

# 無機材研ニュース

第 4 号

昭和 44 年 4 月

## 昭和 44 年度の業務計画

### 1. 概 説

非金属無機材質に係る超高純度材質や諸添加物による特性づけられた材質の創製に関する研究は、科学技術の急速な発展により、ますます緊要となってきている。このため、昭和44年度において本研究所では、既存6研究グループ（炭化けい素、酸化ベリリウム、酸化バナジウム、窒化アルミニウム、硫化鉄および鉛ペロプスカイトの各研究対象材質）のほかに、さらに第7研究グループ（炭素に関する研究グループ）および第8研究グループ（酸化ジルコニウムに関する研究グループ）の2研究グループを設け、これらの研究の強力な推進を図ることと

した。これに伴い、人員においては研究職14名、行政職6名の増員を行なって総員95名（うち1名は当然減）となり、予算においても前年度に較べ約1億8,000万円増額して総額約4億5,300万円となった。

さらに、研究環境を整備するため、前年度より継続して筑波研究学園都市において 高圧力特殊実験棟（1,583 m<sup>2</sup>, RC, 2F）の建設を行なう。（完成：10月末予定）

### 2. 予算・定員および機構

昭和44年度における予算・定員および機構は、次表に示すとおりである。

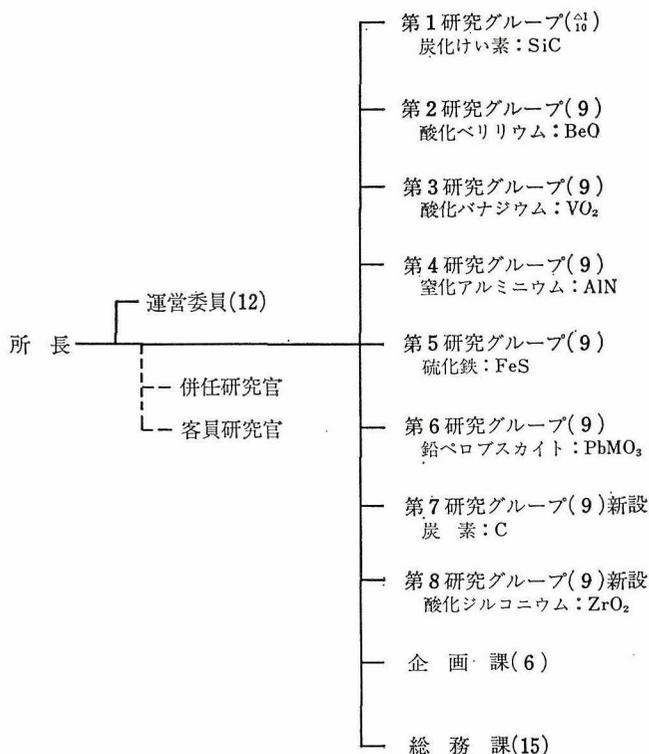
#### ※ 予 算

| 事 項           | 年 度                    |             |
|---------------|------------------------|-------------|
|               | 昭和 43 年度 予算            | 昭和 44 年度 予算 |
| 1. 人 当 経 費    | 65,954千円               | 93,671千円    |
| 2. 特 別 経 費    | (債) 148,200<br>206,938 | 358,890     |
| (1) 一般管理運営    | 17,478                 | 16,807      |
| (2) 各 部 門 運 営 | 35,906                 | 50,701      |
| (3) 研究設備整備    | 135,701                | 136,000     |
| (4) 営繕等施設整備   | (債) 148,200<br>17,853  | 155,382     |
| 合 計           | (債) 148,200<br>272,892 | 452,561     |

#### ※ 定 員

| 区 分      | 所 長 | 年 度       |         |       | 合 計       |
|----------|-----|-----------|---------|-------|-----------|
|          |     | 行政職 (一)   | 行政職 (二) | 研 究 職 |           |
| 43 年度 定員 | 1   | 28        | 2       | 44    | 75        |
| 44 年度 定員 | 1   | △ 1<br>34 | 2       | 58    | △ 1<br>95 |

※ 機 構



( ) 内の数字は定員を示す

(1) 結晶構造の解析研究

(3) 物性に関する研究

### 3. 研究計画

#### 第1研究グループ

(炭化けい素: SiC)

##### A) 研究の目標

炭化けい素 (SiC) の新しい半導体材料および耐熱材料等への利用を期待し、多形の混在を示さず、しかも格子欠陥の少ない大型の高純度単結晶の合成方法を確立し、得られた単結晶の化学的、結晶学的な解析および各種物性の研究を行なう。

##### B) 研究計画

- (1) 合成方法に関する研究
  - (1) 気相反応法による合成研究
  - (2) 昇華再結晶法による合成研究
  - (3) 高温溶液からの析出による合成法の研究
- (2) 結晶の解析に関する研究
  - (1) 微量不純物の分析方法の研究
  - (2) 結晶の表面構造および結晶の不完全性の解析研究

#### 第2研究グループ

(酸化ベリリウム: BeO)

##### A) 研究の目標

酸化物耐熱材料、原子炉材料などへの利用を期待し、高純度粉末を調製し、焼結し、高純度単結晶を合成し、それらの物性解析を行なう。

##### B) 研究計画

- (1) 超高純度 BeO の調製に関する研究
- (2) 高純度 BeO 中の微量不純物の定量法に関する研究
- (3) 焼結機構に関する研究
- (4) BeO の熱伝導に関する研究
- (5) BeO 粉末のホットプレスおよびクリープに関する研究
- (6) BeO 薄膜の研究
- (7) BeO の単結晶の育成に関する研究

### 第3研究グループ

(酸化バナジウム: VO<sub>2</sub>)

#### A) 研究の目標

鉄遷移元素化合物の磁性材料, 電気回路素子などへの利用を期待し, とくに VO<sub>2</sub> を中心として, その存在領域を確定し, 特性づけられた単結晶を合成し, その結晶構造の解析と各種物性について研究を行なう。

#### B) 研究計画

- (1) VO<sub>2</sub> 単結晶を中心とする結晶育成の研究
- (2) V-Fe-O 系の固相反応に関する研究
- (3) 相転移 (固⇌固) の研究
- (4) VO<sub>1±x</sub> の研究

### 第4研究グループ

(窒化アルミニウム: AlN)

#### A) 研究の目標

AlN の絶縁材料, 蛍光体, 溶融金属耐食材料などへの利用を期待し, 高純度粉末および単結晶を合成し, それらの構造解析と各種物性の究明のための研究を行なう。

#### B) 研究計画

- (1) AlN 合成法の研究
  - (イ) アーク放電法による AlN の合成研究
  - (ロ) 気相反応による AlN の合成研究
  - (ハ) その他の合成研究
- (2) AlN 焼結体の研究
- (3) AlN 単結晶の育成の研究
  - (イ) 昇華再結晶法による単結晶育成の研究
  - (ロ) 気相反応法による単結晶の作成研究
- (4) 薄膜に関する研究
- (5) 微細構造および物性に関する研究
  - (イ) X線回折顕微法による結晶の完全性の研究
  - (ロ) 光学的物性の研究

### 第5研究グループ

(硫化鉄: FeS)

#### A) 研究の目標

フェライトとは異なる Fe-S 化合物の電磁氣的性質が固体エレクトロニクスに利用されることを期待し, 新発見された Fe<sub>3</sub>S<sub>4</sub> (グレゴット) を中心として, Fe-S 系の相関係, 安定度, 合成, 単結晶の育成およびその物性, 解析などの研究を行なう。

- (1) Fe<sub>3</sub>S<sub>4</sub> の合成研究
- (2) Fe<sub>3</sub>S<sub>4</sub> の安定化に関する研究
- (3) Fe<sub>3</sub>S<sub>4</sub> の構造に関する研究
- (4) (Fe, M)<sub>3</sub>S<sub>4</sub> の合成および物性の研究
- (5) 電子回折法による硫化物の磁氣的, 誘電的性質の

研究

### 第6研究グループ

(鉛ペロブスカイト: PbMO<sub>3</sub>)

#### A) 研究の目標

PbMO<sub>3</sub> (鉛ペロブスカイト) の強誘電材料などへの利用を期待し, その常圧および高压下での合成ならびに単結晶の育成と合成材質の物性, 解析研究を行なう。

#### B) 研究計画

- (1) PbMO<sub>3</sub> 系のペロブスカイトに関する研究
  - (イ) 基本系の相平衡に関する研究
  - (ロ) 高压安定型複合ペロブスカイトの合成研究
  - (ハ) 高压力装置の開発に関する予備的研究
- (2) A-Mn-O 系ペロブスカイトに関する研究

### 第7研究グループ

(炭素: C)

#### A) 研究の目標

炭素 (C) は, 融点がきわめて高く, 耐熱性, 熱伝導性等にすぐれていることから多くの研究が行なわれているが, 原子的構造, 異方性等学問的, 工業的に未解決の問題が多く, その基礎的研究は, 新しい炭素材料の開発に欠くべからざるものがある。

本研究グループは, 各種研究の基礎となる高純度炭素の合成および黒鉛の大型単結晶の作成と合成材質の組織, 構造および物性の解明を行なう。

#### B) 研究計画

- (1) 高純度炭素の調製研究
- (2) 炭素の黒鉛化機構に関する研究
- (3) 炭素, 黒鉛の化学的, 物質的性質の研究

### 第8研究グループ

(酸化ジルコニウム: ZrO<sub>2</sub>)

#### A) 研究の目標

酸化ジルコニウム (ZrO<sub>2</sub>) は, 高融点酸化物としての性質, 高温半導体的な性質等により多くの研究がなされつつあるが, 学問的, 工業的に未解決の問題が多く, その基礎的研究は, 電子工業, 原子力工業, その他高温工業の発展に欠くべからざるものである。

本研究グループの研究は, 各種研究の基礎となる高純度 ZrO<sub>2</sub> 粉末結晶および単結晶の作成, 高温型の安定化をその究極の目標とするが, 当面, 固溶体化学的観点から各種異種イオンの固溶範囲およびこれと多形との関係を理論的実験的に解明する。

#### B) 研究計画

- (1) 水熱反応に関する研究
- (2) 固溶体に関する研究
- (3) ZrO<sub>2</sub> 薄膜に関する研究

## R. ロイ博士の講演について

ペンシルバニア州立大学 材料科学研究所長 Rustum Roy 博士の来日を機会に、去る3月6日午前10時半から本研究所において、同氏の所内講演会を行なった。演題は、「材料科学における特性づけの役割 (Role of characterization in materialsscience)」で、これは丁度本研究所の研究活動にきわめて深く関連する分野であり、同氏の数時間にわたる熱心な講演は、所内研究者にとって有意義なものであった。

以下、その講演内容を要約して紹介する。

われわれは、材料科学を構成する三つの相——合成(preparation), 特性づけ(characterization), 性質 (properties)——の間の相互関係としてとらえる。そして、この三つの相のうちで特性づけが現在、最も弱い面であると認識する。



一般的に、合成された物質は何らかの方法によって特性づけられ、その情報を基礎として性質が検討される。その各々は、相互に関連づけられ、例えば、特性づけのある方法によって得られる情報は、合成の改良にフィードバックされ、また性質の検討法の進歩の結果、その方法が物質の特性づけに適当となった段階においては、それが特性づけの方法として取り上げられる。このように考えると、この特性づけということが他の二つの相——合成と性質——との間の重要なリンクであることが分るが、この認識に基づいた特性づけということが多くの研究室において欠けているのである。

何によって物質を特性づけるか、これに関して現在、自分はその物質の化学組成および構造の二つを取り上げ、例えば ESR で分るような性質は、現在の段階においては取り上げない。換言すれば特性づけの方法として現在のところ、その物質に関する情報が direct (直接的) に、かつ、unam-



R. ロイ博士

biguous (あいまいさなし) に得られる方法を取り上げるのである。

特性づけという考えの内容を例を上げて説明する。ある物質が合成された時それを特性づけるのに必要な項目の組 (Set) をまとめてみる。

| 合成された形 | 単結晶 | 微集合体 | 二相共存系 | 多相共存系 |
|--------|-----|------|-------|-------|
| Set    | A   | A+B  | A+C   | A+B+C |

Set A : (1) 元素成分

- (2) 構造型
- (3) 不定形
- (4) 点欠陥, 線欠陥等
- (5) 表面状態
- (6) 容積

(1)について調べられる主な項目としては、(a)構成元素の ratio (比率), (b)不純物濃度 (主として陽イオン), (c)原子価状態, (d)陰イオン不純物, (e)分布一不均一性等である。

(2)は主として構造型をいうが、二つに分けてそれぞれ適当と思われる方法を上げると、

(a) Short range (近距離規則性) : ((3)を含める)

- i) 結晶場に関連した方法 (光学的なもの),
- ii) 蛍光X線, iii) Laser-Raman (レーザー ラマン) スペクトル等々は、いずれも第一近傍の配位に関する直接的な情報を与える有力手段である。これに関してさらに普通用いられているものとして、赤外吸収, ESR, NMR, 動径分布曲線等がある。

(b) Long range (長距離規則性):

方法——X線, 電子線, 中性子線およびノン・ディスペルシブX線 (non-dispersive X rays). (高圧下の研究に便利)

目標——規則格子状態(構造型), 精密格子常数, 秩序——無秩序(超格子問題)ないしはクラスタリングに関するもの。

(4)については, 点欠陥の性質と濃度に関することで, 比重, 格子常数, vacancy (空孔) 型か interstitial (浸入) 型か等である。

(5)については, 表面の化学的性質, 構造および格子常数, 表面状態の続く深さ, 表面反応速度等である。

一つの与えられた物質について, 上述の特性づけのすべてを行なうことは不可能で, その物質に可能で適当なものが実際には選ばれる。

- Set B: (1) Bulk density (かさ比重)——pore-sity (多孔度)
- (2) Pore size (孔径)
- (3) Particle size (粒度) および配向
- (4) 表面および界面エネルギーと粒の配向との関係

Set C: まず最初に, 第二の相の検出, その化学

組成, 構造, さらに相互の相の間の anisotropy (異方性) による相互作用。

以上, いずれも合成されたものは, どのような形であれ, それが熱力学的に安定な相であることを前提としている。

これらの事柄を一つの式に形式化すれば,

$$C_T = C_A + C_\mu + C_M$$

$C_T$  を単結晶についての特性づけの内容とすると, 原子的な  $C_A$ , 顕微鏡的な  $C_\mu$ , および巨視的な  $C_M$  よりなる。多結晶体等では, この意味の特性づけは困難で, これに対してその物質を describe (記載) するという意味で, その内容を D (Description: 種類) で表わすと,

$$D = C_T + P + H$$

Pはその物質の示す何か sensitive (敏感) な物理的性質, Hは歴史を示す。元来 P は,  $C_T$  の函数  $P=f(C_T)$  で, こうした体系も  $C_T$  だけで特性づけられるはずだが, 現在のわれわれの知識は  $P=f(C_T)$  の内容を知らず, Dを必要とする。

以上が Prof. Roy の講演のあらましであるが, 多少詳しい要約が必要な方は, 本研究所企画課まで御連絡されたい。 (文責 中平)

## 研究発表

※ 誌 上

| 題 目                               | 発 表 者                       | 誌 名 等               |
|-----------------------------------|-----------------------------|---------------------|
| 不定比酸化物における陽イオンの分布について             | 中平 光興                       | 粉体および粉末冶金<br>44年1月号 |
| チリチリデン-O-アミノフェノールを用いる微量銅の抽出吸光光度定量 | 石井 一, 永長 久彦                 | 分析化学<br>44年2月号      |
| 溶媒としてシリコンを用いて作成した SiC 結晶の多形       | 猪股 吉三, 井上善三郎<br>三友 護, 田中 広吉 | 窯業協会誌<br>44年3月号     |

|                               |                             |                  |
|-------------------------------|-----------------------------|------------------|
| SiC 結晶の基本的な構造の熱的な安定性          | 猪股 吉三, 三友 護<br>井上善三郎, 田中 広吉 | 窯業協会誌<br>44年 4月号 |
| Lely 炉内の生成した 2H 形 SiC Whisker | 猪股 吉三, 井上善三郎<br>三友 護, 末野 重穂 | 〃                |

※ 口 頭

| 題 目  | 発 表 者 | 学 会 等                       | 発 表 日     |
|--|-------|-----------------------------|-----------|
| アルミニウムナイトライドについて   | 岩田 稔  | 日本金属学会関東支部<br>SHC 研究会 (東京都) | 44. 2. 20 |
| Growth process of SiC crystals prepared by sublimation methods | 田中 広吉 | 窯業日米ゼミナール<br>(東京都)          | 2. 28     |
| Electron microscopic observation of 2H-SiC whiskers            | 瀬高 信雄 | 〃                           | 〃         |

〈MEMO〉

運営会議

1月27日, 第18回および3月3日, 第19回運営会議が開催され, 昭和44年度予算および業務計画について意見の交換が行なわれた。

研究会

2月20日, 不定比化合物研究会(第1回)が開催され, 当所における不定比化合物に関する研究の現状と諸問題について討議が行なわれた。

3月17日, 焼結研究会(第1回)が開催され, 焼結研究のあり方等について討議が行なわれた。

3月20日, 炭化けい素研究会(第4回)が開催され, 結晶成長のメカニズムについて討議が行なわれた。

科学技術功労賞受賞

第4研究グループの岩田稔総合研究官は, 「多層薄膜製造用膜厚監視装置の開発」により, 第11回科学技術功労者として, 科学技術庁長官から表彰されること



起 工 式

になった。

高圧力特殊実験棟起工式

3月27日, 筑波研究学園都市計画区域内(茨城県新治郡桜村倉掛および大角豆)において, 当所庁舎の本格的な建設の第一歩として高圧力特殊実験棟(1,583m<sup>2</sup>・RC2F)を建設するため, その起工式が茨城県知事, 桜村村長, 科学技術事務次官など関係者多数の出席のもとに行なわれた。