

# 金材技研

## 1986

科学技術庁

# NO. 5

# ニュース

金属材料技術研究所

## 軽イオン照射下クリープ試験装置完成！

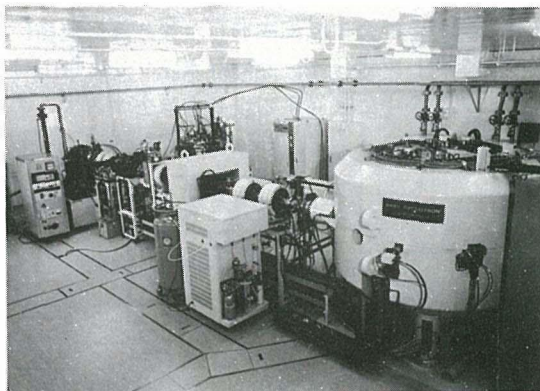
——新材料開発の強力な推進を目指して——

原子炉内では核反応に伴って高エネルギーの中性子が多量に発生し、構造材料に高速で衝突して、損傷を与える。特に核融合炉では中性子照射環境が厳しく、耐照射性にすぐれた新材料の開発が必要不可欠である。核融合炉では重水素と三重水素との核反応の結果、14MeVという非常に高いエネルギーの中性子が発生する。新しい核融合炉材料を開発する場合、同じ様な環境下で材料試験を行う必要があるが、現在のところこのような高いエネルギーの中性子を多量に発生できる装置はない。そこで、照射損傷の試験研究は専ら、シミュレーション照射による方法で行われている。そして照射環境下でのクリープ特性の把握は、原子炉の設計に不可欠なものである。

これらの事情を考慮に入れて当研究所では、中性子照射を良くシミュレーションできる軽イオン照射下クリープ試験装置を設置した。今後この装置を用いて新材料開発のための研究を進める方針である。

本装置はビーム加速部、ビームトランスポート部、ターゲット試験部から構成され、水素イオン、重水素イオン、Heイオンの照射ができる。ビーム加速部はサイクロトロンであって、加速エネルギーは水素イオン：17MeV および 4 MeV、重水素イオン：10MeV、He-3イオン：26MeV、He-4イオン：20MeVである。電流値は水素イオン、重水

素イオン：50 $\mu$ A、Heイオン：20 $\mu$ Aである。ビームトランスポート部にはクリープ試験片の平行部を均一に照射するためのビーム分布均一化電磁石、均一照射と同じ効果を得るためのビーム走査装置、ビームの形状を監視するためのプロファイルモニタを揃えている。ターゲット試験部は二種の荷重方式をとっており、ねじり式は歪の測定感度が高く、クリープ疲労重畳効果の試験を目的としている。単軸引張式では、大きい歪までの試験が可能でクリープ破断試験ができるほか、クリープ速度の応力依存性を求めるのが容易である。このように両装置はそれぞれの特徴を持っているので、実験目的に応じて使い分けていく予定である。



軽イオン照射下クリープ試験装置

# 粉末冶金チタン合金の高性能化

## —新製造法により疲れ強さの改善に成功—

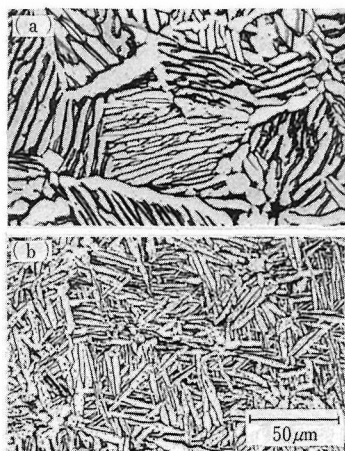


写真 素粉末混合法で製造したTi-6Al-4V合金の金属組織 (a)従来法, (b)新製造法

Ti合金は、比強度(強度/密度)が高張力鋼の約2倍と高く、しかも、耐熱性に優れているため、航空・宇宙機器用材料として理想的である。しかしながら、加工性に難点があり、これが用途拡大のできない要因の一つになっている。この欠点を解決するには、最初から、完成品に近い形状を与えるような加工法を用いるのが一番である。その意味から、近年、合金粉末法、素粉末混合法などの粉末冶金によるTi合金製造が注目を集めている。

素粉末混合法は、合金粉末法と異なり成分金属粉末をそのまま原料としているので、低コストでTi製品を作ることができる。図の上段は従来行ってきた素粉末混合法のプロセスを示したもので、各種金属粉を混合・圧縮成形した後、真空焼結により合金化し、最後に、熱間静水圧プレス(HIP)を行い、合金中に残存する空孔を除去する。この

方法では、真空焼結後に炉冷あるいは空冷を行うために、写真に示されているように、非常に粗い金属組織が形成される。このような金属組織では、き裂の発生が容易に起こり、そのため特に疲れ強さが、溶解法で製造したものと比較して大幅に低いという欠点をもっている。

当研究所では、金属組織を微細化することによる機械的特性の改善を目的として、従来法とは異なる新しい素粉末混合法を開発した。真空焼結までの工程は、従来法と同様であるが、新製造法では、図の下段に示すように焼結合金を高温 $\beta$ 単相域(bcc相)に保持した後、水中に焼入れ、最後にHIP処理する点が特徴となっている。高温単相域からの焼入れ処理によって、粗い金属組織は消去され、マルテンサイト単一相となる。この熱処理を溶解材に適用した場合、結晶粒は著しく粗大化するが、真空焼結材では、空孔が粒界移動を阻止するため結晶粒径は増大しない。その結果、焼入れによって形成されるマルテンサイト組織は、溶解材と比較して著しく微細となる。この微細なマルテンサイト組織を有する真空焼結材をHIP処理すると、組織は微細な2相組織へと変態する。このような組織制御により機械的性質は改善され、特に疲れ強さは溶解材と同水準にまで向上した。

本製法によれば、溶解法では偏析を生じ易いCr、Mn、FeおよびCoといった元素も均質に添加することが可能である。従って、これら元素を含むTi合金に対し、優れた微細化効果を有する本製法を適用すれば、更に優れた粉末Ti合金の開発につながることが期待される。

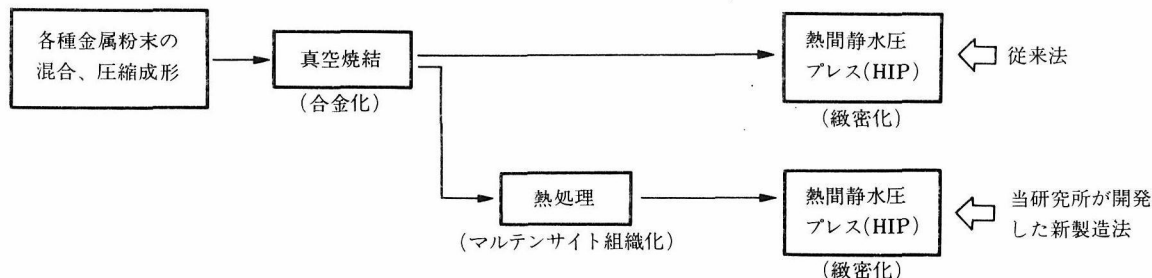


図 素粉末混合法によるチタン合金の製造方法

# 超微粒子の活性をおさえる

## ——大気中で安定な超微粒子の製造——

普通の鉄を約 $0.1\mu\text{m}$ 以下の超微粒子と呼ばれるような微粉末にすると、大気中で自然発火し燃焼する。金や白金のように極めて酸化し難い金属をのぞき、一般の金属の超微粒子に共通して起こる現象である。これは超微粒子化により、比表面積(表面積/質量)が極めて大となることなどにより、活性が著しく増大し、室温でも酸化反応が起こるためである。この性質を利用したものとして最近、鉄の超微粒子を利用した火種のいらない懐炉が普及している。

金属を超微粒子化すると、このほか磁気特性、低温熱伝導性、光の吸収性、触媒効果などに、もとの金属からは予想もされない特異な性質を示すようになる。このように、金属の超微粒子はその種類により多種多様な性質を示し、工業的な応用が期待できるが、そのためには大気中で取扱える程度に表面の活性度を抑えることが必要である。

一般に金属超微粒子の活性をおさえ安定化する手段として、粒子表面に保護酸化被膜を形成させる方法が採用されている。しかし、このようにして形成された酸化被膜は一種の不純物であり、不適切な処理は金属超微粒子としての特性を著しく損う恐れがある。

当研究所では、超微粒子の特性を損なわない範囲での安定化処理法についての研究を、先に開発した“水素プラズマ—金属”反応法により作成した各種金属超微粒子について行っている。

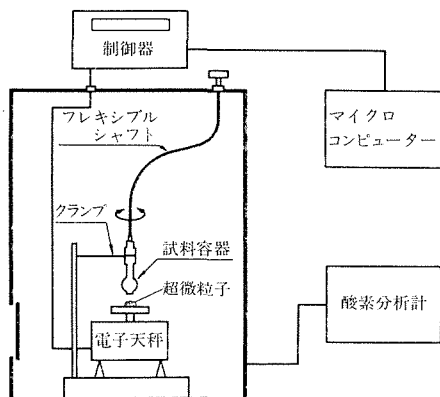


図1 超微粒子の酸化挙動観測装置

図1に、超微粒子の安定化処理過程を追跡するために試作した装置を示す。雰囲気ガス組成を調節できる気密室内にマイクロコンピュータで制御した電子天秤をセットし、その上に超微粒子を落下させ、酸化による重量変化を連続記録させるものである。

図2は、実験結果の一例で平均粒径 $100\text{nm}$ の鉄の超微粒子を室温で酸化させたときの質量変化を示したものである。わずか $0.005\%$ (酸素分圧 $4.9\text{Pa}$ )の酸素雰囲気でも急速に酸化が進行していることがわかる。そして時間の経過とともに次第に酸化速度が低下する。このような酸化挙動は鉄の超微粒子だけではなく、CrやNiの超微粒子においても観察されており、超微粒子特有の性質とも言える。

次に、得られたFe, Cr, Niなどの超微粒子から大気中で安全に取扱えるものを選び、それらの保護酸化被膜層の厚さを酸化増量と超微粒子の表面積から求めたところ、 $1\sim 2\text{nm}$ の範囲であった。これは酸化物の結晶格子としては $2\sim 4$ 層程度と極めて薄いものである。また、この値は金属の種類に無関係であった。このように超微粒子の安定化は極めてわずかな酸化で目的が達成される。現在、安定化処理と金属超微粒子の特性との関係を調べ、超微粒子としての特性を損なわない安定化処理法の研究を進めている。

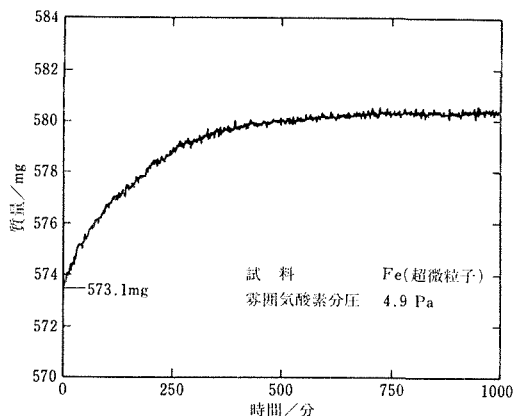


図2 鉄超微粒子の酸素分圧 $4.9\text{Pa}$ 雰囲気中での酸化挙動

## 熱サイクルで金属間化合物 が変形する

金属間化合物には温度によって相変態をおこし結晶構造が変るものがある。このような相変態現象をたくみに利用した材料として、NiTiで代表される形状記憶合金がある。NiTiは周期律表のⅧ族とⅣa族元素の組合せであり、同様な元素の組合せで得られる化合物の相変態には特異な現象が期待される。

当研究所では、これらに関する一連の調査を行っており、最近、Niを多く含む $\text{Co}_{50-x}\text{Ni}_x\text{Zr}_{50}$ 化合物を比較的ゆっくり加熱・冷却しても相変

態により、永久変形が生じることを見出した。室温から約950℃に加熱し再び室温に冷却するという熱サイクルを一回与えると、約0.3%の永久伸びあるいは収縮が得られる。伸びと収縮のいずれが得られるかは、この化合物の柱状晶の方向と関係している。加熱・冷却の熱サイクルを繰返すことによりこの変形は加算され、例えば、93回の繰返しで30%以上の永久変形が得られている。詳細については明らかでないが、高温での簡単な結晶構造が低温で複雑な構造に変態することに伴って、試験片内部に生ずる大きなひずみが主な原因と考えられる。

## 高磁界用 $(\text{Nb}, \text{Ti})_3\text{Sn}$ 超電導線材の新製造法

当研究所では、さきに、高磁界における超電導特性が著しく改善された $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 線材を作製する方法を開発した。(金材技研ニュース1985 No. 3)。

最近、さらに加工が容易でしかも高磁界特性の優れたTi添加 $\text{Nb}_3\text{Sn}$ 線材の、新しい製造法を開発することができた。

本方法では、まず、Nb粉末をプレス成形し、高温真空中で焼結したものをSn-Ti合金浴中に浸漬し、Nb焼結体内部にSn-Ti合金を浸透させ

る。次に、それをNb箔で包みさらに銅パイプ中に挿入して線材に加工した後、熱処理する。これらの処理により線材内部にフィラメント状の $(\text{Nb}, \text{Ti})_3\text{Sn}$ が生成し、優れた特性が得られる。

この製造法の特長は、線材に加工するさいに中間焼鈍が不要で、しかも15分以下という短時間の熱処理で $(\text{Nb}, \text{Ti})_3\text{Sn}$ が生成することである。また、Ti添加によってSn浴の表面張力が低下するため、Nb焼結体内部にSn合金が十分に浸透して充填率が高まり、高磁界特性も改善される。Sn-10原子%Ti合金浴を用いて作製したテープ状線材では、16テスラの磁界中で400A/mm<sup>2</sup>以上の臨界電流密度が得られている。

## 強磁性鋼の組織制御を利用した 高効率キャンド・モータの開発

キャンド・モータは固定子と回転子の間に金属板(キャン)を挿入して相互間を隔絶した特殊なモータである。このモータを用いた気体圧縮装置は、モータの回転子と圧縮機をキャンで覆い一体化できるため、圧縮される気体の漏洩がなく保守管理が不要なうえ、モータの固定子がこの気体にさらされないという利点をもっている。しかし、これまでキャン材料として非磁性鋼などを使用していたので、キャンド・モータの効率は一般のモータに比べて極めて低いとい

う欠点があった。

当研究所では、(株)前川製作所と共同で特定の集合組織(結晶の並び方)をもつ強磁性鋼が電気磁氣的性質の上からもキャンの構成材料として、極めて有利であることを見出し、これを用いて高効率キャンド・モータを開発した。このモータの効率は85%以上と一般のモータに近く、これを利用して37kW級の大型気体圧縮装置がこのほど完成し、新技術開発事業団より開発成功と認定された。

本装置の開発は、アンモニアによる冷凍機やヘリウム液化機、さらには原子力などの分野で大きな期待がよせられている。

# 金属材料技術研究所 創立30周年記念研究講演会

金属材料技術研究所は本年7月創立30周年を迎えることになりました。

これを記念して当研究所の研究活動の一端を御披露申し上げるとともに21世紀に向けての新しい材料技術開発を展望し、その開発方針につきまして下記プログラムにより研究講演会を開催いたします。また、この研究講演会と並行してパネルにより主な研究成果を紹介します。

関係各位の多数の御来聴を得たく御案内申し上げます。

(聴講無料。当日、御来場の方のため概要集を用意しております)

- 日 時 昭和61年7月10日(木) 10:00~16:30
- 場 所 農協ホール・国際会議室(東京都千代田区大手町1-8-3 農協ビル)
  - 交通案内: 地下鉄丸の内線 大手町駅下車 A1出口は農協ビルに直結  
地下鉄東西線・千代田線・都営三田線 大手町駅下車徒歩約5分  
国鉄 東京駅(丸の内北口)より徒歩約10分
  - 問合せ先: 管理部企画課 TEL 03-719-2271 (内線 278, 314)

## プ ロ グ ラ ム

10:00~12:05

9階ホール

(司会 科学研究官 金 尾 正 雄)

10:00~10:05 あ い さ つ 所 長 中 川 龍 一

(座長 管理部長 釈 厚)

10:05~10:25 「金材技研の研究の現状と将来展望」  
科学研究官 金 尾 正 雄

10:25~11:15 特別講演 「新素材の時代を迎えて」  
住友金属鉱山株式会社代表取締役社長 藤 森 正 路  
(元学振非鉄冶金第69委員会委員長)

11:15~11:25 ..... 休 憩 .....  
(座長 極低温機器材料研究グループ総合研究官 前 田 弘)

11:25~12:05 総合講演 「超電導材料の展望」  
筑波支所長 太刀川 恭 治

超電導材料はエネルギー、情報、医療、輸送、資源、基礎科学等広い分野の  
新技術に応用が図られている。実用超電導材料として、Nb-Ti合金、Nb<sub>3</sub>Sn及  
びV<sub>3</sub>Ga化合物が開発され、現在はさらに高性能のNb<sub>3</sub>Al、Nb<sub>3</sub>Ge、PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub>  
等の化合物の線材化と、交流使用に適した線材の開発が進められている。この  
ような、高性能超電導材料の開発には、新製造技術の開発と材料科学的な面か  
らの研究が重要な役割を果している。

12:05~13:30 ..... 昼 食 .....

(座長 機能材料研究部長 武 内 朋 之)

## 13:30~14:10 核融合炉材料

原子炉材料研究部長 岡 田 雅 年

核融合炉開発は大型トカマク時代に入り、D T 融合反応の臨界を目前にしている。実用炉への道を拓くためには、14MeV 中性子照射や高熱入力に耐える新素材、誘導放射能の低い材料などの研究が重要と目されている。当研究所ではサイクロトロンを用いた軽イオン照射実験、各種のプラズマ壁相互作用実験等により材料物性を確かめながら、新材料の研究を進めてきた。その内容を紹介すると共に、国内外の研究を鳥瞰しつつ当研究所の研究を展望する。

## 14:10~14:50 ハイブリッド材料

材料物性研究部長 吉 川 明 静

ハイブリッド材料とは異なる素材を原子・分子レベルで複合化したものである。組合せを選べば元の素材と異なる特異な性質を示すものが多く、新しい材料シーズとして大きな期待が寄せられている。当研究所では、データベースの構築と並行して、積層薄膜化や金属超微粒子と有機分子との複合化という2つの手段で、新しい材料機能をもつハイブリッド材料の探索を行っている。当研究での研究の現状とその将来を展望する。

## 14:50~15:10 ..... 休 憩 .....

(座長 強力材料研究部長 河 部 義 邦)

## 15:10~15:50 Ni基超耐熱合金と超塑性Ti合金の設計

エネルギー機器材料研究グループ総合研究官 山 崎 道 夫

ガスタービンやジェットエンジンに用いられている超耐熱合金の主流はNi基の合金であり、種々の加工プロセスに適した合金の開発や特性評価が世界各国で行われている。本講演では、当研究所が開発したNi基超耐熱合金の設計手法を応用して、単結晶合金、超塑性加工可能な合金、粒子分散強化合金を開発している経過について述べる。

また、同様な設計手法を超塑性加工可能な高温用Ti合金の開発に適用した結果も紹介する。

## 15:50~16:30 金属間化合物

金属加工研究部長 古 林 英 一

金属間化合物は、一般の合金にはない特異な性質をもつことから、未来の高機能材料を構成する有力な物質とみられ、当研究所でも研究実績がある。こうした結果の一部を紹介しながら、規則結晶構造や異種原子の組合せという化合物の構造上の特徴が、化合物の特異物性に如何に反映しているかを概観する。また化合物の実用化のあい路である合成や加工の技術も含め、今後の重要な研究開発の方向についても言及する。

(座長 腐食防食研究部長 佐々木 靖 男)

## 13:30～14:10 表面界面制御による新材料の開発

構造制御研究部長 新 居 和 嘉

高性能新材料を開発するためには、表面や界面の微視的構造を高精度に制御することが必要であり、そのための研究が当研究所においても活発に行われている。本報告では、(1)表面・界面の偏析・析出の熱力学とそれを利用した表面複合化材料の開発、(2)イオン注入による表面微視的構造制御とそれを利用した高性能材料の開発、(3)制御された薄膜構造をもった次世代光通信用半導体レーザの開発について、最近得られた成果と、その将来展望について触れる。

## 14:10～14:50 粉体技術と新材料開発

粉体技術研究部長 小 口 醇

粉体技術の発展には2つの流れがある。1つは切削や鋳造などの加工分野における代替技術としての発展であり、もう1つは超硬合金や含油軸受けのように粉体によってのみ作ることができる新材料の開発技術としての発展である。高純度粉、急冷凝固粉、超微粉などの特殊な粉体と、機械的合金化や熱間等方圧圧縮などの技術を駆使した新材料開発は今後の重要な課題である。本報告ではこれに関する研究の動向を概観する。

## 14:50～15:10 …………… 休 憩 ……………

(座長 疲れ試験部長 西 島 敏)

## 15:10～15:50 レアメタルの資源と新機能

製錬研究部長 吉 松 史 朗

レアメタル元素群は、次世代の新機能材料の発展の鍵を握るものとして重視されている。しかしながら資源的な面では多くの問題点を有し、また機能発現の宝庫と考えられているにも拘らず系統的な研究も緒についたばかりといえる。レアメタルの総合的な推進を計る当研究所の研究の簡単な紹介と特に新資源の開拓を目指したニオブ日中プロジェクト、シーズ発掘を目指したレアアースの新機能探索プロジェクトについて述べる。

## 15:50～16:30 材料の寿命予測技術

材料強さ研究部長 横 井 信

火力発電プラント、化学プラント、橋梁等に使用される構造用金属材料の寿命・余寿命予測技術の確立が、安全の確保と信頼性の向上という立場から強く望まれている。本報告では、寿命・余寿命予測に不可欠なクリープ、クリープ疲れ、腐食疲れの各損傷評価法、その基礎となるクリープ及び疲れの各データシートとデータの評価法、及びそれらのデータベース化など、当研究所における最近の研究成果及び動向について述べる。

## パネルによる研究紹介 (12:05~17:30)

記念研究講演会と並行してパネルにより主な研究成果を研究者が個別に紹介します。

内容は各講演を補足するほかに下記の研究成果も紹介します。

① 無重力を利用した材料の創製

② 複合材料、強力材料などの開発

③ 溶接、接合、凝固制御を組合せた成型などの加工技術

④ 腐食・防食を含めた材料の信頼性

また実物展示およびビデオ紹介も行います。

### 【注目発明の選定】

当研究所から下記発明が、科学技術庁第45回(昭和60年)の注目発明に選定された。

| 発 明 の 名 称             | 発 明 者          | 公 開 番 号       |
|-----------------------|----------------|---------------|
| モリブデン巨大粒または単結晶及びその製造法 | 藤井忠行・平岡 裕・渡辺亮治 | 特開昭 59-141498 |
| 高真空容器用材料              | 吉原一紘・新居和嘉      | 特開昭 60-36648  |
| 化合物超電導複合線材の製造法        | 和田 仁・海江田義也     | 特開昭 60-89530  |

### ◆短 信◆

#### ●受 賞

日本鉄鋼協会西山記念賞

クリープ試験部 田中千秋は「耐熱鋼の特殊なクリープ特性に関する研究」により昭和61年4月2日、賞を受けた。

日本鉄鋼協会俵論文賞

疲れ試験部 山口弘二、鈴木直之、井島 清、金澤健二は、「クリープ破断延性値を用いたクリープ疲れ寿命予測法」により、昭和61年4月2日、賞を受けた。

日本金属学会功績賞

粉体技術研究部 宇田雅広は「反応性熱プラズマによる金属及びセラミックスの超微粒子化」により、昭和61年4月2日、賞を受けた。

科学技術庁長官表彰(研究功績者)

粉体技術研究部 宇田雅広は「超微粒子の製造に関する研究」により、昭和61年4月14日、賞を受けた。

科学技術庁表彰(業績表彰)

下記の者は以下の業績に対し、昭和61年4月14日、業績表彰を受けた。

極低温機器材料研究グループ 前田 弘

高性能磁性材料の研究開発に従事し、高密度磁気記録に適した金属薄膜、並びに極低温環境を効率良く作る磁気冷凍材料の開発に成功し、電子工業の発展に貢献した。

腐食防食研究部 永田徳雄

高度な安全性が要求される軽水炉の圧力容器などの構造材料について腐食疲労の研究に従事し、新しい光学的評価技術を開発するとともに材料の健全性等に資するデータベースを確立し、原子力の安全性向上に貢献した。

クリープ試験部 江頭 満

従来の高精度密度測定装置を大きく改良し、二重構造の恒温槽、タングステン製の超細線の吊り線、秤量ケース制動装置等の採用などの工夫により、極めて高精度なものを開発し、高温用機器・装置の信頼性評価上で極めて大きな貢献をした。

#### ●海外出張

福澤 章 製錬研究部鉄製錬第3研究室長

第5回国際鉄鋼会議出席のため昭和61年4月5日から昭和61年4月13日までアメリカへ出張した。

岡田雅年 筑波支所原子炉材料研究部長

第2回核融合炉材料に関する国際会議出席及び核融合炉材料の機械的性質に関するワークショップ出席のため昭和61年4月12日から昭和61年4月21日までアメリカへ出張した。

古屋一夫 筑波支所原子炉材料研究部主任研究官

第2回核融合炉材料に関する国際会議出席のため昭和61年4月12日から昭和61年4月19日までアメリカへ出張した。

太刀川恭治 筑波支所長

超電導・極低温材料に関するサミット科学技術協力専門部会及び第11回国際低温工学会出席のため昭和61年4月20日から昭和61年5月2日まで西ドイツへ出張した。

#### ●人事異動

昭和61年3月31日

退職 小倉義弘(管理部長)

昭和61年4月1日

採用 管理部長 釈 厚

(動力炉・核燃料開発事業団)

通巻 第329号

編集兼発行人 加 藤 公 輝  
印 刷 株式会社 三 興 印 刷

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

〒153 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)