# 究極のインバー合金 IC-DX

# ○小奈浩太郎、坂口直輝(新報国製鉄株式会社)

#### 概要(Abstract)

これまで Invar 合金は熱膨張係数をゼロに近い組成にすると、ヤング率が低下することや、低温域でマルテンサイト変態して熱膨張特性が大きくなることが知られていた。今回、低熱膨張、ヤング率、低温安定性、耐食性及び経年変化で優れた究極のゼロインバーといえる IC-DX を開発し、TMT への採用に向け試験評価を進めている。更に 4K での組織安定性を確認したことで、今後は極低温環境での観測機器部品への応用が期待される。

# 1. 緒言

Invar 合金(Fe-36mass%Ni、以下 mass%を%と略す)  $^{10}$ の熱膨張を限りなく  $^{0}$  に近づけるためには、Ni を数%Co に置き換え、最適な比率( $^{0}$ 32%Ni- $^{0}$ 5%Co=Super Invar 合金)にする必要がある  $^{0}$ 。 しかし、Ni 量を少なくし、Co 量を上げることでマルテンサイト変態開始温度( $^{0}$ 3%)が高くなることがわかっている  $^{0}$ 3。その為、 $^{0}$ 493K以下の低温域で Super Invar 合金を使用するとマルテンサイト変態が起こり低熱膨張特性を損なうため、一般的に Invar 合金が使用されている。近年の精密機械の高精度化に伴い、Invar 合金の熱膨張率では不十分である為、Invar を粉末冶金にて高純度化し、熱膨張を  $^{0}$ 0 に近づける研究が報告されているが、製造形状や大きさに制限があり、実用化には至っていない  $^{0}$ 6。

他方、増本により Stainless Invar(Fe-Co-Cr)合金が開発されたが 5、低熱膨張がなかなか再現されず、これまで実用化されていない。増本の特許によれば 6、Fe-Co-Cr 合金にはカーボンを 0.19%含有している。Invar 合金において、カーボンは経年変化を著しく阻害することが知られている 7。そこで、新報国製鉄(株)は低カーボン系の Fe-Co-Cr 合金の組成を見直すことにより新しい低熱膨張合金 IC-DX の開発に成功した。IC-DX 合金は低温安定性、極低熱膨張特性、高ヤング率、及び高耐食性を実現した。本論文では IC-DX の極低温及び常温での特性評価を行った。

# 2. 極低温熱膨張測定

2-1) サンプル形状・測定装置・方法

極低温熱膨張測定サンプルは IC-DX 及び 36%Ni Invar の鍛鋼品を使用し、20×20×8mm の 形状にフライス加工、研削加工を行った後、側面を超精密鏡面加工により平面度、平行度を調整 した。

産業技術総合研究所の協力を受け、He-Ne レーザーを光源とする低温用レーザー干渉計を用いて熱膨張測定を行った。測定温度域は  $45K\sim300K$  とした。室温にて試験片を取り付けた後、Fig.1 に示すように 300K から 45K までマイナス 18K/h の冷却速度で冷却したのちステップ状

に 300K まで温度上昇を行った。

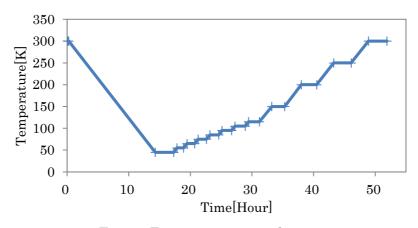


Fig. 1 Temperature control pattern

ステップ状の昇温過程において、それぞれの指定温度に制御した状態で試験片温度及び温度ステップ間での試験片長の変化量を測定した。得られた試験片温度及び試験片長の変化量よりステップ間での平均熱膨張率(CTE)を求めた。また長さ変化率( $\Delta$ L/L<sub>0</sub>)についても求めた。尚、L<sub>0</sub>は測定前の室温 293K における試料長である。

平均熱膨張率(Coefficient of Thermal Expansion)は次式で求めた。

$$CTE = \Delta (L_1 - L_2) / L_0 / \Delta (T_1 - T_2)$$

# 2-2) 測定結果

長さ変化率を Fig. 2 に、平均熱膨張率を Fig. 3 に示す。IC-DX は 36%Ni Invar と比較して変化率が小さく、特に  $65\sim85 K$  にかけてはほぼ 0 であることが確認できた。

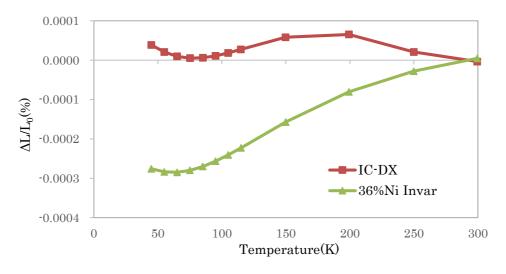


Fig.2 Change in length of IC-DX and 36%Ni Invar depending on temperature.

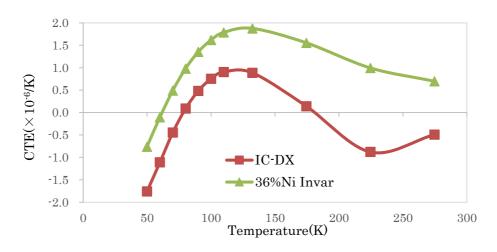


Fig.3 CTE of IC-DX and 36%Ni Invar depending on temperature.

# 3. 極低温組織安定性

#### 3-1) 組織観察方法

極低温組織安定性試験を行った観察サンプルは IC-DX、36%Ni Invar 及び Super Invar の鍛鋼品を使用し、液体窒素(77K)及び液体ヘリウム(4K)に浸漬させ冷却した。サンプルを室温に戻した後、鏡面研磨を行い、腐食液を用いてエッチングを行い、光学顕微鏡(100 (f))にてマルテンサイトの有無を確認した。

#### 3-2) マルテンサイト観察結果

観察結果を Fig.4 に示す。IC-DX 及び 36%Ni Invar は液体ヘリウム下(4K)でもマルテンサイト変態しておらず、組織安定であることがわかる。Super Invar に関しては液体窒素下(77K)で既にマルテンサイト変態していることがわかる。



Fig.4 Microstructure left:IC-DX(4K), center:Invar(4K), right:Super Invar(77K)

# 4. 室温における材質特性

### 4-1) 機械的性質

IC-DX の室温における引張試験、ヤング率及びロックウェル硬さの測定を行った。引張試験 片は JIS Z 2241 の 14 号試験片とし、伸び計を使用しオフセット法にて 0.2%耐力を測定した。 また、引張強さ、破断伸びを測定した。ヤング率は  $7T \times 16W \times 125L$  の試験片を用い、二点支持横共振法にて共振周波数を測定しヤング率を計算にて求めた。ロックウェル硬さ試験は JIS Z 2245 にて測定した。結果を Table1 に示す。

Table 1 Mechanical properties of IC-DX

0.2% proof stress	Tensile Strength	Elongation	Young's Modulus	Hardness
(MPa)	(MPa)	(%)	(GPa)	(HRB)
213	575	56.7	177	75.3

#### 5. 結言

既存の低熱膨張合金 36%Ni Invar は熱膨張係数が大きく、Super Invar(32%Ni-5%Co)は低温の組織 安定性がないという欠点を有するが、新報国製鉄が開発した低温安定型ゼロ熱膨張合金 IC-DX は極低 温熱膨張係数がゼロに近く組織安定性も優れている。また、IC-DX の諸特性は 36%Ni Invar よりも優れているか同等である。

4Kまで組織安定な低熱膨張合金であるため極低温環境で使用される各種観測機器部品に適した材料である。

#### 文献

1) C.E.Guillaume: C.R.Acad.Sci., 125 (1897) ,235

2) 增本量:応用物理, 1 (1932), 227

3) H.Saito: PHYSISC AND APPLICATIONS OF INVAR ALLOYS, 21 (1978), 495

4) Witold M. Sokolowski: US5476633 (1995)

5) 增本量:日本金属学会誌,2 (1938),141

6) 增本量:特許 97033 号 (1931)

7) S.Kachi: PHYSISC AND APPLICATIONS OF INVAR ALLOYS, 17 (1978), 395