

1995 No. 11

金材技研

ニュース

科学技術庁

金属材料技術研究所

就任のごあいさつ／

超伝導体の大型単結晶／

“高融点超合金”の開発／

先進ブロンズ法で材料開発

就任のごあいさつ

所長 岡田 雅年

所長就任にあたり一言ご挨拶申し上げます。

金属材料技術研究所は昭和31年の設立以来、時代の要請に応えながら、先端的あるいは基盤的金属材料技術の研究を実施してきた中目黒のキャンパスから、本年7月1日をもってつくば市に移転いたしました。この移転は、前所長もしばしば述べておられたとおり、私もまた新しい金属材料技術研究所創設の出発点であると認識しております。

いま新しい金属材料技術研究所に何が期待されているのでしょうか。またそのような期待に応えるため、これまでの研究所からどのように脱皮してゆけばよいのでしょうか。現在の金属材料技術研究所の姿は過去の少しづつの変化の蓄積が生み出したものであります。しかし、つくばに世界有数の研究施設を実現することができた現在の時点で振り返ってみると、少なくとも10年前と明瞭に異なっているのは、外部との係わり方であると思います。金属材料技術研究所およびそこにおける研究は、所の内部だけに閉ざされたものではなく、当方の意志の有無にかかわらず、産・学・官にあるいは国際的に影響力を持つようになってきました。すなわち、我々には社会・国家の要請に応え、全人類の視野に立って研究を推進することが求められてきています。資源、エネルギー、環境といった社会の基幹的な問題から、さらに福祉、安全、情報と言うようなこれからの社会を支える重要な課題についても我々がどのように関与するかを考えるべきでありましょう。

勿論、我々も時代の流れを傍観してきたわけではなく、全所員の英知を結集して第4次に及ぶ長期計画を策定し、それを指針として研究を推進してきました。その結果、関係者の方々の大きなご支援を得て、つくばへの移転を完了させるとともに、千現、柴崎、中目黒3地区に亘る研究施設の内容を合理的かつ先端的なものとして充

実させることができました。さらにまた、本年度からCOE化研究機関の一つとして認定され、極限場研究センターを中心として、量子効果材料に関する超先端的材料研究を実施しているところです。

私は、金属材料技術研究所は世界的な研究所に脱皮してゆく途上であると捉えたいのです。すなわち我々が求めているのは、全所のCOE化であると考えています。そのような理想の実現の基になるのは、個々の研究者が第一線級を目指すという意識を持った研究活動と、並びにこれを支える所の組織・運営であります。とくに、私は、研究者の意欲を引き出し、活力ある研究所への展開をはかることを重要視したいと考えています。そのためには、これまでの経緯に捕らわれない人材の活用が重要であると思います。研究者各自が研究部、グループ、ステーションなどの組織の中でそれぞれの役割を適切に果たすことが肝要で、所はそれらの役割が果たせるよう責任を応分に与えてゆくべきであると考えます。

このような努力によって、学・協会との関係も、現在の金属材料技術研究所にふさわしいより積極的なものになりたいと思います。また、科学技術行政の観点から見た国立研究機関としての役割も、現状にふさわしく、より積極的なものでありたいと思います。職員一同の協力の下にこのような活動を通じて、材料科学技術、産業技術の進歩に貢献したいと考えております。

以上、所長就任に当たり私の所信を述べさせていただきました。関係各位にはこれまでも増して今後ともご指導、ご鞭撻を賜りますようお願い申し上げます。



ホウ炭化物系超伝導体の大型単結晶育成

—— 浮遊帯域溶融法で高品質化と単結晶化を同時実現 ——

新しい金属間化合物超伝導体としてホウ炭化物系超伝導体が1993年から1994年にかけてインドTATA研究所のグループ、および米国AT&Tベル研究所と東京大学との共同グループによって発見されて以来、当研究所ではその周辺物質の探索、薄膜化、単結晶育成および物性解明を中心に研究を進めてきた。これまで、この系の最高の超伝導転移温度(23K)を持つY-Pd-B-C系の超伝導相の組成と構造の同定、および、スパッタリング法による $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ 薄膜の低温合成などにおいて、世界に先駆けて成功してきた。この系の典型的な物質である $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ について、今回、赤外線加熱浮遊帯域溶融法と呼ばれる方法を適用することにより、直径約8mm、長さ10cmの大型単結晶の育成に初めて成功した。

これまで、この系の物質の合成には、アルゴン中でアーク溶解する方法がとられてきた。しかし、この方法で得られる試料は、急冷されることから熱ひずみによる多数のクラックを含み、また、この相の生成過程が包晶反応を経ることから、単相試料を得るためには真空中あるいは不活性ガス中で1000~1200°C程度で長時間焼鈍しなければならなかった。この熱処理は試料全体を超伝導にするために不可欠である。さらにこの方法では多結晶体しか得られず、この物質の詳細な研究に必要な不可欠な単結晶は得られない。単結晶の育成についてはこれまで、

フラックス法によって数ミリメートル角の板状晶を合成したという報告が一例あるのみで、超伝導転移温度も低かった。フラックス法は育成プロセスの制御が難しいために大型単結晶を育成することが難しい。

当研究所では赤外線加熱浮遊帯域溶融法という方法を適用し、上述の $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ 大型単結晶を育成した。この方法は2つのハロゲンランプを赤外線源として、一對の回転楕円面の鏡を用い、一つの共有焦点に縦に置かれた棒状試料の下方の一部を加熱して融体を形成し、その位置をゆっくりと上方へ移動させることによって連続的な単結晶育成を可能にするものである。図はアーク溶解法で合成した $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ 多結晶試料と単結晶試料の超伝導転移をSQUID(超伝導量子干渉素子)で測定した結果を示す。単結晶の超伝導転移温度は15.6K、転移幅は0.7Kであり、焼鈍前のアーク溶解試料と比べて格段に優れた超伝導特性を示している。単結晶にクラックはほとんど存在しない。現在、この結晶を用いて電気抵抗、磁気抵抗などの輸送現象、超伝導特性、磁気特性等の精密物性測定が行われ、この系の超伝導機構が解明されつつある。また、超伝導状態でde Haas van Alphen効果が観測され、磁場中での超伝導状態の従来の理解が不十分であることを示す典型的な現象として注目されている。さらに、分解溶融型物質である $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ の単結晶成長機構についても結晶化学的な面から研究を進めている。この浮遊帯域溶融法は他の希土類を含む同様の物質にも適用できることが確認された。写真はその一例で、 $\text{HoNi}_2\text{B}_2\text{C}$ 単結晶を示す。

大型単結晶が得られたことによって、ホウ炭化物系超伝導体の精密な物性測定が可能となり、基礎的研究ならびに、将来さまざまな実用材料として使用される可能性の研究に大きく寄与するものと期待される。

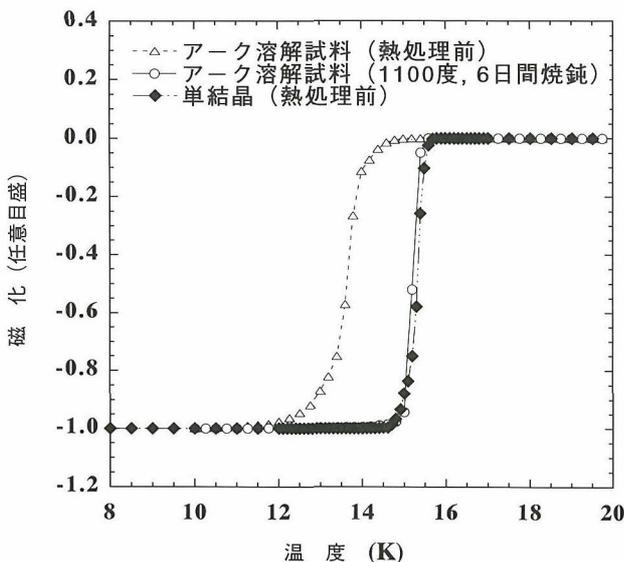


図 $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ 単結晶試料とアーク溶解多結晶試料の超伝導転移の比較

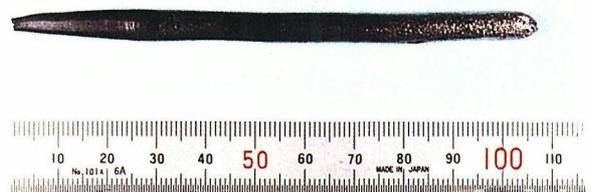


写真 浮遊帯域溶融法で育成した $\text{HoNi}_2\text{B}_2\text{C}$ 単結晶

“高融点超合金の開発”

—— 耐熱性と耐酸化性が格段に優れたイリジウム合金 ——

航空機のジェットエンジンや発電用ガスタービンの耐熱部材、特に動、静翼材としてニッケル(Ni)基超合金が広く用いられている。これらのNi基超合金は、 γ 相(結晶構造はfcc(面心立方)型)の中に γ' 相(結晶構造はfccが規則化した $L1_2$ 型)が約 $0.5\mu\text{m}$ 程度に微細に析出した2相整合組織を有する。両相の格子定数の不整合性は通常0.5%以下と小さく、このため高温で長時間使用しても、界面の整合性が保たれるとともに微細析出 γ' 相の凝集粗大化が抑えられ、優れた高温強度を持続する。航空機のさらなる高速化、発電効率の向上などを可能にするため、材料設計の手法を用いて合金組織の最適化を図るなど、耐用温度向上を目指した研究が行われているが、合金の耐用温度がすでにNiの融点 1453°C の80%に達していることから、Niを基とする限り飛躍的な耐用温度向上は困難である。

そこで当研究所では、Niに代えて高融点金属を用いることにより、耐用温度を格段に向上させることを試みている。すなわち、Ni基超合金が有する理想的な2相整合組織と同様の組織を、高融点金属を基とした合金中に形成させることにより、融点の向上に対応した耐用温度の向上が可能になると推測した。融点が 2440°C のイリジウム(Ir)がfcc構造を有し、 Ir_3Ti (イリジウム・チタン)や Ir_3Nb (イリジウム・ニオブ)などの、 $L1_2$ 構造を有する相と平衡共存できることに着目して、Irを基とした耐熱合金の開発の可能性を検討し、この耐熱合金を“高融点超合金”と名づけた。

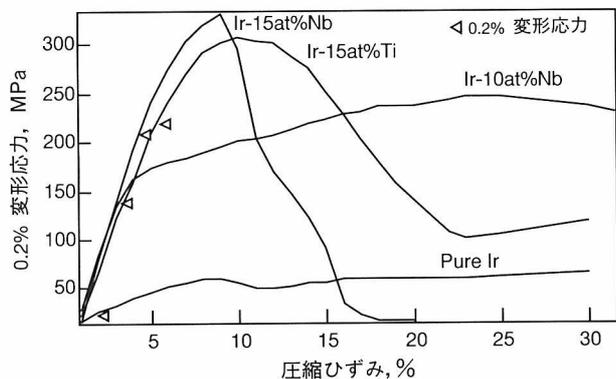


図 Ir-Nb合金の 1800°C における圧縮試験

アーク溶解によりIr-10および15at%X($X=\text{Ti}, \text{Nb}$)合金を作製し、直径4mm高さ8mmの圧縮試験片を切り出して常温および 1800°C で圧縮試験を行った。さらに、これらの合金の耐酸化性を調べるために、大気中での加熱による試料の重量変化を純タングステン(W)およびニオブ(Nb)合金と比較、測定した。

図はIr合金鑄造材の 1800°C における圧縮試験の結果を示す。0.2%耐力、すなわち変形量が0.2%の時の応力は、10at%Nbで 144MPa ($14.7\text{kgf}/\text{mm}^2$)、15at%Nbでも 212MPa でタングステン合金に匹敵する強度を持っており、組織制御することによりこれらの強度がさらに向上する可能性を有する。Ir-15at%Ti合金鑄造材の0.2%耐力は 222MPa で、この合金も耐熱材としての可能性を秘めている。常温での圧縮ひずみはIr-15at%Nbおよび15at%Tiではそれぞれ6%、および8.6%以上であった。なお、Ir-15at%Ti合金中に $L1_2$ 相の Ir_3Ti が析出することをSEM(走査型電子顕微鏡)などにより確認している。

写真はIr-15at%Nb合金、比較材としての純タングステン、Nb-20.4AlおよびNb-4.2W-21.3Al(at%)合金の、大気中 1800°C -1時間の加熱前と後における試料の形態を示す。Ir合金以外は加熱によって跡形もなく蒸発したが、Ir合金は表面から僅か 0.03mm までが蒸発するにとどまった。このように、本研究で開発したIr合金は優れた強度と耐酸化性を兼ね備えた“高融点超合金”として有力である。

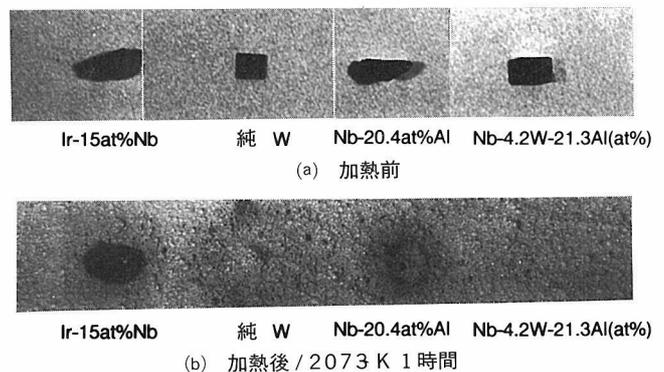


写真 空气中 1800°C -1時間の加熱試験
(a)加熱前, (b)加熱後

先進ブロンズ法で低コスト型高強度導電性材料を開発

—— Cr相を繊維状に分布させたCu-Cr合金 ——

国立研究所における材料研究の役割は、超高温、極低温、超伝導等に代表される極限分野での研究やナノレベルにおける組織制御、物性解析などの先端的基礎研究を推進することと並んで、産業界との関連を念頭に置いた先導技術的研究や助言を通して産業界に貢献して行くことにある。後者の観点に立つ一研究として、当研究所では構造材料の先端的な研究を推進する省際研究「先進ブロンズ法による高性能複相構造材料の創製に関する研究」を他省庁、大学、民間会社、外国からの研究者の協力のもとに昨年度から開始した。

本研究テーマの設定には(1)先導的研究として有望である、(2)当研究所に研究の蓄積がある、(3)民間機関では未開拓の分野である、(4)産業的観点から低コストを指向する、等の要件を満たすこととし、具体的な目標として優れた電導性や磁性等の物理的特性と強度、伸び、靱性等の機械的特性を兼ね備えた先端材料を創製することとした。

ここにブロンズ法とは当研究所で開発した手法で、熱間加工および冷間加工の難しい超伝導線材 Nb_3Sn を作製する方法である。銅ズ合金(Cu-Sn、通称ブロンズ)の棒に孔を開け、それに適量の純Nb(ニオブ)金属線を挿入し、棒の線引き加工を繰り返して製品寸法まで仕上げた後に熱処理によって Nb_3Sn の繊維を銅母相中に創製する。本研究の先進ブロンズ法は、このブロンズ法の原理を先端構造材料の創製に広く応用するとともに、従来の材料開発の概念を広げて、既述のように優れた物理的性質と機械的性質を同時に有する材料の開発を意図している。目的は高強度導電性材、高強度磁気遮蔽板、高強度高耐熱材、高強度高剛性材などの創製である。

当面取り上げたのは高強度導電性複合材料で、Cr(ク

ロム)を多量に含むCu-Cr 2元合金の線材を対象に選んだ。Cuの融点は $1083^{\circ}C$ 、Crは $1863^{\circ}C$ で大幅に融点異なる金属同士であるが、Cu-15wt%Cr合金を高周波誘導加熱溶解により溶製し、それを熱間加工および冷間加工して線材に作成できた。Cr、Mo(モリブデン)、W(タングステン)は元素周期表の6a族に属す元素で、99.999%以上に高純度化しなければ冷間加工ができないとされてきた難加工性材料であるが、この合金の凝固時に生じる2相分離(偏晶反応)により、Cu母相中にCr相を晶出させることによって、合金中のCr相が熱間加工および冷間加工可能となった。冷間加工は99.9%まで可能で、その結果、写真1に示すように繊維状のCr相が分布する複相組織が得られた。これは一種のMMC(金属-金属複合材料)である。

上記の方法によりCr相の加工性が向上した理由については解析的な究明を進めているが、現在までに分かったこととして、Cr相が良好な延性を持つCu相に包まれる形で加工される静水圧効果と、Cr相が単結晶として晶出していることが主な理由となっている。この強加工によって強度が $800MPa$ 、IACS値(焼鈍した高純度銅に比する電気伝導度)が80%強の高強度導電性線材を得た。このCu-Cr合金に第3元素を添加してさらに高強度化する手法の検討を進めるとともに、実用化の検討も別途進めている。

本研究では高分解能電子顕微鏡による微視的な解析も並行して行っており、本合金における特異な析出現象を見出ししている。写真2はその一例で、Cr相中に形成されたクラスター状のCu析出相を示している。これは晶出相の中の析出相であり、合金の相変化に関する準平衡の熱力学的現象として学問的興味を持たれるところである。

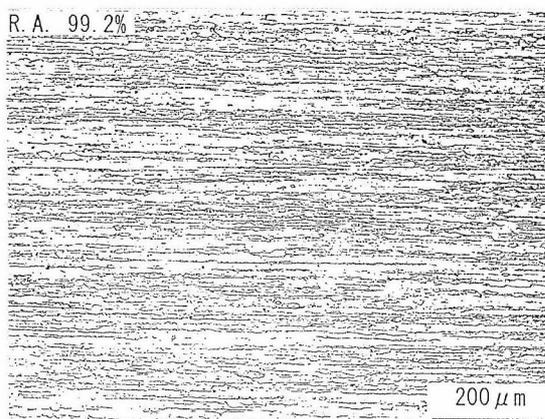


写真1 繊維状のCr相を15%含む高強度導電性MMC

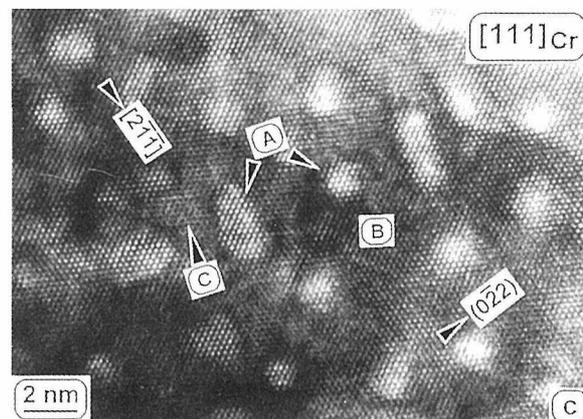


写真2 Cr晶中にクラスター状に析出したCu析出相(A)の高分解能電子顕微鏡像(B、CはCr相)

◆短 信◆

●受 賞

ラッセルB.スコット記念賞
第1研究グループ 竹屋浩幸

米国低温工学会において、論文「水素液化のための新しい磁気冷凍物質」が優秀な論文と認められ、平成7年7月20日、左記の賞を受けた。

最優秀ポスター賞
計算材料研究部 横川忠晴

1995年デンバーX線国際会議において、「Ni基超合金の高温下における γ/γ' 格子定数ミスフィットの精密測定」がXRD部門で認められ、平成7年8月3日、左記の賞を受けた。

●人事異動

平成7年11月1日

辞 職 新居和嘉 (所長)

昇 任 極限場研究センター長 前田 弘 (強磁場ステーション総合研究官)

昇 任 所長 岡田雅年 (極限場研究センター長)

●海外出張

氏 名	所 属	期 間	行 先	用 務
高 森 晋	組織制御研究部	7.10.2~8.10.1	ア メ リ カ	凝固組織に及ぼす重力の影響に関する研究
山 縣 敏 博	計算材料研究部	7.10.9~7.11.10	ブ ラ ジ ル	ブラジル材料技術開発プロジェクトにおける技術指導
松 島 志 延	損傷機構研究部	7.10.22~7.11.4	中 国	圧力容器用低合金鋼の高温水中すき間腐食に関する研究
大 塚 秀 幸	機能特性研究部	7.10.28~7.11.4	ア メ リ カ	1995TMS秋期学会出席
野 田 哲 二	第2研究グループ	7.10.28~7.11.3	中 国	気相反応法によるSiC複合材料の製造と特性について講演並びに技術指導
根 城 均	表面界面制御研究部	7.10.30~7.11.4	スウェーデン・ドイツ・スイス	極限場を利用した量子効果発現に関する研究
宇 治 進 也	第4研究グループ	7.10.30~8.10.29	ア メ リ カ	低次元有機導体の強磁場電子状態に関する研究
山 内 泰	精密励起場ステーション	7.10.30~7.11.4	韓 国	新素材特性評価プロジェクトにおける研究協力

◆特許速報◆

●出願

発 明 の 名 称	出 願 日	出 願 番 号	発 明 者 名
マイクロプローブによる微小部品・微小構造物の作製方法	7. 9.25	07-246161	今野武志, 江頭 満, 新谷紀雄

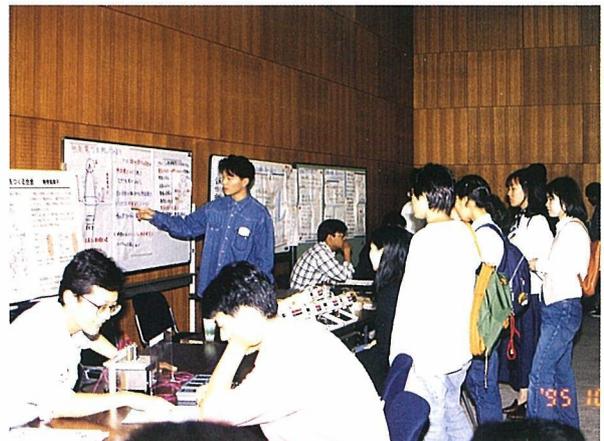
●登 録

発 明 の 名 称	登 録 日	登 録 番 号	発 明 者 名
浮上溶解装置	7. 8.10	1958833	福沢 章, 桜谷和之, 渡辺敏昭, 他1名(富士電機株式会社との共同出願)



筑波大学学園祭に金材技研出展

10月8日～9日の期間開催された筑波大学学園祭に、昨年に引き続き、当所から「謎の合金Xの正体を探せ」,「合金設計」コーナーを出展した。今回は延べ227名の来場者があり、金属の素朴な疑問について当所担当者の説明に熱心に耳を傾けていた。



「謎の合金Xの正体を探せ」のコーナーで密度の計算をしている場面（写真左）、熱起電力の説明を受けている場面（写真右）

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444号
編集兼発行人
問 合 せ 先
印 刷 所

平成7年11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