



平成 20 年度

博士（工学）学位論文

先進材料の研究開発のためのデータベース構築とその運用

Building and Use of Advanced Materials Databases
for Research and Development

高知工科大学 大学院
工学研究科 基盤工学専攻
学籍番号 : 1126007
湯山 道也
Michinari YUYAMA

目 次

第 1 章 緒 論

1-1 研究の背景	
1-1-1 エネルギーと地球環境問題	1
1-1-2 超電導材料開発の現状	6
1-1-3 超耐熱材料開発の現状	13
1-2 材料データベースの現状	16
1-3 論文の目的と構成	18
第 1 章の参考文献	21

第 2 章 超電導材料開発へのレーザー技術の応用

2-1 緒言	25
2-2 レーザー照射装置の開発	
2-2-1 光学系	29
2-2-2 反応容器	30
2-2-3 結果	32
2-3 金属系超電導材料の開発	
2-3-1 はじめに	33
2-3-2 実験方法	33
2-3-3 実験結果	
2-3-3-1 臨界温度特性	35
2-3-3-2 臨界電流特性	37
2-3-3-3 微細組織	38
2-3-4 考察	39
2-4 酸化物系超電導材料の開発	
2-4-1 はじめに	41
2-4-2 実験方法	41
2-4-3 実験結果	
2-4-3-1 スピンコート法による Bi 系酸化物超電導体の開発	46
2-4-3-2 スクリーンプリント法による Bi 系酸化物超電導体の開発	48
2-4-3-3 塗布法による Bi 系酸化物超電導体の開発	50
2-4-3-4 塗布法による Y 系酸化物超電導体の開発	56
2-4-4 考察	
2-4-4-1 Bi 系酸化物超電導体の開発	58
2-4-4-2 Y 系酸化物超電導体の開発	60
2-5 超電導体開発プロセスに関するメタデータ	60
2-6 結論	66
第 2 章の参考文献	67

第3章 超電導材料の特性評価に関する標準化	
3-1 緒言	70
3-2 臨界電流自動測定と2次微分	
3-2-1 はじめに	73
3-2-2 実験方法	74
3-2-3 結果と考察	
3-2-3-1 臨界電流測定データの2次微分解析	77
3-2-3-2 超電導線材の臨界電流測定と2次微分	80
3-3 臨界電流測定の標準化	
3-3-1 国内RRT	83
3-3-2 国際RRT	85
3-4 標準臨界電流測定データのメタデータ項目	87
3-5 結論	92
第3章の参考文献	94
第4章 超電導材料開発のためのデータベースシステム構築	
4-1 緒言	95
4-2 データベースシステム設計	
4-2-1 基本設計	95
4-2-2 強磁場工学データベースシステム設計	100
4-2-2-1 データ収集システム	100
4-2-2-2 データ収集分野	104
4-2-2-3 メンテナンスシステム	106
4-2-3 超流動ヘリウム技術データベースシステム設計	108
4-2-3-1 データ収集システム	110
4-2-3-2 データ収集分野	112
4-2-3-3 文献調査	114
4-3 データベースの実例	
4-3-1 強磁場工学データベース	116
4-3-1-1 超伝導工学データベース	117
4-3-1-2 文献情報データベース	120
4-3-1-3 用語データベース	122
4-3-2 超流動ヘリウム技術データベース	124
4-4 考察	129
4-5 結論	134
第4章の参考文献	135
第5章 超耐熱材料開発のためのデータベースシステム構築	
5-1 緒言	137
5-2 データベースシステム	

5-2-1 材料開発データの分析	140
5-2-2 システム設計	144
5-3 データ検索	
5-3-1 初期画面	147
5-3-2 クリープ試験	148
5-3-3 金属組織	151
5-4 考察	
5-4-1 データベース活用例 -添加元素量とクリープ強度の関係-	154
5-4-2 超耐熱材料開発のためのデータ共有	157
5-5 結論	163
第5章の参考文献	165
第6章 先進材料の研究開発のためのデータ共有システムの開発	
6-1 緒言	167
6-2 XMLによるデータ構造化	
6-2-1 XML文書の作成	169
6-2-2 DOMによる動的なXMLデータ表示	176
6-2-3 XMLによるデータ共有化	181
6-2-4 XML tag Exchange	185
6-3 先進材料開発データのための標準XML Schema	193
6-3-1 超電導材料開発のための標準XML Schema	193
6-3-2 超耐熱材料開発のための標準XML Schema	204
6-4 考察	224
6-5 結論	226
第6章の参考文献	227
第7章 総括	229
7-1 本研究のまとめ	230
7-2 今後の課題	232
研究実績	234
謝辞	241

第1章 緒論

1-1 本研究の背景

1-1-1 エネルギーと地球環境問題

現在、世界の人口はおよそ 68 億人となり、さらに年間およそ 1 億人のペースで人口が増え続けている。

Fig.1-1 に示すとおり、総務省統計局の調査では、西暦 2050 年には 90 億人を突破することが予想されている¹⁾。そのため、我々を取り巻く地球規模での生活環境は大きく変化してきている。人口増加によるエネルギー消費量は、1965 年からの 43 年間で 3 倍以上となり、さらなる消費を続けているのが現状である。人類は、産業革命以降、化石燃料を大量に消費し、大量の温室効果ガスを排出してきた。西暦 2000 年から 2005 年にかけて排出した CO₂ の平均量は、およそ 70 億トン（炭素換算量。以下「Cトン」とする。これは CO₂ 換算量では約 260 億トン）¹⁾²⁾ であり、今後さらに増加していくことが予想されている。地球はもともと自然界で CO₂ を年間およそ 30 億 Cトン（炭素量に換算して約 110 億トン）吸収する能力があるといわれている¹⁾²⁾。しかし、現状では排出量があまりに大量のため、およそ 40% 程度の吸収能力しかない。そのため、吸収されない CO₂ などの温室効果ガスが大気中にとどまり、フロンガスなどによるオゾン層の破壊も起きている。このような現象は地球温暖化問題を誘発し、種々の生態系への影響が懸念されるとともに人類生活を脅かしている。地球温暖化は、地球気温の上昇のみならず、干ばつや熱波あるいは海流の変化や海水温の上昇を引き起こすことが予想されている。これらの影響から、農作物生産の低下による食糧不足の発生や海産物資源の流動や枯渇などにつながるおそれがある。さらに、生態系への影響により、感染症を媒介する生物の突然発生や突然変異による、人類への感染リスクが大いに高まることも予想されている。このような、CO₂ の大量発生に伴う気候変動は、気候変動に関する政府間パネル（ICPP: Intergovernmental panel on Climate Change）の第 4 次評価報告書統合報告書¹⁾³⁾ においても同様に示されている。

これらの問題は、21 世紀中に解決することが望まれており、地球規模での取り組みが行われつつある。地球温暖化の原因と考えられる温室効果ガスである CO₂ ガスの削減率について、1997 年 12 月に日本の京都において議定書（京都議定書）が批准された¹⁾⁴⁾。この中で日本は、基準年（1990 年）と比較して 6% の CO₂ ガス削減を批准し、2013 年までに、この数値を達成しなければならない義務を負っている。しかし、2006 年の CO₂ ガス排出量は、基準年よりも 6.4% 増加し、削減達成年までに少なくとも 12.4% の CO₂ ガスを削減

しなければならない。このように、大量に排出されているCO₂削減の解決策としては、既存のエネルギー発生システムから脱却し、CO₂排出の少ないクリーンエネルギーシステムの増設や新エネルギーシステムを開発する方法と、すでに稼働している既存エネルギーシステムの温室効果ガス排出量を削減するための、革新的な技術を開発する方法とが考えられる。

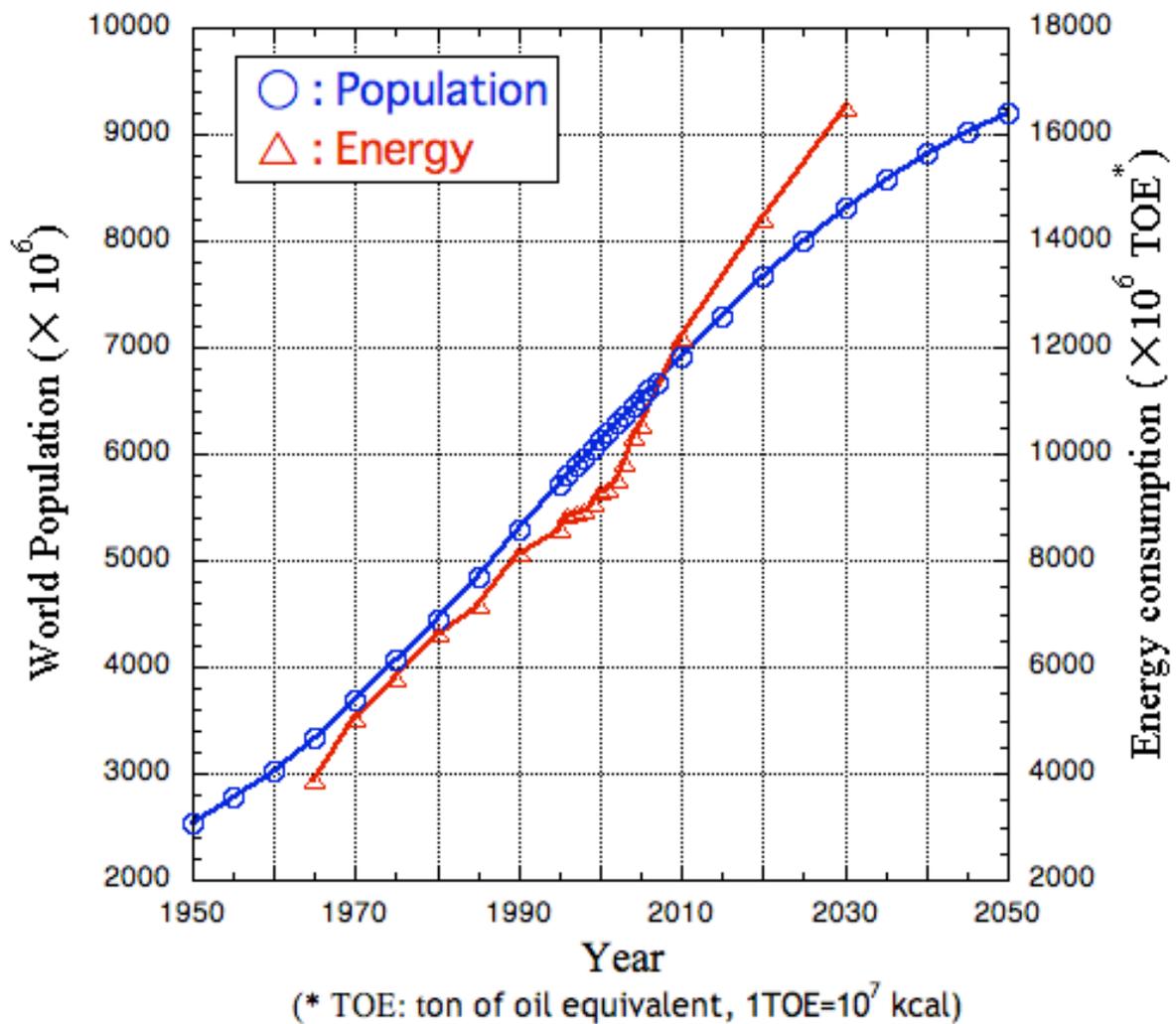


Fig.1-1 Changing world population and world energy consumption.
<http://www.enecho.meti.go.jp/topics/hakusho/2007energyhtml/html/2-2-1-1.html>,
<http://www.stat.go.jp/data/sekai/02.htm>

前者としては、例えば、CO₂ガスをほとんど排出しないクリーンなエネルギーシステムの原子力発電の推進が考えられる。しかし、原子力発電は燃料に放射性同位体であるウラン 235 を使用することから、放射性廃棄物への対処問題が未解決であり、更に我が国では、2007年7月に新潟県で発生した中越沖地震の際の柏崎刈羽原子力発電所における一連の火災等の処置に対する対応の不十分さにより、柏崎刈羽原子力発電所の運転停止措置はもとより、新規建設計画は停止している状態である。そのため、日本での原子力発電は総発電量のおよそ 1/3 程度にとどまっているのが現状である。そこで、太陽光発電、風力発電、潮汐発電や地熱発電などの自然エネルギーによる発電システムの計画が進められている。しかし、その発電量は高々1%程度と少なく、また、自然エネルギーから電力へ変換する時の変換効率が十分でないことや受送電システムの整備、送電ロス（約5%）などの問題があることから開発整備が遅れているため、十分な成果をあげているとは言えない状況にある。新エネルギーシステムの開発には、超電導材料の利用による技術開発が有効であると言われている¹⁻⁵⁾。超電導材料は、大電流を高密度でエネルギーロスなしに流せることから、その応用が多くの分野で期待されている材料である。例えば、原子力発電の後継システムとして、超電導マグネットを利用した核融合炉発電システムの研究開発（国際熱核融合実験炉、ITER: International Thermonuclear Experimental Reactor）が世界規模で進められている。核融合炉発電は、原子力発電と同様にCO₂をほとんど排出しないクリーンな発電システムであると同時に、水素やヘリウムを原料とするので安全で信頼性の高い発電システムとされている。日本ではトカマク型の核融合実験炉として1985年に設置されたJT-60^{1-6),1-7)}があり、核融合炉プラズマの実現を目指して、超高温プラズマの発生や定常的に維持する研究開発が進められている。これらから得られた知見は、ITERの建設^{1-8),1-9)}に寄与するとともに運転の指針を提供している。このように、超電導材料は、クリーンエネルギー開発を達成するためにはなくてはならない材料となっている。

また、すでに稼働しているエネルギーシステムからのCO₂排出量を削減するための新たな技術を開発する方法には、超耐熱合金による発電用タービン材料の開発が有効であると言われている。日本のCO₂ガス排出量のおよそ 1/3 は、火力発電所などのエネルギー製造部門から排出されている¹⁻¹⁰⁾。実用ガスタービンの入口温度と燃焼効率を Fig1-2 に示す。燃焼効率は、1980年代に1100℃級のガスタービン（耐用温度900℃）で40数%ほどであったが、タービンに使用されている材料の耐用温度の向上にともない、近年では、

1500 °C級（耐用温度およそ 1000 °C）で 50 %以上の燃焼効率が得られている。熱効率は、投入した熱エネルギーが仕事などに変換される割合である。最大熱効率は、熱力学の第 2 法則により決定されるが、熱効率が 100 %になることはない。熱機関で到達できる最も良い熱効率は、カルノーが提案した「カルノーサイクル」¹⁻¹¹⁾ である。

高温の熱量を Q_H ，低温の熱量を Q_L ，有効仕事を W とすると

$$W = Q_H - Q_L \quad \dots \dots \dots (1-1)$$

と表すことができ、理想気体の性質から熱量と温度の関係は

$$\frac{Q_L}{Q_H} = \frac{T_L}{T_H} \quad \dots \dots \dots (1-2)$$

であり、その時の理論熱効率 η は、

$$\eta = \frac{W}{Q_H} = \frac{Q_H - Q_L}{Q_H} = 1 - \frac{Q_L}{Q_H} = 1 - \frac{T_L}{T_H} \quad \dots (1-3)$$

となる。ここで、 T は絶対温度、 Q は熱量で、添字の H は高温、L は低温を意味する。

すなわち、ガスタービンの燃焼効率を上げるには、高温源 (T_H) をより高温にする必要がある。このような関係から、ガスタービンの入口温度を現在の 1500 °C からさらに高温の 1700 °C まで高めると、燃焼効率がおおよそ 60% まで向上し、排出される CO₂ の量は現在の半分のおおよそ 15 % 程度になると見積もられている。

このように、先進材料といわれる超電導材料と超耐熱材料は共に、21 世紀中に人類が解決すべき課題である、温室効果ガスに起因する環境保全問題やエネルギー問題に対して非常に有用である。従って、これらの材料特性を向上させる研究開発は、人類が抱えている問題解決に大きく寄与すると考えられる。

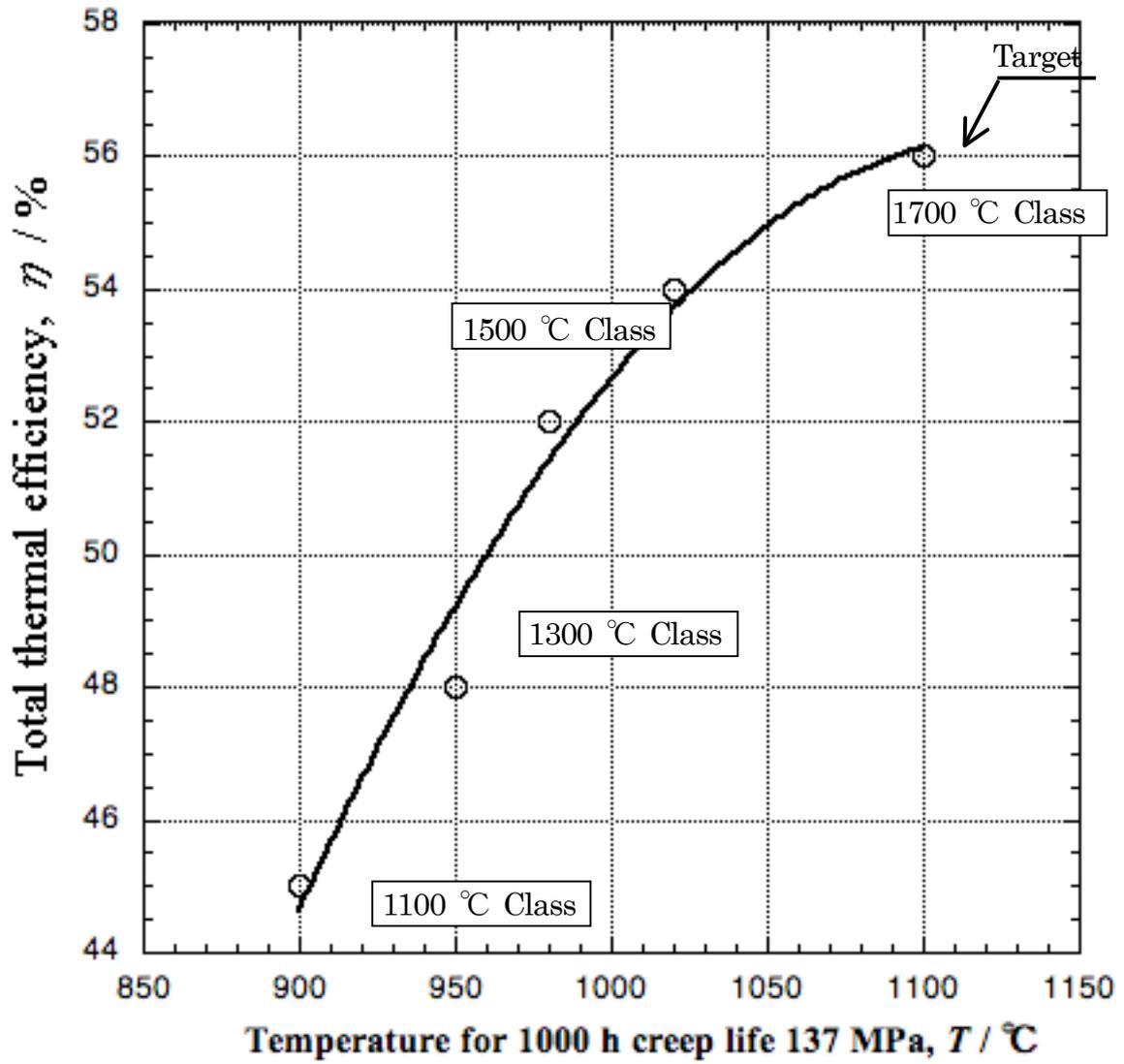


Fig.1-2 Improvement of combustion efficiency dependence turbine moving buckets temperature.

1-1-2 超電導材料開発の現状

先進材料のひとつである超電導材料は、高電流密度であり高磁界や高電磁力を発生できることから、機器や装置の軽量化が可能であるといわれている。また、省資源性や省エネルギー性が高いことから幅広い分野での応用が期待されている。

超電導材料は、1911年にオランダのライデン大学において Kamerling Onnes により水銀 (Hg) の超電導現象が発見 (臨界温度 $T_c = 4 \text{ K}$)¹⁻¹²⁾ されて以来、現在に至るまで多くの物質が発見されている。超電導物質が超電導状態 (電気抵抗=0) に遷移する温度を臨界温度 (T_c) と呼ぶ。超電導材料の T_c 上昇の歴史を Fig.1-3 に示す。 T_c は、Hg の発見から 75 年の間は、ようやく液体水素の沸点 (20 K) を超える程度であった。しかし、1986年 IBM チューリッヒ研究所の J. G. Bednorz と K. A. Muller によって、 T_c がおよそ 35 K である酸化物系超電導体の BaLaCuO が発見¹⁻¹³⁾されたことに続いて、1987年に米国ヒューストン

(Houston) 大学のチュウ (C. W. Chu) 教授ら¹⁻¹⁴⁾ および 1988年に日本の金属材料技術研究所 (現在は物質・材料研究機構) の前田 弘ら¹⁻¹⁵⁾ により液体窒素の沸点 (77 K) を超える酸化物超電導体 (Y系および Bi系) が発見され、1993年には $T_c = 140 \text{ K}$ を超える物質も発見されている。超電導材料は、臨界温度の値が液体窒素の沸点である 77 K を境として、この温度以上で超電導遷移を開始する材料を高温超電導体 (HTS: High Temperature Superconductor) と呼び、77 K 以下の温度で超電導遷移する材料を低温超電導体 (LTS: Low Temperature Superconductor) と呼称している。Table1-1 に LTS と HTS の代表的な物質についてその特性値を、Table1-2 に主な超電導体の製造法を示す。現在実用材料として利用されている物質は、LTS では Nb_3Sn 、 Nb_3Al と NbTi であり、HTS では Y系と Bi系超電導体である。Fig.1-4 に酸化物高温超電導体である、Bi系と Tl系の結晶構造の模式図を示す。Bi系と Tl系は、構成している物質の組成 (例えば、Bi の場合は Bi,Sr,Ca,Cu) の比が、2201, 2212 と 2223 の時に超電導を示し、それぞれの組成比で呼ばれている。Fig.1-5 に Y系超電導体の結晶構造を示す。Y系は、正方晶では超電導体にはならず、斜方晶でのみ超電導を示し、その組成は、 $\text{Y:Ba:Cu} = 1:2:3$ の時に超電導体となる。

これまでに発見された超電導材料は、150K 以下で超電導状態になるため、超電導体として使用するには材料を冷媒により極低温に冷却する必要がある。HTS は安価な液体窒素 (Liquid nitrogen: LN_2) を冷媒として使用するが、LTS では高価な液体ヘリウム (Liquid Helium: LHe) が冷媒として必要となる。その

ため、さらに高温で超電導遷移を開始する材料の開発が期待されている。金属系超電導体では、2001年に青山学院大学の秋光らによって液体ネオン (Ne) の沸点を超える $T_c = 39\text{ K}$ の MgB_2 が発見された¹⁻¹⁶⁾。 MgB_2 は、銅酸化物超電導体以外で最高の T_c を持ち、LHe 以外の冷媒使用が可能であるため、実用化に向けて多くの研究がなされている¹⁻¹⁷⁻¹⁻¹⁹⁾。HTS の T_c が 120 K を超える材料には、毒性のある Hg や Tl が添加されているため、実用材料として使用するには問題があり、現在はこれら毒性のある物質の置換や添加量削減などの研究が行われている。

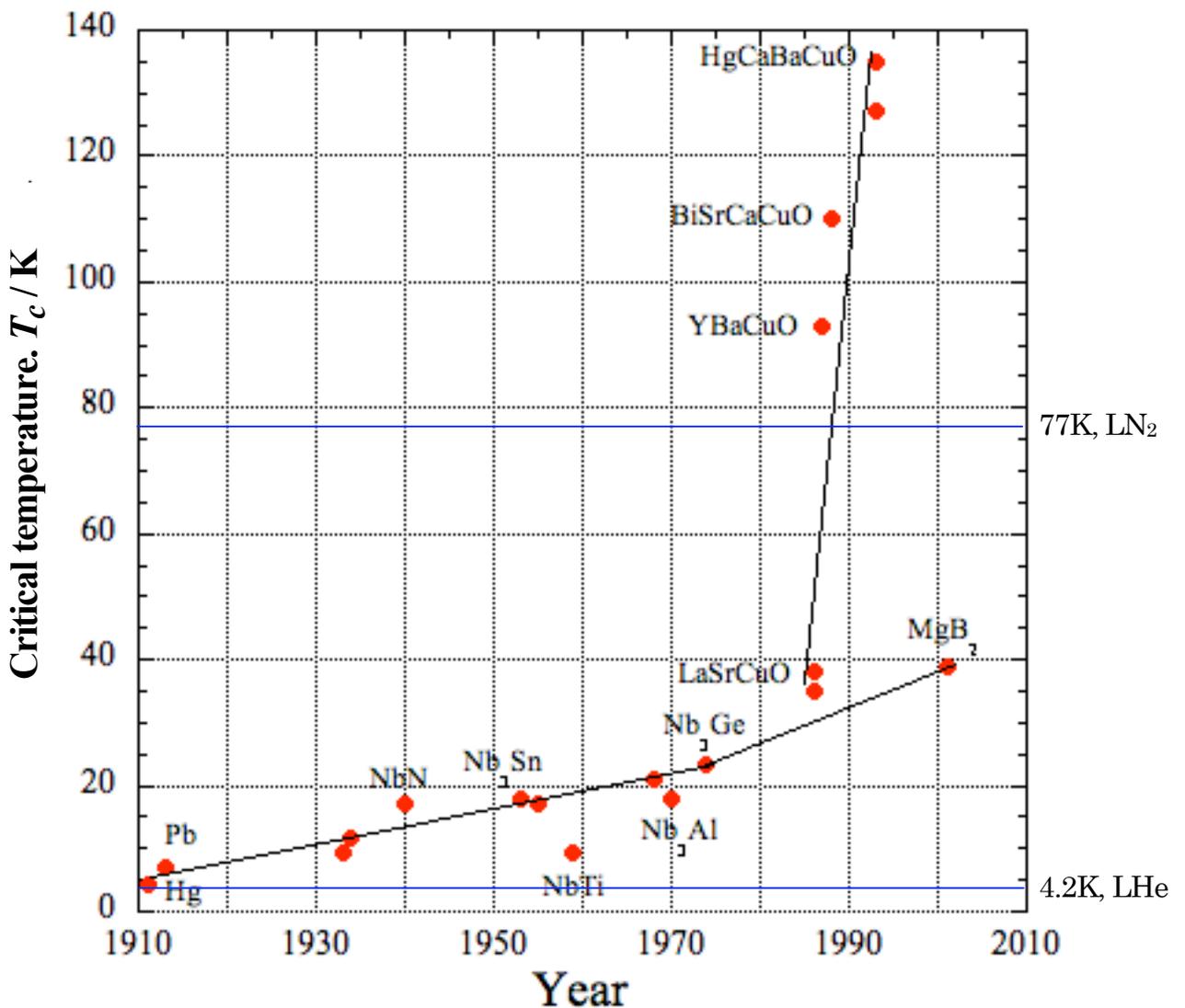


Fig.1-3 History of the critical temperature improvement of superconducting materials.

Table 1-1 Superconductivity list of typical superconducting materials.¹⁻²⁰⁾

Material	Crystal Structure	Critical Magnetic Field (T, at 4.2 K)	Critical Temperature (K)
LTS			
Nb	BCC	0.404	9.25
Nb ₃₇ Ti ₆₃	BCC	15.0	9.08
Nb ₃ Sn	A15	29.0	18.3
V ₃ Ga	A15	27.0	16.5
Nb ₃ Ga	A15	34.0	19.8
Nb ₃ Ge	A15	37.0	23.0
Nb ₃ (Al,Ge)	A15	40.0	20.7
Nb ₃ Al	A15	33.0	18.6
Nb _{0.4} Ti _{0.6}	B1	10.4	12.0
NbN (Film)	NaCl	13.0	15.7
PbMo ₆ S ₈	Chevrel	60.0	15.3
HTS			
YBa ₂ Cu ₃ O ₇	Tetragonal	674(//ab)	93.0
Bi ₂ Sr ₂ CaCu ₂ O _x	Tetragonal	533(//ab)	85.0
Bi ₂ Sr ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _x	Tetragonal		110.0
Tl ₂ Ba ₂ CaCu ₂ O _x	Tetragonal	1400(//ab)	106.0
Tl ₂ Ba ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _x	Tetragonal		127.0
HgBa ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _x	Tetragonal		135.0

Table 1-2 Typical superconducting material fabrication processes.¹⁻²¹⁾⁻¹⁻²³⁾

Fabrication process name	Main used	Abbreviation
Internal-Tin-Diffusion	LTS	
External Diffusion	LTS	
Powder-in-tube	LTS, HTS	PIT
Solid-Liquid and Vapor Phase	HTS	
Jelly Roll	LTS	JR
Surface diffusion	HTS	
Bronze	LTS	
In-situ	LTS, HTS	
Kunzler	LTS	
Infiltration	LTS, HTS	
Ag-Sheathed	HTS	
Chemical vapor deposition	HTS	CVD
Metal organic chemical vapor deposition	HTS	MOCVD
Pyrolysis of organic acid salts	HTS	
Sol-Gel	HTS	
Melt powder melt growth	HTS	MPMG
Spin-coating method	HTS	
Dip-coat	HTS	
Doctor-blade	HTS	
Laser deposition	LTS, HTS	
Laser ablation	HTS	
Laser pedestal	HTS	
Cluster ion beam	HTS	
Ion beam assist deposition	HTS	IBAD
Plasma spraying	HTS	
Suspension spinning	LTS, HTS	
Screen print	HTS	
Paint-on	HTS	

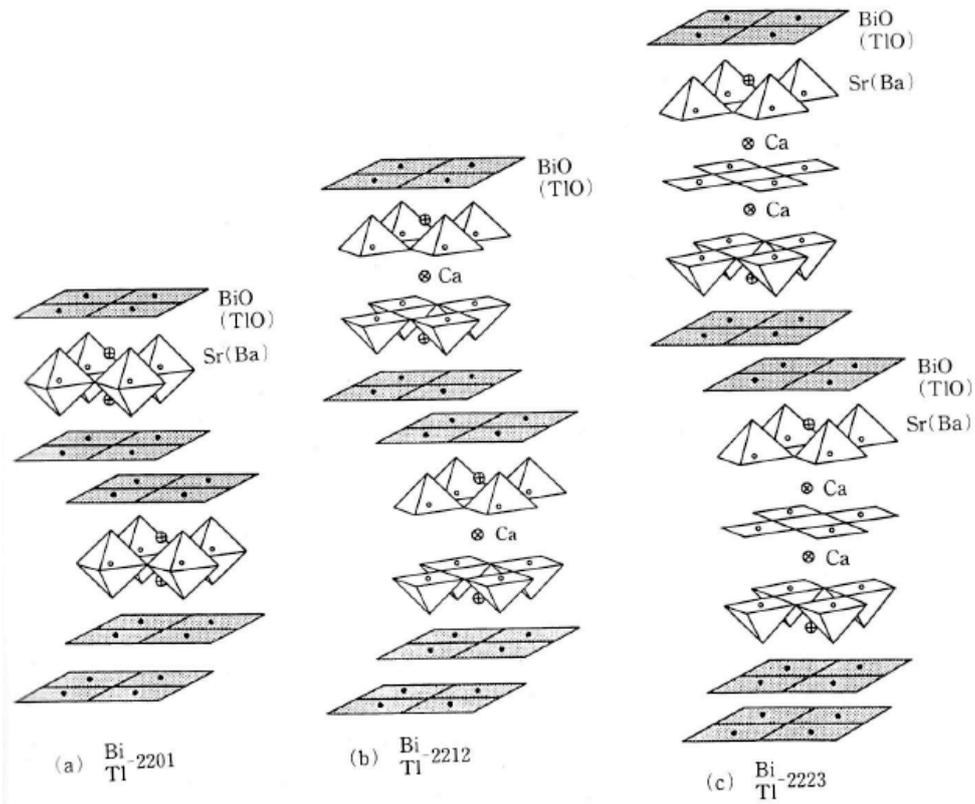
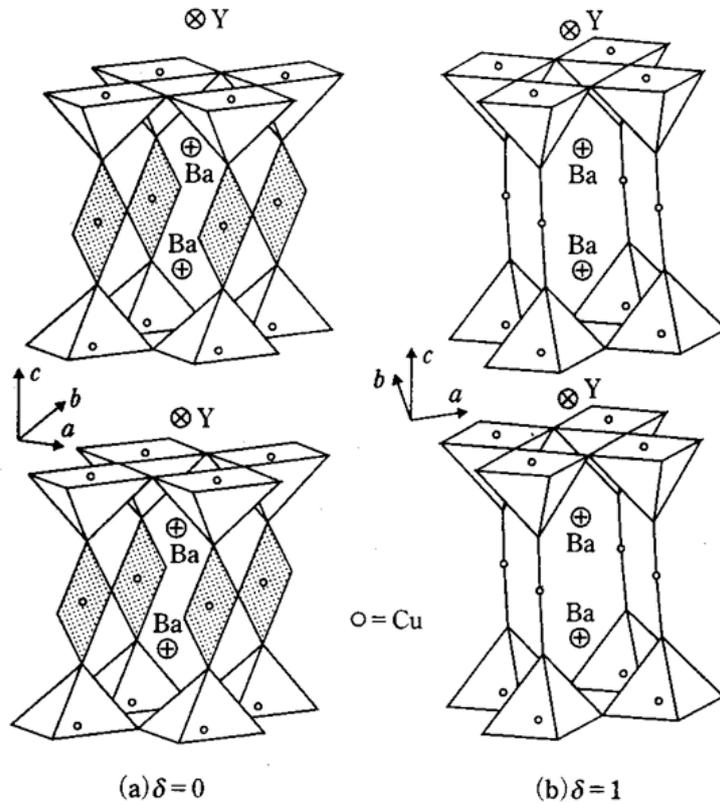


Fig.1-4 Crystal structures of Bi- and Tl-based oxide superconductors and their abbreviations.¹⁻²⁴⁾



a) Orthorhombic Superconductor phase, b) Tetragonal non-Superconductor phase

Fig.1-5 Crystal structures of Y-based oxide superconductor and non-Superconductor.¹⁻²⁵⁾

超電導技術の応用は、現在、輸送関連技術、医療技術、電力関連技術、環境対策技術やエレクトロニクス関連技術に利用されつつある。

輸送関連技術としては、超電導磁石を利用した高速輸送設備のリニアモーターカーに代表される。超電導リニア鉄道は、1962年から研究が開始され、宮崎実験センターや山梨実験センターでの試験走行による開発の結果、1998年にはすれ違い相対速度 966 km/h を達成し、2003年には有人による最高速度 581 km/h の走行に成功している¹⁻²⁶⁾。さらに2016年の日本での実用化仕様に向けてさらなる研究がなされている。医療技術の分野では、超電導マグネットを利用した核磁気診断装置 (MRI: Magnetic Resonance Imaging) が開発され、非接触で精度の高い生体画像データにより医療診断の補助ツールとして多くの医療施設で利用されている。現在、臨床用に使用されているMRIは、磁場の強さが 1.5 T (Tesla, 1 T = 10,000 Gauss) 程度で、主に生体内の水素原子核 (プロトン) 分布の画像を得ている。現在の研究では、さらに高磁界である 7 T ~ 9 T のMRIが開発され、高感度で高分解能な画像が得られつつある。炭素などのMRI信号が得られる 10 T 以上のMRI装置が実用化されると、代謝イメージングや血流評価が可能となり、高齢化医療にとって画期的な観察・分析技術が可能になるといわれている¹⁻²⁷⁾。また、最近では、MDDS (Magnetic Drug Delivery System)¹⁻²⁸⁾ と呼ばれる、小型超電導マグネットを利用して、患部に直接、薬剤を輸送するシステムが考案され、新技術としておおいに期待されている。

電力関連技術での応用では、超電導発電機や電力貯蔵および超電導送電での応用が一般的である。送電ケーブルの材料に超電導材料を用いると、軽量化が図られると同時に送電ロスが軽減し効率の良い電気送電が可能となる。超電導材料を使用した送電ケーブルは、従来の銅による送電ケーブルと比較して、実効的電力損失は 25 %程度まで少なくなってきた¹⁻²⁹⁾ が、実用化のためにはさらなる低減化が求められている。超電導ケーブルは、すでに 350 mの規模ながら、米国のオルバニーにおいて、Bi系酸化物超電導体を用いた送電線により 35 kV / 800 A の電力が試験送電されている¹⁻³⁰⁾。このシステムでは、一部を今後のターゲット材としている Y 系の超電導線にも置き換えられている。まだ多くの課題があるものの、地球規模でのネットワーク化まで目指した送電システム開発が期待されている。

環境対策技術では、廃水や汚泥浄化施設および地熱発電設備における地熱水の無害化に磁気分離技術が利用されている。汚泥浄化における活性汚泥法は、有機廃水の処理方法として世界中で最も多く利用されている

技術である。汚泥に磁性粉を添加することにより強磁性化させ、超電導マグネットの磁場により高速に分離することができる。現在、超電導マグネット1台のユニットで2000 t/dayの製紙排水浄化処理の実証試験に成功し、さらに処理速度500 t/dayのパイロットプラントを稼働させ、新たな磁気分離浄化装置の事業化へ向けて検証を実施している段階まで到達している¹⁻³¹⁾。

エレクトロニクス関連技術では、ジョセフソン素子に代表される超電導素子に 응용されている。インターネット通信分野に利用されているルータやサーバにおける移動データ量の増加対策のひとつとして、SRQ (Single Flux Quantum Device) 素子を用いたスイッチングシステムが開発され注目されている。現在のルータでは、最大1 Tbps (Tera bit / second) が限界といわれているが、画像などのマルチメディアデータの通信量は増加しており、その量は10年後に現状の数百倍に達すると見積もられている。現在、超電導デバイスを利用した超高速で消費電力の少ないルータ装置が開発され¹⁻³²⁾、未来の通信機器として期待されている。

(社) 未踏科学技術協会内の超伝導科学技術研究会では、21世紀研究開発戦略¹⁻³³⁾として、その趣意書の中で、超電導が21世紀の社会にとって重要な変革をもたらす例を示唆し、今後の計画を提言している。その内容は、超伝導情報基幹網計画 (SIS 計画)、超伝導グローバル・ライフ計画 (Super-GL 計画)、超伝導環境・資源対応計画 (Super-RET 計画)、超伝導ライフサイエンス計画 (Super-LS 計画)、超伝導基盤開発整備計画 (Super-ME 計画) である。

このように、超電導材料は、今後の人類社会にとって重要な材料であり、その研究や開発はますます必要となってくる。超電導材料開発がよりグローバルになり、各サイト間での研究情報や技術情報などのデータを自由に共有・交換にできるシステムが確立すると、材料開発における問題をより少ない実験で解決できることが予想される。このようなシステムが確立されると、超電導材料開発のいっそうの促進を図ることが可能となる。

超電導は、超伝導と書かれることがしばしばある。超電導の英文は Superconductivity であり、前述の通り電気抵抗ゼロの状態を意味する。そのためどちらの表記でも誤りではない。日本では、基礎的研究において超伝導と表記し、応用や実用研究において超電導と表記されるのが一般的である。本論文では、CO₂削減に効果のある実用超電導材料を中心に考察するので超電導の表記を用いている。

1-1-3 超耐熱材料開発の現状

石油に代表されるエネルギー枯渇問題やCO₂削減問題の観点から、燃焼複合発電に用いられているガスタービン機関や航空機に用いられているジェットエンジンなどで更なる高効率化対策が求められている。その対策としては、タービン入口温度上昇が最も有効であり、その実現にはNi基超耐熱合金の特性向上が求められ、国内外での研究開発が活発に行われている。

Ni基超耐熱合金はマトリックスである γ 相（FCCのNi固溶体）中に60~70 mass%の γ' 相（Ni₃Alを基本組成とするL1₂規則相）が整合析出したマイクロ組織を有し、整合界面が転位の移動を阻害する効果や、添加金属のRe, W, Taなどによる両相の固溶強化により、優れた高温強度を発揮する材料である¹⁻³⁴⁻¹⁻³⁶。タービン翼用のNi基超合金は、1941年に発明された鍛造（Wrought）合金により開発され、普通鑄造合金（Conventional Cast: CC）、一方向凝固合金（Directional Solidification: DS）を経て、単結晶合金（Single Crystal: SC）へと発展してきた¹⁻³⁷。DS合金は、応力方向と垂直な方向の結晶粒界をなくす手法により高温特性の改善を図ったものであり、SC合金は、さらに粒界をなくすことにより粒界を基点とする破壊を抑えることに成功した。これらの様子を商用合金と物質・材料研究機構（以下NIMS）で開発した合金を併せてFig.1-6に示す。

単結晶合金も初期の第1世代合金から、Re（レニウム）を3 mass%程度含む第2世代合金、Reをさらに5~6 mass%増やした第3世代合金、Ru（ルテニウム）などの貴金属を2~3 mass%含む第4世代合金とさらに貴金属を5~6 mass%程度含む第5世代合金へと開発が進み、その間に耐用温度でおよそ100 °Cの向上が得られている。第4世代以降の単結晶合金開発は、アメリカのGE社¹⁻³⁸、フランスのONERA社¹⁻³⁹や国内ではNIMSの新世紀耐熱材料プロジェクト^{1-40,1-41}によって進められてきた。これまでに、Reや貴金属の添加により、組織安定化と γ/γ' 格子定数ミスフィット制御による整合界面のミスフィット転位網を微細化する方法で、耐用温度が1100 °Cを超える合金開発に成功している¹⁻⁴²。ガスタービンやジェットエンジンなどは、高温高压の過酷な環境の中で使用されるので、基材であるNi基超合金にコーティングを施して酸化や腐食を防いでいる。しかし、長時間過酷な環境で使用すると、遮熱特性の劣化や基材との相互拡散による部材の劣化が避けられない。このような問題点を解決した手法がEQコーティング¹⁻⁴³と呼ばれるものである。Ni基超合金に析出する γ' 相は、合金中では平衡状態で存在することから、この γ' 相をコーティ

ング材として利用する方法である。EQ コーティングは、熱力学的に安定なことから基材との拡散反応がない。そのため、高温においてコーティングと基材間での元素の相互拡散に起因する二次反応層である SRZ (Secondary Reaction Zone) の析出を抑制することが確認されている。

このように、Ni 基超合金は、耐用温度の向上と耐酸化性等の問題を克服してきた材料である。しかし、火力発電所から排出される二酸化炭素ガスの削減や高効率のジェットエンジンの開発には、更なる高温で使用可能な材料の開発が望まれている。そのための材料開発の指針を得る方法のひとつとして、各世代間での設計指針を発展させるために、これまでの開発により蓄積された全データを統一的に解析し、データを再評価することは有効である。

そのためには、蓄積されたデータや論文などで発表されたデータを統一した書式でコンピュータネットワーク上に保存し、研究グループ内でそのデータを任意のキーワードにより抽出するシステムが必要になる。また、そのシステムには、今後得られるデータの追加保存が必要になると同時に、研究指針の変更や予想外の実験結果により当初と違う形式でのデータの取り扱いが可能な柔軟性を持つものでなければならない。

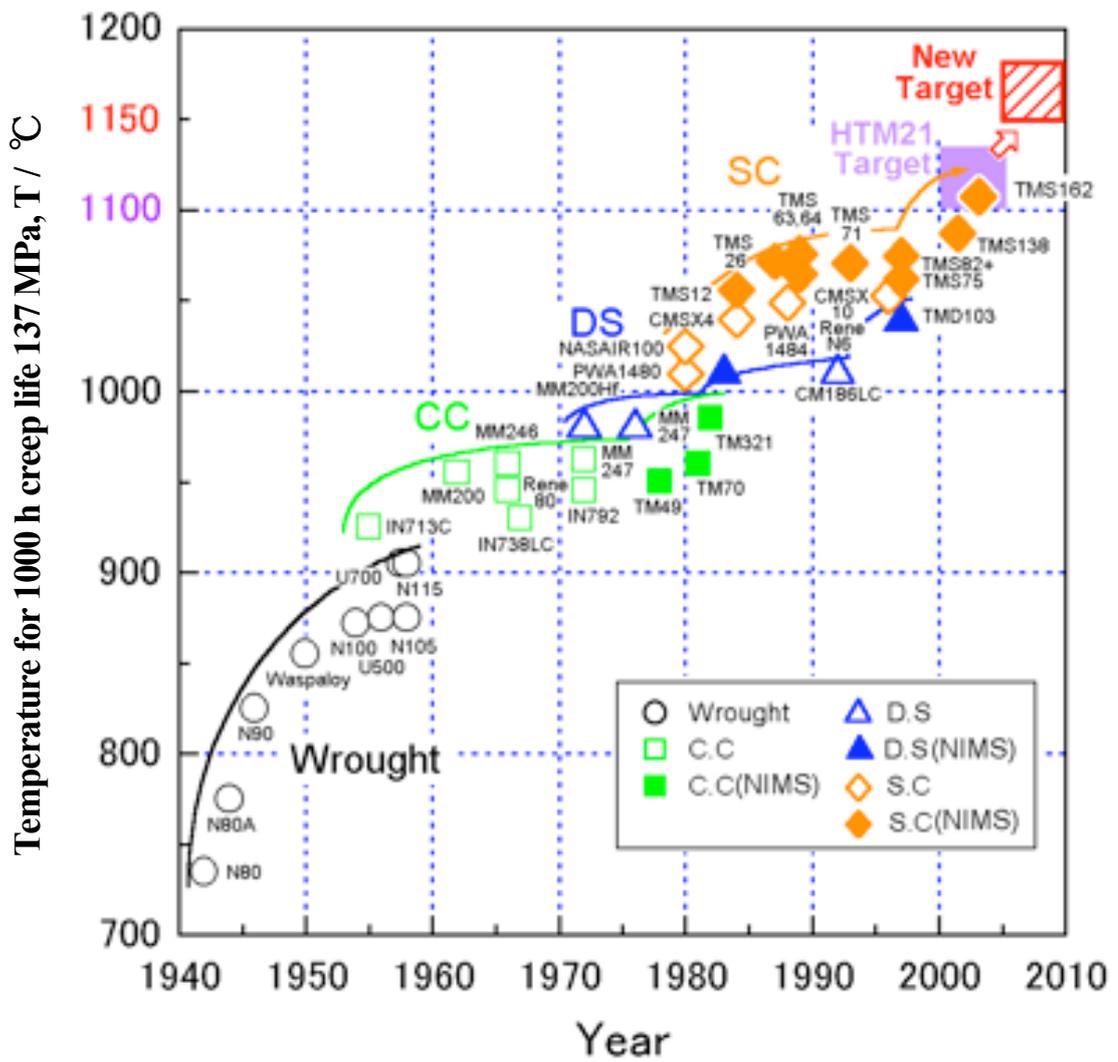


Fig.1-6 Improvement in temperature capabilities of Ni-base Superalloys. ¹⁻³⁷⁾

1-2 材料データベースの現状

近年、ネットワーク網が整備され、遠方のコンピュータとの通信が容易に実現できるようになった。特に World Wide Web (以下 WWW) に代表されるハイパーテキスト言語 (HTML: Hyper Text Markup Language) ¹⁻⁴⁴⁾、¹⁻⁴⁵⁾ によるシステムは、パーソナルコンピュータに標準で装備されている Internet Explorer(IE)¹⁻⁴⁶⁾ や FireFox¹⁻⁴⁷⁾ 等に代表されるブラウザにより、世界各地のサーバ上に掲載されているドキュメントや画像情報を瞬時に取り込むことが可能となった。

日本でのインターネット利用は、平成 19 年度の総務省情報通信白書 ¹⁻⁴⁸⁾ によれば、個人利用者数でおよそ 8,750 万人、企業利用にあつてはおよそ 98% に達している。また、光ファイバー回線等の普及によりブロードバンド化が進み、なお一層の情報化が促進されている。21 世紀の日本社会は情報化社会とよばれ、ネットワークにはマルチメディアデータを含んだ莫大な量のデータが溢れている。このような環境の中で、材料開発にとって有益な情報を効率よく取得するためには、データベースサイトの存在は欠かすことができない。2007 年日本国内のインターネット上で公開されているデータベースは、Table1-3 に示すとおり 1,822 機関で 2,624 件と報告されている ¹⁻⁴⁹⁾。それらのデータベースの約 1/4 は総記と呼ばれる情報科学や図書館関連情報である。物理・科学や生物学等の自然科学分野は 18.4% で、およそ 500 件あまりとなっている。材料分野においては、材料の諸特性をまとめた材料データベース ¹⁻⁵⁰⁾、¹⁻⁵²⁾ や文献データベース ¹⁻⁵³⁾、¹⁻⁵⁵⁾ が公開され、多くの研究者や技術者のツールとして活用され始めている。しかし、利用者が所望するデータを蓄積したデータベースサイトの数は少なく、手軽にデータ検索ができる環境はいまだに整備されているとは言い難い。また、各データベースは、官公庁や研究機関等により独自の思想と手法そしてフォーマットにより構築されている。そのため、各データベースに蓄積されているデータは、同種の方法や特性であっても書式や用語が異なっている。これらのデータは、ダウンロードするだけでは互換性がないため、比較や共有をすることは困難であり、同時に利用するためには新たな変換プログラム等が必要となる。さらに、データベースのメンテナンスやデータ更新には、労力と予算を必要とするため、データベースの中には古いまま、あるいは誤ったデータのままで更新の途絶えたものも見受けられる。

Table 1-3 Investigation results of domestic databases in Japan.¹⁻⁴⁹⁾

Organization type	Num. of organizations	Number of open databases on the internet
National University	87	923
Public University	71	92
Private University	581	705
Inter-University Research Institute Corporation	15	162
MEXT ^{a)} , Affiliated institution of ACA ^{b)}	25	172
Junior college, College of technology	304	92
National Research Institution(increasing of IAI ^{b)})	90	272
Public Research Institution	448	130
Special Research Institution	9	25
Scientific Research Institution	162	51
Total	1,822	2,624

a) Ministry of Education, Culture, Sports, Science and Technology

b) The Agency for Cultural Affairs

c) Independent Administrative Institutions

このような事態の改善のため、(独) 新エネルギー産業技術総合開発機構 (NEDO) において「知的基盤創成・利用促進研究事業」の一環として、材料データベースの連携プラットフォームの構築に関する調査研究が、2006 年度から 2007 年度に渡り東洋大学を中心に進められた。この研究では、材料データベースのためのコアポータル確立やデータベースデータの共通書式化などが調査・検討されている¹⁻⁵⁶⁾。連携プラットフォームの実現のために、XML (eXtensible Markup Language)^{1-57),1-58)}、RSS (Resource Description Framework Site Summary)¹⁻⁵⁹⁾ や OWL (Web Ontology Language)¹⁻⁶⁰⁾ によるオントロジーなどにより、データの共通書式化と材料や特性のマッピングおよび関連性についての研究が進められた。また、共通データ形式として、国際標準である MatML¹⁻⁶¹⁾ / MatDB¹⁻⁶²⁾ 規約による物性データの記述方式についても検討された。共通書式やメタデータの共通化は、データの共有・交換を実行する場合、非常に重要であるが、このような手法を実装しているデータベースは現在のところ皆無である。

しかし、材料開発における問題点の克服には、各研究室での実験データのみならず各研究機関で長年蓄積されたデータとの比較や検討は有効であり、ネットワークなどを利用したデータの共有・交換システムを確立することができる、材料特性の改善や新材料開発の促進を加速することが可能となる。このような、相互利用可能 (interoperable) なシステムの構築が材料分野で望まれている。

1-3 本論文の目的と構成

21 世紀中に解決すべき環境問題対策のためのキーマテリアルとして、超電導材料と超耐熱材料は最も有力視されている。これらの材料はいずれも金属材料からスタートし、高性能化を目指して金属間化合物やセラミックスへと発展してきている。しかしながら、これらの分野の研究開発でこれまでに蓄積されているファクト情報は、特定の研究機関あるいは研究グループ内でのみ活用されているのが実情である。その理由としては、研究開発途上であるため材料データが断片的であること、材料創製データや試験結果データ等が不揃いであること、材料や材料特性の記述に不可欠なメタデータの標準化が不十分であること、そして特性データ間の関係式や特性予測式の発展が不十分であることなどが挙げられる。また、研究者の世代交代などにより、材料データをファクト情報として適切に伝達される仕組みも不完全である。今後、超電導材料や超耐熱材料などの先進材料を実際の製品などへの応用を進めるためには、さまざまな研究現場で個別に蓄積さ

れている材料データを研究者間でデータベースとして共有・交換するシステムの開発が不可欠と考える。インターネット上に分散されたデータを、共通の書式により記述することが可能であれば、相互のデータを容易に交換することができるようになり、先進材料開発における問題解決のための有力なツールとなる。

そこで本研究では、Fig.1-7 に示すように、先進的な材料データの標準的な記述書式について検討し、ネットワークを利用して相互に共有・交換が可能なシステムを構築して、ネットワーク社会における材料データ交換手法を確立し、材料開発におけるデータ活用の促進を図ることを目的とする。

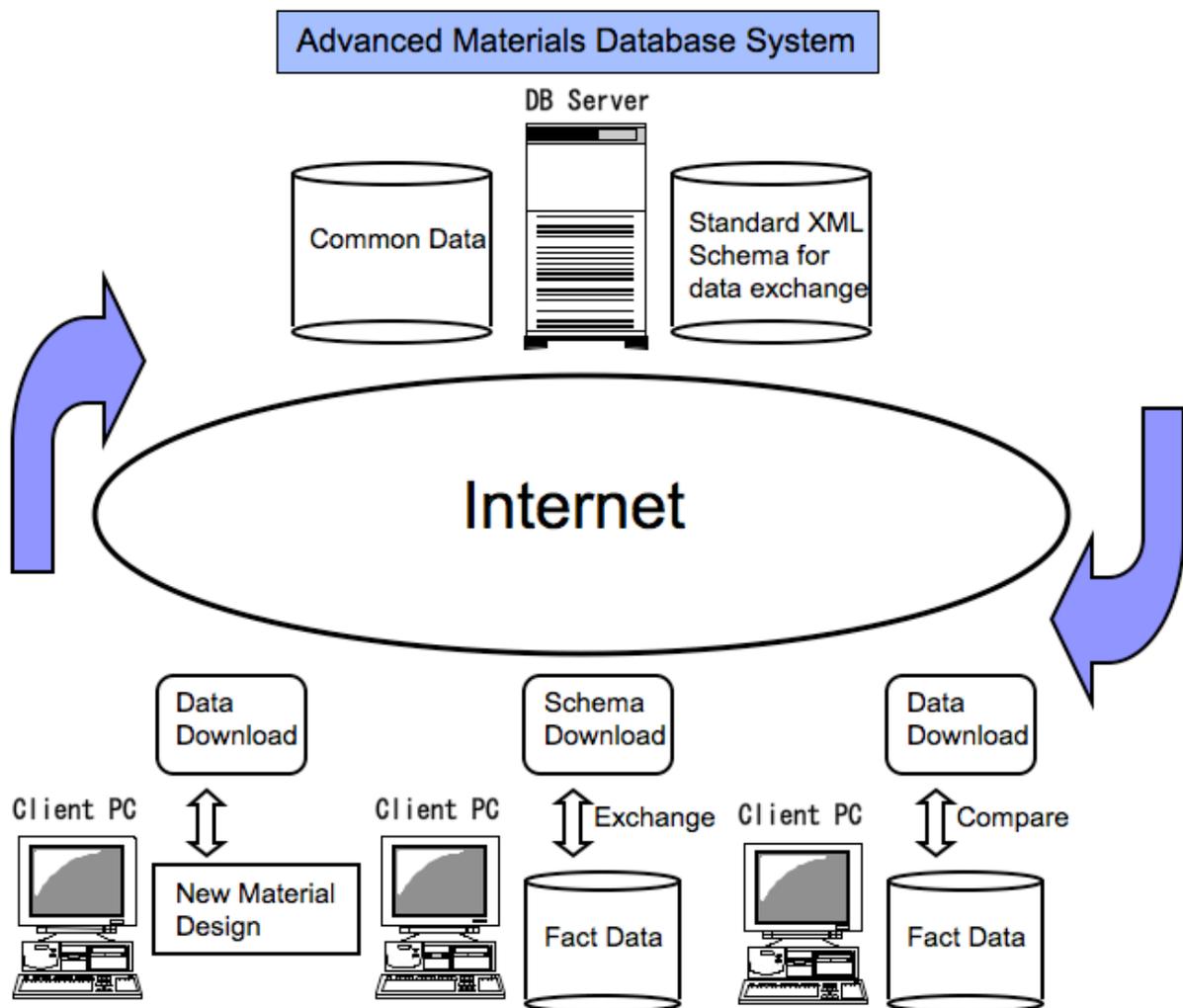


Fig.1-7 Advanced materials database system using XML technology.

本論文は、第1章の緒論より始まり、第2章から第6章までの研究目的に基づく実験の検討とデータベースの構築、そしてこれらをまとめた5章の総括（第7章）から構成されている。

第1章では、本研究の背景と先進材料の開発状況および開発における問題点の解決方法についてデータベース利用の立場から概説する。

第2章では、先進材料である超電導材料の開発について、レーザー技術を利用した薄膜状超電導体製造における超電導相の直接生成の仕組みを明確にする。レーザー照射は急熱急冷が可能であることから、2000 °C以上の高温でのみ安定な金属間化合物であるNb₃Alの直接生成法や890 °C近傍で部分熔融により生成される酸化物系超電導体のBi2212相について、その冷却過程とともに明らかにする。また、超電導開発で蓄積されるデータの取り扱いについて検討し、データベース化に必要なファクターについて明らかにする。

第3章では、超電導材料開発には欠かせない、特性評価法のひとつである臨界電流測定に関する標準化について検討する。特に、超電導シミュレーターによる標準測定方法や臨界電流測定データを2次微分することにより得られる解析結果を利用した、超電導体の質の評価について明らかにする。さらに、臨界電流測定における重要なデータについて分析し、データベースへの入力に資する有用なデータを明らかにする。

第4章では、先進材料である超電導材料と超電導機器を使用する際に必要な、極低温における物性データのデータベースの構築について検討する。極低温における物性データベースでは、特に超流動ヘリウム利用を前提とし、1965年からの関連文献調査を実施するとともに不足データは実験を通して取得した。このようなデータをインターネット上に公開する、開かれたデータベースの構築について考察する。

第5章では、超耐熱材料、特にNi基超耐熱材料開発に関するデータについて、個人あるいは研究グループ内で利用する、閉ざされた環境でのデータベースモデルを構築し、超耐熱材料開発に有用なデータベースの構造について明らかにする。また、このような材料データベースによるデータ解析について考察する。

第6章では、第2章から第5章までの結果を踏まえ、先進材料開発のためのデータベースの構築に必要なデータベースシステムについて明確にする。特に、MatML/MatDBに準拠したXML Schemaによる標準データ書式などについて考察し、先進材料開発に必要なデータ構造とインターネットを利用してデータの共有・交換を実現するためのシステムについて明らかにする。

第7章では、以上の結果を総括し、さらに問題点と将来展望について言及する。

第1章の参考文献

- 1-1) 総務省統計局 Web Page: <http://www.stat.go.jp/data/sekai/02.htm>
- 1-2) 環境省エネルギー白書: <http://www.enc.go.jp/policy/hakusyo/h19/>
- 1-3) IPCC 第4次評価報告書統合報告書: <http://www.env.go.jp/earth/ipcc/4th/ar4syr.pdf>
- 1-4) 京都議定書: http://www.env.go.jp/earth/ondanka/mechanism/kpeng_j.pdf
- 1-5) 例えば、平成13年度超伝導エネルギー・環境応用に関する調査: (社) 未踏科学技術協会(2002)
- 1-6) Japan Atomic Energy Research Institute Annual Report 1996:
<http://www-jt60.naka.jaea.go.jp/english/annual/html/an96ix.html>
- 1-7) Kizu K, et al.: IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **17**(2007) 1348-1352
- 1-8) 島本進, 高橋良和, 奥野清: 低温工学, **41**(2006) 542-552
- 1-9) Simomura Y. and Spears W.: IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **14**(2004)
1369-1375
- 1-10) 日本国温室効果ガスインベントリ報告書:
<http://www-gio.nies.go.jp/aboutghg/nir/nir-j/2007/nir2007ver5.0j.pdf>
- 1-11) Kroemer Herbert and Kittel Charles: Thermal Physics, 2nd edition(1980) ISBN0-7167-1088-9
- 1-12) H. Kamerlingh Onnes: Aked. Van Wetenschappen, **14**(1911) 818
- 1-13) J. G. Bednorz and K. A. Müller: *Z. Physik*, **B64** (1)(1986) 189-193
- 1-14) M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang, Y. Q. Wang and C. W. Chu: Phys. Rev. Lett. **58**(1987) 908-910
- 1-15) H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukutomo and T. Asano: Jpn. J. Appl. Phys. **27**(1988) L209-L210
- 1-16) J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani and J. Akimitsu: Nature **410**: 63-64
- 1-17) 平川正澄, 山田秀之, 熊倉浩明, 松本明善, 北口仁: 低温工学, **39**(2004) 144-147
- 1-18) K. Yamamoto, K. Osamura, S. Balamurugan, T. Nakamura, T. Hoshino and I. Muta:
Superconductor Science and Technology, **16**(2003) 1052-1058
- 1-19) 熊倉浩明, 松本明善, 北口仁, 岡田道哉: 低温工学, **39**(2002) 9-16

- 1-20) 超伝導・低温工学ハンドブック, オーム社 (1993) 1101-1104
- 1-21) 超伝導・低温工学ハンドブック, オーム社 (1993) 528-535
- 1-22) 超伝導・低温工学ハンドブック, オーム社 (1993) 739-757
- 1-23) 田中靖三: 酸化物超伝導体の物性(1991) 87-124
- 1-24) 内野倉國光, 前田京剛, 寺崎一郎: 高温超伝導の物性, 培風館 (1998) 83, Fig. 2.4
- 1-25) 足立吟也, 佐々木正元, 吉田紀史: 希土類の材料技術ハンドブック, NTS (2008) 288
- 1-26) 鉄道総研ホームページ: http://www.rtri.or.jp/rd/openpublic/rd77/yamanashi/maglev_frame_J.htm
- 1-27) 和田仁: 低温ジャーナル, **1**(2007) 12-14
- 1-28) F. Mishima, S. Takeda, Y. Izumi and S. Nishijima: IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **17**(2007) 2303-2306
- 1-29) 廣瀬正幸, 増田孝人, 佐藤謙一, 畑良輔: SEI テクニカルレビュー, **167**(2005) 42
- 1-30) 住友電工ホームページ: <http://www.sei.co.jp/super/cable/albany.html>
- 1-31) 西嶋茂宏: 低温ジャーナル, **2**(2008) 20-21
- 1-32) 日高睦夫: 超電導 Web21(2007) 4-5
- 1-33) 21 世紀超伝導研究開発戦略: <http://www.sntt.or.jp/fsst/srdi21.html>
- 1-34) T. Kobayashi et al.: Proceedings of the 4th International Charles Parsons Turbine Conference, The Institute of Materials (1997) 766
- 1-35) J. X. Zhang et. al: Metallurgical and Materials Transactions A, **33A**(2002) 3741
- 1-36) Y. Koizumi et. al: Journal of the Japan Institute of Materials, **67**(2003) 468
- 1-37) 原田広史: 金属, **75**,7(2005) 619-625
- 1-38) GE 社ホームページ: <http://www.geae.com/engines/>
- 1-39) P. Caron: Superalloys 2000, Edited by T. M. Pollock, et al.; TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), p737
- 1-40) H. Harada, M. Murakami, M. Osawa, N. Hirotsaki, Y. Yamabe-Mitarai, T. Yoshida, S. Suresh Babu and E. Lavernia: Proc. 2nd High Temperature Materials 2001, (Tsukuba, JAPAN, 2001)

- 1-41) 新世紀耐熱材料プロジェクト : http://sakimori.nims.go.jp/HTM21expla_2004/
- 1-42) 小泉裕, 張建新, 小林敏治, 横川忠晴, 原田広史, 青木祥宏, 荒井幹也 : 日本金属学会誌, **68**(2004) 468-471
- 1-43) A. Sato, K. Kawagishi and H. Harada: Met. Mat. Trans. **37A**(2006) 789
- 1-44) HTML4.0 Specification: http://www.w3c.org/TR/1998/REC_html40-19980, W3C Recommendation (1998)
- 1-45) 磯野康孝, 蔵守伸一 : HTML ハンドブック, ナツメ社 (1997)
- 1-46) Microsoft home page:
<http://www.microsoft.com/japan/windows/products/winfamily/ie/default.msp>
- 1-47) FireFox home page: <http://mozilla.jp/>
- 1-48) 総務省情報通信白書平成 19 年版 :
<http://www.johotsusintokei.soumu.go.jp/whitepaper/ja/h19/pdf/index.html>
- 1-49) 国立情報研究所 : 平成 19 年度学術情報データベース実態調査報告書, ISSN: 1341-1373
- 1-50) NIMS 物質・材料データベース : <http://mits.nims.go.jp/>
- 1-51) 材料データベース : http://matdbln.tksc.jaxa.jp/main_j.html
- 1-52) 非鉄系金属材料特性データベース : <http://www.ostec.or.jp/nmc/ndb/main.html>
- 1-53) 超伝導文献データベース : <http://rioda.ibase.aist.go.jp/>
- 1-54) KIND DATABASE: <http://www-db1.imr.tohoku.ac.jp/database/>
- 1-55) チタン材料データベース : <http://metal.matdb.jp/titanium/>
- 1-56) IC4M: <http://www.codata.jp:8080/>
- 1-57) XML SGML サロン : 標準 XML 完全解説, 技術評論社 (1998) ISBN: 9784774105840
- 1-58) Charle F. Golgarb, Paul Prescod, 安藤慶一訳 : XML 技術大全, プレンティスホール (1999)
- 1-59) RSS Advisory Board: <http://www.rssboard.org/rss-specification/>
- 1-60) W3C OWL Page: <http://www.w3.org/TR/owl-features/>
- 1-61) MatML Home Page: <http://www.matml.org/>

1-62) NMC MatDB 解説書 : http://www.nims.go.jp/vamastwa10/AMM_DB/MatDB_description.pdf

第2章 超電導材料開発へのレーザー技術の応用

2-1 緒言

超電導材料の実用化が進むと、きわめて広い分野の発展に寄与し、さらなる技術革新をもたらすとともに環境問題を解決に導いてくれるものとして期待されている。超電導材料は核融合炉や加速器をはじめとする大型施設^{2-1),2-5)}のみならず医療機器^{2-6),2-7)}やその補助装置²⁻⁸⁾として利用されつつある。実用超電導材料として利用されている低温超電導材料 (LTS: Low Temperature Superconductor) としては、Nb 基化合物の NbTi, Nb₃Sn と Nb₃Al が主流であり、高温超電導材料 (HTS: High Temperature Superconductor) としては、Y 系および Bi 系の超電導体である。実用超電導材料は、第 2 種超電導材料であるため、超電導状態においても磁束の侵入がある。Fig2-1 に示すように、外部磁界の中で磁束が侵入している超電導体に電流を流すと、ローレンツ力により磁束がある速度で移動するため、誘導起電力が発生して損失が生じてしまう。そこで、この損失を抑えるため、磁束をトラップするためのピンニングセンターとして欠陥や析出物などの不均質な部分を導入する必要がある。このように、超電導材料開発では、実用上重要な特性である臨界電流 (I_c) あるいは臨界電流密度 (J_c) は、その作製方法に大きく依存し、これまでも特性向上に関する多くの手法が検討されてきた。主な製造方法を Table2-1 に示す。

金属系超電導材料である Nb₃Al では、第 3 添加元素による J_c の改善²⁻⁹⁾ や急熱急冷による Al 濃度が 25 at% の準安定な Nb 過飽和固溶体 (Nb(Al)_{SS}:BCC) を出発原料とする RHQT 法 (Rapid-Heating, Quenching and Transformation processed)²⁻¹⁰⁾ による特性改善が、Nb₃Sn では、内部拡散法におけるスズ分散により高い J_c が得られている^{2-11),2-12)}。酸化物系超電導材料の Bi 系 2223 組成では、シーラ材の改良²⁻¹³⁾ や中間プレス²⁻¹⁴⁾ 等による化学量論組成に近い超電導相の生成や超電導組織の配向性の改善が行われてきた。Bi 系 2212 組成の超電導材料では、中性子やイオン照射によるピンニングセンターの導入²⁻¹⁵⁾ あるいは、熱処理条件の改善^{2-16),2-17)} により、さらに Y 系超電導材料では、溶融凝固法によるピンニングセンターの微細分散による J_c の向上が報告されている^{2-18),2-19)}。

これら超電導体の作製方法に関する報告はバルク材や線材に関する実用的なものがほとんどで、超電導デバイスの製造等に使用される薄膜状試料に対しては十分な検討がなされていない。

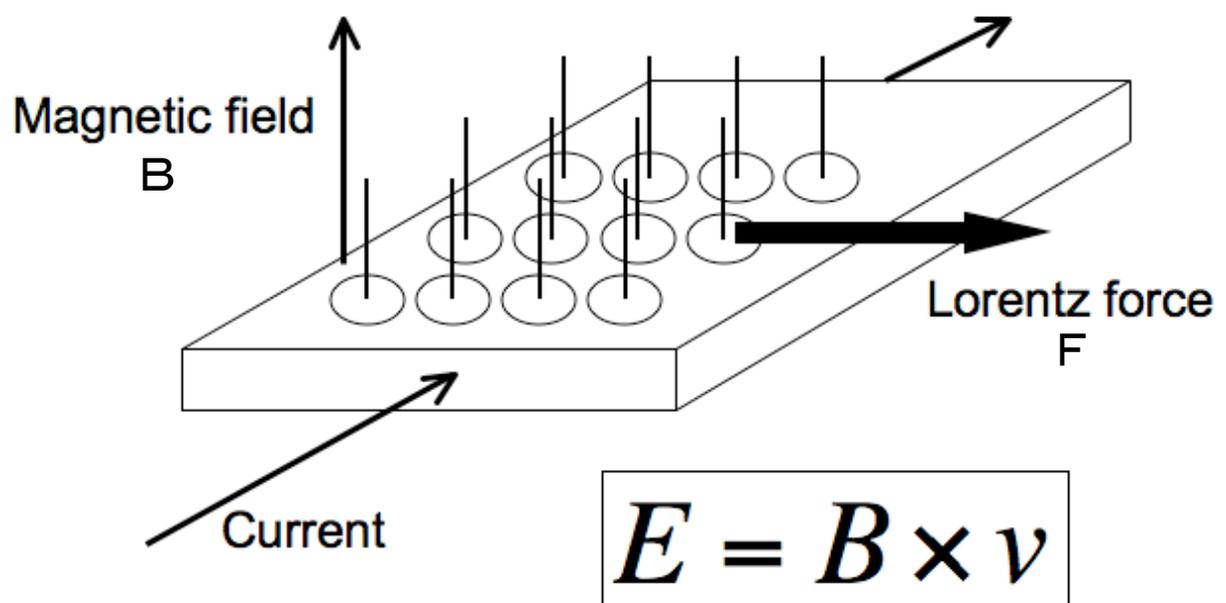


Fig.2-1 Flux flow model of superconductor in a magnetic field.

Table 2-1 Typical LTS and HTS fabrication processes.

Fabrication process	Abbreviation
Low Temperature Superconductor	
Internal-Tin-Diffusion	
External Diffusion	
Powder-in-tube	PIT
Jelly Roll	JR
Bronze	
In-situ	
Kunzler	
Infiltration	
Laser deposition	
Suspension spinning	
High Temperature Superconductor	
Powder-in-tube	
Solid-Liquid and Vapor Phase	
Surface diffusion	
In-situ	
Infiltration	
Ag-Sheathed	
Chemical vapor deposition	CVD
Metal organic chemical vapor deposition	MOCVD
Pyrolysis of organic acid salts	
Sol-Gel	
Melt powder melt growth	MPMG
Spin-coating method	
Dip-coat	
Doctor-blade	
Laser deposition	
Laser ablation	
Laser pedestal	
Cluster ion beam	
Ion beam assist deposition	IBAD
Plasma spraying	
Suspension spinning	
Screen print	
Paint-on	

本研究では、薄膜状超電導材料の新たな作製方法としてレーザーに着目した。レーザーは高エネルギー密度であるため急加熱・急冷効果により、熱的非平衡状態を容易に実現することが可能である。レーザーによる超電導体の製造方法としては、CVD (Chemical Vapor Deposition) 法や単結晶育成法あるいは各種蒸着法の薄膜製造技術に利用されている^{2-20)~2-22)}。蒸着法の場合、レーザーはターゲットを加熱するための熱源として利用され、高温のクラスターが反応容器内にセットされた基板上に、エピタキシャル成長し、配向性の高い膜が形成される。しかし、As-grown (そのままの状態) では超電導特性の良いものが得られないことから、後熱処理を必要とする^{2-20), 2-21)}ばかりでなく、生成中における基板温度や雰囲気条件等の精密な制御が必要となる²⁻²²⁾。そのため、装置は複雑で大規模となり、最適生成条件の設定が困難になる等の欠点があった。Estlerらは、2台のエキシマレーザーを利用して、アブレーションとアニーリングを同時に行うことにより、Y安定化ジルコニア (YSZ) 基板上に、臨界温度 (T_c) がおよそ 88 K の Y 系薄膜を作成した²⁻²¹⁾。しかし、この製造方法では、基盤を 650 °C 以上の高温に加熱・保持するため、基板との反応が問題となる。また、Otsuboらの場合は、長時間の熱処理を必要としないものの、レーザー照射後に酸素ガスフロー中で数時間の徐冷を必要とする²⁻²²⁾。さらに、Estlerらの報告にある2台のレーザーを同期させる手法は、レーザーによる加熱と物質の飛行との時間的ずれを制御するので、最適条件を見出すことが困難である。

そこで、製造条件の精密な制御と基板加熱を必要としないレーザー照射装置を開発し、短時間のレーザー照射のみによる極めて簡単なプロセスを確立することとした。

照射のターゲットとなる試料は、化学反応法等を利用して前駆体 (非超電導体) を作成し、この前駆体に急熱・急冷が可能なレーザーを熱源として利用する。レーザー利用により製造する材料のターゲットは、金属系超電導材料と酸化物系超電導材料の両方について検討する。さらに、新しい超電導材料創製技術から生産されるデータについて、データベースへデータ入力する場合の問題点等についても明らかにする。

2-2 レーザー照射装置の開発

2-2-1 光学系

レーザーエネルギーを利用して薄膜状の超電導材料を作製する装置では、大別して、レーザーを正確に試料に導く光学系と、試料を作製する反応容器に関する技術が重要である。通常レーザー光は、数枚のレンズとミラーを通ったのち集光器によりビーム径が絞られて試料に照射される。そこで問題となるのは、Fig.2-2の実線で示すように通常のレンズを用いると乱反射により、レーザーのエネルギーは実際の出力よりレンズ1枚につき数%減少してしまうことである。すなわち、レーザー出口で100 W あった出力は、例えばレンズとミラーが全部で4枚あったとすると、試料に達するエネルギーは60 W 程度に減衰してしまい、制御性の良い照射が行えない。そこで本研究では、レンズを特殊コートすることにより反射を抑え効率の良い照射が行えることを見出した。レンズ台は、装置が冷却ポンプなどにより微妙に振動するため、強力磁石台により固定した。そのため、人手によるレンズ間距離や角度調整などの微妙なレンズの軸調整作業は非常に困難であり、減衰率を完全に抑えることはできなかったが、全体でのエネルギーロス約10%以内に抑えることに成功した。

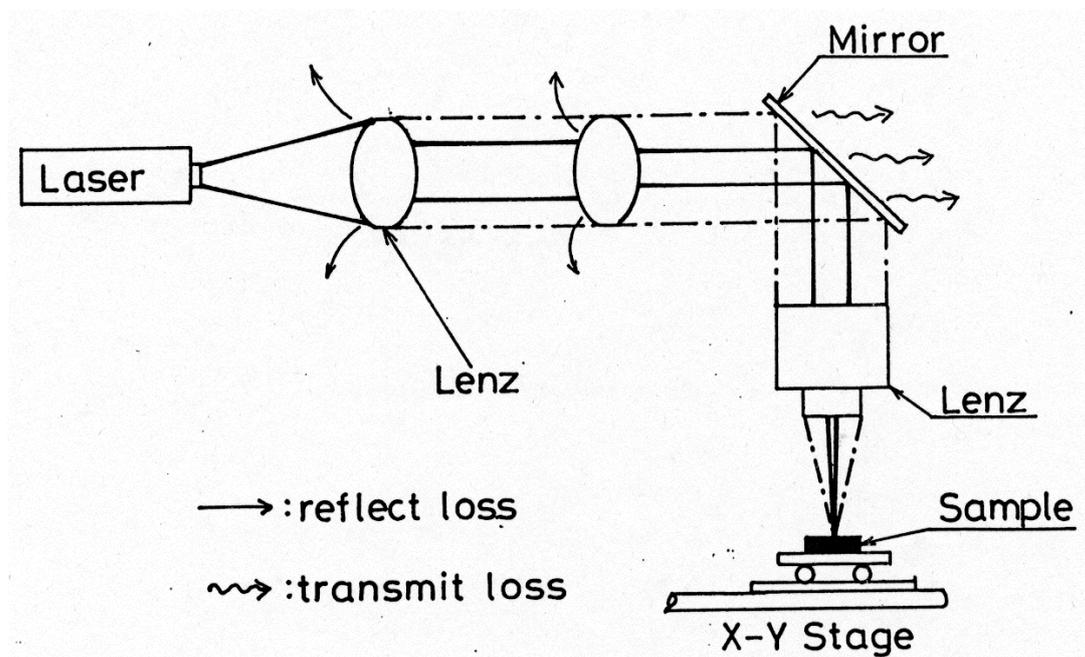


Fig. 2-2 An optical system for YAG Laser irradiation.

2-2-2 反応容器

X-Y テーブルを有する反応容器では、移動速度を高速化するために、テーブル全体を容器内に収容する検討を行った。問題となるのは駆動部の真空であるが、磁性流体を用いて真空シールすることにより解決した。得られたX-Yテーブルの移動速度としては、0.025 mm/s から250 mm/s の低速から高速をカバーできる。また、反応容器に真空ポンプを取り付けることにより、大気中、真空中および雰囲気ガス中での照射も可能である。実験での雰囲気ガスとしてはアルゴンガス (Ar) および窒素ガス (N₂) を用いた。

Fig.2-3 に本研究により開発した超電導相作製装置のダイアグラムを、その仕様を Table 2-2 に示す。使用したレーザーは、波長 1.06 μm の NdYAG であり、最大出力は高次のモードで 100 W、ビーム径は最小で約 30 μm まで絞ることが可能である。レーザー照射は、連続あるいはパルス照射が可能であり、パルス発振では、Q スイッチにより瞬間的にピーク値が高いジャイアントパルス発振も可能である。ジャイアントパルスは点状あるいは面状に超電導相を生成するには最適であるが、本研究では、超電導体を線上に直接生成すること、膜状試料にマスクを使わずにパターンニングすることを目的としたため、連続発振を採用することにした。連続発振では、ビームは一定に途切れることなく照射され、その時の熱影響部はレーザー照射スポットに沿って一定の方向に収束するばかりでなく、冷却時の熱拡散も同様に一定方向に向くことにより、結晶方位をそろえる効果が期待できる。このような連続発振のレーザービームは Fig. 2-2 に示すとおり複数のレンズとミラー切り換えにより Table2-3 に示す反応容器に導入される。反応容器としては、基礎実験用に X-Y テーブルを使用するものと、線材作成用の回転ホイールを有する 2 種類とした。反応容器は気密構造になっており、様々な雰囲気と圧力 (真空を含む) を設定することができる²⁻²³⁾。

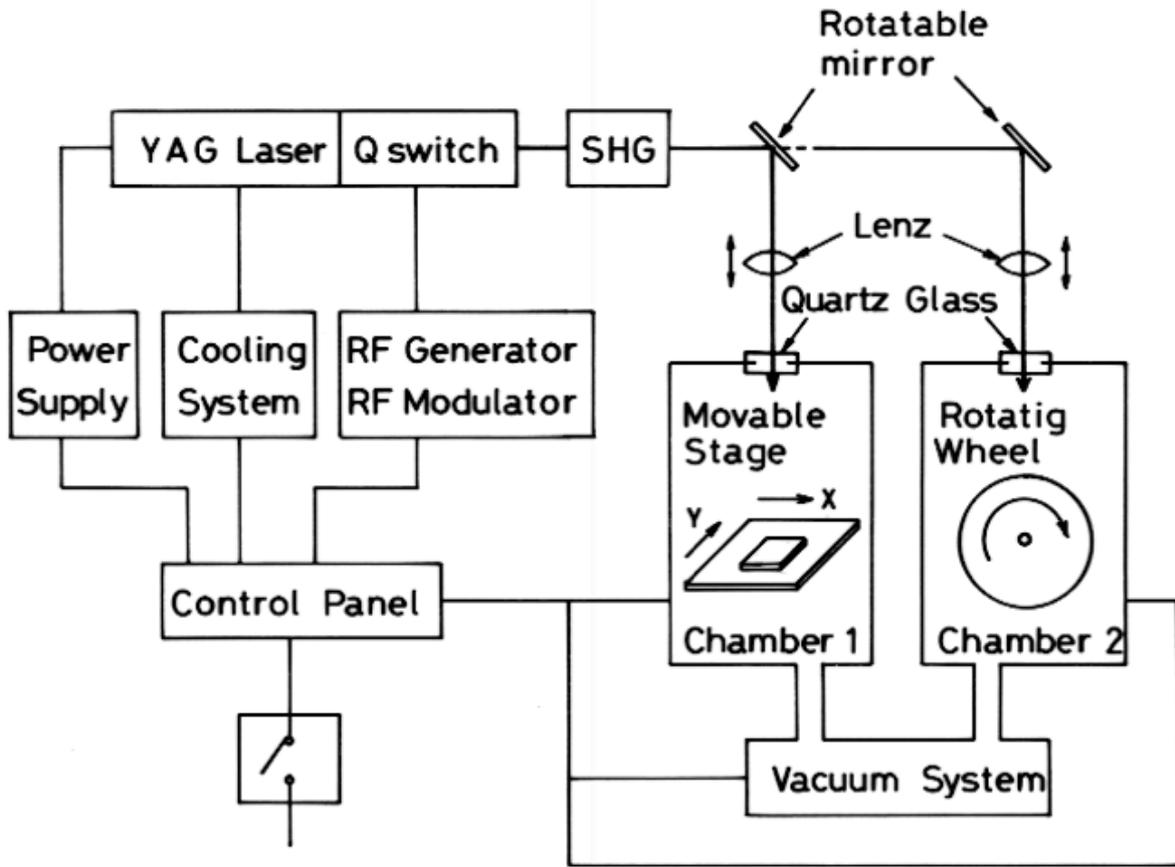


Fig. 2-3 Schematic diagram of YAG Laser irradiation system.

Table 2-2 Specification of YAG Laser Irradiation system.

Wave Length (μm)	Transvers beam mode	Power (W)	Qsw (kHz)	Beam diameter (μm)
0.53 / 1.06	TEM ₀₀	Max. 15	Max. 40	Min. 34
1.06	Multiple	Max. 100		Min. 100

Table 2-3 Specification of vacuum chamber system.

Chamber 1	Capacity Vacuum Stage Velocity	~ 30 L 10 ⁻⁶ mmHg 50 mm × 50 mm 25 $\mu\text{m/s}$ ~ 250 mm/s
Chamber 2	Capacity Vacuum Wheel dia. Velocity	~ 40 L 10 ⁻⁶ mmHg 300 mm 0.01 rpm ~ 10 rpm

2-2-3 結果

YAG レーザー照射を利用した薄膜状超電導相製造装置を開発し以下の結論を得た。

- 1) 基盤加熱を必要としない超電導相製造装置の開発に成功した。
- 2) レンズを特殊コートすることにより反射を抑え、全体でのエネルギーロスを約 10%以内に抑える効率の良い照射に成功した。
- 3) 磁性流体を用いた真空シールの仕様により移動速度の高速化成功した。X・Y ステージの移動速度として、最速 250 mm/s を実現した。

このように、YAG レーザー照射を利用した薄膜状超電導相製造装置は、当初予定通りの仕様を満たすことができた。そこで、この装置を使用して、金属系超電導体と酸化物系超電導体の製造を試みた。

2-3 金属系超電導材料の開発

2-3-1 はじめに

現在、 Nb_3Sn や NbTi 等の超電導体の実用化が進み、超電導マグネット等に利用されている。しかし、核融合炉や高エネルギー加速器あるいは超電導エレクトロニクス素子等の応用が発展するためには、さらに性能の高い超電導材料の開発が望まれている。一方、 Nb_3Al や NbCN 等は超電導特性は優れているが、薄膜状超電導体の優れた製造法が確立していないため実用化が遅れている。そこで、2-2 で開発した YAG レーザーを利用した新しい超電導体の製造方法により、Nb 基化合物を作製しその超電導特性について考察する。

2-3-2 実験方法

実験でターゲットとした Nb 基化合物は、 Nb_3Al 、 NbCN および NbC である。その作製方法を Fig.2-4 に示す。試料は例えば Nb_3Al の場合、厚さ約 $200 \mu\text{m}$ の Nb の基板に Al を $10 \mu\text{m}$ 、レーザーの吸収効率を高めるためにさらにカーボン (C) を $5 \mu\text{m}$ マグネトロン・スパッタリング等により積層させる。このようにして作製した積層原料を X-Y テーブル上に固定し、Ar および N_2 雰囲気あるいは真空中で試料を移動させつつ任意の条件でレーザー照射を行い作製した。照射条件は、レーザー出力、X-Y テーブルの移動速度およびレーザービーム径を変化させて行った。照射を行った積層試料の表面の形状を Photo 2-1 に示す。(a) は試料を直線的に移動させながら照射した結果である。(b) の写真は、X-Y テーブルを任意に移動させてパターンを描いた結果である。

照射した試料の臨界温度 (T_c) 特性は、4 端子抵抗法により測定した。試料電流は $100 \mu\text{A}$ から 100mA とし、液体ヘリウムに浸漬後、引き上げ法により温度を徐々に上昇させたときの電圧変化を測定した。このとき、電圧が初めて現れた温度を T_c ゼロ、超電導遷移が終了する温度を T_c オンセットと定義した。臨界電流 (I_c) および臨界電流密度 (J_c) 特性も 4 端子抵抗法により測定した。 T_c および I_c ともに電圧間距離は 5mm 、また、 I_c のクライテリアは $5 \mu\text{V/cm}$ とした。超電導相の構造解析、組織分析、組成分析には、それぞれ X 線解析 (XRD)、SEM および EDX 装置を用い、試料の表面あるいは断面を観察した。一部の試料についてはオージェ電子分光法 (OES) による測定も実施した。

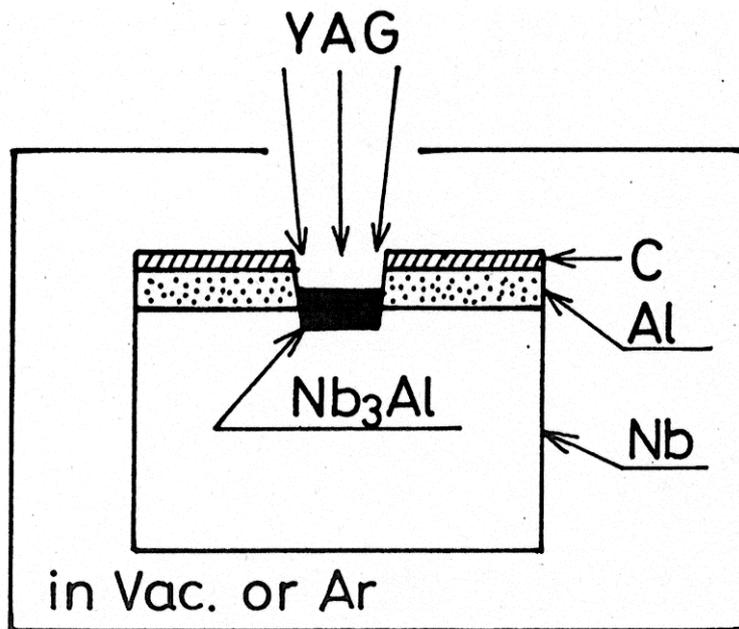
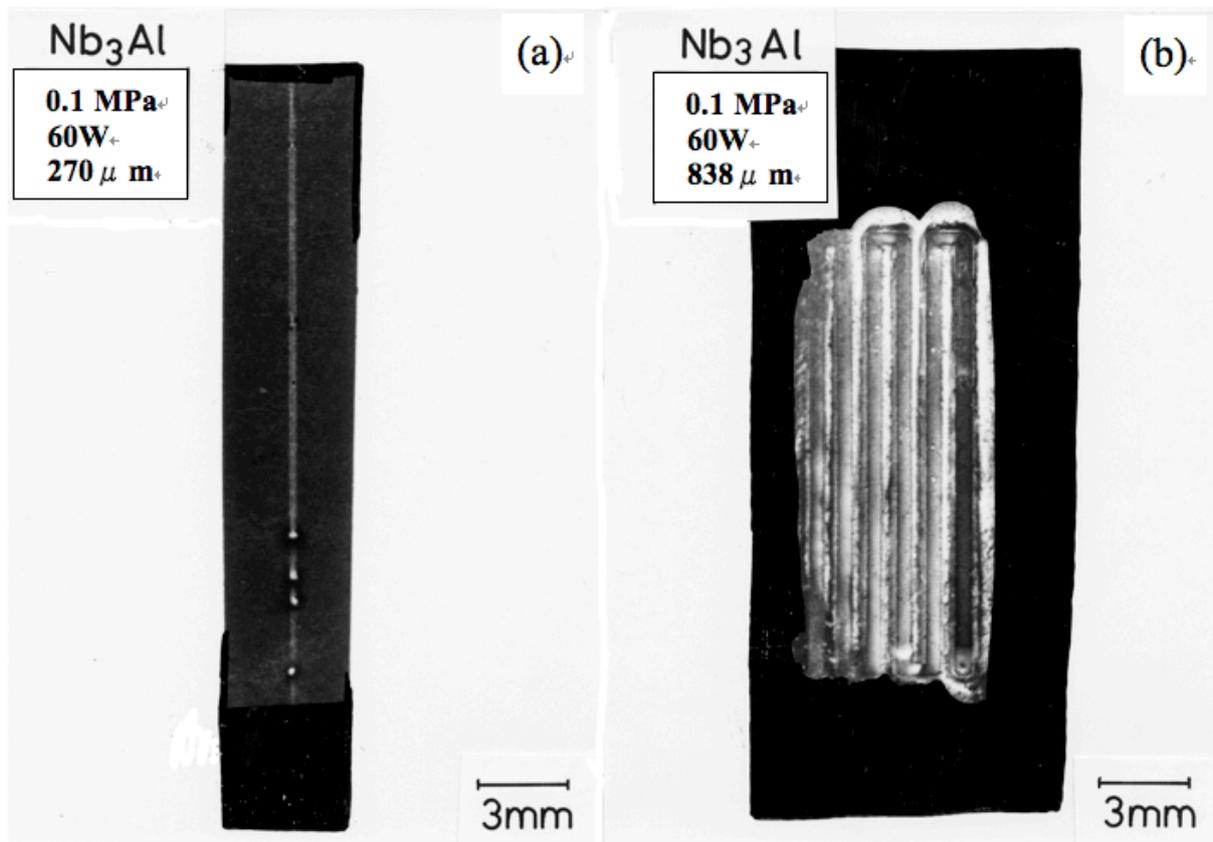


Fig. 2-4 Sample preparation method.



(a) Straight line irradiation using X-Y Stage, (b) Pattern line irradiation using X-Y Stage

Photo 2-1 Sample surface of YAG laser irradiated.

2-3-3 実験結果

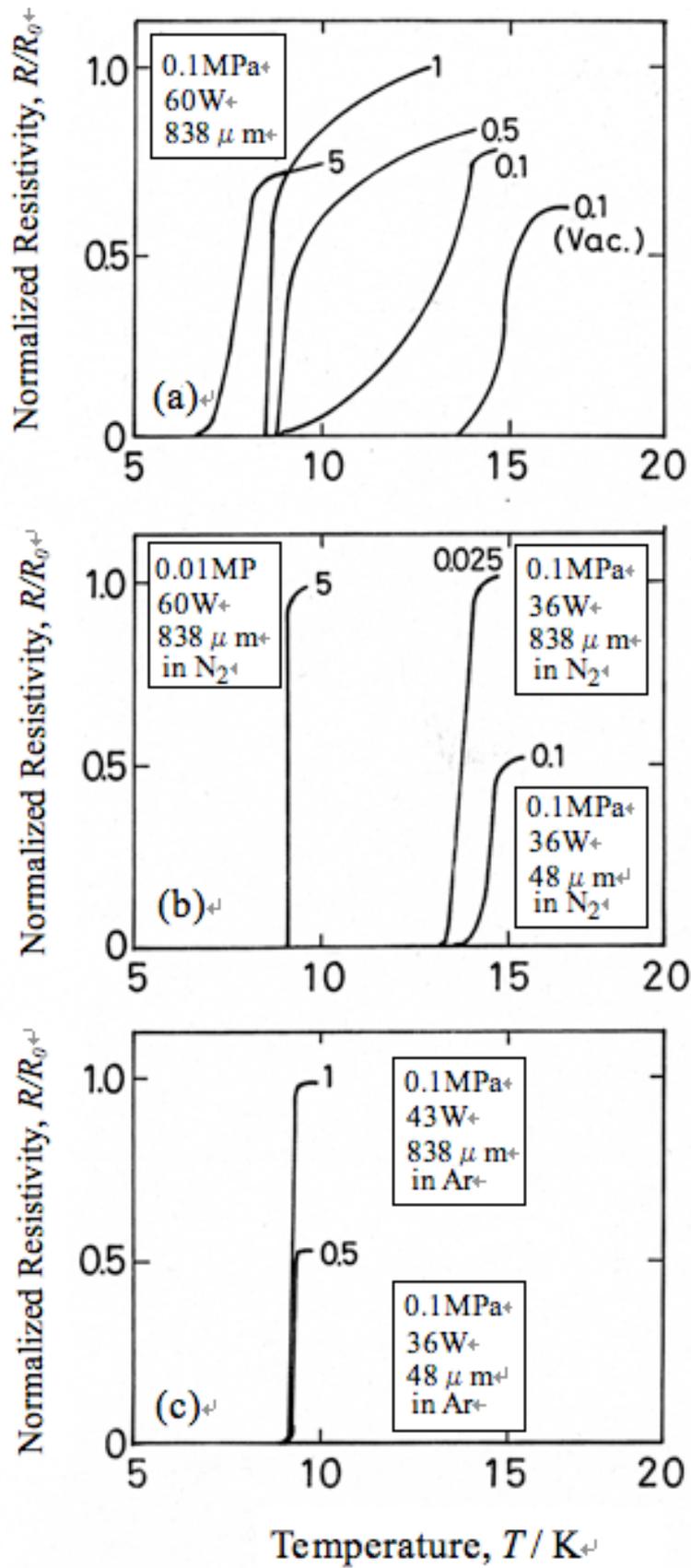
2-3-3-1 臨界温度特性

Fig.2-5 にNb₃Al (Fig.2-4a), NbCN (Fig.2-4b), NbC (Fig.2-4c) の臨界温度 (T_c) 測定の結果を示す。縦軸は室温での抵抗値で規格化した試料抵抗、横軸は測定温度である。図中の数字は X-Y テーブルの移動速度で単位は mm/s である。また、枠内の数字は上からそれぞれ圧力 (MPa), レーザー出力 (W), ビーム径 (μm) である。

Nb₃Al の場合、Ar 雰囲気中 (0.1 MPa), レーザー出力 = 60 W, ビーム径 = 838 μm , 試料速度 = 0.1 mm/s に照射条件下において、 T_c オンセットで 14 K が得られた。しかし、良質の超電導相が少ないか組成ずれや超電導相組織のつながりが悪いために、得られた遷移曲線はブロードであった。また、 T_c ゼロは基板に使用している Nb の臨界温度 (9.2 K) に近い値となった。ここでレーザー照射条件を変えず反応容器の雰囲気を真空中 (Vac.) に変えると、図に示すとおりシャープな遷移曲線が得られ、 T_c オンセットで 16 K, T_c ゼロでもおよそ 14 K となった。この T_c の値は、Nb チューブ法²⁻²⁴ や直接通電法²⁻²⁵ により作製された線材での値よりも若干低いが、試料への直接照射という簡便な方法だけで良質の超電導相が得られたことは評価できる。

NbCN では、レーザー出力 = 36 W, ビーム径 = 48 μm , 移動速度 = 0.1 mm/s, N₂ 雰囲気中 0.1 MPa の照射条件による試料で、 T_c オンセット約 16 K が得られ、その遷移曲線はシャープであった。本製造法により得られた T_c 値は、Roberts²⁻²⁶ の表による NbCN の T_c 最高値 17.9 K に近い値となり、 T_c 特性を見る限り、質の良い超電導相が得られたことになる。

NbC の場合は、適正な生成条件を見出すことができず、どの条件においても T_c は Nb の臨界温度 (9.2 K) に近いおよそ 9.3 K であった。Roberts²⁻²⁶ の表によると NbC の T_c は最高 11K, Nb₂C では 9.1 K を示すとしている。今回得られた NbC 化合物は、化学量論組成からはずれ、Nb₂C に近い Nb 炭化物が生成した可能性がある。このように NbC では、Nb₃Al や NbCN とは異なり、目的の化合物相を生成することは出来なかった。



(a) Nb_3Al , (b) $NbCN$, (c) NbC

Fig. 2-5 Temperature transition curves obtained.

2-3-3-2 臨界電流特性

Fig.2-6 に Nb₃Al と NbCN 試料の磁場中における臨界電流測定の結果を示す。測定温度は 4.2 K である。レーザー照射条件は、出力 = 36 W, 移動速度 = 0.025 mm/s, 0.1 MPa の Ar あるいは N₂ 雰囲気中である。□と△は Nb₃Al を、○は NbCN の結果である。臨界電流密度は、Nb₃Al のビーム径が 207 μm の試料については、10 T で 3.6×10^6 (A/cm²), 15 T では 2.2×10^5 (A/cm²) の結果が得られた。この値は実用レベルからみると低いものの、最適条件でのレーザー照射ではないので生成条件をさらに良くしていけば J_c の向上は期待できるであろう。

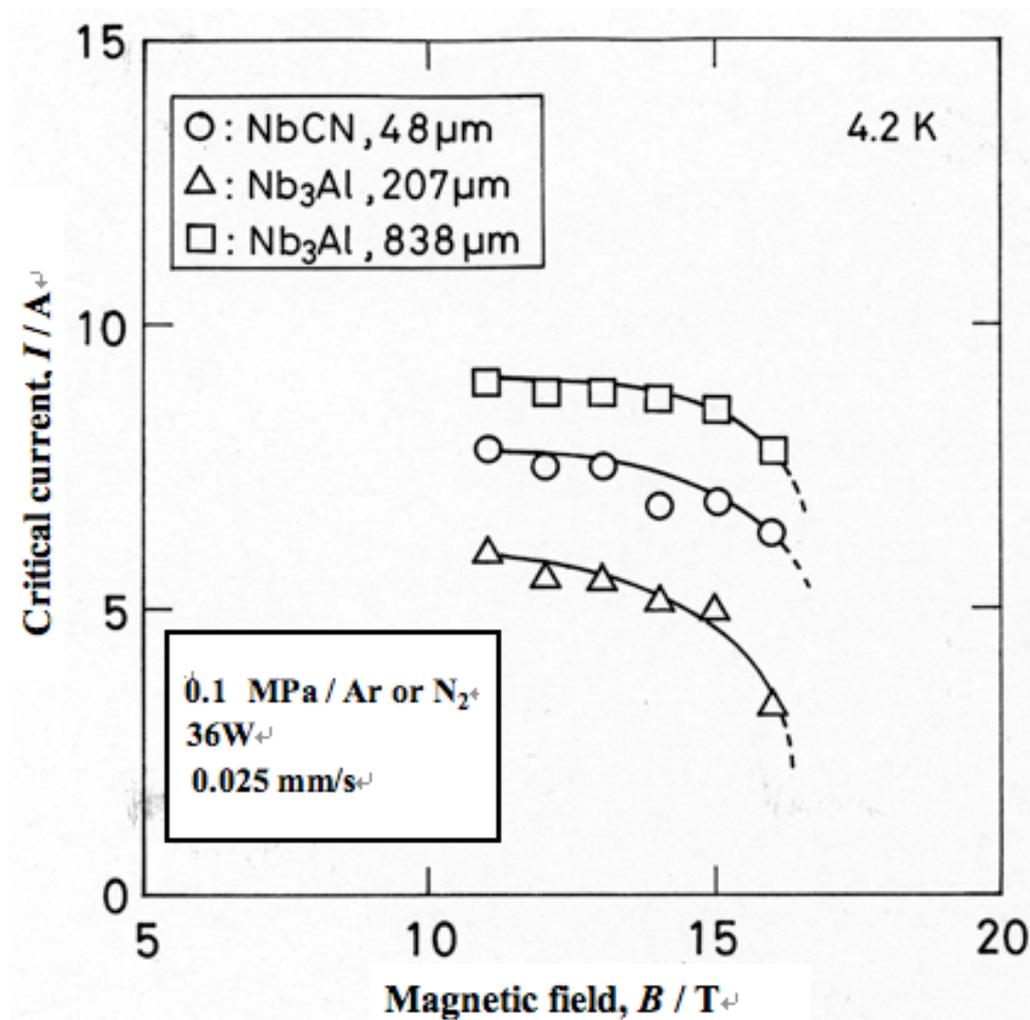


Fig. 2-6 Magnetic field dependence of critical current at 4.2 K.

2-3-3-3 微細組織

Photo 2-2 に $J_c = 3.6 \times 10^6$ (A/cm²) が得られた試料断面の SEM 像を示す。照射条件は、出力 = 36 W, ビーム径 = 207 μm , 移動速度 = 0.025 mm/s, Ar ガス雰囲気中で圧力 = 0.1 MPa であった。基板である Nb 相とスパッタした Al 相の間に、厚さ約 10 μm 程度の Nb₃Al 相が観察 (EDX 分析結果による) され、その粒径は 5 μm 程度であった。さらに高倍率にしてみると、5 μm の粒内にさらに細かい粒の存在もみられるが、詳細は確認できなかった。Nb₃Al の粒径が 5 μm と大きいことと T_c の結果からも分かるように、レーザー照射の条件としてはまだ最適化されておらず、さらに条件を変えて検討する必要がある。また、NbCN はオージェ分光分析結果からは超電導相が生成していることをある程度予想できるが、XRD, EDX あるいは SEM による観察では、具体的に超電導相を確認することはできなかった。

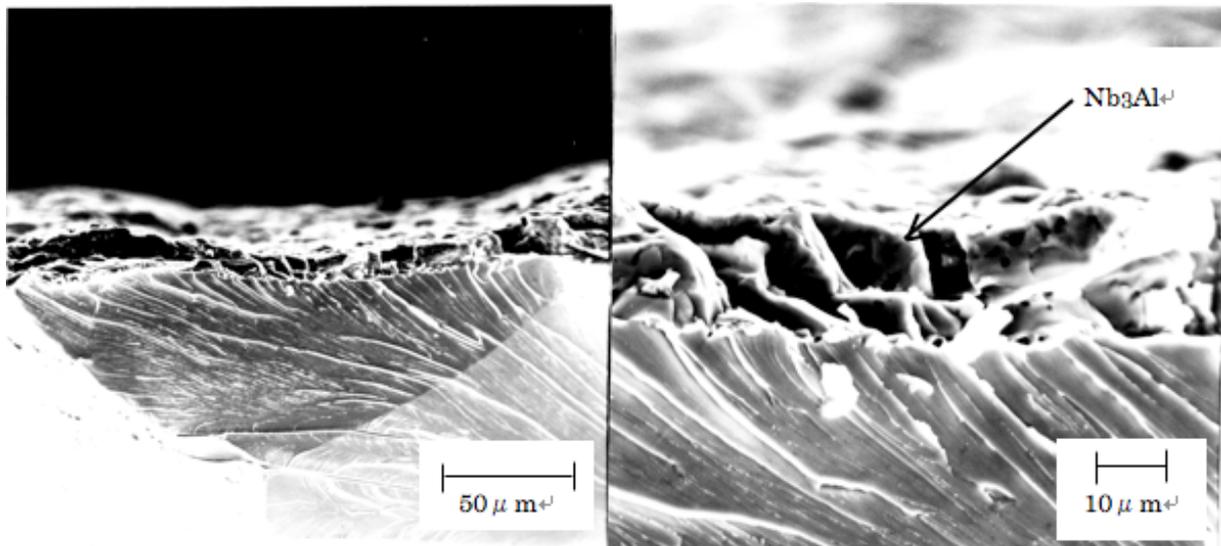


Photo 2-2 Scanning electron micrograph of cross section of irradiated Nb₃Al sample.

2-3-4 考察

Nb_3Al は、高磁界特性と耐ひずみ特性を有しており、 Nb_3Sn に代わる超電導材料として注目されている。しかし、 $\text{Nb}-\text{Al}$ の2元系状態図によると、化学量論組成にあるA15相は高温（約2000℃以上）でのみ安定であり、低温になるとNbリッチなA15相と σ 相に分解する。従って化学量論組成を得るには、熱的非平衡状態を実現することが製造上特に重要である。飯島らは、NbとAlの多芯複合線材を、短時間の直接通電加熱後、液体Ga浴槽に浸漬させることにより急熱・急冷を実現し、化学量論組成に近いA15相の析出に成功したと報告²⁻²⁵⁾している。しかし、この報告では急冷効果が過剰なため、過飽和BCC相が晶出し、その後800℃で12h程度のポストアニールによりA15相を析出させている。また、小菅らは電子ビーム照射と1軸走行の冷却ステージを組み合わせることによりA15相の直接生成に成功し²⁻²⁷⁾、通常の熱処理試料と比較して T_c および高磁場での J_c 特性が向上したと報告している。

本研究では、レーザーによる高エネルギー密度を効率よく照射し、試料をレーザービームと相対的に移動させるという作製方法により、熱的非平衡状態を容易に実現し、 T_c や J_c 特性の比較的良い Nb_3Al を直接的に短時間に得ることに成功した。これは、レーザー出力とビーム径を制御することにより、加熱条件を細かく設定できただけでなく、試料の移動速度と雰囲気圧力の変化により熱の拡散を調整することによって、冷却条件をも制御できたことになるといえる。しかし、直接通電法や電子ビーム照射法で得られる超電導特性と比較するとまだ十分な値とは言えない。その原因としては、レーザー照射後の冷却はX-Yステージ移動と自然な熱拡散のみによるため、本装置での冷却速度には限界があると考えられる。従って、超電導特性をさらに向上させるためには、例えばステージ自体を強制的に冷却することにより冷却速度を上げる、あるいは、直接通電法のように、レーザー照射によりまず過飽和BCC相を析出させ、次の2次熱処理を施すなどの工夫が必要となるであろう。過飽和BCC相を短時間に析出させる方法としては、パルス発振のQスイッチを利用することが効果的であり、今後は、連続発振だけでなくパルス発振による作成法を検討する必要がある。レーザー照射を用いて超電導相を創製する場合、多くの因子が複雑に重なりあい本研究では最適化条件を見出すことは困難であった。そこで、Fig.2-7に示すようにレーザー出力と移動速度の関係を Nb_3Al について考察する。図中の数字はそれぞれの T_c オンセットの値である。例えば、移動速度を0.1mm/sに固定して照射したと考える。レーザー出力が20Wから60Wに上がるにしたがい T_c は8.9Kか

ら 15.3 K に上昇する。また逆に、出力を 60 W に固定し移動速度を 5 mm/s から 0.1 mm/s に変化させると T_c はやはり上昇する結果となる。このことは、試料の単位面積あたりのレーザーエネルギー密度が上がるとつれて試料温度も上昇し、レーザー照射部分が溶融した後、急冷効果によって特性の良い超電導相が製造されることを示唆している。しかし、ある数値を超えないと超電導相は生成しないことがうかがえる。本研究の場合、それは図中の波線より左側の領域であると想像されるが、ビーム径や反応雰囲気さらに試料の表面状態や基板の材質や温度などを考慮した総合的な検討が必要である。しかし、今回開発した製造技術を用いて作製した Nb₃Al については、 T_c で約 16 K, 外部磁場 15 T での J_c 約 2×10^5 (A/cm²) のものが得られ、レーザー照射を用いて超電導材料を製造することは非常に有用であることを示唆している。さらに、本装置はスケールアップが容易なことから、線材化や素子化への応用も十分に期待できる。

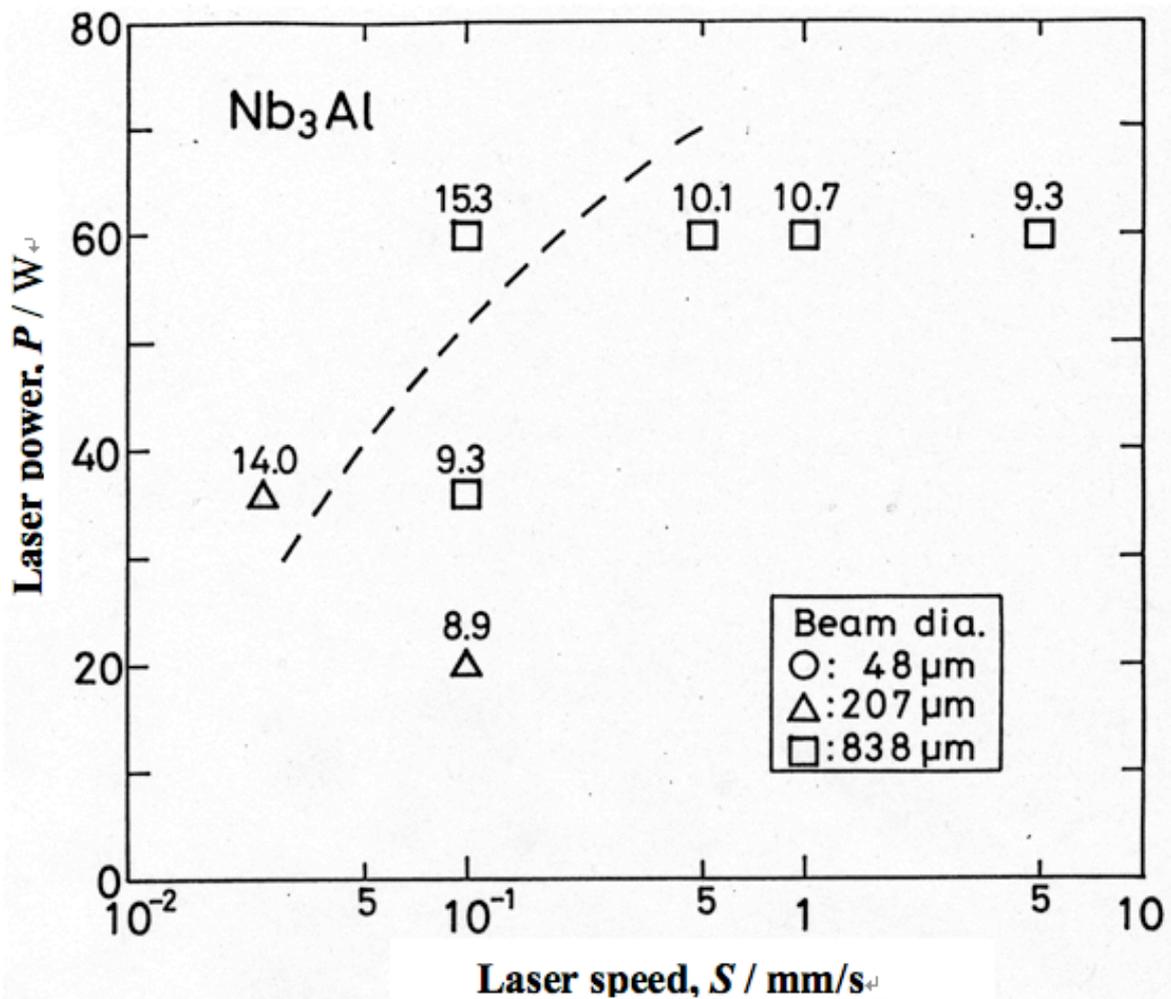


Fig.2-7 X-Y stage speed versus Laser power obtained.

2-4 酸化物系超電導材料の開発

2-4-1 はじめに

酸化物系超電導材料は、液体窒素温度（77K）以上で超電導状態になるため、コストパフォーマンスが良く多くの分野で応用が期待されている。しかし、特性の良い超電導体を作製するには、高温で長時間の熱処理を必要とすることと、機械的強度が不足することからその補強のために使用するシース材や基板材料の選択等が問題となってくる。酸化物超電導体の作製において注目されるのは、金属系超電導体の作製と異なり、多様なレーザー照射技術の応用である。金属系超電導体の作製には、炭酸ガスレーザーや YAG レーザーなどが利用されたが^{2-28)~2-30)}、それはほんの一部である。酸化物超電導体の作製には、レーザーによるスパッタリング、アニーリング、アブレーションあるいはペダスタル法など多岐にわたるレーザー技術が利用されている^{2-20)~2-22), 2-31)}。しかし、これらの方法では基板を高温に加熱・保持が必要であるため、基板との反応が問題となり、さらにレーザーによる加熱制御等の最適化が難しく、新たな製造法が求められている。そこで、スクリーンプリント法やスピコート法などの化学反応法等により前駆体（非超電導）あるいは試料（超電導体）を作製し、この前駆体にエネルギー密度の高いレーザービームを照射して簡便で長時間熱処理を必要としない酸化物超電導体の製造方法について検討した。

2-4-2 実験方法

本研究に使用した照射試料は、スピコート法、スクリーンプリント法および塗布法による Bi 系酸化物超電導体（またはその前駆体）および塗布法による Y 系酸化物超電導体（前駆体）である。以下にそれぞれの作製方法について述べる。

(1) スピコート法

Fig.2-8 にスピコート法による Bi 系酸化物超電導体試料の作製フローを示す。出発コーティング液であるナフテン酸塩 $[\text{Bi}(\text{C}_7\text{H}_{15}\text{COO})_3, \text{Pb}(\text{C}_7\text{H}_{15}\text{COO})_2, \text{Sr}(\text{C}_7\text{H}_{15}\text{COO})_2, \text{Ca}(\text{C}_7\text{H}_{15}\text{COO})_2, \text{Cu}(\text{C}_7\text{H}_{15}\text{COO})_2]$ をモル比で $\text{Bi} : \text{Pb} : \text{Sr} : \text{Ca} : \text{Cu} = 2 : 1.5 : 2 : 2.2 : 4$ になるようそれぞれ秤量後、トルエンで溶解した。この溶液を、2500 rpm の速度で回転している MgO 基板上に滴下しコーティングをおこなった。1 回のコーティング終了毎に仮焼と冷却をおこない、この行程を 15 回繰り返すことにより、膜厚をおよそ 5 μm と

る前駆体を作製し、その後 845 °C で 6 時間から 15 時間の本焼成をおこない試料とした。

(2) スクリーンプリント法

Fig.2-9 にスクリーンプリント法による Bi 系酸化物超電導体試料の作製フローを示す。原料としては、 Bi_2O_3 、 PbO 、 SrCO_3 、 CaCO_3 、 CuO の粉末で、粒径はそれぞれ $1\ \mu\text{m}$ から $10\ \mu\text{m}$ であり、純度は SrCO_3 と CuO が 99.9%，それ以外は 99.99% である。まず、 $\text{Bi}:\text{Pb}:\text{Sr}:\text{Ca}:\text{Cu} = 1.6:0.4:2:2:3$ となるように原料粉を秤量・混合し、大気中 800 °C で 12 時間仮焼した。これをボールミルで粉砕したのち、テルピネオール・エチルセルロースまたはアクリル樹脂と混ぜ合わせペースト化し、前駆体とした。この前駆体を、幅 5 mm、長さ 15 mm、厚さ 1 mm の MgO 基板[(100)の単結晶]、あるいは幅 5 mm、長さ 15 mm、厚さ 0.2 mm の Cu または Ag (純度=99.999%) 基板に 200 メッシュで、厚さ約 $10\ \mu\text{m}$ あるいは $50\ \mu\text{m}$ 、幅 3 mm になるようスクリーンプリントし、照射試料とした。また、 MgO 基板では、 Ag あるいは Cu を $10\ \mu\text{m}$ 緩衝相として積層させた試料も作製した。

(3) 塗布法

Fig.2-10 に Bi 系と Y 系酸化物超電導体試料の作製フローを示す。Bi 系超電導体試料の場合、上述のスクリーンプリント法と同様の方法で前駆体を作製し、得られた前駆体をエタノールで希釈後、 MgO 基板に数百 μm の厚さに塗布し、室温大気中で乾燥させ試料とした。

Y 系超電導体試料は、 Y_2O_3 、 BaCO_3 、 CuO の粉末を、 $\text{Y}:\text{Ba}:\text{Cu}$ がそれぞれモル比で 1:2:3 の組成になるよう秤量・混合した後、仮焼・粉砕して出発原料 (非超電導体) とした。この粉をエチルセルロース・エタノール混合液あるいはオクチルアルコールに加えて溶液とした。この溶液を、 MgO 基板上へ厚さ数百 μm 塗布し、室温大気中で乾燥し試料とした。このようにして作製した試料の構成をスクリーンプリント法を例に取り Fig.2-11 に示す。

上記 3 つの手法により作製した試料に、種々の条件でレーザーを照射し超電導特性の測定を行った。照射した試料の臨界温度 (T_c) 特性は、4 端子抵抗法により測定した。試料電流は 100 μA から 100 mA とし、液体ヘリウムに浸漬後、引き上げ法により温度を徐々に上昇させたときの電圧変化を測定した。このとき、電圧が初めて現れた温度を T_c ゼロ、超電導遷移が終了する温度を T_c オンセットと定義した。臨界電流 (I_c) および臨界電流密度 (J_c) 特性も 4 端子抵抗法により測定した。 T_c および I_c とともに電圧間距離は 5 mm、

また、 I_c のクライテリアは $5 \mu\text{V/cm}$ とした。超電導相の構造解析、組織分析、組成分析には、それぞれ X線解析 (XRD)、SEM および EDX 装置を用い、試料の表面あるいは断面を観察した。

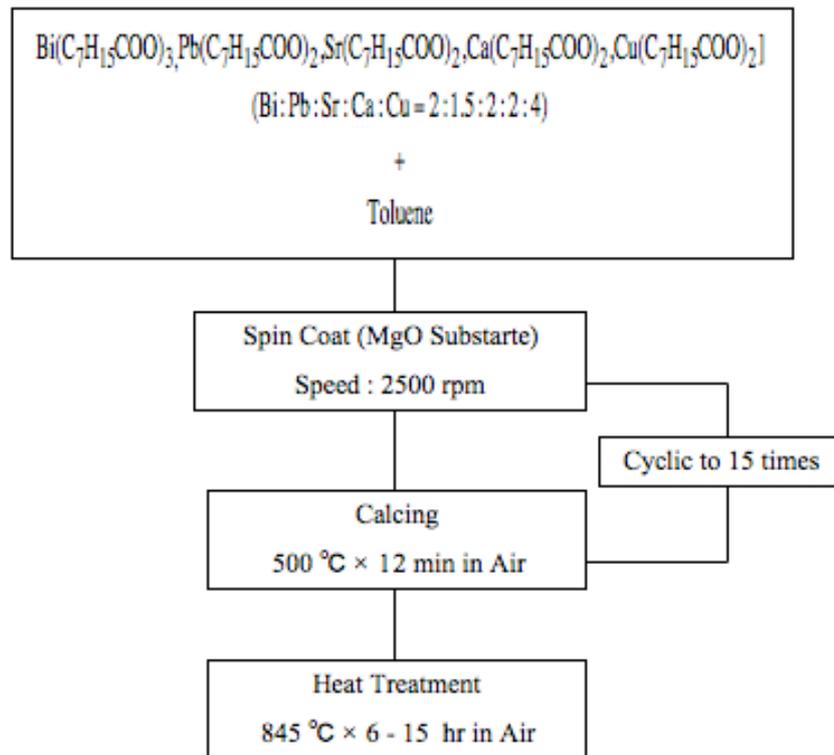


Fig.2-8 Sample preparation flow of Spin Coat method.

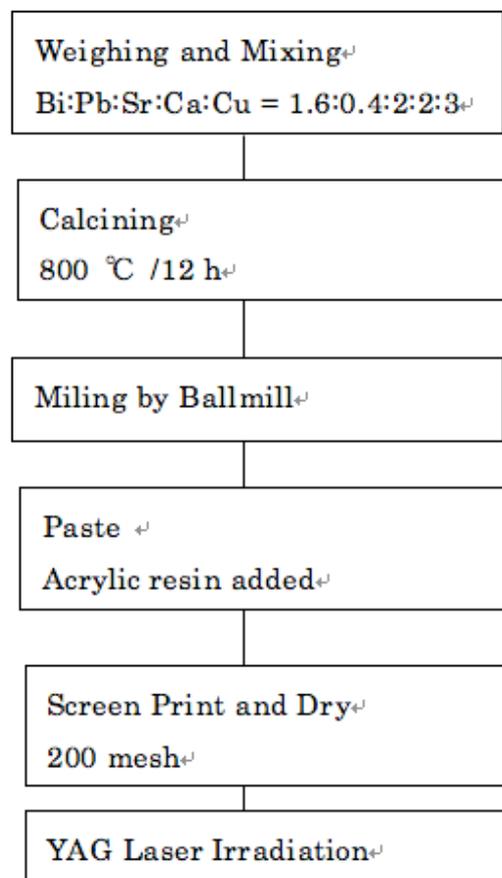


Fig. 2-9 Sample preparation flow of Screen Print method.

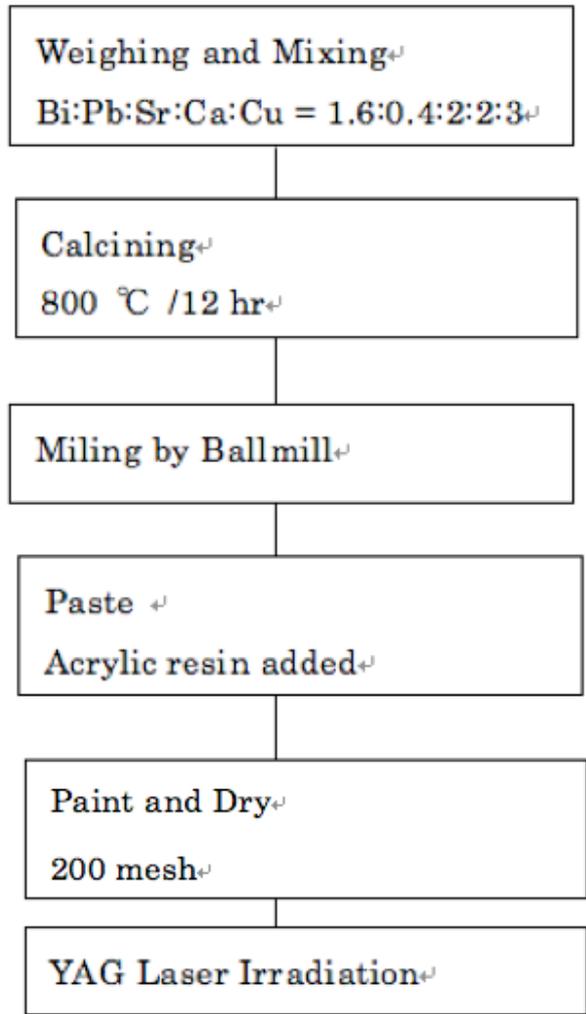


Fig.2-10 Sample preparation of Simple Paint method.

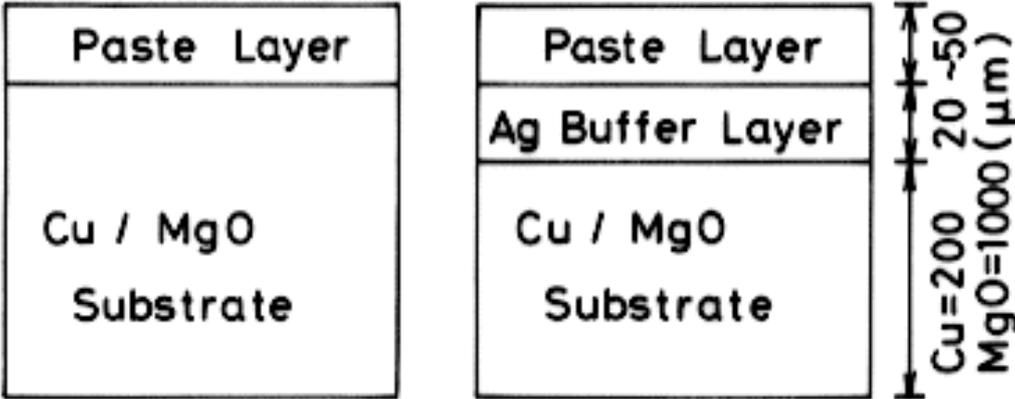


Fig. 2-11 An example of sample configuration.

2-4-3 実験結果

2-4-3-1 スピンコート法による Bi 系酸化物超電導体の開発

スピンコート法により作製された試料は熱処理により既に 2223 相を生成しており、その T_c は 104 K であった。この試料に、レーザー出力 = 40 W から 60 W, ビーム径 = 34 μm , 移動速度 = 0.025 mm/s の条件でレーザー照射をしたときの、照射回数に対する J_c の変化を Fig.2-12 に示す。出力 60 W で照射した結果では、2 回の照射までは未照射のときよりも J_c が増加した。この時の T_c の値に変化はなく照射の影響はみられなかった。 J_c 増加の理由としては、レーザー照射前の試料は 2223 相以外に部分的に 2212 相や他の非超電導相を含んでおり、このような相がレーザー照射により分解吸収され、質の良い超電導相の変化した結果、超電導相のつながりが改善されたためと思われる。しかし、5 回照射すると J_c は激減した。これは、照射回数が一定値を超えると、照射によるダメージが増加するとともに、2223 相が分解することによるものと考えられる。照射によって J_c が増加した例として重イオン照射による Bi 系 2212 テープ材の報告はあるが、本結果のような単純なレーザー照射による J_c 向上の報告は初めてである。本方法は、短時間での簡便な方法であることから、この方法を線材やバルク材に適用することによってこれらの材料の J_c の向上が期待できる。

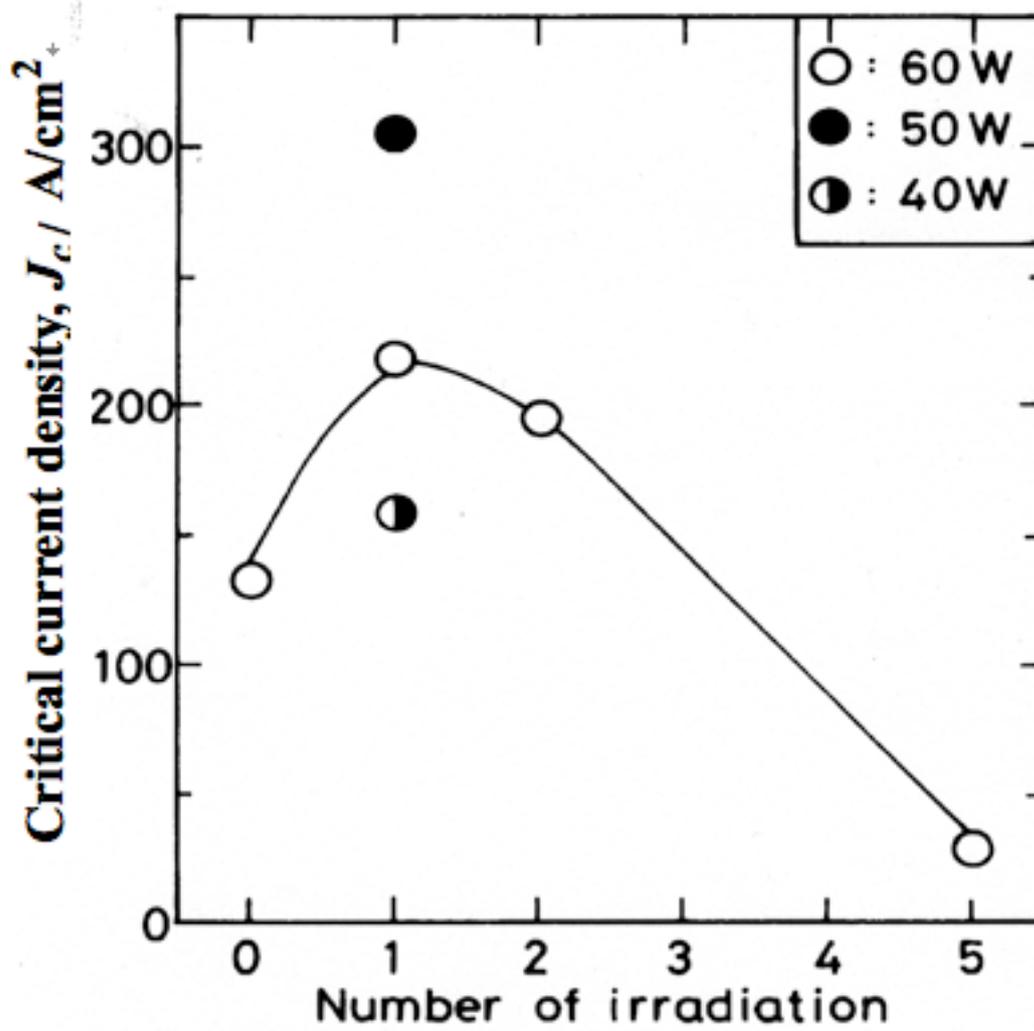
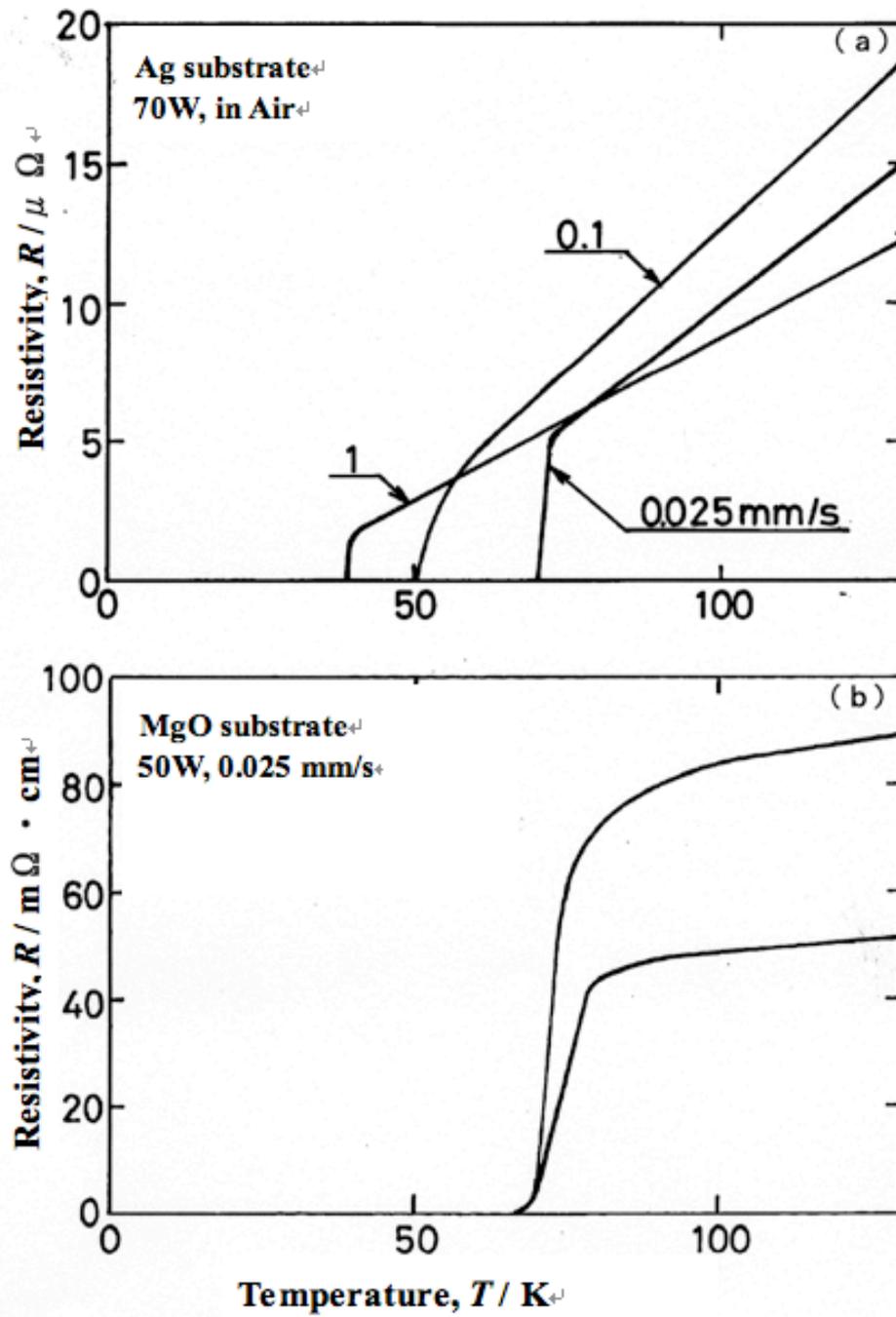


Fig. 2-12 Critical current density degradation of Bi-based oxide superconductor prepared by Spin Coat method.

2-4-3-2 スクリーンプリント法による Bi 系酸化物超電導体の開発

Fig.2-13 にスクリーンプリント法により作製された試料に、レーザー照射をした後の T_c 測定結果を示す。照射条件は Ag 基板 (Fig.2-13a) の場合、レーザー出力 = 70 W, ビーム径 = 34 μm である。図中の数字はそれぞれの移動速度を表している。MgO 基板 (Fig.2-13b) では、レーザー出力 = 50 W, ビーム径 = 34 μm , 移動速度 = 0.025 mm/s である。Ag および MgO 基板では、 T_c オンセットで約 80 K が観察された。また、いずれの場合も温度は低いものの、 $R=0$ の超電導性が得られ、 T_c ゼロの値は約 40 K から 70 K となった。Bi 系超電導体の T_c ゼロの値は、通常 2223 相で 110 K, 2212 相で 85 K, 2201 相で 10 K から 30 K であることから、今回得られた超電導体は 2212 相あるいは、2212 相と 2201 相の混合相であると考えられる。本研究において仕込み組成である 2223 相を得ることはできなかった。

Fig.2-14 はレーザー照射したスクリーンプリント法 Ag 基板試料の XRD 結果である。照射条件は、レーザー出力 = 70 W, ビーム径 = 34 μm , 移動速度 = 0.1 mm/s, 照射雰囲気 = Ar + Air (全圧 0.01 MPa) である。○は 2212 相, ●は 2201 相に対応するピークを示す。照射後の XRD 結果では、大気中で照射した結果と同様な 2212 相 + 2201 相の混合相が得られた。しかし、両相とも大気中での照射ではみられなかった強い c 軸配向性を示した。短時間の簡便なレーザー照射により c 軸配向が得られたことは非常に興味深い。酸素プア雰囲気中で熱処理された Bi 系 2223 相は c 軸配向することがよく知られており、本研究での c 軸配向性の向上は、この効果によるものと思われる。しかしながら、生成した超電導相は仕込み組成の 2223 相ではなく 2212 + 2201 の混合相であることから、今後 2223 相析出のための製作条件の検討が必要となろう。



(a) Sample with Ag substrate, (b) Sample with MgO substrate

Fig. 2-13 Resistivity transition curves for samples prepared using a screen print method.

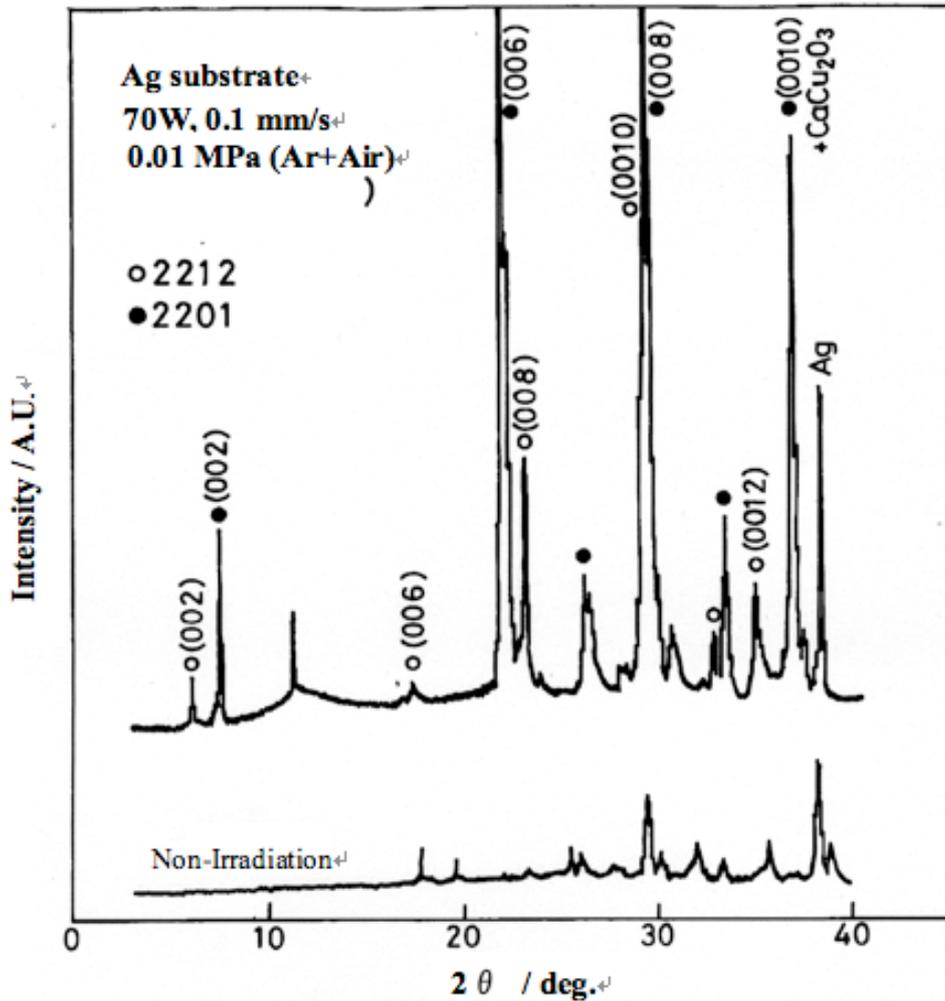
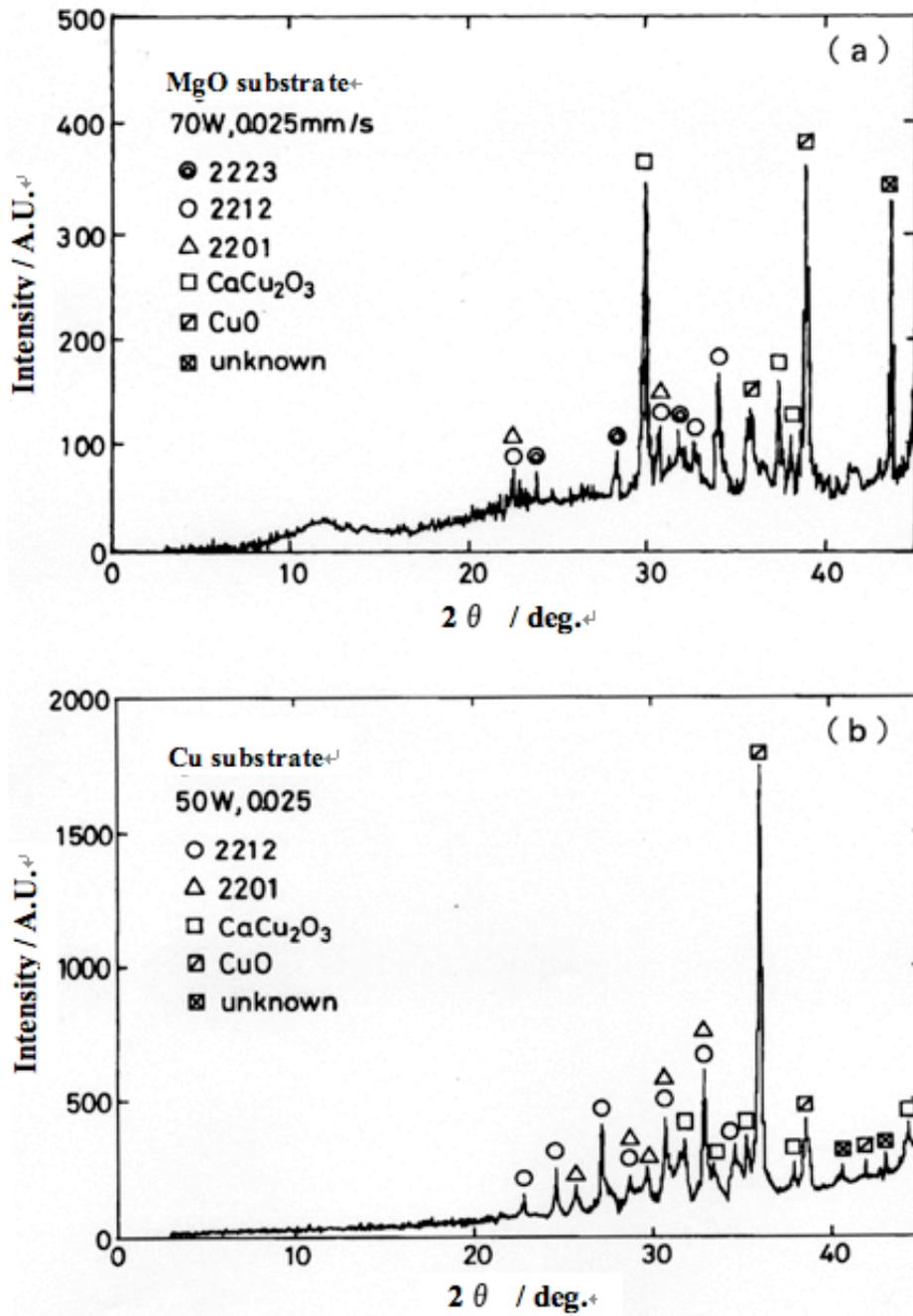


Fig. 2-14 X-ray diffractometry result obtained.

2-4-3-3 塗布法によるBi系酸化物超電導体の開発

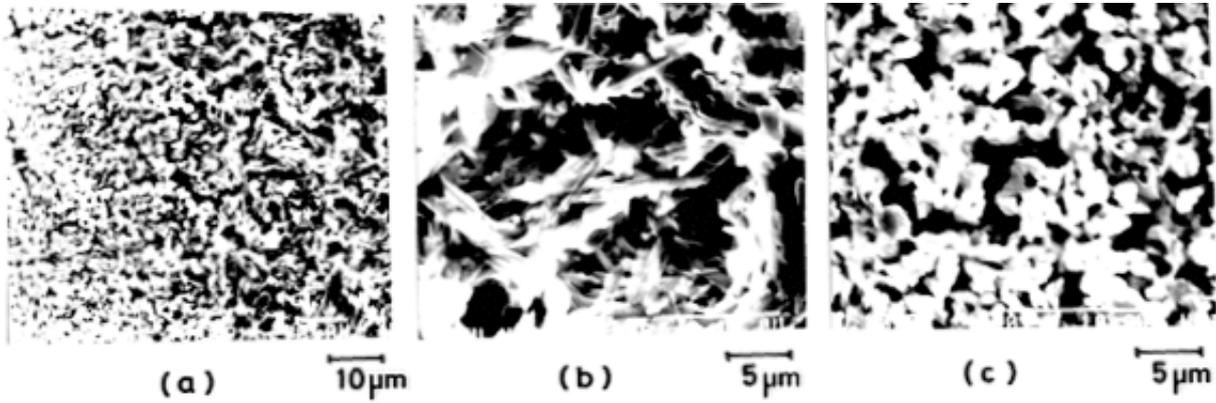
Fig.2-15 にレーザー照射した塗布法試料の XRD 結果を示す。基板は MgO (Fig.2-15a) および Cu (Fig.2-15b) である。照射条件は、レーザー出力 = 70 W (MgO 基板) および 50 W (Cu 基板)、また、ビーム径 = 34 μm 、移動速度 = 0.025 mm/s である。MgO 基板試料の場合、若干の 2223 相 (◎) ピークが観察されるものの、両試料とも仕込み組成 (2223) とは異なる 2212 相 (○) + 2201 相 (△) + Bi Free 相 (□) が観察された。いずれの場合も、配向性は認められなかった。Fig.2-15b における $2\theta = 35^\circ$ 付近の大きなピークは、レーザー照射よりペーストが基板から剥離したために露出した Cu 基板部分によるものである。



(a) Sample with MgO substrate., (b) Sample with Cu substrate.
Fig. 2-15 X-ray diffractometry results obtained.

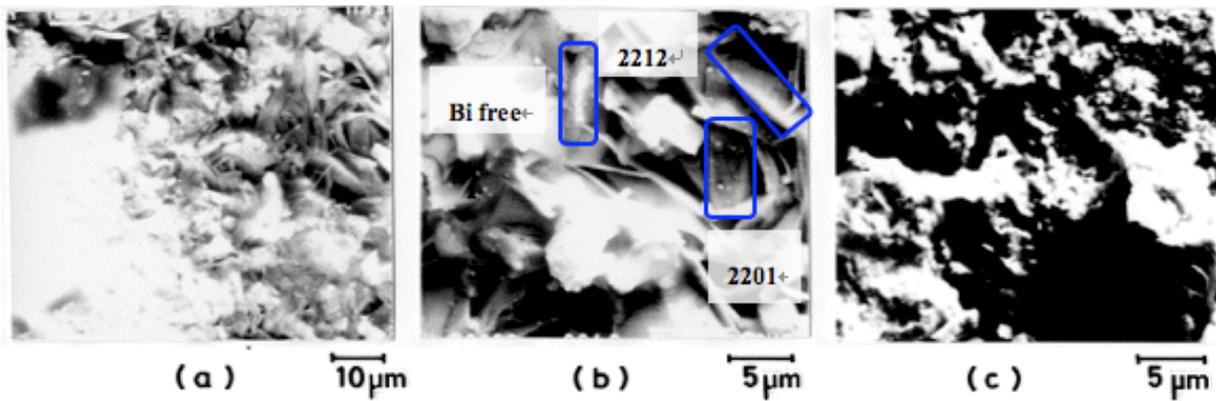
Photo 2-3 (a), (b), (c) に出力 = 70W, 移動速度 = 0.025 mm/s の条件で Cu 基板試料に照射をした試料表面の SEM 写真を示す。(a) のほぼ中央が相の境界であり、右側がレーザー照射によって生成した超電導相の領域、左側は未反応領域である。これらの領域を高倍率で観察した写真が (b) および (c) である。超電導相は、(b) に見られるように長さがおよそ 10 μm の針状組織をしており、EDX 分析をした結果、その組成は Ca リッチな 2212 相であった。また、写真に見られるとおり、超電導相は緻密ではなく多数の空隙やクラックが存在するとともに配向性は観察されなかった。(c) の未反応領域は、直径数 μm の粒状であり、その組成は前駆体と同様の 2223 であった。レーザー照射のスポット径は 34 μm であったが、照射によって成長した超電導相は基板幅の 5 mm 全域に観察された。このことは、基板が熱伝導のよい Cu であるためと移動速度が 0.025 mm/s と比較的遅いため、基板全体がレーザーにより加熱されたことによる。

Photo 2-4 (a), (b), (c) は、MgO 基板上に Ag のバッファー層を付けた試料に、出力 = 70 W, 移動速度 = 0.025 mm/s の条件で照射を行った場合の試料表面の SEM 写真である。Photo 2-3 の場合と同様に、(a) のほぼ中央が相の境界であり、その右側が超電導相領域で左側が未反応領域である。(b) および (c) は、それぞれを高倍率で観察した結果である。MgO 基板の場合、超電導相は一辺が 10 μm の板状に成長した結晶組織をしており、配向性はみられないものかなり緻密となった。MgO 基板の生成した超電導相の幅は、Cu 基板の場合よりもはるかに狭く、およそ 300 μm となった。また、未反応領域の組成は Cu 基板と同様に前駆体の 2223 組成であったが、Cu 基板のようなきれいな粒状ではなかった。EDX 観察の結果は写真 (b) に見られるように、2212 相および 2201 相とさらには CaCu_2O_3 化合物相が混合していた。この結果は X 線観察の結果とも一致した。 CaCu_2O_3 化合物相を分析した結果、Sr の少ない (Ca,Sr)CuO に近い組成であり、後述する Bi free 相に相当すると考えられる。



(a) Microstructure including a boundary between superconducting and non-superconducting Phase. (b) Superconducting phase. (c) Non-superconducting phase.

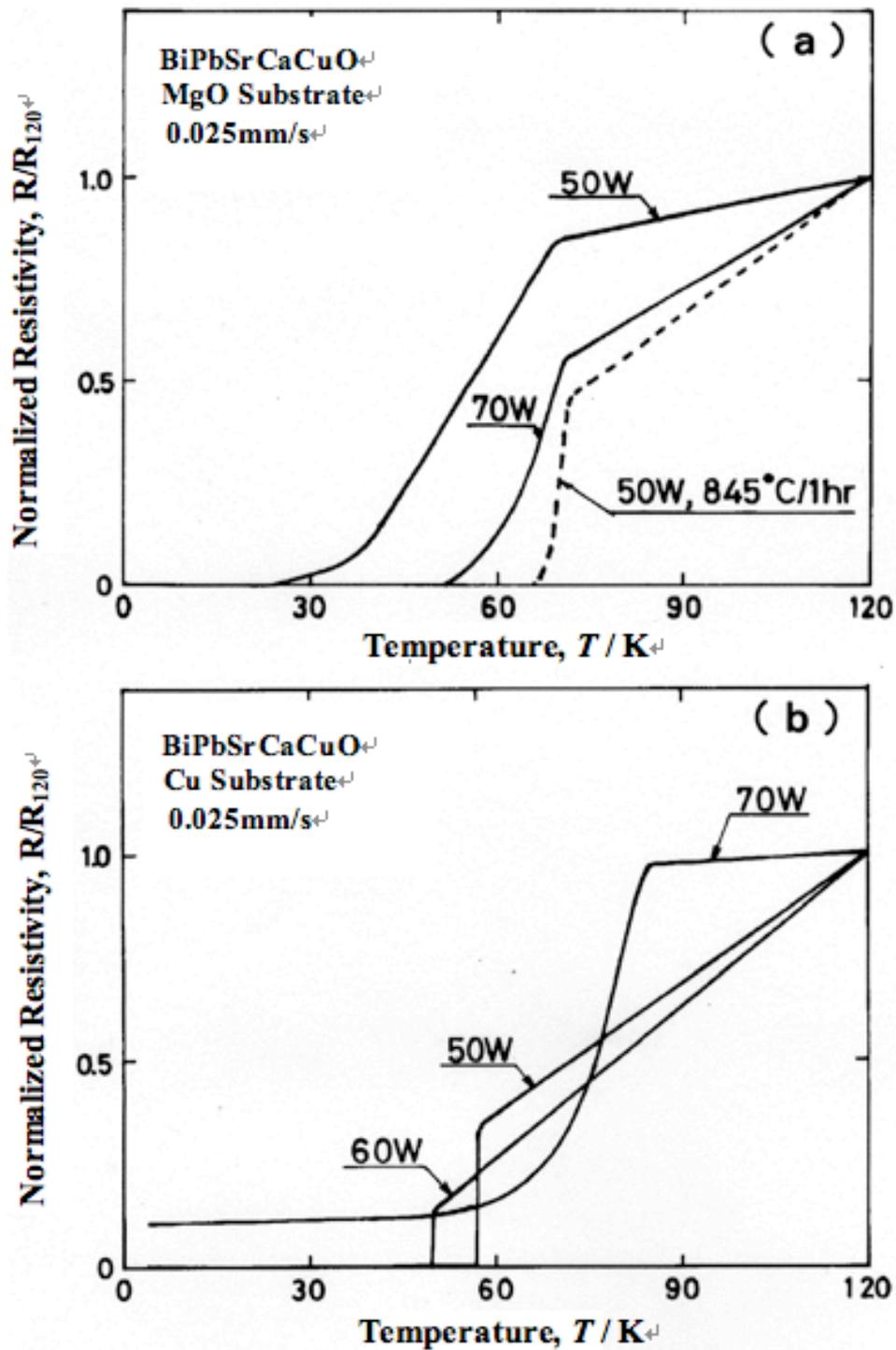
Photo 2-3 Scanning electron micrograph of irradiated surface of sample with Cu substrate.



(a) Microstructure including a boundary between superconducting and non-superconducting Phase. (b) Superconducting phase. (c) Non-superconducting phase.

Photo 2-4 Scanning electron micrograph of irradiated surface of sample with MgO substrate.

Fig.2-16 は、MgO 基板あるいは Cu 基板に塗布法を用いて作製した試料に、レーザー照射をおこなった後の T_c 測定結果である。照射条件はいずれも、レーザー出力 = 50 から 60 W, ビーム径 = 34 μm , 移動速度 = 0.025 mm/s である。縦軸は、それぞれの試料の 120 K の時の抵抗値で規格化して示した。MgO 基板 (Fig.2-16a) では、 T_c オンセットはいずれの場合も約 71 K であったが、 T_c ゼロは出力 50 W の試料で 23 K, 70 W の試料でも 51 K であり、その遷移曲線はブロードである。しかし、50 W の試料を 845 $^{\circ}\text{C}$ / 1h の条件で再熱処理をおこなうと、 T_c オンセットに変化はないものの、 T_c ゼロは約 66 K となり大きな T_c 特性の改善がみられた。Cu 基板 (Fig.2-16b) では、レーザー出力が 70 W の試料で T_c オンセット約 85 K が得られたが、4.2 K でも抵抗値はゼロとならなかった。50 W および 60 W では、シャープな遷移曲線を示したが、 T_c 特性はかなり低く、 T_c ゼロはそれぞれ 57 K および 50 K であった。このようにスクリーンプリント法試料と同様に塗布法試料においても、 T_c オンセット値は、金属基板では照射条件に大きく依存するが、MgO 基板ではほとんど依存しない傾向を示した。また、両製法とも 110 K 付近に遷移曲線の変化はなく、従って 2223 相の存在を確認することはできなかった。



(a) Sample with MgO substrate. (b) Sample with Cu substrate.

Fig. 2-16 Resistivity transition curves for samples prepared using a simple print method.

2-4-3-4 塗布法による Y 系酸化物超電導体の開発

ここまで、金属系超電導体として Nb_3Al , NbC を酸化物超電導体として Bi 系超電導体のレーザー照射による直接生成について考察してきた。酸化物超電導体は、高い臨界温度を有することから応用へのアプローチが数多く実施されている。その中でも、超電導材料による送電システムは、環境問題解決のキーテクノロジーとしても注目されている。既に米国のオルバニーにおいて、Bi 系超電導体においておよそ 350 m ではあるものの、実際の送電線として使用された実績がある²⁻³²⁾。しかし、Bi 系酸化物超電導体は交流損失などの低減のため、Y 系酸化物超電導体が次のターゲットとされ、オルバニーにおいて 1 部の区間をこの Y 系超電導体により試験が実施された²⁻³²⁾。このように、送電システムで有望視されている Y 系超電導体についても、レーザー照射による超電導特性改善について検討をした。

Fig.2-17 に塗布法により作製した Y 系 123 組成の前駆体（非超電導）に、レーザー出力 = 50 W, ビーム径 = 34 μm , 移動速度 = 0.5 mm/s の条件で照射した試料の XRD 結果を示す。照射前にはみられなかった 211 相 (○) や Y_2O_3 相 (●) のピークが観察された。しかし、超電導相である 123 相のピークは認められなかった。また、得られた 211 相の結晶粒は粗大であった。211 相が生成したことは、レーザー照射により前駆体が 1700 °C 以上の高温に加熱され、熔融状態から半熔融状態を経由して冷却されたことを示唆している。211 相は、有効なピンニングセンターとして機能するので、Y123 相にレーザーを照射することによる J_c 向上が期待できることも示唆している。

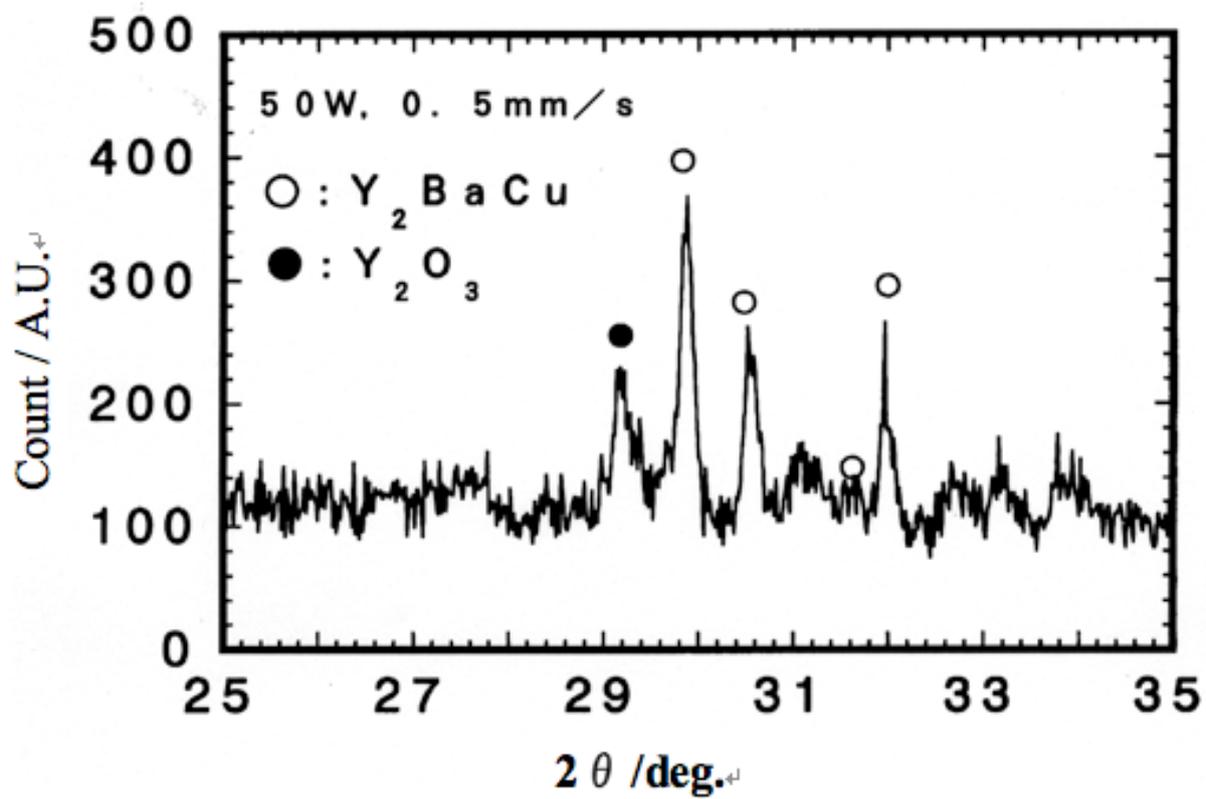


Fig. 2-17 X-ray diffractometry result obtained.

2-4-4 考察

2-4-4-1 Bi 系酸化物超電導体の開発

スクリーンプリント法あるいは塗布法により作製された試料に、レーザーを照射して得られた超電導相は、基板上に塗布した前駆体の仕込み組成 (2223 相) と異なり、2212 と 2201 の混合相であった。これは、レーザー照射条件が 2212 相生成のプロセスに近いと考えられる。加瀬ら²⁻¹⁶⁾は、2212 相の生成過程を明らかにするため、2212 相の部分熔融温度である 890 °C と徐冷中 880 °C、870 °C から急冷した 2212 相組成試料について、その結晶組織を観察した。その結果、890 °C では無配向で針状の 2201 相 + Bi free 相 + Cu free 相 + 液相から、880 °C では配向性のある板状 2201 相が、870 °C では c 軸配向した 2212 相が析出し、成長することを明らかにした。

本研究のスクリーンプリント法および塗布法試料への照射で得られた超電導体は、

(1) 金属基板および MgO 基板ともに、無配向な 2212 相と無配向な 2201 相の混合相であった。また、2212

相の XRD 解析ピークは MgO 基板の方が金属基板と比較して多く観察された。

(2) SEM による組織観察では、レーザー照射によって得られた相は、Cu 基板では針状であり、MgO 基板では板状に近い形であった。

(3) 金属基板および MgO 基板ともに照射条件によらず、 T_c オンセットは 85 K 以下であった。

これらの結果をもとに、レーザー照射と部分熔融熱処理との冷却過程における概念図を Fig.2-18 に示す。

図中実線で示したのはレーザー照射後の試料の予想冷却曲線である。すなわち、レーザー照射により試料表面は 890°C 以上に加熱され、まず無配向な針状の 2201 相が成長する。その後、金属基板では熱伝導率が高いため熱の拡散がすばやく進む。このため、板状の 2201 相に成長する温度領域内にとどまる時間が与えられないまま冷却されていく。一方、MgO 基板では熱伝導率が悪いと熱の拡散が遅くなり、この温度領域を通過する時間が多少延びるために、配向性はないものの板状の 2201 相が成長する。冷却速度は 870 °C 付近になると当初よりゆるやかになるため、両基板とも、無配向であるが 2201 相、2212 相へと成長する。特に MgO 基板の場合、金属基板と比較して冷却速度が遅くなるため、2212 相の生成量が多くなると考えられる。部分熔融法による熱処理では、880 °C 付近を徐冷することにより配向性の良い超電導相が得られる。しかし、今回の照射条件では、この温度領域をすばやく通過してしまうため、無配向の超電導相が得ら

れたと考えられる。また、Cu free相の析出や 2223 相が成長しにくい原因も、レーザー照射試料の冷却速度の大きいことに起因していると考えられる。

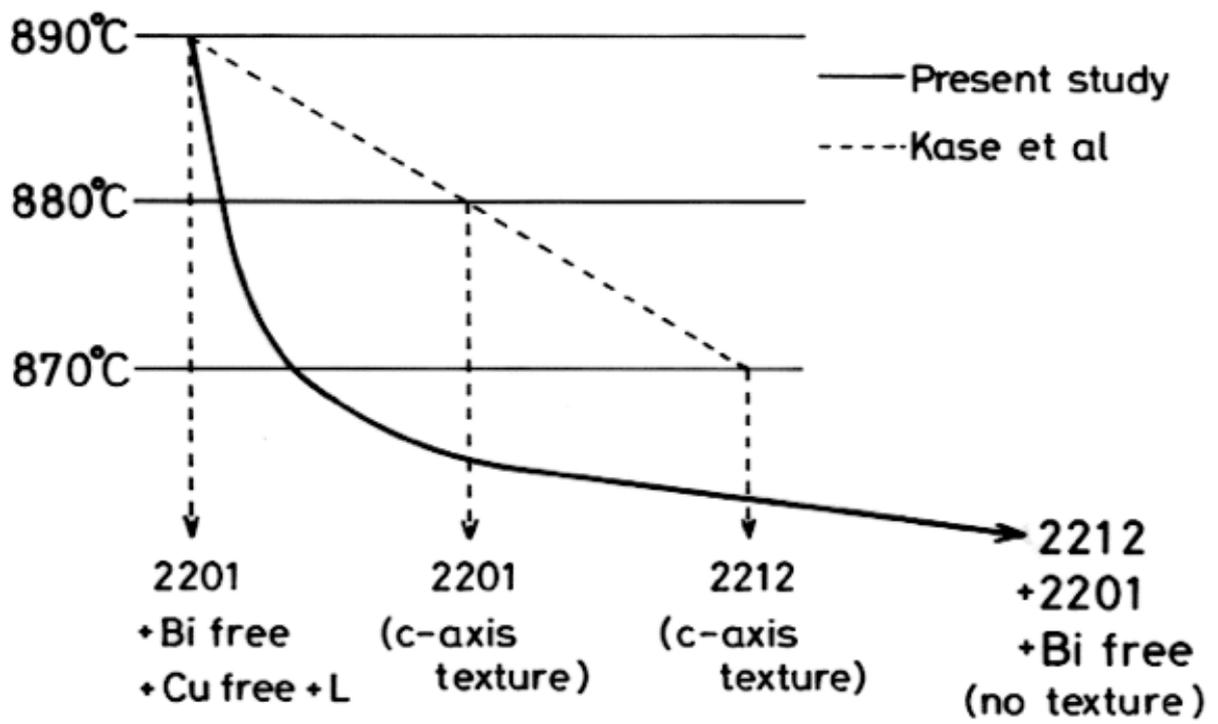


Fig. 2-18 Comparison of heating and cooling conditions occurring in partial-melt method and present study.

2-4-4-2 Y系酸化物超電導体の開発

塗布法により作製された試料に、レーザーを照射して得られた相は目的の 123 相ではなく、ピンニングセンターとして有効といわれている 211 相であった。通常の熱処理から得られる Y 系 123 相は、 J_c 特性の向上が 1 つの課題となっている。そこで、QMG (Quench Melt Growth) に代表されるような熔融状態からの徐冷によりピンニングセンターを導入し特性の改善を図っている。すなわち、原料を 1700 °C 以上の高温の熔融状態で十分に保持し、そこから温度をおよそ 100 °C 下げ、半熔融状態にする。このとき 211 相 + 液相となる。この状態から徐冷すると、211 相が核となり回りの液相を吸収し、123 相が成長する。211 相はすべてが 123 相に成長せずに 211 相にそのまま残留しピンニングセンターとなると報告されている²⁻³³⁾~²⁻³⁵⁾。

今回の塗布法の結果では、レーザーを短時間照射することにより、急熱による半熔融状態から、その後の急冷によって 211 相を晶出できた。本作製法は従来法に比べて 211 相を短時間かつ簡便に晶出できる特徴があり、今後、このような 211 相を予め晶出させた試料に再熱処理を施すことにより、超電導相である 123 相を成長させ、残留する 211 相をピンニングセンターとして有効に活用できる可能性がある。また、211 相の粒径や微細分散のための照射条件の最適化を図ることが今後の課題となるであろう。

2-5 超電導体開発プロセスに関するメタデータ

本研究で開発した方法により、金属系超電導体と酸化物系超電導体の製造を試み、レーザー照射による熱的非平衡状態を実現することにより容易に Nb₃Al や Bi2212 相の生成および Y211 相を晶出させることが可能であることが明らかとなった。このように、レーザー照射による超電導体開発は有効であり、その開発プロセスや手法を記述したデータを蓄積し、研究者間で共有データとすることは、今後の超電導開発にとって重要である。

そこで、本研究におけるファクトデータやメタデータについてデータベースの観点から考察する。Table2-4 は、超電導材料の開発プロセスを記述するメタデータを創出するための一例である。本研究では、開発材料、超電導体製造過程、試料名、試料状態、解析結果、特性測定結果、計算結果、その他と未分類に分類することができる。また、本研究では創出されなかったが、超電導体作成過程において必要と思われる

データ（未分類）としては、熱処理条件、臨界磁場、ひずみ効果、帯磁率、交流損失や高分解能電子顕微鏡結果などのデータが考えられる。データベースとして整理する場合は、これらのデータを識別するためのキーワード（例えば試料名）や特性測定等では単位（Unit）情報が必要であるとともに、イメージデータの表示形式（例えば、tiff や jpeg 形式など）も予め統一しておくことが必要となるであろう。

データの共通化を図る場合に有効である XML 技術では、データを任意のタグで囲いデータファイルとする。その際に使用するタグは、W3C²⁻³⁶⁾ の XML Schema では、利用者が任意に決定できるが、データの共有・交換の観点から、共通性と汎用性のあるタグ名を使用する必要がある。Fig.2-19 と Fig.2-20 は、このような目的のための XML Schema 定義のタグリストであり、Fig.2-21 は、このタグリストに基づいて作成した XML データファイルをブラウザ表示させた例である。これは、MatDB/MatML に準拠した XML Schema によるデータ書式であり、超電導材料データを XML で記述するためのものである。このリストは、本研究での第1段階としての XML 書式の提案（1st Recommend）である。

また、メタデータを取り扱う上で重要なことは、超電導材料開発に関する用語の統一である。現在、JIS から超電導関連用語として、JIS H 7005(1999)が示されている²⁻³⁷⁾。ここに記載されている用語は、およそ 250 語程度であり十分な用語数とは言いがたい。しかしながら、多くの範囲をカバーしていることと国際規格である IEC 60050/IEV 815(1998)²⁻³⁸⁾ との整合性があることから超電導用語の統一に有用な用語集である。超電導材料開発における種々のデータを共有するためには、今後の超電導に関する用語集の拡張が望まれる。

Table 2-4 Data categorization for processing of superconducting materials.

Category	Items	Examples
Target	Chemical Formula	Nb ₃ Al, Bi2212, Bi2223, Y123, etc
	Main Element	Nb
Process	Sample preparation method	Screen Print
	Chemical Composition	Nb=75mass%, Al=25mass%
	System constitution	
Sample name	Specimen heat	
	Specimen name	Nb3Al-S01
Sample condition	Shape	Plate, Tape, Bulk
	Precursor	Yes
	Substrate	MgO, Cu, Nb
	Buffer	Ag
Analysis	X-ray diffraction pattern, EPMA, EDX	
Measurement	Critical Temperature (T_c), Critical Current (I_c)	
Calculation	n-value	
Other	SEM (Image), Compare to the other researche results, etc	
Unknown	Heat treatment, H_{c2} , $J_c - B$ Curve, Strain Effect, Susceptibility, AC loss, TEM, etc	

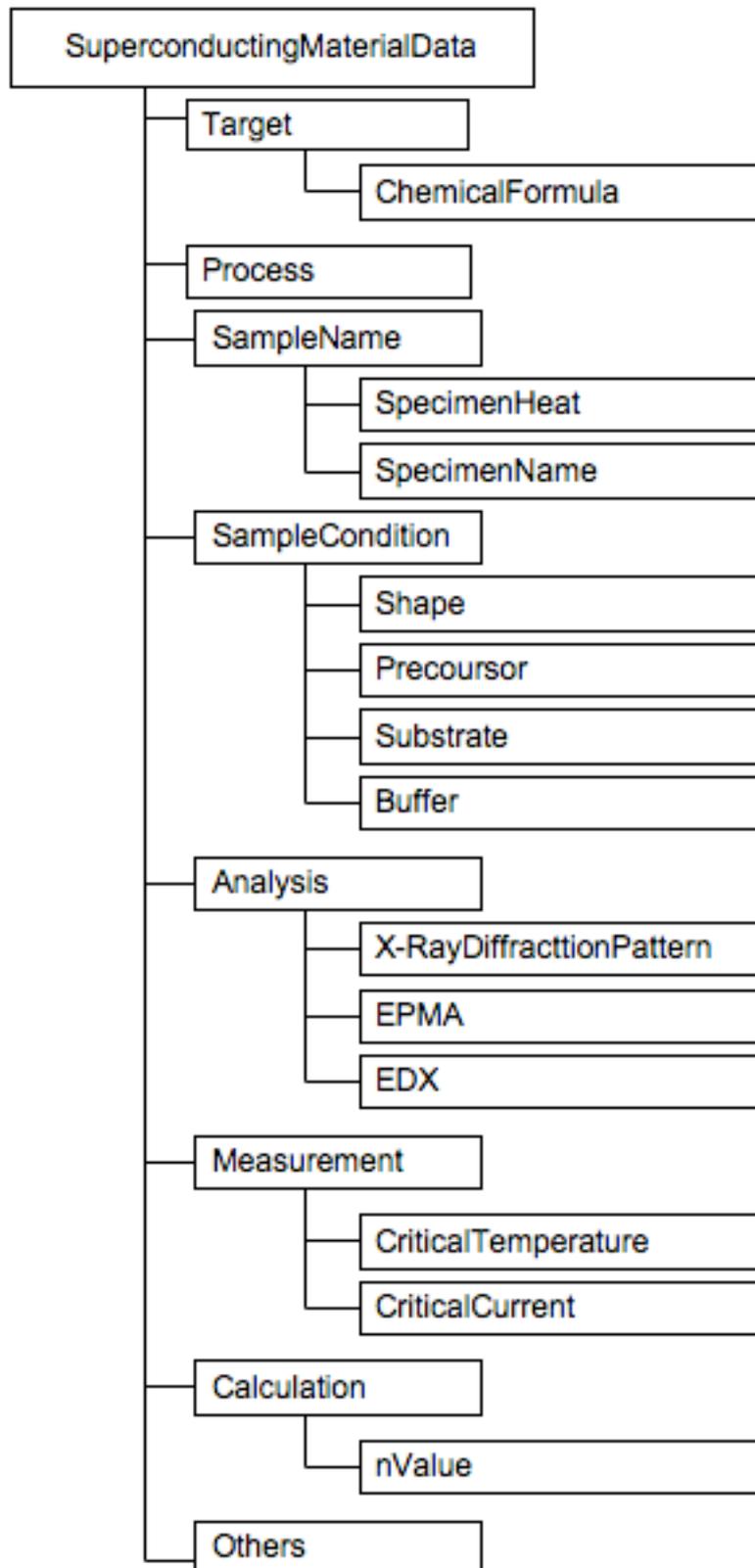


Fig. 2-19 Example of a tag structure for a superconducting material.

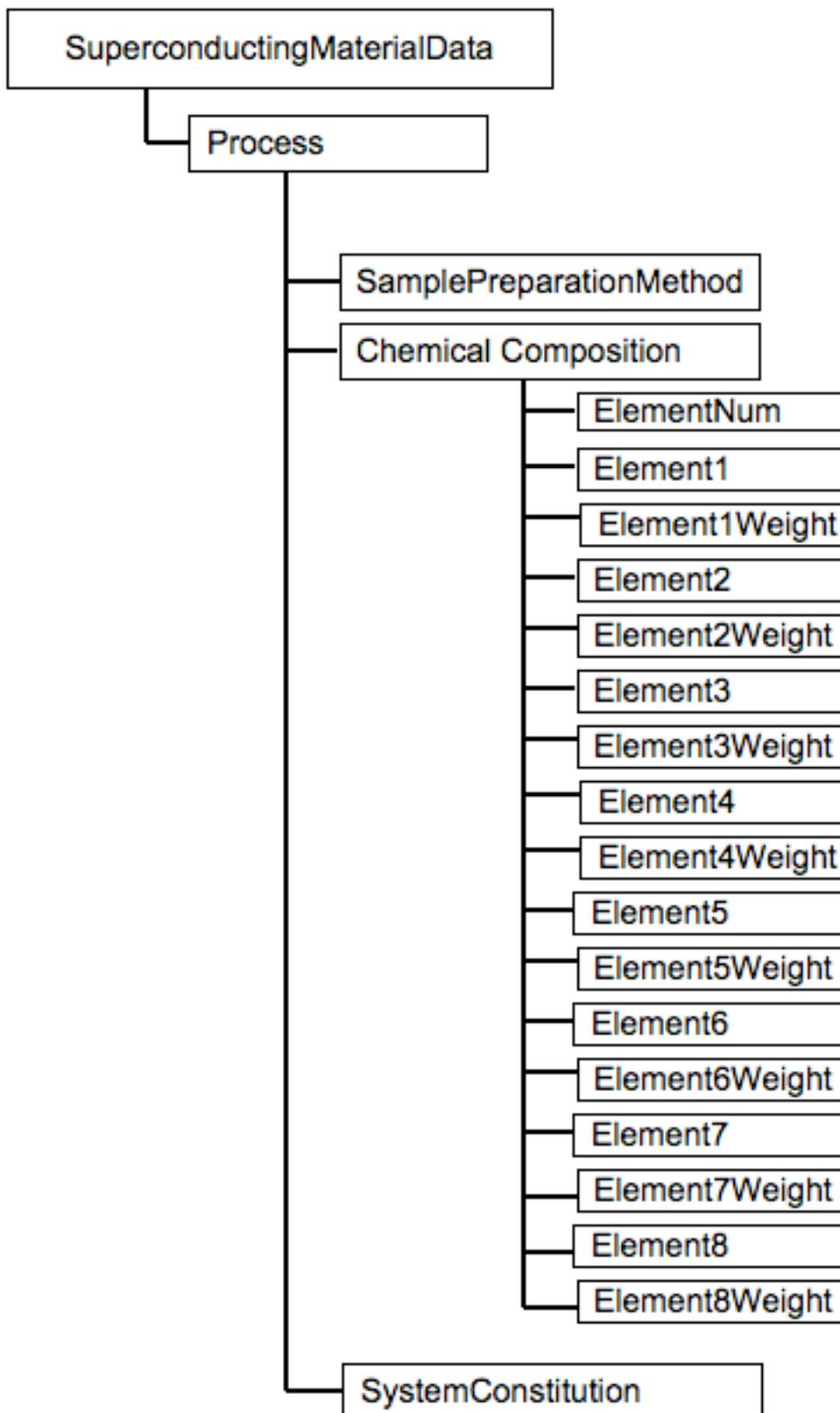


Fig.2-20 Example of a tag structure of processing for a superconducting material.

```

- <SuperconductingMaterialData>
- <Target>
  <ChemicalFormula>Nb3Al</ChemicalFormula>
  <MainElement>Nb</MainElement>
</Target>
- <Process>
  <SamplePreparationMethod>ScreenPrint</SamplePreparationMethod>
  - <ChemicalComposition>
    <ElementNum>2</ElementNum>
    <Element1>Nb</Element1>
    <Element1WeightUnit="mass%">75</Element1Weight>
    <Element2>Al</Element2>
    <Element2WeightUnit="mass%">25</Element2Weight>
  </ChemicalComposition>
  <SystemConstitution/>
</Process>
- <SampleName>
  <SpecimenHeat/>
  <SpecimenName>Nb3Al-S01</SpecimenName>
</SampleName>
- <SampleCondition>
  <Shape>Plate</Shape>
  <Precursor>Yes</Precursor>
  <Substrate>MgO</Substrate>
  <Buffer>Ag</Buffer>
</SampleCondition>
<Analysis/>
- <Measurement>
  <CriticalTemperatureUnit="K">18.6</CriticalTemperature>
  <CriticalCurrentUnit="A">46.3</CriticalCurrent>
</Measurement>
<Calculation/>
<Other/>
</SuperconductingMaterialData>

```

Fig. 2-21 Browser display of XML schema for development of superconducting materials using YAG laser irradiation.

2-6 結論

YAG レーザーを中心とした超電導相製造装置を開発し、化学反応法等による前駆体に、基盤加熱や後熱処理をすることなく、レーザー照射のみによる単純な方法で金属系超電導体および酸化物系超電導体の生成を実施し以下の結論を得た。

- (1) 今回開発した作製法により、高温でのみ化学量論組成になる Nb₃Al のような化合物相を、熱的非平衡状態をレーザーにより容易に実現し、生成することが可能であることを明らかにした。
- (2) Bi 系酸化物超電導体の原料（非超電導体）に、短時間のレーザー照射のみにより 2212 相を晶出させることに成功した。
- (3) 通常熱処理により作成された Bi 系酸化物超電導体へのレーザー照射により、 J_c 特性が改善されることを明らかにした。
- (4) Y 系酸化物超電導体へのレーザー照射により、 J_c 特性の改善に大きく寄与する 211 相を短時間で晶出させることに成功した。

本研究の作製法は、短時間で簡便な方法であるばかりでなく、試料への加熱はレーザー照射のみにより行い、照射中の基板には強制的に加熱および冷却を行わなかった。その結果、比較的正確な照射条件の制御が可能であった。また、薄膜状試料への応用が可能であることから、電子デバイス等の分野で期待されている、新超電導体の製造方法として有効と思われる。しかし、本研究の製法では、実用レベルの特性値は得られておらず、さらに試料作製法や照射条件の最適化が必要であろう。

また、本研究での超電導体生成過程において得られたデータについて、データベースデータとしてのデータ形式について検討し以下の結論を得た。

- (1) データベースへの蓄積データとしての分類は、実際のデータベース検索での有用性を考慮すべきである。
- (2) データ共有や交換を目指す場合は、データ形式や用語の統一が不可欠である。
- (3) データの統一には、XML Schema などの技術を導入する必要がある。
- (4) 上記 (1)~(3) を考慮した、超電導材料データベース構築における第 1 段階としてのスキーマを Fig. 2-19 および Fig. 2-20 として提案した。しかしこのスキーマは、データ共有や交換に際しての最適なスキーマとはいえず、今後、超電導材料開発の専門家等との検討を重ね、さらに有用なスキーマへの更新が必要となる。

第2章の参考文献

- 2-1) S. Sudo et al.: Plasma Phys. Control. Fusion, **45**(2003) 1127-1142
- 2-2) T. Ando et al.: IEEE Transactions of Applied Superconductivity, **12**(2002) 500-503
- 2-3) Y. Ozaki, O. Furukimi, S. Kakihara, M. Shiraishi, N. Morita and K. Nohara: IEEE Transactions of Applied Superconductivity **12**(2002) 1248-1251
- 2-4) A. D. Corte et al.: IEEE Transactions of Applied Superconductivity **7**(1997) 763-765
- 2-5) S. Mukoyama et al.: Cryogenics **45**(2005) 11-15
- 2-6) J. Yuan, G. X. Shen, C. Wang, B. Wu and P. Qu: Physica C **415**(2004) 189-196
- 2-7) W. Iwasa: Physica C **445**(2006)1088-1094
- 2-8) F. Mishima, S. Takeda, Y. Izumi and S. Nishijima: IEEE Transactions of Applied Superconductivity **17**(2007) 2303-2306
- 2-9) T. Takeuchi, T. Asano, Y. Iijima and K. Tachikawa: Cryogenics **21**(1981) 585-590
- 2-10) Y. Iijima, M. Kosuge, T. Takeuchi and K. Inoue: Advances in Cryogenic Engineering **40**(1994) 899-905
- 2-11) K. Egawa, Y. Kubo, T. Nagai, T. Sone, K. Hiramoto, O. Takagi, H. Kitakoga, M. Wake, T. Shintomi and S. Nakayama: Advances in Cryogenic Engineering **50**(2004) 403-409
- 2-12) M. Wake, T. Shintomi, S. Nakayama, K. Egawa, T. Nagai, Y. Kubo, T. Sone, K. Hiramoto, O. Taguchi and H. Kitakoga: Advances in Cryogenic Engineering **50**(2004) 410-416
- 2-13) Y. Tanaka, Y. Ishizuka and H. Maeda: Physica C **252**(1995) 339-347
- 2-14) T. Asano, Y. Tanaka, M. Fukutomi, K. Jikihara, J. Machida and H. Maeda: Jpn. J. Appl. Phys. **27**(1988) 1652-1654
- 2-15) H. Kumakura, H. Kitaguchi, K. Togano, H. Maeda, J. Shimoyama, S. Okayasu and Y. Kazumata: jpn. J. Appl. Phys. **29**(1990) 451-457
- 2-16) J. Kase, K. Togano, H. Kumakura, D. R. Dietderich, N. Irisawa, T. Morimoto and H. Maeda: Jpn. J. Appl. Phys. **29**(1990) 1096-1099

- 2-17) J. Shimoyama, N. Tomota, T. Morimoto, H. Kitaguchi, K. Togano and H. Maeda: Jpn. J. Appl. Phys. **31**(1992) 1328-1331
- 2-18) M. Murakami, M. Morita, K. Doi and K. Miyamoto: Jpn. J. Appl. Phys. **28**(1989) 1189-1194
- 2-19) M. Morita, K. Miyamoto, K. Doi, M. Murakami, K. Sawano and S. Matsuda: Physica C **172**(1990) 383-388
- 2-20) T. Minamikawa, Y. Yonezawa, S. Ohtsubo, T. Maeda, A. Moto, A. Morimoto and T. Shimizu: Jpn. J. Appl. Phys. **27**(1988) 619-621
- 2-21) R. C. Estler, N. S. Nogar, R. E. Muenchausen, R. C. Dye, C. Flamme, J. A. Martin, A. R. Gracia and S. Flotyn: Mater Lett. **9**(1990) 342-349
- 2-22) S. Ohtsubo, T. Minamikawa, Y. Yonezawa, T. Maeda, A. Moto, A. Morimoto and T. Shimizu: Jpn. J. Appl. Phys. **27**(1988) 2442-2444
- 2-23) H. WADA, M. YUYAMA, T. KURODA, K. ITOH, Y. NIIMURA, S. SHIMOMURA, S. SHINOHARA: Advances in Cryogenic Engineering(Materials) **2**(1991) 980-984
- 2-24) T. Takeuchi, T. Kuroda, K. Itoh, M. Kosuge, Y. Iijima, T. Kiyoshi, M. Matsumoto and K. Inoue: J. Fusion Energy **11**(1992) 7-18
- 2-25) Y. Iijima, M. Kosuge, T. Takeuchi and K. Inoue: Advances in Cryogenic Engineering Materials **42**(1996) 1447-1454
- 2-26) B. W. Roberts: NBS Technical Note **482**(1969)
- 2-27) M. Kosuge, Y. Iijima, T. Takeuchi and K.: IEEE Transactions on Applied Superconductivity **3**(1993) 1010-1013
- 2-28) Hitoshi WADA, Michinari YUYAMA, Tsuneo KURODA, Kikuo ITOH, Y. NIIMURA and S. SHINOHARA: Advances in Cryogenic Engineering(Materials) **2**(1991) 980-984
- 2-29) H. Kumakura, K. Togano, K. Tachikawa, Y. Yamada, S. Murase, E. Nakamura and S. Sasaki: Appl. Phys. Lett., **48**(1986) L601-L603
- 2-30) Y. Yamada, S. Murase, E. Nakamura, H. Kumakura, K. Togano and K. Tachikawa: Cryogenics,

26(1986) L615-L620

2-31) H. Koinuma, Y. Takemura, T. Hashimoto, K. Takeuchi and K. Fueki: Jpn. J. Appl. Phys.,

27(1988) L652-L654

2-32) 湯村洋康, 芦辺祐一, 大屋正義, 渡部充彦, 滝川裕史, 増田孝人, 廣瀬正幸, 八束健, 伊藤秀樹, 畑良輔: SEI テクニカルレビュー, **174**(2009) 95-104

2-33) Jin S., Tiefel T., Sherewood R., van Dover, Davis M., Kammlott G. and Fannacht R.: Phys. Rev. B

37(1988) 7850-7853

2-34) M. Murakami, M. Morita, K. Doi and K. Miyamoto: Jpn. J. Appl. Phys. **28**(1989) 1189-1194

2-35) M. Morita, K. Miyamoto, K. Doi, M. Murakami, K. Sawano and S. Matsuda: Physica C **172**(1990)

383-388

2-36) World Wide Web Consortium: <http://www.w3.org/>

2-37) Terms and definitions related to superconductivity: JIS H 7005(1999), Japanese Industrial Standard

2-38) IEC 60050/IEV 815: International Electrotechnical Vocabulary Chapter 815: Superconductivity

第3章 超電導材料の特性評価に関する標準化

3-1 緒言

酸化物超電導体は、その臨界温度が高いことから実用化に対する期待は世界的に高まっている。一方、材料が多様化することにより、従来の測定技術による評価が必ずしも適用できない状況が生じている。これに対応するには、新たな超電導材料の特性を適切に測定・評価する技術を確立するとともに、超電導特性を評価する方法を統一し、標準的な測定法を確立することが重要である。標準測定法の確立は、1982年にパリのベルサイユで開催されたサミットにおいて、新素材に関する国際標準の多国間共同プロジェクトが採択された。いわゆる VAMAS (Versailles Project on Advanced Material and Standards) と呼ばれるプロジェクトである。VAMAS では、先進材料の開発や利用促進を図るため、材料の標準評価法や標準化を目標としている。超電導材料に関しては、1986年に TWA6 (Technical Working Area 6) 「超伝導・極低温構造材料」が設置され、実用超電導材料の試験評価技術標準化研究が開始された^{3-1),3-2)}。Table 3-1 に、この TWA の分野構成を示す。TWA6 はその後、超電導材料に関する TWA16 と極低温構造材料に関する TWA17 に分かれて研究が実施された。TWA で決定された材料の標準化を実施するため、日米欧の産学官が一体となった Technical Working Party (TWP) が組織され、金属材料技術研究所 NRIM (現在は (独) 物質・材料研究機構 NIMS) の太刀川 恭二が議長となり金属材料技術研究所内に和田 仁をリーダーとする TWP Office を開設し、超電導材料の標準化を推し進めた。Fig.3-1 に TWP の構成を示す。TWP には、日本の国立研究所として NRIM, 電子総合技術研究所 (現在は (独) 産業総合技術研究所), 原子力研究所 (現在は (独) 原子力研究機構) の 3 機関が、大学としては、秋田大学, 岩手大学, 九州大学, 大阪大学, 東京大学の 5 機関が、企業からは、古河電気工業 (株), 日立製作所日立研究所, 日立電線 (株), (株) 神戸製鋼, (株) 東芝の 5 社が参加した。外国の参加は、オーストリア, ベルギー, ドイツ, フランス, イタリア, オランダ, イギリス, アメリカの 8 カ国となっている。このような参加機関により、国内・国際ラウンドロビンテスト (RRT: Round Robin Test) を実施し、超電導材料に関する特性評価の標準化を検討した。著者は、この TWP Office の一員として標準化をサポートするとともに、超電導体の標準臨界電流測定に関して、米国の国立標準局である NIST (National Institute for Standards and Technology) との国際共同研究に参画し、2 ヶ月間 NIST のある米国コロラド州ボルダーに滞在し、超電導体の臨界電流標準測定

法についての研究に従事した。

本研究は、このような背景のもと、超電導材料の特性測定に関する標準化について、NIST との国際共同研究の内容を中心に検討する。また、超電導体の標準的な臨界電流測定から得られるデータ諸項目について、データベースデータとして取りまとめるための仕様についても検討し、今後の超電導材料開発に有用なデータのデータベース化を考察する。

Table 3-1 Technical working areas of VAMAS. ³⁻¹⁾

TWA Number	Working area
1	Wear Test Method
2	Surface Chemical Analysis
3	Ceramic
4	Polymer Blends
5	Polymer Composites
6	Superconducting and Cryogenic Structural
7	Bioengineering Materials
8	Hot Salt Corrosion
9	Weld Characteristics
10	Materials Databanks
11	Creep Crack Growth
12	Efficient Test Procedures for Polymer Properties
13	Low Cycle Fatigue
14	The Technical Basis for a Unified Classification System for Advanced Ceramic

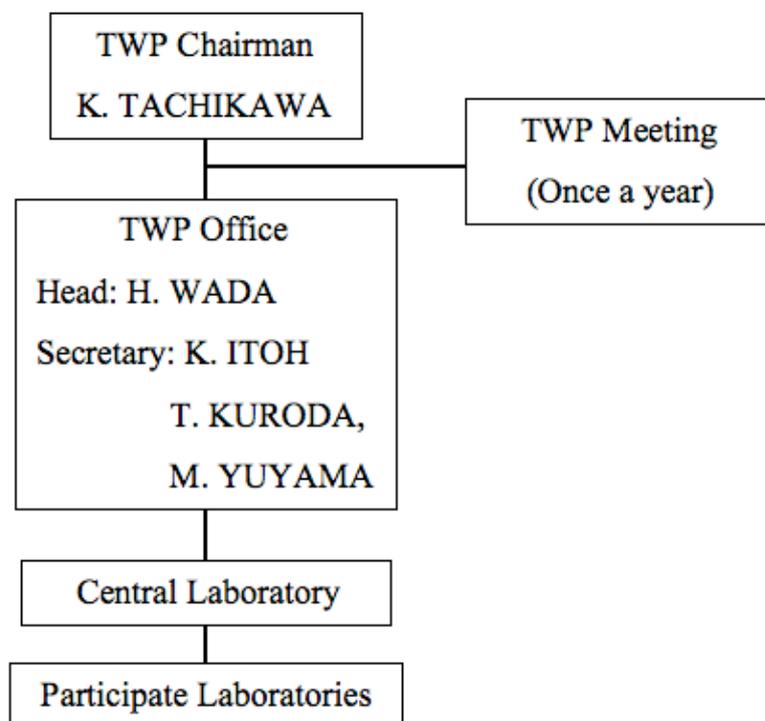


Fig.3-1 Structure and operation of TWP. ³⁻²⁾

3-2 臨界電流自動測定と2次微分

3-2-1 はじめに

超電導体の有用性は、通常、3つの臨界特性値（臨界電流、臨界温度、臨界磁界）により評価される。特に臨界電流（あるいは臨界電流密度）は、実用性の観点から非常に重要な特性値である。臨界電流測定時に超電導体に生じる電圧は、次の3つの要素から成り立っていることがよく知られている。

- (1) 磁束フローにより超電導体内部（多芯線の場合1本の超電導芯線内）に生じる本来の超電導遷移
- (2) 超電導体の特性や断面積の不均一性
- (3) 芯線間の不均一性によるマトリクス金属への分流によるもの

また、超電導体の電圧-電流特性（V-I特性）は、しばしば次式によって表される。

$$V = const. \times I^n \quad \dots \dots \dots (3-1)$$

この時の n は超電導状態から常電導状態への遷移の急峻さを表し、典型的な試料でその値は10 から 100 となる。臨界電流値 (I_c) は、ある判定基準（例えば $1 \mu\text{m/cm}$ の電界）での電流値として定義されている。

ところで (3-1) 式は限られた電圧範囲でのみ成立することはよく知られているが、超電導体の質をより定

量的に評価するためには、電圧の2次微分 ($\frac{d^2V}{dI^2}$) をとることが有効であると報告されている^{33)~36)}。

電圧の2次微分は、通電電流に対し、上に凸の鋭い釣り鐘型曲線（ベルカーブ）となる。これは、多芯線においては超電導芯の I_c 分布を示すものである。即ち、分布のピーク位置から (1) に対応する平均的な I_c が、分布幅から (2) と (3) に対応する導体の質（均一性）を評価することができる。このように電圧の2次微分を求めることは、導体の質に関する情報を得る上で、有効な手段となる。

ところで、2次微分曲線を得るには、ノイズによる誤差や高電圧側での測定による試料加熱等の問題が生じてくる。そのため、測定およびデータ収録技術が問題となる。

そこで、本研究では、コンピュータおよび高感度計測装置と超電導シミュレータを組み合わせ、臨界電流自動測定システムを開発し、その有用性について検討を行った。

3-2-2 実験方法

本研究で開発した、臨界電流自動測定システムのブロック図を Fig.3-2 示す。この装置は、制御及びデータ収録用コンピュータ (HP9832: 米国ヒューレットパッカード社), 超電導シミュレータ, 試料電源 (10A, 400A), 制御用低電圧電源 (K230: 米国ケースレイ社), 電流モニター用マルチメータ (K199: 米国ケースレイ社), 試料電圧測定用高感度ナノボルトメータ (K182: 米国ケースレイ社) で構成されている。コンピュータと各計測類は HP-IP バス (IEEE488 規格) により接続し通信を行っている。また、コンピュータには、3.5" フロッピーディスク (FDD) とプリンター (PRT) およびプロッター (PLT) を接続し、データ集録中および集録後にデータを即時に出力できるように工夫した。

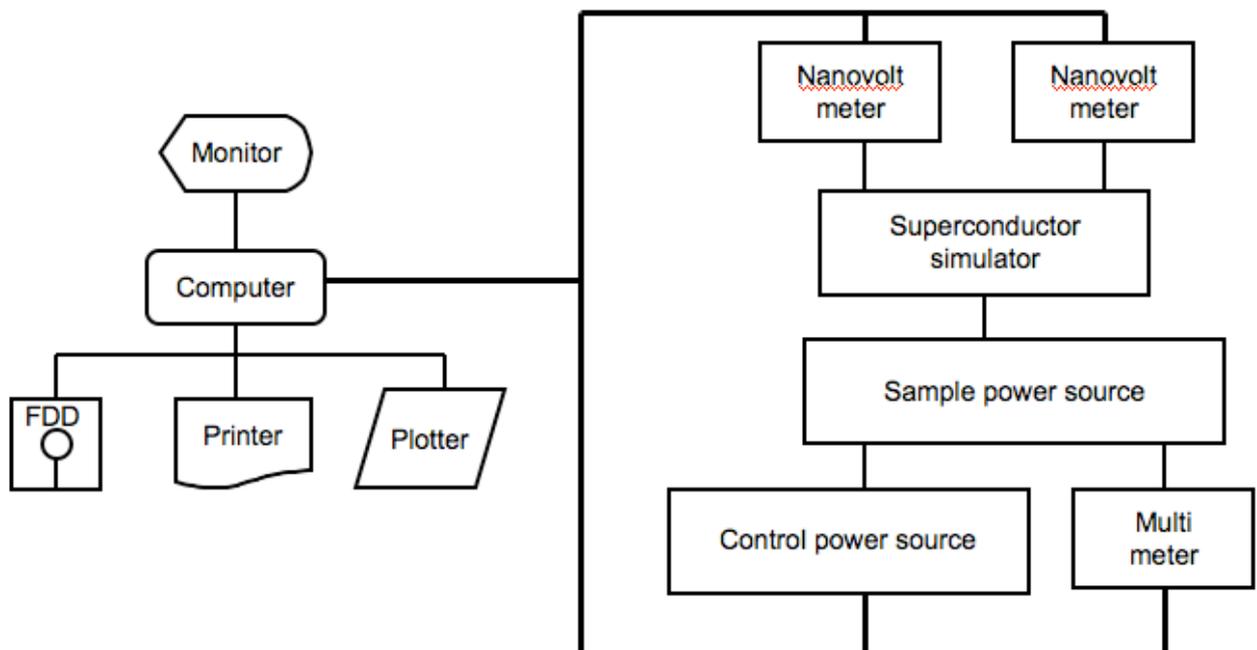


Fig.3-2 System block diagram for I_C measurement.

開発したシステムでは、超電導シミュレータを使用して臨界電流自動測定プログラムを開発した。超電導シミュレータは、超電導体の電圧-電流特性を擬似的に再現できる電気回路であり、プログラム開発に有効である。本シミュレータは、NISTにおいて作成されたものであり、3ヶ月間の ΔI_c の変動が0.06%以下で、繰り返し使用に対しても安定であった。また、式(3-1)で示した n の値は、25, 47, 79, 123の4段階に設定が可能であり、それぞれの測定で n 値を変化させて実験を行った。

臨界電流自動測定プログラムは、HP-BASICを用いて作成した。Fig. 3-3にプログラムの主要なフローチャートを示す。プログラムの主な内容は以下の通りである。

(1) 初期条件の入力

予想 I_c と n 値(シミュレータの場合は設定値)、試料電圧と電流の上限、試料電流の掃引方法をコンピュータに入力する。

(2) 予想電圧・電流(V-I)曲線の設定

コンピュータがアルゴリズムに従い、予想V-I曲線を計算する。ただし、予想V-I曲線が設定値を超えた場合(例えば電圧の上限を超えたとき)は、再度計算を行うか設定値の変更を指示する。

(3) 電流掃引とデータ集録の設定

予想V-I曲線に沿った試料電流の掃引速度およびデータ集録点数・集録間隔等を設定する。

(4) 自動測定の開始

設定された試料電流の掃引を行い、その時にV-Iデータの集録を実施する。

(5) データ整理と解析

得られたV-Iデータを、FDDに出力し、ディスプレイ画面およびPRT, PLTにV-I曲線を再現する。

I_c および n 値の評価、さらには2次微分の解析を行う。

(6) 必要であれば設定諸条件を変更し、(1)から(5)を繰り返して実験を行う。

V-Iデータの集録法としては、電流を段階的に掃引し、各電流値に対し、試料電圧を31回繰り返し測定し、その平均値をとって電圧データとする方式とした。これは、電流を連続的に掃引し、一定時間間隔で連続的に集録する方式に比べて、データ収録時間は遅いものの、低ノイズで高感度の測定ができるメリットがある。

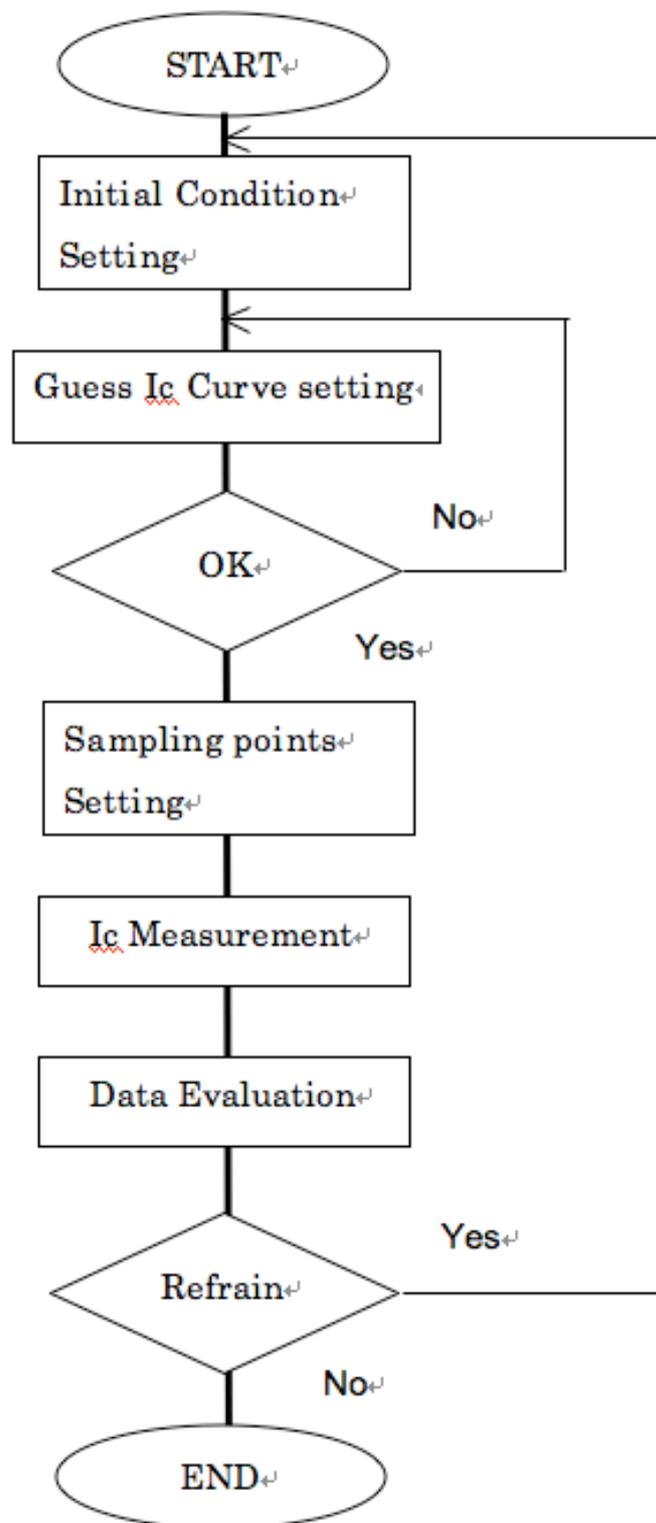


Fig. 3-3 Program flowchart for I_c measurement.

3-2-3 結果と考察

3-2-3-1 臨界電流測定データの2次微分解析

Fig. 3-4 に段階的電流変化に対して超電導シミュレータから得られた V-I 曲線の例を示す。A, B は連続した1つの曲線である。シミュレータの設定値は、予想 $I_c = 1.6 \text{ A}$, $n = 25$ である。得られたデータは、図から分かるとおりのノイズがほとんどないクリアなデータとなった。また、このデータ集録システムには、特別なフィルターリングを必要としなかった。これはシステム構成の単純化のみならず標準化を考えた場合非常に重要である。

このデータを下式 (3-2), (3-3) を用いて、それぞれ1次, 2次微分を行った。

$$\left| \frac{dV}{dI} \right| = \frac{V_i - V_{i-1}}{I_i - I_{i-1}} \quad \dots \dots \dots (3-2)$$

$$\left| \frac{d^2V}{dI^2} \right| = \frac{(dV/dI)_i - (dV/dI)_{i-1}}{(I_i - I_{i-2})/2} \quad \dots \dots \dots (3-3)$$

ただし、 $I_{i-1} < I_i < I_{i+1}$

その結果を Fig. 3-5 に示す。縦軸は、2次微分の最大値で規格化した値で表している。得られた2次微分曲線は、上に凸のなめらかな釣鐘型曲線になり、曲線の変曲点付近における変化の様子を良く表している。また、図中の矢印は電圧上限をそれぞれ 19, 117, 230, 600, 1200 μV に設定したときの曲線端である。超電導シミュレータを使用した場合、2次微分曲線のプロフィールのすべてをカバーするには、約 1 mV の高電圧までの測定が必要であった。この様に、実際に測定する導体により測定電圧上限を大幅に変化させなければならない、そのつど集録データ点の再配列をする必要があることが判明した。

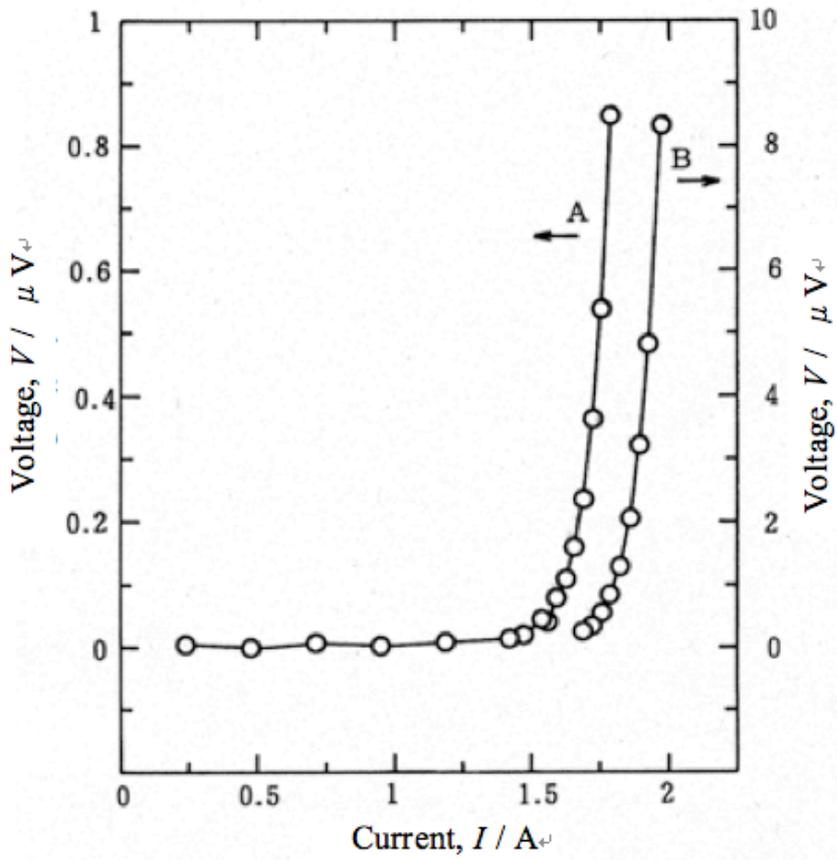


Fig.3-4 Voltage versus current curve for the active simulator.

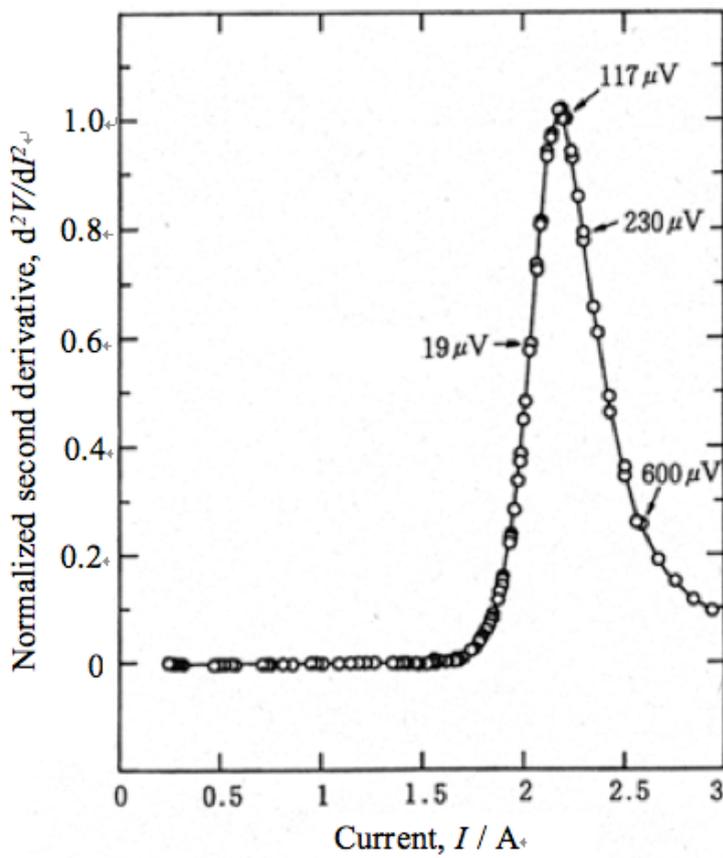


Fig.3-5 Normalized d^2V/dI^2 versus current for the active simulator.

次に、本システムを用い、実際の超電導体について臨界電流測定を実施した。使用した試料は、ドクターブレード法により作成された前駆体を、部分熔融熱処理して作製した Bi 系 2212/Ag テープ³⁷⁾ である。Ag テープの厚さは 50 μm で、酸化物層の厚さは約 10 μm となっている。これを補強のための真鍮基板 (厚さ 0.5mm) に、両面テープで固定して測定した。この試料では、電圧端子を Ag テープから直接とり、その端子間距離は 5mm であった。Fig. 3-6 は、この試料の 4.2 K, 0 T における V-I 曲線データの 2 次微分結果である。 I_c は判定基準の 1 $\mu\text{V}/\text{cm}$ で 94.5 A, n 値は約 10 であった。シミュレータの場合と同様に、超電導-常電導状態遷移を高電圧側まで低ノイズでクリアーな曲線として表すことができた。この試料では、ほぼ完全な 2 次微分プロファイルを得るのに必要な電圧は 80 μV であった。2 次微分がピークとなる電流は約 119 A であり、この値は I_c 値より 25.9% 大きかった。また、V-I 曲線プロファイルの半値巾は 29.7 A であった。この半値巾の大きさから、この試料内の電流分布は、かなり不均一であることが考えられる。

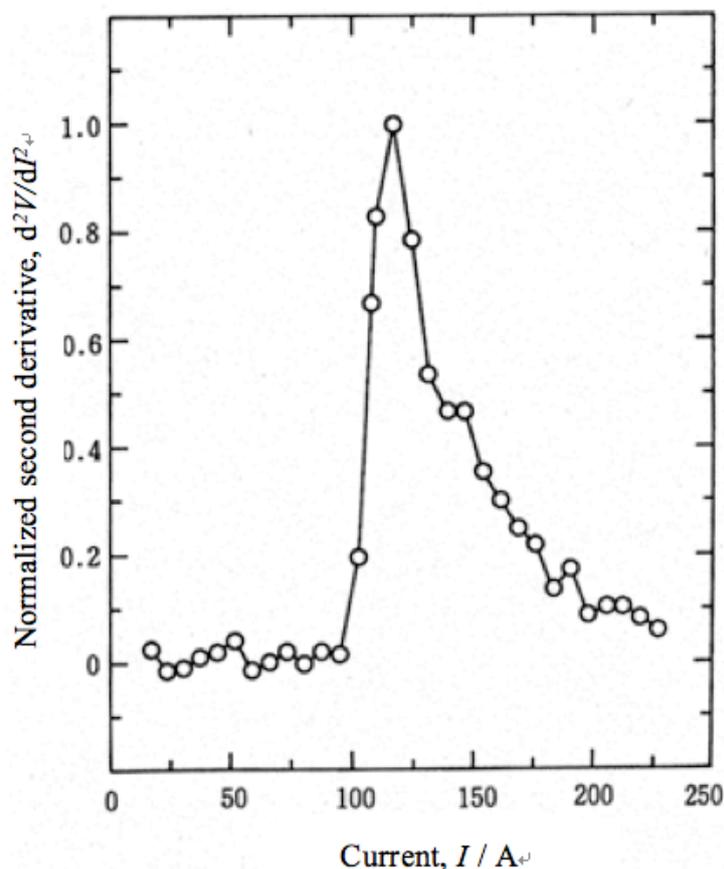


Fig.3-6 Normalized d^2V/dI^2 versus current for Bi-based oxide/Ag tape sample.

3-2-3-2 超電導線材の臨界電流測定と2次微分

3-2-3-1から得られた結果をもとに、磁場中での金属系超電導体のNbTi超電導線について測定を行った。

Fig.3-7 に安定化したCu/Nb-Ti超電導単芯線を用いて4.2 Kにおける磁場を変化させたときの2次微分特性結果を示す。この試料の安定化には銅箔を用いた。各々のプロットは図を分かりやすくするため2次微分値を0.1ずつ上方にシフトして描いている。この導体のV-I特性は、磁場が4 T以下では不安定な挙動を示した。しかし、高磁場における2次微分特性の変化には安定化による違いは認められなかった。2次微分曲線のピークは、磁場が増加するとともに低電流側にシフトしているが、これは曲線のピークが超電導-常電導遷移（すなわち臨界電流）を表すためである。また、このピーク曲線は、高磁場になるに従ってスムーズになっていた。この図の2 Tのデータは、非常に不安定であり、発熱等により冷却特性が不十分であることが分かる。およそ1 T以下の磁場では、 n 値は次第に増加し、非常に大きな値になっていった。単芯線のような線材では、臨界温度は試料温度に大きく依存し、多芯線と比較した場合、電流の再配分は容易におこる。しかし、単芯線ではフラックスジャンプが発生しやすいため測定は非常に不安定となる。2次微分測定結果には、超電導-常電導遷移に関する多くの情報が含まれている。

Fig. 3-8 にBi系酸化物/Agテープ試料の0.5 T磁場中での2次微分測定結果を示す。図中の2つの試料は、ほぼ同程度の臨界電流値を示したが、2次微分曲線には大きな違いが見られる。Bの試料では、最大ピークの前にもう一つの山が認められる。これは、試料の作製方法等に起因する電流分布の不均一によるものと推定される。このことは、2次微分特性は導体作成法に関する情報を得ることが出来ることを示唆している。

Fig. 3-9 に同じ試料を1 T, 4 Tと12 Tの磁場中で測定した結果を示す。どの磁場での曲線もダブルピークを示した。ダブルピークのシャープさは高磁場になるほど鮮明になってくる。また、12 Tの結果では、最初のピーク近傍に多くのノイズが発生していることが分かる。ノイズはどの磁場においても出力されていると思われるが、このように高磁場側でノイズが鮮明になっているのは、データ集録設定ポイント間隔の違いによるものと考えられる。しかし、種々の超電導体の2次微分測定における、超電導-常電導変化に当てはまるような最適なデータ集録間隔を一般的なアルゴリズムで表すことは困難であり、種々のケースを想定した、データ集録間隔が必要となるであろう。

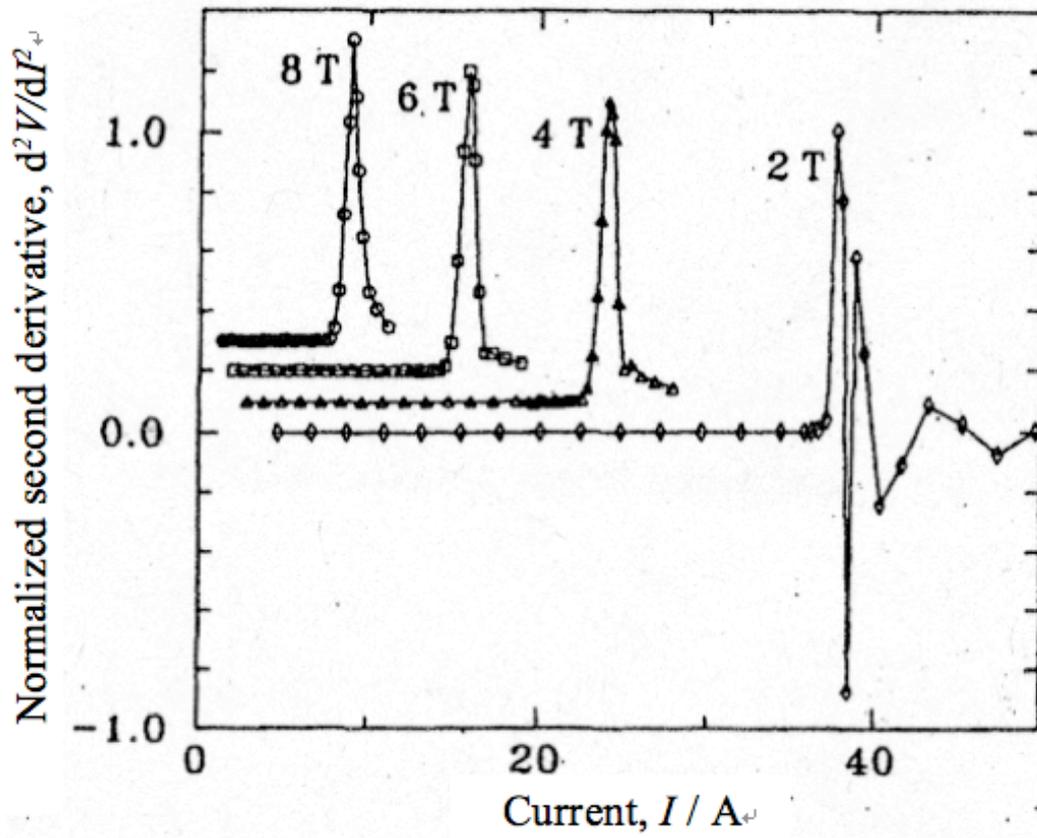


Fig. 3-7 Shifted, normalized d^2V/dI^2 versus current taken on a monofilament Cu/Nb-Ti in liquid helium.

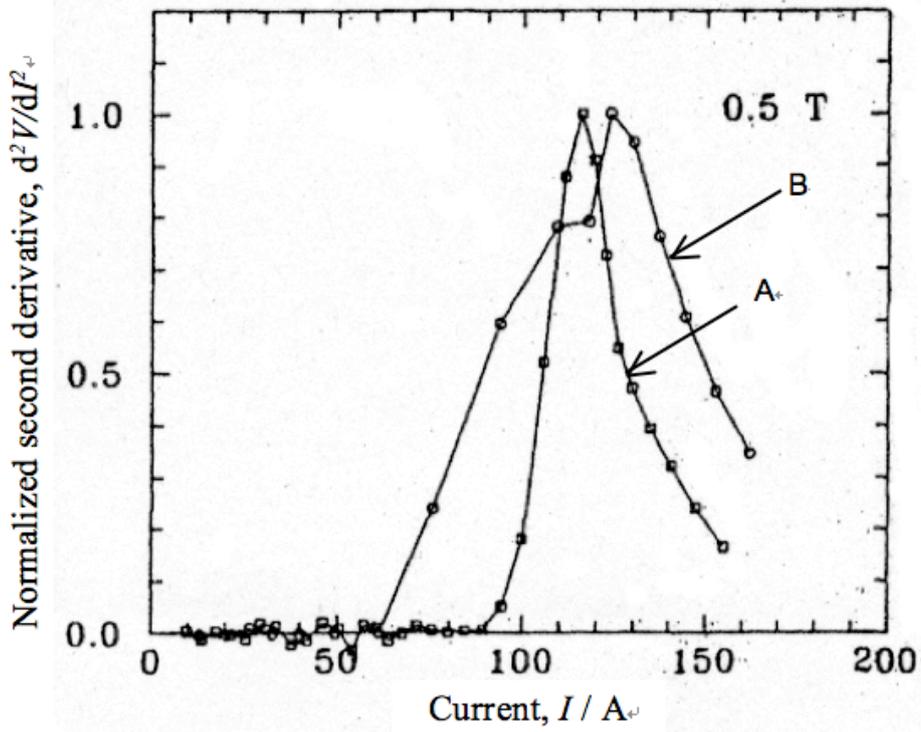


Fig. 3-8 Normalized d^2V/dI^2 versus current for two Bi-based oxide/Ag samples.

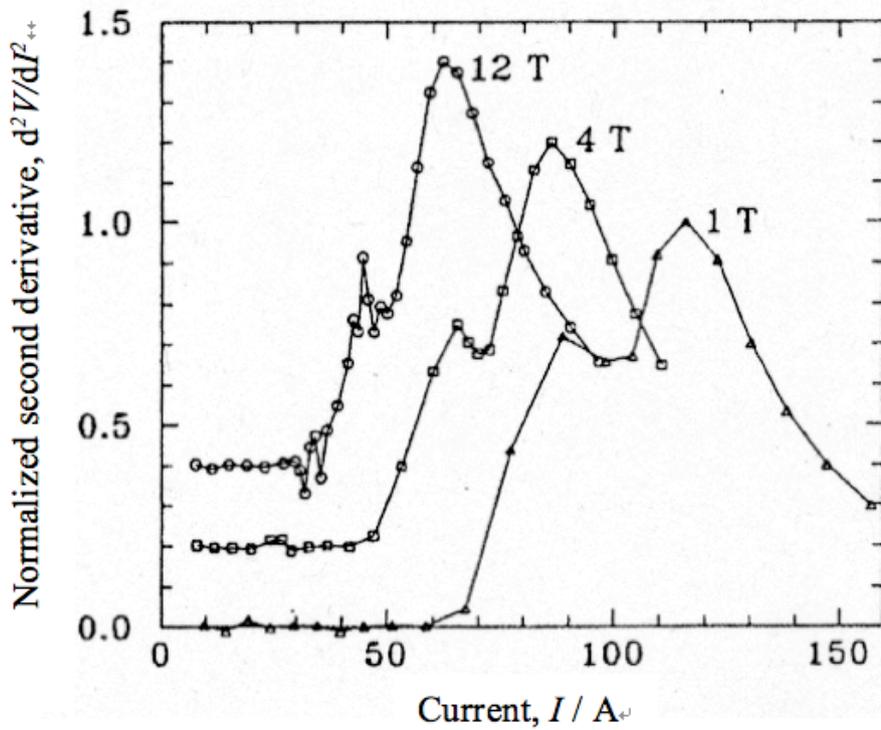


Fig. 3-9 Shifted, normalized d^2V/dI^2 versus current for a Bi-based oxide/Ag tape sample at three magnetic fields.

3-3 臨界電流測定の標準化

3-3-1 国内 RRT

3-2 による本研究成果を基として、国内 8 機関が参加した Bi 系酸化物超電導体の臨界電流測定に関する国内 RRT 試験が実施された。その際に使用した電流・電圧タップ付き試料ホルダーを Fig.3-10 に示す。試料は、3-3-1 と同様の Bi 系 2212 銀シーステープ線材であり、幅約 9.5mm, 約 0.12mm, 長さ約 40mm のテープ線材を G10-FRP 基板上に取付けた。このテープ線材の 4.2 K, 0 T での I_c は、およそ 250A であった。この試料による各研究機関の I_c 測定結果をまとめたものを Fig.3-11 に示す。Fig.3-11 の縦軸は各研究機関で測定した臨界電流値 I_c を初期の臨界電流 I_{c0} (=250 A) で規格化した値である。横軸は RRT 試料の測定回数であり、各研究機関の測定値に対応している。 I_c のクライテリアは $5\mu\text{V}/\text{cm}$ とし、2T の磁場中での測定結果である。図中の試料名 S03 では、3 回目の測定後に劣化が生じ 4 回目の測定での I_c は大きく減少した。その後の測定は、1 回目から 3 回目までの測定と同程度の I_c 値の減少となった。試料は、予め液体窒素で予冷し、77 K から 4.2 K までの冷却は 10 分程度の時間をかけ、 I_c 測定後は平均昇温速度が 5 K/min で昇温していることから、単なる熱衝撃であるとは考えにくい。この大きな I_c の劣化は、試料断面の SEM 観察等により、試料を冷却している液体ヘリウムが試料測定中に何らかの原因により超電導体の表面を覆っている銀から内部に侵入し、昇温の際に内部に残った液体ヘリウムが気化することにより膨張し、超電導体に圧縮応力が働いたため劣化を生じたと思われる。このような傾向は、Bi2223 銀シーステープ線材を用いた結果³⁸⁾においても確認されている。しかし、すべての試料に同様の事例が見られないことから、さらに原因の究明が必要である。

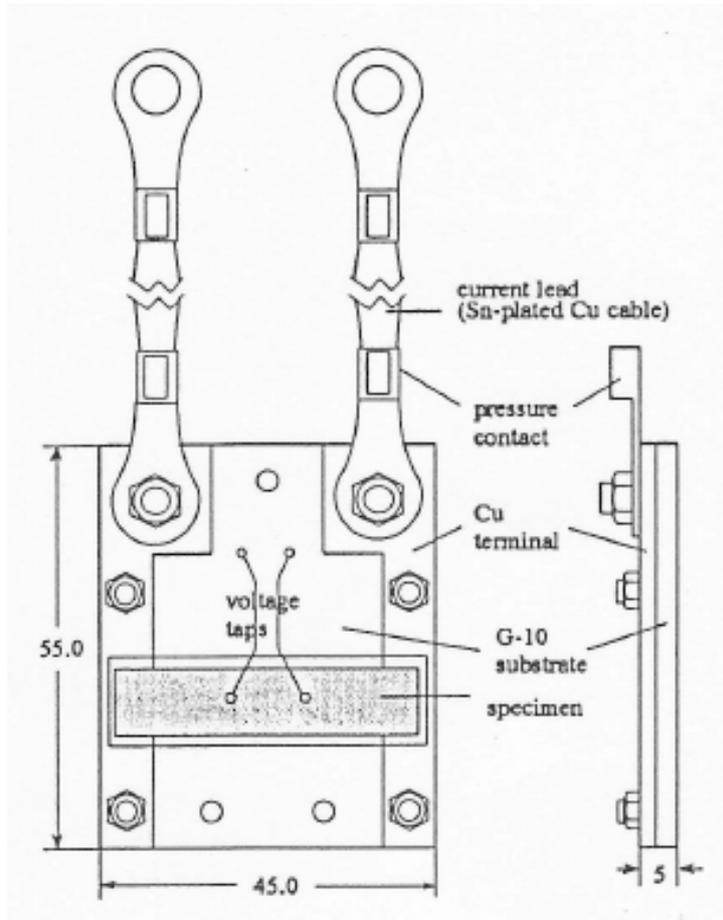


Fig.3-10 Illustration of pre-instrumented specimen for RRT.

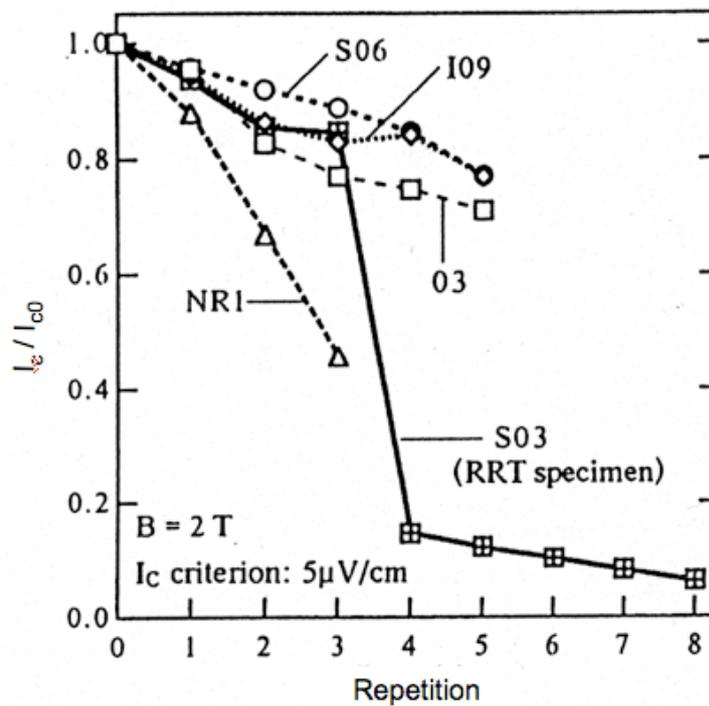


Fig.3-11 I_c 's versus repetition curbs in thermal cycle test.

3-3-2 国際 RRT

Fig.3-12 に金属系超電導体の Nb₃Sn に関する第 1 回国際 RRT 共試材の配布過程および線材巻付けと熱処理場所のチャートを示す。中央研究所 A において試料を作製し、中央研究所 B と C および参加機関に配布する。配布された線材は、巻型に各研究機関の方法で巻かれた後、1 つは A に回収し熱処理を施して再配布する。別の試料は、各研究機関により熱処理を実施する。このようにして作製した共通試料について各研究機関で臨界電流を測定し、報告書を A 機関に送付して解析を実行する。臨界電流測定は、予め決められた測定法により測定する。その際、本研究にも使用した NIST で開発された超電導シミュレータにより、各研究機関の測定装置のキャリブレーションも行うこととした。

Fig.3-13 にこのようにして得られた、Nb₃Sn の臨界電流測定に関する第 1 回国際 RRT の結果を示す。縦軸は、平均 I_c 値により規格化した数値を示し、横軸は研究機関を表している。22 機関により測定されたデータは、多くのばらつきが見られる。特に試料 C (×) のばらつきが大きくなっていることが分かる。試料 A (○) および B (△) に関しては、 $I_c / \text{average } I_c = 1$ の近傍に集中し、良い結果が得られた。この結果を基に第 2 回 RRT が実施された。2 回の RRT の結果から金属系超電導材料である Nb₃Sn の臨界電流測定に関する標準化を IEC/TC90 に提案し、標準測定法として国際標準 3-9)-3-11) (DIS : Draft of International Standard, 原案) となった。

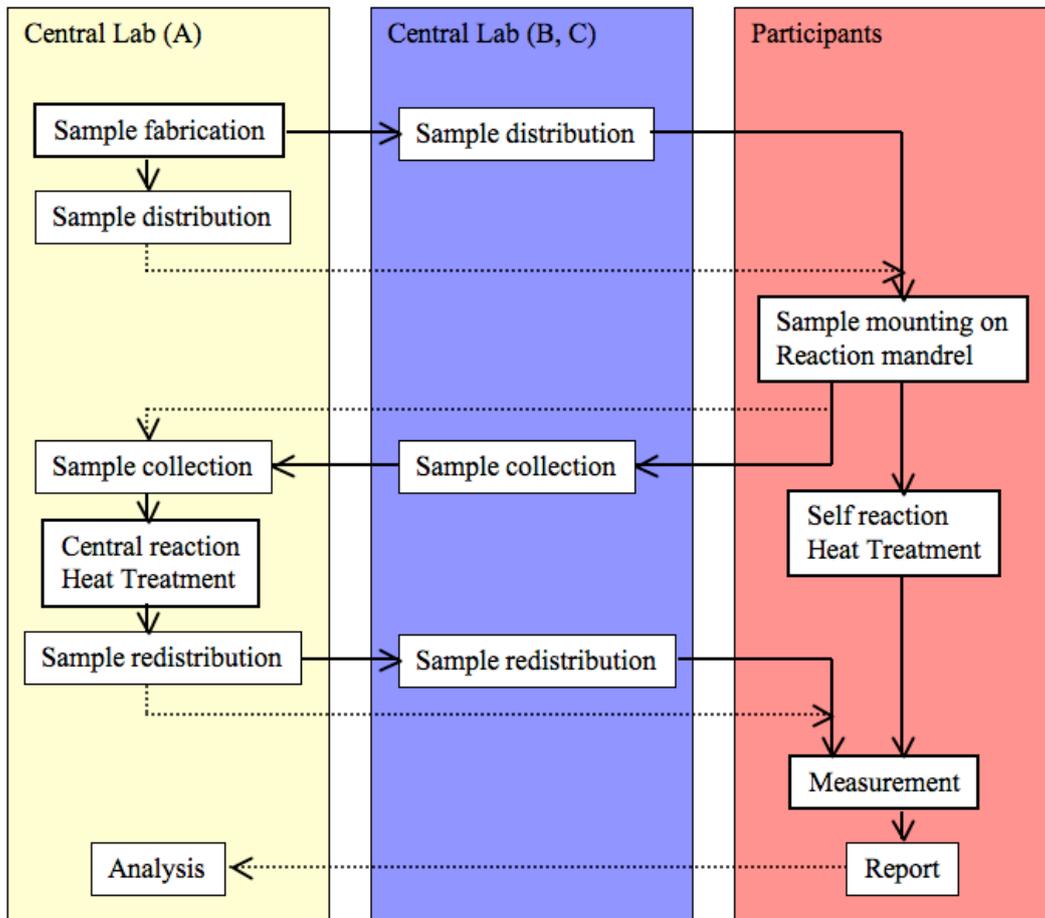


Fig.3-12 Sample distribution scheme. ³⁻¹²⁾

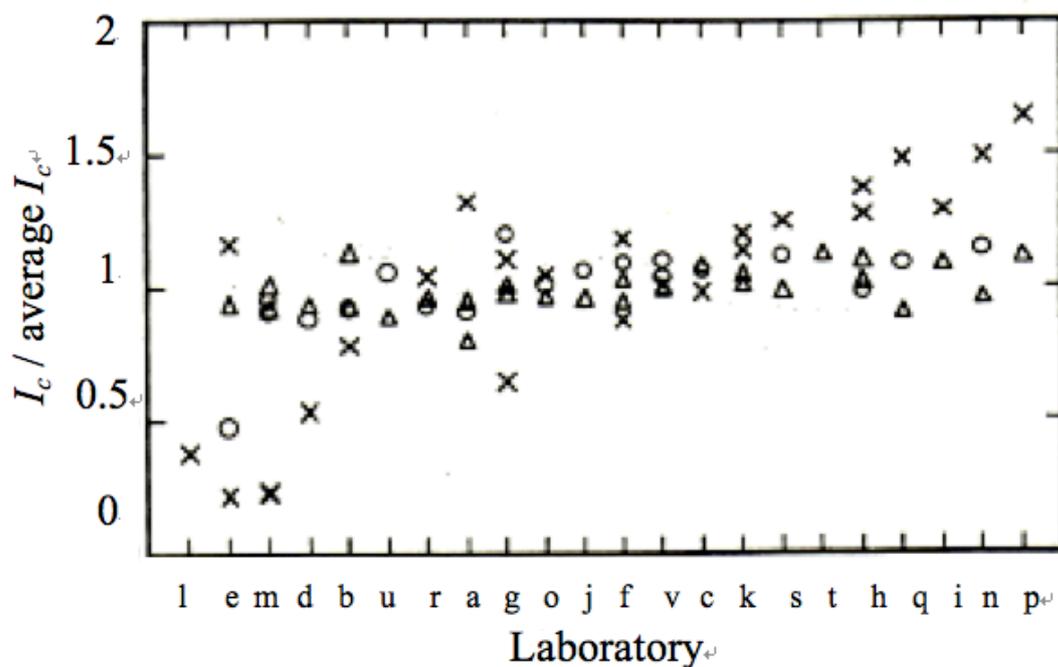


Fig.3-13 Interlaboratory comparison of reported I_c ($10\mu Vm^{-1}$, current reaction) values at 12 T for sample A(O), B(Δ), C(\times). ³⁻¹²⁾

3-4 標準臨界電流測定データのメタデータ項目

超電導材料の実用化には、 I_c の値が大きく作用し、その I_c の値は製造法に大きく影響される。材料開発における問題点の解決にデータベースデータの利用が有効であることをこれまでに述べてきた。しかし、標準的な測定方法や測定装置を用いた世界規模での I_c 測定データのデータベースは皆無である。

そこで、本研究の目的である I_c 測定の標準化から得られた知見をもとに、超電導材料の I_c 測定に関するデータベースデータのレコード項目について検討する。

Table3-2 に本研究より選択したデータ項目の一覧を示す。大項目として、試料情報 (Sample)、測定条件 (Measurement Configuration)、測定結果 (Result)、その他 (Others) と設定した。これらの下に中項目と詳細項目を設定した。Fig.3-14 に Table3-2 を基に I_c 測定データに関する Schema 主構造を示す。

CriticalCurrent を root 要素とし、その下に Sample, MeasurementConfiguration, Result, Others の 4 つの大項目がある。Sample には、SuperconductorName と ChemicalComposition および SampleConfiguration の中項目を設定した。化学成分 (ChemicalComposition) では、ベースとなる元素を BaseElement とし、例えば Nb_3Sn では Nb とする。これは、常用されている呼び名である Nb 系を意識したものである。また、構成元素数は BaseElement を含めた 10 元系としているが、今後の議論が必要と思われる。SampleConfiguration の詳細構造を Fig3-15 に ChemicalComposition の詳細構造を Fig.3-16 に示す。詳細データには、属性値として Unit を設けそれぞれの単位を入力する設計とした。

MeasurementConfiguration および Result の詳細構造を Fig.3-17 に示す。Sample 構造と同様に Unit を設定した。以上のような設計により、Root 以下の項目数は合計で 45 項目となった。

このように、超電導材料の臨界電流測定結果データに関する、データ共有化のためのデータ構造を構築することができたが、さらに詳細な検討と材料開発にとって重要なデータの選別等の作業が必要であろう。しかし、このようなデータの共有や交換のためのデータ構造が、多くのデータベースサーバで共通的に使用されるようになれば、超電導材料開発の促進が期待される。

Table3-2 Data elements of standard critical current measurement for superconducting materials.

Main elements	Sub elements	Detail elements	
Sample			
	Superconductor name		
	Chemical Composition		
			Base element
			Base element weight
			Element1
			Element1 weight
			Element2
			Element2 weight
			Element3
			Element3 weight
			Element4
			Element4 weight
			Element5
			Element5 weight
			Element6
			Element6 weight
			Element7
			Element7 weight
			Element8
		Element8 weight	
		Element9	
		Element9 weight	
	Sample Configuration		
		Shape	
		Length	
		Width	
		Thickness	
		Cross sectional area	
Measurement Configuration			
	Magnetic field		
	Temperature		
	Voltage tap length		
	Current tap length		
	Supported material		
	Solder		
Result			
	Critical current		
	n Value		
	Critical current raw data		
	Second derivative raw data		
	Maximum voltage		
	Criterion $10 \mu V / m$ current		
Criterion $100 \mu V / m$ current			
Others			

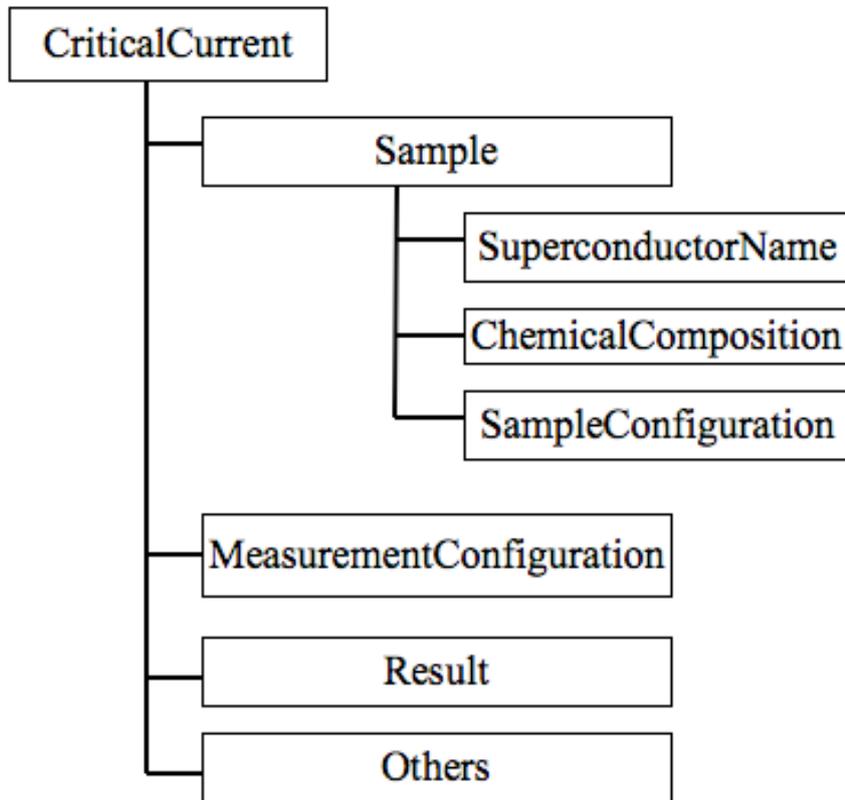


Fig. 3-14 Main schema of critical current measurement data.

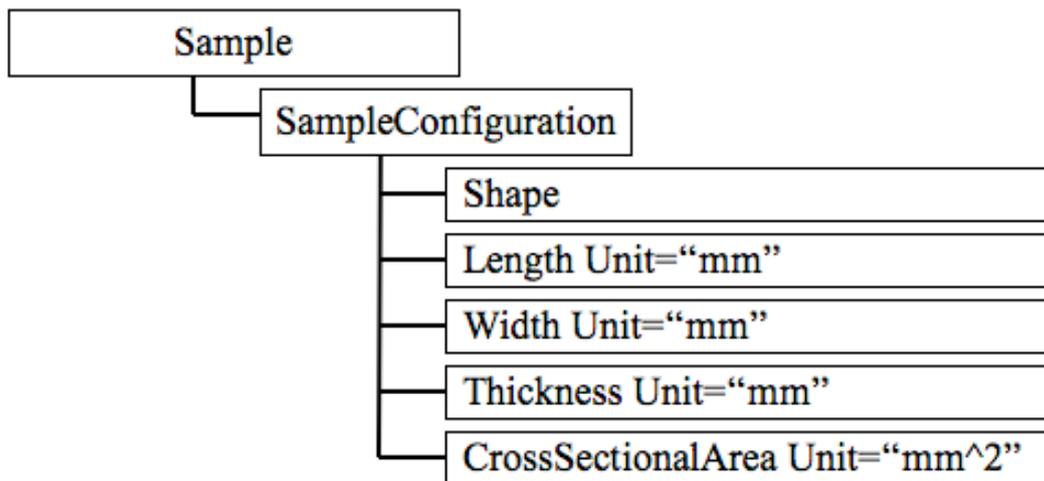


Fig.3-15 Detailed schema of sample configuration data for critical current measurements.

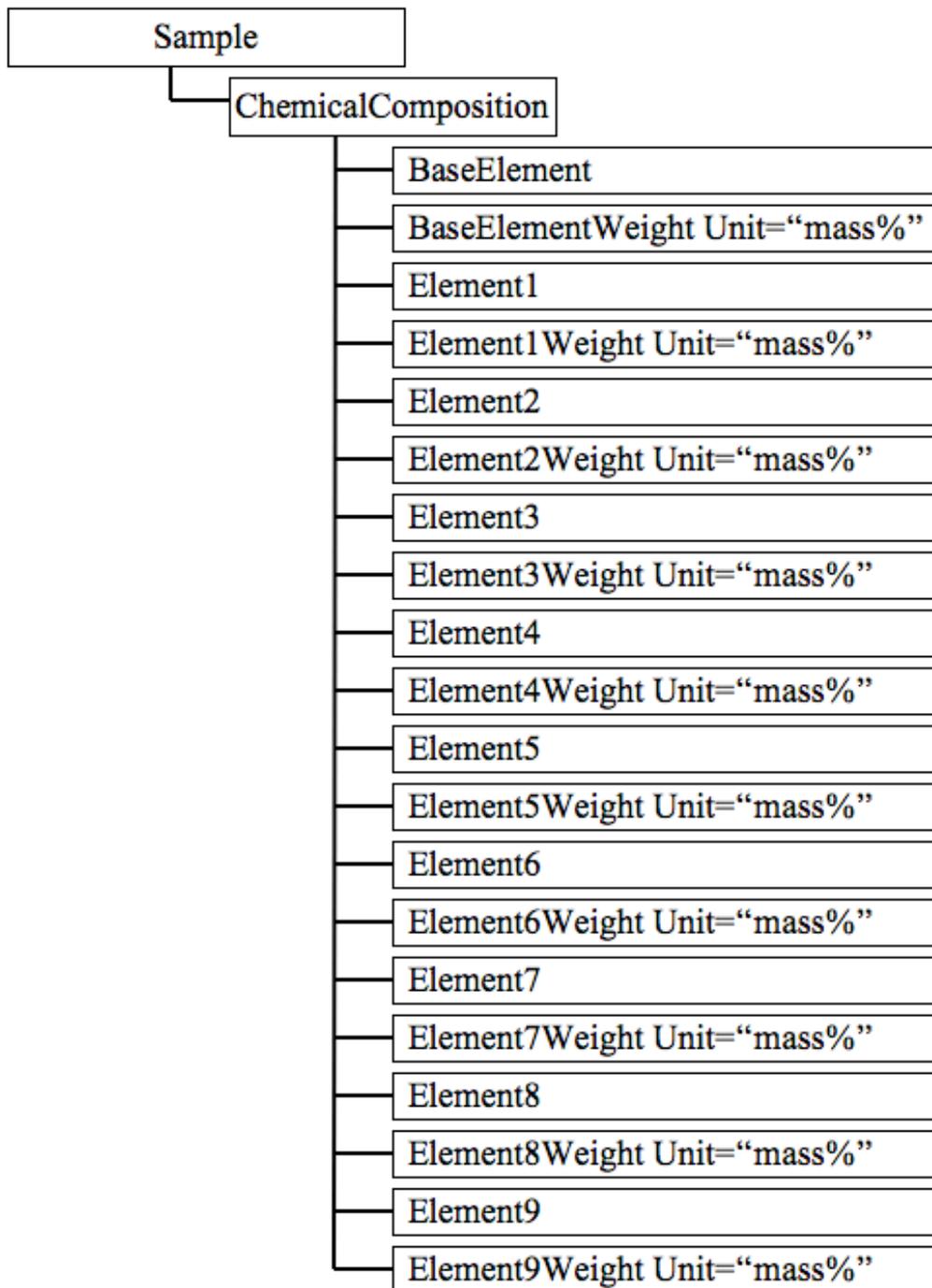


Fig.3-16 Detailed schema of chemical composition data for critical current measurements.

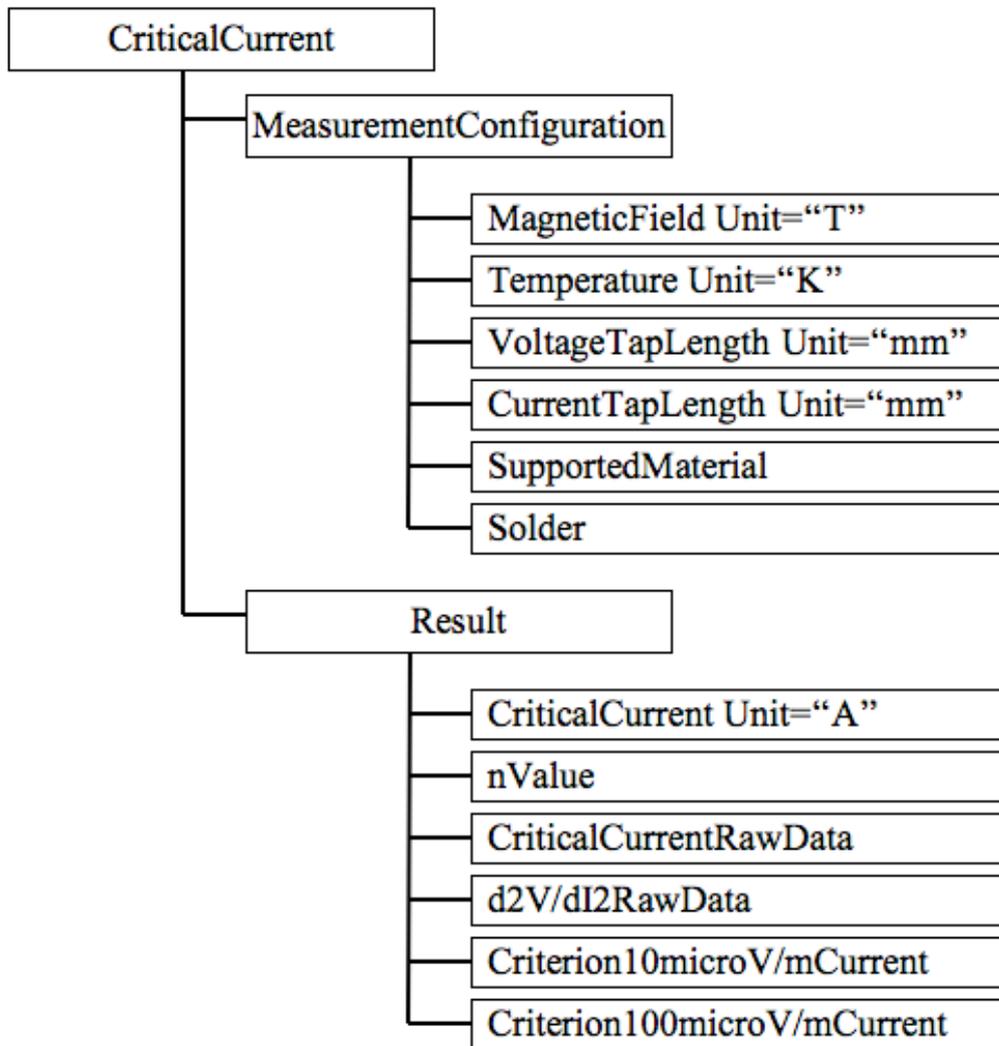


Fig.3-17 Sub-schema and detailed schema of measurement configurations and resulting data.

3-4 結論

超電導体の臨界電流自動測定システムを開発し、臨界電流測定の自動化と得られたデータの V-I 特性の評価について検討を行い以下の結論を得た。

- (1) 段階的な電流掃引と繰り返し測定法の採用により、ノイズの少ない良質のデータを得ることができた。
- (2) 臨界電流測定結果への 2 次微分の適用により、超電導体の質に関する情報が得られることを明らかにした。
- (3) 磁場中での臨界電流測定結果への 2 次微分によるデータ表示により、超電導体の作製状態情報が得られることを明らかにした。
- (4) 高磁場までの測定により、同一試料の測定においても、電流設定間隔やデータ集録点数を最適化する必要があることが明らかとなった。しかし、一般的なアルゴリズムによる最適化等への対応は、本研究により開発したシステムでは困難であることが判明した。
- (5) 超電導シミュレータは、 n 値および 2 次微分データ集録パターンを調査する際に非常に有用であることを明らかにした。

本研究の成果も含めて確立した、臨界電流測定法と超電導シミュレータによる計測器の校正法を用いて Bi 系 2212 銀シーステープ線材の I_c 測定について国内 RRT 試験および Nb_3Sn による I_c 測定国際 RRT 試験を実施し以下の結論を得た。

- (1) 国内 RRT および国際 RRT は順調に実施された。超電導シミュレータによる各機関の測定装置の校正では、測定値の誤差範囲が 1 %以下と小さく問題がなかった。
- (2) Bi 系 2212 銀シーステープ試料では、臨界電流測定を繰り返し実施すると一部の試料で試料内に膨れが生じ、臨界電流の大きな減少が観察された。この膨れは、冷媒である液体ヘリウムが試料内に染みこみ、昇温過程で気化することによるものと推測された。そのため、RRT に使用する試料の改良が必要であることが判明した。
- (3) Nb_3Sn の臨界電流測定に関する国際 RRT では、1 つの試料 (Sample C) についてはばらつきが観察されたが、2 つの試料 (Sample A and B) に関しては、 $I_c / \text{average } I_c = 1$ の近傍に集中し、良い結果が得られた。

さらに、本研究から生産される臨界電流測定に関するデータについて、データベース化するためのデータ項目について検討し以下の結論を得た。

- (1) 臨界電流測定データのデータベース化のためのデータ項目構造を作成した。標準的な臨界電流測定では、試料製造に関する情報 (Sample), 測定試料に関する情報 (MeasurementConfiguration) と測定結果情報 (Result) の3つの大項目が必要である。
- (2) データ項目構造における詳細データ項目数は、合計で45項目となった。また、数値データには単位 (Unit) を属性として付加した。
- (3) データベース検索を考慮して、重要度 (Requirement) を属性として付加する必要がある。

本研究で検討したデータ項目のデータベースデータ化には、国際標準の MatML/MatDB に準拠したデータ書式を導入し、データの共有化を目指すことが有効であると考えられる。今後は、標準形式の XML 文書ファイルの検討が必要になるであろう。

第3章の参考文献

- 3-1) D. Gould and H. Wada: Cryogenics **35**(1995) S7-S8
- 3-2) H. Wada: Cryogenics **35**(1995) S9-S11
- 3-3) Warnes W.H. and Labalestier D.C: Cryogenics, **26**(1986) 643-653
- 3-4) Warnes W.H: J. Appl. Phys., **63**(1988) 1651-1662
- 3-5) Ter, Avest, D. et al.: Advanced Cryogenic Engineering Materials, **38**(1992) 545-551
- 3-6) Umeda M.: Jpn. J. Appl. Phys., **31**(1992) 1329-1333
- 3-7) Kase J. et al.: IEEE Transa. Magn., **27**(1991) 1254-1257
- 3-8) L. F. Goodrich, J. A. Wiejaczka, A. N. Sirvastava, T. C. Stauffer and L. T. Medina: IEEE Transactions on Allied Superconductor, **5**(1995) 552-555
- 3-9) IEC 61788-1: <http://webstore.iec.ch/webstore/webstore.nsf/artnum/037250>
- 3-10) IEC 61788-2: <http://webstore.iec.ch/webstore/webstore.nsf/artnum/037235>
- 3-11) IEC-61788-3: <http://webstore.iec.ch/webstore/webstore.nsf/artnum/036001>
- 3-12) VAMAS Technical Working Party for Superconducting Materials: Cryogenics **35**(1995) S41-S64

第4章 超電導材料開発のためのデータベースシステム構築

4-1 緒言

21世紀の環境問題解決のキーマテリアルである超電導材料に関するデータベースは、本章で解説する著者らの強磁場工学データベース⁴⁾¹⁾や、浅田らによる一般に公開されている書誌情報から収集した数値データを含んだ“超伝導材料の数値データベース[SUPERCOM]”として公開しているデータベース⁴⁾²⁾など、僅かに数えるばかりである。このような先進材料として注目されている超電導材料に関する材料データベースあるいは物性データベースを構築し、インターネットを通して基盤情報データとして公開することは重要であり、今後の超電導材料開発の促進に寄与するものと考えられる。

第2章では、レーザー利用による超電導材料開発を通して得られたデータのメタデータについても考察した。超電導材料開発では、多種多様なデータが含まれ、そのデータ書式も一様ではないことを明らかにした。また、第3章では、超電導特性測定における標準化や臨界電流測定時における2次微分計算の導入により、超電導体の質や製造法等に関する情報が得られることを明らかにした。このことは、超電導体の物性値測定に関して、今後新しい手法やデータ解析法が出現する可能性があることを示唆し、データベースを構築する際には、このような新たな知見によるデータへの対処可能な拡張性のあるデータベース設計が必要となることを示している。材料開発に必要なデータベースは、多様なデータに対応しながらデータベース構築後もデータ書式の追加・更新や変更が可能でなければならない。

本研究では、超電導材料開発や低温機器設計に必要な物性データやその周辺機器の技術情報等を幅広く収集・公開することを目的とした強磁場工学データベースと超流動ヘリウム利用による超電導マグネット設計のためのデータベース（以下、超流動ヘリウム技術データベース）を構築し、ネットワークで公開するための基盤情報データベースについて検討した。

4-2 データベースシステム設計

4-2-1 基本設計

データベースを構築する際に必要なシステムは、大きく分けて2つとなる。すなわち、(1) データ収集用のクライアントシステム (DB Client) と(2) データを公開するためのサーバシステム (DB Server) であ

る。(1) の DB Client なしに(2) の DB Server に直接データ入力を行い、データベースを構築することも可能ではある。しかし、その場合、データベース管理システム (DBMS: Data Base Management System)、SQL (Structured Query Language) 言語や Java あるいは HTML (Hyper Text Markup Language) などの高度に専門的な知識の組合せが必要となる。そこで本研究では、データの保守性やメンテナンス等を高めることを目的とした、(1) と(2) の組合せによる効率的なシステムを目指した。通常、物性データは、物性に関するデータ源の基本情報と数値データの組合せとなる。そこで、(1) の DB Client では、データが持っている基本情報 (例えば、物質名や測定条件などのメタデータ) と物性値などの数値データ (ファクトデータ) をすべてのデータにおいて重複することのない、一意のキーデータにより連結させておく必要がある。また、(2) の DB Server では、DB Client からのデータ移行処理やデータベースへログイン (login) するためのセキュリティプログラムなどのシステムが必要となる。さらに、これらの DB Client と DB Server は、互いに互換性をもち将来のデータ拡張に対応できるようなシステムの柔軟性が求められるばかりでなく、DB Server は、ネットワークに接続することから、高い信頼性と保守性が望まれる。

Table 4-1 に構造タイプによるデータベースのモデル分類を示す。データベースモデルは、階層型 (Hierarchical)、ネットワーク型 (Network)、関係型 (Relational)、オブジェクト型 (Object) とカード型 (Card) の5つに分類される。現在の主流は、関係型モデルでリレーショナルデータベース (Relational Database) と呼ばれているものである。Relational Database は、IBM に勤務していたコッド (Edgar Frank Codd) により 1970 年に関係型データベースとして提案された⁴³⁾。Relational Database は、データ構造設計が容易であり、その構造は複数の表形式を使ってデータの連係を図ることにより、格納したデータに整合性を持たせて論理的に表現する手法をとっている。大規模なデータベースでは、Relational Database が主流ではあるが、個人や研究室単位のような小規模なデータベースでは、データ構造設計が容易で複雑な処理をそれほど必要としない Card 型が幅広く利用されている。Card 型データベースの中には、リレーショナル機能や Web 機能を備えたものもあり、Relational Database との親和性が良いなど、近年、小規模データベースとしてではなく中規模なデータベースとしても利用されつつある。

そこで、本研究で構築するデータベースシステムの基本設計として、DB Client はデータ構造設計が容易な Card 型データベースを用いてデータを取り纏め、DB Server は信頼性の高い Relational Database を

採用することとした。Fig.4-1 にデータベースのシステム概念図を、Table4-2 にはそれぞれのシステムの概要を示す。Client DB System で使用するパーソナルコンピュータ (PC) は、Windows (Win) または Macintosh (Mac) の通常仕様の PC を用いた。また、DBMS には、Card 型でありながらリレーション機能と Web 機能を有する FileMaker⁴⁴⁾ を採用した。Server DB System の本体は、OS に信頼性の高い UNIX (HP-UX11i) を採用し、DBMS はデータベース構築の実績が高く数多くの分野で採用されている Oracle (Oracle10g) ⁴⁵⁾ を採用した。Oracle は、データベースと連携したネットワーク公開関連のソフトウェアを併せ持ち、一連の作業を連携して実行させることが出来るので、Apache⁴⁶⁾ などに代表されるネットワーク公開支援ソフトを必要としない構成となった。Client DB System の Card 型に蓄積されたデータは、Server のテスト領域に送信し、後述するデータチェックプログラムにより検証された後、データベースデータとして格納される。このようにして蓄積されたデータは、インターネットからのユーザーリクエストが発生する毎に、Oracle Web Request Broker でデータ検索を実行後、Oracle Web Application Server により HTML 情報として生成された検索結果をレスポンスとして返す仕組みとなっている。Fig. 4-2 は、本システムの全体構造を示したものである。

Table 4-1 Classification of the database model according to the structure type.

Structure	Data Style	Merit	Demerit
Hierarchical model	Tree structure	Large scale, High-speed processing	Professional knowledge is required
Network model	Lattice structure	Simple representation of entity relationship than the hierarchical model	Environment of mixture OS system or dispersion system is NG
Relational model	Related plural tables	Mainstream database, Easy structure design	Difficult of data structure change
Object model	Encapsulation	Simple change of data structure	Unification of the data definition is required (RDS, RSS, OWL)
Card model	Structured record	Easy structure design , Complicated processing is unnecessary	Repetition data may occur, Slow search speed

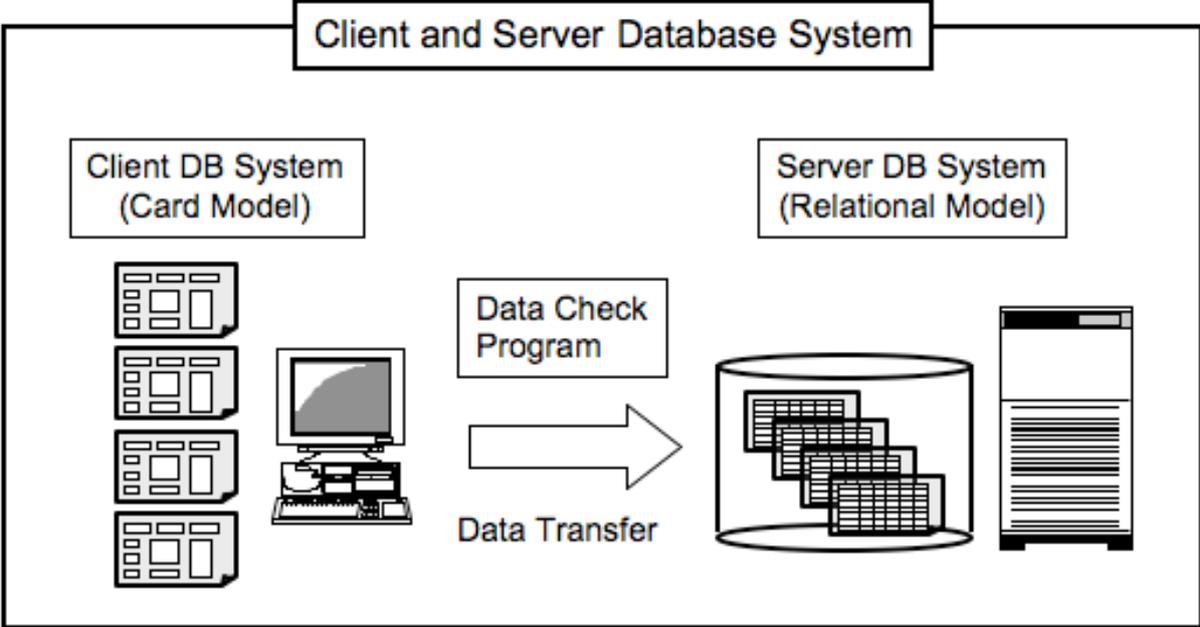


Fig. 4-1 Schematic diagram of a client and server model database system.

Table 4-2 Specifications of a Client DB System and a Server DB System.

System Name	Client DB System	Server DB System
Machine Type	Macintosh or Windows	HP Server rx2620
Operation System	Mac OS X or Window XP	HP-UX11i
CPU	Intel Core2Duo (2.33GHz), Intel Core2 (2.00GHz)	Intel Itanium2 (1.6GHz)
RAM	3GB or 1GB	4GB
HDD	160GB or 96GB	300GB x 3 (Mirror)
DBMS	FileMaker	Oracle10g
DBMS Model	Card	Relational
Other		Oracle Web Request Broker, Oracle Web Application Server, PL/SQL Cartridge

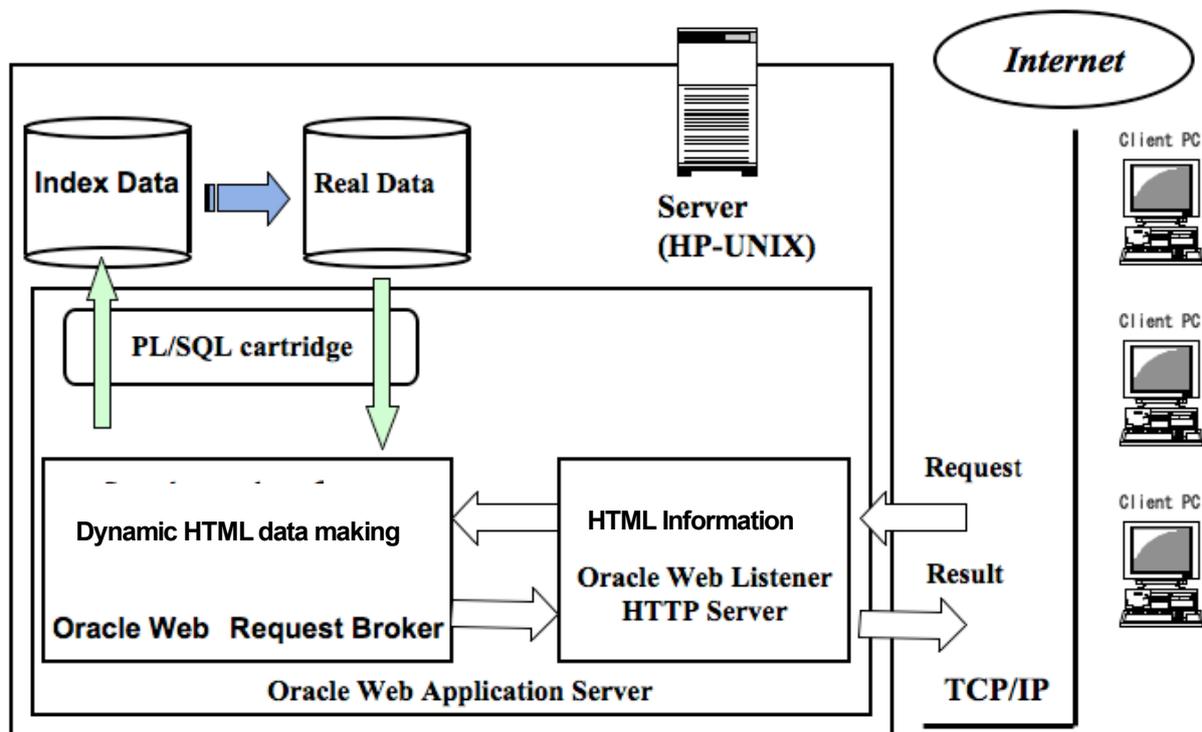


Fig.4-2 Structure of High Magnetic Field Engineering and Cryogenics database systems.

4-2-2 強磁場工学データベースシステム設計

超電導材料の開発や低温機器を設計する場合は、超電導や極低温材料のデータおよびその周辺技術の情報が必要となる。このような場合、一般的には、研究室に蓄積された文献、あるいはすでに出版されているデータ集^{47)~410)}から参照することになる。しかし、書籍に記載されたデータは多岐にわたり、効率よくデータを検索することは困難であり、得られたデータに対しての信頼性や評価が確立しているわけではない。また、文献に記載されているデータは、そのほとんどが図面などにより表示され、数値データとして必要な場合は、その都度、図表から数値に変換する作業が必要となる。

そこで、ここでは超電導材料開発や低温機器設計に必要な物性データやその周辺機器の技術情報を幅広く提供するための強磁場工学データベースシステムの構築について検討する。

4-2-2-1 データ収集システム

基本設計で述べたように、強磁場工学データベースシステムは、Card 型の Client DB System と Relational 型の Server DB System を組み合わせた構造をとっている。その理由としては、(1) 1次データ(収集データ)の蓄積と更新を容易にする、(2) チェックプログラムの使用により信頼性の高いデータを Server に格納する、(3) Server の backup データとして Client DB データを利用できるなどが上げられる。1次データの収集を容易にするためには、Client DB System へのデータ入力を極力簡易なものとし、さらに付随するファクトデータとのリレーションのためのキー番号をユニークに重複することなく自動生成する必要がある。また、そのキー番号は、検索速度向上のために必要な Index テーブルデータと対応する必要がある。データベースの検索は、一般的に、テキストファイルから正規表現に一致する行を検索する grep 検索と予め検索対象となるデータ群を用意し、事前に構築した索引ファイルを基に検索を実行する Index 検索が利用されている。grep 検索は、対象とする全データに対して、1データずつ検索対象文字列を使用してデータ検索を実行していく手法である。この検索法では検索漏れはなくなるが、逐次検索であるために、データ量の増加にともなって検索時間が増大していく欠点が指摘されている。一方の Index 法では、予め格納されている全データを対象としてデータ走査を実行し、検索データを設定したデータイン索引ファイル(Index File)を作成して、検索ワードとこのファイルを比較して短時間に検索を実行する手法で

ある。Index File は、格納データの全走査だけではなく、収集データの構造が判明している場合は、その中から抽出し作成することも可能である。本データベースでは、3つのマスターデータを設定し、それらのデータも Index File とする設計とした。マスターテーブルは、代表物質、物性値と依存性とした。代表物質は、周期律表にある元素名を使用し、多元系の場合が一番質量の多いものを代表物質とした。しかしながら、超電導材料の場合、既に何々系として著名な物質は、その系を代表物質として採用した。例えば、 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}$ は Bi を代表物質としている。この代表物質には、データに重複しない番号が割り振られ Index File に格納される。以下、残り2つのマスターテーブルも同様の仕様となっている。マスターテーブル間のデータは、お互いに干渉しないので、マスターテーブル番号はそれぞれ1番から100番まで(設計値)に割り振る設計とした。

物性値としては、(1) 熱伝導率 (Thermal Conductivity), (2) 比熱 (Heat Capacity), (3) 熱膨張率 (Thermal Expansion), (4) 比抵抗 (Resistivity), (5) ヤング率 (Young's Modulus), (6) ポアソン比 (Poisson's Ratio), (7) 臨界電流 (Critical Current), (8) 帯磁率 (Magnetization) を設定した。これらの物性値は、メンテナンスシステムにより追加が可能である。

データの相互依存性については、(1) 磁場 (Magnetic Field) (T), (2) 温度 (Temperature) (K), (3) ひずみ (Strain) (%), (4) 圧力 (Pressure) (Pa) の4つの物性値を設定した。()内は依存性データの単位を表す。

物性値も依存性と同様にメンテナンスシステムにより追加可能である。

特徴的なことは、マスターテーブルのデータの追加は、Client DB System で追加情報を設定し、その情報を Server DB System に移行するところにある。Client に自由度を付与したことにより、柔軟性の高いシステムとなっている。

Fig. 4-3 に Client DB のデータ入力画面を Table 4-3 にその入力データ群を示す。一番上の基本情報データ入力では、データ源を明確にすることにより、データ検索の結果に疑問等がある場合は、この Reference から各ユーザーがさらにデータを調査できるようにしている。2番目のブロックでは、データとしてもっとも重要な代表物質、物性値と依存性、さらに測定条件パラメータを入力する。測定条件パラメータは、磁場中や応力下など、超電導材料の測定環境に必要な項目を入力する。3番目のブロックでは、データの詳細情報が入力され、最後のブロックでは、代表的な寒冷却剤である液体ヘリウム、液体水素、液体窒素の沸点と室温

での物性値を入力し、これらのデータをデータ検索の絞り込みに利用するように設計した。ここまでデータが入力されると、一番下にある、数値データファイル名が自動的に設定される。この番号が、メタデータとファクトデータを連結されるためのキー番号となる。この図の例では、物質名 Cu, 残留抵抗比(RRR: Residual Resistance Ratio) =10, 物性値 Thermal Conductivity の温度に対するデータファイル名 (数値データファイル) は、「1-010101.txt」 となる。また、データ保護のため、削除フラグデータを持たせ、「0」の場合はサーバ移行時に上書きをし、「1」の場合のみデータ削除するように設計した。初期値は「0」となっている。この削除フラグにより、データを誤って削除することがなくなり信頼性向上につながっている。このようなデータ収集システムにより、超電導材料や低温機器設計に必要なデータを収集・蓄積し、それらのデータを Server DB System に移行し、テスト環境にてチェックプログラムにより検証しデータベースデータとして格納する設計とした。

CryoDB_input3

超伝導工学データベース用データ入力書式

情報データ番号:
 登録日:
 修正日:

元データ所在:
 削除フラグ:

掲載日:
 巻:
 掲載ページ:

測定者/著者:

所属機関:

備考:

代表物質:
 登録小番号1:

物性値:
 依存性:

測定パラメーター1:
 測定パラメーター2:

物質名:
 残留比抵抗:
 登録小番号2:

化学式:
 熱処理条件:

作成方法:

測定方法:

測定パラメータ値1:
 測定パラメータ値2:
 登録小番号3:

4.2K 20K 77K 300K

代表値:

数値データファイル名:

新規を押してデータ入力: 数値データは、CSV形式

Fig. 4-3 Data input display of a Client DB System.

Table 4-3 Client DB System data Items for high magnetic field engineering and a cryogenics database.

Category	Items
Basically Information Data	Data Number, Data Source, Published day, Volume, Page, Organization, Data Input day, Revised day, Flag, Others
Primary block data	Typical Material, Physical properties, Dependence, Measurement parameter 1, Measurement parameter 2,
Secondary block data	Material name, RRR, Chemical Formula, Heat Treatment, Sample preparation, Measurement condition,
Tertiary block data	Physical data value at 4.2K, Physical data value at 20K, Physical data value at 77K, Physical data value at 300 K

4-2-2-2 データ収集分野

データベースを構築する際の重要なポイントのひとつとして、データベースに蓄積するデータの選定があげられる。超電導材料は、大きく2つに大別できる。ひとつは臨界温度がおよそ40 K以下の金属系超電導材料であり、もうひとつは液体窒素温度より高温の酸化物超電導材料である。これらの材料には、数多くの材料が含まれている。そのため、すべてのデータをカバーするには、膨大な作業と時間が必要となる。そこで、データ収集分野やデータの範囲を限定する必要がある。データ分野を広げることは、ひとつのデータベースで多くのデータ検索が可能となるが、データ収集やメンテナンスの手間と時間がかかるだけでなく、データが発散するおそれが考えられる。物質・材料研究機構（NIMS）の材料情報ステーション（MIST）では、NIMS物質・材料データベース⁴¹¹⁾をインターネット上に公開している。NIMS物質・材料データベースでは、基礎物性、金属材料、アプリケーション、構造材料データシート、材料情報の5つの分野に限定し、それらの分野の中で特徴的なデータベースを構築している。これらのデータベースのように、材料情報分野を限定することにより収集データを特定させ、データベースメンテナンスのためのデータ調査やデータの追加および更新の手間を軽減することは重要である。Fig.4-4に強磁場工学データベースのデータ収集分野の概念図を示す。対象とする分野は、強磁場・マグネット工学と低温工学の分野とした。これらの分野の中から、超電導材料の特性データ、低温物性データや技術情報等を蓄積データとして選定することとした。物質・材料研究機構の強磁場共用ステーション（TML: Tsukuba Magnet Laboratory）では、40 Tのハイブリッドマグネットを中心とする世界トップレベルのマグネットを共用施設として開放し⁴¹²⁾、超電導や極低温材料の開発や物性測定に提供している。このような世界的にみても数少ない極現場環境のもとで生産されている貴重なデータ⁴¹³⁾を収集し、データベースとして公開することは重要である。また、TMLでは、米国の国立強磁場研究所（NHMFL: National High Magnetic Field Laboratory）⁴¹⁴⁾、フランスのグルノーブル強磁場研究所（GHMFL: Grenoble High Magnetic Field Laboratory）⁴¹⁵⁾とオランダのナイメーヘン磁石研究所（HFML: High Field Magnet Laboratory）⁴¹⁶⁾と研究協力（MOU: Memorandum Of Unknown）を取り交わし国際交流を実施している。このようにして生産されるデータと既存のデータ、例えば文献データ等を強磁場工学データベースのデータ収集源とした。

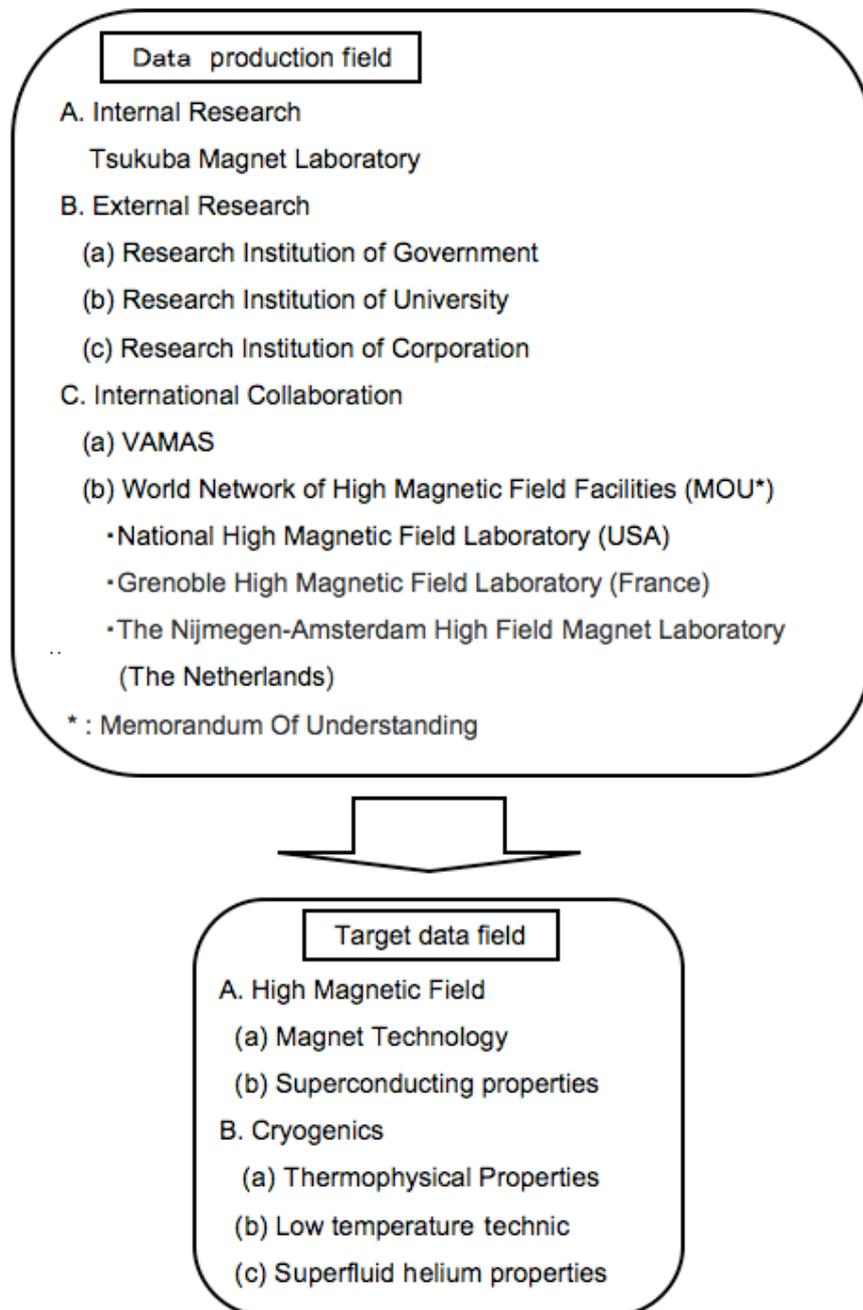


Fig.4-4 Scope of the engineering database of applied superconductivity and cryogenics.

4-2-2-3 メンテナンスシステム

強磁場工学データベースに資するデータをデータ収集システムにより蓄積し、それらのデータを Server に移行する際には、データの検証が必要となる。特に、物性値の数値データは、Web 上で動的にグラフ描画が可能であり、さらに Server から Download して各ユーザーの環境で使用できる設計としているため、データエラーはデータベースとしての信頼性を低下させるので十分な検証が必要である。

Fig. 4-5 に、本データベースで使用する数値データの例を示す。このデータは、物質名 Cu, RRR=10, 磁場 0 T の 1 K から 300 K までの熱伝導率 (Thermal Conductivity) のデータである。#記号が先頭にある行は、グラフ描画に影響がないようにコメントアウトされるとともに、X 軸や Y 軸のタイトルとして使用する設計としている。また、このグラフ描画プログラムでは、複数のグラフを同時に描画する設計とした。そのため数値データ操作は、Fig.4-5 に示すデータの最後尾に同様のデータ群を追加するだけというシンプルな設計とした。

このような、数値データファイルを Server のテスト環境領域に移行し、メンテナンスプログラムによりデータチェックを実行する設計を採った。データチェックは、2種類のチェックにより検証する。1つは、代表値チェックであり、もう1つはグラフデータ (数値データ) チェックである。代表値チェックは、データ収集システムにおいて入力した、4つの代表値 (4.2 K, 20 K, 77 K, 300 K における物性値) と数値データファイルに記載されているデータを照合し、その正誤を検証する。代表値データの検証結果を、Fig.4-6 に示す。代表値チェックの結果は、(1) 一致、(2) 不一致、(3) 実データファイルがサーバに未登録、(4) 不正な実データファイル (数値データファイル) のいずれかとなる。データエラーは、このようなデータベースに該当データが無いという 3 段階で表示し、データエラー箇所の背景を視覚的にも確認できるよう赤色で示す設計とした。代表値は、数値データファイルを基準データとし、データ収集システムで入力したデータと一致しない場合は、更新ボタンを押すことにより数値データファイルから読み込んでデータを修正する。グラフデータチェックは、回帰分析の結果を予め設定した許容範囲から逸脱したデータがある場合は、「NG」として表示し、その際の詳細情報表示やグラフを動的に描画し、エラーデータの発見をサポートする。数値データの修正は、メモ帳などのエディターなどにより手入力での修正する。修正されたデータは、再度チェックプログラムを通してエラーがないか確認する。これらの検証は、Server のテスト環境領域で実

行するため実環境への影響はない。また、データを実環境へ移行しない限り結果が反映されないので、データ検証後はテスト環境から実環境へデータ移行処理を実行し、データの追加と修正を実施するシステム設計である。

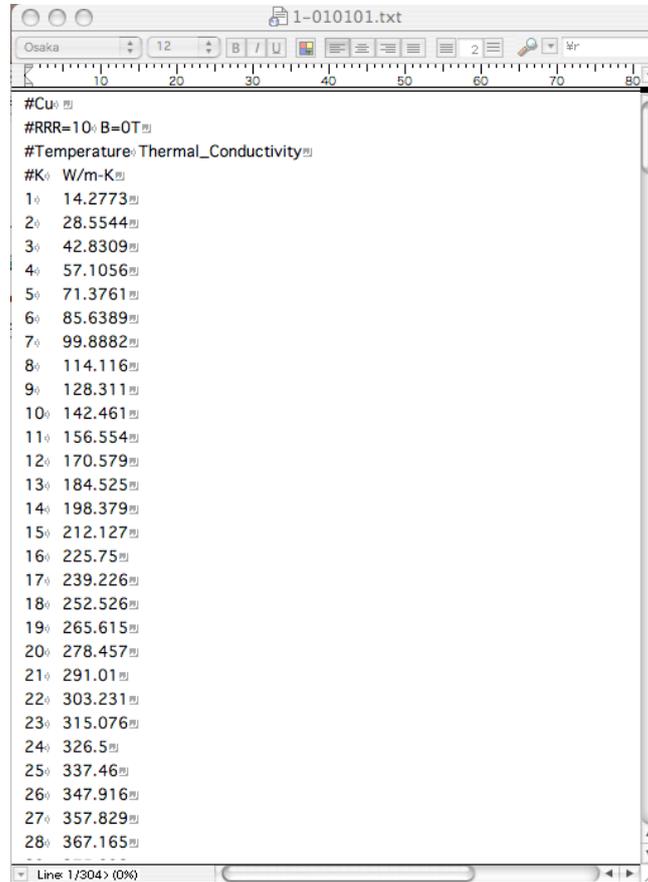


Fig. 4-5 Sample of factual data format.

超伝導工学データベースメンテナンス 代表値チェック結果一覧

更新ボタンをクリックすると、データベース上の最新のデータを確認し、その代表値でデータベース代表値を更新します。
更新の際は、実データ代表値とデータベース代表値が異なる場合に使用可能で、列の付くとその行だけを更新します。

代表値: Magnetic Field: 4.2T 20T 77T 300T Temperature: 0K 1K 10K 20K

	ファイル名	物質名	物性値	依存性	測定値	実データ代表値	データベース代表値	結果	
	I-010101	Cu	Thermal Conductivity	Magnetic Field	OK	278.457 353.985 358.05	278.457 353.985 358.05	一致	
更新	I-010201	Cu	Thermal Conductivity	Magnetic Field	OK	571.283 438.149 379.028	66.66 66.66 438.149 379.028	不一致	
更新	I-010301	Cu	Thermal Conductivity	Magnetic Field	OK	647.694 477.05	388.316 4.2222 30	77.7777 300	不一致
	I-010401					1188.02 498.77 380.048		不正な実データ代表値	
	I-010501					1368.22 512.984 382.221		不正な実データ代表値	
	I-010601					1560.72 532.309 383.258		不正な実データ代表値	
	I-010701					1813.43 530.344 384.084		不正な実データ代表値	
	I-010801					2025.45 530.103 385.202		不正な実データ代表値	
	I-010901					2227.47 540.7 388.458		不正な実データ代表値	
	I-011001					2420.33 544.458 388.287		不正な実データ代表値	
	I-011101					2604.71 547.588 387.422		不正な実データ代表値	
	I-011201					2781.25 550.238 387.737		不正な実データ代表値	
	I-011301					2960.61 552.61 388.097		不正な実データ代表値	
	I-011401					3113.01 554.482 388.384		不正な実データ代表値	
	I-011501					3269.21 556.208 388.586		不正な実データ代表値	
	I-011601					3419.53 557.734 388.3		不正な実データ代表値	
	I-011701					3584.28 559.082 388.681		不正な実データ代表値	
	I-011801					3704.04 560.309 389.142		不正な実データ代表値	
	I-011901					3828.9 561.406 389.227		不正な実データ代表値	
	I-012001					3969.23 562.389 389.417		不正な実データ代表値	

Tohoku Magnet Laboratory, National Research Institute for Metals

Fig. 4-6 Example of typical data check results.

4-2-3 超流動ヘリウム技術データベースシステム設計

現在超電導材料は、電力関連技術、医療関連技術、輸送関連技術やエレクトロニクスなどの幅広い分野で実用化されている。このような応用例の中で多く利用されている製品として超電導マグネットがある。超電導マグネットに使用されている線材の多くは金属系超電導材料 (LTS) である。実用 LTS は、その臨界温度が最も高い材料でもようやく液体水素の沸点を超えた辺りなので、これらの材料を使用するには、高価な液体ヘリウムで冷却する必要がある。液体ヘリウムは、その容器中の圧力を変えていく (例えば減圧) と、2.17 K (λ : Lambda point) において相転移を起こし、超流動ヘリウム状態になる。超流動ヘリウム状態では、高い熱伝導性が得られるので高磁場発生を目指した超電導マグネットの冷媒として用いられるようになりつつある。その起源は1988年、フランスの Tore Supra 計画において世界初のトカマク型超電導マグネットが超流動ヘリウムによって冷却されたことによる。この事例以後、より高い磁場やより低い動作温度を必要とする核融合設備、大型加速器やNMRなどの装置において、超流動ヘリウムを冷却剤とした超電導システムの建設が進められてきた。国外ですでに稼働している装置や計画を含む主な設備を Table 4-4 に示す。超流動ヘリウムは、実効的な熱伝達が大きくとれるため、超電導磁石の冷却に適していると言われている。国内においては、物質・材料研究機構強磁場共用ステーションに設置されている、930 MHz と 920 MHz の NMR 装置⁴¹⁷⁾ や高エネルギー加速器研究機構とスイスの CERN (Conseil Européen pour la Recherche Nucléaire) が共同で開発した LHC (Large Hadron Collider) 装置⁴¹⁸⁾ はこの超流動ヘリウムにより冷却され、多くの成果をあげている。また、核融合科学研究所 (NIFS) の大型ヘリカルプラズマ装置 (LHD: Large Helical Device) 第2期計画⁴¹⁹⁾ や高エネルギー加速器研究機構 (KEK) と原子力開発機構 (JAEA) が共同で研究開発を実施している大強度陽子加速器施設 (J-PARC: JAPAN Proton Accelerator Research Complex)⁴²⁰⁾ においても超流動ヘリウム冷却が導入される予定である。

このように、超流動ヘリウム冷却による超電導マグネットの使用は今後さらに増えることが期待されている。しかし、超流動ヘリウムを利用した超電導マグネット冷却の設計には、超流動冷却時における熱伝達特性、熱交換機器特性、温度・圧力等の測定技術、マグネットの安定性などのデータが必要不可欠である。しかし、このようなデータは個々にそろっているものもあるが、すべてのデータを集積し系統的にまとめたものは皆無である。データベースは、情報化社会における材料開発者にとって非常に有用である。今後、多くの利用

が見込まれる超流動ヘリウムに関する技術情報を蓄積したデータベースは、地球規模で抱えている今日の環境問題解決に重要な役割を担うとされる超電導材料開発での問題解決のサポート機能を有するものと期待される。

そこで、超流動ヘリウム冷却に関する文献調査を実施するとともにデータとして不足の部分を新たな実験によりデータを収集した、超流動ヘリウム技術データベースの構築について検討した。

なお、本研究は、平成12年度の研究課題番号12305016の科学研究費補助金のもと、NIMS, KEK, NIFSと京都大学の4研究機関による共同研究として実施⁴⁻²¹⁾した中でデータベース構築に関する部分をまとめたものである。

Table 4-4 Superfluid helium cooled superconducting systems in the world.

Nation	Year	Laboratory	Project	Temp. / Heat load	Cooling item
Switzerland France	2007	CERN ^{a)}	LHC ^{b)}	1.9Kp*/20kW	Magnet
Germany	2007-2010 2000-	DESY ^{c)} DESY	TESLA ^{d)} TTF ^{e)}	2.0Ks*/30kW 2.0Ks*/300W	Cavity
USA	1996-	J. LAB	CEBAF ^{f)}	2.0Ks*/2kW	Cavity
USA	1996- 2002-	NHMFL ^{g)} NHMFL	45 T Hybrid 900MHz NMR	1.8Kp*/10W 1.8Ks*/1W	Magnet Magnet
Japan	2000-	KEK	LHC-IRQ-Japan	1.8Kp*/70W	Magnet
Japan	2001-	NIMS	920,930MHz NMR	1.8Kp*/1W	Magnet
Japan	study	NIFS	LHD ^{h)} 2nd stage	Design study	Magnet

*p: Pressurized, s: Saturated

a) Conseil Européen pour la Recherche Nucléaire, b) Large Hadron Collider, c) Deutshes Electronen-Synchrotron, d) TeV Superconducting Linear Accelerator, e) TESLA Test Facility, f) Continuous Electron Beam Accelerator Facility, g) National High Magnetic Field Laboratory, h) Large Helical Device

4-2-3-1 データ収集システム

4-2-1 で設計した強磁場工学データ収集システムと同様に、超流動ヘリウム技術データベースのデータ収集システムも Card 型データベースシステムを適用した。Fig.4-7 にそのデータ収集システムのデータ入力画面を Table 4-5 に入力データ群を示す。

本データベースは、その大部分が文献によるデータとなる。そこで、入力書式としては、(1) データ入力者情報 (Investigator)、(2) 文献情報 (Reference)、(3) 内容情報 (Content) と(4) の内容詳細情報 (Detail) の4つとした。データ入力者情報は、実際の検索には使用しないが、データ信頼性の保障とデータメンテナンスの際に必要となる。文献情報は、通常の文献データベースと同様のデータを入力し、その文献の掲載誌についても分類表を作成して入力した。このことは、論文のみならず、Review や Technical Note についても調査を実施し、データとして取り込んでいるからである。このように、文献データは広範囲に調査を実施した。データ収集システムの特徴的なところは、データをカテゴリーにより分類したことと、調査した文献についての内容情報を Contents として記載しているところにある。カテゴリー分類は、データ検索の際のキーワードとして利用することが出来るとともにデータ管理に役立つ。また、Contents 情報は、このデータベースを利用してデータを取得した利用者は、データ検索結果から文献の全文を読むことは出来ないが、そのエッセンスをこの Contents から読み取ることが可能となる。さらに、文献内容にとって重要な図表を参照することも可能な設計とした。図表データは、著作権があるので、イメージデータとして表示することは難しい。そこで、グラフデータは、文献のグラフからデータを読み込み、数値データに変換して Server に格納している。また、表データや数式データも同様なことから、HTML 技術を使用して別データファイルを作成し蓄積している。

これらのデータファイル名は、データ収集システムに図表データ (Figure Caption) を書き込むと自動的に生成されるように設計している。このデータファイル名は、当然であるが、全データを通して重複しないユニークなデータ番号となっている。また、それらのデータファイルは、そのファイルの内容により拡張子を変化させた。数値の場合は txt を HTML 技術により作成するファイルは html でイメージの場合は jpeg として分類した。

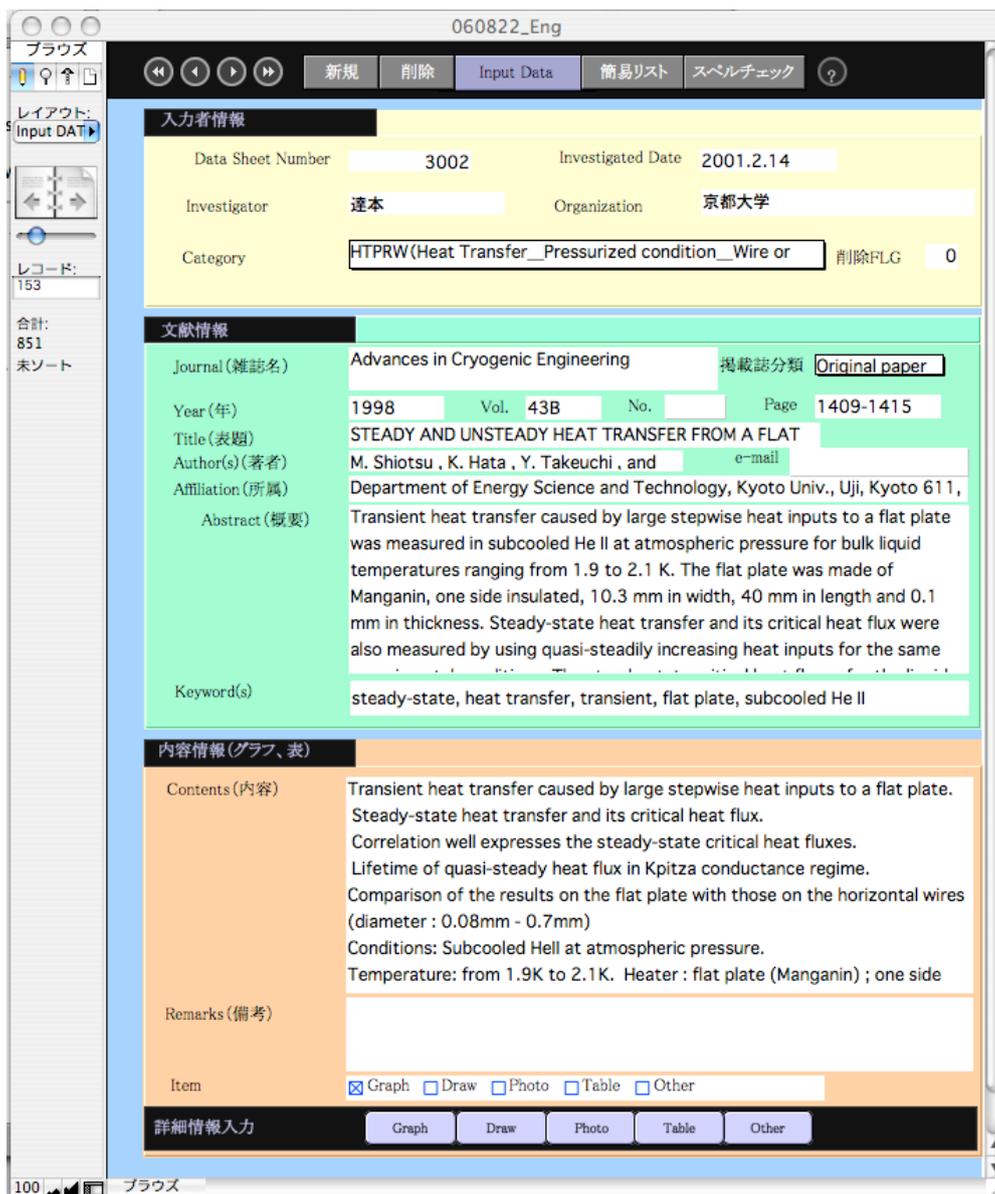


Fig. 4-7 Data input display for Superfluid helium database system.

Table 4-5 Client DB System data items for the Superfluid helium database.

Item	Data
Investigator	Data sheet number, Investigated date, Investigator Name, Organization, Category
Reference	Journal, Journal classification, Year, Volume, Number, Page, Title, Authors, Affiliations, Abstract, Keywords
Content	Contents, Remarks, Items
Detail	Graph, Draw, Photo, Table, Others

4-2-3-2 データ収集分野

超流動利用の超電導磁石システムでは、超流動ヘリウムの熱伝達特性や超電導コイルの熱的安定性、あるいは冷却システム内の温度、圧力や流量などの測定技術や特殊なシール技術など多種多様な知識が必要とされる。そのため、超流動ヘリウム利用による超電導マグネットシステムを設計する際に必要不可欠なこのようなデータを収集するために二つの方法をとった。すなわち、第一の方法は、国内外の文献を低温技術等について専門に研究している研究者により調査し、既存の研究成果から必要な情報を得る方法。第二の方法、文献にはないが必要と思われる熱伝達特性や冷却要素技術について、新たな実験を実施しデータを取得した。Table 4-6 に超流動ヘリウム技術データベース構築計画の概要を示す。文献調査では、超流動ヘリウム熱伝達 (HeII 熱伝達)、超流動ヘリウム計測技術 (HeII 計測技術)、大型マグネット冷却における超流動ヘリウム用 (HeII 利用) などをキーワードとして調査を実施した。また、加圧超流動熱伝達、超流動技術、超流動ヘリウム利用マグネットの安定性に関しては、それぞれの項目で実験を行いデータ取得を実施した。主なものとしては、加圧超流動ヘリウムの定常・非定常熱輸送特性や微小間隙を流れる加圧超流動ヘリウムの熱伝達である。具体的には、0.1 MPa (大気圧) 以上 (設計 1.5 MPa, 実験 1.0 MPa) の加圧超流動ヘリウムの実行熱伝達の測定、加圧超流動ヘリウムの流速と臨界列流速との相関性の実験、加圧超流動ヘリウムの熱伝達の絞り部による影響の実験、加圧超流動ヘリウムによる可視化クライオスタットによる実験やマイクロチャンネル中における熱伝達の断面積効果の実験などである。

Table 4-6 Research activities for database of helium II cooled superconducting magnet system design.

Case A: Published document survey and discussion

1. Helium II heat transfer
 2. *In-situ* measurements
 3. Helium II system of large superconducting magnets
 4. Reliability of Helium II cooling system
 5. Optimization of Helium II magnet cooling system
 6. Data base construction
 7. Final check of Helium II database system and management
-

Case B: Experimental research

1. Helium II heat transfer
 - (a) Geometry dependence of cooling channel
 - (b) Steady and transient heat transfer characteristics

 2. Helium II cooling technology
 - (a) *In situ* measurements
 - (b) Temperature, pressure, flow, phase change detection

 3. Pressurized Helium II heat transfer
 - (a) Steady and transient heat transfer characteristics
 - (b) Steady and transient heat transfer characteristics of forced circulated flow

 4. Helium II cooling technologies(2)
 - (a) Heat exchanger design
 - (b) Main heat exchanger : Surface treatment, Kapitza conductor
 - (c) JT heat exchanger : Dimension, flow, characteristics
 - (d) Seal technology for narrow leak channel
 - (e) Material survey, measurements
 - (f) Long term stable operation
 - (g) Contamination measurement

 5. Stability of conductors and coils under Helium II cooling
 - (a) Stability evaluation against local and transient thermal turbulence
 - (b) Effect of constant heat input
 - (c) Relationship between conductor surface treatment and surface treatment of conductor
-

4-2-3-3 文献調査

本研究により実施した文献調査の内容を Table 4-7 に示す。調査文献は、1965 年から 2002 年の範囲に出版されたものを対象とし、その総数はおよそ 1,000 件に達している。調査した文献は、Cryogenics,, Proceeding of Cryogenic Engineering Conference, Proceeding of International Cryogenic Engineering Conference, IEEE Applied Superconductivity, IEEE Transactions on Magnetism, Teion Kougaku などである。すべての対象文献は、研究者が直接調査することを基本とした。調査項目としては、(1) 超流動ヘリウムの熱伝達、(2) 低温容器のシステム構成等、(3) 温度、圧力などの測定法やシール技術などの冷却技術に関するもの、(4) 超流動ヘリウム冷却による超電導マグネットの実績などである。Table 4-8 に調査対象の詳細項目を示す。

Table 4-7 Surveyed journals terms.

Journals	Terms	Issues
Cryogenics	1965 to 2002	monthly
CEC Proceedings		2 years
ICEC Proceedings		2 years
IEEE Applied S.C.		monthly
IEEE Magnetism		monthly
Teion Kougaku		monthly
Symposium, etc		occasion

Table 4-8 Technical items for document survey.

Main Items	Items	Sub Items
Heat Transfer	Helium II pressurized	Plate
		Channel (mm, μ m)
	Helium II saturated	Plate
		Channel (mm, μ m)
System	Cryostat	
	Heat exchanger	JT
		Helium II _p * – Helium II _s **
	Pumping	Vacuum pump
		Cold compressor
Materials		
Cooling Technology	Measurement	Temperature
		Pressure
		Flow rate
		Level
		Miscellaneous
	Special technique	Seal
		Miscellaneous
Operated cases	Refrigeration	
	Magnet	
	Magnet stability	
	Conductor	

*p: Pressurized

**s: Saturated

4-3 データベースの実例

4-2 において、全体システム設計およびデータ収集システム的设计を検討した。これらの設計により構築した強磁場工学データベースと超流動ヘリウム技術データベースの実例を用いて解説し、それぞれのデータベースについて考察する。

4-3-1 強磁場工学データベース

Fig.4-8 に強磁場工学データベースの Top Page を示す。強磁場工学データベースは、この Top Page に表示されている 3 つの特徴的なデータベースにより構成されている。1 つめは、Engineering Database for Applied Superconductivity and Cryogenics (超伝導工学データベース：基盤データであるので超伝導工学データベースとしていない)で、超伝導材料や低温機器材料の物性値データベースとなっている。2 つめは、Reference Database (文献データベース)で超伝導および低温工学関連の文献を入力している。3 つめは、Technical Terms Database (用語データベース)で、超伝導材料関連の技術用語の統一を目指している。

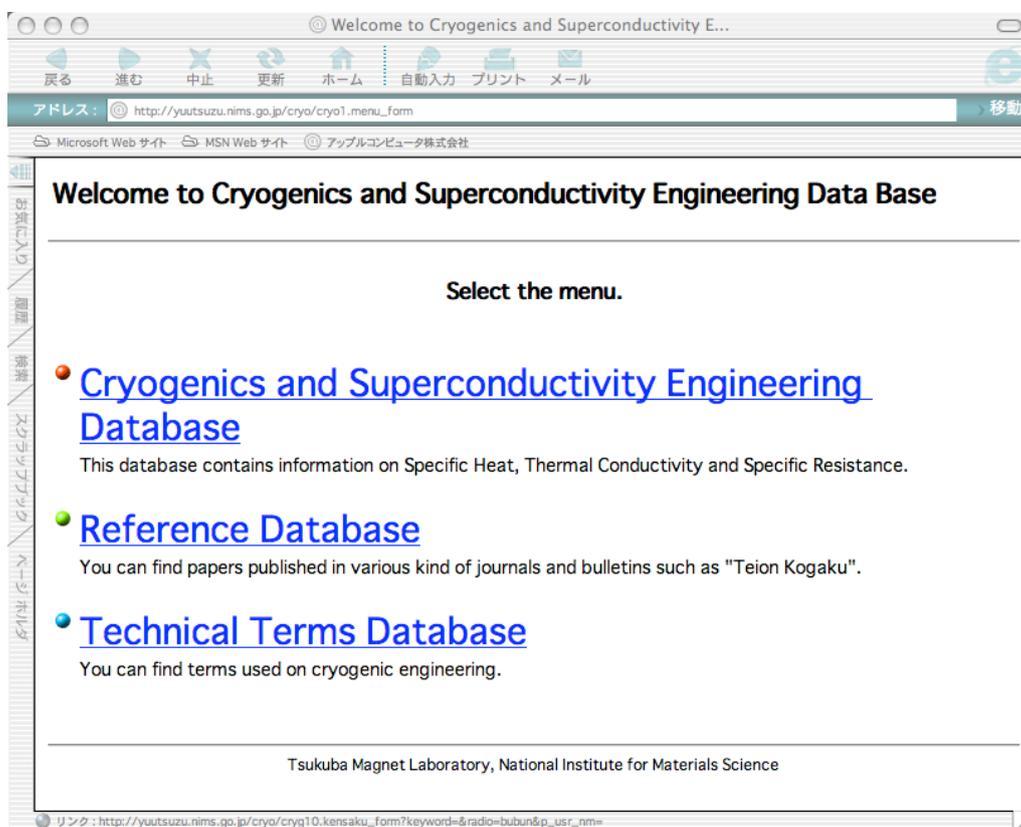


Fig. 4-8 Top page of Cryogenics and Superconductivity Engineering database.

4-3-1-1 超伝導工学データベース

データベースにおいてデータの充実は当然であるが、データ検索の方法や検索速度が重要となる。データベースへは、専門分野の研究者だけではなく専門外の人々もアクセスする。そのため、専門的なキーワードによる検索や絞り込みは、時として検索速度の低下や非効率な検索となり、必要なデータにたどりつけない可能性がある。

本データベースで取り扱う物性値は、温度、圧力、磁場、ひずみなどの環境に依存する変数であり、それらを多次元空間の中で定義することとした。本データベースでは、この多次元空間のキーワードを3次元に限定し、残りの条件はそれぞれの物性値に応じてパラメータとして指定するか、あるいは備考として記述することにした。検索結果は2次元空間で表示し、3次元空間でのデータの切り口は利用者が指定するように設計した。すなわち、環境変数のひとつを独立変数として選択し、もう一つの環境変数を固定値あるいはパラメータとした。

Fig.4-9 に検索条件設定のフローを示す。第1条件設定 (1st Condition Set) 中の "Dependency" の項目で変化させる環境変数を指定する。温度変化を知りたい場合は、"Temperature" を選択し、固定する環境変数は、"Condition of Measurement" で指定する。通常、この条件設定だけでは、件数が多すぎるので絞り込みを実施する。第2条件設定 (2nd Condition Set) では、材料名、物性値の範囲と残留抵抗比である RRR を範囲指定して絞り込みをかけることになる。それぞれの条件で、検索条件に合致したデータ件数が表示されるので、十分に絞り込みが完了するまで条件を変化させればよいように設計した。このようにして検索されたデータリストを Fig.4-10 にその詳細データを Fig.4-11 に示す。この場合、材料名が Cu、物性値が熱伝導率 (Thermal Conductivity)、磁場値が 0 T で RRR が 100 から 200 のデータである。ここで表示されるデータは、物質の化学式と特徴的な4つの温度での代表値、すなわち液体ヘリウム温度 (4.2 K)、液体水素温度 (20 K)、液体窒素温度 (77 K)、室温 (300 K) における物性値と熱処理条件や試料作成法などのメタデータも併記される。このデータベースでは、データプレビュー機能を採用し、実際のデータをグラフとして参照することができるようにも設計している。参照グラフは、ユーザーの好みに合わせて縦軸、横軸のサイズやリニア・ログ表示が選択可能となっている。また、物性値と温度データのダウンロードも可能である。このように、本データベースの検索は、非専門家に対しても配慮した設計となっている。

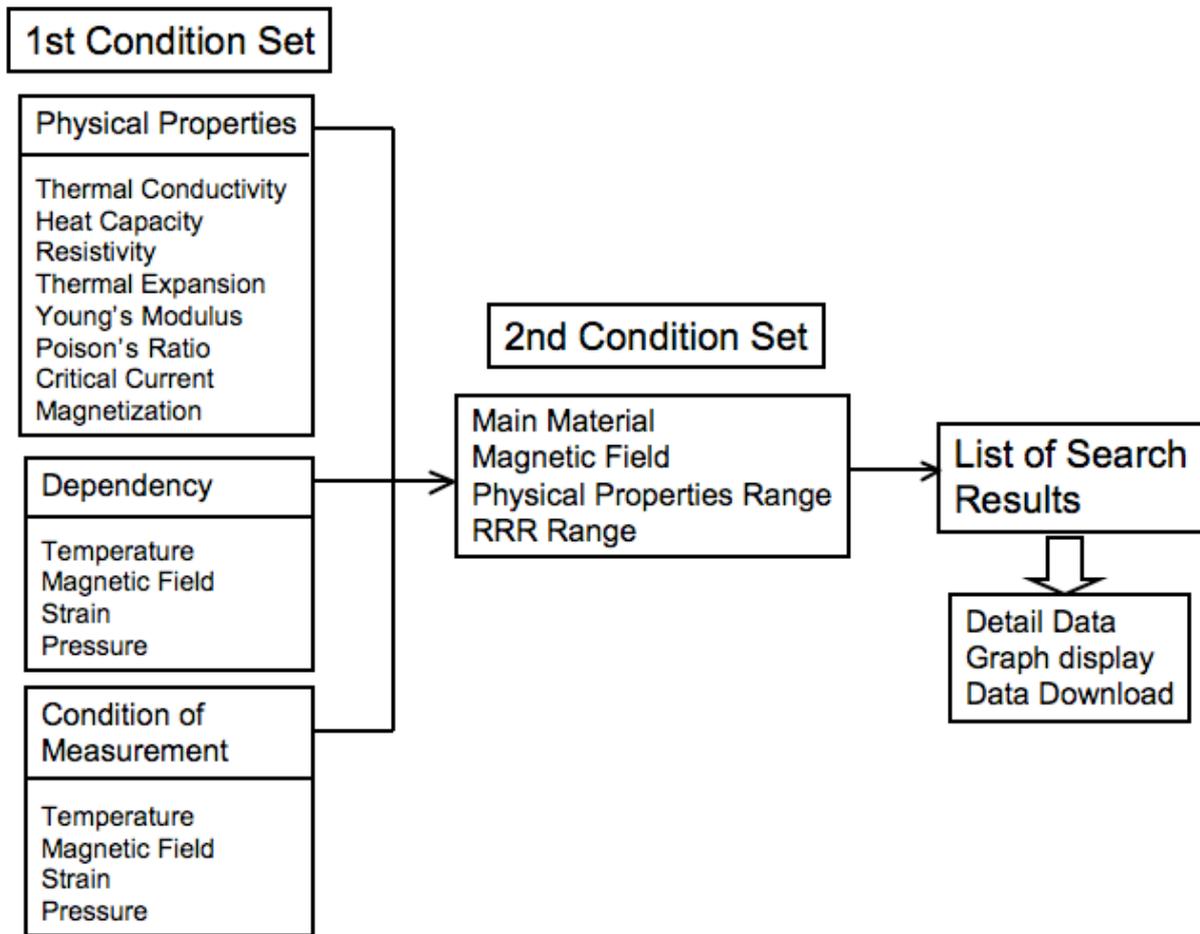


Fig. 4-9 Data search condition setting flow of Cryogenics and Superconductivity Engineering Database.

List of Search Result

Your request:
Main Material: Cu
Magnetic Field : 0T
Physical Properties: Thermal Conductivity
RRR: 100-200

12 item are found. Click the button 'Material' and you can get the Precise Data of the Material.

Material	Chemical Formula	RRR	Physical Properties at Certain Temperature				Heat Treatment Condition	Sample Fabrication Method	Measuring Method
			4.2K	20K	77K	300K			
Cu	Cu	100	2.420E+03	5.445E+02	3.970E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	OFHC Cu	100	2.380E+03						
Cu	Cu	110	2.605E+03	5.476E+02	3.974E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	Cu	120	2.781E+03	5.502E+02	3.978E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	Cu	130	2.951E+03	5.525E+02	3.981E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	Cu	140	3.113E+03	5.545E+02	3.984E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	Cu	150	3.269E+03	5.562E+02	3.986E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	Cu	160	3.420E+03	5.577E+02	3.988E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	Cu	170	3.564E+03	5.591E+02	3.990E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	Cu	180	3.704E+03	5.603E+02	3.991E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	Cu	190	3.839E+03	5.614E+02	3.993E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	
Cu	Cu	200	3.969E+03	5.624E+02	3.994E+02	NBS 準拠	NBS 準拠	NBS 準拠	

Fig.4-10 List of search results.

Precise Data of the Material

Click the button to show the graph. to get the graph.

Material	Cu
Chemical Formula	Cu
Submitted by/Author	Vincent G. Arp
Organization/Affiliation	CRYODATA INC.
Data Source	METALPAK
Date of Publish	1996-10-28
Volume of the Data Source	
Page of the Data Source	
Note	Ver.0.96 Specific heat data are referenced to data of White and Collocot, J. Phys. Chem. Ref. Data vol 13, p 1251, 1984 and NBS Monograph 21 (1960). Estimated accuracy is 0.3 pct. or better. Thermal expansivity data are referenced to data of Corruccini and Gniewek, NBS Monograph 29 (1960). The electrical resistivity is obtained from the Metalpak scaled resistivity function, referenced primarily to data by Matula (1979) and secondarily to data by Hust et al, NBSIR 84-3007(1984).
Residual Resistance Ratio	100
Heat Treatment Condition	NBS 準拠
Sample Fabrication Method	NBS 準拠
Measuring Method	NBS 準拠

Fig.4-11 Precise data of the material.

4-3-1-2 文献情報データベース

文献上データベースには、低温工学誌と強磁場共用ステーションから毎年発刊されている TMS Annual Report (強磁場年報) に掲載されているデータを蓄積している。ひとつの書誌データには、(1) 掲載誌名, (2) 巻, (3) 号, (4) 頁, (5) 発刊年, (6) 表題, (7) Subject (英文), (8) 著者名, (9) Author (英文), (10) 所属, (11) Affiliation (英文), (12) Abstract (英文), (13) Keyword (英文), (14) E-mail address (英文) の 14 項目を入力している。データ項目名が英文の場合は、データは英文で入力した。日本語のみならず英語の項目を採用している理由は、インターネットを利用して世界に発信するためである。

本文献データベースにおける検索キーワードは、上記の(6)から(13)の中からの個別選択と(6)から(13)の全てのデータ項目からを選択することができる設計とした。また、使用する検索キーワード and/or により 4 つの単語を入力して絞り込むことも可能である。ここで、Author として「YUYAMA」と「Michinari」を「AND」条件で検索したときに得られた結果を Fig.4-12 に、その中のひとつの詳細情報表示結果を Fig.4-13 に示す。Fig.4-12 に示す通り、検索結果リストでは使用した検索条件が表示され、さらに絞り込みをするためのキーワード入力ボックスを設定している。また、表示リストには、表題のみならず論文データの簡易アブストラクトを記載し、データベース使用者によりデータを把握しやすくしている。Fig.4-13 の詳細情報は、書誌データと著者、所属とアブストラクトなどの表示とした。アブストラクトは著作権の問題があるため、一般利用者には表示させない設定をとっている。現在、学術的な使用に限りアブストラクトまで含めた情報提供出来るように関係各機関との検討を実施している。

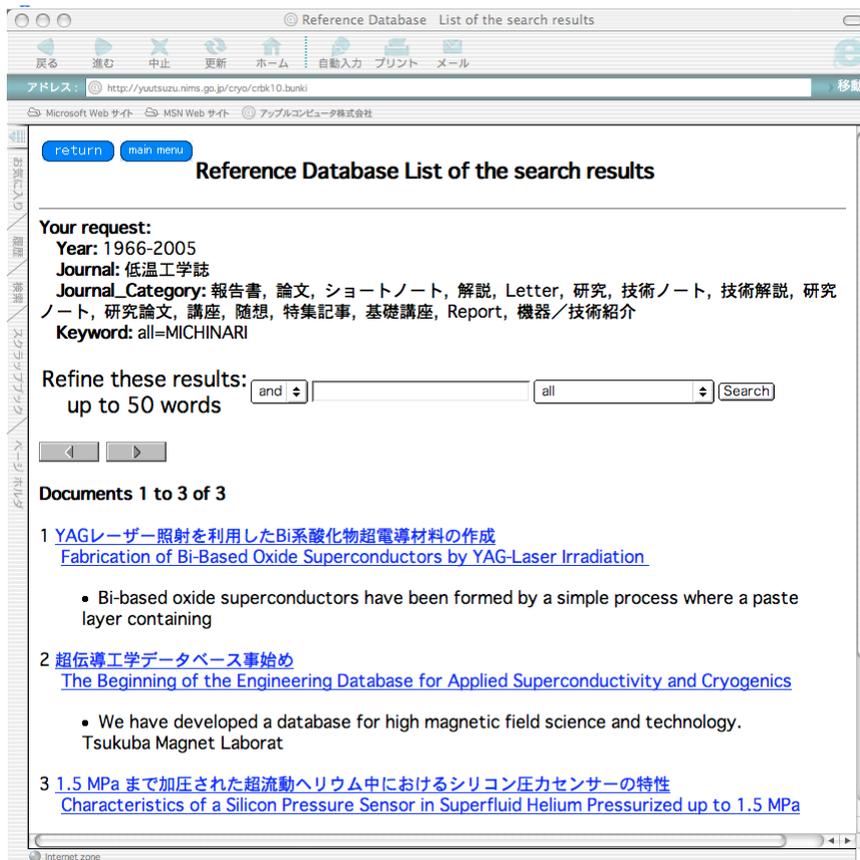


Fig.4-12 List of reference database search results.

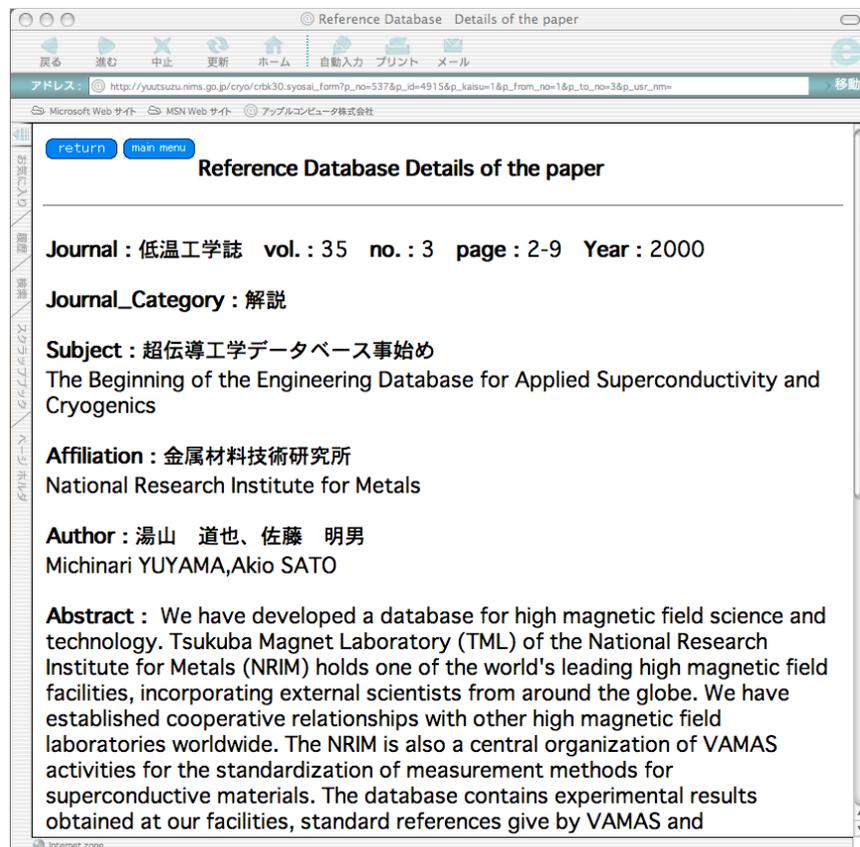


Fig.4-13 Example of a Technical terms database search results.

4-3-1-3 用語データベース

データベースによるデータ検索では、数値情報（ファクトデータ）や文献情報のみならず用語情報の要望が多くある。それは、ひとつの用語を表す場合、複数の表現方法があるので、ある用語で検索を実行しても望んだ結果を得られない場合が出現するためである。例えば、低温工学誌の索引で”超電導マグネット”の英訳は、”Superconducting Magnet”と”Superconductive Magnet”の2通りが存在する。理由は、低温工学誌へ投稿された原稿にこの2つの用語が使用されているためである。このような場合、絞り込みにどちらか一方を入力して検索した場合、検索結果が0件というケースも考えられる。このようなケースを無くするためには、”Superconductive Magnet”で検索しても”Superconducting Magnet”が検索できるようにシステムを構築すべきである。しかし、すべての用語に対して複数の類語を当てはめることは不可能である。もちろん、OWL (Web Ontology Language)⁴⁾²²⁾ などによる用語セットによる解決法も考えられる。しかし、OWLによる用語セットの構築には、膨大な時間と予算を必要とする。また、OWLによる用語セットの検証も必要であるばかりか、先進材料の最新の用語に関するOWL用語も追加していかなければならない。そこで、簡易的な補足システムとしての用語データベースを構築した。データは、低温工学誌で使用されているKeywordをまとめたものである。検索は、キーワードを入力し、オプションとして完全一致 (being same with this word), 部分一致 (including with this word), 前方一致 (starting with this word), 後方一致 (ending with this word) を選択することができる。例えば、”Superconductor”をキーワードとして検索した結果を Fig.4-14 に示す。この場合、部分一致を検索条件としているので、Superconductor という単語のみならず、Superconductor を含む金属系や酸化物系の超電導体も検索結果として表示されている。Fig.4-15 に”Superconductor”の検索詳細情報画面を示す。特徴的なことは、”Superconductor”という用語に対しての情報と関係の深い用語を左下側の枠に Related Terms として表示し、下にその説明にリンクを張っている点である。このデータベースでは、利用者がひとつの用語からさらに新しい用語の意味を知ることができるようになっている。

強磁場工学データベースの検索システムは、できるだけ多くの利用者にユーザーフレンドリーな手法で実行できるように配慮して設計した。しかし、まだこれだけでは十分とは言えず、スペルミスカバーする機能や関連用語の充実と、さらにはグローバル化を意識した用語の英語化など、今後さらなる改良が必要である。

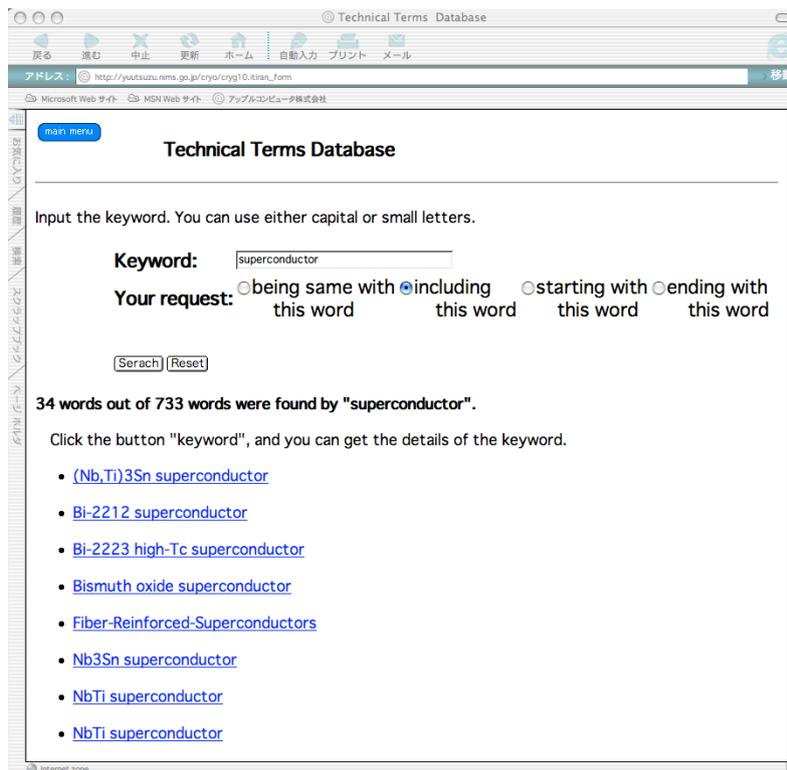


Fig.4-14 List of Technical Terms database search results.

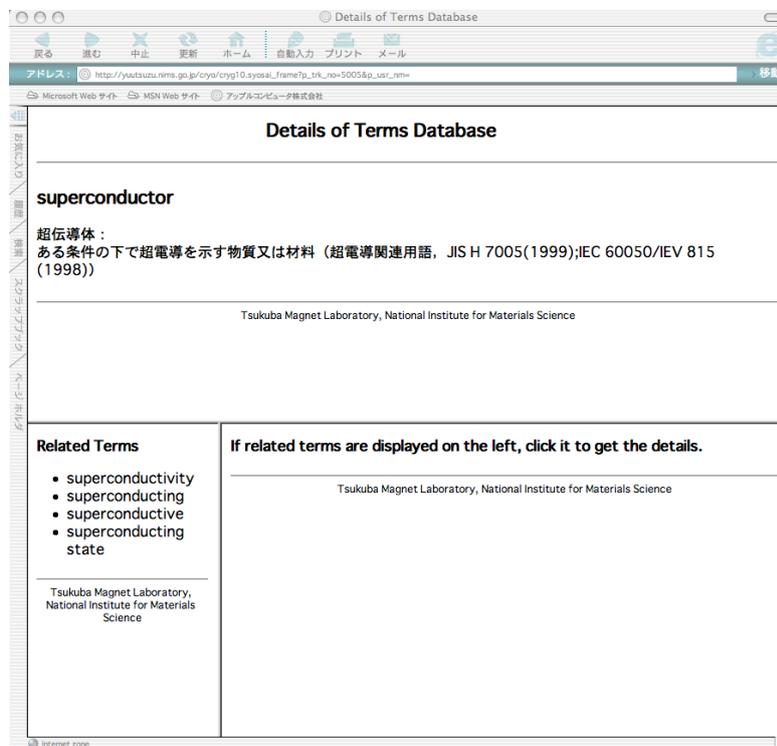


Fig. 4-15 Example of Technical Terms Database search result.

4-3-2 超流動ヘリウム技術データベース

データベースを利用する際の重要なポイントのひとつは、多数のデータ群の中から必要なデータを素早く獲得する手法である。短時間でデータを取得するために、キーワードを中心としたデータ検索手法が一般的に普及している。複数のキーワードを組み合わせた検索は、絞り込みの効果が十分にあるので短時間でのデータ収集が可能である。しかし、専門分野以外のユーザーによる場合は、うまくキーワードを組み合わせることが困難である。また、有効なキーワードの知識が不足しているため、有効なキーワードを入力できないことが想定される。そこで本データベースでは、キーワードによる検索法とキーワードを使用しないカテゴリーによる検索法を用いた。カテゴリーは4-2-2のシステム設計中において3段階に分類していることから、インデックス検索におけるインデックスファイルの役割を担うことができる。

Fig. 4-16に本データベースのトップページを示す。キーワードをメインとして検索するための条件設定画面は以下のような3種類とした。すなわち、(a) キーワード+掲載誌名+カテゴリー+掲載年, (b) キーワード+カテゴリー+掲載年, (c) キーワード+掲載年である。キーワードを利用した検索では、(1) Subject, (2) Affiliation, (3) Author, (4) Abstract, (5) Keywords, (6) Journal のそれぞれの項目と(1)~(6)の全てに対して、複数のキーワードの選択により検索が実行できるように設計している。

また、カテゴリーによる検索は、(d) カテゴリー+掲載年, (e) カテゴリーのみとしている。カテゴリーによる検索は、2次検索においては、キーワードを使用して絞り込み検索ができるようにも設計した。

カテゴリーをメインとした検索条件設定画面を Fig. 4-17 に示す。カテゴリーによる検索では、文献内容を4つのメインカテゴリーに分類し、その下に12のサブカテゴリーを配置し、さらに詳細カテゴリーを設定した。すなわち、メインカテゴリーとして、(1) 冷却技術 (Cooling Technology), (2) 熱伝達 (Heat Transfer), (3) 冷却の実例 (Magnet Cooling), (4) システム (System) がある。サブカテゴリーとして、(a) 計測技術 (Measurement), (b) 特殊技術 (Special Technique), (c) 加圧状態における熱伝達 (Pressurized condition), (d) 飽和状態における熱伝達 (Saturated condition), (e) 磁石系 (Magnet), (f) 冷却系 (Refrigeration), (g) 導体 (Short Sample), (h) 安定性 (Stability), (i) 低温容器 (Cryostat), (j) 熱交換機 (Heat Exchanger), (k) 排気系 (Pump), (l) 構造材料 (Structure) などがある。

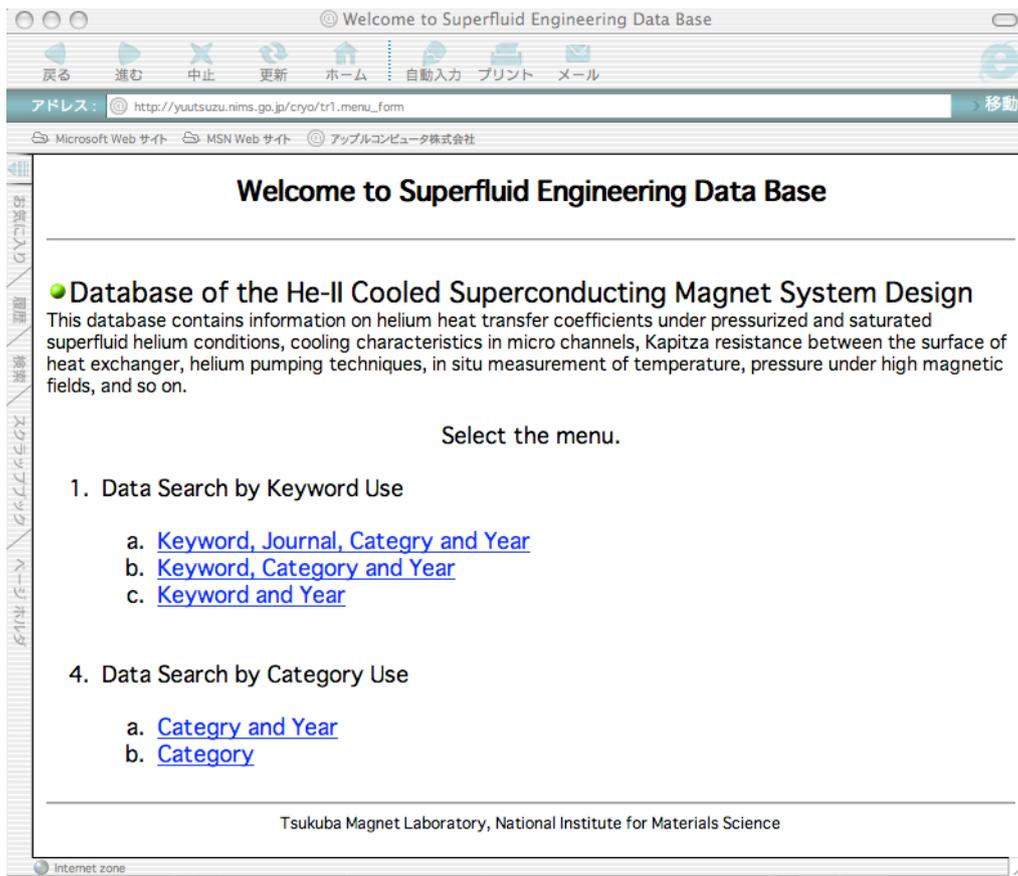


Fig. 4-16 Top page of Superfluid Engineering Database.

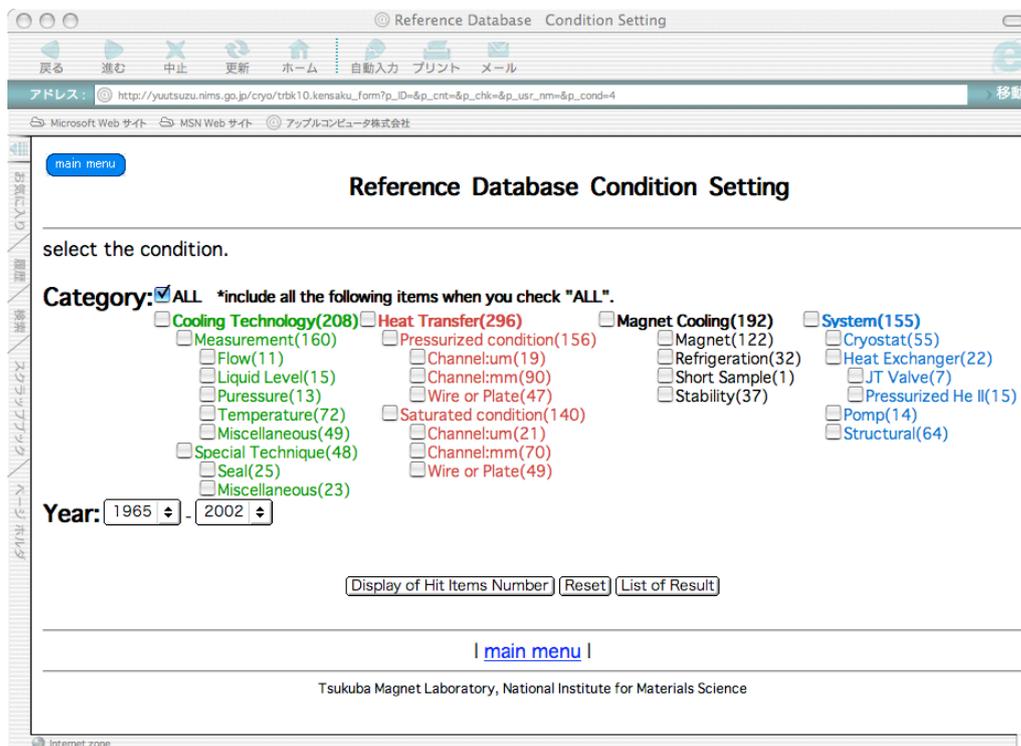


Fig. 4-17 Data search condition setting use categories.

このようにカテゴリーを細分化することにより検索効率を高めている。このカテゴリーの細分化による選択は、キーワードを利用した検索においても利用することができる。このように、キーワード利用での検索では、絞り込み項目が多いことからより早く所望のデータに到達できる設計となっている。

カテゴリー検索のひとつの例として、Heat Transfer/Pressurized condition/Wire or Plate のデータ (全 47 件) を検索した結果の詳細情報を Fig. 4-18 に示す。詳細情報は、掲載誌情報とこの論文に掲載されている重要と思われる図表や式などの情報を表示している。このデータベースのユニークな点は、「Contents」情報として、この論文について調査した研究者の視点を情報として提供していることと、グラフデータを数値データに変換してデータベースに備わっているグラフソフトにより動的に描画できる点である。データを検索したユーザーは、文献概要 (Abstract) のみならず、専門の研究者による解説情報 (Contents) を入手することができる。このような、解説情報は、従来の数値のみのデータベースとは異なり、データの知識化に通じるものと期待している。さらに、グラフデータの数値 (ファクトデータ) をユーザー自身の PC にダウンロードすることにより、ユーザー独自のデータとして使用することが可能となっている。

文献のグラフ (イメージ) から読み取ったデータを数値化しグラフ描画した例を Fig. 4-19 に示す。論文中に掲載されている表 (リスト) データは、HTML コマンドである Table タグを利用して処理し、イメージデータとはせずに Fig. 4-20 のように表示した。同じく数式データは、HTML コマンドである Table タグ、HR タグおよび Font タグなどを利用して HTML 技術により表示できるように変換し表示している。Fig. 4-21 はその一例である。

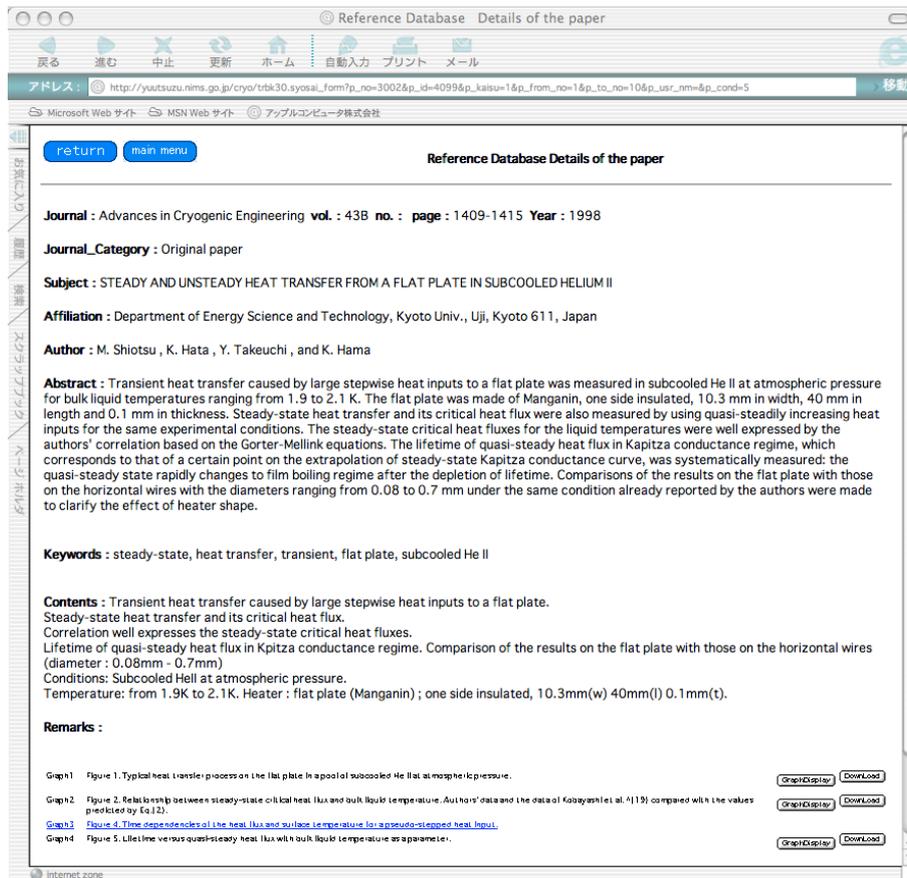


Fig. 4-18 Sample display of detailed data from the Reference database.

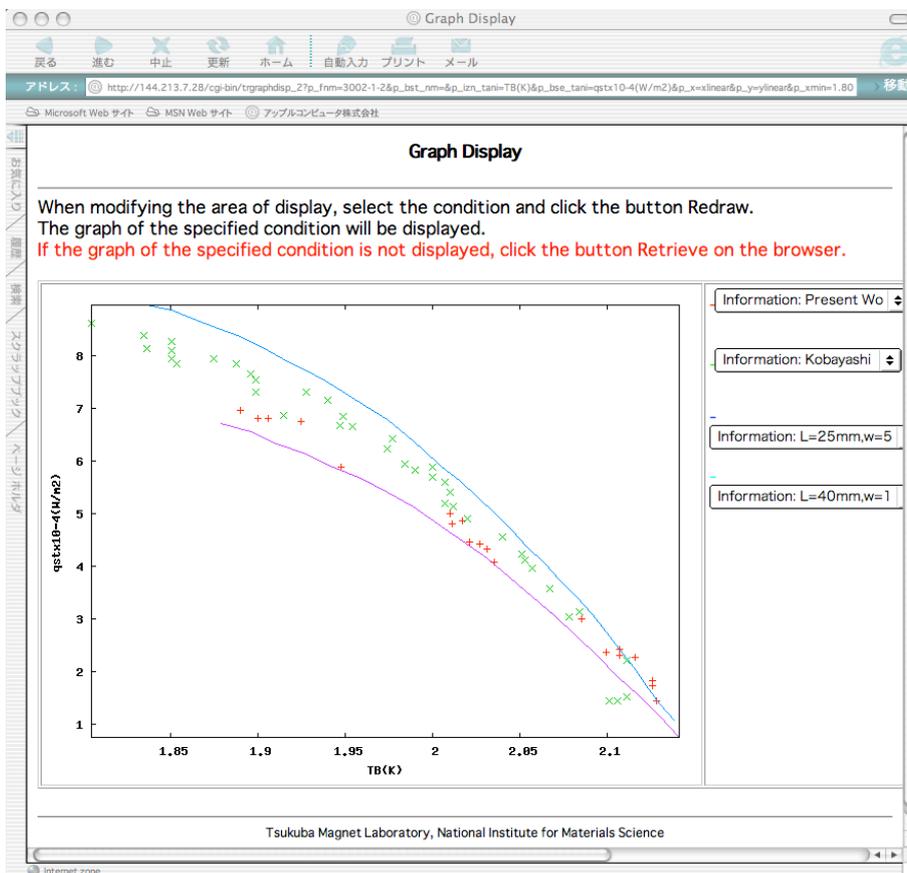


Fig. 4-19 A sample graph data display.

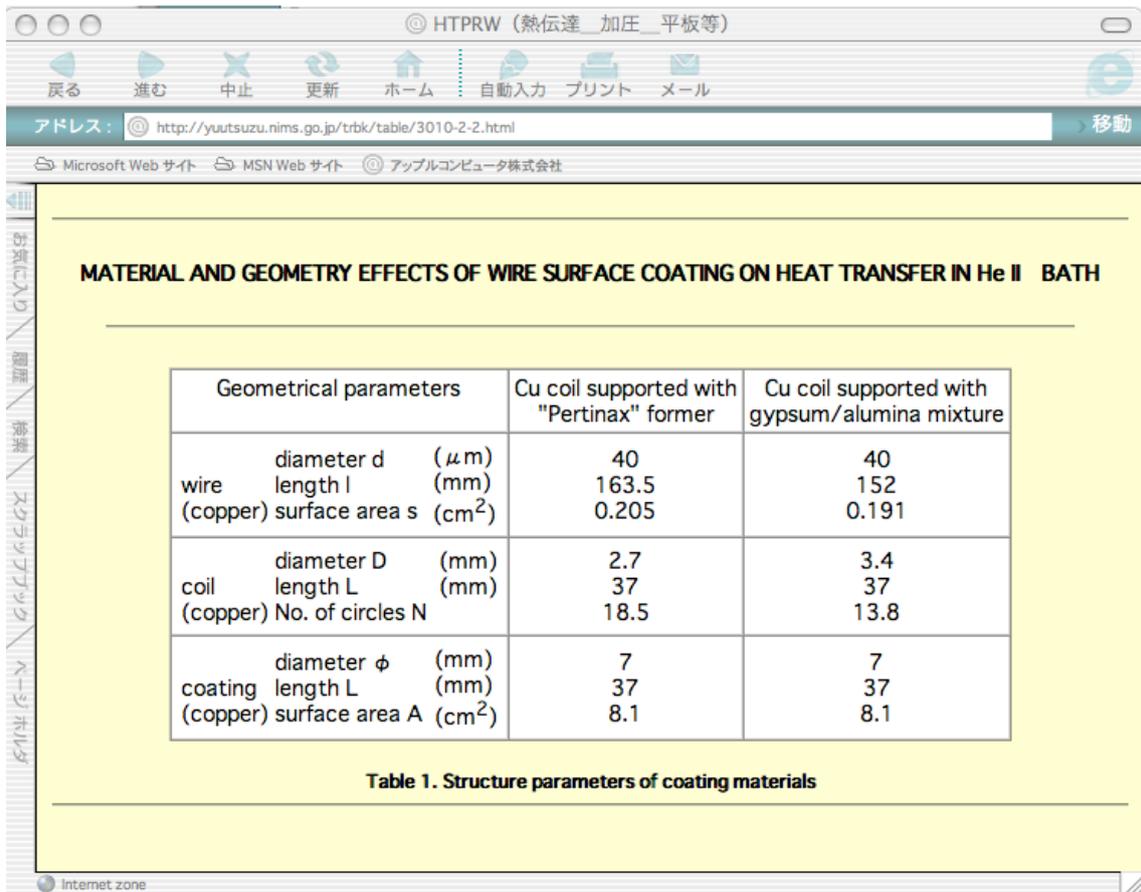


Fig. 4-20 An example of table data research result.

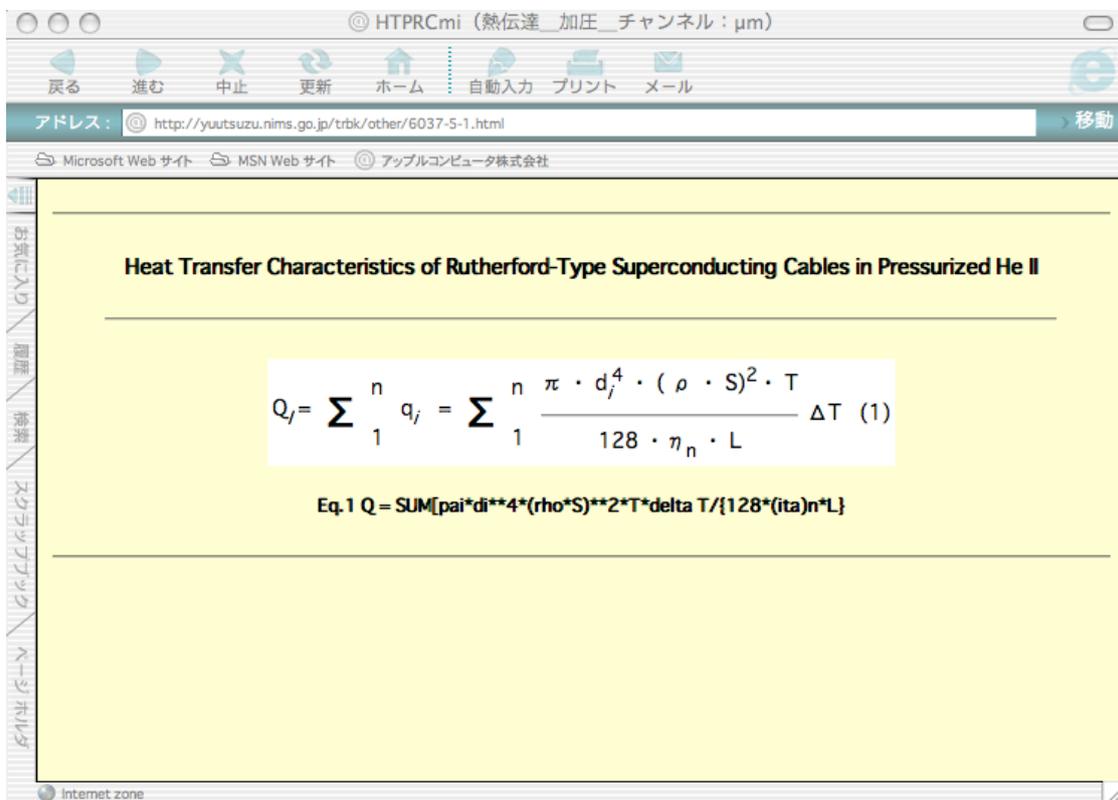


Fig. 4-21 An example of equation data research result.

4-4 考察

超電導材料の研究開発のためのデータベースとして、強磁場工学データベースと超流動ヘリウム技術データベースを構築した。データベースシステムは、全体データベースとしてRelational型のOracleを使用し、データ収集システム用データベースとしてカード型のFileMakerを使用した。データ検索システムには、インデックスファイルによる検索速度の向上やカテゴリー項目検索によるキーワードを使用しないユーザーフレンドリーな手法を導入した。しかし、これらのデータベースに蓄積されたデータの形式は、これらデータベース内の閉じた系のみ有効であり、別のデータベースとの連携には、データ形式の変換等が必要となってくる。例えば、強磁場工学データベースの文献データベースデータと超流動ヘリウム技術データベースデータを比較して考えてみる。Table4-9 に文献データベースと超流動ヘリウム技術データベースで使用されているデータ項目の比較表を示す。赤字で示される項目が、両データベースにおいて異なった規格を表している。

Table 4-9 Data comparison of Reference data items and Superfluid helium data items.

Item	Reference database	Superfluid helium database
Journal Name	Journal	Journal
Journal category	Category	Journal Category
Research category	None	Category
Subject	Subject	Title
Organization	Organization	Affiliation
Author	Authors	Authors
Abstract	Abstract	Abstract
Keyword	Keyword	Keywords
Comment	None	Contents
Information	None	Remarks

例えば、表題の場合、文献データベースでは、“Subject”と規定しているが、超流動ヘリウム技術データベースの場合は、“Title”と表記している。Subject も Title も表題として人間からすると意味が通じるが、データベースはコンピュータで処理をするので、別の項目と識別されてしまう。また、両データベースには、“Category”という項目が共通項目で存在しているが、それぞれのデータの内容は異なるばかりでなく、超流動ヘリウム技術データベースの Category は、このデータベースの検索の重要なキーワードとなるので、一方のデータベースから他方のデータベースへデータを移行する場合は十分な注意が必要となる。

データの共有・交換は、今後のデータベース運用を考える上で重要な問題である。本研究で構築した 2 つのデータベースには、「文献」という共通のキーワードがあるにもかかわらず、使用されているデータ書式の違いにより共有・交換を実行するには多くの処理を必要とする。

データの共通書式として世界中で利用されている言語に HTML がある。HTML は、1986 年に国際規格として制定された SGML (Standard Generalized Markup Language) から派生し、Web アプリケーションとして制定され、1993 年に IETF (International Engineering Task Force) のワーキンググループが最初の HTML を提出した。その後は、W3C (World Wide Web Consortium) により開発が続けられ、1997 年に HTML4.0 として勧告されている。この HTML は、簡単なタグと呼ばれる記述により、データを提供することができたこととインターネットの普及により世界中に広まっていった。しかし、HTML 書式は、人間から見るとデータの内容が分かるものの、コンピュータには理解することができず、そのままでは HTML 上のデータを処理することは困難であった。そのため、同じ SGML から派生した、XML (eXtensible Markup Language) が利用されるようになった。XML は、コンピュータでデータ処理をするためのタグを任意に定義できるため、非常に拡張性の高い言語である。しかし、任意のタグを自由に定義可能なため、そのタグ定義を明確にする必要がある。そこで、XML では、DTD (Document Type Definition) を構築し、妥当 (Valid) なドキュメントとしての構成をとっている。

Fig. 4-22 に超流動ヘリウム技術データベースの DTD の一部を、Fig. 4-23 にこの DTD を使用して XML により記述した文献データを示す。この DTD と XML で記述したデータがあれば、データを入手したユーザーとコンピュータは、得られたデータの内容を理解することができる。また、XSLT (eXtensible Stylesheet Language Transformations) により、HTML 記述でユーザー任意の情報表示も可能となる。

このように、XML 技術をデータベースに導入すると、データベースデータの共有・交換が実行することが可能となり、これまでに限られた領域に閉ざされていたデータベースのデータをインターネットを通して有効に活用ができる可能性が見出された。しかし、XML では、XML ドキュメントを処理するパーサが必要であり、用途毎の個別処理としての API (Application Program Interface)、例えば DOM (Document Object Model) や SAX (Simple API for XML) などが必要となり、さらに Java などの言語知識も必要となってくる。このように、データ自身の受け渡しに関して問題はないものの、より有効にデータを活用する場合はさらなる専門的な技術が必要となってくる。また、DTD は、任意に書式を作成しているので共通的に使用することは不可能である。超電導材料開発のためのデータを共有・交換するためには、超電導材料開発に有用な共通的な DTD あるいはさらに拡張性が高い XML Schema が必要である。

```

<!DOCTYPE SFDB [
]
<ELEMENT SFDB ( Input_Info* , Journal_Info* , Detail_Info* ) >
]
  <ELEMENT Input_Info ( Data_Num , Category , Date , Investigator , Organization ) >
  << ELEMENT Data_Num ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Category ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Date ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Investigator ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Organization ( PCDATA ) >
]
  <ELEMENT Journal_Info ( Journal , Journal_Category , year , Vol , No , Page , Title , Authors , E-mail , Affiliation , Abstract , Keywords ) >
  << ELEMENT Journal ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Journal_Category ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT year ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Vol ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT No ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Page ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Title ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Authors ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT E-mail ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Affiliation ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Abstract ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Keywords ( # PCDATA ) >
]
  <ELEMENT Detail_Info ( Contents , Remarks , Items* ) >
  << ELEMENT Contents ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Remarks ( # PCDATA ) >
  << ELEMENT Items ( Graph* , Table* , Draw* , Photo* , Other* ) >
  <<<< ELEMENT Graph ( Graph_Fig_Cap+ , Graph_File_Name+ , Graph_File_Ext+ ) >
  <<<< ELEMENT Graph_Fig_Cap ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Graph_File_Name ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Graph_File_Ext ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Table_Fig_Cap ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Table_File_Name ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Table_File_Ext ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Draw_Fig_Cap ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Draw_File_Name ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Draw_File_Ext ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Photo_Fig_Cap ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Photo_File_Name ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Photo_File_Ext ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Other_Fig_Cap ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Other_File_Name ( # PCDATA ) >
  <<<< ELEMENT Other_File_Ext ( # PCDATA ) >
] >
]

```

Fig. 4-22 An example of DTD for the Superfluid helium database.



Fig. 4-23 An example of an XML format using DTD for Superfluid helium data items.

4-5 結論

超電導材料開発のためのデータベースとして、強磁場工学データベースと超流動ヘリウム技術データベースのデータベースシステムの構築を検討した。その結果、以下の結論を得た。

- (1) 超電導材料開発に有用な強磁場工学データベースと超流動技術データベースを構築した。強磁場工学データベースは、物性データベース、文献データベースと用語データベースで構成されている。超流動ヘリウム技術データベースは、文献調査を実施した研究者の文献に対するコメントや感想などを記述したユニークなデータベースである。
- (2) 構築したデータベースは、Client and Server 型としたことにより、データメンテナンスとセキュリティが向上した。特に Client system には、Card 型でありながら Relational と Web 拡張性を兼ね備えたソフトを利用したことにより、将来のデータ拡張に対応することが可能である。
- (3) 強磁場工学データベースでは、3つのマスターデータを設定しインデックスデータとして使用することによりデータ検索速度が向上した。
- (4) 超流動ヘリウム技術データベースでは、キーワード検索のみならずカテゴリーのみによる検索手法を取り入れることにより、ユーザーフレンドリーな検索が実現できた。
- (5) XML と DTD 技術を導入することにより、データの相互利用ができることを明らかにした。しかし、DTD は拡張性がないことから、現在は使用例が減少しており、データ構造やデータタグに拡張性が高い XML Schema が利用されつつある。今後は、XML Schema による共有データ文書化が必要となるであろう。

データベースは、材料開発において基盤情報を提供する重要な情報源である。そのため、分散しているこれらのデータを共有・交換することは重要である。しかし、現在公開されているデータベースで、データの共有・交換技術を実装しているサイトはほとんどない。本研究では、XML 技術を用いることにより、インターネット上でデータの共有・交換を実現できる可能性を明らかにした。しかし、超電導材料開発全体から考察した場合、共通のデータ書式が必要となる。

今後は、超電導材料開発に有用なデータベースデータの XML 技術による共通書式の構築が必要となる。その場合、共通書式としては、DTD よりも拡張性の高い XML Schema の利用が有効である。

第4章の参考文献

- 4-1) 強磁場工学データベース: <http://yuutsuzu.nims.go.jp/>
- 4-2) 超伝導材料データベース: <http://supercon.nims.go.jp/>
- 4-3) E. F. Codd: Communication of the ACM, **13**(1970) 377-387
- 4-4) FileMaker Home Page: <http://www.filemaker.co.jp/>
- 4-5) Oracle Home Page : <http://www.oracle.com/lang/jp/index.html>
- 4-6) The Apache software foundation Home Page: <http://www.apache.org/>
- 4-7) Metals and Ceramic Information center: Handbook on Materials for Superconducting Machinery(1977)
- 4-8) D. Mann: LNG Materials & Fluid(1979)
- 4-9) G. Klipping: Lehganshandbuck KRYOTECNIK (1977) 邦訳・低温工学ハンドブック, 内田老鶴圃新社 (1982)
- 4-10) 超電導・低温工学ハンドブック, オーム社(1993)
- 4-11) NIMS 物質・材料データベース: <http://mist.nims.go.jp/>
- 4-12) 強磁場共用ステーション: <http://www.nims.go.jp/TML/japanese/>
- 4-13) TML Annual Report 1999～2006
- 4-14) National High Magnetic Field Laboratory: <http://www.magnet.fsu.edu/>
- 4-15) Grenoble High Magnetic Field Laboratory: <http://ghmfl.grenoble.cnrs.fr/>
- 4-16) High Field Magnet Laboratory: <http://www.hfml.science.ru.nl/>
- 4-17) T. Kiyoshi, A. Sato, H. Wada, S. Hayashi, M. Shimada and Y. Kawate: IEEE Transactions Applied Superconductivity **9**(1999) 559-562
- 4-18) Shintomi T., Ajima Y., Burkhardt, E. E., Haruyama T., Higashi N., Iida M., Kimura N., Miura S., Nakamoto T., Ogitsu T., Ohhata H., Ohuchi N., Oriyasa A., Osaki O., Ruber, R.J.M.Y., Sugita K., Tanaka K., Terashima A., Tsuchiya K., Yamamoto A. and Yamaoka H.: IEEE Transactions Applied Superconductivity **11**(2001) 1562-1563

4-19) S. SUDO et al.: Plasma Phys. Control Fusion, **45**(2003) 1127-1142

4-20) Ogitsu T. et al.: IEEE Transactions Applied Superconductivity **14**(2004) 604-607

4-21) 春山富吉, 新富孝和, 木村誠宏, 荻津透, 仲井浩孝, 塩津正博, 白井康之, 畑幸一, 三戸利行, 柳長門, 前川龍司, 岩本晃史, 濱口真司, 佐藤明男, 湯山道也, 前田実: “He II 冷却による超伝導磁石システム設計のためのデータベース構築”, 平成 12 年度～平成 14 年度科学研究費補助金 (基盤研究 B (2)) 研究成果報告書 (2003)

4-22) 例えばウェブオンロジー言語 OWL : <http://www.kanzaki.com/docs/sw/webont-owl.html>

第5章 超耐熱材料研究開発のためのデータベースシステム構築

5-1 緒言

現在のエネルギー使用量は50年前と比較しておよそ3倍以上に増加している。そのため、大量のCO₂を大気中に放出し、地球温暖化などの弊害が発生している。このような問題を21世紀中に解決するため、CO₂削減や新エネルギーシステムの開発などの対策が取られつつある。CO₂削減のひとつとして、火力発電用タービンの特性向上が有効であると言われている。Fig.5-1に示す通り、日本におけるCO₂排出量のおよそ30%は、火力発電等のエネルギー製造部門より排出されている。火力発電の高温高压部に使用されているタービンを、現在よりもさらに高温の1700°C以上で使用すると、燃焼効率が増加し二酸化炭素排出量を半分のおよそ15%に削減できると見積もられている⁵⁻¹⁾。

超耐熱材料は、高強度、高延性で耐酸化性に優れていることから火力発電所などのガスタービン材料として使用されてきた。物質・材料研究機構（以下NIMS）では、21世紀プロジェクト⁵⁻²⁾などを立ち上げ、高効率ガスタービン用Ni基超耐熱合金（以下超合金）の開発を実施してきた。NIMSはその前身であるNRIM（金属材料技術研究所）の時代から、長年に渡って、普通鍛造法、鋳造法、一方向凝固法や単結晶法などにより特性の良い超合金を開発している。近年では、第5世代と呼ばれる耐用温度が1100°Cを超える超合金の開発にも成功している⁵⁻³⁾。しかし、CO₂削減問題を解決するには、さらに高温で使用できる超合金の開発が望まれている。21世紀中に解決すべき問題であるCO₂削減のキーマテリアルであるNi基超合金開発は重要であり、その高性能化は環境問題解決における重要課題として位置づけられる。

NIMSにおける超合金開発の高性能化として、熱処理の最適化^{5-4), 5-5)}、白金族材料添加による有害相であるTCP相（Topologically close-Packed Phase）の抑制^{5-6), 5-7)}、耐酸化性の改善^{5-8), 5-9)}、クリープ試験予寿命予測^{5-10), 5-11)}などが実施されてきた。このようなプロセスの最適化には、これまでに蓄積されてきた実験データに基づき、研究と評価を繰り返えずトライアンドエラー方式で進めていくことになる。その際に利用される蓄積データは、各研究領域の担当者が整理したデータが用いられる。それらのデータ整理は、各人各様の書式や保存法により実行されている。そのため、組成条件や製造条件あるいは特性評価試験間などにおけるデータ比較やデータ関係は非常に困難で、データ解析に多くの時間が必要となっている。

これまでの議論で明らかな通り、材料開発における基盤データには多くの知見が含まれており、これらの

データを研究グループ内で十分に活用することが高性能な材料を開発するポイントとなる。超合金開発における高性能化がいつそう推進されるためには、第 4 章における超電導データベースや超流動ヘリウムデータベースのように、Ni 基超耐熱材料開発においても基盤データをデータベース化するとともに、分散している多様な基盤データの統一が必要である。

超合金は、火力発電用ガスタービン材料として利用されているほか、航空機のジェットエンジンやロケットエンジンに使用されているタービンプレードやディスク材料としても利用されている。航空機分野は、国際的に大きなビジネス市場（年間およそ 1,600 億円規模：1\$=100 円）⁵⁻¹²⁾と予想されている。そのため、航空機用ジェットエンジンなどは、使用される材料の性能諸元や製造プロセスに関するデータの取扱いには厳しい制限が設けられている。材料開発における各種データは、公表されない限り紙面や Web 上に掲載することはできない。例えば、合金組成は、特許等によりその知的所有権が確立され、はじめてそのデータを掲載することが可能となる。このような状況のため、基盤データの取扱いには十分な注意が必要であり、第 4 章で構築したデータベースのようなオープンな形態をとることは難しい。

そこで本章では、個人あるいは研究グループレベルのような小規模で閉ざされたデータを取扱う環境におけるデータベースについて考察する。特に、Ni 超耐熱材料開発に有用な小規模データベースを主体としたシステムを検討し、各種データの統一的な管理や検索およびそのデータ評価方法についても併せて検討する。さらに、超合金開発における種々のデータについてデータ共有におけるデータスキーマについても明らかにする。

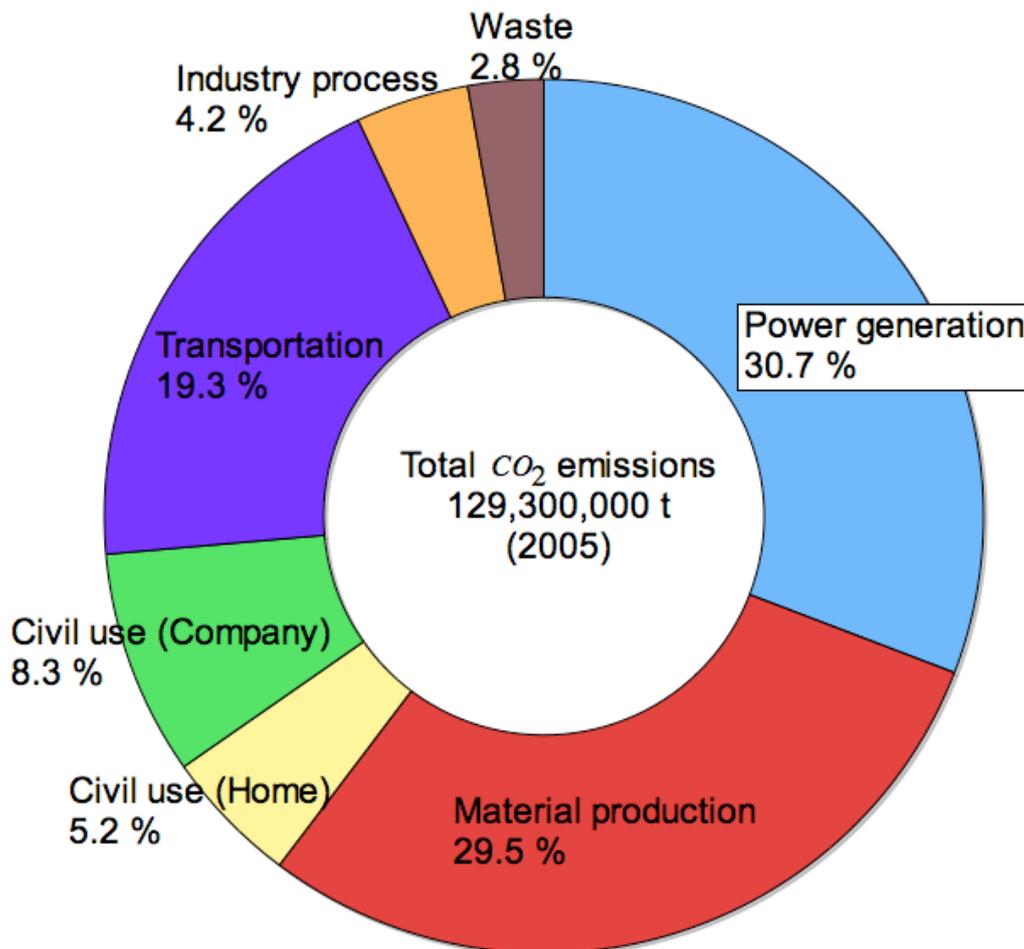


Fig. 5-1 Industrial CO₂ emissions in Japan. In this case 30.7% is due to power generation.

(<http://www-gio.nies.go.jp/aboutghg/nir/2007/nir2007ver5.0j.pdf>)

5-2 データベースシステム

5-2-1 材料開発データの分析

NIMSにおける超合金の開発工程の概要を Fig. 5-2 に示す。材料開発は、(a) 開発ターゲットとする合金の γ - γ' 量や γ' 格子定数ミスフィットなどを考慮して、合金設計プログラム^{5-13), 5-14)}により材料の組成を設定、(b) 設定された組成の合金の丸棒を単結晶炉や一方凝固炉を用いて鑄造後、固溶化処理や時効処理における最適熱処理条件を予備試験により決定し、この最適熱処理条件で試験片を作製する、(c) 作製された試験片による、クリープ試験、熱疲労試験、耐酸化性試験などの特性試験を実施して開発合金の特性を評価する、(d) これらの評価結果を合金設計にフィードバックし、さらに特性の良い合金を開発する工程をとる。各工程における主なデータを Table5-1 に、そのデータ形式等を Table5-2 に示す。

合金設計 (Alloy design) では、Ni をはじめとする組成元素データがあり、この表のデータの他にも、Co, Ti, Nb, Hf, Ir, Si, Pb, Pt, Rh, B, C, Zr, Fe, Mn, V, Y などの元素を添加することもある。このように、超合金はかなりの数の多元系合金となる。溶解工程 (Casting) では、1 回の溶解における重量や使用するモールド型の種類、設定温度や微量添加元素の種類と量を指定する。熱処理工程 (Heat Treatment) では、固溶化処理の温度と時間および 1 次と 2 次の時効処理温度と時間を決める必要がある。クリープ試験 (Creep Test) の結果から、試験温度、応力と寿命や伸びと絞りのデータに加え、クリープ破断強度の重要な特性値である TTP (ここでは LMP: Larson-Miller-Parameter) 式を求める。熱疲労試験 (Thermal Fatigue) では、ひずみ量、試験最高温度や保持時間などの試験条件と寿命が求められる。耐酸化試験 (Oxidation Test) では、等温酸化試験、繰返し酸化試験と TGA 熱重量測定試験の試験タイプと各試験における試験条件および取得データ (例えば、等温酸化試験では設定温度、時間と重量変化量)、さらには表面近傍の SEM 断面写真と有害相の有無などが求められる。引張り試験 (Mechanical Properties) では、室温と高温での 0.2% 耐力と引張強さに加え伸びと絞りや縦弾性係数などのデータがある。微細組織観察 (Microstructure) では、クリープ試験前後のマイクロ組織画像データとクリープ試験の諸条件や有害な析出物である TCP 相の有無などがある。このように、材料開発工程におけるデータは多岐に渡る。また、その中には熱処理や特性評価試験などから得られる数値データだけでなく、SEM 観察における金属組織画像や X 線回折プロファイルなどのイメージデータが含まれていることに注意が必要となる。

パーソナルコンピュータ (PC) の導入により、近年これらのデータの多くはデジタル化して保存されている。しかし、開発初期あるいは研究者によっては手書き (アナログデータ) によって保存されている場合もある。デジタルデータについても、その保存形式や保存方法および取り扱うデータレコード名設定などが必ずしも統一されてはいない。そのため、超合金開発における全データを利用する場合は、すべてのデータを俯瞰しデータベースデータとして使用できるように新たなレコード名を設定し連携をとる必要がある。各研究内容 (例えば合金設計や各特性試験) で使用されているレコード名は、データベースシステムに移行しても原始データ (例えば Excel data) との整合性を図るためそのままの表記とした。表示上の名称は異なっても、システム上 (DB 内部) では統一された名称を使用するという設計が求められる。例えば、Table5-2 にある試験片名を表す、Sample Name, Specimen Name, Specimen Number は、データベース内部でのレコード名は Fixed Sample Name のようにして統一しなければならない。また、新たに設定したレコード名は、データベースシステムが検索を実行する上で使用する名称であるということにも注意しなければならない。

データベースのデータは、常に新しいデータを入力し、最新の状態にメンテナンスする必要がある。実験データ入力は、データセキュリティを考慮して各研究内容担当の研究者が実行する運用をとるため、これまで使用してきたデータフォーマットを生かしつつデータの連係を図らなければならない。このように、超合金開発におけるデータは、そのデータ名や連携性を十分考慮してデータベースシステムを設計しデータ移行をする必要があった。

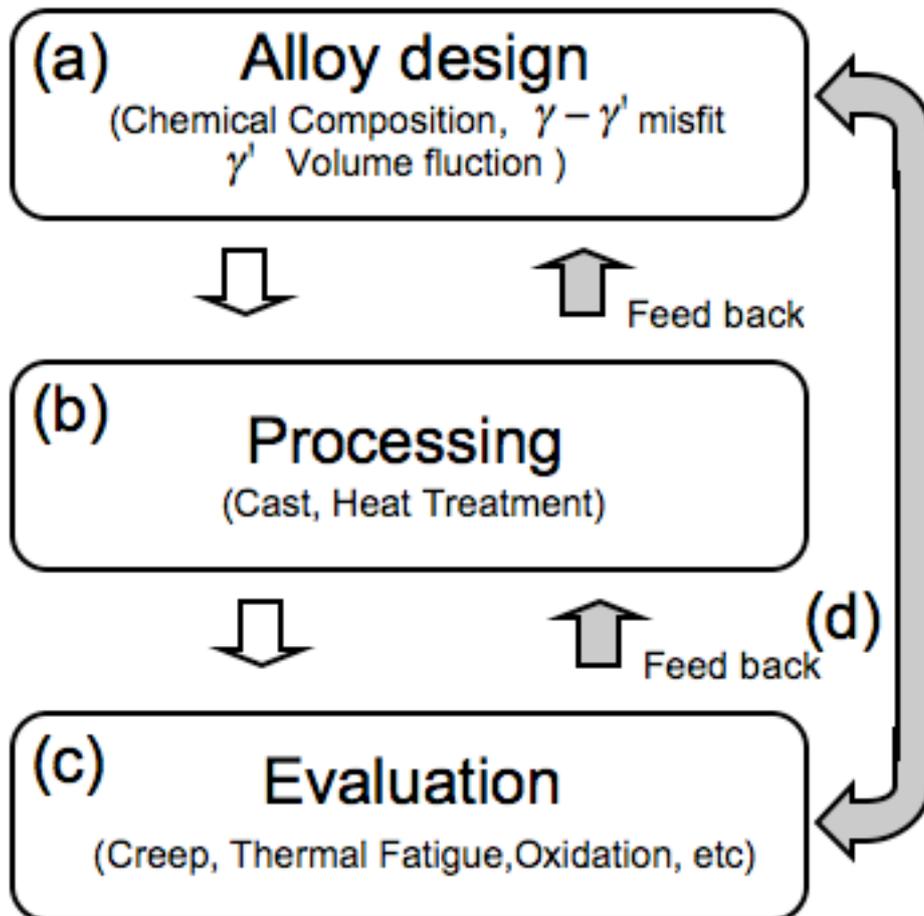


Fig. 5-2 Fabrication processes of Ni-base Superalloys.

Table 5-1 Accumulated data in the development processes of Ni-base Superalloys.

Process	Item1	Item2	Item3	Item4	Item5	Item6	Item7	Item8
Alloy Design	Alloy Name	Ni	Al	W	Ta	Cr	Re	Ru
Casting	Cast Num.	Weight	Mold Type	Ingot Num.	Set Temp.	Set Poul Time	Add. Elements	
Heat Treatment	1st Solution Temp.	1st Solution Time	2nd Solution Temp.	2nd Solution Time	1st Ageing Temp.	1st Ageing Time	2nd Ageing Temp.	2nd Ageing Time
Creep Test	Specimen Name	Temp.	Stress	Rupture Time	RA ¹⁾	El ²⁾	LMP	C
Thermal Fatigue	Specimen Name	Temp.	$\delta\varepsilon_t$	Num. of Failure	Hold Time			
Oxidation Test	Sample Name	Test Type	Set Temp. , Cycles and Δ weight (Cyclic)	Set Temp., Time and Δ weight (Isothermal)	Time, Temp. and Δ weight (TGA)	Cross sectional Condition (SEM)	Magnification	2nd Phase (Yes/ No)
Mechanical Properties	Specimen Name	Yield Stress or 0.2% Proof Stress	Tensile Strength	RA ¹⁾	El ²⁾	Strain	Young's Modulus	Poisson's Ratio
Microstructure	Specimen No.	Location	Before /After of test	Magnification	Creep test Condition1 Stress	Creep test Condition2 Temp.	Creep test Condition3 Life	TCP Phase (Yes/ No)

1) Reduction of Area

2) Elongation

Table 5-2 Data type classification for development of Ni-base Superalloys.

Process	Data type	Save Form	Destination	Comment
Alloy Design	Numerical	Origin or Excel	HDD	
Casting	Numerical	Handwriting	Paper	Change to pdf
Heat Treatment	Numerical	Handwriting	Paper	Change to pdf
Creep Test	Numerical	Word or Excel	HDD	Unification of save form
Thermal Fatigue	Numerical	Excel	HDD	
Oxidation Test	Numerical + Image	Excel	HDD	Make web content
Mechanical Properties	Numerical	Excel	HDD	
Microstructure	Image	Tiff	CD or DVD	Make web content

5-2-2 システム設計

本研究により構築したデータベースシステムの概念図を Fig.5-3 に、その諸元を Table 5-3 に示す。個人ベースあるいは研究室単位のような、小規模データベースにおけるデータベース管理システム (DBMS: Database Management System) は、(a) 構造設計が容易、(b) データの連携が可能、(c) 自動処理が可能、(d) Web 公開が容易、(e) 拡張性がある、(f) 汎用的、などの諸条件が必要となる。本システムでは、このような条件を十分に満たす DBMS として、市販の FileMaker Pro9⁵⁻¹⁵⁾ を採用した。FileMaker は、構造設計が容易なカード型でありながらレーショナル機能を持ち合わせ、カード型構造のデータを関係させることができるソフトウェアである。このサーババージョンは、Web 公開機能が標準で装備されている。この Web 公開機能には、LAN 接続に関するセキュリティ設定も可能である。汎用 PC の標準 OS に付随するユーザー設定機能と組み合わせ、複雑な接続許可や読取り・書込み許可を設定することができる。また、データベース内に Web コンテンツを取込むことが可能であり、豊富なアドインソフトにより自動処理機能を付

加することが可能である。システムの基幹となるサーバPCには、ごく一般的な汎用のパーソナルコンピュータを使用している。データの検索は、汎用PCにプレインストールされているブラウザにより実行し、特別なソフトウェアを必要としない設計とした。LANへの接続は、グループ内PCだけを接続するローカルな接続が望ましい。しかし、研究室あるいは実験室等が遠方に複数箇所あるため、LANケーブルの引回しは困難である。そこで、上記のセキュリティを施し、NIMSの基幹LANを利用することとした。

このようなシステム条件を考慮してデータベースシステムを構築した。本研究により構築したデータベースシステムの特徴は3つある。1つは、合金組成、熱処理や特性試験毎の個別データベース(IDB: Individual DataBase)を構築し、各研究担当者のツールとして活用できる分散型システムとしたことである。このIDBは、必要であれば容易に追加(Extension)が可能な設計とした。2つめは、IDBに格納したデータを統一的に検索するために、IDBの上位に管理データベース(MDB: Management DataBase)を配置した階層構造型としたことである。3つめは、MDBにおける各IDBデータの取扱いをミラーリング⁵⁻¹⁶⁾に相当するリレーション機能により実行させ、IDBデータをMDBの記憶領域にコピーして利用するシステムとしたことである。分散型を採用したことにより、各IDBは独立してメンテナンスを実行できるとともに、IDB独自の検索を可能とし、各研究領域のツールとして利用することができる。階層構造としたことにより、統一した検索を容易に実行することができ、超合金開発におけるすべてのデータを把握することが可能となった。ミラーリングシステムでは、単純なデータ参照のためMDBからIDBのデータを直接操作することはできない。すなわち、MDBからデータの書換えや削除を実行することはできない。このようなシステム設計をすることにより、効率的で信頼性の高いデータベースシステムとなった。

MDBでのデータ検索は、各IDBのデータを連携させるリレーショナルデータ(キーデータ)を決定する必要がある。そのキーデータは、各IDBを通して統一しなければならない。各IDBのキーデータは、合金開発において一意に設定されている、合金名(Alloy Name: 例えば、TMS-1)と熱処理番号(Casting Number: 例えば、DSN-1)により、同条件で開発された合金として連携(リレーション)をとる設計とした。

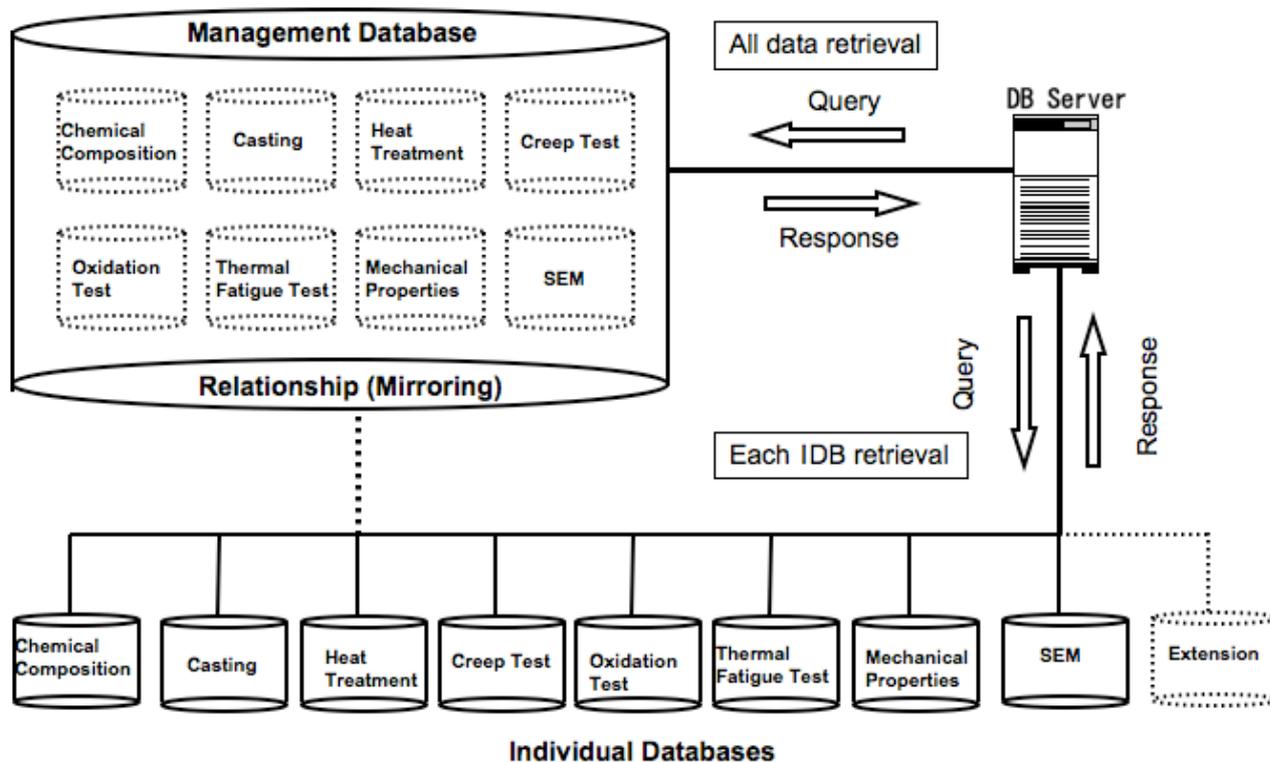


Fig.5-3 Schematic diagram of a Ni-base Superalloys database system.

Table 5-3 Specifications of a database server.

Hardware		Software
PC Model	Macintosh	<ul style="list-style-type: none"> • FileMaker Pro 9 Advanced • xmChart 3.2J • Browser (Ex.: IE6.0, Safari, etc.) • Adobe Acrobat 8 Professional
OS	Mac OS X 10.4.11	
CPU	PowerPC G4	
Memory	1GB	
HDD	80GB	

5-3 データ検索

5-3-1 初期画面

本研究で構築したデータベースシステムの IDB は、合金組成 (CC: Chemical Composition) , 溶解 (Castin) , 熱処理 (HT: Heat Treatment) , クリープ試験 (CT: Creep Test) , 耐酸化性試験 (Ox: Oxidation Test) , 熱疲労試験 (TF: Thermal Fatigue) , 引張り試験 (MP : Mechanical Properties) , 金属組織データ (SEM: Micro Structure) の 8 種類である。これらの IDB は、超合金開発における必要データをほぼ網羅している。また、本システムでは、物性データを格納した熱力学データベースなどの IDB (Extension) を容易に追加することが可能となっている。これらの IDB データを検索するための MDB 初期画面を作成しトップページとした。Fig.5-4 にそのトップページを示す。画面右上側にある、CC, Cast, HT, CT, Ox, TF, MP, SEM の各ボタンをクリックするか、あるいは下側の IDB リストをクリックすることにより、各 IDB データによる検索画面に移行する。各検索画面において、検索のキーワード等を入力し所望のデータを取得する。各 IDB での検索は、キーデータによりリレーションされた他の IDB にも同時に反映されるので、1 回の検索で複数の IDB 検索結果を得ることが可能となっている。また、複数の条件設定による一括検索や絞り込み検索も可能となっている。

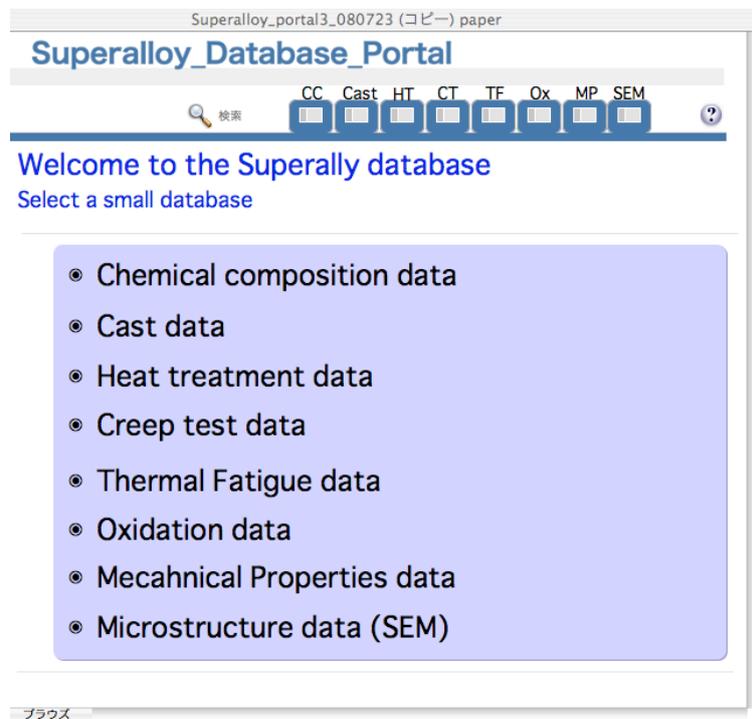


Fig. 5-4 Top page of a Ni-base Superalloys database.

5-3-2 クリープ試験

ジェットエンジンに使用されているタービンブレードは、実際の使用環境ではその上部から取り付け部までの間で、1100 °C / 137 MPa から 800 °C / 735 MPa の温度と応力の分布があることが知られている。そこでクリープ試験は、1 つの製造条件（合金組成と熱処理が同一）において、試験設定温度と応力がそれぞれ、800 °C / 735 MPa, 900 °C / 392 MPa, 1000 °C / 245 MPa, 1100 °C / 137 MPa の 4 条件の試験を実施することを基本としている。この 4 条件の試験を実施することにより、低温高応力から高温低応力までのデータを取得することができる。そこで、検索結果の通常表示は、1 製造条件で 4 試験結果となる。Fig.5-5 に合金名 TMS-196 で熱処理番号 DSN-117 のクリープ試験データを検索した例を示す。図の上部にあるボタンは、初期画面と同様の機能を持ち、クリープ試験以外の IDB データの確認ができる。この画面には、クリープ試験詳細データ表示や検索結果データを自動処理プログラムによりグラフ化する機能も備えている。図中、合金の最低試験温度でのクリープ試験条件と結果を上側に表示し、その下側にこの合金の一連のクリープ試験結果を試験温度の高い順にリスト表示している。リストデータは、試験温度 (Temp.)、試験応力 (Stress)、寿命 (Life)、材料定数 C を 20 とした Larson-Miller Parameter (LMP)、伸び (Elongation) と絞り (R.A.) である。LMP は式 (5-1) を用いて計算した。

$$P(t_R, T) = T_K (\log t_R + C) \quad \dots \dots \dots (5-1)$$

ここで t_R はクリープ破断時間 (h)、 $T_K = T + 273.15$ で T はクリープ試験温度 (°C) を表し、 C は材料定数である。タービンブレードの通常使用時間はおよそ 1000 時間であり、超合金開発のクリープ強度の評価には、多くの場合 LMP により実施されている。

一方、門馬ら⁵¹⁷⁾は、時間・温度パラメータ (TTP: Time-Temperature Parameter) によりクリープ破断データ評価を実施している。

(5-2) は、TTP の基本式である。

$$P(t, T) = F(S) \quad \dots \dots \dots (5-2)$$

ここで、 T は温度、 t は時間、 S は強度を表し、温度と時間の関数（TTP）が強度の関数として表現できることを意味している。

この TTP によるクリープ破断特性を評価する式には、上記の LMP を使った、Larson-Miller (LM) ⁵⁻¹⁸⁾ のほかに、Orr-Sherby-Dorn (OSD) ⁵⁻¹⁹⁾ と Manson-Haferd (MH) ⁵⁻²⁰⁾ の3つの式が広く使用されている。クリープ破断強度の評価には、MH の式が良く対応しており、今後は、LMP だけではなく MH の値をデータとして追加する必要がある。しかし、TTP のパラメータ定数によってあてはめの精度は異なってくるので、さらなる検討が必要である。

NIMS 独自の合金開発手法として、 γ ・ γ' 組成を変えずに γ' 量を変化させ、最適 γ' 量を求めることがある。Fig. 5-6 は、 γ' 量の異なるデータを検索し、それらのクリープ試験結果を自動的にグラフ化したもので、 γ' 量を 20% から 100% まで変化させたときのデータプロットである。図から分かるように、 γ' 量が 60% から 70% の合金のクリープ強度が優れていることを容易に確認することができる。 γ' は、中高温領域でクリープ試験初期に応力方向とは垂直にラフト組織を形成し、転位の移動を抑えクリープ特性の向上に寄与することがよく知られている。この合金の結果では、 γ' 量に適正值が存在しその量は 60% から 70% であることがうかがえる。Fig. 5-6 の場合、材料定数 $C = 20$ として計算しているが、合金によって定数 C の値が 20 とはならず別の値をとることが小泉らによって報告されている ⁵⁻²¹⁾。そこで、本データベースでは、 C の値を任意に入力して再描画できるようにも設計している。

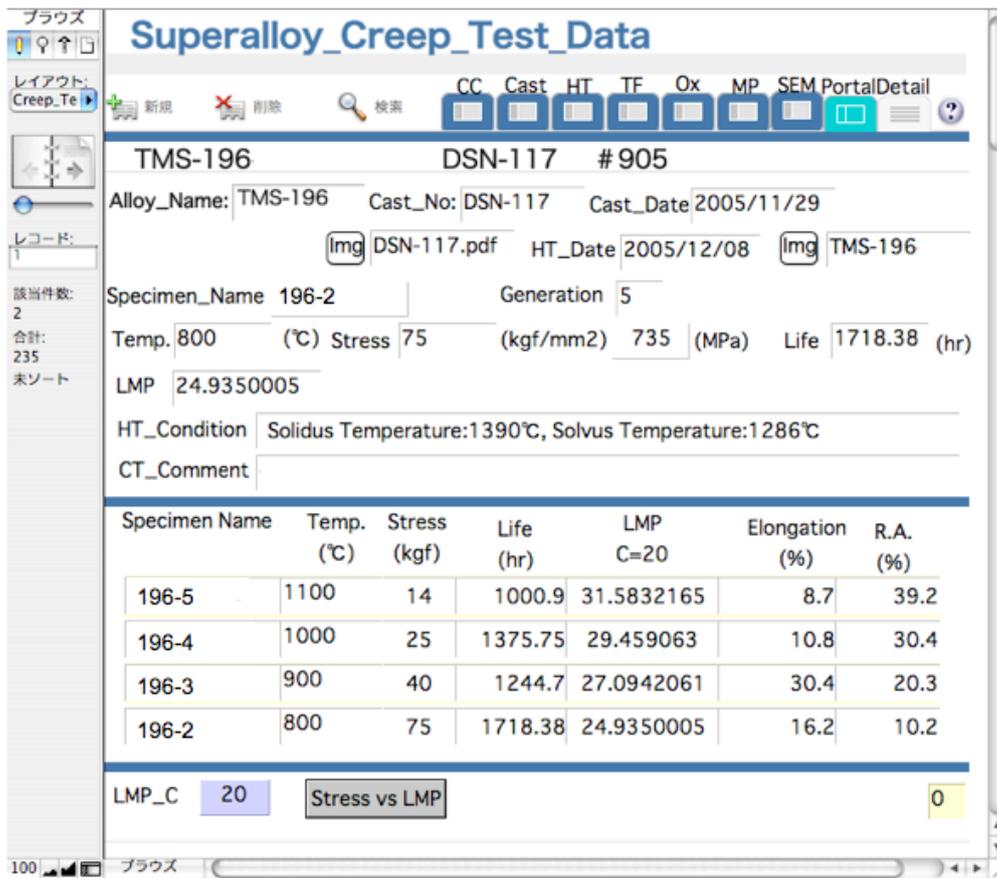


Fig. 5-5 Creep test data search results for the fifth-generation TMS-196 Superalloy.

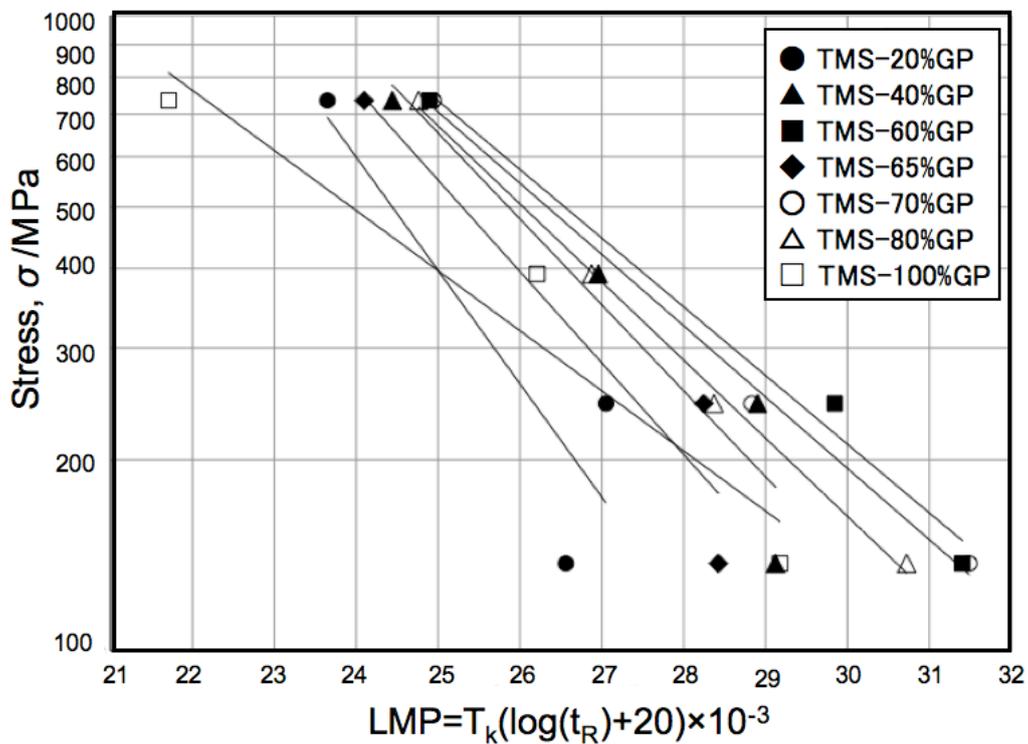


Fig. 5-6 Larson-Miller Parameter plots of TMS Superalloys.

5-3-3 金属組織

材料開発において、開発した材料の微細組織を観察することは重要である。Ni 基超耐熱合金開発においても、熱処理後の結晶粒の状態や、高温クリーブ試験におけるラフト構造への変化、有害相である TCP 相の析出状態など、材料特性と密接に関わるデータを解析する必要がある。金属組織を SEM などの高分解能電子顕微鏡で観察した場合に得られるデータは、通常イメージデータとして CD あるいは DVD などに記録される。オリジナルデータのファイル容量がこれら保存媒体の容量を超えない限りデータ保存に関しての問題は発生しない。しかし、データベース、特に本研究のような汎用 PC を利用した小規模データベースシステムで取扱う場合は、システム内に取込まず連携させる方法が有効である。イメージデータは、解像度などを考慮して保存するためひとつのデータファイルが 300 KB から 500 KB となり、高解像度では 1 MB を超えることがある。イメージデータをデータベースの中に取り込むことは技術的には可能であるが、現行システムでは全体の容量が大きくなり、応答速度が低下し現実的とは言えない。また、システム内に取込むと、メンテナンス性や拡張性に大きな問題を生じる可能性がある。一方、汎用 PC には標準で Web ブラウザ機能が備わっており、HTML (Hyper Text Markup Language) ⁵⁻²²⁾ ファイルの読み込みが容易に実行できる環境となっている。そこで、インターネット技術のひとつである HTML 技術を利用し、金属組織イメージデータを HTML ファイルとして、データベースファイルとは別に管理した。SEM データベース (IDB) 利用によるデータ検索では、特性試験条件とその結果などに加え、撮影条件や撮影箇所で開催された金属組織データを閲覧することができる。

Fig. 5-6 に商用合金として広く知られている CMSX-4 の SEM 画像イメージデータを Web コンテンツとして表示した例を示す。写真は、左側から右側に向かってそれぞれ 500 倍、2000 倍、5000 倍、10000 倍の倍率となっている。最上段は、クリーブ試験前の金属組織であり、 γ' 規則相の析出形態などが確認できる。2 段目および 3 段目は、1100 °C/137 MPa の条件でクリーブ試験を実施した後の組織である。応力軸は図に対して左右方向である。高倍率写真から分かるように組織のラフト化が確認できる。SEM 観察による金属組織は、 γ' 相の大きさや組織変化の様子あるいは TCP 相析出の有無など、材料開発にとって大きな指針となる情報が含まれている。このように重要なイメージデータをデータベース内に取り込まず、Web データとして取り扱う設計は、イメージデータを利用した金属組織とクリーブ特性との比較などによるデータ

解析が可能となる。

一方、このような Web コンテンツの作成は、通常 Web 技術についての専門的な知識と専用ソフトウェアが必要となる。本システムでは、HTML による記述の大部分は、金属組織データ用の IDB からデータを読み出すことにより容易に取得することができるように設計した。具体的には、タグと呼ばれる Web コンテンツ作成コマンドを FileMaker 内に記述し、FileMaker がもつデータエクスポート機能を利用して、IDB データを Web コンテンツデータにより読み込み、Web コンテンツファイルとして作成した。Fig. 5-7 に開発した手法により生成した Web コンテンツファイルの一部を示す。Web データとしてはほぼ完成した状態で生成されている様子が確認できる。Web コンテンツデータは、ひとつのリファレンスフォームを作成することにより、金属組織データ用 IDB 内のすべてのデータに利用することができるので、IDB データ入力者は、Web コンテンツデータを意識する必要はない。このように本システムでは、Web コンテンツファイル作成の労力を軽減し、操作性と作業性の効率を向上させている。

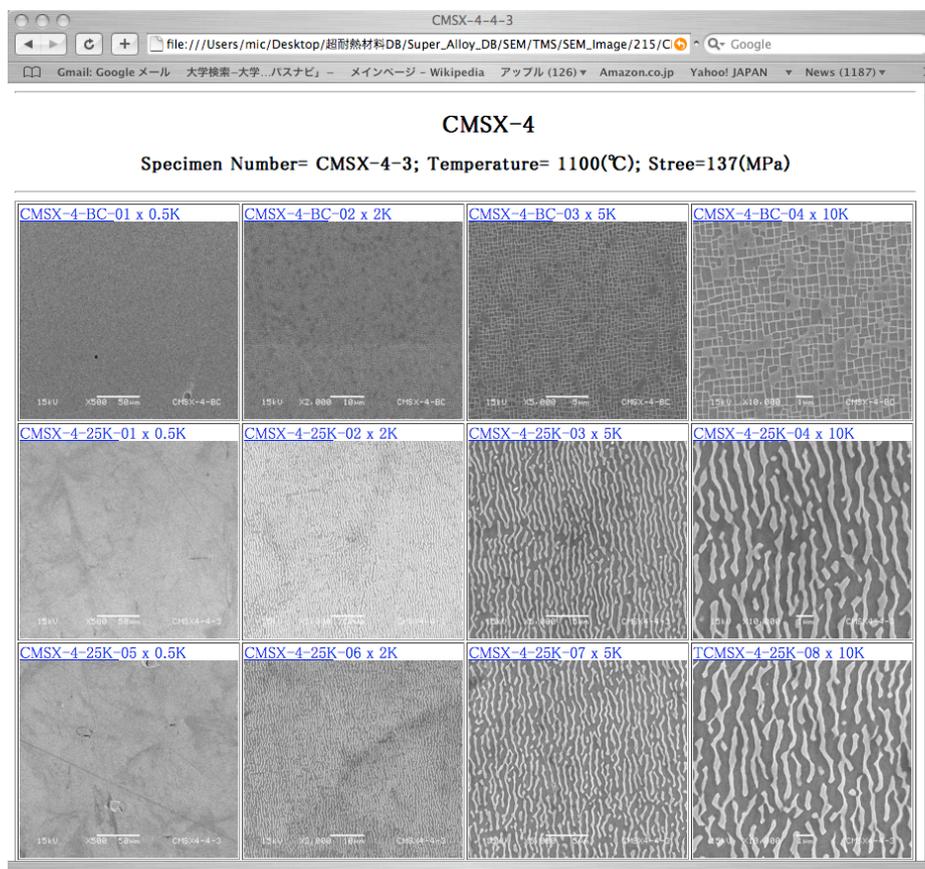


Fig. 5-7 An example of SEM micrographs of CMSX-4 shown using a Web browser.

```

CMSX-4-4-3.html
Osaka 12 B / U 210.254.18.76
10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 110
<HTML>
<HEAD>
<Title>CMSX-4-4-3</Title>
</HEAD>
<Body>
<HR>
<CENTER>
<H2>CMSX-4</H2>
<H3>Specimen Number= CMSX-4-3; Temperature= 1100(°C); Stree=137(MPa)</H3>
<HR>
<table border="1">
<TR>
<TD><a href="../../227/CMSX-4-BC/CMSX-4-BC-01.txt" target="_blank">CMSX-4-BC-01</a> x<sub>0</sub> 0.5K </a> <BR> <a href="../../227/CMSX-4-BC/CMSX-4-BC-01.tif" target="_blank" width="400" height="350"></a></TD>
<TD><a href="../../227/CMSX-4-BC/CMSX-4-BC-02.txt" target="_blank">CMSX-4-BC-02</a> x<sub>0</sub> 2K </a> <BR> <a href="../../227/CMSX-4-BC/CMSX-4-BC-02.tif" target="_blank" width="400" height="350"></a></TD>
<TD><a href="../../227/CMSX-4-BC/CMSX-4-BC-03.txt" target="_blank">CMSX-4-BC-03</a> x<sub>0</sub> 5K </a> <BR> <a href="../../227/CMSX-4-BC/CMSX-4-BC-03.tif" target="_blank" width="400" height="350"></a></TD>
<TD><a href="../../227/CMSX-4-BC/CMSX-4-BC-04.txt" target="_blank">CMSX-4-BC-04</a> x<sub>0</sub> 10K </a> <BR> <a href="../../227/CMSX-4-BC/CMSX-4-BC-04.tif" target="_blank" width="400" height="350"></a></TD>
</TR>
<TR>
<TD><a href="CMSX-4-4-3-01.txt" target="_blank">CMSX-4-25K-01</a> x<sub>0</sub> 0.5K </a> <BR> <a href="CMSX-4-4-3-01.tif" target="_blank" width="400" height="350"></a></TD>
<TD><a href="CMSX-4-4-3-02.txt" target="_blank">CMSX-4-25K-02</a> x<sub>0</sub> 2K </a> <BR> <a href="CMSX-4-4-3-02.tif" target="_blank" width="220" height="200"></a></TD>
<TD><a href="CMSX-4-4-3-03.txt" target="_blank">CMSX-4-25K-03</a> x<sub>0</sub> 5K </a> <BR> <a href="CMSX-4-4-3-03.tif" target="_blank" width="220" height="200"></a></TD>
<TD><a href="CMSX-4-4-3-04.txt" target="_blank">CMSX-4-25K-04</a> x<sub>0</sub> 10K </a> <BR> <a href="CMSX-4-4-3-04.tif" target="_blank" width="220" height="200"></a></TD>
</TR>
<TR>
<TD><a href="CMSX-4-4-3-05.txt" target="_blank">CMSX-4-25K-05</a> x<sub>0</sub> 0.5K </a> <BR> <a href="CMSX-4-4-3-05.tif" target="_blank" width="220" height="200"></a></TD>
<TD><a href="CMSX-4-4-3-06.txt" target="_blank">CMSX-4-25K-06</a> x<sub>0</sub> 2K </a> <BR> <a href="CMSX-4-4-3-06.tif" target="_blank" width="220" height="200"></a></TD>
<TD><a href="CMSX-4-4-3-07.txt" target="_blank">CMSX-4-25K-07</a> x<sub>0</sub> 5K </a> <BR> <a href="CMSX-4-4-3-07.tif" target="_blank" width="220" height="200"></a></TD>
<TD><a href="CMSX-4-4-3-08.txt" target="_blank">CMSX-4-25K-08</a> x<sub>0</sub> 10K </a> <BR> <a href="CMSX-4-4-3-08.tif" target="_blank" width="220" height="200"></a></TD>
</TR>
<TR>

```

Fig. 5-8 An example of web content file produced using the data export function of FileMaker software.

5-4 考察

5-4-1 データベース活用例 -添加元素量とクリープ強度の関係-

実用化されている超合金は、Alをはじめ多くの元素を含んだ多元系合金である。複数の元素を添加する理由としては、固溶強化、組織安定性やTCP相の抑制効果などを目的としている。超合金は、高温で使用されるので、クリープ特性試験結果は材料開発上、非常に重要となる。そこで、これまでに開発された超合金の合金組成とクリープ強度の関係について、本研究により構築したデータベースシステムを利用して解析を行った。この解析に使用したデータは、クリープ試験温度 900 °C が 104 合金で 136 データ、1000 °C では 30 合金で 45 データ、1100 °C では 29 合金で 45 データである。また、これらのデータには TCP 相が析出したものも含まれている。Fig. 5-9 に 1100 °C/137 MPa のクリープ試験結果における添加元素量とクリープ寿命の関係を示す。縦軸が添加元素量(mass%)であり、横軸がクリープ寿命 (h) である。図から Re (■) において、添加量を増やすことにより、クリープ寿命が長くなる傾向が見てとれるものの、それ以外の元素について明確な依存傾向を見出すことはできない。この傾向は、他の試験温度結果でも同様であった。そこで、添加元素とクリープ寿命との単相関係数をクリープ試験温度について検討した。なお、多変数の単相関係数であり、独立性が低い変数もあるので、時として相関係数の符号が逆転することもある。本検討では、相関係数の相対的な傾向による添加効果を考察した。Fig.5-10 は、縦軸に添加元素とクリープ強度の単相関係数を横軸にクリープ試験温度をとってプロットしたものである。この場合、各試験温度での試験応力は、それぞれ低温側から 392 MPa / 900 °C, 245 MPa / 1000 °C, 137 MPa / 1100 °C である。

図中、Re (○) と Ru (△) は、強い相関を示していることが分かる。これは、Re と Ru 添加がクリープ強度の向上に寄与していることと一致している。Ni 基超合金では、Re を添加すると 900 °C 以下の中低温領域でクリープ強度が高くなるがことが知られているが、その添加量が増すと、有害な TCP 相を析出させ、逆に 1000 °C 以上の高温域の強度が低くなる。そこで、TCP 相の析出を抑制する目的で Ru を添加している^{5-6,5-7}。Fig.5-10 で、Re は高温側にいくほど相関が減少、Ru は逆に増加する傾向がみてとれる。このことは、Re 添加による TCP 相析出と Ru 添加による TCP 相抑制効果を表していると考えられる。Mo (□) は、低温側でやや強い相関を示し、高温側になるにつれ相関が無くなる傾向を示した。Mo は、固溶強化効果と γ - γ' 格子定数ミスフィットを負側に大きくする効果がある元素である。しかし、添加量が増えるとミ

スフィットが大きくなりすぎ、特に高温域において γ - γ' 相の整合が崩れ、クリープ強度の低下を招くことが報告されている⁵⁻²³⁾。Moの高温側での相関係数減少は、このことを示唆するものとする。また、固溶強化元素ではなく、組織安定性に効果があるCo(●)や耐酸化、耐硫化に効果があるCr(▲)は、全温度域で大きな変化は見られなかった。 γ' 側に多く固溶するTa(◆)は、高温になるにつれて相関が増加する傾向を示した。これは、Taが高温側の強度向上に役立つことを示している。しかし、同様に γ' 側に多く固溶するAl(▼)は、全温度域で大きな相関を示さなかった。これは、本解析で用いた合金が γ' 量が、50%から70%の範囲にあるデータのみであり、Alの変化量が少ないためと考えられる。このように、第1世代から第5世代までの超合金を比較的単純なクリープ寿命と添加元素量の相関関係をクリープ試験温度で整理した値が、クリープ強度におよぼす影響を良く表していることは大変興味深い。このような知見は、別の添加元素の効果の予想にも役立つと思われ、今後の合金設計にひとつの指針を与えるものとする。このように、これまでに困難だった、プロセス間や特性評価間のデータ評価について、材料データベースを構築し、データを共有することによって実現することができた。

本研究で構築したデータベースを利用したデータ解析により、超合金開発の支援ツールとして有用であることが実証された。データベースデータを充実させることにより、様々な角度から超合金開発データを分析し、より高性能なNi基超合金開発を加速させることができると考える。

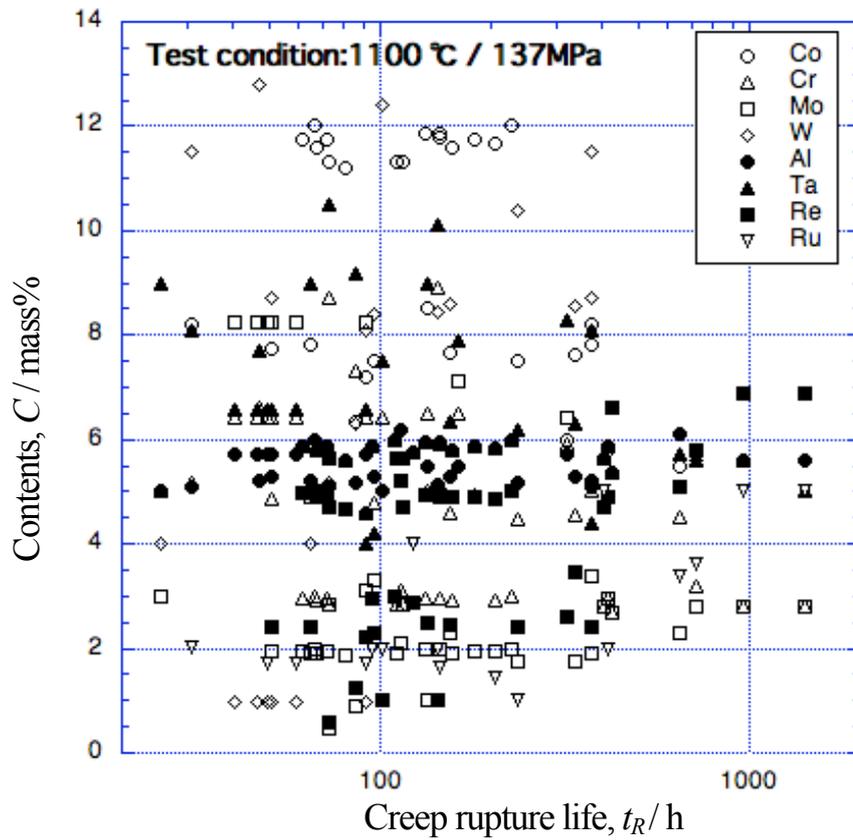


Fig.5-9 Creep rupture life dependence added element contents.

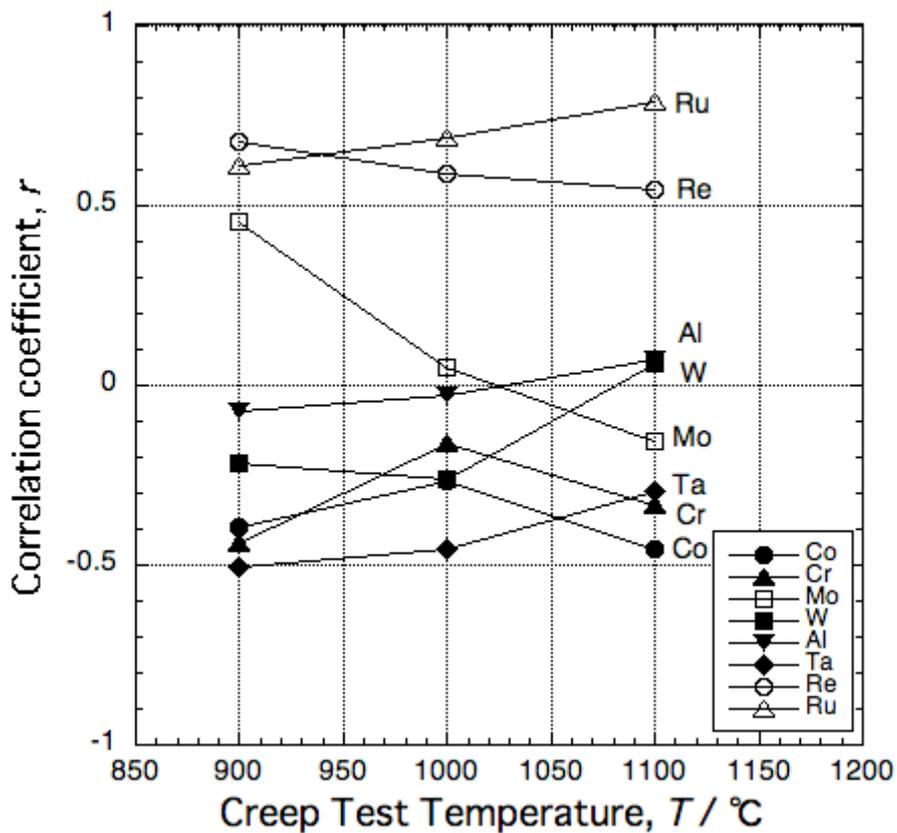


Fig.5-10 Creep test temperature dependence of the correlation coefficient between the added element content and the creep rupture life.

5-4-2 超耐熱材料開発のためのデータ共有

5-4-1 での考察のように、分散しているデータを共有し、これまでに実行できなかった異なる角度からデータを評価・解析することは重要であり、材料開発における新たな知見を得ることが可能となる。そのためには、データを共有するための標準的なデータ構造と書式が必要となることをこれまでに論じてきた。5-2-1の基盤データで示した（例えば、Table5-1）ように、Ni 基超耐熱材料の開発データは多岐に渡っている。そこで、これらのデータを共有するためのデータ項目について検討する。

Table5-4 にこれまでのデータベース構築検討に使用した Ni 基超合金のデータ項目表を示す。大項目は、本研究で構築した IDB に対応し、大項目以下は、IDB 内に取り込むデータの中で重要なデータを設定した。材料設計 (Alloy Design) では、開発する合金名 (Alloy Name) と材料組成 (Chemical Composition) があり、組成元素は 12 個とし、それぞれに重量データ (Mass%) を記載する。溶解製造 (Casting) では、溶解条件 (Cast Configuration) の中に、溶解番号 (Cast Number), 溶解重量 (Weight), 使用型 (Mold type), インゴット番号 (Ingot Number), 設定温度 (Set Temperature), 設定注湯温度 (Set Pour Temperature) と添加元素を設定した。熱処理 (Heat Treatment) では、熱処理条件 (HT Configuration) の中に、合金名 (Alloy Name), 一次固溶化温度 (First Solution Temperature), 一次固溶化時間 (First Solution Time), 二次固溶化温度 (Second Solution Temperature), 二次固溶化時間 (Second Solution Time), 1 段時効温度 (Primary Aging Temperature), 1 段時効時間 (Primary Aging Time), 2 段時効温度 (Finally Aging Temperature), 2 段時効時間 (Finally Aging Time) を設定した。特性試験では、基本的に試験情報 (Test Information) と結果 (Results) の 2 項目の共通データ中項目とした。Test Information は、溶解番号 (Casting Number), 合金名 (Alloy Name), 試験片名 (Specimen Name) とし、これらのデータから開発情報がリンクできる。クリープ試験 (Creep Test) 結果では、試験温度 (Temperature), 試験応力 (Stress), 寿命 (Rupture Life), ラーソンミラーパラメーター (LMP), 伸び (Elongation), 絞り (Reduction of Area) の 6 データ小項目とした。熱疲労試験 (Thermal Fatigue) の結果では、試験温度 (Temperature), 試験ひずみ (Total strain), 寿命 (Number of failure), 保持時間 (Hold time) の 4 小項目とした。耐酸化性試験 (Oxidation) の結果は、4 つの試験項目 (Test type) に分け、試験情報に試験項目を設定した。繰返し酸化試験 (Cyclic Result) では、試験温度 (Set Temperature), 試験時間 (Time),

重量変化 (Δ Weight) の 3 項目がある。等温酸化試験 (Isothermal Result) では、設定温度 (Set Temperature), 時間 (Time), 重量変化 (Δ Weight) の 3 項目。TGA (Thermo Gravimetry Analyzer) による重量変化 (TGA Result) では、時間 (Time), 温度 (Temperature), 重量変化 (Δ Weight) の 3 項目。さらに、微細組織観察 (SEM) には、試験片名 (Specimen name), 画像ファイル名 (File name), 倍率情報 (Magnification), 有害相 (2nd Phase) のデータ小項目を設定した。引張試験 (Mechanical properties) 結果では、0.2%耐力 (0.2% proof Stress), 引張り応力 (Tensile Stress), 伸び (Elongation), 絞り (Reduction of Area), ひずみ (Strain), ヤング率 (Young's modulus), ポアソン比 (Poison's Ratio) の 7 項目を設定した。金属組織 (Microstructure) の結果には、SEM 写真名 (SEM data name), 撮影場所 (Location), 試験前後情報 (Before/After test), 倍率 (Magnification), 試験名 (Test name), TCP 相情報 (TCP Phase) の 5 小項目を設定した。この他に、その他の情報として Others を設定し、構造の中に入らないデータの書き込み場所とした。

Fig.5-11 に、全体構造とクリーブ試験構造をブラウザに表示した例を、Fig.5-12 に材料設計の材料組成構造をブラウザで表示した例を示す。材料組成で設定したタグ名「Mass% of Element」中の%は、XML の予約語で使用できないので、代わりに Percent を用いて「MassPercentOfElement」とした。Fig5-11 および Fig5-12 に示す構造は、とも単純であり容易に作成が可能である。今回のデータ構造は、共有データ構造への初期段階であり、専門家等との検討を重ねて最終的な共有データ構造に修正していく必要がある。

Table 5-4 Data elements of Ni-base Superalloys.

Main element	Sub element	Detail element
Alloy Design		
	Alloy Name	
	Chemical Composition	
		Element Name1
		Mass% of Element1
		Element Name2
		Mass% of Element2
		Element Name3
		Mass% of Element3
		Element Name4
		Mass% of Element4
		Element Name5
		Mass% of Element5
		Element Name6
		Mass% of Element6
		Element Name7
		Mass% of Element7
		Element Name8
		Mass% of Element8
		Element Name9
		Mass% of Element9
		Element Name10
		Mass% of Element10
		Element Name11
		Mass% of Element11
		Element Name12
		Mass% of Element12
Casting		
	Casting Configuration	
		Casting Number
		Weight
		Mold type
		Ingot Number
		Set Temperature
		Set Pour Temp.
		Add. Elements
Heat Treatment		
	HT Configuration	
		Alloy Name
		1st Solution Temp.
		1st Solution Time
		2nd Solution Temp.
		2nd Solution Time
		1st Aging Temp.
		1st Aging Time
		2nd Aging Temp.
		2nd Aging Time
Creep Test		
	Test Information	
		Alloy Name

		Casting Number
		Specimen Name
	Test Result	
		Temperature
		Stress
		Rupture Life
		LMP
		Elongation
		Reduction of Area
Thermal Fatigue		
	Test Information	
		Casting Number
		Alloy Name
		Specimen Name
	Result	
		Temperature
		Total strain
		Num. of failure
		Hold time
Oxidation Test		
	Test Information	
		Casting Number
		Alloy Name
		Specimen Name
		Test type
	Result of Cyclic	
		Set Temperature
		Num. of cyclic
		Δ Weight
	Result of Isothermal	
		Set Temperature
		Time
		Δ Weight
	Result of TGA	
		Time
		Temperature
		Δ Weight
	SEM	
		Specimen Name
		File name
		Magnification
		2nd phase
Mechanical Prop.		
	Test Information	
		Casting Number
		Alloy Name
		Specimen Name
	Result	
		0.2% proof Stress
		Tensile Stress
		Elongation
		Reduction of Area
		Strain

		Young's modulus
		Poison's Ratio
Microstructure		
	Test Information	Cast Number
		Alloy Name
		Specimen Name
	Result	
		SEM data name
		Location
		Before/After of test
		Magnification
		Test Name
		TCP Phase
Others		

```

- <Superalloy>
  <AlloyDesign/>
  <Cast/>
  <HeatTreatment/>
  - <CreepTest>
    - <TestInformation>
      <CastNumber/>
      <AlloyName/>
      <SpecimenName/>
    </TestInformation>
    - <TestResult>
      <Temperature Unit="K"/>
      <Stress Unit="MPa"/>
      <RuptureLife Unit="h"/>
      <LMP/>
      <Elongation Unit=""/>
      <ReductionOfArea Unit=""/>
    </TestResult>
  </CreepTest>
  <ThermalFatigue/>
  <Oxidationtest/>
  <MechanicalProperties/>
  <Microstructure/>
  <Others/>
</Superalloy>

```

Fig.5-11 Display of Main and Creep Test XML Schema for Ni-base Superalloys data.

```

- <Superalloy>
  - <AlloyDesign>
    <AlloyName>TMS-196</AlloyName>
    - <ChemicalComposition>
      <ElementName1>Ni</ElementName1>
      <MassPercentOfElement1>61.2</MassPercentOfElement1>
      <ElementName2>Co</ElementName2>
      <MassPercentOfElement2>5.3</MassPercentOfElement2>
      <ElementName3>Cr</ElementName3>
      <MassPercentOfElement3>4.4</MassPercentOfElement3>
      <ElementName4>Mo</ElementName4>
      <MassPercentOfElement4>2.3</MassPercentOfElement4>
      <ElementName5>W</ElementName5>
      <MassPercentOfElement5>4.8</MassPercentOfElement5>
      <ElementName6>Al</ElementName6>
      <MassPercentOfElement6>5.7</MassPercentOfElement6>
      <ElementName7>Hf</ElementName7>
      <MassPercentOfElement7>0.1</MassPercentOfElement7>
      <ElementName8>Re</ElementName8>
      <MassPercentOfElement8>6.1</MassPercentOfElement8>
      <ElementName9>Ru</ElementName9>
      <MassPercentOfElement9>4.8</MassPercentOfElement9>
      <ElementName10/>
      <MassPercentOfElement10/>
      <ElementName11/>
      <MassPercentOfElement11/>
      <ElementName12/>
      <MassPercentOfElement12/>
    </ChemicalComposition>
  </AlloyDesign>
</Superalloy>

```

Fig.5-12 An XML Schema of Chemical Composition for Ni-base Superalloys data.

5-6 結論

個人や研究室レベルのような小規模で閉ざされた環境でデータを取扱う場合の材料データベースについて検討した。特に環境問題解決のキーマテリアルである、Ni 基超耐熱材料開発に有用な小規模データベースを主体としたシステムを構築し、各種データの統一的な管理や検索およびそのデータ評価法について検討し以下の結論を得た。

- (1) 研究担当毎のデータを IDB として独立させた分散型データベースシステムを採用したことにより、各研究領域での開発サポートツールとして利用できることが明らかとなった。
- (2) 各 IDB の上位に MDB を配した階層構造型システムを採用し、全体データ検索は IDB からのミラーリングデータを使用する設計とし、効率的で信頼性が高い検索が可能となった。
- (3) 添加元素とクリープ強度の関係を解析した結果、Re, Ru 添加によるクリープ強度の向上効果を確認することができた。また、固溶強化元素と組織安定性に効果のある元素のクリープ強度との相関も確認することができた。この結果は、これまでの知見と一致する。このように、本データベースシステムの利用により、多様なデータ解析が可能であることが明らかとなり、Ni 基超合金開発に有用であることが実証された。
- (4) イメージデータをデータベース内に取り込まず、独立ファイルとしたことにより、操作性や作業性が向上した。
- (5) データベースへの接続は、サーバマシンへの利用者登録と FileMaker Server 機能の接続認証登録が必要となる 2 重認証を必須とした。また、それぞれに閲覧許可レベルを設定することによりネットワークセキュリティを高めることができた。
- (6) Ni 基超耐熱材料の開発データを共有するための、データ構造を検討し項目を設定した。作成した構造に基づき XML Schema を用いて記述を行い整形形式であることを確認した。

本研究で検討したクリープ強度と添加元素による解析データには、TCP 相が析出したデータが含まれている。TCP 相はクリープ強度を低下させることが知られているが、その大きさや析出量との関係は明らかにされていない。TCP 相析出によるクリープ寿命低下の関係を SEM による金属組織データから解析し、定量化するなど本データベースの利用方法が考えられる。また、熱膨張係数や熱伝導率などの物性データ、

Phacomp などに用いる熱力学データベース (IDB) の追加によって、理論的手法や合金の実用化との連携を図りたい。

さらに、共有データ化のためのデータ構造を検討し Ni 基超耐熱材料開発データを構造化することが可能となった。しかし、設定した XML 項目は、MatDB に準拠しているものの、例えばクリープ試験データに関してデータ共有性が少ない。今後は、実用材料開発の観点や材料開発における基盤データのための標準データ書式としての検討が必要であると考え。

第5章の参考文献

- 5-1) 日本国温室効果ガスインベントリ報告書 2007年5月：温室効果ガスインベントリオフィス,
ISSN-1341-4356, <http://www-gio.nies.go.jp/aboutghg/nir/2007/nir2007ver5.0j.pdf>
- 5-2) 新世紀耐熱材料プロジェクト：例えば <http://www.nims.go.jp/htm21/nghtmp/bt1.html>
- 5-3) Y. Koizumi, Z. Jianxin, T. Kobayashi, T. Yokokawa, H. Harada, Y. Aoki and M. Arai:
Development of Next Generation Ni-base Single Crystal Superalloys Containing Ruthenium, J. Japan
Inst. Materials **67**(2003) 468-471
- 5-4) T. Kobayashi, Y. Koizumi, T. Yokokawa and H. Harada: J. Japan Inst. Metals **66**(2002) 897-900
- 5-5) T. Kobayashi, Y. Koizumi, T. Yokokawa and H. Harada: J. Japan Inst. Metals **68**(2004) 94-97
- 5-6) Y. Koizumi, T. Kobayashi, T. Yokokawa, H. Harada, Y. Aoki, M. Arai, M. Masaki and K.
Chikugo: *Proc. Of 2nd International Symposium on High Temperature Materials 2001*, Tsukuba, Japan
(2001) pp.30-31
- 5-7) J. X. Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi, T. Kobayashi, H. Harada and S. Masaki Jr: *Metal. Mater.*
Trans. A **33A**(2002) 3741-3746
- 5-8) J. Ang, A. Sato, K. Kawagishi and H. Harada: *Materials Transactions*, **47** (2006) 291-294
- 5-9) 川岸京子, 佐藤彰洋, 小林敏治, 原田広史：日本金属学会誌, **71** (2007) 313-319
- 5-10) 横川忠晴, 原田広史, 今井八郎：芝浦工大研究報告理工系,**49-1**(2005) 65-72
- 5-11) 伊津野仁史, 小泉裕, 横川忠晴, 原田広史：日本金属学会誌, **71** (2007) 712-715
- 5-12) 例えば BOEING Current market outlook 2008-2027: <http://www.boeing.com/commercial/cmo/>
- 5-13) H. Harada, K. Ohno, T. Yamagata, T. Yokokawa and M. Yamazaki: *Superalloys 1988*,
(TMS,1988) pp733-742
- 5-14) H. Harada, T. Yamagata, S. Nakazawa, K. Ohno and M. Yamazaki: *Proc. High Temperature
Materials for Power Engineering 1990*, (European Committee 1990) pp.1319-1328
- 5-15) FileMaker inc.: <http://www.filemaker.co.jp/>
- 5-16) 加藤大典, *Linux 用語&コマンド辞典*, 丸善 (東京), 2002

- 5-17) 門馬義雄, 芳須弘 : クリープ破断データ解析用ソフトウェア・パッケージ ECRTTP Ver.7(2007)
- 5-18) F. R. Larson and J. Miller: Trans. ASME, **74**(1952) 765
- 5-19) R. L. Orr, O. D. Sherby and J. E. Dorn: Tran. ASM, 46(1954) 113
- 5-20) S. S. Manson and A. M. Haferd: NACA TN 2890(1953)
- 5-21) Y. Koizumi, H. Harada, T. Kobayashi and T. Yokokawa: J. Japan Inst. Metals **69**(2005) 743-746
- 5-22) W3C Recommendation: <http://www.w3.org/TR/REC-html40/>
- 5-23) T. Yokokawa, M. Osawa, K. Nishida, T. Kobayashi, Y. Koizumi and H. Harada: Scripta Materialia **49**(2003) 1041-1046

第6章 先進材料の研究開発のためのデータ共有システム開発

6-1 緒言

データベースの研究は、1960年代に始まったと言われている。当初はネットワーク型あるいは階層型と呼ばれるシステムを用いていた。1970年にIBM社のエドガー・フランク・コッド (Edgar Frank Codd) が大規模データ配置に関する理論を構築し、データの関係モデルを実装することを提案した⁶⁻¹⁾。1980年代には、関係型データベースのRDBMS (Relational DataBase Management System) の実用化が図られるとともに、ポストリレーショナルデータベースとして、オブジェクト指向データベースや分散型データベースの研究が開始された。1990年代になるとオブジェクト型データベースが実用化されるとともにインターネットの普及と相まって、大量データからの情報取得に関する支援技術が盛んになってきた。2000年以降、データの高度利用技術として、ファクトデータ、メタデータやマルチメディアデータの統合利用を目指した研究が行われるようになってきた。しかし、データ形式の相違やメタデータの記述の違いなどにより相互利用あるいは統合利用は実現にいたっていない。

Internet上で科学技術のさまざまな分野のファクト情報を共有交換するための実装技術としてXML (eXtensible Markup Language)⁶⁻²⁾が推奨されている。XMLは、文書構造やタグを独自に定義できる言語であり、コンピュータの機種や基本ソフト(OS: Operating System)に依存しないので、Web上で手軽に利用されつつある。例えば、eコマース⁶⁻³⁾に代表されるインターネット商取引や医療分野における電子カルテ⁶⁻⁴⁾など、データ交換の手法として利用されている。材料分野においても、このような時代の要請に応えるべく開発データなどの共有化について議論がなされてきた。Table 6-1に、これまでの材料分野におけるデータ共有化に関する動向を示す。1999年頃から米国の国立標準技術研究所であるNIST (National Institute for Standards and Technology)⁶⁻⁵⁾を中心として、XMLのひとつであるMatML (Material property Data Markup Language)^{6-6),6-7)}の開発が実施されてきた。日本もCODATA⁶⁻⁸⁾会議に出席し、材料分野におけるデータ共有化について議論を重ねてきた。日本国内においては、ニューマテリアルセンター(NMC)⁶⁻⁹⁾を中心にMatMLよりも拡張性が高いMatDB⁶⁻¹⁰⁾と呼ばれるデータスキーマにより、データの共有化を進めている。また、2004年にはCODATA部会⁶⁻¹¹⁾ (<http://wwwsoc.nii.ac.jp/jsik/bunkai/codata.html>) と呼ばれる国際的な研究部会が情報知識学会⁶⁻¹²⁾内に

設立された。2006年にはCODATAの国際タスクグループ(Exchangeable Materials Data Representation to Support Scientific Research and Education)の設置が採択され、共通データの議論をEU、韓国、インドなどと開始している。

このように、世界規模で材料データの共有化が進められてきたが、これまでに材料データを共有するため、インターネット上でデータ実装あるいはインタープリターとした例はきわめて限られている。

そこで本研究では、第2章から第5章までに明らかにしてきた、超電導材料および超耐熱材料の研究開発や標準化などから生産されるファクトデータやメタデータを、XMLに代表される最新の情報化技術(ICT: Information and Communication Technologies)を基礎とするデータベース技術により、インターネット上で共有・交換を実現するための標準書式を検討する。また、超電導材料と超耐熱材料の独自書式で定義されているファクトデータを、本研究により提案される標準書式において、再定義するための書式変更手法についても明らかにすることを目的としている。

Table 6-1 History of sharing data for advanced materials development.

Year	Contents
1999 - 2001	Development of MatML (NIST), MatML DTD Ver.1.0 (2000), MatML DTD Ver. 2.0 (2001)
2002	MatML Steering Committee, CODATA 2003
2003 - 2004	Mat ML Ver. 3.0, MatML Coording Committee, MatML Ver. 3.1 (Latest), CODATA 2004, CODATA Working Droup (Japan)
2005 - 2006	NSF/NIST/ASM Materials Markup Language Meeting 4, MatML Description using RELAXING (Japan), MIST Meeting 2006 Workshop of Scientific Markup Langugae, Exchangeable Materials Data Representation (CODATA)

6-2 XMLによるデータ構造化

6-2-1 XML 文書の作成

XMLは、SGML (Standard Generalized Markup Language) を基本として Web に適合するよう 1998 年により小さなサブセットとして W3C⁶⁻¹³⁾ により規定されたマークアップ言語である⁶⁻¹⁴⁾。XML の特徴は、タグと呼ばれる文書構造の基本的なマークアップを独自に定義することができ、さらに 文書構造そのものも独自に定義することが可能である。このように、XML は拡張性に優れていることから多くの分野で利用されつつある。XML 文書は、HTML (Hyper Text Markup Language) ⁶⁻¹⁵⁾ 文書と同様プレーンテキストファイルなので、Windows PC に初期インストールされているメモ帳などのエディターソフトにより簡単に作成することができる。

ここでは、第4章で構築した強磁場工学データベース中の文献データについてXMLによる構造化を試みる。Fig.6-1 に強磁場工学データベースの文献データベースを使用して、「YUYAMA」をキーワードに検索を実行し、得られた文献の詳細情報を表示した例を示す。文献データは、次の 15 の要素から構成されていることが分かる。すなわち、(1) 雑誌名 (Journal), (2) 雑誌分類 (Journal_Category), (3) 巻 (vol.), (4) 号 (no.), (5) 頁 (page), (6) 発刊年 (Year), (7) 和文論文表題 (Subject), (8) 英文論文表題 (データなし), (9) 和文著者 (Author), (10) 英文著者 (データなし), (11) 和文著者所属 (Affiliation), (12) 英文著者所属 (データなし), (13) 概要 (Abstract), (14) キーワード (Keywords), (15) 電子メールアドレス (e-mail) である。() 内は HTML 表示用に記述されている項目名である。この文献の詳細情報データについて XML 文書化を試みる。XML のタグは、基本的にはコンピュータが判断できれば良いので簡略化することは可能ではあるが、メンテナンスや不特定多数の利用者が使用することを考慮して Table6-2 のように決定した。

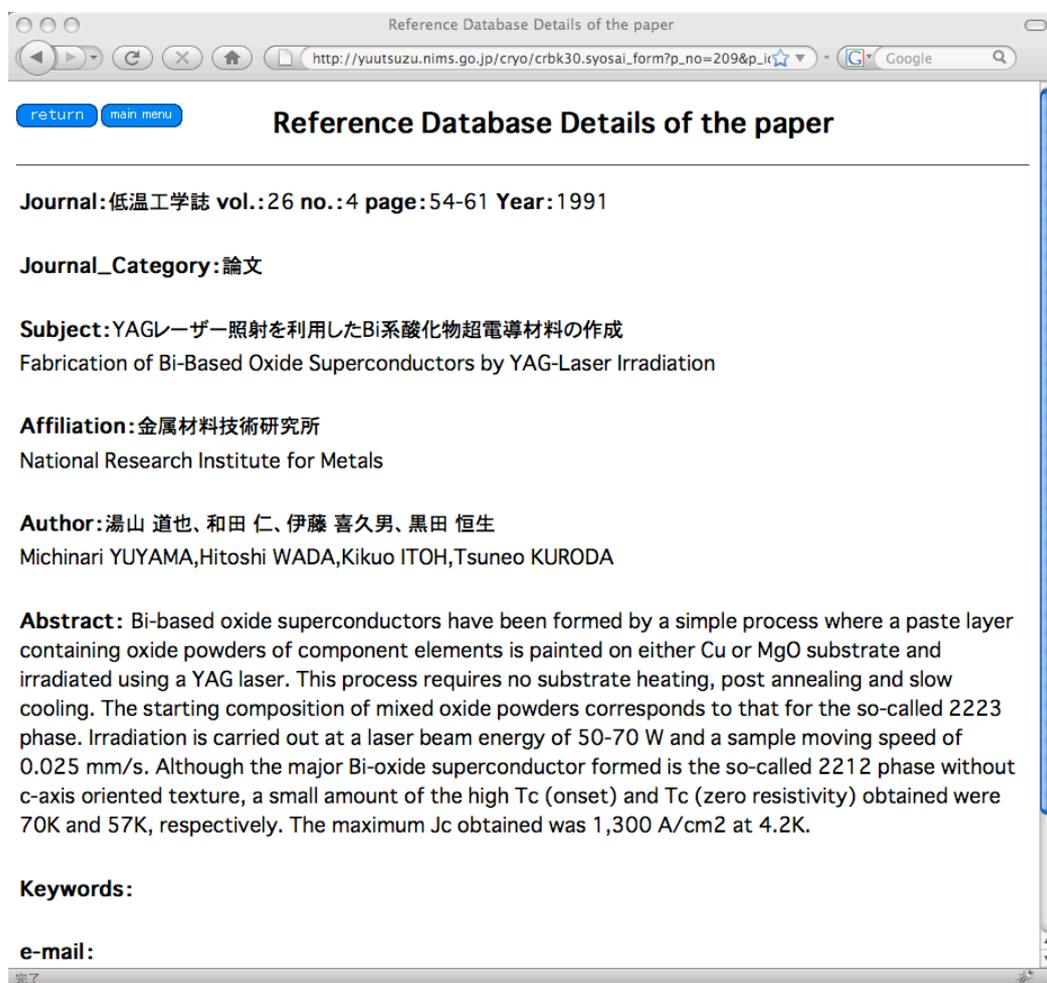


Fig.6-1 An example of a reference database search result.

Table 6-2 An XML tag layout to the element name for Reference database data.

Element Name	Display Name of HTML	XML Tag Name
Journal name	Journal	Journal
Journal classification	Journal_Category	Journal_Category
Volume	vol.	Vol
Number	no.	No
Page	page	Page
Publish year	Year	Year
Dissertation title (Japanese)	Subject	Subject
Dissertation title (English)	None	Subject_E
Authors name (Japanese)	Author	Author
Authors name (English)	None	Author_E
Authors organization (Japanese)	Affiliation	Affiliation
Authors organization (English)	None	Affiliatio_E
Abstract	Abstract	Abstract
Keywords	Keywords	Keywords
Electric mail address	e-mail	e-mail

これら一連の要素をまとめたブロックを **Data** と定義し、構造全体を **Reference** という名前で定義することとした。**Data** は一つの文献に対応する。**Reference** は木構造の **root** に相当する。XML 文書の構造は、`<Reference>`と`</Reference>`タグの中で`<Data>`と`</Data>`タグは1回以上複数回出現し、各要素は`<Data>`タグと`</Data>`タグの中では1回のみ出現する。これらの構造をまとめたXML インスタンス構成図を Fig.6-2 に示す。各要素は、その中がすべてデータで埋まる必要はないが、データ共有あるいはデータ交換に際して重要な、**Journal**, **Vol.**, **Page**, **Year**, **Abstract** のデータは必須とし、**Subject**, **Subject_E**, **Author**, **Author_E**, **Affiliation**, **Affiliation_E** は、日本語か英語のどちらか一方あるいは両方のデータが入力されていることとした。Fig.6-3 は、強磁場工学データベースの文献データを Table6-1 に基づいてXML 文書 (XML タグで実装) 化したファイルをブラウザにより表示させた例である。Fig.6-3 のように、XML 文書

ファイルそのままではタグとデータの羅列となって表示されてしまう。そのため、スタイルシートなどを使用して利用者にとって見やすい表示とする必要がある。Fig.6-1 のような HTML により XML タグを含んだまま表示させることは可能ではある。その場合、表示は HTML タグ（例えば Table タグなど）により通常目にする Web コンテンツとなる。しかし、コンピュータにとって HTML タグと XML タグは、同じ “<” と “>” で囲われた記号であるので、HTML タグと XML タグの区別をすることは難しい。そのため、XML 文書では HTML タグは XML タグとして認識されてしまうので、XML 文書として使用することはできない。また、HTML 文書では、CSS (Cascading Style Sheet) と呼ばれるスタイルシートを外部ファイルにより表示スタイルや文字色などを任意に指定することが可能である。XML 文書の場合は、XSL (eXtensible Stylesheet Language) と呼ばれるスタイルシートにより XML 文書の構造や内容を任意に指定して表示することができる。Fig.6-4 に示す XSL を使用して Fig.6-3 の XML 文書ファイルをブラウザで表示した例を Fig.6-5 に示す。この場合、文献の英文表題 (Subject_E), 英文著者名 (Author_E) と英文所属名 (Affiliation_E) を XML 文書より抽出し、データ番号を付加して表示させている。データの抽出、番号の割振りと背景の色付けを XSL により指定している。このように、XML タグによりデータを XML 文書として作成すると XSL スタイルシートを利用して任意の構造に変換して表示することが可能となる。XML は HTML と異なり、タグはデータ文書開発者が任意に決定することが可能である。そのため、文書の内容を解析する際は、開発者のみならず利用者にとってもデータ判別がしやすい場合が多い。しかし、XML 文書自体は HTML 文書とは異なり、Fig.6-3 に示すようにブラウザなどでの表現ができないので、人間が判別するためには別の技術、例えば XSL スタイルシートなどが必要不可欠となる。

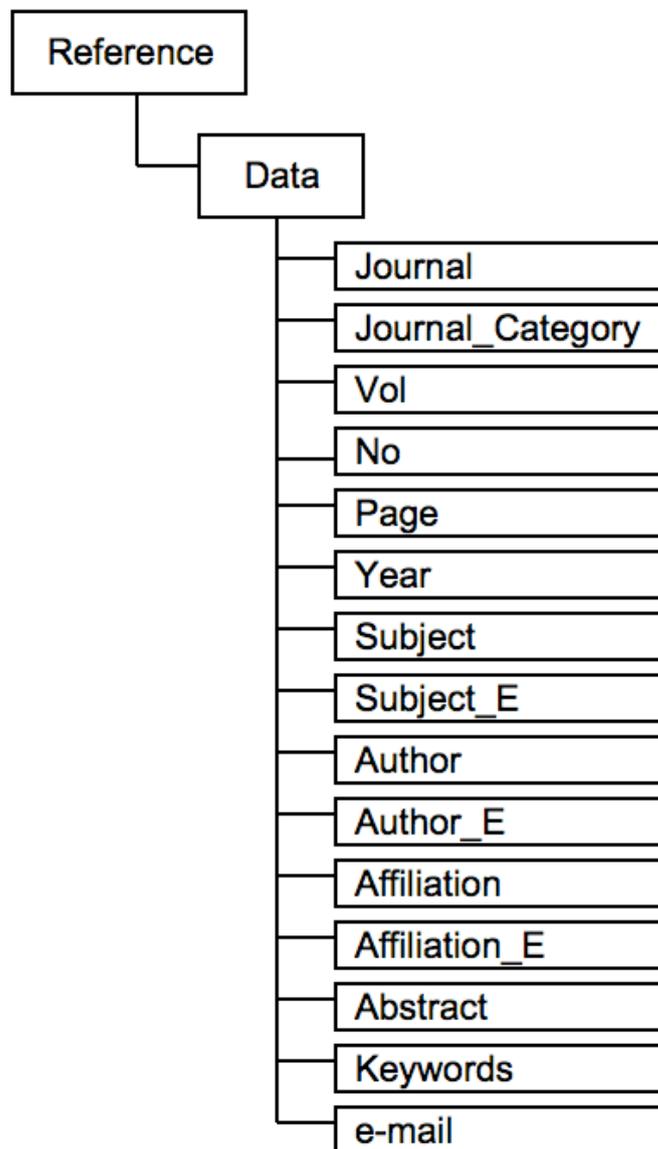


Fig.6-2 Structured data the Reference database produced using XML.

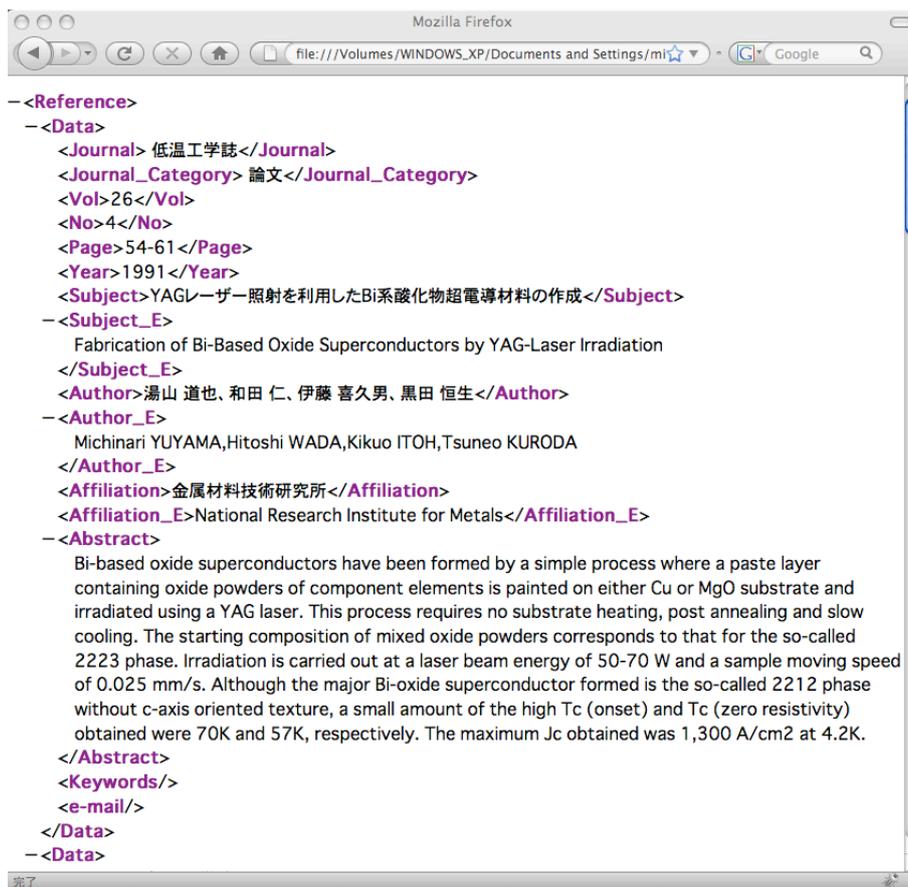


Fig.6-3 Display of structured reference data produced using XML tags.

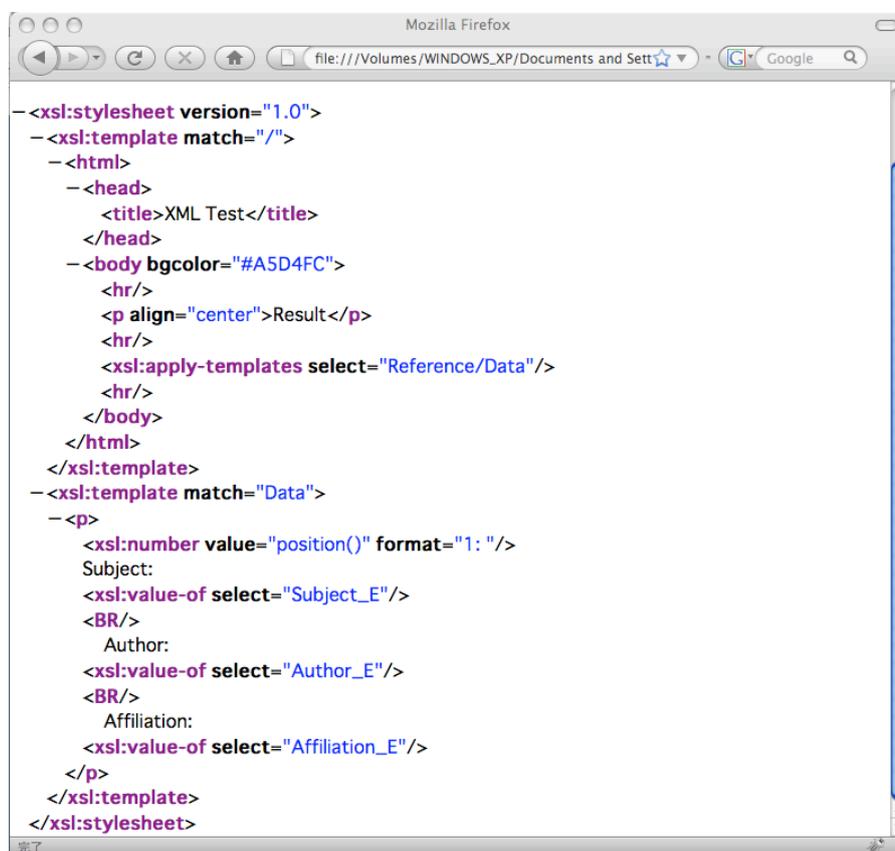


Fig.6-4 XSL stylesheet for the display of XML document data.

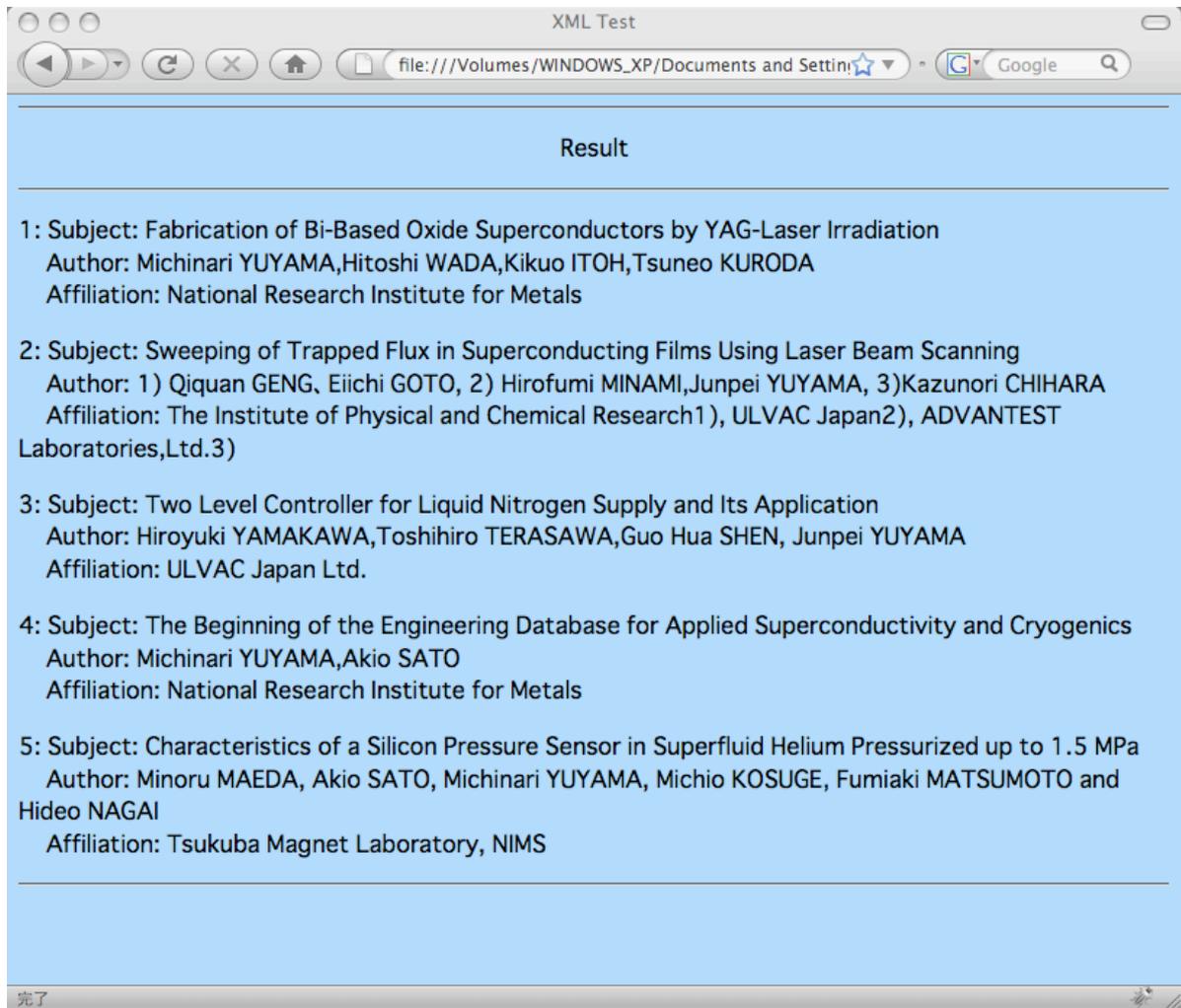


Fig.6-5 Result of data display by XML document data produced using an XSL stylesheet.

6-2-2 DOMによる動的なXMLデータ表示

6-2-1においてXML文書とXSLスタイルシートによるデータの構造化と表示について検討した。XSLスタイルシートを利用する場合は、XSLスタイルを直接XML文書内に書き込むかXSLファイル名を記載し外部ファイルとしてスタイルを呼び込む必要がある。そのため、異なったXSLスタイルとして表示する場合は、XML文書内のスタイルリストや外部ファイル名を変更するか新たなXML文書ファイルを作成しなければならない。これは実用的ではない。

HTMLは、JavaScriptなどにより動的に表示を変化させることができる。XMLも同様にJavaScriptを使用することができ、さらにDOM (Document Object Model) と呼ばれるAPI (Application Programming Interface) と組み合わせることにより、XML文書のデータ表示を動的に変化させることが可能となる。DOMは、XML文書ファイルを操作する場合、まず文書の構造解析を実行し、文章中の個別要素をノードツリーとしてメモリー上に展開する。このようにすると、XML文書中のコンテンツは、ノードツリーからアクセスすることが可能となり、必要に応じて構造の修正をすることができるようになる。また、DOMは、適切な書式と成形式 (Well-form) を保証するとともにXML文書ファイルの内部操作を単純化することができる。

そこで、DOMを利用して6-1-1で使用した強磁場工学データベースの文献データのXML文書ファイル表示を動的に変化させることを試みる。Fig.6-6にDOMとJavaScriptを用いたHTMLファイルのリストを示す。このリストでは、XML_Test1.xmlという文献データをXML_Test1_mod.xslとXML_Test2_mod.xslの2つのXSLスタイルシートを用いて構造変換させ、HTMLのボタンタグにより瞬時に切り換えて表示させている。XML_Test1_mod.xslでは、文献データをすべてベタ打ちで表示させる構造とし、XML_Test2_mod.xslでは、データ番号と英文表題、英文著者名と英文所属名をテーブル形式で表示させるスタイルとした。これらの表示の様子をFig.6-7とFig.6-8に示す。このように、同じXML文書ファイルから、異なるXSLスタイルシートとHTMLボタンタグ操作により、動的にデータ表示させることが可能となった。

```

</html>
</head>
<meta http-equiv="Content-Script-Type" content="text/javascript">
<title>Change</title>
<xml id="XML_Test1" src="XML_Test1.xml"></xml>
<xml id="Test1" src="XML_Test1_mod.xsl"></xml>
<xml id="Test2" src="XML_Test2_mod.xsl"></xml>
<script language="JavaScript">
<!--
function XML_ALL(){
here.innerHTML=XML_Test1.transformNode(Test1.documentElement);
}
function XML_SUB()
{
here.innerHTML=XML_Test1.transformNode(Test2.documentElement);
}
-->
</script>
</head>
<body>
<hr>
<h3 align="center">XSL Change</h3>
<p align="center">
<form>
<input type="button" value="ALL" onClick="XML_ALL()">
<input type="button" value="SUB" onClick="XML_SUB()">
</form>
</p>
<div id="here" align="center">Here!!</div>
<hr>
</body>
</html>

```

Fig.6-6 An XSL stylesheet change program produced using DOM and JavaScript.



Fig.6-7 Result of all data display produced using DOM and an XSL stylesheet.



Fig.6-8 Result of selected data display produced using DOM and an XSL stylesheet.

次に、XSL スタイルシートを固定して、HTML 表示内容を動的に変化させるを試みる。Fig.6-9 は、DOM と JavaScript を使って XML 文書内の特定要素を取出し、その要素による並替えを実行させる HTML リストである。特定要素は、発刊年 (Year)、巻 (Vol)、英文所属 (Affiliation_E) と英文著者 (Authoer_E) とした。ここで使用している XML 文書ファイルは XML_Test3.xml であり、XSL スタイルシートは XML_Test3.xsl ファイルのみである。Fig.6-10 にこのようにして取出したデータを Year データで並替えをして表示した例を示す。この場合も HTML ボタンタグを使用している。ボタンタグに割付けられたそれぞれのソート条件により動的に表示が変化する。このように、XSL スタイルシート、DOM および JavaScript を使用することにより複数のデータ情報を動的に変化させて表示する手法が明らかとなった。この場合、データとして使用している文書ファイルは、HTML ファイルではなく XML ファイルであることに注意が必要である。

```

<html>
<head>
<title>Applying Dynamic Styles</title>
<Script language="JavaScript">
var XMLDocument;
var XSLDocument;
var HTMLtarget;
function initialize(){
XMLDocument=new ActiveXObject('MSXML2.DOMDocument.3.0');
XSLDocument=new ActiveXObject('MSXML2.DOMDocument.3.0');
HTMLtarget=document.all['targetDIV'];
XMLDocument.validateOnParse=true;
XMLDocument.load('XML_Test3.xml');
if(XMLDocument.parseError.errorCode!=0){
HTMLtarget.innerHTML="Error!"
return false;}
XSLDocument.validateOnParse=true;
XSLDocument.load('XML_Test3.xsl');
if(XSLDocument.parseError.errorCode!=0){
HTMLtarget.innerHTML="Error!"
return false;}
HTMLtarget.innerHTML=XMLDocument.transformNode(XSLDocument);}
function sort(sortNode){
(XSLDocument.selectSingleNode("//xsl:sort/@select")).nodeValue=sortNode;
HTMLtarget.innerHTML=XMLDocument.transformNode(XSLDocument);}
</Script>
</head>
<body onload="initialize()">
<center>
<br>
<input type="BUTTON" onclick="sort('Year')" value="Sort by Year"></input>
<input type="BUTTON" onclick="sort('Vol')" value="Sort by Vol"></input>
<input type="BUTTON" onclick="sort('Affiliation')" value="Sort by Affiliation"></input>
<input type="BUTTON" onclick="sort('Author')" value="Sort by Author"></input>
<DIV ID="targetDIV"></DIV>
<br>
</center>
</body>
</html>

```

Fig.6-9 List of a data sort program produced using DOM and JavaScript.

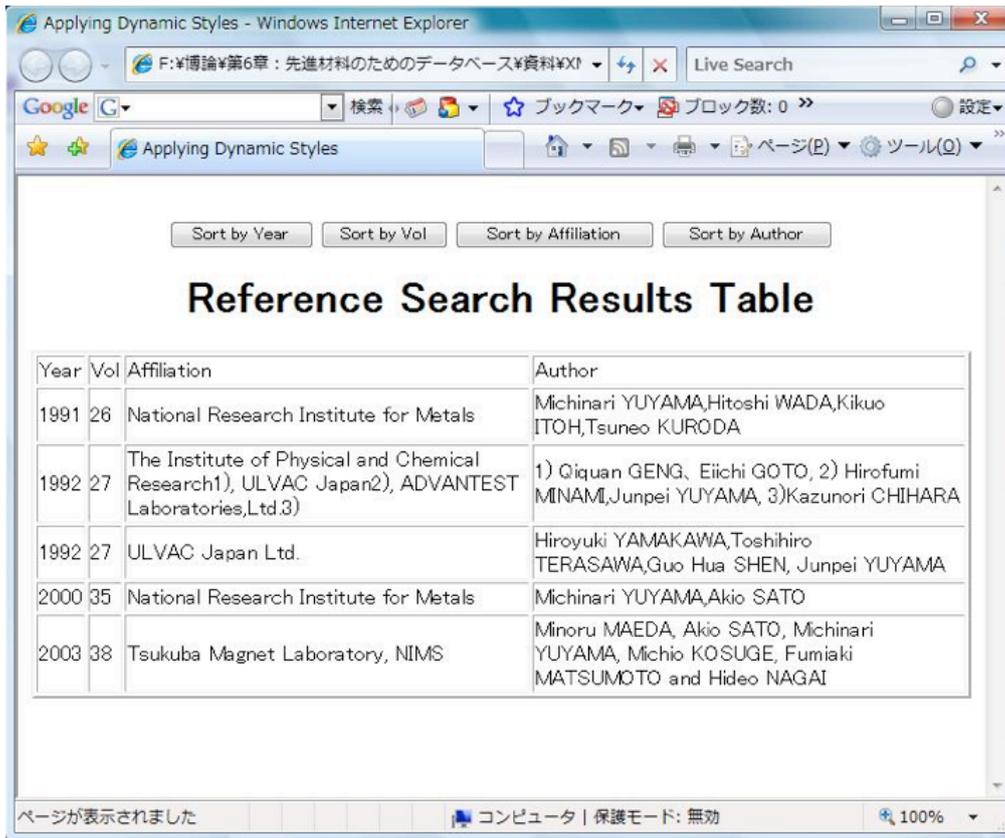


Fig.6-10 Display results of sort condition by Year.

6-2-3 XML によるデータ共有化

これまでの検討により、強磁場工学データベースの文献データベース情報がXML文書化とXSLやDOMおよびJavaScriptにより任意のデータ構造によるデータ表示が可能であることが明らかとなった。

一方、第4章で構築した超流動ヘリウム技術データベースデータについて、そのデータに対するDTD

(Document Type Definition)を検討した。その中のJournal_Info部分は文献情報データに相当している。

そこで、この部分のデータを抽出し、6-2-1のようにXML文書化して強磁場工学データベースの文献情報

とのデータ共有について検討を試みる。XML文書化の条件は、6-1-1と同様にHTML表示項目をXMLタグ

名とした。しかし、超流動ヘリウム技術データベースの文献データは、一部のデータについて表示名とは異なるタグ名となっており、タグ数も異なる。超流動ヘリウム技術データベースの文献データとして決定した

XMLタグ名をTable6-3にXML構造をFig.6-11に示す。これらのデータは、KeywordsとRemarks以外は必須項目とした。

Table 6-3 An XML tag layout to the element name for Superfluid database reference data.

Element Name	Display Name of HTML	XML Tag Name
Journal name	Journal	Journal
Journal classification	Journal_Category	Journal_Category
Volume	vol.	Vol
Number	no.	No
Page	page	Page
Publish year	Year	Year
Dissertation title	Subject	Title
Authors name (English)	Author	Author
Authors organization (English)	Affiliation	Affiliation
Abstract	Abstract	Abstract
Keyword	Keywords	Keywords
Precaution statement	Remarks	Remarks

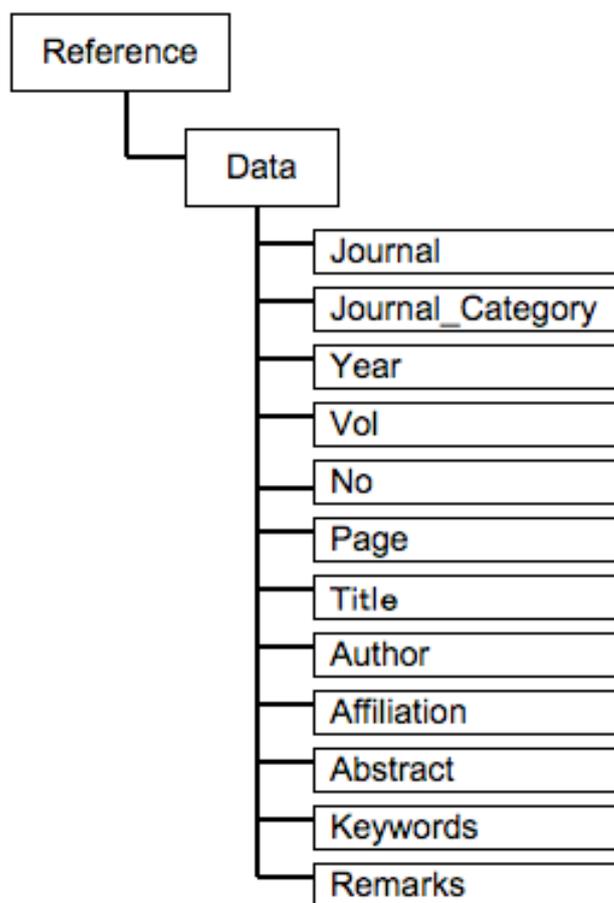


Fig.6-11 Structured data of Superfluid database reference data produced using XML.

超流動ヘリウム技術データベースの文献情報表示に使用する XSL スタイルシートは、6-1-1 で使用した Fig.6-4 の書式に表示項目として、雑誌名 (Journal) と概要 (Abstract) を追加して使用する。Fig.6-12 に超流動ヘリウム技術データベースの文献データを XML 文書ファイルにし HTML ファイルとして表示した例を示す。図から分かるとおり、Journal と Abstract の情報は表示するものの Subject, Authors, Affiliations の情報は表示がない。これは、超流動ヘリウム技術データベースの文献データは、すべて英語表記で作成しているため、著者名タグである Author に英語表記が入力され、英文著者名 Author_E タグは存在しない。同様に Affiliation_E タグも存在しない。また、表題はさらに複雑であり、Subject タグではなく Title タグを使用し、著者や所属と同様に Title_E タグはない。HTML 表示に使用している XSL スタイルシートは、強磁場工学データベースの文献データに合わせたタグ名を使用している。そのため、強磁場工学データベースで使用している XML タグと超流動ヘリウム技術データベースで使用している XML タグが完全に一致していないと、この XSL スタイルを利用してすべてのデータを表示することはできない。この XSL スタイルを利用してすべてデータを表示するには、超流動ヘリウム技術データベースの文献データ XML タグを強磁場工学データベースの文献データ XML タグに変換する必要がある。XML 文書ファイルは、プレーンテキストなので、通常のエディターで修正することは可能である。今回使用した超流動技術データベースの文献データタグを修正し、再度ブラウザで表示した様子を Fig.6-13 に示す。図から分かる通り結果表示は良好であり、Fig.6-12 では表示されなかった、Subject, Author, Affiliation の各データが表示されていることが確認できる。このように、強磁場工学データベースの文献データと超流動ヘリウム技術データベースの文献データは共有・交換が可能となった。しかし、今回の検討ではモデルケースであることから少ないデータ項目数で実行している。実際の場合は、膨大なデータや複雑なタグ構造をもったファイルの修正になるため、変換ミスなどをともなうことが予想される。そのためこのような手動による変換方法は有効的ではない。実用的には、必要な XML 文書データ構造とタグ名を特定の XML 文書データの構造とタグ名に単純に変換できる手法の確立が望まれる。このような手法が確立されると、XML 文書データはさらに有効に活用されるであろう。

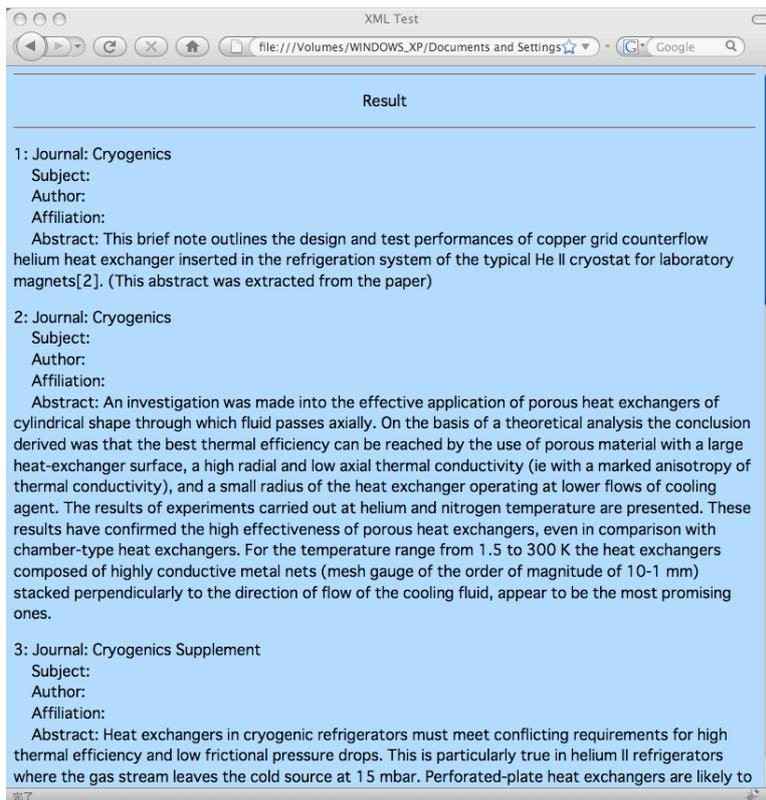


Fig.6-12 Display result of Superfluid database reference data produced using initial XML tag name.

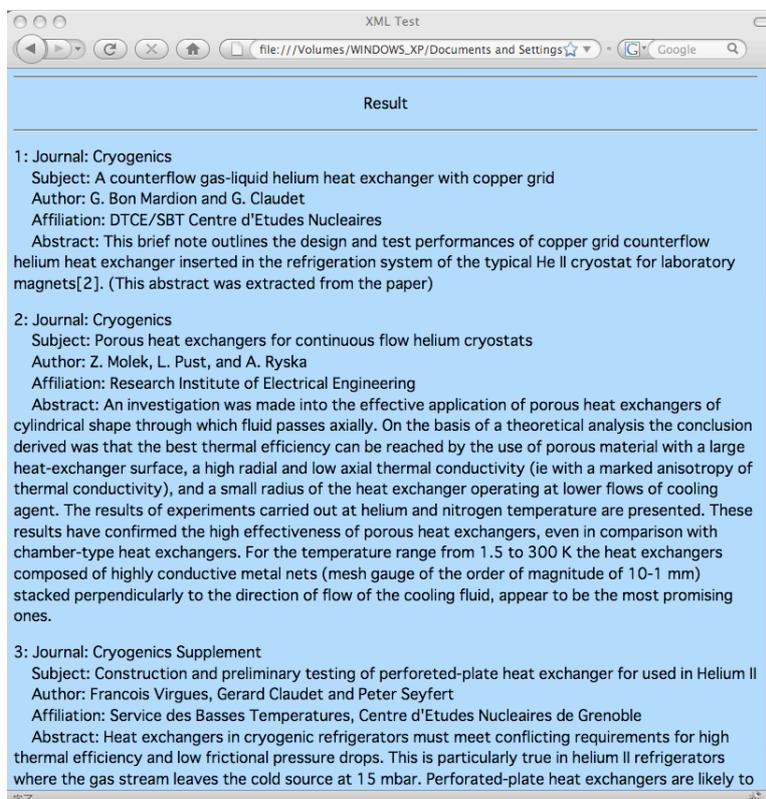


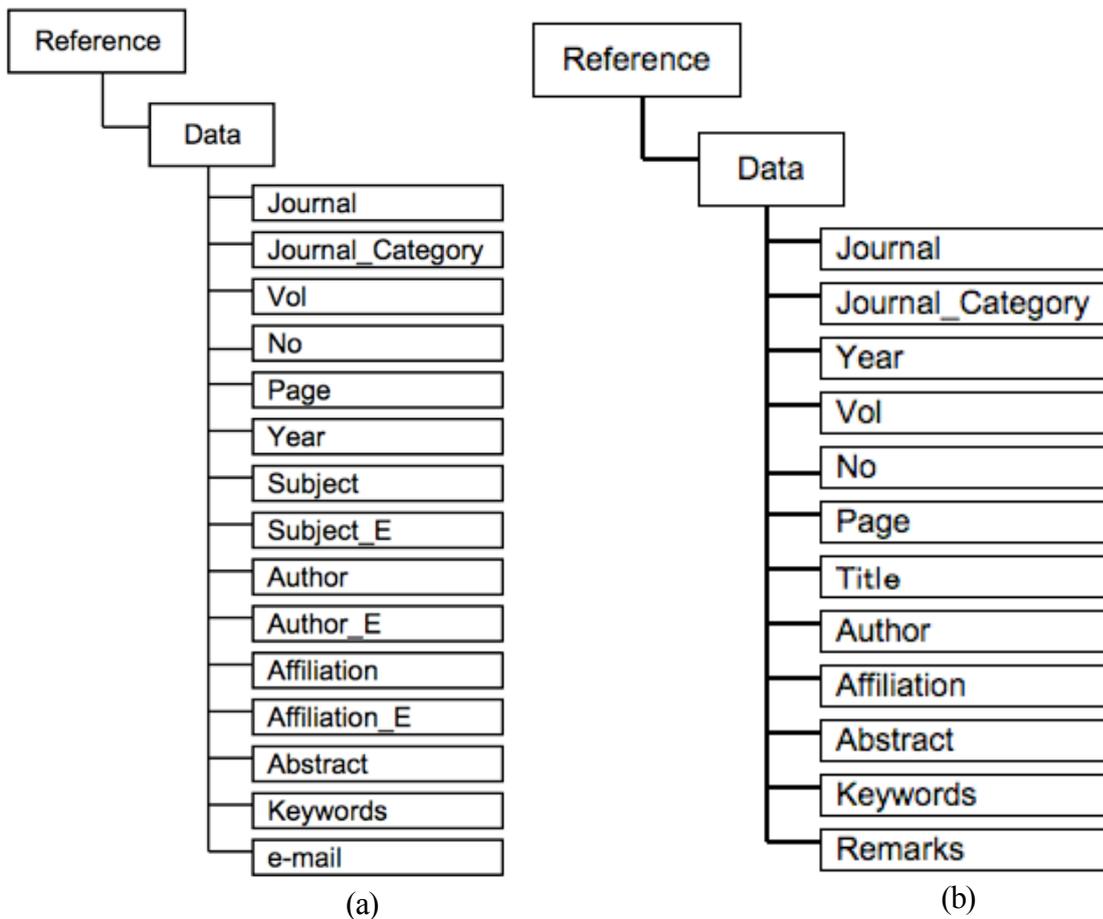
Fig.6-13 Display result of modify XML tag name.

6-2-4 XML tag Exchange

Fig.6-14 に強磁場工学データベースの文献データと超流動ヘリウム利用技術データベースの文献データのデータ構造を示す。両データのデータ項目名は、文献表題、著者と所属において異なっていることが分かる。このままでは、両方の文献データをXML文書化しても、データの共有をすることは不可能である。このようなケースは、従来のデータベースのデータにおいても同様である。そこで、ここではXML文書におけるタグ構造を共通化することを試みた。

XML文書は、XSD (eXtension for Schema Documents) と呼ばれる Schema 情報とデータ情報を併せ持っている。このXSDが各データに関連づけられてXML文書は生成されている。そこで、このXSDを基本XML文書から抽出し、構造が異なる独自XML文書に関連づけ、同じタグ構造となるように変換できるとデータの共有や交換が容易になる。しかし、XML文書ファイルからXSDを抽出し、直接データ関連づけを単純に変更できる既存のソフトウェアは皆無である。必要なXML構造が判明していても、データ量が膨大な場合やXMLが複雑なデータ構造をとる場合、エディターなどによるXML変換は容易ではない。

Microsoft社は、早くからXML技術の利用を推進してきた会社である。その製品であるExcelやWordには、XML出力やXML文書ファイルを読込んだ際にXMLデータの関連づけを表示・交換ができるなどの機能を備えている。また、同社のVisual Studioは、XML文書ファイルからXSDデータを抽出し外部出力させる機能を備えている。そこで、Fig.6-15に示すように、このExcelとVisual Studioを連携させて基本XML文書からXSDを抽出し、この抽出したXSDに基づいて独自XML文書データの関連づけを変更し、基本XMLタグを独自データに付与する手法について検討する。特にExcelでは、標準機能として利用可能な、VBA (Visual Basic for Applications) を使用して、マクロプログラムを作成しXMLタグ変換を自動的に実行することも検討する。



(a) Structured data of Cryogenics and Superconductivity Database, (b) Structured data of Superfluid helium Database.

Fig.6-14 Structured data of reference database by XML.

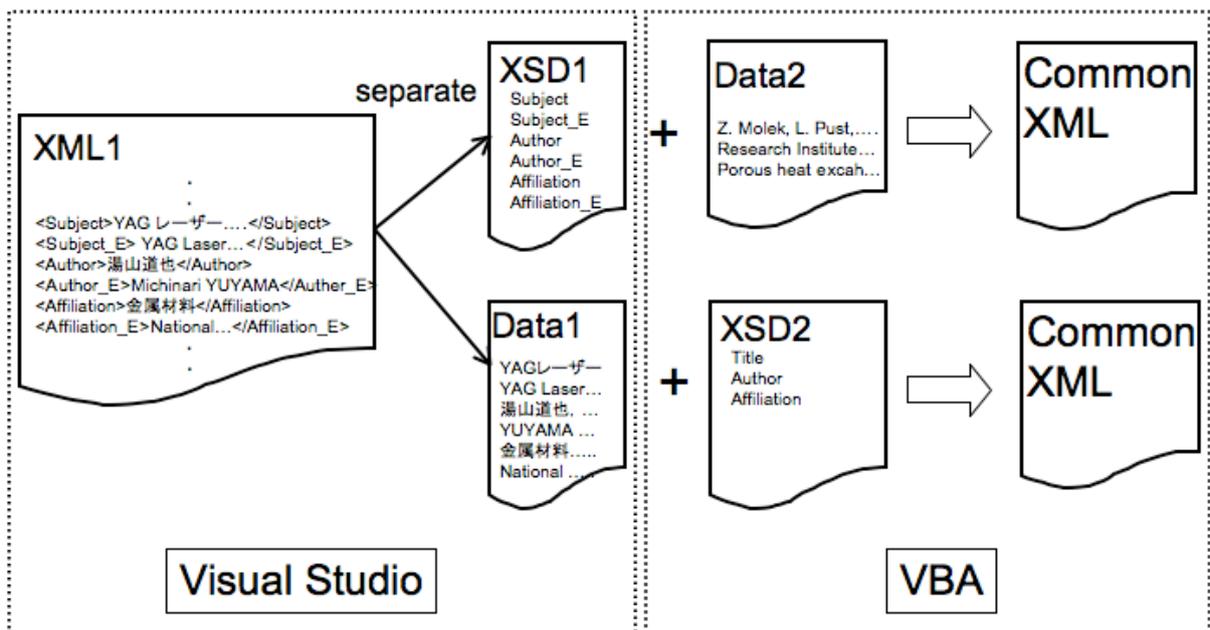


Fig. 6-15 Creation process of common XML data file.

Fig.6-16に強磁場工学データベースの文献データのXSD情報をVisual Studioにより抽出した例を示す。XSDは、定義済み型のセット (Type="xs:string"など)と新しい型を定義するXML言語 (xs:complexType, xs:sequence, xs:elementなど)で構成されている。データのXMLタグは、xs:element name=""で規定され、要素はさらに要素型が付属する。XSD情報は、記述は異なるものの当然ではあるがXMLと同じ構造をとっている。ここで、基本書式とする強磁場工学データベースの文献データのXML文書より抽出したXSDデータをSuper.xsdとして保存し、変換作業に用いることとした。Fig.6-17に超流動ヘリウム技術データベースの文献データのXML文書ファイルをExcelで読込んだ例を示す。Sheetの1行目には、使用しているタグ名が入力され、右側の小窓にXMLソースが表示されている。このXMLソースは、Sheetの1行目の各セルデータと対応付けがなされており、XMLソース項目名がボールドで表示されている。Fig.6-17で示されるXMLソース、すなわちXSDでは強磁場工学データベースの文献データのXML文書データと共有ができないので、さきほどVisual Studioにより抽出した、Super.xsdを読み込み関連づけを実行する。Super.xsdを読み込み、Excelの機能によりそれぞれの項目をブック内のデータと関連づけした。この関連づけは、XMLソース項目をブック内のセル項目にDrag and Dropすることにより可能となる。すべての対応付けが終了した時点で、ExcelのXMLのエクスポート機能を利用し、XML文書データとしてファイルを保存する。しかし、このままでは、強磁場工学データベースの文献データのXML文書構造とは完全に一致していない。そこで、通常のExcel操作により、不足しているデータ情報項目を追加・修正(赤枠)し、XMLソースの対応付けを実行した例をFig.6-18に示す。この場合、Subjectデータ、Authorデータ、Affiliationデータとe-mailデータは空要素となり、Remaraksデータは削除した。このようにして、最終的に生成した超流動ヘリウム技術データベースの文献データのXML文書をブラウザにより表示した例をFig.6-19に示す。Fig.6-14(a)に示した強磁場工学データベースの文献データのXML文書ファイルのタグ名と構造に完全に一致していることが確認できる。

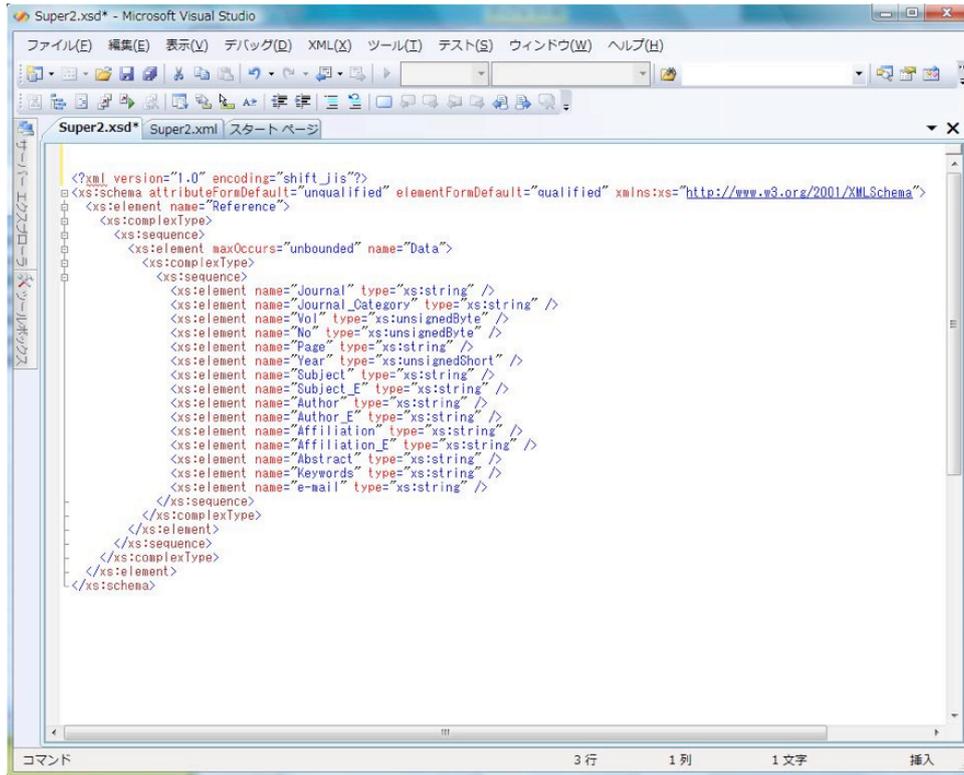


Fig.6-16 Extraction of High Magnetic Field database XSD data from an XML document file.

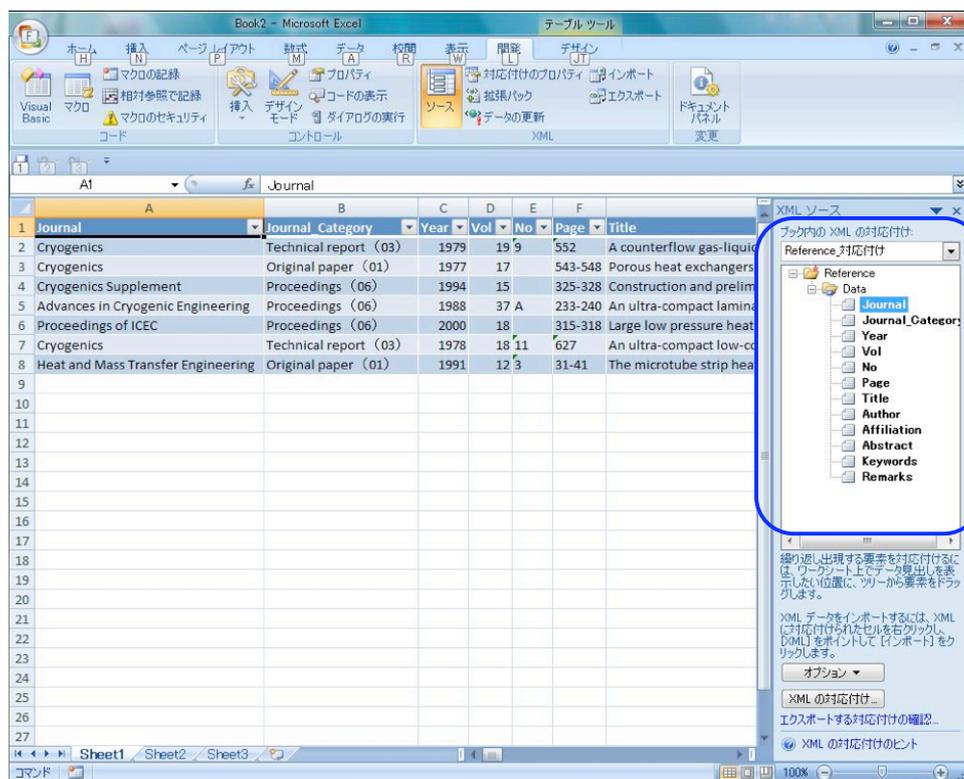


Fig.6-17 Initial status of Superfluid database XML document data.

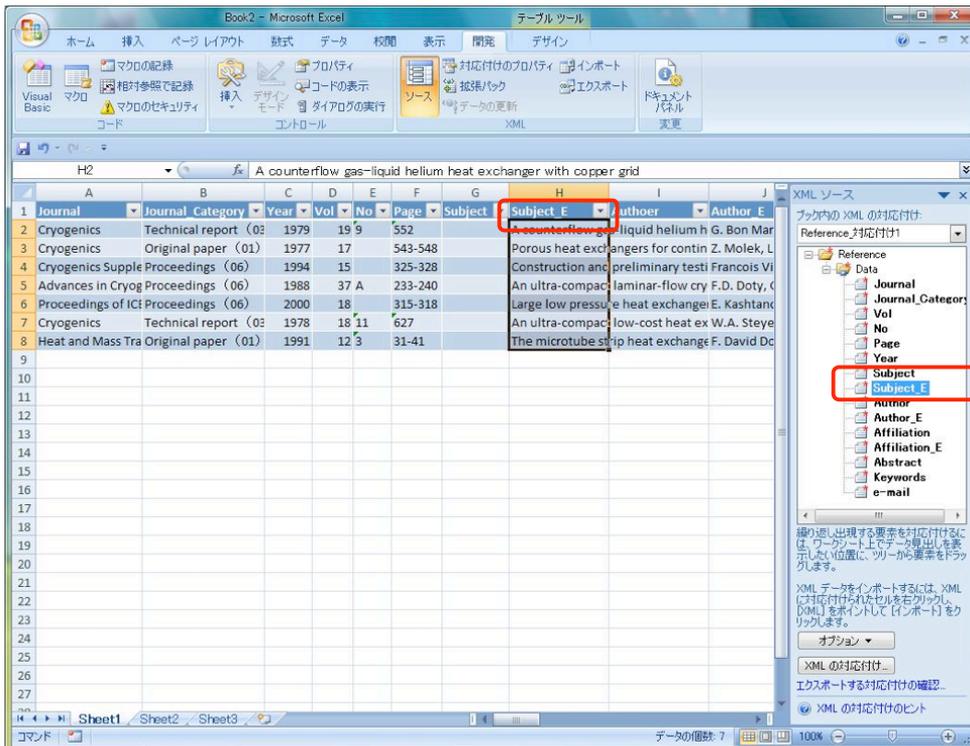


Fig.6-18 Final status of Superfluid database XML document data.

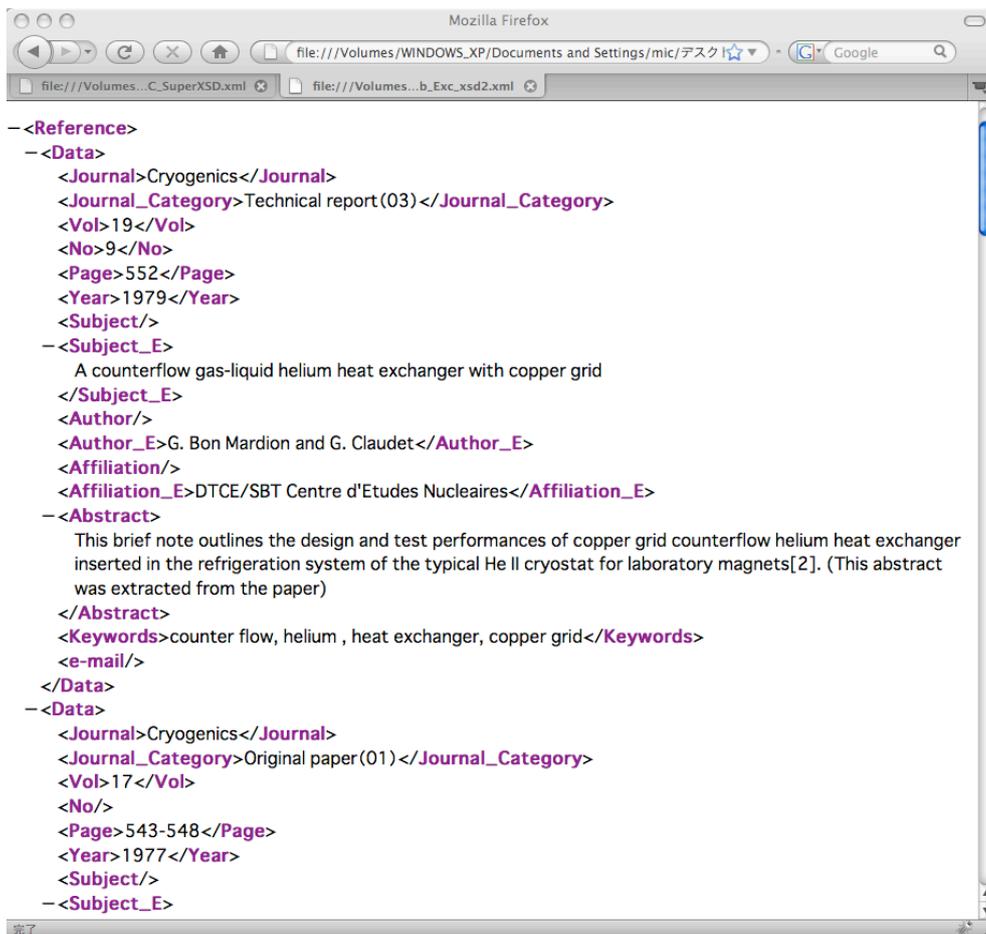


Fig. 6-19 Result of XML tag change by Excel and Visual Studio.

これまでに Visual Studio により、標準 XML 文書から標準 XSD を生成し、この標準 XSD を Excel にて独自 XML 文書に関連づけ標準 XML 文書への変換を試みた。その結果は Fig.6-19 に示す通り良好であり、独自 XML 文書データを標準 XML 文書データとして共有化することが可能となった。しかし、ここでの検討では、標準 XML 関連づけを手作業 (Drag and Drop) にて実行しており実用的ではない。

そこで、この変換部分を自動的に処理する手法を検討する。Excel は、VBA を標準で装備し、利用者が独自のマクロプログラムをコーディングすることができるソフトウェアである。そこで、Excel による XML ソースのブック内データ項目へに関連づけを VBA により自動化することを試みる。Fig.6-20 に VBA による XML タグ変換プログラムのリストを示す。XML タグ変換プログラムの考え方は、標準 XML 文書に使用されているタグ名を予めプログラム内に記述し、独自 XML データはこの書式に準拠させて読込ませるかブック内で整合性をとる。次に VBA プログラムを動作させることにより XML ソースのブック内タグ項目へに関連づけが完了する。この VBA プログラムによる XML 変換データも Fig.6-19 と同様の結果が得られた。

以上のように超流動ヘリウム技術データベースの文献データを強磁場工学データベースの文献データ構造に変換することが可能となった。そこで、強磁場工学データベースの文献データの XML 文書と超流動ヘリウム技術データベースの文献データの共有を実行した。2 つの XML 文書を読み込み 1 つの XML 文書ファイルとし、XSL スタイルシートを用いて表示した例を Fig.6-21 に示す。Fig.6-21 は、Year データで並替えている。このように、2 つの構造とタグ名が異なる文献情報 XML 文書データを 1 つの文献情報データとして取り扱うことが可能となった。

これまでの検討で明らかのように、2 つの異なるデータ項目情報を XML の利用により、共通のデータとして扱うことが可能となった。しかし、共通データとして扱うためには、標準となる XML 構造である標準 XSD すなわち標準 XML Schema が必要である。これからの材料開発では、ファクトデータやメタデータの共有や交換が特性向上や新規材料の開発にとって重要である。特に、インターネットによる情報共有は、世界規模での材料開発にとって不可欠となってくる。そのためには、MatML や MatDB に準拠した、材料開発のための標準 XML Schema の開発が望まれる。

```

Public Sub XMLSchema_Correspondence()
    Dim myXMLMap As XmlMap, schemafile As Variant, xmlfile As Variant, savefile As Variant, strXPath() As Variant
    Dim Alphabet() As Variant, p As Variant, i As Byte, mapContact As XmlMap, lstContacts As ListObject, objNewCol As ListColumn
    p = "/Reference/Data/"
    strXPath = Array("Journal", "Journal_Category", "Vol", "No", "Page", "Year", "Subject", "Subject_E", "Author", "Author_E",
    "Affiliation", "Affiliation_E", "Abstract", "Keywords", "e-mail")
    Alphabet = Array("A", "B", "C", "D", "E", "F", "G", "H", "I", "J", "K", "L", "M", "N", "O")
    MsgBox "Open to the XML File", vbInformation
    xmlfile = Application.GetOpenFilename
    If xmlfile = False Then End
    MsgBox "Open to the Schema File", vbInformation
    schemafile = Application.GetOpenFilename
    If schemafile = False Then End
    Workbooks.OpenXML Filename:=xmlfile, LoadOption:=xlLoadImportToList
    ActiveWorkbook.XmlMaps("Reference_Correspondence").Delete
    Set myXMLMap = ActiveWorkbook.XmlMaps.Add(Schema:=schemafile)
    For i = 0 To 14
        Range(Alphabet(i) & "1").Value = strXPath(i)
        Range(Alphabet(i) & "1").XPath.SetValue Map:=myXMLMap, XPath:=p & strXPath(i)
    Next i
    MsgBox "Choose a location save of a file", vbInformation
    With Application.FileDialog(msoFileDialogSaveAs)
        If .Show = -1 Then .Execute
    End With
End Sub

```

Fig.6-20 XML tag change program for Superfluid database XML document data.

Applying Dynamic Styles - Windows Internet Explorer

F:*博論*第6章：先進材料のためのデータベース*資料*XML2*XML_sort_! | Live Search

Google | 検索 | ブックマーク | ブロック数: 0 | チェック | 設定

Applying Dynamic Styles | ページ(P) | ツール(O)

Reference Table

Year	Vol	Author	Author_E	Affiliation_E
1977	17		Z. Molek, L. Pust, and A. Ryska	Research Institute of Electrical Engineering
1978	18		W.A. Steyert and N.J. Stone	University of California Los Alamos Scientific Laboratory
1979	19		G. Bon Mardion and G. Claudet	DTCE/SBT Centre d'Etudes Nucleaires
1988	37		F.D. Doty, G.S. Hosford, J.B. Spitzmesser and J.R. Bittner	Doty Scientific Inc.
1991	12		F. David Doty, Greg Hosford, J.B. Spitzmesser and John Dewey Jones	Doty Scientific, Inc.
1991	26	湯山 道也, 和田 仁, 伊藤 喜久男, 黒田 恒生	Michinari YUYAMA, Hitoshi WADA, Kikuo ITOH, Tsuneo KURODA	National Research Institute for Metals
1992	27	1) Qiquan GENG, 後藤 英一, 2) 南展史, 湯山 純平, 3) 千原 一徳	1) Qiquan GENG, Eiichi GOTO, 2) Hirofumi MINAMI, Junpei YUYAMA, 3) Kazunori CHIHARA	The Institute of Physical and Chemical Research1), ULVAC Japan2), ADVANTEST Laboratories, Ltd.3)
1992	27	山川 洋幸, 寺沢 寿浩, 沈 国华, 湯山 純平	Hiroyuki YAMAKAWA, Toshihiro TERASAWA, Guo Hua SHEN, Junpei YUYAMA	ULVAC Japan Ltd.
1994	15		Francois Virgues, Gerard Claudet and Peter Seyfert	Service des Basses Temperatures, Centre d'Etudes Nucleaires de Grenoble
2000	18		E. Kashtanov*, V. Pleskatch*, K. Polkovnikov*, A. Shembel*, V. Sytnik*, S. Zintchchenko*, B. Krakovsky**, O. Krasnikova**, O. Popov**, H. Burmeister***, B. Petersen*** and H.-O. Roggenbuck***	* Institute for High Energy Physics IHEP, ** Joint Stock Company "GELIYMASH", *** Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY

ページが表示されました | コンピュータ | 保護モード: 無効 | 100%

Fig. 6-21 HTML display result of merge data of superconductor reference data and Superfluid reference data.

6-3 先進材料開発データのための標準 XML Schema

6-1 と 6-2 において、強磁場工学データベースの文献データと超流動ヘリウム技術データベースの文献データという異なるデータ構造をもったデータについて、XML 文書ファイル化によるデータの共有化と XSL と DOM および JavaScript による HTML 表示技術を検討し、XML 文書ファイルの有用性を明らかにした。しかし、XML 文書ファイルを多くの独自データ形式ファイルに適用するには、その構造である XSD の共通性が重要となることも明らかとなった。XSD の共通性の問題は、材料開発等におけるファクトデータやメタデータをインターネットなどにより共有・交換する場合、標準的な XML 文書構造が必要であることを示唆している。そのため、XML 文書ファイルによるデータを共有・交換する場合には、標準 XML Schema が必要となる。

そこで、ここからは先進材料である超電導材料と超耐熱材料について、これまでの本研究結果に基づき標準 XML Schema を検討する。特に標準 XML Schema に必要なデータ分類とデータ項目および XML タグ名や構造を考察する。

6-3-1 超電導材料開発のための標準 XML Schema

超電導体は、臨界温度 (T_c : Critical Temperature) 以下において完全導電性 ($R=0$) を示す。そこで、超電導材料はその T_c により大きく 2 つに分類されている。 T_c が液体窒素の 1 気圧での沸点である 77 K 以下の材料を低温超電導体 (LTS: Low Temperature Superconductor) と呼び、77 K 以上の材料を高温超電導体 (HTS: High Temperature Superconductor) と呼んでいる。これは、超電導体を冷却する寒剤が、高価な液体ヘリウムと安価な液体窒素を使用する場合で実用コストが大幅に異なることにも関連している。このように超電導材料の開発項目を分類し、材料開発に有用な XML Schema を構築する場合、実用化を意識したデータ分類が重要となってくる。超電導体の発現機構や理論を探求することも重要であり、そのためのデータベース構築やデータ Schema を考察することも必要である。しかし、第 1 章で述べたように、CO₂ 削減のための先進材料開発は重要であり、超電導材料の実用化は多くの分野で望まれている。そこで、ここでは超電導材料の実用化を考慮した XML Schema について検討する。

Table6-4 に基本的な分類項目リストを示す。XML 文書全体を Superconductor (root 項目: 水色で示す)

とし、その中を5つの大項目（黄色で示す）に分類した。XMLのデータ項目は英文が基本となるが日本語表記も考慮した。分類項目は、(1) Design, (2) Physical, (3) Process, (4) Evaluation, (5) Others である。これらの順番は、材料開発を意識したものであり、設計から特性試験（その他の情報）までの一般的な開発過程としている。各分類項目の中はさらに細分化されている。また、XMLは、サブセットを後から追加可能であるので、各項目は今後の追加に対応できるように考慮している。この項目分類の概要構造を Fig.6-22 に示す。図中()の内の数字は、NMC-MatDB で採用されている、データの重要度を示す Requirement である。Requirement は、3段階とし5, 3, 1として設定する。5は重要度が高いデータを示し、1はその逆である。この Requirement は、研究者や研究分野によって大きく異なることが考えられる。今回の Requirement は材料開発の立場から決定した。この Requirement は、データ検索の際にデータ重要度を考慮した検索が可能となり、データ検索の幅が広がりデータ取得の短時間化や専門分野以外の利用者への指標とすることを主な目的とした。

Table6-4 List of elements and XML tags for superconducting materials.

Japanese Name	Element	Element Name	XML Tag Name
超電導材料		Superconductor	Superconductor
材料設計		Design	Design
基本情報		Basic Information	BasicInformation
構成物質		Component	Component
情報		Design Information	DesignInformation
材料物性		Physical	Physical
物性値		Physical Properties	PhysicalProperties
材料製造		Process	Process
製造方法		Fabrication Process	FabricationProcess
材料特性		Evaluation	Evaluation
超電導特性		Superconductivity	Superconductivity
機械的特性		Mechanical Properties	MechanicalProperties
その他の情報		Others	Others

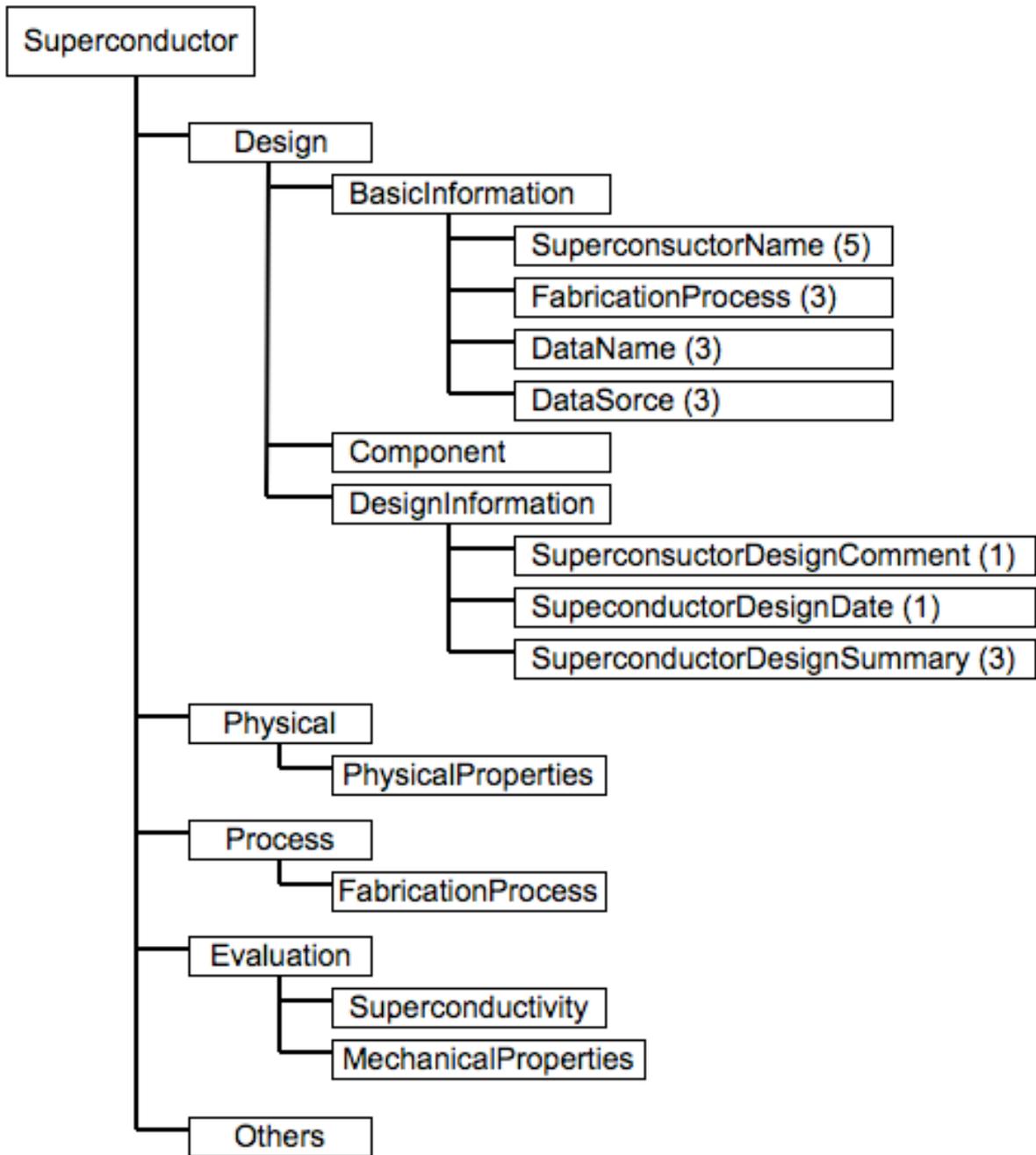


Fig.6-22 Main structure of XML Schema for Superconducting materials.

Fig.6-23 から Fig.6-27 に 4 つの大項目以下の詳細構造図を示す。

Fig.6-23 は、材料設計における構成物質 (Component) についての Schema である。BaseElement (基本元素) は、 Nb_3Al の場合は Nb であり、 $Bi_2Sr_2CaCu_2O_x$ の場合は Bi のように一般的になにになに系 (Nb 系, Bi 系) と呼ばれている元素を入力するよう設定した。この要素項目は、実際のデータ検索に有用である。BaseElement 以外の構成元素は Element1 から Element12 であり、それぞれに重量項目 (例えば Element1Weight) を設定した。また、Unit は、その項目の単位を示し () 内は先に説明した Requirement の数字を表している。Element5 までは、Requirement=5 とし、Element6 以降は 3 と設定した。これは、超電導材料において 6 元系以上の材料は、実用材としての実績がないためである。

Fig.6-24 は、超電導材料開発や研究で利用されている物性値 (PhysicalProperties) をまとめた Schema である。熱物性データとして比熱 (SpecificHeat), 熱伝導率 (ThermalCpnductivity), 熱膨張率 (ThermalExpansion) 等や比抵抗 (Resistivity), 残留抵抗比 (RedualResistanceRatio) とともに格子定数 (LatticeConstant) も情報として取り入れている。PhysicalProperties のデータ項目は 18 である。

Fig.6-25 は、超電導材料開発における各種製造方法名 (FabricationProcess) の Schema である。製造方法は 27 種類あり、金属系および酸化物系超電導開発の際に利用されている内部拡散法 (InternalTinDiffusionProcess), チューブ法 (PowderInTubeProcess), ブロンズ法 (BronzeProcess), CVD 法 (ChemicalVaporDeposition) やレーザー利用による製造法 (例えば IonBeamAssistDeposition) など、幅広い製造法を網羅している。

Fig.6-26 は、特性評価 (Evalustion) の中の超電導特性 (Superconductivity) についてまとめた Schema である。データ項目数 17 であり、そのうちの臨界温度 (CriticalTemperature), 臨界電流密度 (CriticalCurrentDensity) や臨界磁界 (CriticalFieldStrength) などの重要な特性 (Requirement=5) は 8 項目とした。

Fig.6-27 は、特性評価のもうひとつの項目である機械的特性 (MechanicalProperties) である。MechanicalProperties のデータ項目は 7 つであり、降伏応力 (YieldStrength), 引張り強さ (TensileStrength), 伸び (Elongation), 絞り (ReductionOfArea) とヤング率 (YoungsModulus) などとなっている。以上の 4 つの大項目以外にその他の情報 (Others) を設定した。現在、Others の中・小

項目分類はない。しかし、この **Schema** を利用していく中でサブセットとして追加が可能であることから問題はないと考える。

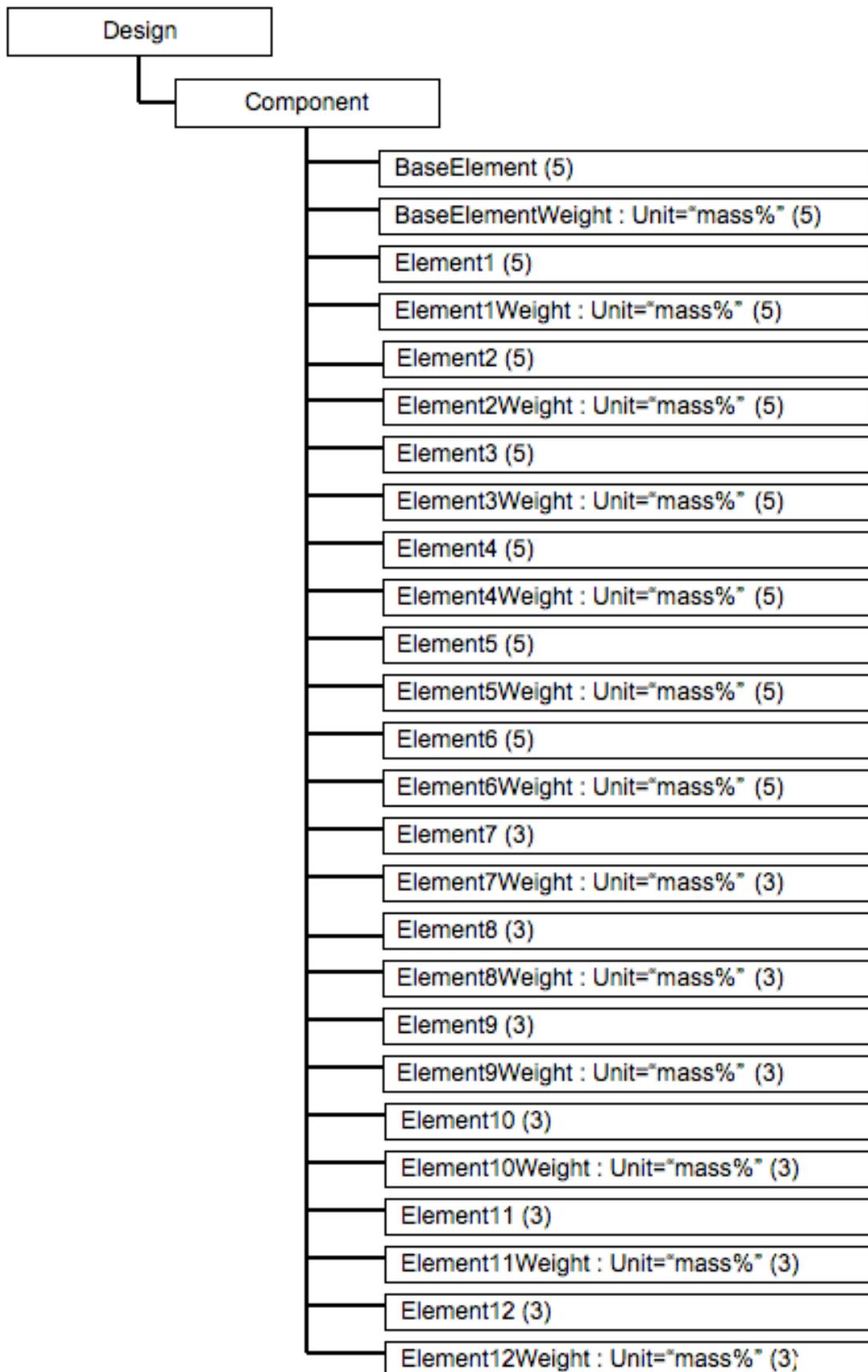


Fig.6-23 XML Schema of Material Design for Superconducting materials.

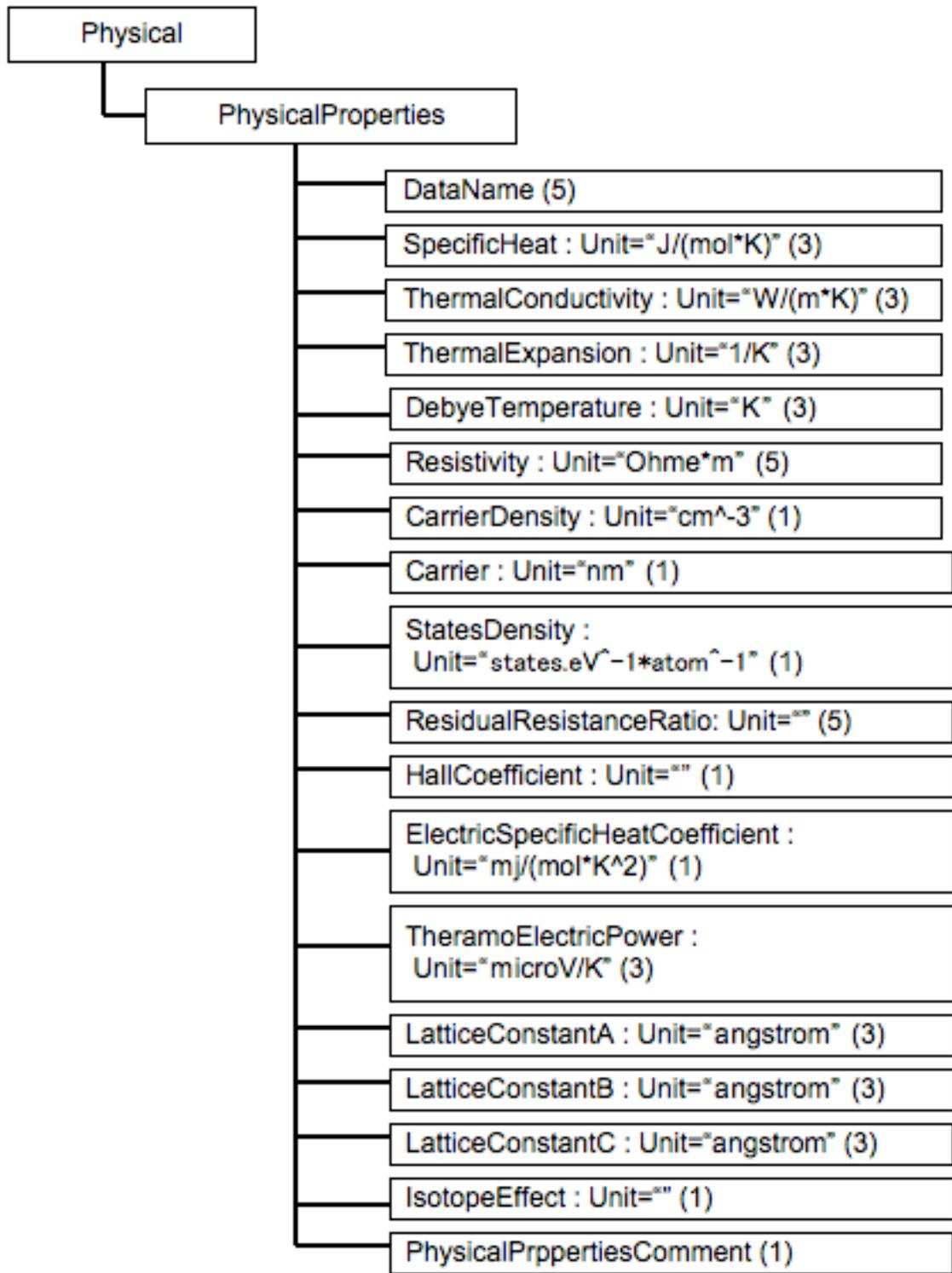


Fig.6-24 XML Schema of Physical Properties for Superconducting materials.

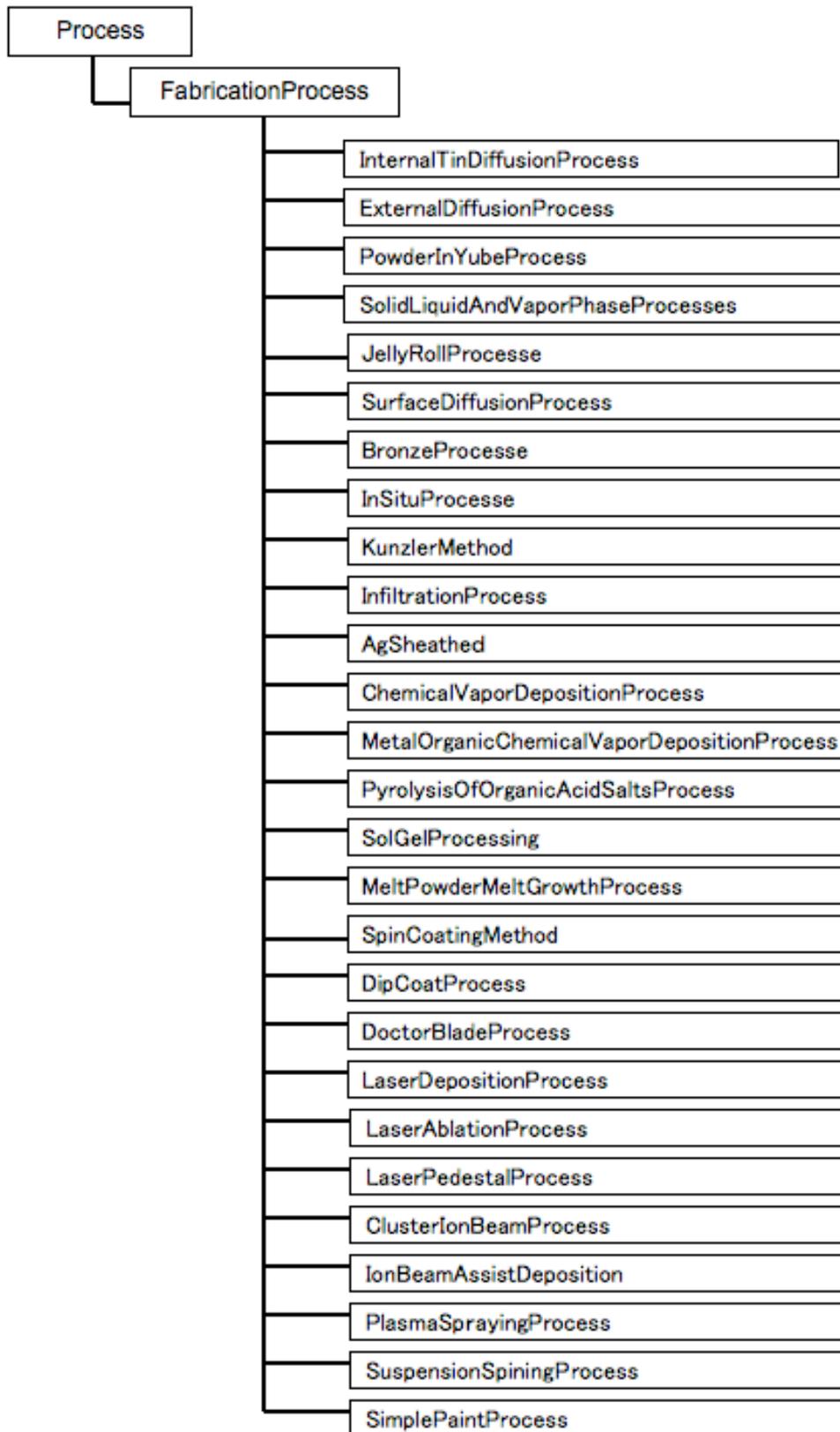


Fig.6-25 XML Schema of Fabrication Process for Superconducting materials.

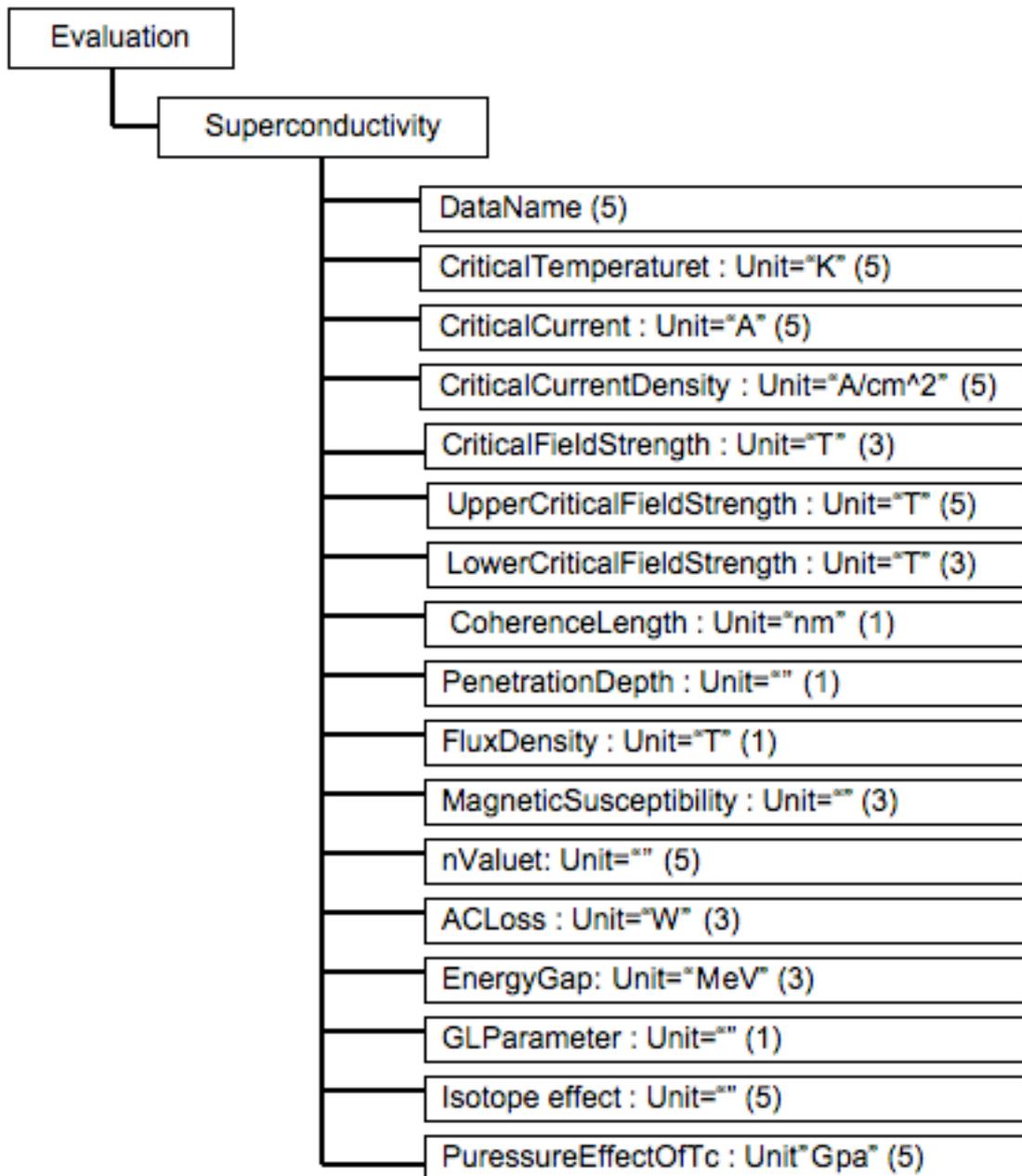


Fig.6-26 XML Schema of Superconductivity for Superconducting materials.

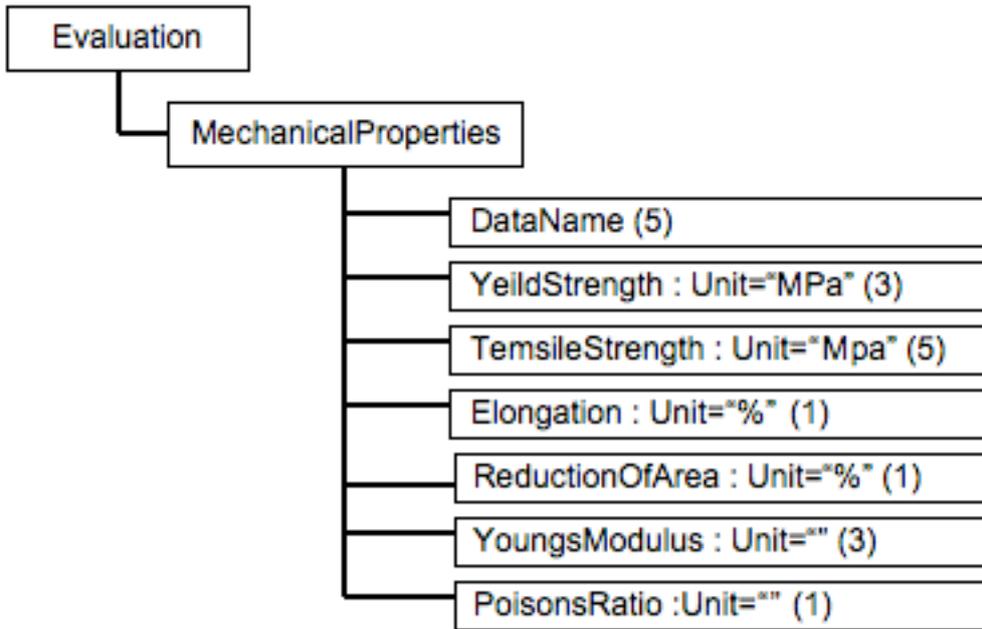


Fig.6-27 XML Schema of Mechanical Properties for Superconducting materials.

6-3-2 超耐熱材料開発のための標準 XML Schema

超耐熱材料とくに Ni 基をベースとした超耐熱材料（以下超合金）は、火力発電所のタービンや航空機のジェットエンジン用タービンプレードとして使用されている。物質・材料研究機構（NIMS）の超耐熱材料センターでは、英国のロールスロイス社⁶⁻¹⁶と国際共同研⁶⁻¹⁷を締結し、実機に搭載するジェットエンジン用タービンプレードのための研究開発を実施している。材料開発は、主に Ni 基超合金の鑄造合金である。本研究で検討する耐熱材料開発のための標準 XML Schema は、この超合金に特化したデータ構造をとることとした。本研究の標準 XML Schema は、これまで述べたように XML の拡張性（例えばサブセットの追加）が利用できるため、他の超耐熱合金開発においても十分に利用が可能であると考えられる。

Table6-5 に Ni 基超合金のデータ項目と XML タグリストを Fig.6-28 にその主構造を示す。XML のデータ項目は英文が基本となるが日本語表記も考慮した。XML Schema 構造の全体を Superalloy (root 相当：水色で示す) とし、以下に材料設計 (Design)、物性 (Physical)、製造 (Process)、特性評価 (Evaluation)、微細組織 (Microstructure) とその他の情報 (Others) の 6 つの大項目 (黄色で示す) とした。Design 項目には、材料設計 (AlloyingDesign) と設計情報 (AlloyingInformation) の中項目がある。Physical 項目には、物性値 (PhysicalProperties) の中項目がある。Process には、溶解 (Casting) と熱処理 (HeatTreatment) の 2 つの中項目がある。Evaluation 項目には、クリープ試験 (Creep)、熱疲労試験 (ThermalFatigue)、低サイクル疲労試験 (LowCycleFatigue)、高サイクル疲労試験 (HighCycleFatigue)、繰返し酸化試験 (CyclicOxidation)、等温酸化試験 (IsothermalOxidation) と引張り試験 (TensileTest) の 7 つの中項目がある。Microstructure 項目には、微細組織写真 (MicrostructurePhotograph) の中項目がある。() 内の数字は、超電導材料データ Schema と同様に重要度である Requirement を数字で表し、レベルも同じ 5, 3, 1 の 3 段階とした。超耐熱材料データ Schema の詳細データ項目 (小項目) を Fig.6-29 から Fig.6-41 に示す。

Table 6-5 List of elements and XML tags for Ni-base Superalloys.

Japanese Element Name	Element Name	XML tag Name
超耐熱合金	Superalloy	Supealloy
材料設計	Design	Design
合金設計	Alloying Design	AlloyingDesign
合金設計情報	Alloying Information	AlloyingInformation
物性	Physical	Physical
物性値	Physical Properties	PhysicalProperties
製造	Process	Process
溶解	Casting	Casting
熱処理	Heat Treatment	HeatTreatment
特性評価	Evaluation	Evaluation
クリープ試験	Creep Test	Creep
熱疲労試験	Thermo Mechanical Fatigue Test	ThermalFatigue
低サイクル疲労試験	Low Cycle Fatigue Test	LowCycleFatigue
高サイクル疲労試験	High Cycle Fatigue Test	HighCycleFatigue
繰返し酸化試験	Cyclic Oxidation Test	CyclicOxidation
等温酸化試験	Isothermal Oxidation Test	IsothermalOxidation
引張り試験	Tensile Test	TensileTest
微細組織	Microstructure	Microstrucuture
微細組織写真	Microstructure Photograph	MicrostructurePhotograph
その他の情報	Others	Others

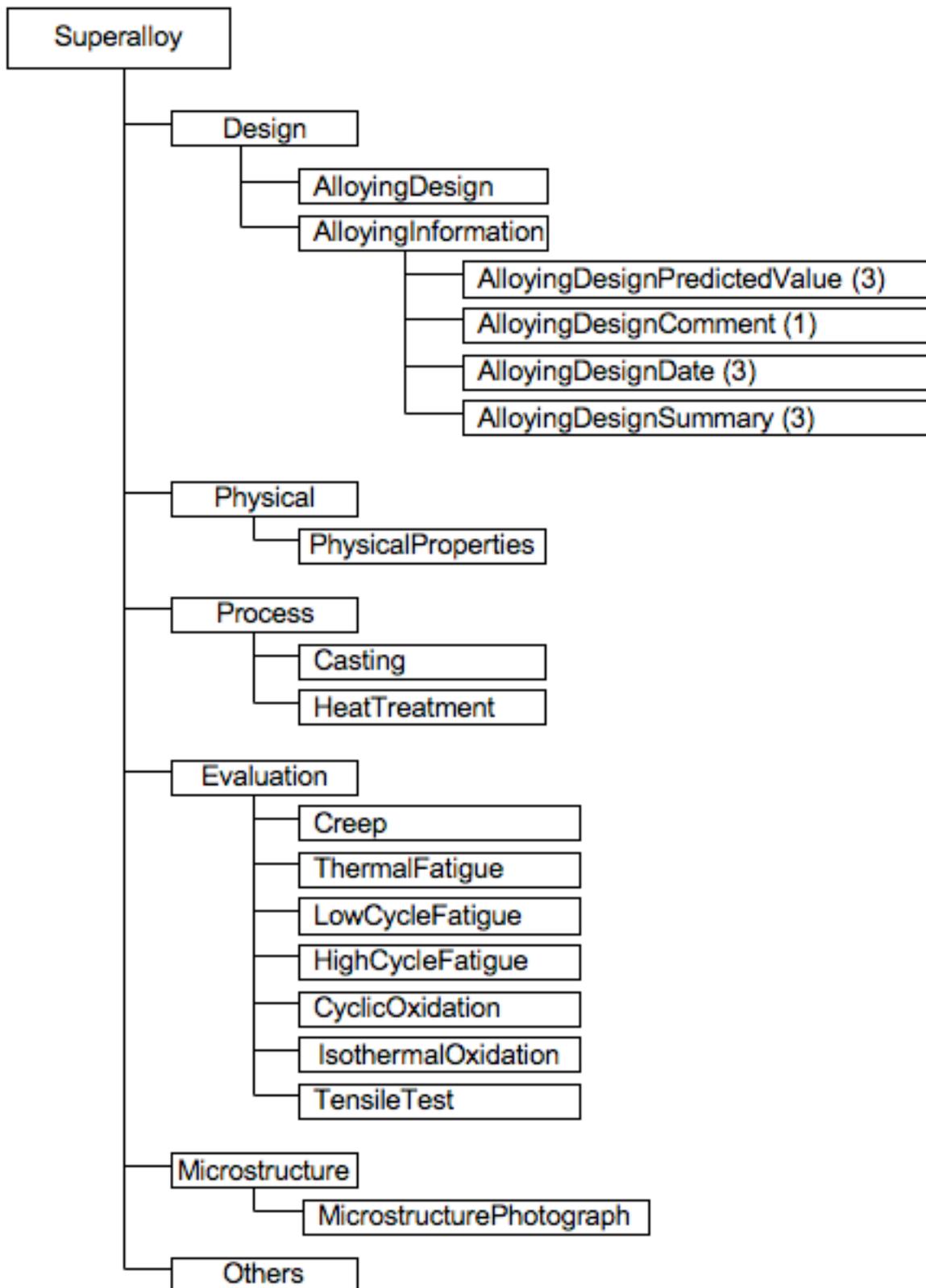


Fig. 6-28 Main structure of XML Schema for R&D Ni-base Superalloys.

Fig.6-29 は本研究における材料設計の Schema である。材料名 (AlloyingName), 製造方法 (FabricationProcess) と基本元素 (BaseElement) で始まる構成元素 (AlloyngElement) と材料設計に使用した予測値等 (AlloyDesignPredicatedValue), 材料設計コメント (AlloyDesignComment), 材料設計日 (AlloyDesignDate) と材料設計のまとめ (AlloyDesignSummary) の全 34 データ項目で構成されている。構成元素データは 12 種類とした。Fig.6-29 では、構成元素のすべての構造を表示することができなかったため、Fig.6-30 に構成元素の部分抜き出して表示している。この Schema は、Ni 基超合金のためのデータ構造である。そのため、BaseElement は常に Ni となるので BaseElement は不必要に思える。しかし、他の超耐熱材料 (例えば Fe 基) などへの拡張だけでなく、一般的な材料データへの拡張を見据え、超電導材料用の XML Schema 項目と同一とした。また、Ni 基超合金では、10 種類上の構成元素による材料開発が実施されるため、構成元素の Requirement はすべて 5 と設定した。

Fig.6-31 は物性値 (PhysicalProperties) の Schema である。材料を溶解する際に重要な析出温度 (SolvusTemperature), 凝固温度 (SolidusTemperature) と共晶温度 (EuteyicTemperature) の情報をまとめている。また、ヤング率では、ヤング率 (YoungsModulus) だけでなく、その測定生データ (例えば YoungsModulus001RawData) とイメージデータ (例えば YoungsModulus001Graph) の入力も可能としている。生データ (数値データ) は、CSV 形式のデータファイル名を、イメージデータは pdf 形式や gif 形式のファイル名を入力することを想定している。この他に熱物性データなど全部で 26 のデータ項目となっている。

Fig.6-32 は溶解 (Casting) データの Schema である。溶解条件である合金重量 (CastingWeight), 設定鋳型温度 (CastingMoldTemperature), 設定注湯温度 (CastingCrusibleTemperature) や出来上がった合金の結晶方位 (CastingCrystalOrientation) などを中心にデータ項目は全部で 14 である。特に CastingCrystalOrientetion データは、材料特性と密接に関わるデータなので重要である。NIMS では、900 °C 以下の中低温における特性評価試験では、結晶方位 001 のずれが 5 度以下の試料でのみ実施している。また、1000 °C 以上の高温における特性評価試験では、10 度以内の試料でのみ実施としている。

Fig.6-33 は熱処理 (HeatTreatment) データの Schema である。初期容体化熱処理温度 (FirstSolutionTemperature), 初期容体化熱処理時間 (FirstSolutionTime), 最終容体化熱処理温度

(FinalSolutionTemperature), 最終容体化熱処理時間 (FinalSolutionTime), 1次時効温度 (PrimaryAgingTemperature), 1次時効時間 (PrimaryAgingTime), 2次時効温度 (SecondaryAgingTemperature), 2次時効時間 (SecondaryAgingTime) などで17項目のデータがある。

Fig.6-34 から Fig.6-40 までは、特性試験 (Evaluation) の Schema となっている。Evaluation には、試験片情報等の試験情報 (TestInformation) および試験条件と結果 (TestConfigurationAndResult) 項目がある。クリープ試験, 熱疲労試験, 繰返し酸化試験と等温酸化試験には組織写真項目 (Microstructure) を設定した。TestInformation には、試験名 (TestName), 試験規格 (TestCode), 合金名 (AlloyName), 溶解番号 (CastNumber), 試験片名 (例えば CreepSpecimenName) のデータ項目がある。TestCode は、JIS や ASTM の Standard Code を入力し、試験内容を明確にしている。組織写真項目 (例えば CreepMicrostructure) には、試験前の組織写真 (例えば CreepMicrostructurePhotographInitial) と試験後の組織写真 (CreepMicrostructurePhotographCrept) 項目を設定した。Ni 基超合金の初期組織は、 $\gamma\text{-}\gamma'$ の2相構造である。しかし、900 °C以上の高温低応力状態では、組織がラフト化しクリープ特性を向上させることが知られている⁶⁻¹⁸)。また、有害相である TCP 相 (Topologically Close-Pack) の析出はクリープ強度の低下につながる。そのため、試験前後の組織写真はNi 基超合金の材料開発にとって重要な情報となる。そこでこのイメージデータと特性試験結果の関係を明確化できるようにこの項目を設定した。また、TestInformation のデータ項目である試験片名 (例えば CreepSpecimenName) は、TestConfigurationAndResult 項目にも設定した。これは、TestConfigurationAndResult サブセットのみを利用してデータ解析を実行することを考慮したためである。

Fig.6-34 はクリープ試験 (Creep) データの Schema である。TestConfigurationAndResult では、試験温度 (CreepTestTemperature), 試験応力 (CreepTestStress), クリープ寿命 (CreepTestRuputureLife), Larson-Miller Parameter (LarsonMillerParameter), 伸び (CreepTestElongation), 絞り (CreepTestReductionOfArea) などのデータの他にクリープ試験生データ (CreepTestRawData) とグラフ項目 (CreepTestGraph) も設定し、データ項目は15とした。

Fig.6-35 は熱疲労試験 (ThermalFatigue) の Schema である。ThermalFatigue の TestConfigurationAndResult では、試験全ひずみ (TMFTotalStrain), 周波数 (TMFFrequency), 保持

時間 (TMFHoldTime), 試験温度 (TMFTemperature), 試験寿命 (TMFCyclicToFailure), 応力緩和 (TMFStressRelaxation) などとともに試験生データ (TMFRawData) とグラフデータ (TMFGraph) を設定し、データ項目数は12となっている。

Fig.6-36 は、低サイクル疲労試験 (LowCycleFatigue) データの Schema である。

TestConfigurationAndResult では、試験条件 (LowCycleTestType), 試験パターン (LowCycleWaveForm), 試験温度 (LowCycleTemperature), ひずみ速度 (LowCycleStrainRate) と寿命が半分 ($N_f/2$) での全ひずみ (LowCycleTotalStrain), 弾性ひずみ (LowCycleElasticStrain), 塑性ひずみ (LowCyclePlasticStrain), 応力振幅 (LowCycleStressRange), 引張り応力 (LowCycleTensileStree), 圧縮応力 (LowCycleCompressionStress) の各データと寿命 (LowCycleToFailure) に加え、低サイクル疲労試験生データ (LowCycleRawData) およびグラフ (LowCycleGraph) 等のデータを設定し項目数は15となっている。

Fig.6-37 は、高サイクル疲労試験 (HighCycleFatigue) データの Schema である。

TestConfigurationAndResult では、試験温度 (HighCycleTemperature), 回転数 (HighCycleRevolution), 試験応力 (HighCycleStress), 寿命 (HighCycleToFailure) と高サイクル試験生データ (HighCycleRawData) およびグラフ (HighCycleGraph) 等のデータを設定しデータ項目数は8である。

Fig.6-38 は、繰返し耐酸化性試験 (CyclicOxidation) の Schema である。TestConfigurationAndResult では、試験雰囲気 (CyclicOxidationAtmosphere), 設定温度 (CyclicOxidationSetTemperature), 保持時間 (CyclicOxidationHoldTime), 試験繰返し数 (CyclicOxidationNumberOfCycles), 重量変化 (CyclicOxidationWeightChange) と繰返し耐酸化性試験生データ (CyclicOxidationRawData) とグラフ (CyclicOxidationGraph) 等のデータを設定しデータ項目数は9となっている。

Fig.6-39 は、等温酸化試験 (IsothermalOxidation) の Schema である。TestConfigurationAndResult では、試験雰囲気 (IsothermalOxidationAtmosphere), 試験温度 (IsothermalOxidationSetTemperature), 試験時間 (IsothermalOxidationTime), 重量変化 (IsothermalOxidationWeightChange) と等温酸化試験生データ (IsothermalOxidationRawData) とグラフ (IsothermalOxidationGraph) 等のデータを設定しデータ項目数は8である。

Fig.6-40 は、引張り試験データ (TensileTest) の Schema である。TestConfigurationAndResult では、試験温度 (TensileTestTemperature)、降伏応力 (TensileTestYieldStrength)、引張り強さ (TensileTestTensileStrength)、伸び (TensileTestElongation)、絞り (TensileTestReductionOfArea)、ヤング率 (TensileTestYoungsModulus)、ポアソン比 (TensileTestPoissonsRatio) と引張り試験生データ (TensileTestRawData) およびグラフ (TensileTestGraph) 等のデータを設定し、データ項目数は 11 とした。

Fig.6-41 は、微細組織 (Microstructure) に関する Schema である。Microstructure の下に組織写真 (MicrostructurePhotograph) 小項目を設定し、特製試験名 (TestName (5))、試験片番号 (MicrostructureSpecimenName (5))、組織写真ファイル名 (MicrostructurePhotographFileName (5))、撮影場所情報 (MicrostructureLocation (3))、試験前後の情報 (MicrostructureBeforeAfterOfTest (5))、観察倍率 (MicrostructureMagnification (5))、有害相析出情報 (MicrostructureHarmfulPhase (5))、有害相コメント (MicrostructureHarmfulPhaseComment (5))、観察装置名 (MicrostructureObservationDevice (3))、微細構造コメント (MicrostructureComment (1))、微細構造観察日 (MicrostructureObservationDate (1))、組織写真まとめ (MicrostructureSummary (1)) の 12 データ項目で構成されている。この MicrostructurePhotograph は、特性試験 (Evaluation) のクリープ試験 (Creep)、熱疲労試験 (ThermalFatigue)、繰返し酸化試験 (CyclicOxidation) と等温酸化試験 (IsothermalOxidation) の Microstructure と連携する予定である。

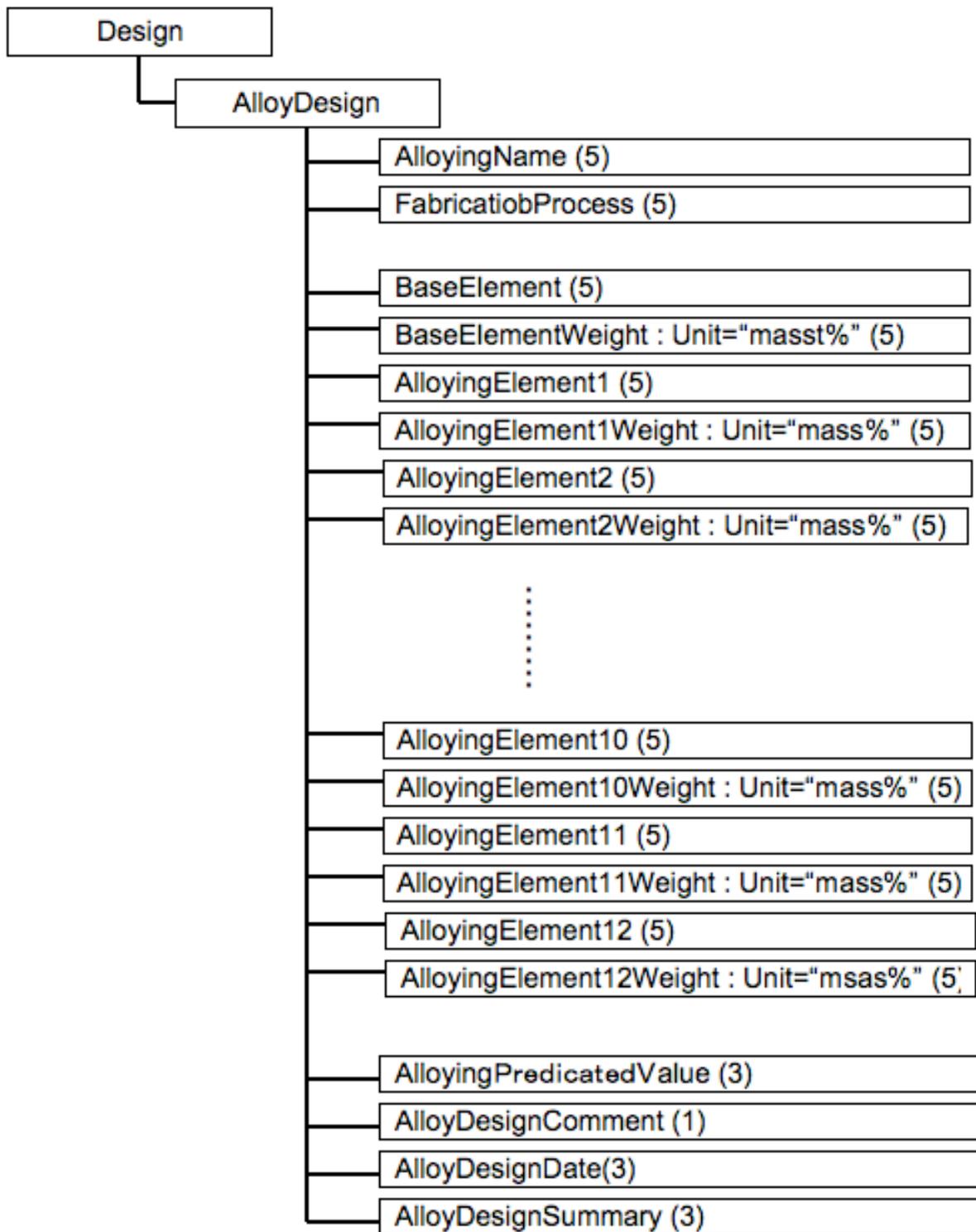


Fig.6-29 XML Schema of Alloy Design data for Ni-base Superalloys.

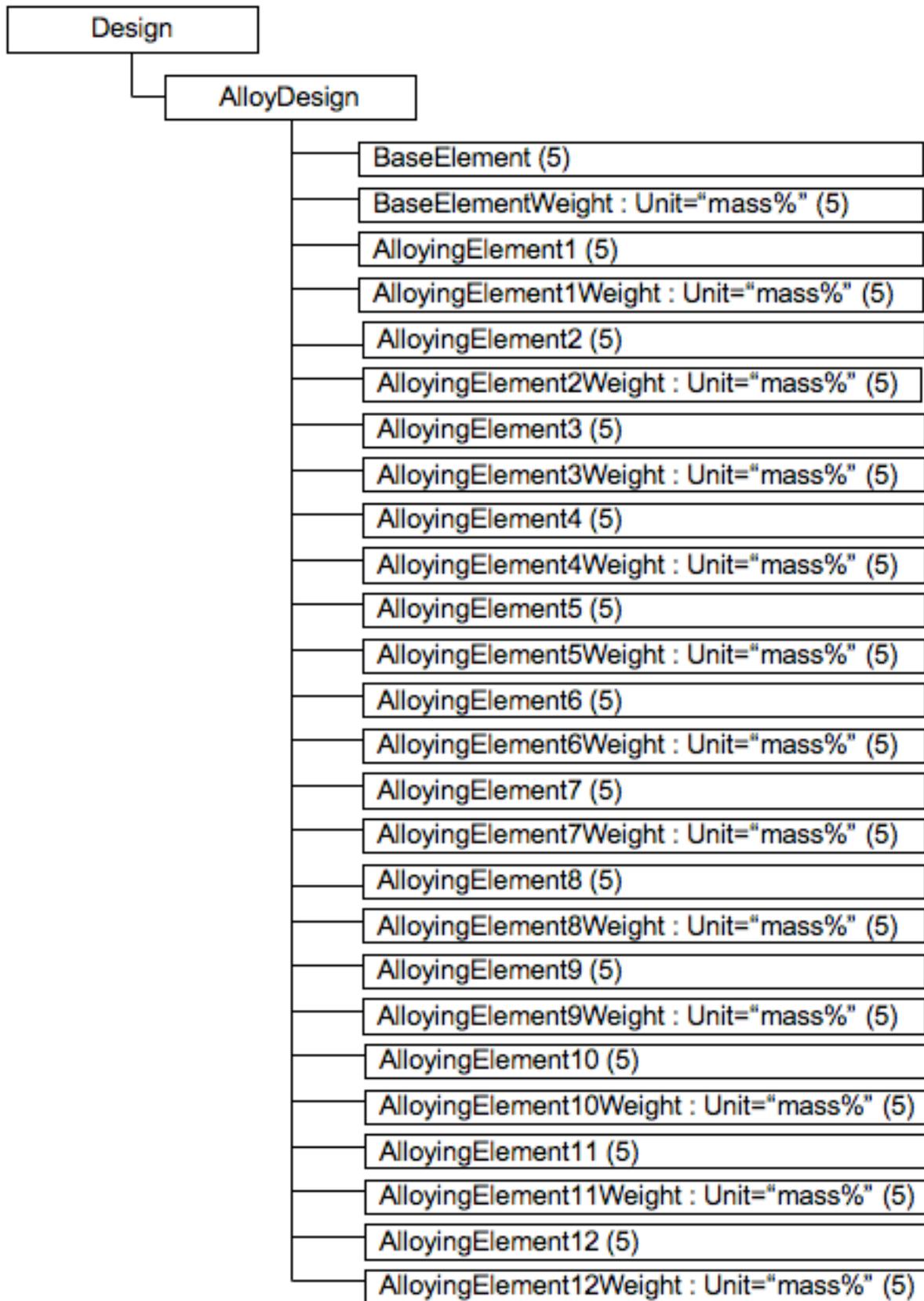


Fig.6-30 XML Schema of Alloy Design of structure elements for Ni-base Superalloys.

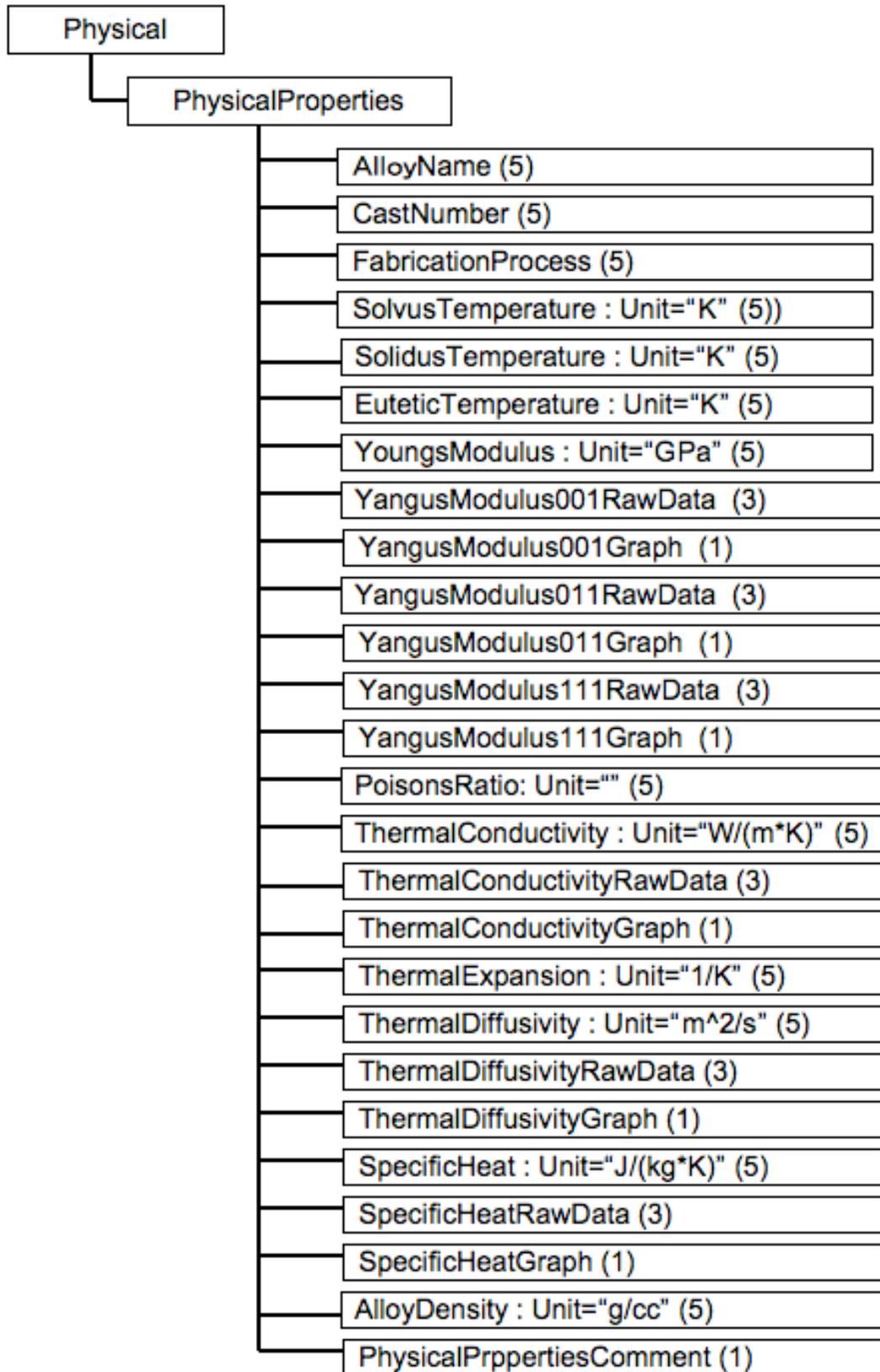


Fig.6-31 XML Schema of Physical Properties data for Ni-base Superalloys.

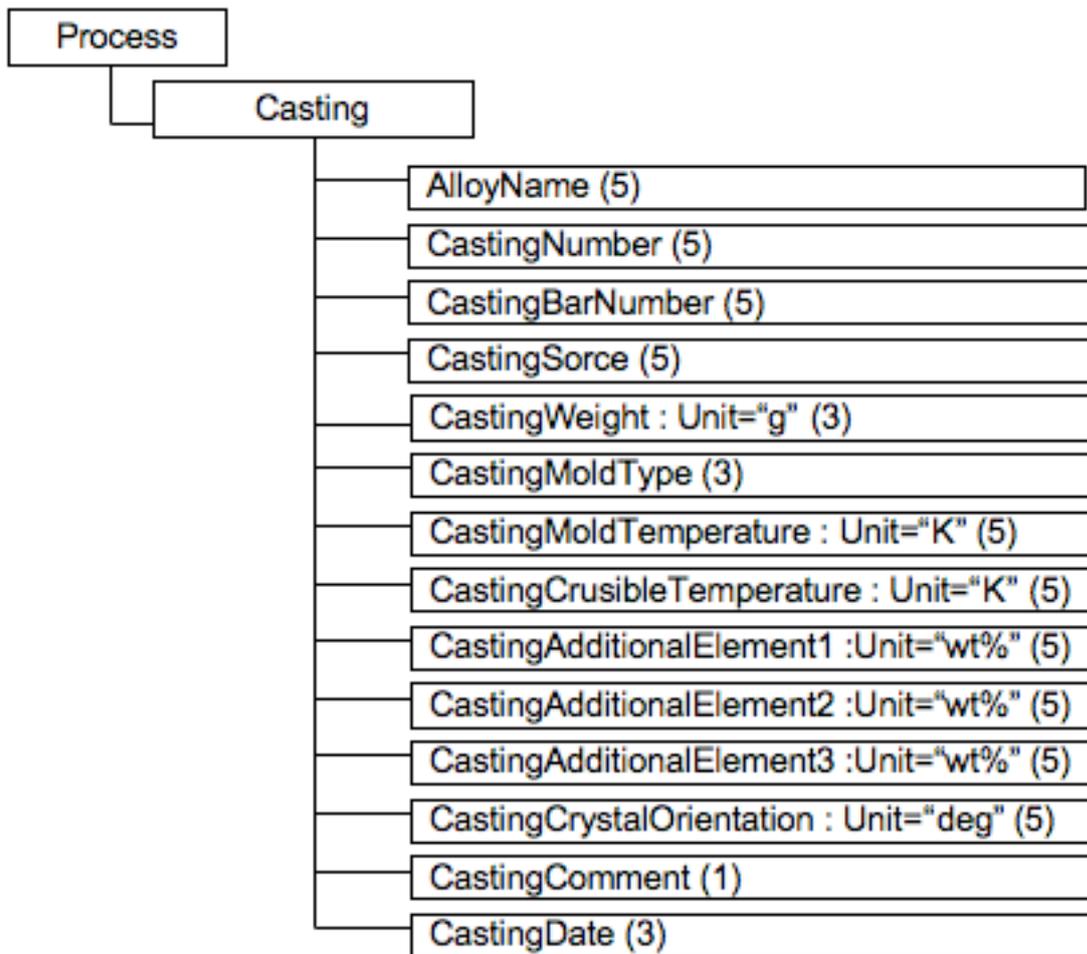


Fig.6-32 XML Schema of Casting process data for Ni-base Superalloys.

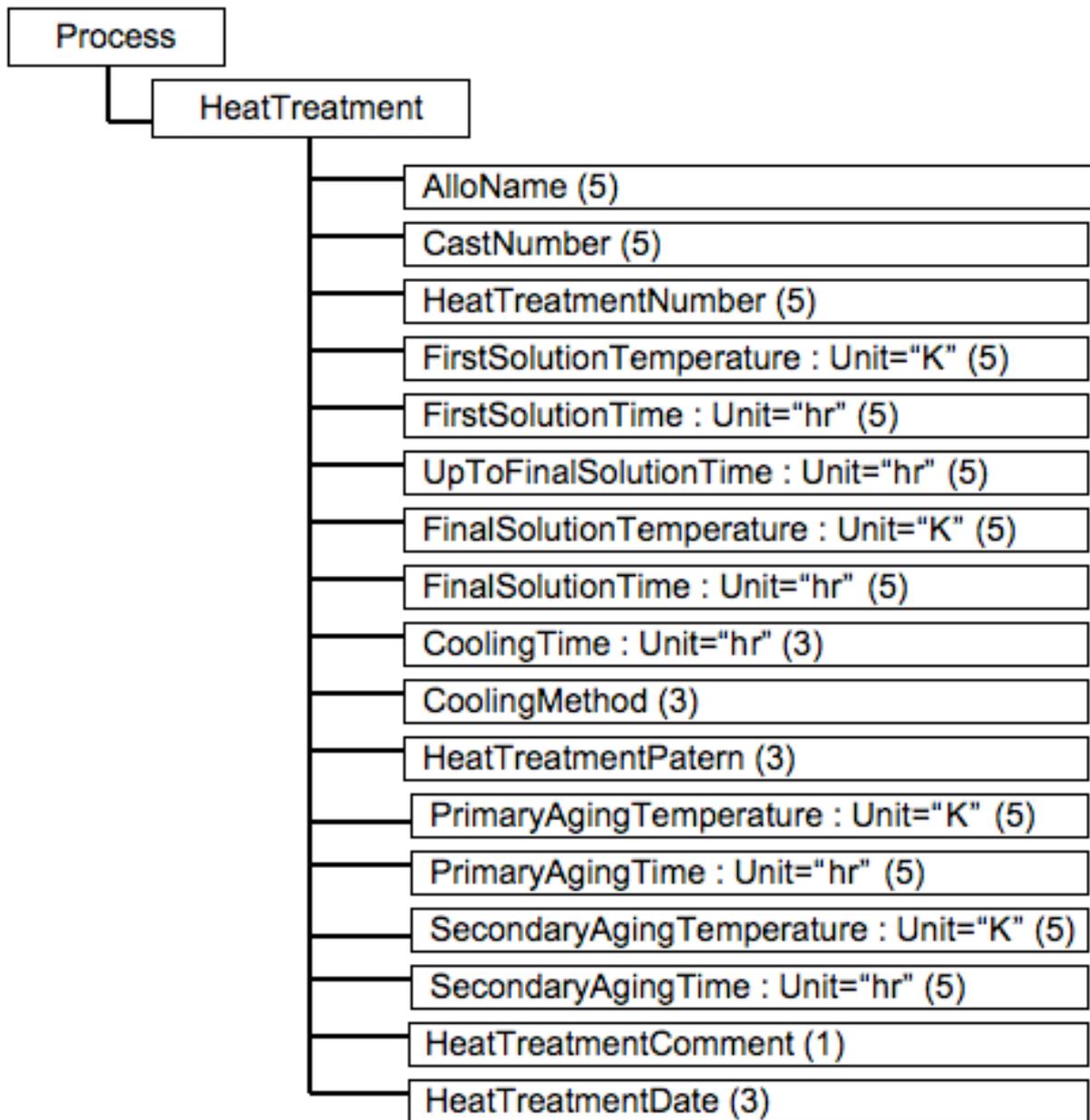


Fig.6-33 XML Schema of Heat Treatment data for Ni-base Superalloys.

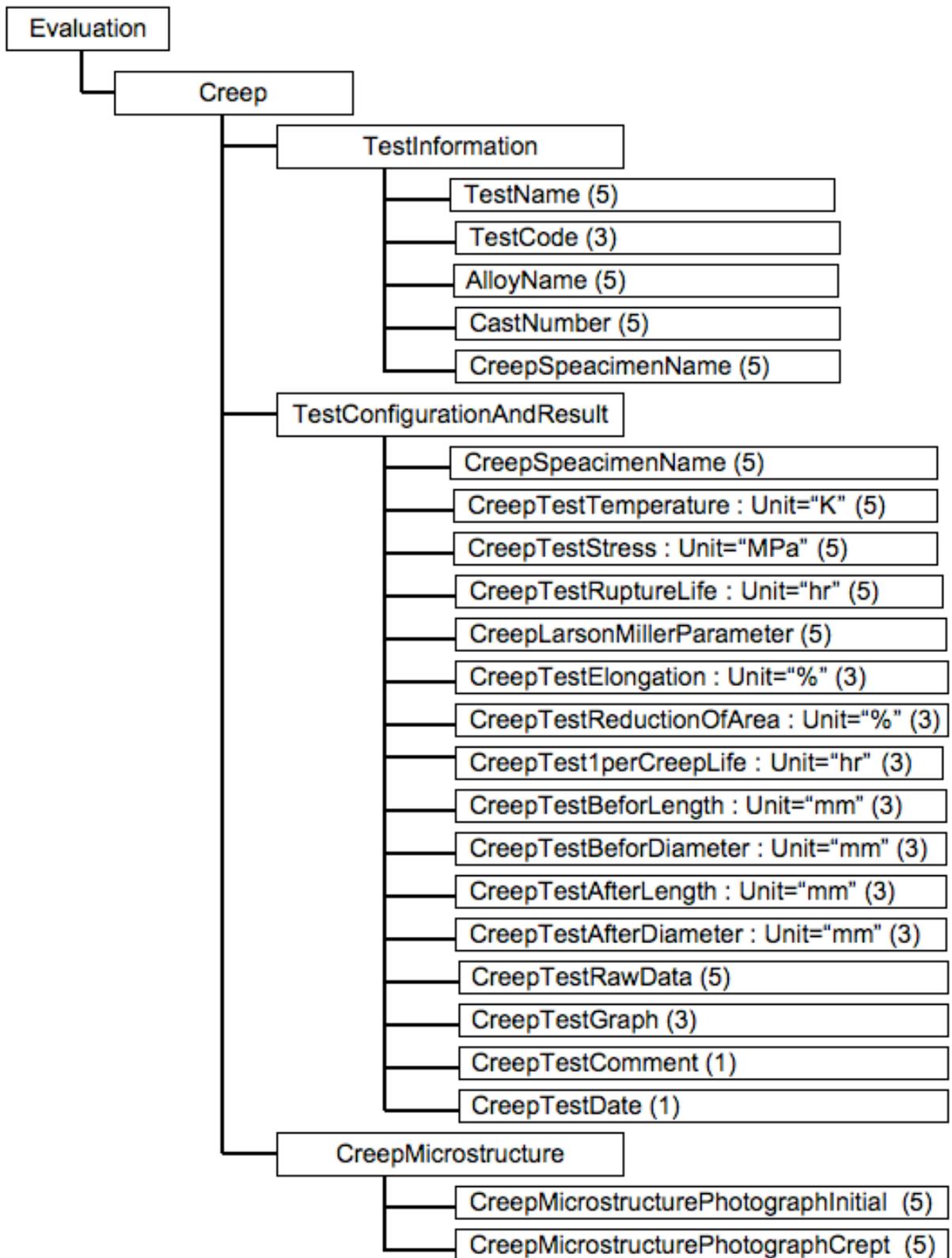


Fig.6-34 XML Schema of Creep Test data for Ni-base Superalloys.

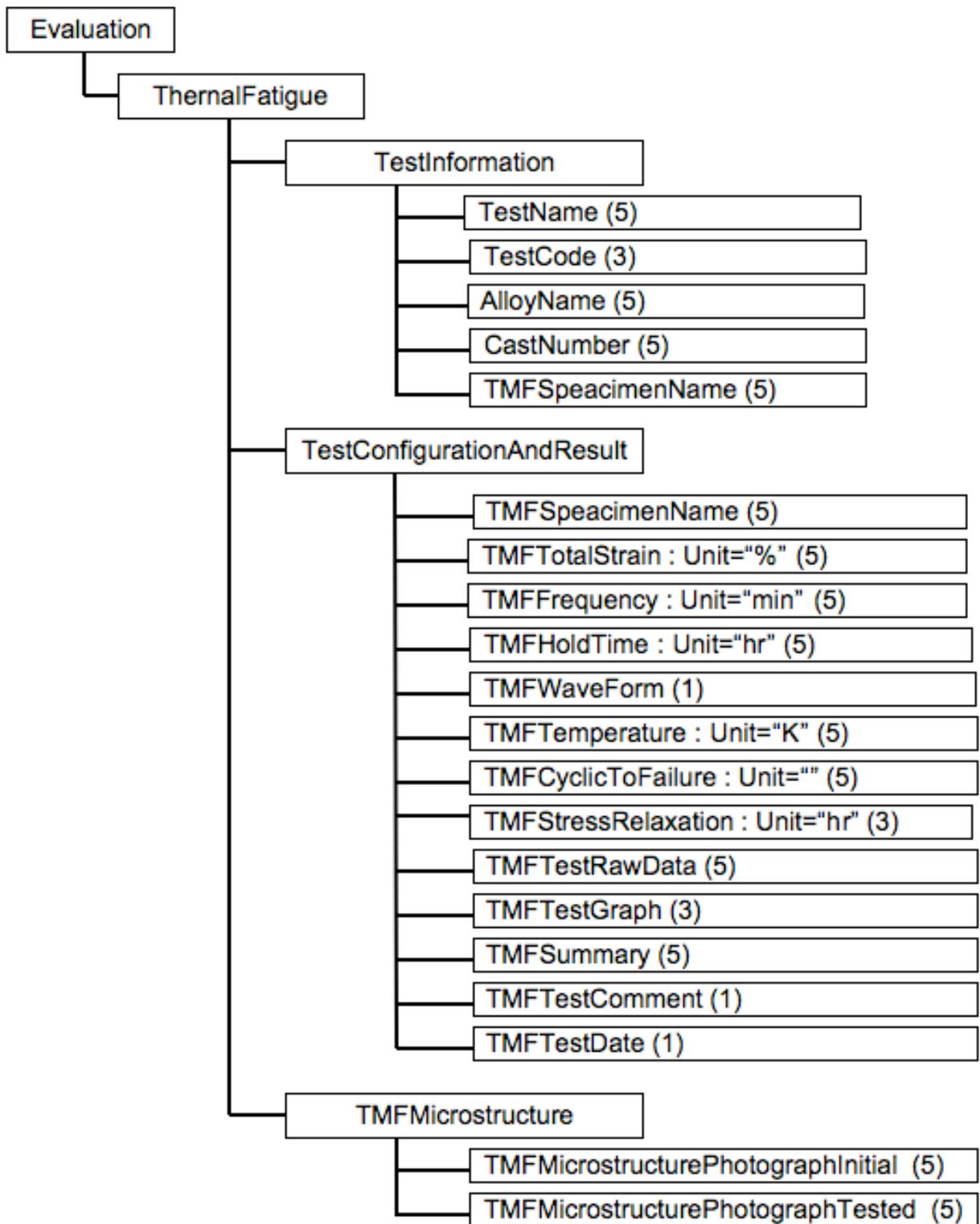


Fig.6-35 XML Schema of Thermo Mechanical Fatigue data for Ni-base Superalloys.

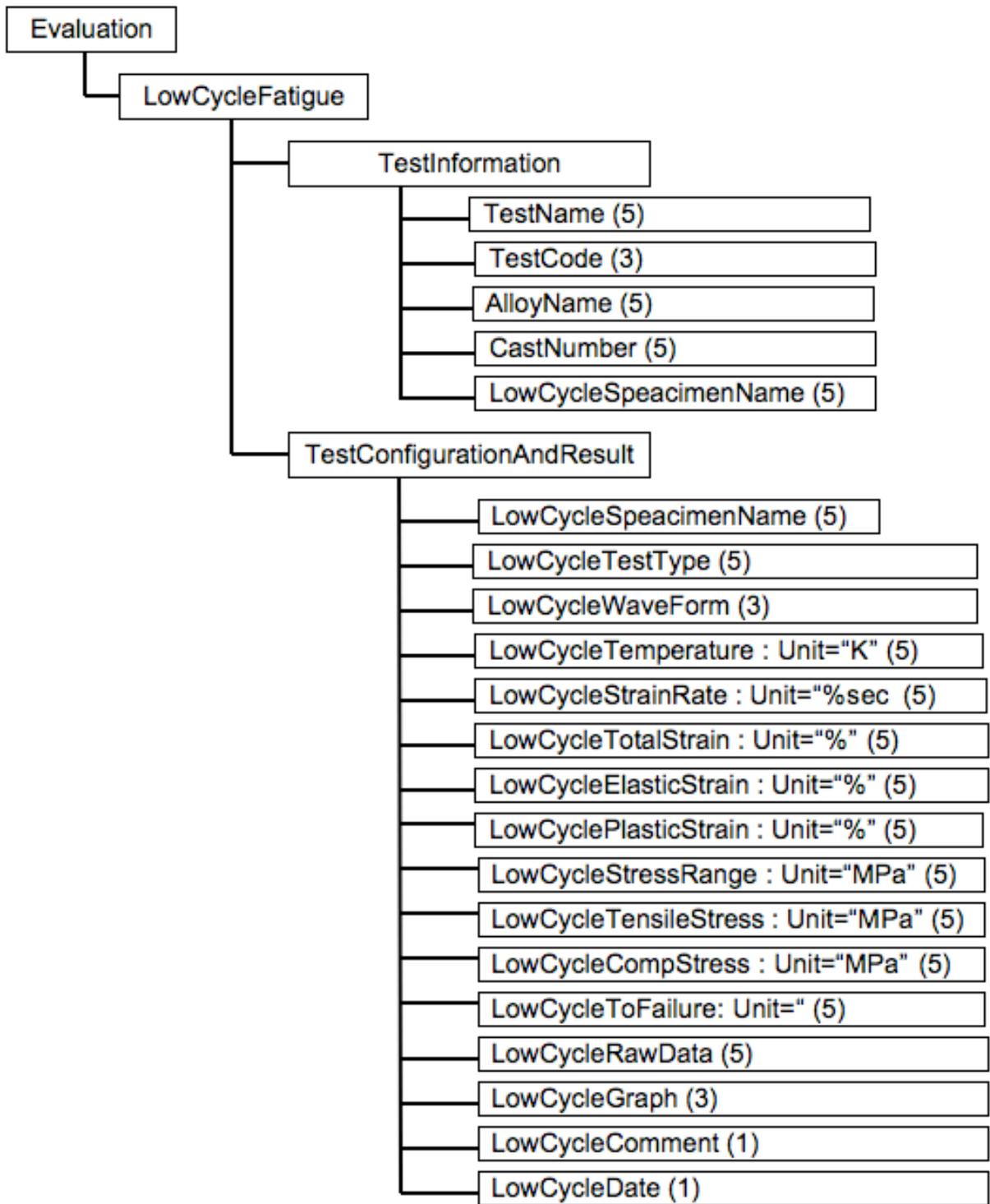


Fig.6-36 XML Schema of Low Cycle Fatigue Test data for Ni-base Superalloys.

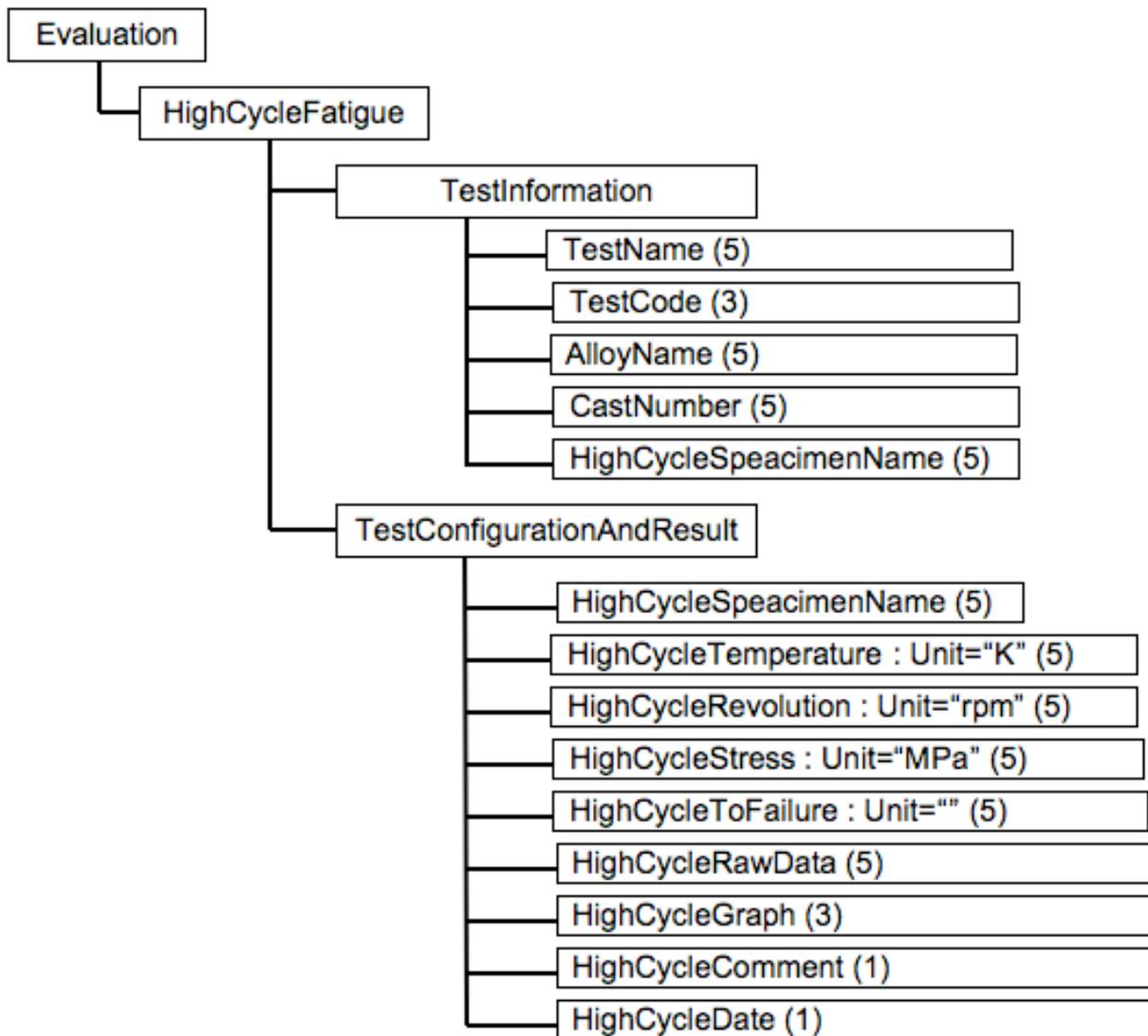


Fig.6-37 XML Schema of High Cycle Fatigue Test data for Ni-base Superalloys.

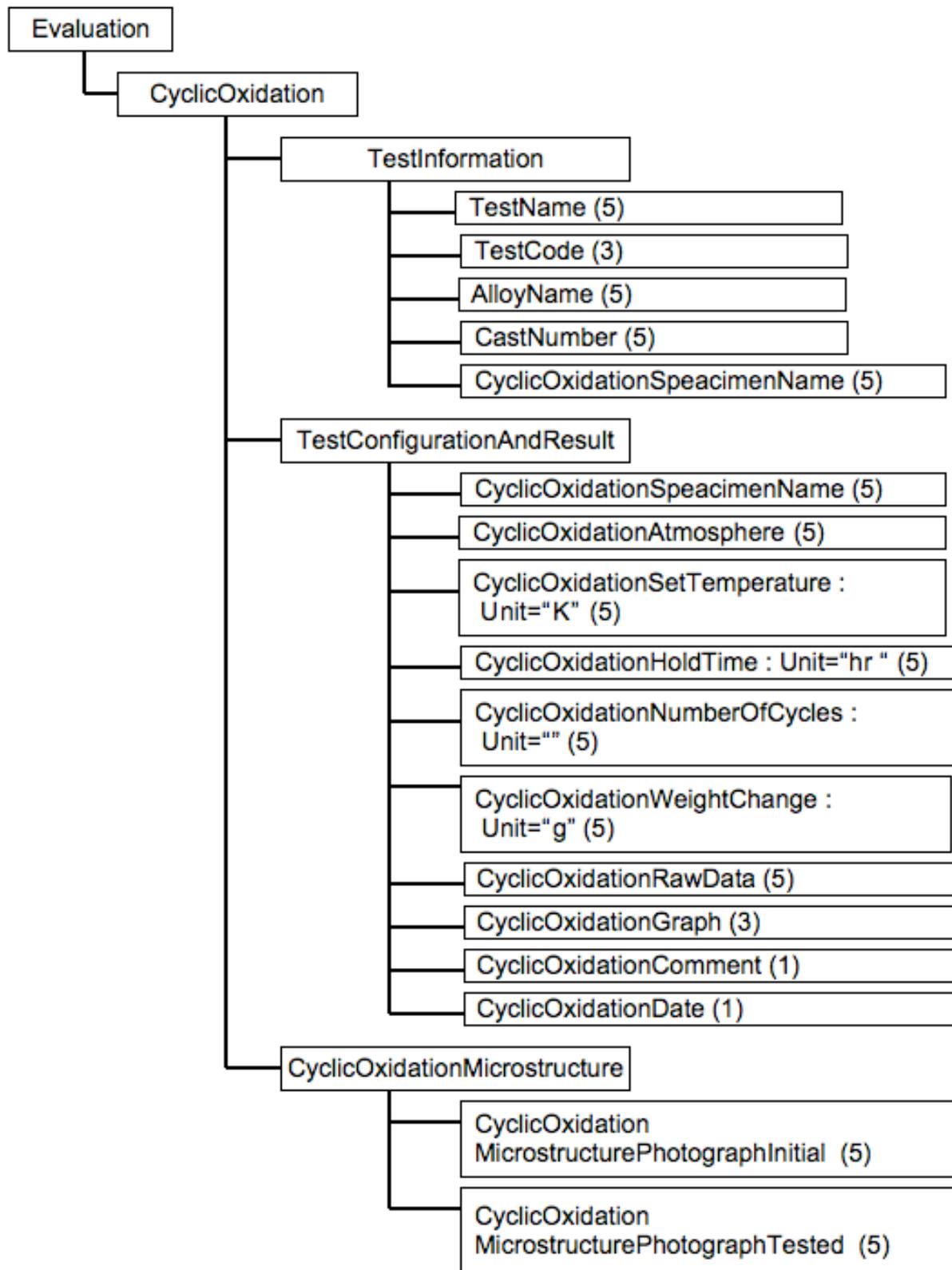


Fig.6-38 XML Schema of Cyclic Oxidation Test data for Ni-base Superalloys.

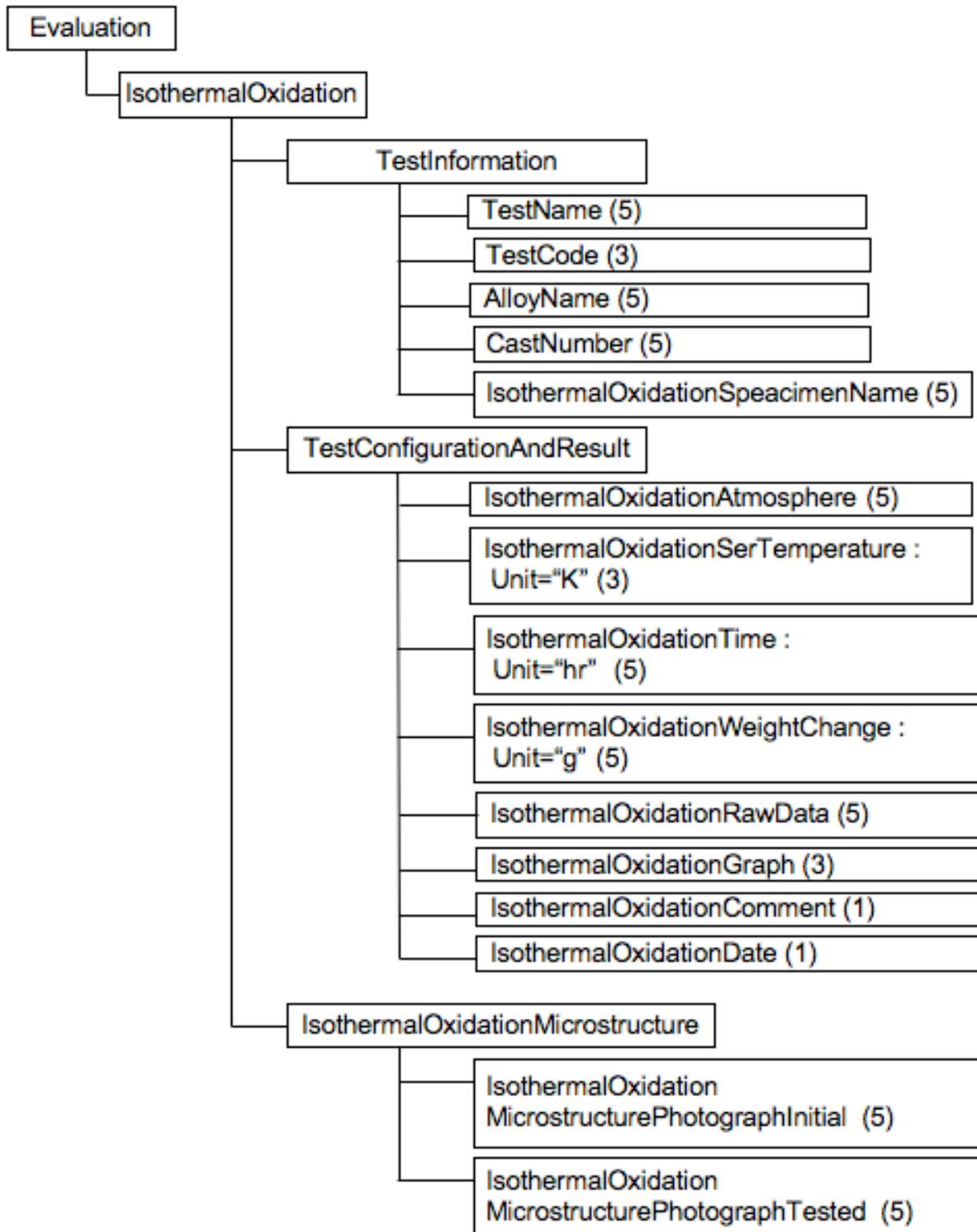


Fig.6-39 XML Schema of Isothermal Oxidation Test data for Ni-base Superalloys.

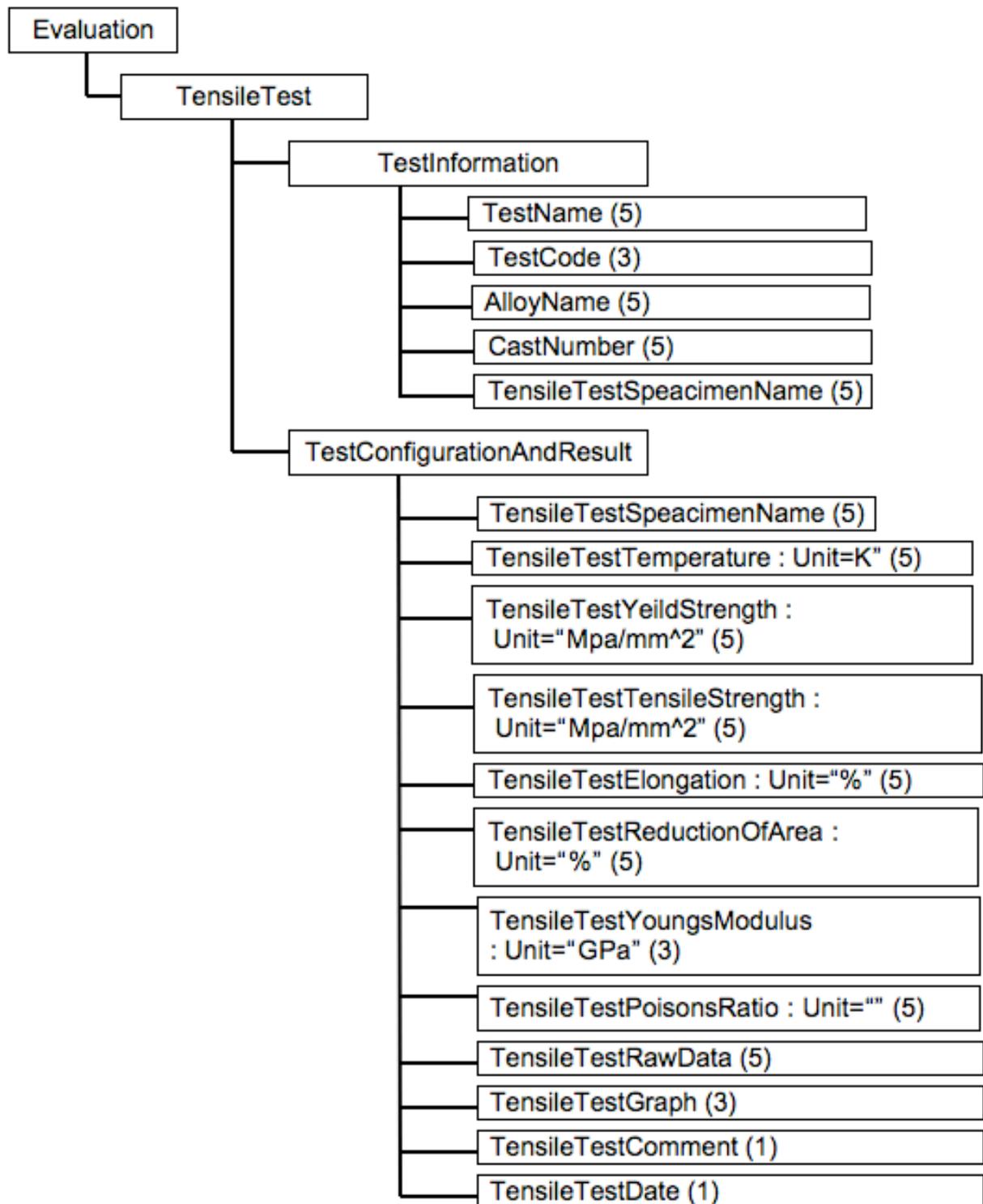


Fig.6-40 XML Schema of Tensile Test data for Ni-base Superalloys.

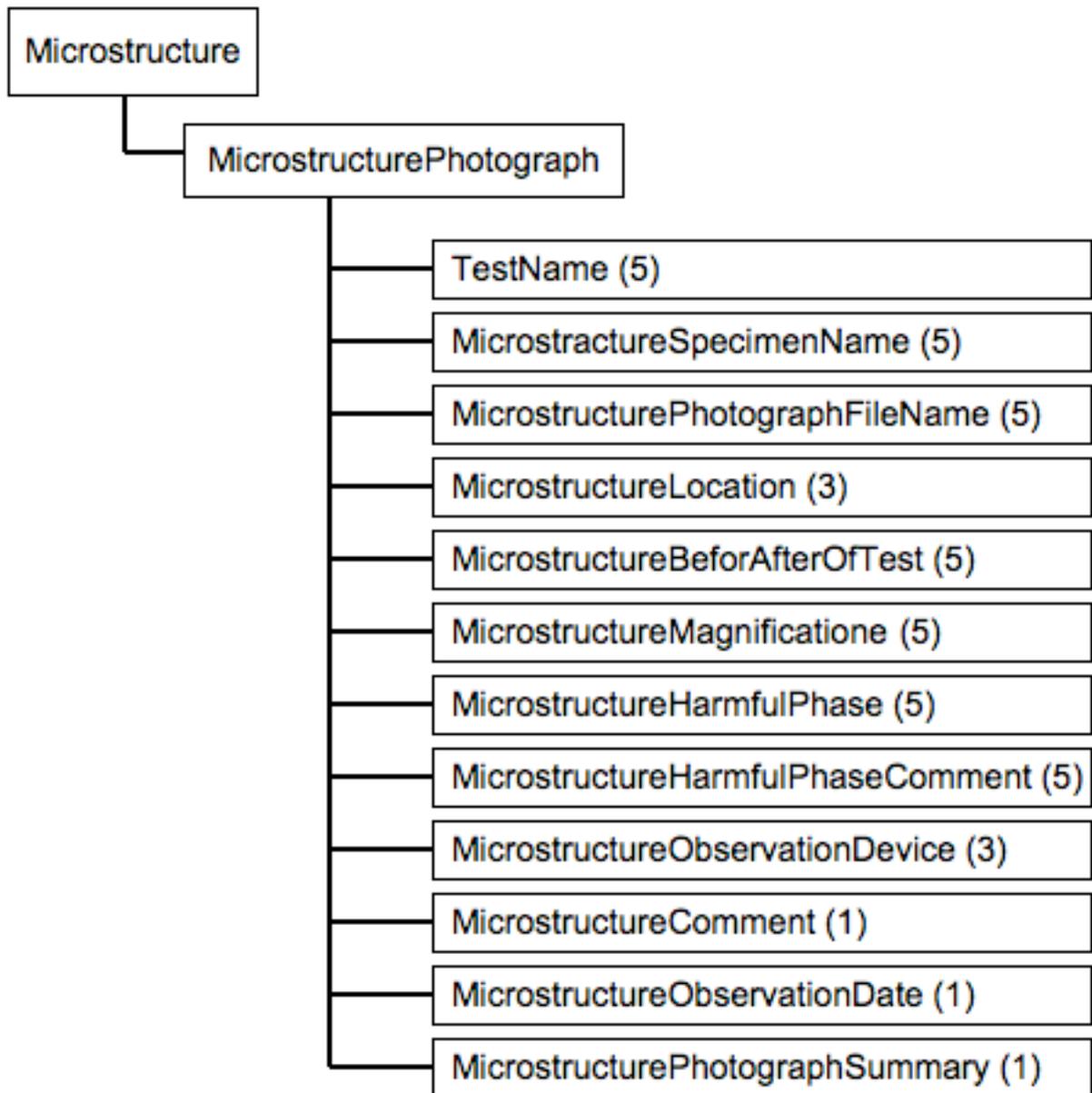


Fig.6-41 XML Schema of Microstructure data for Ni-base Superalloys.

6-4 考察

第 1 章で述べたように、日本国内の多くの機関から個別のデータベースが構築され公開されている。しかし、多くのデータベースはプロジェクトの終了や予算などの問題から、メンテナンスやデータの継続性が保たれているとは言い難い状況にある。このように点在するデータベースのデータを活用するためには、データ構造やデータ形式の共通化が重要であり、材料基盤データの共有化が望まれてきた。

本研究では、このような背景のもと、先進材料である超電導材料と超耐熱材料についてそれぞれの開発過程から生産されるファクトデータやメタデータを共有化するためのデータ項目やデータ構造を検討してきた。その中で重要なことは、データの共有には標準的なスキーマが不可欠であり、さらにそのスキーマには拡張性が求められるという点である。

(独) 新エネルギー産業技術総合開発機構 (NEDO) では、知的基盤創成・利用促進開発事業の中で材料データベースの連携プラットフォームの構築に関する調査研究を推進し、材料データの共有化についての研究を実施している⁶⁻¹⁹⁾。その中では、材料データを MatML により XML 表記しデータの共有を図るとともに、共通プラットフォームの構築について検討を行っている。物質・材料研究機構 (NIMS) の NIMS 物質・材料データベースの総合検索システム MatNavi では、検索結果を XML 化することにより Matdata.net に送信し、Matdata.net に参加しているインターネット上の材料データベースと連携をとっている⁶⁻²⁰⁾。しかし、これらの研究の中で利用されている XML 記述は、世界的に広く認知されるまでには至っていない。現在、CODATA 部会により XML によるデータ共有が図られている。しかし、本研究で検討した超電導材料や超耐熱材料に関するスキーマに関しては検討が遅れている。本研究で構築した先進材料開発のための 2 つの XML Schema は、今後、NMC-MatDB 委員会および国際的な科学技術データ委員会 CODATA の Task Group の一つである Exchangeable Materials Data Representation to support Scientific Research and Education へ提案し、国際標準化を目指す予定である。

データベースのデータは、単純に検索するだけに留まらず、データマイニングに利用することが重要である。例えば、XML を利用した材料データの相互利用⁶⁻²¹⁾、XML と Java を組合せた材料特性評価システムの開発⁶⁻²²⁾ や XML 記述データを用いたクリーブ破断寿命予測⁶⁻²³⁾ など、XML 形式のデータ記述によるデータを共有化することにより新たな知見が得られる可能性がある。

超電導材料における特性試験の数値データを比較する場合、対象とする試料の作製方法や特性試験情報がないと、単純な数値の比較に留まってしまい、特性向上のための研究開発情報とはならない。

超耐熱材料では、耐用温度（タービン材料でのクリープ試験条件の試験応力 137MPa で寿命 1000 時間を超える温度）による材料強度比較により材料開発の目安としている。そこで、耐用温度データと化学組成や金属組織データが組合わさると、さらに高温で使用可能な材料の開発が促進されることを期待できる。

また、標準的な XML Schema として利用されるためには、Schema 内で使用している言語の統一化やあいまい言語からの推定技術が必要となってくる。用語の統一あるいは整理法としては、シソーラスの使用が考えられる。材料関連の類義語や関連語を記載しているシソーラスには、例えば科学技術振興機構（JST）科学技術用語シソーラスがある。JST では、科学技術文献情報サービス（JDreamII）⁵⁻²⁴ をインターネット上に公開し、シソーラスのサービスも実施している。しかし、このシソーラスは、科学技術一般の幅広い分野の用語を取り扱っているため、専門的な材料についての用語への適用は困難である。材料専門用には ASM（American Society for Metals）から”Thesaurus of Metallurgical Welding Terms 11th Edition(1996)”が出版されているが、小規模なものに留まっている。また、芳須により鉄鋼材料のクリープ試験関連における用語を、OWL（Web Ontology Language）によりまとめた研究⁵⁻²⁵がある。この研究では、クリープ試験に関連した用語のみを対象としており、クリープ試験関連以外の分野への対応は難しい。このように使用する用語に関しての状況は厳しいが、本研究は、材料データの共有に関しての第一歩である。先進材料が少しでも進歩するために、本研究で提案する XML Schema が活用されることを望んでいる。

6-5 結論

先進材料の研究開発のためのデータベースシステム開発について、XML を用いたデータ共有および交換技術について検討し以下の結論を得た。

- (1) XML 文書を XSL と DOM および JavaScript を利用することにより任意の HTML 表示が可能であることを明らかにした。
- (2) XML の構成要素である XSD を既存のソフトウェア (Microsoft Visual Studio, Microsoft Excel) の連携により抽出し、別の XML 文書ファイルに適用できることを明らかにした。また、その際に使用する自動変換マクロプログラム (VBA) を開発し、良好な結果を得た。
- (3) 共通 XML Schema を作成することにより、強磁場工学データベースの文献データと超流動ヘリウム技術データベースの文献データを共有・交換することが可能であることを明らかにした。
- (4) 超電導材料開発データに適用するための標準 XML Schema を構築した。Schema の大項目は材料設計, 材料物性, 材料製造, 材料特性, その他の情報とし、それぞれの大項目には複数の項目データを設定した。項目データには、重要度の目安となる Requirement レベルも設定した。
- (5) Ni 基超耐熱材料開発データに適用するための標準 XML Schema を構築した。Schema の大項目は、材料設計, 材料製造, 材料特性評価, 微細組織, その他の情報とし、それぞれの大項目には複数の項目データを設定した。項目データには、重要度の目安となる Requirement レベルも設定した。

本研究により考察した先進材料開発のための 2 つの標準 Schema は、プロトタイプであり提案のレベルである。用語や単位および重要度レベル等の修正が必要となる。修正には複数の専門家による検証が必要であり、多くの議論を必要とする。しかし、XML Schema を利用した XML 文書データは、本研究で明らかになった通り、共有・交換が容易に実現できる。データベースは、単なるデータの入れものであるが、そこから得られたデータをどのように評価・解析 (正当性, 共通性や相関等) するかは利用者の判断である。そのためにより多くのデータを取得する必要がある。しかし、データ構造が異なるデータでは、とりまとめに多くの時間がかかり問題点の解決が遅くなる。そこで、本研究の成果である XML Schema を多くのデータベースサイトに適用し、先進材料の材料開発のためのデータ共有が実現されることを希望する。

第6章の参考文献

- 6-1) Codd E. F.: Communications of the ACM **13**(6), (1970) 377-387
- 6-2) 石川直太監修, 鷺谷好輝訳: プロフェッショナルXML, インプレス(2001)
- 6-3) 全国イーコマース協議会: <http://www.ec-conference.com/>
- 6-4) H. Yoshihara, K. Ohe, K. Ohashi, R. Yamamoto, S. Yamazaki, Y. Hirose, K. Matsui, T. Hishiki, Y. Yamashita, M. Kumura, K. Minagawa and H. Oyama: 医療情報学, **37**(1997) 203-207
- 6-5) NIST Home Page: <http://www.boulder.nist.gov/>
- 6-6) MatML (NIST): <http://matml.nist.gov>
- 6-7) MatML: <http://matml.org>
- 6-8) CODATA: <http://www.codata.org/>
- 6-9) NMC Home Page: <http://www.ostec.or.jp/nmc/nmc.htm>
- 6-10) MatDB: http://www.nims.go.jp/vamas_twa10/AMM_DB/AMM-DB.htm
- 6-11) CODATA 部会 : <http://wwwsoc.nii.ac.jp/jsik/bukai/codata.html>
- 6-12) 情報知識学会: <http://wwwsoc.nii.ac.jp/jsik/>
- 6-13) World Wide Web Consortium: <http://www.w3.org/>
- 6-14) W3C XML 1.0: <http://www.w3.org/TR/REC-xml/>
- 6-15) 磯野康孝, 蔵守伸一 : HTMLハンドブック, ナツメ社(1997)
- 6-16) Rolls Royce Home Page: <http://www.rolls-royce.com/>
- 6-17) ロールスロイス航空宇宙材料センター: http://sakimori.nims.go.jp/topics/RR-NIMS_Press.pdf
- 6-18) H. Harada, K. Ohno, T. Yamagata and M. Yamazaki: Superalloys 1988(1988) pp.305-314
- 6-19) 材料データベースの連携プラとフォームの構築に関する調査研究: NEDO 知的基盤創成・利用促進開発事業平成18年度成果報告書(2007)
- 6-20) 山崎政義, 徐一斌, 藤田充苗, 浅田雄司, 飯室茂, 松尾宗次, 八木晃一 : 情報知識学会誌, **15**(3)(2005) 11-18
- 6-21) 芳須弘, 山崎政義, 原田幸明, 藤田充苗, 中村毅 : 知識情報学会誌, **14**(2)(2004) 13-16

- 6-22) 辻上哲也, 堀川武, 門馬義雄, 吉岡和樹 : 情報学会誌, **15**(2005) 12-29
- 6-23) 芳須弘, 山崎政義, 原田幸明, 藤田充苗, 中村毅 : 日本材料学会, 材料, **53**(1)(2004) 70-75
- 6-24) 科学技術振興機構文献情報サービス: JDreamII, <http://pr.jst.go.jp/jdream2/>
- 6-25) 芳須弘 : 芝浦工業大学 博士学位論文「インターネット時代における金属材料のクリープ特性解析のための材料データベース利用技術に関する研究」(2006) 106-120

第7章 総括

環境問題を背景とする 21 世紀の課題は、地球規模で解決していかなければならない。特に、地球温暖化に見られる二酸化炭素削減問題の解決には、革新的なエネルギー生産技術の創成や高効率なエネルギー発生装置の開発が不可欠となっている。そのため、先進材料である超電導材料や超耐熱材料のよりいっそうの高性能化が求められている。超電導材料や超耐熱材料は世界規模で開発が進められているが、研究開発から生産される情報や知識は部分的な狭い領域に閉ざされており、情報の共有あるいは交換が求められている。しかし、データ共有に関する技術的な解決が遅れていることとも相まって、実現が困難な状況にある。先進材料の材料開発情報が容易に取得できる環境が整うと、少ない実験で問題を解決することが可能となり、材料開発の進捗が大きく加速することが予想される。

一方、World Wide Web (WWW) に代表されるように、現代は情報化社会であり、インターネットの普及により地球の裏側からでも瞬時に情報が入手可能な環境が整備されている。その中で、HTML (Hyper Text Markup Language) を中心とする Web コンテンツによる情報交換は、技術の中身を知らなくてもブラウザと呼ばれる PC にプリインストールされている環境により誰でも利用することが可能である。しかし、HTML で入手可能な情報は表示に限定され、そのままではファクトデータとしての 2 次使用をすることは困難である。

本研究では、超電導材料開発とその特性評価技術や超耐熱材料開発におけるファクトデータおよびメタデータのデータ共有に取り組んできた。特にデータ交換の国際的標準と言われている MatML/MatDB に準拠した XML Schema (eXtensible Markup Language Schema) により、先進材料開発データの標準的なデータ構造およびデータタグを構築した。また、一般的なファクトデータを標準 XML データへ変換するための手法について DOM (Document Object Model), JavaScript, XSL (eXtensible Stylesheet Language), Excel, Visual Studio, Visual Basic Applications を使用することにより明らかにした。

本論文では、第 1 章から第 6 章の構成で各研究内容について述べた。本章では、各章で得られた知見について各章ごとにまとめ本論文の総括とし、最後に本研究の今後の課題と提言を記し、本研究の総括とする。

7-1 本研究のまとめ

第1章では本研究の背景として、CO₂量増加に伴う地球温暖化問題の解決法として、超電導材料と超耐熱材料の高性能化の必要性を解説し、そのための解決の手段としてデータ共有による材料開発の促進について述べた。特に、データベースの現状を解説し、新しい共通データ書式であるXML技術の必要性にふれ、先進的なデータベースの方向性についても述べた。

第2章では、レーザーを熱源とする超電導材料の作製方法について、金属系および酸化物系超電導材料について明らかにした。本研究では、現在実用材料として使用されているNb₃AlやBi2212薄膜の直接生成に成功した。また、超電導材料開発から生産されるデータをデータベースとして整理する場合のデータ分類法についてまとめ、一部をXML記述によりデータ構造を提案した。

第3章では、超電導材料の特性評価の標準化をVAMASのTWA16(TWP Office)とNIST(National Institute for Standards and Technology)との国際共同研究による成果から考察するとともに、標準測定から生産されるデータについてのデータベース化について考察した。臨界電流測定の標準化では、超電導シミュレータによる自動測定システムを開発するとともに、高電圧までの測定による臨界電流測定データの2次微分をすることにより、超電導体の質の情報が得られることを明らかにした。また、超電導特性試験におけるデータを分析し、データベースデータとするためのデータ項目について明らかにした。

第4章では、インターネットに公開する超電導材料開発のためのデータベースとして、物性データを中心とした強磁場工学データベースと超電導体冷却に使用する超流動ヘリウム技術関連のデータベースをClient & Server型として構築した。また、これらのデータベースに使用されているデータの共有化を検討し、インターネットによるデータ交換について、XML技術によるデータ構造を提案した。

第5章では、研究室ベースでの小規模で閉ざされた環境で使用するデータベースとして超耐熱材料データベースを構築した。本研究では、カード型データベースシステムを中心に各研究領域のデータをIndividual Database(IDB)として構築し各研究で単独に使用できる分散型データベースとした。全体的な検索は、これらIDBの上位に配した管理データベースであるManagement Database(MDB)により実行する階層構造型のシステム設計とした。その際、IDBのデータはミラーリングに相当するリレーションシップ機能よりMDBの記憶領域に仮想的に読込むことにより信頼性を高めている。本研究により構築

したデータベースシステムを利用して得られた、合金添加元素とクリープ強度の相関係数データがクリープ試験温度と密接に関わりがあることを明らかにし、構築したデータベースシステムの有用性を実証した。さらに、本データベースに入力した各研究データを共有データとするためのデータ項目を検討し、そのデータ構造を明らかにした。

第6章では、第2章から第4章までの実際の研究開発やデータベース構築より得られた考察を基に、ネットワークによる先進材料開発のためのデータ共有および交換について考察した。データ共有には、XML Schema によるデータ実装を実行し、XML Schema, DOM, JavaScript と XSL によるデータ共有について明らかにした。XML の構造を表現する XSD (extensible for Schema Documents) を XML から分離し、異なる XML データに関連づけする手法を開発し、標準的な XSD による共有 XML データの生成法を明らかにした。

また、超電導材料と超耐熱材料の研究開発のための研究データについて、XML データとするためのデータ項目とデータ構造を構築した。このデータ項目には、重要度 (Requirement) として3段階のレベルを設定し、データ検索の一つの指標とした。

本研究により構築した2つの先進材料に関する XML Schema は、CODATA 部会や CODATA タスクグループに提案し、国際標準を目指す予定である。これらの XML 文書構造は、今後の先進材料開発の発展に大きく寄与するものと期待する。

7-2 今後の課題

本研究では、先進材料である超電導材料と超耐熱材料の研究開発データの共有化について検討してきた。データ共有には、コンピュータの機種 (PC Model) や基本ソフト (Operating System: OS) に依存しない XML が有効であり、本研究の成果のように、XML Schema によるデータ実装は開発材料データの共有・交換を実現するものと期待する。しかし、データの共有・交換を実行するためには、そのデータ構造の明確化と共通化が必要となる。本研究では、超電導材料と超耐熱材料の開発データをまとめた XML Schema を構築した。この XML Schema あるいはこれ準じた XML Schema が開発データ Schema として利用されなければ、データの共有・交換は実現しない。また、Schema に使用されている用語についても統一の必要があると同時に、類似語等に対応するシステムも必要となるであろう。そのためには、本研究で構築した XML Schema をさらに熟成させ、Standard XML Schema とすることが重要である。Standard とするには、多くの専門家による構造や用語の検討と実際のデータベースに適用することが重要である。現在稼働しているデータベースサーバでの XML データ出力には、本研究で構築した DOM と JavaScript および XSL によるデータ出力は有効である。

また、知識は情報と数値の集合であり、情報あるいは数値の片方だけでは知識として有効に機能しない。例えば、超電導材料の臨界電流データについて考えてみる。データベースなどにより、数値としての臨界電流密度 (A/cm^2) を得ることはできるが、その試料の製造方法や形状などのメタな情報がないと、現在保持しているデータとの比較は困難である。また、単に臨界電流の値が通常の 2 倍以上を示すデータ (数値) があっても、どのような改良が特性値を向上させたかという情報がなければ、今後の材料開発につながって行かない。

このように、今後のデータベースシステムは、数値データベースから知識データベースへの転換が要求されてくることが予想される。そのためには、データレコード名やデータ構造の標準化がますます求められてくるであろう。

最後に、本研究の成果である超電導材料と超耐熱材料の先進材料開発データのための XML Schema が活用され、データ共有・交換を通して、高機能材料開発や新材料開発が加速され、地球環境問題が一日も早く解決することを望むものである。

研究実績

1. 本研究に関する発表論文

- (1) YUYAMA Michinari, WADA Hitoshi, ITOH Kikuo and KURODA Tsuneo: "Fabrication of Bi-Based Oxide Superconductors by YAG-Laser Irradiation", *Cryogenics* , **31**(1991) 900-905 (第2章)
- (2) 湯山道也, 和田仁, 伊藤喜久男, 黒田恒生: "YAG レーザー照射を利用した Bi 系酸化物超電導材料の作製", *低温工学誌*, **26**(1991) 288-295 (第2章)
- (3) Hitoshi WADA, Michinari YUYAMA and Katsuo FUKUTOMI: "Application of YAG Laser Irradiation to the Fabrication of Oxide Superconductors", *Advances in Cryogenic Engineering(Materials)*, **2**(1991) 423-427 (第2章)
- (4) H. WADA, M. YUYAMA, T. KURODA, K. ITOH, Y. NIIMURA , S. SHIMOMURA , S. SHINOHARA: "Fabrication of Superconducting Tapes By YAG-Laser Irradiation", *Advances in Cryogenic Engineering(Materials)*, **2**(1991) 980-984 (第2章)
- (5) Kikuo ITOH, Michinari YUYAMA and Hitoshi WADA: "VAMAS Critical Current Round Robin Test on a 2212 BSCCO Ag-Sheathed Tape", *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **5**(1995) 544-547 (第3章)
- (6) L.F.Goodrich, A.N.Srivastva, Michinari YUYAMA and Hitoshi WADA: "n-Value and Second Derivative of the Superconductor Voltage-Current Characteristic", *IEEE Transactions on Magnetism*, Vol.3(1993) 1265-1268 (第3章)
- (7) 湯山道也, 佐藤明男: "超伝導工学データベース事始め", *低温工学誌*, Vol.35(2000) 108-115 (第4章)
- (8) 佐藤明男, 湯山道也: "超伝導工学データベースの現状", *低温ジャーナル*, **2** (2008) 52-53 (第4章)
- (9) HARUYAMA Tomiyoshi, Shintomi Takakazu, NAKAI, Hiroataka, KIMURA Masahiro, OGITSU Toru, SHIOTSU Masahiro, HATA Koichi, SHIRAI Yasuyuki, TATSUMOTO Masaki, MITO Toshiyuki, MAEKAWA Ryuji, IWAMOTO Akifumi, YANAGI Nagato, HAMGUCHI Shinji, SATO Akio, YUYAMA Michinari, MAEDA Minoru: "Database development for He II-cooled

superconducting magnet system design", Proc. of the Korea-Japan Joint Workshop on Applied Superconductivity and Cryogenics, (2002) 66 (第4章)

(10) Tomiyoshi HARUYAMA, Takakazu SINTOMI, Hirotaka NAKAI, Masahiro KIMURA, Toru OGITSU, Masahiro SHIOTSU, Koichi HATA, Yasuyuki SHIRAI, Koki TASTUMOTO, Toshiyuki MITO, Ryuji MAEKAWA, Akifumu IWAMOTO, Nagato YANAGI, Shinji HAMAGUCHI, Akio SATO, Michinari YUYAMA and Minoru MAEDA: "Database for He II-cooled superconducting magnet system design", Proc. of the Nineteenth International Cryogenic Engineering Conference, (2002) 795-798 (第4章)

(11) 春山富義, 仲井浩孝, 木村誠宏, 荻津透, 塩津正博, 畑幸一, 白井康之, 達本衡輝, 三戸利行, 前川龍司, 岩本晃史, 柳長門, 濱口真司, 佐藤明男, 湯山道也, 前田実: "He II 冷却による超伝導磁石システム設計のためのデータベース構築", 低温工学誌, **36**(2001) 31-34 (第4章)

(12) 佐藤明男, 湯山道也: "低温材料の熱物性データベース", Netsu Bussei, **14**(2000) 226-232 (第4章)

(13) M.YUYAMA, T. YOKOKAWA, Y. KOIZUMI, T. KOBAYASHI and H. HARADA: "Advanced database for Ni-base superalloys", J. Japan Inst. Metals, 投稿済 (第5章)

2. 原著論文 (本研究関連およびその他)

(1) SATO Akio, MAEDA Minoru, DANTSUKA Tomoyuki, YUYAMA Michinari and KAMIOKA Yasuharu: Proceedings of ICEC 21(2007) 393-396

(2) MAEDA Minoru, SATO Akio, DANTSUKA Tomoyuki, YUYAMA Michinari and KAMIOKA Yasuharu: Advances in Cryogenics Engineering, **51**(2006) 379-386

(3) SATO Akio, MAEDA Minoru, DANTSUKA Tomoyuki, YUYAMA Michinari and KAMIOKA Yasuharu: Advances in Cryogenics Engineering, **51**(2006) 387-392

(4) KIYOSHI Tsukasa, OHTSUKA Akihiro, KOSUGE Michio, YUYAMA Michinari, NAGAI Hideo and MATSUMOTO Fumiaki: FUSION ENGINEERING AND DESIGN, **82**,No.20-22(2006) 2411-2415

- (5) KIYOSHI Tsukasa, SATO Akio, NAGAI Hideo, MATSUMOTO Fumiaki, KOSYGE Michio,
YUYAMA Michinari, NIMORI Shigeki, ASANO Toshihisa, ITOH Kikuo, MATSUMOTO Shinji,
KIDO Giyuu and WATANABE Kazuo: *Journal of Physics: Conference Series*, **51**(2006) 651-654
- (6) SAITO S., SUGAWARA H., YUUKI J., KODAIRA N., KIKUCHI A., IJIMA Y., INOUE K.,
TAKEUCHI T., NIMORI S., KOSUGE M. and YUYAMA M: *IEEE TRANSACTIONS ON
APPLIED SUPERCONDUCTIVITY*, **14**(2004) 1024-1027
- (7) TATSUMI N., TAKEUCHI T., IJIMA Y., BANNO N., KITAGUCHI H., KIYOSHI T., YUYAMA M.,
KOSUGE M., WADA H., KIKUCHI A., INOUE K., FUKUZAKI T., TAGAWA K. and IWAKI G:
IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY, **14**(2004) 1020-1023
- (8) IJIMA Y., KIKUCHI A., BANNO N., TAKEUCHI T., INOUE K., KOSUGE M. and YUYAMA M.:
IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY, **14**(2004) 1012-1015
- (9) KIKUCHI A., IJIMA Y., BANNO N., TAKEUCHI T., INOUE K., NIMORI S., KOSUGE M. and
YUYAMA M: *IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY*, **14**(2004)
1008-1011
- (10) BANNO N., TAKEUCHI T., KIKUCHI A., IJIMA Y., INOUE K., KOSUGE M., YUYAMA M.
and WADA H.: *IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY*, **14**(2004)
967-970
- (11) BANNO Nobuta, TAKEUCHI Takao, KIKUCHI Akihiro, IJIMA Yasuo, INOUE Kiyoshi,
YUYAMA Michinari and WADA Hitoshi: *ADVANCES IN CRYOGENIC ENGINEERING*,
50(2004) 515-522
- (12) Akihiro KIKUCHI, Yasuo IJIMA, Kiyoshi INOUE, Michio KOSUGE, Michinari YUYAMA,
Nobuya BANNO, Takao TAKEUCHI, Shigeki NIMORI and JYUN KUSUNOI: *IEEE
TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY*, **13** (2003) 3446-3449
- (13) Takao TAKEUCHI, Kouhei TAGAWA, Nobuya BANNO, Michio KOSUGE, Michinari
YUYAMA, Hitoshi WADA, Akihiro KIKUCHI, Yasuo IJIMA, Kiyoshi INOUE:

SUPERCONDUCTOR SCIENCE & TECHNOLOGY, **16**(2003) 1173-1181

- (14) Takako TAKEUCHI, Yasuo IJIMA, Michio KOSUGE, Tsuneo KURODA, Michinari YUYAMA, Kiyoshi INOUE: IEEE Trans. Magnetics, **25**(2003) 2068-2075
- (15) 前田実, 佐藤明男, 湯山道也, 小菅通雄, 松本文明, 永井秀雄: 低温工学誌, **38**(2003) 37-42
- (16) Takao TAKEUCHI, Kouhei TAGAWA, Tomokazu FUKUIZAKI, Nobuya BANNO, Katsuzo AIHARA, Keiji FUKUSHIMA, Michio KOSUGE, Michinari YUYAMA, Fumiaki MATSUMOTO, Tsukasa KIYOSHI, Noriyuki TASUMI, Shinji MATSUMOTO and Hitoshi WADA: IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY, **13**(2003) 3454-3457
- (17) Nobuya BANNO, Takao TAKEUCHI, Michio KOSUGE, Michinari YUYAMA and Hitoshi WADA: IEEE TRANSACTIONS ON APPLIED SUPERCONDUCTIVITY, **13**(2003) 3450-3453
- (18) KIYOSHI Tsukasa, MATSUMOTO Shinji, KOSUGE Michio, YUYAMA Michinari, NAGAI Hideo, MATSUMOTO Fumiaki, WADA Hitoshi: IEEE Transactions on Applied Superconductivity , **12**(2002) 470-475
- (19) Yasuo IJIMA, Akihiro KIKUCHI, Kiyoshi INOUE and Michinari : IEEE Transactions on Applied Superconductivity , **10** (2001) 3976-3979
- (20) Toshihisa ASANO, Kei KOYANAGI, Shinji MATSUMOTO, Tsukasa KIYOSHI, Michio KOSUGE, Michinari YUYAMA, Akio SATO, Hitoshi WADA, Masayuki HOSHINO and Yoshikazu DOUZONO: Physica B, **Vol.B294-295**(2001) 635-637
- (21) Takao TAKEUCHI, Kohei TAGAWA, Kikuo ITOH, Michio KOSUGE, Michinari YUYAMA, Fumiaki MATSUMOTO and Hitoshi WADA: Advances in cryogenic Engineering, **46**(2000) 1003-1010
- (22) Tsukasa KIYOSHI, Hitoshi KITAGUCHI, Michio KOSUGE, Michinari YUYAMA, Hideo NAGAI, Hitoshi WADA, Michiya OKADA, Kazuhide TANAKA, Tsuyosi WAKUTA, Kazumi OOHO, Junichi SATO: IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **10**(2000) 472-477
- (23) KOSUGE Michio, TAKEUCHI Takao, TAGAWA Kohei, BANNO Nobuya, YUYAMA Michinari,

- WADA Hitoshi, NAKAGAWA Kazuhiko, YAMANAKA Tsutomu, MORIAI Hidezumi: IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **10**(2000) 1034-1037
- (24) Takao TAKEUCHI, Kohei TAGAWA, Tsukasa KIYOSHI, Kikuo ITOH, Michio KOSUGE, Michinari YUYAMA, Hitoshi WADA, Yasuo IJIMA, Kiyoshi INOUE, Kazuhiko NAKAGAWA, Genzo IWAKI and Hidezumi MORIAI: IEEE Transactions on Applied Superconductivity , **9**(1999) 2682-2687
- (25) O. Ozaki, M. Kosuge, T. Kiyoshi, M. Yuyama, H. Wada, T. Kamikado, Y. Murakami, T. Miyazaki, S. Hayashi and Y. Kawate: IEEE Transactions on Applied Superconductivity , **9**(1999) 432-435
- (26) T. Hase, K. Shibutani, S. Hayashi, M. Shimada, Y. Kawate, T. Kiyoshi, M. Kosuge, M. Yuyama, H. Nagai, H. Wada: Advances in Superconductivity, **11**(1999) 931-934
- (27) Tsuneo KURODA, Nobuyuki MURAKAMI, Kikuo ITOH, Michinari YUYAMA, Hitoshi WADA and Mao DARITSU: Cryogenics , **38**(1998) 785-789
- (28) 竹内孝夫, 根本善弘, 前田弘, 伊藤喜久男, 井上廉, 小菅通雄, 湯山道也, 和田仁: 日本金属学会誌 , **12**(1998) 727-734
- (29) Ryuji HASE, Kazuyuki SHIBUTANI, Seiji HAYASHI, Osamu OZAKI, Tsukasa KIYOSHI, Michinari YUYAMA, Kiyoshi INOUE and Hitoshi WADA: IEEE Transactions on Applied Superconductivity , **8**(1998) 804-807
- (30) D. Mao, K. Itoh, T. Kuroda, M. Yuyama, H. Wada and Y. Murakami: Physica C, **301**(1998) 272-276
- (31) D. Mao, K. Itho, T. Kuroda, M. Yuyama, H. Wada and Y. Murakami: J. of Supercond., **10**(1997) 537-540
- (32) Kikuo ITO, Tsuneo KURODA, Michinari YUYAMA, Yasuo IJIMA, Hitoshi WADA, Nobuyuki MURAKAMI and MAO Dairitsu: IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **7**(1997) 1576-1579
- (33) Tsukasa KIYOSHI, Kiyoshi INOUE, Michio KOSUGE, Kikuo ITOH, Michinari YUYAMA and

- Hiroshi MAEDA: IEEE Transactions on Applied Superconductivity , **7** (1997) 877-880
- (34) Kikuo ITOH, Michinari YUYAMA, Tsukasa KIYOSHI, Takao TAKEUCHI, Kiyoshi INOUE, Hiroshi MAEDA, Takayuki MIYATAKE and Masaki SHIMADA: Advanced in Cryogenic Engineering Materials, **43**(1997) 1735-1738
- (35) Tsukasa KIYOSHI, Kiyoshi INOUE, Michio KOSUGE, Kikuo ITOH, Michinari YUYAMA and Hiroshi MAEDA: Advanced in Cryogenic Engineering Materials, **43**(1997) 1099-1102
- (36) Tsuneo KURODA, Michinari YUYAMA, Hitoshi WADA, Kiyoshi INOUE, Kazumune KATAGIRU and Hisao ODAKA: Physica B , **216**(1996) 230-232
- (37) Kikuo ITOH, Michinari YUYAMA, Hitoshi WADA and Nobuyuki MURAKAMI: Advances in Cryogenic Engineering (Materials) , **42**(1996) 529-534
- (38) 黒田恒生, 村上幸伸, 伊藤喜久男, 湯山道也, 和田仁, 毛大立: Journal of the Atomic Energy Society of Japan, **7**(1995) 652-659
- (39) Mitsutake OSHIKIRI, Kiyoshi INOUE, Tsukasa KIYOSHI, Takao TAKEUCHI, Kikuo ITOH, Michio KOSUGE, Yasuo IJIMA, Michinari YUYAMA and Hiroshi MAEDA: Physica B , **201**(1994) 521-525
- (40) Tsuneo KURODA, Kikuo ITOH, Michinari YUYAMA and Hitoshi WADA: Advanced in Cryogenic Engineering Materials , **38**(1992) 1045-1051
- (41) Kikuo ITOH, Michinari YUYAMA, Tsuneo KURODA and Hitoshi WADA: Advanced in Cryogenic Engineering Materials, **38**(1992) 805-812
- (42) Hitoshi WADA, Tsuneo KURODA, Hisashi SEKINE, Michinari YUYAMA and Kikuo ITOH: Advances in Cryogenic Engineering(Materials), **2**(1991) 1011-1016
- (43) ITOH Kikuo, YUYAMA Michinari, KURODA Tsuneo, TAKEUCHI Takao, KOSUGE Michio, WADA Hitoshi: IEEE Transactions on Magnetics, **2**(1990) 962-967
- (44) KURODA Tsuneo, WADA Hitoshi, YUYAMA Michinari, ITOH Kikuo: IEEE Transactions on Magnetics, **2** (1990) 956-961

- (45) WADA Hitoshi, KURODA Tsuneo, YUYAMA Michinari, ITOH Kikuo: IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **1**(1989) 53-55
- (46) 吉田 勇二, 北原 繁, 戸叶 一正, 湯山 道也, 井上 廉, 前田 弘, 船木 稔: Japanese Journal of Applied Physics, **28**(1989) 1639-1642
- (47) KURODA Tsuneo, WADA Hitoshi, YUYAMA Michinari, INOUE Kiyoshi: Journal of Applied Physics, **65**(1989) 4445-4447
- (48) KURODA Tsuneo, YUYAMA Michinari, WADA Hitoshi: Journal of Materials Science Letters, **8**(1989) 1378-1379
- (49) TAKEUCHI Takako, IJIMA Yasuo, KOSUGE Michio, KURODA Tsuneo, YUYAMA Michinari, INOUE Kiyoshi: IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, **25**(1989) 2068-2075

3. 口頭発表およびポスター発表

- (1) 湯山道也, 横川忠晴, 小泉裕, 小林敏治, 原田広史; “Ni 基超合金開発のためのデータベース構築”, 2008 年度日本金属学秋季大会
- (2) 湯山道也, 横川忠晴, 原田広史, 門馬義雄; “超耐熱材料の研究開発のための材料データシステム構想”, 2008 年度金属第 48 回鉄鋼第 51 回中国四国支部大会講演会
- (3) 湯山道也, 前田実, 段塚知志, 佐藤明男, 春山富義, 仲井浩孝, 青木香苗, 木村誠宏, 荻津透, 塩津正博, 白井康之, 畑幸一, 三戸利行, 岩本晃史, 前川龍司, 濱口真司, 柳長門, 新富孝和, 達本衡輝; “ヘリウム II 冷却による超伝導磁石設計のためのデータベース構築(3)”, 2006 年度春季低温工学・超電導学会
- (4) 湯山道也, 佐藤明男; “超伝導工学データベースの構築”, 2000 年度秋季低温工学・超電導学会
- (5) 湯山道也, 和田仁, 伊藤喜久男, 黒田恒夫, 福富勝夫; “YAG レーザー照射による酸化物超電導材料の製造”, 1992 年度秋季日本金属学会
- (6) 湯山道也, 和田仁, 伊藤喜久男, 黒田恒夫, 福富勝夫; “YAG レーザー照射を利用した Bi 系酸化物超電導材料の作製”, 1991 年度秋季日本金属学会

- (7) 湯山道也, 和田仁, 伊藤喜久男, 黒田恒夫, 福富勝夫; “YAG レーザー照射による超電導材料の製造 (第 3 報)”, 1990 年度秋季日本金属学会
- (8) H. Wada, M. Yuyama, T. Kuroda, K. Itoh: “Fabriaction of Superconducting Tapes By YAG-Laser Irradiation”, 11th International Confernce on Magnet Technology (1989)
- (9) 湯山道也, 和田仁, 伊藤喜久男, 黒田恒夫, 福富勝夫; “YAG レーザー照射による超電導材料の製造 (第 2 報)”, 1989 年度秋季日本金属学会
- (10) 湯山道也, 和田仁, 伊藤喜久男, 黒田恒夫, 福富勝夫; “YAG レーザー照射による超電導材料の製造 (第 1 報)”, 1989 年度春季日本金属学会

4. 本研究に関する特許

- (1) 特許第 2053802 号: 超電導材料の製造方法 (レーザー照射による MoC 等の製造方法) 1996 年 5 月 23 日登録
- (2) 特許第 2090553 号: 超電導材料の製造方法 (レーザー照射による MoCN 等の製造方法) 1996 年 9 月 18 日登録

謝 辞

本研究をまとめるにあたり、主査として終始ご懇切なるご指導とご教授を賜りました、高知工科大学 物質・環境システム工学科教授 門馬義雄博士に深く感謝の意を表すとともに、有益なるご助言とご指導を賜りました高知工科大学 物質・環境システム工学科長教授 谷脇雅文博士、同教授 前田敏彦博士、高知工科大学情報システム工学科准教授 任向實博士、徳島大学工学部電気電子工学科教授 井上廉博士に厚く御礼を申し上げます。

本研究の遂行と執筆の機会を与えてくださいました、独立行政法人 物質・材料研究機構理事長 岸 輝雄博士と同理事 野田哲二博士に心より御礼申し上げます。本研究に関して深い理解と終始温かい援助をしていただきました、上司である物質・材料研究機構超耐熱材料研究センター長 原田広史博士と同機構強磁場共用ステーション長 木戸義勇博士に謹んで厚く御礼を申し上げます。

データベース構築およびNi基超合金開発に関する多数のご助言とご指導をいただきました超耐熱材料研究センターの横川忠晴博士と多大なるご協力と貴重なご意見をいただきました同グループの小泉裕博士、小林敏治博士、坂本正雄博士および同グループ員の皆さまに深く感謝いたします。また、データ評価システムに関する貴重なご意見とご指導をいただいた、物質・材料研究機構材料ラボの芳須弘博士と超電導データベースに関する貴重なご意見を賜りました物質・材料研究機構データベースステーション所属の浅田雄司博士に厚く御礼申し上げます。

Visual Basic のマクロ言語を用いたデータ解析に関してサポートしていただいた高知工科大学4年生の戸田弘之君と研究生活をサポートしていただいた同大学大学院博士後期課程の李永奎さんおよび同大学門馬研究室の皆さまに深く感謝の意を表します。

本研究は、著者が旧科学技術庁金属材料技術研究所（現独立行政法人 物質・材料技術研究所）に入所後10年間に培った知識と経験を基に、その後20年間の研究成果をまとめ著したものです。その中で、元上司となる松岡三郎博士（現九州大学工学研究院機械工学部門教授）には材料研究の基礎をご指導いただき、つくば支所第1研究グループに移動後は、和田仁博士（現東京大学大学院新領域創成化学研究科教授）に超電導と標準化に関する研究を、強磁場研究センターでは佐藤明男博士に低温物性とデータベース技術についてそれぞれご指導いただき、心より厚く御礼を申し上げます。本研究がまとまりましたことは、ひとえに皆

さま方のご指導とご厚意の賜と感謝いたします。

最後に本論文執筆にあたり陰ながら支えてくれた妻裕子と長男央、次男渉、三男望に心から感謝いたします。