

金材技研

科学技術庁

金属材料技術研究所

1990 No. 6

ニュース

マルチコアプロジェクトのマグネット1号機
完成／微小物体の内部構造が外から一目瞭然
／低応力の繰返して内部から起こる疲労破壊

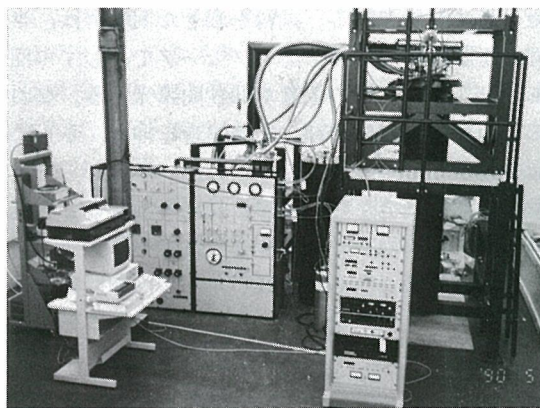
物 性 測 定 の 新 兵 器

—— 超精密磁界マグネットシステムが完成 ——

当研究所は、このたび、マグネットと測定系とからなる3つのサブシステムで構成された、超精密磁界マグネットシステムを完成させた。この超精密磁界マグネットシステムは、科学技術庁の超電導材料研究マルチコアプロジェクトの中で、当研究所が担当している超電導性能評価コアにおいて開発中の、4つのマグネット（金材技研ニュース、1988年、No.5参照）のうちの1つである。超精密磁界とは、磁界の均一度（空間的に磁界が変化する度合）や安定度（時間的に磁界が変化する度合）が、極めて優れていることを意味している。

いずれのサブシステムも世界最高性能を有するもので、NMRスペクトロメーターや各種プローブなどの付属測定系を使用して、超電導材料をはじめ各種物質の内部の情報を探る研究に使用でき

る。この超精密磁界マグネットシステムは調整・試運転が完了後、共同研究のための施設として、国の内外に開放される予定である。



磁気共鳴以外の物性精密測定用サブシステム

完成した超精密磁界マグネットの各サブシステムのおもな性能

サブシステム	おもな使用目的	マ グ ネ ッ ト			試 料 空 間	
		発生磁界	均 一 度	安 定 度	径	温度可変範囲
No. 1	磁気共鳴等の測定	16 T（最大）	$10^{-6} / 1 \text{ cm角}^*$	$10^{-6} / \text{h}^{**}$	50 mm	0.3～300 K
No. 2	磁気共鳴以外の物性の精密測定	16 T（最大）	$10^{-4} / 1 \text{ cm角}$	$10^{-4} / \text{h}$	25 mm	0.03～300 K
No. 3	高分解能核磁気共鳴の測定	11.75 T（固定）	$2 \times 10^{-6} / 2 \text{ cm角}^*$	$8 \times 10^{-8} / \text{h}^{**}$	89 mm	173～373 K

*超電導シムコイルのみ、**NMRロックなし

微小物体の高分解能 X 線断層撮影に成功

—— 3 次元マイクロ C T システムの完成に近づく ——

医学検査の分野で診断精度の向上のために広く使われている C T スキャン（コンピュータ断層撮影）は、人体の各方向から X 線を照射して、透過した X 線の強弱からコンピュータを用いた画像処理により、人体の横断面をモニタ上に表示するものである。当研究所では、材料内部の微細な構造を精度よく検出するために、これと同じ原理を用いた 3 次元マイクロ C T の開発を進めている。そしてこのたび、光源面積が小さくて強力な X 線源の使用と、蛍光板を試料に近接させたことにより投影像のボケを極力小さく抑えて、微小物体の断層像を高分解能で再生するのに成功した。

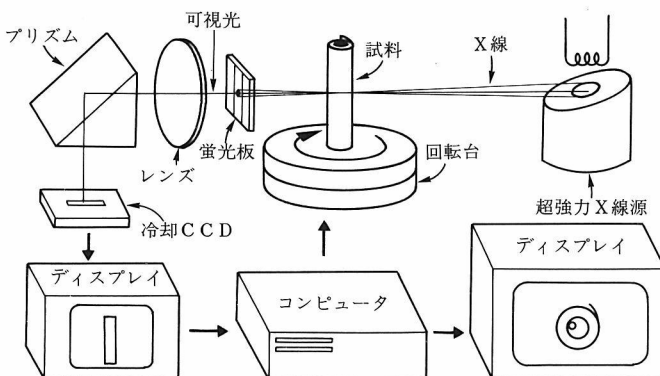
図に示したように、試料を透過した X 線は、試料の後方に置かれた蛍光板で可視光に変換された後レンズで拡大され、576×384 画素の C C D（電荷結合デバイス）を撮像素子とした超高感度電子カメラで記録される。試料を載せた回転台は、半回転を 200 分割してステップモータで少しずつ回転させ、それぞれの位置で 20 秒間露光する。なお、C C D は -45℃ に冷却して熱雑音を抑え、さらに蛍光板や C C D の感度むら、X 線の照度むら、X 線源の回転陰極から発生する振動の影響などを低減するための種々の工夫が施されている。

外径 1mm のセラミック製パイプの内壁に直径 50 μm のチタン線を取付け、パイプの外側に厚さ 15

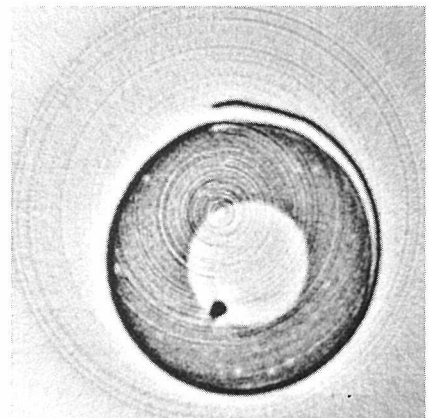
μm のアルミ箔をほぼ 2 周巻き付けたものを試験試料とした。この試料を X 線源から約 200mm の距離に置き、試料の後方約 5mm に蛍光板を配置して撮影し、32ビットのパーソナルコンピュータで断層像を再生した。写真に示したように、セラミックパイプ、チタン線とも明瞭なコントラストで再生されており、アルミ箔が一重か二重かやパイプの外壁に密着しているか否かも識別できる。またパイプに存在する 1 画素（この場合 7 μm ）相当の欠陥も、白点状に捕えられている。

先の図ではわかりやすいように X 線を細いビームで示してあるが、実際にはある程度の広がりがあるので、蛍光板上には試料の全体像が投影されている。したがって、試料を半回転させるだけで縦方向の掃引はしないでも、C C D カメラには試料の 3 次元像が記録されている。写真に示したのは、この中のある 1 つのレベルにおける断層像である。現在は撮影に約 80 分、1 枚の断層像の再生に約 20 分を要しているので、このままでは 3 次元像を再生させるのは実用的ではない。

今後、変換効率が高くて散乱や拡散の少ない蛍光板を開発して分解能を向上させ、さらにスーパーコンピュータで処理時間を短縮するなどして、高品位の 3 次元マイクロ C T システムとして完成されたものにのしていく計画である。



X線マイクロCTシステムの模式図



外径1mmの試験試料の断層像

低応力レベルで材料内部から疲労破壊

—— 転位の堆積による応力集中が破壊の原因に ——

疲労破壊は、材料内部に欠陥がない場合には、材料表面の応力が集中した部分にまずき裂が発生し、これが成長して破壊に至るという説が常識になっている。ところが、この従来の常識に反して、当研究所におけるチタン合金の極低温疲労試験では、ある条件のときは材料内部から疲労破壊が起こるという興味深い現象が、しばしば観察された。

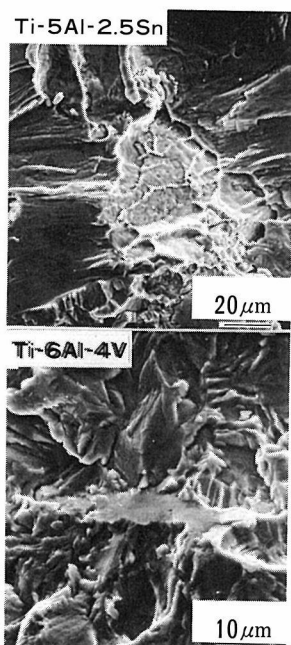
内部起点疲労破壊の場合には、材料内部のある点を中心にしてき裂が両方向に、あるいは放射状に成長する。写真¹は、内部き裂発生点近傍の走査電子顕微鏡による疲労破面写真の例で、このようなき裂成長の形跡が認められる。大きな介在物や空洞などが材料内部の破壊起点となることは知られているが、これらの写真にはそのような欠陥は認められない。

図²は、侵入型不純物元素の少ないTi-5Al-2.5Sn ELI合金(α 型)とTi-6Al-4V合金($\alpha+\beta$ 型)を液体ヘリウムで4.2 Kに冷却したときの、高サイクル疲労試験結果の例である。白抜きデータは試験片の表面から破壊したものを、また黒塗りデータは破壊の起点が試験片の内部にあるものを示し

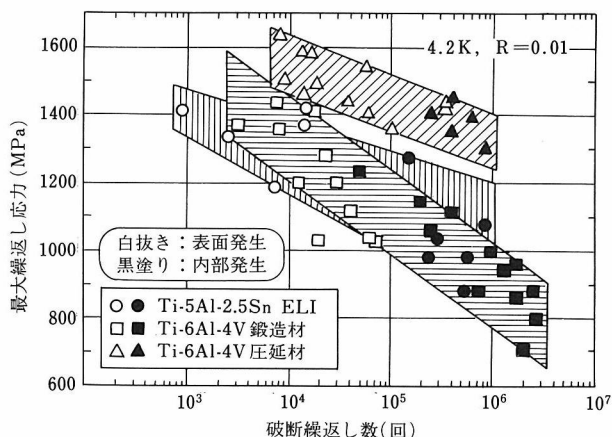
てある。材料内部を起点とする疲労破壊は、繰返し応力が低いときのみに現れている。これを疲労寿命からみると、 $10^5 \sim 10^7$ 回以上の高サイクルでのみ発生している。

材料内部から破壊した場合、疲労破壊の起点は α 相内に生じた微視割れであることがわかった。しかし、内部起点疲労破壊は試験片の降伏強さ以下の低応力で起こっていることから、試験片全体にかかる応力からは、微視割れの発生原因を説明することはできない。 α 相の変形組織を詳細に検討した結果、材料内部を起点として疲労破壊が発生する低応力レベルでは、繰返し変形中に転位が粒界に堆積することがわかった。堆積した転位は、粒界近傍に局部的に大きな応力集中を起こさせて α 相内に微視割れを発生し、これが内部起点疲労破壊の原因になっていると結論された。

このように、材料内部に欠陥がなくても低い応力の繰返しで疲労破壊の原因になる微視割れが、金属組織中に誘発されることがわかった。この事実は、極低温のチタン合金以外の場合でも、低い応力の繰返しで材料内部に微視割れが発生する可能性があり得ることを推測させるものである。内部微視割れの発生は構造物の安全性に大きく影響するので、この分野の研究は非常に重要である。



チタン合金の内部き裂発生点



極低温におけるチタン合金の疲労破壊データ

海外での研究発表(1990年 1 — 6 月)

(○印は発表者を示す。)

日仏複合材料セミナー (3月14日, フランス・パリ)

- 1) Fatigue Fracture Mechanism of SiC Whiskers or SiC Particulates Reinforced Aluminum Alloys Matrix Composites.
○増田千利, 田中義久; 深沢 稔 (東海カーボン)
- 2) Research and Development of Material Databases in Japan.
○西島 敏

ASMインターナショナル (3月27日~30日, アメリカ・マイテルビーチ)

- 1) Design and Development of Ni-Base ODS Superalloys.
○山崎道夫, 楠 克之, 川崎要造

国際応用磁気会議 (4月17日~20日, イギリス・ブライトン)

- 1) Mössbauer Studies of Colloidal Ultrafine Particles of Iron.
○古林孝夫, 中谷 功

米国材料学会 (4月19日, アメリカ・サンフランシスコ)

- 1) Transmission Electron Microscopy Studies of the Processing and Deformation Induced Microstructure in γ -TiAl Matrix-Nb/TiNb Ductile Composites.
○G.E.Lucas(カリフォルニア大学); 長谷川晃; G.R.Odette(カリフォルニア大学)

国際低温材料会議 (5月9日~11日, 西ドイツ・ガルミッシュパルテンキルヘン)

- 1) Processing and Properties of Bi-Sr-Ca-Cu-O Superconducting Tape.
○戸叶一正, 熊倉浩明, D.R.Dietderich, 前田 弘; 加瀬準一郎, 森本 剛 (旭ガラス)
- 2) New Processes for Fabricating Metal/High-Tc Oxide Composite Superconductors.
○戸叶一正, 熊倉浩明, D.R.Dietderich
- 3) Application of YAG Laser Irradiation to the Fabrication of Oxide Superconductors.
○和田 仁, 湯山道也, 福富勝男; 星野友和(三井金属鉱山)
- 4) Strain Effects in Oxide Superconductors.
○和田 仁, 黒田恒生, 関根 久, 湯山道也, 伊藤喜久雄
- 5) Microstructure and Superconducting Properties of Bi-Sr-Ca-Cu-O Composite Tapes Prepared by Ag Cladding Technique.
○戸叶一正, 熊倉浩明, D.R.Dietderich, 前田 弘
- 6) Bi Base High Tc Oxide Tapes and High Field Performance at 4.2K.
○三村正直(古河電工); 熊倉浩明, 戸叶一正

7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)
塑性加工国際会議 (京都：京都国際会館)	7.1～7.6	1. Effect of Plastic Deformation on Bonding Behavior between Solid and Liquid Metals.	城田 透(組織)ほか
耐熱金属材料 第123委員会 (東京：未定)	7.3～7.4	1. $\alpha+\alpha_2$ 型耐熱 Ti 合金の設計	小野寺秀博(設計)ほか

注目発明の選定、当研究所からは2件

当研究所の下記2件の発明が、科学技術庁第49回(平成元年度)の注目発明に選定された。

形状記憶合金の製造方法

発 明 者 海江田義也，太田口稔

公開番号 特開昭 63-307229 号

公 開 日 昭和63年12月14日

(共立窯業原料㈱との共同出願)

形状記憶効果を示す材料は何十種類も知られているが、それらの中で実用化されているのは、ニッケルとチタンの金属間化合物である NiTi 系形状記憶合金のみである。この NiTi の形状記憶温度は、Ni 量が 0.1% 変化すると 10～20℃ も変化するので、この材料の製造に際しては組成の正確な制御と均質化が、非常に重要な因子となっている。

この発明の方法は、純 Ni 粉と純 Ti 粉とを任意

の組成比に混合して容器に入れ、その一端を強熱して Ni と Ti の間で化学反応を起こさせ、発生する反応熱により NiTi 金属間化合物を生成させるものである。発生した大量の反応熱により Ni と Ti の化学反応が連鎖的に伝ばし、混合粉末全体が NiTi 金属間化合物の粉末になる。得られた NiTi 粉末を熱間等方圧加圧によりインゴットとし、塑性加工により線材や板材を製造する。

この製造法は、従来の溶解法に比べて組成の正確な制御が可能であることから、希望する形状記憶温度を持つ材料を容易に製造することができる。また、Ni と Ti の比重差による偏析が生じないので、均質な NiTi 金属間化合物を大量生産できる。なおこの方法は、他の金属間化合物材料などの新しい製造法としても、応用が可能である。

酸化物超電導体とその製造法

発 明 者 佐藤充典，木村秀夫，沼澤健則，
前田 弘

公開番号 特開昭 64-017840 号

公 開 日 平成元年1月20日

酸化物超電導体を線材化する方法として、銀シース法やドクターブレード法が発明されているが、安定化材との密着性、高密度化、結晶方位の制御、任意の形状への加工などが容易でなく、これらの解決が実用化のためには不可欠である。

この発明は、酸化物超電導物質を構成する元素(酸素を除く)と銀との合金を作って酸素雰囲気中で熱処理し、酸化物構成元素を選択的に酸化さ

せて銀のマトリックス中に酸化物超電導物質を析出させ、銀を安定化材として一体化させた酸化物超電導体とするものである。酸化物超電導物質の析出組織は、銀に対する構成元素濃度、雰囲気酸素圧、選択酸化温度の調節によって制御することが可能であり、網目状や層状などに析出した酸化物超電導物質によって導電経路が形成される。なお、銀合金の片面から酸素を拡散させて構成元素を選択酸化させると、酸化物超電導物質は片面のみに析出するので、酸化されていない銀合金部分で酸化物超電導体の端子接続を容易に行うことができる。

この発明によれば、銀安定化材と一体化された超電導特性の優れている酸化物超電導体を、線材や箔などの任意の形状で得ることができる。

◆特許速報◆

●出 願

発 明 の 名 称	出 願 日	出願番号	発 明 者 名
内部拡散薄膜型ゲッター材料	2. 2. 9	02-028438	吉武道子, 吉原一紘
耐熱性 Ni ₃ Al 金属間化合物	2. 2. 21	02-038185	平野敏幸
低比重 Ni 基単結晶耐熱合金	2. 3. 1	02-050442	原田広史, 山縣敏博, 中沢静夫, 大野勝美, 山崎道夫
Fe-Ni-Co-Al-C 合金	2. 3. 7	02-053709	大塚英幸, 梶原節夫

●登 録

発 明 の 名 称	登 録 日	登録番号	発 明 者 名
高融点金属又は合金を溶融状態から高速急冷する方法	2. 2. 28	1545561	太刀川恭治, 戸叶一正, 熊倉浩明
Nb ₃ Sn繊維分散型化合物超電導線材の製造法	2. 2. 28	1545574	太刀川恭治, 戸叶一正, 熊倉浩明

◆短 信◆

●受 賞

日本金属学会功績賞
第3研究グループ 海江田義也
「金属に関する学理, 並びに技術の進歩に対する功績」により, 平成2年4月4日, 上記の賞を受けた。

日本金属学会功績賞
第1研究グループ 和田 仁
「金属に関する学理, 並びに技術の進歩に対する功績」により, 平成2年4月4日, 上記の賞を受けた。

科学技術研究功労者表彰
環境性能研究部 田中 千秋
「耐熱金属材料の長時間高温強度特性に関する研究」

により, 平成2年4月17日, 上記の表彰を受けた。

創意工夫功労者表彰
計測解析研究部 長谷川信一
「原子吸光分析装置用小型黒鉛容器の考案」
環境性能研究部 木村 恵
「回転曲げ疲労試験片の非弾性挙動測定装置の考案」
損傷機構研究部 井島 清
「長時間クリープ疲労試験機の制御回路の考案」
第5研究グループ 渡部 隆
「クリープ曲線エディタの考案」
により, 平成2年4月19日, 上記の表彰を受けた。

●外国人研究員の受入れ

氏 名 邢 肇傑
所 属 中国 有色金属研究総院
テーマ 微細な秩序構造を有する金属物質の人工組織体の創製と新機能発現に関する研究
期 間 平成2年4月2日～平成3年4月1日
氏 名 Bambang Heru Pranowo
所 属 インドネシア 原子力庁
テーマ X線回折の研究実習
期 間 平成2年4月9日～平成2年10月8日

氏 名 Sri Kuncoro Yekti
所 属 インドネシア 原子力庁
テーマ X線回折の研究実習
期 間 平成2年4月9日～平成2年10月8日
氏 名 Maurizio Maldini
所 属 イタリア 新金属研究所
テーマ Ni基超合金のミクロ組織及び高温特性に関する研究
期 間 平成2年4月23日～平成2年10月23日

●海外出張

氏 名	所 属	期 間	行 先	用 務
海江田義也	第3研究グループ	2. 4. 6～2. 4. 13	アメリカ	燃焼合成法による傾斜機能材料の創製に関する研究の討論及び国際協力の打合せ
小口 醇	科学研究官	2. 4. 22～2. 4. 29	フランス	V A M A S第11回運営委員会
戸叶 一正	第1研究グループ	2. 5. 7～2. 5. 16	ドイツ	1990年度国際低温会議及び超電導材料に関する研究状況調査
和田 仁	第1研究グループ	2. 5. 7～2. 5. 17	ドイツ, オランダ	1990年度国際低温会議及びV A M A S国際共同プロジェクト専門委員会

通巻 第378号
発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所
〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12
TEL(03)719-2271, FAX(03)792-3337

平成2年6月発行
編集兼発行人 漆 原 英 二
印 刷 株式会社 三 興 印 刷