

金材技研

科学技術庁

金属材料技術研究所

1992 No. 9

ニュース

宇宙材料実験／超高真空界面創製装置／
TiAl合金の粉末や金／研究発表会プロ
ラム

いよいよ始まる宇宙材料実験

—— スペースシャトル・エンデバー号で ——

9月11日、新鋭のスペースシャトル・エンデバー号にギブソン機長、毛利衛氏ら7人の宇宙飛行士が搭乗し、わが国の22課題の材料科学実験と12課題の生命科学実験のための機器を搭載して、米国フロリダ州ケネディ宇宙センターから発進する予定である。NASAスペースシャトルの実験空間を使い、わが国で開発した宇宙実験機器と日本人宇宙飛行士を乗せて、初めての本格的な実験を行う計画、すなわち、第一次宇宙材料実験(FMPT計画)は1979年8月に始まり、以来当研究所は材料科学実験分野において中心的な役割を担ってきた。

この計画の中で当研究所提案の実験課題は、(1)浮遊帯域溶融法による化合物半導体単結晶の作製、(2)新超電導合金の溶製、(3)鋼の脱酸生成物の生成機構、(4)粒子分散合金の作製、(5)二種の溶融金属

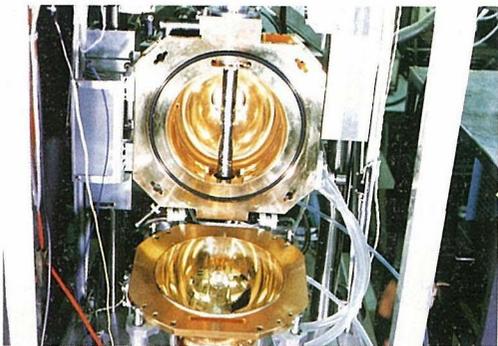


写真 無重力下での浮遊帯域溶融に用いる赤外線イメージ炉

の相互拡散の計5つである。これらは、微小重力下において、溶融した金属合金を宙に浮かせたまま取り扱える、浮力が働かないために内部に対流が発生しない、不均一な温度のゆらぎを極めて小さくできるなどの特徴を活かし、材料科学の基本的な現象の解明や高品位の材料の創製を目的としたものである。当研究所では上記の実験課題に関して、重力の効果を明確にするための地上実験、および、一部の実験課題ではTT500Aロケットを用いた弾道飛行の短時間無重力場での予備実験を行い、それらの結果を基にして宇宙での最適な実験条件を設定した。その一方で、搭載する実験装置の開発、実験手順書の作成、飛行中の綿密なスケジュール(タイムライン)の作成作業などを行った。

また、当研究所は東京大学、東京工業大学とともにFMPT計画の代表幹事として、宇宙飛行士の選考試験、日米宇宙飛行士の材料科学分野に関する教育ならびに訓練にたずさわった。エンデバー号の7日間の飛行期間中、代表幹事はNASAマーシャル宇宙センター内に詰めて材料科学系の実験運用管制に当たることになっており、現在はそのための中央管制の最終的訓練の仕上げを行っている。

13年間の準備期間を要した宇宙実験はいよいよ目前に迫り、建造後2度目の飛行となるエンデバー号はすでに実験資材を積み終えて、ケネディ宇宙センターから発進する瞬間を待っている。

超高真空界面創製装置の開発

—表面の組成と結晶方位の制御が可能—

材料開発の方向として、単一材料そのものの改良、高性能化のほか、各種材料の複合化が進められている。しかし、従来の材料の複合化技術は、熱や圧力を過大に与えることから、材料の特性を十分に発揮させることが困難なことが多かった。

そこで、各種の機能を持った材料の特性を劣化させることなく、複合化するための界面創製プロセスの低温化・低応力化が望まれている。これに応えて、最近、急速に発達した超高真空技術、表面制御技術などの複合化と接合に関する基礎的研究の成果によってプロセスの低温化・低応力化が可能になりつつある。

当研究所では、 10^{-8} Pa ($\sim 10^{-10}$ torr) の超高真空中で、材料の表面化学組成をオージェ電子分光分析によって調べながら表面に種々の元素を蒸着できるオージェ分析・蒸着室、接合させる面と面の結晶方位関係を調整し、接触・加熱・加圧するための接合室、これら各室を結んで試料を移送するための搬送室等を備えた装置を開発し、接合の基礎的な実験を進めている。本装置の外観を写真に、構成を概略図に示した。予備排気およびイオン照射による表面清浄化の前処理を行った後、それに続く各室をイオン・ポンプおよび分子ターボ・ポンプを併用して超高真空中に保ちながら試料を移動させ、接合室では試料の回転、高周波誘導装置による900℃までの加熱、駆動モーターおよび油圧による2000N(約200kg)までの加圧ができる。

これまでに予備実験として、多結晶の高純度鉄、チタン、銅、SUS304 ステンレス鋼などの丸棒を

用いて同じ金属同士の接合、チタンとSUS304との接合などを行っている。その結果、予め試料を超高真空中で加熱処理して面を清浄化すると従来よりも数百度低い温度で接合できることがわかった。例えば、SUS304 同士を常温で接触させ、加熱・加圧して接合させる場合には1000℃以上に試料を加熱する必要があるが、加熱表面処理を施せば650℃でよい。同様に、銅同士の場合では800℃から400℃まで下げられる。

接合する前の表面をオージェ電子分光分析によって調べたところ、金属中に含まれる微量の硫黄(高純度鉄では約1 ppm, 他の金属では10から130 ppm)が加熱処理中に表面へ偏析してくること、および、加熱処理前には存在していた炭素や酸素からなる表面吸着層が加熱処理中に消滅することがわかった。吸着層の存在は一般に接合を妨げるが、この層の除去に硫黄の偏析が役立っているものと思われる。また、各種の接合した試料の接合部を常温で破断して調べたところ、その破断面には硫黄の偏析が認められなかったことから、接合中に硫黄が試料内部へ拡散したものと推定される。この内部への硫黄の拡散については接合させる材料の種類、結晶方位関係などの観点から、さらに詳しく調べる予定である。

上記の接合実験のほかに、本装置を用いて、バナジウム-ニッケル基合金(V-15Ni-0.05Ti)の薄板に各種金属を蒸着させた水素分離機能膜の作製、大容量トランジスタの開発をめざしてシリコンの接合などを試みている。



写真 表面の組成制御、結晶方位制御機構をもつ超高真空(10^{-8} Pa)界面創製装置

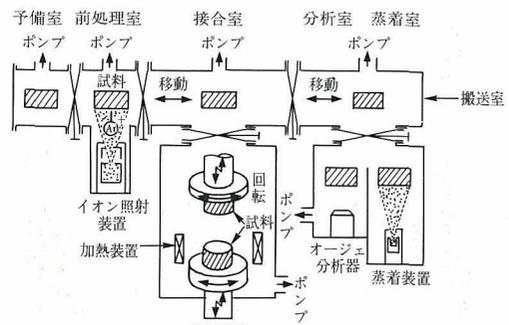


図 本装置の構成

粉末冶金法によるチタン・アルミ合金の製造

—複雑形状部品の量産化を目指して—

チタン(Ti)・アルミニウム(Al) 金属間化合物は軽量で高温強度が高く、耐食・耐酸化性にも優れているため軽量耐熱材料として期待されている。しかし、この系の金属間化合物には常温延性が乏しい、機械加工が困難であるなどの欠点があり、これが実用化の大きな障害となっている。このため、加工することなく複雑形状部品や薄板を製造できる粉末や金法が注目されて、粉末を焼き固めて作る焼結TiAl, Ti₃Alの開発研究が盛んに行われている。しかし、この方法にも多くの問題があってまだ実用化までに至っていない。

粉末や金法の問題の一つとして、材料の焼結性の難易が挙げられる。特にTiAlは難焼結性であるため、焼結にはこれまで、主としてHIP(高温静水圧プレス)処理、熱間押し出しなどの高温加圧焼結法が用いられてきた。これらの方法は高密度の焼結材を製造するには有利であるが、その反面、製造工程が煩雑になる、複雑形状部品の量産が困難であるなどの欠点があり、これらに代わる焼結技術の開発が強く要請されている。このような背景の下に、本研究では複雑形状部品の量産できる無加圧焼結により高密度で良品質のTiAl合金を作製することを目的として、原料粉の探索を行うとともにその焼結性および焼結材の組織を調べた。

原料粉の探索では、TiおよびAlから成る種々

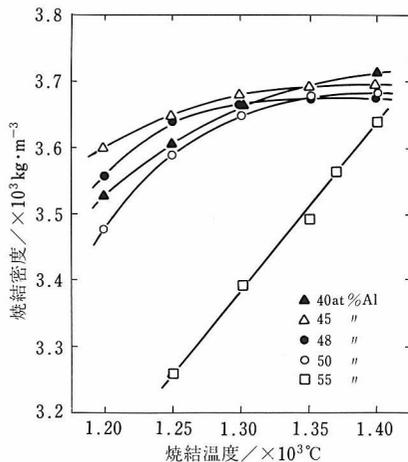


図 焼結温度およびAl量と焼結密度の関係 (300MPaでプレス成形後、真空中で焼結)

の粉の混合と焼結性を調べて、TiとTiAl₃の混合粉が有望であること、およびTi粉を微粒化することにより焼結性が著しく向上することを見いだした。Ti粉の平均粒径は10μm以下、TiAl₃粉は15~25μmである。図は40-50at%Al組成のTi+TiAl₃混合粉について焼結温度と密度の関係を調べた結果である。40-50at%Alでは1300°Cで1時間焼結することにより密度は3.65×10³kg/m³以上となり、いずれの組成においても相対密度(真の密度に対する割合)は95%を超えた。55at%Alでは他に比べて焼結性が僅かに劣るものの、相対密度は1370°Cで1時間の焼結により同じレベルに達する。これら高密度焼結材には、空隙が僅かながら存在するが、空隙は互いに孤立した状態で存在するので、焼結後に直接HIP処理することにより簡単に取り除ける。この場合、キャンニング(薄い金属製の筒などに試料を封入する)は不用である。

焼結材の組織は組成に依存し、40-50at%AlではTiAl相とTi₃Alとの混合組織であり、55at%AlではTiAl相のみであった。混合組織のものでは、Al量の増加にともなってTiAlが多くなるほか、高温で焼結したものほどTiAl/Ti₃Al層状組織が顕著になるなど、Al量のみならず焼結温度によっても組織制御が可能である。その一例を写真に示した。組成が50at%Alのものを1400°Cで焼結した場合の組織であり、高温での焼結であるため全体が層状組織となっていることがわかる。

上記の方法で作製したTiAl合金の機械的性質、物理的性質などの試験を現在計画中である。

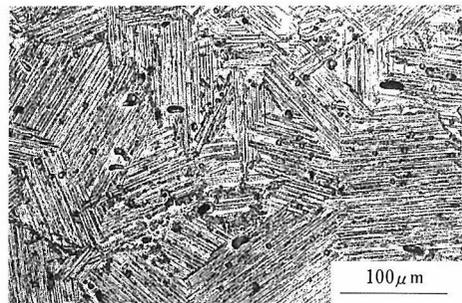


写真 Ti-50at%Al合金に見られる層状組織 (1400°C 1時間焼結、黒点は残留空隙)

10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）
溶接学会（仙台・東北大学）	10.1～10.3	<ol style="list-style-type: none"> 1. TiAl金属間化合物の接合実験 2. 304ステンレス鋼溶接継手のクリープ寿命予測 3. 異種ステンレス鋼電子ビーム溶接部の凝固形態 4. アルゴン・ヘリウム混合ガスシールドTIGアークの熱輸送現象 5. 溶接継手の基本疲労強度に及ぼす降伏強度の影響 	福島貞夫(組織) 衣川純一(組織)ほか 塚本 進(組織)ほか J. Zijp(組織)ほか 太田昭彦(環境)ほか
塑性加工連合講演会(京都・京都工芸繊維大学)	10.1～10.3	<ol style="list-style-type: none"> 1. 加圧溶浸における反応を利用したTi-Al系金属間化合物の合成 	城田 透(組織)ほか
日本化学会 秋季年会(新潟・新潟大学)	10.2～10.5	<ol style="list-style-type: none"> 1. クロロ-及びプロモ(フタロシアニナト)ビスマス(III)錯体の合成 2. 一電子酸化型ビス(フタロシアニナト)ランタノイド(III)錯体の合成 	加賀屋豊(反応)ほか 砂金宏明(反応)ほか
日本金属学会(富山・富山大学)	10.6～10.8	<ol style="list-style-type: none"> 1. Na(X) Mo(6) O(17)の高分解能電子顕微鏡観察中の構造変化 2. TiAl 基合金と硫酸中でアノード溶解した面のX線解析 3. 共晶接合法によるTi/Ti₅Si₃傾斜機能材料の作製 4. 電子回折スポットによる再結晶方位測定精度 5. 急冷攪拌凝固法による微細組織材の作製 6. SUS304 ステンレス鋼と純チタンの拡散接合 7. Alダイカスト合金ADC12のアノード酸化挙動と材料組織 8. Na(X) Mo(6) O(17)の高分解能電子顕微鏡観察 9. TiAl相の規則度に及ぼす添加元素の影響 10. フッカ物分離ーモリブデン青吸光光度法による高純度鉄中の微量ケイ素の定量 11. グロー放電質量分析法によるチタン合金分析 12. 基底クリープ強度概念によるフェライト長時間クリープ強度評価 13. 恒温鑄造したTiAl 基合金の水素ガス中室温引張り特性 14. TiAl 金属間化合物の酸化挙動に及ぼす組織の影響 15. バナジウムを含むγ基チタンアルミナイドの超塑性 16. Ti+TiAl₃混合粉の焼結過程 	大河内真(物性)ほか 沼田英夫(機能) 辻本得藏(設計)ほか 古林英一(反応) 佐藤 彰(組織)ほか 大橋 修(組織)ほか 木村 隆(計測)ほか 小川一行(計測)ほか 土肥春夫(計測)ほか 清川政義(計測)ほか 伊藤真二(計測)ほか 木村一弘(環境)ほか 中村森彦(第3)ほか 笠原和男(第3)ほか D. Vanderschueren(第3)ほか 村松祐治(第4)ほか

学・協会名	開催期間	発 表 題 目	発表者(所属)
日本金属学会 (富山・富山大学)	10.6~10.8	17. 照射誘起応力緩和の計算評価 18. MX(X=C, N)形成元素を含むFe-25%Ni-15%Crオーステナイト合金におけるヘリウム注入後クリープ特性と微視組織の相関 19. プロトン照射による改良316鋼溶体化処理材のポイドスウェリング 20. 中性子照射した9Cr鋼の低温引張特性 21. 小型シャルピー試験片による9Cr鋼の脆化評価 22. HTGR近似不純ヘリウムガス環境中の1373Kにおける新耐熱合金の腐食挙動	永川城正(第2) 山本徳和(第2)ほか 村瀬義治(第2)ほか 阿部富士雄(第2)ほか 阿部富士雄(第2)ほか 武藤 功(第2)ほか
日本鉄鋼協会 (富山・富山大学)	10.6~10.8	1. 官能検査によるTi-6Al-4V合金の球状、層状組織の特徴抽出 2. $\alpha + \alpha_2$ 型耐熱Ti合金(Ti-Al-Sn-Zr-Nb-Si)の設計 3. 槽型反応炉を用いた連続溶鉄脱硫技術 4. CaOるつばによるTiAlの機械的性質に及ぼす熱処理の影響 5. 黒鉛炉原子吸光法による鉄鋼中の微量元素の定量 6. 各種高温材料の低サイクル疲労寿命評価 7. NCF800Hのクリープ疲労損傷効果 8. SUS316H鋼のクリープ破断特性に及ぼすキャビティ焼結処理の影響 9. SUS304の長時間応力リラクセーション特性 10. IN100合金のクリープき裂成長特性 11. 304ステンレス鋼厚板突合せ溶接継手における母材硬化部のクリープ変形挙動 12. TiB粒子強化型チタン基複合材料の高温特性 13. 素粉末混合法により製造したTiAlの機械的性質 14. 高Cr-Ni鋼の極低温高サイクル疲労特性	金子隆一(設計)ほか 阿部太一(設計)ほか 渡辺敏昭(反応)ほか 三井達郎(組織)ほか 小林 剛(計測)ほか 小林一夫(損傷)ほか 久保 清(環境)ほか 村田正治(環境)ほか 大場敏夫(環境)ほか 田淵正明(環境)ほか 本郷宏道(第5)ほか 萩原益夫(力学)ほか 江村 聡(力学)ほか 梅澤 修(第1)ほか
錯体化学討論会 (奈良・奈良女子大)	10.7~10.9	1. クロロ-及びプロモ(フタロシアニナト)ピスマス(III)錯体の合成と性質	砂金宏明(反応)ほか
日本非破壊検査協会 (東京・アルカディア市ヶ谷)	10.12~10.14	1. A Measurement of Ultrasonic Attenuation Coefficient Frequency Response in a Steel with Different Grain Size	福原照明(損傷)ほか
日本鋳物協会(仙台・仙台国際センター)	10.13~10.14	1. スケルトンモデルによる球状黒鉛鋳鉄の引け巣発生予測	高森 晋(組織)ほか
腐食防食討論会(名古屋・名古屋大学)	10.20~10.22	1. 生体用チタン合金とステンレス鋼の組合わせ利用に関する考察 2. 有機酸を含む湿潤環境化における銅管の蟻の巣状腐食	星野明彦(機能)ほか 馬場晴雄(環境)ほか
日本原子力学会 (名古屋・名古屋大学)	10.20~10.23	1. CVI炭素繊維/SiC複合材料の放射化評価 2. 気相反応浸透法による炭素繊維/SiC複合材料の製造 3. データフリーウェイを利用したSUS316鋼の照射損傷の解析	野田哲二(第2)ほか 野田哲二(第2)ほか 藤田充苗(第2)ほか
高温ガス炉技術国際シンポジウム(茨城・大洗・パークホテル)	10.21~10.23	1. HTGR近似不純ヘリウムガス環境中の1373Kにおける新耐熱合金の腐食挙動	武藤 功(第2)ほか

平成4年度金属材料技術研究所研究発表会の御案内

当金属材料技術研究所では、所員の研究活動をより広く御理解していただき、その成果を御活用願うために、毎年研究発表会を開催しております。当研究所の筑波地区への移転を1年後にひかえました今年度は、超高真空、強磁場などの極限場を利用した材料研究を主題として最新の研究成果を発表致します。皆様方の御来聴をいただきたく、御案内申し上げます。

(聴講自由、講演要旨は次号に掲載予定)

日 時：平成4年11月12日(木) 13:30~17:00

場 所：金属材料技術研究所 大会議室 東京都目黒区中目黒2-3-12

(東急東横線・地下鉄日比谷線 中目黒駅下車徒歩10分

J R 山手線 恵比寿駅下車徒歩15分

東急バス(渋谷↔大井町41系統) 東京共済病院前下車徒歩3分)

◇ プ ロ グ ラ ム ◇

13:30~13:40 あいさつ 所長 新居 和嘉

= 極限場と材料研究 =

13:40~15:00 (座長：第5研究グループ総合研究官 永田 徳雄)

1. 超清浄真空空間と材料研究 表面界面制御研究部主任研究官 土佐 正弘

2. 多機能超高压電子顕微鏡システムの設置とその利用

計測解析研究部第1研究室長 古屋 一夫

15:00~15:15 < 休 憩 >

15:15~17:00 (座長：機能特性研究部長 天野 宗幸)

3. 強磁界の物性研究への応用

第1研究グループ第2 SG主任研究官 門脇 和男

4. 超精密マグネットシステムの物性研究への応用

基礎物性研究部第1研究室長 青木 晴善

5. 国際的な極限場材料研究の促進

筑波支所長 岡田 雅年

<問い合わせ先：企画課普及係、TEL 03(3719)2271(代)>

◆特許速報◆

●出 願

発 明 の 名 称	出 願 日	出 願 番 号	発 明 者 名
窒化金属磁性流体の製造法	4. 6. 19	04-184699	中谷 功, 高橋 務
窒化金属磁性流体	4. 6. 19	04-184718	中谷 功
宇宙総合エネルギー変換システム	4. 6. 26	04-169095	塩田一路, 他7名(航空宇宙技術研究所, 大阪大学産業科学研究所及び(株)日立製作所との共同出願)

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
T E L (03)3719-2271, F A X (03)3792-3337
(筑波支所) 〒305 茨城県つくば市千現1-2-1
T E L (0298)51-6311, F A X (0298)51-4556

通巻 第405号 平成4年9月発行
編集兼発行人 松 岡 浩
印 刷 所 株式会社 三 興 印 刷
東京都新宿区西早稲田2-1-18