

Materia Japan

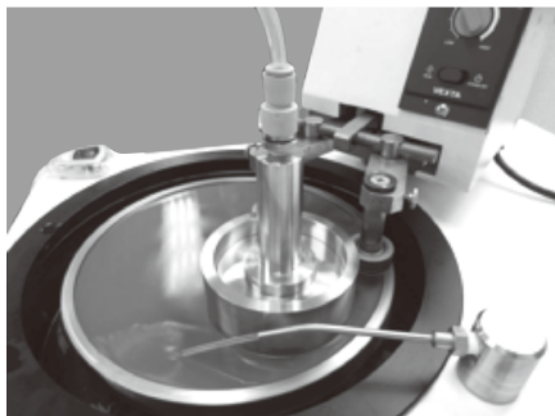
- Ge-Cu-Te 化合物の相変化挙動
- チタン・チタン合金の表面改質と骨伝導性制御
- 「新技術・新製品」

まてりあ

Vol.53 MTERE2 53 (2) 45~86 (2014)

2014 **2**

- 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。

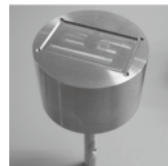


お客様の声を形にした真空吸着研磨

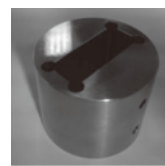
特殊治具例



真空吸着研磨用ホルダー

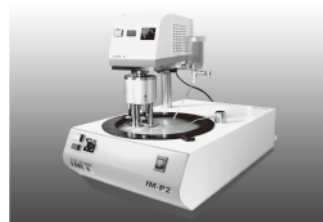


薄片試料研磨用ホルダー



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

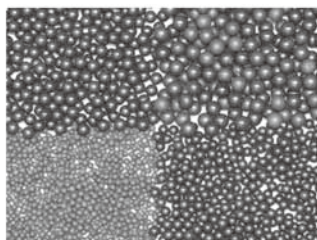
●お問合せ先

大阪支店 営業部：大阪市中央区南船場4-6-22心斎橋M S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 F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

特小窒化珪素ボール＋各種粉碎ボール

特小の窒化珪素ボール φ2、φ3、φ4、φ5mmを新発売!!



硬度約1,600HV※以上を達成した窒化珪素(Si₃N₄ 92~93%)製ボールです。

以前よりご要望の多かった特小のφ2、φ3、φ4、φ5mmのサイズを新発売致しました。

※JIS R 1610 に準ずる硬度測定による。

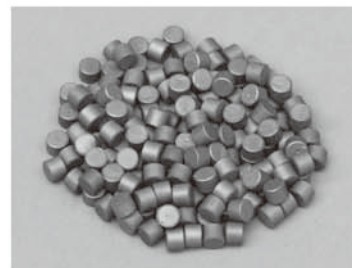
炭化ホウ素粒 (B₄C、円柱形)

ダイヤモンド、窒化ホウ素に次ぐ硬度を持つ、炭化ホウ素の粉碎用粒状媒体です。

粒の形状は短い円柱状で、サイズは、約φ7mm×5.5mmです。

硬度：Hv 2769

炭化ホウ素の他にも、鉄芯の入ったテフロン、ナイロン、ポリウレタン、ポリエチレンなどの樹脂製ボールがあります。その他、メノー、タングステンカーバイド、クローム鋼、ステンレス(SUS304)、高純度アルミナ、ジルコニア、炭化珪素、石英などの各種材質が揃っていますので、目的に応じた材質とサイズをお選び下さい。



※粉碎機のレンタルもあります



株式会社 伊藤製作所

〒103-0022 東京都中央区日本橋4-6-7 TEL:03-3270-9901 FAX:03-3270-9906
www.itoh-mill.com/ E-mail:itousei@wonder.ocn.ne.jp

◎ 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

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 小池淳一45
	低い融点かつ高い結晶化温度を併せ持つ GeCu_2Te_3 化合物の相変化挙動と、その相変化メモリ特性について紹介。
	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52
	金属インプラントの骨伝導性を向上させる従来型のウエット・コーティングについて紹介。この結果から導かれる新しい発想に基づく表面処理法とは？
新技術・新製品	力学特性を傾斜化させたベータチタン合金による人工股関節用ステムの開発 長谷川 正 小林智生 瀬川勝敬 正橋直哉 花田修治60
	高張力薄鋼板の溶接継手強度を向上させるパルススポット®溶接技術の開発 谷口公一 澤西央海 池田倫正 小椋 智 廣瀬明夫63
	半導体機器ヒートシンク用 Cr-Cu 複合材料「J-C' CREP®」の開発 寺尾星明 和田 浩 小日置英明 太田裕樹 松原行宏66
	耐応力緩和特性に優れた車載端子用 Cu-Zn 系合金「MNEX®」の開発 森 広行 牧 一誠 山下大樹69
はばたく	21世紀の素材研究に向けて 夏井俊悟72
本会記事	会告73
	支部行事76
	掲示板77
	企業求人情報78
	新入会員79
	書評80
	次号予告80
	会誌・欧文誌 2 号目次81
	材料系学協会情報コーナー82
	行事カレンダー83
	追悼85

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、(一社)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((一社)学術著作権協会が社内利用目的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。

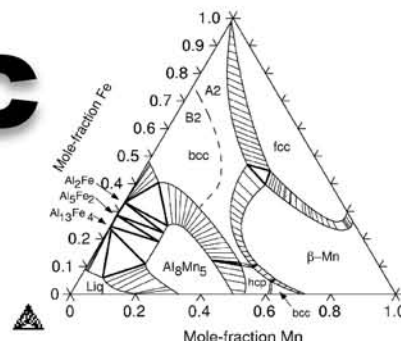
統合型熱力学計算ソフトウェア&データベースシステム

Thermo-Calc

Thermo-Calcは、合金、化合物の熱力学平衡計算および状態図計算のためのソフトウェアです。

New
Version!

コマンド版とGUI版が統合された
新バージョン Thermo-Calc3.0 が
2013年3月にリリースされました。



Thermo-Calc定期トレーニングのご案内

開催日: 2014年3月7日(金)
場所: 伊藤忠テクノソリューションズ(株) 霞が関オフィス
概要: Thermo-Calc基礎トレーニング

- [講義] ● CALPHAD基礎理論
● Thermo-Calcの構造について
- [演習] ● 多元系合金における状態図計算
● Scheilモジュールによる凝固計算

日程・お申込はコチラ ➡

Thermo-Calc定期セミナー

検索

Thermo-Calc関連ソフトウェア&データベース Newリリース情報

- DICTRA27
- TC-PRISMA2.0
- TQ-Interface8
- TCNi6 Ni基超合金データベース
- TCAL2 Al基合金データベース
- MOBT1 Ti基合金モビリティデータベース
- MOBAI3 Al基合金モビリティデータベース

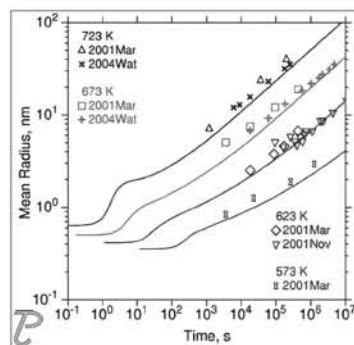
析出成長予測ソフトウェア

TC-PRISMA

Thermo-Calc Software 社製

TC-PRISMAは析出物の数や大きさの分布の時間変化を計算するためのソフトウェアです。古典的な核生成理論とThermo-Calc Software 社独自の粒成長理論を用いて、析出物の成長を計算します。同一母相からの競合析出、TTT線図などの計算が可能です。

平均半径と時間の関係
Al-O.18at%Sc中の種々の温度
におけるAl₃Scの析出計算



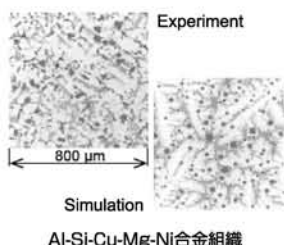
合金組織形成シミュレーションツール

MICRESS

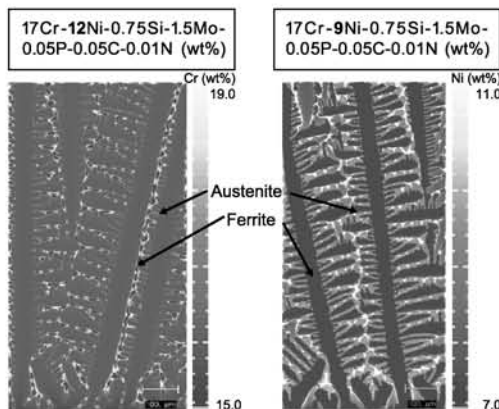
ACCESS e.v製

Ver.6.1

MICRESSはマルチフェーズフィールド法に基づきThermo-CalcとDICTRAのデータベースとのカップリングにより多成分系合金の2次元および3次元の凝固および固相変態組織形成の予測計算を可能にします。Ver.6.1で並列計算が可能になりました。



Al-Si-Cu-Mg-Ni合金組織



ステンレス鋼凝固組織

伊藤忠テクノソリューションズ株式会社

科学システム事業部
CAEソリューション営業部

〒100-6080 東京都千代田区霞が関3-2-5 霞が関ビル
TEL: 03-6203-7344 FAX: 03-3539-5173
URL: <http://www.engineering-eye.com/> E-mail: thermo-calc@ctc-g.co.jp

試験試料のクリーン加熱

集光照射式赤外線真空炉 IVF298W

真空チャンバー内試料に赤外線を照射・昇温

特長

- 小試料を高真空中で高速クリーン加熱
- 真空・高温加熱中試料の観察ができる
- 真空度 5×10^{-4} Pa、到達温度 1500°C

用途

- Si、金属材料等の熱処理



赤外線導入加熱装置 GVL298・GVH298

特長

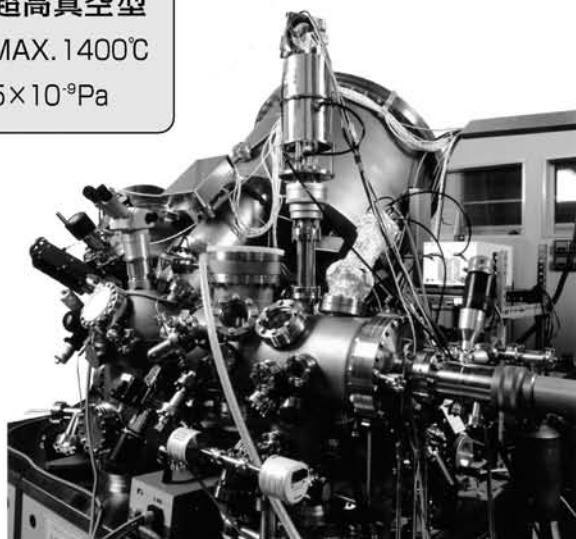
- 周りを加熱せずに試料のみを加熱
- お手持ちの装置に取付可能
- クリーン加熱：熱源から汚染ガスの発生なし

用途

- Si、SiC、結晶の清浄雰囲気中熱処理
- 酸素混合雰囲気中での結晶薄膜作成

★超高真空型

MAX. 1400°C
 5×10^{-9} Pa

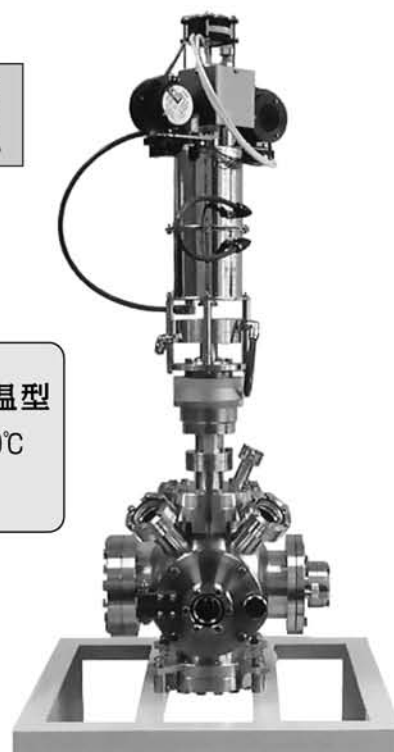


超高真空型のX線光電子分光装置取付例

大気側から真空中、酸素混合雰囲気
中試料に近赤外線を照射、高速昇温

★超高速昇温型

MAX. 1500°C
 $150^{\circ}\text{C}/\text{sec}$



★日本金属学会付設展示会（東京工業大学）2014年3月21日～23日に出展予定

貴社試料による依頼試験も受付けております。詳細は下記にお問合わせください。



熱と共に歩む

株式会社サーモ理工

〒181-0013 東京都三鷹市下連雀8-7-3 三鷹ハイテクセンター
TEL.0422-76-2511 FAX.0422-76-2514

★詳しくはWEBで [サーモ理工](#) [検索](#)

遊星型ボールミル “PREMIUM LINE” モデル P-7 **新型**



容器がセットされる様子。

特色

1. 従来弊社P-7と比べて250%の粉碎エネルギーUP。
自転公転比：1：-2. Max 1,100/2200rpm
粉碎エネルギー：Max 94G(現状P-7：46.08G)
2. 容器は本体内に。
外部に飛び出す危険は無し。
3. 搭載容器も20, 45, 80ml
の3種類。
材質は従来どおり多様。
雰囲気制御容器も
各種用意。



従来型ボールミル “CLASSIC LINE”

premium lineと並んで従来どおりの
遊星型ボールミルトリオも併せて
ご提供いたします。



フリッチュ社が開発した
遊星型シリーズの
パイオニア機種。



▲P-5/4

世界で初めて容器ひとつで
遊星運動に成功した
昨年度のベストセラー機種



▲P-6

少量試料を対象にした
パワフルな機種



▲P-7

全機種共通の特長

- 雰囲気制御容器以外の通常容器、ボールの材質は、ステンレス、クローム、タングステンカーバイド、メノー、アルミナ、ジルコニア、窒素ケイ素、プラスチックポリアミドの8種類。
- 乾式、湿式の両粉碎も可能。
- ISO9001、CE、TÜVの国際安全基準をクリアー

フリッチュジャパン株式会社

本社 〒231-0023 横浜市中区山下町252
大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島7-12-5

info@fritsch.co.jp <http://www.fritsch.co.jp>

Tel (045)641-8550 Fax (045)641-8364
Tel (06)6390-0520 Fax (06)6390-0521

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***

1. はじめに

次世代不揮発性メモリとして、PCRAM (Phase Change Random Access Memory) と呼ばれる相変化型メモリが注目されている。PCRAM には、アモルファス相⇄結晶相の可逆変化が可能な相変化材料 (PCM) が用いられる。通常、PCM のアモルファス相の電気抵抗は高く、結晶相は低い。PCRAM では、この両相間の電気抵抗差を利用しデータを記録する。図 1(a) にメモリセルの模式図を示す。上部と下部に電極が存在し、下部電極と PCM の間には効率的にジュール加熱を行うためにヒーターが設けられており、相変化領域 (プログラム領域) はドーム状に形成される。図 1(b) にデータ書換えおよび読取り時の電気パルス幅と温度の関係を示す。アモルファス化 (高抵抗化：リセット化) 動作は、高電力・極短パルスを印加して PCM を融点 (T_m) 以上に加熱して行い、一方で、結晶化 (低抵抗化：セット化) 動作は、PCM の結晶化温度 (T_c) 以上かつ T_m 以下において比較的長い電気パルスを与えて行う。また、相変化が生じない小さな電力を用いてデータの読取りを行う。このように、PCRAM の動作原理は単純であるためコスト・集積度の面で有利とされており、一部、携帯電話へ利用され始めている。

不揮発性メモリには、(i) 低消費電力、(ii) 高速動作、(iii) データ長期保持性能、(iv) 繰返し書換え性能、(v) データ読取り信頼性などが要求される。それ故、材料学的観点から言えば、上記した (i) ~ (v) のそれぞれのメモリ特性につ

いて、PCM には、(i) 融点が高い、(ii) 結晶化およびアモルファス化の速度が速い、(iii) 結晶化温度が高い、(iv) 相変化により相分離を生じない、(v) アモルファス/結晶相間の電気抵抗比が大きい、といった特徴が必要となる。

現在、PCM として GeTe や $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ をはじめとする GeTe-Sb₂Te₃ 擬二元化合物が使用されている。特に、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 化合物を用いた PCRAM は長期書換え性に優れ、高速動作が可能である⁽¹⁾⁽²⁾。しかし、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ の融点は約 640℃ と高く、リセット化に大きな消費電力を必要とする。それ故、PCM とヒーター電極の接触面積を微細化することで効率的なジュール加熱を実現し、低消費電力化する事が行われている⁽³⁾⁽⁴⁾。一方、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ の結晶化温度は約 160℃

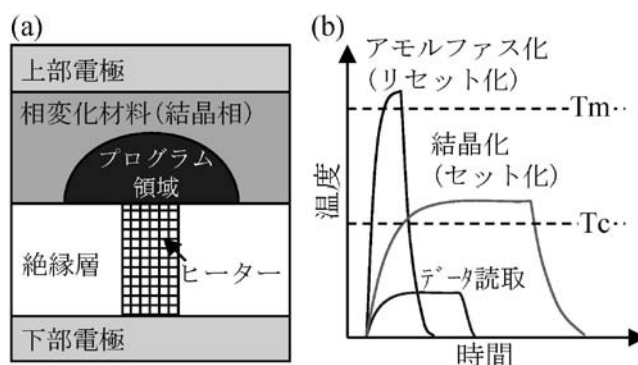


図 1 (a) PCRAM メモリセルの模式図、(b) データ書換えおよび読取り時の電気パルス幅と温度の関係。

* 東北大学准教授；大学院工学研究科 知能デバイス材料科学専攻 (〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉 6-6-11)

** 東北大学大学院生；大学院工学研究科 知能デバイス材料科学専攻 (現 産業技術総合研究所 ナノエレクトロニクス研究部門研究員)

*** 東北大学教授；未来科学技術共同研究センター

A Study on Phase Transition Characteristics of Ge-Cu-Te Film for Phase Change Random Access Memory; Yuji Sutou*, Yuta Saito**, Junichi Koike*** (*Department of Materials Science, Graduate School of Engineering, Tohoku University, Sendai. **Department of Materials Science, Graduate School of Engineering, Tohoku University, Sendai. Present address: Nanoelectronics Research Institute, The National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Tsukuba. ***New Industry Creation Hatchery Center, Tohoku University, Sendai)

Keywords: phase change material, phase change random access memory, non-volatile memory, amorphous, crystallization, Ge-Cu-Te

2013年10月4日受理 [doi:10.2320/materia.53.45]

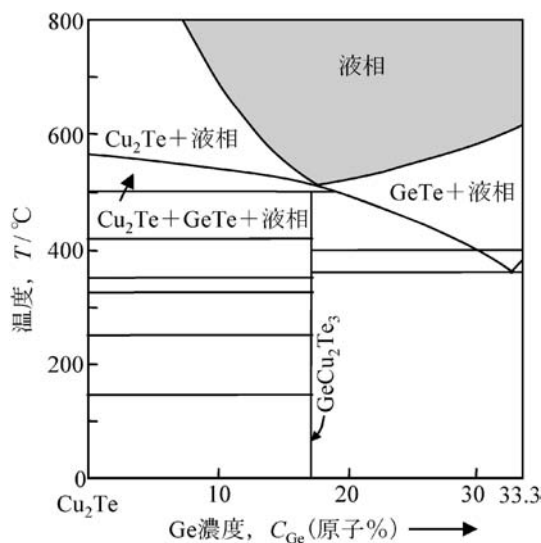


図2 $\text{Cu}_2\text{Te}-\text{Ge}_{33.3}\text{Te}_{66.7}$ 擬二元系縦断面図.

と低く⁽⁴⁾, アモルファス相の熱的安定性に乏しい. 半導体技術ロードマップ(ITRS)によれば, PCRAMの自動車分野など高温環境下への適用が期待されており, 2016年以降, PCRAMの作動保証温度は125°Cで10年と目標設定されている. しかし, $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ アモルファス相の10年保障温度は85°C~110°C程度であり⁽⁵⁾⁻⁽⁷⁾, ITRSの目標を下回る. それ故, $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ に代わる新たなPCMの開発が強く望まれている.

以上の背景の下, 著者らは, Ge-Cu-Te三元系合金に注目した. 図2に $\text{Cu}_2\text{Te}-\text{Ge}_{33.3}\text{Te}_{66.7}$ 擬二元系縦断面図を示す⁽⁸⁾. Ge-Cu-Te三元系には GeCu_2Te_3 化合物が存在し, その T_m は約500°Cと $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ に比べ100°C以上低い. また, 液相線が GeCu_2Te_3 に向かって落ち込んでおり, GeCu_2Te_3 組成付近ではアモルファス相が得やすい特徴を持つ. 最近, GeCu_2Te_3 化合物はアモルファス⇄結晶間の可逆的な相変化を示し, また, 高い結晶化温度を有する事が分かった⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾. 本稿では, $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ との比較を交えながら, GeCu_2Te_3 化合物型PCMの相変化挙動およびメモリ特性などについて紹介する.

2. GeCu_2Te_3 の相変化挙動

(1) 相変化温度

本研究では, GeTeおよびCuTeターゲットを用いた同時スパッタリング法により GeCu_2Te_3 薄膜を作製し, その相変化温度を調査した. X線回折より, 成膜ままの GeCu_2Te_3 薄膜はアモルファス相を呈する事が確認された. 図3(a)に GeCu_2Te_3 薄膜の示差走査熱量計(DSC)測定結果を示す. 尚, DSC測定に用いた薄膜試料は, 先ずレジスト上に成膜し, その後アセトンによりレジストを溶かす事により作製した. DSC曲線より, 510°C程度に融解に伴う吸熱ピークが観察され, 作製した GeCu_2Te_3 薄膜の T_m は状態図の報告とほぼ一

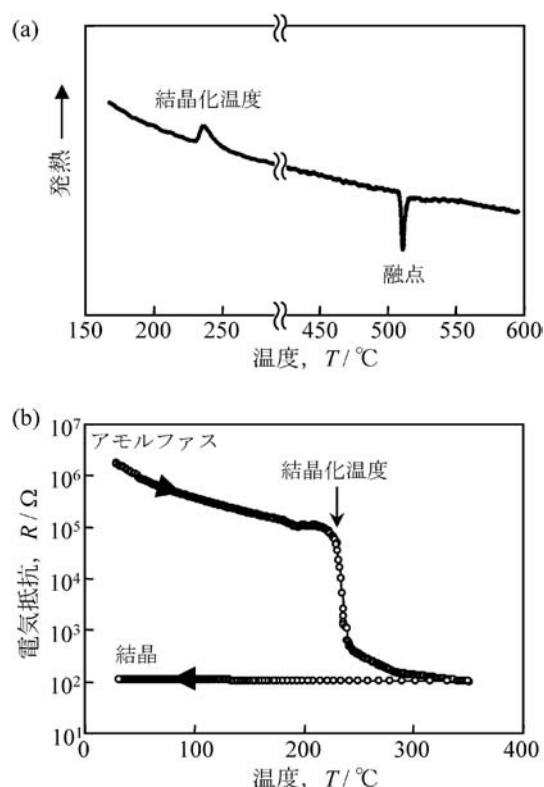


図3 (a)成膜まま GeCu_2Te_3 薄膜のDSC昇温曲線, (b) GeCu_2Te_3 薄膜の電気抵抗の温度依存性.

致した. また, 結晶化に伴う発熱ピークは235°C程度に観察された. 以上より, GeCu_2Te_3 は, $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ に比して T_m が100°C程度低く, かつその T_c は80°C程度高い事が分かった⁽⁹⁾. 図3(b)に, 二端子法にて測定した GeCu_2Te_3 薄膜の電気抵抗の温度依存性を示す. 尚, 電気抵抗測定には SiO_2/Si 基板を用い, 膜厚は200 nmとした. アモルファス相は高い電気抵抗を示し, 温度の上昇と共に電気抵抗は緩やかに減少する. また, 結晶化に伴い電気抵抗は 10^3 程度急激に低下する⁽¹⁰⁾. このように, GeCu_2Te_3 薄膜はPCRAMに求められる大きな電気抵抗変化を示す. 更に, DSCを用いた非等温試験より, GeCu_2Te_3 アモルファスの結晶化における活性化エネルギーは2.78 eVと見積もられ, $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ アモルファスの2.08 eVよりも高い事が分かった⁽⁹⁾.

(2) アモルファス相の耐熱性

冒頭で述べたように, PCRAMの作動保証温度は125°Cで10年と目標設定されている. 即ち, アモルファス相が125°Cにおいて10年以上安定に存在する事が必要となる. アモルファス相の耐熱性は, 次に示すDSCを用いた非等温試験により見積もる事ができる⁽¹²⁾⁽¹³⁾. ある温度 T_i において, 結晶化率が x になるまでの時間 t_e は, 結晶化の活性化エネルギー E_a を用いて次式(1)で表される.

$$t_e = \theta_n \exp \left(\frac{E_a}{RT_i} \right) \quad (1)$$

ここで, θ_n は換算時間であり, 次式(2)により与えられる.

$$\theta_n = \frac{E_a}{\beta R} p \left(\frac{E_a}{RT_n} \right) \quad (2)$$

T_n は、昇温速度 β において結晶化率が x となる温度を示し、 p 関数は次式 (3) により与えられる。

$$\log p \left(\frac{E}{RT_n} \right) = -2.315 - 0.4567 \left(\frac{E_a}{RT_n} \right) \quad (3)$$

本実験では、結晶化が10%進行 ($x=10\%$) した時の時間を故障時間 $t_e^{10\%}$ と定義し、アモルファス相の耐熱性を見積もった。図4に GeCu_2Te_3 および $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ アモルファスについて得られた $t_e^{10\%}$ と温度の関係を示す。ここで、今回の計算には、 GeCu_2Te_3 については $\beta=20^\circ\text{C}/\text{min}$, $T_n=243.7^\circ\text{C}$ および $E_a=2.78\text{ eV}$ を用い、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ については $\beta=20^\circ\text{C}/\text{min}$, $T_n=168.8^\circ\text{C}$ および $E_a=2.08\text{ eV}$ を用いた。無論、故障時間の定義法や成膜まのアモルファス相の測定である事など考慮しなければならない点はあるが、今回の解析では、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ の約 66°C に対して、 GeCu_2Te_3 では約 135°C でもアモルファス相は10年間安定に存在すると予測された。以上の結果より、 GeCu_2Te_3 は優れたデータ保持性を有し、ITRS の目標値をクリアすると期待できる⁽⁹⁾。

(3) 結晶化過程

図5に、成膜まま、 260°C まで加熱および 400°C まで加熱した GeCu_2Te_3 薄膜のX線回折パターンを示す。尚、測定は室温で行った。成膜まま試料では結晶に由来する明確なピークは見られず、アモルファス相を呈している事が分かる。一方、 T_c 以上では結晶相が観察され、回折パターンより、温度の上昇に伴う結晶粒径の粗大化が伺える⁽¹⁰⁾。Delgado らによれば、 GeCu_2Te_3 化合物は四配位結合を有するカルコパイライト型の斜方晶構造を有すると報告されており⁽¹⁴⁾、X線回折パターンから、本実験の GeCu_2Te_3 薄膜結晶相も同様の構造を呈していると考えられる。

アモルファス相の結晶化過程は、PCRAM のデータ書換え速度、特にセット化に影響を及ぼすと指摘されている⁽¹⁵⁾。そこで、DSC を用いた非等温試験を用いて、 GeCu_2Te_3 アモルファスの結晶化における Avrami 指数を評価した⁽⁹⁾。図6(a)に、 GeCu_2Te_3 について得られた種々の昇温速度における結晶化率と温度の関係を示す。図から明らかなよ

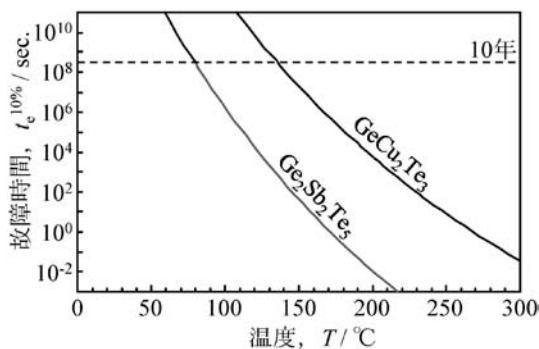


図4 GeCu_2Te_3 および $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ アモルファス薄膜の故障時間 $t_e^{10\%}$ と温度の関係。

うに、昇温速度の増加に伴い T_c は上昇する。図6(a)を基に得られた $\log[-\ln(1-x)]$ 対 $\log\beta$ の関係を図6(b)に示す。図6(b)に示した各温度における直線関係の傾きから Avrami 指数 n を見積もる事が出来る。Avrami 指数は、核生成や成長といった結晶化機構を表すパラメータであり、次式により表現される⁽¹⁶⁾⁻⁽¹⁸⁾。

$$n = a + bq \quad (4)$$

a は核生成頻度を示し、例えば、 $a=0$ の時は不均一核生成を示し、 $a=1$ の場合は一定の頻度で核生成が生じる均一核生成を示し、また、 $a>1$ では核生成頻度が結晶化の進行に伴い増していくことを意味する。また、 b は結晶成長の次元、つまり成長ドメインの形状を意味し、一次元 ($b=1$)、二次元 ($b=2$) および三次元 ($b=3$) が考えられる。また、結晶成長が界面支配の場合は $q=1$ 、拡散支配の場合は $q=0.5$ となる。化合物組成の場合では、組成の変化が無い単一相への結晶化であるため $q=1$ となる。図6(c)に、図6(b)を基に得られた Avrami 指数の温度依存性を示す。ここで、 $n=4$ の場合は、一定の頻度で核生成が生じ、生成した核が三次元的に成長する事を意味する。図に示すように、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ の場合は、高温域を除いて $n>4$ であった。これは、結晶化の後期を除き、核生成頻度が結晶化の進行に伴い増加 (transient nucleation process) することを意味する⁽¹⁹⁾。この結果は $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ の結晶化は核生成に支配されるという従来の報告と一致する⁽²⁰⁾。一方、 GeCu_2Te_3 では、低温度側では $n=4$ であり核生成が支配的であるが、温度の上昇と共に核生成頻度が急激に低下すると示唆される。従って、結晶化の極初期段階での核生成支配を除き、結晶化は結晶成長支配により進行すると考えられる⁽⁹⁾。図1(a)に示すように、相変化材料のプログラム領域はヒーターに接した一部分のみである。それ故、結晶成長支配により結晶化が進む場合は、アモルファス相/結晶相界面の移動により結晶化が進むと考えら

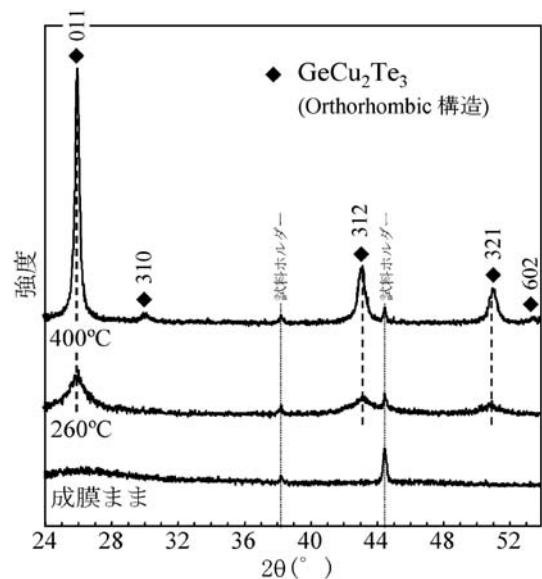


図5 GeCu_2Te_3 薄膜成膜まま試料、 260°C 加熱試料および 400°C 加熱試料のX線回折パターン。

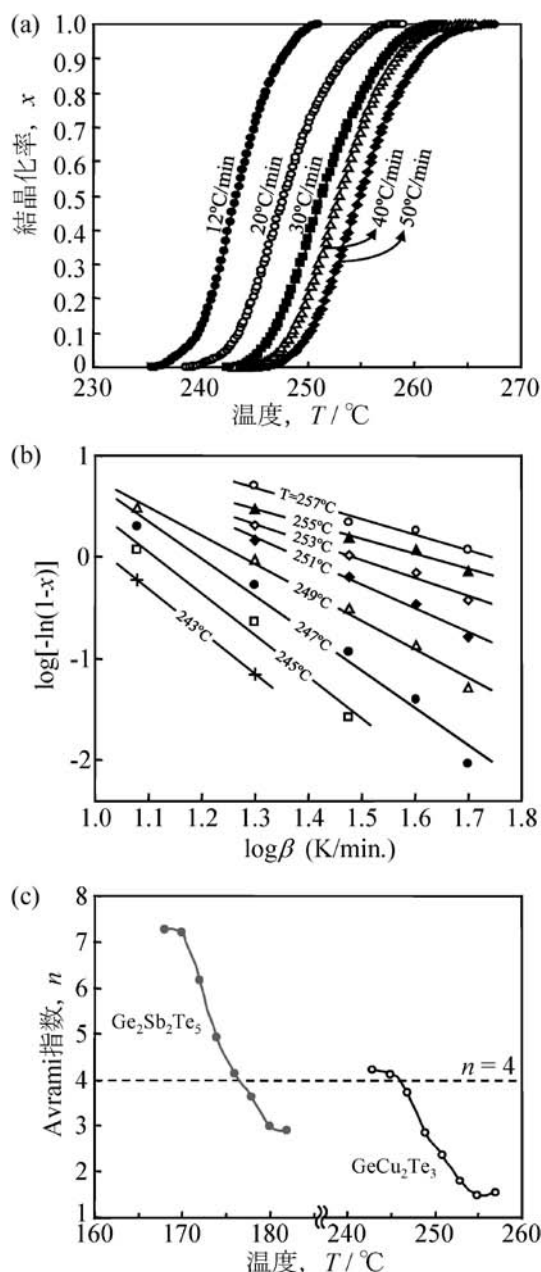


図6 (a)各昇温速度におけるDSC測定より得られた GeCu_2Te_3 アモルファス相の結晶化率と温度の関係, (b) (a)より得られた $\log[-\ln(1-x)]$ 対 $\log\beta$ の関係, (c) GeCu_2Te_3 および $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 薄膜におけるAvrami指数の温度依存性.

れる. 即ち, メモリセルの微細化に伴いプログラム領域も小さくなるため, GeCu_2Te_3 のように結晶成長支配の場合は, 微細化すればするほどデータ書換え速度が速くなると考えられる.

(4) 相変化による体積変化および反射率変化

通常, アモルファス材料は結晶化に伴い体積変化を生じる. 表1に示すように, $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ や GeTe アモルファスは結晶化に伴い8%程度の体積収縮を生じる⁽²¹⁾. 一方, X線反射率測定(XRR)を用いたアモルファス相および結晶相の

表1 GeCu_2Te_3 , $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ および GeTe の結晶化による密度変化.

薄膜	密度変化	備考
GeCu_2Te_3	-4.3%	XRR測定
$\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$	+8.2%	XRR測定 ⁽²¹⁾
GeTe	+7.8%	膜厚変化より

* いずれの薄膜も結晶相は350℃まで加熱.

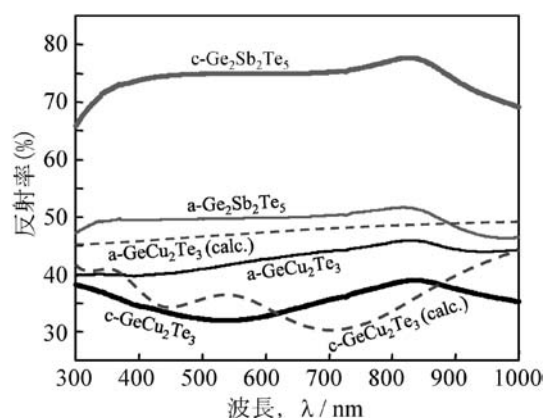


図7 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ および GeCu_2Te_3 のアモルファス相と結晶相の反射率の波長依存性. 点線は, 第一原理計算より得られた GeCu_2Te_3 のアモルファス相と結晶相の反射率を示す⁽²⁷⁾.

密度測定より, GeCu_2Te_3 の相変化による密度変化は4%程度と他材料に比べて小さい事が分かった⁽¹¹⁾. また, 単一相への結晶化が可能な範囲での非化学量論組成では, 2%程度まで小さくなる⁽¹⁰⁾. 相変化時に生じる体積変化はメモリセル内に応力を発生させるため, PCRAMの長期データ書換え特性へ悪影響を与える事が指摘されている⁽²¹⁾. Ge-Sb-Te を用いたPCRAMでは最長で 10^{12} 回の耐久性が報告されているが⁽³⁾, 小さな体積変化を示す GeCu_2Te_3 を用いる事でPCRAMの更なる長寿命化が可能かどうかの検証が期待される.

ここで興味深いことは, 表1に示すように, GeCu_2Te_3 の相変化による体積変化は他材料と逆であり, 結晶化に伴い体積膨張する事が分かった. 更に, GeCu_2Te_3 の相変化による反射率の変化も他材料と逆である事が分かった. 図7は, 分光光度計により測定した $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ および GeCu_2Te_3 のアモルファス相と結晶相の反射率の波長依存性を示している. 尚, 反射率はAlミラーを用いた相対反射率として測定した. また, 結晶相の反射率は, 400℃まで加熱した薄膜を用いて測定した. $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ および GeCu_2Te_3 共に, アモルファス相は40~50%の反射率を示す. 一方で, $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ は結晶化に伴い反射率は大きく上昇するのにに対し, GeCu_2Te_3 の結晶相の反射率はアモルファス相に比して低く, 既存のPCMと異なる事が分かった⁽¹¹⁾. Detempleらは, 密度変化の小さな相変化材料の反射率変化は小さい事を指摘してい

る⁽²²⁾。図8は、種々のPCMにおける密度変化と反射率変化の関係をプロットしたものであるが、密度変化と反射率変化との間にはほぼ直線な関係がある事が分かった。

従来より、可逆的な高速相変化や大きな反射率変化を示すPCMは、立方晶型の構造を持ち、大きな配位数 Z を持つ化合物に限られることが指摘されている⁽²³⁾⁽²⁴⁾。Ge₂Sb₂Te₅など従来知られているPCMの平均価電子数 N は4.3以上であり、その場合、結晶相はNaCl構造($Z=6$)をとりやすく、また、共鳴結合による価電子の非局在化のため大きな反射率を示すと言われている⁽²³⁾⁽²⁵⁾⁽²⁶⁾。それに対し、AgInTe₂など $N=4$ を持つ化合物は、カルコパイライト構造やウルツ鉱構造($Z=4$)を有し、共鳴結合が生じないため反射率変化が得られず(図8)、また、構造が安定なため、高速の相変化や再アモルファス化が困難であると指摘されている⁽²³⁾。本研究のGeCu₂Te₃は、AgInTe₂と同様に $N=4$ であり、その結晶相は $Z=4$ のカルコパイライト型構造を有する。しかし、その変化は逆であるものの比較的大きな反射率変化を示し、また、後述するように、可逆的な相変化を示す。以上の結果は、PCMに成り得るか否かは結晶の配位数だけでは決まらない事を示唆している。特に、反射率変化の観点について言えば、図8に示すように寧ろ密度変化と密接に関係があると言える。極最近、第一原理計算からも、GeCu₂Te₃結晶相はアモルファス相よりも小さな密度を有し、また、結晶化により反射率が低下し、図7に示すように実験結果と良い一致を示す事が確認された⁽²⁷⁾。このGeCu₂Te₃の特異な相変化挙動には、GeCu₂Te₃アモルファス中のCu d電子の非局在化や短いCu-Cu結合距離が大きく関与していると示唆されている⁽²⁷⁾。

(5) 相変化速度

相変化速度は、PCRAMのデータ書換え速度に密接に関係する。本研究では、レーザー照射加熱試験によりGeCu₂Te₃の相変化速度を測定した⁽¹¹⁾。上述したように、PCMのアモルファス相と結晶相の反射率は異なる。それ故、ある出力において、レーザー照射加熱(pumpレーザー)のパルス幅

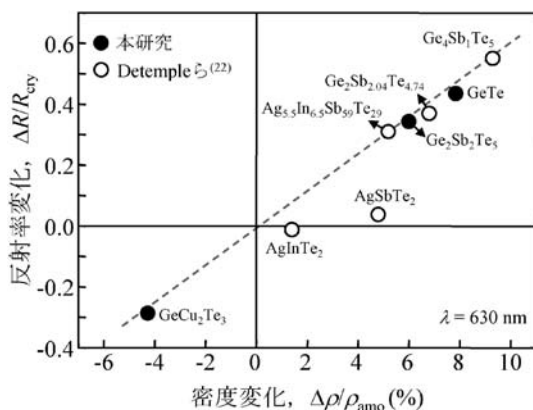


図8 種々のPCMの結晶化による密度変化と反射率変化の関係。

を変化させながら反射率測定(probeレーザー)を行う事で相変化速度を評価する事ができる。図9(a)に、成膜ままのGeCu₂Te₃アモルファス薄膜について得られたpumpレーザーパルス幅と反射率の関係を示す。尚、pumpレーザー出力は11 mWとした。また図中の V_0 および V は、pumpレーザー照射前および照射後にフォトダイオードで測定した電圧値を示し、反射率に比例する値である。図より、20 ns 辺りから結晶化の進行に伴い反射率が低下し、また、80 ns 辺りから再アモルファス化に伴い反射率が増加している事が分かる。100 ns 以上では薄膜が剥離し反射率が荒れ始める。図9(b)(c)は、GeCu₂Te₃ および Ge₂Sb₂Te₅ 薄膜の反射率変化に

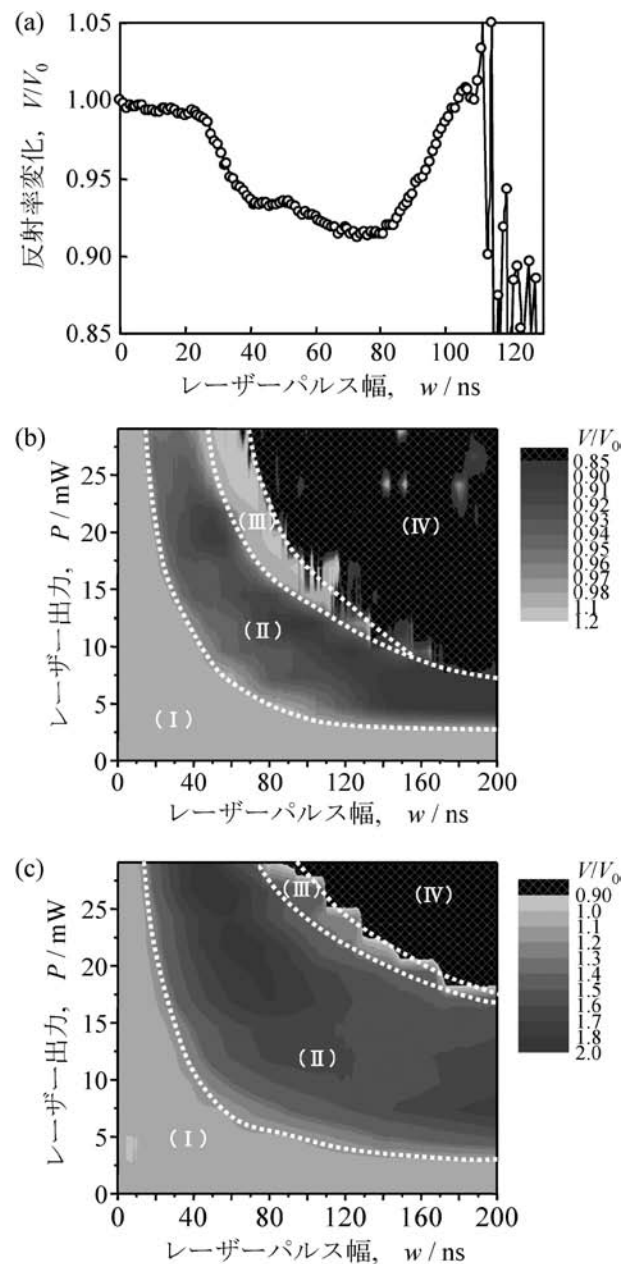


図9 (a)成膜まま GeCu₂Te₃ アモルファス薄膜において得られたレーザー加熱照射試験結果、(b) GeCu₂Te₃ および(c) Ge₂Sb₂Te₅ 薄膜の反射率変化に及ぼすレーザー出力およびパルス幅依存性。

及ぼす pump レーザー出力およびパルス幅依存性を示している。ここで、(I)は変化が無い領域、(II)は結晶化領域、(III)は再アモルファス化領域および(IV)は剥離領域を示している。まず、(III)の領域に着目する。例えば、レーザーパルス幅が 80 ns 程度で比較した時、 GeCu_2Te_3 の再アモルファス化に必要なレーザー出力は $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ に比して半分程度で良い事が分かる。また、逆に、レーザー出力が 20 mW で比較した場合、 GeCu_2Te_3 の再アモルファス化に必要な時間は $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ に比して半分程度で済む。このような GeCu_2Te_3 の低い入力エネルギーでの再アモルファス化は、 GeCu_2Te_3 の低い T_m に起因すると考えられる。また、(II)の領域に着目すると、 GeCu_2Te_3 は $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ とほぼ同等の速い結晶化速度を有しており、低消費電力化や高温データ保持性能ばかりでなく、PCRAM の高速動作も期待できる。ここで、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ などの高速結晶化は、不規則な原子配置を持つ単純な立方晶構造 (NaCl 型など) へと結晶化するために達成されると指摘されている⁽²⁴⁾。 GeCu_2Te_3 ついても、不規則な原子配置かつ立方晶型の ZnS 構造 ($Z=4$) を取るといった報告もあり⁽²⁸⁾、 GeCu_2Te_3 アモルファスの結晶化直後に形成される結晶相構造については更なる調査が望まれる。

3. メモリ特性

図10(a)に本研究で用いた GeCu_2Te_3 メモリデバイスの模式図を示す。上部および下部電極には Al および TiN を用

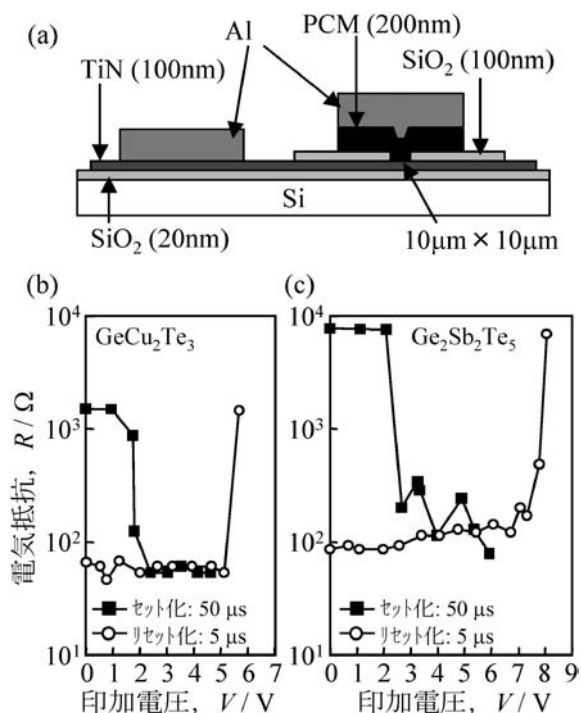


図10 (a) 本研究に用いたメモリデバイスの模式図、(b) GeCu_2Te_3 および (c) $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ を用いたメモリデバイスのセット化およびリセット化時の R - V 曲線。

い、下部電極と GeCu_2Te_3 の接触面積は $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ とした。図10(b)および(c)に GeCu_2Te_3 および $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ を用いたメモリデバイスのセット化およびリセット化時の R - V 曲線を示す。尚、セット化時およびリセット化時の印加電圧パルス幅は、それぞれ $50\mu\text{s}$ および $5\mu\text{s}$ とした。 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 同様、 GeCu_2Te_3 を用いたデバイスにおいても電気パルス印加により結晶化およびアモルファス化が可能であり、PCRAM メモリ特性を有する事が確認された。また、 GeCu_2Te_3 デバイスのリセット化における書換え消費電力を見積もったところ、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ に比して10%程度低減できる事が分かった⁽¹⁰⁾。この消費電力の低減は GeCu_2Te_3 の低い T_m に起因すると考えられる。また、最近、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ および GeCu_2Te_3 の相変化挙動の相違を利用し、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5/\text{GeCu}_2\text{Te}_3$ 積層膜を用いて三段階の多値記録が可能である事も実証している⁽²⁹⁾。

4. 終わりに

GeCu_2Te_3 型 PCM は、他の材料に比して、低融点、高結晶化温度および速い相変化速度を有するため、低消費電力、優れたデータ保持性、高速書換え動作を可能とする PCRAM 材料として可能性を秘めている。また、 GeCu_2Te_3 の相変化挙動は既存材料とは異なるところが多く、これまでの常識に囚われない新たな PCM の創製も大いに期待される。今後、 GeCu_2Te_3 アモルファスの電気抵抗のドリフト現象や繰返し特性など材料およびデバイスの耐久性や長期信頼性に関する研究が望まれる。

最近では、 GeTe 層と Sb_2Te_3 層を結晶状態で交互に成膜した超格子薄膜 (iPCM) を作製する事で、書換え電力の劇的な低減や速度の高速化が可能である事が示されている⁽³⁰⁾。また、多値記録化を可能とする多段階相変化型 PCM の開発⁽³¹⁾⁽³²⁾やナノパーティクル⁽³³⁾、ナノワイヤー⁽³⁴⁾⁽³⁵⁾など PCM の微細化や PCM に接触する電極の極微細化⁽³⁶⁾による低電力化、高速化、高集積化の研究も行われている。極最近では、上記 iPCM において超巨大磁気抵抗効果が得られる事が見出されている⁽³⁷⁾。つまり、PCRAM では電気のみならず磁場による動作の可能性も秘めている。以上のように、PCRAM の材料研究は飛躍的に進んでおり、実用不揮発性メモリとして PCRAM が今後幅広く利用される事が強く期待される。

本研究を遂行するに当たり多大なご協力を頂いた、東北大学大学院、鎌田俊哉氏、隅谷真志氏に心から御礼申し上げます。また、本研究は、日本学術振興会・科学研究費助成金により遂行された。

文 献

- (1) N. Yamada, E. Ohno, K. Nishiuchi, N. Akahira and M. Takao: J. Appl. Phys., **69**(1991), 2849-2856.

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**

1. はじめに

チタンは、その生体適合性の高さや、耐食性の良さから、整形外科領域や歯科領域において埋植用金属材料として広く用いられている。しかしチタン自身は、骨を誘導・伝導する能力に乏しく、特に、骨質の劣る患者にチタン製インプラントを埋植した場合には、多くの失敗例が報告されてきた⁽¹⁾⁽²⁾。そのため、骨の無機主成分である水酸アパタイト ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ 、以下 HAp と略す) や、体内には存在しない TiO_2 などの骨伝導性物質を表面にコーティングすることにより、骨内埋植後、急速にかつ確実にインプラントを骨に固定する試みが数多く行われている。著者らも、HAp などのリン酸カルシウム系化合物や TiO_2 を湿式プロセスによって Ti 表面にコーティングし、ラットを用いた動物埋植試験により、その有効性を評価してきたが⁽³⁾⁽⁴⁾、ここでは、HAp とならんで高い骨伝導性を有するとされている TiO_2 皮膜とその表面特性について紹介する。

一般に、生体内における骨硬組織のインプラントとの界面における生物学的応答は、 TiO_2 皮膜の化学的表面特性が極めて強く影響をおよぼしていると考えられている⁽⁵⁾⁻⁽¹⁰⁾。すなわち、インプラントの骨伝導性を制御するためには、その表面にコーティングした TiO_2 の表面特性を厳密にコントロールする必要があることを意味している。しかし、ミクロン・サブミクロンレベルの表面粗さや、 TiO_2 の結晶性や結晶構造、親水性・疎水性などのコーティング皮膜の物理的・化学的性質の相違が骨伝導性におよぼす影響についての統一見解は未だに得られていない。本稿では、複雑な表面形状を有する場合の多いインプラントにも対応が可能な湿式プロセスにより、チタンに各種の TiO_2 コーティング処理を施

し、その表面特性の相違が骨伝導性へおよぼす影響について述べたのち、この結果に基づいて、金属系生体材料の新しい表面改質について議論する。

2. TiO_2 コーティング

TiO_2 は、HAp とは異なり、生体内に存在していないにもかかわらず、その生体活性の高さから、金属系インプラント表面へのコーティング物質として注目されている⁽¹¹⁾。通常、Ti 表面への TiO_2 コーティングは、熱酸化法⁽¹²⁾ や PVD 法⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾ などの乾式プロセスや、化学的処理法⁽¹⁵⁾⁻⁽¹⁸⁾、陽極酸化法⁽¹⁹⁾⁻⁽²²⁾ などによる湿式プロセスによって Ti 表面を酸化させる場合が多く、Ti や Ti 合金の表面酸化によって作製した薄い TiO_2 皮膜は、基板金属との密着性に優れている。ただし Ti は酸素との親和力が極めて強く、例えば 873 K において、 TiO_2 が生成するのに必要な酸素分圧は 10^{-47} atm と計算され⁽²³⁾、現実には、自然状態において Ti の酸化を防止することの方が困難であり、通常の Ti 表面には極めて薄く TiO_2 不動態皮膜が生成していることはよく知られている⁽²⁴⁾。 TiO_2 は、アナターゼ、ブルッカイト、ルチルといった異なる 3 つの結晶構造を有し、結晶形態の温度依存性は、低温でアナターゼが安定であるが、これが一旦、高温安定相のルチルに変態すると、再び低温で保持してもアナターゼには戻らない。

以下に、湿式プロセスならびに乾式プロセスによる TiO_2 皮膜の作製について説明する。ただし、本稿では TiO_2 皮膜をコーティングした生体材料の動物生体内埋植 (*in vivo*) 評価を念頭に置いているため、特にことわりのない限り、作製まま材の結果ではなく、121℃の水蒸気環境下で 20 min 間保持するオートクレーブ滅菌処理後の結果を示すこととする。

* 名古屋大学エコトピア科学研究所；准教授(〒464-8603 名古屋市千種区不老町)

** 名古屋大学エコトピア科学研究所；副所長，教授

Surface Modification of Titanium and Its Alloys for the Biomaterials and Osteoconductivity Controlling; Kensuke Kuroda, Masazumi Okido (EcoTopia Science Institute, Nagoya University, Nagoya)

Keywords: surface treatment, TiO_2 , hydrophilicity, hydro-processing, hydrothermal treatment, implant

2013年11月5日受理[doi:10.2320/materia.53.52]

(1) 水溶液中陽極酸化法

酸性，アルカリ性，中性の水溶液中で，Ti をアノード極として電解することにより，緻密で密着性に富む TiO₂ 皮膜が Ti 表面に生成する．TiO₂ 皮膜の膜厚や表面粗さ，結晶構造は，電解条件により異なるが，一定温度において，同一の種類，濃度の水溶液を用いた場合には，印加電圧に強く依存し，印加電圧が大きいほど膜厚が厚くなる⁽²⁵⁾．また，用いた水溶液中に存在するイオンが TiO₂ 皮膜中に混入することもよく知られている⁽²⁶⁾．

図 1((a)～(c)，(e)～(j)，(l))に，純 Ti 表面に種々の陽極

酸化条件により作製した TiO₂ 皮膜表面の SEM 写真を示し，表 1 には，それらの作製条件ならびに皮膜の分析結果の一部を示す．全ての Ti 試料に対して，表面をエメリー紙ならびにアルミナ懸濁液を用いて湿式研磨し，鏡面仕上げしたのち，皮膜作製を行った．陽極酸化には，二極法を用い，25℃に保持した各種の水溶液中で，0.1 Vs⁻¹ の速度で，目標とする電圧まで上昇させた．最大電圧は，TiO₂ 皮膜が同じ膜厚(120 nm)となるように変化させた((a)，(c)，(g)～(j))．成膜前後の試料表面の粗さ測定には，非接触のレーザー顕微鏡を用い，150 μm×112 μm の範囲で測定し，算術平均表面粗さ Ra(JIS B 0601)により評価した．比較的低い電

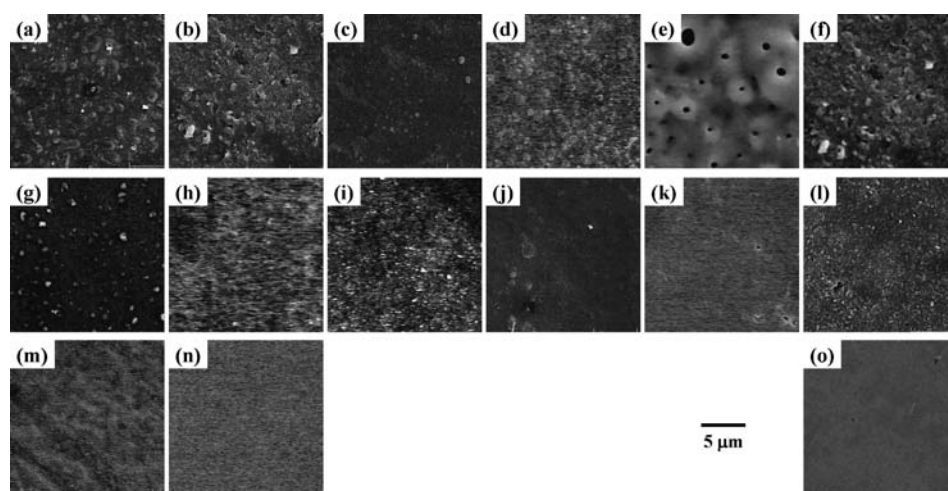


図 1 各種のプロセスによって Ti 表面に作製した TiO₂ 皮膜の表面 SEM 写真((a)～(o)は，表 1 に対応する)．

表 1 各種のプロセスによる TiO₂ 皮膜のコーティング条件と生成した皮膜の特性．

	TiO ₂ コーティング			結晶構造	膜 厚	Ra/μm
	陽極酸化	熱酸化	酸化性水溶液浸漬			
(a)	0.1M H ₂ SO ₄ , 100 V	—	—	anatase	120 nm	0.08
(b)	0.1M H ₂ SO ₄ , 200 V	—	—	anatase + rutile	***	0.11
(c)	0.1M H ₃ PO ₄ , 100 V	—	—	anatase	120 nm	0.08
(d)	0.1M H ₃ PO ₄ , 70 V	673 K, 2 h, air	—	anatase	120 nm	0.09
(e)	5M H ₃ PO ₄ , 200 V	—	—	amorphous	ca. 3 μm	0.45
(f)	0.1M H ₃ PO ₄ , 200 V	—	—	anatase + rutile	***	0.11
(g)	0.1M CH ₃ COOH, 70 V	—	—	anatase	120 nm	0.11
(h)	0.1M Na ₂ SO ₄ , 65 V	—	—			0.08
(i)	0.1M NH ₃ aq, 80 V	—	—			0.10
(j)	0.1M NaOH, 80 V	—	—			0.09
(k)	0.1M NaOH, 50 V	673 K, 2 h, air	—	anatase + rutile	***	0.10
(l)	0.1M NaOH, 200 V	—	—			0.13
(m)	—	—	0.1M HNO ₃ + 4.4M H ₂ O ₂ 80℃, 20 min.	anatase (hydro-gel)	0.6 μm	0.10
(n)	—	673 K, 2 h, air	—	rutile	120 nm	0.09
(o)	—	(as-polished)	—	—	—	0.06

圧をTi試料に印加し、電解中に皮膜の絶縁破壊ならびにスパークが発生しない場合には、初期表面粗さを維持したアナターゼ単相の皮膜が生成した。一方、より高電圧を印加し、電解中にスパークが断続的に発生した場合には、表面粗さは増大し、アナターゼとルチルの混合皮膜となり、皮膜は厚く成長し、干渉色は示さない(b), (e), (f), (l))⁽²⁷⁾。さらに、図には示していないが、200 Vを超える極めて高い電圧をTi試料に印加すると、連続的に激しいスパークが生じ、細孔を多数有するTiO₂皮膜が作製できることも報告されている(Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) 処理, (Micro-Arc Oxidation (MAO) 処理)⁽²⁸⁾。4 M以上の濃厚H₃PO₄水溶液中で、スパークを発生させながら200 V程度まで電解を継続した場合には、表面粗さならびに膜厚ともに増大し、皮膜中にリン酸イオンを多量に含有したアモルファス状態のTiO₂皮膜が生成する(e)⁽²⁹⁾⁽³⁰⁾。ただし、上述のいずれの手法によっても、ブルッカイト型のTiO₂皮膜は生成しない。

(2) 酸化性水溶液浸漬法

アノード電解によるTiの表面酸化(陽極酸化)の代わりに、酸化剤を含む酸性水溶液へのTi基材の浸漬によっても、Ti表面にTiO₂皮膜を作製することができる。酸化剤には、H₂O₂がよく使用される。温度、H₂O₂濃度、酸の種類と濃度、水溶液のpHにより、TiO₂皮膜の生成の可否や生成速度が異なり、生成したTiO₂皮膜の特性も大きく変化する。図1(m)に、80℃に保持した4.4 M H₂O₂と0.1 M HNO₃を含む酸化性水溶液に20 min間、Tiを浸漬し、アナターゼ型TiO₂皮膜を生成させた試料表面を表す。この場合には、極めて結晶性の低いゲル状のTiO₂皮膜が生成する⁽¹⁸⁾⁽²⁹⁾。酸種として、HNO₃以外の、例えばH₂SO₄などを用いた場合でも、水溶液のpHをコントロールすることにより、同様に低結晶性のTiO₂皮膜が生成する。成膜条件を変化させることにより、皮膜の膜厚のミクロンレベルのコントロールは可能である。しかし、Tiの溶解をともないながらTiO₂が生成するため⁽¹⁸⁾、サブミクロンレベルの厳密な膜厚制御や表面粗さ制御は難しく、浸漬前の初期状態に比べて、著しくRa値は増大する。結晶構造については、アナターゼ型TiO₂皮膜を生成させることはできるが、ブルッカイト型やルチル型のTiO₂は生成しない。また、本法の単独使用だけでは、TiO₂皮膜の結晶性制御は困難であるが、引き続き水熱処理等の他のプロセスによる処理を行うことにより、ゲル状を維持したまま結晶性制御は可能となる。

(3) 熱酸化法

乾式プロセスである熱酸化法によっても、Ti表面にTiO₂皮膜を形成させることができる。Tiを400℃の低温で単純に大気下で熱酸化させると、種々の因子を制御しても、ルチル構造のTiO₂が生成し、アナターゼ型TiO₂を作製するのは困難である(図1(n))。さらに高温の1100℃以上に保持すると、ルチル型TiO₂とTiOの混合皮膜となる。成島らによって、雰囲気・温度を制御した乾式プロセス(二段階熱酸化プ

ロセス)のみによるアナターゼ型TiO₂の生成法が報告されている⁽³¹⁾が、著者らは、熱酸化の前処理として、前述の陽極酸化法によって、あらかじめTi表面にアナターゼ皮膜を生成させた試料を400℃において熱酸化させるといった湿式法と乾式法を組み合わせた二段階のプロセスによって、陽極酸化TiO₂皮膜が成長したアナターゼ単相の皮膜を作製することができることを報告した(図1(d)(k))⁽³²⁾。単独の熱酸化法によって薄く生成したルチル型TiO₂皮膜は、陽極酸化アナターゼ皮膜と同様に、干渉色を示し、初期研磨粗さを維持した平滑な表面を有している。しかし、さらなる高温下で生成させたルチルとTiOの混合皮膜は、膜厚が厚くなり、干渉色を示さず、極めて粗雑な表面となる。

3. 骨伝導性評価

インプラントの生体活性・生体親和性を評価するためには、生体外にて行う*in vitro*評価あるいは生体内にて行う*in vivo*評価のいずれかが使用される。*in vitro*評価においては、その手法は、擬似体液浸漬や細胞培養などを用いて行われるが、その評価法は研究者によって全く異なる場合が多い。*in vivo*評価についても同様であり、動物種、年齢(週齢)、埋植部位、埋植期間が異なるだけでなく、機械的評価によるものや組織学的評価によるものなど研究者により異なる評価法が採用されている。このように多種多様な評価法が採用されている現状においても、結果の相互の摺合せはほとんど行われておらず、*in vitro*評価結果と*in vivo*評価結果が一致しない場合も散見される。本稿では、前述の方法によって表面処理したTiインプラントを8週齢の雄性ラット脛骨に14 d埋植する*in vivo*評価法を採用し、インプラント/生体組織の界面の光学顕微鏡観察によって、インプラント表面への硬組織の生成率(骨-インプラント接触率、 R_{B-I})を次式により算出し、骨伝導性を評価した⁽³⁾。また、得られた結果をTukey-Kramer法によって統計学的に処理し、5%未満の誤差範囲で有意差が認められるものに*を付した。

$$R_{B-I}(\%) =$$

$$\frac{\text{インプラント表面に硬組織が生成している部分の長さの合計}}{\text{骨内に埋植したインプラントの長さ}}$$

4. 骨伝導性に影響をおよぼす因子

インプラントの骨伝導性には、インプラント表面にコーティングした皮膜の作製プロセス、表面粗さ、皮膜厚さ、結晶構造、結晶性、親水・疎水性など様々な因子が影響をおよぼすと考えられている。しかし、いずれも*in vivo*評価結果に基づく検討は少なく、骨伝導性へのそれらの影響は十分には明らかになっていない。以下に、上記の評価法を用いて、骨伝導性への影響因子について検討した結果を示す。

(1) 表面粗さ

インプラント表面のミクロン、サブミクロン・レベルの表

面粗さの骨伝導性への影響について検討した。なお、機械的なアンカー効果を期待したマクロ表面粗さや形状による骨伝導性への影響が無視できないことは既に明らかとなっているが⁽³³⁾、ここでは、おおむね $Ra/\mu\text{m} < 1$ の表面粗さに限定して議論することとする。

砥粒径の異なる研磨紙ならびに Al_2O_3 研磨粒子を用いて異なる表面粗さの Ti 基材を作製し、これに 0.1 M H_2SO_4 、0.1 M H_3PO_4 、0.1 M NaOH 水溶液中で、陽極酸化処理を施すことにより、表面粗さの異なる TiO_2 皮膜を作製し、これを *in vivo* 試験に供した。電解電圧は、図 1(a) (b) (j) の条件とそれぞれ同様のものを使用し、 TiO_2 の結晶構造の相違ならびに皮膜の膜厚の R_{B-I} 値への影響を無視するために、試料への印加電圧をコントロールして作製したアナターゼ型 TiO_2 のみを使用した (膜厚 120 nm)。図 2 に、 TiO_2 皮膜の R_{B-I} 値におよぼす表面粗さ Ra の影響を示す。材料表面のマクロならびにミクロの表面凹凸が骨伝導性に影響をおよぼすとの報告は多いが、本研究で検討した表面粗さの範囲内では、研磨ままの Ti 基材 (□) の表面粗さの影響は顕著ではない。またいずれの水溶液中で作製した陽極酸化 TiO_2 皮膜においても、 $Ra/\mu\text{m} > 0.3$ では、表面粗さの影響は認められず、 R_{B-I} 値は、おおむね 20% にとどまっている。一方、 $Ra/\mu\text{m} < 0.3$ においては、 Ra 値の低下にともなって、 R_{B-I} 値の増大が認められる。さらに $Ra/\mu\text{m} < 0.3$ においても、用いた水溶液種によって R_{B-I} 値が異なることもわかる (4.(4)において詳述する)。これは、表面コーティング物質や表面特性の相違によって、骨伝導性におよぼす表面粗さの影響は異なることを意味する。

(2) TiO_2 皮膜作製プロセスと TiO_2 の結晶構造

図 3 に、 R_{B-I} 値におよぼす TiO_2 作製プロセスの相違による影響を示す。ここでは、酸化性水溶液浸漬法により作製した TiO_2 皮膜 (m) を除き、全ての膜厚は 120 nm、表面粗さ Ra は、おおむね $0.1 \mu\text{m}$ に統一した試料を用いて評価を行った。まず、アナターゼ型 TiO_2 皮膜について考察する。スパークの生じない陽極酸化法や酸化性水溶液浸漬法により作製した TiO_2 皮膜 (c) (j) (m) は、研磨まま材 (o) より大きい R_{B-I} 値を示している。しかし、陽極酸化法のみによって高い R_{B-I} 値を示した試料に熱酸化を行う二段階処理を施すと、 R_{B-I} 値は研磨まま材とほとんど同じ値まで低下し、同じアナターゼ型 TiO_2 であっても、その作製プロセスによって、明らかに R_{B-I} 値が変化することがわかる。また、湿式のプロセスのみによって作製した TiO_2 皮膜の R_{B-I} 値が高い傾向を示している。一方、熱酸化により作製したルチル型 TiO_2 (n) の R_{B-I} 値は、研磨まま材 (o) とほとんど同等であり、 TiO_2 皮膜コーティングによる骨伝導性向上は認められない。さらに、二段階処理によって作製したアナターゼ型 TiO_2 (d) (k) と単独の高温酸化によって作製したルチル型 TiO_2 (n) の R_{B-I} 値がほとんど同じであることから、アナターゼとルチルといった結晶構造による差は認められないこともわかる。以上の結果は、骨伝導性物質といわれている TiO_2 が単純に高い骨

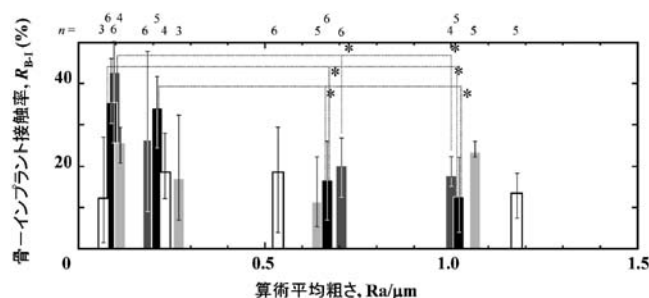


図 2 陽極酸化法により Ti 表面に作製した TiO_2 皮膜の算術平均粗さ Ra と骨-インプラント接触率 R_{B-I} (皮質骨部)。有意差検定 $*p < 0.05$
■ (c), ■ (a), ■ (j), □ (o)
(a) (c) (j) (o) は、表 1 に対応する

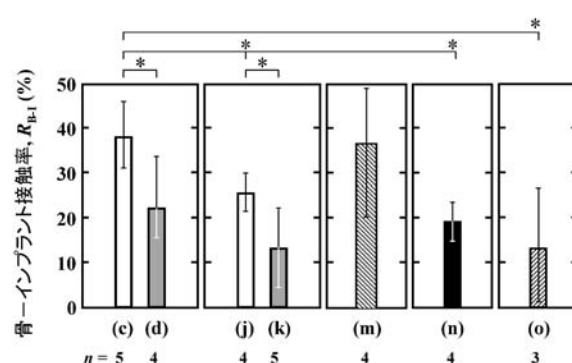
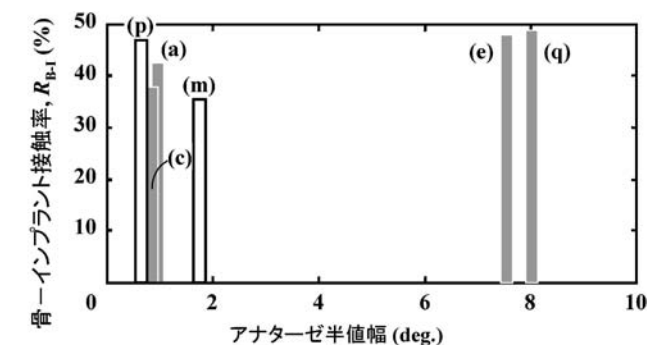


図 3 各種プロセスにより Ti 表面に作製した TiO_2 皮膜の骨-インプラント接触率 R_{B-I} (皮質骨部)。有意差検定 $*p < 0.05$
(c) (d) (j) (k) (m) (n) (o) は、表 1 に対応する

伝導性を有しているものではなく、その作製プロセス等によっては、骨伝導性が大きく変化する場合があることを意味する。

(3) TiO_2 皮膜の結晶性

図 4 に、 R_{B-I} 値におよぼす TiO_2 皮膜の結晶性の影響を示す。ただし、ここでは、皮膜作製プロセスとして陽極酸化法⁽²⁹⁾ならびに酸化性水溶液浸漬法⁽³⁴⁾を取り上げ、 TiO_2 結晶構造としてアナターゼ型を取り上げた。アナターゼの結晶性評価法として、X 線回折分析チャート中のメイン・ピークである $2\theta (\text{deg.}, \text{CuK}\alpha) = 25.28$ の半値幅を用いた。陽極酸化法においては、4.(4)において述べるとおり、用いた水溶液種が R_{B-I} 値に影響をおよぼすことから、水溶液種として H_3PO_4 水溶液のみを使用し、 H_3PO_4 濃度を 0.1~14 M まで変化させることにより、結晶性の異なる TiO_2 皮膜を作製した。酸化性水溶液浸漬法では、2.(2)で示した手法によって作製した TiO_2 ゲル皮膜に対して、引き続き 180°C における NH_3 水溶液中水熱処理を行うことにより⁽¹⁸⁾、結晶性を変化させた。図 4 より、陽極酸化法により作製した TiO_2 皮膜 (■) では、結晶性が低い方が、 R_{B-I} 値が高い傾向が認められる。ただし、アモルファス状の TiO_2 皮膜は多量の PO_4^{3-} を含有するので⁽²⁹⁾、この影響については、次節 4.(4)にて検討



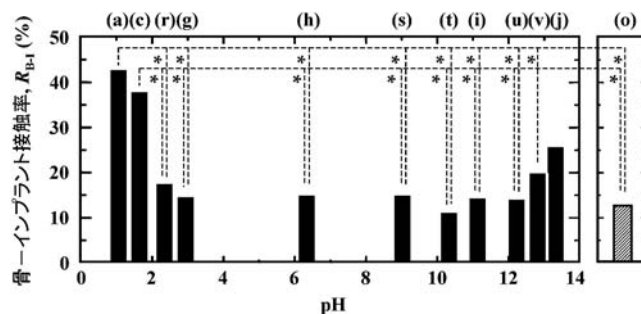
TiO ₂ コーティング				
陽極酸化	酸化性水溶液 浸漬	水熱	結晶構造	Ra/μm
(p)	0.1M HNO ₃ + 4.4M H ₂ O ₂ 80 °C, 20 min.	1 M NH ₃ 180 °C, 12 h	anatase	0.16
(q)	9M H ₃ PO ₄ , 200 V	—	amorphous	0.73

図4 Ti表面に作製したTiO₂皮膜の半値幅と骨-インプラント接触率 R_{B-I} (皮質骨部)。(a)(c)(e)(m)は、表1に対応する)

する。一方、酸化性水溶液浸漬法では、逆の傾向を示した(□)。すなわち、酸化性水溶液浸漬(m)に引き続いて水熱処理を施したTiO₂ゲル皮膜(p)の方が結晶性は向上するが、同時に R_{B-I} 値も増大することがわかる。このことから、TiO₂の結晶性と骨伝導性の間には、必ずしも一貫した相関関係は見出せない。さらに、5M以上の高濃度H₃PO₄水溶液中で作製したアモルファス状TiO₂皮膜(e)(q)は、表面粗さRa/μm>0.3であるにもかかわらず、大きい R_{B-I} 値を示している。すなわち、4.(1)で説明した表面粗さよりもさらに強く骨伝導性に影響をおよぼす因子が存在することが予想できる。

(4) TiO₂皮膜に含まれるアニオン・カチオン⁽³⁵⁾

図5は、陽極酸化処理に使用した水溶液のpHと R_{B-I} 値の関係を示す。ただし、ここでは4.(2)と同様に、全てのTiO₂皮膜はアナターゼ型であり、膜厚は120nm、表面粗さRaはおおむね0.1μmと統一した試料を用いて評価を行った。前述のとおり、陽極酸化法により作製したTiO₂皮膜中には、用いた水溶液に含まれるアニオンとカチオンが含まれている⁽²⁶⁾。(a)H₂SO₄と(h)Na₂SO₄水溶液中で陽極酸化法にて作製したTiO₂皮膜の R_{B-I} 値において、いずれもSO₄²⁻が含まれるが、 R_{B-I} 値は大きく異なる。同様に、(h)Na₂SO₄と(j)NaOH水溶液中で作製したTiO₂皮膜でも、 R_{B-I} 値は大きく異なり、TiO₂皮膜中に存在するNa⁺の影響は見出せない。さらに、(c)H₃PO₄、(s)Na₂HPO₄、(j)NaOH水溶液中での結果も同様であり、TiO₂皮膜に含まれるアニオン、カチオンの明確な影響は認められない。なお、4.(3)で説明した高濃度H₃PO₄中陽極酸化によるアモルファス状のTiO₂皮膜中には、多量にPO₄³⁻を含んでいることが皮膜表面のXPS分析により明らかになっている⁽²⁹⁾。しかし、H₃PO₄以外の水溶液を用いた場合には、イオンを多量に含有する



TiO ₂ コーティング(陽極酸化)			結晶構造	膜厚	Ra/μm
水溶液	印加電圧 / V				
(r) 0.1M CH ₃ Cl(OH)COOH	70		anatase	120 nm	0.10
(s) 0.1M Na ₂ HPO ₄	70				0.08
(t) 2 mM Mg(OH) ₂	150				0.08
(u) 20 mM Ca(OH) ₂	70				0.10
(v) 0.1M KOH	80				0.10

図5 各種の水溶液中でTi表面に陽極酸化によって作製したTiO₂皮膜の骨-インプラント接触率 R_{B-I} (皮質骨部)と用いた水溶液のpH。(a)(c)(g)(h)(i)(j)(o)は、表1に対応する)

TiO₂皮膜が作製できなかったことから、皮膜中に含有するPO₄³⁻の骨伝導性向上への寄与の効果を明確にはできていないが、皮膜へのPO₄³⁻含有の有無による R_{B-I} 値への影響がほとんど認められないこと、ならびにH₃PO₄水溶液中陽極酸化よりも高い R_{B-I} 値を示す溶液種も存在することから、皮膜へのPO₄³⁻含有による骨伝導性向上の効果は必ずしも有効であるとは言えない。

5. 表面親水性

(1) TiO₂皮膜の表面親水性と骨伝導性⁽³⁶⁾

TiO₂皮膜表面の何らかの因子が骨伝導性に影響をおよぼしていることは明らかであるが、これまでの因子についての検討では、必ずしもその効果は明らかではない。そこで、材料表面の状態を表すことができる別の因子あるいは見かけの因子について検討する必要がある。著者らは、材料表面の親水性・疎水性に着目し、これまでの*in vivo*試験結果を水滴接触角(WCA)により整理した。図6に、種々のプロセスによって作製したTiO₂皮膜表面のWCA値と R_{B-I} 値との関係を示す。ただし、WCA測定には、2μLの水滴を用い、試料作製後、動物埋植試験に供するまでに要する時間を考慮して、各処理の後、24h大気中に放置してからWCAを測定した。この図から、4.(2)から4.(4)において検討した骨伝導性に影響をおよぼすと考えてきた因子によらず、単純にTiO₂皮膜表面のWCA値が小さい親水性表面ほど、高い R_{B-I} 値を示すことがわかる。また、図には示していないが、Raの影響については、Ra/μm>0.3のTiO₂皮膜は、Ra/μm<0.3の皮膜に比べ、わずかに R_{B-I} 値が小さくなる傾向が認められるものの、WCA値の影響ほど、その効果は顕著ではない。以上より、表面粗さの同等な試料においては、TiO₂皮膜表面のWCA値によって R_{B-I} 値が整理でき、WCA値が4章で示した影響因子を包含した見かけの評価因子として有用

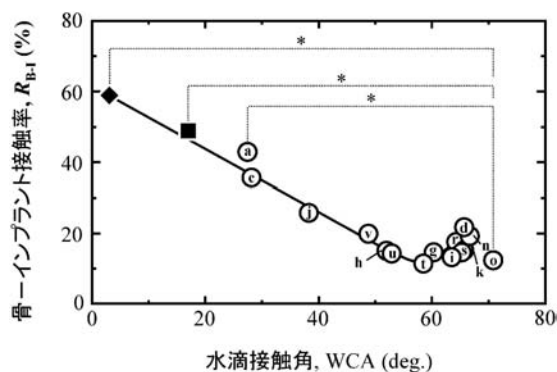


図6 陽極酸化によって作製したTiO₂皮膜表面の水滴接触角と骨-インプラント接触率 R_{B-I} (皮質骨部)．◆5倍濃度PBS(-)中保存，■1倍濃度PBS(-)中保存((a)～(o)は表1に対応)

であると考えられる．

(2) TiO₂ 皮膜表面の親水性保持ならびに超親水化

TiO₂ 皮膜の WCA 値が小さいほど、 R_{B-I} 値が高いといった相関関係が得られた．ここでは、TiO₂ 皮膜の表面親水化をさらに進めて(WCA 値を低下させて)、骨伝導性への影響について検討した．一般に、TiO₂ 皮膜を高温の蒸留水中で水熱処理したり、紫外線の照射や大気圧プラズマの照射によって、表面に吸着している有機系汚染物質(いわゆるハイドロカーボン)の分解・脱離による清浄化作用によって、WCA < 10(deg)の表面親水性が創出できる．しかし、上記の手法によって清浄化(親水化)した表面を空气中に保存すると、表面にはハイドロカーボンが再吸着し、親水性が急速に失われる⁽³⁶⁾．したがって、ハイドロカーボンのほとんど存在しない蒸留水中に表面清浄化材料を保存すれば、その表面親水性が維持されるものと考えられる．あわせて、各種のアニオン・カチオンが含まれる水溶液中に保存すれば、表面親水性が維持されるのみならず、イオンの表面吸着によって、さらなる親水化が期待できる．180℃で180 min 間、蒸留水中で水熱処理を施し、親水性表面としたTiO₂ 皮膜を、各種の雰囲気中で保存し、WCA 値の経時変化を調べた(図7)．ここで、水熱処理条件として180℃、180 min 間を選定したのは、150℃以上(210℃以下)の水熱処理では、180 min 以下で15 deg の WCA に到達し、さらなる処理時間延長によっても、WCA 値は低下しないといった理由による．なお、一般に生体材料表面の滅菌に用いられるオートクレーブ滅菌処理条件(121℃、20 min)では、表面の親水化が十分ではない．WCA 値の測定においては、保存環境中から試料を取り出し、ブローにて表面に残存する水分を十分に除去してから測定に供した．これより、大気中に保存したTiO₂ 皮膜の表面親水性は時間とともに失われていくのに対し(1)、蒸留水中に保存したものは、浸漬初期においてわずかな WCA の上昇を認めるものの、その後、親水性が維持されていることがわかる(2)．さらに、各種の無機イオンを含有するリン酸緩衝生理食塩水(PBS(-))中に保存した試料表面の WCA 値

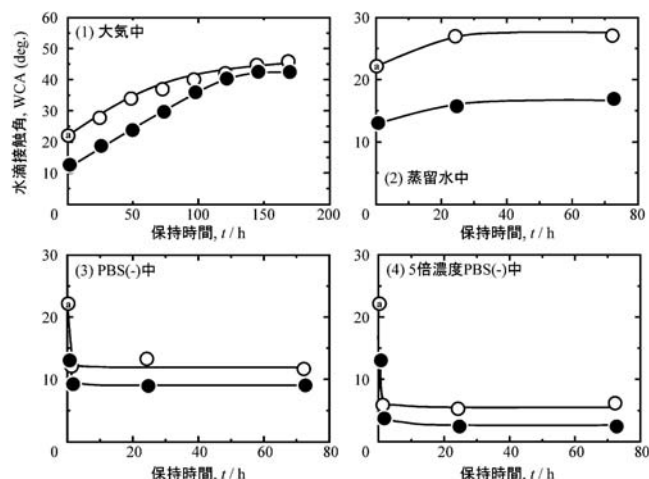


図7 陽極酸化によって作製したTiO₂ 皮膜を蒸留水中水熱処理したのち各種雰囲気中に保持したときの水滴接触角の経時変化．●：水熱処理直後に各雰囲気下で保持．○：水熱処理後24 h 大気中で保存後、各雰囲気下で保持．((a)は表1に対応)

は、水熱処理直後よりも低下し、さらに親水化が進行していることがわかる(3)．5倍濃度のPBS(-)中に保存した場合には(4)、この効果はさらに顕著となる．なお、5倍以上の濃度のPBS(-)中に保存しても、表面親水性はこれ以上向上しないこと、ならびにPBS(-)中に保存すると、TiO₂ 皮膜の表面には、Na⁺ や Cl⁻ 等のPBS(-)中に存在するイオンが多量に吸着していることを確認している．また、各雰囲気中に保存したとき、最終到達 WCA 値は初期 WCA 値に依存することもわかる(○, ●)．さらに、水熱処理等によって表面を清浄化させずに5倍濃度PBS(-)中に保存した場合にも、極めてゆっくりではあるものの徐々に表面は親水化するが、水熱処理等による表面親水化直後の試料(●)が示す WCA 値には達しない．

表面を親水化・保持したTiO₂ 皮膜試料をラット埋植直前にPBS(-)から取り出し、生理食塩水にて洗浄の後、ただちに埋植試験に供した結果を図6中に併せて示す(◆, ■)．これより、水熱処理後にPBS(-)中に保存し、WCA 値を低下させたTiO₂ 皮膜の R_{B-I} 値が極めて高く、これは、5.(1)で示した各TiO₂ 試料の結果の外挿線上にあり、TiO₂ 皮膜の表面親水性を向上させると、骨伝導性が向上することを意味している．現段階では、親水性表面ほど、 R_{B-I} 値が高くなる理由について、全てが解明されているわけではないが、親水性表面には、細胞接着性タンパク質であるフィブロネクチンなどが多量にかつ選択的に吸着しやすく、これによって骨形成細胞の接着性が著しく上昇することが明らかとなっている⁽³⁷⁾⁽³⁸⁾．

(3) 研磨ままTi表面の親水化と各種バルブメタルへの応用

5.(1)ならびに5.(2)で取り上げた親水性表面は、全てがTiO₂ 皮膜であることから、図6で示した結果がTiO₂ 皮膜

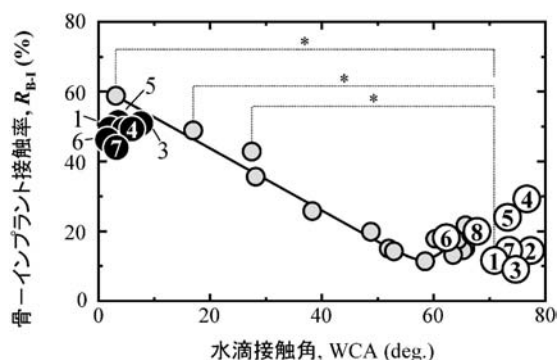


図8 各種バルブメタルならびにTi合金の親水化の有無による骨-インプラント接触率 R_{B-I} (皮質骨部)。 $\circ$: 研磨まま材, $\bullet$: 親水化処理材, $\circ$: TiO_2 コーティング材
1: Ti, 2: Nb, 3: Ta, 4: Zr, 5: Ti-29Nb-18Ta-4.6Zr, 6: Ti-13Cr-1Fe-3Al, 7: Ti-6Al-4V, 8: Ti-6Al-7Nb

特有のものであるかどうかを検討するために以下を行った。これは、研磨ままのTiやTi合金もその表面を親水化させることができれば、表面に意図的に皮膜を形成させなくとも骨伝導性が向上し、従来から行われてきた「生体活性物質」のコーティング工程が省略できるなど、プロセス的にも極めてメリットが大きい。さらに、Tiに限らず、高耐食性金属であるZr, Nb, Taやそれらの合金などの骨伝導性を要する生体材料への応用が考えられる。親水化プロセスとして、5.(2)で述べたとおり、蒸留水中水熱処理、紫外線照射、大気圧プラズマ照射などが挙げられるが、いずれも表面清浄化というほとんど同じ効果を示すことから、ここでは蒸留水中水熱処理を取り上げた。また親水性保持には、同様に、5倍濃度PBS(-)浸漬を選定した。基材には、Ti, Zr, Nb, Taの純金属のほか、Ti-6Al-4V ELI, Ti-6Al-7Nbの $\alpha+\beta$ 型Ti合金, Ti-29Nb-19Ta-4.6ZrとTi-13Cr-1Fe-3Alの β 型Ti合金を用いた(濃度はいずれもmass%)。これらの基材に対する親水化処理の有無による骨伝導性への影響を、図8に示す⁽³⁹⁾。すべての基材において、研磨ままの状態では、WCAは60~80(deg)程度を示すが、親水化処理を施すと、 TiO_2 皮膜と同様に、WCA<10(deg)となり、Tiや各種のTi合金だけでなく、Zr, Nb, Taの純金属も上述の親水化処理によって、基材表面を超親水性にすることができる。またこれらの親水性表面を持った基材の R_{B-I} 値も、親水性 TiO_2 皮膜と同様に、極めて高い値を示す。以上のことから、研磨ままの状態では骨伝導性の高くないTi, Zr, Nb, Taの純金属や各種のTi合金でも、それらの表面に骨伝導性物質をコーティングせずとも、上述の親水化処理によって、基材表面を超親水性にすれば、高い骨伝導性を示すことを意味している。

6. おわりに

これまで著者が検討を進めてきた TiO_2 コーティングの

表面特性と骨伝導性の関係について概説した。生体材料の骨伝導性向上を目的とした表面改質に関する研究は極めて多く、既に医療現場で用いられているものも少なくない。しかし、本稿で取り上げた骨伝導性への影響因子については、研究者あるいは研究手法により異なる見解が示されている場合が非常に多く、このような現状は、生体材料、なかでもその表面改質を主な研究課題としている著者らにとって、研究の方向性を定めにくくしていると言っても過言ではない。本稿で示した、「骨伝導性の高い材料は親水性表面を有する」という実験結果は、まだ研究途中にある数少ない限られた結果に基づくものであり、今後多くの研究者の方々の協力により、更なる検討を加えていかなければならないものと考えられる。

文 献

- (1) R. A. Jaffin and C. L. Berman: J. Periodontol., **62**(1991), 2-4.
- (2) W. Khang, S. Feldman, C. E. Hawley and J. Gunsolley: J. Periodontol., **72**(2001), 1384-1390.
- (3) K. Kuroda and M. Okido: Bioinorg. Chem. Appl., **2012**(2012), ID 730693.
- (4) 黒田健介, 興戸正純: 表面技術, **62**(2011), 630-634.
- (5) D. Buser, N. Broggini, M. Wieland, R. K. Schenk, A. J. Denzler, D. L. Cochran, B. Hoffmann, A. Lussi and S. G. Steinemann: J. Dent. Res., **83**(2004), 529-533.
- (6) D. L. Cochran, D. Buser, C. M. ten Bruggenkate, D. Weingart, T. M. Taylor, J. P. Bernald, F. Peters and J. P. Simpson: Clin. Oral Implants Res., **13**(2002), 144-153.
- (7) C. Eriksson, H. Nygren and K. Ohlson: Biomater., **25**(2004), 4759-4766.
- (8) J.-W. Park, K.-B. Park and J.-Y. Suh: Biomater., **28**(2007), 3306-3313.
- (9) G. B. Schneider, R. Zaharias, D. Seabold, J. Keller and C. Stanford: J. Biomed. Mater. Res., **69**(2004), 462-468.
- (10) G. Zhao, Z. Schwartz, M. Wieland, F. Rupp, J. Geis-Gerstorf, D. L. Cochran and B. D. Boyan: J. Biomed. Mater. Res., **74**(2005), 49-58.
- (11) たとえば, R. Hazan, R. Brenner and U. Oron: Biomater., **14**(1993), 570-574.
- (12) S. Fujibayashi, M. Neo, H.-M. Kim, T. Kokubo and T. Nakamura: Biomater., **25**(2004), 443-450.
- (13) K.-R. Wu, C.-H. Ting, W.-C. Lie, C.-H. Lin and J.-K. Wu: Thin Solid Films, **500**(2006), 110-116.
- (14) L. S. Hsu, R. Rujkorakarn, J. R. Sites and C. Y. She: J. Appl. Phys., **59**(1986), 3475-3480.
- (15) L. Jonasova, F. A. Muller, A. Helebrant, J. Strnad and P. Greil: Biomater., **25**(2004), 1187-1194.
- (16) F. Xiao, K. Tsuru, S. Hayakawa and A. Osaka: Thin Solid Films, **441**(2003), 271-276.
- (17) J.-M. Wu, S. Hayakawa, K. Tsuru and A. Osaka: Scr. Mater., **46**(2002), 101-106.
- (18) M. Ueda, M. Ikeda and M. Ogawa: Mater. Sci. Eng. C, **29**(2009), 994-1000.
- (19) Y.-T. Sul, C. B. Johansson, S. Petronis, A. Krozer, Y. S. Jeong, A. Wennerberg and T. Albrektsson: Biomater., **23**(2002), 491-501.
- (20) J. P. Schreckenbach, G. Marx, F. Schlotigg, M. Textor and N. D. Spencer: J. Mater. Sci. Mater. Med., **10**(1999), 453-457.
- (21) B. Yang, M. Uchida, H.-M. Kim, X. Zhang and T. Kokubo: Biomater., **25**(2004), 1003-1010.
- (22) L. A. de Sena, N. C. C. Rocha, M. C. Andrade and G. A. Soares: Surf. Coating Tech., **166**(2003), 254-258.
- (23) 日本金属学会編: 金属化学入門シリーズ3, 金属製錬工学, (1997), 187.

力学特性を傾斜化させたベータチタン合金による人工股関節用ステムの開発

長谷川 正* 小林 智生** 瀬川 勝敬***
正橋 直哉₁₎**** 花田 修治₂₎****

1. はじめに

生体適合性に優れる β TiNb 基合金は低ヤング率を示すことから整形外科分野における医療デバイス用生体骨代替材料として注目され、多くの合金が研究開発されてきた。開発合金の実用化においては、生体安全性、生体親和性、耐久性などの生体適合性を十分に満足させたい。さらに、従来のデバイスを超えた高機能の付与が必須である。さらに、素材コストや製造コストを低減させるために、レアメタル・高融点金属の使用量節減、低融点化による簡易な溶解法確立、優れた塑性加工性・成形加工性、良好な時効硬化性など解決すべき課題は多い。著者らはこれらの課題を高レベルでクリアできる合金として β Ti-33.6%Nb-4%Sn(本稿での組成は mass%) を選択し、医療デバイスへの応用例として人工股関節用 Ti 合金ステムの開発を行った。本稿では力学特性について紹介するが、本合金の生体安全性については東北大学医学研究科および一般財団法人日本食品分析センターで確認している。

ステムの力学特性としては、ネック部での高強度と大腿骨固定部および遠位部での低ヤング率が同時に求められる。ネック部ではステムの可動域を大きくするために細径が望まれるので、体重を支えるうえで高強度が不可欠である。一方、大腿骨固定部あるいは遠位部ではヤング率の違いによる応力遮蔽(stress shielding)に起因した骨萎縮や骨劣化を抑制するために皮質骨に近い低ヤング率が要請される。また、ステム

遠位部先端付近に生じる大腿痛(thigh pain)も低ヤング率化で抑制できると考えられている。しかし、高強度と低ヤング率はトレードオフの関係にあるため、合金化、粒子分散、塑性加工などの手法だけでは両特性の共存は容易ではない。そこで、本合金の優れた冷間加工性を利用して、溝ロール圧延およびスウェージ加工による強加工でヤング率を低下させた後、冷間型鍛造・機械加工でステムを作製してからネック部のみを部分的に加熱処理することにより、力学特性を近位部から遠位部にかけて傾斜化させ、近位部の高強度と遠位部の低ヤング率を両立させる新しいステム製造法を開発した。

2. 低ヤング率化

Ti に β 安定化元素 Nb を臨界組成以上に合金添加すると高温の β 相が室温で存在するようになり、低ヤング率はこの臨界組成付近の β TiNb 合金で得られることが理論的にも実験的にも明らかにされている。単結晶を用いた最近の研究⁽¹⁾⁽²⁾によると、ヤング率 E には著しい異方位 ($E_{100} < E_{110} < E_{111}$) があり、低ヤング率を示す組成は電子/原子比 (e/a) 4.1 付近にある。この結果から低ヤング率の医療デバイスを開発するには合金の e/a が 4.1 になるように調整した $\langle 100 \rangle$ 方位の単結晶が候補材となるが、コストと強度に課題を残している。そこで注目されるのが加工集合組織の利用で、 $\langle 100 \rangle$ 方位を制御できれば多結晶でも低ヤング率が期待できる。しかし、そのような集合組織形成は β TiNb 基合金ではこれまで報告されていない。注目した開発合金は、低ヤング率化に有害な ω 変態を抑制し、合金の融点を低下させる Sn を添加した β Ti-Nb-Sn 3 元合金である。この合金系でも加工で集積しやすいのは、加工方向 $\parallel \langle 110 \rangle$ であるが、それでも集積により、たとえば、減面率 86% までスウェージ加工した β 単相の Ti-25Nb-11Sn においてヤング率 53 GPa が得られている⁽³⁾。この値は合金組成の類似した β TiNbZrSn 合金単結晶の $\langle 110 \rangle$ 方位のヤング率 56.3 GPa⁽¹⁾ に近いことから、加工集合組織の制御は低ヤング率化に有効であることが分かる。 β Ti-25Nb-11Sn の e/a は 4.2 で β 相安定化の臨界組成に近

* 瑞穂医科工業株式会社常務取締役

** セイコーインスツル株式会社マイクロエナジー開発課長

*** TDF 株式会社生産技術部長

**** 東北大学金属材料研究所;

1) 附属研究施設関西センター教授 2) 名誉教授

Development of Hip Prosthetic Stems Fabricated by Mechanical Properties-graded Beta Ti Alloy; Tadashi Hasegawa*, Tomoo Kobayashi**, Katsunori Segawa***, Naoya Masahashi****, Shuji Hanada****(*Mizuho Ika-kogyo Co., Ltd. **Seiko Instruments Inc. ***TDF Corporation. ****Institute for Materials Research, Tohoku University)

2013年10月31日受理[doi:10.2320/materia.53.60]

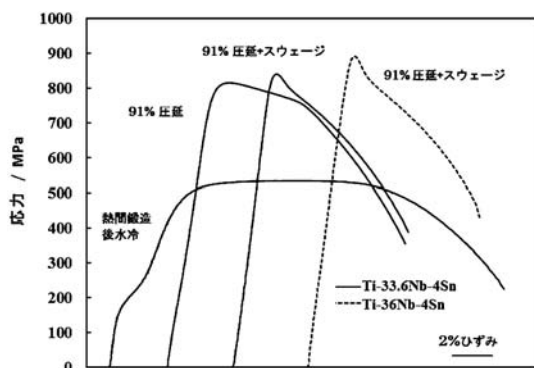


図1 Ti-33.6Nb-4Sn および Ti-36Nb-4Sn の応力—ひずみ曲線。

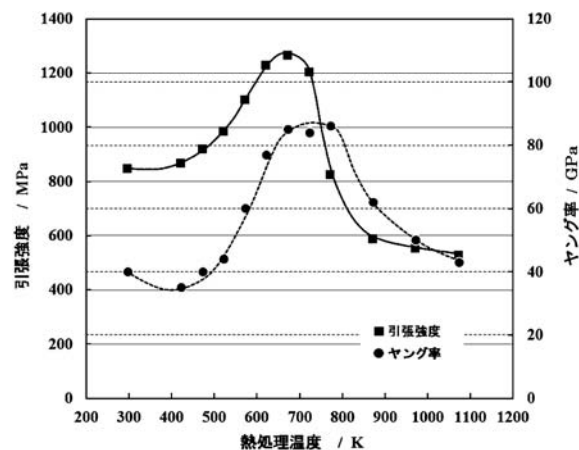


図2 引張強度とヤング率の熱処理温度依存性⁽⁷⁾。

いため、合金組成の調整だけでヤング率をさらに低下させるのは難しいと思われる。

強加工した β Ti-33.6Nb-4Sn ($e/a=4.2$) 圧延板においては、応力誘起 α'' マルテンサイトが圧延後も安定化して材料内に残留するため圧延方向に平行な $\langle 110 \rangle_\beta$ と $\langle 010 \rangle_\alpha$ の集合組織が形成され、各相のヤング率の異方性により圧延板のヤング率が低下すると説明されている⁽⁴⁾。溝ロール圧延およびスウェージ加工により減面率91%の強加工を与えた Ti-33.6Nb-4Sn 丸棒においては、応力—ひずみ曲線が高応力まで直線的となり(図1)、応力負荷/除荷のサイクル試験において応力ヒステリシスがほとんど現れなくなる。すなわち、 α'' のほぼ完全安定化が可能である。この直線の傾きから求めた($\beta+\alpha''$) 2相組織をもつ丸棒加工材のヤング率および体積率と、 α'' が応力誘起されない β 単相の Ti-36Nb-4Sn 丸棒加工材(図1)のヤング率から、複合則を用いて計算した $\langle 010 \rangle_\alpha$ のヤング率は 38 GPa と推定された⁽⁵⁾⁽⁶⁾。 α'' の集合組織制御は低ヤング率化に効果的である。

3. 高強度化

β Ti-33.6Nb-4Sn をスウェージ加工あるいは溝ロール圧延により強加工すると繊維組織が発達し、加工方向直角断面には VGS (Van Gogh Sky) 組織と呼ばれる、結晶粒界が極端に湾曲した組織が形成される。 $\langle 110 \rangle_\beta$ 集合組織をもつ丸棒の溝ロール圧延またはスウェージ加工では、 $\langle 110 \rangle_\beta$ に直角な 2 組の $\langle 111 \rangle_\beta$ すべりの活動が制限され、塑性変形はその他 2 組の同一面内にある $\langle 111 \rangle_\beta$ すべりによる平面ひずみ変形で進行するため、結晶粒界での塑性ひずみの適合性からこの特異な組織が形成されると考えられている。加工度とともに組織は微細化し、時効硬化も顕著になる。図2は圧延とスウェージの複合加工(減面率91%)した β Ti-33.6Nb-4Sn を 423~1073 K の温度範囲で熱処理(5h)したときの引張強度の熱処理温度依存性で、673 K で 1200 MPa を超えるピーク強度が得られる。この高強度は、高加工で生成した VGS 組織の特徴を維持したまま β 粒内に α 相(hcp)が微細析出する(図3)ことに起因する⁽⁷⁾。同じ条件で熱処理した β Ti-33.6Nb-4Sn の室温大気中で行った疲労試験(応力比0.1での一軸引張/引張、周波数 10 Hz)では生体用 Ti 合金の疲労強

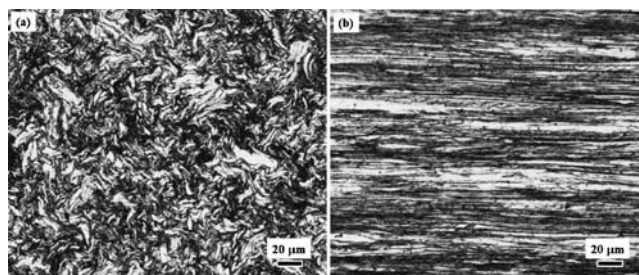


図3 673 K で 5 h 熱処理したときの光学顕微鏡組織⁽⁷⁾。(a)スウェージ方向直角断面。(b)スウェージ方向平行断面。

度としては最高レベルの 850 MPa が確認された。図2には応力—ひずみ曲線の変形初期の直線の傾きから求めたヤング率の結果も同時にプロットされている。523 K 以下の熱処理ではヤング率は上昇しないことが分かる。

4. ステム製造法

上述した β Ti-33.6Nb-4Sn の強加工(溝ロール圧延+スウェージ加工)による低ヤング率と強加工後の熱処理による高強度をステム内で両立させるための新しいステム製造法を確立した(図4)⁽⁷⁾。熱間鍛造した素材丸棒を冷間溝ロール圧延またはスウェージ加工してから、(a)ステム最終製品形状を考慮して最適長さに切断し、(b)両端をさらにスウェージ加工する。(c)冷間で曲げ加工してから、(d)冷間型鍛造でニアネットシェイプに成形加工した後、(e)機械加工により最終製品形状とする。開発した β Ti-33.6Nb-4Sn は熱伝導率が小さいので、ステムネック部を部分加熱することにより近位部から遠位部にかけて大きな温度傾斜を与えることができる。また、加熱方式および熱遮蔽システムの最適設計により、温度傾斜を所望の範囲に制御することも可能である。一例として、開発したステムを使ってネック部端を(a)673 K および(b)798 K で 5 h 部分加熱保持したときに発生する温度傾斜の測定結果を図5に示す。熱電対による温度測定は白点の位置でステム表面から厚さの 1/2 の深さ(紙面に垂直)で行った。温度傾斜熱処理後、ステム中心軸に沿って 3 mm



図4 冷間加工，機械加工によるステム製造工程．

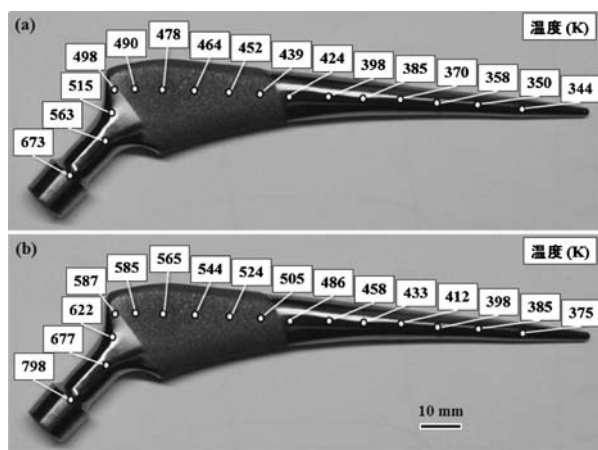


図5 ステムネック部端を(a)673 K と(b)798 K に加熱したときステム内に生成される温度分布．

厚さの平行板(紙面に平行)を切り出し，ステム各部の硬度分布を測定した．次に，91% (圧延+スウェージ)加工した丸棒および機械加工により最終製品としたステム各部から採取した硬度試験片を423～1073 Kの温度範囲で5 h 熱処理したときの硬度値と比較することにより，ステム各部の強度およびヤング率を推定した．ネック端を673 Kに加熱したときは，プラスト部から遠位部にかけて温度は500 K以下であり，ステム軸方向に $\langle 110 \rangle_\beta$ と $\langle 010 \rangle_\alpha$ の集合組織がXRDで確認されたことから，40 GPaの低ヤング率が保たれること，ネック端を798 Kに加熱したときは，ネック部の強度は1200 MPaとなり，プラスト部から遠位部にかけてヤング率は60 GPaから40 GPaへ連続的に変化することが分かった．

ステム開発においてはすべての患者の体格に適応できるようにサイズの異なる多種類のステムを製造する．ここでは最小ステムの力学特性の温度傾斜について紹介したが，サイズ

の異なるステムについても同様に傾斜化できることを確認した．冷間塑性加工によるニアネットシェイプのステム作製技術開発および低ヤング率と高強度をステム内に両立させる加工熱処理技術開発はいずれも世界初であり，高機能人工股関節用ステムの早期実用化を目指して薬事承認に必要とされる原材料の同等性，形状の同等性，性能の同等性に関する各種非臨床試験を実施し，医療機器戦略相談制度を活用した薬事申請の段階にある．

5. ま と め

本稿では，汎用性の高い装置を使い，冷間塑性加工，熱処理，機械加工という簡便な工程で人工股関節用高機能チタン合金ステムを製造する方法を紹介した．ここで開発した製造法によると，ステム近位ネック部に高強度を，近位大腿骨固定部および遠位部に低ヤング率を付与させることが可能であることから，ステムが現在直面している課題，すなわち，ネック部の可動域増大，応力遮蔽による骨萎縮・骨劣化の抑制，大腿痛軽減を一挙に解決できると考えられる．

本稿の一部は科学技術振興機構支援事業「研究成果最適展開支援プログラム」(H22-24)により行われた．支援事業においては，ステムデザインに関して東北大学医学研究科井樋栄二教授，同山田則一助教に，応力遮蔽に及ぼす弾性率の影響のシミュレーションに関して宮崎大学テニユアトラック推進機構山子剛助教にご協力いただいた．この場をお借りしてお礼申し上げる．

6. 特 許

- (1)「体内埋設用インプラントとその製造方法」特許出願2006-86229 登録4714875(2011年4月8日)．
- (2)「体内埋設用インプラントおよびその製造方法」特許出願2008-76404 登録5267973(2013年5月17日)．
- (3)「低ヤング率 β 型チタン合金」特許出願2008-297686 登録5143704(2012年11月30日)．

文 献

- (1) Y. W. Zhang, S. L. Li, E. G. Obbard, H. Wang, Y. L. Hao and R. Yang: *Acta Mater.*, **59**(2011), 3081-3090.
- (2) S.-H. Lee, M. Todai, M. Tane, K. Hagihara, H. Nakajima and T. Nakano: *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, **14**(2012), 48-54.
- (3) T.-K. Jung, S. Semboshi, N. Masahashi and S. Hanada: *Mater. Sci. Eng., C*, **33**(2013), 1629-1635.
- (4) H. Matsumoto, S. Watanabe and S. Hanada: *Mater. Trans.*, **46**(2005), 1070-1078.
- (5) S. Hanada, N. Masahashi and T. K. Jung: *Mater. Sci. Eng. A*, **588**(2013), 403-410.
- (6) S. Hanada, N. Masahashi, T. K. Jung, M. Miyake, Y. S. Sato and H. Kokawa: *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, in press.
- (7) S. Hanada, N. Masahashi, T. K. Jung, N. Yamada, G. Yamako and E. Itoi: *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, **30**(2014), 140-149.

高張力薄鋼板の溶接継手強度を向上させる パルススポット®溶接技術の開発

谷口 公一¹⁾ 澤西 央海²⁾ 池田 倫正¹⁾
小 椋 智¹⁾ 廣瀬 明夫²⁾

1. はじめに

自動車の軽量化および衝突安全性向上を両立する材料として高張力鋼板の適用，特に，引張強さ 980 MPa 以上の高張力鋼板の適用が進んでいる．車体の組立工程において，これらの鋼板を有効に活用し，適用推進していくためには，溶接技術，プレス技術などの利用加工技術が非常に重要となる．

自動車車体の組立溶接には，抵抗溶接，アーク溶接，レーザ溶接などが用いられるが，最も多く使用される抵抗スポット溶接は 1 台当たり 3000～6000 点の溶接箇所がある．一方，車体の衝突安全性を確保する上では，各種車体部材における溶接部の強度確保が性能保証の面で重要となる．したがって，車体への高張力鋼板適用を進めるためには，抵抗スポット溶接部の継手強度向上技術の開発が必須といえる．

図 1 に板厚 1.6 mm の引張強さ 590～1180 MPa 級鋼板の二枚重ね継手における引張せん断強さおよび十字引張強さを，図 2 に十字引張試験時の破断形態の一例を示す．引張せん断強さは鋼板引張強さの向上とともに増加する傾向にあるが，十字引張強さは 980 MPa 以上では逆に低下する傾向にある．また，十字引張試験において，590 MPa 級鋼板は母材または熱影響部で延性的に破断するプラグ破断であるのに対し，980 MPa 級以上の鋼板ではナゲット（溶接凝固部）で脆性的に破断する界面破断を示し，継手強度低下の原因となっている．

高張力鋼板での界面破断の要因としては，十字引張試験時のナゲット端部での応力集中増大，およびナゲット内での P

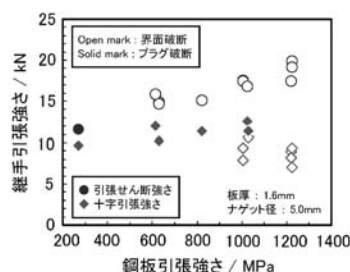


図 1 鋼板引張強さと引張せん断強さおよび十字引張強さの関係(板厚 1.6 mm)．

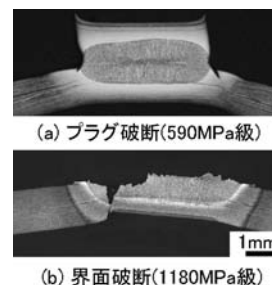


図 2 十字引張試験後の代表的な破断形態．

偏析の影響が指摘されており⁽¹⁾，十字引張強さの劣化を解決する方法としてテンパー通電法が提案されている⁽²⁾．通常，抵抗スポット溶接によって得られるナゲットは硬いマルテンサイト組織となるが，得られたナゲットに後通電（テンパー通電）することでマルテンサイト組織を焼き戻しするという方法である．しかし，テンパー通電法では，ナゲットが軟化するために継手の引張せん断強さが低下するという問題があり，加えて，十分な焼き戻し効果を得るためには再通電前の冷却時間が 1 s 程度必要になること，また，ナゲット径が小さくなるとテンパー電流で再溶融が生じるため焼き戻し効果が得られないという施工性の課題もあった．

そこで，テンパー通電法よりも短時間で高張力鋼板の抵抗スポット溶接継手の十字引張強さを向上させ，かつ引張せん断強さの低下が生じない溶接法として，短時間・高電流通電の発熱を活用した抵抗スポット溶接技術「パルススポット溶接」^{(3)–(6)}を開発した．以下，本開発技術について紹介する．

2. パルススポット溶接の溶接プロセス

(1) 短時間・高電流通電における溶接部の発熱形態

板厚 1.6 mm の 1180 MPa 級高張力鋼板の二枚重ね板組みについて，図 3 に示すような溶接電流パターンを加えた場合

* JFE スチール株式会社 スチール研究所 接合・強度研究部：

1)主任研究員 2)研究員

** 大阪大学 大学院工学研究科：

1)助教 2)教授

Development of Resistance Spot Welding Process to Improve Joint Strength of High Strength Steel Sheets Using High Short Current “Pulse Spot Welding”; Koichi Taniguchi*, Chikaumi Sawanishi*, Rinsei Ikeda*, Tomo Ogura**, Akio Hirose** (*JFE Steel Corporation. **Osaka University)

2013年10月31日受理[doi:10.2320/materia.53.63]

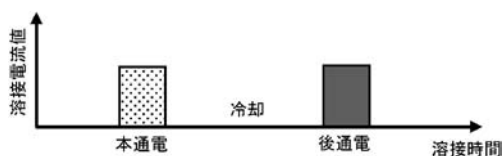


図3 テンパー通電の溶接電流パターン。

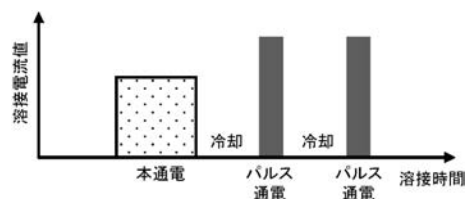


図6 パルススポット溶接の溶接電流パターン。

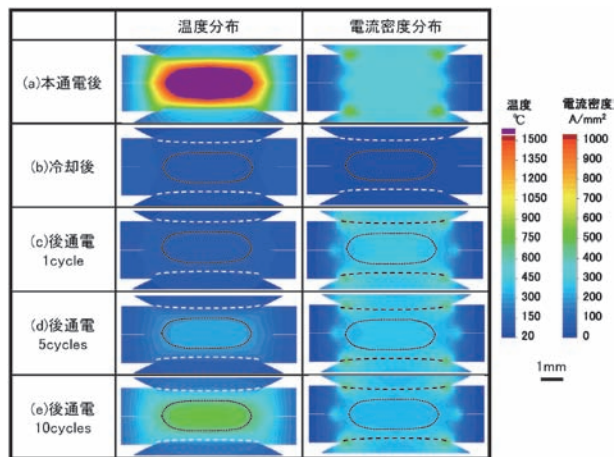


図4 後通電電流が6 kA の場合の溶接中の温度分布および電流密度分布(本通電電流：6 kA)。

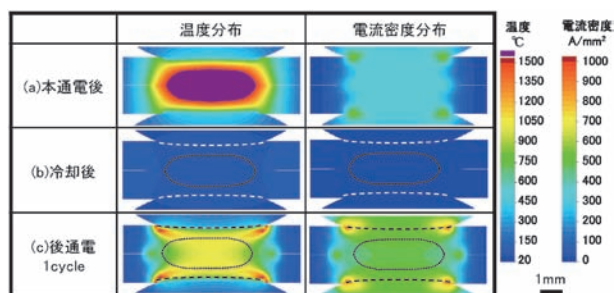


図5 後通電電流が20 kA の場合の溶接中の温度分布および電流密度分布(本通電電流：20 kA)。

の数値シミュレーションを行った。図中に示す各名称はナゲットを形成する本通電，無通電状態で加圧保持する冷却，ナゲットを再加熱する後通電である。溶接条件は，本通電電流6 kA，本通電時間16 cycles/50 Hz，冷却時間100 cycles/50 Hz，電極による加圧力4.41 kNとした。図4に，後通電電流6 kA の場合の本通電後の溶接中温度分布および電流密度分布の変化を示す。通電によって生じる抵抗発熱と電極および鋼板への伝熱による冷却効果のバランスにより，ナゲット部分が徐々に再加熱され，通電時間10 cycles ではナゲット部分が焼き戻し温度に達していることが確認できる。しかし，後通電を20 kA とした図5 の場合には，1 cycle 通電時にナゲットよりもナゲット周辺の電極近傍が高温に再加熱される結果となった。後通電電流6 kA の電流密度分布が比較的均一であるのに対し，20 kA の場合には電極接触部近傍で高く，かつ1 cycle 通電では電極による溶接部の冷却効果が作用し難い状態であるため，電極近傍がより加熱されたものと考えられる。

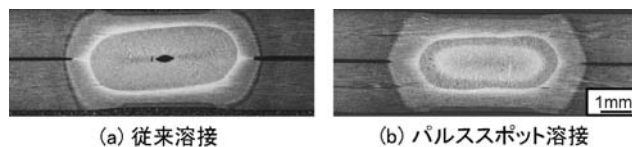


図7 従来溶接とパルススポット溶接の断面マクロ組織。

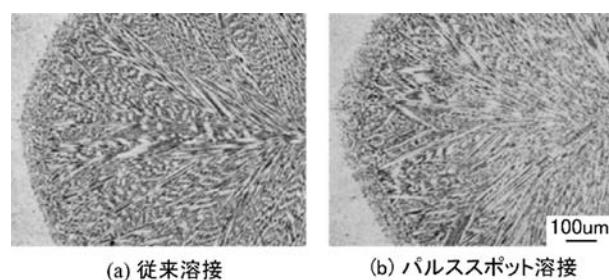


図8 ナゲット端部のミクロ組織。

(2) 新溶接プロセスによる継手強度向上機構

上述した短時間・高電流通電によるナゲット周辺での優先的発熱現象を活用して，テンパー通電よりも短い時間で継手強度向上を可能とする抵抗スポット溶接技術「パルススポット溶接」を開発した。図6に新溶接プロセスの溶接電流パターンを示す。ナゲットを形成する本通電の後に，冷却と短時間・高電流のパルス通電を2回繰り返す溶接電流パターンとすることで，本通電で得られたナゲットを効率的に短時間再加熱することを可能にしている。

パルススポット溶接の効果を板厚1.6 mmの1180 MPa級高張力鋼板の二枚重ね溶接で検討した。溶接条件は，本通電を電流5.5 kA，通電時間14 cycles，パルス通電を電流9 kA，通電時間3 cycles，冷却時間8 cyclesとし，加圧力は3.5 kNとした。図7に，従来溶接(本通電のみ)とパルススポット溶接によって得られた溶接部断面マクロ組織を示す。エッチングはピクリン酸飽和水溶液である。パルススポット溶接では従来溶接では現れないエッチングの濃淡によるリング模様が観察されており，図8に示すナゲット端部におけるミクロ組織においてもその状態は確認された。

図9に，Pの偏析状態を確認するために実施したEPMAマッピングの結果を示す。パルススポット溶接では従来溶接の場合と比較してP偏析が軽減されており，この差異がエッチング状態の濃淡差を生じさせたと考えられる。パルススポット溶接では，パルス通電時の再加熱によってナゲット内のPが拡散したためと推定される。

次に，溶接部の硬さ分布を比較した結果を図10に示す。両

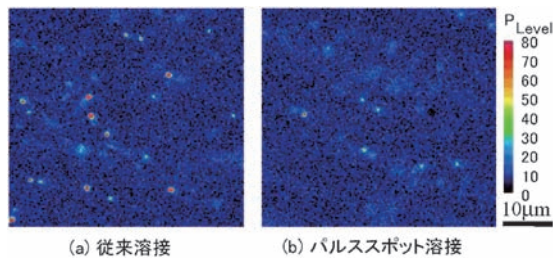


図9 ナゲット端部でのPのEPMAマッピング結果.

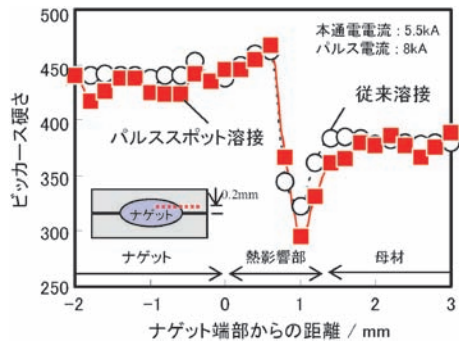


図10 従来溶接とパルススポット溶接の溶接部硬さ分布.

溶接方法とも同様な硬さ分布を示しているが、パルススポット溶接では、従来溶接と比較して、母材マルテンサイト組織の焼き戻しによって生じる溶接熱影響部での軟化領域が拡大する傾向が確認された。パルススポット溶接では、溶接熱影響部が加熱され易い状態にあったと考えられる。一方、ナゲット硬さはほとんど低下しないことも確認された。

以上の結果より、パルススポット溶接では、①ナゲットのP偏析軽減によるナゲット靱性向上、②熱影響域拡大によるナゲット端部での応力集中緩和、の二つの効果による継手強度向上が期待された。

3. パルススポット溶接による継手強度向上

パルススポット溶接による継手強度向上の効果を、板厚1.6 mmの1180 MPa級高張力鋼板の二枚重ね溶接継手にて評価した。図11に、パルス電流と継手十字引張強さの関係を示す。パルス電流以外の溶接条件は前項と同様とした。従来溶接の継手強度7 kNに対し、パルススポット溶接ではパルス電流8 kAで継手強度12 kNを示しており、顕著な継手強度向上効果が確認された。さらに、パルス電流7 kAから9 kAの幅広い範囲で継手強度は向上しており、溶接施工性も良好であることが確認された。

また、図12にパルス電流8 kAにおける十字引張試験後の破断状態を示す。従来溶接ではナゲット内にき裂が進展して破断していたが、パルススポット溶接ではナゲット内にはき裂が進展しておらず、良好なプラグ破断形態を示していた。ナゲット靱性向上およびナゲット端部での応力集中緩和の効果により、継手強度が大幅に向上したものと考えられる。

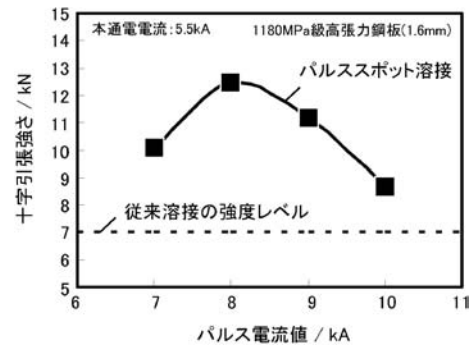


図11 パルススポット溶接における継手十字引張強さ.

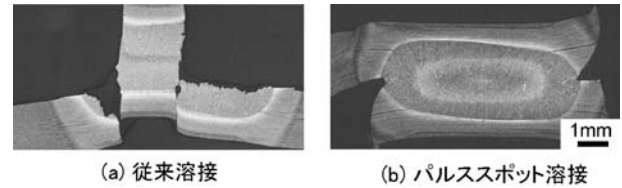


図12 十字引張試験後の溶接部の破断状態.

4. 実績と将来性

パルススポット溶接は、従来溶接に対して溶接継手強度の向上および破断形態の向上を可能とし、さらに、従来の継手強度向上対策であったテンパー通電と比較して溶接時間を短縮でき、適正パルス電流範囲が広い施工性に優れた抵抗スポット溶接技術である。

本技術は、自動車車体の溶接組立ラインでの適用に向け、既に自動車会社との検討を開始しており高い評価を得ている。今後、車体軽量化に向けて高張力鋼板の適用拡大を考える上で、非常に有効な溶接技術になるものと期待される。

5. 工業所有権

本開発技術に関しては、基本特許として特許第5201116号を取得し、関連特許として10件を出願している。

文 献

- (1) 西 武史, 斉藤 亨, 山田有信, 高橋靖雄: 製鉄研究, 第307号, (1982), 56-62.
- (2) 例えば, 溶接学会抵抗溶接研究委員会編: スポット溶接・下抵抗溶接現象とその応用, (1982), 39など.
- (3) 谷口公一, 沖田泰明, 池田倫正, 遠藤 茂: 溶接学会全国大会講演概要集, 第87集, (2010), 96-97.
- (4) 谷口公一, 貞末照輝, 伊木 聡, 池田倫正, 遠藤 茂: 溶接学会全国大会講演概要集, 第89集, (2011), 4-5.
- (5) 澤西央海, 小椋 智, 廣瀬明夫, 谷口公一, 池田倫正, 遠藤 茂, 安田功一: 溶接学会全国大会講演概要集, 第89集, (2011), 8-9.
- (6) 谷口公一, 池田倫正, 大井健次: 溶接学会全国大会講演概要集, 第90集, (2012), 240-241.

半導体機器ヒートシンク用 Cr-Cu 複合材料 「J-C' CREP®」の開発

寺尾 星明^{*1)} 和田 浩^{*2)} 小日置英明^{**}
太田 裕樹^{**} 松原 行宏^{**}

1. はじめに

光通信や無線通信，あるいは，インバータなどに使用されている半導体の高出力化が進展しており，社会基盤として重要な電子機器の安定性を維持するためには，半導体から発生する熱を効率良く機器外に逃がすヒートシンク（放熱板あるいは放熱部品）が重要な役割を果たしている。

ヒートシンクには，半導体素子として使用される Si, SiC, GaAs など，あるいは，パッケージに使用される Al_2O_3 や AlN などのセラミックやコパール材 (Fe-Ni-Co 合金) と同等の低熱膨張率が要求され，かつ熱伝導率が高いものが求められる。そのような要求を満たす素材として，従来，粉末冶金法による W-Cu 材や Mo-Cu 材が使用されてきた。しかし，W や Mo はレアメタルであり鉱石産地も限られることから，高価で供給安定性に大きな問題がある。さらに，W-Cu 材や Mo-Cu 材は塑性加工性に乏しく，複雑形状のプレス加工は難しいため，部品形状にするには切削加工が中心となる。ただし，難切削材でもあり，ヒートシンクの部品形状に仕上げるまでのプロセスのコスト面でも課題を有している。

そこで Cr に着目し開発を行った。Cr は熱膨張率，熱伝導率ともに W や Mo より素材特性は劣るものの，同じ 6A 族であり，また Cu との固溶限が低いいため Cr-Cu 複合材料の形成が可能である。また，生産量は W, Mo と比較して 100 倍以上あり，地政学的リスクも少ないことから安価で，供給は安定している。ただ，Cr と Cu を単純に複合しただけでは熱特性の点で W-Cu 材，Mo-Cu 材の代替することはできないため，熱特性を向上させる独自の方策が必要となる。

2. ヒートシンクに適用するための方策

ヒートシンク用途では，相手材の種類と接合温度により要求される熱膨張率は異なってくるが， $12 \times 10^{-6}/\text{K}$ 以下とする必要がある。また熱伝導率は既存のヒートシンク材と同等以上であることが要求される。図 1 に German モデル⁽¹⁾の計算結果と開発した Cr-Cu 材の熱特性を示す。W-Cu 材で多用されている 90 mass% W-Cu の熱伝導率は 180 W/mK 程度である。German らのモデルによる計算では，50 mass% Cr-Cu とすると熱伝導率は 175 W/mK で熱膨張率は $13.5 \times 10^{-6}/\text{K}$ となる。

このような高 Cr 配合率 Cr-Cu 材の製造には，凝固偏析が大きい溶解法ではなく，Cr 粉末を成形，焼結した後純銅を溶浸し複合化する粉末冶金法が最適である。最大の開発課題である熱特性の向上については，①熱処理と②圧延の Cr 組織制御の二つの方法により熱膨張率の低減を図った。さらに Cu 材と Cr-Cu 材とのクラッド化と圧延により熱膨張率の低減効果を維持しつつ熱伝導率の向上を図り，ヒートシンク用途への適用範囲の拡大を目指した。

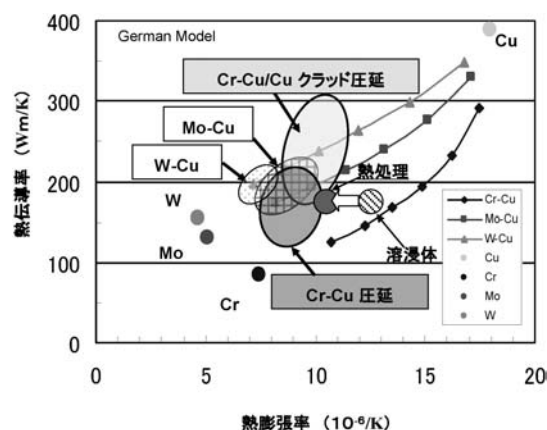


図 1 開発した Cr-Cu ヒートシンク材の熱特性。

* JFE 精密株式会社：1)取締役 2)素形材部 次長

** JFE スチール株式会社：スチール研究所 主任研究員
Development of Cr-Cu Composites for Heat-sink of Semiconductor Devices; Hoshiaki Terao*, Hiroshi Wada*, Hideaki Kobiki**, Hiroki Ota** and Yukihiro Matsubara** (*JFE Precision Corporation, **JFE Steel Corporation)
2013年10月31日受理[doi:10.2320/materia.53.66]

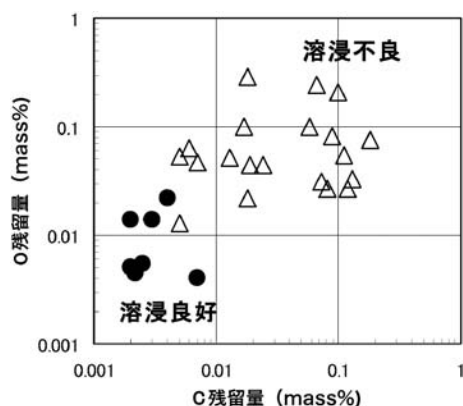


図2 溶浸性に及ぼすCr焼結体の残留炭素、酸素の影響。

3. ヒートシンク用Cr-Cu溶浸体の検討

溶浸体中に空孔が残留すると、ヒートシンク用途に必須のNiメッキ不良や熱特性の劣化を招く恐れがある。また、常温付近で脆性を示すCr粒とCu相との間に空孔や有害な介在物がないことが良好なプレス加工性や圧延性を得るための必要条件となると考えられる。Cr粉末は不純物が少ない溶解精錬法の純クロムの粉碎粉末(−100メッシュ)を採用したが、それでも粉末表面にはC、Oが残留しており、焼結によりこれらを十分低減しないと溶浸性に大きく影響を与えることが判明した。図2に示すように、Cr焼結体中のC、O含有量をともに0.01 mass%程度以下とすることにより、空孔および残留介在物のないヒートシンク用の溶浸体を得ることに成功した。この溶浸体は加工性に優れプレス加工が可能であることを確認した。

4. 熱処理による熱膨張率の低減

これまでに15 mass%Cr-Cu溶製材を用いた基礎研究において、圧下率99.5%以上の強加工を行うことにより熱膨張率が低減することが報告⁽²⁾されている。これは、Cr粒が高压下率の圧延により細分、延伸されてCu相との界面の表面積が増加したためと推定されている。筆者らはこのような状態を熱処理に伴うCrの2次析出により実現し、熱膨張率を低減させることを試みた。溶浸によりCu相中にCrは僅かに固溶する。クロム銅(JIS-Z3234)では、溶体化処理によりCrを固溶後急冷、時効熱処理により材料を硬化させている。この硬化はCrの2次析出物によるものであるが、析出物が小さすぎて熱膨張率の低減には寄与しない。そこで、Crを固溶後に急冷せず、徐冷してから時効熱処理することで、大きなCrの2次析出物とし、Cu相との界面の表面積を増加させ熱膨張率を低減できるとする仮説をたて検証した。50 mass%Cr-Cu溶浸体に対して、1473 K溶浸後炉冷(1.8 Ks保持後、473 Kまで2.7 Ksで冷却)後時効熱処理を行った。時効は、保持温度を変化させて水素3.6 Ks保持にて処理した。その結果、図3に示すように、時効により熱膨張率が低下する現象を発見した⁽³⁾。ただし、この熱処理による方

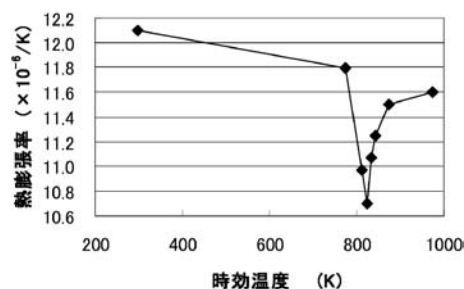


図3 50 mass%Cr-Cu材における時効温度と熱膨張率との関係。

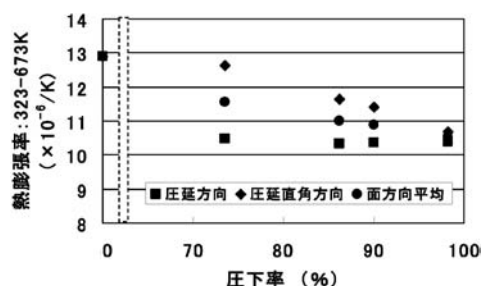


図4 50 mass%Cr-Cu材における圧下率と熱膨張率との関係。

法は、はんだ付けの用途では適用可能であるが、823 Kより高いろう付を行うとCrの2次析出物が粗大化して熱膨張率低減効果が少なくなるため、この用途には適用は難しい。

5. 圧延による熱膨張率の低減

これまでの報告⁽²⁾と異なり、高Cr配合率Cr-Cu材は圧延によって小さな圧下率でも熱膨張率が低減することを確認した。また、健全な溶浸体は、圧下率98%以上の冷間圧延が中間熱処理無しで可能であることも確認した。ただし、冷間圧延板には耳割れが見られ、また板表面にもCr粒の割れやCr粒とCu相間の剥離等の微細な欠陥が発生していた。これらは353 K以上の温間圧延の導入により解消でき、表面欠陥がなくヒートシンクに適用できる健全な圧延板を得ることに成功した。図4に示すように、圧下率が高くなるにつれて、熱膨張率は低下していく。一方熱伝導率では圧下率が90%程度まで厚さ方向の熱伝導率が低下しその後は一定となる結果となり、図5に示すように、厚さ方向の熱膨張率は圧延面方向に比べて低い。このため圧延板の場合、圧延面方向、厚さ方向ともに放熱されるヒートシンクには適用可能と考えられるが、厚さ方向のみの放熱が必要なヒートシンクの場合には、機能が十分発揮できない可能性がある。

6. Cr-CuとCuのクラッド化による熱特性の向上

幅広い用途のヒートシンクにCr-Cu材を適用するためには、厚さ方向の熱特性を改善する必要があるが、熱膨張率を低下することなく厚さ方向の放熱性の改善を図るためには、熱伝導率の高い材料とクラッド化することが有効と考えられ

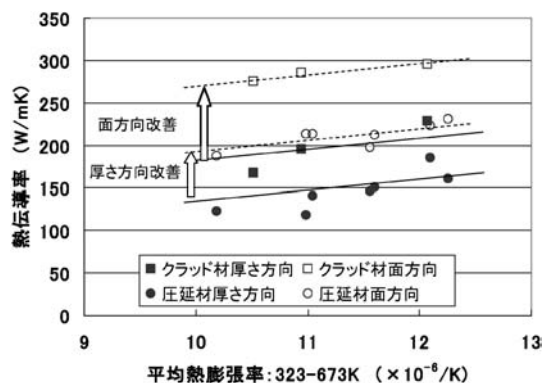


図5 Cr-Cu 圧延材とクラッド圧延材の熱特性比較.

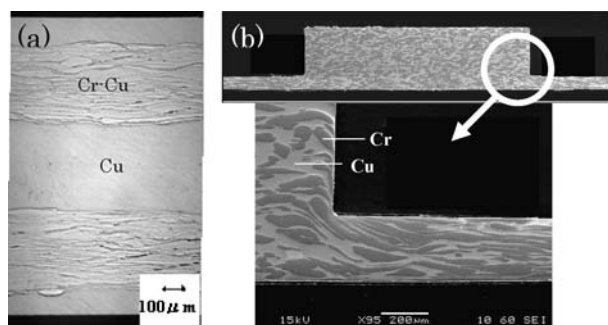


図6 クラッド圧延材の断面組織例(a)と段付きプレス加工例：Cr-Cu 材圧延断面組織写真(b).

る。そこでCr-Cu 材に純 Cu 板を接合して、その圧延加工性や熱特性への影響を検討した。55 mass%Cr-Cu 溶浸材と純 Cu 板を積層して拡散接合した後、圧下率96~98%まで圧延してクラッド圧延材を製作した。熱特性が単純複合則に従うとすると、純 Cu 板と接合することにより熱伝導率は改善される。一方で、熱膨張率は純 Cu 板の体積分大くなるはずであるが、図5に示したように、Cr-Cu 圧延材と比較して、熱膨張率が同様のレベルとなるクラッド圧延材は厚さ方向、面方向ともに Cr 熱伝導率が 70~80 W/mK 向上した。図6-(a)に開発したクラッド圧延材の断面組織例を示す。クラッド圧延材はプレス加工性も良好である。

7. 開発した Cr-Cu 材ヒートシンクの特長

光通信、無線通信用途を中心に商品化に成功し量産を開始した。図7に光通信の光半導体用パッケージへの適用例を示す。さらにインバータなどへの適用範囲拡大を図っている。開発したCr-Cu 材ヒートシンクの特長は以下の通りである。

- (1) ヒートシンクで使用されている W-Cu 材、Mo-Cu 材の原料である W、Mo 材より安価で、安定供給可能な Cr 材を使用していることから、材料の原料コストを低減かつ安定化できる。
- (2) Cr は、熱膨張率、熱伝導率ともに同じ 6A 族の W、Mo より劣っているが、①熱処理による Cr の 2 次析出物の

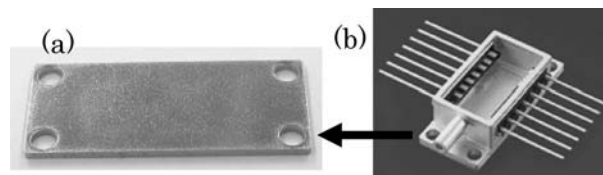


図7 Cr-Cu 材ヒートシンク；プレス加工品(a)と光通信半導体パッケージの外観写真(b)。

表1 ヒートシンク材の切削加工性及び塑性加工性比較.

	W-Cu 材	Mo-Cu 材	Cr-Cu 材
切削加工	×	△	○
冷間圧延	×	△	○
プレス加工	×	△	○
段差プレス加工	×	×	○

制御、②圧延による Cr 粒組織の制御、③Cu 材と Cr-Cu 材のクラッド化と圧延、以上 3 つの独自のプロセス開発により、ヒートシンク用途に使用可能とする性能を具備することに成功した。

- (3) 熱間圧延は不要で、温間圧延にて表面欠陥のない圧延板が得られ、ヒートシンク用途にて必須の Ni メッキが可能で、はんだ付け、ロウ付けも可能である。
- (4) W-Cu 材、Mo-Cu 材より硬度が低く、表1に示すように W-Cu 材、Mo-Cu 材より切削性、塑性加工性に優れる。図6-(b)の断面組織写真に示すように、段差のついたプレス加工が可能である。
- (5) 圧延材、クラッド圧延材ともに複雑形状なプレス加工が可能であることに加えて、切削加工が必要な場合でも切削性が良好であることから、部品への加工プロセスコストを大幅に低減できる。
- (6) Cr-Cu 材およびクラッド圧延材は密度が $7.9 \sim 8.5 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ と W-Cu 材、Mo-Cu 材より低いため部品軽量化も期待できる。

8. 特 許

国内特許は、第4138844号、第4213134号など登録計9件、その他公開5件。海外特許は、米国、中国、韓国、欧州に2件登録、一部審査中である。

文 献

- (1) R. M. German, K. F. Hens and J. L. Johnson: The International Journal of Powder Metallurgy, **30**(1994), 205-215.
- (2) 三原邦照, 栗原正明, 大山好正, 鈴木洋夫: 古河電工技報, 第107号, (2001), 53-57.
- (3) 寺尾星明, 小日置英明: 日本金属学会2012年秋期講演大会概要集, (2012), 659.

耐応力緩和特性に優れた車載端子用 Cu-Zn 系合金「MNEX®」の開発

森 広行¹⁾ 牧 一誠²⁾ 山下大樹^{**}

1. 緒 言

近年、自動車の高度エレクトロニクス化に伴い、車載用電子・電気機器の多機能化、高性能化が進んでいる。そのため端子コネクタについても小型化、高性能化のニーズが高まっている。特に車載用端子コネクタには、確実に電気信号を送るために、高温環境下でもオス型端子とメス型端子間の嵌合接合力が落ちない高い信頼性が必要であり、その指標である耐応力緩和特性に優れた銅合金が求められている。

また、最近では銅価に代表されるように、金属価格高騰リスクが高まっている。そのリスクの低減や調達部品の最適化などでユーザーからはコストパフォーマンスの高い銅合金が望まれている。

2. 本合金開発のコンセプト

車載端子用銅合金として、従来は高品位・高価格のコルソン系合金(Cu-Ni-Si 系合金)が、その強度と加工性により利用されていた。しかしながら、金属価格の高騰リスクの高まりを受けて、高性能で価格面に優れた銅合金が強く求められていた。そこで、我々はその期待に応えるために、安価な亜鉛(Zn)を使用することで高価な銅とニッケルの使用量を従来のコルソン系合金と比較して約1割削減し、原料コストを低減させながらも、一般的な製造工程で製造可能であり、十分な特性(強度、曲げ加工性)と極めて優秀な耐応力緩和特性を持ったCu-Zn系合金「MNEX®」を開発した。

本合金の代表組成を表1に示した。本合金はZnを10%添

表1 MNEX 合金の化学組成(mass%)

Zn	Ni	Sn	P	Fe	Cu
10	0.6	0.6	0.04	0.01	残

加し、さらにSnを0.6%添加することによって、固溶強化による材料強度の向上を図った。またZnは銅価と比較して約4分の1程度の価格で推移しており、これを10%加えることにより銅の使用量を削減し、金属価格の高騰リスクに対応させている。またSnはめっき材として使用されていることから、これを含むことでスクラップの再利用が可能となり、環境負荷を低減させている。

Cu-Zn系合金は原料コストの点では他の銅合金と比較して非常に優れている一方で、車載端子用銅合金として用いるためには耐応力緩和特性の大幅な向上が必須であった。この耐応力緩和特性を向上させることを狙って、Ni、FeおよびPを加えた。添加した元素の一部を微細析出物として生成させ、残りを固溶させた。このことにより、微細析出物による耐応力緩和特性の向上に加え、固溶NiおよびPがコトレル雰囲気を形成することにより、転位の引きずり抵抗を高めて⁽¹⁾⁻⁽³⁾、Cu-Zn系合金の耐応力緩和特性を大きく向上させた。

3. 本合金の特徴

(1) 耐応力緩和特性

図1に、試験片を圧延方向と直角をなす方向(Transverse Direction, TD)から切り取り、150℃におけるMNEX合金と他の合金の残留応力率を測定した結果を示した。残留応力率とは、弾性範囲内の負荷(0.2%耐力に対して80%の負荷)をかけて150℃で1000時間保持した後、にどれだけばね保持力が残留しているかを示す指標で、この値が100%に近い程、耐応力緩和特性が優れている⁽⁴⁾。車載端子用銅合金では150℃、1000時間後の値として80%程度を求められることが多い。

* 三菱マテリアル株式会社 中央研究所 金属材料研究部：
1) 副主任研究員 2) 主任研究員

** 三菱伸銅株式会社 技術部 北本研究グループ：副主任
Development of High Stress Relaxation Resistance Cu-Zn Alloy, "MNEX®"; Hiroyuki Mori*, Kazunari Maki* and Daiki Yamashita**(*Mitsubishi Materials Corporation, Central Research Institute, **Mitsubishi Shindoh Co., Ltd.)
2013年11月8日受理[doi:10.2320/materia.53.69]

図1より、Cu-Zn系合金であるC2600 (Cu-30%Zn)は150℃、1000時間後の残留応力率が30%程度、代表的な銅合金のりん青銅(C5191, C5210)が50%程度であるのに対し、MNEX合金は80%となっており、コルソン系合金の耐力力緩和特性に匹敵している。図2に、MNEX合金中の析出物のTEM観察写真とその分布を示した。図2より、MNEX合金中には粒径が20 nm以下の微細な析出物が多数析出していることが認められた。図3および図4に、粒径が10~20 nmの析出物のTEM-EDXによる定性分析結果および電子回折像の一例を示した。本結果から、これらの微細析出物は、Ni, FeおよびPからなる六方晶の(Ni, Fe)₂P粒子であることがわかった。図5にTEM観察の結果から求めた

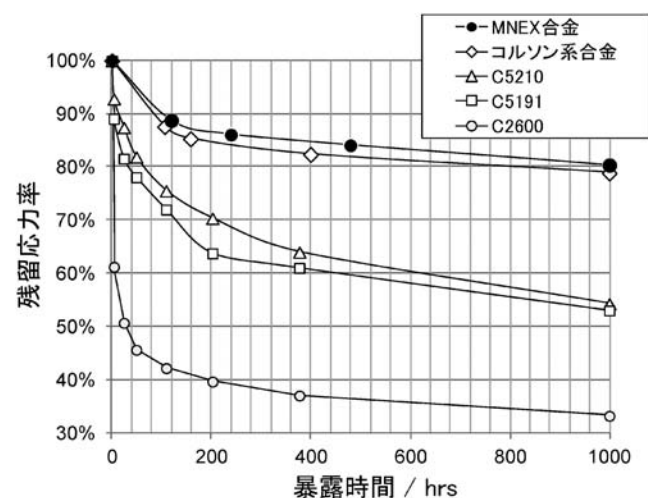


図1 各合金の残留応力率の時間依存性。
(150℃, 1000 hrs, TD, 厚さ: 0.25 mm)

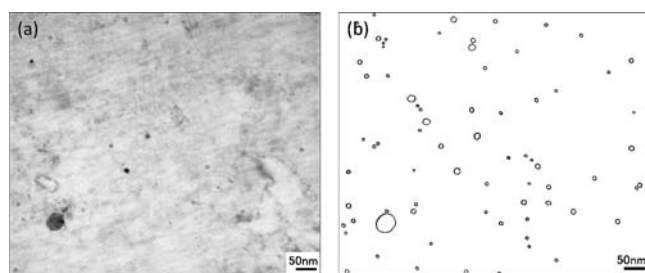


図2 MNEX合金中の析出物観察結果。
(a) TEM写真 (b) 析出物の分布

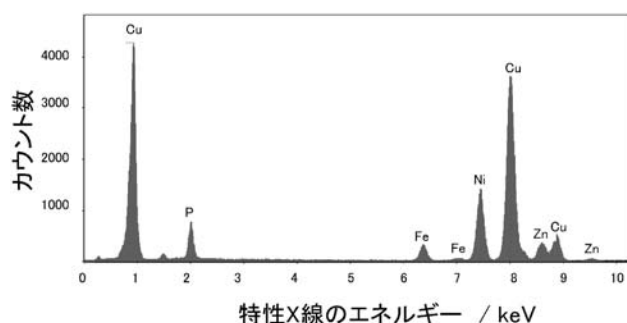


図3 析出物のEDXによる定性分析結果。

MNEX合金中における析出物のサイズ分布を示した。サイズ分布を評価するために、対数正規分布関数を適用した⁽⁵⁾。実験的に得られたサイズ分布と対数正規分布曲線はよく一致している。図5より、析出物はサイズが10 nm以下の非常に微細なものが大部分を占めることがわかる。さらにTEM観察の結果から微細析出物の多くは粒内に均一に析出していた。このような微細析出物は転位の運動に対する障害物として作用すると推察され、強度の増加および耐力力緩和特性の向上に寄与していると思われる。また、母相に対して、EDXやEPMAによる定性分析を実施した結果、Zn, Snの他にNi, Pの一部も固溶していることが確認された。Sn, Ni, Pの原子は焼鈍中に拡散し、転位の周囲にコッレル雰囲気形成するものと考えられる⁽¹⁾⁻⁽³⁾。その結果、転位のひきずり抵抗が上昇し、耐力力緩和特性を向上させているものと考えられる。

(2) 機械的特性および曲げ加工性

表2に、MNEX合金の機械的特性、150℃、1000時間後の残留応力率および導電率を示した。ここでRD (Rolling Direction), TDはそれぞれ試験片を圧延方向およびそれと直角をなす方向からとったことを示す。MNEX合金は導電率が30%IACSを超えておりC2600に代表される黄銅系合金の25~27%IACSよりも高く、車載端子用銅合金として使用するには十分な値である。MNEX合金の強度はRDおよび



図4 析出物の電子回折像([1120]入射)。

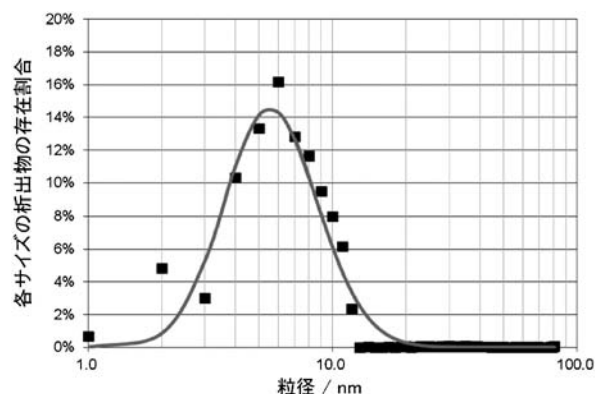


図5 MNEX合金中の析出物粒子サイズ分布。

表2 MNEX 合金の緒特性(厚さ: 0.25 mm).

方向	0.2%耐力 (MPa)	引張強度 (MPa)	残留応力率 (%)	導電率 (%IACS)
RD	509	541	84	31
TD	528	572	80	

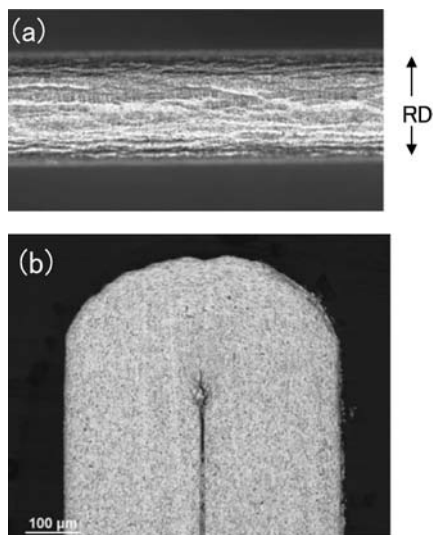


図6 MNEX 合金の180°密着曲げ写真
(幅: 10 mm, 厚さ: 0.25 mm).
(a) 曲げ部 (b) 断面観察写真

TD で, それぞれ 540 MPa 以上, 570 MPa 以上となっておりコルソン系合金などの車載端子用銅合金と比較しても遜色のない値を有している.

微細析出物は強度と耐力緩和特性の向上のほかに, 粒界移動に対するピン止め効果もある. MNEX 合金においても微細析出物が粒界に対するピン止めとして作用することにより, 母相の結晶粒は 10 μm 以下に微細かつ均一に制御されている. したがって, 表2で示した高い強度は Zn, Sn による固溶強化, 微細析出物による析出強化および結晶粒微細化強化⁽⁶⁾によるものと推察される. また結晶粒の微細化は強度の向上のほかに, 曲げ加工性も向上させる⁽⁷⁾. 図6の RD 方向に対する180°密着曲げ結果が示しているように, MNEX 合金の曲げ加工性は良好である. このように, MNEX 合金は組成, 析出物のサイズと分布および母相の結晶粒径を制御することにより, 優れた耐力緩和特性-強度-曲げバランスを発現させている.

(3) MNEX合金の位置づけ

図7に各合金の Zn 量と残留応力率の関係を示した. Cu-Zn 系合金は銅合金として歴史も古く, 高い強度, 加工性を持つだけでなく, 材料コストの面からも秀でた銅合金である. しかしながら, 車載端子用銅合金として重要な耐力緩和特性の点では図7に示した Cu-Zn 系合金の特性が示すよ

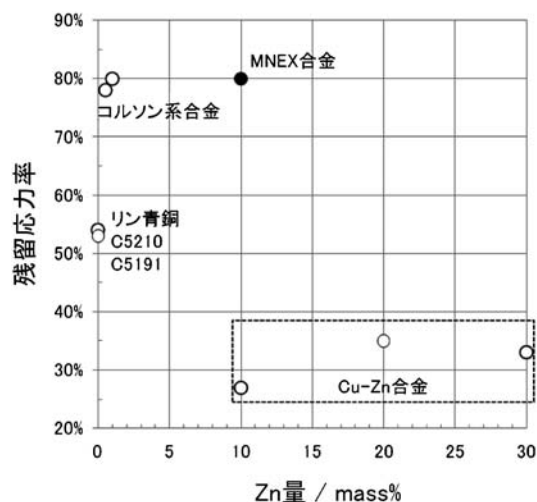


図7 各銅合金の Zn 添加量と残留応力率の関係.
(150°C, 1000 hrs, TD, 厚さ: 0.25 mm)

うに不十分であった. MNEX 合金はこの Cu-Zn 系合金の大きな弱点を克服し, 特性とコストを両立させた次世代型の銅合金である. 本合金にかかわる特許は日本特許第5303678号として権利化され, 世界各国に出願済みである. また, 銅開発協会(CDA)にて, C41125として登録された.

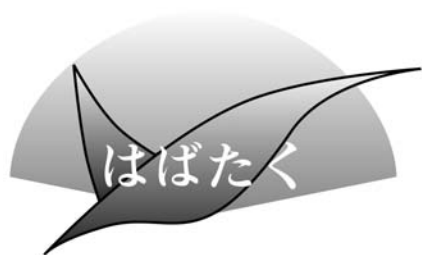
4. 本合金の将来性, 発展性

開発合金「MNEX®」は, Cu-Zn 系合金として極めて優秀な耐力緩和特性を持っており, 従来のコルソン系合金と同等の特性(強度, 加工性)を有していることから, 車載用端子コネクタの小型化に対応できる. また, リサイクル性にも優れ, 一般的なプロセスで製造できる上, 高価な銅とニッケルの使用量を従来のコルソン系合金と比較して約1割削減し, 安価な Zn を使用することで原料コストを低減しているため, 金属価格高騰リスクも低減させている次世代型銅合金である.

開発合金「MNEX®」は, 新興国の低価格帯自動車向けから次世代の環境対応車向け車載用端子コネクタまで幅広い展開を見込んでいる.

文 献

- (1) 野村幸矢: 神戸製鋼技報, **62**(2012), 53-58.
- (2) 西嶋文哉, 野村幸矢, 渡邊千尋, 門前亮一: 日本金属学会誌, **72**(2008), 427-432.
- (3) 野村幸矢, 三輪洋介, 島田祐介, 渡邊千尋, 門前亮一: 日本金属学会誌, **74**(2010), 325-330.
- (4) 宮藤元久, 細川 功, 津野理一: 伸銅技術研究会誌, **28**(1989), 101-108.
- (5) Sung-Kyu Son, 竹田真帆人, Kyu-Seop Park, 三留正則, 坂東義男, Ki-Woo Nam and Chan-Yong Kang: 日本金属学会誌, **72**(2008), 407-412.
- (6) N. J. Petch: J. Iron and Steel Inst., **174**(1953), 25-58.
- (7) 山口 洋: 銅および銅合金, **46**(2007), 53-58.



21 世紀の素材研究に向けて

北海道大学大学院工学研究院材料科学専攻；助教
夏井俊悟

はじめに、本稿執筆の機会を頂き、関係各位に御礼申し上げます。この場をお借りして、私のプロフィールと研究活動環境について時系列順に紹介させていただきます。

私は、岩手県沿岸北部の久慈市で育ちました。久慈市は2013年のNHK連続テレビ小説「あまちゃん」の舞台ですが、かつてはそのイメージとは異なり砂鉄の産地、たたら製鉄の町でした。また、岩手県は伝統工芸品の南部鉄器、釜石の日本初の製鉄高炉など鉄産業に密接な関わりがあり、これらが身近に感じられる環境でした。「材料工学」を専攻に選んだのもその影響ではなかったかと思います。

大学での講義を聴講しているうちに、21世紀においては、エネルギー問題、地球環境問題が重大な問題であると感じるようになりました。CO₂などの地球温暖化ガス排出削減のために、材料科学の分野では、次世代のエネルギー技術として燃料電池や超電導材料が特に注目されていました。しかし、私が選んだ卒業研究テーマは、鋳造合金の引け巣というもので、材料生産の基礎研究でした。引け巣とは、熔融金属が凝固のときに収縮することで生じる空洞上の欠陥のことで、その形成メカニズムは工学上重要ですが、環境問題とはほぼ無関係です。実はこのとき、流れの数値シミュレーションに魅力を感じていました。引け巣の形状は複雑な熔融金属の流れや伝熱に大きく影響されるため、理論や実験による正確な予測が大変難しいのですが、年々高速になっていくコンピュータを活用し、時間と空間を細かく離散化して近似解を導くという方法が大変面白く感じました。指導教官の東北大学安斎浩一教授は、有限要素法を用いた数値流体力学(CFD)による鋳造設計の研究を長年続けておられ、研究室には多くの先輩方が在籍し、計算に関する多くの知識が集積されていました。私の在籍期間は一年間だけ、かつ勉強不足でしたので、新たな発見はあまりできなかったのが心苦しいのですが、多くの楽しかった思い出があります。

大学院進学後は、東北大学多元物質科学研究所にて有山達郎教授(現名誉教授)の研究室に配属され、製鉄用高炉の低炭素化を研究テーマとして頂きました。鉄鋼業から排出される

エネルギー起源CO₂の排出量は国内総排出量の約15%に相当します。したがって、あまり知られていないのかもしれませんが、主な排出源である高炉の低炭素化は、地球温暖化問題に直接大きく寄与します。鉄を作らなければ当然CO₂排出量も減少しますが、そのような社会基盤がまだできていません。現状で銑鉄1t当たりの製造に300kg前後のコークスが必要ですが、還元ガス利用率の向上により200kg台の低いコークス比操業の可能性があります。ただし、原料粒子の分散的な運動、気相との相互作用、熱と物質の移動、相変態などの現象が複雑に絡み合い、新たな操業設計は困難でした。そんなとき、数値シミュレーションが有効なアプローチであると思われました。修士課程在籍時に東北大学植田滋准教授、井上亮准教授(現秋田大学教授)ならびに加納純也教授から多くの御助言を賜りながら、粒子個々の運動を追跡可能な数値解析手法である離散要素法(DEM)を学び、これを並列演算によって大規模化ならびに粗視化することで、不規則な充填層構造をある程度再現することに成功しました。博士課程進学後は、室蘭工業大学埜上洋教授(現東北大学教授)らの御支援を賜りながら、二流体理論に基づいたCFDとのカップリング手法(DEM-CFD)による高炉の固気二相流モデルへと拡張しました。これを用いて、粒子配置を考慮した高炉の低コークス操業時の通気性と高反応性コークスの還元速度の同時評価法を学会で提案し、平成25年度依論文賞を頂きました。微力ながら素材づくりの低炭素化に関わることができたと感じ、大変嬉しく思っています。思えば、地元産業である鉄・鋳造、大学で興味を持った環境問題、そして数値シミュレーションと、私の好きなものの組み合わせで研究を続けることができたのは大変幸せなことでした。それだけに本当に多くの方々の御協力なしには達成できない研究であり、関係各位に心より感謝申し上げる次第です。

私は2013年3月に博士の学位を取得でき、同年4月より北海道大学大学院工学研究院材料科学部門エコプロセス工学研究室にて助教として勤務しています。新たな研究環境は、私にとって大変刺激的です。当研究室の鈴木亮輔教授は、チタンなど難還元性金属の溶融塩製錬をご専門に研究され、最近ではこれを応用したCO₂の直接分解や太陽熱発電の高効率化などにも展開されています。また、菊地竜也准教授は、新規な酸性水溶液を用いたアノード酸化によるナノポーラス材料の創製に取り組まれ、新たなナノデバイスへの応用にも挑戦されています。幅広い研究を行うことができる環境で、新たなサイエンスを生み出すべく日々奮闘中です。21世紀に入って早13年が過ぎ、素材産業を取り巻く環境はますます変化しています。材料工学もこのような変化に対する柔軟な対応力が求められますが、コンピュータやナノテクノロジーなど進化を続ける技術と、先人の知恵が詰まった伝統的な技術とをカップリングすることで、視野を広げ、新たな研究フィールドを生み出していきたいと思っています。

(2013年12月4日受理)[doi:10.2320/materia.53.72]

(連絡先：〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目)

本 会 記 事

会 告	2014年春季(第154回)講演大会事前参加申込みについて	73
	日本金属学会・日本鉄鋼協会講演大会相互聴講のお知らせ	74
	2014年春季講演大会期間中の託児室案内	74
	2014年春季講演大会機器・書籍・カタログ展示会出展募集および講演概要集 DVD ジャケット広告募集	74
	今後の春秋講演大会開催予定	75
	2014年秋季講演大会公募シンポジウムテーマ提案募集	75
	新設研究会のご案内	75
	第62回論文賞候補論文推薦(自薦)のお願い	76
	まてりあ賞(第4回)推薦(自薦)のお願い	76
	学術貢献賞(第12回)候補者推薦のお願い	76
	功労賞(第12回)候補者推薦のお願い	76
	奨励賞(第24回)候補者推薦のお願い	76
	村上奨励賞(第11回)候補者推薦のお願い	76
支部行事	次号予告	80
掲示板	会誌・欧文誌2号目次	81
企業求人情報	材料系学協会情報コーナー	82
新入会員	行事カレンダー	83
書評	追悼	85

- ・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「[マイページ](#)」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。ご推薦をお待ちしております。

会 告 (ホームページもご参照下さい)

2014年春季(第154回)講演大会事前参加申込みについて

ただ今、春秋講演大会の事前参加申込みを受け付けております。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、事前参加申し込みは、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、右記申込要領をご覧ください。

◆期間中の主な行事日程

日 時	行 事	場 所
3月21日(金・祝) 9:00~9:40 9:50~11:40	各賞贈呈式 学会賞受賞記念講演、 本多記念講演	70周年記念講堂
13:00~ 12:00~17:00 18:30~20:30	学術講演会 ポスターセッション 懇親会*	南2~4号館, 南6~8号館 蔵前会館「くらまえホール」 八芳園
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)

◆インターネットによる事前の大会参加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

(※講演発表・聴講するためには、大会参加申込みが必要です。)

参加申込み URL http://www.knt.co.jp/ec/2014/jim_spg/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) ※年会費別

参加費・講演概要集 DVD・懇親会の消費税扱いについては、ホームページ(一覧表 PDF)をご参照下さい。

予約申込締切日	2月21日(金) (申込および入金期日)	
会員資格	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)
正員・前維持員会社社員・ 鉄鋼協会会員	9,000円	10,000円
学生会員	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) (申込および入金期日)	
	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けますが、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

㈱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

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

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

日本金属学会・日本鉄鋼協会講演大会相互聴講のお知らせ

日本金属学会・日本鉄鋼協会の講演大会相互聴講をご案内します。

申込方法：当日受付

鉄鋼協会の講演を聴講する場合は、金属学会で従来の参加受付を済ませた後、鉄鋼協会受付で相互聴講の申込みをして下さい。

(注)金属学会で講演発表する場合は、金属学会の正規大会参加申込みが必要です

料 金：一般・学生・非会員を問わず同一料金

聴講のみ(概要集 DVD 無し)	3,000円
聴講と概要集 DVD(1冊)	6,000円

2014年春期講演大会期間中の託児室設置のお知らせ

2014春期講演大会期間中、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

(公益社団法人)全国保育サービス協会正会員

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/>
まてりあ 第53巻 1号35頁

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

■機器・書籍展示

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

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)

■講演概要集 DVD ジャケット広告

原稿寸法 天地 118 mm×左右 120 mm

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

申込締切日 2014年2月4日(火)

■申込・問合せ先

〒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

今後の春秋講演大会開催予定

2014年

秋期講演大会 9月24日(水)～9月26日(金) 名古屋大学

2015年

春期講演大会 3月18日(水)～3月20日(金)

東京大学駒場キャンパス

秋期講演大会 9月16日(水)～9月18日(金)

九州大学伊都キャンパス

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。次の要領をご参照のうえ、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。)

詳細 までりあ：52巻12号586頁またはホームページ→講演大会

新設研究会のご案内

本年3月から新たに下記の研究会が発足いたします。メンバーとして登録を希望される方は、氏名、勤務先、連絡先(E-mail address 含む)を明記の上、世話人宛にお申込み下さい。研究会の活動期間は1期5年ですが、さらに活動を継続する場合は延長期間を3ヶ年を限度として更新することができます。(研究会新設募集：7号会告/申請締切日：9月1日)

■ 72. 水素化物に関わる次世代学術・応用展開研究会

設置期間 1期5年間 (2014年3月～2019年2月)

水素貯蔵・透過材料や燃料電池・蓄電池関連材料などの研究開発競争が世界的に激化しており、新たな科学的知見に立脚した研究開発指針の確立が望まれている。この状況のなか、現行の水素エネルギーの普及シナリオに沿うことはもとより、水素化物の新たな機能性の根源的探究やそのための評価解析技術の高度化を含めて、今後の水素化物の学術・応用展開を俯瞰すべき、との意見が強まっている。例えば、高速イオン伝導機能やそのデバイス応用、中性子・放射光などのいわゆる量子ビームを用いた局所構造・ダイナミクス解析などは世界的にも注目されており、今後の水素化物の科学的知見を深化させる駆動力になることが期待される。きわめて多くの活動成果が上がった「材料における水素有効利用研究会」の活動期間満了を受け、本学会を中心とした研究者間の情報交換・研究協力体制をいっそう強化しながら、水素化物に関わる次世代の学術・応用展開について密に議論する場を整備することが不可欠である。これは、産官学の連携を緊密化して関連する研究成果を確実に社会還元するためにも、重要な取り組みと考えている。これらを鑑み、本研究会を企画するものである。

代表世話人 折茂慎一

東北大学原子分子材料科学高等研究機構/金属材料研究所・教授

☎ 022-215-2093 FAX 022-215-2091

E-mail: orimo@imr.tohoku.ac.jp

■73. 水素誘起超多量空孔研究会

設置期間 1期5年間 (2014年3月～2019年2月)

水素誘起超多量空孔(Super abundant vacancies, SAV)生成は、水素を固溶した金属中で原子空孔の熱平衡濃度が数桁以上増加する現象で、深井らが発見してからちょうど20年になる。その機構は、空孔が水素をトラップすることで生成エネルギーが低下するという単純なものであり、その一般性ゆえに金属の性質に極めて広範な影響をもたらすことが次第に明らかにされつつある。近年、陽電子消滅法による原子空孔分析や昇温脱離分析による水素分析の手法が発展し確立してきたことにより、空孔-水素複合欠陥挙動に関しての理解が進んでいる。過剰な水素が存在することにより、金属原子の拡散過程(特に低温領域)の促進および空孔-水素複合欠陥を核とした空孔クラスターの形成促進が明らかになってきた。また、第一原理計算などによる空孔-水素複合欠陥の構造決定も進化しており、単なる現象論から原子論を基礎とした機構解明へのブレイクスルーが期待される。金属めっき膜の室温再結晶現象、金属の水素脆化や応力腐食割れ、核融合炉の脆化などにSAVは重要な役割を果たしており、工業的にもその挙動解明の重要性をアピールする必要がある。本研究会において、材料特性と新規性のある構造解析結果との因果関係を明確にするための意見交換を行い、新規材料・プロセス開発に資することを狙うものである。

代表世話人 藤浪真紀

千葉大学大学院工学研究科 教授

☎ & FAX 043-290-3503

E-mail: fujinami@faculty.chiba-u.jp

■ 74. チタン製造プロセスと材料機能研究会

設置期間 1期5年間 (2014年3月～2019年2月)

チタンの生産量は着実に増加しているものの、展伸材出荷量は年間10～15万トン程度に留まっている。この原因はKroll法に基礎をおく還元およびその後の溶解・塑性加工など各プロセスに起因したチタンとその合金の高価格にあるとされる。近年、新製錬法、精錬機能を備えた溶解法、低廉原料を利用した展伸材の製造、粉末冶金法(3Dプリンティングを含めた)などにおいて新しいプロセスが提案されている。新規プロセスを利用して製造されるチタンとその合金の不純物レベルや微細組織は従来と異なるため、合金設計や組織制御に関しても新規なアプローチが要求されるとともに、新たな機能発現も期待できる。本研究会では、これらのチタン新規製造プロセスと材料機能の関係を明らかにし、低コスト・高機能なチタンおよびチタン合金の創製を目指す。このためには関連学協会(日本チタン協会、軽金属学会研究委員会、日本鉄鋼協会チタンフォーラム)との密接な連携が必要で、若手研究者の交流会や研究発表会を共催する予定である。

代表世話人 成島尚之

東北大学大学院工学研究科教授

☎ & FAX 022-795-7294

E-mail: narut@material.tohoku.ac.jp



第62回論文賞候補論文推薦(自薦)のお願い

◎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 までりあ52巻12号584頁 ホームページ：表彰関係

第4回までりあ賞推薦(自薦)のお願い

■第4回「までりあ賞」推薦要領

賞の名称・概要および授賞件数

(1) までりあ論文賞 2編以内

日本金属学会会報「までりあ」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) までりあ啓発・教育賞 2編以内

日本金属学会会報「までりあ」に掲載した記事で，まで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)

詳細 までりあ52巻12号584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

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展に功労があった方。

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12回功労賞候補者推薦のお願い

■推薦要領

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展に功労があった方

技術部門：金属学または金属工業に関する技術の進歩発展に功労があった方

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

第24回奨励賞候補者推薦のお願い

候補者の対象 2014年5月末時点で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，材料プロセス，工業材料，工業技術部門の7部門

推薦資格 本会評議員，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 所定様式(ホームページからダウンロード下さい)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

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月末時点で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 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

支部行事



第118回 金属物性研究会 —材料解析の新しい展開—

材料解析においてエックス線，電子線，中性子線等は非常に重要な解析手法である。最近ではSEMを用いたEBSPにより材料の集合組織が誰でも簡単に得られるようになった。しかしマルテンサイトなど非常に微細な組織解析にはさらなる測定の空間分解能の向上が求められている。また応力下，高温下での組織解析など多くの研究者から多岐にわたる要求が挙げられている。本研究会ではこのような背景から，測定試料の工夫や，引張，高温下での組織解析，TEMを用いたEBSP測定装置をはじめ，実際の解析事例について2件のご講演をいただきます。また午後からは第28回若手フォーラムも同室で開催されますので併せてご参加下さい。

日時 2014年2月21日(金) 10:00～12:05

場所 岡山国際交流センター 3階研修室

(<http://www.opief.or.jp/oicenter/>)

10:00～10:05 開催の挨拶 岡山大 竹元嘉利
研究会

10:05～11:00 座長 広島大 市川貴之

電子顕微鏡による鋼中微細組織解析の現状

JFE スチール 山田克美

11:05～11:10 一休 憩一

11:10～12:05 座長 JFE スチール 長谷川浩平

材料組織解析におけるEBSD法の新たな展開

TSIソリューションズ 鈴木清一

参加申込 当日参加可

参加費 無料

世話人 竹元嘉利(岡山大)，長谷川浩平(JFE スチール)，市川貴之(広島大)

申込・問合先 岡山大学工学部 竹元嘉利

☎ 086-251-8027 FAX 086-251-8266

E-mail: takemoto@mech.okayama-u.ac.jp

第28回「若手フォーラム」 — ポスターセッション併催 —

日本金属学会・日本鉄鋼協会 中国四国支部では、若手研究者および技術者の研究・開発への意欲向上ならびに議論を通じての支援のために、講演の場を提供することを実施しています。またポスターセッション(フリーテーマ)を開催しますので、意欲あふれる研究発表を期待しています。多数のご参加をお待ちしております。

日 時 2014年2月21日(金) 13:00~16:30

場 所 岡山国際交流センター 3階研修室
(<http://www.opief.or.jp/oicenter/>)

プログラム

開会の挨拶 岡山理科大 金谷輝人

13:00~13:45 座長 岡山大 清水一郎

アルミニウム合金への表面処理が光輝性に及ぼす影響

○永田教人(岡山理科大学院生), 金谷輝人(岡山理科大),
村上浩二(岡山県工技セ), 日野 実(広島工大),
金築秀樹(光軽金属工業), 河合定夫(光軽金属工業)

14:00~16:30 ポスターセッション(下記要領にてお申込下さい)

ポスター発表募集

申込方法 (a)題名 (b)所属・氏名(発表者に○印) (c)連絡先
(電話・E-mail)を明記, 2月10日(月)必着で, 下記申込
先へ E-mail でご連絡下さい。

ポスターサイズ 横 90 cm×縦 210 cm(Max.)

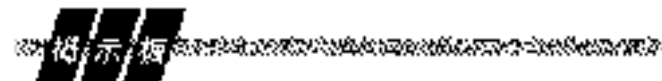
参加費 無料

企画世話人 竹元嘉利(岡山大), 清水一郎(岡山大),
金谷輝人(岡山理科大)

申込・問合先 岡山大学工学部 竹元嘉利

☎ 086-251-8027 FAX 086-251-8266

E-mail: takemoto@mech.okayama-u.ac.jp



〈公募類記事〉

無料掲載: 募集人員, 締切日, 問合先のみ掲載。

有料掲載: 1/4頁(700~800文字)程度。

- ・「まてりあ」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

集 会

◇共用・計測合同シンポジウム2014◇ ～最先端計測の共用化によるイノベーション～

日時 2014年3月14日(金) 9:00~17:30

場所 物質・材料研究機構千現地区第1会議室, 講堂(〒305-0047
つくば市千現1-2-1)

定員 100名

意見交換会 3月14日(金)17:30~19:30 物質・材料研究機構千
現地区研究本館食堂

交通案内 ①秋葉原駅～「つくばエクスプレス」 「つくば駅」下
車 徒歩15分
②東京駅～高速バス「つくばセンター」行き 「千現1
丁目」下車 徒歩3分

概要 最先端計測技術の開発と国内外へ開かれた共用化により新た
なマテリアルイノベーションを目指して、微細構造解析プラ
ットフォームとNIMS先端計測プロジェクトの共催にて
「共用・計測合同シンポジウム2014」を物質・材料研究機構
(つくば市)におきまして開催致します。

講演内容 詳細はこちら

<http://www.nims.go.jp/publicity/events/jointsympo2014.html>

プログラム

9:00 開会挨拶 NIMS 先端的共同技術部門長 藤田大介

9:05 挨拶 文科省ご担当者

セッション1 先端材料計測技術の開発と社会貢献

9:10 基調講演1「先端計測技術開発とその国際標準化 一産総
研の取組事例一」

一村信吾(産業技術総合研究所 理事)

9:40 基調講演2「表面化学分析の現状と標準化の展望」

田沼繁夫(NIMS 中核機能部門 部門長)

10:20 休憩

セッション2 微細構造解析プラットフォームセッション

最先端微細構造解析技術の開発と共用化の推進

10:30 「平成25年度 支援成果報告」 北海道大学

松尾保孝(北海道大学)

10:50 「ソフトマターの観察事例 一最近の申請課題の動向一」

東北大学 濱岡 巧(東北大学)

11:10 「TOF-SIMS 装置の紹介と最近の応用例(仮)」 NIMS

岩井秀夫(NIMS)

11:30 「RSPM を用いた支援例の紹介(仮)」 AIST

井藤浩志(AIST)

11:50 「球面収差補正 STEM による結晶の微細構造解析」 東京
大学, NTT アドバンステクノロジー

見立壽継(NTT アドバンステクノロジー)

12:10 ポスターセッション1

セッション3 NIMS 先端計測コアコンピタンス(最表面からバル クまで)

13:10 「ナノプローブ表面計測技術の開発と共用化によるイノベ
ーション」 藤田大介(NIMS 極限計測ユニット)

13:30 「先端電子顕微鏡の開発: 電池関連材料等への適用にむけ
て」 木本浩司(NIMS 表界面構造・物性ユニット)

13:50 「強磁場固体 NMR の開発と材料分析への応用」
清水 禎(NIMS 極限計測ユニット強磁場 NMR グループ)

14:10 「中性子散乱計測技術の開発と先進材料への応用」
北澤英明(NIMS 量子ビームユニット)

14:30 「先端放射光計測技術の開発: 応用と将来展望」
桜井健次(NIMS 量子ビームユニット高輝度光解析グループ)

14:50 ポスターセッション2

セッション4 微細構造解析プラットフォームセッション2

最先端微細構造解析技術の開発と共用化の推進

15:50 「反応科学・ナノ材料科学研究支援拠点における活動報告」
名古屋大学 丹司敬義(名古屋大学)

16:10 「京大プラットフォームの実施状況」 京都大学
倉田博基(京都大学)

16:30 「反強磁性 α - Cr_2O_3 によって誘起される垂直交換磁気異方
性と α - Cr_2O_3 層の結晶性の影響」 大阪大学
白土 優(大阪大学)

16:50 「蓄電池における電極電解質界面の構造評価—その課題と
展望」 東京工業大学, JAEA

菅野了次(東京工業大学)

17:10 「高分解能電子顕微鏡による非平衡合金ナノ粒子の状態解
析」 九州大学 松村 晶(九州大学)

17:30 閉会の挨拶

17:40 意見交換会

参加申込み要領

- 申込方法 WEB 参加フォームまたは E-mail でお申し込み下さい。
- 参加料 無料(要申込み) 意見交換会: ¥2,000(要申込み)
- 申込み・問合わせ先
(独)物質・材料研究機構 AMCP 事務局/奥澤恵子
☎ 029-859-2000 ext6546 FAX 029-859-2801
E-mail: jointsympo2014@nims.go.jp
URL: <http://www.nims.go.jp/publicity/events/jointsympo2014.html>

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 教授 岡部 徹
- 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~
講演
・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, 兼,
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)

〈平成26年度 レアメタル研究会のご案内(予定)〉(2014.1.6現在)

- 第61回 2014年7月4日(金) or 7月25日(金)
- 第62回 2014年9月19日(金)
- 第63回 2014年11月28日(金)
- 第64回 2015年1月16日(金)★貴金属シンポジウム(第2回)★
- 第65回 2015年3月3日(金)

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

助 成

「公益信託 ENEOS 水素基金」研究助成金公募

- 助成対象研究分野 水素エネルギーの製造・輸送・貯蔵ならびに
CO₂ 固定化に関連する技術分野で, 独創的かつ
先導的な基礎研究
- 助成対象者 大学, 公的研究機関等, 営利を目的としない国内研究
機関に所属する研究者
- 助成金額・件数 5 件程度 総額5,000万円以内
- 応募期間 2014年4月1日(火)~5月12日(月)必着
- 詳 細
<http://www.smtb.jp/personal/entrustment/management/public/example/list.html>
- 問合先 三井住友信託銀行 リテール受託業務部 公益信託グループ
☎ 03-5232-8910

企業求人情報

- 掲載料金 会員: 21,000円(税込)(一般: 42,000円(税込))
- 原稿締切・掲載号 毎月1日締切で翌月号に1回掲載。
- 原稿字数 840字程度
- 掲載内容 求人側の必要事項: 会社概要・職種・資格・待遇・勤務地・応募方法・応募締切日・問合先・書類提出先・ホームページアドレスなど求職者の知りたい情報。
- 原稿提出先 FAX と E-mail の両方(受け取りのメールの確認をして下さい)
FAX 022-223-6312 E-mail: materia@jim.or.jp



Chizai Corporation

◇株式会社 知財コーポレーション フリーランス特許翻訳者(和文英訳) 募集◇

- 会社概要 特許翻訳をはじめとする知的財産関連の翻訳に特化した1976年創立の翻訳会社です。
明細書, 優先権証明書, 公報, 中間処理文書, 裁判, 実施許諾契約書など, 知的財産にかかわるあらゆる文書を翻訳しています。
- 職 種 フリーランス特許翻訳者(和文英訳)
- 資 格 特許翻訳の実務経験のある方(形態不問。経験年数, 年齢は問いません)
- 待 遇 完全出来高制
- 応募方法 下記の書類を郵送またはメール添付でお送り下さい。
- 応募書類 1. 履歴書(写真貼付の上, 希望分野と言語, E-mail アドレスを明記) 2. 職務経歴書(書式自由)
- 書類提出先
【郵送】〒160-0023 東京都新宿区西新宿 6-10-1
日土地西新宿ビル 7F
株式会社知財コーポレーション
品質管理・教育センター
【E-mail】freelance@chizai.jp
* 封筒の表またはメールタイトルに「フリーランス翻訳者応募 M」と記載して下さい。
- 応募期間 随時
- 選考方法 書類審査, トライアル
- 問 合 先
〒160-0023 東京都新宿区西新宿 6-10-1 日土地西新宿ビル 7F
株式会社知財コーポレーション
品質管理・教育センター
☎ 03-5909-1182 FAX 03-5909-1180
- ホームページ <http://www.chizai.jp/>
- ご応募の皆様へ
在宅での翻訳のお仕事です。ご自身のペースで作業いただけますので, 副業でご活躍されている方, 専門知識を生かして退職後のお仕事として挑戦される方も多数いらっしゃいます。ご興味ございましたらぜひ一度お問合せ下さい。

新 入 会 員

(2013年11月22日～2013年12月25日)

正 員

池谷 隼人	矢崎部品株式会社	田中 真人	独立行政法人産業技術総合研究所	古澤 大介	日立金属株式会社
井上 和俊	東北大学原子分子材料科学高等研究機構	鶴野 招弘	株式会社神戸製鋼所	宮川 賢	株式会社タムラ製作所
奥津 和俊	三木ブーリ株式会社	土岐隆太郎	新日鐵住金株式会社	矢代 航	東北大学
楠森 毅	独立行政法人産業技術総合研究所	中島 達哉	東京瓦斯株式会社	柳原 恵美	株式会社アーレスティ
佐藤 直子	独立行政法人産業技術総合研究所	野口 大介	東北大学	山内 弥	株式会社シマノ
高野 順	ステラ ケミファ株式会社	福島 修	東京医科歯科大学	米田 守重	学校法人電子学園 日本電子専門学校

学 生 員

秋山 滉太	横浜国立大学	佐伯 成駿	東北大学	沼澤 昂志	東北大学
浅野 立直	岡山大学	佐々木翔平	東北大学	信川 和毅	兵庫県立大学
阿部 皓貴	東北大学	佐々木 徹	東北学院大学	野本 朝輝	東京都立産業技術高等専門学校
アベ松賢一	鹿児島大学	佐竹 俊祐	関西大学	乗木 貴宏	芝浦工業大学
新井 晃喜	国立久留米工業高等専門学校	塩沢 駿	首都大学東京	原 崇	東北大学
有吉 広明	兵庫県立大学	塩田 明弘	東北大学	原口 大佑	九州大学
李 誠鎬	名古屋工業大学	清水 真	九州大学	原田 拓哉	名古屋工業大学
池内 秀規	関西大学	霜田 直史	名古屋大学	播本祥太郎	大阪大学
池上 麻子	熊本大学	下平 昌樹	東北大学	平岡 明典	愛媛大学
石川 裕太	東京工業大学	新里 秀平	大阪大学	平松 周祐	兵庫県立大学
泉田 恵介	長岡技術科学大学	末松 佑介	九州大学	平山 純也	九州大学
井上 裕基	大阪府立大学	杉本 洋輝	首都大学東京	深田 雄介	名古屋工業大学
岩倉圭之朗	兵庫県立大学	杉山 博亮	東北大学	福田 温	富山大学
上野 航平	兵庫県立大学	鈴木 寛太	京都大学	藤岡 裕平	大阪大学
上野 美里	熊本大学	鈴木 浩晃	東北大学	藤田 貢輔	関西大学
上満 愛美	九州工業大学	鈴木 亮祐	秋田大学	藤田 達也	京都大学
浮田 昌也	名古屋大学	須磨 拓大	関西大学	藤原 圭吾	東北大学
大浦 夏実	北海道大学	瀬野 裕三	大阪大学	古井 良	富山大学
大久保 歩	東京工業大学	曾 鮮	九州工業大学	宝珠山裕希	兵庫県立大学
大塚裕太郎	大阪大学	園田 柊	東北大学	星野 建	東京大学
大西 隆敬	九州大学	高石 達也	東海大学	細川 晋平	東北大学
大貫 巧真	千葉工業大学	高尾 智希	東海大学	堀内 翔	神戸大学
大橋 成彰	東京大学	高橋 綾香	帝京大学	前 蘭 亨	熊本大学
岡崎 新	東北大学	高屋 駿介	千葉大学	増田 紘士	独立行政法人宇宙航空研究開発機構
岡野 将大	関西大学	竹下 貴冲	名古屋大学	松浦 大輔	筑波大学
小河 佑介	京都大学	田中 潤	横浜国立大学	松本 淳史	京都大学
奥西 成良	京都大学	田中 宏明	熊本大学	松本 翼	熊本大学
小椋 慧	千葉大学	田中 浩登	京都大学	宮崎 亘史	豊橋技術科学大学
小野田和希	長岡技術科学大学	知場 三周	東北大学	宮下 大	東京大学
加地 祐貴	東海大学	天雲 祐輔	九州大学	武藤 有輝	東京大学
唐松 佑衣	兵庫県立大学	徳永 隼人	久留米工業高等専門学校	村岡 和尚	兵庫県立大学
河合 晃弘	富山大学	戸田 寛規	大阪大学	村佐奏志郎	関西大学
河隅 海	大阪大学	富田 花帆	北海道大学	村田 智	筑波大学
菊池 武倫	愛媛大学	中島 崇成	京都大学	森口 開理	法政大学
北村 成	東北大学	永野 義人	富山大学	森橋 大樹	関西大学
木下 晃一	東北大学	中山 啓太	京都大学	森本 真造	名古屋大学
草深 佑介	大阪大学	中山 璃子	東京理科大学	柳井 森吾	京都大学
桑原 健人	九州大学	名倉 亜耶	東北大学	山口 貴大	京都大学
小塚 太朗	北見工業大学	波瀲 佑紀	筑波大学	山 寄賢人	九州大学
小柳 拓也	熊本大学	西川 裕之	宇部工業高等専門学校	山崎 亮太	大阪大学
小山 和晃	大阪大学	西窪 真也	富山大学	山下 賢哉	東京大学
近土雄一郎	京都大学	西澤 勇希	京都大学	山本 逸平	芝浦工業大学
近藤 拳太	富山大学	西出 雄登	名古屋大学	山本康次郎	国立豊橋技術科学大学
齋藤 智広	東北大学	西牧 智大	首都大学東京	山本 貴久	弘前大学
斎藤 航	東北大学	西山 諒平	東北大学	弓場世津子	関西大学

横井 健人 北見工業大学
吉井 達哉 兵庫県立大学
吉岡 優馬 九州工業大学

吉田 沙織 大阪大学
吉原 剛志 大阪大学
吉原 茉里 東京工業大学

綿引 貴浩 筑波大学

外国一般会員

gu xinfu Tohoku university 東京工業大学
席 斌 独立行政法人物質・材料研究機構 李 延君 東海大学

外国学生会員

FEBRY Muhammad Tokyo Institute of Technology	郭 光植 熊本大学	ハセンヒュートル エヴァ 京都大学
Jastrzebska Anna 鈔物質・材料研究機構	ガルピスアクチュオル 名古屋大学	何 礼青 九州大学
JI Xin 鈔物質・材料研究機構	金 大旭 名古屋大学	楊 会龍 東北大学
Seyyed Aghamiri S. Mohammad Hokkaido university	耿 永紅 東北大学	羅 近雅 九州工業大学
Yang Chao Beijing Institute of Technology	シュウ キョウホウ 大阪大学	李 紅星 京都大学
禹 明勳 大阪大学	徐 博威 東北大学	王 博羽中 秋田大学
王 鋭 名古屋大学	ジョシ モヒット 京都大学	



溶融塩の物性
—イオン性無機液体の構造、熱力学、輸送現象の微視的側面—

田巻 繁 著

本書は統計物理学の専門家によって書かれた溶融塩に関する解説である。溶融塩は液体金属や溶融珪酸塩等とならび材料製造において重要な役割を果たす高温融体であり、特にアルミニウムや希土類金属を始めとする活性金属の製造は電解浴となる溶融塩なしには成立しない。このため、従来の溶融塩に関する研究は応用を考えた化学的・物理化学的な見地に基づくものが多く、本書の様に物理学的な見地からの溶融塩の描像は希少である。

溶融塩は水や有機溶媒等を含まないイオン性の液体と定義されるので、広く解釈すればスラグ等の珪酸塩も含まれるが、通常はアルカリハライド等の比較的単純なイオンから成るものを指す。これらは長距離のクーロン力が基本的な相互作用であり、また寸法が大きいためにイオン同士の結合が緩やかであってかなり自由に位置交換がなされる。その構造(構成イオン種の配置)は液体全般と同様に統計力学的に描写されるものとなり、本書の神髄はまさにこの点にある。

本書では先ずイオン性結晶の物性から説き起こし、その融解現象

に対して統計熱力学的な解釈を与えた上で、溶融塩の内部エネルギーや比熱、相転移、状態図に関する熱力学を展開している。このような熱力学的基礎の上に立ってイオン間ポテンシャルの検討から溶融塩の構造について詳述している。さらに、電気伝導、拡散係数、熱伝導、粘度、光散乱などの各種物性について統計力学的な取り扱いを展開している。

全体を通じて、現象の本質を熱力学も交えて物理学的に記述することに重点が置かれ、数式を駆使した説明になっている。それらの数式は必ずしも平易とは言えないが、計算機シミュレーションの結果なども折り込み、理解させるための努力を感じる。書名から期待される、材料開発に直接役立ちそうな物性値の収録や測定法の解説等ではないが、原理的な展開を参考にして、統計力学的な液体論に親しみを持つ端緒になればと期待される一冊である。

(東北大学大学院工学研究科 佐藤 譲)

[2013年 328頁 4,000円+税 アグネ技術センター]



新刊紹介

東京大学工学教程 基礎系数学 確率・統計 I
縄田和満 著 A5判 188頁 丸善出版 定価2,200円+税

まてりあ 第53巻 第3号 予告

[解説] 液中レーザー溶融法によるサブミクロン球状金属
粒子作製 ……越崎直人 辻 剛志 石川善恵
[最近の研究] 放射光その場観察と高温高圧技術を組み合わせた
Ti 系合金水素化物研究
……遠藤成輝 齋藤寛之 町田晃彦 片山芳則

[新技術・新製品] 3編
—他—

(編集の都合により変更になる場合がございます。)

日本金属学会誌掲載論文
Vol. 78, No. 2 (2014)

論文

α および β 黄銅切削屑を利用した遠心鋳造材の組織微細化能
渡辺義見 船瀬貴広 佐藤 尚 大矢泰正

ポーラス Zn-22Al 超塑性合金におけるひずみ速度に依存した高温変形機構の解明
関戸健治 北蘭幸一

Ti-6Al-4V 合金のフレッティング疲労限に及ぼす炭素ドーパント酸化処理およびショットピーニング処理の影響
吉田篤樹 李 尚学 白石 透
小野芳樹 丸山典夫

スパッタ法により作製した酸化インジウム酸化亜鉛膜の周期的層状構造
越後谷淳一 瀬川章夫 山崎詩帆 早坂祐一郎

Zr-Cu-Ni-Al 系金属ガラスの過冷却液体粘度と熱的特性の合金組成依存性
山田昌弘 山崎 徹 横山嘉彦

有機保護分子をもたないウニ型 Ni 微粒子の湿式合成とその場 TEM による高温挙動観察
成島 隆 Ren Lu 米澤 徹

Materials Transactions 掲載論文
Vol. 55, No. 2 (2014)

—Overview—

Development of Multilayer Steels for Improved Combinations of High Strength and High Ductility
Toshihiko Koseki, Junya Inoue and Shoichi Nambu

—Regular Articles—

Materials Physics

Effect of Initial Microstructure on Mg Scroll Forging under Warm Forming Condition
Jonghun Yoon and Junghwan Lee

Visible-Light Photocatalysis of LSMO-Graphene Nanocomposites toward Degradation of Methyl Red
T. Xian, H. Yang, Y. F. Wang, L. J. Di, J. L. Jiang, R. S. Li and W. J. Feng

Microstructure of Materials

Aging Behavior of Ultra-Fine Grained Al-0.5%Si-0.5%Ge Alloy Fabricated by ARB Process
Keiyu Nakagawa, Nobuhiro Tsuji, Daisuke Terada, Toshihiko Nakano, Khairul Nizam and Teruto Kanadani

Dynamic Recrystallization Behavior of Waspaloy during Hot Working
Takanori Matsui

Microstructure Evolution of Mg-4.3Zn-0.7Y-0.6Zr Alloy during Solution Heat Treatment
Junjie Li, Yacong Zhang, Jincheng Wang and Zhongming Zhang

Mechanics of Materials

Microstructure Evolution of AZ80 Magnesium Alloy during Multi-Directional Forging Process
Qingfeng Zhu, Lei Li, Zhiqiang Zhang, Zhihao Zhao, Yubo Zuo and Jianzhong Cui

Prediction of the Constitutive Equation for Uniaxial Creep of a Power-Law Material through Instrumented Microindentation Testing and Modeling
Hidenari Takagi, Ming Dao and Masami Fujiwara

In-Situ Observation and Acoustic Emission Analysis for SCC of MgCl_2 Droplet in SUS304 Stainless Steel
Mitsuharu Shiwa, Hiroyuki Masuda, Hisashi Yamawaki, Kaita Ito and Manabu Enoki

Materials Chemistry

High-Temperature Oxidation and Its Kinetics Study of Ti-Al and Ti-V Alloys in Air
Tomoshi Takahashi, Yoritoshi Minamino, Hideyuki Hirasawa and Tadashi Ouchi

Experimental Determination of the Isothermal Section in a Ternary Re-Cr-Nb System at 1500°C
Shigeru Saito, Toshiyuki Takashima, Katsumi Miyama, Toshio Narita, Taiichi Nagata, Ideo Masuda and Kenichi Kajiwar

Materials Processing

Entangled Duplex Structure and Polycrystalline Globule Formation through Multistep Liquid-Phase Separation in Cu-Fe-Zr-B Alloys
Takeshi Nagase

Change in Molten Metal Pressure and Its Effect on Defects of Aluminum Alloy Die Castings
Yasushi Iwata, Shuxin Dong, Yoshio Sugiyama and Hiroaki Iwahori

Effects of Tensile Prestress Level on Impact Value of 50 vol% Continuous Unidirectional 0 Degree Oriented Carbon Fiber Reinforced Epoxy Polymer (CFRP)
Yoshitake Nishi, Takumi Okada, Soushi Okada, Mitsuru Hirano, Masumi Matsuda, Atsushi Matsuo and Michael C. Faudree

Impact Value of CFRP/Ti Joint Reinforced by Nickel Coated Carbon Fiber
Yoshitake Nishi, Sho Ishii, Shigehito Inui, Atsushi Kasai and Michael C. Faudree

Engineering Materials and Their Applications

Discharge-Charge Property of Lead-Acid Battery Using Nano-Scale PbO_2 as Cathode Active Material
Masami Taguchi, Toshihiro Sasaki and Hiroki Takahashi

Environment

Recycling of Rare Earth Magnet Waste by Removing Rare Earth Oxide with Molten Fluoride
Osamu Takeda, Kiyotaka Nakano and Yuzuru Sato

Geological Exploration of Beachrock through Geophysical Surveying on Yagaji Island, Okinawa, Japan Ryosuke Kubo, Satoru Kawasaki, Koichi Suzuki, Shinji Yamaguchi and Toshiro Hata

Zn and Fe Recovery from Electric Arc Furnace Dusts F. F. Grillo, J. L. Coleti, D. C. R. Espinosa, J. R. Oliveira and J. A. S. Tenório

—Express Regular Articles—

Hall-Petch Tensile Yield Stress and Grain Size Relation of Al-5Mg-0.5Mn Alloy in Friction-Stir-Processed and Post-Thermal-Exposed Conditions Chun-Yi Lin, Truan-Sheng Lui, Li-Hui Chen and Fei-Yi Hung

Effect of Contact Configuration on the Tribological Performance of Micro-Textured AISI 1045 Steel under Oscillating Conditions Minhaeng Cho

Effect of Friction Stir Processing on the Microstructural Evolution and Tensile Behaviors of an α/β Dual-Phase Mg-Li-Al-Zn Alloy Chung-Wei Yang

Improving Recycled Fiber by Applying *In-Situ* Aragonite Calcium Carbonate Formation Process Joobeom Seo, Jong Gyu Lee, Thenepalli Thriveni, Chul Seoung Baek and Ji-Whan Ahn

—Rapid Publications—

Effects of Stress Triaxiality on Damage Evolution from Pre-Existing Hydrogen Pores in Aluminum Alloy Hiroyuki Toda, Hideki Tsuruta, Keitaro Horikawa, Kentaro Uesugi, Akihisa Takeuchi, Yoshio Suzuki and Masakazu Kobayashi

Evolution of Texture in a 2.8%Si Non-Oriented Electrical Steel Annealed at 1100°C Na Li, Liang Ma, Li Xiang, Shengtao Qiu and Pei Zhao

Pulsed Current Activated Synthesis and Consolidation of Nanostructured MoSi₂-NbSi₂ Composite and Its Mechanical Properties Hyoung-Gon Jo and In-Jin Shon



～Mater. Trans. 日本金属学会誌 今後の特集予定～

Mater. Trans.	掲載予定号
■ <i>In Situ</i> TEM Observation of High Energy Beam Irradiation(高エネルギービーム照射効果のその場観察)	(第55巻第3号)
■ Growth of Ecomaterials as a Key to Eco-Society VI(環境社会に向けてのエコマテリアルの展開 VI)	(第55巻第6号)
■ Advanced Materials for Hydrogen Energy Applications II(水素エネルギー応用のための先進材料 II)	(第55巻第8号)
■ Platform Science and Technology for Advanced Magnesium Alloys, VI(高性能マグネシウムの新展開 VI)	(第55巻第8号)
■ 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)	(第56巻第1号)
日本金属学会誌	掲載予定号
■ レア金属のリサイクル関連技術と最前線(Recycle-Related Technologies of Rare Metals, and Their Frontier)	(第78巻第7号)
■ 分析・解析法の多面的アプローチ—表面・界面現象の解明を例にして—(Multiple Approach for Analysis of the Surface and Interface Phenomena)	(第78巻第11号)



“材料系学協会情報コーナー”

〈軽金属 第64巻 2号 予定〉

解説 プラズマ溶射によるチタンへのアパタイト被覆とその評価/武 成祥, 糸井康彦
放射線診断領域におけるアルミニウムの活用/松原孝祐, 廣澤文香, 越田吉郎
連載講座 電子線ホログラフィーによる磁区観察/進藤大輔
研究論文 MM-SPS プロセスによる Al-Mg-Si 系合金切削屑のアップグレードリサイクル材の特性/久保田正広, 渡辺涼太郎
低温における純アルミニウムのクリープ機構に対する純度の影響/松永哲也, 佐藤英一
液相および半溶融スラリー基材への純アルミニウムパイプ浸漬による方向性気孔を有するポーラス Al-Cu 合金の作製/林田達郎, 鈴木進補, 市川淳一, 豊山竜史

〈ふえらむ Vol. 19 (2014)No. 2〉

鉄と鋼 第100巻記念座談会 今後の製鉄研究のあり方
エボックを作った人物紹介 鞭巖教授の高炉研究/八木順一郎
入門講座 物理分析入門-初めて使う人のために-10
高周波グロー放電発光分析法(rf-GD-OES)の活用について/中村龍人他
鋼の凝固入門 凝固現象のその場観察技術とその応用/安田秀幸他
解説 受賞技術 極低スパッタ炭酸ガスアーク溶接技術の開発/片岡時彦他
—他—

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
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
10	第4回新機能無機物質探索研究センターシンポジウム(東北大多元研)	東北大多元研新機能無機物質探索研究センター	TEL 022-217-5723 yubuta@tagen.tohoku.ac.jp	
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.jp	定員 50名
13	第179回腐食防食シンポジウム「国土強靱化に向けた社会インフラ構造物の腐食センシング」(東京)	腐食防食協会	TEL 03-3815-1161	
14	平成25年度第3回講演会「自動車塗装の最新動向:3Wet 塗装を中心として」(東京)	日本塗装技術協会	TEL 03-6411-9236 tosou-jimukyoku@jcot.gr.jp http://jcot.gr.jp/	
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@sss-j.org http://www.sss-j.org	2.12
21	第118回金属物性研究会 —材料解析の新しい展開—(岡山)(本号76頁)	中国四国支部・竹元(岡山大)	TEL 086-251-8027 FAX 086-251-8266 takemoto@mech.okayama-u.ac.jp	
21	第28回「若手フォーラム」—ポスターセッション併催(岡山)(本号76頁)	中国四国支部・竹元(岡山大)	TEL 086-251-8027 FAX 086-251-8266 takemoto@mech.okayama-u.ac.jp	
21	走査型プローブ顕微鏡の最新活用術(川崎)	神奈川科学技術アカデミー	TEL 044-819-2033 ed@newkast.or.jp http://www.newkast.or.jp	
21～22	レアメタル研究会(Workshop on Reactive Metal Processing)(Caltech, Pasadena)(1号39頁)	レアメタル研究会・宮寄(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
25	腐食防食部門委員会第60回研究集会(大阪)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimu@jsms.jp http://www.jsms.jp/	
28	第199回塑性加工技術セミナー「金属薄板の成形性と成形性試験の初歩(実習付き)」(京都工芸繊維大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.jp	定員 20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 jimu@jsms.jp http://www.jsms.jp/	講演 11.15
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	
8	日本顕微鏡学会関東支部第38回講演会(東京)	日本顕微鏡学会関東支部・大久保(NIMS)	TEL 029-859-2716 OHKUBO.Tadakatsu@nims.go.jp http://www.microscopy.or.jp/shibu/kanto/kanto.html	
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/	
11	第200回塑性加工技術セミナー「摩擦攪拌接合(FSW)の基礎(見学付き)」(日大津田沼)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.jp	定員 20名
11	腐食防食部門委員会第297回例会(大阪)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimu@jsms.jp http://www.jsms.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	
18～19	物構研サイエンスフェスタ2013(つくば)	高エネルギー加速器研究機構, J-PARC センター他	imss-festa@pfqst.kek.jp http://imss-festa.kek.jp/2013/	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催・担当	問合せ先	締切
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78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)(1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	
11~13	日本顕微鏡学会第70回学術講演会~顕微鏡学の 来し方行く末~(千葉)	日本顕微鏡学会	FAX 03-3368-2827 jsm-desk@bunken.co.jp http://www.microscopy.or.jp/conf2014/	
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.jp	
19~20	第10回核融合エネルギー連合講演会-発電実証に 向けた核融合研究の進展と拡がり-(つくば)	プラズマ・核融合 学会、日本原子力 学会	TEL 052-735-3185 plasma@jspf.or.jp http://www.jspf.or.jp/10rengo/	
26~27	第19回動力・エネルギー技術シンポジウム(福 井)	日本機械学会・山 口	TEL 03-5360-3505 yamaguchi@jsme.or.jp http://www.jsme.or.jp/pes/Event/sym- posium.html	
7 月				
1~3	NIMS Conference 2014ソフトマテリアルが拓く 未来社会(つくば)	NIMS Confer- ence 2014組織委 員会	UCHIYAMA.Kana@nims.go.jp TEL 029-851-3354(3886)	
9~11	第33回電子材料シンポジウム(EMS-33)(伊豆)	電子材料シンポジ ウム運営委員会・ 光野(静岡大)	TEL 053-478-1336 ems@ems.jpn.org	
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				
1~6	The 9th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics(New Delhi)	日本実験力学会・ 林(岡山理科大)	office-jsem@mech.ous.ac.jp TEL 086-256-9615 http://jsem.jp/ISEM9/	
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 3 月				
18~20	日本金属学会春期講演大会(東京大学駒場キャン パス)	日本金属学会	annualm@jim.or.jp TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312	
9 月				
16~18	日本金属学会秋期講演大会(九州大学伊都キャン パス)	日本金属学会	annualm@jim.or.jp TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312	
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	

追 悼 本会元会長、名誉員 不破 祐 先生を偲んで



本会元会長、名誉員 東北大学名誉教授、不破 祐先生は2013年11月23日ご逝去されました。享年98歳でした。会員の皆様にご報告申し上げますとともに、先生のご生前のご功績を偲び、謹んで哀悼の意を表します。

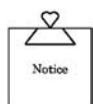
先生は、昭和16年(1941年)12月東北帝国大学工学部金属工学科を卒業、1942年1月東北帝国大学大学院入学、同年10月東北帝国大学助手に奉職されました。1943年大学院特別研究生、1945年講師を経て、1946年1月助教授に昇任されました。1954年8月より1957年9月まではほぼ3年間米国MITに出張、留学生活を送られ、1958年2月MITよりDoctor of Scienceを授与されました。1962年4月東北大学教授に昇任されました。1975年から東北大学評議員を2年間務められ、1979年定年退職されました。日本学術振興会製鋼第19委員会、製鉄第54委員会、冶金物質の高温物性第140委員会委員を務められ、学と産の研究指導と人材育成に尽力されました。日本金属学会会長、日本鉄鋼協会理事等の要職を務められました。

先生は鉄鋼のガス分析では先駆的な研究、溶鉄、熔融スラグの物理化学的研究を行い、MIT時代の恩師、友人を始め、世界中に非常に多くの親友を持たれ、堪能な語学力を駆使し、鉄鋼製錬学における日本の国際的地位を高めることに貢献されました。外国人として初めて中国工程院の院士、日本人として、初の米国National Academy of Engineeringの外国会員に

1979年推挙されておられます。

鉄鋼製錬プロセスに関する川渡セミナーは先生の発案で始められ、39回を迎えており、産学の研究者、技術者が未発表の研究を発表、討論し、日本の鉄鋼業の発展に大いに貢献されました。

以上のようなご業績に対し、本多記念賞始め内外の学会から数多く受賞され、1988年勲三等旭日中綬章を授与されました。スポーツマンで常に学生、研究者、技術者と共に晩年まで研鑽を続けられ、門下生にのみならず多くの方々に敬愛された先生でした。ここに、先生のご遺徳を偲び謹んでご冥福を心からお祈り申し上げます。



〈事務局より〉

2014年2月14日(金)は、創立記念日により休業いたします。

2013, 2014年度会報編集委員会 (五十音順, 敬称略)

委員長	古原 忠	阿部世嗣	有賀珠子	池田賢一	池田大亮	石川和宏
委員	赤瀬善太郎	石本卓也	磯部繁人	井手拓哉	上杉徳照	上田恭介
	石丸 学	太田道広	大津直史	大塚 誠	大沼郁夫	大野宗一
	上田正人	小澤俊平	川喜多 仁	菊池丈幸	菊地竜也	北嶋具教
	奥村圭二	好田 誠	小林正和	小山佳一	佐々木泰祐	佐藤和久
	小泉雄一郎	篠田弘造	柴田曉伸	清水崇行	須藤祐司	高木秀有
	佐藤 尚	竹田 修	田中真悟	田中秀明	田中將己	垂水竜一
	高橋 淳	仲井正昭	中野正基	仲道治郎	中村貴宏	柳楽知也
	寺山 朗	長谷崎和洋	波多 聡	畠山賢彦	廣澤涉一	廣本祥子
	南島 晋	古澤孝之	細川裕之	本間智之	松尾元彰	松八重一代
	藤原航三	水内 潔	水口 隆	光原昌寿	水本将之	宮岡裕樹
	三浦永理	村上浩二	森戸茂一	山崎倫昭	山田高広	山室佐益
	村石信二	横井龍雄				
	湯蓋邦夫					

まてりあ 第53巻 第2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

〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32

TEL 022-223-3685

FAX 022-223-6312

郵便振替口座 02210-2-5592

発行日 2014年2月1日

発行人 梶原義雅

印刷所 小宮山印刷工業株式会社

発売所 丸善株式会社

〒105-0022 東京都港区海岸 1-9-18

日本金属学会会報「まてりあ」への投稿について

会報「まてりあ」をより多くの皆様にご活用していただけるよう投稿記事を歓迎いたします。
投稿規程、執筆要項および下記要領によりご投稿下さい。

～会報編集委員会～

(1) 種別(規定掲載頁)(規定字数内)

1. 入門講座(4頁)(9,340字)
金属のみならずセラミックス、高分子を含めた材料一般に関して境界領域の材料や物づくりの実際などの講義を通して広く会員に情報を提供する。
2. 講義ノート(6頁)(14,500字)
材料に関する基礎学問分野についてわかりやすく講義してもらう。
3. プロムナード(4頁)(9,340字)
金属・材料に関する話題にかぎらず、社会、経済、歴史などを含む多くの分野からの「比較的短くて分かりやすく」「会員が教養として知って置くべき事柄」「提言」「トピックス的な話題」など。
4. 解説(7頁)(17,100字)
新しい特定の問題を取り上げて、専門外の会員にも分かるように解説したもので、さらに勉強しようとする人のために参考となる文献も示しておく。
5. 最近の研究(8頁)(19,700字)
最近の重要な研究のうち、比較的せまい範囲のテーマを取り上げて、国内外の最近の研究成果を紹介する。各分野の現状、現在の問題点などを取り上げて、総括的に分かり易く記述したもので、その分野の研究を進める上で参考となる内容とする。
6. 技術資料(8頁)(19,700字)
直接実務に利用できるもので、実際に行う場合に必要な条件、装置の説明、あるいは技術的データの収集等により参考資料として役立つもの。
7. 集録(9頁)(22,300字)
文献を主眼として問題点を論じ、批判するもので今後の方針を示唆することをねらいとする。文献のみを集録し解説を行うものも含む。
8. 実学講座(4頁)(9,340字)
特許取得、ベンチャー企業の設立、研究開発マネジメント、教育法、学習法などについて記事にする。
9. 材料科学のバイオニアたち(5頁)(11,900字)
材料科学に携わった先人たちの偉業を紹介する。
10. 新進気鋭(4頁)(9,340字)
“はばたく”は大学院修士課程修了者以上を対象とし、ここでは30歳前後の若手研究者を対象として研究・仕事の紹介と将来展望について紹介してもらう。執筆は単独名とする。
11. 材料教育(4頁)(9,340字)
材料教育に関する話題。
12. トピックス(制限頁; 2頁)(4,150字)
最近の情報を手短かに紹介するもので、話題は限定しない。
13. 物性・技術データ最前線(4頁)(9,340字)
形式は問わず、情報量は少なくとも、多く読者が必要とするタイムリーな最新の物性、技術データを紹介する。
14. 材料ニュース(2頁)(4,150字)
新聞で発表された材料関連ニュースを新聞内容よりは詳しくできるだけ迅速に記事にする。
15. プロジェクト研究報告(有料)(原則35頁)
特定研究 A, B, 未来開拓、戦略基礎などの公的資金補助によるプロジェクト研究成果を有料掲載する。

16. 産官学交差点(1頁)(2,200字)
材料に関連した産官学の情報交流の場を設ける。
17. 材料発ベンチャー(2頁)(4,150字)
材料関連ベンチャー企業の経験者に経験談等を記事にしてもらう。
18. 新技術・新製品裏話(2頁)(4,150字)
金属学会新技術・新製品技術開発賞を獲得したグループに開発にあたっての苦労、裏話を紹介してもらう。
19. 談話室(1頁)(2,200字)
気軽な意見の発表、学会に対する質疑応答、情報交換等。
20. はばたく(1頁)(2,200字)
大学院生など新鋭の方々が、著者自身の研究への取り組み方などについて述べる。
21. 紹介(1頁)(2,200字)
組織変更・改革、産業界の動向その他。
22. 国際学会だより(1頁)(2,200字)

(2) 投稿の方法

- 種別の1～15については、執筆要項に定める方法で作成し、制限頁以内にまとめた原稿とその論文または記事のねらい(200字～300字)をフォーマット用紙に記述して会報編集委員会までご送信下さい。審議の上、受付の可否を決定します。
- 種別の16～22については、執筆要項に定める方法で作成し、制限頁以内にまとめた原稿をお送り下さい。但し、原稿の採否や掲載号は会報編集委員会にご一任下さい。

(3) 投稿の要件

- 和文であり論文又は記事として未投稿、未掲載でかつオリジナルであること、規定頁を超えないこと、金属とその関連材料の学術および科学技術の発展に寄与するものであること等、ホームページに掲載している会報投稿規程を参照して下さい。

(4) 著作権の帰属

- 会報に投稿された論文および記事の著作権は、この法人の著作権規程により、この法人に帰属します。

(5) その他留意事項

- 原稿は、専門外の読者にも分かるようにご執筆下さい。
- 原稿は、会報編集委員会にて審査いたします。その結果、場合によっては掲載をお断りする場合があります。また、掲載号等についても、本編集委員会が決定いたします。
- 図表の引用に関しては、著作権者への転載許可手続きを著者ご自身で行ってください。
- 詳細は会報投稿規程をご覧ください。

(6) 会報投稿規程と執筆要項

- ホームページ：[「まてりあ」](#) → まてりあへの投稿 をご覧ください。

(7) 原稿送付・問合せ先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

日本金属学会 会報編集委員会

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

E-mail: materia@jim.or.jp

試験雰囲気ガス中の酸素濃度のコントロール・測定に!!

高濃度 (10^5 PaO_2) から極低濃度 (10^{-25} PaO_2) まで酸素をコントロール測定します。

酸素分圧 & 雰囲気制御試験炉



NEW

管状炉付酸素分圧
コントローラー

SiOAF-200C

- 簡便な GUI によりタッチパネル、ネットワーク、PC から容易に温度、雰囲気、酸素分圧等のプログラムパターン運転が可能です。
- 酸素分圧コントロールユニット (オプション) の付加により高濃度 (10^5 Pa) から極低濃度 (10^{-25} Pa) までの酸素分圧を制御できます。
- 最大3ガス種までの雰囲気ガスを接続し、任意のタイムプログラムにて雰囲気調整できます。
- 均熱長 120mm / 1ゾーン制御炉から均熱長 300mm の3ゾーン制御炉まで対応できます。

SiOC-200CB
(循環型)



酸素分圧コントローラー

- 本装置はジルコニア式酸素ポンプに不活性ガスを流し、ガス中の酸素濃度を制御します。
- 酸素濃度のコントロールは酸素ポンプと酸素センサーを組み合わせた PID 式フィードバック回路により制御されます。
- 不活性ガス中の酸素濃度は $10^5 \sim 10^{-25} \text{ PaO}_2$ (タイプ C 循環式) の範囲で制御します。

特注品(流量、試料処理部付/イメージ炉、
真空チャンバー)などにも対応します。



SiOS-200C
(コンパクトタイプ)

高感度酸素センサー

- 極低酸素分圧領域 $10^5 \sim 10^{-25} \text{ Pa}$ における研究開発に使用できます。
- 高分解能測定回路の採用により、測定レンジの切替をせずに、広範囲酸素分圧をダイレクト測定できます。
- 測定ガスサンプリングポンプを付属したタイプ (SiOS-200P) も揃えています。



エステーラボ株式会社

E-mail: info@stlab.co.jp / URL: http://www.stlab.co.jp
TEL: 029-219-5675 FAX: 029-219-5676

日本金属学会発行誌 広告のご案内

まてりあ (会報)

前付) 1色1P ￥100,000 1/2P ￥60,000

後付) 1色1P ￥95,000 1/2P ￥55,000

※表紙回り、カラー料金等お問い合わせ下さい。

春・秋期講演大会プログラム

後付) 1色1P ￥70,000 1/2P ￥40,000

広告ご掲載についてのお問い合わせ・お申込み

株式会社 明 報 社

〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4 友野本社ビル

TEL (03) 3546-1337 FAX (03) 3546-6306

E-mail info@meihosha.co.jp HP www.meihosha.co.jp

創業1921年

ALLOYS & METALS

品名	純度	形状	品名	純度	形状	品名	純度	形状
純 金 属			高 純 度 金 属			フェロアロイ		
高純度アルミニウム	99.99%	約1kgインゴット	アルミニウム	99.999%	粒状100g入	フェロモリブデン	Mo 60%	塊 状
アルミニウム	99.7%	〃	アルミニウム	〃	約100g塊	フェロニオブ	Nb 60%	〃
アルミニウム粒	99.99%	粒状1kg入	銀	99.999%	粒 状	フェロバナジウム	V 80%	〃
アルミニウム粉	99.7%	粉 末	ビスマス	99.999%	粒状100g入	フェロボロン	B 20%	〃
銀	99.99%	粒 状	ビスマス	〃	約100g塊	カルシウムシリコン	Ca30%Si60%	小 塊 状
ボロンクリスタル	99.4%	小 塊 状	高純度クロム(4N5)	99.995%	薄 片 状	中 間 合 金		
ボロンアモルファス	95~97%	粉 末	無 酸 素 銅	99.99%	10X10X1mm			
ビスマス	99.99%	針 状	鉄(マイロンSHP)	99.99%	25X25X2mm	磷	P>14.5%	粒 状
コバルト	99.3%	粒 状	ガリウム	99.999%	粒状25g入	シリコン銅	Si 15%	約1kgインゴット
電解コバルト(FB)	99.9%	約25X25X10mm	ゲルマニウム	99.999%	約50g塊	マンガン銅	Mn 25%	〃
金属クロム	99%	塊 状	インジウム	99.999%	粒状100g入	マグネシウム銅	Mg 50%	〃
電解クロム	99%	薄 片 状	インジウム	〃	約100g塊	クロム銅	Cr 10%	〃
クロム粉	99%	粉末500g入	マニガン	99.999%	薄 片 状	テルル銅	Te 50%	〃
電気銅	99.99%	約25X50X10mm	マニガン	99.999%	粒状100g入	コバルト銅	Co 10%	〃
銅	99%	粉末500g入	錫	99.999%	約100g塊	ニッケル銅	Ni 30%	〃
電解鉄(アトミロンMP)	99.9%	小 片 状	アンチモン	99.999%	粒状100g入	鉄	Fe 10%	〃
電解鉄(アトミロンFP)	〃	〃	アンチモン	〃	約100g塊	チタン銅	Ti 50%	〃
電解鉄(アトミロンXL)	〃	〃	テール	99.999%	約100g塊	ボロン銅	B 2%	粒 状
電解鉄粉	99%	粉末1kg入	亜鉛	99.999%	約100g塊	アルミ銅	Cu 40%	約5kgインゴット
ハフニウム	99%	スポンジ塊	亜鉛	〃	約100g塊	アルミマグネシウム	Mg 20%	〃
インジウム	99.99%	塊 状	亜鉛	99.999%	粒状100g入	アルミマンガン	Mn 10%	〃
マグネシウム	99.9%	約200g塊	亜鉛	〃	約100g塊	アルミニウム	Ni 20%	〃
電解マンガン	99.9%	薄 片 状	タ	99.9%	5φX150mm	アルミクロム	Cr 5%	〃
モリブデン粉	99.9%	粉 末	レアアースメタル			アルミチタン	Ti 5%	〃
モリブデンスクラブ	99%	板 状				アルミシリコン	Si 25%	〃
ニオブグラニュー	99.9%	小 塊 末	イトリウム	99.9%	塊状、削状、粉状	アルミコバルト	Co 5%	〃
ニオブ粉	〃	粉 末	ランタン	〃	〃	アルモリブデン	Mo 5%	〃
電気ニッケル	99.99%	25X25X10mm	セリウム	〃	〃	アルミタングステン	W 2.5%	〃
ニッケルペレット	99.97%	球 状	セラジウム	〃	〃	アルミベリリウム	Be 2.5%	約50gインゴット
ニッケル粉	99.8%	粉末1kg入	ブセラジウム	〃	〃	アルミ鉄	Fe 50%	塊 状
レニウム粉	99.99%	粉 末	ネオジウム	〃	〃	アルミジルコニウム	Zr 5%	約5kgインゴット
ルテニウム粉	99.9%	〃	サマリウム	〃	〃	アルミボロン	B 4%	約200gインゴット
アンチモン	99.9%	塊 状	イッテルビウム	〃	〃	アルミバナジウム	V 50%	小 塊 状
金属シリコン	99%	〃	テールビウム	〃	〃	アルミストロンチウム	Sr 10%	約100gインゴット
錫	99.99%	約1kgインゴット	ジスプロシウム	〃	〃	アルミカルシウム	Ca 10%	約2.5kgインゴット
タニタル塊	99.9%	小 塊 状	ホルミウム	〃	〃	ニッケルボロン	B 15%	塊 状
タニタル粉	〃	粉 状	エルビウム	〃	〃	ニッケルニオブ	Nb 60%	〃
テール	99.99%	小 球 状	ガドリニウム	〃	〃	ニッケルマグネシウム	Mg 50%	約1.5kgインゴット
スポンジチタン	99.7%	スポンジ塊	ユーロビウム	〃	〃	コバルトボロン	B 15%	塊 状
チタン粉	99%	粉末500g入	ツリウム	〃	〃	磷	P 5%	インゴット
チタン板	JIS 1種	250X250X1mm	ルテチウム	〃	〃	Uアロイ(低融点合金)		
バナジウム粉	99.7%	小 塊 末	ミッシュメタル	TRE>97%	5.4φX6mm 1kg入			
タングステン粉	99.9%	〃				Uアロイ 47	融点47±2℃	約500gインゴット
タングステンクラブ	99%	板 状				Uアロイ 60	60±2℃	〃
亜鉛	99.99%	約2kgインゴット				Uアロイ 70	70±2℃	〃
亜鉛粒	〃	粒 状				Uアロイ 78.8	78.8±2℃	〃
ジルコニウム	99.6%	スポンジ塊				Uアロイ 91.5	91.5±2℃	〃
						Uアロイ 95	95±2℃	〃
						Uアロイ 100	100±2℃	〃
						Uアロイ 124	124±2℃	〃
						Uアロイ 150A	150±2℃	〃

お問い合わせは、必ず下記事項をご記入の上、FAXしてください。

「社名」または「大学名」、および「所属と名前」、個人の方は「名前」
「郵便番号・住所・電話・FAX」・「商品名・純度・形状・希望数量」

FAX (03)

3294-9336

株式会社 **平野清左衛門商店**
〒101-0047 東京都千代田区内神田1丁目5番2号 TEL(03)3292-0811

- 土曜・日曜・祭日休業
- 手形取引はいたしません
- 輸出はせず国内取引のみ

高純度 **GfG**

最高温度2,800℃

純度5PPM以下

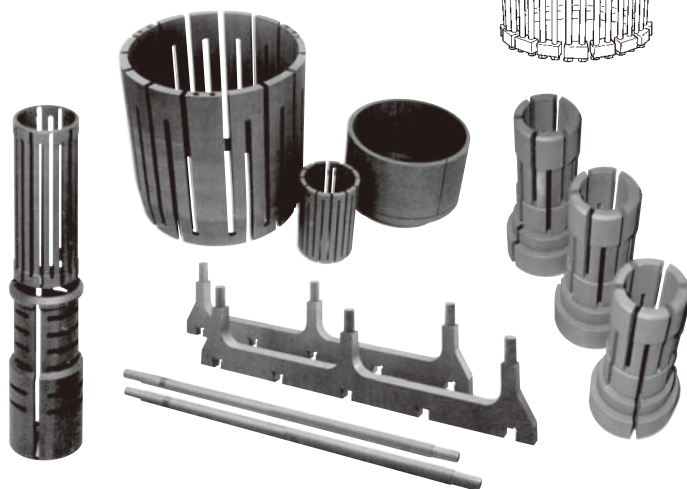
汚れや飛散のないカーボン材料

■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務を拡大しました。

*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トレーサ寸法(客先御指定)作製、数値データ提供

標準磁石提供中

BHカーブ測定データ付き



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



KOBELCO

WHAT'S “G”?

あなたの“G”は、何ですか？



社員一人ひとりの“G”の力で、世界にはばたくコベルコへ。

KOBELCO
VISION “G”

“G”を合言葉に、新しい神戸製鋼グループが始まっています。“G”とは、GROUP, GLOBAL, GROWTH。そして社員一人ひとりが探し出す“G”。組織や事業の垣根を越えてグループ全体を活性化。高い品質と機能を備えたオンリーワン製品を世界中に提供する。優れた技術と人材を共に育む…。全社員の力と知恵で、新たな価値の創造とグローバルな成長を目指す決意が、“G”には込められています。世界へ、未来へ進化する、KOBELCOにご注目ください。

<http://www.kobelco.co.jp/>