

1989 No.12

金材技研

ニエース

科学技術庁

金属材料技術研究所

期待される人工組織体金属／30分でNi基超合金を設計／金属基材酸化物超電導体テープ／Mo単結晶のろう付け／小型イオン銃を開発

生物的な秩序性を人工的に金属で実現へ

—— 当研究所が中心の国際流動基礎研究で ——

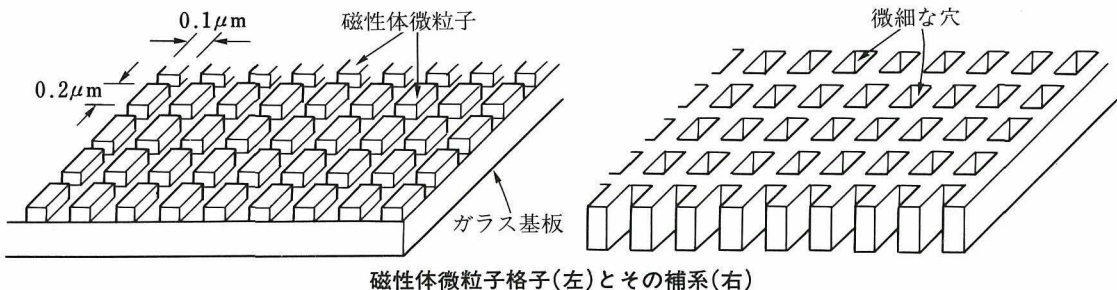
物質・材料科学技術の分野では、分子レベルの微細構造要素をある一定の設計理念に基づいて秩序だてて、組織的に統合するところまでには至っていない。ところが、自然界に目を転じると、生物は分子（蛋白質）を構造の基本的な要素として、各分子が一定の階層的秩序で組織的に統合されて、太古以来豊かな機能性を発揮している。

そこで、物質・材料科学の世界にもこのような考えを持込んで新しい材料科学技術を開拓するために、**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**というプロジェクトが、当研究所を中心として平成元年度からスタートした。このプロジェクトは、基礎的研究や先導的技術開発の分野で我が国が国際的な貢献を果すために科学技術庁が昨年度新設した、国際流動基礎研究の中の一つである。この国際流動基礎研究は、国立研究機関の優秀な研究者をリーダーとし、その下に各省庁の枠を越えて産・学・

官と海外とから研究者を集めて、研究を推進する。

当研究所では、国の内外から招へいする数名の研究者を加えた総勢約十名の研究者集団を所内に組織して、このプロジェクトに取り組む。最初に上げる対象の一つは、図に示すような微粒子格子、あるいはこれと鋳型—鋳物の関係を持つ補系である。電子線リソグラフ法とプラズマエッチング法により、1万分の1mm程度の一定の大きさで一定の形を持った磁性体単結晶の微粒子や微小構造体、あるいは微細な穴を一定の幾何学的対称性で整然と配列させた組織体を合成し、その秩序性から発生する新しい物性や機能性を追究する。

このような試みは世界でも初めてで、従来不明であった磁性体微粒子内部の磁気特性や電子の波動性など、基礎的分野での新しい展開が得られるのみでなく、微粒子1個に1ビットを記録する超高密度磁気記録媒体や選択性が良い分子フィルタの開発など、応用分野での発展も期待される。



ニッケル基超合金の設計プログラム

—— 30分で要求特性から合金組成を決定、逆も可能 ——

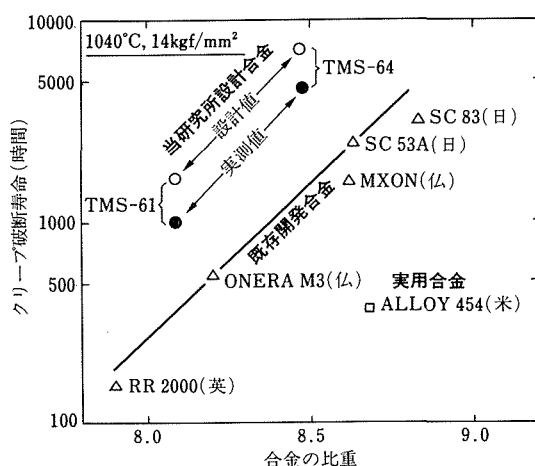
当研究所では、各種ニッケル基超合金の開発に用いる合金設計プログラムの性能を大幅に向上させて、現時点では表に示したような組織因子と特性が計算可能になっている。この合金設計プログラムは、合金組成を入力するとその合金の組織因子や特性を計算して出力する**解析プログラム**と、逆に要求特性を設定するとこれを満足する組成を自動的に探索して出力する**探索プログラム**とから成っている。ここでは、後者の探索プログラムでニッケル基単結晶超合金を設計した例を紹介する。

最初の例では、クリープ破断寿命（試験条件：1040°C, 14kgf/mm²）を5000時間以上、合金の比重を8.6以下としたほか、 γ 相の固溶化処理温度幅や、 γ 相と γ' 相の格子定数ミスマッチなどにも一定の制限を与えた。このような要求特性を設定して、ニッケル（ベース）、コバルト、クロム、モリブデン、タングステン、アルミニウム、チタン、ニオブ、タンタル、およびハフニウムの10元素から成る合金系のすべての組合せについて、自動的な合金探索を行った。中型の汎用コンピュータを用いた探索は約30分で完了し、上記の設定条件を満足する一連の合金の組成、組織因子、および特性が出力された。それらの中でクリープ破断寿命が最も長いのは、TMS-64合金（Cr6.5%, Mo8.4%, W1.0%, Al5.8%, Ta6.7%, Ni残り）で、7080時間と計算された。次の例では、合金の比重を8.1以下に制限し、クリープ破断寿命が最も長い合金を探索した。その結果、クリープ破断寿命が1755時間のTMS-61

合金（Cr, Mo, Al, Ti, Nb, Taを含むNi基合金）が設計された。

これらの合金を実際に溶解して単結晶の試験片を作製し、予測された γ 固溶化温度域で溶体化処理した後、通常の時効処理を施して特性を測定し、設計値と比較した。その結果を、実用合金および各国で開発中の合金の特性と合わせて、図に示した。当研究所の設計合金は、クリープ破断寿命の実測値が設計値よりやや短くなっているものの、実用合金はもとより開発中の既存合金に比べても長寿命かつ低比重側に位置している。

ニッケル基超合金の性能を最大限に引出すこの設計プログラムは、ジェットエンジンやガスタービンの高性能化に大いに役立つものと考えられる。



ニッケル基単結晶超合金の性能比較

合金設計プログラムにより計算されるおもな組織因子と特性

組 織 因 子	特 性
相組成・量比 (900°C)	普通鑄造合金 (多結晶)
$\left\{ \begin{array}{l} \gamma \text{相}, \gamma' \text{相} \\ \text{炭化物 (MC, M}_{23}\text{C}_6, \text{M}_6\text{C}) \\ \text{ほう化物 (M}_3\text{B}_2, \text{M}_5\text{B}_3) \end{array} \right.$	クリープ破断寿命 (1000°C, 12kgf/mm ²) 高温引張特性 (900°C) 耐高温腐食性
相安定性	単結晶合金
γ 相と γ' 相の格子定数 (室温)	クリープ破断寿命 (1040°C, 14kgf/mm ²)
比重 (室温)	耐高温腐食性
液相線温度・固相線温度	粉末冶金または鍛造合金
初期溶融温度	高温引張特性 (760°C)
γ 相完全固溶化温度	耐高温腐食性

酸化物超電導体の フレキシブルテープ

酸化物超電導体を線材や薄膜に加工する技術は、この物質を超電導磁石のコイルなどに使用するために欠かせない技術である。当研究所は、スパッタ、レーザ蒸着、プラズマフラッシュ蒸着などの各種薄膜作製法の研究に早くから取り組んでいるが、このたび、金属テープを基材に用いて、酸化物超電導体のフレキシブルなテープを、スパッタ法で作製するのに成功した。

この方法では、耐熱合金などのテープの上に、酸化マグネシウムやフッ化バリウムなどの中間

層をスパッタした後、その上に酸化物超電導体をスパッタして積層する。この中間層が、基材の金属と酸化物超電導体との間の有害な反応を阻止して、超電導特性の低下を防いでいる。

このようにして作製したイットリウム系酸化物超電導体薄膜は、高温での熱処理をしなくてもスパッタしたままで結晶の向きがそろっており、電気抵抗がゼロになる臨界温度 T_c が84 K、超電導体に流せる電流の上限値である臨界電流密度 J_c が、液体窒素の温度77 Kで 3300 A/cm^2 である。スパッタの条件を適切に選択すれば、超電導特性のいっそうの向上が期待できる。

高温で使用されるモリブデン 単結晶のろう付け

モリブデンは、高融点、低熱膨張率、高熱伝導率等の優れた熱的特性を有するが、脆い。しかし、これを単結晶にして結晶粒界を消滅させると、非常に良好な低温延性を示すのみでなく、高温における優れたクリープ特性も期待できる。

当研究所では、かなりの高温に常時さらされる核融合炉の第一壁や防護壁に高融点金属が使用される場合を想定して、モリブデン単結晶のろう付け法の研究を進めている。バナジウム、白金、金合金、モリブデン合金等、検討した数

種類のろう材の中では、モリブデン-ルテニウム合金系で一番低融点（約 1950°C ）のMo-40% Ru合金が最も優れており、無荷重で真空中ろう付けを行った場合、充填不足や気孔等の欠陥はほとんど認められなかった。幅約0.1mmのろう付け層は、母材よりもヌーブ硬さで300~400ほど硬化したが、室温でもある程度の曲げ延性を示した。また、 $1800\sim 1900^\circ\text{C}$ に1時間保持する加速加熱試験でも、曲げ特性はほとんど劣化しなかった。これらの結果から、高温で使用されるモリブデン単結晶の接合に、ろう付け法も利用可能であることがわかった。

小型集束イオン銃、超高真空 での使用も可能



当研究所が開発した小型集束イオン銃と、銅網（穴径約 $45 \mu\text{m}$ ）を照射したときの二次電子像

当研究所は、熔融した金属ガリウムをイオン源とする小型の集束イオン銃を開発した。このイオン銃は、同程度の性能を持つガスイオン源のものの半分以下の大きさである。非常に小型なので既存の各種の装置と組合わせて、微細な加工や改質処理、あるいは表面分析など多様な使い方が手軽にできる。また、脱ガスのためにイオン銃全体を 300°C 程度に加熱できるように作ってあるので、超高真空中での使用も可能である。既設の装置に取付けた場合でも、分解能 $1 \mu\text{m}$ 程度の鮮明な二次電子像が得られている。防振を完全にすれば、分解能は数倍向上する。

海外での研究発表（1989年7－12月）

（○印は発表者を示す。）

マルテンサイト国際会議（7月3日～7日，オーストラリア・シドニー）

- 1) In Situ Observation of the Interface Movement in Reverse Martensitic Transformation in Fe-Ni-C Alloys.

○梶原節夫

- 2) Reversible Martensite Transformation and Shape Memory Effect in Fe-Ni-Co-Al-C Alloys.

○大塚秀幸，梶原節夫

第11回国際リン会議（7月3日～7日，ソビエト・タリン）

- 1) Characterization of Fine Hydroxyapatite Powders Synthesized by Wet Process.

○青木愛子，目 義雄，村松祐治

第2回ヨーロッパ熱電会議（7月10日～13日，フランス・ナンシー）

- 1) Analysis of the Anisotropic Resistivity and Hall Coefficients for n-Type Sintered $\text{Bi}_2\text{Te}_{2.85}\text{Se}_{0.15}$.

○西田勲夫； 海部宏昌（慶応大学）； 大杉 勲（小松エレクトロニクス）

- 2) Anisotropic Galvanomagnetic and Thermoelectric Properties of n- and p-Type $\text{Bi}_2\text{Te}_{2.85}\text{Se}_{0.15}$ Single Crystals.

○大杉 勲（小松エレクトロニクス）； 西田勲夫； 海部宏昌（慶応大学）

超伝導物質のメカニズムに関する国際会議（7月23日～28日，アメリカ・スタンフォード）

- 1) Intergrain Coupling and Flux Creep in Textured Bi-Based Oxide Superconductor.

○熊倉浩明，戸叶一正，前田 弘； 柳沢栄治，森本 剛（旭硝子）

国際低温材料会議（7月24日～28日，アメリカ・ロサンゼルス）

- 1) Superconducting Properties of Sintered Pb-Doped Bi Oxide Superconductor Prepared by an Intermediate Repressing Process.

○浅野稔久，田中吉秋，福富勝夫； 直原和哲（住友重機械）； 前田 弘

- 2) Improvements in High Field Properties of Continuous Ultrafine Nb_3Al MF Superconductor.

○竹内孝夫，小菅通雄，飯嶋安男，井上 廉； 渡辺和雄（東北大学金属材料研究所）

- 3) Low Cycle Fatigue and Other Mechanical Properties of Aged 316LN Stainless Steel at Liquid Helium Temperature.

○緒形俊夫，石川圭介，長井 寿，梅澤 修，由利哲美

- 4) VAMAS Interlaboratory Fracture Toughness Test at Liquid Helium Temperature.

○緒形俊夫，長井 寿，石川圭介； 柴田浩司（東京大学）； 福島英二（東芝）

- 5) Low Temperature Creep Behavior of Stainless Steels.

○緒形俊夫，梅澤 修，石川圭介

第38回デンバー会議（7月31日～8月4日，アメリカ・デンバー）

1) Numerical Resolution Enhancement Method for X-Ray Diffraction Patterns.

○大野勝美，原田広史，山縣敏博，山崎道夫

2) Near-Surface Chemical Characterization Using Grazing Incidence X-Ray Fluorescence.

○櫻井健次；飯田厚夫（高エネルギー物理学研究所）

第10回原子炉構造力学国際会議（8月14日～18日，アメリカ・アナハイム）

1) Low Cycle Fatigue Behaviours of RPV Steels in High Temperature Pressurized Water.

○永田徳雄，佐藤俊司，片田康行

カナダ金属学会（8月22日，カナダ・ハリファクス）

1) An Approximate Rate Equation for Dissolution of a Particulate Sample with Size Distribution.

○小林幹彦；亀谷 博（東京理科大学）；J.M. Toguri（トロント大学）

第7回焼結に関する世界円卓会議（8月28日～9月1日，ユーゴスラビア・ヘルシェコビナ）

1) Synthesis and Characterization of the Mixed and the Composite Ni-TiN Ultrafine Particles.

○目 義雄，大野 悟，奥山秀男，尾澤正也

2) Sintering of Copper Ultrafine Powders.

○目 義雄，打越哲郎；小沢英一（エールリキードラボラトリーズ）

国際溶接学会（9月2日～9日，フィンランド・ヘルシンキ）

1) A Method for Obtaining Conservative S-N Data for Welded Structures.

中村治方，西島 敏，○太田昭彦，前田芳夫；内野和雄，河野武亮，豊増清明（石川島播磨重工業）；
征矢勇夫（新日本製鐵）

2) Fatigue Crack Propagation Curve for Design of Welded Structures.

○太田昭彦，前田芳夫，小菅通雄；町田 進，吉成仁志（東京大学）

3) Near-Threshold Fatigue Crack Propagation in Welded Joints under Random Loadings.

○太田昭彦，前田芳夫；町田 進，吉成仁志（東京大学）

4) Significant Effect of Thermal Stresses on Fatigue Crack Propagation Properties.

○太田昭彦，小菅通雄，松岡三郎，竹内悦男，村松由樹，西島 敏

5) Fatigue Crack Propagation Properties of HT80 Steel Welded Joints Heat Treated for Relieving Residual Stresses.

○太田昭彦，小菅通雄，廻 俊夫，西島 敏

6) Fatigue Crack Propagation in Tensile Residual Stress Field of Welded Joints under Fully Compressive Cycling.

○太田昭彦，小菅通雄，廻 俊夫，西島 敏

高温超電導体に関する北京国際会議（9月4日～8日，中国・北京）

1) Preparation and Superconducting Properties of Textured Bi-Based Oxide.

○熊倉浩明，戸叶一正，前田 弘

2) Superconducting Properties of Bi(Pb)-Sr-Ca-Cu-O Oxide Systems Prepared by a Modified Press-Processing.

○田中吉秋, 浅野稔久, 福富勝夫, 前田 弘

第3回アジア表面処理フォーラム (9月25日~27日, 韓国・ソウル)

1) Oxidation Resistant Coatings Formed by Aluminizing on Titanium Alloys.

○武井 厚, 石田 章, 小野寺秀博

第11回国際真空会議 (9月25日~29日, 西独・ケルン)

1) Surface Precipitation of Boron Nitride on the Surface of Stainless Steel/Boron Nitride Films.

○土佐正弘, 吉原一紘

2) Generation Mechanisms of Residual Stresses in Plasma-Sprayed Coatings.

○黒田聖治, 福島 孟, 北原 繁

3) AES Analysis of Grain Boundary Segregation and Precipitation in Electron Beam Welded Molybdenum and Its Alloys.

○森藤文雄

米国金属学会秋期大会 (10月1日~5日, アメリカ・インディアナポリス)

1) Computer Simulation of Morphological Changes of Grain Boundary Precipitates Growing by the Ledge Mechanism.

○榎本正人

第3回表面分析とその応用に関するヨーロッパ会議 (10月25日, フランス・ニース)

1) The Reliability of Quantitative Analysis with AES.

○吉原一紘

日・華機能性ドライプロセッシングシンポジウム (11月19日, 台湾・新竹)

1) Structure and Properties of Ni-TiC Composite Films Formed by Reactive Ion Plating.

○武井 厚, 石田 章

米国材料協会 (11月27日~12月2日, アメリカ・ボストン)

1) Preparation of High Tc Oxide Superconducting Tape by RF Magnetron Sputtering.

○福富勝夫, 田中吉秋, 浅野稔久, 前田 弘; 高原秀房 (三井金属)

1989年環太平洋国際化学会議 (12月17日~22日, アメリカ・ホノルル)

1) Solvatochromism of Bis(phthalocyaninato)lanthanoid(III) Complexes.

○砂金宏明, 加賀屋豊

◆短 信◆

●受 賞

つくば賞

第1研究グループ 前田 弘

「100Kを超える酸化物高温超電導体の発見」により平成元年11月15日、第1回のつくば賞を受けた。

●外国人研究員の受入れ

氏 名 Concepcion P. Gayomal

所 属 フィリピン 工業技術研究所

テーマ 大気暴露試験を用いた金属材料の耐食性
評価技術

期 間 平成元年10月2日～平成元年12月8日

氏 名 Estrella G. Mamaril

所 属 フィリピン 工業技術研究所

テーマ 大気暴露試験を用いた金属材料の耐食性
評価技術

期 間 平成元年10月2日～平成元年12月8日

氏 名 Sutipa Masuthon

所 属 タイ タイ科学技術研究所

テーマ 大気暴露試験を用いた金属材料の耐食性
評価技術

期 間 平成元年10月2日～平成元年12月8日

氏 名 Veara Loha

所 属 タイ モンクット王工業大学

テーマ 大気暴露試験を用いた金属材料の耐食性
評価技術

期 間 平成元年10月2日～平成2年3月9日

氏 名 美 石 峯

所 属 韓国 機械技術研究所

テーマ 腐食試験法及び一方向凝固技術

期 間 平成元年10月23日～平成元年11月23日

●海外出張

氏 名	所 属	期 間	行 先	用 務
星本 健一	材料設計研究部	1.9.10～1.10.19	フランス イギリス アメリカ	材料設計及びデータベースに関する調査研究
中谷 功	機能特性研究部	1.9.16～1.9.29	ソビエト	第5回磁性流体国際会議
田中 千秋	環境性能研究部	1.9.23～1.10.1	スウェーデン	第14回ISO/TC164/SC3 国際会議 ほか
土佐 正弘	表面界面制御研究部	1.9.23～1.10.1	西ドイツ	第11回国際真空会議
榎本 正人	基礎物性研究部	1.9.28～1.10.8	アメリカ カナダ	米国金属学会
西島 敏	損傷機構研究部	1.10.15～1.10.28	西ドイツ オランダ イギリス フランス ベルギー	VAMASデータベース分科研究討論会 ほか
吉原 一紘	表面界面制御研究部	1.10.21～1.10.29	フランス	表面分析手法の応用に関するヨーロッパ国際会議
和田 仁	第1研究グループ	1.10.25～1.11.4	西ドイツ ベルギー オランダ	VAMAS「大型試験評価装置検討会」
福沢 章	反応制御研究部	1.11.10～1.11.29	中 国	日中科学技術協力協定に基づく共同研究打合せ
原田 広史	材料設計研究部	1.11.11～1.11.24	イタリア	日伊科学技術協力テーマ「超耐熱合金の特性」に関する研究
福富 勝夫	第1研究グループ	1.11.26～1.12.3	アメリカ	米国材料学会秋期大会
小口 多美夫	基礎物性研究部	1.11.26～1.12.7	アメリカ	米国材料学会秋期大会

平成元年度金属材料技術研究所研究発表会開催される

当研究所の研究活動の一端を紹介する定例の研究発表会を、去る11月9日(木)に目黒本所において開催した。

本年度は、「未来技術を支える新構造材料」を主題として5件の研究発表を行った。

この発表会には、毎年多数の来聴者があるが、今年も約200名の参加を得、盛会のうちに終了した。



〔1989年金材技研ニュース主要題目一覧〕

○No. 1 (通巻第361号)

新年のごあいさつ

固相変態の原子的機構と速さを追究

切る方向で色が違う不思議な物質

外国人研究公務員、1年の印象

○No. 2 (通巻第362号)

ビスマス系酸化物超電導体の線材化に成功

溶接部材の設計を信頼性も高く簡便に

電子加速装置の性能向上に協力

新しい張出し成形法、高温バルジ

伝熱管の応力腐食割れ試験で中国に協力

日中酸化物超電導体シンポジウム当研究所から3件の発表

○No. 3 (通巻第363号)

金属間化合物の軽量耐熱構造材料

再現性がよい金属間化合物TiAlの溶解法

クロムを非晶質化、極低温で超電導に

高温での高Mnオーステナイト鋼の脆化を防ぐ

削られやすさの簡便な判定法を考案

○No. 4 (通巻第364号)

筑波移転への第一歩を印すにあたって

極低温クリープ現象にメス

急熱急冷で非晶質合金箔の溶接に成功

クリープ破断時間から応力緩和を予測

高融点金属中の微量ケイ素定量法を確立

○No. 5 (通巻第365号)

金属材料開発のための知識ベースシステム

高温・中温強度が優れているニッケル基耐熱合金

ホウ化チタン・ウィスカの能率的な製造方法

組織表

十周年を迎えた筑波支所

○No. 6 (通巻第366号)

核融合炉用超電導線材の開発

衝撃破壊を予測し未然に防ぐ

可能性を秘める超微細粒複合皮膜

チタン合金溶接部の疲労強度、HIPで回復

電子線モアレ法、微小変形の精密測定が可能に

宇宙飛行士、当研究所で材料実験技術を研修

○No. 7 (通巻第367号)

就任のごあいさつ

イットリウム系酸化物超電導物質のHIP処理

合金設計プログラムの能力が大幅に向上

アルミニウムの拡散接合が可能に

疲労強度評価法の標準化に向けて

○No. 8 (通巻第368号)

照射損傷を起こさせながらその場で観察

繊維分散強化した高強度高電気伝導度材料

80テスラ級ロングパルスマグネット用施設が完成

核融合炉候補材料の低放射化と高温強度の改善

水溶液からビスマス系酸化物超電導体を合成

溶接電極の形状で溶融プールの対流を抑制

超電導に関する米国調査団、筑波支所を訪問

○No. 9 (通巻第369号)

破面の観察を原子レベルで

残留応力の作用を織込んだ疲労試験法を開発

高温粒子による複合材料の溶融のシミュレーション

レーザ照射で発生する超音波のシミュレーション

チタン合金の分析、少量の切削片でも可能に

○No. 10 (通巻第370号)

ビスマス系酸化物超電導体薄膜の単相化

セラミックス・コーティング層の剝離を防ぐ

溶射プロセスの確実な制御に向けて

○No. 11 (通巻第371号)

マテリアルアートを支える超清浄環境の実現へ

遠心噴霧による粉末の生成機構を解明

格子ひずみ緩和層の仲介でエピタキ成長に成功

無鋳型引上げで異形断面棒、テーパ付きも可能

解明進むクリープと腐食の相互作用

○No. 12 (通巻第372号)

生物的な秩序性を人工的に金属で実現へ

ニッケル基超合金の設計プログラム

酸化物超電導体のフレキシブルテープ

高温で使用されるモリブデン単結晶のろう付け

小型集束イオン銃、超高真空での使用も可能

通巻 第372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

平成元年12月号

編集兼発行人

漆 原 英 二

印

刷 株式会社 三 興 印 刷