

金材技研

ニュース

科学技術庁

金属材料技術研究所

極低温構造材料の VAMAS /

セラミック粒子分散チタン合金 /

バリウム・ケイ化物超伝導体相

極低温構造材料に関する VAMAS の成果

— 新たにアルミニウム合金と複合材料を追加 —

新材料と標準に関する国際共同研究VAMASの中の極低温構造材料プロジェクトは、当研究所が技術作業部会の中心となって国際ラウンドロビンテスト(RRT)および試験法高度化の推進と標準化への提言の取りまとめを行っている。本プロジェクトでは、液体ヘリウム温度(4.2K)における引張試験および破壊靱性試験の国際RRTを実施し、これまでの高強度・高靱性材料としてSUS316LN、高強度・低靱性材料としてYUS170・Ti-5Al-2.5SnELIに加えて、このたび、比較的低強度・低靱性材料としてアルミニウム合金2219、そして複合材料G-10CRの国際RRTを実施した。参加機関はそれぞれ5カ国9研究機関であった。

アルミニウム合金RRTの引張強さの結果を図1に示す。得られた引張強さの標準偏差は9MPaで平均値の1.4%、耐力の標準偏差は平均値の1.9%とかなりバラツキの小さい結果が得られた。これは試験条件を改善して実施した前回のSUS316LN、Ti-5Al-2.5SnELIについてのRRTの結果と同様である。この国際共同研究を通じて引張試験においては試験片寸法・歪み速度・試験機による影響を排除できたことから、各試験機関の間で同じ値を得る手段として、強度・靱性の小さいアルミニウム合金においても現行のJISやASTMの試験法の妥当性と課題を確認した。

今後は、ヤング率測定等さらに試験測定系の精度の問題を含め、軟らかい材料としてのハンダの極低温引張特性に関する国際RRTが提案され、現在準備が進められている。

また超伝導マグネットの断熱支持構造材として、ガラス繊維強化プラスチック(GFRP)が用いられるが、報告されている極低温での特性のバラツキが大きく試験法の標準化が強く求められていた。当プロジェクトでは、これまでの液体ヘリウム中での材料試験の実績をもとに、極低温用GFRPの極低温における圧縮試験・せん断試験法に関する国際RRTをも実施している。GFRPの第一回RRTは、共通試料として市販のG-10CRを用い、各機関固有の方法で試験し問題点等を抽出することを目的とした。そして試験を容易にするため、試験手順は液体ヘリウム中と同じであるが、試験温度を液体窒素温度とした。G-10CRの第一回RRTのせん断試験結果を図2に示す。せん断強さの標準偏差の平均値は15%で、その大きさが初めて研究機関の間で確認されるとともに従来の報告よりはバラツキの小さい結果が得られた。この結果を基に試験条件を吟味し、G-10CRの極低温での真のせん断強さの評価を考慮した第2回のRRTを液体ヘリウム中の条件下で実施する予定である。この国際共同研究を通じて各研究機関で実施して得られたRRTの結果は、構造材料の極低温での試験法の標準

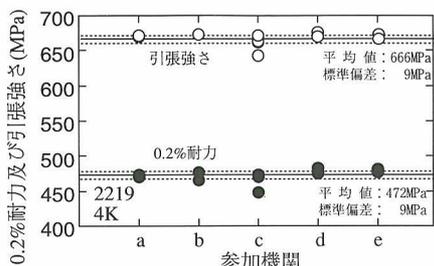


図1 各参加機関で得られたアルミニウム合金2219の引張特性の結果

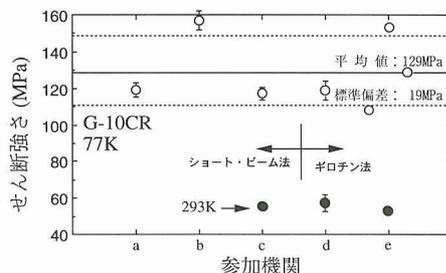


図2 各参加機関で得られた複合材料G-10CRの層間せん断強さの結果

化に貢献するばかりでなく、試験機関にとっての標準データ、さらには実際の設計にも役立つ貴重な材料データベースとなるものと期待されている。

セラミック粒子を分散させたチタン金属間化合物

— ニッケル合金と同程度の高温特性を目指して —

航空機の高性能化を一層図る上で、また将来の宇宙往還機などの高速飛翔体を開発する上で、高温用の高比強度材料は必要不可欠である。高温用材料の現状についていえば、ジェットエンジンのタービンディスクあるいはブレードなどのように、特に軽量かつ高強度であることを要求される部材においても比重の大きいニッケル合金を使わざるを得ない状況である。それゆえ、ニッケル合金程度の高温特性を示す新しいタイプの高温用高比強度合金の開発が早急に望まれている。

既存の高温用軽量高強度合金中に耐熱性のセラミック粒子を均一に分散させて複合材料化することは、これら高温用合金の使用上限温度の向上を意図した新しい試みである。当研究所では、600°C以上1000°C以下の温度域で使用可能な軽量高強度合金を開発することを目的として、超急凝固法、素粉末混合法などの各種の先端的粉末冶金の製造手法を用い、粒子強化型の高温用複合材料の作製を試みている。粉末冶金法を採用したのは、マトリックス合金とセラミック粒子との組み合わせが任意であること、固溶限の拡大、準安定相の生成などによりマトリックス合金自身の強化が図れること、ニアネットシェイプ(完成品の形に近い)成型により製造コストが低減できること等のメリットが期待されるからである。これまでにマトリックス合金としてTi-6Al-2Sn-4Zr-2Moなどの高温用チタン合金を選択し、炭化チタンTiC、ホウ化チタンTiB等のセラミック粒子を分散させたチタン基複合材料の作製とその機械的特性の評価を行ってきた。その結果、セラミック粒子を用いた複合化が高温引張強さ、クリープ特性などの高温強度特性の改善に効果的であることを確認した。また、高サイクル疲労特性や剛性も向上することが認められた(金材技研ニュース1991年No.10, 1992年No.12)。しかしその性能向上には限界が

あって、目標とする使用可能温度1000°Cを達成するにはマトリックス合金の選択についても再検討することが必要になった。つまり、これら通常の高温度用チタン合金では合金自身の高温強度が不足しているのである。

そこで今回、マトリックス合金としてチタン合金よりも高温強度に優れたTi₃Al(α_2)、TiAl(γ)、Ti₂AlNbなどのチタン金属間化合物に着目し、粉末冶金法によりセラミック粒子強化型のチタン金属間化合物基の複合材料の作製を試みた。一例として、10体積%のTiB粒子で強化したTi₃Al(α_2)を素粉末混合法で製造した場合には、粒径が約45 μ m以下のTi粉末およびAl₃Ti母合金粉末と約2 μ m以下のTiB₂粉末とをメカノヒュージョンという、一種の機械的混合法を用いて均一に混合し、圧粉・成型を行った後に合金化のために約1400°Cの高温で真空焼鈍し、最後に1100°Cで200MPaの熱間静水圧プレス処理を行った。TiB粒子の分散状態は極めて均一である(写真)。なお、このTiB粒子は最初のTiB₂粉末が真空焼結時にチタンと反応して形成されたものである。このように真空焼結時に強化セラミック粒子を反応析出させるという手法は、本研究が開発した複合材料作製法であり、これによって析出させたセラミック粒子の内部には破壊の起点となるような大きな欠陥が存在せず、セラミック粒子とマトリックス合金との結合は強固である、などの利点を示す。現在、各種の金属間化合物基の複合材料について、高温特性の中でもとりわけ重要なクリープ特性(図)に焦点を当て、クリープ特性に及ぼすセラミック粒子の種類、量、粒径、ならびにマトリックス組成および組織の影響を詳細に調べている。

以上に述べたような研究を着実に重ねて、1000°Cまでの使用に耐え得るセラミック粒子強化型のチタン金属間化合物基複合材料の開発を目指している。

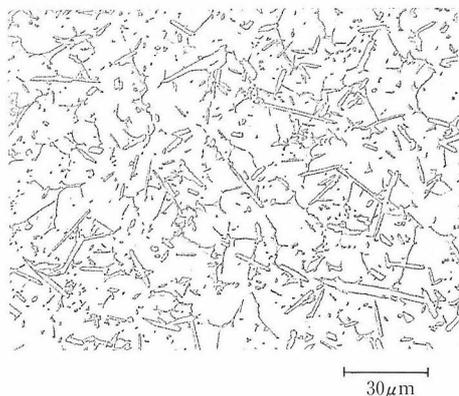


写真 TiB粒子を分散させたTi₃Al基複合材料の組織の光学顕微鏡写真

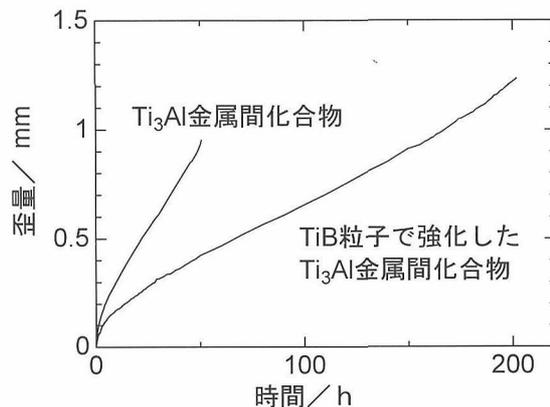


図 TiB粒子を分散させたTi₃Al基複合材料のクリープ特性(試験温度600°C)

準安定バリウム・ケイ化物で超伝導相を発見

— 菱面体晶 BaSi_2 が臨界温度約 6.8 K を示す —

半導体ケイ素は近年の電子技術の基盤的材料であるが、金属ケイ化物は半導体から金属まで幅広い電子的性質を示し、その中には興味深い電子的性質を示すものが多い。例えば、遷移金属ケイ化物の V_3Si は超伝導性を示す金属材料として、また FeSi_2 は大きな熱電能を持つ半導体材料として注目されている。遷移金属ケイ化物の多くは、原子の周りに球対称の電荷分布を持ち、半導体ケイ素に見られるような共有結合的な電子分布は持たない。それに対して、アルカリ土類金属ケイ化物の CaSi_2 はCa原子周辺では球対称的な電子分布を持ち、Si-Si間では共有結合的な電子分布を持つ。このように異種の電子分布を合わせ持つアルカリ土類金属ケイ化物は変わった物性を示すことが期待される。その一つの BaSi_2 は後述のように、室温大気圧下で3種の相を形成する。一般に、一定温度と圧力下における物質の最も安定な構造は一意的に決まる。それにも関わらず、同じ温度と圧力の条件下で同一組成の物質がさまざまな相を形成することは、熱力学的に次のように理解できる。例として炭素を挙げると室温大気圧下で炭素は固化しているが、その形はグラファイト、ダイヤモンド、フラーレン(C_{60})等さまざまである。室温大気中で自由エネルギーが最も低い、すなわち最も安定な相はグラファイト構造である。ダイヤモンド、フラーレンなどはグラファイトよりも自由エネルギーの高い準安定相として存在している。準安定相といっても簡単に安定相へ遷移するとは限らず、ダイヤモンドはその例である。また、構造が変わると物性も大きく変わる。ダイヤモンドは典型的な絶縁体でグラファイトは典型的な半金属である。このことは他の既知の材料についても当てはまり、何らかの方法で準安定相を作り出すことによって新物質を創製する可能性が出てくる。本研究では BaSi_2 を対象に選び、高温高圧下で安定相を作成した後に室温大気圧下でその物性を調べた。その

結果、 BaSi_2 の電氣的性質が相によって異なることを見いだした。 BaSi_2 の相として従来、3つの型すなわち斜方晶、立方晶、菱面体晶の存在が知られている(図1)。斜方晶 BaSi_2 は室温大気圧下で安定であり、一方、立方晶 BaSi_2 および菱面体晶 BaSi_2 は高温高圧下で安定であるが、室温大気圧下でも準安定相として存在できる。立方晶 BaSi_2 および菱面体晶 BaSi_2 は、斜方晶 BaSi_2 を出発物質として4GPa、700°Cで15分間保持、および、5.5GPa、400°Cで120分間保持の後に冷却・減圧することによって、それぞれ作成した。これらがほとんど単相であることはX線回折から確認した。図2は斜方晶、立方晶、菱面体晶 BaSi_2 について測定した電気抵抗率 ρ の温度依存性を示している。斜方晶 BaSi_2 の ρ は温度の上昇とともに減少する。また、温度の逆数($1/T$)に対する $\log(1/\rho)$ のプロットから、この相が熱活性化型の伝導を示す典型的な半導体であることがわかった。立方晶 BaSi_2 の ρ も温度の上昇とともに減少することから、この相も半導体的である。一方、これら2相と異なって菱面体晶 BaSi_2 の ρ は温度の上昇とともに増加する。その ρ の値は非常に小さく、斜方晶 BaSi_2 の ρ の 10^{-5} ほどである。これらのことから菱面体晶 BaSi_2 は金属的な相であることがわかった。また、特筆すべきこととして図2の挿入図が示すように、試料温度を下げて行くと菱面体晶 BaSi_2 の ρ は6.8K以下で急激に減少する。これはこの相が超伝導体であることを示唆している。さらに、直流磁化率の測定によってマイスナー効果を観測し、菱面体晶 BaSi_2 は約6.8Kを臨界温度とする超伝導体であることを確認した。また、圧力誘起によって半導体-金属転移を起こす物質の中で、高温高圧で安定な金属相が、冷却・減圧後も準安定に存在するものはまれであり、圧力誘起による物質相転移の観点からも研究対象としてこの物質は注目に値する。

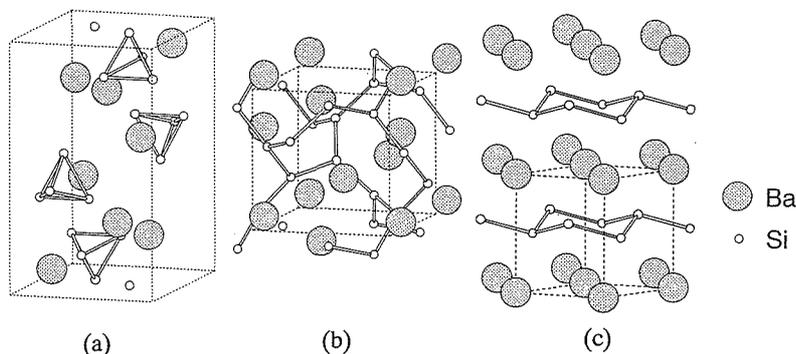


図1 BaSi_2 の構造。(a)斜方晶、(b)立方晶、(c)菱面体晶

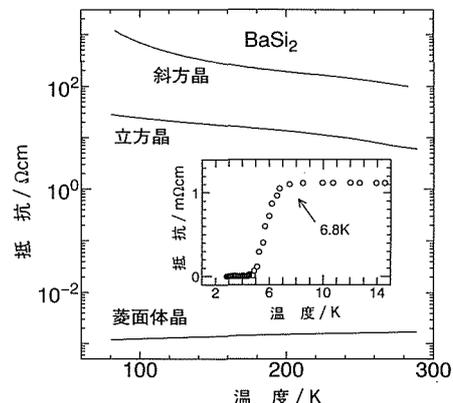


図2 BaSi_2 の電気抵抗率 ρ の温度依存性

筑波移転完了に海外から祝辞

金属材料技術研究所

新居 殿, 小口 殿

東京から筑波への金材技研の移転が完了したとのお報せを受けて心より慶んでおります。素晴らしい成功であり、それが用意周到の膨大な計画と見通しを持ってはじめて可能となったことはよく存じております。

今年始めに貴研究所のいくつかの研究室を見学する機会を得ましたが、研究所の新しい諸施設、設備に強い感銘を受け、材料分野の研究所として金材技研が世界をリードする地位を持ち続けて行くことを確信いたしました。貴研究所の研究計画は魅力あるもので、極限環境で用いられる材料、計算材料科学、産業・社会・市場が必要としているエコマテリアル等、活気溢れる研究領域に力を入れていることが印象的でした。貴所は高度の目的意識を持ち国際レベルに伍す優れた科学者集団を擁しています。卓越した指導力を御両人が発揮しておられる様子、ならびに、筑波移転を無事完了されたことに向けての私の心からのお祝いを何卒お受け取り下さい。

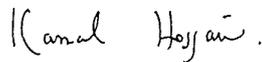
今後とも金材技研と国立物理研究所との間の強い絆と共同研究に期待しております。

敬 具

英国, ミドルセクス, 国立物理研究所

材料計量研究部長

KAMAL HOSSAIN



金属材料技術研究所 所長

新 居 和 嘉 殿

金材技研筑波移転完了を機に、貴殿および研究所員、関連諸機関に心からお祝い申し上げます。長年に亙り貴所研究員と当方研究員とが共同研究の成果を挙げて参りましたが、最新施設を備えられた現在、この様な協力関係の継続さらには一層の拡充を期待致しております。私も筑波の金材技研をぜひ訪問したいと思っておりますが、その前に来年3月にハワイで開かれるVAMASの会議でお会いすることになろうかと思っております。その時更めて貴所移転に対してお祝いを申し上げたいと思っております。

敬 具

米国, メリーランド, 国立標準技術研究所 (NIST)

材料科学・工学研究所 所長

L. H. SCHWARTZ



金属材料技術研究所

科学研究官

小 口 醇 殿

東京から筑波への金材技研移転完了のお報せを有難く受け取りました。計画達成に際して貴研究所運営陣および全所員にお祝いを申し上げます。国立研究所として、また筑波研究学園都市の重要な研究機関として、既によく知られている貴所の活動の更なる発展を、新しい施設が支えて行くことと確信しています。

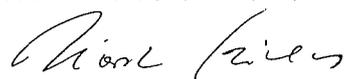
又、国際協力の実を挙げ科学技術を発展させる為に、貴研究所と当方研究所との連携を今後とも緊密にして行きたいと思っております。

金材技研の明るい未来を祝福致します。

敬 具

ドイツ, ベルリン, 連邦材料試験研究所 (BAM) 所長

Prof. Dr. H. CZICHOS



11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)
日本鉄鋼協会第130回秋期講演大会 (大阪：大阪大学)	11.3～11.5	1. Fe-Ni-C合金における低温でのマルテンサイト変態挙動に及ぼす強磁場と応力の影響	大塚 秀幸(機能)他
		2. Fe-20Cr ODS合金のクリープ破断特性への種々の分散酸化物の効果	中沢 静夫(計算)他
		3. 材料設計への感性の応用	金子 隆一(計算)他
		4. 高融点超合金の開発	山邊 容子(計算)他
		5. フェライト中のダイポール濃度に及ぼす温度の影響	阿部 太一(計算)他
		6. 低コスト型のチタン合金及びチタン基MMCの機械的特性	萩原 益夫(力学)他
		7. チタンにおける応力-ひずみ曲線のひずみ速度依存性	長井 寿(力学)他
		8. 高Cr-Niオーステナイトステンレス鋼の内部疲労き裂発生と変形組織	梅澤 修(力学)他
		9. 低コスト化材料学の視点と提案	河部 義邦(反応)
		10. アーク加熱による金属蒸発現象と超微粒子合成	大野 悟(反応)
		11. 溶銑脱硫処理の効率化技術	福沢 章(反応)他
		12. 連続選択酸化炉の物質収支	福沢 章(反応)他
		13. 微小切削によるTiAl金属間化合物の工具寿命	山本 重男(組織)
		14. 304ステンレス鋼板の溶接部の長時間クリープ破断特性	山崎 政義(損傷)他
		15. 炭化物析出に伴う10Cr-30Mnオーステナイト鋼のクリープ速度変化	阿部富士雄(環境)他
		16. イオンスパッタリング法による金属組織のエッチング	田中 秀雄(環境)他
		17. 超耐熱合金Incone1713Cのクリープき裂成長速度評価	久保 清(環境)他
		18. フェライト鋼の基底クリープ強度特性	木村 一弘(環境)他
		19. クリープき裂成長速度評価方法の大型CT試験片を用いた検討	田淵 正明(環境)他
		20. 321ステンレス鋼のクリープ中の不均一変形と粒界損傷の生成	岸本 哲(5G)他



◆短 信◆

●受 賞

西山記念賞

第3研究グループ 中村森彦

構造材料の強度・破壊特性に関する研究業績が鉄鋼に関する学術技術の研究に多大な貢献をしたことにより、平成7年4月3日、左記の賞を受けた。

最優秀論文賞

計算材料研究部 村上秀之
原田広史
P. J. Warren

英国材料学会主催の第3回チャールズパーソンズ記念タービン国際会議において平成7年4月27日、論文「多元Ni系基単結晶超合金の原子プローブによる原子配置解析」が認められ、左記の賞を受けた。

市村学術賞貢献賞

強磁場ステーション 坂井義和

研究が独創性にとみ新しい学術分野を開拓し産業の発展に大きく貢献したことにより、平成7年4月28日、左記の賞を受けた。

手島記念研究賞

計算材料研究部 山邊容子

論文「 γ -TiAl金属間化合物基合金における組織形成」が特に優れたものと認められ、平成7年5月24日、左記の賞を受けた。

第42回国際電界放射学会最優秀ポスター賞

計算材料研究部 宝野和博

平成7年8月7日、第42回国際電界放射学会において発表されたポスタープレゼンテーションのうち、アルミニウム合金の微細組織解析に関する著者らの先端的な発表が最優秀と認められ、左記の賞を受けた。

◆特許速報◆

●出願

発 明 の 名 称	出 願 日	出 願 番 号	発 明 者 名
酸化物超伝導線の製造方法	7. 7. 14	07-201558	田中吉秋, 前田 弘, 他 4 名 (住友重機械工業株式会社及び助川電気工業株式会社との共同出願)
酸化物超伝導体の製造方法	7. 7. 14	07-201559	田中吉秋, 前田 弘, 他 4 名 (住友重機械工業株式会社及び助川電気工業株式会社との共同出願)
Ni基単結晶合金	7. 7. 31	07-195493	原田広史, 山縣敏博, 他 3 名 (石川島播磨重工業株式会社との共同出願)
配向性基板を用いた酸化物超伝導膜及びその製造方法	7. 8. 4	07-199442	熊倉浩明, 戸叶一正, 他 2 名 (昭和電線電纜株式会社との共同出願)
単結晶積層材	7. 8. 14	07-206915	大橋 修, 原田広史, 目黒 奨
単結晶金属間化合物材料の拡散接合方法	7. 8. 14	07-206931	大橋 修, 目黒 奨
レーザー熱プラズマ方法	7. 9. 4	07-226804	塚本 進, 浅井義一, 平岡和雄, 入江定宏
結晶配向膜製造装置とその成膜方法	7. 9. 8	07-231544	福富勝夫, 他 1 名 (株式会社三ツ葉電機製作所との共同出願)
結晶配向膜製造装置と結晶配向膜製造方法	7. 9. 8	07-231545	福富勝夫, 他 1 名 (株式会社三ツ葉電機製作所との共同出願)
単結晶材料の再熱処理による余寿命延長方法	7. 9. 8	07-230611	小泉 裕, 中沢静夫, 原田広史, 田中千秋

●登 録

発 明 の 名 称	登 録 日	登 録 番 号	発 明 者 名
微粒子コロイドまたは磁性流体の製造方法	7. 7. 10	1946426	中谷 功, 小澤 清, 古林孝夫, 花岡博明
水素分離用合金膜	7. 7. 10	1946438	古牧政雄, 西村 睦, 天野宗幸,
窒化金属磁性流体の製造法	7. 8. 10	1956733	中谷 功, 高橋 務
固溶半導体レーザー用材料	7. 8. 10	1956642	増本 剛, 小口信行, 清沢昭雄, 高橋 聡

浦野科学技術庁長官, 佐藤政務次官, 当研究所を視察

浦野科学技術庁長官は平成 7 年 8 月 28 日, 佐藤政務次官は同年 9 月 8 日, 当研究所を来訪され, アトムプローブ電界イオン顕微鏡および生体材料研究のための細胞培養室を約 1 時間にわたり熱心に視察された。



原田室長 (右側) よりアトムプローブ顕微鏡について説明を受ける浦野科学技術庁長官 (左から 2 番目)



新居所長 (手前左から 2 番目) から, 当所の研究内容について説明を受ける佐藤政務次官 (右側)

発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所
〒 305 茨城県つくば市千現 1-2-1
TEL (0298) 53-1045 (企画室直通),
FAX (0298) 53-1005

通巻 第443号
編集兼発行人
問合せ先
印刷所

平成 7 年 10 月発行
武 藤 英 一
企画室普及係
前 田 印 刷 株 式 会 社
茨城県つくば市東新井14-5