



NRIM NEWS



科学技術庁 金属材料技術研究所

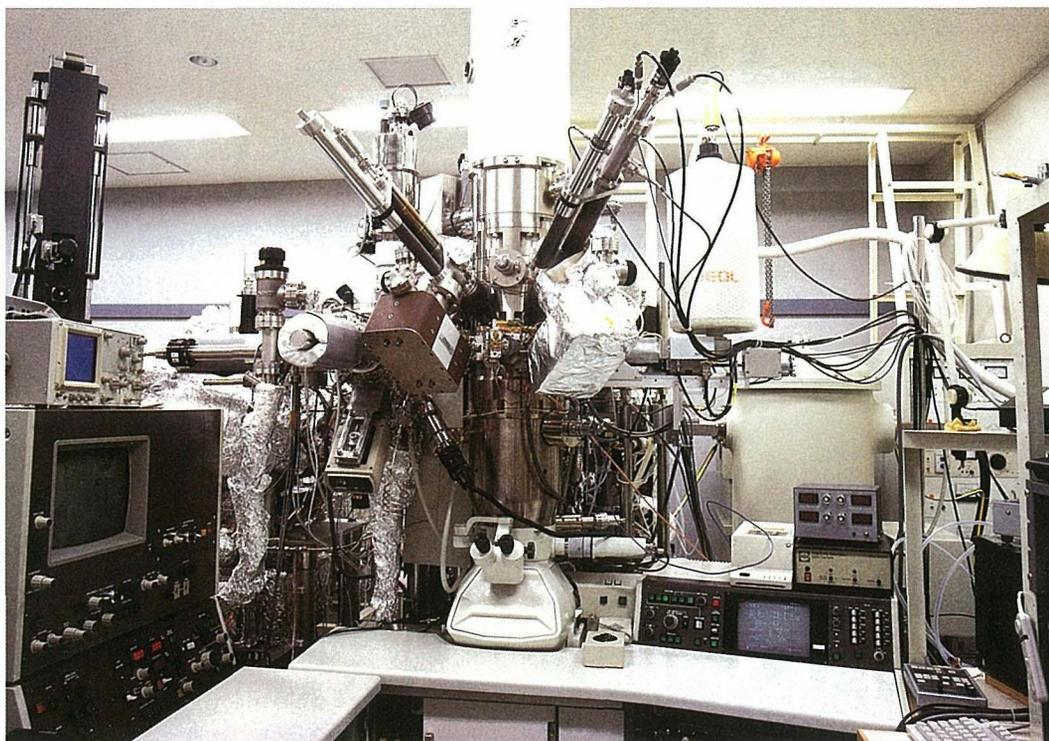
National Research Institute for Metals

研究最先端

- 過飽和固溶体から変態させて作製したNb₃Al超伝導多芯線材
- 電子ビームを用いたナノメートルサイズのシリコンナノ粒子の創製

講演会報告

- 平成10年度研究発表会報告



3

1999 MARCH

過飽和固溶体から変態させて 作製したNb₃Al超伝導多芯線材

—新しい核融合炉用超伝導線材—



強磁場ステーション
竹内 孝夫

Nb₃AlはNb₃Snに代わる次世代の強磁場用超伝導線材として、20年以上もその線材化のための研究が行われてきました。実用化を阻む最大の壁は、超伝導特性の優れる化学量論組成が1700℃以上でのみ安定で、1000℃以下の低温ではAlが不足したNb₃Alになってしまう状態図の性質にありました。私たちは、Nb/Al複合多芯線を連続的に通電加熱（約1900℃）して溶融Ga浴中（50℃）へ急冷処理することにより、NbにAlの濃度が25at%に達するまで過飽和に固溶した準安定相のNb(Al)_{ss}フィラメントがNbマトリックス中に分散した前駆体多芯線をいったん生成させ、このフィラメント部を再加熱によりマッシュ変態させて化学量論組成のNb₃Al多芯線を製造する方法を開発しました。

1000℃以下で短時間のうちに変態が完了するので、磁束線のピン止め中心である結晶粒界の粗大化を抑制できます。粒径

は数十nmレベルの極めて微細な組織になります。これにより、実用上最も重要な臨界電流密度J_c特性は25テスラまでの広い磁界領域で従来のNb₃Al線材やNb₃Sn線材より数倍高く向上できます(図

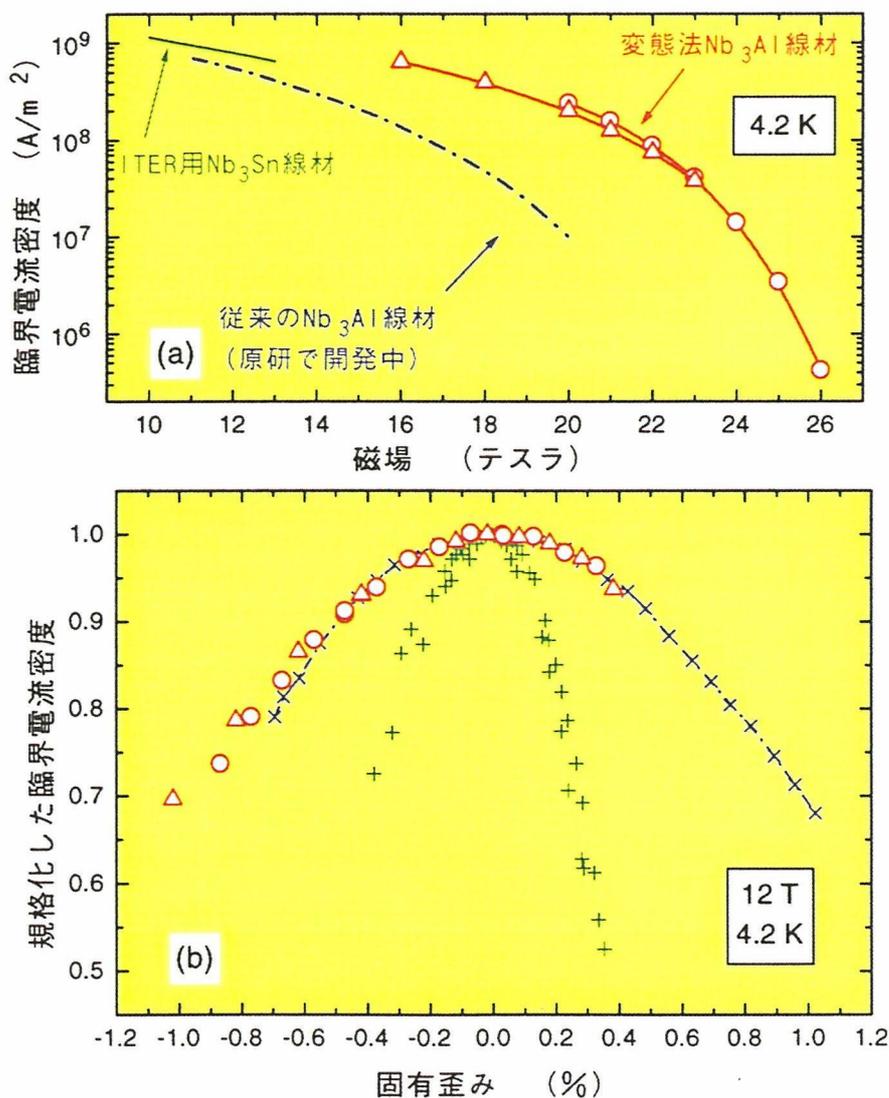


図1 変態法 Nb₃Al線材の臨界電流密度の(a)磁場依存性と(b)耐歪み特性

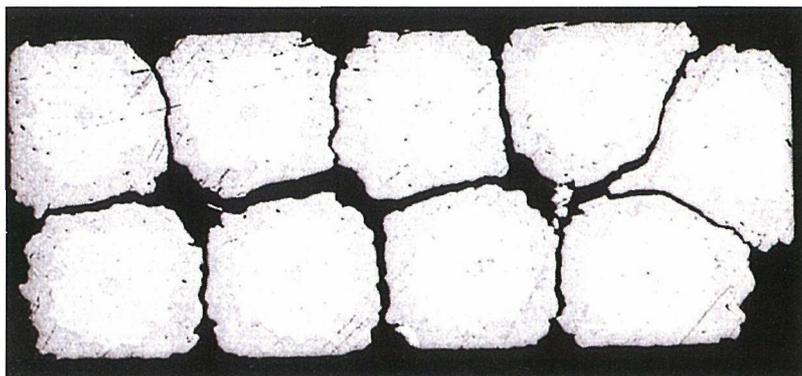


図2 過飽和固溶体の状態で成形撚り線加工した大電流量Nb₃Al導体

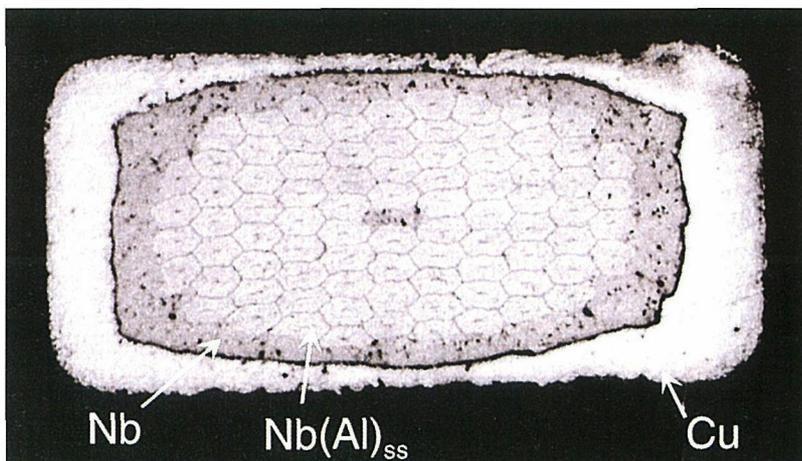


図3 急熱急冷処理した後に銅をクラッド接合した外部安定化導体の断面組織

1(a))。一方、核融合炉などの大空間に強磁場を発生させる超伝導マグネット用線材では電磁力対策が重要です。高い J_c だけでなく、歪みに対して J_c の劣化がないことが求められます。変態法Nb₃Al線材は、従来のNb₃Al線材と同様に、Nb₃Sn線材に比べて格段に優れた耐歪み特性を保持します(図1(b))。

この材料は、前駆体である体心立方構造のNb(Al)_{ss}が室温で良好な展伸性を示す特徴を有します。好都合なことにNb(Al)_{ss}への適度な塑性加工は変態後の

J_c 特性をむしろ向上させます。この実用的に重要な性質を利用して、大電流量化のための成形撚り線加工(図2)やクラッド接合加工で表面への銅安定化材の付与(図3)が急熱急冷処理後に可能になります。この外部銅安定化技術は任意量の安定化材を付与できる特徴を有します。一方、工程を簡略化させる目的で、はじめから線材内部に安定化材を配し、通電加熱時にNb(Al)_{ss}と反応しないようにNbの拡散バリアで銅や銀を隔離する内部安定化技術も開発中です(図4)。今年度より核融合炉用新超伝導材料として本格的にこの線材の開発研究がスタートしています。

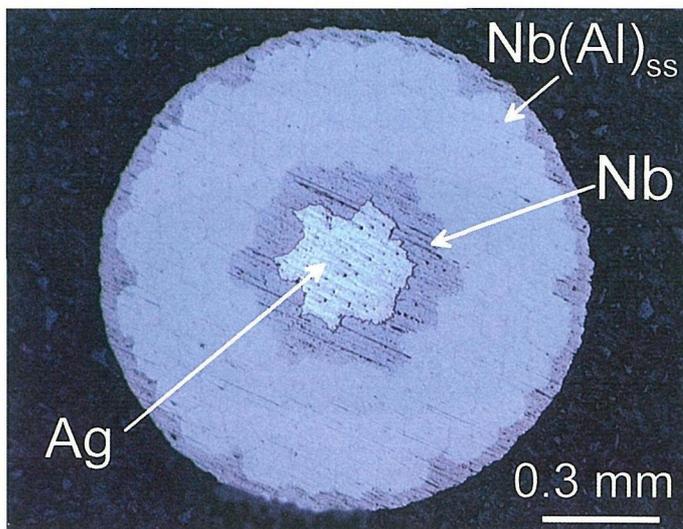


図4 急熱急冷処理した後の内部安定化Nb₃Al導体の断面組織。Nbの拡散バリアのために中央部に配した銀安定化材とNb(Al)_{ss}フィラメントは反応していない。



精密励起場ステーション
竹口 雅樹

電子ビームを用いたナノメートルサイズのシリコンナノ粒子の創製

—位置とサイズが制御可能なシリコンのナノ構造の創製法—

材料のサイズが数ナノメートルになると、その材料は従来とは異なった物性を示すようになります。これには量子サイズ効果によるものと、材料における表面の割合が大きくなることに起因する構造変化によるものがあります。前者の場合、単電子トランジスタなどの量子デバイス開発へ応用されますし、後者の場合は全く新しい材料の創製が期待されます。これらはそのナノメータサイズ化の効果による新物性の発現の点から、ナノ構造材料と呼ばれています。いずれにしてもそのような新しいナノ構造材料を開発し、実用化を目指して研究してゆくためには、まずその創製手法や技術を確認する必要があります。

我々のグループでは、当研究所によって新しく開発された超高真空電界放射形電子顕微鏡を用いて、ナノ構造材料の創製技術を開発すると同時に、得られた材料の構造や電子状態を調べ、さらには新物性の発現を測定する、という研究を行っています。この電子顕微鏡の特徴は、超

高真空という普通の電子顕微鏡の数百倍も真空度の良い試料室を備えているので不純物などによる汚染の影響をナノ構造材料に与えない点と、200keVといった高エネルギーでかつ高密度の電子線を1ナノメートル以下に絞って試料に照射することが可能な点です。このような世界にほとんど類の無い電子顕微鏡を用いることにより初めて我々が実現することのできた全く新しいナノ構造材料の創製方法を以下に紹介します。

我々は、現在ほとんど全ての電子デバイスの材料として用いられるシリコンのナノ構造材料の創製方法を考案しました。シリコンのナノ構造が創製可能になれば、現在の集積回路上にそのまま量子デバイスを組み込むことができるので、多くの研究者がその創製方法を求めていました。図1に我々の手法の原理を示します。二酸化シリコン(シリカ)薄膜を約600℃の高温に保ち、直径2~3ナノメートルに絞った電子ビームを照射します。二酸化シリコンの中の酸素は電子照射によりイオン化して空気中へ飛び出してしまい、後にはシリコンが残ります。温度が低いと残ったシリコンは結晶化しない状態(非晶質)のままですが、高温状態では首尾良く結晶化が起こることが本研究により明らかとなりました。また、電子ビームのエネルギーが高いと効率が良いこともわかりました。従って我々の創製実験では電子ビームのエネルギーは100keVに設定しました。

図2に、得られたシリコンの結晶粒子を示します。大きさがナノメートルサイズなのでナノ粒子と呼ばれます。ここで見ら

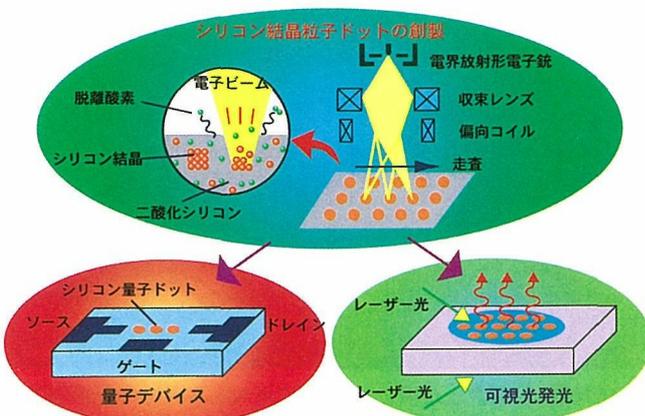


図1 シリコンナノ構造創製の原理図とその応用例

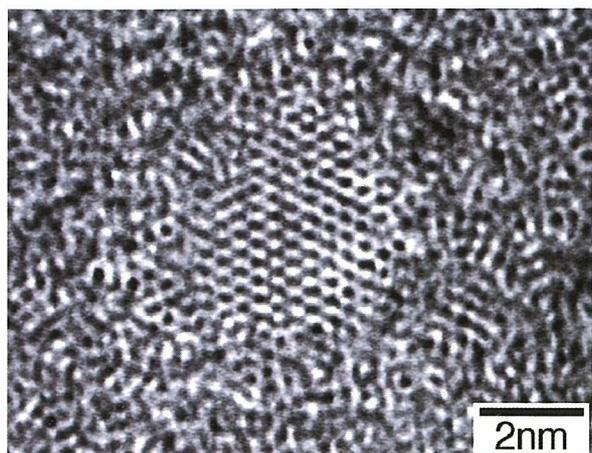


図2 形成されたシリコンナノ粒子の高分解能電子顕微鏡写真

れる原子配列構造から、この粒子はほとんど乱れなどのない単結晶であることがわかります。この時の電子ビームの直径は3ナノメートルで、照射時間は5秒でした。電子線照射をしながら組成を分析した結果を図3に示します。2s~12sは照射時間(秒)を表しています。2sのときは、二酸化シリコンのスペクトル形状を示しており、12sではほぼ完全にシリコンに変化したことがわかりました。このナノ粒子の周囲は二酸化シリコンのままであることも確かめました。つまり、この方法の優れた点は電子ビームのあたった部分だけが半導体であるシリコン結晶となり、それ以外の部分は絶縁体である二酸化シリコンのままです。これは0次元の量子構造(量子ドット)という点で理想的です。なぜなら1つの電子がそのシリコン結晶部分にのみ閉じ込められるからです(これが単電子トランジスタの原理です)。この手法では電子ビームの大きさを自由に変えることができるので、その量子ドットの大きさをコントロールできるのです。さらに電子ビームの照射位置もまた自由に変えることができますから、その量子ドットのパターンを自在に作る事が出来るということになります。図3

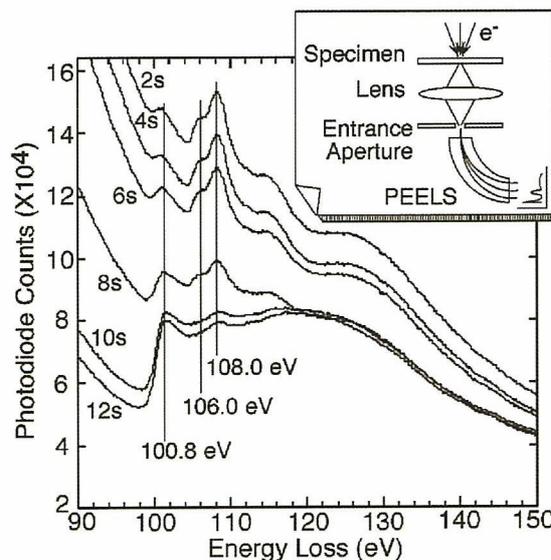


図3 電子線照射によって二酸化シリコンがシリコン変化する様子を示す組成分析(電子線エネルギー損失分光)スペクトル

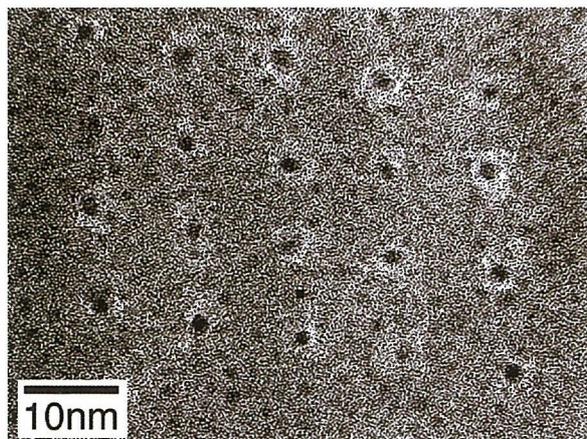


図4 シリコンナノ粒子の配列パターンの創製結果を示す電子顕微鏡写真

はその1例として縦横5個ずつのシリコンのナノ粒子(量子ドット)の配列パターンを創製した結果を示しています。この時の電子ビームの直径は2ナノメートルであり、確かに個々のシリコン結晶の直径も約2ナノメートルとなっています。以上、我々の考案した手法によりシリコンのナノ構造材料を精度良く創製できる事を紹介しました。現在は本手法を用いてデバイス構造を作成し、量子効果の発現を確認する実験を計画しています。

講演会報告

平成10年度研究発表会報告

第5研究グループ
小林 幹彦

平成10年度の研究発表会が2月18日に第1会議室で開催されました。また例年通りに、平成9年度終了課題のポスターセッションが平行して講堂で開催されました。当日は、幸いにも内外から100人を超える人が集まり、盛会裏に終了したことを報告します。

今回の研究発表会は、第5研究グループが主として担当しており、主題や講演者も普及係と相談して決めました。第5研究グループは括弧書きで「インテリジェント材料」とつくのが正式であり、それにあわせて主題も「インテリジェントな材料の開発を目指して」としました。时期的にも、グループが結成されてちょうど5年が経過しており、われわれの研究成果をまとめて発表するのによい頃合です。

まず新谷総合研究官が全体的な紹介を行い、さらに第5研究グループから最近の研究を3件発表することになりました。もちろん、インテリジェント材料の研究は当グループの専売特許ではなく、今回の所内発表の主題にふさわしい研究は、さまざまな部・グループで行われております。そういうわけで、講演者の人選には担当者は皆頭を悩ませました。全体的なバランス等を考え、鈴木プロセス制御部長および塙生体融和材料研究チームリーダーに講演をお願いしましたところ、お二人とも快く引き受けてくださり、プログラムが決定しました。

当日は、新谷総合研究官が「金材技研におけるインテリジェント材料の研究開発」と題して、インテリジェント材料の概念が生まれてきた経緯・背景および研究の必要性に言及し、さらに当所での研

究を要領よくまとめて紹介しました。続いて第5研究グループから、小林が「粒子アSEMBルによる多機能電子材料」、石田サブグループリーダーが「形状記憶合金薄膜」、また岸本主任研究官が「構造材料のインテリジェント化」について、それぞれ発表を行いました。

休憩を挟んで、鈴木部長は「先進ブロンズ法による高機能複相材料の創製」と題して、NEDOの研究で進めている高強度高導電性材料の研究開発を紹介しました。塙チームリーダーは「生体適合性向上のための表面改質」として、Ti等の人工骨材と生体細胞との親和性を改善する種々の研究に関して発表しました。

なお、最初は質問が少なく心配しましたが、荒木透元所長がお元気な姿を見せられ、質問の口火を切ると、そこから活発に質問が飛び交い、討論がはじまったことを付記しておきます。

最後に、開催に際しお世話になりました方々に紙面を借りてお礼申し上げます。



特許速報

●登録（国内特許）

発明の名称： V型電気抵抗温度特性材料

登録日： 平成10年12月18日

登録番号： 特許第2863835号

発明者氏名： 檀武弘、江頭満、京野純郎、不動寺浩、新谷紀雄

概要： 本発明により、正の温度特性、負の温度特性を大きな自由度を持って別個に選択でき、これを組み合わせて、任意の希望するV型形状の温度特性を決定することができる。この効果は、材料そのものがバルクな焼結体ではなく、構成単位が小粒子であることによるもので、使用形状に大きな制約がなく、大きさの極小化も可能となる。低温保持、通電防止機能、スイッチ、サージ吸収、一定電流保持、過冷・加熱防止機能を持つヒータ等への応用が可能となる。

発明の名称： 酸化物単結晶とその製造方法

登録日： 平成10年12月25日

登録番号： 特許第2866924号

発明者氏名： 木村秀夫、佐藤充典

概要： 本発明は、レーザー素子、波長変換素子などの光学分野において有用な、優れた非線形光学特性を有する新しい酸化物単結晶とその製造方法に関するものである。本発明により、結晶全体で対称中心を持たない良質な単結晶で、再現性が良い、容易で安価な製造が可能な、非線形光学特性を持つ酸化物単結晶が提供される。レーザー素子、波長変換素子などの光学分野をはじめ、各種の分野に有用なものとなる。

発明の名称： プラズマフラッシュ蒸着方法および装置

登録日： 平成8年3月28日

登録番号： 特許第2034806号

発明者氏名： 福富勝夫、小森和範、田中吉秋、浅野稔久、前田弘、他2名（アネルバ株式会社との共有特許権）

概要： 本発明は、低圧高温プラズマを利用して、低圧高温プラズマ内に供給した粉末原料の薄膜を基板上に得るようにしたプラズマフラッシュ蒸着方法および装置に関するものである。本発明によれば、活性ガスをプラズマ部に供給するようにしたので、低圧高温プラズマの生成を安定に持続させて、所望の薄膜を精度よく成膜できる効果があるとともに、供給した粉末原料を完全に気化でき、未揮発粉末が薄膜中に混入するのを避けられる効果がある。

発明の名称： Cu-Ag合金導体の製造方法

登録日： 平成8年10月3日

登録番号： 特許第2566877号

発明者氏名： 坂井義和、井上廉、前田弘、他4名（昭和電線電纜株式会社との共有特許権）

概要： 本発明は、ロングパルスマグネットなどの高磁界発生用マグネットの導体材料として有用な、高強度高導電性Cu-Ag合金導体の製造方法に関するものである。本発明の製造方法によれば、連続鋳造法を採用し、その際の冷却条件を急冷とするとともに、その後の加工および熱処理条件を最適化したので、強度および導電性ともに優れた長尺なCu-Ag合金導体を生産性よく、かつ再現性よく製造することができ、また、材料の歩留まり向上させて、製造コストを低下減少することができる。

発明の名称： 超電導磁気シールド容器及びその製造方法

登録日： 平成9年1月29日

登録番号： 特許第2604665号

発明者氏名： 吉田勇二、湯山道也、井上廉、前田弘、他8名（三井金属鉱業株式会社及び株式会社日本計器製作所

概要： との共有特許権）

本発明は、基材上に77K以上の臨界温度を有するBi系酸化物超電導体の高T_c相皮膜と低T_c相皮膜とを堆積させてなる超電導磁気シールド容器及びその製造方法に関するものである。本発明によれば、磁気シールド効果が向上し、基材からの剥離が防止される。従って、液体ヘリウムを冷媒として使用する大型の磁気シールド容器が得られる。

特許速報

発明の名称：耐放射線性・不純物補償型光検知器
 登録日：平成11年2月12日
 登録番号：特許第2884037号
 発明者氏名：岸本直樹、雨倉宏
 概要：本発明は、原子炉、宇宙環境、あるいは加速器等の高エネルギー放射線環境における分光光度計および放射温度計等に有用な耐放射線性・不純物補償型光検知器に関するものである。本発明により、耐高エネルギー放射線環境下でも、信頼性のある光検知が可能となる。そして、本発明の耐放射線性・不純物補償型光検知器は、新しい光検知器として、原子炉等過酷な高エネルギー放射線環境の光検知器として広く応用することが可能となる。

発明の名称：微小領域の硬さ試験方法
 登録日：平成11年1月29日
 登録番号：特許第2879679号
 発明者氏名：宮原健介、松岡三郎、長島伸夫
 概要：本発明は、ビッカース硬さ等のマクロ硬さ試験で測定が不可能な、ナノメートル領域等の微小領域での硬さを正確に評価することのできる、新しい硬さ試験方法に関するものである。本発明により、微小領域の硬さが正確に評価されることになり、実用的にも、硬さ評価法は多くの分野で使用され、研究開発の進展が期待でき、生産現場における品質管理手段として活用されて信頼性や生産効率を向上する。

受賞 Congratulations!

優秀ポスター賞

Materials Research Society 1998 Fall Meeting

岸本 哲

「Development of Metallic closed cellular materials Containing polymer」のポスターに対して、上記の賞を受けた。

日本熱処理技術協会賞林賞

社団法人日本熱処理技術協会

高橋稔彦

熱処理に関する学術技術の発展に貢献したことに對し、上記の賞を受けた。

ポスターセッション優秀賞

日本MRS

鈴木 達

日本MRSの学術シンポジウムにおいて発表された研究報告は優秀であったので、上記の賞を受けた。

人事異動

平成10年12月31日

辞職……シーグリード・ホフマン（特別研究官）

表紙説明

超高真空電界放射型透過電子顕微鏡
 金属・半導体の清浄な表面上に析出・堆積させたナノ粒子構造の原子レベル解析と電子エネルギー損失分光法を用いたミクロ領域の電子状態評価に使用する。

編集後記

研究内容について文章でわかりやすく説明するのは非常に難しいものです。直接話をしながら聞けばわかるのですが、いざ文章を読んでみるとわからないことが多いのです。そこで、ニュースの内容に興味を持った方もしくは詳しく知りたい方は遠慮せず連絡を下さい。担当者がわかりやすく教えてくれます。

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所
 〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1
 TEL.(0298)59-2045 FAX.(0298)59-2049
 ホームページ <http://www.nrim.go.jp>

通巻 第484号 平成11年3月発行
 編集兼発行人 細川洋治
 印刷所 前田印刷株式会社