al.
田辺龍彦, 武藤 功, 中村森彦
- 2) Cavity Nucleation and Growth in a Fine-Grained Tetragonal Zirconia during Superplastic Deformation.
平賀啓二郎, 中野恵司

第14回国際磁石技術会議 (6月11日～6月23日, フィンランド・タンペレ)

- 1) Generation of Magnetic Fields over 21T in a 61 mm Clear Bore using Low Copper Ratio (Nb, Ti)₃Sn.
木吉 司, 小菅通雄, 井上 廉, 前田 弘
- 2) Test Operation of 40 Tesla Class Hybrid Magnet System.

井上 廉, 木吉 司, 小菅通雄, 竹内孝夫, 前田 弘

第11回結晶成長国際会議 (6月18日～6月23日, オランダ・ハーグ)

- 1) Crystal Growth of BaB₂O₄ from Melt using Pt Pipe Seed.

木村秀夫, 沼澤健則, 佐藤充典

◆短 信◆

●叙 勲

勲二等瑞宝章

前金属材料技術研究所長 中川龍一氏は金属材料技術研究所長として研究所の発展に尽力したことにより, 平成7年5月8日, 上記の勲章を授与された。

●受 賞

第30回日本科学技術情報センター賞学術賞

第4研究チーム 二瓶正俊

「統合化材料強度評価システム DIMS の構築と体系化手法の開発」により, 平成7年4月18日, 上記の賞を受けた。

科学技術研究功績者表彰

損傷機構研究部 西島 敏

「実用金属材料の統計的疲労特性の研究」により, 平成7年4月20日, 上記の賞を受けた。

創意工夫功労者表彰

反応制御研究部 岩崎 智

「コールドクルーシブル型浮上溶解装置の改良」

環境性能研究部 九島秀昭

「クリープ変位計測の自動化のための改良」

第1研究グループ 石井 明

「高速イオンによる薄膜の表面分析の考案」

第2研究グループ 荒木 弘

「気相反応浸透装置の考案」

により, 平成7年4月21日, 上記の賞を受けた。

第27回市村学術賞貢献賞

強磁場ステーション 坂井義和

「高強度・高導電性 Cu-Ag 合金の開発」により, 平成7年4月28日, 上記の賞を受けた。

科学技術庁長官業績表彰

材料設計研究部 原田広史

ニッケル基超耐熱合金の設計と開発に関する研究において、高温特性に優れた合金の設計法及び新たなニッケル基超耐熱合金を開発し、耐熱合金の高度化に貢献した。

組織制御研究部 大澤嘉昭

微細凝固組織鑄造材料の創製に関する研究において、サイアロンを用いた超音波振動付加装置を考案し、高性能新素材の開発に貢献した。

環境性能研究部 八木晃一

金属材料の高温強度特性評価に関する研究において、強度特性をミクロ損傷形態との関係から解析、評価し、金属材料の信頼性向上に貢献した。

第1研究グループ 福富勝夫

高温超伝導体の薄膜作成に関する研究において、イットリウム系超伝導膜の導体化技術を開発し、高温超伝導材料の実用化の進展に貢献した。

—— クリープ受託試験の現況 ——

クリープ受託試験は、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)及び「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、クリープ試験を実施しています。

昭和42年に開始してから平成6年度まで28年間を経過しましたが、ここでは平成6年度の試験実施状況について報告します。

受託試験受理状況は下表に示すとおりで、平成6年度については、件数が26件(前年度からの継続19件、新規7件)、試験片数100本、延べ試験時間が378,772時間で、試験片1本当たりの平均試験時間は、クリープ試験が4,941時間、クリープ破断試験が3,050時間です。

受託試験受理状況

区 分			昭和42年～平成5年度	平成6年度	計
クリープ 試 験	受 理 件 数 (件)		214	3	217
	温 度 別 試 験 片 数 (本)	300～ 600℃	1,434	5	1,439
		601～ 800℃	219	0	219
		801～1,000℃	210	6	216
		小 計	1,863	11	1,874
クリープ 破断試験	受 理 件 数 (件)		454	4	458
	温 度 別 試 験 片 数 (本)	300～ 600℃	3,579	13	3,592
		601～ 800℃	1,285	17	1,302
		801～1,000℃	873	8	881
		小 計	5,737	38	5,775
合 計	受 理 件 数 (件)		668	7	675
	試 験 片 数 (本)		7,600	49	7,649