

# 金材技研

# ニュース

科学技術庁  
金属材料技術研究所

照射損傷発生過程の観察／高磁界磁石用の線材／最大級磁石用施設／低誘導放射能材料／Bi系超電導体の合成／溶融プール対流の抑制

## 照射損傷を起こさせながらその場で観察

—— 5年計画でサブナトロンを開発 ——

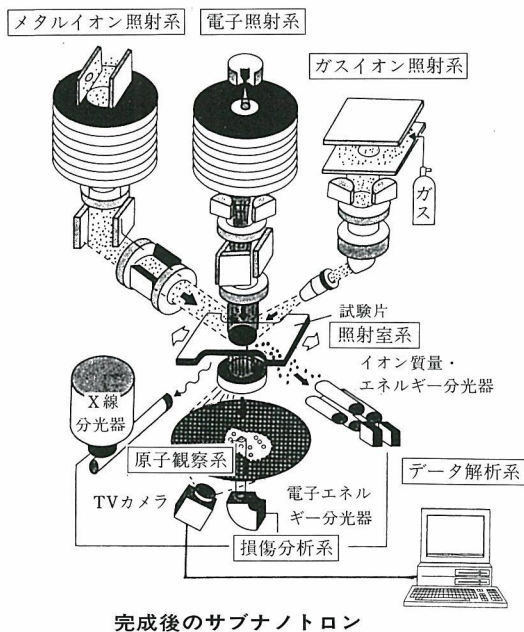
金属では、通常約0.5nm(nmはナノメートルで、1mmの100万分の1)の間隔で原子が規則的に並んでいる。これらの原子は直径が0.1nm程度の非常に小さいものであるが、原子の並び方が変わると材料の性質も変わる。したがって、材料の性質についての多くの情報を与える原子の並び方やその動きを知ることが、材料研究にとって非常に有力な手段である。

当研究所では、昭和63年度から平成4年度までの5か年計画で、材料照射損傷その場分析・評価装置(サブナトロン)の開発を進めている。サブナ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。このサブナトロンは、物質に電子やイオンを照射あるいは注入して原子の並び方を変化させ、その変化していく過程を原子レベルで観察することができるので、照射によって材料に生じる損傷の研究のみでなく新しい材料を作る研究にも、大いに役立つものと期待される。

開発中のサブナトロンの概要を図で示したが、試料を貫通した電子を磁気レンズで拡大し、これにコンピュータを用いた画像処理を施して最高で100万倍の鮮明な試料の拡大像を、ブラウン管上に動画として映し出す。更に、電子を試料に照射する際に発生するX線や電子が試料を貫通する際に失われるエネルギーを調べて、極微小領域の組

成分析もできるようにしてある。昭和63年度は、この図に示したサブナトロン全体のうちのイオン照射系を作製し、既存の電子顕微鏡に接続した。

引続き、電子照射系、照射室系、原子観察系、損傷分析系、およびデータ解析系を順次作製する予定にしている。完成後のサブナトロンは、これらの各種機能を組合わせた世界的にもユニークな装置になるので、国の内外に広く開放して共同研究を行う予定である。



完成後のサブナトロン

# 繊維分散強化した高強度高電気伝導度材料

—— 超電導線材の原材料が常伝導材料の有力候補 ——

当研究所は、昨年度にスタートした科学技術庁の「超電導材料研究マルチコアプロジェクト」に参加し、15あるコアのうちの6コアを担当(金材技研ニュース、1988年、No.5参照)している。このプロジェクトの超電導性能評価コアでは、80T(テスラ)級ロングパルスマグネット、40T級ハイブリッドマグネット、20T級大口超電導マグネット、および超精密磁界マグネットを設置し、それらを使用して新超電導材料の性能評価を行うことになっている。

これらのマグネットのうち、80T級と40T級の高磁界マグネットに使用される強制冷却銅マグネットを完成させるためには、高強度で高電気伝導度の材料を開発する必要がある。一般に、電気伝導度の高い純金属は機械的強度が低く、これを合金化して強度を高めると電気伝導度が低下してしまう。そこで注目されるのが、当研究所が金属間化合物超電導多芯線材の製造法として開発したインサイチュー法に使用する2相合金である。銅—ニオブ合金や銅—バナジウム合金は成分元素がお互

に固溶し合わないため、凝固するとニオブやバナジウムが銅素地の中に樹枝状に析出する。これを細線に加工するとニオブやバナジウムの細い繊維が均一に分散した線材になる。この線材内部にスズあるいはガリウムを拡散させて $Nb_3Sn$ または $V_3Ga$  極細多芯線材を生成させるのが、インサイチュー法である。

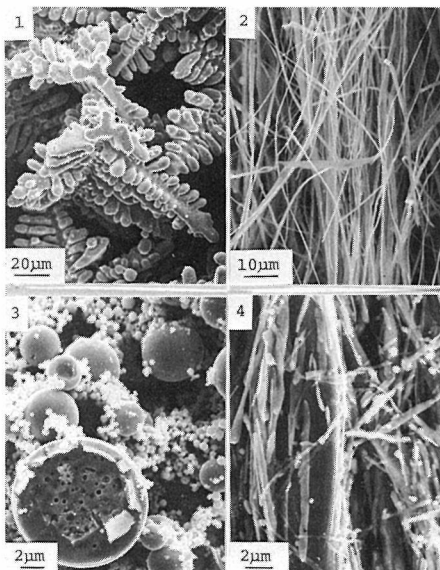
この製造工程の中間製品である銅—ニオブ線材や銅—バナジウム線材は、電気伝導度が高い銅素地の中にニオブやバナジウムの繊維が分散して強度を高めた、いわゆる繊維分散強化合金である。同じ方法で作られる繊維分散強化合金としては、このほかに銅—クロム系や銅—モリブデン系などがある。写真の(1)は、通常のアーク溶解法で減圧アルゴン雰囲気中で溶解した銅—クロム合金の凝固組織で、銅素地の中に樹枝状のクロムが一様に析出している。この2相合金を室温で伸線加工したのが(2)で、クロムは細い繊維になっている。こうして得られた銅—クロム系の繊維分散強化合金は、表からわかるように銅—ニオブ系繊維分散強化合金に匹敵する機械的強度を示した。銅の中へのクロムの固溶限はニオブよりも大きいので、銅—クロム系の電気伝導度は銅—ニオブ系よりも若干劣っている。

写真の(3)と(4)は、現在特性を測定中の銅—モリブデン系の凝固組織(モリブデンは球状になる)と加工組織である。なお、モリブデンは蒸気圧が高いので、10気圧のアルゴン雰囲気中で溶解した。当研究所では、高磁界マグネットに使用する高強度高電気伝導度材料の有力候補材料として、これらの合金を含めた2相合金の研究を進めている。

加工した銅合金の室温における特性

組成 (vol%)	加工度 (%)	0.2%耐力 (MPa)	電気抵抗 ( $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ )	導電率* (%IACS)
純Cu	—	345	1.72	100
Cu-10.2Cr	99.8	521	2.3	75.0
Cu-10.5Nb	99.89	530	2.25	76.4

\*国際標準軟銅線を基準にした相対値



銅を溶解除去した後の凝固組織(左)と加工組織(右)の写真

上段はCu-21vol% Cr合金  
下段はCu-16vol% Mo合金

# 80テスラ級ロングパルスマグネット用施設が完成

—— コンデンサバンクの容量は世界最大級 ——

前のページで述べたように、当研究所は昭和63年度より筑波支所内に80 T級ロングパルスマグネット用の施設を建設していたが、このほど約160 m<sup>2</sup>の建物と電源・制御システム等が完成した。

定常的な磁界で現在の技術で発生できる最高のものは31 T程度（当研究所では40 Tのものを研究開発中）であるが、酸化物超電導材料の特性を評価するためには、更に強い磁界が必要である。このような高磁界は、コンデンサバンクから瞬間的に大電流を流して、パルス状の磁界を発生させることにより得られる。しかし、酸化物超電導体の超電導臨界磁界、結晶の方向による超電導臨界磁界の変化、超電導発現機構の研究などを行うためには、単に磁界が高いだけではなく高磁界を持続する時間が長くなければならない。ところが、内外の既存ロングパルスマグネットの磁界発生時間は、表からわかるように80 T級のものでは1 ms（1000分の1秒）程度にしか過ぎない。そこで、当研究所では筑波支所に発生時間が20ms程度の80 T級ロングパルスマグネットを平成2年度末に完成させる予定にしている。

今回完成した施設のコンデンサバンク（写真）は、160個のコンデンサによって構成されている。その容量は既存の80 T級ロングパルスマグネット用のもののほぼ2倍で、世界最大級のものである。

内外の既存ロングパルスマグネット

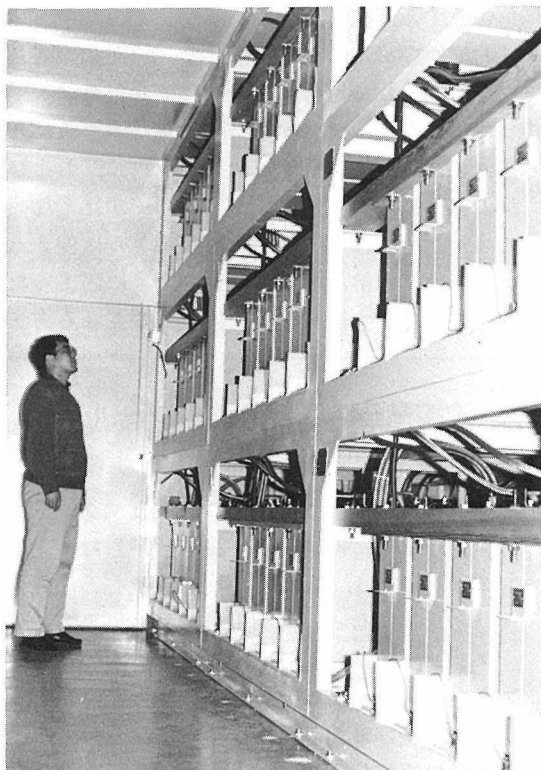
施設名	容量 (mF)	発生磁界 (T)	発生時間 (ms)
金材技研	128	(80)	(20)
		(60)	(18)
大阪大学	62.5	88	~1
東京大学	14	54	~10
ツールズ(仏)	25	61	~100
MIT (米)	12.5	68.4	~11

( ) 内は計画値

また、この施設ではマグネット内からの測定信号を光に変換し、光ファイバで伝達するようにしてある。これにより、測定者と計測系間の電気的な絶縁を図っているのが、この施設の特長の1つである。

この施設には、現在60 T級のロングパルスマグネットが既に設置されており、これを使用して80 T級ロングパルスマグネットの完成のために必要なマグネットの形状や材料の研究を行うのと同時に、酸化物超電導体の物性の測定や他分野の研究へのロングパルスマグネットの応用などの研究を進めることにしている。

80 T、20msというのは世界最大級のロングパルスマグネットであり、高磁界物性の研究を飛躍的に向上させるものとして、その完成が待たれる。



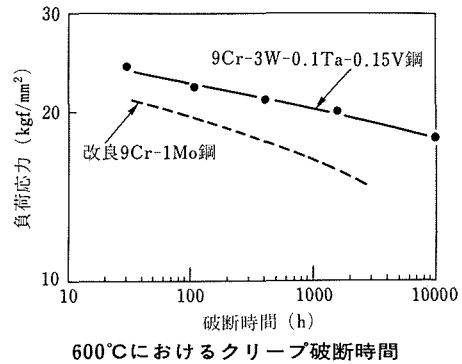
筑波支所に完成した世界最大級のコンデンサバンク

### 核融合炉候補材料の低放射化と高温強度の改善

核融合炉の構造材料としては、クロムを9%含むフェライト鋼の改良9Cr-1Mo鋼が、日米において有力候補に挙げられている。しかし、上記の従来鋼に含まれているモリブデンは、核融合炉で長期間使用すると放射化され、強い誘導放射能を持つようになる。

当研究所では、モリブデンの代りに放射化の程度が低いタングステン、タンタル、およびバナジウムを用いた新しい9Crフェライト鋼を開発した。この9Cr-3W-0.1Ta-0.15V鋼は低

誘導放射能で安全である上に、材料全体を微細なマルテンサイト組織にすると、従来の改良9Cr-1Mo鋼よりも優れた高温強度を示す。



### 水溶液からビスマス系酸化物超電導体を合成

当研究所は、水溶液から複合酸化物の超微粉を合成する研究を進めているが、このたび、比較的簡便なゾル-ゲル法により、高Tc相のビスマス系酸化物超電導体の合成に成功した。

今回の方法では、クエン酸を含む水溶液にビスマス、ストロンチウム、カルシウム、および銅の各硝酸塩を1:1:1:2のモル比で加えて溶解し、これを加熱・濃縮してゲルに変える。ゲルとは、水溶液全体が寒天のように固まったものなので、水溶液から固体を沈殿させる方法

とは違って、金属成分の組成が最初に加えた組成からずれる恐れは全くない。このゲルは各金属成分が原子レベルで均一に混ざり合っており、熱分解と高温の熱処理により各酸化物の混合物ではなく、複合酸化物の超微粒子となった。

この複合酸化物の微粒子を845°Cに2時間加熱した粉末は、臨界温度が約75Kの低Tc相超電導体であったが、更にペレットに成型して空气中で875°Cに240時間加熱してから炉内で冷却したものの電気抵抗は、高温側から冷却していくと約110Kにおいて急激に大幅に低下し、高Tc相が主成分であることが確かめられた。

### 溶接電極の形状で溶融プールの対流を抑制

当研究所は、ティグ溶接におけるマランゴニ対流を効果的に抑制する方法を考案した。マランゴニ対流とは、表面張力の小さいところから大きいところに向かって溶融金属が動く現象である。

ステンレス鋼などでは、硫黄や酸素の含有量の多いものは高温ほど表面張力が大きいので、溶融プールの表面では周辺から高温の中央部に向かって対流が起り、プールは狭く深くなる。ところが純度が良いものでは逆に高温ほど表面張力が小さいので、プール表面の対流は中央か

ら周辺に向うようになる。その結果、溶接に不向きな広くて浅いプールになる。

そこで、当研究所では電極先端の形状を現在用いられている円錐形から楔形に変え、楔の刃の全面からアークを発生させるようにした。その結果、プール表面における温度勾配が非常に小さくなって表面張力の差によるマランゴニ対流も弱くなり、品質の良いステンレス鋼でも比較的狭くて深いプールができるようになった。この方法が薄板の溶接に有効なことは、ティグ溶接に及ぼす不純物の影響に関するVAMASのラウンドロビンテストでも確認された。

### 超電導に関する米国調査団、 筑波支所を訪問

「日本における超電導」の実情を調べるための米国の小委員会のメンバーが、去る6月6日に当研究所筑波支所を訪問した。この小委員会は、JTEC（日本における技術を評価する委員会）の一環として位置づけられるもので、その実務はNSF（米国科学財団）とISTA（国際科学技術協会）が引受けている。

今回来日したのは、小委員長で黒鉛の層間化合物の研究で世界的に知られているマサチューセッツ工科大学のM.S.Dresselhaus教授、V<sub>3</sub>Si

の発見者のウエスチングハウス名誉研究員のJ.K.Hulm博士、重い電子系の研究者として有名なカリフォルニア大学サンジェゴ校のM.B.Maple教授、ロスアラモス国立研究所先端材料センターのR.K.Quinn所長、それにNSFのP.J.Herer氏の5名で、この構成からみても我が国における超電導研究に対する関心の深さが伺える。

彼らは当研究所におけるニオブ3アルミニウム極細多芯線やビスマス系高温酸化物超電導体薄膜の製造プロセスの研究に特に大きな興味を示し、当研究所の高い研究ポテンシャルを調査団に印象付けることができた。

### 9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）
国際電気化学会 (京都：京都国際会議場)	9.17～9.22	1. 環流水銀及び流動ナトリウム中の高温材料の腐食 2. 粉末冶金法によるニッケル基超合金の高温腐食	鈴木 正(力学)ほか 富塚 功(設計)ほか 佐々木泰造(物性)ほか
世界半導体材料科学技術会議 (横浜：関内ホール)	9.17～9.22	1. ZnSeのLi不純物原子の不安定性と移動	藤井哲雄(損傷)ほか
国際不働態会議 (札幌：グリーンホテル)	9.24～9.28	1. 沸騰硝酸溶液中のバルブメタルの不働態に及ぼす酸化剤の影響	春日井孝昌(組織)ほか 福島貞夫(組織)ほか 大橋 修(組織)ほか
溶接学会 (つくば：筑波大)	9.26～9.28	1. 35Ni-20Cr系合金肉盛溶接金属の再熱割れ防止 2. Fe系及びCo系非晶質箔のスポット溶接 3. モリブデン及びNi基耐熱合金の単結晶材料の拡散接合 4. 電子ビームによる母材の熔融過程とスパイクの形成機構 —電子ビーム溶接現象に関する研究(第6報)— 5. 電子ビーム溶接時の熔融過程に及ぼす供試材並びに溶接パラメータの影響 —電子ビーム溶接現象に関する研究(第7報)— 6. レーザ表面処理によるオーステナイト系ステンレス鋼溶接部の対硝酸耐食性の改善(1) 7. プラズマ溶射による傾斜組成皮膜の形成 8. 最大応力基準試験による溶接継手の疲労寿命評価 —横突合わせ継手の板厚効果の検討— 9. ランダム荷重における溶接継手の海水中疲労き裂伝ば特性	塚本 進(組織)ほか 塚本 進(組織)ほか 入江宏定(組織)ほか 福島 孟(組織)ほか 太田昭彦(環境)ほか 太田昭彦(環境)ほか
応用物理学会 (福岡：福岡工大)	9.27～9.30	1. MBEによるPbS/PbCdSrS多重量子井戸型レーザの作製	小口信行(表面)ほか

学・協会名	開催期間	発 表 題 目	発表者(所属)
応用物理学会 (福岡：福岡工大)	9.27～9.30	2. InSb基板上への組成勾配層を含むAlInSb/ GdInSbDH 構造のエピタキシャル成長	橋本伸哉(表面)ほか
		3. MBEによる PbS/PbCdSrS 多重量子井戸構造 の作製	知京豊裕(表面)ほか
		4. レーザ照射によるGaAs低温MBE成長	清沢昭雄(表面)ほか
		5. 分子線法によるPd-Te金属間化合物薄膜の合成 ・エピタキシャル成長	矢田雅規(表面)ほか
		6. 金属プレカーサの方向凝固による金属-高Tc酸 化物複合超伝導体の試作	戸叶一正(第1)ほか
		7. Bi系ドクターブレードテープによる積層型超電 導コイルの試作	戸叶一正(第1)ほか
		8. Tl系, Bi 系酸化物超伝導体単結晶の磁気特性	熊倉浩明(第1)ほか
		日本金属学会 (札幌：北海道大)	9.29～10.1
2. 9Cr-2Mo鋼のナトリウム中の腐食挙動に及ぼ す窒素の影響	武藤 功(力学)ほか		
3. 機械的合金酸化物分散強化フェライト系鋼の液 体ナトリウム中の挙動に及ぼす窒素及び酸素の 影響	鈴木 正(力学)ほか		
4. Li <sub>2</sub> O-B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 系固体電解質によるSO <sub>x</sub> セ ンサー	笠原 章(反応)ほか		
5. Bi-系超伝導酸化物薄膜の断面の透過電子顕微 鏡観察	池田省三(表面)ほか		
6. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> コーティング層の剥離に対する分散Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> とPの影響	池田雄二(表面)ほか		
7. Arイオン注入による金属間化合物NiAl表面の 色調変化	斎藤一男(表面)ほか		
8. Mo単結晶材料の拡散接合	大橋 修(組織)ほか		
9. ファンダメンタル・パラメータ法によるニッケ ル基耐熱合金の蛍光X線分析	伊藤真二(計測)ほか		
10. 実用組成をもつp型(Bi, Sb) <sub>2</sub> Te <sub>3</sub> 焼結体の熱電 特性	磯田幸宏(計測)ほか		
11. インパルス加熱抽出法による微量酸素定量にお けるブランク値低減化の検討	吉岡孝之(計測)ほか		
12. マルテンサイト変態のバリエーション選択に及ぼ す試料形状の影響	古林英一(計測)		
13. TiAl金属間化合物の軸ひずみ制御疲労特性	下平益夫(損傷)ほか		
14. Bi-系酸化物テープの組織と超伝導特性	熊倉浩明(第1)ほか		
15. Ti-6Al-4V合金の極低温疲労における微小き裂 の発生	梅澤 修(第1)ほか		
16. 第3元素を添加したTiAl基合金の高温酸化挙動	笠原和男(第3)ほか		
17. 恒温鍛造したTiAl化合物の高温引張特性	信木 稔(第3)ほか		
18. TiAlにおける第3元素の固溶サイトの予測法	橋本建紀(第3)ほか		
19. イオンプレーティングによって作製したNi-TiC 複合皮膜のスクラッチ試験	石田 章(第3)ほか		

学・協会名	開催期間	発 表 題 目	発表者(所属)
日本鉄鋼協会 (札幌：北海道大)	9.29～10.1	<p>20. FT合成におけるFe-TiN系複合超微粒子の触媒作用</p> <p>1. 各種環境下のTi-6Al-4Vのフレット疲労特性</p> <p>2. 多元系Ti合金における<math>\alpha</math>-<math>\beta</math>相平衡に及ぼす酸素の影響</p> <p>3. 官能検査による光学顕微鏡組織の解析</p> <p>4. Ni基単結晶合金の組織及びクリープ破断特性に及ぼす合金組織の変動の影響</p> <p>5. 石炭低カロリーガス化発電用ガスタービン材料の評価</p> <p>6. SiC ウィスカ及び粒子分散複合材料の疲労特性</p> <p>7. SiC ウィスカ及び粒子分散複合材料の疲労き裂成長特性</p> <p>8. SOR X線CTによる複合材料の内部繊維観察条件の検討</p> <p>9. ボロン繊維特性評価</p> <p>10. 黒鉛炉原子吸光法によるニッケル基耐熱合金中の微量カドミウムの定量</p> <p>11. ばね鋼SUP9Aの疲労強度と介在物</p> <p>12. 疲労き裂の発生と伝ばに及ぼす酸化の効果</p> <p>13. 球状黒鉛鋳鉄の破壊靱性に及ぼす黒鉛分布の影響</p> <p>14. SUS321におけるクリープ破壊様式と微細組織</p> <p>15. SUS321鋼のクリープ疲労相互作用とクリープ損傷様式との関連</p> <p>16. Udimet-500合金の長時間クリープ破断特性と微細組織</p> <p>17. 高マンガン鋼の極低温における高サイクル疲労特性</p> <p>18. 純チタンの極低温における強度と靱性</p> <p>19. Bi系酸化物超電導テープの組織と特性</p> <p>20. Ni-26Cr-17W合金の1273Kにおける時効硬化挙動</p> <p>21. Fe-Ni-Mn-Cr系<math>\gamma'</math>強化型合金の電子ビーム溶接性(極低温用非磁性鉄基超合金の開発-IV)</p> <p>22. 電子ビーム溶接したFe-Ni-Mn-Cr基合金薄板材の低温強度(極低温用非磁性鉄基超合金の開発-V)</p> <p>23. Ni-23Cr-18Wの低サイクル疲労特性に及ぼす時効の影響</p> <p>24. 圧力容器用鋼溶接継手の高温水中疲労き裂伝ば挙動に関する研究</p>	<p>大野 悟(第4)ほか</p> <p>丸山典夫(力学)ほか</p> <p>小野寺秀博(設計)ほか</p> <p>栗原 豊(設計)ほか</p> <p>山縣敏博(設計)ほか</p> <p>新井 隆(設計)ほか</p> <p>増田千利(計測)ほか</p> <p>増田千利(計測)ほか</p> <p>増田千利(計測)ほか</p> <p>田中義久(計測)ほか</p> <p>井出邦和(計測)ほか</p> <p>金澤健二(環境)ほか</p> <p>金澤健二(環境)ほか</p> <p>中野恵司(環境)ほか</p> <p>田中秀雄(環境)ほか</p> <p>久保 清(環境)ほか</p> <p>横川賢二(環境)ほか</p> <p>由利哲美(第1)ほか</p> <p>長井 寿(第1)ほか</p> <p>熊倉浩明(第1)ほか</p> <p>平賀啓二郎(第2)ほか</p> <p>平賀啓二郎(第2)</p> <p>平賀啓二郎(第2)ほか</p> <p>中曽根祐司(第2)ほか</p> <p>永田徳雄(第5)ほか</p>

## 中村科学技術庁長官当研究所を視察

中村科学技術庁長官は平成元年7月3日、当研究所筑波支所を視察された。



新居所長（左から2人目）の説明を受ける中村科学技術庁長官（手前右から2人目）

## クリープ受託試験の現況

当研究所は、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）および「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年度に開始してから昭和63年度まで22年間を経過しましたが、ここでは63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、昭和63年度については、件数が59件（前年度よりの継続27件、新規32件）、試験片数407本、延試験時間が1,225,901時間で、試験片1本当りの平均試験時間は、クリープ試験が3,546時間、クリープ破断試験が2,162時間です。

受託試験受理状況

区	分		42～62年度	63年度	計
	受 理 件 数 (件)				
クリープ 試 験	300～600℃		1,131	112	1,243
	601～800℃		152	26	178
	801～1000℃		129	24	153
	小 計		1,412	162	1,574
クリープ 破断試験	受 理 件 数 (件)		408	13	421
	300～600℃		3,328	81	3,409
	601～800℃		1,195	19	1,214
	801～1000℃		722	27	749
小 計		5,245	127	5,372	
合 計	受 理 件 数 (件)		567	32	599
	試 験 片 数 (本)		6,657	289	6,946

### ◆短 信◆

#### ●人事異動

平成元年7月1日

採 用 庶務課長 **永田義孝**（日本原子力研究所建設部建設業務課長）

配 置 換 科学技術庁原子力局政策課立地地域対策室長 **酒見雄孝**（庶務課長）

通巻368号

平成元年8月発行

発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所

編集兼発行人

漆 原 英 二

〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12

印

株式会社 三 興 印 刷

TEL (03)719-2271, FAX (03)792-3337