

NO. 7

金材技研

1988

科学技術庁

ニュース

金属材料技術研究所

結晶成長の過程を目で見る

—— 積層薄膜合成のコンピュータ・シミュレーション ——

最近の目覚ましい産業技術の発展により、天然に存在する物質の特性を利用するだけでは、必要な要求を満足することが不可能になってきた。このために、新しい機能あるいはより優れた特性をもった物質を人為的に作り出す研究が、各所で熱心に行われている。

当研究所においても、人工・特殊構造物質を重点研究分野の一つとして取り上げて、研究を進めている。こうした人工・特殊構造物質を合成する方法の一つに、超高真空にした容器の中で電子線などによってガス状の原子を作り、この原子を基板の上に降り積もらせること（積層）によって、薄膜や多層膜を合成する手法（分子線エピタキシ法、MBE法）がある。このようにして作った薄膜や多層膜は、超電導材料をはじめ、エレクトロニクス素子、磁気記憶素子、光学素子など、新しい機能素子としての利用が期待されている。

当研究所では産学官の共同研究により、積層薄膜の合成過程をスーパー・コンピュータでシミュレートし、コンピュータ・グラフィックスによりアニメーション化することに成功した。これは、ある仮定を置いて原子の間に働く力を計算し、系全体の原子の運動を解いて合成過程を再現するもので、降り積もった原子が安定な位置を求めて運動を続け、最終的な安定状態に落ち着く様子を、時間を大幅に拡大してブラウン管上で見るのが可能になった。写真1および写真2は、基板の原子と降り積もる原子のサイズの違いによる合成過程の変化を調べた例の、1コマである。

薄膜の合成過程の解析は今まであいまいであったが、このシミュレーションによりその様子を克明に知ることができるので、機能素子等の合成条件の設定などに役立てることができる。

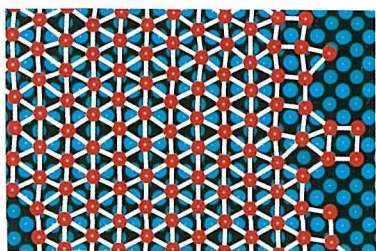


写真1 四角格子構造の基板(青色)上に成長した三角格子構造の薄膜(赤色)

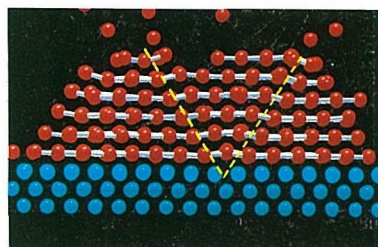


写真2 積層欠陥(点線)を伴って成長した薄膜

素粉末混合法チタン合金の疲労特性を向上

—— 塩素量の低減と組織の微細化で達成 ——

当研究所では、純金属の粉末を混合して焼結する素粉末混合法でチタン合金を作る研究が続いている。この方法はいろいろな組成の合金を安価に作れるが、得られたチタン合金は他の方法によるものよりも機械的性質、特に疲労特性が悪い。この欠点を改善して優れた疲労特性を得るためには、使用する純チタン粉末の塩素含有量の低減と、合金組織の微細化が重要であることがわかった。

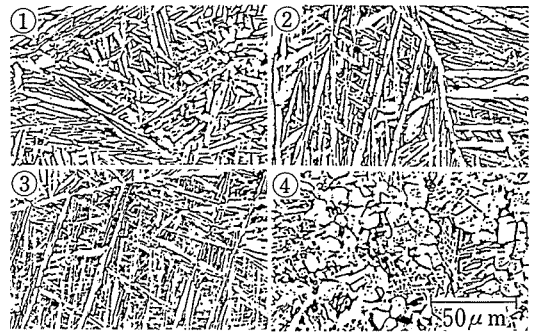
図1は、チタン合金の疲労特性に及ぼすチタン粉末の塩素含有量の影響を示したものである。チタンは、工業的には塩化物をナトリウムやマグネシウムで還元して作られるので、通常入手される金属チタンには、数百ppmの塩素が含まれている。このようなチタン粉末を使用すると、合金中に気孔が多数形成されて疲労き裂の発生が容易になってしまうので、疲労特性が悪い。溶解して作った合金の疲労特性があまり悪くないのは、溶解中に塩素が抜けるためである。塩素含有量を10ppm以下に低下させた極低塩素チタン粉末を用いた素粉末混合法では、比較的良好な疲労特性が得られた。

しかしながら、製造時に形成された粗い金属組織のために、繰返し回数が多くなると疲労特性が急激に悪化する傾向がある。そこで、極低塩素チタン粉末を用いた素粉末混合法で作ったチタン合金の組織を制御して、機械的性質の改善を試みた。

図2において、①は当研究所が開発した新製造法（金材技研ニュース、1986年、No.5 参照）によるもので、形状比（幅と長さの比）があまり大きく

ない針状の α 相よりなる微細な組織としたものである。②は α 相の幅は①と同じであるが形状比が大きく、③は α 相の幅は①より細めで形状比が大きく、④は α 相が球状となるように組織を制御したものである。これらの結果から、高繰返し数での疲労特性を決定しているのは、 α 相の形状比ではなくて幅であることがわかった。一方、延性に関しては α 相の形状比が1に近いものほど良く、全体として①の組織のものが最も優れていた。

すなわち、素粉末混合法でチタン合金を作る場合、塩素含有量を10ppm以下としたチタン粉末を使用し、真空焼結した合金を焼入れしてマルテンサイト化した後、HIP処理（高温で高圧を周囲から加えて緻密化する処理）を行うと、疲労特性と延性が共に優れた合金が得られる。こうして作ったチタン合金は、特に疲労特性が問題になる航空機や自動車などにも、広範囲に使用されることが期待される。



各組織制御法の金属組織写真

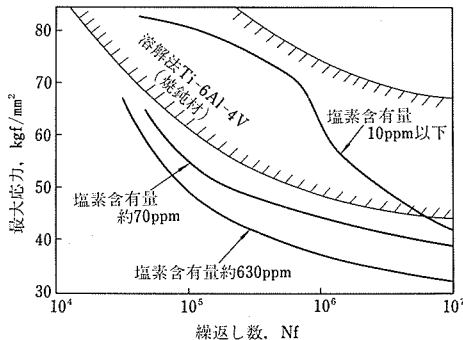


図1 素粉末混合法 Ti-6Al-4V 合金の疲労特性に及ぼす塩素含有量の影響

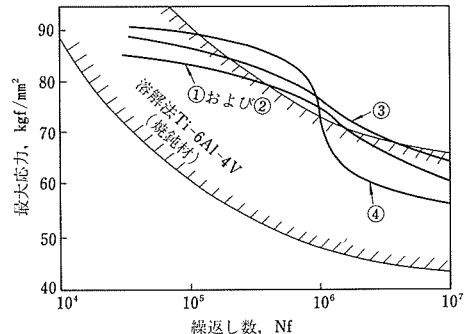


図2 組織制御を行った極低塩素 Ti-6Al-4V 合金の疲労特性

放射光を利用した 微小格子定数差の精密測定法

当研究所が開発したニッケル基超耐熱合金は、 γ 相と γ' 相と呼ばれる面心立方の結晶の集合体である。この合金の高温クリープ特性は、両相の格子定数の差がある値のときに最良となるらしいことが推定されている。しかしながら、この差はごく小さいために、結晶構造の解析に従来から用いられているX線管によるX線回折では、高度のデータ処理技術を駆使しても、これを精密に測定することは困難であった。

当研究所では、シンクロトロンなどで電子を

円形加速する際に放出されるシンクロトロン放射光(SOR)を利用して、格子定数の差を精度0.003%で測定することに成功した。放射光は、鋭い指向性と平行性、およびX線領域をカバーする連続的スペクトル分布をもっている。したがって、その試料の測定に最適な単色光に近い任意の波長のX線を選択できるので、非常に精密なX線回折が可能となった。

この測定法により γ 相と γ' 相の格子定数の差とクリープ特性の関係を明確にすれば、ニッケル基超耐熱合金の開発における合金組成決定のための、有益なデータとなる。

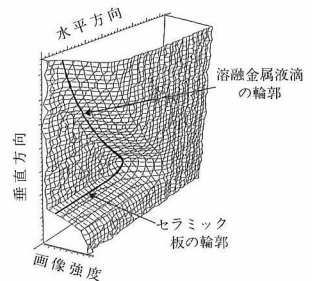
画像処理を利用した 界面物性値の測定法

金属とセラミックの新しい複合材料を作る際には、溶けた金属とセラミックの間の界面エネルギーなどの界面物性値が重要である。これらの物性値の測定には、セラミック板の上に溶けた金属の粒(液滴)を置いて写真に撮り、その輪郭の形状を肉眼で読み取って複雑な数式や表を用いて計算するという、煩雑で精度の悪い方法が19世紀以来現在まで続けられている。

当研究所では、フィルム上の画像の明暗、すなわち画像の強度をコンピュータに読み込み、

その立ち上がりから液滴の輪郭の形状を精度よく迅速に決定し、界面エネルギー等を算出する方法を開発した。ビデオカメラを使って直接コン

ピュータに読み込むことも可能であって、従来評価できなかった局所的な界面エネルギーの変化なども検出できる可能性が開けた。



溶融金属液滴—セラミック板
界面付近の画像処理例
(太線はコンピュータで決定した輪郭線)

電子線リソグラフィを利用した 微小変形の測定法

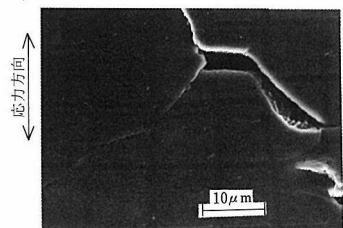
材料に力が作用すると、全体的な変形のほかに微小領域で局所的な変形が起こり、これが原因で材料に損傷が生じて破壊に至ることがある。全体的な変形は、材料にけがき針で付けた目印の間隔の変化からわかるが、損傷が生じる微小領域に目印を付けることは不可能であった。

当研究所では、半導体にパターンを書き込む微細加工技術として超LSIの製作に不可欠な電子線リソグラフィを利用して、材料の粒界すべりを定量的に観察・計測する方法を開発した。

写真は、波長が光の1000分の1以下である電子線を用いて、ステンレス鋼の表面に0.01mm以下の間隔で直交するごく細い格子状の目印を書き込み、クリープ変形挙動を観察した結果である。

この方法により、材料が微小領域で変形して

損傷を受けていく過程を観察し、損傷が生成する機構を解明することが可能になる。



クリープ中の粒界
すべりと粒界き裂

「材料強度データシート懇談会」 が発足

当研究所では、機械や構造物の信頼性・安全性確保の基盤として、材料の寿命・余寿命評価の基礎となる基準的なクリープおよび疲労特性を系統的に求め、データシートを作成して一般に公表してきた。本年4月に全面的な組織改正が実施されたのを機会に、これまで個別に立案されていたクリープおよび疲労データシート計画を統合し、材料強度データのいっそうの充実を図ることにした。

このため、従来からの個々の懇談会を発展的

に解散して、新たに材料強度データシート懇談会を発足させた。この懇談会において広く関係各界のご意見を伺い、材料データシート計画を最も効果的・効率的に進めることにしている。

第1回の懇談会は去る5月25日に開催され、学協会および産業界の委員の方々から、当研究所のこれまでのデータシート活動に対する評価と現在の計画の積極的な推進を期待するとの発言を頂いた。なお、試験計画の実施に係る問題点などは、クリープ、常温疲労、中温疲労、高温疲労、および溶接継手疲労の5つの検討会を設置して、専門的に検討することになった。

当研究所が主催でVAMAS技術 作業部会を開催

—「超電導・極低温構造材料」分野

VAMAS(ベルサイユサミットに基づく新材料と標準に関する国際共同研究)の諸分野のうちで、当研究所が議長を務める「超電導・極低温構造材料」分野の第3回技術作業部会(議長:太刀川恭治前筑波支所長)が、去る5月30日に池袋サンシャインシティにおいて、当研究所の主催で開催された。

当日は5ヵ国からの代表者を初めとして、総計34名の共同研究者が出席した。超電導臨界電

流値測定と極低温引張試験の国際ラウンドロビンテスト最終報告素案、超電導交流損失測定と極低温破壊靱性試験の中間結果報告などについて、活発な討議と意見の交換が行われた。

国際ラウンドロビンテストを通じて初めて明らかになった問題点もあり、国際共同研究をいっそう推進する必要性が強調された。

今回の技術作業部会は、7月に英国で開催される。



◆短 信◆

●海外出張

貝沼 紀夫 力学特性研究部第1研究室長

小野寺秀博 材料設計研究部主任研究官

「Ti合金に関する国際会議」出席のため、6月

4日から6月11日までフランスへ出張

長井 寿 第1研究グループ第6サブグループリーダー

「国際低温材料会議」出席等のため、6月5日から6月18日まで中国へ出張

戸叶 一正 第1研究グループ第2サブグループリーダー

「国際低温材料会議」出席等のため、6月6日から6月14日まで中国へ出張

通巻 第355号

編集兼発行人 木 村 良
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)

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3番12号
電話 東京(03)719-2271(代表)
郵便番号 153