

1993 No. 2

金材技研

ニュース

科学技術庁

金属材料技術研究所

大口径超電導マグネット／
STM微小領域硬さ測定／
プラズマ中の金属蒸発現象

20 T 大口径超電導マグネット

—— 50mm径の空間に20.5テスラの磁界を発生 ——

当研究所が担当している超電導マルチコアプロジェクト性能評価コアでは、超強磁界マグネット群の開発を進めている。その中核設備の一つである20 T (テスラ=10⁴ガウス) 大口径超電導マグネットは、1992年12月に行われた運転において、有効口径50mmの空間に20.5 Tの磁界を発生することに成功し、同年2月の運転で得られた有効口径44mm、磁界20.3 Tの記録を更新した。

20 Tという磁界は超電導マグネットにとって長年、到達目標とされてきた値であり、これまで有効口径32mm、磁界20.7 Tおよび40mm径で20.4 Tを発生した報告があるが、50mmまで口径を広げて20 Tを発生した超電導マグネットは過去に例がない。使用できる空間が大幅に増加したことから、非常に使い易くなっている。また、当研究所で発見され、現在開発が進められているビスマス系酸化物超電導材料のコイルを組み込むことにより、25 T級の磁界発生への挑戦が可能となってきた。

本超電導マグネットは4層のコイルから構成され、合金系超電導体であるニオブチタン(NbTi)を使用した最外層コイルを除く3つのコイルは、当研究所で開発したブロンズ法によるTi添加ニオブ3スズ(Nb₃Sn)超電導材料を使用している。各コイルの組合せにより、15 Tの磁界を314mm径の空間に、18 Tを160mm径の空間にそれぞれ発生できるため、幅広い用途に利用できる。また、大型の超電

導マグネットとしては初めて、飽和超流動ヘリウム冷却方式を採用しており、1.8 K以下の温度が容易に得られる。そのため、通常の液体ヘリウム中(4.2 K)での運転と比較し、きわめて安定した磁界発生が可能である。

本マグネットは、現在つくば市桜地区に建設中の磁界実験棟に収容され、高磁界を大口径に発生できるという特長を活かし、新超電導材料の開発、評価を始めとするさまざまな磁界利用実験の有力なプラットフォームとして広く提供される予定である。



写真 20 T 大口径超電導マグネットの外観

STM技術を応用した超微小領域硬さ測定

—— ナノレベル測定技術の確立に向けて ——

当研究所ではこのほど、走査型トンネル顕微鏡 (STM) 技術を利用して微小領域の硬さが測定できる新技術を開発した。その原理は、ダイヤモンド製のSTM探針を試料表面に接触させて微小な圧痕を形成させ、STMで圧痕の大きさを測定することによってナノメータ ($\text{nm} = 10^{-9}\text{m}$) の領域の硬さを測る。

この研究は当研究所の目標の一つであるインテリジェント材料開発の一環として行ったものである。インテリジェント材料に損傷や劣化を自己検知させたり、あるいは抑制、修復させるための一方法として、破壊時に音波の発生あるいは相変態を起こすような、数 μm 以下の大きさの物質を材料中に埋め込む。材料内部を進行するき裂がそれらの粒子と遭遇したときに発生する音波で異常を検知し、相変態に伴う体積変化によってき裂の抑制を行う。材料のインテリジェント化を担うこのような微細粒子の機械的性質の一つとして硬さを知ることが重要である。

STM観察は通常、トンネル電流1nA、電圧10mV付近で行うが、この状態でトンネル電圧をパルス状に0Vにすると、STM探針駆動用の圧電素子から探針が力をうけて瞬間的に試料表面と接触し、表面に圧痕が形成される。圧痕の大きさはトンネル電圧を0Vに保持する時間が長いほど大きくなる。実験では、母晶中に球状化セメンタイトが分散する機械構造用鋼 (S25C) をインテリジェント材料の模擬材として用いた。球状化セメンタイトの平均粒径は1 μm 、粒子間距離は5 μm であった。STM探針にはホウ素をイオン注入して導電性を持たせたダイヤ

モンド製のものを用了。先端の形状は開き角 60° の正四角錐である。STM観察はトンネル電流1nA、電圧50~500mVで行った。また、圧痕形成のためのトンネル電圧を0Vに保つ時間は一定 (26ms) とした。これにより、相対的な硬さを知ることができる。

図1は5000x5000nm²の領域に形成させた16x16個の圧痕のSTM像を示す。圧痕がほとんど判別できない部分は硬いセメンタイト粒子であり、その周囲の圧痕が観察される部分は軟らかいフェライト部である。中央左に見えるセメンタイト粒子の左上部の、1000x1000nm²の境界領域を拡大したものが図2である。圧痕の凹凸を逆にし、立体的に見えるようにした。フェライト部での圧痕の幅は約50nm、間隔は300nmである。STM技術によってnmオーダーの領域の硬さ測定が可能であることがわかる。

本方法は、既存の構造材料において結晶粒径や介在物付近に集中する損傷状態を解明することにも役立つ。また、半導体デバイスの高密度化に伴い、配線用のアルミニウム膜の幅は0.3 μm 、厚さ0.1 μm 以下になる傾向にあるが、原子空孔の拡散によぼす応力や電場の影響など、アルミニウム膜の断線に働く機構の解明に役立つことが期待できる。本研究においては、硬さ測定の高度化をさらにはかるため、原子間力顕微鏡 (AFM) 技術の導入のほか、超高真空中で硬さを測定できる装置の開発を進めている。この装置では、nmレベルの圧痕を観察できるとともに、nN (ナノニュートン) レベルの超微小な荷重を測定できるので、真の意味での超微小硬さ測定技術が完成することになる。

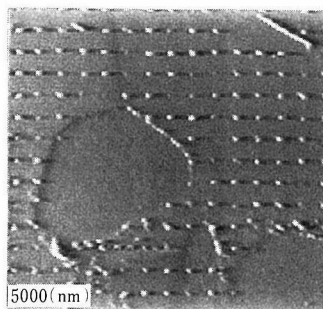


図1 機械構造用鋼 (S25C) の表面の圧痕列。圧痕が観察されない領域は球状化セメンタイト

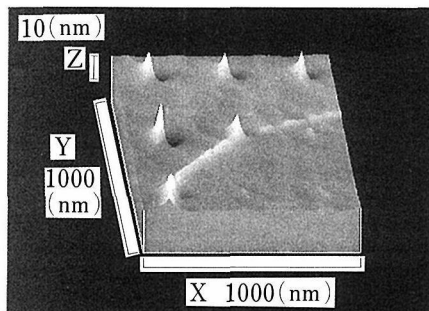


図2 フェライト部と球状化セメンタイトの境界の拡大図

アーク放電プラズマによる金属の蒸発現象

—— 金属溶融面の電流密度の分布を解析 ——

金属イオンを利用して材料の微細加工，表面改質あるいは新材料の合成を行う場合に，加熱効率に優れていることからアーク放電プラズマがよく用いられる。プラズマの内部ではガス原子が励起されて陽イオンと電子に分かれてばらばらになった高温の状態にあり，このプラズマの熱および電流で陽極の金属を溶融し蒸発させる。それゆえ，プラズマの形成ならびに陽極における金属の蒸発機構の研究は技術的，学問的に重要である。

陽極における金属の蒸発現象には，金属蒸気の電離電圧がAr(アルゴン)などプラズマ雰囲気ガスの電離電圧に比べてかなり低いことが大きく関与している。電離電圧の例を挙げると，Arでは15.7 Vであるのに対してTi(チタン)は8.81 V，Al(アルミニウム)は5.96 Vである。このため，プラズマに熱せられて陽極が溶融して蒸発が起きはじめると，この金属蒸気が陽極の前面で容易に電離して陽イオンをプラズマに供給し，これが電子の流入路を形成して，陽極をさらに加熱し，蒸発を促進する。それゆえ，金属の蒸発挙動を知るには溶融面における電流分布を調べることが必要である。

本研究で開発した方法は，局部的に溶融した陽極の周囲の電位分布を計測し，その結果をコンピュータで数値解析して，溶融金属表面の電流分布を測定するものである。図1は電位分布測定装置の概略を示す。厚さ3 mm程度の金属板を陽極とし，アーク放電でその表面を溶融させ，裏面を水冷しながら一本の針状電極を摺動，あるいは多数の針

状電極を配置して電位分布を計測する。図2は陽極に実用合金のTi-6 Al-4 V (バナジウム)板を用い，1気圧のAr雰囲気中，電圧10 V電流150 Aのプラズマ発生条件下で行った実験とその解析結果である。溶融部の直径は約10 mmであった。実線曲線は裏面の実測の電位分布を，ヒストグラムはそれを基にして求めた表面の推定電流分布を示している。点線曲線は推定電流分布から求めた表面の電位分布であり，実線曲線との良い一致は，推定した電流分布が適正であることを示している。図中，溶融面内のある範囲が等電流密度になっているのは，この部分から均等な蒸発が起きていることを示しており，目視による溶融面の観察と一致する。

種々の金属について，雰囲気ガス種や電圧，電流などプラズマ発生条件をいろいろ変えながら同様の計測を行った。その結果，前述のTi-6 Al-4 V合金の場合のように蒸発が溶融面の広い領域から安定して起きるもののほか，溶融面中心部の狭い領域から起きるもの，さらにそれらが準静的に持続する場合，動的に変動する場合など，その形態と挙動はさまざまであることがわかり，現在，溶融金属の成分元素の電離電圧，蒸気圧，プラズマ発生条件などが蒸発領域の形態および挙動を支配する様子を定量的に調べている。

上記のような金属の複雑な蒸発現象の根底にはプラズマと陽極における蒸発現象との相互作用があり，本研究では今後さらに両者の関係の解析を進めて，効率の優れた金属蒸発法を開発する。

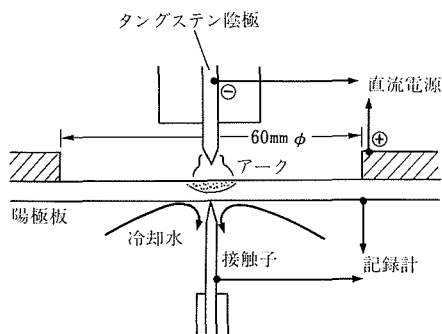


図1 アーク放電プラズマで溶融する陽極Ti-6 Al-4 V合金板の裏面の電位分布計測用装置(概略図)

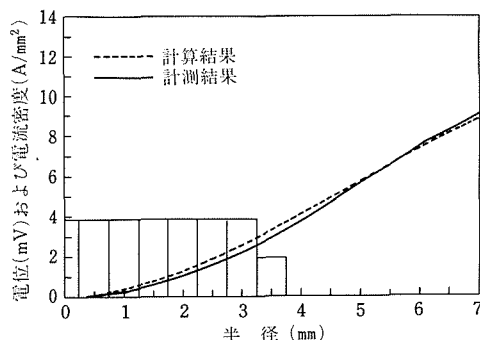


図2 陽極裏面の実測電位分布(実線曲線)，および，表面の推定電流分布(ヒストグラム)と電位分布(点線曲線)

◆特許速報◆

●出 願

発 明 の 名 称	出 願 日	出願番号	発 明 者 名
結晶配向薄膜製造装置	4 . 11 . 9	04-322318	福富勝夫, 小森和範, 浅野稔久, 田中吉秋, 前田 弘, 青木茂樹 (外来研究員)
X線分析装置及びX線分析方法	4 . 11 . 9	04-322319	桜井健次, 他1名 (理学電機(株)との共同出願)
TiAl基金属間化合物の高温酸化の抑制方法とその製品	4 . 11 . 9	04-322329	岡本三永子, 富塚 功, 宮崎昭光, 中沢静夫

●登 録

発 明 の 名 称	登 録 日	登録番号	発 明 者 名
加圧下における溶融金属のシール方法	4 . 10 . 14	1700502	高橋仙之助, 他1名 (石川島播磨重工業(株)との共有特許権)

◆短 信◆

●叙 勲

勲七等青色桐葉章

前車庫長 奥寺哲平氏は, 多年にわたる運転業務の功勞により, 平成4年11月3日, 上記の勲章を授与された。

●受 賞

日本分析化学会有功賞

計測解析研究部 佐藤幸一

多年にわたり分析化学に関する実務に従事し, 我が国の科学技術の興隆に寄与したことにより, 平成4年9月12日, 上記の賞を受けた。

日本金属学会論文賞

材料化学部門

反 応 制 御 研 究 部 小川洋一, 尾崎 太
前反応制御研究部長 吉松史朗 (現:(株)神戸製鋼所顧問)

新 日 本 製 鐵 (株) 千葉光一, 梅田博司,
佐伯正夫

「光励起精製法によるネオジムの高純度化」により, 平成4年10月6日, 上記の賞を受けた。

力学物性部門

損傷機構研究部 Robert A. Carolan*

江頭 満, 岸本 哲, 新谷紀雄

(* : STA フェローシップ制度による研究員)

「Effect of Grain Boundary Sliding on the Creep Micro-Deformation of Copper」により, 平成4年10月6日, 上記の賞を受けた。

日本金属学会奨励賞 材料化学部門

計測解析研究部 桜井健次

金属材料ならびに関連分野における新進の研究者として業績を挙げられていることにより, 平成4年10月6日, 上記の賞を受けた。

材料加工部門

第1研究グループ 木吉 司

金属材料ならびに関連分野における新進の研究者として業績を挙げられていることにより, 平成4年10月6日, 上記の賞を受けた。

科学技術庁長官表彰

第12回原子力安全功勞者表彰

第5研究グループ 永田徳雄

原子力に係る安全基準の策定, 安全審査の業務等に多年にわたり貢献されたことにより, 平成4年10月26日, 上記の表彰を受けた。

放射線安全管理功勞者表彰 (事業所)

金属材料技術研究所筑波支所

放射線安全管理に積極的に取り組み, 極めて厳格な管理を実施してきた功績により, 平成4年11月6日, 上記の表彰を受けた。

発 行 所 科学技術庁金属材料技術研究所
(本 所) 〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12
TEL (03)3719-2271, FAX (03)3792-3337
(筑波支所) 〒305 茨城県つくば市千現1-2-1
TEL (0298)51-6311, FAX (0298)51-4556

通巻 第410号 平成5年2月発行
編集兼発行人 松 岡 浩
印 刷 所 株式会社 三 興 印 刷
東京都新宿区西早稲田2-1-18