

超過冷却状態の実現と新機能材料創製

—大きな過冷却実現のための装置開発—

戸叶 一正 (物質・材料研究機構
材料基盤研究センター長)

1. 目的

過冷却とは結晶が融液から晶出する時に、融液の温度がその物質固有の融点以下に下がる現象で、結晶核の発生とその後の成長の駆動力として必然的に起こるものである。しかし、普通の坩堝を用いる溶解・凝固では、坩堝の壁や坩堝から混入した異物を媒介とした核発生が容易に起こるため、さほど大きな過冷却を生じなくとも結晶成長は起きている。本研究の目的は人為的に大きな過冷却状態を実現して、そこからの凝固によって通常では得られないような新しい相や、新しい機能を持った物質の創製を目指すことにある。このような大きな過冷却状態を得るには、試料を清浄な空間で浮かしながら溶解・凝固をさせる必要があり、そのため本研究では以下の装置を(独)物質・材料研究機構と文部科学省宇宙科学研究所(栗林一彦教授)とで開発してきた。

2. 静電浮遊溶解炉

図1は本研究で開発した静電浮遊溶解炉を示す。上下の対向電極型で、帯電した試料は高電界によって上に引き上げられる。上下方向(Z方向)の位置制御はZ軸の位置を上部電圧にフィードバックすることによって行い、左右(X-Y軸)の位置制御は下部電極を2重にしてポテンシャルの井戸を作ることに行っている。試料加熱は紫外線と4方向からのYAGレーザー加熱によって行う。容器は 10^{-8} Torrの高真空にすることが可能である。今までに金属、酸化物、半導体試料で80mgまでの安定な浮遊に成功している。

Zr、Nb、Moの高融点材料についてもリカレンス(再発光現象)を確認し、大きな過冷却を達成した。現在半導体についても実験を行っており、Siの浮遊にも成功した。

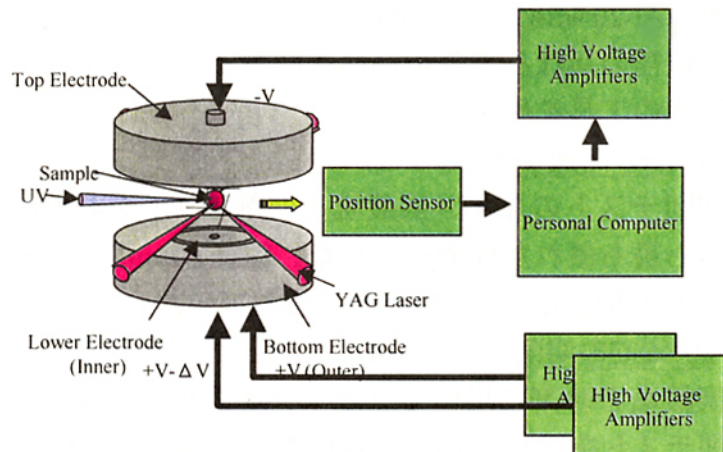


図1 静電浮遊溶解炉の原理図

3. ドロップチューブ

ドロップチューブの開発では、サブミリサイズの液滴を自由落下させることにより大過冷却状態からの準安定相の創成を目指している。本研究では、内径200mm、自由落下長さが25m、到達真空度・ 10^{-6} Torrのドロップチューブを建設した(図2)。現在これを用いて、サブミリから数mmに至る広い範囲の液滴を対象とした大過冷却実験を行っている。

4. 浮遊溶解に付随した急冷装置 (スプラットクーリング)

過冷却状態からの高速急冷を可能にするため、既存の音波浮遊炉および電磁浮遊炉に付随した急冷装置を開発した。図3は音波浮遊炉の場合の装置模式図である。試料(直径約3mm以下)は下から吹き上げるガスによって浮遊し、さらに音波によって位置制御される。試料は炭酸ガスレーザーによって加熱され、急冷は両側に設置した銅製アンビルによって押しつぶすことによって行う。同様の急冷装置を電磁浮遊炉についても開発した。

これらの浮遊・急冷装置を使ってNd-123系酸化物高温超伝導体($Nd_{1-x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-d}$)、 $Y_3Fe_5O_{12}$ (YIG)系光学材料、磁性材料である $Nd_2Fe_{11}B$ 等を対象にして過冷却液体からの結晶化実験を行っている。

5. おわりに

以上のように浮遊実験に関する必要な装置がおおかた整備され、現在各種の材料について浮遊実験を行っている。

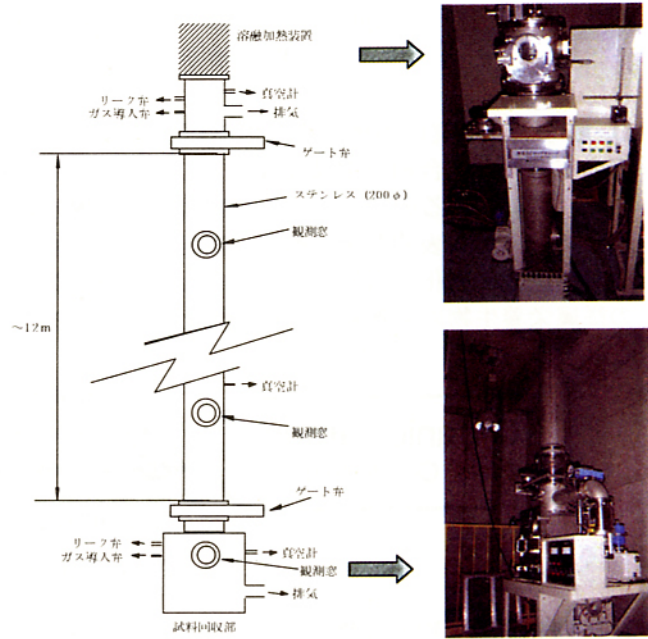


図2 ドロップチューブの概念図と上部、下部の写真

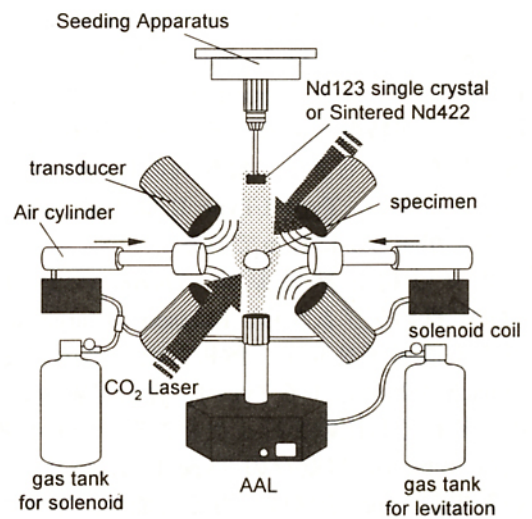


図3 急冷装置を組み込んだガスジェット音波浮遊炉。種付け装置も組み込んである