

無機材研ニュース

第121号

平成2年5月

平成2年度研究課題

当研究所では、耐熱材料、電子材料、超硬材料等の優れた特性を有する新材料として期待されるセラミックス等非金属無機材質についての研究を推進している。すなわち、耐熱性、耐食性、高硬度性、電磁気特性(半導性、誘電性等)、光学特性、触媒能等において優れた特性を持った種々の非金属無機材質を創製するための研究を行っている。

平成2年度においては、新たに2研究グループの

再編成を行い、これを含め15研究グループと2つのステーション及び未知物質探索センターによりこれらの研究を効率的、組織的に遂行する。

更に、これまで得られた成果の応用化を促進するため、1テーマの変更を行い、これを含め3テーマの特研を行っていく。

内は、再編成研究グループ

グループ研究(経常研究)

第1研究グループ(複合ジルコニウム酸化物： ZrO_2-MO_x)

- (1) 粉末合成に関する研究
- (2) 焼結と拡散に関する研究
- (3) 高次構造制御と物性に関する研究

第2研究グループ(複合タンタル硫化物： $M-Ta-S$)

- (1) 合成に関する研究
- (2) 構造に関する研究
- (3) 物性に関する研究

第3研究グループ(シリコン基非酸化物： $Si-C-N$)

- (1) 合成、焼結に関する研究
- (2) 微構造のキャラクタリゼーションに関する研究
- (3) 破壊に関する研究

第4研究グループ(ビスマス基オキシ弗化物： $Bi-M-O-F$)

- (1) 合成に関する研究
- (2) キャラクタリゼーションに関する研究
- (3) 物性に関する研究

第5研究グループ(銅ペロプスカイト： $M-Cu-O$)

- (1) 合成に関する研究
- (2) 評価と物性に関する研究

第6研究グループ(金属典型元素カルコゲナイド： $M \cdot S, Se, Te$)

- (1) 光物性に関する研究
- (2) 合成に関する研究
- (3) 新規光関連材質の探索に関する研究

第7研究グループ(チタノガリウム酸塩： $A_x(Ti, Ga)_yO_z$)

- (1) 合成に関する研究
- (2) 評価と物性に関する研究
- (3) 化学性に関する研究

第8研究グループ(ダイヤモンド： C)

- (1) 気相合成に関する研究
- (2) 静的圧合成に関する研究
- (3) 動的圧合成に関する研究
- (4) 諸性質に関する研究

第9研究グループ(テルル酸塩ガラス： $TeO_x \cdot MO_y$ Glass)

- (1) ガラス合成に関する研究
- (2) 非晶質状態—結晶状態間の可逆的相変化に関する研究
- (3) 構造状態に関する研究
- (4) 物性に関する研究

第10研究グループ(ニオブ酸バリウム・ナトリウム：
 $\text{Ba}_2\text{NaNb}_5\text{O}_{15}$)

- (1) 単結晶育成に関する研究
- (2) 結晶・薄膜の品質評価に関する研究
- (3) 物性に関する研究

第11研究グループ(バナジウムブロンズ： $\text{M}_x\text{V}_{6n}\text{O}_{15n-m}$)

- (1) 相平衡及び合成に関する研究
- (2) 物性に関する研究
- (3) 構造解析に関する研究

第12研究グループ(炭化タングステン：WC)

- (1) 単結晶育成に関する研究
- (2) 電子構造とバルク物性に関する研究
- (3) 表面物性に関する研究

第13研究グループ(希土類ガーネット： $\text{R}_3\text{M}_2\text{X}_3\text{O}_{12}$)

- (1) 結晶界面と結晶化学に関する研究
- (2) 結晶成長に関する研究
- (3) 結晶評価に関する研究

第14研究グループ(イットリウム・鉄複合酸化物：
 YFe_2O_4)

- (1) 相平衡・合成及び結晶化学に関する研究

第15研究グループ(スメクタイト： $\text{E}_x\text{M}_{2-3}(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$)

- (1) 高純度合成及び単結晶化に関する研究
- (2) スメクタイト及び関連化合物の有機／無機複合体の合成及び諸性質に関する研究
- (3) 構造、物性に関する研究

超高压カステーション

- (1) 大容量超高压発生システムの開発に関する研究
- (2) 超高压発生及びその場観察技術の開発に関する研究

超高温ステーション

- (1) 超高温発生システムの開発に関する研究
- (2) 超高温の計測・制御技術に関する研究
- (3) 超高温の利用技術に関する研究

未知物質探索センター

- (1) 化学結合の解明・反応予測及び物性予測に関する理論的研究
- (2) 未知物質創製のデザイン及び合成に関する研究
- (3) 物質データの体系化に関する研究

新超電導材料の研究開発(超電導材料研究マルチコ
アプロジェクト)

1. 新物質探索コア

- (1) 固相合成に関する研究
- (2) 気相・液相合成に関する研究
- (3) 新物質設計ソフトの開発に関する研究

2. 単結晶育成コア

- (1) 塊状単結晶の育成
- (2) 薄膜状単結晶の育成
- (3) 評価

3. 結晶構造解析コア

- (1) 局所構造に関する研究
- (2) 平均構造に関する研究
- (3) エネルギー解析に関する研究

無機材質特別研究

1. ダイヤモンドの半導体化に関する研究

- (1) 多結晶膜半導体の合成に関する研究
- (2) 単結晶膜半導体の合成に関する研究
- (3) 基本特性に関する研究

2. 超耐摩耗性材料の開発研究

- (1) 超耐摩耗性材料の試作に関する研究
- (2) 試作材料の解析に関する研究
- (3) 特性評価に関する研究

3. cBNのオプトエレクトロニクス材料化に関する研究

- (1) 光・電子過程に関する研究
- (2) 材料作製に関する研究
- (3) 電極形成に関する研究

テルル酸塩ガラス ($\text{TeO}_x \cdot \text{MO}_y$ Glass) に関する研究

第9研究グループ 総合研究官 貫井 昭彦

非晶質物質（ガラス・アモルファス）は本来原子・分子配置に長周期性がなく、しかも化学結合の多様性のため種々の物理的・化学的性質が結晶のように一義的に定まらずある幅を持って存在している場合が多い。この性質が従来非晶質物質の取扱いにおいて障害になっていた。しかし現在、反対にこの性質が大きな許容性として熱力学的環境に、また光や電子・イオンなどのビーム等の外的条件の設定に自由度を与え、種々の新機能を発現させる源となっている。その上、最近非晶質状態と結晶状態間で低温でしかも高速な可逆的相変化現象を基に光メモリーやスイッチング等の光学的・電気的な新機能材としての研究の端緒がOvshinsky (1970年代) により開かれている。この様な背景の下でテルル系ガラスは従来、高赤外線透過能、高屈折率等を示すものとして研究されてきた。この伝統的な基礎ガラスに関しても新たに非晶質化組成の拡大、非平衡化での合成等の研究を通し特性の向上が見込まれる。また可逆的相変化に基づく相変化ガラスに関してはテルル系ガラスの特異で柔軟な構造性などが素早い結晶化に有利に展開するものと予測され、実際には $\text{TeO}_{1.1}$ について山下ら (1982) がその可能性を示唆している。さらにこれまで研究視点が届かなかった非線形光学材料や低温での多大な結晶化能は結晶化ガラスの新しい展開の可能性を与えてくれる。

以下、現状での課題について触れながら、今後の研究の方向を簡単に紹介する。

基礎ガラスの特性の向上に関しては、ゾルーゲル法や気相法などの新プロセスの合成法や非平衡下でのガラス合成を模索し、新組成や難溶性のガラス組成等非晶質化範囲を検討する。それらの研究に加え、種々の外的条件の導入に対応した現象及び付与される特性を考慮し、備えるべき基礎ガラスの組成・形態等基本的な非晶質化条件を検討する。これらの研究を背景に相変化ガラス、非線形光学ガラスや結晶化ガラスを探索し、合成することも重点の一つである。

非晶質と結晶状態間の高速可逆的相変化現象の材料への原理的応用は、今日まで主にカルコゲン系のガラスについて開発的研究が成されてきた。しかしカルコゲンガラスの持つ熱安定性や耐酸化性などの問題が残り、しかも光学的・電気的特性の背景にあ

る相変化機構の系統的な研究は長周期性のない非晶質状態が主要な位置を占めていることから、本質的な解明は未開拓のまま残されている。従い、a) 熱力学的条件下（温度、圧力）での相変化、b) 光照射による高速相変化、c) イオンビーム等による強制的な非晶質化・結晶化挙動に関し、熱力学量変化、構造変化や物性変化を段階的に検討し、高速の相変化に対する前提条件の解明を行うとともに相変化が加速される現象の解明や条件を考える。将来においてはX線・電子線等の外的条件に対応した相変化についても触れていく予定である。

非晶質状態における構造は未知の部分が多く、テルル系のガラスにおいても同様である。従いまずこれらの非晶質構造の解析を主に異常分散を考慮したX線部分動径分布法等を適用し精確な構造情報を得ることを目指す。その解析を基に特異な性質・特性の背景にある高次構造や相変化（結晶化・非晶質化）機構を明らかにする。相変化、結晶化ガラスの研究に関連して析出結晶や関連する単結晶の構造解析も併せて行う必要がある。

基礎ガラスの光学的、電気的、熱的等の性質を明かにするとともに熱力学条件下や光照射の結晶化・非晶質化における諸性質の変化を解明し、目的にあった性能の発現条件を検討する。また結晶化温度や臨界冷却速度を求めガラス形成能、熱的安定性や酸化等の化学的安定性などを検討する。最終的にはその様なマクロな性質とその物質を構成している原子の結合状態や電子状態のミクロな解明を通して機能との関係を結び付ける。

以上の研究計画からテルル系のガラスを代表物質として研究が進めば、同様の可能性を持つ非シリケート系非晶質物質群の研究への進展が期待される。またこれまでの平衡状態下ばかりでなく非平衡状態下の相変化（結晶化・非晶質化）の追求、さらに種々の時間分解型の状態解析装置の開発を試みることで、より相変化の動的な面での解析を行うことができ、基本的な相変化機構の解明に重要な役割を果たすものと思われる。

最後に近年、材料にインテリジェント性を導入する概念が出現したが、興味あるものであり、非晶質状態特有の現象・解明を通して接近していく予定である。

スメクタイト ($E_xM_{2-3}(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$) に関する研究

第15研究グループ 総合研究官 中沢 弘基

スメクタイト (Smectite) はよく知られた粘土鉱物 (層状アルミノ珪酸塩) の一族で、イオン交換性、膨潤性、触媒能、有機物との複合体形成能など、無機化合物には稀でむしろ有機高分子に普通に見られる性質を有している。一族には主として化学組成の差異に基づいてモンモリロナイト、バイデライト、ノントロナイト等々、名称の異なった約10種が知られている。しかしそれぞれは相互に、性質も構造も極めて類似し、酸素がつくる四面体中のSi/Al比と、同八面体中の金属イオン種及び二価/三価 (稀に一価) イオン比が異なる類質同像の一群である。金属イオン種の置換により、人工的な種も多様に創り得る。

研究の背景

粘土鉱物と諸科学の接点は多様に過ぎて一々述べる余裕はないが、そのいずれに於いても、粘土鉱物が常に高々ミクロン程度で構造も極度に乱れているために、原子・分子レベルでの理解に困難を来している。また有機物との複合体形成能など特異な性質を有しているにも拘らず、同じ理由で高度な機能性材料になり得ていない。従って未だ果たされたことのない各種粘土鉱物の高純度・高結晶度合成が、材料及び関連諸科学にとって鍵の一つである。この考えに基づいて1985～1989年、本研究所はモンモリロナイトを研究テーマに取り挙げた。その間に別に報告する一定の成果は収めたが、単結晶化という遠大な計画にとっては僅かを歩んだに過ぎない。しかしこの期に人工粘土の研究要請は国内外にさらに強くなってきた。

例えばカプロラクタム等のモノマーをスメクタイトの層間に包接し層内で加熱重合させたスメクタイト/ナイロン複合体、或いは適当な金属水酸化物を包接し加熱・脱水・酸化させてゼオライトより大きな任意サイズの空隙を造って分子篩として利用しようとする試みなど興味ある研究が進展しているが、天然スメクタイトをホストとする限り、様々な性質が一定せず精度の高い新素材とはなかなか難い。「遺伝子の前駆体は鉱物 (粘土) であった」という生命の起源の新しい仮説 (A.G. Cains-Smith, 1982) は、「化学進化」のみならず遺伝情報の起源をも説明し得る新しい概念として徐々に賛同者を増やしつつあるが、しかしそれも、現在の粘土に関する知識及

び物性の一定しない粘土試料を用いた実験では、仮説の域を脱し切れない。いずれも高品質の粘土結晶の合成及びその有機界との接点での挙動に関する研究の必要性を示している。

研究の計画

スメクタイトに関する研究を総合的に行ない、そのいずれかの種の高結晶度化を果たすために本研究所の力量を勘案し以下の三要素に分けて平行的に研究を進める。

1) スメクタイト及びその同形置換体の化学的・物理的高純度合成に関する研究

既に行ったモンモリロナイトに関する研究から、層状構造の層を構成する四面体及び八面体の金属イオンの種、量比の範囲をスメクタイト全体に拡大し、温度・圧力条件を適当に選べば、一族の中のいずれかの種の高結晶度合成が可能であろうと推定される。そこで人工種を含めて各種スメクタイトの熱力学的安定関係を精密に調べ高結晶度合成を追及することを第一とし、加えて遷移金属に置換した新しい属性と機能を有する種の発見に努める。

2) スメクタイト及び関連化合物の無機、有機複合体の合成とその性質に関する研究

層間に無機イオン・有機分子を包接したスメクタイトは、オングストロームレベルでの複合体であり、いわゆる複合体 (微細な混合物) の域を越えて両者間には弱い結合や立体構造制御などの相互作用があり、また有機・無機両者の機能を合せ持たせることが可能である。それらの包接体の合成法、性質に関する研究を物質科学及び新素材探求の両側面から行なう。特に有機物の圧力誘起包接現象は研究例が少なく且つ本研究所の力量の高い領域であるので、新素材探求、グローバルな地球環境科学の実験的分野或いは化学進化論など、広い分野に寄与する相応の成果を挙げ得るものと考えている。

3) スメクタイト及び関連化合物のキャラクターゼーションに関する研究

常に微細で低結晶性のスメクタイトの構造・組織・性質は多様な解析手法を用いて調べる必要があるが、微細であるために従来の手段だけでは既知の域を脱し難いので、例えばX線顕微鏡など解析手段自体の開発も行なう。

未知物質探索センター

未知物質探索センター総合研究官 君塚 昇

数年間にわたる関係者の忍耐づよいご努力により、当研究所に未知物質探索センターが新しく設置されることになりました。既にご承知の通り、当研究所には、既存の無機物質を研究対象とする15の物質名研究グループ、超高圧力及び超高温達成技術の確立を目標とする二つのステーションが存在し、各々研究活動を続けていますが、このたび、もうひとつの別組織であるセンターが設けられることになったわけです。未知物質探索センター（以下センターと略称する。）の研究目標・計画を以下に略述し、皆様方の当センターに対するご理解のたすけといたしたいと考えます。

当センターの研究目標は、一言で要約すれば、系統的に未知物質を探索・創製することであろうと考えます。既存物質からは期待することが難しい、新しい性質をもつ、無機物質を積極的に創ること（create）が目標だと考えています。ユダヤ・キリスト教の聖典の冒頭に“はじめに神は、天と地とを創った（created）…”と記してあります。神が天と地とを創ったように、当センターは、新しい物質を創ることが目標であると考えます。それではどのような新しい物質をどのように創るか？ が次の問題になるうかと思われれます。まずどのようにして創るのか？ に対する我々の考えを述べます。二つのアプローチのしかたがあらうかと思ひます。

（1－1） 化学結合・反応理論の新たな構築

我々が対象とする固体無機物質を構成している原子間力は、量子力学によって支配されているという大前提にたち、この第一原理にたちかえり、固体状態の化学結合及び反応理論を新しくつくりあげることと考えています。これをなしとげることが容易なことではないことは十分に理解しているつもりです。また迂遠なことのようにも見えますが、我々はここをひとつの出発点としようと考えています。

（1－2） 既知物質データの体系化

（1－1）とは正反対の立場からのアプローチですが、既知物質の熱力学データ（多成分系相平衡状態図を含めて）、結晶構造データ及び反応速度論に関するデータ等の一次データベースから、よりよく物理的直観に訴えることができる固体内原子間結合エネルギー、イオン半径、電気陰性度などの二次データベースを確立することを試み、逆にこれらの二次

データベースから多成分系の相平衡状態図に於いて存在が予想される相の安定性を決定する自由エネルギーの計算を試み、物質存在の予測を試みたいと考えています。（1－1）に比較して、半経験的方法による予測と言えるこの方法は、ドロクサイけれども現実的であります。これら二つの方法によって、おぼろげながらも濃霧の中に目標像をうかびあがらせたいと考えています。次にそれではどのような物質を創るのか？ という問題に移りたいと思います。

（2） 未知物質の創製

主として（1－2）による半経験的な理論により物質合成の予測が既にほぼ可能になりつつある、 R_2O_3 - A_2O_3 -BO系（R：希土類元素、Y、In及びSc、A：3価陽イオン元素、B：2価陽イオン元素）、 R_2O_3 - Bi_2O_3 系及び Bi_2O_3 - BiX_3 系（X：ハロゲン）内に出現するであろう化合物の合成を試みる予定であります。これらの化合物を拠点のひとつとして順次範囲を拡大し多元系酸化物、更には、カルコゲン系にまで物質合成の範囲をひろげたいと考えています。以上は主として平衡論的立場にたつ物質合成を想定して記しましたが非平衡論的方法による物質合成にも順次、挑戦したいと考えております。

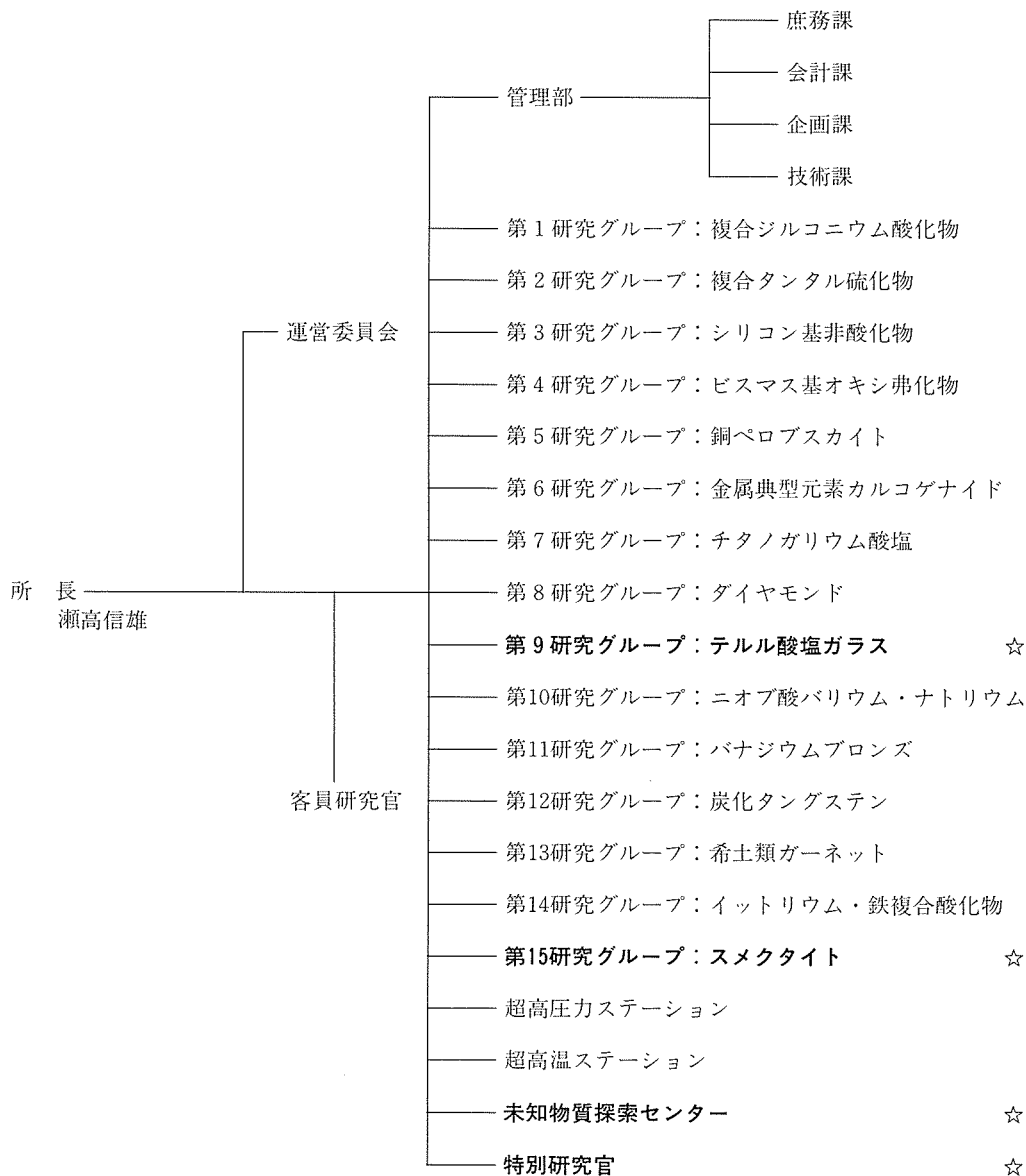
古典力学の完成者である、I. Newton(1643-1727)は、一方では熱心な錬金術者（成功者であったとは、必ずしも言えない。）でもあったことはよく知られています。ヨーロッパ人は彼らの歴史体験のうちに、これらの錬金術者の経験をもっていることを筆者は忘れてはならないと思っています。現代の彼らの研究を成りたたせている背景のひとつになっているのではないかと思います。皆さまご承知のように、銅を含めhigh Tc酸化物がごく最近、ヨーロッパで、最初に発見されました。それ以前にも、high Tcをもつのではなからうかと注目されたシェブレル相がフランスで発見されています。筆者はヨーロッパに於ける結晶化学的概念に基礎をおく物質合成の伝統とそのポテンシャルの高さに注目してきました。錬金術者は、彼らの時代に於ける最高に価値ある物質（＝金（きん））を合成すべく当時の最高の理論と技術とを適用しました。20世紀末に生きる我々は量子力学を原理としてもち、膨大な量の信頼するに足る熱力学データ、結晶構造データ等を利用することが出来る立場にあります。現在、人々は、最も価値あ

る物質、high Tech. materialsをもとめています。
 筆者は成功を確信していますが、これは極めて難しい仕事です。はたして本当に成功するのか？ 皆さま、辛抱ぶよく、当センターの研究活動に注目して

下さることを希望いたします。

終わりに、当センター設立に際し、直接、間接にご尽力下さいました多くの関係者に心から感謝いたします。

無機材質研究所機構



無機材質研究所 予算・人員

予算 28億1,027万円

人員 164名 (うち研究者118名)

FZ法によるLaB₆単結晶の自動育成

第12研究グループ 主任研究官 大谷 茂樹

1. はじめに

高周波誘導加熱によるフローティング・ゾーン (FZ) 法は、金属的な電気伝導を示す高融点物質の単結晶育成に最適である。この方法では、融帯の形状変化に応じ加熱電力を調節し、単結晶を育成している。最近、我々は発振機の出力安定性を一桁高にした結果^{1,2)}、融帯形状がワークコイルとの相互インピーダンス変化から決まることを見だし、単結晶の自動育成を可能にした³⁻⁵⁾。ここでは、熱陰極材として広く用いられているLaB₆単結晶の自動育成を紹介する⁴⁾。

LaB₆単結晶の育成では、融帯を安定に保持できる加熱電力幅が狭い上に、蒸発により育成温度が変化している。そのため、加熱電力の精密な制御が必要で、手動育成では常に細心の注意を必要とした⁶⁾。このLaB₆単結晶の育成に、今回開発した自動育成法を適用した。

2. 自動育成の原理と装置

FZ用高周波発振機の出力は陽極電圧により制御されるので、融帯形状の変化は、ワークコイルとの相互インピーダンス変化により、高周波電流の変化として現れる。この際、高周波電流と陽極電圧の比の値が融帯形状に対応することから、たとえ加熱電力を育成中に変化させても、コンピューターが融帯形状を決定できるので、自動育成が可能となっている。

自動育成装置の概略を図1に示す。基本的には、マイコンと2台のデジボルより成る簡単なものである。育成中の陽極電圧と高周波電流の値から育成状況を判断し、発振機の出力（陽極電圧）と育成炉上軸の移動速度を制御している。この装置には、さらに、陽極電圧のフィードバックによる出力安定化機能をもたせている。詳しくは、既に報告しているので省略するが^{1,2)}、この安定化は、高周波電流の変化から融帯形状の変化をみるのに非常に重要で、自動育成には不可欠なものである。

したがって、本装置は、自動育成を行っている間、(1) 陽極電圧と高周波電流の測定、(2) 陽極電圧のフィードバックによる出力の安定化、(3) 融帯形状からの育成状況の判断、(4) 陽極電圧と供給速度(上軸)の制御、を順番に繰り返している。

3. 実験

市販のLaB₆粉末をラバープレスにより円柱状に

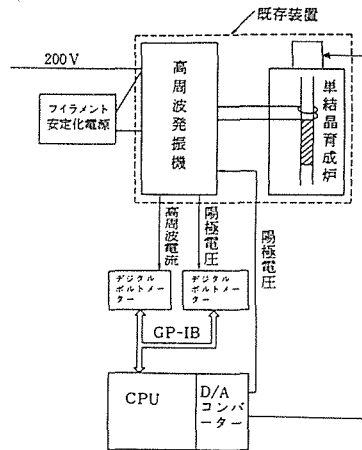


図1 自動育成装置の概略図

成形後、真空中、約1,700°C、30分の焼結を行った。得られた焼結棒は、直径1cm、長さ15cm、密度60%であった。この焼結棒を育成炉上軸に、融帯への原料供給棒として、セットした。下軸には、種結晶を用いず、同じ直径をもつ長さ数cmの焼結棒をセットした。結晶育成は、7気圧のヘリウム雰囲気中、内径1.6cm 3巻2段のワークコイルを使用し、行った。育成する結晶側(下軸)のみ4rpmの回転を加え、1cm/hの速度で下方に移動した。上軸(原料棒)の移動速度は、育成する結晶の直径が原料棒より20%小さくなるように、設定した。育成中の融帯を安定に保持するのが容易なためである。

4. 自動育成

自動育成は、育成開始後30分程し融帯が安定化した時、開始した。その時の融帯形状を維持するように、加熱電力と上軸の移動速度を制御して自動育成を行った。制御のためのプログラムは、手動育成における制御に基づき、作成している。通常、全く新しく育成する結晶でも、3-4回の手動育成により自動育成が可能となっている。

LaB₆単結晶育成時の陽極電圧と高周波電流の変化を図2に示す。初期融帯が、A点において形成され、移動を開始した。初めの約30分は、加熱電力(陽極電圧)を増加させたが、その後、ゆっくりと下げる必要があった。これは、蒸発により融帯組成が変化し、育成温度が下がるためである。自動育成は、

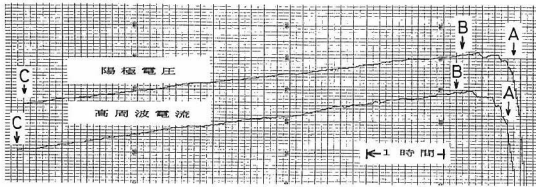


図2 育成時の陽極電圧と高周波電流
(一目盛、それぞれ、17Vと0.5A)
A点—初期融帯形成と融帯移動開始
B点—自動育成開始 (5.808kV、205.0A)
C点—自動育成終了

初期融帯形成から40分し、融帯形状が定常状態になって、開始した(B点)。従って、自動育成は、育成温度が、ゆっくりと下がる過程において行っている。

この過程では、加熱電力を一定に保持すると加熱過剰になり、焼結棒の密度が低いので融帯が細長くなる。時には、融液のごく一部が低密度の焼結棒の中に染み込むこともある。従って、融帯が細くなったとき、加熱電力を下げる必要があった。逆に、融帯が太くなったときも、即ち、融液が染み込んだ部分が融帯にとけ込んだときも、加熱電力を下げる必要があった。融帯が太くなることで、加熱効率(カップリング)がよくなるためである。この時、太くなった融帯は、非常に落下し易く、特に注意を要した。

以上が、 LaB_6 単結晶を手動により育成する時の基本的な制御の仕方である。この制御を自動化するため、融帯の形状変化を急な変化とゆっくりした変化に分け、それぞれに対し制御を行った。急な変化については、すぐに対処できるように、ノイズの少ない状態で測定できる高周波電流の変化より検出した。具体的には、融帯が細くなり高周波電流が3分以内に0.1A増加した時も、太くなり0.1A減少した時も、ともに陽極電圧を4V下げた。融帯が太くなり陽極電圧を4V下げた後さらに太くなるときは、融帯の落下を避けるため供給速度(上軸)を設定値より30%下げ、それ以上太くならないようにした。一方、ゆっくりした変化(ドリフト)は、15分おきに、自動育成開始時の形状と比較し検出した。その差が0.05以上ずれた時、そのずれを止めるため供給速度の設定値を1%変化させた。この制御により育成中の融帯形状をほぼ一定に保つので、長時間の自動育成が確実に行えるようになっていた。

図2に示した自動育成は上記の制御により行った結果である。高周波電流が陽極電圧に比例して減少し、融帯が育成中一定形状に保たれた事を示している。5時間半の自動育成終了時でも、融帯は自動育

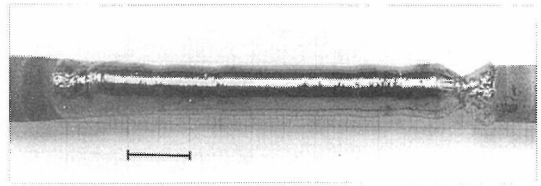


図3 LaB_6 単結晶の外観 (— 1 cm)

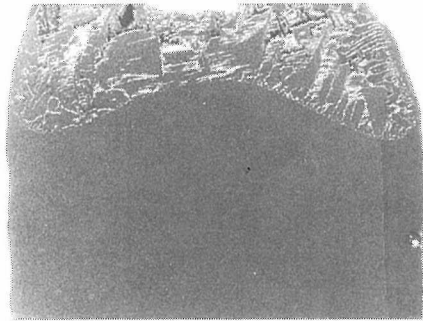


図4 固化した融帯(上)と結晶終端部(下)の縦断面

成開始時と同様に安定であった。図3に育成した単結晶を示す。長さ6 cm、直径0.8 cmである。図4に、結晶終端部と固化した融帯の縦断面を示す。周辺部を除き、結晶方位のずれによる反射の差が観察されず、良質の LaB_6 単結晶が育成されていた。

5. おわりに

高周波発振機出力安定性を一桁高くすることにより、融帯形状が高周波電流と陽極電圧の比より決まる事を見だし、FZ法による単結晶の自動育成を可能にした。ここでは、加熱電力を精密に制御する必要のある LaB_6 単結晶の自動育成について紹介した。他にも、同じ制御法により、パラメーターの数値を変えるだけで、 TiC^3 、 Mo^3 などの単結晶が育成されており、適応範囲の広い自動育成法を開発することができた。

〈文献〉

- 1) 大谷茂樹、無機材研ニュース No115(平成元年4月号) p. 7.
- 2) 大谷茂樹・田中高穂・石沢芳夫、日本結晶成長学会誌 16 (1989) 99.
- 3) S. Otani, T. Tanaka and Y. Ishizawa, J. Crystal Growth 97 (1989) 522.
- 4) S. Otani, T. Tanaka and Y. Ishizawa, J. Crystal Growth 100 (1990) 658.
- 5) S. Otani, T. Tanaka and Y. Ishizawa, J. Less-Common Metals (in press).
- 6) T. Tanaka, E. Bannai, S. Kawai and T. Yamane, J. Crystal growth 30 (1975) 193.

外部発表

※投稿

登録番号	題 目	発 表 者	掲 載 誌 等
2232	The Hydrothermal Synthesis of Bismuth Oxide Chlorides	小玉 博志・堀内 繁雄 渡辺 昭輝	J. Solid State Chem. 75, 279, 1988.
2233	Formation of the Metastable Hydride in Titanium	沼倉 宏・小岩 昌宏 浅野 肇・泉 富士夫	Suppl. to Trans. JIM 29, 439, 1988
2234	Neutron Powder Diffraction from Polymorphs of $\text{BaPb}_{0.75}\text{Bi}_{0.25}\text{O}_3$	浅野 肇・村上 敏明 石垣 徹・日高 義和 小田 研・渡辺 昇 唐橋 一浩・泉 富士夫	Jpn. J. Appl. Phys. 27, 9, 1638, 1988.
2236	Reflection High-Energy Electron Diffraction Intensity Oscillation-AN Effective Tool of Si and $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ Molecular Beam Epitaxy	坂本 康夫・坂本 邦博 永尾 悟・橋口 元 国吉 勝吉・板東 義雄	Thin Film Growth Tech. for Low-Dimens. Struc. 225, 1987.
2237	Light element analysis at high spatial resolution	板東 義雄	Inst. Phys. Conf. Ser. No. 93 2, 4, 131, 1988.
2238	Epitaxial Growth of Diamond on Diamond Substrate by Plasma Assisted CVD	加茂 睦和・坂本 尚義 佐藤洋一郎	Appl. Surf. Sci. 33/34, 553, 1988.
2239	Structure of an icosahedral Al-Mn quasicrystal	山本 昭二・平賀 賢二	Physcal Review B 37, 11, 6207, 1988.

M E M O ☆

運営会議

2月26日、第115回運営会議が1)平成2年度予算について、2)平成2年度業務計画についての議題で開催された。

研究会

1月30日、第22回高融点化合物研究会が「単原子層グラファイトの結合状態」の議題で開催された。

2月17日、第41回高圧力研究会が「メガバール領域でのX線回折」の議題で開催された。

2月27日、第7回無機／有機複合体研究会が「モンモリロナイト層間への、ラセミ金属錯体の吸着機構に関する討論」の議題で開催された。

2月27日、第42回結合状態研究会が「中国高能物理研での陽電子消滅研究について」の議題で開催された。

3月12日、第3回耐熱材料研究会が「中国の構造材料研究の現状」の議題で開催された。

3月14日、第3回結晶構造解析研究会が「高温超電導体の最近の研究」の議題で開催された。

4月9日、第8回無機／有機複合体研究会が「X線結晶学第ゼロ章」の議題で開催された。

人事異動

佐藤忠夫 (第6研究グループ主任研究官)

管理部企画課主任研究官の併任を解除する

渡辺遵 (第7研究グループ主任研究官)

管理部企画課主任研究官に併任する

(以上平成2年2月1日付)

嶋津正司 (第10研究グループ総合研究官)

定年退職 (平成2年3月31日付)

貫井昭彦 (第9研究グループ主任研究官)

第9研究グループ総合研究官に昇任させる

竹内好明 (管理部庶務課長)

航空宇宙技術研究所管理部庶務課長に転任させる

関田正弘 (研究開発局企画課長補佐)

管理部庶務課長に昇任させる

渋谷文義 (動力炉・核燃料開発事業団)

管理部庶務課長補佐に採用する

長谷川安利 (第5研究グループ主任研究官)

第3研究グループ主任研究官に配置換え

塩田勝 (第5研究グループ主任研究官)

第10研究グループ主任研究官に配置換え

広田和士 (第5研究グループ主任研究官)

第10研究グループ主任研究官に配置換え

竹川俊二 (第6研究グループ主任研究官)

第13研究グループ主任研究官に配置換え

(以上平成2年4月1日付)

海外出張

第4研究グループ主任研究官小玉博志は、「ボルドー大学固体化学研究所において、国際共同研究」を行うため、平成2年2月5日から平成2年3月26日まで、フランス国へ出張した。

超高温ステーション総合研究官守吉佑介は、「銅紅ガラスに関するセミナー参加」のため、平成2年2月14日から平成2年2月28日まで、連合王国及びフランス国へ出張した。

第4研究グループ主任研究官泉富士夫は、「高圧下の超電導酸化物の中性子回折実験を行ない結晶構造に及ぼす圧力の影響について共同研究を行う」ため、平成2年2月25日から平成2年3月10日まで、アメリカ合衆国へ出張した。

第4研究グループ主任研究官渡辺昭輝は、「ボルドー大学固体化学研において、国際共同研究を行う」ため、平成2年2月27日から平成2年3月28日まで、フランス国へ出張した。

第12研究グループ主任研究官田中高穂は、「イットリウム六十六ホウ化物(YB66)単結晶の良質化に関する研究」のため、平成2年3月8日から平成2年4月8日まで、アメリカ合衆国へ出張した。

無機材質研究所長瀬高信雄は、「電子材料と製作工程についての討論会において講演を行う」ため、平成2年3月21日から平成2年3月26日まで、アメリカ合衆国へ出張した。

第5研究グループ長谷川安利は、「非酸化セラミックスの技術指導」のため、平成2年3月25日から平成2年7月28日まで、マレーシア国へ出張した。

第3研究グループ主任研究官田中英彦は、「非酸化セラミックスの技術指導」のため、平成2年3月25日から平成2年4月5日まで、マレーシア国へ出張した。

第8研究グループ主任研究官関根利守は、「米国カリフォルニア工科大学地震研究所において衝撃圧縮法による共同研究を行う」ため、平成2年3月31日から平成3年4月2日まで、アメリカ合衆国へ出張した。

第15研究グループ主任研究官岡村富士夫は、「超電導データベースに関する調査」のため、平成2年4月10日から平成2年4月21日まで、アメリカ合衆国へ出張した。

外国人の来所

2月8日 L. Priester フランスパリ南大学教授
2月8日 Sergio Jkai他5名 ブラジルアルティゴ耐火物公社他
3月9日 F. Cambier他1名 ベルギーセラミックセンター研究部長他

3月15日 Dorogovin他1名 ソ連全ソ無機材料合成研究所長他
3月26日 Wu Ping- Sen他1名 中国科学院金属研究所副所長他
3月30日 D. Brodalla他22名 西独Alcon aluminum consult.他
4月2日 J.I. Pankove 米国コロラド大学
4月18日 Barker他1名 英国マンチェスター大学

SCIENCE NOW'90

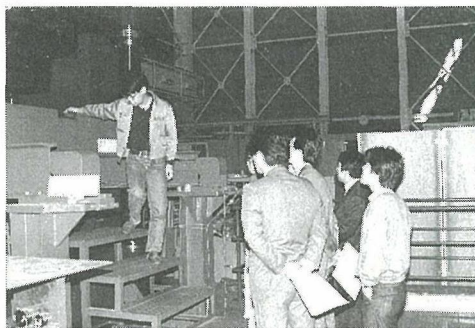
今回から科学技術いろいろ展をSCINCE NOW(科学技術庁及び関係団体主催)と名称を改め、昨年に引き続きテクノロジー・ジャパン'90(晴海・東京国際見本市)会場内、4月9日(月)から4月12日(木)までの4日間、開催された。

4日間の入場者数は、160,420名を数えた。

所内一般公開

当研究所は、4月19日(木)科学技術週間行事の一環として、超高圧力発生装置(3万トンプレス)、高周波熱プラズマ発生装置等の研究施設・設備の一般公開を行った。

当日は、348名の見学者が訪れた。



一般公開風景(3万トンプレスの説明)

受賞

表彰者名	表彰名	表彰の内容	表彰年月日
門間 英毅 宮沢 靖人	研究功績者 注目発明	アパタイト系生体用セメントの研究 チタン添加ガドリニウムスカンジウムアルミニウム ガーネット結晶およびその製造法	平成2年4月17日 平成2年4月19日
田中 高穂 大谷 茂樹 石沢 芳夫 北見 喜三 横山 政人	注目発明	タングステン・カーバイドの結晶体の製造法	平成2年4月19日
	創意工夫功労者	分析電子顕微鏡用試料ホルダーの加熱方法の改善	平成2年4月19日

発行日 平成2年 月1日 第121号

編集・発行 科学技術庁 無機材質研究所

NATIONAL INSTITUTE FOR RESEARCH IN INORGANIC MATERIALS

〒305 茨城県つくば市並木1丁目1番

電話 0298-51-3351