

# 金属材料技術研究所

科学技術庁

金属材料技術研究所

1995 No. 5

## ニュース

ナノスペースラボによる新材料／  
核融合炉用超伝導マグネット線材／  
高温クリープ新計測システム開発

### ナノスペースラボによる新材料の創製 —GaAsナノスケール極微細構造の作製に向けて—

種々の原子の配置を人工的に制御して、従来の材料にはない全く新しい性質を持つ新材料を創製することは材料研究者が挑戦すべき重要な研究課題の一つである。

半導体物質、有機および無機物質を材料としてナノメートルオーダーの微細構造を作製し、その構造と電子的・光学的性質を実験および理論の両面から調べ、新しい人工物質の創製を図ることを目的とする科学技術振興調整費研究「ナノスペースラボによる新材料の創製に関する研究」が平成6年度から行われている。この研究には合計14の国立研究所、民間研究所、大学が参加し、その中で当研究所はGaAs(ガリウムヒ素)系の化合物半導体を対象とする研究を行っている。ここに「ナノスペースラボ」とは、物質の機能や物理化学的反応を生じさせ観察するための「極微の実験場」の意味に用いている。

GaAs系化合物半導体のナノスペースラボを創製するには、GaAsのナノメートルサイズのクラスターを作製するほかに、隣り合うクラスター内の電子と電子が相互作用できる程度の間隔、すなわちナノメートルオーダーの間隔で、多数のクラスターを規則的に配置させる必要

がある。しかし、このような微細構造の作製は、微細加工技術として最も進んだ電子線リソグラフをもってしても空間分解能の不足のためにできない。そこで当研究所ではそのような外部的微細加工法によらない自己形成的な新しい方法を検討している。すなわち、これら化合物半導体の表面構造の特性と、表面での原子・分子の吸着・解離機構、結晶成長機構を解明し、それらを微細構造の創製に積極的に利用する方法、およびSTM(走査トンネル顕微鏡)あるいはFIB(収束イオンビーム)と当研究所で開発した液滴エピタキシ法とを組み合わせたナノスケール構造創製の方法の研究に取り組んでいる。

現在までの成果の一例として、硫黄を1原子層吸着させたAlGaAs(アルミニウムガリウムヒ素)表面上に液滴エピタキシ法により作製したGaAsエピタキシャル微結晶の走査電子顕微鏡写真とその模式図を示す。この方法では硫黄を1原子層吸着させたAlGaAs表面上に超高真空中でまずGa液滴を堆積させ、ついでこれにAs分子線を照射することにより大きさのよく揃ったGaAsエピタキシャル微結晶を作製することができる。この場合、

基板結晶表面上でGa分子が2個会合することにより安定な液滴核が形成されると考えられるので、この液滴エピタキシ法はナノスケール構造を創製するための方法として有望である。今までこの方法により大きさ10nm程度のGaAsエピタキシャル微結晶を平均10nm程度の間隔で作製することに成功している。今後、GaAsナノスペースラボを実現するには、これらのサイズをさらに小さくするとともに、その配置を制御する方法の開発が必要である。

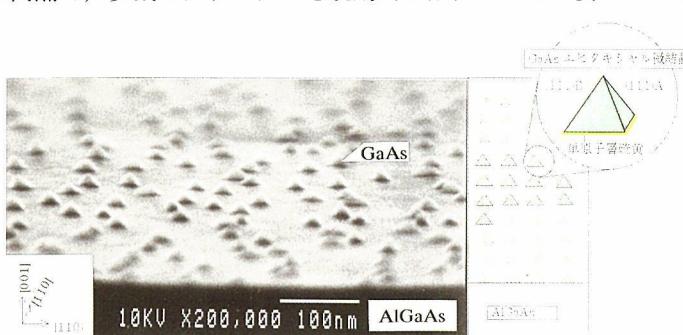


写真 液滴エピタキシ法で作製したGaAsエピタキシャル微結晶の走査電子顕微鏡写真と模式図。(111)AはGaから、(111)BはAsからなる結晶面を表す。

# Nbチューブ法Nb<sub>3</sub>Al線材の超伝導特性の中性子照射依存性 —核融合炉用の超伝導マグネット線材として有望—

核融合炉用超伝導マグネット線材には、プラズマの閉じ込めや加熱・制御のために必要な磁界を発生することが必要とされるばかりでなく、マグネットが大型化することによりコイルに生じる大きな電磁力に耐え、パルス的な変動磁界中における電力損失が小さく、核融合反応により放出される中性子の照射によっても超伝導特性の劣化が少ないことが要求される。当研究所ではこのような核融合炉環境下における超伝導線材の特性評価の研究を行っており、今回その一環として当研究所開発のNbチューブ法によりNb<sub>3</sub>Al線材を作製し、中性子照射を行ったときの超伝導特性を評価した。Nbチューブ法とは、純Nb製のチューブの中にAl合金の丸棒を詰めて細く線引きし、裁断してその束を純Nb製チューブの中に入れて線引きするという方法で、この過程を数回繰り返した後に熱処理してNbマトリックスの中にNb<sub>3</sub>Alの多芯線を形成させる。

現在、核融合炉用の超伝導マグネット線材としては、NbTiやNb<sub>3</sub>Sn線材が主として研究されているが、核融合炉の実現の可能性や炉の効率を高めるには、従来よりも高性能の超伝導線材の開発が重要である。そこでNb<sub>3</sub>Sn線材に代わり得る超伝導線材として金属系超伝導体の中ではNb<sub>3</sub>Al超伝導体が注目され、その線材化法や超伝導特性が盛んに研究されている。当研究所ではNbチューブ法で作製したNb<sub>3</sub>Al線材が、核融合炉用超伝導マグネットの発生磁界として要求されている12T(テスラ)の高磁界中でNb<sub>3</sub>Sn線材より大きな臨界電流密度を有することをこれまでに報告してきた。

今回の中性子照射実験に使用したNbチューブ法Nb<sub>3</sub>Al極細多芯線は、1,728,000本のNb<sub>3</sub>Alフィラメントが純Nbのマトリックス中に埋め込まれた線材構造を持

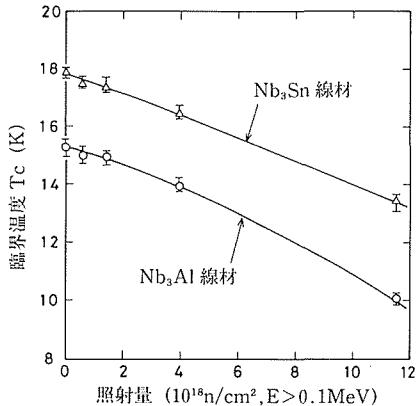


図1 Nbチューブ法Nb<sub>3</sub>Al線材およびブロンズ法Nb<sub>3</sub>Sn線材の臨界温度の中性子照射量依存性

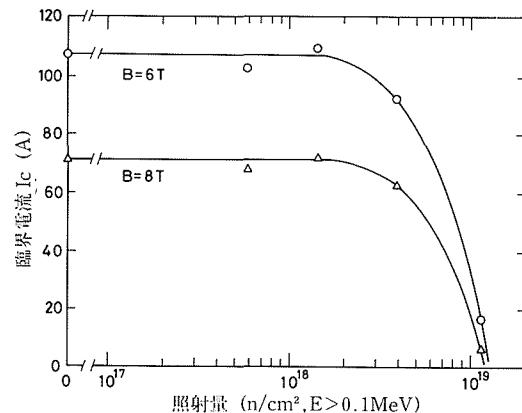


図2 Nb<sub>3</sub>Al線材の6Tおよび8Tの磁界中における臨界電流の中性子照射量依存性

ち、フィラメント径が0.1μm以下と非常に小さいことを特長とする。中性子照射は、京都大学原子炉実験所の炉心内長期照射設備において室温で中性子束0.9~2.0×10<sup>13</sup>n/cm<sup>2</sup>·sec(中性子エネルギー:E>0.1MeV)で照射量1.2×10<sup>19</sup>n/cm<sup>2</sup>まで行った。誘導放射能冷却のため照射した試料を一年間室温で保管した後、試料の超伝導臨界温度(Tc)および臨界電流(Ic)を測定し、超伝導特性の中性子照射量依存性を調べた。

図1はTcの中性子照射量依存性を示す。比較のためにNb<sub>3</sub>Sn線材の結果も示した。Tcは中性子照射量の増加とともに単調に低下し、3.9×10<sup>18</sup>n/cm<sup>2</sup>, 1.2×10<sup>19</sup>n/cm<sup>2</sup>の照射量で非照射材の値より9%, 34%それぞれ劣化した。本線材のTcの中性子照射量依存性は、Nb<sub>3</sub>Alバルク試料について報告されている結果とほぼ同様である。

一方、6T, 8Tの磁界中および4.2KでのIcは、1.4×10<sup>18</sup>n/cm<sup>2</sup>の照射量までほとんど変化せず、それ以上の照射により急速に減少した(図2)。このIcの照射量依存性は、Icが照射によって一旦増加した後に減少するブロンズ法Nb<sub>3</sub>Sn線材や他の多くの超伝導線材と大きく異なっている。ブロンズ法Nb<sub>3</sub>SnのIcが照射により一旦増加するのは、照射により導入された欠陥のために上部臨界磁界(H<sub>c2</sub>)が一旦増加することと、欠陥が磁束線のピン止め場所になり、ピン止め場所の数が照射前に比べ増加することによる。本Nb<sub>3</sub>Al線材の場合は、そのTcが化学量論組成のNb<sub>3</sub>Al超伝導体が示すTcよりも低いことから、本線材中のNb<sub>3</sub>Al化合物の組成が化学量論組成からずれていると推定でき、そのため照射によるH<sub>c2</sub>の増加が不十分なこと、および、超伝導フィラメントの径が大きめで小さいために照射により導入された欠陥が有効なピン止めの場所にならないことによると考えられる。

本実験の結果、Nbチューブ法Nb<sub>3</sub>Al線材の超伝導特性の中性子照射依存性に関して有用なデータが得られた。核融合炉の寿命中に超伝導マグネットのコイルが受けとされる中性子照射量4×10<sup>18</sup>n/cm<sup>2</sup>での本線材のIc(8T)の減少量は15%と小さく、本線材が核融合炉用超伝導マグネット線材として有望であることが明らかになった。

# 新しい高温クリープ計測システムを開発

## —画像解析を用いた非接触、高精度の測定法—

ニッケル基超耐熱合金の耐用温度が1100°Cに近づくにともない、そのような高温域でのクリープ変形量の精密な測定法の開発が重要課題になっている。金属材料のクリープ試験では一般に、試験片の2箇所に突起を設けて伸び検出用の金具と金属製ロッドを取り付け、ロッドの移動量を炉外のダイヤルゲージで測定している。しかし1000°Cを超える温度域でこの方法を用いる場合に、自重による金具自身の変形や試験片と金具の焼き付き、拡散反応等が起きる恐れがあり、また、金具の取り付け方や屋内温度変化の影響などがあって正確な伸びの測定が困難である。そこで間接的な測定法として、ロッドを試験片に連結し、炉外に出ているロッドの先端で伸びを検出してきたが、その測定値は試験片のほかにロッドの変形量等が加わった値であり、伸びの傾向しか分からず。

このような状況にあって、当研究所では東伸工業(株)と共同して、試験片の伸びを非接触で測定できる装置を開発した。これは金属試験片を炉外からCCDカメラで観察し、画像解析の手法によって伸びを正確に測定する装置であり、原理的には2000°C以上でも測定可能である。本方式の一部はセラミックス材料の伸び測定器に用いられているが、その場合、試験片は形状が平型で、伸び検出用の直方体の突起部を設けるという制約がある。そのため試験片の製作コストが高くなり、また、JISのクリー

プ試験法で定められている「つば付き円形断面をもつ試験片」には適用できない。

本装置の画像解析による測定方式は、試験片の平行部の上下2箇所に基準部(写真中、四角い枠で囲った三角形部分)を作り、それらを2台の固定テレビカメラで観察して、各々の画面を512×481の画素からなるメモリーボード上に記憶させる。各画面の中の基準部の画像とその位置を登録し、クリープ試験中に入力した次の画面の中から、最初に登録した画像と一致する画像を探し出し、その位置の差を基準部の変位として検出する。

本測定方式では、試験片平行部に特徴ある形状の部分を探して基準部とすれば良く、JIS規格の「つば付き円形断面をもつ試験片」にも適用可能である。また材質、形状等の制約が緩和されるので応用範囲を広げることができる。測定精度はJISの金属材料引張試験用伸び計の一等級に該当し、図が示すように多結晶のNi基超合金について、応力を変えた1100°Cでのクリープ試験で良好な測定結果が得られている。今後は当面の課題として、Ni基単結晶超合金を中心に精密なクリープ試験を行う方針である。なお、本測定方式はクリープ伸びの測定に限らず、高温域での材料変形量の測定に利用できるものであり、その方面での応用も期待される。

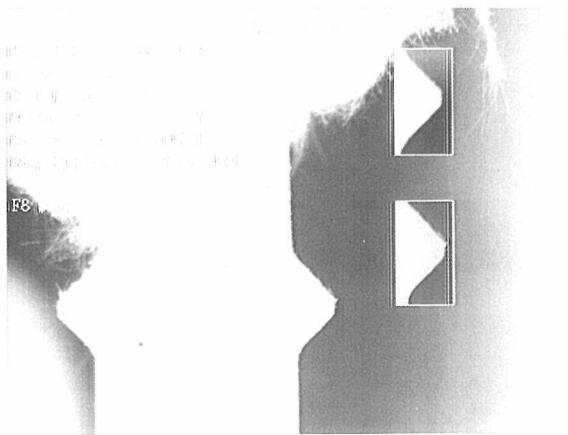


写真 モニターテレビ上の基準部の画像(四角の枠内)

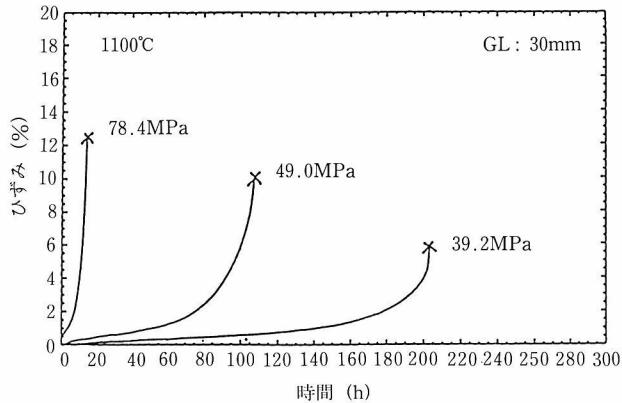


図 Ni基超合金のクリープ曲線

## ◆短 信◆

### ●人事異動

平成 7 年 3 月 31 日

定年退職 古林 英一 (反応制御研究部長)  
筒本 利行 (筑波支所管理課長)

平成 7 年 4 月 1 日

配 置 換 力学特性研究部長 鈴木 洋夫  
(表面界面制御研究部長)

配 置 換 反応制御研究部長 河部 義邦  
(力学特性研究部長)

配 置 換 表面界面制御研究部長 吉原 一紘  
(第 4 研究グループ総合研究官)

配 置 換 放射医学総合研究所管理部合計課長  
細川 一夫 (管理部会計課長)

配 置 換 管理部会計課長 広瀬 博  
(無機材質研究所管理部会計課長)

昇 任 第 4 研究グループ総合研究官 木戸 義勇  
(強磁場ステーション変動磁場ユニットリーダー)

昇 任 筑波支所管理課長 谷治 治男  
(管理部庶務課専門職)

## ◆特許速報◆

### ●出 願

発 明 の 名 称	出 願 日	出願番号	発 明 者 名
レーザー照射型電子銃	7.2.6	07-018258	木本高義
双極子電極プローブと同プローブを用いた微小物操作方法	7.2.6	07-018259	今野武志, 江頭 満, 新谷紀雄
SPM 画像用の探針形状の決定方法と, これを用いた画像補正法	7.2.16	07-027796	升田博之

### ●登 錄

発 明 の 名 称	登 錄 日	登録番号	発 明 者 名
化合物の製造方法	6.1.18	1816876	海江田義也, 他 2 名 (共立窯業原 料株式会社との共有特許権)
酸化物高温超電導体	7.1.23	1895928	前田 弘, 田中吉秋, 福富勝夫, 浅野稔久
化学気相反応による金属ほう化物纖維の製造方法	7.1.23	1895940	中谷 功, 小澤 清
遷移金属ほう化物纖維の製造法	7.1.23	1895922	中谷 功, 小澤 清
金属硼化物の超微粉の製造法	7.1.23	1895912	大野 悟, 宇田雅広
金属ほう化物纖維の製造法	7.1.23	1895939	中谷 功, 小澤 清
超極細多重構造の Nb <sub>3</sub> Al 超電導線材の製造法	7.1.23	1895938	井上 廉, 竹内孝夫, 小菅通雄
溶媒置換磁性流体の製造法	7.1.23	1895980	中谷 功
自己発熱性金属材料の製造方法	7.2.8	1902033	菅 広雄, 藤井忠行
アルミニウムまたはアルミナセラミックスの拡散接合法	7.2.8	1902044	大橋 修, 雀部 謙

### 科学技術週間行事に492名が来所

科学技術週間行事の一環として、4月18日(火)に筑波地区と目黒地区(材料試験施設)を一般公開した。両地区合わせて305名の来訪者があり、最新の研究成果や装置の説明、質問に対する応答など第一線の研究者により熱心に行われた。

また、22日(土)には、青少年の科学技術への興味を喚起することを目的に「合金探偵団バトル4」と題した行事を開催した。小中学生を中心に187名が親子でクイズや実験に参加し、目を輝かせる大勢の子供達の姿が印象的であった。



鍛造の実験の説明を聞く子供たち