

# NRIM NEWS



科学技術庁 金属材料技術研究所

National Research Institute for Metals



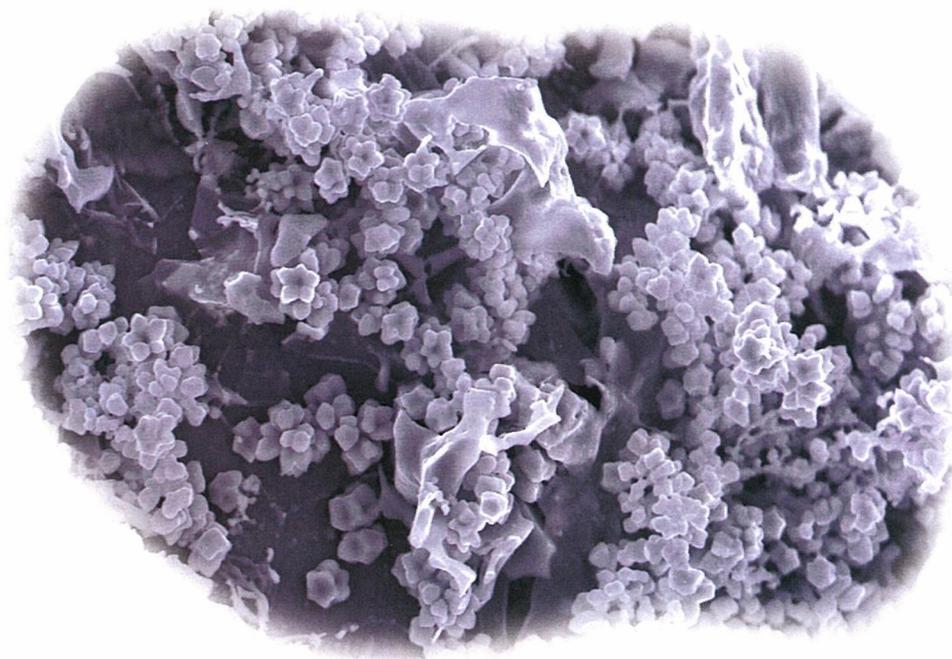
## 研究最先端

- 耐熱性金属間化合物Ni<sub>3</sub>Al箔の製造に成功  
—冷間圧延で厚さ100ミクロン以下の箔に—
- フェムト秒時間領域におけるコヒーレントフォノンの研究  
—1000兆分の1秒の世界を観る・制御する—

## ワークショップ報告

- 第4回超鉄鋼ワークショップ  
「超鉄鋼材料：世界の研究動向と実現への展望」

えぬりむ



4

2000 APRIL

力学機構研究部  
平野 敏幸

## 耐熱性金属間化合物Ni<sub>3</sub>Al箔の 製造に成功

—冷間圧延で厚さ100ミクロン以下の箔に—

薄く広げ延ばせる性質を展延性と言い、金属の特徴の1つです。しかし、2種類以上の金属元素が規則的に配列した金属間化合物には展延性がなく、ほとんどがセラミックスやガラスのように脆いと言われていました。ここでとりあげるNi<sub>3</sub>Alもこの脆い金属間化合物ですが、私達は(株)日鐵テクノリサーチと共同研究で、冷間圧延によって厚さ90ミクロンの箔を製造することに成功しました(写真1)。この箔は非常に硬くなっていますが、加工ができるという、金属の優れた特徴は生きています。折り曲げることができ、溶接もできるので、紙細工のように複雑な形状の構造体を作ることが可能です。

ステンレス鋼など通常の金属材料は、高温になるほど強度が低下しますが、Ni<sub>3</sub>Alは逆に増大します(図1)。800℃で強度は最大になり、その値は室温の約8倍にもなります。また、Ni<sub>3</sub>Alは耐酸化性、耐食性も優れていますから、耐熱構造材料として期待されています。Ni<sub>3</sub>Alが脆いのは、結晶粒界で簡単に破壊するためです。1979年、東北大学の青木、和泉は画期的な脆さの改善法を発見しました。ボロンを微量添加すると、結晶粒界が強化されて、粒界で破壊せず、大きな延性を示し



写真1 冷間圧延した厚さ90ミクロンのNi<sub>3</sub>Al箔。箔の表面性状はよく、滑らかで美しい

ます。しかし、それでも強く冷間圧延をするには無理があり、800ミクロン以下の薄い箔を作ることはできませんでした。私達は、1990年、ボロン添加に頼らず、一方向凝固のみで脆さを改善する方法を見出しました。一方向凝固すると、結合力の弱い不規則粒界が少なくなり、代わりに小傾角粒界、双晶境界など結合力の強い特殊な結晶粒界を主とする凝固組織になるからです。その結果、70%以上の引っ張り伸びができるまで延性が大きくなりました。今回、この延性のある一方向凝固材料から、厚さ2mm板(幅9mm、長さ130mm)を切り出し、室温で4段ロール、超硬ロールを用いて圧延を行いました。途中で中間焼鈍することなく、写真1に示すように、90ミクロン厚さの箔(幅10mm、長さ1mのテープ状)まで圧延することに成功しました。現在、最大55ミクロン厚さまで圧延可能です。家庭用のアルミニウム箔は15ミクロン厚さですから、これ

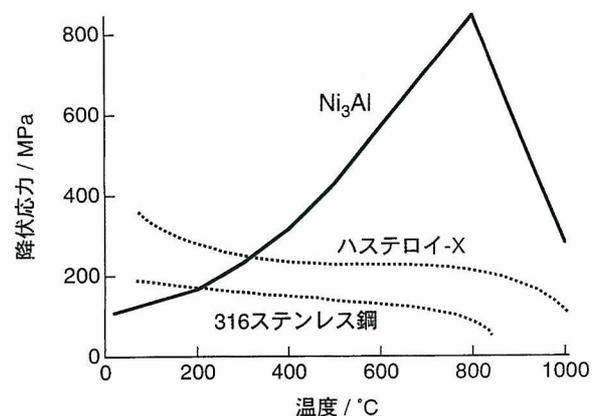


図1 金属間化合物Ni<sub>3</sub>Alの強度は、通常の金属材料(例えば、耐熱合金ハステロイXや316ステンレス鋼)と異なり、800℃までは高温になるほど増大する。高温では、ハステロイXや316ステンレス鋼よりも、はるかに強度が高い。

には及びませんが、脆いことで知られる金属間化合物が、このように薄い箔まで強冷間圧延できることは極めて異例です。

箔は圧延率95%以上の強い加工を受けていますから、硬くてバネのような弾性変形をします。しかし、さらに、強く曲げて、塑性変形しても破壊することはありません。約180°まで折り曲げられるほど加工性がよいので、波形、櫛形のような形状にプレス成型できます。また、NiとAlだけの非常に単純な材料ですから、溶接時の合金元素の偏析などの問題はありません。YAGレーザーを用いて、溶接ができることを確かめています。

冷間圧延箔は高温で使用すると、脆くならないか懸念されます。強加工した金属を高温に加熱すると加工歪みが消滅しますが、この過程で新しい結晶粒が作られます。これは再結晶と呼ばれる現象です。問題は、新しくできた再結晶粒が結合力の弱い不規則粒界を多く含むようだと、Ni<sub>3</sub>Alは脆くなってしまいます。しかし、幸いなことに適切な熱処理を行うと、このような危惧をする必要はありません。図2に示すように、1300℃の高温に加熱し、再結晶した後でも、4.5%以上の引っ張り伸びがあります。挿入図のように、曲げることもできます。再結晶した結晶粒界を調べると、小傾角粒界、双晶境界の占める割合が高いことがわかりました。改めて、Ni<sub>3</sub>Alの脆さを克服するには、結合力の強い小傾角粒界、双晶境界中心の金属組織に制御すればよいことがわかりました。

Ni<sub>3</sub>Al箔は高温構造材料としてどのような利用法があるのでしょうか。成型性、溶接の良さを活かして、ハニカム構造、コルゲート構造などの構造体の製作を考えています。図3は、トラス型ハニカム構造体と呼ばれるもので、段ボールのような構造体です。2枚のフェースシートと間の波形のコアをレーザーで溶接して組み

立てます。このような隙間の大きい構造にすると、大幅に軽量化できます。剛性を高めることもできます。高温強度、耐酸化性の優れたNi<sub>3</sub>Alですから、耐熱性があります。バルク材では考えられないような軽量耐熱構造体が期待できます。このハニカム構造体は、ジェット機、自動車などのエンジンのエンジン部品に応用できることでしょう。

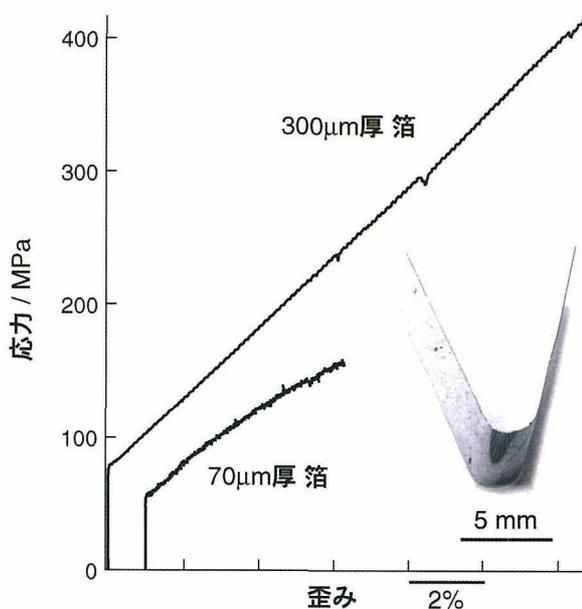


図2 1300℃で加熱して再結晶したNi<sub>3</sub>Al箔の引っ張り試験結果。降伏後、4.5%以上の引っ張り伸びを示す。

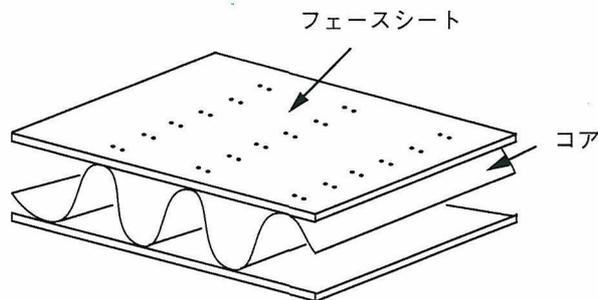


図3 トラス型ハニカム構造体

# フェムト秒時間領域における コヒーレントフォノンの研究

—1000兆分の1秒の世界を観る・制御する—



第2研究グループ  
長谷 宗明

1999年のノーベル化学賞は、カリフォルニア工科大学のZewail博士が受賞しました。彼は20世紀最大の発明の1つである「レーザー」の超短光パルスを使って、超高速の分子の解離反応ダイナミクスを初めて解明しました。我々の研究グループでも、Zewail博士が使ったものと同じ1000兆分の1秒（フェムト秒 = fs）という非常に短い時間幅を持つレーザーパルス光を用いて、半金属・半導体結晶中に位相の揃った原子の集団振動（コヒーレントフォノン）を発生させ、その振動の減衰を実時間領域で観測しています。（NRIM NEWS, JUNE, 1998参照）最新の成果として、この実験手法を半金属材料の格子欠陥の高分解能検出に応用した結果について述べます。研究の目的は、イオン照射によって材料中に生じた格子欠陥が、格子振動の減衰時間（振幅が1/eの大きさに減少する時間）にどのような影響をもたらすかについて精密に調べることです。

コヒーレントフォノンを実時間領域で

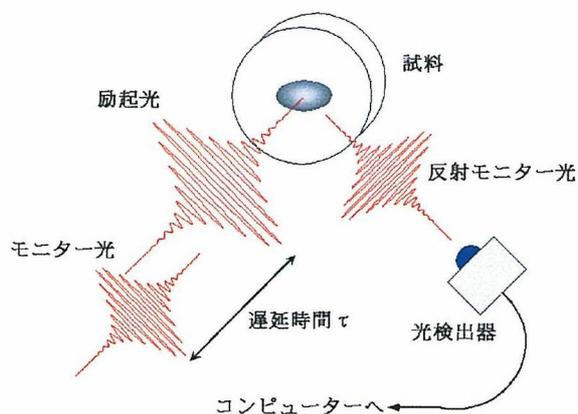


図1 実時間格子振動観測装置の原理。遅延時間  $\tau$  を少しずつ変えながら反射率変化を測定。

観測する為には、ポンプ&プローブ法を使います。これは、強度の強い励起光を試料に照射しておいて、ある遅延時間  $\tau$  をおいて強度の弱いモニター光を試料に照射し、モニター光の反射率変化を時間分解測定する方法です（図1）。遅延時間は、光の光路長を  $\mu\text{m}$  オーダーで変化させることにより最小7 fsの分解能で変えることができます。実験に使用するレーザーは、パルス時間幅が60 fsのチタン・サファイアレーザーで、波長は800 nmです。典型的な実験データを図2に示します。用いた試料は、半金属Biの真空蒸着膜（膜厚約5000 Å）です。

反射率変化に観測された振動成分の時

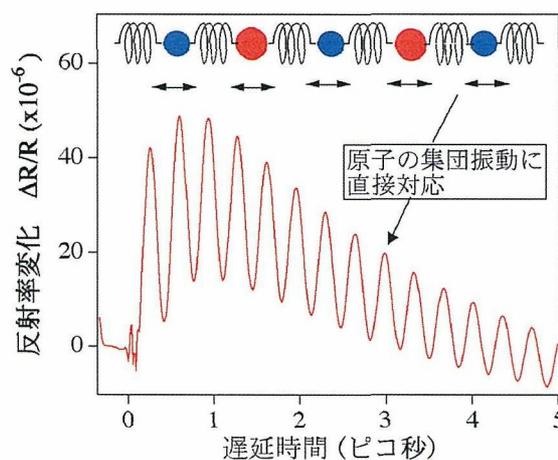


図2 半金属Biのコヒーレントフォノン信号。振動成分は、原子の集団振動（フォノン）を直接反映している。またバックグラウンドは光励起された電子の緩和過程に対応。

間周期は約340 fsで、Biの光学フォノンである  $A_{1g}$  モードの周波数に良く一致します。これはフェムト秒レーザーで励起されたコヒーレントフォノンであり、約4ピコ秒

(ps = 1兆分の1秒)の時定数で1/eの振幅に減衰します。このフォノンの減衰時間が、格子欠陥によってどのような影響を受けるのかを調べるため、Biの蒸着膜に500 keVのエネルギーで加速したBi<sup>+</sup>イオンを、10<sup>14</sup>-10<sup>15</sup>/cm<sup>2</sup>の範囲の様々な照射密度でイオン注入しました。5種類の照射密度の試料に対して得られた反射率変化を示します(図3)。

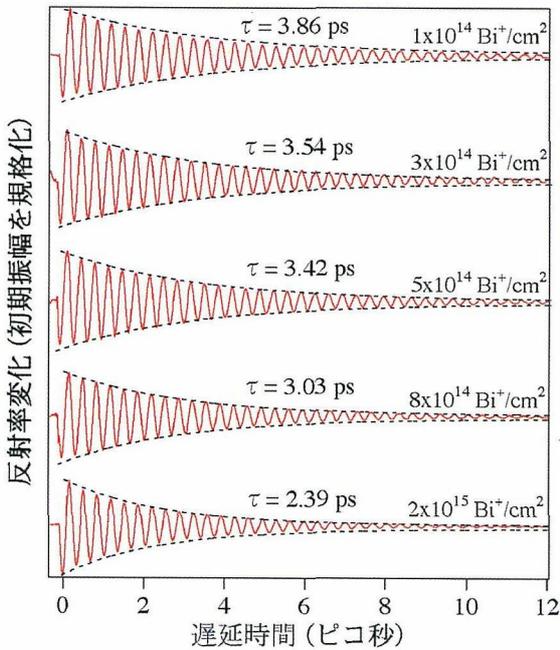


図3 イオン照射Biのコヒーレントフォノン信号。ここではフォノンの振動成分のみを表示した。 $\tau$ はフォノンの振幅が1/eに減衰する時間。

実験の結果、イオン照射によって格子欠陥を人工的に導入すると、コヒーレントフォノンの減衰時間が明らかに短くなることを発見しました。これは図3のデータを減衰振動でフィッティングして求めた減衰時間 $\tau$ の値からも明らかです。この減衰時間の短縮化の起源を探るために、コヒーレントフォノンの減衰時間の逆数(フォノン減衰率)をイオン照射密度に対してプロットしました(図4)。この減衰率は、照射密度に対してほぼ線形的に増加することが分かりました。よってコヒ

ーレントフォノンの減衰率は、イオン照射密度と密接な関係があることが分かります。コヒーレントフォンは位相が揃った原子の集団振動ですので、何らかの原因でフォノンが散乱されると、簡単に位相が乱れて減衰してしまいます。我々の実験結果は、イオン照射によって導入された格子欠陥(点欠陥)によるコヒーレントフォノンの散乱現象を直接観測したものであると考えられます。

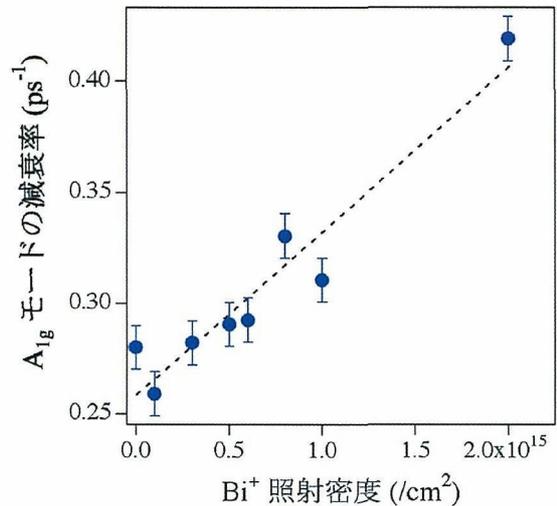


図4 フォノン減衰率のイオン照射量依存性。点線はデータを直線でフィッティングした結果。

このように、レーザーの超短パルス化が可能にした格子振動実時間観測法は、格子欠陥によるコヒーレントフォノンの散乱現象を、その減衰率の変化として直接捕らえることを可能にしました。従来の分光学的手法(ラマン散乱分光や赤外分光)では、フォノンのダイナミクス(散乱現象や電子との相互作用など)は、そのスペクトル幅から類推するしかありませんでした。その意味で格子振動実時間観測法は、新しい非破壊・非接触の振動分光法であると言えます。今後、現在の基礎研究が発展し、汎用的な材料分析手段としても利用されることが期待されます。

## ワークショップ報告



高橋 稔彦

## 第4回超鉄鋼ワークショップ 「超鉄鋼材料：世界の研究動向と実現への展望」

2000年の初頭を飾って1月12、13の両日、第4回超鉄鋼ワークショップをつくば国際会議場で開催しました。

今回はじめて、国際ワークショップと国内ワークショップを併行して開催しました。金材技研の超鉄鋼材料研究プロジェクトは、環境・資源・エネルギーなどの問題の解決に貢献することをめざして進めておりますが、同じ認識に立って、中国と韓国では鉄鋼材料研究プロジェクトがスタートし、欧米各国でも鉄鋼材料研究が活性化しております。私たちは、このように世界的な広がりを見せ始めた新世紀鉄鋼材料研究を実り多いものにするためには、国際的な交流の場を提供して議論を深めていくことが、21世紀においても世界の鉄鋼材料研究をリードすべき私たち日本の研究者の重要な仕事であると考え、国際ワークショップを企画しました。

一方、国内ワークショップでは、昨年に引き続き鉄鋼材料のユーザーサイドとサプライヤーサイドの産学官の研究者・技術者による討論会を開きました。材料は構造物という形になって初めて命を持ちます。したがって定常的にユーザー側と交流・連携することが、真に有用な超鉄鋼材料を開発

するために不可欠だと考えております。そのためには、同一分野の研究者が成果を報告しあう学会とは違う、異分野の研究者・技術者が物作りを意識して積極的に交流するような場が必要である、私たちはこの「超鉄鋼ワークショップ」をそういう場にしたいと考えました。

以上のような趣旨を生かすために、今回は企画の段階から外部の産学官の研究者に協力をお願いしました。いずれの研究者も趣旨にご賛同いただき、企画作りに多くのアイデアを出していただきました。好評のうちにワークショップを終えることができましたのも、これら研究者のお力によるものと感謝しております。

さて当日の参加者は、所外からは海外13ヵ国27機関39名、国内128機関351名、計155機関390名、金材技研の職員を加えすと500名を超え、新世紀の鉄鋼材料実現に寄せる期待が非常に高いことがうかがわれました。

国際ワークショップでは、主題を「超鉄鋼材料：世界の研究動向と実現への展望」とし、世界の鉄鋼材料研究の現状に対する相互理解、課題認識の共有化を目的に、中国、韓国、米国、英国、独国の計7名、日本10名の研究者による招待講演と討論が行われました。

最初の基調講演では、中国、韓国、日本の東アジア3カ国のプロジェクトの内容がはじめて同時に公開されました。各々の研究構想、推進方法、進捗状況が紹介され、活発な討論を通して共通点、違いなどが明確になり、今後の交流の基盤ができました。

その後、溶接構造用鋼、機械構造用鋼、発電プラント用耐熱鋼、海浜耐食鋼のセッションがもたれました。耐熱鋼の分野では、



写真1 基調講演会場風景



写真2 ポスターセッション会場風景

日本とヨーロッパの「超々臨界圧発電プラント用フェライト系耐熱鋼の開発」プロジェクトの概要と日欧から最新の研究成果が発表されて競争心が刺激され、「溶接構造物と接合技術の現状と将来」の討論会では、溶接構造物への超微細粒型高強度鋼の適用には現用鋼以上に溶接との一体的研究が重要なことで英国と日本の間で見解の一致を見、機械構造物・耐熱用のマルテンサイト鋼のブレークスルーを目指した「新世紀のマルテンサイト鋼への期待」の討論会では、日米欧の研究者の最新の成果から新世紀のマルテンサイト鋼実現の曙光が見え、「環境調和を目指した海洋構造物と耐食性研究」討論会では、耐食鋼の研究こそ持続可能な社会構築のキー技術であるとの自負と耐候性鋼研究の視点が日米で共通していることが確認されるというように、国際交流の意義が大いに感じられる討論会となりました。

国内ワークショップのポスターセッションでは、外部から32件、金材技研から67件の研究成果が公開され、あふれんばかりの参加者が2時間みっちり議論を戦わせておりました。その後、産学官の18名の研究者からの話題提供をもとに超鉄鋼材料の実現に向けた討論が行われました。

「21世紀に向けた鋼構造物の展望と課題」討論会では、超微細粒・高強度鋼を用いた構造物の実現に向けて設計屋まで取り込んだ連携の重要性が認識され、「超耐食をめざした表面改質技術」討論会では、最近の表面改質研究の著しい発展と今後への期待

に胸が踊り、「超高強度鋼の遅れ破壊特性の評価法」討論会では、ユーザーサイドの研究者から使用可否判定可能な評価法確立への熱い期待が語られて、金材技研研究者を感激させ、「超々臨界圧発電プラントの長期使用問題」討論会では、材料研究者がクリープ重視、機械研究者が疲労重視と白熱の議論が繰り広げられる、というようにユーザーとサプライヤー、産学官の研究者が交流することの意義が十分に感じられました。ワークショップ後に、「超鉄鋼ワークショップ」は普通の学会とは異なって、異分野との交流をめざしている点に大きな特徴があるのでさらにこれを発展させて欲しいという意見を多くいただき、「超鉄鋼ワークショップ」が認識されつつあることが実感されました。

お忙しいなか、企画・運営に参加いただきました皆様、討論会において講演、話題提供いただきました皆様に心よりお礼申し上げます。また、国際ワークショップの開催資金を提供いただきました国際科学技術交流センター、およびご協賛いただきました関係学協会に感謝申し上げます。私たちは、ワークショップの場でまたアンケートでいただきました意見を生かし、わが国および世界の鉄鋼材料研究の交流の場としてこのワークショップをさらに充実したものに育てて参りたいと考えております。これからもさらに一層のご指導、ご鞭撻をいただきますようお願いし、開催報告とします。



写真3 懇親会会場風景

**受賞** Congratulations!

**奨励賞**

第11回  
日本MRS学術シンポジウム

不動寺浩

若手研究者のポスター発表において優秀と認められ、上記の賞を受けた。

**奨励賞**

日本高圧力学会

館山佳尚

「電子状態理論を用いた高圧下の結晶構造変化と物性の理論研究」の研究課題において顕著な業績を認められ、上記の賞を受けた。

**奨励賞**

社団法人 日本金属学会

佐藤卓・岸田恭輔

金属、材料ならびに関連分野における新進の研究者として業績を挙げられている貴君の将来性を期待され、上記の賞を受けた。

**躍進賞**

社団法人 日本材料学会  
高温強度部門委員会

田淵正明

高温強度研究における工学的および学術的發展が本委員会活動に新たな息吹を与えたことを認められ、上記の賞を受けた。

**表紙説明**

液体より急冷されたAl-Mn合金を室温時効した後、析出した正20面体準結晶のSEM像です。花びらの1弁は1つの準結晶粒に対応し、まさに世界最小の花びら“ナノフラワー”と言えましょう!

**■編集後記**

コンピューターの2000年問題で明けた今年も早4月となり、新しい予算年度の始まりを迎えました。より充実した内容のえぬりむニュースをお届けできるよう、新たな気持で編集作業に取り組んで行きたいと思っております。

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所  
〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1  
TEL.(0298)59-2045 FAX.(0298)59-2049  
ホームページ <http://www.nrim.go.jp>

通巻 第497号 平成12年4月発行  
編集兼発行人 佐藤真輔  
印刷所 前田印刷 株式会社