

Materia Japan

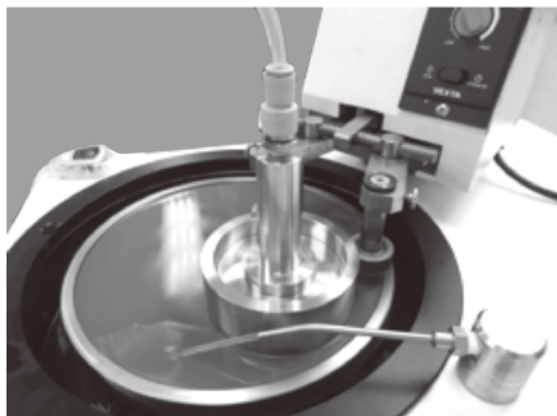
- サブミクロン球状金属粒子の新規作製法
- 放射光×高温高圧による Ti 系水素化物の研究
- 「新技術・新製品」
- 春期講演大会プログラム(別冊付録)

まてりあ

Vol.53 MTERE2 53 (3) 87~132 (2014)

2014 **3**

- 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。

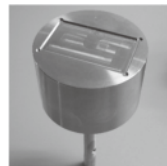


お客様の声を形にした真空吸着研磨

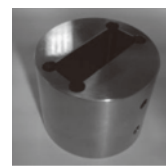
特殊治具例



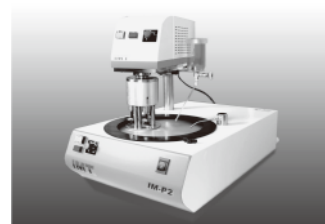
真空吸着研磨用ホルダー



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

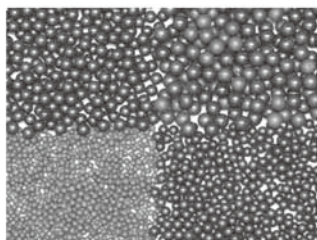
●お問合せ先

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。

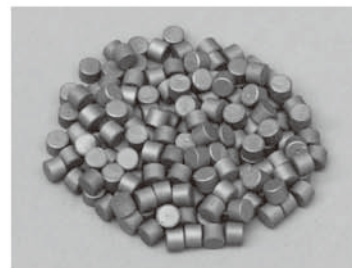
炭化ホウ素粒 (B₄C、円柱形)

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

Furnaces
&
Ovens

75年の歴史 英国製

CARBOLITE[®]
Leading Heat Technology

カーボライト社 最高温度1800°Cの電気炉

金属材料の研究に最適な5タイプ

硬度セラミックスの焼結に 昇降式高温電気炉BLF

昇降式高温電気炉は、炉の昇降により急速な過熱と冷却のサイクルが可能です。

特長

- 最高温度 1700°C、1800°C
- 硬度セラミックスの焼結や、高温硝子溶解、また空気以外の雰囲気制御された環境下での熱処理に適しています。
- エレベーターが炉を昇降するため、オペレータは熱にさらされることなく、安全に作業することが可能です。
- 試料やルツボを簡単にセットできます。
- 円筒型チャンバーの為、良好な温度均一性が実現可能
- 8ステップ 3216P1 温調器 と、独立型過熱防止保護装置付
- 二珪化モリブデン製ヒーター素子を採用



BLF

1800°C

良好な温度分布3ゾーン制御チューブ炉 TZF

均熱長の長い3ゾーン温調のチューブ炉は、良好な温度分布が得られます。

特長

- 最高温度：1200°C
(高温モデル：1500°C、1600°C、1700°C、1800°C)
- 加熱長：400、550、700、900mm
(高温モデル：600、610mm)
- アクセサリーチューブの最大外径：25mm ~ 80mm
(高温モデル：90mm)
- 標準レイアウト以外に、L型スタンドを用いた縦型設置も可能
- 作業管終端のシール選択で、ガス注入、真空対応可能



TZF//1200

1800°C

高速昇温可能な卓上型チャンバー炉 RWF

炉内温度を高速に昇温可能な卓上型チャンバー炉は、お求めやすいスタンダードタイプです。

特長

- 最高温度：1100°C または 1200°C
- 炉内容積：5L、13L、23L 各種
- 約10分程で炉内温度を1100°Cまで高速昇温可能
- 縦型開閉式ドアの安全作業仕様
- ヒーターユニット交換が簡単にできます。



RWF

1200°C

CARBOLITE[®]
Leading Heat Technology

ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社

本社 〒160-0022
東京都新宿区新宿5-8-8
TEL : 03-5367-2651
FAX : 03-5367-2652

www.carbolite.jp

Furnaces & Ovens

金属材料の研究に最適な高真空チューブ炉 HVTT

最高到達真空度 10 ~ 5mbar 台の高真空チューブ炉
HVTT シリーズ

特長

- 最高温度 1200°C、1500°C
回転翼型ロータリーポンプとターボ分子ポンプの組合せ真空システム
(ロータリーポンプをオイルフリーポンプに変更可能)
- 使用可能作業チューブ: 内径 50、60、75、80mm
- 加熱長: 450mm、550mm、700mm
- 真空度測定: ピラニーゲージとペニングゲージの組合せ
- 試料の出し入れは、ステンレス製真空フランジの脱着で可能
- 作業チューブ両端に輻射熱シールドを装着し、良好な温度均一性を実現
- RS232/RS484 対応可能



HVTT

1100°C

貴金属材料用 灰吹炉 CF



CF

デザイン性に優れ、清掃性の高い灰吹炉 CF シリーズは、
貴金属材料のプロセスに最適な気流を生み出します。

特長

- 最高温度: 1200°C
- 炉内容積 (同時処理能力): No.8 ルツボ 15、24、50 個、
No.6 ルツボ 24、32、72 個
- ISO11426 に準拠した灰吹炉として設計され、英国貴金属細工業者
組合にて認証されています。
- プロセスに最適な予備加熱された気流を処理室に導入します。
- 排気ダクトを含め取り外し可能な構成部品により、内部の清掃が容易
に行えます。
- CF シリーズの他に精錬用電気炉 SCF シリーズがあります。

1100°C

掲載の仕様は標準のものです。カスタマイズも承ります。お気軽にお問い合わせください。

ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社



◎ 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

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87
	液体中に分散したナノ粒子にレーザー光を照射することでサブミクロン球状粒子の作製に成功。様々な金属・合金に適用可能。
最近の研究	放射光その場観察と高温高压技術を組み合わせた Ti 系合金水素化物に関する研究 遠藤成輝 齋藤寛之 町田晃彦 片山芳則94
	放射光その場観察と高压合成を併用した実験手法を紹介。本手法によって典型水素吸蔵合金の一つである TiFe 合金の新しい水素化物相を発見。
新進気鋭	閉じたき裂の高精度計測のための非線形超音波映像法の開発 小原良和100
新技術・新製品	溶接部性能に優れるラインパイプ用電縫鋼管マイティーシーム®の開発 岡部能知 豊田俊介 松井 穰 伊木 聡 藪本 哲104
	脱りん脱炭連続処理プロセスの開発 小川雄司 矢野正孝 荒井雅之 升光法行 熊倉政宣107
	飽和磁束密度が高く高周波鉄損の低い Si 傾斜磁性材料 JNSF の開発 平谷多津彦 尾田善彦 浪川 操 笠井勝司 二宮弘憲110
はばたく	材料研究との出会いと現在 屋山 巴113
	海外の研究スタイルを肌で感じて 秋吉竜太郎114
新技術・新製品裏話	白金を塩酸で溶解する新技術開発の裏話 岡部 徹115
本会記事	お知らせ117 材料系学協会情報コーナー127
	会告118 次号予告127
	支部行事122 行事カレンダー129
	掲示板123 書評131
	会誌・欧文誌3号目次125 会誌編集委員会からのお知らせ132
	新入会員127
付録	2014年春期講演大会プログラム別冊

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の複写に関する権利を再委託している団体)と包括複写許諾契約を締結している場合にあつては、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。



～ 日本金属学会 冊子, オンラインジャーナル定期購読のご案内 ～

欧文誌 (Materials Transactions)

- (1) **会員個人** (共同刊行学協会含む) 消費税込・冊子送料込

	冊子	オンラインジャーナル	冊子+ オンラインジャーナル
正員	10,000 円	7,000 円	13,000 円
学生	8,000 円	4,000 円	10,000 円

- (2) **機関購読(大学類)および(企業)** 消費税込・冊子送料込

	冊子(年間)	オンラインジャーナル
機関購読(大学類)	52,400 円	お問い合わせください。
機関購読(企業)	52,400 円	200,000 円

日本金属学会誌 (Journal of the Japan Institute of Metals and Materials)

- (1) **会員個人** 消費税込・冊子送料込

	冊子	オンラインジャーナル
正員	8,400 円	無料(フリーダウンロード)
学生	4,500 円	無料(フリーダウンロード)

- (2) **非会員個人、機関購読(大学類)および(企業)** 消費税込・冊子送料込

	冊子(年間)	オンラインジャーナル
機関購読(大学類)	52,400 円	80,000 円
機関購読(企業)	52,400 円	160,000 円

※外国一般会員・外国学生会員につきましては、上記とは異なりますので、

<http://jim.or.jp/INTERNET/in003.html> をご覧下さい。

- (1) 個人のお申込み先・お問合せ先 **事務局 会員サービス**
 Tel: 022-223-3685 Fax: 022-223-6312
 member@jim.or.jp
- (2) 機関購読のお申込・お問合せ先 **丸善株式会社 学術情報ソリューション事業部 中田**
 Tel: 03-6367-6114 Fax: 03-6367-6184
 epro-j@maruzen.co.jp

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***

1. はじめに

最近われわれのグループは、原料ナノ粒子分散液への非集光レーザー照射によりさまざまな物質のサブミクロン球状粒子作製が可能であることを見出した。このようなサブミクロン球状粒子は過去のレーザープロセスに関する論文でも電子顕微鏡写真で散見されるが、ほとんどの場合目的のナノ粒子以外の不要な副生成物でしかなかった。しかしわれわれが開発した手法では、サブミクロン球状粒子が生成物の多数を占めており、レーザーを用いたナノ粒子合成法として知られる液中レーザーアブレーション法とは本質的に異なる特徴が徐々に明らかになってきた。そこでわれわれはこの手法を「液中レーザー溶融法」と名付けて、さまざまなアプローチからこの手法の研究に取り組んできている。

サブミクロン球状粒子はポリマーやガラスなどのアモルファス物質のものが市販されているが、金属や酸化物のような結晶性物質では安定結晶面が生成しやすいため球状になりにくいことからほとんど報告例がなかった。しかし、液中レーザー溶融法を利用すると酸化チタンや酸化亜鉛のような結晶性酸化物のサブミクロン球状粒子の作製が可能であり、その合成法の詳細に関しては既に論文や総説などで取りあげている⁽¹⁾⁻⁽⁶⁾。この手法は原料粒子の光吸収による加熱・溶融という現象を利用していることから非常に汎用的であり、金属のサブミクロン球状粒子も原料に光吸収があれば同様に作製可能である。本稿では、液中レーザー溶融法の特徴とこの手法を利用して金属のサブミクロン球状粒子を作製したいくつかの例を取りあげながら、本手法において重要な役割を果た

す原料粒子の凝集・分散の状態や液相組成の役割などについて概説する。

2. 液中レーザー溶融法の特徴

液中レーザー溶融法は、他の手法では作製困難な結晶性サブミクロン球状粒子の合成が可能であり、以下に挙げるようないくつかの重要な特徴がある。

(1) 粒子サイズが原料より大きくなる

ナノ粒子生成に用いられる液中レーザーアブレーション法

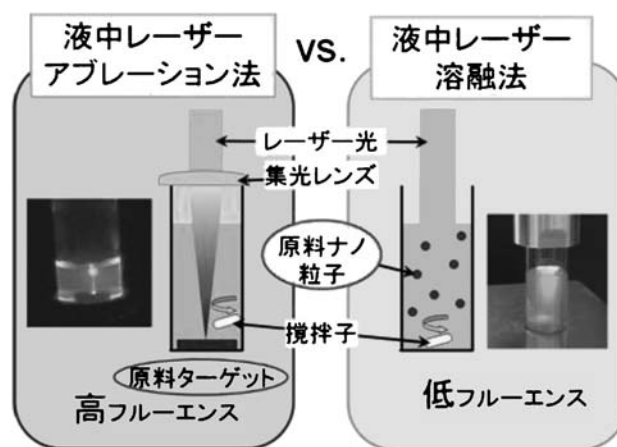


図1 液中レーザーアブレーション法と液中レーザー溶融法の比較。

* 北海道大学大学院工学研究院教授；量子理工学専攻(〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目)

** 島根大学総合理工学部准教授；物質科学科

*** 鈷産業技術総合研究所 ナノシステム研究部門 フィジカルナノプロセスグループ；主任研究員
Fabrication of Submicron Spherical Metal Particles by Laser Melting in Liquid; Naoto Koshizaki*, Takeshi Tsuji**, Yoshie Ishikawa***
(*Graduate School of Engineering, Hokkaido University, Sapporo. **Department of Materials Science, Interdisciplinary Faculty of Science and Engineering, Shimane University, Matsue. ***Nanosystem Research Institute, AIST, Tsukuba)

Keywords: laser melting in liquid, submicron spherical particles, space-selective heating, time-selective heating

2014年1月5日受理[doi:10.2320/materia.53.87]

(図1左)では通常、金属板、焼結体ペレット、単結晶のようなバルク体が原料ターゲットとして用いられるが、粉体を原料に用いることも可能である。実際、ミクロンサイズの大きなフレーク状粉体にレーザー光を照射することでアブレーションを引き起こし、多量の貴金属ナノ粒子を作製する方法⁽⁷⁾や、ナノ粒子が作製しにくい物質の微細化など⁽⁸⁾⁽⁹⁾が報告されている。いずれも粒子サイズは小さくなる方向にある。しかし一般的に言って、粒子原料の場合には生成物との区別が難しいため、バルクターゲットが主に使われてきた。

これに対し液中レーザー溶融法(図1右)では、ナノ粒子を原料としてサイズが1桁以上大きく丸い形態の粒子が得られる。このような変化は従来の液中レーザーアブレーション法ではなかった現象である。粒子生成プロセスが働いたかどうかは原料と生成物のサイズや形態の違いから明確に把握できる点が大きな特徴である。もちろん、このような現象が起こるためには多数の原料粒子の凝集・融合・溶融が必要となる。

粒子ターゲットの利点の一つは、粒子と液相との界面が熱拡散の障壁となってエネルギーが粒子に蓄積されやすくなることである。バルクターゲット(特に金属の場合)ではレーザーによって供給されるエネルギーが熱に変わったとしても、その熱がターゲット全体に急速に拡散してしまうことになり、温度上昇が粒子の場合よりも起こりにくい。

(2) 低フルーエンス

液中レーザー溶融法では液中レーザーアブレーション法で使われる値より2桁程度小さいレーザーフルーエンスが使われ、多くの場合非集光で照射する。通常のナノ秒パルスレーザーにおいて非集光照射を行うと 10^{12} W/m²以下のエネルギー密度にしかならず、このような条件下では液中レーザーアブレーション法でしばしば問題となる多光子吸収や電子放出は支配的にはなり得ないと考えられる⁽¹⁰⁾。むしろ、粒子によって吸収された光エネルギーが熱に変換され、粒子の加熱・溶融などを引き起こす過程が支配的になると考えられる⁽¹¹⁾。さらに、非集光照射により反応空間を大きくすることができ、生成量拡大に大きく貢献することになる。

(3) 空間選択的加熱

液中レーザー溶融法では、照射したレーザー光はほとんど全てが光学吸収を起こす空間的に隔たった原料ナノ粒子のみに選択的に吸収されるため(図2左)、各粒子の温度が原料物質の融点にまで加熱されたとしても、投入されたエネルギーは1粒子あたりpJオーダーでしかない。実際、実験の後には数°C程度の液温上昇が観測される程度である。電気炉加熱やガラス容器中での加熱のような一般的な加熱方法では、対象となる反応物を加熱するために周辺の媒体も加熱していることを考えれば、液相レーザー溶融法において目的の溶融反応に使われるエネルギーの利用効率は高いと考えられる。

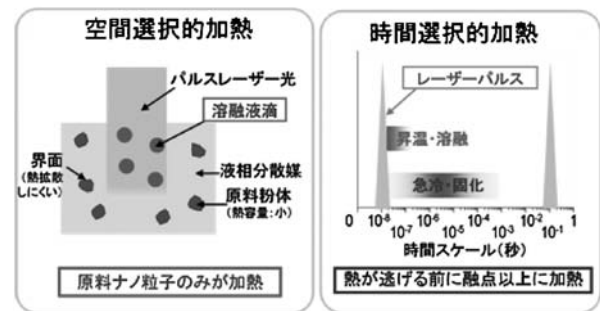


図2 液中レーザー溶融法における空間的・時間的選択加熱。

(4) 時間選択的加熱

本法ではナノ秒のパルスレーザーを使ってターゲット粒子を短時間で加熱する(図2右)。10 ns程度の時間に粒子溶融に必要なエネルギーが投入されるが、熱拡散速度の時間スケールは 10^{-4} ~ 10^{-6} 秒であることから、ほとんどの熱が液相側に散逸する前にエネルギー供給は終了する。また、レーザーのパルス周波数が10 Hz程度であることから、次のレーザーパルスまでの間に粒子は完全に冷却してしまう。長時間のレーザー光照射を行っても実際は加熱・冷却をパルス回数分だけ単純に繰り返していると考えられる。

(5) 広い材料汎用性

液中レーザー溶融法では、液中に分散した原料ナノ粒子が比較的弱いレーザー光を吸収して、粒子の温度が融点を越えることでサブミクロン球状粒子が得られることから、レーザー光を吸収するさまざまな物質のサブミクロン球状粒子が容易に作製できることがわかってきた⁽³⁾⁻⁽⁵⁾⁽¹²⁾⁻⁽¹⁴⁾。実際、金属ではAu, Ag, Cu, Feなど、酸化物ではCu₂O, FeO, WO₃, TiO₂など、半導体ではSi, GaPなどで作製可能であることを実験的に確かめている。

また、対象物質に光学吸収がない場合でも、カーボンナノ粒子を光学吸収のアシスト材として利用することで、球状粒子化が可能であることも検証している⁽¹⁵⁾。以下に、金属の結晶性サブミクロン球状粒子の作製例をいくつか紹介する。

3. 金のサブミクロン球状粒子合成と表面安定化剤の効果⁽¹⁶⁾

金のナノ粒子は凝集しやすいことがよく知られ、これを防ぐためのさまざまな表面安定化剤が多く研究されてきている。クエン酸は最もよく検討されている表面安定化剤であり、市販の金ナノ粒子分散液にも実際に使われている。金ナノ粒子を原料としてサイズの大きなサブミクロン球状粒子を生成させるには、ナノ粒子の凝集状態の変化によりどのように球状粒子が生成するかを明らかにすることが重要である。以下にこのような視点で行った研究を紹介する。

(1) 原料の金ナノ粒子の作製

金のサブミクロン球状粒子の合成実験には、既報の液中レーザーアブレーション法による金ナノ粒子作製法を利用して原料を作製した⁽¹⁷⁾。実際には、金板を蒸留水あるいはクエン酸ナトリウム水溶液の入ったガラスセル中に固定し、これに波長 1064 nm のナノ秒パルス Nd:YAG レーザー(パルス幅 10 ns, 繰り返し周波数 10 Hz)からの集光レーザービーム(フルエンス $36 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$)を照射時間10~20分で照射した。このようにして得られた金の原料ナノコロイド溶液に波長 532 nm のナノ秒パルスレーザー(パルス幅 8 ns, 繰り返し周波数 10 Hz, 典型的なフルエンス $60 \text{ mJ} \cdot \text{cm}^{-2}$)を非集光照射して金サブミクロン球状粒子作製を試みた。

(2) 水中とクエン酸溶液中での比較

純水中の金ナノコロイド原料溶液への非集光照射 ($60 \text{ mJ} \cdot \text{cm}^{-2}$)を行った場合、金のプラズモンピーク位置は長波長側にシフトしながら、徐々に吸収がなくなった。このことは粒子が徐々に大きくなりかつ沈殿していくことを示していた。実際には、照射10分後の SEM 像からサブミクロン球状粒子が形成したことが確認された。液中レーザーアブレーション法で作られたナノ粒子は安定化剤なしでも比較的安定と言われていたが、実際には凝集が避けられないことをこの実験結果は示していた。一方、金ナノ粒子の典型的な安定化剤であるクエン酸三ナトリウム 1 mM を安定化剤として用いると、原料ナノ粒子の沈殿は抑制されるが、この原料に対して非集光レーザー照射を行ってもサブミクロン球状粒子がほとんど生成しないことがわかった。

これらの事実から、サブミクロン球状粒子はレーザー照射により加熱された分散ナノ粒子同士の衝突によって生成するのではなく、レーザー照射前に凝集しているナノ粒子からサブミクロン球状粒子が形成するものと考えられた⁽²⁾。言い換えるとナノ粒子の凝集がサブミクロン球状粒子の生成には必要であることを示していた。

(3) クエン酸濃度の効果

クエン酸の濃度を 1 mM から 0.005 mM へと変化させることで原料ナノ粒子の凝集状態を制御して、得られる粒子の形態変化を観察した。図 3 は 0.05 mM で90分間照射と 0.01 mM で60分間レーザー照射 ($60 \text{ mJ} \cdot \text{cm}^{-2}$)した時の生成物の TEM 写真である。0.05 mM ではサブミクロン球状粒子は生成しないが 0.01 mM 以下ではサブミクロン球状粒子が観測されるようになる。

(4) レーザーの照射時間依存性

図 4 はクエン酸濃度を図 3 よりもさらに希薄な 0.005 mM に固定して、レーザー照射時間を変化させたときの生成粒子の SEM 写真による形態変化をまとめたものである。5分までのレーザー照射では原料からの形態変化は認められなかったが、照射 9 分経過あたりから急激にサブミクロン球状粒

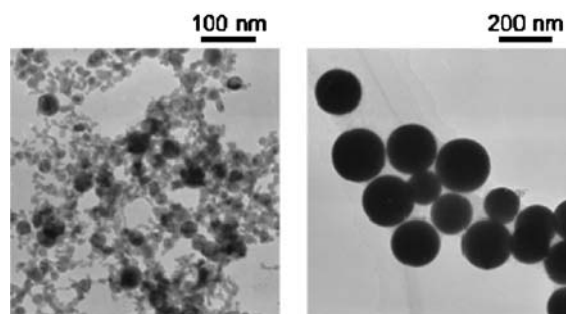


図 3 金ナノ粒子が分散した異なる濃度のクエン酸中でレーザー照射によって得られた粒子の TEM 写真。(左)0.05 mM, 90分間。(右)0.01 mM, 60分間。

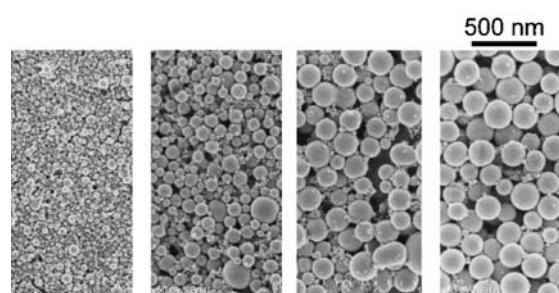


図 4 金ナノ粒子が分散したクエン酸水溶液 (0.005 mM) へのレーザー照射によって得られた粒子の SEM 写真。左から 5, 9, 11, 14分間のレーザー照射後の試料。

子が生成し始め、徐々にサイズの揃った粒子に変化していく様子がわかる。実際この変化と対応して液相の吸収スペクトルの形も変化し、照射 5 分経過後でも認められたプラズモン吸収ピークが、サブミクロン球状粒子生成とともに、急激に小さくなっていく様子が観測された。

このようにクエン酸濃度 0.005 mM では、サブミクロン球状粒子が生成し始めるまでに約 5 分の誘導時間があるところが特徴的である。このような誘導時間は純水の場合は観測されないことから、クエン酸の存在が誘導時間に大きな役割を果たしている。クエン酸は金ナノ粒子の表面に吸着していると考えられるが、パルスレーザーの照射により、金の融点近くまでの加熱・冷却を繰り返している間に金ナノ粒子から脱着あるいは分解が進むと考えられる。誘導時間が経過すると金ナノ粒子は凝集し始め、この際に照射されたレーザー光により凝集金ナノ粒子が溶融しサブミクロン球状粒子が形成されるものと考えられた。このようなモデルが正しいとすると、クエン酸水溶液濃度が大きければ誘導時間は大きくなると考えられるが、実際 0.01 mM の場合では誘導時間が 27 分と大きくなることが実験的に確認されている。

以上のように、金ナノ粒子の液中での凝集状態を制御することにより、サブミクロン球状粒子を精度よく作製できることがわかった。

4. 酸化物からの還元によるサブミクロン球状金属粒子の作製

液中レーザー溶融法を利用して、銅や鉄のような活性な金属のサブミクロン球状粒子を作製するには銅や鉄のナノ粒子が原料として必要になると考えられるが、これらの粒子は極めて活性であることから危険物に指定されており、入手は困難である。液中レーザー溶融法では、単に原料粒子の溶融によりサブミクロン球状粒子を作製するだけでなく、ナノ粒子粉体の高温化学反応を利用することが可能である。銅や鉄の酸化物ナノ粒子は容易に入手することが可能であり、これらを原料として有機溶媒中に分散してレーザー光を照射すると、有機溶媒が還元雰囲気として働き、銅や鉄のサブミクロン球状粒子を生成させることが可能である。このような実験結果の例としてCuO ナノ粒子原料から銅のサブミクロン球状粒子を作製した例を紹介する⁽³⁾。

(1) サブミクロン球状粒子の反応合成

アセトン中に分散させた原料の酸化銅ナノ粒子(図5上)にパルスレーザー光を照射して粒子だけを1000°C以上の高温に加熱・溶融させると、融解した原料が急冷することでサブミクロン球状粒子(図5下)が生成した。照射前後の粒子のX線回折スペクトルから原料のCuOからCu₂OやCuを含む相に変化(還元)していることがわかった。このような変化は照射するレーザー光のフルーエンスに強く依存した。

(2) サブミクロン球状粒子サイズのフルーエンス依存性

図6は異なるフルーエンスのレーザー光を照射したときに生成する粒子サイズのフルーエンス依存性を示したものである。フルーエンスが小さい場合は原料の粒子サイズとほとんど変わらないが、あるしきい値を超えると粒子サイズがサブ

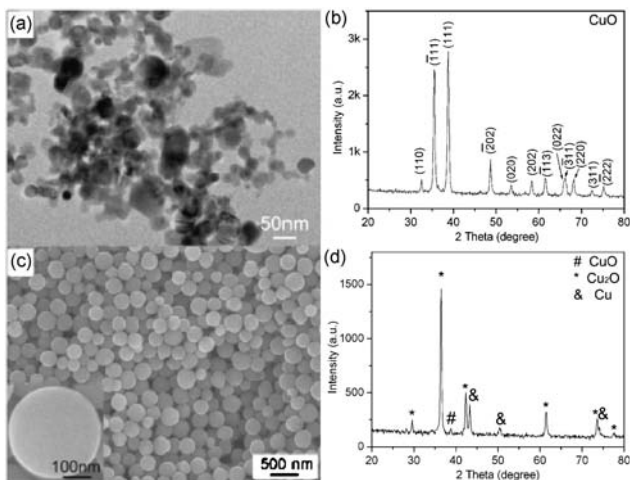


図5 CuO ナノ粒子原料のTEM写真(上)とレーザー光照射により生成したサブミクロン球状粒子のSEM写真(下), および対応するXRDスペクトル。レーザー照射条件は $\lambda = 355 \text{ nm}$, $66 \text{ mJ pulse}^{-1} \text{ cm}^{-2}$, 30分, アセトン中。

ミクロンサイズに増加し球状粒子が生成するようになる。これは、原料ナノ粒子の温度が融点を超えて溶融液滴が瞬間的に生成しているためと考えられる。さらにフルーエンスを増加させると粒子温度が沸点を超えて瞬時に気化蒸発するようになり、生成した粒子のサイズが急激に小さくなる。このような高いフルーエンスは、ナノ粒子合成のための液中レーザーアブレーション法で用いられるエネルギー範囲と考えられる。このように、投入するエネルギーに応じて原料粒子の固体状態、液体状態、気体状態を反映した粒子が生成物として得られると考えられた。

(3) サブミクロン球状粒子組成のフルーエンス依存性

さらに、本手法のもう一つの大きな特徴は、サブミクロン球状粒子が生成するフルーエンス範囲で、高温化学反応が引き起こされるという点である。酸化銅(CuO)ナノ粒子を原料としてアセトン中で非集光レーザー照射を行うと、図7のように生成物はフルーエンスによってCuOからCu₂O, Cuへと徐々に変化した。レーザー光が照射されると原料粒子の温度は融点を超えて1300~1700°Cに短時間で到達する。このような高温の粒子に接しているアセトン分子は熱分解を起こし、炭素、水素、一酸化炭素、メタン、エチレンなどの分子が生成し、これらの物質はCuOを還元することが可能であることが熱力学的に予測される。これらの分子による高温還

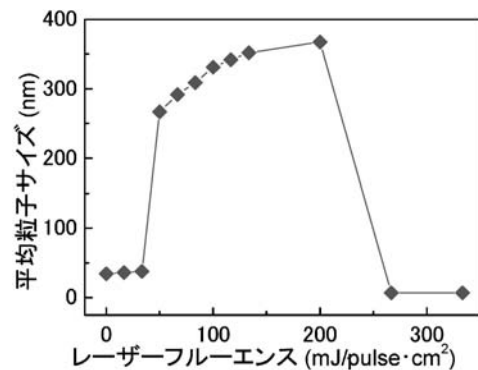


図6 照射したレーザーのフルーエンスと生成粒子サイズとの関係。

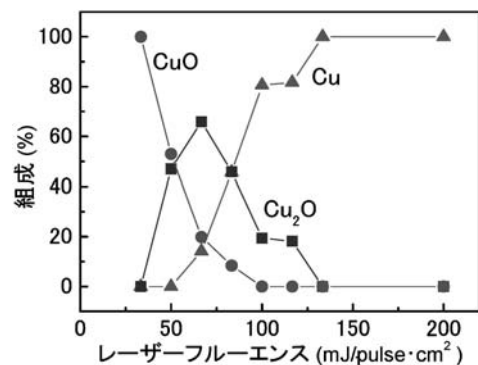


図7 照射したレーザーのフルーエンスと生成粒子組成との関係。

元反応により生成物の組成が変化したものと考えられる。

以上のように、本手法を用いることで、金属酸化物の高温還元反応を室温大気圧環境下の液体中で実現できることがわかった。このような変化はアセトン以外の有機溶媒を使った場合でも同様の現象を引き起こすことがわかっている。一方、液体として水を用いた場合は、Cu金属の球状粒子は全く得られず、CuOの高温熱分解相であるCu₂Oあるいはこれが再酸化したCuOが観測されるだけである⁽¹⁸⁾。

このようにして得られた銅のサブミクロン球状粒子は比表面積がナノ粒子よりも小さいことから、ナノ粒子分散液と比べて液中に保存した状態ではるかに長い時間銅色を保って安定に存在することもわかっている。

5. 混合コロイド溶液からのサブミクロン球状合金粒子の合成

液中レーザー溶融法では、ナノ粒子原料を液中に分散してレーザー光を照射するだけでサブミクロン球状粒子が得られるが、2種類のナノ粒子原料を液中で混合してレーザー光を照射すれば、ナノ粒子同士の相互作用があれば2成分から構成されるサブミクロン球状合金粒子やサブミクロン球状複合粒子の生成が期待される。ここでは金-酸化鉄および金-酸化コバルトの2成分原料粒子系を有機溶媒中に分散してレーザー照射することで、Au-FeあるいはAu-Coの2成分系サブミクロン球状粒子の作製を試みた実験結果について紹介する。

(1) 金-酸化鉄混合コロイド溶液の場合⁽¹⁹⁾

塩化鉄の加水分解により作製した平均粒径5nmの酸化鉄(マグネタイト Fe₃O₄)ナノ粒子原料と3章と同様に液中レーザーアブレーション法により作製した平均粒径20nmの金ナノ粒子を原料として用いた。これらを混合したコロイド溶液(アルコールなどの有機溶媒溶液)は図8(a)のように強く凝集していた。レーザー照射によりサブミクロン球状粒子が徐々に生成し始め、1時間の照射で450nm径の平滑な表面をもった球状粒子のみが図8(b)、(c)のように生成した。形態が球状であることから、レーザー照射時に粒子の温度がマグネタイトの融点1600°Cと金の融点1064°Cを超えていることが示唆された。図8(c)のTEM写真から球状粒子の内部

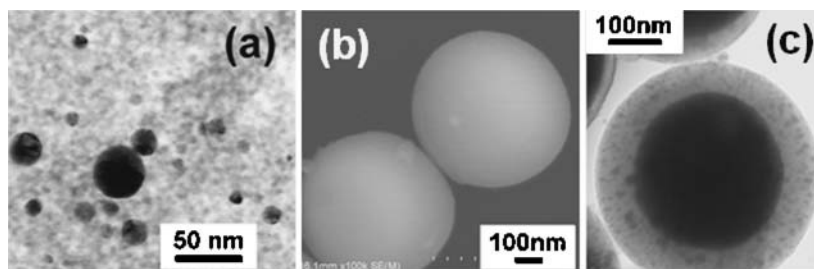


図8 (a) レーザー照射前の金とマグネタイトナノ粒子分散混合溶液を乾燥させて得た粒子のTEM写真、およびレーザー照射後に得られた粒子の(b) SEM写真と(c) TEM写真。

はコア直径300nm、シェル厚さ75nmのコア-シェル構造であることがわかる。このような形態の変化に対応して粒子の色が変化し、金のプラズモン吸収に起因する赤い色が消失した。単一粒子のEDS分析結果からFe-Au-O多成分複合粒子の生成が確認され、コア相はAuリッチ、シェル相はFeリッチであることもわかった。

このような複合粒子の構造を解明するため、Auは溶解しないがFe成分(金属鉄、酸化鉄)は溶解する塩酸による処理を複合粒子に施した。塩酸処理前は図8(b)のようになめらかな表面をもつ球状粒子であったが、処理後は図9のように非常にポーラスな構造に変化した。酸処理後の孤立粒子のAu:Fe原子比はEDS分析から粒子の中心部と表面でほぼ等しく90:10であり、均一な組成ではあるがFeが若干残っていた。レーザー照射後で塩酸処理前の粒子はXRDパターンから金(Au)、金-鉄(Au-Fe)固溶合金相、ウスタイト(FeO)の混合相であり、その重量比は45:36:19だった。一方、塩酸処理後の均一相は、主成分はAuであるが、fcc Au-Fe合金相が観測されその重量比はAu:(Au-Fe)=80:20だった。

このような結果から、レーザー照射後のコア-シェル構造生成は、低融点のAuがレーザーパルスにより溶融-固化を繰り返す間に、マグネタイトが有機溶媒によって還元されて生成する金属Fe成分がAu中に取り込まれる一方、金属Feまで還元されなかったウスタイトはAuの中に取り込まれずに粒子表面に析出する過程を経るものと考えられた。

(2) 金-酸化コバルト混合コロイド溶液の場合⁽²⁰⁾

同様の実験を、金コロイド溶液と市販の酸化コバルトナノ粒子を原料にしてエタノール中でレーザー照射を行った。金-酸化鉄の場合と同様に比較的容易にサブミクロン球状粒

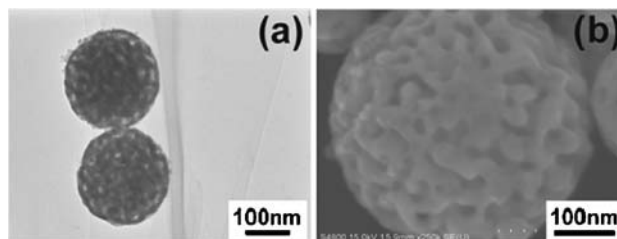


図9 塩酸処理後のAu/Fe_xO_y複合粒子の(a) TEM写真と(b) SEM写真。

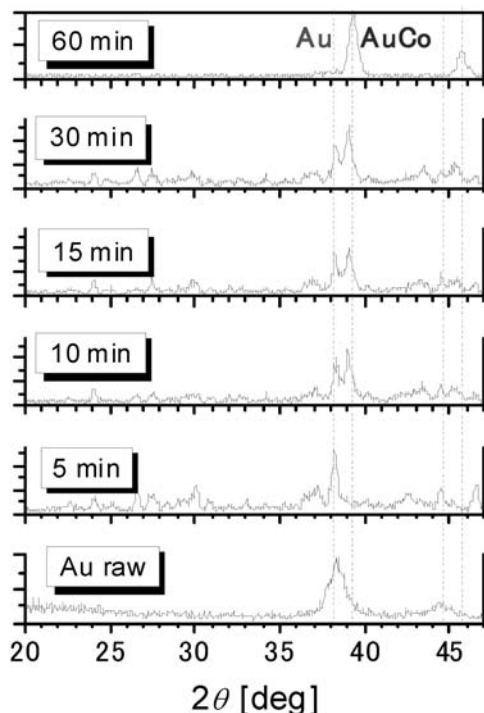


図10 液中レーザー溶融法により得られた AuCo サブミクロン球状粒子の XRD パターンのレーザー照射時間依存性。一番下が Au ナノ粒子原料。

子が得られた。この際のレーザー照射時間に伴う XRD スペクトルの変化を図10に示す。照射時間の増加に伴い、Auの回折ピークが徐々に小さくなるが、一方 Au-Co 固溶合金のピークが大きくなった。Au-Co 二元系合金は共晶型であり、通常的手法では合金を作りにくい系として知られているが、本手法により合金を作らない組合せでも固溶合金ができることがわかった。

液中レーザー溶融法は、多くの場合その反応過程はある程度熱力学的に説明できることが還元反応や炭化反応を起こす系で確認されてきているが、この例では非固溶性の合金の組み合わせでも合金が生成することを示している。本プロセスでは急冷プロセスという側面ももっているため、非平衡反応性が導入される可能性もあるが、その詳細はまだ明らかになっていないため、今後の研究が必要である。

いずれにせよこれらの結果は、液中レーザー溶融法により2成分の混合コロイド溶液から簡単に複合サブミクロン球状粒子を作製できること、化学処理を使うことによりポーラスな構造を制御したサブミクロン球状粒子を作製できること、非固溶性の合金粒子の作製も可能であること、などを示しており、これまでになくユニークな複合構造サブミクロン球状粒子作製法としての応用が期待できる。

6. 液中分散原料粒子の溶融に必要なレーザーフルーエンス⁽²¹⁾

上記のように液体中に分散したナノ粒子への空間的・時間

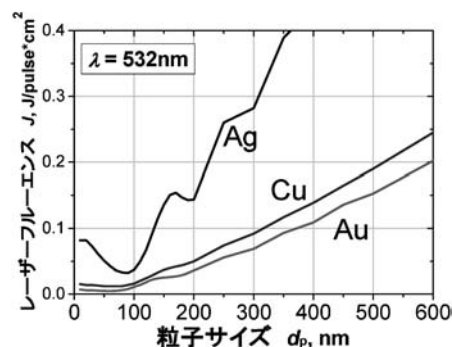


図11 液中レーザー溶融法により粒子溶融に必要なレーザーフルーエンスの粒子サイズ依存性。波長が 532 nm のレーザー光を用いた場合の Au, Ag, Cu の計算値。

的選択加熱により、低フルーエンスレーザー光の1パルス照射によって1個の粒子に対して供給されるエネルギーは全て粒子の加熱・溶融に使われるものと考えられる。ある物質の粒子を室温からある温度まで加熱するために必要なモルエンタルピーを ΔH とすると、直径 d の球状粒子1個が必要な熱量 Q は

$$Q = \Delta H \cdot \frac{\pi \rho}{6M} d^3 \quad (1)$$

と表される。ここで、 ρ は密度、 M は式量である。 ΔH は、例えば粒子を室温から加熱して完全に溶融させて液体のみになるまでを考えると、融点までの加熱のエンタルピーと融解のエンタルピーの和になる。

一方、レーザー光のエネルギーのうち粒子に吸収されて粒子加熱に使われ得るエネルギーは

$$Q(\lambda, d) = J \cdot \sigma_{\text{abs}}^{\text{eff}}(\lambda, d) \cdot (\pi d^2/4) \quad (2)$$

ここで、 $\sigma_{\text{abs}}^{\text{eff}}(\lambda, d)$ は有効光吸収断面積 (= 光吸収断面積/幾何学的断面積) で、レーザーの波長 λ と球状粒子径 d 、その物質の屈折率 n と消光係数 k が決まれば、球状粒子の Mie 理論⁽²²⁾⁽²³⁾により計算が可能である。この2つの式を等しいと置くことで1パルスのレーザー照射でサイズ d の粒子を溶融させるために必要なフルーエンスが得られる。

$$J = \frac{2\rho\Delta H}{3M} \cdot \frac{d}{\sigma_{\text{abs}}^{\text{eff}}(\lambda, d)} \quad (3)$$

図11は、波長 532 nm の光に対しての Au, Ag, Cu の n や k の文献値⁽²⁴⁾から、その完全溶融を引き起こすために必要なフルーエンスの粒子サイズ依存性を計算した例である。粒子サイズ d が大きくなると $\sigma_{\text{abs}}^{\text{eff}}(\lambda, d)$ は一定値に近づくため J は d に比例して大きくなる。すなわち、大きい粒子ほど融解しにくくなる。Ag では 100 nm 前後の粒子が最も溶融しやすく、Au はプラズモン吸収波長に近いいため、最も小さなフルーエンスで溶融する。

レーザー照射時間を長くすると粒子サイズは徐々に大きくなるが、これは粒子同士の融合によるものと考えられる。しかし、粒子が大きくなり過ぎると供給されるレーザーエネルギーでは粒子が溶融しなくなり、融合が起こらなくなる。本

放射光その場観察と高温高压技術を 組み合わせた Ti 系合金水素化物に関する研究

遠藤 成輝¹⁾ 齋藤 寛之²⁾
町田 晃彦²⁾ 片山 芳則³⁾

1. はじめに

新規材料探索において圧力というパラメータを加えることで、材料探索の自由度を増すことができる。それは圧力を印加することで構成元素の価数、物質の融点、結晶および電子構造などに変化がもたらされ、常圧下とは異なる熱力学的平衡状態が実現されるためである。現在までに様々な分野で高压合成によって常圧近傍では得ることのできない新奇物質が報告されている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。

キュービックマルチアンビルプレス(以下マルチアンビルプレス)を用いた金属水素化物の高温高压合成は、これまで Li 系⁽⁴⁾や Mg 系⁽⁵⁾を中心に多数報告されてきた。本稿では高压を 1 GPa(1 万気圧)を超える圧力領域とする。この圧力領域では水素の分子間距離が短くなり、水素はガス(気体)としてではなく水素流体として存在する⁽⁶⁾。水素の化学ポテンシャルが急増し、常圧近傍(本稿では数十 MPa 以下の圧力領域とする)では水素化しない難水素化金属も水素化物を形成するようになる。また、高压下ではファントホッフの関係より水素化物の熱力学的安定性が増すため、常圧近傍では脱水素や不均化(水素吸蔵による分解)を生じる高温でも水素化物が安定に存在できるようになる。常圧近傍よりも高い温度で水素化が可能となり、良く知られた水素吸蔵合金であっても高温高压下特有の水素化反応を生じ新規水素化物を形成することも考えられる。

本稿では CsCl 型構造を有する Ti 系合金の高温高压水素化反応について紹介する。CsCl 型 Ti 系合金の中で水素貯蔵

材料として最も多くの研究がなされているのが TiFe 合金である⁽⁷⁾。TiFe 合金は LaNi₅ と並び典型水素吸蔵合金の 1 つであり、その優れた水素吸蔵放出特性以外に構成元素が Ti と Fe からなるため安全で安価・資源量が豊富というメリットも有している。最近では主に定置式水素貯蔵装置システムに組み込む貯蔵材料として着目され、初期活性化の改善や耐久性の向上等の研究開発⁽⁸⁾⁻⁽¹⁰⁾が精力的に行われている。

われわれが TiFe 合金を選んだ理由は CsCl 型構造に注目したためである。図 1 に示すように CsCl 型構造の単位格子は体心立方晶(BCC)に類似した構造をとる。この図では体心の位置に Ti 原子、コーナーの位置に Fe 原子が配置している。この単位格子中に水素が侵入する格子間侵入サイトは、金属原子 1 個当たり八面体(O)サイトが 3 個、四面体(T)サイトが 6 個存在する⁽⁶⁾。TiFe 合金の常圧近傍の水素化では水素は全て O サイトにのみ侵入し、水素吸蔵量が金属原子 1 個当たり 1 個程度(H/M~1)の γ 相と呼ばれる水素化物を形成する⁽¹¹⁾。つまり残りの 8 個(O サイト 2 個, T サ



図1 CsCl 型 TiFe 合金の単位格子と水素の格子間侵入サイト。

* 日本原子力研究開発機構 量子ビーム応用研究部門 高密度物質研究グループ; 1) 博士研究員 2) 研究副主幹 3) 副部門長(〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1)

Researches on Ti-alloy Hydrides under High Pressure and High Temperature with the Aid of In-situ Synchrotron Radiation X-ray Diffraction Measurements; Naruki Endo, Hiroyuki Saitoh, Akihiko Machida, Yoshinori Katayama (Quantum Beam Science Directorate, Japan Atomic Energy Agency, Sayo, Hyogo)

Keywords: metal hydrides, synchrotron radiation X-rays, in-situ measurements, high pressure synthesis, TiFe

2013年12月28日受理[doi:10.2320/materia.53.94]

イト6個)は非占有で残存していることになる。われわれはこれらの残存格子間サイトへGPa級の高压と高温の極限環境を利用して強制的に水素を吸蔵させ、高水素濃度化を実現できないかと考えた。これがTiFe合金を高温高压下で水素化させる最大のモチベーションである。加えてCsCl型構造は最密充填構造に比べて低充填率であることから圧力誘起の構造相転移を生じやすい。新規高压相が水素流体と反応し、その結果として新規水素化物が形成される可能性も考えられる。

未知なCsCl型Ti系合金の高温高压水素化反応を調べる上ではTiH₂の高温高压状態図がレファレンスとして必要となる。本稿では先ずTiH₂の高温高压状態図の決定について紹介し、その後にCsCl型Ti系合金の高温高压水素化反応について説明する。

2. 実験手法

マルチアンビルプレスによる高温高压合成において放射光その場観察は極めて有力な実験技術となる。なぜなら高温高压下の試料の構造情報を迅速にその場で得ることが可能になるからである。マルチアンビルプレスによる高压発生は、試料をセットした立方体形状の圧力媒体を6方向からピストン(アンビル)で押し込むことによって行われる。圧力媒体中には試料の他ヒーター、水素発生源や水素封止材などが組み込まれる。このような種々のパーツを圧力媒体中に組み込んだ一式を高压セルと呼ぶ。試料周囲がいくつもの高压セルパーツで覆われているため、実験室系のX線回折測定装置では高温高压下の試料の構造情報を得るには長時間の測定が不可欠である。大型放射光施設SPring-8から発生される高輝度X線を利用することで高温高压下の試料の構造情報を短時間(2分以下)で得ることが可能になる⁽¹²⁾。図2に本研究で用いた高温高压放射光その場観察システムの模式図を示す。アンビルの隙間から放射光X線を高压セル中の試料に照射し、試料からの回折X線を検出することで高温高压下の試料の構造情報が得られる。その場観察が行えると、反応

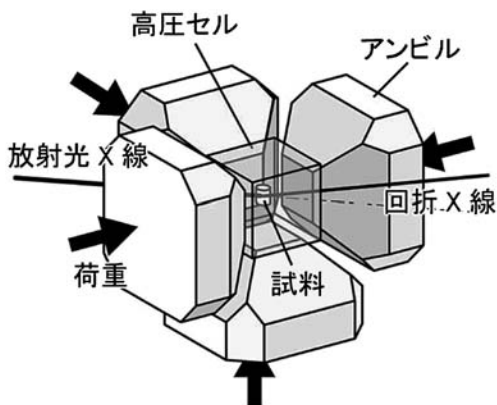


図2 キュービックマルチアンビルプレスを用いた高温高压放射光その場観察の模式図(上部と手前のアンビルは省略してある)。

の生じる温度・圧力・時間を迅速に決定でき、新規金属水素化物の合成条件を短時間で最適化できる。加えて高温高压下における試料の熱力学的安定条件も調べられ、温度-圧力反応図などの様々な知見が得られる。

このように放射光その場観察と高温高压合成を組み合わせた手法は極めて有効であるが、その実験を可能とする設備が世界的にも限られている。そのため、本手法を用いた新規金属水素化物の合成例は少数にとどまっている。われわれのグループでは本手法を駆使し難水素化金属Al⁽¹³⁾・Al基金⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾の水素化、Fe錯体水素化物⁽¹⁶⁾ならびにペロフスカイト構造Li水素化物⁽¹⁷⁾などの合成に成功している。より詳細な実験手法については文献を参照されたい⁽¹⁸⁾。

3. TiH₂ 高温高压状態図の決定

Ti系合金の高温高压水素化反応を調べる上でTiH₂の高温高压下における状態図が必要となる。それは高温高压水素化反応で生じるTiH₂の生成を伴う不均化反応を検出するためである。参照できるデータが無ければ高温高压水素化反応中に生じるX線回折プロファイルの変化が、新規水素化物の形成で生じているのか、あるいは不均化反応によるTiH₂の生成により生じているのか判断することが困難である。

図3にわれわれが求めたTiH₂の温度圧力状態図⁽¹⁹⁾を過去の報告⁽²⁰⁾と併せて示す。過去の報告の低压側では高温相(面心立方晶構造; FCC)と低温相(体心正方晶構造; BCT)の二相共存が約200°Cの温度範囲で観察され、高压側では全ての温度域でBCTとなっている。この状態図は測定範囲が限られ相境界も不明確なため、定量的に高温高压状態図が決定されているとは言い難い。より詳細な実験を行い、正確な相転移温度を求めることが必要であると考えた。われわれは広い二相共存領域を示す理由を加圧によって導入された歪が相転移を妨げているためと考え、各圧力での測定前に熱処理で歪を緩和させてから相転移温度を求めた⁽¹⁹⁾。その結果、

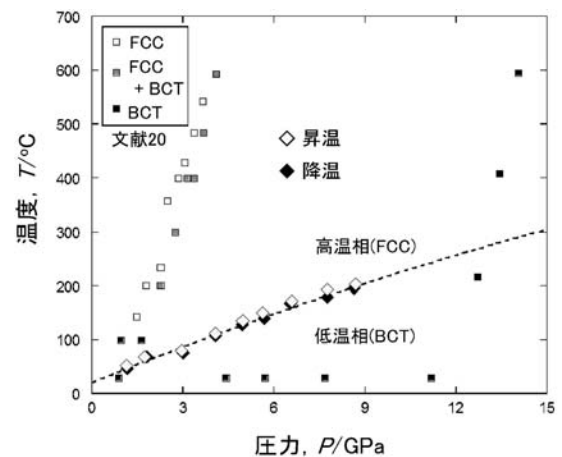


図3 放射光その場観察によって決定されたTiH₂高温相と低温相の相境界(図中菱形および点線)。四角は文献(20)の報告。

図3に示すように明瞭な相境界とその圧力依存性を決定することに成功した。またTiH₂の格子体積の温度圧力関係(状態方程式)を決定した。これは以下に紹介する合成実験における参照値として利用した。

4. TiFe合金の高温高圧水素化反応

TiFe合金の水素化は5 GPa, 600°Cの条件で行った⁽²¹⁾。この温度で行った理由は、試料の表面酸化物などが水素化を阻害し500°Cまでの条件では反応が十分に進行しなかったためである。なおマルチアンビルプレスを用いた高温高圧実験では試料と空気の接触を完全に避けることができないため、試料は活性化処理を行わずに用いた。図4に高温高圧水素流体中に保持したTiFe合金から得られたX線回折プロファイルを示す。試料を600°Cに加熱した直後(図4(a))は水素を吸蔵していなかった。図4(b)の8分保持したX線回折プロファイルを見ると、110と200ブラッグピークが低エネルギー側へ僅かにシフトしている。これは格子の膨張に対応しており、水素が金属格子間に侵入し、水素固溶体(I相)を形成したことを示す。続けて水素流体中に保持すると、I相のピークが低エネルギー側へシフトすると共にその強度は低下した。またそれと併せて新たなピークがI相の低エネルギー側に出現した(図4(c))。これは新たな相(水素化物相)を形成したことを示す。この水素化物をII相とする。II相のピークは立方晶の単位格子で指数付けすることができた。このことから金属格子に歪が導入されず、立方晶を維持して水素を吸蔵していることが分かった。図4(d)から見てとれるとおり、その後続けて水素流体中に保持するとII相の格子膨張

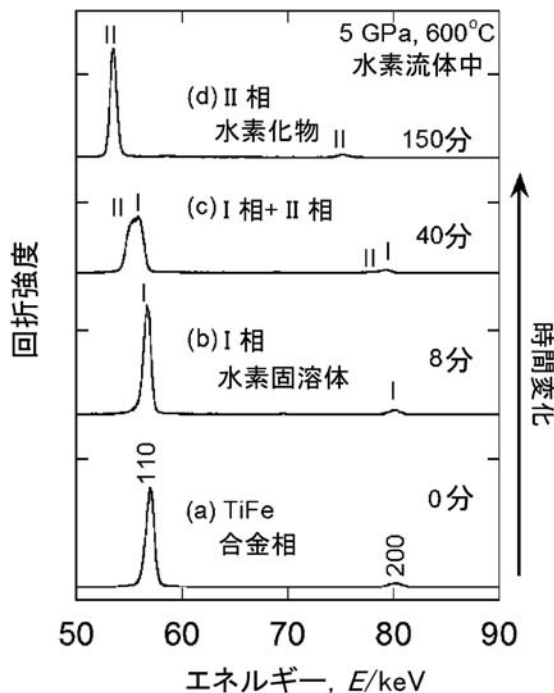


図4 5 GPa, 600°Cの水素流体中に保持したTiFe合金から得られたX線回折プロファイル。

が進み、II相単相となった。II相の格子膨張後は不均化反応を生じてTiH₂とTiFe₂に分解した。TiFe合金の常圧近傍の水素化では水素吸蔵に伴い水素固溶体のα相(H/M < 0.1)、水素化物の斜方晶構造⁽¹¹⁾のβ相(H/M ~ 0.5)および斜方晶構造⁽¹¹⁾あるいは単斜晶構造⁽²²⁾のγ相(H/M ~ 1)を形成し、立方晶から大きく結晶格子を歪ませる。高温高圧下では常圧近傍の水素化反応とは異なる水素吸蔵プロセスで水素化反応が進行することが分かった。

図5にI相とII相の格子体積を反応時間に対してプロットした結果を示す。II相は600°Cに加熱した10分後に出現した。I相とII相の共存下において、I相は格子体積を増加させるが、II相の格子体積はほとんど増加しなかった。II相が単相となる62分後から格子体積は増加し、不均化が生じる150分後まではほぼ連続的に膨張した。

ここで、I相からII相への構造変化をより詳細に見てみる。図6(a)に図4で示したX線回折プロファイルの拡大図を示す。I相のピーク強度が減少するに伴い、II相の110および200のピーク強度は増加した。一方、CsCl型構造由来の111および210ピーク強度は図6(a)矢印で示したように徐々に減少し、図6(a)上段の150分経過後ではほとんど消失した。これはII相では111および210ピークが禁制反射となるBCC構造に変化し、回折ピークが測定されなくなるためと説明される⁽²³⁾。つまりTiとFe原子が定まったサイトに配置している規則相のCsCl型構造から、各原子がランダムに配置した不規則相のBCC構造へ規則-不規則転移(図6(b))を生じたことが分かった。これは高温高圧下においてもTiFe合金単体では観察されない現象で、水素化物特有の構造相転移である。本研究によってBCC構造のTiFe合金水素化物が初めて見出された。このBCC水素化物は常温常圧下に回収することはできず高温高圧下でのみ存在した。

高温高圧下で生じる水素誘起規則-不規則転移には主に2つの要因があると考察している⁽²¹⁾。1つは高温によるエントロピー効果の増加である。先に述べたように高圧の効果に

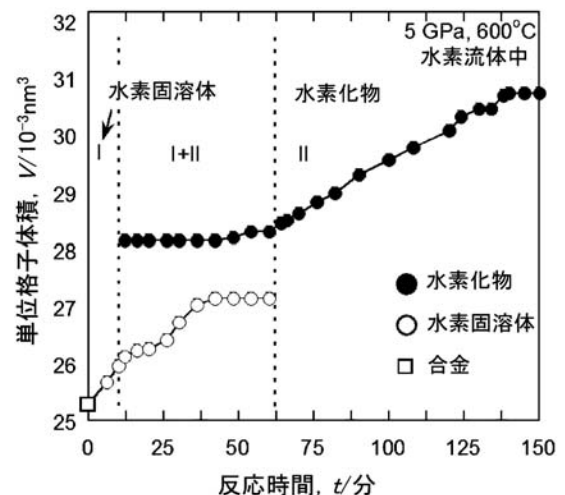


図5 水素固溶体(I相)および水素化物(II相)の単位格子体積の時間変化。

より水素化物の熱力学的安定性が上昇し、高温でも存在できるようになる。常圧近傍の水素化では水素吸蔵により結晶格子を歪ませることで系のエネルギーを下げて安定化している。一方、高温高压下ではギブスの自由エネルギーにおけるエントロピーの効果が増え、結晶格子を歪ませるよりも各原子をランダムに配置させた方がエネルギー的に有利になると考えられる。2つ目が格子膨張による拡散の促進である。高压下では合金の水素固溶度が増え常圧近傍に比べて高水素濃度の固溶体が形成される⁽⁶⁾。そのため水素固溶体(I相)は常圧近傍と比べCsCl型構造を維持したまま格子を大きく膨張する。すると構成元素のFeおよびTi原子が拡散し易くな

り、それぞれがランダムに配置したBCC構造を形成するようになると考えている。

BCC水素化物は水素化反応によって最大で21%ほど体積を膨張させた。これは常圧近傍の水素化で得られる最大水素量の γ 相(H/M \sim 1)の18%よりも大きな値であった。一般に侵入型水素化物では水素吸蔵量と体積膨張は比例関係にあるので⁽⁶⁾、この結果は水素吸蔵量の増加を示唆する。最近理論計算によってTiFeH₄(H/M=2)の安定性が報告された⁽²⁴⁾。この水素化物は常圧近傍では不安定であるため、実現するためには合金組成・温度・圧力などの制御が必要と報告されている。また常圧近傍の水素化で最大水素吸蔵量を示す吸蔵合金はTi-V系などのBCC系合金である⁽²⁵⁾。高温高压下で実現されたBCC水素化物も、その水素吸蔵量が常圧近傍の水素化で得られる規則相である γ 相よりも増加することが考えられる。しかしBCC水素化物は常温常圧下に回収することができず高温高压下でのみ存在するため、定量的に水素吸蔵量を評価することが困難であった。そこで間接的な評価ではあるが、水素吸蔵量が既知の γ 相の格子体積とBCC水素化物の格子体積を同一の温度圧力条件で比較し、その大小からBCC水素化物の水素吸蔵量を見積もることを試みた。BCC水素化物の格子体積が γ 相よりも大きければ水素吸蔵量が増加したと判断できると考えた。

なお圧力を上げた10 GPa、600°Cの条件においても同様に、規則-不規則転移を生じBCC水素化物が形成される結果が得られた。圧力を上げた場合でもBCC水素化物の体積膨張は5 GPaと等しく21%程度であった。

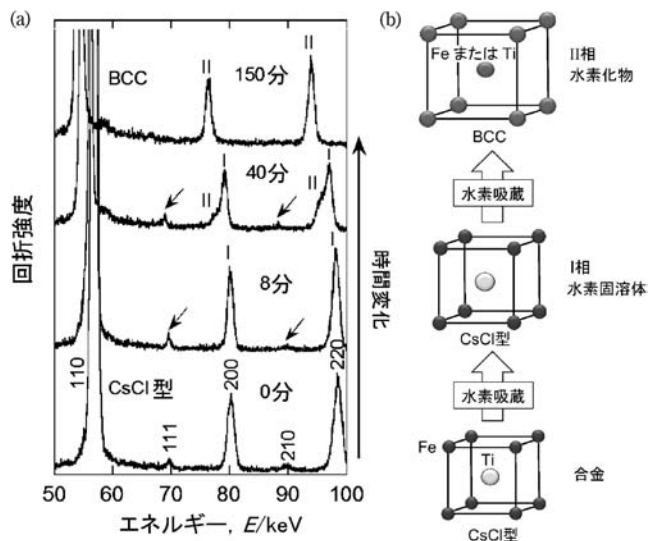


図6 (a)図4の拡大図。矢印で示したCsCl型構造由来の111および210ピークがII相形成と共に消失する過程が見て取れる。これは結晶構造がCsCl型構造からBCC構造へ変化したことを表している。(b)CsCl型構造からBCC構造への規則-不規則転移の模式図。放射光実験では水素位置を求めることができないため水素は示していない。

5. TiFe_{0.8}Mn_{0.2}合金を用いたBCC水素化物の水素吸蔵量評価

格子体積の比較によって水素吸蔵量を見積もるためには γ 相の調製が必要となる。しかし二元系のTiFe合金では活性化処理が煩雑で時間もかかり、 γ 相の調製が難しい⁽⁷⁾。そこ

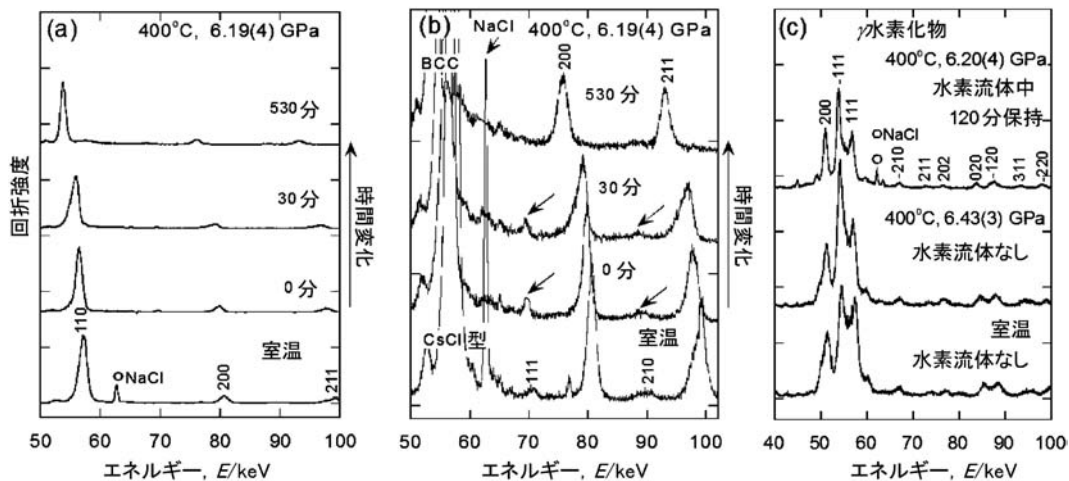


図7 (a)高温高压水素流体中に保持したTiFe_{0.8}Mn_{0.2}合金から得られたX線回折プロファイル。(b)図7(a)の拡大図。(c) γ 相(H/M=0.9)の高圧下におけるX線回折プロファイル。

でFeの一部をMnで置換した三元系 $\text{TiFe}_{0.8}\text{Mn}_{0.2}$ 合金に着目した。この合金は活性化処理をしなくても水素を吸蔵し⁽¹⁰⁾、 γ 相が調製可能というメリットを有している⁽²⁶⁾。さらに水素吸蔵量は $\text{H}/\text{M}=0.9$ と TiFe 合金に近い。

本実験での水素化反応温度は TiFe 合金の場合と比べて 200°C 低い 400°C に設定した⁽²⁷⁾。図7(a)に水素流体中に保持した $\text{TiFe}_{0.8}\text{Mn}_{0.2}$ 合金から得られた X 線回折プロファイルを示す。この結果から $\text{TiFe}_{0.8}\text{Mn}_{0.2}$ 合金は TiFe 合金と同様に立方晶構造を維持したまま格子を膨張させていることが分かる。30分保持した回折プロファイルでピークが非対称なのは固溶体から水素化物が形成したためである。形成した水素化物相は170分ほどで単相となり、その後ゆっくりと格子を膨張させた。格子膨張は530分で終了し、不均化を生じることなく水素化物はそのまま安定して存在した。これにより $\text{TiFe}_{0.8}\text{Mn}_{0.2}$ 合金は 400°C でも水素化反応が進行し不均化を生じないことが分かった。 TiFe 合金の高温高压水素化反応が観察された 600°C では、わずか10分程度で格子膨張が終了し、不均化を生じた。これらの結果は Mn 部分置換効果が高温高压水素化反応でも現れたことを示している。図7(b)は図7(a)で示した X 線回折プロファイルの拡大図である。合金中に存在するラーベス相や Ti 相などの不純物からのピークが見られるが⁽²⁶⁾、 TiFe 合金の場合と同様に水素化物のピークが出現して低エネルギー側にシフトすると共に CsCl 型構造由来の111および210ピークが消失していく過程が観測された(図7(b)矢印)。この結果より $\text{TiFe}_{0.8}\text{Mn}_{0.2}$ 合金においても水素誘起規則-不規則転移を生じ、BCC 水素化物が形成されることが分かった。形成された BCC 水素化物は TiFe 合金の場合と同様に常温常圧下に回収できず、高温高压下でのみ存在した。

γ 相 ($\text{H}/\text{M}=0.9$) の高压下における X 線回折プロファイルを図7(c)に示す。下段が室温における X 線回折プロファイルである。高压下における室温の構造は常温常圧下の構造と変わらず、単斜晶構造を示した。 γ 相の構造は単斜晶⁽²²⁾および斜方晶⁽¹¹⁾の報告があるが本研究では単斜晶を採用した。なおいずれの構造で格子体積を算出しても以下の議論に影響を及ぼす違いは生じないことを確認している。中段は 400°C における X 線回折プロファイルを示す。加圧によって導入された歪が加熱によって緩和されピークがわずかにシャープになった。58 keV 付近の -111 と 111 のピーク強度が低くなったが、各ピークの d 値にはほとんど変化は無かった。 γ 相は高温高压下で数時間保持しても構造は変わらず、BCC 構造に変態しなかった。これは γ 相を水素流体中に保持しても同様であった(図7(c)上段)。

次に BCC 構造と γ 相の単斜晶構造についてみていく。図8(a)に CsCl 型構造と γ 相の結晶構造を示す⁽²²⁾。CsCl 型構造の単位格子は図8(a)上段の点線で示している。なお BCC 構造は CsCl 型構造での各原子がランダムに配置したものである。常圧近傍での水素化では水素が特定の O サイトに侵入するために、図8(a)下段に示したように水素化によって金属格子が立方晶から単斜晶に歪む⁽²²⁾。図8(a)に示したと

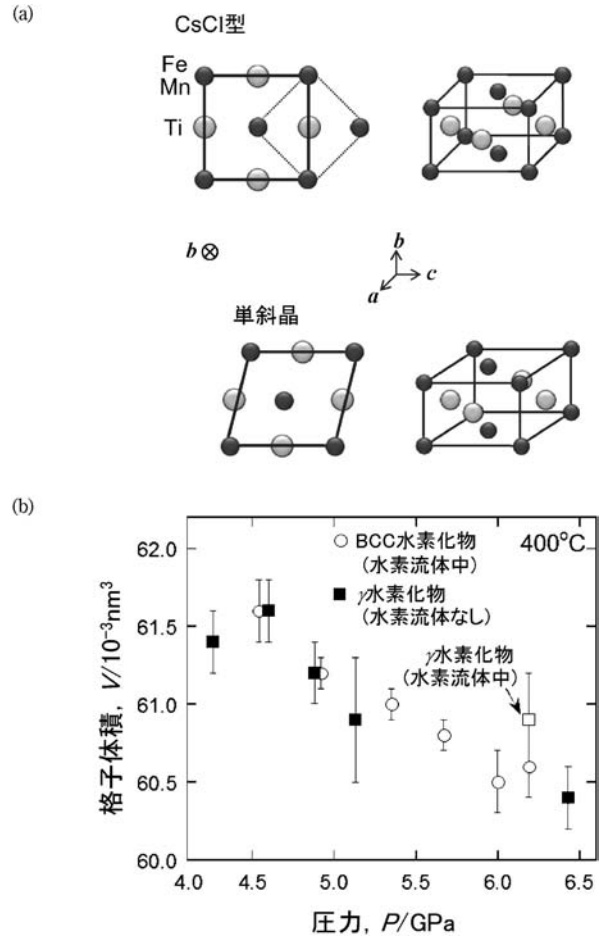


図8 (a) CsCl 型構造と γ 相の単位格子の比較。CsCl 型構造の単位格子は平面図中の点線で示した。(b) 400°C における BCC 水素化物および γ 相の格子体積の圧力依存性。

おり γ 相の単位格子を形成する原子数は、CsCl 型構造の単位格子に含まれる原子数の 2 倍に等しい。図8(b)に 400°C における BCC 水素化物および γ 相の格子体積の圧力依存性を示す。BCC 水素化物の格子体積は比較のため 2 倍した値をプロットしている。格子体積の誤差は最大で $0.6 \times 10^{-3} \text{nm}^3$ であった。この値を水素量に換算すると $\text{H}/\text{M} \leq 0.1$ となった。2つの水素化物の格子体積はどれも誤差の範囲内にあり、有意な差はなかった。水素雰囲気下における γ 相水素化物の格子体積は(図8(b))、わずかに大きな値を示したが、その差も誤差の範囲内であり有意な差はないものと結論づけた。以上より、BCC 水素化物と γ 相はほぼ同一の体積を有することが明らかとなった。

ここで水素流体中に保持することで合金中に導入される空孔の影響について言及する。一般に水素流体中に合金を保持すると、多量の空孔が導入される⁽⁶⁾⁽²⁸⁾。合金中に多量の空孔が生成されれば、格子の収縮が観測される⁽⁶⁾⁽²⁸⁾。しかし本研究では水素流体中に数時間 BCC 水素化物を保持しても格子パラメータに変化はなく、格子の収縮は観測されなかった。よって、空孔の影響は無視できると考えられる。以上の

閉じたき裂の高精度計測のための 非線形超音波映像法の開発

小原良和*

1. はじめに

東日本大震災以後、安全・安心な社会の重要性が再認識されているが、構造物の安全性保障には高精度な非破壊評価法が必要である。き裂の計測には超音波が用いられているが、疲労き裂や応力腐食割れ(stress corrosion crack: SCC)は、圧縮残留応力⁽¹⁾やき裂面間の酸化膜生成⁽²⁾により、閉じることがある。この場合、超音波が透過するため、過小評価や見逃しを引き起こす。

この解決法として、固体内界面における超音波の非線形現象を利用した非線形超音波が注目されている。これは、大振幅超音波(周波数 f)の引張応力でき裂閉口部を開かせ、開閉振動を誘起することで、その部位で発生する高調波($2f, 3f, \dots$)⁽³⁾や分調(サブハーモニック)波($f/2, f/3, \dots$)⁽⁴⁾を用いる。しかし、高調波は閉じたき裂だけではなく、探触子、液体カップラントなどでも発生する。それゆえ、き裂閉口部からの応答のみを抽出することは容易ではない。これに対し、分調波は、閉じたき裂でのみ発生するため、選択性に優れる。

我々は、閉じたき裂の透過波形計測の実験と1次元減衰振動子モデルによる数値シミュレーションにより、分調波が高い選択性に加えて、優れた時間分解能を持つことを見出した⁽⁵⁾⁽⁶⁾。この知見に基づき、閉じたき裂深さを計測できる映像法(subharmonic phased array for crack evaluation: SPACE)を開発した⁽⁷⁾⁽⁸⁾。SPACEは、分調波に限らず、き裂の非線形超音波計測における世界で初めてのフェーズドアレイ映像法である。これまで、閉じた疲労き裂⁽⁷⁾⁻⁽¹³⁾、SCC⁽²⁾⁽⁸⁾⁽¹⁰⁾⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾や材料製造プロセスで発生した閉じたき

裂⁽¹⁶⁾に適用し、有効性を実証してきた。さらに、最適映像化条件の抽出や界面の非線形現象解明に有用な減衰2重節点⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾の数値シミュレーション法の開発も進めてきた。また、閉じたき裂の更なる高選択性映像化を実現するため、異なる荷重における閉じたき裂の超音波フェーズドアレイ像の差分を取る荷重差分法(load difference phased array: LDPA)⁽¹⁹⁾と広域加熱・局所冷却(global preheating and local cooling: GPLC)⁽²⁰⁾による引張熱応力負荷方法の開発も行ってきた。

本稿では、航空機や発電プラントで特に問題となっている閉じた疲労き裂とSCCの映像化に焦点を絞り、最新の研究状況について概説する。

2. 閉じたき裂の映像法 SPACE

SPACEの概念図を図1に示す。送信側には、絶縁耐圧が高く、サイクル数が数個でも大振幅超音波を発生できるLiNbO₃探触子を試作した。受信側には深さ方向の映像化のためアレイ探触子を用いた。送信探触子により大振幅超音波を入射することで、き裂開口部では基本波の線形散乱が起こり、閉口部では分調波の非線形散乱が起こる。これをアレイ探触子で受信し、デジタルフィルタで各成分を分離後、遅延則に従ってシフト加算することで、基本波(fundamental array: FA)像および分調波(subharmonic array: SA)像を得る。これより、FA像では過小評価してしまう閉じたき裂深さをSA像により正確に計測できる。

* 東北大学助教；大学院工学研究科材料システム工学専攻(〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉 6-6-02)

Development of Nonlinear Ultrasonic Imaging Method for Accurate Measurement of Closed Cracks; Yoshikazu Ohara (Department of Materials Processing, Graduate School of Engineering, Tohoku University, Sendai)

Keywords: ultrasonic nondestructive evaluation, nonlinear ultrasonic imaging method, closed cracks, crack depth measurement, subharmonic, thermal stress

2014年1月6日受理[doi:10.2320/materia.53.100]

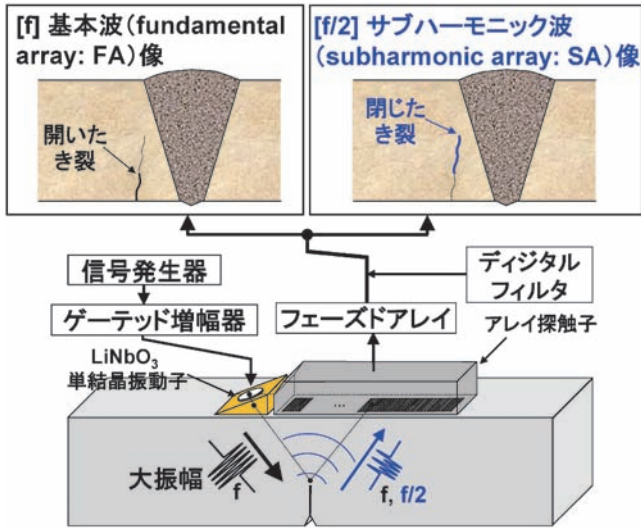


図1 SPACEの概念図.

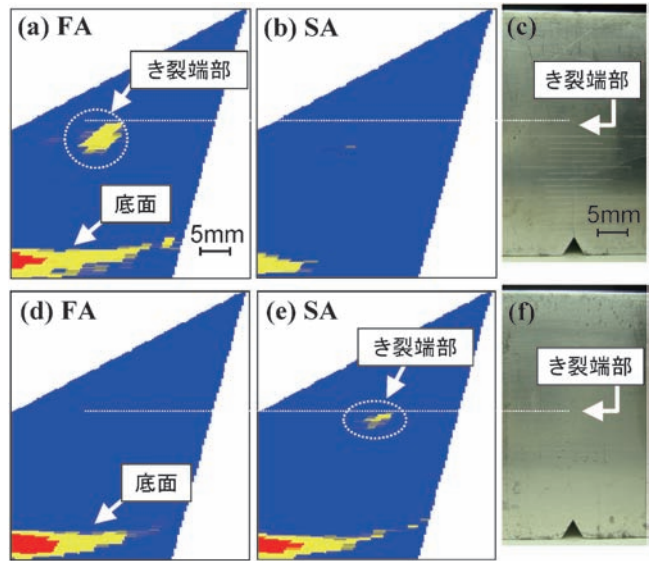


図2 疲労き裂(A7075)の映像化結果：開いたき裂および閉じたき裂の(a), (d)FA像, (b), (e)SA像, (c), (f)表面写真.

3. SPACEによる疲労き裂の映像化

アルミニウム合金 A7075の板に、3点曲げ疲労試験(異なる疲労条件で2種類)により、深さ20mmの疲労き裂を作製した。測定条件として、入射周波数7MHz、変位振幅17nm_{p-p}、サイクル数3を選択した。開口条件($K_{max}=5.3$, $K_{min}=0.6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)で導入された疲労き裂では、FA像(図2(a))で端部が観察され、SA像(図2(b))で観察されなかった。これより、開いたき裂と確認でき、開いたき裂にはFA像が適することが分かった。き裂深さは(図2(c))の表面観察結果と一致した。一方、閉口条件($K_{max}=4.3$, $K_{min}=0.6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)で導入された疲労き裂では、FA像(図2(d))で観察できなかった端部がSA像(図2(e))で明瞭に観察された。これより、閉じたき裂には、SA像が有効であることが分かった。

次に、原子力発電所のシュラウドや再循環系配管に使用されているオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316Lの実機に近い厚さ(38mm)の板を用い、3点曲げ疲労試験($K_{max}=18.6$, $K_{min}=0.6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)により、深さ9mmの閉じたき裂を作製した。

このき裂に、 K が K_{max} を越えない静的荷重を段階的に負荷することで、き裂の閉口状態を変化させながら映像化した。ここで、入射周波数7MHz、変位振幅7nm_{p-p}、サイクル数3を選択した。

静的荷重2, 9, 12kN(応力拡大係数 $K=2.8, 12.6, 16.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)を負荷した場合のFA像とSA像を図3に示す。各荷重で様々な映像が得られたが、全ての荷重条件に置いて、FA像ではき裂深さを過小評価してしまったが、SA像では、強く閉じたき裂に対しても、正確なき裂深さが得られることが分かった。これは、SPACEが閉じたき裂の高精度計測に有効であることを示す。また、 $K=16.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ のとき、SA像(h)ではAが観察された。これは、 $K=14.9$

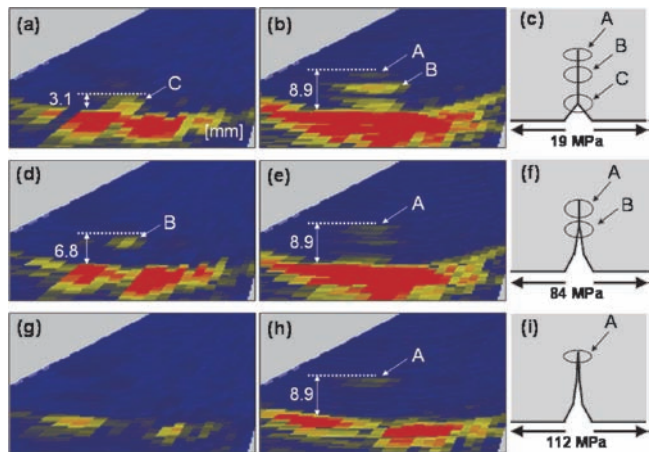


図3 疲労き裂(SUS316L)の映像の荷重依存性：応力拡大係数 $K=2.8, 12.6, 16.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ における(a), (d), (g)FA像, (b), (e), (h)SA像, (c), (f), (i)き裂模式図.

$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ (曲げ応力では100MPaに相当)でも、Aが閉口していたことを示唆している。以上より、SPACEにより、荷重変化に伴うき裂各部位の開閉状態も映像化できることも分かった。

4. SPACEによるSCCの映像化

原子炉実機と同様のSCCを模擬するため、鋭敏化ステンレス鋼 SUS304溶接試験片の熱影響部に、高温高圧水環境(288°C)中で残留応力によりSCCを導入した。本実験では、送受信同一のPZTアレイ探触子(32素子, 0.5mmピッチ)を用いる単一アレイSPACE⁽¹⁵⁾を用いた。ここで、入射周波数7MHz、入力電圧150V、サイクル数3を選択した。

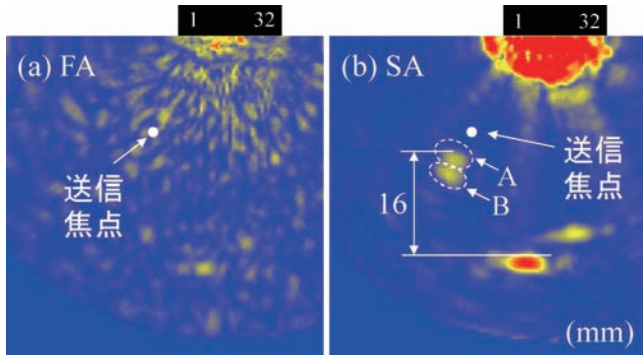


図4 SCCの映像化結果：(a)FA像，(b)SA像。

映像化結果を図4に示す。FA像では多数の線形散乱によりSCCは映像化されなかった。これは、粗大結晶粒界での線形散乱によると考えられる。一方、SA像では少数の明瞭な輝点(点A、B)としてSCCが映像化された。これらは、高温高圧水での酸化膜生成によりSCCが閉じていたことを示唆している。以上より、粗大結晶粒を有する閉じたSCCの深さ計測にもSPACEが有効であることが実証された。

5. GPLCとLDPAによる閉じたき裂の高選択性映像化

SPACEは閉じたき裂深さの計測に有効であるが、高い時間分解能を得るために短いバースト波を使用したため、スペクトルの広がりにより、底面などの強い線形散乱源がSA像に現れることがあった。そこで、閉じたき裂の更なる高選択性映像化のためのGPLCとLDPAの概念図を図5に示す。まず、広域加熱(global preheating: GP)後・局所冷却(local cooling: LC)前の線形フェーズドアレイ(PA)像(図5(a))では、き裂開口部と底面、溶接欠陥が映像化されるが、閉じたき裂は映像化されない。そこで、冷却スプレーを試験片上面に噴射し急速に冷却すると、上面近傍が熱収縮する。これにより、3点曲げと同様の原理でき裂に引張熱応力が作用する。ここで、作用する引張熱応力は、試験片上面とき裂部の温度勾配に依存するため、GP温度を変えることで、その大きさを制御できる。これにより、閉じたき裂端部は開口し、PA像(図5(b))で映像化される。一方、その他の線形散乱源の応答は変化しない。それゆえ、LDPAにより、LC前後のPA像の差分像(図5(c))を取ることで、き裂以外の応答を除去し、閉じたき裂の応答変化のみを映像化できる。

本実験では、アルミニウム合金A7075のCT(compact tension)試験片の閉じた疲労き裂($K_{max} = 9.0$, $K_{min} = 0.6$ MPa \cdot m $^{1/2}$)を用いた(図6)。まず、真のき裂深さを調べるため、油圧制御試験機でき裂に機械的に引張応力を負荷し、PAで映像化した。その結果、11.3 mmであることが分かった。

熱応力を用いた実験では、GP温度50°Cを選択し、試験片底面からホットプレートで加熱した後、アクリル製の蓋で限

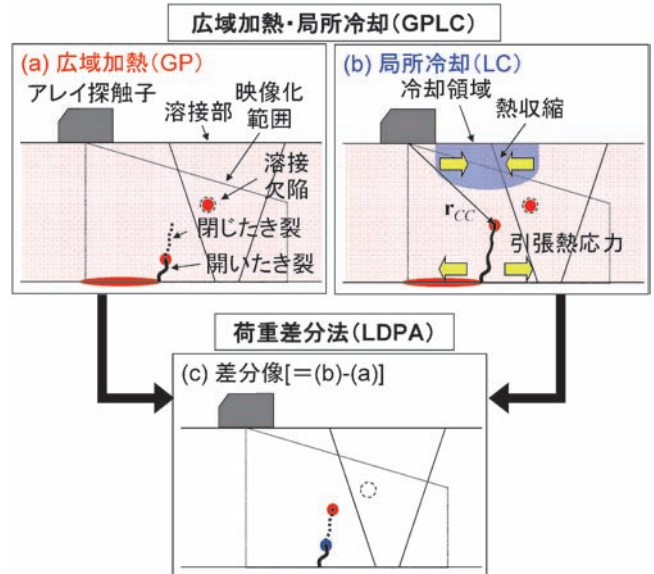


図5 GPLCとLDPAの概念図：(a)GP後・LC前のPA像，(b)LC後のPA像，(c)差分像[=(b)-(a)]。

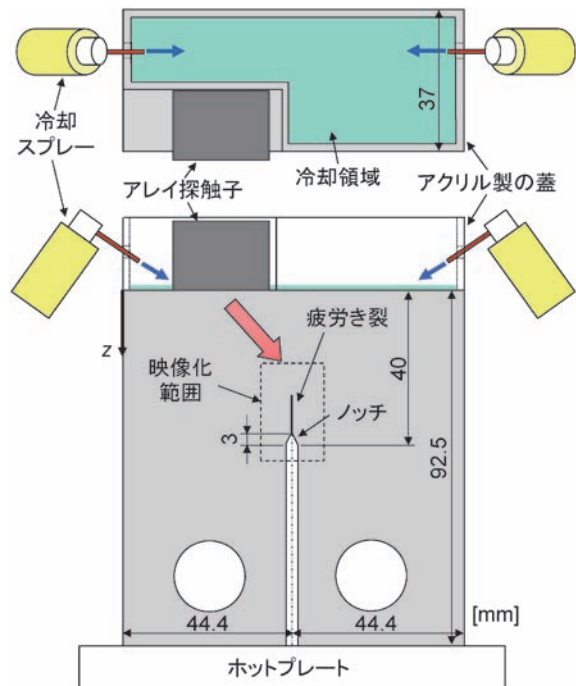


図6 GPLCの実験条件。

定された範囲を10 s間、2つの冷却スプレー(HFC-125a, -55°Cまで冷却可能)により左右から急速に局所冷却した。その過程を、PZTアレイ探触子(5 MHz, 32素子)と時間分解能の高いパルス(100 V)波を用いたPAで映像化した。

GPLCで得られたPA像の変化を図7に示す。GP後・LC前のPA像(図7(a))では、き裂は映像化されなかった。これは、無負荷ではき裂が閉じていたことを示唆している。一方、LC開始後のPA像(図7(b)-(d))では、き裂は明瞭に映

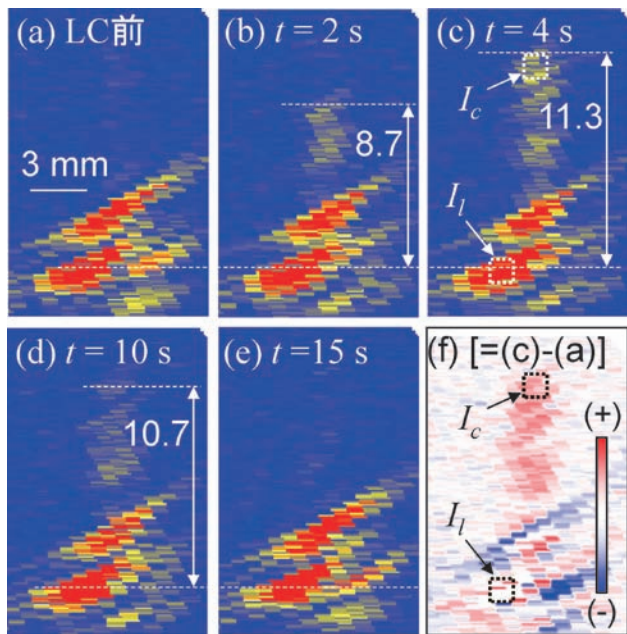


図7 GPLCにより得られたPA像とLDPAにより得られた差分像。(a)GP後・LC前のPA像,(b)-(e)LC開始後2s,4s,10s,and15sのPA像。(f)差分像。

像化された。また、最大き裂深さは、LC開始後 $t=4$ sのPA像(図7(c))で11.3mmだった。これは、実際のき裂深さと一致することから、GPLCにより端部まで開口したと考えられる。これより、GPLCが強く閉じたき裂の開口法として有効であることが実証された。

次に、き裂応答のみを抽出するため、GP後・LC前のPA像(図7(a))とGPLC適用後のPA像(図7(c))にLDPAを適用した。その結果、差分像(図7(f))で、き裂の開閉に関係しない線形散乱源(ノッチ左端)の除去と、き裂端部と根元の応答変化の抽出に成功した。さらに、き裂端部と線形散乱源(ノッチ左端)の強度比(I_c/I_l)として選択性を調べた。その結果、LDPAにより45.6dB向上した。これより、GPLCとLDPAの融合により、強く閉じたき裂の高選択性映像化が実現できることが実証された。

6. おわりに

本報では、金属材料を対象として、SPACEによる閉じたき裂の高精度深さ計測と、GPLCとLDPAによる閉じたき裂の高選択性映像化について述べた。

一方、高度経済成長期に建造されたインフラ設備の老朽化問題が昨今顕在化しており、政府も「インフラ長寿命化基本計画」において非破壊検査を重要推進項目に上げている。今後、金属だけではなく、緊急性の高いコンクリート構造物の検査法の開発も進めていく必要がある。

また、現在進行中の福島第一原発の廃炉には今後30~40年かかると言われている。ここで、燃料デブリの形状・性状の計測、ペDESTALの強度評価、サプレッションチェンバの

漏洩箇所特定等に対する超音波計測技術への期待も高い。これらに対し、これまで蓄積してきた学術・技術基盤を総結集し、対象部位に最適な計測法へと発展させることで、廃炉の工期短縮にも貢献したいと考えている。

最後に、本稿で紹介した一連の研究を遂行するにあたり、終始懇切丁寧な御指導、御鞭撻を賜った東北大学大学院工学研究科 山中一司教授に深甚の謝意を表す。また、本誌において、著者の研究を紹介する機会を与えて頂いた関係各位に感謝申し上げる。

文 献

- (1) W. Elber: Eng. Fract. Mech., **2**(1970), 37-45.
- (2) S. Horinouchi, M. Ikeuchi, Y. Shintaku, Y. Ohara and K. Yamanaka: Jpn. J. Appl. Phys., **51**(2012), 07GB15.
- (3) O. Buck, W. L. Morris and J. M. Richardson: Appl. Phys. Lett., **33**(1978), 371-373.
- (4) I. Solodov and C. A. Vu: Acoust. Phys., **39**(1993), 476-479.
- (5) K. Yamanaka, T. Mihara and T. Tsuji: Jpn. J. Appl. Phys., **43**(2004), 3082-3087.
- (6) Y. Ohara, T. Mihara and K. Yamanaka: Ultrasonics, **43**(2006), 194-199.
- (7) Y. Ohara, T. Mihara, R. Sasaki, T. Ogata, S. Yamamoto, Y. Kishimoto and K. Yamanaka: Appl. Phys. Lett., **90**(2007), 011902.
- (8) Y. Ohara, S. Yamamoto, T. Mihara and K. Yamanaka: Jpn. J. Appl. Phys., **47**(2008), 3908-3915.
- (9) 山本 撰, 小原良和, 三原 毅, 山中一司: 非破壊検査, **57**(2008), 198-203.
- (10) 小原良和, 山中一司: 電子情報通信学会和文論文誌(A), **J91-A(12)**(2008), 1116-1124.
- (11) 小原良和, 橋本真琴, 堀之内聡, 新宅洋平, 山中一司: 電子情報通信学会和文論文誌(A), **J94-A(11)**(2011), 800-808.
- (12) Y. Ohara, Y. Shintaku, S. Horinouchi, M. Ikeuchi and K. Yamanaka: Jpn. J. Appl. Phys., **51**(2012), 07GB18.
- (13) M. Ikeuchi, K. Jinno, Y. Ohara and K. Yamanaka: Jpn. J. Appl. Phys., **52**(2013), 07HC08.
- (14) Y. Ohara, H. Endo, T. Mihara and K. Yamanaka: Jpn. J. Appl. Phys., **48**(2009), 07GD01.
- (15) 小原良和, 堀之内聡, 新宅洋平, 柴崎 亮, 山口雄一, 田上 稔, 山中一司: 非破壊検査, **60**(2011), 658-664.
- (16) 小原良和, 山中一司: 検査技術, **13**(2008), 8-14.
- (17) K. Yamanaka, Y. Ohara, M. Oguma and Y. Shintaku: Appl. Phys. Express, **4**(2011), 113-121.
- (18) 山中一司, 小原良和, 小原みゆき, 新宅洋平: 非破壊検査, **61**(2011), 076601.
- (19) Y. Ohara, S. Horinouchi, M. Hashimoto, Y. Shintaku and K. Yamanaka: Ultrasonics, **51**(2011), 661-666.
- (20) Y. Ohara, K. Takahashi, S. Murai and K. Yamanaka: Appl. Phys. Lett., **103**(2013), 031917.



小原良和

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
 2007年3月 東北大学大学院工学研究科博士後期課程
 修了
 2007年4月 東北大学未来科学技術共同研究センター
 教育研究支援者
 2007年6月 東北大学未来科学技術共同研究センター
 産学官連携研究員
 2008年2月 東北大学金属材料研究所 COE フェロー
 2008年5月- 現職
 専門分野: 超音波非破壊評価, 非線形超音波
 ©主に閉じたき裂の非線形超音波計測の研究に従事。
 ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

溶接部性能に優れるラインパイプ用電縫鋼管 マイティースーム®の開発

岡部能知^{*1)} 豊田俊介^{*1)} 松井 穰^{*2)}
伊木 聡^{*3)} 藪本 哲^{*4)}

1. はじめに

石油や天然ガスに代表されるエネルギー資源の採掘・運搬・利用の分野で鋼管製品が広く用いられている。このうち電縫鋼管は熱延コイルを高周波電流による発熱により溶接した鋼管で、優れた機械的特性、良好な寸法精度、高効率な製造プロセスなどの特長から、外径 660 mm、肉厚 25.4 mm までのラインパイプ、油井管に広く用いられている。近年、世界的なエネルギー需要の増大に伴い、油井やガス井の環境が苛酷化し、電縫鋼管に対しても、極寒冷地向けなどのこれまで以上に厳しい環境での信頼性が求められるようになってきている。しかしながら、これらの苛酷な環境下では、電縫溶接時に生じる微量の酸化物により溶接部の靱性が低下するなどが課題であった。

これまでに、1970年代以降主流となった高周波溶接技術、1980年代以降開発・適用された入熱制御・監視技術⁽¹⁾、シーム部のオンライン熱処理技術⁽²⁾等により電縫鋼管の性能は飛躍的に向上した。また、電縫鋼管溶接部の酸化を抑制する技術として、BOX 型のシールド技術、不活性ガスをブローする方向が開発されている。しかしながらこれらの技術では電縫溶接部において設計温度 -45℃ というような極低温靱性を確保するのは困難であった。

こうした課題を解決するために、まず溶接時に発生する酸化物の形態や分布を制御する溶接技術を開発した。さらに溶接部全長にわたり安定した品質を保証すべく、酸化物を連続的にリアルタイムで探傷する技術を開発した。この結果、こ

れらを組み合わせた溶接部の信頼性の高い電縫鋼管「マイティースーム®」を開発することに成功した⁽³⁾⁽⁴⁾。実管を用いた評価試験により、開発鋼管はこれまで電縫鋼管が本格的に用いられていなかった、厳しい環境の極寒冷地や海底ラインパイプなどへの適用が可能であることを確認した。以下、開発した鋼管の特長を QC (Quality Control) 技術、QA (Quality Assurance) 技術、PE (Performance Evaluation) 技術の観点から紹介する。

2. 開発のコンセプト

(1) マイティースーム®の QC 技術

電縫鋼管は、鋼板を連続的に円弧状にロール成形したのち、帯端部に高周波電流を通電することにより、帯端部を加熱・溶融させて端面同士を加圧・溶接して製造される。極寒冷地用途で必要とされる低温靱性を得るには、電縫溶接時に生成する酸化物を排出させ、電縫部に残さないことが重要である。開発ではまず、電縫溶接部の酸化物の生成機構を明らかにすることを目的に、溶接現象の直接観察による可視化を試みた。図 1 に高速度カメラにより電縫溶接部を撮像した結果を示す⁽⁵⁾。このように、電縫溶接部の加熱挙動と溶鋼の生成およびスパッタの発生現象について可視化し、その過程を詳細に観察した。次いでその観察結果を基に、電縫溶接の挙動を有限要素法による数値解析でモデル化した。図 2 に電縫溶接部の数値解析結果例として電縫溶接部の温度分布図を示



図 1 電縫溶接部の高速度カメラ映像⁽⁵⁾。

* JFE スチール株式会社 スチール研究所

1) 鋼管・鋳物研究部；主任研究員 2) 計測制御研究部；主任研究員 3) 接合・強度研究部；主任研究員

4) 東日本製鉄所 京浜商品技術部；主任部員

Development of Advanced High Frequency Electric Resistance Welded (HFW) Linepipe MightySeam® with a High Quality Weld Seam Suitable for Extra-low-temperature Services; Takatoshi Okabe, Shunsuke Toyoda, Yutaka Matsui, Satoshi Igi, and Satoru Yabumoto (JFE Steel Corporation)

2013年10月31日受理[doi:10.2320/materia.53.104]

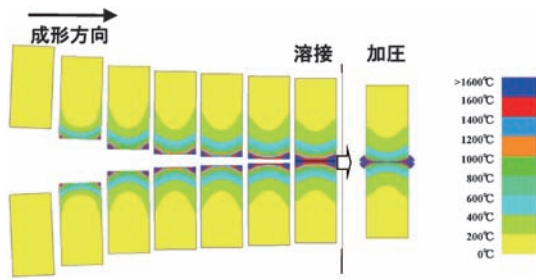


図2 電縫溶接部の温度分布計算例⁽⁶⁾。

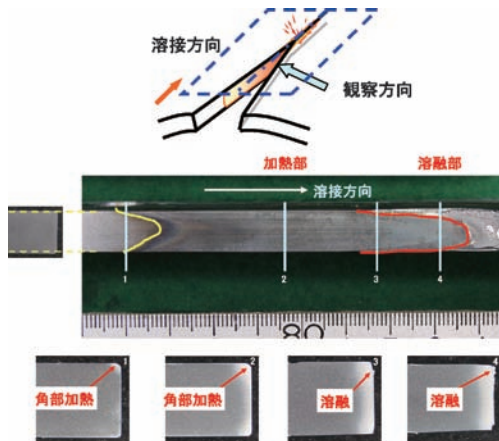


図3 電縫溶接部端面の加熱・溶融状況⁽⁷⁾。

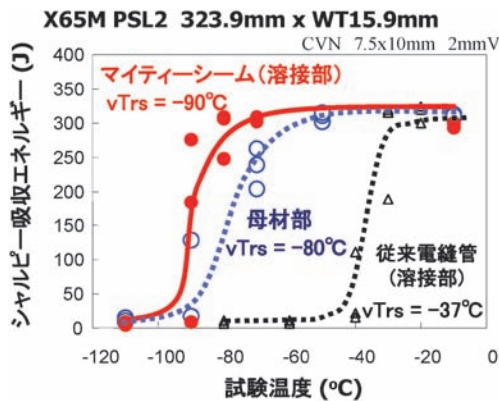


図4 電縫溶接部の低温靱性⁽⁸⁾。

す⁽⁶⁾。管の内部の加熱・溶融・溶接挙動を詳細に調査した結果、従来の電縫鋼管は肉厚の中心部の温度が最も低くなるとの知見を得た。このように電磁界解析と伝熱解析と構造解析を組み合わせることにより、電縫溶接部の加熱・溶融・溶接挙動を明らかにした。

これらの知見をもとに、電縫溶接条件を最適化し、電縫溶接時に発生する酸化物の形態や分布状態を制御した。即ち、溶接部を板厚方向に均一な温度で加熱して溶融するという最適技術を世界で初めて開発した。図3に、溶接中の加熱状態を調査した結果を示す⁽⁷⁾。従来の電縫鋼管は、端面の外側と内側が顕著に加熱しており、板厚方向に不均一に加熱されている。一方、マイティーシーム[®]では、板厚方向に均一に加熱・溶融されていた。この結果、溶接部に生じる酸化物が容易に排出されるようになり、電縫溶接部の酸化物が低減され、図4に示すように電縫部の低温靱性が大きく向上し

表1 マイティーシーム[®]の耐サワー特性⁽¹⁰⁾。

試験	耐 HIC 特性 ^{*1}		耐 SSC 特性 ^{*2}
	母材部	電縫部	電縫部
結果	ノークラック	ノークラック	ノークラック

406.4 mmφ, 15.9 mm

*1: NACE TM-0284, 溶液: A(100%硫化水素)

*2: 四点曲げ, NACE TM0177-96, 溶液: A(100%硫化水素), 応力: 90%実 YS

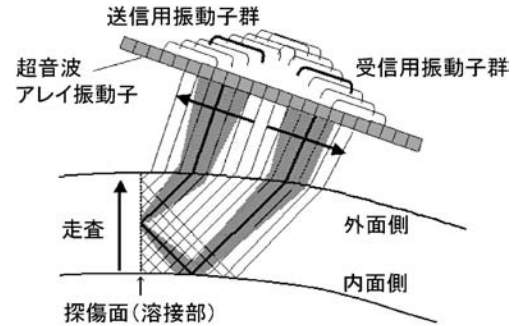


図5 点集束ビームタンデム探傷法⁽¹¹⁾。

た⁽⁸⁾⁽⁹⁾。シャルピー破面遷移温度が従来電縫鋼管では -37°C であったのに対し、マイティーシーム[®]技術を適用した鋼管では -90°C と極低温まで高い吸収エネルギーを示している。こうした電縫部の酸化物の低減は、耐サワー特性の向上にも寄与し(表1)、マイティーシーム[®]はサワー環境用途のラインパイプにも適用されている⁽¹⁰⁾。

(2) マイティーシーム[®]の QA 技術

さらに、電縫溶接部の機械的特性に影響を及ぼす微小酸化物量を非破壊・オンラインで全長計測する技術を新たに開発した。図5に、開発した溶接部の超音波探傷技術の原理を示す⁽¹¹⁾。フェーズドアレイ超音波探傷技術を発展させた点集束ビームタンデム探傷法技術により、従来比10倍以上の高感度で酸化物等を検出することができる。この結果、従来は検出限界以下であった微小酸化物からの微弱なエコーを感度良く検出し、酸化物の分布状況を全長に渡り検査することが可能となった。このように、低温靱性と対応関係のある電縫溶接部の酸化物量を、全長詳細に監視しているという安心は、顧客から高く評価されている。

3. 開発鋼管の諸特性

(1) マイティーシーム[®]の PE 技術とその特性

ラインパイプは敷設から実用まで、長期間にわたり安全にその機能を発揮することが求められる。このため実管フルサイズでの変形・破壊挙動の特性データが大変重要であり、こうしたデータが使用環境・操業条件に応じた最適な製品の採用と健全性確保を支えている。開発鋼管が低温環境でも脆性破壊を起こさないことを確認するために、電縫溶接部に人工切欠きを付与した実管を用いて低温バースト試験を行った。図6に結果を示す⁽⁹⁾。図中の2本の線は従来より用いられている UOE 鋼管をベースとした破壊限界内圧の Bat-

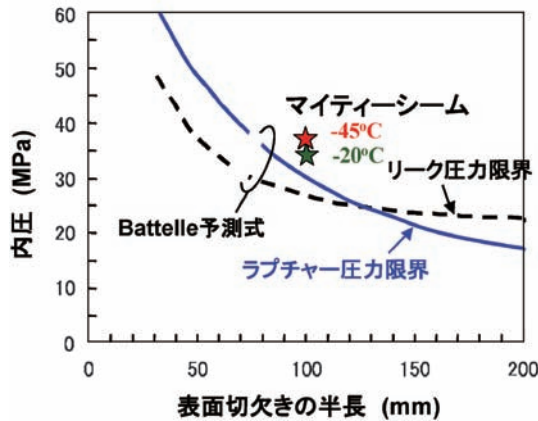
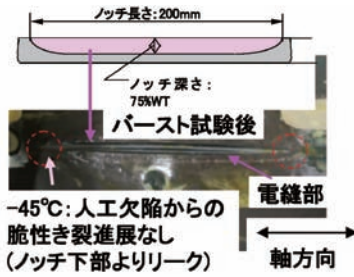


図6 実管低温バースト試験結果⁽⁹⁾。

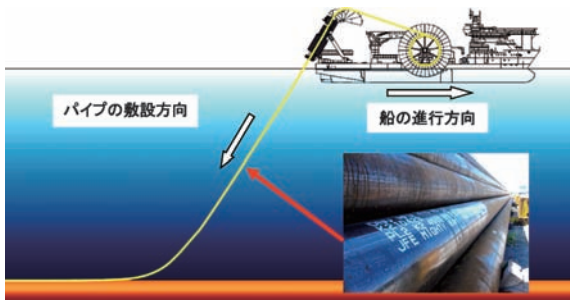


図7 リール工法による海底ラインパイプの敷設⁽¹³⁾。

telle 予測式⁽¹²⁾を示す。マイティースイーム[®]の破壊圧力は予測式に比べ十分に高く、また切欠き底から延性き裂が発生・貫通する Leak before break モードを示すことから、UOE 鋼管と同様、低温での使用においても大規模な破壊を起こさないことを確認した。

(2) リール工法海底ラインパイプへの採用

北海およびノルウェー海で展開するプロジェクト向けのリール工法海底ラインパイプとして、マイティースイーム[®]が STATOIL 社より採用された。図7に示すように、リール工法とは鋼管を陸上で事前に溶接し、特殊な敷設船に巻き付け海底ラインパイプを敷設方法である⁽¹³⁾。なお、リール工法への適用に際しては、敷設時に加わる歪履歴を考慮した安全性評価データが重要となる。

4. 今後の展開

寒冷地やリール工法など厳格用途への適用可能な、溶接部性能に優れたラインパイプ用電縫鋼管マイティースイーム[®]を

表2 マイティースイーム[®]の適用例⁽⁸⁾。

用途	グレード	外径×肉厚(mm)
極低温パイプライン (-45°C)	X60	406.4×14.3 406.4×7.1
極低温用構造管 (-46°C)	X65	219.1×12.7
オフショアパイプライン (リール工法)	DNV415PD DNV360PD	273.1×15.9 219.1×12.7
オフショアパイプライン (サワー)	X65	406.4×15.9 323.9×15.9
オフショアパイプライン (サワー)	X65	273.1×12.7
オフショアパイプライン	X60	323.9×12.7

開発した。表2にマイティースイーム[®]の適用例を示す⁽⁸⁾。極低温パイプライン、海底パイプライン、耐サワーパイプラインなど様々な厳しい環境で適用されている。本報で述べた QC・QA・PE 技術を軸として、今後、マイティースイーム[®]のさらなる適用の拡大が期待される。

5. 特 許

国内特許3680788, 4544240, 4613777, 4682779, 4682780, 4687268, 4720479, 4720480, 4816015, 4910770, 5076984, 5292830 など 65 件。海外特許, 米国 7779694, 8296932, 8328957, 欧州1931501, 韓国1004237, 1169237他。

文 献

- (1) 居城三郎, 榎本洋一, 高木郁夫, 小峰 勇, 三原 豊, 鈴木孝司: 日本鋼管技報, No. 113(1986), 19-27.
- (2) 下村隆良, 高村登志博, 居城三郎, 菅昌徹朗, 長浜 裕, 矢沢恒治: 日本鋼管技報, No. 116(1987), 25-32.
- (3) 荒川武和, 横山泰康, 飯塚幸理, 井上智弘: 配管技術, **53** (2011), 79-82.
- (4) 井上智弘, 鈴木雅仁, 岡部能知, 松井 稔: JFE 技報, **29** (2012), 17-21.
- (5) T. Okabe, K. Yasuda, T. Kodama, S. Goto, M. Aratani, S. Toyoda, Y. Kato, K. Iwazaki and K. Nakata: Proc. of 66th IIW., (2013), Doc. XII-2130-13.
- (6) T. Okabe, M. Aratani, Y. Yokoyama, S. Toyoda, H. Kimura, M. Egi and A. Kawanishi: Steel Res. Int., 10th ICTP2011, (2011), 662-666.
- (7) 横山泰康, 岡部能知, 豊田俊介, 木村秀途, 鈴木雅仁, 江木基明: CAMP-ISIJ, **23** (2010), 1084.
- (8) 正村克身, 藪本 哲, 井上智弘, 豊田俊介, 松井 稔: 配管技術研究協会誌, 秋季号(2012), 14-19.
- (9) S. Toyoda, S. Goto, T. Okabe, H. Kimura, S. Igi, Y. Matsui, S. Yabumoto, A. Sato, M. Suzuki and T. Inoue: Proc. of IPC (2012), IPC2012-90448.
- (10) S. Toyoda, S. Goto, T. Okabe, H. Kimura, S. Sato, S. Kumazawa, S. Yabumoto, A. Sato and T. Inoue: Proc. of OMAE (2013), OMAE2013-10412.
- (11) Y. Matsui, Y. Iizuka, M. Suzuki, E. Urahata, T. Inoue, S. Kumazawa and M. Oka: Proc. of IPC (2012), IPC2012-90213.
- (12) J. F. Kiefner, W. A. Maxey, R. J. Eiber and A. R. Duffy: ASTM STP, (1973) 536, 461-481.
- (13) JFE スチールニュースリリース, (2011), 09-27.

脱りん脱炭連続処理プロセスの開発

小川雄司¹⁾ 矢野正孝²⁾ 荒井雅之³⁾
 升光法行⁴⁾ 熊倉政宣⁵⁾

1. 概要

従来の溶銑予備処理法においては、多段分割精錬により、熱ロスや処理および滞留時間の増加という課題を抱えていた。新日鐵住金(株)では、転炉に脱珪脱りんの予備処理機能を集約し、同一転炉で連続して脱珪・脱りん、排滓、脱炭を行う MURC (Multi-Refining Converter) 法を開発し⁽¹⁾⁻⁽³⁾、予備処理効果を保持しつつ、スクラップ利用量の大幅な改善および処理時間、滞留時間の大幅な短縮を可能とした。更に、強撈拌下での低塩基度脱りんと同一炉での向流精錬の実現による高効率な脱りんにより、精錬剤の原単位やスラグ発生量も大幅に低減された。

2. 開発の背景

溶銑予備処理を基軸とした多段分割精錬法は高純度鋼ニーズの拡大とともに発展してきた。しかしながら、予備処理容器として混銑車や鍋を使用する場合、低温での脱りん精錬の必要性から転炉の熱的ゆわ度が不足し、スクラップ使用量に制約を受けるという本質的問題があった。転炉を予備処理容器に使用するプロセスもあるが、脱りん精錬後に一度溶銑を鍋に排出してから脱炭炉に再装入する際に熱ロスが生じること、脱りん精錬中には重量屑が溶解しきれず、やはりスクラップ使用に制約を受けることという課題があった。

また、従来の混銑車や鍋を使用した予備処理法では、本来輸送用の容器を精錬処理に利用しているためフリーボードが小さく、高速送酸や強撈拌による処理時間短縮が困難であるとともに、酸素ポテンシャルを上げにくいためにスラグを高塩基度化する必要があり、製鋼スラグ発生量の低減にも難点があった。また、従来はスラグの溶解促進剤として CaF_2 を用いていたが、 CaF_2 は耐火物の溶損を助長し、また環境負荷の観点から脱りんスラグの用途を限定してしまうという課

題も抱えていた。

上述のような、スクラップ消費量拡大と高速処理による生産性の向上およびスラグ量低減や脱 CaF_2 化による環境負荷低減を背景に本技術は開発された。

3. MURC 法の概要

MURC 法の概要を図 1 に示す。本技術では、一つの転炉で連続して脱珪・脱りん処理と脱炭処理が行われる。転炉の持つ強撈拌と高速送酸機能を利用して高酸素分圧下、低塩基度スラグでの高速溶銑脱りんを行うが、このときスラグをフォーミング状態とし、溶銑脱りん後に転炉を傾動して脱りんスラグを排出する(中間排滓)。中間排滓によりスラグのボリュームを減らした後に少量の石灰を新たに追加してスラグの塩基度を高め、脱炭処理および鋼材要求レベルまでの追脱りんを行う。脱炭処理後のスラグは全量または一部を炉内に残したまま出鋼し、高温状態のまま次回の脱りん処理へ使用して向流精錬を行うため、必要最低量の生石灰原単位での脱りん精錬が実現でき、排出スラグ量も大幅に低減可能である。

一つの転炉での処理であり、スラグのホットリサイクルによる顕熱利用も可能なことから、溶銑配合率は予備処理のない転炉一段精錬と同等に低減できる。また、脱珪・脱りん・脱炭のトータル処理時間も大幅に短縮される。脱りん後は溶銑を排出することなくスラグのみを炉傾動により排出するため、脱りん炉-脱炭炉の転炉 2 基方式と比べて熱ロスを極少化できるとともに重量屑を含むスクラップが使用可能となり、転炉 1 基当たりの生産性も向上できる。

4. 試験転炉による基礎検討

(1) 実験条件

主な実験条件を表 1 に示す。上底吹き可能な試験転炉へス

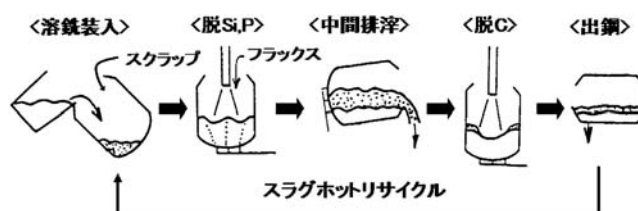


図 1 MURC (Multi-refining Converter) 法の概要。

* 新日鐵住金株式会社
 技術開発本部；1) 上席主幹研究員 2) 元部長
 室蘭製鐵所；3) 製鋼部長 4) 元所長
 5) 本社 製鋼技術部 製鋼技術室長
 Development of the Continuous Dephosphorization Process using BOF; Yuji Ogawa, Masataka Yano, Masayuki Arai, Noriyuki Masumitsu, Masanori Kumakura (Nippon Steel & Sumitomo Metal Corp.)
 2013年11月 8 日受理 [doi:10.2320/materia.53.107]

クラップと溶銑5~7tを装入した。ランスからの酸素上吹きを開始し、脱りんフラックスとして生石灰を投入してN₂底吹き下で脱珪、脱りん処理を実施した。最初に装入するスクラップ量に応じて、鉄鉱石の添加量を調整して脱りん処理後の温度を制御した。その後、炉を傾動して炉口よりスラグを排出し、炉直立後に再び酸素の上底吹きにより脱炭精錬を行い出鋼した。脱炭スラグのホットリサイクルを行う場合は、スラグを炉内に全量残したまま、次チャージの溶銑を装入した。

(2) 代表的メタル成分・温度推移

8分程度の吹錬で[P]0.02 mass%まで脱りんが進行しており、脱炭処理時間と合わせて吹錬時間20分以内での処理が可能であることがわかる(図2)。

(3) 脱りん挙動

脱珪、脱りん処理後および脱炭処理後の吹止め成分と温度を用いて、重回帰処理によりHealy⁽⁴⁾型のりん分配推定式を式(1)のように導出した。

$$\log(\%P)/[\%P] = 2.5 \log(\%T.Fe) + 0.0715\{(\%CaO) + 0.25(\%MgO)\} + 7710.2/T - 8.55 + (105.1/T + 0.0723)[\%C] \quad (1)$$

ここで、(%X) : スラグ中X成分濃度(mass%), [%Y] : メタル中Y成分濃度(mass%), T.Fe : 全鉄分, T : 処理後温度(K)である。

試験転炉での脱りん処理後の溶銑段階から脱炭処理後の溶鋼までの実績のりん分配比および従来の基礎実験で測定され

表1 試験転炉での主な実験条件。

		脱珪脱りん処理	脱炭処理
上吹き酸素流量(Nm ³ /h)		1000(400, 1500)	1000-1680
底吹きガス(Nm ³ /h)	O ₂	0	20-200
	N ₂	200, 350	70-170
	LPG	0	10-70
スクラップ量(kg/t)		0-180	0
副原料添加量(kg/t)	生石灰	0-20.5	0-30
	鉄鉱石	0-72	0

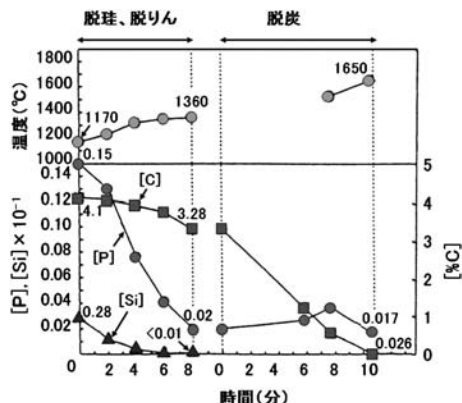


図2 代表的なメタル成分、温度の時間推移。

た平衡りん分配比を式(1)を用いて精度良く推定できることが確認できており⁽¹⁾、本実験のような低塩基度スラグで強攪拌条件下での脱りん処理は見かけ上の平衡近くまで到達していると推定された。また、温度1350°C、[C]3.5%と仮定し、式(1)を用いて計算した(%T.Fe)とりん分配比の関係を図3に示す。図には本実験で得られた実績値を計算と同じ仮定に補正した値を併せて示すが、計算値と実績の補正値は概ね一致しており、CaO/SiO₂(C/S)が1~1.5の低塩基度スラグでも十分な脱りんが可能であることが確認された。

(4) 脱炭スラグのホットリサイクル効果

脱炭処理後のスラグを炉内に残し、次チャージの脱りん処理に有効に利用することも本法の大きな特徴である。図4には脱珪脱りん処理時に添加した生石灰原単位と脱りん処理後の[P]濃度の関係を示す。スラグリサイクルを実施することにより、5~10 kg/tの大幅な生石灰原単位削減が認められた。

5. 室蘭製鐵所への適用結果

室蘭製鐵所の300t規模実機転炉に本法を適用した。

(1) 脱珪脱りん処理後の中間排滓率

炉傾動による溶銑脱りん後スラグの排出率が低下すると、脱炭処理へのPの持ち込み量が増加し、トータルの生石灰原単位が増加する。中間排滓率に及ぼすスラグ組成の影響を図5に示すが、(%MgO)や(%T.Fe)の高位化、C/Sの低位

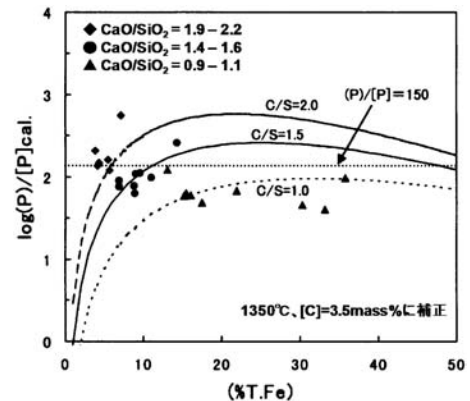


図3 溶銑脱りん後のりん分配比に及ぼすスラグ組成の影響。

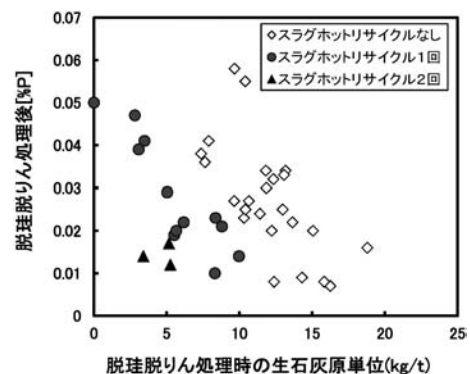


図4 生石灰原単位に及ぼすスラグリサイクル効果。

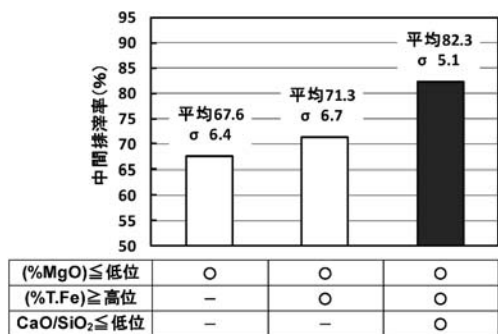


図5 中間排滓率に及ぼす脱りん後スラグ組成の影響。

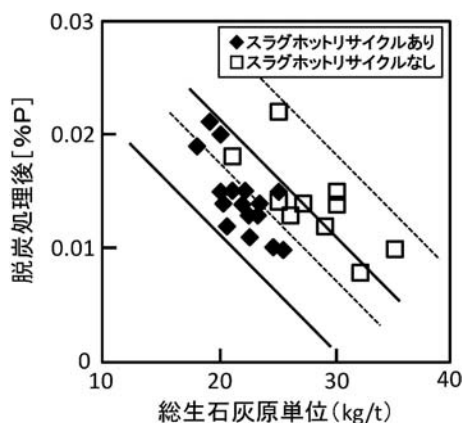


図6 総生石灰原単位に及ぼすスラグリサイクルの効果。

化により、70%以上の排滓率を確保できることが確認できた。

(2) 脱炭スラグのホットリサイクル効果

脱珪脱りん処理、脱炭処理を合わせた総生石灰原単位と脱炭処理後の[P]濃度の関係を図6に示す。脱炭スラグを炉内に残してリサイクルすることで、大幅な生石灰原単位の削減が確認できた。

室蘭製鐵所では、従来の混鉄車処理方式から大幅に脱りん処理能力を向上し、現在、全鋼種の90%以上に本法を適用している。

6. 大分製鐵所への適用結果

次に、大分製鐵所の400t規模実機転炉に本法を適用した。

(1) 副原料(生石灰)削減効果

式(1)を用いてスラグ組成から計算した溶銑脱りん処理時のりん分配比(L_p)に対する実績値の到達率に関する脱炭スラグのホットリサイクル実施有無での比較を図7に示す。ホットリサイクルの実施により、短時間で少ない酸素原単位で見かけ平衡近くまで脱りん可能であることが確認された。

また、本法の適用による生石灰原単位削減効果を図8に示す。低塩基度スラグでの溶銑脱りんと脱炭スラグ中生石灰の究極までの有効活用により、予備処理をしない転炉一段精錬と比較して約40%の生石灰原単位削減効果を実証できた。これに相当するスラグ発生量低減効果も得られている。

また、高炉溶銑[S]が高すぎる場合でも、0.3~0.6%の範囲内に事前脱珪を行うことで、生産性や中間排滓率を落とす

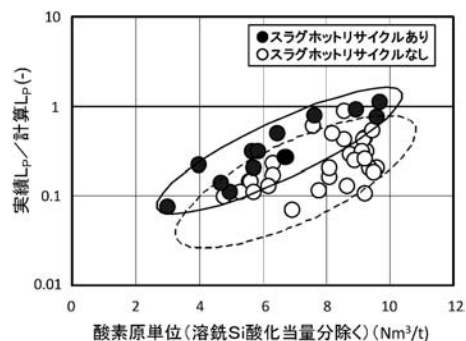


図7 脱りんの見かけ平衡到達度に及ぼすスラグホットリサイクルの効果。

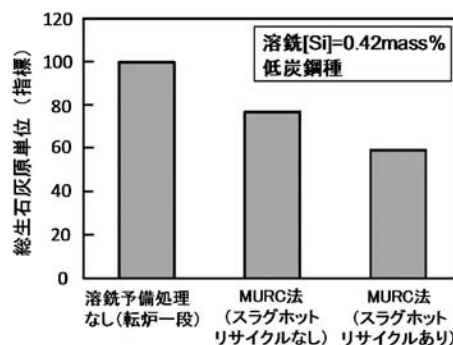


図8 生石灰原単位の比較(大分製鐵所)。

ことなくスラグ量も低減可能な高効率での操業技術も確立できている。

(2) 高生産性への対応

大分製鐵所においては、酸素上底吹き転炉の強攪拌を活用した溶銑脱りん時の高速送酸、排滓鍋の大型化による迅速中間排滓、低ダスト高速脱炭吹錬等により、約36分の工程時間を達成している。約80%までの溶銑比率低減効果と合わせて、本法をほぼ全量適用した高生産プロセスを実現している。

7. まとめ

本法は、現在、室蘭、大分、八幡、君津の各製鐵所と名古屋製鐵所内東海特殊鋼(株)に導入され、年間2300万トン以上の粗鋼生産に適用されている。

8. 特許

本開発に関連して出願した主な特許は以下である。

特許第2582692号、特許第2958842号、特許第3239197号、他登録特許全8件。

文 献

- (1) 小川雄司, 矢野正孝, 北村信也, 平田 浩: 鉄と鋼, **87** (2001), 21-28.
- (2) H. Nomata et al.: Proceedings of the 4th European Oxygen Steelmaking Conference, Verlag Glückauf, (2003), 79-86.
- (3) T. Washizu, M. Kumakura, K. Kume and Y. Hirokawa: Proc. First Australia-China-Japan Symp. on Iron and Steelmaking, Liaoning Science and Technology Publication, (2006), 188-193.
- (4) G. W. Healy: J. Iron Steel Int., **208**(1970), 664-668.

飽和磁束密度が高く高周波鉄損の低い Si 傾斜磁性材料 JNSF の開発

平谷多津彦¹⁾ 尾田善彦¹⁾ 浪川 操²⁾
笠井勝司³⁾ 二宮弘憲⁴⁾

1. 緒 言

半導体のスイッチングにより電力制御を行うパワーエレクトロニクス分野において、電源の小型化・高効率化を図るための高周波化が進み、現在、太陽光発電のパワーコンディショナやハイブリッド車のような数 k~数十 kW 級の中容量電源においては 10 k~20 kHz で、メガソーラ等の数百 kW~数 MW 級の大容量電源においても数 kHz で駆動されるようになった。最近、より高電圧かつ高周波で駆動可能な SiC パワー半導体の量産技術も確立しつつあり、スイッチング周波数の高周波化は一層進むものと予想される。このようなパワーエレクトロニクス技術の発展にとまらぬ、リアクトル等の電源部品にもさらなる高性能化が求められている。

6.5%Si 鋼板は、最も軟磁気特性に優れた電磁鋼板として古くから知られている。しかしながら硬く脆いため、一般的な圧延プロセスによる製造は困難であった。これに対し、薄鋼板の仕上圧延後に CVD (Chemical Vapor Deposition) 法により Si を付与する連続浸珪プロセスが開発され、6.5%Si 鋼板の工業生産が可能となった⁽¹⁾。6.5%Si 鋼の固有抵抗は 3%Si 鋼板の 2 倍近くあり、渦電流が流れ難く発熱し難いことから、高周波用途のコア材としても優れている。その反面、一般的な電磁鋼板に比べて飽和磁束密度が低いという課題を有している。コア材の飽和磁束密度低下は、電源小型化・高効率化にとって好ましくない。図 1 に高周波用コア材の特性バランスを示す。飽和磁束密度が高く、かつ高周波鉄

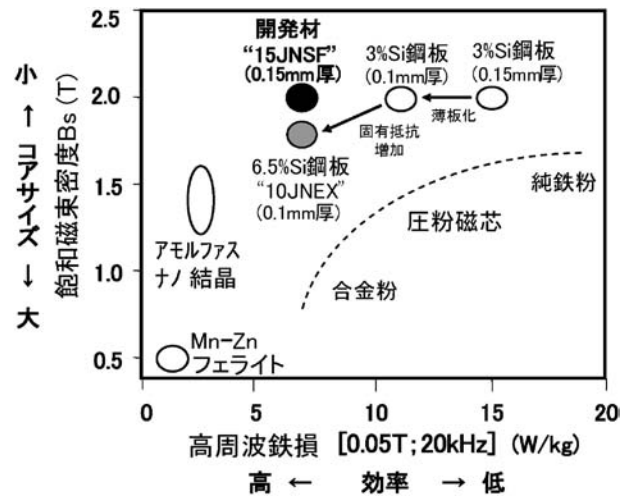


図 1 高周波用コア材の磁気特性比較。

損の低いものが理想的なコア材といえるが、その両立は難しい。著者らは γ 域浸珪という新しい技術を試み、3%Si 鋼板並みの高い飽和磁束密度と 6.5%Si 鋼板並みの低い高周波鉄損を両立した Si 傾斜磁性材料 JNSF を開発することに成功した。

2. 開発のコンセプト

電磁鋼板の鉄損は、周波数に比例するヒステリシス損と周波数の約 2 乗に比例する渦電流損とから構成される。周波数が高くなるほど渦電流損の占める割合が増すため、高周波用途のコア材としては渦電流損の低い材料が求められている。

鋼板の渦電流損を低減するには、固有抵抗増加と薄板化が有効である。実際、電磁鋼板には Si, Al 等の固有抵抗増加元素が添加されているが、添加量増加とともに材料の飽和磁束密度は低下してしまう。板厚に関しては、現在 0.1 mm 以下まで薄く圧延した極薄電磁鋼板が高周波用途に用いられている。しかしながら板厚を薄くするほど鋼板製造コストおよびコア加工コストが上昇してしまう。このように、電磁鋼板

* JFE スチール スチール研究所

1) 電磁鋼板研究部：主任研究員

2) 数値解析研究部：主任研究員

3) 東日本製鉄所 商品技術部：主任部員

4) 本社鋼材営業部門 電磁鋼板営業部：主任部員

Development of Si Gradient Steel Sheet with High Saturation Magnetic Flux Density and Low Iron Loss at High Frequency: Tatsuhiko Hiratani, Yoshihiko Oda, Misao Namikawa, Shouji Kasai, Hironori Ninomiya (JFE Steel Corporation)

2013年11月8日受理 [doi:10.2320/materia.53.110]

の渦電流損低減手法として固有抵抗増加と薄板化は限界に近づきつつあり、新たな渦電流損低減手法の確立が望まれる。

著者らは、上述の連続浸珪プロセスを利用して、板厚方向に Si 濃度分布を有する Si 傾斜磁性材料を作製し、この材料の残留磁束密度が極めて低いこと⁽²⁾、高周波数では同板厚の 6.5%Si 鋼板より低鉄損となること⁽³⁾などの興味深い性質を既に見出している。図 2 に、板厚方向の平均 Si 量を一定とし、鋼板表層と板厚中心部の Si 濃度差 ΔSi を変えた場合の鉄損変化を示す。Si 傾斜磁性材料では、 ΔSi を増すほど渦電流損は減少し、ヒステリシス損は逆に増加する傾向がある。鉄損の極小点は両者のバランスで決まる。図 2 に示すように、Si 濃度分布を適正化することで、Si が均一な材料より鉄損を低減することが可能である。

この渦電流損低減について、古典渦電流損に単純化して考えると、図 3 のように模式的に表現することができる。Si 傾斜磁性材料においては、Si 濃度の高い表層が高透磁率、Si 濃度が低い板厚中心部が低透磁率となっている。このような鋼板を板面と平行な方向に励磁すると、磁束は透磁率の高い表層に集中する。仮に、表面から板厚 25% の深さに磁束が集中し、それより内側での磁束変化はないものとする、磁束変化によって生じる渦電流も表層のみとなり、その渦電流損は、磁束が均一に通った場合の半分の大きさになる。

渦電流損を低減するには、 ΔSi を大きくして図 3 下段のような磁束分布にするのが好ましい。また、板厚中心部で磁束が変化しないとすれば、この部分で渦電流が生じないため、あえて Si を添加して固有抵抗を高める必要はない。Si 傾斜磁性材料の板厚中心部の Si 濃度を従来より低くし、鋼板全体の含有量を低減すれば、材料の飽和磁束密度を高めることができる。すなわち、板厚中心部の Si 濃度を低い状態に保ったまま磁束が集中する表層のみを高 Si 濃度とし、高周波

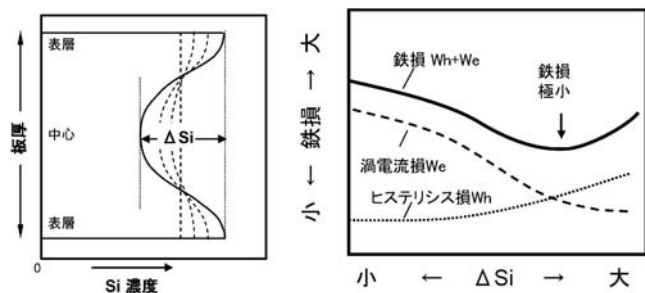


図 2 Si 傾斜磁性材料の板厚方向 Si 分布と鉄損の関係。

	断面形態	相対比較			
		磁束分布	電流密度分布	損失分布	渦電流損
Si 均一材	透磁率 均一	B_m	i	$i^2 R$	We
Si 傾斜材	高 Si (高透磁率) 低 Si (低透磁率) 高 Si (高透磁率)	$2B_m$	i	$i^2 R$	$0.5We$

図 3 Si 分布による渦電流損低減機構。

鉄損が極小となるように Si 濃度分布を調整すれば、高飽和磁束密度と高周波低鉄損を、より高いレベルで両立できると考えられる。

しかしながら従来の Si 傾斜磁性材料は、Si 均一化が必要な 6.5%Si 鋼板と同様に、鋼中で Si が拡散均一化しやすい α 相で浸珪処理を行っていた。このため Si 濃度分布を調整する過程で板厚中心部の Si 濃度も上昇してしまい、前述の理想的な形態が実現されているとは言えなかった。

そこで、板厚中心部の Si 濃度を低いまま留めておく手段として、高温で γ 相が生ずるような Si 濃度の低い素材を用い、これを γ 相から浸珪処理することを試みた。 γ 相の素材へ浸珪処理を施した場合、表層は Si 濃化によって α 相に変態するが、鋼板内部の γ 相の拡散係数は α 相より二桁以上小さいため、Si は深くまで拡散せず表層に局在化させることができる。従来の浸珪処理との違いを図 4 に示す。鋼板の耐食性改善のため、 γ 域で浸珪処理して表層に Fe_3Si 相を形成した例は過去にもあるが⁽⁴⁾、Si 濃度分布を残した状態での磁性評価はなされておらず、また実際、Si 濃度分布を適正化しなければ優れた磁気特性は得られない。

3. 開発商品の磁気特性

今回開発した JNSF は、 γ 域浸珪を利用することで表層にのみ効率よく高 Si 濃度域を局在化させ、高周波で低鉄損となるように Si 濃度分布を調整したものである。

図 5 に板厚 0.15 mm の開発材 15JNSF と板厚 0.1 mm の 6.5% Si 鋼板 10JNEX の直流磁化曲線の比較を示す。15JNSF の飽和磁束密度は 2.0 T と、3%Si 鋼板並みの高い値を示す。

図 6 に 15JNSF と 10JNEX および圧粉磁芯の鉄損評価結果を示す。圧粉磁芯は純鉄粉や Si 含有鉄粉をバイндаで固めたものであるが、その中でも優れた特性を示す 6.5%Si-Fe 粉の圧粉磁芯を比較材として用いた。50 Hz の励磁条件で比較すると、15JNSF の鉄損は 10JNEX より大きいものの、圧粉磁芯と比べると十分小さいといえる。一方 10 kHz では、15JNSF と 10JNEX の鉄損差は縮まり、更に 20 kHz では

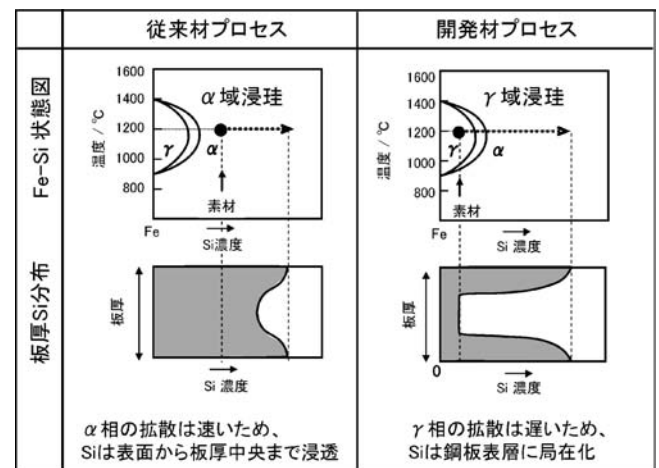


図 4 浸珪プロセスの違い。

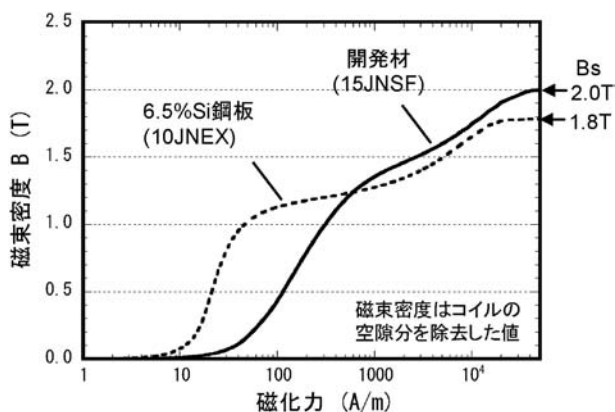


図5 直流磁化曲線の比較.

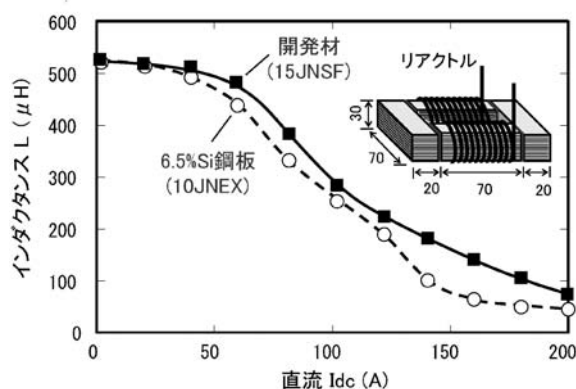


図7 直流重畳特性の比較.

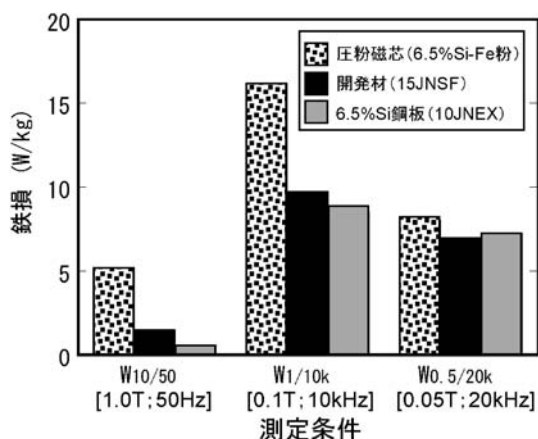


図6 各励磁条件における鉄損比較.

10JNEXと同様若しくは15JNSFの方がやや低鉄損となった。この結果は、固有抵抗増加や薄板化に依らない鉄損低減手法として、板厚方向のSi濃度分布制御が有効であることを示している。

このように、板厚Si濃度分布を利用した鉄損低減手法を検討し、 γ 域から浸珪処理して表層に局部的に高Si濃度域を構成しSi濃度分布の最適化を図ることにより、従来困難と考えられていた3%Si鋼板並みの高い飽和磁束密度($B_s \sim 2.0$ T)と6.5%Si鋼並みの低い高周波鉄損($W_{0.5/20k} \sim 7$ W/kg)の両立を、板厚0.15 mmのSi傾斜磁性材料で実現することができた。

4. 高周波リアクトルへの適用

エアコン、太陽光発電用パワーコンディショナ、HEVの車載電源等に使われる高周波リアクトルには、数k~数十kHzの高周波を含む、数十~数百Aの直流または交流が流れている。コア材が磁氣的に飽和に近づくと、リアクトルのインダクタンスは急激に下がり、高周波電流が回路に混入して電子機器を損傷するおそれがある。磁気飽和を避けるにはコアの断面積を大きくせざるを得ず、リアクトルが大型化し

てしまう。3%Si鋼板は、高周波用コア材の中では最も飽和磁束密度の高い材料であるが、高周波での発熱が制約となり磁束密度を下げて設計されるため、やはりコアを大型化せざるを得ない。このような用途に、飽和磁束密度が高く高周波鉄損の低いSi傾斜磁性材料JNSFは適している。

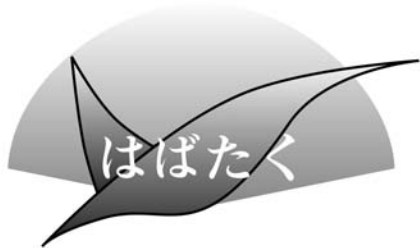
10JNEXと15JNSFを用いて同一形態のリアクトルを製作し、直流重畳特性を比較した例を図7に示す。全体的に15JNSFの方が高いインダクタンスを示しており、小型化に有利といえる。また100~150 Aの電流域において10JNEXのインダクタンスが急激に低下するのに対し、15JNSFのインダクタンス低下は緩やかである。これは15JNSFの飽和磁束密度が高いことが影響している。リアクトルの中には、定格より大きな電流で一定以上の大きさのインダクタンスが必要とされるものもあり、そのような用途にも15JNSFは好適と考えられる。また図6に示したように、15JNSFは圧粉磁芯に比べて商用周波数の鉄損が極めて低いため、高周波に商用交流が重畳するACリアクトルのコア材としても期待される。現在、15JNSFはエアコンのリアクトルのコア材として採用され、使われている。

5. 結 言

γ 域浸珪によるSi傾斜磁性材料の製造を検討し、そのSi濃度分布を適正化することで、高飽和磁束密度と高周波低鉄損をこれまでにない高いレベルで両立した製品JNSFを開発した。今後、高周波化が進むパワーエレクトロニクス分野での活用が期待される。Si傾斜磁性材料に関する特許は、これまでに20件以上申請し、一部は登録されている。本件の γ 域浸珪に関するものとしては、特開2012-251191、特開2011-119298が公開されている。

文 献

- (1) H. Haiji, *et al*: J. Magn. Magn. Mater., **160**(1996), 109-114.
- (2) 浪川 操 他: までりあ, **37**(1998), 289-291.
- (3) 浪川 操 他: JFE 技報, No. 6(2005), 12-17.
- (4) 三谷裕康: 金属表面技術, **15**(1964), 504-511.



材料研究との出会いと現在

九州大学稲盛フロンティア研究センター学術研究員
屋山 巴

私は、2013年3月に九州大学大学院工学府 航空宇宙工学専攻にて学位を取得後、現在は同九州大学、稲盛フロンティア研究センターにて研究に従事しています。大学院在学時以来、密度汎関数法に基づく第一原理計算手法を用いて機能材料研究に取り組んできました。この度寄稿の機会を頂きましたので、これまでの振り返るとともに、今後の抱負を述べたいと思います。

私の出身である航空宇宙工学専攻は機械工学科の系統で、学部生の時には現在のような材料の研究、特に量子化学のスケールの研究に携わることになるとは考えていませんでした。当時は航空機の翼の空力特性に関する研究をしていて、その後もその研究を続けていくつもりでした。しかし、同専攻教授、柿本浩一先生の研究室は専攻の協力講座の位置づけで、大学院から希望することができる仕組みでしたので、進学時に改めて進路を考える機会を得ることになりました。半導体材料を扱う柿本研究室は、それまでに学んできた機械工学とは異なる知識が多く必要とされることからやはり他の研究室とは一線を画す存在で、私自身、そこでの研究に対するイメージをしっかりと持っていたわけではありませんでした。しかし、高効率太陽電池などのテーマは私にとって新鮮で、また先生方の熱意ある研究室の気風に魅力を感じて思い切って配属を希望しました。これが私の、今に至る材料研究との出会いとなりました。配属後はやはり知らないことばかりで思い悩むことも多くありましたが、研究室の先生方だけでなく、学会で知り合う全国の先生方や、学生仲間の皆さんに非常に恵まれ、たくさんのことを教えていただきながら、少しずつ研究を進めることができました。

この時の私のテーマはIII族窒化物半導体で、有望な宇宙用タンデム型太陽電池材料として着目されていました。太陽電池において効率よく光を電力に変換するためには、光の波長とセル材料の半導体のバンドギャップエネルギーがよく対応していることが重要です。タンデム型太陽電池は、異なるバンドギャップを持つ半導体薄膜を積層することにより、太陽光が含むさまざまな波長の光を各層で効率よく変換する新型の太陽電池で、人工衛星の電源系としてすでに実用化が進められています。III族窒化物半導体は、Al, Ga, Inなどの

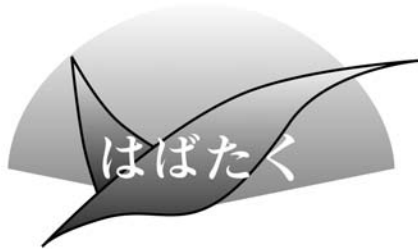
III族元素と窒素の化合物半導体で、それぞれのバンドギャップエネルギーは6.2, 3.9, 0.7 eVと大きく異なります。これらの混晶はそれぞれの間のバンドギャップエネルギーを持つため、同系の材料で紫外から赤外までの幅広い波長の光に対応する薄膜層の作製が可能です。さらに、窒化物材料は安定で、放射線耐性に優れているとされていることから、宇宙線に曝される過酷な宇宙環境での運用にも適していると考えられ、次世代の宇宙用太陽電池材料として期待されます。しかし、これらの組成制御は困難で、特に高In組成薄膜の作製が難しいことが課題でした。ここで私は、Inの取り込み量が薄膜表面の結晶方位によって異なることに着目し、Inを多く取り込むことのできる面方位の指針を得るため、面方位依存性の要因の解明に取り組みました。窒化物半導体薄膜は気相成長法によって、原子層単位で精緻に積み上げられていきます。このときの有限温度条件下における各面の表面再構成構造を、第一原理計算とフォノン計算を組み合わせた手法を用いて調べたところ、表面を終端する窒素原子がInの取り込み効率に影響を与えていることが明らかになりました。この中ではIII族元素の競争的な吸着において、Inは非常に不安定で、通常は表面にさらされている限り一度吸着しても容易に他の元素と置換してしましますが、表面を覆う窒素分子層が安定な表面では、Inを逃さず閉じ込めることによってIn組成が高まることが示唆されました。ここから実際に高In組成薄膜を作製するための指針を示すためには、さらなる研究が必要ですが、この研究を経験したことで、計算と実験を連携して効果的な材料設計を行うという目標が自分の中に得られたと思っています。

現在は半導体から金属に材料系を移し、JST-CREST元素戦略領域の研究課題の下で遷移金属系合金の水素吸蔵特性に関する研究を行っています。現在対象とする材料の一つに、 Ag_xRh_{1-x} ナノ粒子があります。これについては、本来非混和なAgとRhが、ナノ粒子化と水素吸蔵プロセスによって完全固溶型合金となり、さらに単体にはない水素吸蔵特性を獲得するということが実験的に報告されています。AgとRhが周期表の上で、単体で水素を吸蔵するPdの両隣に位置することが、あたかもIV族半導体とIII-V族化合物半導体の関係に似ている点においても興味深く、現在電子構造と水素吸蔵特性の関係について議論を行っています。

これまでに、専門や研究テーマを変わってきたことで、なにもわからないところから何度もやり直してきましたが、いま、それぞれの経験が少しずつつながりを持ち始めていると感じています。航空宇宙工学専攻に進学したときの、人類の平和や健康的な将来に貢献する科学技術開発に携わりたいという思いは、太陽光や水素エネルギーのテーマを経験した今、材料を通じたエネルギー問題の解決という具体的な目標に反映されていると思います。これからさらなる経験を積みながら材料のプロフェッショナルになって、エネルギー問題に役立てる材料設計を目指していきます。

(2014年1月6日受理)[doi:10.2320/materia.53.113]

(連絡先: 〒819-0395 福岡市西区元岡744)



海外の研究スタイルを肌で感じて

九州大学大学院 総合理工学府物質理工学専攻
博士後期課程 2年

秋吉竜太郎

私は、九州大学大学院総合理工学府の博士後期課程の学生として、中島英治教授、波多聰准教授ならびに池田賢一助教のご指導の下、研究に取り組んでおります。研究では、自動車用 Al-Mg-Si 系合金の力学特性と微細組織を、各種力学試験および電子顕微鏡観察を通して解析しております。その研究活動の中で、2013年2月からの10ヶ月間、日本学術振興会の「頭脳循環を加速する若手研究者戦略的海外派遣プログラム(事業名: 先進材料の次次元マルチスケール解析と機能設計のための超顕微国際ネットワークの構築, 事業主担当者: 九州大学・西田稔教授)」の一員として、デンマーク工科大学電子顕微鏡センター(Technical University of Denmark, Center for Electron Nanoscopy: DTU Cen)にて研究させていただきました。この度、本稿を執筆させていただく貴重な機会をいただきましたので、この滞在を通して経験したこと、学んだことを述べさせていただきます。

1. 滞を開始するまで

博士課程1年に在籍中の2012年10月、私は上記の海外派遣プログラムの存在を初めて知りました。そのとき、私は学外で、かつ海外の研究環境に身を置くことに対して大きな魅力を感じました。一方で、10ヶ月の滞在中、実験が電子顕微鏡観察に限られることなどに不安を覚え、実際に応募するかについて悩みました。そんな私の背中を押したのは、「人として、研究者として成長できる絶好の機会であり、将来を考える上で良いことしかない」と声をかけていただいた研究室のスタッフでした。この言葉を受け、「自分自身を成長させたい、研究でも新しい発見をしたい」と考えるようになり、応募を決意しました。そして、派遣者の一人として、DTU Cen に滞在させていただくことになりました。

2. 現地での研究活動

滞在先となった DTU Cen では、笠間丈史博士のご指導の下、Al-Mg-Si 系合金において形成する Mg-Si 系微細粒子について、電子線エネルギー損失分光法を活用した可視化と化学組成分析、ならびに高分解能観察を中心に実施しまし

た。この微細粒子は、粒子径が 2 nm 程であることが三次元アトムプローブを通して明らかとなっておりますが、その小ささや構成元素の原子番号が近接していることもあり、透過電子顕微鏡を通した観察例はほとんどありませんでした。Cen での実験を開始しても、始めは難しさゆえ、最適な観察条件を見つけるために試行錯誤を繰り返しました。このころ、笠間博士から「その日の実験が終了した後に、得た結果をもとに次の実験で何が必要かを考えるように」との言葉をよくいただきました。それは、少ない実験機会でも目標を達成するための助言でありました。周りの研究者をみると、装置使用料が日本と比較して約5倍と高額であるため、電子顕微鏡観察は月に1~2回ほどでした。他方で、彼らは実験データを2週間以上かけて詳細に解析し、目的とした情報を得るだけでなく、「次の実験で取得すべきデータは何か」、「そのために必要な観察条件は何か」なども十分に検討し、少ない実験機会をより効率的なものにしていました。この研究スタイルを体験できたことは、これまで実験データの量を優先しがちだった私にとって、一つ一つの実験データを大事にすることの大切さを学ぶ貴重な機会となりました。また、効率的な研究を行うべく、自身の研究スタイルを考え直す良いきっかけともなりました。

DTU Cen での研究活動が進むにつれ、Cen 所属の研究者と、お互いの研究について議論する機会が増えていきました。Cen には研究者が十数名在籍しておりますが、金属材料を専門とする方は少なく、多くは触媒用ナノ粒子など金属以外の材料を観察対象としています。そのため、研究者との議論では金属材料学と異なる観点から実験の問題点をご指摘していただき、多角的な視点から研究を向上させるとともに、実験データを考察する際の考えの幅を広げることができました。同時に、討論を通して実験データの質に対して妥協しない、彼らの姿勢も感じ取ることができました。研究者らは、上述のように一つのデータを長時間かけて詳細に解析し、より多くの情報を得て考察を行っていました。試行錯誤を経て Mg-Si 系微細粒子の高分解能像を取得した際も、像を得たことに満足する私に対し、彼らは「論文を投稿するためにも、この結果をもとに詳細な解析または追加実験を通してデータに付加価値を付けるべきだ」と助言して下さいました。このように、常に優れた研究データを求める姿勢は、電子顕微鏡センターである Cen にいたからこそ体感できたと言え、私の研究活動においても見習うべきものと強く感じました。

3. 終わりに

DTU Cen での滞在中は私は研究活動への姿勢を考え直す、かつ自身の成長にも繋がる、貴重な経験をさせていただきました。帰国して1ヶ月ほどの今、自身の成長を感じる機会はまだまだ少ないですが、今後研究を行っていく中で、実感していくと信じております。そのためにも、今回の経験をもとに研究スタイルを改善させ、立派な研究者となれるように努めていく所存です。最後になりましたが、Cen での滞在をご支援していただいた関係者の方々に、この場をお借りしてお礼申し上げ、本稿を締めさせていただきます。

(2014年1月21日受理)[doi:10.2320/materia.53.114]

(連絡先: 〒815-8580 春日市春日公園 6-1)

白金を塩酸で溶解する新技術開発の裏話

岡部 徹*

1. はじめに

白金(Pt)をはじめとする貴金属は、化学的に安定しており、塩酸(HCl aq.)では溶解できない、と一般には思われている。これは、貴金属元素は酸化されにくく、通常環境ではPt⁺などのイオンになりにくいいため、塩酸などの酸に対して溶解しないからである。したがって、Ptを水溶液に溶解する場合には、王水(HCl aq.とHNO₃ aq.の混合物)など、極めて強い酸化力を有する酸を使って、強引に酸化する必要がある。

強い酸化力を有する酸を使えば、Ptでも水溶液中に溶解できるが、処理に長時間を要するが多い。また、スクラップ中のPtを溶解して回収する場合は、Ptより先に他の金属・酸化物等が溶解するため、重金属や酸化剤を多量に含む処理が困難な有害廃液が多量に発生する。このため、廃液中のPtを酸で溶解してリサイクルする操作は、廃液の処理など環境に対する負荷が大きい、という難点もある。

このような背景を踏まえ、著者らの研究室では、酸化剤を含まない溶液を使ってPtを溶解する環境調和型の新技術の研究・開発に取り組んでいる。この研究の詳細は、原典⁽¹⁾⁻⁽³⁾を参照されたいが、ここでは、塩化銅を用いた新技術開発にまつわるいくつかの裏話をご紹介します。

2. 塩化銅を塩化剤として選んだ裏話

2006年の夏、当時、博士課程の学生であった竹田修氏(現：東北大)に、著者は様々な金属化合物を研究室の試薬として購入するように指示した。これは、Ptの新規溶解法の開発プロジェクトのための合金の塩化剤として購入したのではなく、炎の中での発色を比較するために、種々の金属化合物を試薬として揃えようとしたものであった。これらの試薬は、キャンプファイアーやトーチの炎に様々な色をつける場合にも利用できる。しばらくして、多くの金属化合物が、研究室の大机の上に並べられたが、この中の一つに塩化銅(II)(CuCl₂)があった。

当時、修士課程の大学院生として白金を塩酸で溶解する新技術開発に取り組んでいた堀家千代子氏(現：関東化学(株))は、塩化剤として塩化鉄(III)(FeCl₃)を用いて研究を進めていた。偶然にも机の上に並べられていたCuCl₂を著者が見

つけ、これも塩化剤としては機能するはずなので、FeCl₃だけでなくCuCl₂も使ってみるよう指示した。ところが、様々な実験条件を試みても、なかなか上手くは研究が進まなかった。

当初はCuCl₂を用いても塩酸のみでは高々1%程度のPtしか溶解しなかった。しかし、研究は諦めず信念をもって努力することも大切である。試行錯誤の末、CuCl₂による塩化処理を行う温度を最適化させれば、溶解率が大きく上昇することを堀家氏は地道な実験により見出した。

最終的に堀家氏は、PtをMgと合金化したあと、この合金粉末をCuCl₂と混合して773 K(500°C)で反応させると、Ptの塩化は上手く進み、可溶性の塩が得られることを確認した。一連の研究の結果、合金化+塩化処理を前処理として行えば、353 K(80°C)の塩酸を用いてわずか15分で100%のPtを溶解できる条件を見出したのである⁽²⁾⁽³⁾。

合金化処理に続く塩化処理という前処理により、塩酸だけで短時間でPtを100%溶解できる条件を見出したことは、画期的な研究成果であった。そこで、堀家氏に学術誌(Journal)に本研究成果を投稿するように勧めた。

3. 論文投稿の苦労

堀家氏は、2008年3月に修士号を取得して卒業後、民間企業に就職したため、実際に本研究成果をMetallurgical and Materials TransactionというTMS(米国資源材料学会)の学会誌への投稿する準備に取り掛かったのは、卒業後1年半ほど経ってからであった。ようやく投稿の準備が整った2011年6月末に、著者らは著名な学術誌にPtと同じ白金族金属のRhに関する論文が掲載されたことを知った⁽⁴⁾。そこで、もしかすると、この研究にも興味を持ってもらえるのでは、と淡い期待を抱きつつ、本文を大幅に書き換えて、2011年12月にScience誌に投稿した。しかしながら、同誌では査読に回されることなく、1週間後には不採択(リジェクト)となった。気を取り直して少し書きなおし、今度は、JACS(Journal of American Chemical Society)に本研究成果を2012年1月に投稿した。同誌でも査読に回されることなく1週間で、リジェクトの連絡が来た。これらの著名な学術誌は、読者の注目を引かないという理由だけで、査読すらせずにリジェクトするようである。内容の吟味すらしないという対応は腹だたいが、投稿してから1週間でリジェ

* 東京大学生産技術研究所；教授，サステイナブル材料国際研究センター；センター長(〒153-8505 目黒区駒場4-6-1)
The Inside Story of Development of New Technology for Platinum Dissolution by Hydrochloric Acid; Toru H. Okabe(The University of Tokyo)
Keywords: platinum, precious metals, dissolution, recycling, environmental technology, inside story
2014年1月8日受理[doi:10.2320/materia.53.115]

クトの返事が来るというのは合理的ではある。

初めて書いた労作の論文が立て続けにリジェクトされた堀家氏は、意気消沈したことであろう。しかし、再度気を取り直して書きなおし、2012年3月には当初目標としていた *Metallurgical and Materials Transaction* 誌に投稿した。最初の3カ月は何の返事もなく、査読状況の催促をしても、なかなか返事が来なかった。ようやく戻ってきた査読のコメントには、査読者の事実誤認も多く含まれており、内容について適切な評価がなされていなかった。査読に対する返答を初めて書く堀家氏に対し、著者は、本質を理解していない査読に対しては妥協することなく、原文をあまり変更せずに査読対応するよう指示した。査読対応は難なく終了し、2012年9月には、大きな修正もなく受理され、2012年12月には論文⁽²⁾として掲載された。

一時は「この研究について、まともに評価してくれる学会はないのでは」とも悲観したが、この程度で我々はめげることにはなかった。ただ、欧米の学会では評価されないようなので、2012年11月には、「白金を塩酸で溶解する環境調和型の新リサイクル技術の開発」と題して、日本金属学会の第36回技術開発賞にエントリーした。学術論文としては認められなくとも、“環境調和型の新技術の開発に対する取り組み”は認めて貰えるのでは、と期待した次第である⁽³⁾。

4. 苦あれば楽あり

ところが、いざ論文が学術誌に掲載される段階になって事態が急変した。驚いたことには、TMS に投稿した論文は、編集者より「注目すべき論文(Editor's choice)」として選ばれ、雑誌の掲載に先だって、2012年10月18日に優先的に学会のホームページ上に掲載され、無償で広く一般公開されるとの連絡を受けた。誰の目にとまったのかは今もって不明であるが、本研究の進歩性を評価してくれる人がTMSの関係者の中にいることは間違いなく、欣快である。

さらに、2012年12月にはASM International というTMSの親組織から、「ASM International is considering for an ASM author award」受賞という連絡を受け、生年月日や正確な所属等の問い合わせがあった。著者はこのメールを「新卒の詐欺メール」と思い、危うくSpamメールとして削除するところであった。しかし、文面をよく読むと、著者宛のメールで、論文のタイトルなどの詳細情報が記載されているので、個人情報を送した。

半年後の2013年6月に、ASM から「Dear Gentleman; Please see the attached letter. Congratulations! I look forward to meeting you in Montreal in the Fall.」という連絡を受け、“The ASM Henry Marion Howe Medal for 2013”という賞をいただけるとの内定通知があった。調べてみると、この賞は1923年に創設された91年もの伝統ある荣誉ある賞で、TMSの学術誌 *Metallurgical and Materials Transaction* に投稿された論文の中で、最も優秀な論文に対して1年に1件程度の厳選された論文に贈られる賞である。

有難いことに、2013年6月には日本金属学会から技術開発賞受賞の内定の連絡も受けた。論文の投稿段階では辛いことが続いていたが、同様のテーマで論文賞と技術賞を同時に

受賞したのは、奇跡的である。

2013年10月末には、堀家氏とともにモンリオールで開催されたASMの年会に参加し、荣誉あるHenry Marion Howe Medalを受賞した。受賞式および祝宴は、Westinホテルの大宴会場で厳かに行われた。式典では、論文賞の他にも各種貢献賞やFellow等の授与式が行われ、受賞者は全員、男性はタキシード、女性はイブニングドレスでの出席が義務付けられていた。式典は格調高く華やかで、式次第も日本の文化とは全く異なるものであったので、一生の思い出となるイベントであった。残念ながら、共著者の森田教授は、この式典に参加できなかったが、筆頭受賞者の堀家氏は、着物姿で式典および祝宴に参加し、壇上のメインテーブルに着席したため、祝宴では皆から注目され、大変な人気者であった。

5. おわりに

ここで紹介したのは、合金化処理と酸化処理(塩化処理)という前処理によって、Ptを塩酸に溶解する新技術の開発とその論文発表から受賞に至るまでの裏話である。

スクラップ中の貴金属は、一般的には、複雑な構造体の中の表面に少量、他の元素とともに存在することが多い。本溶解手法の要素技術となる合金化処理や酸化処理は、気相を介して反応物質を供給することが可能であるため、スクラップ中の貴金属を処理するのに適している。

将来的には、本技術を応用し、“簡単な前処理の後に、塩水や水をかけるだけで、効率よく貴金属を溶解できる画期的な環境調和型のリサイクル技術”を開発したいと考えている。

レアメタルの製錬やリサイクルの研究は地味で、一般受けはしない。しかし、地道に取り組んでいると、「三度目の正直」で、良いこともあることが示された2013年であった。困難や苦労は多くとも、今後もNever Give Up, Challenge!の精神で、元気に明るく前向きに、レアメタルの製錬・リサイクルの研究を続けていきたい。

苦勞して実験を進めて成果を出し、度重なるリジェクトにもめげずに投稿論文を作成した堀家千代子氏、ならびに、研究プロジェクトの立案から予算の獲得、原稿執筆、メンタルケアまで常にサポートしていただいた森田一樹教授に対し、心より感謝いたします。また、本研究の礎となった、活性金属の合金を使った貴金属の溶解手法の研究開発⁽¹⁾をともにこなして下さった、前田正史教授(現:東京大学 理事・副学長)、萱沼義弘氏(松田産業㈱)、山本祥子氏、大川ちひろ氏(NEC)および関係各位に記して謝意を表します。

文 献

- (1) T. H. Okabe, S. Yamamoto, Y. Kayanuma and M. Maeda: *J. Mater. Res.*, **18**(2003), 1960-1967.
- (2) C. Horike, K. Morita and T. H. Okabe: *Metall. Mater. Trans. B*, **43**(2012), 1300-1307.
- (3) 堀家千代子, 森田一樹, 岡部 徹: まてりあ, **52**(2013), 71-73.
- (4) K. Kusada, M. Yamauchi, H. Kobayashi, H. Kitagawa and Y. Kubota: *J. Am. Chem. Soc.*, **132**(2010), 15896-15898.



〈お知らせ〉

～ まてりあ・会誌・Mater. Trans.

バックナンバー(冊子)ご購入につきまして～



- 会報「まてりあ」 冊子 (30巻1号～在庫ある分)
- 会誌(論文誌) 冊子 (57巻1号～在庫ある分)
- Mater. Trans. 冊子 (34巻1号～在庫ある分)
(英文論文誌)

〈申込・問合せ先〉 (公社)日本金属学会 TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 E-mail: member@jim.or.jp

◎講演大会概要集 DVD の販売について◎

春秋講演大会の概要集 DVD を発行および販売しております。ご購入希望の方は、E-mail または FAX にて下記要領によりお申込下さい。①件名：○年○期講演大会講演概要集 DVD 購入申込 ②申込者氏名 ③会員の場合は会員資格(会員番号併記) ④申込数 ⑤送付先住所 をご記入下さい。

ホームページに申込書がございます。

会員特価：3,810円+税 定価：10,000円+税 送料：500円(消費税込み)

申込先：E-mail: ordering@jim.or.jp FAX 022-223-6312

〈 本会発行学術図書類出版案内 〉

• 金属化学入門シリーズ	• 講座・現代の金属学 材料編	• 講座・現代の金属学 実験技術集編	• 講座・現代の金属学 製錬編
• 金属工学シリーズ	• セミナーテキスト	• シンポジウム予稿集	• 国際会議プロシーディングズ
• 金属博物館紀要	• 単行本 機関誌ファイル	• 講演大会概要集 DVD 注文書	

◎ホームページで目次が見られるようになっております。

<http://jim.or.jp/> → 刊行物 → 学術図書類

申込先：E-mail: ordering@jim.or.jp FAX 022-223-6312

◇ 日本金属学会 春秋講演大会開催予定 ◇

★2014年3月21日(金)～23日(日)東京工業大学

★2014年9月24日(水)～26日(金)名古屋大学

★2015年3月18日(水)～20日(金)東京大学

本 会 記 事

会 告	講演大会のセッションの改編のお知らせ	118
	2014年春期(第154回)講演大会および懇親会参加のご案内	120
	2014年春期講演大会概要集 DVD の販売について	120
	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	120
	2014年春期講演大会期間中の託児室設置のお知らせ	120
	男女共同参画ランチョンミーティング開催のお知らせ	120
	平成26年度春季全国大学材料関係教室協議会講演会	120
	2014年秋期講演大会外国人特別講演および招待講演募集	120
	日本金属学会国際会議企画提案募集	120
	会報編集委員会からのお知らせ	121
	金属学会セミナー報告	128
支部行事	材料系学協会情報コーナー	122 127
掲示板	次号予告	123 127
会誌・欧文誌 3号目次	行事カレンダー	125 129
新入会員	会誌編集委員会からのお知らせ	127 132

- ・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
あたりあ・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〉

- ★「あたりあ」「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。

会 告 (ホームページもご参照下さい)

講演大会のセッションの改編のお知らせ

公益社団法人日本金属学会
会 長 掛下 知行
講演大会委員長 西田 稔

講演大会セッション改編の背景

本会は2001年春期大会から21世紀を先導する学会を目指した分科会および講演大会等の新しい運営に移行しました。その後、第4期科学技術基本計画による研究開発の出口の強化、政権交代による科学技術イノベーション総合戦略への対応、また、本会においては公益社団法人への移行などを実施して参りました。

材料研究を通して社会を牽引する魅力ある学会としての存在意義を確立し、停滞する社会情勢を打破するためには、幅広い分野の方々と交流と忌憚らない意見交換を行うことが不可欠です。講演大会はこのための最も重要な場であると位置づけ、2011年沖縄での秋期大会での各種の試行の知見も踏まえて、その活性化を図ることを喫緊の課題として検討を重ねて参りました。今回、講演大会活性化の一環として下記の方針に基づいて講演大会セッションの改編を実施し、さらに今後も継続的かつ弾力的に改編を推進します。

セッション改編の主な方針

- (1) 革新的な材料の開発に不可欠な学理・現象・プロセッシング別セッションの充実を図るとともに、材料別セッションとのバランスを現状よりも配慮して、セッションの再構築を行なう。
- (2) 企業研究者・技術者の要望に応じるため、材料別セッションとそれらを横断する学理・現象・プロセッシング別セッションに分別して再構築する。
- (3) 前回の改編と同様に、周辺学協会(含む材料ユーザー)や企業の参加が促進され、若手研究者・技術者にとってより魅力あるセッション分類・編成をする。
- (4) 公募シンポジウムの一層の充実を図り、一般セッションと両輪の運営を推進する。
- (5) セッション名は、見直し・改訂を今後とも継続する。

セッション改編実施時期

2014年秋期講演大会から実施する。

講演セッションの選択方法

- (1) セッション一覧表を参考に、第1希望(必須)および第2希望(必須)のセッションを選択して下さい。
- (2) セッションは、材料と社会セッション、学理・現象・プロセッシング別セッションおよび材料別セッションを問わず選択できます。

新講演セッション(詳細は次頁のとおり)

新講演セッション一覧

材料と社会セッション	
セッション名 (4)	
教育	材料と社会
歴史	
材料と社会	
環境	

学理・現象・プロセッシング別セッション	
セッション名 (35)	
水素関連物性・機能・プロセッシング	物性基礎
イオン伝導・輸送現象	
磁気機能・磁気物性	
電気伝導・熱伝導	
電子・光物性	
薄膜・多層膜・超格子物性	
微粒子・ナノ粒子物性	
量子ビーム科学	
拡散・相変態	組織制御
再結晶・粒成長・集合組織	
熱力学・状態図・相平衡	
マルテンサイト・変位型相変態	
強度・力学特性	力学特性
高温変形・クリープ・超塑性	
格子欠陥・格子欠陥制御・プラストン	
疲労・破壊	
粒界・界面	
高温酸化・高温腐食	材料化学
腐食・防食	
表面処理・表面改質・コーティング	表面・界面
表界面反応・分析	
摩耗・トライボロジー	
細胞機能・組織再生	生体材料基礎
生体構造機能	
生体表界面機能	
分析・解析・評価・先端技術	分析・評価
計算材料科学・材料設計	
環境・リサイクル技術	材料プロセッシング
凝固・結晶成長・鋳造	
製造プロセス・省エネルギー技術	
塑性変形・塑性加工	
非平衡プロセッシング	
マイクロ波応用プロセッシング	
融体・高温物性	
溶接・接合	

材料別セッション	
セッション名 (38)	
エネルギー・電池材料	エネルギー関連材料
水素化物・水素貯蔵・透過材料	
センサー材料	
熱電材料	
触媒材料	
ジェットエンジン・ガスタービン耐熱材料	
蒸気発電耐熱材料	
原子力材料	
磁気記録材料	磁性材料
スピントロニクス・ナノ磁性材料	
ソフト磁性材料	
ハード磁性材料	
太陽電池材料	電気・電子材料
超伝導材料	
半導体材料	
配線・実装・マイクロ接合材料	
生体・医療・福祉材料	生体・医療・福祉材料
テーラーメイド医療材料	
鉄鋼材料	構造・機能材料
Al・Al 合金	
Cu・Cu 合金	
Mg・Mg 合金	
Ti・Ti 合金	
金属間化合物材料	
形状記憶材料	
スマート・インテリジェント材料	
MEMS デバイス用材料	
セラミックス材料	
自動車用材料	
航空機用材料	
超微細粒材料(バルクナノメタル)	
粉末・焼結材料	
複合材料	
ポーラス材料	
ナノ・萌芽材料	
アモルファス・準結晶材料	
元素戦略・希少資源代替材料	元素戦略
レアメタル	

2014年春期(第154回)講演大会および懇親会参加の案内

会 期 2014年3月21日(金)～3月23日(日)
会 場 東京工業大学大岡山キャンパス(東京都目黒区大岡山)
参加申込 大会会場当日受付(事前申込締切:2月21日)
懇親会申込 懇親会会場受付:八芳園1階「ジュール」
(〒108-0071 東京都白金台1-1-1 ☎ 03-3441-7888)
講演発表 本号付録およびホームページ掲載
各種賞贈呈式 2014年3月21日(金)午前9時より
東京工業大学大岡山キャンパス70周年記念講堂

2014年講演大会概要集 DVD の販売について

2014年春期講演大会の概要集 DVD を発行および販売いたします。ご購入希望の方は、E-mailまたはFAXにて下記要領をご記入の上お申込下さい。①件名:2014年春期講演大会概要集 DVD 購入申込 ②申込者氏名 ③会員資格(会員番号併記)④申込数 ⑤送付先住所 ホームページに申込書がございます。
3月7日の発行後、請求書と郵便払込用紙を添えて送付いたします。

会員特価:3,810円+税 定価10,000円+税 送料:500円(消費税込み)

申込先 E-mail: ordering@jim.or.jp FAX 022-223-6312

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する

(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

利用日時 2014年3月21日(金)～23日(日)
(毎日、午前9:30から午後5:30まで)

申込締切 3月7日(金)

申込方法 ホームページ → 講演大会 → 募集・お知らせ → 各種ご案内 よりお申込み下さい。

第6回 男女共同参画ランチョンミーティング開催

「金属材料分野での多様なキャリアパス」

金属材料分野でのキャリアパスとしてどのようなものがあるでしょうか。企業、大学、独法研究機関など様々です。また、一言で企業といっても様々な分野で活躍可能です。金属材料を学んだ先輩達がどのような進路で活躍しているか話を聞いてみませんか。大勢の方のご参加をお待ちしております。

主 催 日本金属学会・日本鉄鋼協会男女共同参画委員会
協 賛 男女共同参画学協会連絡会
日 時 2014年3月23日(日) 12:00～13:00
会 場 東京工業大学大岡山キャンパス
西5号館4階 W541 (鉄鋼協会第3会場)
参加費 無料 弁当先着30名まで無料提供
(学会参加申込の有無にかかわらず参加できます!!)

司会 梅津理恵(東北大学)
12:05～12:10 開会の挨拶
男女共同参画委員会委員長 御手洗容子(物材機構)
12:10～12:30 Current situation of female researchers in USA
Assistant Prof. Michele Manuel, Univ. of Florida
12:30～12:40 第3回男女共同参画大型アンケート報告
吉原美知子(横浜国大)
12:40～12:55 総合討論
12:55～13:00 閉会の挨拶
男女共同参画委員会副委員長 松野泰也(東大)

平成26年度春季 全国大学材料関係教室協議会講演会のご案内

主 催 全国大学材料関係協議会
共 催 日本金属学会, 日本鉄鋼協会
日 時 2014年3月23日(日) 14:00～16:00
場 所 東京工業大学大岡山キャンパス 南8号館501号室
聴講料 無料

<講演会> 元素戦略の新たな展開 II

14:00～15:00 電子材料領域の元素戦略拠点 TIES: その目指すものと最近の進展 東工大 細野秀雄
15:00～16:00 触媒・電池材料拠点の使命と計画 京大 田中庸裕

2014年秋期講演大会外国人特別講演および招待講演募集

春秋講演大会における外国人研究者による特別講演と招待講演については会員からの推薦をもとに、毎年6月と12月に開催される国際学術交流委員会において審議採択し、講演実施細目については分科会運営委員会で決定いたします。つきましては、2014年秋期講演大会における特別講演と招待講演を募集いたしますので、下記要領によりご推薦下さい。

1. 特別講演

- ・講演者: 著名な外国人研究者とする。
- ・講演時間: 30分(討論10分)
- ・採択件数: 3～4件
- ・滞在費補助: 10,000円
- ・その他: 大会参加費免除, 懇親会招待

2. 招待講演

- ・講演者: 有益な講演が期待される国内に滞在する外国人研究者とする。
- ・講演時間: 15分(討論5分)
- ・採択件数: 5件程度
- ・滞在費補助: なし
- ・その他: 大会参加費免除

3. 推薦用紙

所定様式(ホームページからダウンロード下さい)により、下記メールアドレス宛に「外国人特別講演推薦」と明記しお送り下さい。送信後2～3日過ぎても受理メールの無い場合はお問合せ下さい。

4. 推薦書提出期日 2014年5月31日(土)

5. 照会: 推薦書提出先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32
(公社)日本金属学会 国際学術交流委員会宛
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
E-mail: gaffair@jim.or.jp

日本金属学会主催国際会議企画提案募集

本会が主催する国際会議につきまして、ダイナミックな国際化の動きに即したタイムリーな企画を選定するため、次の方針で提案募集を行います。2016年度以降開催の国際会議が対象です。ご参照のうえ、期日までに有意義な企画をご提案下さいますようお願いいたします。

します。

提案締切日 2014年5月31日(土)

提案要項 下記事項を記載した文書(A判)をもって、本学会長宛に申請して下さい。

- (1) 会議の名称(和文・英文)
- (2) 会期
- (3) 開催地・会場予定
- (4) 会議の目的・特徴
- (5) 日本開催の経緯と意義
- (6) 計画概要
 - a. 協賛、後援団体
 - b. 主要準備日程
 - c. 使用語
 - d. 参加予定国(国名・国数)
 - e. 参加予定者数(国内外)
 - f. 著名な国内外参加予定者(氏名・所属・役職)
 - g. パラレルセッション数およびポスターセッションの有無
 - h. プロシーディングスの出版(出版元・予定頁数、製作部数・頒価・配布方法)
 - i. 予算(収入・支出明細)
- (7) 準備委員会委員(氏名・所属・役職)
- (8) 提案(連絡)責任者(氏名・所属・役職・住所・電話・E-mail)

提案書送付先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

(公社)日本金属学会 国際会議募集係

一公益社団法人日本金属学会主催国際会議実施方針(2013年12月改訂抜粋)一

1. 基本的要件

- (1) 開催要望が国内外で高まっており、かつ本学会員からも要望されていること。
- (2) 関係国内学協会の協賛が得られること。
- (3) 会議の計画内容が本学会主催の会議としてふさわしいと認められること。
 - 1-1 会議の構成、主要題目、日程、使用語が適切である。
 - 1-2 参加国数および国外参加者が10カ国50名以上予定されていること。
 - 1-3 参加予定国および参加予定者は確実な根拠に基づいて推定されていること。
 - 1-4 当該分野における国内外の代表的研究者の参加が予定されていること。
- (4) 会議のProceedingsを刊行する場合は、多重投稿等ミスコンダクトが生じないよう対策をとること。実施する対策を事前に届け出て本会の承認を得ること。

2. 本学会主催国際会議の区分と規模

- (1) JIMIS: 国際シンポジウム—参加者150名未満
- (2) JIMIC: 国際コンファレンス—参加者150名以上
- (3) その他の国際会議—国際的要請に基づいて主催する国際集會等

3. 開催頻度

必要に応じて随時開催する。

4. テーマの公募、選定方法

- (1) 「まてりあ」会告で定期的に企画提案を募集する。
- (2) 提案された企画案は、まず分科会運営委員会において検討、優先順位を付けて、国際学術交流委員会に提示する。
- (3) 国際学術交流委員会において実施企画、会議の区分、貸与金(内定)を決定して、理事会に答申する。
- (4) 理事会において正式決定し、提案責任者に対して文書により決定通知と開催準備推進の依頼を行う。

5. 財 源

- (1) 参加費
- (2) 文部科学省補助金
- (3) 地方公共団体補助金

(4) 民間財団補助金

(5) 本学会国際学術交流資金からの貸与金(上限100万円会議後返却)(補助金から貸与に変更となっております)

(6) 寄付金

6. 業務処理の会計処理

本会の「国際会議開催準備マニュアル」と「国際会議会計処理マニュアル」に準拠する(これらの資料は採択決定後に提案責任者に送付する)。

7. 本学会主催の国際会議開催予定

PRICM9 国際会議

開催時期: 2016年8月1日~5日(予定)

開催場所: 国立京都国際会館(予定)

会報編集委員会からのお知らせ

まてりあ「プロジェクト報告」企画公募

特定領域研究新学術領域研究、学術研究、戦略的創造研究など、これまで公的資金補助によるプロジェクト研究が行われているが、その研究成果は一部の関係者に資料配布されるに留まっているのが現状である。その成果を多くの研究者が目を通す会報「まてりあ」にまとめて掲載しませんか。「まてりあ」には、有料で掲載できる「プロジェクト報告」というカテゴリがあり、通年応募を受け付けております。下記参照の上、奮ってご応募下さい。

種別名称 「プロジェクト報告」

主 旨 公的資金を得ているプロジェクトの最終研究成果を有料掲載する。

応募期間 通年とする。

応募資格 企画提案者および執筆者に本学会員2名以上が含まれていることを要する。

提出書類 企画書(プロジェクト名、責任者名、企画趣旨、希望号、企画主題、記事種別・題目・執筆者・執筆頁・執筆のねらい、責任者連絡先)を提出する。

企画内容 プロジェクト紹介(1頁)、解説、最近の研究、トピックス記事スタイルの組み合わせとする。

解 説 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記述する。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。

最近の研究 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。

トピックス 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。

企画決定 会報編集委員会にて採否の決定を行う。

費用負担 1頁: 30,000円

企画総頁 35頁以内

著作権 日本金属学会に帰属する。

査 読 会報編集委員会が行う。論文毎に複数名の査読候補者を含めた企画書を提出してもらい一括して審議する。

執筆依頼 特集関係の執筆依頼方法と同じ方法で事務局が行う。

執筆方法 「まてりあ」執筆要項に準じる。

送付・問合先 〒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

支部行事

東海支部

特別講演会開催のお知らせ

大型放射光施設で行うX線トモグラフィは、高空間分解能で連続観察(3Dに時間軸を加えることから4Dと呼ぶ)ができることが大きな特徴である。現実の構造機能材料の複雑な組織変化、変形・破壊挙動の解明により、学術的、産業的成果が挙がりつつある。鉄鋼材料でも、理論分解能に迫る高分解能が得られることがここ2年程度で明らかになり、位相イメージングにより二相組織可視化の可能性も示されている。このことから、今後は鉄鋼での活用も期待される。本講演では、3D/4Dイメージング技術を用いた非鉄・鉄系構造材料の力学特性評価例を紹介する。

日時 2014年3月10日(月) 15:30~17:00
場所 名古屋大学 ES 総合館 1階 ES 会議室
(名古屋市千種区不老町)
(<http://www.nagoya-u.ac.jp/access-map/index.html>)
講演題目 3D/4D イメージベースアプローチ：構造材料の評価から新材料開発まで
九州大学 工学研究院 機械工学部門 /
3D/4D 構造材料研究センター 戸田裕之
参加費 無料
定員 80名
参加申込方法 2月28日(金)までに、所属、氏名、TEL、FAX、E-mailを明記の上、下記申込み先へご連絡下さい。なお、定員になり次第締め切らせていただきます。
申込・問合せ先 〒464-8603 名古屋市千種区不老町
名古屋大学大学院工学研究科 マテリアル理工学専攻内
日本金属学会・日本鉄鋼協会 東海支部事務局
E-mail: tokai@numse.nagoya-u.ac.jp

中国四国支部

平成26年度支部会議

日時 2014年3月14日(金) 13:00~14:00
場所 ビュアリティまきび 飛鳥(〒700-0907 岡山市北区下石井 2-6-41)
議題 平成25年度業務・会計報告
平成26年度業務計画・予算案
表彰
新役員承認
支部長挨拶

湯川・本多光太郎記念支部講演会

日時 2014年3月14日(金) 14:10~16:30
場所 ビュアリティまきび 飛鳥(〒700-0907 岡山市北区下石井 2-6-41)
プログラム
14:10~14:15 開会挨拶 金属学会支部長
14:15~15:15 (湯川記念講演) 座長：森戸茂一(島根大)
鉄鋼インフォマティクス-3D4D鉄鋼ゲノムビッグデータを活用したモデリング支援による高効率材料開発- 鹿兒島大教授 足立吉隆
15:15~15:25 一休憩-

15:25~16:25 (本多光太郎記念講演) 座長：小林千悟(愛媛大学)
規則相が整合析出した微細組織と状態図
名工大教授 小坂井孝夫
16:25~16:30 閉会挨拶 鉄鋼協会支部長
参加費 無料
申込・問合せ先 3月10日(月)締切り 森戸茂一(島根大学)宛
申込・連絡先 ☎/FAX 0852-32-6398 / 0852-32-6409
E-mail: tatara@riko.shimane-u.ac.jp
アクセス ビュアリティまきび <http://www.makibi.jp/>

九州支部

平成26年度春季講演会

[共催]日本鉄鋼協会九州支部

日時 2014年3月14日(金) 13:15~16:40
場所 九州工業大学 教育研究 6号棟 2階 6-2A 講義室(北九州市戸畑区仙水町 1-1)
プログラム
13:15~14:15 湯川記念講演会
レーザー照射による溶接熱影響部の結晶粒微細化について
西日本工業大 西尾一政
14:15~16:40 講演討論会 テーマ「最新の溶接技術について」
(1) レールの溶接技術について 新日鐵住金 狩峰健一
(2) 鉄鋼材料のレーザー溶接 阪大 片山聖二
(3) 溶かさない溶接：摩擦攪拌接合 東北大 粉川博之
参加費 無料
定員 70名
問合せ先 〒804-8550 北九州市戸畑区仙水町 1-1
九州工業大学 大学院 工学研究院 材料開発部門 恵良秀則
☎ 093-884-3368 FAX 093-884-3351
E-mail: era@matsc.kyutech.ac.jp
又は
〒807-0873 北九州市八幡西区藤原 4-5-22
(一社)日本鉄鋼協会 九州支部 事務局 北岡 宏
☎ 093-691-2531 FAX 093-980-1570
E-mail: kitaoka.hiroshi@iwa.bbq.jp

〈公募類記事〉

無料掲載：募集人員，締切日，問合せのみ掲載。
 有料掲載：1/4頁(700～800文字)程度。
 ・「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

◇東京大学物性研究所 助教 公募◇

公募職名及び人員数 助教 1名

部 署 物質設計評価施設(廣井研究室)

職務内容 物質設計評価施設廣井研究室の助教として，新しい強相関電子系物質の開発を行う。固体化学的手法を用い，固体物理の視点を持って，物質合成，評価，物性測定を積極的に行う意欲のある若手研究者を希望する。

応募資格 博士課程修了，またはこれと同等以上の能力を有する者。(着任予定時期までに上記学位取得見込みの者を含む。)

任 期 5年。ただし審査の上，1回を限度として再任を認める。

公募締切 2014年4月4日(金)必着

着任時期 2014年8月以降の出来る限り早い時期

提出書類

(イ)推薦の場合

- 推薦書
- 履歴書(略歴で可)
- 業績リスト(特に重要な論文に○印をつけること)
- 主要論文の別刷(3編程度，コピー可)
- 研究業績の概要(2,000字程度)
- 研究計画および自己アピール(2,000字程度)

(ロ)応募の場合

- 履歴書(略歴で可)
- 業績リスト(特に重要な論文に○印をつけること)
- 主要論文の別刷(3編程度，コピー可)
- 関係教員等による応募者本人についての意見書(作成者から書類提出先へ直送)
- 研究業績の概要(2,000字程度)
- 研究計画および自己アピール(2,000字程度)

書類提出先 「物質設計評価施設 廣井研究室 助教 応募書類在中」の旨を朱書し，下記住所まで書留にて郵送，または，持参すること。

〒277-8581 千葉県柏市柏の葉5-1-5

東京大学物性研究所総務係

☎ 04-7136-3207

E-mail: isspp-somu@kj.u-tokyo.ac.jp

問合せ先 東京大学物性研究所物質設計評価施設 教授 廣井善二

☎ 04-7136-3445 E-mail: hiroi@isspp.u-tokyo.ac.jp

http://www.isspp.u-tokyo.ac.jp/maincontents/jobs/detail/jokyou2503-hiroiken.html

選考方法 東京大学物性研究所教授会にて審査，決定する。ただし，適任者がない場合には決定を保留する場合がある。

その他 応募書類等は返却しないので，了解の上，申込むこと。また，応募書類は本応募の用途に限り使用し，個人情報等を正当な理由なく第三者へ開示，譲渡及び貸与することはない。

◇九州大学カーボンニュートラル・エネルギー国際研究所(I²CNER) 水素適合材料研究部門 ポスドク公募◇

概 要 九州大学カーボンニュートラル・エネルギー国際研究所(I²CNER)は，文部科学省の世界トップレベル研究拠点プログラムに選定された研究機関です。I²CNERの教員及び研究者には，エネルギーシステムの効率向上やCO₂の分離・回収・貯留に関する研究を通じて，CO₂の排出削減に貢献していただきます。

I²CNERが実現を目指す多くの研究の中には，水素社会において，水素をエネルギーキャリアとして製造・貯蔵・転換する技術があり，そのほか，CO₂の貯留あるいはCO₂を有益なものに変換するなどの基礎科学にも目を向けています。さらに，研究所の重要なミッションは，共同研究や異分野融合研究を通じてイノベーションを促進し，国際的でアカデミックな環境を確立することです。

九州大学伊都キャンパスには，多くの最新型の分析機器や実験施設が設置されており，これらの研究設備を利用することができます。

応募資格 I²CNERでは，水素適合材料(力学/材料，疲労と破壊，トライボロジー)の分野において，専門知識を有するポスドク研究者を募集します。ポスドク研究者は，その専門・教育分野に応じた研究グループに参加していただきます。特に，異分野融合研究を実践し，分野の枠を超えた共同研究を行うことのできるポスドクを募集いたします。

提出書類 応募者は，以下の書類を提出して下さい。

- (1)カバーレター (2)応募用紙(ウェブサイト上に掲載)
- (3)履歴書(研究経験，関心事項の詳細を記載すること)
- (4)研究計画書(ウェブサイト上に掲載) (5)論文リスト
- (6)応募者の研究内容等について照会が可能な者4名の氏名と連絡先

*書類はすべて英語で記載して下さい。

応募締切 2014年3月31日(月)17時(日本時間)必着

公募の詳細・書類提出先 ホームページにてご確認ください。

http://i2cner.kyushu-u.ac.jp/ja/recruit/recruit.php

問合せ先 九州大学カーボンニュートラル・エネルギー国際研究所 〒819-0395 福岡市西区元岡744

☎ 092-802-6932 FAX 092-802-6939

wpi-office@i2cner.kyushu-u.ac.jp

集 会

独日本学術振興会 産学協力研究委員会 合金状態図第172委員会 「第8回状態図・統計力学セミナー 開催案内」

20世紀型大量消費・使い捨て文明から，低エネルギー消費・資源循環型文明への転換を余儀なくされている現代において，資源循環，新エネルギー創出，低エネルギー消費，低環境負荷等の課題は工学を担う我々に託された解決すべき問題です。このような観点から，第1回～第4回のセミナーでは，様々な材料を見直すために必要な材料学の基礎である状態図について解説し，産業界への応用例を紹介しました。また，第5回セミナーでは，熱力学や統計力学と状態図の関係を詳細に説明しました。一方，第6回セミナーでは熱力学と状態図の關係に注目し，第7回セミナーでは統計力学と状態図の關係に注目し，それぞれ2日間にわたり解説しました。今回は，第7回セミナーの内容をさらに掘り下げて，2日間にわたりじっくりと解説します。

日 時 2014年6月23日(月)～24日(火)

場 所 京都テルサ 東館3階(9:00開館) D会議室
協 賛 (公社)日本金属学会, (一社)日本鉄鋼協会
定 員 68名

プログラム

6月23日(月)

- (1) 9:20~10:20 相平衡の統計力学
- (2) 10:30~11:30 同上
- (3) 12:40~13:40 同上
- (4) 13:50~15:20 同上 東京工業大学 梶原正憲
- (5) 15:30~17:00 離散格子上的状態図計算 東北大学 毛利哲夫

6月24日(火)

- (1) 9:20~10:20 離散格子上的状態図計算
- (2) 10:30~11:30 同上
- (3) 12:40~13:40 同上 東北大学 毛利哲夫
- (4) 13:50~15:20 統計力学から状態図計算へ
- (5) 15:30~17:00 同上 物質材料研究機構 阿部太一

参加費

事前申込: 6月16日迄 (当日申込)

- ・第172委員会参加企業 6,000円 (8,000円)
- ・その他の企業 10,000円 (12,000円)
- ・大学, 官公庁関係 4,000円 (6,000円)
- ・学生 2,000円 (4,000円)

申込方法 <http://j2www.materia.titech.ac.jp/seminar/>から申込書を入手し, 必要事項をご記入後, E-mailの添付書類にて kajihara@materia.titech.ac.jp 宛にお送り下さい。

世話人 梶原正憲(東工大), 大谷博司(東北大), 小坂井孝生(名工大), 阿部太一(物材機構)

問合せ先 東京工業大学 総合理工学研究科 材料物理学専攻 梶原正憲

☎ 045-924-5635 FAX 045-924-5857

E-mail: kajihara@materia.titech.ac.jp

集 会

◇レアメタル研究会◇

- 主 催 レアメタル研究会
主宰者: 東京大学生産技術研究所 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, イオン吸着鉄の生産地域・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)> (2014.1.23現在)

- 第61回 2014年7月4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9日(金)
★貴金属シンポジウム(第2回)+新年会★(合同開催)
- 第65回 2015年3月13日(金)

■レアメタル研究会について

レアメタル研究会は, 一般財団法人 生産技術研究奨励会の特別研究会(RC-40)の一つとして, 2002年に発足し, これまでに合計59回開催しました。参加者の累計はすでに5700人を超え, 今では, 毎回80~180人の関係者が集まる極めて活発な研究会となっております。本研究会は, 様々な重要な情報を社会に向けて発信し, また, レアメタルに関する産官学(+メディア)の交流の場として機能してきました。プロ集団からの情報発信源としての役割だけでなく, 最近の社会的な関心の高まりをはじめとするレアメタルブームの一翼も本研究会は担っております。

本研究会は, 企業会員の会費により運営されているプライベート・インフォーマルな会合であり, 学会等の学術的な研究会ではありません。企業会員向けの「勉強会・交流会」が主たる目的です。従いまして, 研究会の内容は, レアメタルのプロに対する技術的な内容の講演や, 最近のトレンドや問題点, さらに, 将来展望などの話題が多くなります。

大学・省庁・メディアの関係者の方には, ビジターあるいはオブザーバ・講師として, 無料にてご参加いただいております。企業関係者は, 最初の一回はビジターとして無料で参加できますが, 継続的に参加する場合は, 原則, 入会して企業会員としてご参加下さい。

お知らせ

樹新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)からのお知らせ
~「戦略的省エネルギー技術革新プログラム」における技術開発助成のご案内~

「戦略的省エネルギー技術革新プログラム」とは, 高い省エネルギー効果が見込まれる技術開発に対し助成する制度です。プログラムの詳細および公募情報は, 下記 URL を参照下さい。

http://www.nedo.go.jp/activities/ZZJP_100039.html

<http://www.nedo.go.jp/search/?type=koubo>

問合せ 「戦略的省エネルギー技術革新プログラム」事務局
E-mail: shouene@ml.nedo.go.jp



日本金属学会誌掲載論文

Vol. 78, No. 3 (2014)

論文

冷間圧延した Ti-20V-4Al-1Sn 合金における圧下率と組織形態および機械的性質との関係

井手直文 森田辰郎 前田尚志 瀬戸英人

Ti_{1-x}Cr_xO₂ の作製およびその組織と熱電特性の解析

相楽勝裕 魯 云 菊池優汰 野末貴裕
小椋 慧 吉田浩之 浅沼 博

Mg-Y-Zn 系 LPSO 構造中の積層欠陥への添加元素の偏析挙動の熱力学的解析

梅林 樹 飯久保 智 大谷博司

冷間圧延を施した無酸素銅における回復・再結晶機構

梶浦拓也 塚本雅章 山本厚之

スパッタ成膜中のイオン衝撃が Ni 薄膜の内部応力に及ぼす影響

豊田椋一 戸谷聡一郎 橋本真希 郡 亜美 松村義人

Materials Transactions 掲載論文

Vol. 55, No. 3 (2014)

—Special Issue on *In Situ TEM Observation of High Energy Beam Irradiation*—

PREFACE Somei Ohnuki, Naoyuki Hashimoto, Erwan Oliviero, Jonathan Hinks and Hattar Khalid

In-Situ Observation of Radiation Damage Using a Combined Facility of Electron Microscope and Heavy-Ion Accelerator(s) —History and Future Prospectives— (Overview) Shiori Ishino

Development of TEM Holder Generating In-Plane Magnetic Field Used for *In-Situ* TEM Observation Masashi Arita, Ryohei Tokuda, Kouichi Hamada and Yasuo Takahashi

A Triple Beam *In-Situ* Facility at Xiamen University Bing Tang, Jian Zhang, Ruigang Ma, Yingjun Ma, Qinghua Huang, Lihua Chen, Baoqun Cui, Yazhao Wu, Ning Li and Weisheng Jiang

Simulation of Transmission Electron Microscope Images of Dislocations Pinned by Obstacles Yuhki Satoh, Takahiro Hatano, Nobuyasu Nita, Kimihiro Nogiwa and Hideki Matsui

In Situ TEM Concurrent and Successive Au Self-Ion Irradiation and He Implantation Claire Chisholm, Khalid Hattar and Andrew M. Minor

New Approach to *In Situ* Observation Experiments under Irradiation in High Voltage Electron Microscopes Hiroaki Abe, Takahiro Ishizaki, Feng Li, Sho Kano, Yanfen Li, Yuhki Satoh, Takeshi Nagase and Hidehiro Yasuda

Microstructural Evolution of an Ion Irradiated Ni-Mo-Cr-Fe Alloy at Elevated Temperatures Massey de los Reyes, Lyndon Edwards, Marquis A. Kirk, Dhriti Bhattacharyya, Kim T. Lu and Gregory R. Lumpkin

Comparison between *In-Situ* and Post-Irradiation Cyclic Deformation Structures in Ni by 150 MeV Proton Irradiation Toshimasa Yoshiie, Koichi Sato, Qiu Xu, Yoshihiro Ishi, Tomonori Uesugi, Yasutosi Kuriyama and Yoshiharu Mori

Effect of Additional Minor Elements on Accumulation Behavior of Point Defects under Electron Irradiation in Austenitic Stainless Steels Yoshihiro Sekio, Shinichiro Yamashita, Norihito Sakaguchi and Heishichiro Takahashi

Effect of Oxide Particles and Pre-Implanted Helium on Defect Evolution during Electron Irradiation Siwei Chen, Kohei Tadaki, Yongming Wang, Naoyuki Hashimoto and Somei Ohnuki

Kink Band Formation in Graphite under Ion Irradiation at 100 and 298 K Jonathan A. Hinks, G. Greaves, Sarah J. Haigh, Cheng-Ta Pan and Stephen E. Donnelly

In Situ TEM Observation of Structural Changes in Rapidly Solidified bcc Solid-Solution Phase in Ti-Cr Alloy Focusing on Spontaneous Vitrification (SV) Takeshi Nagase, Satoshi Anada, Keita Kobayashi, Hidehiro Yasuda and Hirotaro Mori

In-Situ Observations of Microstructure Evolution in Electron-Irradiated Multi-Wall Carbon Nanotubes N. Hashimoto, S. Oie, H. Homma and S. Ohnuki

In Situ Observation of Gold Chloride Decomposition in a Confined Nanospace by Transmission Electron Microscopy Keita Kobayashi, Ryo Kitaura, Katsuhiko Sasaki, Kotaro Kuroda, Takeshi Saito and Hisanori Shinohara

—Regular Articles—

Materials Physics
Volume and Enthalpy Relaxation in Pd_{42.5}Cu₃₀Ni_{7.5}P₂₀ Bulk Metallic Glass O. Haruyama, T. Mottate, K. Morita, N. Yamamoto, H. Kato and T. Egami

Magnetic Behavior of FePt/AlN Layered Structure Cong Zhang, Ryūtarō Tajima, Takumi Sannomiya, Shinji Muraishi, Yoshio Nakamura and Ji Shi

Structural and Magnetic Properties of Magnetic Shape Memory Alloy Ni₄₆Mn₄₁In₁₃ under Magnetic Fields Kenichi Abematsu, Rie Y. Umetsu, Ryosuke Kainuma, Takeshi Kanomata, Kazuo Watanabe and Keiichi Koyama

Microstructure of Materials
Effect of Pre-Aging Treatment on the Microstructure and Magnetic Properties of Sm(Co, Fe, Cu, Zr)_{7,8} Sintered Magnets Yosuke Horiuchi, Masaya Hagiwara, Keiko Okamoto, Tsuyoshi Kobayashi, Masaki Endo, Tadahiko Kobayashi, Naoyuki Sanada and Shinya Sakurada

Quantitative Evaluation of Phase Field Microstructure Based on the Variational Principle Kenji Iseya and Tetsuo Mohri

Mechanics of Materials

Formation Mechanisms of Beachrocks in Okinawa and Ishikawa, Japan, with a Focus on Cements

Takashi Danjo and Satoru Kawasaki

Twinning Induced Plasticity and Work Hardening Behavior of Aged Cu–Ni–Si Alloy

Akiyoshi Araki,
Warren J. Poole, Equo Kobayashi and Tatsuo Sato

Effects of Hydrogen Water Chemistry on Stress Corrosion Cracking Behavior of Cold-Worked 304L Stainless Steel in High-Temperature Water Environments

Wen-Feng Lu, Chien-Lin Lai and
Jiunn-Yuan Huang

Effects of Cryo-Treatment on Corrosion Behavior and Mechanical Properties of Laser-Welded Commercial Pure Titanium

Yanping Zhu, Changyi Li and Lianyun Zhang

Materials Chemistry

Synthesis of Fine Iron–Cobalt Alloy Particles by the Co-Reduction of Precursors with Solvated Electrons in Sodium–Ammonia Solution

Osamu Terakado, Yuichiro Uno and Masahiro Hirasawa

Materials Processing

Microstructural and Electrical Properties of Copper–Titanium Alloy Dispersed with Carbon Nanotubes via Powder Metallurgy Process

Hisashi Imai, Katsuyoshi Kondoh, Shufeng Li,
Junko Umeda, Bunshi Fugetsu and Makoto Takahashi

Microstructure and Mechanical Properties of Cu–40%Zn–0.5%Cr Alloy by Powder Metallurgy

Hisashi Imai, Shufeng Li, Katsuyoshi Kondoh,
Yoshiharu Kosaka, Takuya Okada, Koji Yamamoto,
Motoi Takahashi and Junko Umeda

Fabrication and Catalytic Decoloration Capacity of Nanodendritic Metals

Masataka Hakamada,
Takayuki Matsuzawa and Mamoru Mabuchi

Surficial Chemical States of Li₃N Synthesized on Lithium Target for Boron Neutron Capture Therapy

Shintaro Ishiyama, Yuji Baba, Ryo Fujii,
Masaru Nakamura and Yoshio Imahori

Engineering Materials and Their Applications

Effect of Microstructure on the Mechanical Properties of Magnesium Composites Containing Dispersed Alumina Particles Prepared Using an MM/SPS Process

Hiroshi Fujiwara, Suguru Hamanaka, Shigehiro Kawamori
and Hiroyuki Miyamoto

Relation of *n*-Value to Critical Current for Local Sections and Overall Sample in a SmBCO Coated Conductor Pulled in Tension

Shojiro Ochiai,
Hiroshi Okuda, Shinji Nagano, Michinaka Sugano,
Sang-Song Oh, Hong-Soo Ha and Kozo Osamura

Effect of Annealing on Magnetostrictive Properties of Fe–Co Alloy Thin Films

Takashi Nakajima, Teruaki Takeuchi, Isamu Yuito,
Kunio Kato, Mikiko Saito, Katsuhiro Abe, Toshio Sasaki,
Tetsushi Sekiguchi and Shin-ichi Yamaura

High Adhesive Force between Laminated Sheets of Copper and Polyurethane Improved by Homogeneous Low Energy Electron Beam Irradiation (HLEBI) Prior to Hot-Press

Masato Uyama, Naoki Fujiyama, Takumi Okada,
Masae Kanda and Yoshitake Nishi

Creation of Adhesive Force between Laminated Sheets of Polytetrafluoroethylene (PTFE) and Polyethylene (PE) by Homogeneous Low Energy Electron Beam Irradiation Prior to Hot-Press for Bio-Adaptable Application

Masato Uyama, Masae Kanda and Yoshitake Nishi

Preparation and Properties of Ball-Milled MgH₂/Al Nanocomposites for Hydrogen Storage

Hayao Imamura, Yoshiyuki Hashimoto, Takanori Aoki,
Tomoki Ushijima and Yoshihisa Sakata

Environment

Control of Electrical and Thermal Properties by 8 vol% Al₂O₃ Distribution States in Zn–50Sn for AC-Low Voltage Fuses

Kazuhiro Matsugi, Hiromu Matsumoto, Yong-Bum Choi,
Gen Sasaki, Ken-ichiro Suetsugu and Koji Fujii

Lead Trace Removal from Waste Electronic Scraps by Organic Acids

Doyun Shin, Jinki Jeong,
Byung-su Kim, Sadia Ilyas and Jae-chun Lee

—Express Regular Articles—

Production of Titanium Dioxide Directly from Titanium Ore through Selective Chlorination Using Titanium Tetrachloride

Jungshin Kang and Toru H. Okabe

Effect of Sintering Profile and Composition of Ni/Al₂O₃ Functional Gradient Materials Coating Layers via Pulsed DC Electrophoretic Deposition

Hyungsub Kim, Seungkyu Yang and Caroline Sunyong Lee

Indium Tin Oxide Films with Low Resistivity at Room Temperature Using DC Magnetron Sputtering with Grid Electrode

Ho-Nyun Lee, Jin-Young Hur, Hyun Jong Kim,
Min Hyung Lee and Hong Kee Lee

Carbon Solubility in Liquid Iron Containing V, Mo and Ni

Do-Hyeong Kim, Min-Kyu Paek,
Tae-Jung Kim, Seung-Yeon Won and Jong-Jin Pak

Reclaim of Rare Earth Metals from Bond Magnets by Means of Thermally Activated Semiconductors (TASC)

Y. Tsukada, H. Takahashi, M. Kaneko and J. Mizuguchi

Effect of Powder Preheating Temperature on the Properties of Titanium Coating Layers Manufactured by Kinetic Spraying

Kee-Ahn Lee, Myeong-Ju Lee, Ji-Sang Yu and
Hyung-Jun Kim

—Rapid Publications—

Impact Damping in NiMnGa/Polymer Composites

Jorge Feuchtwanger, Jon Aurrekoetxea, Javier Zurbitu,
Jose L. Vilas, Luis M. León, Jose M. Barandiaran,
Hideki Hosoda and Volodymyr A. Chernenko

Influence of Cold Rolling on Diffusion Bondability of SUS316L Stainless Steel Sheets

Takashi Harumoto, Yuya Yamashita, Osamu Ohashi and
Takashi Ishiguro

新 入 会 員

(2013年12月26日～2014年1月24日)

正 員

青嶋松寿 テクノコート株式会社	新井美絵 地方独立行政法人大阪府立産業技術総合研究所	寺澤岳人 新光電気工業株式会社
青田欣也 株式会社 日立製作所	北野洋治 株式会社ダイヘン	深田伸男 東邦チタニウム株式会社
浅井利洋 トヨタ紡織株式会社	佐脇直哉 新日鐵住金株式会社	
荒井誠也 日産自動車株式会社	平 初雄 黒崎播磨株式会社	

学 生 員

大谷浩史 大阪大学	鈴木大志 首都大学東京	宮木智也 金沢大学
北田荘也 金沢大学	藤村和正 大阪大学	
新沢慶介 東北大学	見澤英樹 東京大学	

外国一般会員

Ji Gaofeng Changzhou University	李 贇会 オークラ情報サービス㈱	
---------------------------------	------------------	--



“材料系学協会情報コーナー”

〈軽金属 第62巻 第3号 予定〉

連載講座 自動車エンジン用アルミニウム合金鋳物に求められる材料強度/茂泉 健
アルミニウム合金クラッド材/新倉昭男

研究論文 硫酸水溶液中のアルミニウム表面で起こる水素発生反応とその解析/世利修美, 細井勇志, 佐々木大地
冷間圧延を施した1050アルミニウムにおける再結晶挙動/梶浦拓也, 塚本雅章, 山本厚之
3003アルミニウム製衝撃押し出し角筒容器のしごき加工による精度向上/古閑伸裕, 姜 文赫, 影山順司, 鈴木敏彦
層状組織を有するAl-Mn系合金H1n質別材の伸びに及ぼす熱処理条件の影響/吉野路英, 岩尾祥平, 黒田周

—他—

〈溶射 第51巻 1号〉

研究論文 相互相関PIVにより得られるコールドスプレーの粒子群の速度と平均直径に関する考察/森田洋充, 片野田洋

解 説 ツインソード型プラズマ溶射ガンによるサスペンションプラズマ溶射コーティングの組織制御/鈴木雅人

—他—

〈軽金属 第64巻 第3号 予定〉

研究論文 液温を変化させたりん酸水溶液中におけるアルミニウムの分極曲線とその解析/蘇 蓓蓓, 世利修美
{001}<100>アルミニウム単結晶の繰返し重ね接合圧延におけるDillamore方位の形成/榎原恵蔵, 寺田大将, 辻 伸泰

解 説 アルミニウム合金の表面近傍の時効組織と機械的性質/金谷輝人
紫外プラズモニクスから見たアルミニウム/齊藤結花, 本田光裕

LMレビュー アニメ「風立ちぬ」ともう一つの超ジュラルミン—住友の研究報告書から読み解く—/吉田英雄

連載講座 電子線トモグラフィ/陣内浩司

〈ふえらむ 第18巻 第3号 予定〉

連載記事 Fe-Ptの110相の相安定性, 相平衡の第一原理計算/毛利哲雄他

入門講座 物理分析入門—初めて使う人のために— 赤外吸収分光法の原理と活用事例/藤岡裕二

鋼の凝固入門-6 凝固シミュレーションI: マクロ伝熱・流体の数値解析基礎/平田直哉他

—他—



まてりあ 第53巻 第4号 予告

ミニ特集「医療材料開発ニーズの現在と未来」

企画にあたって……………仲井正昭 小泉雄一郎 上田正人
脊椎外科における材料のニーズの現在と未来……………長谷川和宏
整形外科における材料のニーズの現在と未来……………坂井孝司
～人工股関節の現状と未来～……………澤瀬 隆 平 曜輔
循環器科における材料のニーズの現在と未来……………鈴木孝英
免疫学的解析に基づく新たな医療材料開発へのアプローチ……………川野光子 武田裕利 中村 生 小笠原康悦

一般記事

[解 説] 液滴エピタキシー……………小口信行
[新進気鋭] 固体高分子形燃料電池模擬環境における白金の溶解機構……………菅原 優

—他—

(編集の都合により変更になる場合がございます。)

金属学会セミナー 報告

次世代永久磁石材料をめざして —磁石材料の微細構造と保磁力—

(第Ⅲ分科企画)

開催日 2013年12月26日(木)

場 所 ソラシティカンファレンスセンター

ネオジウム磁石は長年にわたり高性能磁石の頂点に君臨してきたが、近年ジスプロシウムを使う高保磁力ネオジウム磁石の資源脆弱性が顕在化し、重希土類元素を使わないネオジウム磁石ならびに新規磁石開発への関心が産学で高まっている。このような背景から、本セミナーでは新たに永久磁石研究を始めようとしている初学者、理工系大学生、さらに再度基礎固めを行いたい研究者を対象として、永久磁石材料の基礎、特に保磁力の材料科学を初学者向けに系統的に講義することを目的とした。(12月26日、ソラシティカンファレンスセンター、参加者数79名)。なお、本シンポジウムは、物質・材料研究機構 元素戦略磁性材料研究拠点ならびに JST 戦略的創造研究推進事業(CREST)の共催で行われた。

杉本 諭(東北大)は、「永久磁石材料の基礎」と題するチュートリアル講演を行い、先ず、磁場と磁束密度、磁気モーメントと磁化、磁性体の分類、磁気異方性、磁区、ヒステレシス曲線、磁化過程という磁性材料における基本的事項について説明した。さらに、高い最大エネルギー積を有する高性能磁石作製のための4つの条件、すなわち高キュリー温度、高残留磁束密度、高角形性、高保磁力を得る方法について講義を行った。

佐久間昭正(東北大)は、「磁石の電子論」と題する講義で、電子論に基づき磁性体の磁気モーメントや磁気異方性の発現機構、およびこれらの計算手法について、最近の研究成果を交えて概説した。磁気モーメントについては、パウリ原理と電子間クーロン斥力の効果として強磁性が発現するシナリオについて説明した。磁気異方性に関しては、遷移金属系と希土類化合物系についてそれぞれ異なる立場から異方性の発現機構を説明し、最近の研究結果のいくつかを紹介した。

板倉 賢(九大)は、「Nd-Fe-B 磁石の電子顕微鏡解析手法」と題する講演で、低加速走査電子顕微鏡を用いた焼結磁石の粒界構造観察、プリセッション電子回折を用いた HDDR 磁

石の微細粒配向組織解析、原子分解能 STEM-EDS 元素分析を用いた熱間加工磁石の Dy 置換サイトの解析事例を紹介して、磁石材料開発における電子顕微鏡解析手法の有用性を示した。

宝野和博(物材機構)は、「Nd-Fe-B 磁石の微細構造と保磁力」と題して、まず焼結ネオジウム磁石の微細組織の特徴を整理し、その後、従来非磁性相と思われてきた焼結磁石の結晶粒界に形成する薄層が最新の解析研究により強磁性であることが確立されたことを述べた。これに基づき、ネオジウム磁石の保磁力機構についての議論を行い、さらに超微細結晶粒組織で強い異方性の得られる熱間加工磁石の保磁力が結晶粒径から期待されるものより低いこと、それを飛躍的に向上させる方法についての最近の研究をレビューした。

広沢哲(物材機構/元素戦略磁性材料研究拠点)は、「ナノコンポジット磁石の可能性」と題して異方性ナノコンポジット磁石についての原理的な考察に基づき、構成相のサイズへの制約、交換結合コンポジット磁石の磁気硬さと構成相分率への制約、相界面構造の重要性などを論じた。磁壁の伝搬を抑制する材料組織の必要性を示し、利用できる可能性として磁壁のイントリンシックピニングやナノコンポジット磁性体の微細粒子への分断の概念を紹介した。また学術的研究対象としては興味あるものの、特性/価格メリットのある実用磁石としての困難さも指摘した。

北川 功(日立製作所)は、「マイクロマグネティクスシミュレーションの原理と基礎」と題して、マイクロマグネティクスにおけるエネルギー計算の枠組みと磁化の古典的運動を表す LLG 方程式の関係を示した。また、マクロスピンモデルや熱揺らぎを考慮したランジュバンモデルを紹介し、計測連携による主要磁気パラメータ(飽和磁化、結晶磁気異方性、交換スティフネス)の取得と焼結磁石の組織特徴を抽出したモデルに基づいた解析の重要性を指摘した。

基礎から最新の研究成果まで欲張ったプログラムであったが、専門家にとっても勉強になるセミナーであった。プログラム終了時、すでに予定を大幅に超過する時間となってしまう、年の瀬で帰路を急ぐ参加者が多かったことから、残念ながら総合討論の機会を設けずに散会した。磁石企業入社一年目の参加者や大学院生、さらに他分野から参加した研究者から、非常に有用なセミナーであったとの感想をいただいたので、企画の目的は達成されたものと思われる。(文責：宝野)

(企画世話人：NIMS 宝野和博，東北大 杉本 諭，
NIMS 元素戦略磁性材料研究拠点 広沢 哲)



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
3月				
4~6	第5回日本複合材料会議(JCCM-5)(京都)	日本材料学会他	TEL 075-761-5321 jimuj@jsms.jp http://www.jsms.jp/	講演 11.15
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	東海支部特別講演会開催のお知らせ	東海支部	tokai@numse.nagoya-u.ac.jp	3.10
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 jimuj@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	先端加工技術講演会「応用が拡大する微粒子噴射加工技術の最前線」(日本工大)	先端加工機械技術振興協会・天野	TEL 03-3501-6701 info@amtda.or.jp	定員 45名
14	日本鉄鋼協会・日本金属学会中国四国支部平成26年度支部会議(岡山)	中国四国支部・森戸(島根大)	TEL/ 0852-32-6398 kobayashi.sengo.me@ehime-u.ac.jp	3.10
14	平成26年度春季講演会(九工大)(本号120頁)	九州支部・恵良	TEL 093-884-3368 FAX 093-884-3351 era@matsec.post.kyutech.ac.jp	
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@pfiqst.kek.jp http://imss-festa.kek.jp/2013/	
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124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/	
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	
22	第55回塑性加工技術フォーラム「先進医療・生体用材料とその塑性加工技術の最前線」(首都大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 45名
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	
10~11.8	セラミックス大学2014(東工大他)	日本セラミックス協会	TEL 03-3362-5231 cersj-kyouiku@cersj.org http://www.ceramic.or.jp	
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/	
14	関西支部総会・設立50周年記念式典「ものづくり50年 そして未来へ」(大阪)	日本塑性加工学会関西支部	TEL 090-9280-0383 kansai@jstp.or.jp	4.10
16	第196回研究会 有機/分子磁性材料の現状と今後の展開(中央大)	日本磁気学会	TEL 03-5281-0106 http://www.magnetics.jp/seminar/topical/196.html	
16	第19回分子動力学シンポジウム(福岡大)	日本材料学会	http://www.jsms.jp	講演 2.14
19~21	トライボロジー会議2014春 東京(東京)	日本トライボロジー学会	TEL 03-3434-1926 http://www.tribology.jp	
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	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催・担当	問合せ先	締切
27	腐食防食部門委員会 第298回例会(大阪)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 http://www.jsms.jp jimuj@jsms.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	
11~13	第19回計算工学講演会(広島)	日本計算工学会・石塚	TEL 03-3868-8957 office@jcses.org http://www.jcses.org/koenkai/19	
12~13	第24回電子顕微鏡大学(東大)	日本顕微鏡学会	jsm-denken@bunken.co.jp	5.19
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/	
23~24	第8回状態図・統計力学セミナー(京都)(本号123頁)	日本学術振興会産学協力研究委員会 合金状態図第172委員会・梶原(東工大)	kajihara@materia.titech.ac.jp	
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/symposium.html	
7月				
1	合同セミナー2014大気圧プラズマーその基礎と新しい医療を目指した取り組みー(大阪大)	日本真空学会関西支部・日本表面科学会関西支部・高橋(京都工繊大)	TEL 075-724-7418 takahash@kit.jp http://www.vacuum-jp.org/	6.23
1~3	NIMS Conference 2014ソフトマテリアルが拓く未来社会(つくば)	NIMS Conference 2014組織委員会	UCHIYAMA.Kana@nims.go.jp TEL 029-851-3354(3886)	
4	第61回レアメタル研究会	レアメタル研究会・岡部(東大生産研)	TEL 03-5452-6314 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp	
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	
19~21	International conference and summer school on advanced silicide technology 2014 (Tokyo University of Science, Katsushika Campus)	The Professional Group on Semiconducting Silicides and Related Materials Division of the Japan Society of Applied Physics	http://annex.jsap.or.jp/silicides/icss-silicide2014/index.html	
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 jimuj@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	
28~30	日本実験力学会2014年度年次講演会(兵庫県立大)	日本実験力学会・林(岡山理科大)	TEL 086-256-9615 office-jsem@mech.ous.ac.jp	
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	
19	第62回レアメタル研究会	レアメタル研究会・岡部(東大生産研)	TEL 03-5452-6314 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp	
24~26	日本金属学会2014年秋季講演大会(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@sssj.org http://www.sssj.org/iss7	講演 '14.6.27
18~21	Plasma Conferene 2014 (PLASMA 2014)(新潟)	日本物理学会他	plasma@jspf.or.jp	
28	第63回レアメタル研究会	レアメタル研究会・岡部(東大生産研)	TEL 03-5452-6314 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp	
2015年1月				
9	第64回レアメタル研究会(第2回貴金属シンポジウム)	レアメタル研究会・岡部(東大生産研)	TEL 03-5452-6314 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催・担当	問合せ先	締切
3月				
13	第65回レアメタル研究会	レアメタル研究会・岡部(東大生産研)	TEL 03-5452-6314 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp	
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	

～2014年度の会費お払込について～

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

尚、本会ホームページの会員専用ページからは支払いの確認や、クレジットカード決済などができます。また、ご連絡先住所の変更もこのページからできます。

JIM ホームページ → [マイページ](#) → ID & パスワード入力 → 会費決済



明日の冶金に挑む～水素からたどる冶金の未来～

田中時昭 著

2011年3月の東日本大震災により引き起こされた福島第一原子力発電所の事故は、我が国のエネルギー供給構造を根本から再考することを我々に突き付けた。将来的には再生可能エネルギーが主たるエネルギー源になると期待されているが、短・中期的には過渡的なエネルギー供給システムが必要である。水素をエネルギーキャリアとして利用する社会システムは、エネルギー利用効率の高さと環境負荷の低さからその有力候補とされている。本書は、そのシステムのために水素をいかに製造するかを、著者の長年の実験的研究に基づいて冶金学の観点から検討、提言したものである。さらに、水素の利用による冶金技術の高度化についても提言されている。

本書は以下の6章から構成されている。第1章：金属製錬工業をめぐるエネルギー・資源・環境問題と水素社会へのアプローチ、第2章：水素源としてのFayaliteとFayalite系スラグ、第3章：硫化鉄製錬での水素製造、第4章：鉄製錬での水素製造、第5章：金属製錬工業での水素とアンモニアの利用、第6章：明日の

冶金に挑む。第1章では水素製造の研究の歴史を概説している。具体的な数値で問題のスケール感が把握できるように記述されており、エネルギー技術の研究に取り組む初学者に一読を勧める。第2章では金属製錬の副産物のスラグを有効利用して水素を製造する検討が、第3章では硫化水素から水素を製造する検討がされており、既存の金属製錬を利用し未利用の原料物質から金属と水素の同時製造を行うことが提言されている。第4章では水素の供給源として最も実現性が高いコークス炉ガスについて、第5章では水素を使った先進的な製錬法の可能性について述べている。第6章は総括である。以上、本書は既存の金属製錬が水素供給能を有するよう進化した、これからの冶金の方向性を示したものであり、素材製造の研究者のみならず広く材料科学者に一読を勧める。

(東北大学大学院工学研究科 竹田 修)

[2013年 150頁 4,000円+税 北海道大学出版会]



新刊紹介

「金属学ナノ・マイクロ粒子の最新技術と応用」

米澤 徹 監修 B5判 236頁 シーエムシー出版 定価67,200円+税

—— 日本金属学会誌へ投稿しませんか？ ——

◎日本金属学会誌は会員、非会員問わず投稿することができます(和文として未発表のものに限ります)。
 詳細は、本会ホームページ → [会誌](#) をご覧下さい。皆様のご投稿をお待ちしております。

〈日本金属学会誌に投稿可能な論文〉

(1) 学術論文(10ページ以内)

学術論文は、金属およびその他の材料に関連した諸部門における理論、実験ならびに技術などに関する学術上の成果を報告し、考察した原著論文とする。ただし、Mater. Trans. に英文発表後1年以内であれば投稿ができる。その事を脚注に明記する。

(2) 技術論文(10ページ以内)

技術論文は、金属およびその他の材料に関連した諸部門における実験技術、製造技術、設備技術、利用技術など、技術上の成果、基準、標準化、データベースなど、および関連する事柄の調査、試験結果を報告した原著論文とする。

(3) 寄書(3ページ以内)

特に速報する価値のあるもの。(内容に問題がなければ投稿後約3ヶ月で掲載)

- a: 新規性のある顕著な研究成果
 - b: 技術開発に関する新知見
 - c: 研究の過程で問題となった事柄のうち、特に多くの読者のために役立つもの
 - d: 研究に関するアイディア、提案など
- および、会誌に掲載された論文に対する意見、討論またはそれに対する著者からの回答とする。

(4) その他理事会で決議した分類



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 聰	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3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3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

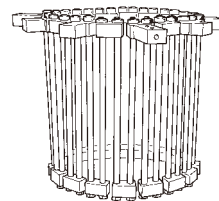
〒105-0022 東京都港区海岸 1-9-18

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

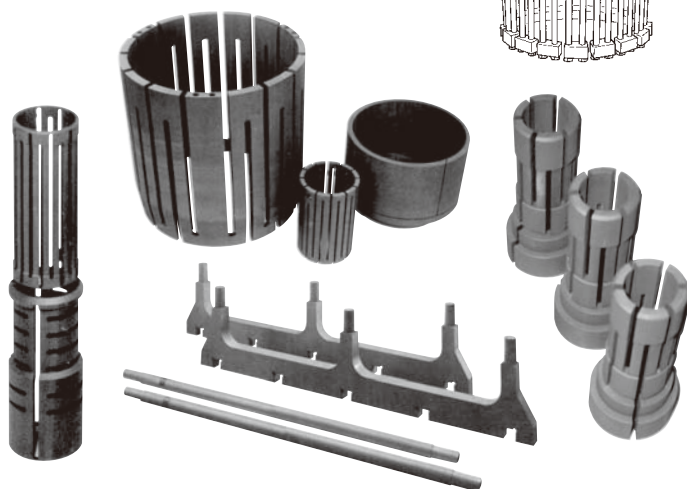


■真空、高温炉内材料一式

■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

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

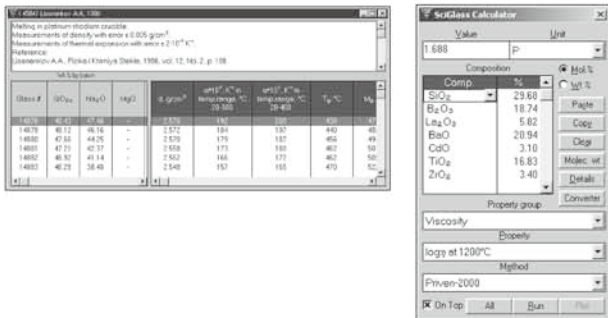
TEL(03)3546-1337 FAX(03)3546-6306

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

ガラス物性データベース SciGlass 7.7

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

- ガラス
252,000件の酸化ガラス、15,860のハロゲン化ガラス、3,3808のカルコゲナイドガラスなど338,101件のガラス。
- 物性
1,000,000件以上の実測値と合成法、測定法の情報。
- 物性推測計算
100通り以上の推測法で16種類の物性を推測。実測値との比較プロット。
- 最適ガラスの検索
- 光学スペクトルデータ (UV, NIR)



システムプラットフォーム: Windows 2000/XP/Vista/7

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

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

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

おもな機能 (DIADEM)

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



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

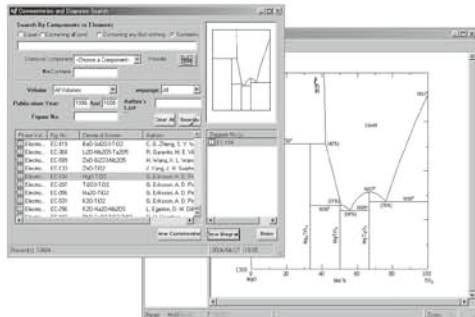
25,000件のセラミックス状態図データベース

ACerS-NIST Phase Equilibria Diagrams, Version 4.0

価格(税別) ¥160,000.- マルチユーザー ¥260,000.-

- | | |
|--------------|----------------|
| 検索条件 | データ表示 |
| ■成分系、元素記号 | ◆モル百分率 ↔ 重量百分率 |
| ■著者、出典誌名、出版年 | ◆Lever rule計算 |
| ■状態図番号 | ◆ズームアップ/ズームダウン |

データソース/新データ2,500件を追加
●Phase Diagrams for Ceramists (Volumes I・III, Annual Volumes '91, '92 and '93, High Tc Superconductor monographs (two), Phas Diagrams for Zirconium + Zirconia Systems and Phase Diagrams for Electronic Ceramics Vol.15)



システムプラットフォーム: Windows XP/Vista/7

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

価格(税別) ¥300,000.-

約 25,000 種についてのエンタルピー(H)、エントロピー(S)、熱容量(Cp)のデータベースを基に化学反応の計算やGIBBSまたはSOLGASMIXのルーチンによる化学平衡を計算します。反応、熱平衡、分子量計算などの一般的なモジュールの他、エリンガム状態図、Eh-pH(プールベ)状態図、TppとLppの相安定性状態図の作成などユニークなモジュールを持ち合わせています。計算結果のテーブルと状態図はクリップボードにコピーできます。

SIM Flowsheet モジュールにより複数のユニットプロセスからなるプロセス全体のシミュレーションとモデリング、Excel上でのHSC計算が可能になるExcelAdd-In関数、プライベートデータベースを作成するための熱化学データからH、S、Cpを計算する変換機能などもあります。



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

株式会社 デジタルデータマネジメント

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