

研 究 ニュース

1965

科学技術庁 金属材料技術研究所

NO.1



年 頭 に あ た っ て

所 長 橋 本 宇 一

今年は本研にとって一期を画する記念すべき年となるであろう。昨年も、押し迫って心労に心労を重ねた

管理庁舎、材料試験棟等の建設が管理部長始め本研での担当者の並々ならぬ努力、本庁振興局の局長、課長始め多くの方々の善意ある後援、大蔵担当官の理解等によって本ぎまりとなり、研究所としては第一次計画完成、材料試験所としては一步を踏み出すことを得る様になった。これに対しては又森谷防衛技術研究本部長の友情に満ちた御協力を忘れる事ができない。斯くして念願のわが国産材料に対する国家保証をする路が開けたことと相俟って、残された20%弱の研究分野と人員の整備の問題を残して、一応本研第一次計画も軌道に乗ることと考えられる。

然し残された問題、将来を慮っての問題等は相当困難でもあり又大きい予算を必要とするものが多く、決して安易な路ではない。高純度、保証純度の純金属製造の集中化と適正なサービス、之に伴う化学分析の場の確立、溶融材料の物性、各種精錬、殊に直接精錬、化学的金属諸反応の問題、固体状態の諸物性、超高压高温下の物性、急速塑

性加工、製造加工成品迄の連続の一貫性の改革等何れの場合に於ても、それぞれ特定材料を対称とし、明確な目的を対称とした開発的、独創的な研究が必要であり、殊に基礎と応用との、又異った研究分野間の協力的、総合的研究を考える場合、研究態勢を軌道に乗せることは相当に困難でもある。又材料を特定目的、例えばロケットに依る宇宙開発等を考える場合、金属材料と共に非金属材料を相当広い巾にわたって考える必要があり、本研もこの様な観点から酸化物、炭化物、珪化物等を主とする材料から、炭素或は黒鉛と云う様に非金属材料の範囲に考えを広げる必要がある。このことは金属、非金属の境界領域にある材料の研究の必要性を意味する。

然し研究としては尖端を行く、斬新、独創なものも必要であるが、尖端は地に着いた円錐の尖端であって単に尖端のみを考えることは不安定であり、真の発展のあるものとは考え難い。この意味で本研が、材料試験所と共に単に組織的な形のみでなく、所員全員と互にはかり、そして、特色のある真に地についた本研の在り方を一層確立して科学技術発展に寄与したい年頭に当り、所見の一端を述べたが、と共に一層一般の本研に対する理解と認識と御援助とを御願ひしたい。

◇ ◇ ◇

最近の鉄鋼の研究の動向と材技研

わが国の鉄鋼の生産量がヨーロッパのいわゆる工業先進国をぬいて世界第三位になったのは既に大分前のことである。先般のオリンピックでも世界第三位となったが、そのためには選手の強化に努力して国の予算も沢山使った。鉄鋼業においてもこの高度の生産を保ち輸出をさらに伸ばすためには、より能率的な技術により、より良質の製品を作り出さねばならない。そして世界第三位となった今では、何としても自分達の努力で研究をすすめ、それによって技術を開発してゆかねばならない。

このようなことの自然的なあらわれかどうか分らないが、日本鉄鋼協会、日本金属学会における研究発表数が著しく多くなっている。1964年の春秋の講演大会の講演数は鉄・非鉄を通じて約1100件にも及び、これを10年前にくらべると約倍で、極めて高度の成長をとげている。わが材技研の研究発表も、各学会を通じて年間全体で約110件に達し、一つの組織としてはわが国で一二を争うまでに到っている。

一方、研究を共同で行おうという傾向が最近特に著しい。鉄鋼の基礎的研究は、わが国では従来幾分弱いとされていたが、最近、日本金属学会、日本鉄鋼協会および日本学術振興会第19および第54委員会が協力して鉄鋼基礎共同研究会なるものを発足させた。現在、取り上げようとする研究テーマについて話が進められているが、鉄鋼の転位論、純鉄、微量不純物、非金属介在物および融体の物性などが候補にあがっている。これらの研究テーマは、たまたま材技研でも強力に研究が進められているものが多いので、このようなテーマで発足されるならば材技研も大いに協力出来るであろう。

他方、技術的な研究については、日本鉄鋼協会に鉄鋼技術共同研究会があり、活発な活動をしており、いわば今日の日本鉄鋼業の技術発達のバックボーンをなしている。この分野では、最近、設備技術の研究の話がおこっている。いわゆる Plant Engineering で、自動制御、自動計測の分野まで含めた鉄鋼生産設備の研究である。鉄鋼における

研究が治金的な研究だけでなく設備やエネルギー利用の研究におよぶのは当然であるが、そのためには他の産業分野との共同研究が必要である。とにかく、境界領域の共同研究が技術上の問題で取り上げられることは嬉しいことと言えよう。

このように、いろいろの学協会や学術振興会における研究活動が益々盛んになり、その会合開催の数も一寸と見当がつかぬほど多くなっているが、それに従い、材技研の研究者はこれらの会合に引き出される場合が非常にふえて来た。委員として研究発表したり、或は委員長、幹事としてお世話する場合もある。日本標準規格関係についても同様で、規格も次々と改訂されあるいは新しい規格がつくられつつあるが、この面でもいろいろの形でお手伝いしている。たとえば、昨年度、7件の特殊鋼規格改訂の委員長、又原案作成主査2件を所員がおおせつかっている。

ここで海外との研究の交流に眼を転じてみる。従来、工学の分野では、海外で開かれる国際会議への出席、海外研究状況の視察、あるいは海外留学ということが多く、外国の学者や技術者の来る場合はとにかく著名な大家を招へいすることが大部分で、場合によっては観光的要素を伴うこともあった。しかし、最近では片貿易から交流へと変わり、第一線の人々から若手の研究者にいたる巾の広い層の外国人を迎えるようになった。それも、一昨年英国からの鉄鋼視察団、昨年のソ聯の鉄鋼調査団のような高度の視察団、或は、オリンピック後の11月に来訪した多くの外国の研究者など、観光的要素を全く含まぬものであった。材技研も、わが国の視察ルートの一つとみられているようで、時には週に数組の外人の訪問を受けることがあり、外国語堪能な若手研究員は大分忙しく、又、全般に外国人に対する説明や討論の仕方もうまくなってきたようである。又、一昨年から昨年にかけて、私の IRSID の主任研究員コレット博士が交換研究員として材技研に約一年滞在し、共々研究が出来たのはわれわれとして得る所が大きかった。

超高真空蒸着装置について

金属薄膜は固体エレクトロニクス時代の花形となりつつあると言っても過言ではない。マイクロモジュール，電子計算機素子等々枚挙にいとまがない。この金属薄膜は真空蒸着法により作成されることが最も多い，すなわちその特性が他法によるものより数段優秀であり，経済的にも有利である等のためである。しかし一方では悩みも抱えている。蒸着膜形成の物理が完全には解明されていないこと，そのためバルクと異なる優秀な特異性も，蒸着膜特有の非再現性も十分に探求されていないことである。

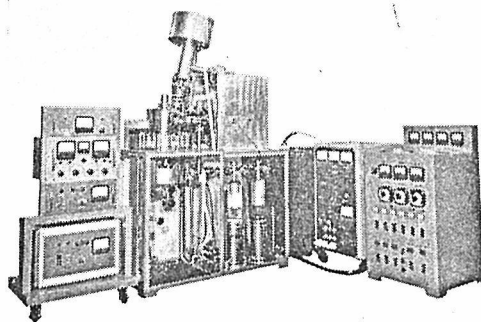
金属物理第一研究室では真空度・蒸着速度・下地温度の3つの観点から上記の悩みを明かす目的で，電子ビーム蒸着による超高真空装置を開発した。

蒸着膜の一大特長は，極めて微小な結晶粒子から成る薄膜であると言える。これが通常のバルク特性と異なる優秀な特異性を示す最大の長所となるが，一方では形成時の真空中残留ガスの影響が大きく，ひいては再現性を悪化させる最大の短所ともなると考えられる。そこで第一に清浄な超高真空中で蒸着して，残留ガスを少なくすることにより短所を改善することを期した。第二に蒸着速度を可能な限り早くして，残留ガスの影響を更に少なくすると共に薄膜形成の促進を期して，局部的に急速加熱の可能な電子ビーム蒸着法を採用した。第三に金属蒸気が下地に到達以後の薄膜形成に最も関係する下地温度を広範囲に変化させ，薄膜形成の状態・格子欠陥の状態・結晶粒子の大きさ等を制御して，それらと薄膜の特性との関連を明らかにすることを期待した。

主ポンプには断水・停電・故障の際の心配が無く，操作の簡便な，完全にオイルレス系というサブレーションポンプとイオンポンプを採用した。

主な仕様を列挙すると

到達真空度 裸B—Aゲージにて 5×10^{-10} Torr
 使用ポンプ 主引 400 l/sec イオンポンプ
 補助 サプリメーションポンプ
 8 l/secイオンポンプ(電子銃)
 荒引 ソープションポンプ2個
 電子銃 テレホーカス方式，最大50kV 20mA
 ベルジャー SUS27製 300mm ϕ ×360mmh
 ベーキング ベルジャー
 300°C，イオンポンプ
 および電子銃 200°C
 下地温度 液体窒素温度
 から 500°Cまで。



TF-41875

現在迄の使用結果では約2時間で約 10^{-7} Torrになりベーキング3時間後室温に冷却して約 10^{-9} Torrになる。結局スタート後約8～9時間で 2×10^{-9} Torr に到達する，リークがなければその後数時間で容易に 5×10^{-10} Torr に到達する。通常ベルジャーを開放して原料・下地等を交換してから閉じて夕方迄にベーキングを終え，一晩イオンポンプを働かして翌日蒸着可能という2日間操作である。

ファラデーゲージを用いた検査では入射ビームの約70%が照射され，照射面でのビーム直径は約3mm ϕ であった。原料の形状にもよるが，W・Ta・Mo・Nb・Zr を使用して容易に蒸着可能であった。

下地と原料はベルジャー中心線の上下に配置するが，これに対し電子ビームは13° 斜上方から入射させているので，金属蒸気が原料を中心として等方的に蒸着しているかの心配があり，その分布を調べた。半径100mmの半球面ガラス(斜上方にビーム入射孔あり)の中心に原料が在る配置にて，その内面に蒸着された膜厚分布は肉眼観察の限り一様であり，等方的蒸着であることを確認した。

今後磁性薄膜，超電導薄膜を作成して前述条件の種々の組合せでその特性を調べるのであるが，目下Niを用いて電子ビーム蒸着の基礎データを採集している。

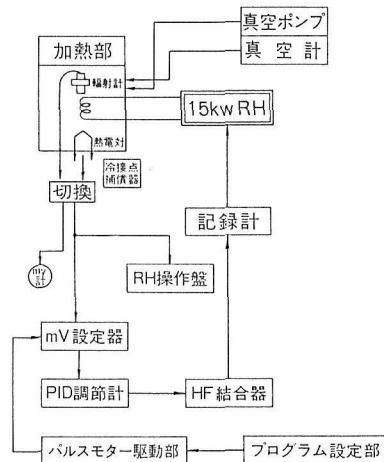
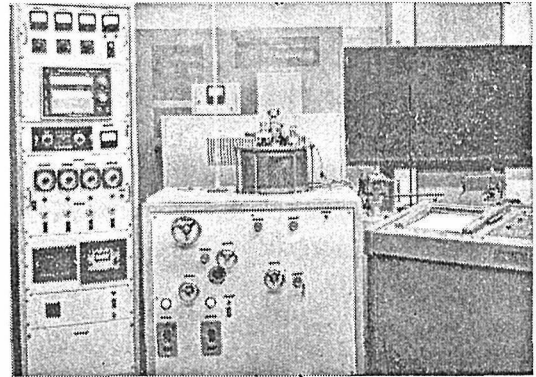
再現溶接金属連続冷却変態図作成装置

溶接部の熱サイクルを小試片に再現して連続冷却変態図 (CCT 図) を作成すると、溶接性の判定ならびに溶接条件の決定のための基礎資料を得ることができる。この溶接用 CCT 図には溶接熱影響部を再現したいわゆる再現熱影響部連続冷却変態図 (SH-CCT 図) と溶接金属を再現した再現溶接金属連続冷却変態図 (SW-CCT 図) とがある。しかし後者の SW-CCT 図の作成例は極めて少ない。これは溶融凝固の過程を通る溶接金属の熱サイクルを試片に再現することがむづかしいためである。そこで本装置では浮遊溶解 (Levitation melting) の原理の 1 部を利用し、丸棒試片 ($6\text{ mm}\phi\times 70\text{ mm}$) の先端を溶融させて、溶融凝固過程を経る溶接金属の熱サイクルを容易に再現し得ることに成功した。

本装置は主として溶接熱サイクル再現装置と変態点測定装置とから構成されている。

溶接熱サイクル再現装置 本装置は最大出力 15KW、発振周波数 400kc の高周波発振機と溶接熱サイクル再現プログラマーとから構成されている。任意の溶接熱サイクルはプログラマー盤上のダイヤルを操作するだけで簡単に求めることができる (従来の装置では溶接熱サイクルの数だけ種々の形状のカムを用いせねばならなかった) このプログラマーでは溶接熱サイクル上の任意の 4 点を選びその点の各区間での温度変化率が一定となるような制御方式である。したがって溶接熱サイクルの連続冷却およびその途上での定温保持または再加熱することもできる。可変の熱サイクル範囲は下表のとおりである。

区 間	設定時間	温度変化率	温度公差
1	0~10sec	17~160°C/sec	上昇 定温保持
2	"	8~80°C/sec	下降 "
3	0~6min	1.6~14.6°C/sec	"
4	"	0.8~7.3°C/sec	"



再現溶接熱サイクル装置系統図

変態点測定記録装置 R. S. I 式熱膨脹記録装置 (当研試作) の XY 記録計の 1 部が改良されて、X—Y 軸には各々「温度—のび」「時間—温度」および「時間—のび」が 3 段切換えによって記録できる。熱膨脹測定範囲は 0~0.2mm, 0~0.1mm, 温度測定範囲は 0~1,000°C, 0~1,700°C のそれぞれ 2 段切換えになっている。X 軸の記録紙の時間送り速度は各々 15, 60, 1,800, 7,200cm/hr の 4 種類である。

(通巻 第73号)

編集兼発行人 吉 村 浩
印刷 奥村印刷株式会社
東京都千代田区西神田1の10

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300番地
電話 目黒 (712) 3181 (代表)