

EPMAによるコンピュータ画像処理 ——成分元素の分布を高精度で分析——

資源探査のためのリモート・センシング、医療診断のためのCTスキャンなどに使用され私達の身近なものになってきたコンピュータ画像処理は、ノイズその他不必要な信号を消去し、質のよいデータに数値計算をほどこし、必要な情報を理解しやすい画像として表示するようにしたものである。

くわしく診断するのに必要な程度に多量のX線を患者に照射できない場合や、破損した古美術を修復する場合などは、データが不足することが多く、それを補うことが必要で、このような場合もコンピュータ画像処理は有力な武器となる。

当研究所では、この方法を材料研究に応用し、構造を精密に観察することを検討している。

電子線プローブ・マイクロ・アナライザ(EPMA)は、信頼のおける機器分析装置として広く使用されている。真空中に試料を置き、試料の組織を観察しながら電子線を照射し、発生するX線を分光分析するのがこの装置の原理である。しかしX線の発生効率が低いために、微細な組織や微量な成分を分析する場合、強い電子線を照射してもそのままでは十分な信号が得られない場合が多い。そこで、コンピュータ画像処理を応用することにより、不足す

る信号を補って高精度な材料組織観察ができるようなシステムの開発を進めてきた。

その結果、サブミクロン・サイズの微細な領域の観察、非破壊方式による表面層の3次元定量分析、境界に分布する成分元素の観察などができる高性能な画像処理システムを開発することができた。このシステムは材料組織の研究に充分使用でき、また、パーソナル・コンピュータを使うことができるため経済的かつ効率がよく、高精度分析を行える特長をもっている。

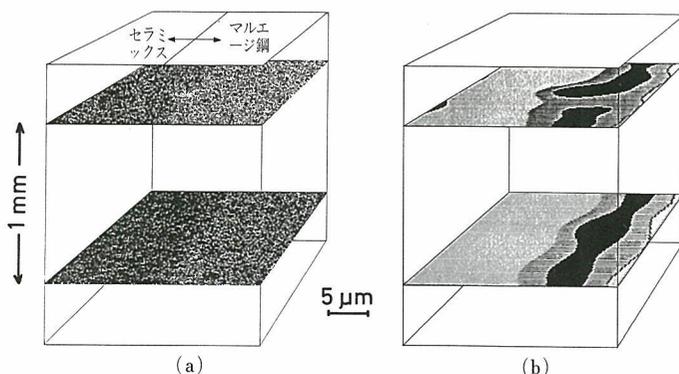


図 8 コンピュータ画像処理を応用した、セラミックスとマルエージ鋼の接合にあずかる成分元素チタンの観察。入力画像(a)を画像処理すると、チタンの濃度の高いところほど黒く着色されて、鮮明な画像になり、接合境界に沿った微量なチタンの分布を観察できるようになる(b)。

表面析出現象を利用した金属・セラミックスの接合

—広がる表面析出現象の応用—

耐熱耐食性に優れ、かつ、高い硬度と強い靱性をもつ高性能材料としては、金属にセラミックスをコーティング、あるいは接合した複合材料がもっとも有望視されている。しかしながら、異種物質同士の接合のために、接合できなかつたり、たとえ接合できたとしても接合部で剥離や破断が生じやすいという欠点をもっている。このために、この複合材料は実際の環境で使用するには、まだ十分な信頼性が得られていない。

当研究所では、高温真空中で金属の表面に炭化物や窒化物が析出するという現象を見出した。そこで、この表面析出皮膜をセラミックスと金属の接合力を高める糊として用いることを試みてきた。その結果、チタン (Ti) を含むために炭化チタン (TiC) が表面析出する SUS321 ステンレス鋼に Al_2O_3 をコーティングすると、その Al_2O_3 皮膜は TiC の表面析出の起こらない SUS304 ステンレス鋼上の Al_2O_3 皮膜よりも密着性に優れ、耐酸化膜としても有効であることがわかった。

表面析出現象という表面界面制御技術をさらに多方面へ応用することをめざし、炭素鋼についても Ti を添加することで Al_2O_3 コーティング膜の密着性を改善することや、 Al_2O_3 焼結体と SUS321 鋼を固相接合することを試みた。

スパッタ法で Al_2O_3 をコーティングした Fe-C-Ti (Fe に C を 0.14% と 0.47%, Ti を 0.7% 添加した合金) を真空中において 600°C で 24 時間および 800°C で 1 時間焼鈍した後の表面形状の変化とそ

の模式図を図に示す。Fe-0.14C-0.7Ti は 600°C と 800°C のいずれにおいても TiC が表面に析出するために、TiC が Al_2O_3 皮膜と合金の界面に析出するのみならず、皮膜中にももぐりこみ、このために皮膜の密着性が向上し、剥離は生じなかつた。一方、C の添加量を 0.47% まで増やした Fe-0.47C-0.7Ti は、その表面に 600°C ではグラファイトが析出し、800°C ではイオウ (S) が偏析する。その結果、 Al_2O_3 をコーティングした場合に 600°C ではグラファイトが皮膜を突き破り、800°C では S の偏析のために皮膜と合金の界面の密着性が低下し、その界面に発生した熱応力によって皮膜が隆起したり、剥離したりした。すなわち、コーティング膜の密着性を高める TiC を皮膜と合金の界面に析出させるためには、Ti と C の適正添加量があることがわかった。

写真に Al_2O_3 焼結体 / SUS321 固相接合体を示す。この接合体は、 Al_2O_3 ブロックの両側から SUS321 を真空中において 0.6kgf/mm² の圧力で押し付けながら 1100°C で 10 分間加熱することで得られ、最高 2.6kgf/mm² の強度をもつことがわかった。このように、 Al_2O_3 と SUS321 の界面に TiC が析出することにより、その固相接合が可能となった。

現在、表面析出現象を利用して鉄基合金以外の合金についてもセラミックスのコーティングや固相接合を試みており、今後さらに広い応用が期待できる。

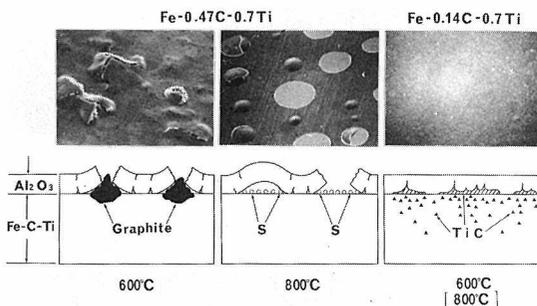


図 Al_2O_3 をコーティングした Fe-C-Ti 合金の熱衝撃試験後の表面形状変化とその模式図 (600°C で 24 時間および 800°C で 1 時間)

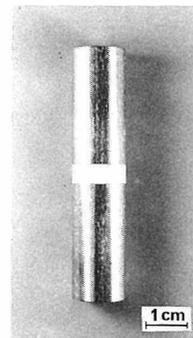


写真 1100°C、0.6kgf/mm² の圧力で 10 分間加圧して作製した SUS321/ Al_2O_3 /SUS321 接合体 (最高 2.6kgf/mm² の接合力をもつ)

チタン・アルミ粉末のHIP焼結体

金属間化合物TiAlは高温まで使える高比強度材料として有望視されている。しかし、室温ではほとんど伸びず、1000°C以上の高温でも脆く、通常の方法では成形加工できない。

当研究所ではこれら問題点を克服するため、粉末からの成形を検討し延性の改善および結晶組織の調整に成功することができた。

本法はまず、ヘリウム雰囲気中でカルシア(CaO)ルツボで溶解したTiAlを遠心噴霧することにより、細かい鑄造組織をもつ急冷凝固粉

末を作製し、つぎにこれをステンレス管に真空封入して1200°C、1000~2000気圧でHIP(熱間等方圧・圧縮)する。

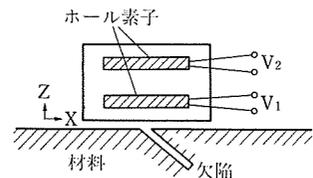
得られた焼結体は、相対密度100%で、数10 μ mの結晶粒径をもち、通常のアーク溶解材に比べてかなり細かい。室温での圧縮降伏強度は1000°C、100時間の均質化焼鈍によって39 kgf/mm²まで低下するがこれは溶解材とほぼ同水準である。また、曲げ試験の結果から、0.4%以上の引張り伸びを有することが推定される。成分調整、粉末の清浄化などによって、さらに延性の向上が期待される。

高速度連続探傷用センサの改良

漏洩磁束探傷は金属表面の傷によって生じる磁束の乱れを利用するもので、管、棒鋼など、高速度で連続的に生産される材料の探傷に偉力を発揮している。この方法はセンサの出力から傷の深さを測定しており、その形状寸法を精度よく推定することは難しい。圧延材料などの表面の傷は、材料の内部に斜めに発達し易く、傷の傾斜角度を知ることは、その形状、寸法を正確に推定する上で不可欠である。

当研究所では、図に示す2つの磁電変換素子

で構成した新しいセンサを考案した。傷によって生じる漏洩磁束の垂直成分の出力は、材料表面とセンサの距離に依存し、距離変化による出力の変化率は傷の傾斜角度により異なる。このように2つの磁電変換(ホール)素子を垂直方向に平行に配置したセンサにより、漏洩磁束を2つの距離の所で同時に測定すると、それらの差から傷の傾斜角度を求めることができる。



ミリグラム以下の極微量試料による多元素定量分析法を開発

これまでの分析法では、数元素の不純物を定量するには、少なくとも数mgの試料を必要としていた。しかし、最近半導体をはじめとする付加価値の高い多機能材料が開発されるにともない、微量試料でその中に含まれる微量元素のほぼ全てを精度よく定量できる方法の確立が重要視されるようになってきている。

当研究所では1mg以下の固体試料中に含まれる1ppm以下の極微量元素を定量できる方法の確立を目標に研究を行ってきた。その結果、試

料を高純度黒鉛棒の電極の先端に接着剤で固定し、反対電極に金、銀のプローブを用いた新しい方法で、スパークイオン質量分析を行うことにより、0.5mgの試料でも0.5ppmの検出感度で定量分析できる技術を開発した。

この方法により、発光素子用CdS、半導体用Si、超高純度Moなどの貴重な超高純度試料中の、⁵Bから⁹²Uまでの60種類以上の極微量不純物元素を迅速に定量分析することができた。

今後この方法についてさらに研究することにより、新しい材料開発に大きく寄与することが期待される。

日中研究協力「レアメタル含有複雑鈹の総合利用」に調印

日本と中国との間の科学技術分野における協力（昭和55年5月28日締結）に基づき、金属材料技術研究所と北京鋼鉄学院は、去る1月12日、「レアメタル含有複雑鈹の総合利用」に関する実施取決めに調印した。

これは、昭和60年4月に北京で開催された第3回日中科学技術協力委員会において日中双方から提案されたものである。

本研究協力は、ガリウム等のレアメタルの効率的回収に関する基礎的研究について、昭和65年度末まで日中双方がそれぞれ分担して研究を進め、研究者交流及び情報交換を行うものである。

〔特許紹介〕

金属の成形と同時に内面被覆する方法

発明者 田頭 扶 城田 透 小島重信

公 告 昭和60年11月8日 昭60-50529

特 許 昭和61年6月27日 第1323684号

金属成形品の被覆法としては、熔融金属中に浸漬して、引上げるいわゆるドブ漬法が知られている。

しかし、この方法では成形工程と被覆工程が分かれており、しかも金属中空体の内面のみの被覆を行おうとすると更に複雑な工程が必要であり、また強固な被覆膜を得るためには成形品の酸化膜除去のため化学的な前処理（酸洗い等）が不可欠

〔出願公開発明の紹介〕

希土類ガーネット単結晶体 特開昭61-111996
及びその製造方法 昭和61年5月30日

本発明は、強磁界中に挿入すると発熱し、熱を外部に取り去った後、引出すと吸熱する磁性体の性質を利用する磁気冷凍法に用いられる磁気冷凍作業物質に関するものである。

本発明では、 $Gd_3(Ga_{1-x}Al_x)_5O_{12}$ の一部をGa, Pr, Nd等の希土類元素(M)で置換し、 $Gd_3MY(Ga_{1-x}Al_x)_{5-y}O_{12}$ ($0.01 \leq X \leq 0.6$, $0.01 \leq Y \leq 0.3$)とすることによって転位、空孔等の欠陥が少ない良質な磁性体が得られ、磁気冷凍作業物質としてはもちろん着色も可能なため磁気光学材料等へ広範囲な利用が期待される。

であった。

本発明は、(1)加工しようとする金属の中空体を金型に挿入し、(2)この中空体内に溶けた被覆金属を注入した後、(3)被覆金属が凝固しないうちにこれを加圧して金属中空体を成形加工すると同時に被覆金属を成形体内面に溶着し、(4)次いで余分となった被覆金属を流出させる一連の工程から構成される。本発明によれば成形加工時の新生面が大気に触れることなく直接熔融金属で覆われ、しかも圧力によって密着性が改善され強固な被覆を簡単に行うことができ、経済的効果も大であるため広く実用されることが期待される。

◆短 信◆

●海外出張

原田 幸明 粉体技術研究部
主任研究官

「金属超微粒子の新しい焼結技術に関する研究」のため、昭和62年1月14日から昭和63年1月13日まで西ドイツへ出張した。

石田 章 エネルギー機器材料研究グループ
第5研究グループ研究員

「新材料の試験評価技術に関する国際共同研究」のため、昭和62年1月17日から昭和62年1月24日までイギリスへ出張した。

通巻 第338号

編集兼発行人 加藤 公輝
印刷 株式会社 三興印刷
東京都新宿区信濃町12
電話 東京(03)359-3841(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