

令和 6 年度 防衛装備庁
安全保障技術研究推進制度

研究成果報告書

多元組成傾斜バルク材を用いた高温構造 材料の網羅的な高効率探索

令和 7 年 5 月

国立研究開発法人 物質・材料研究機構

本報告書は、防衛装備庁の安全保障技術研究推進制度による委託業務として、国立研究開発法人 物質・材料研究機構が令和２年度から令和６年度にかけて実施した「多元組成傾斜バルク材を用いた高温構造材料の網羅的な高効率探索」の成果を取りまとめたものです。

1. 委託業務の目的

本研究では、最高で 10 元系の単一合金試料に対する室温～1200℃の弾塑性・クリープ特性と合金組成の関係を従来の 1000 倍の速度で取得するハイスループット評価技術を開発する。これにより、実際に TMW-4M3 に代表される、高圧タービンディスク合金組成範囲の熱力学・機械・腐食特性データベースを完成させることを目指す。データベースの各項目は表 1 のとおりである。

表 1 データベースの項目

基本状態図 (800-1250℃)	特性データベース (室温～1200℃)	
	機械特性	熱力学特性
四元系 Ni-Co-Al-Ti 系 γ , γ' 二相域全域	弾性率	微細組織情報
	降伏応力	相安定性
五元系 Ni-Co-Cr-Al-Ti 系 γ , γ' 二相域全域	加工硬化係数	相互拡散係数
	クリープ	耐酸化性

基本状態図は合金の組織設計をする上で骨格となるものであり、これをベースに固溶強化元素を添加した場合の各種特性データを取得する。

2. 研究開始時に設定した研究目標の達成度

(A) 組成傾斜試料作製技術および多元系熱力学データ取得

広範な組成範囲を 1 試料でカバーする組成傾斜試料の作成技術や、複相組織のタイライン情報を高速に取得できる技術を確立し、5 元系状態図のプロトタイプ版を完成させるとともに 10 元系状態図構築への見通しを得た。

(B) 局所特性測定技術

最終目標の 1200℃に対しては 1100℃への到達にとどまったものの、圧子材料、荷重一変位の制御条件、結晶異方性の考慮、クリープ変形評価などの要素技術についてはプロトコルを確立し、測定技術全体の構築に到達した。

(C) 高速システム化技術

ハードウェアとしては、SEMに高温ナノインデンテーションを組みあわせて組成・組織・力学を同一ステージ上で測定する独創的な装置を開発し、試料作製以降の評価システムとして従来比数100倍の高効率化を達成した。(A)課題によるプロセス・状態図情報取得・組織解析による高速化と合わせると、全過程での高速化として数1000倍の高効率化を達成できる見通しを得た。

3. 委託業務における研究の方法及び成果

(A) 組成傾斜試料作製技術および多元系熱力学データ取得

(a-i) 組成傾斜試料作製技術

ハイスループット測定に必要な、様々な微小領域試験に適応した組成傾斜試料を作製する手法を開発した。状態図データ、機械特性データの取得に適した組成傾斜範囲が数 mm 程度の試料、耐酸化性や耐腐食性に適した組成傾斜範囲が数十 mm の試料を作製した。さらに温度傾斜熱処理試料を開発し、温度組成空間を広く網羅するビッグデータの取得が可能となった。本課題では中間目標を「1) Ni-Co-Ti-Al 四元系の γ - γ' 二相領域を網羅するような組成分布(Ni:0-85a

t.%,Co:0-85at.%)を持ち、200 点のタイラインデータの決定ができるような直径 15mm 長さ 60 mm の金太郎アメ試料を完成させるとともに、擬四元系 (Ni-Co-Cr-Ti-Al- α) への拡張に際しての課題を明確化する。2) Ni-Co-Cr 基本合金中に Mo または W の 3-10wt.% 程度の濃度勾配を一方方向に 10mm 以上の範囲に渡って導入した試料に、拡散速度の速い Al および Ti を均一 (平均組成の 10% 以内) に拡散させた 7 元系 γ 単相および γ' 単相組成傾斜試料の作製手法を確立する。3) TMW-4M3 材を用いて、従来の手法と温度傾斜熱処理の手法で取得した熱力学特性を比較し、手法の妥当性を検討する。(b-ii)と連携して、機械特性取得に最適な組成傾斜および試料形状を明確化する。」とし、以下を最終目標として取り組んだ。「(a-iii)および(C)と連携し、熱力学データ、機械特性、耐酸化性および微細組織の取得に最適な 10 元系までの組成傾斜および熱処理温度傾斜試料の作成手法を構築する。」

種々の実験に適した金太郎アメ試料の開発

複数の拡散対を組み合わせで作製した複拡散対には、面内に広い組成範囲で複数の元素の組成傾斜を導入することができる。本プロジェクトでは丸棒母材の切断、接合、拡散アニールを繰り返すことにより、 ϕ 15mm 長さ 800mm の金太郎アメ形状の複拡散対を作製する技術確立した。さらに長時間の拡散アニールによって、HIP の封缶用のステンレスカプセルからの Fe などの侵入を防ぐことができるように Ni パイプで拡散対基材を覆う構成とした。温度傾斜試験用に ϕ 6mm の円柱状に切り出し加工をするに当たって、接合面が円柱状試料の全長にわたり中心に位置できるように接合形状や加工工程を工夫した。図 A-1 に改良した金太郎アメ試料の概略図と切断面写真を示す。また、歩留まりが高い封缶工程を確立し、所内にて短納期で封缶加工が可能になった。

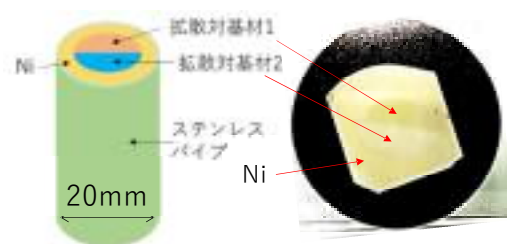


図 A-1 改良した金太郎アメ試料の概略図と切断面写真

10mm 以上の範囲で組成傾斜が導入された 7 元系以上の多元合金試料の作製

気相法による Al の添加が可能であることを確認した。Ti については Ti 薄膜を形成し固相拡散での添加を試みたが、薄膜と基材界面において酸化膜が形成されるなどの理由で添加が困難であることが明らかになったため、従来の拡散対法などを代用することとした。7 元および 8 元の数種類の Ni 基合金の多元単相組成傾斜試料をブリッジマン法で作製した。図 A-2 は異なる W 平均組成を有する試料の長手方向の W 濃度分布例である。例えば、組成傾斜が難しい W 濃度に着目すると、平均組成 6wt% の傾斜試料 (黒丸プロット) の場合、20mm の長手方向に対して、2.5wt%~5wt% の W 組成傾斜 ($\sim 0.1\text{wt\%/mm}$) を導入できることを確認した。

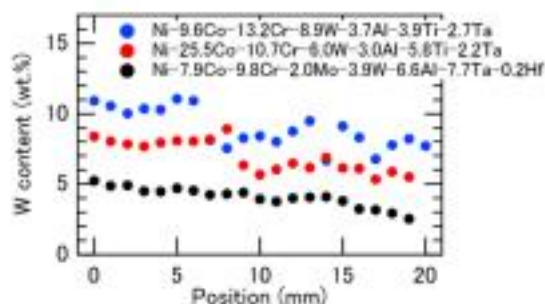


図 A-2 異なる W 平均組成を有する試料の長手方向の W 濃度分布例

温度傾斜熱処理試験用試料の作製

温度傾斜熱処理を適用した実験手法の開発については 4.1 章にて後述する。温度傾斜試験後の試料加工 (研磨等) に対する技術的な課題の解決に取り組んだ。温度傾斜試験試料の形状 (端部) や長尺試料の反りによってナノインデンテーション試験に影響が出ることを見極めた。研磨方法を検討し、長さ 40mm までであれば試料全体において試験に十分な表面状態を得ることができるようになった。Ni-Al 二元系組成傾斜材では HIP (Hot Isostatic Pressing) 後に温度傾斜試験用の ϕ 5.8mm の丸棒を切り出す際に、接合面が丸棒に対し平行かつ中心になるように位置を決定することが困難であった。前述の HIP 加工による変形を最小限に抑えるよう封缶前工程を改善した。

以上より、熱力学データ、機械特性、耐酸化性および微細組織の取得に最適な 10 元系までの組成傾斜および熱処理温度傾斜試料の作成手法を構築するという最終目標は達成され、(a-iii)および(C)の測定に必要な試料を供給できるようになった。

(a-ii) タイラインデータ抽出手法の開発

ハイスループット手法では組成傾斜試料に組成の異なる大量の相境界を導入し、そのタイラインデータ（相境界組成ペア）を得る。数千か所の平均組成の異なる微小領域におけるタイラインを決定するには自動分析・自動解析の導入が必須である。そこで、中間評価で掲げた 1) EPMA 測定の半自動化、2) タイラインデータの自動抽出手法の確立を実施し、3) 実際に Ni-Co-Ti-Al 四元系組成傾斜試料中のタイラインデータを取得した。そして、以下を最終目標として取り組んだ。「タイラインデータ自動抽出のアルゴリズムを 5 元系以上の合金に適用できるか検討し、必要があれば改良し、プログラムを最適化する。(a-i)で作製した試料を用いて 10 元系状態図構築に必要なタイラインデータを取得する。」

EPMA 測定の半自動化

拡散対試料にはサブミリスケールの組成傾斜が導入されているが、実空間においてはその組成傾斜が緩やかな領域と急峻な領域が存在する。組成空間内なるべく均一にデータを取得できるように荒い EPMA 面分析で、微小領域の平均組成のマクロな分布を把握し、実空間における測定個所を決定し、それぞれの測定個所において SEM 像と面分析を測定するための測定条件設定ファイルを自動生成させ、実行することによって半自動化が可能となる。本プロジェクトでは EPMA 面分析データを読み込み、測定条件設定ファイルを自動生成するプログラムを完成することによって、半自動化を達成した。

タイラインデータの収集と 5 元系以上への適用の検討

バックグラウンドノイズの影響は特性 X 線強度が小さい重元素や含有量が少ない元素ほど大きい。固溶強化重元素である W, Ta, Mo, Nb を含む場合でも、それらの含有量が 1wt.%を上回る条件下では 4 元系以上でも測定精度が得られることを明確化した。

以上より、計画時には想定していなかった粒径 $2\mu\text{m}$ 以下の微細組織についても精度の良いタイラインデータを取得する手法を開発することができ、最終目標を上回る成果を得ることができた。

(a-iii) 多元系熱力学データ取得

前述した(a-i~ii)の手法で得られた大量のタイラインデータを、カルファド法を活用することにより、計算状態図用熱力学データベースとして統合した。市販の状態図計算ソフト（Thermocalc, Pandat など）を用い、TMW 合金等の 10 元系超合金を対象に、計算状態図の精度を検証した。中間評価時の目標では「800~1200℃における Ni-Co-Ti-Al 四元系の γ - γ' 二相領域の範囲を実験的に明らかにするとともに、 γ - γ' 二相領域を網羅する範囲で Ni-Co-Ti-Al 四元系の計算状態図データベースを完成させる。」を掲げ、以下を最終目標として取り組んだ。「 γ - γ' 二相領域を網羅する範囲で 10 元系(Ni, Co, Cr, Ti, Al, W, Mo, Ta, Nb, Hf)計算状態図データベースを完成させ、単一組成の合金のタイライン実験データと比較することによって、計算状態図の精度を検証する。TMW-4M3 の実験結果に対して、使用温度にあたる 800℃で γ' 体積率が $\pm 5\%$ 以内、プロセス温度にあたる高温域で、 γ' 固溶温度が $\pm 10^\circ\text{C}$ の精度で計算状態図手法で予測できることを目標とする。」

Ni-Co-Ti-Al 四元系および Ni-Co-Cr-Ti-Al 五元系の計算状態図データベース (TDB) 作成

現状で利用できる発表文献データ、本研究で取得した実験データ（従来法で取得した Ni-Co-Al-Ti 4 元系）を用いて構築を進めた。されにこれらデータに加えて市販の暗号化されている計算状態図データベースからのデータの抽出・推定を進め、準安定構造のギブスエネルギーデータの

導入を行った。そして、状態図計算ソフトウェアで用いることができる 5 元系 (Ni-Co-Cr-Ti-Al) の TDB ファイルの“プロトタイプ”の作成を完了した。

他方、a-ii の手法を活用することで、Ni-Co-Ti-Al 四元系合金においてこれまで報告のなかった組成域におけるタイライン実験データをハイスループットで取得し、状態図計算との比較を行った。その結果、自動分析手法で必然的に含まれてしまうクラックやボイドなどの影響を受けた実験データなどの外れ値を有効に除外する必要があることが明らかになった。

以上より、中間目標は達成した上に最終目標である 10 元系計算状態図用データベースの完成に見通しを立てた。完成させるためには、さらに広い組成域からの実験データが必要であるが、それを可能にする傾斜組成試料の作成技術やタイラインデータの自動抽出システムなどの要素技術は完成しており、引き続き取り組みを継続している。また、それらを計算状態図へ有効にフィードバックするシステムの構築についても、今後の課題である。

(B) 局所特性測定技術

(b-i) 高温用圧子の検討

高温ナノインデンテーション測定に適した圧子材料を探索した。室温で標準的に用いられるダイヤモンドは、高温では活性化して他の元素との反応などが発生するために不適であり、代替材料として立方晶 BN (cBN)、サファイアを候補材料とした。中間目標として、「検証用試料 (Ni 基超合金単相単結晶試料) を用いて 1000°C でのインデンテーション試験を行う前後に室温で測定を行い、1000°C 測定前後での硬さ変化が 10% 以内となる圧子材料を選定する。」を設定し、以下を最終目標として取り組んだ。「検証用試料 (Ni 基超合金単相単結晶試料) を用いて 1200°C でのインデンテーション試験を行う前後に室温で測定を行い、1200°C 測定前後での硬さ変化が 10% 以内となる圧子材料を選定する。」

最高到達温度と圧子材料選定

圧子材料の特性として高硬度であることが望ましいため、サファイアよりも硬度の高い cBN を第一候補とし、圧子の安定性を検証した。まず、測定位置周辺の到達可能温度を確認した結果を図 B-1 に示す。各線色は熱電対の接点の設置位置を示しており、黒線が試料側ヒーター付近、緑が圧子先端付近、そして赤が試料表面上である。青色 (右縦軸) は、ヒーターの出力を表す。最高で 1100°C 程度まで到達できていることが確認され、各温度での保持中も温度が安定しており、かつ 3 つの測定点の温度もほぼ一致している様子が確認できる。一方、温度保持中に測定された荷重-変位の力学挙動データは、高温域ほど不安定化し、再現性が得られなかった。室温まで冷却後に圧子先端を SEM 観察したところ、先端付近に付着物が確認された。これは測定試料 (γ 単相) と圧子材料との反応が原因で生成した物質と推測される。力学測定において最も重要な先端付近に広く付着しているため、cBN 圧子の試用は断念した。cBN との反応性が高い元素が測定試料に含まれる場合は、抑制策として圧子側または試料側により安定な酸化物系の保護被膜を形成するか、または圧子材料そのものに酸化物系を用いることが有効であると考えた。

そこで、第 2 候補であるサファイア圧子を検証した。cBN 圧子の検証時に長時間を要して Ni 合金の表面損傷が進行した経験

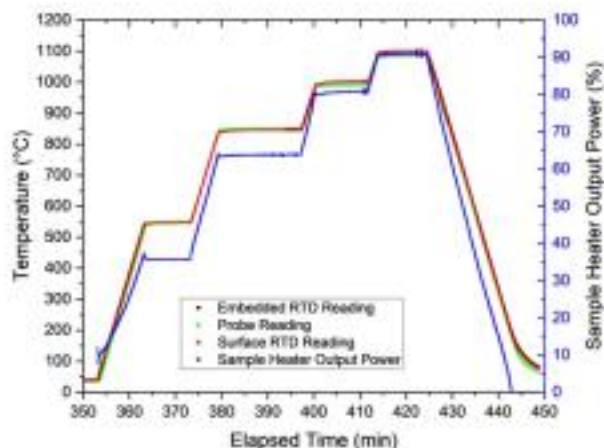


図 B-1 1000°C を越える測定条件の実測例

から、サファイア圧子の検証には Ni 基合金よりも高融点の W 単結晶を用いた。

(b-ii) 高温インデンテーション測定手法の検討

高温インデンテーションでは、測定系内の温度差を小さくし、押込み時の熱衝撃および熱ドリフトを抑制することが必要である。温度差を小さくするには、均熱状態で長く保持すればよいが、逆に均熱保持時間が長くなりすぎると実験コストが増加することに加え、望まない化学反応が生じる恐れがある。したがって、極力短時間で信頼できる測定が可能な実験条件を検討する必要がある。特に、1000℃以上の高温では測定系の温度を一定にすることがより困難になる。本課題では、中間目標として、「検証用試料（Ni 基超合金単相単結晶試料）を用いて 1000℃でインデンテーション試験を行い、硬さの標準偏差 10%以内で測定を行う手法を確立する。さらに、(A)で作製した二元系組成傾斜試料の高温測定を行い、圧痕寸法と偏差の関係を明確にする。これにより、上記の精度を維持できる試験荷重範囲を決定する。」を掲げ、以下を最終目標として取り組んだ。「検証用試料（Ni 基超合金単相単結晶試料）を用いて 1200℃でインデンテーション試験を行い、硬さの標準偏差 20%以内で測定を行う手法を確立する。さらに、(A)で作製した二元系組成傾斜試料の高温測定に展開し、室温から 1200℃まで硬さの精度を維持できる試験荷重範囲を決定する。」

高温測定プロトコルの構築

中間目標として設定した 1000℃において（この時点では cBN 圧子を用いた）、試料セッティングから数時間程度で温度ドリフトの影響が低減できることを経験的に確認し、さらに昇温速度、定温保持時間などの最適化で安定的な測定条件が確立された。荷重条件の設定については、部分除荷法を用いた測定で硬さ・弾性定数の深さ依存性を確認した。図 B-4(a)は、1000℃測定における γ 相の荷重—変位曲線の例である。部分除荷の各曲線が安定的に得られていることが確認できる。(b)は、この解析結果で得られる硬さと弾性定数の深さ依存性である。深さが浅くなると値が上昇するサイズ効果と呼ばれる一般的な現象が現れているが、硬さの値が 10%以内に納まる範囲は 600 nm 以上と見積られる。これを(a)に当てはめることにより、対応する荷重値を 30 mN と算出した。

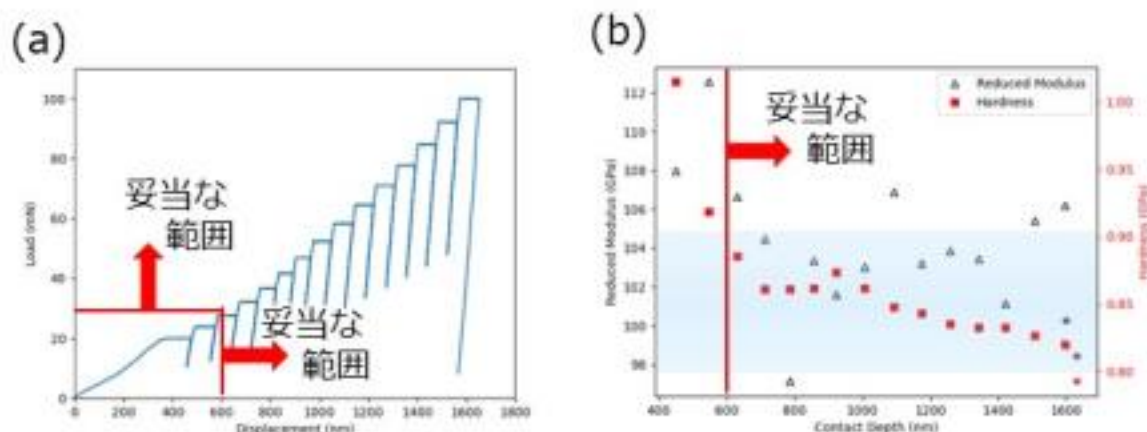


図 B-4 (a) 1000℃における部分除荷法で測定した荷重—変位関係。
(b) 硬さと弾性率の深さ依存性。

図 B-4 で述べた測定手法の妥当性をさらに検証するため、多元組成傾斜試料の測定結果を検証した。試料として、Ni-W-Ta 三元系試料を用いた。W および Ta は実用 Ni 基超合金における重要な固溶強化元素である。図 B-5 (左) は、室温、200℃および 400℃でナノインデンテーション測定された荷重—変位曲線を示す。最大荷重 50 mN、最大圧入深さ 800 nm を越えた測定であることが確認できる。また、高温ほど最大深さが増大しており、典型的な高温軟化が観測されている。図 B-5 (右)

は、試料表面の実空間距離を横軸に取って組成や強度の分布を示したものである。上から、各元素の組成、ヤング率、硬さ、圧痕周辺高さ（以上、実測値）、それらから逆解析によって求めた加工硬化指数 B 、降伏応力 σ_y を示している。W および Ta の濃度は 0-20mol% の範囲で緩やかな勾配をもって傾斜していた。これら濃度は実用合金中の組成範囲を十分にカバーしていることが分かった。更に、元素組成の分布に対応して、ヤング率や硬さの分布が明確に対応していることがわかる。逆解析の結果については、降伏応力（最下段）の組成依存性が明確に現れていることに加えて、加工硬化指数（下から 2 段目）においても W の濃度ピーク付近に最大値が対応していることがわかる。以上の結果より、Ni 基超合金中でも特に拡散係数の小さな元素であっても評価可能であったことから、あらゆる合金組成に対しても本研究で開発した試料作製手法、測定手法および解析手法が有効であることが示された。

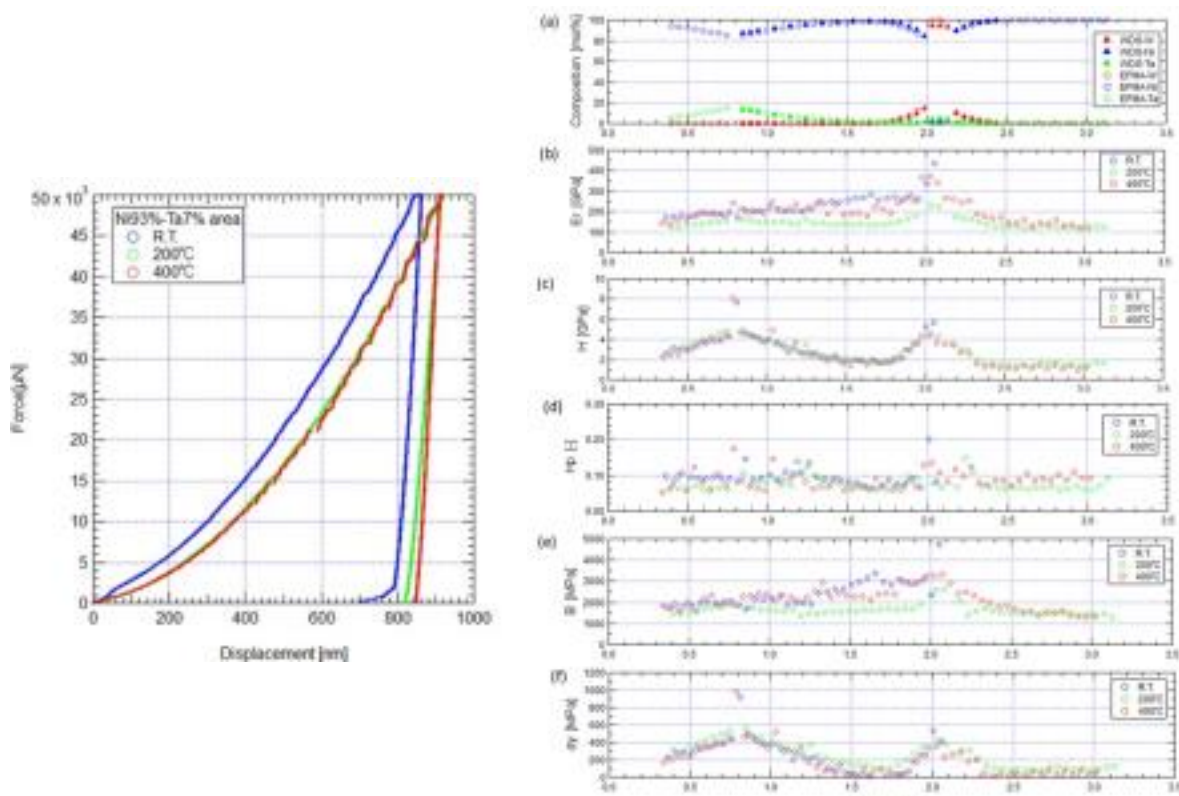


図 B-5 Ni-W-Ta3 元系試料における実測例：（左）室温，200℃および 400℃で測定された荷重—変位関係 （右）試料上の実空間距離に対する組成・強度の分布

(b-iii)弾塑性・クリープ特性推定手法の開発

実施者がこれまでに開発した等方性材料の応力—ひずみ曲線推定手法を高度化し、結晶方位の影響を考慮できるモデルの開発を行った。さらに、最大荷重保持時における変位の時間変化からインデンテーションクリープ速度を取得する手法を用いて、クリープ特性の温度依存性を検討する。中間目標として、「組成が均一な多結晶試料の様々な方位に対して行ったインデンテーション試験結果から、方位に依存しない弾性定数・臨界分解せん断応力を推定する方法を構築する。推定結果を単軸負荷試験結果と比較し、その平均値の差が 10%以内となる推定手法を確立する。また、Ni 基超合金を用いてインデンテーション試験中のクリープ変形を様々な温度で測定してクリープ特性値の同定を行う。これにより、本材料に適した同定手法を決定する。」を掲げ、以下の最終目標に取り組んだ。「(A)で作製した組成傾斜試料に対して、中間評価時までには構築した弾性定数・臨界分解せん断応力・クリープ特性値の評価法を 1200℃までの高温インデンテーション試験に発展させ、同程度の精度を得る方法を構築する。本手法を用いて、弾性定数・臨界分解せん断応力・クリープ特性値をデータベース化し組成依存性を可視化する。」

結晶方位の影響およびクリープ特性の評価

図 B-7 は、純 Ni 多結晶試料において EBSD により結晶方位を特定した各結晶粒を選択し、室温においてナノインデンテーション測定を行った結果を結晶方位因子に対してプロットしたものである。最大 20% 程度の方位依存性が現れることが明確化され、後はこの傾向を参照することによって結晶方位の影響を考慮することが可能となった。また、同一方における偏差については、10 点程度の測定点数にして 10% 以下に納まっており、十分な精度が得られている。また、硬さについては、ヤング率ほど方位依存性が顕著に現れない傾向にあり、逆解析から臨界分解せん断応力とよく一致することを認めた。

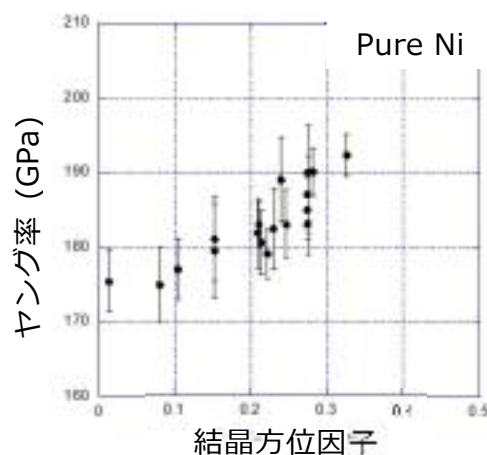


図 B-7 純 Ni のインデンテーション試験 (室温) におけるヤング率の結晶方位依存性

り
い
晶
で
今
影
位
対
れ
位
得
確

(C) 高速システム化技術

(c-i) 連携システムの信頼性評価

走査型電子顕微鏡 (SEM) 内でナノインデンテーション (NI) を行い、ナノインデンテーションの直後に SEM ベースの測定を行うシステムを開発した。これにより、局所力学特性と組織情報を高速で関連付け、自動的にデータベースを作成する技術を構築した。中間目標として、「測定箇所入力→ナノインデンテーション→圧痕形状取得→組成・組織情報取得の一連の流れを自動的に行うシステムを完成させる。」を掲げ、以下を最終目標として取り組んだ。

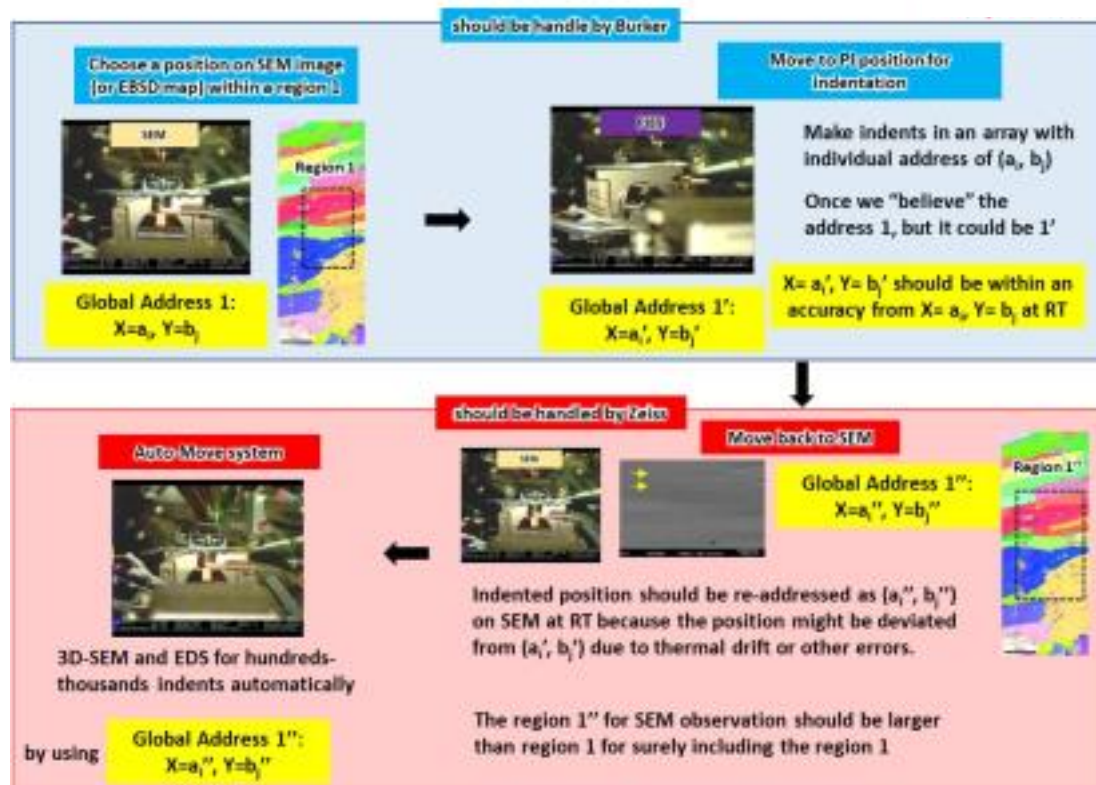


図 C-1 SEM ベースのインデンテーション→組成・組織検出連携図

「組成傾斜試料を用いた自動高温多点測定によって、組成（10 元）－機械特性（弾性定数、臨界分解せん断応力、加工硬化係数、クリープ特性）の温度依存性データベースを構築する。集約したデータを NIMS 超合金特性予測プログラムに渡すことのできるインターフェースを構築する。」

組織－力学連携システムの設計・導入

組織観察のベースとして Zeiss 社の SEM ベース複合検出機を、それに連携させる力学特性解析のハードとして Bruker 社の SEM 中高温ナノインデンテーションをそれぞれ導入した。それらを連携させて自動化を行うための概念図を、図 C-1 に示す。ナノインデンテーション側においては、インデンテーションモードと SEM モードを切り替えるステージ回転の精度が現状では 10 μ m 程度であるため、それ以上の位置決め精度が必要になる場合のために SEM 像上の画像解析で圧痕位置を改めて検出するソフトを開発した。これを用いることによって、3D-SEM 測定、EDS などの組成解析を圧痕位置の近傍で行うことが可能となり、組成－組織－力学情報を高精度に関連付けるシステムを構築した。図 C-2 は、導入した SEM ベース複合検出器と(b)SEM 中高温ナノインデンターの外観である。

自動化技術の構築

SEM ベースの測定・解析技術については、ナノインデンテーション(NI)測定後の圧痕を SEM 像上で自動検出して番地情報を付与する自動化技術を開発した。SEM-NI ステージ間の座標変換をソフト的にを行い、NI 測定を行った圧痕位置を SEM ステージ上の試料表面上の番地に変換した。図 C-4 は、座標変換を模式的に表した図と実際に観察された圧痕の SEM 像である。Bruker 製の NI ステージ上である配列に形成された X-Y 座標上の圧痕群に対し、任意の方向・角度に回転させて SEM 上の X-Y 座標に変換する。回転角度の計算は、最初の数点（図中の赤印）から一旦計算し、さらに、100 点程度の間隔毎に微修正して測定領域全体を変換する。2つの SEM 像は、圧痕位置を画像解析で検出するための低倍率像と圧痕 3D 観察を行うための高倍率像である。高倍率像は 4 チャンネル同時観察が可能で、高効率に 3D 測定を行うことができる。また、自作開発したプログラムを用いることで圧痕近傍の微視組織観察（数 10nm の析出物サイズ・体積率解析が可能なレベルの高解像度観察）も同時に自動で行うシステムを備えており、

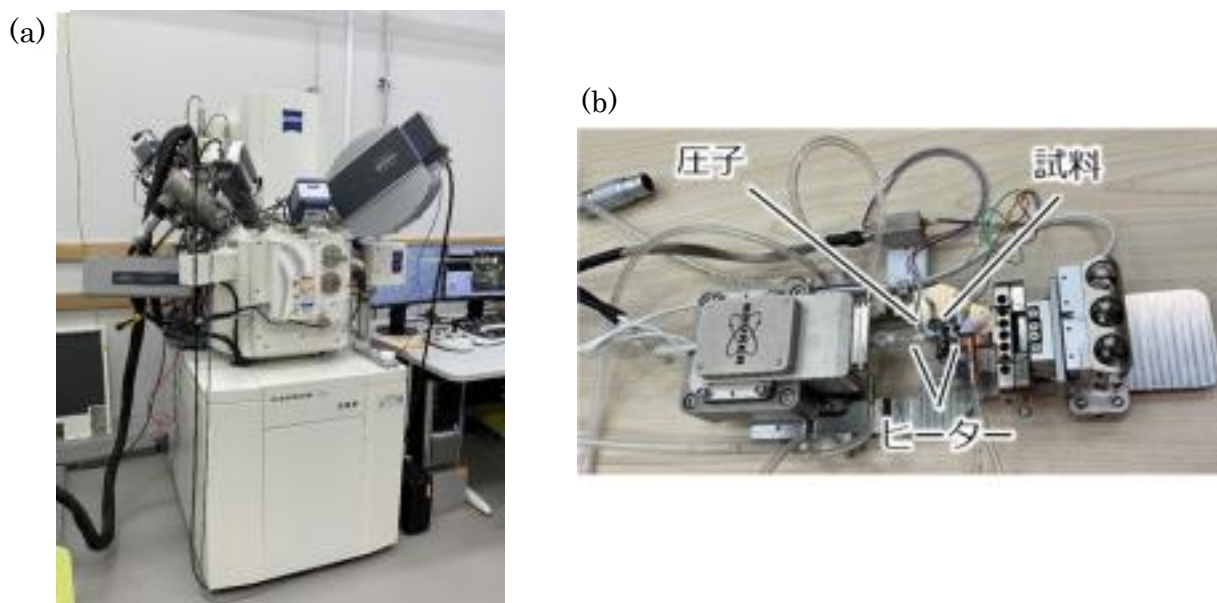


図 C-2 導入した(a) SEM ベース複合検出器と(b)SEM 中高温ナノインデンター

圧入変形以降の組織・力学解析の自動化を可能にした。これまでに、単一組成材に対して 3200 点までの自動検出に成功しており、従来よりも 250 倍程度の高速化を達成している。

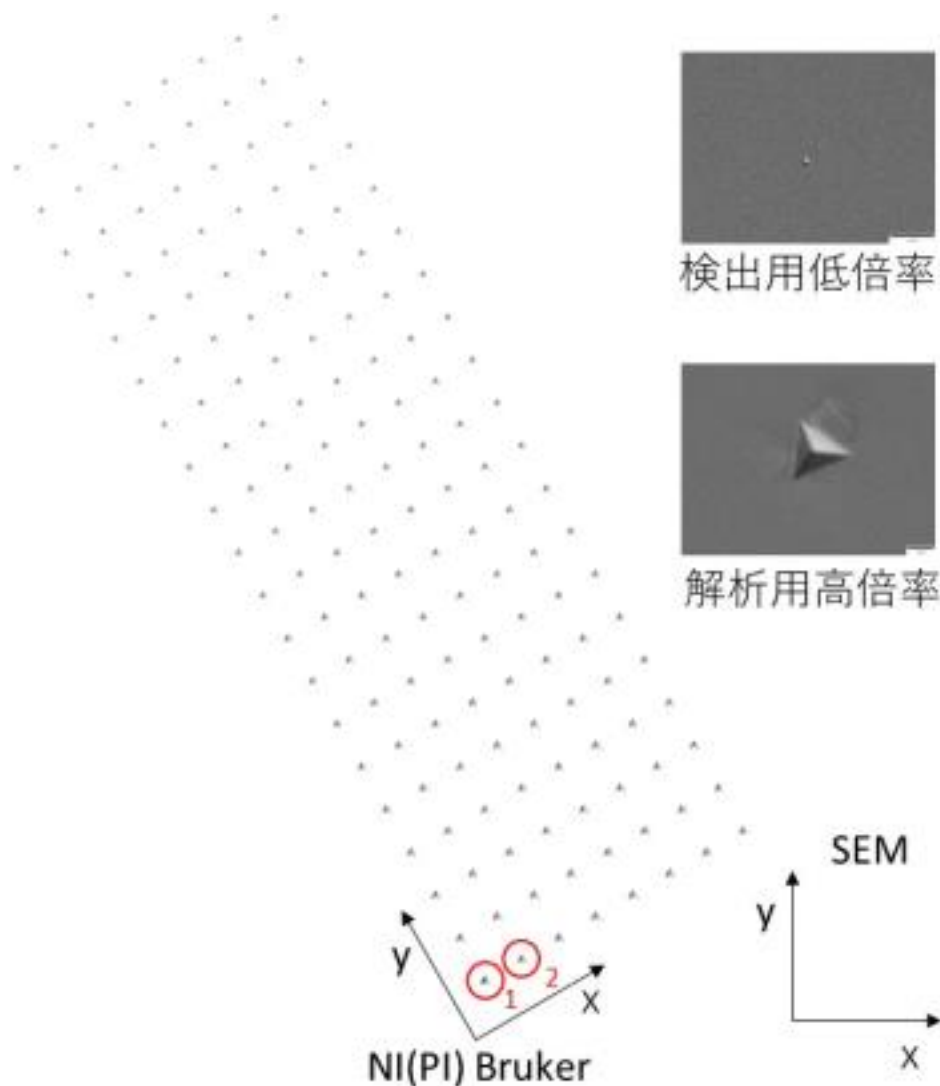


図 C-4 ナノインデンテーション測定後の圧痕位置自動検出・観察システム：低倍率観察で試料表面の圧痕位置を検出し、NI ステージ上の座標を SEM 座標へ変換してその後の 3D 圧痕計測や組織解析をすべて自動化

最終的な高速化の見積もりを図C-6に示す。CPSPの各工程に対して、本研究で実施された範囲のハイスループット化（緑色）と現状のNIMS設備で行える従来型の技術（青色）を比較している。すべての工程において数100倍程度以上の高速化が実現できており、インパクトの大きさを示している。すべての工程時間を加算したTotal時間においては、約300倍と見積もられた。これは、従来は3年を要していた工程が3～4日で完了することに相当する。各工程の見積もりから、比較的に長時間を要するCompositionとPropertiesの高速化が全体時間の短縮にキーであることが判明した。Compositionについては、組成傾斜の範囲を実空間上でさらに広くすることにより組成の分解能が改善し、現状の数倍程度の改善が技術的に可能である。Propertiesにおいては、ナノインデンテーションのインターバル簡略化などによって制御時間を半分程度まで短縮できるので、それらを総合すると本研究の最終目標に掲げた1000倍化の技術的な見通しを得た。

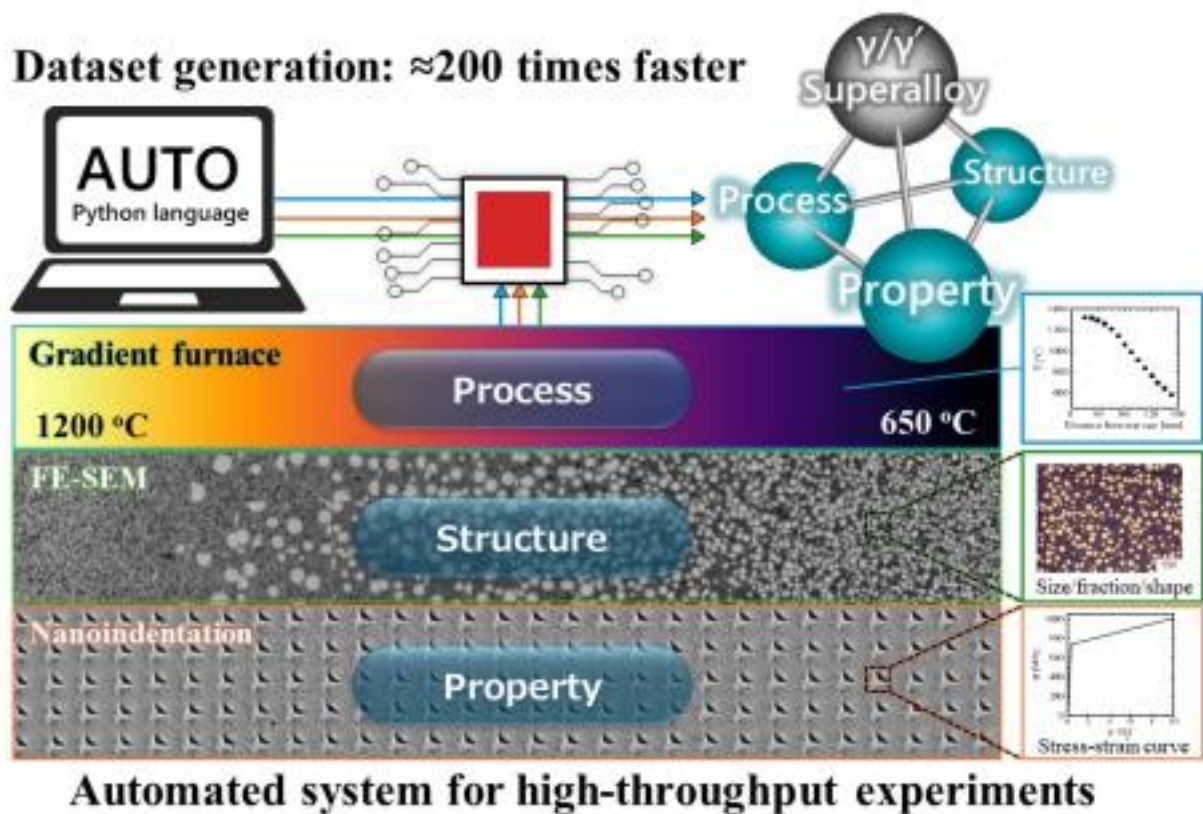


図 C-5 PSP 関係のハイスループット取得システムの概要

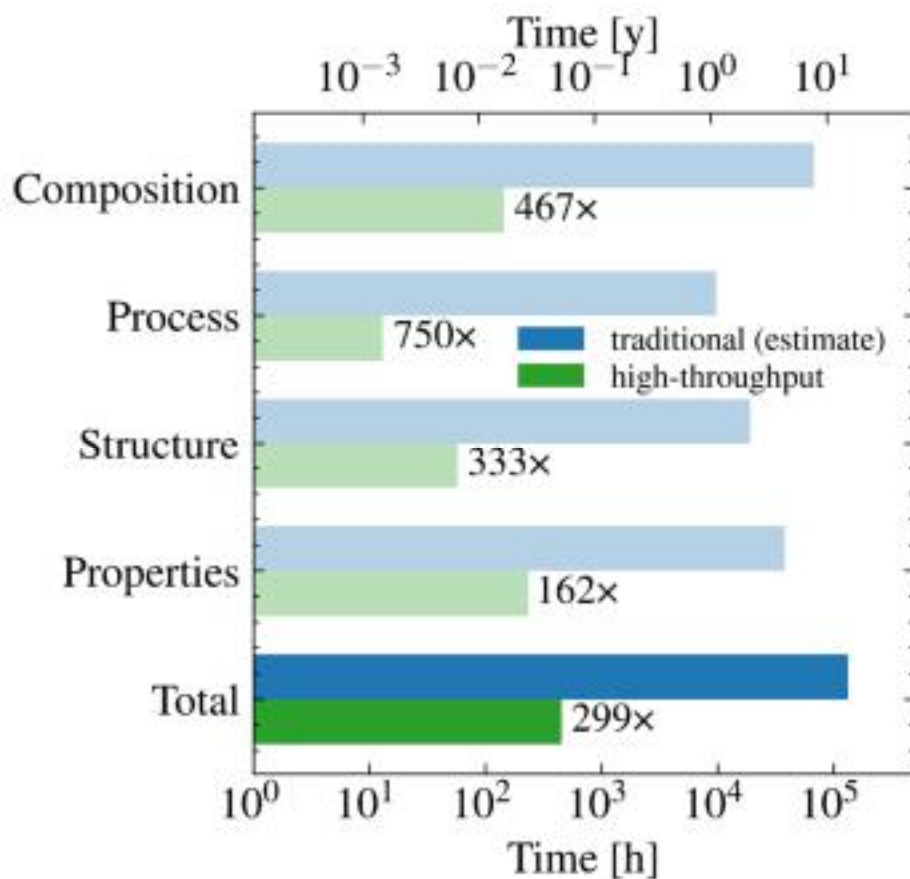


図 C-6 C-P-S-P における高効率化の見積り

4. 委託業務全体の成果

4. 1 計画時に想定していなかった成果（副次的成果）や、目標を超える成果

温度傾斜熱処理試験では温度傾斜下で試料を保持し、水冷にてその状態を凍結することができ、500-1370℃の連続した異なる温度の熱処理によって、試料がどのような状態になるのかを一度に知ることができる。図4-1は熱処理装置の概要である。本プロジェクトではこの熱処理試験をNi-Al合金、Ni基超合金に適用し、状態図-機械特性データベースの要素に資する高品質なデータセットを取得するための3つの手法を開発した。

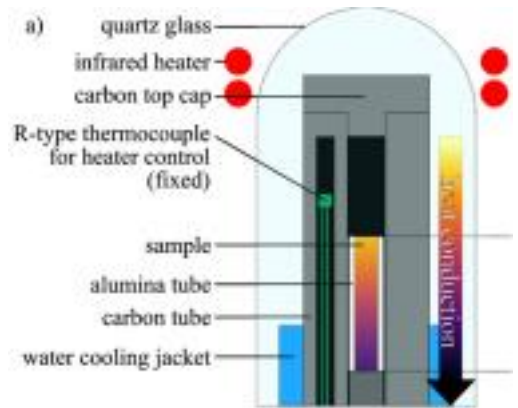


図 4-1 温度傾斜熱処理炉の概要

単結晶拡散対を用いた微細組織-機械特性-プロセス温度-組成データセット取得

Ni-14AlとNi-20Al合金拡散対である金太郎アメ試料(φ6、長さ50mm)を温度傾斜熱処理し、**10000点**のナノインデンテーションマッピング、微細組織観察、組成分析を実施し、一つの試料片に1000-1300℃の時効温度範囲、14-20 at.%Alの組成範囲における微細組織-機械特性-プロセス温度-組成データセットを取得した。図4-6右図は拡散対試料、中図は組成マップ、右図は硬度マップであり、それぞれのマップの横軸は試料の水平方向の位置、縦軸は垂直方向の位置である。拡散対法では**任意の元素の組成傾斜**を導入することが可能であり、例えば成分ごとに濃度を変えた場合の機械特性の変化だけではなく、同時にその最適な熱処理条件を極めて短時間で知ることができる。先述の試験と同様、通常企業で数年かかるところ数か月でデータ取得することができるため、この手法は材料開発を驚異的に加速させるツールとなると見込まれる。

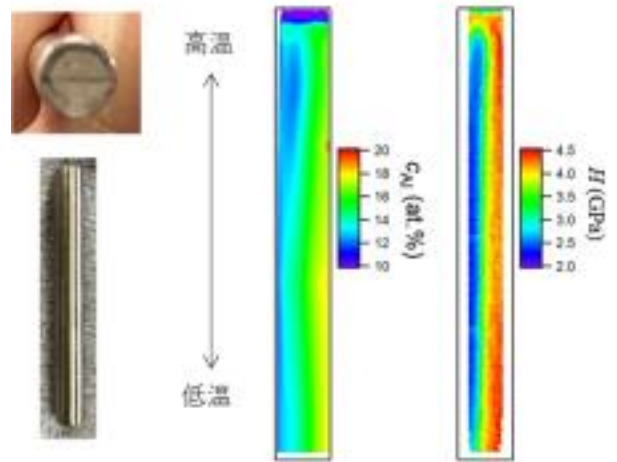


図 4-6 左) 拡散対試料、中) 組成マップ、右) 硬度マップ

4. 2 研究課題の発展性（間接的成果を含む）

学術的な発展性については、図B-8で述べた Ni合金のクリープ挙動の温度依存性において、特定の温度域でクリープ変形がゼロになる特異な挙動を発見した点に着目している（論文投稿予定）。同じ温度域においてナノインデンテーションの負荷過程にセレーション挙動が顕著化することも明らかにしており、両者の関係からメカニズム解明を行うことで新たな学理が確立できる可能性がある。変形挙動が変化する理由として、積層欠陥エネルギーの温度依存性によって双晶発生の確率が変化する仮説を立て、積層欠陥の安定化が強化に寄与する新たな機構を「積層欠陥強化」として提案したいと考えている。今後の取り組みとして、経済安全保障プログラムなどで実施できるよう準備を進めている。

産業分野への寄与については、実装のための合金開発に対して本研究で開発したシステムが高効率化と高精度化の両面で大きく貢献すると期待される。実装には信頼性の担保が必須であり、実験的なデータの積み上げが理想である。しかし、多大な時間・労力・コストを要する実験的な

アプローチには限界があり、その代替としてMaterials Integlationなどの予測システムを活用してきた。一方、MIでは外挿の精度に課題があるため、実装合金をMIだけで開発するにはリスクが伴う。本研究で開発したシステムに対して、すでに企業から高い期待の声が寄せられており、本技術を活用して開発した合金の実装に近い将来に実現する可能性がある。

さらに、学術・産業の両分野への貢献が期待されるのは、計測技術としてのハードのシステムである。本プロジェクトで開発したハイスループット評価システムは、計測ハードウェアメーカーにも注目されている点が特筆される。今回導入したSEMのメーカーであるZEISSは高い関心を持っており、ドイツの本社から副社長が来訪して研究現場の視察を行った。開発した一連のシステムは特許を出願中で、PIについても重要な成果の一部と自負している。

4. 3 研究成果の発表・発信に関する活動

最終的なハイスループット化の成果について、プレス発表を予定している。また、開発したシステムに関する特許の国内出願、PCT出願を行った。

5. プロジェクトの総合的推進

5. 1 研究実施体制とマネジメント

単独機関による実施体制によって、研究チーム内のコミュニケーションは比較的に取りやすい状況にあった。博士研究員などの研究参画者が研究機関中に変更した経緯があり、最近では外国人のポストドクが多く参画する事情から、会議メンバーを限定するなど情報の取り扱いについては細心の注意を払った。

5. 2 経費の効率的執行

複数の参加者が同一の予算の配算体で執行するため、配算体内での参画者ごとの内訳などについて管理する体制を取った。年度当初予定から変更する場合は参画者間で増減を確認し、業務執行に支障が発生しないように管理した。

6. まとめ、今後の予定

本研究で開発したハイスループットシステムは多様な合金開発に応用が可能であるため、他の国家プロジェクトへの応用や企業連携への展開を想定している。海外からの連携に関する勧誘も寄せられているが、当面は国内に限定して活用を進める。

7. 研究発表、知的財産権等の状況

(1) 研究発表等の状況

種別	件数
雑誌論文	2件
学会発表	16件
展示	1件
図書	該当なし
プレス	1件
その他	該当なし

(2) 知的財産権等の状況

発 明 の 名 称	発 明 者	出 願 登 録 区 分	出 願 番 号 (出 願 日)	出 願 区 分	出 願 国	登 録 番 号 (登 録 日)
合 金 組 成 探 索 の 自 動 評 価 装 置 お よ び 自 動 評 価 方 法	物 質 ・ 材 料 研 究 機 構	出 願	特 願 2023-202433	国 内		
合 金 組 成 探 索 の 自 動 評 価 装 置 お よ び 自 動 評 価 方 法	物 質 ・ 材 料 研 究 機 構	出 願	PCT/JP2024/31218	PCT		

(3) その他特記事項

該当なし