粒子表面への酸化物のナノコーティング
 ナノ結晶合金における粒界安定性の役割
 <sup>入門</sup> 拡散接合 その2 一金属を接合するには、接合装置、接合面積の 増加過程、接合面の皮膜の挙動

先達からのお便り 坂 公恭(名古屋大学名誉教授)









# 募集 2018年度 貴金属に関わる研究助成金

貴金属が関係している テーマであれば応募可能 助成金は奨学寄附金 扱いになります 研究や成果を 拘束することはありません

田中貴金属記 貴金属が貢献	念財団では、 する新しい技	「貴金属が拓く業 技術や製品の実用	新しい 引化に「	世界」に 句けた	こ向けて、 研究・開発テーマを募集いたします。
国内の教育機関 されている方	あるいは公的	<b>开究機関に所属</b>	主	催	者 一般財団法人 田中貴金属記念財団
2018年9月3日	(月)~2018年	11月30日(金)	お問	い合せ	先 「貴金属に関わる研究助成金」事務局
プラチナ賞	500万円	(1件)			E-mail:joseikin@ml.tanaka.co.jp
ゴールド賞 シルバー賞 萌芽賞 <sup>**</sup> 奨励賞	200万円 100万円 100万円 30万円	(1件) (4件) (2件) (複数件)			〒100-6422 東京都千代田区丸の内2-7-3 東京ビルディング 22階 田中貴金属工業株式会社 新事業カンパニー マーケティング部 内 TEL.03-6311-5596
	田中貴金属記 貴金属が貢献 国内の教育機関 されている方 2018年9月3日 プラチナ賞 ゴールド賞 シルバー賞 萌芽賞 <sup>※</sup> 奨励賞	田中貴金属記念財団では、 貴金属が貢献する新しい打 国内の教育機関あるいは公的構 されている方 2018年9月3日(月)~2018年 プラチナ賞 500万円 ゴールド賞 200万円 シルバー賞 100万円 萌芽賞* 100万円 愛励賞 30万円	田中貴金属記念財団では、「貴金属が拓く第 貴金属が貢献する新しい技術や製品の実用 国内の教育機関あるいは公的研究機関に所属 されている方 2018年9月3日(月)~2018年11月30日(金) プラチナ賞 500万円(1件) ゴールド賞 200万円(1件) ジルバー賞 100万円(4件) 萌芽賞** 100万円(2件) 奨励賞 30万円(複数件)	田中貴金属記念財団では、「貴金属が拓く新しいて 貴金属が貢献する新しい技術や製品の実用化に「 国内の教育機関あるいは公的研究機関に所属 されている方 2018年9月3日(月)~2018年11月30日(金) プラチナ賞 500万円(1件) ゴールド賞 200万円(1件) ジルバー賞 100万円(4件) 萌芽賞※ 100万円(2件) 奨励賞 30万円(複数件)	田中貴金属記念財団では、「貴金属が拓く新しい世界」は 貴金属が貢献する新しい技術や製品の実用化に向けたる 国内の教育機関あるいは公的研究機関に所属 されている方 2018年9月3日(月)~2018年11月30日(金) プラチナ賞 500万円(1件) ゴールド賞 200万円(1件) ジルバー賞 100万円(4件) 萌芽賞※ 100万円(2件) 奨励賞 30万円(複数件)

※2017年4月1日現在で37歳以下の方が対象となります。

田中貴金属記念財団

Materia Japan

http://www.jim.or.jp/journal/m/

2018 Vol.57 No.10 

会告原稿締切:毎月1日  $\bigcirc$ Л 翌月号(1日発行)掲載です.

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

最近の研究	<ul> <li>液相法によるナノ粒子表面への金属酸化物のナノコーティング 大野智也471 ナノレベルでの粒子表面への金属酸化物のコーティング技術と、その利用方法について紹介. 複合金属酸化物の コーティングにも成功.</li> <li>電析バルクナノ結晶 Ni 合金における粒界安定性と機械的特性の関係 松井 功 尾村直紀 山本剛久 瀧川順庸</li></ul>
入門講座	拡散接合 その2 一金属を接合するには,接合装置,接合面積の増加過程, 接合面の皮膜の挙動一 大橋 修
新進気鋭	温泉バイナリー発電所におけるスケール問題とその抑制材料の開発 盛田元彰 493
先達からのお便り	E pur si muove —肉食系老学徒の逆襲— 坂 公恭
はばたく	これまでの研究を振り返って 余 浩
トピックス	(第4分科活動報告)第4分科「他医歯薬系学協会への若手研究者派遣活動の報告」 堤 祐介 小林千悟 中野貴由
本会記事	会告507次号予告517支部行事512新入会員517掲示板513行事カレンダー518会誌・欧文誌10号目次516516

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. http://jim.or.jp/

**今月の表紙写真** (上)[Ti]/[Si]=0.1,(下)[Ti]/[Si]=1.0の際のTiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>粒子のTEM 観察像.(大野智也:本号471頁 図1より抜粋) 表紙デザイン:北野 玲

複写をご希望の方へ

<sup>55</sup> 本会は、本誌掲載著作物の複写に関する権利を一般社団法人学術著作権協会に委託しております。本誌に掲載された著作物の複 写をご希望の方は、(一社)学術著作権協会より許諾を受けて下さい。但し、企業等法人による社内利用目的の複写については、 当該企業等法人が社団法人日本複写権センター((一社)学術著作権協会が社内利用目的複写に関する権利を再委託している団体) と包括複写許諾契約を締結している場合にあっては、その必要はありません。(社外頒布目的の複写については、許諾が必要です。) 権利委託先 一般社団法人学術著作権協会 〒107-0052 東京都港区赤坂 9-6-41 乃木坂ビル 3F FAX 03-3475-5619 E-mail: info@jaacc.jp http://www.jaacc.jp/

複写以外の許諾(著作物の引用, 転載, 翻訳等)に関しては, 直接本会へご連絡下さい.









●構成は粉末硬化剤と液体硬化剤。これを10:6の比率で混合

その他各種有効な消耗品を用意してございます。

**フリッチュジャパン株式会社** 本 社 〒231-0023 横浜市中区山下町252 大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島7-12-5

#### info@fritsch.co.jp http://www.fritsch.co.jp

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

## FRITSCH "NANO領域"

# 遊星型ボールミル "PREMIUM LINE" モデル P-7(新型



### 特色

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



容器がセットされる様子。

## 従来型ボールミル "CLASSIC LINE"

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



各種用意。





フリッチュ社が開発した 遊星型シリーズの パイオニア機種。



世界で初めて容器ひとつで 遊星運動に成功した 昨年度のベストセラー機種



少量試料を対象にした パワフルな機種



#### 全機種共通の特長

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

# フリッチュジャパン株式会社

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

#### info@fritsch.co.jp

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

http://www.fritsch.co.jp

Fax (045)641-8364

最近の研究

# 液相法によるナノ粒子表面への 金属酸化物のナノコーティング

#### 大野智也\*

#### 1. はじめに

ナノ粒子は、電子材料、光学材料、触媒材料など多くの分 野で利用される材料形状であり、ナノ粒子の合成方法、特性 評価方法などについて様々な研究成果が報告されてい る<sup>(1)(2)</sup>. このようなナノ粒子のさらなる特性向上のための手 法として、薄膜の積層構造で利用されているようなナノレベ ルでの複合化が考えられている<sup>(3)(4)</sup>. しかしながら、 この 技術をナノ粒子形状のままでの複合化に応用すると、それぞ れの粒子の凝集、分散そして付着の制御が必要となり、ナノ レベルでの均一な複合化が非常に困難となる. そのためナノ 粒子形状での複合化は、粒子同士ではなく粒子表面への他材 料のナノコーティングが必要となる.

ナノ粒子への他材料のコーティングは、これまで液相法を 中心とする研究例が報告されている(5)(6).本稿では、このよ うなコーティングの例として、シリカ単分散粒子表面へのチ タニアのコーティングを紹介する<sup>(7)-(9)</sup>.またこれまでのコ ーティングに関する研究報告例では、複合金属酸化物のコー ティングを対象とした実施例はほとんどない.しかし,例え ば電子材料などで使用する酸化物材料は,誘電体であればチ タン酸バリウム(BaTiO<sub>3</sub>)であったり、酸化物導電体であれ ば(La,Sr)MnO3であったりと、その多くは複合金属酸化物 である.そのため複合金属酸化物をコーティングすることが 可能となれば、その用途は劇的に広がり、新たな材料を提案 する事が可能となる. そこで本稿では、チタニアのシリカ粒 子表面へのコーティングの実施例以外に、複合金属酸化物の 中から, 電子材料および触媒材料として注目されているチタ ン酸バリウムを、有機粒子にコーティングした実施例につい ても示す(10)-(12).

2. 不均一核生成を利用したチタニアのコーティング

ナノ粒子の合成方法は、固相法・液相法・気相法による様 々な手法が提案されているが、固相法の場合はジェットミル などを使用した特殊な粉砕プロセスを必要とし、また気相法 ではコストパフォーマンスに課題が残る. そのため多くの場 合,液相法によりナノ粒子は合成される.一般的に液相法で は、過飽和溶液を作製し液相全体で均一核生成を起こすこと で結晶核(粒子核)を生成する.そして、その後の核成長プロ セス(粒成長プロセス)により、目的とするナノ粒子を得る. この時、核生成段階と核成長段階を分離する事で、粒子径が 均一な単分散ナノ粒子の合成も可能である.しかし均一核生 成に基づく一般的なナノ粒子合成のメカニズムでは、溶液の 全領域において均一に粒子が生成してしまうため、本稿で目 的とする粒子表面に他材料をコーティングする場合、この考 え方を利用することは出来ない. すなわち粒子表面にのみ選 択的に他材料を析出させるためには, 不均一核生成を利用す る必要がある.このような不均一核生成を利用する手法とし て加水分解速度を制御したゾルゲル法や液相析出法がある. 本稿では、これらの中から液相析出法を用いたコーティング 手法を例として紹介する.液相析出法は薄膜作製技術として 提案され、平坦な基板表面で不均一核生成を起こさせ、材料 を基板上に析出させる手法である.しかし曲率を有した材料 に対して本手法を適用する場合、コーティングを行う元とな る粒子(コア粒子)表面に、コーティング剤の液相析出が可能 な化学種(例えば水酸基など)を存在させる必要がある.この 工夫により、平坦な基板と同様に粒子表面上へも、不均一核 生成を介して金属酸化物を析出させる事が可能、すなわち粒 子表面への均一なコーティングが期待できる<sup>(13)(14)</sup>.一般的

<sup>\*</sup> 北見工業大学工学部地球環境工学科;教授(〒090-8507 北見市公園町165)

Metal Oxide Nano-coating on the Surface of Nano-particles by Chemical Solution Deposition; Tomoya Ohno (Kitami Institute of Technology, Kitami)

Keywords: nano-coating, nano-particle, chemical solution deposition, metal oxide, complex metal oxide, ceramic, catalyst 2018年6月1日受理[doi:10.2320/materia.57.471]

な濡れ性を利用したコーティング手法の場合,曲率を持つコ ア材料にコーティングを行うと,重力などの影響によりコー ティング層の膜厚が不均一になる事が多いが,本手法の場合 は化学的にコア粒子表面から他材料を析出させるため,この ような問題は発生しない.また液相析出法によるコーティン グの場合,コア粒子表面に親水基が存在していれば,金属酸 化物セラミックス粒子だけではなく,カーボン粒子や有機粒 子に対しても均一なコーティングが可能である.液相析出法 における反応メカニズムについて,チタニアを例に示す.

$$[\operatorname{TiF}_6]^{2-} + nH_2O \Longrightarrow [\operatorname{TiF}_{6-n}(OH)_n]^{2-} + nHF$$
 (1)  
 
$$H_3BO_3 + 4HF \Rightarrow HBF_4 + 3H_2O$$
 (2)

液相析出法では、出発原料としてフッ化物系の材料を選択す ることが多く、チタニアのコーティングの場合では、ヘキサ フルオロチタン酸アンモニウムを使用する.ここで式(1) は平衡反応であるため、粒子表面に析出させる[TiF<sub>6-n</sub> (OH)<sub>n</sub>]<sup>2-</sup>を液相内で作製するためには、式(1)を右方向に 進行させる必要がある.そのためフッ素捕集剤としてホウ酸 を添加する事で、系内の HF を消費させ(式(2))、目的と する前駆体成分([TiF<sub>6-n</sub>(OH)<sub>n</sub>]<sup>2-</sup>)を作製する.チタニアの 前駆体である[TiF<sub>6-n</sub>(OH)<sub>n</sub>]<sup>2-</sup>は OH 基を有しているた め、ナノ粒子表面の親水基と反応することが可能であり、こ れにより粒子表面に選択的にチタニアを析出させる事ができ る.すなわち前駆体成分の OH 基と粒子表面の親水基(OH 基など)が、脱水重縮合反応により結合し、コア粒子表面に チタニアの結晶核が生成し、その後に核成長するため、曲率 を持つ材料に対しても均一なコーティングが可能となる.

図1にシリカ粒子表面にチタニアをコーティングした際の、チタニアの出発原料の投入量による、チタニアのコーティング層の膜厚への影響を示す.本稿では、チタニアの出発 原料の投入量を、コア粒子となるシリカ粒子のSi元素のモル量に対する、出発原料中のTi元素のモル比([Ti]/[Si])として定義した.また[Ti]/[Si]=0.1および1.0の際のTiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>粒子のTEM (Transmission Electron Microscope、透 過型電子顕微鏡)観察像を併せて示す.液相析出法をナノ粒 子へのコーティング手法として採用する場合、前述した理由



図1 (a)コーティング剤の投入量によるコーティング 層の膜厚への影響および,(b)[Ti]/[Si]=0.1, (c)[Ti]/[Si]=1.0の際のTiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>粒子の TEM 観察像.

および TEM 観察像からも明らかなように、曲率を持つ材料 に対しても、基板など平坦な材料に対するコーティングと同 様に、均一なコーティング層を得る事が出来た.しかし均一 にコーティングするために必要な量のチタニア前駆体が前駆 体溶液中に十分存在しない場合、[Ti]/[Si]=0.1の TEM 観 察像でも示されるように、粒子表面に点在してチタニアが析 出する.しかし均一にコーティングするために十分な量のチ タニア前駆体成分が溶液中に存在する場合、チタニアの出発 原料の投入量によりコーティング層の膜厚を制御する事が可 能であり、比較的自由に、設計どおりのハイブリッド粒子を 作製する事が出来る<sup>(7)</sup>.

また液相析出法は平衡反応の制御によるコーティング技術 であるため、液相析出時の反応温度および反応時間はチタニ アの析出量に影響する.そのためチタニアのコーティング層 の膜厚は、これらのプロセスパラメーターによっても制御で きる.例えば、投入するヘキサフルオロチタン酸アンモニウ ムを一定量にした状態でチタニアをコーティングする際の、 反応時間と反応温度の違いによるチタニアのコーティング層 の膜厚への影響を図2および図3に示す.図2より、投入 したチタン源の量が一定の場合でも、反応温度が変化すると



図2 反応時間による析出したチタニアコーティング 層の膜厚への影響.



図3 反応温度の違いによるチタニアコーティング層 の飽和膜厚への影響.

コーティング層の膜厚も異なる事が確認出来る.しかし反応 温度が異なる場合でも,反応時間1時間程度でコーティン グ層の膜厚は一定となった.すなわち,液相析出法によりチ タニアをコーティングする際,コーティングに必要な時間は 反応温度に関わらず1時間程度であることが推測出来る. さらに図3で示すように,反応温度の違いによる飽和膜厚 への影響を調査したところ,反応温度を上昇させることで膜 厚が増加する.すなわち,効率の良い粒子表面へのコーティ ングが実施可能となることが分かった.しかし溶媒の沸点近 傍まで反応温度を上げた場合,溶媒の蒸発が進行し前駆体溶 液濃度自体が変化してしまうことで,目的どおりのコーティ ングが得られなかった.そのため還流管を使用し沸点以上で の反応が可能な実験装置を採用しない場合,前駆体溶液の沸 点よりも20~30度低い温度でコーティング反応を実施する 条件が,均一なコーティング層を得るために最適であった<sup>(9)</sup>.

一般的な液相法によりチタニアを作製する場合、チタニア の前駆体成分を焼成することで結晶化させる.しかし液相析 出法によりチタニアをコーティングする場合、焼成を行なわ ずに結晶化したチタニア(アナターゼ型)を、粒子表面に析出 させることが可能であった. そのため, 理論的には析出した 段階でチタニアとしての特性を使用できる.しかしその結晶 性は低く、コーティング層内に残留しているアモルファス相 の影響、またコーティング層中に水分を多く含むため、焼成 し結晶化させたチタニアと同様の特性は発現しない. そのた め実際にチタニアとしての特性を使用するためには、作製し た $TiO_2$ -SiO<sub>2</sub>粒子を焼成し、残留するアモルファス相の結 晶化および水成分の除去を行ない、コーティング層のチタニ アの結晶性を向上させる必要がある.そして焼成温度を変化 させる事でチタニアの結晶子径は変化し、図4に示すよう に、高温で焼成するとコーティング層の膜厚とチタニアの結 晶子径は一致する. すなわち焼成条件を最適化すれば、コー ティングしたチタニアの結晶子径の制御を、チタニアコーテ ィング層の膜厚により制御することも可能である.

また,粒子表面にコーティングした材料の特性は,一般的 なバルク体の特性とは大きく異なる.基板上に材料を薄膜化 した場合,その薄膜の諸特性は基板との界面の影響や基板か



図4 焼成温度によるチタニアコーティング層の膜厚 およびチタニア結晶子径への影響.

らの拘束力により、バルク体の特性とは大きく異なる事が広 く知られている. すなわち粒子表面に材料をコーティングし た場合でも、薄膜と同様にコア粒子からの影響を大きく受け ることが想定できる.図5にチタニア粒子および,TiO2-SiO<sub>2</sub>粒子の焼成温度の違いによる結晶構造への影響を示 す.液相合成したアモルファス状態のチタニア前駆体を結晶 化させる場合、低温で焼成した場合はアナターゼ構造をとる が、高温で焼成した場合はルチル構造となる. すなわち図5 (b)で示すように、液相合成したチタニア前駆体は、焼成温 度を873K以上にするとアナターゼ相以外にルチル相の存 在が確認され、焼成温度1173Kではルチル単相となった. これに対して TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>の場合では(図 5(a)), 1373 K で焼 成を行なった場合でもアナターゼ単相となっており, アナタ ーゼ相の温度に対する安定性が非常に高い事を示している. これは粒子表面に析出したチタニア(アナターゼ相)がコア粒 子であるシリカ粒子表面のシラノール基と化学結合を作って おり、チタニアがコア粒子から拘束されているため、ルチル 相への結晶相転移が起こらなかった事が考えられる. コア材 料からの拘束により、コーティングした材料の結晶相転移温 度が上昇する現象は、薄膜材料において報告されてい る<sup>(15)</sup>.本稿で紹介したシリカ粒子にチタニアをコーティン グした場合でも、平坦な基板上にコーティングを行なった薄 膜と同様の現象が起こったと考えられる. またコア粒子との 化学的な結合については、以下に述べるようにバンドギャッ プエネルギーからも類推することができる.

図6に、作製したTiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>粒子の吸収端より算出した バンドギャップの、TiO<sub>2</sub>バルク体のバンドギャップからの ブルーシフト量を示す.チタニアの結晶子径が臨界径(critical size)以下の場合、量子サイズ効果によってバンドギャッ プはブルーシフトすることが Anpo等により報告されてお り、結晶子径の違いによるブルーシフト量の変化が示されて いる<sup>(16)</sup>.しかし図6で示すように、TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>粒子におけ るチタニアの結晶子径によるバンドギャップのブルーシフト 量では、Anpo等が報告している以上のブルーシフト量が観 測された.またGartner等は、TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>複合体のバルク体 を作製し、そのバンドギャップを測定したところ、Ti-O-Si 結合の影響によりバンドギャップがブルーシフトすることを 報告しており、そのシフト量は0.13 eV 程度であると示して いる<sup>(17)</sup>.この報告を参考にして、今回のTiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>粒子の



図5 焼成温度の違いによるチタニア結晶相への影響. (a)TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>粒子, (b)TiO<sub>2</sub>粒子.



図6 コーティングしたチタニア結晶子径の違いによるバンドギャップエネルギーのブルーシフト量への影響.(a) TiO<sub>2</sub>の報告値,(b) TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>粒子の測定値,(c) Ti-O-Si の効果によるブルーシフト量を除いた TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 粒子の測定値.

バンドギャップのブルーシフトが,量子サイズ効果以外に Ti-O-Si 結合による効果(0.13 eV)があると想定すると, Anpo 等の量子サイズ効果によるブルーシフト量と今回の結 果はほぼ一致することが確認出来た.すなわち液相析出法に よりチタニアをコア粒子にコーティングした場合,コーティ ング材料のみの特性が得られるのではなく,コア粒子とコー ティング材料間の化学結合の影響を大きく受けることが示さ れた.

#### 固相法の考え方を取り入れた複合金属酸化物のコ ーティング

緒言で述べたように、近年多くの産業分野では複合金属酸 化物が材料として用いられており、ナノ粒子形状での複合金 属酸化物との複合化, すなわち複合金属酸化物のコーティン グ技術の開発が強く求められている. そこで本稿では, 前項 で示した液相析出法によるチタニアのコーティング技術を利 用した, チタン酸バリウムのコーティングについて紹介す る. チタン酸バリウムのような二種類以上の金属元素を含む 複合金属酸化物をコーティングする場合、ダブルアルコキシ ドのような目的組成どおりの金属元素を含む前駆体を液相合 成して、それをコーティングする事で目的を達成できる.し かしダブルアルコキシドを合成するためには、出発原料とな る二種類以上の金属アルコキシドの加水分解速度をそれぞれ 厳密に制御する必要があり、このような複合金属酸化物の前 駆体溶液の分子設計には様々なノウハウを必要とする. その ため本稿では、比較的容易に実施可能な、固相法の考え方を 取り入れたコーティング手法、すなわち熱拡散を利用した複 合金属酸化物のコーティングについて示す<sup>(10)-(12)</sup>.この手 法は、複合金属酸化物の合成に必要な金属成分を個別にコー ティングし、焼成によりそれぞれの金属成分を熱拡散させて 複合金属酸化物をコーティングするため、溶液内で目的組成



の前駆体を合成するという厳密な意味での液相法の考え方と は少し異なる.

本稿ではこの手法の実施例として、テンプレート粒子を利 用したチタン酸バリウム中空粒子の合成例を紹介する.すな わち図7の模式図で示すように、有機粒子表面に液相析出法 を用いてチタニアをコーティングした後に、有機粒子を熱分 解しチタニアの中空粒子を作製する.そしてバリウム成分 を、触媒分野で一般的に用いられる含浸担持法によりチタニ ア中空粒子表面に付着させ、熱処理時の熱拡散を利用してチ タン酸バリウム中空粒子を作製した.また作製したチタン酸 バリウム中空粒子の使用方法の一例として、この材料を水素 製造プロセスであるメタン水蒸気改質プロセスに、触媒材料 として適用した例を紹介する.

最終的な材料形態を中空粒子とするため、今回使用するコ ア粒子は、前項で紹介したシリカ粒子ではなく、テンプレー トとして熱分解可能な有機粒子を用いた. そこで,乳化重合 により容易に有機ナノ粒子の合成が可能なポリスチレン (PS)を、コア粒子の材料として選択した. しかしスチレン のみをモノマーとして乳化重合し PS 粒子を作製する場合, 作製した PS 粒子表面には、チタニアの液相析出を可能とす る親水基が存在しない. そのため粒子表面に親水基を付与す るため、N-ヒドロキシルメチルアクリルアミド (HMAm)を コモノマーとして選択し、スチレンと同時に乳化重合を行な った. 更に作製した PS 粒子にヘキサノールを含浸させる事 で、液相析出法に適用可能な、最表面に十分な量の親水基を 持つ有機コア粒子を合成した(模式図:図8)(18). 図9に TiO2-PS ハイブリッド粒子, 623 K での熱処理により PS コ ア粒子を除去した TiO2 中空粒子,873 K での熱処理により PSコア粒子を除去した TiO2 中空粒子の TEM 観察像を示 す.図9より、有機粒子に対しても表面改質により親水基 を粒子表面に導入することで、シリカナノ粒子の場合と同様 にチタニアのコーティングが可能であることを確認した. ま た PS は 623 K 程度の熱処理で容易に熱分解可能である事が 広く知られているため、コア粒子を除去するため 623 K で 熱処理を行なったところ, PS 粒子が一部残留している様子 も確認出来たが、ほとんどの粒子において中空化した形状が 得られた.また、より完全に PS 粒子を除去するため 873 K で熱処理した試料では、図9で示すように、623Kで熱処理 した試料よりもチタニアの結晶成長が進み、チタニア層が比 較的大きなチタニア結晶で構成されたチタニア中空粒子を得 ることが出来た.

次に、ここで得られたチタニア中空粒子に対して、バリウ



図8 親水基を表面に持つ PS 粒子合成の模式図.



 図 9 異なる温度でテンプレート粒子を除去した TiO<sub>2</sub> 中空粒子および除去前の TiO<sub>2</sub>-PS 粒子の TEM 観察像. (a) TiO<sub>2</sub>-PS 粒子, (b) 623 K で熱処理 したチタニア中空粒子, (c) 873 K で熱処理した チタニア中空粒子.

ムエトキシドをエタノール溶媒に溶解させたバリウム前駆体 溶液を用いて、バリウム成分をチタニア中空粒子表面に含浸 担持した.そしてその後,バリウム成分の熱拡散が期待でき る 1073 K で焼成し、目的とするチタン酸バリウム中空粒子 を作製した.図10に、それぞれ異なる熱処理条件で作製した チタニア中空粒子の XRD(X-ray diffraction, X 線回折)パタ ーンおよび、それらのチタニア中空粒子を用いて作製したチ タン酸バリウム中空粒子の XRD パターンを示す.図10(b) より熱処理 623 K で作製したチタニア中空粒子を用いた場 合,水洗除去可能な BaF2 の存在が一部確認出来るものの, ペロブスカイト相のチタン酸バリウムを示す XRD パターン が得られた. これに対して 873 K で熱処理したチタニア中 空粒子を用いた場合, BaF2 およびチタン酸バリウム以外に, Ba<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub>,炭酸バリウム,チタニアの結晶相の存在を示すピ ークが検出された.この理由は、前駆体となったチタニア中 空粒子を構成するチタニアの結晶子径の違いによるものであ る.図10(a)より、チタニア中空粒子を作製するための熱処 理温度を上昇させることで、それぞれのピークの半値幅が狭 くなる、すなわちチタニアの結晶子径が増加していることが 確認できる.これは図9のTEM 観察像からも明らかであ る.本稿で紹介する技術は、バリウム成分を粒子表面に含浸

Materia Japan



 図10 (a)異なる温度((1): 623 K, (2): 873 K)で熱処理 したチタニア中空粒子の XRD パターンと, (b) それらのチタニア中空粒子を用いて作製した BaTiO<sub>3</sub> 中空粒子の XRD パターン.

担持させ、熱拡散によりチタン酸バリウムを合成する固相法 の考え方に基づく手法である. そのためチタニアの結晶子径 が増加すると、チタン酸バリウムの作製に必要な拡散距離が 長くなり、目的生成物を作製するためには、より高温での熱 処理が必要となる.ここで、今回の熱処理温度は1073Kで あり,一般的な固相法での焼成温度と比較して低温であっ た. そのため、チタニアの結晶子径が大きな873Kで熱処 理したチタニア中空粒子を用いた場合, 粒子表面に存在する 含浸担持させたバリウム成分が、チタニア中空粒子のチタニ ア層全体に拡散できなかったと考えられる. そのためバリウ ム成分の偏析が発生し、目的とするチタン酸バリウム以外に も,バリウムリッチである Ba<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub>,バリウムが拡散されな かった領域のチタニア,反応に使用されなかったバリウムが 変化した炭酸バリウムが混在した結果となった.またいずれ のチタニア中空粒子を出発原料として用いた場合でも,  $BaF_2$ の生成が確認出来た.これは、チタニアをコーティン グする際に使用したヘキサフルオロチタン酸アンモニウムの フッ素成分がチタニア層に残留しており、これがバリウム源 と優先的に反応して生成したと考えられる.しかし BaF2 は 水溶性の材料であるため、水洗により除去可能であり、最終 的にペロブスカイト単相のチタン酸バリウム中空粒子の作製 が可能であった(12).

さらに含浸担持させるバリウム成分の最適な添加量を評価 するため、コーティングしたチタニアのモル量に対してバリ ウム添加量のモル比を変化させ、チタン酸バリウム中空粒子 を合成した.得られた中空粒子のXRDパターンを図11に示 す.[Ba]/[TiO<sub>2</sub>]=0.9では、チタニアに対してBa添加量が 少なかったため、チタンリッチ相であるBaTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub>が析出し ていることを確認した.これに対して[Ba]/[TiO<sub>2</sub>]=1.1で は、バリウムリッチ相の存在は確認できず、ペロブスカイト 単相となっていることを確認した.図11は、後述する水洗 浄および酸洗浄後のチタン酸バリウム中空粒子のXRDパタ ーンであるため、[Ba]/[TiO<sub>2</sub>]=1.1の条件では、過剰なバ リウム源が炭酸バリウムとして析出していると考えられる が、酸洗浄により除去されたため、バリウム添加量が過剰な 条件でもペロブスカイト単相のチタン酸バリウム中空粒子が 得られたと考えられる.



図11 バリウム添加量を変化させて作製したチタン酸 バリウム中空粒子のXRDパターン(1)[Ba]/ [TiO<sub>2</sub>]=0.9, (2)[Ba]/[TiO<sub>2</sub>]=1.0, (3)[Ba]/ [TiO<sub>2</sub>]=1.1.



図12 水洗浄および酸洗浄を行なったチタン酸バリウ ム中空粒子の TEM 観察像.

図11の[Ba]/[TiO<sub>2</sub>]=1.0の条件で作製したチタン酸バリ ウム中空粒子のTEM 観察結果および作製後の水洗浄および 酸洗浄の効果を,図12および図13に示す<sup>(11)</sup>.図12より,粒 子径200~300 nm 程度のチタン酸バリウム中空粒子が得ら れたことが確認できた.また図13より,水洗浄によりBaF<sub>2</sub> の除去が可能であること,またBaF<sub>2</sub>に覆われていたと考え られる僅かな量のBaCO<sub>3</sub>も酸洗浄により除去可能であり, 最終的にペロブスカイト単相のチタン酸バリウムのXRDパ ターンが得られた.すなわち固相法の考え方を取り入れたコ ーティング技術により,熱分解可能な有機粒子をコア粒子と して用いる事で,複合金属酸化物であるチタン酸バリウムの 中空粒子が得られる事を確認した.

#### 4. チタン酸バリウム中空粒子の使用例

中空粒子形状の材料は,通常の粒子に比べて表面積が大き くなるため,触媒材料のように大きな表面積を必要とする材 料としての応用が期待されている.特に,本稿で紹介したチ



図13 [Ba]/[TiO<sub>2</sub>]=1.0の条件で作製したチタン酸バリウム中空粒子の水洗浄および酸洗浄による結晶相への影響(1):as-deposition,(2):水洗浄のみ,(3):水洗浄+酸洗浄.

タン酸バリウムのようなペロブスカイト型酸化物の場合,固 相法で作製した粒子では比較的平坦な表面を持っているた め,その表面積は4m<sup>2</sup>/g以下と非常に小さい事が知られて おり,実用触媒として使用する事が難しい.しかし近年,水 素製造を目的とした炭化水素の水蒸気改質プロセスに対し て,ペロブスカイト型酸化物が触媒担体として非常に有効で あることが報告されている.これは,ペロブスカイト型酸化 物の格子酸素が動きやすい事を利用して,反応プロセス中に 触媒表面に析出する炭素成分を,格子酸素の移動によって酸 化させ除去可能であるため,長寿命触媒としての可能性が示 されたためである<sup>(19)-(21)</sup>.

また炭化水素の水蒸気改質プロセスでは、メタン水蒸気改 質プロセスに対して実用化されている Ni/アルミナ触媒のよ うに、金属成分(Ni)を金属酸化物粒子(アルミナ)表面に含 浸担持させた触媒材料が使用されている.アルミナ粒子は酸 化物粒子の中では比較的表面積が大きく、また含浸担持させ た Ni 金属成分も粒径 5 nm 以下となり、非常に高い分散性 を維持した状態で担持される(図14(a)).しかしペロブスカ イト型酸化物は前述したように、比較的平坦な表面を持つた め、金属成分を含浸担持させると、図14(b)で示すように金 属成分は数 10 nm の塊として担持され、金属成分の分散性 は低下する.すなわち、長寿命触媒としての可能性は示され ているが、表面積および金属成分の分散性の観点から、ペロ ブスカイト型酸化物粒子の高表面積化が求められていた.

前項で紹介したチタン酸バリウム中空粒子の表面積は,窒素吸着法で表面積を測定したところ13m<sup>2</sup>/gと,固相法により作製したチタン酸バリウム粒子の報告値の約3倍の値を示すことを確認した<sup>(12)</sup>.そのため,これまでペロブスカイト型酸化物触媒の課題であった表面積の問題を解決できると考え,作製したチタン酸バリウム中空粒子をメタン水蒸気 改質プロセスの触媒として適用した例を紹介する.

作製したチタン酸バリウム中空粒子に金属触媒成分である Niを含浸担持させるため,硝酸ニッケルを水に溶解させた



図14 金属触媒成分 Ni をコア粒子に含浸担持した粒子 の TEM 観察像(a) Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (b) Ni/BaTiO<sub>3</sub>.

Ni 前駆体溶液中に, 作製したチタン酸バリウム中空粒子を 分散させ、343Kの条件でゆるやかに蒸発乾固させること で、チタン酸バリウム中空粒子表面に Ni 金属前駆体を含浸 担持した.そして773Kにて空気中で焼成する事で、チタ ン酸バリウム粒子表面に NiO を生成した. その後水素還元 処理により目的とする Ni/チタン酸バリウム触媒を得た.こ の際,Ni 金属触媒成分の担持量により触媒特性は大きく変 化する.今回は他研究グループが報告している固相合成した チタン酸バリウム触媒粒子の触媒活性と比較するため、Ni 担持量を同一の10 wt.%とした.またメタン水蒸気改質プロ セス条件についても、他グループの報告値と比較するため、 報告と同一のプロセス条件で測定を実施した.すなわち固定 床流通式反応装置を用いて、触媒重量 0.05g、メタンガス流 速 11.32 mL/min, [H<sub>2</sub>O]/[CH<sub>4</sub>]=2.0,反応温度を 1073 K とした.メタン転化率は式(3)を用いて計算し,触媒活性 の評価を行なった.

$$\left[1 - \frac{C_{CH_4}}{C_{CH_4} + C_{CO_2} + C_{CO}}\right] \times 100(\%)$$
 (3)

ここで  $C_{CH_4}$ ,  $C_{CO_2}$ ,  $C_{CO}$  は, それぞれ反応プロセス後のガス 中のメタン,二酸化炭素,一酸化炭素のモル比を示してい る.メタンの水蒸気改質プロセスは式(4)の水蒸気改質反 応と,式(5)の水性ガスシフト反応により進行するため, 一般的には式(6)として示される.

$$CH_4 + H_2O \longrightarrow CO + 3H_2$$
 (4)

$$CO + H_2O \longrightarrow CO_2 + H_2 \tag{5}$$

$$CH_4 + 2H_2O \longrightarrow 4H_2 + CO_2 \qquad (6)$$

そのため,式(3)を用いてメタン転化率を計算する事で, 作製した触媒の触媒活性を評価する事が出来る<sup>(19)</sup>.

図15にチタン酸バリウム中空粒子を触媒として用いた場合 の、メタン水蒸気改質プロセスにおけるメタン転化率の経時 変化および、固相法により作製したチタン酸バリウム触媒を 使用した場合の報告値を示す.Ni 金属触媒の担持量、そし て反応プロセス条件を統一して触媒特性の評価を実施してい るため、チタン酸バリウム粒子の表面積の違いによる触媒特 性への影響を図15で確認することができる.Urasaki等の報 告では、固相法で作製したチタン酸バリウム粒子の表面積は 非常に小さいため、このプロセス条件ではメタン転化率は 10%以下になることを示している<sup>(19)</sup>.しかし中空粒子化し チタン酸バリウム粒子の表面積を増加させることで、同じ材



図15 Ni/BaTiO<sub>3</sub>中空粒子およびNi/BaTiO<sub>3</sub>(報告値) のメタン水蒸気改質プロセスにおけるメタン転 化率の経時変化.

料を触媒材料として用いても、メタン転化率は反応5時間 後においても96.4%と非常に高い水準を維持した。本プロセ ス条件の平衡転化率は99.2%であるため、ほぼ平衡転化率に 等しい触媒活性が得られたと考えられる。すなわちコーティ ング技術を利用した中空粒子化により、表面積の課題を解決 する事ができ、材料が本来もつ高い特性を発揮する事が出来 たと結論づけた。

#### 5. まとめ

ナノ粒子表面への酸化物材料のコーティングは,液相法に おける不均一核生成を利用することで達成できる.そして, コーティング反応の条件を制御することでコーティング厚さ を制御でき,焼成条件によりコーティングした材料の結晶子 径の制御が可能である.また粒子表面にコーティングした材 料の諸特性は,バルク体で報告されている特性とは異なり, 母粒子との界面の影響や,薄膜の場合と同様に母粒子からの 拘束力の影響を受ける.

さらに固相法の考え方を取り入れることで,複合金属酸化 物材料の粒子表面へのコーティングも可能であり,熱分解可 能な有機粒子などにコーティングを実施することで,最終的 に中空形状の粒子の作製も可能であった.固相法の考え方を 利用して複合金属酸化物を粒子表面にコーティングする場 合,熱処理時の拡散距離は非常に重要な因子であり,拡散距 離を短くすることが可能となるような材料設計,すなわちコ ア粒子にコーティングした第一成分の材料の結晶子径を小さ くする必要がある.

本稿では、コーティングを利用した材料を触媒材料として 適用した例を紹介したが、本技術はナノレベルで粒子表面へ のコーティングが可能な手法であるため、コーティング剤と コア粒子の種類を変更することで、光学材料や電子材料など 様々な分野への応用も期待できる.またコア粒子の保護膜 を、酸化物コーティングにより作製することも可能であり、 本技術の適用範囲は非常に広い.このような背景から、今後 ナノ粒子表面へのコーティング技術の更なる発展が期待される.

本研究の一部は JSPS 科研費15K17894,ホソカワ粉体工 学振興財団,日揮・実吉奨学会,スズキ財団の助成を受けた ものです.ここに謝意を表します.

文 献

- (1) A. B. Dani and K. Okuyama: Adv. Powder Technol., **22**(2011), 1–19.
- (2) N. Wakiya, M. Yamasaki, T. Adachi, A. Inukai, N. Sakamoto, D. S. Fu, O. Sakurai, K. Shinozaki and H. Suzuki: Mater. Sci. Eng. B, **173**(2010), 195–198.
- (3) F. Magnus, T. Warnatz, G. K. Palsson, A. Devishvili, V. Ukleev, J. Palisaitis, P. O. Å. Persson and B. Hjorvarsson: Phys. Rev. B, 97 (2018), 174424.
- (4) T. Ohno, H. Yanagida, K. Maekawa, T. Arai, N. Sakamoto, N. Wakiya, H. Suzuki, S. Satoh and T. Matsuda: Thin Solid Films, 585(2015), 91–94.
- (5) H. Suzuki, K. Yamaguchi and H. Miyazaki: Composites Sci. Technol., 67 (2007), 3487–3490.
- (6) C. Takai, F. Kawajiri and M. Fuji: Colloids and Surface A, 463 (2014), 78–84.
- (7) T. Ohno, K. Numakura, H. Itoh, H. Suzuki and T. Matsuda: Mater. Lett., 63 (2009), 1737–1739.
- (8) T. Ohno, S. Tagawa, H. Itoh, H. Suzuki and T. Matsuda: Mater. Chem. Phys., 113(2009), 119–123.
- (9) T. Ohno, K. Numakura, H. Itoh, H. Suzuki and T. Matsuda: Adv. Powder Technol., 22(2011), 390–395.
- (10) T. Ohno, K. Numakura, H. Suzuki and T. Matsuda: Mater. Chem. Phys., 134(2012), 514–517.
- (11) T. Ohno, T. Sugiuwa, S. Watanabe, H. Suzuki and T. Matsuda:

J. Ceram. Soc. Jpn., 121 (2013), 80-83.

- (12) 大野智也, 增田哲大, 杉浦知幸, 渡邉眞次, 松田 剛, 坂元 尚紀, 脇谷尚樹, 鈴木久男:粉体工学会誌, 51(2014), 337-342.
- (13) S. Deki, N. Yoshida, Y. Hiroe, K. Akamatsu, M. Mizuhata and A. Kajinami: Solid State Ionics 151 (2002), 1–9.
- (14) S. Deki, A. B. Béléké, Y. Kotani and M. Mizuhata: Mater. Chem. Phys., **123**(2010), 614–619.
- (15) K. J. Choi, M. Biegalski, Y. L. Li, A. Sharan, J. Schubert, R. Uecker, P. Reocje, Y. B. Chen, X. Q. Pan, V. Gopalan, L. Q. Chen, D. G. Schlom, C. B. Eom: Science, **306** (2004), 1005–1009.
- (16) M. Anpo, T. Shima, S. Kodama and Y. Kubokawa: J. Phys. Chem., 91(1987), 4305–4310.
- (17) M. Gärtner, V. Dremov, P. Müller and H. Kisch: Chem. Phys. Chem., 6 (2005), 714–718.
- (18) S. Watanabe, R. Ikeda, H. Kitagawa, N. Nurata and Y. Masuda: Macromol. Chem. Phys., 201 (2000), 896–901.
- (19) K. Urasaki, Y. Sekine, S. Kawabe, E. Kikuchi and M. Matsukata: Apl. Catal. A, 286 (2005), 23–29.
- (20) K. Urasaki, K. Tokunaga, Y. Sekine, E. Kikuchi and M. Matsukata: Chem. Lett., 34(2005), 668–669.
- (21) K. Urasaki, K. Tokunaga, Y. Sekine, M. Matsukata and E. Kikuchi: Catal. Commun., 9(2008), 600–604.



2005年4月 北見工業大学機能材料工学科 助手

2011年4月 北見工業大学マテリアル工学科 准教授 2017年4月より現職

専門分野:液相合成・粉体工学・圧電体薄膜・触媒材 料

◎液相合成による粒子複合化技術の開発に従事. 粉体工学的手法を用いたナノ粒子のハンドリング技

術や応用を中心に活動

\*\*\*\*\*

最近の研究

# 電析バルクナノ結晶 Ni 合金における 粒界安定性と機械的特性の関係

松	井		功*1)	尾	村	直	紀2)
山	本	剛	久**	瀧	Л	順	庸***

#### 1. はじめに

金属材料において、強度と延性はトレードオフの関係にあ り、このトレードオフバランスの打開は普遍的な研究課題で あるとともに、様々な試みが続けられている(1)(2). このよう な中において、約30年間に渡ってナノ結晶メタル(3)の研究 が盛んに行われてきた.ナノ結晶メタルは,100 nm 以下の 結晶粒により構成された多結晶金属材料であり、結晶粒微細 化による高強度化と粒界構造を介した変形メカニズムの発現 による高延性化が期待される材料である.1990年代は、ナ ノ結晶メタルの作製手法が開発されるとともに、結晶粒サイ ズと硬さの関係が報告されている<sup>(4)-(7)</sup>.結晶粒が 10-20 nm まで微細化すると硬さが低下する逆ホールペッチ現象も注目 度の高いトピックとなった<sup>(8)</sup>. 2000年以降は,作製手法の 発展により、試料における形状のバルク化・欠陥フリー化が 進み、引張試験の実施が可能になるとともに、年を経るごと に延性が向上していった<sup>(9)-(12)</sup>.実際に,近年,我々の研究 グループが作製した電析バルクナノ結晶 Ni 合金において は、引張強度 1.4-1.6 GPa、伸び10-15%程度という優れた 特性が実現されている(13)-(17). これらの高強度と高延性を 両立するための電析プロセスにおける条件決定指針や原理 は、既に、まてりあ第55巻(2016)に「新進気鋭」(18)として 報告している.

ノ構造解析が推し進められ、粒界構造を介した変形メカニズ ムも明らかにされてきた. 例えば, 粒界からの転位放 出<sup>(19)</sup>, 粒界すべり<sup>(20)</sup>, 結晶粒の回転<sup>(21)</sup>, 粒界運動<sup>(22)</sup>など である. 各メカニズムの詳細については, Ovid'ko らの解説 記事(23)を参照されたい、すでに、先述の逆ホールペッチ現 象が発現する結晶粒 10-20 nm を境に,従来の変形メカニズ ムである転位運動から粒界構造を介した変形メカニズムに遷 移することが明らかにされている<sup>(24)</sup>. さらに, 20 nm 以下 の微細なナノ結晶粒を有した材料における支配的な変形メカ ニズムは、その材料の粒径および変形時の温度、応力、ひず み速度によって決定されると考えられており、これらを反映 した変形メカニズムマップが提案されている<sup>(23)-(25)</sup>.今 後、これらの変形メカニズムマップを精査していくことによ りナノ結晶メタルにおける変形機構を理解・制御することが 可能になると思われていたが、ごく最近、Huら<sup>(26)</sup>が変形メ カニズムに影響を与える新たな因子として"粒界安定性"を 報告した.

作製ままの状態のナノ結晶メタルにおける粒界は、しばし ば、過剰体積などを含む非平衡な構造となってい る<sup>(27)-(29)</sup>. 粒界の非平衡構造は、比較的低温の熱処理を行 うことにより、結晶粒サイズや配向性に影響を与えることな く、平衡状態に遷移させることができる<sup>(27)</sup>. これらの粒界 緩和は、粒界の大角化<sup>(30)</sup>や硬さの向上<sup>(31)-(33)</sup>をもたらすこ とが知られている. 同時に、熱処理によって粒界拡散が起き るため、粒界緩和とともに溶質や不純物の粒界偏析が起き

\* (国研)産業技術総合研究所構造材料研究部門;1)研究員 2)グループ長(〒463-8560 名古屋市守山区下志段味穴ヶ洞2266-98)

これらのマクロフィックな機械的特性評価と平行して、ナ

Connecting Grain Boundary Stability With Tensile Behavior in Electrodeposited Bulk Nanocrystalline Ni Alloys; Isao Matsui\*, Naoki Omura\*, Takahisa Yamamoto\*\*, Yorinobu Takigawa\*\*\*(\*Structural Materials Research Institute, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Nagoya. \*\*Department of Materials Design Innovation Engine, Nagoya University, Naogya. \*\*Department of Materials Science, Osaka Prefecture University, Sakai)

Keywords: nanocrystalline metals, electrodeposition, Ni alloys, grain boundary stability, tensile properties 2018年8月2日受理[doi:10.2320/materia.57.479]

<sup>\*\*</sup> 名古屋大学工学研究科材料デザイン工学専攻;教授

<sup>\*\*\*</sup> 大阪府立大学工学研究科物質・化学系専攻マテリアル工学分野;教授

る. これらの粒界緩和と粒界偏析の切り分けには、3次元ア トムプローブを用いた局所構造解析などが不可欠であ り<sup>(33)</sup>,これには労力を要するため、Huら<sup>(26)</sup>はナノ結晶メ タルにおける粒界緩和状態と偏析状態を包括的に粒界安定性 と表現し、定性的に議論を行っている. (念の為申し添える が、一般に、作製ままの状態が、粒界安定性が低く、熱処理 後の状態が、粒界安定性が高い.)彼らは<sup>(26)</sup>、電析ままのナ ノ結晶 Ni-Mo 合金において、粒界構造を介した粒界運動が 支配的な変形メカニズムであるのに対して、熱処理後におい ては粒界構造を介した変形メカニズムが抑制され部分転位に よる変形が支配的になることを報告している. このように, ナノ結晶メタルは、同程度の粒径を有していたとしても、そ の粒界安定性によって強度や変形メカニズムが大きく異なる 可能性が示された.本稿においては、この提唱されて間もな い「粒界安定性」を視点として、これまで我々が開発してき た電析バルクナノ結晶 Ni 合金の引張特性について議論を行 う. 加えて, 電析バルクナノ結晶合金の粒界構造制御におい て鍵となり得る溶質の微量添加技術について紹介する.

#### 2. 熱処理による粒界安定性の調整

典型例として、図1<sup>(34)</sup>に熱処理前後の電析 Ni-W 合金の 透過型電子顕微鏡(TEM)観察像を示す.上段が電析ままの 状態を、下段が300℃,24h熱処理した後の状態を示してい る.図1(a)は、電析 Ni-W 合金が、30 nm 程度の結晶粒に より構成されたナノ結晶組織を有していることを示してい る.また、高分解能像(図1(b))は、粒界上に析出物やアモ ルファス層が存在していないことを明らかにしている.これ は、熱処理後も同様である(図1(d)).また、熱処理前後の 明視野像(図1(a),1(c))を比べると、熱処理によって若干の



図1 (上段)電析ままおよび(下段)熱処理後のNi-W 合金のTEM 観察像: (a) and (c)明視野像, (b) and (d)高分解能像<sup>(34)</sup>.

粒成長が起きているように見える. さらに,熱処理前後の高 分解能像(図1(b),1(d))の比較においては,電析ままの状 態においては極端に言えば粒界が波打っているのに対して, 熱処理後には粒界がより直線的になっていた. このような, 熱処理後の粒界の明瞭・直線化は,他の文献においても報告 されている<sup>(33)(35)</sup>.前章において述べたとおり,これらの粒 界構造の変化は,熱処理による粒界緩和<sup>(27)</sup>によるものと考 えられる.高分解能 TEM 観察により,粒界構造変化を捉え ることは可能であるが,観察像から対象のナノ結晶材の粒界 安定性を定量化する方法について言及された例は,著者が知 る限り今のところない.

電析バルクナノ結晶 Ni-W 合金に対して熱処理を施して 硬さ測定を行った.結果を図2(a)に示す.各熱処理温度に おける熱処理時間は24hである.Ni-W 合金の電析ままの 硬さは4.77 GPaであり,熱処理温度の上昇とともに硬さが 増加し,300℃の熱処理後に最大値の5.19 GPa に達した. 熱処理温度が350℃になると大幅な硬さ低下が確認された. これは,粒成長に起因するものと考えられる.これらの挙動 は,過去の Rupert ら<sup>(31)</sup>や Hu ら<sup>(26)</sup>の報告と一致するもの である.本結果に示すように,ナノ結晶メタルに対して粒成 長を引き起こさないような温度域において熱処理を加えるこ とにより粒界安定性が向上し,硬さが増加する.また,粒界 安定性は粒成長をもたらす一歩手前の温度により最大になる と考えられる<sup>(26)</sup>.我々は,熱処理前後における硬さ測定が



図2 (a) 電析バルクナノ結晶 Ni-W 合金における硬さ と熱処理温度の関係.各温度における熱処理時 間は 24 h. (b) 電析 Ni-W 合金における粒界安 定性と熱処理時間の関係.(オンラインカラー)



図3 電析バルクナノ結晶 Ni-Fe 合金の TEM 像<sup>(32)</sup>. プロピオン酸の添加量は(a) 0, (b) 1.0, (c) 3.0 g/ L である.



図4 電析バルクナノ結晶 Ni-Fe 合金の XRD パター ン<sup>(32)</sup>.図中のPはプロピオン酸添加量を,dは 半値幅から算出した粒径を示す.

ナノ結晶メタルの粒界安定性を知る簡便な方法だと感じている. それゆえ,便宜上ではあるが,硬さを用いた粒界安定性, $G_{\rm S}$ の定量化を提案する.

 $G_{\rm S}(\%) = -(1 - HV/HV_{\rm max}) \times 100 \tag{(1)}$ 

ここで、HVは測定した硬さであり、 $HV_{max}$ は熱処理後の最 大の硬さである.式(1)を用いて算出した粒界安定性と熱 処理時間の関係を図2(b)に示す.電析ままの状態におい て、粒界安定性は約-10%であり、熱処理温度・時間が増 加するとともにその値はゼロに近づいていった.各温度にお いて、10分の熱処理により粒界安定性は大きく変化してお り、粒界安定性の精密な制御には低温かつ短時間の熱処理が 必要だと分かる.また、Huら<sup>(26)</sup>の報告においては、粒界安 定性は結晶粒の微細化とともに低下する傾向が報告されてい る.

加えて、電析条件が粒界安定性に影響を与える例<sup>(32)</sup>を示 す.図3と図4は、0-3.0g/Lの範囲においてプロピオン酸 を添加しながら作製した電析 Ni-Fe 合金の微細組織とX線 回折(XRD)パターンである.TEM 像(図3<sup>(32)</sup>)や XRD パタ ーンから概算された粒径(図4<sup>(32)</sup>)からは、一見、プロピオ ン酸の影響は確認されない、一方で、図5<sup>(32)</sup>に示すとおり Ni-Fe 合金の硬さは、プロピオン酸の添加量が増加するとと もに、4.2から5.0 GPa に大幅に増加している.さらに、こ れらの試料に対して200℃の熱処理を施すと、プロピオン酸



図5 電析バルクナノ結晶 Ni-Fe 合金における硬さと 熱処理時間の関係<sup>(32)</sup>.熱処理温度は,200℃であ る.また,図中のPは,プロピオン酸の添加量 を示している.(オンラインカラー)

無添加材は、大きく硬さが上昇する.一方で、3.0 g/Lのプ ロピオン酸を添加して作製した Ni-Fe 合金の硬さは、熱処 理によってほとんど上昇しない.2hの熱処理によって各試 料の硬さは 5.1-5.2 GPa とほぼ同程度の値に達している.こ れらの実験結果は、プロピオン酸が電析 Ni-Fe 合金の粒界 安定性を増加していると考えると納得がいく.プロピオン酸 無添加材は、電析ままの状態においては、粒界安定性が低い ため硬さも低い値となる.一方で、プロピオン酸添加材は、 電析ままの状態においても粒界安定性が高いため、無添加材 の熱処理後と同等の硬さを発現可能としている.改めて、図 3の明視野像を比較するとプロピオン酸を 3.0 g/L 添加して いる図 3 (c) が最も粒界が明瞭となっているようにも見え る.残念ながら、プロピオン酸が粒界安定性を増加させる機 構については明らかにできていない.粒界安定性に対する添 加剤の影響解明については、今後の課題である.

#### 3. 引張特性と粒界安定性の関係

電析バルクナノ結晶 Ni-W 合金の熱処理前後における代 表的な応力-ひずみ曲線を図 6<sup>(34)</sup>に示す.引張試験片のサイ ズは主に,平行部 12 mm,幅 3 mm,厚さ 1 mm である. ここで,各試料に対する熱処理時間は 24 h である.また, 得られた引張強度および0.2%耐力,全伸びと熱処理温度の 関係を図 7 に示している.0.2%耐力は,熱処理によって 1.03 から1.28-1.37 GPa に増加し,引張強度も1.44 から 1.57-1.62 GPa に増加した.電析 Ni-W 合金は,電析ままの 状態においては,12.3%という優れた伸びを示した.また, 200と250℃の熱処理後においては,それぞれの伸びは, 10.8%と9.4%であり良い伸びを維持した.一方で,300℃の 熱処理により伸びは5.1%まで大きく減少した.電析まま材 と300℃熱処理材の破断面を走査型電子顕微鏡(SEM)により 観察したが,図8に示すとおり両試験片において延性破壊時 に見られるディンプルパターンを形成していた.このことか



図6 代表的な電析バルクナノ結晶 Ni-W 合金におけ る熱処理前後の S-S カーブ<sup>(34)</sup>. 各温度における 熱処理時間は, 24 h. (オンラインカラー)



 図7 電析バルクナノ結晶 Ni-W 合金における(a) 引張 強度,0.2%耐力および(b) 全伸びに対する熱処 理温度の影響<sup>(34)</sup>.(オンラインカラー)

ら、本熱処理による伸び低下は、粒界破壊などの脆性的な破壊への遷移によるものでは無いと考えられた.

各特性値の変化の要因については過去に報告<sup>(34)</sup>しており、こちらを参照されたい.ここでは、特に、粒界安定性との関係について議論を行う.図9に電析バルクナノ結晶(a)(b)Ni-W 合金と(c)(d)Ni-Fe 合金の引張特性を粒界安定性に対してプロットした.Ni-Fe 合金は、過去に報告した Ni-Fe 合金電析プロセス<sup>(14)</sup>をベースに作製した試料であり、逆ホールペッチ領域に位置する材料である.それゆえ、Ni-W 合金に比べて、電析ままの状態においては、より低い粒界安



 図8 SEMにより観察した引張試験後の破断面<sup>(34)</sup>.
 (a) 電析ままでの Ni-W 合金, (b) 300℃, 24 hの 熱処理を施した Ni-W 合金.

定性(約-23%)を有している.両合金において,粒界安定 性の増加とともに0.2%耐力が増加し,伸びが減少する傾向 が示された.一見,引張特性と粒界安定性には関連があるよ うに思われるが,一方で,Ni-W合金とNi-Fe合金の粒界 安定性は大きく異なっている.さらに,その変化量は,それ ぞれ約8%と約3%と違いが見られた.

先述のとおり,電析ナノ結晶 Ni-Fe 合金においては,添 加剤を用いることにより電析ままの状態においてより高い粒 界安定性を有した試料の作製が可能となっている(図5).そ こで,粒界安定性向上の手法である熱処理とプロピオン酸添 加の引張特性に対する影響について調査を行った結果を図 10<sup>(32)</sup>に示す.通常の Ni-Fe 合金に比べて,電析浴にプロピ オン酸を添加して作製した Ni-Fe 合金は,引張強度が約0.1 GPa 向上し,引張伸びも10%程度と同程度の値を示してい る.一方で,熱処理材(200℃,2h)も引張強度は約0.1 GPa 増加したが,引張伸びが5%程度と明確な低下が確認された.

ここまで、粒界安定性の観点から、電析バルクナノ結晶 Ni 合金の引張特性について紹介を行ってきた. 各合金にお いて共通しているのは、高い粒界安定性が0.2%耐力の増加 をもたらす点である. 高強度化においては、粒界安定性の増 加は有効な手段であると考えられる. 一方で、伸びに対して は、粒界安定性の大小に依らず、熱処理の有無が大きく影響 を与えている結果となっている. 繰り返しになるが、先行研 究<sup>(26)</sup>においては、粒界安定性によってナノ結晶メタルの変 形メカニズムが変化することが示されている. しかしなが



図 9 電析バルクナノ結晶(a)(b)Ni-W 合金と(c)(d)Ni-Fe 合金における引張特性と粒界安定性の関係.(オンライン カラー)



図10 電析バルクナノ結晶 Ni-Fe 合金における熱処理 とプロピオン酸添加による粒界安定性向上の引 張特性に対する影響<sup>(32)</sup>.(オンラインカラー)

ら、本研究の結果からは、粒界安定性の大小によって引張伸 びが決定されるわけではないことが示唆されている.高分解 能TEM などにより観察される組織変化から提案された既存 の変形メカニズムが、実際の引張伸びを決定するものなの か、今後、さらに検討を進めていく必要があるように感じ る.また、これらの件に関連して、Brook ら<sup>(36)</sup>が興味深い 報告を行っている.彼らは、粒径 10-80 nm の種々の電析バ ルクナノ結晶 Ni と Ni-Fe 合金を用いて引張試験を行ってお り、その中において、粒径や Fe 含有量に関わらず、均一伸 びが約4.3%になることを示している.我々が過去に報告し た<sup>(34)(37)</sup>電析バルクナノ結晶 Ni-W 合金も同様の水準を示し ている.

#### 4. 電析における溶質の微量添加技術:断続添加法<sup>(13)</sup>

粒界安定性をキーワードに電析バルクナノ結晶 Ni 合金の 機械的特性を評価した結果,改めて,粒界の状態が,ナノ結

晶メタルの特性を決定する重要な因子であることが示され た. もちろん, 粒界安定性という指標が提案される以前よ り、粒界偏析<sup>(38)</sup>や粒界緩和<sup>(30)</sup>など粒界の状態について多く の研究がなされている.ただその一方で,依然としてナノ結 晶メタルにおいて高強度化・高延性化を実現していくうえで 明瞭な材料設計指針が示されていないように感じる. 2016 年に発行された Pineau ら<sup>(39)</sup>の解説記事においても言及され ているが、この主な要因は、プロセス由来の欠陥がアキレス 腱のごとく存在していることにある.本稿において対象とし ている電析バルクナノ結晶 Ni 合金では,10%前後の優れた 引張伸びの発現を可能にしているのは、Ni-Fe合 金<sup>(14)(36)(40)</sup>ならびに Ni-W 合金<sup>(17)(34)(37)</sup>, Ni-Co 合金<sup>(41)</sup>の 3種類程度である.他の合金系は依然としてプロセス上の課 題を抱えており(42)(43),バルクナノ結晶合金の作製手法とし ては依然として改善が必要とされている.同時に、一般的な 電析プロセスは水溶液を用いるため、アルミニウムのように 水素に比して非常に碑な元素はその析出を得ること自体が困 難である.このイオン化傾向に関連した制限の打開には,非 水溶液溶媒の発展が必要である(44)-(46).電析バルクナノ結 晶 Ni における粒界偏析の影響実証においては、さらなる電 析プロセスの発展が不可欠である.本章においては、特に、 水溶液プロセスにおける合金元素種が限定される原因の一つ である溶質供給源となる試薬の不安定性に着目していきたい.

一般に、Ni, Ni 合金電析において、ホウ素による合金化を 行うために、ホウ素供給源としてジメチルアミン-ボランや トリメチルアミン-ボラン(TMAB)が用いられる. 残念なが ら、これらのホウ素化合物は、酸性浴において加水分解し、 水素ガスの発生をもたらすことが知られている<sup>(47)</sup>. 実際 に、我々が過去に試みた Ni-W-B 合金電析においては、 TMAB が浴中において早期に加水分解するため、試料の成 長方向に対してホウ素が不均一に存在する結果となった<sup>(48)</sup>.加えて、加水分解時に水素ガスが発生するため、これに起因した欠陥が電析皮膜中に導入され、特性の低下が起きた.このような分解性の高い試薬を溶質供給源として用いるための電析技術として、我々は、新たに"断続添加法"を開発した.図11に一般的な電析プロセスと断続添加法の比較を示す.従来法では、ホウ素供給源である TMAB を電析溶液に建浴時に添加している.対して、断続添加法では、TMAB は建浴時には添加せず、電析中に断続的に添加する手法である.この断続添加は、装置による自動添加を容易にするため、TMAB を水に溶かしこみ、チュービングポンプにて浴槽への滴下を行っている.また、チュービングポンプにて浴槽への滴下を行っている.また、チュービングポンプをデジタルタイマにより制御することで、その滴下間隔・量を調整した.以降においては、従来法と断続添加法で作製した電析 Ni-B 合金を比較する.

従来法と断続添加法によって電析 Ni-B 合金の厚さ1.4 mm 程度のバルク材を作製した.図12は、グロー放電発光分析(GD-OES)によって得られたホウ素の深さ方向プロファイルである.従来法では、試料の厚さが増すにつれ、ホウ素量が減少している(図12(a)).さらに、表面側からの測定に



図11 従来法と断続添加法の比較. 従来法では溶質供 給源を電析前にすべて添加. 断続添加法では, 溶質供給源を電析中に断続的に添加. (オンライ ンカラー)



図12 GD-OES から得られたホウ素の深さプロファイル<sup>(13)</sup>. GD-OES は,試料の(a) 基板側からと(b) 表面側から実施.従来法で作製した試料では,表面側からの分析においてホウ素が検出されていない.(オンラインカラー)

おいては,ホウ素が検出されてなかった(図12(b)).対し て,断続添加法では,0.007 mass%(0.04 at%)のホウ素が試 料の基板側および表面側からの分析において均一に検出され た.この結果は,断続添加法により分解性の高い試薬を溶質 供給源として適用した場合においても,均一なバルク材の作 製が可能であることを示すものである.

図13に,各電析バルク Ni-B 合金の XRD パターンを示し ている. 膜厚方向の均一性を評価するために, XRD 測定と 機械研磨を繰り返し実施した.図中のLは,XRD 測定を行 った箇所の基板からの距離を示している(図13(c)). 従来法 では、基板近傍では、(111)面に配向しており、また、ピー クもブロードしていた. 表面側に近づくにつれ, (111)面か ら(200)面に配向が移り変わっていき、ピークもシャープに なっていた. これに対して、断続添加法では、膜厚方向によ る変化はなく、試料全体において、(200)面に配向し、ピー クもブロードしていた. ピークのブロード変化については, 図13(d)を確認して頂きたい。半値幅から算出した粒径と基 板からの距離の関係を示している. この図からも従来法で は, 試料が成長方向に対して不均一なのに対して, 断続添加 法では、均一であることがよく分かる.また、断続添加法に より作製した Ni-B 合金の粒径は約28 nm であった. 電析 Ni合金の粒径は、電析条件などの影響もあるが、主に溶質 や不純物濃度によって決定される<sup>(49)(50)</sup>.本 Ni-B 合金のホ ウ素量は、0.04 at%とわずかであるが、粒径を28 nm まで 微細化しており,ホウ素の高い微細化能が示されている.過 去の報告(51)においても同程度の値が報告されている.

図14<sup>(13)</sup>は、各電析 Ni-B 合金の応力-ひずみ曲線を示す.



図13 (a) 従来法および(b) 断続添加法により得られた 電析 Ni-B 合金の XRD パターン.(c) XRD 解析 実施方法のイメージ図.矢印は,測定方向を示 している.(a),(b) に示すデータは XRD 測定と 機械研磨を繰り返すことで得た.図中のLは基 板からの距離を示している.(d) 得られた XRD パターンより算出した粒径と基板からの距離と の関係<sup>(13)</sup>.(オンラインカラー)



図14 従来法および断続添加法で作製した電析 Ni-B 合金の応力-ひずみ曲線<sup>(13)</sup>.(オンラインカラー)

従来法から得られた Ni-B 合金は,引張強度 0.75 GPa,伸び4.5%程度であった.図14からも分かるとおり,従来法により作製した試料は,加工硬化せずに破断した.これに対して,断続添加法により得られたバルクナノ結晶 Ni-B 合金は,引張強度 1.45 GPa,引張伸び7.6%程度と優れた特性を示した.過去に報告された Ni-B 合金<sup>(52)</sup>に比べて,引張伸びにおいて十分な改善が得られた.

これら引張試験片の破断後の平行部ならびに破断面の SEM 像を図15<sup>(13)</sup>に示す. 左側が従来法, 右側が断続添加法 である. 右側の図から, 断続添加法から得られた合金は, 明 確にネッキングしており、破断面に延性破壊時に見られるデ ィンプルパターンが形成していることがよく分かる.対し て、左側の図からは、従来法から得られた合金は、十分なネ ッキングが起きておらず,また,(c)と(e)の図中に赤い破線 で示す通り、脆性的な破面と延性的な破面の二相になってい る.これは、図12に示したとおり、従来法においては、ホ ウ素が試料全体で均一でなく Ni-B 合金と純 Ni の二相から 成っており、特に、Ni-B 合金層において脆性的な挙動を示 したものと思われる.この主な要因は,先述の通り, TMAB の加水分解時に水素ガスが発生することにある.水 素ガスは、電析皮膜への侵入と脱離を繰り返すことで、皮膜 中に欠陥を形成もしくは大きな内部応力を発生させる. この ようなプロセスに起因した欠陥を含んだ Ni-B 合金層におい て、引張試験の早期にクラックが形成し、応力集中が起きる ことで加工硬化を生じることなく破断したものと考えられ る.一方で、断続添加法においては、TMABの添加量は、 従来法とトータルでは同じであるが、断続的に添加すること で分解時の水素ガスなどが非常に微量に抑えられており、こ れにより試料欠陥が形成しなかったものと考えられる.

#### 5. まとめ

粒界の緩和状態と偏析状態を包括的に表現した粒界安定性



図15 (a), (b) 破断後の平行部および(c)-(f) 破断面の
 SEM 像:(左側) 従来法,(右側)断続添加法.
 (c), (e) 図中の赤色の破線は,Ni-B 合金と純 Niの境界を示している.図中の破線右側が Ni-B 合金, 左側が純 Ni である<sup>(13)</sup>.(オンラインカラー)

が提案されるなど、近年においても、ナノ結晶メタルの特性 発現メカニズムに関わる基礎的研究は盛んに行われている. これまでの報告では、粒界安定性と機械的特性の関係は、硬 さ測定を通して行われてきた.本稿においては,我々がこれ までに作製してきた高強度と高延性を示す電析バルクナノ結 晶 Ni 合金を用いることで、粒界安定性と引張特性の関係に ついて言及を行った. 粒界安定性と0.2%耐力との間には相 関が見られたが、引張伸びとの間には明確な関係は確認され なかった.実際に,引張伸びの大小に影響を及ぼしているの は熱処理の有無であった.この結果は、電析ままの状態の電 析合金において特有の微細組織があり、これが伸びを支配し ている可能性を示しているのかもしれない.他方,電析プロ セスを用いたバルクナノ結晶 Ni 合金の作製においては、そ の作製プロセス固有の課題があり、種々の溶質種による合金 化が困難であり、比較試験の実施が難しい状況にある.この 状況を打開すべく、分解性が高い試薬を溶質供給源に適用可 能とする断続添加法を紹介した.本手法を用いることで,従 来は作製が困難であったバルクナノ結晶 Ni 合金の作製が期 待される.

本研究の一部は,公益財団法人永井科学技術財団の研究助 成によって実施されました.また,TEM 観察は,名古屋大 学微細構造解析プラットフォームの支援を受けて実施されま した.

#### 文 献

- (1) X. Li and K. Lu: Nat. Mater., 16(2017), 700.
- (2) E. Ma and T. Zhu: Mater. Today, 20(2017), 323-331.
- (3) H. Gleiter: Prog. Mater Sci., **33**(1989), 223–315.
- (4) C. Cheung, F. Djuanda, U. Erb and G. Palumbo: Nanostruct. Mater., 5(1995), 513–523.
- (5) R. Rofagha, U. Erb, D. Ostrander, G. Palumbo and K. T. Aust: Nanostruct. Mater., 2(1993), 1–10.
- (6) A. M. El-Sherik, U. Erb, G. Palumbo and K. T. Aust: Scr. Metall. Mater., 27 (1992), 1185–1188.
- (7) T. Yamasaki, P. Schlossmacher, K. Ehrlich and Y. Ogino: Nanostruct. Mater., 10(1998), 375–388.
- (8) J. Schioøtz and K. W. Jacobsen: Science, **301**(2003), 1357– 1359.
- (9) L. Lu, L. B. Wang, B. Z. Ding and K. Lu: J. Mater. Res., 15 (2000), 270–273.
- (10) A. A. Karimpoor, U. Erb, K. T. Aust and G. Palumbo: Scr. Mater., 49(2003), 651–656.
- (11) K. M. Youssef, R. O. Scattergood, K. L. Murty, J. A. Horton and C. C. Koch: Appl. Phys. Lett., 87 (2005), 091904.
- (12) K. Fujita, T. Suidu and T. Yamasaki: J. Japan Inst. Met., 75 (2011), 348–354.
- (13) I. Matsui, N. Omura, T. Yamamoto and Y. Takigawa: Surf. Coat. Technol., 337 (2018), 411–417.
- (14) I. Matsui, M. Kanetake, H. Hosokawa, N. Omura, Y. Takigawa and K. Higashi: Mater. Trans., 59 (2018), 1354–1358.
- (15) H. Mori, I. Matsui, Y. Takigawa, T. Uesugi and K. Higashi: Mater. Lett., **175**(2016), 86–88.
- (16) I. Matsui, T. Kawakatsu, Y. Takigawa, T. Uesugi and K. Higashi: Mater. Lett., **116**(2014), 71–74.
- (17) I. Matsui, Y. Takigawa, T. Uesugi and K. Higashi: Mater. Sci. Eng. A, 578(2013), 318–322.
- (18) I. Matsui: Materia Japan, **55**(2016), 166–170.
- (19) K. S. Kumar, S. Suresh, M. F. Chisholm, J. A. Horton and P. Wang: Acta Mater., **51**(2003), 387–405.
- (20) J. Schiøtz, F. D. Di Tolla and K. W. Jacobsen: Nature, 391 (1998), 561–563.
- (21) L. Wang, J. Teng, P. Liu, A. Hirata, E. Ma, Z. Zhang, M. Chen and X. Han: Nat. Commun., 5(2014), 4402.
- (22) M. Legros, D. S. Gianola and K. J. Hemker: Acta Mater., 56 (2008), 3380–3393.
- (23) I. A. Ovid'ko, R. Z. Valiev and Y. T. Zhu: Prog. Mater Sci., 94 (2018), 462–540.
- (24) L. Wang, T. Xin, D. Kong, X. Shu, Y. Chen, H. Zhou, J. Teng,
   Z. Zhang, J. Zou and X. Han: Scr. Mater., 134(2017), 95–99.
- (25) J. Weissmüller and J. Markmann: Adv. Eng. Mater., 7(2005), 202–207.
- (26) J. Hu, Y. N. Shi, X. Sauvage, G. Sha and K. Lu: Science, 355 (2017), 1292.
- (27) D. Jang and M. Atzmon: J. Appl. Phys., 99(2006), 083504.
- (28) S. Ranganathan, R. Divakar and V. S. Raghunathan: Scr. Mater., 44(2001), 1169–1174.
- (29) X. L. Wu and Y. T. Zhu: Appl. Phys. Lett., 89(2006), 031922.
- (30) A. Hasnaoui, H. Van Swygenhoven and P. M. Derlet: Acta Mater., 50 (2002), 3927–3939.
- (31) T. J. Rupert, J. R. Trelewicz and C. A. Schuh: J. Mater. Res., 27 (2012), 1285–1294.

- (32) I. Matsui, H. Mori, T. Kawakatsu, Y. Takigawa, T. Uesugi and K. Higashi: Mater. Sci. Eng. A, 607 (2014), 505–510.
- (33) O. Renk, A. Hohenwarter, K. Eder, K. S. Kormout, J. M. Cairney and R. Pippan: Scr. Mater., 95 (2015), 27–30.
- (34) I. Matsui, T. Yamamoto, N. Omura and Y. Takigawa: Mater. Sci. Eng. A, 709 (2018), 241–246.
- (35) Y. M. Wang, S. Cheng, Q. M. Wei, E. Ma, T. G. Nieh and A. Hamza: Scr. Mater., 51 (2004), 1023–1028.
- (36) I. Brooks, G. Palumbo, G. D. Hibbard, Z. R. Wang and U. Erb: J. Mater. Sci., 46 (2011), 7713–7724.
- (37) I. Matsui and N. Omura: Mater. Trans., 59 (2018), 123-128.
- (38) F. Tang, D. S. Gianola, M. P. Moody, K. J. Hemker and J. M. Cairney: Acta Mater., 60 (2012), 1038–1047.
- (39) A. Pineau, A. Amine Benzerga and T. Pardoen: Acta Mater., 107 (2016), 508–544.
- (40) M. Kanetake, Y. Takigawa, T. Uesugi and K. Higashi: Mater. Trans., 59 (2018), 598–601.
- (41) L. Qin, J. Lian and Q. Jiang: J. Alloys Compd., 504(2010), S439–S442.
- (42) 松井 功,尾村直紀,李 明軍,村上雄一朗,多田周二:表 面技術,67 (2016),434-439.
- (43) W. H. Safranek: The Properties of Electrodeposited Metals and Alloys, a Handbook, 2nd ed., AESF, Orlando, FL, (1986).
- (44) I. Matsui, S. Ono, Y. Hanaoka, T. Uesugi, Y. Takigawa and K. Higashi: Philos. Mag. Lett., 94(2014), 63–71.
- (45) I. Matsui, S. Ono, Y. Takigawa, T. Uesugi and K. Higashi: Mater. Sci. Eng. A, 550(2012), 363–366.
- (46) S. Higashino, M. Miyake, H. Fujii, A. Takahashi, R. Kasada and T. Hirato: Mater. Trans., 59(2018), 944–949.
- (47) G. E. Ryschkewitsch: J. Am. Chem. Soc., 82(1960), 3290– 3294.
- (48) I. Matsui, M. Li and N. Omura: Mater. Trans., 58(2017), 1038–1041.
- (49) Y. Takigawa, S. Wakayama, I. Matsui, T. Uesugi and K. Higashi: Mater. Trans., 52(2011), 37–40.
- (50) I. Matsui, T. Uesugi, Y. Takigawa and K. Higashi: Acta Mater., 61 (2013), 3360–3369.
- (51) W. M. Yin, S. H. Whang and R. A. Mirshams: Acta Mater., 53 (2005), 383–392.
- (52) W. M. Yin and S. H. Whang: Scr. Mater., 44(2001), 569–574.

#### ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★ 松井 功

- 2011年-2014年 日本学術振興会特別研究員(DC1)
- 2012年4月-8月 トロント大学(留学)
- 2014年3月 大阪府立大学大学院工学研究科物質·化学系専攻博士後期課程 修了
- 2014年4月-現職
- 専門分野:ナノ結晶材料
- ◎電析ブロセスの開発を通して、バルクナノ結晶合金の作製やその機械的特 性の評価に取り組む.最近は、古典的な水溶液プロセスに加えて、非水溶 液溶媒を基礎とした新規な電析プロセスの開発にも着手している.

\*\*\*\*\*



尾村直紀



松井 功

瀧川順庸

山本剛久



# 拡散接合 その2

# 一金属を接合するには,接合装置, 接合面積の増加過程,接合面の皮膜の挙動

#### 大橋 修\*

#### 2・1 金属を接合するには

#### 2・1・1 理想的な接合実験

母材(接合される材料)を溶融する融接法の教科書では,溶 融凝固すると当然接合するものとして,「母材を溶融すると なぜ接合するか」の記述がない.溶融に伴って発生する付随 的な現象,例えば「溶着金属の特性」や「熱影響部に発生す る現象」については,述べられている.

固相接合法は,母材の融点以下の温度で行う接合であるこ とから,固相接合部の接合状態に疑問を抱く人が多い.同種 金属や異種金属を固相状態で接合した場合,どの程度の接合 強さが得られるかについて,理論的にはまだ明らかではない.

透過型電子顕微鏡内で格子像を観察しながら,接合現象が 観察されている<sup>(1)</sup>. 図2.1は,金のチップ同士をピエゾ素子 で駆動して得られた格子像を示している.図(a)は接触前の 格子像,図(b)は接触直後の格子像で,境界での表面原子拡 散でネック成長が生じ,二つの金属が接合する.さらに接近 すると,図(c)に見られるようにネックが塑性変形して原子 の接合箇所が増加している.図(d)は逆に金属同士を引き剥 がす際の写真である.このような微視的な接合部の観察か ら,清浄面をもつ金の接合と破断は界面近傍の数原子層だけ が関与していることなどが分かる.

清浄な金属同士が接近すると,溶融しなくとも常温で容易 に原子的な接合部が形成できる.拡散接合では,「原子的な 接合部の形成過程と増加過程」が重要となる.



図2.1 透過型電子顕微鏡内での接合実験. (a)近接, (b)接触, (c)さらに近接, (d)引き離し.

#### 2・1・2 金属の接合開始温度

各種金属の丸棒を突き合わせて大気中で加圧・加熱して接 合させる.この際,大きな変形が生じることなく接合が開始 する接合可能温度とその材料の融点の関係を,図2.2に示  $f^{(2)}$ .縦軸は接合可能温度(K)/融点(K)の比である.接合 可能温度は材料の融点 $(T_{\rm M})$ に関係なく, $(0.4 \sim 0.6) T_{\rm M}$ であ る.

金属中の自己拡散係数(拡散のしやすさ)は、金属の結晶構

\* WELLBOND;代表(東京理科大学·客員教授)

2018年7月2日受理[doi:10.2320/materia.57.487]

Diffusion Welding —Making of Metallic Bond, Equipment, Forming of Bonded Area and Behavior of Surface Film—; Osamu Ohashi (WELLBOND (Visiting Professor, Tokyo University of Science), Tsukubamirai) Keywords: diffusion welding, diffusion bonding, metallic bond, equipment, surface film, bonded area



図2.2 各種金属を大気中で接合した際の,接合可能温 度と融点の関係.(オンラインカラー)



図2.3 接合温度0.6T<sub>M</sub>での拡散距離.

造が同じであれば、加熱温度(K)/融点(K)と密接に関係する<sup>(3)</sup>.例えば、接合可能温度 =  $0.6T_M$ では、結晶構造が同じであれば、自己拡散係数が同程度である。この値を用いて、金属が接合した際接合界面からのおおよその濃度分布を計算できる.

図2.3は、 $0.6T_{\rm M}$ でのFCC 金属の拡散係数 $(10^{-14} \, {\rm cm}^2/{\rm s})$ を用いて、加熱時間が $1 \, {\rm s} \geq 100 \, {\rm s}$ での、原子の拡散結果である。接合が可能となる $0.6T_{\rm M}$ 温度領域では、原子の拡散が活発で、図2.2に示した同種金属の接合では、相互拡散が発生している。さらに接合温度の上昇と時間の経過で、拡散量が増大して、接合現象が進行することになる。

#### 2・1・3 各種固相接合法を比較

「常温圧接法」は、常温で加圧して、接合部に大きな変形 を与えて接合する方法で、アルミニウムや銅などは、常温で 簡単に圧接・接合できる.

「摩擦圧接法」は,接合物面間の摩擦を利用して,接合面の皮膜を取り除き,同時に摩擦熱と加圧力で接合する.超音波圧接法や爆発圧接では,超音波や爆圧を利用して接合面の皮膜を取り除き,接合部を形成する.

接合するには,清浄面を原子オーダで密着させる必要がある.各接合法とも,接合工程中に接合面の清浄化過程と密着 化過程とが含まれ,同時にその過程が進行することになる. 拡散接合では,拡散を利用して,接合面の清浄化と密着化を 行う.アルミニウムのように,酸化皮膜の残留で接合面の清



図2.4 各種固相接合法での加圧力と接合温度との関 係.(オンラインカラー)

浄化が困難な材料では、拡散接合は難しくなる.

固相状態で接合するには,接合面を近接する必要がある. 接合面の近接には,結晶内での「すべり変形」と「拡散」に よるしかない.図2.4は,接合するために必要な温度と加圧 力の関係を示している.

常温圧接では大きな加圧力によって,接合面で大きな塑性 変形を発生させ,すべり変形で表面皮膜の破壊と空隙を消失 させる.一方,拡散接合では,小さな圧力を加えながら高温 で加熱する.加圧力が小さいことから,接合体の形状変化が 少ない.加熱温度が高いことから拡散が活発であり,拡散で 接合面の表面皮膜と空隙を消失させる.

#### 2.2 拡散接合装置

#### 2·2·1 接合装置の概要

接合面が酸化しないような接合雰囲気内で,加熱・加圧す る必要がある.以前接合雰囲気として,アルゴンガスが使用 されたこともあるが<sup>(4)</sup>,接合部の空隙内でアルゴンガス残留 の恐れから,現在では,真空が使用されることが多い.接合 材を真空に保持するため,接合材を大きな接合室内に設置し て行う「全真空式」がほとんどである.以前,接合材をステ ンレス鋼製容器内に入れた後,容器内を真空に排気しなが ら,このステンレス容器を大気中で外部から加圧・加熱する 「レトルト方式」が使用されていた<sup>(5)</sup>.しかし,現在ではほ とんど使用されていない.

加熱方法として,ヒーター(モリブデン,カーボン等)を用 いて接合体を輻射熱で加熱する「傍熱加熱法」と,高周波誘 導加熱や直接通電で接合体を直接ジュール熱で加熱する「直 接加熱法」とがある.工業的加熱法としては前者,実験室的 加熱法としては後者が使用される.

加圧法としては、油圧やモーター等を利用して機械的に加 圧される.また、熱膨張を利用した接合ジグを用いた加圧法 もある.本方法は、接合面積の増大とともに、接合ジグ材に 大きな強度が要求される.接合ジグ材の材料特性から、加圧 面が B4 サイズより小さい接合体の接合に限定される傾向に ある.



図2.5 工業用拡散接合装置の(a)外観図と,(b)装置内の接合体の配置方法.(オンラインカラー)

#### 2 · 2 · 2 工業用拡散接合装置

図2.5は、工業用拡散接合装置<sup>(6)</sup>の一例である. 接合温 度:550~1300℃, 接合体の最大質量:510kg, 最大サイ ズ:(L)500×(W)500×(H)600である. 加熱・冷却に際し ては, 高速化や均熱化の目的で, ガス導入, ファンの駆動な どが取られる.

接合に際しては,図2.5(b)に示すように,接合装置内に 多くの接合体を配置する際,次の事柄が重要となる.

- ・均一加熱するための,電気炉内への配置方法.
- ・均一加圧するための,電気炉内への配置方法.
- 接合体の変形を制御するための配置方法.
- •冷却速度を速くする方法.
- 接合体と加圧治具との剥離材. 接合材同士の剥離材.

接合体の生産に関わるこれらの問題は,拡散接合企業が独 自に解決している現状がある.

図2.6は、大型のホットプレス装置の生産台数の年代別推移を示す.加熱・加圧できるホットプレス装置には、カーボン容器内で粉末を焼結する「焼結装置」とカーボン容器を使用しない「拡散接合装置」とがあり、両者の生産台数の推移を示している.近年、拡散接合装置の生産台数の増加が著しく、拡散接合法が注目されていることがわかる.

#### 2・2・3 拡散接合時での加圧方法

加圧法として,油圧や熱膨張加圧ジグが利用される. 拡散 接合研究では,接合部の解析の必要性から,一定加圧力下で の実験がほとんどである.工業製品の接合では,双方が利用 されている.

接合体の加圧ジグに黒鉛,セラミック等が使用されること から,最大荷重はこれら部材を破損しない荷重以下となる. 熱膨張を利用した接合ジグでは,ジグ材料として金属材料を 使用すれば,接合面に非常に大きな接合圧力を加えることが できる.

図2.7に熱膨張を利用した接合ジグを用いた拡散接合<sup>(7)</sup>に ついて述べる.図中に示すような熱膨張加圧ジグで,接合体 (銅棒とスレンレス鋼棒の突き合せ)を固定した後,電気炉内



西暦、年

図2.6 大型ホットプレスの納入実績(A社).(オンライ ンカラー)



図2.7 熱膨張を利用した接合ジグで,SUS304ステン レス鋼と無酸素銅を接合した際の,接合面での 圧力と接合温度の関係.(オンラインカラー)

で全体を昇温する.熱膨張係数の小さなステンレス鋼 SUS430で拘束すると熱膨張係数が大きいSUS304の膨張 で,接合体に自動的に加圧力が加わる.加熱開始時の歪みと 銅のヤング率から計算される応力は,100℃程度の温度上昇 で,銅の引張強さに到達し,接合面が密着する.さらに接合 温度が上昇すると,銅の降伏応力が低下するので,常に降伏 応力相当の接合力が接合面に加わり,接合ジグと接合材料の 形状と熱膨張係数で,接合体の変形量が決まる.

一定加圧接合法では,接合体の高温での機械的特性と,接 合装置の温度分布等で接合体の変形量が決まり,この変形量 の制御が困難である.熱膨張加圧ジグを用いた接合法では, 専用の拡散接合装置がなくとも,加熱装置のみで接合できる ことから,接合試料サイズ・材質よってはコストを抑えた拡 散接合品の製作が可能となる.

#### 2・3 接合面積の増加過程

#### 2・3・1 接合面積の増加機構

接合面積の増加過程は,図2.8のように考えられている<sup>(8)</sup>.図(a)は常温で接合面を突き合わせた様子を示す.接合の第1段階(図b)では加熱・加圧で,接触した突起部がク



図2.8 接合面積の増加過程.(a):加熱前,(b):接合 面の凹凸がクリープ変形する過程,(c):空隙が 消失する過程,(d):粒界移動する過程.

リープ変形して密着面積が増加する.これと併行して接合の 第2段階(図 c)では,空隙が収縮・消失して,一部の接合境 界の移動が生じる.また,多くの材料では密着部での酸化皮 膜が拡散で消失して,接合部となる.第3段階(図 d)では, 拡散の進行で結晶粒内に取り残された空隙と接合境界が消失 する過程である.これらの各段階が重なり合って進行する.

先に述べた図2.2の接合可能温度の結果は、本図での第2 段階に相当する.

#### 2・3・2 接合面積の数値計算

微視的な凹凸のある接合面を接触させて,接合体を加熱・ 加圧すると,接合材料では密着部が接合部となる.接合面で の接合面積(S)は,微視的な塑性変形,クリープ変形と拡散 で成長する.

全接合面積(S)は、塑性変形( $S_p$ )、クリープ変形( $S_c$ )、原 子の拡散( $S_D$ )に基づく接合面積の和で、数値計算<sup>(9)</sup>できる 方法が提案されている.

無酸素銅を接合面の加工法を変えて,接合面の粗さ  $R_z c$ 変化させて接合した.接合面の粗さは 90 nm(ダイヤモンド 切削), 0.5  $\mu$ m(旋盤加工後バフ研磨), 1.5  $\mu$ m, 4.4  $\mu$ m, 14  $\mu$ m(旋盤加工)と幅広い粗さ範囲で変化させた.この接合部 の引張試験破面から測定した接合面積割合と数値計算で得ら れる接合面積割合とを比較すると,両者はほぼ一致す る<sup>(10)</sup>.高温での材料の物性値が明らかな銅,銀,ニッケル では,接合条件から接合面積を計算できる.

図2.9には全接合面積(S)に占める各機構の面積を示して いる.(a)は接合面の粗さ( $R_z$ )が5 $\mu$ mの計算結果で,塑性 変形( $S_p$ ),クリープ変形( $S_c$ )の機構が寄与している.(b)は 接合面の粗さ( $R_z$ )が0.5 $\mu$ mでの結果で,大半が原子の拡散 ( $S_D$ )に基づく接合面積である.

接合面粗さが 5 μm (旋盤機械加工)では,接合面積はクリ ープ変形(S<sub>c</sub>)が支配的である.この時には,接合圧力が必至 で,接合圧力によるクリープ変形で接合面積が増加する.そ の結果,接合体も変形して形状が変化する.一方,接合面粗 さが 0.5 μm では,原子の拡散(S<sub>D</sub>)が支配的である.無荷重 での加熱で接合面積が増加し,少ない接合体の形状変化で接 合できる.接合面積の増加には,接合面の粗さを 0.5 μm 以



下の鏡面状態が良い.

#### 2・4 接合面の酸化皮膜の挙動

#### 2・4・1 真空中加熱での表面組成の変化

材料を真空中で加熱すると,接合面の表面組成は温度によって変化する.図2.10は、オージェ電子分光分析装置内で SUS304ステンレス鋼を加熱しながらの分析結果である.本 分析法は、表面数原子層の組成を示す.加熱温度が低いと、 材料表面は酸素や炭素で覆われている.700℃以上になる と、表面の炭素,酸素が減少して、材料自体の組成となる<sup>(11)</sup>.

各種金属(ステンレス鋼, 銅, チタン)のオージェ電子分光 分析測定と同時に,装置内の残留ガスの分析から,次のこと が明らかとなった.鉄鋼材料の加熱時には,酸化皮膜の減少 と同時に,COガスの増加が認められた.この結果から,鉄 鋼材料の酸化皮膜は,材料中の炭素による還元で消失する. チタンではCOガスの発生がないことから,酸化皮膜中の酸 素の材料内への固溶で,酸化皮膜が消失する<sup>(12)</sup>.

#### 2・4・2 空隙部での介在物の形成

図2.11は、SUS304ステンレス鋼の表面をSEM 観察した 結果を示す.酸化皮膜の挙動を観察しやすくするため、 400℃の大気中で加熱して,薄い酸化皮膜が形成され金色の 光沢をしたステンレス鋼の結果である.また,拡散接合部の



図2.10 SUS304ステンレス鋼をオージェ電子分光分析 装置内で加熱しながら分析し際の,表面組成と 加熱温度の関係.



図2.11 SUS304ステンレス鋼の自由表面と空隙内面の 加熱による変化.

空隙を模擬するため,丸棒(直径 12 mm)と窪み(直径 6 mm,深さ 0.4 mm)を持つ丸棒(直径 12 mm)を接合した. この接合部の引張後の模擬空隙部を観察した.

本材料を1100℃の真空中で15s加熱すると,自由表面で は結晶粒界が見え始め、64min加熱で熱腐食が進み結晶粒 界が明瞭になる.一方,模擬空隙面では、15s加熱で酸化 皮膜が凝集した介在物の形成が見られ、加熱時間の増加でそ の量が減少する.

自由表面では,酸化皮膜が炭素で還元されて CO ガスを発 生する.この発生ガスが真空ポンプで排気されることで,還 元反応が促進される.拡散接合の空隙部では,外部から孤立 した空隙となり,空隙内部の発生ガスが排気されないことか ら,酸化皮膜の消失が,金属材料への固溶のみで,介在物の 消失が遅れる<sup>(13)</sup>.

実際の SUS304ステンレス鋼接合部の引張破面の観察結果 を,図2.12に示す.引張破面ではディンプルが形成され,デ ィンプルの底部には,介在物が観察される.接合面の介在物 には硫化物もあるが,多くは酸化物である.

ステンレス鋼を真空中で加熱すると表面の酸化皮膜は消失 する.接合面を接触させずに離して加熱しながら接触させる と,酸化皮膜が消失していることから接合開始温度が低くな



 図2.12 SUS304ステンレス鋼の拡散接合破面の線分析. 矢印線の Mn, S, Cr, C の分析. (オンライン カラー)

る.

接合面を接触させて加熱加圧する拡散接合では,接合面の 酸化皮膜が凝集して介在物を形成する. その結果,介在物の 量は,酸化皮膜厚さの減少と接合時間の増加で減少する. 介 在物の組成は,安定酸化物へと変化する.介在物は, $Fe_2O_3$ → $Fe_3O_4$ →FeO→ $Cr_2O_3$ →MnO→ $SiO_2$ → $Al_2O_3$ と変化して, 接合時間の長い接合部には,少量の酸化物MnO,SiO<sub>2</sub>,  $Al_2O_3$ となる<sup>(14)</sup>.

#### 2・4・3 接合面の酸化皮膜の挙動

拡散接合部の表面皮膜の挙動については、オージェ電子分 光分析装置,透過型電子顕微鏡などを用いて明らかにされている.

接合面は酸化皮膜や汚染皮膜で覆われている.拡散接合部の表面皮膜の挙動は、オージェ電子分光分析装置を用いた、接合前後の表面組成の変化の観察から検討された.その結果,図2.13のように次の3つの型に分類される<sup>(12)-(14)</sup>.

• **チタン型**:接合面の酸化皮膜が拡散接合の初期に消失し, 酸化皮膜が接合部にほとんど影響しない.チタンおよびチタ ン合金がこの型に属する.

• 銅,鉄型:拡散接合の初期段階に接合面の酸化皮膜が消失 して,空隙内面および接合部に介在物を形成する.接合の進 行とともに凝集が進み,また母材への酸素の拡散で介在物が 減少する.銅,鉄鋼材料がこの型に属する.介在物は,鉄鋼 材料の場合には,材料内に含まれるA1,Si,Mnなどの不純 物元素の酸化物,硫化物である.

• **アルミニウム型**:酸化皮膜が非常に安定で,拡散接合中に 消失しない.接合部の変形によって清浄面が露出し,わずか な接合箇所が得られる.アルミニウムがこの型に属する.

接合界面の酸化皮膜の挙動は、金属の酸素の固溶度に関係 し、酸素固溶度の減少とともに、チタン型、銅鉄型、アルミ ニウム型へと変化する.**表2.1**に、各種金属の融点、酸素固 溶度<sup>(15)</sup>を示す.純Alは酸素固溶度が極端に少ない.他の金 属では酸素固溶度に差があり、酸化皮膜の消失のし易さの差 が発生するが、多くの金属は拡散接合できる.



図2.13 拡散接合部での酸化皮膜の挙動.

表2.1	各種金属の融点	と酸素固溶度	(mass%).
------	---------	--------	----------

金属名	融点, ℃	固溶度 mass%	金属名	融点, ℃	固溶度 mass%	金属名	融点, ℃	固溶度 mass%
Ti	1670	14	Ni	1455	0.2	Mg	650	small
Zr	1855	8.6	Ag	960	0.15	Al	660	$2 \times 10^{-8}$
V	1910	5	Cu	1080	0.0075			
Hf	2231	2.5	Fe	1538	0.0026			
Nb	2469	1.7	Pb	327	0.001			
Та	3020	0.47	Be	1287	0.001			

透過型電子顕微鏡を用いた接合部の断面観察から酸化皮膜 の挙動が検討され,報告も多い<sup>(16)-(18)</sup>.純アルミニウムの 接合界面には,酸化皮膜が残留すること,この酸化皮膜が超 音波振動で破壊されることが,直接的に観察されている<sup>(19)</sup>.

#### 文 献

- (1) 木塚徳志:日本物理学会誌, 52(1997), 606-609.
- (2) 橋本達哉,田沼欣司:溶接学会誌,36(1967),1266-1275.
- (3) O. D. Sherby and M. T. Simnad: Trans. ASM, 54(1961), 227.
- (4) 溶接学会:界面接合研究委員会資料, IJ-40-90.
- (5)大隅 真,清藤晋一郎,坂本光正:三菱重工技報,**21**(1984), 117-124.
- (6) https://www.ihi.co.jp/ims/products/new\_material/index. html.
- (7) T. Harumoto, O. Ohashi, H. Tsushima, M. Narui, K. Aihara and T. Ishiguro: Mater. Trans., 56(2015), 1683–1687.
- (8) 橋本達哉,田沼欣司:溶接学会誌,38(1969),1225-1233.
- (9) 西口公之, 高橋康夫: 溶接学会論文集, 3(1985), 309-315.
- (10) A. Wang, O. Ohashi and N. Yamaguchi: Trans. MRS Japan, 27 (2002), 739–742.
- (11) 大橋 修, 菅誠一郎:日本金属学会誌, 56(1992), 579-585.
- (12) 大橋 修,田沼欣司,吉原一紘:溶接学会論文集,3(1985), 152-158.
- (13) 大橋 修,田沼欣司,吉原一紘:溶接学会論文集,3(1985), 477-483.
- (14) 大橋 修,田沼欣司,木村 隆:溶接学会論文集,4(1986), 53-59.
- (15) T. D. Massalski, H. O. kamoto, P. R. Subramanian and L. Kacprzak: Binary Alloy Phase Diagrams, ASM Int., (1996).
- (16) 大橋 修, 雀部 謙:溶接学会論文集, 7(1989), 449-455.
- (17) 圓城敏男,池内建二,古川 潔:軽金属,35(1985),388-395.
- (18) 池内建二,小谷啓子,松田福久:溶接学会論文集,14(1996), 122.
- (19) 圓城敏男,池内建二,藤田博之:軽金属,36(1985),498-506.



1966年 富山大学工学部電気工学科卒業 1966年 科学技術庁金属材料技術研究所 入所 1996年 新潟大学自然科学研究科へ出向 2009年 新潟大学自然科学研究科 退官 専門分野:接合,界面科学

\*\*\*\*\*\*

◎基礎から応用までの「拡散接合研究」に従事.退官後は,設立したWELLBONDを通して,接合に関わる「情報発信」と「コンサルティング」の他,「接合プロセスの発展経緯」の調査等に従事.

\*\*\*\*

# 温泉バイナリー発電所における スケール問題とその抑制材料の開発

#### 盛 田 元 彰\*

shinshinkiei

#### 1. はじめに

地熱発電は再生可能エネルギーの中でも24時間発電が可 能であることからベース電源として期待されており、日本に おいてもその発電量拡大に向けた調査・研究・開発が進めら れている.低温域の地熱流体を利用した小規模地熱発電にお いては、2011年の代替フロン等の不活性ガスを媒体とした 300 kW 未満のバイナリー発電設備ではボイラー・タービン 主任技術者の選任や工事計画届出等を不要とする規制緩和と 2012年の再生可能エネルギー固定価格買取制度(FIT)が開始 して以降、温泉地を中心に多くのバイナリー発電所が開所さ れてきた.中でも、蒸気を熱源とする発電は事業性が高く、 蒸気が豊富な地域では積極的に発電利用されている<sup>(1)</sup>.その 一方で、地熱熱水(温泉水)を利用しての発電システムの導入 は進んでいない. その主な要因の1つが温泉水中に地下深 くで溶解状態にあった鉱物相が析出することによるスケーリ ングである.スケーリングは温泉水が流動する発電所内のあ らゆる要素部品で生じ,発電量の低下を引き起こす.スケー リングを抑制する代表的な手法に pH 調整やインヒビター注 入などの化学的処理があり、それらは効果的である.しか し、小規模地熱発電では発電規模に対しスケール対策やメン テナンスに必要な費用が高く事業が成り立たなくなることが 多い<sup>(1)</sup>.また,温泉水を利用する小規模地熱発電にとって, 化学処理することによる環境汚染の懸念や発電後の二次利用 に配慮した新たなスケール対策手法が求められてきた. この ような背景から著者はこれまで材料面からスケーリングを抑 制する手法について研究開発を進めてきた.本稿では、小規 模地熱発電でのスケール問題と著者のこれまでの研究開発成 果についてまとめた.

#### 2. 温泉バイナリー発電におけるスケール

#### (1) 温泉バイナリー発電システム

温泉バイナリー発電では,高温熱源水の熱を使って100℃ 以下で沸騰する低沸点媒体を加熱・蒸発させ,その蒸気でも ってタービンを回し発電する<sup>(1)(2)</sup>.温泉水を利用して発電す る場合は一度タンクに貯湯した後,一次熱交換器で真水と熱 交換させ,その真水でもって低沸点媒体を加熱・蒸発させる (図1).これは,日本で市販されているバイナリー発電機は 少なくとも不純物の少ない真水を熱源として使用することが 前提となっているため,スケールが発生してしまう温泉水を 直接バイナリー発電機内の蒸発器へ送れないためである.ス ケールの問題は主に高温熱源側で生じ,特に問題となる箇所 はスケール量が多い貯湯タンク前の配管部分(図1中A) と,スケール量が小さくとも熱交換量に大きな影響が出る熱 交換器(図1中C)である.詳細について次項で述べる.スケ



\* 東京海洋大学学術研究院海洋電子機械工学部門;准教授(〒135-8533 東京都江東区越中島 2-1-6)
 Scaling Problem at Binary Cycle Power Plant by Geothermal Water and Development of Material for Inhibiting Scaling; Motoaki Morita (Tokyo University of Marine Science and Technology, Tokyo)
 Keywords: *hot spring water, scale, calcium carbonate, silica, silicate, geothermal power generation*

2018年7月24日受理[doi:10.2320/materia.57.493]



図2 3.5ヶ月の間,実際の温泉バイナリー発電所で設 置されていた(a)曝気・脱炭酸前の配管(図1中 のA)と(b)曝気・脱炭酸後の配管(図1中の B)<sup>(5)-(7)</sup>.

ールとなる鉱物相の種類は多いが,発電用として使用される 地熱資源ではシリカ・シリケートスケールと炭酸カルシウム スケールが問題となることが多い.

#### (2) 各種要素部品におけるスケール

図2は長崎県雲仙市小浜温泉のバイナリー発電所における 発電実証実験にて約3ヶ月半の間使用されていた配管であ る. 源泉から貯湯タンクまでに設置されたL字配管では, スケール厚さは 15~80 mm であった(図 2(a)). スケーリン グ速度は同じ温泉地域でも源泉によって異なる.小浜温泉に おける浴用配管系統のメンテナンス間隔は平均2.5ヶ月であ り、中には2週間に1度清掃する必要がある源泉もある. また、地域によっては毎日清掃する場所もある.一般的にス ケーリング速度が速い箇所は温度や圧力の急激な低下や脱ガ スが生じる貯湯タンク前であり,貯湯タンクにおいて温泉水 を十分に曝気・脱炭酸することにより熱水の性状を安定化さ せ、貯湯タンク経由後のスケーリング速度を小さくできる. すなわち、炭酸カルシウムの析出に大きく影響する温泉水中 に溶存している二酸化炭素の散逸<sup>(3)(4)</sup>を同タンクで発生させ ることにより、タンク後の配管系統や熱交換器で炭酸カルシ ウムが析出しにくくさせられる.加えて、貯湯タンクの設置 には、スケールとなる各種鉱物の粒子を成長させることによ りタンク内に沈殿させるという効果もある. この手法のこと を滞留槽法と呼ぶ.この効果は実証実験でも十分に見られ, 曝気・脱炭酸後の配管ではスケール量が小さい(図2(b)). 一方、曝気・脱炭酸前の配管系統や熱交換器でのスケールの 問題はシステム設計だけで解決することが難しく、大規模地

熱発電では薬注法が使用されるが,小規模地熱発電にとって 薬注法は費用面で難があるため,ここにスケーリングを抑制 する材料へのニーズがある.

#### 3. スケール抑制材料開発に向けたスケールの組織解析

#### (1) スケールの基本層構造<sup>(5)(6)</sup>

スケーリングを抑制する材料を開発するためにはスケール の組織を明確にする必要がある.材料表面全面をスケールが 覆ってしまった後では,材料からのスケーリング抑制効果は 失われてしまうだろう.そのため,材料設計を行う上で初期



図3 図2(a)からサンプリングした曝気・脱炭酸前配
 管の(a)スケール試料外観,(b)組織解析箇所,
 (c)-(d)反射電子像<sup>(5)(6)</sup>.

のスケーリングを抑制することが重要である.ほとんどの温 泉地域でスケールの主成分は明らかであるが、実は初期に材 料表面でスケーリングする相については明確でない. 例え ば,長崎県雲仙市小浜温泉では炭酸カルシウムが主成分とし てスケーリングする有名な地域であり、炭酸カルシウムの析 出を抑制する熱水輸送システムが適用されてきた.しかし, 初期にスケーリングした相は炭酸カルシウムでない.図3は 図2(a)の配管からスケールが剥離しないように注意しなが らサンプリングしたスケールの配管内壁表面近傍の組織写真 である.炭素鋼表面上にはまず全面を覆うように鉄系腐食生 成物が形成されており、その腐食生成物上にマグネシウムシ リケートが層状にスケーリングしていた. さらにそのマグネ シウムシリケート上に針状組織の炭酸カルシウム(アラゴナ イト)が付着しており、炭酸カルシウムはスケール全体の 90%以上の体積を占めていた. 雲仙市小浜温泉以外にも炭 酸カルシウムがスケールの主成分として報告されている岐阜 県高山市奥飛騨温泉のスケール層構造についても調査した が、初期スケール層はマグネシウムシリケート層であった. 図4は著者のこれまでの研究成果に基づき構成した炭酸カル シウムスケールの基本層構造である.泉質によりその他のス ケールが含まれたり、湧出量等の条件変化により複層構造に なったりすることもあるが、基本的には材料最表面にはシリ カ・シリケートが付着し、その後炭酸カルシウムが付着する 層構造であった.また,貯湯タンク以降の配管と熱交換器で は先述した脱炭酸の効果により炭酸カルシウムの析出が抑制 され、シリカ・シリケートスケールが主なスケールとな り(7),初期スケールもシリカ・シリケートスケールであった.

#### スケールの形成過程<sup>(5)(6)(8)</sup>

図5はこれまでの研究開発成果を踏まえ,温泉水が流動す る炭素鋼管内壁に付着するスケール形成過程を模式化した図 である.炭素鋼管内を温泉水が流動していると,最初に管内 壁で腐食が生じ(図5(a)-(b)),腐食生成物が生成される(図 5(c)).腐食生成物はマグネシウムシリケート形成の不均一 核生成サイトを与え、腐食生成物を覆うようにマグネシウム シリケートが形成される(図5(d)).初期に付着したマグネ シウムシリケートは純度が高いが、浸漬時間が長くなるにつ れて Ca や Na といった様々な元素の濃度が上昇してい く<sup>(8)</sup>.結果として、マグネシウムシリケート層内で炭酸カル シウムが成長を開始する(図5(d)-(e)).マグネシウムシリ ケートは様々な陽イオンに対してイオン交換特性を有するた め<sup>(9)</sup>, Ca 濃度がマグネシウムシリケート内で増すことは説 明できるが、炭酸カルシウムとして発生・成長する機構は分 かっていない、炭酸カルシウムの結晶成長は熱流方向に沿っ て成長し、炭酸カルシウムの成長により分離された温泉水流 動側のマグネシウムシリケートは剥離することも多い(図5 (e)-(f)).小浜温泉にてスケールの経時変化を観察したが、 初期スケールである1mm厚さ以下のマグネシウムシリケー ト層の形成には約1ヶ月を要するのに対し、その後に形成



図4 スケールの基本層構造(長崎県小浜温泉<sup>(5)(6)</sup>,岐 阜県奥飛騨温泉の場合).



図5 スケールの形成過程(小浜温泉)<sup>(5)(6)</sup>.

する炭酸カルシウム層は約1ヶ月の間で10mm以上の厚さ に急速成長した.これらの結果から長崎県雲仙市小浜温泉や 岐阜県高山市奥飛騨温泉ではシリカ・シリケートのスケーリ ングを抑制することができればメンテナンス間隔を大きく延 長できると考えられる.今後,炭酸カルシウムスケールが問 題となっているその他の温泉地域においてもスケール組織と その形成機構の解明に向けた研究を進め,本知見がどの程度 適用できるか検討を進めていく.併せて,スケーリング抑制 材料のシーズ発掘に向けた研究開発として,フィールド環境 のスケールをラボ環境で模擬する実験手法の確立を目指して いる.

#### 4. 炭酸カルシウムスケール抑制材料の開発

#### (1) 溶出イオンを利用したスケーリング抑制手法<sup>(10)</sup>

日本の温泉スケールの多くが炭酸カルシウムスケールであ ると言われており,実際に多くの温泉でスケールの主成分が 炭酸カルシウムである報告がなされている(11).炭酸カルシ ウムスケールの形成過程において先にシリカ・シリケートス ケールが付着することがあることを前章で紹介したが、泉質 によっては炭酸カルシウムが配管最表面に付着する温泉地域 もあると考えられる.材料に直接付着する場合における炭酸 カルシウムスケールの形成過程は、炭酸カルシウム結晶の表 面付着(核発生),付着した結晶の転移や結晶成長,およびそ の剥離、によって説明されるが、従来のスケール抑制材料の 設計は表面付着させないことに主眼をおいてなされてきた. しかし,ナノオーダーの粒子を付着させないことは実際には 難しく、著者らは表面付着は許容し、材料表面から溶出した イオンを利用することにより結晶の成長を抑制する手法につ いて研究してきた.図6はポリ塩化ビニル、炭素鋼、ステン レス鋼, Cu, 各種めっき処理(Cu, Zn, Ni, Ni-P, Ni-W-P)を 施した炭素鋼を供試材とし、炭酸カルシウムスケーリング試



図6 炭酸カルシウムスケーリング試験における各種 材料上の炭酸カルシウム付着量<sup>(10)</sup>.

験を行い,各種材料の炭酸カルシウム付着性を実験前後の重 量差wにより評価した結果である.ポリ塩化ビニル,炭素 鋼,ステンレス鋼,Cu,Cuめっき鋼と比較して,Znめっ き鋼,Niめっき鋼,Ni-Pめっき鋼,およびNi-W-Pめっ き鋼の炭酸カルシウム付着量は小さかった.特に,Ni-Pめ っき鋼とNi-W-Pめっき鋼の付着量は小さく,実際に溶出 イオンにより種々材料上の付着量に差が見られた.

#### (2) スケーリング抑制機構<sup>(10)</sup>

この付着量の差が産まれた要因は材料表面から溶出したイ オンが炭酸カルシウムの結晶転移と結晶成長に影響を及ぼし たからである.炭酸カルシウムには3つの結晶型:カルサ イト,アラゴナイト,バテライトがある<sup>(12)</sup>.これらの結晶 型の結晶体の形状はそれぞれ菱面体、針状、花状あるいは球 状であり, 電子顕微鏡において形状を見ることでいずれの結 晶型が主に付着しているか評価できる. 各金属イオンには相 転移を促進あるいは抑制する効果があり、各種金属材料で主 に付着する結晶型は異なる. 材料表面に付着した炭酸カルシ ウム結晶を図7に示す.ポリ塩化ビニル・炭素鋼・ステンレ ス鋼・Cu・Cu めっき鋼では、カルサイトが主に付着してお り, Zn めっき鋼・Ni めっき鋼・Ni-P めっき鋼・Ni-W-P めっき鋼ではアラゴナイトが主に付着していた. なお、炭素 鋼, Ni-P めっきや Ni-W-P めっきでは, 形状から多形を判 別できない結晶が存在しているため, XRD を用いた解析か らも各種材料上での各結晶型の生成割合を評価してい る<sup>(10)</sup>. 常温常圧下ではカルサイトが安定相であり、その他 の結晶型はカルサイトへ転移し得る(12).カルサイトはバテ ライトとアラゴナイトよりも溶解しにくいため(13),カルサ イトが主に付着する材料では付着量が増加傾向にあるが大き な効果ではない.しかし,溶出イオンの結晶転移促進・抑制 効果も抑制材の開発にとって重要である.なぜならば,各種 金属溶出イオンにより結晶成長抑制される結晶型とされない

結晶型があるためである.25℃から90℃まで加熱すること によりスケーリングさせた実験では, Fe<sup>2+</sup> はカルサイト,  $Zn^{2+}$  はアラゴナイト, Ni<sup>2+</sup> はカルサイト, PO<sup>3-</sup> はアラゴ ナイトとカルサイトの結晶成長を抑制し, Ni<sup>2+</sup> はアラゴナ イトの結晶成長を助長した. Fe<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup> は成長抑制で きる結晶型が1種しかないため、それらの金属イオンを溶 出できたとしても表面の合金系によっては転移に変化が生 じ,効果が得られないことが想定される.このように,発生 する結晶型と成長を抑制したい結晶型を考慮し炭酸カルシウ ム付着を抑制する材料の組織を設計する必要がある.また, 各種イオンが及ぼす結晶転移と結晶成長への影響は温度域に よっても異なることにも注意しなければいけない. 例えば, 溶液を25℃から90℃まで加熱した実験では Ni<sup>2+</sup> はアラゴナ イトの結晶成長を促進したが、溶液温度35℃で保持した場 合 Ni<sup>2+</sup> はアラゴナイトの結晶成長を阻害することが報告さ れている(14).

Ni-P めっきは大きな炭酸カルシウム付着抑制効果を示し た.そこで、P 含有量を変化させた Ni-P めっきを作製し、 P 濃度の影響を評価した<sup>(15)</sup>.その結果、P 濃度が5~8 mass%で顕著な抑制効果が得られ、P 濃度が高い場合は抑 制効果が小さくなった.これは P の含有量が大きくなるこ とによって耐食性が大きくなり<sup>(16)</sup>、溶出したイオン量が十 分でなかったためと考えられる.溶出したイオンを利用し適 当なスケール抑制効果を得るためには、イオン溶出の度合い (腐食量)も制御しなければならず、今後長期試験等により組 織設計する.また、めっき厚さにも限界があり、母材にスケ ーリング抑制効果を付与する材料の開発も進めていく.

#### 5. ま と め

炭酸カルシウムスケールに対しては,材料表面溶出イオン を利用することでスケール量を低減できる材料シーズを見出



図7 各種材料表面に付着した炭酸カルシウム結晶の SEM 写真<sup>(10)</sup>.

せた.一方で,炭酸カルシウムの発生が初期のシリカ・シリ ケートの付着により支配されている温泉では,初期のシリ カ・シリケートのスケーリング抑制に焦点を絞った材料の探 索と実証が必要である.

本稿の内容は,長崎県雲仙市小浜温泉の方々,特に,一般 社団法人小浜温泉エネルギー 本多宣章代表理事,佐々木裕 事務局長にご協力頂いた.ここに深く感謝する.また,内容 の一部は,国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開 発機構(NEDO)の委託業務の結果得られたものである.厚く 御礼申し上げる.

#### 文 献

- (1)国立研究開発法人石油天然ガス・金属鉱物資源機構,一般財団法人エンジニアリング協会:平成26年度小規模地熱発電プラント設計ガイドライン,(2015),1-38(online).
- (2)高橋和男,松田治幸,藤澤 亮,松村昌義,成川 裕,足立 成人:神戸製鋼技報,63(2013),2-5.
- (3)上田 晃,加藤耕一,阿部香織,古川考文,茂木克己,石見 一雄:日本地熱学会誌,22(2000),249-258.
- (4)山本大介,植木 泱,高橋知行:金属表面技術,29(1978), 231-236.
- (5) 盛田元彰, 梅澤 修:日本金属学会誌, 80(2016), 309-316.
- (6) M. Morita and O. Umezawa: Mater. Trans., 57(2016), 1652– 1659.

- (7)盛田元彰,後藤優介,元田慎一,藤野敏雄:日本地熱学会誌, 39(2017),191-201.
- (8) M. Morita, W. Shinohara, R. Hashimoto and S. Motoda: ECS Trans., **75**(2017), 9–17.
- (9) I. M. El-Naggar and M. M. Abou-Mesalam: Desalination, 259 (2010), 228–234.
- (10)橋本凌平,盛田元彰,梅澤 修,元田慎一:日本金属学会誌, 81(2017),89-96.
- (11) 北野 康:温泉工学会誌, 2(1964), 45-49.
- (12) 荒井康夫,安江 任:石膏と石灰, No. 228(1990), 291-302.
- (13) L. N. Plummer and E. Busenberg: Geochemica et Cosmochimica Acta 46(1982) 1011–1040.
- (14) 城之園恵子,永島聡子,槌田 潔,前田秀明,加藤昭夫:無 機マテリアル,4(1997),238-245.
- (15) M. Morita, A. Yamaguchi and S. Motoda: J. JIME, 53(2018), 95–100.
- (16) 清水 泰,石橋 知:金属表面技術, 19(1968), 418-423.



○低コ
 の応
 盛田元彰
 ○低コ

 ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
 2012年3月 横浜国立大学大学院工学府博士課程後期 修了

2012年4月 東京海洋大学大学院海洋科学技術研究科 助教

2018年4月—現職 専門分野:塑性変形,金属疲労,スケーリング(水垢 等)

◎低コストチタン合金の塑性変形挙動、ステンレス鋼の応力腐食割れ、温泉スケール抑制に関する研究に 従事。

\*\*\*\*\*

。先達からのお便り

## E pur si muove 一肉食系老学徒の逆襲—

#### (Counterattack of an old carnivorous scholar)

愛知工業大学総合技術研究所;客員教授 坂 公恭 名古屋大学名誉教授

「まてりあ」に掲載された花田修治先生のエッセー「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―」<sup>(1)</sup>を拝読し,先生の退官後の華麗な変身とご活躍に 感心しました.と同時に,一瞬,悪い予感が走りました.そ の予感が的中し,今回同じようなエッセーを執筆するように との編集部からの白羽の矢が立ちました.多くの先輩を差し 置いて,僭越ではございますが,大変名誉なことですので, 自信はありませんが,とにかく筆を進めます.

振り返れば,私が名古屋大学工学部金属学科に入学したの が1960年,4年生から卒業研究が始まりましたから,研究と いう名のものに従事したのは1963年になります.卒業研究 の題目は「Fe-Cr 合金の475℃脆性の電子顕微鏡的研究」で した.修士課程(以下 MC と省略.今でいう博士課程前期課 程)のテーマは「17-7PH ステンレス鋼の時効硬化の電子顕 微鏡的研究」で,爾来,55年の長きに亘って電子顕微鏡(以 下 TEM と略称)による結晶(欠陥)の研究に従事してきたこ とになります.この間,色々と不思議なことを経験しました ので,皆様にご披露してご批判を仰ぎたいと思います.

博士課程(以下 DC と省略.今でいう博士課程後期期課程) 時代の恩師の井村教授に教えていただいた最大の教訓は「材 料の実験的研究においては以下の3点のうち少なくとも一 つを満足していなければならない.すなわち,①材料が新し い,②実験方法が新しい,③発想が新しい.」ということで ある.

①に関して言えば、飯島澄男教授の CNT や高温超伝導体 などが思い浮かぶが、私の DC の時期は、それまで転位論の 研究は主として Cu などの FCC 金属が主体であったのが Fe などの BCC 金属に関心が切り替わった時期に一致する.そ の後 BCC 中の転位の研究は隆盛を極めるのであるが、これ は正に世にいう銅鉄主義に他ならない、銅鉄主義とは、「銅 で行っていた研究を鉄でやってみたらこうなった」とやや侮 蔑的に言われるが、実際に転位論における銅から鉄への転換 は大きな発展であった.

②に関して言えば,最大の貢献は Cambridge 学派による 転位の直接(動)観察であろう<sup>(2)</sup>.これを契機に材料の研究は 一変し, Cambridge 学派を率いた P. B. Hirsch<sup>(3)</sup>(現 Oxford 大学名誉教授)は一躍,時代の寵児になる.当時は転位その ものの存在すら疑問視されており,その存在を証明した Hirsch は Seeing is believing の威力を天下に知らしめ,その 回顧録<sup>(4)</sup>で「We converted people.(我々は人々を改宗させ た)」と誇らしげに語っている.ちなみに同じ回顧録で Hirsch は電顕を操作することは彼の学生 Mike Whelan(現 Oxford 大学名誉教授)によって禁じられていたと告白してい る.それでも, Cambridge 学派のリーダとして回折理論を 構築したのは彼の非凡さを物語っている.

③に関して言えば、世界の大発見といわれるものは殆どこ の範疇に入る.これは英語では金鉱を掘りあてると称される が、ここで思い浮かぶのが serendipity とオポチューンであ る.serendipity については高温超電導体の発見の際に世間 の耳目を集めたが、高温超伝導体の発見は周到な準備の元で 進められていたようで一概に serendipity とはいいがたい.

幸運に出会ったとき、多くの人はそれと気づかずに見逃し てしまう.上田良二先生はその著『雑文抄』<sup>(5)</sup>でギリシャ神 話のオポチューンの話をしておられる.オポチューンは幸運 の神ではあるが、前髪は長くて誰も気が付かない.しかし過 ぎ去ってみると後頭部は剥げていてよく目立つ.慌てて追い かけても剥げのため捕まえることができないということであ る.私の研究態度は「なんでも見てやろう」<sup>(6)</sup>(今では「とに かく見てみよう」)であるが、目的としている観察事項以外 に何か変わったものに出くわさないかと常に気を配ったもの である.

学生に研究テーマを与えるときに一応その目的を説明する のだが、学生はその通りに行かないとすまなさそうに「先 生、うまくいきません」と来る、学生には申し訳ないが、私 はこれを待っていたのである、予想通りに行かないというこ とは、その背景となる理論が間違っている可能性がある、こ こから新しい学問が拓かれる可能性がある、

【余談】我が国の学問発展のために DC の振興が叫ばれて 久しい.しかし,多くの工科系の学生は MC を終えると企 業に就職する.彼らは修士論文を仕上げる際に一応の研究の 進め方をマスターしている.しかし就職先では MC で研究 したテーマとは異なる分野に従事させられることがほとんど である.ここで彼らは悩むわけであるが,その中で,研究が マルチ化する.また,幾人かの学生は,大学院時代の研究に 若干でも関係が在りそうなテーマの場合にはその恩師に相談 に来る.これが大学における新しいテーマとつながってい く.まさに産学共同の草の根運動である.

話は本題に戻るが、1980年代の後半から行った固液界面 の高分解能観察は InSb 中の拡張転位の拡張幅の温度依存性 を調べようとして TEM 内加熱実験を行ったのがそもそもの きっかけである.昇温中に黒いぶつぶつが現れた(転位は全 く変化なし).Sb の蒸気圧は In よりはるかに高いため、 TEM の真空中で InSb を加熱すると、Sb が蒸発し、In rich 側に組成がずれる(化学量論から外れる).その結果、液体 In(In の融点は~156 $\mathbb{C}$ )が晶出したためである.ここで、転 位の拡張幅の温度依存性への関心は吹っ飛んだ.固液界面の 方がはるかに something new である. 最終的には InSb(固 体)/In(液体)の固液界面の高分解能観察に成功したが, これ は Sb が TEM(この場合, 設置間もない新品の HVEM の H-1250ST)内で蒸発するわけであり,レンズ周りが汚染す る. 当時,たまたま名大に奉職されていた日立の上野武夫さ ん(現:山梨大学客員教授)がレンズ周りをクリーニングして くれて,実行委員会のメンバーにはお許しを頂いたが,もう 少し安全な合金系がないかと状態図を見ていると Al-In 系が 条件にぴったりである.

当時,井村研では,非晶質の研究が行われていて,twin roll の急冷装置があった.この装置を用いて Al-In 合金を急 冷したところ Al 母相中に In の微結晶が見事に分散している 試料が作製できた(図1)<sup>(7)</sup>.(ちなみに,このようなサンプ ルの作製に成功したのはこの初回の実験のみで、その後はい くら繰り返しても成功しなかった. 全く Beginner's Luck と しか言いようがない). Al-In 系ならばいくら加熱しても問 題はない. 固液界面の原子レベルの観察はもちろん, 微粒子 の融点が直径とともに上昇するというそれまでの常識と正反 対の結果が出た、メデタシ・メデタシである.これを契機に 液体の TEM 観察に方向転換し、合金化溶融亜鉛メッキや半 田付の過程のその場観察へと突き進んだ. 当時は大航海時代 に突入<sup>(6)</sup>と粋がったものであるが、今では液体内の TEM 内 その場観察はかなり普及している. Philos. Mag. の Editorin-chief であった Mike Stobbs 博士に「お前(坂)が液体の研 究をするとは思わなかった.」と言われたときに、上記の説 明をしたら納得してくれた.

【余談】合金化溶融亜鉛メッキは当然のことながら, Zn が メッキされている. Zn の蒸気圧は非常に高いため, 昇温中 に Zn が飛ばないように分厚いカーボンでコートする. それ でも, 昇温にモタモタしていると Zn が融点に達する前に蒸 発してしまうので, 一気に500℃くらいまで加熱する必要が



図1 液体急冷法によって作製した Al-In 合金. In の微 粒子(この場合結晶であることがモアレ編からわ かる)が Alマトリックスに均質に分散している. 右側は回折図形.外側のやや強い斑点が Al 母相 からのもので,内側のやや弱い斑点が結晶 In か らの斑点(文献(7)から許可を得て転載).

ある(Znの融点は~419.5℃). もちろん分厚いカーボンコートを通して観察するので,HVEMを用いることが必須である.実際に用いたHVEMは当時既にかなり老朽化していて私以外のuserはほとんどいなかった,いわば私の専用機であったHU-1000Dである(このHVEMを保守していただいた荒井重勇技官(当時,現在名大特任准教授)に感謝する). それでこのような荒っぽい実験が可能になったのである.それでも首尾よく溶融亜鉛と基板のFeの間の反応を観察できたのは数回である.その後,佐々木勝寛君(現在株式会社UACJ)が新しいH-1250STを用いて追試したが,結局成功しなかったようである.後述のように,佐々木君はTEMの名手であり,その彼が成功しなかったということはHU-1000Dの真空度が適当に悪く,Znが飛びにくかったためであろうか.あるいはtop-entryタイプの加熱ホルダーが微妙に幸いしたのか謎である.

合金化溶融亜鉛メッキの研究に関連して, Fe-Zn 系の金 属間化合物の単相(多結晶)の育成を試みた. これは韓国から の国費留学生,洪文憙さん(現在 POSCO)が担当した.既に 述べたように Zn は蒸気圧が高く、しかも Fe-Zn 系の金属間 化合物は包晶反応であるため、その育成はきわめて困難であ った.彼も何度も失敗を繰り返し、一時はあきらめて帰国し ようとさえ思ったらしい.しかし,ある時,いつものように X線でチャートをとりながら,ついウツラウツラしていて 目が覚めたら Fe-Zn の Γ相の単相が育成されていることを 発見して「涙が出るほど嬉しかった」と述懐している。その 後,洪さんは $\Gamma$ 相のほかに, $\Gamma_1$ , $\delta_{1p}$ , $\delta_{1k}$ , $\eta$ 相のすべての 単相試料を作製することに成功したが、洪さんが帰国した ら,もう誰も成功しなかった.当時, Philosophical Magazine のコンサルタント編集者であった Bryan Coles 博士 (Imperial college, P.M. のコンサルタント編集者は2人い て、もう一人は Sir Nevill Mott)から、試料を譲ってくれな いかとの依頼があったが、洪さんが既に名大を離れていて、 残念ながらお断りせざるを得なかった.いずれにしても、こ の難しい結晶育成に成功した洪さんももちろん偉いが、韓国 からの博士課程の国費留学生に一か八かの研究をやらせた指 導教官(すなわち私)も偉い(?)と,ひそかに思っている.

また、高温超伝導体フィーバーの際もわれわれも御多分に もれず早速手を染めた(今にして振り返ってみると流行に流 された感がして、いささか後ろめたい).とにかくマッフル 炉を購入し、(素人のくせに)、まずは状態図の作成とばかり に組成を変化させた試料を種々溶かしてみた.そうすると驚 くことに YBaCuO の見事な単結晶(7 mm×7 mm で厚さは 0.1 mm 程度)が育成された<sup>(8)</sup>.しかもスラッジはボートか ら這い出して、単結晶はスラッジから完全に浮き上がり、ボ ートのへりに支えられており、ピンセットで簡単に取り出す ことができた.まさに嘘ではないかと思うような結果であっ た(図 2).用いたボートも研究室に転がっていたアルミナの ありふれたものである.ところがである、この単結晶はマッ フル炉内のある位置においてのみ成長した.しかもその good な領域は次第に小さくなっていき、最終的には成長し



図2 (a) YBaCuO の単結晶.アルミナのボートの縁に 乗っかっている.(b) X 線ラウエ写真.単結晶で あることがわかる.

なくなった.新しい(同じ型式の)マッフル炉を購入して試み たが、この場合には単結晶は始めから全く成長しなかった. マッフル炉内の微妙な温度勾配が効いていたのか、今となっ ては全く見当もつかない.佐々木君はこの単結晶を用いて Bristol大学でBitter pattern で磁束の観察に成功してい る<sup>(9)-(12)</sup>(図3).Bitter pattern は結晶表面が非常に滑らかで ないと観察できない.この単結晶がいかに完全であったかと いう証拠である.

また,私が Oxford 大学に留学していた時(1977~79)の共 同研究者であった Glyn Taylor 博士が私の帰国直後に日本学 術振興会の招聘で名古屋大学を訪れ1年間研究を共にし た.私の Oxford での研究は Li-Mg(BCC)合金単結晶の塑性 変形であったが,GT はもともと Nb の研究で名を成してお り,名古屋での研究はその Nb を用いて異常辷りを HVEM 内でその場観察することであった.彼は Oxford から Nb の 単結晶を持ってきており,それを彼が Oxford で用いていた 電解液(90/10 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HF @45℃,10V)<sup>(13)</sup>で研磨したとこ ろうまくいかない.どなたか失念してしまったが,別の研磨 液(15%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/メタノール@-40℃,40V)を教えていただ きそれを用いると研磨できた<sup>(14)</sup>.ちなみに,GT は英国に 帰国後,この電解液を用いて研磨したところ成功せず,彼の 元の研磨液だとうまくいったと言っている.

このようなミステリアスな例でなく,理由がはっきりして いるが追試実験で再現することがほぼ無理であろうという事 例もある.佐々木君がAlマトリックス中に埋め込まれた In の融解過程を高分解能観察でその場実験をした.その例を図



図3 図2に示した YBaCuO 単結晶で得られた Bitter pattern(佐々木博士提供).



図4 In 微粒子中の固液界面高分解能 TEM 写真(文献 (15)から許可を得て転載).

4に示す<sup>(15)</sup>. 左半分の縞模様は Al 結晶と In 結晶のモアレ 縞である. つまり In は固体である証拠である. 右半分はモ アレがないので In が液体になった証拠である. この場合, 純 In を観察しているので,融解反応は不変反応であり,自 由度は 0 である. つまり融点より少しでも温度が高ければ 全面的に液相となり,低ければ固体となるはずである. その ような条件下で,固液界面を観察する(しかも直径100 nm の微粒子内で)ことは至難の業であろう. しかもこの写真は 銀塩のフイルム上に記録されている. 露出は 2-3 秒であ る. 想像であるが, おそらく世界中のだれが追試を試みても 成功は難しいのではないかと思う. 佐々木君の超絶技巧 (Paganini 並み(?))のなせる業であろう. 以上,私が経験した不思議な事例について紹介させていた だいた.「誰がどこで追試しても同じ結果が出る.」というこ とが再現性の定義だとすると,いささか考えさせられる.逆 に言えば,再現性すれすれの実験こそ実験屋の腕の見せ所 で,実験の醍醐味とも言えるのかもしれない.誰でも再現で きるような実験では腕の見せようがないではないか.

私事で恐縮ですが、私の父は生前、子供の私たちに「いつ までもあると思うな親と金, 無いと思うな事故と○.」と教 訓を垂れていた.この○は何かと思いますか?それは「運」 です. 何事もあきらめずに頑張ればいつかは運に当たるかも しれない. この教えが最近, まさに的中した. ことの起こり は愛知工業大学と浜松ホトニクスとの共同研究に参加させて いただいたことである.愛工大の岩田博之先生と浜ホトの河 ロ大祐さんが Si のステルスダイシングについて共同研究を されていた. そこに私が仲間入りしたということである. ス テルスダイシングとは Si ウエハの内部に赤外線レーザを集 光させ、そこで応力集中などの特異点を発生させ、それを起 点としてウエハを細かく破断(dicing)する技術である.破断 面は SEM で観察されており、レーザの焦点近傍でボイドが 生成されていることは既に確認されていた. このボイド生成 の機構として、焦点近傍での熱膨張のために発生する高圧の ために,Siの高圧相(非晶質の他に何種類かの結晶相が存在 するがダイヤモンドシリコン(DS)より密度が~10%高い程 度)が生成し、その密度の差がボイドとなるという説がオラ ンダおよびオーストラリアの研究者によって提唱され た<sup>(16)</sup>. この説は TEM 観察で裏付けられたと著者は主張す るが,私にとっては納得しがたいところがあり,さらなる TEM 観察を丁寧に行う必要があると判断した.

破断したサンプルの観察では,破断時にボイドの一部がデ ブリとして脱落している可能性がある.厚い試料を用いて, 破断する前のレーザ照射部を丸ごとTEMで観察しようと計 画した.こうなったら我が国のお家芸,オランダ人やオース トラリア人に名を成させてなるものかとばかりに文部科学省 のナノプラットフォーム(名大:微細構造解析プラットフォ ーム」)に応募して,HVEM 観察した.図5はその一例で ある.ボイドの周りには転位など観察されず,ボイドは忽然 と発生したとしか言いようがない.詳しいことは原著論 文<sup>(17)-(19)</sup>を参照していただくとして,質量保存則の破綻を 可視化することができたのだと勇み立っている.

しかしこれを論文にして公表するには大変苦労した.特に 第1報は国内外のjournalに投稿したが,ほとんど門前払い である.いわく,「non-sense」,「we publish only scientifically valid papers」云々…しかし,これで私はこの研究の originalityが本物であるとの自信を深めた.しかし,とにか く priority を確保するため2017年の金属学会の秋期講演大会 (北大,札幌)に出かけて発表した.最終的には日本顕微鏡学 会の欧文誌(Microscopy)に掲載され,priorityは確保でき た.科研費にも応募したが,結果は目も当てられない評価で あった(不採択,しかも不採択の中でも最低レベルの評価 [c]).ちなみに,上記の論文は内外の友人に送付して感想.



図5 レーザを照射した Si 内部のボイド.(a)は通常の 回折コントラスト.ボイドの周辺に歪,転位など は存在しない(文献(18)から許可を得て掲載)(b) は Si の EDX マッピング.ボイドが文字通り空乏 であることがわかる.(オンラインカラー)

意見を求めた. 誰もボイド生成の機構を説明できていない. 「What amazing results」,「I wonder ????」,「You are obviously mining a splendid field」などが代表的なコメントである(科研費審査員諸兄の評価とは雲泥の差である!). 果たして第2の「Seeing is believing. We converted people.」になりうるか?

俗に「運・鈍・根」が大事という.私は現在76才であり, 愛工大では岩田先生と実際に TEM(2010と2100plus)を用い て観察している.このこと自体が lucky と言えるが,やはり 永年研究しておれば運に当たる(犬も歩けば棒に当たる)確率 も増えるということであろう.つまり時間軸を伸ばすという ことである.成功の確率を Aexp(-G/kT)で表せるとすれ ば,その pre-exponential term A を稼ぐにはこれしかないと いうことであろうか.まだまだ「肉食系老学徒のパワー衰え ず」で頑張りたいと思っている.

せっかくの機会ですので、私の座右の銘を紹介させていた だきます.それは王陽明の「いかに広くともため池であるよ りはたとえ狭くてもこんこんとわき出でてやまぬ泉でありた い.」これは、中央公論社の「世界の歴史」第9巻「最後の 東洋的社会」<sup>(20)</sup>に出ていたもので、私が学部あるいは MC 時代に出くわし、「これだ!」と心に決めた言葉である.

最後に,若い現役の諸君には非常に陳腐ではありますが 「少年老い易く学成り難し.」の言葉をお贈りしたいと思いま す.皆様,「一寸の光陰軽んずる」ことなく研究に励んで下 さい.

#### 文 献

- (1)花田修治:まてりあ, 57(2018), 120.
- (2)例えば, M.J. Whelan: The early observations of defects in metals by transmission electron microscopy, Understanding Materials, ed. by C.J.Humphreys, Maney, London, (2002). MJW は当時, Cambridge 大学 Cavendish 研究所の研究学生 (research student)で Hirsch の下で転位の観察に打ち込んで いた. Mr.R.W (Bob) Horne とともに Al の箔(ハンマーで叩 いて打ち延ばした試料)を観察中に転位が動くのを初めて観察

した. 狂喜した彼は Mott 教授室に駆け込んで「先生,転位が 動いてます!」と報告した.時に1956年5月3日の午後であ る.筆者は,転位観察の50周年(つまり2006年5月3日)には お祝いのメールを打とうと心に決めていた.ところがウッカ リしていて,気が付いたときは日付が変わって,すでに5月 4日になっていた.しかし,これは日本時間である.イギリ スのグリニッチ標準時間ではまだ5月3日である.すんでの ところで間に合った.Hirsch教授からは「Let's celebrate. But how did you know that Mike Whelan observed the first motion of dislocations on 3rd, May?」という返事をいただいた.かの 有名な真珠湾奇襲攻撃も我が国では「本八日未明…」である が米国では12月7日の早朝である.論文の priority を競うと きに論文受理の日付をもって判断すると,日本の journal は半 日からほぼ1日損をすることになる.しかし,ボージョレ ー・ヌヴォーは世界に先駆けて楽しむことができる.

- (3) Professor Sir Peter Hirsch が正式な呼び方.
- (4) https://authors.library.caltech.edu/5456/1/hrst.mit.edu/hrs/ materials/public/Hirsch/Hirsch\_interview.htm
- (5)上田良二:雜文抄,(1982).
- (6)坂 公恭:何でも見てやろう,電子顕微鏡,42,No.1,(2007),1.
- (7) H. Saka, Y. Nishikawa and T. Imura: Philos. Mag. A, 57 (1988), 895–906.
- (8) K. Sasaki, K. Fujii, J. Inagaki, Y. Zhu, K. Kuroda, H. Saka and T. Imura: Proc. of Special Symposium on Advanced Materials, Tokyo, ed. by Imura and Fujita, Joint committee for advanced materials research, (1988), 97–106.
- (9) I. V. Griorieva, K. Sasaki and J. W. Steeds: Physica B, Condensed Matters, **194**(1994), 1841–1842.
- (10) I. V. Grigorieva, K. E. Bagnall, P. A. Midgley, K. Sasaki and J. W. Steeds: Physica C, 199 (1992), 73–83.
- (11) I. V. Grigorieva, J. W. Steeds and K. Sasaki: Phys. Rev. B, 48 (1993), 16865–16868.
- (12) K. Sasaki, I. Grigorieva, K. Bagnall, P. Midgley, T. Mori, J.

Wilson and J. Steeds: Jpn. J. Appl. Phys., **32**(1993), L990–L993.

- (13) G. Taylor and J. W. Christian: Philos. Mag., 15(1967), 893– 929.
- (14) G. Taylor and H. Saka: Philos. Mag. A, **64**(1991), 1345–1354.
- (15) K. Sasaki and H. Saka: Philos. Mag. A, **63**(1991), 1207–1220.
- (16) P. C. Verburg, L. A. Smillie, G. R. B. E. Römer, B. Haberil, J. E. Bradby, J. S. Williams and A. J. Huis in't Veld: Appl. Phys. A, **120**(2015), 683–691.
- (17) H. Iwata, D. Kawaguchi and H. Saka: Microscopy, 66, No.5 (2017), 328–326.
- (18) H. Iwata, D. Kawaguchi and H. Saka: Microscopy, 67, No.1 (2018), 30–36.
- (19) H. Saka, H. Iwata and D. Kawaguchi: Microscopy, 67, No.2 (2018), 112–120.
- (20)田村実造(責任編集):世界の歴史,第9巻,最後の東洋的社会,中央公論社,(1961),149.

(2018年6月11日受理)[doi:10.2320/materia.57.498] (連絡先:saka@nagoya-u.jp)



****
1966年3月 名古屋大学大学院工学研究科博士課程
単位取得退学(工学博士)
1988年11月 名古屋大学工学部助手
1977年9月 英国オックスフォード大学留学(ブリテ
ィッシュ・カンセル・スカラー)
1979年9月 名古屋大学工学部助教授
1988年4月 名古屋大学教授
2005年3月 名古屋大学退職
同年,4月 名古屋大学名誉教授
名古屋大学特任教授、愛知県知の拠点嘱託研究員を経
て,現在,愛知工業大学客員教授
専門分野:材料科学
$\bigcirc$ I $\heartsuit$ TEM.
****



東北大学金属材料研究所 原子力材料工学研究部門;助教 余 浩(Yu Hao)

私は2017年3月に北海道大学大学院工学院材料科学専攻 にて,鵜飼重治教授の下で博士(工学)の学位を取得後,林重 成准教授の下で博士研究員として積層構造材に使用される合 金粉末の酸化および窒化挙動の研究に従事させて頂きました. 2018年4月より東北大学金属材料研究所原子力材料工学研 究部門(笠田研究室)にて助教として研究を行っております (図1).この度「はばたく」へ寄稿する光栄な機会を頂きま したので,これまでの研究生活を振り返りつつ,現在の研究 活動をご紹介させて頂きたいと思います.

私は,中国中部の武漢市で育ちました.武漢市は中国の重 要な工業基地であり、鉄鋼産業、冶金産業、自動車製造業な ど完全な工業体系を有し,「中国車都」とも呼ばれています. 学部生の時に参加した自動車産業工場の見学をきっかけとし て、材料開発に関する研究は工業生産に不可欠な存在という ことを認識しました.身近に感じられる材料開発の魅力が 「材料工学」を専攻に選んだ最初の理由だと思います.修士 課程を通じて3年間,中国重慶の西南大学で微細WC-10% Co 超硬合金の開発を行いました. WC-Co 系超硬合金は代 表的な焼結硬質合金であり,主として切削工具材料として実 用化されています. これら超硬合金ならびにサーメットの力 学特性を向上させる目的で、結晶粒径の微細化に注目しまし た. VC, TaC, NbC 添加による WC-10%Co 超硬合金の結晶 粒微細化と微細組織形成過程を解明しました.修士2年時 に初めて日本を訪れ、住友化学株式会社材料研究部門のイン ターンシップに参加した際は、日本の材料研究者の方々の研 究開発技の堪能さや、様々な実験装置レベルの高さに驚くば かりであり, 自分の研究認識が非常に小さいものに感じまし た. 日本に素晴らしい研究をしている方々が大勢いることを 肌で感じたことは、その後の日本で博士後期課程に進学への 大きな励みとなりました.2013年10月1日,新しい世界へ の挑戦の第一歩として最先端技術を学ぶために、日本行の飛 行機に乗りました. 留学した当初は日本語を喋れず, 初めて の研究手法や専門用語が一杯あり、新しい環境に付いていく ので精一杯でした.特に,私の日本第一の師である鵜飼重治 先生には研究のみならず非常に多くのことを教えていただき 心より感謝いたしております. 博士後期課程に頂いた研究テ ーマは「革新的 Co 基酸化物分散強化(ODS)超合金の研究」 でした. ODS 超合金は修士期間の WC-Co 系超硬合金と同



図1 メカニカルアロイング実験中の筆者.

じで粉末冶金方法で作られますが、汎用な Co 基耐熱材料の 強化法は固溶強化と炭化物析出強化で、適用温度は800℃以 下です. 私の研究では Co 基 ODS 合金について1000℃以上 で使用されるガスタービン動翼への適用を想定し、1000℃ 以上でも母相に溶けず熱的に安定な  $Y_2O_3$  を用いました. 耐 酸化性を確保するため、適正な Cr, Al 添加により有効な  $Al_2O_3$ スケール生成も目指しました. 開発された Co-20 wt%Cr-(5-10)wt%Al ODS 超合金の耐酸化性は ODS でな い汎用 Co 合金より大幅に優れ, Ni 基 ODS 合金と同等であ ることを示しました. 博士後期課程において, 使用出来る様 々な実験装置や材料プロセスがどんどん増えることは非常に 楽しいことでした. その過程においては実験結果をプレゼン テーションや論文としてとりまとめることを学びました. 博 士課程修了後、博士研究員として林准教授の指導で新しい分 野・課題へ挑戦する機会をいただき、積層構造材に使用され る Ni 合金粉末の酸化および窒化挙動の研究を行いました. 合金粉末はバルク材に比べ比表面積が大きく活性で、造形中 で真空や不活性ガスの雰囲気を使っていますが、融点以上の 高温で酸素の溶解度が上がると酸化物が形成しやすくなりま す. レーザービーム・電子ビーム積層造形中の合金に混入し た酸素・窒素を模擬するため、真空で酸化した粉末とスパー クプラズマ焼結した材料を用いて、電子顕微鏡から詳細に酸 化量を計算しました.

現在は、東北大学金属材料研究所笠田竜太教授の下で、メ カニカルアロイングを用いた新たな ODS 合金材料製造・加 エプロセスの開発に関する研究に携わっており、FeCrAl-ODS 合金に形成されたアルミナ被膜の照射耐性を評価して おります.酸化物粒子を含まない合金のアルミナ被膜に照射 をすると、粒界へのボイド蓄積による寸法増加や被膜剥離が 起こります.しかし、FeCrAl-ODS 合金に形成したアルミ ナ被膜は酸化物粒子を含み、この照射耐性は全く研究されて いない未知の領域であります.ODS 合金のアルミナ被膜安 定化メカニズムとその耐照射性の原理を明らかにすることを 目指し、日々研究に邁進しています.

2013年に日本に留学してから,新しい環境において自分 の力を伸ばしながら課題を解決する貴重な経験を頂いたこと は,今後の研究活動に生かせると信じております.この4 月から新環境となり助教として研究のみならず教育も行わな ければなりませんが,まだまだ勉強しなければならないこと が沢山あると痛感しています.これからも多くの新たな知見 を得て,視野を広げていきたいと思っています.

> (2018年8月1日受理)[doi:10.2320/materia.57.503] (連絡先:〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1)



## 第4分科「他医歯薬系学協会への若手研究者派遣活動の報告」

#### 堤 祐介\* 小林千悟\*\* 中野貴由\*\*\*

第4分科は2017年度,分科(分野)活動の一環として若手 研究者を対象とした医学系・歯学系などの他学協会への派遣 活動を行った.この活動は,当分科(分野)に所属する若手研 究者が生体材料や福祉材料に関連した研究を実施するにあた り,これらの製品を実際に取り扱う立場である医師や歯科医 師にとっての材料の考え方を理解し,また,医療現場におけ るニーズを探索する機会を提供することを目的としている.

トピックス

2017年度は4名の新進気鋭の若手研究者(助教および博士 課程大学院生)を日本補綴歯科学会,日本側彎症学会,日本 整形外科学会,日本脳神経外科学会の主催する講演大会に派 遣することで,医歯工連携を促した.派遣した若手研究者か らの報告の抜粋を以下に紹介する.

派遣者:倉科佑太(慶應義塾大学・助教)
派遣先:日本補綴歯科学会第126回学術大会(2017年7月
1日~2日,パシフィコ横浜)(図1~3)

日本補綴歯科学会では,主にバイオマテリアル,有床義 歯,インプラント,ポスター発表,海外特別講演などの講演 を拝聴しました.パシフィコ横浜の会場は,とても広く一般 講演であっても席の数が300~400席ほどあり,非常に多く の方が来場しておりました.発表はみなさん原稿を準備して おり,厳かな雰囲気でした.今回の発表では,補綴歯科学会 ということもあり,インプラントよりもクラウンブリッジを トピックとした発表が多く,盛んに行われていました.ま た,有床義歯のセッションの入れ歯安定剤についての発表で は,肯定派と否定派の研究者が活発に議論するなど,治療に 直結するためか,発表した手法が良いか悪いかとはっきり議 論していることが多く見られました.海外特別講演は,同時 通訳も備えていたことから1000席あるメインホールでも立 ち見がでるほど盛況でした.内容は,欧州での高齢者へのイ ンプラント適応についてでしたが,超高齢社会に突入した日 本でも重要なトピックであると思い,今後は高齢者とインプ ラントの適応についても着目して研究するべきだと思いまし た.



図1 大会の会場となったパシフィコ横浜. (大久保力廣 大会長よりご提供)

 派遣者:山中謙太(東北大学・助教)
 派遣先:第51回日本側彎症学会学術集会(2017年8月24日 ~25日,札幌プリンスホテル国際館パミール館)

本講演大会は招待講演,一般講演,ポスターセッション, ワークショップ,セミナー等から構成され,多くの医療関係 者が参加していました.ロ頭発表は思春期突発性側弯症や検 査・評価法といったテーマごとに5~10件程度の講演後,一 括討議を行う形式で進められていました.1つの会場でじっ くり討論を行うのが側彎症学会の伝統的なスタイルとのこと

\* 東京医科歯科大学生体材料工学研究所金属生体材料学分野;准教授(〒101-0062 東京都千代田区神田駿河台 2-3-10)

Keywords: *young researchers, delegation, medical conference, dental conference* 2018年8月3日受理[doi:10.2320/materia.57.504]

<sup>\*\*</sup> 愛媛大学大学院理工学研究科物質生命工学専攻;教授

<sup>\*\*\*</sup> 大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻; 教授 Activity Report from the 4th Sectional Committee on the Delegation Program for Young Researchers to Medical and Dental Conferences; Yusuke Tsutsumi\*, Sengo Kobayashi\*\* and Takayoshi Nakano\*\*\*(\*Department of Metallic Biomaterials, Institute of Biomaterials and Bioengineering, Tokyo Medical and Dental University, Tokyo. \*\*Materials Science and Biotechnology, Department of Materials Science and Engineering, Ehime University, Matsuyama. \*\*\*Division of Materials & Manufacturing Science, Graduate School of Engineering, Osaka University, Suita)



図2 日本補綴歯科学会第126回学術大会の様子1. (大久保力廣大会長よりご提供)



図3 日本補綴歯科学会第126回学術大会の様子2. (大久保力廣大会長よりご提供)

でしたが、フロアからも積極的に質問がなされ、活発な議論 が行われていたのが印象的でした.内容は症例報告が中心で したが、診断技術の開発やチーム医療の必要性を指摘するも のまで、あらゆる観点から研究発表がなされていました.1 日目には東京医科歯科大学 塙先生、大阪大学 中野先生に よるイブニングセミナーも行われました(図4,5).脊椎分野 で用いられているチタン・コバルト合金の特徴や骨配向性と いった材料学的視点に立った講演内容でしたが、参加者から は多くの質問がなされ、高い関心があるように感じられまし た.ポスターセッションでは以前私自身が取り組んだロッド 折損に関する発表も多くあり、新材料開発や医工連携研究の 重要性を改めて感じました.



図4 イブニングセミナーの様子1. (伊藤学会長よりご提供)



図 5 イブニングセミナーの様子 2. (伊藤学会長よりご提供)

派遣者:島袋将弥(東京医科歯科大学・博士課程大学院生) 派遣先:第32回日本整形外科学会基礎学術集会(2017年10 月26日~27日,沖縄コンベンションセンター)

本学術集会では,現在の整形外科基礎研究の諸問題に関す る729題が集められ,多くの医療関係者が参加していまし た.一般講演では,骨再生,軽部腫瘍,画像解析,生体材 料,感染症など,幅広い研究分野の多岐に渡るプログラムで 構成されており,発表後には活発な議論が見受けられまし た.また実用化を目指した研究も多く,整形外科医の新規材 料・手法に対する期待・要望を改めて認識しました.加えて 若手の整形外科 MD による発表が多く,医工連携の契機の 場としても非常に有効な学術集会であったと感じました.

私自身は電気化学的処理による金属材用表面への抗菌性付 与に関する研究を行っているため、本学術集会における生体 材料・感染症に関する発表が非常に参考になりました.特に 整形外科医が研究に採用している様々な *in vitro* の抗菌性評 価手法が興味深く、また同時に生体材料の抗菌効果を一律に 比較するためには、生体材料のための規格化された抗菌性評 価手法の確立が必要であると感じました.

派遣者:海瀬	晃(東京工業大学/東京医科歯科大学クロス
アポ	イントメント・助教)
派遣先:13th	International Conference on Cerebrovascular
Surg	gery(2017年10月27日~29日, キャッスルプ
ラザ	名古屋)

本講演大会では、招待講演、一般講演、シンポジウム、セ ミナー、看護師による講演があり、国際学会ということもあ り、外国人医療関係者が多く参加していました. 講演の中で 最も多く取りあげられていたのは、AVM(脳動静脈奇形)に 関するものでした.一般講演では,各発表後の質疑応答のほ かにセッションの最後にセッション全体を通しての一括討論 を行う時間があり、フロアからの質問が非常に積極的であ り、この時間が一番盛り上がりを見せていたのが印象的でし た. 講演,ポスターを通して,症例の報告,手術方法につい ての発表がほとんどであり、やはり生体材料そのものに着目 したものはほとんどありませんでした. また, セミナーが非 常に多くあり、セミナーごとに企業がホストを務め、その企 業の測定装置や手術道具を用いた講演が行われており、各セ ミナーとも大盛況でした. 招待講演をされていた先生と話を させていただく機会があり、私は普段、ステント等の体内に 留置するX線造影性の高い生体用超弾性合金の研究を行っ ているため、そのことについて話を伺ったところ、体内に留 置するものというのは、最初の設置よりも、新しいものに取 り換える際の付け替えの手術の方が難しいらしく,ベテラン の先生方でも苦手としている人が多く,そういったことか ら,生体親和性,耐食性が高く,付け替えの手術が少なくて すむ材料を望んでいるということでした.また,現在は技術 を持ったベテランの先生が多い一方で,若手の先生方が手術 をする機会が減ってきているようで,X線造影性の高い生 体用の材料というのは,若手の先生方でも少ないレントゲン 撮影回数で,容易な手術ができるようになるので期待してい るというお言葉をいただきました.普段,生体用金属材料の 研究をしているものの,臨床系の先生から話を伺う機会は少 なかったため,今回の学会は非常に良い機会でした.

いずれの派遣者からも、本活動に対する謝辞とともに、大 会への参加が非常に有意義な体験であった旨の報告を受け た.筆者もかつて初めて臨床系の学会に参加し、講演や質疑 討論を聴講した際、材料にとって最も重要とされる特性や、 研究展開についての考え方が、臨床家と工学系研究者の間で ややベクトルを異にしていることに気づくとともに、「患者 のため」という言葉の重さの違いを認識させられた.いずれ が正しい、優れているということではなく、両者の相互理解 と知識や技術の共有が必要であり、将来、革新的な生体材料 や福祉材料を開発するにあたって、欠かすことのできない要 素の一つであると考えている.第4分科では若手研究者へ の支援活動のあり方についても常に議論しており、今後もこ ういった活動を継続して取り組んでいくことを予定している.

告 平成30年自然災害における会費免除の特例措置について …507 会 2019年度春期講演大会の外国人特別講演および招待講演募集 2019・2020年度代議員候補者の立候補募集……………510 2019・2020年度の監事候補者の立候補募集…………………511 2019 · 2020年度代議員選挙管理委員会委員募集 ······511 会誌・欧文誌10号目次 ………516 行事カレンダー ……………518

太

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
歳 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

会告(ホームページもご参照下さい)

#### 「平成30年北海道胆振東部地震」で被災された皆様に 心からお見舞いを申し上げます.

北海道胆振東部地震により被災された皆様およびご家族の皆様に 心からお見舞い申し上げます.亡くなられた方々にお悔やみ申し上 げますとともに,被災地の一日も早い復旧と被災された皆様の安全 を心からお祈り申し上げます.

#### 平成30年大阪府北部地震及び平成30年7月豪雨並びに 平成30年北海道胆振東部地震による被災者の会費免除 の特例措置について

平成30年大阪府北部地震及び平成30年7月豪雨並びに平成30年 北海道胆振東部地震で被災された皆様に心からお見舞い申し上げま す.本会では,被害に遭われた会員の方に対し,会費を免除する特 例措置を講じます.つきましては,被災地域に在住され,個人住居 や勤務先研究施設などで重大な損害を受けられ,会費免除に該当す る会員は,会員番号,氏名,電話番号,メールアドレス,被災場所 (個人住居・勤務先の別),住所,罹災の状況を明記して E-mail, FAX,郵送のいずれかでお送り下さい.

- 特例措置 平成30年分会費の免除(平成30年会費既納の場合は,平 成31年会費に充当する)
- 申請先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32
   公益社団法人日本金属学会 会員サービス 担当:早坂
   E-mail: member@jim.or.jp [LM] 022-223-6312

 $\diamond \qquad \diamond \qquad \diamond$ 

#### 日本金属学会・日本鉄鋼協会 第27回奨学賞の推薦校募集について

材料分野の発展の貢献が期待できる多くの優秀な学生を幅広く奨励するため,全国大学材料関係教室協議会参加大学以外の教育機関からも広く募集いたします.

#### 奨学賞募集要項

記

会

事

#### 1. 教育機関の募集:

- ・国内の材料系の学科又はコース等を有する大学および高等専
   門学校
- •同一の教育機関(1校)の応募数は、関係する材料系の学科又 はコース等に拘らず1件とします.

#### 2. 教育機関における候補者の対象:

- 大学は学士課程4年に在学する学生.
- •高等専門学校は専攻科2年に在学する学生.

#### 3. 推薦校の推薦者資格:

- 教育機関の代表専攻長(代表学科主任)
   同一教育機関の応募窓口は事前にご調整願います。
- 下記の全国大学材料関係教室協議会の参加大学には、推薦校の資格が与えられます。
- 手続き:所定の応募用紙(本会ホームページよりダウンロード できます)により必要事項を記入の上,ご応募下さい.
- 5. 応募締切: 2018年11月1日(木)
- 6. 申込問合先:〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32
   (公社)日本金属学会 奨学賞係

## 2022-223-3685 E-mail: gaffair@jim.or.jp 7. 2018年全国大学材料関係教室協議会の参加大学(34校)

		大	学 名		
1	北海道大学	13	豊橋技術科学大学	25	大阪府立大学
2	室蘭工業大学	14	名古屋大学	26	兵庫県立大学
3	岩手大学	15	名古屋工業大学	27	石巻専修大学
4	秋田大学	16	京都大学	28	千葉工業大学
5	東北大学	17	大阪大学	29	東京理科大学
6	茨城大学	18	島根大学	30	芝浦工業大学
7	筑波大学	19	香川大学	31	東海大学
8	東京大学	20	愛媛大学	32	金沢工業大学
9	東京工業大学	21	九州大学	33	関西大学
10	横浜国立大学	22	九州工業大学	34	近畿大学
11	長岡技術科学大学	23	長崎大学		
12	富山大学	$\overline{24}$	熊本大学		

#### 公益社団法人日本金属学会フェロー推薦募集の案内

#### 推薦締切:2018年11月30日(金)

本会では、本会の代表的会員として、金属およびその関連分野における学術・科学技術・産業、教育・人材育成等に造詣の深い会員であって、自らが積極的に本会の事業に参画・活動することが期待されるものに対して日本金属学会フェローを授与いたます. 下記の募集要項をご確認いただき、積極的にご推薦下さい.

#### 募集要項

#### [推薦方法]

- 推薦は、フェロー、理事、代議員、支部長、各種委員会委員長、 維持員もしくは候補者と所属機関が異なる3名以上の正員による.
- •所定の推薦書に、必要事項を記入の上、提出する.
- 必要事項は以下の通り。
   (1)候補者
- (2)フェローの責務を果たすことの承諾および活動
  - 注:候補者本人の承諾を得た上,責務を果たすことの確認と果 たすことができる責務・活動を記入する.果たすべき責務 は下記[責務]に示すとおり.
- (3)候補者の略歴
- (4)推薦タイトルとカテゴリー
- (5)業績や貢献の内容と推薦理由
- (6)推薦者

#### [責務]

- フェローを得た会員は、金属およびその関連材料分野を先導し、 若手研究者・技術者の目標をなることを自覚し、当該分野の発展 に一層寄与するとともに、本会の代表的会員として本会事業へ積 極的に参画し、本会の目的の達成に率先して努力する責務を負う ものとする。
- •フェローは次のいずれかの活動を行うものとする.
- (1)若手研究者および若手技術者の啓発・人材育成
  - 「まてりあ」への入門講座・講義ノート・実学講座・新技術・ 新製品開発裏話等の啓発記事の執筆
  - 「まてりあ」への若手研究者・技術者を対象とした論文執筆のコツ・テクニック・注意事項等の啓発記事の執筆
  - 学校・企業等への出前講義等
- (2)知識・技術の伝承
  - •本会機関誌へのレビュー・オーバービュー・解説の執筆
  - 教科書等の書籍の執筆
  - 講演会・講座・セミナー・シンポジウム・チュートリアル講 演等の講師

- •フェローは必要に応じて,技術相談,論文執筆相談,機関誌の特 集記事の企画提案,研究費申請相談の活動を行うものとする.
- フェローは、当該年度の活動報告および次年度の活動計画を作成 するものとする。
- •フェローは、本会正員として会費を支払うものとする.
- 注:フェローとして活動するに際しては、本会の謝礼規程および 旅費支給規程に従って謝礼や旅費の支払を受けることができ るものとする.

[フェローの要件]

 フェローの対象となる者は、フェローの責務を積極的に負える者 であって、金属およびその関連分野における学術・科学技術・産 業、教育・人材育成等に造詣の深い会員であること。

[フェローの数]

•フェローの人数は本会正員の1%を上限とする.

[審査·認定]

- •フェローの選考は、フェロー選考委員会があたり、理事会で授与 候補者を決定する.
- ・授与を決定した者に、春期講演大会時に開催される表彰式でフェローを授与する。
- 授与者にはフェローの認定証書を贈呈する.
- ・ 適切な候補者がいない場合は、その年度は授与しない.

[任期]

- •フェローの任期は5年とする.ただし,再任することができる.
- フェローが本会会員でなくなったとき、あるいは名誉員や永年会員となった場合はフェローを返上するものとする.
- フェローの責務を果たすことが困難等の理由で、本人から返上の 申し出があったときは、フェローの称号の返上を認めるものとす る.
- 申請先: <u>申請書</u>(ホームページよりダウンロードして下さい)を下記 E-mail アドレスに送付して下さい.2,3日過ぎても受理 返信通知のない場合はご連絡下さい.
- 問合先:(公社)日本金属学会 フェロー係
  - E-mail: gaffair@jim.or.jp 🖀 022-223-3685

#### 2019年春期講演大会の外国人特別講演および招待講演募集

#### 推薦書提出期日:2018年11月20日(月)

2019年春期講演大会における特別講演と招待講演を募集いたします.

#### 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して下さい)
- 詳細まてりあ9号455頁

#### 推薦書提出期日 2018年11月20日(火)

#### 照会·推薦書提出先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

- (公社)日本金属学会 国際学術交流委員会宛
- ☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
- E-mail: gaffair@jim.or.jp

#### 第42回技術開発賞 「新技術·新製品」記事募集

#### 応募締切:2018年10月31日(水)

- 賞の名称 第42回公益社団法人日本金属学会技術開発賞
- **賞の対象** まてりあ「新技術・新製品」記事に掲載された記事が選 考対象となります.
- 表 彰 2019年9月の秋期講演大会
- 原稿問合先 まてりあ係 E-mail: materia@jim.or.jp
- **詳** 細 まてりあ8号406頁 or ホームページ:本会賞の募集
- **申込要領** 下記 URL の申込フォームよりご応募下さい.
- 申込 URL http://gijyutsu.jim.or.jp/entry
- 問 合 先 (公社)日本金属学会各賞係 ☎ 022-223-3685 E-mail: gaffair@jim.or.jp

#### 第69回金属組織写真賞作品募集

応募締切:2018年10月20日(土)

#### 賞の名称 <u>第69回日本金属学会金属組織写真賞</u> 募集部門

#### 「写真賞部門」

- 1. 光学顕微鏡部門
- 2. 走査電子顕微鏡部門(分析, EBSD 等を含む)
- 3. 透過電子顕微鏡部門(STEM, 分析等を含む)
- 4. 顕微鏡関連部門(FIM, APFIM, AFM, X 線 CT 等)
- 注:光学顕微鏡と透過電子顕微鏡写真,走査電子顕微鏡と透過電子 顕微鏡写真等の組織写真を応募する場合,応募者が最も適切と 判断する部門を選択すること.
- **申込要領** 応募は,下記 URL の申込フォームにより説明文を入力 し,写真作品データを提出する.

#### 【写真作品】

- ①写真データの解像度は、A2版サイズを前提に400 dpi 以上とする.
- ②写真データは PDF または画像ファイル(jpg など)で提出すること.(それ以外はプレビュー表示出来ない)
- ③写真と図の組み合わせでも提出は可(写真,図への挿入文字は小 さすぎないこと).
- ④作品には、応募者名、共同研究者名を記載しない.
- ⑤応募作品数には制限を設けない.
- ⑥他学協会等の同様の賞を受賞していない作品であること.
- 詳 細 まてりあ8号407頁 or ホームページ:本会賞の募集
- 申込 URL http://picture.jim.or.jp/entry
- 問 合 先 (公社)日本金属学会 金属組織写真賞係
  - ☎ 022-223-3685 E-mail: gaffair@jim.or.jp

#### 若手研究グループ集会

#### □ 若手研究グループ No.03

#### 第2回若手研究グループ

#### 「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」

現在,各種先端観察・測定法が開発され,それぞれの分野でさら なる高度化とその適用範囲の拡大が進められています.本研究会で は,構造用材料に対して各手法を相補的に適用し,新たなシナジー 効果を創出する為の基礎指針の確立を検討しています.第2回研 究会では,先端観察・測定法の各種材料への適用を目指し,新規材 料における課題や具体例の紹介を通じて各技術の相互活用について 議論を行います.参加ご希望の方は下記までお申込み下さい.

- 日 時 2018年11月2日(金)14:00~19:00 (受付開始13:30)
- 場 所 新日鐡住金株式会社 コミュニケーションセンター2F ゲストルームC(〒870-0992 大分市大字西ノ洲1番地) アクセス:JR大分駅からタクシーで約20分
- プログラム
- $14:00 \sim 14:10$

(1) 挨拶

- 金沢大理工 宮嶋陽司
- 14:10~15:10 座長 宮嶋陽司
- (2) 招待講演
- ハイエントロピー合金とその可能性(60) 京大工 辻 伸泰 15:20~16:20 座長 紙川尚也
- (3) レーザ積層造形技術が生み出す金属造形体の特異な組織形成の 理解(60)
   名大工 高田尚記
- 16:30~17:00 座長 高田尚記
- (4) その場電気抵抗測定を用いた転位密度の導出(15)

金沢大理工 宮嶋陽司

- (5) 小角X線散乱測定によるCu合金中析出粒子のサイズ解析
   (15) 東工大物質理工 宮澤知孝
- 17:10~19:00 総合討論
- **企画責任者** 宮嶋陽司(金沢大), 宮澤知孝(東工大),
  - 首藤洋志(新日鐵住金)
- 参加費 無料
- 申込・問合先 <u>10月10日(水)</u>までに E-mail にて氏名・所属・電話
   番号・メールアドレスを明記してお申し込み下さい.
   E-mail: miyazawa.t.ab@m.titech.ac.jp

 $\diamond$ 

 $\Diamond$ 

 $\diamond$ 

#### 公益社団法人日本金属学会の 2019・2020年度代議員候補者の立候補募集

会長 杉本 諭

2019・2020年度の代議員の選挙を次の要領で実施しますので、 立候補希望者は、応募願います.

#### 1. 地区別および本部枠代議員候補者改選数

地 区	定員	非改選数*(留任)	改選数**(新任)
北海道地区	4名	2名	2名
東北地区	10名	8名	2名
関東地区	38名	19名	19名
東海地区	12名	5名	7名
北陸信越地区	5名	2名	3名
関西地区	19名	11名	8名
中国四国地区	7名	4名	3名
九州地区	5名	3名	2名
本部枠	4名	2名	2名
総計	103名	56名	47名

#### 地区別代議員の定員

事業年度末の当該地区正員数を40で割り,端数を四捨五入して 算出(細則第3条代議員定員)

(各地区の選挙定員は2018年2月28日現在の会費納入正員数に基づいて決定しています)

#### 代議員の任期

- \* 非改選:定時社員総会の選任日(2018年4月23日)から,2回 目に終了する事業年度に関する定時社員総会の終結ま で.
- \*\*改 選:定時社員総会の選任日(2019年4月23日予定)から,2 回目に終了する事業年度に関する定時社員総会の終結 まで、
- 2. 立候補受付期間 <u>2018年10月1日~10月25日</u>(当日消印有効)
- 3. 立候補応募方法

<u>所定の用紙</u>(ホームページにあります)の候補地区名等の欄に, 地区名,本部枠の区分を記載し,住所,氏名(押印),勤務先お よび連絡先(TEL, FAX, E-mail)をご記入の上,上記期日まで に**郵送**下さい.

応募先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

公益社団法人日本金属学会「代議員選挙管理委員会 御中」 5. 注意事項

- (1) 本会ホームページの「情報公開」の「主要規程」に公開して ある「代議員選挙規程」を予めご承知願います.
- (2) 次の方は代議員に立候補出来ません. 留任代議員(2018年度選任),学生員,外国会員,2018年度 会費未納者,会員資格停止中の者.<u>本部枠代議員は,維持員</u> から正員資格付与者として指名された正員以外の者.\_
- (4) 代理人(本会の正員,本部枠代議員は維持員の連絡担当者に 限る)が立候補を届出する場合は,代理人の住所,氏名(押 印),勤務先および連絡先(TEL,FAX,E-mail)もご記入下 さい.
- (5) FAXや E-mail などの文書以外の手段による届出は無効であり、受付けしません。
- (6) 選挙投票用紙の立候補者名は受付け順に記載されます.
- 問合先 公益社団法人日本金属学会 代議員選挙管理委員会 事務局 斎藤 E-mail: gaffair@jim.or.jp

◇代議員選挙日程(予定)◇
2019・2020年度の代議員選挙は2018年12月1日~12月31日を予定しております。

#### 2019年度代議員に加えない方 ◎代議員候補者の対象に加えない方

(下記の留任代議員および2期継続就任代議員の方は立候補できません)

#### 北海道地区

佐伯 功	室蘭工業大学	高橋英徳	北海道立総合研究機構
東北地区			
阿部世嗣	電磁材料研究所	加藤秀実	東北大学
蔡 安邦	東北大学	坂本 昌	新日鐵住金㈱
佐藤裕之	弘前大学	柴田浩幸	東北大学
杉本 諭	東北大学	武藤 泉	東北大学
山村英明	日本金属学会		
関車州区			
梅澤 修	構近国立大学	遠 藤 裕 寿	日立金属㈱
王 昆	日本冶金工業㈱	岡本和孝	㈱日立製作所
上 元 平	東京工業大学	<b>笛</b> 幸次	首都大学東京
加藤 徹	新日鐵住金㈱	弓野健太郎	芝浦工業大学
篠嶋 妥	茨城大学	柴田直哉	東京大学
竹山雅夫	東京工業大学	田村隆治	東京理科大学
土谷浩一	物質・材料研究機構	堤 祐介	東京医科歯科大学
長滝康伸	JFE スチール㈱	廣澤渉一	横浜国立大学
藤田 雅	㈱本田技術研究所	細田秀樹	東京工業大学
松野泰也	千葉大学	丸山俊夫	東京工業大学
三木祐司	JFE スチール(株)	山口 周	東京大学
吉田英弘	物質·材料研究機構		
古海地区			
[ <b>朱<i>西</i>地区</b> ] 足 立 士 陈	夕士屋士受	ト 安 成 ウ	岵自十学
L 立 百 座 膨 村 龍 郎	石口座八子 IFF スチール(供)	工百成之	<b>岐平八</b> 子 三重大学
<b>西野洋一</b>	了了一次了一次(W) 名古屋丁業大学	川 工 侍 工 近 谷 香 樹	一 里 八 宁 新 日 鐵 住 金 ㈱
			NT H BALL JE WIY
北陸信越地[	<u>X</u>	// <del>-11</del>	
种 相彦	信州大学	佐藤一則	長崗技術科学大学
関西地区			
渥 美 寿 雄	近畿大学	荒木秀樹	大阪大学
大谷浩昭	山陽特殊製鋼㈱	岡本 明	大阪産業技術研究所
小嶋啓達	新日鐵住金㈱	新保洋一郎	福田金属箔粉工業㈱
辻 伸泰	京都大学	中井光一	㈱島津製作所
中野貴由	大阪大学	春名 匠	関西大学
平藤 哲 司	京都大学	藤 本 慎 司	大阪大学
松尾直人	兵庫県立大学		
中国四国地[	X		
岡田達也	徳島大学	川越崇史	日新製鋼㈱
清水一郎	岡山理科大学	高島 稔	JFE スチール㈱
陳 中春	鳥取大学	秦野正治	新日鐵住金ステンレス㈱
松木一弘	広島大学		
九州地区			
石丸 学	九州工業大学	波多 聰	九州大学
村上恭和	九州大学	,0.	
士动执华学	8		
○本部件代議! ○日本 → 田	<b>見</b> 」 	沚 汀 和 カ	
ш ту — Д	N H 购工立(M)	以任他人	WYUNUTUJ

#### 公益社団法人日本金属学会の 2019・2020年度の監事候補者の立候補募集

2018事業年度に関する定時社員総会(2019年4月23日開催予定) で選任される監事の候補者は、細則では立候補制で正員による選挙 を実施することができると定めており、監事選挙を次の要領で実施 しますので、立候補希望者は応募願います.

- 1. 監事候補者選挙数:1名
- 2. 監事候補者対象地区:東北地区在住
- 3. 監事の職務および権限(定款第25条)
- 第25条 監事は,理事の職務の執行を監査し,法令で定めると ころにより,監査報告を作成する.
- 2 監事は、いつでも、理事および使用人に対して事業の報告を 求め、この法人の業務および財産の状況の調査をすることがで きる.
- 3 監事は,理事会に出席し,必要があると認めるときは,意見 を述べなければならない.
- 4 監事は,理事が不正の行為をし,若しくはその行為をするお それがあると認められるとき,又は法令若しくは定款に違反す る事実若しくは著しく不当な事実があると認めるときは,これ を理事会に報告しなければならない.
- 5 監事は前号の報告をするため必要があるときは、会長に理事 会の招集を請求することができる.ただし、その請求があった 日から5日以内に、2週間以内の日を理事会とする招集通知が 発せられない場合は、直接理事会を招集することができる.
- 6 監事は,理事が社員総会に提出しようとする議案,書類その 他法令で定めるものを調査し,法令若しくは定款に違反し,又 は著しく不当な事項があると認めるときは,その調査の結果を 社員総会に報告しなければならない.
- 7 監事は,理事がこの法人の目的の範囲外の行為その他法令若 しくは定款に違反する行為をし,又はこれらの行為をするおそ れがある場合において,その行為によってこの法人に著しい損 害が生ずるおそれがあるときは,その理事に対し,その行為を やめることを請求しなければならない.
- 8 監事は,監事に認められた法令上の権限を行使することがで きる.
- 4. 立候補受付期間: 2018年10月1日~10月25日(当日消印有効)
- 5. 立候補応募方法:

<u>所定の用紙(ホームページにあります)</u>に「日本金属学会監事立候 補者」と記載し,住所,氏名(押印),勤務先および連絡先(TEL, E-mail)をご記入の上,上記期日までに**郵送**下さい.

6. 応募先:〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32
 公益社団法人日本金属学会「監事選挙管理係 御中」
 7. 注意事項

①監事候補者は東北地区以外のその他の地区在住の方に限ります. ②立候補届出時に2018年度正員会費を納入していない正員の届 出は無効になります.

③郵送以外の FAX や E-mail での届出は無効です。
 ④選挙投票用紙の立候補者名は受付順に記載します。

8. 問合せ先:公益社団法人日本金属学会 監事選挙係 事務局 斎藤 E-mail: gaffair@jim.or.jp

#### ◇監事選挙日程(予定)◇

2019・2020年度の監事選挙は2018年12月1日~12月31日を予定 しておりますので、ご承知おき願います.

#### 公益社団法人日本金属学会の 2019・2020年度代議員選挙管理委員会委員募集

受付期間 2018年10月1日~10月25日(当日消印有効)

- 応募方法 応募用紙(ホームページに公開します)に「日本金属学会 の代議員選挙の選挙管理委員会委員に応募します」と記 載し,住所,氏名,勤務先および連絡先(TEL, E-mail) をご記入の上,郵送で上記期日までにご応募下さい.
- **募集人数** 3 名
- 応募先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32 公益社団法人日本金属学会 代議員選挙管理委員会
- 問合せ先 公益社団法人日本金属学会 代議員選挙管理委員会 事務局 斎藤 E-mail: gaffair@jim.or.jp

欧文誌編集委員会からのお知らせ

#### 特集企画の投稿募集

■Frontier Researches Related to Interconnection, Packaging and Microjoining Materials and Microprocessing for Such Materials —Part Ⅱ— (電子実装材料に関するフロンティブ研究 —Part Ⅱ—)

現代情報化社会を牽引する各種電子機器や電子部品に使用される 配線・実装・マイクロ接合材料には、銅、アルミニウム、ニッケ ル、金、錫などの金属材料から導電性接着剤にいたるまで様々な材 料が利用されている.電子部品の接合用材料として主として使用さ れてきたはんだ材料は、鉛フリーはんだの普及が進み、一般的な電 子機器への適用が進められた. また, 配線および電極材料には, 微 細めっき技術が適用されてきた.これらの材料については,車載用 デバイスやパワー半導体用などのより高温環境への対応が求められ ている. そのため, 高温鉛フリーはんだ, 銀ナノペースト, 導電性 接着剤などの候補材料の研究開発が進められている. また, 実装材 料の多様化に伴い、生成する異相界面における機械的・熱的・電気 的特性の調査、それらの特性の損失評価、界面における物理化学的 現象および信頼性評価に関する研究も重要になっており、異相界面 科学の研究も進められている. さらに, 2.5D/3D 実装や微小電気 機械システム(MEMS)に使用される材料やそれらの微細加工も電 子部品の実装には欠かせない技術となっている. これらの背景を踏 まえ、本特集では、電子実装材料およびその接合・微細加工に関す る最先端の研究およびオーバービュー論文を広く募集する. 内容と しては、以下のものを想定している.

- 電子実装材料の材料組織および諸特性
- 接合および積層界面の構造および界面の特性と信頼性
- 界面における物理化学的現象
- 2.5D/3D および MEMS 用材料およびその微細加工技術
- 電子実装材料に関する理論・計算・シミュレーションなどの研究

上記テーマに関する特集を, Materials Transactions 60巻6号 (2019年6月発行)に予定しております. 多数ご投稿下さいますようお願いいたします.

**掲載予定号**:第60巻第6号(2019年) **原稿締切日**:2018年12月3日

#### Development and Application of Advanced Electron Microscopy Techniques for Materials Science(材料科学のための先進電子顕微鏡法の開発と応用)

電子顕微鏡は、材料の微細な組織を観察するための必須の評価技 術である.構造を評価する上での電子顕微鏡本体の分解能の向上に 加え,試料内外の電磁場の観察技術も精力的に開発されている.こ うした状況の中、集束イオンビームを用いた試料形状の高精度での 制御や電子顕微鏡内での温度変化や電流印加を通してその場観察も 大きな進展を見せている.本特集では、こうした電子顕微鏡本体と その周辺技術の開発とその応用について、最新の研究成果を発信頂 き,当該分野の専門家だけでなく,広く材料開発を行なっている研 究者にも最近の電子顕微鏡技術の発展を知らせ、日本金属学会を通 して、今後の共同研究への展開を期待したい.

上記テーマに関する特集を, Materials Transactions 60巻10号 (2019年10月発行)に予定しております.多数ご投稿下さいますよ うお願いいたします.

#### **掲載予定号**:第60巻第10号(2019年) **原稿締切日**:2019年4月1日

- ・投稿に際しては、日本金属学会欧文誌投稿の手引・執筆要領(本) 会 Web ページ)に従うこと.
- 通常の投稿論文と同様の審査過程を経て、編集委員会で採否を決 定する.
- •著者は、投稿・掲載費用をご負担願います.
- 問合せ先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32 (公社)日本金属学会 欧文誌編集委員会 ☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312 E-mail: editjt@jim.or.jp http://jim.or.jp/

#### 支部行事

#### 第17回 東北支部研究発表大会

- 日 時 2018年11月22日(木) 13:30~18:00 場 所 岩手大学 復興祈念銀河ホール(理工学部内) (〒020-0066 盛岡市上田 4-3-5) 参加費 無料 プログラム 13:00~13:10 支部長挨拶 13:10~15:50 基調講演 16:00~17:30 ポスター発表 18:00~19:30 懇親会 **懇親会費** 3,000円(学生2,000円)程度を予定しています(当日徴収) 講演申込締切 10月26日(金) 参加申込締切 <u>11月16日(金)(</u>懇親会参加の有無もお知らせ下さい) 講演申込要項 募集講演 ポスター発表 申込方法 下記内容を E-mail でお知らせ下さい. 1. 題目 2. 氏名・所属(全員,発表者に〇印) 3. 連絡先・電話・E-mail アドレス 4. 懇親会の参加の有無 申込締切 10月26日(金) 予稿原稿締切 11月13日(火) 予稿原稿作成 A4版1頁(PDF ファイルを E-mail でご送付下さい) 作成要領は発表者に後日連絡いたします. ポスターサイズ A0(縦)を超えないこと 講演申込·予稿原稿送付先 〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1 東北大学多元物質科学研究所 中川原淳子 ☎ 022-217-5177 E-mail: j-gawara@tagen.tohoku.ac.jp 問合せ先 東北大学多元物質科学研究所 篠田弘造 ☎ 022-217-5624
  - E-mail: shinoda@tagen.tohoku.ac.jp



#### 東海支部若手材料研究会 第74回「金属3次元積層造形法による 新たなものづくり」

日本金属学会・日本鉄鋼協会東海支部若手材料研究会では、「金 属3次元積層造形法による新たなものづくり」と題しまして、下 記の要領で研究会を開催致します。多数の皆様のご出席を賜りた く,ご案内申し上げます.

- 日 時 2018年11月8日(木) 13:00~17:30
- 場 所 オフィスパーク名駅プレミアホール&会議室 4F403AB 会 議室 ( http://www.officepark - net.jp / conference / nagoya \_ premiahall/u.ac.j)

```
プログラム
```

- 13:30~13:35 開会の挨拶
- 13:35~14:25 金属 AM を用いた金型製作の現状と課題
  - 金沢大理工研究域 古本達明
- 14:25~15:15 マルエージング鋼の積層造形プロセスの開発 鳥取大 陳 中春

- 15:15~15:30 一休憩—
- 15:30~16:20 マルチレーザーコーティング法における材料表面 への機能性付与と溶融金属ダイナミクスの観察 大阪大接合科学研 佐藤雄二
- 16:20~17:10 レーザ積層造形技術が生み出すアルミニウム合金 造形体の特異な組織形成の理解
  - 名大大学院工 高田尚記
- 17:10~17:15 閉会の挨拶
- **定 員** 80名(定員になり次第, 締切)
- 参加費 無料
- **懇親会**本研究会終了後,名古屋駅近くにて開催予定(詳細は当日 連絡)
- 申込み方法 下記の申込み先へメールにて、10月25日(木)までに, 所属,氏名,E-mail,TELおよび懇親会の出欠をメ ールの本文に明記の上,お申込み下さい.また,メー ルの件名は「第74回若手材料研究会参加申込み」と 記載して下さい.
- 申込み・問合せ先

〒466-8555 名古屋市昭和区御器所町 名古屋工業大学大学院工学研究科物理工学専攻 宮崎伶雄奈 E-mail: miyazaki.reona@nitech.ac.jp

- ☎ 052-735-5505
- **担当幹事**新日鐵住金株式会社 虻川玄紀, 名古屋工業大学 宮崎怜雄奈



#### 平成30年度秋季講演会

〔共催〕日本鉄鋼協会九州支部

- 日時 2018年10月12日(金)13時00分~
- 場 所 鹿児島大学 学習交流プラザ2階 学習交流ホール
- 講演
- 1. 本多記念講演会:「結晶性材料の高温変形」 九大 中島英治
- 2. 湯川記念講演会:長時間のクリープ破断時間の評価とその根拠
  - 東北大 丸山公一
- 3. 講演討論会 テーマ:高温変形・強度/耐熱材料の最前線(仮題) 窒素含有フェライト系耐熱鋼の創製とその特性 九大 光原昌寿 18Cr-9Ni-3Cu-Nb-N 鋼のクリーブ破断強度のヒート間差
  - 三菱重工 駒井伸好

A-USC ボイラ用 Ni 基合金の合金設計と強度・組織」 新日鐵住金 仙波潤之

- 参加料 無料
- 定員 <u>1</u>12名
- 問合せ先 鹿児島大学 学術研究院理工学域工学系 機械工学専攻 駒崎慎一
  - ☎/FAX 099-285-8245
  - E-mail: komazaki@mech.kagoshima-u.ac.jp



#### 〈公募類記事〉

無料掲載:募集人員,締切日,問合先のみ掲載.
有料掲載:1/4頁(700~800文字)程度.
「まてりあ」とホームページに掲載;15,000円+税
ホームページのみ掲載;10,000円+税
〈その他の記事〉 原則として有料掲載.
「原稿締切・掲載号:毎月1日締切で翌月号1回掲載
「原稿提出方法:電子メールとFAX両方(受け取りメールの確認をして下さい)
「原稿送信先:[1] 022-223-6312 E-mail:materia@jim.or.jp

#### 公募

◇兵庫県立大学 材料·放射光工学専攻 材料組織学 教員 公募(194号)

#### 募集人員 教授1名

- (男女共同参画を推進していますので女性研究者の応募 を歓迎します)
- 所 属 材料·放射光工学専攻
- **専門分野** 材料組織学
- 教育担当 大学院:〈博士前期〉材料組織学,物質解析学,材料工 学特別演習Ⅰ,Ⅱ,Ⅲ,Ⅳ 〈博士後期〉材料組織・設計学講究,材料組織・ 設計学セミナー
  - 学部:マテリアル科学への招待,基礎材料工学 I および Ⅱ,金属材料学 I およびⅡ,機械材料工学概論, 卒業研究,その他関連分野の講義を担当する場合 がある.
- 応募資格 博士の学位を有し,上記専門分野の教育と研究に熱意と 意欲がある方
- **着任時期** 2019年4月1日
- 応募書類
  - 履歴書(写真貼付,学歴は高等学校卒業以降,職歴, 賞罰等):様式1
  - 研究業績(著書,論文等):様式2および主要論文別刷り(10編まで,コピー可)
  - 3. 教育歴および学会・社会における活動等:様式3
  - 4. これまでの主要な研究概要(2,000字程度):様式4
  - 5. 教育·研究への抱負(2,000字程度):様式5
  - ・推薦書1通または応募者に対して意見を伺える方2名
     の氏名・役職と連絡先を記載した書類
  - 応募締切 2018年10月31日(水)
- 選考方法 書類審査および面接(模擬授業を含む)による
- **書類提出先** 〒671-2280 兵庫県姫路市書写2167
  - 兵庫県立大学姫路工学キャンパス 総務課気付 大学院工学研究科長 川月喜弘 宛
    - \*封筒に「第194号 材料・放射光工学専攻教授(材料 組織学)応募書類在中」と朱書きし,簡易書留で送付 すること.応募書類は原則として返却しません.
- 問合せ先 材料・放射光工学専攻 専攻長 鳥塚史郎 ☎ 079-267-4905
  - E-mail: koubo194@eng.u-hyogo.ac.jp

#### 公募の URL :

http://www.eng.u-hyogo.ac.jp/outline/koubo/index.html

#### ◇兵庫県立大学 材料·放射光工学専攻 量子材料工学 教員 公募(201号)

- 募集人員 教授1名 (男女共同参画を推進していますので女性研究者の応募 を歓迎します) 所 属 材料·放射光工学専攻 専門分野 量子材料工学 **教育担当** 大学院:〈博士前期〉計算物理,材料工学特別演習 I, Ⅲ, Ⅲ, N 〈博士後期〉量子ナノ工学セミナー 学部:力学Ⅰ,力学Ⅱ,現代物理学,マテリアル科学へ の招待、機械材料工学概論、卒業研究、その他関 連分野の講義を担当する場合がある. 応募資格 博士の学位を有し、上記専門分野の教育と研究に熱意と 意欲がある方 **着任時期** 2019年4月1日 応募書類 1. 履歴書(写真貼付,学歴は高等学校卒業以降,職歴, 嘗罰等):様式1 2. 研究業績(著書,論文等):様式2および主要論文別刷 り(10編まで、コピー可) 3. 教育歴および学会・社会における活動等:様式3 4. これまでの主要な研究概要(2,000字程度):様式4 5. 教育・研究への抱負(2,000字程度):様式5 6. 推薦書1通または応募者に対して意見を伺える方2名 の氏名・役職と連絡先を記載した書類 応募締切 2018年10月31日(水) 選考方法 書類審査および面接(模擬授業を含む)による **書類提出先 〒671-2280** 兵庫県姫路市書写2167 兵庫県立大学姫路工学キャンパス 総務課気付 大学院工学研究科長 川月喜弘 宛 \*封筒に「第201号 材料・放射光工学専攻教授(量子
  - \* 封筒に | 第201号 材料・放射光工学専攻教授(量子 材料工学)応募書類在中」と朱書きし,簡易書留で送 付すること.応募書類は原則として返却しません.
- **問合せ先** 材料・放射光工学専攻 専攻長 鳥塚史郎 **會** 079-267-4905

E-mail: koubo201@eng.u-hyogo.ac.jp

公募の URL:

http://www.eng.u-hyogo.ac.jp/outline/koubo/index.html

集会

◇レアメタル研究会◇

■主 催 レアメタル研究会 主宰者 東京大学生産技術研究所 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 一, 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 宮嵜智子 E-mail: okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp

〈平成30年度 レアメタル研究会開催予定のご案内〉(2018.8.16現在) ■第83回 2018年11月9日(金)←次回(平成30年度 第2回) ★チタン関係シンポジウム★(合同開催) (関連シンポジウム:寄付ユニット特別シンポ「E-scrap シン ポジウム」11月30日(金)) ■第84回 2019年1月11日(金)(平成30年度 第3回) ★貴金属シンポジウム(第6回)+新年会(合同開催) ■第85回 2019年3月8日(金)(平成30年度 最終回) ★佐藤修彰教授と藤田豊久教授が熱く語る特別シンポジウム+慰 労会★(合同開催) ■第83回 2018年11月9日(金)14:00~ An棟2F コンベンションホール ★チタンシンポジウム★(合同開催) テーマ:チタンの過去,現在,未来,そして私の夢 時 間:午後2:00~ 講 演: •大阪チタニウムテクノロジーズの過去,現在,未来,そして私の 夢(仮)(40分) 大阪チタニウムテクノロジーズ

代表取締役社長 杉崎康昭 講師

- ・中国におけるチタン業界の状況と、私が取り組んでいる新製錬法
   (仮)(40分) 東北大学大学院工学研究科 金属フロンティア工学専攻
   教授 朱 鴻民 講師
- ・日本のチタン業界に対する期待と、私が取り組んできたチタン製 錬の研究(仮)(40分)
  - 東京大学 生産技術研究所 教授 岡部 徹 講師
- ・チタンの金属 Additive Manufacturing に関する現状と将来(仮)
   (40分) 大阪大学大学院 工学研究科 マテリアル生産科学専攻 教授
   中野貴由 講師
- ・世界における国内非鉄産業について(チタン,銅を中心に)(仮) (40分) 東邦チタニウム株式会社 代表取締役社長 西山佳宏 講師
- 午後6:00~ ポスター発表 兼 研究交流会・意見交換会
   (An棟2F ホワイエ)
- 関連シンポジウム:寄付ユニット特別シンポ「E-scrap シンポジウ ム」11月30日(金)

■<u>第84回 2019年1月11日(金)14:00</u> An棟2F コンベンションホール ★貴金属シンポジウム(第6回)+新年会★(合同開催)

- テーマ:貴金属の製錬・リサイクル
- 時 間:午後2:00~
- 講 演:
- ・貴金属の製錬・リサイクル技術に関する講演(30分)(例年通り, 数件の講演を予定)

講師依頼中

- 午後6:00~ ポスター発表 兼 研究交流会 (An棟1F レストラン アーペ(予定))
- <u>第85回</u> 2019年3月8日(金)14:00~ An棟2F コンベンションホール
   ★佐藤修彰教授と藤田豊久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:ご卒業講演:佐藤先生,藤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:

•稀有なレアメタル実験室(60分)

東北大学 多元物質科学研究所 教授 佐藤修彰 講師

- •講師依頼中(40分)
- 演題未定(60分)

東京大学 工学系研究科 システム創成学専攻 教授 藤田豊久 講師 午後6:00~ 研究交流会・意見交換会(An棟2F ホワイエ)

		$\Diamond \mathbf{E} extsf{-scrap}$ シンポジウム2018 $\Diamond$
■主	催	東京大学 生産技術研究所 非鉄金属資源循環工学寄付 研究部門(JX 金属寄付ユニット)
■協	賛	東北大学 多元物質科学研究所 非鉄金属製錬環境科学 研究部門(住友金属鉱山共同研究ユニット) 京都大学 大学院工学研究科 材料工学専攻 非鉄製錬 学講座 (一社)資源・素材学会,(公社)日本化学会,(公社)日 本金属学会
■協	カ	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, レアメタル研究会
■日	程	<u>2018年11月30日(金)</u> シンポジウム 10:25—17:00
■開催	会場	交流会 東京大学生産技術研究所 An 棟 2F コンベンションホール 〒153-8505 目黒区駒場 4-6-1(最寄り駅:駒場東大 前,東北沢,代々木上原)
■会	費	シンポジウム:資料代として3,000円(一部企業関係 者),交流会:無料
■参加	登録	・お問合せ

#### ■講 演【敬称略】:

- E-scrap の輸出入に及ぼす新バーゼル法の影響 独立行政法人日本貿易振興機構 アジア経済研究所 小島道一
- Circular Economy から見た E-scrap リサイクル
  - 公益財団法人日本生産性本部 喜多川和典
- ・リサイクル事業における E-scrap の位置づけ リバーホールディングス株式会社 今井佳昭
- ・鉱業協会における E-scrap の取り扱い規準日本鉱業協会 坂井敏彦
- 三菱マテリアル㈱における E-scrap 処理と今後の展開
- 三菱マテリアル株式会社 金属事業カンパニー 製錬事業部 リサイクル部 高木真言
- 小坂製錬㈱における E-scrap リサイクルの取り組み 小坂製錬株式会社 生産管理部 徳本哲朗
- JX 金属グループにおける E-scrap 処理
   JX 金属株式会社 環境リサイクル事業本部 技術部 部長 池田 亮
- 小型電子機器リサイクル法の現状
  - 環境省 リサイクル推進室 加地淳志
- 金属資源政策から見た E-scrap 経済産業省 鉱物資源課 大東道郎
   シンポジウムを終えて
- 東京大学生産技術研究所 副所長・教授 岡部 徹 17:30-19:30 交流会 東京大学 生産技術研究所 An棟1階 レストラン アーペ

助 成

#### ◇2018年度宇宙科学奨励賞公募◇

宇宙科学の分野で優れた業績を挙げた若手研究者を対象として宇 宙科学奨励賞の公募を行います.

#### 推薦締切 2018年10月31日(水)必着

詳細 公益財団法人宇宙科学振興会

E-mail: admin@spss.or.jp

http://www.spss.or.jp

#### ◇2019年度笹川科学研究助成の公募◇

「海洋学および関連科学」ならびに「船舶および船舶関連科学」 など『海に関係する研究』は重点として支援しております.

#### 締切 2018年10月16日(火)

詳細 公益財団法人日本科学協会

https://www.jss.or.jp/ikusei/sasakawa/

#### ◇平成31年度日本ボイラ協会ボイラー・ 圧力容器等研究助成課題の募集

ボイラー・圧力容器に関連した調査・研究に対して助成を行って おります.

#### 締切 <u>2018年11月30日(金)</u>

問合せ 一般社団法人日本ボイラ協会技術普及部 ☎ 03-5473-4510

http://www.jbanet.or.jp/committee/subsidy/

#### -

◎掲示板は本会ホームページにも掲載して おりますのでご活用下さい. http://jim.or.jp/ → 掲示板

 $\diamond$   $\diamond$   $\diamond$ 

日本金属学会誌掲載論文 Vol. 82, No. 10 (2018)

熱分析・XRD測定による鋳造スリーブの発熱量挙動 評価

神戸健志郎 西 剛史 太田弘道 ゴ ニュ ホアン

**急冷処理による酸素過剰添加チタン材の延性向上とそ** の機構解明 刈屋翔太 梅田純子 Ma Qian 近藤勝義

高熱伝導放熱シートの熱拡散率分布測定 林 健 西 剛史 太田弘道 羽鳥仁人 野口秀則

ステンレス鋼-B<sub>4</sub>C溶融混合物の系統的な粘度測定を 目指したニッケルおよびステンレス鋼の粘度測定 小久保宏紀 西 剛史 太田弘道 山野秀将

プラズマ表面改質窒化ホウ素と環動高分子を用いた高 熱伝導タフコンポジット開発:プラズマ表面改質がお よぼす効果

後藤 拓 飯田雅樹 タン ヘレン 劉 暢 眞弓皓一 前田利菜 北原功一 畠山一翔 伊藤剛仁 清水禎樹 横山英明 木村 薫 伊藤耕三 伯田幸也 寺嶋和夫

Materials Transactions 掲載論文

Vol. 59, No. 10 (2018)

High-Strength Ti-Based Alloys Containing Fe as One of the Main Alloying Elements

Dmitri V. Louzguine-Luzgin

—Regular Article—

**Materials Physics** 

**On the Optimal Glass-Forming Composition of Al-Co-Y Amorphous Alloys** Xianzhong Xiong, Jiaojiao Yi, Lingti Kong, Michael Ferry, Jinfu Li and Yaohe Zhou

**Microstructure of Materials** 

Effect of Dissolved Impurities on the Rate of Recovery and Recrystallization in an A1050 Aluminum Hot-Rolled Sheet

> Hideo Yoshida, Yuko Tamada, Mineo Asano and Yoshimasa Ookubo

#### Martensitic Transformation Induced in Ti-15V-7Al Alloy at Low and High Temperatures

Yoshito Takemoto, Miyu Tsunekawa, Yuji Manabe, Soushi Itano and Yuji Muraoka Characterization of Antiphase Boundary-Like Structure of B33 Martensite in Zr-Co-Pd Alloy

> Mitsuhiro Matsuda, Yoshimasa Shinagawa, Kazuki Takashima, Masatoshi Mitsuhara and Minoru Nishida

**Mechanics of Materials** 

Characterization of CrN-Based Hard Coating Materials with Addition of GaN

Yusei Mizuno, Tadachika Nakayama, Hisayuki Suematsu and Tsuneo Suzuki

**Materials Processing** 

Prediction of Shrinkage Cavity in Heavy-Section Ductile Cast Iron Using CAE Considering Volume Change during Solidification

Yutaka Miyamoto and Haruki Itofuji

Cladding of Al Layer onto Mild Steel Substrate Using Al Powder and Its Structure and Properties Fumitaka Otsubo and Hidenori Era

Comparison of Microstructure and Tribological Properties of Plasma, High Velocity Oxy-Fuel and Detonation Sprayed Coatings from an Iron-Based Powder Lu Xie, Yue-Ming Wang, Xiang Xiong and Zhao-Ke Chen

Microstructural Characteristics and Properties of Adding Vanadium Carbide Powders to Vanadis 4 Tool Steel through Vacuum Sintering and Heat Treatments Kuo-Tsung Huang, Shih-Hsien Chang, Kuang-Yao Lee and Ming-Wei Wu

Imposition Time Dependent Microstructure Formation in 7150 Aluminum Alloy Solidified by an Electromagnetic Stirring Technique

Mingjun Li, Yuichiro Murakami, Isao Matsui, Naoki Omura and Shuji Tada

Densification and Grain Growth of Large-Sized Polycrystalline Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> during a Two-Step Pulsed Electric Current Sintering Process

Hien H. Nguyen and Makoto Nanko

Influence of Processing Conditions for Nickel Particles Prepared by Pulsed Microwave Heating in Liquid

Keisuke Yasuda, Naoto Koshizaki and Yoshie Ishikawa

**Engineering Materials and Their Applications** Thermoelectric Generation System Using the Exhaust Heat of Generators

Hideo Wada and Masahiro Haga

Features of Crack Size Distribution- and Voltage Probe Spacing-Dependences of Critical Current and *n*-Value in Cracked Superconducting Tape, Depicted by Simulation

Shojiro Ochiai, Hiroshi Okuda and Noriyuki Fujii

Effective Decrease of the Thermal Conductivity<br/>Caused by Hf in  $Fe(V_{0.955-x}Hf_{0.045}Ti_x)$ Sb Half-Heus-<br/>ler Phasek-vin Delime-Codrin, Ghodke Swapnil,

Dogyun Byeon, Robert Sobota, Masaharu Matsunami and Tsunehiro Takeuchi

# Magnetic and Structural Properties of MnCoGe with Minimal Fe and Sn Substitution

Masahira Onoue, Ryota Kobayashi, Yoshifuru Mitsui, Masahiko Hiroi, Kohki Takahashi, Akihiro Kondo, Koichi Kindo, Yoshiya Uwatoko and Keiichi Koyama

#### Precipitation of Oxide Particles in Oxide Dispersion Strengthened (ODS) Ferritic Steels Naoko Oono and Shigeharu Ukai

#### Environment

Transfer Behavior of Fe Element in Nickel Slag during Molten Oxidation and Magnetic Separation Processes Yingying Shen, Ziniu Huang, Yanyun Zhang, Junkai Zhong, Wenjuan Zhang, Yan Yang, Min Chen and Xueyan Du

# Removal of Heavy Metals from Tailing in Citrate Solution with Ferric Chloride

Tam Thi Nguyen, Kyoungkeun Yoo, Manis Kumar Jha, Jayhyun Park, Uikyu Choi, Hongil Choe and Jae-chun Lee

#### ~ 日本金属学会誌および Materials Transactions のオンライン・ジャーナル化のお知らせ ~

日本金属学会誌および Materials Transactions は,将来的な論文のマルチメディア対応を視野に,2019年1号より,オンライン・ジャー ナル化することが決定いたしました.これにより,冊子は購読希望者に実費にて頒布することとなり,購読費,掲載論文のカラー図表および 別刷の取り扱いについて,下記のように変更いたします.

#### ■購読費について

会誌				
冊子		電子		
(個人)	1冊1,500円(年間18,000円)(税別・送料込み)	(個人)	無料	
(機関)	年間52,400円(税・送料込み,価格据え置き)	(機関)	大学等:80,000円,企業:160,000円(税込み,	価格据え置き)
Materials	Transactions			
冊子		電子		
(個人)	1冊4,000円(年間48,000円)(税別・送料込み)	(個人)	正員:7,000円 学生員:4,000円(税別)	
(機関)	年間52,400円(税・送料込み,価格据え置き)	(機関)	大学等:機関ごとの価格設定となりますので,	お問い合わせ下さい.
■カラー図表	長について		企業:200,000円(税込み,価格据え置き)	
オンライン	/・ジャーナル:カラー表示希望の場合,1図表あた	り <b>1,000</b> F	9をご負担いただきます.	
冊子・別編	11:オンライン・ジャーナルがカラー表示の場合でも	, すべて	モノクロ印刷となります.	
■別刷につい	、て 寄贈分は廃止.希望者に下記表の金額にて頒布	iします(	投稿・掲載費用は従来通り).	

別刷料金表(税別, 表紙は一律10,000円)

	4 頁以内	5頁	6頁	7頁	8頁	9頁	10頁
1 セット(50部)	7,000円	8,000円	9,000円	10,000円	11,000円	12,000円	13,000円

	まてりあ 第57巻 第11号 予告	
[受賞者紹介] [最近の研究]内殻電子励起による界面固相/	[入門講座] 拡散 反応制御 異種 佐藤和久 一他—	接合 その 3─清浄化・密着化からの改善策, δ属の接合,液相拡散接合─大橋 修
		集の都合により変更になる場合がございます―
正員	新入会員	(2018年7月21日~2018年8月20日)
西 川 倫 功 新日鐵住金株式会社 池 田   実 中越合金鋳工株式会社	<ul> <li>吉崎 寛 SOLIZE Products 株式会社</li> <li>猿渡直洋 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター</li> </ul>	奥出裕亮 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター
<b>学生員</b> 原井智広東北大学 <b>外国学生会員</b>	小 川 真 優 芝浦工業大学	白 鳥 遥 芝浦工業大学
wang zhenyu central south university	Ariande AFT 芝浦工業大学	

# 行事カレンダー $_{\mathrm{xyx}}$

開催日	名称·開催地·掲載号	主催	問合先	締切
10月 4~5	第9回社会人のための表面科学ベーシック講座 (東京理科士)	日本表面科学会	TEL 03–3812–0266 office@jvss.jp	9.27
$4\sim 5$	第11回トライボロジー入門西日本講座(兵庫県立 大)	日本トライボロ ジー学会	TEL 03-3434-1926 jast@tribology.jp http://www.tribology.jp	定員 65名
4~5	平成30年度材料セミナー「電子顕微鏡による組織 観察・分析の基礎と応用」(大阪府大)(7号359頁)	関西支部	TEL 06-6443-5326 FAX 06-6443-5310 n-kansai@ostec.or.jp	定員 12名
5	平成30年度第2回講演会「微粒子・粉体の塗装 技術最先端を学んで次世代への展開を考えよ う!!」(東京)	日本塗装技術協会	TEL 03-6228-1711 tosou-jimukyoku@jcot.gr.jp	
5	第109回シンポジウム「金属学研究者と技術者の ための3Dプリンタ科学・技術・造形事例」(千 葉工大)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	定員 60名
6, 12.8	CEPRO2018関西(龍谷大他)	日本セラミックス 協会教育委員会他	TEL 03-3362-5231 cersj-kyouiku@cersj.org http://www.ceramic.or.jp	
9~12	EcoBalance 2018 第13回エコバランス国際会議 (東京)	日本 LCA 学会	TEL 045–228–7696 ecoBalance2018@ilcaj.org http://www.ecobalance2018.org/	
10~11	第46回ガスタービン学会定期講演会(鹿児島)	日本ガスタービン 学会	gtsj-desk@gtsj.org http://www.gtsj.org/	
10~12	第37回電子材料シンポジウム(EMS-37)(長浜)	電子材料シンポジ ウム運営実行委員 会	TEL 06-6879-7548 tatebaya@mat.eng.osaka-u.ac.jp http://ems.jpn.org/	
12	平成30年度秋季講演会(鹿児島大)(本号513頁)	九 州 支 部 · 駒 崎 ( 鹿児島大)	TEL/FAX 099–285–8245 komazaki@mech.kagoshima–u.ac.jp	定員 112名
12	第37回エレクトロセラミックスセミナー(川崎)	日本セラミックス 協会	TEL 093-695-6025 tmiya@life.kyutech.ac.jp http://www.ceramic.or.jp/bdenshi/	定員 60名
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	
15	NIMS 学術シンポジウム(東京)	物質・材料研究機 構	nimsweek@nims.go.jp http://www.nims.go.jp/nimsweek/	
16	NIMS ショーケース(東京)	物質・材料研究機 構	nimsweek@nims.go.jp http://www.nims.go.jp/nimsweek/	
$16 \sim 17$	第34回疲労シンポジウム(京都)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimu@jsms.jp http://fatigue.jsms.jp	
16~19	第4回材料 WEEK(京都)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 http://jsms.jp/	
17	第235回西山記念技術講座 特殊鋼棒線の技術開 発と今後の展望(名古屋)	日本鉄鋼協会	TEL 03–3669–5933 educact@isij.or.jp https://www.isij.or.jp/	
17	第2回 EBSD 法による損傷評価講習会(京都)	日本材料学会	TEL 075–761–5321 jimu@jsms.jp http://www.jsms.jp/	8.24 定員 40名
17~18	第33回初心者のための疲労設計講習会(京都)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimu@jsms.jp http://www.jsms.jp	定員 50名
18~19	第66回表面科学基礎講座(阪大)	日本表面真空学会	TEL 03-3812-0266 office@jvss.jp http://www.jvss.jp/	10.11
18~19	キャビテーションに関するシンポジウム(第19 回)(北大)	日本学術会議第三 部	TEL 011-706-6430(直通) masao.watanabe@eng.hokudai.ac.jp http://cavitation19.sakura.ne.jp/index.html	講演 6.4
19	NIMS ラボ公開(つくば)	物質・材料研究機 構	nimsweek@nims.go.jp http://www.nims.go.jp/nimsweek/	
19	第15回フラクトグラフィシンポジウム(京都)	日本材料学会	fractosym@jsms.jp http://www.jsms.jp/	講演 7.6
19~20	第77回塑性加工技術フォーラム「金型寿命向上 に向けたセンシング技術採用の方向性」(諏訪)	日本塑性加工学 会・諏訪圏工業メ ッセ2018実行委 員会	http://www.jstp.or.jp	定員 70名
24	第236回西山記念技術講座 特殊鋼棒線の技術開 発と今後の展望(東京)	日本鉄鋼協会	TEL 03-3669-5933 educact@isij.or.jp https://www.isij.or.jp/	
25	早稲田大学各務記念材料技術研究所2018年度教 育プログラム(早大)	早稲田大学各務記 念材料技術研究所	TEL 03-3203-4782 http://www.waseda.jp/zaiken/index.html zaikenjimu@list.waseda.jp	定員 50名
25~26	第54回 X 線分析討論会(東京理科大)	日本分析化学会 X線分析研究懇 談会	TEL 03-5228-8266 inakai@rs.kagu.tus.ac.jp	講演 7.27
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)(3 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	
26	日本金属学会東北支部地区講演会(弘前大)(9号 460頁)	東北支部	TEL 017-735-3362 kobatake@hirosaki-u.ac.jp	

開催日	名称·開催地·掲載号	主催	問合先	締切
27~28	第69回塑性加工連合講演会(熊大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.jp/	
29~31	第65回材料と環境討論会(富山)	腐食防食学会	TEL 03–3815–1161 ysm.hng–113–0033@jcorr.or.jp https://www.jcorr.or.jp/	8.22
29~31	第39回 超音波エレクトロニクスの基礎と応用 に関するシンポジウム(同志社大)	超音波エレクトロ ニクス協会	TEL 042-443-5166 h.nomura@uec.ac.jp http://www.use-jp.org/	講演 7.23
30	E-scrap シンポジウム2018(東大生産技研)(本号 514頁)	東大生産技研 非 鉄金属資源循環工 学寄付研究部門	TEL 03-5452-6314 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/ japanese/index_j.html	
30~11.2	The 13th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics(Taiwan)	日本実験力学会	TEL 025-368-9310 office-jsem@clg.niigata-u.ac.jp http://2018-13th-isem.webnode.tw/	
31~11.2	第47回結晶成長国内会議(JCCG-47)(仙台)	日本結晶成長学会	TEL 070–5047–3339 jccg–47@jacg.jp http://www.jacg.jp/jp/event/2018/jccg– 47/	
11月				10.10
2	第2回若手研究グルーフト多様な先端観察・測定 法を用いた組織の定量と力学特性解析への適用」 (大分)(本号509頁)	若手研究グループ No.3	mıyazawa.t.ab@m.titech.ac.jp	10.10
2	平成30年度日本セラミックス協会 資源・環境 関連材料部会講演・討論会「これからの社会を支 える『低環境負荷技術』を考える」(東京)	日本セラミックス 協会	TEL 092–925–7722 sakamoto@fitc.pref.fukuoka.jp	
$2 \sim 4$	日本銅学会第58回講演大会(東京理科大)	日本銅学会	TEL 03–6803–0587 kazu@copper–brass.gr.jp https://www.copper–brass.gr.jp/	
$3 \sim 4$	第25回機械材料·材料加工技術講演会(山形大)	日本機械学会	TEL 0238-26-3197 furukawa@yz.yamagata-u.ac.jp http://www.jsme.or.jp/conference/ mpdconf18/	
$3 \sim 7$	International Symposium & School on Crystal Growth Fundamentals(ISSCGF2018)(仙台)	ISSCGF2018組織 委員会	TEL 088–656–7415 yoshis@tokushima-u.ac.jp http://www.nsc.nagoya-cu.ac.jp/~miurah/ ISSCGF2018/	
$3 \sim 8$	第8回実用表面分析国際シンポジウム(PSA-19) (札幌)	表面分析研究会	secretary-psa19@sasj.jp http://www.sasj.jp/PSA/PSA19/index.html	
$6\sim7$	第158回塑性加工学講座「塑性加工屋にわかる材料知識〜鉄系編〜」(東京)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 60名
7	日本希土類学会第36回講演会(東京)	日本希土類学会	TEL 06-6879-7352 kidorui@chem.eng.osaka-u.ac.jp http://www.kidorui.org/lecture.html	10.17
$7 \sim 9$	トライボロジー会議2018 秋 伊勢(伊勢)	日本トライボロ ジー学会	TEL 03-3434-1926 jast@tribology.jp http://www.tribology.jp	
8	若手材料研究会第74回「金属3次元積層造形法に よる新たなものづくり」(名古屋)(本号512頁)	東海支部 · 宮崎 (名工大)	TEL 052–735–5505 miyzaki.reona@nitech.ac.jp	80名
9	レアメタル研究会(東大生産技研)(本号513頁)	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/ japanese/index_j.html	
9	第21回ミレニアム・サイエンスフォーラム(東 京)	ミレニアム・サイ エンス・フォーラ ム	TEL 03–6732–8966 msf@oxinst.com http://www.msforum.jp/	
9~11	軽金属学会第135回秋期大会(芝浦工大)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	参加予約 10.4
11~16	第14回核破砕材料技術国際ワークショップ(14th International Workshop on Spallation Materials Technology, IWSMT-14)(いわき)	J-PARC センター	TEL 099–285–8265 ksato@mech.kagoshima–u.ac.jp	
12	第15回ヤングメタラジスト研究交流会(横浜)(9 号460頁)	関東支部	yutaro_ota@ihi.co.jp https://rme.mm.t.u-tokyo.ac.jp/ym2018/	
12~14	第13回日本磁気科学会年会(東北大)	日本磁気科学会	TEL 022-215-2017 mogi@imr.tohoku.ac.jp http://www.magneto-science.jp/index.html	
13	第50回 エンジニアリングセラミックスセミ ナー「航空機および発電用耐熱・耐環境部材の現 状と将来展望」(東工大)	日本セラミックス 協会他	TEL 052-871-3500 http://www.ceramic.or.jp/bkouon/index_ j.html	
13	平成30年度材料セミナー「技術者のための鉄鋼材 料入門」(大阪)(7号359頁)	関西支部	TEL 06–6443–5326 FAX 06–6443–5310 n–kansai@ostec.or.jp	定員 55名
13~14	第12回状態図・熱力学セミナー(東京)(9号461 頁)	日本学術振興会 第172合金状態図 委員会	TEL 029-859-2628 abe.taichi@nims.go.jp http://www.nims.go.jp/CSMD/members/ Seminar/12thPDSeminar.htm	
13~15	第39回日本熱物性シンポジウム(名古屋)	日本熱物性学会	TEL 03-5734-2435 jstp@op.titech.ac.jp http://jstp-symp.org/symp2018/index.html	事前参加 9.28

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合先	締切
14~15	第50回溶融塩化学討論会(東京都市大)	電気化学会溶融塩 委員会	TEL/FAX 06-6368-1867 mscj@electrochem.jp http://msc.electrochem.jp/touron.html	
15	第232回塑性加工技術セミナー「超高張力鋼板・ アルミニウム板材成形シミュレーションの最前 線」(東工大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 50名
15	実用表面分析セミナー2018(神戸大)	日本表面真空学会 関西支部	TEL 06-6466-6483 suehiro@scas.co.jp http://www.sssj.org/Kansai/kansai_ jitsuyou21.html	
16	関西支部第20回塑性加工基礎講座「入門 結晶 塑性シミュレーション(実習付き)」(京大)	日本塑性加工学会 関西支部	TEL 090–9280–0383 kansosei@mail.doshisha.ac.jp	11.2
16	第47回 薄膜・表面物理基礎講座(2018)データ サイエンスを活用した固体材料・表面研究の最前 線(東京理科大)	応用物理学会薄 膜・表面物理分科 会	TEL 03–3828–7723 igarashi@jsap.or.jp http://www.jsap.or.jp/	定員 100名
19~20	女子大学院生・ポスドクのための産総研所内紹介 と在職女性研究者との懇談会(つくば)	産業技術総合研究 所総務本部ダイ バーシティ推進室	diversity-event-office-ml@aist.go.jp https://unit.aist.go.jp/diversity/ja/event/ 181119_div_event.html	
$19 \sim 21$	2018年日本表面真空学会学術講演会(神戸)	日本表面真空学会	taikai2018@jvss.jp https://www.jvss.jp/	9.14
22	第17回日本金属学会東北支部研究発表大会(岩手 大)(本号512頁)	東北支部 · 篠田 (東北大)	TEL 022–217–5624 shinoda@tagen.tohoku.ac.jp	10.26
26	第70回白石記念講座「AI(人工知能),ビッグデー タが拓く鉄鋼の未来を考える」(早稲田大)	日本鉄鋼協会	TEL 03-3669-5933 educact@isij.or.jp https://www.isij.or.jp/muriv6uyn	
26~28	第59回高圧討論会(岡山理科大)	日本高圧力学会	TEL 070–5545–3188 touronkai59@highpressure.jp http://www.highpressure.jp/new/59forum/	講演 7.10
27	第398回講習会 つながる工作機械 ~JIMTOF2018に見るものづくり技術の進化~	精密工学会	TEL 03-5226-5191 http://www.jspe.or.jp/	定員 80名
27~28	国際シンポジウム「先進自動車製造技術における 接合技術」JAAA2018 (Joining Technologies in Advanced Automobile Assembly 2018) (北九州)	溶接学会	TEL 03-5825-4073 jaaa2018@tg.rim.or.jp http://www.jwri.osaka-u.ac.jp/~conf/ jaaa2018/index.html	申込 11.12
28~29	第159回塑性加工学講座「板材成形の基礎と応用 ~応用編~」(東京電機大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 45名
29~30	第26回新粉末冶金入門講座(京都工芸繊維大)	粉体粉末冶金協会	TEL 075-721-3650 inoue@jspm.or.jp	11.16
29~30	第51回安全工学研究発表会(金沢)	安全工学会	TEL 03-6206-2840 jsse-2004@nifty.com http://www.jsse.or.jp	
29~30	電気加工学会全国大会(2018)(阪大)	電気加工学会	watanabe@tri-osaka.jp TEL 0725-51-2954 http://www.jseme.or.jp/	
29~30	平成30年度材料セミナー「材料系のための第一原 理マテリアルデザイン入門」(大阪大)(7号359頁)	関西支部	TEL 06–6443–5326 FAX 06–6443–5310 n–kansai@ostec.or.jp	定員 20名
30	平成30年度溶接工学専門講座(阪大東京ブラン チ)	溶接学会	TEL 03–5825–4073 jws–info@tg.rim.or.jp http://www.jweld.jp/	定員 50名
30	第22回生体関連セラミックス討論会(東工大)	日本セラミックス 協会	seitai_21_entry@bio.ceram.titech.ac.jp http://www.ceramic.or.jp/bseitai/ symposium/22th_Symp.html	講演 10.1
30	関西支部第31回技術研修会「バリ取り・エッジ・ 表面仕上げの基礎と最前線」(大阪)	日本塑性加工学会 関西支部	TEL 090–9280–0383 kansosei@mail.doshisha.ac.jp	11.16
<u>12月</u> 5	第399回講習会 今こそ現場で熱処理再入門一上	精密工学会	TEL 03-5226-5191	定員
5		エコデザイン学会	secretariat@ecodenet.com	30石
$5\sim7$	第44回固体イオニクス討論会(京大)	連日 日本固体イオニク ス学会	TEL 075–753–6850 yamamoto.kentaro.4e@kyoto–u.ac.jp	
$6 \sim 7$	平成30年度磁性流体連合講演会(藤沢)	磁性流体研究連絡 会	yukinori.noguchi@ichinen-chem.co.jp http://jsmfr.on.arena.ne.jp/jsmfr2018.html	
$6\sim7$	第56回高温強度シンポジウム(石垣)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 http://www.jsms.jp/	講演 9.10
10~11	日常的な分析業務における JIS 並びに ISO 規格 の利用―表面分析実用化セミナー'18―	表面分析研究会	nagatomi.td@om.asahi-kasei.co.jp http://www.sasj.jp/	11.23
11~12	第15回ノートパソコンで出来る原子レベルのシ ミュレーション入門講習会~分子動力学計算と電 子状態計算~(東大生産技研)	日本材料学会	075–761–5321 jimu@jsms.jp http://www.jsms.jp	11.9
14	第8回日本バイオマテリアル学会九州ブロック 講演会(九工大)	日本バイオマテリ アル学会九州ブロ ック	TEL 093-695-6025 http://kokuhoken.net/jsbm/event/kyusyu_ 2018.html tmiya@life.kyutech.ac.jp	
14	第5回初心者にもわかる信頼性工学入門セミ ナー(熊大)	日本材料学会	http://sinrai.jsms.jp/	
15~16	部門・支部合同講演会一九州支部第5回学術講 演会・総会/第31回信頼性シンポジウム―(熊大)	日本材料学会	TEL 075-761-5325 http://www.jsms.jp/	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合先	締切
2019年1月				
11	レアメタル研究会(東大生産技研)(本号514頁)	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/ japanese/index_j.html	
25~26	第24回電子デバイス界面テクノロジー研究会― 材料・プロセス・デバイス特性の物理―(三島)	応用物理学会薄 膜:表面物理分科 会他	nakatuka@alice.xtal.nagoya-u.ac.jp http://www.edit-ws.jp/	定員 200名
26	第24回高専シンポジウム in Oyama(小山高専)	高専シンポジウム 協議会他	TEL 0285–20–2141 senkou@oyama-ct.ac.jp	
29~30	Mate2019第25回「エレクトロニクスにおけるマ イクロ接合・実装技術」シンポジウム(横浜)	スマートプロセス 学会他	TEL 06-6878-5628 mate@sps-mste.jp http://sps-mste.jp/mate/	
30~31	第26回超音波による非破壊評価シンポジウム(東 京)	日本非破壞検査協 会(東京)	TEL 03–5609–4015 nakamura@jsndi.or.jp	
2019年2月				
22	第34回塗料・塗装研究発表会(東大生産研)	日本塗装技術協会	TEL 03-66228-1711 tosou-jimukyoku@jcot.gr.jp	発表 10.5
2019年3月				
8	レアメタル研究会(東大生産技研)(本号514頁)	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/ japanese/index_j.html	
18~19	第22回 磁粉・浸透・目視部門・電磁気応用部 門・漏れ試験部門合同シンポジウム「表面探傷技 術による健全性診断,品質検査」(東北大)	日本非破壞検査協 会	TEL 03-5609-4015 nakamura@jsndi.or.jp http://www.jsndi.jp/	参加 3.4
20~22	日本金属学会春期講演大会(東京電機大学東京千 住キャンパス)(東京)	日本金属学会	TEL 022–223–3685 FAX 022–223–6312 annualm@jim.or.jp	
2019年6月				
$2 \sim 7$	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	
2019年8月				
18~22	国際会議(PRICM-10)(中国西安)(8 号405頁)	中国金属学会	pricm10@csm.org.cn http://www.pricm10.com/	概要 12.1 論文 3.1
2019年9月				
11~13	日本金属学会秋期講演大会(岡山大学津島キャン パス)(津島)	日本金属学会	TEL 022–223–3685 FAX 022–223–6312 annualm@jim.or.jp	
		NA		



	2017, 2018年度会報編集委員会	(五十音順, 敬称略)
委 員 長 副 委 員 員 委 員	山本剛久 大塚 誠 赤瀬善太郎 足立 望 安達正芳 恵田恭介 梅津可浩 榎坂典晃 佐々木秀顕 佐藤本村一浩 高坂典晃 佐々木秀顕 佐藤木成幸 竹田 町西 八田 一浩 町中 恵弘 田辺栄司 趙 研 寺山義都で 中島都で 中市 寺本村龍介 宮崎秀後 本満岡 聡 山中謙太 李 海文 和田 武	池尾直子 池田賢一 石本卓也 大森俊洋 小幡亜希子 近藤亮太 齊藤敬高 榊 浩司 下武田 諭志 堤 祐介 寺井智之 水萩沢岡敏 田中秀四 秋田中秀之 市田 諭志 堤 祐介 寺井智之 永沢武知孝 春田元彰 横山賢一 吉矢真人 吉年規治
まてりあ第57巻 発行所 公益社団ジ 〒980-8 TEL 02	<b>第10号(2018)</b> 発行日 2018年10月1日 <b>去人日本金属学会</b> 発 行 3544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32 印 刷 22-223-3685 FAX 022-223-6312 発 売	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) 人 山村英明 所 小宮山印刷工業株式会社 所 丸善雄松堂株式会社 〒160-0002 東京都新宿区四谷坂町 10-10





創業1921年 H30.2改 ALLOYS & METALS								
品名	純度	形状	品名	純度	形状	品名	純度	形状
純 🕄	金「	禹	高純质	<b>度金</b>		中間	合金	
高アアフレミニウム アルニウム アアミニウム レシアシンデン マンアス レシアス レンアス レンアス レンアス レンアス レンアス レンアス レンアス レン	99.99% 99.7% 99.99% 99.7% 99.99% 99.4% 99.99% 99.9% 99.9% 99.9% 99.9% 99.9% 99.9% 99.9% 99.8% 99.9% 99.9% 99.9% 99.9% 99.9% 99.9% 99.9%	約1kgインゴット 約1kgインゴット 北 1kg 3~8mm小北 1kg 3~8mm小小 3~8mm小小 25x25x10mm 大球 25x25x10mm 大球 25x25kg入 米 ポ 200g 片 大ジ リ の 男 粉 ス 塊 沢 天 大 派	アア銀ビビ高無鉄ガゲイイマ錫錫アアテテ亜亜亜亜チウウ ススクローロン シン シン キチルル ターロー ジジ ガ モモ タイリマン シン	99.999% * 99.999% 99.995% 99.995% 99.99% 99.999% * * * 99.999% * * * * * * * * * * * * *	粒約粒粒約薄 $100g$ 入 坡 約粒粒約薄 $100g$ 入 地 状 100g 地 彩 10×10×1mm 25×2 $t$ 25 20 30 次 100 30 次 100 30 次 約 粒 約 粒 約 次 100 3 次 約 次 100 3 次 約 次 約 次 約 次 約 次 約 次 約 次 約 次 約 次 約 次	構シママクテコニ鉄チジボ ア アアアアア アアアアル リンク ロルバッ タコロ ル マミミミミ シュリンリ リンウム ルトル ンウン ミ ネンック チリバブスリウン シウン ミ ネンック チリバブスリウガケロタ コルデテウ	$\begin{array}{c c} P > 14.5\% \\ Si & 15\% \\ Mn & 25\% \\ Mg & 50\% \\ Cr & 10\% \\ Te & 50\% \\ Co & 10\% \\ Te & 50\% \\ Ni & 30\% \\ Fe & 10\% \\ Ti & 25\% \\ Zr & 50\% \\ B & 2\% \\ Cu & 40\% \\ Mn & 10\% \\ Ni & 20\% \\ Cr & 5\% \\ Ti & 5\% \\ Si & 25\% \\ Si & 25\% \\ Mo & 5\% \\ W & 2.5\% \\ Be & 25\% \\ \end{array}$	粒 粒 粉1kg インゴット 約800gインゴット 約1kg インゴット ※ ※ 粒 粒 米 約5 ~ 7 kg インゴット 約2kg インゴット 約5kg インゴット 約4 ~ 5 kg インゴット ※ ※ 約4 ~ 5 kg インゴット
ニニ電ニッニュン 気ケープ ケット 気ケ レーク ム テ ン シ ケット ス テ ン シ ス ス ケ モ コ ン ス タ タ ルジ ン ン ス ス ケ ス チ リ コ ル ル ル ス タ タ ル ジ ン ス ケ ス チ ス チ ス ス 4 ス ク モ コ ン 粒塊粉 ルン か 板	99.99% 99.97% 99.99% 99.9% 99.9% 99.9% * 99.99% * 99.99% * 99.99% * 99.99%	5 粉 25×25×10mm 6~12mm球状 粉	<b>レアアー</b> イットリウム フラセオジム オフラルビウム テルビウム デスルリウム ボリウム ボリウム ボリウム ボリウム ボリウム ボリウム ボリウム ボリウム ボリウム ボリウム ボリウム ボリウム	-スメタ 99.9% * * * * * * * * * *	<b>アレレ</b> 塊状、削状、粉状 * * * * * * * * * * * * *	アアルミストロン アルミストロンチウム アルミストロンチウム アルミストロンチウム アルミカルボロンチウム ニッケルマイクネシウム コバルトボロ 錫	L         5.0%           Fe         50%           Zr         5%           B         4%           V         50%           Sr         10%           Ca         10%           B         15%           Nb         60%           Mg         50%           P         5%	境 境
	99.7%	250×250×111111 3~10mm小塊	ノ り り ム ル テ チ ウ ム キ リ ウ ん	4	。 / h 小 ひ ふ	Uアロイ	(低融点台	金)
ハ フ ク ス テ ン 粉 タン グ ス テ ン 粉 タングステンスクラップ 亜 鉛 亜 鉛 ジ ル コ ニ ウ ム	99.9% 99% 99.99% * >99.5%	<sup>ャッ</sup> 板 粉2kgインゴット 粒 スポンジ塊	ュ - ロピウム ミッシュメタル <b>フエロ</b>	<sup>~</sup> TRE>97% アロイ	5.4¢×6mm 200g入	$ \begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	融点47±2℃ 60±2℃ 70±2℃ 78.8±2℃ 91.5±2℃ 95±2℃ 100±2℃ 124±2℃	約500gインゴット <i>*</i> <i>*</i> <i>*</i> <i>*</i> <i>*</i>
			フェロモリブデン フ ェ ロ ニ オ ブ フェロバナジウム フ ェ ロ ボ ロ ン カルシウムシリコン	Mo 60% Nb 60% V 80% B 20% Ca30%Si60%	塊 状 <i>*</i> 小塊状	U 7 🗆 イ 150A	150±2℃	"









# 技術で世界を輝かせる。

世界が求めるニーズはより多様化し、複雑に進化し続けています。 私たちはその一つひとつの声を叶えるために、技術を磨いてきました。 そのなかで培われた、世界をリードする素材・機械ビジネス。 私たちは、いち早くニーズに応えるというだけでなく、 技術で驚きや感動を与えることを大切にしています。

私たちがつくる、より強くしなやかな素材から、新たな価値が生まれる。 私たちがつくる、より低燃費の機械が働くことで、 ある国の礎が築かれる。

私たちは技術で社会や人を繋げ、より輝く世界へと、 導いていくために、挑み続けていきます。

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

