

Materia Japan

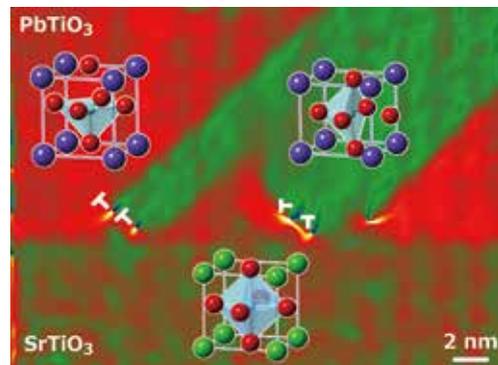
- 局所弾性場が強誘電体分域形成に及ぼす影響
- 新企画 先達からのお便り 花田修治 (東北大名誉教授)
- 春期講演大会プログラム (別冊付録)

まてりあ

Vol.57 MTERE2 57 (3) 97~138(2018)

2018

3



Retsch®

Solutions in Milling & Sieving

part of **VERDER**
scientific

粉碎につきものなのが発熱問題。Emaxなら空冷のための中断が必要がありません。

高エネルギーボールミル Emax



ナノ粉碎・メカニカルアロイングに

- 革新的な水冷方式により、温度制御可能
- 2000rpm の高速回転で、粉碎時間の短縮
- 高エネルギー粉碎による、メカノケミカルの促進

CARBOLITE® IGERO 30-3000°C

part of **VERDER**
scientific

酸素濃度は、ガスの排出口に設置されたセンサーにより常に、モニタリングすることが可能で、約 30 ppm に抑えることができます。

不活性ガス雰囲気チャンバー炉 GPCMA



AMS 2750E 対応 金属3D プリント製品の焼結に

- 250mm×250mm のビルドプレートが収まる
- 過熱面が作業者に向かない、安全なドア構造
- 全自動ガスコントロール

Retsch®

TECHNOLOGY
Solutions in Particle Sizing

part of **VERDER**
scientific

画像式粒度分布測定装置 CAMSIZER X2

- 乾式・湿式に対応
- カメラのレンズ交換等のハードウェア調整を行う必要なく、0.8μm~8mmの粒子を測定
- 広範囲にわたる、または二峰性の粒度分布を有する粒子も問題なく一度で測定
- 粒子形状測定(例:アスペクト比、真円度、表面凹凸度、透明度)
- 顕微鏡と同様の画像解析



ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社

本社: 〒160-0022 東京都新宿区新宿5-8-8

Tel: 03(5367)2651 Fax: 03(5367)2652

E-mail: info@verder-scientific.co.jp

大阪: 〒550-0013 大阪府大阪市西区新町4-19-3東洋ビル1F

Tel: 06(6534)0621 Fax: 06(6534)0622

VERDER

scientific

最近の研究	整合界面をもつ強誘電体薄膜のドメイン構造形成に及ぼす局所弾性場の影響 木口賢紀 舟窪 浩 今野豊彦97
<small>取差補正電子顕微鏡による歪みコントラスト・局所弾性場解析を利用して整合界面をもつ強誘電体薄膜のドメイン構造形成機構について紹介.</small>	
新進気鋭	走査電子顕微鏡による強磁性体材料の表面磁区構造観察 赤嶺大志106
	半極性面 AlGa _N 量子井戸を利用した高効率深紫外発光素子の提案 市川修平109
新技術・新製品	蟻の巣状腐食に対する耐食性に優れた銅管 “DANT®” の開発 河野浩三 鈴木 忍 金森康二 玉川博一 京 良彦 大谷良行114
	石炭運搬船用高耐食性鋼板の開発 池田博司 塩谷和彦 伊木 聡 山村直一 長谷和邦117
先達からのお便り	人生100年時代と研究者—シルバー研究のすすめ— 花田修治120
はばたく	形状記憶・耐疲労合金の研究を通じて 田崎 亘121
研究室紹介	九州大学大学院 工学研究院 材料工学部門 材料加工工学大講座 田中将己 土山聡宏123
学会・研究会だより	摩擦攪拌接合/プロセスに関する国際会議 FSWP2017 開催報告 木元慶久124
本会記事	会告125 次号予告132
	支部行事130 新入会員133
	掲示板130 追悼134
	会誌・欧文誌3号目次131 行事カレンダー136

まてりあ・会誌・欧文誌の投稿規定・投稿の手引・執筆要領, 入会申込書, 刊行案内はホームページをご参照下さい。

今月の表紙写真 刃状転位を伴った90°ドメインの底部の純粹せん断歪みマップ。(木口賢紀 舟窪 浩 今野豊彦: 本号102頁図10を改変)

表紙デザイン: 北野 玲
複写をご希望の方へ

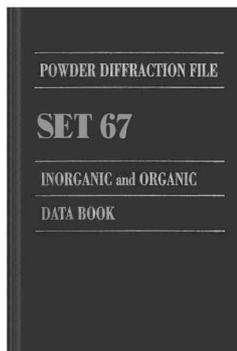
本会は、本誌掲載著作物の複写に関する権利を一般社団法人学術著作権協会に委託しております。本誌に掲載された著作物の複写をご希望の方は、(一社)学術著作権協会より許諾を受けて下さい。但し、企業等法人による社内利用目的の複写については、当該企業等法人が社団法人日本複写権センター((一社)学術著作権協会が社内利用目的の複写に関する権利を再委託している団体)と包括複写許諾契約を締結している場合にあつては、その必要はありません。(社外頒布目的の複写については、許諾が必要です。)

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

粉末回析データベース
PDF Book Form (Set67)

価格(税別) ¥155,000.- (データブック)各¥75,000.- (インデックスブック)
 (データブックとインデックスとのセット割引、教育機関向け割引等あり、要問い合わせ)

JCPDS-ICDDから毎年9月に発売されるデータブックとインデックスブックです。データブックには無機1,900/有機600の回折パターンが追加収録されます。インデックスには無機用のAlphabetical IndexとHanawalt Index、有機用のOrganic Indexの計3点があります。

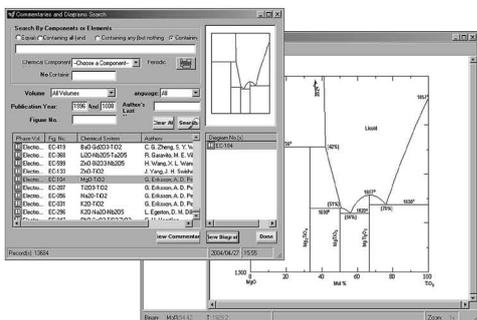


26,500件のセラミックス状態図データベース
ACerS-NIST
 Phase Equilibria Diagrams, Version 4.2

価格(税別) ¥160,000.- マルチユーザー ¥260,000.-

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

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



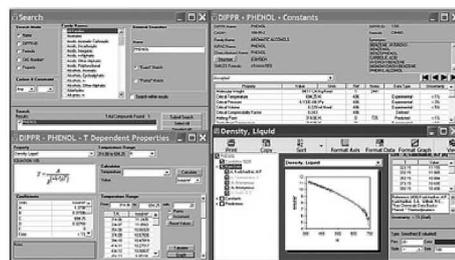
システムプラットフォーム: Windows XP/Vista/7

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

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

2,280化合物についての49種類の熱物性値(実測値)、複数の推算式、原文献データと15種類の温度依存物性には推算式の係数などのデータベースです。AIChE推奨のインターフェイスソフトウェア(DIADEM)付きのスタンドアロンシステムです。

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

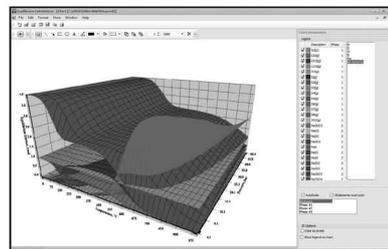


システムプラットフォーム: Windows Xp/Vista/7/8 (AIChE DIPPR Project 801)

化学反応/平衡計算ソフトウェア
HSC Chemistry for Windows, Ver.9.4

価格(税別) ¥650,000.-/¥280,000.- (一般/教育)

約28,000種についてのエンタルピー、エントロピー、熱容量のデータベースを基に化学反応の計算やGIBBSまたはSOLGASMIXのルーチンによる化学平衡を計算します。反応、熱平衡、分子量計算などの一般的なモジュールの他、電気化学セル平衡と相安定性、腐食の研究に使われるEh-pH(プールベ)状態図の作成などユニークなモジュールを持ち合わせています。計算結果のテーブルと状態図はクリップボードにコピーできます。SIM Flowsheetモジュールもあり、複数のユニットプロセスからなるプロセス全体のシミュレーションとモデリングができます。



システムプラットフォーム: Windows 7/8/10 (Outototec Research Oy. 製作)

株式会社 **デジタルデータマネジメント**

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

整合界面をもつ強誘電体薄膜の ドメイン構造形成に及ぼす局所弾性場の影響

木口賢紀* 舟窪 浩** 今野豊彦***

1. はじめに

強誘電体は、強磁性体、強弾性体と並んで“ferroic”と呼ばれる一種の構造秩序をもち、強磁性体における自発磁化を自発分極に置き換えたアナロジーとして理解される。外部電界を印加しなくても、空間反転対称性の破れた結晶構造を持つ物質は極性を持ち、圧電性や焦電性を示す。結晶学的には32個の点群のうちの10個が極性を有する。この中で、さらに外部電場により極性を再配向できる物質が強誘電体である⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。ペロブスカイト型強誘電体をはじめとする変位型強誘電体では、自発分極は原子変位に起因するので強弾性を伴う。したがって、強誘電性の分域(以下ドメインと呼ぶ)とその境界の構造および挙動は、結晶構造の対称性や弾性場の影響を強く受けることとなる。

強誘電体には、様々な結晶構造の化合物が報告されているが、現在代表的な強誘電体関連物質としてペロブスカイト型酸化物が挙げられる。1940年代に日本、米国、旧ソ連ではほぼ同時に発見されたBaTiO₃を筆頭に、1950年代に旧ソ連で発見されたPb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃を初めとする一連のリラクサー材料、我が国で発見された反強誘電体PbZrO₃など古くから研究されてきた物質であるにもかかわらず、ペロブスカイト型酸化物強誘電体物質は、今日でも物質合成、電気・機械特性、微細構造など多様な学術分野において興味が尽きない研究対象であり続けている⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。この中でも実用的な強誘電体材料の筆頭として、BaTiO₃やPb(Zr,Ti)O₃(PZT)が挙げられる。これらの材料は、セラミックス、単結晶、薄膜、ナノ粒子・ナノロッドなどマルチスケールな形態で、メモリ、キャパシタ、センサ、医療用診断装置、ソナー、自動車の燃料噴射やインクジェットプリンタなどのインジェクタ、圧電モータ、圧電トランスといった多様な電子デバイスや微

小電気機械システム(MEMS)に用いられている。RoHS指令により電子部品におけるPbなどの有害元素の使用が規制の対象とされたため、近年では(Bi_{1/2}K_{1/2})TiO₃(BKT)、(K,Na)NbO₃(KNN)やビスマス層状構造強誘電体と呼ばれるBi₄Ti₃O₁₂(BIT)、SrBi₂Ta₂O₉(SBT)などの非鉛系酸化物強誘電体材料の研究開発が注目されている⁽⁵⁾⁻⁽⁹⁾。しかしながら、Pb(Zr,Ti)O₃など鉛系の強誘電体の優れた誘電・圧電特性に匹敵する非鉛系材料は実用化にいたっておらず、圧電セラミックス中のPbは例外規定としてRoHS指令対象から除外されている。

ペロブスカイト型強誘電体における強誘電性の起源は、Ti⁴⁺イオンなどd軌道に電子を持たないBサイトイオンに由来する2次Jahn-Teller効果によって空間反転対称性が破れることにある⁽¹⁰⁾。特に、Pb系強誘電体では、さらに化学結合には寄与しないPb²⁺イオンの6s²孤立電子対による立体障害効果や、Pb6p-O2p軌道間の混成が加わって、軸比c/a=1.065という大きく歪んだ結晶構造が安定化される⁽¹¹⁾⁽¹²⁾。このように、PbTiO₃は化学結合の特異性に起因した巨大な原子変位を持つことから、強誘電体におけるドメイン構造、格子欠陥、界面の弾性場や弾性相互作用の研究対象としたモデル材料として興味深い特徴をもつと言える。

ペロブスカイト型構造は、単位胞レベルで見ると単純な結晶構造であるが、強誘電性は構造中の原子変位場(電気双極子)の協力現象であるため、この単位胞の集合体、すなわち組織としての理解と制御が不可欠である。言い換えれば、ドメイン構造、ドメイン境界、転位や積層欠陥などの格子欠陥や、ヘテロ界面、サイズ効果など微細組織の影響が強誘電性の発現に大きな影響を及ぼすこととなる。したがって、単結晶、多結晶、薄膜、ナノロッド、ナノ粒子など、試料形態や配向状態が微細組織を通じて自発分極の発現、ドメイン構造、スイッチング挙動に大きな影響を及ぼすのである。

* 東北大学金属材料研究所; 准教授(〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1)

** 東京工業大学物質理工学院 材料系; 教授 *** 東北大学金属材料研究所; 教授

Effect of Local Elastic Field on Domain Structure and Its Formation of Ferroelectric Thin Films with Coherent-Interface; Takanori Kiguchi*, Hiroshi Funakubo** and Toyohiko J. Konno***(*,***Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai. **School of Materials and Chemical Technology, Tokyo Institute of Technology, Yokohama)

Keywords: ferroelectrics, epitaxial thin films, PbTiO₃, 90° domain, dislocation, coherent interface, local strain field, electron microscopy
2017年12月25日[doi:10.2320/materia.57.97]

一方、基本的な物性を知るためには、その物質の単結晶を作製することが理想であるが、Pb系強誘電体の大型単結晶育成は困難であることが知られている。特に、 PbTiO_3 は、キュリー温度において1次の構造相転移を起こし、2%もの軸比変化が生じるため、単結晶は言うまでもなく、セラミックスのようなバルク多結晶においても、巨大な軸比変化に耐えきれず自発的に粉碎してしまう⁽¹⁾。この意味において、 PbTiO_3 や関連材料に関する研究にとってエピタキシャル薄膜は重要な意義を持つ⁽¹³⁾。この様な理由から、筆者らは、 PbTiO_3 薄膜の中でも最も代表的かつ結晶のクオリティーの高い薄膜が得られる $\text{PbTiO}_3/\text{SrTiO}_3$ エピタキシャル薄膜をモデル材料として選んだ。

薄膜は基板の上に結晶成長することで作製されるため、その結晶構造や微細組織は基板からの弾性的拘束を受ける。一般に、酸化物薄膜と基板の間の格子ミスマッチは数%と大きいので、ミスフィット転位を伴った半整合界面が形成されることが多い。このような界面・格子欠陥を介した弾性相互作用や、強誘電体が内包する反電場の影響によって、分極の優先的な配向が決まる。これらの因子がドメイン構造形成やその動的変化に影響を及ぼすこととなる⁽¹³⁾⁻⁽¹⁵⁾。特に、 PbTiO_3 は、結晶構造の異方性が大きいので、基板である SrTiO_3 に対する PbTiO_3 の配向に依存して、室温における格子ミスマッチが-0.15%から6.4%まで変化する。すなわち、整合界面、半整合界面いずれも形成されうるので、薄膜に残留する弾性場が複雑に変化し、その変化はドメイン構造形成に強く影響を及ぼすと考えられる。

本稿では、収差補正電子顕微鏡を活用して、整合界面を有するペロブスカイト型強誘電体 $\text{PbTiO}_3/\text{SrTiO}_3$ エピタキシャル薄膜のドメイン構造形成の観点から調べた。ドメイン境界、転位、ヘテロ界面に付随した局所弾性場とその相互作用のイメージングから、 $\text{PbTiO}_3/\text{SrTiO}_3$ エピタキシャル薄膜のドメイン構造形成メカニズムについて明らかになった知見について述べる。

2. 走査透過電子顕微鏡(STEM)による結像

強誘電体薄膜における局所構造評価には原子からナノメートルオーダーの空間分解能が要求されるため、透過型電子顕微鏡の利用が不可欠である。この点において、近年著しい進歩を遂げている収差補正電子顕微鏡の恩恵は非常に大きい⁽¹⁶⁾。そこで、本題に入る前に、本稿において使用している手法について簡単に触れておきたい。非干渉性結像法であるHigh-Angle Annular Dark Field-Scanning Transmission Electron Microscope (HAADF-STEM)法は、干渉性結像法であるHRTEM法における大きな課題である像コントラストの反転といった問題を回避でき、原子分解能像の直観的解釈を可能にした点で我々に大きなインパクトを与えた⁽¹⁶⁾⁻⁽²¹⁾。しかし、HAADF-STEM像のコントラストは、主にmass-thicknessを強く反映して組成や密度の変化が強調され、回折コントラストの寄与は弱い。したがって、ドメイン構造や格子欠陥などの局所弾性場を伴う構造を解析するためには、回折条件の局所の変動を検出する必要があるため、

HAADF-STEM法だけでは得られる情報が不足する。そこで、筆者らは、HAADF-STEM法以前から使用されていた暗視野STEM法、Low-Angle Annular Dark Field (LAADF)-STEM法⁽²²⁾、そして近年Okunishiらにより提案され、Findlayらによって定式化されたAnnular Bright Field (ABF)-STEM法⁽¹⁶⁾⁽²³⁾⁻⁽²⁷⁾を併用することを着想した。この方法により、弾性場を伴った強誘電体ドメイン構造、ドメイン境界における歪み状態や分極構造・原子変位場など局所的な特異構造を軽元素も含めて詳細に観察解析することが可能になったのである。これらの手法は、TEMと同様に干渉性の結像法であるため、HAADFの特徴である原子の直視性は担保されていないが、HAADF像との同時撮影やイメージシミュレーションにより原子カラム位置を大きく見誤るリスクは回避できる。HAADF, LAADF, ABF-STEM法における散乱角の比較を図1に示す。HAADF-STEM法では、特に高角に散乱された電子波を円環状検出器で収集する。本研究では、90 mrad以上の散乱波を取り込んでいるが、この取り込み角度では弾性散乱の寄与は小さくなり、主に熱散漫散乱の寄与が大きくなる。これに対し、LAADF-STEM法では弾性散乱の寄与が大きく、回折コントラストが強調される。一般的に20-60 mrad程度の散乱波が用いられるが、本研究では40 mrad以上の散乱波を使用した。ABF-STEM法は、円板状のBF検出器に対し前方にあるビームストッパーなどで中心部分のみを遮蔽し、円錐状に広がったダイレクトビームの広角側の成分のみで結像する手法であり、従来の明視野(BF)-STEM法と比較してコントラストの反転が抑制されるとともに、酸素など軽元素を原子分解能で結像できる特徴を持つ。本研究では透過波乱波のうち11-22 mradの部分を使用した。

3. LAADF-STEM像による歪み状態の観察

はじめに、 PbTiO_3 におけるドメイン構造について説明する。図2に PbTiO_3 および SrTiO_3 の結晶構造モデルを、図3に PbTiO_3 と SrTiO_3 における格子定数(a)と $\text{PbTiO}_3/$

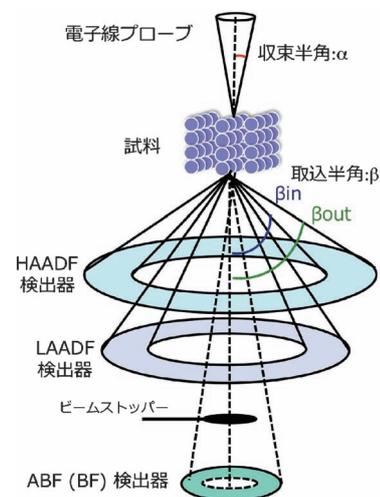


図1 HAADF, LAADF, ABF-STEM法における散乱波の取込半角の比較。(オンラインカラー)

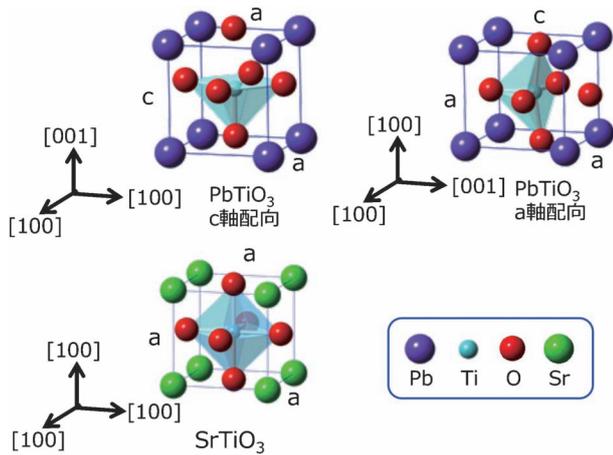


図2 PbTiO₃, SrTiO₃の結晶構造.

SrTiO₃ 間の格子ミスマッチの温度変化を示す. PbTiO₃ は, 高温では対称性の高い立方晶(Pm $\bar{3}$ m)が安定相であるが, キュリー温度 490°C付近で構造相転移を起し, *c* 軸方向に空間反転対称性を失った正方晶(P4mm)が安定相となる. 格子定数は, 室温において $a = 0.3899$ nm, $c = 0.4153$ nm をとり, 軸比が $c/a = 1.065$ と大きく歪んだ結晶構造が安定化される⁽²⁸⁾. このため基板である SrTiO₃($a = 0.3905$ nm)との格子ミスマッチや熱的ミスマッチによって PbTiO₃ の結晶配向性, つまり面外方向に *c* 軸配向した *c*-ドメインと *a* 軸配向した *a*-ドメインの体積分率が大きく変化する. ここでは, 格子定数が PbTiO₃ の *a* 軸と近い SrTiO₃ (001) 単結晶基板での PbTiO₃ のドメイン構造形成メカニズムについて明らかになった知見について述べる.

図4に Pulsed-MOCVD 法で堆積した PbTiO₃/SrTiO₃ 薄膜断面の (a) 制限視野電子回折図形と (b) LAADF-STEM 像を示す⁽²⁹⁾⁽³⁰⁾. 図4(a)の200および002基本反射に着目すると, 面内方向である $[h00]_{\text{PTO}}/[h00]_{\text{STO}}$ 方向には薄膜と基板の200_{PTO}/200_{STO} 回折斑点が一致することから, 整合界面が形成されていることが分かる. また, 200_{PTO}/200_{STO} 回折斑点の近傍では *c*-ドメインに対応する002_{PTO}/002_{PTO} 回折斑点が分離している. 同様に002_{STO} 回折斑点の左右対象に約 3.6° 傾斜した方位に $\pm 200_{\text{PTO}}$ 回折斑点が観察され像面内に *c* 軸方向が約90° 傾斜した *a*-ドメインが存在していることを示す. 図5は, (001)_{PTO} 面(*c*-ドメイン)と(100)_{PTO} 面(*a*-ドメイン)の場合の PbTiO₃/SrTiO₃ 界面内の原子配列の比較を示している. 薄膜と基板の方位関係は, 面内の (a) $[100]_{\text{PTO}}$, $[010]_{\text{PTO}}$ の2方向とともに基板と整合する $(001)_{\text{PTO}} // (100)_{\text{STO}}$, $[100]_{\text{PTO}} // [100]_{\text{STO}}$ という cube-on-cube なエピタキシャル構造が支配的であることが分かり, これは, *c*-ドメインに対応する. 一方, (b) 面内に $[001]_{\text{PTO}}$ 方向が配向する *a*-ドメインについては $(100)_{\text{PTO}} // (100)_{\text{STO}}$, $[001]_{\text{PTO}} // [100]_{\text{STO}}$ かつ $(100)_{\text{STO}} // (100)_{\text{PTO}}$, $[100]_{\text{PTO}} // [100]_{\text{STO}}$ という方位関係を取り, $[001]_{\text{PTO}}$ 軸と $[100]_{\text{STO}}$ 軸が6%もの格子ミスマッチを示すため, $[001]_{\text{PTO}}$ 方向に不整合な半整合界面が形成されていると考えられる. また, *a*-ドメインの場合, 後述する図8(c)のように *a*-, *c*-ドメイン間の境界における原子位置の適合性のため格子の回転が起こるが, その

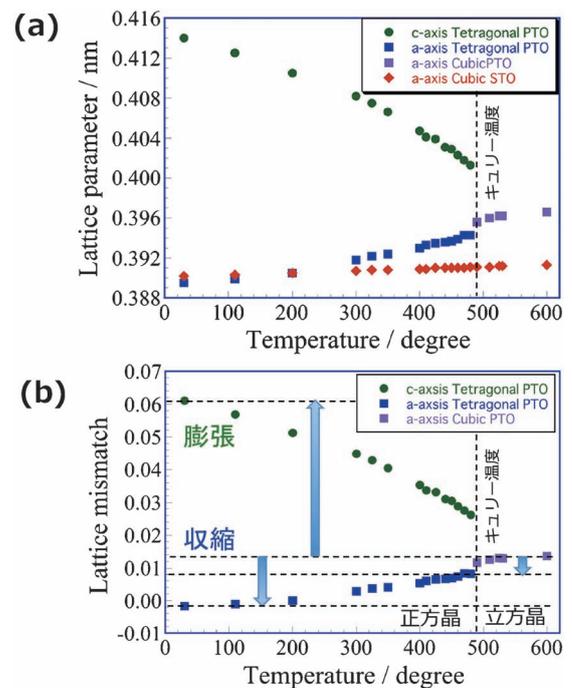


図3 PbTiO₃, SrTiO₃ の (a) (100) (001) 面間隔と (b) 薄膜基板間の格子ミスマッチの温度変化 (文献(19)のデータを用いて作製).

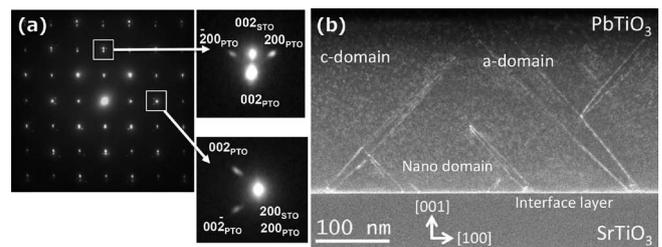


図4 PbTiO₃/SrTiO₃ のエピタキシャル薄膜断面の (a) 制限視野電子回折図形と (b) LAADF-STEM 像.

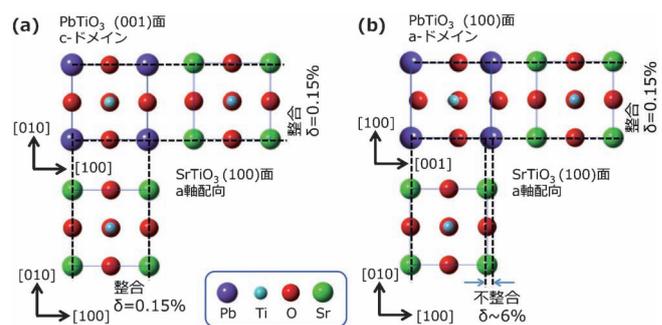


図5 (a) PbTiO₃ *c*-ドメインと SrTiO₃, (b) PbTiO₃ *a*-ドメインと SrTiO₃ の接合界面における原子位置の対応関係.

回転方向によって2通りのドメインが生じる. そのため, 図4(a)では, 縦に垂直な方向を含めて4種類の配向の *a* ドメインのうち(101)面と(101)面を境界とする2種類の *a*-ドメインが観察されている.

図4(b)の LAADF 像は2つの特徴的なコントラストを示している. 1点目は LAADF 像(b)では薄膜基板界面に強いコントラストを示す層の存在である. 2点目は薄膜内部に

{101}_{PTO} 面にほぼ平行に走っている線状のコントラストで、HAADF 像と比較して LAADF 像には回折コントラストが反映される。よって、これらの特徴的なコントラストは、回折条件が基板や薄膜と異なる格子欠陥や界面層の存在を示唆している。このようなコントラストは、ドメインの形成されていない PbTiO₃/SrTiO₃ 薄膜でも報告されている⁽³¹⁾⁽³²⁾。図 4 は、90°ドメイン構造形成により整合界面の弾性場は緩和されず、整合界面の弾性場がドメイン形成に弾性的な影響を及ぼすことを示唆している。

4. 整合界面における弾性場

この回折コントラストの起源を詳細に調べるため、図 6 に PbTiO₃/SrTiO₃ の *c*-ドメインの基板界面近傍の (a) ABF-STEM 像とラインプロファイルおよび同一視野の (b) LAADF-STEM 像と (c) HAADF-STEM 像を示す。LAADF 像には界面直上 6 原子層 (ML) の領域に強いコントラストが現れているが HAADF 像にはそのような回折コントラストはほぼ見られない。したがって、組成や密度に起因したコントラストではなく、局所的な回折条件の変化に対応した回折コントラストであると判断して良い。同時測定した ABF 像およびラインプロファイルを見ると、この界面層では PbTiO₃ 内部と比較して酸素原子の位置が明確に異なっており、*c* 軸方向の原子変位量が小さく軸比が $c/a = 1.07$ から 1.02–1.04 程度まで減少している。よって、この界面層では、*a* 軸は SrTiO₃ 基板と整合したまま *c* 軸方向に収縮した弾性歪み状態にあり、その結果は、図 5(a) の制限視野電子回折図形と矛盾しない。

図 2 に示した結晶構造に基づいて考えると、PbTiO₃ では Pb6p–O2p 間の軌道の混成によって、他のペロブスカイト型強誘電体と比べて軸比 c/a が大きく歪んだ構造が安定化する⁽¹⁰⁾。さらに、Pb は化学結合に寄与しない 6s² 孤立電子対をもち、その立体障害効果も *c* 軸方向の面間隔を広げる働きをする。その結果、図 2 の結晶構造モデルに示したように、Ti–O 配位多面体が SrTiO₃ のような 6 配位の八面体配位ではなく、5 配位のピラミッド型配位構造を取る。つまり、Ti は *c* 軸方向に 2 つある O のうちの一方のみが配位している。以上の理由から、PbTiO₃ は *c* 軸方向に原子間の結合が弱く、整合歪みによって *c* 軸方向に容易に伸縮すると考えら

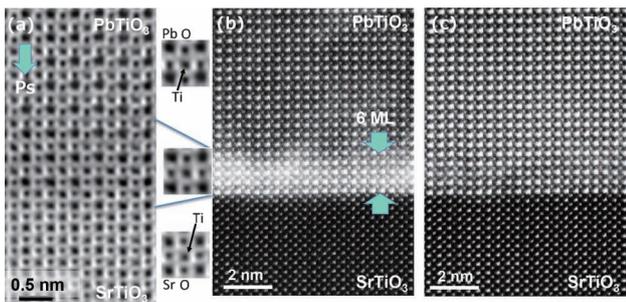


図 6 (a) PbTiO₃ *c*-ドメインと SrTiO₃, (b) PbTiO₃ *a*-ドメインと SrTiO₃ の接合面における原子位置の対応関係。(オンラインカラー)

れる。

ここで、整合歪みの起源は薄膜基板間の格子ミスマッチであるが、室温における格子ミスマッチの絶対値は高々 0.15% であり、これだけでは *c* 軸方向に観察されるおよそ 2% の大きな歪み量にはならない。すなわち、格子ミスマッチとして、室温ではなく結晶成長が起こる成膜温度、ここでは 600°C から室温に冷却する過程における格子ミスマッチの温度変化による残留歪み、つまり熱歪みを考慮しなければならない。図 2 に基づけば、成膜温度 600°C で PbTiO₃ は SrTiO₃ よりも *a* 軸に沿って約 1.3% 大きい⁽²⁸⁾、計算上では約 80 単位胞に 1 つの割合で基板側に extra half plane をもつ刃状転位 ($b_1 = a[100]$) が入ることになる。しかし、このようなミスフィット転位は実験では観察されていない。ミスフィット転位が導入された場合、転位芯近傍では転位線に平行な (100) 面が大きく湾曲し塑性変形することから、局所的に大きな歪みエネルギーが蓄積される。従って、ミスフィット転位の間隔が広がる 1% 程度の格子ミスマッチでは、刃状転位を導入して局所的に塑性変形させるよりも、整合歪みとして弾性歪みエネルギーを界面全体にわたって分散して蓄積する方がエネルギー的に有利であることを示唆している。

PbTiO₃ は 490°C で立方晶から正方晶へ構造相転移を起こし、90°ドメイン構造を形成する。この際、成膜温度から相転移温度までに蓄積された弾性歪みエネルギーがドメイン形成によって緩和される。図 3(b) によれば、*c*-ドメインについては PbTiO₃ と SrTiO₃ の *a* 軸の間の格子ミスマッチが対応するが、相転移温度から室温までの格子ミスマッチは小さく、特に 200°C 付近で、薄膜/基板間の格子定数の大小関係が逆転する。以上の理由で、界面層は基板と整合界面を保ったまま基板から 2 次元の引っ張り応力を受けた状態で冷却されたと考えられる。

5. 整合界面における電子チャネリング挙動

ここで、一旦本題から離れてヘテロ界面の結像に関して触れる。図 6 のような STEM による界面近傍の結像では、界面に平行入射した電子線プローブが結晶内における伝播挙動を理解することが重要となる。そこで、本節ではヘテロエピタキシャル界面の像コントラスト形成に及ぼす電子チャネリング挙動について検討する。ここでは、界面モデルとして原子レベルで急峻な PbTiO₃/SrTiO₃ 界面について考える。モデル構造は、SrTiO₃(100) の Sr–O 面上に PbTiO₃(100) Ti–O 層を第一層として接合して作製した。像シミュレーションは Multislice 法 (xHREM, HREM Research) を用いて行った⁽³³⁾。入射電子エネルギー：200 kV、収束半角：20 mrad、入射方向：[100] 晶帯軸入射、焦点はずし量：0 nm、スライス厚さ：1 単位胞/スライス、最大試料厚さ：100 nm、散乱波の取り込み半角：90–175 mrad の条件で行った。

図 7 に、PbTiO₃/SrTiO₃ 界面近傍における電子チャネリング挙動のシミュレーション結果を示す。(a) のモデル界面構造に対し界面上の Ti–O を挟む Sr 原子カラム (SrTiO₃ 内) と Pb 原子カラム (PbTiO₃ 内) の各位置で界面に平行に電子

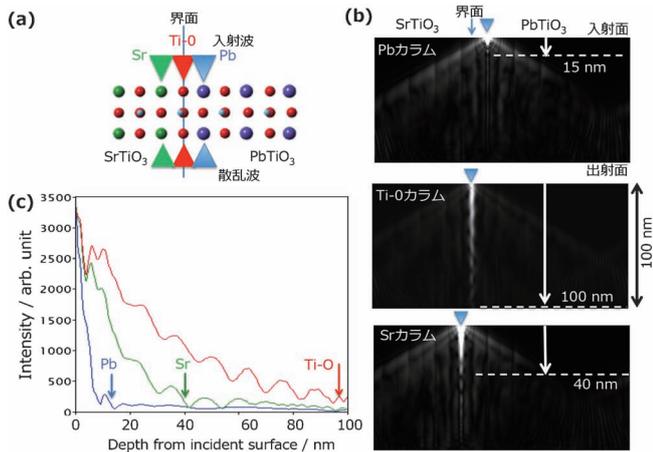


図7 マルチスライス法による界面近傍の電子チャネリング挙動のシミュレーション。(a) 界面構造モデル, (b) (a) に対応する面内における各原子カラム上での電子強度分布, (c) (b) の各原子カラム上におけるラインプロファイル。

線プローブを入射した。ここで、Sr や Pb の原子カラムには酸素原子が隣接しているように見えるが、紙面奥行き方向に半周期分変位しているため、Sr や Pb 原子カラム上には存在しない。各原子カラム位置に電子線プローブを置いたときの結晶中の強度分布を(b)に、各原子カラム上のラインプロファイル(c)に示す。いずれの原子カラム上でも強度が動力学的に振動しながら減衰するが、チャネリングの深度に大きな違いが見られる。Ti-O 原子カラム上では 100 nm 以上まで有意な強度を持ってチャネリングしている。これに対し、Sr 原子カラムでは 40 nm、Pb 原子カラムでは 15 nm で入射表面の10分の1程度にまで急激に減衰する。従って、重元素の占める原子カラムほどチャネリングの深度が浅く、このことは、観察している情報は主に表面近傍の情報であることを意味する。近接する原子カラムへの電子線の広がりやカラム間での飛び移りは見られないことから、回り込みなどの影響は無視でき、原子レベルの急峻性での界面構造を観察していると考えられる。

6. 90°ドメイン境界における分極回転と弾性場

ここで本題に戻って、ドメイン境界の構造について説明する。図4のLAADF像におけるPbTiO₃薄膜の90°ドメインおよびドメイン境界の構造を弾性場の観点から調べた結果について述べる。図8は、90°ドメイン境界近傍の収差補正TEM像である。マルチスライス法によるシミュレーション結果図8(b)と比較し、特に酸化物イオンの変位方向から右下のドメインが上向きに自発分極Psが配向、左上のドメインが左下に自発分極Psが配向したドメインであり、その左下から右上に向かってドメイン境界が走っている。ここで、90°ドメイン境界近傍の結晶面に注目すると、ドメイン間で約1.5 nmの幅に渡って(101)面が約3.6°湾曲している。ドメイン境界上で両側のドメインの原子位置が一致する条件から、P4mmの点群に属するPbTiO₃の90°ドメイン境界は{101}面に平行なければならない⁽³⁴⁾。また、PbTiO₃は軸比 $c/a =$

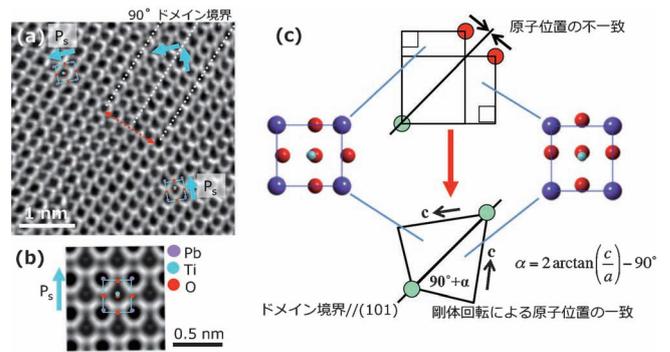


図8 90°ドメイン境界の(a) HRTEM像, (b) PbTiO₃のマルチスライスシミュレーション像, (c) 90°ドメイン境界における原子位置の適合性の模式図。

1.065のために単位胞が大きく歪んでおり、単純に90°ドメインを{101}面で接合しただけでは原子位置が一致しない。この自発歪みに起因した原子位置の不一致を解消するために、90°ドメイン境界を挟んで単位胞が $[100]_{\text{PTO}}$ 軸に関して $\alpha = 2\arctan(c/a) - 90^\circ$ の角度、3.6°だけ相対的に回転しなければならない⁽³⁵⁾。この局所的な格子回転の緩和がドメイン境界が有限の厚さを持つ理由である。

次に、ドメイン間の自発分極、つまり酸化物イオンの変位方向に注目すると、自発分極の向きはドメイン境界の中心に至るまで90°の回転は起きていないことが分かる。このことから、自発分極の回転はドメイン境界中心の酸素原子面1原子面を介して急峻に起こっていることが分かる。この結果は、磁壁のように連続的に分極が回転するのではなく、(10 $\bar{1}$)面を境にして(10 $\bar{1}$)面上の原子がせん断的に集団変位することによって発生する直接的な証拠を示している。ここで重要な点は、ドメイン境界が有限の厚さを持つことと分極の回転とは等価ではないことである。この点は、収差補正TEMにより酸素原子をも含めた原子分解能でのイメージングによって明らかにすることができた。ドメイン境界の有限の厚みは、ドメイン間の原子位置が整合するために正方形から対称性が低下した単斜晶に類似した状態にあると言える。この結果は、90°ドメインはドメイン境界の近傍にせん断的な弾性場を伴いながら成長、運動することを意味している。ヘテロ界面の整合歪み場、転位などの格子欠陥、ドメイン境界間に弾性相互作用が、ドメイン構造の形成挙動やドメインスイッチングの挙動に影響を及ぼしうることを示唆している。

7. 90°ドメインと整合界面との弾性相互作用

ここまでのPbTiO₃/SrTiO₃エピタキシャル薄膜のLAADF像観察から、90°ドメイン境界と薄膜/基板界面にナノメートルスケールの厚みで弾性場を伴った界面層が存在し、原子分解能観察ABF-STEM, HRTEM観察によって、酸素原子の変位を直視することで分極構造や歪み構造を明らかにできることを述べた。では、このような弾性場を伴ったドメイン境界と整合界面、転位、ドメイン境界間の弾性相互作用を定量的に表すことはできないだろうか。本節では、幾何学的位相解析(GPA)⁽³⁶⁾と呼ばれる原子分解能STEM像の

画像解析によって、これらの局所弾性場を定量化されたイメージとして表し、弾性相互作用を解析した結果について述べる。

図9は、粗大化した90°ドメイン底面の(a)ABF-STEM像と(b)[101]_{PTO}, [101]_{PTO}軸を基準座標にとった歪みマップである。図9(a)の挿入図に示すように、90°ドメインのうちa軸が面外方向を向いたa-ドメインは、基板界面と完全に接触するのではなく、ドメインのエッジ部分で点接触に近い様相を呈している。薄膜内部におけるドメインの終端は図4(b)に示すようにレンズ状であり、転位の形成を伴わないのに対し、基板側の底面では{101}_{PTO}面をファセットとする矩形形の形状をしている。基板と接する位置には、複数の刃状転位の存在が認められる。図10に、図9の界面近傍の歪みマップのうちドメイン形成に重要となる純粋せん断場を現す歪みマップ(a)と位置A, B, CにおけるABF-STEM像の拡大像を示す。図4(b)のLAADF-STEM像のコントラストと比較すると、LAADF像で見えている回折コントラストは面間隔の変化する境界層、ここでは90°ドメイン境界と薄膜基板界面を強く反映していることになる。

図10(b)-(d)には特徴的な3つのパターンが観察されている⁽³⁷⁾⁻⁽⁴⁰⁾。はじめに、せん断歪みマップにおける位置Aに着目する。a-ドメイン底面位置に刃状転位のせん断歪み転分布に対応した2本の刃状転位が存在している。ABF-STEM像から、[100]_{PTO}方向のextra half planeとBurgersベクトル $b_0 = 1/2 a[\bar{1}0\bar{1}]$ を持った2本の転位が小傾角粒界のような配列をしている。BaTiO₃セラミックスの小傾角粒界類似の構造である⁽⁴¹⁾。簡単のため弾性的等方性を仮定して刃状転位が作り出すせん断場を計算すると図11に示すように、刃状転位のすべり方向に張り出した弾性場が形成され、この様な2本の刃状転位のせん断場と90°ドメインのせん断場が相互作用していることが分かる。

位置Bでは[001]_{PTO}方向のextra half planeとBurgersベクトル $b_1 = a[\bar{1}00]$ を持った刃状転位と[100]_{PTO}方向のextra half planeとBurgersベクトル $b_2 = a[00\bar{1}]$ を持った刃状転位が存在している。すなわち、位置Aとは異なる転位が導入されていることが分かる。いずれのケースも1組の転位によって $2b_0 = a[\bar{1}0\bar{1}]$ という転位として機能し、図中の白線で囲んだBurgers回路は等価になる。これは、

$$\begin{aligned} b_1 + b_2 &= a[\bar{1}00] + a[00\bar{1}] \\ &= \left(\frac{1}{2} a[\bar{1}00] + \frac{1}{2} a[\bar{1}00] \right) + \left(\frac{1}{2} a[00\bar{1}] + \frac{1}{2} a[00\bar{1}] \right) \\ &= \frac{1}{2} a[\bar{1}0\bar{1}] + \frac{1}{2} a[\bar{1}0\bar{1}] = b_0 + b_0 \end{aligned}$$

のように転位の分解・合成反応を考えると説明できる。また、単位長さの転位線の弾性エネルギーは転位芯を除くとBurgersベクトルの2乗に比例することから、この反応によって、 $b_1^2 + b_2^2 = 2a^2$ から $b_0^2 + b_0^2 = a^2$ へ弾性歪みエネルギーが半減することになる。よって、薄膜堆積後冷却過程で起こるドメインの形成において、Burgersベクトル b_1 および b_2 を持つ転位がBurgersベクトル b_0 をもつ2本の転位に変化する

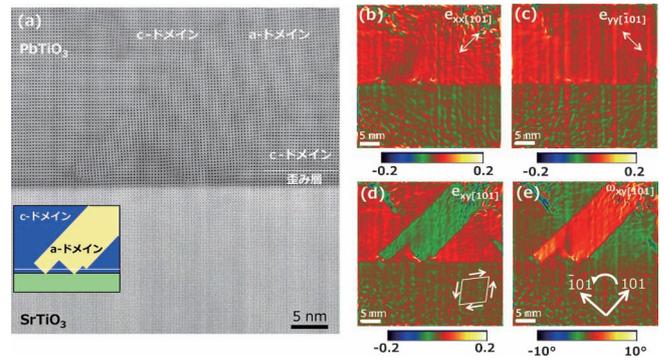


図9 粗大化した90°ドメインの底面の(a)ABF-STEM像、と[101], [101]軸を基準座標にとった歪みマップ：(b)垂直成分([101]), (c)垂直成分([101]), (d)純粋せん断成分, (e)剛体回転。

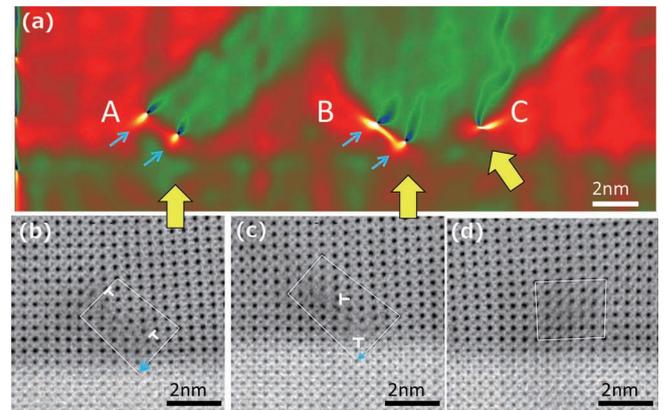


図10 粗大化した90°ドメインの底部の純粋せん断歪みマップとABF-STEM像。

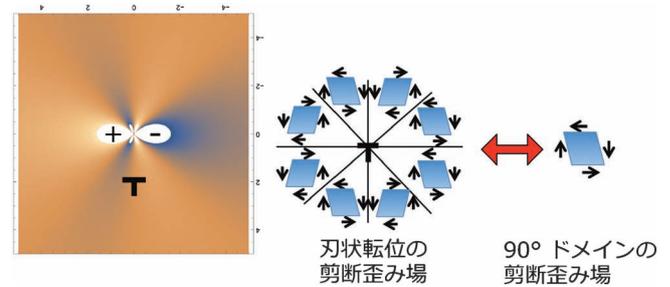


図11 刃状転位と90°ドメインのせん断歪み場。(オンラインカラー)

ることで、弾性エネルギー的にはより安定な構造に変化したと考えられる。

位置Cにおいては基板界面から離れた位置でドメインの底面が存在している。この位置には、位置A, Bの様な刃状転位は観察されず、代わりに面外方向に格子の湾曲、面間隔の膨張が見られ、この状態は、刃状転位導入の前駆状態にあると考えられる。この結果は、整合界面上における90°ドメインの核生成は、既往の論文で報告されているような転位やステップ⁽⁴²⁾⁽⁴³⁾などの格子欠陥が90°ドメインの核生成サイトになるのではなく、ドメインの核生成による格子変形が先行し、弾性限界を超えた段階で刃状転位が導入されることを示唆している。

ドメインの核生成によって結晶構造の変形、特に剛体回転と面間隔の伸張(c 軸 $\rightarrow a$ 軸, a 軸 $\rightarrow c$ 軸)が弾性的に起こるが、何が核生成の起点となっているのであろうか。図4(a)のLAADF像の界面付近に注目すると、界面直上に数ナノメートル程度の微細な 90° ドメインが存在する。この様なナノサイズのドメインが成長して薄膜を貫通する様なドメインに成長したと考えると、界面層に核生成の起点となる要因が存在するはずである。図5で述べたように、基板直上の PbTiO_3 は6原子層の厚さにわたり c 軸が収縮していることから面内の2軸引っ張り状態にあると考えられる。よって、 c 軸が面内方向に配向した a -ドメインの核生成に有利となる。つまり、整合界面に付随した歪んだ界面層が 90° ドメイン核生成の起点になっていると考えられる。実際、ドメイン底部の転位は整合界面から6原子層程度離れた位置に観察され、ミスフィット転位のようにドメイン形成以前から存在していたのではなく、ドメイン形成過程において導入されたことを示唆する。この点が、半整合界面における 90° ドメイン核生成とは異なる点である。

以上の知見に基づいて、図12にドメインの核生成・成長メカニズムのモデルを示す。 a -ドメインの核生成に伴い面間隔が広がるとともに原子面の湾曲が弾性的に起こる。ドメインの成長に伴い、局所的に弾性限界を超えた段階で刃状転位が導入される。 $(100)_{\text{PTO}}$, $(001)_{\text{PTO}}$ 面に沿ってドメイン間で a , c 軸の間に格子ミスマッチが生じるために2つの直交した刃状転位 $b_1 = a[100]$, $b_2 = a[00\bar{1}]$ の導入が必要となる。さらに、これら転位芯近傍の原子面の湾曲を利用した剛体回転により 90° ドメイン間の原子位置の整合を取る。最終的には前述した転位反応によって、弾性歪みエネルギーの低い2本の刃状転位 $b_0 = 1/2 a[\bar{1}0\bar{1}]$ が形成され、 a -ドメインの底面は小傾角粒界のような境界構造を形成する。つまり、 a -ドメインの底面構造は、 90° ドメインの側面に当たる整合的なドメイン境界とは異なり、刃状転位列を伴った小傾角粒界様の構造を形成する。この様な小傾角粒界様の界面構造形成には、格子回転により生じる原子位置と不一致を緩和するために回位が導入されると見なすことも可能であり、1対の刃状転位はくさび形回位双極子として格子回転を生じていると見なすことができる⁽⁴⁴⁾⁻⁽⁴⁶⁾。この様に、 a -ドメインの底面の近傍では、 PbTiO_3 の a 軸、 c 軸および SrTiO_3 の a 軸の3つの格子ミスマッチを半整合的に接合するために複雑な構造を形成し、 a -ドメインは底面において刃状転位との弾性相互作用を通じてピン止めされているものと考えられる。

次に、 90° ドメインの粗大化過程について考える。図9の 90° ドメインは、底面側の形状から3つの a -ドメインが合体した構造をしている。粗大化したドメインの底面構造は1対の刃状転位をともなった (101) 面上の小傾角粒界様の界面と直交する $(10\bar{1})$ 面の組み合わせから形成されている⁽³⁸⁾。この1対の転位のすべり方向は 90° ドメインの長手方向に向いているので、それと直交する横幅方向にはこれらの転位は滑ることができず、上昇運動をしない限りドメインは横方向に成長できない。よって、1つのドメインの幅はこの転位の間隔に相当する数ナノメートル程度が限界であると考えられる。一方、粗大化途中の 90° ドメインとして図13(a)のTEM

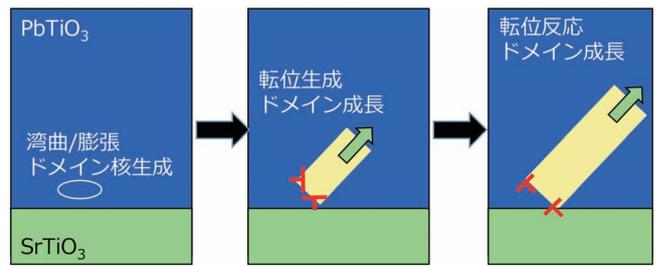


図12 ドメイン核生成・成長過程のモデル。(オンラインカラー)

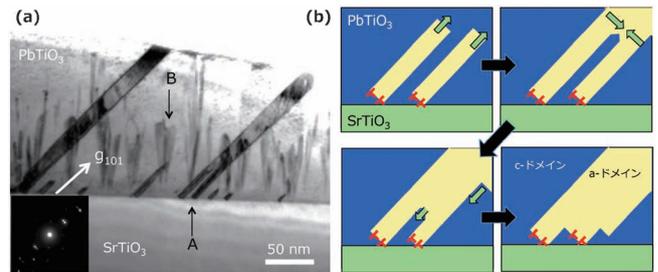


図13 (a) 粗大化したドメインのTEM像と(b) 転位にピン止めされたドメインの粗大化モデル。(オンラインカラー)

像Aのような二股のものが観察されている。これらの観察結果に基づいて、 90° ドメインの粗大化のメカニズムとして図13(b)の様な成長モデルが考えられる。ナノサイズの幅を持ったドメインが近接して成長した場合、自由表面付近まで成長した後両者が合一し、表面側から基板に向かって成長する。この様に、基板界面近傍で転位にピン止めされた 90° ドメインを単位として、そのすき間を埋める形で横方向に成長するものと考えられる。このようにして、 90° ドメインは界面近傍でファセット状の形状となり、基板界面とは接触しない。従って、結晶の異方性が大きい場合、基板界面直上には、格子ミスマッチの小さな配向、つまり c -ドメインが形成され、ミスマッチの大きな a -ドメインはできるだけ基板との接触を避けた点接触の形で成長することが明らかになった。また、詳細は省くが、図13(a)のBは自発分極が膜厚方向に反転した 180° ドメインを表している。回折コントラストを伴っていることから、 180° ドメイン境界においても回折条件が変化する歪みの存在を示唆している。

8. 90° ドメインの交差における弾性相互作用

ここまでは、 90° ドメインと薄膜/基板界面の弾性場との相互作用、 a -ドメインの成長メカニズムについて述べた。本節では、 a -ドメインどうしの弾性相互作用について述べる。図14に2つの a -ドメインが接触した交差領域のABF像を示す。図8で述べたように、 PbTiO_3 は 90° ドメイン境界に境界層を伴い、軸比 c/a によって歪んでいる。従って、 90° ドメイン(a -ドメイン)の交差領域ではドメイン境界間の弾性的な相互作用が起こる。図14(a)は、 $\text{PbTiO}_3/\text{SrTiO}_3$ 薄膜において2本の a ドメイン(a_1, a_2)が交差した領域のABF-STEM像であり、交差領域のドメイン境界が大きく変形していることが分かる。図(b)は、(a)の四角で囲んだドメイ

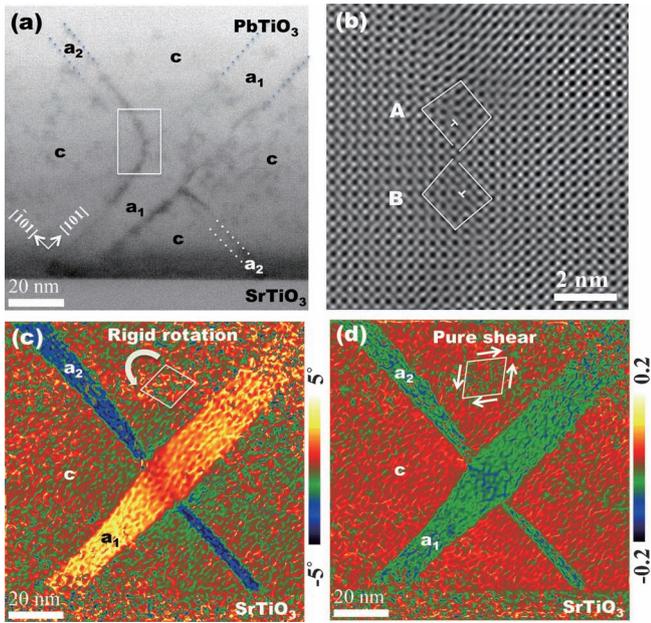


図14 90°ドメイン交差領域のABF-STEM像と歪みマップ。

ン交差領域の拡大像である。ドメインの交差領域では2方向の a -ドメイン a_1, a_2 と c -ドメインの3種のドメインが互いに $(101)_{\text{PTO}}$ および $(10\bar{1})_{\text{PTO}}$ 面上で整合しなければならない。図(b)の領域A, Bに着目すると、両ドメイン境界の格子が大きく湾曲しており、投影方向の構造の重なりではなく面内で交差し、2種類の a -ドメインが相互に干渉していると考えて良い。その中心部では2つの部分転位と積層不整合を生じている。2つの部分転位は互いに逆向きのBurgersベクトル $b=1/2a[10\bar{1}]$, $b=1/2a[\bar{1}01]$ をもち、 $(101)_{\text{PTO}}$ 面上で逆向きのすべりによって局所的に TiO_6 八面体が稜共有した結晶学的せん断構造を形成し、格子の湾曲に伴う歪みを緩和している。構造の再編を伴うことから、この様なドメイン間の交差はドメイン境界の運動をピニングし、スイッチングに寄与しないドメインとなる。これらの転位は、基板界面近傍における a -ドメイン形成にも関与する転位と同型である。 $\{101\} \langle 10\bar{1} \rangle$ がペロブスカイト型構造における転位のすべり系であり、ミスフィット転位の導入にも重要な役割を果たしている⁽¹⁵⁾。図14(c)(d)は(a)の幾何学的位相解析から算出した歪みマップで、それぞれ(c)剛体回転(d)純粋せん断歪みを表す(歪みの基準は SrTiO_3 基板)。 a_1, a_2 ドメインの違いは回転方向のみである。剛体回転に着目すると、 a_1, a_2 ドメインの交差領域では、 a_2 ドメインは a_1 ドメインに切断されている。ただし、 a_1 ドメインの内部でも剛体回転が a_2 ドメインに沿っておおよそ2°減少している。純粋せん断歪みは両ドメイン共に同程度であるが、交差領域でおおよそ1%減少している。よって、2つの a ドメインの交差により a_2 ドメインが寸断されるが、交差領域では a_2 ドメインの影響が a_1 ドメイン交差領域の変形として現れること、ドメインの交差領域では積層不整合を伴う部分転位形成による格子変形を起し、塑性変形することが明らかになった。

9. おわりに

本稿では、筆者が従事してきた強誘電体薄膜における組織形成の研究において、 $\text{PbTiO}_3/\text{SrTiO}_3$ エピタキシャル薄膜における、ドメイン構造、特に弾性場を伴った90°ドメインと整合界面、転位、ドメイン間の弾性的な相互作用を取差補正電子顕微鏡、特にLAADF/ABF-STEM法を中心に歪みコントラストを活用した局所的な構造や弾性場の評価の観点から強誘電体薄膜のドメイン構造形成に及ぼす局所的な弾性場の影響について研究の一端を紹介した。具体的には、(1)基板との格子ミスマッチが小さな c -ドメインが優先的に配向して整合界面が選択的に形成されること、(2)90°ドメイン境界は歪みを伴って有限の幅を持つが、せん断変形によって自発分極が1原子面で急峻に回転していること、(3)基板界面とのミスマッチの大きな a -ドメインは、半整合界面とは異なり、刃状転位対の導入により小傾角粒界様のドメイン境界を形成することによって界面との整合性を維持すること、(4)整合界面の弾性場がドメイン核生成の駆動力になっていること、(5) a -ドメインどうしの接触・交差の場合にも転位が導入され結晶学的せん断構造が形成されることが示唆された。この様に、格子ミスマッチの大きな基板界面やドメイン境界間では、刃状転位の導入によって面間隔と格子回転のミスマッチを解消している。

強誘電体材料自体は、古くから研究されてきた材料であるが、昨今の評価分析技術の著しい進展によって、従来評価が困難だった知見が得られるようになった。筆者らは PbTiO_3 以外にも、リラクサー材料における微細構造、組成相境界MPB⁽⁴⁷⁾⁻⁽⁵⁰⁾や近年注目されている非ペロブスカイト型強誘電体の特異なドメイン構造や新しいメカニズムの強誘電体である直方晶 HfO_2 ⁽⁵¹⁾⁻⁽⁵³⁾、新奇なマルチフェロイック材料である ϵ 相 $(\text{Ga, Fe})_2\text{O}_3$ ⁽⁵⁴⁾などの解析を進めており、様々な新奇強誘電体材料におけるドメイン構造や格子欠陥などの局所構造とその形成メカニズムを明らかにしていきたいと考えている。格子欠陥や界面などに付随する局所弾性場を原子解能でイメージングすることは、強誘電体材料に限らず広く金属材料⁽⁵⁵⁾⁽⁵⁶⁾や半導体材料⁽⁵⁷⁾⁻⁽⁵⁹⁾など周期構造を持つあらゆる材料において機能発現や組織制御に展開できる。本稿がその一助となれば幸甚である。

本研究の一部は、科学研究費補助金17H05327, 17K18970, 15H04118, 23360283, 21760524, フジクラ財団, 加藤科学振興会, コニカミノルタ科学技術振興財団の支援の一環で実施しました。電子顕微鏡の実験は、東北大学金属材料研究所青柳健大助教, 同長迫実助手, 東北大学先端電子顕微鏡センター早坂祐一郎氏, 同青柳英二氏, 東北大学大学院工学研究科小林恒誠博士, 東北大学ナノテク融合技術支援センター赤間章裕氏, 日本電子安原聡氏の協力の下で実施しました。ここに特記して深甚な感謝の意を表します。

走査電子顕微鏡による強磁性体材料の 表面磁区構造観察

赤嶺大志*

1. はじめに

強磁性体材料の磁気特性は磁区構造⁽¹⁾と強い関連があり、外部磁場や温度変化に伴う磁区構造変化の直接観察へのニーズが高まっている。現在、代表的な磁区構造観察法としては、磁気力顕微鏡法(MFM)、磁気光学 Kerr 顕微鏡法、ローレンツ透過電子顕微鏡法、電子線ホログラフィー法、スピン偏極走査電子顕微鏡(SEM)などが知られている⁽²⁾。また、通常のSEMによる磁区構造観察法は、従来から Type I および Type II 法として知られてきた⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。以下では、本稿に関連する Type I 法について述べる。

Type I 法は SEM において放出される電子のうち、主に 2 次電子と試料表面近傍における漏洩磁界との相互作用を利用した観察法である。したがって、試料表面に磁極が現れる条件において主に適用される。ここでは、例として 1 軸磁気異方性を有する強磁性材料の磁化容易軸に垂直な面、すなわち迷路磁区⁽¹⁾の観察を想定して話を進める。従来の Type I 法では通常の 2 次電子検出器である E-T 検出器(ETD: Everheart-Thornely detector)⁽⁶⁾が用いられてきた。図 1 (a)に示すように ETD は光軸から傾斜した位置に配置されているため、ローレンツ力による 2 次電子の偏向方向によって収率が変化する。2 次電子は試料面法線方向に最も多く放出されるため、磁界の面内成分が大きくなる磁壁近傍においてローレンツ力が有効に作用し、磁壁コントラストが現れる。ただし、偏向方向が 2 次電子の放出点と ETD を結ぶ方向に対して、平行である場合には明瞭な収率変化が生じるが、垂直である場合には収率変化が乏しく明瞭なコントラストが形成されない(厳密な方向依存性は電磁界の分布に依存

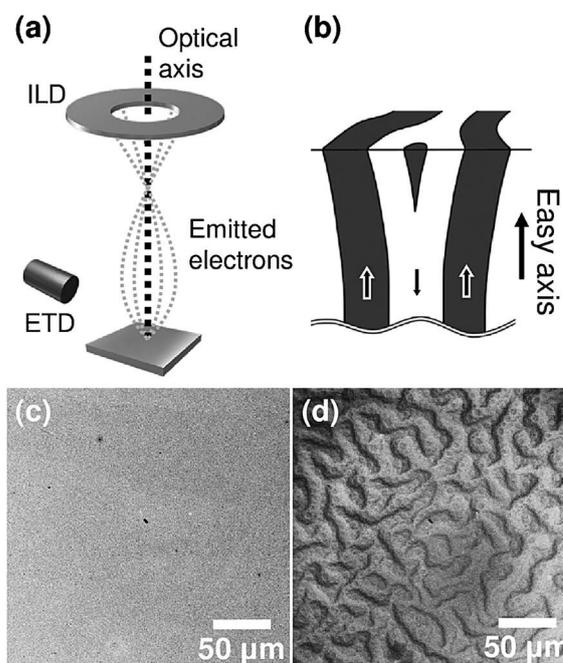


図 1 (a) 検出器と試料の位置関係の模式図。(b) 180°磁区の表面近傍における分岐。(c) 表面起伏像と(d) ILD で取得した磁区構造の SEM 像。原論文⁽⁷⁾より一部改変して転載(licensed under CC BY 4.0: <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)。

する)。このことは、Type I 法では原理的に全ての磁壁を描写することが困難であることを示している。また、漏洩磁界は磁壁幅よりも通常広く分布しており、磁気偏向が広範にわたって生じるためシャープなコントラストが得られず、Type I 法の空間分解能を制限する一因となっている。

* 九州大学総合理工学研究院物質科学部門；助教(〒816-0811 春日市春日公園 6-1)
SEM Observations for Surface Magnetic Domains of Ferromagnetic Materials; Hiroshi Akamine*(Department of Advanced Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University, Kasuga)
Keywords: scanning electron microscopy, ferromagnetic materials, magnetic domains
2017年12月20日受理[doi:10.2320/materia.57.106]

本稿では、このような問題に対し、近年導入されるようになった環状のインレンズ型検出器(ILD: inlens detector)(本稿では、鏡筒内に配置されるタイプの検出器をインレンズ型と呼称するものとする)を用いることで、従来の Type I 法よりも良好な磁区コントラストが得られることについて述べる⁽⁷⁾。

2. ILD を用いた Fe-Pt 合金の表面磁区構造観察

図 1(c), (d)に Fe-40 at% Pt 単結晶の *c* 面を表面起伏像および ILD を用いて取得した磁区構造像を示す。同合金は $L1_0$ 型の規則構造($c/a < 1$)をとり、*c* 軸方向に大きな 1 軸磁気異方性を有する⁽⁸⁾。試料表面は機械研磨と Ar イオンミリングによって仕上げた。図 1(d)を見ると、全体にわたって

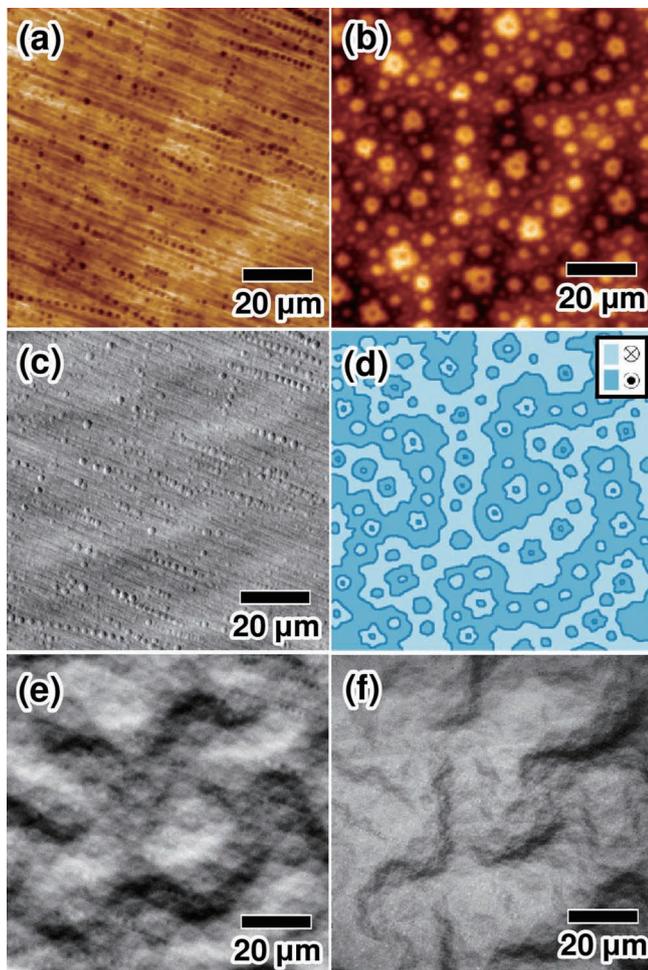


図 2 MFM により取得した(a) 表面起伏像と(b) 磁区構造像。(c) SEM-ETD(コレクター電圧: -50 V)で取得した表面起伏像。(d) (b)に基づく表面磁区構造の模式図。色の違いは磁化方向の違いを示す。(e) SEM-ETD(コレクター電圧: 300 V)で取得した Type I 磁区コントラスト。(f) SEM-ILD で取得した磁区構造像。原論文⁽⁷⁾より一部改変して転載(licensed under CC BY 4.0: <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)。

迷路状の磁区構造が明瞭に観察されている。点状の閉じた領域は表面近傍で生じる 180° 磁区の分岐構造⁽¹⁾(図 1(b))を反映している。次に、ILD により得られたコントラストと実際の磁区構造の対応を取るため、MFM 像との比較を行った。図 2(a), (b)に MFM で取得した表面起伏像と磁区構造像をそれぞれ示す。試料はおおむね平滑であるが、わずかに機械研磨と Ar イオンミリングによる表面起伏が見られた。図 2(b)に基づく表面磁区構造の模式図を図 2(d)に記した。図 2(c), (e), (f)には SEM で取得した ETD 像(コレクター電圧: -50 V), ETD 像(コレクター電圧: +250 V), ILD 像をそれぞれ示す。コレクター電圧を負に設定した ETD 像では、反射電子の照明効果によって表面起伏がよく観察され^{(3),(4)}、図 2(a)と比較すると同一視野であることが確認できる。一方、コレクター電圧を正に設定した ETD 像では、2 次電子が効率よく収集されるため、磁気偏向による Type I コントラストが現れている。磁区構造の模式図(図 2(d))と比較すると、Type I コントラストでは水平方向の磁壁が暗線・輝線によって現れているが、実際の磁壁幅よりも広く、また鉛直方向の磁壁はほとんど描出されていない。また、図 2(c)に見られる表面起伏コントラストが多く重疊していることがわかる。他方、ILD で取得した像(図 2(f))では全方位の磁壁が比較的良好に描出されており、コントラストも磁壁位置近傍にシャープに現れている。さらに、表面起伏コントラストがほとんど重疊しておらず、磁気的情報のみをよく抽出している。

以上のように、ILD を用いることで ETD の Type I コントラストに比較して良好な磁区構造像を得ることが可能である。次に、ILD 像における磁区コントラスト形成原理に関して、電子軌道計算を用いて考察した結果について述べる。

3. ILD 像における磁区コントラスト形成に関する考察

図 3 に 2 次電子の軌道計算の結果を示す。試料表面の 1 点より射出する 2 次電子を考え、試料上方の漏洩磁界中における空間軌道について計算を行った。2 次電子の射出方向は、図 3(a)に示す光軸からの脱出角 θ と方位角 ϕ について一定間隔で与えた。試料上方の磁界は *x* 負方向とし、その大きさは CoPt 合金に対する数値計算の結果⁽⁷⁾より図 3(b)のように試料表面からの距離 *z* に関する減衰関数として定義した。これらの条件下で計算した 2 次電子軌道の $z = 10 \mu\text{m}$ 平面における分布を求めた結果を図 3(c)-(e)に示す。図中で赤点は磁界無しの場合、青点は磁界有りの場合の結果であり、各点はそれぞれ異なる (θ, ϕ) の組に対応している。まず、2 次電子エネルギーが 50 eV と比較的高エネルギーな場合、偏向量は非常に小さく、磁界無しの場合と比較して大きな差異は見られなかった。一方、2 eV や 1 eV のような低エネルギーの場合には 2 次電子分布は楕円状に伸びており、大きな偏向を受けていることが分かる。本装置において、ILD は比較的直上方向に射出された光軸寄りの 2 次電子を主に検出する⁽⁷⁾ことから、磁気偏向によって光軸から大きく逸れ

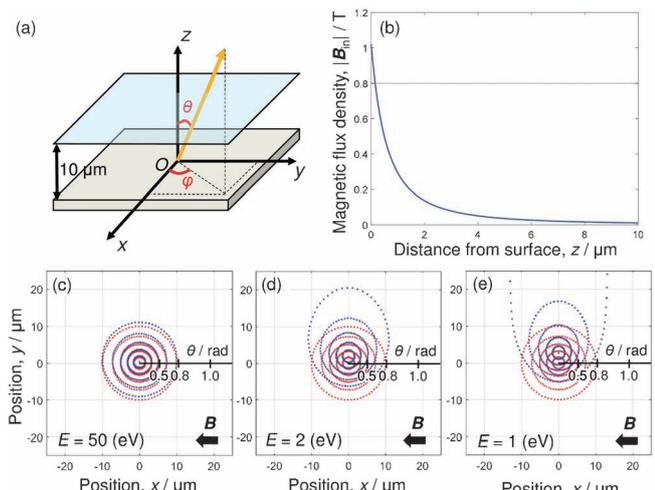


図3 (a) 2次電子の射出角の定義と測定面. (b) 漏洩磁束密度の絶対値の z 依存性. 射出エネルギーを(c) 50 eV, (d) 2 eV, および(e) 1 eVにした場合の $z = 10 \mu\text{m}$ 平面に到達した時点における2次電子の分布. 赤点は磁界無し, 青点は磁界有りの場合の結果を示す. 磁界は x 負方向に印加されている.

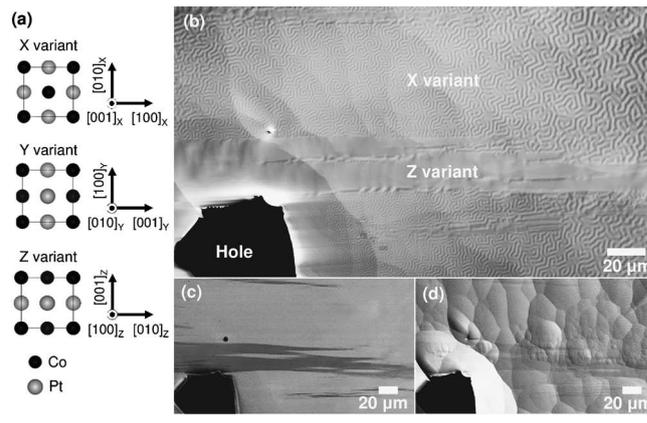


図4 (a) 観察方向から見た各バリエントの結晶構造と磁化容易軸. (b) ILDで取得した磁区構造像. (c) 環状の反射電子検出器で取得した電子チャネリングコントラスト像. (d) ETDで取得した表面起伏像. 原論文(7)より一部改変して転載 (licensed under CC BY 4.0): <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

た2次電子はILDにおいて検出されない. したがって, これらの結果は, 面内方向の漏洩磁界が存在する場合, 主に低エネルギー2次電子に関して収率が低下することを示唆している. 実際, 図2(f)を見ると任意の方向の磁壁が暗線で現れており, 2次電子収率が低くなっていることが確認できる.

4. 強磁性材料の多元的組織解析への展開

ILDを用いたSEMによる磁区構造観察の最大のメリットは, 簡便さと多様な情報を切り分けて一度に取得できることである. ここでは例として, 図4(a)の模式図に対応した複数の方位バリエントを含むCoPt合金のSEM観察結果を図4(b)-(d)に示す. 図4(b)はILDを用いて取得した磁区構造像であり, 全Xバリエントの領域にわたって迷路状の磁区構造が明瞭に観察される. 図4(c)は鏡筒下端に配置された環状の反射電子検出器で得たチャネリングコントラスト像であり, バリエント間の結晶方位の違いをよく表している. さらに, 図4(d)はETDで取得した表面起伏像であり, 他の検出器では見られなかったイオンミリングによる起伏を映し出している. このように, 本手法では磁区構造・結晶方位・表面起伏などの情報を切り分けて同時に取得することが可能であり, 複雑な強磁性材料の組織解析に有効であると考えられる. また, エネルギー分散型X線分析(EDS)による組成分析や電子後方散乱回折法(EBSD)による結晶方位解析などの定量分析も同一のSEM内において実行可能である.

5. ま と め

本稿では, ILDを用いたSEMによる磁区構造観察法について述べた. ILDを用いることで, 従来のETDを用いたType I法よりも明瞭な磁区コントラストを得ることができ. 本手法は多様な情報を切り分けて一度に取得できるメリットがある. 今後, 観察条件の最適化や検出系の改良により, 磁区構造を含む多元的組織解析および外場下でのその場観察などへの展開が期待される.

文 献

- (1) A. Hubert and R. Schafer: Magnetic Domains, 2nd Edition, Springer, (1998).
- (2) 日本磁気学会編: 磁気イメージングハンドブック, 共立出版, (2010).
- (3) 日本顕微鏡学会関東支部編: 新・走査電子顕微鏡, 共立出版, (2011).
- (4) L. Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd Edition, Springer (1985).
- (5) G. A. Jones: J. Magn. Magn. Mater., **8**(1978), 263-285.
- (6) T. E. Everhart and R. F. M. Thornley: J. Sci. Instrum., **37** (1960), 246.
- (7) H. Akamine, S. Okumura, S. Farjami, Y. Murakami and M. Nishida: Sci. Rep., **6**(2016), 37265(1)-37265(8).
- (8) N. I. Vlasova, G. S. Kandaurova and N. N. Schegoleva: J. Magn. Magn. Mater., **222**(2000), 138-158.



赤嶺大志

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
 2016年3月 九州大学総合理工学府博士課程修了
 2016年4月 現職
 専門分野: 電子顕微鏡, 機能性合金
 ◎主に電子顕微鏡を用いた機能性合金の組織解析に従事.
 ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

半極性面 AlGaIn 量子井戸を利用した 高効率深紫外発光素子の提案

市川 修平*

1. はじめに

近年、窒化物半導体を利用した発光ダイオード(LED)やレーザダイオード(LD)の研究が盛んに進められており、様々な波長域での発光素子を実現されている。2014年に日本人3名がノーベル物理学賞を受賞する要因となった青色LEDの開発は、InGaIn系半導体を利用することにより達成された。可視光領域のデバイスを担うInGaIn系半導体に加えて、波長200~300 nmの深紫外域で発光するデバイス用材料として、同じ窒化物半導体であるAlGaIn系半導体が近年注目を集めている。現在、深紫外光源として水銀ランプ(波長253.7 nm)やArFエキシマレーザ(波長193 nm)等が用いられているが、内包ガスの人体・環境への負荷が大きい点やガス光源特有の効率の低さ・素子寿命の短さなどが大きな課題となっている。とくに一般照明用の高圧水銀ランプは、2013年に採択された“水銀に関する水俣条約”(the Minamata Convention on Mercury)により、2021年以降の製造・輸出入の全面禁止が決定されている⁽¹⁾。殺菌や産業用の水銀ランプは、当面LED照明等による代替が困難であるため、現在の水俣条約では規制対象外であるものの、AlGaIn系半導体LEDによる将来的な代替が期待されている。しかしながら、AlGaIn系半導体は、その物性の解明や結晶成長技術が発展途上の段階にある。AlGaIn量子井戸ベースの深紫外LEDの外部量子効率はまだ20%程度以下であり⁽²⁾、波長300 nm以下のLDも実現されていない現状にあるため、さらなる結晶成長技術の向上や基礎物性の解明が望まれている。

これまでAlGaIn系半導体は、サファイア基板上にヘテロエピタキシャル成長される事が一般的であったが、近年の高品質なAlNバルク基板の開発に伴い⁽³⁾、成長膜中の結晶欠

陥(転位や不純物)が劇的に低減されつつある⁽⁴⁾。一方で、これらの結晶欠陥の低減が、LEDの外部量子効率をはじめとする光学特性の改善に大きくは寄与していないことが課題となっている⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾。これまでの研究から、AlGaIn系の半導体におけるキラ欠陥が、Al空孔由来の点欠陥である可能性が指摘されている⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。Al空孔は転位や不純物等の欠陥とは異なり、AlGaIn結晶においてintrinsicな欠陥である点や、その形成エネルギーが非常に低いことから、低減の困難さが課題となっている。つまり、AlGaIn系半導体の発光効率のさらなる向上のためには、欠陥低減による非輻射再結合確率減少に努めるプロセスに加えて、輻射再結合確率を増大させるプロセスを同時に推進する必要があると言える。本稿では、後者の研究一例について紹介する。

一般にAlGaIn系半導体では、バンドギャップエネルギーの大きなAlN層でバンドギャップエネルギーの小さなAlGaIn層を挟んだようなAlGaIn/AlN量子井戸構造(QW)を作製することで、活性層であるAlGaIn層での発光効率の向上を図っている。図1に示すように、AlNとGaInでは(a軸)格子定数が2.4%も異なり⁽¹¹⁾、他のIII-V族半導体と比較しても格子不整合が大きな系である特徴がある(AlAsとGaAs間では0.14%程度⁽¹²⁾)。このためAlGaIn系のQWでは、下地AlN層との格子定数差に伴って活性層内に圧縮歪みが生じ、これにより誘起されるピエゾ分極によって井戸層の成長方向に内部電界が発生する。この結果、活性層中の電子と正孔の波動関数が空間的に分離され、輻射再結合確率が劇的に低下することが知られている。この内部電界の大きさは井戸層の形成方向(結晶成長方向)に強く依存し、従来から多く利用されてきた極性面(0001)上の成長において、その値が最も大きくなり、極性面に垂直な無極性面[(1100)や(1120)など]上の成長では理論的にゼロとなることが示されている⁽¹³⁾。しかし、結晶表面の構造に起因した成長条件の差異

* 大阪大学 超高压電子顕微鏡センター; 特任助教(〒567-0047 茨木市美穂ヶ丘7-1)

Highly Efficient Deep-UV Emitters Based on Semipolar AlGaIn Quantum Wells; Shuhei Ichikawa (Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, Osaka University, Ibaraki)

Keywords: AlGaIn, Semipolar, deep ultraviolet (DUV), strain, stimulated emission

2017年12月22日受理[doi:10.2320/materia.57.109]

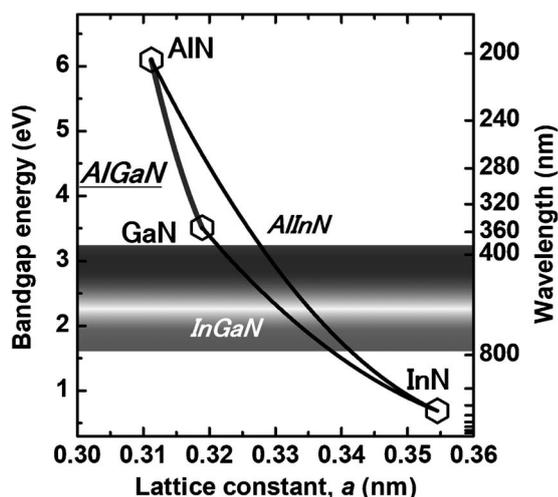


図1 窒化物半導体の格子定数およびバンドギャップエネルギー。

から、無極性面上への高品質 QW の結晶成長が非常に難しいことが知られている⁽¹⁴⁾。そこで本研究では、内部電界の低減と高品質結晶作製の双方を実現するために、従来の極性面に代わる新たな結晶成長面として、極性面と無極性面の中間の結晶面にあたる半極性面上への結晶成長を試みた。また、フォトルミネセンス(PL)測定を利用することで、実際に作製した半極性面 QW における輻射再結合寿命の評価と、その他の光学的特性の変化について解析した内容を紹介する。また、実際の発光デバイス作製を考慮した光取り出しの観点から、光学的偏光度の適切な制御に基づいた半極性面 QW からの誘導放出を目指した取り組みについても述べる。

2. 半極性面量子井戸の結晶成長条件とその光学特性

上述のように、AlGaIn 系半導体では高効率化の観点から、内部電界の抑制が期待できる非極性面(半極性面・無極性面)上への QW 作製が望まれている。しかしながら、従来の極性面上への成長との成長条件の差異から、高品質な非極性面 AlGaIn QW は実現されていない現状にあった⁽¹⁴⁾⁻⁽¹⁹⁾。本節では、高品質な半極性面 AlGaIn/AlN QW の作製にむけて取り組んだ下地 AlN 層の成長条件の最適化について述べる。その後、作製した半極性面 QW と従来の *c* 面 QW の発光特性の差異について述べる。

(1) 半極性面成長における成長条件の最適化

本稿で使用する試料はすべて、有機金属気相成長法(MOVPE)を用いて単結晶 AlN 基板上にエピタキシャル成長することにより作製した。用いた AlN 基板は *c* 面、 $(\bar{1}\bar{1}02)$ 面(*r* 面⁽²⁰⁾)、 $(11\bar{2}2)$ 面の3種類である。成長温度 1200 °C、V/III 比 217、成長圧力 76 Torr の条件下で *c* 面 AlN ホモエピタキシャル膜を成長し、表面を原子間力顕微鏡(AFM)により評価した[図 2 (a)]。図 2(a)に示すように、*c* 面 AlN 膜表面には 1 分子層高さのステップを有するステップ-テラス構造が確認され、原子レベルで平坦な表面が得られていることが分かる。また、その自乗平均粗さ(RMS)

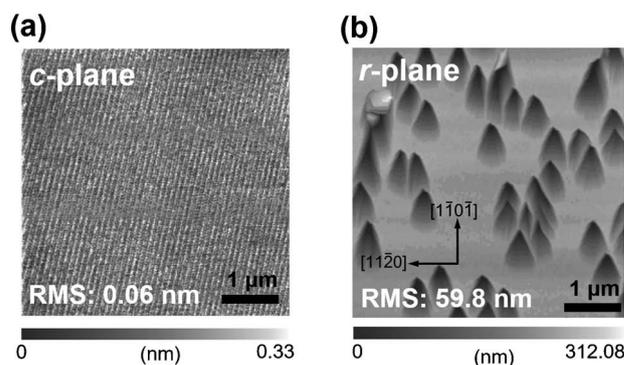


図2 低圧条件下(76 Torr)で成長した AlN 膜の表面 AFM 像, (a) *c* 面 AlN 膜, (b) *r* 面 AlN 膜。

は 0.06 nm 程度であり、厚さ数ナノメートルの QW を作製する上で十分高品質な AlN 膜が得られていることが分かる。一方で、同様の成長条件を用いて半極性面基板上にホモエピタキシャル成長を行った際には、図 2(b)に示すように、成長表面に多量のピット($\sim 10^8 \text{ cm}^{-2}$)が出現し、著しい結晶性の悪化が観察された。これに伴い RMS 値も 59.8 nm と急増し、QW 作製が困難な状態であることが分かる。これらの結果は、結晶方位によって最適な成長条件が異なる事を明示しており、高品質半極性面 QW 作製のためには、成長条件の最適化が必要であることが分かる。成長膜厚を変化させながら表面観察を行ったところ、成長の初期段階でピットが生成され、成長膜厚の増加と共にピットが肥大化することが明らかになった。そこで、炉内圧力を変えることにより、成長最表面に生成される成長核密度を制御し、成長初期段階においてピット内部への核生成を促進させることでピットの消滅を試みた。図 3 に、成長圧力を変化させた際の *r* 面 AlN ホモエピタキシャル膜の表面 AFM 像を示す。図より、成長圧力の増加に伴って形成されるピット密度が劇的に減少することが明らかになった。これは成長圧力の増加によって、表面に吸着した Al 原子のマイグレーションが適度に抑制され、成長最表面に生成される AlN 成長核密度が増加したために、ピット内部にも核生成が促進され、ピットが埋没・消滅したためだと考えられる。また 500 Torr 成長時において、ピット消滅後の RMS 値は 0.19 nm であり、これは *r* 面の面間隔とほぼ同等であることから、原子レベルで平坦な表面が得られていることがわかる。またこれらの結果は、適切な成長核密度の制御によって、吸着 Al 原子の拡散抑制下においても、ピット外部における 2 次元核成長が維持されることで、平坦領域が保たれることも同時に明示している。これらピットの生成・消滅に関する傾向は、*r* 面以外の半極性面成長時においても広く同様に観察され、高圧力下(500 Torr)での成長により高品質な半極性面 AlN 膜が普遍的に得られることを見出した。

そこで、以後の AlGaIn/AlN QW 作製時においても、*c* 面上の成長では成長圧力を 76 Torr に保ち、半極性面上の成長では成長圧力を 500 Torr に保った状態で結晶成長を行った。成長後の表面 AFM 像から、いずれの試料も原子レベルで平坦な表面を維持したまま QW 構造が作製されているこ

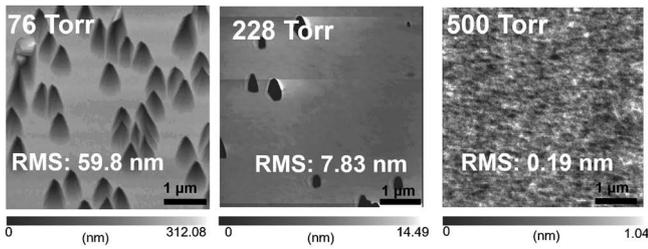


図3 r 面 AlN 薄膜の表面モフォロジーの成長圧力依存性.

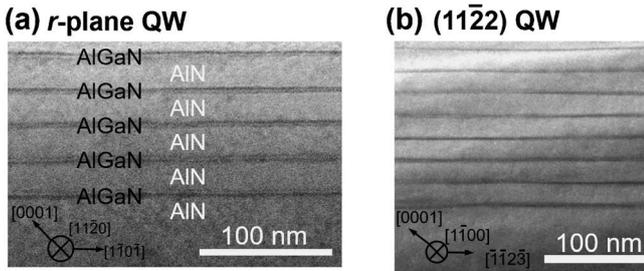


図4 半極性面 AlGaIn/AlN QW の断面 TEM 像. (a) r 面 QW, (b) $(11\bar{2}2)$ 面 QW.

とが明らかになった. つづいて, 透過型電子顕微鏡(TEM)により QW 界面の構造評価を行った. r 面および $(11\bar{2}2)$ 面 AlGaIn/AlN QW の断面 TEM 像を図 4 (a), (b)にそれぞれ示す. 図 4 より, 非常に急峻な量子井戸界面が実現されており, 成長圧力の最適化によって高品質な半極性面 QW が得られることが明らかになった⁽²¹⁾.

(2) 発光特性の比較

c 面および半極性面上に作製した高品質 $\text{Al}_{0.8}\text{Ga}_{0.2}\text{N}/\text{AlN}$ QW について PL 測定および時間分解 PL (TRPL) 測定を行い, 発光特性の比較を行った. 励起光源には Ti:Sapp 4倍高調波レーザ(励起波長: 210 nm)を用い, AlGaIn 層のみを選択励起した. また, 測定はスクリーニングの影響が無視できるような弱励起条件下(初期キャリア密度: $0.95 - 5.0 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$)で行った. いずれの測定も, 特に指定のない場合は極低温下(6.5 K)で行ったものである.

各成長面 QW の PL ピークエネルギーの井戸幅依存性を図 5 に示す. 一般に, 井戸幅の狭い試料の遷移エネルギー変化は量子効果によって支配されるが, 井戸幅が広い試料ではその変化量が内部電界の大きさによって支配される. そこで図 5 において, 井戸幅が広い領域における PL ピークエネルギーの変化量から, 各面方位の QW における内部電界の大きさを見積もった. c 面, r 面, $(11\bar{2}2)$ 面 QW において, 見積もられる内部電界はそれぞれ, 2.3, 0.70, 0.20 MV/cm であり, 半極性面 QW の実現により量子井戸内に生じる内部電界を 1/3 以下にまで低減できていることが明らかになった.

つづいて, 図 6 (a)にこれら各量子井戸のピークエネルギー付近における TRPL 減衰曲線を示す. 図より, c 面 QW における PL 強度の減衰に対して, 半極性面 QW における

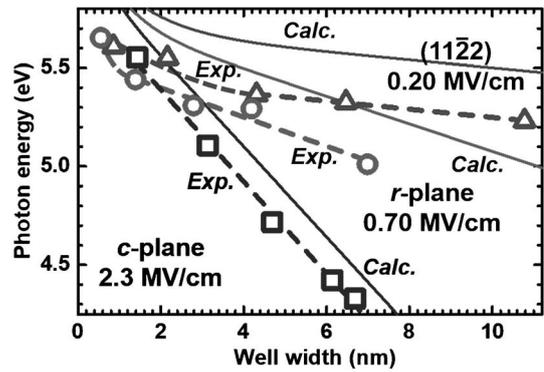


図5 各 AlGaIn/AlN QW の PL ピークエネルギーの井戸幅依存性.

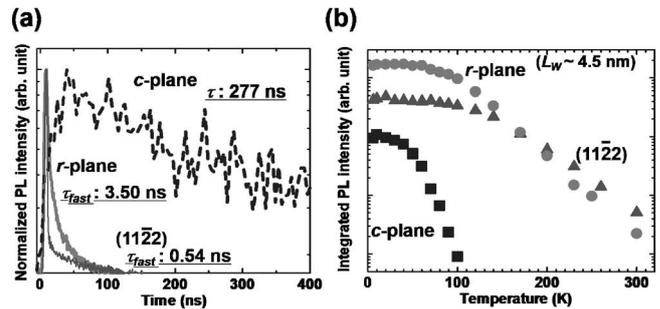


図6 各 AlGaIn/AlN QW における (a) 低温 TRPL 減衰曲線と (b) 積分 PL 強度の温度依存性.

PL 強度の減衰が非常に速いことが分かる. この減衰曲線から見積もられるキャリア再結合寿命は, r 面 QW では 3.50 ns, $(11\bar{2}2)$ 面 QW では 0.54 ns であり, c 面 QW における 277 ns に対して非常に短いキャリア寿命であった. これらキャリア寿命について井戸幅依存性を観察すると, 見積もられるキャリア寿命は井戸幅と共に増大することが明らかになった. この過程は, 内部電界の影響をより強く受ける広井戸幅の QW において, 輻射再結合寿命が長寿命化する傾向と合致している. これらの結果から, 本測定において見積もられたキャリア寿命は, 輻射再結合過程の影響を主に受けた寿命であると考えられる. つまり, 本測定結果は c 面 QW と比較して半極性面 QW における輻射再結合確率が著しく増大したことを示唆するものである. また, 図 6(b)に積分 PL 強度の温度依存性を示す. 図より, いずれの温度領域においても, 半極性面 QW からの発光が c 面 QW からの発光に比べて非常に強く, また温度上昇に伴って生じる PL 強度の低下(熱消光)も弱いことが分かる. 図 6(a) (b)は, 半極性面 QW では内部電界が抑制されたことで, 輻射再結合寿命が著しく短くなり, 発光効率が向上したことを明示する結果であるといえる. また内部電界の影響をより受けにくい井戸幅の狭い QW においても(井戸幅約 1.5 nm), 半極性面 QW からの強発光(室温付近で c 面 QW 比 75 倍以上)が確認され, 半極性面 QW の高い光学的優位性が示された. また, 井戸幅約 4.5 nm の各面方位の QW について, 低温条件下(6.5 K)で得られた PL スペクトルを図 7 に示す. 図より, c 面 QW の発光に比べて半極性面 QW の発光は線幅が非常に狭

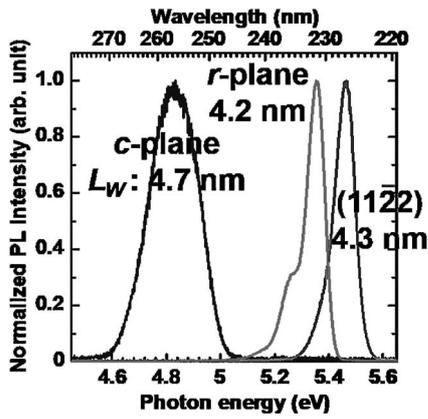


図7 各AlGaN/AlN QWの低温 PL スペクトル。

いことが分かる。これは、半極性面 QW において内部電界が低減されたことで、構造的揺らぎ(井戸幅ゆらぎや組成揺らぎなど)が発光エネルギーの分布に与える影響が抑制されたためと考えられる⁽²²⁾。上記のように、内部電界の抑制は、発光再結合確率の増大以外の光学的特性の改善にも大きく寄与することが明らかとなった⁽²³⁾。

3. 光学的偏光度の制御

これまで、内部量子効率の向上にむけた高品質半極性面 QW 実現に向けた取り組みを紹介してきた。しかし実際のデバイス構造作製時には、光取り出し効率も考慮した構造設計が必要になる。具体的には、LED 構造作製時は表面方向への光取り出しを促進する必要があり、LD 構造の作製時には、劈開ミラーを利用した誘導放出が望まれるために、劈開面方向への光取り出しが求められる。これら光取り出し方向には、光学的偏光度(前者は面外偏光度、後者は面内偏光度)の果たす役割が非常に大きく、その制御はデバイス作製時に重要な位置づけにある。AlGaN 系の半導体では、AlN と GaN の価電子帯最上位バンドが異なる⁽²⁴⁾⁻⁽³⁰⁾ことから(それぞれ結晶場分裂正孔バンドと重い正孔バンド)、組成や量子井戸幅、歪み等の影響によって偏光度が大きく変化する⁽¹⁴⁾⁽³¹⁾。とくに半極性面成長では、結晶の性質上の問題から、劈開ミラーの作製方向が一意に決定されるため、面内偏光度のより正確な制御が不可欠となる。本節では、半極性面 QW の面内偏光度を適切に制御することで、未だ報告例のない光ポンピングによる半極性面 QW からの誘導放出を目指して行った研究内容について述べる。

端面からの光取り出しに関して *r* 面 AlGaN/AlN QW を例にとると、(1 $\bar{1}$ 00)面(*a*面)を共振器端面とした光取り出しが望まれる。したがって、表面からの発光が $E//[1\bar{1}01]$ に強く偏光している必要がある。一方で、偏光度の制御に加えて、発光波長の選択や高効率発光も同時に実現する必要がある。これまでの実験・計算結果から、広い井戸幅は放射再結合確率の低下を招くことが明らかになっているため、高い発光効率を維持しながら発光波長を制御するためには、狭い井戸幅(1.5 nm 程度)を保ちつつ Al 組成を変化させる事が望ましいと言える。そこで、井戸幅を 1.5 nm 程度に保った際の、*r*

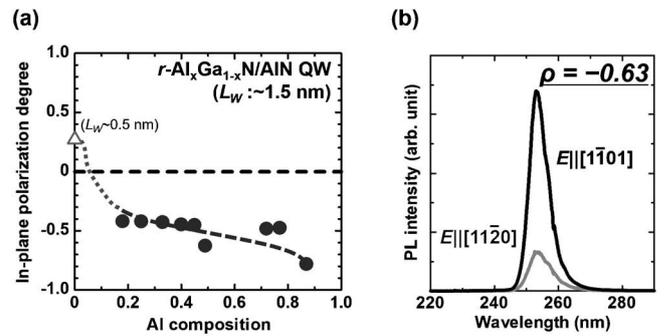


図8 *r* 面 AlGaN/AlN QW (井戸幅 ~ 1.5 nm) における (a) 面内偏光度の Al 組成依存性、(b) Al 組成 50% における偏光 PL 測定結果。

面 AlGaN/AlN QW における面内偏光度の Al 組成依存性を図 8 (a) に示す。このとき面内偏光度 σ は

$$\rho = \frac{I_{[11\bar{2}0]} - I_{[1\bar{1}01]}}{I_{[11\bar{2}0]} + I_{[1\bar{1}01]}}$$

のように定義した。 I_i は *i* 方向偏光した表面発光強度を示している。図より、Al 組成が 20% 程度以上であれば $E//[1\bar{1}01]$ に偏光した発光が実現できることが明らかとなった。これは計算結果とほぼ一致する結果である。そこで、光ポンピング用の試料として *r* 面 $Al_{0.5}Ga_{0.5}N/AlN$ QW (井戸幅 ~ 1.5 nm) を作製した。図 8 (b) に作製した試料の偏光 PL 測定の結果を示す。図より、強く $E//[1\bar{1}01]$ に偏光していることが分かり、*a* 面からの光取り出しが可能であることを示している。

つづいて、作製した *r* 面 $Al_{0.5}Ga_{0.5}N/AlN$ QW に対して、シリンドリカルレンズを用いて ArF エキシマレーザ (λ : 193 nm) をストライプ状に集光し、*a* 面からの発光を観測した (@11 K)。この際、劈開により共振器を作製し、キャビティ長は 2 mm とした。図 9 (a) に各励起強度における発光スペクトルを示す。図より、強励起条件下において、波長 250 nm で誘導放出が観測されていることが分かる。図 9 (b) に示す PL 強度と発光半値幅の励起強度依存性の結果から、閾値励起密度はおおよそ 500 kW/cm² であることが分かった。これらの結果は、半極性面 AlGaN/AlN QW からの誘導放出の観測に初めて成功した例である。一方で、閾値励起密度に関しては更なる改善が望まれる値であった。現在のところ、劈開ミラーにおけるミラーロスが閾値を律速しているものと考えており、今後は誘電体多層膜ミラーによる端面コーティングを利用した反射率の向上によって低閾値化が可能であると考えている。

4. まとめ

本稿では、高効率深紫外発光素子の実現に向けた取り組みとして、半極性面 AlGaN/AlN QW の結晶成長、内部電界評価、キャリア再結合寿命評価、光学的偏光度制御に関する研究を紹介した。半極性面 AlN 基板上的 MOVPE 成長では、従来の極性面上の成長よりも高圧力下で結晶成長を行い、適切に核生成密度を制御することで、原子レベルで平坦

蟻の巣状腐食に対する耐食性に優れた銅管“DANT®”の開発

河野浩三^{1)*} 鈴木 忍^{1)**} 金森康二^{2)*}
 玉川博一^{***} 京 良彦^{2)*} 大谷良行^{1)*}

1. 緒 言

蟻の巣状腐食は銅の局部腐食の一種であり、ギ酸や酢酸といったカルボン酸との接触により発生することが知られている⁽¹⁾。腐食の断面形状は文字通り“蟻の巣”のように複雑に入り組んでおり、腐食の間口が数 μm ～数十 μm と非常に微小で肉眼で見えることは困難な上、深さ方向への進行が早いという特徴がある。銅管の大きな市場であるエアコン用銅管については、給水・給湯用および冷凍空調用の水道水や、冷却水が流れる場合と比較して発生する腐食の種類は少なく、蟻の巣状腐食が主要な腐食問題として位置づけられている。最近では環境要因によって、外面側から発生する蟻の巣状腐食が世界中で増加している。

これまで蟻の巣状腐食の発生機構は概ね明らかにされてきたが、有効な対策材は存在しなかった。蟻の巣状腐食の材料要因として銅中のリンの影響が指摘されており、リンを含まない無酸素銅(C1020)に比べて、リンを微量含むリン脱酸銅(C1220:0.015~0.040 mass%P)では、蟻の巣状腐食が激しくなることが知られていた⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。しかし、著者らは蟻の巣状腐食の発生に及ぼす銅中のリン濃度の影響をより広く検討し、リンを一定量以上に増量すると蟻の巣状腐食に対する耐性が劇的に向上するという、新たな知見を発見した。本報告では、この発見を用いて開発した、蟻の巣状腐食に対する耐食性に優れた銅管“DANT®”について報告する。

2. リンが蟻の巣状腐食に及ぼす影響の検討

蟻の巣状腐食挙動に及ぼす銅中のリン添加濃度の影響を検討するため、リン濃度を0(無酸素銅)~1 mass%の範囲で含有する厚さ1.0 mmのCu-P合金板材を作製し、蟻の巣状腐食試験を行った。試料はいずれも光輝焼鈍を施してから試験に供した。蟻の巣状腐食試験法は有機酸雰囲気への暴露試験が標準的に用いられており、いくつかのバリエーションが存在するが、本報では宮⁽²⁾によって提案された方法を用いた。0.1 mass%に調整したギ酸水溶液100 mlを、図1⁽³⁾に示す2 Lのポリエチレン製容器に入れ、その気層部分に試験片を暴露し、40°C×22 h/25°C×2 hのヒートサイクルを与えた。試験期間は20~80日とした。なお、今回用いた0.1 mass%ギ酸雰囲気暴露試験は、実環境よりも相当厳しい腐食環境であると考えられる。試験後は供試材の腐食生成物を5 mass%硫酸で洗浄し、染色浸透探傷検査で腐食孔の位置を特定した上で、染色指示が強く出た部位を選んで断面観察を行った。

図2にギ酸暴露試験20日後の、銅中のリン添加濃度と最大腐食深さの関係を示す⁽³⁾。従来の知見どおり、蟻の巣状腐食による腐食深さは、無酸素銅(C1020)よりもリンを微量含有するリン脱酸銅(C1220)でより深くなった。しかしながら、リン濃度がさらに増加すると、腐食深さが大幅に抑制されることが見出された。実際に使用されている伝熱管の肉厚

* 株式会社 UACJ 技術開発研究所 第五研究部：1)主査 2)主事
 ** 株式会社 UACJ 技術開発研究所 第二研究部：1)室長 2)研究員
 *** 株式会社 UACJ 銅管 伸銅所 技術管理部：主事
 Development of Ant's Nest Corrosion Resistant Copper Tubes “DANT®”; Kozo Kawano*, Shinobu Suzuki**, Koji Kanamori*, Hirokazu Tamagawa***, Yoshihiko Kyo* and Yoshiyuki Oya**(*No.5 Research Department, R&D Division, UACJ Corporation. **No.2 Research Department, R&D Division, UACJ Corporation. ***Technology & Quality Assurance Department, Copper Works, UACJ Copper Tube Corporation)
 2017年11月7日受理[doi:10.2320/materia.57.114]

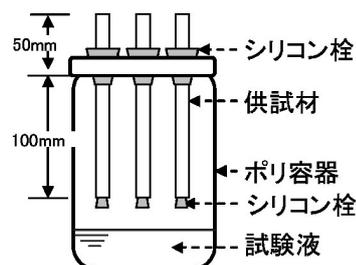


図1 蟻の巣状腐食試験方法の概略⁽³⁾。

が 0.25 mm 程度なため、リン添加量を 0.2 mass% 以上とすることが有効であると推定された。

そこで、本開発合金を用いた高耐食銅管(DANT[®])を試作し、その耐食性を前述の試験法にて評価した。銅管は外径 6.35 mm、肉厚 0.24 mm の内面溝付管とし、P 添加濃度は従来材である 0(C1020)、0.027(C1220)および 0.22、0.24、0.29 mass%(DANT[®])とした。

試験期間と最大腐食深さの関係を図 3 に示す⁽³⁾。リン添加濃度が 0.2 mass% 以上(DANT[®])では、80 日経過後も腐食の進行が非常に緩慢であり、腐食深さは最大でも 150 μm 未満に抑制されていた。一方、従来材である C1220 および C1020 では、わずか 20 日以内に肉厚を貫通する腐食が生じた。このことから、DANT[®]では蟻の巣状腐食による銅管の肉厚貫通が効果的に抑制されることが確認できた。図 4 に試験 80 日後の断面観察結果を示す⁽³⁾。DANT[®]では腐食形態が蟻の巣状とはならず、比較的浅い半球状を呈していたが、従来材である C1220 や C1020 はいずれも肉厚内部で複雑に入

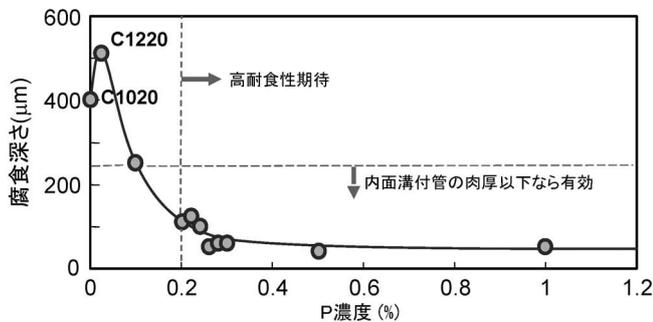


図 2 0.1 mass% 硝酸雰囲気暴露 20 日後のリン添加濃度と腐食深さの関係⁽³⁾。

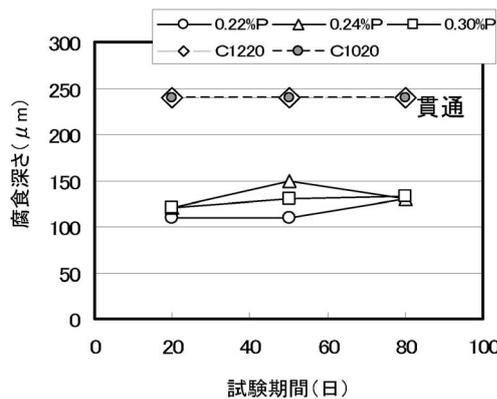


図 3 試作した各種内面溝付管の、0.1 mass% 硝酸雰囲気暴露後の腐食深さと試験期間の関係⁽³⁾。

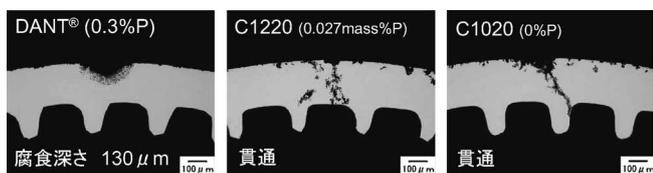


図 4 0.1 mass% 硝酸雰囲気暴露 80 日後の溝付管の断面観察結果⁽³⁾。

り組んだ、典型的な蟻の巣状腐食が生じていた。

3. 耐蟻の巣状腐食性発現メカニズムの検討

銅中のリンは腐食孔中でリン酸イオンとして溶出し、蟻の巣状腐食挙動に影響を与えることが示唆されている⁽²⁾⁻⁽⁵⁾。また硝酸水溶液に浸漬したリンを多く含む銅合金から、実際にリン酸イオンが溶出することが、イオンクロマトグラフィーにより確認され⁽³⁾、さらに硝酸雰囲気中に暴露した DANT[®]の断面を電子線マイクロアナライザ(EPMA)により分析したところ、一般部には見られないリンの濃化が腐食部内において観察された⁽⁶⁾。このことから、DANT[®]の腐食部では、銅中のリンがリン酸イオンとして比較的多量に溶出し、腐食形態が蟻の巣状から浅い半球状に変化したものと考えられた。

環境中のリン酸イオンが蟻の巣状腐食に与える影響を検討するため、次のような実験を行った。蟻の巣状腐食は前述の気相暴露試験以外にも、液相中への浸漬によっても再現できることが報告されている⁽⁷⁾。そこで、硝酸にリン酸を添加した水溶液中に無酸素銅の板材を浸漬させ、腐食挙動を観察した。溶液は硝酸 0.01 mass% にリン酸を 0 (添加なし) および 0.002 mass% 添加したものとし、リン酸ありの溶液は NaOH を用いてリン酸添加なしの pH (pH3.28) に調整してから用いた。供試材を溶液中に浸漬し、室温にて 30 日間静置した。試験後は外観観察を行うとともに、先述の方法に従って染色浸透探傷検査および断面観察を実施した。

浸漬試験結果を図 5 に示す⁽⁶⁾。リン酸イオンを含まない硝酸水溶液中(図 5(a))では、亜酸化銅とみられる沈殿皮膜の生成により銅板表面が暗褐色に変化し、酸洗後の染色浸透探傷検査で染色反応が確認された。さらに指示部を断面観察した結果、蟻の巣状腐食の発生が確認された。これは、表面に生成した沈殿皮膜の微細な欠陥を起点として、局所的な腐食が発生し、蟻の巣状腐食に成長したためと考えられる。一方、リン酸イオンを添加した硝酸水溶液中では(図 5(b))、沈殿皮膜が生じず、銅板の変色が見られなかった。さらに染色浸透探傷検査によっても染色反応は確認されず、断面観察を行っても局部腐食の発生は認められなかった。このとき、リン酸添加水溶液中でも一定量の腐食減量が観察されたにも関わらず、局所的な侵食が見られなかったことから、腐食形態が全面腐食であったことが分かった。これは、環境中のリン酸イオンが、銅から溶出した銅イオンと優先的に結合する

	硝酸	リン酸	浸漬試験後外観	染色探傷試験後外観	断面
(a)	0.01 mass%	0 mass%	暗褐色に変色	染色反応あり	蟻の巣状腐食発生
		0.002 mass%	変色なし	染色反応なし	蟻の巣状腐食なし

図 5 無酸素銅板の硝酸 + リン酸水溶液中への 30 日浸漬試験結果⁽⁶⁾。

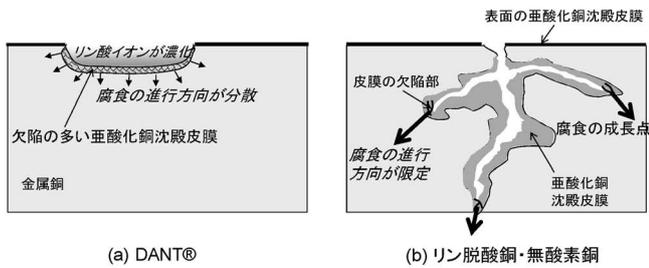


図6 蟻の巣状腐食の発生・成長メカニズムの模式図⁽⁶⁾。

ことにより沈殿皮膜の形成を阻害し、腐食の起点の局在化を防止したためであると考えられる。この浸漬試験は自由表面における結果であるが、蟻の巣状腐食内部には常に亜酸化銅の沈殿皮膜が見られること⁽¹⁾⁽⁶⁾、さらに前述のようにDANT®の腐食孔内部ではリン酸イオンの溶出が確認されている⁽³⁾ことから、図6の模式図⁽⁶⁾のように、腐食孔内においても同様のメカニズムを適用できると考えられる。すなわち、有機酸雰囲気中に置かれた銅表面では、亜酸化銅沈殿皮膜の欠陥部などから局所的な腐食が発生する。従来材では腐食の成長点が局在化しているために、肉厚方向への進行速度が非常に早く、腐食形態は蟻の巣状を示す。一方、DANT®では比較的多量のリン酸イオンが腐食部に濃化し、腐食部内の亜酸化銅沈殿皮膜の形成が抑制されることで、腐食部内部の沈殿皮膜は欠陥の多い状態となる。これによって腐食の成長点が分散されるため、腐食形態が浅い半球状となり、肉厚方向への進行速度が大きく抑制されると考えられる。

4. その他の材料特性

(1) 機械的性質

図7にDANT®および比較材の機械的性質を示す。DANT®ではリン濃度が高いため、リン脱酸銅や無酸素銅に比べてやや高い強度および同等の伸びを示す。したがって、高強度材として薄肉化などに資する一方で、従来材と同等の加工性が期待できる。実際にφ6.35 mm、肉厚0.23 mmの内面溝付管を用いたヘアピン曲げ試験(曲げピッチ22 mm)を行ったところ、DANT®はC1220と同等の加工性を示した。さらに、ろう付性についても調査し、C1220と同等であることを確認している。

(2) 耐応力腐食割れ性

合金中のリン濃度を0(C1020)、0.027(C1220)および0.23、0.32、0.38 mass% (DANT®)とした供試材を用い、応力腐食割れ性を調査した⁽⁸⁾。外径9.52 mm、肉厚0.4 mmの銅管を試作し、光輝焼鈍を行った後に、空調機器用熱交換を想定したヘアピン曲げ加工(曲げ半径13 mm)と拡管加工(拡管率10%)を施したものを供試材とした。試験はDIN50916規格に準拠して行い、NaOHでpH10に調整したNH₄Cl水溶液

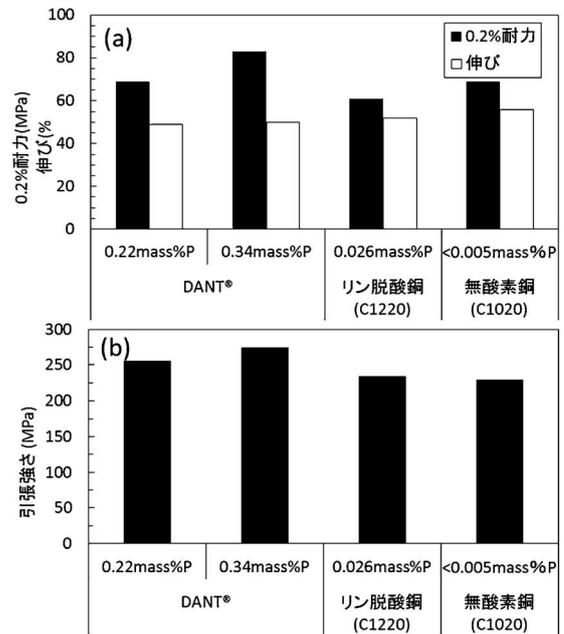


図7 DANT®(0.22, 0.34 mass%P)、リン脱酸銅および無酸素銅の(a)0.2%耐力、伸び、および(b)引張強さ。

雰囲気中に供試材を暴露し、30℃一定で最大168 hrまで保持した。試験後に供試材の外観観察および断面観察を行った結果、いずれの条件においても軽微な粒界腐食が見られたのみであり、応力腐食割れの発生は認められなかった。

5. 結 言

DANT®はCu-P系という単純な合金系でありながら、従来材と比べてはるかに高い耐蟻の巣状腐食性を示し、かつ従来材と同等の加工性を持つ材料である。主に空調用配管への適用が期待されており、すでに量産を開始している。また本開発技術で特許第5775238号、商標第5897179号を取得しており、さらに関連特許を国内外に多数出願中である。

文 献

- (1) 能登谷武紀, 河野浩三: 伸銅技術研究会誌, **37**(1998), 27-33.
- (2) 宮一普: 材料と環境, **61**(2012), 438-442.
- (3) 河野浩三, 鈴木忍, 金森康二, 玉川博一, 京良彦, 大谷良行: 銅と銅合金, **55**(2016), 140-145.
- (4) 伊藤真一, 細木哲郎, 渡辺雅人, 土屋昭則: 銅と銅合金, **55**(2016), 130-134.
- (5) 世利修美, 一宮洋風, 境昌宏: 銅と銅合金, **53**(2014), 128-133.
- (6) 京良彦, 大谷良行, 金森康二, 河野浩三, 熊谷正樹: 銅と銅合金, **56**(2017), 166-172.
- (7) 境昌宏, 亀田勇輔, 世利修美: 銅と銅合金, **51**(2012), 196-200.
- (8) 玉川博一, 金森康二, 河野浩三, 京良彦, 大谷良行: 第64回材料と環境討論会予稿集, (2017), C-102.

石炭運搬船用高耐食性鋼板の開発

池田博司^{*1)} 塩谷和彦^{*1)} 伊木 聡^{*2)}
 山村直一^{*3)} 長谷和邦^{*4)}

1. 緒 言

海上を航行する船舶にとって、腐食はその寿命を左右する重要な問題である。海水に直接触れる船体はもとより、船体安定の為、海水を出し入れするバラスタック、荷油タンクおよびカーゴホールドなどの貨物積載部、そして、ポイドスペースなど、それぞれの環境に適した塗装もしくは防食対策方法が整備され、適用されてきた⁽¹⁾。一方、更なる安全性の確保や、安全性と経済性の両立の観点から、近年、造船用耐食鋼がクローズアップされ、これまでに、荷油タンク上甲板の全面腐食、荷油タンク底板の孔食に対応した耐食鋼⁽²⁾、バラスタックの塗膜下腐食に対応した耐食鋼⁽³⁾が開発、実船適用されている。

ばら積み貨物船においては、1990年代初頭に海難事故が相次ぎ発生し、国際的な問題となった⁽⁴⁾。特に、石炭船や石炭・鉱石兼用船で事故が多く報告されており、その原因の大部分はカーゴホールド(船倉)内の損傷であった。図1に石炭運搬船のカーゴホールド内の腐食状況を示す。側壁部、肋骨部において、多数のピット状腐食が発生している。このカーゴホールドの激しい腐食は、石炭に含まれる硫黄分が水分と反応し、希硫酸水溶液が生成することに起因すると考えられている⁽⁵⁾。腐食対策として、現在では、IACS(International Association of Classification Societies)により塗装や腐食に対する予備厚(例えば、シングルハル側壁で3.5 mmの板厚増加)の付与が義務づけられている⁽⁶⁾。しかし、石炭運搬船カーゴホールドでは、塗膜は積荷や荷役装置との接触により剥離するため長期の防食効果は期待できず、再塗装が必要と

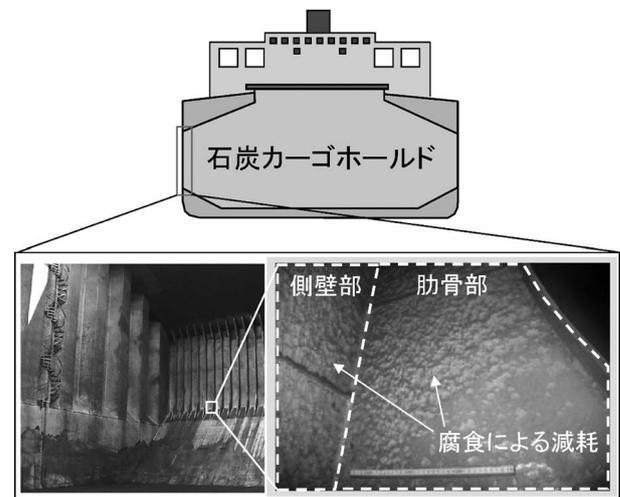


図1 石炭運搬船カーゴホールド内の腐食状況例。

なる。また、局所的には腐食減耗量が予備厚を上回って鋼板の交換が必要となるケースもあり、メンテナンスコストを増大させ、さらに腐食が広範囲にわたる場合には、船の寿命自体に影響を与えることになる。そのため、石炭運搬船カーゴホールドの更なる防食対策、すなわち、耐食鋼の開発が必要となった。

ここで、造船用耐食鋼としては、前述の荷油タンク用耐食鋼⁽²⁾やバラスタック用耐食鋼⁽³⁾が開発されているが、これらの腐食環境と石炭カーゴホールドの腐食環境は大きく異なるため、当該腐食環境に対応した開発が新規に必要であった。そこで、著者らは、鋼に微量の合金元素を添加することにより、石炭運搬船カーゴホールドの腐食減耗を抑制し、補修寿命を延長できる耐食鋼⁽⁷⁾⁻⁽⁹⁾を開発した。本稿では開発鋼の特徴ならびに性能について紹介する。

2. 開発技術

一般に、鋼材表面に錆層が形成する使用環境で耐食性を向

* JFE スチール株式会社
 スチール研究所 鋼材研究部；1)主任研究員 2)部長
 3)西日本製鉄所 鋼材商品技術部；主任部員
 4)技術企画部；企画グループリーダー(理事)
 Development of Corrosion Resistant Steel for Coal Carrier;
 Hiroshi Ikeda, Kazuhiko Shiotani, Satoshi Igi, Naokazu Yamamura, Kazukuni Hase (JFE Steel Corporation)
 2017年11月15日受理[doi:10.2320/materia.57.117]

上させるには、鋼へ適切な合金元素を添加し、腐食に伴い溶出する合金元素の作用を活用することで、保護性の錆層を形成させる方法が用いられる⁽¹⁰⁾。すなわち、合金元素の作用により保護性の錆層を形成させる方法としては、錆層を細粒化し構造的に腐食因子の透過を抑制する⁽¹¹⁾、また、錆層のイオン選択透過性を変化させ電氣的に腐食性アニオンの透過を抑制する方法⁽¹²⁾などが知られる。しかしながら、これまで石炭船腐食環境での耐食性に及ぼす錆層の性状の影響は調査されていなかったため、本耐食鋼の開発では、石炭船の腐食環境で形成される錆層の性状と耐食性との関係について、実船調査や実験室腐食試験などにより調査した。その結果、石炭船の腐食環境で形成する主要錆種であるマグネタイト錆粒子の微細化によって、石炭由来の硫酸イオンの透過を抑制することが耐食性の向上に最も有効であることを発見した。そして、マグネタイト錆粒子の微細化にはCuなどの合金元素の添加が有効であることを発見した。さらに、最適な合金元素の組み合わせにより、造船用鋼としての十分な機械的特性を確保しつつ、超微細錆粒子の形成を達成した。

図2に後述する実船暴露材錆層断面の合金元素が濃化した錆層部分を透過型電子顕微鏡により観察した結果を示す。従来鋼では数十nmの粗大な錆粒子で構成されているが、耐食鋼の錆粒子は数nmと顕著に小さくなっている。この微細な錆粒子が緻密な錆層を形成する。合金元素による錆粒子の微細化は、錆粒子の結晶成長阻害が一因である。図3に錆層断

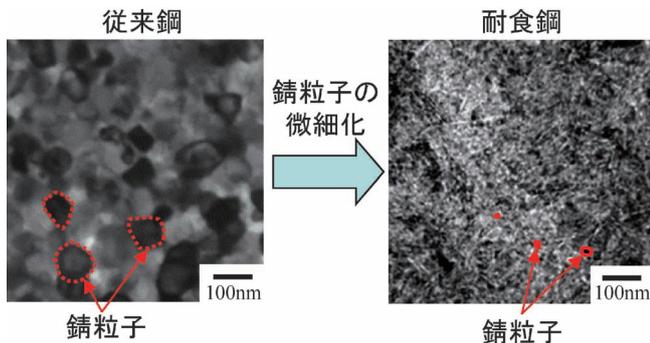


図2 従来鋼と耐食鋼の錆層における錆粒子サイズの比較(実船暴露10か月経過材、透過型電子顕微鏡観察結果)。

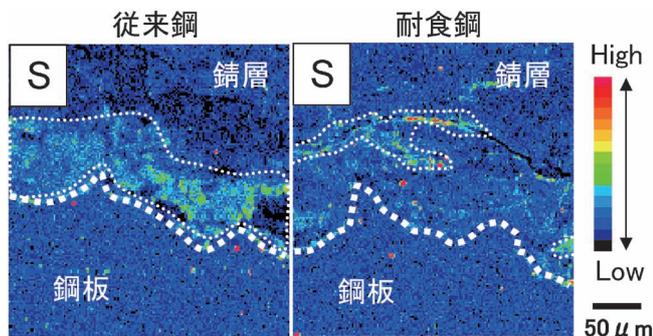


図3 従来鋼と耐食鋼の錆層-鋼板界面付近におけるS(硫黄)分布の比較(実船暴露試験22か月経過材、EPMA分析結果、錆層中の破線はS濃化域を示す)。

面におけるS(硫黄)の存在位置を示す。従来鋼では地鉄表面にSが多く存在しているのに対し、耐食鋼ではそれが顕著に少なく、耐食鋼では硫酸イオンの地鉄表面への近接を抑制していることが分かる。以上の観察結果に基づいた開発耐食鋼の耐食性発現機構を図4に示す。本耐食鋼は、腐食に伴い鋼材より溶出する合金元素の作用を活用することで鋼材表面に微細錆粒子で構成される緻密な保護性の錆層を形成させ、この錆層が石炭由来の硫酸イオンの鋼材表面への侵入をブロックすることで耐食性を発現する。

3. 開発鋼の特性

開発目標として、耐食性に関しては、鋼板の交換までの寿命を従来鋼に対し2倍以上に延長すること、機械的特性に関しては、板厚30mmでYP390E級を満足することを目標とした。表1に開発耐食鋼の化学成分例を示す。以下、耐食性能と機械的特性について述べる。

(1) 耐食性能

開発耐食鋼の実験室腐食試験により長期の寿命予測を行った⁽⁹⁾。実験室腐食試験では、所定の粒度へ揃えた石炭を試験片の上に積載し、恒温恒湿器により実船環境を模擬した乾湿のサイクルを与えた。試験期間は28, 56, 84, 168日間とし、n=3で実施した。そして、腐食試験後、試験片に生じた腐食深さをレーザ粗さ計により測定し、極値統計処理により所定の面積まで評価領域を拡張したときの最大腐食深さを求めた。寿命予測は、最大腐食深さが式(1)に従うと仮定し、前記168日までの試験結果を曲線近似することによって、それ以降の腐食挙動を外挿した。式(1)は、例えばIMO MSC.289(87)⁽¹³⁾に規定される原油タンク上甲板用の耐食性試験における25年後推定腐食損失量の算出方法に用いられている。

$$y = ax^b \quad (1)$$

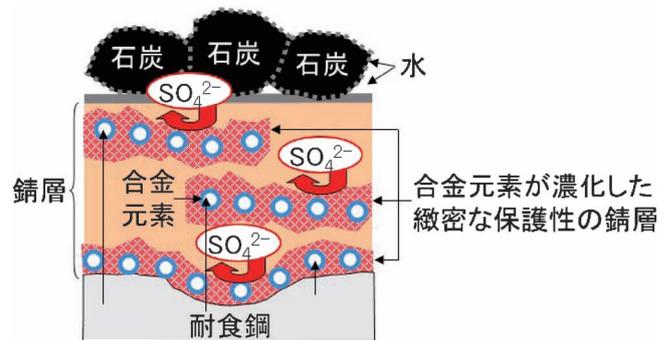


図4 開発耐食鋼の耐食性発現機構。

表1 開発耐食鋼の化学成分の例。

グレード	板厚 (mm)	化学成分(mass%)					
		C	Si	Mn	P	S	Ceq*
YP390E	30	0.070	0.20	1.46	0.006	0.0024	0.33

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

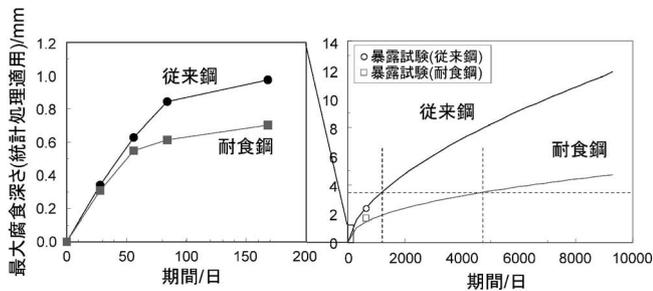


図5 実験室石炭積載腐食試験での耐食鋼の腐食挙動および実船暴露試験結果。

ここで、 y ：最大腐食深さ(mm)， x ：期間(日)， a, b ：定数
 図5に実験室での耐食鋼の石炭積載腐食試験結果を示す。168日時点で従来鋼に対し耐食鋼の最大腐食深さは約7割に抑制されており、その差は試験期間が長くなるにつれて拡大する傾向を確認した。さらに、長期の最大腐食深さを予測した結果、耐食鋼のある腐食深さに(3.5 mm)に達する時間は、従来鋼の2倍以上であり、このことから、本耐食鋼の腐食による鋼板の交換までの寿命は、従来鋼の2倍以上になることが期待できる。

本耐食鋼は、実船環境(石炭運搬船カーゴホールド内肋骨部)での2.5年間のテストピース暴露試験も実施されている。図5の右図内に暴露試験での最大腐食深さを併せて示す。なお、図5において、実船暴露試験の試験期間は、従来鋼の最大腐食深さを基準にすることで、実験室腐食試験の試験期間へ変換した。図5から、実験室での耐食鋼の最大腐食深さ抑制効果は実船のそれと一致し、このことより、実船環境においても、開発耐食鋼は実験室腐食試験と同様の寿命延長効果が期待できる。

(2) 機械的特性

表2に母材の機械的特性例を示す。表3にこの鋼板を用いて作製した溶接継手の機械的特性例を示す。溶接継手は大入熱溶接適用時の機械的特性を評価するため、入熱197 kJ/cmのエレクトログラスアーク溶接(EGW: ElectroGas Arc Welding)により作製した。本開発鋼は、母材・溶接継手ともに、YP390E級の造船用鋼として機械的特性を十分満足する。

4. 実用化状況および特許

本耐食鋼は、2014年に世界で初めて石炭運搬船カーゴホールド用に開発、実船適用され⁽⁷⁾、現在まで計8隻に採用されている。今後ますます当該分野の鋼材として適用が拡大

表2 開発鋼の母材機械的特性(引張試験, シャルピー衝撃試験)。

	降伏強度(MPa)	引張強度(MPa)	伸び(%)	vE ₄₀ (J)
	474	524	20	341
規格(YP390E)	≥390	510-650	≥18	≥39

引張試験片の形状, 採取位置, 試験方向: NKU1号, 頂部, C方向
 シャルピー衝撃試験片の形状, 採取位置, 試験方向: NKU4号, 頂部表面1mm, L方向

表3 開発鋼の継手機械的特性(引張試験, シャルピー衝撃試験)。

板厚(mm)	溶接方法	溶接材料	引張強度(MPa)	ノッチ位置	vE ₂₀ (J)	
30	EGW, 入熱量: 197kJ/cm	(株)神戸製鋼所製 DW-S43G (1.6mmφ), KL-4	525, 527	表面 1mm	WM	89
					FL	214
					HAZ2mm	305
					HAZ5mm	316
				裏面 1mm	HAZ10mm	377
					WM	109
					FL	141
規格(YP390E)				-	≥39	

していくと考えられる。また、本技術に関連した特許も取得済み⁽¹⁴⁾である。なお、本開発における実船環境での暴露試験は、株式会社商船三井のご協力により行われたものであり、関係各位に深く感謝いたします。

文 献

- (1) 原田 晋：防錆管理，(2003)，89-100.
- (2) 古川直宏，鹿島和幸，伊藤 実，釣 之郎，阪下真司：ふえらむ，**20**(2015)，466-471.
- (3) 塩谷和彦，橋 俊一：日本船舶海洋工学会論文集，**24**(2016)，211-218.
- (4) 検査技術部：日本海事協会誌，**219**(1992)，79-117.
- (5) 小林佑規，田中義久，後藤英信，松岡一祥：日本造船学会論文集，**185**(1999)，221-232.
- (6) IACS: Common Structural Rules for Bulk Carriers, (2006).
- (7) <http://www.jfe-steel.co.jp/release/2014/05/140515.html>
- (8) 池田博司，塩谷和彦：自動車技術，**68**(2014)，88-89.
- (9) H. Ikeda, K. Shiotani, M. Omoda, S. Tsuru and T. Komori: Proceedings of CORROSION 16, Paper No. 7425, (2016).
- (10) 松島 巖：低合金耐食鋼，地人書館，(1995)，11.
- (11) T. Ishikawa, T. Yoshida, K. Kandori, T. Nakayama and S. Hara: Corrosion Science, **49**(2007)，1468-1477.
- (12) 竹村誠洋，藤田 栄，森田健治，佐藤 馨，酒井潤一：材料と環境，**49**(2000)，72-77.
- (13) IACS UI SC258, For Application of Regulation 3-11, Part A-1, Chapter II-1 of the SOLAS Convention (Corrosion Protection of Cargo Oil Tanks of Crude Oil Tankers), adopted by Resolution MSC.289(87), The Performance Standard for Alternative Means of Corrosion Protection for Cargo Oil Tanks of Crude Oil Tankers, (2013).
- (14) 例えば，特許第5862323号。

人生100年時代と研究者

—シルバー研究のすすめ—

東北大学名誉教授 花田修治

もの書きが苦手な私は原稿依頼を受けるとまず失礼にならない断り方を考える。そして言い訳の手掛かりはないかと依頼文を注意深く読み返す。年末に編集委員会から届いた原稿依頼はそんな私の悪癖を見抜いていたかのように、「研究、教育、趣味、最近思うこと、体験を通して感じたことなど思いつくままに自由に書いていただきたい」と逃げ場を閉ざしたうえで、「後輩、若手研究者を鼓舞するようなメッセージを」とある。最近若者を前にすると愚痴っぽくなり始めた私を経験豊かな先輩と呼んでざらりと刺激してきた。

日本人の平均寿命が年々伸び続けていることもあって、首相官邸から毎月発信される人生100年時代ということばにも近頃あまり抵抗を感じなくなった。その一方で、私には想像できない人生100年時代には昨今話題のAIがどこまで浸透し、材料研究者はAIとどのように対峙するのか、研究者に失職者は出ないのかなど恰好のネタを揃えて、お節介な議論を若者に挑んでいる私としては今さらメッセージがない、と断れない。限られた頁数の中でいかに「まてりあ」の内容を充実させるかに編集委員会が腐心しているのを知りながら、もっと気楽に読める記事はないものかと新刊を手にする度に身勝手に嘆いていることを思い出し、執筆を引き受けることにした。

金研の創設者であり、日本金属学会の設立に貢献した本多光太郎先生は「実学」の実践で知られるが、その実学とは、「産業は学問の道場である」という名言からも分かるように、学会の発展に寄与する基礎研究を行い、その成果が産業界の発展にも貢献して実証されること、すなわち「実証学」と解釈されている。本多先生に憧れて大学院生として金研に入所して以来、定年までそこに在籍していたにもかかわらず、実証学をほとんど実践しないまま定年を迎えてしまった。個人業績評価のために論文作成や外部資金獲得に追われたとか構造材料の実用化には時間がかかるなどと苦し紛れの弁解を並べてみても説得力はない。

定年後の豊富な自由時間を利用して、思い切って実証学に再挑戦すると決めた。瞬間に過ぎ去った定年後の12年余を振り返ると、整形外科臨床医、基礎医学研究者、バイオメカニクス研究者、企業研究者・技術者など現役時代には馴染みの無かった人たちとの議論はいつも新鮮で刺激的であり、異分野の研究者・技術者との交流で研究は飛躍的に進展した。

実証学の実践に選んだ研究テーマは、整形外科で使用する人工股関節用のステムと呼ばれるチタン合金製医療機器の開発である。背景には製品の付加価値が極めて高いにもかかわらず大部分を輸入に依存しているわが国の現状を変えたいと

の思いがあった。定年後は研究環境ほぼゼロからの出発となるので、研究予算の獲得、大学外での研究スペースの確保、共同研究者の同意、研究組織構築の交渉などかなり苦戦するだろうと覚悟していたが、プロジェクトの構想さえきちんと描けていれば何とかなるものである。

味見的なプロジェクトを立ち上げ、プロジェクトの進展とともに順次共同研究組織を拡大した。事業化可能性評価試験(2006)、育成試験(2007–2009)、A-STEP(2010–2012)と継続的に科学技術振興機構のプロジェクト支援を受けて研究開発に目処をつけた後、経済産業省の医工連携事業化推進事業(2014–2016)の支援を受けて、開発したステムを人工股関節に組み込んだ臨床試験40症例を大学病院その他の医療機関で計画通り実施することができた。現在一年間の術後検診を継続中であり、問題がなければ承認申請、認可を経て早期実用化を目指す。

人工股関節置換術を受ける患者の多くは60代から70代であり、15年間くらいはそのまま使えるという担当医の術前説明に患者は不安を感じながらも納得しているようである。ところが人生100年時代になると事情は一変し、少なくとも20~30年は健全に機能する人工股関節が求められる。人工股関節の長寿命化を目指して開発したのは、大腿骨に埋め込むステム遠位部に求められる低弾性率と骨頭を經由して骨盤へ連結するステム近位部に求められる高強度とを傾斜化熱処理により同時に達成した世界初の傾斜機能ステムである。その有効性・長寿命性はバイオメカニクス研究により実証することができた。

この体験を通して再認識したのは、陳腐ではあるが専門分野の異なる研究者と積極的に連携することの重要性である。傾斜機能材料の概念をステムに導入することによりステムの力学特性が原因で発生する不具合を解決できることは20年も前にバイオメカニクス研究者の理論的研究によって指摘されていた⁽¹⁾。にもかかわらず、だれひとり傾斜機能ステムを実際に作らなかった。研究者の専門分野を超えた連携がいかに不足していたかを示す好例である。若手研究者に期待するのは、異分野の研究者連携に加えて、成果が学会および産業界の発展に直結する実証学の実践である。一方、シルバー研究者には定年後も一人ひとりの貴重な現役時代の経験を生かして学会および産業界の発展に引き続き貢献できることを具体例として示すことが望まれる。そのことが少子化による人口減少とともに訪れる研究者不足の解消にも役立つはずである。実証学の実践を目指す私のシルバー研究活動がひとつの具体例になればと思う。

文 献

- (1) J. H. Kuiper and R. Huiskes: *J. Biomech. Eng.*, **119**(1997), 166–174.

(2018年1月9日受理)[doi:10.2320/materia.57.120]
(連絡先: 〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1)



花田修治

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

1971年 東北大学大学院工学研究科博士課程修了

1971年 東北大学金属材料研究所助手

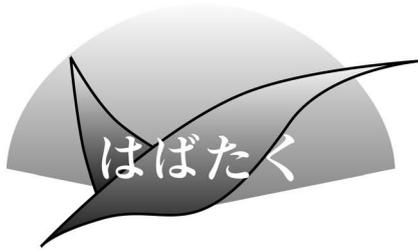
1987年 東北大学金属材料研究所教授

2005年 東北大学名誉教授

専門分野: 金属材料学

◎耐熱構造材料および生体用チタン合金の研究開発に従事。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



形状記憶・耐疲労合金の研究を通じて

筑波大学大学院 数理物質科学研究科
物質・材料工学専攻；三年制博士課程
田崎 亘

1. はじめに

私は、2016年3月に筑波大学 数理物質科学研究科 物性・分子工学専攻の博士前期課程を修了し、現在は三年制博士課程である同研究科 物質・材料工学専攻に所属しています。このたび「はばたく」への寄稿という大変貴重な機会を賜りましたので、これまでの研究内容をご紹介させて頂くとともに、現在行っている研究について述べさせていただきます。

2. これまでの研究活動

私は博士前期課程より筑波大学大学院 土谷浩一教授のもとでFe-Mn-Si系形状記憶合金およびFe-Mn-Si系耐疲労合金の研究に携わっています。Fe-Mn-Si系合金は変形に際し母相 γ -オーステナイト(FCC相)から ϵ -マルテンサイト(HCP相)への変形誘起マルテンサイト変態を示し、加熱によるHCP相の逆変態に伴って形状記憶効果を示すことが知られています⁽¹⁾。Fe-Mn-Si系形状記憶合金はその加工性の高さとコストの低さから大型の締結用材料として利用されています。また近年ではこれらの合金が引張・圧縮変形下で可逆的なFCC圧縮変形変態を示すこと、および大ひずみ変形下において非常に優れた疲労特性を示すことが明らかとなり、大型地震やそれらに付随して発生する長周期地震動に対応可能な制振ダンパー部材としての新たな用途も拓かれています⁽²⁾。

Fe-Mn-Si系形状記憶合金をベースとした耐疲労合金の開発に際し、FCC相とHCP相の相安定性が重要な役割を担うことが示されましたが⁽³⁾、相安定性は組成のみならず変形温度によっても変化します。そこで博士前期課程では実用Fe-Mn-Si系形状記憶合金の相安定性を変形温度によって制御し、相安定性が疲労特性に及ぼす影響について変形モードとFCC相の積層欠陥エネルギーを用いて評価しました。変形

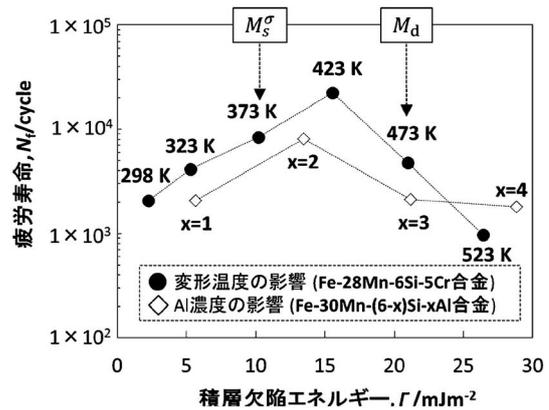


図1 Fe-Mn-Si系合金における積層欠陥エネルギーと疲労寿命 ($\epsilon = \pm 0.01$) の関係⁽⁴⁾。

温度の上昇に伴いFCC相は安定化し、また積層欠陥エネルギーは上昇します。これに伴いFe-Mn-Si系合金の変形モードは変形誘起FCC→HCP変態からFCC変形双晶、FCC完全転位すべりと変化していきます。熱力学的な観点から積層欠陥エネルギーは組成と温度の関数として与えられるため、異なる合金系・変形温度について整理をすることが可能です。調査の結果から、低サイクル疲労寿命はひずみ誘起FCC→HCP変態からFCC双晶変形へ推移する境の温度である M_d 点の直下で最長となること、また温度制御・組成制御共にFCC相の積層欠陥エネルギーを約 $15 m \cdot J m^{-2}$ とすることで疲労寿命が向上することを明らかにしました(図1)⁽⁴⁾。

このようにFCC/HCP相の可逆性には両相の相安定性が非常に重要な役割を担っています。相安定性の指標として広く用いられている変態温度についてですが、非熱弾性型であるFe-Mn-Si系合金では与ひずみ等の処理に伴う組織変化によって変態温度が大きく変化することが知られています。しかしながら組織因子の調査は主にTEMによって行われてきた経緯があり、広い観察視野で調査された例はこれまでにありませんでした。そこで博士後期課程では冷却誘起HCP相・変形誘起HCP相が異なる変態温度を示すことに着目し、*In-situ*加熱XRDとEBSDを用いた冷却・変形誘起HCP相の逆変態温度と組織の調査を行いました。その結果、変形誘起されたHCP相は冷却誘起のものと比較して逆変態開始は低下する一方で逆変態終了温度は上昇すること、変形試料における完全転位すべりやHCP双晶の導入に伴う組織の不均一性に起因して局所的なHCP相/FCC相の安定化が生じる結果として逆変態ヒステリシスが增大しうること示しました⁽⁵⁾。

これらの研究から、形状記憶合金の最終的な材料特性である形状回復や疲労特性などのマクロな材料特性を改善するためには、熱力学や弾塑性力学、結晶学・組織学・転位論などの広い分野を横断した知識が求められること、また様々な手法を用いた多面的な解析が必要とされることを学びました。私がこれらの研究に携わる上で非常に幸運だったことは、大学-研究所の連携のもとで試料作製から解析まで産官学の専

門家の方々と密な議論を交わすことができたことでした。あまりに多くの情報を前に研究が苦しく感じられたこともありましたが、多くの方々からアドバイスやご指導を頂いたことで基礎と応用の両面から理解を深めることができ、研究の楽しさをより一層感じられるようになりました。

3. これからの研究活動

Fe-Mn-Si 系合金における相変態の可逆性には相安定性や組織因子が大きな寄与をしていることは前述の通りですが、母相の強度や両相の格子体積差などの因子も複雑に作用しています。例えば Fe-Mn-Si 系形状記憶合金、耐疲労合金のどちらにも非金属である Si の添加が特性の向上に大きな役割を担っており、固溶強化、ネール点の変化、短距離秩序化、HCP 相の c/a 軸比の変化等の影響があることが示唆されています⁽³⁾⁽⁶⁾。原子サイズや電子状態が大きく異なる元素の添加に際して変化するこれらの多様な因子が相変態の可逆性に及ぼす影響とその定量化は現在非常に関心のある対象です。一方で Fe-Mn-Si 系合金と同じ変形・相変態機構を有する合金系として Co-Ni 系合金が知られており、こちらの合金も FCC/HCP 変態に起因した形状記憶効果が現れることが報告されています⁽⁷⁾。Fe 基との類似性と差異は学術上非常に魅力があり、また Co 系合金は生体用インプラント材料や航空宇宙用のスーパーアロイとしての用途もあることから応用の面でも有望な合金です。今後も相変態を利用した魅力的な機能性金属材料の開発を中心として勉強を重ねながら研究に邁進したいと考えております。

4. おわりに

博士前期課程より現在に至るまでご指導・ご鞭撻を頂いております筑波大学 土谷浩一教授、物質・材料研究機構 (NIMS) 澤口孝宏様、金属研究のきっかけを下さりご指導頂いた芝浦工業大学 下条雅幸教授、NIMS 御手洗容子様、本稿執筆の機会を頂きました NIMS 土井康太郎様をはじめ、これまでお世話になった多くの方々にこの場を借りて深く御礼申し上げます。また、試料作製に際し NIMS 材料創成・加工ステーションの皆様には多大なご助力を頂きました。ここに深謝いたします。

文 献

- (1) A. Sato, E. Chishima, K. Soma and T. Mori: *Acta Metall.*, **30** (1982), 1177-1183.
- (2) T. Sawaguchi, T. Maruyama, H. Otsuka, A. Kushibe, Y. Inoue and K. Tsuzaki: *Mater. Trans.*, **57** (2016), 283-293.
- (3) T. Sawaguchi, I. Nikulin, K. Ogawa, K. Sekido, S. Takamori, T. Maruyama, Y. Shiba, A. Kushibe, Y. Inoue and K. Tsuzaki: *Scr. Mater.*, **99** (2015), 49-52.
- (4) W. Tasaki, T. Sawaguchi, I. Nikulin, K. Sekido and K. Tsuchiya: *Mater. Trans.*, **57** (2016), 639-646.
- (5) W. Tasaki, K. Tsuchiya, T. Sawaguchi and S. Takamori: *Mater. Trans.*, **57** (2016), 707-713.
- (6) M. Koyama, T. Sawaguchi and K. Tsuzaki: *Mater. Sci. Eng. A*, **528** (2011), 2882-2888.
- (7) A. Nagasawa: *Phys. Status. Solidi (a)*, **8** (1971), 531-538.
(2018年1月11日受理) [doi:10.2320/materia.57.121]
(連絡先: 〒305-8573 つくば市天王台1-1-1)

研究室紹介

九州大学大学院 工学研究院 材料工学部門 材料加工工学大講座

九州大学；准教授 田中将己 土山聡宏

前回の九州大学工学研究院材料工学部門における材料反応工学大講座の紹介⁽¹⁾に引き続き、今回は材料加工工学講座の紹介をさせて頂く。本大講座には現在5名の教授、3名の准教授、6名の助教・特任助教が所属しており、本部門にある3つの大講座(材料反応工学, 材料加工工学, 材料機能工学)の中で最も教員数が多い。本大講座では、その名前の通り材料の加工に関する研究を主に行っているが、単に材料の成型加工にとどまらず、溶解・凝固による材料創成から、熱間および冷間加工や熱処理による金属組織の制御、さらにはその組織や特性の評価を行うところまでを研究の範疇としている。それを科学的な視点から実施していくために、熱力学、弾塑性力学、転位論、結晶学、材料物性学、量子力学、材料組織学、材料強度学など様々な学問分野を基盤として研究・教育に取り組んでいる。

具体的な本講座での研究課題としては、(1)鋼、鋳鉄を始めとする金属、半導体、セラミックスの凝固・結晶成長に関する研究、(2)鉄鋼材料の合金設計と熱処理を駆使した組織制御と得られる機械的性質に関する研究、(3)巨大ひずみ加工を高圧下で行う新組織制御法を使った構造材料や機能材料の新規創出や高性能化、(4)塑性変形におけるボイドの生成-成長挙動に関する破壊力学と金属組織学を融合した基礎研究、(5)材料の変形・破壊挙動の基本メカニズムに関する基礎研究、(6)材料特性の発現メカニズムを理解し、新材料を的確に開発するための、構造や組成の原子スケール解析、(7)電子顕微鏡法や理論計算を駆使した、セラミックスにおける新規機能性の開拓、等を行っている。

一方、大講座での研究活動と並行して、堀田主幹教授が設置した巨大ひずみマテリアル国際研究センター、ならびに高木主幹教授が設置した材料強化機構基盤研究センターにおいては、学外委員を含む構成研究員によって材料加工分野をリードする先駆的な研究活動を行っている。また、材料の解析に関しては、九州大学の全学組織である超顕微解析研究センター⁽²⁾とも密接に連携しており、 Ω フィルター付超高圧電子顕微鏡、収差補正付き電子顕微鏡など、最新の電子顕微鏡を駆使することによって原子構造の解析から、転位運動の解析まで幅広く行っている。さらに、大学院生の教育については、九州大学鉄鋼リサーチセンター⁽³⁾を通して、他学科の教員や企業との連携による実践的な教育活動も実施している。



宮原広郁 教授 堀田善治 教授 高木節夫 教授 古君修 教授



金子賢治 教授 土山聡宏 准教授 田中将己 准教授 佐藤幸生 准教授

図1 九州大学大学院 工学研究院材料工学 部門材料加工工学大講座を構成する教授・准教授。

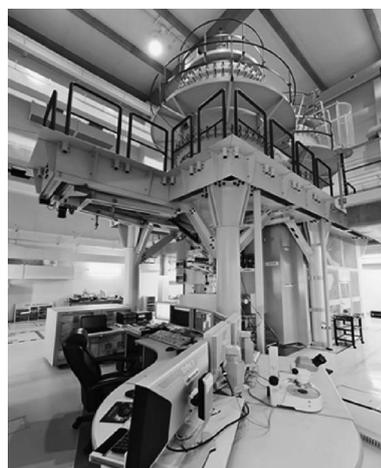


図2 九州大学超顕微解析研究センターが所有する Ω フィルター搭載の超高圧電子顕微鏡(JEM-1300NEF)。

以上のように、本大講座における研究・教育は講座内での活動にとどまらず、センターや企業等の外部研究者と連携しながら実施している点に特徴がある。そうした活動により異なる様々な分野から知見を集約することで、九州大学独自の新規的な研究課題の提案や、社会で通用する幅広い視野を持った学生の教育を目指している。

文 献

- (1) 齊藤敬高：まてりあ, **56**(2017), 709.
- (2) <http://www.hvem.kyushu-u.ac.jp/>
- (3) <http://rcs.kyushu-u.ac.jp/>

(2017年12月5日受理)[doi:10.2320/materia.57.123]
(連絡先 〒819-0395 福岡市西区元岡744)

摩擦攪拌接合/プロセスに関する国際会議 FSWP2017 開催報告

(2017年10月11～13日)

地方独立行政法人大阪産業技術研究所 物質・材料研究部 木元慶久

2017年10月11日～13日の3日間にわたり、5th International Conference on Scientific and Technical Advances on Friction Stir Welding & Processing (FSWP2017)がフランスのMetzにて開催された。この国際会議は、基調講演、摩擦攪拌技術の応用、制御および補修、モデリング、プロセス開発、ロボティクス、摩擦攪拌プロセス(FSP)、摩擦攪拌スポット接合(FSSW)、微細組織および異材接合、ポスターセッションの10種のセッションから構成され、ヨーロッパを中心に各地から計21か国の参加者を交え活発な議論が交わされた。図1は会場 Arts et Métiers ParisTech 内の大講堂 Grand Amphiの様子である。

ドイツ Helmholtz-Zentrum Geesthacht の Dos Santos 氏による基調講演では、2035年までに33,000機にも達する旺盛な航空機需要に対応すべく、従来のリベット接合に代替する最近の摩擦攪拌接合(FSW)技術として、Refill FSSW, Bobbin ツール FSW, Stationary Shoulder FSW の開発動向が報告された。また、米国 Brigham Young 大学の Yuri Hovanski 氏の講演では、自動車向けアルミニウム合金製テラード溶接ブランク(TWB)への適用に向けた高速 FSW の開発の成果が報告された。0.8～4 mm の板厚、種々の材質のアルミニウム合金に対し20時間あたり1000部品におよぶ TWB の量産が可能となり、2017年末に実用化を迎えるとのことであった。

摩擦攪拌技術は接合分野で着実に実用化が進んでいるだけでなく、金属組織制御、材料創製にまで裾野が広がりつつあり、それらを包含する FSP は今回独立したセッションとして開催された。筆者はその最初の講演で、セラミックス(ジルコニア)ナノ粒子をマルチパス FSP により純 Mg 板材内に複合化する Friction stir compositing, ならびに、Cu 薄板を Mg 合金 AZ91 板の上に重ねて配置しマルチパス FSP により合金化する Friction stir alloying の2つの手法を用いた超微細粒組織の創製について報告した。その後、台湾の国立中正大学の J. N. Aoh 氏により、銅コーティングした SiC を



図1 口頭発表会場。



図2 メッス駅。

FSP によりアルミニウム合金 Al6061 に複合化し集合組織や銅の拡散について論じた研究が報告された。また、スペインのマドリッド国立中央金属研究所(CENIM)の M. Alvarez-Leal 氏らは、希土類を含む Mg 合金 WE54 に FSP を施すことで攪拌部の結晶粒径が約 2 μm まで微細化され、400 $^{\circ}\text{C}$ 、ひずみ速度 $10^{-2}/\text{s}$ の引張試験において伸び550%を超える超塑性が発現することを報告した。ドイツのミュンヘン工科大学の A. Zens 氏らは、Al に Cu が過飽和に固溶した非平衡合金を FSP により創製する研究プロジェクトを開始しており、発表時点では Cu を攪拌部に均質に分布させるためのプロセス条件および添加方法の探索段階にあった。

2日目の講演終了後の学会主催によるメッス周辺のバスツアーでは、多様な建築様式の駅、大聖堂、教会、劇場等を観光する機会に恵まれた。図2のメッス駅はドイツ帝国時代に建てられたもので、フランスとドイツに交互に併合された戦争の歴史が、古くも美しい街に刻まれていた。バスガイドの方が「ここでは決してこの街をメツと(ドイツ語読みで)呼ばないで、メッシと呼んで下さい。」とお願いされていたのが印象的だった。

最後に、この国際会議2017への出席は、公益財団法人大澤科学技術振興財団の国際交流助成により援助を受けて行われたものであり、ここに深謝する。

(2018年1月18日受理) [doi:10.2320/materia.57.124]

(連絡先: 〒536-8553 大阪市城東区森ノ宮1-6-50)

本 会 記 事

会 告	2018年春期(第162回)講演大会ご案内ならびに参加申込	125
	2018年春期講演大会併催企業説明会への学生参加者の募集	125
	2018年春期講演大会概要集 DVD の販売について	126
	日本金属学会・日本鉄鋼協会講演大会相互聴講のお知らせ	126
	第5回ランチョンセミナー開催	126
	第10回男女共同参画ランチョンミーティング開催	126
	平成30年度春季 全国大学材料関係教室協議会講演会	126
	2018年秋期講演大会外国人特別講演および招待講演募集	126
	日本金属学会主催国際会議企画提案募集	127
	新設研究会のご案内	127
	新設「若手研究グループ」発足のご案内	128
	会報編集委員会からのお知らせ	129
	金属学会セミナー開催報告	135
支部行事	次号予告	130 132
掲示板	新入会員	130 133
会誌・欧文誌3号目次	行事カレンダー	131 136

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 (ホームページもご参照下さい)

2018年春期(第162回)講演大会ご案内ならびに参加申込みについて

会 期 2018年3月19日(月)～3月21日(水・祝日) 会 場 千葉工業大学新習志野キャンパス(〒275-0023 習志野市芝園2丁目1-1)
各賞贈呈式と記念講演 2018年3月19日(月)午前9時より(同会場:1号館1101)
懇親会 2018年3月19日(月)18:00～20:00 会 場 千葉工業大学新習志野キャンパス 食堂棟2階
大会参加申込 当日受付(事前受付終了)
講演発表 本号付録およびホームページ掲載
詳 細 ホームページ→講演大会→2018春期講演大会案内をご参照下さい。

2018年春期講演大会併催企業説明会への学生参加者の募集

2018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4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。本会の学生員を対象に募集しますので、奮ってご応募下さい。

学生の皆さんが参加しやすいように講演大会期間の最終日に開催いたします。ほぼ終日ブースを開設して、講演の合間や講演終了後も企業ブースを訪問できるようにするとともに、昼食(軽食)を提供して昼休み時間にブースを訪問しやすくいたしました。また、参加企業の担当者により詳しく情報交換ができるように、説明会終了後に参加企業の担当者との交流会(立食懇親会)を予定しています。

開催日時 2018年3月21日(水)(春期講演大会の3日目) 11:00～

開催場所 千葉工業大学新習志野キャンパス(習志野市芝園2-1-1)

主 催 公益社団法人日本金属学会

協 賛 千葉工業大学就職・進路支援部、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36社(詳細は本会ホームページをご参照下さい)

スケジュール 11:00～16:30 ブース説明会(企業ブースでの対面説明) *時間内の出入り可。昼食(軽食)提供。

17:00～18:30 参加企業担当者との交流会(立食懇親会、参加無料) *ブース説明会のみ参加も可。

応募資格 日本金属学会学生員、日本鉄鋼協会学生会員、千葉工業大学理工系学生

応募方法 本会ホームページ上の参加申し込み画面から申し込む。

<https://data.jim.or.jp/jim/kigyou/>

募集期間 2017年12月4日(月)～2018年3月9日(金)

問合せ先 公益社団法人日本金属学会 企業説明会担当: 山村

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312 E-mail: jim.company2018@jim.or.jp

2018年春期講演大会概要集 DVD の販売について

2018年春期講演大会の概要集 DVD を販売いたします。
ご購入希望の方は下記をご記入の上、E-mail または FAX でお申し込み下さい。

- ①件名「2018年春期講演大会講演概要集 DVD 購入申込」、
②申込者氏名、③会員資格(会員番号併記)、④申込数、
⑤送付先住所
3月5日の発行後、請求書を添えて送付いたします。ホームページに申込書があります。

会員価：本体4,000円+税 定価：本体10,000円+税 送料：360円

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

日本金属学会・日本鉄鋼協会講演大会相互聴講のお知らせ

日本金属学会・日本鉄鋼協会の講演大会相互聴講をご案内いたします。

申込方法：当日受付

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

(注) 金属学会で講演発表する場合は、金属学会の正規大会参加申込みが必要です

料 金：一般・学生・非会員を問わず同一料金

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

第5回ランチョンセミナー開催

春期講演大会の会期中に、第5回ランチョンセミナーを開催いたします。このセミナーは、参加者の皆様に講演大会の昼食時間を利用して昼食をとって頂きながら、企業による最新の技術情報を聴講いただく企画です。参加無料です。多くの皆様のご参加をお待ちしております。

企 画 株式会社 明報社

日 時 2018年3月20日(火)12:05~12:45

会 場 千葉工業大学新習志野キャンパス 日本金属学会講演会場

参加費 無料 昼食を無料提供いたします。

参加方法 3月20日(火)8:30より参加券を「機器展示会場」にて配布致します。金属学会、または鉄鋼協会の大会参加証をご提示下さい。引き換えにご希望のセミナー参加券をお渡し致します。時間になりましたら、参加券をご持参の上、セミナー会場までお越し下さい。

※予定数に達し次第、配布は終了致します。

※ランチョンセミナーは同業者様等のご入場(セミナー参加券をお持ちの場合でも)をお断りする場合がございます。予めご了承下さい。

参加企業 ■A会場(5号館1階5108教室)

オックスフォード・インストゥルメンツ(株)

「EDS分析は新たな時代へ~AZtecLive/Ultim Max」
(五十嵐誠)

■B会場(5号館1階5109教室)

株TSLソリューションズ

「EBSD法の今後とその周辺技術」

■F会場(5号館2階5208教室)

株日立ハイテクノロジーズ

「新型FIB-SEM Ethos NX5000の紹介」

■J会場(5号館3階 5304教室)

東芝ナノアナリシス(株)

「金属材料へのアトムプローブ分析応用事例の紹介」
(佐々木智一)

■L会場(5号館3階5306教室)

株モルシス

「第一原理計算に基づく物性評価」

第10回男女共同参画ランチョンミーティング 「金属材料分野での多様なキャリアパス」

主 催 男女共同参画委員会日本金属学会・日本鉄鋼協会

協 賛 男女共同参画学協会連絡会

日 時 2018年3月21日(水・祝日)12:00~13:00

会 場 千葉工業大学新習志野キャンパス 5号館5102(鉄鋼協会第1会場)(習志野市芝園 2-1-1)

参加費 無料 弁当30人分までは無料提供いたします。

(講演大会参加申込の有無にかかわらず、このミーティングに参加できます!!)

プログラム

司会 御手洗容子(物・材機構)

12:05~12:10 開会の挨拶

男女共同参画委員会委員長 東北大 梅津理恵

12:10~12:40 「夫の転勤と共に転職を重ねて」

田中貴金属工業 柳沢智子

12:40~12:50 総合討論

12:50~12:55 閉会の挨拶

男女共同参画委員会副委員長 九大 尾崎由紀子

平成30年度春季 全国大学材料関係教室協議会 講演会のご案内

日 時 2018年3月21日(水) 15:00~16:35

場 所 千葉工業大学・1号館 1101号室

講演会1 15:00~16:00

スパースモデリングとデータ駆動科学：物質材料科学への情報科学の導入と情報教育の視点から

東京大学大学院新領域創成科学研究科 教授 岡田真人

講演会2 16:05~16:35

日本学術会議材料工学委員会の活動について

24期材料工学委員会委員長(東大) 山口 周

Science and Technology of Advanced Materials (STAM)誌について

編集長(東京大学教授) 山口 周

聴講料 無料

2018年秋期講演大会外国人特別講演および招待講演募集

春秋講演大会における外国人研究者による特別講演と招待講演については会員からの推薦をもとに、国際学術交流委員会において審議採択し、講演実施細目については講演大会委員会で決定いたします。2018年秋期講演大会の特別講演と招待講演を募集いたしますので、下記要領によりご推薦下さい。

特別講演

- ・講演者：著名な外国人研究者とする。
- ・講演時間：30分(討論10分)
- ・採択件数：3~4件
- ・滞在費補助：10,000円×5日(上限日数)
- ・その他：大会参加費免除、懇親会招待

招待講演

- ・講演者：有益な講演が期待される国内に滞在する外国人研究者とする。

- 講演時間：15分(討論 5分)
- 採択件数：5件程度
- 滞在費補助：なし
- その他：大会参加費免除

推薦用紙

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

推薦書提出期日 **2018年5月31日(木)**

照会・推薦書提出先

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

日本金属学会主催国際会議企画提案募集

本会が主催する国際会議につきまして、ダイナミックな国際化の動きに即したタイムリーな企画を選定するため、次の方針で提案募集を行います。2020年度以降開催の国際会議が対象です。ご参照の上、期日までに有意義な企画をご提案下さいますようお願いいたします。

提案締切日 **2018年5月31日(木)**

提案要項 下記事項を記載した文書(A判)をもって、会長宛に申請して下さい。

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

提案書送付先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

(公社)日本金属学会 国際会議募集係

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

1. 基本的要件

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

に届け出て本会の承認を得ること。

2. 本会主催国際会議の区分と規模

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

3. 開催頻度

必要に応じて随時開催する。

4. テーマの公募、選定方法

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

5. 財 源

- (1) 参加費
- (2) 文部科学省補助金
- (3) 地方公共団体補助金
- (4) 民間財団補助金
- (5) 本会国際学術交流資金からの貸与金(上限100万円会議後返却)
- (6) 寄付金

6. 業務処理の会計処理

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

新設研究会のご案内

本年3月から新たに下記の研究会が発足いたします。メンバーとして登録を希望される方は、氏名、勤務先、連絡先(E-mail address含む)を明記の上、世話人宛にお申込み下さい。研究会の活動期間は1期5ヶ年以内です。

継続更新の場合は、延長期間1期3年以内、最長活動期間は2期8年以内です。

(研究会新設募集：7号会告予定/申請締切日：9月1日)

■80. 高エネルギー環境用材料評価研究会

活動期間 1期5年間(2018年3月~2023年2月)

原子炉あるいは核融合炉材料に関連する様々な国内あるいは国際会議が開催され、その多くは最新の研究やトピックスなどのその時期に応じた研究成果の発表の場として位置づけられている。本研究会は、高エネルギー環境で使用される材料の研究開発に携わってきた研究者が抱えている材料の損傷、腐食、脆化などについて、基本的かつ根本的な疑問、懸念および問題点を学術的に十分議論するための場として定義する。特に、材料の照射効果についてこれまでに得られている照射データベースに基づき、照射欠陥や照射損傷組織の形成の素過程、それらが材料の力学的性質や物理的・化学的性質に及ぼす影響について、また照射損傷過程に及ぼす環境因子(雰囲気、温度、磁場、電場など)の影響について、より基礎的な視点から検討する。

代表世話人 橋本直幸

北海道大学大学院工学研究院材料科学部門・教授

☎ 011-706-6770 FAX 011-706-6772

E-mail: hasimoto@eng.hokudai.ac.jp

■81. 材料機能特性のアーキテクチャー研究会

活動期間 1期5年間(2018年3月~2023年2月)

金属材料の機能特性は、原子レベルの結晶構造からマイクロ・マク

ロに至る格子欠陥、結晶粒界、異相界面などを含めた組織という微細な構造によって特徴づけられる。さらに耐熱合金のコーティングや電子デバイスの電極など異種材接合界面も機能特性を大きく左右する。このようにマルチスケールにわたる材料の構造全体をアーキテクチャーとして捉え、組織因子として特に格子欠陥と異相界面にフォーカスし、構成員が研究で扱う多彩な材料の個別の事象について類似や相違といった多角的視点から深く議論することで、格子欠陥と異相界面を通して機能特性を制御するために必要な学理を再構築することが本研究会の活動目的である。種々の機能特性の発現メカニズムを詳細に理解することを目指すと同時に、相平衡に基づき温度と時間に依存する組織変化の視点から材料の機能特性に関わる耐久性と信頼性について議論を深める。強度や延性も材料の機能特性の一つであるという認識の下で構造用材料と機能性材料を区別せずに対象とする。

代表世話人 木村好里

東京工業大学物質理工学院材料系・准教授

☎ & FAX 045-924-5157

Email : kimura.y.ac@m.titech.ac.jp

新設「若手研究グループ」発足のご案内

若手および調査・研究事業を活性化することを狙いとして、本年3月から新たに若手主体の研究グループが発足いたします。

■01.「鉄鋼メタラジー研究グループ」

活動期間 2018年3月1日～2020年2月28日の2年間

約30年前、全国の大学で40以上を数えた金属系学科は減少の一途をたどり、とくに“冶金学(メタラジー)”を冠する学科名は全国から消えてしまった。しかし、国際競争力が激化する現代、金属産業界からは、大学や研究機関に対して、基礎研究の推進と同時に冶金学を習得した優秀な人材の育成・輩出を期待する声が一層強くなっている。このような背景から、今後、我が国において金属研究の学術的かつ工業的な発展を持続させるためには、大学・研究所・企業で活躍する中堅研究者が結集し、冶金学に関する深い議論の中で各々の研究・開発力を深化させるとともに、互いに連携して金属研究を牽引する中核集団を育成することが必須となる。そこで、特に産業界からニーズの強い鉄鋼材料を研究対象とした「鉄鋼メタラジー」研究グループの設置を申請する。

対象とするテーマは鉄鋼材料を中心とした構造用金属材料の「組織と特性」とするが、必ずしも鉄鋼を専門としない研究者も構成員に交え、理論、実験、計算の各専門分野から現在取り組んでいる研究や挑戦したい今後の課題などを忌憚なく討論する場を設ける。また、予算を活用して海外で活躍する同世代の研究者を招聘し、本申請グループをハブとした国際的な学術ネットワークを構築する。あくまでも、本研究グループでは、各分野を代表する新進気鋭の研究者が学術的好奇心を持って、冶金学に関する真理を探究することを主眼とする。そのため、投稿論文数の急増や小規模な共同研究など、短期的な成果は小さいと予想されるが、本申請グループが中心となって科学研究費補助金・新学術領域研究などが新たに開拓されることが将来期待される。一方で、博士課程の学生やポスドクなど次世代の人材育成、人材交流のためのプラットフォームを構築することも若手・中堅研究者の責務であると捉え、その一端を担うことも目標とする。

代表者 中田伸生(東京工業大学)

☎ 045-924-5622 E-mail : akada.n.aa@m.titech.ac.jp

■02.「Additive Manufacturing(付加製造)による超高耐食性金属材料の開発研究グループ」

活動期間 2018年3月1日～2020年2月28日の2年間

金属3Dプリンティングの名称により近年急速に認知度が高まってきた新規プロセスの一つである、付加製造(AM: Additive

Manufacturing)について、その重要性にもかかわらず、知見が不足している耐食性に焦点を当て研究を行う。医療用の金属材料を中心に、合金組成および介在物の大きさや分布など、金属組織により耐食性に影響を及ぼす因子に着目し、AMによる特有の金属組織形成を活用することで、従来のプロセスで製造した材料と比較して優れた耐食性を発揮する新規材料の開発を目的とする。

優れた耐食性を示す金属材料の需要は医療分野や航空宇宙分野をはじめ、多くの産業分野において日増しに高まっている。比較的高い耐食性を示す不動態化型の金属材料は、製造プロセスにおいて導入される介在物などの欠陥因子の存在によりその耐食性は損なわれ、これが実用上の課題となっていることが知られている。従来のプロセスにおいても、このような欠陥因子の導入を抑制する種々の対策が施されており、各種材料において、耐食性を可能な限り発揮できるよう調整がなされているが、現在においても、腐食を原因とする製品や構造材の劣化や損傷の問題は完全に解決するには至っておらず、貴金属合金、ニッケル基合金やチタン合金など、より高価な材料で代用するケースも頻繁にみられる。

AMプロセスでは粉末の原材料を高エネルギーのレーザーや電子ビームの照射により局所的に瞬間的な溶融・凝固を行うため、照射エネルギー密度や走査速度、積層厚さ、ピッチなど、さまざまな造形条件を調整することで、材料の耐食性を損なう欠陥因子の導入の抑制した、AMならではの金属組織が得られることが期待され、これは飛躍的な耐食性の向上につながる。本研究では、医療用金属材料を中心に、さまざまな条件により作製したAM材の耐食性を評価し、その金属組織との相関を明らかにすることで、形状や機械的性質だけでなく、耐食性にも優れた新規材料の開発を目的とする。

申請者らのグループは、AMによる試料作製、耐食性評価、表面分析、結晶構造解析および生物学的な評価をはじめとした、本研究の推進に必要なバックグラウンドを備えた、多機関にわたる若手研究者らのメンバーで構成されている。互いの専門知識や技能を共有することで、本研究課題の達成は十分に可能であると思われる。

本研究の達成により得られる成果として、医療用はもとより、一般産業用として実用されている部品やデバイスの低コスト化・高信頼性化・高安全性化につながることを期待される。さらに、AM特有の金属組織と耐食性との相関から論じられる、腐食工学における新たな学理の提案にもつながり、学術的にも価値のある成果ともなり得る。本研究は、新たな合金元素の添加による成分の複雑化や希少金の使用に頼ることなく、既存の金属材料の耐食性のポテンシャルを、プロセスの工夫により最大限に引き出すことにあるため、環境材料の概念にも合致していることも、特筆すべき点である。

代表者 堤 祐介(東京医科歯科大学生体材料工学研究所)

☎ 03-5280-8009 E-mail : tsutsumi.met@tmd.ac.jp

■03.「多様な先端観察・測定法を用いた組織の定量と力学特性解析への適用」

活動期間: 2018年3月1日～2020年2月28日

現在、各種先端観察・測定法が開発され、それぞれ分野でさらなる高度化とその適用範囲の拡大が進められている。具体例として、超高圧走査透過電子顕微鏡法(首藤)、ピークブロードニング解析(赤間・宮澤)、局所応力集中測定(宮澤)、高速集合組織観察(小貫)、デジタル画像相関法(古賀)、精密電気抵抗率測定や高精度熱分析(宮嶋)、マイクロピラー試験(高田)等が挙げられる。これらの手法を、実用合金の設計(高田)、耐熱合金開発(山崎・赤間)、疲労(首藤)、クリープ(山崎)、巨大ひずみ加工(紙川)といった、幅広い構造用金属材料の研究に適用することで、組織を定量的に扱う事が可能となる。これらの結果は結晶塑性モデルの構築(奥山)にも寄与し、力学特性の理解が深まる。しかしながら、現状では複数の先端観察・測定法・計算を相補的に用いることは極めて少なく、シナジー効果の創出は喫緊の課題と言える。

目的と意義:

本研究グループの構成員は、多様な先端観察・測定手法に加えて

まてりあ「プロジェクト報告」企画公募

特別推進研究新学術領域研究、学術研究、戦略的創造研究など、これまで公的資金補助によるプロジェクト研究が数多く行われていますが、その研究成果が一部の関係者に資料配布されるに留まっているという現状があるようです。

その成果を多くの研究者が目を通す会報「まてりあ」にまとめて掲載させませんか。

「まてりあ」には、有料で掲載できる「プロジェクト報告」というカテゴリがあり、通年応募を受け付けております。下記参照の上、奮ってご応募下さい。

種別名称	「プロジェクト報告」
主 旨	公的資金を得ているプロジェクトの最終研究成果を有料掲載する。
応募期間	通年とする。
応募資格	企画提案者および執筆者に本会会員2名以上が含まれていることを要する。
提出書類	企画書(プロジェクト名, 責任者名, 企画趣旨, 希望号, 企画主題, 記事種別・題目・執筆者・執筆頁・執筆のねらい, 責任者連絡先)を提出する。
企画内容	プロジェクト紹介(1頁), 解説, 最近の研究, トピックス記事スタイルの組み合わせとする。
解 説	新しい特定の問題を取り上げて、専門外の会員にも分かるように記述する。さらに勉強しようとする人のために参考となる文献も示しておく。
最近の研究	最近の重要な研究のうち、比較的せまい範囲のテーマを取り上げて、国内外の最近の研究を紹介する。各分野の現状、現在の問題点などを取り上げて、総括的に分かり易く記述したもので、その分野の研究を進める上で参考となる内容とする。
トピックス	最近の情報を手短かに紹介するもので、話題は限定しない。
企画決定	会報編集委員会にて採否の決定を行う。
費用負担	1頁: 28,000円+税
企画総頁	35頁以内
著 作 権	日本金属学会に帰属する。
査 読	会報編集委員会が行う。論文毎の複数名査読候補者を含めた企画書を提出してもらい一括して審議する。
執筆依頼	特集関係の執筆依頼方法と同じ方法で事務局が行う。
執筆方法	「まてりあ」執筆要領に準じる。
送付・問合先	〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32 (公社)日本金属学会 会報編集委員会 ☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312 E-mail: materia@jim.or.jp

まてりあ表紙写真掲載のお知らせ

1号より当該掲載記事の中から選んだ写真を表紙にてご紹介していきます。どうぞお楽しみ下さい。

種々の加工プロセスを専門とする。その為、鉄・非鉄を問わず、幅広い金属材料に種々の加工プロセスを適用して作製した組織に対して、各種先端観察・測定法を相補的に用いるための検討を行うことが可能である。つまり、これらのメンバーが一堂に会すること自体に意義がある。本研究会では従来の枠組みではなし得なかったシナジー効果の創出を目指し、さらに構造用金属材料の力学特性や組織評価における課題を学び、先端観察・測定法の適用によって課題解決への議論を行う場を提供することが目的である。

得られる成果・目標等:

本研究グループによって得ることのできる成果・目標は、各種最先端観察・測定法を相補的に適用する為の基礎指針を確立することである。また、これと併せて30代の研究者を幅広く集めたため、実際の測定に最も精通している若手研究者同士の共同研究の活発化、および、将来、競争的資金に応募する際の研究グループ形成の基礎となる事が強く期待される。

代表者 宮嶋陽司(東京工業大学 物質理工学院 材料系)
E-mail: miyajima.y.ab@m.titech.ac.jp

■04.「量子ビーム散乱測定による金属組織形成過程のマルチスケール解析研究グループ」

活動期間: 2018年3月1日~2020年2月28日

現在、社会の要求に応えるべく様々な新しい金属材料は生み出され、それらの組織制御技術もますます高度化している。これらの新材料で観測される新たな金属組織の形成メカニズムを詳細に明らかにするためには、金属組織をあらゆる視点から観測することが不可欠である。この要求に対して、量子ビームを用いた新しい散乱測定技術は、その場測定や金属組織の定量化等、既存の観察技術と相互補完することで、様々な場面で威力を発揮すると考えられる。

一方、大型中性子施設 MLF/J-PARC の稼働によって、大型放射光施設 SPring-8 と合わせて国内に最先端の量子ビーム施設を利用できる環境が整った。しかしながら、金属研究においては、イメージング関連の手法が活発に利用されているものの、散乱を中心とした量子ビーム測定技術の普及は進んでいない。散乱測定は、オンゲストロームからマイクロメートルにわたる広いスケールの金属組織に対する体積平均的な評価や、複雑な金属組織の定量化等を得意とし、これまで用いられてきた電子顕微鏡等とは異なる視点の情報が得られるという特徴を持つ。

このような金属材料に対して、量子ビーム散乱測定技術の利用を推進するためには、材料研究者と量子ビーム技術を持つ分析側の研究者がグループを形成し、共創的に活動する必要がある。そこで、材料研究者と分析研究者が丸となり、最先端の量子ビーム測定技術を用いて金属組織の形成の学理を追求する場を設けることを目的として、本研究グループを申請する。本研究グループでは、材料研究者と分析研究者による新たな共同研究や、金属組織評価における新しい量子ビーム散乱測定技術の有効性を示す成果を創出することを目標とする。また、金属材料分野の若手研究者の人材育成や量子ビームの利用をさらに拡大するべく、研究会への発展を目指す。

代表者 諸岡 聡(日本原子力研究開発機構 物質科学研究センター)
E-mail: morooka@post.j-parc.jp

支部行事



平成30年度 第1回支部会議(総会)開催のご案内

日時 2018年5月1日(火)12:00~13:30
(昼食を準備いたします)
場所 東北大学多元物質科学研究所 南総合研究棟2(旧材物棟
1)1F 大会議室(〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1)
仙台駅からのアクセス:
<http://www2.tagen.tohoku.ac.jp/information/access.html>

【議題】

- 1) 平成29年度事業報告および決算報告について
- 2) 平成30年度事業計画案および予算案について
- 3) 支部役員について
- 4) その他

ご出席の方は、4月13日(金)までに、下記の支部事務局までE-mailでお知らせ下さい。

連絡先 日本金属学会 東北支部事務局
東北大学多元物質科学研究所 鈴木研究室
☎/FAX 022-217-5177
E-mail: j-gawara@tagen.tohoku.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して下さい)

・原稿送信先: FAX 022-223-6312 E-mail: materia@jim.or.jp

集会

◇結晶塑性の原子過程に関する国際シンポジウム◇ —結晶強度の定量的理解に向けて—

International Symposium on Atomistic Process of Crystal Plasticity
—Toward quantitative understanding of crystal plasticity—

主催 日本学術振興会産学協力第133委員会
開催日時 2018年10月25日(木)~2018年10月27日(土)
開催場所 東京大学本郷キャンパス内 福武ホール
参加費 一般30,000円, 学生10,000円
参加申込 下記のWEBSITEよりお申込み下さい。
URL <http://www.apcp.iis.u-tokyo.ac.jp>
問合せ 国際シンポジウム事務局
E-mail: apcp-sc@iis.u-tokyo.ac.jp
☎ 03-5452-6111 上村祥史

趣旨

1934年に結晶転位の概念が確立して以来, 結晶の塑性挙動は主として転位論に基づいて議論されてきた。しかし, 転位論も破壊力学も結晶を連続体として近似する弾性論に立脚して研究されてきたので, 転位芯の構造やクラック先端の原子レベルの微細構造などが正しく反映されたものではなかった。そのため, 得られた結果は定

量性に欠けるものであり, 結晶の変形強度や破壊強度を定量的に予測することができず, 1980年代以降結晶塑性論の研究は停滞した。

20世紀末からは, 実験的には原子レベルの分解能を有する電子顕微鏡及びアトムプローブ電界イオン顕微鏡の発展により, また, 理論的には第一原理計算手法の進歩により, 微細組織の原子レベル解析が可能になった。このような状況の下, 本国際シンポジウムでは世界の第一線の研究者の参加を得て, 原子レベルで塑性現象の素過程を実験および理論両面から明らかにする最前線の研究発表・討論を通して, 結晶塑性現象の定量的理解を目指す。特に, 従来充分行われてこなかった実験および理論両分野の研究者の交流に主眼を置く。

◇レアメタル研究会◇

■主催 レアメタル研究会

主宰者 東京大学生産技術研究所 岡部徹 教授

協力 (一財)生産技術研究奨励会(特別研究会 RC-40)

共催 東京大学マテリアル工学セミナー

レアメタルの環境調和型リサイクル技術の開発研究会
東京大学生産技術研究所 持続型エネルギー・材料統合研究センター

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)

協賛 (公社)日本金属学会他

■開催会場 東京大学生産技術研究所

An棟2F コンベンションホール

(〒153-8505 東京都目黒区駒場4-6-1)

(最寄り駅: 駒場東大前, 東北沢, 代々木上原)

■参加登録・お問合わせ

東京大学 生産技術研究所

岡部研究室 レアメタル研究会事務担当 宮崎智子

E-mail: okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp

〈平成29年度 レアメタル研究会開催予定のご案内〉 (2018.1.30現在)

■第80回 2018年3月9日(金)

★前田正史教授が熱く語る特別シンポジウム+慰労会★(合同開催)

■第80回 2018年3月9日(金)14:00~ An棟2F コンベンションホール

★前田正史教授が熱く語る特別シンポジウム+慰労会★(合同開催)

テーマ: 前田先生の研究と活動, 非鉄業界と研究の将来展望

時間: 午後2:00~

講演:

- ・チタンの新製錬(仮) (60分)

京都大学 工学研究科 材料工学専攻 教授 宇田哲也 講師

- ・非鉄鉱山製錬業の展望と産学官連携(仮) (40分)

住友金属鉱山株式会社 取締役 執行役員 資源事業本部長 朝日 弘 講師

- ・非鉄金属リサイクルプロジェクトと産学官連携(仮) (80分)

東京大学 生産技術研究所 教授 前田正史 講師
午後6:00~ 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

〈米国版レアメタル研究会(RMW)のご案内〉

■RMW13 Workshop on Reactive Metal Processing (Reactive Metal Workshop) March 16 (Fri)-17 (Sat), 2018, Cambridge, MIT

Reactive Metal WorkshopのHP

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

日本金属学会誌掲載論文
Vol. 82, No. 3 (2018)

—論 文—

複合荷重試験での抵抗スポット溶接重ね継手強度の荷重角度依存性について

秋山哲也 北村貴典 小野哲士

血管中膜におけるコラーゲン/エラスチン線維配向性解明のための定量的解析手法の確立

小笹良輔 永石武流 山崎大介 松垣あいら 神崎万智子
倉谷 徹 森井英一 坂田泰史 中野貴由

高温酸化による多層構造を利用した真空ゾルゲル法によるTiO₂/SiO₂複合被膜の創製

三浦永理 原田大志 田中良宣 菊池丈幸 山崎 徹

Sn基合金のデンドライト先端曲率半径の直接観察による評価

吉村 龍 森下浩平 安田秀幸 江阪久雄 篠塚 計

Materials Transactions 掲載論文
Vol. 59, No. 3 (2018)

—Overview—

Recent Progress in Shape Memory Alloys

Ryosuke Kainuma

—Review—

Electron Theory on Grain-Boundary Structures and Local Magnetic Properties of Neodymium Magnets

Yoshihiro Gohda, Yasutomi Tatetsu and Shinji Tsuneyuki

—Regular Articles—

Materials Physics

Ab-Initio Calculations for Solvus Temperatures of Pd-Rich PdRu Alloys: Real-Space Cluster Expansion and Cluster Variation Method

Chang Liu, Mitsuhiro Asato, Nobuhisa Fujima, Toshiharu Hoshino, Ying Chen and Tetsuo Mohri

Quasi-First Order Magnetic Transition in Mn_{1.9}Fe_{0.1}Sb_{0.9}Sn_{0.1}

Adline N. Nwodo, Ryota Kobayashi, Taoto Wakamori, Yoshihiro Matsumoto, Yoshifuru Mitsui, Masahiko Hiroi, Kohki Takahashi, Rie Y. Umetsu, Yoshiya Uwatoko and Keiichi Koyama

Ab Initio Prediction of Atomic Location of Third Elements in B2-Type TiNi

Sukeyoshi Yamamoto, Tomohito Yokomine, Kazunori Sato, Tomoyuki Terai, Takashi Fukuda and Tomoyuki Kakeshita

Ultrasonic-Assisted Soldering of Low-Ag SAC Lead-Free Solder Paste at Low-Temperature

Gui-Sheng Gan, Lin-Qiao Gan, Ji-Zhao Guo, Da-Quan Xia, Chunhong Zhang, Donghua Yang, Yiping Wu and Cong Liu

Research on Grain Detection of Grain-Oriented Silicon Steel Based on Two-Dimensional X-Ray Diffraction

Li Xiao-ning, He Fei and Xu Ke

Microstructure of Materials

Microstructural Evolution and Enhanced Mechanical Properties by Multi-Directional Forging and Aging of 6000 Series Aluminum Alloy

Tomoya Aoba, Masakazu Kobayashi and Hiromi Miura

Mechanical Stability of Retained Austenite in Multi-Pass Cr-Ni Weld Metal in an Over-Matching Welded Joint

Hai Qiu, Linning Wang, Chengduo Wang, Terumi Nakamura and Tadanobu Inoue

Analysis of Inhomogeneous Crystal Rotation in a Grain after Plastic Deformation of a Polycrystalline Low Carbon Steel

Kunio Hayashi and Susumu Onaka

Change in Electrical Resistivity of Pure Cu Processed by Accumulative Roll Bonding

Yoji Miyajima, Takahiko Shinohara, Hiroki Adachi, Toshiyuki Fujii, Susumu Onaka and Masaharu Kato

Mechanics of Materials

Simultaneous Prediction of Bendability and Deep Drawability Using Orientation Distribution Function for Aluminum Alloy Sheets

Hirofumi Inoue

Effect of the Mechanical Properties and Corrosion Behaviors of Nickel-Cadmium Duplex Electroplated AISI 4340 Steel by Using Various Solid Solution Treatments

Peng-Nan Wang and Shih-Hsien Chang

Effect of Amount of Chunky Graphite on Mechanical Properties of Spheroidal-Graphite Cast Iron

Hideaki Nakayama, Bai-Rong Zhao, Noriaki Furusato, Satoru Yamada, Tsuyoshi Nishi and Hiromichi Ohta

A Simplified Methodology for Estimating Residual Stresses in Powder-Bed Electron Beam Additive Manufacturing

Satoshi Tadano, Shigetaka Okano, Takehisa Hino, Haruki Ohnishi, Masahito Mochizuki and Yujiro Nakatani

Interfacial Microstructure and Hardness of Magnetic Pulse Welded Copper/Nickel Lap Joint

Mitsuhiro Watanabe, Kentaro Ishiuchi and Shinji Kumai

Coating on Magnesium Alloy with Super Duralumin by Hot Extrusion and Evaluation of Its Surface Properties

Toko Tokunaga, Kazushi Sotomoto, Munekazu Ohno and Kiyotaka Matsuura

Materials Chemistry

Effect of Reaction Layer on Water Durability in BaO-FeO-Fe₂O₃-P₂O₅ Glasses

Naoto Kitamura, Tatsuaki Sakamoto and Hiromichi Takebe

Application of the Wilson Equation for Zn-Al-Fe Alloy in Vacuum Distillation

Zhenghao Pu, Jibiao Han, Yifu Li, Bin Yang and Yongnian Dai

Effect of 100 keV Class Electron Beam Irradiation on Impact Fatigue Behavior of PZT Ceramics

Naruya Tsuyuki, Anna Takahashi, Sagiri Takase, Daisuke Kitahara, Masae Kanda, Noriyuki Inoue, Kaori Yuse, Daniel Guyomar, Akira Tonegawa, Yoshihito Matsumura and Yoshitake Nishi

Materials Processing

Prediction of Graphite Nodule Count and Shrinkage Tendency of Spheroidal Graphite Cast Iron by One Cup Thermal Analysis

Toshitake Kanno, Yuki Iwami and Ilgoo Kang

Rapid Deposition of Photocatalytically Enhanced TiO₂ Film by Atmospheric SPPS Using Ar/N₂-Vortex Plasma Jet

Dickson Kindole, Ifeanchio Anyadiegwu, Yasutaka Ando, Yoshimasa Noda, Hideya Nishiyama, Satoshi Uehara, Tomoki Nakajima, Oleg P. Solonenko, A.V. Smirnov and A.A. Golovin

Constitution of Stable and Metastable Phase Diagrams for TmFeO₃-ScFeO₃ System by Undercooling Solidification Using the Containerless Technique

Junya Takasaki, Kazuhiko Kuribayashi and Shumpei Ozawa

Engineering Materials and Their Applications

Fabrication of Recycled Carbon Fiber Reinforced Magnesium Alloy Composite by Friction Stir Processing Using 3-Flat Pin Tool and Its Fatigue Properties

Angga Afrinaldi, Toshifumi Kakiuchi, Shohei Nakagawa, Hiroshi Moritomi, Kazuhiro Kumabe, Asami Nakai, Akio Ohtani, Yoshiki Mizutani and Yoshihiko Uematsu

Strengths and Microstructure of SUS316L Fabricated by Selective Laser Melting

Kazuki Akino and Koji Takehi

Environment

Effect of Agitator Shaft Direction on Grinding Performance in Media Stirred Mill: Investigation Using DEM Simulation

Sho Fukui, Yuki Tsunazawa, Shosei Hisatomi, Giuseppe Granata, Chiharu Tokoro, Kyoko Okuyama, Motonori Iwamoto and Yasuyoshi Sekine

Application of Jig Separation for Pre-Concentration of Low-Grade Scheelite Ore

Sang-Ho Baek and Ho-Seok Jeon

Rapid Publications

Effect of Zr Addition on the Corrosion Behavior of Extruded Mg Alloys in NaCl Solution

Seok-Hoan Jeong, Byung-Jin Kim, Hyun-Kyu Lim, Won-Tae Kim, Do Hyang Kim and Soon-Hyeok Jeon

Microstructure and Mechanical Properties of Friction-Welded S20C and SCM415H Steels

Eun Hye Kim, Hidetoshi Fujii, Jae-Ha Kim and Kuk Hyun Song

Erratum



まてりあ 第57巻 第4号 予告

ミニ特集「Additive Manufacturing (付加製造)の医療応用への展開と現状」4分科企画

企画にあたって堤 祐介 上田恭介
金属積層造形技術の可能性と技術開発動向京極秀樹
金属積層造形法における形状・組織制御による異方性付与中野貴由 他
金属積層造形技術による人工関節などの医療機器製造の可能性千葉晶彦 他

光造形アディティブ・マニファクチャリングによるバイオセラミック製インプラントの作製桐原聡秀
3Dゲルプリンターが開拓する医療・福祉のためのデザインブル材料科学古川英光 他
バイオプリント技術を応用した医療・創薬研究松崎典弥
—他—

(都合により変更になる場合がございます)

新 入 会 員

(2017年12月20日～2018年1月22日)

正 員

石上 啓介		佐藤 健介	株式会社小松製作所	俣野 岳生	川崎重工業株式会社
稲積 透	JFE テクノリサーチ株式会社	志村 英幸	東洋刃物株式会社	宮澤 健	東北大学
大内 隆成	東京大学	園田 正樹	大分県産業科学技術センター	宮脇 正太郎	株式会社デンソー
加嶋 祐佳	東北大学	武井 勇人	愛知製鋼株式会社	吉見 敏彦	新日鐵住金ステンレス株式会社
紺野 崇聡	曙ブレーキ工業株式会社	田邊 晃弘	THK 株式会社		
斎藤 拓	東京農工大学	外山 直樹	東北大学		

学 生 員

青野 晃	大阪大学	河野 水有	近畿大学	高橋 一輝	東京大学
青野 美南	茨城大学	菅野 直樹	東北大学	高橋 優樹	北海道大学
浅成 勇介	九州工業大学	魏 弘之	広島大学	高橋 侑希	東北大学
浅利 拓	千葉大学	岸本 侑樹	早稲田大学	瀧口 功大	北見工業大学
阿部 太亮	東京医科歯科大学	北川 将大	東海大学	武田 康誠	京都大学
安部 佑一	熊本大学	北村 勇太	東京医科歯科大学	達久 将成	東北大学
有田 翔太郎	兵庫県立大学	木下 剛志	兵庫県立大学	田中 貴之	大阪大学
池内 琢人	京都大学	木下 亮平	東京大学	谷川 勝宣	京都工芸繊維大学
池江 優佑	九州大学	工藤 弘晶	長岡技術科学大学	張 宇禅	金沢大学
池島 博人	鈴鹿工業高等専門学校	久野 智子	静岡理工科大学	附田 良太	東北大学
伊藤 宏輝	熊本大学	久保村 遼太	千葉大学	辻 湧貴	旭川工業高等専門学校
稲田 優幸	茨城大学	熊井 慎太郎	東北大学	戸嶋 健人	東北大学
岩 渕 将也	東北大学	黄 雲飛	東北大学	戸高 啓太	熊本大学
上 杉 翔平	千葉大学	黄 嘉一	千葉大学	鳥谷 部綾乃	東京工業大学
江原 和輝	京都大学	香 西 景太	京都大学	永岡 佑脩	熊本大学
遠藤 紘史	愛媛大学	郡山 翔太郎	東北大学	中島 誓哉	東京大学
大口 遣人	大同大学	小島 敏弘	愛媛大学	中野 準己	東京理科大学
大久保 友里	鹿児島大学	後藤 拓	東京大学	永平和也	神戸大学
大島 知士	長岡技術科学大学	後藤 雅貴	北見工業大学	中村 紘人	東京大学
大友 康平	京都大学	小松崎 元弘	東京工業大学	名倉 規倫	大同大学
大橋 一輝	山形大学	小宮 健太郎	名古屋大学	西島 佑樹	東北大学
岡 紗雪	旭川工業高等専門学校	近藤 大介	京都大学	西峯 広智	茨城大学
岡田 陽太郎	東京工業大学	近藤 宙世	名古屋大学	西村 憲治	東北大学
岡本 光司	崇城大学	齋藤 哲也	東北大学	西本 宗矢	熊本大学
沖 和洋	京都大学	境 龍太郎	京都大学	二町 啓亮	九州工業大学
荻野 勇人	東北大学	佐々木 誠	茨城大学	野平 直希	東京工業大学
奥谷 将臣	京都大学	佐藤 雄大	東北大学	橋本 晃宏	名古屋工業大学
奥山 遥	旭川工業高等専門学校	佐藤 直生	東北大学	バダミアン アミル	茨城大学
小城 佑介	九州工業大学	澤谷 拓馬	千葉工業大学	濱野 直紀	法政大学
小野寺 裕紀	東海大学	篠原 航平	京都大学	疋田 タツヤ	千葉大学
蔭山 彰良	島根大学	ジャンジン	東北大学	日暮 直貴	千葉大学
笠井 将樹	北海道大学	JIAO JINGYU	大阪大学	平口 誠也	静岡理工科大学
笠谷 周平	東北大学	白石 智大	兵庫県立大学	平田 岳鵬	京都工芸繊維大学
笠松 初香	東北大学	白 敷 祐哉	鈴鹿工業高等専門学校	福本 拓実	山形大学
梶谷 恭平	富山大学	末釜 雄太	愛媛大学	藤川 翔平	関西大学
一川 誠	東北大学	菅原 龍太郎	茨城大学	細谷 昌史	千葉工業大学
加藤 卓	東北大学	杉江 拓弥	名古屋工業大学	本郷 将嗣	東北大学
金井 健太郎	東京工業大学	鈴木 拓哉	山形大学	松永 遼太	熊本大学
嘉ノ海 雅也	兵庫県立大学	角倉 優雅	大阪府立大学	松本 啓	島根大学
上山 健人	大阪大学	関 悟志	千葉大学	松山 和樹	九州工業大学
家門 啓典	兵庫県立大学	関口 慶太	独立行政法人宇宙航空研究開発機構	丸野 英伸	関西大学
川上 拓野	北見工業大学	荘 履中	東北大学	宮川 麻有	早稲田大学
川崎 浩平	東北大学	外本 和嗣	北海道大学	宮澤 和則	東北大学
川出 隼也	名古屋大学	園田 佳奈子	崇城大学	三輪 弘樹	東海大学
川手 美希	東京大学			武藤 吉政	長岡技術科学大学

村瀬 慎 東京工業大学
村田 美美 東京工業大学
森 雅紀 兵庫県立大学
森 雅之 愛媛大学
森下 浩行 大阪大学

矢野 凱己 京都大学
山口 花帆 北見工業大学
山口 稔郎 広島大学
山口 吉和 東海大学
山崎 祐希 京都大学

山田 祐介 大阪大学
山本 梨乃 神戸市立工業高等専門学校
鍵水 啓介 東北大学
吉井 竜之介 大同大学
吉田 優太郎 大阪大学

外国一般会員

Cuiping Liu Tianjin Chengjian University
Drozdenko Daria 熊本大学
LIN HUI-WEN KOUYOBU
Liu Cuiping Tianjin Chengjian University

Seo Bosung
Korea Institute of Industrial Technology
TRAN Vinh HOANG
Hanoi University of Science and Technology (HUST)

wang sheng Lanzhou University of Technology
WEN DONGXU Tohoku University
LU Yanshan
国立研究開発法人産業技術総合研究所

外国学生会員

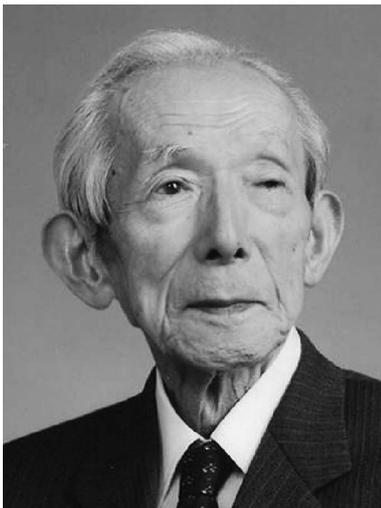
Li Jing North University of China
Mohammadi Farhad National Tsing Hua University
SHI Jingming 北海道大学
TRAN THI VAN TRANG 長岡技術科学大学
汪 洋 関西大学

KIM KYONG MIN 筑波大学
仇 唐彬 千葉大学
張 磊 東北大学
蔣 毅男 千葉大学
苗 斌 東京大学

楊 超 東京大学
廉 濟胤 大阪大学
呂 佳穎 広島大学



追悼 本会名誉員 横堀 武夫 先生を偲んで



本会名誉員、横堀 武夫先生は2017年10月9日に享年99歳で逝去されました。会員の皆様にご報告申し上げますとともに、先生の生前のご功績を偲び、謹んで哀悼の意を表します。

先生は1917年生まれ、1941年東京帝国大学工学部航空学科を御卒業後、同大学の航空研究所を経て、1956年東京大学から理学博士の学位を受けられ、1955年東北大学助教授、1957年教授に就任され、1981年に名誉教授にられました。その後、帝京大学理工学部長・理事を務められ、同大学名誉教授にられています。

先生は、東京大学にて航空機エンジンに関わる御研究をされていましたが、終戦により材料強度の研究に変えられ、転位群や結晶粒などの材料微視組織とき裂を融合したマルチスケールの力学を世界で初めて構築し、脆性・弾塑性破壊、疲労破壊および高温破壊にまたがる材料強度学と命名された学問分野を独創的に体系化されました。これらの成果は、海外において、「横堀の理論」、「横堀の法則」として数多く引用、利用されています。これらの業績により、1971年に日本学士院賞を受賞され、1981年に米国工学会アカデミー外国人会員、1996年に日本学士院会員に選定され、1999年に勲二等瑞宝章、2000年に文化功労者の顕彰をうけられています。これらの成果は、先生の御著書、「材料強度学・技報堂、1955年、材料強度学第1

版、第2版・岩波全書、1964、1974年」にまとめられ、すべて海外にて翻訳・出版されています。また日本機械学会、日本金属学会、日本材料学会の名誉員にられ、日本バイオマテリアル学会の名誉会長にられています。先生は、1965年に国際材料破壊学会を創設され、創設会長の顕彰を受けられ、この国際学会に「The Takeo Yokobori Gold Medal」が創設されています。

以上のように、先生は材料強度に関わる顕著な業績をあげられ、この方面の国際的研究の発展とわが国の地位を高めることに貢献されました。ここに先生の御遺徳を偲び、心よりご冥福をお祈り申し上げます。

金属学会セミナー開催報告

状態図と相変態の基盤と応用

—計算工学の観点から—

(セミナー・シンポジウム委員会企画)

開催日 2018年1月15日(月)

場所 エッサム神田ホール(東京)

1990年代に状態図および相変態関連のセミナーが系統的に開催され、教科書と先端研究の間を結ぶ学術情報を提供することにより、これらセミナーは分野の発展ならびに人材育成に重要な役割を果たしてきた。近年、計測分析機器の高度化と材料計算技術の進展により、当該基礎分野における従来の知見を、あらためてより深くかつ普遍的に理解することが可能になりつつある。そこで、本セミナーは、状態図と相変態の基盤から現在の先端までを橋渡しする基盤の内容を、計算工学の観点から集約し、最近の研究成果も織り込みながら系統的に解説する構成とした(1月15日、エッサム神田ホール1号館、参加者数23名、講師6名)。内容は以下のようにまとめられる。

飯久保 智(九工大)は、「第一原理計算と合金状態図」について、まず Calphad 法における合金熱力学の基礎と、第一原理計算の基本的考え方を、ソフトウェアの紹介も含めて概観し、両者の相補的関連性を解説した。また電子論での絶対0度における計算と状態図の熱力学パラメータとの関係、およびフォノンの分散関係の第一原理計算を介した有限温度の自由エネルギー評価について言及した。さらに Fe-Ti-S 系に関する最近の計算結果に基づき、具体的な適用例を紹介した。

菖蒲一久(産総研)は、「計算熱力学と熱力学データベース開発」と題し、現状の各種状態図計算ソフトウェアの問題点(特にラインコンパウンドにおける化学ポテンシャル不定問題や、強い短範囲規則を含む液相の熱力学モデル)を、具体的計算例とともに浮き彫りにするとともに、自身が開発しているわが国発の状態図計算ソフトウェア CatCalc の改善点について紹介した。また基盤材料の熱力学データベースの不備とその修正に伴う問題点についても言及し、広く普及した熱力学データベースの持つ新たな課題を指摘した。

澁田 靖(東大)は、「分子動力学法による核形成-成長現象の理解」に関して、まず分子動力学法(MD)の計算の基

礎について、特にアンサンブルの取り方に起因する計算法の差異を詳細に説明するとともに、世界最大級の10億原子による大規模計算例として、凝固および結晶粒成長の解析結果を示した。また計算における原子間ポテンシャルの留意点についても言及した。古典 MD の計算領域がついにマイクロオーダーに迫る時代が到来し、各種の平均場理論やメソスケール計算とのブリッジングなどについても紹介した。

小山敏幸(名大)は「スピノーダル分解—その基礎から発展へ—」と題し、あらためてスピノーダル分解の発展史をまとめ、核形成の理論の発展とスピノーダル分解理論の進展の繋がりについて言及した。また勾配エネルギーの理論的解析に焦点をあて、離散型モデルに基づき濃度勾配エネルギーを定式化し、さらに連続体モデルの濃度勾配エネルギーと比較することによって、両者の相違点を明確化した。また離散型モデルにおける相分離シミュレーション例を示し、規則相を含むスピノーダル分解を、離散型モデルで解析する利点について説明した。

塚田祐貴(名大)は、「マルテンサイト変態の微視的機構」に関して、フェーズフィールド(PF)法に基づく最近の解析について述べた。まず PF 微視的弾性論の基礎について解説するとともに、鉄鋼材料のラスマルテンサイト変態の微視的機構に関する PF モデルを紹介し、特にラスマルテンサイトでは、そのバリエーションだけでなく、マルテンサイト内部の転位やオーステナイト内部の転位まで考慮した解析で、はじめて晶癖面が計算される点などを紹介し、微視的な機構に関する新しい知見について、最近のインフォマティクスを活用した試みも含め言及した。

諏訪嘉宏(新日鐵住金)は、「再結晶・粒成長予測における数値解析の活用」に関して、この分野における従来の平均場モデルを詳細にまとめるとともに、各種のパターン形成のシミュレーション手法の長所・短所を比較し、特に PF 法の利点について言及した。さらに、具体的に PF 法を用いて再結晶・粒成長を計算する際の留意点についても系統的に解説し、介在物によるピンニングの影響等も含め、各種の適用例を紹介した。

状態図および相変態を冠した金属学会セミナーは約20年ぶりの開催で、かつこの20年の間に計算工学分野が大きく進展したこともあり、今回のテキストには、この間の進展が凝集されている。第一線の研究者・技術者だけでなく、是非とも学生・若手研究者・技術者に一読いただきたいと思う次第である。

(文責：小山)

(企画世話人代表：名古屋大 小山敏幸)



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	問合せ先	締切
3月				
1	表面改質技術研究委員会 30周年記念シンポジウム～多次元アディティブ・マニファクチャリング～(東京)	日本溶接協会・下園	TEL 03-5823-6324 http://www.jwes.or.jp/	
2	第43回組織検査用試料の作り方(組織の現出)講習会「鉄鋼材料・非鉄金属材料・表面改質処理および異常組織材」(千葉工大)	材料技術教育研究会	TEL 047-431-7451(代)	2.23
2～4	2017年度量子ビームサイエンスフェスタ(水戸)	高エネルギー加速器研究機構, J-PARCセンター他	sf-office@ml.j-parc.jp TEL 029-219-5300	
6	金属学会セミナー「材料の力学特性向上を目指して—最近の実験・計算手法の進展に基づく本質的な理解—」(東工大)(2号87頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 meeting@jim.or.jp	事前 2.23
8	第33回塗料・塗装研究発表会(東大生産研)	日本塗装技術協会	TEL 03-6228-1711 tosou-jimukyoku@jcot.gr.jp	
8	高専女子フォーラム in 北海道・東北(東北大)	国立高等専門学校機構他	TEL 022-391-5539 gakusei@sendai-nct.ac.jp http://www.sendai-nct.ac.jp/	
8～9	熱測定スプリングスクール2018(早稲田大)	日本熱測定学会	TEL 03-5821-7120 netsu@mbd.nifty.com	
9	日本金属学会 第3分科討論会「スピントロニクスとテラヘルツ光技術は融合するか?」(東北大)(2号87頁)	分科会・第3分科	tadao.tanabe.b1@tohoku.ac.jp http://www.material.tohoku.ac.jp/~denko/20180309.html	
9	H30年度春季講演会(北九州)(2号88頁)	九州支部	TEL 093-872-6800 murakami.4fz.kenichi@jp.nssmc.com	定員 100名
9	第80回 レアメタル研究会(東大生産研)(本号130頁)	レアメタル研究会・宮崎(東大生産研岡部研)	okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40_j.html	
14	非鉄金属資源・製錬・リサイクル特別セミナー(ニューヨーク)	レアメタル研究会	TEL 03-5452-6314 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/index.html	
16	粉末ろう・ペーストろう, 様々な形態のろう(東京)	日本溶接協会	TEL 03-5823-6324 http://www.jwes.or.jp/	
16	第33回軽金属セミナー「アルミニウム合金の組織—中級編(時効析出)」(第6回)(千葉工大)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	定員 40名
17	応用物理学会 第65回春季学術講演会 企画シンポジウム「分野融合で始まる欠陥研究の新時代—学会を越えた視点から見えてくるもの—」(早稲田大)	応用物理学会	TEL 052-789-3366 anaka@nagoya-u.jp https://meeting.jsap.or.jp/symposium	
19～21	日本金属学会春季講演大会 千葉工業大学新習志野キャンパス(習志野)(本号125頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	参加 2.10
20	第5回ランチョンセミナー(千葉工大)(本号126頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 stevent@jim.or.jp	
21	2018年春季講演大会併催企業説明会(千葉工大)(本号125頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 jim.company2018@jim.or.jp	3.9
21	第10回男女共同参画ランチョンミーティング「金属材料分野での多様なキャリアパス」(千葉工大)(本号126頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 stevent@jim.or.jp	
23	第121回触媒討論会 特別シンポジウム(東大駒場)	触媒学会	TEL 03-3291-8224 catsj@pb3.so-net.ne.jp http://www.shokubai.org/meeting/index.html	
30	第34回軽金属セミナー「アルミニウム合金の組織—応用編(加工・熱処理による組織変化)」(第4回)(工学院大)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	定員 40名
5月				
1	日本金属学会東北支部 平成30年度第1回支部会議(総会)(東北大)(本号130頁)	東北支部	東北大学多元研 TEL/FAX 022-217-5177 j-gawara@tagen.tohoku.ac.jp	4.13
15～16	第34回希土類討論会(東京)	日本希土類学会	TEL 06-6879-7352 kidorui@chem.eng.osaka-u.ac.jp http://www.kidorui.org/	
25	第3回マルチスケール材料力学シンポジウム(高知工大)	日本材料学会	http://www.jsms.jp	講演 2.9
25～27	軽金属学会第134回春期大会(熊大)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	参加予約 4.19
31～6.2	平成30年度塑性加工春季講演会(東京)	日本塑性加工学会	http://www.jstj.jp	
6月				
6～8	第23回計算工学講演会(名古屋)	日本計算工学会	TEL 03-3868-8957 office@jcses.org http://www.jcses.org/koenkai/22/	
14～15	第23回動力・エネルギー技術シンポジウム(宇部)	日本機械学会	TEL 03-5360-3505 http://www.jsme.or.jp/	講演 2.23

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
28～29	第12回核融合エネルギー連合講演会—(大津)	プラズマ・核融合学会, 日本原子力学会	TEL 052-735-3185 plasma@jspf.or.jp http://www.jspf.or.jp/12rengo/	
7月				
1～6	6th International Indentation Workshop (IIW6) (北大)	IIW6 実行委員会	TEL 029-851-3354 (6426) iiw6_2018@nims.go.jp	
9～12	The 6th International Conference on the Characterization and Control of Interfaces for High Quality Advanced Materials (ICCCI2018) (倉敷)	紛体工学会	TEL 045-339-3959 http://ceramics.ynu.ac.jp/iccci2018/ iccci2018@ml.ynu.ac.jp	
12～13	第52回 X線材料強度に関するシンポジウム(静岡)	日本材料学会	TEL 055-243-6111 yatsushiro-vvm@pref.yamanashi.lg.jp	講演 3.9
8月				
5～8	15TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON FUNCTIONALLY GRADED MATERIALS—Structural Sector Approaches for New Functionalities and Durability—(北九州)	傾斜機能材料研究会	TEL 052-735-5293 fgms_2018@f-jast.or.jp http://www.fgms.net/isfgms2018	
8～12	6th International Solvothermal & Hydrothermal Association Conference (ISHA2018) (東北大)	東北大学 多元物質科学研究所	TEL 022-217-6322 isha2018@grp.tohoku.ac.jp http://www2.tagen.tohoku.ac.jp/general/event/ISHA2018/	発表 2.28
9月				
19～21	日本金属学会秋期講演大会(東北大学川内北キャンパス)(仙台)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	
10月				
14～18	第9回材料電磁プロセッシング国際シンポジウム(EPM2018)(兵庫)	日本鉄鋼協会	TEL 03-3669-5932 ryo@isij.or.jp http://www.epm2018.org/index.html	
25～27	結晶塑性の原子過程に関する国際シンポジウム—結晶強度の定量的理解に向けて—(東大)(本号130頁)	日本学術振興会産学協力第133委員会	TEL 03-5452-6111 yasushi@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.apcp.iis.u-tokyo.ac.jp	
12月				
5	エコデザイン・プロダクツ&サービスシンポジウム2018(EcoDePS2018)(早稲田大)	エコデザイン学会連合	secretariat@ecodenet.com http://ecodenet.com/EcoDePS2018/	
2019年6月				
2～7	世界水素技術会議2019(東京)	水素エネルギー協会	TEL 029-861-8712 org@whtc2019.jp http://whtc2019.jp	

～2018年度の会費お払込について～

2018年度の会費お払込のお手続きはお済みでしょうか。会員の皆様には、既にご請求書類のご案内をお送りいたしておりますが、お手続きが未だの方は、ご対応をお願いいたします。

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

JIM ホームページ → [会員マイページ](#) → ID & パスワード入力 → 会費決済 or 各種変更届手続きへ



まてりあ編集委員会より

- ・今月は新カテゴリー記事「先達からのお便り」を掲載しました(本号120頁)。第1回目のご執筆者は花田修治先生(東北大名誉教授)です。今後も企画を続けていきますのでどうぞお楽しみ下さい。

まてりあ 第57巻 第3号 (2018) 発行日 2018年3月1日 定価(本体1,700円+税)送料120円
年間機関購読料金52,400円(税・送料込)

発行所 公益社団法人日本金属学会

〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32

TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312

発行人 山村英明

印刷所 小宮山印刷工業株式会社

発売所 丸善雄松堂株式会社

〒105-0022 東京都港区海岸 1-9-18



～ 刊行物のご案内 ～



● **日本金属学会誌（月刊）** <http://www.jim.or.jp/journal/j/>

学術論文，技術論文，ラピッドパブリケーション，オーバービュー論文，レビュー論文，特集など多彩な論文を掲載。投稿掲載費用が無料です。



● **共同刊行欧文誌：Materials Transactions（月刊）** <http://www.jim.or.jp/journal/e/>

14学協会の共同刊行による英文の投稿学術論文誌です。海外からの投稿を含めたWorldwideな論文を数多く掲載。インパクトファクター上昇を目指します。Advance Viewシステムで論文をいち早く公開できます。



● **日本金属学会会報「まてりあ」（月刊）** <http://www.jim.or.jp/journal/m/>

解説，最近の研究記事を主軸に，ミニ特集企画や講義ノートなど，会員の啓発を促すバラエティに富んだ論文・記事を掲載。

〈本会発行学術図書類出版案内〉

- | | | |
|--------------|-----------------|-----------------|
| ● 金属化学入門シリーズ | ● 講座・現代の金属学 材料編 | ● 講座・現代の金属学 製錬編 |
| ● 金属工学シリーズ | ● セミナーテキスト | ● シンポジウム予稿集 |
| ● 講演大会概要集DVD | ● 国際会議プロシーディングス | ● 金属博物館紀要 |
| | | ● 単行本 |

◇日本金属学会春秋講演大会 開催予定◇

★2018年3月19日（月）～21日（水）
千葉工業大学～新習志野キャンパス～

★2018年9月19日（水）～21日（金）
東北大学～川内北キャンパス～



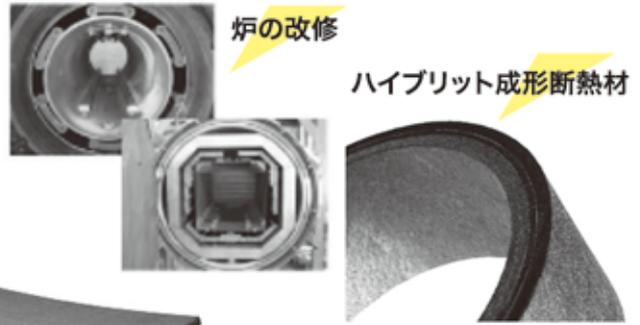
熱気溢れるポスター発表

～ ご入会をお待ちしております。 <http://jim.or.jp/> ～

高温真空 3000°Cへの挑戦

URL:<http://www.mechanical-carbon.co.jp/>

- 高純度カーボングラファイト部品(純度5ppm以下)
- C/C(カーボン・カーボン)材による精密加工
- カーボン成形断熱材、カーボンフェルト
- MGR回転式脱ガス装置用ローター
- 高温真空炉 炉内メンテナンス
- メカニカルシール、パッキン等の摺動部品修理・改造



炉の改修

ハイブリット成形断熱材

高断熱+省エネ

カーボンフェルト

カーボンヒーター、カーボン断熱材、高温真空炉内治具、消耗品等のご相談はスペシャリストにお任せください。

6面シート
貼り



メカニカルカーボン工業株式会社

本社:247-0061 神奈川県鎌倉市台5-3-25 TEL.0467-45-0101 FAX.0467-43-1680
工場:新潟工場・本社工場・野村工場(愛媛)・広見工場(愛媛) 事業所:郡山・東京・大阪・松山・周南・福岡
お問い合わせEメール mck@mechanical-carbon.co.jp

EAG
LABORATORIES

各種表面分析受託サービスなら
ナノサイエンス株式会社(EAGの日本支社)にお任せください。

GDMS分析
世界シェア **No.1**



高感度不純物分析手法 GDMS ICPとは異なり固体のまま最小限の試料処理で直接分析ができます。

測定対象試料.....

高純度金属	合金・超合金	特殊金属	レアメタル・レアース
カーボン及び黒鉛製造品	酸化物・炭化物・窒化物・硫化物などのセラミックス	各種半導体材料	太陽電池用シリコン

“世界の分析リーダー”の技術を日本で——



ナノサイエンス株式会社

〒171-0021 東京都豊島区西池袋1-21-7 住友不動産池袋西口ビル7F [E-mail] analysis@eag.com
TEL.03-5396-0531(代) FAX.03-5396-1930

お問い合わせ・見積り・分析お申込みはHPから... <http://www.nanoscience.co.jp>

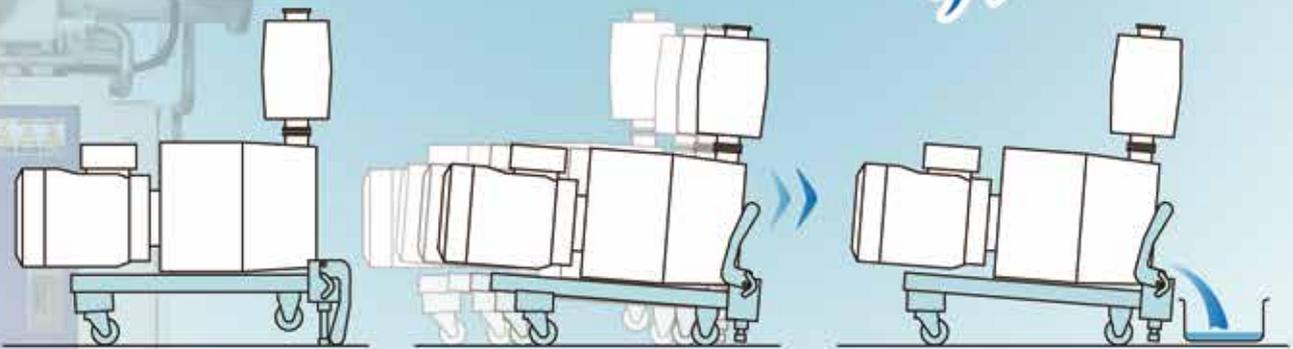
Quick Pump Cart

QPC for VACUUM PUMP

真空ポンプの
オイル交換もラクラク



重い真空ポンプを
ラクラク移動



東京営業所を一時移転しております。

平成30年7月 新東京営業所完成予定

仮) 東京営業所：〒136-0071 東京都江東区亀戸 6-47-5 東線亀戸マンション 1F

TEL 03-5628-1129 FAX 03-5628-3938

販売品目

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

※当社のすべての製品は、日本国内でのみご利用いただけます。



株式会社 美和製作所

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

東京営業所：〒101-0042 東京都千代田区神田東松下町32番地
TEL 03-5256-1138 FAX 03-5256-1145

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

