

課題番号	GR017
------	-------

## 先端研究助成基金助成金(最先端・次世代研究開発支援プログラム) 実施状況報告書(平成24年度)

本様式の内容は一般に公表されます

研究課題名	究極の耐熱性を有する超高温材料の創製と超高温特性の評価
研究機関・ 部局・職名	東北大学・大学院・工学研究科・准教授
氏名	吉見 享祐

### 1. 当該年度の研究目的

Re や TiC、ZrC などを添加した Mo-Si-B 合金を溶解鑄造法によって創製し、材料組織ならびに材料諸特性を系統的に調査することで組成の最適化を図り、新たな Mo 基超高温材料を開発・提案する。また、2000°C を超えた温度範囲での融点測定や材料組織形成挙動の調査にチャレンジする。一方、粉末焼結法による Mo-Si-B 合金の作製において問題となっているケイ酸ガラスの生成に対して、合金中の酸素濃度低減による酸化物生成を抑制するプロセスを検討し、最適な粉末冶金プロセスの提案を行う。さらに、1500°C 以上の温度範囲でクリープ試験を実施するための材料試験法の検討を進め、対象温度範囲における一定の低歪み速度による圧縮試験データを取得する。

### 2. 研究の実施状況

Re や Y、TiC、ZrC などを含む種々の Mo-Si-B 基合金を網羅的に調査した結果、新規な Mo 基超高温材料ともいべき合金の開発に成功した。この合金(第一世代モシブチック合金)は、Mo 固溶体相が Mo 固溶体 / Mo<sub>5</sub>SiB<sub>2</sub> / (Ti, Mo)C / Mo<sub>2</sub>C の4相からなる共晶相で囲まれた材料組織(下図)を有している。この合金は融点が 2000[°C]を下回るため溶解鑄造による材料作製が比較的容易であり、長さ約 120[mm]、直径約 20[mm]、重量約 400[g]という、これまでにない大きさのインゴットを溶解鑄造法によって作製することにも成功した。この合金の密度はおよそ 8.98 [g/cm<sup>3</sup>]であり、設定した開発目標を達成した。またこの合金の弾性率は Mo よりも 10%ほど高く、高剛性を実現した。さらにこの合金は、1100[°C]でおよそ 1.45[GPa]、1500[°C]でおよそ 0.55[GPa]と非常に高い高温圧縮強度を持ちながら、1100[°C]でも良好な圧縮変形能を示し、高強度かつ適度な靱性を有する合金となった。一方粉末冶金プロセスにおいて、C<sub>60</sub> フラーレンを微量に混合してスパークプラズマ焼結することで、焼結体の酸素濃度を約 0.1wt%から 0.04wt%まで減少させることができることを見出した。これによってケイ酸ガラスの生成も抑制された。しかしながら、依然わずかに残るケイ酸ガラスが結晶粒成長を妨げる結果、高温では低い変形応力で粒界すべりが起こり、十分な強度が得られないことがわかった。

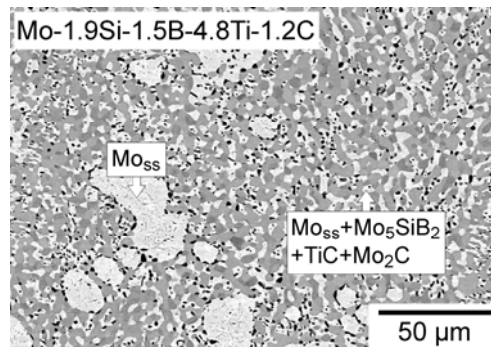


図 第一世代モシブチック合金が有する材料組織の走査型電子顕微鏡像。

3. 研究発表等

<p>雑誌論文 計6件</p>	<p>(掲載済み一査読有り) 計2件</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Yuya Miyazaki, Shimpei Miyamoto, Kyosuke Yoshimi, Kouichi Maruyama, Novel Low-Temperature Solid-Carburizing Using C<sub>60</sub> Fullerene for Austenitic Stainless SUS316L, ISIJ International, <b>52</b>, 11 (2012), 2076 – 2082. <a href="http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.52.2076">http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.52.2076</a>.</li> <li>2. Seong-Ho Ha, Kyosuke Yoshimi, Kouichi Maruyama, Rong Tu, Takashi Goto: “Compositional Regions of Single Phases at 1800°C in Mo-rich Mo-Si-B Ternary System”, Materials Science and Engineering A, <b>552</b> (2012), 179 – 188. <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.028">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.028</a>.</li> </ol> <p>(掲載済み一査読無し) 計3件</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>3. 御手洗容子, 吉見享祐, 細田秀樹, 中野貴由, 国民との対話のための公開講演会「グリーン・ライフインベーションへの材料研究最前線」を開催して, までりあ, <b>52</b>, 1 (2013), 32 – 35.</li> <li>4. 篠崎一平, 吉見享祐, 丸山公一, 長谷川泰士, 電磁超音波共鳴法によって測定された弾性定数およびその温度依存性の最適化, 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会研究報告, <b>53</b>, 2 (2012), 141 – 150.</li> <li>5. 河星鎬, 吉見享祐, 丸山公一, 中村純也, 金子昂弘, 塗溶, 後藤孝, 電子プローブマイクロアナライザの定量性改善による Mo-Si-B 合金の液相投影図ならびに状態図の再検討, 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会研究報告, <b>53</b>, 2 (2012), 151 – 162.</li> </ol> <p>(未掲載) 計1件</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>6. Shimpei Miyamoto, Kyosuke Yoshimi, Seong-Ho Ha, Takahiro Kaneko, Junya Nakamura, Tetsuya Sato, Kouichi Maruyama, Rong Tu and Takashi Goto, Phase Equilibria, Microstructure and High Temperature Strength of TiC-Added Mo-Si-B Alloys”, Metallurgical and Materials Transactions A, in press.</li> </ol>
<p>会議発表 計15件</p>	<p>専門家向け 計15件</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 金子昂弘, 原崇, 吉見享祐, 丸山公一, 1800°C における Mo<sub>5</sub>SiB<sub>2</sub> 単相組成の検討, 日本金属学会第 152 回春期大会, 東京, 2013 年 3 月 27 日~29 日, 日本金属学会.</li> <li>2. 吉見享祐, 藤井翼, 新井智大, 丸山公一, 且井宏和, 後藤孝, 放電プラズマ焼結法によって作製された Mo<sub>5</sub>SiB<sub>2</sub> 基合金の微細, 日本金属学会第 152 回春期大会, 東京, 2013 年 3 月 27 日~29 日, 日本金属学会.</li> <li>3. 森山貴裕, 金今大樹, 吉見享祐, 丸山公一, Mo-Si-B 合金の組織形成と高温強度に及ぼす D8<sub>8</sub> 型シリサイド安定化元素の効果, 日本金属学会第 152 回春期大会, 東京, 2013 年 3 月 27 日~29 日, 日本金属学会.</li> <li>4. 吉見享祐, 河星鎬, 宮本慎平, 新井智大, 金子昂弘, 森山貴裕, 中村純也, 丸山公一, 塗溶, 後藤孝, モリブデン基超高温材料の開発の現状と今後の展望, 日本金属学会第 152 回春期大会, 東京, 2013 年 3 月 27 日~29 日, 日本金属学会.</li> <li>5. 吉見享祐, 宮本慎平, 中村純也, 丸山公一, 塗溶, 後藤孝, Mo/Mo<sub>5</sub>SiB<sub>2</sub>/TiC/Mo<sub>2</sub>C In-situ 複合材料の組織と高温強度, 第 4 回日本複合材料合同会議, 東京, 2013 年 3 月 7 日~9 日, 日本複合材料学会.</li> <li>6. Kyosuke Yoshimi, Shimpei Miyamoto, Seong-Ho Ha, Takahiro Kaneko, Junya Nakamura, Kouichi Maruyama, Rong Tu and Takashi Goto, Effect of TiC Addition on Microstructure Evolution in Mo-rich Mo-Si-B Alloys, Materials Science &amp; Technology 2012, Pittsburgh, USA, 2012 年 10 月 7 日~11 日, The Minerals, Metals and Materials Society.</li> <li>7. 河星鎬, 吉見享祐, 丸山公一, Mo-Si-B 合金に対する液相面投影図の実験的再検討, 日本金属学会第 151 回秋期大会, 松山, 2012 年 9 月 17 日~19 日, 日本金属学会.</li> <li>8. 森山貴裕, 吉見享祐, 丸山公一, 三浦誠司, 毛利哲雄, 渡辺精一, 溶解法によって TiC 及び ZrC を添加した Mo-Si-B 合金の破壊靱性, 日本金属学会第 151 回秋期大会, 松山, 2012 年 9 月 17 日~19 日, 日本金属学会.</li> <li>9. 宮本慎平, 吉見享祐, 丸山公一, アーク溶解法によって作製された Mo-Si-B-TiC 合金の組織の最適化, 日本金属学会第 151 回秋期大会, 松山, 2012 年 9 月 17 日~19 日, 日本金属学会.</li> <li>10. 新井智大, 吉見享祐, 丸山公一, 塗溶, 後藤孝, 放電プラズマ焼結法によるバルク Mo<sub>5</sub>SiB<sub>2</sub> 基合金の作製, 日本金属学会第 151 回秋期大会, 松山, 2012 年 9 月 17 日~19 日, 日本金属学会.</li> <li>11. 篠崎一平, 吉見享祐, 丸山公一, 長谷川泰士, 電磁超音波共鳴法によって測定された弾性定数およびその温度依存性の最適化, 日本金属学会第 151 回秋期大会, 松山, 2012 年 9 月 17 日~19 日, 日本金属学会.</li> </ol>

様式19 別紙1

	<p>学会.</p> <p>12.河星鎬, 吉見享祐, 丸山公一, 中村純也, 金子昂弘, 塗溶, 後藤孝, 電子プローブマイクロアナライザの定量性改善による Mo-Si-B 合金の液相投影図ならびに状態図の再検討, 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会7月期研究報告会, 東京, 2012 年 7 月 9 日, 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会.</p> <p>13.篠崎一平, 吉見享祐, 丸山公一, 長谷川泰士, 電磁超音波共鳴法によって測定された弾性定数およびその温度依存性の最適化, 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会7月期研究報告会, 東京, 2012 年 7 月 9 日, 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会.</p> <p>14.K.Yoshimi, S.-H. Ha, S. Miyamoto, T.Sato and K. Maruyama, Microstructures of Mo-Si-B/TiC In-situ Composites for Ultra-High Temperature Applications, Kyoto Workshop on High Temperature and Structural Materials, Kyoto, 2012 年 6 月 1 日, Kyoto University.</p> <p>15.Kyosuke Yoshimi, Seong-Ho Ha, Kouichi Maruyama, Microstructure and Phase Stability of Mo-Si-B Based Alloys at 1800 °C, 12<sup>th</sup> International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Kyoto, 2012 年 5 月 27 日~31 日, 日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会.</p> <p>一般向け 計0件</p>
<p>図書</p> <p>計0件</p>	
<p>産業財産権 出願・取得状況</p> <p>計1件</p>	<p>(取得済み) 計0件</p> <p>(出願中) 計1件</p> <p>1. 合金およびその製造方法, 吉見享祐, 丸山公一, 後藤孝, 宮本慎平, 金子昂弘, 森山貴裕, 国立大学法人東北大学, 特願 2013-005292, 平成 25 年 1 月 16 日, 国内. (発明者は上記 6 人、権利者は東北大学)</p>
<p>Webページ (URL)</p>	<p>1. 新しい未来を創る超高温材料創製のための材料設計・開発プロジェクト, 最先端・次世代研究開発支援プログラム 究極の耐熱性を有する超高温材料の創製と超高温特性の評価 (<a href="http://www.ultra-htm.org/">http://www.ultra-htm.org/</a>)</p>
<p>国民との科学・技術対話の実施状況</p>	<p>1. 究極の耐熱性を有する超高温材料の創製と超高温特性の評価, 平成 25 年 1 月 17 日, 仙台国際センター, 企業向け, 約 2000 人, 東北大学イノベーションフェア.</p> <p>2. 超高温エネルギー変換への材料研究最前線, 平成 24 年 10 月 27 日, 大阪大学中之島センター, 高校生・一般向け, 約 70 人, 第2回3大学主催連携公開講演会「グリーン・ライフイノベーションへの材料研究最前線」.</p> <p>3. 火を司(つかさど)る超高温材料, 平成 24 年 7 月 30 日, 31 日, 東北大学工学部キャンパス, 高校生向け, 約 2000 人, 市民公開講座「12 夏 最先端・次世代材料の研究最前線」</p>
<p>新聞・一般雑誌等掲載</p> <p>計2件</p>	<p>1. 日刊工業新聞, 平成 24 年 8 月 23 日(木), 19 面, 材料先端研究で 10 月に講演会.</p> <p>2. 日経産業新聞, 平成 24 年 10 月 11 日(木), 11 面, 材料研究最前線テーマに講演会.</p> <p>3. 日経サイエンス, 第 42 巻第 9 号(2012 年 9 月号), 119 ページ, 第2回3大学主催連携公開講演会 最先端・次世代研究開発支援プログラム研究者が語る「グリーン・ライフイノベーションへの材料研究最前線」</p>
<p>その他</p>	<p>特に無し</p>

4. その他特記事項

特に該当なし

## 実施状況報告書(平成24年度) 助成金の執行状況

本様式の内容は一般に公表されず

## 1. 助成金の受領状況(累計)

(単位:円)

	①交付決定額	②既受領額 (前年度迄の 累計)	③当該年度受 領額	④(=①-②- ③)未受領額	既返還額(前 年度迄の累 計)
直接経費	127,000,000	56,960,000	53,490,000	16,550,000	0
間接経費	38,100,000	17,088,000	16,047,000	4,965,000	0
合計	165,100,000	74,048,000	69,537,000	21,515,000	0

## 2. 当該年度の収支状況

(単位:円)

	①前年度未執 行額	②当該年度受 領額	③当該年度受 取利息等額 (未収利息を除 く)	④(=①+②+ ③)当該年度 合計収入	⑤当該年度執 行額	⑥(=④-⑤) 当該年度未執 行額	当該年度返還 額
直接経費	979,340	53,490,000	0	54,469,340	54,416,185	53,155	0
間接経費	0	16,047,000	0	16,047,000	16,047,000	0	0
合計	979,340	69,537,000	0	70,516,340	70,463,185	53,155	0

## 3. 当該年度の執行額内訳

(単位:円)

	金額	備考
物品費	48,555,073	Mo合金、ロッキングミル、超高温引張クリープ試験機、1000A溶解モリブキャスト炉、Mo研磨棒、リフレクター、タングステン皿等
旅費	2,600,760	成果発表旅費 (TMS国際会議@アメリカ、MRS国際会議@アメリカ、日本金属学会、日本複合材料学会 等)
謝金・人件費等	1,246,738	研究補助員人件費1名×11カ月
その他	2,013,614	市民公開講座宣材費、ホームページ更新費、学会誌投稿料等
直接経費計	54,416,185	
間接経費計	16,047,000	
合計	70,463,185	

## 4. 当該年度の主な購入物品(1品又は1組若しくは1式の価格が50万円以上のもの)

物品名	仕様・型・性能 等	数量	単価 (単位:円)	金額 (単位:円)	納入 年月日	設置研究機関 名
Mo合金	三ツ引興業(株)製	1	546,000	546,000	2012/4/25	東北大学
ロッキングミル	RM-05	1	871,500	871,500	2012/4/2	東北大学
超高温引張クリー プ試験機	(株)東栄科学産業 製	1	35,017,500	35,017,500	2012/9/28	東北大学
1000A溶解モリブ キャスト炉	AF-102-198型	1	9,450,000	9,450,000	2013/3/21	東北大学
				0		