

Materia Japan

- ミニ特集「ラボスケールX線を利用した材料評価技術」
- 講義ノート 鉄鋼の相変態—マルテンサイト変態編Ⅱ—
—鉄合金マルテンサイトの内部微視組織および加工誘起変態—

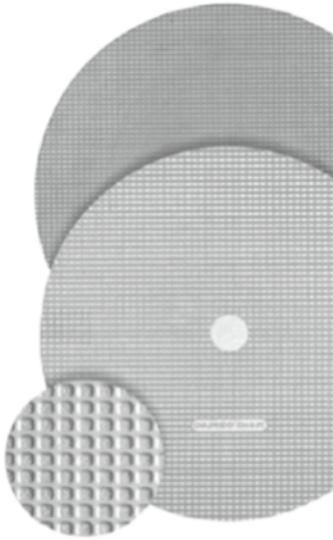
まてりあ

Vol.54 MTERE2 54 (12) 601~656 (2015)

2015 **12**

研磨パッドの革命! カメオディスク

～サンドペーパーの真の代替として～

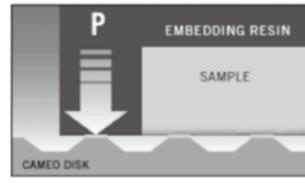
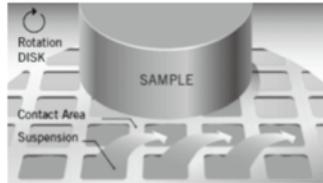


特徴

- 表面の格子構造が研磨液の循環と研磨屑の除去を促進
- 研磨工程数の削減が可能
- 優れた研磨レート（研磨時間の短縮）
- 高い耐久性（少ない交換頻度）
- 非埋め込み試料でも端部までシャープに研磨
- 交換が容易（マグネットまたは粘着シート）
- サンドペーパーのように多種類の研磨紙が不要（在庫量の低減）
- ダイヤモンド固定砥粒タイプ（粗研磨用4種類：120～1200番）と遊離砥粒タイプ（ラッピング用2種類）をラインナップ

**SEMICON[®]
Japan2015**

出展致します!
ブースNo.1332
(東1ホール)



**株式会社
ニューメタルスエンドケミカルス
コーポレーション**
機械部

本社 〒104-0031 東京都中央区京橋 1-2-5 (京橋TDビル)
電話 東京 03-5202-5620 F A X 03-3271-5860
大阪支店 〒541-0041 大阪市中央区北浜 2-5-23 (小寺プラザビル)
電話 大阪 06-6202-5108 (代) F A X 06-6223-0987

どこにもないモノへの挑戦

TOYO TANSO
Inspiration for Innovation

特殊黒鉛製品（等方性黒鉛）

等方的な構造・特性をもった黒鉛

- 2,000℃以上の超高温下で安定使用が可能
- 金属材料に比べ、かさ密度が低く軽量
- 機械加工性に優れ精密な加工が容易

【製品例】



工業炉用ヒーター



ホットプレス用鑄型
(カットモデル)



連続鑄造用ダイス



真空蒸着用つぼ

C/Cコンポジット製熱処理製品

様々な形状に加工可能な複合材料

- 金属製と比較して、高温強度が高く変形しません
- 処理量アップの提案でトータルコストの削減に貢献

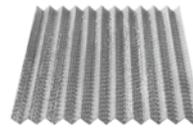
【製品例】



ベーストレイ(グリッド)



バスケット



波形トレイ



スプリング

東洋炭素 等方性黒鉛

検索

その他、用途に応じたきめ細かなご提案をいたします。

東洋炭素株式会社

【本社】〒555-0011 大阪市西淀川区竹島5-7-12 Tel 06-6472-5842 Fax 06-6472-6011 www.toyotanso.co.jp

◎ 会告原稿締切：毎月1日



翌月号(1日発行)掲載です。

- 支部行事：shibu@jim.or.jp
- 本会記事：stevent@jim.or.jp
- 掲 示 板：materia@jim.or.jp

ミニ特集「ラボスケール X 線を利用した材料評価技術」

企画にあたって 村石信二	601
実験室系 X 線回折装置の進歩とその測定事例	
—高輝度 X 線源と多次元型検出器— 森岡 仁	602
薄膜・コーティング膜の内部応力評価 岩村栄治	607
弾性定数を用いない X 線格子ひずみの解析手法	
春本高志 三宮 工 村石信二 史 蹟 中村吉男	612
X 線小角散乱による材料組織の評価 大沼正人	616
磁気コンプトン散乱で調べる化学結合の形とその磁場依存性	
～垂直磁化膜の起原～ 櫻井 浩 鈴木宏輔 伊藤真義 櫻井吉晴	621

講義ノート	鉄鋼の相変態—マルテンサイト変態編Ⅱ—鉄合金マルテンサイトの内部微視組織	
	および加工誘起変態— 牧 正志	626
	<small>鉄合金で現れる種々の形態のマルテンサイトの内部微視組織、変態挙動などの特徴、および加工誘起変態の本質と TRIP 現象や形状記憶効果との関連について概説する。</small>	

新進気鋭	周期双晶構造を有する四ホウ酸リチウムの作製と波長変換素子への応用	
	前田健作	633

研究室紹介	社会が求める材料の創製を目指して 小池淳一 須藤祐司	637
-------	----------------------------------	-----

国際学会だより	The 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM 2015) 森田孝治	638
---------	---	-----

はばたく	芯のある研究者を目指して 徳永透子	639
------	-------------------------	-----

本会記事	会告	640	会誌・欧文誌12号目次	651
	2016・2017年度代議員候補者選挙投票のご依頼	648	新入会員	648
	支部行事	646	材料系学協会情報コーナー	652
	掲示版	646	次号予告	652
			行事カレンダー	653

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っては、その必要はありません。(社外頒布目的の複写については、許諾が必要です。)

権利委託先 一般社団法人学術著作権協会
〒107-0052 東京都港区赤坂9-6-41 乃木坂ビル3F
FAX 03-3475-5619 E-mail: info@jaacc.jp http://www.jaacc.jp/
複写以外の許諾(著作物の引用、転載、翻訳等)に関しては、直接本会へご連絡下さい。

遊星型ボールミル “PREMIUM LINE”

モデル P-7

新型



特色

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



容器がセットされる様子。

従来型ボールミル “CLASSIC LINE”

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



フリッチュ社が開発した
遊星型シリーズの
パイオニア機種。

世界で初めて容器ひとつで
遊星運動に成功した
昨年度のベストセラー機種

少量試料を対象にした
パワフルな機種

全機種共通の特長

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



▲P-5/4



▲P-6



▲P-7

フリッチュジャパン株式会社

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

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

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



Your partner
for materialography

Made in Germany



自動研磨機 SCANDIMATIC 33305

ヨーロッパ伝統の重錘を使った昔ながらのシンプルにして堅牢な研磨機。必要最低限の機能のみを搭載。それが経済的な価格を生み出しました。



- φ200mmの研磨盤対応
- 重錘はφ25mm、φ30mmの試料で3個、φ38mmの試料には2個一度に研磨可能
- 研磨盤回転数は40~600rpm、1rpm毎に設定可能
- 本体、PVC製研磨盤、パフを含めて定価100万円(税別)

精密切断機 MINICUT 4000

- 低速で試料にストレスを与えず
- 50~1,000rpmの広い範囲での設定可能
- 切断位置はマイクロメーターで±0.01mmで設定可能
- ダイヤモンド、CBN、SIC製の切断刃を用意



試料埋め込み材料、アクセサリ



SCANDIA社の消耗品は極めて高い評価をいただいております。その代表作がSCANDIQUICKです。

- 試料への密着性が高い常温硬化剤。硬化時間はわずか5分
 - 構成は粉末硬化剤と液体硬化剤。これを10:6の比率で混合
- その他各種有効な消耗品を用意してございます。

フリッチュジャパン株式会社

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

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

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

ALLOYS & METALS

品名	純度	形状	品名	純度	形状	品名	純度	形状
純金属			高純度金属			フェロアロイ		
高純度アルミニウム	99.99%	約1kgインゴット	アルミニウム	99.999%	粒状100g入	フェロモリブデン	Mo 60%	塊状
アルミニウム	99.7%	〃	アルミニウム	〃	約100g塊	フェロニオブ	Nb 60%	〃
アルミニウム粒	99.99%	粒状1kg入	銀	99.999%	粒状	フェロバナジウム	V 80%	〃
アルミニウム粉	99.7%	粉末末	ビスマス	99.9999%	粒状100g入	フェロボロン	B 20%	〃
銀	99.99%	粒状	ビスマス	〃	約100g塊	カルシウムシリコン	Ca30%Si60%	小塊状
ボロンクリスタル	99.4%	小塊状	高純度クロム(4N5)	99.995%	薄片状	中間合金		
ボロンモルファス	95~97%	粉末末	無酸素銅	99.99%	10X10X1mm			
ビスマス	99.99%	針状	鉄(マイロンSHP)	99.99%	25X25X2mm	燐	銅	P>14.5%
コバルト	99.3%	粒状	ガリウム	99.9999%	粒状25g入	シリコン	銅	Si 15%
電解コバルト(FB)	99.9%	約25X25X10mm	ゲルマニウム	99.999%	約50g塊	マンガ	銅	Mn 25%
金属クロム	99%	塊状	インジウム	99.99%	粒状100g入	グネシウム	銅	Mg 50%
電解クロム	99%	薄片状	インジウム	〃	約100g塊	クロム	銅	Cr 10%
電クロム粉	99%	粉末500g入	インジウム	〃	薄片状	テルル	銅	Te 50%
電気銅	99.99%	約25X50X10mm	マンガン	99.999%	粒状100g入	コバルト	銅	Co 10%
銅	99%	粉末500g入	錫	99.999%	粒状100g入	ニッケル	銅	Ni 30%
電解鉄(アトミロンMP)	99.9%	小片状	アンチモン	99.9999%	約100g塊	鉄	銅	Fe 10%
電解鉄(アトミロンYL)	〃	〃	アンチモン	〃	約100g塊	チタン	銅	Ti 50%
電解鉄(アトミロンFP)	〃	〃	テレル	99.9999%	粒状100g入	ジルコニウム	銅	Zr 50%
電解鉄(アトミロンXL)	〃	〃	テレル	〃	約100g塊	ボロン	銅	B 2%
電解鉄粉	99%	粉末1kg入	亜鉛	99.999%	約100g塊	アルミ	銅	Cu 40%
ハフニウム	99.8%	スポンジ小塊	鉛	〃	約100g塊	アルミマグネシウム	銅	Mg 20%
インジウム	99.99%	塊状	鉛	99.9999%	粒状100g入	アルミマンガン	銅	Mn 10%
マグネシウム	99.9%	約200g塊	鉛	〃	約100g塊	アルミニウム	銅	Ni 20%
電解マンガン	99.9%	薄片状	鉛	〃	粒状100g入	アルミクロム	銅	Cr 5%
モリブデン粉	99.9%	粉末末	鉛	〃	約100g塊	アルミチタン	銅	Ti 5%
ニオブグラニュー	99.9%	小塊	亜チ	99.9%	5φX150mm	アルミシリコン	銅	Si 25%
ニオブ粉	〃	粉末末				アルミコバルト	銅	Co 5%
電気ニッケル	99.99%	25X25X10mm	レアアースメタル			アルミモリブデン	銅	Mo 5%
ニッケルペレット	99.97%	球状	イットリウム	99.9%	塊状、削状、粉状	アルミタングステン	銅	W 2.5%
ニッケル粉	99.8%	粉末1kg入	ランタン	〃	〃	アルミベリリウム	銅	Be 2.5%
レニウム粉	99.99%	粉末末	セリウム	〃	〃	アルミ鉄	銅	Fe 50%
ルテニウム粉	99.9%	〃	プラセオジウム	〃	〃	アルミジルコニウム	銅	Zr 5%
アンチモン	99.9%	塊状	ネオジウム	〃	〃	アルミボロン	銅	B 4%
金属シリコン	99%	〃	サマリウム	〃	〃	アルミバナジウム	銅	V 50%
錫	99.99%	約1kgインゴット	イッテルビウム	〃	〃	アルミストロンチウム	銅	Sr 10%
タantal塊	99.9%	小塊状	テルビウム	〃	〃	アルミカルシウム	銅	Ca 10%
タantal粉	〃	粉末末	ジスプロシウム	〃	〃	ニッケルボロン	銅	B 15%
テタルル	99.99%	小球状	ホルミウム	〃	〃	ニッケルニオブ	銅	Nb 60%
スポンジチタン	99.7%	スポンジ塊	エルビウム	〃	〃	ニッケルマグネシウム	銅	Mg 50%
チタン粉	99%	粉末500g入	ガドリニウム	〃	〃	コバルトボロン	銅	B 15%
チタン板	JIS 1種	250X250X1mm	ユーロピウム	〃	〃	燐	銅	P 5%
バナジウム粉	99.7%	小塊状	ツリウム	〃	〃	Uアロイ(低融点合金)		
タングステン粉	99.9%	〃	ルテチウム	〃	〃	Uアロイ 47	融点47±2℃	約500gインゴット
タングステンクラップ	99%	板状	ミッシュメタル	TRE>97%	5.4φX6mm 200g入	Uアロイ 60	60±2℃	〃
亜鉛	99.99%	約2kgインゴット				Uアロイ 70	70±2℃	〃
亜鉛粒	〃	粒状				Uアロイ 78.8	78.8±2℃	〃
ジルコニウム	99.6%	スポンジ塊				Uアロイ 91.5	91.5±2℃	〃
						Uアロイ 95	95±2℃	〃
						Uアロイ 100	100±2℃	〃
						Uアロイ 124	124±2℃	〃
						Uアロイ 150A	150±2℃	〃

お問い合わせは、必ず下記事項をご記入の上、FAXしてください。

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

FAX (03)
3294-9336

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

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

実験室系 X 線回折装置の進歩とその測定事例

—高輝度 X 線源と多次元型検出器—

森 岡 仁*

1. 緒 言

1895年の W. Röntgen による X 線の発見以来, X 線は材料科学において無くてはならない存在である⁽¹⁾⁻⁽³⁾. 続いて 1912年の M. Laue による回折現象の発見, 翌 1913年の Bragg 父子による Bragg の式の定式化は, 100年を超える X 線回折(X-ray diffraction: XRD)の最初の革新であるとも言える.

XRD を含む表面分析には代表的な手法として, 走査型または透過型電子顕微鏡(Scanning/Transmission Electron Microscope: SEM/TEM), 走査型プローブ顕微鏡(Scanning Probe Microscope: SPM), ラマン分光などが広く用いられる. 各分析手法の特徴を, 表 1 にまとめた. これらの分析手法の中で, XRD は非破壊でかつ比較的的平均的な情報を得られる点, 透明, 不透明, 金属光沢の有無に関わらず測定が行える点, 併せて結晶格子に対する感度が高い点で, 金属をはじめとした結晶構造を有する材料の評価に欠かせない手法である. 一方で, 実験室系 XRD 装置としては,

より短時間でより高い感度や精度が求められてきたことも事実である. 特に, 近年では位置分解能を高めた微小領域での測定を, 大型放射光施設を利用せずとも, 簡便に実施できるようになってきている.

本稿では, 近年の実験室系 XRD 装置における進歩を, 特に X 線源と多次元型検出器に焦点を当てて紹介する. 併せて, XRD が得意とする結晶格子歪みの評価ついて, 微小領域への適用事例を述べる.

2. X 線の発生

実験室系 XRD 装置における X 線の発生は, 真空雰囲気において金属ターゲットに電子線を照射することで, 必要な特性 X 線を取り出す⁽⁴⁾. 一定の電子線照射領域においては, 取り出す X 線光子の量は印加電力値に比例するため, 旧来の手法では 20 kW を超える大電力を印加してより明るい X 線を取り出すことを目的としていた. 大電力を用いる問題の一つは, 発生する熱量である. その熱量は, ターゲットとなる金属の融点に達する. そのため, ターゲット裏面に

表 1 主な表面分析手法とその特徴.

	XRD	SEM/TEM	走査型プローブ顕微鏡	ラマン分光
探針	X 線 (波長 = 0.154 nm@CuK α)	電子線 (波長 = 0.01~0.004 nm)	針状探針 (チップまたはカンチレバー)	レーザー光 (波長 = 515 nm@Ar ⁺ Laser)
試料	非破壊, 任意雰囲気	破壊, 真空雰囲気	非破壊, 任意雰囲気	非破壊, 任意雰囲気
得られる情報	構成結晶相(定性・定量), 結晶構造/微細構造, 格子定数, 残留応力・歪み, 結晶子サイズなど	表面形状, 結晶構造/微細構造, イメージング, 格子定数	表面構造, 微細構造, イメージング	構成相(定性), 分子結合, 残留応力・歪み
位置分解能	50 μ m ϕ ~20 mm 角 (可変, 平均情報)	1 nm~1 μ m (局所情報)	10 nm~100 μ m (局所情報)	1 μ m ϕ ~100 μ m ϕ (平均情報)
情報深さ	nm~ μ m	nm~ μ m	nm(極表面)	<1 μ m
測定時間	数十秒~数時間	数分	数分	数秒~数分

* ブルカー・エイエックスエス株式会社 X 線事業部 アプリケーショングループ XRD アプリケーション(〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町 3-9)

Innovations and Examples of Laboratory-type X-ray Diffractometry —High-brilliance X-ray Sources and Multi-dimensional Detectors—; Hitoshi Morioka(XRD Application, Application Laboratory, X-ray Business Unit, Bruker AXS K.K., Yokohama)

Keywords: X-ray diffraction, high-brilliance X-ray source, multi-dimensional X-ray detector, lattice strain, residual stress

2015年 7 月 3 日受理[doi:10.2320/materia.54.602]

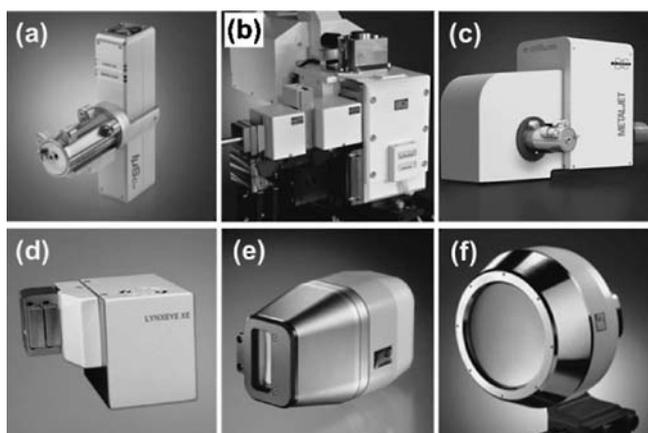


図1 (a)–(c)高輝度 X 線源と (d)–(f)多次元型 X 線検出器の例. (a)微小焦点空冷型 X 線源, (b)回転対陰極型 X 線源, (c) METALJET X 線源. (d) 1次元シリコンストリップ半導体検出器, (e) 1次元 MIKROGAP 検出器, (f) 2次元 MIKROGAP 検出器.

冷却水を循環させ、かつターゲット自体を回転させることで、冷却効率を確保する手法が採用されている⁽⁴⁾。一方で、近年では単位面積当たりの X 線光子量に着目し、小さい印加電力でも高効率に X 線を取り出す手法が注目されている。この手法の特徴は、印加電力を数十 W に制限でき、冷却水を用いることなく X 線を発生できる点である⁽⁵⁾⁽⁶⁾。いずれの手法も、ターゲットの熔融を抑制するための工夫が施されている一方で、近年、逆転の発想を取り入れた X 線発生手法が開発された。金属ターゲットの代わりに、液体金属の噴流に電子線を照射する方法で X 線を取り出す手法である⁽⁷⁾。得られる波長は、現在のところ Ga K 線に限定されるが、実験室系で放射光に迫る X 線密度を得ることができる唯一の手法である。これらの X 線源の例を図 1(a)–(c)に示した。

3. X 線の検出

XRD 装置においては、シンチレーション検出器または比例計数型検出器が広く用いられている。これらの検出器は、その直前に設置された光学系により分解能が可変である一方、データを 1 点 1 点記録するため、測定に多大な時間を要する。この課題を克服するために、1次元型または2次元型の位置敏感型検出器 (Position Sensitive Detector: PSD) が用いられるようになってきている。

1次元検出器としては、半導体の P/N 接合を利用し、検出器に到達した X 線光子を電荷として読み出す方式⁽⁸⁾と、検出器内部を充満する希ガスのイオン化により読み出す方式⁽⁹⁾が広く使用されている。半導体検出器の特徴としては、高い計数直線性やエネルギー分解能が挙げられる。一方、ガス検出器の特徴としては、低いバックグラウンドや簡便な構造であるため大型化が容易である点が挙げられる。

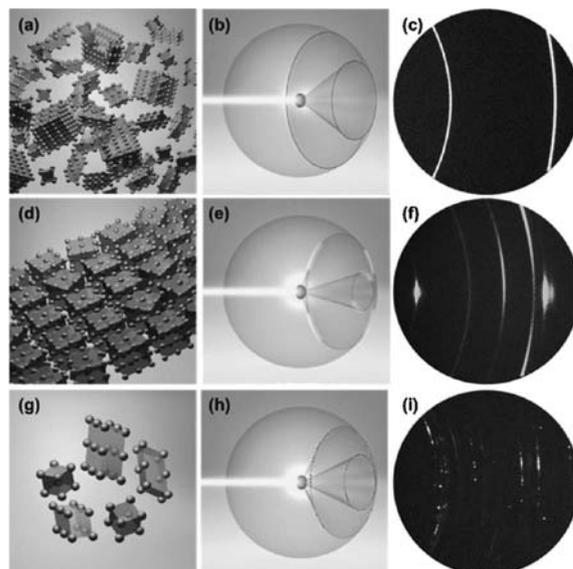


図2 試料中の結晶状態とそこから得られる2次元回折パターンの模式図 (a)–(c)多結晶体(粉末試料), (d)–(f)配向結晶または集合組織, (g)–(i)粗大結晶粒子. (a), (d), (g)試料中の結晶配列状態の模式図. (b), (e), (h)試料から種々の方向に回折される X 線の模式図. (c), (f), (i) 2次元検出器に記録された回折像.

同様に、これらの技術を基に2次元化した検出器群も利用が進められている。放射光施設向けに開発された検出器として、Hybrid Pixel Array Detector (HPAD)があるが、高密度化と大面積化を同時に実現するのは困難である⁽¹⁰⁾。一方、ガス検出器を基にした検出器は、MIKROGAP方式と呼ばれる手法により、最大 140 mm × 140 mm の検出面積を有し、68 μm ピッチで読み出すことができる⁽¹¹⁾。1次元および2次元 X 線検出器の例を図 1(d)–(f)に示した。

1次元検出器を利用することにより、ある一定の回折角 2θ の範囲を複数回積算する効果があるため、従来の0次元検出器での測定に比較して、短時間および高強度に測定を行うことができる。加えて2次元検出器を利用することで、一般的な反射測定配置においては、表面垂直方向のみならずそこから傾いた方向に存在する回折強度を一括して記録することができる。図 2には試料結晶状態とそこから回折する X 線の模式図、実際に得られる2次元 XRD 像を示した。粉末試料における多結晶体では、結晶方位が任意の方向に等確率で存在するため、回折 X 線は X 線照射位置から円錐状に拡がり、その断面を2次元検出器で切り取る。一方、結晶に配向が存在する場合は、その方向に X 線が多く回折するため、三日月状のパターンを得る。照射範囲に対して結晶粒が有限個数である場合には、不規則な強度分布が見られ、粗大結晶粒子であることが分かる。これらの X 線源と検出器を組み合わせることにより、従来の XRD 装置では為し得なかった微小領域における試料結晶の歪みや残留応力の解析が容易に達成できる。

4. X線回折を用いた結晶格子歪みおよび残留応力の解析

(1) 多結晶またはそれに準ずる結晶状態の解析

多結晶体の残留応力解析手法としては、 $\sin^2\psi$ 法が知られている⁽¹²⁾。本手法は、試料表面垂直方向およびそこから連続的に傾斜した方向に観察される格子面間隔の変化量から、結晶格子歪みを導出し、材料定数を乗ずることで残留応力値として算出する手法である。 θ 軸および 2θ 軸を独立で制御できるXRD装置の場合、並傾法と呼ばれる手法を採用できる。 θ 軸と直交する試料傾斜軸(χ または ψ)を有するXRD装置の場合、側傾法と呼ばれる手法を選択できる。いずれの手法も、傾斜した方向の応力値が評価できる一方で、測定できる試料に制限もある。例えば、歪みに対する感度を得るために、 2θ で 130° 以上の回折ピークを用いることが望ましいとされる。しかしながら、試料表面に形成された薄膜材料においては高角領域における回折強度そのものを観察することが困難な場合が多い。また、直線近似を満たす弾性等方多結晶体、すなわち無配向であることが望ましい。これらの問題を解決する手法の一つとして、2次元検出器を採用する試みがある。先に示したとおり、2次元検出器では特定の方向に加えて、そこから傾斜した回折点の情報を含んでいる⁽³⁾。そのため、 $\sin^2\psi$ 法では離散的になる結晶歪みの情報を連続的に記録することができ、得られる情報量を数十倍に増加させることができる。結果、統計的に解析誤差を低減する効果があり、ひいては解析に用いる 2θ 角を小さくできる利点がある。加えて、試料を回転方向にステップさせながら測定を行うことで、3次元的な結晶歪みを記録することができる。得られた歪みの情報は、最大で6成分の応力テンソルに分解することで、一度の測定結果を用いてより詳細な試料情報を得ることができる。

(2) 単結晶およびエピタキシャル薄膜の解析

単結晶やエピタキシャル薄膜の場合は、上記のアプローチを直接適用することは困難である。一方で、それらの試料の場合は、正確な格子定数を得ることができ、そこから結晶歪みを算出できる。近年では、試料面内方向の回折パターンを直接取得する手法も広く用いられるが、試料表面すれすれにX線を入射する視斜角入射配置になるため照射面積が大きくなり、位置分解能が大幅に低下する⁽²⁾。そのため、エピタキシャル薄膜試料の場合は、以前より逆格子空間マップ測定(Reciprocal Space Map: RSM)が用いられてきた⁽²⁾⁽¹³⁾。この手法では、一度の測定結果から試料面法線方向と面内方向の格子定数が一括して評価できる点が有効である反面、複数の測定を繰り返す必要があり、測定に長時間を要していた。RSMに1次元検出器を適用することで、一方向の測定は一括して記録することができ、入射角をステップさせるだけで、短時間で測定が可能である⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾。

5. 測定事例

(1) パターニングによる金めっき残留応力の解放

真鍮下地に施した膜厚 $1\mu\text{m}$ を有する金めっきの残留応力について2次元検出器を用いた解析事例を示す。空冷型高輝度X線源から発生したX線を多層膜ミラーにより 1mm 角に集光した後、コリメータを用いて入射X線径を $0.5\text{mm}\phi$ に成形した。試料-検出器間距離を約 200mm に設置し、回折角 2θ で約 30° に相当する領域を一括して記録した。X線照射時間は1ステップあたり60秒とし、 2θ で 30° から 110° の範囲を3ステップ、計180秒で $\theta-2\theta$ 測定に相当する測定を行った。得られた2次元XRD像とその1次元積分プロファイル、および指数付けの結果を図3に示す。2次元XRD像中、赤道方向は回折角 2θ に、それと交差する回折円環に沿った方向は γ と定義される⁽³⁾。2次元XRD像中には、不均一な強度分布は認められないが、緩やかな強度分布が存在することから、試料結晶が弱い配向を有していることが示唆される。得られた1次元回折パターンは下地である真鍮と成膜された金に加え、 2θ で約 45° 近傍に非晶質成分に由来するハローパターンが明瞭に観察されていることが分かる。また、金めっき層が有限の厚みであるため、 2θ が 90° を超える領域では照射体積が大幅に低下するため、回折ピークが検出困難であることが分かる。このような薄膜試料においては、従来の $\sin^2\psi$ 法を用いることが困難である。ここでは、 $2\theta=78^\circ$ 近傍の金311回折を用いて2次元法による解析手法を採用した。検出器中心を $2\theta=80^\circ$ に配置し、 2θ で 65° から 95° を一括して記録した。試料傾斜角 ψ は2次元検出器で補うことができるため、 15° と 45° の2ステップとする一方、面内回転角 ϕ を 0° から 180° の範囲で 30° ずつ7ステップの測定を実施した。全14ステップに対し、それぞれ120秒間のX線露光時間とした。入射X線径は $0.5\text{mm}\phi$ である。測定箇所は、 $10\text{mm}\times 10\text{mm}$ 角の領域と $2\text{mm}\times 8\text{mm}$ の矩形領域にめっき膜を残した領域の2箇所とした。すべて

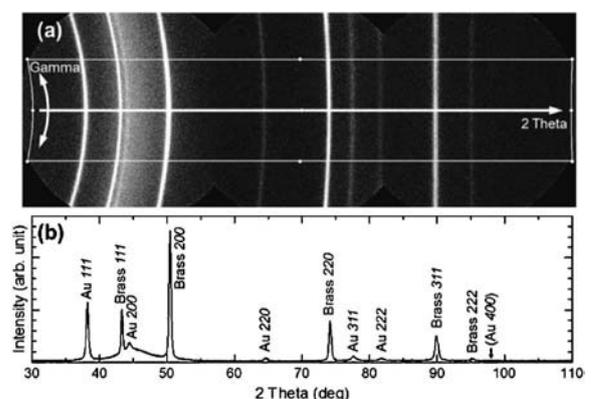


図3 (a)真鍮上に形成された金めっき試料からの2次元XRD像。(b)矩形領域で強度積分され得られた1次元XRDプロファイル。

の2次元回折像に対し、 2θ 範囲で 76.0° から 79.5° 、 γ 範囲で $\pm 15^\circ$ を選択し、 γ 方向へ10分割を行った(図4)。得られた1次元プロファイルは 0.06° ステップで抽出され、吸収補正、バックグラウンド補正、偏光補正、 $K\alpha_2$ 除去⁽¹⁶⁾、スムージングを行った。その後、PearsonVII関数を用いてフィッティングし⁽¹⁷⁾、ピーク位置を決定した。得られたピーク位置は、図4に示す×印となりそれらを最小二乗法によりフィッティング近似し、すべての $(\gamma, 2\theta)$ データセットを得た⁽³⁾。換算された残留応力値は、図5に示す通り10 mm×10 mm 角領域においては、平行方向、直交方向にかかわらず約 $80(\pm 5)$ MPa の面内引っ張り応力が得られている。一方、2 mm×8 mm 領域では、長手方向に $25(\pm 7)$ MPa の面内引っ張り応力が、短手方向に $8(\pm 7)$ MPa の面内圧縮応力が得られた。いずれの方向も残留応力の緩和が認められ、短手方向ではほぼゼロになっていることが分かる。これは、下地真鍮からの拘束力がパターニングにより緩和されていることを明確に示している。パターニングによる応力緩和は、微小電気機械システム(Microelectromechanical System:

MEMS)などのデバイス作製時にも考慮されるべき事象である。

(2) エピタキシャル SrTiO₃ 基薄膜の電界印加その場歪み観察

チタン酸ストロンチウム(SrTiO₃)はペロブスカイト構造を有する代表的な遷移金属複合酸化物である。SrTiO₃は高誘電率を有する半導体であり、NbやLaなどを置換することにより、高い移動度を示す⁽¹⁸⁾。加えて、超伝導相を有する⁽¹⁹⁾。また、薄膜中に歪みを誘起することで、強誘電相転移点を制御できることが理論的および実験的に示されている⁽²⁰⁾⁽²¹⁾。このようなさまざまな機能を有する材料の評価には、前述の電気的な特性と結晶構造の動的な観察結果からそれらの相関を議論する手法が有効である。試料は1 at%のNbを添加した(001)SrTiO₃を基板とし、導電性下部電極としても取り扱う。基板温度 700°C にてパルスレーザー堆積法により、SrTiO₃薄膜を100 nm成長した。その後、シャドウマスク法により、直径0.25 mmを有する上部Pt電極を形成した。試料積層構造の模式図を図6(a)に示す。電界印加その場RSM測定には、高輝度X線源から発生したX線をGe(220)2結晶モノクロメータにより単色化・平行化し、試料上で幅0.1 m、高さ0.25 mmとなるようスリットおよびコリメータにより入射X線サイズを整えた。検出器には1次元MIKROGAP検出器を用い、 2θ で 73.7° から 79.7° を一括記録し、SrTiO₃103回折近傍のパターンを得た。 2θ の読み出しステップ幅は約 0.006° に相当する。入射角 ω は 56.5° から 57.15° を 0.015° ステップで記録した。測定は1800秒で行った。XRD装置に搭載された顕微鏡による試料表面の観察像を図6(b)に示す。

図7には、500 kV/cmの外部電界を印加する前と印加時のRSM測定結果を示す。横軸 q_x および縦軸 q_z は、それぞれ試料面内、面法線方向の格子面間隔の逆数を示す。電界の印加にかかわらず、SrTiO₃基薄膜の q_x の値は基板のそれと一致していることから、面内格子定数が拘束されたPseudo-morphic成長であることがわかり、電界印加により拘束が緩和することはなかった。一方で、 q_z の値は電界印加に伴い小さくなっていることから、電界印加方向に格子伸長が認められる。印加電界に対する格子歪みの依存性を図8に示す。500 kV/cm以上の電界では格子歪みが飽和していることから、基板による拘束のため、電界誘起歪みが抑制されている

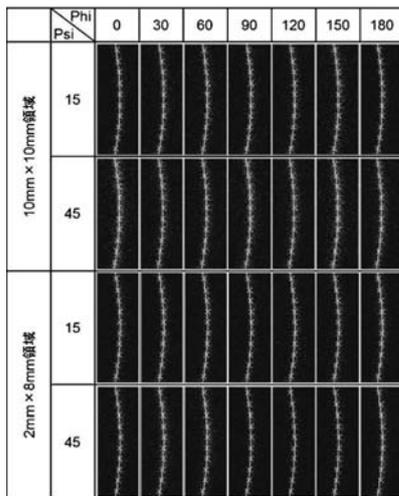


図4 2次元残留応力解析法(2次元法)により記録された各方位の回折パターンとピーク位置決定結果(×印)。図中の曲線は、各ピーク位置を最小二乗近似によりフィッティングされた軌跡を示している。

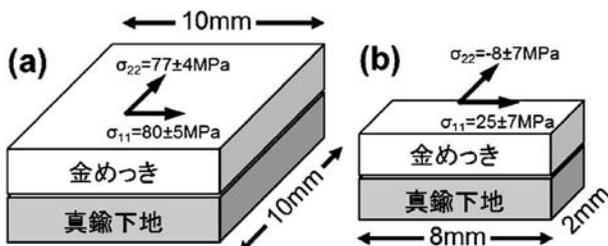


図5 2次元残留応力解析法により解析された金めっきの残留応力値。(a) 10 mm×10 mm領域、(b) 2 mm×8 mm領域。応力値は正が引っ張り、負が圧縮応力を示す。

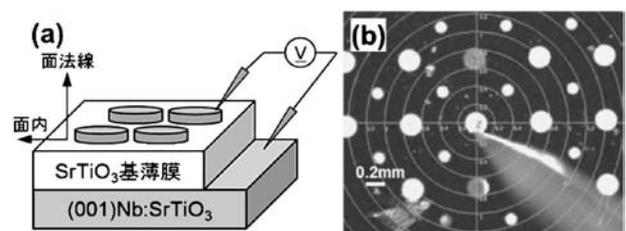


図6 (a)Nb:SrTiO₃基板上に作製されたSrTiO₃基薄膜と上部電極の模式図。(b) XRD装置に搭載された顕微鏡による実際の試料写真。

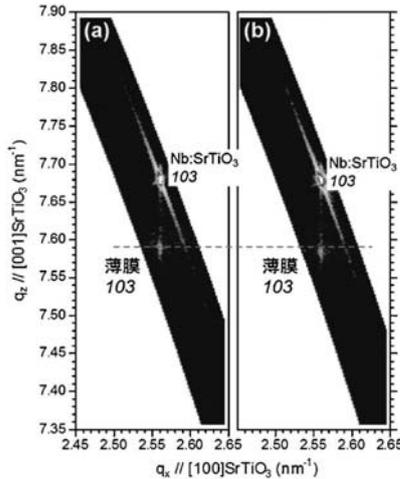


図7 SrTiO₃ 103回折近傍における逆格子空間マップ測定結果. (a)外部電界印加前, (b)500 kV/cm外部電界印加状態. 横軸 q_x および縦軸 q_z は, それぞれ試料面内および面法線方向の格子面間隔の逆数を示す.

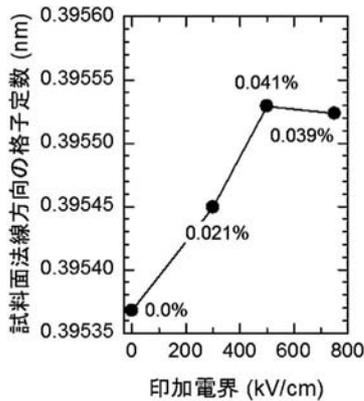


図8 印加電界に対する面法線方向の格子定数変化量. 添え字は無印加電界からの歪み量.

と考えられる. このような微小領域における0.05%以下の小さな格子歪みを検出するには, 高輝度なX線源, 高感度な検出器のみならず, 高精度な位置決め機構, 回折計の高い精度が要求される.

6. 結 言

本稿では, 実験室系XRD装置に応用されている高輝度X線源, ならびに多次元型検出器について, その特徴を示した. また, 実際に微小な測定領域における結晶試料の残留応力, 格子歪みを測定・評価した事例について, 金めっきならびにエピタキシャル SrTiO₃ 薄膜を紹介した. 従来型XRD装置と比較して, 微小領域での測定が簡便になり, かつこれまで見落としていた情報を得ることができる点でこれらの技術は有益であると言える.

最後にエピタキシャル SrTiO₃ 薄膜をご提供いただきまし

た東京工業大学大学院 材料工学専攻教授 篠崎和夫先生に感謝申し上げます.

文 献

- (1) カリティ : 新版 X 線回折要論, アグネ承風社, (1980).
- (2) M. Birkholz: Thin Film Analysis by X-Ray Scattering, Wiley, (2006).
- (3) B. B. He: Two-Dimensional X-Ray Diffraction, Wiley, (2009).
- (4) 菊田惺志 : X 線散乱と放射光科学 基礎編, 東京大学出版会, (2011).
- (5) T. Schulz, K. Meindl, D. Leusser, D. Stern, J. Graf, C. Michaelsen, M. Ruf, G. M. Sheldrick and D. Stalke: J. Appl. Cryst., **42**(2009), 885-891.
- (6) J. Wiesmann, J. Graf, C. Hoffmann, A. Hembd, C. Michaelsen, N. Yang, H. Cordes, B. He, U. Preckwinkel and K. Erlacher: Part. Part. Syst. Charact., **26**(2009), 112-116.
- (7) O. Hemberg, M. Otendal and H. M. Hertz: Appl. Phys. Lett., **83**(2003), 1483-1485.
- (8) P. Wiacek, W. Dąbrowski, J. Fink, T. Fiutowski, H.-G. Krane, F. Loyer, A. Schwamberger, K. Świątek and C. Venanzi: J. Instrumentation, **10**(2015), P04002.
- (9) R. D. Durst, S. N. Carney, Y. Diawara and R. Shuvalov: U.S. Patent 6340819, (2002).
- (10) B. Schmitt, C. Brönnimann, E. F. Eikenberry, G. Hülsen, H. Toyokawa, R. Horisberger, F. Gozzo, B. Patterson, C. Schulze-Briesche and T. Tomizaki: Nucl. Instr. Meth. A, **518**(2004), 436-439.
- (11) D. M. Khazins, B. L. Becker, Y. Diawara, R. D. Durst, B. B. He, S. A. Medved, V. Sedov and T. A. Thorson: IEEE Trans. Nucl. Sci., **51**(2004), 943-947.
- (12) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明: 残留応力の X 線評価—基礎と応用—, 養賢堂, (2006).
- (13) M. A. Moram and M. E. Vickers: Rep. Prog. Phys., **72**(2009), 036502.
- (14) K. Saito, A. Ulyanenkov, V. Grossmann, H. Röss, L. Brüeggemann, H. Ohta, T. Kurosawa, S. Ueki and H. Funakubo: Jpn. J. Appl. Phys., **45**(2006), 7311-7314.
- (15) H. Morioka, T. Yamada, A. K. Tagantsev, R. Ikariyama, T. Nagasaki, T. Kurosawa and H. Funakubo: Appl. Phys. Lett., **106**(2015), 042905.
- (16) H. P. Klug and L. E. Alexander: X-Ray Diffraction Procedures, Wiley, (1974).
- (17) J. M. Sprauel and H. Michaud: Mater. Sci. Forum, **404-407**(2002), 19-24.
- (18) H. P. R. Frederikse, W. R. Hosler, W. R. Thurber, J. Babiskin and P. G. Siebenmann: Phys. Rev., **158**(1967), 775.
- (19) J. F. Schooley, W. R. Hosler and M. L. Cohen: Phys. Rev. Lett., **12**(1964), 474.
- (20) N. A. Pertsev, A. K. Tagantsev and N. Setter: Phys. Rev. B, **61**(2002), R825-R829.
- (21) T. Yamada, B. W. Eerd, O. Sakata, A. K. Tagantsev, H. Morioka, Y. Ehara, S. Yasui, H. Funakubo, T. Nagasaki and H. J. Trodahl: Phys. Rev. B, **91**(2015), 214101.



森岡 仁

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

2004年3月 東京工業大学大学院 総合理工学研究科修士課程修了

2004年4月-2006年9月 エルピーダメモリ株式会社 2006年10月- 現職

2010年3月 東京工業大学大学院 総合理工学研究科博士課程修了

専門分野 : X線結晶学, 材料科学, 物性物理学, 強誘電体

©実験室系X線回折装置を用いた測定・解析技術の開発と応用に従事.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

薄膜・コーティング膜の 内部応力評価

岩村 栄治*

1. はじめに

真空蒸着やスパッタリングなど非平衡プロセスを経て形成される薄膜やコーティング膜は通常構造的な欠陥を多く含んだ準安定な物質であり、熱膨張係数の異なる基板に形成された薄膜では、成膜温度と使用温度との差により熱歪が発生する。このような構造的な欠陥による歪と熱的な歪の存在により、特に外力が作用していなくても薄膜には内部応力が存在する。

実用上の薄膜やコーティング膜では、膜剥離により新たな界面を生成し薄膜を変形させることに必要なエネルギーよりも、内部応力により生じている薄膜内の弾性ひずみエネルギーの低減分が上回ることで応力緩和に至る状況は容易に生じ、内部応力に起因した膜剥離のリスクに常に直面している。また、硬質膜での圧縮応力による耐摩耗性の向上や、電子回路での応力誘起拡散による信頼性の低下など、薄膜自体の機能面でも応力制御は非常に重要であり、薄膜の内部応力の評価に関して長年にわたって多くの検討がなされてきた⁽¹⁾。

薄膜の内部応力は直接測定することはできず、Hookeの法則により弾性定数と歪み量から算出される。よって、薄膜という特徴的な形状と基板と一体となった構造において、歪み量をいかに高い信頼性で評価するかに応力測定の問題は集約される。本稿では各種の測定手法の概略と問題点に触れ、さらに2000年代に大きく技術が進展し実用上のニーズも高い、その場および局所測定、多層膜や樹脂コーティング膜に対して用いられる応力測定について概説する。

2. 薄膜の内部応力測定の概要

薄膜の内部応力評価は結晶材料の格子歪を測定する方法と、薄膜のマクロな変形量を測定する方法に大別される。測定原理と評価の詳細に関しては既に優れた参考書⁽²⁾があり、ここでは評価上の注意点の概要を述べるに留める。

(1) 格子歪測定による薄膜の内部応力評価

結晶の格子歪から応力を評価する手法では、格子間隔の変

化を直接的に測定するX線回折(XRD)法と、格子間隔に依存して変化した光学フォノンの振動数から間接的に応力を導出するラマン分光法が代表的である。

XRD, ラマン分光法のいずれにおいても図1に示すようにまず基準となる歪のない状態のパターンに対して相対的にシフトした量を評価する。すなわち、歪のない状態の値として何を基準にするかが最も重要な問題となる。XRD法では歪のないピーク値として、蓄積されたバルク材の格子定数のデータが一般的に用いられる。しかし、準安定相では参照するバルク値がない場合がほとんどであり、高温で成膜されると格子間距離の温度変化も厳密には考慮しなければならない。また、(a)ナノレベルの極端に微細な結晶粒からなる場合や、(b)結晶に加わる応力は一様ではない、(c)基板のマクロな変形(たわみ)の影響により基板との界面近傍と自由表面付近の結晶では歪み量が異なる、(d)気相形成された薄膜は異方性が強い、などの影響によるブロードなピーク形状や低ピーク強度といった測定誤差となる要因は多い。さらに、応力の算出に用いる弾性定数についてもバルク値をそのまま用いることの妥当性は慎重に検討すべきであり、特にダイヤモンド薄膜など高強度の硬質膜などでは用いる弾性定数の精度による誤差を生じやすい⁽³⁾。XRD法による応力測定はバルクで高度に確立された手法であり、薄膜においてもバルクと同様に $\sin^2\psi$ 法⁽⁴⁾⁽⁵⁾によって非破壊で精度の高い測定ができるが、必ずしも信頼性の高い応力値が得られるとは言えない点に注意が必要である。

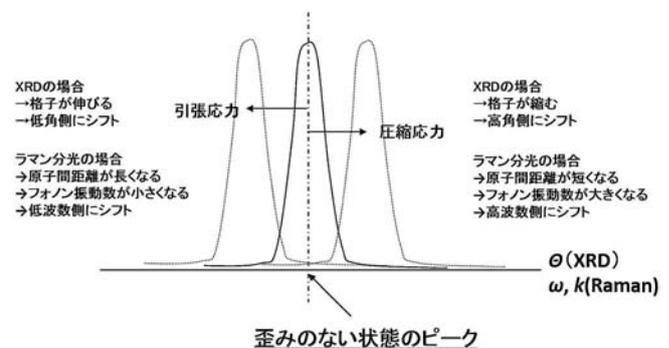


図1 応力によるX線回折, ラマン分光のプロファイルの変化。

* ペルノックス株式会社 導電材料事業部; 開発 Gr リーダー (〒259-1302 秦野市菩提 8-7)
Evaluation of Internal Stress in Thin Films and Coatings; Eiji Iwamura (PELNOX Ltd., Co., Hadano)
Keywords: stress measurement, thin films, multilayers, X-ray diffraction, focused ion beam
2015年9月11日受理 [doi:10.2320/materia.54.607]

一方、ラマン分光では歪のない状態の信頼できるラマンスペクトルが得られているのは Si など限られた物質であり、相対的な応力変化量の評価には高い精度を有するものの XRD 法に比較すると材料面での汎用性は乏しいと言える。このため、基板側の Si ウエハーのラマンスペクトルを測定し、基板側の応力状態から薄膜の応力を推定する手法も用いられる⁽⁶⁾。

(2) マクロな変形量からの薄膜の内部応力評価

薄い基板の上に薄膜が形成されると内部応力により系全体にたわみが生じる。これを利用した基板曲率法⁽⁷⁾はマクロな変形量による応力の評価法として広く用いられている。

薄膜と基板の変形量と薄膜の内部応力 σ_f の関係は、

$$\sigma_f = F_f / (d_f w) = (R/6) \cdot (E_s d_s^2) / \{(1 - \nu_s) d_f\}$$

(F_f : 薄膜にかかる荷重, d_f : 薄膜の厚み, w : 薄膜の幅, R : 中立面における曲率半径, E_s : 基板の弾性率, d_s : 基板の厚み, ν_s : 基板のポアソン比)と表され、薄膜のマクロな変形量と応力を関係付ける基本式(Stoney の式)である⁽⁸⁾。基板曲率法では前述の格子歪から応力を導出する方法と違って、薄膜の弾性定数の影響はほぼ無視できるが、膜厚や試験片の形状(幅, 長さ, 曲率), 基板のポアソン比⁽⁹⁾や異方性の影響⁽¹⁰⁾を強く受ける。よって、Stoney の式では(a)厚み方向への応力成分は無い, (b)歪み量は微小, (c)系全体の変形における薄膜の特性の寄与は微小, (d)応力の発生要因は格子歪, (e)基板の変形による薄膜の内部応力への影響は微小, といった仮定に基づく。このため、薄膜の厚みが基板厚みの 1/10 を超えて厚い場合⁽¹¹⁾や、例えば樹脂フィルム上の膜などでカールしているような変形量が顕著に大きく非線形である場合への適用には制限がある⁽¹²⁾。一方、変形量が小さい場合に測定誤差が大きいことも問題となる。膜面と基板裏面が平行な試料を通常測定するのに対して、傾斜をつけた試験片の測定による精度の改善が提案されている⁽¹³⁾。

基板曲率法による薄膜の内部応力評価は測定とデータの解析が比較的簡便であり、応力を管理パラメータとした品質制御のためのラインモニターとして、LSI や LCD (Liquid crystal display) の量産プロセスに広く導入されてきた。加熱冷却時の応力変化挙動の研究にもよく使用されている⁽⁷⁾⁽¹⁴⁾。しかしながら、材料組成や成膜条件が異なる薄膜を比較するような場合には、基板の初期や薄膜形成後のたわみは一様とは限らないために、測定値の妥当性の評価は注意が必要とされる。また、基板曲率法による測定では一定の曲面をなんらかのプロブで走査するために一定の測定時間を必要とし、その場測定において厳密な意味でのリアルタイムの応力変化は測定できない。このような問題点に対して、基板のたわみの一様性に関してはグリッド像法⁽¹⁵⁾、時間分解能についてはマルチビーム法⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾などの手法で改善が図られている。グリッド法は光源と基板/薄膜の間にグリッドを挿入し、薄膜表面でのグリッドパターン形状の変化を測定して、表面全体での曲率の細かい変化、すなわち基板の不均一な変形をリアルタイムで計測して応力を評価する手法である。一方、マルチビーム法は 1 本のレーザー光を Etalon 等の光学干渉計によって複数のビームに分けたものをプロブとして用いることで測定時間を短縮している。

マクロな変形を利用した手法としては、微小押し込み (Nanoindentation) による膜の降伏現象⁽¹⁸⁾や、膨れ剥離した領域や基板や薄膜の一部を化学エッチングやイオンエッチングにより除去した領域の変形量からも薄膜の内部応力が評価される。電話線剥離のような直線状の規則的な膨れ剥離の最小幅 w_m は、

$$w_m = (\pi d_f / 2) \cdot \sqrt{[E_f / \{3(1 - \nu_f^2) \sigma_f\}]}$$

(d_f : 薄膜の厚み, E_f : 薄膜の弾性率, ν_f : 薄膜のポアソン比, σ_f : 薄膜の内部応力(この場合は圧縮応力), なお薄膜のある程度の厚みを持った平板と考えて、2 軸弾性係数 $E_f / (1 - \nu_f)$ ではなく、平面歪み弾性係数 $E_f / (1 - \nu_f^2)$ を用いている)と表され、薄膜の内部応力、膜厚、薄膜の機械的な性質に依存している。水泡状の膨れでもほぼ同様な依存性を示す⁽¹⁹⁾。このような膨れ剥離部の形状を測定して、薄膜の素材や構造に制約されず内部応力や剥離を生じる最小応力が評価されている。この測定では加工時の応力緩和の効果や、加工ダメージの影響、さらにはエッチング残渣等の影響が大きく、再現性が乏しいことに注意しなければならない。さらには、膨れ剥離のエッジ部の応力状態は非常に複雑であり、測定は端部から離れた領域で通常行われるが、それでも膨れ部を球面で近似する仮定は大きな誤差を生む原因となる。

近年注目されている新たな手法として、(a)結晶異方性が極端, (b)複雑な多相構造, (c)ナノ結晶, (d)非晶質, (e)比較的厚い膜厚, といった X 線回折法が不得意とする条件を持った薄膜に対して、FIB (Focused ion beam) による微小加工部の変形量による内部応力評価がある⁽²⁰⁾⁻⁽²⁴⁾。この手法では、図 2, 3 に示すように薄膜表面に FIB によって幅数 nm~数百 nm, 膜厚によって深さ数十 nm~数 μm のトレンチを線状, リング状もしくは H 形状に形成し、その場観察された SEM 像から加工部周辺の歪み量をマッピングし応力を評価する⁽²¹⁾。アモルファスカーボン膜等に適用されるとともに、アーク蒸着法によって作製された厚さ 3 μm の CrN 膜における XRD 法との比較では、膜厚全体での平均的な薄膜の内部応力が評価でき、表面のマイクロパーティクルの影響を受けないなどのメリットが示されている⁽²³⁾。

3. 薄膜の内部応力のその場測定, 膜面内・膜厚方向の応力分布測定

薄膜の内部応力は成膜条件やその結果としての薄膜構造の

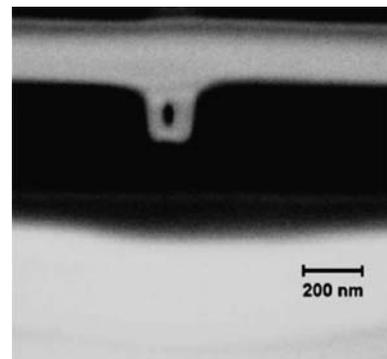


図2 ガラス基板上に形成されたアモルファスカーボン膜における FIB 法による応力測定で施された線状トレンチ加工部の断面 SEM 像⁽²⁰⁾。

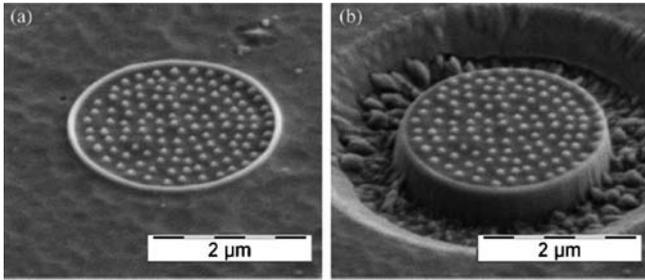


図3 FIB法におけるリング状トレンチ加工前(a), 後(b)のSEM像: 白いドットパターンは画像処理の精度を改善するため, リングパターンは再付着と加工ダメージ抑制のために電子ビーム(EB)蒸着されたPt⁽²³⁾.

影響が大きく, 特に基板上に薄膜が形成される初期段階における応力の発生と変化の過程を明確化することは主要な研究対象であった. このような応力の発生や緩和挙動の測定では, 比較的短時間での応力変化をその場で評価しなければならず, 良好な測定の再現性を得るため 10^{-5} Pa 以下の超高真空の成膜環境に应力測定機構を組み込む都合上⁽²⁵⁾, 測定系が簡便な基板曲率法によるマクロな変形量の測定が主に用いられてきた⁽¹⁷⁾⁽²⁵⁾⁻⁽³³⁾.

薄膜が形成される過程における应力変化の典型的な挙動を図4に示す. 薄膜形成初期においていわゆる Volmer-Weber 型の島状成長を呈する薄膜では, 極小な島状構造の表面エネルギーをできるだけ小さくしようとする曲率効果が働き, 圧縮应力が生じる⁽¹⁷⁾. その後基板表面が薄膜に覆われ, 結晶粒同士の合体がおこると引張应力が生じ, さらに膜厚が厚くなると再び圧縮应力に転じる. このような挙動は Ag, Al, Au, Cu, Ge, Si 等で認められている⁽¹⁷⁾⁽²⁵⁾⁻⁽²⁹⁾. 膜形成時の薄膜の内部应力の挙動はスパッタガス圧, 成膜環境の酸素濃度, 基板温度, 投入電力など成膜条件の影響を強く受ける⁽³⁴⁾⁻⁽³⁶⁾. 図5は Cu, Ta スパッタ膜のスパッタガス圧の影響の例を示す⁽³³⁾. さらに, 成膜時その場測定では, 図6に示すように成膜を一時停止すると薄膜の内部应力は直ちに緩和し, 再開時には一時停止の前の应力状態に戻るといった興味深い現象も認められている⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾.

一方, 近年の LSI の製造に用いられる直径 300 mm, 400 mm のシリコンウエハーや 1 辺数 m に及ぶフラットパネルディスプレイ用のガラス基板といった大面積基板においては, 基板上に形成された薄膜に発生する应力は必ずしも一様ではないため, 面内や膜厚方向の应力分布も長年研究されてきた⁽¹⁵⁾⁽³⁷⁾⁻⁽³⁹⁾. さらに電子・光学デバイス, MEMS として用いられる薄膜はパターン加工されており, エッジ部などの微小な領域での应力評価も重要なテーマであった. このような局所領域の評価には μ ビームを用いた XRD, ラマン分光法がよく用いられている⁽⁴⁰⁾⁽⁴¹⁾. また, 微小領域の測定についてはマクロな変形量を評価する各手法には難があるが, 光学系を工夫した μ トポグラフィ法⁽⁴²⁾ や FIB を用いた局所加工⁽²⁴⁾ による測定が報告されている. 膜厚方向の应力分布については, 化学エッチング⁽⁴³⁾ や FIB エッチング⁽²³⁾ により, 表面側から薄膜をエッチバックしながらステップ状に应力測定を行い深さ方向の分析がなされている. 図7に示す TiN 膜の例では表面側から基板側に内部应力が低下している⁽⁴⁴⁾.

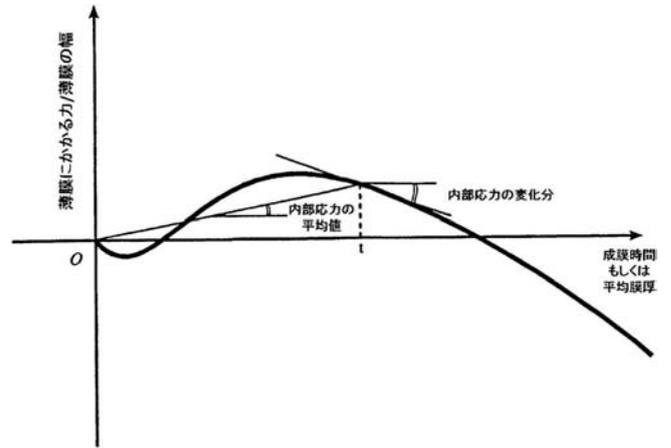


図4 膜厚, 成膜時間をパラメータとした気相形成による成膜時に薄膜に生じる単位幅あたりの力 (F/w : Force per width) の典型的な変化挙動の模式図⁽²⁸⁾. $F/w > 0$: 引張, $F/w < 0$: 圧縮.

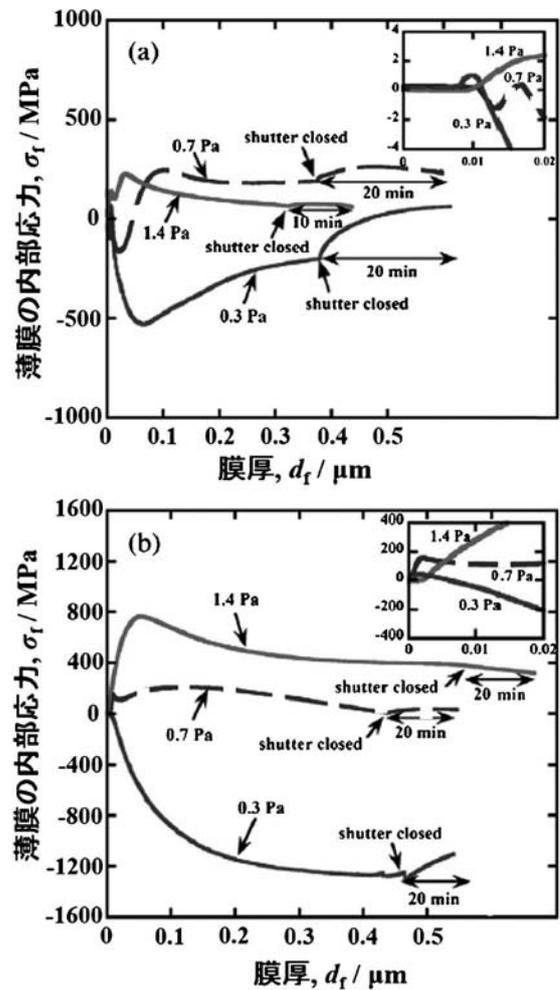


図5 Si 基板上に (a) Cu 膜, (b) Ta 膜をスパッタ成膜した時の成膜中および成膜後 (図中 shutter close と矢印で示されたところからは横軸が時間) における薄膜の内部应力変化へのスパッタ Ar ガス圧の影響. 各内挿図は膜厚 20 nm までの膜形成初期段階の拡大図⁽³³⁾.

4. 多層膜の内部应力評価

各層の厚さが nm レベルであるナノ積層膜では体積当たり

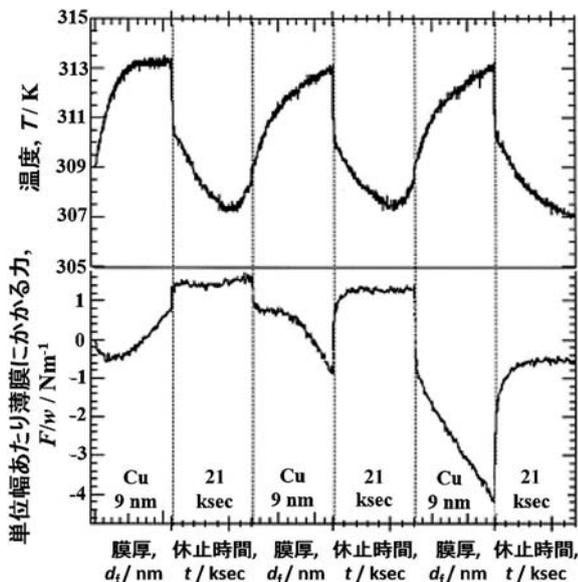


図6 Cu 薄膜を Si 基板上に断続的(9 nm 成膜後350分中断)に熱蒸着したときの、成膜中の膜温度とカンチレバーを利用した基板曲率法により測定した形成中の薄膜に生じる力の変化挙動。成膜中断すると緩和現象が発生するが、再開時には中断前の状態にはほぼ回復する⁽²⁸⁾。

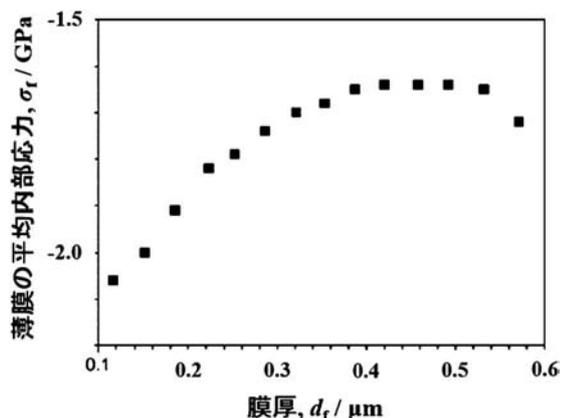


図7 反応性スパッタリングで形成した 0.57 μm 厚の TiN 膜を水酸化アンモニウム+過酸化水素混合水溶液により段階的にエッチングしたときの膜厚方向の内部応力変化⁽⁴³⁾。

の異相界面の面積が増大し、準安定構造の安定化に繋がると考えられている⁽⁴⁵⁾⁽⁴⁶⁾。さらに異相界面における転位やクラックの伝播阻害や結晶粒の微細化効果により降伏応力や硬さ等の機械的な性質が顕著に向上することから、精密に設計された反射防止膜などの光学膜や、非常に厳しい摩擦摩耗環境に曝露される硬質膜など、多層膜はいたるところに利用されており、特性や密着性の改善において薄膜の内部応力の制御は極めて重要である。

異種もしくは結晶構造のことなる物質が積層された構造では、界面における歪み量の測定が重要な問題となる。この点、前述のマクロな変形と応力を結びつける Stoney の式では界面での歪などは考慮されていない。

多層膜に対しては極めて多くの応力評価例がある。代表的なものとして、前述の膜形成時の応力挙動の評価と同様に基板曲率法を用いた多層膜形成時のその場測定⁽²⁷⁾や、図8に示すように GIXRD (Grazing incidence X-ray diffraction) を用いた異相界面の影響による格子歪が評価され⁽⁴⁶⁾、図9に

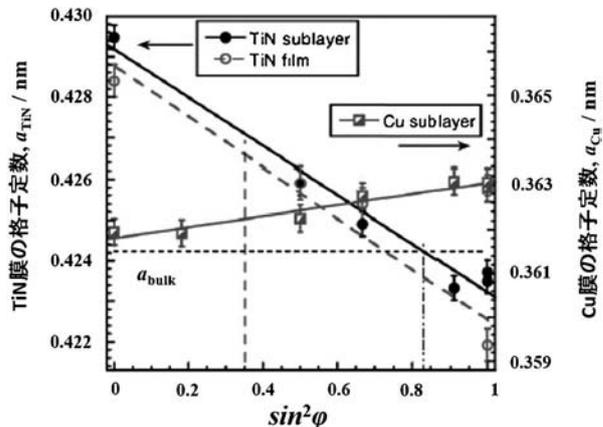


図8 XRD ($\sin^2\phi$) 法による TiN/Cu エピタキシャル多層膜 (20 nm ピッチ) および TiN 単層膜における TiN と Cu の格子定数の変化。負の傾斜の TiN 層には圧縮応力、正の傾斜の Cu 層には引張応力が生じ、多層膜では強い相互作用が界面で発生していると考えられる⁽⁴⁶⁾。

示すような周期構造の制御による内部応力の低減⁽²⁸⁾や、多層膜化による性能向上⁽⁴⁷⁾の原因解明等に活かされている。

5. 樹脂コーティング膜の内部応力評価

近年、タッチパネルの屈折率調整 (IM : Index matching) 膜やディスプレイの硬質保護膜や反射防止膜、防眩膜において、気相成膜に代わり塗料系のコーティング膜を PET などのフィルム系基板にロール to ロールで形成したものが利用されている。フィルム基板上に塗布された塗料が紫外線硬化等により塗膜になる過程では、硬化による収縮や溶剤の揮発により塗膜に内部応力が発生し、塗布ムラによる光学特性の変化やフィルム端部でのカール、さらには剥離の問題が生じる。

このような塗料系のコーティング膜では、ひずみゲージ⁽⁴⁸⁾や基板曲率法⁽⁴⁹⁾などでマクロな変形量から内部応力を評価する場合が多い。しかし、気相成膜に対して比較的膜厚が厚く、またマクロな変形量も大きい、さらには溶剤の揮発や未反応物の存在の影響により塗膜内部の歪み量の不均一性が大きいなどの点から、評価値における測定誤差は大きく信頼性に乏しい。経験的に基板の厚みや短冊の形状を工夫して誤差を小さくする試みはなされているものの、通常はせいぜい反り量を相対比較する程度の評価に留まっている。

6. おわりに

XRD 法、ラマン分光法、基板曲率法は測定手法として既に一般的に確立されたものであり、長年の薄膜の内部応力に関わる現象の理解や応力をパラメータとした薄膜材料の品質管理技術の進歩を支えてきた。しかし、いずれも測定を行えばなんらかの応力値が得られるものの、得られた値が厳密に信頼できるものかという議論になると未だ心もとなく、評価において測定誤差の要因についての理解は必須である。

FIB 法や微小押し込み法など比較的新しい測定・評価技術は、さらなる進化により信頼性の高い薄膜の内部応力測定手法として一般的に利用可能になることが期待される。特

弾性定数を用いない X線格子ひずみの解析手法

春本高志¹⁾ 三宮 工²⁾ 村石信二³⁾
史 蹟⁴⁾ 中村吉男⁴⁾

1. はじめに

残留応力を評価する手法のひとつに、X線回折による応力測定(X線応力解析)が挙げられる。本方法は、非破壊・非接触である、容易に測定可能である等の特徴を有しているため、幅広く利用されている。薄膜・コーティングにおいては、しばしば残留応力が物性(磁性や弾性率など)に影響を及ぼすと知られているが、特に、そうした場合の応力測定に適している。

ところで、X線回折測定より直接的に得られる結果は、応力ではなく、格子の面間隔である。そのため、面間隔を格子ひずみへと換算し、その後、応力に変換するという手順を踏む事が一般的である⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。その際、回折弾性定数と呼ばれる、応力と格子ひずみの関係を表す係数が必要となる。よって、正しく応力を評価するためには、正確な回折弾性定数を入手することが大切である。

回折弾性定数は、既知の応力を掛けながら、格子ひずみを測定することにより決定できる。しかし、薄膜においては、この方法は困難である。そこで、測定条件や試料状態(例えば、回折測定に用いる面の指数(hkl), 集合組織(配向性), いわゆる「grain-interaction」)を反映したモデルを考え、単結晶の弾性定数から回折弾性定数を推定することが一般的である⁽¹⁾⁻⁽⁷⁾。しかし、結晶粒がナノサイズの場合、または、欠陥や不純物元素が格子中に含まれる場合、単結晶とは異なる弾性定数を示すことがあると報告されている⁽⁸⁾。そのため、欠陥などを多く含む試料(極薄膜など)においては、算出した回折弾性定数の信頼性を常に考慮する必要がある。

そこで、回折弾性定数を用いることなく格子ひずみを解析する手法があれば望ましい。本報では、試験的な取り組みとして、実験的に得られた面間隔を、各種弾性定数を用いることなく、直感的に理解可能な構造パラメータへと変換する菱面体ひずみ解析法を紹介する⁽⁹⁾。

2. 菱面体によるfcc(111)配向薄膜の格子ひずみ解析

菱面体は、面心立方格子(fcc)のプリミティブセルであり、菱面体格子の基底ベクトルの長さ(a_r)、および、基底ベクトル間のなす角(α_r)という2個のパラメータによって記述することができる(図1(a))。なお、以降、菱面体(rhomboidal)格子のパラメータには、下付きrを付与するものとする。ここで、理想的なfccの場合、fccの格子定数aを用いて、 $a_r = \sqrt{2}a/2 (= a_{r, \text{bulk}}$ とおく)、 $\alpha_r = 60^\circ$ である。

ところで、菱面体の(111)面は、fccの(111)面と対応している(図1(b))、(111)配向薄膜にこの菱面体を埋め込むと図1(c)の通りである。ここで、薄膜に、面内等2軸応力(面内方向を x_1, x_2 , 面垂直方向を x_3 とおくと、 $\sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma_{\parallel}$ かつ $\sigma_{33} = 0$ であるような応力)がかかっている場合を考えると、直感的に、菱面体格子のなす角 α_r は、引張の時は増加し、圧縮の時は減少すると予想される(図1(d): 引張の場合)。実際、一般的な応力範囲内(± 2 GPa)では、 α_r の 60° からのずれ $\Delta\alpha_r (= \alpha_r - 60^\circ)$ は、面内応力(σ_{\parallel})とほぼ線形の関係にあり、具体的には、以下の通りであると判明している。

$$\Delta\alpha_r \approx \frac{4\sqrt{3}}{9} \frac{1}{2} S_2^{111} \sigma_{\parallel} \quad (1)$$

ここで、 $\frac{1}{2} S_2^{111}$ は(111)配向膜に対する回折弾性係数である(詳細は3.(2))。したがって、同一物質の場合、 $\Delta\alpha_r$ を用いて応力の大小を議論することが可能である。表1に、式(1)の係数 $(4\sqrt{3}/9) \frac{1}{2} S_2^{111}$ を、各種金属について計算した結果を示す。金属によっても異なるが、 α_r の 1° は、数GPaの面内等2軸応力に相当するとわかる。一方で、fcc格子の単純な膨張・収縮は、 $\alpha_r = 60^\circ$ (一定)を維持した状態で、 a_r だけが変化する(図1(e): 膨張の場合)。

菱面体格子の構造パラメータは、回折弾性係数を用いることなく、算出することができる。例えば、基板面と平行の関係にある(111)面の面間隔($d_{\psi=0^\circ}^{111}$)、および、基板面から 70.5° 傾いている(111)面の面間隔($d_{\psi=70.5^\circ}^{111}$)より計算する場合、以下の通りである。

* 東京工業大学大学院理工学研究科材料工学専攻; 1)助教 2)講師 3)准教授 4)教授(〒152-8552 東京都目黒区大岡山2-12-1 S8-6) Rhombohedral Distortion Analysis of (111)-textured fcc Film; Takashi Harumoto, Takumi Sannomiya, Shinji Muraishi, Ji Shi and Yoshio Nakamura (Department of Metallurgy and Ceramics Science, Tokyo Institute of Technology, Tokyo)
Keywords: stress, strain, distortion, ultrathin film, rhombohedral
2015年4月16日受理[doi:10.2320/materia.54.612]

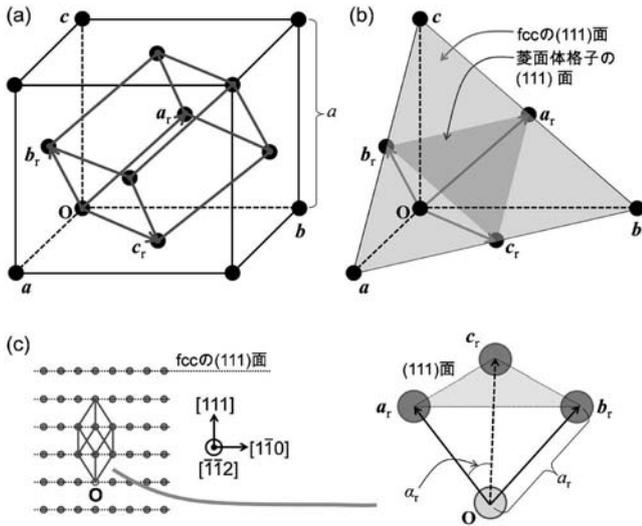


図1 fccのプリミティブセルである菱面体格子と菱面体ひずみ解析法.

表1 各種fcc金属における $\alpha_r(^{\circ})$ と $\sigma_{\parallel}(\text{GPa})$ との間の比例係数.

金属	$(4\sqrt{3}/9)\frac{1}{2}S_2^{111}/(^{\circ}/\text{GPa})$
Ni	0.179
Pt	0.288
Cu	0.293
Pd	0.308
Ag	0.474
Au	0.520
Al	0.782

$$\alpha_r = \arccos\left(\frac{3d_{\psi=0^{\circ}}^{111,2} - d_{\psi=70.5^{\circ}}^{111,2}}{3d_{\psi=0^{\circ}}^{111,2} + d_{\psi=70.5^{\circ}}^{111,2}}\right) \quad (2)$$

$$a_r = \sqrt{\frac{3}{1 + 2\cos\alpha_r}} d_{\psi=0^{\circ}}^{111} \quad (3)$$

ここで、解析手法とパラメータの関係をまとめると、図2の通りであり、菱面体ひずみ解析法により得られる結果は、菱面体格子のなす角(α_r)、および、長さ(a_r)である。一方、回折弾性定数を用いた応力解析を行うと、応力(σ_{\parallel})、および、無ひずみ時の格子定数(a_0)が得られる。上述のとおり、 α_r と σ_{\parallel} は、ほぼ線形に対応している。そのため、回折弾性定数が不明の場合には、まず、菱面体ひずみ解析法を用いて応力状態の概略をつかみ、その後、弾性定数が判明した時に、具体的な応力値を用いて議論するというような使い方も出来る。一方、本稿では詳細は割愛するが、 a_r は、 σ_{\parallel} と a_0

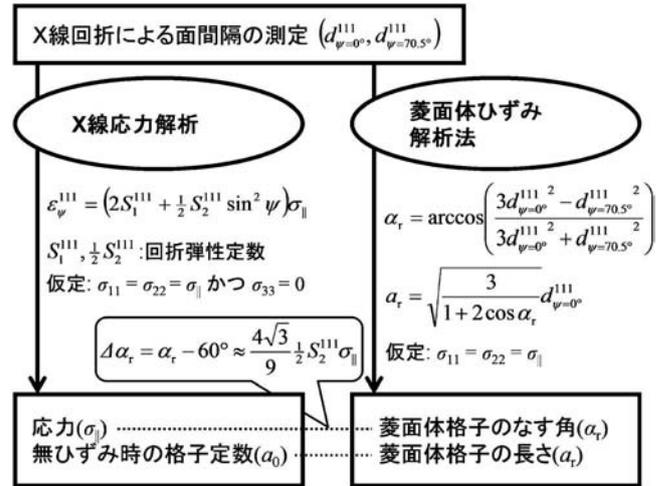


図2 X線応力解析と菱面体ひずみ解析法の関係.

の両方に依存するため、 σ_{\parallel} がほぼ一定値の時のみ、 a_0 を反映するパラメータとして扱うことができる。なお、菱面体ひずみ解析法は、現在のところ、面内等2軸応力状態にあるfcc(111)配向薄膜にしか適用できない。

3. 適用例：Pt極薄膜における格子の変形と伸縮

本章では、菱面体ひずみ解析法を用いて、(111)配向した白金(Pt)極薄膜における格子ひずみを系統的に解析した例を紹介する⁽⁹⁾。また、同一の測定結果をX線応力解析法によっても解析し、解析結果の比較を行う。

(1) 試料構造 —AINによる挟み込み—

極薄膜は、表面積を減らすべく、凝集する傾向にある。そこで、本研究では、Pt極薄膜を窒化アルミニウム(AIN)により挟み込むことにより、凝集を抑制し、室温・大気下で安定的に取り扱い可能な形態にして実験を行った(図3)。なお、Pt-AIN界面は873 Kの熱処理にも耐え得るので、Pt極薄膜をAINにより挟み込んだ構造(AIN/Pt/AIN多層薄膜)は非常に安定である。試料作製は、効率的に多層構造を実現できる連続成膜法により行った⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾。そのため、スパッタリングガス(Ar-N₂)に含まれる窒素が、Pt格子に少し固溶している。そこで、真空中での熱処理も行った。

(2) 2次元検出器によるX線回折測定

極薄膜からの回折X線は微弱であるので、効率的に計数する必要がある。そこで、2次元位置敏感型検出器(Hi-STAR; Bruker AXS)を備えたX線回折装置(D8 Discover; Bruker AXS)を用いて測定を行った。位置敏感型検出器を用いる利点としては、効率的に回折X線を収集できる点に加え、ピークの無い角度域も広く取得できる点が挙げられる。これらの利点により、バックグラウンドの除去、その後の極薄膜からの信号(=シェラーの式に従うブロードなピー

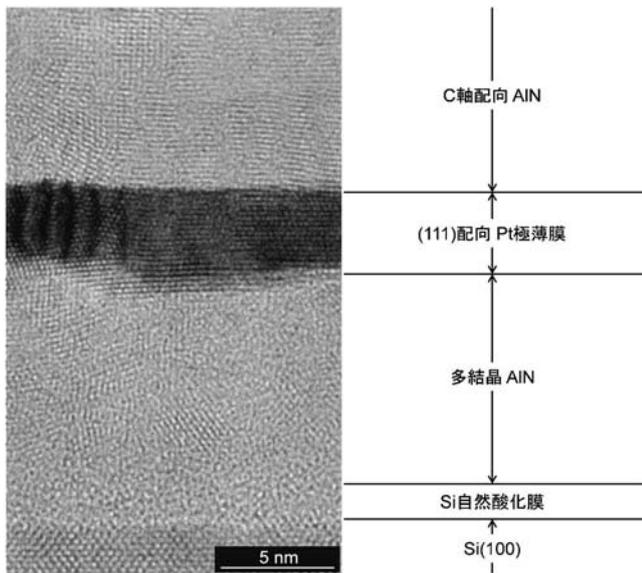


図3 AlN/Pt/AlN 多層薄膜の断面 HRTEM 像.

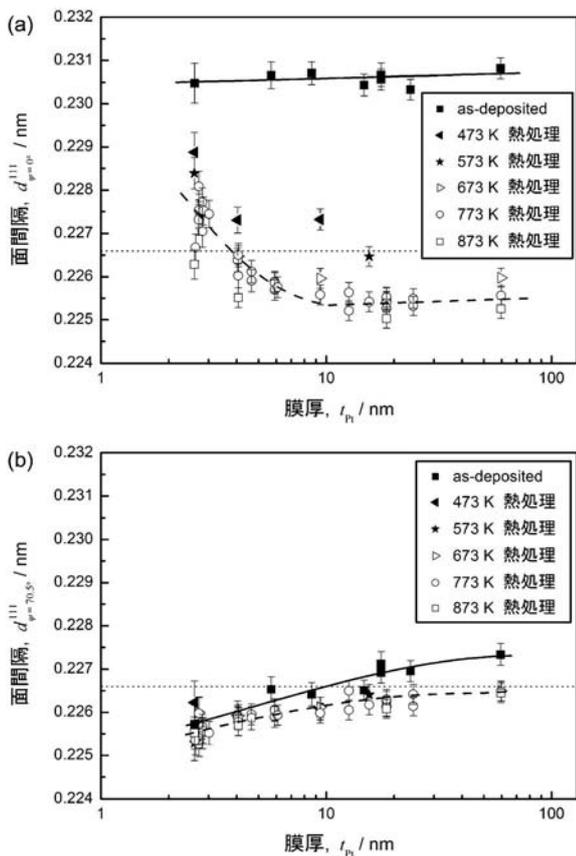


図4 Pt 極薄膜における膜厚(t_{Pt})と面間隔の関係.
(a) $d_{\psi=0^\circ}^{111}$, および, (b) $d_{\psi=70.5^\circ}^{111}$. 実線と鎖線は, それぞれ, as-deposited と 773 K 熱処理後の傾向を, 点線は, バルク Pt の (111) 面間隔を示す.

ク)の抽出を容易に行うことが可能である. その結果, 膜厚 2.5 nm に至るまで, 系統的に面間隔($d_{\psi=0^\circ}^{111}$ および $d_{\psi=70.5^\circ}^{111}$) の変化を測定することができた. 得られた測定結果を用い

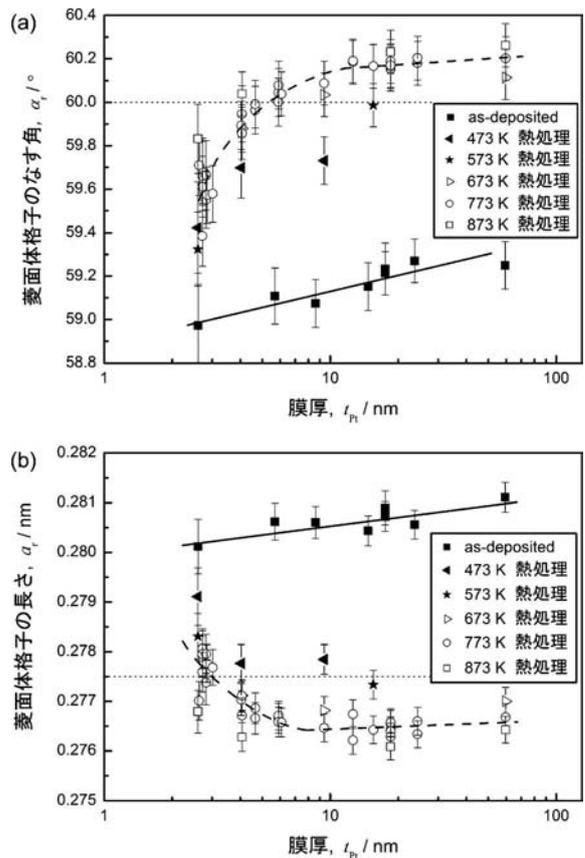


図5 菱面体ひずみ解析法により解析した結果. 菱面体格子の(a)なす角 α_r , および, (b)長さ a_r . 実線と鎖線は, それぞれ, as-deposited と 773 K 熱処理後の傾向を, 点線は, バルク Pt である応力を受けていない時の値を示す.

て, 菱面体ひずみ解析を, 式(2), (3)により行った. また, 回折弾性定数を用いた応力解析を, (111)配向薄膜に対する応力と格子ひずみの関係式⁽⁵⁾⁻⁽⁷⁾,

$$\varepsilon_{\psi}^{111} = (2S_1^{111} + \frac{1}{2}S_2^{111} \sin^2 \psi) \sigma_{\parallel} \quad (4)$$

に基づき行った. なお, (111)配向膜に対する回折弾性定数 S_1^{111} , $\frac{1}{2}S_2^{111}$ は, 単結晶の弾性コンプライアンス(s_{11} , s_{12} , s_{44})を用いて $(1/3)s_{11} + (2/3)s_{12} - (1/6)s_{44}$, $(1/2)s_{44}$ と記述される.

(3) 解析結果

図4は, 様々な膜厚(t_{Pt})の Pt 極薄膜について, 面間隔を測定した結果である. $d_{\psi=0^\circ}^{111}$ は, as-deposited では, 膜厚依存性を示さず, バルク(点線)に比べ大きな値である. しかし, 熱処理を行うと, 膜厚にもよるが, 格子の膨張が解消される傾向にある. 一方, $d_{\psi=70.5^\circ}^{111}$ は, 熱処理前後での変化はほとんど無く, 弱い膜厚依存性が見られるだけである. よって, Pt 格子は, as-deposited では窒素の混入により面垂直方向に膨張しているが, 熱処理により窒素が離脱し, その結果, 面垂直方向に収縮するといえる. なお, 面内方向での収縮はごく僅かであるので, 面垂直方向には自由に伸縮可能であるが, 面内方向は何らかの拘束を受けているものと考えら

X線小角散乱による材料組織の評価

大 沼 正 人*

1. はじめに

一般の方々が金属材料と言う言葉を聞いて真っ先に思い浮かぶものは鉄鋼材料(鉄合金)とアルミ合金かと思う。構造体として使われるだけに日常生活で頻りに目にする機会が多い。これら2つの合金はその重量密度をはじめとして多くの異なる点がある。しかしながら、微細組織制御による強化については、結晶粒微細化や析出強化など、共通する強化機構が利用されている。したがって、組織解析手法も共通手法が使えるはずである。小角散乱(SAS)法はその名の通り、散乱各 2θ が小さな領域の散乱強度を測定する手法であり、この領域のプロファイル形状から析出物やポイドなど、ヘテロ構造のサイズや量を決定できる。1980年代以前はアルミ合金を中心にナノ構造を有する微細組織を解析する代表的な手法として広く用いられてきたが、同時期に鉄鋼材料に対してこの手法が適用された例は極めて少なかった⁽¹⁾。詳細は2章で触れるが、主因は当時、「鉄鋼材料に対して使えるラボ装置がなかった」ためとも言えるだろう。さらに2000年前後になると、透過電子顕微鏡(TEM)やアトムプローブ(AP)法等の直接観察手法の性能向上と普及につれ、アルミ合金の微細組織解析においてもその役割は縮小しつつあった。一方、世界最高の強度レベルを有する核破砕型中性子源J-PARCの2008年の稼働と前後して、産業界、特に鉄鋼業界で強い透過力を活用した非破壊組織評価法としての中性子利用が注目されてきた⁽²⁾。この中では回折手法による原子レベルの構造解析とともにナノスケールの組織定量化手法としての中性子小角散乱(SANS)の利用研究も進められた⁽³⁾。これとあわせてX線小角散乱(SAXS)の鉄鋼材料への利用の有効性も再認識されてきた⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾。背景にはラボSAXS装置性能の飛躍的な向上がある。2章においてこの経緯を物質・材料研究機構(旧・金属材料技術研究所時代も含む)におけるラボSAXS装置の変遷を例に紹介し、3章においてSAXS法の簡単な原理と最近の利用例について紹介する。

2. インハウスSAXSシステムの性能向上

図1にはSAXS光学系のうち、もっとも基本となる透過型配置の模式図を示した。図から明らかな通り、SAXS測定の成否に重要となる要素は試料に対するビーム透過力である。このことが、インハウス装置によるSAXS利用研究が高分子材料、金属材料ではアルミ合金で進み、鉄鋼材料で進まなかった主因である。多くのSAXS装置ではビーム強度と位置敏感型検出器の検出効率からCu-K α 線を採用しているため、金属材料に対するビーム透過力が弱く、特に鉄基合金では共鳴吸収のためほとんど透過しない。このため、金属材料の主役である鉄鋼材料での利用例が極端に少なかった。もちろん透過力については短波長を使うことで改善できるはずである。しかし、SAXS法が本来、「大きな構造を観測する」ための装置であるため、専用装置として短波長を使うことは概して好まれない傾向があった。なぜならば、大きな構造を観測するためには測定可能な運動量変化の大きさ $|\mathbf{q}|$ ($|\mathbf{q}| = 4\pi \sin \theta / \lambda$, λ : 測定に用いるビームの波長, 2θ : 散乱角)が小さいほど有利となる(理由については3章を参考)からである。最小到達角 2θ は光学系の配置により決定され、同じ配置で短波長を使用すると $|\mathbf{q}|$ が大きくなってしまふ。装置性能を表すパラメータの一つとして到達可能な $|\mathbf{q}|$ の最小値 q_{\min} が使われるため、装置メーカーが短波長(例えばMo-

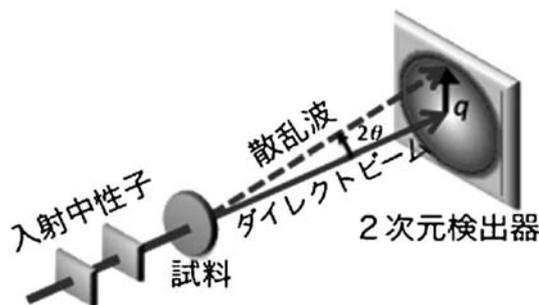


図1 透過型小角散乱装置の基本配置。

* 北海道大学教授；工学研究院量子理工学部門(〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目)
Analysis of Microstructure by Small-Angle X-ray Scattering; Masato Ohnuma (Faculty of Engineering, Hokkaido University, Sapporo)
Keywords: laboratory SAXS, Mo-K α , transmission rate, combined use, easy comparison
2015年9月9日受理[doi:10.2320/materia.54.616]

$K\alpha$)を使った装置に消極的となるのもやむを得なかった。また、SAS測定では多くの場合、位置敏感型検出器を使用するが、それらの検出効率が高エネルギーで低いことやバックグラウンドデータを試料の測定データから差し引く必要が有るため、読み取り時間までのシグナルの減衰を伴うイメージングプレートは適さない点などの問題もあった。また、高分子材料に比べると金属材料では(十分な透過率を確保した薄膜試料では)SAS強度が低く、それゆえ、試料部も含めて真空槽に入れなくては良好なデータの取得が難しい。これらの制約条件から、簡易型のSAXS装置を使用した際に、金属材料研究者がそのデータに失望する結果となっていた。

著者らが1995年に金属材料技術研究所に導入したSAS装置は当初、インシデントモノクロメータ、ピンホールコリメーション、1次元位置敏感型検出器に真空槽という組み合わせの装置(理学電気製PSAXS-3S)でCu- $K\alpha$ 線であり、これを用いてスパッター膜などに対して利用を開始した。ナノ結晶シリコンなどでは有効なデータが得られたものの⁽⁷⁾、透過率不足から金属系材料への適用範囲が狭かったため、Mo- $K\alpha$ 線源に変更し、磁性薄膜の研究で一定の成果を上げることができた⁽⁸⁾⁽⁹⁾。2000年にはマルチワイヤータタイプの2次元検出器(Bruker Hi-STAR)に検出器を交換し、形状異方性の検討や検出面積の拡大によるデータクオリティの大幅向上を達成した⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾。さらに、2004年にはそれまで使用していた18 kW(理学電気製UltraX, 60 kV-300 mA)線源からファインフォーカスタイプ0.8 kW(理学電気製Micro-7, 50 kV-16 mA)線源にMo線源用2次元ミラーを取り付けた光学系に変更することで、小さなピンホールを使用したコリメーションでも6時間前後で十分な統計精度で測定が可能となり、 q_{min} がそれまでの 0.2 nm^{-1} から 0.1 nm^{-1} まで拡張できた。これに伴い、鉄鋼材料組織解析にラボ装置が十分に利用できることを析出強化型ステンレス鋼におけるNiAl析出物の定量化で実証した⁽⁴⁾。2007年からはグラッシーカーボンを2次標準として絶対強度化を行う手法⁽¹²⁾を導入し、析出物の体積分率評価や3章でも紹介するSANSとの比較による組成定量化⁽⁶⁾⁽¹³⁾など新しい利用手法の開発に至っている。

3. SAS法の原理と利用法：詳細解析から組織の簡易定量化まで

SAS法は試料により散乱された角度ゼロを中心とするピークの線幅解析である。ただし、図2に模式的に示したように粉末回折データが q (または角度)および強度のどちらの軸も線形でプロットされるのに対して、SASプロファイルは両対数で表示されることが多い。このため、一見すると全く異なっているように見えるが、(ビーム形状などの条件を整えれば)回折ピークについてもピーク位置を $q=0$ として考えるとSASプロファイルと同様な形状となり、同様な解析が可能となる⁽¹⁴⁾。SAS法においてGuinier近似と呼ばれる解析手法では両対数表示で平らに見える領域を使って粒径を

算出する方法であるが、この領域は強度レベルで考えれば半値幅に相当する領域と対応することを理解すると、SASプロファイル解析による粒子径評価法と粉末回折におけるScherrer法などの線幅解析との関係が理解しやすい。

次にSAS解析の基本的考えを概説する。各原子を散乱の最小単位と考えると微細組織による散乱は原子の座標により、プローブビームの行路差が生じるため、散乱波には位相差が生じる。この位相差を散乱ベクトル \mathbf{q} を使って表現する目的で、材料科学者に取って馴染み深いBraggの式の説明図に \mathbf{q} を書きこんだ(図3)。太線で示した行路差 S を面間隔 d を使わずに記述すると、 \mathbf{q} の単位ベクトル \mathbf{q}_i と各原子の位置ベクトル \mathbf{r}_n とを用いて

$$S = 2|\mathbf{q}_i \cdot \mathbf{r}_n| \sin \theta \quad (1)$$

となる。この S がなじみ深いBraggの式の行路差 $2d \sin \theta$ に対応することに注目いただきたい。この S により生じる波の位相差 P は

$$P = 2\pi/\lambda S \quad (2)$$

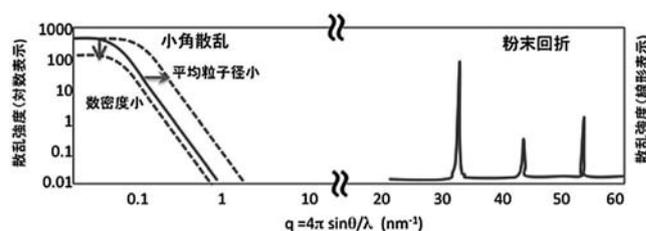


図2 小角散乱プロファイル($q < 10 \text{ nm}^{-1}$)と粉末回折との比較。粉末回折は q (散乱角度に対応)、強度ともにlinearスケールでプロットされることが多いのに対し、小角散乱プロファイルは多くの場合両対数表示される。両対数でほぼ平らに見える領域は通常のピークで半値幅に対応する。小角散乱でもサイズ決定はこの領域がどこまで広がっているかを解析していることに対応する。

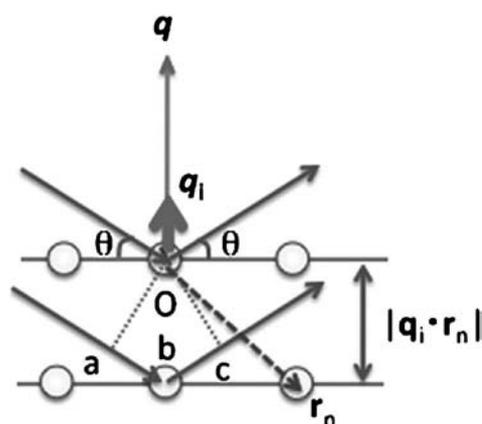


図3 上側の原子面にある原子により散乱された波と下側の原子により散乱された波では線分abと線分bcの分だけ行路差が長くなっている。この行路差を S とすると S の大きさは原子の位置ベクトル \mathbf{r}_n と散乱ベクトルの単位ベクトル \mathbf{q}_i を用いて $S = 2|\mathbf{q}_i \cdot \mathbf{r}_n| \sin \theta$ と記述できる。

であるから、式(2)を用いて書き換えると以下の式が得られる。

$$P=4\pi \sin \theta/\lambda |\mathbf{q}\mathbf{r}_n| \quad (3)$$

ここで、散乱ベクトル \mathbf{q} の大きさ $|\mathbf{q}|$ を前節の形に定義すれば

$$P=|\mathbf{q}\mathbf{r}_n| \quad (4)$$

となる。したがって位相差 P を考慮して、各原子からの散乱波の重ね合わせ F をとる次式のようになる。

$$F=\sum_{n=0}^n b_n \exp(i|\mathbf{q}\mathbf{r}_n|) \quad (5)$$

ここで、 b_n は原子 n の散乱長であり、中性子では \mathbf{q} に依存しない定数となるが、X線の場合は原子形状因子 f に古典電子半径 r_0 を乗じて求められ、 \mathbf{q} 依存性を持つ。しかし、 $|\mathbf{q}| < 5 \text{ nm}^{-1}$ 程度の領域を扱う小角散乱領域では f の変化は小さく、中性子と同様、定数として扱える。(これを実空間で説明すると、小角散乱で測定対象とする析出物やその他の微細組織が原子サイズより十分に大きいことに対応している。)それぞれの散乱長を図4に示した。

観測される散乱強度 I は重ね合わせた散乱波 F を使って

$$I=|F|^2 \quad (6)$$

と表される。

観測対象とするナノ組織においては考慮すべき位置ベクトル \mathbf{r}_n の最大値も原子サイズや単位胞よりも2桁以上大きな値となる。したがって各原子の和を取る代わりに、単位体積 V_{unit} 内に含まれる i 種の原子の原子個数 d_i に散乱長 b_i をかけた散乱長密度 ρ を導入して積分で記述しよう。散乱長密度は

$$\rho=\sum_i \frac{d_i b_i}{V_{\text{unit}}} \quad (7)$$

と定義されるので、位置ベクトル \mathbf{r}_n における原子種や複数原子の混合割合(組成)、さらに、結晶構造の差異や空孔クラスターやポイドにより ρ は異なる値となるので、 ρ を \mathbf{r} の関数 $\rho(\mathbf{r})$ として記述すると式(4)は積分で書き換えることができ、

$$F\approx\int_V \rho(\mathbf{r}) \exp(i|\mathbf{q}\mathbf{r}|) d\mathbf{r} \quad (8)$$

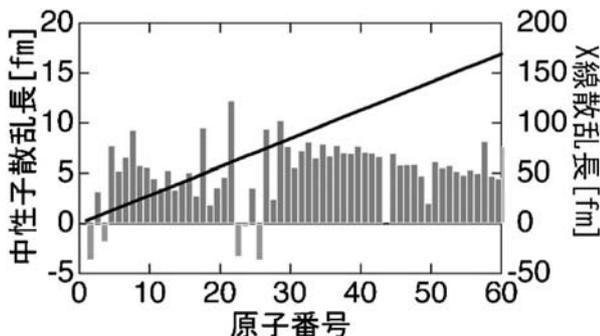


図4 中性子の散乱長と $q=0$ において計算したX線の散乱長の原子番号依存性。X線は原子番号に比例する。

と表される。組織が等方的であると仮定できる場合には上式を極座標系で書き換え、以下のような簡便な式を得ることができる。

$$F=4\pi \int_0^\infty \rho(r) \frac{\sin(qr)}{qr} r^2 dr \quad (9)$$

この式を使うと組織解析の基本となる形状、例えば半径 R で球状の散乱体(内部の散乱長密度 ρ は一定、体積 V_R)の形状因子を(積分区間を0から R とすることで)以下のように容易に求めることができる。

$$F=\rho V_R \frac{3[\sin(qR)-qR \cos(qR)]}{(qR)^3} \quad (10)$$

複数の粒子を含み、かつサイズ分布を持つ場合の散乱強度 $I(q)$ は次式で表される。

$$I(q)=\rho^2 V^2(R) \int_0^\infty N(R) F^2(qR) dR \quad (11)$$

ここまで、材料科学者にとっては一見すると面倒な式である(読み飛ばしてもかまわない)が、やっていることは原子1個1個により散乱される波の重ね合わせを考えているだけであり、その際に原子の存在位置の広がりにより生じる行路差分の位相差を考えているだけである。粒子が異方的な形状(板状や棒状)であれば各形状の形状因子 $F(q)$ が与えられている⁽¹⁵⁾ので、それらを式(11)に代入することで球状粒子と同様に取り扱える。

図5(a)は酸化物分散強化鋼(ODS鋼)の小角散乱プロファイルを式(11)を用いてフィッティングを行った結果である。ここでは中心値と分布幅の異なる2種類のサイズ分布(対数正規分布)を使ってフィッティングを行った。フィッティング結果は図5(b)のように得られ、 $\Delta\rho$ (マトリクス中の析出物では8から式(11)中の ρ の代わりにこの $\Delta\rho$ を使って解析する。)の値が既知(析出物の相および組成が明確)であれば数密度に変換できる。さらに、同一試料について中性子小角散乱測定を行えば、解析を一步進めて、析出物組成を議論することも可能である。この解析にはX線と中性子の散乱長の相違による散乱強度の差を利用する。図4に示した中性子散乱長の原子番号依存性がランダムであるため、ナノ組織を形成する元素の組成比によって、式(7)で示した ρ が大きく変化するためである。同一試料をSANSとSAXSで観測すれば、両組織には違いが無いため、ナノ組織に起因する散乱の q 依存性、すなわち形状因子は変化しない。このことを利用すると絶対強度測定を行ったSANSとSAXSにおいて、対応する q 領域の散乱強度が何倍になっているかを調べることでナノ構造を構成する元素の分配状況を知ることができる。強度比による組成情報の決定精度はX線および中性子の $\Delta\rho^2$ の値によって決まり、ナノ組織のサイズには依存しない。図5に示したODS鋼の例で見ると直径3nm前後の酸化物からの散乱が $q > 0.3 \text{ nm}^{-1}$ の領域に観測される。この領域の強度比 $I_{\text{SAXS}}/I_{\text{SANS}}$ が $\Delta\rho_{\text{SAXS}}^2/\Delta\rho_{\text{SANS}}^2$ に相当し、8種類の鋼種について測定したところ、その値が $40 \pm 10\%$ であった。そこで合金組成から出現し得る酸化物や炭

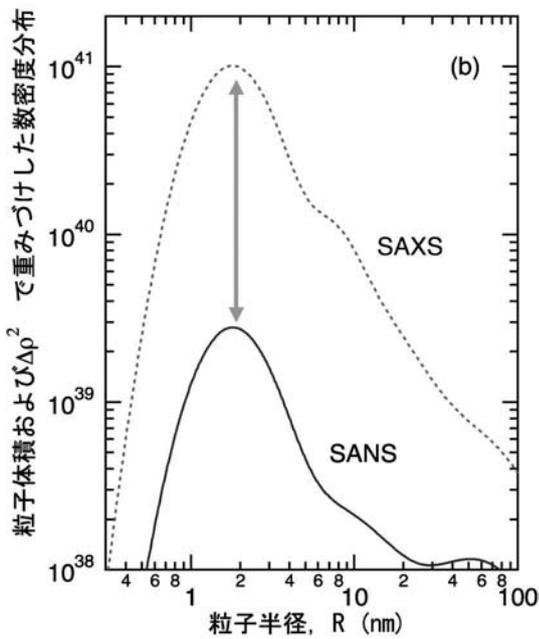
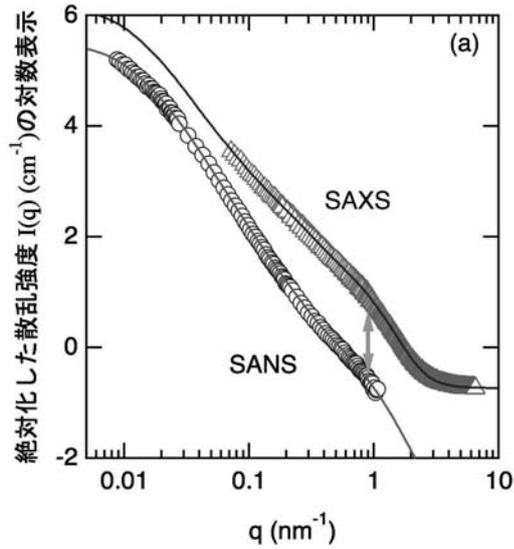


図5 (a) ODS鋼の小角散乱プロファイル(Δ : SAXS測定値および \circ : SANS測定値, 曲線はフィッティング結果) (b) 粒子体積および $\Delta\rho^2$ で重み付けした数密度分布. \downarrow 部分はどちらもSANSおよびSAXSの $\Delta\rho^2$ 比に対応し, $40 \pm 10\%$ になる.

化物, 合計6種類の相に対して散乱長を式(7)より計算したところ, $\Delta\rho_{\text{SAXS}}^2/\Delta\rho_{\text{SANS}}^2$ 値が40となるのは $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ のみであり, それ以外の相は20%以上異なる値を示した⁽⁶⁾. 本系では電子回折パターンの測定結果から酸化物は $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ の結晶構造と同定をされており⁽¹⁶⁾, $I_{\text{SAXS}}/I_{\text{SANS}}$ の結果から決定した相が正しいことがわかる. 一方, この酸化物にFe元素がどの程度固溶し得るかには議論があった. 現在, 金属ナノ構造の組成分布を決定する最強のツールであるアトムプローブ法でもヘテロ構造が直径1~3 nm以下になると, evaporation aberrationの影響で多数の主構成元素が多数検出されることが知られている. 実際, この系ではAP法で酸

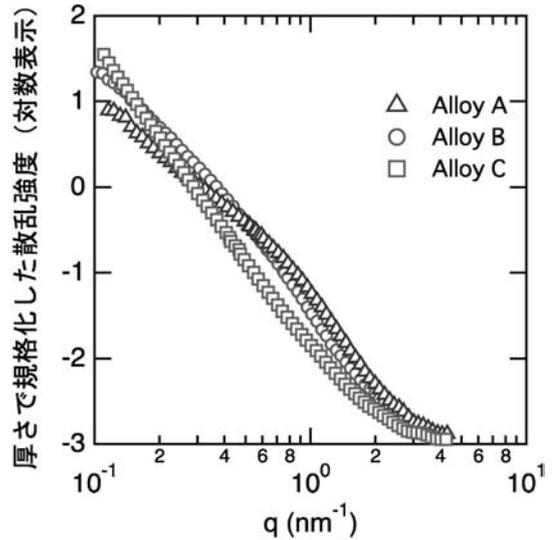


図6 組成が等しくプロセス条件の異なる合金のSAXSプロファイル.

化物部分より40 at%以上のFeが検出されている⁽¹⁷⁾ことから分かる通り, マトリクス中に埋め込まれたヘテロ構造の主構成元素の分布状態を正確に知る方法は無かったと言える. これに対し, 本手法を用いればヘテロ構造のサイズに関わらず, 主構成元素の組成分配を議論でき, $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ の例では8鋼種について得られた強度比のばらつき幅である10%を誤差範囲として考えると $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ 中のFeは最大でも5 at%以下であることがわかる.

以上はフィッティングを行って詳細な情報を得た例であるがこれとは反対に詳細な解析無しにSAS法を簡便な解析ツールとして利用することも可能である. 実用材料の微細組織は様々な階層組織や不均質性を有し, 複雑である. これと比べるとSAS法で得られるプロファイルは極めて単純な形をしている. それゆえ, 試料間の比較を単純化して行うことができる. 図6に示した3つのプロファイルではAlloy Aのプロファイルが一番high- q 側(左側)に現れ, 線幅の広がり大きいことがわかる. Scherrer法との関連からも明確な通り, このデータからすぐにAlloy Aに3試料の中で最も細かい粒子が存在していることを「詳細な解析抜きに判定」できる. 測定を行ったラボSAXS装置では粒子サイズDが0.5~30 nm程度に対応する範囲で, 微細析出物サイズの比較が簡単にかつ確実にできる. これを活用すれば, 「微細組織制御が正しく行われているか」を複雑なデータ処理を行わずに, 判定可能であり, 不良品検査や実機生産環境下での微細構造のばらつきなどの検討にもSAS法が活用できる可能性を示している.

4. ま と め

以上紹介した通り, ナノ組織を有する材料においてMo-K α 線利用ラボSAXS装置が最も得意とする q 領域($0.1 < q$

磁気コンプトン散乱で調べる化学結合の形と その磁場依存性～垂直磁化膜の起原～

櫻井 浩^{1*} 鈴木宏輔²⁾ 伊藤真義^{1)*} 櫻井吉晴^{2)*}

1. はじめに⁽¹⁾

多くの量子力学の教科書⁽²⁾では光と電子の運動量とエネルギー保存則の例として、コンプトン散乱の運動方程式が紹介されている。「固体中の電子の運動量はゼロ」として計算すると⁽³⁾⁽⁴⁾、入射X線のエネルギーと散乱角を決めればコンプトン散乱X線のエネルギーが決まる。しかし、実際には固体中の電子の運動量を反映して、コンプトン散乱した光子のエネルギーにはかなりの幅がある。コンプトン散乱X線のエネルギースペクトルから求めた物質中の電子運動量分布をコンプトンプロファイルとよぶ。

さらに、コンプトン散乱が固体中の電子の運動量を観測することから、実空間の波動関数をフーリエ変換(Dirac Transformation)した「運動量空間の波動関数」がコンプトンプロファイルによって観測できる(厳密には「運動量空間の電子密度」=「運動量密度」が観測される)⁽⁵⁾。固体物理学の教科書ではコンプトンプロファイルは「フェルミ面の観測手法」と説明されているが⁽⁶⁾、(運動量空間の)波動関数の測定手法、すなわち化学結合の測定手法(厳密には運動量密度)」と考えることもできる。

円偏光X線を用いて強磁性体のコンプトン散乱を測定すると、スピンの依存したコンプトンプロファイルを測定できる⁽⁷⁾⁽⁸⁾。スピンに依存したコンプトン散乱を磁気コンプトン散乱、磁気コンプトン散乱から求めたスピンの依存する電子運動量分布を磁気コンプトンプロファイルとよぶ。入射X線のエネルギーが原子内の電子の束縛エネルギーよりも十分高い、いわゆるインパルス近似のもとで磁気コンプトン散乱はスピン磁気モーメントのみを観測する⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾。これらにより、スピン磁気モーメントと軌道磁気モーメントを分離して測定する研究⁽¹⁾が進展した。

磁気コンプトン散乱の研究対象は3d遷移金属・合金、3d遷移金属-4f希土類化合物、アクチナイド化合物など、その

対象範囲は多岐に広がっている⁽¹⁾。2004年に磁気多層膜の磁気コンプトンプロファイルの測定に成功⁽¹²⁾して以来、我々は磁気薄膜の評価手法としても確立させつつある。

2. 数式で説明する磁気コンプトンプロファイル⁽¹⁾

インパルス近似のもとで磁気コンプトンプロファイル $J_{\text{mag}}(p_z)$ は以下の式で表される。

$$J_{\text{mag}}(p_z) = \iint (\rho_{\text{maj}} - \rho_{\text{min}}) dp_x dp_y \quad (1)$$

ここで、 $\rho_{\text{maj}}(\mathbf{p})$ ($\rho_{\text{min}}(\mathbf{p})$) は majority spin (minority spin) の運動量密度である。 $\mathbf{p} = (p_x, p_y, p_z)$ は物質中の電子の運動量である。 p_z が散乱ベクトルの方向である。さらに系が一電子状態の波動関数 $\Psi_{\sigma i}(\mathbf{r})$ ($\sigma = \text{maj}(\text{min})$ は majority spin (minority spin) を表す。) で記述される独立粒子で構成されていると考えると、majority spin の (minority spin) 運動量密度 $\rho_{\text{maj}}(\mathbf{p})$ ($\rho_{\text{min}}(\mathbf{p})$) は次のように表すことができる。

$$\rho_{\sigma}(\mathbf{p}) = \sum_i^{\text{occ}} |\chi_{\sigma i}(\mathbf{p})|^2 \quad (2)$$

$$\chi_{\sigma i}(\mathbf{p}) = \left(\frac{1}{\sqrt{2\pi\hbar}}\right)^3 \int \Psi_{\sigma i}(\mathbf{r}) \exp\left(-\frac{i\mathbf{p}\mathbf{r}}{\hbar}\right) d\mathbf{r} \quad (3)$$

式(3)が運動量空間の波動関数である。式(2)の運動量密度は一電子状態の和として表すことができ、したがって、その2重積分である式(1)の磁気コンプトンプロファイルも一電子状態の和として表すことができる。また、磁気コンプトンプロファイルの積分値は、以下の式で表すようにスピン磁気モーメントと等しい。

$$\mu_{\text{spin}} = \int J_{\text{mag}}(p_z) dp_z \quad (4)$$

磁気コンプトンプロファイルの磁場依存性を測定すれば、

$$\mu_{\text{spin}}(H) = \int J_{\text{mag}}(p_z, H) dp_z \quad (5)$$

より、スピン磁気モーメントの磁場依存性を測定することが

* 群馬大学大学院理工学府電子情報部門 1)教授 2)助教(〒376-8515 桐生市天神町1-5-1)

** (公財)高輝度光科学研究センター利用研究促進部門 1)副主幹研究員 2)主席研究員
Symmetry of Chemical Bonds and Their Magnetic Field Dependence in Perpendicular Magnetic Anisotropy Films Measured by Magnetic Compton Scattering; Hiroshi Sakurai*, Kosuke Suzuki*, Masayoshi Ito** and Yoshiharu Sakurai** (*School of Science and Technology, Gunma University, Kiryu. **Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI), Sayo-gun, Hyogo)
Keywords: Magnetic Compton scattering, magnetic quantum number, perpendicular magnetic anisotropy, multilayer
2015年7月10日受理[doi:10.2320/materia.54.621]

できる．以上から磁気コンプトンプロファイル測定は3つの特徴を有する．

1. 式(1)で表されるように，磁気コンプトンプロファイルは2重積分なので， p_z におけるスピンの依存した運動量密度の「断面積」を観測する．試料を回転させて p_z の方向を変えて測定すれば，スピンに依存した運動量密度の「形状」が観測できる．つまりこれにより式(2)，(3)で表されるように運動量空間の波動関数の対称性(化学結合の対称性)の情報を得ることができる．

2. 式(2)で表されるように，磁気コンプトンプロファイルは一電子状態の和である．したがって，一軸性結晶場における3d電子の各状態のように特徴的な運動量分布を有する場合は，あらかじめモデル計算によって理論的運動量分布を求めておけば，fittingによる解析から各電子状態を分離することができる．

3. 式(4)で表されるように，磁気コンプトンプロファイルの積分値はスピン磁気モーメントを表す．式(5)で表されるように，磁気コンプトンプロファイルの磁場依存性を測定すれば，スピン磁気モーメントの磁場依存性，すなわちスピン選択磁化曲線 (spin specific magnetic hysteresis (SSMH)) を測定することができる．さらに，磁気モーメントはスピン磁気モーメントと軌道磁気モーメントの和であるので，振動試料型磁力計または SQUID 磁力計などを利用した磁化曲線を測定してスピン選択磁化曲線との差を求めれば，軌道選択磁化曲線 (Orbital specific magnetic hysteresis (OSMH)) を得ることが可能である．

3. 磁気コンプトンプロファイルのモデル計算⁽¹³⁾⁻⁽¹⁶⁾

測定した磁気コンプトンプロファイルの解析に先立ちモデル計算を検討した．多層膜は積層方向(膜面垂直(out-of-plane)方向)を z 軸とする一軸性結晶場(円筒対称)にあると考えられる．この場合3d電子の状態は m を磁気量子数とすると図1で示すような $|m|=0, 1, 2$ の3つの状態に分裂する⁽¹³⁾⁻⁽¹⁶⁾．Hartree-Fock近似によるatomicな状態を仮定して，3d電子の $|m|=0, 1, 2$ の各磁気量子数に対応する磁気コンプトンプロファイルを計算した⁽¹³⁾⁻⁽¹⁶⁾．さらに，磁気コンプトンプロファイルの異方性， $\Delta J_{\text{mag}}(p_z)$ を以下の通り求めた．

$$\Delta J_{\text{mag}}(p_z) = J_{\text{mag, out-of-plane}}(p_z) - J_{\text{mag, in-plane}}(p_z) \quad (6)$$

ここで， $J_{\text{mag, out-of-plane}}(p_z)$ は p_z が z 軸である磁気コンプトンプロファイル， $J_{\text{mag, in-plane}}(p_z)$ は p_z が z 軸と垂直方向である磁気コンプトンプロファイルである．結果を図2に示す．磁気量子数 $|m|$ によって，磁気コンプトンプロファイルおよびその異方性に特徴があることがわかる．

4. Pd/Co と Pt/Co 多層膜の垂直磁気異方性と磁気コンプトンプロファイル⁽¹²⁾⁻⁽¹⁶⁾

垂直磁化膜として報告されている Pd/Co, Pt/Co 多層膜に

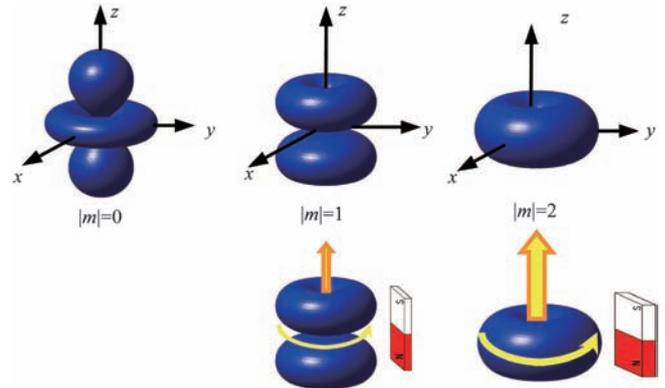


図1 上段は3d電子の磁気量子数 $|m|=0, 1, 2$ に対応する電子軌道．実空間と運動量空間で同一の形状を有する．下段は電子の軌道角運動量によって生じる軌道磁気モーメントのイメージ．軌道角運動量の z 方向成分は $|m|=2$ のほうが $|m|=1$ より大きい．

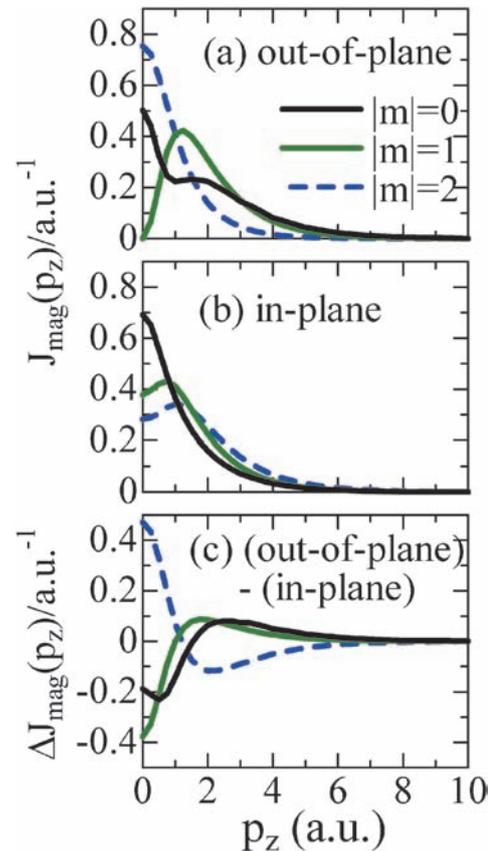


図2 Hartree-Fock近似によるatomicな状態を仮定した3d電子の磁気量子数 $|m|=0, 1, 2$ に対応する磁気コンプトンプロファイルのモデル計算．一軸性結晶場(円筒対称)として，薄膜の膜面垂直(out-of-plane)方向(z 軸)と膜面内(in-plane)方向(z 軸と垂直)およびその異方性を示している．

ついて⁽¹⁷⁾⁻⁽²⁰⁾，磁気コンプトンプロファイルで測定した化学結合と垂直磁気異方性の関係について紹介する．

Pd(x nm)/Co(0.8 nm), Pt(x nm)/Co(0.8 nm)多層膜を厚

さ4 μmのPETフィルム上に成膜した。成膜した多層膜の全厚は1 μmであった。X線回折測定から、CoまたはPd, Ptのfcc(111)配向が観測され、人工周期に相当するサテライトピークが観測された。膜面垂直と膜面平行の各配置で測定した磁化曲線の差から磁気異方性エネルギーを求めた。

図3に多層膜1周期あたりの垂直磁気異方性エネルギーと格子定数の関係を示す。格子定数はX線回折で観測されたfcc(111)回折線から求めた。垂直磁気異方性エネルギーの値が正の時、垂直磁化であることを示す。格子定数の増加によって、垂直磁気異方性エネルギーの値が負から正になり、面内磁気異方性から垂直磁気異方性に変化する。その境界は格子定数0.375 nm付近である。

Pd(4 nm)/Co(0.8 nm)多層膜を例として膜面垂直(out-of-plane)方向の磁気コンプトンプロファイル、膜面内(in-plane)方向の磁気コンプトンプロファイルおよびその異方性 $\Delta J_{\text{mag}}(p_z)$ を式(6)によって求めた結果を図4に示す。さらに、磁気コンプトンプロファイルのモデル計算図2を用いて、磁気コンプトンプロファイルの異方性 $\Delta J_{\text{mag}}(p_z)$ を磁気量子数 $|m|=0, 1, 2$ の3成分fittingによって解析した。異方性 $\Delta J_{\text{mag}}(p_z)$ をfittingした例を図4に示している。この解析から磁性を担うCo3d電子の「化学結合の形」(波動関数の対称性)について $|m|=0, 1, 2$ で分解し、その割合を求めることができる。そこで、図3で示したPd/Co, Pt/Coについて図4で示すような解析をし、 $|m|=0, 1, 2$ の割合と格子定数の関係を求めた。図5に磁性を担うCo3d電子の $|m|=0, 1, 2$ の割合と格子定数の関係を示す。格子定数の増加に伴ってCo層3d電子の $|m|=1$ の割合が増加し、面内磁気異方性から垂直磁気異方性になる格子定数0.375 nm付近で $|m|=1$ の割合が最大となる。格子定数がさらに増加するとCo層3d電子 $|m|=2$ の割合が増加する。以上から、弱い垂直磁気異方性を有するときはCo層3d電子 $|m|=1$ の対称性が寄与し、十分な垂直磁気異方性を有するときはCo層3d電子 $|m|=2$ の対称性が寄与することがわかった。

この結果について再び図1を眺めながら考えてみよう。 $|m|=1, 2$ に相当する化学結合は電子の軌道運動にともなう角運動量のz方向成分があり、軌道磁気モーメントを持つ。この軌道磁気モーメントが垂直磁気異方性の原因である。軌

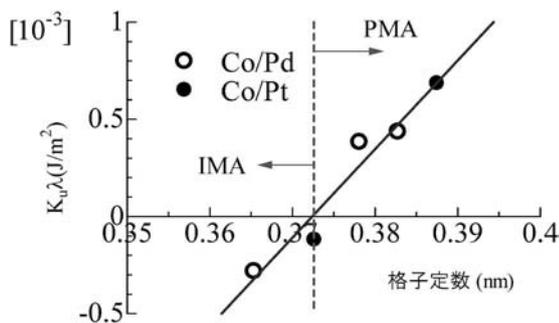


図3 Pd/Co, Pt/Co多層膜における格子定数と一周期あたりの垂直磁気異方性エネルギー。

道角運動量のz方向成分は $|m|=2$ のほうが $|m|=1$ より大きいので、より垂直磁気異方性に有効である。Pd層またはPt層の格子定数が大きいので、Co層における膜面内方向の原子間距離を押し広げる。そのため、膜面内に電子の軌道運動が生じ、膜面と垂直方向に軌道磁気モーメントが生じて垂直磁気異方性が生じる。このとき、原子間隔が十分押し広げ

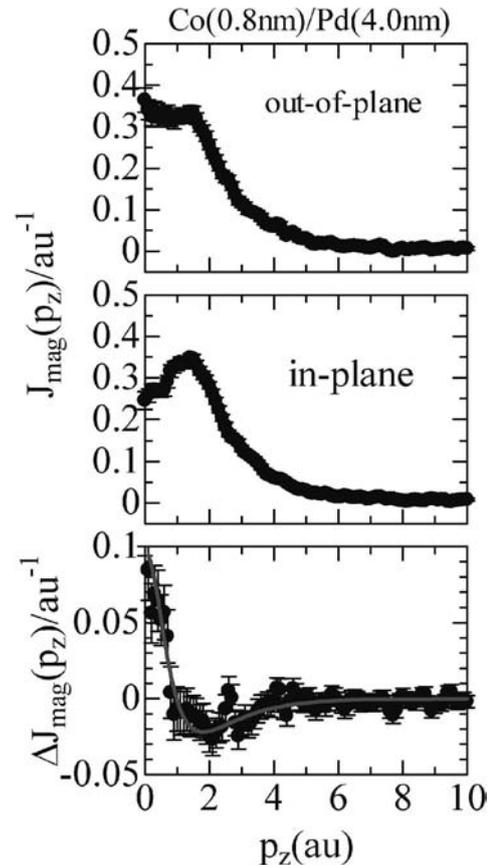


図4 Pd(4 nm)/Co(0.8 nm)多層膜を例とした膜面垂直(out-of-plane)方向の磁気コンプトンプロファイル、膜面内(in-plane)方向の磁気コンプトンプロファイルおよびその異方性。異方性についてFittingで解析した結果を実線で示す。

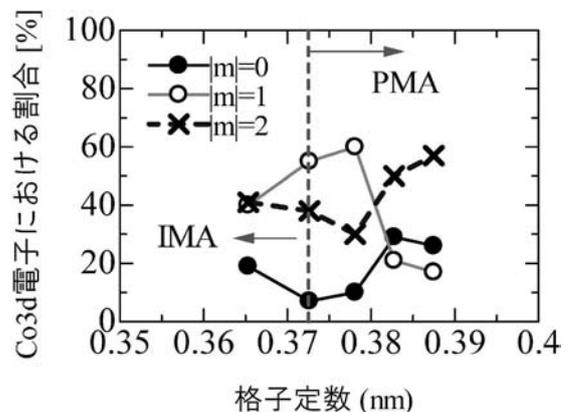


図5 スピンに依存するCo3d電子の磁気量子数 $|m|=0, 1, 2$ の各対称性の割合と格子定数の関係。

られれば、 $|m|=2$ が垂直磁気異方性に寄与する。その途中では、 $|m|=1$ が垂直磁気異方性に寄与する。軌道磁気モーメントの膜面垂直方向(垂直磁化方向)成分の大きさが垂直磁気異方性に寄与するとする描像は理論的には20年ほど前に指摘されていたが⁽²¹⁾⁻⁽²³⁾、磁気コンプトン散乱を用いることで初めて実験的に実証された。

5. スピン選択磁化曲線・軌道選択磁化曲線と磁気量子数別スピン選択磁化曲線

式(5)より磁気コンプトンプロファイルの磁場依存性を測定すれば、スピン磁気モーメントの磁化曲線「スピン選択磁化曲線(spin specific magnetic hysteresis(SSMH))」を測定することができる。振動試料型磁力計またはSQUID磁力計などを利用した全磁化曲線を測定してスピン選択磁化曲線との差を求めれば、軌道選択磁化曲線(Orbital specific magnetic hysteresis(OSMH))を得ることが可能である。伊藤ら⁽²⁴⁾および安居院ら⁽²⁵⁾⁻⁽²⁷⁾は最近SSMH測定システムを開発し、SSMH・OSMHの測定に成功した。

そこで、我々は磁気トンネル接合膜に着目した。磁気トンネル接合膜では省電力化を目的とした磁化反転磁場低減の研究が進められており、Au/Fe/MgO多層膜は垂直磁気異方性を有しかつ電場誘起磁化反転を示すと報告されている⁽²⁸⁾。そこで、Fe(8 nm)/Au(2 nm)/Fe(2 nm)/MgO(4 nm)多層膜を作製し、スピン磁気モーメントと軌道磁気モーメントに分けた磁化反転挙動を調べた⁽²⁹⁾。多層膜の全厚を2.4 μm とし、Alフォイル基板(12 μm)上に製膜した。X線回折測定によってFe(002), Au(002), MgO(002)配向が確認されたが、部分的にFe(110), Au(111)が確認された。各測定における印可磁場は膜面垂直方向であった。図6はAu/Fe/MgO多層膜のSSMH, OSMHおよび全磁化曲線である。SSMHとOSMHの挙動は異なり、SSMHの保磁力は0.1 T, OSMHの保磁力は0.34 Tである。全磁化曲線では垂直磁気特性は観測されないが、OSMHでは残留磁化が観測される。SSMH, OSMHの挙動の違いを調べるために

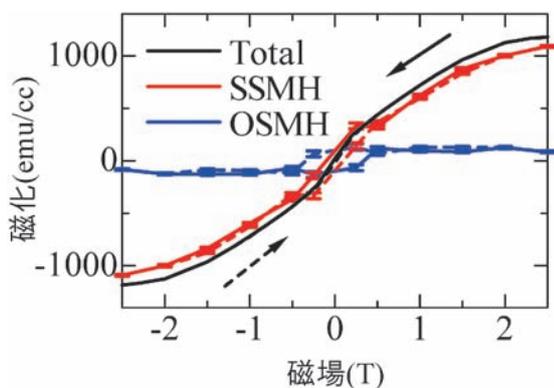


図6 Au/Fe/MgO多層膜におけるスピン選択磁化曲線(SSMH), 軌道選択磁化曲線(OSMH)および全磁化曲線。

磁気コンプトンプロファイルの磁場依存性を検討した。Au/Fe/MgO多層膜の磁性を主に担うFe3d電子のスピン磁気モーメントも、多層膜の積層方向の一軸性の結晶場を仮定すれば磁気量子数 $|m|=0, 1, 2$ の3つの「化学結合の形」を持つ。図7は2.5 Tの磁気コンプトンプロファイルを $|m|=0, 1, 2$ の各寄与に分離した例である。各磁場の磁気コンプトンプロファイルについてこのような解析をすると、磁気量子数別のSSMHを求めることができる。図8は磁気量子数別SSMHである。SSMH, OSMHの挙動と磁気量子数別

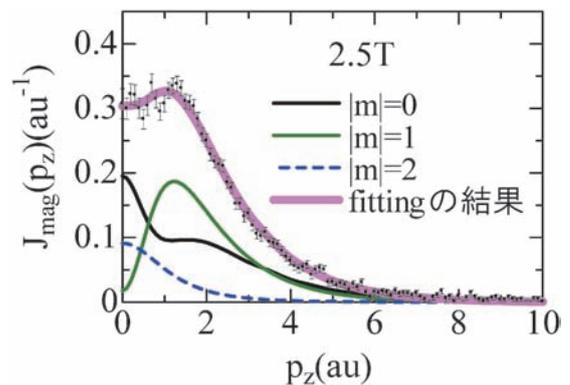


図7 Au/Fe/MgO多層膜の2.5 Tにおける磁気コンプトンプロファイルとfittingによる磁気量子数 $|m|=0, 1, 2$ の各寄与の分離。

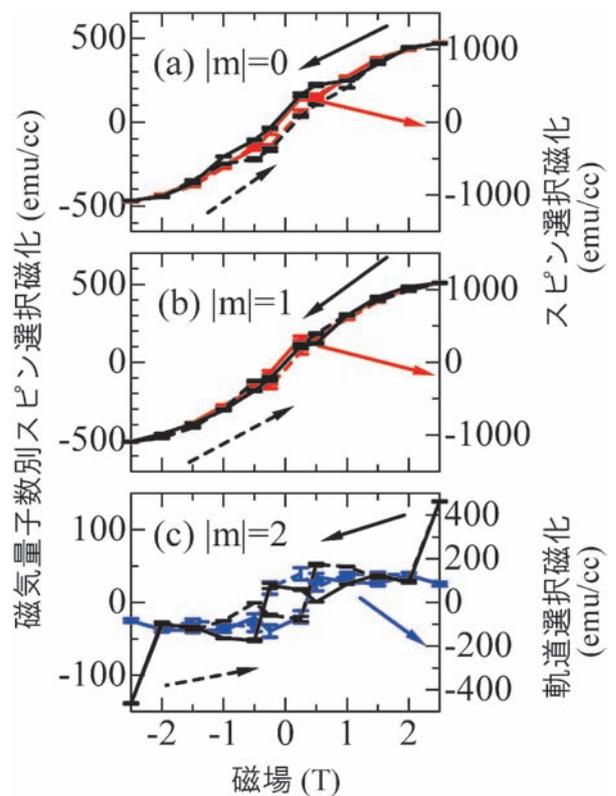


図8 Au/Fe/MgO多層膜の磁気量子数別スピン選択磁化曲線(黒線)である。比較のためにスピン選択磁化曲線(緑線), 軌道選択磁化曲線(青線)を重ねて表示した。

SSMHの挙動を比較するために、図8に図6のSSMHとOSMHを重ねて表示した。図8からOSMHと $|m|=2$ のSSMHは保磁力が等しく残留磁化が観測され、「垂直磁化膜」のような磁化反転挙動を示す。一方、SSMHは $|m|=0, 1$ のSSMHの磁化反転挙動に対応している。

Pd/CoとPt/Co多層膜の垂直磁気異方性についての考察と同様に考えると、次のように考えることができる。全磁化曲線は垂直磁気異方性を示さないが、原子間隔が押し広げられているような部分、例えばFe(002)/Au(002)界面では膜面に $|m|=2$ の軌道運動が生じ、軌道磁気モーメントを生じるため垂直磁気異方性が生じる。そのため、軌道磁気モーメントの磁化反転挙動は軌道磁気モーメントの起源である $|m|=2$ の電子軌道の磁化反転挙動に対応する。以上の解析から、スピン磁気モーメントと軌道磁気モーメントの磁化反転挙動が異なり、その起源は波動関数の対称性(磁気量子数別)の磁化反転挙動の違いを反映していることがわかった。

磁気コンプトンプロファイルの測定によって波動関数の対称性の解析(磁気量子数別の解析)、スピン磁気モーメントと軌道磁気モーメント別の解析が可能である。また、これらの磁場依存性の測定によって、SSMH、OSMH、磁気量子数別SSMHの測定が可能である。これらの測定によって、例えばスピントロニクスデバイスの磁気スイッチングにおける省電力などの指針が得られると期待される。磁気コンプトン散乱を用いた測定は、原子レベルでの磁気物性解析手法として新しい磁石材料開発や磁気デバイスの開発に有用であると考えている。

本稿で紹介した結果は大田実博士(群馬大学大学院工学研究科(現 TDK))、加藤忠氏、星和志博士(群馬大学大学院理工学府)、小泉昭久准教授(兵庫県立大学理学研究科)、本間佳哉博士(東北大学金属材料研究所付属量子エネルギー材料科学国際研究センター)のとの共同研究です。

本研究は、科研費基盤(C)24560364, SPring-8 パワーユーザー課題(2006A0097-2008B0097), SPring-8 一般課題(2013A1270, 2014A1171), 東北大学金属材料研究所付属量子エネルギー材料科学国際研究センター共同利用課題(11F0017), 群馬大学 HRCC 研究プロジェクト(Project 2006-Project2014)によるものです。

文 献

(1) X-ray Compton Scattering, ed. by M. J. Cooper, P. E. Mijnarends, N. Shiotani, N. Sakai and A. Bansil, Oxford University Press, New York, (2004).

(2) 例えば「量子論」: 小出昭一郎著, 裳華房, (2011).

(3) A. H. Compton: Phys. Rev., **21**(1923), 483-502.

(4) A. H. Compton: Phys. Rev., **22**(1923), 409-413.

(5) J. W. M. DuMond: Phys. Rev., **33**(1929), 643-658.

(6) 例えば「固体物理学入門 上・下」: キッテル著, 宇野良清, 津谷 昇, 森田 章, 山下次郎訳, 丸善, (2005).

(7) P. M. Platzman and N. Tzoar: Phys. Rev. B, **2**(1970), 3556-3559.

(8) N. Sakai and N. Ono: Phys. Rev. Lett., **37**(1976), 351-353.

(9) M. J. Cooper, E. Zukowski, S. P. Collins, D. N. Timms, F. Itoh and H. Sakurai: J. Phys. Condens. Matter, **4**(1992), L399-L404.

(10) N. Sakai: J. Appl. Crystallogr., **29**(1996), 81-99.

(11) P. Carra, M. Fabrizio, G. Santoro and B. T. Thole: Phys. Rev. B, **53**(1996), R5994-R5997.

(12) M. Ota, H. Sakurai, F. Itoh, M. Itou and Y. Sakurai: J. Phys. Chem. Solids, **65**(2004), 2065-2070.

(13) H. Sakurai, M. Ota, F. Itoh, M. Itou, Y. Sakurai and A. Koizumi: Appl. Phys. Lett., **88**(2006), 062507.

(14) M. Ota, M. Itou, Y. Sakurai, A. Koizumi and H. Sakurai: Appl. Phys. Lett., **96**(2010), 152505.

(15) 櫻井 浩: 放射光, **20**(2007), 297-305.

(16) 櫻井 浩, 伊藤真義, 安居院あかね: まぐね, **6**(2011), 270-276.

(17) P. F. Carcia: J. Appl. Phys., **63**(1988), 5066-5073.

(18) P. F. Carcia, A. D. Meinhardt and A. Suna: Appl. Phys. Lett., **47**(1989), 178-180.

(19) F. J. A. den Broeder, D. Kuiper, A. P. van de Mosselaer and W. Hoving: Phys. Rev. Lett., **60**(1988), 2769-2772.

(20) F. J. A. den Broeder, D. Kuiper, H. C. Donkersloot and W. Hoving: Appl. Phys. A, **49**(1989), 507-512.

(21) K. Kyuno, J.-G. Ha and R. Yamamoto: Phys. Rev. B, **54**(1996), 1092-1099.

(22) K. Kyuno, J.-G. Ha, R. Yamamoto and S. Asano: J. Phys. Condens. Matter, **8**(1996), 3297-3303.

(23) K. Kyuno, J.-G. Ha, R. Yamamoto and S. Asano: Solid State Communications, **98**(1996), 327-332.

(24) M. Itou, A. Koizumi and Y. Sakurai: Appl. Phys. Lett., **102**(2013), 082403.

(25) A. Agui, H. Sakurai, T. Tamura, T. Kurachi, M. Tanaka, H. Adachi and H. Kawata: J. Synchrotron Rad., **17**(2010), 321-324.

(26) A. Agui, S. Matsumoto, H. Sakurai, N. Tsuji, S. Homma, Y. Sakurai and M. Itou: Appl. Phys. Express, **4**(2011), 083002.

(27) A. Agui, T. Unno, S. Matsumoto, K. Suzuki, A. Koizumi and H. Sakurai: J. Appl. Phys., **114**(2013), 183904.

(28) R. Shimabukuro, K. Nakamura, T. Akiyama and T. Ito: Physica E, **42**(2010), 1014-1017.

(29) K. Suzuki, S. Takubo, T. Kato, M. Yamazoe, K. Hoshi, Y. Homma, M. Itou, Y. Sakurai and H. Sakurai: Appl. Phys. Lett., **105**(2014), 072412.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

櫻井 浩
 1993年3月 群馬大学工学研究科博士後期課程電子情報工学専攻修了
 博士(工学)
 1993年4月 群馬大学工学部助手
 2009年1月 群馬大学大学院工学研究科教授
 2013年4月- 現職
 専門分野: 磁気工学, X線計測
 ©放射光X線を利用したコンプトン散乱による磁性材料の評価の研究に従事。磁気トンネル接合を有する磁気多層膜の電子状態の研究を中心に行っている。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



櫻井 浩 鈴木宏輔 伊藤真義 櫻井吉晴

鉄鋼の相変態 — マルテンサイト変態編 II

— 鉄合金マルテンサイトの内部微視組織

および加工誘起変態 —

牧 正 志*

2. 鉄合金マルテンサイトの内部微視組織

2.1 はじめに

前号の図1・3で示したように、鉄合金の α' マルテンサイトには、ラス、バタフライ、レンズ、薄板状の4つの形態のマルテンサイトが存在し、それぞれが異なった生成温度範囲を持っている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。図2・1⁽²⁾はFe-Ni-C合金で生成するマルテンサイトの形態と生成温度の関係をもとめたもので、生成温度が高温から低温になるにつれて、ラス→バタフライ

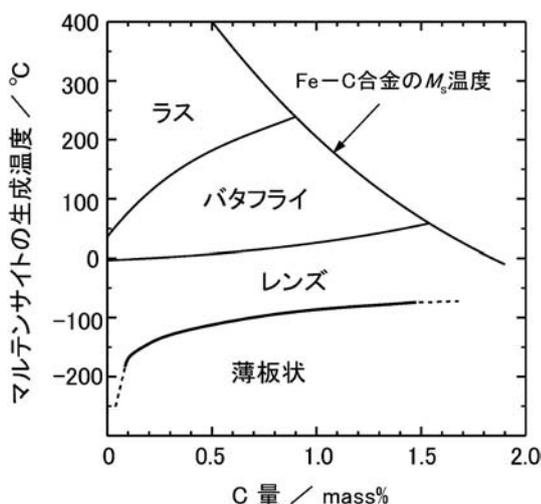


図2・1 Fe-Ni-C合金において生成する α' マルテンサイトの形態と生成温度およびC量の関係。

→レンズ→薄板状と変化していく。この図では、各マルテンサイトの生成温度を炭素(C)量で整理してあり、同じC量ではNi量が増すほどマルテンサイトの生成温度(M_s 点)が低下する。

これらのうち、ラスは熱処理用鋼に現れる実用上最も重要なマルテンサイトであり、薄板状マルテンサイトは形状記憶効果を示すものとして重要である。また、レンズマルテンサイトは内部微視組織や結晶学的特徴がラスと薄板状の両方の特徴をもっているため、 α' マルテンサイトの形態変化がおこる理由を解明するための情報が得られる。ここでは、これらのマルテンサイトの内部微視組織について最近の知見を含めて述べる。

2.2 ラスマルテンサイト

2.2.1 ラスマルテンサイトの生成挙動と組織の特徴

ラス(lath)マルテンサイトの形態は図2・2(a)に示したように一方向(矢印方向)に伸びた幅のせまい薄い板状であり、板面が晶癖面である。個々のラスは厚さが約0.2 μm 程度と極めて微細である。一般に、母相とK-S関係を満たし、晶癖面は最密面平行関係の $\{111\}_\gamma$ 近傍、ラスの長手方向は最密方向平行関係の $\langle 111 \rangle_\gamma$ である。ただし最近のEBSD法による詳細な観察により、結晶方位関係は厳密にK-S関係ではなく、それより数度ずれており、ラス間でもばらつきがあることが報告されている⁽⁴⁾。

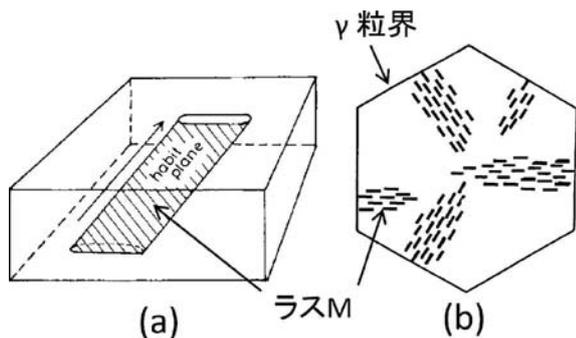
ラスマルテンサイトは、図2・2(b)のようにオーステナイト粒界で核生成し、その後粒内に向かって同じ晶癖面を持つラスが隣接し次々と核生成して平行なラスの集団を形成す

* 京都大学；名誉教授

Phase Transformations in Steel — Martensite Transformation II: Substructure of Martensite and Deformation-Induced Transformation in Ferrous Alloys—; Tadashi Maki (Emeritus Professor, Kyoto University, Kyoto)

Keywords: martensitic transformation, ferrous alloy, substructure, lath martensite, variant, deformation-induced transformation, transformation-induced plasticity (TRIP), shape memory effect

2014年11月7日受理[doi:10.2320/materia.54.626]



(c)

図2・2 (a)一つのラスの3次元的形態, (b)個々のラスの生成挙動, (c)ラスマルテンサイトの光顕組織(Fe-0.2%C).

る。光学顕微鏡では、個々のラスは細かいのでその一つひとつを識別することはできないが、特定の配列をして生成するために、図2・2(c)のように平行な白黒のコントラストから成る特徴的な組織(パケットやブロック)を示す。

図2・3は図2・2(c)に対応する低炭素鋼のラスマルテンサイトの組織構成を模式的に示したものである。一つのオーステナイト粒は数個のパケットに分割される。パケットは平行な(つまり同じ晶癖面の)ラスの集団からなる領域である。各パケットはさらにいくつかの帯状のブロックに分割されている。ブロックは同じ晶癖面でかつ結晶方位が同じ(つまり、後述するバリエントが同じ)ラスの集団である。ただし、低炭素鋼の場合には、ブロック内に小角をなすサブブロックを含むようになる⁽⁵⁾。このように、ラスマルテンサイト組織は、いくつかの階層組織から構成されており、旧オーステナイト粒界、パケットおよびブロック境界は大角(方位差が15°以上)をなし、サブブロックとその中の個々のラス境界の方位差は小さい。それ故、大角粒界の中の最小の組織単位であるブロックが、ラスマルテンサイトの变形や破壊を支配する有効結晶粒と考えられている。

2・2・2 結晶方位関係とバリエント

パケットやブロック内の隣接するラス間の方位関係を考える場合には、マルテンサイトとオーステナイトの結晶方位関係のバリエントの理解が必要である。

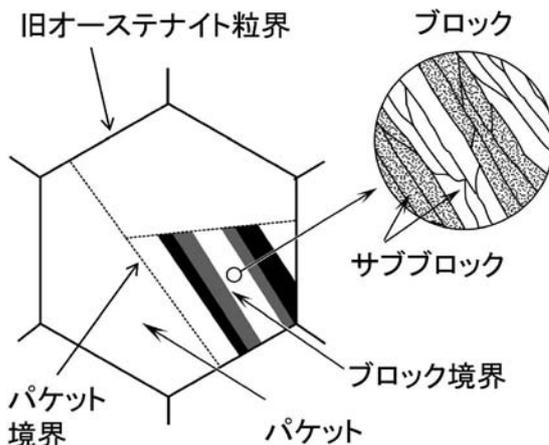


図2・3 低炭素ラスマルテンサイトの光顕組織の組織構成。

K-S関係の場合には、最密面平行関係になる母相{111}面には等価な面が4つあり、それぞれの面内にある最密方向平行関係の組み合わせが6通りあるので、K-S関係には表2・1に示すような24通りの結晶学的に等価な組み合わせが存在する。つまり、一つのオーステナイトから、同じ結晶方位関係(この場合はK-S関係)を持って生成しても、24通りの結晶方位が異なるマルテンサイトが生成するわけで、これらをバリエント(兄弟晶)という。図2・4には、K-S関係の24通りのバリエントの相対的な方位関係を示してある。表2・1中のCPは最密面平行関係を共有するバリエントグループでCP1~CP4の4種類あり、例えばCP1にはV1~V6が属する。この表には参考までにBainグループも示されている。ベイングループはBainの方位関係に近い方位(図2・4の<001>_γ近傍にあるもの)を持つバリエントグループのことで、B1~B3の3種類ある⁽⁴⁾。たとえば、B1には、図2・4の[001]_γ近傍のV1, V4, V8, V11, V13, V16, V21, V24が属し、それぞれの方位差は小さい。

パケットは同じ晶癖面つまり同じ最密面平行関係を共有するCPグループに属する6つのバリエントのラスにより構成される。図2・5に(111)_γを最密面平行関係にもつCP1グループに属するV1~V6のバリエントの相対的な方位の関係を示す。図2・4と図2・5から分かるように、V1~V4, V3~V6, V5~V2間の方位差は小角(10.5°)であり、それ以外の組み合わせは大角をなす。パケット内のブロックは単一のバリエントまたは互いに小角をなすV1~V4のようなバリエントから成っている。ブロック内の小角をなすラスの集団をサブブロックと呼ぶ。

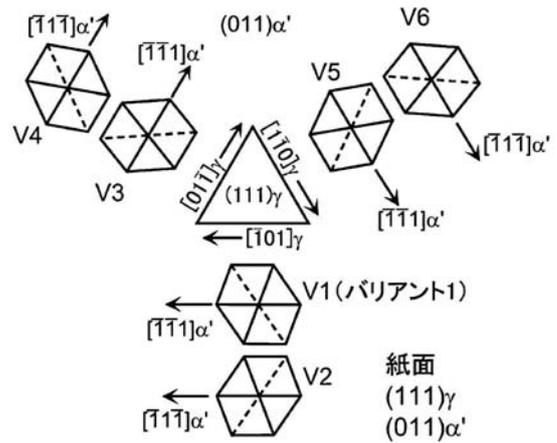
なお、この様に同一CPグループの6つのバリエントのラスが隣接して生成する理由は、マルテンサイト生成に伴い導入される周囲母相の弾性エネルギーをなるべく低下させるようなバリエントが集団で生成する自己緩和機構が働くためである。

2・2・3 内部微視組織

ラスマルテンサイトの内部には高密度の転位(転位密度は

表2・1 K-S関係の24通りのバリエント，CPグループ：同じ最密面平行関係を持つグループ，Bainグループ：同じベイン対応を持つグループ。

バリエント番号	最密面平行関係	最密方向平行関係	Bainグループ
1	(111) γ //(011) α' 最密面グループ1 CP 1	$[\bar{1}01]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B1
2		$[\bar{1}01]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B2
3		$[0\bar{1}\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B3
4		$[0\bar{1}\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B1
5		$[\bar{1}\bar{1}0]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B2
6		$[\bar{1}\bar{1}0]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B3
7	(1 $\bar{1}\bar{1}$) γ //(011) α' CP 2	$[10\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B2
8		$[10\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B1
9		$[\bar{1}\bar{1}0]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B3
10		$[\bar{1}\bar{1}0]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B2
11		$[011]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B1
12		$[011]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B3
13	(1 $\bar{1}\bar{1}$) γ //(011) α' CP 3	$[0\bar{1}\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B1
14		$[0\bar{1}\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B3
15		$[\bar{1}0\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B2
16		$[\bar{1}0\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B1
17		$[\bar{1}10]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B3
18		$[\bar{1}10]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B2
19	(11 $\bar{1}$) γ //(011) α' CP 4	$[\bar{1}\bar{1}0]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B3
20		$[\bar{1}\bar{1}0]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B2
21		$[0\bar{1}\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B1
22		$[0\bar{1}\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B3
23		$[101]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B2
24		$[101]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	B1



バリエント番号: γ との結晶方位関係	V1との方位差
V1: (111) γ //(011) α' , $[\bar{1}01]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	双晶関係 双晶関係から10.53° 小角(10.53°) 双晶関係から10.53° 双晶関係から21.06°
V2: (111) γ //(011) α' , $[\bar{1}01]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	
V3: (111) γ //(011) α' , $[0\bar{1}\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	
V4: (111) γ //(011) α' , $[0\bar{1}\bar{1}]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	
V5: (111) γ //(011) α' , $[\bar{1}\bar{1}0]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	
V6: (111) γ //(011) α' , $[\bar{1}\bar{1}0]\gamma//[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$	

図2・5 K-S関係において同じ最密面平行関係を持つバリエント(CP1グループのV1~V6)間の相対的方位関係(紙面は(111) γ //(011) α')。

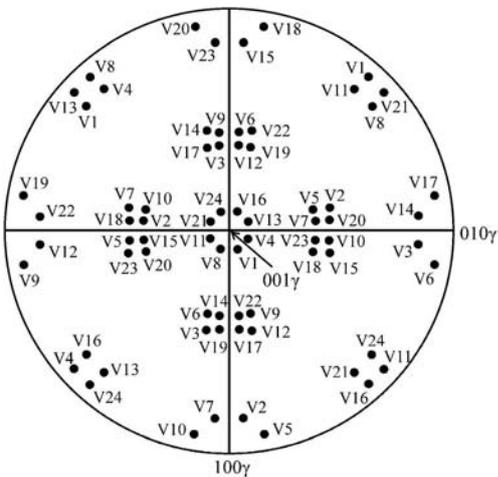


図2・4 オーステナイトの001標準投影図に示したK-S関係の24通りのバリエント(各バリエントの<001>方向を表示)。

$10^{15} \sim 10^{16} \text{ m}^{-2}$ のオーダー)が存在し、図2・6に示すように絡み合ったセル状の転位組織を呈するのが特徴である。図2・7⁽⁶⁾は転位密度に及ぼすC量の影響を示しており、C量が増すにつれて転位密度が大きくなる。なお、転位密度の測定法には、X線回折法と透過電顕観察があるが、一般に、前者の方が大きい値が得られる傾向がある。また、C量が増えると、ラス内に転位以外に変態双晶が局在して存在するよ

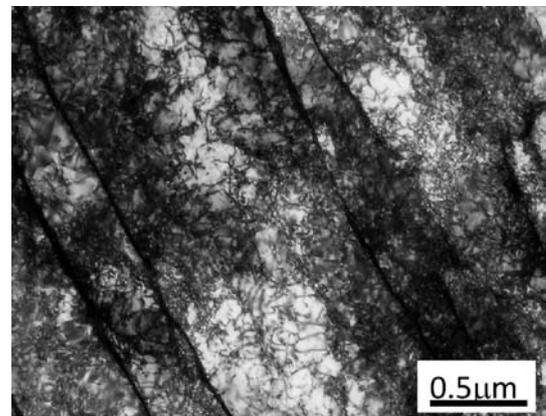


図2・6 ラスマルテンサイトの透過電顕組織(Fe-1.5%Mn)。

うになるが、その量は少なく主要な欠陥ではない。

図1・11(前号)で述べたように、C量が約0.6%以上の高炭素になると残留オーステナイトが存在するようになる。約0.4%C以下の低炭素鋼では、X線測定ではほとんど残留オーステナイトは検出されないが、ラスの境界にCが濃縮した非常に薄いフィルム状の残留オーステナイトが存在することがある。その成因は、ラスの変態温度が高温にあるのでCの拡散が容易におこり、変態後マルテンサイト中のCが周囲のオーステナイトに拡散して濃化し安定になったためである。

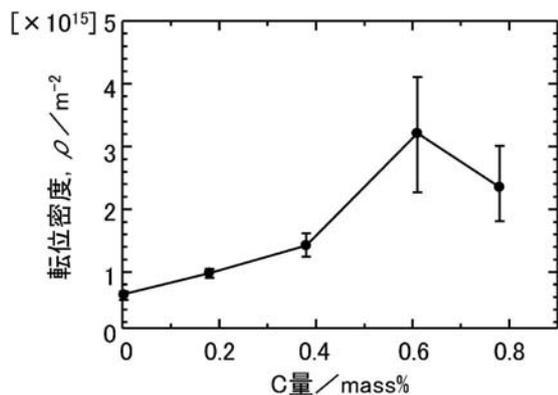


図2.7 Fe-C ラスマルテンサイトの転位密度におよぼすC量の影響(透過電顕による測定結果).

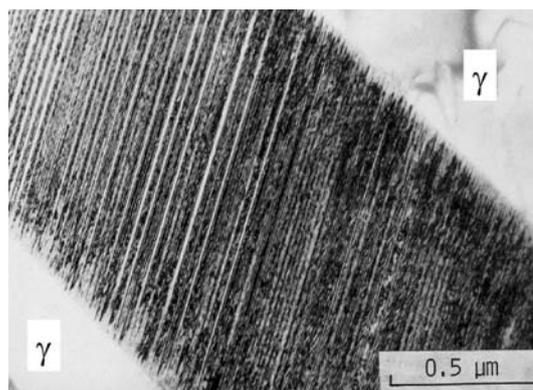


図2.8 薄板状マルテンサイトの透過電顕組織(Fe-30% Ni-0.42% C).

2.3 薄板状マルテンサイト

2.3.1 内部微視組織

薄板状マルテンサイトは、図2.8に示すように、界面が平滑で、その内部は薄い(112)双晶(約10~20 nm厚)が貫通した完全双晶マルテンサイトである。このマルテンサイトに特徴的なことは、マルテンサイトの周囲のオーステナイトに転位が存在していないこと、つまり、変態歪が母相では弾性変形によって緩和されていることである。ラスやレンズマルテンサイトでは、周囲のオーステナイトは変態歪により塑性変形を受け、多くの転位が存在する。

薄板状マルテンサイトは、晶癖面が $\{3\ 15\ 10\}_\gamma$ 、母相との結晶方位関係はG-T関係であり、現象論的理論から予想されるものとよく一致する。現象論的理論が合うのは、鉄合金の α' マルテンサイトの中では薄板状マルテンサイトだけである。このマルテンサイトが生成する合金としては、Fe-Ni-C、Fe-Ni-Co-Ti、Fe-Pt合金などが報告されており、いずれの合金でもbcc構造である。

2.3.2 薄板状マルテンサイトの変態挙動

レンズやラスマルテンサイトは核生成後最終の大きさまで瞬時に成長し、その後さらに冷却しても界面の移動度を失っているため成長しない(前号の図1.10参照)。しかし、薄板状マルテンサイトは、図2.9に示すように冷却時に温度低下とともに界面が移動して厚さを増し、加熱すると界面の移動によって収縮し母相にもどる⁽²⁾。母相とマルテンサイトの界面が移動度を保持している理由は、界面の整合性が維持されているためで、それにはマルテンサイト変態時に母相が塑性変形しないことが関与していると考えられる。この界面の可逆的な移動によりマルテンサイトが成長・収縮するという性質は、Ti-Niなどの非鉄の形状記憶合金の熱弾性マルテンサイトの特徴と同じで、薄板状マルテンサイトを使えば鉄合金でも形状記憶合金になる可能性があることを意味する。

2.4 レンズマルテンサイト

2.4.1 レンズマルテンサイトの生成挙動

レンズマルテンサイトは M_s 点で一度に多量のマルテンサ

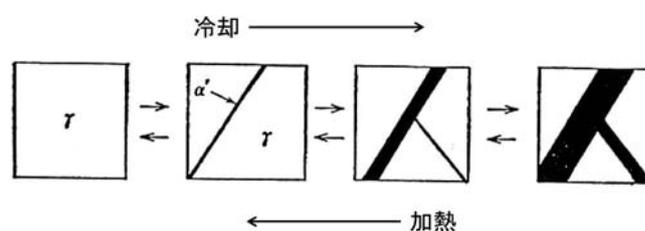


図2.9 薄板状マルテンサイトの冷却・加熱時の正変態・逆変態挙動。

イトが爆発的に生成し、図1.3(前号)に示したように稲妻状を呈する。これをバースト現象といい、 M_s 点の代わりに M_b 点と呼ばれることもある。また、図1.10(前号)に示したように、 M_s 直下で生成したものはオーステナイトの粒界から粒界まで瞬時に成長するので、マルテンサイトの大きさはオーステナイトの粒径に支配される。ところが温度低下によって変態が進行すると、最初のマルテンサイトによって分割されたオーステナイト内で変態が次々とおこる。このような分割効果のために変態の後期に生成するマルテンサイトは非常に小さくなる。ラスマルテンサイトの場合には、図2.2(b)に示したように、一つのラスの近傍に次々と新しいラスが生成し、オーステナイトの分割効果がないので、ラスの大きさはオーステナイト粒径に依存しない。

2.4.2 内部微視組織

レンズマルテンサイトは、図2.10(a)のように界面は凸レンズ状に湾曲しており、生成温度(M_s 点)が高くなるほど凹凸を呈して不規則になる。内部微視組織はラスや薄板状に比べて非常に複雑で、図2.10(b)に示したように中央部の完全双晶から成るミドリブ(通常0.5~1.0 μm程度の幅)、その周囲に部分的に変態双晶が存在する双晶領域、さらにその外側の転位が存在する非双晶領域、の3つの領域から構成されている。レンズマルテンサイトの界面は平滑でないので、習慣的に中央の薄い板状のミドリブを晶癖面とみなして解析されている。

双晶領域(図2.10(c))では、ミドリブから外周部に行くにつれて双晶密度が徐々に小さくなる。非双晶部では、図2.

10(d)に示すように、複数種類の直線的な転位(らせん転位)が存在し、絡み合ったセル状の転位が存在するラスマルテンサイト(図2・6)とはその様相が大きく異なる。

レンズマルテンサイトの、成長に伴う内部組織の変化は図2・11⁽⁷⁾のように考えられる。レンズマルテンサイトでも変態初期にはまず薄板状マルテンサイトが生成し、その後瞬時に側面への成長がおこる。このとき、変態時の発熱による局所的な温度上昇によって格子不変変形の様式が双晶からすべりに変化して、双晶領域および非双晶領域が形成される。さらに非双晶領域の転位組織も変化する。双晶領域に近いところでは図2・10(d)のような直線的な複数組のらせん転位が存在する。一方、界面近傍になるとラスと同様の湾曲し絡み合った転位が存在するようになり、これは周囲のオーステナイトに導入された転位がマルテンサイト内に受け継がれたものである⁽⁷⁾。この結果は、ラスマルテンサイトの絡み合ったセル状の転位組織(図2・6)の本性は、変態歪を緩和するために母相に導入された転位が受け継がれたものであることを示唆するものである。

図2・11に示したような成長に伴う内部微視組織の変化に対応して、ひとつのレンズマルテンサイトでもミドリブ近傍

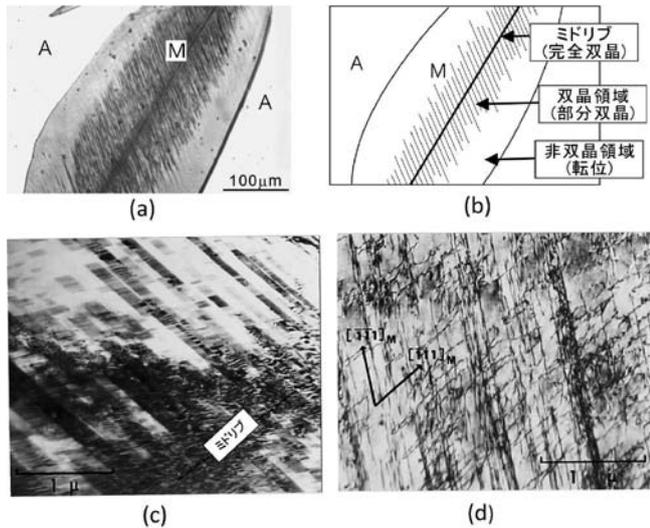


図2・10 レンズマルテンサイト：(a), (b)光顕組織(Fe-31%Ni-0.28%C, 5%ナイトール腐食)とその説明図, (c), (d)透過電顕組織(Fe-33%Ni)。

では結晶方位関係がG-T関係を満たしているが、界面に向かうにつれてK-S関係に徐々に変化していく⁽⁸⁾。また、 M_S 点が高いレンズマルテンサイトの界面は不規則な凹凸状を呈し、ラスマルテンサイトの晶癖面に近い $\{111\}_\gamma \sim \{225\}_\gamma$ のファセットを持つようになる⁽⁷⁾。このような観察結果より、鉄合金の α' マルテンサイトの形態を支配する本質的な因子は格子不変変形の様式であり、双晶変形がおこれば薄板状が、すべり変形が起こればラスの形態になると結論できる⁽⁹⁾。

3. 加工誘起マルテンサイト変態と関連現象

3・1 加工誘起マルテンサイト変態

3・1・1 準安定オーステナイトと加工誘起マルテンサイト変態

マルテンサイト変態は M_S 点まで冷却されて開始する。しかし、図2・12に示した様に、 T_0 以下の温度ではマルテンサイトの方がオーステナイトよりも安定でありマルテンサイト変態の駆動力は発生しているが、 $T_0 \sim M_S$ の間では変態の駆動力が変態をおこさせるに必要な駆動力($\Delta G_{M_S}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$)よりも小さいため、変態はおこらない。このような熱力学的に不安定な状態のオーステナイトを準安定オーステナイトという。例えば、18-8オーステナイト系ステンレス鋼(18%Cr-8%Ni)

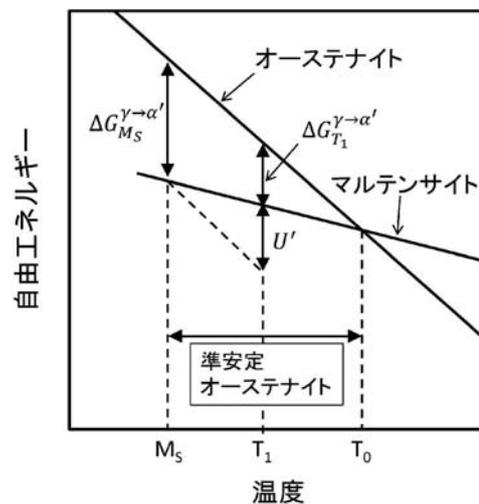


図2・12 オーステナイトとマルテンサイトの自由エネルギーと駆動力の説明図。

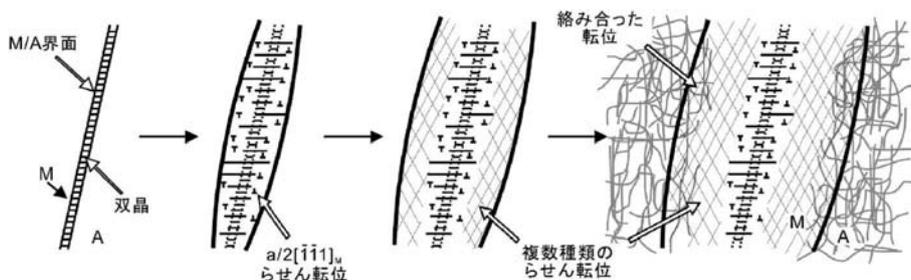


図2・11 Fe-Ni レンズマルテンサイトの生成・成長時の内部組織変化。

は室温では準安定オーステナイトである。

準安定オーステナイトに引張または圧縮によるせん断応力がかかると、これが一種の駆動力として作用し、変態がおこる。この様な応力の作用による駆動力を力学的駆動力という。これに対して図2・12に示したような自由エネルギー差によって発生する駆動力を化学的駆動力という。M_S点以上の温度でも、例えば図2・12の温度 T₁ では、化学的駆動力 ΔG_{T₁}^{γ→α} と力学的駆動力 U' の和が ΔG_{M_S}^{γ→α} に等しくなると、マルテンサイト変態が加工によっておこる。この現象を加工誘起マルテンサイト変態と呼ぶ。

3・1・2 力学的駆動力

力学的駆動力は、付加応力がマルテンサイト変態時に発生するせん断変形になした仕事と等しいと考え、次のようにして見積もることができる⁽¹⁰⁾。

図2・13(a)に示すように、マルテンサイト変態によるせん断ひずみ量 P を、晶癖面での変態せん断量 γ₀ と晶癖面に垂直方向の膨張量 ε₀ に分解し、単純引張または圧縮時の変態誘起に寄与する力学的駆動力(U)をせん断応力による仕事(τγ₀)と静水圧的応力による仕事(σε₀)の和と考え、

$$U = \tau\gamma_0 + \sigma\varepsilon_0 \quad (1)$$

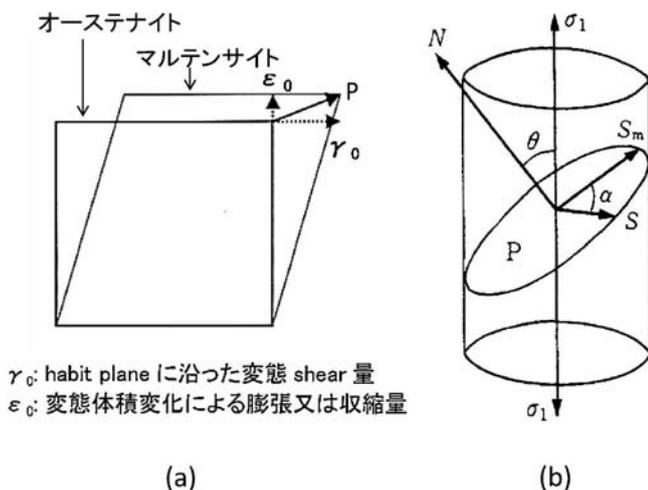
で示す。ここに、τは晶癖面において変態せん断方向にかかるせん断応力、σは晶癖面法線方向に働く応力である。なお、Fe-Ni合金のマルテンサイトでは、変態せん断量 γ₀ は約0.20、膨張量 ε₀ は0.04程度である⁽¹⁰⁾。

図2・13(b)に示すように σ₁ 方向に外力 σ₁ が作用したとき、τ および σ は

$$\tau = \frac{1}{2} \sigma_1 \sin 2\theta \cos \alpha \quad (2)$$

$$\sigma = \pm \frac{1}{2} \sigma_1 (1 + \cos 2\theta) \quad (3)$$

で与えられる。式(3)で σ₁ が引張応力のとき+、圧縮のとき-である。θは晶癖面(図2・13(b)のP)法線(N)と応力軸のなす角、αは晶癖面上の最大せん断応力の方向(S_m)と変態せ



ん断の方向(S)のなす角である。式(2), (3)を式(1)に代入して、外力 σ₁ による力学的駆動力は、

$$U = \frac{1}{2} \sigma_1 \{ \gamma_0 \sin 2\theta \cos \alpha \pm \varepsilon_0 (1 + \cos 2\theta) \} \quad (4)$$

となる。多結晶試片はランダムな方位の結晶粒から成るので、変態開始時には U が最大になる方位のマルテンサイト晶が生成すると考えられる。U が最大になるのは、α=0, θ=θ' (θ'は dU/dθ=0 を満たす θ の値)の時であるから、

$$U' = \frac{1}{2} \sigma_1 \{ \gamma_0 \sin 2\theta' \pm \varepsilon_0 (1 + \cos 2\theta') \} \quad (5)$$

が、多結晶の場合の力学的駆動力とみなせる。γ₀=0.2, ε₀=0.04 の場合には、引張変形するとき θ'=39.5°, 圧縮変形するとき θ'=50.5°となる⁽¹⁰⁾。

3・1・3 変態開始応力と温度の関係

図2・12に示したように、マルテンサイト変態の駆動力 ΔG_{M_S}^{γ→α} は T₀ より温度が低下するにつれて、ほぼ直線的に増加するので、M_S点以上で加工誘起変態を起こさせるに必要な力学的駆動力 U' は、M_S点より温度が上昇するにつれて直線的に大きくなる。式(5)に示したように U' は外部応力 σ₁ の1次の関数であるので、変態開始に必要な応力は加工温度上昇に伴い直線的に大きくなる。

図2・14に、マルテンサイト変態開始応力および母相オーステナイトの降伏応力と加工温度の関係を示す。マルテンサイト生成に必要な応力は M_S点から温度上昇と共に直線的に上昇していくのに対して、オーステナイトの降伏応力は低温になるほど大きくなるので、両者はある温度で交差する。両者の応力が等しくなる温度を M_S と呼ぶ。M_S-M_S^σ間の温度では、オーステナイトが降伏する前に、つまり母相が弾性変形状態でマルテンサイトが生成するのに対し、M_S^σ-M_d間で変形すれば、最初にオーステナイトの降伏がおこり、塑性変形により加工硬化して変態開始応力に達すると、マルテンサイトが生成することになる。前者を応力誘起変態、後者をひずみ誘起変態、と呼んで区別している。後述するように、鉄合金の形状記憶効果は M_S-M_S^σ間の応力誘起変態により、マルテンサイト変態誘起塑性 (TRIP) 現象は M_S^σ-M_d間のひずみ誘起変態により発現する。

M_S^σ-M_d間のマルテンサイト変態開始応力は図2・14に示し

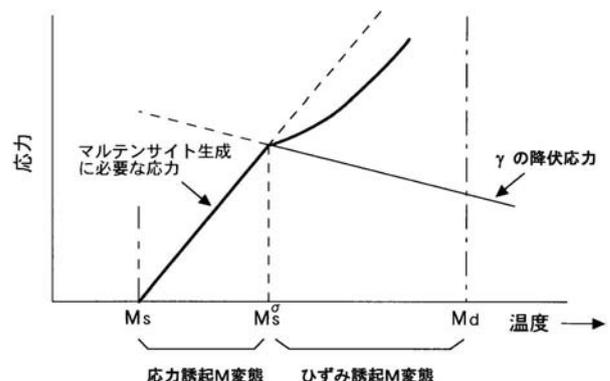


図2・14 マルテンサイト変態開始応力の温度による変化。

たように直線関係からずれて少し小さくなることが実験的に確かめられている。これは、オーステナイトが塑性変形することにより、マルテンサイトの核が形成されたり、局部的に応力集中がおこるためと考えられている。

加工誘起変態がおこる上限の温度 M_d 点は、原理的には図 2・12 の T_0 温度に一致すべきであるが、実際には T_0 よりも低い温度にある。それは、 T_0 近傍で変形すると変態開始に必要な応力が非常に大きくなるので、マルテンサイトが生成する前に材料が破断してしまうからである。このように M_d 点は与えるひずみ量や加える応力によって変化し、 M_s 点のように一義的に決まるものではない。

3・2 TRIP 現象と形状記憶効果

3・2・1 TRIP 現象

加工誘起変態を利用すると材料の延性(均一伸び)や靱性が大きくなる。これを TRIP (Transformation-induced Plasticity: マルテンサイト変態誘起塑性)現象という⁽¹¹⁾。準安定オーステナイトに引張変形を施すと、加工誘起マルテンサイトによって加工硬化が大きくなるため、くびれ(ネッキング)の進展が抑制され大きな均一伸びが得られる。また、クラック先端の応力集中部に適当なバリエーションのマルテンサイトが生成すると、変態時の外形変化によって応力集中が緩和されるため、靱性が向上する。

室温で TRIP 現象をおこさせるには、室温での変形中に適当な量のマルテンサイト変態がおこることが必要で、加工誘起変態に対するオーステナイトの安定度を最適に調整することが大切である。準安定オーステナイトの加工誘起変態に対する安定度を評価する指標として、 M_d^{30} がよく用いられる。これは、オーステナイト単相の試料に 0.30 の引張真ひずみ(慣用ひずみで 0.35)を与えた時に、組織の 50% がマルテンサイトに変態する温度で、この温度が高温であるほど準安定オーステナイトが不安定であることを示す。一例として、オーステナイト系ステンレス鋼を対象にした下記のような式が提唱されている⁽¹²⁾。

$$M_d^{30}(\text{°C}) = 551 - 462(\%C + \%N) - 9.2(\%Si) - 8.1(\%Mn) \\ - 13.7(\%Cr) - 29.0(\%Ni + \%Cu) - 18.5(\%Mo) \\ - 68.0(\%Nb) - 1.42(2.68 - 6.64 \times \log D)$$

ここに、 D はオーステナイト結晶粒径(μm)である。

3・2・2 形状記憶効果

様々な形態の鉄合金の α' マルテンサイトの中で、薄板状マルテンサイトのみが、図 2・9 に示した様に冷却・加熱時の

界面の可逆的移動により成長、収縮がおこる。この様な変態挙動は、Ti-Ni や Cu-Al-Ni 合金などの非鉄形状記憶での熱弾性マルテンサイトと同じであり、薄板状マルテンサイトが生成する Fe-Pt, Fe-Ni-C, Fe-Ni-Co-Ti, Fe-Ni-Si 合金は形状記憶効果を示す。同様に、形態が薄板状の ϵ マルテンサイトも、図 2・9 のような正変態・逆変態挙動を示し、Fe-Mn-Si 合金が形状記憶効果を示すことが見いだされている。非鉄形状記憶合金の熱弾性マルテンサイトは冷却・加熱時の熱ヒステシス(M_s 点と A_s 点の温度差)が数 $^{\circ}\text{C}$ ~数 10°C と小さいが、鉄系形状記憶合金では 150°C 程度とかなり大きいものから数 10°C という小さいものまで様々である。

非鉄形状記憶合金では、通常、室温でマルテンサイトを変形しその後加熱して逆変態をおこさせるが、鉄系形状記憶合金では準安定オーステナイトでの加工誘起マルテンサイト変態(図 2・14 の応力誘起変態)によって変形させることが必要である。この時、加工誘起変態と同時に母相のすべり変形がおこると完全な形状記憶効果は得られない。それゆえ完全な形状記憶効果出現のためには、母相の変形がおこらないこと、つまり母相オーステナイトの降伏強度ができるだけ大きいことが重要になる。今までに報告されている鉄系形状記憶合金は、いずれも母相の強度が大きいという共通点がある。形状記憶合金全般に関しては文献(13)を、鉄系形状記憶合金に関しては文献(14)を参照されたい。(完)

文 献

- (1) 牧 正志, 田村今男: 鉄と鋼, **67**(1981), 852-866.
- (2) 牧 正志, 田村今男: 日本金属学会会報, **23**(1984), 229-237.
- (3) 牧 正志: までりあ, **48**(2009), 206-211.
- (4) 宮本吾郎: までりあ, **49**(2010), 332-336.
- (5) 森戸茂一: ふえらむ, **14**(2009), 90-96.
- (6) S. Morito, J. Nishikawa and T. Maki: ISIJ Int., **43**(2003), 1475-1477.
- (7) A. Shibata, S. Morito, T. Furuhashi and T. Maki: Acta Mater., **57**(2009), 483-492.
- (8) A. Shibata, S. Morito, T. Furuhashi and T. Maki: Scr. Mater., **53**(2005), 597-602.
- (9) 柴田暁伸: までりあ, **50**(2011), 254-258.
- (10) J. R. Patel and M. Cohen: Acta Met., **1**(1953), 531-538.
- (11) 田村今男: 鉄と鋼, **56**(1970), 429-445.
- (12) 野原清彦, 小野 寛, 大橋延夫: 鉄と鋼, **63**(1977), 772-782.
- (13) 大塚和弘: 合金のマルテンサイト変態と形状記憶効果, 内田老鶴圃, (2012).
- (14) 貝沼亮介: ふえらむ, **4**(1999), 230-237.

周期双晶構造を有する四ホウ酸リチウムの作製と波長変換素子への応用

前田 健作*

1. はじめに

双晶とは2つの結晶粒が対称関係をもって接合したものであり、接合面である双晶界面はランダムな方位関係の結晶粒界よりも低い界面エネルギーを持つ。多結晶組織中に多く観察されるが単結晶成長時に形成されることもある。単結晶を用いてデバイスを作製する際に双晶が存在すると特性に悪影響を及ぼすので双晶を含まない単結晶が高品質とされ、双晶形成を抑制する成長技術の開発が進められてきた。本研究の特徴は、この双晶形成を敢えて積極的に利用して周期的に結晶方位を反転させた周期双晶を作製することであり、非線形光学結晶の周期双晶を作製することでレーザー光の波長変換素子として利用することができる。

次世代の半導体リソグラフィやレーザー加工の微細化に対応するために真空紫外(波長 200 nm 以下)レーザー光源の開発が求められている。この光源として、非線形光学結晶を用いて固体レーザー光を第二高調波発生(Second Harmonic Generation)により短波長化できれば、光源にガスを用いるエキシマレーザーよりも安定かつメンテナンス負担の小さい、全固体真空紫外レーザー光源が実現できる。しかし、波長変換に用いる非線形光学結晶は真空紫外光を透過する必要があり、この波長領域に用いられる非線形光学結晶として、CsLiB₆O₁₀(CLBO)やBaB₂O₄(BBO)、KBe₂BO₃F₂(KBBF)などのホウ酸塩結晶が知られている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。

一般的に結晶材料には屈折率の波長分散があるため入射光と変換光の速さが異なり、強い強度の変換光を得るには光路上の各地点で発生する変換光の位相を整合させる必要がある。この方法の1つとして、非線形光学結晶の極性を周期

反転し、変換光の振幅を繰り返し反転することで位相整合させる、擬似位相整合(Quasi-Phase-Matching)がある⁽⁴⁾。擬似位相整合では、材料の持つ任意成分の非線形光学定数を利用することができ、反転周期を調整することで任意の波長で位相整合が可能である。実用化されている擬似位相整合結晶は、LiNbO₃(LN)やLiTaO₃(LT)などの強誘電体の酸化物結晶に外部電界を印加して自発分極を周期的に反転させることで作製されている⁽⁵⁾⁽⁶⁾。しかし、これらの強誘電体の酸化物結晶は真空紫外光を吸収するので、真空紫外レーザー光源には利用できない。また、前述したホウ酸塩結晶は非強誘電体のため電界印加では反転構造を作製できない。水晶も同じく非強誘電体であるが、応力を印加することにより双晶形成を制御することができる。水晶に応力を印加して周期双晶を作製し擬似位相整合構造として利用できることが報告されており⁽⁷⁾、電界印加法と同じく均質な単結晶を材料に外場を印加して周期反転構造を作り込んでいる。これらの外場を印加する方法では、結晶の厚みが増すほど微細な加工が困難にな

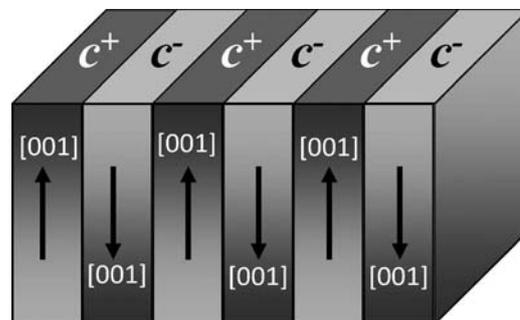


図1 周期双晶構造。

* 東北大学助教；大学院工学研究科知能デバイス材料学専攻(〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉 6-6-11-1021)
 Fabrication of Periodically-twinned Lithium Tetraborate and Application to Wavelength Conversion Devices; Kensaku Maeda (Department of Materials Science, Graduate School of Engineering, Tohoku University, Sendai)
 Keywords: nonlinear optical crystal, crystal growth, borate crystal, twin boundary, structure control, wavelength conversion
 2015年6月29日受理[doi:10.2320/materia.54.633]

る。また、応力印加による双晶制御の可否は結晶の持つ対称性によるので、ホウ酸塩結晶に適用できるとは限らない。

そこで本稿では、ホウ酸塩結晶の1つである四ホウ酸リチウムに着目し、外場印加の代わりに結晶成長過程に形成される双晶を利用して図1に示す周期双晶を作製する。また、これを利用した擬似位相整合による波長変換素子への応用について報告する。

2. 四ホウ酸リチウム(Li₂B₄O₇)の特徴

四ホウ酸リチウムは正方晶系に属するホウ酸塩結晶である(点群 4 mm, $a = b = 0.95$, $c = 1.03$ nm)⁽⁸⁾。融点は 1187 K であり、化学量論組成と調和融解組成は一致するのでチョクラルスキー法などの融液成長法を用いて大型の単結晶が成長されている⁽⁹⁾。他のホウ酸塩結晶と同じく優れた非線形光学定数($d_{33} = 0.93$ pm/V)⁽¹⁰⁾と広い透過波長領域(波長 170–3500 nm)⁽¹¹⁾を合わせ持ち、複屈折位相整合による波長 266 nm の第2次高調波発生が報告されているが⁽⁹⁾、非強誘電体であるため擬似位相整合構造は作製できないと考えられてきた。

四ホウ酸リチウムの双晶として、 c 軸を反転させた方位関係の結晶粒が{100}または{112}を双晶界面として接合したものが報告されている⁽¹²⁾⁽¹³⁾。本研究では、{112}双晶界面の形成を抑えて(100)と(010)双晶界面のどちらか一方を選択的に形成させることで周期双晶を作製する方法について考察する。四ホウ酸リチウムは c 軸周りの四回対称性を有し(100)と(010)は等価な結晶方位であるが、本稿では便宜的に種子結晶中の双晶界面を(010)双晶界面と呼ぶ。(010)と(100)を入れ替えても同様の考察が可能である。

3. 融液成長時に形成される双晶界面

四ホウ酸リチウムの融液成長における結晶成長方位と双晶界面の関係を調査した⁽¹⁴⁾。マイクロ引き下げ法を用いて、双晶結晶が一方に融液成長した際に形成される双晶界面を観察した。四ホウ酸リチウム粉末原料を充填した白金坩堝に電流を流して抵抗加熱により原料を融解する。坩堝底面に設置した直径 3 mm のノズルから融液を引き出すことができる。双晶結晶を種子結晶として、下方からノズル中の融液に接触させた後に引き下げることで結晶成長させた。双晶結晶は、成長方向が[100]となる方位から 25°, 45°, 65°傾斜して用いた。図2に示す通り、傾斜角度 25°の場合は種子結晶中の双晶界面と同じ(010)双晶界面が形成され、傾斜角度 65°の場合は(010)と直角な方位関係の(100)双晶界面が形成された。傾斜角度 45°の場合は(010)と(100)双晶界面が交互に形成された。(010)と(100)は等価な双晶界面であるが、結晶成長方位との相対的な角度は異なる。種子結晶を 25°傾斜させた場合は結晶成長界面と(010)双晶界面のなす角は 65°であるのに対し(100)双晶界面は 25°であるため、成長した結晶中に形成される双晶界面の面積に大小関係が生じる。つまり、成長した結晶中に(100)双晶界面を形成するよりも

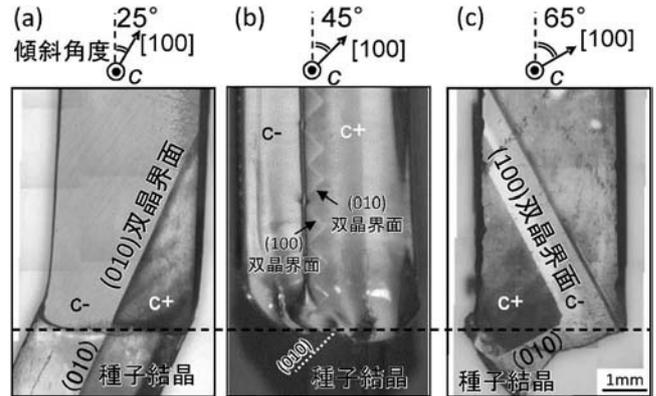


図2 成長した結晶中に形成された双晶界面。結晶成長方位は[100]から (a) 25°, (b) 45°, (c) 65°傾斜。

(010)双晶界面を形成する方が面積は小さく、結晶成長時に必要なエネルギーも小さくなるので(010)双晶界面が形成される。同様の考察は傾斜角度が 45°未満の場合に成立するが、45°より大きい場合は反対に(100)双晶界面が形成される。図2では 65°傾斜の場合は(100)双晶界面が形成され、45°傾斜の場合は(010)と(100)双晶界面が交互に形成された。

4. 双晶界面の制御方法

四ホウ酸リチウムの(100)双晶界面と(010)双晶界面は互いに直角で等価な界面である。結晶成長時にどちらの双晶界面が形成されるかは、固液界面に依存する。この特徴を応用して双晶界面を制御する方法⁽¹⁵⁾を紹介する。

図3(a)に示すような(010)双晶界面を有する板状結晶を用意する。一方の結晶粒の上面は c^+ 、他方は c^- である。この板状結晶に垂直に白金線ヒーターを貫通させ、ヒーター周囲の結晶を融解する。ヒーターを十分にゆっくり移動することで、融液部分は円形に保たれながら、結晶は融解および成長する。ここで図3(b)–(d)のように、融液部分を c^+ 結晶から c^- 結晶側へ移動させることで、 c^- 結晶側に c^+ 結晶が形成される。結晶成長時の固液界面はヒーターを中心とした円弧状であり、双晶界面が形成される地点での固液界面の面方位はヒーターの移動に伴って変化する。始めに結晶中に存在した(010)双晶界面の近くでは(010)双晶界面が継続して形成される。ヒーターの移動に伴って双晶界面が形成される地点での固液界面の面方位が徐々に傾斜して45°に到達するまで(010)双晶界面が形成される(図3(c))。しかし、固液界面が45°以上傾斜して成長すると(100)双晶界面が形成されるため、図3(d)に示すように c^- 結晶側に2つの(100)双晶界面と c^+ 結晶が形成される。

5. 周期双晶の作製

前節の操作を繰り返すことで周期双晶を作製することができる。図4は c^- 結晶中に c^+ 結晶を繰り返し形成させて作

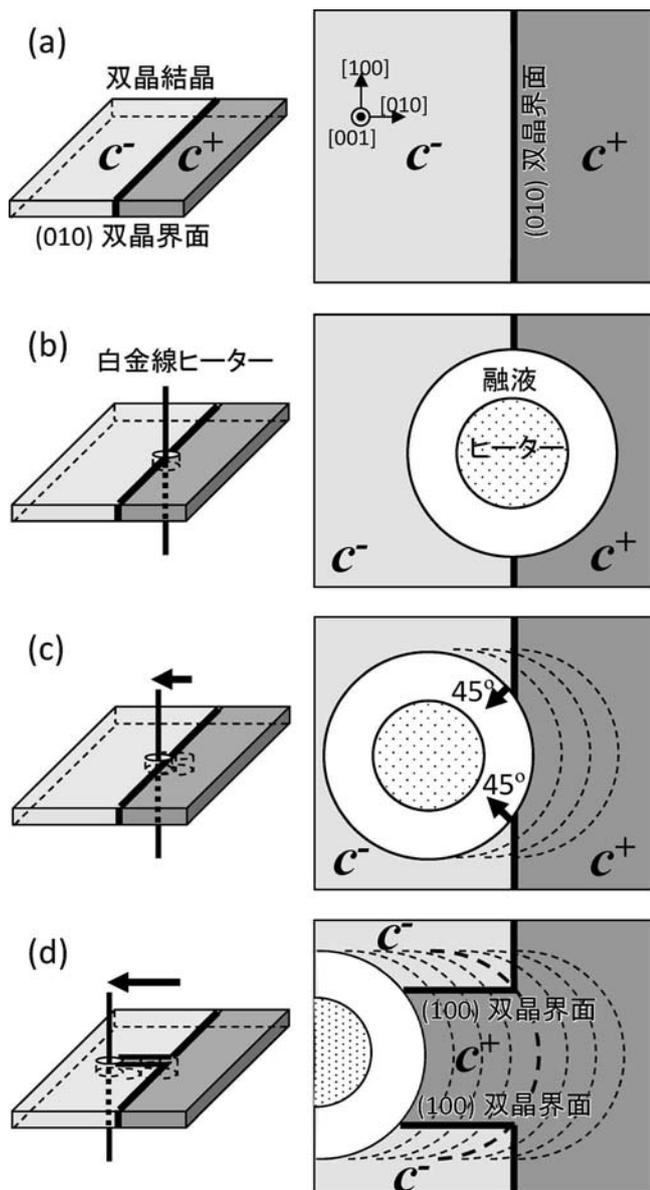


図3 双晶界面の制御方法.

製した周期双晶である。板状結晶の表面には白金線ヒーターが通過した痕跡が残る(図4(a))が、表面を研磨した後にグリセリン水溶液でエッチングすることで双晶形成を確認することができる。このとき、 c^+ 結晶の幅は双晶形成時の融液の径に比例する。 c^+ 結晶の幅が $100\ \mu\text{m}$ となるように融液の径を調整した。200 μm 間隔で繰り返し c^+ 結晶を形成させることで、100 μm 幅の周期構造を実現できる。本研究では、径 100 μm の白金線ヒーターを用い、融液の径を直接観察しながら一定に保つようにヒーター出力を調整した。また、1 μm ステップの XY 軸自動ステージを用いて白金線ヒーターを移動させた。図4(b)に示すように c^+ 結晶の幅にバラつきがあるが、双晶形成時の熱の揺らぎにより融液の径が変動することに起因する。これに対して、反転周期はヒーターの移動量により制御することができる。

図4に示す周期双晶は板状であり、厚さは 300 μm であ

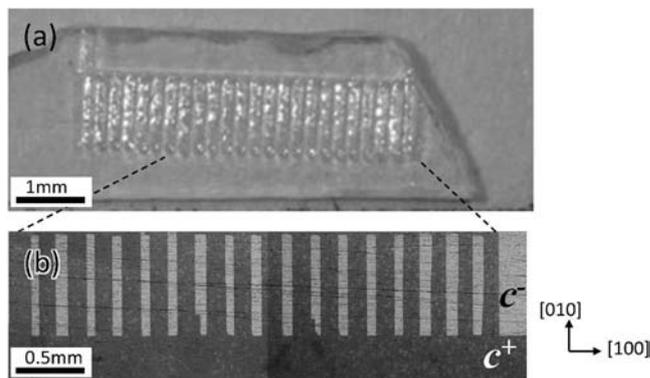


図4 四ホウ酸リチウムの周期双晶. (a) 実体顕微鏡像. (b) 研磨およびエッチングした後の反射顕微鏡像.

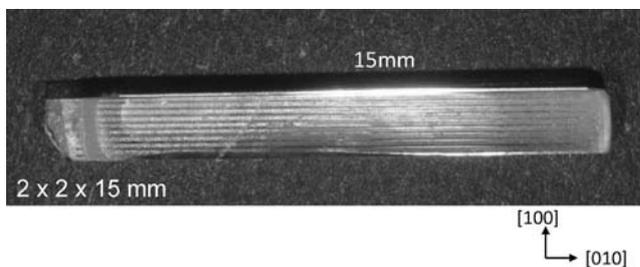


図5 種子結晶から成長させた周期双晶.

る。第二次高調波発生させる際には双晶界面に垂直にレーザー光を入射するので、板状結晶では入射レーザー光の径を大きくすることができない。そこで、板状の周期双晶を種子結晶として用いてマイクロ引き下げ法により一方向成長させ、バルク周期双晶を作製した。図4に示す周期双晶中には(100)周期双晶が形成されており、[010]方向へ一方向成長させると(100)双晶界面が形成される。結果として、成長した結晶中には種子結晶と同じ間隔の周期双晶が形成される。図4の板状周期双晶を種子結晶として用いて、径 3 mm 長さ 15 mm のバルク周期結晶を成長させ、波長変換素子として用いるために図5のように表面を研磨した。この幅が 2 mm のバルク結晶中には 100 μm 間隔の周期双晶が形成されている。成長する結晶の大きさは結晶成長装置に依存し、坩堝やノズルのサイズを大きくすることで、より大きな周期双晶の成長が可能と考えられる。

6. 第二次高調波発生

四ホウ酸リチウムの屈折率の波長分散⁽¹¹⁾より、擬似位相整合させるために必要な反転周期を算出することができる。波長 1064 nm のレーザー光を入射して波長 532 nm へ波長変換する場合、20 μm 間隔の周期双晶が必要であるが、100 μm 間隔の周期双晶は 5 次の擬似位相整合構造として機能すると考えられる。そこで図6の光学系により第二次高調波発生させた。光源には Q スイッチ Nd : YAG レーザー(波長



社会が求める材料の創製を目指して

東北大学大学院工学研究科 知能デバイス材料学専攻
ナノ材料物性学講座
極限材料物性学分野(小池研究室)

私たちの研究室は、東北大学青葉山キャンパスを拠点とする工学研究科マテリアル・開発系内の知能デバイス材料学専攻に属しており、学部レベルでは、材料科学総合学科に所属しています。研究室は、私、小池淳一、須藤祐司准教授、安藤大輔助教、ホアン・チー・ハイ助教および菅野秘書の5名の教員・スタッフと共に、博士課程5名、修士課程9名、学部6名の計20名の学生が在籍しています。

研究の方針としては、社会から求められていること、これから求められるであろうことに材料学の観点から解を示し、得られた成果が使われることを目指した研究を行うことを心がけています。材料はあらゆる製品の始まりであり、材料が変われば全てが変わる。このような信念のもとに、材料の革新によるブレークスルーを目指しています。また、学生一人ひとりが異なるテーマを担う研究体制を敷いていますので、各自が研究の必要性和目標を良く理解し、責任を持って自分の研究を遂行しています。実家のおじいちゃん、おばあちゃんに「何をやっているの?」「何の役に立つの?」と問われて明確な説明ができることも重要です。

私たちの研究室では、「金属材料学」や「固体物理学」といった学問分野を基盤として、最先端の評価・解析技術を駆使することによって、新しい機能や優れた特性を発現する材料の開発を行っています。さらに、開発された材料がデバイスやシステムとして実際に使われるためには最終製品に至る工程中や使用環境下において高い信頼性を有することが必要となります。これらの要求を実現するために、国内外の企業などと連携しながら、使われることを目標とした基礎研究を行なっています。現在、推進している研究テーマには、例えば以下のようなものがあります。

- スクリーン印刷用 Cu ペーストを配線とする太陽電池の開発
- 先端 LSI 多層配線における拡散バリア層の開発
- 半導体超微細配線への Cu リフロー埋め込み法の開発
- 化合物半導体の低接触抵抗を有する電極材料の開発
- 不揮発性相変化メモリ素子用新規相変化材料の開発
- マグネシウム合金の変形機構の解明および新規合金の開発
- 低摩擦性・低摩擦耗性に優れたコーティング材料の開発

対象とする最終製品の用途はそれぞれ異なりますが、最初の4項目は先端電子デバイスにおける配線材料の開発に関するテーマです。共通する主目標は、配線抵抗の低減、界面接触抵抗の低減、配線/基板間の密着性・濡れ性の改善であり、材料開発と工程の最適化を行って目標達成を目指しています。ここでは界面反応挙動、反応機構の解明が必須となり、電気的・機械的特性評価に加えて、FIB、TEM、SIMS、XPS などを用いた組織観察や組成分析、結合状態の分析を行います。いずれのテーマも我々が提案し主体的にリードしながら国内外の著名企業や研究機関との共同開発体制で実施しています。5番目の相変化メモリ素子用の材料開発に関しては、従来の相変化材料($\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$)より飛躍的に優れた熱的安定性を有する新規相変化材料(GeCu_2Te_3)を開発し、国内・海外研究機関との共同研究に発展しています。現在は、さらなる高性能化を目指して材料探索を行っています。また、素子の微細化に伴って界面接触抵抗が性能を左右する主要因子になることが判明し、ここでも界面に注目した研究を重点的に実施しています。マグネシウム合金では変形双晶の役割を中心とした研究を行ってききましたが、最近になって Sc 添加合金で、二相チタン合金のように自由自在な組織制御ができることを見出し、構造材料としてだけでなく生体材料への応用も検討しています。コーティング材料においては現状の材料特性を凌駕する新材料を開発し、共同研究先企業において実用化に向けた開発が行われています。

これらのテーマの中で材料の形態に着目すると Cu ペーストが異彩を放っていると思われるかもしれません。これは、大震災をきっかけに、何かしなければ、という気持ちに駆られて新たに開始したテーマです。目標はエネルギー問題の解決と震災復興です。太陽電池の普及拡大を図るためには、性能改善と低コスト化が必要です。全太陽電池の8割を占める結晶系 Si 太陽電池の材料コスト内訳をみると、約1/4が配線を形成するための Ag ペーストが占めています。この部分を安価な Cu に転換することは誰もが思いつくことです。しかし、Cu と Si の相互拡散を防止し、オーミック導電性を付与し、密着強度も保障するという複合的課題があり、Cu ペーストを配線とした太陽電池は実現していませんでした。我々の研究室では、これらの課題を全て解決できる界面層を見出し、現状の商用太陽電池に匹敵する性能と信頼性を得ることができました。この唯一無二の研究成果を直接的に社会に還元するために、2013年に大学発ベンチャー「(株)マテリアル・コンセプト」を起業しました。Cu ペーストを端緒として、大学発イノベーション創出のプラットフォームを構築しようと日々奮闘しています。研究室の見学はいつでも歓迎しておりますので、興味がありましたらぜひ我々の研究室を覗いてみてください。(文責：小池淳一，須藤祐司)

(2015年9月2日受理) [doi:10.2320/materia.54.637]

(連絡先：〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉 6-6-11)



The 12th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM 2015)

国立研究開発法人物質・
材料研究機構 主幹研究員 森田孝治



写真1 メインホールでの参加者全員での集合写真。

第12回先進材料の超塑性に関する国際会議(ICSAM2015)が、2015年9月7日から11日までの5日間の日程で、東京大学・伊藤国際学術研究センターで開催された。本国際会議は、1982年にサンディエゴで第1回目の会議が開催されて以降、3年毎に定期的に開催されており、超塑性に関しては最も大きい歴史ある国際会議である。

今回の東京での開催は、1991年の大阪開催に次いで、日本で2回目の開催となる。今回の会議には、23か国から総数178名の参加があり、直近の参加者が約100名程度であったことを考えると、近年になく大規模な会議となったことは、会議主催者一同、関係各位のご尽力および出席者に対し心から感謝の意を表したい。参加者の内訳は、日本国内から最も多く63名、次いでロシア42名、中国13名と続き、上位3国で全体の7割程度を占め、これに独・仏・英等のEU諸国から31名、韓国、シンガポールなどのアジア諸国から5名、その他6名となり、国内開催の会議としては国外からの参加者が全体の6割以上を占めた。また、海外からの参加者が多くにかかわらず、oralで1件のキャンセルも無く予定通り運営出来たことは、特筆すべき点である。

発表は、大学、研究機関に加え、素材・加工メーカー等の各分野から基礎的内容、超塑性に不可欠な細粒化技術、塑性加工技術に関する内容から、その応用に関する多岐のテーマに亘った。会議では、Mechanism, Application, Forming, Severe Plastic Deformation & Ultra Fine Grain (SPD & UFG), Mg, Al, Ti-Alloys & Ceramics等のセッションを設定し、その中で5件の基調講演、16件の招待講演、44件の一般公演に加え、53件のポスター発表が行われた。

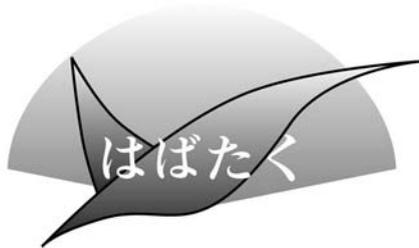
初日の基調講演では、Sanders博士(米)とBlandin博士(仏)の2名の講師による「応用技術」と「基礎メカニズム」をテーマにした講演が行われた。Sanders博士は、超塑性フォーミングと拡散接合、あるいは摩擦攪拌接合(Friction Stir Welding: FSW)を組合わせたアルミやチタン部材をボーイング社の航空機部材に利用した事例に関して、大変興味深い成果が紹介された。Blandin博士は、欧州における変形の基礎メカニズムについて最新の研究事例とその問題点に関する事例を紹介された。特に、試料表面に描いたグリッドの試験前後の形状変化から、超塑性変形に対する粒内と粒界ひずみの寄与率を評価した事例や、X線トモグラフィーを利用した変形中のダメージ形成のその場観察に関する成果が報告され、いずれも活発な議論が成された。翌日のValiev教授(露)の基調講演では、強加工(SPD)法を種々の材料に応用した超微細粒(UFG)材料の創製例とその超塑性変形特性に関して講演が行われた。後述のLangdon教授の講演でも紹

介されたが、ロシアで提案されたSPD法は、今では世界各国に広く普及し、ECAP(Equal Channel Angular Pressing), HPT(High Pressure Torsion), ARB(Accumulative Roll Bonding)等々、様々な手法が開発されており、超塑性に有利な微結晶化には有効な手法となっている。最終日には、吉田博士(NIMS)とLangdon教授(英)による基調講演が行われた。吉田博士の講演では、「セラミックス」に関し、その超塑性の進展から、理論計算を用いた超塑性の変形機構の解明、低温超塑性に加え、近年注目を集める変形に対する通電効果に関して幅広いトピックスに亘って概説された興味深い内容となっていた。また、会議最後のLangdon教授による基調講演では、教授ご自身のご経験を中心に、超塑性との出会いからその後の超塑性研究の進展、今では周知の事実となった伸び値とひずみ速度感受指数(m 値)との相関や変形機構との関係、またSPDで作製した超微細粒材料の変形機構に関する最新知見に亘って、絶妙な言い回しで分かり易く御紹介頂いた。特に、日本開催を意識され、これまでにご指導された日本人研究者との関わりもご紹介頂きながら、ご講演頂いた。

今回の国際会議は、伊藤教授(茨城大学)を大会委員長に、日本国内の関連研究者の集まりである超塑性研究会(会長:佐藤 ISAS/JAXA 教授)のメンバーに加え、関連技術に関係する国内研究者を実行委員に招集し、運営された。今回の会議に限らず、ICSAM 会議への日本人研究者の参加は例年非常に多く、日本の超塑性研究のポテンシャルの高さを再認識することができた。国際諮問委員会の議長も今回の会議で交代の時期となったが、佐藤議長の後任として、伊藤教授が次期議長に選出された。これ以前にも佐久間健人東大名誉教授が議長を務められており、このことも日本の超塑性研究のポテンシャルの高さを表していると言える。今後もこの状況を維持、更には一層発展させ、今後も世界のリードオフマンとなるべく、金属学会他各学協会で研究会を立ち上げ、また特定セッション等の討議も場を設けることで、この地位を維持していけるよう活動することが重要であると再認識された。

会議期間中に開催された国際実行委員会において、次回開催はロシアのKaibyshev教授(ベルゴロド州立大)を大会委員長に2018年にサンクトペテルブルクで開催されることが報告され、3年後の再会を約束し、閉会となった。

(2015年10月6日受理)[doi:10.2320/materia.54.638]
(連絡先: 〒305-0047 つくば市千現 1-2-1)



芯のある研究者を目指して

北海道大学助教；大学院工学研究院材料科学部門
徳永透子

私は、2015年6月に北海道大学大学院工学院材料科学専攻にて、博士(工学)の学位を取得し、同年7月より同大学大学院工学研究院材料科学部門・組織制御学研究室で助教として同部門松浦清隆教授研究室にて教育・研究活動に取り組んでいます。この度、本稿を執筆するというとても光栄な機会を頂きましたので、私自身のこれまでの研究生活を振り返るとともに、これからの抱負について述べさせていただきます。

私の所属する研究室では鉄鋼、非鉄金属、セラミックなど様々な材料を対象に新材料や新プロセスの開発、新機能開発などの研究を行っています。私は学部4年生の時にこの研究室への配属を希望して、示されたいくつかの卒論テーマの中からマグネシウム合金のアルミニウム被覆の研究を選びました。当時内容を深く理解しないままただ何となく面白そうだなという軽い理由から選んだこのテーマでしたが、その後その魅力にすっかりはまってしまい、6年後の今も続いて取り組んでいます。

通常、耐食性改善を目的とした被覆方法としては、めっきや陽極酸化処理などの化学的手法が多く用いられますが、工程や前処理が複雑なことや被覆層が薄いことがやや問題です。このため、厚くて頑丈な被覆をする方法としてクラッド法を考えましたが、表面の酸化被膜のためになかなかうまく接合しません。そこで、大きな塑性加工を与えて表面酸化膜を破壊しつつ接合する方法として熱間押出法にたどり着き、厚さ約300 μm のアルミニウム被覆層をマグネシウム合金基材表面に強固に接合することができました。

修士・博士課程では、この方法で作製したアルミニウム被覆マグネシウム合金厚板を薄板に加工して、その性質を調べました。中身はマグネシウム合金ながら被覆のために純アルミニウムと同じ耐食性を持っていたことは当然ですが、面白

いことに、この薄板を引張試験すると、アルミニウム被覆を健全に保ったまま約600%もの大きな伸びを示しました。一番始めにこの大きな伸びが得られた際には、針のように細くなって伸びた試験片を見てとても興奮したことを今でもよく覚えています。通常は40%程度の伸びしか示さない純アルミニウムがマグネシウム合金上では超塑性特性を示した、という事実は現在も私の研究のメインテーマの一部となっていて、接合界面近傍の変形挙動を理解するため、悶々としたりワクワクしたりしながら研究に取り組んでいます。

また、博士課程在学中にはポーランドのAGH科学技術大学(Akademia Górniczo-Hutnicza Im. Stanisława Staszica w Krakowie)に1年間ダブルディグリー留学してMaciej Pietrzyk教授のもとで有限要素法を用いた塑性変形の数値シミュレーションをする機会を得ました。滞在中には、アルミニウム被覆厚さを均一に制御するための条件を見つけるために、押出加工の数値シミュレーションと感度解析を行いました。数値シミュレーションにより、温度やラム速度などの押出条件を少しずつ変化させ、どの押出条件が被覆厚さの均一性に最も影響するかを感度という指標で定量的に示しました。研究を始めた当初は数値解析についてほとんど知らない状態で飛び込んだので、考え方や研究への取り組み方で戸惑うことが非常に多くありました。しかし、徐々にその違いが研究の新しい側面を見せてくれるということに気づき、楽しく充実した留学体験となりました。

このように、一つのテーマで実験と計算の両方を通して、塑性加工や組織制御、電気化学など様々な分野に取り組ませていただいたのですが、「私と言えばこれ」と自信をもって言える何かをまだ見つけることができていません。そんな中、多くの先生方から「何か自分の芯となる専門分野を見つけていきなさい」という言葉をいただきました。何を私の芯にすれば良いのだろう、と最初は焦っていましたが、結局目の前のことを地道にやるのが最も確かな近道なのだという考えに落ち着きました。私はしばしば目の前のことで一生懸命になってしまい、周りが見えなくなってしまっていますが、時々自分の立っている場所や遠くの目標を見つめ直して少しずつ前に進んでいけばいつか自分の芯となるものが必ず見えるようになると思っています。現在は毎日焦ってばかりですが、これからも邁進していきます。

最後に、卒論研究のスタート時から現在もお世話になっている松浦清隆教授、大野宗一准教授、およびこれまでの研究をご指導・サポートしていただいた北海道大学材料科学専攻とAGH科学技術大学金属工学科の皆さまに深く御礼申し上げます。

(2015年10月9日受理)[doi:10.2320/materia.54.639]

(連絡先：〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目)

本 会 記 事

会 告	2016年度会費納入のお願い	640	
	2016・2017年度の監事選挙中止のお知らせ	640	
	事務局：年末・年始休業のお知らせ	640	
	PRICM9 各種締切日変更のお知らせ	640	
	2016年春期(第158回)講演大会講演募集, 企業説明会への 学生参加の募集ならびに大会・懇親会参加募集	641	
	論文賞(第64回)候補論文推薦(自薦)のお願い	643	
	まてりあ賞(第6回)推薦(自薦)のお願い	643	
	学術貢献賞(第14回)候補者推薦のお願い	643	
	功労賞(第14回)候補者推薦のお願い	644	
	奨励賞(第26回)候補者推薦のお願い	644	
	村上奨励賞(第13回)候補者推薦のお願い	644	
	各種学術賞・奨励金等候補者推薦について	645	
	2016年秋期講演大会公募シンポジウムテーマ提案募集	645	
	2016・2017年度代議員候補者選挙投票のご依頼	648	
支部行事	646	次号予告	652
掲示板	646	材料系学協会情報コーナー	652
新入会員	648	行事カレンダー	653
会誌・欧文誌12号目次	651		

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

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

- ・会告原稿締切: 毎月1日, 翌月号掲載です。
- ・掲示板は, ホームページにも掲載しております。

- ・ご連絡先住所変更等の手続きは, 本会ホームページ [\[会員マイページ\]](#) からできます。
- ・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。

会 告 (ホームページもご参照下さい)

2016年度会費納入のお願い

2016年の会費納入時期となりました。いずれかの方法にてお申し込み願います。

- ◎自動払込制度: 事前に申し込まれている方は, ご登録の口座から引き落とし(2015年12月14日予定)になります。
- ◎郵便振込(手数料加入者負担): 本年11月に, 郵送でご案内いたしました「ゆうちょ銀行郵便振込み用紙」をご利用いただき「ゆうちょ銀行窓口」でお支払い願います。

会費・購読費のお支払い確認

ホームページ→入会・変更・会員制度 → 会員マイページ → (ID・パスワード入力)でお支払いと確認ができます。

*年会費のお支払いを郵便振込としている方は, ホームページの会員マイページ上でクレジットカードまたはコンビニ決済への切り替えが可能です。領収書も同時に発行できます。

問合先 会員サービス係 E-mail: member@jim.or.jp

2016・2017年度の監事選挙中止のお知らせ

2015年度事業に関する定時社員総会で選任されるその他の地区(東北地区在住以外の方)の, 本会監事選挙立候補者を求めましたが, 立候補がありませんでしたので, 2016・2017年度の監事候補者選挙を中止いたします。

本会定款第23条に基づき, 2016年4月開催予定の定時社員総会において選任いたします。

2016・2017年度の代議員候補者選挙投票のご依頼

この度, 正会員の皆様へ本会の2016・2017年度の代議員候補者選挙をご依頼する運びとなりました。詳細は本誌648頁にてご案内しております。投票の締切は, 12月31日です。皆様のご協力何卒宜しくお願い申し上げます。

事務局：年末・年始休業のお知らせ

事務局は下記日程で休業いたします。宜しくお願いします。

2015年12月29日(火)～2016年1月5日(火)



第9回環太平洋先端材料とプロセッシング国際会議(PRICM9)の各種締切日の変更のお知らせ

各種締切日は下記日程に変更となります。

- ・ Abstract Submission 2015年12月1日 → 2016年1月5日
- ・ Abstract Acceptance 2016年1月15日 → 2016年2月15日
- ・ Manuscript Submission 2016年4月1日 → 2016年5月2日
- ・ Advance Registration 2016年4月1日 → 2016年5月2日

2016年春期(第158回)講演大会講演募集

2016年春期講演大会を下記の通り開催いたします。

会 期：2016年3月23日(水)～3月25日(金)

会 場：東京理科大学葛飾キャンパス(〒125-8585 東京都葛飾区新宿6丁目3-1)

ただ今、下記の通り講演を募集しております。ご確認の上、お申込下さい。

講演申込と同時に大会参加の事前予約となります。期日までに参加費を納入下さい。

講演申込ホームページアドレス	http://www.jim.or.jp/convention/2016spring/	
講演申込および概要原稿提出期限(締切厳守！) 講演申込と講演概要提出は同時に行う。(同時に行わない場合は、講演申込として受理されない)		
講演種別	講演申込・大会参加事前予約期間	
公募シンポジウム	11月10日(火)13時～12月4日(金)17時	
一般講演	11月20日(金)13時～12月15日(火)17時	
共同セッション		
ポスターセッション		
講演についての問合せ先：公益社団法人日本金属学会 講演大会係 annualm@jim.or.jp 〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32		

これから入会して講演申込をされる方へ

会員認定：期限内に入会手続きを行い、年会費を納入下さい。

年会費納入期日までに会費の払込がない場合は、プログラムに掲載されていても、講演不許可の措置をとります。

インターネットで入会申込み下さい。入会申込確認後はID(会員番号)とパスワードが即日メール返信されます。

入会申込 URL	http://www.jim.or.jp/memberinfosys/member/	
講演種別	入会申込期限	年会費納入期限
公募シンポジウム	12月2日(水)	1月29日(金)
一般講演	12月11日(金)	
共同セッション		
ポスターセッション		
入会・会費の問合せ：会員サービス係 member@jim.or.jp		

○詳細は、まてりあ54巻11号(580頁)並びにホームページをご覧ください。

2016年春期講演大会における企業説明会への学生参加者の募集

2016年春期講演大会開催に合わせ、学生のキャリアサポートの一環として本会主催により、日本金属学会・日本鉄鋼協会講演大会併催の第2回企業説明会を開催します。本説明会は、学生にできるだけ多くの素材・材料関連企業に接してもらい、進路選択に役立ててもらおうというものです。講演大会に参加する学生を対象に募集しますので、奮ってご応募下さい。

開催日時 2016年3月22日(火)(春期講演大会の前日)12:00～17:00 *昼食(軽食)を無料で提供します。

開催場所 東京理科大学葛飾キャンパス(講義棟1階および図書館棟3階)(〒125-8585 東京都葛飾区新宿6-3-1)

主 催 公益社団法人日本金属学会

協 賛 東京理科大学学生支援部、一般社団法人日本鉄鋼協会

参加企業 素材、材料関連の企業45社

スケジュール 12:00～14:00 企業口頭説明(企業概要のプレゼンテーション)

14:00～17:00 企業ブース説明

応募資格 日本金属学会の春期講演大会の参加学生

応募方法 本会ホームページ上の2016年春期講演大会の参加申し込み画面から申し込む。

講演大会参加申込 URL <http://www.jim.or.jp/convention/2016spring/>

募集期間 2015年11月10日(火)～2016年2月19日(金)

～ 第2回企業説明会参加企業(45社) ～

45社(50音順)

愛知製鋼株式会社	アスモ株式会社	石福金属興業株式会社	臼井国際産業株式会社
株式会社荏原製作所	株式会社神戸製鋼所	山陽特殊製鋼株式会社	昭和電工株式会社
新日鐵住金株式会社	新明和工業株式会社	住友金属鉱山株式会社	住友電気工業株式会社
株式会社ソディック	大同特殊鋼株式会社	中越合金鋳工株式会社	中外炉工業株式会社
TDK株式会社	株式会社TYK	東洋鋼板株式会社	DOWAホールディングス株式会社
トビー工業株式会社	トヨタ自動車株式会社	長野計器株式会社	ナブテスコ株式会社
日亜化学工業株式会社	日新製鋼株式会社	日鐵住金建材株式会社	日鉄住金テクノロジー株式会社
日本ガイシ株式会社	日本軽金属株式会社	日本発条株式会社	日本冶金工業株式会社
パナソニック株式会社	日立金属株式会社	株式会社日立製作所	福田金属箔粉工業株式会社
株式会社フジクラ	富士電機株式会社	古河電気工業株式会社	三井金属鉱業株式会社
三菱アルミニウム株式会社	三菱マテリア株式会社	ヤマハ発動機株式会社	ヤンマー株式会社
株式会社UACJ			

2016年春期(第158回)講演大会ご案内ならびに参加申込みについて

会 期：2016年 3月23日(水)～3月25日(金)
 会 場：東京理科大学葛飾キャンパス(〒125-8585 東京都葛飾区新宿 6-3-1)
 懇親会：2016年 3月23日(水)18:00～20:00
 懇親会場：学生食堂 2階

大会参加予約申込締切：2016年 2月19日(金)

参加申込みは、すべてインターネット申込となります。詳細は、下記申込要領をご覧ください。

参加申込要領

インターネットによる事前の大会参加申込みおよび懇親会参加の申込み：〈登録期間〉11月10日(火)～2月19日(金)17:00

講演大会参加申込み URL <http://www.jim.or.jp/convention/2016spring/>

予約申込締切後、予約申込者へ大会参加証、概要集 DVD を送付します。懇親会参加申込をされた方には、懇親会参加券もあわせてお送りします。なお、領収書は、決済完了後に申込画面から各自印刷下さい(WEB画面：講演大会 MyPage よりダウンロード)。2月20日以降は当日申込となります。当日に参加をご希望の方は、会場受付にて直接お申込下さい。

◆大会参加費(講演概要集 DVD 代含む) ※年会費とは異なります。

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

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

* [学生員]：卒業予定変更等により会員種別に相違がある場合、事前に会員種別の変更手続きを行ってから、大会参加をお申込下さい。

◆懇親会費(消費税込み)

予約申込締切日	2月19日(金) (申込および入金期日)	
	予約申込 (インターネット申込・事前支払い)	当日申込 (懇親会会場受付・現金払いのみ)
一般	5,000円	7,000円
同伴者(ご夫人またはご主人)	3,000円	3,000円

・お支払後の取消は、準備の都合上ご返金いたしかねますのでご了承下さい。

◆支払方法

クレジットカードおよびコンビニ振込決済をご利用頂けますが、コンビニ決済の場合は、手数料をご負担願います。また、入金後のご返金は致しかねます。2月19日(金)の入金日をもって予約申込完了となります。

◆講演概要集 DVD のみ購入する場合

件名を「2016年春期講演大会講演概要集 DVD 購入申込」とし、①申込者氏名②会員資格(会員番号も併記)③申込数④住所をご記入の上、E-mail: ordering@jim.or.jp 宛にお申込み下さい。3月9日の発行後、請求書を添えて送付いたします。

会員価：本体3,810円+税 定価：本体10,000円+税 送料：360円

参加申込・問合せ先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

(公社)日本金属学会 ☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312 E-mail: annualm@jim.or.jp

各賞推薦(自薦)のお願い

第64回論文賞候補論文推薦(自薦)のお願い

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

*論文賞推薦書(様式)にチェックリストを設け、推薦者に論文賞候補論文の要件をチェックいただくことになりました。

◎第64回論文賞の対象論文

- 日本金属学会誌：第79巻 1～12号(2015年)掲載分
- Materials Transactions: Vol. 56 No. 1～12(2015年)掲載分

注：次の要件をすべて満たした原著論文を対象といたします。

- (1) 日本金属学会誌掲載論文は、「学術論文」又は「技術論文」のカテゴリーに属する論文であること。
Materials Transactions 掲載論文は、「Regular Article」又は「Technical Article」のカテゴリーに属する論文であること。
- (2) Materials Transactions に英文発表後1年以内に日本金属学会誌に掲載された論文若しくは日本金属学会誌に掲載後1年以内に Materials Transactions に掲載された論文ではないこと。
- (3) コピーライトが本会に帰属されていること(本会に著作権を委譲している論文)。
- (4) 推薦数の要件
 - ① 推薦者は、同じ論文を複数の部門に推薦することはできない。
 - ② 1名の推薦者がこの賞に推薦できる論文数は、一部門につき1論文である。

◎推薦書の記入要項

1. 論文題名 2. 著者名 3. 掲載・巻・号・頁
4. 対象部門(物性、組織、力学特性、材料化学、材料プロセス、工業材料の中から選択) 掲載された部門で選考されます
5. 推薦理由(300～400字)
6. 推薦者名(勤務先・連絡先 TEL・E-mail も記入下さい)

推薦締切：2016年2月19日(金)

送付・照会先 下記 URL の推薦書フォームにご入力いただきご推薦下さい。送付後3日過ぎても受理メールが無い場合はお問い合わせ下さい。

推薦書フォーム <http://data.jim.or.jp/jim/shou/>
〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32
(公社)日本金属学会 論文賞係
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
E-mail: editjt@jim.or.jp



第6回までりあ賞推薦(自薦)のお願い

会報編集委員会では毎年、会報「までりあ」に論文または記事を掲載し、金属及びその周辺材料の学術及び科学技術の振興に顕著な貢献をしたと思われる方に授賞をする「までりあ賞」を設けております。

会報「までりあ」に掲載された記事(過去3ヵ年)の中から、授賞候補論文および記事を「会報編集委員」または「著者ご本人」あるいは「一般会員(正員3名以上の連名)」から推薦してもらい選考の上、授賞いたします。下記推薦要領により、皆様からの積極的なご推薦をお願いいたします。

■第6回「までりあ賞」推薦要領

- (1) **までりあ論文賞** 2編以内
日本金属学会会報「までりあ」に掲載した論文で、学術または科学技術上優秀で且つ金属およびその周辺材料に係る分野の進歩発展に顕著な貢献をした論文に対し授賞する。
- (2) **までりあ啓発・教育賞** 2編以内
日本金属学会会報「までりあ」に掲載した記事で、までりあ記事の特徴を活かし、金属およびその周辺材料に係る啓発や教育に顕著な貢献をした記事に対し授賞する。

授賞対象記事 2013年～2015年掲載済記事(受賞済記事は除く：受賞済記事はホームページに掲載します。)

- 記事種別 (1) **までりあ論文賞**：解説、最近の研究、技術資料、集録、新進気鋭、特集記事、物性・技術データ最前線、プロジェクト報告
(2) **までりあ啓発・教育賞**：講義ノート、入門講座、プロムナード、実学講座、材料教育、材料科学のハイオニアたち

授賞 2016年秋期講演大会(大阪大学)にて。

推薦資格 「会報編集委員」または「著者ご本人」あるいは「正員3名以上の連名」

推薦方法 ①種別②タイトル③著者名④掲載巻号頁⑤推薦理由(300～400字)⑥推薦者名をオンラインで入力する。ホームページ：までりあより入力する。または、郵送・FAX、E-mail で送信する。

推薦締切 2016年2月19日(金)

URL <http://data.jim.or.jp/jim/materiashou/ronbun.html>
<http://data.jim.or.jp/jim/materiashou/kyoiku.html>

申込問合先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

(公社)日本金属学会 会報編集委員会係

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

E-mail: materia@jim.or.jp

第14回学術貢献賞候補者推薦のお願い

本会では地域振興の観点から各地域に根ざした技術の進歩発達に貢献した個人あるいは組織を対象とした「学術貢献賞」を設けております。第14回の授賞式は、2016年秋期講演大会(大阪大学)の9月21日に行い、また会期中に受賞記念講演をお願いしております。多数の優秀な候補者を推薦いただくため、広く会員からの推薦をもとめております。下記要領により積極的にご推薦下さい。

*推薦書(様式)に候補者の要件をチェックする項目欄を設け、推薦者に確認いただくことになりました。

■推薦要領

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

受賞人数 各支部1名、但し関東支部と関西支部は1~3名程度
受賞者の方には、秋期講演大会の折に受賞記念講演をお願いしております。

推薦資格 本会支部長、代議員または3名以上の正員連名による推薦

推薦書記入方法 ①所定の推薦書様式に合わせてご推薦願います。
②最終学歴は卒業年次および学校名(学部名)を記入、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて記入して下さい。
③業績の概要と推薦理由は1,000字程度で記入して下さい。

推薦手続き 下記メール宛に「第14回学術貢献賞推薦」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。(所定様式はホームページからダウンロードして下さい。)

推薦締切 2016年2月19日(金)

申込問合先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32
(公社)日本金属学会 各種賞係
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
E-mail: gaffair@jim.or.jp

第14回功労賞候補者推薦のお願い

本会では45歳以上の研究・技術分野に功績があった方を対象として、日本金属学会賞に次ぐ賞として「日本金属学会功労賞」を設けております。第14回の授賞式を2016年秋期講演大会(大阪大学)の折、9月21日に行います。多数の優秀な候補者を推薦いただくため、広く正員からの推薦(3名以上連名)をもとめております。下記要領により積極的にご推薦下さい。

*推薦書(様式)に候補者の要件をチェックする項目欄を設け、推薦者に確認いただくことになりました。

■推薦要領

候補者の対象 2016年5月31日時点で45歳以上、各組織における定年までの方

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

技術部門：金属学または金属工業に関する技術の進歩発展に功労があった方

受賞人数 学術部門2名 技術部門1名

推薦資格 本会代議員または3名以上の正員連名による推薦

推薦書記入方法 ①所定の推薦書様式に合わせてご推薦願います。
②最終学歴は卒業年次および学校名(学部名)を記入、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて記入して下さい。
③業績の概要と推薦理由は1,000字程度で記入して下さい。
④論文リストは特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、計15編以内を選び、論文題目、発表誌名、巻号頁、共著者を記載の上、A4版1~2頁で提出下さい。

推薦手続き 下記メール宛に「第14回功労賞推薦」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。(所定様式はホームページからダウンロードして下さい。)

推薦締切 2016年2月19日(金)

申込問合先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32
(公社)日本金属学会 各種賞係
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
E-mail: gaffair@jim.or.jp

第26回奨励賞の候補者推薦のお願い

本会では次世代を託する優れた若手研究者を顕彰するために1991年から「日本金属学会奨励賞」を設けており、第26回の授賞式を2016年の秋期講演大会(大阪大学)の折、9月21日に行います。

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

*推薦書(様式)に候補者の要件をチェックする項目欄を設け、推薦者に確認いただくことになりました。

■推薦要領

候補者の対象 2016年5月31日時点で33歳以下の方、金属・材料工学ならびに関連分野で卓越した業績を挙げつつある研究者。工業技術部門は企業の研究者または技術者を対象とします。

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

推薦資格 本会代議員、分科会委員または3名以上の正員連名による推薦

推薦書記入方法 ①所定の推薦書様式に合わせてご推薦願います。
②最終学歴は卒業年次および学校名(学部名)を記入、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて記入して下さい。
③研究部門は物性、組織、力学特性、材料化学、材料プロセッシング、工業材料、工業技術部門の7部門となっております。どの部門に推薦されるか記入して下さい。(分野別に選考いたします)
④業績の概要と推薦理由は1,000字程度で記入して下さい。
工業技術部門は企業人としての実績(特許・社内表彰等)も記入下さい。

⑤論文リストは特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、計15編以内を選び、論文題目、発表誌名、巻号頁、共著者を記載の上、A4版1~2頁で提出下さい。

推薦手続き 下記メール宛に「第26回奨励賞推薦」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。(所定様式はホームページからダウンロードして下さい。)

推薦締切 2016年2月19日(金)

申込問合先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32
(公社)日本金属学会 各種賞係
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
E-mail: gaffair@jim.or.jp

第13回村上奨励賞候補者推薦のお願い

本会では公益財団法人村上記念会からのご寄付を基に金属工学の分野で卓越した業績を挙げつつある若手研究者を奨励するため「日本金属学会村上奨励賞」を設けており、第13回の授賞式を2016年の秋期講演大会(大阪大学)の折、9月21日に行います。多数の優秀な候補者を積極的にご推薦下さい。

*推薦書(様式)に候補者の要件をチェックする項目欄を設け、推薦者に確認いただくことになりました。

■推薦要領

候補者の対象 金属工学の分野で卓越した業績を挙げつつある、2016年5月31日時点で40歳以下の若手研究者。

推薦資格 本会代議員，分科会委員または3名以上の正員連名による推薦

受賞人数 若干名

推薦書記入方法 ①推薦書様式に合わせてご推薦願います。
②最終学歴は卒業年次および学校名(学部名)を記入，また，大学院修了者は修了年次と大学名も併せて記入して下さい。
③推薦理由は1,000字程度で記入して下さい。
④論文リストは特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し，計15編以内を選び，論文題目，発表誌名，巻号頁，共著者を記載の上，A4版1～2頁で提出下さい。

推薦手続き 所定の様式に必要事項を記入の上，下記メール宛に「第13回村上奨励賞推薦」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。(所定様式はホームページからダウンロードして下さい。)

推薦締切日 2016年2月19日(金)

申込・問合先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32
(公社)日本金属学会 各種賞係
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
E-mail: gaffair@jim.or.jp

各種学術賞・奨励金等候補者推薦について

1. 山田科学振興財団研究援助(本会締切 1月31日)
2. 報公賞(本会締切 1月31日)

本会では積極的に候補者の推薦にあっております。会員各位にはこれら学術賞，奨励金等の候補者として適当と思われる方を本会へ推薦または自薦して下さい。

○会員がこれらの賞および奨励金の候補者を推薦または自薦しようとするときは「○○賞に推薦，または自薦」と明記の上，資料を添えて本会事務局までも申し出て下さい。

1. 山田科学振興財団研究援助

1件あたり100～500万円，総額4000万円，援助総件数は10件程度
対 象：自然科学の基礎的研究

2. 報公賞 賞金 500万円

工学の進歩に著しく貢献する成果を挙げた研究1件を対象とする(多年にわたる研究成果の総合であるよりむしろ独創性の発揮と進歩への貢献度の見地から顕著な業績と認められる研究。したがって原則として他の著名な記念賞の受賞経験者でない新鋭中堅の研究者に重点を置く(60才未満の方)。

従来本会へ推薦を依頼してきている主なもの(4～6月締切分)

名 称	昨年の締切期日	照 会 先
山田科学振興財団研究援助	3月31日	大阪市生野区巽西1-8-1 山田科学振興財団 http://www.yamadazaidan.jp/
報公賞	4月30日	東京都中央区銀座4-5-46 (銀座4丁目ビル)服部報公会 http://www.hattori-hokokai.or.jp/



2016年秋期講演大会公募シンポジウムテーマ提案募集

提案期限：2016年2月22日(月) 期日厳守

会員の研究活動一層の活性化を図ることを目的として，春秋講演大会において会員からの提案テーマによるシンポジウム講演を実施いたしており，活況を呈しております。明年の秋期講演大会の公募シンポジウムテーマを募集いたします。次の要領をご参照の上，活発な討論が期待できる有益なテーマを積極的にご提案下さい。(提案様式はホームページよりダウンロードして下さい。)

【募集対象の大会】 2016年秋期講演大会(大阪大学豊中キャンパス)

【実施要領】

- ・境界領域を取り込むもの，最新の情報を含むもの，適時な討論展開ができるもの。
- ・一般会員，若手・中堅研究者の，斬新なアイディアによる提案を期待する。
- ・これまでの金属学会になかったテーマを歓迎する。一つのシンポジウムの講演件数は10件以上であることを目安とする。
- ・採択したテーマは，公募シンポジウムとして，講演申込を募集会告する。

テーマ責任者：採択された場合，提案者(企画責任者)はテーマ責任者として，積極的に講演募集を行い，また講演プログラムを編成する。シンポジウムの企画に積極的な方々が将来，分科会・講演大会などで主導的に活躍されることを期待する。

①企画責任者は会員であること。

テーマ責任者名称：企画責任者(シンポジウム chair)，
テーマ責任者(シンポジウム co-chair)

②テーマ責任者は複数テーマを兼務しないこと。

③テーマ責任者は，講演大会委員会で，提案書の説明を行っていただく。(代理者可)

講演の種類：基調講演と応募講演

提案書の内容：①テーマ，②テーマ英語名，③趣旨，④基調講演の予定題目と講演者，⑤推定講演数，⑥提案者所属・役職/氏名，⑦通信先住所・TEL・FAX，E-mail

提案書送付先：下記宛てE-mailで送付して下さい。2,3日過ぎても受理返信通知のない場合はご連絡下さい。

テーマの選定：講演大会委員会で選定し結果は提案者に通知します。
採択テーマの告知と講演募集：「まてりあ」5号2016年秋期大会講演募集会告ならびに本会ホームページで行う。

講演申込締切日：2016年6月6日(月)予定

講演プログラム：テーマ責任者がプログラム編成し，講演大会委員会へ提出する。

講演時間：応募講演：15～25分

(+討論時間5～10分=合計20～35分)

基調講演：30分(+討論時間10分=合計40分)

講演概要原稿分量：A4判1ページ(応募講演，基調講演とも)

[参考]2015年秋期講演大会における公募テーマ

S1	ナノ構造情報のフロンティア開拓-材料科学の新展開
S2	金属間化合物材料の新たな可能性
S3	水素エネルギー材料-VI
S4	機能性ホイスラー合金研究の最先端
S5	キンク変形ダイナミクス

問合・照会先 E-mail: stevent@jim.or.jp

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

(公社)日本金属学会講演大会委員会宛

東北支部

日本金属学会東北支部講演会

[共催] 日本鉄鋼協会東北支部, 山形大学理学部

日時 2015年12月7日(月)14:40~17:20
 場所 山形大学理学部 S401大講義室(山形市小白川町 1-4-12)
 テーマ 金属と化学の協奏イノベーション: 機能材料最新研究トピックス

プログラム

開会の挨拶 金属学会東北支部長 貝沼亮介
 講演 座長 山形大理 白杵 毅

講演 1(14:45~15:30)

単分散金属酸化物ナノ粒子の形態制御液相精密合成法の開拓と多元ハイブリッド材料創製への展開

東北大多研 准教授 蟹江澄志

講演 2(15:30~16:15)

金属酸化物クラスターが誘起する自己組織化膜の構造変化細胞膜への活性探索

山形大理 教授 並河英紀

—休憩—

講演 3(16:30~17:15)

再生可能エネルギーの大量導入を支えるエネルギー貯蔵・利用技術

産総研 福島再生可能エネ研 難波哲哉
 水素キャリアチーム主任研究員

閉会の挨拶

山形大理 玉手英利

連絡先 山形大学理学部物質生命化学科 白杵 毅

☎ 023-628-4582 FAX 023-628-4591

E-mail: usuki@sci.kj.yamagata-u.ac.jp

中国四国支部

第32回「若手フォーラム」

日時 2015年12月15日(火)10:40~15:50
 場所 岡山理科大学・50周年記念館 4階 多目的ホール
 (〒700-0005 岡山市北区理大町 1-1)

http://www.ous.ac.jp/access.php

プログラム ホームページ: 支部行事 → 中国四国支部 をご覧下さい。

参加費 無料

聴講申込 事前連絡不要, 直接会場にお越し下さい。

問合せ先 広島工業大学工学部機械システム工学科 日野 実

☎ 082-921-4454 E-mail: hino@me.it-hiroshima.ac.jp



掲示板

〈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; 15,000円+税

• ホームページのみ掲載; 10,000円+税

〈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

◇産総研イノベーションスクール
 H28年度スクール生(ポスドク)募集◇

産総研では、ポスドクとして雇用した若手博士人材が、産総研独自のカリキュラムである「講義・演習」, 「所内研究ユニットでの研究」, 「企業インターンシップ」を受ける「イノベーションスクール」を開校しています。専門分野についての高度な知見を有しつつ、より広い視野を持ち、異なる分野の専門家とのコミュニケーション能力や協調性を獲得して、産業界をはじめとした社会の幅広い分野で活躍することを目指した事業です。過去のスクール修了生は、複合的問題を解決する能力等を獲得し、企業等で即戦力として活躍しています。詳しくは下記 Web サイトをご覧ください。

https://unit.aist.go.jp/inn-s/ci/employment/index.html

募集人数 産総研特別研究員 20名程度を予定

応募資格 民間企業等への正規就業の意欲を持つ方

—イノベーションスクールの趣旨を理解し、新たなキャリアパスを見通すために、産総研における講義・演習、企業インターンシップ等のカリキュラムに積極的に取り組む方

—博士の学位を有する方、または取得見込みの方

—雇用開始日において、博士号取得後7年以内の方

—産総研特別研究員としての雇用歴が4年未満の方

—研究開発業務の遂行に支障のない健康な方

—他と二重雇用とならない方

—外国籍の方の場合は、日本語での講義、演習に支障がない程度に日本語ができる方

—2016年4月1日に着任できる方(応相談)

雇用期間 1年間(2016年4月1日~2017年3月31日)

選考方法 書類選考および面接試験

提出書類 11月末にイノベーションスクールホームページの採用 Web サイトにて告知予定。

※証明書以外は、特定の書式があります。必ず、本イノベーションスクール Web サイトからダウンロードして下さい。https://unit.aist.go.jp/inn-s/ci/employment/index.html

募集期間 2016年1月15日(金)必着

宛先 school-saiyou-ml@aist.go.jp

【提出書類一式をメール添付でお送り下さい】

公募説明会 2015年12月18日と2016年1月7日に公募説明会を行います。開催時間・場所等については、決定次第、イノベーションスクールホームページにてお知らせいたします。http://unit.aist.go.jp/inn-s/ci/index.html

問合せ先 産総研イノベーションスクール事務局

〒305-8560 つくば市梅園 1-1-1 中央第1

つくば本部 情報技術共同研究棟 9階

☎ 029-849-1600 E-mail: school-saiyou-ml@aist.go.jp

http://unit.aist.go.jp/inn-s/ci/index.html

※提出していただいた書類は、漏洩することのないよう厳重に管理し、採用審査および採用後の指導やスクール運営の用途に限り使用します。

◇レアメタル研究会◇

■主 催：レアメタル研究会 (2015.11.2日現在)

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
 協 賛：(一社)軽金属学会, (一社)資源・素材学会,
 (一社)新金属協会, (公社)日本化学会,
 (公社)日本金属学会, (一社)日本チタン協会,
 (一社)日本鉄鋼協会 (五十音順)

■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 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：

岡部研 レアメタル研究会事務担当 宮寄智子
 E-mail: okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp

■第69回 2016年1月8日(金)

★貴金属シンポジウム(第3回)+新年会★(合同開催)

特別・合同シンポジウム(第3回貴金属シンポ)：

貴金属の製錬・リサイクル技術の最前線

・講演会 13:30-19:00

・ポスター発表 兼 交流会 19:00-

■主 催：東京大学生産技術研究所 非鉄金属資源循環工学寄付研究部門(JX 金属寄付ユニット), 東京大学生産技術研究所 サステイナブル材料国際研究センター, レアメタル研究会(第69回レアメタル研究会)

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

協 力：(一財)生産技術研究奨励会(特別研究会 RC-40)

■開催場所：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 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)

■会費：資料代 3,000円 (企業会員・学生等は無料)

■参加登録・お問合わせ・ポスター発表の申込み：宮寄智子(上記)

■プログラム【敬称略】

13:30-13:40 開会の挨拶

東京大学 生産技術研究所 JX 金属寄付ユニット 特任教授 前田正史

13:40-14:10 貴金属リサイクルを取り巻く環境について

松田産業株式会社 生産統括本部 技術開発部 萱沼義弘

14:10-14:40 都市鉱山からの貴金属リサイクル(仮)

田中貴金属工業株式会社 化学・回収事業部 市川工場

製造技術セクション 製品開発グループ マネージャー 藤田光晴

14:40-15:20 環境調和型リサイクルプロセスの実現に向けた貴金属の物理濃縮技術の開発(仮)

東京大学 生産技術研究所 助教 谷ノ内勇樹

(15:20-15:40 休憩)

15:40-16:10 貴金属回収プロセスでの Se, Te の回収について

住友金属鉱山株式会社 東予工場 精金課 課長 松原 諭

16:10-16:50 貴金属精製工程における Te 回収について

JX 日鉱日石金属株式会社 日立事業所

HMC 製造部製造第2課 課長 田尻和徳

16:50-17:30 白金族金属液相抽出技術の新展開 ～イオン液体の基本設計と新抽出法～

東北大学 多元物質科学研究所 教授・所長 村松淳司

(17:30-17:50 休憩)

17:50-18:50 ポスター発表者によるショートプレゼン(希望者)

18:50-19:00 閉会の挨拶

東京大学 生産技術研究所

サステイナブル材料国際研究センター センター長

岡部 徹

19:00- ポスター発表 兼 交流会(An棟1階 カボ ペリカーノ)

■第70回 2016年3月11日(金)(平成27年度 第5回) 15:00~

An棟 2F コンベンションホール

テーマ：非鉄金属, 海洋資源開発

時 間：午後3時~

講 演：

・非鉄金属材料の現状と課題と将来展望(仮)(60分)
 ~ユニークな技術により, 地球に新たなマテリアルを創造し, 循環型社会に貢献~

三菱マテリアル株式会社 常務取締役 飯田 修 講師

・レアメタルに関する最近の話題(仮)(45分)

東京大学 生産技術研究所 教授 岡部 徹 講師

・海洋資源開発の夢とロマン(仮)(60分)

~海賊として山賊に大なる夢を語る~

東京大学 名誉教授

九州工業大学社会ロボット具現化センター長, 特別教授

海上技術安全研究所水中工学センター長 浦 環 講師

午後6:30~ 研究交流会・意見交換会 (An棟 2F ホワイエ)

レアメタル研究会ホームページ

http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40_j.html

★備考：関連研究会

<米国版レアメタル研究会(RMW)のご案内>

■RMW11 Workshop on Reactive Metal Processing (Reactive Metal Workshop) February 19 (Fri) -20 (Sat), 2016, Cambridge, MIT

Reactive Metal Workshop の HP

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

福井大学 機械工学専攻(融体加工学分野)教員公募

募集人員 講師又は助教 1名

応募締切 2016年1月5日(火)

問合せ先 福井大学大学院工学研究科機械工学専攻 竹下晋正

☎ 0776-27-8530, E-mail: takesita@u-fukui.ac.jp

国立研究開発法人 新エネルギー・
 産業技術総合開発機構(NEDO) 助成事業
 「戦略的省エネルギー技術革新プログラム」
 提案者募集のお知らせ

「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. 平成28年度第1回公募は2月頃に実施する予定です.

対 象 者 原則として, 日本国内に研究開発拠点を有している企業, 大学等の法人(要件あり)

公募期間 2016年2月頃(予定)

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

問合せ先 国立研究開発法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構

「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

2016・2017年度代議員候補者選挙投票のご依頼

投票締切日 2015年12月31日(当日消印有効)

正員各位

2016・2017年度の代議員選挙立候補を求めたところ、右頁の立候補がありましたので、関係する規程に基づき代議員の選挙を行います。

本会ホームページの「情報公開」の「主要規程」に公開してある「代議員選挙規程」を予めご承知の上、ご投票下さいませよう宜しくお願いいたします。

2015年12月1日
公益社団法人 日本金属学会
会長 福富 洋志

投票に際しての注意事項

- (1) 次の投票は全て無効になります。
 - 全ての地区について投票していないもの。
 - 地区別の選挙定数に過不足がある投票。
 - 当該地区の立候補者以外の候補者を記載したもの。
 - 所定の用紙を使用していないもの(コピーなど)。
 - 期日までに投票しなかったもの。
- (2) 投票用紙(右頁)の候補者名または番号を○で囲み、はさみ込みの投票用封筒にて送付下さい。
- (3) 投票は無記名です。投票用紙に記名しないで下さい。
- (4) 投票用封筒は本紙に綴じ込んであるものを使用の上、封筒の裏面に氏名・住所をご記入下さい。この封筒にこの選挙の投票用紙以外のものを同封しないで下さい。



(2015年9月12日～2015年10月22日)

正員

加藤 智紹 ナブテスコ株式会社	森 誉延 金属技研株式会社	寺西 正俊 パナソニック株式会社
中山 昇 信州大学	重森 景介 日立金属株式会社	
山名 幹也 山陽特殊製鋼株式会社	石川 祥久 日本プレーテック株式会社	

学生員

新里 恵多 琉球大学	嶽 明憲 長岡技術科学大学
河野 翔也 九州工業大学	森田 眞弘 東京医科歯科大学

外国一般会員

YING Yuanlan CNPIEC Shanghai Company

外国学生会員

KOZIN Muhammad 九州大学
Mofidi Tabatabaei Hamed 国士舘大学

公益社団法人日本金属学会 2016・2017年度代議員候補者選挙投票用紙
投票締切日：2015年12月31日(当日消印有効)

投票に際しての注意事項

- (1) 次の投票は全て無効となります。
 - 全ての地区に投票していないもの。
 - 地区別の選挙定員数に過不足がある投票。
 - 当該地区の立候補者以外の候補者を記載した投票用紙。
 - 所定の用紙を使用していないもの(コピーなど)。
 - 消印有効日までに投票しなかった投票用紙。
- (2) 投票用紙の候補者名または番号に○を付け、投票用封筒にて送付下さい。
- (3) 投票用紙は無記名です。
- (4) 投票用封筒は本紙に綴じ込んであるものを使用の上、封筒の裏面に氏名・住所を記名して下さい。
この封筒には、選挙の投票用紙以外のものを同封しないで下さい。

2015年度正員(会費納入者)のみ投票できます。

* 全ての地区について、地区の選挙定員数通りに、候補者または番号を○で囲んで下さい。(敬称略：受付順)

北海道地区	東海地区
(1名に○をつける)	(4名に○をつける)
1 平井伸治 室蘭工業大学大学院もの創造系領域先進マテリアル工学ユニット教授	1 小山敏幸 名古屋大学大学院工学研究科教授 2 高橋裕 三重大学大学院工学研究科教授 3 西野洋一 名古屋工業大学大学院工学研究科教授 4 浜谷秀樹 新日鐵住金株名古屋技術研究部部長
東北地区	北陸信越地区
(4名に○をつける)	(2名に○をつける)
1 貝沼亮介 東北大学工学研究科教授 2 高梨弘毅 東北大学金属材料研究所所長・教授 3 福山博之 東北大学多元物質科学研究所教授 4 山口勉功 岩手大学大学院工学研究科教授	1 榊和彦 信州大学工学部教授 2 佐藤一則 長岡技術科学大学工学部教授
関東地区	関西地区
(14名に○をつける)	(7名に○をつける)
1 石黒孝 東京理科大学基礎工学部教授 2 遠藤裕寿 日立金属㈱電線材料研究所主任技師 3 王昆 日本冶金工業㈱技術研究部執行役員技術研究部長 4 岡本和孝 ㈱日立製作所研究開発グループ部長 5 北菌幸一 首都大学東京システムデザイン学部教授 6 篠嶋妥 茨城大学工学部教授 7 須佐匡裕 東京工業大学大学院理工学研究科教授 8 瀬戸一洋 JFE スチール㈱スチール研究所副所長(常務執行役員) 9 土谷浩一 物質・材料研究機構元素戦略材料センターセンター長 10 堤祐介 東京医科歯科大学生体材料工学研究所准教授 11 原卓也 新日鐵住金株名津技術研究部部長 12 廣澤涉一 横浜国立大学大学院工学研究院教授 13 松崎健嗣 三井金属鉱業㈱機能材料事業本部主任研究員 14 山口周 東京大学大学院工学系研究科教授	1 渥美寿雄 近畿大学理工学部教授 2 乾晴行 京都大学大学院工学研究科教授 3 垣辻篤 大阪府立産業技術総合研究所経営企画室総括研究員 4 河野(宮田)佳織 新日鐵住金株先端技術研究所部長 5 田中敏宏 大阪大学大学院工学研究科教授 6 三浦永理 兵庫県立大学大学院工学研究科准教授 7 山名幹也 山陽特殊製鋼㈱粉末事業部参与粉末事業部長 8 木村晃彦 京都大学エネルギー理工学研究科教授・副所長
	中国四国地区
	(2名に○をつける)
	1 竹元嘉利 岡山大学大学院自然科学研究科准教授 2 陳中春 鳥取大学大学院工学研究科教授
	九州地区
	(3名に○をつける)
	1 中島英治 九州大学大学院総合理工学研究院教授 2 堀田善治 九州大学大学院工学研究院主幹教授 3 松村晶 九州大学大学院工学研究院教授

役職等は届出書に基づいて記載しています。

日本金属学会誌掲載論文

Vol. 79, No. 12 (2015)

論文

表裏面で直交する加熱線のレーザーフォーミングによる
ねじれ曲面成形における加熱順序の影響

秋山哲也 北村貴典 柿内博彦 羽田亮平 後藤 晃

Mg/Cu 超積層体における微細構造の遷移と水素吸蔵
メカニズム

田中孝治 竹下博之 辛 昊 車谷考介
清林 哲 竹市信彦 宮村 弘 菊池潮美

準安定 β 型チタン合金 Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al の機
械的性質に及ぼす遷移相および転位から核生成した α
相の効果

阪本辰顕 滝上和希 桧垣侑里 小林千悟 仲井清眞

高 Mn オーステナイト合金における引張特性に及ぼ
す Si の効果: 変形誘起 ε マルテンサイト変態に関連
して

小山元道 澤口孝宏 津崎兼彰

溶体化処理および液体急冷した Cu-15Ni-8Sn 合金の
スピノーダル分解に及ぼす初期組織の影響

近藤慎一郎 柘崎昭憲 小川兼人 森村隆夫 中島弘道

特異な構造に起因する Fe_2Al_5 と $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$ の低格子熱伝
導率と熱電材料としての可能性

飛田一樹 佐藤直大 北原功一 高際良樹 木村 薫

銅・還元剤コンポジットによる長寿命電気接点

三宅敏広

Half-Heusler 型 ($\text{Zr}_x, \text{Nb}_{1-x}$) ($\text{Ni}_y, \text{Co}_{1-y}$) Sn 合金の
固溶挙動と熱電特性

吉岡健太郎 Chai Yaw Wang 木村好里

Materials Transactions 掲載論文

Vol. 56, No. 12 (2015)

—Review—

Potential Prospective Application of Zr-Based
Bulk Metallic Glasses in Dental Implant

Gui-ying Liu, Fang Wang, You-ya Cao and Yu Sun

Review on Thermo-Mechanical Fatigue Behavior
of Nickel-Base Superalloys

Peng Zhang, Qiang Zhu, Gang Chen and Chuanjie Wang

—Regular Articles—

Materials Physics

Retaining the $\langle 001 \rangle$ Orientation from Initial
Columnar Grains and Magnetostriction in Binary
Fe-Ga Alloy Sheets

Jiheng Li, Chao Yuan,
Wenlan Zhang, Xiaoqian Bao, Jie Zhu and Xuexu Gao

The Decomposition Formula of $\langle 001 \rangle$ Symmetrical
Tilt Grain Boundaries

Kazutoshi Inoue, Mitsuhiko Saito, Zhongchang Wang,
Motoko Kotani and Yuichi Ikuhara

Tribological Performance of Various Types of
Biodiesel

De-Xing Peng

Microstructure of Materials

Effect of Precipitation of Impurities during
Annealing on the Rate of Recovery and
Recrystallization in 1050 Aluminum Hot-Rolled
Sheets

Hideo Yoshida and Yoshimasa Ookubo

Relevance of Primary γ' Dissolution and Abnormal
Grain Growth in UDIMET 720LI

Jiayu Chen,
Panda Zhang, Jianxin Dong, Maicang Zhang and Zhihao Yao

Mechanics of Materials

An *In Situ* Three-Point Bending Study on Pre-
Notch 7075 Aluminium Alloy with Acoustic
Emission

Pengliang Hou, Zunqiang Fan, Lin Zhang,
Jianping Li, Haishuang Fu, Lei Han and Hongwei Zhao

Hot Tensile Deformation and Fracture Behavior of
a Nitrogen Alloyed Ultralow Carbon Austenitic
Stainless Steel

Xiaoya Yang, An He, Shilei Li,
Hailong Zhang and Xitao Wang

Dynamic Strain Aging Behavior of Alloy 600 in a
High Temperature Coolant Environment

Jiunn-Yuan Huang, Yu-Ting Huang, Chien-Pu Tu,
Ge-Ping Yu, Jia-Hong Huang, Wen-Feng Lu and
Kun-Chao Tsai

Materials Chemistry

Correlation between Bound Water and Stability of
Anodic Oxide Film on Aluminum

Takumi Haruna, Takao Ikeda, Masato Miyazaki,
Akio Nishimoto and Youhei Hirohata

Influence of PMSA-Based Polymer on the Settling
Velocity of CNT in Aqueous Media

Naoyuki Nishimura, Shin-ichi Takeda, Takashi Teranishi,
Hidetaka Hayashi, Naoto Saito and Akira Kishimoto

Materials Processing

Relationship between Fatigue Limit and Defect
Size in Spheroidal Graphite Cast Iron with
Different Graphite Spheroidization Ratios and
Microstructures

Naoto Shiraki, Takuya Watanabe
and Toshitake Kanno

Molten Metal Surface Pattern and Its Generating
Mechanism in Gray Cast Iron

Toshitake Kanno, Yuki Iwami, Taiji Fukuo, Natsuki Miyai,
Hideo Nakae and Yuichi Hiramoto

Synthesis of Thermoelectric Mg_2Si by Reactive
Sintering Utilizing Directly Applied Current
Sintering

Mikio Ito and Kenta Kawahara

Engineering Materials and Their Applications

Improvement of Electric Field Induced
Compressive Electrostriction of Polyurethane
Composites Film Homogeneously Dispersed with
Carbon Nanoparticles

Masae Kanda, Kaori Yuse, Benoit Guiffard,
Laurent Lebrun, Yoshitake Nishi and Daniel Guyomar

Lower Protrusion of a Copper-Nickel Alloy in a Through-Silicon via and Its Numerical Simulation

Hoon Sun Jung, Young-Joo Jang, Sung-Hoon Choa and Jae Pil Jung

Effects of Heat Treatment on the Morphology of Long-Period Stacking Ordered Phase and the Corresponding Damping Capacities of Mg-Cu-Mn-Zn-Y Alloys

Dezhao Qin, Jingfeng Wang, Ruopeng Lu, Yongliang Chen, She Ma and Fusheng Pan

Environment

Effect of HF and HNO₃ Concentration on Etching Rate of Each Component in Waste Crystalline Silicon Solar Cells

Kei Takami, Masatoshi Kobashi, Yuki Shiraga, Md.Azhar Uddin, Yoshiei Kato and Shengji Wu

The Application of a Natural Zeolite for Acid Mine Drainage Purification

Radmila Markovic, Vojka Gardic, Ljubisa Obradovic, Stefan Djordjievski, Zoran Stevanovic, Jasmina Stevanovic and Milica Gvozdenovic

Express Regular Articles

Effect of Alternating Magnetic Field on the Microstructure and Solute Distribution of Cu-14Fe Composites

Jin Zou, De-Ping Lu, Ke-Ming Liu, Zhe Zhou, Qing-Feng Fu and Qi-Jie Zhai

Effect of Quenching Rates on Microstructure and Impact Ductile of X12CrMoWVNbN10-1-1 Steel

X. G. Tao, L. Z. Han and J. F. Gu

Effects of Curvature on the Flow Characteristics and Particle Behavior in the Flame Spray Process

Dae Yun Kim, Jae Bin Lee, Chan Ho Jeong, Soon Suk Park, Jung-Yeul Jung, Hae-Jin Choi, Jung Hee Lee and Seong Hyuk Lee

Corrosion Behavior of Alloy 600 Coupled with Electrodeposited Magnetite in Simulated Secondary Water of PWRs

Soon-Hyeok Jeon, Geun-Dong Song and Do Haeng Hur

Rapid Publications

Thermally Activated Deformation of Gum Metal: A Strong Evidence for the Peierls Mechanism of Deformation

Yasushi Kamimura, Satoru Katakura, Keiichi Edagawa, Shin Takeuchi, Shigeru Kuramoto and Tadahiko Furuta

The Corrosion Behavior of an Ag43Cu37Zn20 Alloy in the Natural Seawaters

Stevan P. Dimitrijevic, Mirjana Rajcic-Vujasinovic, Željko Kamberovic, Silvana B. Dimitrijevic, Vesna Grekulovic, Biserka Trumic and Aleksandra Ivanovic

Express Rapid Publications

A New Hole-Filling Technique onto Thin Aluminum Alloy Sheets Using a Rotational Consumable Tool

Takeshi Nakajima and Akinori Sato

Application of a Chamfered Slab to Reduce Risk of Edge Straight Crack on Hot Rolled Strip Surface

Peng Hu, Hui Zhang and Minglin Wang

Announcement

まてりあ 第55巻 第1号 予告

[ブロムナード] デバイス応用をめざした新材料・新物性の研究の取り組み方 浅井彰二郎
[最近の研究] STEM 電子回折法による非晶質物質の局所構造解析 平田秋彦 陳 明偉

[新 進 気 鋭] 新規な多ホウ化物熱電材料の探索 丸山恵史
[新技術・新製品] 3編
—他—

編集の都合により変更になる場合がございます。

〈2015年まてりあ総目次掲載について〉

★「まてりあ」の今年の総目次は、ホームページに掲載致します。

“材料系学協会情報コーナー”

〈溶射 52巻4号(2015年10月)〉

研究論文 コールドスプレー模擬単粒子衝突試験装置の開発と粒子付着挙動の評価/伊藤 潔洋, 市川裕士, 小川和洋
解 説 溶射管理士資格認定試験 問題と解説(第3回)

〈軽金属 第65巻12号 予定〉

研究論文 難燃性マグネシウム合金のすえ込み加工性に及ぼす铸造組織及び加工条件の影響/伊藤友美・柳原 理・野田雅史・森 久史
6061アルミニウム合金の自然時効およびその後の人工時効に及ぼす高速衝撃圧縮の影響/小椋 智・堀川敬太郎・木谷祐貴・三原麻未・金 聖寧・小林郁夫・里 達雄・小林秀敏
最終講義 塑性加工の教育・研究40年/石川孝司
アルミニウム技術史 展伸用アルミニウム合金とその熱処理(その1)/櫻井健夫

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
12月				
1～2	第5回フラクトグラフィ講習会(埼玉大)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimuj@jsms.jp http://www.jsms.jp/	
1～3	2015年真空・表面科学合同講演会 第35回表面科学学術講演会・第56回真空に関する連合講演会(つくば)	日本表面科学会, 日本真空学会	taikai15@sss.org http://www.sssj.org ofc-vs@vacuum-jp.org http://www.vacuum-jp.org/	
2	第20回資源循環型ものづくりシンポジウム(名古屋)	第20回資源循環型ものづくりシンポジウム実行委員会	TEL 052-736-5680 ims@nipc.or.jp	
2～4	第42回炭素材料学会年会(関西大)	炭素材料学会	FAX 03-3368-2827 tanso-desk@bunken.co.jp	講演 8.17
2～4	EcoDesign 2015国際会議(9th International Symposium on Environmentally Conscious Design and Inverse Manufacturing)(東京)	エコデザイン学会 連合他・高橋(東大)	TEL 03-5841-6499 ecodesign2015_secretariat@ecodenet.com	
3	第316回塑性加工シンポジウム「金型耐久性を向上させる表面処理技術と素材開発の現状と未来」(京都工芸繊維大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 70名
3～4	平成27年度磁性流体連合講演会(浜松)	磁性流体研究連絡会・本澤(静岡大)	TEL 053-478-1058 motozawa.masaaki@shizuoka.ac.jp	講演 10.2
3～4	第48回安全工学研究発表会(新潟)	安全工学会	TEL 03-6206-2840 jsse-2004@nifty.com	
3～4	第23回新粉末冶金入門講座(京都産業大)	粉体粉末冶金協会	TEL 075-721-3650 inoue@jspm.or.jp	11.20
3～4	電気加工学会全国大会(2015)(徳島)	電気加工学会・溝渕(徳島大)	TEL 088-656-9741 a-mizobuchi@tokushima-u.ac.jp http://www.jseme.or.jp/	
4	第52回 X線材料強度に関する討論会「企業における非破壊検査の現状と課題および放射光を利用した非破壊材料評価技術の現状と課題」(岡山)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 http://x-ray.jsms.jp/	
5	日本金属学会：第14回日本金属学会東北支部研究発表大会(弘前大)(10号532頁)	東北支部・佐藤(弘前大)	jim2015@hirosaki-u.ac.jp FAX 020-4666-8008	11.13
5	平成27年度総会・連合講演会(富山大)(11号589頁)	北陸信越支部・松田(富山大)	TEL 076-445-6839 matsuda@eng.u-toyama.ac.jp http://www3.u-toyama.ac.jp/jim_isij/index.html	懇親会参加 11.26
7	日本金属学会東北支部講演会(山形大)(本号646頁)	東北支部	TEL 023-628-4582 FAX 023-628-4591 usuki@sci.kj.yamagata-u.ac.jp	
10	第2回初心者にもわかる信頼性工学入門セミナー(大阪)	日本材料学会	http://sinrai.jsms.jp/	
10～11	日常的な分析業務における JIS 並びに ISO 規格の利用―表面分析実用化セミナー'15―(大阪)	表面分析研究会・永富(旭化成)	nagatomi.td@om.asahi-kasei.co.jp http://www.sasj.jp/jpn-index.html	定員 50名
10～11	第53回高温強度シンポジウム(七尾)	日本材料学会	FAX 075-761-5325 http://www.jsms.jp/	
10～11	2015年度「先進コース」<振動・騒音>講習会(福岡)	日本マリンエンジニアリング学会	TEL 03-3539-5920 staff@jime.jp http://www.jime.jp	
10～12	走査型プローブ顕微鏡(29) & ICSPM23(北海道)	応用物理学会・小田	TEL 03-5802-0863 oda@jsap.or.jp http://dora.bk.tsukuba.ac.jp/event/ICSPM23/	定員 120名
11	平成27年度材料セミナー「入門講座：鉄鋼材料の組織と力学特性」(阪大)(11号590頁)	関西支部	TEL 06-6443-5326 FAX 06-6443-5310 n-kansai@ostec.or.jp	定員 45名
14	第97回シンポジウム「アルミニウム溶解炉における複合酸化物の異常生成」(東京)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	定員 90名
14	第205回研究会「将来の磁気デバイスを担う新しいナノ磁気構造とスピン操作の可能性～カイラル磁性とスピンオービトロニクスが拓く新現象～」(中央大)	日本磁気学会	TEL 03-5281-0106 http://www.magnetics.jp/event/research/topical_205/	
16	第47回エンジニアリングセラミックスセミナー「(第三回)半導体製造装置用材料として期待されているセラミックス」(東工大)	日本セラミックス協会他	TEL 03-3362-5231 http://www.ceramic.or.jp/bkouon/index_j.html	定員 100名
17～18	日本金属学会・日本鉄鋼協会 両北海道支部合同冬季講演大会(北大)(11号588頁)	北海道支部・國貞(北大)	TEL 011-706-6765 jim_hokkaido@eng.hokudai.ac.jp	
18～20	TWENTY-FOURTH International Symposium on PROCESSING AND FABRICATION OF ADVANCED MATERIALS [PFAM XXIV] (12.18-20) (Osaka university)	Kansai University・Prof. Ikeda (Kansai Univ.)	http://pfam24.jp/	
19	平成27年度 高専女子フォーラム in 東北(仙台)	国立高等専門学校他	TEL 022-391-5537 gakumu@sendai-nct.ac.jp http://www.kosen-k.go.jp/kosengirl/jyoshi-forum/	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催・担当	問合せ先	締切
19	2015年度計算力学技術者(CAE技術者)の資格認定「1・2級」試験・講習会(東京)	日本機械学会・石澤	TEL 03-5360-3506 caenintei@jsme.or.jp http://www.jsme.or.jp/cee/cmrintei.htm	
23	平成27年度 高専女子フォーラム in 関西(明石)	国立高等専門学校機構他	TEL 078-946-6017 soumu.jim@akashi.ac.jp http://www.kosen-k.go.jp/kosengirl/jyoshi-forum/	
1月(2016年)				
7~8	第54回 セラミックス基礎科学討論会(佐賀)	日本セラミックス協会 基礎科学部会・渡(佐賀大)	TEL 0952-28-8683 jimukyoku-54@ce.saga-u.ac.jp http://kiso54.chem.saga-u.ac.jp/	
8	第69回レアメタル研究会「貴金属の製錬・リサイクル技術の最前線」(東大生産技研)(本号647頁)	レアメタル研究会・宮崎(東大生産技研岡部研)	FAX 03-5452-6314 okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40_j.html	
14~15	第37回安全工学セミナー開催(東京)	安全工学会	TEL 03-6206-2840 jsse-2004@nifty.com http://www.jsse.or.jp	
21~22	2015年度「先進コース」≪海洋環境規制の動向とその対応技術≫講習会(東京)	日本マリンエンジニアリング学会	TEL 03-3539-5920 staff@jime.jp http://www.jime.jp	
21~22	第44回ガスタービンセミナー(帝京大)	日本ガスタービン学会	gtsj-office@gtsj.org	
22~23	第21回電子デバイス界面テクノロジー研究会—材料・プロセス・デバイス特性の物理—(三島)	応用物理学会 薄膜・表面物理分科会・武田(奈良先端大)	FAX 0743-72-6029 sakura@ms.naist.jp http://home.hiroshima-u.ac.jp/oxide/	定員 200名
23	第21回高専シンポジウム in 香川(丸亀)	高専シンポジウム協議会, 香川高等専門学校	TEL 0875-83-8506 esyomu@t.kagawa-nct.ac.jp http://www2.es.kagawa-nct.ac.jp/sympo21/	
25~26	第144回塑性加工工学講座「圧延加工の基礎と応用」(東京電機大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 80名
28	第56回海水環境構造物腐食防食研究会(大阪市)	日本海水学会海水環境構造物腐食防食研究会・中島	TEL 0465-47-3161 corrosion@swsj.org http://www.swsj.org/p11/kaisuikankyou/fl.html	定員 20名
2月				
1	第11回 SPring-8 金属材料評価研究会—溶接部等の最近の注目技術—(東京)	SPring-8 利用推進協議会研究開発委員会	TEL 0791-58-0924 kinzoku@spring8.or.jp http://www.spring8.or.jp/ext/ja/iuss/	1.18
2~3	Mate2016第22回「エレクトロニクスにおけるマイクロ接合・実装技術シンポジウム」(横浜)	スマートプロセス学会他	TEL 06-6878-5628 mate@sps-mste.jp http://sps-mste.jp/mate2016/src/	
15	KAST 教育講座「走査型プローブ顕微鏡の最新活用術」(川崎)	神奈川科学技術アカデミー	TEL 044-819-2033 takagi@newkast.or.jp	定員 20名
27	第40回日本顕微鏡学会関東支部講演会(帝京大)	日本顕微鏡学会関東支部・三石(NIMS)	TEL 029-863-5474 Mitsuiishi.Kazutaka@nims.go.jp	
3月				
3	第31回塗料・塗装研究発表会(東大生産研)	日本塗装技術協会	TEL 03-66228-1711 toso-jimukyoku@jcot.gr.jp	発表 10.16
11	第70回レアメタル研究会「非鉄金属, 海洋資源開発」(東大生産技研)(本号647頁)	レアメタル研究会・宮崎(東大生産技研岡部研)	FAX 03-5452-6314 okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40_j.html	
16~18	第7回日本複合材料会議(JCCM-7)(東京)	日本材料学会, 日本複合材料学会	TEL 075-761-5321 jimuj@jsms.jp http://www.jsms.jp	
21	平成27年度 高専女子フォーラム in 九州沖縄(北九州)	国立高等専門学校機構他	TEL 093-964-7200 s-soumu@kct.ac.jp http://www.kosen-k.go.jp/kosengirl/jyoshi-forum/	
22	日本金属学会第2回企業説明会(東京理科大葛飾キャンパス)(本号641頁)	日本金属学会・山村	TEL 022-223-3685 seegnl@jim.or.jp	2.19
23~25	日本金属学会春期講演大会(東京理科大学葛飾キャンパス)(11号580頁)	日本金属学会	annualm@jim.or.jp TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312	公募 12.4 一般・ポスター・共同 12.15 参加 2.19
5月				
11~13	第5回 最先端の顕微鏡と理論計算に関する国際シンポジウム(AMTC-5)(愛知)	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 k-yamamoto@jfcc.or.jp http://www.amtc5.com/	
20~22	平成28年度塑性加工春季講演会(京都工芸繊維大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催・担当	問合せ先	締切
6月				
5～10	Rare Earths 2016 in Sapporo, JAPAN(札幌)	日本希土類学会	TEL 06-6879-7352 kidorui@chem.eng.osaka-u.ac.jp http://www.kidorui.org/RE2016.top.html	
7月				
10～15	第5回溶融塩中のチタン製錬国際円卓会議(北大)	第5回溶融塩中のチタン製錬国際円卓会議実行委員会・山瀬	TEL 011-706-6339 yamase@eng.hokudai.ac.jp http://www.eng.hokudai.ac.jp/TiRT2016/index.html	
8月				
1～5	第9回環太平洋先端材料とプロセッシング国際会議(PRICM9)(京都)	日本金属学会・梶原	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 pricm_9@nta.co.jp http://web.apollon.nta.co.jp/PRICM9/	Abstract 12.1
7～12	第18回結晶成長国際会議(ICCGE-18)(名古屋)	日本学術会議他	TEL 070-5268-6664 secretariat@iccg18.jp http://www.iccg18.jp/	
9月				
5～9	第5回ICFSMA'16国際会議(強磁性形状記憶材料に関する国際会議)(仙台)	第5回ICFSMA'16国際会議組織委員会・大森(東北大)	TEL 022-795-7323 icfsma@material.tohoku.ac.jp http://www.material.tohoku.ac.jp/-icfsma/	事前予約 6.30
21～23	日本金属学会秋期講演大会(大阪大学豊中キャンパス)	日本金属学会	annualm@jim.or.jp TEL 022-223-3685	
11月				
1～4	The 11th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics (11th ISEM '16-Ho Chi Minh)(Vietnam)	日本実験力学会・小林(新潟大)	nmtam@hcmut.edu.vn TEL +84-8-38-647-256 ext. 5590 http://www.jsem.jp/	

◇事務局より◇

～ 本年は大変お世話になりました。来年もどうぞ宜しくお願い致します。～

◇ 事務局年末年始休業のお知らせ ◇

2015年12月29日(火)～2016年1月5日(火)



2015, 2016年度会報編集委員会 (五十音順, 敬称略)

委員長	御手洗容子						
副委員長	大塚 誠						
委員	赤瀬善太郎	浅野耕太	池田賢一	池田大亮	石本卓也	上田恭介	
	梅津理恵	大津直史	大野直子	大場洋次郎	大森俊洋	北村一浩	
	小泉雄一郎	齊藤敬高	佐藤和久	佐藤幸生	下島康嗣	下田一哉	
	杉浦夏子	芹澤 愛	千星 聡	染川英俊	高橋 淳	高林宏之	
	滝沢 聡	竹田 修	武田雅敏	田中真悟	田中秀明	田中康弘	
	多根正和	田村友幸	垂水竜一	堤 祐介	寺田大将	寺西 亮	
	戸高義一	中村貴宏	長谷川誠	畠山賢彦	藤枝 俊	府山伸行	
	堀内寿晃	堀部陽一	本間智之	松尾元彰	水本将之	宮岡裕樹	
	村石信二	森戸春彦	山下良之	山田高広	山室佐益	横田智之	
	湯蓋邦夫	吉矢真人	和田 武	渡辺博行			

まてりあ 第54巻 第12号 (2015) 定価(本体1,700円+税) ¥120円
年間機関購読料金52,400円(税・送料込)

発行所	公益社団法人日本金属学会	発行日	2015年12月1日
	〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32	発行人	山村英明
	TEL 022-223-3685	印刷所	小宮山印刷工業株式会社
	FAX 022-223-6312	発売所	丸善株式会社
	郵便振替口座 02210-2-5592		〒105-0022 東京都港区海岸 1-9-18

状態図・七話

西澤 泰二 著
A5判 104頁
2015年3月 2,592円(税込)
アグネ技術センター
ISBN: 978-4-901496-76-6
〒107-0062
東京都港区南青山5-1-25
TEL: 03-3409-5329
FAX: 03-3409-8237
URL: <http://www.agne.co.jp/books/>



黎明期の代表的な状態図から新しく解明された系、複合材料の開発で見直されている系まで、状態図がより深く理解できるエッセンスが綴られた味わい深い一冊である。Fe-C系仮想状態図、「2元系状態図・特選」など、ここに取り上げた七話は、長く状態図研究を牽引してきた著者ならではの視点光る。

鉄の事典

増本健 他 編
A5判 上製820頁
2014年12月 本体22,000円(税別)
発行所名: 朝倉書店
ISBN: 978-4-254-24020-7 C3550
〒162-8707
東京都新宿区新小川町6-29
TEL: 03-3260-7631
FAX: 03-3260-0180
URL: <http://www.asakura.co.jp/>



社会を支える基盤材料であり、人類との関わりも長く、産業革命以降は飛躍的にその利用が広まった“鉄”の文化史・性質・製造から利用まで全てがわかる事典。建築物・自動車・鉄道・生活用具など様々な分野での利用や鉄の将来に至るまでわかりやすくまとめた。読者の関心に応じて鉄に関して一通りのことがわかるよう3部構成で編集した。

特許英語辞典

弁理士 田中政浩 編
A5判 458頁
2010年 本体7,000円(税別)
発行所名: (株)講談社ビジネスパートナーズ
ISBN: 978-4-87601-923-6
〒112-0013
東京都文京区音羽1-17-14 音羽YKビル
TEL: 03-3941-1488
FAX: 03-3941-0819
URL: <http://www.kodansha-bp.co.jp/>



和英の部(見出語約2300語)と英和の部(単語約3000語)からなり、「特許出願」のような専門用語に加えて、「するようにする」などの一般用語約1400語が多数の例文で示され、特許英文や技術論文が容易に作成できるようになっている。

図解よくわかる「都市鉱山」開発

—レアメタルリサイクルが拓く資源大国への道—

原田幸明・醍醐市朗著
A5判・152頁
2011年 1,800円(税別)
日刊工業新聞社
ISBN: 978-4-526-06648-1
〒103-8548
東京都中央区日本橋小網町14-1
TEL: 03-5644-7410
FAX: 03-5644-7400
URL: <http://pub.nikkan.co.jp/>



都市で大量に廃棄される使用済み工業製品にはレアメタルなどの貴重な金属資源が多く含まれており、「都市鉱山」と呼ばれ貴重な資源として注目される。「都市鉱山」からのレアメタルのリサイクルの課題とビジネスとしての可能性を解説し、新しい資源大国への道を提示する。

Professional Engineer Library 化学

PEL編集委員会 監修 小林淳哉 編著
B5 328頁
2015年9月 2,800円(税別)
実教出版
ISBN: 978-4-407-33255-1
〒102-8377
東京都千代田区五番町5
TEL: 03-3238-7766
FAX: 03-3238-7770
URL: <http://www.jikkyo.co.jp/>



化学の基礎をポイントを押さえて平易に記述。高専の化学、大学専門基礎向けのテキスト。読みやすい紙面構成。各章頭に「予習」、各章末に「演習問題」を設け、詳解などを実教出版のWebサイトからダウンロードできる。エンジニア志向の学生に向けた、科学技術の実用例・応用例を盛り込んだ。

Professional Engineer Library 有機化学

PEL編集委員会 監修 梗間由幸 編著
B5 216頁
2015年5月 2,600円(税別)
実教出版
ISBN: 978-4-407-33247-6
〒102-8377
東京都千代田区五番町5
TEL: 03-3238-7766
FAX: 03-3238-7770
URL: <http://www.jikkyo.co.jp/>



有機化学の基礎をポイントを押さえて平易に記述。B5判の広い紙面に反応機構を多く掲載し、読みやすい紙面構成。各章頭に「予習」、各章末に「演習問題」を設け、詳解などを実教出版のWebサイトからダウンロードできる。エンジニア志向の学生に向けた、科学技術の実用例・応用例を盛り込んだ。

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

試験雰囲気ガス中の酸素濃度のコントロール・測定に!!

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

酸素分圧 & 雰囲気制御試験炉



NEW

管状炉付酸素分圧
コントローラー

SiOAF-200C

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

SiOC-200CB (循環型)

酸素分圧コントローラー

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



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

SiOS-200C (コンパクトタイプ)

高感度酸素センサー



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

走査型オージェ電子分光分析装置 Auger Electron Spectroscopy

PHI 710 *Scanning Auger Nanoprobe*



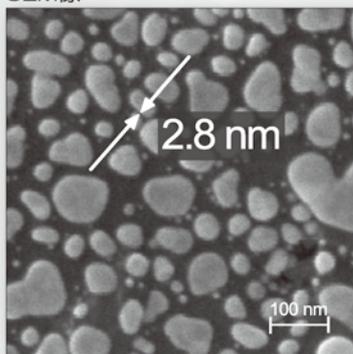
CMA 型 AES

- 高感度・高スループット分析
- 電流値 1 nA (オージェ分析可能) で AES 分解能 ≤ 8 nm
- 高エネルギー分解能測定 (CMA 使用)



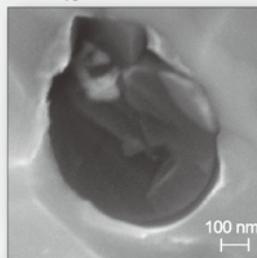
SEM 分解能 ≤ 3 nm, AES 分解能 ≤ 8 nm

SEM像

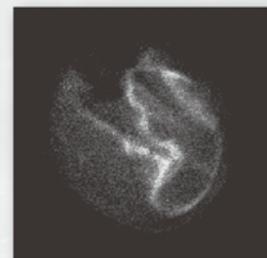


グラファイト上の金粒子における SEM分解能測定 (25 kV 0.2 nA)

SEM像



Sのオージェマップ



ダクタイル鋳鉄断面の粒界介在物の分析

アルバック・ファイ株式会社

本社・工場 〒253-8522 茅ヶ崎市田蔵370番地 TEL: 0467-85-4220 (国内営業部) FAX: 0467-85-4411
 大阪営業所 〒532-0003 大阪市淀川区宮原3-3-31 上村ニッセイビル5階 TEL: 06-6350-2670 FAX: 06-6350-2980

<https://www.ulvac-phi.com>