

金材技研

科学技術庁
金属材料技術研究所

1992 No. 1

ニュース

年頭挨拶／STMによる微小反応量測定／
加圧溶浸セラミックス

新年のごあいさつ

所長 新居和嘉

新年を迎えるに当たり、一言ごあいさつを申し上げます。

金属材料技術研究所は平成5年に筑波に移転することを予定しておりますが、昨年は移転後の新しい研究所の姿が次第に浮かび上がってきた1年でした。研究所の中心となる千現地区では研究本館をはじめ各種実験棟群の建設が進み、建物の骨格が姿を現わし始めました。40テスラ級ハイブリッドマグネットなど世界最高性能のマグネット群が設置され、「国際極限場研究センター(仮称)」となることを目指す第2地区に関しても建物の実施設計が策定されました。また今後10年を展望しつつ当面5年間の当研究所のあり方を示す第4次長期計画は、所内の論議さらに外部の専門家の方々のご検討をいただき、本年春頃の最終決定に向け大詰めを迎えております。

第4次長期計画では、第3次長期計画で図られた産業基盤の研究から材料科学技術の基盤研究への転換をさらに発展させ、「基礎科学に立脚した材料研究の推進」を掲げ、研究範囲も「金属材料技術」から「材料基礎科学」への拡大を図ろうとしています。また、国際共同研究の推進、国際極限場研究センターの建設、新材料評価データの国際ネットワークシステムの構築を内容とした「国際的に開かれた新研究所の創設」をもうひとつの柱としています。



このような方向は、科学技術会議の諸答申及び科学技術白書等で数年来指し示されているところです。しかし35年の歴史を有する金属材料技術研究所においてかかる転換と発展を図ることは、これまでに蓄えた研究ポテンシャルを財産としながらも、多大なる努力を要する事であるのは言を待ちません。かねてより、筑波への移転を単なる移転とせず、新しい理念に基づく新しい研究所の建設と捉え、その設計にも意を払ってまいりましたが、建設工事が最盛期を迎え、また第4次長期計画が策定されその実行が準備される今年は、筑波移転総仕上げの年として当研究所にとってこれまでもまして重要な1年となると考え、全所挙げて対処してまいる所存であります。

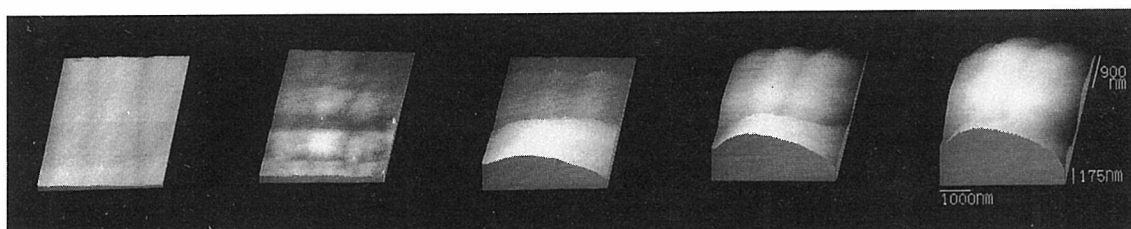
関係各位の相変わらぬご理解とご協力を、お願い申し上げます。

走査型トンネル顕微鏡を用いた微小反応量の測定

—— 純金上への銅の電解析出過程 ——

走査型トンネル顕微鏡(STM)は真空、気体、または液体の中で試料表面の形状を原子スケールで測定できる装置である。この装置の原理は、試料とそれに近接する探針との間に一定の偏位電圧をかけておき、両者間のトンネル電流が一定の値になるように探針を電氣的に駆動、変位させる。つまり試料表面と探針との間隙が一定になるよう制御する。探針で試料表面を走査しながら各点の変位量をコンピュータのメモリに取り込んでおき、ディスプレイ上に作図することによって表面の凹凸の様子を立体的に把握することができる。表面の形状が静的な場合のみならず経時的に変化する場合でも測定を繰り返して行うことによってそれを追跡するのは原理的に可能であるが、これまでにそのような目的で利用された例はあまりない。それはこの装置が開発されてから比較的年月が浅いためであり、今後STMは固体表面での物理化学的現象の推移を超微視的に研究する際の有力な測定手段として大いに活用されるようになることと期待される。このSTMの応用として当研究所では現在、溶液中での金属の電解析出(電析)過

程や腐食過程を微視的に調べている。ここでは電析過程の観察の例として、硫酸銅水溶液に硫酸を加えた電解液中における純金板上への銅の電析を挙げよう。実験はある一定の電解条件の下で行った。電解の初期では電析は金板上の散在した箇所ので極く局部的に起きており、その総面積は全体の数百分の一程度である。図にそのような電析が起きている場所を示したが、電解開始時(a)には平坦であった表面に時間の経過とともに電析が進んで行く様子、および、この十数平方ミクロンの小領域内でも電析が不均一に起きることがよくわかる。図(a)から(e)までの、この局所での2分間毎の最大および平均電析速度を求めると表の第2, 3欄のようになる。他方、金板に流れる電流を単純に金板の面積で割って見かけの平均電析速度を求めると第4欄に示す値になるが、これと第3欄の数値との大きな相違は電析が局部的に起きていることを表している。金板の代わりに銅板を用いての電析の実験も行った。この場合には電析は全面ではほぼ均一に起きており、また、純金との電気化学的性質の違いから銅板上の見かけの平均電析速



(a) 測定開始時 (b) 2分後 (c) 4分後 (d) 6分後 (e) 8分後

図 純金上への銅の電析過程のSTM観察

表 図(a)から(e)までの2分間毎の電析速度

画 像 差 分	最大電析 速 度 (nm/sec)	平均電析 速 度 (nm/sec)	見かけの 電析速度 (nm/sec)	純銅上の 電析速度 (nm/sec)
(b)－(a)	0.78	0.16	0.008	0.95
(c)－(b)	2.38	0.72	0.005	0.95
(d)－(c)	2.44	1.02	0.005	0.95
(e)－(d)	2.52	1.14	0.005	0.95

度は第5欄に示すような大きい値となっている。この値と第3欄の値とはほぼ等しいが、このことは、銅の電析が一旦起き始めた金板上の箇所においてはそれ以後の電析が銅板上の電析と同様に進行する、ということを示している。

以上の例に見るごとく、表面現象の研究にSTMは極めて有用であり、今後はこの装置を用いて主に種々の溶液中での金属腐食について研究を進めて行く予定である。

加圧溶浸によるセラミックス—金属の層状複合化

—— アルミナと鉛—スズ合金の複合実験 ——

近年、材料ニーズの多様化に伴い、材料の複合化が盛んに行われている。一般に複合材料は分散型、繊維型および積層型に大別されるが、ここに述べるのは多孔質のセラミックスに液相の金属を加圧溶浸させ、セラミックスの表面部に層状の溶浸複合組織を形成させるものであり、単純に異種材料を張り合わせた積層型とは形態を異にする。一方、加圧溶浸法は材料複合化の有力な手段として用いられ、一般には完全溶融状態の金属を溶浸させることを行っている。これに対して、本研究では新しい試みとして、溶融から半溶融に至るまで溶浸の温度領域を拡張して種々の基礎的な実験を行い、この溶浸法による層状複合化プロセスに関する基本的現象および問題点、ならびに半溶融温度域で溶浸させる利点などを探ることを主な目的とした。

多孔質体として焼結アルミナ、溶浸用金属として低融点のPb-Sn合金を用いることとした。

図1に加圧溶浸装置を示す。ここで実験の条件因子としてアルミナ多孔質体の相対密度 R （純アルミナの密度に対する多孔質体の密度の比）、加圧時間 t 、圧力 p 、合金の固相分率 ϕ 、温度 T を取り上げることとし、表に示すような範囲でそれぞれを変えて実験を行った。一般に多孔質体に存在する気孔のうちで表面に通じているものを開放気孔、通じていないも

のを閉塞気孔と呼んでいるが、開放気孔の存在が溶浸の前提である。それゆえ相対密度 R と開放気孔の関係を定量的に調べておく必要があり、測定によって $R=75-90\%$ ではほとんどの気孔が開放気孔であることなどを確認した。

さて、加圧溶浸させた試料については、その溶浸の深さ、溶浸量、および溶浸部のマクロ・ミクロ組織を調べて溶浸性を評価した。光学顕微鏡観察すると、溶浸部と未溶浸部の境界がかなりシャープであること、および溶浸部ではほぼ一様に溶浸していることがわかるが、このことはX線マイクロアナライザーによる定量分析でも確認された。しかし溶浸部には金属が充填されていない開放気孔が約50%認められ、溶浸方法の改善の余地を今後に残している。

次に溶浸量 w と加圧時間 t 、圧力 p 、温度 T の関係を述べると、まず、図2は t と w の関係を示しており、溶浸は数分以内で完了することがわかる。また、図3は p と w の関係を示しており、溶浸にはある値以上の圧力が必要であること、および、溶浸量 w を圧力 p で制御するにはそれに適した固相分率 ϕ を選ばばよいことがわかる。 w の加

圧温度 T 依存性について調べたが、これは比較的小さいものであった。本実験では半溶融状態の金属を用いて溶浸を行ったが、その利点として圧力の洩れが固相の存在のために著しく抑制されることを最後に強調しておく。

表 実験条件因子

条件因子	
相対密度 $R(\%)$	75~95
加圧時間 $t(\text{sec})$	30~180
圧力 $p(\text{kgf/cm}^2)$	60~200
固相分率 $\phi(\%)$	0~75
温度 $T(^{\circ}\text{C})$	210~270

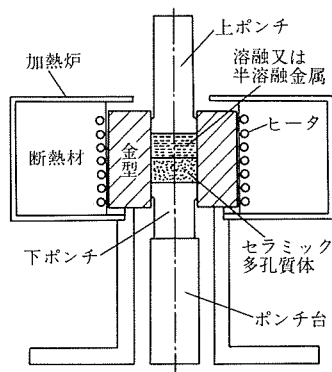


図1 加圧溶浸実験装置の略図

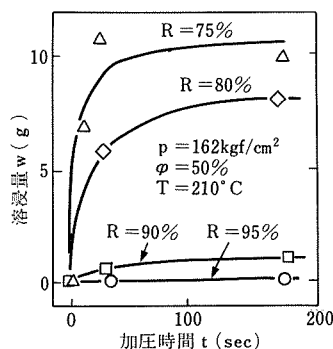


図2 溶浸量と加圧時間との関係

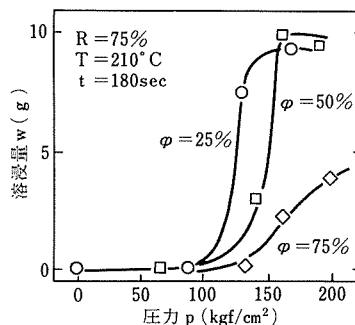


図3 溶浸量と圧力との関係

◆特許速報◆

●出 願

発 明 の 名 称	出 願 日	出願番号	発 明 者 名
誘導電磁器（実用新案）	3. 7. 26	03-066337	中谷 功, 土方正行（田淵電機㈱との共同出願）
化合物電導体の製造方法	3. 8. 26	03-236858	吉田勇二, 湯山道也, 井上 廉, 戸叶一正, 北原 繁, 前田 弘（㈱日本計器との共同出願）
高延性TiAl基金属間化合物の多結晶体	3. 8. 29	03-242306	竹山雅夫, 平野敏幸
Nb ₃ Al化合物の製造法	3. 8. 29	03-242369	竹内孝夫, 小菅道夫, 飯嶋安男, 木吉 司, 井上 廉

●登 録

発 明 の 名 称	登 録 日	登録番号	発 明 者 名
連続製鋼装置	63. 10. 14	1461345	（三菱重工業㈱及び新技術事業団との共同出願）
フラッシュ溶接におけるクランプ方法	2. 12. 27	1595220	田沼欣司（㈱電元社製作所との共同出願）
希土類ガーネット単結晶体及びその製造方法	3. 1. 23	1617133	前田 弘, 佐藤充典, 木村秀夫
SO _x センサー用固体電解質及びその製造法	3. 8. 15	1613275	中村博昭, 宮代 寛
Bi系酸化物超電導皮膜の製造方法	3. 8. 15	1613306	吉田勇二, 北原 繁, 井上 廉, 戸叶一正, 前田 弘
赤外線温度測定装置	3. 8. 15	1614676	岸本直樹, 白石春樹（ジャパン・センサー・コーポレーションとの共同出願）
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	3. 10. 9	1620587	川崎要造, 楠 克之, 中沢静夫, 山崎道夫
鋳型を使用しない引上げ連鋳法及びその装置	3. 10. 9	1620606	佐藤 彰, 大沢嘉昭, 荒金吾郎
Ni基単結晶耐熱合金の拡散接合法	3. 10. 9	1620625	大橋 修, 山縣敏博
混合超微粉の製造法	3. 10. 9	1620650	宇田雅広, 大野 悟
熱電対測温接点の自動溶接装置（実用新案）	3. 10. 11	1867504	伊藤 弘, 永井秀雄, 江頭 満

◆短 信◆

●外国人研究員の受入れ

氏 名 馬 敏雅

所 属 中華人民共和国 中国科学院金属研究所

テーマ 軽水炉材料の環境劣化に関する研究

期 間 平成3年11月3日～平成4年3月31日

氏 名 Choochat Nitipanyawong

所 属 タイ王国 モンクット王工科大学

テーマ 大気腐食研究（腐食測定分析）

期 間 平成3年11月5日～平成3年12月4日

●海外出張

氏 名	所 属	期 間	行 先	用 務
青木 愛子	第4研究グループ	3.10.4～3.10.13	スペイン	国際ワークショップ出席
田中 千秋	環境性能研究部	3.10.10～3.10.16	大韓民国	日韓科学技術協力に伴う調査
吉原 一紘	第4研究グループ	3.10.12～3.10.19	ハンガリー	VAMAS委員会出席及び国際会議出席
吉武 道子	表面界面制御研究部	3.10.12～3.10.19	ハンガリー	国際会議出席
佐藤 彰	組織制御研究部	3.10.17～3.10.21	大韓民国	国際シンポジウム出席二
田原 晃	環境性能研究部	3.11.4～3.12.7	タイ王国	日・アセアン科学技術協力に伴う派遣
中村 恵吉	表面界面制御研究部	3.11.10～3.11.25	アメリカ	日米超電導研究協力に伴う派遣
岡田 雅年	筑波支所長	3.11.16～3.11.24	アメリカ	第5回核融合炉材料国際会議出席
野田 哲二	第2研究グループ	3.11.16～3.11.24	アメリカ	第5回核融合炉材料国際会議出席
北島 正弘	第2研究グループ	3.11.16～3.12.1	アメリカ	第5回核融合炉材料国際会議出席
八木 晃一	環境性能研究部	3.11.18～3.11.25	イギリス・ドイツ	VAMAS作業部会出席
大塚 秀幸	機能特性研究部	3.11.19～4.11.18	アメリカ	宇宙開発関係在外研究員として留学
熊倉 浩明	第1研究グループ	3.11.21～3.12.8	アメリカ	日米超電導研究協力に伴う専門家として派遣

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397号 平成4年1月発行
 編集兼発行人 真 鍋 烈
 印 刷 所 株式会社 三 興 印 刷
 東京都新宿区西早稲田2-1-18