

金材技研

科学技術庁
金属材料技術研究所

1992 No.10

ニュース

データベースASCAセミナー／アトム
プローブで原子配置の解析／ビスマス系
超電導体の構造／研究発表会講演要旨

材料データベース技術の交換、共有を促進

—— 1992年 ASCA セミナーの成果 ——

科学技術庁ではアジア・太平洋地域の科学技術連合(ASCA)に対する協力事業の一環として、各国で関心の高いテーマを選定し、研究者が一堂に会してそれぞれの国や地域における現状、問題点、将来の国際協力などを討議するための機会(ASCAセミナー)を提供している。

当研究所はこれまでに「金属の腐食防食」(1984年)および「溶接・鋳造・金属成形」(1990年)に関するセミナーにおいて事務局として中心的な役割を果たしてきており、本年2月には材料データベース技術を主題とするセミナーを主催した。

近年、国際的規模で材料に関するデータおよび知識の集積がコンピュータを用いて行われ、VAMAS(新材料の評価と標準に関する国際共同研究組織)やCODATA(国際学術連合科学技術データ委員会)などの活動によって、欧米先進国を中心に、

数百の材料データベースが構築、利用されている。しかし、日本を除くアジアの地域においては現在のところ、限られた関係者以外にこのような活動は及んでいない。それはデータベースの構築、利用技術に高い関心を持ちながらも相互の情報交換を行う適切な場がなかったためと言える。材料データベースは、研究開発のみならずCAD(コンピュータ支援設計)、CIM(コンピュータによる統合生産システム)などの技術基盤として重要性が今後一層高まることが必至であり、今回のテーマ設定は時宜を得たものであった。

このセミナーではASCA地域8カ国(オーストラリア、中国、インド、インドネシア、韓国、マレーシア、フィリピン、タイ)から11名の研究者、および英国からCODATAの材料データベース管理作業部会議長を招へいし、国内からは約30名の材料データベース関係者が参加した。セミナーの主催者を代表して当研究所新居所長が基調講演を行った後、各国内事情の報告、国際協力、事例研究など20件の発表および討議が行われた。その内容は報告書にまとめられている。

当研究所では、筑波移転後の東京地区における業務として国際材料情報専門センター構想を検討しており、それに対して、材料科学技術に関する知識の集積と流通という観点から各国の参加者より強い期待が寄せられた。



アトムプローブによる原子配置の解析

—— 日英共同研究プロジェクト ——

当研究所は、日英共同研究プロジェクト「新素材の原子配置設計制御」に参画し、日本側の代表研究者と金属材料グループリーダーを出しているほか、すでに数人の研究者を送り込むなど、プロジェクトの推進に大いに寄与している。

このプロジェクトの重要な研究テーマの一つは、ニッケル基超合金や金属間化合物系合金を原子レベルで設計する方法の開発である。合金組織の予測計算には統計熱力学的手法の一種、クラスター変分法（金材技研ニュース、1992年 No.5）、を用いており、すでにニッケル基超合金については任意の温度・応力下の多元系実用合金の平衡原子配置が計算できるようになった。この計算結果の妥当性を実験的に検証する手段として威力を発揮しているのが、日本側から提供されケンブリッジ大学で稼働しているアトムプローブである。これは、電界イオン顕微鏡と質量分析器を組合せた装置で、合金を構成する個々の原子の観察と同定が可能である。究極のミクロ分析装置とも言われ、現在、世界で約20台前後が稼働状態にある。

写真は当研究所で開発したニッケル基単結晶超合金TMS-63（ニッケル（Ni）-12.8at%アルミニウム（Al）-7.8クロム（Cr）-4.6モリブデン（Mo）-2.8タンタル（Ta））の原子配列像の観察例である。電解研磨により鋭く針状に成形した合金試料の先

端部の原子配列が蛍光板上に投影されている。星のように光る一つ一つが超合金の原子に対応し、 γ 相（fcc構造）と γ' 相（L12規則構造）の境界も観察される。このような原子配列像は、超高真空（ 10^{-9} Pa）のアトムプローブ内に極く微量のネオンガスを導入して試料と蛍光板との間に電場をかけることにより得られる。電場をさらに強くすると、先端部の原子がイオンとなって飛び出してくるので、それを質量分析器で同定できる。イオンを次々に飛び出させれば先端部の深さ方向の原子の配置と種類がわかる。図は先端部に γ' 相がある場合の分析結果を示している。分析は広さが10原子ほどの領域に絞って行った。 γ' 相の構造は、(1)Ni原子とAl原子から成る面と(2)Ni原子から成る面が交互に並んだものが基本であり、一部のNiやAlをMo, Ta, Crが置換している。針状試料の軸は図中の矢印が示すようにこれらの面（(001)面と呼ぶ）に垂直になっている。図の横軸と縦軸は検出されたNi原子およびAl原子の積算を表し、記号Mo, Ta, Crの記入位置はそれぞれの原子1個がそこで検出されたことを表わしている。この図から γ' 相中の種々の原子の割合や配置がわかる。また、この結果とクラスター変分法計算の結果を比較、検討することにより、計算結果の検証、計算法の改善、計算精度の向上などを図ることが可能となる。

上記の共同研究プロジェクトでは、同様の手法を他の金属間化合物系にも適用して合金の設計法の確立に資することを計画している。

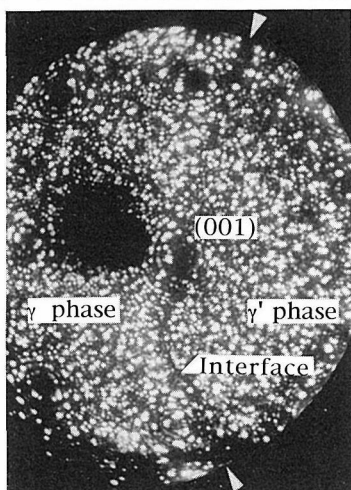


写真 ニッケル基超合金中の γ/γ' 相界面付近の原子像

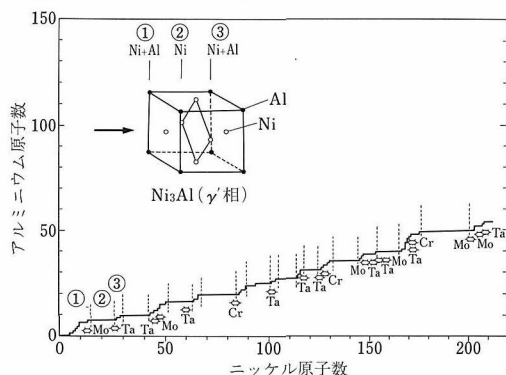


図 ニッケル基超合金中の γ' 相の(001)面に平行な単原子層ごとの分析

ビスマス系超電導体の構造解析

—— X線光電子回折法を適用 ——

X線光電子回折法(XPD)は物質の表面近傍の構造を原子レベルで調べる有力な手段である。この方法では、試料にX線を照射したときに放出された光電子の強度の方向分布を観測する。照射するX線のエネルギーを定めると光電子は、元素によって決まる一定の値のエネルギーをもつことから、放出した原子の種類を識別できる。また、物質中のある原子から放出された光電子には、その方向によって、近傍の原子に強く散乱されるものや弱く散乱されるものがあり、これらさまざまな経路を経た光電子が互いに干渉を起こす。その結果として、近傍の原子配置に関する情報を含んだ干渉パターン(XPDパターン)が得られる。数百eV以上の高エネルギーの光電子を測定の対象とするXPDの特徴は、低エネルギーの場合と異なって、前方散乱が強調される、すなわち、光電子を放出した原子から見て原子が一列に並んでいる方向に光電子がより多く観測される。これをサーチライト効果、あるいは、FF(forward focusing)効果と呼ぶ。

XPDの適用例として、ここではビスマス系酸化物超電導体 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$ のへき開面の観察を紹介しよう。この物質は複雑な層状化合物で、Bi(ビスマス)とO(酸素)から成る原子層をもつこと、特殊な変調構造をもつことなどが知られている。図1はCu2p-XPD、すなわち、Cu(銅)の2p軌道から放出された光電子のXPDパターンを2次元表示

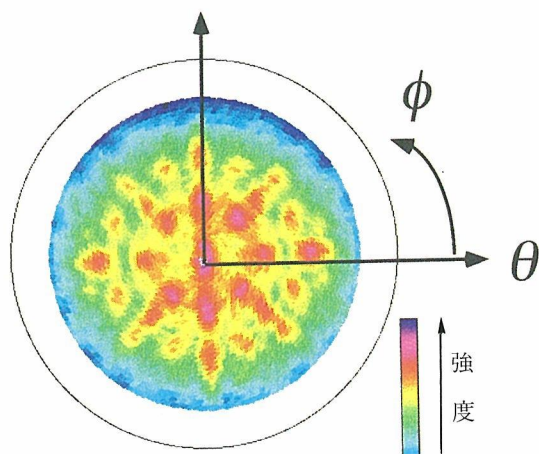


図1 Cu2p-XPDパターン

したものである。ここに θ , ϕ は光電子の放出角で、試料のへき開面との関係を図2に示した。赤い部分がFF効果によるスポットで、これらはCuとBi、あるいはCuとSr(ストロンチウム)を結ぶ方向に対応している。これらのスポットの配置がほぼ4回対称であるのは、試料が結晶学的に正方晶に近いためである。しかしスポットの強度を詳しく調べると2回対称であり、これは変調構造を反映している。この2回対称性は図3のCa(カルシウム)2p-XPDにおいて一層顕著である。このようにCu2pとCa2pとでFF効果のスポットの配置が著しく異なっており、XPDが局所的な構造に極めて敏感であることを証明している。

さらに、これらの図とシミュレーション計算の結果との比較から、へき開は2枚のBi-O層の間で起きること、Caは他の金属原子とかなりの割合で相互置換していることなどがわかった。現在は、真空中のへき開面で生じると思われる酸素欠損や表面付近の変調構造について解析している。このようにXPDは、X線回折法など他の手段と異なる特

長をもち、局所的な構造解析に重要な情報を与えてくれる。なお、この実験はスイスのフリブル大学と共同で同大学の装置を用いて行われた。

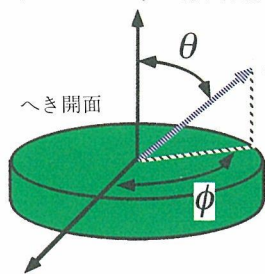


図2 試料面と光電子の飛び出す方向の関係

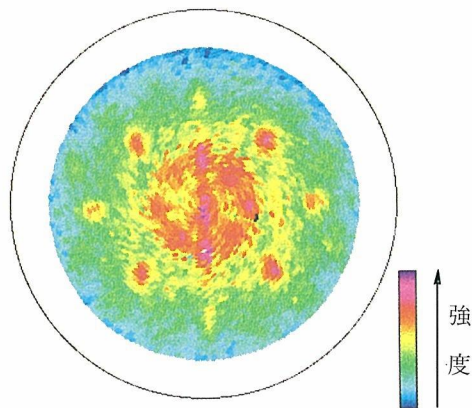


図3 Ca2p-XPDパターン

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いたします。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、無料、事前登録不要）

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
JR山手線：恵比寿駅下車徒歩15分
東急バス（渋谷⇄大井町⑪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

雰囲気圧力が 10^{-10} Pa以下という極高真空場は、材料表面に吸着する気体分子が実質的には存在しないとみなされる超清浄環境であるため、この極限場では孤立原子を思い通りに取り扱うことが可能となる。

当研究所は、これまで極高真空空間を発生させるため、極高真空システムを構成する構造材料に要求される低ガス吸着性、低潤滑性および低水素透過性などの改善に関する研究、さらに、極高真空空間を実際に利用するために必要な磁気浮上搬送機構および機器接続装置などのシステムの開発を行ってきた。

ここでは、極高真空場ステーション実現へ向けての現在までの材料開発および、構成要素技術開発の成果と現況、さらに、この極限場を利用する原子スケール表面断層電子状態の観察手法の開発や表面原子配列制御技術の確立などの研究構想を含めた将来の展望について述べる。

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

物質・材料の研究は原子・分子を直接操作する段階に達しつつある。しかし、ミクロ物性を制御するためには、原子の集団を操作することによる原子構造変化と同時に電子状態の変化を解明

する必要がある。当研究所では電子顕微鏡技術を応用してこれらを行うためのシステムの開発・製作を行っている。

本講演では、イオン照射インターフェイスを備えた1 MV多機能分析型電子顕微鏡とマイクロリソグラフィやカソードルミネッセンスシステムを備えた200kV分光型電子顕微鏡の設置とその利用について述べる。

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2SG主任研究官 門 脇 和 男

現在計画が進行している極限場研究センターの強磁界ステーションで、超強磁場を用いた研究テーマのいくつかについて具体的に紹介する。特に、高温超電導体の超電導特性及び磁束状態の研究は、2次元系では強磁場下で誘発される超電導ゆらぎの効果で超電導転移温度が消失することから、2次元系でのコストリッツサウレス転移に関連した大変重要な問題を提起しており、強磁場下での電子状態及び磁束状態の詳細な研究が待たれている。また、f電子を含む系における重い電子系の発現機構の解明、2次元電子系における量子効果の一つの現れである正常量子ホール効果、異常量子ホール効果、半導体、金属における量子サイズ効果等にも触れる。

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

本マグネットシステムは、空間的に均一で、時間的にも安定した磁場を発生でき、主に核磁気共鳴や量子振動の測定を目的とするものである。現在、ほぼ完成しており、世界有数の性能を有することが確かめられている。

当研究所では本システムを利用し、主として酸化物超電導体、ヘビーフェルミオン物質、有機超電導体などのいわゆる強い電子相関を有する系の物性、電子構造の研究を進めており、ド・ハースーファン・アルフェン効果、MMRなどで本システムの威力を発揮した成果が得られている。本講演ではこれらの成果を中心にして、本システムを利用した研究の現況と展望について報告する。

5. 国際的な極限場材料研究の促進

筑波支所長 岡 田 雅 年

当研究所では上述したように、極限場下での材料の基礎研究を一つの重点領域として進めていく計画である。極限場として強磁場、精密励起場、極高真空場を選び、材料の特異な物性と量子効果の関係を探っていく。

このような研究は、内外にまれな高性能、高精度の施設を備えて行われるので、国際的に研究者を迎え共同研究を進めるセンター（仮称：国際極限場研究センター）の構想をもっている。本講演では、センターの施設、研究内容について概要を述べる。

＜問い合わせ先：企画課普及係、TEL 03(3719)2271代＞

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）
日本機械学会第70期全国大会（長野：信州大学）	9.30～10.1	1. 高温疲労き裂伝ばにおける酸化物粒子の影響 2. 溶接構造用アルミニウム合金 7 No1-T 5 の疲労特性 3. S T M技術による微小硬さ測定 4. き裂材の高温クリープ変形速度特性と評価パラメータ	竹内 悦男（環境）ほか 蛭川 寿（環境）ほか 長島 伸夫（環境）ほか 田淵 正明（環境）ほか
The 6th International Conference on Ferrite （東京：新高輪プリンスホテル）	9.29～10.2	1. Thermomagnetic Power Cycle using Magnetic Fluids.	中谷 功（機能）ほか
日本化学会 秋季年会 （新潟：新潟大学）	10.2～10.5	1. EXAFS実験のためのX線源，分光系，検出系の装置的検討	桜井 健次（計測）
日本金属学会（富山：富山大学）	10.6～10.8	1. Fe-Mn-Si-Cr-Ni形状記憶合金における逆変態挙動 2. 無時効Fe-Ni-Co-Ti形状記憶合金における相境界挙動と格子欠陥 3. L1 ₂ 型規則合金(Co, Fe) ₃ Vの環境脆化に与える合金組成の影響 4. 一方向凝固Ni ₃ Alの室温変形挙動 5. 陽極化成したSiのフォトルミネッセンスに及ぼす水素イオン注入の効果 6. Influence of Surface Ion Etching on Photoluminescence from Porous Silicon. 7. オーステナイト合金におけるパルスイオン照射による共鳴的クリープ変形 8. 超強力X線源を用いたラボラトリEXAFS測定装置の開発(Ⅲ) 9. N ₂ 雰囲気中で作製されたCu-Vメカニカルアロイング合金のEXAFS解析 10. NiTi合金のR相の構造像と電子線照射による構造変化 11. シンクロトロン放射光を用いたX線C Tによる金属基複合材料の応力負荷中における内部損傷のその場観察 12. Ti-rich TiAlの $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態に及ぼす冷却速度の影響 13. Ti-Al-Nb 3元金属間化合物の組織と相安定性(Ⅱ) —B2 $\rightarrow \omega'$ 変態に及ぼす温度・冷却速度の影響— 14. Ti-rich TiAlの $\alpha \rightarrow \gamma$ Massive変態組織 15. AESによるFe/Tiクラッド材料接合界面解析 16. BNコーティングしたステンレス鋼隔膜の水素透過特性 17. Al ₂ O ₃ およびAl ₂ O ₃ -Si ₃ N ₄ 微粉末のスリップキャストと焼結挙動 18. Siを添加したTi-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr合金の機械的性質 19. セラミックスの静疲労に及ぼす粒界ガラス相および破壊靱性の影響 20. けい酸塩ガラスの局所荷重によるき裂の発生と進展	梶原 節夫（機能）ほか 菊池武丕児（機能）ほか 西村 睦（機能）ほか 平野 敏幸（反応）ほか 古屋 一夫（計測）ほか Kuprin Alexander P. （計測）ほか 岸本 直樹（計測）ほか 桜井 健次（計測） 桜井 健次（計測）ほか 小川 一行（計測）ほか 田中 義久（損傷）ほか 竹山 雅夫（第3）ほか 竹山 雅夫（第3）ほか 熊谷 達夫（第3）ほか 藤田 大介（第4）ほか 板倉 明子（第4）ほか 目 義雄（第4）ほか 森藤 文雄（力学）ほか 崔 乾（力学）ほか 高倉 英樹（力学）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	21. 擬似液体中のTi-6Al-4V合金のフレット疲労強度 22. フレット疲労に及ぼす接触面圧と相対すべり振幅の影響 23. 腐食環境下の疲労き裂発生過程 24. SiC粒子強化Al合金の疲労およびフレット疲労特性 25. 高温超電導体線材化の材料学的問題点と将来展望 26. ステンレス鋼改質表面における真空中潤滑特性 27. 急冷凝固法で作った10%鉛・アルミニウム合金の透過電顕法による研究 28. 酸化物超電導電流リード用線材の開発 29. Bi ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O _y /Ag テープの開発 30. 高強度・高導電性Cu-Ag合金板材の開発 31. YAGレーザー照射による酸化物超電導材料の製造 32. 炭素-硼素-チタン系複合セラミックス材料の耐熱衝撃特性に及ぼす組成比の影響 33. ヘリウム注入した9Crマルテンサイト鋼の照射後引張特性 34. CVI法による炭素繊維/SiC複合材製造性に及ぼす原料ガスの効果 35. 紫外レーザーCVDによるグラファイト基板上のSiC膜の生成	角田 方衛（力学）ほか 中澤 興三（力学）ほか 浜野 隆一（力学） 丸山 典夫（力学）ほか 戸叶 一正（表面） 土佐 正弘（表面）ほか 池田 省三（表面）ほか 熊倉 浩明（第1）ほか 北口 仁（第1）ほか 坂井 義和（第1）ほか 湯山 道也（第1）ほか 藤塚 正和（第2）ほか 山本 徳和（第2）ほか 荒木 弘（第2）ほか 鈴木 裕（第2）ほか
日本鉄鋼協会（富山：富山大学）	10.6～10.8	1. 12Cr鋼の修正θ法に基づくクリープ特性評価	九島 秀昭（環境）ほか
精密工学会シンポジウム（九州：九州大学）	10.13～10.15	1. ミクロ組織の異なる鋼の切削における仕上面表層域の挙動	山本 重男（組織）
腐食防食討論会（名古屋：名古屋大学）	10.20～10.22	1. 1100℃におけるTiAlと市販窒素ガスとの反応 2. TiAl金属間化合物の組織と酸化挙動の関係	岡本三永子（機能）ほか 笠原 和男（第3）ほか
日本原子力学会（名古屋：名古屋大学）	10.20～10.23	1. イオン照射下での黒鉛の時間変化ラマンスペクトルの温度効果	北島 正弘（第2）ほか
低温工学会（盛岡：岩手大学）	10.21～10.23	1. Bi ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O ₈ テープの電子線照射効果 2. Bi ₂ 212超電導体厚膜のBi蒸気中処理-熱処理条件と組織	熊倉 浩明（第1）ほか 北口 仁（第1）ほか
真空中に関する連合講演会（大阪：大阪科学技術センター）	10.28～10.30	1. ステンレス鋼隔膜の水素透過特性に及ぼすBNコーティングの効果とその膜圧依存性	板倉 明子（第4）ほか
低温工学・超電導学会（盛岡：岩手大学）	10.30～11.1	1. 酸化物超電導電流リードの要素開発(1) (Bi-2223/合金線材の作製と電流リードシステムの検討) 2. 酸化物超電導電流リードの要素開発(2) (Bi-2212による基板材料の検討) 3. 金属系構造材料の極低温疲労 4. 液体ヘリウム温度におけるシャルピー衝撃試験について	熊倉 浩明（第1）ほか 熊倉 浩明（第1）ほか 長井 寿（第1）ほか 緒形 俊夫（第1）ほか

11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）
粉体粉末冶金（京都：京都工業繊維大学）	11.10～11.12	1. Bi系超電導体厚膜の雰囲気処理と特性（Ⅱ） ー組織と磁気的特性ー	北口 仁（第1）ほか
Fifth International Symposium on Superconductivity（神戸：神戸国際会議場）	11.16～11.19	1. Phase Studies and Superconducting Properties of Ag-added Bi ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O _y /Ag Tapes.	熊倉 浩明（第1）ほか
日本材料学会疲労シンポジウム（京都：京大大会館）	11.17～11.18	1. 最大応力基準疲労試験法による溶接継手の強度評価	太田 昭彦（環境）ほか
Heat & Surface'92（京都：京都工芸繊維大学）	11.17～11.20	1. Grain Boundary Topology in Mechanically Alloyed MA 6000.	原田 広史（設計）ほか
学振第123委員会（東京：学工会館）	11.26～11.27	1. 酸化物分散強化合金の一方向再結晶研究における示差走査熱量計の応用	原田 広史（設計）ほか

◆特許速報◆

●登 録

発 明 の 名 称	登 録 日	登録番号	発 明 者 名
超音波探傷用試験片	4. 3. 13	1645993	木村勝美, 松本庄次郎
超微粒子捕集装置	4. 3. 13	1646000	宇田雅広, 大野 悟, 星 勉, 奥山秀男
Nb ₃ Sn超電導線材の製造法	4. 3. 13	1646009	太刀川恭治, 伊藤喜久男, 吉田勇二, 飯嶋安男
繊維分散型Nb ₃ Sn超電導線材の製造法	4. 3. 13	1646010	太刀川恭治, 伊藤喜久男, 吉田勇二, 飯嶋安男
溶融金属の噴霧微粉化装置	4. 5. 19	1660973	武田 徹, 皆川和己
熱間等方圧プレスによる拡散接合法	4. 5. 19	1660989	大橋 修, 海江田義也
イットリヤ粒子分散型γ'相析出強化ニッケル基耐熱合金	4. 6. 12	1669360	川崎要造, 楠 克之, 中沢静夫, 山崎道夫
磁性記録媒体膜の製造法 （日立金属㈱との共有特許権）	4. 6. 12	1671929	前田 弘, (他3名)
液中秤量装置	4. 7. 13	1677356	新谷紀雄, 岸本 哲, 貝瀬正次, 江頭 満, 田中秀雄
引上げ連続鋳造法とその装置	4. 7. 13	1677384	佐藤 彰, 大沢嘉昭, 荒金吾郎

◆短 信◆

●受 賞

平成3年度（社）日本材料学会技術賞

損傷機構研究部 西島 敏

環境性能研究部 田中 千秋

「科学技術庁金属材料技術研究所材料強度データシート作成活動」により平成4年5月22日、上記の賞を受けた。

●外国人研究員の受入れ

氏 名 Ms. Eden L. Enriquez

所 属 フィリピン 科学技術省工学技術開発研究所

テーマ 金属被覆研究

期 間 平成4年8月10日～平成4年12月11日

氏 名 Ms. Rosalinda G. Principe

所 属 フィリピン 科学技術省工学技術開発研究所

テーマ 金属被覆研究

期 間 平成4年8月10日～平成4年12月11日

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406号 平成4年10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