

特集, 新合金の開発

振動吸収性に優れた Mn 合金 /

NiTi 系高比強度耐熱合金 /

金属間化合物 TiAl 基合金

## 振動吸収性に優れた Mn 基合金を開発

—— 広範な産業分野での応用が期待 ——

稼働時の機械等の振動は騒音の発生, 精密機器の精度低下, 共鳴振動による構造材の不測の破壊など, 多方面で深刻な問題を誘起しかねない。従って, その対策に関する多くの研究が行われている。当研究所においても高性能な制振材料の開発に取り組んできたが, このほど従来の材料にはない高性能の制振性と優れた加工性を持つマンガン基合金を開発した。この合金は種々の用途に応じることが可能で, 騒音, 振動の諸問題の解決に大きく寄与することが期待できる。

制振材は一体型と積層型に大別できる。近年, 積層型の一つとして制振鋼板が開発された。積層型は複数の板を高分子で貼り合わせた構造を持つので溶接性, 成形加工性, および製品の大きさや形状に大きな制約がある。そのため主として容器あるいは覆いの類に用いられている。これに対して, 一体型の構造を持つ材料はそのような制約がなく, また開発の歴史も古くて, 数種の材料が開発されている。銅基マンガン合金, アルミニウム青銅,

マグネシウム合金, ニチノール等がその例であるが, これらはいずれも casting 材であることから加工性に乏しく, それに付随して用途に制約があり, そのため, 制振性と加工性の双方に優れた一体型の新しい制振材の開発が望まれてきた。開発した新合金(Mn2052と命名)の組成は Mn-20(at%)Cu-5Ni-2Fe で, 対数減衰率が0.72に達し, 優れた加工性を持っている。一般に, 防振材が持つ振動吸収の機構は数種に分類できるが, 本開発合金の場合は, そのうちの双晶境界の移動に基づく機構, すなわち, マルテンサイト変態によって生じた微細な双晶の境界が動くことによって振動エネルギーを吸収する機構が働く。

図1は一体型金属材料の対数減衰率と強度を示しており, 従来の材料の減衰率は0.2程度である。それに対して本開発合金の減衰率は, 熱処理と加工履歴に依存するが, 最高は0.72であった。図2は3例の減衰率を波形に再現したもので, 0.72の場合の減衰の速さがよく分かる。

本開発合金は一体型に属することから, 積層型のような用途, 形状, 大きさに関する制約がなく, 防振性と加工性が高い。従って, 大型铸件, 板, 棒, 細線, 箔, 繊維などの形状にできて, ハウジング, 複雑形状の機器部品, 防音壁などアイデア次第で用途が多方面に広がる。なお, 本合金は積層型としての利用も可能である。

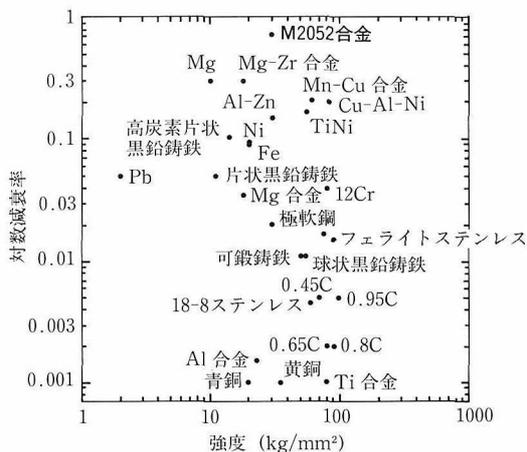


図1 種々の金属材料の対数減衰率

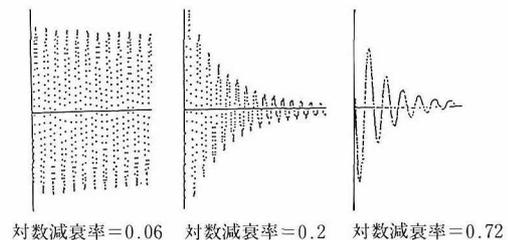


図2 種々の対数減衰率と波形

# NiTi 系の高比強度耐熱合金を開発

— Al 添加で Ni 基超合金に優る性能を発揮 —

ジェットエンジンのブレード(翼)、ディスク、ロケットの機体は大きな温度勾配の下に使用される。例えば、ディスクの場合、その外周部は700℃を超える高温になるが、中心部は200℃あるいはそれ以下の比較的低温になるので、使用する材料には低温から高温まで優れた強度特性が要求される。従来これらの部材にはNi基超耐熱合金が用いられて来た。この系の超合金は高温では十分な強度を有するが、低温での強度がやや不足する。また、比重は約8から9と大きいので、回転するディスク全体の遠心力は大きくなるが、それを低温の中心部が支えるにはNi基超合金を使用するかぎり強度的に限界に達している。そのため、超合金に代わる新材料の開発が望まれている。

NiTi金属間化合物は形状記憶合金として有名であるが、これを高温用構造材料として利用できる可能性がある。すなわち、この合金のTiをAlで置換するとNi<sub>2</sub>AlTi化合物が母相に整合析出することから、これを活用すれば高強度合金の開発ができると考えられる。本研究では、この点に着目して種々の組成のNi-Ti-Al合金を作製し、それらの機械的性質を調べた結果、1000℃における強度がNi基超合金の強度に匹敵し、室温では超合金の2～3倍の強度を持ち、かつ、比重が約6.5の軽量な合金が得られることを見いだした。このことを以下に紹介する。

種々のNi-Ti-Al合金を高周波真空炉中で1400～1500℃に加熱・溶解し、鋳込んだ。それらから6mmφx12mmの円柱状の圧縮用試験片を作製し、室温および1000℃において0.2%耐力試験(変形量0.2%における応力測定)を行った。図は1000℃における試験結果であり、Al含有量を横軸に、耐力を縦軸に示した。含有量約10%付近にピークが見られるが、この試料は母相のNiTi相(β<sub>2</sub>)と微細に析出したNi<sub>2</sub>AlTi相(β<sub>1</sub>)との相からなっており、2相間の整合界面が転位の動きを効果的に妨げるために

ピークが生じたものと解釈される。このピーク値はNi基超合金のU500やU700の強度に相当している。上記の2相からなる試料は室温においても優れた強度と延性を示し、例えばAlを8.4%含有する材料の耐力は2290MPaで、5.3%までの圧縮変形が可能であった。写真は、800℃で100時間時効したAl7.1at%合金の光学顕微鏡像を示している。時効はβ'相を大きく成長させて観察する目的で行った。

Ni-Ti-Al合金の組成と強度特性および金相的組織の関係を詳細に調べた結果、次の事柄が分かった。すなわち、組成をNi<sub>50</sub>Ti<sub>a</sub>Al<sub>b</sub>(a+b=50at%)で表すこととして、bが15以上ではNi<sub>2</sub>TiAl相が過剰に生成して延性が低下する。逆に、bが5以下ではNi<sub>2</sub>TiAl相が十分に生成せず、強度が低下するのでbは5～15の範囲にあることが望ましい。この範囲でbを変えることにより強度と延性のバランスを調整することが可能である。なお、bが5以下の場合にはNiTi型構造の単相となって強度はやや低くなるものの延性に優れた合金となる利点があるが、2以下では強度が著しく低下するので2より多くすることが必要である。

以上、高温用構造材料として有望なNi-Ti-Al合金について述べた。Ni基超合金では高温強度向上のため、Co, Cr, Mo, W, Nb, Ta, Hf, Re, V等の高価な元素を添加しているが、本開発合金では安価なAlの添加が比強度を著しく高めており、その経済的な利点も大きい。耐酸化性、耐高温腐食性向上にCr, Hf, Re等の、また、多結晶材として用いる場合の粒界強度向上にC, B, Zr等の単独もしくは複合添加が有効に働く可能性がある。一方向凝固法、単結晶凝固法、あるいは粉末冶金成形法による組織制御、および、溶体化処理、時効処理によるマイクロ組織制御等も本合金の性能向上に有効と思われる。このように本開発合金は新材料の基本として将来性を秘めたものである。

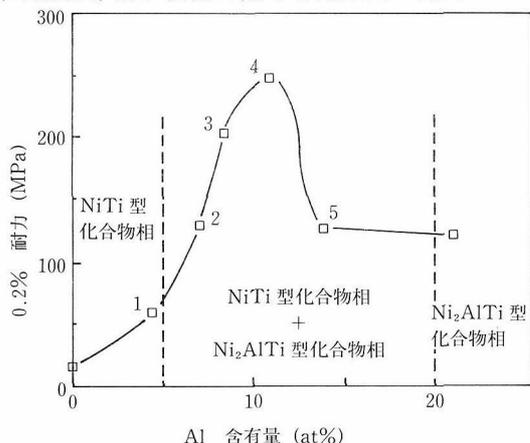


図1 Al添加量と強度の関係

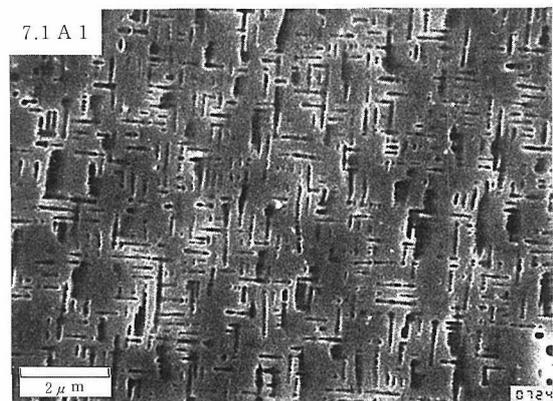


写真 800℃で100時間時効したNi<sub>50</sub>Ti<sub>42.9</sub>Al<sub>7.1</sub>合金の光学顕微鏡像

# 金属間化合物 TiAl 基合金の高温強度を改善

—— 組織制御により常温延性を保ち強度を向上 ——

我が国が独自に開発したH2型ロケットの最初の打ち上げが今年2月に行われ、完全な成功裡に終わったことは宇宙技術開発の自信を深めさせた。今後は国を挙げて一層の宇宙利用開発を推進し、さらには宇宙往還機の開発を目指して、そのための材料技術を始めとする総合的技術の開発・発展が図られて行くものと予測される。これらは同時に宇宙関連産業の推進に大きく寄与することが期待され、その波及効果を考慮すると、科学技術立国としてのわが国の将来にとって重要な方向付けとなるものと思われる。

しかし、地球-宇宙間を自力で行き来する宇宙往還機(仮称H O P E)の実現には過酷な条件が幾つも課せられ、機体用材料に関しても強度、比重、耐熱性等、現有材料の特性を大きく上回る材料の開発が必要となる。そのための次世代材料として金属間化合物 TiAl は比重が3.8と軽量で高温強度に優れていることから有望視され、これまでに開発研究が進められてきた。その過程において、この合金の第一関門である常温延性の乏しさの問題の解決策に、高温鍛造法(約1100°Cにおいて $10^{-4}$ /secの速さで変形させ、合金組織を微細化させる方法)が出現し、合金の実用化に明るい見通しが付けられた。現在、この材料を宇宙往還機のエンジン用部材、機体材として利用することが立案・計画されているが、当面の課題として、1000~1100°Cにおける高温強度が380MPa以上に向上させることが要求されている。

この要求に答えるべく、当研究所では組織制御によりTiAl合金の常温延性を損なうことなく高温強度を向上

させる研究に取り組んでいる。従来、高温強度を向上させるにはW, Mo, Ta, Nb等の高融点金属元素の添加が有望と考えられてきたが、当研究所では原子サイズがTiやAlと大きく異なるSb(アンチモン)等の元素の添加がさらに高温強度を向上させることを見いだした。そしてその強度向上の原因は、添加元素が化合物に溶け込むことによる固溶強化と、数10から数100nmの微細粒子(Sbを20at%含有する金属間化合物相で、D8m型の結晶構造を持ち、1450°Cまで安定)が析出することによる析出強化にあることを明らかにした。写真は微細粒子が分散している様子を示している。また、Sbとともに固溶強化させる元素としてHf(ハフニウム)を複合添加すると、微細粒子の分散状態はさらに良好となって、高温強度が一層上昇することを見いだした。一方、常温延性を確保する方法の探索の過程において、1200から1300°Cの温度範囲で2~3時間の熱処理を加えることにより2%を超える延性が得られることを明らかにした。この延性が確保できた理由の詳細については現在、実験と検討を重ねて追究している段階であり、間もなく解明できることと思われる。

図は、1100°Cにおける高温強度が、改良前に比べて約160%までに向上し、かつ、延性が2%を超えたTiAl基合金の強度を示しており、Ni基超合金MA6000と比較してその約80%の強度を有していることが分かる。超合金の比重が約9.1であることから、本合金の比強度(単位質量当りの強度)は超合金の比強度の約2倍であり、強度と軽量を要求するロケットや宇宙往還機の構造用材料として有望な優れた合金と言える。



写真 1470 Kで2時間時効したTiAl-0.4at%Sb合金の走査電子顕微鏡像。反射電子を用いて撮影した。Sbを含有する微細粒子(白)がTiAlの母地(黒)に均一析出している。

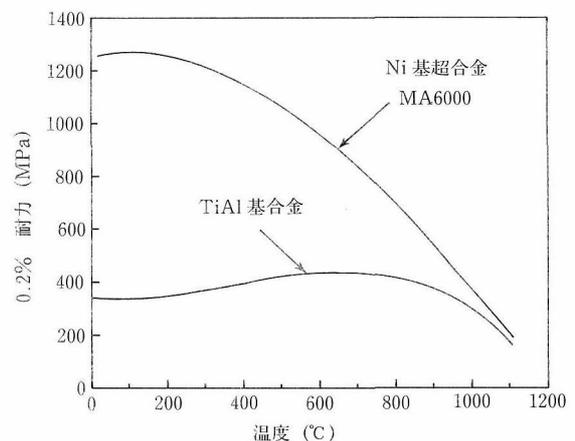


図 常温延性が2%の合金の、1100°Cにおける強度。Ni基超合金MA6000の強度と比較した。

## 海外での研究発表 (1994年4 - 6月分)

米国材料学会春季大会 (4月4日～4月8日, アメリカ・サンフランシスコ)

- 1) Fabrication and Superconducting Properties of  $\text{Br}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_x/\text{Ag}$  Composite Tapes.  
戸叶一正, 熊倉浩明, 北口 仁, 藤井宏樹, 他3名
- 2) Analysis of Intergrowth Structure and Growth Model of  $(\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaO}_y)_m (\text{CaCuO}_2)_m$  Superlattice Synthesized by Alternate Deposition.  
中村恵吉, 羽多野 毅

第8回高温材料化学国際会議 (4月4日～4月9日, オーストリア・ウィーン)

- 1) Isothermal Oxidation of Nb-19at%Al Alloy.  
富塚 功, 岡本三永子, 宮崎昭光
- 2) Effect of Mn- or Cr-Addition on High-Temperature Oxidation of TiAl-base Intermetallic Compounds at 1100°C.  
岡本三永子, 宮崎昭光, 富塚 功
- 3) Protective Film Formation on High Temperature Alloys. —Improvement through Control of Interface and Composition—  
池田雄二, 住吉英志, 升田博之, 西島 敏, 松岡三郎, 竹内悦男

第8回先端材料&技術国際学会 (6月29日～7月4日, イタリア・フローレンス)

- 1) A VAMAS Attempt toward the Standardization of Oxide Superconductors.  
和田 仁, 伊藤喜久男
- 2) Cation Disordering and Oxygen Deficiency in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  Thin Films. —Effect of Substrate Temperature on Film's Structure and Superconductivity—  
葉 金花, 中村恵吉

### ◆短 信◆

#### ●受 賞

日本非破壊検査協会論文賞

損傷機構研究部 植竹一蔵

計測解析研究部 斎藤鉄哉

元損傷機構研究部 伊藤秀之 (現: 発電・設備技術協会)

「漏洩磁束探傷試験における表面きずの定量的評価システムについて」により, 平成6年3月18日, 上記の賞を受けた。

日本鉄鋼協会西山記念賞

組織制御研究部 佐藤 彰

「製鋼プロセスの基礎的研究」により, 平成6年3月30日, 上記の賞を受けた。

日本金属学会功績賞

金属物理部門

強磁場ステーション 青木晴善

金属に関する学理, ならびに技術の進歩に対する功績により, 平成6年3月31日, 上記の賞を受けた。

日本金属学会研究技術功労賞

管理部技術課 山内 功

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したことにより, 平成6年3月31日, 上記の賞を受けた。

溶接学会溶接論文賞

組織制御研究部 雀部 謙, 大橋 修

「Cu/Sn-Pb合金のぬれに関する研究」により, 平成6年4月14日, 上記の賞を受けた。

創意工夫功労者表彰

材料設計研究部 金子隆一

「金属組織写真に基づく『材料診断システム』の考案」

組織制御研究部 荒金吾郎

「急冷強撈拌凝固装置の考案」

環境性能研究部 大場敏夫

「リラクセーション計測システム自動化のための改良」により, 平成6年4月18日, 上記の賞を受けた。

科学技術研究功績者表彰

第4研究グループ 吉原一紘

「表面偏析・析出現象を利用した金属材料の表面改質に関する研究」により, 平成6年4月20日, 上記の賞を受けた。

## 注目発明の選定

科学技術庁第52回（平成5年度）の注目発明に、当研究所から下記1件の発明が選定された。

### 浮上溶解装置

（富士電機㈱との共同発明）

発明者 福澤 章, 櫻谷和之, 渡邊敏昭, (武 達男)

公開番号 特開平 04-206383号

公開日 平成4年7月28日

コールドクルーシブル型浮上溶解法は、耐火物を使用しないため、(1)耐火物の融点よりも高い融点を持つ金属が溶解でき、(2)化学的に活性な金属・合金を汚染せずに溶解できるなどの特徴がある。しかし、従来技術では、浮上溶解量を増やすために、クルーシブルの寸法形状を相似形に増大させると、被溶解物の重量の増加に対応し

た十分な浮揚力が得られないため、浮上溶解量が100g程度以下のものしか開発されなかった。

本発明の浮上溶解装置は、浮上溶解量の増大と溶湯の浮上安定性の向上を図るため、従来の形状である円筒形のコールドクルーシブルをレーストラック状にし、底部の穴の面積を増加するなどコールドクルーシブルの構造とこれを構成するセグメントの形状に特徴を持たせた。従って、従来法と比較し、一度に大容量(キログラムオーダー)の非汚染溶解ができ、高純度で均質な素材が得られるため、高品位、高品質、あるいは新機能を持った製品の製造が可能となる。また、高融点・活性金属のみでなく、導電性物質すべてへの応用が期待できる。

## —— クリープ受託試験の現況 ——

クリープ受託試験は、昭和42年に制定された「金属材料技術研究所クリープ試験受託規程」(科学技術庁訓令第69号)及び「金属材料技術研究所クリープ試験受託約款」に基づいて、企業等からの委託を受け、クリープ試験を実施しています。

昭和42年に開始してから平成5年度まで27年間を経過しましたが、ここでは平成5年度の試験実施状況について報告します。

受託試験受理状況は下表に示すとおりで、平成5年度については、件数が29件(前年度からの継続21件、新規8件)、試験片数127本、延べ試験時間が525,174時間で、試験片1本当たりの平均試験時間は、クリープ試験が4,792時間、クリープ破断試験が3,455時間です。

### 受託試験受理状況

区 分		昭和42～平成4年度	平成5年度	計	
クリープ試験	受 理 件 数 (件)	210	4	214	
	温 度 別 試 験 片 数 (本)	300～ 600℃	1,427	7	1,434
		601～ 800℃	218	1	219
		801～1,000℃	203	7	210
	小 計	1,848	15	1,863	
クリープ破断試験	受 理 件 数 (件)	450	4	454	
	温 度 別 試 験 片 数 (本)	300～ 600℃	3,574	5	3,579
		601～ 800℃	1,267	18	1,285
		801～1,000℃	867	6	873
	小 計	5,708	29	5,737	
合 計	受 理 件 数 (件)	660	8	668	
	試 験 片 数 (本)	7,556	44	7,600	

# 組 織 表 (平成6年5月1日現在)

所 長 新 居 和 嘉

科学研究官 小 口 醇

支所長 岡 田 雅 年

管 理 部	木 下 舜
庶務課	石 井 治 夫
企画課	細 川 利 和
技術課	石 井 部 一 信
材料試験業務課	矢 佐 藤 義 夫
基礎物性研究部	松 本 武 彦
第1研究室	(併) 佐 藤 充 典
第2研究室	松 本 武 彦
第3研究室	大 河 内 真 善
第4研究室	青 木 晴
機能特性研究部	天 野 宗 幸
第1研究室	梶 原 節 夫
第2研究室	笹 野 久 興
第3研究室	中 谷 功 功
第4研究室	富 塚 功 夫
第5研究室	西 田 勲
材料設計研究部	田 中 千 秋
第1研究室	星 本 健 一
第2研究室	山 縣 敏 博
第3研究室	原 田 廣 史
第4研究室	小 野 寺 秀 博
反応制御研究部	古 林 英 一
第1研究室	福 澤 章
第2研究室	藤 井 忠 行
第3研究室	平 野 敏 幸
第4研究室	海 江 田 義 也
組織制御研究部	佐 藤 彰
第1研究室	武 井 厚
第2研究室	田 頭 扶 明
第3研究室	岡 田 原 繁
第4研究室	北 入 江 宏
第5研究室	三 井 達 定
第6研究室	井 上 隆 郎
計測解析研究部	斎 藤 鉄 哉
第1研究室	古 屋 一 夫
第2研究室	岸 本 直 樹
第3研究室	木 戸 義 勇
第4研究室	長 谷 川 良 佑
損傷機構研究部	西 島 敏
第1研究室	山 口 弘 二
第2研究室	門 馬 義 雄
第3研究室	池 田 雄 二
第4研究室	増 田 千 利

管 理 課	筒 本 利 行
力学特性研究部	河 部 義 邦
第1研究室	貝 沼 紀 夫
第2研究室	萩 原 益 啓
第3研究室	平 賀 二 郎
第4研究室	角 田 方 衛
表面界面制御研究部	鈴 木 洋 夫
第1研究室	(併) 鈴 木 洋 夫
第2研究室	中 村 惠 吉
第3研究室	小 口 信 一
第4研究室	斎 藤 一 男
第1研究グループ	戸 叶 一 正
第1サブグループ	熊 倉 浩 明
第2サブグループ	門 脇 和 男
第3サブグループ	(併) 中 村 惠 吉
第4サブグループ	福 富 勝 夫
第2研究グループ	白 石 春 樹
第1サブグループ	北 島 正 弘
第2サブグループ	永 野 川 哲
第3サブグループ	長 井 二 寿
第4サブグループ	
強磁場ステーション	前 田 弘
定常磁場ユニット	井 上 廉
変動磁場ユニット	(併) 木 戸 義 勇
大型磁場ユニット	和 田 仁
超精密磁場ユニット	(併) 青 木 晴 善
極低温発生冷却技術ユニット	田 中 吉 秋
環境性能研究部	八 木 晃 一
第1研究室	松 岡 健 郎
第2研究室	金 沢 三 雄
第3研究室	阿 部 富 士
第4研究室	小 玉 俊 明
第5研究室	太 田 昭 彦
第3研究グループ	中 村 森 彦
第1サブグループ	(併) 中 村 森 彦
第2サブグループ	信 木 龍 彦
第3サブグループ	田 邊 龍 彦
第4サブグループ	二 瓶 正 俊
第4研究グループ	吉 原 一 紘
第1サブグループ	(併) 吉 原 一 紘
第2サブグループ	石 原 只 雄
第3サブグループ	村 松 祐 治
第5研究グループ	新 谷 紀 雄
第1サブグループ	(併) 新 谷 紀 雄
第2サブグループ	(併) 松 岡 三 郎
第3サブグループ	(併) 新 谷 紀 雄
特 別 研 究 官	大 河 内 春 乃

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所  
 (本 所) 〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12  
 TEL(03)3719-2271, FAX(03)3792-3337  
 (筑波支所) 〒305 茨城県つくば市千現1-2-1  
 TEL(0298)53-1000(ダイヤルイン), FAX(0298)53-1005

通巻 第426号  
 編集兼発行人 石 井 利 和  
 問 合 せ 先 管理部企画課普及係  
 印 刷 所 前 田 印 刷 株 式 会 社  
 東京都新宿区東五軒町1-9