

金材技研

科学技術庁

金属材料技術研究所

1992 No. 6

ニュース

サブナノトロン・プロトタイプ／ケイ素添加
β型チタン合金／セラミックスの疲労現象

材料ミクロ組織変化のその場観察に威力

—— サブナノトロン・プロトタイプが稼働 ——

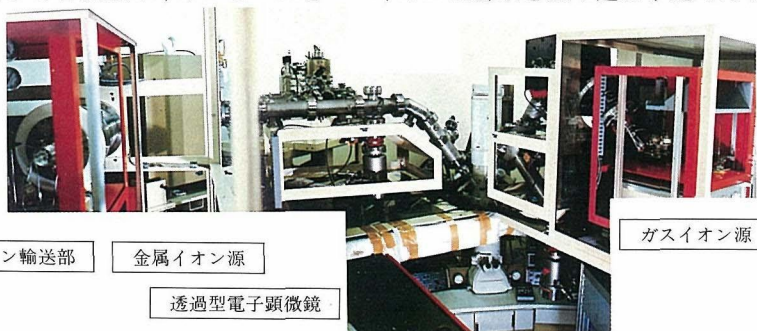
当研究所では平成5年度の筑波全面移転に合わせて、イオン照射による材料のミクロ組織の変化を原子スケールでその場観察する装置（サブナノトロン）の開発を進めている。サブナノトロンという名称は、ナノメートル以下の微小な世界の出来事を見る装置ということに由来している。この装置は0.15nm以下の分解能を持つ超高压透過型電子顕微鏡にイオン照射のためのインターフェイスを取り付けたもので、装置の開発に先行して全体の性能が十分発揮できるようにいろいろな技術的課題を解決しておく必要がある。このため小型の電子顕微鏡を用いてプロトタイプを作製し、イオン照射下でのミクロ組織その場観察技術の確立を目指した研究を行っている。

写真は完成したサブナノトロン・プロトタイプの外観を示す。標準的な200kV透過型電子顕微鏡の試料室の斜め上方から2種類のイオンビームを

同時に導入でき、映像は観察室下方に取り付けたTVカメラで観察する。イオンはベローズを介して接続したビームシステムで発生させ、送り込まれる。加速電圧は100kVと30kVとし、また重イオン用およびガスイオン用のイオン源を取り付けることにより、種々の元素および異なるエネルギーのイオンビームを発生できる。

現在までビーム照射等の条件を変えて装置の性能評価を行っているが、ビームシステムの振動・電氣的ノイズの低減によって、電子顕微鏡の性能を低下させることなくその場観察が可能となっている。実際の例として、ニッケルにアルゴンイオン(Ar^+)と水素イオン(H^+)ビームを同時に照射した場合の欠陥の生成など種々の観察結果を得ている。

一方、原子レベルの分解能を持つ超高压電子顕微鏡の製作を進めており、今後はこのシステムにイオン照射系を組み込む予定である。



完成したサブナノトロン・プロトタイプの外観

ケイ素添加による β 型チタン合金の組織の微細化

—— ケイ化チタン析出粒子の役割 ——

チタン(Ti)合金は軽くて強く、また耐食性がよいことから、航空機、ロケット、深海用の耐压殻、火力発電用タービン、さらに最近では自動車、単車などに用いられるようになり、今後一層の性能向上が期待される材料である。なかでも、 β 型チタン合金(体心立方晶)は冷間加工性に優れていることから特に注目されている。しかし、高温では再結晶によって結晶粒が粗大化しやすく、結晶粒を微細化することが難しい合金とされている。

一般に合金組織を微細化することにより、強度、伸び、加工性、疲労特性などの向上が期待できる。 β 型チタン合金の結晶粒を微細化する方法としてホウ素(B)やイットリウム(Y)の微量添加があるが、この方法ではホウ化チタン TiB_2 や酸化イットリウム Y_2O_3 の粒子を微細に分散させることが難しく、また疲労特性も低下してしまう。そこで、疲労特性を損なわず、分散粒子を微細に分布させ、かつ結晶粒を微細化するような方法の開発が強く望まれてきた。

このような背景から、本研究では添加元素としてケイ素(Si)に着目し、高強度・高じん性をもつ β 型チタン合金Ti-3(wt%)Al-8V-6Cr-4Mo-4Zrに微量添加して、加工および熱処理した場合の合金組織の微細化、およびケイ化チタン Ti_5Si_3 分散粒子の大きさや分布を制御する方法を検討した。

Si添加量の増加とともに Ti_5Si_3 分散粒子が多くなり、図に示すように再結晶温度の上昇、結晶粒の微細化、および結晶粒成長の抑制効果が顕著に認められた。温度を上げて Ti_5Si_3 分散粒子を固溶

させると、結晶粒成長の抑制効果が失われて急激に結晶粒が粗大化した。また、加工性を損なわない最適な添加量は0.5% Siであることがわかった。次に、これらの結果を基にして Ti_5Si_3 を微細に分散させる方法を探した。まず、0.5% Si添加合金中の Ti_5Si_3 を1100℃で1時間の溶体化処理により完全に固溶させ、さらに、約80%の冷間加工を行って高密度の転位を導入した後、700℃で30分間時効して Ti_5Si_3 を析出させた。写真に示すように、転位の導入によって Ti_5Si_3 粒子の析出が促進され、0.2 μm 径以下の析出粒子を多数分散させることができた。この粒子は時効温度が低いほど、また時効時間が短いほど微細に析出した。

このように、合金中のSi固溶度と転位上への優先析出を利用して Ti_5Si_3 の粒子径や分布の制御が可能になった。次に、極微細な Ti_5Si_3 粒子を比較的均一に分散させた試料を冷間加工後に再結晶処理することにより約10 μm 径の微細な結晶粒を得ることができた。本合金では時効により α 相(最密六方晶)が析出するが、これによる析出硬化もSi無添加合金に比べて促進された。その理由は α 相が結晶粒界および Ti_5Si_3 分散粒子界面から優先析出するためである。450℃で時効することにより最も硬化した合金の引張強度は、Si無添加合金に比べて100MPa高い1500MPa(約150kgf/mm²)、伸びは6%を示し、強度と延性のバランスが良好であった。今後は Ti_5Si_3 分散粒子径と疲労特性の関係などを明らかにし、疲労特性の向上を図る予定である。

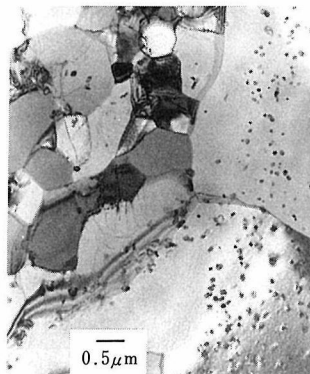
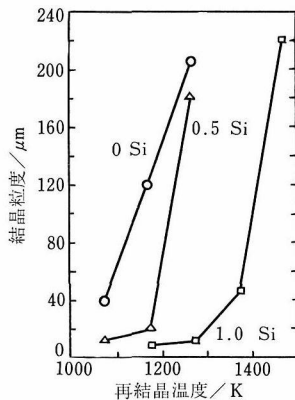


図 Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr 合金と0.5%および1.0% Si添加した合金の約80%冷間加工後の再結晶温度と結晶粒径の関係

写真 0.5% Si添加合金を1100℃で1時間溶体化して急冷し、約80%の冷間加工後700℃で30分間時効した場合の透過電子顕微鏡組織像

セラミックスの疲労現象

—— 局所圧縮荷重下のき裂伝ば機構 ——

金属材料の疲労破面を電顕観察するとしばしば縞模様がみられる。これはストライエーションと呼ばれ、縞の数と応力の加わった回数とが対応することから、金属疲労による破壊に関して貴重な情報を与えてくれる。ストライエーションは塑性変形が容易な金属材料ではよく見られるが、塑性変形がほとんど起こらず極めて脆いセラミックスでは従来観察された例がなかった。しかし、当研究所ではセラミックスにおいてもある特殊な負荷条件の下で疲労破面に金属疲労の場合と類似の縞模様が現れることを見出した(金材技研ニュース、1990年、No.3)。すなわち、セラミックスにおけるストライエーションは、硬さ試験に使われるダイヤモンド圧子を用いて局所的に圧縮荷重(インデンテーション)を繰り返し作用させることによって、表面層が剝離した後の破面に見られた。

その後、当研究所ではこのストライエーション生成機構の解明を目的として、結晶性セラミックスの表面層の剝離現象と結晶粒の大きさおよび塑性変形の容易さとの関係を調べた。その結果、剝離現象は図に示すように2つのタイプに大別できる

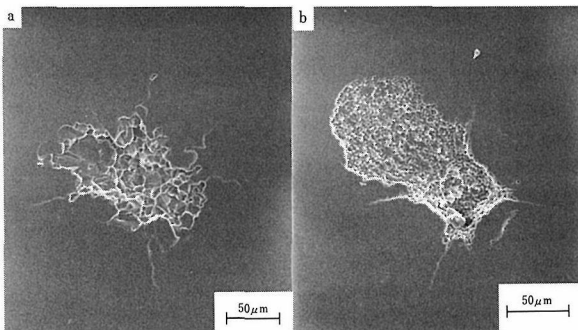
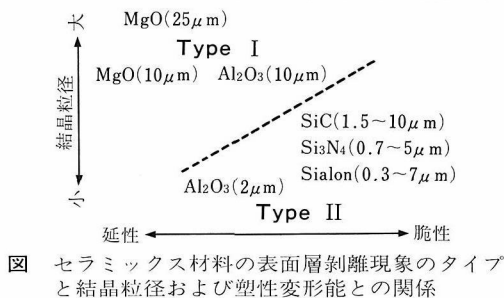


写真1 剝離したアルミナ試験片表面の走査電子顕微鏡像
(a) Type I (b) Type II

ことがわかった。1つは圧痕の周囲が徐々に剝離してゆくタイプ(Type I), もう1つは表面にはほぼ平行なき裂(lateral crack)が材料内部に発生、進展し、一定の回数の繰り返し負荷後にき裂が表面に達して剝離が起こるタイプ(Type II)である。

写真1(a)および1(b)はそれぞれType IおよびType IIの剝離を起こしたアルミナ試料の表面の走査電顕像を示している。圧痕は写真1(a)の場合ほぼ中央にあり、写真1(b)では中央よりやや右下にある。Type Iの現象が見られるのは粒径が大きくかつ比較的塑性変形のしやすい材料であり、Type IIの現象が見られるのは粒径が小さく極めて脆い材料である。ストライエーションが観察されるのはType IIの場合であり、き裂が結晶粒内を進展したときに限って形成された。このような現象は、負荷時と除荷時とで異なる応力状態が作り出されることによって材料内部にlateral crackが進展し、これが表面に達して剝離するために生じるものと解釈される。写真2は、窒化ケイ素試料(type II)の表面に数回のインデンテーションを繰り返した後、破断させてその断面を走査電顕で見たものである。圧痕は写真の右上端にあり、矢印が示すようにlateral crackがジグザグに進展しているのがわかる。このようなき裂の特異な進展形態が剝離後の表面にストライエーションとして観察されるものと考えられる。

セラミックスは一般に引張応力に対して弱いが圧縮応力には強いと言われてきた。しかし、本研究からわかるように圧縮応力を繰り返し加えた場

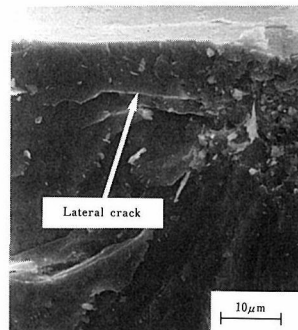


写真2 窒化ケイ素試験片の破断面の走査電子顕微鏡像

合に疲労現象が生じる。このことはセラミックス材料の信頼性の観点からも重要な問題であり、この現象を理解し、損傷機構の詳細を解明してゆく必要がある。

海外での研究発表（1992年1—6月）

Gordon Conference（1月6日～1月10日，アメリカ）

1) Anisotropic Superconducting State in $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$.

門脇和男

日欧セミナーデータベース（2月17日～2月21日，フランス・パリ）

1) Database System used for Research and Development of New Superconductors.

星本健一

アメリカ溶接学会 (AWS)（3月22日～3月27日，アメリカ・シカゴ）

1) Application of Laser Speckle Strain Measurement to Welding.

村松由樹

Material Research Society (MRS)（4月27日～5月1日，アメリカ・サンフランシスコ）

1) Rheed-Traxs Investigations of MBE Growth Processing $\text{YSa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ Films.

矢田雅規

第5回クリープ国際会議（5月17日～5月21日，アメリカ・フロリダ）

1) Creep Crack Growth Behavior of Ni-26%Cr-0.5%Mo Alloy in Air and Helium Gas Environment at 1273K.

田淵正明

2) The Use of Miniature Specimen for Assessment of Residual Life by Temperature-Accelerated Creep Test.

村田正治

3) Creep Damage of Hastelloy XR at Very High Temperatures in Simulated HTGR Helium.

中曽根祐二

4) Effect of Vanadium Addition on Degradation at High Temperature Creep in 12Cr Ferritic Steel.

渡部 隆，松尾 孝（東工大）

第3回国際高温腐食会議（5月25日～5月29日，フランス・レザンピエ）

1) Beneficial Effects of Y_2O_3 Dispersion on Al_2O_3 Protective Coating.

池田雄二

ASM International Gatlinburg（6月1日～6月5日，アメリカ・ガトリンバーグ）

1) Autogenous Electron Beam Welds across Dissimilar Stainless Steels Solidification Sequences.

塚本 進

Int. Thermally Spray（6月1日～6月6日，アメリカ・フロリダ）

1) Significance of the Quenching Stress in the Cohesion and Adhesion of Thermally Sprayed

Coatings.

黒田聖治

低温材料国際会議 (I C M C) (6 月 8 日 ~ 6 月 12 日, ウクライナ共和国・キエフ)

1) Development of BSCCO Superconducting Tapes Using Ag-Cu Alloy Sheath.

前田 弘

2) Fabrication of Ag-Sheathed BiSrCaCuO Tape by Partial Melting & Slow Cooling Process.

前田 弘

3) Effect of Strain Rate on Tensile Behavior of Some Alloys at a Liquid Helium Temperature.

石川圭介

4) Fatigue Properties of Cold Rolled and Sensitized SUS347 Austenitic Stainless Steels at Cryogenic Temperatures.

由利哲美

5) Fabrication of Bi₂Sr₂CaCu₂O_x/Ag Composite Tapes and Coils(Invited).

熊倉浩明

P M ' 92 国際会議 (6 月 21 日 ~ 6 月 27 日, アメリカ・サンフランシスコ)

1) Sintering of Bi-Sr-Ca-Cu-O Superconductive Material Atomized from Molten State.

原田幸明

CARBON' 92 (6 月 22 日 ~ 6 月 26 日, ドイツ・エッセン)

1) Oxidation of Carbon Fibres, Matrix Carbons and C/C Composite.

富塚 功

第 7 回チタン国際会議 (6 月 28 日 ~ 7 月 2 日, アメリカ・サンディエゴ)

1) Microstructure and Tensile Properties of Titanium-Based Composites Produced by Powder Metallurgy.

萩原益夫

2) Property Enhancement of 2-B Titanium Alloys by Blended Elemental P/M Method.

萩原益夫

3) Fracture Characteristics of Solution-Treated Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al Alloys.

長井 寿

4) High Cycle Fatigue Properties of Ti-6Al-4V Alloys at Cryogenic Temperatures.

長井 寿

Advances in Corrosion and Protection (6 月 28 日 ~ 7 月 3 日, イギリス・マンチェスター)

1) Dry Oxidation at 1000~1100°C of TiAl-base Intermetallic Compound.

富塚 功

Pacrim Weldcon' 92 (6 月 29 日 ~ 7 月 3 日, オーストラリア・ダーウィン)

1) Progress in Research and Development of Metals and Welding Processes in Japan.

中村治方

注目発明の選定、当研究所から 2 件

当研究所の下記 2 件の発明が、科学技術庁第51回(平成 3 年度)の注目発明に選定された。

複合強化合金と金属繊維

発 明 者 竹内孝夫, 戸叶一正, 井上 廉,
前田 弘

公開番号 特開平02-247362

公 開 日 平成 2 年10月 3 日

Cr, Mo等のVIa族金属は高温強度および耐食性に優れているため、複合材料用の繊維状素材としての使用が検討されてきた。しかし、従来の加工技術で $0.1\text{mm}\phi$ より細い繊維を比較的低い製造コストで得ることは不可能である。本発明は、粒界脆性金属(VIa族金属)の微細繊維で複合強化された合金とその製造方法、及びその合金母相を選択的に除去した粒界脆性金属(VIa族金属)の微細繊維の製造方法に関するものである。本発明は、VIa族金属と互いの固溶度きわめて小さいCu, Ag等との 2 相合金において、延性に富む母相中に、粒界が脆弱なVIa族金属が単結晶的に晶出することを利用する。VIa族金属と延性に富むCu, Ag等を溶解鋳造することによって得られる 2 相合金を冷間加工することにより、単結晶的なCr, Mo粒子が極めて細くまで繊維状に加工・分散された複合強化合金を容易に製造できる。この複合強化合金は、初めから複合化された合金を冷間加工するため、低い製造コストで任意の形状の複合強化合金材料が容易に得られる。また、電気伝導度が小さいCu等を母相金属とするので、高性能・高強度高電気伝導度材料として強磁界発生用導体としても利用できる。さらに、母相をエッチング等により選択的に除去すれば、高温強度、耐熱性に優れて先端技術素材としての活用も可能なCr, Mo等の極めて細い繊維($10\mu\phi$ 以下)を取り出すことが可能である。

Nb₃Al化合物超電導線材の製造法

発 明 者 井上 廉, 竹内孝夫, 飯嶋安男

公開番号 特開平01-140521

公 開 日 平成元年 6 月 1 日

超電導特性の優れたNb₃Al化合物線材を1000℃以下の実用的な熱処理温度で拡散生成させることを目的として従来、出発素材がはじめから微細な混合粉(粉末法)や箔を重ねて巻き込んだ複合体(ジェリーロール法)を比較的小さな減面率で冷間加工する方法が検討されてきたが、表面酸化の問題が実用化を困難にしていた。本発明では、表面酸化を克服するために出発素材をバルク状とした。その分だけ最終的に必要な減面率は増大するが、AlをMg, Cu, Ag等の添加元素で合金化することによりNbと類似の加工硬化特性をもたせ、NbとAlの複合加工性を大幅に向上することによってその問題を解決した。複合フィラメントを $0.1\mu\text{m}$ 以下まで加工したNb/(Al合金)線材を熱処理することにより、芯径が $0.1\mu\text{m}$ 以下のNb₃Alフィラメントを数百万本含む超極細多芯線超電導線材の作製を可能にした。本発明で得られる線材は、従来の実用材料のNb₃Sn超電導線材と比較して、大きな臨界電流密度特性を有し、耐応力歪特性が優れて、交流損失が小さい等の利点を有する。そのため超電導マグネットの小型化や低コスト化が図れるだけでなく、強い電磁力が印加する核融合炉などの大型超電導応用や交流機器の超電導化も可能にする。

現在、工業規模への拡大研究を 2 社と共同で進めており、3 社との特許実施契約を結んでいる。

6・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)
日本電子顕微鏡学会 (日本コンベンションセンター)	6. 2～6. 4	1. イオン照射下でのSi及びGaAsに発生する二次欠陥の動的観察	石川信博(計測)ほか
ばね技術研究会(市ヶ谷)	6. 9	1. ばね鋼の繰返しねじり及び軸荷重疲労強度に及ぼす介在物の影響	阿部孝行(環境)ほか
粉体及び粉末冶金協会 (東京)	6. 10	1. 反応焼結によるSiC(Si ₃ N ₄)-ムライト-A1203系ナノコンポジットの合成	目 義雄(4G)ほか
粉体粉末冶金協会	6. 9～6. 11	1. Bi系超電導厚膜の雰囲気処理と特性	北口 仁(1G)ほか
日本機械学会 東海支部	6. 17	1. 金属系構造材料の開発動向	河部義邦(力学)ほか
環境工学総合シンポジウム (川崎)	7. 16～7. 18	1. 地球温暖化と材料エコシート	山口弘二(損傷)ほか
Sixth Int. Cont. PIXE (東京・早稲田大学)	7. 20～7. 24	1. 高温酸化物超電導薄膜のRBS-PIXE分析	石井 明(表面)ほか

つくば市柴崎地区で安全祈願祭

当研究所の全面的筑波移転に向けて柴崎地区の建築工事が始まり、去る4月20日に安全祈願祭が行われた。



「ぼくとわたしの金属教室」

大成功

当研究所は、科学技術週間行事(前号紹介)の一環として、本年度も「ぼくとわたしの金属教室」を筑波支所(4月18日)と科学技術館(4月19日)で開催した。簡単なクイズや実験に大勢の少年少女が眼を輝かせた。(写真：筑波支所)



◆短 信◆

●受賞

科学技術研究功績者表彰

材料設計研究部 辻本 得蔵

「軽量耐熱金属間化合物TiAlの研究」により平成4年4月15日、上記の賞を受けた。

創意工夫功労者表彰

管理部技術課 井口 真

「薄膜構造解析装置用排気系直流高圧バックアップ電源装置の考案」

管理部技術課 山内 功

「質量分析器冷却トラップへの液体窒素自動補給装置の考案」

環境性能研究部 横川 賢二

「クリープデータ取得整理能率化のための試験監視装置の改良」

表面界面制御研究部 貝瀬 正次

「低温イオン照射材料の電気抵抗その場測定法の考案」により平成4年4月17日、上記の賞を受けた。

組 織 表 (平成4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 中 野 昭 二 郎				—— 管 理 課 筒 本 利 行			
庶 務 課	秋 山 武 久			—— 力 学 特 性 研 究 部 河 部 義 邦			
企 画 課	中 野 岡 照			第 1 研 究 室	貝 沼 紀 夫		
技 術 課	松 岡 浩			第 2 研 究 室	萩 原 益 夫		
材料試験業務課	魚 谷 賢 一			第 3 研 究 室	平 賀 啓 二 郎		
	小 山			第 4 研 究 室	角 田 方 衛		
—— 基礎物性研究部 吉 川 明 静				—— 表面界面制御研究部 戸 叶 一 正			
第 1 研 究 室	青 木 晴 善			第 1 研 究 室 (併)	戸 叶 一 正		
第 2 研 究 室	松 本 武 彦			第 2 研 究 室	中 村 惠 吉		
第 3 研 究 室	大 河 内 真 静			第 3 研 究 室	小 口 信 一		
第 4 研 究 室	(併)吉 川 明 静			第 4 研 究 室	齋 藤 一 男		
—— 機能特性研究部 天 野 宗 幸				—— 第 1 研究グループ 前 田 弘			
第 1 研 究 室	梶 原 節 夫			第 1 サブグループ	田 中 吉 秋		
第 2 研 究 室	笹 谷 久 興			第 2 サブグループ (併)	前 田 弘		
第 3 研 究 室	中 谷 功 廉			第 3 サブグループ	井 上 田 仁		
第 4 研 究 室	富 塚 功 仁			第 4 サブグループ	和 田 充		
第 5 研 究 室	塩 田 一 路			第 5 サブグループ	佐 藤 圭 典		
—— 材料設計研究部 辻 本 得 蔵				第 6 サブグループ	石 川 圭 介		
第 1 研 究 室	星 本 健 一			—— 第 2 研究グループ 白 石 春 樹			
第 2 研 究 室	山 縣 敏 史			第 1 サブグループ	北 島 正 弘		
第 3 研 究 室	原 田 広 博			第 2 サブグループ	永 川 城 正		
第 4 研 究 室	小 野 寺 秀 博			第 3 サブグループ	野 田 哲 彦		
—— 反応制御研究部 古 林 英 一				第 4 サブグループ	田 辺 龍 彦		
第 1 研 究 室	福 沢 章 行			—— 環 境 性 能 研 究 部 田 中 千 秋			
第 2 研 究 室	藤 井 忠 敏			第 1 研 究 室	松 岡 三 郎		
第 3 研 究 室	平 野 英 一			第 2 研 究 室	金 澤 健 二		
第 4 研 究 室	(併)古 林 英 一			第 3 研 究 室	八 木 晃 一		
—— 組織制御研究部 中 村 治 方				第 4 研 究 室	小 玉 俊 明		
第 1 研 究 室	佐 藤 彰 扶			第 5 研 究 室	太 田 昭 彦		
第 2 研 究 室	田 頭 明 彦			—— 第 3 研究グループ 中 村 森 彦			
第 3 研 究 室	岡 北 原 繁			第 1 サブグループ (併)	中 村 森 彦		
第 4 研 究 室	入 江 宏 定			第 2 サブグループ	武 井 厚		
第 5 研 究 室	三 井 達 郎			第 3 サブグループ	海 江 田 義 也		
第 6 研 究 室				第 4 サブグループ (併)	中 村 森 彦		
—— 計測解析研究部 斎 藤 鉄 哉				—— 第 4 研究グループ 吉 原 一 紘			
第 1 研 究 室	古 屋 一 夫			第 1 サブグループ (併)	吉 原 一 紘		
第 2 研 究 室	岸 本 直 樹			第 2 サブグループ (併)	吉 原 一 紘		
第 3 研 究 室	田 村 良 雄			第 3 サブグループ	村 松 祐 治		
第 4 研 究 室	長 谷 川 良 佑			—— 第 5 研究グループ 永 田 徳 雄			
—— 損傷機構研究部 西 島 敏				第 1 サブグループ	永 門 馬 義 雄		
第 1 研 究 室	山 口 弘 二			第 2 サブグループ	石 原 只 雄		
第 2 研 究 室	新 池 谷 紀 雄			第 3 サブグループ	二 瓶 正 俊		
第 3 研 究 室	池 田 千 利			—— 特 別 研 究 官 大 河 内 春 乃			
第 4 研 究 室	増 田						

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 402 号 平 成 4 年 6 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