

# NO.12

# 金材技研

## 1983

科学技術庁

# ニュース

金属材料技術研究所

## 表面・界面を探る

—表面分析機器の発達と材料開発—

金属材料の表面や結晶粒界の組成・構造が材料の特性に著しい影響を及ぼすことはこれまでもよく知られていたが、近年の表面分析機器の発達は其原因の直接的な解明を可能にしてきた。例えば、鉄鋼材料の焼戻し脆性は、材料に含まれているリンなどの微量の不純物が粒界に濃縮することによる粒界強さの劣化にもとづくことを、また、各種表面処理鋼板の塗装性やメッキ性は鋼板表面に存在する不純物の種類と量に依存することを明らかにした。さらには、金属材料をセラミックスで被覆する際の密着性は金属—セラミック界面の組成や構造に密接に関連することを示した。

このように表面科学の分野においては、金属材料の新たな開発・改善にとってその性質に大きな影響を与える表面や粒界の組成と構造を制御する技術を確立すると同時に、それらが材料の特性とどのように結びつくかを明らかにすることが望まれている。このようなことから、当研究所ではオージェ電子分光器(AES)、走査型オージェ電子分光器(SAM)、低速電子線回折装置(LEED)、X線光電子分光装置(XPS)、2次イオン質量分析装置(IMA)等の表面分析装置を用いて表面や粒界の組成・構造の基礎的研究を行い、その結果から、表面・界面を制御するための技術を確立し、それを材料開発に結びつけることを研究している。

現在、当研究所では、金属を真空中で加熱する

と表面にセラミックスの皮膜が生成する現象を利用した表面処理法の開発(自己修復性被覆法)や、金属—セラミック界面の組成や構造を制御した密着性に優れたセラミックコーティング技術の開発をはじめ、イオン注入法により金属表面を改質し、耐磨耗性に優れた材料の開発、粒界の組成や構造を制御することによる耐熱性等に優れた焼結材料の開発(以上、科学技術振興調整費研究表面・界面制御技術)を推進している。

また膜厚が $10^{-9}$ m程度の極薄膜が新しい機能を有するのではないかと期待されているが、これら極薄膜の組成や構造の解明、熱的安定性の検討及びそれらによる高性能材料の開発などは、今後表面科学が関与していかなくてはならない分野である。

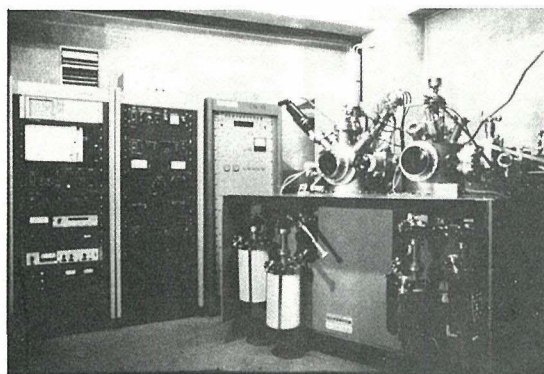


写真 XPS-AESと蒸着装置を組合わせた接合界面解析装置

# 表面・界面の制御技術により新材料を開発

## —超高真空容器用材料—

シンクロトロンや各種分析機器などの超高真空容器の材料として要求される最も重要な性質の一つは、材料表面からのガス放出特性である。この性質は材料の表面組成に大きく影響される。

当研究所では、従来、真空容器用材料として広く用いられているオーステナイト系ステンレス鋼について、その高温での表面組成の変化をAESを用いて調べてきた。その結果、ある種の化合物(炭化物や窒化物)が表面を覆うように析出することが見いだされた。そこで、この現象を利用してステンレス鋼表面に気体の付着に対して不活性だとされる窒化ホウ素を析出させることを試みた。すなわち真空容器用材料としてふさわしい表面を得るために SUS304 ステンレス鋼にホウ素(B)と窒素(N)を添加した材料を溶製した。この合金を真空中で加熱したところ、確かに表面に窒化ホウ素が析出した。しかし写真1(左)に示すように合金表面は窒化ホウ素皮膜で完全には覆われず、析出皮膜のない部分にはイオウが多量に偏析し、析出皮膜が広がることを妨害していた。したがって、表面へのイオウの偏析を防ぐために、イオウと結合力の強いセリウム(Ce)を添加してイオウを内部で析出させ、表面へのイオウの偏析を抑えると、写真1(右)に示すように、窒化ホウ素がほぼ均一に表面を覆った。表面が窒化ホウ素皮膜で覆われると、大気にさらしても表面に付着する気体の量は著しく少なくなった。

窒化ホウ素皮膜は剥離しても、合金を真空中で加熱すると再び内部から析出するので真空中、高温で使用される材料にとっては、“自己修復機能”を有するといえる。

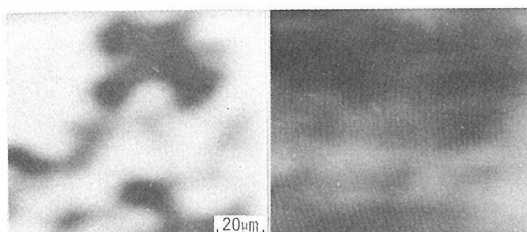


写真1 NとBを添加したステンレス鋼(左)とN、BとCeを添加したステンレス鋼(右)を真空中、1100Kで3.6ks加熱した後の表面の吸収電流像。黒い部分が窒化ホウ素に覆われている部分

## —高温機器用材料—

近年、核融合炉やガスタービンなどに強靱で耐熱・耐摩耗性のある高温機器用材料が要求されているが、それには金属の表面にセラミックスを被覆した表面複合化材料が注目されている。しかし、従来の表面複合化材料では金属とセラミックスの密着性が悪く、セラミック層が割れたり、剥離することがあった。当研究所ではSUS321 ステンレス鋼を真空中で加熱すると表面に炭化チタン皮膜が析出することを見いだした。この現象を利用して表面にあらかじめ炭化チタン皮膜を析出させたSUS321ステンレス鋼表面に活性化反応蒸着法により炭化チタンを蒸着すると、真空中で熱サイクルを与えても、写真2に示すように、炭化チタン皮膜は、SUS304 ステンレス鋼表面に蒸着した皮膜に比べて、割れや剥離が生じにくくなることがわかった。

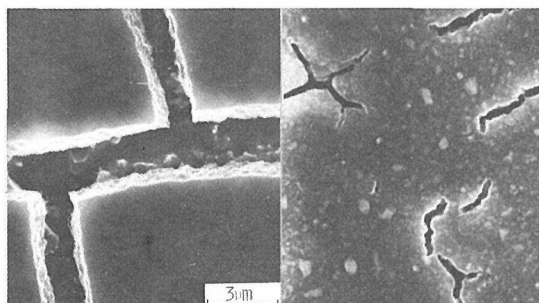


写真2 SUS304(左)とあらかじめ表面に炭化チタンを内部から析出させたSUS321(右)に炭化チタンを蒸着した材料を真空中で加熱(1100K)→冷却を4回繰り返した後の表面

## —表面分析機器を 活用する材料開発—

水素排気用ポンプ素子の研究の一環としてのNi-Ti アモルファス薄膜とガラス基板界面の反応機構の解明、イオン注入法により表面改質し、耐摩耗性を向上させた材料の表面組成分析をはじめ、モリブデンの脆性機構の解明、MBE(分子線エピタキシー)を用いて作製した薄膜の組成分析、腐食生成物の同定、拡散接合界面の組成分析など、表面の研究は新しい材料の開発に貢献している。

## 極低温における超高压連続加圧と同時圧力測定

超高压下の低温実験では、室温で特定の圧力に固定した超高压セルを極低温のクライオスタット中に浸し、各種の測定を行うのが一般的である。しかし、この方法では、一回の低温実験で一つの圧力についてしか測定が行えず、また、超高压セルを低温に冷却することにより、室温で固定した圧力が大きく変化するのが常である。

当研究所では、これらの問題点を解決するため、クライオスタット中で圧力を連続的に変え、かつ、その圧力を試料部に挿入した圧力センサーにより刻々測定できる実験装置の開発に成功した(科学技術振興調整費による研究)。この装置は液体ヘリウム温度(約 $-269^{\circ}\text{C}$ )で50GPaまでの連続加圧実験が行える。現在、超電導遷移温度 $T_c$ の圧力依存性の研究を行っており、すでにBaやNb合金で興味ある結果を見いだした。Baでは、17.7GPaで超電導遷移に新たな跳びが確認され、約5K(約 $-268^{\circ}\text{C}$ )の $T_c$ を得た。今後、新物質の発見や超電導体の応力効果の研究など材料開発にこの新装置が威力を発揮するであろう。

(極低温機器材料研究グループ)

## ハイブリッド化素材研究の調査はじまる

新材料創製のための素材のハイブリッド化に関する調査が行われ、当研究所がその一部である金属性ハイブリッド化素材を分担することになった。

ハイブリッド化素材は原子分子のレベルでみて、金属結合、イオン結合、共有結合、分子結合など複数の結合様式を併せ持つ一種の複合材料である。複合材料といっても、従来知られているFRP(繊維強化プラスチック)やFRM(繊維強化金属)などのコンポジットとは別のものである。すなわち、コンポジットは構成要素から複合

則によって推定できる主として強度を対象とした材料であるのに対し、ハイブリッドは例えば、強磁性金属微粒子を液体に分散させた磁性流体のように新しい機能性を発揮したり、特異な性質をそなえた機能材料である。

このような素材の現状と今後の発展の可能性を、低次元物質、人工格子、金属間化合物などについて調査することになった。

(科学技術振興調整費研究)

## マイコン用ZAFプログラムの開発と金属分析への応用

X線マイクロアナライザーで金属材料の微小部分の組成分析を行う場合、多種の元素を精度よく、短時間で同時分析することが一つのキ・テクノロジーである。それには、検出されるX線スペクトルを、蛍光補正などを含む複雑な分析計算(ZAF)で解析する必要がある。

当研究所では、既に開発使用していた汎用電算機用の計算プログラム(MACMA-2)を改良して、マイコンでも使えるプログラム(MACMA-M)を開発した。分析精度は、超軽元素(B~F)の場合を除いて、MACMA-2の場合と変わらない。軽量、安価なマイコンで計算できるので、分析装置のそばにマイコンを置けば、分析結果を確かめつつ手軽に組成分析を行える利点がある。なお、プログラムの開発に当たってはOS(オペレーティング・システム)にCP/M-80(デジタル・リサーチ社の登録商標)を用いたので、CP/Mが使用できるマイコンならば機種を問わず利用することができる。(金属化学研究部)

## 合金の相分離初期過程に関する国際討論集会

9月19~23日、西ドイツ

この集会は、約20年続いた相変態理論の定常状態が、最近の理論的・技術的進歩により変革されようとする時期に際して、新しい動

向の可否を定めようとする当を得た企画であった。55名の参加者のうち日本からは4人の研究者が招待された。

当研究所からの提出論文、「核生成一成長の拡散理論」は、本来非線型である拡散方程式を容易に解き得ることを可能にした数学上の工夫を基盤に展開した理論である。この理論の特長は、これまで無関係に論じられていた相変態の二つの型式(スピノダル分解と核生成一成長)を拡散の項のみで統一的に論じることを可能にしたことである。この理論は現在、日本や米国の研究者により実用合金への適用を目的に拡張と多様化が進められている。

会議では、このような拡散論グループと確立拡散論グループの対立と意見調整を基底とし、それに実験家たちがそれぞれの立場からコメントするという形態で推移した。きびしく、かつ互いに実り多い討論集会であった。(金属物理研究部)

## 第3回国際核融合炉材料会議

9月19~22日、アメリカ

今回の会議には各国から300余名の研究者が参加し、一般講演280件、招待講演30件の発表があった。日本からは約40名が参加し、56件の発表がなされた。

当研究所では、核融合炉の第1壁の候補材であるFe-Ni-Cr-Ti合金の照射による体積膨張と時効前処理、Moの疲労特性と添加元素および熱処理、第1壁に堆積したアルゴンガスを含む表面被覆材TiCの性質の3件について研究発表した。

これらのテーマはいずれも核融合炉の完成の成否にかかわる重要な問題であり、多くの注目を集めた。今回は、核融合炉実現に向けての国際協力の呼びかけ、材料の諸問題の明確化などがなされた。特にこの分野におけるアメリカの研究の進展が印象的であった。

(原子炉材料研究部)

## 〔1983年金材技研ニュース題目一覧〕

題 目	No.	通巻	題 目	No.	通巻
<b>材料開発部門(Ⅰ)</b>			<b>材料信頼性部門</b>		
単結晶でガスタービンの効率を飛躍的に向上	2	290	期待される非破壊試験技術の進歩	5	293
世界最強の耐熱合金を目指して	2	290	表面欠陥寸法の定量的検出	5	293
重さが無い世界一宇宙空間での材料実験	3	291	軽水炉構造材料に関する安全研究	11	299
近づく本格的宇宙実験	3	291	軽水炉環境模擬における疲労き裂伝ば試験	11	299
			表面・界面を探る	12	300
			表面・界面の制御技術により新材料を開発	12	300
<b>材料開発部門(Ⅱ)</b>			<b>特許紹介</b>		
太陽を捕える極低温技術	1	289	キャンドモーター用キャン	3	291
極低温への扉を開く磁気冷凍	4	292	電気接点材料	5	293
磁気冷凍開発の鍵となる磁気冷凍材料	4	292	オーテスナイト耐熱鋼	7	295
超電導・極低温材料分野の開発と国際研究協力	7	295	熱間ダイス鋼	8	296
高磁界超電導線材に関する日米研究協力が活発化	7	295	<b>そ の 他</b>		
極低温疲れ試験装置の連続運転に成功	8	296	新年のごあいさつ	1	289
極低温状態を長時間保つための新しい仕組み	8	296	1982年外国人来訪者一覧	1・2	289 290
核融合炉用超高温材料	9	297	出願公開発明の紹介	2・8・11	290 296 299
耐熱セラミックス被覆材の性能試験	9	297	マレイシア・マハデル首相筑波支所を視察	3	291
超強力合金の強度の向上を目指して	10	298	研究成果の発表	4・10	292 298
新しい加工熱処理法を開発	10	298	金材技研の印象(滞在記)	5	293
			特許出願速報	6・11	294 299
			注目発明の選定	6	294
			クリープ受託試験の現況	7	295
<b>生産技術開発部門</b>			昭和58年度金属材料技術研究所研究発表会	9	297
金属加工における熱の挙動を手軽に解析	6	294	金材技研ニュース題目一覧	12	300
熱伝導理論をより使いやすく	6	294	スポットニュース	2~12	

通巻 第300号

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人 越 川 隆 光  
 印刷 株式会社 三 興 印刷  
 東京都新宿区信濃町1-2  
 電話 東京(03)359-3811(代表)

東京都目黒区中目黒2丁目3番12号  
 電話 東京(03)719-2271(代表)  
 郵便番号 153