

金材技研

科学技術庁
金属材料技術研究所

1992 No.3

ニュース

極高真空ファクトリー／プラズマ対向用材料／
原子微小変位観察

極高真空利用ファクトリーの構築

—— 究極の人工材料開発に向けて実現への第一歩を踏み出す ——

次世代の材料開発プロセスとして、単原子操作によって新材料を創製する方法の実現が期待されている。この方法は、基板表面に原子を1個ずつ並べて、2次元格子を組み、さらに、これを3次元構造に積み重ねて結晶を人工的に作り上げて行くものであり、材料創製の最も原理的な究極のプロセスである。

しかしながら、この方法で実際に材料を創製するには、清浄化・蒸着・加工・特性分析・性能評価などの一連の操作を単原子レベルで行わなければならない、その操作の間に環境からの異質原子や分子の混入によって作製材料の特性が大きく変わってしまうというおそれがある。したがってこの

プロセスの開発は、その環境を完全に制御した超清浄空間ファクトリーが構築できるか否かにかかっていると言える。

当研究所では、超清浄環境として極高真空を利用する一貫プロセスの開発を進めてきた。これは圧力が 10^{-10} Pa以下の、気体分子が皆無に近い超清浄環境である。この極高真空下で超清浄表面の作製から作製材料の評価にいたる一連の操作を可能にするために、各装置間の試料の移送並びに装置機器との試料の受渡しを行う搬送システムの設計・試作を目指している。

その第一歩として、この搬送システムに用いる容器と真空排気系の組合せである極高真空装置を試作した。この装置は、容器のみならず真空排気系やバルブなど、極高真空空間に接する全ての部品と機器について 300°C までベイキングできるようにしたものであり、これにより約 0.2m^3 の容量の空間を 10^{-10} Pa 台の極高真空にすることに成功した。

現在、作動時にガス放出が起こらない磁気浮上式搬送機構を試作中であり、この機構を本装置内に設置して、実際に極高真空空間中での試料移動を試みる予定である。

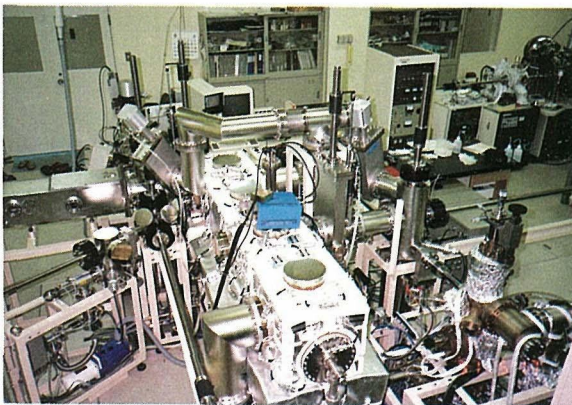


写真 試料を清浄に保ったまま、極高真空中で移送できる搬送システム用の大型真空装置

核融合炉プラズマ対向用材料の開発

—— 炭素—ホウ素—チタン化合物の創製と熱特性 ——

トカマク型核融合実験装置のプラズマ対向用材料として現在広く使用されているグラファイトは軽量である、融点が高い、および熱伝導度が高いなどの利点を有する反面、高温での昇華速度が大きい、照射により昇華が誘起される、水素同位体を取り込みやすい、損耗を起ししやすいなどの欠点を持っている。このため、次世代核融合実験装置のプラズマ対向用材料としてベリリウム、炭素基複合材料、さらにはタングステンなどの高融点金属が候補材料として挙げられているが、これら候補材料にもそれぞれ一長一短があって実用化にはまだ至らないことから、他の候補材料の探索を今後とも続ける必要がある。

当研究所では、グラファイトの長所を活かし、欠点を少なくした材料の開発をめざして、炭素(C)、ホウ素(B)、チタン(Ti)の軽元素を基とする複合材料の創製と、それらの熱衝撃試験による評価を行って、研究を進めている。C-B-Ti三元系ではそれぞれの組成の調整により、グラファイト、TiB₂、TiCの存在比を任意に調整できるので、プラズマ対向用材料として最適な組成を探索することが可能である。

試料の製造法としては、それぞれの元素粉末を機械的に混合した後、高真空中、800℃でホットプレスし、2000℃の高真空中で焼結する、あるいはHIP処理をするなどの方法を試みた。焼結させた試料(径30mm×高さ5mm)の元素粉末の配合組成とX線回折強度比を表1に掲げた。また、低エネルギー高電流電子ビーム法による、これらの試料の熱衝撃試験結果は表2に示してある。これらから、試料1～3のHIP処理材、4～6の焼結

表1 試料の化学組成と構成化合物の同定

試料No.	化学組成(原子%)			X線強度比(最大ピーク比)		
	C	B	Ti	TiC	TiB ₂	グラファイト
1	12	38	50	1	0.70	0
2	24	26	50	1	0.33	0
3	35	13	52	1	0.18	0
4	26	29	45	1	0.66	0
5	31	34	35	1	1.02	0.05
6	35	35	30	1	1.60	0.14

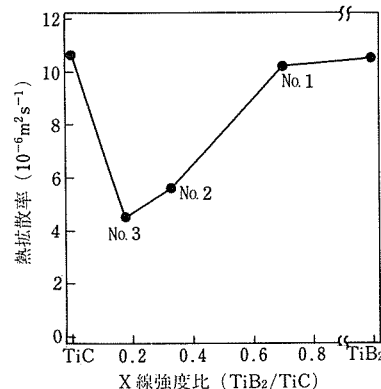
材ともにTiB₂含有量が大きいほど耐熱衝撃性は良好であることがわかる。また、耐熱衝撃性と熱伝導度の相関を明らかにするため、レーザーフラッシュ法によりHIP処理材の熱拡散率を測定してその組成依存性を調べた。図に見るように、TiB₂含有量が多いほど熱拡散率が大きくなっており、耐熱衝撃性の組成依存性とよく対応している。また、この図から試料1が有望であることが分かる。ただし、文献によれば、超高純度グラファイトの中には室温でTiCよりも10倍以上すぐれた熱拡散率をもつにもかかわらず、中性子照射するとガラス状炭素の程度(ほぼ試料2, 3の値)にまで劣化するものがある。試料1に対する中性子照射の影響が懸念されるが、もしそのような影響がなければプラズマ対向用材料として大いに期待できる。

以上のようにC, B, Tiの元素粉末を混合することによってグラファイト, TiB₂, TiCの複合材料が容易に作れ、その耐熱衝撃性も良好であった。高性能なプラズマ対向用材料の創製に向けての今後の課題としては、作製した試料に空孔が存在する

表2 試料の耐熱衝撃性

試料No.	き裂発生に必要な熱負荷(MW/m ²)
1	<38
2	<14
3	<17
4	<23
5	23-29
6	~30

るので製造法を改善すること、および、試料の中性子照射前後の熱拡散率のデータを蓄積することなどが残された。また、この系の材料の特長として比重が比較的



小さい(4~5)、融点が高い、放電加工が可能などがあり、プラズマ対向用材料のほか、種々の分野での用途が拓かれるものと思われる。

図 室温熱拡散率の化合物組成依存性

酸化イットリウム中の原子の極微小変位を観察

— 高分解能電顕像とシミュレーション像 —

結晶中の原子配列を直接観察する手段として高分解能電子顕微鏡は極めて有用である。しかし、高分解能電顕では写真上の原子像の位置は電子線の複雑な回折現象のため、しばしば実際の位置からずれて写っている場合があり、原子の整合性に関して誤った判定を下しかねない。それゆえ、既知の構造の物質について原子の電顕像と真の位置とがどのような関係にあるかを十分に研究しておく必要がある。本研究では、その例として酸化イットリウム (Y_2O_3 , C-稀土構造) を取り上げて高分解能電顕観察を行い、C-稀土構造中の陽イオンの極微小変位を初めて直接観察するとともに、電顕像のシミュレーション計算を行って電顕像と真の位置との関係、および、微小変位を詳しく調べた。

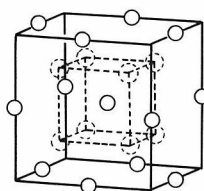
図(a)は CaF_2 構造、図(b)は Y_2O_3 の単位格子の1/8の構造を示す。 CaF_2 構造では陽イオンが面心立方格子を組み、内部に8個の陰イオンがあるのに対して、C-稀土構造では陽、陰イオンの数比が2対3であるために、一本の対角線上に陰イオンの空孔の列ができています。X線回折の結果によると、この空孔列のために陽イオンの位置が CaF_2 構造に比べて矢印の方向に0.035nm変位している。高分解能電顕の点分解能はおよそ0.17nm程度であり、このような原子の微小変位を電顕で調べるのは困難と思われる。しかし、

マルチスライス法と呼ばれる、結晶中の電子線回折に関する計算法でシミュレーションを行えば、それが可能になってくる。

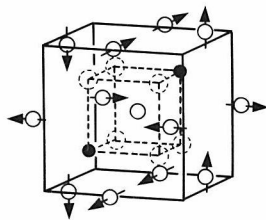
シミュレーションを行えば、それが可能になってくる。

写真1(a)は、 Y_2O_3 の原子配列を(110)面上に投影した電顕像である。黒い部分が原子像で、Y原子の投影位置を白丸で示した。各々3個の白丸で構成した三角形が示すように、Y原子は変位してジグザグに配置しており、一方、写真1(b)は、シミュレーション計算像であるが、そこにも写真1(a)と同様なジグザグが認められることから、変位した原子の像であることがわかる。写真2(a)は、(111)面上に投影した電顕像の例である。この像はコントラストを強調するため、電顕の焦点を大きくずらして撮影しているため原子は白く写っている。明るい3個の白点の集合に注目すると、全体の像のパターンには黒線で示したように6回回転対称性がある。写真2(b)の理論計算像と比較すると、酸素空孔列の位置は6回回転対称の対称中心にあることがわかった。ただし、酸素原子像のコントラストはY原子に比べて極めて弱いためほとんど写っておらず、酸素欠陥の位置はY原子位置の変位から間接的に判定している。なお、(110)面上の原子の電顕像および計算像の位置は、真の投影位置と一致しているが、(111)面上の像では、真の投影位置から一様に0.020nmほどずれて写っていることが理論的考察から言える。

このように、高分解能電顕観察では理論計算との組合せによって点分解能以下の情報をも得ることができ、複雑な結晶中の原子位置を正確に判定することが可能である。



図(a) CaF_2 の単位格子



図(b) Y_2O_3 の1/8単位格子。黒丸は酸素欠陥。矢印はY原子のずれの方向

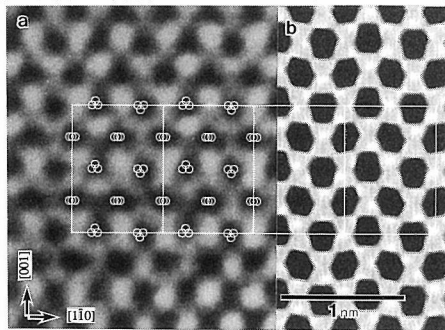


写真1 (a) (110)面の結晶構造像。(b) 計算像

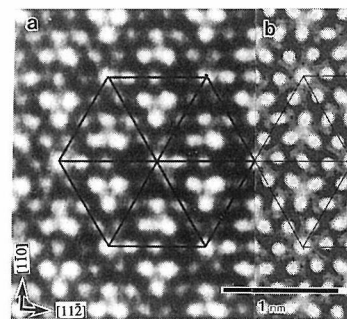


写真2 (a) (111)面の結晶構造像 (b) 計算像

4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）
日本機械学会 （神奈川・横浜国立大）	3.31～4.3	1. 7NO1-T5アルミニウム合金溶接継手の疲労特性	蛭川 寿(第5)ほか
		2. 微小圧痕の経時的变化	長島 伸夫(第5)ほか
		3. データーベースを用いた疲労強度特性の予測（第3報）	今野 武志(第5)ほか
日本金属学会 （千葉・千葉工大）	4.1～4.3	1. YBa ₂ (Cu _{1-x} Mx) ₄ O ₈ 及びY ₂ Ba ₄ (Cu _{1-x} Mx) ₇ O ₁₅ (M=Ni, Fe, Co)	山田 裕(物性)ほか
		2. 表面改質によるV-Ni合金の水素透過性の改善	西村 暁(機能)ほか
		3. Ll ₂ 型規則合金(Co, Fe) ₃ Vの環境脆化	西村 暁(機能)ほか
		4. CVMによるTi-Al型における α (HCP)/ α_2 (DO ₁₉)相平衡計算	小野寺秀博(設計)ほか
		5. Ni ₃ Alの一方方向凝固過程	平野 敏幸(反応)ほか
		6. 一方方向凝固Ni ₃ Alの室温変形挙動	平野 敏幸(反応)ほか
		7. 一方方向凝固Ni ₃ Alの成長条件と室温延性	廻 俊夫(反応)ほか
		8. 表面偏析した硫黄の拡散接合部への影響	大橋 修(組織)
		9. Fe-Ni-Cr合金におけるバルスイオン照射による過渡的クリープ	岸本 直樹(計測)ほか
		10. Cu-M(M=Fe, Ag, Mo) メカニカルアロイニング合金のEXAFS解析	桜井 健次(計測)ほか
		11. 水素混合ガスを用いたグロー放電質量分析法における相対感度係数	齋藤 守正(計測)
		12. ヒストグラム解析を応用した材料組織の評価	木村 隆(計測)ほか
		13. 陽イオン交換分離-黒鉛K α 原子吸光法及び誘導結合プラズマ発光分析法	山口 仁志(計測)ほか
		14. フッ化分離-吸光光度法による黒鉛中の微量ケイ素の定量	山口 仁志(計測)ほか
		15. 恒温鍛造したTiAl基合金の室温引張延性	中村 森彦(第3)ほか
		16. TiAl基合金の高温強度に及ぼす添加元素の影響	橋本 健紀(第3)ほか
		17. Ti-Al-Nb 3元金属間化合物の組織と相安定性	竹山 雅夫(第3)ほか
		18. Ti-Ni形状記憶合金薄膜のマイクロアキュエーター特性	石田 章(第3)ほか
		19. Ni-Ti-O系超微粒子による水の光分解	大野 悟(第4)ほか
		20. ($\alpha_2 + \gamma$) 型金属間化合物の焼結特性	村松 祐治(第4)ほか
		21. セラミックスの疲労に及ぼす破壊靱性および組織の影響	崔 乾(力学)ほか
		22. ガラス材料の局部荷重繰返しによる損傷累積	高倉 英樹(力学)ほか
		23. RBS-PIXE 複合分析法による酸化物超電導薄膜の評価	石井 明(表面)ほか
		24. Arイオン照射によるBi系超電導薄膜の表面改質	齋藤 一男(表面)ほか
		25. 低温窒素注入した純鉄およびSUS304の表面機械的特性	齋藤 一男(表面)ほか
		26. 膜厚300ÅのBi系超電導薄膜に対するArイオン照射効果	貝瀬 正次(表面)ほか
		27. BiSr ₂ CaCu ₂ O ₈ 厚膜組織に及ぼすA添加効果	熊倉 浩明(第1)ほか
		28. 極低温内部疲労き裂発生に及ぼす微小欠陥の影響	梅沢 修(第1)ほか
		29. 統合モデルによる低温照射下クリープの計算	永川 城正(第2)ほか
		30. 照射後焼純による9Cr鋼の中性子照射硬化の回復	阿部富士雄(第2)ほか
		31. グラファイト基板上のレーザーCVD SiC膜の結晶性	鈴木 裕(第2)ほか
		32. Ni基ODS合金MA754の長手方向粒界におけるクリープキャビテーション	平賀啓二郎(第2)ほか

学・協会名	開催期間	発 表 題 目	発表者 (所属)
日本鉄鋼協会 (千葉・千葉 工業大学)	4.1～4.3	1. ニッケル基ODS超合金の圧縮降伏強度 2. コールドクルーシブルの浮揚力に及ぼす電源周波数重量の影響 3. 高強度球状黒鉛鋳鉄(ADI)の切削抵抗 4. ミクロ組織の異なる鋼の切削における切りくずせん断領域 5. CaOるつぼによるTiAlの機械的性質に及ぼす組織の影響 6. 黒鉛炉原子吸光法による鉄鋼中の微量Mo, V及びTiの定量 7. 低合金鋼SCMV2の疲労強度の温度, 速度依存性 8. 炭素鋼板SB450の中温度域における低サイクル疲労特性 9. 高融点金属元素(Hf, Ta, W, Re)含有TiAl基合金の機械的性質 10. 熔融金属の微粒化—粒度分布からの一考察— 11. 耐熱鋼の高温引張強度とクリープ破断強度との関係 12. Ti粒子で強化したチタン基複合材料の製造と機械的性質 13. ODS合金MA754のLT方向での高温引張り性質と粒界破壊	川崎 要造(設計)ほか 櫻谷 和之(反応)ほか 山本 重男(組織)ほか 山本 重男(組織)ほか 佐久間信夫(組織)ほか 小林 剛(計測)ほか 佐藤 守夫(環境)ほか 木村 恵(環境)ほか 信木 稔(第3)ほか 原田 幸明(第4) 芳須 弘(第5)ほか 萩原 益夫(力学)ほか 平賀啓二郎(第2)ほか
溶接学会(東京・国立教育 会館)	4.15～4.17	1. 拡散接合における真空中加熱処理の効果 2. 溶射皮膜の急冷応力と機械的性質の関係	大橋 修(組織) 黒田 聖治(組織)ほか

◆特許速報◆

●出 願

発 明 の 名 称	出 願 日	出願番号	発 明 者 名
超電導磁気シールド容器及びその製造法	3.11.21	03-331515	吉田勇二, 前田 弘, 湯山道也, 井上 廉, 他5名 (三井金属及び日本計器との共同出願)

●登 録

発 明 の 名 称	登 録 日	登録番号	発 明 者 名
ニッケルと窒化チタン超微粒子の接合した複合超微粒子の製造法	3.12.20	1628007	大野 悟, 本間一広, 奥山秀男, 尾沢正也

◆短 信◆

●海外出張

氏 名	所 属	期 間	行 先	用 務
関根 久	第1研究グループ	4.2.10～4.3.10	アメリカ	日米科学技術協力に伴う共同研究

金属材料技術研究所科学技術週間行事のお知らせ

当研究所は、「科学技術に対する国民の関心と理解を深め、次代を担う青少年の科学する心を育てる」という科学技術週間の趣旨にのっとり、下記の行事（内容の一部は予定）を実施致します。多数の御来場を、お待ちしております。

(1) 研究所の一般公開

●筑波支所（茨城県つくば市千現1-2-1）

日時：4月17日(金)、10時～16時

おもな展示・公開内容：先端材料の溶解／セラミックスの疲労／延性金属間化合物／超急冷凝固粉末／合金の設計／極高真空の発生と利用／量子井戸箱の作製／イオン注入の応用／X線マイクロCT／サブナノトン／極低温材料試験機／超電導体の薄膜／超電導体の線材／超強力マグネット

問合せ先：管理課管理係（0298）51-6311（内線223番）

●本所（東京都目黒区中目黒2-3-12）

日時：4月21日(火)、13時～17時

おもな展示・公開内容：表面改質／界面接合／超微粒子／磁性流体／レーザ超音波顕微鏡／耐環境性金属間化合物／一方凝固用溶解炉／色記憶合金／単結晶多層材料／傾斜機能材料／非接触溶解／超精密磁界マグネット／画像処理の応用／合金の設計／超清浄空間技術／結晶成長のCG／無錐型引上連鑄／材料強度試験／材料寿命予測／超電導材料データベース

問合せ先：管理部庶務課庶務係（03）3719-2271（内線229番）

(2) SCIENCE NOW '92への出展

日時：4月14日(火)～4月17日(金)、9時45分～16時30分

場所：テクノロジー・ジャパン '92展（晴海・東京国際見本市会場）内

おもな展示内容：超電導材料／磁気冷凍作業物質／色記憶合金／熱電素子／半導体レーザ／磁性流体／燃焼合成線材／単結晶材料／複合材料／積層材料／傾斜機能材料／超耐熱合金／超塑性合金／超微粒子／超急冷凝固粉末／合金の設計／インテリジェント材料／40Tハイブリッドマグネット模型

問合せ先：管理部企画課普及係（03）3719-2271（内線278番）

(3) ぼくとわたしの金属教室——金属と友だちになろう！

おもな内容：小・中学生向けのパネルや模型、簡単なクイズや実験など

●つくば地区行事

日時：4月18日(土)、13時～16時

場所：金属材料技術研究所筑波支所

問合せ先：管理課管理係

(0298)51-6311(内線223番)

●東京地区行事

日時：4月19日(日)、10時～15時

場所：科学技術館5階（北の丸公園）

問合せ先：管理部庶務課庶務係

(03)3719-2271(内線229番)

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
TEL(03)3719-2271, FAX(03)3792-3337
(筑波支所) 〒305 茨城県つくば市千現1-2-1
TEL(0298)51-6311, FAX(0298)51-4556

通巻 第399号 平成4年3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