

# 金材技研

## 1981

# ニュース

科学技術庁

金属材料技術研究所

### セラミック粒子分散強化型高性能複合材料の開発研究始まる

——粉末冶金・HIP・一方向性再結晶の連けいプレイ——

現代技術の最先端を行く航空機用エンジン、ガスタービンなどでは、より高い性能と信頼性が常に求められ、これを担う材料の開発が競って行われているが、超合金と呼ばれる材料でも、最高使用温度は1000℃付近で頭打ちの傾向にある。この壁を打破するため、セラミック粒子を合金中に分散させた耐熱複合材料が各国で注目を集めているが、これを作るには、普通の合金の場合のように金属を溶解してセラミック粉を混ぜればよいというわけには行かない。セラミックは一般に金属よりも比重が小さいので、均一に混ざらないためである。

そこで、エネルギー機器材料研究グループ、金属加工研究部及び材料強さ研究部の協力のもとに、粉末冶金技術を応用してこの種の複合材料を溶解によらずに製造する方法の確立を目指した特別研究が、本年4月にスタートした。すなわち、これまでに多くの実績をあげてきた粉末製造技術をさ

らに改良して焼結性の優れた超合金粉末を製造し、この合金粉とセラミック粉とを高エネルギーボールミルにより混合、合金化（機械的合金法）して複合材粉末を作る。この複合粉を熱間静水圧プレス（HIP）及び押し出し加工により焼結成形し、出来た棒材に一方向再結晶処理をほどこしてさらに強度を高める。今年度は合金粉製造のための条件の検討を行っているが、今後、高エネルギーボールミル及び熱間静水圧プレスを整備する計画であり、順調に進めば58年度中にはセラミック粒子分散強化型耐熱材料が誕生する。

この開発が成功すれば、現在900℃前後の耐熱合金の使用温度を一挙に200℃以上高めることも、あながち夢ではない。更に、機械的合金法とHIP技術の組合せは、機能材料も含めたさまざまな複合材料の製造にも大きな波及効果をもたらすことが期待されている。

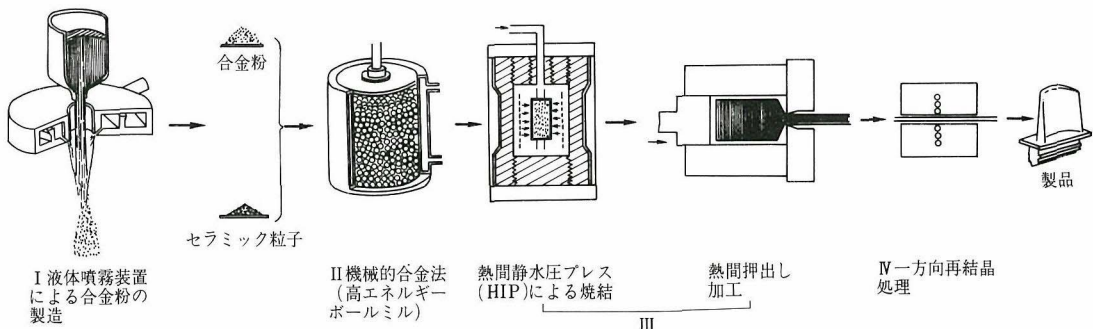


図 セラミック粒子分散強化型複合材料の製造工程

# エレクトロニクスに新時代を開く半導体レーザー

——重要な位置を占める材料研究——

## 情報処理技術の壁に挑む

### オプトエレクトロニクス

1960年、ベル研究所でこの世に初めて出現した「レーザー」は、現在では医療用メス、精密溶接機、各種測定機器などに広く利用されているが、特に、情報伝達・処理技術の分野では、革命的とも言える変革をもたらすものであった。

情報伝達・処理技術が質量共に高度化するのにもとない、エレクトロニクスに対する要求が飛躍的に拡大し、将来、従来の固体エレクトロニクスだけでは原理的に対応しきれなくなることも予想されている。この壁を打開する一つの有力なものとして、レーザーを中心とした光学的機能のエレクトロニクスへの導入—オプトエレクトロニクスが登場した。

レーザーは誘電放出と呼ばれる量子力学的現象を電磁波の増幅・発振に利用したものであり、その電磁波は周波数が光の領域にあるため、レーザー光と呼ばれている。レーザー光はほとんど完全に位相のそろったコヒーレントな電磁波であり、周波数上限が、在来エレクトロニクスではせいぜい100GHzであるのに対して100THz以上であり、利用周波数範囲が $10^3 \sim 10^5$ 倍である。このため、レーザーを情報の伝達・処理技術に利用することにより、その能力を飛躍的に高度化させることが可能となる。現在、光通信あるいはビデオ・オー

ディオディスク(光ディスク)として実用化されているのがその一つである。図1に示されているように、エレクトロニクスの進歩がその利用周波数帯の拡張と密接に結びついていることから、レーザーというハードウェアが将来のエレクトロニクスに対して持つ意味を、容易に推察することができるであろう。

### オプトエレクトロニクスの心臓は半導体レーザー

レーザーには、気体レーザー、液体レーザー、固体レーザーおよび半導体レーザーがあるが、超小型であること、高効率に高輝度発振ができること、容易に変調できること、集積化が可能であること、信頼性が高いこと、量産可能であることなどの理由から、オプトエレクトロニクスの実用化には、半導体レーザーの出現が不可欠であった。

半導体レーザーは、1961年にGaAsのP-N接合を用いて初めて実現されたが、室温での連続発振は不可能であった。1970年にヘテロ接合と呼ばれる構造のものが開発され、室温での連続発振が成功し、半導体レーザー実用化への道が大きく開かれた。半導体レーザーの構造は図2に示すようなものであり、結晶性の良い発光材料半導体膜及び良好なヘテロ接合を作ることが製造上の鍵になっているため、半導体レーザー開発においては、材料研究がその重要な位置を占めている。

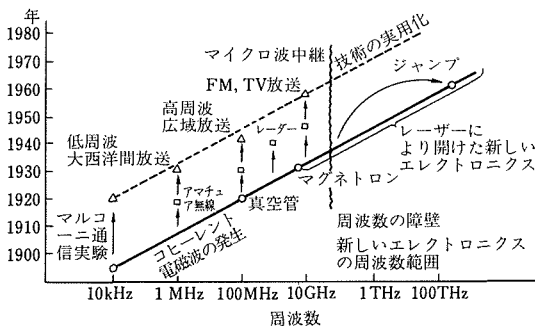


図1 エレクトロニクスの発展と利用周波数との関係 (日本物理学会編、「レーザー、その科学技術にもたらしたもの」より)

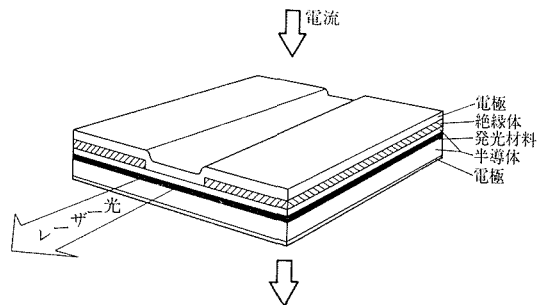


図2 ヘテロ接合半導体レーザー、典型的な大きさは  $200 \times 500 \times 50 \mu\text{m}$ 。

## 半導体レーザー開発の三つの方向

半導体レーザーの研究は、大別すると、光ディスク及びレーザープリンタなどの光情報処理装置の光源となる可視領域 ( $0.8\mu\text{m}$ 以下)、石英系ファイバーを用いた光通信の光源となる近赤外領域 ( $0.8\sim 2.0\mu\text{m}$ )、極低損失ファイバーを用いた光通信の光源及び超高分解能分光用光源となる赤外領域 ( $2.0\sim 10\mu\text{m}$ ) の三つの方向で展開している。

可視領域の半導体レーザーは光ディスクなどで一部実用化されており、民生機器で将来大きな需要が期待できることから、主に弱電機メーカーにより、しのぎを削る開発研究が行われている。近赤外領域の半導体レーザーは、光通信用光源として電電公社、KDDなどを中心に開発が進められ、ほぼ実用化の域に達している。

一方、赤外領域の半導体レーザーはまだ実用化されたものはないが、石英系ファイバーより損失が  $1/100\sim 1/1000$  少ない極低損失ファイバーを用いた光通信の光源として、又この波長帯の半導体レーザーに特有な波長可変性を利用した周波数変調光通信の光源として、更に通常の回折格子型分光器よりも分解能が  $100\sim 1000$  倍優れた超高分解能分光器用の光源として、その実用化が注目されている。

### 当研究所で進む新しい 半導体レーザーの開発

当研究所では、赤外領域の半導体レーザーとして、スピネル型強磁性半導体である  $\text{HgCr}_2\text{Se}_4$  と、岩塩型固溶半導体である  $\text{Pb}_{1-x}\text{Cd}_x\text{S}$  について、研究を進めている。

$\text{HgCr}_2\text{Se}_4$  については、当所においてこれまでに進めて来た基礎的な研究の成果に基づいて、温

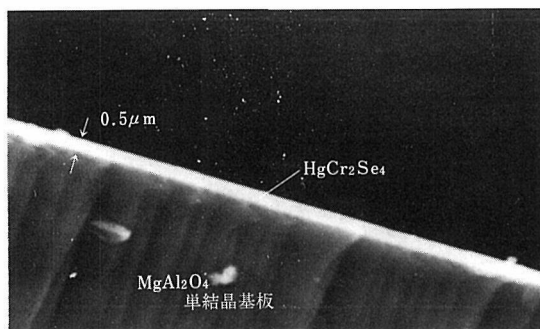


写真1  $\text{HgCr}_2\text{Se}_4$  薄膜の断面

度あるいは印加磁場の大きさによりレーザー波長が  $1.5\sim 4\mu\text{m}$  の広い範囲で変化する可能性のあることを明らかにした。この変化率は、従来の他の材料に比較して約10倍の大きさである。この可能性を更に追求するため、現在、分子線エピタキシャル結晶成長装置により、 $\text{HgCr}_2\text{Se}_4$  の薄膜作製実験を行っている。

写真1は、金属物理研究部で初めて作製に成功した  $\text{HgCr}_2\text{Se}_4$  薄膜の断面写真である。これはまだ多結晶薄膜であるが、今後良好な結晶性を示す単結晶エピタキシャル膜を、 $\text{HgCr}_2\text{Se}_4$  と同じ結晶構造を持ち、かつほぼ等しい格子定数を持つ半導体 ( $\text{HgIn}_2\text{S}_4$ ,  $\text{CdIn}_2\text{S}_4$  など) 単結晶基板上に作製し、ヘテロ接合をつくる予定である。

写真2は、金属物理研究部で試作した  $\text{Pb}_{1-x}\text{Cd}_x\text{S}$  P-N接合による半導体レーザーである。 $\text{Pb}_{1-x}\text{Cd}_x\text{S}$  については、従来P-N接合を用いたレーザーの研究が報告されているが、P-N接合では30K以上の温度では発光しないため、実用上使いやすい温度で発光するように、ヘテロ接合構造にする必要がある。ヘテロ接合構造にするための適切な相手物質はこれまで見出されていなかったが、金属物理研究部でこれを初めて見出し、現在その良好な単結晶の作製を行っている。今後は、分子線エピタキシャル結晶成長装置などを用いて、この単結晶基板上にヘテロ接合の作製実験を行なう予定である。

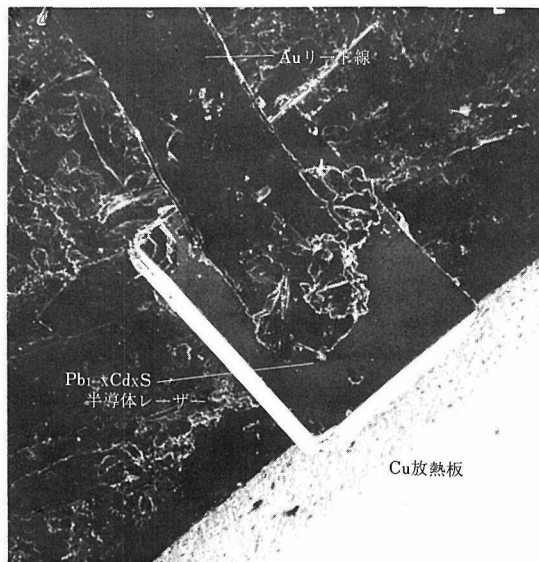


写真2  $\text{Pb}_{1-x}\text{Cd}_x\text{S}$  P-N接合レーザー、大きさは  $300\times 600\times 30\mu\text{m}$ 。

### 放射線損傷に強い特殊周期

#### 構造合金の存在を実証

当研究所では、耐放射線性がきわめてすぐれた特殊な周期的微細構造の存在を理論的に見出し、 $\gamma'$ 析出粒子からなる周期的構造を有する析出硬化型Ni基合金を使って、その存在を実証することに成功した。合金の放射線損傷の目安となるボイド・スウェリング量は、 $\gamma'$ 粒子の平均間隔あるいは周期の増大とともに変化するが、その間隔をおよそ30nmに制御することによりスウェリング量を極小値にすることができる。このような特殊構造に見出された材料特性は、最適な機械的特性と耐放射線特性を同時に備えた金属材料を設計する上で、有益な指針となる。(金属物理研究部)

### 石炭燃焼ガスによる耐熱

#### 合金の腐食試験

石炭燃焼ガス中での耐熱合金の腐食実験が電源開発(株)と共同して行われる。この実験は燃焼器及びガスタービン用材料を石炭燃焼ガス中に曝露するもので、これからガス中に含まれる微細な固体粒子によるエロージョンや微量のアルカリ性塩類による侵食など、これまでの石油系機器とは異なる、石炭転換機器に固有の材料問題について多くの情報が得られるものと期待される。実験装置は5ton/日低カロリー石炭ガス化炉(石炭技術研究所夕張実験場)に直接接続されており、実験には他に、(株)日立製作所、三菱重工業(株)、東京芝浦電気(株)の3社が参加する。

(エネルギー機器材料研究グループ)

### GdCo<sub>5</sub>単結晶の磁化反転機構

希土類コバルト金属間化合物は高性能永久磁石として既に使用されているが、基本的な性質についてまだ不明な点が多く磁場によって磁化の方向が反転するメカニズムさえもはっきりとは分っていない。希土類金属の中でも特に大きな磁気モー

メントを持つガドリニウムを含むGdCo<sub>5</sub>化合物では、特定の磁場で磁化の反転が急激に起るという特異な現象が見られる。これは熱活性化された反転磁区の芽が試料を横切って急速に成長するという緩和過程に起因することが分った。このような磁区の振舞いは、SmCo<sub>5</sub>微粉末磁石にも見られることが確認された。この現象は、希土類磁石の磁気安定性、保磁力の温度変化などに直接関連しており、実用上極めて重要な問題の理解に役立つと考えられる。(極低温材料研究グループ)

### さびを用いて海水からLiを回収

核融合炉の燃料に必要なLiは将来飛躍的な需要増大が予想され、海水1ℓ中に約0.2mg存在しているLiを回収する必要性が指摘されている。このため、Alのさびが吸着性を持つ水酸化アルミニウムであることに着目し、金属Alを海水と接触させるだけでそのさび中にLiが抽出できることを利用して、海水中の微量Liを回収する研究を行っている。現在までのデータによれば、1tonのAlで約8kgのLiを抽出できるが、1tonのAlの電解に必要な電力は、核融合炉では2~3gのLiで得られるので、エネルギー収支も充分であろう。(金属化学研究部)

### 各姿勢での電子ビーム

#### 溶接の欠陥防止と制御

電子ビーム溶接は厚肉、超厚肉構造材料の溶接に適し、しかも溶接変形を著しく抑えることができるため、原子炉圧力容器と配管、核融合炉磁場コイル支持台、深海潜水船耐圧殻などの組み立てに利用されようとしている。これらは安全性に特別な配慮が要求されると同時に、あらゆる姿勢での溶接施工が必要である。当研究部では、種々の姿勢での適正な電子ビーム溶接施工法を確立するため、熔融金属の動きと凝固過程を系統的に調べ、溶接欠陥の発生過程とその防止法の検討を行っており、既に一部の高温割れなどの欠陥防止の基本的な施工指針及び制御方式を明らかにした。

(溶接研究部)

## 【出願公開発明の紹介】

**酸化アルミニウムを複合  
蒸着した耐熱性けい化物  
皮膜の製造法** 特公開昭56-65979  
昭和56年6月4日

本発明は、シリコン蒸気、アルミニウム蒸気及び酸素の混合蒸気に、窒素含有ガス又は炭素含有ガスを混合した気相中に、グロー放電を誘起させて、プラズマ化学反応を起させ、基材上に複合けい化物を析出させることを特徴とする耐熱性けい化物皮膜の製造法である。本製造法によると、従来の物理蒸着によるけい化物皮膜に比べ、耐熱性及び耐蝕性に優れた複合けい化物皮膜が得られる。又、窒素を含有するけい化物皮膜は、大きな電気抵抗を有しているため高温電子材料等への利用が期待される。

**Nb<sub>3</sub>Sn 超電導体の  
製造法(イ)** 特公開昭56-69721  
昭和56年6月11日

本発明は、Nb-Hf 合金芯と純Cu 又は低濃度のSnを含むCu基合金マトリックスとからなる複合体を線状、テープ状等に加工した後、該加工材のマトリックス表面に純Sn膜或いはGa 又はAlを含んだSn合金膜を付着させ、熱処理を行い複合体境界面にNb<sub>3</sub>Sn化合物層を拡散生成させることを特徴とするNb<sub>3</sub>Sn超電導体の製造法である。本製造法によれば、マトリックスの加工性を害さずに十分な量のSn及びGa 又はAlを添加し得るので、高磁界特性が著しく改善されたNb<sub>3</sub>Sn極細多芯線の作製が容易になり製造コストが著しく節減される。なお、Nb芯に添加するHfもNb<sub>3</sub>Sn超電導体の高磁界特性の改善に大きな効果を有する。

**Nb<sub>3</sub>Sn 超電導体の  
製造法(ロ)** 特公開昭56-69722  
昭和56年6月11日

本発明は、Nb-Hf合金芯とCu-Ga、Cu-Al 2元合金又は更にSnを少量含む3元合金マトリックスとの複合体を線状、テープ状等に加工した後、該加工材のマトリックス表面に純Sn膜を付着させ、

熱処理を行い複合体境界面に高磁界特性の改善されたNb<sub>3</sub>Sn化合物層を拡散生成させることを特徴とするNb<sub>3</sub>Sn超電導体の製造法である。本製造法は、発明「Nb<sub>3</sub>Sn超電導体の製造法(イ)」と同様に良好な加工性を保持してSn、Ga、Alを十分な量を添加することができて高磁界特性を改善するので、加工費の低廉な高磁界発生装置用超電導線材の製造法として期待される。

**溶鉄の連続予備処理  
兼ガス製造法** 特公開昭56-69320  
昭和56年6月4日

本発明は、溶鉄を連続的に炉の一端より流入せしめて他端より排出し、その間に溶鉄の精錬を行う方法において、主として溶鉄の流入端に近い部分において溶鉄の脱珪を行い、これに引続いて固体炭化水素と酸素の吹精、又は固体炭化水素、鉄鉱石と酸素の吹精、必要に応じて水蒸気の吹精を連続的に溶鉄スラグエマルジョン中へ行い、発生ガスの回収を行うとともに、生成したスラグの全部又は一部をその量を調整して主として溶鉄の排出端に近い部分に移送し、酸素、脱磷・脱硫剤の吹精により溶鉄処理を行うことを特徴とする溶鉄処理とガス製造を同時に行う方法であり、一貫製鉄システムにおける省エネルギー及び所要組成の還元性ガスを製造すると同時に、銑鉄一貫プラントにおける効率的な製鋼を行う方法を提供するものである。

**チタンの表面硬化法** 特公開昭56-81665  
昭和56年7月3日

本発明は、チタンの表面にニッケルを付着させた後、真空又は不活性ガス雰囲気中で800~900℃に加熱してチタンの表面にTiNi相を形成させ、これを前記温度から焼入れを行うことを特徴とするチタンの表面硬化法である。本方法によれば、チタン部品の耐摩耗性を著しく向上させることができる。同種又は異種金属更には金属以外の物質(粉体、流体、土壌等)と接触摺動するチタン部品に本方法を施すことにより、部品の寿命を飛躍的に延ばすことが可能となる。又、従来適用が困難であった部品へのチタンの応用も期待される。

## 【盛況だった創立25周年記念研究講演会】

当研究所の創立25周年を記念して11月10日開催された記念研究講演会は、民間企業の技術者、大学関係者等約300名の来聴を得て盛況のうちに行われた。



### ＜1981年金材技研ニュース題目一覧＞

題	目	No.	通巻	題	目	No.	通巻
<b>材料開発(I)部門</b>				<b>材料信頼性部門</b>			
純モリブデンと純鉄の冷間圧延集合組織の相異		1	265	原子炉の信頼性を高めるために		2	266
鋼の焼入性試験における熱間加工条件の検討		2	266	ついに10万時間(11年半)を超えるクリープデータ		5	269
高効率ガスタービン用超耐熱合金の開発		3	267	国際協力で進めている金属材料の大気腐食試験		6	270
三元化合物半導体の特性制御		同	同	SUS304 鋼のクリープと疲労の相互作用		同	同
マルテンサイト相による鋼の被削性改善		同	同	疲れ破壊のメカニズムとフラクトグラフィ		8	272
熱を直接電気に変える耐熱材料		5	269	表面被覆層の損傷を加熱だけで修復する		10	274
TiNi皮膜によるチタンの表面硬化法を開発		6	270	<b>特許紹介</b>			
原子力製鉄用超耐熱合金		7	271	ジャイアント・パルスレーザー光による熔融物質の直接分析装置		2	266
記憶のメカニズムを“見る”		8	272	水溶性自硬性鋳型の製造法		同	同
風からエネルギーを取り出す一風トピア計画		9	273	焼結鍛造用含Cr低合金鋼粉及びその製造法		8	272
超微粒子…粒径をそろえて磁気特性をさらに向上		10	274	Nb <sub>3</sub> Sn複合超電導体の製造法		同	同
石炭をエネルギー源として甦らせるために		11	275	<b>その他</b>			
エレクトロニクスに新時代を開く半導体レーザー		12	276	年頭のごあいさつ		1	265
<b>材料開発(II)部門</b>				1980年外国人来訪者一覧		同	同
超電導材料・最近の研究から		4	268	出願公開発明の紹介		3, 6 9, 12	
イオンビーム照射下におけるクリープ試験の重要性		5	269	機構改正		4	268
強力鋼の海水環境中疲れ試験		8	272	研究成果の発表		4, 10	
夢のエネルギーの実用化を目指して		11	275	金材技研滞日記		5	269
<b>生産技術部門</b>				1/4世紀の年輪を刻んだ金材技研		7	271
新しい製鉄法について		1	265	クリープ受託試験の現況		同	同
表面部を低膨張材とした鋳造用金型材の開発		2	266	特許出願速報		7, 11	
工具鋼と高速度鋼の発光分光分析		4	268	金属材料技術研究所創立25周年記念講演会プログラム		9	273
日中共同研究第1号		9	273	スポットニュース		9~12	
				金材技研ニュース題目一覧		12	276

通巻 第276号

編集兼発行人 荒木慎介  
印刷 株式会社三興印刷  
東京都新宿区信濃町1-2  
電話 東京(03)359-3811(代表)

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所  
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