

## TODAY

## 「法人化・戦略・産官学連携」雑感



東京大学大学院工学系研究科マテリアル工学専攻  
教授 吉田 豊 信

国立大学が本年4月から国立大学法人となり、われわれの身分も文部教官から大学教員に、学生にとっては指導教官から指導教員に移行した。しかし、この移行に整合したシステムが完備しているわけではないので、われわれは“みなし公務員”としてどうにも座り心地の良くない椅子が与えられ、ときどき腰を浮かせ座り直しているのが現状である。世界の先例を見れば、同様の改革が定着するのに10年は必要であろうと考えるほうが自然であるが、時に、些末なことにとやかく文句を言うのもまた自然な反応である。

しかし、本年10月からとてつもない大学教育システム改革を始めようとしているEU諸国に比べれば、ある意味では大騒ぎするほどのことはないような気もする。詳細は理解を超えるが、フランスの友人の話によると、大学院の修士2年次において学生の意志で自由に大学を移れるのだそうだ。それも、国家を越えて移れるというのだから話は大きい。特に、複雑・多様な教育システムを有するフランスでは、教授陣はその対応に大わらわであり、個人的にはいろいろ文句を言いながらも文部省の指導だから……。どこかの国の教授と同じく愚痴の連続ではあるが、スケールの違いを感じる。当然、国家があり、その上にはヨーロッパ連合（EU）が見える。今後数十年を見通したEU戦略の一環なのだ。戦略とはこのようなものだろうと思う。

さて、日本の一連の法人化に基本となる国家戦略が見えない。見せない国家戦略があるとしても、現

代には通用しないことは明白である。しかし、多分、欧米の意味ではないのだ。結果として、新たに生まれた個々の独立行政法人が、競うように独自の“みなし戦略”をつくり、声高に呼ばれる結果となっているような気がする。戦略の統一感、階層間の一通貫の美しき流れが見えない。あまりに縛りの強い戦略ならばないほうが良く危険でさえあるとの考えもあるだろうが、戦略という限りにおいてはやはり理念的な一方向の流れが必要であろう。多様な戦略の存在は、言葉を換えれば、個々の組織の横ならびの目標が存在するに過ぎないとも言える。

翻って、材料分野に目を向けると、総合科学技術会議が「ナノテク・材料」を重点4分野の一つに掲げていることを好機と捉え、材料戦略の基として少なくとも今後10年～20年間の戦略を産官学の英知を集約し策定すべき時期にきていることは明白である。すでに、いくつかの材料戦略が存在していることは承知しているが、残念ながらどのレベルでの戦略なのか階層が見えない。理由は明白で、現状においては、材料分野全般をカバーするheadquarter的組織がないことに起因している。広く認知された親組織の基本戦略を受け、各組織が戦略を練るといった流れの存在そのものが、異分野に対して明快なメッセージを表明することを意味し、ひいては、産官学にとって大きなメリットを有することになり、真の産官学連携が生まれよう。

法人化に伴い、多くの大学では産官学連携を中期目標の目玉の一つとして挙げている。しかし、大学はもともと教育研究を主眼としており、[人・日]を単位とするような研究をしないという点において企業とは一線を画しており、その意味においても大学の研究室が企業のjob shopとなつてはならないことは今も昔も変わりはない。有意な連携の前提には分野としての明解な戦略と役割の違いの明確な相互認識とが必要である。その意味において、JRCMが材料戦略ネットワーク構築の牽引役を果たすことへの期待は大きい。材料戦略の中核に“戦略材料”をおくことから始めては如何であろうか。

# 実用金属材料分野ナノメタル(鉄系)プロジェクト

鉄鋼材料研究部 平城 正

## 1 はじめに

「ナノメタルプロジェクト-実用金属材料分野-」は独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO技術開発機構)から委託を受け、JRCMが平成13年~17年の5年間で推進しているプロジェクトである。図-1に示すように本プロジェクトは、構造材、機能材として工業的に主要な金属材料として、変態や磁性のある鉄系材料、変態や磁性のないアルミニウム系材料、高導電性等機能的な特性を要求される銅系材料を対象にした3つの開発グループで構成される。さらに、計算科学と技術の体系化でナノ領域における金属材料の主要な組織制御技術の基本的・体系的な解明・確立を目指す体制をとっている。

「ナノメタルプロジェクト(鉄系)」は、九州大学の高木教授を実験グループリーダー、茨城大学の榎本教授を計算グループリーダーとし、図-1に示す民間企業鉄鋼4社と大学との連携を図り、JRCMが研究管理法人として推進する体制をとっている。

## 2 研究開発内容

ナノメタルプロジェクトでの鉄系グループでは、将来のスラップ鉄のリサイクルで問題となるCuの有効利用も視野に取り入れて、延性に優れた高強度鉄鋼材料の開発を目標とし、軟質粒子であるCuの析出を利用した基盤研究である。本プロジェクトでは、数nm以下のCuナノクラスターを鋼材中に析出させ、ナノレベルで粒内及び粒界のCu析出挙動を観察して、高強度化と延性向上のメカニズムの解明を目指している。

## 3 研究開発成果

これまでの研究で得られた成果の概略は、以下のとおりである。基礎的なナノCu析出に関する研究成果では、Fe-Cu合金に関して、転位とCu粒子の相互作用

を直接観察することに成功し、転位がCu粒子をせん断・通過する際の抵抗が材料の強化に寄与している事実を明らかにした。また、三次元アトムプローブの解析(図-2)によって、Cuが過飽和に固溶した固溶体からCu粒子が析出する過程を連続的に観察し、Cu原子が数個集まったクラスターが次第にCu粒子へと成長していく様子を明確にした。

一方材料設計と応用展開に関する研究成果では、0.2%C-1.5%Mn-4%Cuマルテンサイト鋼において、熱処理条件と機械的性質の関係を系統的に調査し、強度・延性バランスの指標であるTSxEI値で17000とプロジェクトの最終数値目標である従来材の1.4倍を超える優れた特性値を達成した(図-3)。実成形様式での加工性向上効果を評価する目的から、同一強度レベルの従来材と曲げ加工性を比較した結果、0.2%C-1.5%MnのCu無添加鋼に対する0.2%C-1.5%Mn-4%Cu鋼の優位性が確認された。

また、合金成分と組織の関係を調査した組織制御に関する研究成果として、

Cu添加によるオーステナイト結晶粒の成長抑制が、間接的にCu含有鋼の靱性や延性の改善に寄与していることを明らかにした。

計算科学と技術の体系化(組織・材質予測シミュレーションモデルの開発)では、(1)ナノクラスター・ナノ析出の組織予測シミュレーション技術の開発、(2)粒界・界面が主要な役割を果たす微細粒組織の形成と変形に関するシミュレーション技術の開発を行っている。(1)に関する研究成果として、析出物になる前段階であるCuクラスターのサイズ、組成、及びエネルギーをCahn-Hilliard理論によってシミュレートし、それに基づいて、熱延プロセスにおける連続冷却のような非等温過程で刻々と変化する析出の駆動力、拡散係数等を考慮するため、Langer-Schwartzモデルを用いてCu粒子の析出をシミュレートするプログラムを作成した。計算結果は、アトムプローブの測定結果とよい一致が得られ、冷却後の粒子サイズや数密度を予測して、実工程で目的に応じた最適の冷却条件を探索できる

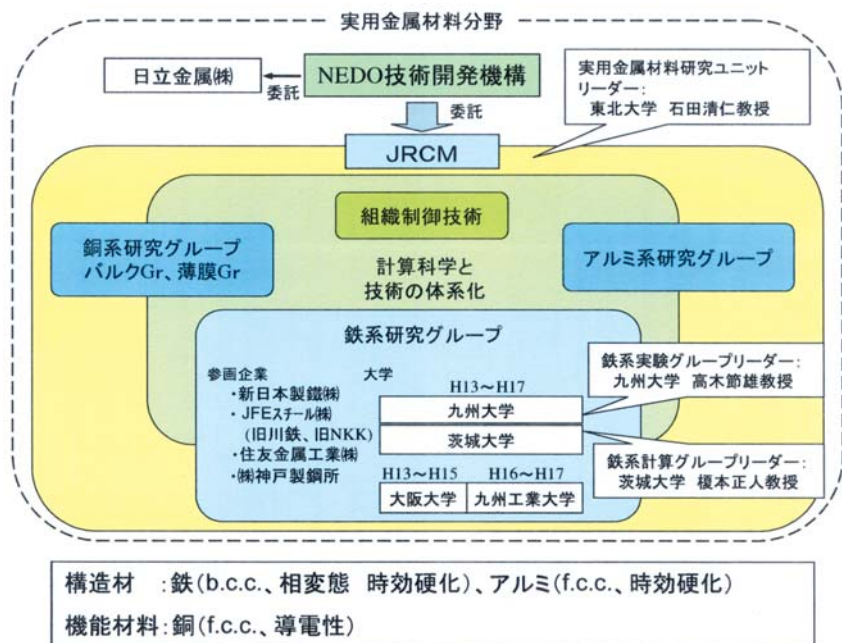


図-1 ナノメタル実用金属材料分野研究体制

めどが得られた。<sup>3)</sup>

実材料では転位がCu粒子の優先核生成サイトになることを考慮し、転位とマトリックスに核生成が競合して起こる場合の析出挙動シミュレーションプログラムを作成した。また、陽電子寿命測定法 (positron annihilation) によって過剰空孔濃度を測定し、過剰空孔がCuの拡散に及ぼす影響を考慮してシミュレーションが可能となった。さらに、MnやNi等の合金元素がCu析出に及ぼす影響を把握するため、第一原理計算によりクラスターの1つのサイトをNi原子に置換したCu核の活性化エネルギー計算の結果から、Ni原子はCuクラスターとFeマトリックスの界面に存在する傾向が強く、Cu-Fe間の反発相互作用を軽減することでCu析出を促進する作用があること等、有益な知見が得られている。

(2)の粒界・界面制御に関する研究成果として、粒界移動の機構とセルの回転を取り入れた再結晶シミュレーションプログラムを開発し、粒界エネルギー等を調整した結果、現実に近いシミュレーション結果が得られた。

微細粒組織の変形では、多結晶粒組織の変形機構と変形応力が結晶粒径にどのように依存するかを分子動力学による大変形シミュレーションで調査し、粒界すべりが支配的になり変形応力が下降する逆Hall-Petch関係 (粒径の減少に伴い軟化) から通常の粒内すべりによるHall-Petch関係へ移り変わる臨界の結晶粒径 (数10nm) の存在を確認できた。これは結晶粒径の調整により達成できる最高強度に相当しており、今後の材質制御の指針として活用できる。

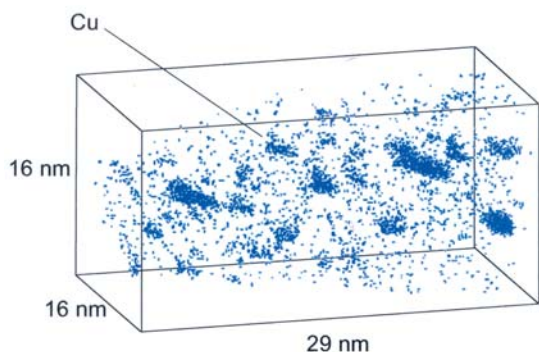


図-2 4%Cu添加鋼三次元アトムプローブの解析例<sup>1)</sup>

## 4 研究開発課題と展望

ナノメタルプロジェクト (鉄系) に関しては、今後以下の課題を検討していく予定である。<sup>4)</sup>

(1)材料設計と応用展開に関する研究成果として、0.2%C-1.5%Mn-4%Cu鋼に適切な熱処理を施すことによって優れた強度/延性バランスが得られることが判明したが、今後はさらなる特性追及のために、より詳細な熱処理条件の検討や合金成分設計を行い可能性を探る。特に、Cu含有鋼で優れた延性や加工性が得られるメカニズム解明のため、Cu粒子と炭化物粒子をそれぞれ単独で含む鋼種について延性や加工性に及ぼす分散粒子の種類の影響を明確にしていく。

基礎的な観点から鋼の強度に直接影響するCu粒子の分散状態が何によって決定されるのか、また、Cuの含有量によるCu粒子の大きさと分散状態の変化、さらに、Cu粒子と炭化物の複合利用の観点から炭化物の存在がCu粒子の析出挙動に及ぼす影響についても明らかにする。  
(2)計算科学に関しては、これまでに等温時効と連続冷却のような非等温過程でのCu析出のシミュレーションが可能となったことをふまえ、Cu添加鋼の赤熱脆性を防止するため添加されるNiやMn、Si等の合金元素がCu析出に及ぼす影響を明らかにする。焼き戻しマルテンサイト鋼における過剰空孔の影響や、粒界、ラ

ス境界、転位等がCu析出に及ぼす影響も明らかにする。また、材料設計の観点からCu添加鋼の変形と機械的性質の計算予測にも大きな関心が寄せられている。そこで、分子動力学により、Cu粒子と転位の相互作用のシミュレーションを行って、強度上昇と延性向上のメカニズムを解明し、析出シミュレーションと併せて、Cuの分散状態が変形機構や応力に及ぼす影響の解明を目指す。

(3)本プロジェクト全体をとおしてCu析出物による強化能だけではなく、加工性との関係についても詳細な検討を行い、さらなる加工性の向上を図るために必要とされるCu析出制御技術の確立を目指す。

### (参考文献)

- 1) S.Takaki et al. "Development of the Ferrous Nano-Metal Project", ISUGS, November 11-13, 2003
- 2) Y.Nagataki et al. "Cu Precipitation and Hardening Behavior in Cu Added 0.19%C-1.5%Mn Martensitic Ultra-High Strength Steels", ICASS2004, April 14-16, 2004
- 3) 張 弛、榎本正人:「Fe-Cu合金の連続冷却におけるCu粒子析出のシミュレーション」日本鉄鋼協会第146回秋期講演大会, 2003年10月11日
- 4) 平成15年度「実用金属材料分野ナノメタル技術開発」成果報告書, 2004年3月

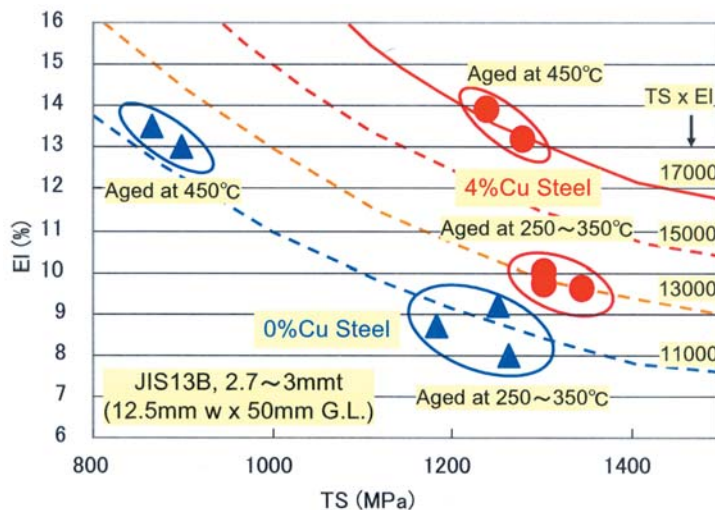


図-3 強度・延性バランスに優れた開発鋼の状況<sup>2)</sup>

# 実用金属材料分野ナノメタル(アルミニウム系)プロジェクト

非鉄材料研究部 花木道夫(現:日鉱金属(株))

## 1 研究計画概要

本研究は、自動車用アルミニウム合金板材のバークハード性の向上を達成するため、ナノスケールのクラスターを適切に制御することとおして、高性能を発揮するナノマルチ組織制御技術の指導原理を確立しようとして開始した。

研究体制は、共同研究先の東京工業大学 里教授をリーダーにして、住友軽金属工業(株)、スカイアルミニウム(株)、古河電気工業(株)にJRCMの分室を置き(スカイアルミニウム(株)と古河電気工業(株)の軽金属部門は、平成15年10月1日統合され古河スカイ(株)となった) 富山大学 松田助教、九州大学 堀田教授、大阪大学 白井教授、京都大学 奥田助教、静岡大学 星野教授の協力のもとに研究を進めた。本報告では、平成13年度に開始したこれら研究の平成13~15年度の成果の概要を紹介する。

研究は、ナノクラスター・ナノ析出制御、粒界・界面構造制御という2つの分野に取り組み、東京工業大学を中心に主として実験をJRCM分室が担当し、それらをバックアップする形で富山大学、九州大学、大阪大学の先生方が研究

を進めてきた。また実験結果を再現する計算によるシミュレーション技術については、東京工業大学を中心に京都大学、静岡大学の先生方がバックアップする形で研究を進めてきた。

### ナノクラスター・ナノ析出制御

微細な整合析出相を高密度に分散させるため、ナノレベルの異質核生成現象を利用し、組織制御を図る。そのために、析出相の高密度複合分散技術、マイクロアロイング技術を確立する。

中間目標：クラスター検出技術の確立(バークハード量 80MPa)

最終目標：クラスターサイズを50nm以下に制御する基盤技術確立(バークハード量 100MPa)

### 粒界・界面構造制御

粒界近傍の無析出帯(PFZ)の制御は、破壊挙動や成形性に関して極めて重要と考えられる。そこで、PFZが機械的性質に及ぼす影響を明らかにするとともに、その形成機構の解明と極小化を図る。

中間目標：粒界無析出帯制御手法の確立(バークハード量 80MPa)

最終目標：無析出帯(PFZ)を100nm以下に制御する基盤技術確立(バークハード量 100MPa)

### 計算によるシミュレーション技術

前記の実験結果を再現予測するため、主としてモンテカルロ法を用いて、ナノスケールのクラスター形成、PFZ形成のシミュレーションモデルを開発する。

中間目標：ナノクラスターや無析出帯の形成等のモンテカルロシミュレーションによる予測技術の確立

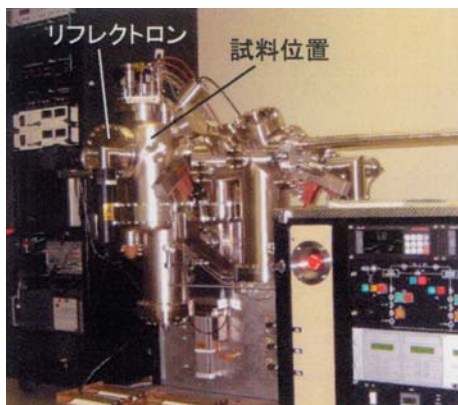
最終目標：クラスターのサイズや無析出帯(PFZ)の幅等を実験値との誤差50%以内、無析出帯(PFZ)での偏析量を実験値との誤差30%以内で予測するモデルの構築。

## 2 研究成果

### ナノクラスター・ナノ析出制御

6000系(Al-Mg-Si系)合金をベースに、高温時効特性に及ぼす予備時効の影響及びCu添加量の影響を調べた結果、Cuの添加により自然時効に伴うBH量の低下速度が遅くなること、成形性改善の可能性を見いだした。Al-Mg-Cu-Mn系合金にAgを添加した材料で、ストレッチ-バーク後の耐力が220MPa(耐力上昇値100MPa)と最終目標に相当する強度が得られ、バーク後耐力に対して溶体化処理条件が影響することが確認され

(a)



三次元アトムプローブ装置(3DAP)

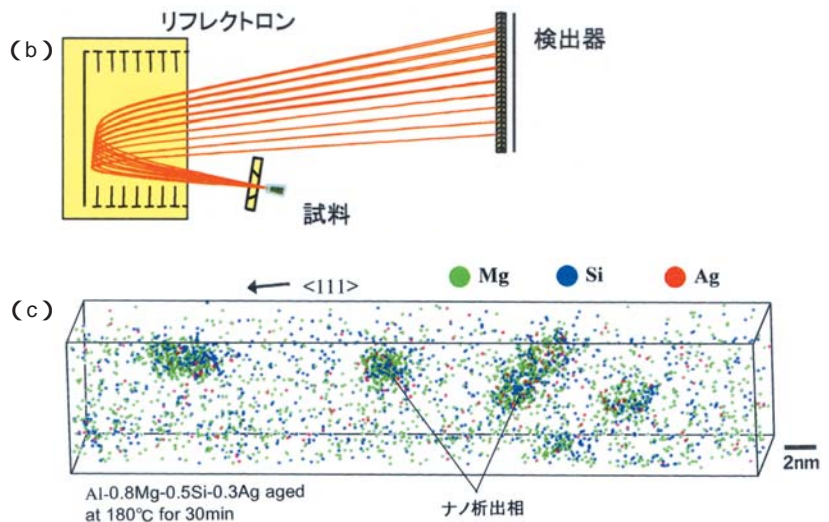


図-1 Al-Mg-Si-Ag 合金内微小領域の3DAP分析結果 (Si Mg Agの集合したナノ析出相が検出されている)

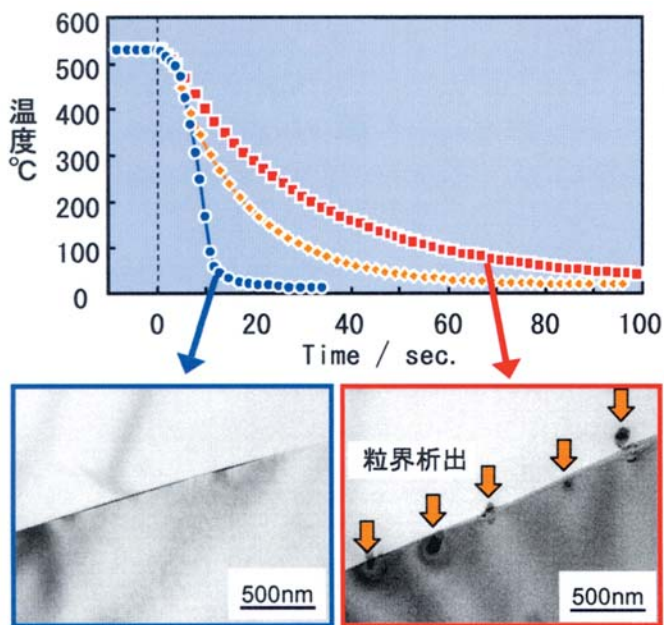


図-2 6000系合金の粒界組織に及ぼす焼入れ速度の影響

た。さらに、高分解能透過型電子顕微鏡や本プロジェクトが導入した三次元原子プローブ(3DAP)を用い、時効析出硬化型アルミニウム合金の相分解初期に形成されるナノクラスターの存在を実験的に明らかにし、ナノクラスターを活用する組織制御(ナノクラスター支援組織制御、NCAP)の有効性をはじめて明らかにした(図-1)。また、6000系のモデル合金等において、焼入れ空孔の濃度とその移動温度を陽電子消滅を用いて直接とらえることに成功した。

#### 粒界・界面構造制御

6000系合金について、焼入れ冷却速度が速いほど焼入れ中の粒界析出が抑制されて、曲げ加工性が向上することを確認した(図-2)。また200以上の温度で短時間保持すると、粒界析出を引き起こすことがわかった。一方、約100でステップ冷却(SQ)した場合、粒界析出を起こさないため、曲げ加工性に優れ、かつベークハード特性にも優れることがわかった。

また、代表的な時効硬化型合金であるAl-Cu及びAl-Zn-Mg合金について、無析出帯(PFZ)の形成挙動及びマイクロロイニング元素の効果、基礎的観点から実験的に検討し、Al-Cu合金についてマイクロロイニング元素として、特にSn添加によりPFZ幅が大幅に減少することを

はじめて見いだした。さらに、Al-Zn-Mg合金にAgをマイクロロイニング元素として添加するとPFZ幅が著しく減少することを明らかにした。このようにマイクロロイニング元素の活用により、PFZ幅は制御が可能であり材料特性にも優れることを明らかにした。

#### 計算によるシミュレーション技術

これまでに構築したモンテカルロ計算機シミュレーションに必要な最近接2体間の相互作用パラメータを、新たにKKR-GREEN関数法を用いた第一原理計算によって算出し、シミュレーションモデルの拡張・高精度化を図った。さらに、最近接3体間や第2近接以遠の相互作用パラメータを評価することで、さまざまな組

成や形状をもつ析出相の形成過程を再現するシミュレーションモデルを構築する指針を得た。また、化学エネルギー部分について、モンテカルロシミュレーション用相互作用エネルギーモデルを構築した。また、空孔枯渇説に基づく無析出帯(PFZ)の形成過程を再現するシミュレーションモデルを構築し(図-3) Al-Cu合金における粒界近傍の空孔濃度並びに析出したナノクラスターの分散状態を解析した。さらに、クラスターの相安定性及び復元挙動についても定量的に評価し、PFZの形成機構を原子レベルで明らかにした。

### 3 今後の計画

平成15年度に行われたNEDO技術開発機構の中間評価の結果、技術的には高い評価を得たが、実用化の観点で、自動車軽量化プロジェクトのなかの高成形性板材グループと一緒に、自動車用板材の開発を目指すほうが効率的であると指導を受けた。従って、16年度からは高成形性板材のr値向上の研究を支援する形でベークハード性向上のナノアルミ研究を継続することとなった。ただし、計算によるシミュレーションの研究は、鉄系、銅系との関連性を重視し、ナノメタルプロジェクトのなかで研究を継続する。

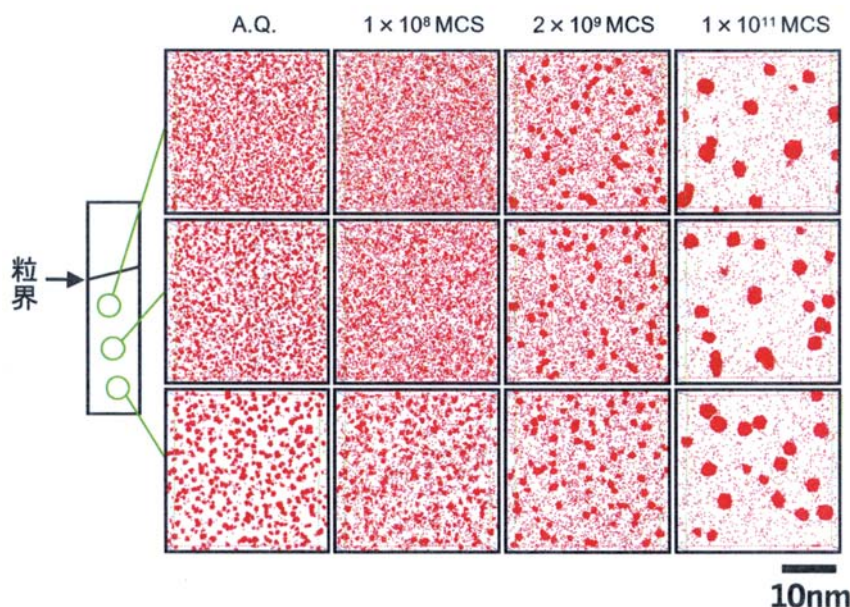


図-3 PFZの形成シミュレーション結果

Cu濃度は同一であっても形成されるCuクラスターのサイズや数密度が粒界からの距離(上段が近く、下段は遠い)によって変化することがわかる

# 実用金属材料分野ナノメタル(銅系)プロジェクト

非鉄材料研究部 花木道夫(現:日鉱金属(株))

## 1 研究計画概要

本研究は、2つのグループに分かれている。1つは小型高密度電子機器に使用される高機能銅合金板材について、ナノスケールの析出物及び結晶粒を適切に制御することをとおして、導電性と強度の両方を向上させるナノ組織制御技術の指導原理を確立しようとする「ナノ銅バルク研究」(下記 参照) もう1つは次世代Si半導体中のナノスケールの配線材として、高導電率の銅配線の使用限界を明らかにし、配線形成の要素技術を開発しようとして開始された「ナノ銅薄膜研究」(下記 参照)である。ここでは、平成13年度に開始したこれら研究の平成13~15年度の成果の概要を紹介する。

### (a)ナノ銅バルク研究

ナノ銅バルクの研究体制は、JRCMの共同研究先である東北大学の石田教授をリーダーにして、ヤマハメタニクス(株)と日鉱金属(株)にJRCMの分室を置き、東北大学の貝沼助教授、金属材料研究所の木村助教授、竹内助教授の参加を得て研究を進めてきた。また平成15年度からは東北大学の一色教授、鈴木助教授、小池助教授の参加も得た。

研究は、ナノクラスター・ナノ析出制御、粒界・界面構造制御、ナノ結晶粒創製技術の3つの分野に分かれ、それぞれヤマハメタニクス(株)、日鉱金属(株)、東北大学金属材料研究所を主担当にし、それらをバックアップする形で東北大学の先生方が研究を進めてきた。また、ナノ結晶粒創製技術に関連して実験結果を再現するとともに、予測を可能とする計算シミュレーション技術も検討した。

### ナノクラスター・ナノ析出制御

マトリックスに固溶する元素をできるだけ析出させることにより、マトリックスの純度を上げて導電率を向上させ、同時に析出物をナノスケールに制御して強度を向上させようとするものである。第一段階としてCu-Ti系で固溶している酸素を利用したナノサイズの酸化チタンを

析出させるプロセスを検討し、その結果をCu-Ni-Si系合金に適用しようと考えている。

中間目標：ナノオーダー酸化物を析出させる技術の指導原理を確立(TS 600MPa、導電率 40%IACS)

最終目標：析出相サイズを50nm以下(TS 1000MPa、導電率 60%IACS)

### 粒界・界面構造制御

強加工した銅合金を再結晶させるに際し、ナノスケールで析出させた第二相粒子を利用して、その後の再結晶粒の粒成長を抑制してナノスケールの結晶粒微細化を図り、純銅ベースのマトリックスによる導電率向上、微細結晶粒による強度アップを同時に達成しようとするものである。本研究では、第二相粒子の探索から開始し、Cu-Cr-Zr系及びコルソン系合金に的を絞って研究を進めている。

中間目標：結晶粒微細化技術の実験手法を確立(TS 600MPa、導電率 40%IACS)

最終目標：数百nmレベルの結晶粒微細化(TS 1000MPa、導電率 60%IACS)

### ナノ結晶粒創製技術

溶湯から急速凝固した非晶質を熱処理して得られるナノコンポジット組織のうち、「粒界なし結晶+ナノ非平衡粒」は適度の電気伝導度と高強度の銅合金材料が期待される。そこで合金設計及び液体急冷技術を駆使して、高強度導電性銅合金開発の指導原理を確立することを目指している。

中間目標：TS 1500MPa、導電率 20%IACS

最終目標：TS 1800MPa、導電率 20%IACS(結晶粒径または分散粒子を100nm以下)

また、実験結果を再現するとともに、予測を可能とする計算シミュレーション技術も検討した。

中間目標：金属ガラスのナノ結晶化に関する基礎的物性値の計算の拡充を図る。

最終目標：「結晶粒径」等の項目に対して、実験値との誤差50%以下、を予測す

るモデルを構築する。

### (b)ナノ銅薄膜研究

ナノ銅薄膜研究は、JRCMの共同研究先である京都大学の村上教授をリーダーにして、住友金属鉱山(株)にJRCM分室を置き、京都大学の守山助手、邑瀬助手、茨城大学の大貴教授(開始当時は秋田県立大学)の参加を得て研究を進めてきた。また、平成15年度下期からは研究計画を見直した結果、JRCM分室を株 神戸製鋼所に変更した。

### ナノ銅薄膜組織制御

次世代Si半導体においてはデバイス性能の飛躍的向上を図るため、100nm以下の配線幅が期待されている。その場合には、より高い信号伝播速度(電気抵抗率に逆比例)が要求され、現在主流のAlからより低抵抗なCu材への変換が必須となる。しかし、Cuの微細化が進むといくつかの理由によりバルクCuより比抵抗が大きくなることが予想された。そこで、ナノ銅薄膜配線材の使用限界を、主として物性及び信頼性の観点から解明すべく研究に取り組んだ。

中間目標：100nm以下の線幅(または膜厚)を対象に、物性面、信頼面、埋め込みプロセス面から、銅の臨界配線幅を決定する。

最終目標：Si半導体デバイスの膜厚(または線幅)70nmレベルの配線材料として、銅薄膜材の優位性及び使用限界値を決定する。

## 2 研究成果

### (a)ナノ銅バルク研究

#### ナノクラスター・ナノ析出制御

Cu-Ti合金における圧延+多段階効処理プロセスの引張強度及び導電率へ及ぼす効果を確認し、それを利用することでCu-Ni-Si合金におけるNi<sub>2</sub>Siの析出を好適に制御する指針を得た。まだ予備実験ではあるが、最終目標にほぼ近い特性(約900MPa、約50%IACS)が得られた。また、「スピノーダル型銅合金の相安定性予測システムの構築」を目標として、

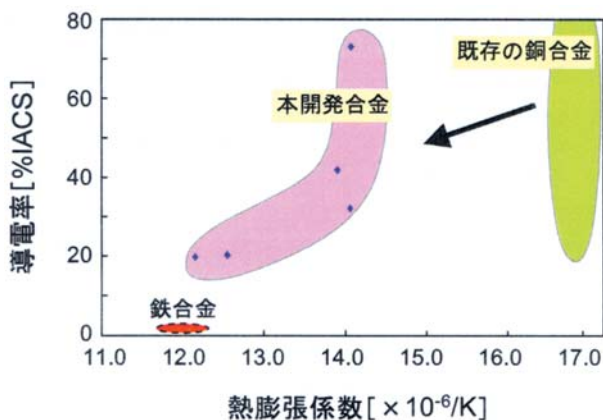


図 - 1 本プロジェクトで開発した高導電率低熱膨張銅合金

スピノーダル分解や2相分離が出現するCu基系の相平衡についてCALPHAD法を用いて解析を行い、Cu-Fe-X (13種)、Cu-Ni-X (13種)、Cu-Cr-X (11種) 等3元系合金の熱力学的解析を終了し、さらにFe、Ni、Cr等を含むCu基7元系のデータベース構築についてもおよそ90%以上の部分を達成した。

#### 粒界・界面構造制御

文献調査等により、現状で最も目標に近いCu-Cr-Zr合金を選択し、その加工条件と熱処理条件を検討した結果、結晶粒径は24 μm (比較のためのCu-Zr合金では1.9 μm) を達成した。さらなる結晶粒微細化を実現するには、析出物のより一層の均一微細分散が必要であることから、Zr系析出物の析出制御技術の開発に取り組み、多段階効が析出物の微細分散制御と状態制御に有効なことを見いだした。また、CuにBやFeB、CoB、NiB等の特殊ボラロイドを微細分散させるCu-B-X合金の特性調査を行った。その結果、Cu-B-Ni合金において、Cu中に微細なB及びNiB粒子を分散させることにより、高い導電率と低熱膨張を兼ね備えた新規「高導電率低熱膨張銅合金」を開発した(図 - 1)。

#### ナノ結晶粒創製技術

単ロール型液体急冷法により急速凝固したCu - 5%M (M : Ti、Zr、V、Nb、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Al) 合金、Cu<sub>95</sub>Zr<sub>5</sub>M<sub>2</sub>合金及びCu<sub>100-x</sub>Zr<sub>x</sub> (x=0~5)合金の組織、機械的性質及び電気的性質を調べ、Cu<sub>95</sub>Zr<sub>5</sub>合金が約50nm径の組織をもち、引張強度が1530MPa (導電率が7%IACS) と非常に大きいことがわかった(図 - 2)。また、双ロール液体急冷材を溶湯鍛造す

ると強度、導電率が向上し、さらに熱処理することにより大幅に導電率が向上することがわかった。

また計算シミュレーションでは、多元系金属ガラスの結晶化温度等の算出方法の導出に成功し、また代表的なアモルファス相形成組成であるNi<sub>62.4</sub>Nb<sub>37.6</sub>、Pd<sub>82</sub>Si<sub>18</sub>及びFe<sub>83</sub>B<sub>17</sub>について、アモルファス相生成のための臨界冷却速度及び結晶化のための潜伏時間の双方に関してオーダー的に整合性のある計算結果が得られた。

#### (b) ナノ銅薄膜研究

##### ナノ銅薄膜組織制御

2年間の研究成果として、70nm幅で抵抗率が4μ<sup>-2</sup>cm以下の配線材の実現には、Cu膜は結晶粒径が線幅の10倍以上でポイドフリーでなければならぬこと、タマシ構造に用いるTa/Nバリア材の厚さは10nm以下でなければならぬことが明確となった。

この結果に基づき、より実用化効果を期待して、Cu配線材の形成の研究・開発

指針として、純Cuめっき法による配線形成プロセス技術の確立を取りやめ、Cuを合金化し、電子の平均自由行程を短縮し、比抵抗の形状(膜厚)依存性を低減し、バリア材が自己形成できる超粗大粒Cu合金元素を探索することに計画を修正し、配線プロセスとしてはスパッタ蒸着 + 高圧アニール法を採用することとした(図 - 3)。

### 3 今後の計画

平成17年度の最終目標達成に向け、ナノ銅バルクグループでは、10nm以下のNi<sub>2</sub>Si粒子を高密度に微細分散させるべくCu-Ni-Si系の多段階効 + 低温時効条件の検討、Cu-Cr-Zr系で析出物の組成と状態を適切に制御する熱処理条件の検討、急速凝固Cu-Zr-M (M : 遷移金属) 4元系合金の加工と熱処理条件の検討、ナノ銅薄膜グループでは、Cu合金薄膜として有望なCu-Ti合金薄膜のリフロー性の改善や信頼性の確認の検討等を中心に進めていく。

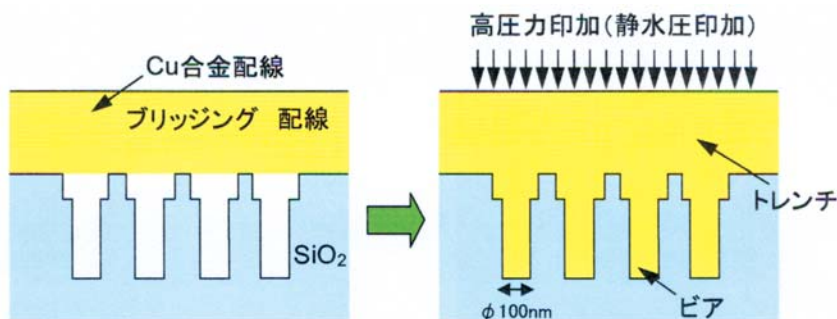


図 - 3 新規のナノ配線形成プロセスのイメージ



ウドさんはもちろん  
小池さんも天野さんも  
最初は知らなかった。



**ケイリンの売上金は、社会のお役に立っています。**



**オリンピック日本選手団へのサポート**  
オリンピックをはじめ、アジア大会など  
国際大会への日本選手団派遣を支援しています。



**少年少女発明活動への支援**  
小中学生の創造性を育てる「少年少女発明クラブ」。  
毎週の活動や作品展の開催などをサポートしています。



**中小企業への技術支援**  
公設工務試験研究所における最新技術の指導を支援し、  
地域機械工業のさらなる向上と活性化に貢献しています。



**盲導犬の育成**  
視覚障害を持つ方の人生のパートナーとなる盲導犬、  
その訓練センターの開設を支援しています。



**2005年日本国際博覧会「愛・地球博」の支援**  
「自然の叡智」をテーマとして、2005年愛知県で開催される  
21世紀最初の国際博覧会を支援しています。

オフィシャルホームページ  
競輪らんど [www.keirin.go.jp](http://www.keirin.go.jp)

The Japan Research and Development Center for Metals  
JRCM NEWS / 第214号

内容に関するご意見、ご質問はJRCM 総務企画部までお寄せください。  
本誌は地球環境保全を考慮し再生紙を使用しています。  
本書の内容を無断で複写複製転載することを禁じます。

発行 2004年8月1日  
発行人 小島 彰  
発行所 財団法人 金属系材料研究開発センター  
〒105-0003 東京都港区西新橋一丁目5番11号 第11東洋海事ビル6階  
TEL (03) 3592-1282(代) / FAX (03) 3592-1285  
ホームページURL <http://www.jrcm.or.jp/>  
E-mail [jrcm@oak.ocn.ne.jp](mailto:jrcm@oak.ocn.ne.jp)