# 小特集

# マルチスケールの視点からの 各種脆性改善手法とその最新研究 ~脆性材料・タングステンに靭性を付与するために~

Multi-Scale Approaches for Improvement of a Brittle Feature of the Refractory Material Tungsten

# 1. はじめに

能 登 裕 之 NOTO Hiroyuki 自然科学研究機構 核融合科学研究所 (原稿受付:2019年10月2日)

金属材料と聞いてまずイメージするのは、その「展延性」 であろう.展性は圧縮を加えた場合の変形,延性は引張を 加えた場合の変形を指す.しかしながら、金属材料の中に は、その延性に乏しく、まるでセラミック材料のような脆 い挙動を示すものもある. その代表的な金属が、タングス テン(W)である.Wは近年,核融合分野において,ダイ バータプラズマ対向材料の候補材として注目されている [1]. そもそもタングステンは元来,金属結合を有する れっきとした金属である. それがなぜ脆性を示すのか、そ れは「粒界」が脆弱なためである.この粒界とは「結晶粒 界:Grain boundary」の略であり、結晶化した金属同士の 境目となる部位を指す.この粒界が極端に弱い場合,結晶 粒内が金属結合を有し弾塑性能に優れた状態であったとし ても,全体として延性に乏しいかのような性質を示す場合 がある.本小特集では、この「タングステンの延性化技術」 に焦点を当てた.特に,いくつか存在する延性化技術の強 化メカニズムを「長さ」という観点で分類しまとめた. 図1には、本小特集でとりあげる強化Wとその強化機構の 領域を示す。具体的に、この長さ(スケール)とは延性化 のために強化する部位の大きさを意味している.

例えば,第2章では,最も小さいスケールであり,ナノ レベルオーダーの領域における延性化機構の一つを紹介す る.ここでは,転位(原子サイズの欠損)の動きを制御す ることにより結晶粒の脆化を抑制する手法を解説する.

一方で,第3章では,ナノレベルよりもやや大きな視点 における結晶粒サイズ (マイクロレベルオーダー)の延性 化を紹介する.これは脆化の要因である結晶粒界にW母相

National Institute for Fusion Science, Toki, GIFU 509-5292, Japan

と強く結びつく炭化チタン (TiC) を配置することにより, W 母相一 (粒界) 一W 母相のつなぎ手とし,金属全体を延 性化する手法である.

第4章では、さらに大きなスケールにおける延性化とし て、いわゆる複合材料について紹介する.これは脆性材料 と延性材料を組み合わせることにより、材料全体として延 性が発現する「擬延性」を持った材料であり、その製作技 術について紹介する.

本小特集では、今後、核融合炉開発において重要な位置 づけになると予想される技術を取り上げ、将来的なダイ バータコンポーネントの高性能化へ向けた取り組みを解説 する.

参考文献

[1] T Hirai et al., Phys. Scr. T159, 014006 (2014).

原子・ナノ粒子レベルの靭性化	結晶粒径レベルの靭性化	構造材料レベルの籾性化
ナノ領域	ミクロ領域	マクロ領域
nm(10 <sup>-9</sup> m)	μm(10 <sup>-6</sup> m)	mm(10 <sup>-3</sup> m)
第2章 K doped W-Re	<u>第3章</u> <u>粒界強化W-1.1wt%TiC</u>	<u>第4章</u> <u>鋼タングステン合金</u>
	液 散化 下に で 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、	
レートレンジャント Kナノバブ →転位運動 加工による集合組織	ル (弱)	w Cu
合金元素と微細分散、加工が靭性化 及ぼす影響	に TiC粒子を用いた脆化粒界 (W/W)における籾性化	Wと延性材料(Cu)の 複合化による籾性化
図1 本小特集における (靭性化) 手法の概	53種類(第2章~第 t念図.	34章)の脆性改善

author's e-mail: noto.hiroyuki@nifs.ac.jp

# 小特集マルチスケールの視点からの各種脆性改善手法とその最新研究 2. 合金化と微細組織制御によるタングステンの脆性改善

### 2. Improvement of Brittleness of Tungsten by Alloying and Microstructure Controlling

長 谷 川 晃 HASEGAWA Akira 東北大学 (原稿受付: 2019年12月23日)

核融合炉のダイバータ機器用の素材としてタングステン材料を使用するために,工業的規模での製造に最も 広く使われている粉末焼結と熱機械的処理,さらに合金元素添加を組み合わせた微細組織制御の手法とその高温 での組織安定性の挙動の概略をまとめ,さらにタングステンの機械特性改善に向けた最近の取り組みを紹介す る.

#### Keywords:

powder-metallurgically processed tungsten, microstructure control, grain structure, mechanical properties, Re effects

タングステン(W) そのものは工業材料として100年以上 の歴史があり、融点が金属材料中最高の約3400℃であるこ とから, 高温環境下での使用のために多くの工夫がされて きている.一方で数百℃以下での脆性的挙動の改善のため に、合金元素添加や組織改良が多く試みられてきている [1,2]. その脆性改善手法を対象となる材料内組織や主な 機構の寸法をパラメータとして、図1に示す.体心立方構 造をもつWやモリブデン (Mo),鉄 (Fe) などの金属では, 一般的に高温では延性的に変形するが、ある温度以下で脆 性的に破壊するという延性脆性遷移という挙動を示す. そ の機構は金属材料の塑性変形の基本機構である転位、特に らせん転位の易動度の温度依存性によって説明されている [3]. このらせん転位が低温でも小さな応力で動くならば、 低温での延性の改善につながる. その主な手法の一つが, 固溶元素を添加することである.多くの金属において、母 相に固溶する元素の添加は、その添加元素周辺の応力場と 転位の応力場の相互関係から、転位のすべり運動を阻害す ることから固溶による硬化(降伏応力の増加)の挙動を示 すのが一般的である.しかし、レニウム (Re) などの一部 の元素は、添加量が低い場合には固溶軟化を引き起こすこ とが知られており,特に W や Mo などへの Re の少量添加 による固溶軟化とそれによる低温での延性改善は「Re 効 果|として良く知られている[4]. 図2はWの硬さのRe 添加量と,硬さの試験温度依存性を示したものである.W において固溶軟化を示す Reの添加量は試験温度に依存し, -77 K では Re の添加量が10% Re 前後まで増えるに従って 固溶軟化を示す.この固溶軟化を示す Re 濃度は試験温度 が上がるほど低下し、730Kでは固溶軟化は見られなくな り, 固溶硬化のみを示すようになる. したがって, Re は低 温では軟化を示すものの,高温では硬化を示すといった, 温度によって挙動が異なる二面性を持つ.一方,Reは稀少 金属であり,高価であることから,工業的に固溶軟化によ るWの低温での延性改善のためにReと同じような延性改 善機能をもつ添加元素の探索が長く行われてきているが, イリジウム (Ir) やロジウム (Rh) など,Reと同様に高価 な元素で同じような効果が報告されているものの,安価な 元素でのWの固溶軟化元素はこれまでのところ報告され ていない[1,5].

またWの脆性的挙動のもう一つの原因として,結晶粒界 の結合強度が弱いことも挙げられる[1,2].前述の固溶軟 化による延性改善は、一つの結晶粒内における転位の動き 始める降伏応力と、粒内の母相(マトリックス)の原子結 合が決める破壊応力の大小関係で説明されるが、それは結 晶粒界のない、単結晶で単純化された場合に成り立つので あって,実際の材料では多くの結晶粒を含む多結晶体を考 えなければならない. Wの場合,多結晶体における結晶粒 が接するところの結晶粒界の強度が十分ではないために, 結晶粒が粗大で粒界の性状が平滑な再結晶材では、低温に おいて結晶粒そのものの破壊応力よりも低い応力で粒界が 剥離することから、粒界割れによる脆化も問題となる.た だし、高温領域、純Wであれば500℃以上では、再結晶材 も塑性変形をおこし十分大きな伸びを示す延性的な挙動を 示すので、機械的特性で問題となるのは、低温における再 結晶脆化と言える. 合金化, 特に固溶元素による W の粒界 強度の増加による延性改善については、これまでも多くの 研究が成されているが、はっきりした効果のあるものはま だ報告されていない.

合金化に次いでWの低温脆性を改善する方法として,熱

Tohoku University, Sendai, MIYAGI 980-8579, Japan

author's e-mail: akira.hasegawa@qse.tohoku.ac.jp



図1 Wの機械特性の改善機構の理解に必要な微細組織と変形機構に関わる空間的寸法との関係の概略.



 図 2 Wの硬さに及ぼす Re の効果、(a) Re 効果の試験温度と Re 濃度依存性、(b) 硬さに及ぼす Re 効果の機構の概念図、文 献[4]の図面をトレースして書き直し.

機械的処理による組織の微細化が知られている[2,6].熱 機械的処理とは、加工と熱処理の組み合わせにより微細組 織を制御することを意味する.Wは融点が約3400℃と非常

に高いために、大量の素材を溶融により製造するのは費用 がかさむ.一方,Wは化学的処理によって鉱石から抽出さ れることから、抽出物である粉末の素材を圧力を加えなが ら2000℃前後で焼き固める粉末焼結法で素材が得られてき た[7]. これらを特定の機器用の部材として使用するため に、この焼結材を圧延や線引きといった塑性加工により成 型し、使用してきた.この塑性加工の段階で、焼結時の粉 末の大きさや形状(等軸粒形状)が押しつぶされ引き伸ば されて、多量の転位が導入されるとともに、結晶粒の大き さが小さくなり、その粒の形状も特定の方向に伸びたり、 押しつぶされるなどで小さくなる.これまでに,熱機械的 処理で結晶粒組織の微細化を図ることで延性脆性遷移温度 を室温近くまで下げられることが報告されている[8].こ のときの加工前の板材の厚さが加工後にどの程度にまで押 しつぶされたかによって、圧延率あるいは加工度が定義さ れる.この加工の際の温度によって、室温近傍であれば 「冷間加工」,融点の半分以上の温度(0.5 Tm: 1565℃,こ こで $T_m$ =3400+273=3673 K, 0.5 $T_m$ =1836 K) であれば 「熱間加工」, 0.5 T<sub>m</sub>以下の温度であれば, 「温間加工」と 言って区別している.熱間加工では大きな加工を加えるこ とができるので、焼結時中の気泡や欠陥をつぶしたりでき るが、加工中に加工組織が回復したり再結晶してしまうた め,加工温度によって結晶粒径や形状は変わってくる.ま た高温ほど大きな加工度が加えられるが、加熱の費用や、 加熱時の酸化などの対策を施すために加工費用が高くなっ てしまう.一方,冷間加工は組織を細かくするのにはよい が, 室温では W が相当硬いために, 厚板では大きな加工度 や板材の厚さ方向の均一な加工が困難であることから、箔 や薄板、細い線材やフィラメントのように厚さや直径など の寸法の小さいものに適用されている. 温間加工では温度 によって組織の微細化や加工度を調整できるため、ある程 度の厚さ(大きさ)のものの加工はこの温度領域で行われ ることが多い.また、低い温度での加工においては、加工 時のひずみが材料中に残るために、転位が動いて内部にた まった弾性ひずみを解消できる900℃前後での歪み取り焼 鈍(応力除去熱処理)を適宜施さないと、加工後の室温で の保管中に遅れ破壊などを起こすことがある.

図3は粉末焼結し,80%の圧延加工後に900℃,20分の応 力除去熱処理を施した板厚10mmのタングステン板材の 結晶粒組織の例を示す.(d)の金相観察で左右に引き伸ば された灰色の長さ100~200 µmの領域が一つの結晶粒に相 当する.この領域の内部には(b)にあるような直径 1~2 um程度の細かな領域(セル)が存在している.このセ ル同士は(a)にあるように網目状の絡み合った転位の壁で 区切られている.これは加工で導入された高密度の転位 が,応力除去熱処理によって再配置したものである.この ような境界を亜粒界といい、隣り合うセル同士の結晶方位 がそれほど異なっていないので、小傾角粒界とも呼ばれ る. (d)ではっきり見える境界はいわゆる粒界で、隣り合 う粒同士の結晶方位差が大きいので、大傾角粒界とも呼ば れる.この材料は室温で曲げ試験をすると,脆性的に破壊 する. (c)はその破面で、結晶粒界で破壊していると思わ れるが、その表面には(b)で見られた亜粒界に相当する凹 凸が観察されている.これより、大傾角粒界の粒界面上に は隣り合う結晶粒内の亜粒界に相当する組織が現れている ことがわかる.このような加工に伴う結晶粒および粒内の 組織は、温度が高くなって格子原子の拡散が活発になって くると変わっていく. その際の加工組織,特に転位組織の 消滅を「回復」と呼び,加工によって導入された結晶粒と は全く別の、内部に転位などの欠陥を含まない新たな結晶 粒が生成し、成長して加工組織とは全く別の結晶粒組織を 形成することを「再結晶」という[9]. Wや Moのように



図3 粉末焼結後に温間圧延と応力除去熱処理を施した純Wの微 細組織.TEM による微細組織観察結果:(a)一つのセルを 囲む低傾角粒界組織,(b)一つの結晶粒内に含まれる多く のセル,(c)室温で曲げ試験後の破面のSEM像,(d)化学 研磨後に観察された結晶粒組織の光学顕微鏡像(観察面は 板厚断面,水平方向が圧延方向,).

「積層欠陥エネルギー」の大きな金属では、転位の交差すべ りが起こりやすいことから,図3(a)に見られるような,絡 み合った転位が部分的に消滅し再構成された転位壁からな るセル組織が形成される.このとき、セルや大傾角粒界は 残るものの、その粒内の転位が消滅していることから、わ ずかな強度の低下が起こる.これを回復と呼んでいる.こ の過程は熱活性化過程であり、温度と保持時間をパラメー タとして予測することが可能である.一方,再結晶は回復 とは別のプロセスで、内部にセル壁や転位などの欠陥を含 まない、大傾角粒界に囲まれた新たな結晶粒が発生し、そ れが隣り合う結晶粒を蚕食して成長する.この際の結晶粒 の成長と粒界の移動に伴って、既存の結晶粒内のセル壁や 転位などの欠陥が消滅することから、転位のすべり運動の 抵抗がなくなり、マトリックスは大きく軟化する.この新 たな結晶の発生箇所は、既存の結晶粒組織内の弾性ひずみ の集中しているところ(粒内あるいは粒界)から起こると されている.特に弾性ひずみが多く導入さる加工度の高い 冷間加工材ほど再結晶核が発生しやすく、より低温(900~ 1000℃程度)から再結晶がはじまる.再結晶核が多く発生 すればするほど、成長した後の再結晶粒が多くなるので、 再結晶粒径が小さくなる傾向がある.したがって冷間加工 による結晶粒の微細化で低温における靭性を改善した場合 は再結晶が起こりやすくなるので、一時的でも高温にさら されると再結晶が起こり,低温領域での粒界脆化が促進さ れることに留意しなければならない.

合金元素添加と熱機械的プロセスを合わせて行うこと で、Wの機械特性を改善する方法として、カリウム(K) ドープ法がある.この手法は電球用のWフィラメントの長 寿命化,高輝度化をめざして100年以上前に開発され,実用 に供されてきた. この材料は粉末焼結でWを焼結する際 に, K の他に, ケイ素 (Si) とアルミニウム (Al) からなる 化合物を添加して焼結し、その後の圧延や線引きといった 熱機械的方法で大きな加工を加えて作製する.高温での焼 結時に K, Si, Al 等は蒸発し, ごく微量 (100 ppm 以下)の Kが残留する.このKがさらに高温で熱処理を受けること でW中で気化し、蒸発して気泡(空洞)を形成する.これ がその後の圧延や線引きで加工方向に引き伸ばされ、細く なったパイプ状の空洞がその後の加工で分断され、さらに 加熱されることで微細な(<1 µm)気泡(バブル)が粒界 あるいは粒内に列状に並んだ組織となる.この微細なバブ ルが、加工によって導入された転位およびセルなどの微細 組織を安定化するために、加工中においても結晶粒組織の 回復や再結晶が起こりにくく、微細な結晶粒組織となる. この手法ではバブルを潰し、引き伸ばすために焼結体の加 工度を高くする必要があるため、厚板材などにはあまり適 用されず、電球のフィラメントのような細線の製造に多用 されてきた. この材料は粒界に析出した気泡が千数百℃か ら2000℃付近の高温下での粒界移動を抑制することによっ て、白熱した電球のフィラメントのクリープ変形による垂 れ下がり(垂下:Sag)を抑制するノンサグタングステン として使われてきた. この材料では微細な結晶粒組織を安 定化できることから、低温領域での靭性改善も期待でき,

ダイバータ用のタイルへの適用も考えられている.

図4に, Re 添加, Kドープなどによる合金化・熱機械的 処理,および冷間加工により,Wの低温での靭性改善 (シャルピー試験による延性脆性遷移温度(DBTT)の低 下)と,高温での加工組織の回復による強度の低下と,再 結晶粒の発生と成長による粒径の大きさがどのように変わ るかの傾向を示す.Re添加による合金化の効果には, DBTTの低下に加えて,再結晶の抑制も報告されている [10]ことから,図3(a)に見られるセルの内部領域の固溶 軟化と,Reと転位の相互作用による亜粒界組織の安定化が 寄与しているのではないかと考えられるが,まだその詳細 は明らかにはなっていない.

これまでにも W の脆性的特性の改善については多くの 研究が成されてきた.我々は核融合炉のダイバータのタイ ルという機器部品を想定して,どのような素材を用いると 部品の大きさ(10~20 mm),全体の必要量(数+トン), 機械加工による表面研磨,部品数(数十万個)に,限られ た費用の中で対応できるのかを考え,粉末冶金法と熱機械 的加工によって得られる厚板が現実的な解となりうるので



図4 粉末焼結・温間圧延後に応力除去処理した純WおよびW-Re合金と、冷間加工した純Wの機械特性の温度依存性と再 結晶の挙動の概略図.(a)シャルピー衝撃試験による吸収 エネルギーの試験温度依存性,(b)引張強さの試験温度依 存性と結晶粒サイズの熱処理温度依存性(熱処理時間は1 時間を仮定).

はないかと考えた. そしてこれらの方法によるWおよびW 合金の延性改善のための研究を進め、ダイバータのタイル 材料においては、粉末冶金と熱機械処理による結晶粒の微 細化と層状組織の維持による低温靭性の改善の可能性をめ ざし非照射環境でのデータを取得し[10,11], さらに1 dpa 近い損傷量の中性子照射も行ってきた[12].特に微細な結 晶粒組織の維持による低温領域での靭性の維持には、熱機 械的手法で導入した微細粒と層状組織を如何に保てるかが 重要と考えている.中性子照射においても照射前に実現し た結晶粒内および結晶粒組織の維持が照射脆化の抑制に効 果のあることが見出されている[12].核融合炉でのW材 料の使用のためには,年単位の長期の加熱状態でも,微細 結晶粒状態を保って再結晶に移らない温度条件を見出すこ と、また短時間の加熱であっても再結晶を起こさない条件 を見出すことが必要と考えている、今後はさらに高いレベ ル(20~30 dpa)の中性子照射によって導入される格子欠 陥集合体による照射硬化と、それらが存在することで回復 や再結晶がどうなるのか、促進されるのか、抑制されるの かについて明らかにしていかなければならない. また実用 炉では弾き出し欠陥に加えて核変換により Re やヘリウム (He) が発生する. 最近では He が 20 appm 程度でも転位組 織の回復を抑制し、層状組織が維持されることも報告した [13].しかし、中性子照射の効果が、図1に示した個別の 材料因子にどのように影響するのか、その影響を定量的に 予測するにはまだ基本的な情報が不足しているのが現状で ある. 実際に開発した合金に対して, 非照射での材料挙動 とともに、中性子照射した材料による評価を続け、各微細 組織のサイズのレベルにおけるモデリングに必要な情報 と, それらの相互関係についての情報を積み上げていくこ とが必要である.

#### 参考文献

- [1] C. Ren et al., Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 75, 170 (2018).
- [2] B.G. Butler *et al.*, Int. J. Refract. Met. Hard Mater. **75**, 248 (2018).
- [3] D. Hull and D.J. Bacon, *Introduction to dislocations* 5th Edit. (Butterworth-Heinemann, 2011).
- [4] J.R. Stephens, W.R. Witzke, J. Less-Comm. Metal. 3, 325 (1971).
- [5] M. Rieth et al., J. Nucl. Mater. 432, 482 (2013).
- [6] Q. Wei *et al.*, Acta Mater. **54**, 77 (2006).
- [7] E. Lassner and W. Schubert, *Tungsten* (Kluwer Academic/Plenum Publisher, 1999).
- [8] J. Reiser *et al.*, Int. J. Refract. Met. Hard Mater. **54**, 351 (2016).
- [9] J. Humphreys *et al.*, *Recrystallization and related annealing phenomena* 3rd Edt. (Elsevier, 2017).
- [10] K. Tsuchida et al., Nucl. Mater. Energy 15, 158 (2018).
- [11] S. Nogami et al., Fusion Eng. Des. 152, 111445 (2020).
- [12] T. Miyazawa *et al.*, J. Nucle. Mater. **529**, 151910 (2020). https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.151910
- [13] A. Hasegawa *et al.*, Presented in PFMC-17 [to be published in Physica Scripta (2020)].

# ●●● 小特集 マルチスケールの視点からの各種脆性改善手法とその最新研究

# 3. 粒界強化ナノ組織 W-1.1%TiC 合金

#### 3. Grain Boundary Reinforced, Nanostructured W-1.1% TiC Alloy

栗下裕明

KURISHITA Hiroaki 高エネルギー加速器研究機構・物質構造科学研究所ミュオン科学研究系\*<sup>)</sup>

(原稿受付:2019年10月2日)

粒界強化ナノ組織 W-1.1%TiC 合金は,周期表VIA 族の高融点遷移金属(W, Mo) に特有な粒界脆性(低温 脆性,再結晶脆性)および W と Mo に顕著に現れる照射脆性を同時に改善し,高熱・高粒子負荷に晒される極限 環境での使用をめざして2008年秋に東北大学で開発された.本章では,まず,低温脆性,再結晶脆性および照射 脆性について平易に説明する.次に,これらの脆性を同時に改善するために開発された「粒界すべりに基づく組 織制御法」を示し,その方法を適用して得られた「粒界強化ナノ組織 W-1.1%TiC 合金」の主な特徴を紹介する. 最後に,き裂の生成・進展サイトとして働き,高密度に含まれる高エネルギーランダム粒界の強化機構について 述べる.

#### Keywords:

tungsten, titanium carbide, low-temperature brittleness, recrystallization brittleness, irradiation-induced brittleness, DBTT, grain boundary segregation and precipitation, mechanical alloying, GSMM

#### 3.1 はじめに

タングステン(W)は周期表のVIA族遷移金属に属 し,6個の価電子の中の6s電子2個が金属結合を担い,5d 電子4個が方向性をもつ強固な共有結合を担う.その結 果,Wは他の材料の追随できない多くの極めて優れた性質 を示す一方で,使用温度が低下すると急激に脆くなるとい う低温脆性を示す.

この低温脆性は,高温に加熱されて「再結晶」が起こる と顕著になり(再結晶脆性という),また,高エネルギー粒 子の照射を受けても顕著になる(照射脆性).照射脆性は, 金属の中でもWやモリブデン(Mo)に顕著に現れるが,程 度の差はあっても多くの金属に広くみられる性質であるの に対し,低温脆性・再結晶脆性はVIA族の高融点遷移金属 (W, Mo)に特有な性質で,それらの結晶粒界(以降,粒界 と略称)が本質的に高エネルギーで粒界破壊しやすいこと に起因する「粒界脆性」である[1].

材料の性質はいずれも原子間結合を反映したものである が、脆いという性質は、原子間結合だけでなく、原子配列 の乱れ等の構造(組織)によって大きな影響を受けるので 「構造敏感な性質」に分類される.構造に敏感であること は、組織を制御することによって脆さを改善可能であるこ とを示しており、ここに構造敏感な性質の特徴とWの脆性 改善の鍵がある.

実用に供されるW材料は,一般に膨大な数の結晶粒が集 まった多結晶体であるから,Wの脆性改善のための組織制 \*<sup>1</sup>現在の所属:素粒子原子核研究所ミューオングループ 御として,個々の結晶粒内の制御,粒界の制御,さらに異 種金属との積層複合化などが実施されている.今後の研究 によりWの脆性がさらに改善されて極限環境下における 超高温構造材料としての利用が可能になれば,Wの最先端 科学・技術への貢献は飛躍的に高まるものと期待される.

前章では、主に結晶粒内の制御による脆性改善の例が紹 介された.本章では、粒界の制御による例として粒界強化 ナノ組織 W-1.1%TiC 合金を取りあげる.この合金は、粒界 脆性(低温脆性,再結晶脆性)と照射脆性を同時に改善す るために2008年秋に東北大学金属材料研究所附属量子エネ ルギー材料科学国際研究センターで開発され、TFGR (Toughened, Fine Grained, Recrystallized) W-1.1TiC とよばれている[2-5].以下では、まず、低温脆性、再結晶 脆性、照射脆性について平易に説明する.次に、それらの 同時改善のために開発された組織制御法を示し、その方法 を適用して得られた TFGR W-1.1TiC の主な特徴と粒界強 化機構について述べる.

#### **3.2** 低温脆性,再結晶脆性,照射脆性 3.2.1 材料の延性と脆性

材料に外部から力を加えたとき,材料が最初に示す応答 を「弾性変形」という.弾性変形によるひずみ(弾性ひず み)は加えた応力に比例して増大するが(フックの法則) 極めて小さく,力を取り去るとゼロに戻る.さらに力が増 加して弾性変形のみでは力の緩和が困難になると,材料は

High Energy Accelerator Research Organization (KEK), Institute of Particle and Nuclear Studies, Tokai-mura, IBARAKI 319-1106, Japan

author's e-mail: hkurishi@post.j-parc.jp

「降伏」して「塑性変形」を示す. 塑性変形によるひずみ (塑性ひずみ)は弾性ひずみに比べて桁違いに大きく,力を 取り去ってもゼロに戻らないので永久ひずみともいう. さ らに力が増加し,弾性変形と塑性変形のいずれによっても 力を緩和できなくなると,き裂の発生・進展による「破壊」 という材料の終焉を迎える.

以上の力の負荷に対する材料応答の中で,材料が降伏し て塑性変形を示す性質を「延性」とよぶ.一方,材料がほ とんど塑性変形を示さずに破壊してしまう性質を「脆性」 とよぶ.したがって材料が延性あるいは脆性を示す条件は それぞれ次のように表わされる.

#### ·延性:破壊応力>降伏応力

・脆性:破壊応力≤降伏応力

ここで,降伏応力とは塑性変形の巨視的な開始応力を意味 し,通常 0.2% の塑性ひずみを生じさせるのに必要な負荷 応力 (0.2% 耐力)を用いる.塑性ひずみは,一般に転位 (線欠陥:線状の原子配列の乱れ)のすべり運動によって 生じ,すべり運動した転位の密度(単位体積当たりの転位 の全長)と各転位がすべった平均距離との積に比例する. 材料内には転位のすべりを妨げるいろいろな障害(格子抵 抗,他の転位,粒界,置換型・侵入型の不純物原子と固溶 原子,析出物,残留気孔など)が分布している.そのよう な障害から受ける抵抗に打ち勝って 0.2% の塑性ひずみを 生じるのに必要な密度の転位を必要な距離だけすべり運動 させるのに必要な応力が降伏応力である.

一方,破壊はき裂の発生と進展により生じるので,破壊 応力とは、き裂を発生させ、発生したき裂を結晶粒内ある いは粒界あるいはその両方を進展させて新たに2つの表面 を作るのに必要な応力である.き裂の発生には結晶粒内を すべり運動した転位の堆積(パイルアップ)による先頭転 位への応力集中が必要である.結晶粒内に堆積する転位の 数は結晶粒径が小さいほど減少するので,結晶粒を微細化 することによりき裂の発生が抑制されるが、一方で粒界は 転位のすべりに対する障害として働くので,結晶粒微細化 により降伏応力は増加する(ホールベッチの関係).

#### 3.2.2 低温脆性

低温脆性は温度が低下すると脆くなる性質であるから

- ・高温:破壊応力>降伏応力⇒延性領域
- ・低温:破壊応力≤降伏応力⇒脆性領域

と表現される.したがって,低温脆性は,降伏応力と破壊 応力を試験温度に対してプロットしたとき,降伏応力の温 度依存性が破壊応力の温度依存性よりも大きく,温度の低 下とともに降伏応力が破壊応力を凌駕するときに現れる (図1参照).降伏応力と破壊応力が一致する温度を無延性 遷移温度といい,延性脆性遷移温度 (DBTT: Ductile to Brittle Transition Temperature)の中で物理的に最も明快 な定義を与える.図から明らかなように,降伏応力が高く



 図1 低温脆性の説明図(模式図).降伏応力(σ<sub>y</sub>)と破壊応力 (σ<sub>f</sub>)のそれぞれの温度依存性を示す曲線の交点がDBTT (無延性遷移温度)を与える.

なるほど,破壊応力が低下するほどDBTTが上昇して脆性 温度領域が拡がるので,低温脆性はより顕著になる.

WとMoが低温脆性を示す理由は,原子間結合の共有結 合性を反映して粒界のエネルギーが高くなる結果,粒界で き裂が発生・進展しやすく破壊応力のレベルが低いこと, および転位のすべりに対するパイエルス抵抗<sup>1</sup>が大きく, 温度の低下とともに降伏応力が急激に上昇することにあ る.また,大きなパイエルス抵抗は発生したき裂の先端の 鈍化を抑制し,き裂進展を促進する.

#### 3.2.3 再結晶脆性

粒界き裂の発生・進展は、負荷応力に対する粒界配向を 制御することで抑制できる.強塑性加工(鍛造,圧延,押 し出し,線引き等)により粒界が強く配向されたWの薄い 板材や細い線材(粒界配向制御材)では、塑性加工で導入 される高密度の転位や粒界によって転位のすべりが妨げら れ降伏応力が上昇するが、その上昇よりもき裂の発生・進 展抑制による破壊応力の上昇の方が大きいため、DBTT が低下して室温付近でも延性を示す[6,7](図1の曲線①).

一方,純Wの粒界配向制御材を高温に加熱すると,加工 組織のもつ高い内部エネルギーが駆動力となり,Wの融点 (3693 K)のわずか4割程度(絶対温度スケールで)の低い 温度で再結晶が起こり,転位密度が低く等軸粒に成長した 結晶粒(再結晶粒)とランダムな方位をもつ高エネルギー の粒界(再結晶ランダム粒界)が形成される.再結晶粒内 では転位のすべりを妨げる他の転位の密度が低いので降伏 応力は低下するが,再結晶ランダム粒界でのき裂の発生・ 進展が促進されるため,再結晶による降伏応力の低下より も破壊応力の低下が大きい.その結果,再結晶が起こると DBTT は高温側に大きくシフトし,低温脆性がより顕著に なる(図1の曲線2).したがって,再結晶脆性を改善する には,再結晶ランダム粒界をき裂が発生・進展しにくい強 い粒界に変えて破壊応力を高めることが必要である.

1 パイエルス抵抗とは、結晶格子の周期的ポテンシャルの中を1本の転位が負荷されたせん断応力を緩和する方向に、バーガース・ベクトルbの単位距離をすべるときに受ける格子抵抗である。パイエルス抵抗は原子間距離程度の極めて狭い範囲に働く短範囲障害で、転位が乗り越えるのに必要なエネルギー(=障害からの抵抗力×距離)が小さいので、転位はパイエルス抵抗を熱活性化過程で乗り越えることができる。したがって、Wでは転位が絶対零度付近でパイエルス抵抗を乗り越えるのに必要な応力(パイエルス応力)は極めて高いが、温度の上昇とともに急激に低下する。

#### 3.2.4 照射脆性

金属結晶に高エネルギー粒子を照射すると原子の弾き出 しが起こり,原子空孔・格子間原子,転位ループ,ボイド 等の照射欠陥が高密度に形成される.照射欠陥は転位のす べりを妨げるため,蓄積する照射欠陥の密度が高いほど降 伏応力が上昇する(照射硬化).降伏応力の上昇はDBTT を高温側にシフトさせ,低温脆性をより顕著にする(図1 の曲線③).したがって,照射脆性改善のためには照射欠 陥の蓄積を抑制して降伏応力の上昇を防ぐことが必要であ る.

照射欠陥の蓄積抑制のためには,照射欠陥のシンクサイ ト(消減場所)として働く粒界や整合析出物/W母相の異 相界面を高密度に含むナノ組織が有効である.しかしなが ら,高密度の粒界と析出物の粒内分散は転位のすべりを妨 げ降伏応力を上昇させる.また,高エネルギー粒界はき裂 の生成・進展サイトとして働くため破壊応力を低下させ る.その結果,ナノ組織をもつW合金のDBTTは高温側に 大きくシフトする(図1の曲線④).

破壊はき裂の生成・進展サイトが一つでも存在すると起 こり得る極めて不均一な現象である.したがって,ナノ組 織W合金の低温脆性を改善するには,ナノ組織に含まれる 「全ての欠陥,とりわけ高エネルギー粒界」を強化して破壊 応力を高めることが必要である.

#### 3.3 粒界脆性と照射脆性の同時改善のための組 織制御

前節で述べたことから,粒界脆性(低温脆性,再結晶脆 性)と照射脆性を同時に改善するには,再結晶状態にあり, かつ照射欠陥の消滅場所(粒界や整合析出物/W母相の異 相界面)を高密度に含む「再結晶ナノ組織」を導入し,そ の組織に含まれる全ての高エネルギーランダム粒界を破壊 しにくい強い粒界に変えることが必要である.しかしなが ら,従来の脆さ改善のために広く用いられている組織制御 技術(塑性加工と熱処理の併用)では目的を達成できず, 新たな組織制御技術の開発が必要であった.

その新たな組織制御技術開発に本質的な役割を果たした のが、Wと同様に粒界脆性を示す Moを用いた2つの研究 である.いずれもかなり以前に行われた研究であるが、本 章の主題に密接に関わると思われるので以下に紹介する. なお、MoはWよりも融点が800Kも低いため(Moの融 点:2883K)、組織的にも化学的にも良く制御された試験 片の作製が容易である.

#### 3.3.1 方位 (構造) 制御された粒界を一つ含む Mo 双結晶 の粒界破壊に関する研究[8-13]

オージェ電子分光分析で粒界破面に不純物が全く検出さ れない高純度 Mo 双結晶は,原子配列の乱れの少ない小角 粒界や対応粒界<sup>2</sup>では 77 K の低温でも極めて高い粒界破壊 応力と延性(破断までの塑性ひずみ)を示すが,それ以外 の原子配列の乱れた粒界(ランダム粒界)では降伏応力よ りも低い応力で破壊が起こり,顕著な低温脆性を示す.

それに対し、粒界破壊応力が最も低い方位の粒界(方位 差角33度の $\langle 110 \rangle$ ねじれ粒界)に遷移金属炭化物の炭化チ タンが微細に析出した Mo-1%TiC 双結晶では、高純度 Mo 双結晶に比べて降伏応力が2倍近く増加するが、77 K での 粒界破壊応力は3倍も上昇して1.8 GPa に達し、その結果、 十分な延性を示す温度(曲げ試験片が破断せずに大きく塑 性変形(フルベンド)する温度)は低温側へ約70 K(268 K→197 K)もシフトした(図2).

これらの双結晶は高周波浮遊帯域溶融法により作製さ れ、加工組織を含まないので、再結晶状態と等価であると みなすことができる.したがって、この結果はWの再結晶 脆性改善のために炭化チタンの粒界析出による粒界破壊応 力の上昇が極めて有効であることを示唆している.

#### 3.3.2 ナノ組織をもつ Mo-1%TiC 合金の高速中性子照射 効果に関する研究[14-16]

Mo 合金の中で特に優れた破壊強度と低温延性を有する TZM (Mo-0.5Ti-0.1Zr-~0.04C) 合金は、わずか0.1 dpa (displacement per atom)の中性子照射によって衝撃3点 曲げ (変位速度:5 m/s) によるDBTTが210 K (250 K →460 K)も上昇し、顕著な照射脆性を示した[16].そこ で、Moの照射脆性改善のためにナノ組織をもつ Mo-1% TiC合金を作製して材料試験炉JMTRで0.1 dpaの中性子照



図2 最も割れやすい方位のランダム粒界(方位差角33度の 〈110〉ねじり粒界)をもつ Mo 双結晶の4点曲げ試験結果.
 (a)高純度 Mo 双結晶,(b) Mo-1% TiC 双結晶.図中の矢印 は降伏応力(比例限)に対応し,x印は粒界破壊したことを 示す.Mo-1% TiC では77 K で破断した試験片の粒界破面 も示す[8,12].

<sup>2</sup> 多くの粒界は原子配列の乱れた構造をもつランダム粒界である.それに対し,隣接する2つの結晶のそれぞれの原子配列の規則性を反映して、2つの結晶の境界(粒界)が何らかの規則構造をもつ場合がある.2つの結晶を重ね合わせて解析するために、一方の結晶を他方の結晶と格子点の一対が重なるように平行移動させると、他でも格子点の重なりが現れ、結局、格子点のある割合が「重なり格子点」となる特別の方位関係が存在する.この両側の重なった格子点を対応格子点、対応格子点のみで構成される3次元の格子を対応格子という.粒界面が対応格子点を密に含む方位をもつ粒界のことを対応粒界とよぶ.



図3 ナノ組織をもつMo-1%TiCの高速中性子照射による照射誘 起延性向上.中性子照射条件:573~773 K, ~0.1 dpa [16,24].

射を行い,223~347 K での衝撃3点曲げによる破断までの たわみ量(deflection),室温でのビッカース微小硬さ,お よび析出物の体積分率・サイズ・性状に及ぼす中性子照射 効果を調べた.

図3から明らかなように,照射によりビッカース微小硬 さのかなりの増加(照射硬化)が認められるにも拘わらず, 破断までのたわみ量は照射によって実に5倍近くも上昇 し,室温に近い323Kでは破断せずにフルベンドしている. また,照射により析出物の体積分率とサイズがかなり増加 するとともに,照射前は検出されなかった性状(組成)の 析出物(TiC以外の遷移金属炭化物)が新たに現れている.

図3に示された低温延性の顕著な向上は、通常観察され る照射脆化とは全く逆の現象であり、照射誘起延性向上 (RIDU: Radiation Induced DUctilization)とよぶ[15,16]. RIDUは、中性子照射により遷移金属炭化物の粒界析出が 促進・誘起されて全ての高エネルギーランダム粒界が強化 され、その粒界強化による破壊応力の上昇が照射による降 伏応力の上昇(照射硬化)を大きく上回ったために発現し たものと考えられる.これは、照射下という非平衡状態で の照射促進・誘起によるナノ組織の変化を利用したものと いえるが、き裂の生成・進展サイトを高密度に含むために 顕著な低温脆性を示すナノ組織に対し、その低温脆性を大 きく改善可能な組織が見出された意義は大きい.

#### 3.3.3 粒界すべりに基づく組織制御法(GSMM)とその ナノ組織 W-1.1%TiC 合金への適用

以上の Mo の結果を踏まえ, 放射化を伴う中性子照射と は異なる方法で, W の再結晶ナノ組織に含まれる全ての高 エネルギーランダム粒界に遷移金属炭化物を析出させて粒 界強化するための組織制御法を探求し, 高温での「粒界す べり」を活用する新しい方法を開発した. 但し, 粒界すべ りは転位のすべりとは異なり極めて不均一な変形であり, 粒界すべりに伴う粒界3重点でのき裂発生により逆に脆化 が促進されるので(高温脆化), 破断までの変形量が大き く粒界すべりを最も活用できる超塑性変形を利用する.



図4 (a) 粒界すべり(超塑性変形)の模式図[17],(b) 等軸超微 細結晶粒をもつ W-1.1TiC/Hの超塑性変形[3].1973 K で 380%伸びた後も破断していない.

超塑性変形は,等方的な微細結晶粒組織をもつ材料にみられる現象で,粒界すべりにより数100%の伸びが生じ,変 形後も等軸結晶粒を維持できる変形様式である.そのため,「転位のすべりによらない,長時間にわたっての粒界 すべりによる結晶粒の活発な相互移動・回転(図4(a) [17])を通して炭化チタン等の遷移金属炭化物の粒界析出 が促進され,かつ異方性の少ない等方的な再結晶組織を維 持する」ことが可能になる.この「高エネルギーランダム 粒界の強化を主な目的とした粒界すべりに基づく組織制御 法」をGSMM(Grain boundary Sliding-based Microstructural Modification)とよぶ[3-5].また,GSMMは,脆性改 善の基本である「破壊応力を高め,降伏応力を低下させる」 ために,粒界強化とともに残留気孔の排除による破壊応力 の上昇,および結晶粒径の制御(適度の粒成長)による降 伏応力の低下(降伏応力の最適化)を可能にする.

超塑性変形の発現と最大変形量は炭化チタンの濃度に強 く依存する.そこで、ナノ組織を持つW-(0~1.5)%TiC に対して種々の温度と初期ひずみ速度で高温引張試験を行 い、粒界すべりを最も活用可能なTiC濃度を決定した [2,3,5,18-20].図4(b)は最大伸びを示したW-1.1%TiC (W-1.1TiCと略称)の外観写真で、1973Kで380%伸びた後 も破断していない.

GSMM の効果の例を図5と6に示す.GSMM の効果を 高めるために,GSMM に供する超微細結晶粒(Ultra-Fine Grained) W-1.1TiCの作製では,まず,原料混合粉末に機械 的な高エネルギーを付与するメカニカルアロイング(MA)



 図5 再結晶ナノ組織をもつ W-1.1TiC の室温3点曲げ試験結果 に及ぼす GSMM の効果[2,3].変位速度:5×10<sup>-3</sup> mm/s. GSMMによって破壊応力はほぼ倍増し、室温延性が現れている.なお、W-1.1TiC/Arでは通常の196MPaで HIP 処理した焼結体にArのナノサイズバブルの微細分散が観察されたので、もっと高圧の980 MPaで HIP 処理した焼結体に対して GSMM 処理が施されている.

処理[21]を行うことにより,W 母相の結晶粒が極めて微細 で(結晶粒径:~20 nm)[22],W 母相中にチタン(Ti)と 炭素(C)が強制固溶されたW-Ti-C 固溶体粉末を作製する. 次に,この MA 処理された粉末を HIP 処理(温度~1623 K) すると、炭化チタンが結晶粒内と粒界に析出し,超微細結 晶粒(50~100 nm)をもち,理論密度に近い焼結体が得ら れる[23,24](以上の具体的な製造方法については,ごく最 近公表された解説記事[25,26]を参照されたい).

MA処理時に原料粉末と接するガス雰囲気(MA雰囲気) は、純化処理済みのアルゴン(Ar)あるいは水素(H)と した. 図5では、MA雰囲気の違いがHIP焼結体の特性に 影響を及ぼすため、W-1.1TiC/ArとW-1.1TiC/Hと区別し てGSMM前後の室温における3点曲げ試験<sup>3</sup>の結果を示し た[2,3,5]. 図から明らかなように、GSMMにより W-1.1TiC/ArとW-1.1TiC/Hの破壊応力はいずれもほぼ倍 増して降伏応力( $\sigma_y$ )をかなり凌駕する結果、破断する前 に室温で延性(塑性ひずみ)が現れている.とくに W-1.1TiC/Arでは破壊応力が4.4 GPaにも達し、また破面 には破壊の起点を示すリバーパターン(丸印)が認められ る. これらの結果はGSMMにより全ての再結晶ランダム粒 界が著しく強化されたことを示しているものと考えられ る. 透過電子顕微鏡による観察では残留気孔やArバブル は検出されなかった.

3 点曲げ試験で得られる破断までのたわみ量から求めた 塑性ひずみを種々の試験温度に対してプロットし,塑性ひ ずみをゼロに外挿して求めた DBTT (無延性遷移温度) は,GSMM によって約 600 K も低下し,かつ室温以下で あった[4,5]. この DBTT の顕著な低下は,粒界強化と残 留気孔除去による破壊応力の増加,および適度の粒成長 (超微細結晶粒→微細結晶粒)による降伏応力の低下によ るものと考えられる.

図6はW-1.1TiC/HについてGSMM前後のX線回折図形 を比較したものである[3,5].本合金に含まれる不純物元 素の酸素の濃度が160 ppmの場合,WとTiC以外の回折 ピークは観察されず,GSMMによってTiCのピークが増大 し,TiCの析出が促進されていることがわかる.一方,酸素 濃度が850 ppmと高い場合には,酸素濃度160ppmの場合



図 6 再結晶ナノ組織をもつ W-1, 1TiC/HのX線回折図形に及ぼ す GSMMの効果[3].不純物酸素濃度が高くなると、TiC の析出が抑制され、脆い W<sub>2</sub>C 相が析出する. に比較してTiCのピークが低下し、かわりにW<sub>2</sub>Cの明瞭な ピークが現れている.これは、酸素が優先的にTiと結びつ き、炭化チタンよりも生成自由エネルギーの低いチタン酸 化物として析出する結果、TiCとして析出できなかった炭 素は周囲のWと反応してW<sub>2</sub>Cとして析出したものと考え られる.W<sub>2</sub>Cは脆い相で、き裂の生成サイトになりやすい [27].また、酸素が粒界に固溶偏析・析出すると、微量で あっても粒界破壊応力を低下させる[1].したがって、W の脆性改善のためには不純物酸素濃度を無視できるレベル に抑えることが必要である.

#### 3.4 粒界強化ナノ組織 W-1.1TiC 合金の特徴

粒界強化ナノ組織W-1.1TiC合金(TFGRW-1.1TiC)についてこれまでに明らかにされた組織と機械的・熱的特性の主な特徴を以下に列挙する.

(1) 再結晶状態の等軸微細結晶粒組織を呈し、平均結晶
 粒径はW-1.1TiC/Ar(MA雰囲気:Ar)で約0.7 μm,
 W-1.1TiC/H(H<sub>2</sub>)で約1.5 μm である。W-1.1TiC/Arでは
 HIP 焼結体に含まれるナノサイズArバブルの粒界ピン止
 め効果によりGSMM処理時の結晶粒成長が抑制されたものと考えられる[2,3,5].

(2) W-1.1TiC/ArとW-1.1TiC/Hに含まれる粒界の方位
 分布は、いずれもランダムな分布を仮定した Mackenzie
 曲線にほぼ従う.低エネルギーの対応粒界は全体の20%程度にすぎず、それもほとんどが小角粒界である[3,5].

(3) 不純物酸素濃度が低い場合にX線回折で検出される 析出物は炭化チタンのみである.酸素濃度が高くなると, W母相に強制固溶されたTiとCが炭化チタンとして析出す る前にTiは酸素と反応してチタン酸化物を形成し,余剰に なったCはWと反応して脆弱相のW<sub>2</sub>Cとして析出する [3,5].

(4) 炭化チタンはW母相の結晶粒内および粒界に析出し、W-1.1TiC/Hにおける平均サイズ(直径)は結晶粒内で約90 nm、粒界で約160 nmである.粒界は優先的な析出サイトおよび高速拡散経路として働くため、粒界での析出が促進されたものと考えられる[3,5].

(5) 結晶粒内に存在する炭化チタン析出物とW母相と の間にはKurdjumov-Sachs(K-S)の関係,すなわち,

 $(111)_{\text{TiC}} // (110)_{\text{W}}, \ [1\overline{1}0]_{\text{TiC}} // [1\overline{1}1]_{\text{W}}$ 

が成り立つ[3,5,28].一方,粒界に存在する炭化チタン析 出物は隣接する2つの結晶粒の一方とK-Sの関係をもつ が,他方とはK-Sの関係をもたない.

(6) 主 な 不 純 物 は, Mo: 2~3%, O:160 ppm,
 N:10 ppm である[2,4]. Moは MA 処理に用いる TZM 製の
 容器・ボールからの混入による.

(7) 3 点曲げ試験により測定した DBTT (無延性遷移温度) は不純物酸素濃度の減少とともに低下する.
 W-1.1TiC/H では酸素濃度 160 ppm のとき DBTT≈ 240 K

<sup>3</sup> DBTT近傍における引張試験では、曲げモーメントの負荷がわずかであっても正しい破壊応力の値よりも低い値が測定される. それに対して3点曲げ試験は、引張試験のようにアラインメントに配慮する必要がなく、またひずみの検出感度が高く、試験温度を変えやすいという利点をもつ.



図 7 粒界強化ナノ組織 W-1.1TiC/HのDBTT(無延性遷移温度)に及ぼす不純物酸素・窒素濃度の効果[4].DBTT は酸素濃度の減少と共に低下し,酸素濃度が450 ppm 以下では 室温以下である.

であり,酸素濃度450 ppm以下であればDBTT は室温以下 である[4,5](図7参照).

(8) 不純物酸素濃度が160 ppmの場合に3点曲げ試験により測定された室温での降伏応力(比例限)と破壊応力は,
W-1.1TiC/Ar では3.2 GPa と 4.4 GPa, W-1.1TiC/H では2.5 GPa と 3.4 GPa である. その結果,いずれも室温で延性を示すが,W-1.1TiC/H では降伏後の加工硬化率がW-1.1TiC/Arよりも小さいため,室温延性が比較的明瞭に現れる[2,4,5](図5参照).

(9) W-1.1TiC/H では2123~2273 K での1時間の真空焼 鈍の後も3点曲げ試験による室温延性はわずかではあるが 維持される[29].

(10) W-1.1TiC/Hの熱伝導率は温度にほとんど依存せず
 ~90 W/m・K である.室温では純 W の 6 割程度であるが,
 純 W との差は温度の上昇とともに減少し約 1773 K でほぼ
 消失する[24,30].

(11) W-1.1TiC/H について行った ITER・エッジローカ ライズドモード(ELM)条件下の電子ビーム熱衝撃試験 (条件:t=1ms, P=1.1GW/m<sup>2</sup>( $\Delta$ T  $\approx$ 2273K), T<sub>base</sub>(基 板の温度)=373K, n=100)では、粒界に沿うき裂も塑性 変形による表面起伏も観察されない.さらに厳しい T<sub>base</sub>=RT(室温)の条件下でも同様である[3,30].

(12)純Wの再結晶温度以上の高温(~1973 K)に晒された後の電子ビーム熱疲労試験(1523 K⇔<723 K, 380サイクル)において,純Wでは顕著な表面起伏や粒界き裂が観察されるが,W-1.1TiC/Hでは表面起伏も粒界き裂も観察されない[5,31].</p>

(13) 重水素プラズマ照射実験で測定された重水素リテ ンションは,照射条件(温度,フラックス,照射量)に強 く依存するが,純Wよりもかなり高い[32-37].これは本 合金に高密度に含まれる粒界と炭化チタン析出物が重水素 の捕獲サイトとして働いたためと考えられる.一方,あら かじめ高エネルギー粒子の照射により弾き出し損傷が導入 された後では,純Wに比べて重水素リテンションが軽減さ れる結果も得られている[38].

(14) ヘリウムイオン照射で W の表面に形成される繊維

状ナノ構造(fuzz構造)は、完全黒体に近い優れた熱放 射・冷却特性をもつが、1573 K×1 hr の真空焼鈍によって 純 W ではナノ構造が完全消滅するのに対し、W-1.1TiC/H ではサブミクロンの構造は残存しており優位性を示す [39].

#### 3.5 粒界強化機構

再結晶ナノ組織に高密度に含まれる高エネルギーランダ ム粒界に炭化チタンが析出すると、粒界が著しく強化され て低温脆性が大きく改善される.以下ではその粒界強化機 構について検討する.

炭化チタン析出物は、非化学量論組成(TiCx:NaCl型結 晶格子の炭素の占有サイトの一部(1-x)が原子空孔で占 有されるほうが熱力学的に安定になる[40])および母相金 属(W)や不純物(Mo,O,N)のTiCxへの固溶(すなわち, (Ti,W,Mo)(C,O,N)x固溶体の形成)により格子定数が 変化する自己調節機能を有する.そのため、サイズの比較 的大きな析出物においてもW母相との間にK-Sの関係を満 たす整合性のある異相界面が維持される.一方,粒界に分 布する炭化チタン析出物では、隣接する2つの結晶粒の一 方の結晶粒との間にK-Sの関係が観察されるが、他方の結 晶粒との間にはK-Sの関係は観察されない.K-Sの関係を 満足しない異相界面における原子間結合力は、K-Sの関係 を満足する異相界面の原子間結合力に比較すると弱いが、 Wの再結晶ランダム粒界の原子間結合力よりも強いと考 えられる.

筆者等は、最も割れやすい方位のランダム粒界を一つ含 む高純度 Mo 双結晶に炭素のみを添加して粒界破壊応力に 及ぼす炭素添加の効果を調べ、炭化物の粒界析出が認めら れない微量の炭素添加により粒界破壊応力が増加するこ と、および Mo の炭化物 (Mo<sub>2</sub>C) が粒界に析出すると粒界 破壊応力がさらに増加することを示した[7,10]. また,こ れより先に平岡等は、Mo多結晶について極めて微量の炭 素添加により粒界破壊応力が増加し、室温延性が著しく改 善されることを報告している[41]. これらの微量の炭素添 加による粒界破壊応力の上昇は、粒界に固溶偏析した炭素 が粒界の原子間結合力を増加させることによると説明され ている. また,炭化物の粒界析出は,粒界での炭素の固溶 偏析量(enrichment)が臨界値まで増加したときに起こる ので, 粒界炭化物に近接する粒界では炭素の濃縮度合は高 い.したがって、炭化物の粒界析出に伴う炭素の粒界固溶 偏析によって粒界での原子間結合力が増加し、粒界破壊応 力が上昇したものと考えられる.

このモリブデン炭化物の粒界析出による 77 K での粒界 破壊応力の上昇は 0.6 GPa (0.6 GPa (高純度材)→1.2 GPa (Mo<sub>2</sub>C 析出材))であったのに対し,第3節(図2)で述べ た炭化チタンの粒界析出による粒界破壊応力の上昇は 1.2 GPa (0.6 GPa (高純度材)→1.8 GPa (TiC 析出材))に達 した. Mo の低温延性は,Ti の微量添加(したがって Ti の粒界固溶偏析)によっても改善される[42]ことから,炭 素添加と炭化チタン添加のそれぞれによる粒界強化の差 は,主として炭化チタンのもう一つの構成元素である Ti の粒界固溶偏析による粒界原子間結合力の増加によるもの と思われる.

Wに炭素を添加すると、炭素は粒界に到達する前にW と反応して脆弱相の W<sub>2</sub>C が析出し脆化が促進される[27] ため、炭素のみの添加では粒界強化は得られない.一方, Wに炭化チタンを添加して室温でのMA処理により作製し た W-Ti-C 固溶体粉末では、室温付近の拡散距離が限られ ているため、固溶したTiとCは互いに極めて近接して存在 していると考えられる.また,熱平衡状態における炭化チ タンの生成自由エネルギーは炭化タングステン(W2C, WC) よりも低い. それらの結果, MA 処理粉末を HIP 処理 すると, W<sub>2</sub>C や WC の形成は抑えられたうえで, 炭化チタ ン ((Ti, W, Mo) (C, O, N) x 固溶体) が結晶粒内と粒界に析 出する. 但し, HIP 処理による析出は不十分である. そこ で、GSMM処理を行って炭化チタンの粒界析出を促進させ ることにより、粒界破壊応力が 3.4~4.4 GPa に達して降伏 応力(2.5~3.2 GPa)をかなり凌駕し,室温延性を示すW 合金が得られる.したがって、Wにおいても上述した Mo の粒界強化機構と同じ議論が可能になると考えられる. す なわち、MA-HIP-GSMMにより作製されたナノ組織 W-1.1TiC合金における粒界強化は、炭化チタンの構成元素 (炭素,チタン)の粒界での固溶偏析による粒界原子間結合 力の増加,および格子定数の自己調節機能をもつ炭化チタ ン ((Ti, W, Mo)(C, O, N)x 固溶体) が粒界に析出するこ とによって本来弱い再結晶ランダム粒界が炭化チタン析出 物との強い異相界面に置き変わることの2つの効果による ものと考えられる.

#### 3.6 おわりに

本章では, Wの粒界脆性(低温脆性, 再結晶脆性)と照 射脆性の同時改善の例として,新しい組織制御法である GSMMの適用により開発された粒界強化ナノ組織 W-1.1TiC 合金 (TFGR W-1.1TiC) について紹介し、その粒 界強化機構が炭化チタンの粒界での固溶偏析・析出による 粒界原子間結合力の増加によると考えられることを述べ た.一方, 3.2節の低温脆性等の説明では単軸応力負荷によ る DBTT (無延性遷移温度)を用いたが、超高温構造材料 としての利用をめざすのであれば、破壊靭性値(あらかじ め導入した疲労予き裂の進展開始に対する材料抵抗の大き さを与える)を用いるほうが有用である.従来,延性に乏 しいWでは疲労予き裂の導入が困難であったが,最近,圧 縮疲労と引張疲労の2段階負荷方式による疲労予き裂導入 技術が確立され、種々の粒界配向をもつ純W(再結晶材も 含む)の破壊靭性値の測定が行われている[43,44].いずれ 破壊靭性値を用いた W の脆性改善に関する報告が行われ るものと期待される.

#### 参考文献

- [1]例えば,栗下裕明,吉永日出男:日本金属学会報 22, 944 (1983).
- [2] H. Kurishita et al., J. Nucl. Mater. 398, 87 (2010).
- [3] H. Kurishita et al., Mater. Trans. 54, 456 (2013).
- [4] H. Kurishita *et al.*, Phys. Scr. T159, 014032 (2014).
- [5] Ch. Linsmeier et al., Nucl, Fusion 57, 092007 (2017).
- [6] J. Reiser *et al.*, J. Nucl. Mater. 423, 1 (2012).
- [7] H. Noto et al., J. Nucl. Mater. 455, 475 (2014).
- [8] H. Kurishita and H. Yoshinaga, Materials Forum **30**, 161 (1989).
- [9] H. Kurishita et al., Trans. JIM 26, 332 (1985).
- [10] H. Kurishita et al., Trans. JIM 26, 341 (1985).
- [11] H. Kurishita *et al.*, Suppl. Trans. JIM 739 (1986).
- [12] H. Kurishita et al., Mater. Trans. JIM 30, 1009 (1989).
- [13] H. Kurishita et al., Mater. Trans. JIM. 31, 190 (1990).
- [14] Y. Kitsunai et al., J. Nucl. Mater. 239, 253 (1996).
- [15] 栗下裕明 他: プラズマ・核融合学会誌 75,594 (1999).
- [16] H. Kurishita, Basic Studies in the Field of High-Temperature Engineering, OECD, 12-14, 103 (2001).
- [17] 若井史博:マテリア 45,644 (2006).
- [18] H. Kurishita et al., Mater. Sci. Eng. A477, 162 (2008).
- [19] S. Matsuo et al., Mater. Sci. Eng. A492, 475 (2008).
- [20] H. Kurishita et al., J. Nucl. Mater. 386-388, 579 (2009).
- [21] J. S. Benjamin, Met. Trans. 5, 2943 (1970).
- [22] Y. Ishijima et al., Mater. Trans. 46, 568 (2005).
- [23] H. Kurishita *et al.*, J. Nucl. Mater. **377**, 34 (2008).
- [24] H. Kurishita et al., Advanced Mater. Res. 59, 18 (2009).
- [25] KEK 物構研ニュース No.27, ハイライト https://www2.kek.jp/imss/news/2019/highlight/0218-WTiC/
- [26] 牧村俊助 他: プラズマ・核融合学会誌 95,365 (2019).
- [27] Y. Ishijima *et al.*, Mater. Sci. Eng. A **473**, 7 (2008).
- [28] H. Kurishita et al., J. Nucl. Mater. 367-370, 1453 (2007).
- [29] Y. Ueda *et al.*, Phys. Scr. T145, 014029 (2011).
- [30] G. Pintsuk et al., Phys. Scr. T145, 014060 (2011).
- [31] K. Tokunaga et al., J. Nucl. Mater. 442, S297 (2013).
- [32] M. Oya et al., J. Nucl. Mater. 438, S1052 (2013).
- [33] M. Oya et al., Phys. Scr. T159, 014048 (2014).
- [34] M. Zibrov et al., Phys. Scr. T159, 014050 (2014).
- [35] M. Oya et al., J. Nucl. Mater. 463, 1037 (2015).
- [36] M. Zibrov et al., J. Nucl. Mater. 463, 1045 (2015).
- [37] M. Zibrov et al., J. Nucl. Mater. 494, 211 (2017).
- [38] H. Kurishita et al., Plasma Fusion Res. 9, 3405136 (2014).
- [39] S. Takamura et al., Surf. Interf. 9, 44 (2017).
- [40] E.K. Storms, *The Refractory Carbides*, (Academic Press, New York, 1967).
- [41] Y. Hiraoka et al., J. Nucl. Mater. 78, 192 (1978).
- [42] S. Yoshimura et al., J. Japan Inst. Metals 58, 734 (1994).
- [43] K. Taguchi et al., J. Nucl. Mater. 498, 445 (2018).
- [44] 徳永和俊 他:日本金属学会2019年秋期(第165回)講演 大会予稿集(9月12日,岡山大学)P228.

# • • 小特集 マルチスケールの視点からの各種脆性改善手法とその最新研究

# 4. 高密度タングステン合金「ヘビーアロイ」の応用展開

### 4. Applied Development of High-Density Tungsten Alloy "Heavy Alloy"

**案 浦 康 徳** ANNOURA Yasunori 日本タングステン株式会社 (原稿受付:2019年10月2日)

ヘビーアロイはタングステンを主成分とし、バインダー合金相をニッケル、銅、鉄等で構成した複合合金で ある.本章ではヘビーアロイの概要と使用事例、複合化によって付与される引張特性について紹介する. Keywords:

tungsten, copper, nickel, iron, grain growth, diffusion bonding, ostwald ripening, elongation

#### 4.1 タングステンとは

タングステンとは、スウェーデン語で「重い石」という 意味である. 原鉱石は、灰重石(シーライト)及び狼鉄鉱 (ウォルフラマイト)の2種類があり、一般に、前者を白、 後者を黒と呼ぶ. 白は、タングステンとカルシウムの酸化 物が主体であり、黒は、タングステンと鉄、マンガンの酸 化物が主体である.

当初は、錫鉱石の中に夾雑物(きょうざつぶつ)として 混入していて、錫精錬の際に収率を低下させるので、錫を 羊にたとえ、羊を狼(WOLF ウルフ)が喰うのに似ている ために、狼鉄鉱(Wolf-ramite)の名がつけられている.そ の為に、タングステンの元素記号は、T でなく、W となっ ている.

1908年アメリカのクーリッジ博士が,溶解でなく,粉末 冶金法による製造方法を発明して以来,工業製品として使 用されることになった.タングステンは,融点が3380℃で 金属中最も高く,密度も 19.3 g/cm<sup>3</sup>と大きいことから,照 明,自動車用などのランプや電子管のフィラメント,ヒー タ,帯電ならびに放電電極材料等に広く用いられている. しかし,一方で難加工材であるため,複雑形状の製作が 難しく,また,粉末冶金で製作を行うため,製作サイズは 焼結炉などの設備に依存し,大型製品の製造が困難などの 欠点がある.また,タングステンの特徴として,空気中で 酸化しやすいという特徴を持っている.

#### 4.2 ヘビーアロイの特徴

ヘビーアロイは、上記で述べたタングステンの欠点を改 良すると共にタングステンの特性を活かし、様々な用途へ の対応を可能にした材料である.

ヘビーアロイは、タングステンを主成分とし、バインダー 合金相をニッケル、銅、鉄等で構成した複合合金であり、 タングステンが非常に高融点であることから、粉末冶金で 製造されている.製造方法の概要を図1に示す.原材料粉 末を均一に分散するよう混合し、所定の圧力をかけプレス 成型を行う.プレス成形後は高温の炉でタングステンの融 点以下の温度で焼結を行い緻密化させ、素材を製作する.

当社ヘビーアロイの物理的特性を表1に示す.ヘビーア ロイの種類はW-Ni-Cu系,W-Ni-Fe系の2種類に分別され る.W-Ni-Cu系のヘビーアロイは非磁性であるという特徴 があり,W-Ni-Fe系のヘビーアロイは弱磁性であり、機械



図1 ヘビーアロイの製造方法概要.

Nippon Tungsten Co., Ltd., FUKUOKA 812-8538, Japan

author's e-mail: annoura@nittan.co.jp

材質名	HAC1	HAC1.5	HAC2	HAC9	HAF0.5	HAF1	HAF1.5	HAF2	HAX1
組成(mass%)	W-2Ni-1Cu	W-3Ni-1.5Cu	W-4Ni-2Cu	W-3Ni-6Cu	W-1Ni-0.5Fe	W-2Ni-1Fe	W-3Ni-1.5Fe	W-5Ni-2Fe	W-Ni-Fe-a
密度(g/cm <sup>3</sup> )	18.4	18.1	17.8	17.1	18.6	18.4	18	17.4	18
硬さ	108(HRB)	30(HRC)	103(HRB)	27 (HRC)	30(HRC)	108 (HRB)	30(HRC)	103 (HRB)	30 (HRC)
抗折力(Mpa)	1,100	1,000	1,200	1,100	1,400	1,400	1,400	1,000	1,400
引張り強さ(Mpa)	700	660	670	770	730	900	890	600	900
伸び(%)	0.5	2	1	3	10	12.2	15	1	10
ヤング率(GPa)	370	-	365	-	370	375	-	365	370
導電率(%)	23	21	19	20	*	*	*	*	*
熱膨張率 (10 <sup>-6</sup> /K, R.T873K)	5.1	_	5.8	6.0	4.8	5.3	_	5.6	5.3
熱伝導率(W/m・K)	100	_	103	_	80	77	_	82	70
磁性	非磁性	非磁性	非磁性	非磁性	弱磁性	弱磁性	弱磁性	弱磁性	弱磁性

表1 当社ヘビーアロイの物理的特性.





的特性(引張強度,抗折力,伸び等)が高いという特徴が ある.

ヘビーアロイは、粉末冶金で製造されるため、製作可能 サイズはプレス設備や炉の容量に制約される.一体物の最 大サイズとして、**表2**に示す形状での実績がある.

#### 4.3 ヘビーアロイの用途

ヘビーアロイは、高密度で切削加工が容易なことから、 スペースに制限がある小型のウェイトやねじ型のウェイト に広く使用されている.身近な製品例としては、ダーツの バレル(図2)などがある.また、ア線のような放射線の遮 蔽性能に優れている.密度の高いヘビーアロイを用いるこ とで、遮蔽部材のコンパクト化が可能になり、製品の小型 化、省スペース化に寄与することができる.当社が製作し た遮蔽材の使用実績として、マンモグラフィーの遮蔽部材 などの医療分野や高放射線領域で使用される監視カメラの 基盤保護用の遮蔽ケースなどの原子力関連分野、加速器な ど応用物理学関連分野などがある.これらのウェイト材や 遮蔽材といった製品分野では鉛が多く使用されていたが、 近年の環境問題から、ヘビーアロイは鉛の代替材としても 注目されている.

さらにヤング率が高く剛性があるという機械的特性か



図2 ダーツバレル.

ら,内面研削盤の砥石軸クイル,火力,ガスタービンのバ ランス調整ウェイト(図3,4)などの構造用部品に使用さ れている.また耐酸化性,低熱膨張,高熱伝導,高温時の 優れた機械的特性からダイカスト金型部品,ガラスレンズ モールド成型部品,半導体部品,各種電極にも使用されて いる.

特に電極に関しては、EV・PHV 自動車用電装部品,ス ターター,オルタネーター,ワイヤーハーネスの抵抗溶接 工程に,純タングステン電極が使用されているが,ワーク 形状,ワーク材質などによっては,タングステンが割れて 使用できない場合や,形状が複雑で,タングステンでは高 額になる電極では,ヘビーアロイの抵抗溶接電極(図5) が使用されている.また,ヘビーアロイは,電気抵抗が純 タングステンの2倍と高く,電極の発熱性を利用した溶接 にも使用されている.



図3 タービンの外観.

Special Topic Article



図4 バランス調整ウェイトイメージ図.

#### 4.4 タングステンの複合化による引張特性の向上 ヘビーアロイは純タングステンを複合化させた合金の一

つである.その中で,W-Ni-Fe系のヘビーアロイはタング ステン合金の中で高い引張特性を示す.純タングステン (スウェージ無し)の組織を図6に,W-Ni-Fe系のヘビーア ロイの一例として,当社材料である HAF1 (97W-2Ni-1Fe) の組織を図7に示す.純タンスステン (スウェージ無し) はタングステン粒子が石垣状になっているのに対し,ヘ ビーアロイは球状のタングステン粒子周囲をバインダー合 金相が囲んでいる複合組織をしていることが特徴である.

ヘビーアロイの焼結機構として、微小のタングステン粒 子がバインダー合金相内に固溶し、大きなタングステン粒 子に析出する(オストワルド成長)ことで、数十µm程度の 球形状に粒成長が進み、緻密化される.また、タングステ ンとバインダー合金相はぬれが良く、高い密着性を持って いる.この密着性は、切削等の大きな加工負荷以上に高い ため、純タングステンと比較して、欠けにくく、加工性が



図5 抵抗溶接電極.



図6 純タングステン(スウェージ無し)の内部組織.

良好になる要因と考えられる.

図8にW-Ni-Fe系ヘビーアロイを常温引張試験した際の 引張強度とニッケル-鉄バインダー合金相量の関係を, 図9に伸びとニッケル-鉄バインダー合金相量の関係を示 す.これらに含まれるニッケルと鉄の重量比率は2:1で ある.純タングステンの引張特性は引張試験条件が違うた め,図8,9中にデータを記載していないが,降伏点に達す る前に破断し,引張強度は400 MPa,0.2%程度の伸びがあ ることが分かっている.引張強度はバインダー金属が加わ ることで約900 MPaまで上昇し,若干ではあるが,タング ステン割合が高い方が高い強度を示す.伸びはバインダー 合金相の割合が増加するにつれ,増加する傾向がみられ, 最大で30%程度の伸びを確認した.

ヘビーアロイの破壊形態のモデルを図10に示す.常温引 張試験時,ヘビーアロイの破壊の起点は接合強度の弱いタ ングステン - タングステンの粒界に発生し, 亀裂は粒界界 面に沿って進展はするものの,一旦バインダー相内で止め られ,強度が高く,延性のあるバインダー合金相内(図10-



図7 ヘビーアロイ HAF1の内部組織.



②)や密着性が高いタングステン・バインダー合金相界面 (図10-③)を進展する[1].また、変形している間中、タン グステン粒子は周囲のバインダー合金相から応力を加えら れて、ある限界応力レベルでタングステン粒子は粒内破壊 (図10-③)を起こす[2].W-Ni-Fe系のヘビーアロイはこう した複合組織に起因する破壊形態を示すため、高い引張特 性が得られると考えられる.

純タングステン (スウェージ無し) は,常温引張試験時, 破壊の起点はヘビーアロイ同様に,接合強度の弱いタング ステン - タングステンの粒界に発生する.しかし,タング ステンの結晶粒が小さいため,タングステン-タングステ ン粒界の数が多く,亀裂の進展を阻害するようなバイン ダー合金相もないため,亀裂はそのまま粒界に沿って一気 に進行し,引張強度,伸びが低くなっていると考えられる.

#### 4.5 拡散接合による製造可能サイズの拡大

プレス設備や炉の容量の制約がある中で長尺品や大物 品,中空体品などの製作が困難な形状を製作するために, 複合組織を活かしたヘビーアロイの拡散接合を開発した.

拡散接合は,接合面を精密に加工し,突合せ,荷重をか けながら熱処理を行う.密着した面でタングステンとバイ ンダー合金相の拡散が進み,結果として接合部は母材と同 じ断面組織が得られる.拡散接合のモデルを図11に,接合 部の断面組織を図12に示す.拡散接合の評価として,抗折 力を測定したところ,1050~1500 MPaと母材単体の強度 と同等の強度が得られた.拡散接合により,図13のような 長さ100 mmを6枚接合した全長600 mmの板形状や,図14 のような中空体の製作が可能となり,製作可能範囲が拡大



図11 拡散接合モデル図.

された.これまで組み立てが必要であった大型バランサー や水冷経路が必要な中空体部品が商品化されている.

#### 4.6 最後に

タングステン合金の中で、ヘビーアロイはタングステン の結晶粒の大きさや、バインダー金属相の種類、量を制御 することで、ある機械的特性に特化した材料設計が可能と なる.粉末冶金の分野では、粉末加工技術、焼結技術など の技術革新が進んでおり、今後、ヘビーアロイの新製法へ 適用することで、材料として更なる発展が可能となると期 待している.



[1]金子 武:粉体および粉末冶金 35,17 (1988).
[2]金子 武 他:粉体および粉末冶金 35,92 (1988).



図12 接合部の HAC 2 断面組織.



図13 600mmの板形状接合品.



図14 中空体接合品(左)と中空体の内部(右).

# 小特集 マルチスケールの視点からの各種脆性改善手法とその最新研究

# 5. まとめ

# 5. Conclusion

能登裕之
 NOTO Hiroyuki
 自然科学研究機構 核融合科学研究所
 (原稿受付: 2019年10月2日)

本小特集では,タングステンの高靭性化を見据えた延性 化技術を紹介した.

第2章では, K-dope W-Re 合金を紹介した. この W 合金 は Re の合金化による延性化,および分散粒子効果による 再結晶脆化抑制といった特性を有する. 特に,本章では, 製造後の加工が結晶粒配向性および機械的特性に及ぼす影 響について示された

第3章では, 粒界強化W-1.1wt%TiCを紹介した. このW 合金は, 微細 TiC (炭化チタン) 粒子を W 母相/W 母相の 粒界に配置することによるつなぎ手の効果を粒界強化とい う形で全体が靭性化された材料である.本章では,一般的 製造工程とはまったく異なる W-1.1wt%TiC 合金の特殊な 製造プロセスが解説され,そのダイバータ PFM として高 い適用性が紹介された.

第4章では,民間企業の独自技術として開発されている 銅タングステン合金を紹介した.本章では,タングステン 母材と比較し,軟金属であり,延性に富む材料(この場合 は銅)を複合化し組み合わせることにより,全体の延性を 引き上げるいわゆる「擬延性」を紹介した

このように脆性 W 材料は様々手法により延性化が施さ れている.本章では、このような金属材料に付与される冶



図1 1940年代に増産されたリバティー貨物船の破壊事例.

金技術の意義を述べ、まとめとしたい. そもそも材料は、 何らかの使用目的が与えられ、その上で設計に反映され る. そのように反映された材料は、目に見えにくくも縁の 下の力持ちとして機能し、既存の構造物は、高い健全性を 考慮し製作されている.しかしこれが未知の装置であった 場合にはどうであろうか. 例えば、タングステンは核融合 分野において、次世代の核融合ダイバータアーマー材とし て期待されている.このような未知の装置開発に挑戦する 場合には、より限界値の高い先進材料が求められるのはも ちろん、その設計猶予自体を自ら予測し、新たに設定する と必要がある.この点が最も難しい課題の一つで挙げられ る理由は、挑戦的な開発というのは、常にリスクが隣り合 わせに存在するためである. 例えば金属材料という観点で 失敗例を一つ挙げると、1940年代に頻発したリバティー号 のケースがある.これは当時まだ未解明であった脆化現象 が原因であったとされ、後の電子顕微鏡等の発達によりそ の詳細なメカニズムが明らかになったといわれている.こ れはあくまで例であるが、このような事例を考慮すると金 属材料の本質的理解の必要性がわかる. つまり先進材料を 扱う場合には、「先進材料であるがゆえに」その材料の強 化技術に基づく正しい知識が必要なのである. 核融合開発 は今や日本のみならず世界中の人々から期待を集めるもの となりつつある. そのため, この開発に携わるものとして, その安全性という最重要な課題をどのように受け止めてい くべきか,歴史的失敗をもとに学ぶものは大きいと考え る.

#### 参 考 文 献

[1] E.R. Parker, *Brittle Behavior of Engineering Structures* (John Wiley & Sons, 1957).

National Institute for Fusion Science, Toki, GIFU 509-5292, Japan

### ∞~∞~ 小特集執筆者紹介 ~∞∞ ∞∞∞∞∞



能登裕之

大学共同利用機関法人 自然科学研究機構 核 融合科学研究所 助教. 2014年京都大学大学 院エネルギー科学研究科博士後期課程修了. 専門は金属加工学であり,現在は,核融合炉ダ

イバータおよびブランケット用構造材料の開発研究を行って います.そのような開発研究を行う一方で,全国の大学および 研究所,企業の皆様と共同研究を行っており,学術発展に貢献 できるよう努めてまいります.今後とも何卒よろしくお願い 申し上げます.



#### はせがわ あきら 長谷川 晃

東北大学工学研究科量子エネルギー工学専 攻・教授.84年東北大学工学研究科原子核工 学専攻修了(工学博士)後,科学技術庁金属材 料技術研究所(現・物質材料研究機構)・研究

員を経て,東北大学工学研究科・助教授を経て現職.主な研究 分野は原子力・核融合関係の金属・セラミックスなどの材料 の照射効果に関する研究.趣味は山野や街角を歩くことと ジョギング,写真撮影や工作など.機械いじりをしながら,そ の部品の形の理由や使われている材料のことをあれこれ考え るのが好きです.

# くり した ひろ あき 栗下裕明

本誌に紹介の TFGR W-1.1TiC 合金開発にご協力いただき,ま た執筆の機会を与えていただいた関係者の方々に感謝申し上 げます.2013年3月に東北大学を定年退職しました.現在,高 エネ研・牧村俊助氏の進める「大強度加速器先進標的に利用 可能な W 合金の開発製造」を手伝っており,TFGR W-1.1TiC よりもさらに耐熱性と靭性に優れ,大型の TFGR W 合金製造 が目標です.一方で,日課としての1時間全力歩行(約8000 歩)を楽しんでいますが,最近は低山歩きが中心になりまし た.



## 案 浦 康 徳

日本タングステン株式会社・電機部品事業本 部・商品技術グループ所属.2010年,九州大学 大学院・修士.同年より日本タングステン株

式会社に入社し,現職.タングステン系合金の製造工程設計や 工程改善,材料開発を担当.タングステン系合金は粉末冶金を ベースに,様々な特性を付与できる興味深い金属です.タング ステンの知名度を高めるべく,今後とも邁進してまいりま す.私生活では3歳になる息子と公園巡りをしながら,忙しい 日々を過ごしています.