

NRIM NEWS



科学技術庁 金属材料技術研究所

National Research Institute for Metals

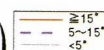
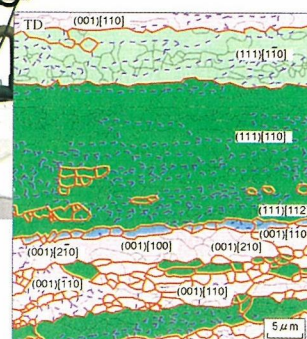
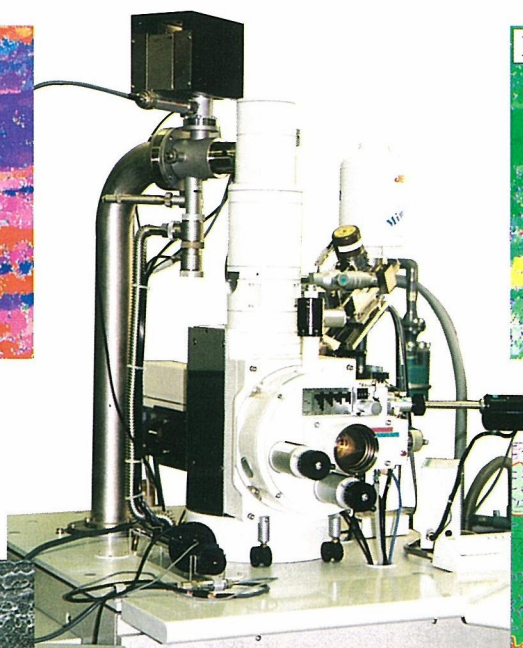
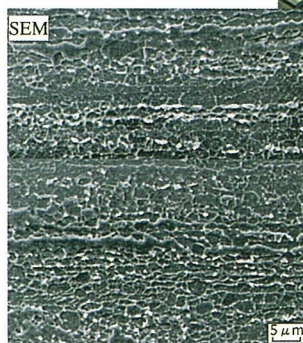
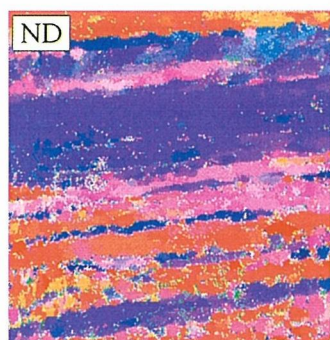


研究最先端

- 大変位・強力形状記憶合金薄膜アクチュエータの開発
- 高性能な水素透過精製用合金膜の開発を目指して
—超高純度水素を手軽に精製する合金膜—

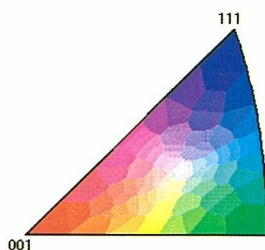
独立行政法人化先導プログラム

- 「新世紀耐熱材料プロジェクト」発足



(111)[uvw]:
小角粒界含む
方位コロニー

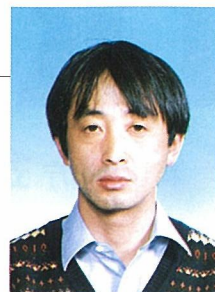
(001)[uv0]:
大角粒界からなる
等軸フェライト粒
再結晶にくい
(001)[110]



7

1999 JULY

大変位・強力形状記憶合金薄膜 アクチュエータの開発



第5研究グループ
石田 章

加速度的に機器の小型化や携帯化が進んでいる近年の先端的な技術分野において、微小な部品を動かすためのマイクロアクチュエータの開発は、新たな製品を生み出すための基盤技術として重要性を増しつつあります。特に、半導体や光通信、医療、バイオテクノロジーなどの微小物体を扱う分野では、 1mm^3 の大きさにも満たない微小機械、いわゆるマイクロマシンの活躍が期待されており、そのためには、まず機械を動かすためのマイクロアクチュエータの開発が切望されています。これまでも種々のアクチュエータが提案されていますが、金材技研で開発した形状記憶合金スパッタ薄膜は、従来のアクチュエータを越える大変位・強力アクチュエータとして注目されています。ここでは金材技研でこれまでに得られた研究成果と今後の展望について紹介します。

微小機械の多くは半導体プロセスによって作られるので、アクチュエータとなる厚さ数 μm の形状記憶合金薄膜も成膜技術によって機械の作製と同時に組み込んでいく必要があります。金材技研では、スパッタリング法によって作製したTi-Ni薄膜が完全な形状記憶効果を示すことを明らかにして以来、形状記憶合金薄膜の作製条件と特性の関係について研究を行ってきました。その結果、薄膜に固有な新しい組織を見出し、それによって特性を向上させることに成功しました。

図1は、Ti-48.3at.%Ni合金薄膜を 500°C で1時間熱処理した後の薄膜の組織を観察したものです。ここに見られるスパッタ膜の組織は通常の溶解・圧延材（バルク材）

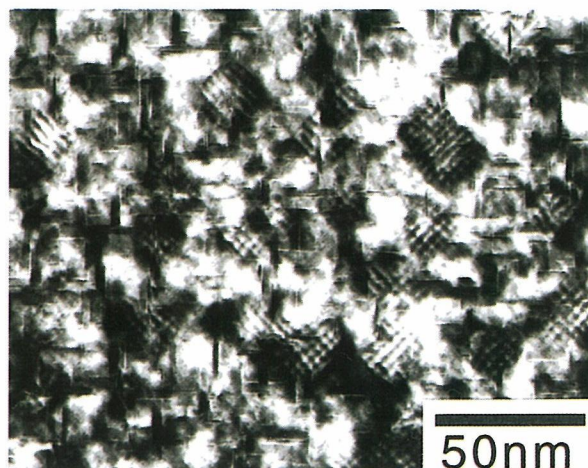


図1 Ti-48.3at.%Ni合金薄膜の 500°C 、1時間熱処理後の組織（粒状の網目模様が Ti_2Ni 、背景の格子状の模様がGPzone、母相はTiNi）

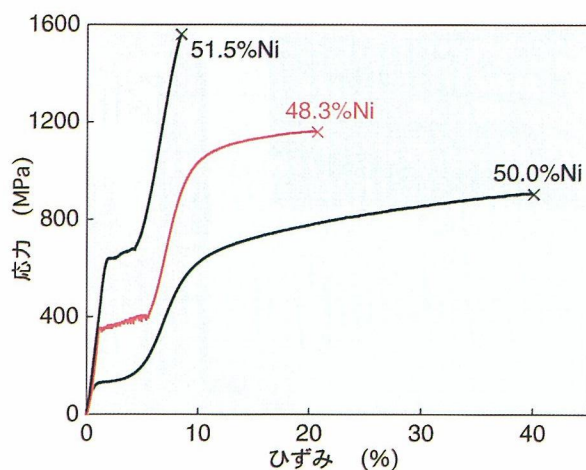


図2 Ti-Niスパッタ薄膜の応力-ひずみ曲線

と異なっており、TiNiの結晶粒内に従来の材料では観察されないG.P.ゾーンやTiNiと同一方位関係をもった Ti_2Ni などの微細な析出物がみられます。バルク材にみられる粗大な粒界析出物に代わってこのような微細な析出物が粒内に形成される結果、スパッタ膜にもかかわらず20%の破断のびと1.1GPaの降伏応力を示すことがわか

りました(図2)。Ti過剰組成のTi-Ni合金は形状記憶特性が従来のNi過剰のTi-Ni合金に比べて良いにもかかわらず、バルク材では脆いために全く使われていませんでした。このような研究成果により、薄膜においてバルク材を越えた特性を有し、かつ信頼性において実用的なレベルに達した薄膜を作製できるようになりました。

表1は、形状記憶合金薄膜の特性を従来のマイクロアクチュエータと比較したものです。形状記憶合金薄膜は従来の圧電素子を用いたマイクロアクチュエータに比べて変位量で50倍、発生力では10倍以上の性能を発揮し、駆動させる電圧も1/20で済むことがわかります。さらに、Ti-Ni合金が医療用・歯科用材料として使われていることからわかるように生体とも馴染みが良いという長所があります。冷却・加熱によってアクチュエータを動かすために応答速度が遅いことが欠点ですが、膜厚を薄くすることによって改善できると考えられています。

図3は、スパッタリングで作製した薄膜をコの字型に切って(矢印の部分)両端に導線をつないだだけのものですが、スイッチをON,OFFすることによって薄膜に通電して加熱すると前後に湾曲しておじぎを繰り返します。

形状記憶合金薄膜を利用したマイクロポンプの試作は既に各国で始まっています。図4(a)では、薄膜に通電した時はまっすぐになっていますが、電流を切ると下に撓んで穴をふさぐようになっています。

アクチュエータの種類	変位量(ひずみ)	発生力	駆動電圧
静電駆動	大	2-5 gf	60-400V
圧電材料	0.1%	400kgf/cm ²	20-30 V
形状記憶合金薄膜	5%	5000kgf/cm ²	1 V

表1 代表的なマイクロアクチュエータの特性比較

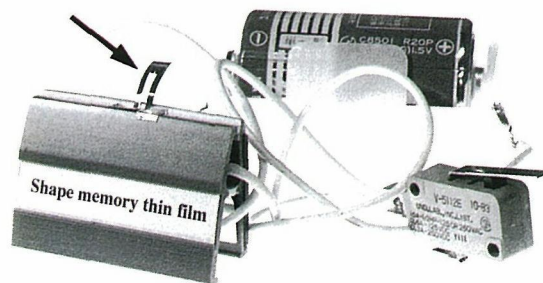


図3 形状記憶合金薄膜を用いた簡単なアクチュエータ(矢印で示したコの字型の部分が厚さ7 μ mのTi-Ni形状記憶合金薄膜)

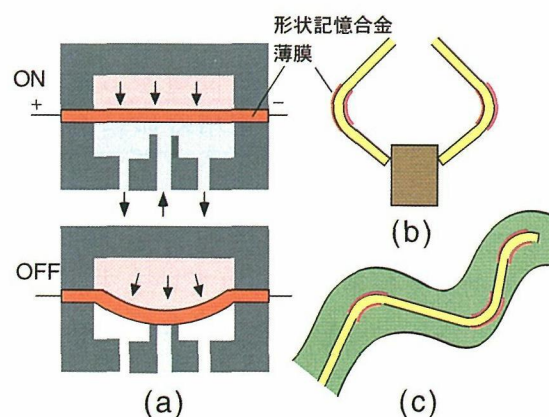
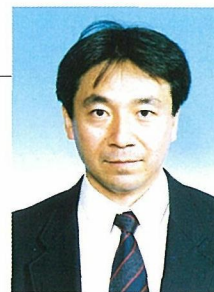


図4 形状記憶合金薄膜アクチュエータの応用例
(a)マイクロバルブ (b)マイクロマニピュレータ
(c)能動型カテーテル

DNA診断、バイオテクノロジー、新薬製造などの分野は急速に進歩しており、1 μ L(10⁻⁶cc)の微量な流体を扱うマイクロデバイスへのニーズが高まりつつあります。マイクロポンプやマイクロバルブを多用するこれらのデバイスでは、従来よりも力の強いマイクロアクチュエータが必要とされています。そのほか、光ファイバのような細線の周囲に形状記憶合金薄膜をスパッタ蒸着するだけで細線を動かすこともできるのでマイクロマニピュレータや能動型カテーテルなどの飛躍的な小型化も期待できます(図4(b)と(c))。金材技研では、このようなユニークな特徴をもつ形状記憶合金薄膜アクチュエータの実用化に向けて研究を着実に進めています。

高性能な水素透過精製用合金膜の 開発を目指して

— 超高純度水素を手軽に精製する合金膜 —



第4研究グループ
西村 睦

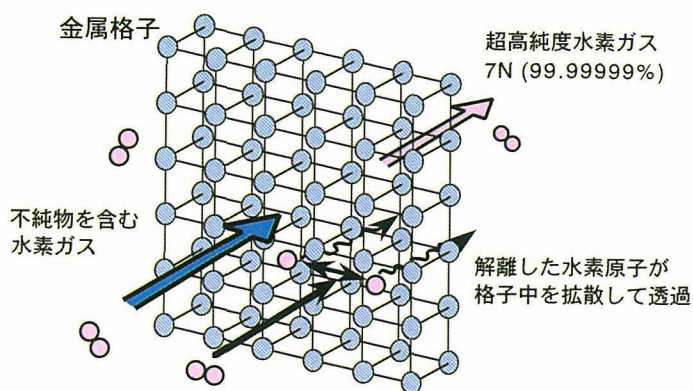
純度の高い水素の製造は、現在から将来に渡るエネルギー・環境問題に関連して重要な技術課題です。水素は燃焼等によりエネルギーを取り出す際に二酸化炭素を全く排出しないため、地球温暖化対策の鍵を握るクリーンな二次エネルギーです。水素の純度は、水素を利用したエネルギー変換技術の中心に位置する水素吸蔵合金や燃料電池等の使用寿命に直接影響を与えるため、水素エネルギーの本格利用に向けて超高純度の水素を効率的に大量に精製するための技術開発は非常に重要であると位置づけられています。

水素は現在、化石燃料や水を原料として様々な方法で製造されていますが、製法に応じた不純物を含むため、吸収法、深冷分離法、吸着法、拡散法などの方法で精製された後に用いられます。この中で現在、純度7N(99.99999%)以上の超高純度水素を実用レベルの処理速度で製造できるのは、金属隔膜（水素透過膜）を透過

させる拡散法のみです。これは図1に示すように金属の格子を篩いの目のように用いて水素を分離する方法です。この方法は、(1)水素が他のガス成分と異なり、一旦金属格子中に溶け込んでも可逆的に容易に取り出せること、および(2)水素の格子拡散速度が、酸素や炭素など他の侵入型不純物元素よりも桁違いに速いことの2つの特徴を利用しているものです。膜分離法としては他に高分子膜を利用する方法も確立されていますが、システムの大規模化は容易であるものの、単独で超高純度水素を得るのは不可能です。

拡散法に用いる合金膜材料としては、Pd-Ag合金が既に実用化されています。しかし本合金は、Pdの価格が金よりも高いという経済性の問題があり、また温度の低下とともに性能が低下するため、通常300℃より低い温度では使用が困難となります。

我々はPd-Ag合金よりも高い水素透過性能を持ち、かつ安価な材料としてVに注目し、その高い性能を損なうことなく、欠点である水素脆性による割れを抑えるような合金元素の探索を行った結果、VにNi, Co, Moを適量添加すると優れた特性を持つことを見出しました。これら合金の膜に水素解離用触媒として、また耐酸化性を付与する目的でPdを100nm程度被覆した複合膜は、高性能な水素透過膜として期待されます。一例として図2に、Pd被覆したV-Ni合金膜の水素透過特性をPdおよびPd-Ag合金と比較して示します。縦軸の Φ （水素透過度）は膜の材質がどれだけ水素を透過するかを表す指標で



- ・ 水素は金属中の格子拡散が他の元素より桁違いに速い
- ・ 溶け込んだ水素を容易に可逆的に取り出せる

図1 金属の格子を利用した水素の透過精製

す。V-Ni合金は低温ほど水素透過度が増大する性質を持ち、200℃のような低い温度での使用に有望であることが分かります。0.05 mol%のTiの添加により、合金に含まれている酸素などの不純物によるトラッピングの影響が除去され、高い水素透過度を示すことも図から分かります。

処理能力増大化に向けて、V-Ni合金膜の薄肉化の影響を検討した結果を図3に示します。膜厚を薄くするほど、一連の水素透過過程における表面過程の寄与が大きくなり、透過度が低下することが懸念されましたが、厚さ約1mmの試料と0.1mmの試料に水素透過度の違いはなく、膜の薄肉化に比例して処理能力を増大できることが分かります。

図4に300℃で2週間の連続透過測定を行い、耐久性を検討した結果を示します。300℃では水素透過度が殆ど低下しないことが分かります。より低温では、連続測定により水素透過度が幾分低下する傾向

が認められましたが、空気を導入するベーキング処理により水素透過度は完全に初期値に復帰することも確認されています。

平成11年度からは、この独自のシーズを発展させ実用化を目指してプロジェクト研究を開始し、水素精製処理能力の増大と耐久性のさらなる向上に向けて、またより高温で使用可能な合金の提案に向けて総合的に取り組んでいます。

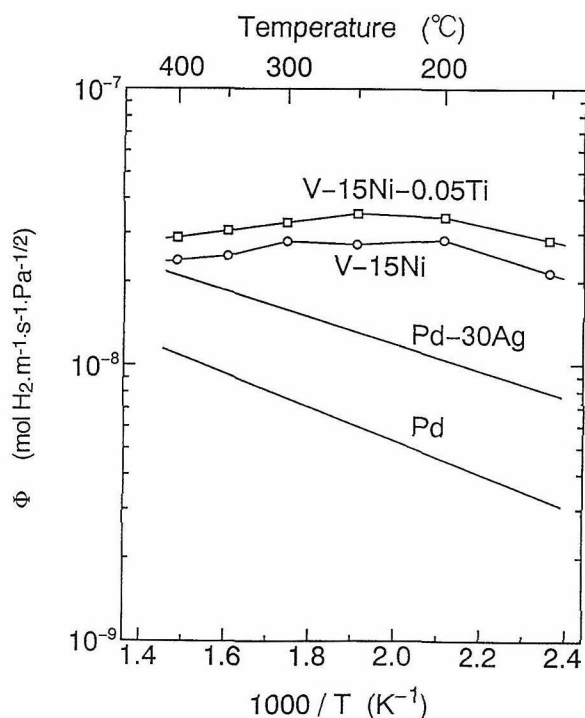


図2 Pd被覆したV-Ni合金膜とPd膜およびPd-Ag合金膜における水素透過度の比較

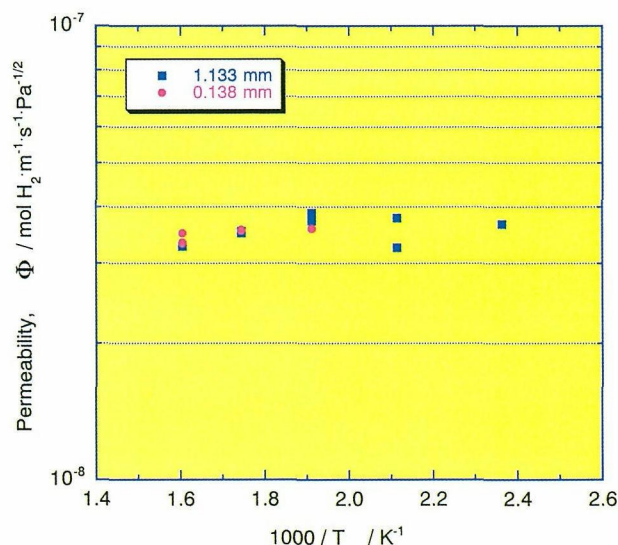


図3 Pd被覆したV-Ni合金膜の水素透過度によらず膜厚の影響

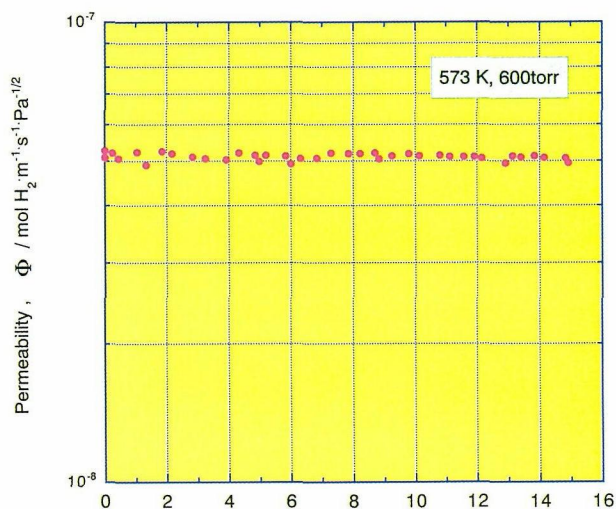
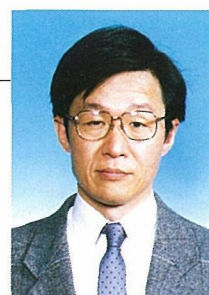


図4 Pd被覆したV-Ni合金膜の長時間連続水素透過試験結果 (300℃)

独立行政法人化先導プログラム

「新世紀耐熱材料プロジェクト」発足



新世紀耐熱材料プロジェクト
原田 広史

プロジェクトのねらい

金材技研では、2001年4月の独立行政法人化に先駆けて、先導プログラム「新世紀耐熱材料プロジェクト」を開始しました。Ⅰ期5年（1999-2003年度）、Ⅱ期5年（2004-2008年度）の10年間で予定しています。初年度予算3億1400万円、当初人員約30名（無機材質研究所および航空宇宙技術研究所からの併任を含む）で研究を開始しています。

プロジェクトの運営にあたっては、独立行政法人を想定し、柔軟な組織編成、予算使用などを、現行制度で可能な範囲で試行します。研究成果に対しては、これまで以上に厳正な評価が行われます。これらを通して、独立行政法人化による新たな可能性や問題点を事前に把握し、移行を円滑に進めることが本プロジェクトの最大のねらいです。

組織と研究内容

プロジェクトでは、超耐熱材料に関する基礎研究から、材料探索、開発、実用化までを一貫して行います。図1のように、Ni基超合金では1100℃、セラミックスでは1500℃、高融点超合金については1800℃の耐用温度を開発目標とします。これらの材料を実用化し、発電用ガスタービンやジェットエンジンなどを高温化、高効率化することによって、エネルギー資源の有効利用、CO₂排出削減をめざします（図2）。

プロジェクト組織内に当面6つのチームをおきます。材料設計チームでは、材料組織やクリープ変形を予測するコンピュータモデルなどの研究を行います。組織解析チームでは、透過電子顕微鏡中での

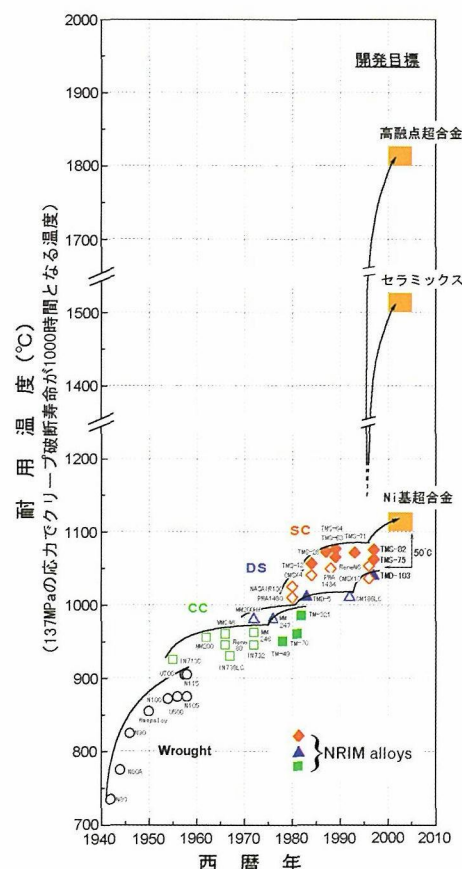


図1 Ni基超合金の耐用温度向上の経緯と本プロジェクトにおける開発目標

高温変形観察など、組織変化とクリープ変形のメカニズムを実験解明します。この2つのチームがプロジェクトの基礎を担当します。

Ni基超合金チームは、ミクロ組織の設計制御による合金開発と、高効率複合発電ガスタービン動翼、コージェネレーション用ガスタービン動翼、次世代ジェットエンジン動翼などへの実用化を担当します。セラミックスチームは、粒界構造制御などによるSi₃N₄系セラミック材料開発を行い、自動車用ガスタービンなど各種

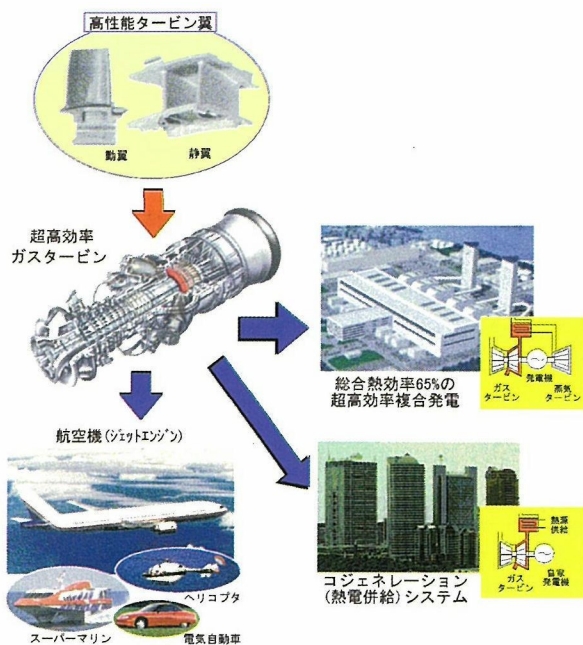


図2 超耐熱材料を用いた高性能タービン翼の利用分野

小型ガスタービンの回転部材への実用化を検討します。高融点超合金チームは、整合2相組織を形成する高融点超合金を探索開発し、無冷却で使える超高温ガスタービン翼や小型ロケットノズルなどへの実用化を検討します。

仮想タービンチームは、空力計算などタービンシステム研究と、クリープ予測など材料設計研究を組み合わせ、仮想タービンプログラムを構築します。コンピュータ中での仮想実機試験を先行実施し、上記材料開発、実用化を大幅に促進させる役目を果たします。

プロジェクト運営

プロジェクトディレクターの裁量で、チーム構成、人員配置、予算の配分などを適宜見直し、最適化します。また、所長裁量による成果創出促進重点化研究費(研究費の10%)により、年度途中の予算投入、研究加速も行う予定です。

国内および海外の企業、国研、大

学などとの共同研究を積極的に行うとともに、国際的に広く人材の結集を図る計画です。参加者は、新世紀耐熱材料特別研究員として、国籍、年齢などを問わず、能力に応じて責任あるポジションにつくことができます。新世紀耐熱材料特別研究員を通して、例えば、企業のニーズを的確に把握するとともに、新しい材料技術、ノウハウを円滑に企業に移転、実用化していくことが可能になると期待しています(図3)。

1999年月に行った国際公募に対し、共同研究については30件以上(うち海外より10件)の企業、研究機関からの応募を頂いています。また、個人参加についても主に海外から多くの応募を頂いています。現在、選考、契約等の手続きを順次行っているところです。

今後の展開

研究面では、基礎研究と開発研究、材料研究とシステム研究、さらに計算研究と実験研究を組み合わせ、ユニークな超耐熱材料研究として、発展させていきたいと考えています。また、プロジェクト運営の点では、与えられた自由度を最大限活かすよう、斬新なアイデアを出していきたいと思っています。関係各位のご協力をよろしくお願いいたします。

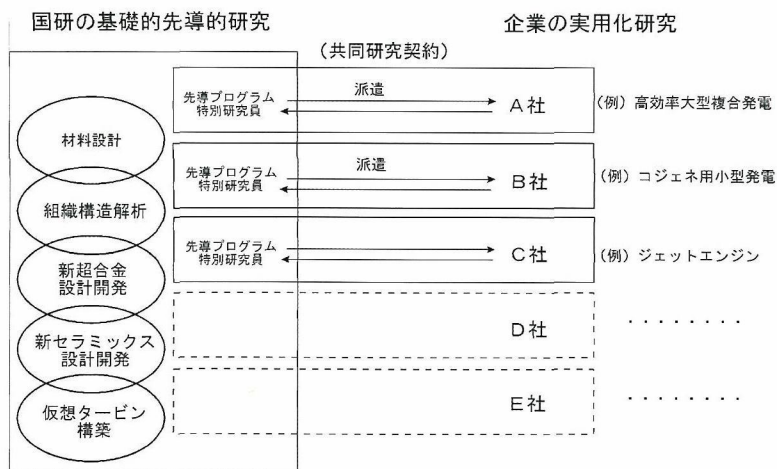


図3 企業との連携による円滑な技術移転

特許速報

●登録 (国内特許)

発明の名称： 高強度導電性高Cr含有銅合金の製造方法

登録日： 平成11年3月5日

登録番号： 特許第2895796号

発明者氏名： 三原邦照、竹内孝夫、佐久間信夫、鈴木洋夫、他1名 (古河電気工業株式会社との共有特許権)

概要： 本発明の高強度導電性高Cr含有銅合金の製造方法は、Crを10~20重量%含有する良導電性銅合金において、凝固時並びに固相中でのCr相の晶出ないし析出特性を制御するために、C、N、またはB中の少なくとも1種を0.01~1重量%の範囲内で添加するので、高導電性を損なうことなく、高強度化を図った高Cr含有銅合金を安価で効率よく得ることができるものである。本発明により、Cu基合金の用途全般にわたって有用な高強度導電性高Cr含有銅合金を提供することができる。

発明の名称： Ti-Ni系形状記憶合金とその製造方法

登録日： 平成11年3月19日

登録番号： 特許第2899682号

発明者氏名： 梶原節夫、菊池武正、小川一行、宮崎修一、松永健

概要： 本発明は、組成の厳密な制御を必要とすることなしに、マイクロバルブやマイクロマシン用アクチュエータ等として有用な、形状記憶特性を大幅に向上させた、新しいTi-Ni系形状記憶合金とその製造方法に関するものである。本発明により、従来のように、組成や熱処理を厳密に制御しなくとも、600~800Kの温度での熱処理によって、形状記憶特性が飛躍的に向上され、製造コストの大幅な低減化も図られることになる。

発明の名称： 高温高強度TiAl基合金

登録日： 平成11年3月26日

登録番号： 特許第2903102号

発明者氏名： 橋本健紀、信木稔、中村森彦、土肥春夫

概要： 本発明は、十分な常温伸びを有するとともに、高温強度特性にも優れたTiAl基合金に関するものである。本発明により、常温延性を十分に保持しつつ、高温強度に優れた新しい実用的な軽量耐熱合金材が提供される。その製造は容易であることや、製造コストの低減が図れるため、経済性にも優れ、航空・宇宙関連機器やエンジン機器などのエネルギー効率の向上に寄与する。

受賞 Congratulations!

「研究進歩賞」

社団法人 粉体粉末冶金協会

藤井 忠行

「高融点金属単結晶の高性能化・複合化」に対し、社団法人粉体粉末冶金協会より上記の賞を受けた。

「日本金属学会研究技術功労賞」

社団法人 日本金属学会

斎藤 正

多年に亘って卓越した技術により金属の研究に協力しその進歩発展に大きく貢献された業績を認められたことに対し、社団法人日本金属学会より上記の賞を受けた。

表紙説明

【結晶方位解析装置】

本装置は材料表面の結晶組織・結晶方位を測定する装置で、周囲の図面については、装置にて観察した結果です。

■編集後記

今月号では、21世紀に向けた夢のある技術として期待されるマイクロマシンや水素エネルギーに関する研究と独立法人化に向けた先導プログラムが紹介されています。これから暑い夏を迎えますが、夏バテしないよう気を付けたいものです。

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488号 平成11年7月発行
編集兼発行人 細川洋治
印刷所 前田印刷株式会社