

Materia Japan

- SPS 装置を用いた透光性セラミックス開発
- チタン合金のマルテンサイト変態
- 「新技術・新製品」

まてりあ

Vol.53 MTERE2 53 (1) 1~44 (2014)

2014

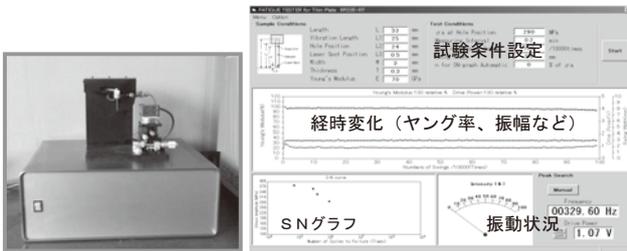
1

弾性率と内部摩擦(減衰性能)測定装置の総合、専門メーカー 日本テクノプラス株式会社

新製品 共振式薄板疲労試験装置

弊社の共振技術を応用した薄板の疲労試験装置を開発。
従来の疲労試験にない次のような特徴があります。

- 破壊前の疲労経過をヤング率変化で把握が可能
- 2000万回でも2日以内と短期間試験が可能
500cycle/sec程度と適正な繰り返し速度
- 発熱が非常に少ないので被験材の物性変化がない
- 静音で小型、軽量なので事務所で試験可能
- マイコン内蔵でパソコンにS/Nグラフも即表示
- 試験試料作成が容易(短冊状)
- 疲労箇所を特定可能→破壊前の組織観察が可能
- 付加機能、仕様変更など細かな対応も可能



多様な弾性率測定、内部摩擦測定装置

高温弾性率、内部摩擦測定装置 EG シリーズ
高温での群を抜く測定の容易さ。(左下写真)

高精度自由共振式弾性率、内部摩擦測定装置 J シリーズ
なんといっても高精度。

インパクト式ヤング率、減衰率測定装置 IE シリーズ
現場での品質管理や大型試料のヤング率などの簡易測定。

薄板、細線用弾性率、内部摩擦測定装置 T シリーズ

縦共振式ヤング率測定装置 VE シリーズ
横共振測定が困難な場合に活用

弾性定数、弾性率測定装置 CC シリーズ
弾性率(E,G, ν)だけでなく弾性定数(Cij)も測定。
典型的な異方性試料の単結晶。多結晶 Cij も測定(CC2型)
解析ソフトも単独販売。

メカニカルスペクトロメーター MS シリーズ
強制振動式内部摩擦測定装置。低周波の周波数依存性測定。

電磁超音波共鳴装置 (EMAR) EM シリーズ

高粘度物質絶対粘度測定装置 HV シリーズ
低粘度測定装置の外挿値では心配。標準試料作成に力を発揮。

連絡先 大阪市淀川区木川東 3-5-21 第3丸善ビル (新大阪付近)
電話 = 06-6390-5993 E-mail = ntp@nihon-tp.com
URL = <http://www.nihon-tp.com>

- 各種の研究試料に応じた特殊治具作製にも対応いたします。
- 試料の切断から埋め込み、研磨までを総合的に提案いたします。
- これまでの試料作製の実績から、最適な試料作製レシピを提案いたします。



お客様の声を形にした真空吸着研磨

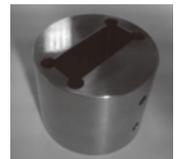
特殊治具例



真空吸着研磨用ホルダー



薄片試料研磨用ホルダー



溝加工入りホルダー

IM-P2&SP-L1
(樹脂埋め込み試料用研磨装置)



アイエムティー株式会社 <http://www.e-imt.co.jp>

本社：〒649-1528 和歌山県日高郡印南町西ノ地1333 TEL.0738-43-0333 FAX.0738-43-0485

●お問合せ先

大阪支店 営業部：大阪市中央区南船場4-6-22心齋橋MSビル602号 TEL.06-6258-4555 FAX.06-6258-4556

東京営業所 営業部：東京都千代田区外神田5-1-5末広Jビル9階 TEL.03-6803-2270 FAX.03-3835-3324 お問合せメールアドレス：info@e-imt.co.jp



私たちは、世界最高のものづくりの力を追求し、優れた製品・サービスの提供を通じて社会の発展に貢献することを基本理念に、総合力世界No.1の鉄鋼メーカーを目指します。

鉄という素材は自動車や造船、社会インフラなど様々な分野で使われており、今後も需要が期待されています。

当社は、「人は価値創造の源泉である」と考え、若手には失敗を恐れず何事にも積極的に挑戦してもらっています。

是非、当社の幅広い活躍フィールドをご覧ください。

まずは当社ホームページからエントリーを！

新日鐵住金株式会社

■お問合せ：人事労政部 人材開発室

〒100-8071 東京都千代田区丸の内2-6-1

Tel：(03)6867-2242

採用ホームページ：<http://www.nssmc.com/recruit/hq/index.html/>

採用Facebookページ：<https://www.facebook.com/nssmc.saiyo>

E-mail：saiyou@jp.nssmc.com

“你知道 **KOBELCO** 吗?” (中国語)

“क्या आपको **KOBELCO** का पता है?” (ヒンディー語)

“คุณรู้หรือไม่ **KOBELCO**?” (タイ語)

“**KOBELCO** 를 알아요?” (韓国語)

“Bạn có biết **KOBELCO**?” (ベトナム語)

“Do you know **KOBELCO**?” (英語)

世界で噂されています。

KOBELCO



ガラス物性データベース SciGlass 7.7

価格(税別) ¥700,000.- (一般向け) ¥400,000.- (教育機関向け)

■ガラス

252,000件の酸化ガラス、15,860のハロゲン化ガラス、3,3808のカルコゲナイドガラスなど338,101件のガラス。

■物性

1,000,000件以上の実測値と合成法、測定法の情報。

■物性推測計算

100通り以上の推測法で16種類の物性を推測。実測値との比較プロット。

■最適ガラスの検索

■光学スペクトルデータ (UV, NIR)

Glass #	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	log ₁₀ I	log ₁₀ I ₀	log ₁₀ I ₀ /I	log ₁₀ I ₀ /I ₀	T _g (°C)	T _m (°C)
14976	48.12	48.18	-	2.572	184	157	460	48	-
14880	47.88	44.25	-	2.670	175	187	465	49	-
14881	47.25	42.37	-	2.658	175	183	462	50	-
14882	46.30	41.14	-	2.632	180	171	462	50	-
14852	46.25	38.48	-	2.649	187	169	470	52	-

Comp	Tc
SiO ₂	29.68
B ₂ O ₃	18.74
Laq.O ₂	5.82
B ₂ O	20.94
CaO	3.10
TiO ₂	16.83
ZrO ₂	3.40

システムプラットフォーム: Windows 2000/XP/Vista/7

化学プロセス用の物性データベース DIPPR with DIADEM pro (Design Institute for Physical Property Data)

価格(税別) ¥350,000.- (一般向け) ¥60,000.- (教育機関向け)

2,030化合物についての49種類の熱物性値(実測値)、複数の推算式、原文献データと15種類の温度依存物性には推算式の係数などのデータベースです。AIChE推奨のインターフェイスソフトウェア(DIADEM)付きのスタンドアロンシステムです。

おもな機能 (DIADEM)

- 検索対象: Name, Formula, CAS番号、物性データ
- 物性値: 実測値、推算式による予測値
- データ表示: テーブルとグラフプロット
- 複数化合物データの重ね合わせプロット
- MDL Chimeプラグインによる構造式の立体表示
- ユーザーデータベースの作成



システムプラットフォーム: Windows Xp/Vista/7 (AIChE DIPPR Project 801)

25,000件のセラミックス状態図データベース ACerS-NIST Phase Equilibria Diagrams, Version 4.0

価格(税別) ¥160,000.- マルチユーザー ¥260,000.-

検索条件

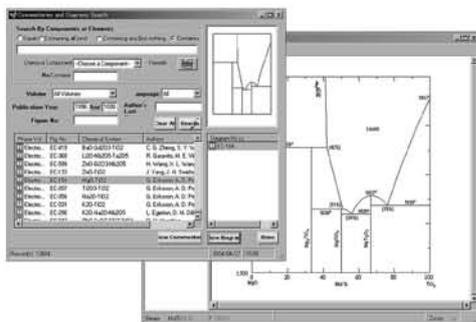
- 成分系、元素記号
- 著者、出典誌名、出版年
- 状態図番号

データ表示

- ◆モル百分率 ↔ 重量百分率
- ◆Lever rule計算
- ◆ズームアップ/ズームダウン

データソース/新データ2,500件を追加

●Phase Diagrams for Ceramists (Volumes I・III, Annual Volumes '91, '92 and '93, High Tc Superconductor monographs (two), Phas Diagrams for Zirconium + Zirconia Systems and Phase Diagrams for Electronic Ceramics Vol.15)



システムプラットフォーム: Windows XP/Vista/7

化学反応/平衡計算ソフトウェア HSC Chemistry for Windows, Ver.7

価格(税別) ¥300,000.-

約25,000種についてのエンタルピー(H)、エントロピー(S)、熱容量(Cp)のデータベースを基に化学反応の計算やGIBBSまたはSOLGASMIXのルーチンによる化学平衡を計算します。反応、熱平衡、分子量計算などの一般的なモジュールの他、エリಂಗム状態図、Eh-pH(プルベ)状態図、T_{pp}とL_{pp}の相安定性状態図の作成などユニークなモジュールを持ち合わせています。計算結果のテーブルと状態図はクリップボードにコピーできます。SIM Flowsheet モジュールにより複数のユニットプロセスからなるプロセス全体のシミュレーションとモデリング、Excel上でのHSC計算が可能になるExcelAdd-In関数、プライベートデータベースを作成するための熱化学データからH、S、Cpを計算する変換機能などもあります。



システムプラットフォーム: Windows2000/XP/Vista/7 (Outokumpu Research Oy 製作)

株式会社 デジタルデータマネジメント

東京都中央区日本橋茅場町1-11-8 紅萌ビル 〒103-0025
TEL.03-5641-1771 FAX.03-5641-1772 <http://www.ddmcorp.com>

◎ 会告原稿締切：毎月1日



翌月号(1日発行)掲載です。

- 支部行事：shibu@jim.or.jp
- 本会記事：stevent@jim.or.jp
- 掲示板：materia@jim.or.jp

巻頭言	年頭のご挨拶 掛下知行	1
最近の研究	放電プラズマ焼結(SPS)装置を用いた透光性セラミックスの創製 森田孝治	3
	次世代高速焼結法として期待される放電プラズマ焼結(SPS)法を用いた透光性多結晶セラミックスの作製法に向けた取組みについて紹介。	
	チタン合金のマルテンサイト変態 金 熙榮	11
		生体用形状記憶・超弾性合金、低ヤング率・高強度合金として注目を浴びているβ型チタン合金のマルテンサイト変態および特異な物性について紹介。
新進気鋭	Ga-Al フラックスを用いた AlN の液相エピタキシャル成長 安達正芳	18
新技術・新製品	ステンレス鋼の電解砥粒減面技術の開発	
	日下部 繁 河西寿雄 荒川基彦 武藤 泉 原 信義	23
	寒冷地仕様大入熱溶接用 YP390MPa 級鋼の開発	
	中島孝一 長谷和邦 遠藤 茂 衛藤太紀 深井英明	26
	製鋼スラグを活用した海域環境修復技術の開発	
	宮田康人 桑山道弘 谷敷多穂 山本民次 卜部憲登	29
はばたく	これまでの研究を通して 山本晃生	32
本会記事	会告	33
	2014年春期(第154回)講演大会ご案内ならびに	33
	参加申込みについて	33
	会誌・欧文誌編集委員会からのお知らせ	35
	支部行事	37
	掲示板	38
	新入会員	39
材料系学協会情報コーナー	39	
会誌・欧文誌1号目次	40	
まてりあ次号予告	41	
分科会シンポジウム報告	42	
行事カレンダー	43	

会誌・欧文誌の投稿規定・投稿の手引・執筆要領、入会申込書、刊行案内はホームページを参照下さい。
<http://jim.or.jp/>

表紙デザイン：北野 玲
複写をご希望の方へ

本会は、本誌掲載著作物の複写に関する権利を一般社団法人学術著作権協会に委託しております。本誌に掲載された著作物の複写をご希望の方は、(財)学術著作権協会より許諾を受けて下さい。但し、企業等法人による社内利用目的の複写については、当該企業等法人が社団法人日本複写権センター(財)学術著作権協会が社内利用目的の複写に関する権利を再委託している団体)と包括複写許諾契約を締結している場合にあっては、その必要はありません。(社外頒布目的の複写については、許諾が必要です) 権利委託先 一般社団法人学術著作権協会

〒107-0052 東京都港区赤坂9-6-41 乃木坂ビル3F
FAX 03-3475-5619 E-mail: info@jaacc.jp <http://www.jaacc.jp/>
複写以外の許諾(著作物の引用、転載、翻訳等)に関しては、直接本会へご連絡下さい。

年頭のご挨拶

公益社団法人日本金属学会 会長 掛下知行

皆様、新年明けましておめでとうございます。

昨年は国内外において経済の回復の兆しが見え始めたとは言え、様々な自然災害が日本を襲い、また3年前の未曾有の大災害以来のエネルギー問題や「原発」の後処理計画に対しては、依然として復興への明確な糸口がつかめない場面も多い中で迎えた新たな年明けとなりました。本会におきましても、金属及びその関連材料の学術及び科学技術に基づいて、上述した問題を始め我が国が抱える諸問題に対して真摯に貢献できる学会活動の環境整備と若手人材育成の重要性がより一層増していると感じております。



以下に、昨年会長就任の挨拶にて紹介させていただいた本会の活動方針について、現状と課題の一端を報告させていただき、それを踏まえて本年の方針を述べさせていただきます。

まず特筆すべきこととして、公益社団法人としての新たな活動を始めたことを挙げたいと思います。公益法人制度改革関連法令が2006年6月2日に公布され、以降歴代の本会関係者のご尽力により、本会は、2008年12月1日に特例民法法人に移行し、2012年7月31日に公益社団法人への移行認定申請を行い、昨年2013年3月1日に現法人の解散と新法人の設立をいたしました。新法人では「金属及びその関連材料の学術及び科学技術の振興に関する事業を行い、不特定かつ多数の者の利益の増進に寄与すること」を目的としております。昨年はセルフガバナンスによる公正かつ適切な運営によって、公益目的事業をこれまで以上に推進して参りましたが、本年も引き続きさらに力を注ぎたいと思いますので、会員の皆様方のご理解とご協力をお願いする次第です。

次に、魅力ある学会としての活動の充実に関して述べたいと思います。様々な材料の機能発現情報を得るための計測・分析機器の発展と計算科学の進展が著しいことから、理論構築への新たな展開および究極的なマテリアルデザインへの可能性に光明が射していると強く感じております。この学際的な色彩と材料科学・材料工学の未知の領域を開拓する精神を維持・発展することが、本会の特色であります。この特色が、本会の魅力であるとともに、関係学会や本会との両輪関係にある産業界、さらには若い科学者・技術者を惹きつける大切な要因であります。この特色をさらに際立たせるため、本会では、昨年、講演大会委員会で、講演大会セッションの改編の検討を推進しました。対策を合意すれば本年秋期講演大会から実施する予定です。講演大会につきましては発表件数の増加を目指して、これまでの様々な取り組みを精査し、講演大会の企画と運営にさらに工夫を重ねる必要があると思っております。学術組織としての一面をより一層魅力あるものにするために、本年は、次のステップとして、分科会のあり方について検討が深まることを期待しております。

3点目として、魅力ある学会活動の情報発信の基盤となる学術論文誌事業の強化について述べます。本会では、2012年1月から、刊行後1年が経過した論文は電子ジャーナル上でフリーアクセスを

可能とし、和文誌については昨年1月から個人の研究目的に限定してフリーアクセスを開始しました。そのため、アクセス数の増加が軌道に乗りつつあります。しかしながら、学術論文誌のインパクトファクター向上が喫緊の課題であることから、本年1月から学術論文誌の Graphical Abstract の希望掲載を開始し、欧文誌につきましてはトムソン・ロイター・プロフェッショナル社の文献引用通知サービスを開始し、時期を見て引用分析等の情報の一斉配信サービスも実施します。欧文誌は、公開流通性をより一層高め、さらにレベルの高い論文を収録し、高い評価が得られるような地道な努力が必要であると痛感しておりますので、皆様のさらなるご尽力を期待しております。

4点目として、国内外の学協会との連携活動について述べたいと思います。国内活動として、本会は、日本鉄鋼協会との連携を根幹に材料系学協会との連携によって材料連合協議会、材料戦略委員会、欧文誌共同刊行編集委員会などの活動を行ってまいりました。本年も継続して注力します。国外連携活動では、2国間交流として大韓金属・材料学会(KIM)とのKIM/JIM Joint Symposium 開催と The Minerals, Metals & Materials Society(TMS)との若手研究者(Young Leader)交換派遣を継続します。また、材料分野の国際連携組織である IOMMMS との連携事業として、材料啓発活動に貢献した学生を顕彰する World Materials Day Award も継続します。さらに、環太平洋地区での連携として、昨年は8月にハワイで開催した TMS 主催の PRICM8(The 8th Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing)に共催参加しました。2016年の PRICM9 は本会が主催し京都で開催する予定です。本会の存在感をより一層高める絶好の機会でもあり、本年はその準備を推進しますので、会員の皆様方のご協力を切にお願いする次第であります。

5点目に、本会に関わる各省庁等の施策への対応について述べたいと思います。総合科学技術会議において2011~2015年の5ヶ年間に第4期科学技術基本計画が推進されています。また科学技術イノベーション総合戦略が推進され、将来にわたる持続的な成長と社会の発展の実現のための様々な大型プロジェクトが文科省、経産省等で策定・推進されています。材料工学分野では材料系学協会連携の材料戦略委員会で対応を推進しており、一昨年から本会が世話学会となって活動を進めてまいりました。この材料戦略活動は、科学技術分野における材料科学・材料工学のより一層の発展のためには極めて重要であり、材料を扱う学協会の連携意識を深めて、将来的には材料系の連携体組織の構築への道を拓くものと期待します。

6点目に、これからの金属およびその関連材料学の将来を考えるには、大学生の育成のみならず、その候補者となる中高生を、この金属およびその関連材料学の分野に引き入れるための魅力創りも不可欠です。中高生を対象とした冊子やパンフレットの刊行や Web 上での情報発信等、将来を担う若者たちへの金属及びその関連材料学の重要さと面白さを伝えるための活動を関連学会と一致団結して推進することも大変大切な課題であると思っておりますので、皆様のご理解とご協力を切にお願いいたします。

最後になりましたが、会員各位のご健勝と益々のご発展を祈念し、年頭の挨拶とさせていただきます。

2014年1月

放電プラズマ焼結 (SPS) 装置を用いた 透光性セラミックスの創製

森田 孝 治*

1. はじめに

光学材料には、単結晶材料が用いられることが多い。これは、光の吸収や散乱源となる不純物や欠陥構造などの要因を含まない完全単結晶は、理論的に予想される優れた透光性が実現できるからである。しかし、低欠陥密度の単結晶の創製には、長時間をかけて結晶を育成する必要がある、経済性や生産性の面でデメリットとなる課題も多い。そのため、近年では粉末プロセスや焼結法を駆使した高緻密な透光性バルク多結晶体の創製が広く試みられている⁽¹⁾⁻⁽¹¹⁾。

近年のこのような動向は、原料となる粉末の高品質化、焼結技術の進歩、および需要の高まりによると思われる。近年の技術進歩に伴い、高純度で微細な原料粉末が容易に入手できるようになってきた。さらに、本稿で紹介するような新規な焼結手法の登場や焼結技術の進歩が透光性バルクセラミックスの創製を可能にした。更に、米国、仏・独国などの欧州に加え、韓国でも大型プロジェクトの話題を耳にし、また学会等でも盛んに発表されている。その多くは、アーモアやレーザー関連材料等の軍需や宇宙・航空材料に関するものであり、産官学連携のプロジェクトがこれを後押ししている。

2. 多結晶透光性セラミックス

当初、焼結により作製される多結晶セラミックスが透光性を示すとは考えられていなかった。そんな中、Cobleによってアルミナ(α - Al_2O_3)で最初に透光性が報告され⁽¹²⁾、現在ではルカロックス (Lucalox) の商品名でナトリウムランプの発光管材料として普及している。焼結法を利用して粉末から透光性バルク多結晶を創製する場合に最も重要なことは、光の散乱源となる残留焼結欠陥 (気孔) を極限まで低減させることである⁽¹⁾。

そのような高緻密なバルクセラミックス、とりわけ難焼結材料の緻密化には熱間等方圧加圧 (HIP) 法やホットプレス (HP) 法などの加圧焼結法が広く用いられ、既に高品質な透光性多結晶も創製されている⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。しかし、これらの装置は大規模で、更に昇・降温に長時間を要し、全てのプロセスを終了するまでに長時間を必要とすることが課題とされている。近年、従来の HIP や HP 法に替わる加圧焼結法として放電プラズマ焼結 (Spark-Plasma-Sintering : SPS⁽¹³⁾⁻⁽¹⁶⁾) 法の利用が注目されている。SPS 法の最大の特徴は、毎分 100°C もしくはそれ以上の高速昇温および降温が可能なことである。その結果、焼結に要するプロセス時間を既存の HIP や HP 法に比べ大幅に短縮でき、透光性に必要な緻密化に加え、細粒化による力学特性の改善も期待できる。

著者の知る限り、SPS 法を透光性セラミックスの創製に応用した最初の事例は、Wu らによる PbZrO_3 - PbTiO_3 - $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ⁽¹⁷⁾ で、その後 Al_2O_3 が報告⁽¹⁸⁾ され、現在では MgO , MgAl_2O_4 , ZrO_2 , YAG, Y_2O_3 , Lu_2O_3 など多くの酸化物に応用されている⁽¹⁹⁾⁻⁽²⁹⁾。近年、我々のグループでは、焼結条件の最適化を図り、既存手法より低温で透光性と高強度を重畳したセラミックスの創性に成功した⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾⁽²²⁾⁻⁽²⁶⁾。図 1 は、Kim らにより報告されたアルミナの例である⁽⁵⁾。透光性を左右する残留気孔は、焼結の際の昇温速度に非常に敏感なことは知られている。これは、加圧焼結法である SPS 法でも例外ではない。 Al_2O_3 の場合、SPS 法の最大の特徴である $100^\circ\text{C}/\text{min}$ の高速昇温では、多くの気孔が残留し、焼結体は常圧焼結でも見られるような白色を呈す (図 1(a)) が、昇温速度を $8^\circ\text{C}/\text{min}$ まで下げると、従来よりも低温の 1150°C でも高緻密な多結晶透光性アルミナが実現できた (図 1(b))。

本稿では、マグネシア-アルミナスピネル (MgAl_2O_4) をモデル材とし、次世代高速焼結法として注目される SPS 装置を用いた多結晶透光性セラミックスの創製法について、これ

* 独立行政法人物質・材料研究機構先端材料プロセスユニットセラミックス材料グループ；主幹研究員 (〒305-0047 つくば市千現 1-2-1) Fabrication of Transparent Ceramic Polycrystals by means of Spark-Plasma-Sintering (SPS) Technique; Koji Morita (Advanced Ceramics Group, Advanced Materials Processing Unit, National Institute for Materials Science (NIMS), Tsukuba)
Keywords: *spark-plasma-sintering (SPS), transparent, polycrystalline, oxide ceramics, residual pore, light scattering*
2013年10月16日受理 [doi:10.2320/materia.53.3]

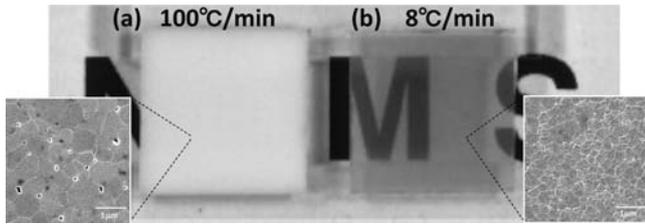


図1 放電プラズマ(SPS)装置を用いて1150°C-20 minで焼結された多結晶アルミナの外観および組織写真：(a)100°C/minの高速昇温と(b)8°C/minの低速昇温⁽⁵⁾。

までに得られている著者らの成果⁽²²⁾⁻⁽²⁵⁾⁽²⁹⁾を中心に、知見と課題について紹介する。

3. 放電プラズマ焼結 (Spark-Plasma-Sintering : SPS)

SPS装置の概略図を図2に示す。SPS法に関しては既に多くの解説⁽¹³⁾⁻⁽¹⁶⁾が報告されているので、本稿では必要最低限の説明に止めることとする。

装置の概略はHP法のそれとほぼ同じで、大きく分けて真空/雰囲気制御、荷重制御およびパルス電流制御の3つの制御ユニットで構成される。まず、粉末をグラファイト製のダイスに充填した後、概略図の通り上・下のロッド間に装着する。HP法では、外部ヒーターを用いた輻射熱による間接加熱で焼結するのに対して、SPS法では、直流パルス電流をダイスに通電させ、発生するジュール熱で直接加熱する。SPS法ではその独特な加熱方式により、最大の特徴である高速焼結(高速昇温および降温)を実現することが可能となる。SPS中の温度制御には、熱電対あるいは放射温度計を用いるが、いずれの場合も制御温度が必ずしもサンプル温度でない点には注意が必要である。

SPS法では、上述してきた高速昇温に加え、既存のHIPやHP法より低温かつ短時間で焼結が完了すると報告されることがある。これは、図3の模式図のように、SPS中に印加するパルス電流が粉末間を通電する際、その名前の由来になった表面局所領域でのスパークやプラズマ、これらに起因した局所加熱⁽³⁰⁾により焼結が促進されるためであると説明されている。ただ、絶縁材料における放電やプラズマ現象に関しては懐疑的な報告⁽³¹⁾⁽³²⁾もなされていることもあり、SPS以外に様々な名称[†]が使われるようになってきた。その真偽については今も議論が続いている。

4. 直線透過率 (In-Line Transmission : T_{in})

図4は、多結晶材料に光を照射したときの光の散乱機構の模式図である⁽¹⁾。材料に強度 I_0 の光を照射すると、光は材

[†] SPSの他、pulsed electric current sintering (PECS), field assisted sintering technology (FAST), electric current assisted sintering (ECAS), plasma active sintering (PAS)など、様々な名称が使用されている。

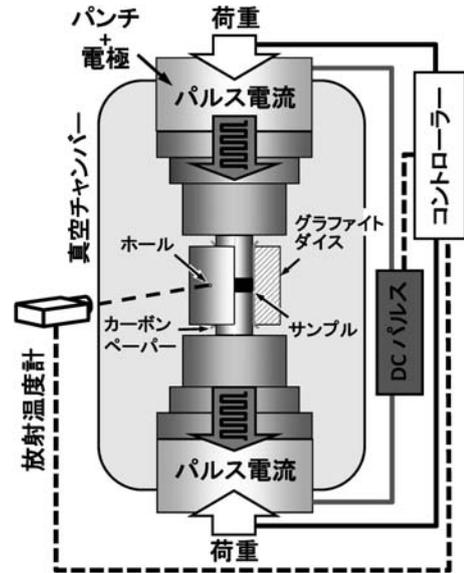


図2 放電プラズマ(SPS)装置の概略図。

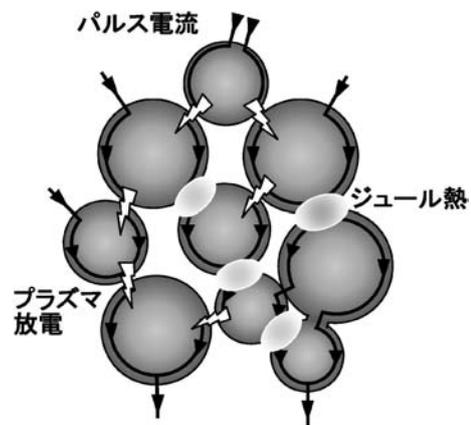


図3 SPSプロセスにおいて予想されるパルス通電効果の模式図⁽³⁰⁾。

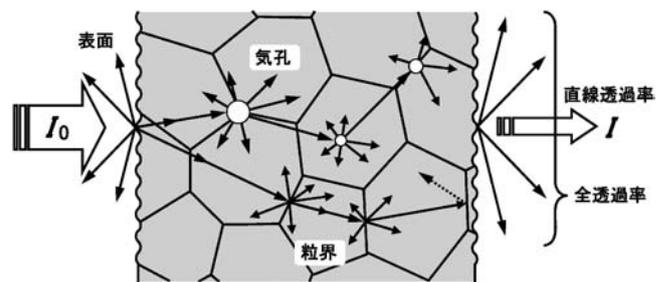


図4 多結晶体における光の散乱機構の模式図⁽¹⁾。

料を通過する過程で種々の因子による散乱や吸収によりエネルギーの一部を失い、強度 I の光として材料の反対側に透過される。この時、散乱光まで含めた透過光の強度を全透過率 T_{total} 、散乱光を排除し、直線的に通過した光の強度を直線透過率 T_{in} (In-Line Transmission) と呼び、次式で表される⁽¹⁾。

$$T_{in} = (1 - R) \exp [- (\gamma_{sca} + \gamma_{abs}) w], \quad (1)$$

ここで、 R は反射率で、屈折率 n を用いて $R = (n - 1)^2 / (n^2 + 1)$

と表される。完全結晶の場合でも、材料固有の n 値に依存しサンプルの両表面での散乱により約10%程度の損失が発生するため、90%程度が理論透過率 T_{th} となる。また、 w はサンプルの板厚、 γ_{sca} と γ_{abs} は散乱係数と吸収係数である。散乱係数は、残留気孔と粒界に起因した散乱係数 γ_{pore} と γ_{gb} の和として次式で表される。

$$\gamma_{sca} = \gamma_{pore} + \gamma_{gb} \quad (2)$$

$$= \frac{p}{(4/3)\pi r^3} = C_{sca} + 3 \frac{\pi^2 \Delta n^2}{\lambda^2} \cdot \frac{d}{2} \quad (3)$$

ここで、 p は残留気孔密度、 r 気孔半径、 C_{sca} は Mie 散乱理論に基づき求められる気孔の散乱断面積、 Δn は方位の異なる結晶粒間の屈折率の差、 λ は光の波長、そして d は結晶粒径である。

式(3)の右辺第一項から分かるように、残留気孔は透光性に大きな影響を及ぼす。気孔による散乱のみを考慮したスピネルの直線透過率 T_{in} と残留気孔密度およびサイズの相関を Bohren と Huffman により提案されたプログラム⁽³³⁾を用いて算出したものを図5⁽²³⁾に示す。

波長 $\lambda = 550$ と 2000 nm の可視および赤外光の直線透過率 $T_{in, 550}$ と $T_{in, 2000}$ は、残留気孔の密度とそのサイズに強く依存することが分かる。気孔サイズ $2r$ が小さい場合には、散乱による減衰は小さいが、サイズの増加に伴い減衰が起こり始め、 $T_{in, 550}$ と $T_{in, 2000}$ はいずれの場合も波長と $2r$ が同程度となる領域で最も大きな散乱が起こり、極小値を示す。残留気孔密度が増加すると、 $T_{in, 550}$ と $T_{in, 2000}$ の減衰はさらに大きく、かつ広範囲に及ぶ。これは、透光性バルク多結晶体を創製する際には、光の散乱源となる残留気孔密度とサイズの両方を減少させる必要があることを意味する。

多結晶の場合に次に問題となるのは、材料中には光の損失源となり得る結晶粒界が無数に存在することである。これに関しては、一定の条件を満足するとその影響を小さくでき

る。まず、結晶構造がスピネルのような等方的な立方晶系材料の場合は、光の屈折率も等方的であるため、結晶粒界での光の散乱は無視できる程小さい(低波長の光は、粒界散乱が発生すると報告もある⁽³⁵⁾)。しかし、非立方晶系材料の場合は、結晶方位差に依存した屈折率の相違 Δn が大きいいため、式(3)の第二項に従い光には粒界散乱により大きな損失が生じる⁽¹⁾。つまり、アルミナのように非立方晶系材料の場合は、残留気孔に加え結晶粒界での散乱も考慮する必要がある⁽¹⁾。この問題は、結晶粒径を小さくし、粒界と光の相互作用を低減させるか、もしくは粒径を大きくし材料中の粒界面積を小さくすることで解決が可能である⁽³⁶⁾。ただし、粗大粒の場合は、力学特性が微細粒材に劣る点⁽³⁶⁾、透光性が板厚に強く依存する点で細粒化の取組みが主流である。

非立方晶系材料に対するその他の手法としては、配向(集合)組織を形成させる方法である。これは、粒子間の方位差を小さくすることで Δn の影響を小さく出来るからである⁽³⁷⁾。Gandhi ら⁽³⁸⁾は、SPS法を利用してアパタイト(HAp)のc-軸配向制御に成功し、透光性の向上を確認した。その他に粉末の成形段階で強磁場(>10T)を用いて個々の粉末の方位を揃える磁場配向法⁽³⁹⁾が有効であることが実証されている。また、一般的な方法とは言えないが、この手法を使って創製した配向性アルミナでも透光性の改善が確認されている⁽⁴⁰⁾。

5. 焼結における SPS パラメーターの影響

本稿で対象とするスピネルの場合は、上述の通り残留欠陥を極限(ppm オーダー)まで低減させることが透光性を左右する大きな要因となる⁽¹⁾。密度計測にはアルキメデス(Archimedes)法が広く用いられるが、透光性材料の欠陥サイズと量は、同手法では捉える事が困難な程微量な違いによって大きく影響を受けるため、その相関を議論するには電子顕微鏡像を用いた定量評価が不可欠である。さらに、アルミナのような非立方晶系材料の場合には、結晶粒径の微細化も同時に必要となる。緻密体を得る(焼結を進行させる)には加熱による十分な物質移動が必要となるが、これは同時に粗粒化も招くことを意味し、粒成長を抑制した条件での焼結が必要となる。したがって、透光性を示す程緻密な細粒材料を創製するには、焼結条件の最適化が不可欠である。以下に透光性に及ぼされる SPS 中の各パラメーターの影響について紹介する。

(1) 粉末の成形およびパッキング

緻密で微細組織を有する多結晶体を創製する上で、原材料となる粉末の品質は当然極めて重要になる。微細な粉末になる程、高い焼結性と焼結後の細粒組織が期待できる。しかし、微粉末になる程、粉末間の凝集も強固となる傾向を示す。凝集粒子間に一旦形成された空隙は加圧焼結でも消失させることは容易ではなく、残留する可能性が高くなる。したがって、残留欠陥を極限(ppm オーダー)まで低減させるには、加圧焼結法と言えども、粉末の充填および成形過程で生じる凝集粉末の再分散処理が有効である⁽²⁾⁽³⁾⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾。

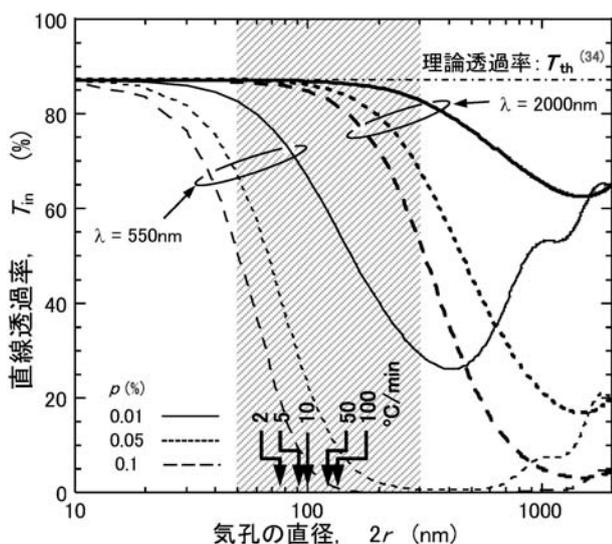


図5 波長 λ 、直線透過率 T_{in} 、残留気孔密度 p および気孔サイズ $2r$ の相関。スピネルの反射率 $R = 0.068$ ⁽³⁴⁾、サンプルの板厚 $w = 1.8$ mm を用いて計算した。比較のため、完全結晶の場合の理論直線透過率 $T_{th} = 87\%$ ⁽³⁴⁾ も示した。

本稿では紹介のみにとどめるが、SPS 処理の場合でも、コロイドプロセスやフリーズドライなどの手法による凝集粉末の分散処理を施すことにより、HIP 処理で報告されている最高値 ($T_{in} = 87\%$ ⁽³⁵⁾) に匹敵する値 ($T_{in, 550} \approx 74\%$, $T_{in, 2000} \approx 84\%$) が得られている⁽²⁸⁾。

(2) 昇温速度 α 依存性

3 項で SPS 法の最大の特徴を高速昇温であると説明したが、低速昇温する程緻密体得られることが分かってきた⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾。図 6(a) は、種々の昇温速度 α で得られた多結晶スピネルである⁽²²⁾⁻⁽²⁴⁾。なお、直線透過率で評価する目的で、サンプルはテキスト上 1 cm のところに配置して撮影した。焼結温度と保持時間はいずれも $1300^{\circ}\text{C}-20\text{ min}$ で同じであるが、アルミナの場合同様⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾、スピネルの透光性も昇温速度 α に強く依存することが分かる。SPS 法で広く利用される高速昇温 ($\alpha = 100^{\circ}\text{C}/\text{min}$) の場合、スピネルは不透明であるが、 α が小さくなるにしたがって、透光性を示すようになる。そして、昇温速度が $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下の条件で 1 cm 下のテキストを明瞭に確認できる程度の透光性を示すようになる。

上記サンプルの直線透過率 T_{in} の測定結果を図 6(b) に示す⁽²³⁾。 T_{in} は可視から赤外までの広い波長域にわたって、 α の減少とともに上昇することが確認できる。赤外域付近では、スピネルの理論透過率 ($T_{th} \approx 87\%$ ⁽³⁵⁾) 付近まで増加する。しかし、可視光域では、理論透過率を大きく下回っており、HIP 処理で得られたスピネル⁽³⁵⁾ や焼結助剤として LiF を用いて SPS 処理されたスピネル⁽²⁰⁾ に比べ、劣っている。

T_{in} の α 依存性を明確にするため、可視光 ($\lambda = 550\text{ nm}$) および赤外域 ($\lambda = 2000\text{ nm}$) で評価した直線透過率 $T_{in, 550}$ と $T_{in, 2000}$ を図 6(c) に示した⁽²²⁾⁻⁽²⁴⁾。 $T_{in, 2000}$ の α 依存性は比較的小さく、 $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ の場合を除くといずれの条件でも $T_{in, 2000} \approx 60-70\%$ の高い透光性を示す。一方、 $T_{in, 550}$ は α に強く依存し、 α の減少とともに増加し、 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下で $T_{in, 550} \approx 50\%$ が得られる。

図 7 に種々の昇温速度 α で焼結したスピネルの SEM 像を示す⁽²³⁾。結晶粒サイズに大きな変化はなく、いずれも $0.4\ \mu\text{m}$ 程度の微細組織を有している。しかし、気孔密度 A_p とサイズ $2r$ 分布は、図 8 に示す通り α に強く依存し、 α の増

加とともにいずれも増加傾向を示す⁽²³⁾。図 5 中に組織計測により得られた気孔サイズ $2r$ のおおよその分布範囲 (斜線) と種々の α で得られた気孔の平均値 (図 8 中の矢印) を示

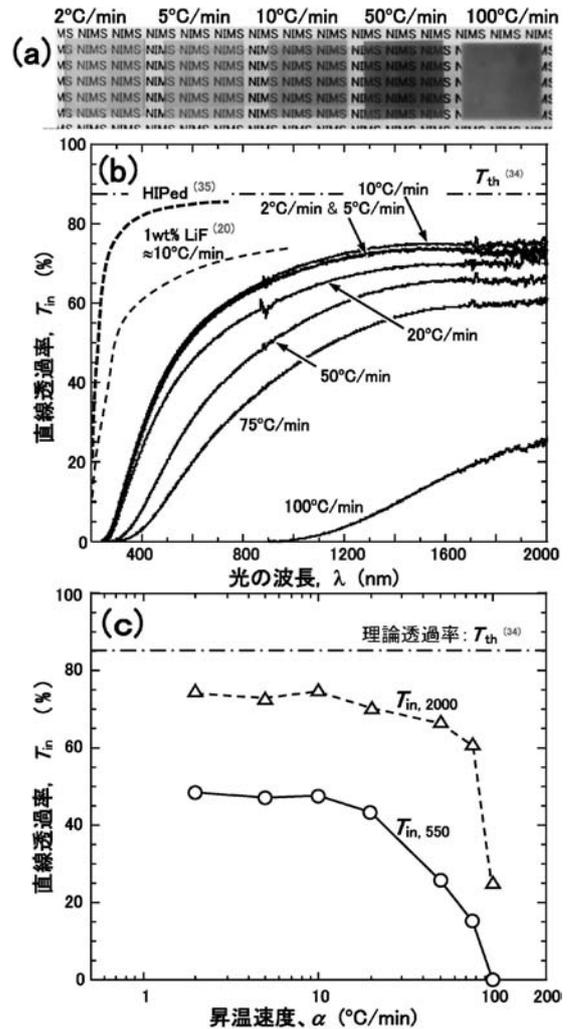


図 6 スピネルの直線透過率 T_{in} に対する SPS 中の昇温速度 α の影響：(a) SPS で創製したスピネル (テキストより 1 cm 上に配置) と (b) T_{in} と波長 λ の相関および (c) $T_{in, 550}$ と $T_{in, 2000}$ の α 依存性⁽²²⁾⁻⁽²⁴⁾。比較のため、スピネルの理論直線透過率 $T_{th} = 87\%$ ⁽³⁴⁾、HIP 法および LiF を添加し SPS で創製されたスピネルの T_{in} の最高値⁽³⁵⁾⁽²⁰⁾ を示した。

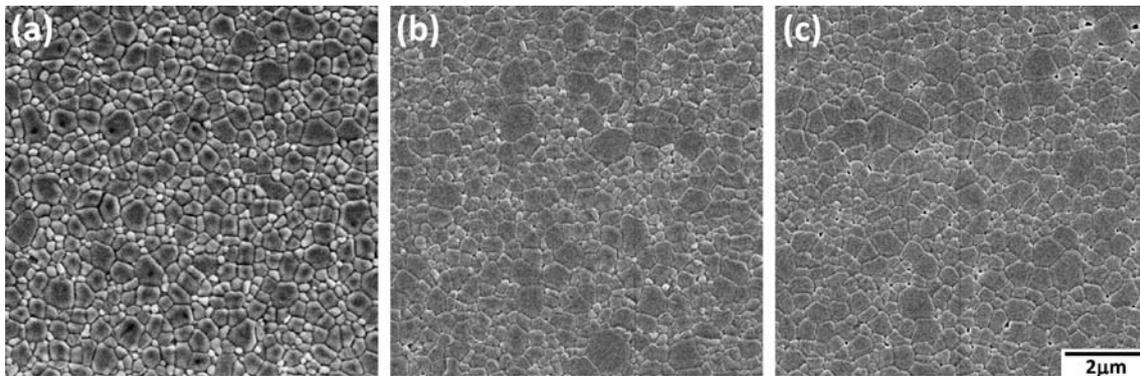


図 7 $1300^{\circ}\text{C}-20\text{ min}$ の条件で SPS 処理したスピネルの SEM 像：(a) $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 、(b) $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ および (c) $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ⁽²²⁾。

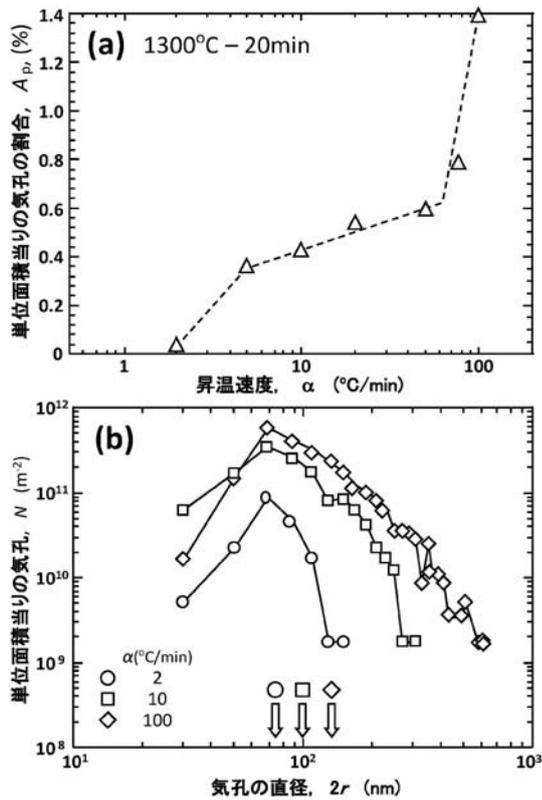


図8 1300°C-20 minの条件でSPS処理したスピネルの(a)単位面積当りの残留気孔 A_p と(b)サイズ分布の昇温速度 α 依存性⁽²³⁾.

す。今回スピネル中に観察された気孔サイズの分布は、可視光の波長域に多く分布していることが分かる。 T_{in} の $2r$ 依存性と残留気孔組織を比較すると、 $T_{in,550}$ および $T_{in,2000}$ の α 依存性は、残留気孔サイズとその密度変化と関連していることが理解できる。まず100°C/minの高速昇温では大きな気孔が残留するため $T_{in,2000}$ の減衰も顕著であるが、それ以下の昇温速度では $T_{in,2000}$ への影響は小さく、高い透過性を示す。一方、残留気孔サイズの多くは可視光の波長域に分布し、かつ昇温速度に強く依存するため、 $T_{in,550}$ も同様に強い昇温速度依存性を示すものと思われる。図5の予測は、計算の制約上単一サイズの気孔を仮定して評価したものであり、実際の結果を定量的に評価することはできない。しかし、昇温速度 α に依存した透光性と残留気孔の関係を定性的には説明出来ていると思われる。

(3) 焼結温度 T と保持時間 t の影響

$\alpha = 10^\circ\text{C}/\text{min}$ の低速で昇温した後、温度1275-1500°Cで20分間焼結して得られたスピネルの写真を図9(a)に示す⁽²³⁾。焼結温度1275°Cでは半透明であるが、僅かに25°C高い1300°Cで焼結すると、急激な透光性の改善が得られることが分かる。それ以上の温度では、1400°C以上で着色が顕著となり、1500°Cで不透明となる。上記サンプルの $T_{in,550}$ と $T_{in,2000}$ の測定結果を図9(b)に示す⁽²³⁾。昇温速度の場合と同様、焼結温度 T も T_{in} に強く影響することが分かる。赤外域の透光性 $T_{in,2000}$ の T 依存性は比較的小さく、いずれの条件でも $T_{in,2000} \approx 70\%$ の高い値を示す。これに対し、可視

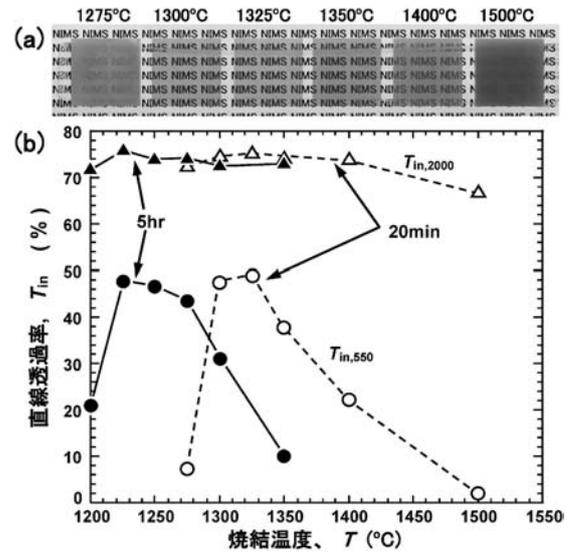


図9 スピネルの直線透過率 T_{in} に対するSPS温度 T の影響。(a)種々の温度で20分間焼結したスピネル(テキストより1 cm上に配置)と(b)直線透過率($T_{in,550}$, $T_{in,2000}$)と焼結温度 T および時間 t の相関⁽²³⁾.

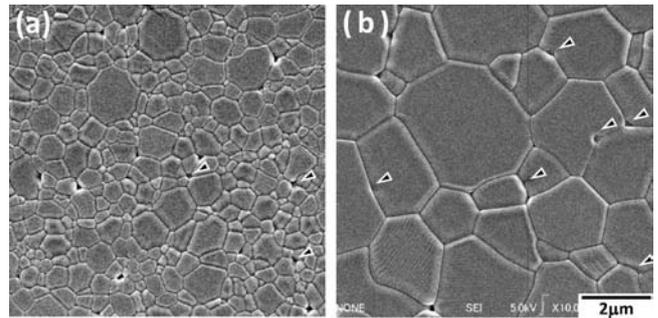


図10 10°C/minで低速昇温し(a)1350°Cおよび(b)1500°Cで20 minのSPS処理したスピネルのSEM像⁽²³⁾.

光域の $T_{in,550}$ は T に強く依存し、1300°C近傍の僅かな温度域で $T_{in,550} \approx 50\%$ のピーク値を示す。

焼結時間を長くしても顕著な改善は期待できない。図9(b)に5 h焼結した場合の $T_{in,550}$ と $T_{in,2000}$ もプロットした。 $T_{in,550}$ のピーク位置が低温度側にシフトするだけで、 $T_{in,550}$ と $T_{in,2000}$ の上限値は、20 min焼結の場合と大差が無い。1300°C以上の場合、焼結時間を長くすると、 $T_{in,550}$ は逆に低下することが分かる。これは、組織変化と密接に関連している。

図10に種々の焼結温度で得られたスピネルのSEM写真の一例を示す⁽²³⁾。高温もしくは長時間焼結すると、粒径の急激な増加を引起し、1500°C-20 minでは1 μm 以上にも粗大化する。一方、残留気孔は、焼結温度あるいは時間とともに密度自体は減少傾向を示すものの、粒成長にともなう合体・凝集によるサイズの増加が認められる。また、粗大粒組織の場合には、微細な第2相の析出も観察された(三角印)⁽²³⁾。高温もしくは長時間焼結では、このような粒成長に伴う気孔

の合体・凝集が透光性の低下を引起す原因となる⁽²³⁾。

(4) パルス通電の効果

スピネルに対する通電効果を検討するため、同様の熱履歴条件でHP処理を行い、SPSの結果と比較した。ここではサンプル温度が同じとなるよう、あらかじめ制御温度とサンプル温度の補正を行っている。

結果は図11(a)から明らかのように、SPSおよびHP処理中の収縮曲線はほぼ重なることが分かる⁽⁴¹⁾。また、図11(b)の透光性についても、ほぼ同等の結果が得られた。 T_{in} は残留欠陥に極めて敏感であることから、SPSおよびHP処理材の透光性の相違は実験誤差と見なせ、いずれも同等の密度が得られていると結論出来る⁽⁴¹⁾。この結果は、スピネルに関しては議論されているような通電/放電効果は無い、仮にあったとしても無視できる程小さいことを示唆している。

透光性を発現するようなバンドギャップが大きい絶縁性を有する材料の場合、基本的には負荷した電流はサンプルに流れることはなく、ダイスを通電することが理論計算でも報告されている⁽⁴²⁾。但し、通電効果の可能性を示唆するような事例もイットリア(Y_2O_3)で報告⁽²⁶⁾されており、高温時のイオン伝導性等が寄与する可能性が指摘されている。

(5) 荷重条件の影響

上述の通り、低速昇温すると確かに透光性多結晶セラミックスが容易に得られる。ただし、低速昇温ではトータルの焼結処理に長時間を有し、SPS法の最大のメリットである高

速焼結が損なわれる。また、焼結挙動と透光性のいずれもHP法と大差はなく、SPS法で期待されるような通電効果も皆無であることから、同手法を利用するメリットが見出せない。SPS法を利用する上では、やはりその特徴である高速昇温を最大限に活用する手法が望まれる。

そこで重要となるのがSPS中の荷重制御である。SPSの場合、昇温前に所定の全荷重を付加し、焼結中これを維持するプロセスが広く用いられる。しかし、荷重条件を僅かに変えるだけで透光性を顕著に改善できることが分かってきた⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾⁽¹⁹⁾⁽⁴³⁾⁽⁴⁴⁾。図12は、 $100^\circ\text{C}/\text{min}$ で 1300°C まで高速昇温し、20 min 保持して得られたスピネルで、昇温中に焼結荷重の負荷開始温度を $1000\text{--}1300^\circ\text{C}$ の範囲で変化させたものある⁽²⁵⁾。図12(b)の T_{in} と荷重負荷温度の相関から分かるように、焼結の温度履歴は同じでも負荷温度を単に変化させるだけで、 T_{in} は著しく変化し、高温負荷する程大きな T_{in} が得られる。ただし、更に高温の 1400°C で荷重負荷すると T_{in} の低下を招く結果となるため、闇雲に高ければ良い訳ではない。

高温負荷において焼結性が改善される理由は、昇温中の焼結組織形成と密接に関連すると考えられる。図13は、室温負

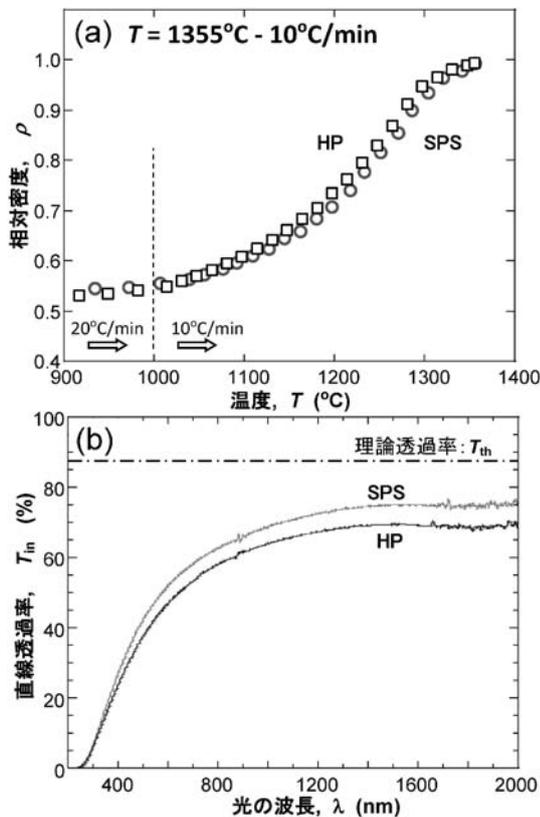


図11 SPSとHPで焼結したスピネルの(a)収縮挙動と(b)直線透過率 T_{in} の比較⁽⁴¹⁾。

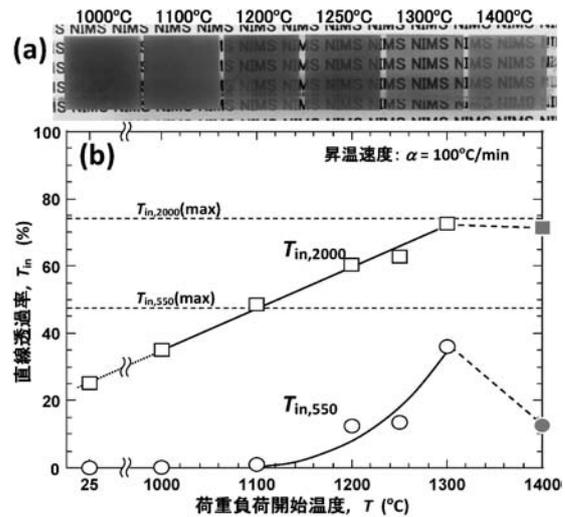


図12 スピネルの透光性に対する荷重負荷温度依存性：(a)種々の温度で荷重負荷したスピネルの写真と(b)その直線透過率 T_{in} ⁽²⁵⁾。 $T_{in,550(max)}$ と $T_{in,2000(max)}$ は、低速昇温 $\alpha=10^\circ\text{C}/\text{min}$ で得られた可視および赤外光の最高値⁽²²⁾。

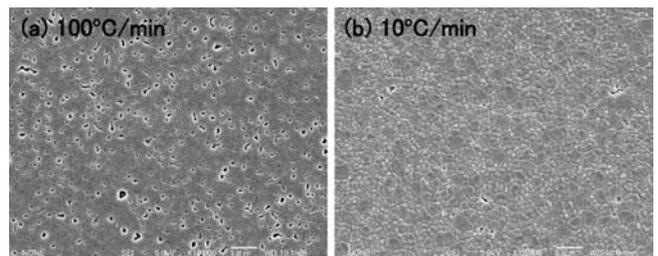


図13 (a) $\alpha=100^\circ\text{C}/\text{min}$ および(b) $10^\circ\text{C}/\text{min}$ で 1300°C まで昇温し、保持時間無しで中断試験したスピネルのSEM像⁽²³⁾。

荷した後、100°C/minと10°C/minで1300°Cまで昇温し、試験を中断した際の組織である⁽²³⁾。前者では大きな閉気孔が数多く形成されているのに対し、後者ではサイズ、密度ともに大幅に減少しており、ほぼ焼結が完了している。当然、高温で保持される時間が長いことも影響すると思われるが、高温荷重した場合の組織も後者と同様な特徴を呈す⁽⁴¹⁾ことから、時間だけの影響では説明できない。一般的に、焼結はネックの形成・成長、開気孔チャンネルを介しての気孔の消失、閉気孔の消失の初期・中期・後期、3つの過程で説明される⁽⁴⁵⁾。高緻密化を実現するには、後期の段階で微細な閉気孔とすることが求められる。図13(a)のような大きな閉気孔が材料中に一旦形成されると、その後の高温あるいは長時間の焼結でも排除することは容易ではない。それは、粒成長も促進されるため、気孔が粒成長の過程で粒内に閉じ込められたり、合体・凝集による粗大化が起るためである。

荷重制御による透光性の改善はスピネル⁽²⁵⁾⁽⁴³⁾に加え、MgO⁽¹⁹⁾、Al₂O₃⁽⁴⁴⁾、Lu₂O₃⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾などでも報告されており、他の材料への適用も期待できる。残念ながら、透光性に関しては僅かながら室温荷重した後、低速昇温したスピネルで最も高い T_{in} が得られている⁽²⁵⁾。しかし、前述の通り T_{in} は極めて微量な残留欠陥にも強く依存することから、密度の相違は僅かであると思われる。したがって、高温荷重荷重は、微細な残留欠陥に対する依存性が小さいその他の機能性あるいは構造用セラミックスへの応用は可能であると思われる。

6. SPS法を用いた透光性材料創成の課題

低速昇温 SPS 法で透光性スピネルを創製できたが、HIP材の T_{in} ⁽³⁵⁾に比べると、特に可視光域で大きく劣っている。上述の通り、多結晶材料の透光性を支配する重要因子は残留気孔であり、そのサイズおよび密度の更なる低減が不可欠であるが、それだけでは必ずしも説明できない。図14は、スピネルで種々の SPS 条件で得られた単位断面あたりの気孔密度 A_p と T_{in} の関係を示したものである⁽²³⁾⁽⁴⁶⁾。 A_p の低下に伴い可視・赤外光いずれの T_{in} も一定の値を境に改善されるが、それ以降は A_p の低下するにも拘らず飽和傾向を示す。残留気孔のみが透過率 T_{in} の支配要因であれば、 T_{in} は点線で示すように A_p の低下に伴い理論値(T_{th} ⁽³⁴⁾)付近まで回復するはずである。

そうならない理由として、SPS 処理材における着色の影響が指摘されている。HIP と SPS の違いは、加熱方法のみで、これを除けばグラファイトダイスを使用して減圧中で加圧焼結をする点では大きな相違は無い。しかし、着色に関しては、HIP 処理材に比べ、SPS 処理材の方が顕著となる傾向を示す。着色の要因としては、ダイス由来のカーボンコンタミネーションや減圧焼結により生成される酸素欠損が理由として挙げられる。

これらの要因を評価するため、現在分光法を用いた評価を進めている。図15は、種々の昇温速度で SPS 処理したスピネルのラマンスペクトルである⁽²⁹⁾⁽⁴⁶⁾。スペクトルには、スピネルに特徴的なピークの他に、1350と1600 cm⁻¹付近にブロードなピークが観察され、カーボンの D および G バン

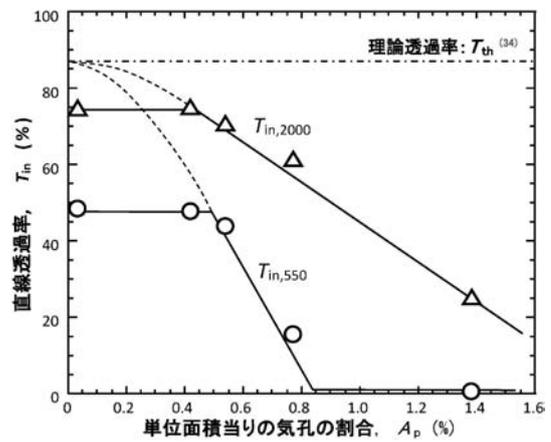


図14 単位面積当りの残留気孔と $T_{in,550}$ および $T_{in,2000}$ の相関⁽²³⁾⁽⁴⁶⁾。

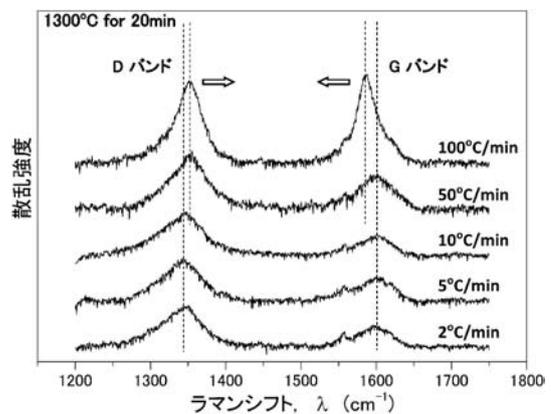


図15 種々の昇温速度 α で SPS 処理したスピネルのラマンスペクトル⁽²⁹⁾⁽⁴⁶⁾。

ドに対応することが分かった。2つのピークは、高速昇温する程強く、かつシャープになる傾向を示す。更に、そのピーク位置が矢印で示したように僅かにシフトし、SPS に使用したカーボンダイスやペーパーのピーク位置と一致することが分かった。この傾向は、焼結温度に依存せず、高速昇温になる程、低温荷重荷重になる程顕著になる⁽⁴⁶⁾。また、酸素欠損についても電子スピン共鳴法(ESR)を用いた評価を進めており、酸素欠損に起因すると思われるシグナルが SPS パラメーターに依存する傾向も確認されている⁽⁴⁶⁾。これら分光法により得られた結果について今後さらに評価を進め報告する予定であるが、これら2つの因子が着色の要因となり、光の散乱・吸収源となっていることが予想される。

7. おわりに

高速焼結法として期待される SPS 装置でも、昇温速度 α を10°C/min程度まで小さくすると、比較的低温1300°Cおよび短時間焼結で透光性スピネルの作製が可能となり、可視および赤外光域でそれぞれ $T_{in,550} \approx 50\%$ と $T_{in,2000} \approx 70\%$ の直線透過率を実現できた。これは、光の散乱源となる焼結体中の残留気孔密度とサイズを小さくでき、微細粒組織の緻密体を得られたためである。SPS 法の最大の特徴である高速昇

チタン合金のマルテンサイト変態

金 熙 榮*

1. はじめに

チタン合金は高い比強度、耐食性、耐熱性などの優れた特性を合わせ持つため、航空・宇宙、自動車、電力・化学プラント、医療・福祉などの幅広い分野で使用されている⁽¹⁾。その中で、準安定 β 型チタン合金は加工性に優れ、低ヤング率と高強度が両立できることから人工骨・インプラントなどの生体材料として注目を浴びてきた⁽²⁾。準安定 β 型チタン合金は組成の制御により、形状記憶効果・超弾性が発現することから、構成元素として人体に対する毒性やアレルギー性のある元素を含まない新しい生体用形状記憶・超弾性合金としても開発が進められてきた。これまでに、Ti-Nb-Sn⁽³⁾、Ti-Nb-Al⁽⁴⁾、Ti-Mo-Sn⁽⁵⁾、Ti-Mo-Ga⁽⁶⁾、Ti-Nb-Ta-Zr⁽⁷⁾、Ti-V-Fe-Al-N⁽⁸⁾、Ti-Nb-Zr-Sn⁽⁹⁾など多数の合金系で形状記憶効果および超弾性が報告されている。著者らはTi-Nb合金を中心としてマルテンサイト変態について系統的な研究⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾を行い、Ti-Nb-O⁽¹³⁾、Ti-Nb-N⁽¹⁴⁾、Ti-Nb-Zr⁽¹⁵⁾、Ti-Nb-Ta⁽¹⁶⁾、Ti-Nb-Pt⁽¹⁷⁾、Ti-Nb-Mo⁽¹⁸⁾など生体に安全な元素のみで構成された様々な超弾性合金を報告した。また、Ti-Nb合金に酸素・窒素などの侵入型元素を添加すると様々な特異な現象が現れることを見出した⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾。その中で最も興味深い現象は酸素添加によるナノメートルサイズのドメイン(格子変調構造)の形成である。本稿では、Ti-Nb合金を中心とし、形状記憶効果および超弾性の起源となるマルテンサイト変態について紹介する。また、Ti-Nb合金のマルテンサイト変態温度および超弾性特性に及ぼす添加元素の効果について述べる。次に、酸素誘起ナノドメインの起源とナノドメイン構造がチタン合金の物性に及ぼす影響について紹介する。最後に準安定 β 型チタン合金に不可避免的に現れる ω 相が変態・変形に及ぼす影響について述べる。

2. Ti-Nb合金のマルテンサイト変態および超弾性特性

Ti-Nb合金の二元状態図を図1に示す。BCC構造の β 相とHCP構造の α 相が平衡相であり、 β 相から急冷するとマルテンサイト変態が起こる。マルテンサイト相の結晶構造はNb濃度により異なり、Nb濃度が約7at%より少ないと六方晶の α' 相に7at%以上で斜方晶の α'' 相に変化する。マルテンサイト相も母相の構造を引継ぎ不規則構造である⁽²¹⁾。 β 相から α'' 相へのマルテンサイト変態開始温度(M_s)はNb濃度の増加に伴い単調に低下し、Nb濃度が25at%で室温付近になる。一方、Taは変態温度に及ぼす影響がNbより弱く、Ti-Ta二元合金の場合Ta濃度が合金約38at%の添加で M_s が室温付近になる⁽²²⁾。Moは変態温度に及ぼす影響が強く、約5at%の添加でTi-Mo合金の M_s が室温以下になる。

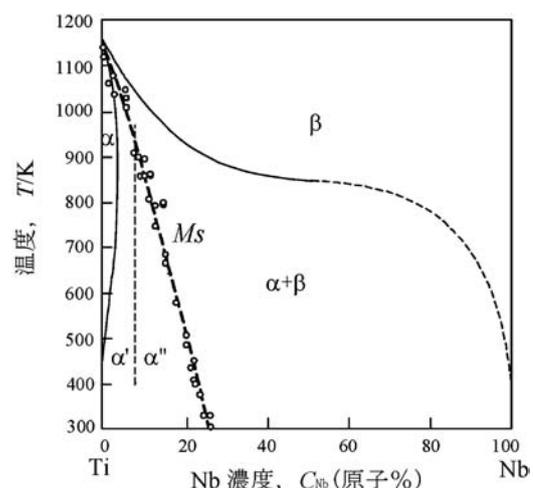


図1 Ti-Nb合金の状態図とマルテンサイト変態温度のNb濃度依存性。

* 筑波大学数理物質系物質工学域；准教授(〒305-8573 つくば市天王台 1-1-1)
Martensitic Transformation of Ti-base Alloys; Hee Young Kim (Division of Materials Science, University of Tsukuba, Tsukuba)
Keywords: Ti alloys, martensitic transformation, superelasticity, shape memory alloy, lattice modulation, omega phase
2013年11月5日受理[doi:10.2320/materia.53.11]

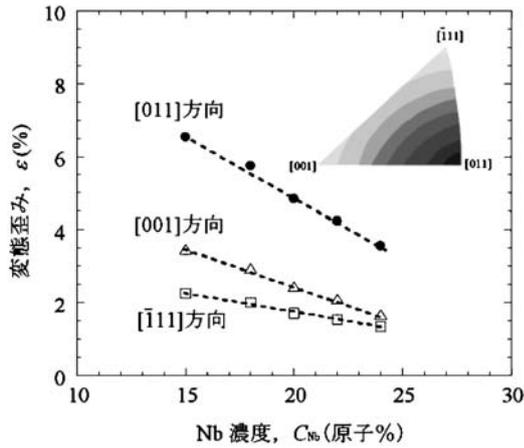


図2 変態歪みの Nb 濃度依存性および方位依存性.

β 相から α' 相へのマルテンサイト変態は(1)母相の{112}面の $\langle 111 \rangle$ 方向への剪断変形, (2)母相の{110}面が1原子面おきに $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ 方向へずれる{110} $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ のシャフリングと表される. このような格子変形により変態歪みは図2に示すように, [011]方向で最も大きく, [001]または $[\bar{1}11]$ に近づくと小さくなる⁽²³⁾⁽²⁴⁾. 各方向の変態歪みは Nb 濃度の増加に伴い減少し, 室温で超弾性を示す組成では[011]方向でも3%以下になってしまう. Ti-Nb 合金で大きな超弾性歪みを得るためには Nb 濃度を減少させる必要がある. しかし, Nb 濃度を減少させるとマルテンサイト変態温度が上昇し室温で超弾性を示さない. そのため超弾性回復歪みを大きくするためには, 変態歪みを減少させずに変態温度を低下させる元素の添加が望まれる. これまでに Ta, Mo, Zr, Sn, Alなどを添加した様々な多元系合金が開発されてきたが, 各添加元素が変態温度および変態歪みに及ぼす影響を系統的に調べた研究は少ない.

変態温度が同程度であり室温で超弾性を示す Ti-27Nb および Ti-22Nb-7Ta, Ti-22Nb-6Zr などの多元系合金のサイクル試験から得られた応力-歪み曲線を図3に示す. Ti-27Nb の場合, 最大回復歪みは2.0%で, 弾性歪みを除いた超弾性回復歪みは1.2%と小さいことが分かる. このように超弾性回復歪みが小さい原因はマルテンサイト変態歪みが小さいことと永久歪みが導入されるすべり臨界応力が低いためである. 加工熱処理によりすべり変形応力を上昇させ超弾性回復歪みの増加が可能⁽²⁵⁾⁽²⁶⁾である. しかし, 変態歪みは母相とマルテンサイト相の結晶構造と格子対応に依存するため加工熱処理では大きく変化しない. 図3に示すように Zr, Mo, Pt などの添加は超弾性回復歪みを増加させるが, Ta の添加は超弾性回復歪みに大きな影響はない. これは各添加元素がマルテンサイト変態温度および変態歪みに与える効果が異なるためである. 図4に Ti-Nb 合金のマルテンサイト変態温度と[011]方向の変態歪みに及ぼす Zr および Ta 添加の効果を示す. 添加元素1at%あたり Zr は35 K, Ta は30 K 程度マルテンサイト変態温度を低下させる. また, [011]方向の変態歪みは1at% Zr あたり0.13%, 1at% Ta あたり

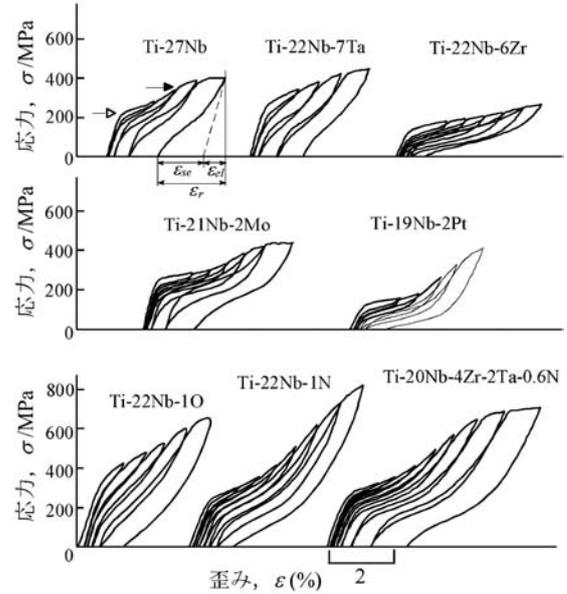


図3 Ti-Nb 合金の超弾性特性に及ぼす添加元素の効果.

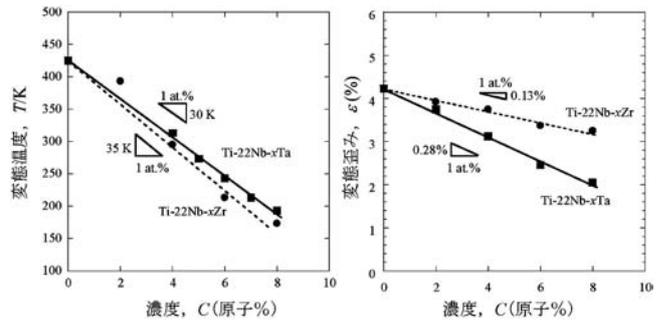


図4 マルテンサイト変態開始温度および変態歪みの組成依存性.

0.28%の比率で減少する. 一方, 図1および図3に示したように Ti-Nb 二元合金の場合, Nb 濃度が22~27 at%の組成範囲で, Nb は1 at%あたり変態温度を40 K低下させ, [011]方向の変態歪みを0.34%減少させる. これらの結果から各添加元素が変態温度の低下に及ぼす効果は Nb > Zr > Ta の順で, 変態歪みの減少に及ぼす効果は Nb > Ta > Zr の順であることが分かる. 特に Zr は変態温度を低下させる効果が Nb に匹敵するが, 変態歪みの減少に与える効果が Nb の半分以下である. 即ち, 変態温度を保つ条件で Nb の代わりに Zr を添加すると変態歪みが大きい超弾性が得られる. 一方, Ta の添加は Nb に比べて変態温度を下げる効果より変態歪みを小さくする効果が大きいので, 超弾性特性の改善は期待できないことが分かる. Mo も変態温度を低下させると共に変態歪みを減少させる. Ti-Nb-Mo 三元合金において Ti-19Nb-1Mo および Ti-16Nb-2Mo が Ti-22Nb と類似な逆変態終了温度を示すこと⁽¹⁸⁾から, 1 at% Mo 添加による変態温度の低下は Nb 濃度を3 at%増加させる効果と等価であることが分かる. 変態歪みは $-0.89\%/1 \text{ at}\% \text{ Mo}$ の傾きで低

下し 3 at%Nb 増加による効果よりは少ない。従って、変態温度を同じに保ちながら Nb を Mo に置換すると変態歪みは増加することになる。Pt も変態温度を低下させると共に変態歪みを減少させるが、変態歪みは Nb の 3 倍減少させるのに対し、変態温度は Nb の 4 倍低下させる⁽¹⁷⁾。そのため、8Nb を 2Pt に置換すると変態温度が変わらず変態歪みは増加する。以上のことから、図 3 に示したように Zr, Mo, Pt 添加による超弾性回復歪みの増加は変態歪みの増加に起因することが分かる。

図 3 から分かるように侵入型元素の添加は超弾性特性の改善に 2 つの側面でも有効である。まず、代表的な侵入型元素である O, N は 1 at%あたり 160-200 K 程度変態温度を低下させるため、超弾性を示す Nb 濃度が低下し変態歪みが大きくなる。また、O および N の添加は固溶強化によるすべり臨界応力を大きく上昇させる。最大回復歪みは Ti-22Nb-1O 合金が 2.7%, Ti-22Nb-1N 合金が 3.9% を示し、N の添加が O の添加より回復歪みが大きいことが分かった。これは N 添加材が O 添加材よりすべり臨界応力が高く、マルテンサイト変態誘起応力が低いためである。さらに、Ti-20Nb-4Zr-2Ta-0.6N 合金は N と Zr の両方の効果により、回復歪み 4% 以上の優れた超弾性を示した⁽²⁷⁾。また、N 添加はくり返し変形特性の安定化にも有効である⁽¹⁴⁾。

3. 格子変調およびナノドメイン構造

前述のように酸素・窒素などの侵入型元素の添加はすべり臨界応力を大きく上昇させ超弾性特性の改善に非常に有効である。一方、侵入型元素を添加した準安定 β 型 Ti 合金は応力ヒステリシスが非常に小さく、冷却だけではマルテンサイト変態が起こらないことなど様々な特異な現象が報告されている⁽²⁰⁾。我々は酸素などの侵入型元素が添加された準安定 β 型 Ti 合金の特異な変態・変形挙動は侵入型原子が試料内部に作り出すナノメートルサイズの格子変調ドメインが原因であることを報告した⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾。

(1) 酸素誘起ナノドメイン

図 5 に Ti-26Nb-(0, 0.3, 1.0)O 合金の β 相の [001] 方向から得られた回折図形を示す⁽⁴⁹⁾。いずれの試料も β 相からの基本反射に加えて $\left\{h + \frac{1}{2}, k + \frac{1}{2}, 0\right\}$ の位置の超格子反射と $\langle \xi \xi 0 \rangle$ 方向へのストリーク (散漫散乱) が確認できる。超格子反射と散漫散乱の強度は酸素添加量の増加にともない強くなること分かる。この超格子反射は横波型 $\{110\}_{\beta} \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\beta}$ 格子変調に起因し、それは図 6 に示すようにマルテンサイト変態に伴うシャフリングに対応している⁽²⁰⁾。また、図 5 の下段に示すように超格子反射のスポットから暗視野像をとると 2~5 nm の領域 (ドメイン) が酸素添加材の β 相中に確認できる。このような母相中の格子変調は Ti-Ni⁽²⁸⁾⁽²⁹⁾, Ni-Al⁽³⁰⁾, Cu-Al-Ni⁽³¹⁾, Ti-Al-Nb⁽³²⁾ などの形状記憶合金において、マルテンサイト変態の前駆現象とともに報告されてい

る。

ナノドメインの起源について考察する。内部摩擦⁽³³⁾および EXAFS の実験結果⁽³⁴⁾から酸素は BCC 構造の β 相の八面体空隙に存在すると推察される。図 7 に BCC 構造での 3 種類の八面体空隙を示す。八面体位置に侵入した酸素は隣接原子を押し広げ弾性応力場を生み出す。例えば A サイトの酸素は [001] 方向に最も大きな歪みを発生させる正方対称性を

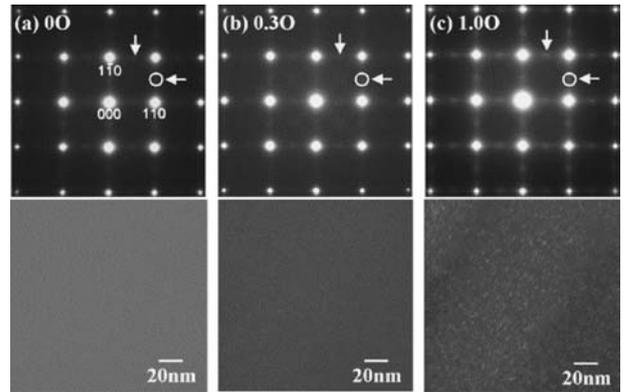


図 5 Ti-Nb-O 合金の回折図形および超格子反射の暗視野像。

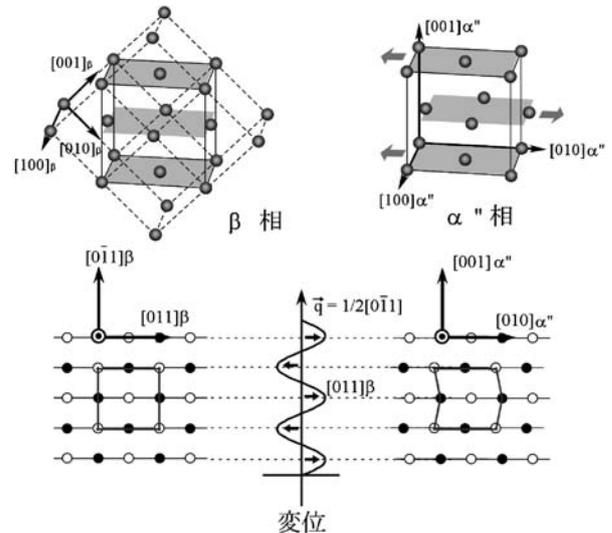


図 6 β 相中の格子変調とマルテンサイト相のシャフリングの対応。

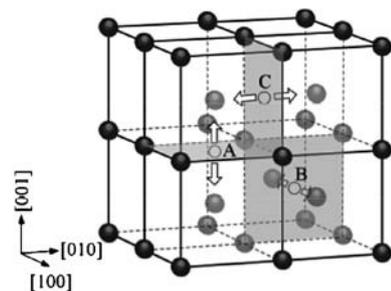


図 7 BCC 構造での 3 種類の八面体空隙位置。

有する弾性歪みを生み出す。同様に B サイトの酸素は[100]、C サイトの酸素は[010]方向に大きな応力を発生する。我々はマルテンサイト変態のシャプリングモードに対応する格子変調によりこの弾性エネルギーが緩和できることを提案した。図 8 に 6 つのマルテンサイトバリエーションに対応するシャプリングモードを示す。V1 のシャプリングが生じると最隣接原子間の距離が長くなり、[001]方向への弾性歪みが緩和できる。同様に V2~V4 のシャプリングモードも[001]方向への弾性歪みを緩和できるが、V5 および V6 は[001]方向の弾性歪みを緩和できない。一方、[100]方向の弾性歪みは V3~V6 のシャプリングモードにより、[010]方向の弾性歪みは V1, V2, V5, V6 のシャプリングモードにより緩和できる。各八面体空隙のサイトは等価であるため酸素はランダムに分布することが考えられる。そのためナノドメインバリエーションもランダムに形成されることが考えられる。様々な方向からの回折図形を系統的に調査した結果、6 種類全てのナノドメインバリエーションが均一に分布していることが明らかになった⁽²⁰⁾⁽³⁵⁾。

$\{110\}_\beta \langle 1\bar{1}0 \rangle_\beta$ 格子変調の発現は準安定 β 型 Ti 合金の小さいせん断弾性定数 c' ($= (c_{11} - c_{12})/2$) に起因する。 c' は $\{110\}$ 面の $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ 方向へのせん断変形に対する抵抗力に関係する。マルテンサイト変態温度付近で母相の c' は非常に小さく、シャプリングに対して非常に不安定である。このような TA モードの軟化や弾性定数の低下はマルテンサイト変態の前駆現象として多数の BCC 構造の形状記憶合金において観測されている。このような系において、 $\{110\}_\beta \langle 1\bar{1}0 \rangle_\beta$ 格子変調は酸素の侵入による弾性歪みを緩和するために非常に有利である。即ち、酸素による正方対称性の応力場は局所的に優先バリエーションの $\{110\}_\beta \langle 1\bar{1}0 \rangle_\beta$ 格子変調を誘発する。これが酸素誘起ナノドメインの起源であると考えられる。

(2) ナノドメインが変態・変形挙動に及ぼす影響

前述のように酸素は局所的にはマルテンサイト変態に有利な格子変調を誘発するが、マクロ的なマルテンサイト変態を抑制する。例えば、マルテンサイト変態温度が 378 K の Ti-23Nb に酸素を 1 at% 添加すると冷却のみでは変態が起らなくなってしまう。これは酸素の侵入位置がランダムであることに起因する。ある一つの酸素とその周辺格子のみを考慮

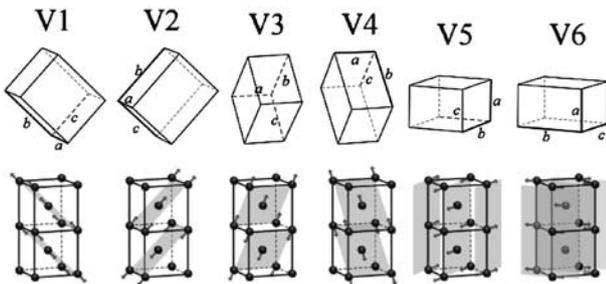


図 8 マルテンサイトバリエーションに対応するシャプリングモード。

すると、酸素が発生させる応力場を緩和するように特定の優先ナノドメインが誘起する。ナノドメインの形成は局所的にはマルテンサイト変態に有利であるが、ランダムに侵入した酸素原子によって 6 つのバリエーションのナノドメインがランダムに均一に形成され、互いの成長を抑制しあう。すなわち、各バリエーションは異なるナノドメインの成長に対して、局所的な障壁として働く。そのため、特定のバリエーションのナノドメインのみが成長することは無く、冷却だけではマルテンサイト変態が起こらないと考えられる。

ナノドメインの形成は変形挙動にも大きな影響を及ぼす。図 9 に Ti-26Nb-(0~1)O 合金の応力-歪み曲線を示す。Ti-26Nb では明瞭な 2 段階降伏およびヒステリシスを伴う超弾性が確認できる。1 段階目降伏は応力誘起マルテンサイト変態に起因する。マルテンサイト誘起応力に達した後、ほぼ一定の応力でマルテンサイト変態が進行するプラトー領域が存在する。酸素濃度の増加とともに 1 段階目の降伏が不明瞭になり、プラトー領域がなくなる。Ti-26Nb-1O 合金の場合は見かけの降伏応力に達する以前からフックの法則からはずれた非線形な変形挙動を示している。即ち、酸素濃度の増加に伴いヒステリシスループがスリムになる。応力負荷下その場 X 線回折測定の結果を図 10 に示す。Ti-26Nb 合金の場合変形前は母相のみのピークが確認できるが、1 段階目降伏

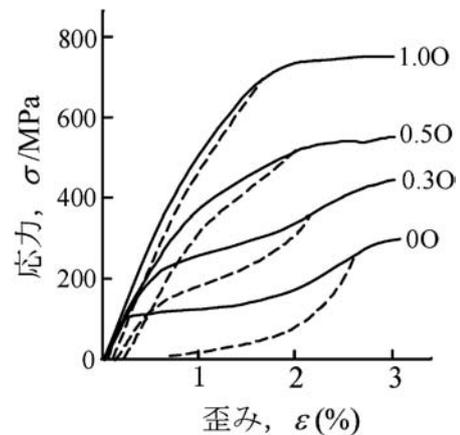


図 9 Ti-26Nb-(0~1)O 合金の応力-歪み曲線。

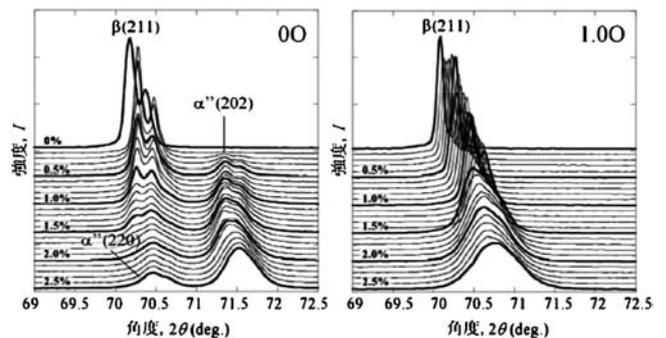


図 10 Ti-26Nb および Ti-26Nb-1O 合金の引張その場 X 線回折測定結果。

に対応する $\varepsilon = 0.2\%$ でマルテンサイト相の $\{202\}$ ピークが出現する。また歪みの増加に伴い母相のピークは弱くなり、マルテンサイト相のピークは強くなるがその際に角度の変化は殆どない。このことは Ti-26Nb 合金における応力誘起相変態が一次であることを示唆している。一方、Ti-26Nb-10 合金は母相と区別できるマルテンサイト相のピークは確認できず、母相のピークがブロードになりながら高角側にシフトしているように見える。このことは酸素濃度の増加に伴いマルテンサイト変態が一次から二次的に変化することを示唆する。この現象もナノドメインの概念で説明できる。前述のように酸素の形成する局所的な応力場のため無応力下において、6つのバリエーションのナノドメインが均一に存在する。応力が加えられると応力の緩和にもっとも有利なナノドメインが成長するが、他のナノドメインバリエーションの存在によりその成長は抑制されるため、徐々に成長していくと考えられる。またナノドメインの成長に伴い構造はマルテンサイト相へ近づき格子変形歪みは大きくなると考えられる。応力負荷による優先ナノバリエーションの成長はその場 TEM 実験⁽²⁰⁾によっても確認できている。荷重を取り除くと、成長したナノドメインバリエーションは他のドメインからの弾性応力のため元の状態に戻ることで形状回復が起こる。

(3) ゴムメタルのインバー挙動

ゴムメタルは優れた機械的特性と様々な特異な現象を示すことから注目を浴びてきた。我々はゴムメタルにもナノドメインが存在し、ゴムメタルの非線形弾性挙動やインバー挙動などの特異な物性は酸素誘起ナノドメインで説明できることを提案した。図11に代表的なゴムメタル組成の Ti-23Nb-2Zr-0.7Ta-1.2O 合金の熱膨張挙動を示す。圧延材の場合は、RD 方向では非常に小さい負の熱膨張率を示すが、TD 方向では通常の Ti 合金と同程度の正の熱膨張率を示す。焼鈍材では異方性がなくなり RD および TD 方向において圧延材の TD 方向と同程度の熱膨張率を示す。圧延材および焼鈍材

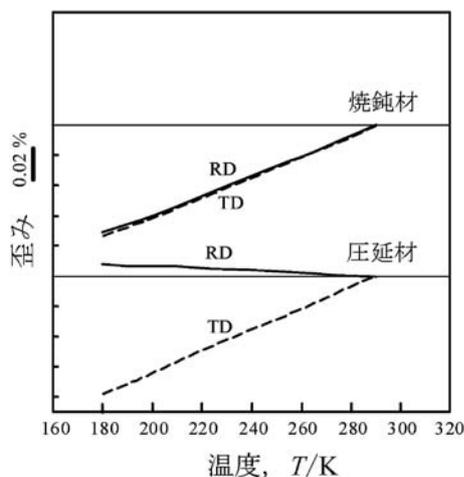


図11 Ti-23Nb-2Zr-0.7Ta-1.2O 合金圧延材および焼鈍材の熱膨張挙動。

材の集合組織は $\{001\}\langle 110 \rangle$ と同じであるため、as-rolled 材における熱膨張挙動の異方性は集合組織によるものではない。圧延材の RD 方向のみでインバー挙動を示すことから、冷間加工による組織変化や内部応力が特異な熱膨張挙動の原因として考えられる。図12(a)(b)にナノドメインバリエーション V5 および V6 の暗視野像を示す。いずれの暗視野像からも数ナノメートルサイズのドメインが分布し、そのサイズや分布状態には大きな差がないことが分かる。しかし、図12(c)(d)に示すように圧延材ではナノドメインバリエーション V6 に対応するピーク強度が強くなり、ドメインのサイズも大きくなっている。一方、圧延材でも V5 に対応するドメイン構造は確認できている。圧延の状況では RD 方向に引張応力、ND 方向に圧縮応力がかかる。ゴムメタルは圧延加工により強い $\{001\}\langle 110 \rangle$ 加工集合組織を形成しているため、圧延により導入された応力場を緩和するバリエーションとしては、ND に縮み、RD に伸びるものが形成される。格子の対応を考えると、ナノドメインバリエーション V6 は圧延による RD 方向の応力場を緩和するのにもっとも有利である。V6 の成長は ND 方向に負の歪みを発生し、RD 方向には正の歪みを発生する。それに対して V5 の成長は ND 方向には負の歪みを発生するが、RD 方向の歪みには殆ど影響がない。温度が低下するとマルテンサイト変態の駆動力は大きくなるため、優先バリエーションの V6 は成長し、正の歪みを発生する。このことから、ゴムメタルにおけるインバー挙動は圧延時に導入された優先バリエーションのナノドメインによる歪み成分と熱膨張による格子定数変化による歪み成分が打ち消しあうことで発現したと考えられる。

4. マルテンサイト変態に及ぼす ω 相の影響

ω 相がマルテンサイト変態に及ぼす影響について、熱的

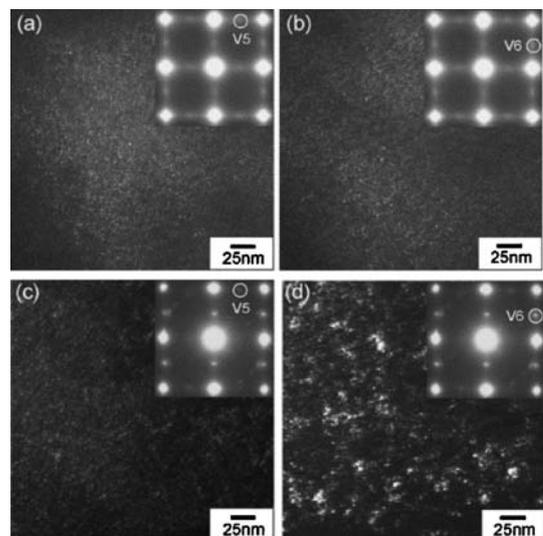


図12 Ti-23Nb-2Zr-0.7Ta-1.2O 合金焼鈍材および圧延材におけるナノドメインバリエーションの暗視野像。

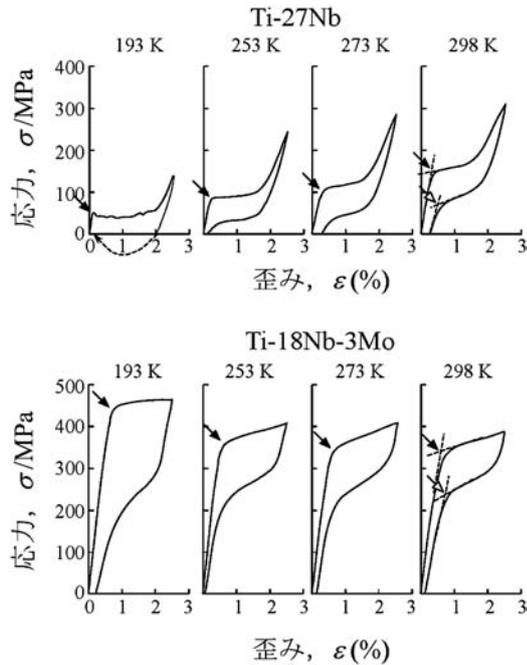


図13 応力-歪み曲線の試験温度依存性.

ω 相と非熱的 ω 相で分けて考える. 非熱的 ω 相は α'' 相と同様に熱弾性的に形成される. $\beta \rightarrow \omega$ 変態は bcc 構造の 2/3 (111) LA モードのフォノン軟化に由来することが知られている. 一方, $\beta \rightarrow \alpha''$ 変態は前述のように $\{110\}$ 面の $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ 方向へのせん断変形に対する不安定性と関連がある. $\beta \rightarrow \omega$ 変態は $\beta \rightarrow \alpha''$ 変態と競合関係にあり, $\beta \rightarrow \omega$ 変態が先に起こると $\beta \rightarrow \alpha''$ 変態を阻害する.

図13に試験温度を変えて得られた Ti-27Nb, Ti-18Nb-3Mo 合金の応力-歪み曲線を示す. いずれの合金も室温で超弾性を示すが, 異なる変形挙動の温度依存性を示す. Ti-27Nb 合金の場合は, 温度低下に伴いマルテンサイト変態誘起応力および逆変態終了応力が低下し, 233 K では形状記憶効果を示す. これは通常の形状記憶合金と同様の傾向で, クラウジウス・クラパイロンの式に従う. 一方, Ti-18Nb-3Mo 合金は試験温度の低下に伴い, マルテンサイト誘起応力が上昇する特異な挙動を示す. この現象は $\beta \rightarrow \omega$ 変態と $\beta \rightarrow \alpha''$ 変態の競合で説明できる. 即ち, 温度が低下すると $\beta \rightarrow \alpha''$ 変態の駆動力は大きくなるが, 同時に $\beta \rightarrow \omega$ 変態が進み, $\beta \rightarrow \alpha''$ 変態を抑制する効果も強くなる. そのため β 相安定化元素が少ない Ti-18Nb-3Mo 合金の場合は試験温度の低下に伴いマルテンサイト変態を誘起する応力が上昇する. また, Ti-18Nb-3Mo 合金は無応力下でどこまで冷却してもマルテンサイト変態が現れない. 一方, 逆変態終了応力は温度低下に伴い低下する傾向を示す. その結果, 試験温度の低下に伴い超弾性の応力ヒステリシスループは大きくなる. 即ち, 準安定 β 型 Ti 合金における超弾性は非熱的 ω 相を含む β 相の応力誘起マルテンサイト変態として考察する必要がある. β 相のマルテンサイト変態に伴い, ω 相はどうかは興味深い. 引張その場 XRD 実験結果⁽³⁶⁾により ω 相も β 相とともに α'' 相へ変態したと考えられる. 高分解能電子顕微

鏡像の観察結果からも α'' 相の内部では ω 相は存在しないことが報告⁽¹¹⁾されている. しかし, $\omega \rightarrow \alpha''$ 変態およびその逆変態に関する詳細なメカニズムについては不明な部分が多く興味深い研究対象である.

非熱的 ω 相はマルテンサイト変態誘起応力を上昇させ, またヒステリシスを大きくするため超弾性特性の劣化につながる. β 相安定化元素として Nb の代わりに Mo や Zr を添加すると, 超弾性組成での格子変形歪みが大きくなるため回復歪みが大きくなる. しかし, Nb 濃度の減少は非熱的 ω 相の形成を促進させる. 一方, Al および Sn の添加は非熱的 ω 相の抑制に非常に有効である.

熱的 ω 相は時効 ω 相とも呼ばれ, 373-573 K の温度範囲で形成されやすいが, β 相安定化元素の量が少ないと室温でも形成されることが報告されている. 熱的 ω 相の形成は変態温度の低下や試料の脆化を招くため避けられるが, その一方で微細に分散させることで超弾性特性の改善に利用できる場合もある. β 型 Ti 基形状記憶合金は主に生体用超弾性合金として開発が進められてきたが, β 相安定化元素の添加量を少なくすることにより, マルテンサイト変態温度を 373 K 以上に調整可能であるため, 高温形状記憶合金の候補材料としても検討されてきた. 高温形状記憶合金としては, Ti-Nb および Ti-Mo 合金に比べ Ti-Ta 合金が有利である. それは前述のように Ta が Nb および Mo に比べ変態温度を低下させる効果が弱いため, 同じ変態温度を示す組成で比較すると Ti-Ta 合金は Ti-Nb や Ti-Mo 合金に比べ β 相安定化元素の添加量が多くなり ω 相が比較的成形しにくいためである. しかし, Ti-Ta 合金も熱的 ω 相の形成を完全に抑制できないため熱サイクルの安定性は十分ではない⁽¹⁴⁾. Al および Sn 添加は Ti-Ta 合金の熱的 ω 相を抑制し, サイクル特性の改善に有効である⁽³⁷⁾⁻⁽⁴¹⁾.

5. 終わりに

本稿では, Ti-Nb を中心とした準安定 β 型 Ti 基合金のマルテンサイト変態について紹介した. 生体に安全な元素のみで構成され優れた超弾性を示す β 型 Ti 基合金は新たな生体用機能材料として期待される. しかし, 各添加元素の役割については不明な部分が多く今後の系統的な研究が必要である. 特に製造過程で不可避免的に混入される酸素などの侵入型不純物はナノスケールの格子変調構造を生み出し, 準安定 β 型 Ti 合金の内部組織, 変態・変形挙動に様々は影響を与える. 酸素誘起ナノドメイン構造は, 超弾性合金, 低ヤング率・高強度合金, 高強度制振合金における侵入型元素の役割の解明に新たな知見を与えると期待される. また, 準安定 β 型 Ti 基合金における不可避免的脆化相である ω 相が変態・変形挙動に及ぼす影響についても詳細な研究が必要である.

最後に, 本稿の単著での執筆をお勧め頂き, 内容についてもご意見を頂戴した宮崎修一筑波大学教授に感謝申し上げます.

文 献

- (1) D. Banerjee and J. C. Williams: *Acta Mater.*, **61**(2013), 844–879.
- (2) 新家光雄: まてりあ, **52**(2013), 219–228.
- (3) E. Takahashi, T. Sakurai, S. Watanabe, N. Masahashi and S. Hanada: *Mater. Trans.*, **43**(2002), 2978–2983.
- (4) Y. Fukui, T. Inamura, H. Hosoda, K. Wakashima and S. Miyazaki: *Mater. Trans.*, **45**(2004), 1077–1082.
- (5) T. Maeshima and M. Nishida: *Mater. Trans.*, **45**(2004), 2096–1100.
- (6) H. Y. Kim, Y. Ohmatsu, J. I. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Mater. Trans.*, **45**(2004), 1090–1095.
- (7) N. Sakaguchi, M. Niinomi, T. Akahori, J. Takeda and H. Toda: *Mater. Sci. Eng. C*, **25**(2005), 363–369.
- (8) T. Furuwara, S. Annaka, Y. Tomio and T. Maki: *Mater. Sci. Eng. A*, **438**(2006), 825–829.
- (9) Y. L. Hao, S. J. Li, S. Y. Sun and R. Yang: *Mater. Sci. Eng. A*, **441**(2006), 112–118.
- (10) H. Y. Kim, Y. Ikehara, J. I. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **54**(2006), 2419–2429.
- (11) Y. W. Chai, H. Y. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **56**(2008), 3088–3097.
- (12) Y. W. Chai, H. Y. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **57**(2009), 4054–4064.
- (13) J. I. Kim, H. Y. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Mater. Trans.*, **46**(2005), 852–857.
- (14) M. Tahara, H. Y. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Func. Mater. Lett.*, **2**(2009), 79–82.
- (15) J. I. Kim, H. Y. Kim, T. Inamura, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Mater. Sci. Eng. A*, **403**(2005), 334–339.
- (16) H. Y. Kim, S. Hashimoto, J. I. Kim, T. Inamura, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Mater. Sci. Eng. A*, **417**(2006), 120–128.
- (17) H. Y. Kim, N. Oshika, J. I. Kim, T. Inamura, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Mater. Trans.*, **48**(2007), 400–406.
- (18) Y. Al-Zain, H. Y. Kim, H. Hosoda, T. H. Nam and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **58**(2010), 4212–4223.
- (19) Y. Nii, T. Arima, H. Y. Kim and S. Miyazaki: *Phys. Rev. B*, **82**(2010), 214104.
- (20) M. Tahara, H. Y. Kim, T. Inamura, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **59**(2011), 6208–6218.
- (21) T. Inamura, H. Hosoda, H. Y. Kim and S. Miyazaki: *Phil. Mag.*, **90**(2010), 3475–3498.
- (22) P. J. S. Buenconsejo, H. Y. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **57**(2009), 1068–1077.
- (23) T. Inamura, Y. Fukui, H. Hosoda, K. Wakashima and S. Miyazaki: *Mater. Trans.*, **45**(2004), 1083–1089.
- (24) H. Y. Kim, T. Sasaki, K. Okutsu, J. I. Kim, T. Inamura, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **54**(2006), 423–433.
- (25) M. Tahara, H. Y. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **57**(2009), 2461–2469.
- (26) H. Y. Kim, J. I. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Mater. Sci. Eng. A*, **438**(2006), 839–843.
- (27) M. Tahara, H. Y. Kim, H. Hosoda, T. H. Nam and S. Miyazaki: *Mater. Sci. Eng. A*, **527**(2010), 6844–6852.
- (28) Y. Murakami and D. Shindo: *Mater. Trans.*, **40**(1999), 1092.
- (29) G. D. Sandrock, A. J. Perkins and R. F. Hehemann: *Metall. Mater. Trans. B*, **2**(1971), 2769.
- (30) K. Enami, J. Hasunuma, A. Nagasawa and S. Nenno: *Scripta Metall.*, **10**(1976), 879.
- (31) K. Otsuka, C. M. Wayman and H. Kubo: *Metall. Mater. Trans. A*, **9**(1978), 1075.
- (32) X. Ren and M. Hagiwara: *Acta Mater.*, **49**(2001), 3971.
- (33) L. Yu, F. Yin and D. Ping: *Phys. Rev. B*, **75**(2007), 174105.
- (34) T. Saito, T. Furuta, J. H. Hwang, S. Kuramoto, K. Nishino and N. Suzuki: *Science*, **300**(2003), 464.
- (35) H. Y. Kim, L. Wei, S. Kobayashi, M. Tahara and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **61**(2013), 4874–4886.
- (36) Y. Al-Zain, H. Y. Kim, T. Koyano, H. Hosoda, T. H. Nam and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **59**(2011), 1464–1473.
- (37) Y. Al-Zain, Y. Sato, H. Y. Kim, H. Hosoda, T. H. Nam and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **60**(2012), 2437–2447.
- (38) F. Muhammad, H. Y. Kim, H. Hosoda and S. Miyazaki: *Scripta Mater.*, **72–73**(2007), 29–32.
- (39) P. J. S. Buenconsejo, H. Y. Kim and S. Miyazaki: *Acta Mater.*, **57**(2009), 2509–2515.
- (40) P. J. S. Buenconsejo, H. Y. Kim and S. Miyazaki: *Scripta Mater.*, **64**(2011), 1114–1117.
- (41) H. Y. Kim, T. Fukushima, P. J. S. Buenconsejo and S. Miyazaki: *Mater. Sci. Eng. A*, **528**(2011), 7238–7246.



金 熙榮

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
1998年 韓国科学技術院大学院博士後期課程修了
2001年 東北大学大学院工学研究科講師
2002年 筑波大学大学院数理工学物質科学研究科講師
2007年 現職
専門分野: マルテンサイト変態および組織制御
◎高温形状記憶合金, 生体用超弾性合金, 低ヤング率・高強度 Ti 合金の開発と組織制御に関する研究に従事。
★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

Ga-Al フラックスを用いた AlN の液相エピタキシャル成長

安達 正 芳*

1. はじめに

AlGaIn 系 LED は、GaN と AlN の混合比により、3.4 から 6.2 eV までの範囲で発光波長を選択できるため、殺菌光源や蛍光体と組み合わせた白色光源、高密度情報記録光源など、幅広い用途での使用が期待されている⁽¹⁾。この AlGaIn 系 LED の基板材料の候補として、AlGaIn との格子整合性の高さから、SiC、GaN、および AlN が挙げられる。しかし、SiC や GaN はそれぞれ 380 nm、365 nm よりエネルギーの高い光を吸収するため、取り出せる波長領域が制限される。そのため、AlN が基板候補として最良となるが、AlN の持つ融点の高さ、高温での解離圧の高さから、シリコン単結晶のように自身の融液から AlN 単結晶を作製することは極めて困難である。これまでハイドライド気相成長法や昇華法などの方法で、バルク AlN 単結晶の作製が試みられているが、結晶のサイズおよびコストに対して実用化に耐えうる製造プロセスは確立されていない。そのため、現在多くの研究者が紫外波長に対し透明なサファイア基板を用いた AlN ヘテロエピタキシャル成長法の開発を行っている。近年、サファイア単結晶の口径は増大しており、8 インチ径の基板も入手できるようになった。サファイアをテンプレートとして用いることで、大口径の AlN/サファイアテンプレートの作製が期待できる。サファイアをテンプレートとして用いた AlN のヘテロエピタキシャル成長では、格子不整合が問題となる。有機金属気相成長法ではこの格子不整合を克服するため、表面を溝加工したサファイア基板の上に AlN を成長させ、界面応力の緩和と貫通転位密度の低減を意図した Lateral epitaxial overgrowth (LEO) 法が用いられている⁽²⁾。この手法の導

入により貫通転位密度の低減が実現されているが、実用化に向け今後さらなる高品質化が必要となる。

当研究室では、窒化反応の駆動力を制御しながらサファイア基板表面を窒化し、厚さ 10 nm の高品質な AlN 薄膜を得る技術を確立している⁽³⁾⁽⁴⁾。この基板をテンプレートとして用いることで AlN のホモエピタキシャル成長が実現し、LEO 法のような溝加工プロセスを導入しなくとも格子不整合の問題を克服することができる。

そこで筆者らは、深紫外発光素子用の基板の実用化を目指し、Ga-Al をフラックスとして用いた新しい液相エピタキシャル成長法 (LPE) を開発し、AlN の厚膜化プロセスの研究を行っている⁽⁵⁾⁽⁶⁾。本稿では、この Ga-Al フラックス法を説明する。

2. Ga-Al 液相成長法

液相成長法を用いた AlN のエピタキシャル成長に関して、これまでに Kamei ら⁽⁷⁾ と Isobe ら⁽⁸⁾ の報告がある。Kamei らはフラックスとして Cu-Al を用い、1873–1973 K の常圧下で膜厚 180 μm の AlN を作製した。また Isobe らは Ca-Sn-Al フラックスを用い、1173 K、0.5 MPa において膜厚 1.8 μm の AlN の作製している。しかし、どちらも AlGaIn 系発光素子の基板としては結晶品質が十分ではなく、課題が残る。

筆者らは液相成長法に用いるフラックスとして Ga-Al 二元系を用いている。Ga は 302.8 K の低融点を示しながら 2477 K の高沸点を示す物質である。また Ga-Al 二元系合金は典型的な共晶系であり、融点の高い金属間化合物を形成しない。また、Ga 自身も窒素と結合し GaN を形成するが、

* 東北大学助教；多元物質科学研究所(〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1)
Liquid Phase Epitaxial Growth of AlN Using Ga-Al Flux; Masayoshi Adachi (Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials (IMRAM), Tohoku University, Sendai)
Keywords: AlN, LPE, epitaxial growth, Ga-Al flux, nitrided sapphire substrate
2013年 8月26日受理 [doi:10.2320/materia.53.18]

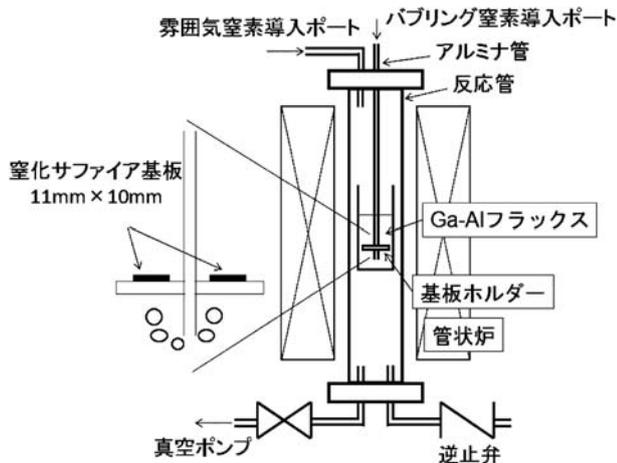


図1 実験装置概略図.

GaNは1119 K以上の常圧窒素雰囲気下において分解する⁽⁹⁾ため、1119 K以上で保持することでAlNのみを選択的に成長させることが可能となる。これらの理由からGa-Alフラックスは本手法に適すと考えている。

図1に実験装置の概略図を示す。縦型管状炉内にアルミナ製炉芯管を挿入し、炉芯管の上下に真空フランジを取り付ける。炉芯管内の均熱帯にGa-Alフラックスを入れたアルミナ製の坩堝を設置し、炉芯管内を窒素ガスで置換する。フラックスを加熱・融解した後、アルミナ管で支えられたアルミナ製の基板ホルダーをフラックスに浸漬させ、基板上的AlN膜をホモエピタキシャル成長させる。これまでのCuをフラックスとして用いた研究では、成長プロセス中の窒素供給のため、コールドクルーシブルを用い電磁攪拌させる方法⁽¹⁰⁾やTiをフラックスに添加し窒素溶解度を上げる方法⁽¹¹⁾が報告されている。本研究では、簡便かつ直接的な窒素の供給を実現するため、アルミナ管を通してフラックスに直接窒素ガスを吹き込みバブリングした。この窒素ガスの吹き込みも本手法の独自性の一つである。

3. 窒化サファイア基板をテンプレートとする効果

本研究では、テンプレートとして窒化サファイア基板を用いる。この窒化サファイア基板のメリットを確認するため、窒化サファイア基板と窒化させていないサファイア基板を同時に試料ホルダーに設置し、LPE成長実験を行った。

この実験では成長条件を、温度1573 K、成長時間5 h、フラックス組成Ga-40 mol% Al、バブリングガスの流量20 sccmとした。また、窒化サファイア基板、サファイア基板ともにc面のジャスト基板を用いた。

図2にそれぞれの基板の(0002)のX線ロックンクカーブ(XRC)を示す。(a)が窒化サファイア基板、(b)が窒化していないサファイア基板、上にそれぞれLPE成長させたAlNのXRCである。XRCの半値幅はそれぞれ(a) 50、(b) 1307

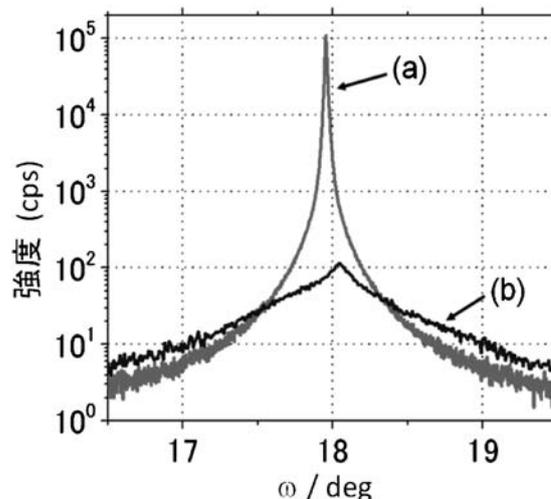


図2 (a)窒化サファイア基板、(b)窒化していないサファイア基板上に成長したAlNの(0002)X線ロックンクカーブ.

arcsecである。この比較から、窒化基板をテンプレートとして用いることでAlNのホモエピタキシャル成長が実現され、成長したAlNのc軸配向性が著しく向上していることが分かる。この結果により、窒化基板をテンプレートとして用いることの利点が明らかとなった。

4. フラックス組成の最適化

フラックスの最適なAl濃度を決定するため、Ga-30 mol% AlからGa-60 mol% Alまでの組成のフラックスを用いてLPE成長実験を行い、配向性と膜厚を評価した。この実験での他の成長条件は、3.の実験と同様に、成長温度を1573 K、成長時間を5 h、バブリングガスの流量を20 sccmとした。表1にそれぞれのフラックスを用いて成長したAlNの(0002)のXRCの半値幅を、テンプレートとして用いた窒化サファイア基板(LPE成長させる前)の値と併せて示す。表1より、Ga-40 mol% AlおよびGa-50 mol% Alの組成のフラックスで成長したAlNが高いc軸配向性を示していることがわかる。図3にそれぞれのフラックスで成長したAlNの断面SEM像を示す。全ての像でAlNが観察されたが、Ga-60 mol% Alのフラックスで成長した基板では、サファイアに浸食された箇所が見られた。サファイアの浸食が見られなかった他の組成から成長したAlNに関して、膜厚は、Ga-40 mol% Alで成長したAlNが最も厚く、1.2 μmであった。

これらc軸配向性と膜厚の2つの観点から、1573 Kにおける成長ではGa-40 mol% Alが最適であることが分かった。

5. 成長温度の影響

本手法において成長温度が結晶成長速度および品質に及ぼ

表 1 各組成のフラックスで成長した AlN の LPE 前後の(0002)の XRC の半値幅(arcsec).

Al 濃度	30 mol%	40 mol%	50 mol%	60 mol%Al
液相成長前	36	36	54	43
液相成長後	79	50	68	374

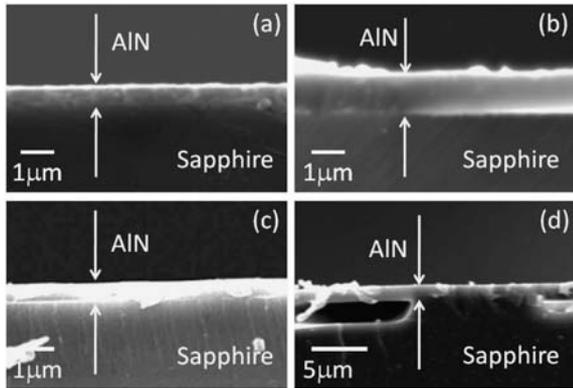


図 3 30 から 60 mol% Al までの濃度のフラックス中で成長した AlN の断面 SEM 像. 文献(5)に掲載.

す影響を調べるため, 1373 K から 1773 K までのそれぞれの温度で AlN の成長実験を行った. フラックスの組成は Ga-40 mol% Al とし, 3. および 4. の実験と同様に成長時間を 5 h, バプリングガス流量を 20 sccm とした. この中で成長温度を 1773 K とした実験では, 実験中にバプリングガスを流せなくなり, 実験を遂行できなかった. これは, 成長温度が高くなったことで AlN が基板上のみでなく, ノズルの先端などフラックス内のいたるところで核生成し, 3 次元成長したため, ノズルが閉塞されたと考えられる.

図 4 に 1373 K から 1673 K までの各温度で成長した AlN の断面の SEM 像を示す. 1373 K では結晶が部分的に成長しており, 層を形成していないことが分かる. また 1473 K 以上の成長温度では温度の上昇とともに AlN が厚膜化しているのがわかる. しかし, 1673 K で成長した AlN には, その基板表面に 3 次元形状を持った結晶が存在している. この 3 次元形成物の組成を SEM-EDX で分析したところ, 表面の 3 次元結晶も AlN であることがわかった. これは, 1673 K の比較的高温域において, フラックスの自由表面に AlN が 3 次元核生成し, 成長終了後基板をフラックスから引き揚げる際に, フラックス表面に現れた 3 次元結晶をフラックスとともにすくいあげ, その結果, 表面に図 4(a) のような 3 次元結晶が現れた, と考えられる. また, 図 5 に各温度で成長した AlN の(0002)および(10 $\bar{1}2$)の XRC の半値幅を示す. 1673 K で成長した AlN の(0002)の半値幅が大きくなっているが, これは表面に現れている 3 次元形成物の影響であると考えられる. この 1673 K の(0002)の値を除いてはほぼ変化は見られず, 今回の実験の温度範囲では, 結晶品質に成長温度は影響しないことが分かった.

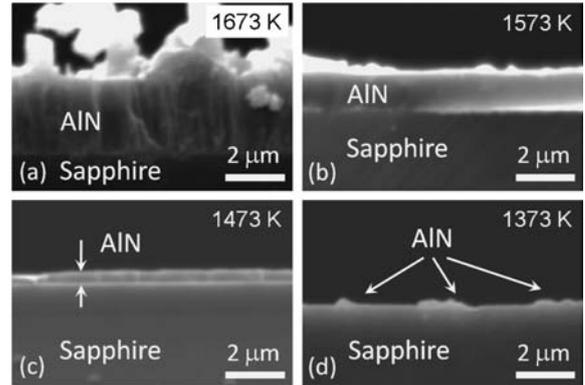


図 4 1373 から 1673 K の温度で成長した AlN の断面 SEM 像. 文献(6)に掲載.

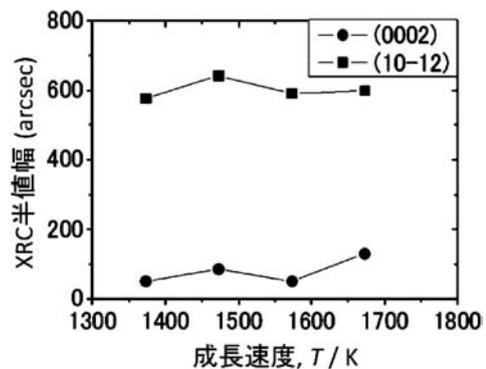


図 5 各温度で成長した AlN の(0002)および(10 $\bar{1}2$)の X 線ロックアップカーブの半値幅. 文献(6)に掲載.

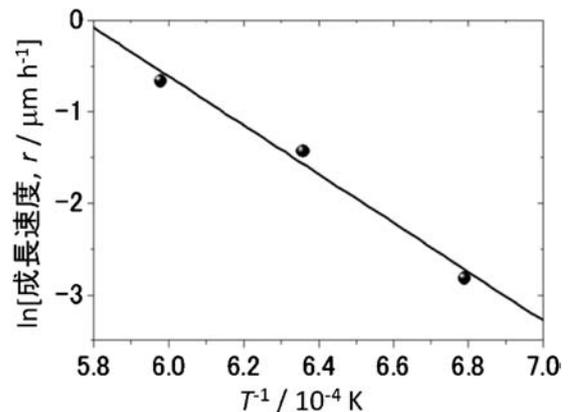


図 6 AlN 結晶の成長速度のアレニウスプロット. 文献(6)に掲載.

図 4 に示した断面 SEM 像から, 層を形成していない 1373 K を除いた各温度における結晶の成長速度を算出した. 図 6 にアレニウスプロットした成長速度を示す. この傾きから算出したみかけの活性化エネルギーは 220 kJ/mol であった. 本プロセスは 3 つの素過程から構成される. それぞれ,

- (1) 窒素ガスのフラックスへの溶解

(2) 溶解窒素の基板上への輸送

(3) 基板上における溶解窒素と Al の反応による AlN 生成である。(3)の溶解窒素と Al の反応において、1573 K 以下では AlN は基板表面でのみ生成する。しかしながら 1773 K では AlN の生成反応がフラックス内のいたるところで起こり、その結果、ノズルを閉塞したものと考えられる。1673 K の実験ではノズルを閉塞させるほどではないが 3 次元 AlN がフラックス中に生成したため、図 4(a) に示すような表面の 3 次元形成物が現れたと考えられる。本プロセスにおける律速段階の決定には、さらに窒素ガスの溶解の活性化エネルギーやフラックス中の窒素の拡散に関するデータが必要となる。今後、動力学的な検討からも成長速度の上昇を目指していきたい。

5. 面内配向性と回転ドメインの単一化

本研究でシードとして用いる窒化 C 面サファイア基板には、面内に互いに約 1° ずれた 2 つの回転ドメインが存在する。その窒化サファイア上に AlN を LPE 成長させることで、回転ドメインが LPE 成長層にも引き継がれてしまう。図 7(a) に窒化 C 面サファイア基板の $(10\bar{1}0)$ の XRC、(b) に窒化サファイア基板の上に LPE 成長した AlN の $(10\bar{1}2)$ の XRC を示す。図 7 より、窒化サファイア層の回転ドメインを引き継いで AlN が LPE 成長していることがわかる。

この回転ドメインを単一化するため、LPE 成長直前に窒素雰囲気下で 2 時間保持し、その後 LPE 成長させる実験を行った。LPE 成長直前に高温で保持することで、窒化サファイア基盤が面内で再配列し、単一ドメイン化することが期待できる。保持する温度は、1173 K、1373 K、1573 K とした。図 8 にそれぞれの基板の $(10\bar{1}2)$ の XRC を示す。保持温度の上昇とともに、高 Omega 側のピークが低くなり、低 Omega 側のピークが高くなっていることが分かる。これは、窒化基板を高温で保持することで、高 Omega 側に対応するドメインが再配列して低 Omega 側のドメインの一部になったことを示している。この結果より、LPE 前的高温保持により、成長する AlN を単一化できることが示された。

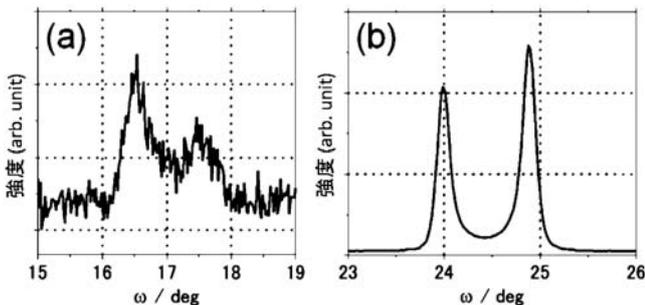


図 7 (a)窒化サファイア基板の $(10\bar{1}0)$ X 線ロックアップカーブと (b) アニール処理なしで窒化サファイア上に成長した AlN の $(10\bar{1}2)$ X 線ロックアップカーブ。文献(6)に掲載。

ここで、回転ドメイン発生の起源及び単一化メカニズムについて考察する。サファイアはコランダム構造を取る。コランダム構造では、アニオンとカチオンの数の差から生じるクーロン力の不均衡によって、アニオンの配置が歪むことが知られている。サファイアの場合、この歪みによって、酸素原子の距離が 2 種類現れる。図 9 にサファイア中の酸素原子の配置を示す。太い線で示した距離が 0.252 nm、細い線で示した距離が 0.287 nm (いずれも室温)⁽¹²⁾ である。この c 軸に対する原子一層分のモノレイヤーは 3 回対称で対称線を持たないため、 180° ずれた面は区別される。その互いに 180° ずれたモノレイヤーが c 軸に対し交互に現れる。我々は、本研究で得られた窒化サファイアの回転ドメインが、このサファイアの c 面内の酸素原子の配置に起因していると考えた。

ここで、本手法における回転ドメインの単一化メカニズムについて考察する。上述の通り、我々は窒化サファイア中の回転ドメインはそれぞれのモノレイヤー中の酸素イオンの配置の歪みに起因していると考えている。1573 K で窒化サファイア基板をアニールした時、サファイアの酸素原子の格子振動の振幅は室温より大きくなっている。この格子振動の振幅が酸素原子の平衡位置の歪みと同程度になることで、サファイア上の窒化膜は酸素原子の平衡位置の歪みを感じるこ

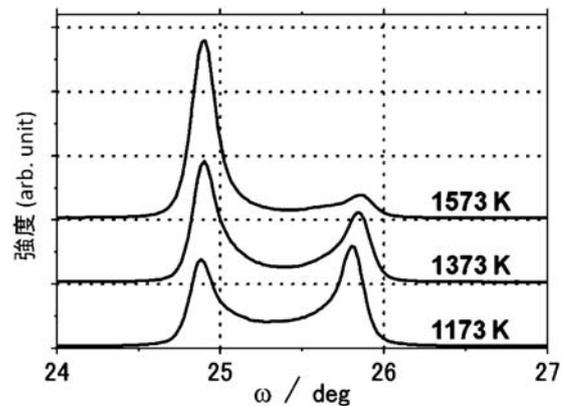


図 8 各温度で LPE 成長前に 2 h 保持してから成長させた AlN の $(10\bar{1}2)$ X 線ロックアップカーブ。文献(6)に掲載。

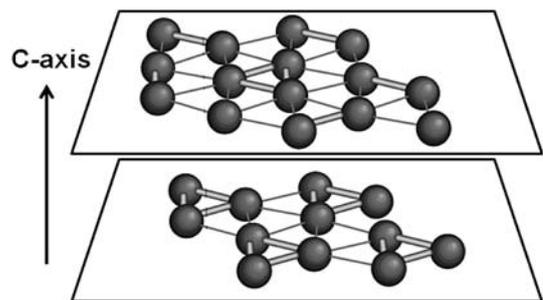


図 9 サファイア中の酸素原子の配置。太い線は 0.252 nm、細い線は 0.287 nm の距離を表す。文献(6)に掲載。

なく再配列することが可能となる。その状態で2時間保持することで、AlN中の回転ドメインが単一化できたと考えた。窒化サファイアを単一ドメイン化した後、5時間液相成長させ、基板を取り出す。その取り出しの際、基板は室温まで冷やされるため、再度サファイアの格子振動は小さくなり、酸素原子の平衡位置の歪みが顕著となる。しかし、液相成長したAlNは窒化サファイアとは違い μm オーダーの膜厚を持つため、サファイアの酸素原子の平衡位置の歪みに引きずられることなく単一ドメインを保持できると考えた。

この回転ドメイン単一化メカニズムを裏付けるため、1573 Kでの酸素原子の格子振動による平衡位置からの変位を概算した。X線散乱のデバイワラー因子は

$$M = 8\pi \langle u^2 \rangle \left(\frac{\sin \theta}{\lambda} \right)^2 = B \left(\frac{\sin \theta}{\lambda} \right)^2 \quad (1)$$

と表される。ここで $\langle u^2 \rangle$ は原子の平均二乗変位、 λ はX線の波長である。またBは

$$B = \frac{6h^2T}{mk\Theta^2} \left(\Phi(x) + \frac{x}{4} \right) \quad (2)$$

と表される。ここで、

$$x = \Theta/T \quad (3)$$

$$\Phi(x) = \frac{1}{x} \int_0^x \frac{\xi}{e^\xi - 1} d\xi \quad (4)$$

である。 h はプランク定数、 T は温度、 m は原子の質量、 k はボルツマン定数、 Θ はデバイ温度である。これらの式を用いることで、物質のデバイ温度から原子の平均二乗変位を算出することができる。過去の測定⁽¹³⁾により推測されるサファイアのデバイ温度は900–1000 Kであり、この値を用いて1573 Kにおけるサファイアの酸素原子の格子振動の平均二乗変位を算出すると、0.012–0.013 nmを得る。2種の酸素原子間距離の差は0.035 nmであるため原子1個当たりの原子の平衡位置からのずれは0.017–0.018 nmであり、1573 Kでの格子振動の平均二乗変位は平衡位置からのずれの70%に達することがわかる。ここまで比較してきた酸素原子の平衡位置からのずれは室温での値を使用している。し

かし、Ishizawaらの測定の結果⁽¹⁴⁾から、サファイアの格子は温度とともに膨張するが、2種の酸素原子距離の差は2170 Kまで2桁の範囲で変化していないことがわかっており、室温における距離の差の値を使用することに関して問題はない。

5. まとめと今後の展望

筆者らの一連の研究により、本手法における最適条件が決定され、その結果、深紫外発光素子用の基板作製手法として本手法が実用化に向け期待できる手法であることが示された。現在、大型化に向けた研究も行っており、今後、実用化を目指した研究を行っていく。

文 献

- (1) 福山博之: 金属, **79**(2009), 985.
- (2) M. Imura *et al.*: Appl. Phys. Lett., **89**(2006), 221901.
- (3) H. Fukuyama *et al.*: J. Appl. Phys., **100**(2006), 024905.
- (4) H. Fukuyama *et al.*: J. Appl. Phys., **107**(2010), 043502.
- (5) M. Adachi *et al.*: Phys. Stat. Sol. (a), **208**(2011), 1494.
- (6) M. Adachi *et al.*: Mat. Trans., **53**(2012), 1295.
- (7) K. Kamei *et al.*: Phys. Stat. Sol. (c), **4**(2007), 2211.
- (8) H. Isoke *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys., **44**(2005), L488.
- (9) K. T. Jacob *et al.*: J. Mater. Res., **22**(2007), 3475.
- (10) T. Tanaka *et al.*: Phys. Stat. Sol. (c), **4**(2007), 2227.
- (11) K. Kamei *et al.*: Phys. Stat. Sol. (a), **203**(2006), 1720.
- (12) E. R. Dobrovinskaya *et al.*: Sapphire, Springer, (2009).
- (13) Y. M. Sheu *et al.*: Solid State Commun., **151**(2011), 826.
- (14) N. Ishizawa *et al.*: Acta Crystallogr. Sec. B, **36**(1980), 228.



安達正芳

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
 2010年3月 学習院大学大学院自然科学研究科博士
 後期課程修了
 2010年4月 東北大学多元物質科学研究所 博士研究員
 2013年1月- 現職
 専門分野: 窒化物結晶, 高温融体の熱物性
 ◎Ga-Alフラックスを用いたAlN成長法の開発に従事。
 ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

ステンレス鋼の電解砥粒減面技術の開発

日下部 繁¹⁾ 河西 寿雄²⁾ 荒川 基彦³⁾
 武藤 泉⁴⁾ 原 信義⁵⁾*

1. はじめに

東京ステンレス研磨興業は、1951年創業のステンレス鋼の研磨加工会社であり、ステンレス鋼研磨のパイオニアとして、設備および技術の自主開発を実践してきた。コイル研磨においては、ステンレス鋼薄板の量産化に対応した羽布研磨を1967年に、1パスで表裏両面が研磨可能なベルト研磨を1996年に国内で初めて実用化した。現在は、ステンレス鋼を主として、チタン、アルミ、銅およびそれらの合金等の、研磨加工およびコイルの剪断加工を生業としている。

研磨加工は、砥石系および、または羽布系の研磨材を用いるため、粉塵が発生し、作業環境が3Kかつ塵肺対象の職場となっている。この作業環境を改善することは、ステンレス鋼の研磨の大きな課題の一つである。一方、ステンレス鋼の焼鈍後の表面酸化物を除去するために、強酸による酸洗が一般的に行われている。特に、オーステナイト系ステンレス鋼の酸洗には硝酸とフッ酸との混合液が使用されており、環境負荷を低減のための廃酸の処理に大きな課題があると言われている。

今回開発した実用化技術は、中性塩の水溶液を用い、電解研磨技術と砥石研磨技術とを融合した新たな研磨方法であり、作業環境の改善と廃液の環境負荷の低減を同時に実現できる。この研磨技術を電解砥粒減面 (Electrolytic Grinding Reducing, 以下 EGR と記す。) 技術と称している。

2. EGR 技術の概要

EGR 法の概要を図1に示す⁽¹⁾。減面ヘッドは、中央に通液孔を有した円板状の台座に、電極と砥石とが円周方向に交互に配置されている。このヘッドを被処理面に押し付け、電解液 (30% NaNO₃) と高密度の電流 (5~40 A/cm²) とを供給しながら回転させる。

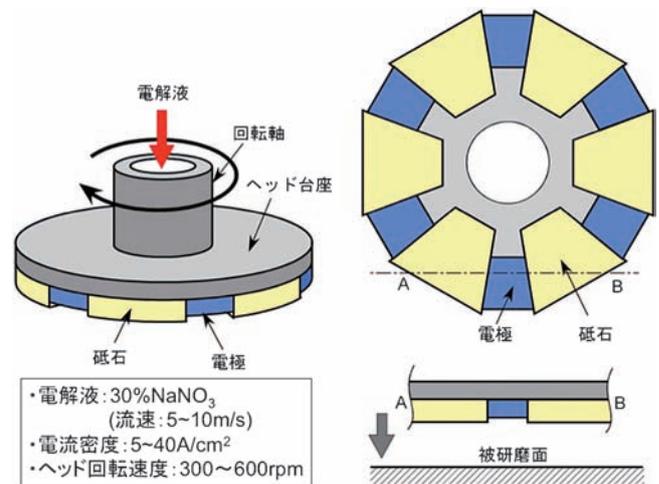


図1 EGR 法の概要。



図2 EGR 法による酸化スケール表面材からの研磨例。
 (熱延フラットバー、厚さ9mm、幅100mm、長さ1000mm)
 (左: 酸化スケール表面→中央: EGR 研磨面→右: 鏡面仕上)

* 東京ステンレス研磨興業株式会社:
 1) 代表取締役 社長 2) 取締役 技術部長 3) 社長付 専任部長
 ** 東北大学:
 4) 大学院工学研究科 准教授 5) 理事 大学院工学研究科教授
 Electrolytic Grinding Reducing for Stainless Steel; Shigeru Kusakabe*, Toshio Kasai*, Motohiko Arakawa*, Izumi Muto**, Nobuyoshi Hara** (*Tokyo Stainless Grinding Co., Ltd., **Graduate School of Engineering, Tohoku University)
 2013年10月24日受理 [doi:10.2320/materia.53.23]

一般的な SUS304/No. 1 仕上材を EGR 処理すると、1 パス当り厚みでおよそ 30 μm の減面量が得られる。EGR 技術は、ステンレス鋼のほとんどの鋼種に適用可能であり、熱延スケールを有する鋼でも同様な減面が得られるので(図 2)、硝酸による酸洗が不要な環境に優しいデスケール技術としても極めて有効である⁽²⁾。加工可能なサイズは、厚み 4 mm 以上、幅 2500 mm 以下、長さ 7000 mm 以下である。

なお、電解液の処理はクロズドシステムで行い、回収されるスラッジはステンレス鋼の原料として再利用されている。

3. EGR 処理材の表面特性

(1) 表面粗さ

表面粗さのプロフィールを図 3 に示す⁽¹⁾。表面の粗い No. 1 仕上材(平均粗さ $R_a = 4.88 \mu\text{m}$)は、EGR 処理により No. 2B 仕上材($R_a = 0.19 \mu\text{m}$)とはほぼ同等の表面粗さ($R_a = 0.21 \mu\text{m}$)となる。また、No. 2B 仕上材が複雑な窪み(ピット)を有しているのに対し、EGR 処理材は比較的平滑になっている。この特性は高級研磨の下地研磨として活用されている。すなわち、従来、厚み 4 mm 以上の鏡面研磨は困難とされてきたが、EGR 処理材では容易に鏡面研磨ができる。新日鐵住金ステンレス株式会社は、EGR による下地処理と鏡面研磨を組み合わせたクリスタルシリーズを商品化しており、2014年 4 月にオープン予定の京都国立博物館新館の内装材に採用された。

(2) 耐食性

耐孔食性を評価するために、0.5 M NaCl 溶液中におけるアノード分極曲線を測定した。図 4 に、0.5 M NaCl 溶液中における EGR 処理試料 A, B および比較材として用いた SiC#1500 研磨試料のアノード分極曲線を示す⁽³⁾。試料 A は EGR 後に直ちに水洗、乾燥したものであり、試料 B は大型の板を扱う実プロセスを模擬するため、EGR 後にそのまま電解液中に 0.5~1 h 浸漬し、その後、水洗、乾燥したものである。EGR 処理試料に関しては、それぞれ 12 回の測定を行ったうちの代表的な 3 回の結果を示してある。SiC 研磨試料では 0.1 V 付近から再不働態化性ピットの発生による多数の電流振動が現れ、0.4 V 付近で成長性ピットの発生による

電流の急上昇が起こる。これに対して、EGR 処理試料では不働態維持電流が低下しており、また再不働態化性ピットによる電流振動の数が著しく減少すると共に、孔食電位は大きく上昇している。

得られた分極曲線から孔食電位 E_{pit} を求め、0.1 V 刻みに区分し、各区間の頻度を表示した結果を図 5 に示す⁽³⁾。SiC 研磨試料の E_{pit} は 0.3 V から 0.5 V の狭い範囲に限られるのに対して、EGR 処理試料の E_{pit} は 0.4 V から 0.9 V 以上の広い電位範囲に分布しており、孔食が起こりにくいものがあることを示している。特に、EGR 処理試料 B の E_{pit} の 50% 以上は 0.9 V 以上の電位範囲に分布しており、この試料は耐孔食性に優れることが分かる。

(3) 耐発錆性

海浜大気環境での発錆挙動に及ぼす EGR 処理の効果を調べるために、著者の一人が開発した定露点型乾湿繰り返し腐食試験法⁽⁴⁾(最近、ISO16539 の Method A として規格化)による試験を行った。露点は 28°C、塩化物付着量は 10 g/m²(通常の大気環境の約 10 倍)とした。図 6 に SiC 研磨試料と EGR 試料 B の外観写真を示す⁽³⁾。SiC 研磨試料は試料全面で均一にサビが発生するのに対して、EGR 処理試料では、サビの発生位置が局在化し、サビの面積率は 1/5~1/10 にな

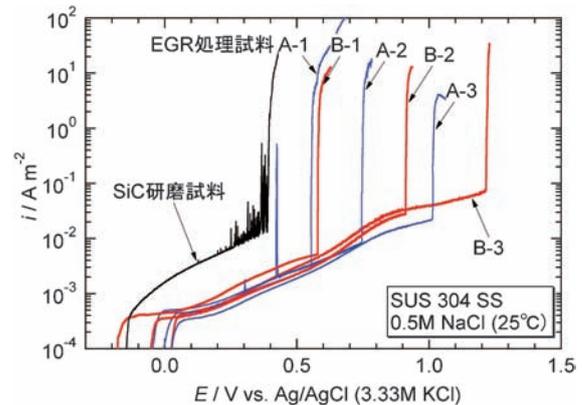


図 4 EGR 処理した SUS304 鋼の 0.5 M NaCl 中におけるアノード分極曲線。

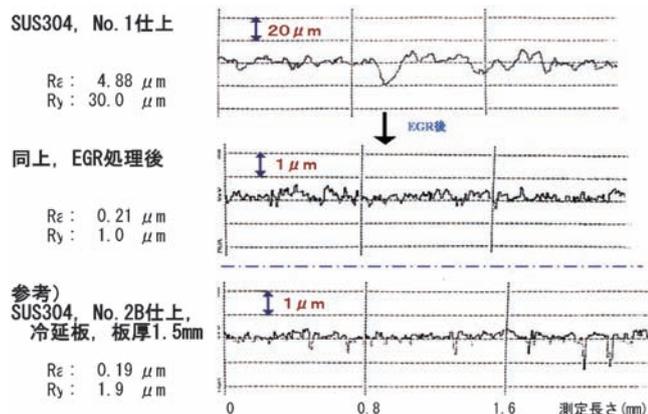


図 3 表面粗さのプロフィール。

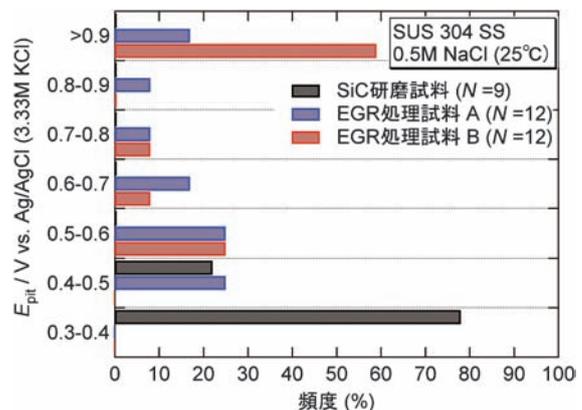


図 5 0.5 M NaCl 中の孔食電位に及ぼす EGR 処理の効果。

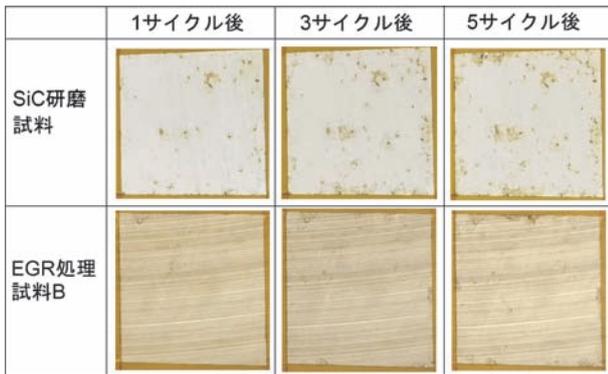


図6 定露点型促進腐食試験後の試料外観の変化(露点28°C, 塩化物(人工海水)付着量10 g/m²).

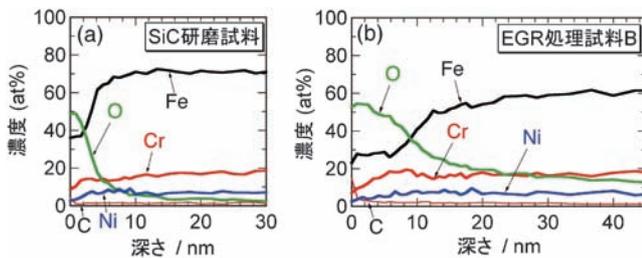


図7 SiC研磨試料およびEGR処理試料表面のAES深さ方向組成プロファイル(深さは熱酸化SiO₂皮膜のスパッタ速度より算出).

ることが分った. また, 2B処理と比べてもサビの面積率は1/2程度に低下することが確認されている.

(4) 不動態皮膜の性状

図7に, SiC研磨試料とEGR処理試料BのAES深さ方向組成プロファイルを示す⁽³⁾. 酸素(O)のプロファイルより, EGR処理試料の表面酸化皮膜は, SiC研磨試料上の空気中生成皮膜に比べて約3倍厚いことが分かる. 皮膜中のFe, Cr, Niの分布は通常の不動態皮膜に類似しており, 皮膜の内層部にCr濃縮した領域が認められる. これらのことから, 図4で見られる不動態維持電流の低下は, 比較的厚い表面酸化皮膜の形成によるものと考えられる. 一方, 再不動態化性ピットの発生数の減少や孔食電位の上昇に関しては, 表面皮膜の厚さの違いだけでは説明できず, EGR処理の際にMnS介在物などの孔食の起点となるサイトが溶解除去されるか, あるいは不活性化されることが原因であると推察される.

4. まとめと今後の展望

電解研磨技術と砥粒研磨技術を融合したEGR技術は, 通常の研磨加工のような粉塵の発生を伴わず, また熱延スケールの酸洗で問題となる環境負荷も軽減できる方法である. EGR処理をしたステンレス鋼板の表面粗さのプロファイルはNo. 2B仕上材と同等以上で, かつピット等の表面欠陥がほとんど除去されるため, 高級研磨の下地研磨として採用されている. EGR処理材は, 塩化物溶液中で優れた耐孔食性を示す. EGRにより海浜大気環境における発錆も抑制される. したがって, EGR処理材は一般住環境はもとより, 食品, 薬品, 医療分野等への適用拡大が期待される.

EGR処理は高温酸化スケールの除去が容易にできるので, 難酸洗材と言われる二相系ステンレス鋼やスーパーステンレス鋼の酸洗代替技術として有効である.

EGR技術のさらなる発展により, ステンレス鋼コイルの焼鈍酸洗工程において, 強酸による酸洗方法が一変するならば, ステンレス鋼は真に環境に優しい材料と言えるようになる. このようにEGR技術はステンレス鋼コイル製造変革の一助となることが期待される.

5. 特 許

本技術に関して以下の2件の特許を取得した.

1. 日下部 繁, 河西寿雄, 荒川基彦, 藤原敏夫: 特許第4859538号, ステンレス鋼板の製造方法, (2011).
2. 藤原敏夫, 青柳泰樹, 河西寿雄, 荒川基彦, 日下部 繁: 特許第4878159号, 回転減面ヘッド, 電解減面装置および電解減面方法, (2011).

電解酸洗技術の開発・実用化の契機を与えて頂いた, 故藤原敏夫氏に深謝いたします.

文 献

- (1) 東京ステンレス研磨興業㈱: JSSC, **9**(2012), 18-19.
- (2) 河西寿雄, 荒川基彦, 日下部 繁, 原 信義, 伊藤 功: CAMP-ISIJ, **23**(2010), 443.
- (3) 原 信義, 相馬才晃, 淡 振華, 荒川基彦, 伊藤 功, 武藤 泉: 材料と環境2010講演集, (2010), 381-384.
- (4) 武藤 泉, 杉本克久: 材料と環境, **47**(1998), 519-527.

寒冷地仕様大入熱溶接用YP390 MPa級鋼の開発

中島孝一¹⁾ 長谷和邦¹⁾ 遠藤 茂²⁾
 衛藤太紀³⁾ 深井英明³⁾

1. 緒 言

近年、輸送効率向上の観点から、船舶の大型化が進んでおり、一般商船に用いられる船体構造用E級鋼(母材靱性-40℃仕様、継手靱性-20℃仕様)では、降伏点(YP: yield point)が460 MPa級までの厚鋼板が実用化されている⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾。一方、溶接構造物の使用環境はより厳しくなる傾向にあり、アラスカや北極圏などの低温地域でのエネルギー開発が進められている。そこで、これら寒冷地仕様に対応するため低温靱性に優れた高強度鋼の開発が求められている。

低温仕様の船体構造用鋼(F級鋼:母材靱性-60℃仕様、継手靱性-40℃仕様)は、YP390 MPa級鋼までが開発・実用化されている。このような厚肉鋼板においては、高能率溶接の観点から、溶接入熱量を大きくして1パスでの溶接施工を行う大入熱溶接(エレクトロガスアーク溶接)が指向されるが、低温仕様のF級鋼では、溶接熱影響部(HAZ: heat affected zone)の低温靱性を保証するため、溶接入熱量が小さい炭酸ガスアーク溶接による多層盛溶接法が適用されてきた。大入熱溶接では、HAZ組織の粗大化による継手靱性低下およびHAZ軟化領域の拡大による継手強度の低下が起こる。継手強度を確保するためには、HAZ軟化部の硬度上昇が有効な手段であるが、HAZ硬さの上昇は同時にHAZ靱性の低下を招く。そのため、継手靱性と継手強度を両立する大入熱溶接用YP390F級鋼はこれまで実用化に至らなかった。

著者らは、高度なマイクロアロイング技術を駆使することで、母材の高強度化と低温仕様継手特性はもとより、現場での溶接施工性を飛躍的に向上させた世界初となる大入熱溶接用YP390F級鋼を開発した。本稿では、開発鋼の特徴ならびにその鋼板および溶接継手の性能について紹介する。

2. 開発課題

鋼材を溶接すると、溶接熱影響部(HAZ)が形成される。

* JFE スチール株式会社 スチール研究所鋼材研究部; 1)主任研究員 2)部長 3)西日本製鉄所鋼材商品技術部:主任部員
 Development of YP390 MPa Grade Steel Plate with Superior Low Temperature Toughness for Large Heat Input Welding; Koichi Nakashima, Kazukuni Hase, Shigeru Endo, Taiki Eto and Hideaki Fukai (JFE Steel Corporation)
 2013年10月30日受理[doi:10.2320/materia.53.26]

HAZには、最高到達温度により、旧オーステナイト(γ)粒が粗大化して靱性が低下する粗粒域や Ac_3 点直上に加熱される軟化域が形成される。粗粒域では靱性が低く継手靱性を低下させ、軟化域は継手強度を低下させる。大入熱溶接の場合は、高温域の滞留時間が長くなって、組織が粗大化し靱性低下が助長される(図1①のHAZ粗粒域)。さらに、大入熱溶接ではHAZ軟化部の強度低下も顕著であり(図1②のHAZ軟化域)、継手強度が低下する。したがって、低温靱性仕様の高強度鋼で大入熱溶接を可能にするには、HAZ靱性の確保とHAZ軟化の抑制を両立することが必要となる。本課題に対して、硬質第2相であるMA(martensite-austenite constituent)の分散状態を最適化した。すなわち、粗粒域ではHAZ靱性を低下するMAを低減させ、軟化域ではMAを積極的に分散させてHAZの硬化を図った(図1)。

3. 開発技術

図2にHAZ組織制御のコンセプトを示す。E級鋼のHAZ靱性向上については、当社は「JFE EWEL®」⁽¹⁾⁽²⁾技術を開発し、TiNによる高温での γ 粒成長抑制、およびBNやCa系硫化物を核生成サイトにした旧 γ 粒内での $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態促進によってHAZ組織の微細化を図った。さらに、更なるHAZ靱性向上のため、ベイナイト変態時に生成するMA

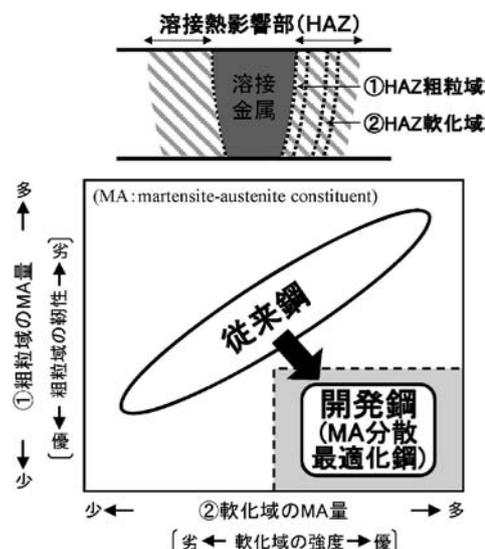


図1 大入熱溶接用YP390F級鋼の開発課題。

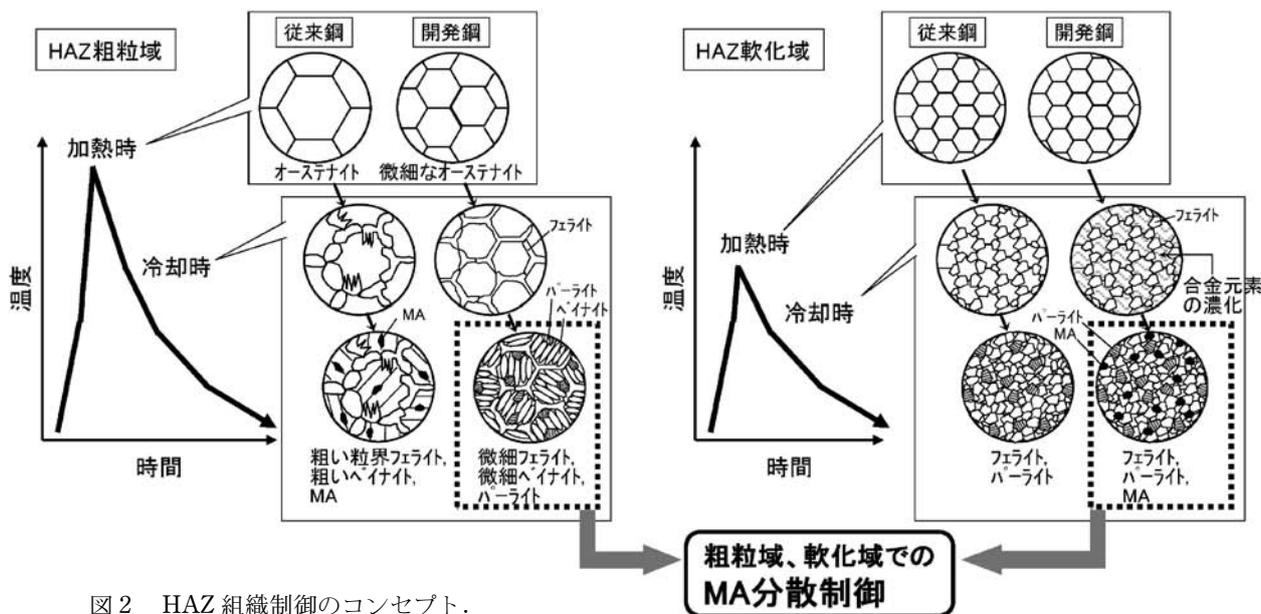


図2 HAZ組織制御のコンセプト.

に着目し、上記の母相組織制御に加えて、第2相制御を図った。HAZ粗粒域のMA生成はSi量に依存し、多層盛溶接について低Si化によりMA量が低減することが報告されており⁽⁶⁾、本開発鋼における大入熱1パス溶接についても低温靱性に対するMA低減効果を確認した。ただし、単に、HAZ中のMA低減を図った場合、HAZ軟化域では硬度低下が助長され継手強度が確保できなくなる。そこで、HAZ粗粒域ではMAを低減して靱性を向上させつつ、HAZ軟化域ではMAを増加することにより軟化を抑制して継手強度を向上する成分系の検討を行った。

このような相反する特性を達成するために、低温・高歪速度条件下にて固溶軟化現象を示し、低温靱性を向上させる作用を有する元素に着目して検討した結果、Mn-Cu-Niバランスが重要であることが分かった。これらの元素の添加量を最適化することにより、HAZ軟化域でのMA分散を促進するとともにHAZ粗粒域の靱性低下を避けることができる。

粗粒域では、旧 γ 粒界上にフェライトが生成し、その後、旧 γ 粒内でベイナイト変態が進行するのに対して、軟化域では拡散型のフェライト変態が主体となるため、 γ への合金元素分配がし易くMA生成が促進されたと考えている。図3にHAZ粗粒域と軟化域についての継手マイクロ組織の一例を示しており所望のHAZ組織が得られている。すなわち、従来鋼ではHAZ軟化域でCが濃縮した相はパーライト分解しているのに対し、開発鋼ではMAとなっており、軟化域の硬さの上昇に寄与している。以上の手法により、継手-40℃低温靱性と継手引張強度を両立することが可能となった。

4. 開発鋼の特性

(1) 母材の特性

開発したHAZ組織制御の考え方にに基づき、大入熱溶接用YP390F級鋼を実機製造した。鋼板はTMCP(Thermo-Mechanical Control Process)プロセスでYP390F級鋼の母材規格を満足する最適条件を導出し、板厚50mmの鋼板に仕

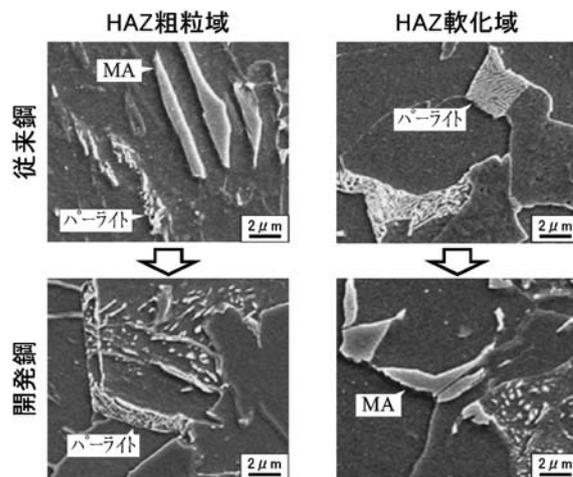


図3 開発鋼のHAZ組織.

上げた。表1に開発鋼の化学組成を示す。大入熱溶接における継手強度と継手低温靱性を両立するためにSiなど種々の合金元素添加量を最適化し、さらに予熱フリー溶接を可能にするために低 P_{cm} 設計を適用した。表2に鋼板の引張試験結果およびシャルピー衝撃試験結果を示す。母材特性は、引張特性、衝撃特性ともにYP390F級鋼として十分な値である。

(2) 溶接性

耐低温割れ性に関して、JIS Z 3158に準拠し、0℃および室温20℃-湿度60%の雰囲気調整した恒温恒湿室中で、それぞれ鋼板温度0℃、25℃で溶接入熱17kJ/cmでy形溶接割れ試験を行った。試験溶接条件および試験結果を表3に示す。いずれの条件においても表面割れ、断面割れおよびルート割れが発生しておらず、低 P_{cm} 設計により優れた耐低温割れ性を有している。

溶接熱影響部最高硬度に関して、JIS Z 3101に準拠し、HAZの最高硬度試験を行った。試験片は板厚50mm(全厚)とし、ビード長を10mmから125mmと変化させ、さらにアークストライク条件での試験も実施した。図4に、ビード

表1 開発鋼の化学成分.

板厚 (mm)	化学成分 (mass%)								
	C	Si	Mn	Nb	Ti	Others	Ceq*1	Pcm*2	
YP390F	50	0.05	0.06	1.56	0.01	0.01	Cu, Ni, Ca, B etc.	0.38	0.16

*1 Ceq = C + Mn/6 + (Cr + Mo + V)/5 + (Cu + Ni)/15

*2 Pcm = C + Si/30 + Mn/20 + Cu/20 + Ni/60 + Cr/20 + Mo/15 + V/10 + 5B

表2 開発鋼の機械的特性.

降伏点 (MPa)	引張強さ (MPa)	伸び (%)	vE ₋₆₀ (J)
476	567	26	334

表3 y形溶接割れ試験条件および結果.

板厚 (mm)	雰囲気	予熱 温度 (°C)	溶接条件				割れ率 (%)		
			溶接材料	電流 (A)	電圧 (V)	速度 (cm/min)	表面 割れ	断面 割れ	ルート 割れ
50	0°C- 60%	0	DW-55L (1.2 mmφ) (Kobe Steel, Ltd.)	200	25	17.6	0	0	0
							0	0	0
	0	0					0		
	0	0					0		
20°C- 60%	25	0	0	0					
		0	0	0					

長と HAZ の最高硬さの関係を示す. いずれの条件でも HAZ の最高硬さは350ポイント以下であり顕著な硬化は起こっていない. 開発鋼は, 日本鋼船工作法精度標準 (JSQS: Japan Shipbuilding Quality Standard) で規定された予熱フリー可能な鋼材の C 当量の上限值 (0.36 mass%) よりも若干高い成分系であるが, 低 Pcm 設計によりアークストライク時の硬化を抑制し, 予熱フリー溶接を可能にしている.

(3) 大入熱溶接継手の特性

大入熱溶接継手特性を評価するために, 入熱量約 300 kJ/cm で 1 パスのエレクトロガスアーク溶接 (EGW: electrogas arc welding) 溶接継手を作製した. マクロ組織および溶接線近傍のミクロ組織の例を図 5 に示す. また, 継手の引張強度を表 4 に示す. 継手強度の規格下限値 (≧ 510 MPa) を上回る十分な継手強度を有している. 継手シャルピー衝撃試験結果を図 6 に示す. いずれのノッチ位置においても, 高い吸収エネルギーが得られており, 従来技術では実用化困難であった YP390F 級鋼の継手靱性を大入熱溶接継手で達成した.

5. 実用化状況および特許

低温靱性に優れ, かつ, 高能率溶接に対応した, 世界初の大入熱溶接用 YP390 MPa 級 F 級鋼を開発した. 本開発鋼は 2012 年に実船適用され, 今後ますます当該分野の大入熱溶接用鋼材として適用が拡大していくと考えられる. また, 本技術に関連した特許も出願済みである.

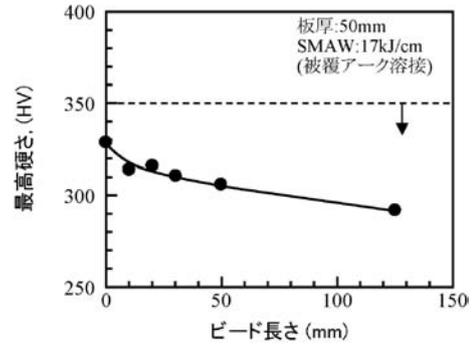
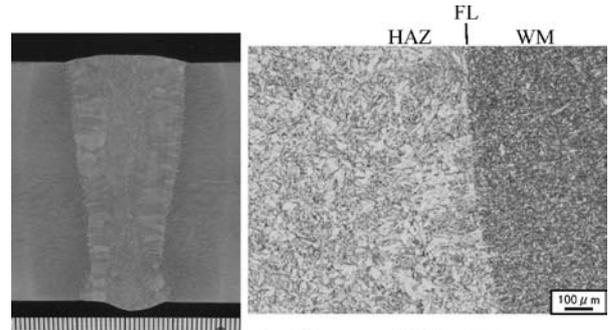


図4 開発鋼の溶接熱影響部最高硬さ試験結果.

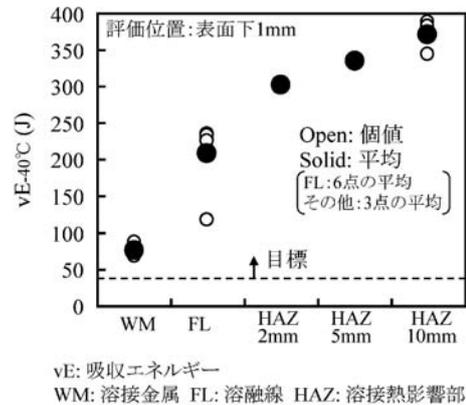


WM: 溶接金属, FL: 溶融線, HAZ: 溶接熱影響部

図5 EGW 溶接継手のマクロ組織および溶融線近傍のミクロ組織.

表4 EGW 溶接継手引張試験結果.

試験片形状	引張強さ (MPa)	破断位置
NKU2A	549, 545	母材
NKU2B	524, 517	母材



vE: 吸収エネルギー
WM: 溶接金属 FL: 溶融線 HAZ: 溶接熱影響部

図6 EGW 溶接継手のシャルピー衝撃試験結果.

文 献

- (1) 鈴木伸一, 一宮克行, 秋田俊和: JFE 技報, 5(2004), 19-24.
- (2) 一宮克行, 角 博幸, 平井龍至: JFE 技報, 18(2007), 13-17.
- (3) 岡野重雄, 小林洋一郎, 柴田光明, 塩飽豊明, 長谷 薫, 笹倉秀司: R & D 神戸製鋼技報, 1(2002), 2-5.
- (4) 金子雅人, 泉 学, 古川直宏, 安部研吾: R & D 神戸製鋼技報, 1(2008), 39-41.
- (5) 皆川昌紀, 石田浩司, 船津裕二, 今井嗣郎: 新日鉄技報, 380(2004), 6-8.
- (6) 谷川 治, 石井裕昭, 板倉教次, 天野虔一, 中野善文, 川端文丸: 川崎製鉄技報, 25(1993), 13-19.

製鋼スラグを活用した海域環境修復技術の開発

宮田 康人¹⁾ 桑山 道弘²⁾ 谷敷 多穂³⁾
山本 民次^{**} ト部 憲登^{***}

1. はじめに

閉鎖性海域やヘドロが堆積している海域では、水塊の滞留や堆積した有機物分解による貧酸素化などによって、硫酸還元菌の増殖に適した環境が形成され、硫化水素が発生する⁽¹⁾⁽²⁾。硫化水素は毒性が高く、生物の生息を困難にするだけでなく、異臭の主要因となる。

鉄鋼生産に伴い生成する副産物である鉄鋼スラグの一種の製鋼スラグについて、海域環境修復技術に関するいくつかの研究がなされている。製鋼スラグは年間1,500万t程度発生し、道路用、土木用などとして利用されている⁽³⁾が、高炉スラグのように物性や組成を活用した付加価値の高い用途は、充分開発されていなかった。近年、磯やけ対策⁽⁴⁾や閉鎖性海域の底質改善⁽⁵⁾⁽⁶⁾への利用が報告されるようになってきたが、硫化水素生成量が多く、悪臭が問題となるような実海域の底泥を対象とした底質改善に関する検討は十分されていない。

本研究は、製鋼スラグを活用し、悪臭原因となる海底のヘドロから溶出する溶存硫化物を抑制する技術を開発し、海域の環境修復に寄与することを目的とした。第1のステップとして、実験室規模の試験において、硫化水素臭が問題になっている福山内港(広島県福山市)⁽⁷⁾の海域の底泥を用い、製鋼スラグ撒布による硫化物抑制効果の室内実験による基礎検討を実施した。第2のステップとして、実海域において製鋼スラグ実施工試験を行い、効果の検証を行った。

2. 実験室規模の試験

(1) 試験方法

実験装置の模式図を図1に示す。30L容量の水槽に福山

内港から採取した泥(表1)15LにJFEスチール西日本製鉄所産の製鋼スラグ(表2)を3.0L上置きまたは混合し、海水で容器を満たして蓋をした試験体を1水準につき3検体作製した。比較として、泥単体および天然石上置き試験区も設けた。試験体には、ろ過海水を3L/日の流量で通水した。約6ヶ月間、直上水および間隙水についてpH、酸化還元電位、溶存硫化物、および発生ガス中の硫化水素濃度を測定した。

(2) 実験室規模試験の結果

各試験区の直上水および間隙水の硫化物濃度の経時変化を図2に示す。泥単体で平均2~10mgS/Lの硫化物が検知されたが、製鋼スラグ上置きおよび製鋼スラグ混合試験区では、直上水の溶存硫化物濃度が定量限界(0.1mg/L)未満であった。間隙水も泥単体および天然石上置きに比べ低位であった。泥単体試験区の間隙水中溶存硫化物濃度は120日後まで上昇傾向、その後低下した。この理由は明確ではないが

表1 福山内港で採取した泥の性状。(底質調査法による)

	含水比 %	硫化物 mg/g	CODseg mg/g	全窒素 mg/g	全リン mg/g	強熱減量 %
生泥 (採取のまま)	340	2.33	29.0	3.22	1.23	13.4

表2 製鋼スラグの化学成分。(単位 mass%)

全Fe	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	MnO	MgO	P ₂ O ₅	TiO ₂	S
17.5	29.3	33.0	6.0	8.7	4.9	3.8	1.2	0.13

* JFEスチール株式会社 スチール研究所 スラグ・耐火物研究部; 1)主任研究員 2)部長 3)スラグ事業推進部主任研究員
** 広島大学大学院; 教授
*** 福山市役所経済環境局; 次長
Restoration Technology of the Sea Environment by Steelmaking Slag; Yasuhito Miyata*, Michihiro Kuwayama*, Kazuho Tanishiki*, Tamiji Yamamoto** and Norito Urabe*** (JFE STEEL Corporation, **Hiroshima University, ***Fukuyama City Hall)

2013年10月31日受理[doi:10.2320/materia.53.29]

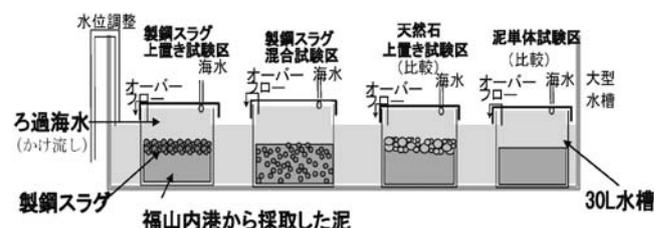


図1 実験装置の模式図。

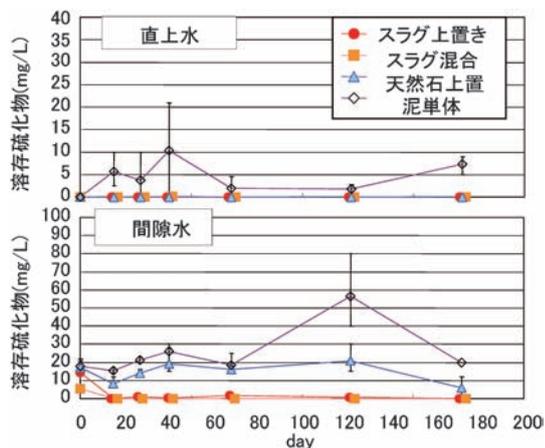


図2 直上水および間隙水の硫化物濃度の経時変化.

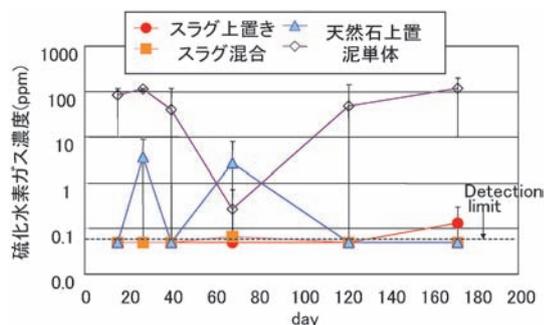


図3 硫化水素ガス濃度の経時変化.

120日以降、季節変動による水温低下により硫酸還元菌による硫化物生成の活性が低下した可能性がある。

図3に、硫化水素ガス濃度の推移を示す。全期間において製鋼スラグ上置きおよび混合の試験区、泥単体および天然石撒布と比較して、硫化水素ガス濃度は低位に抑えられた。

3. 実施工試験

(1) 試験方法

2011年8月に広島県福山市の福山内港の図4に示す24 m × 18 mの区域にて、製鋼スラグ(JFE スチール株式会社西日本製鉄所産)を施工した。施工後、製鋼スラグ施工区および対照区(周囲の非施工部)において、直上水および間隙水についてpH、酸化還元電位、溶存硫化物などを測定した。

(2) 施工後の追跡調査結果

製鋼スラグ施工区および対照区の間隙水の溶存硫化物濃度について、測定結果を図5(上)に示す。調査時期にかかわらず、対照区では150~350 mg S/Lと高濃度の溶存硫化物が検知された。これに対し、製鋼スラグ施工区では全ての時期において溶存硫化物濃度は、ほとんどが検出限界(0.1 mg S/L)以下に抑えられ、硫化物が顕著に抑制されており、抑制効果は施工9.5ヵ月後まで持続していることが確認された。間隙水の酸化還元電位の結果を図5(下)に示す。対照区では調査時期にかかわらず、酸化還元電位は-200 mV前後と低位で還元的であったのに対し、スラグ施工区では-20~

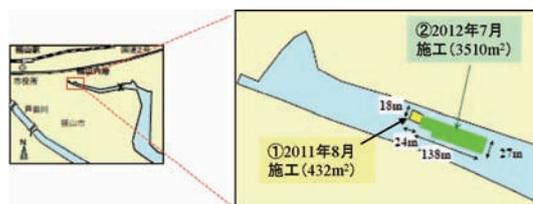


図4 施工計画平面図.

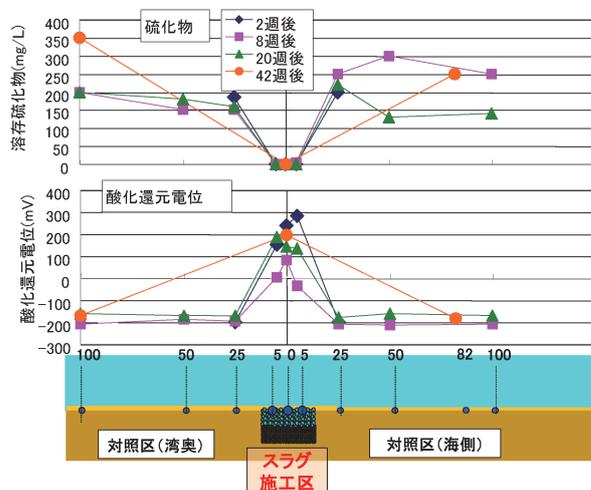


図5 間隙水の溶存硫化物(上)及び酸化還元電位(下).



図6 製鋼スラグ施工区(左)と非施工区(右)の水中観察.

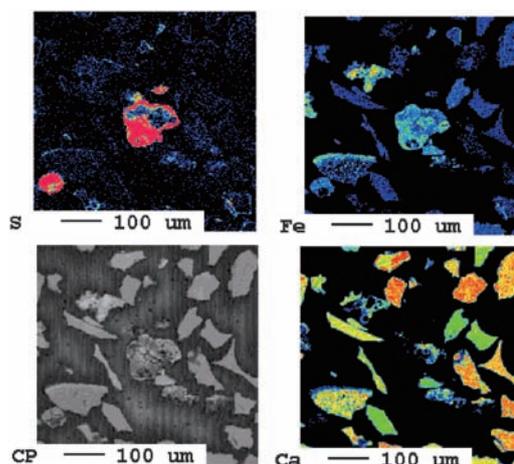


図7 スラグ表面をEPMA法による元素マッピング。(硫化ナトリウム水溶液・製鋼スラグ反応後)⁽⁸⁾

+100 mVと対照区と比較して著しく高位であり、8週を除いて0 mVよりも高く推移した。2週後から8週にかけて低下傾向が見られたが、冬季(12月)に高くなったことか

ら季節変動の影響も受けていると考えられる。

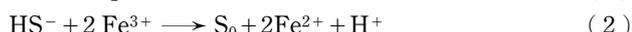
一方、直上水については製鋼スラグ施工区と対照区の差異は認められなかったが、これは干満差などによる海水の移動・混合の影響で差が出にくいと考えられた。

(3) 拡大施工試験の実施と冬季の生物着生

上記の結果が良好であったことを受け、製鋼スラグ施工エリア拡大試験を実施した。施工面積は8倍以上となる3510 m²とした。2012年7月上旬に完工後に追跡調査を行い、拡大した試験エリアにおいても溶存硫化物低減などの底質改善効果が認められた。さらに2013年2月調査において、製鋼スラグ施工エリアの一部において、多数のホヤやスピオなどの底生生物が製鋼スラグ表面に付着していることが確認されたほか、カニなどの甲殻類や稚魚も観察された。一方、施工していない部位は多毛類のイトゴカイがわずかに生息するのみであった(図6)。冬季に海底近くの溶存酸素濃度が増えたこと、および溶存硫化物が抑制された状態に海底が改善されたことにより、表面にて幼生が成長したと推察される。

4. 硫化物抑制メカニズムの検討

海底堆積物からのH₂S生成は、①無酸素状態の泥中で硫酸還元菌などの作用により海水中の硫酸イオン(SO₄²⁻)や有機物中のSから硫化水素が生成し、②海水中に溶存硫化物として溶出することによると考えられる。著者らは、硫化ナトリウム水溶液と製鋼スラグを反応させたあとのスラグ表面をEPMA法による元素マッピングを行った結果、スラグ表面部分で硫黄(S)と鉄(Fe)の分布が良く一致した(図7)⁽⁸⁾。さらに、反応生成物の無反射X線回折分析および放射光分析結果から、下記の式により硫化鉄の生成および単体硫黄の生成が生じたと推定した⁽⁸⁾。



本研究でも、泥中に含まれる硫化物イオンが、製鋼スラグと反応して、間隙水や直上水の硫化物が硫化鉄などの生成により固定または無害化された可能性が考えられる。製鋼スラグの硫化物無害化反応の推定の模式図を図8に示す。

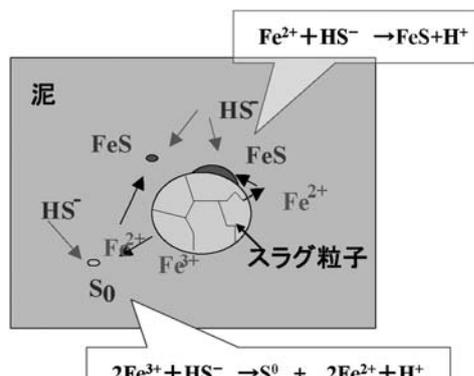


図8 製鋼スラグの硫化物無害化反応の推定の模式図。

5. 本技術の優位性および適用性

(1) 従来技術に対する優位性

上述の結果より、今回開発した技術は、天然材による覆砂などの従来技術に対して以下の優位性をもつと考えられる。

- 天然材を使用せず、浚渫土砂^{しゅんせつ}が発生することも無いため、新たな環境破壊を生じさせない。
- 単に物理的な効果に留まらず、硫化物固定や酸化雰囲気への改質など化学的な効果が認められる。これは、製鋼スラグ中に豊富に含まれる鉄が寄与していると考えられる。
- 冬季の溶存酸素の向上、ホヤなどの生物の着生などの生物生息基盤となりうる。
- 専用設備を必要とせず、既存の製鋼スラグ製造設備が利用できる、経済性に優れた技術である。

以上のように、本技術は従来技術に無く革新性に富んだ海域環境改善技術と考えられる。

(2) 本技術の適用可能な海域

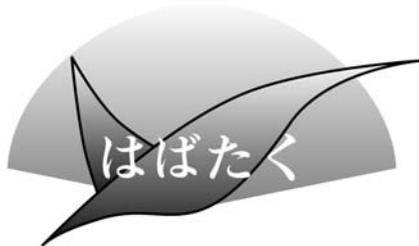
全国には海底にヘドロが堆積した内湾部、飼料や糞などが堆積した養殖場、および東京湾のように航路浚渫などによってできた深堀部が貧酸素水や硫化水素生成の原因となり、青潮を引き起こしているような閉鎖性海域が多く存在する。今後、本技術の適用によりこれらの海域の環境改善が期待できる。

6. おわりに

福山内港の実海域において製鋼スラグ施工試験を行い、製鋼スラグによる硫化物抑制効果などを実証した。施工後2年経過後の現在も効果継続中であるほか、冬季に生物着生が確認された。単に物理的な効果に留まらず、硫化物固定や酸化雰囲気への改質など化学的な効果が認められたが、これは製鋼スラグ中に豊富に含まれる鉄分が寄与によるものと考えられた。これらの結果より、今回開発した技術が、海域環境改善が必要な閉鎖性海域へ適用しうることが示唆された。なお、JFEグループは、特許第3963711号など本技術に関連する特許を多数有している。

文 献

- (1) 寒川 強, 太田一之, 鬼塚正光, 富永 衛: 公害, **22**(1987), 31-39.
- (2) L. S. Hansen and T. H. Blackburn: Mar. Ecol. Prog. Ser., **75** (1991), 283-291.
- (3) 環境資材 鉄鋼スラグ: 鉄鋼スラグ協会編, 東京, (2010).
- (4) E. Kiso, N. Tsutsumi, M. Shibuya and M. Nakagawa: 20th Ocean Engineering Symp., JFOES, JASNAOE, Tokyo, (2008).
- (5) 伊藤一明, 西嶋 渉, 正藤英司, 岡田光正: 水環境学会誌, **20**(1997) 10, 670-673.
- (6) Y. Miyata, Y. Sato, S. Shimizu, K. Oyamada: JFE TECHNICAL REPORT, **13**(2009), 41-45.
- (7) 坪川弘樹, 安田訓啓, 福江正治: 第9回海環境と生物および沿岸環境修復技術に関するシンポジウム, (2010), 13-18.
- (8) 林 明夫, 渡辺哲哉, 金子諒子 他: 鉄と鋼, **17**(2012), 207-214.



これまでの研究を通して

名古屋大学大学院博士課程3年
工学研究科 結晶材料工学専攻
山本 晃生

私は、名古屋大学大学院工学研究科結晶材料工学専攻の博士課程3年として生田研究室に所属し、同大学エコトピア科学研究所の竹内恒博准教授の下、環境調和元素から構成される熱電材料を開発する研究をしています。この度、本稿を執筆する貴重な機会を与えて頂いた中で、研究内容を述べると共に研究生活を通して感じたことを述べさせていただきます。

化石燃料枯渇問題やその燃焼に伴う地球温暖化ガスの排出問題が深刻になっている中、廃熱から有用な電力を再生する熱電発電技術が近年注目されています。熱電発電は、ゼーベック効果を利用して熱エネルギーを電気エネルギーに直接変換できる技術のことをいい、そのエネルギー効率は素子内に搭載された熱電材料の物性から算出される無次元性能指数 ($ZT = S^2 \sigma / (\kappa_{el} + \kappa_{lat})$) の増加関数になっています (S , σ , κ_{el} , 及び κ_{lat} はそれぞれゼーベック係数, 電気伝導率, 電子熱伝導率, 格子熱伝導度)。したがって、高い ZT を有する材料を開発する必要があります。さらに、産業や民生において消費される電力の大半は250°以下の低温廃熱になっており、且つ、廃熱は拡散的に広がって消失することを踏まえると、電力を回収するためには多量の熱電発電素子を必要とします。したがって、低温廃熱から有効な電力を回収するには、その温度域で高い ZT をもつだけでなく、材料が安価で無害な元素から構成されることも重要になります。ところが、低温廃熱温度域で高い ZT を有している代表的な既存の熱電材料 (Bi-Te 合金) には毒性元素やレアメタルを多く含まれていることが、実用化への足かせになっています。

ZT を決定している熱電物性の内、 S , σ , κ_{el} (以下では3つを電子物性と呼ぶ) は電子構造によって一意に決まり、一方 κ_{lat} はフォノン分散により決定されていることが知られており、特に高い ZT を示すためには熱電材料として良い電子構造を持つことが必要条件になっています。私をご指導して下さっている竹内准教授は、これまでの研究の一部ではありませんが、様々な材料に対して理論と実験の双方から電子構造を詳細に解析し、電子物性の支配因子とその制御因子を解明されてきました。さらに、そこで得られた知見をもとに熱電材

料として良い電子構造を持つ条件を提案し、実際に第一原理計算を用いることで材料を選定した結果、安価で無害な元素から構成され、且つ、良い電子物性 (電子構造) をもった Si_2Ti 構造 Al-Mn-Si 合金を見つけられました。ところが、この材料では、フォノン分散が適切でないことに起因し、もう一つの因子である格子熱伝導度が大きい (約 $10 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) ことが原因で ZT が低いという問題がありました。

私は、Al-Mn-Si 合金の ZT を増大させることを目標に掲げ、いかに熱電材料としての良い電子構造を維持したまま格子熱伝導度を下げるかを課題としています。一般的に構成元素を質量差の大きい重元素で部分置換すると、格子熱伝導度が低減することが知られていますが、同時に電子物性を低下させる要因にもなります。そこで、電子物性を変えない置換元素を第一原理計算 (バンド計算とクラスター計算) を使って選定さえすれば、格子熱伝導度だけを低減させて ZT を増大できるであろうと考え、構成元素を重元素で部分置換することによる Al-Mn-Si 合金の物性改質を通して ZT を上げる取り組みを始めました。選定した結果、Mn を重元素 Ru や Re で部分置換することが有効であることがわかり、さらに、実験により、これらの元素で部分置換しても電子物性を低下させずに格子熱伝導度のみ低減されることを確認しました。次に、Ru と Re の単独で置換できた 3 at% Ru と 1 at% Re を共置換することもできるのではないかと考え、試料作製を行ったところ、格子熱伝導度のみをさらに下げることが出来ましたが、 ZT 値は目標値よりも未だに小さく、さらに格子熱伝導度を下げる必要がありました。そこで、文献を調べつつ、自身の研究に生かせることができないかと考え悪戦苦闘していたところ、竹内先生から「共置換したことによって固溶域が広がっている可能性もあるのではないかと」のアドバイスを頂きました。実際に取りかかってみたところ、固溶限が広がっていることを確認でき、このことを利用してさらに ZT を上げることができ、結果として目的に近づくことが出来ました。ちなみに、含まれる貴金属 Ru と Re は数 at% しか含まれていませんので、材料の価格は Bi-Te 合金よりも1/4以下になっており、Bi-Te 合金の代替材料として有望であることがわかってきています。

ここから得られた教訓として、私自身これまで成功する可能性の低いことに取り組むことには消極的でしたが、少しでも可能性があるのであれば実行することも研究への取り組みに重要であると考えようになりました。ただし、その可能性を見極めるには、高い専門性を備え、且つ、他の研究分野のバックグラウンドを知ることが必要と思っています。ところが、まだまだ未熟者であるため、至らない点が多いと痛感しております。幸いにも、身の回りには指導して下さっている竹内先生はもちろん、生田博志教授、竹中康司教授などのお手本になる先生方がいらっしゃいますので、参考にさせていただきつつ、今後も専門性を深め、幅広い知識を習得していくことによって研究者としての能力を磨いていきたいと考えております。

(2013年10月12日受理) [doi:10.2320/materia.53.32]

(連絡先: 〒464-8603 名古屋市千種区不老町)

本 会 記 事

会 告	2013年秋期講演大会の優秀ポスター賞受賞者の誤掲示に関するお詫び	33	
	2014年度の会費お払込について	33	
	2014年春期(第154回)講演大会ご案内ならびに参加申込みについて	33	
	2014年春期講演大会機器・書籍・カタログ展示会出展募集大会プログラム広告および講演概要集 DVD ジャケット広告募集	34	
	2014年春期講演大会会期中の託児室設置のお知らせ	35	
	日本金属学会誌・Materials Transactions 掲載論文の Graphical Abstract 公開開始について	35	
	2014年秋期講演大会公募シンポジウムテーマ提案募集	35	
	第62回論文賞候補論文推薦(自薦)のお願い	35	
	第4回まてりあ賞推薦(自薦)のお願い	35	
	第12回学術貢献賞候補者推薦依頼	36	
	第12回功労賞候補者推薦依頼	36	
	第24回奨励賞候補者推薦依頼	36	
	第11回村上奨励賞候補者推薦依頼	36	
	欧文誌編集委員会からのお知らせ	36	
支部行事	37	会誌・欧文誌1号目次	40
掲示板	38	次号予告	41
新入会員	39	分科会シンポジウム報告	42
材料系学協会情報コーナー	39	行事カレンダー	43

- ・投稿規程・刊行案内・入会申込はホームページをご利用下さい。
- ・ご連絡先住所変更等の手続きは本会ホームページからできます。
- ・会告原稿の締切は毎月1日で、翌月号掲載となります。

事務局 渉外・国際関係: secgnl@jim.or.jp
 会員サービス全般: account@jim.or.jp
 会費・各種支払: member@jim.or.jp
 刊行物申込み: ordering@jim.or.jp
 セミナー・シンポジウム参加申込み: meeting@jim.or.jp
 講演大会: annualm@jim.or.jp
 総務・各種賞: gaffair@jim.or.jp
 学術情報サービス全般: secgnl@jim.or.jp
 分科会: stevent@jim.or.jp
 まてりあ・広告: materia@jim.or.jp
 会誌・欧文誌: editjt@jim.or.jp

公益社団法人日本金属学会
 〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32
 TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312
<http://jim.or.jp/>

〈機関誌総目次掲載について〉

★「まてりあ」「日本金属学会誌」「Materials Transactions」の総目次は、ホームページに掲載しております。

★各種賞のご推薦(自薦)を募集しております。詳しくは、本会会告35頁からをご覧ください。

会 告 (ホームページもご参照下さい)

2013年秋期講演大会の優秀ポスター賞受賞者の誤掲示に関するお詫び

講演大会委員会 委員長 西田 稔

本会は、2013年秋期講演大会の優秀ポスター賞受賞者を9月18日に掲示する際、掲示データ入力に誤ったため、1名の方を受賞者だと誤掲示して、ご関係の皆様大変不愉快な思いをさせていただきました。ご関係の皆様に対し、誠に申し訳なく、心よりお詫び申し上げます。本会は二度とこのようなことが起こらないよう対策を講じますので、ご容赦のほどよろしくお願いたします。

2014年度の会費お払込について

2014年度の会費お払込のお手続きはお済でしょうか。会員の皆様には、昨年11月下旬頃、ご請求のご案内をお送りいたしました。お手続きが未だの方は、お早目のご対応をどうぞ宜しくお願いいたします。

尚、今年度より、本会ホームページ新設の「[会員専用ページ](#)」から支払い確認が出来、クレジットカード等でもお支払ができるようになりましたのでご利用下さい。

(これまでの [ID とパスワード](#) でログインができます)

ホームページ → [会員専用ページ](#) → ID & パスワード入力

2014年春期(第154回)講演大会ご案内ならびに参加申込みについて

2014年春期(第154回)講演大会を、3月21日(金)から23日(日)までの日程で東京工業大学大岡山キャンパス(東京都目黒区大岡山)を会場として開催いたします。大会懇親会は3月21日(金)に行われます。以下のご案内と申込要領をご参照の上、お早めにお申込み下さい。

尚、**参加申し込みは、インターネット申込**となります(出来るだけインターネットによる事前申込をご利用下さい。)詳細は、下記申込要領をご覧ください。

日 程

日 時	行 事	場 所	
3月21日(金)	9:00~ 9:40	70周年記念講演 南2~4号館, 南6~8号館 蔵前会館「くらまえホール」 八芳園	
	9:50~11:40		
	13:00~		
	12:00~17:00		
18:30~20:30	懇親会		
3月22日(土)	9:00~17:00	学術講演会	南2~4号館, 南6~8号館
3月23日(日)	9:00~16:30	学術講演会	南2~4号館, 南6~8号館

懇親会会場: 八芳園 1階「ジュール」
 (〒108-0071 東京都港区白金台 1-1-1 ☎ 03-3441-7888)

参加申込要領

《インターネット申込》

事前の大会参加申込みおよび懇親会参加の申込み

〈登録期間〉 1月14日(火)～2月21日(金)17:00終了

大会参加申込み URL http://www.knt.co.jp/ec/2014/jim_sprng/index.html

予約申込締切後、予約申込者へ大会参加証、概要集 DVD を送付します。懇親会参加申込をされた方には、懇親会参加券もあわせてお送りします。なお、領収書は、別途ハガキにて郵送いたします。2月21日以降は当日申込みとなります。

当日申込をご希望の方は、会場受付にて直接お申込み下さい。

◆大会参加費(講演概要集 DVD 代含む)

※年会費とは異なります。

参加費・講演概要集 DVD・懇親会の消費税扱については、HP(一覧表 PDF)をご参照下さい。

予約申込締切日	2月21日(金) (申込方法および支払期日)	
	会員資格	当日申込 (大会会場受付・現金払いのみ)
	予約申込 (インターネット申込・事前支払い)	当日申込 (大会会場受付・現金払いのみ)
正員・前維持員会社社員・鉄鋼協会会員	9,000円	10,000円
学生員	6,000円	6,500円
非会員 一般	19,000円	20,000円
非会員 学生(大学院生含む)	14,000円	15,000円

◆懇親会費(消費税込み)

予約申込締切日	2月21日(金) (申込および支払期日)	
	申込資格	当日申込 (懇親会会場受付) (大会会場受付・現金払いのみ)
	予約申込 (インターネット申込・事前支払い)	当日申込 (懇親会会場受付) (大会会場受付・現金払いのみ)
一般	10,000円	12,000円
同伴者(ご夫人またはご主人)	5,000円	5,000円

・お支払後の取消は、ご返金いたしかねますのでご了承下さい。

◆支払方法

銀行振込みおよびクレジットカードをご利用頂きますが、お振込みの場合は、手数料をご負担願います。また、振込み後のご返金は致しかねます。2月21日(金)の入金日をもって予約申込完了となります。

インターネット申込問合せ先(請求書・領収書)

株式会社 近畿日本ツーリスト東北 仙台団体旅行支店
〒980-0021 仙台市青葉区中央 1-7-20
☎ 022-222-4141 FAX 022-221-6188
E-mail: sendai-dantai@or.knt-th.co.jp

◆講演概要集 DVD のみ購入する場合

(※講演発表・聴講するためには、上記大会参加申込みが必要です。)

件名を「2014年春期講演大会講演概要集 DVD 購入申込」とし、①申込者氏名②会員資格(会員番号も併記)③申込数④送付先住所をご記入の上、E-mail: ordering@jim.or.jp 宛にお申込み下さい。
3月7日の発行後、請求書を添えて送付いたします。

会員価: 4,000円 定価: 10,500円 送料: 500円(消費税込み)

参加申込・問合せ先

(公社)日本金属学会 ☎ 022-223-3685
〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32
FAX 022-223-6312(各ご連絡・お申込は、FAX でも可)
E-mail: member@jim.or.jp

**2014年春期講演大会機器・書籍・カタログ展示会出展募集
大会プログラム広告および
講演概要集 DVD ジャケット広告募集**

2014年3月21日(祝・金)から23日(日)までの3日間、東京工業大学大岡山キャンパスで開催される春期講演大会会場内で機器・書籍およびカタログの有料展示会を開催いたします。大会プログラム、講演概要 DVD ジャケット掲載の広告の募集もいたします。

■機器・書籍展示

研究開発用機器、書籍、ソフトウェア等の出展を募集します。

1小間 間口1,800mm、奥行き900mm(予定)

展示台(テーブル)、椅子、電源(100V 1kW まで)をご用意します。

*電気容量の追加は1kW 毎に10,000円(税別)をご負担下さい。

出展料金 機器展示: 1小間140,000円(税別)

書籍販売: 1小間 90,000円(税別)

申込締切 2014年2月6日(木)

■カタログ展示

展示部数 2点(A4サイズ、8頁以内)につき、30部以内

出展料金 2点につき30,000円(税別)(1点増すごとに10,000円(税別)追加)

リクルート関連の展示は会社案内他添付資料の2点で30,000円(税別)、30部以内

申込締切 2014年2月6日(木)

■大会プログラム広告

原稿寸法 A4版 1P 天地260mm×左右180mm

1/2P 天地125mm×左右180mm

入稿形態 完全データ(グレースケール)

広告料金

掲載場所	頁	掲載料金
普通頁 後付	1	70,000円
後付	1/2	40,000円

○上記の料金には消費税は含まれておりません。

○原稿制作費は別途ご請求させていただきます。

申込締切 2014年1月31日(金)

原稿締切 2014年2月5日(水)

■講演概要集 DVD ジャケット広告

原稿寸法 天地120mm×左右121mm

入稿形態 完全データ(4色カラー)

掲載場所	頁	掲載料金
表紙 2カラー	1	50,000円
表紙 4カラー	1	75,000円

○上記の料金には消費税は含まれておりません。

○原稿制作費は別途ご請求させていただきます。

申込締切日 2014年2月4日(火)

原稿締切日 2014年2月4日(火)

■申込・問合せ

〒104-0061 東京都中央区銀座 7-12-4(友野本社ビル)
株式会社 明報社 担当 後藤一哲
☎ 03-3546-1337(代) FAX 03-3546-6306
E-mail: goto@meihosha.co.jp

2014年春期講演大会会期中の託児室設置のお知らせ

2014春期講演大会期間中、日本金属学会と日本鉄鋼協会が共同で託児室を開設いたします。利用ご希望の方は、申込要領をお読みの上、E-mailにてお申込下さい。

利用日時 2014年3月21日(祝・金)～23日(日)
毎日、午前9:30から午後5:30まで
申込期間 2014年2月3日(月)～3月7日(金)
場所 東京工業大学 大岡山キャンパス(セキュリティ確保の為、お申込者のみにご案内いたします。)
料金 子供一人800円/時間 (託児室会場で当日支払い)
申込方法 日本鉄鋼協会・日本金属学会男女共同参画委員会ホームページ託児室案内記載の申込要領をお読みの上、3月7日(金)までにホームページ(下記 URL)の託児室案内よりお申込み下さい。
<https://www.isij.or.jp/godo/isijjim/>
確認後、シッター会社(㈱ファミリー・サポート)よりご予約確認の返信メールをお送りします。

申込・問合せ先 ㈱ファミリー・サポート BAMBINO CLUB
担当者: 星
☎ 03-3377-3177 FAX 03-3377-3178
E-mail: khoshi@familysupport.co.jp
住所: 東京都渋谷区代々木 1-58-16 4F
(公社)全国保育サービス協会正会員

※不測の事故に対応するために、シッター会社が保険に加入しており、保険適用範囲で補償いたします。また日本鉄鋼協会および日本金属学会は、事故の責任を負わないことを申し添えます。お子様の健康状態、留意点など必ず託児スタッフへお伝え下さい。お伝えいただけない事が原因となってお子様へ損害が発生した場合はお客様の責任となります。

※完全ご予約制となっておりますので、ご予約のない場合はご利用いただけません。

なお、託児室のスペースの関係上、定員になり次第締め切らせていただきますので、予めご了承下さい。

問合せ先 (一社)日本鉄鋼協会 総務・会員グループ 金子智子
☎ 03-3669-5931 FAX 03-3669-5934
E-mail: kaneko@isij.or.jp

詳細情報 日本鉄鋼協会・日本金属学会男女共同参画委員会ホームページ <https://www.isij.or.jp/godo/isijjim/>

会誌・欧文誌編集委員からのお知らせ

日本金属学会誌・Materials Transactions 掲載論文の Graphical Abstract 公開開始について

日本金属学会誌および Materials Transactions では、論文中最もアピールしたい図を、J-STAGE 上で Graphical Abstract として公開するサービスを開始いたします。

希望者は、テキストの Abstract に加えて Graphical Abstract の表示ができます。貴論文のビジュアル(可視性、注目度)向上に、是非お役立て下さい。

※Graphical Abstract 公開に関して、著者の追加負担費用はございません。

※Graphical Abstract として表示できる図は、本文中に使用しているもののみといたします(改変はできません)。また、本文中モノクロの図を表示希望の場合はモノクロ表示となり、本文中カラーの図を表示希望の場合はカラー表示となります。詳細は、執筆要領をご参照下さい。

2014年秋期講演大会公募シンポジウムテーマ提案募集

提案期限: 2014年2月20日(木) 期日厳守

会員の研究活動の一層の活性化を図ることを目的として、春秋講演大会において会員からの提案テーマによるシンポジウム講演を実施いたしており、活況を呈しております。本年の秋期講演大会(名古屋大学)の公募シンポジウムテーマを募集いたします。あたりあ: 52巻12号586頁 または HP→講演大会をご参照の上、活発な討論が期待できる有益なテーマを積極的にご提案下さい。(提案様式は HP よりダウンロードして下さい。)

第62回論文賞候補論文推薦(自薦)のお願い

本会では秋の講演大会にて、前年1カ年の会誌、欧文誌に掲載された論文の中から特に優秀な論文に対し、毎年論文賞を授賞しております。論文賞候補論文の推薦は会誌、欧文誌の「編集委員」または「論文査読者」あるいは「代議員」の方々をお願いしております。また、より広く推薦していただくため、「著者本人」からの自薦も認めております。つきましては、下記ご参照の上、奮ってご応募をお願いいたします。

■第62回論文賞の審査範囲

日本金属学会誌: 第77巻 1～12号(2013年)掲載分
Materials Transactions: Vol. 54 No. 1～12(2013年)掲載分

注: 以下の論文は対象外となります

- ①寄書, Rapid Publication, Overview および Letters to the Editor
- ②他学協会で同様の論文が掲載されている論文
- ③コピーライトが本会に帰属されていない論文

推薦部門 物性, 組織, 力学特性, 材料化学, 材料プロセス, 工業材料

推薦締切 2014年2月20日(木)

詳細 あたりあ 52巻12号584頁 ホームページ: 表彰関係

第4回あたりあ賞推薦(自薦)のお願い

会報「あたりあ」に掲載された論文または記事の中から、金属及びその関連材料の学術及び科学技術の振興に顕著な貢献をした方に「あたりあ賞」授賞しております。

授賞候補論文および授賞候補記事の推薦は、「会報編集委員」、「著者本人」、「一般会員(正員3名以上の連名)」の推薦となります。積極的なご推薦をお願いいたします。

■第4回「あたりあ賞」推薦要領

賞の名称・概要および授賞件数

- (1) **あたりあ論文賞** 2編以内

日本金属学会会報「あたりあ」に掲載した論文で、学術または科学技術上優秀で且つ金属およびその関連材料に係る分野の進歩発展に顕著な貢献をした論文に対し授賞する。

- (2) **あたりあ啓発・教育賞** 2編以内

日本金属学会会報「あたりあ」に掲載した記事で、あたりあ記事の特徴を活かし、金属およびその関連材料に係る啓発や教育に顕著な貢献をした記事に対し授賞する。

授賞対象記事 2011年～2013年掲載済記事(授賞済記事は除く: 授賞済記事はホームページに掲載します。)

推薦締切 2014年2月20日(木)

推薦締切 **2014年2月20日(木)**

詳細 までりあ 52巻12号585頁 ホームページ：表彰関係

第12回学術貢献賞候補者推薦のお願い

本会では地域振興の観点から各地域に根ざした技術の進歩発達に貢献した個人あるいは組織を対象とした「学術貢献賞」を設けております。第12回の授賞式を2014年秋期講演大会(名古屋大学)の折、9月24日に行います。多数の優秀な候補者を推薦いただくため、広く会員からの推薦をもとめております。下記要領により積極的にご推薦下さい。

候補者の対象 各地域において金属学または金属工業に関する学術または技術の進歩発達に功労があった方。

受賞人数 各支部1名、但し関東支部と関西支部は1~3名程度

推薦資格 本会支部長、代議員または3名以上の正員連名による推薦

推薦手続 所定の様式(ホームページからダウンロードして下さい)により必要事項を記入の上、お送り下さい。

推薦締切 **2014年2月20日(木)**

詳細 までりあ 52巻12号585頁 ホームページ：表彰関係

第11回村上奨励賞候補者推薦のお願い

本会では財団法人村上記念会からのご寄付を基に金属工学の分野で卓越した業績を挙げつつある若手研究者を奨励するため「日本金属学会村上奨励賞」を設けており、第11回の授賞式を2014年の秋期講演大会(名古屋大学)の折、9月24日に行います。多数の優秀な候補者を積極的にご推薦下さい。

候補者の対象 金属工学の分野で卓越した業績を挙げつつある、**2014年5月31日時点で40歳以下**の若手研究者。

推薦資格 本会代議員、分科会委員または3名以上の正員連名による推薦

推薦手続 所定の様式(ホームページからダウンロードして下さい)により必要事項を記入の上、お送り下さい。

推薦締切日 **2014年2月20日(木)**

詳細 までりあ 52巻12号585頁 ホームページ：表彰関係

第12回功労賞候補者推薦のお願い

本会では45歳以上の研究・技術分野に功績があった方を対象として、日本金属学会賞に次ぐ賞として「日本金属学会功労賞」を設けております。第12回の授賞式を2014年秋期講演大会(名古屋大学)の折、9月24日に行います。多数の優秀な候補者を推薦いただくため、広く正員からの推薦(3名以上連名)をもとめております。下記要領により積極的にご推薦下さい。

候補者の対象 **2014年5月31日時点で45歳以上**、各組織における定年までの方

部門 **学術部門**：金属学または金属工業に関する学術の進歩発達に功労があった方

技術部門：金属学または金属工業に関する技術の進歩発達に功労があった方

推薦資格 本会代議員または3名以上の正員連名による推薦

推薦手続 所定の様式(ホームページからダウンロードして下さい)により必要事項を記入の上、お送り下さい。

推薦締切 **2014年2月20日(木)**

詳細 までりあ 52巻12号585頁 ホームページ：表彰関係

国内結晶学会からのお知らせ

■Crystallographic Orientation Distribution and Related Properties in Advanced Materials IV

(先端材料の結晶方位分布と関連特性Ⅳ)

金属やセラミックス等の結晶性材料の結晶方位は材料特性に影響を及ぼす重要な因子であり、複合材料や薄膜を含む広範囲な材料において、特性向上の手段として集合組織の制御が注目されている。本特集では、以前の特集号(48巻8号、51巻4号、53巻11号)と同様に、集合組織形成機構に関する学術的関心のみならず、集合組織と関連した特性の工業分野への技術的応用のために、中性子回折、X線回折、EBSD、TEM等で評価された種々のスケールでの結晶方位分布について最近の研究成果を集約する。実験だけでなく計算に基づく集合組織研究論文も含めた企画とする。

上記テーマに関する特集を、Materials Transactions 56巻1号(2015年1月発行)に予定しております。多数ご寄稿下さいますようお願いいたします。

実施予定号：第56巻第1号(2015年)

予備登録日：2014年5月1日

原稿締切日：2014年7月1日

本会 Web ページにて①論文題目(仮題でも可)、②投稿予定日、③著者名、④登録者の氏名および所属、住所、電話番号、⑤概要などをご入力の上、予備登録を行って下さい。

・執筆に際しては、日本金属学会欧文誌投稿の手引・執筆要領(本会 Web ページ)をご参照下さい。

・通常の投稿論文と同様の審査過程を経て、編集委員会で採否を決定します。

・著者は、投稿・掲載費用をご負担願います。(別刷50部寄贈)。

予備登録・原稿提出先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32

(公社)日本金属学会欧文誌編集委員会

http://jim.or.jp/

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

E-mail: editjt@jim.or.jp

第24回奨励賞候補者推薦のお願い

本会では次世代を託する優れた若手研究者を顕彰するために1991年から「日本金属学会奨励賞」を設けており、第24回の授賞式を2014年の秋期講演大会(名古屋大学)の折、9月24日に行います。

歴史の転換期にある今日、若い世代の意識の高揚こそが何よりも望まれ、金属・材料工学ならびに関連分野で活躍しつつある若手研究者の中から将来性豊かな人材をご推薦下さいますようお願いいたします。

候補者の対象 **2014年5月31日時点で33歳以下の方**、金属・材料工学ならびに関連分野で卓越した業績を挙げつつある研究者。工業技術部門は企業の研究者または技術者を対象とします。

対象部門 物性、組織、力学特性、材料化学、材料プロセッシング、工業材料、工業技術部門の7部門

推薦資格 本会代議員、分科会委員または3名以上の正員連名による推薦

推薦手続 所定の様式(ホームページからダウンロードして下さい)

支部行事



平成25年度日本金属学会，日本鉄鋼協会 両北海道支部合同 冬季講演大会のお知らせ

日本金属学会，日本鉄鋼協会両支部共催の冬季講演大会を下記により開催いたします。

会員各位のご講演申込み並びに活発な討論の機会となりますよう多数のご参加をお願い申し上げます。

開催日時 2014年1月23日(木)，24日(金)

会場 北海道立道民活動センター(かでる27) 520・730研修室
〒060-0002 札幌市中央区北2条西7丁目
☎ 011-204-5100 FAX 011-271-9827

連絡先 〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目
北海道大学 大学院工学研究院 材料科学部門 大野直子
☎ 011-706-6356 FAX 011-706-6355
E-mail: n-oono@eng.hokudai.ac.jp

参加費 当日会場受付にて，お一人1,000円の参加費を申し受けます。(ただし，聴講のみの学生は無料(概要集は無し))



第12回東北支部研究発表大会

開催日 2014年1月13日(月) 13:00～

協賛 日本鉄鋼協会東北支部，軽金属学会東北支部

会場 名取市文化会館 小ホール(〒981-1224 名取市増田字柳田520 ☎ 022-384-8900 仙台空港アクセス鉄道「杜せきのした」駅より徒歩8分 <http://www.natori.or.jp/>)

プログラム(予定)

13:00～13:10 支部長挨拶
13:10～14:00 基調講演「スピントロニクスデバイス・材料の開発」 東北大学院工 准教授 手束展規
14:00～17:00 一般講演(口頭発表およびポスター発表)
17:00～17:15 閉会式(審査発表と学生表彰，閉会の挨拶)
18:00～20:00 懇親会(サッポロビール仙台ビール園 名取本館)

参加費 無料

問合せ先 〒981-1239 名取市愛島塩手字野田山48
仙台高等専門学校マテリアル環境工学科 浅田 格
☎ & FAX 022-381-0337
jimtohoku12@sendai-nct.ac.jp

大会情報 大会専用ホームページおよび講演申込み
<http://jim-tohoku12.ccn.sendai-nct.ac.jp>
仙台高等専門学校マテリアル環境工学科からのリンク
<http://natori.sendai-nct.ac.jp/ss/>



日本金属学会東海支部・日本鉄鋼協会 東海支部学術討論会のご案内

日時 2014年1月31日(金) 10:00～17:00

場所 名古屋工業大学 講堂会議室

テーマ 可視化モノづくり技術

プログラム

10:00 挨拶(浅野弘明支部長)
10:08 開会，本学術討論会企画の趣旨説明(福本)

テーマ1: 材料創製・設計(司会: 西野)

10:15 趣旨説明(西野)
10:20 講師1: 名工大機能工 佐藤 尚 准教授
シリアルセクションングによる巨大ひずみ加工複相材料の
3次元組織可視化
11:05 講師2: 名工大物質工 小山敏幸 教授
フェーズフィールド解析による組織形成の可視化と材料設
計
11:50 討論
12:00～13:10 一昼食休憩一

テーマ2: 高融点液体金属の凝固，流動現象(司会: 溝口)

13:10 趣旨説明(溝口)
13:15 講師1: 京大材料工 安田秀幸 教授
時間分解・その場X線イメージングによる凝固現象の観
察とモデル化
14:00 講師2: 新日鐵住金 高谷孝司 フェロー
数値シミュレーションによる鉄鋼プロセスの可視化と実機
設計
14:45 討論

テーマ3: 摩擦攪拌接合(司会: 福本)

15:00 趣旨説明(福本)
15:05 講師1: 豊技大機械工 安井利明 准教授
数値解析およびモデル実験による摩擦攪拌接合現象の可視
化
15:50 講師2: 阪大接合科研 藤井英俊 教授
高輝度X線透過装置による摩擦攪拌接合時の流動解析
16:35 討論
16:50 全体を通しての総括(必要に応じ適宜)，閉会(西野，溝口)

定員 100名

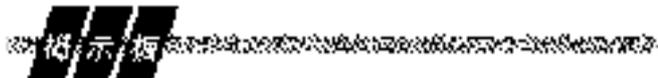
学術討論会参加費 無料

参加申込方法 (a) 氏名，(b) 勤務先・所属部課名・役職，(c) 連
絡先(住所・電話・FAX・E-mail)，を明記の上，
E-mailにて下記申し込み先へご連絡下さい。

問合せ・申込先 日本金属学会・日本鉄鋼協会 東海支部事務局
E-mail: tokai@numse.nagoya-u.ac.jp

申込締切 2014年1月17日(金) 当日受付も可





〈公募類記事〉
 無料掲載：募集人員，締切日，問合せのみ掲載。
 有料掲載：1/4頁(700～800文字)程度。
 ・「あたりあ」とホームページに掲載 16,000円(消費税込み)
 ・ホームページのみ掲載 10,500円(消費税込み)
 〈その他の記事〉 原則として有料掲載。
 ・原稿締切・掲載号：毎月1日締切で翌月号1回掲載
 ・原稿提出方法：電子メールとFAX両方(受け取りメールの確認をして下さい)
 ・原稿送信先：FAX 022-223-6312 E-mail: materia@jim.or.jp

◇ 東北大学金属材料研究所 教授 公募 ◇

公募人員 東北大学金属材料研究所 教授 1名
 所 属 安全やエネルギーに関わる材料科学を担う部門
 専門分野 材料科学・工学の基礎基盤に立脚しながら，社会の安全と持続性を重視したエネルギーまたは環境に関わる分野の研究に意欲的に取り組める方。詳細は下記 URL へ。
 URL <http://www.imr.tohoku.ac.jp/ja/op/2013-16.html>
 公募資格 博士の学位を有する方
 着任時期 2015年4月以降のなるべく早い時期
 任 期 10年(審査後再任可)
 公募締切 2014年3月31日(月)必着
 提出書類 (1) 履歴書(写真添付)
 (2) 研究業績リスト(原著論文，国際会議の発表・プロシーディング，著書，競争的資金獲得状況，論文被引用度データ等)
 (3) 主要論文別刷10編(コピー可)
 (4) これまでの研究概要(2,000字程度)
 (5) 着任後の研究計画(2,000字程度)
 (6) 推薦書，または照会可能者2名の氏名と連絡先
 書類送付先 〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1
 東北大学金属材料研究所 所長宛
 *封筒表面に「教授応募書類(安全・エネルギー材料科学)在中」と朱書きし書留にて郵送して下さい。応募書類の返却はいたしませんのでご了承下さい。
 問合せ先 教授 今野豊彦
 ☎ 022-215-2125 FAX 022-215-2126
 E-mail: tjkonno@imr.tohoku.ac.jp
 そ の 他 東北大学は，男女共同参画を推進しています。子育て支援の詳細等，男女共同参画の取り組みについては下記 URL をご覧下さい。
 URL <http://www.bureau.tohoku.ac.jp/danjo/>

◇ 元素戦略磁性材料研究拠点・ポスドク研究員 公募 ◇

公募する職名・人数 ポスドク研究員(任期制)・1名
 詳細な所属部門・講座・研究室等 NIMS，元素戦略磁性材料研究拠点
 専門分野，仕事の内容 材料科学ならびに磁性材料に経験を有し，磁性材料の微粒子プロセスならびに焼結体の磁気特性評価に意欲的に取り組める方で，
 ・金属微粉末のプロセッシング
 ・金属，合金，金属間化合物の熱力学，および材料科学のテーマで研究を進められる方。
 詳細は，<http://www.nims.go.jp/research/ESICMM/employment/hdfqf1000001kipf.html> を必ず参照。
 着任時期 2014年4月(応相談)
 任 期 2015年3月31日まで(審査により更新可。最長5年)
 応募資格(望ましい経歴)博士号取得者または取得見込みの方
 提出書類

○NIMS 指定履歴書(写真貼付)
 ○業績リスト
 ○研究概要(A4用紙1ページ程度)
 ○自己アピール
 ○主要論文別刷り3編以内(コピー可)
 ○本人の研究活動に関して意見を聞ける方の連絡先(2名以上)
 公募締切 適任者が見つかり次第終了
 書類送付・問合せ先
 〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1
 独立行政法人物質・材料研究機構
 元素戦略磁性材料研究拠点
 代表研究者 広沢 哲
 E-mail: info-esicmm@ml.nims.go.jp

集 会

◇ レアメタル研究会 ◇

■主 催 レアメタル研究会
 主宰者：東京大学生産技術研究所 岡部 徹 教授
 ■協 力 (一財)生産技術研究奨励会(特別研究会 RC-40)
 ■共 催 東京大学マテリアル工学セミナー
 レアメタルの環境調和型リサイクル技術の開発研究会
 (最先端・次世代研究開発支援プログラム：JSPS NEXT Program)
 ■開催会場 東京大学生産技術研究所
 An 棟 2F コンベンションホール(〒153-8505 東京都目黒区駒場4-6-1)
 (最寄り駅：駒場東大前，東北沢，代々木上原)
 ■参加登録・お問合わせ
 東京大学生産技術研究所
 岡部研究室 学術支援専門職員 宮崎智子
 FAX 03-5452-6313 E-mail: tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp

■第59回 2014年1月10日(金)10:00～ An 棟2F コンベンションホール
 特別合同シンポジウム：貴金属の製錬・リサイクル技術の最前線
 東京大学生産技術研究所 非鉄金属資源循環工学寄付研究部門(JX 金属寄付ユニット)，東京大学生産技術研究所 サステイナブル材料国際研究センター，レアメタル研究会による特別・合同シンポジウム
 午前10:00～
 ・銅製錬を利用した銅，貴金属，レアメタルの資源循環(30分)
 JX 日鉱日石金属株式会社 環境リサイクル事業本部 技術部 ○宮林良次
 ・貴金属リサイクル市場の現状と回収精製技術について(30分)
 田中貴金属工業株式会社 化学・回収事業部 湘南工場 製造技術セクション ○上田哲也
 ・貴金属製錬におけるコレクターメタルの熱力学的性質と選択指針について(仮)(30分)
 岩手大学 工学部 マテリアル工学科，兼，東京大学生産技術研究所 サステイナブル材料国際研究センター ○山口勉功
 午後1:30～
 ・複合酸化物を経由する白金族金属の酸溶解プロセスの開発(仮)(30分)
 独立行政法人産業技術総合研究所 サステナブルマテリアル研究部門 物質変換材料研究グループ ○粕谷 亮，三木 健，多井 豊
 ・白金族金属の新規溶解プロセスの開発(仮)(30分)
 東京大学生産技術研究所 サステイナブル材料国際研究センター，兼，同所 非鉄金属資源循環工学寄付研究部門(JX 金属寄付ユニット) ○野瀬勝弘，岡部 徹
 ・マグネタイトを担体に用いた水溶液中からの貴金属回収(30分)
 北海道大学工学研究院 環境循環システム部門 ○広吉直樹，伊藤真由美
 ・合金の溶解特性を利用した白金族金属の湿式リサイクルプロセ

ス(30分)

東京大学生産技術研究所 サステイナブル材料国際研究センター, 兼,
同所 非鉄金属資源循環工学寄付研究部門(JX 金属寄付ユニット)

○佐々木秀顕, 前田正史

- バイオ技術をベースにした貴金属リサイクルに挑戦(30分)

大阪府立大学 工学研究科 物質・化学系専攻 化学工学分野

○小西康裕

(※○印は講演者, 敬称略)

ポスター発表者によるショートプレゼン(希望者)

司会 野瀬勝弘

午後6:00~ 研究交流会・意見交換会(An棟2F ホワイエ)

★ポスター発表(企業からの申し込みも歓迎します)

■第60回 2014年3月20日(木)15:00~ An棟2F コンベンションホール

テーマ: 環境問題, 教育問題, レアメタル事情, 非鉄金属全般,
ディレクターシップ

午後3:00~

- 環境, 教育問題から見た我が国の非鉄製錬業の持続可能性(仮)
(60分) 東京大学 生産技術研究所 客員教授,
東北大学 多元物質科学研究所 教授 中村 崇 講師
- レアメタル供給のボトルネックについて(仮)(60分)
~中国南部, イオン吸着鉱の生産地域・レアアース製錬所等の
訪問報告~ 東京大学 生産技術研究所 教授 岡部 徹 講師
- 非鉄金属業界の過去, 現在, 未来(仮)(60分)
~世界の非鉄リーダー, エクセレントカンパニーを目指して~

住友金属鉱山株式会社 代表取締役会長 家守伸正 講師

午後6:30~ 研究交流会・意見交換会(An棟2F ホワイエ)

米国版レアメタル研究会(RMW)のご案内

Workshop on Reactive Metal Processing (Reactive Metal Workshop)

■ RMW9 February 21 (Fri)-22 (Sat), 2014, Pasadena, Caltech ←次回

詳しくは, Reactive Metal Workshop のホームページ参照:

<http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/core-to-core/rmw/>

スプリング・サイエンスキャンプ2014 募集 ~高校生のための先進的科学技术体験合宿 プログラム~

第一線で活躍する研究者・技術者から本格的な講義・実験・実習を
受けることができるプログラム

主催 独立行政法人 科学技術振興機構

開催日 2014年3月21日~3月29日の2泊3日

対象 高等学校生等

会場 大学, 公的研究機関, 民間企業等

応募締切 2014年1月24日(金)必着

詳細 URL: <http://jst.go.jp/cpse/sciencecamp/camp/>

新 入 会 員

(2013年10月25日~2013年11月21日)

正 員

足立修一郎 日立化成株式会社

学 生 員

石原 綾乃 群馬大学

岩 嶋 大 輔 富山大学

大 森 俊 博 京都工芸繊維大学大学院

倉 科 佑 太 慶應義塾大学

城 裕 一 朗 早稲田大学

田 口 裕 規 群馬大学

竹 内 一 仁 京都大学

竹 部 雄 貴 早稲田大学

田 崎 亘 芝浦工業大学

中 野 ゆ き 子 群馬大学

松 島 佑 太 東北大学金属材料研究所

宮 崎 成 正 大阪大学

宮 脇 崇 筑波大学

外国一般会員

Wu Yan Northeastern University

パク ノグン 京都大学

外国学生会員

RIFAI MUHAMMAD Doshisha University

SALMAN Ahmad University of Alabama

“材料系学協会情報コーナー”

〈軽金属 第64巻 1号 予定〉

研究論文 りん酸水溶液中のアルミニウムの分極曲線を用いた腐
食速度と電気化学パラメータの推定/世利修美, 蘇
蓓蓓

冷間圧延を施した3004アルミニウム合金における再
結晶挙動/梶浦拓也, 山本厚之

解 説 マグネシウム合金への耐食性Alめっきプロセスに関
する考察/安住和久, 上田幹人, 于 航

連載講座 SEM-EBSD法による局所ひずみ・集合組織の評価/
森田博文

〈ふえらむ 第19巻(2014)1号〉

「鉄と鋼第100巻発行記念特集号」

歴代編集委員長座談会

「鉄と鋼」の今後の方向を探る

「鉄と鋼」の変遷

「鉄と鋼」と私

—他—

日本金属学会誌掲載論文

Vol. 78, No. 1 (2014)

依頼解説論文

シリコン対応粒界における原子構造評価と電子状態予測
坂口紀史

論文

Cu-Ni-Si 合金鍛造材のミクロ組織および延性に及ぼす Zr, P 添加の影響

田中慎二 水澤 護 三浦博樹 萩沢武仁

硬球押し込みによる多軸残留応力場の応力腐食割れ試験法への適用性評価

井岡郁夫 木内 清 滝沢真之 伊藤剛士

1050 アルミニウムにおける冷間圧延に伴う組織変化—その(2) 84% 圧延まで—

山本厚之 大森裕之 梶浦拓也 塚本雅章 岡井大祐

硫酸酸性浴による亜鉛-ニッケル合金めっきの均一電着性に及ぼすシリカナノ粒子共析の影響

日野 実 村上浩二 村岡 賢 永田教人 金谷輝人

C, V, Ti, Cr 添加による Fe-36mass%Ni 系低熱膨張合金の高強度化および Ni 低減による熱膨張への影響

中間一夫 龍谿 翔 杉田一樹 白井泰治

超微細粒金属の機械特性に対する粒内転位生成と粒界におけるすべり伝播の影響

都留智仁 青柳吉輝 加治芳行 下川智嗣

Al 合金の粒界腐食感受性に及ぼす Si の影響

大谷良行 兒島洋一 原 信義

Materials Transactions 掲載論文

Vol. 55, No. 1 (2014)

—Special Issue on Strength of Fine Grained Materials — 60 Years of Hall-Petch —

PREFACE

Shin Takeuchi, Masaharu Kato and Takahito Ohmura

60 Years of Hall-Petch: Past to Present Nano-Scale Connections (Overview) Ronald W. Armstrong

Superior Strength in Ultrafine-Grained Materials Produced by SPD Processing (Overview)

Ruslan Z. Valiev

Hall-Petch Relationship and Dislocation Model for Deformation of Ultrafine-Grained and Nanocrystalline Metals (Overview)

Masaharu Kato

On the Yield Stress of Bulk Nano Grained Polycrystals (Overview)

G. Saada

Effect of Grain Boundary Segregation of Interstitial Elements on Hall-Petch Coefficient in Steels (Overview)

Setsuo Takaki, Daichi Akama, Nobuo Nakada and Toshihiro Tsuchiyama

A Practical Meso-Scale Polycrystal Model to Predict Dislocation Densities and the Hall-Petch Effect

H. Lim, S. Subedi, D. T. Fullwood, B. L. Adams and R. H. Wagoner

On the Roles of Grain Size Dispersion and Microscale Hall-Petch Relation on the Plastic Behavior of Polycrystalline Metals

Stéphane Berbenni, Francis Wagner and Nathalie Allain-Bonasso

Hall-Petch Breakdown at Elevated Temperatures

Joachim H. Schneibel and Martin Heilmaier

Mechanical Responses of Copper Bicrystalline Micro Pillars with $\Sigma 3$ Coherent Twin Boundaries by Uniaxial Compression Tests

Tomoyuki Hirouchi and Yoji Shibutani

Dislocation Multiplication from the Frank-Read Source in Atomic Models

Tomotsugu Shimokawa and Soya Kitada

Atomistic Simulation of Shear Mode Deformation of Nanocrystalline Copper with Different Grain Sizes

Yoshiaki Kogure and Yosio Hiki

Correlation between Continuous/Discontinuous Yielding and Hall-Petch Slope in High Purity Iron (Rapid Publication)

Si Gao, Akinobu Shibata, Meichuan Chen, Nokeun Park and Nobuhiro Tsuji

Yielding Behavior and Its Effect on Uniform Elongation of Fine Grained IF Steel

Si Gao, Meichuan Chen, Shuai Chen, Naoya Kamikawa, Akinobu Shibata and Nobuhiro Tsuji

Effect of Ferrite Grain Size on Dynamic Tensile Properties of Ultrafine Grained Low Carbon Steels with Various Chemical Compositions

Yoshitaka Okitsu and Nobuhiro Tsuji

EBSD Analysis of Microstructure Evolution of Pure Iron Subjected to Sliding Wear and Related Change in Vickers Microhardness

Yoshihisa Kaneko and Taiyo Sugimoto

Microstructure and Mechanical Properties in Progressively Drawn Pearlitic Steel

Jesús Toribio, Beatriz González and Juan-Carlos Matos

Application of Harmonic Structure Design to Bio-medical Co-Cr-Mo Alloy for Improved Mechanical Properties

Choncharoen Sawangrat, Osamu Yamaguchi, Sanjay Kumar Vajpai and Kei Ameyama

Mechanical Properties of Bulk Ultrafine Grained Aluminum Fabricated by Torsion Deformation at Various Temperatures and Strain Rates

Sunisa Khamsuk, Nokeun Park, Si Gao, Daisuke Terada, Hiroki Adachi and Nobuhiro Tsuji

The Effect of Microstructure on Mechanical Properties of Forged 6061 Aluminum Alloy

Manabu Nakai and Goroh Itoh

Influence of Grain Refinement and Texture Evolution on the Yield Strength of Mg Alloy Processed by Cyclic Extrusion and Compression

Jinbao Lin, Qudong Wang, Yanxia Chen and Xiaochao Cui

—Regular Articles—

Materials Physics

Evolution of Texture in High Permeability Grain Oriented Silicon Steel Produced by Casting Thin Slab and Rolling Process

Fan Li-feng, Qiu Sheng-tao, Xiang Li and Tang Guang-bo

Microstructure of Materials

Direct Observation of Grain Boundary Migration during Recrystallization within the Bulk of a Moderately Deformed Aluminium Single Crystal

Steven Van Boxel, Søren Schmidt, Wolfgang Ludwig, YuBin Zhang, Dorte Juul Jensen and Wolfgang Pantleon

Microstructure and Mechanical Properties of Friction Stir Welded Q345 Steel

Di Qiu He, Ning Li, Kun Yu Yang and Shao Yong Ye

Mechanics of Materials

Effect of Aging Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Ti₂₇Nb₂Ta₃Zr β Titanium Alloy for Implant Applications

Liqiang Wang, Zhengjie Lin, Xueting Wang, Qiwei Shi, Weiqing Yin, Di Zhang, Zhongtang Liu and Weijie Lu

Materials Chemistry

Solvothermal Synthesis of Shape-Controlled Perovskite MTiO₃ (M = Ba, Sr, and Ca) Particles in H₂O/Polyols Mixed Solutions

Takeshi Kimijima, Kiyoshi Kanie, Masafumi Nakaya and Atsushi Muramatsu

Materials Processing

Experimental Verification and Accuracy Improvement of Gas Entrapment and Shrinkage Porosity Simulation in High Pressure Die Casting Process

Yukio Otsuka

Four-Dimensional Morphological Evolution of an Aluminum Silicon Alloy Using Propagation-Based Phase Contrast X-ray Tomographic Microscopy

Emine Begum Gulsoy, Ashwin J. Shahani, John W. Gibbs, Julie L. Fife and Peter W. Voorhees

Alloy Designs of High-Entropy Crystalline and Bulk Glassy Alloys by Evaluating Mixing Enthalpy and Delta Parameter for Quinary to Decimal Equi-Atomic Alloys

Akira Takeuchi, Kenji Amiya, Takeshi Wada, Kunio Yubuta, Wei Zhang and Akihiro Makino

Evaluation of Surface Crack in Resistance Spot Welds of Zn-Coated Steel

Young Gon Kim, In Ju Kim, Ji Sun Kim, Youn Il Chung and Du Youl Choi

Engineering Materials and Their Applications

Effects of Fine Particle Peening on Oxidation Behavior of Nickel-Titanium Shape Memory Alloy

Shoichi Kikuchi, Yutaka Kameyama, Masayoshi Mizutani and Jun Komotori

Effect of Micro-Alloying Elements on Deformation Behavior in Mg-Y Binary Alloys

Hidetoshi Somekawa, Yoshiaki Osawa, Alok Singh, Kota Washio, Akira Kato and Toshiji Mukai

—Express Regular Articles—

Assessment of the Thermal Conductivity of Yttria-Stabilized Zirconia Coating

Kyong Jun An

A Slip Enhanced Superhydrophobic Surface Based on Reticulated ZnO Nanostructure

Jun Xia and Jun Wu

Size, Shape, Composition and Separation Analysis of Products from Waste Refrigerator Recycling Plants in South Korea

Kihong Kim, Heechan Cho, Jinan Jeong and Sookyoung Kim

Impact Response of Circular Aluminum Tube Filled with Polyurethane Foam

Nirut Onsalung, Chawalit Thinvongpituk and Kulachate Pianthong

—Rapid Publications—

Wear and Friction Properties of Mg-Zn-Y Alloy with Dispersion of Quasi-Crystalline Phase

Hidetoshi Somekawa, Atsushi Shimoda, Tomoko Hirayama, Takashi Matsuoka and Toshiji Mukai

Pronounced Structural Rejuvenation in Zr₅₀Cu₄₀Al₁₀ Metallic Glass Strained by Torsional Straining at Elevated Temperature

Fanqiang Meng, Koichi Tsuchiya and Yoshihiko Yokoyama

Formation of Fully Annealed Nanocrystalline Austenite in Fe-Ni-C Alloy

Shuai Chen, Akinobu Shibata, Si Gao and Nobuhiro Tsuji

まてりあ 第53巻 第2号 予告

[最近の研究] 不揮発性メモリ用 Ge-Cu-Te 系相変化材料の研究
.....須藤祐司 齊藤雄太 小池淳一
チタン・チタン合金の表面改質と骨伝導性制御
.....黒田健介 興戸正純

[新技術・新製品] 4編
—他—

(編集の都合により変更になる場合がございます。)

分科会シンポジウム 報告

中性子・材料科学と新しい JMTR —材料科学の発展と社会への貢献—

(第1分科企画)

開催日 2013年11月6日(水)

場所 東北大学金属材料研究所

福島原発事故以来、我が国のエネルギー政策は予断を許さない状況にあるが、今後も引き続き核エネルギーを安全に利用していくためには、原子力材料などの不断の研究活動が不可欠である。

本シンポジウムでは、当該研究分野の一層の発展に向け、「材料と中性子」に焦点を当てて、今後の原子力材料に関する研究開発の意義や動向について議論し、これからの当該分野を支える学生や若手研究者と新しい認識を共有することを目的として、2013年11月6日(水)東北大学金属材料研究所にて開催された(参加者数:43名)。

四竈樹男(東北大)は、「大学における中性子照射研究の現状と期待」と題する講演で、JMTR 利用による大学研究の経緯や最近の海外研究炉の状況などの国際的な動向を紹介した。また、大学を中心とする高経年対応研究の重要性は勿論、中・長期的な視点での基礎的な材料研究を継続することの必要性を説くと共に、本来の JMTR のミッションの核心となる骨格研究と周辺研究の位置づけを再検討する必要があると述べた。

荒木政則(原子力機構)は、「新しい JMTR と研究開発」の講演で、我が国の研究用原子炉の変遷及び改造・改修・更新を経て新生 JMTR への対応状況を報告した。この中で、新生 JMTR に求められる役割として、軽水炉安全研究に係る照射試験や核融合研究及び高温ガス炉開発に向けた技術開発のみならず、核医学検査薬の国産化に向けた研究・技術開発など従来の枠を超えた照射利用並びに新たな照射ニーズへの対応を進め、より広範な照射場の提供が可能であることを報告した。

木村晃彦(京大)は、「原子力材料科学と中性子照射」の講演で、福島事故を受け、原子力安全利用のための材料研究者の社会貢献として、高経年化対応技術及び事故時の材料の挙動解明に向けた研究が必要であると述べた。材料の中性子照

射硬化・脆化が照射温度に強く依存すること、照射影響を予測するためには JMTR の温度制御照射技術が不可欠であると述べた。照射硬化が空孔集合体ではなく、格子間型転位ループの挙動の直接的な影響を受けることを示し、JMTR を用いたバルク特性評価が重要であると述べた。

室賀健夫(核融合研)は、「核融合炉材料研究開発課題と中性子照射」に関し、候補材料開発研究の現状と核融合炉の照射環境や試験装置を紹介した。フェライト鋼を用いた原型炉開発における課題として、ヘリウム(He)効果の評価の重要性が強調され、照射脆化の照射量依存性のモデルから当面の耐性目標値を 50 dpa とし、その実証を目指す試験の進め方の議論が紹介された。

福谷耕司(INSS)は、「産業界における原子力材料研究開発の現状と期待」の講演で、軽水炉の経年劣化にかかわる研究の必要性を説き、国の事業を中心に最近の研究、例えば、照射による破壊靱性シフトと遷移温度シフトの相関については、原子力規制庁事業の研究、IASCC 機構については原子力安全基盤機構の研究を紹介した。また、次世代炉に向けた材料の改良や新しい材料の開発研究が必要であると述べた。

各講演の質疑応答や総合討論においては、材料照射研究の在り方に関わる討論が活発に行われた。JMTR については、福島事故の影響は甚大であり、運営と研究の両立の困難さが指摘されたことを受け、短期、中・長期的な社会貢献としての研究炉の位置づけについて議論された。人材育成については、国際的な視野に基づいた活動並びに国内人材育成活動の両面からの検討が必要との意見があった。高経年対応研究には、社会貢献と材料科学の展開の双方が求められており、JMTR 温度制御照射の必要性と JMTR の他の研究炉に対する優位性が再確認された。核融合炉材料に関しては、現在の BA 研究活動に対し、JMTR や JOYO の利用促進を求める声があった。照射脆化予測に関する討論があり、現行の脆化予測は機構論的考え方に基づいた半経験的工学モデルによる意見や基礎となる反応速度式に誤りがあるとの指摘があった。脆化予測式の構築にあたっては、学協会のすそ野を広げた協働作業が必要であり、予測式の精度向上に向け、新しい知識や知見を予測式に反映させていくべきとの意見があった。若手研究者からは、高経年研究の新展開を求める声があり、企画者からは若手研究者に対する期待が寄せられた。

(文責:木村)

(企画世話人:東北大 阿部弘亨, JAEA 荒木政則, 京大 木村晃彦)



行 事 カ レ ン ダ ー

太字本会主催(ホームページ掲載)

開催日	名称・開催地・掲載号	主催・担当	問合せ先	締切
1 月				
7~9	第1回グリーンエネルギー材料のマルチスケール創製研究会(天草)開催(天草)(11号533頁)	研究会 No. 71・連川(熊大)	TEL & FAX 096-342-3720 turekawa@kumamoto-u.ac.jp	
9~10	第52回セラミックス基礎科学討論会(愛知)	日本セラミックス協会 基礎科学部会・太田(名工大)	TEL 0572-27-6811 kiso52@crl.nitech.ac.jp http://www.crl.nitech.ac.jp/kiso52/	
10	第194回研究会/第19回日本磁気学会光機能磁性デバイス・材料専門研究会「光や磁気を用いた3次元新機能デバイス」(中央大)	日本磁気学会	TEL 03-5281-0106 http://www.magnetics.jp/seminar/topical/194.html	
10	第59回レアメタル研究会「貴金属の製錬・リサイクル技術の最前線」(東大生産研)(本号38頁)	レアメタル研究会・宮崎(東大生産研)	tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/	
10	名古屋大学材料バックキャストテクノロジーシンポジウム「材料研究におけるイノベーションの方法論」	名古屋大学附属材料バックキャストテクノロジー研究センター・野村	MBT-Center@numse.nagoya-u.ac.jp TEL 052-789-3258 http://mbt-center.numse.nagoya-u.ac.jp/	
13	第12回東北支部研究発表大会(名取)(本号37頁)	東北支部・浅田(仙台高専)	TEL & FAX 022-381-0337 jimtohoku12@sendai-nct.ac.jp http://jim-tohoku12.ccn.sendai-nct.ac.jp	
16~17	第21回初心者のための疲労設計講習会(福岡)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimuj@jsms.jp http://www.jsms.jp	定員 42名
20~21	第21回超音波による非破壊評価シンポジウム(東京)	日本非破壊検査協会	TEL 03-5821-5105 oka@jsndi.or.jp	
23~24	日本金属学会・日本鉄鋼協会 両北海道支部合同冬季講演大会(札幌)(本号37頁)	北海道支部・大野(北大)	TEL 011-706-6356 FAX 011-706-6355 n-oono@eng.hokudai.ac.jp	
23	表面科学技術研究会2014 太陽電池/太陽光発電の最先端情報—コア再生可能エネルギーにおける位置付けと役割—(神戸大)	日本表面科学会関西支部他・米田(岡山理科大)	TEL 086-256-9402 yoneta@dap.ous.ac.jp http://www.sssj.org/Kansai/goudou140123.html	1.16
23	世界結晶年(IYCr2014)オープニングシンポジウム(東京)	日本学術会議化学委員会 IUCr 分科会他	TEL 06-6879-7410 secretariat@iycr2014.jp http://www.iycr2014.jp	
23~24	第42回ガスタービンセミナー(東大)	日本ガスタービン学会	TEL 03-3365-0095	
23~24	2013年度技術者継続教育「先進コース」〈材料〉講習会(三鷹)	日本マリンエンジニアリング学会	TEL 03-3539-5920 staff@jime.jp http://www.jime.jp	
23~24	2013年度技術者継続教育「先進コース」〈船用エンジンのトライボロジー〉講習会(神戸)	日本マリンエンジニアリング学会	TEL 03-3539-5920 staff@jime.jp http://www.jime.jp	
24~25	ゲートスタック研究会—材料・プロセス・評価の物理—(第19回)(熱海)	応用物理学会・近藤(名大)	hkondo@nagoya-u.jp http://home.hiroshima-u.ac.jp/oxide/	
24~25	第45回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム(大阪)	日本非破壊検査協会・中村	TEL 03-5821-5105 nakamura@jsndi.or.jp	
25	第19回高専シンポジウム in 久留米 高専から発進!「科学技術・知の創造」(久留米)	高専シンポジウム協議会他・中嶋(久留米高専)	TEL 0942-35-9410 sympo19@kurume-nct.ac.jp http://www.cc.kurume-nct.ac.jp/sympo19	
29~31	第134回塑性加工学講座「圧延加工の基礎と応用」(東京電機大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 80名
31	東海支部学術討論会(名工大)(本号37頁)	東海支部	tokai@numse.nagoya-u.ac.jp	1.17
2 月				
4~7	第8回反応性プラズマ国際会議(ICRP-8)/第31回プラズマプロセスング研究会(SPP-31)(福岡)	応用物理学会・山木(九大)	TEL 092-802-3723 k.yamaki@plasma.ed.kyushu-u.ac.jp	
7	第307回塑性加工シンポジウム「大手企業から中堅企業までのものづくりイノベーションの推進—社外連携を活用して もう一歩先へ—」(大阪)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 100名
12	第54回塑性加工技術フォーラム「中小企業での自社の強みを活かした金型作りを考える」(名古屋)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 50名
14	SPring-8 金属材料評価研究会(第9回)—金属組織と加工・変形現象の解析—(東京)	SPring-8 利用推進協議会 研究開発委員会・橋本	TEL 0791-58-0924 kinzoku@spring8.or.jp http://www.spring8.or.jp/ext/ja/iuss/	2.7
18~19	第16回薄膜基礎講座(東京理科大)	日本表面科学会	TEL 03-3812-0266 shomu@sssj.org http://www.sssj.org	2.12
21~22	レアメタル研究会(Workshop on Reactive Metal Processing)(Caltech, Pasadena)(本号39頁)	レアメタル研究会・宮崎(東大生産研)	tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/core-to-core/rmw/	
28	第365回講習会「加工変質層を御(ぎょ)する—加工変質層をうまく利用する策, 修復する策, 形成させない策—」(東京理科大)	精密工学会	TEL 03-5226-5191 http://www.jspe.or.jp/	定員 60名
28	理研シンポジウム第16回「トライボコーティングの現状と将来」(和光)	理化学研究所大森素形材工学研究室, トライボコーティング技術研究会・金	TEL 03-3963-1611 tribo@tribocoati.st http://www.tribocoati.st/	200名
3 月				
4~6	第5回日本複合材料会議(JCCM-5)(京都)	日本材料学会他	TEL 075-761-5321 jimuj@jsms.jp http://www.jsms.jp/	講演 11.15

開催日	名称・開催地・掲載号	主催・担当	問合せ先	締切
7	第29回塗料・塗装研究発表会(東大)	日本塗装技術協会	TEL 03-6411-9236 http://jcot.gr.jp tosou-jimukyoku@jcot.gr.jp	
7	Spring-8コンファレンス2014(大阪)	高輝度光科学研究センター・藤原	sp8conf2014@spring8.or.jp	
10~11	安全・安心な社会を築く先進材料・非破壊計測技術シンポジウム(宇宙航空研究開発機構)	日本非破壊検査協会・中村	TEL 03-5821-5105 nakamura@jsndi.or.jp http://www.jsndi.jp/	
13~14	第17回 磁粉・浸透・目視部門・電磁気応用部門・漏れ試験部門合同シンポジウム「表面探傷技術による健全性診断」(東京)	日本非破壊検査協会・中村	TEL 03-5821-5105 nakamura@jsndi.or.jp http://www.jsndi.jp/	3.3
14	第39回組織検査用試料の作り方(組織の現出)講習会「鉄鋼材料・非鉄金属材料・表面改質処理および異常組織材」(東京)	材料技術教育研究会	TEL 047-431-7451	3.6
14	第58回特別基金講演会(神戸)	日本マリンエンジニアリング学会	TEL 03-3539-5920 staff@jime.jp	
20	第60回レアメタル研究会「環境問題, 教育問題レアメタル事情, 非鉄金属全般, ディレクターシップ」(東大生産研)(本号39頁)	レアメタル研究会・宮崎(東大生産研)	tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/	
21	平成25年度 高専女子フォーラム in 四国(高松)	国立高等専門学校機構・畑(香川高専)	TEL 0875-83-8506 syomu@da.kagawa-nct.ac.jp http://www.kosen-k.go.jp/kosengirl/jyoshi-forum/	
21~23	日本金属学会2014年春期(第154回)講演大会(東京工業大学)(本号33頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 member@jim.or.jp	参加事前 2.21
4月				
13~16	COMPSAFE2014(第1回安全・安心のための計算理工学国際会議)(仙台)	JACM 他・吉村(東大)	secretary@compsafe2014.org http://www.compsafe2014.org	
5月				
8~10	The 4th International Symposium on Advanced Microscopy and Theoretical Calculations (AMTC4)(浜松)	ファインセラミックスセンター ナノ構造研究所	TEL 052-871-3500 http://www.congre.co.jp/amtc4/jp/index.html	
16	第19回分子動力学シンポジウム(福岡大)	日本材料学会	http://www.jsms.jp	講演 2.14
22~23	第31回希土類討論会(東京)	日本希土類学会(阪大内)	TEL 06-6879-7352 kidorui@chem.eng.osaka-u.ac.jp http://www.kidorui.org/	発表 1.24
26~30	第21回制御核融合装置におけるプラズマ・表面相互作用国際会議(金沢)	核融合科学研究所・増崎	TEL 0572-58-2168 masuzaki@LHD.nifs.ac.jp	
6月				
6~8	平成26年度塑性加工春季講演会(つくば)	日本塑性加工学会	TEL 03-3435-8301 http://www.jstp.or.jp	
7月				
24~25	第48回 X線材料強度に関するシンポジウム(大阪)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimu@jsms.jp http://www.jsms.jp/	
8月				
24~30	国際材料研究学会連合-アジア国際会議2014(IUMRS-ICA 2014)(福岡大)	日本MRS・室井	TEL 045-263-8538 iumrs-ica2014@mrs-j.org http://www.iumrs-ica2014.org	
9月				
9~11	日本セラミックス協会第27回秋季シンポジウム 特定セッション「次世代を切り拓くハイブリッドマテリアル」(鹿児島大)	ハイブリッド材料研究会・増田(産総研)	TEL 052-736-7345 masuda-y@aist.go.jp	
24~26	日本金属学会2014年秋期講演大会(名古屋大学)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	
11月				
2~6	The 7th International Symposium on Surface Science (ISSS-7)(松江)	日本表面科学会	TEL 0743-72-6021 iss7@sss.org http://www.sssj.org/iss7	講演 '14.6.27
2015年10月				
5~8	Asia Steel International Conference 2015(Asia Steel 2015)(横浜)	日本鉄鋼協会	asiasteel2015@issjp.com http://www.asiasteel2015.com	



まてりあ 第53巻 第1号 (2014) 定価1,835円(本体1,748円)(〒120円)

年間機関購読料金52,400円(税・送料込)

発行所 公益社団法人日本金属学会

発行日 2014年1月1日

〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32

発行人 梶原義雅

TEL 022-223-3685

印刷所 小宮山印刷工業株式会社

FAX 022-223-6312

発売所 丸善株式会社

郵便振替口座 02210-2-5592

〒105-0022 東京都港区海岸1-9-18

高純度 GfG

最高温度2,800℃

純度5PPM以下

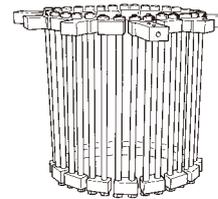
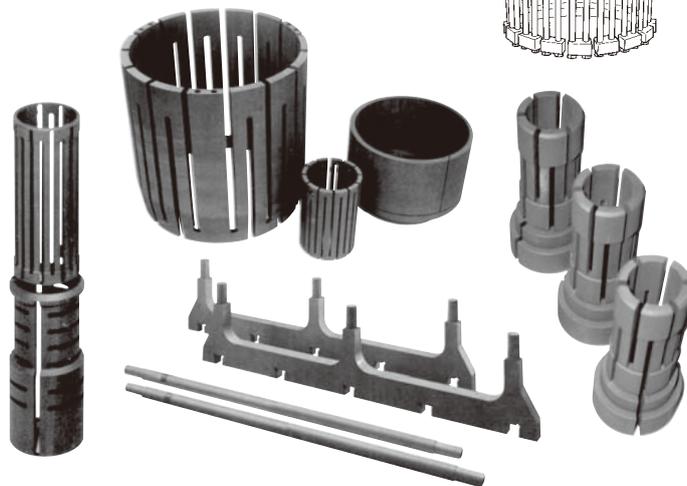
汚れや飛散のないカーボン材料

■真空、高温炉内材料一式

■炉内部品取替工事

■炭素繊維高温材料

- カーボンヒーター
- 炭素繊維断熱材
- 炉内サポート治具
- 機械用カーボン
- 連続鑄造ノズル
- ホットゾーン改修工事



メカニカルカーボン工業株式会社

本社・工場：〒247-0061 神奈川県鎌倉市台 5-3-25 TEL.0467(45)0101 FAX.0467(43)1680代
事業所：東京 03(5733)8601 大阪 06(6586)4411 福岡 092(626)8745
周南 0834(82)0311 松山 0899(72)4860 郡山 024(962)9155
工場：広見工場 0895(46)0250 野村工場 0894(72)3625 新潟工場 0254(44)1185
<http://www.mechanical-carbon.co.jp> E-mail : mck@mechanical-carbon.co.jp

KRI フェロ&ピコシステム研究部(旧 磁石材料研究室)

磁石材料研究室は「フェロ&ピコシステム研究部」に生まれ変わりました(2013年4月1日付)
従来の磁石材料に関する研究、磁石委託加工&分析、市場調査等の業務に加え
電源フリー冷却システム、磁気MEMS等の新規分野へも業容を拡大しました。

標準磁石提供中

BHカーブ測定データ付き

*Nd磁石

主成分分析 ICP、GD-MAS、酸素、炭素、窒素、水素
パルスBH特性、VSM測定、直流BH測定と温度特性解析

磁石の分析・評価

電気抵抗 常温~200℃

機械強度測定 曲げ強度、圧縮強度、ビッカース強度等

断面SEM/EDS、FE-EPMA

着磁場の違いによる減磁曲線測定(2013年度より)

*Dy拡散

「バームクーヘン測定」評価(2013年度より)

厚み方向にスライスした薄板試験片を作製し、

深さ方向HcJ分布測定、FE-EPMAによるマッピング等を実施。

Dy量分析による“Dy拡散”技術の有効性の判定、提言

*フェライト磁石

高温温度特性(常温~200℃)からの低温特性解析

*SmCo磁石

特性不良解析

成分、断面SEM/EDS、不純物分析による総合評価、提言

*DC,AC軟質磁性材料測定;(2013年度より)

*各種磁石の試験片加工&磁気回路の作製;

パルス測定試験片加工: 7x7x7mm, tx7x7mm(t=1,2,3,4,5,6)等

VSM測定試験片加工: 3x3x5mm等

電気抵抗試験片加工(3x3x30mm)その他測定試験片作製

TiNコーティング標準試験片の作製;寸法7x7x7mm,

BHトレーサ用寸法(客先御指定)作製、数値データ提供



TiNコーティング
標準焼結Nd磁石
(7x7x7mm)

株式会社KRI

フェロ&ピコシステム研究部

TEL. 075-322-6832,

e-mail : kri-magnet@kri-inc.jp

URL : <http://www.kri-inc.jp>

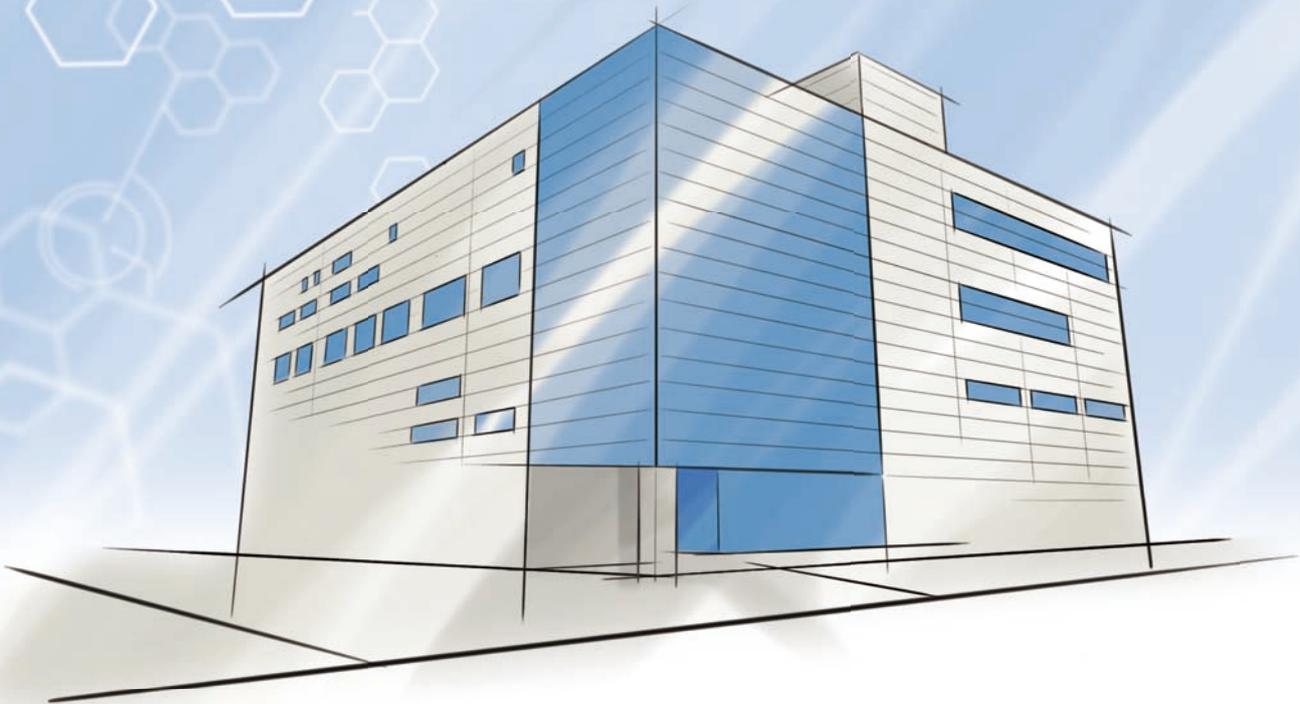




私たちは、安心できる未来への架け橋を担っています。
常に次世代を意識し、未知の世界にくり出す斬新なアイデア、
皆さまと共に創り上げることで蓄積されたノウハウをもとに、
ご要望にお応えするための話し合いを幾度も重ね、最善の結果を導き出す。
それは、日本製だからこそできること。
私たちが未来につなげます。そして…

益々高度化する皆さまのご要望にお応えすべく、
新たに環境を整え、本社を下記に移転いたします。

新本社：〒567-0028 大阪府茨木市畑田町11番50号
TEL 072-625-1138 FAX 072-625-1178



営業品目

- 各種グローブボックス ●ガス循環精製装置 ●クリーンオープン
- 真空デシケータ ●ドライルーム ●封止装置 ●ラミネート装置
- 高気密恒温恒湿室 ●大型システム ●クリーンチェンバー
- その他特殊試験、製造装置の制作いたします。

※記載されている製品の名称、仕様や外観について予告なしに変更される場合があります。
※当社のすべての製品は、日本国内でのみご利用いただけます。



株式会社 美和製作所

本社：〒567-0028 大阪府茨木市畑田町11番50号
TEL 072-625-1138 FAX 072-625-1178
東京営業所：〒101-0042 東京都千代田区神田東松下町32番地
TEL 03-5256-1138 FAX 03-5256-1145
<http://www.miwass.co.jp> info@miwass.co.jp