

# Materia Japan

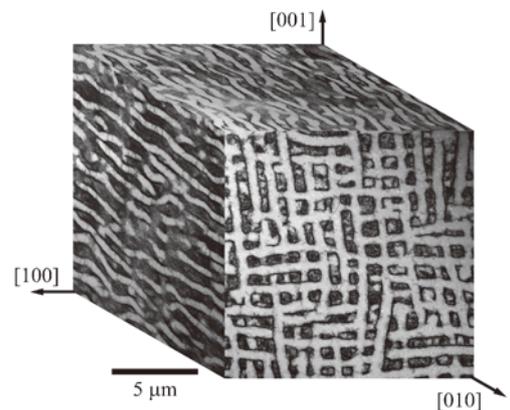
■ 特集「顕微鏡法による材料開発のための  
微細構造研究最前線(11)」  
—顕微鏡法の材料評価への展開と  
先端評価法の進展—

■ 入門講座 拡散接合 その4  
—接合部の金属学的・機械的評価,  
気密性, 接合部の非破壊評価—

# まてりあ

Vol.57 MTERE2 57 (12) 583~652 (2018)

2018 **12**



# 断熱材

高温真空 3000°Cへ

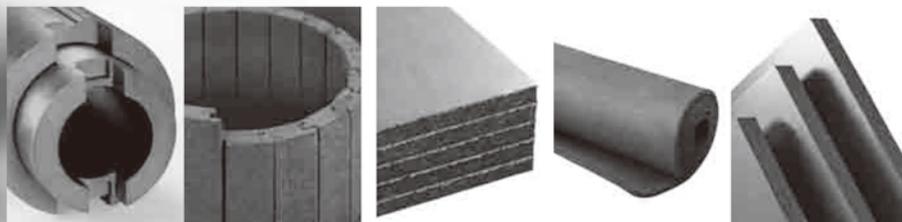
WWW.LC-MATERIALS.COM



省エネルギー

CO<sub>2</sub>削減

CALCARB<sup>®</sup>  
MERSEN  
Expertise for thermal energy



- 繊維線径が細く、ピッチ系繊維より熱伝導率が低い
- 原料が環境に優しい天然素材のレーヨンを使用
- 特殊な製法により緻密で均一な空間構造で高断熱性
- 豊富なバリエーションで多様性に対応

ル・カーボン・マテリアルズ株式会社

東京本社 〒105-0012 東京都港区芝大門1-1-11 プレイス860  
TEL 03-5733-8608 FAX 03-3431-8622  
西予工場 〒797-1212 愛媛県西予市野村町野村8-135-4

## 全自動シリアルセクションング 3D顕微鏡

Fully-automated serial sectioning 3D microscope

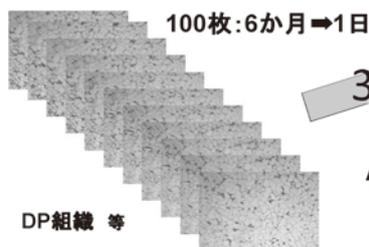
# Genus\_3D<sup>™</sup>

効率的な材料内部組織の三次元可視化！  
マテリアルズインフォマティクスによる  
材料ゲノムの解析との連携！

Nakayamadenki Co.,Ltd.

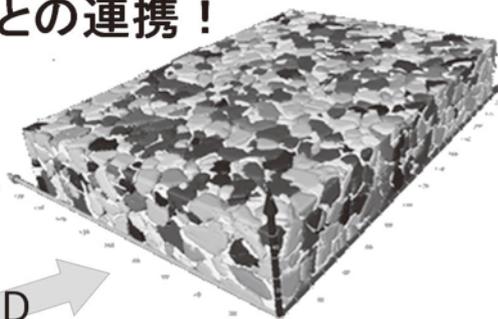


Genus\_3Dによる逐次研磨像



100枚:6か月⇒1日

3D



AIによる高速処理

更に高度な追加処理

組織特徴の数値化

- | 3D   | 2D   |
|------|------|
| ・粒径  | ・粒径  |
| ・体積率 | ・面積率 |
| ・表面積 | ・真円度 |
| ・数密度 | ・凸度  |
| ・連結性 |      |
| ・分岐性 |      |
| ・曲率等 |      |

国内総発売元



株式会社 新興精機

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

大阪営業所

〒564-0052

大阪府吹田市広芝町7-26 米澤ビル第6江坂301号

TEL: 06-6389-6220 FAX: 06-6389-6221

営業窓口: 池内 oosaka@shinkouseiki.co.jp

## 特集「顕微鏡法による材料開発のための微細構造研究最前線(11)」 —顕微鏡法の材料評価への展開と先端評価法の進展—

	企画にあたって 赤瀬善太郎 木口賢紀 佐藤幸生 田中智仁 田辺栄司 寺本武司 仲村龍介 本間智之 横山賢一 .....	583
トピック1	DigitalMicrograph® による電子顕微鏡の簡単な制御および画像解析 石川 亮 田中利空 柴田直哉 幾原雄一 .....	584
トピック2	マテリアル系電子線トモグラフィーの実際と動向 波多 聡 斉藤 光 村山光宏 佐藤和久 工藤博幸 .....	589

### (a)様々なイメージング技術

X 線顕微鏡による化学状態マッピングと応用数学による材料学的知見無しでの 反応サイト特定 木村正雄 武市泰男 大林一平 村尾玲子 平岡裕章 .....	595
シリコン表面の局所的な応力場におけるサーモリフレクタンス信号の位相分布 三宅修吾 .....	596
走査型電子線誘起熱音響波動顕微鏡による非破壊観察 渋谷陽二 .....	597
生体イメージング法による骨髄内血管網の可視化 小笹良輔 中野貴由 .....	598
球状黒鉛鋳鉄中の介在物硬度測定 増田秀樹 藤田大介 .....	599
ToF-SIMS 内その場充放電による全固体電池中のリチウム分布計測 増田秀樹 石田暢之 藤田大介 小形曜一郎 伊藤大悟 .....	600
光電変換ペロブスカイト結晶のデンドライト構造 奥 健夫 山野内 潤 梅本百合 鈴木厚志 .....	601
イオンミリング法による強誘電体薄膜の断面加工と AFM 解析 坂元尚紀 脇谷尚樹 鈴木久男 宮崎智史 川口昂彦 .....	602

### (b)CTEM による材料組織解析

$\beta$ 型チタン合金の高温・低温二段時効法における析出 $\alpha$ 相の核生成サイト 助台榮一 成瀬光樹 橋口達朗 .....	603
表面保護 FIB 加工によるタングステン表面最近傍断面組織の高分解能観察 永田大介 時谷政行 室賀健夫 .....	604
CTEM 傾斜実験による等原子比 HfPd 合金の結晶構造解析 久田翔太 松田光弘 .....	605
高分子材料と金属材料の接合界面 安永和史 辻本和久 .....	606
Mg 基 LPSO 相をはじめとする種々の異方性材料に見られる特異な変形帯形成 萩原幸司 中野貴由 山崎倫昭 河村能人 .....	607

今月の表紙写真 繰り返し変形後の[001]銅単結晶試験片中に形成された vein-like 組織の超高压走査透過型電子顕微鏡像。応力軸は[001]方向であり、三つの異なる面で観察した像を再構成している。(宮澤知孝他: 本号612頁 Fig. 1)

表紙デザイン: 北野 玲  
複写をご希望の方へ

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

(c)超高压電顕・環境電顕を活用したその場観察		
	アモルファスSb ナノ粒子結晶化のマイクロ秒時間分解超高压電顕その場観察 保田英洋 .....	608
	Co-Pt ナノ粒子における構造ゆらぎの時間分解超高压電子顕微鏡観察 佐藤和久 保田英洋 .....	609
	グラフェンサンドイッチによる超高压雰囲気電子顕微鏡観察法 佐々木祐生 川崎忠寛 .....	610
	ODS フェライト鋼における酸化物粒子-転位相互作用 大野直子 鶴飼重治 井尻佑太 .....	611
	[001]多重すべり方位の銅単結晶に形成された疲労転位組織の超高压走査透過型 電子顕微鏡による観察 宮澤知孝 鍛冶田貴大 藤居俊之 荒井重勇 .....	612
	中性子照射された Fe-0.6Cu 合金のクラスター解析 渡邊英雄 .....	613
	ガス ETEM 中に発生するイオン空間~その利用と展望~ 徳永智春 山本剛久 山本悠太 樋口公孝 .....	614
	非弾性散乱電子による厚い GaN 結晶中の貫通転位の観察 木口賢紀 白石貴久 今野豊彦 谷川智之 .....	615
	多層カーボンナノチューブへの通電による構造変化と発光のその場 TEM 観察 安坂幸師 西川耕史 齋藤弥八 .....	616
(d)三次元観察	貴金属担持触媒の 3D 元素マップ 田辺栄司 西嶋雅彦 .....	617
	窒素添加オーステナイト系ステンレス鋼中析出物の分散状態解析 越智 実 佐藤弘成 寺西 亮 佐藤幸生 金子賢治 濱田純一 多久島睦子 原 徹 .....	618
	フェライト系耐熱鋼における長時間クリープ変形後の析出物の三次元観察 八田智之 関戸信彰 米村光治 丸山公一 吉見享祐 .....	619
<hr/>		
入門講座	拡散接合 その 4—接合部の金属学的・機械的評価, 気密性, 接合部の非破壊 評価— 大橋 修 .....	620
	拡散接合部の金属学的・機械的評価法のポイントの他, 接合部の非破壊評価の現状と接合部の品質安定化策を解説。	
<hr/>		
新進気鋭	水熱法による異種基材上への圧電体膜形成とフレキシブル素子への展開 白石貴久 .....	625
<hr/>		
はばたく	私の材料研究活動 山崎敏広 .....	629
<hr/>		
委員会だより	女子中高生夏の学校2018 戸田佳明 御手洗容子 .....	630
<hr/>		
学会・研究会だより	第12回マイクロ・ナノ解析に関する日本・ポーランド合同セミナー開催報告 石丸 学 .....	631
<hr/>		
本会記事	会告 .....	632
	金属学会セミナー .....	642
	支部行事 .....	643
	企業求人情報 .....	643
	2019・2020年度代議員候補者選挙投票のご依頼 .....	644
	新入会員 .....	644
	掲示板 .....	647
	会誌・欧文誌12号目次 .....	648
	行事カレンダー .....	649
<hr/>		

2018年の総目次はホームページをご利用下さい,  
 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。

ホームページアドレス(URL) : <http://jim.or.jp/>

事務局メールアドレス: 全般・渉外: [secgnl@jim.or.jp](mailto:secgnl@jim.or.jp)  
 表彰・奨励: [gaffair@jim.or.jp](mailto:gaffair@jim.or.jp)  
 会員サービス: [member@jim.or.jp](mailto:member@jim.or.jp)  
 刊行物購入: [ordering@jim.or.jp](mailto:ordering@jim.or.jp)  
 国際会議: [kaigai@jim.or.jp](mailto:kaigai@jim.or.jp)

まてりあ: [materia@jim.or.jp](mailto:materia@jim.or.jp)  
 会誌: [editjt@jim.or.jp](mailto:editjt@jim.or.jp)  
 欧文誌: [editjt@jim.or.jp](mailto:editjt@jim.or.jp)  
 講演大会: [annualm@jim.or.jp](mailto:annualm@jim.or.jp)  
 行事イベント: [stevent@jim.or.jp](mailto:stevent@jim.or.jp)

# SU5000 FE-SEM

**HITACHI**  
Inspire the Next

## Versatile Imaging and analysis tool

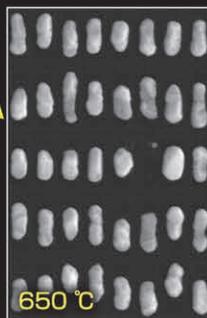
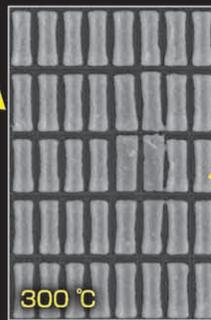
- 強力な光学系、検出系が多岐にわたる観察・分析をサポート
- 12のアクセサリポートによる豊富なアクセサリ対応
- ドローアウト試料室と堅牢な真空系により、ステージアクセサリ着脱が容易に。その場観察がより簡便に！
- STEM、CLなどさらに検出能力を増強



### ドローアウト・大型試料室：その場観察を簡便化！



試料をチャンバー内で加熱可能  
加熱による金薄膜の凝集過程をその場観察

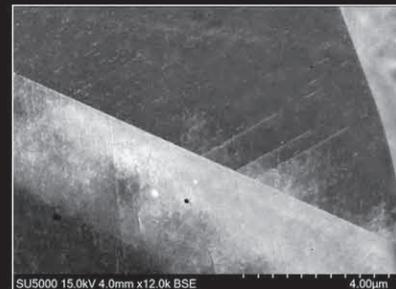


試料：石英基板上的金薄膜

試料ご提供：東京工業大学 吉野 雅彦 教授、寺野 元規 助教

### 組織観察に欠かせないECCI

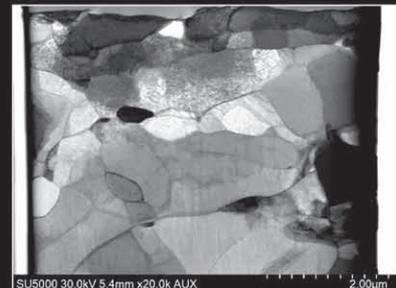
ユニークな反射電子検出器により微細な結晶欠陥情報を取得



試料：ステンレス鋼

### 自由度とコントラストの高いSTEM検出器

厚い試料でもコントラストを増強するoDF機能を搭載したSTEM検出器



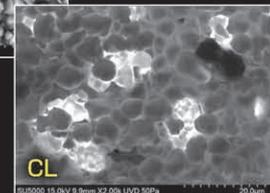
試料：アルミニウム合金

### カソードルミネッセンス検出器

CL検出機能を搭載。  
形状、組成に加えさらに情報量を増大



試料：蛍光体



 株式会社 日立ハイテクノロジーズ

〒105-8717 東京都港区西新橋一丁目24番14号

電話 ダイヤルイン (03) 3504-7211

URL <http://www.hitachi-hightech.com/jp/science>



日立ハイテク  
"SI NEWS" 公式Facebookページ

<https://www.facebook.com/HitachiHighTechnologies.SINEWS>



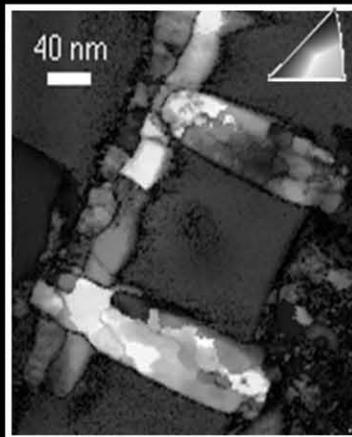
SI NEWSは、弊社製品を使用した社内外の研究論文を中心に、先端の研究動向・技術情報をご紹介します。Facebookページでは、本誌内容のご紹介を中心に、皆さまのご研究に役立つ情報をタイムリーに発信してまいります。

# ASTAR / TopSpin

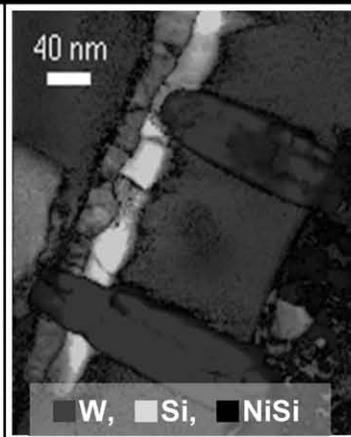
## TEM Orientation Image Analysis

NanoMEGAS社では、電子線の走査とプリセッション照射法を組合せ、TEMによる結晶方位マップを可能にしました。連続的に得られた回折パターンは、テンプレートマッチング法により確実に指数付けされます。このテンプレートマッチング法は、SEM/EBSD法よりも優れた相分離性を示し、触媒表面等の微小な結晶構造の変化も検出可能としました。またTEMの優れたファインプローブの使用により、従来のEBSD法では考えられない、高空間分解能の結晶方位マップを実現しています。プリセッション照射では、照射角を大きくすることで、ダイナミカルな効果を低減した回折パターンの取得が可能となります。この状態で試料を連続的に傾斜させながら回折パターンを取得することで、ディフラクシントモグラフィも実現しています。これによりTEMを用いた結晶構造解析が大きく進展しました。

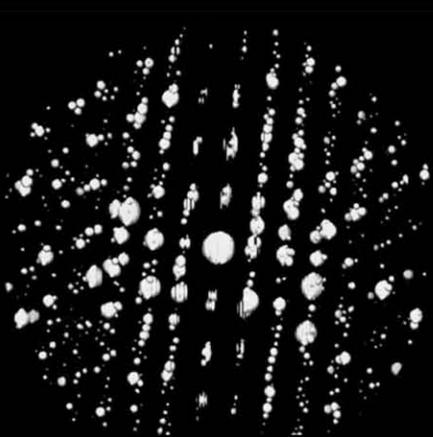
IPF 結晶方位マップ



相マップ

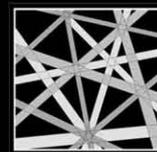


半導体ビア部断面の測定例:  
10nmφ以下の結晶粒の指数付けや、相分離も正確に行われていることが判る。



ディフラクシントモグラフィの例:  
試料傾斜角 $\pm 60^\circ$ で連続的に取得し、3次元に再構築した例。

 **NanoMEGAS**  
Advanced Tools for electron diffraction

 **TSL**  
Solutions

株式会社 TSL ソリューションズ

252-0131 神奈川県相模原市緑区西橋本5-4-30 SIC2-401  
e-mail: info@tsl-japan.com, Homepage: www.tsl-japan.com



## JSM-IT200 走査電子顕微鏡

「すぐ観察! すぐ分析! すぐ報告! 分析装置がツールに変わる」をコンセプトにコンパクトなデザインの中にも基本性能はしっかりと備えた、これからのSEMのスタンダード機として開発されました。ベーシックモデルの他に、低真空機能を備えたLVモデル、EDS元素分析装置を搭載したAモデル、低真空機能とEDS元素分析装置の両方を装備したLAモデルといったラインナップがあり、用途に合わせた選択が可能です。

**JEOL**  **日本電子株式会社**

本社・昭島製作所 〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL:(042)543-1111(大代表) FAX:(042)546-3353 www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

JEOLグループは、「理科学・計測機器」「産業機器」「医用機器」の3つの事業ドメインにより事業を行っております。

「理科学・計測機器事業」電子光学機器・分析機器・計測検査機器 「産業機器事業」半導体関連機器・産業機器 「医用機器事業」医用機器

## CMOS 搭載 EBSD 検出器

# Symmetry

最高の性能と革新的な機能で  
効率的な EBSD 分析を実現



- 最速で毎秒 3000 ポイントの超高速マップ分析可能
  - ✓ 最速分析条件でも 156x128 の高解像度キクチパターンを収集可能
  - ✓ 高いヒット率と高精度結晶方位解析を実現
- 最大 1244x1024 の高解像度キクチパターンを収集可能
  - ✓ 材料のひずみ解析に最適
- チルト機構搭載
  - ✓ 大きいサイズの試料の測定、短ワーキングディスタンスでの測定に対応
- 近接センサー内蔵
  - ✓ SEM ステージや試料との衝突を事前に回避

**オックスフォード・インストゥルメンツ株式会社**

〒140-0002 東京都品川区東品川 3-32-42 IS ビル 5F

TEL: 03-6732-8967 / FAX: 03-6732-8939

E-mail: na-mail@oxinst.com

[www.oxford-instruments.jp](http://www.oxford-instruments.jp)

# 電子顕微鏡・表面分析装置周辺機器

## 卓上型試料前処理装置 / 装置組込型周辺機器

### 高性能 卓上コーティング装置



薄膜厚モニター  
無償キャンペーン中!



- TMP 高真空排気により多種ターゲットに対応
- スパッタ・カーボン蒸着が1台<sup>\*1</sup>で可能
- 2元ターゲット搭載、最大5層までの連続成膜<sup>\*2</sup>
- 最大8インチウエハまでの大型試料に対応<sup>\*3</sup>

\*1 マルチモデル (ES) のみ \*2 Q300TD のみ \*3 Q300TT のみ

### その他取扱製品

SEM・FIB 向け  
ナノプローバー / マニピュレータ



SEM 向け / 卓上型プラズマクリーナー

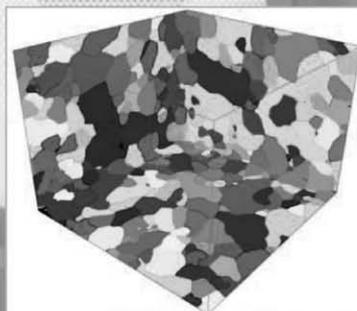
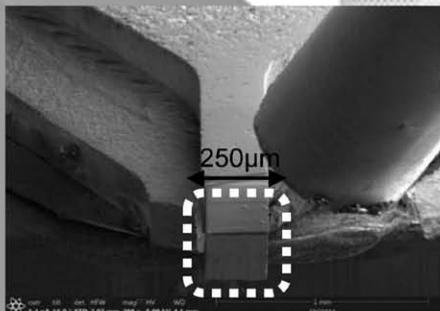


SEM・FIB 向けクライオシステム 他

ADS 株式会社 アド・サイエンス 〒273-0005 千葉県船橋市本町2-2-7船橋本町プラザビル  
<http://www.ads-img.co.jp/> Tel 047-434-2090 Fax 047-434-2097

thermoscientific

## Helios PFIB DualBeam™



250 µm X 250 µm x 220 µm 3次元EBSD

- 最大電流量は2.5µA
- 高速加工でありながらGa<sup>+</sup>FIBよりも40% ダメージを低減(Si)
- Ga<sup>+</sup>FIB Heliosにも使用された0.7nm(1kV)分解能SEM搭載!

ThermoFisher  
SCIENTIFIC

サーモフィッシャーサイエンティフィックグループ  
日本エフイー・アイ株式会社

〒140-0002 東京都品川区東品川 4-12-2  
品川シーサイドウエストタワー1F

詳細は  
[thermofisher.com/FEI](http://thermofisher.com/FEI)

Thermo Fisher Scientific • 6781 Van Allen Way • Carlsbad, CA 92008 • thermofisher.com

# 東北大学微細構造解析プラットフォーム

試料作製から解析まで多様なニーズに対応します！

機器利用

技術補助・代行

共同研究

### 主な装置

- 透過電子顕微鏡 JEM ARM200F etc.
- FIB加工装置 Versa 3D & Quanta 3D
- 走査電子顕微鏡 SU-8000 & S-5500
- イオンミリング PIPS II etc.
- NEW ■ 核磁気共鳴装置 NMR JNM-ECA 800
- NEW ■ ICP発光分光分析装置 ICPE-9000
- NEW ■ X線回折装置 SmartLab 9SW
- NEW ■ 熱分析装置 Thermo plus EVO2



お気軽にご相談ください

東北大学微細構造解析プラットフォーム  
 ナノテク融合技術支援センター 事務局  
 〒980-8577 宮城県仙台市青葉区片平2-1-1  
 TEL : 022-215-2492 FAX : 022-215-3267 E-mail : cintsoffice@rpi.tohoku.ac.jp

**FIB** Technical training 実機講習  
 受講料15,000円/一日(税抜) 随時開催

CINTS



Search

## ダイヤモンドワイヤーソー DWS100



### ダイヤモンドワイヤーソーの切断例



スパークプラグ コインスライス切断 シャンパングラス

ドライカット&ウエットカット  
 導電性の無い材料、複合材料のカット  
 統合アブソリュートエンコーダ  
 (絶対位置検出機能)を装備  
 ワイヤー自動巻き付け機構装備



EiResearch

# 株式会社 エイ 栄リサーチ

〒814-0123

福岡県福岡市城南区長尾5-7-11

TEL : 092-834-3477



**研磨機・切断機  
期間限定キャンペーン中!!**  
詳細はお問い合わせください。



## 自動研磨機 SCANDIMATIC 33305

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



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

## 精密切断機 MINICUT 4000

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



## 試料埋め込み材料、アクセサリ



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

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

## フリッチュジャパン株式会社

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

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

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

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



容器がセットされる様子。

## 特色

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



## 従来型ボールミル “CLASSIC LINE”

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



フリッチュ社が開発した  
遊星型シリーズの  
パイオニア機種。



▲P-5/4

世界で初めて容器ひとつで  
遊星運動に成功した  
昨年度のベストセラー機種



▲P-6

少量試料を対象にした  
パワフルな機種



▲P-7

## 全機種共通の特長

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

## フリッチュジャパン株式会社

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

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

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

## EV・HEV向け電子部品、電装品開発とその最新事例

内山 茂樹, 上田 昌則ほか全65名  
A4判・約500頁 2018年11月発刊  
80,000円(税別)  
アカデミック割引価格: 30,000円(税別)  
発行所名: (株)技術情報協会  
ISBN: 978-4-86104-729-9  
〒141-0031  
東京都品川区西五反田2-29-5  
日幸五反田ビル8F  
TEL: 03-5436-7744  
FAX: 03-5436-7745  
URL: <http://www.gijutu.co.jp/>



自動車への48Vシステム適用事例から、車載環境におけるCuワイヤ、鉛フリーはんだ接合の開発事例や高耐熱、高放熱、大電流に対応したパッケージ材料開発、EV用モータ、給電・バッテリーマネジメント技術を掲載。脱ガソリン車へ向けた材料・部品開発の考え方、設計指針を豊富な執筆陣が解説する。

## 産業用3Dプリンターの最新技術と先進分野への応用

三森幸治, 茂出木敏雄ほか全37名  
A4判・264頁 2018年6月発刊  
80,000円(税別)  
アカデミック割引価格: 30,000円(税別)  
発行所名: (株)技術情報協会  
ISBN: 978-4-86104-709-1  
〒141-0031  
東京都品川区西五反田2-29-5  
日幸五反田ビル8F  
TEL: 03-5436-7744  
FAX: 03-5436-7745  
URL: <http://www.gijutu.co.jp/>



3Dプリンターの印刷に使われる樹脂や金属素材の材料設計位置精度や成形品表面のザラつき感の解消などの産業展開する上での最新技術や課題克服についての取り組みを掲載。人工臓器、代替骨、各種医療機器、自動車用部材、自動車用工具、インテリアやデザイン商品などの最新用途事例を網羅。

## リチウムイオン電池における高容量化・高電圧化技術と安全対策

吉野彰, 石川正司ほか全91名  
A4判・707頁 2018年10月発刊  
80,000円(税別)  
アカデミック割引価格: 30,000円(税別)  
発行所名: (株)技術情報協会  
ISBN: 978-4-86104-728-2  
〒141-0031  
東京都品川区西五反田2-29-5  
日幸五反田ビル8F  
TEL: 03-5436-7744  
FAX: 03-5436-7745  
URL: <http://www.gijutu.co.jp/>



発火する蓄電池と発火しない蓄電池の差は何処にあるのか? 4.5~5V化への対応、過充電に対する発熱量の変化、デンドライドの可視化と抑制、電解液の難燃化と耐酸性向上、超急速充電の動向と充電受け入れ性の確立、寒冷地利用での留意点など、最新の蓄電池設計技術と課題克服に向けた取り組みを解説。

## 次世代の太陽電池・太陽光発電 —その発電効率向上、用途と市場の可能性—

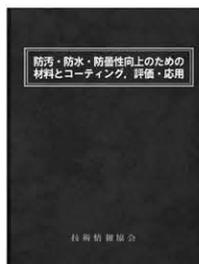
近藤道雄, 池上和志ほか全66名  
A4判・556頁 2018年4月発刊  
80,000円(税別)  
アカデミック割引価格: 30,000円(税別)  
発行所名: (株)技術情報協会  
ISBN: 978-4-86104-707-7  
〒141-0031  
東京都品川区西五反田2-29-5  
日幸五反田ビル8F  
TEL: 03-5436-7744  
FAX: 03-5436-7745  
URL: <http://www.gijutu.co.jp/>



素材、基板、製膜、封止、制御系、メンテナンス、検査・・・求められる要素技術や変換効率40%超の次世代型太陽電池開発、軽薄短小化など部材サプライヤー参入のポイントを掲載。ZEB、ZEH対応、2030年目標の「発電コスト7円/kWh」達成に向けた技術動向と市場対応を解説。

## 防汚・防水・防曇性向上のための材料とコーティング、評価・応用

南保幸男, 酒井英樹ほか全73名  
A4判・584頁 2018年8月発刊  
80,000円(税別)  
アカデミック割引価格: 30,000円(税別)  
発行所名: (株)技術情報協会  
ISBN: 978-4-86104-718-3  
〒141-0031  
東京都品川区西五反田2-29-5  
日幸五反田ビル8F  
TEL: 03-5436-7744  
FAX: 03-5436-7745  
URL: <http://www.gijutu.co.jp/>



汚れを落とす、汚れを付かなくする、汚れを目立たなくするなど撥水親水・撥油親油技術の最適活用や各種表面処理を掲載。自動車窓、タッチパネル画面、回路基板の防食、小型レンズの曇り止め、結露対策など厳しくなる防水防湿、防汚防食要求に対応する材料設計と試験法を解説。

## 有機ELに関する発光効率向上、部材開発、新しい用途展開

向殿充浩, 秋山誠治ほか全68名  
A4判・600頁 2018年1月発刊  
80,000円(税別)  
アカデミック割引価格: 30,000円(税別)  
発行所名: (株)技術情報協会  
ISBN: 978-4-86104-692-6  
〒141-0031  
東京都品川区西五反田2-29-5  
日幸五反田ビル8F  
TEL: 03-5436-7744  
FAX: 03-5436-7745  
URL: <http://www.gijutu.co.jp/>



高輝度化、水分・湿度のバリア技術、割れずに曲がる封止、高速応答性など次世代有機ELへの課題解決法を掲載。「LED光よりも色再現性が高いので、有機EL照明はメイク業界でも好評です」美容を意識するユーザーの心も掴む「高い演色性」、スマートフォンや車載ディスプレイ、医療施設などの市場性も解説。

## 特集「顕微鏡法による材料開発のための微細構造研究最前線(11)」

### —顕微鏡法の材料評価への展開と先端評価法の進展—

#### 企画にあたって

赤瀬善太郎<sup>1</sup> 木口賢紀<sup>2</sup> 佐藤幸生<sup>3</sup> 田中智仁<sup>4</sup> 田辺栄司<sup>5</sup>  
寺本武司<sup>6</sup> 仲村龍介<sup>7</sup> 本間智之<sup>8</sup> 横山賢一<sup>9</sup>

2016年に7年ぶりに再開された顕微鏡特集では、その間に発展した装置・解析法を駆使された多くの研究紹介がありました。今回の特集では最先端の装置・解析法もフォローしつつ、初学者や材料開発の現場の研究者にも広く興味を持って頂けるよう、汎用顕微鏡による実用材料の解析例から最新の装置による解析および各種顕微鏡法まで、幅広く原稿を募りました。また、新しい試みとして、顕微鏡の先端分野でご活躍されている先生方に、学会発表や論文からはなかなか見えてこない各手法の要点や実験手順等を短くまとめたトピック記事の寄稿をお願い致しました。その結果、前回は大きく上回る55件の応募原稿と興味深い4件のトピック記事を執筆頂きました。当初の予定を越える分量になりましたので、原稿を研究内容ごとに分類したうえで、2018年12号と2019年2号の2回に分けて紹介させて頂きます。各号の掲載内容は下記の通りです。

#### 2018年12号掲載分

##### トピック記事

石川亮先生等 DigitalMicrograph による電子顕微鏡の簡単な制御および画像解析  
波多聡先生等 マテリアル系電子線トモグラフィの実際と動向

##### 応募記事

- (a) 様々なイメージング技術(8件)
- (b) CTEM による材料組織解析(5件)
- (c) 超高压電顕・環境電顕を活用したその場観察(9件)
- (d) 三次元観察(3件)

#### 2019年2号掲載分

##### トピック記事

石塚和夫先生 電子顕微鏡から得られるデータの定量解析手法とソフトウェアの紹介  
大塚真弘先生等 電子チャネリング効果を利用した結晶材料定量分析法の現状

##### 応募記事

- (e) SEM を活用したマルチスケール観察(9件)
- (f) 高分解能 STEM による分析技術(12件)
- (g) 電磁場解析(9件)

本特集号が、顕微鏡法の動向把握の一助として、また、これらの技術に挑戦する切っ掛けとして、皆様のお役に立てれば幸いです。ご執筆いただいた著者ならびに広告掲載企業の皆様に、この場をお借りして厚くお礼申し上げます。

(文責 赤瀬善太郎)

<sup>1</sup>東北大学多元物質科学研究所, <sup>2</sup>東北大学金属材料研究所, <sup>3</sup>九州大学大学院工学研究院, <sup>4</sup>新日鐵住金株式会社技術開発本部先端技術研究所,  
<sup>5</sup>広島県立総合技術研究所西部工業技術センター, <sup>6</sup>神戸大学大学院工学研究科, <sup>7</sup>大阪府立大学大学院工学研究科,  
<sup>8</sup>長岡技術科学大学大学院工学研究科, <sup>9</sup>九州工業大学大学院工学研究院

Preface to the Special Feature on Recent Advances in Microstructure Characterization for Materials Development(11)- Microscopy and Cutting-edge Techniques for Materials Analyses

Keywords: advanced imaging technique, materials analyses with conventional transmission electron microscopy, in-situ imaging with ultra-high voltage/environmental electron microscopy, 3D-imaging

2018年11月9日受理[doi:10.2320/materia.57.583]

## トピック1

# DigitalMicrograph® による電子顕微鏡の簡単な制御および画像解析

石川 亮<sup>1)</sup> 田中利空<sup>2)</sup> 柴田直哉<sup>3)</sup> 幾原雄一<sup>3)</sup>

### 1. はじめに

今世紀に入り、収差補正装置が広く普及し、原子分解能での電子顕微鏡観察が従来よりも比較的容易となった。収差補正装置は多段の多極子レンズから構成されているが、すべてのレンズを最適化するためにコンピュータによる自動制御が行われている。レンズのヒステリシスを取り除くためのリラクゼーションや幾何収差の最適化にも自動調整のプロセスに組み込まれており、従来の電子顕微鏡と比較すると手動調整のプロセスが大幅に削減されている。しかし現在でも、最終的な光学系調整の部分では手動で行うため、得られる像やスペクトルの質には必然的に個人差が出る。この手動調整を可能な限りコンピュータに任せる自動調整を導入することができれば、誰でも質の高い実験データを取得することが可能となる。また、研究者はより高度・複雑な実験やデータの解析に集中でき、科学的な生産性の向上が見込める。本稿では顕微鏡の自動化からは程遠いが、全くプログラムの知識がない方を対象とした入門として、簡単なスクリプトによる電子顕微鏡の制御や画像解析法について紹介する。

各社から販売されている電子顕微鏡はそれぞれ独自のスクリプティングによる制御を備えているが、本稿では Gatan 社の DigitalMicrograph® (DM) に付属しているスクリプティングについて紹介する(オフライン版は無料公開されている<sup>(1)</sup>)。DM は CCD (Charge Coupled Device), CMOS (Complementary metal-oxide-semiconductor) などのカメラ、電子エネルギー損失分光器 (EELS: Electron Energy-Loss Spectroscopy), あるいは走査プローブを制御する DigiScan を備えた電子顕微鏡に付随してくるソフトウェアである。顕微鏡に配備されている Gatan 社の装置は DM スクリプトを用いて、CCD のゲイン調整やゼロロスのビーム調整がボタン一つで最適化されるようにプログラムされている。DM スクリプトを習得すれば、これらの調整もユーザー側で組むことが可能となる。

### 2. 簡単な制御

本稿では日本電子社 (JEOL) 電子顕微鏡を例として用いるが、Gatan 社との通信がサポートされている顕微鏡であれば実行可能である。スクリプトの編集は Ctrl+K あるいは上部のメニューから File/New Script... を選択すると編集画面が起動する。

#### (1) 蛍光板の上下

最近では CCD を搭載した顕微鏡がほとんどであり、蛍光板を用いた調整をするユーザーも減ってきているが、分かりやすい例として蛍光板の上下をスクリプトにより行う。下記のスクリプトを参考にして実際に実施して頂きたい。

```
// screen up (0) or down (2)
if(ShiftDown( )) {
    JEOLCOM_SetScreen(0);
    result("screen up \n");
} else {
    JEOLCOM_SetScreen(2);
    result("screen down \n");
```

スクリプト編集画面を選択し、右下の Execute または Ctrl+Enter でスクリプトを実行できる。Shift キーを押しながら実行すると蛍光板が上がり、そのまま実行すると蛍光板が下がるだけのプログラムである。インタプリタ型の言語なので、ヘッダ部分の記述やコンパイル(機械語への変換)が不要であり、直ちに実行することができる。If 分岐文からも分かるように、DM スクリプトは C 言語の流れを組んでいる。これは DM 自体が C++ で開発されていることに起因しており、文法体系も C++ に基本的に従うようである。JEOLCOM\_SetScreen(x) は顕微鏡本体との通信コマンドであり、x = (0, 1, 2) に応じて蛍光板の角度が (0°, 7°, 90°) となる。ShiftDown( ) は Shift キーが入力されているかを検出するコマンドで、その他にも CtrlDown( ), AltDown( ) なども準備されており、while 文や for 文などのループから

\* 東京大学総合研究機構; 1)助教 2)大学院生 3)教授(〒113-8656 東京都文京区弥生 2-11-16)  
Electron microscope control and image analysis by DigitalMicrograph; Ryo Ishikawa, Riku Tanaka, Naoya Shibata and Yuichi Ikuhara  
(Institute of Engineering Innovation, The University of Tokyo, Tokyo)  
Keywords: digital micrograph, scripting, atomic-resolution STEM, differential phase contrast STEM, image analysis  
2018年8月30日受理[doi:10.2320/materia.57.584]

抜け出したい時や上述の If 分岐文などの引数として利用するとよい。コメントや得られた結果などを外部出力するには result(“Hello World! \n”)を用いると、ダブルクオテーションの中身が output に書き込まれる。改行するために末尾には “\n” などの改行コードを入れると良い。本スクリプトでは蛍光板が上がった際には “screen up” が output に表示される。行頭の // から始まる部分はコメントであり、実行されない。次のスクリプトに示すように、複数行のコメントは /\*comments\*/ のように記述する。行端のセミコロンは無くても問題ない。

## (2) ステージの制御

試料の移動や傾斜はトラックパッドなどの制御パネルが各社より提供されているが、そのステップ(強度)は任意に変更できない。走査透過型電子顕微鏡(STEM: Scanning Transmission Electron Microscopy)では観察場所を探すために、試料高さ(Z方向のステージ)を頻繁に移動することが多いが、ここでは任意に高さを変更できるプログラムを作成してみる。以下のスクリプトを参考に実施して頂きたい。

```

// $BACKGROUND$
/* Aug-19-2018
 * stage & tilt functions
 */
void SetStageZ(number zstep) {
    number curr_sz = EMGetStageZ( );
    if(AltDown( )) zstep = 10*zstep;
    if(ShiftDown( )) zstep = (-1)*zstep;
    EMSetStageZ(curr_sz + zstep);
}
void SetTiltX(number xtilt) {
    number curr_tx = EMGetStageAlpha( );
    EMSetStageAlpha(curr_tx + xtilt);
}
void SetTiltY(number ytilt) {
    number curr_ty = EMGetStageBeta( );
    EMSetStageBeta(curr_ty + ytilt);
}
// main
SetStageZ(10);
//SetTiltX(0.5);
//SetTiltY(0.5);

```

コンピュータは複数のプログラムを並列して実行するために、各スレッドにプロセスを割り当てる。しかし、DM スクリプトは他のプロセスを中断してスクリプトを優先実行しようとする。これを避けるには、冒頭にコメントアウトされた // \$BACKGROUND を記述する必要がある(CCD で見ながらステージを動かすなど)。他のインタプリタ型言語とはやや異なり、使用する変数の型を宣言する必要がある。DM

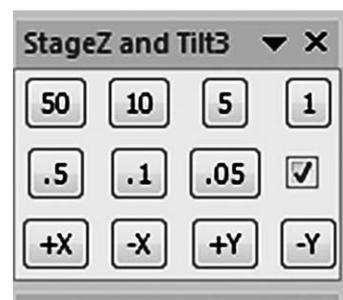


図1 TagGroup で作成したステージZおよび試料傾斜の GUI。上2段のボタンはステップの異なるステージZ コントロール、最下段は x, y 方向の試料傾斜に対応する。

スクリプトはオブジェクト指向であり、Number, String, Image, TagGroup などのクラスが準備されている。上から行ごとに処理を行うため、関数は main の前に記述する。関数名は自由に名付けられるので、ここでは SetStageZ(number zstep) とした。この関数はステージ Z を変更するのみなので、戻り値は void となる。また、引数(zstep)は変更したいステップ値であり、単位は  $\mu\text{m}$  である。Alt/Shift キーを入力している場合には10倍あるいは負のステップとなるようにしてある。現在の高さにステップ値を加え、EMSetStageZ( ) で高さを変更する。x, y 方向への傾斜についても現在の傾斜角度を取得し、ステップ値を加えるという方針は同様であり、EMGetStageAlpha( ), EMSetStageBeta( ) を用いることで実行できる。main 以降が実際に実行されるコマンドとなり、この場合、ステージ Z が  $10 \mu\text{m}$  動くことになる(Alt/Shift キーを入力した場合は挙動が異なる)。ステージステップを変更するには、SetStageZ(x) の引数を入力し直す必要がある。これを避けるには図1に示すようなグラフィカルユーザーインターフェイス(GUI)も有効である。図1のようなフロートウィンドウは TagGroup を用いることにより容易に作成が可能である。プルダウンメニューや数値入力領域を設けることでマウスだけでステージのコントロールが実施可能になる。

## (3) TagGroup による実験条件の管理

DM で取得したデータは Tag で管理されている。例えば CCD 画像の詳細な実験条件は画像上で右クリックし、/ImageDisplay.../Image/Tags/の下に表示される。例えば、露光時間を知りたければ、/DataBar/Exposure Time (s):/に記述してある。この露光時間の数値をスクリプト中に組み込むにはどのようにしたら良いだろうか？これは TagGroup クラスで管理されている。以下のスクリプトを参考に CCD 画像の実験条件値を取得して頂きたい。

```

number exposure;
image img := GetFrontImage( );
TagGroup tg = img.ImageGetTagGroup( );
tg.TagGroupGetTagAsNumber("DataBar:Exposure Time

```

```
(s)", exposure);
result("Exposure time (s): " + exposure + "\n");
```

DM スクリプトで生成される変数は基本的にオブジェクトである。したがって、各クラスのメソッドを呼び出すことができる。クラスには多くのメソッドが組み込まれているので、スクリプトを編集する前に各クラスにどのようなメソッドがあるかを良く参照すべきである。あるクラスに属しているオブジェクト(obj)のメソッド(method)を呼び出すには obj.method(x, y, ...) or method(obj, x, y, ...) のように記述する。CCD 画像の Tag を取得するには上記のスクリプト中にあるように TagGroup tg = img.ImageGetTagGroup( ) のように記述する。tg を生成することですべての Tag にアクセス可能となり、露光時間はその次の行の DataBar: Exposure Time(s) を指定することで取得できる。この際に、スペースも正しく入力する必要がある。逆に、TagGroup-SetAsNumber(TagGroup tg, String tagPath, Number num) メソッドを用いることで必要な実験条件を直接画像に書き込むことができる。その場観察などの実験ではノートに必要なコメント等を書き込む時間が取れないケースがある。予めスクリプトを準備しておけば、実験条件やコメントを Tag に書き込めるため、後の解析で役に立つことが多い。また、取得した実験像についても毎度手で保存するのではなく、スクリプトで番号やコメントを付け自動で保存を行っていくことも比較的容易に行える。

#### (4) ビーム電流量のリアルタイム計測

装置がどんなに改善されても電顕観察では試料ダメージとの戦いが常である。加速電圧の選択や冷却などが一般に有効な方法であるが、電流量も重要なパラメータである。冷陰極電子銃では時間とともに電流量が変化するため、常にモニターすることが好ましい。以下にこれまでのスクリプトよりも実効性の高いリアルタイムの電流計測を示す。ここでは、(1) 電流量を何らかの方法で計測できる環境にあること、(2) Ronchigram を観察するための CCD が付属していることを前提とする。Faraday cup を用いた電流量の計測方法が一般的であるが、付属していない場合には EELS 分光器でも計測可能である。スペクトロメータの調整加速電圧をゼロあるいは数 10 kV に設定すると、金属ドリフトチューブ内に電子が閉じ込められ、電流計を介して計測できる<sup>(2)</sup>。この際に小さな EELS のアパチャーを選択し(理想的な Faraday cup に近づけるため)、カメラ長を短く設定する。電流量が既知となれば、真空中でダイレクトビーム像を取得し CCD の較正ができる。以下にスクリプト例を示す。

```
//$BACKGROUND$
```

```
number coeff = 1.89; // 300 kv
number e = 1.602e-7; //elementary charge in pico
Coulomb
```

```
number expo, sx, sy, count, current; //expo in sec

// assign CCD image
image img := GetFrontImage( );
img.GetSize(sx, sy);
TagGroup tg = img.ImageGetTagGroup( );
tg.TagGroupGetTagAsNumber("DataBar:Exposure Time
(s)", expo);

while (!ShiftDown( )) {
    count = Sum(img[0,0,0,sx,sy,1]);
    current = count*e/(coeff*expo);
    OpenAndSetProgressWindow(current+ " pA", "",
    "");
    delay(100);
}
result("@@@ Program ended \n");
```

較正により得られた電子一つに対するの CCD カウント数を coeff とする。我々の ARM300CF では 300 kV での Orius カメラの coeff はおよそ 2 程度である(80 kV ではおよそ 6 程度)。CCD 画像のサイズおよび露光時間を(sx, sy, expo)に読み込む。while 中では、まず、CCD 画像全体のカウントを取得する。次に露光時間や電荷素量を用いて電流量(pA)に変換する。Output に出力しても良いが、ここでは Progress (メニュー : / Window / Floating Windows / Progress)を用いる。Progress は 3 つの値を更新して表示することができる。露光時間も表示したい場合は、OpenAndSetProgressWindow(current + "pA", expo + "s", " ") とすれば良い。露光時間を頻繁に変更する場合は露光時間を取得する部分を while 中に組み込むと良い。これらの演算はミリ秒程度で行われ更新が早すぎるため、ここでは delay を用いて表示を遅らせている。更新を遅らせる代わりに平均などを取るのも良い。ループを抜ける条件に !ShiftDown( ) を用いている。これは Shift キーが長押しされるとスクリプトが終了するようになっている(終了条件が外部から制御できなければプログラムは走り続けることになる)。また、行頭に //\$BACKGROUND を記述しなければ他のプロセスが止まってしまうことにも注意すべきである。プログラムを実行し、CCD でダイレクトビームを観察するとリアルタイムで電流量が計測できていることを確認して頂きたい。ここでは coeff を求めるプログラムを掲載していないが、電流量を計測した直後にダイレクトビーム像を CCD で取得すれば、current を取得する行の計算式を用いれば coeff が求められるので各自で作成頂きたい(current (pA), count, expo (sec) は既知)。なお、計測前には CCD のゲイン調整を行うことを勧める。

#### (5) プログラム作成時の心構え

どのような場合にプログラムを書くべきであろうか? 筆者

は5回以上繰り返す作業がある場合にはスクリプトを準備することを勧める<sup>(3)</sup>。また、手動による調整では不確定要素が多い場合にもプログラムを利用するとよい。上述のように、数行から100行程度で概ねのことは自動化ができるのが、DM スクリプトの良い点である。ただし、スクリプトがそれよりも長くなるようであれば、論理構成に問題がある場合も多いので再考の余地がある。また、スクリプトの更新を想定してコメントをできるだけ多く残しておくことも重要である。実験中はすべてのことに気を配ることが難しくなる場合が多いため、ここではスクリプトを紹介しなかったが、図1のような GUI を作って動作させることも時に重要である(プログラムがやや肥大化することは避けられない)。また、再利用を考えると関数に加えてクラスを作成しておくのも長い目で見れば極めて有効な方法である(DM スクリプトは独自クラスもサポートしている)。以上、簡単な編集および実行方法について述べたが、最後に DM スクリプトの特徴を簡単にまとめる。

- DM は C++ で開発されており、スクリプトの文法も C++ と類似した体系が引き継がれている。
- インタプリタ型言語なので、ヘッダ部分やコンパイルが不要であり、直ちに実行できる。またルーズに記述しても概ね動作する(バグは侵入しやすい)。
- スクリプトエディタしかないため、IDE などの統合環境はなく、デバッグなどの機能も弱い。大きなプログラムを作成する際にはメソッドごとに問題がないことを手動で確認する必要がある。
- 上から順に行単位に処理を行っていくため、メソッドを下方に記述すると実行されない。
- コンパイルしないため、実行速度が $10^3$ — $10^5$  倍は遅い。重い演算を実施したい場合には高度な知識が必要となるが、C++ でプログラムを編成しコンパイルしてプラグインとして準備する。

### 3. 簡単な画像の解析

電子顕微鏡の制御だけでなく画像解析についても DM スクリプトは強力である。ドリフトを抑制しつつ像の信号ノイズ比を向上させる方法として高速走査で多数の像を同一領域から取得する手法が一般に普及しつつある<sup>(2)</sup>。DM スクリプトは DigiScan へのアクセスを支援しており、多数像を自動で取得できる。さらに、フーリエ変換に関連した演算も組み込まれており、自動取得した画像間の cross-correlation から試料ドリフトを補正し積算することで SNR の向上が見込める。2つの画像 A, B がある場合、これらの cross-correlation 像は、“image C=crosscorrelation(A, B); showImage (C);” だけで計算でき、最大値あるいはフィッティングによりドリフト量を計測できる(A, B などは画像のタイトル左上に表示されている)。この手法を DM スクリプトに実装・解析した結果を示す。図 2 (a) は  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  の [001] 入射から得られた環状暗視野像(ADF-STEM)である。電子ドーズ量

が低いため、単一フレームの像質は悪い。しかし、図 2(b) に示すように、ドリフト補正後に20フレームを積算することで像質が改善される。さらに、単一フレームには15単位

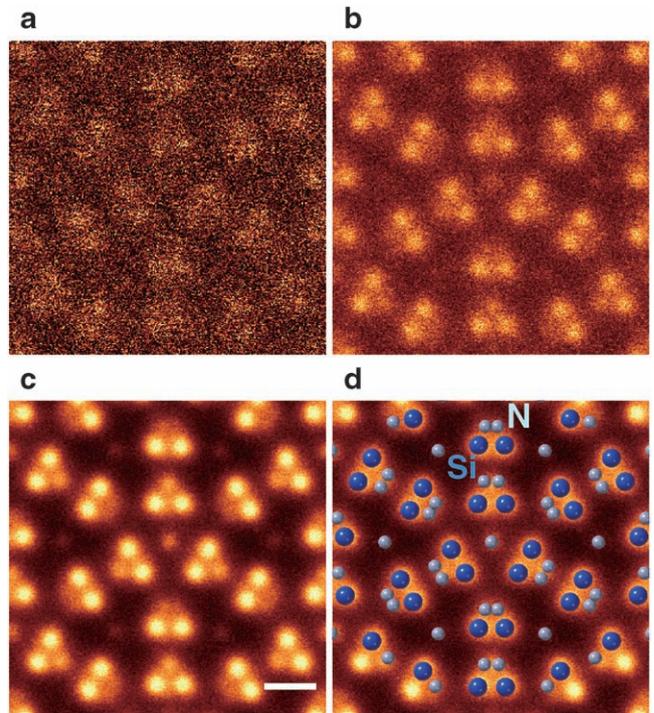


図2  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  の [0001] 入射から得られた環状暗視野像 (ARM300CF, 収束半角: 24 mrad, 加速電圧: 300 kV). (a) 単一フレーム, (b) 20フレーム積算像, (c) 15単位胞の積算像(d) 構造モデル(青:ケイ素, 淡青:窒素). スケールは 2 Å.

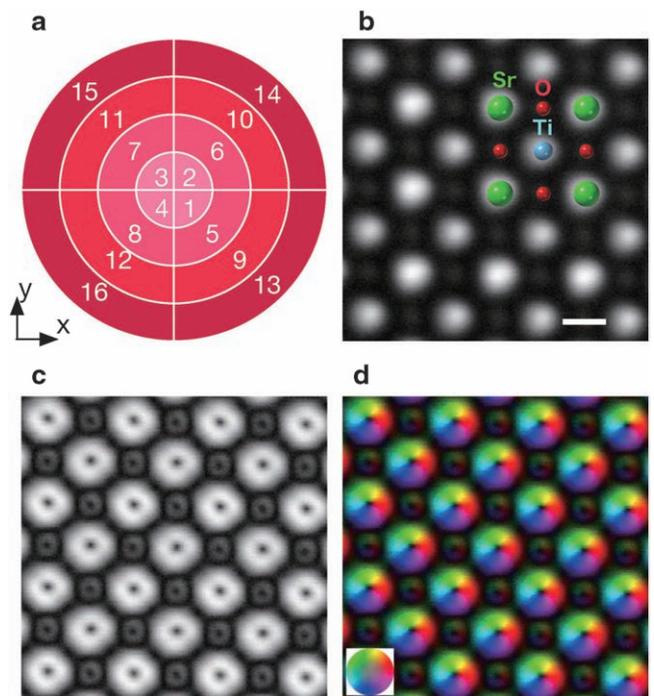


図3 (a) 16分割型検出器の配列,  $\text{SrTiO}_3$  [001] 入射から得られた (b) 環状暗視野像, (c) 電場強度像, (d) 電場方向像. スケールは 2 Å.



## トピック2

# マテリアル系電子線トモグラフィーの実際と動向

波多 聰<sup>1)</sup>\*\* 斉藤 光<sup>2)</sup> 村山 光宏\*\*\*,\*\*\*\*,\*\*\*\*\*  
佐藤 和久\*\*\*\*\* 工藤 博幸\*\*\*\*\*

### 1. はじめに

ミクロンからナノ・ピコメートルのスケールで無機固体物質・材料の微細構造観察を行う手段として、電子顕微鏡はこれまで中心的な位置を占めてきた。一方、最近ではX線や中性子線など、電子線以外をプローブに用いた顕微法の進展と、そうした実験施設の全国的および全世界的な共同利用の推進に伴い、個々の顕微法の長所と短所が次第に明らかになりつつあり、見たいものがよく見える顕微鏡技術を選べる時代が到来しつつある。また、顕微鏡法(Microscopy)は材料科学工学だけでなく医学、化学、生物学、地質学など様々な分野に跨がるものであり、異分野の顕微鏡技術を材料科学工学に取り入れる、あるいは逆に異分野に応用する試みが盛んである。

上記の背景を念頭に置きつつ、本稿では三次元観察技術を探り上げ、その中でも限定された手法ではあるが、透過電子顕微鏡法(transmission electron microscopy: TEM)または走査透過電子顕微鏡法(scanning transmission electron microscopy: STEM)による電子線トモグラフィー(electron tomography: ET)の基礎および最近の主な研究動向を紹介する。ETは観察対象の形態の他、構造や組成の違い、観察対象やその周りの電磁場など、TEM/STEMが可視化する様々な情報を、それらの一般的な可視化形式である投影像から元の三次元空間に再構成する手法であり、TEM/STEM像の二次元投影的な観察に埋もれる情報を補完する技術と位置づけられる。ETが物質・材料に本格的に応用され始めたのは2000年頃からであり、ETの原理や観察方法および応用例については、当誌でも既に複数採り上げられている

他<sup>(1)-(8)</sup>、材料・顕微鏡関連の学会刊行物にも解説記事があるため<sup>(9)-(15)</sup>、ETの基礎に関する本稿での記述は最低限に留め、その分参考文献の充実に努めた。また、三次元電子顕微鏡法としては、走査電子顕微鏡(scanning electron microscopy: SEM)と集束イオンビーム(focused ion beam: FIB)の複合機を用いたスライスアンドビュー(slice and view)もよく知られている。試料の任意の二次元断面が見られる点で、スライスアンドビューもETの一手法と言えるのかもしれないが、SEM-FIBによるこの三次元観察法はETと呼ばれるよりもスライスアンドビューと呼ばれる方が一般的である。光学顕微鏡の連続切片観察法(serial sectioning)と同じで、SEM-FIBによる三次元画像再構成は基本的には連続切片画像の位置合わせとひずみ補正(台形補正など)だけで行われ、TEM/STEMやX線顕微鏡のような数学的再構成アルゴリズムを使わないためか、観察に用いる顕微鏡の基本仕様がSEMであるかTEMであるかによる区別が便利のためか、といった理由が考えられる。

### 2. 電子線トモグラフィー(ET)観察に必要な条件

現在市販されているTEM/STEMの基本機能の一つと言ってもよい程、ETはTEM/STEMの一手法として確立してきたが、ET機能が備わっていないTEM/STEMでも以下に述べる必要な諸条件を満たせばET観察は可能である。

#### (1) 投影要件

ET観察では、試料を傾斜しながら多くのTEM/STEM像を撮影する。これを、連続傾斜像(tilt series)と呼ぶ。連続傾斜像の像強度は三次元可視化したい物理量(最も簡単な

\* 九州大学大学院総合理工学研究院; 1)教授 2)助教(〒816-8580 春日市春日公園6-1)

\*\* 九州大学超顕微解析研究センター; 教授 \*\*\* 米国バージニア工科大学; 教授

\*\*\*\* 米国太平洋北西国立研究所; 主幹研究員 \*\*\*\*\* 九州大学先端物質化学研究所; 教授

\*\*\*\*\* 大阪大学超高圧電子顕微鏡センター; 准教授 \*\*\*\*\* 筑波大学システム情報系; 教授

Placticals and Trends of Electron Tomography for Materials Research; Satoshi Hata\*\*\*, Hikaru Saito\*, Mitsuhiro Murayama\*\*\*,\*\*\*\*,\*\*\*\*\*, Kazuhisa Sato\*\*\*\*\* and Hiroyuki Kudo\*\*\*\*\* (\*Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University, Fukuoka. \*\*The Ultramicroscopy Research Center, Kyushu University, Fukuoka. \*\*\*Virginia Tech, VA, USA. \*\*\*\*Pacific Northwest National Laboratory, WA, USA. \*\*\*\*\*Institute for Materials Chemistry and Engineering, Kyushu University, Fukuoka. \*\*\*\*\*Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, Osaka University, Osaka. \*\*\*\*\*Faculty of Engineering, Information and Systems, University of Tsukuba, Ibaraki)

Keywords: three-dimensional (3D), electron tomography (ET), transmission electron microscopy (TEM), scanning transmission electron microscopy (STEM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray imaging

2018年10月5日受理[doi:10.2320/materia.57.589]

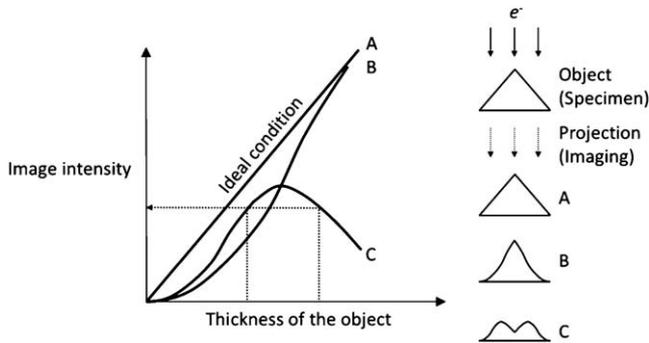


図1 投影要件の説明図<sup>(17)</sup>. 正しい再構成画像を得るためには、像(Projection)の強度が観察対象(Object)の質量や厚みの単調関数でなければならず、グラフ中のAとBがそれに相当する。一方、Cのように像強度(縦軸)が観察対象の厚み(横軸)の単調関数関係にない場合には、その像強度分布は真の投影像の強度分布からかけ離れたものとなり、三次元画像再構成におけるアーティファクトの原因となる。

例としては、試料の厚みや密度)の単調関数でなければならず、これを投影要件(projection requirement)と呼ぶ<sup>(16)</sup>。図1は投影要件の説明図である<sup>(17)</sup>。信頼できる三次元再構成画像を得るために、連続傾斜像が投影要件を満足しているかどうかはきわめて重要なことであり、投影要件の破綻が三次元再構成画像にどのような影響を及ぼすかの研究も進んでいる<sup>(18)-(20)</sup>。

## (2) 高角度試料傾斜

転位(線状欠陥)のステレオ観察<sup>(21)-(24)</sup>を除いて、ET観察では理想的には $\pm 90^\circ$ まで試料傾斜できることが必要である。実際には、針状試料の場合以外、例えば薄膜試料においては、 $\pm 80^\circ$ 以上の高傾斜では試料ホルダーや試料そのものが視野を遮ったり、電子線が透過しなくなったりといった理由で撮影できないので、 $\pm 60^\circ \sim 80^\circ$ がETに求められる最大傾斜角度とされている。

汎用のTEM/STEM機と通常の試料ホルダーを用いて可能な試料傾斜範囲は $\pm 20^\circ \sim 30^\circ$ 程度であり、その程度の試料傾斜範囲では三次元再構成画像の空間分解能が著しい異方性を示し、具体的には無傾斜時の試料厚み(電子線入射)方向の空間分解能が大きく低下してしまう<sup>(25)</sup>。そのため、高角度傾斜が可能な試料ホルダーが必要となる。最近では、電子顕微鏡および周辺機器メーカーの努力により、ET観察可能な種々の機能を有する試料ホルダーが入手可能であり<sup>(26)(27)</sup>、またX線分析の高検出効率<sup>(28)</sup>など傾斜観察以外の目的でもET対応ホルダーが目ざされつつある。

## (3) 観察視野のユーセントリック位置調整

結晶性材料の制限視野回折図形を見ながら目的の結晶方位を探す際に、試料傾斜に伴う視野ずれが起こらないと方位合わせが容易になる。これは、顕微鏡ゴニオメータの一軸回転

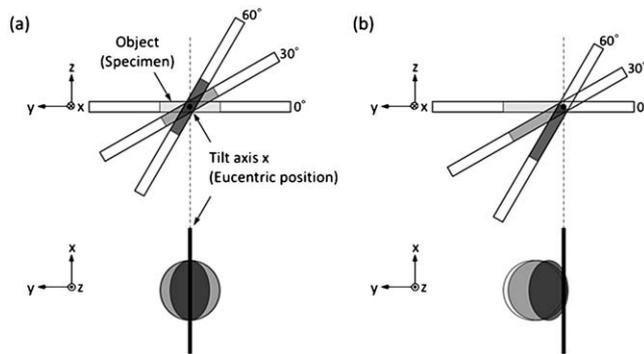


図2 ユーセントリック位置に試料の観察視野があるとき(a)とないとき(b)の試料傾斜に伴う観察視野の動き。(b)の場合には試料傾斜に伴う焦点外れも大きくなるが、図には表現していない。

軸(図2における傾斜軸x)上に試料の観察視野部分が位置している状態を意味し、そのような位置をユーセントリック位置(eucentric position)と呼ぶ。この観察視野の位置をユーセントリック位置に合わせる調整は通常 $\pm 10^\circ$ 程度で行われることが多いが、ET観察では $\pm 60^\circ \sim 80^\circ$ の傾斜を行うため、ユーセントリック位置調整が不十分だと試料傾斜中の視野移動や焦点外れを招き、連続傾斜像観察を中断せざるを得なくなる。ここで、このユーセントリック位置調整の精度は、電子顕微鏡ハード(メーカー)側のゴニオメータ調整に強く依存し、同じ機種でもユーセントリック位置調整に差が出る。ゴニオメータの性能は電子顕微鏡のカタログを見てもわからない点であるが、ET観察ではきわめて重要である。

## (4) 試料損傷および試料汚染への対策

連続傾斜像のデータ取得には、自動取得ソフトウェアを使っても $30 \sim 90$ 分程度は要し、一連の取得作業をマニュアルで行うと数時間に及ぶ。そのため、通常の観察よりも同一箇所に長時間電子線を照射することになるため、電子線照射に伴う観察視野の損傷と汚染を抑える対策が必須である。特に、有機物系試料の場合や原子分解能ETの場合には不可避な問題であり、加速電圧、電子線照射(電流)量といった実験パラメータの最適化はET観察において重要な位置を占める。最近では、シンチレータによる電子から光への変換を行わず、直接電子を検出するタイプのカメラや検出器が開発され、少ない照射電子線量でもET観察に耐える撮像が可能となってきており、わずか3.5秒で一組の連続傾斜像撮影を行ったという報告もある<sup>(29)</sup>。

## (5) 連続傾斜像取得ソフトウェアは必要か

電子顕微鏡メーカー各社が販売している連続傾斜像取得ソフトウェアを搭載可能かは装置に依存するが、自動撮影が必須でなければ当該ソフトはET観察に必須ではない。ただし、手動で撮影を行う際にはいくつか注意する点がある。TEMの場合には、集束レンズの条件を一定にして入射電子線量を一定に保つ。STEMの場合には、入射電子プローブ

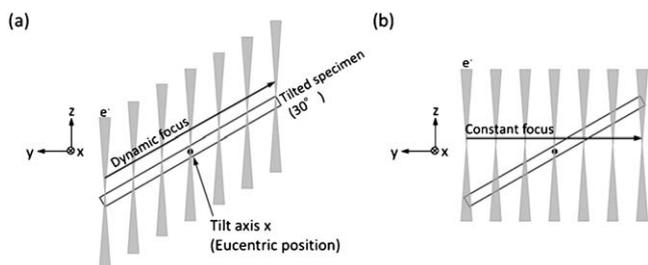


図3 STEM ダイナミックフォーカスがあるとき(a)とないとき(b)の電子プローブと試料位置の関係。

の収束角が大きくなると、薄膜試料で試料傾斜角が大きくなるに連れて視野中の焦点外れの領域が拡大していくので(図3(b)), 三次元可視化したい視野が試料の中央部(おおよそ画像サイズの1/3程度)になるように倍率を設定する. 市販のソフトウェアにはダイナミックフォーカスという機能があり, 試料高傾斜時の焦点外れの少ないSTEM像取得を可能にしている(図3(a)). その他, 観察倍率, 画像ピクセル数, 試料傾斜角度など電子顕微鏡側の各種条件および連続傾斜像を1つにまとめた書式(.mrcなどが一般的)のファイルを作製し, この後の三次元再構成への作業をスムーズに行うための準備が, 連続傾斜像取得ソフトウェアがあると自動で行える. また, この後に紹介する連続傾斜像を繰り返し取得するようなET観察では, 膨大なデータが短時間のうちに作られることになるので, 市販であれ手作りであれ連続傾斜像取得ソフトウェアの構築は高度なET観察のための要素技術として必要であろう. 実際, 欧米のET研究グループでは, 考え得るありとあらゆるET観察・解析の作業においてソフトウェア開発を進めていることが最近の国際会議で認識された<sup>(30)</sup>.

### (6) 三次元画像再構成

ここから先はコンピュータでの作業となる. (1)撮影した連続傾斜像を共通の試料傾斜軸について位置合わせする作業, (2)連続傾斜像から三次元画像を再構成する作業, (3)三次元再構成データを出力および解析する作業の3つに大きく分けられる. 電子顕微鏡製造メーカーの市販ソフトの他<sup>(31)-(32)</sup>, 研究者が開発したフリーウェアのソフトも使用できる<sup>(33)-(35)</sup>.

上記(1)と(2)は, 三次元再構成画像の実効的な正確さ(accuracy)と空間分解能を大きく左右する作業であり, 現在でも研究対象となっている. なかでも最近では, 試料傾斜角度 $\pm 90^\circ$ 近傍に連続傾斜像を撮影できない角度範囲(情報欠落)がある, 連続傾斜像の枚数が少ない, ノイズを含んだ画像である, といった状況でも観察対象の三次元形態を正しく再構成できるアルゴリズムが材料系試料のET観察にも適用され, その効果が認識されつつある<sup>(36)-(39)</sup>. 図4はそうした新しい三次元再構成法の一例として, 圧縮センシング<sup>(40)-(41)</sup>に基づく新規アルゴリズム(Iterative SEries Reduction: ISER)<sup>(42)</sup>を, 従来法であるフィルター逆投影法(Filter Back Projection: FBP)と比較したものである. FBPでは連

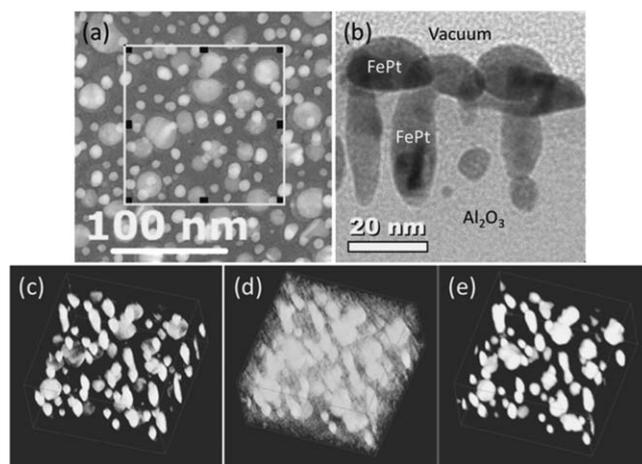


図4 Xe イオン照射を施した FePt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜<sup>(43)</sup>における FePt ナノ粒子の三次元再構成結果を, 従来のフィルター逆投影法(FBP)と圧縮センシングを用いた新規再構成アルゴリズム(ISER)と比較した例<sup>(42)</sup>. (a)試料傾斜角度 $0^\circ$ での平面 TEM 明視野像(白黒反転して表示). 図中の正方形で囲んだ領域は三次元画像再構成を行った領域を表す. (b)断面 TEM 明視野像. (c)  $1^\circ$ 傾斜ごとに撮影した合計130枚の連続傾斜像から FBP により再構成した合計130枚の連続傾斜像データから13枚の画像を抽出して FBP により再構成した場合. (d) (c)の連続傾斜像データから13枚の画像を抽出して FBP により再構成した場合. (e) (d)と同じ13枚の画像から ISER により再構成した場合.

続傾斜像枚数を130枚(c)から13枚(d)に減らすと, ストリートアーティファクトと呼ばれる試料厚み方向に強いストリーク状のコントラストで粒子の形態の認識が難しくなる. 一方, ISER(e)では, 13枚の連続傾斜像からでも明瞭な三次元再構成画像が得られている. しかも, 圧縮センシングベースの ISER(e)には, 粒子と真空領域の界面のように像強度が大きく変化する箇所を正しく再構成する特徴があり, FBP(c, d)のように試料厚み(図の上下)方向に粒子が先細りするいわゆる高傾斜角度の情報欠落に伴うアーティファクトが ISER(e)ではあまり現れず, その傾向は実際の粒子の断面形状(b)とも一致している.

上記(3)の三次元画像データの出力と解析の部分に関して, 三次元画像には見る者にインパクトを与える様々な可視化技術やナノスケールの定量的微細構造評価技術が使われているものの, そこに至る作業には依然として主観的な部分が排除されていないのが現状と考えている. 具体的な主観的判断を要する場面として, 三次元再構成画像における析出物と母相の界面の像強度が連続的である場合にどこに閾値を設けてその界面を決めるか, 転位のコントラストが空間的に広がっている場合に転位線をどのようにして描くか, といった例が挙げられる. このような主観的作業が必要な要因は三次元再構成画像にあり, 観察対象とそれ以外の境にある点や面を例えば画像ピクセル単位で決定する作業そのものが overestimation の要素を含んでいる. したがって, 析出物の場合には合金全体における体積率を熱力学的に導かれる値に合うように

閾値を合わせる，転位の場合にはあらかじめすべり系がわかっているならば *overestimation* にならない太さの線をすべり面に沿って描く，などの準客観的な策が考えられ，そうした作業には観察している対象や現象の十分な理解が必要となる。つまり，試料のことをよく理解している者が ET のデータを正しく有効に活用できると言える。

### 3. 最近のトピック

著者らが2018年に参加した三次元微細構造観察関連の発表がなされた国際会議<sup>(30)(44)</sup>や最近の文献を参考に，ETの物質・材料研究応用に関連したトピックを紹介する。

#### (1) 原子分解能 ET

ETで最もホットなトピックは原子分解能観察，つまり三次元で原子一つ一つの座標を決めるというものである。この原子分解能 ET の手法開発は米国<sup>(45)-(48)</sup>とベルギー<sup>(49)-(51)</sup>のグループがリードしてきており，日本は周回遅れと言わざるを得ないが，応用面で健闘している<sup>(52)</sup>。応用先は，大きき数 nm~10 nm のナノ粒子のように電子線の吸収や動力学的回折の影響が少ない微小な離散型形状の結晶性試料である。こうした原子分解能 ET が成功を収める例が増えてきた背景として，80 kV 以下の低加速電圧でも安定して原子分解能 STEM 観察が行えるようになってきたこと，結晶と真空の界面や結晶格子点など，先見情報をうまく取り込んで三次元原子位置の再構成の収束度を高める三次元再構成法が発展してきたこと<sup>(49),(53)</sup>が挙げられる。今後は，非晶質材料<sup>(48),(54)</sup>や薄膜のように非離散型試料への原子分解能 ET の適用がトピックになるものと思われる。

#### (2) その場 (*in-situ*) ET

原子分解能に達しない中低倍率 ET の最近の応用として，高速撮影可能なカメラや各種その場観察法を組み合わせたその場 (*in-situ*) ET への取り組みが指摘される。三次元に時間軸を加えた四次元 (4D) ET については Zewail らが2010年に発表しているが<sup>(55)</sup>，彼らの手法はカーボンナノチューブの可逆的な弾性変形を種々の方向から繰り返しその場観察することで 4D-ET データを構築するというもので，不可逆過程には適用できない。不可逆過程のその場 ET 観察の最も初期の報告はフランスからと思われる<sup>(56)</sup>。ドイツでは X 線イメージング用に開発された pnCCD 社製の直接検出型カメラを TEM に搭載し，前述したように撮像時間3.5秒の ET 観察が行われ，リアルタイム ET の実現が近いことが速報された<sup>(29)</sup>。国内では筆者らのグループが2014年から塑性変形の *in-situ* ET 観察システムの開発を始め，ヨーロッパ勢に遅れて第一報を報告している<sup>(57)</sup> (図5)。以上の報告はいずれも TEM によるものであるが，材料学的に意味のある像コントラストで，かつ投影要件を高度に満たす ET 観察を行う点では STEM，特に高角度環状暗視野法 (HAADF) の適用が望ましく，STEM 高速撮影の研究も ET<sup>(58)</sup>に関わらず中心

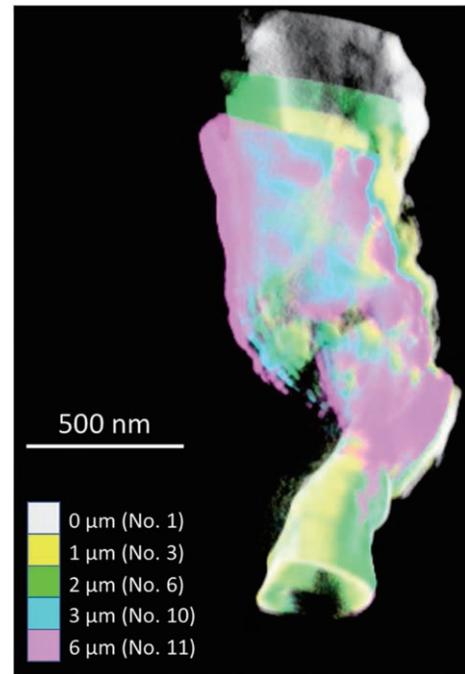


図5 その場変形電子線トモグラフィーによる Pb-Sn はんだ合金のナノスケール塑性変形<sup>(57)</sup>。図中の  $\mu\text{m}$  値および No. 値はそれぞれ試料変形を担うアクチュエータの移動距離および移動直後に撮影した ET 画像の番号。

的トピックと言える。

*in-situ* ET の課題は高速撮影に伴い，ゴニオメータを高速で回転して連続傾斜像を撮ることに伴う視野やユーセントリック位置，焦点の変動等により実効的な像分解能が制限されることにある。これらは顕微鏡ハード面の課題と言うことができ，ユーザーレベルでの改善や開発のみでは限界がある。顕微鏡メーカーの参画・先導による根本的な技術革新が要求される部分である。

#### (3) SEM による三次元イメージング

SEM による三次元イメージングの代表格は前述したスライスアンドビューであり，最近では電子チャネリングコントラストイメージング (ECCI) による転位の可視化をスライスアンドビューに組み合わせた報告もある<sup>(59)</sup>。ただし，スライスアンドビューで見る像は常に試料表面の像であり，試料表面では転位のひずみ場は鏡像力の影響で緩和され<sup>(60)(61)</sup>，転位密度の低下<sup>(26)</sup>や転位線の曲がり<sup>(62)</sup>などが実際に ET 観察されている。こうした試料表面部での転位の変化は材料によっても異なる可能性が考えられ，転位の三次元観察を進めるにあたっては ET とスライスアンドビューの両方において試料表面の影響を検討し，理解しておく必要があろう。

TEM/STEM 機における試料空間は顕微鏡の心臓部ともいべき対物レンズの中にあり，その自由な空間の確保には限界がある。特に，微小プローブを用いる STEM に重きを置く最近の装置では，試料周りの設計の変更により高角度試料傾斜が以前よりも制限される例もあり，試料室空間を大

きくとれる SEM や X 線顕微鏡に比べてデメリットな点と言わざるを得ない。欧米ではその点に着目して SEM による STEM 観察やそれを基礎とした ET 観察<sup>(63)</sup>、電子回折<sup>(64)</sup>といった技術開発が進んでいる。つまり、中低倍率観察はその手法開発も含めて TEM ではなく SEM で行う方が実用的にもコスト的にも有利であるという立場である。TEM と SEM の融合というコンセプトは国内でも早くから顕微鏡関連学会等で議論されてきたが<sup>(65)</sup>、それに実際に取り組んで装置開発や応用をリードしているのは残念ながら欧米であり<sup>(66)</sup>、国内の研究者・技術者および顕微鏡メーカーの奮起を期待したい。

#### (4) X 線による三次元イメージング

電子顕微鏡を凌駕する勢いで進歩しているのが X 線イメージングの分野である。三次元イメージングに関して、空間分解能の点では電子顕微鏡に軍配が上がるものの、その場観察など他の点では X 線がリードしている。例えば、合金析出組織の三次元イメージングでは中低倍率 ET と空間分解能において遜色なく、X 線の透過能を活かして定量的な組織の評価で優れた成果が挙げられている<sup>(67)</sup>。X 線の回折コントラストを利用した多結晶組織や転位の三次元可視化も進歩しており、空間分解能では電子顕微鏡に分があるものの、角度分解能では X 線が 2 桁程度優れるため、転位周りの引張・圧縮ひずみ場の三次元可視化<sup>(68)</sup>、粒内ひずみ分布の三次元可視化<sup>(68)</sup>、SEM 後方散乱電子回折 (EBSD) では測定困難な低角度側の結晶方位差の測定<sup>(69)</sup>など、電子顕微鏡のパフォーマンスを凌ぐ材料評価技術が身近になってきている。

## 4. おわりに

本稿では、電子顕微鏡による三次元観察法である ET の実際と現状について、ET 実験の現場を意識した視点と、材料研究における ET の俯瞰という二通りの視点から概説した。マテリアル系 ET はナノ材料への応用で大きな成功を収めているのに対して、金属やセラミックスの変形など、いわゆる構造用材料への ET の応用はまだこれからという見方もできそうである。一方で、X 線イメージングや SEM など、観察対象のサイズが中低倍率 TEM/STEM とオーバーラップする他のイメージング手法との比較が本筋になっていくと思われる、どれを選ぶかが材料研究者側に委ねられてきているであろう。

本稿で紹介した研究成果は、株式会社メルビル、株式会社システムインフロンティア、JST 先端計測分析技術・機器開発プログラム、科学研究費 (#18K18954, #18H05479)、池谷科学技術振興財団、JFE21 世紀財団、超顕微科学研究拠点事業、九州大学からの支援を受けたものです。

## 文 献

- (1) 伊野家浩司, 金子賢治, 堀田善治: まてりあ, **45**(2006), 598-604.
- (2) 波多 聡, 田中将己, 東田賢二, 宮崎裕也: まてりあ, **46**(2007), 785.
- (3) 光原昌寿, 波多 聡, 池田賢一, 中島英治, 田中将己, 東田賢二: まてりあ, **48**(2009), 610.
- (4) 松尾 孟, 池田賢一, 波多 聡, 中島英治: まてりあ, **48**(2009), 612.
- (5) 元木創平, 金子武司, 青山佳敬, 西岡秀夫, 大藏善博, 近藤行人, 陣内浩司: まてりあ, **48**(2009), 622.
- (6) 波多 聡, 光原昌寿, 田中将己, 宮崎裕也, 池田賢一, 金子賢治, 中島英治, 東田賢二, 松村 晶: まてりあ, **49**(2010), 274-279.
- (7) 定松 直: まてりあ, **50**(2011), 534.
- (8) 波多 聡, 宮崎裕也, 権堂貴志, 宮崎裕也, 川本克己, 堀井則孝, 古河弘光, 佐藤和久, 工藤博幸, 村山光宏: まてりあ, **55**(2016), 595.
- (9) 馬場則男: 顕微鏡, **39**(2004), 4-10.
- (10) 鷹岡昭夫: 顕微鏡, **39**(2004), 11-14.
- (11) 田中信夫: 顕微鏡, **39**(2004), 26-30
- (12) 陣内浩司, 西 敏夫: 顕微鏡, **39**(2004), 31-33.
- (13) 波多 聡, 木村耕輔, 光原昌寿, 田中将己, 宮崎裕也, 高紅葉, 松山加苗, 松村 晶, 東田賢二, 池田賢一, 中島英治, 森谷智一, 土井 稔: ふえらむ, **13**(2008), 719-726.
- (14) 金子賢治, 馬場則男, 陣内浩司: 顕微鏡, **45**(2010), 37-41.
- (15) 金子賢治, 馬場則男, 陣内浩司: 顕微鏡, **45**(2010), 109-113.
- (16) P. W. Hawkes (J. Frank (ed.)): *Electron Tomography, Methods for Three-Dimensional Visualization of Structures in the Cell*, 2nd edition, Springer Science+Business Media, (1992), 83-111.
- (17) 波多 聡, 佐藤和久, 村山光宏, 土山聡宏, 中島英治: 鉄と鋼, **100**(2014), 889-896.
- (18) T. Kaneko, H. Nishioka, T. Nishi and H. Jinnai: *J. Electron Microsc.*, **54**(2005), 437-444.
- (19) J. Yamasaki, M. Mutoh, S. Ohta, S. Yuasa, S. Arai, K. Sasaki and N. Tanaka: *Microsc.*, **63**(2014), 345-355.
- (20) L. C. Gontard: *Ultramicrosc.*, **154**(2015), 64-72.
- (21) B. Hudson: *J. Microsc.*, **98**(1973), 396-401.
- (22) B. Modéer: *Scripta Metall.*, **8**(1974), 1145-1152.
- (23) E. Oveisi, A. Letouzey, D.T.L. Alexander, Q. Jeangros, R. Schaublin, G. Lucas, P. Fua and C. Hébert: *Sci. Rep.*, **7**(2017), 10630.
- (24) L. A. Jácome, K. Pöthkow, O. Paetsch, H.-C. Hege: *Ultramicrosc.*, **195**(2018), 157-170.
- (25) N. Kawase, M. Kato, H. Nishioka and H. Jinnai: *Ultramicrosc.*, **107**(2007), 8-15.
- (26) S. Hata, H. Miyazaki, S. Miyazaki, M. Mitsuahara, M. Tanaka, K. Kaneko, K. Higashida, K. Ikeda, H. Nakashima, S. Matsu-mura, J. S. Barnard, J. H. Sharp and P. A. Midgley: *Ultramicrosc.*, **111**(2011), 1168-1175.
- (27) K. Sato, H. Miyazaki, T. Gondo, S. Miyazaki, M. Murayama and S. Hata: *Microsc.*, **64**(2015), 369-375.
- (28) S. Koshiya and K. Kimoto: *Micron*, **93**(2017), 52-56.
- (29) V. Migunov, H. Ryll, X. Zhuge, M. Simson, L. Strüder, K. J. Batenburg, L. Houben and R. E. Dunin-Borkowski: *Sci. Rep.*, **5**(2015), 14516.
- (30) 19th International Microscopy Congress (2018) website: <http://imc19.com/>
- (31) TEMography™ website: [https://www.temography.com/modules/products0/index.php?content\\_id=2](https://www.temography.com/modules/products0/index.php?content_id=2)
- (32) Thermo Fisher Scientific Software website: <https://www.feicom.com/software/>
- (33) IMOD website: <http://bio3d.colorado.edu/imod/>
- (34) TomoJ website: <http://www.cmib.fr/en/download/softwares/>

TomoJ.html

(35) ASTRA Toolbox website: <https://www.astra-toolbox.com/#>

(36) R. Leary, Z. Saghi, P. A. Midgley and D. J. Holland: *Ultramicrosc.*, **131**(2013), 70–91.

(37) Z. Saghi, G. Divitini, B. Winter, R. Leary, E. Spiecker, C. Ducati and P. A. Midgley: *Ultramicrosc.*, **160**(2016), 230–238.

(38) S. V. Venkatakrishnan, L. F. Drummy, M. A. Jackson, M. De Graef, J. Simmons and C. A. Bouman: *IEEE Trans. Image Process.*, **22**(2013), 4532–4544.

(39) N. Monsegue, X. Jin, T. Echigo, G. Wang and M. Murayama: *Microsc. Microanal.*, **18**(2012), 1362–1367.

(40) D. L. Donoho: *IEEE Trans. Inf. Theory*, **52**(2006), 1289–1306.

(41) E. J. Candes, J. Romberg and T. Tao: *IEEE Trans. Inf. Theory*, **52**(2006), 489–509.

(42) 工藤博幸, 董建, 加茂勝己, 堀井則孝, 古河弘光, 波多聰, 村山光宏, 佐藤和久, 宮崎裕也, 顕微鏡, **51**(2016), 48–53.

(43) M. Shirai, K. Tsumori, M. Kutsuwada, K. Yasuda and S. Matsumura: *Nucl. Instruments. Methods Phys. Res. B*, **267**(2009), 1787–1791.

(44) 4th International Congress on 3D Materials Science (3DMS 2018) website: <https://www.tms.org/3dms2018>.

(45) M. C. Scott, C.-C. Chen, M. Mecklenburg, C. Zhu, R. Xu, P. Ercius, U. Dahmen, B. C. Regan and J. Miao: *Nat.*, **483**(2012), 444–447.

(46) C.-C. Chen, C. Zhu, E. R. White, C.-Yi. Chiu, M. C. Scott, B. C. Regan, L. D. Marks, Y. Huang and J. Miao: *Nat.*, **496**(2013), 74–77.

(47) R. Xu, C.-C. Chen, L. Wu, M.C. Scott, W. Theis, C. Ophus, M. Bartels, Y. Yang, H. Ramezani-Dakhel, M. R. Sawaya, H. Heinz, L. D. Marks, P. Ercius and J. Miao: *Nat. Mater.*, **14**(2015), 1099–1103.

(48) J. Miao, P. Ercius and S. J. L. Billinge: *Sci.*, **353**(2016), aaf2157.

(49) S. Van Aert, K. J. Batenburg, M. D. Rossell, R. Erni and G. Van Tendeloo: *Nat.*, **470**(2011), 374–377.

(50) B. Goris, S. Bals, W. Van den Broek, E. Carbó-Argibay, S. Gómez-Graña, L. M. Liz-Marzán, G. Van Tendeloo: *Nat. Mater.*, **11**(2012), 930–935.

(51) G. Guzzinati, T. Altantzis, M. Batuk, A. De Backer, G. Lumbbeck, V. Samaee, D. Batuk, S. Idrissi, J. Hadermann, S. Van Aert, D. Schryvers, J. Verbeeck and S. Bals: *Mater.*, **11**(2018), 1304.

(52) Q. Zhang, K. Kusada, D. Wu, T. Yamamoto, T. Toriyama, S. Matsumura, S. Kawaguchi, Y. Kubota and H. Kitagawa: *Nat. Commun.*, **9**(2018), 510.

(53) K. J. Batenburg, S. Bals, J. Sijbers, C. Kübel, P. A. Midgley, J. C. Hernandez, U. Kaiser, E. R. Encina, E. A. Coronado and G. Van Tendeloo: *Ultramicrosc.*, **109**(2009), 730–740.

(54) S. M. Collins, R. K. Leary, P. A. Midgley, R. Tovey, M. Benning, C.-B. Schönlieb, P. Rez and M. M. J. Treacy: *Phys. Rev. Lett.*, **119**(2017), 166101.

(55) O.-H. Kwon and Z. H. Zewail: *Sci.*, **328**(2010), 1668–1672.

(56) T. Epicier, L. Roiban, S. Li, M. Aouine, F. C. Santos Sires, A. Tuel and D. Farrusseng: *IMC 2014 Proc.* (ed. P. Hozák), Czechoslovak Microscopy Society (2014), IT-10-O-2812.

(57) S. Hata, S. Miyazaki, T. Gondo, K. Kawamoto, N. Horii, K. Sato, H. Furukawa, H. Kudo, H. Miyazaki and M. Murayama: *Microsc.*, **66**(2017), 143–153.

(58) S. Bals, E. Bladt, H. Vanrompay, A. Skorikov, A. Beche, W. Albrecht and Q. Xu: *IMC19 Proc.* (2018), [http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract\\_591.pdf](http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract_591.pdf).

(59) S. Yamasaki, M. Mitsuura, K. Ikeda, S. Hata and H. Nakashima: *Scripta Mater.*, **101**(2015) 80–83.

(60) 加藤雅治: 新教科書シリーズ 入門転位論, 裳華房(2006), 59–62.

(61) 坂公恭: 結晶転位論 鉄から窒化ガリウムまで, 丸善(2015), 54–55.

(62) S. Hata, M. Shimizu, K. Ikeda and H. Nakashima: *Microsc.*, **64**(2015), i13.

(63) L. Han, M. Boese, F. Zhou, M. Rauscer and F. Pérez-Willard: *IMC19 Proc.* (2018), [http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract\\_1307.pdf](http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract_1307.pdf).

(64) B. Haas, J. Rouvière, J. Müller and C. T. Koch: *IMC19 Proc.* (2018), [http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract\\_995.pdf](http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract_995.pdf).

(65) N. Kuwano, M. Itakura, Y. Nagatomo and S. Tachibana: *Microsc.*, **59**(2010), S175–S181.

(66) J. Müller, B. Haas, W. V. den Broek, S. Fairman and C. T. Koch: *IMC19 Proc.* (2018), [http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract\\_1018.pdf](http://abstracts.imc19.com/pdf/abstract_1018.pdf).

(67) C. S. Kaira, C. Kantzos, J. J. Williams, V. De Andrade, F. De Carlo and N. Chawla: *Acta Mater.*, **144**(2018) 419–431.

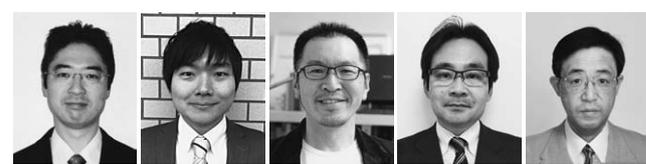
(68) H. Simons, A. King, W. Ludwig, C. Detlefs, W. Pantleon, S. Schmidt, F. Stöhr, I. Snigireva, A. Snigirev and H. F. Poulsen: *Nat. Commun.*, **6**(2015) 6098.

(69) Carl Zeiss X-ray Microscopy : Diffraction Contrast Tomography (2017), <https://www.zeiss.com/content/dam/Microscopy/us/download/pdf/Products/X-Ray/dct-digital-technote.pdf>.

★★

波多 聰  
 1994年3月 九州大学大学院総合理工学研究科修士課程修了  
 1994年4月 九州大学大学院総合理工学研究科助手  
 2007年4月 九州大学大学院総合理工学研究院准教授  
 2015年3月 現職  
 専門分野：電子顕微鏡，金属ナノ組織，規則-不規則変態  
 ©透過型電子顕微鏡による金属材料のナノ構造解析に従事。最近は，電子線トモグラフィーや自動結晶方位マッピングの応用を中心に活動。

★★



波多 聰 斉藤 光 村山光宏 佐藤和久 工藤博幸

## X線顕微鏡による化学状態マッピングと応用数学による 材料学的知見無しでの反応サイト特定

高エネルギー加速器研究機構(KEK)・物質構造科学研究所(IMSS) 木村正雄 武市泰男  
 理研革新知能統合研究センター 大林一平  
 新日鐵住金先端技術研究所 村尾玲子 京都大学高等研究院 平岡裕章

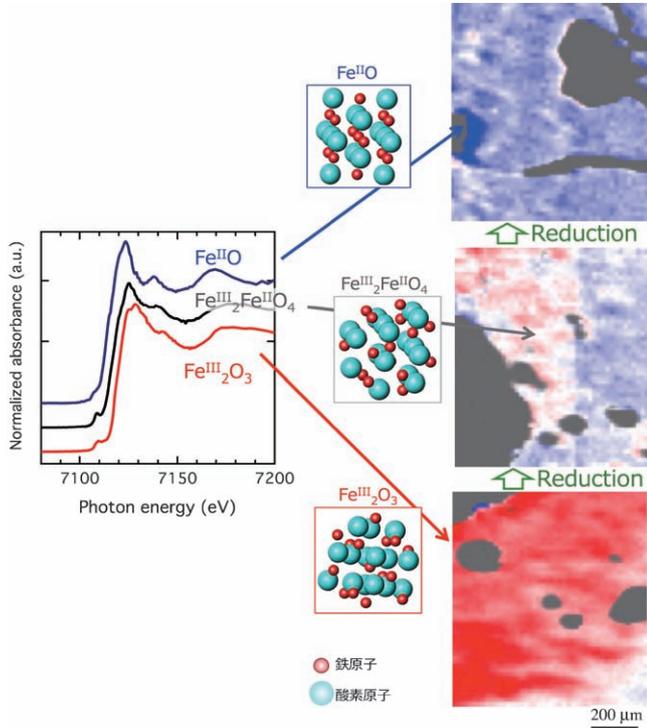


Fig. 1 還元度合いの異なる焼結試料について鉄の化学状態をマッピングした結果(右). 区別は吸収スペクトル(左)によるもので、僅かな電子状態の差異も反映されている。

X線顕微鏡を用いると材料組織と構成原子の化学状態の両方が可視化できる。但し測定データは空間+エネルギーの多次元ビッグデータとなる。内在する情報を最大限に引き出すために、人間の経験に頼らない新たなアプローチ(計測+応用数学)に取り組んだ。

Fig. 1は、還元度合いの異なる焼結鉄試料について、放射光のX線吸収分光(XAS)を用いて鉄の化学状態( $\text{Fe}^{\text{II}}$ ,  $\text{Fe}^{\text{II}} + \text{Fe}^{\text{III}}$ ,  $\text{Fe}^{\text{III}}$ )をマッピングした結果である<sup>(1)</sup>。還元が不均一・複雑に進行していることが明瞭に可視化されている。

焼結鉄を還元するとクラック等の発生のために機械的強度が低下する。試料全体の特性劣化の起点となる化学状態の不均一組織を、応用数学(persistent homology)と機械学習により解析・特定することに成功した<sup>(2)(3)</sup>。“島型”、“砂時計型”の組織が、還元に伴うき裂発生起点であることが、何の予備情報無しに特定できた(Fig. 2(a))。これらのサイト付近で実際にクラックが発生していることが確認され(Fig. 2(b))、本アプローチの有用性が確認された。本アプローチは、組織形状がマクロ特性に関する様々な現象への展開が期待できる。

### 文 献

- (1) M. Kimura, Y. Takeichi, R. Murao, I. Obayashi, Y. Hiraoka and Y. Liu: J. of Phys.: Conference Series, **849** (2017), 012015.
- (2) M. Kimura, I. Obayashi, Y. Takeichi, R. Murao and Y. Hiraoka: Sci. Rep., **8** (2018), 3553.
- (3) I. Obayashi, Y. Hiraoka and M. Kimura: J. of Applied and Computational Topology, **1** (2018), 421.  
 (2018年8月29日受理) [doi:10.2320/materia.57.595]

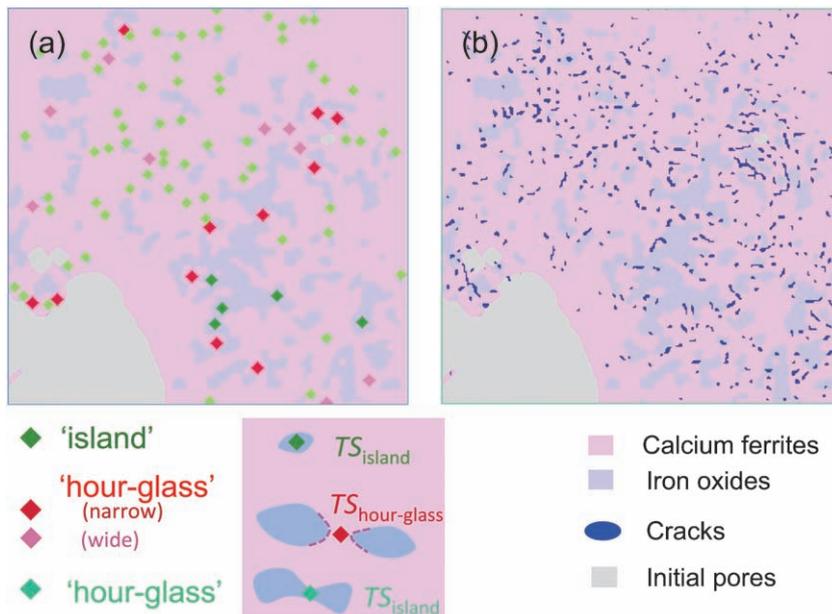


Fig. 2 (a) 応用数学(persistent homology)と機械学習により解析・特定された特性劣化の起点。“島型”、“砂時計型”の合計4種類の形状のき裂発生起点(Trigger Site)が特定された。(b)実際に発生したクラック(X-CTの観察結果)。(注)(a)の四種の劣化起点は試料全体の特性(スカラー量)を低下させる因子解析の結果明らかになったもので、(b)の情報を全く使っていない(例えば(b)との相関から求めたりする従来の方法とは考え方が全く違う)。

Chemical State Mapping Using X-ray Microscopes and Non-empirical Analysis of Trigger Sites Using Applied Mathematics; Masao Kimura, Ippei. Obayashi, Yasuo Takeichi, Reiko Murao and Yasuaki Hiraoka  
 Keywords: X-ray microscopy, X-ray absorption, persistent homology  
 Observation: X-ray microscope using synchrotron radiation (KEK/IMSS/PF BL-15A1, E = 7080–7100 eV), Sample preparation: mechanical polished, Analysis: persistent homology and machine learning

# シリコン表面の局所的な応力場におけるサーモリフレクタンス信号の位相分布

神戸市立工業高等専門学校 三宅修吾

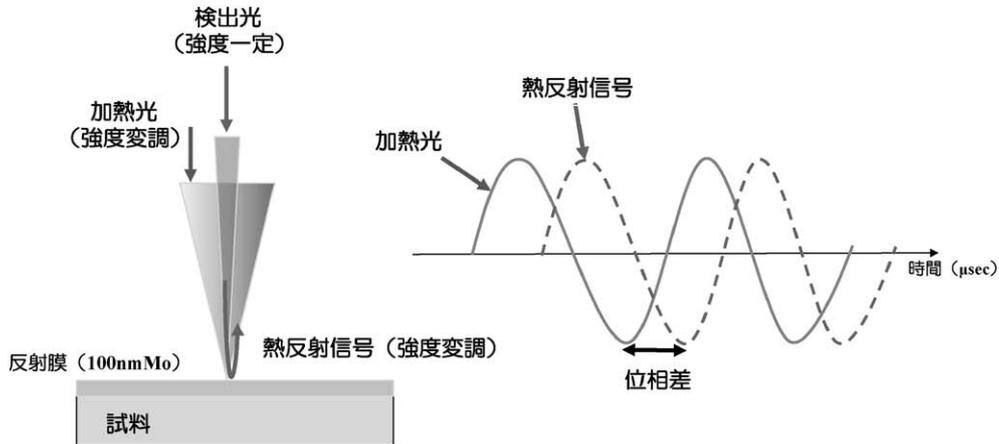


Fig. 1 サーモリフレクタンスの原理と位相信号.

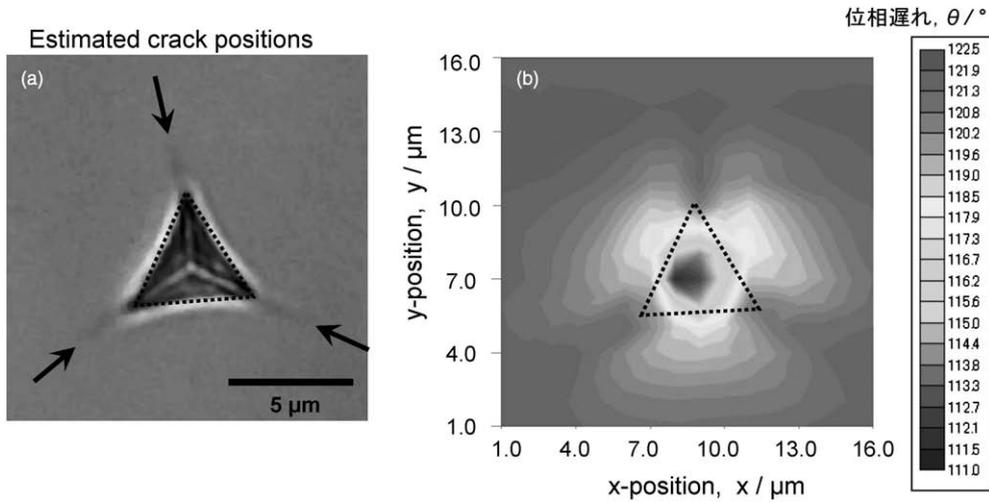


Fig. 2 ナノインデンテーションにより付与された単結晶シリコン表面の塑性変形(a)と顕微サーモリフレクタンス信号の位相分布(b).

サーモリフレクタンス(TR)法とは Fig. 1 に示す様に、強度変調した加熱光と一定強度の検出光を測定部に照射した際に生じる、反射された検出光信号(サーモリフレクタンス信号)の位相解析を行う事で、薄膜材料やマイクロスケールに迫る局所的な熱物性が評価できる手法である<sup>(1)(2)</sup>。光検出器とロックインアンプで解析される TR 信号の位相は、主に加熱光の熱拡散長程度の測定部近傍と表面直下の熱伝播特性に支配される。すなわち材料表面に施された加工や変形により格子ひずみや結晶性の乱れが生じた場合、TR 信号の位相は無ひずみの状態と比べて相対的に変化する。この原理を基に単結晶シリコン表面にナノインデンテーションで1辺が5 μm 程度の微小な塑性変形を与えた試料を用意し、圧痕周辺の TR 信号の位相分布を測定した<sup>(3)</sup>。

Fig. 2(a)に TR 信号計測用に施した厚さ100 nm の Mo 膜を介して圧痕表面を光学顕微鏡で撮影した写真を示す。Mo 膜の影響でコントラストは弱い、圧痕頂点から放射状にクラックが発生している事がわかる。Fig. 2(b)には同一領域

における TR 信号の位相分布を示す。圧痕頂点付近と圧痕各辺に垂直な方向において、位相分布の大きな違いが認められる。この TR 信号の位相分布は顕微ラマン分光法によるラマンシフトの分布と傾向が一致していた事から、応力場の情報を反映していると考えられる。本法は表面に反射膜を施す事で金属材料以外にも高分子やセラミックス材料まで幅広く適用できるだけでなく、加熱周波数を走査することで情報領域も制御できる事から、今後は様々な材料への展開が期待される。

## 文 献

- (1) S. Miyake, T. Kita, A. Miyake, K. Ikeda, and H. Takamatsu: Rev. Sci. Instrum., **80**(2009), 124901.
- (2) 三宅修吾, 三宅 綾, 池田健一, 高松弘行, 喜多 隆: 日本金属学会誌, **73**(2006), 434-438.
- (3) S. Miyake, T. Kato, H. Taguchi and T. Namazu: Jpn. J. Appl. Phys., **55**(2016), 06GP08.

(2018年8月10日受理)[doi:10.2320/materia.57.596]

Phase Distribution of Thermoreflectance Signal Around Local Stress on Silicon Surface; Shugo Miyake  
 Keywords: frequency-domain thermoreflectance method, single crystal silicon, local stress  
 Specimen preparation: DC sputtering (Mo target) TR measurement: TM3 (Bethel Co., Ltd.)

# 走査型電子線誘起熱音響波動顕微鏡による非破壊観察

大阪大学 渋谷陽二

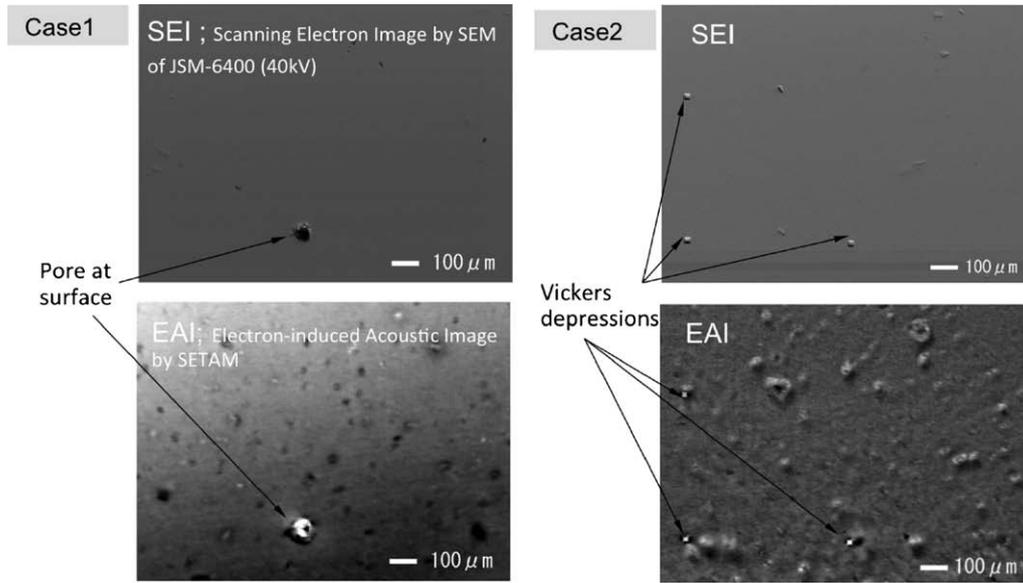


Fig. 1 焼結材料 JIS SUJ2 の内部空孔の非破壊観察<sup>(2)</sup>.

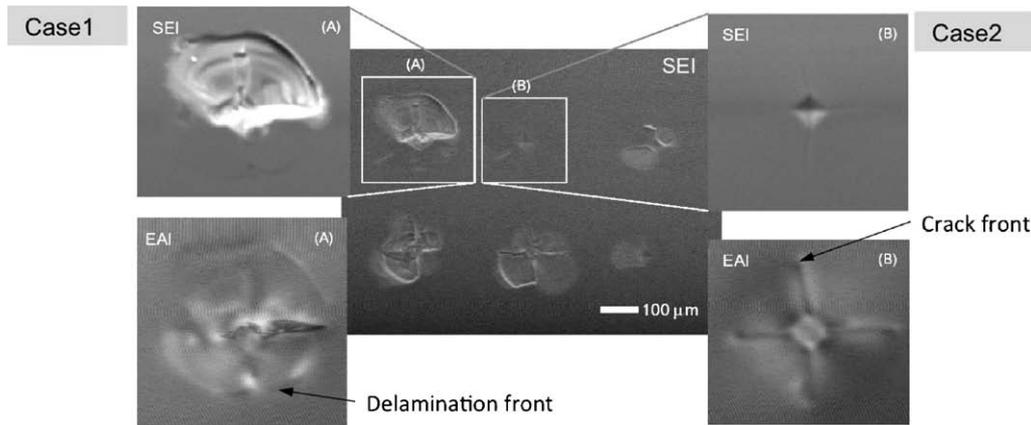


Fig. 2 DLC 硬質膜の界面はく離非破壊観察とき裂の正確な長さ同定<sup>(2)</sup>.

走査型電子顕微鏡(SEM)は、金属材料から生物まで幅広い対象を直接観察できるが、試料の表面のみの情報しか得られない。SEMの利点と面内分解能を活かしつつ、表面観察視野直下の内部非破壊観察を可能にする手法として、走査型電子線誘起熱音響波動顕微鏡(SETAM)を開発してきた<sup>(1)</sup>。SETAMは、電子線を断続させることによって、非フーリエ熱伝導現象、音弾性現象、圧電効果を用いる現象の3つの異なる物理を連成させたMulti-physicsに動作原理を持つ<sup>(2)</sup>。熱波と弾性波(音波)の連成波動を用いて、波長の短い熱波が熱機械的特性の違いを持つ欠陥により波動の散乱が生じ、これに連成した波長の極めて長い音波がこの散乱による位相差を搬送し、試料裏面に設置した圧電素子により電圧信号に変換する。電子線の断続周波数との位相差を、SEMの面内スキャンに同期させてイメージングすることにより、亜

表面に位置する内部欠陥や内部構造を対象にした非破壊観察手法である。被観察物によるが、熱波の減衰のために表面から100 μm程度までは観察可能であり、これまで焼結金属の数十 μmの内部空孔の観察(Fig. 1)や、DLC硬質膜とSi基材の界面剥離や真のき裂長さの同定(Fig. 2)といった内部観察と、磁場等を用いないマルテンサイト相変態の形状観察やエッチングなしでの粒界観察といった表面観察に成果をあげてきた<sup>(2)</sup>。

## 文 献

- (1) 渋谷陽二, 小山敦弘, 塩田 剛: 材料, **55**(2006), 95-100.
  - (2) Y. Shibutani, A. Koyama and R. Tarumi: Acta Mech., **228**(2017), 2835-2848.
- (2018年8月16日受理)[doi:10.2320/materia.57.597]

Nondestructive Observations using Scanning Electron-induced Thermal and Acoustic Wave Microscope; Yoji Shibutani  
 Keywords: *electron-induced thermal-acoustic wave, nondestructive observation, SETAM, imaging of phase difference*  
 SETAM specimen preparation; any sample with around 10 mm × 10 mm × 1 mm thickness available in SEM  
 SETAM utilized: based on JSM6510 (30 kV) currently

## 生体イメージング法による骨髄内血管網の可視化

大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻 小 笹 良 輔 中 野 貴 由

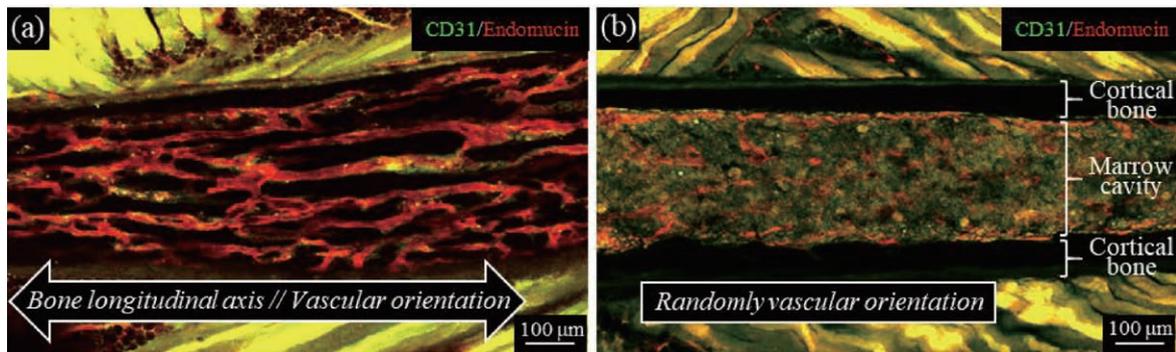


Fig. 1 (a)正常マウス(b)c-src遺伝子欠損マウスにおける骨髄内血管パターンとの相違.

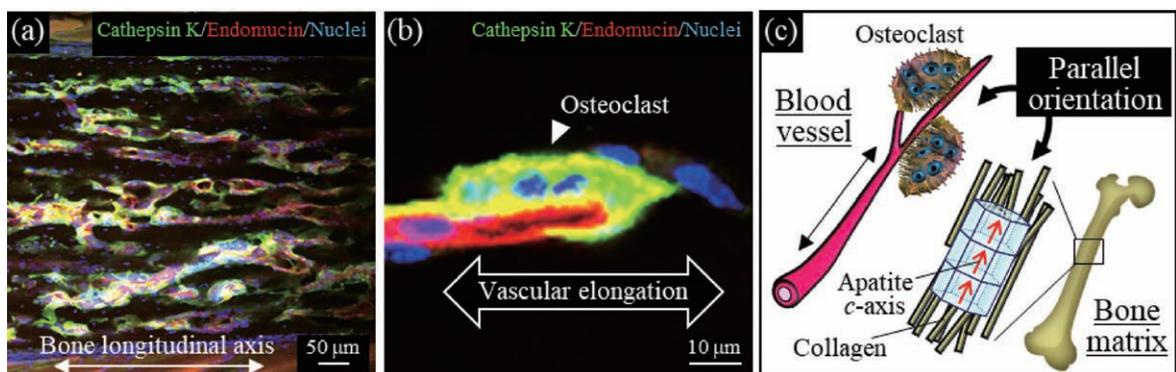


Fig. 2 (a)正常マウスにおける異方性血管網構造(赤色)と破骨細胞(黄緑色)の蛍光二重染色像. (b)骨長手方向に伸長した血管と破骨細胞(矢頭)との直接的接着. (c)正常マウスでは骨髄内血管網の走行方向と骨基質(コラーゲン/アパタイト)の優先配列化方向が一致する.

共焦点レーザー顕微鏡は、落射型蛍光顕微鏡系を基本として設計されており、レーザー光を線源とする。合焦位置と光学的に共役位置にピンホールを配することで、合焦位置以外からの蛍光を除去することが可能となり、明瞭な光学的断層像を得ることができるため、生体組織の立体的な配置や構造、組織内での細胞分布を観察するのに適する。骨組織は、コラーゲン線維と生体アパタイトから成る異方性構造材料<sup>(1)</sup>であり、骨系細胞や他臓器間連携により巧妙に制御されている。我々は、本顕微鏡と免疫蛍光染色法<sup>(2)</sup>を駆使することで、骨組織配向化機構の一端を明らかにした。Fig. 1には、正常マウスとc-src 遺伝子欠損マウスにおけるそれぞれの骨髄内血管網を示す。正常マウスにおいては、血管網は骨基質配向方向へ優先的に走行しており(Fig. 1(a))、破骨細胞が血管伸長に関わることが明らかになった(Fig. 2)。一方で、c-src 遺伝子欠損マウスは、破骨細胞の機能不全によって骨配向性の低下を示す<sup>(3)</sup>が、同時に、血管網の配列化構造が破綻することが明らかになった(Fig. 1(b))。以上より、

骨髄内血管パターンと骨基質異方性構造の相関関係が示された。

本研究は、血管誘導による骨健全化のための生体材料開発や、他臓器間連携に基づく新規再生医療法の提案に繋がるものと強く期待される。

本稿で紹介した研究は、日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究(S)「骨異方性誘導のための「異方性の材料科学」の構築(研究代表者：中野貴由)」の支援を受けて実施された。

### 文 献

- (1) T. Nakano *et al.*: *Bone*, **31** (2002), 479-487.
- (2) R. Ozasa and T. Nakano *et al.*: *J. Biomed. Mater. Res. A*, **106** (2018), 360-369.
- (3) T. Ishimoto and T. Nakano *et al.*: *Bone*, **103** (2017), 216-213. (2018年8月17日受理)[doi:10.2320/materia.57.598]

## 球状黒鉛鋳鉄中の介在物硬度測定

物質・材料研究機構 増田 秀樹 藤田 大介

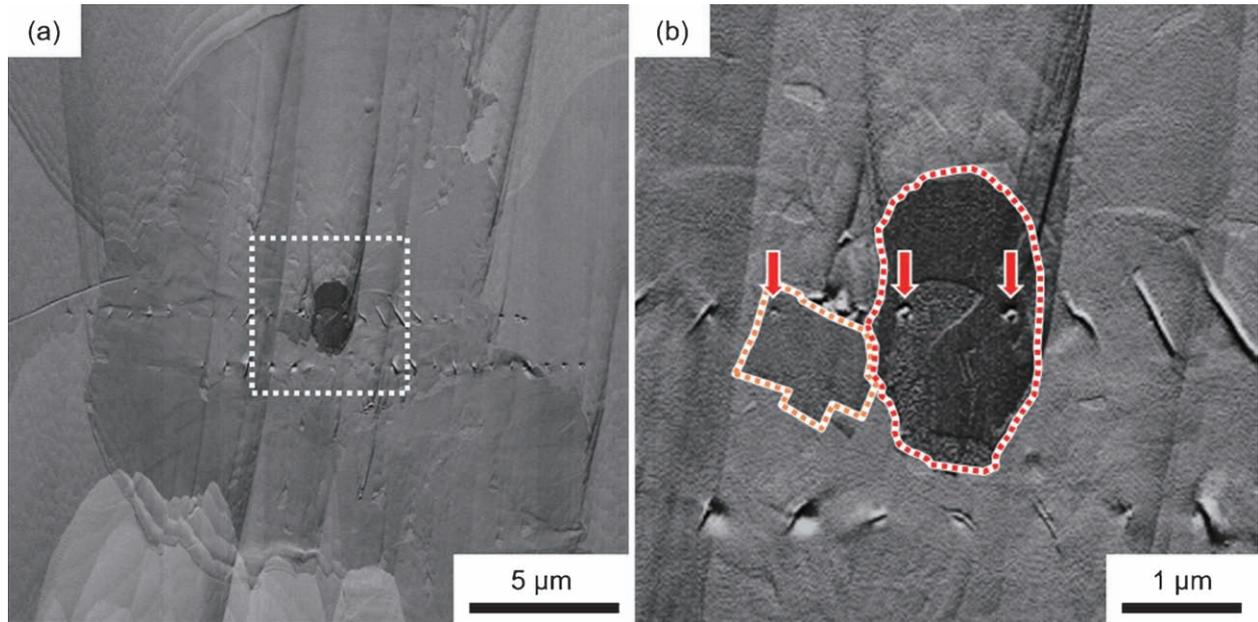


Fig. 1 (a) 球状黒鉛断面のAFM像. (b) 球状黒鉛の中心部 (Fig. 1(a)白点線)を拡大したAFM像. 赤とオレンジの点線は、介在物粒子を示す. 矢印はインデンテーションの圧痕を示す. (c) 球状黒鉛の中心部のSTEM-EDSマッピング. (オンラインカラー)

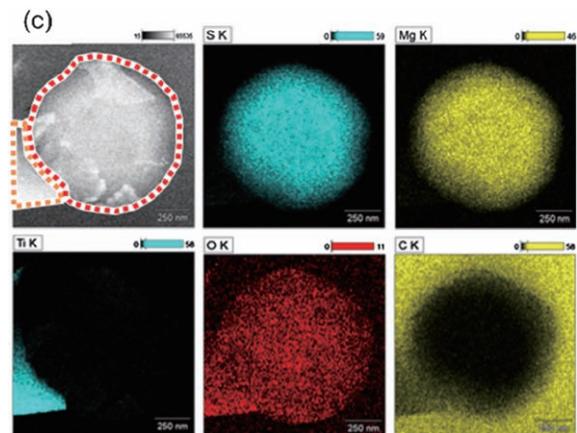
原子間力顕微鏡を用いたナノインデンテーション(AFM-NI)<sup>(1)</sup>から、ナノスケールでビッカース硬さを決める手法を開発した。

マイクロビッカース試験では規定の四角錐型圧子を用いるが、AFM-NIで用いる圧子はカンチレバー探針の先端である。探針先端は通常、開き角が小さく、円錐状であり、押し込み体積に対する先端曲率半径の影響が大きい。錐体の形状補正を考慮して、マイクロビッカースの圧痕面積に相当する換算面積 $\alpha$ を圧子の体積換算により算出し、硬度を換算した<sup>(2)(3)</sup>。

$$H_{\text{Vickers}}(d) = H_{\text{NI}}(r) = 0.102 \times F_{\text{Max}} / \alpha \quad (1)$$

球状黒鉛鋳鉄をArイオン研磨し、露呈した断面の球状黒鉛を試料とした。Fig. 1(a)に、測定試料のAFM像を示す。この球状黒鉛の中央部(白枠)の拡大図をFig. 1(b)に示す。赤とオレンジの点線で示すような二つの粒子が含まれている。二つの粒子は、STEM-EDSによりMgとTiの酸化物または硫化物であることがわかる(Fig. 1(c))。

この断面上で、AFM-NIを行った。AFM像からNIの圧痕(Fig. 1(b)中矢印)面積を計測し、粒子のビッカース硬さを



を算出すると、200~500 HVであった。鋳鉄のマトリクス(~200 HV)と比較しても、これらの粒子は特別高い硬度は示さないことがわかった。鋳鉄の機械的特性の起源を調査するために、界面や炭素形体の解析に応用する必要がある。

### 文 献

- (1) K. Miyake, *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys., **43** (2004), 4602-4605.
- (2) H. Masuda: *Materia Japan.*, **56** (2017), 20-23.
- (3) H. Wang, *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys., **55** (2016), 106602.  
(2018年8月20日受理) [doi:10.2320/materia.57.599]

Hardness Measurement on Inclusions in Spheroidal Graphite Cast Iron; Hideki Masuda, Daisuke Fujita  
Keywords: AFM-NI (atomic force microscope-nanoindentation), spheroidal graphite cast Iron  
TEM sample preparation: FIB, Microscope: JEM-ARM200F

# ToF-SIMS 内その場充放電による全固体電池中のリチウム分布計測

物質・材料研究機構 増田 秀樹 石田 暢之 藤田 大介  
太陽誘電株式会社 小形 曜一郎 伊藤 大悟

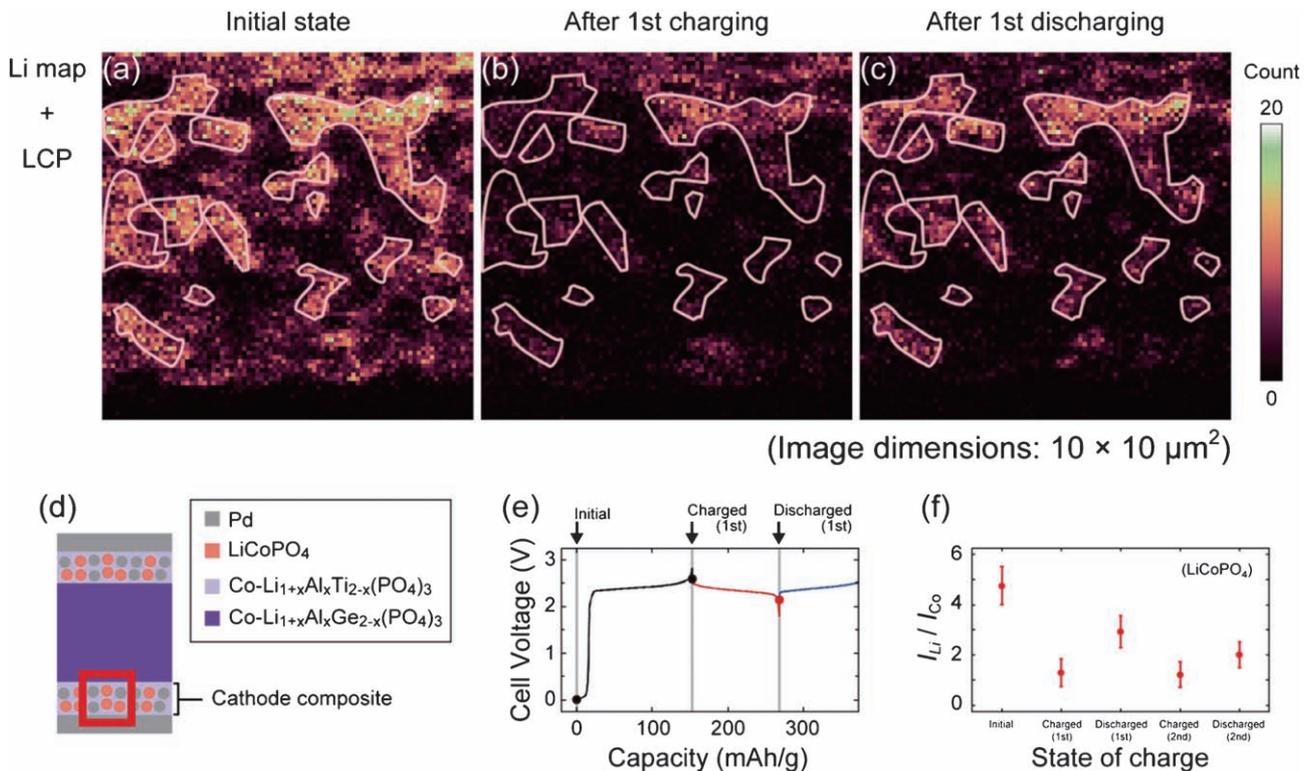


Fig. 1 全固体電池の複合正極部で測定した Li マッピングの変化。(a)–(c) 初期状態, 初回充電後, 初回放電後に測定した Li マッピング。線で囲まれた領域は LiCoPO<sub>4</sub> 粒子を示す。(d) 測定した全固体電池の模式図。赤枠は測定視野を示す。(e) 電池の充放電曲線。(f) LiCoPO<sub>4</sub> 中の Li 強度の充電状態に対する変化。(オンラインカラー)

次世代蓄電池として期待されている全固体 Li イオン二次電池には、電極-電解質界面で発生する高いイオン伝導抵抗に起因する低出力密度という課題がある。この原因を理解し、電池を高性能化するためには、電池反応によって移動する Li イオンの分布を可視化する必要がある。本研究では、Li イオンを高い感度で検出できる飛行時間型二次イオン質量分析 (ToF-SIMS) を用いて、バルクサイズの酸化物全固体電池の複合正極部の Li イオン分布の変化を計測した (Fig. 1(a)–(c))。Fig. 1(d) に示すような全固体電池を、Ar イオン垂直研磨により断面化<sup>(1)</sup>した試料を準備した。

断面化した電池を ToF-SIMS 内で充放電した<sup>(2)</sup> (Fig. 1(e))。各充放電過程の前後に、この複合正極領域 (Fig. 1(d) 中の赤枠) にて ToF-SIMS 測定を行った。Fig. 1(a)–(c) はそれぞれ、同一の視野で測定した初期状態, 初回充電後, および初回放電後の Li マッピングである。図中の白線は、元素マッピングから判断した正極活物質 (LiCoPO<sub>4</sub>) 粒子の輪郭

を示している。活物質粒子の輪郭内では、電池の充電・放電に合わせて Li のカウントが減少・増加している。つぎに、各充電状態で測定した ToF-SIMS スペクトル・マッピングから、正極活物質粒子上で測定したスペクトルを抽出し、Li ピーク強度を Co のそれで除して規格化した。Fig. 1(f) は、活物質における Li 強度の充電状態に対する変化を示している。Li 強度は繰り返し増減の挙動を示し、電池の充放電に対応した Li イオン分布の変化を計測することが可能になった。

## 文 献

- (1) H. Masuda, *et al.*: *Nanoscale*, **9** (2017), 893–898.
- (2) H. Masuda, *et al.*: *J. Power Sources*, **400** (2018), 527–532.  
(2018年8月27日受理) [doi:10.2320/materia.57.600]

## 光電変換ペロブスカイト結晶のデンドライト構造

滋賀県立大学工学部 奥 健夫 山野内 潤 梅本百合 鈴木厚志

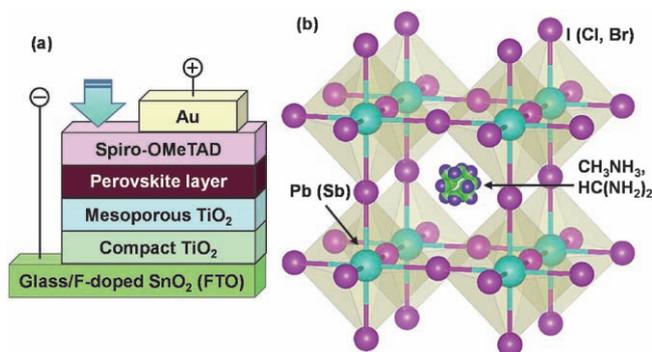


Fig. 1 (a)ペロブスカイト太陽電池のデバイス構造.  
 (b)ペロブスカイト結晶の構造モデル.

ペロブスカイト系太陽電池は、可視光全域光電変換と高開放電圧により高い変換効率を得られ、次世代太陽電池材料として注目されている。ペロブスカイト層形成においては、溶質元素種による拡散律速結晶成長制御の可能性が示唆される<sup>(1)</sup>。本研究では、Fig. 1(a)に示すデバイス構造中のペロブスカイト化合物  $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_3$  (Fig. 1(b))の  $\text{CH}_3\text{NH}_3^+$  を  $\text{HC}(\text{NH}_2)_2^+$  に置換した  $\text{HC}(\text{NH}_2)_2\text{PbI}_3$  を作製し、さらに I 位置へ Br 添加、Pb 位置へ Sb 添加を試み、その太陽電池特性と微細構造評価を行った。

Fig. 2(a)は、Fig. 1(a)のデバイスの矢印位置から観察した  $\text{HC}(\text{NH}_2)_2\text{PbI}_3$  の透過光学顕微鏡像で(ペロブスカイト結晶と Au 以外は可視光に対し透過)、濃いコントラストを示すペロブスカイト結晶が約  $10 \mu\text{m}$  の距離を保ちながら分散している。下地は Fig. 1(a)に示す FTO/ $\text{TiO}_2$  層である。Fig. 2(b)–(d)に示すように、Br もしくは Sb を少量添加することで、ペロブスカイト結晶がデンドライト状に緻密に成長し、太陽電池表面被覆率が向上する。太陽電池の短絡電流密度は、このデンドライト構造により  $4.6 \text{ mA cm}^{-2}$  から  $7 \text{ mA cm}^{-2}$  以上まで上昇し、光電変換効率が2倍以上向上した。Fig. 2よりギブズ・トムソン係数、液相線勾配を求めた。溶質元素種類の増加で拡散律速凝集における結晶成長速度に対する中立安定条件を満たす構造が形成すると考えられる。ボックスカウンティング法による画像解析からフラクタル次元の変化も確認された。

以上のようなデンドライト構造による被覆率向上が相互浸透型 pn 接合界面面積の増大につながり、ペロブスカイト太陽電池の短絡電流密度・光電変換効率向上に大きく寄与することを明らかにした。

### 文 献

(1) T. Oku, Y. Ohishi and N. Ueoka: RSC Advances, 8(2018), 10389.

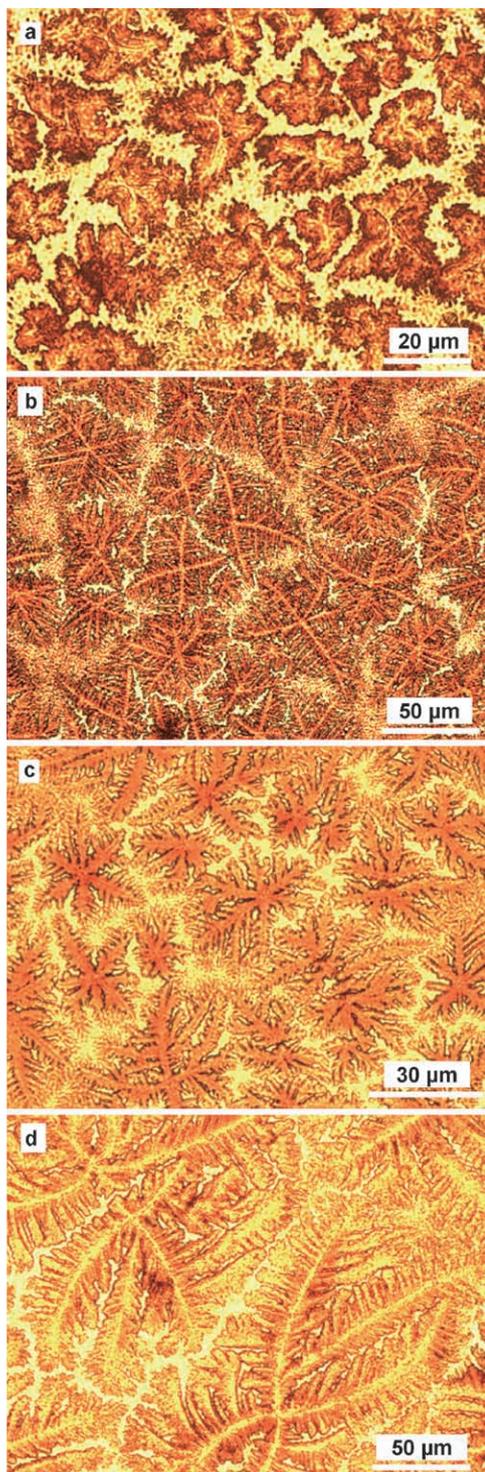


Fig. 2 (a)  $\text{HC}(\text{NH}_2)_2\text{PbI}_3$ , (b)  $\text{HC}(\text{NH}_2)_2\text{PbI}_{2.85}\text{Br}_{0.15}$ , (c)  $\text{HC}(\text{NH}_2)_2\text{PbIBr}_2$ , (d)  $\text{HC}(\text{NH}_2)_2\text{Pb}_{0.95}\text{Sb}_{0.05}\text{I}_3$  の光学顕微鏡像.

(2018年7月30日受理) [doi:10.2320/materia.57.601]

Dendritic Structures of Photovoltaic Perovskite Crystals; Takeo Oku, Jun Yamanouchi, Yuri Umemoto and Atsushi Suzuki

Keywords: dendrite, perovskite, solar cell, crystal growth

OM specimen preparation: Spin-coating OM utilized: Nikon ECLIPSE E600

# イオンミリング法による強誘電体薄膜の断面加工と AFM 解析

静岡大学電子工学研究所 坂元尚紀 脇谷尚樹 鈴木久男  
静岡大学工学部 宮崎智史 川口昂彦

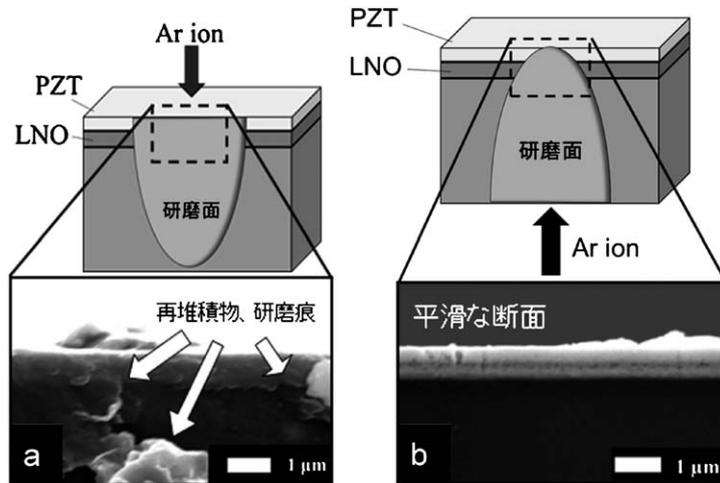


Fig. 1 薄膜表面方向からの Ar イオン照射(a)と基板方向からの Ar イオン照射(b)によって得られた PZT 薄膜断面の SEM 像。

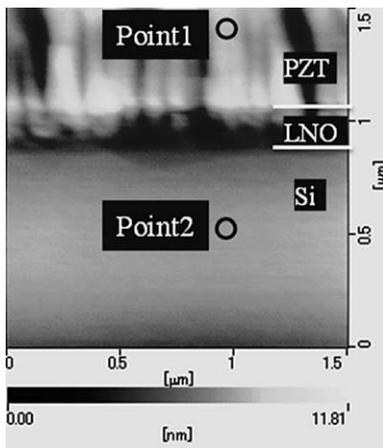


Fig. 2 Ar イオンミリングによって得られた PZT 薄膜の断面 AFM 像。

近年薄膜と基板の界面に存在する応力や格子歪等のナノ構造因子が薄膜の物性に大きな影響を及ぼしていることが指摘されており、薄膜内部や基板界面で起きている現象を解析する新たな解析手法が求められているが、局所領域での物性評価が可能な AFM を用い、薄膜断面に対する圧電特性評価を行った例は筆者らの知る限り他に無い。著者らは AFM による薄膜断面の分析を行うことを目的とし、薄膜断面の加工条件探索ならびに AFM による評価を行った。

断面 AFM 観察を行うにあたり、平滑な断面を得るための Ar イオン照射条件の最適化が極めて重要であった。Fig. 1 (a)および(b)は、それぞれ薄膜側および基板側からイオン照射を行った際の試料断面の FE-SEM 画像であるが、薄膜側からイオン照射を行うとリデポ(ミリングされた試料の再

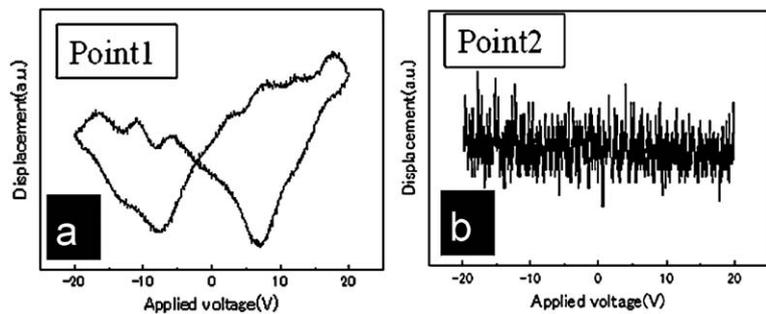


Fig. 3 Fig. 2 中の Point1 および 2 にカンチレバーをアプローチして得られた圧電応答測定結果。

堆積物)やイオン照射痕により平坦な断面が得られなかったため、薄膜部がイオン源から遠くなるように、基板側からイオン照射を行い、比較的マイルドな条件でミリングを行うことによって平滑な断面を得ることに成功した。Fig. 2 は強誘電体薄膜試料の断面 AFM 画像である。強誘電体層である PZT ( $(\text{Pb}(\text{Zr}_{0.53}, \text{Ti}_{0.47})\text{O}_3)$ ), 下部電極層の LNO ( $\text{LaNiO}_3$ ) および Si 基板の 3 層が明瞭に識別できる。Fig. 2 中の Point1 および 2 に導電性カンチレバーをアプローチし、電圧印加 ( $\pm 20 \text{ V}$ ) に伴うカンチレバーの変位を測定したところ、それぞれ Fig. 3 (a) および (b) が得られた。Fig. 3 (a) では強誘電体の圧電特性を示す典型的な圧電バタフライカーブ形状が得られている一方、Fig. 3 (b) では圧電応答が観察されなかった。このことから、薄膜断面 AFM 観察により断面試料の微構造観察のみならず、局所的な圧電応答評価が可能であることが示された。今後は強誘電ドメインの膜内分布の評価などへ発展していきたい。

(2018年 8月23日受理) [doi:10.2320/materia.57.602]

Cross Sectional Processing of Ferroelectric Thin Films by Ion-milling for AFM Analysis; Naonori Sakamoto, Naoki Wakiya, Hisao Suzuki, Satoshi Miyazaki and Takahiko Kawaguchi

Keywords: cross section, AFM (atomic force microscopy), PZT

AFM specimen preparation: Mechanical polishing and ion milling (EM-09100IS) AFM utilized: SPI-3800N/SPA-400

Ferroelectric measurement system utilized: FCE-1

## $\beta$ 型チタン合金の高温・低温二段時効法における析出 $\alpha$ 相の核生成サイト

元岡山理科大学工学部 助台 榮一

岡山理科大学学生(現:成瀬製材所) 成瀬 光樹 岡山理科大学学生(現:相浦機械) 橋口 達朗

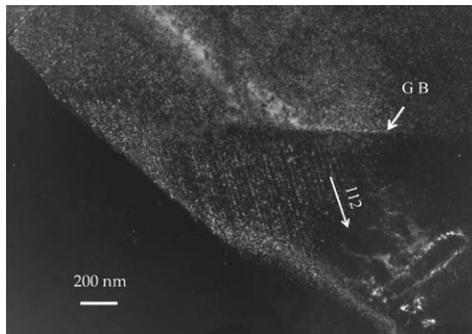


Fig. 1 一段目時効試料の析出 $\alpha$ 相斑点による暗視野像. 針状 $\alpha$ 相が結晶粒界(GB)から母相 $\langle 112 \rangle$ 方向に成長.

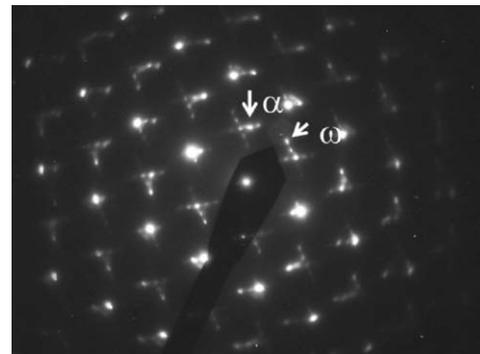


Fig. 2 二段目時効試料の電子回折図形. 入射電子線は母相 $\langle 110 \rangle$ 方向に平行.  $\alpha$ 相と $\omega$ 相の斑点が認められる.

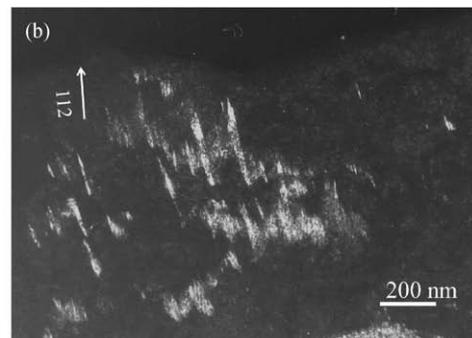
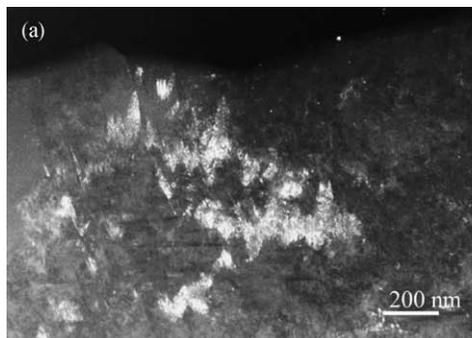


Fig. 3 (a)二段目時効試料の析出 $\omega$ 相の斑点による暗視野像. (b)二段目時効試料の $\alpha$ 相と $\omega$ 相の両斑点による暗視野像. 析出 $\alpha$ 相粒子が析出 $\omega$ 相と重なっている.

$\beta$ 型 Ti 合金(bcc)は Ti の諸特性に加えて、高い加工性と優れた時効性を有する。より高強靱化を達成するために多数の研究がなされており、一方法として、二段時効法がある<sup>(1)(2)</sup>。いずれの方法においても、その基本は、 $\alpha$ 相粒子の析出制御である。そのためには、 $\alpha$ 相の核生成サイトの解明が必要と考えられる。本報告では、Ti-15-3 合金を高温時効(873 K, 11 ks)後に、低温時効(673 K, 90 ks)を施す二段時効による $\alpha$ 相の核生成サイトについて、透過電顕暗視野像法と電子回折法により調べた結果を述べる。観察用薄膜試料は、電解研磨法により作製した。Fig. 1 は、高温時効後の析出 $\alpha$ 相の回折斑点による暗視野像である。結晶粒界(GB)から直接針状 $\alpha$ 相が母相の $\langle 112 \rangle$ 方向に析出していること、および析出物は母相とバーガースの方位関係<sup>(3)</sup>を満たすことが分かった。Fig. 2 は、二段目低温時効試料の電子回折図形であり、入射電子線は母相の $\langle 110 \rangle$ 方向である。 $\alpha$ 相兄弟晶の回折斑点と長時間時効後に現われる $\omega$ 相<sup>(4)</sup>の回折斑点が認められる。Fig. 3(a)は、その $\omega$ 相の回折斑点に依る暗視野像である。Fig. 3(b)は、同じ場所における $\alpha$ 相と $\omega$ 相の両回折斑点に依る暗視野像である。Fig. 3(a)と Fig. 3(b)

を比べると、 $\alpha$ 相と $\omega$ 相の析出物が重なっていること、また、 $\alpha$ 相は矩形状に析出し、母相とバーガースの方位関係を満たすが、その長手方向は母相の $\langle 112 \rangle$ 方向に平行でないことが分かった。これらの結果より、二段目時効に依る $\alpha$ 相は析出物 $\omega$ 相を経由<sup>(5)</sup>して生成すると考えられるが、その詳細は調査中である。強度靱性の向上には、結晶粒内に微細な $\alpha$ 相粒子を高密度に生成することが求められるので、結晶粒内における核生成サイトの制御が必要であり、 $\omega$ 相析出の制御も必要と考えられる。

### 文 献

- (1) 丹羽直毅: 鉄と鋼, **78**(1992), 493-499.
- (2) 岡田 稔: 鉄と鋼, **76**(1990), 614-621.
- (3) W. G. Burgers: Physica, **1**(1934), 561-586.
- (4) E. Sukegai, H. Yagi, D. Yoshimitsu, H. Matsumoto, T. Ando, W. F. Xu and H. Hashimoto: Ultramicroscopy, **98**(2004), 209-218.
- (5) 竹元嘉利, 飛田守孝, 榊原 精: 日本金属学会誌, **57**(1993), 261-267.

(2018年 8月12日受理) [doi:10.2320/materia.57.603]

Nucleation-sites of  $\alpha$ -precipitates of Ti-15-3 Alloys due to a Two-step Aging Process from High to Low Temperatures; Eiichi Sukegai, Kouki Narita and Tatsuro Hashiguchi

Keywords:  $\alpha$ -precipitates, two-step aging, nucleation-sites, TEM dark field method, diffraction pattern

Material used: Ti-15-3 (Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al) alloy

Specimen preparation: Solution-treatment; 1123 k for 3.6 ks in vacuum, 1<sup>st</sup>-step aging; 873 K for 11 ks, 2<sup>nd</sup>-step aging; 673 K for 90 ks

TEM specimen preparation: electro-polishing Electron microscope used: JEM-4000EX operated at 400 kV

# 表面保護 FIB 加工によるタングステンの表面最近傍断面組織の高分解能観察

核融合科学研究所 永田大介 時谷政行 室賀健夫

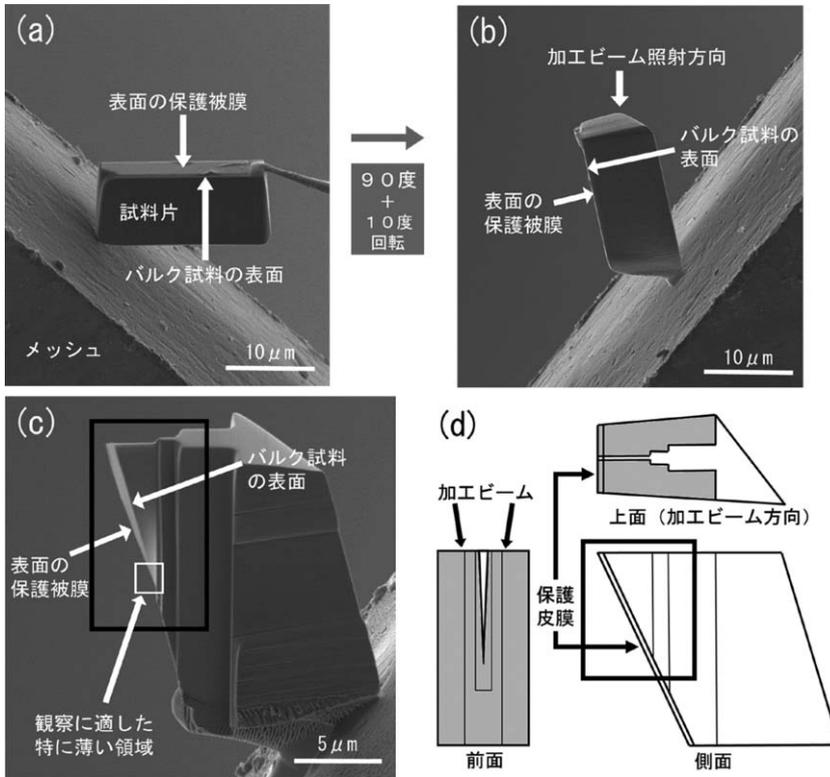


Fig. 1 (a) 試料片を TEM 観察用のメッシュに固定する. (b) メッシュを90度プラス10度程度回転させる. (c) 薄膜加工後の試料片. (d) (c)の試料片を前面および側面, 上面(加工ビーム方向)から見た模式図.

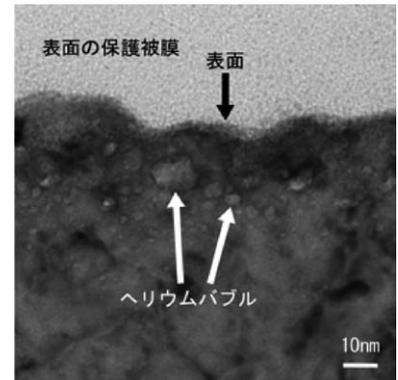


Fig. 2 Fig. 1(c)の白線四角で示す断面領域をTEM観察した画像. ここでは, プラズマ照射によってタングステンの表面最近傍に発生したヘリウムバブルを示す. 電子ビーム透過能に対して十分な薄さの薄膜試料であるため, 高分解能による観察が可能となる.

試料断面の微細構造を透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて観察するためには, 集束イオンビーム加工観察装置(FIB)によってバルク試料から試料片を切り出し, さらに TEM 観察可能な薄さに薄膜化する必要がある. 特に表面最近傍の組織を観察したい場合, 表面を保護しつつ, 観察可能な薄さまで薄膜化する必要がある. 本研究では, Fig. 1 に示す試料およびビームを傾斜させた FIB 加工を行うことにより, くさび形に試料を成形して, その先端近傍に特に薄い観察領域を得ることが出来た. これにより, Fig. 2 に示すようなタングステン表面最近傍の断面微細構造を, 高分解能で観察することが可能となった.

実際の加工手順を Fig. 1 に示す. Fig. 1(a)表面に保護被覆を施したバルク試料から試料片を切り出し, TEM 観察用

のメッシュに固定する. その際, 試料片を水平に, メッシュを45度に傾けておく. (b)メッシュを90度プラス10度程度回転させる. これにより, バルク試料の表面が加工ビーム照射方向から隠れるため, 試料の表面を残す形で薄膜化することが出来る. (c)薄膜加工後の試料片を示す. (d)(c)の試料片を前面および側面, 上面(加工ビーム方向)から見た模式図で示す. (c)と(d)の黒線四角で示す領域が対応する. 加工削除する部分をグレーで示した. (d)で示すように加工ビームを左右に傾けることによって, 薄膜化領域をくさび形に成形することが出来る. 下側に向けて薄くなるくさび形に成形することで, (c)の白線四角で示した領域を特に薄くすることが出来る. 実際の TEM 観察画像を Fig. 2 に示す.

(2018年8月2日受理[doi:10.2320/materia.57.604])

# CTEM 傾斜実験による等原子比 HfPd 合金の結晶構造解析

熊本大学大学院自然科学研究科 久田 翔太  
 熊本大学大学院先端科学研究部 松田 光弘

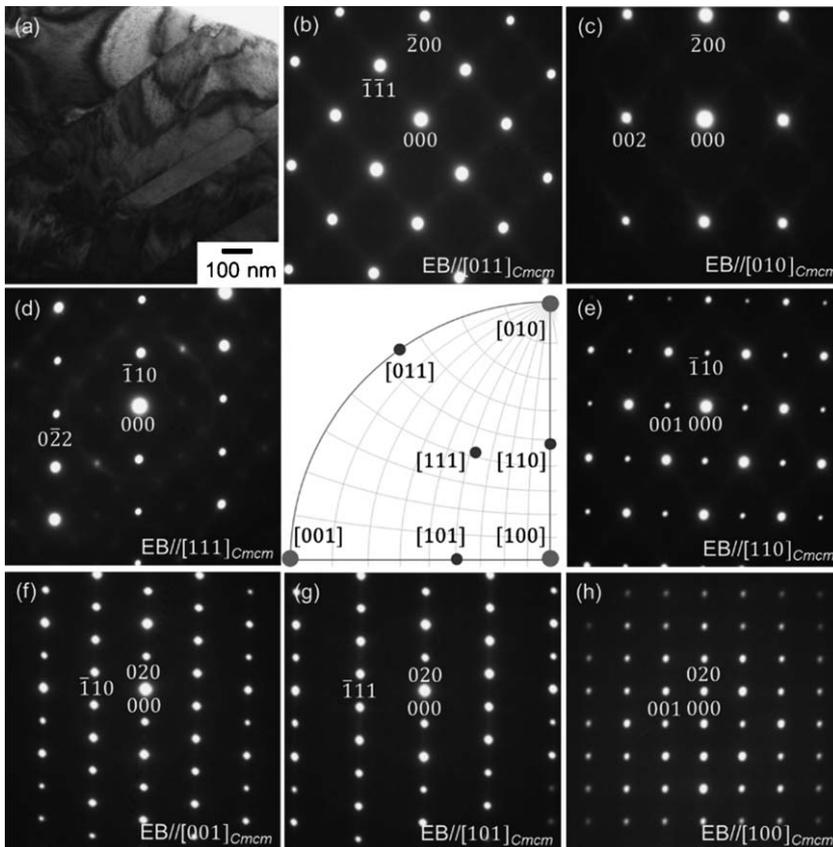


Fig. 1 等原子比 HfPd 合金マルテンサイト相の (a) 明視野像, (b)-(h) 電子回折像.

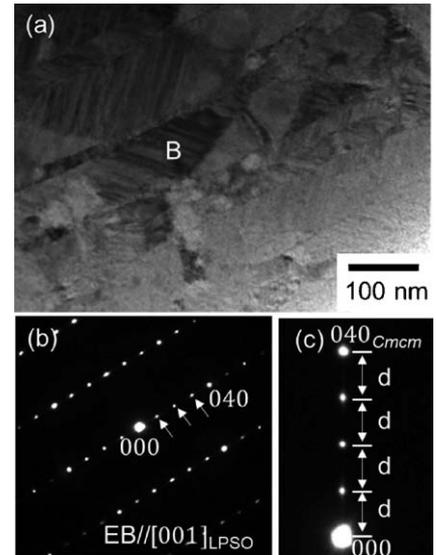


Fig. 2 100 cycle 後の等原子比 HfPd 合金の (a) 明視野像, (b) 領域 B における電子回折像, (c) 電子回折像 (b) の拡大図.

高温にマルテンサイト変態点を有する等原子比 HfPd 合金に対して、これまで第一原理計算や中性子回折線を用いたり、トベルト解析により構造解析が行われてきたが、統一的な見解が得られていない。我々は局所領域の構造解析が可能な CTEM 傾斜実験による電子回折像を用いて結晶構造を精密に決定した<sup>(1)</sup>。

等原子比 HfPd 合金は、Fig. 1(a) に示すように幅が約 200 nm のプレート状のマルテンサイト組織を呈していた。Fig. 1(b)-(h) に等原子比 HfPd 合金のマルテンサイト相における主要な晶帯軸からの電子回折像を示す。(h) に示す入射方向 [100] から (c) に示す入射方向 [010] への傾斜実験により、(001) の回折スポットは 2 重回折に起因しており、禁制反射であることが分かった。さらに主軸 ( $a^*$ ,  $b^*$ ,  $c^*$ ) に対する回折像の対称性および電子回折スポットに基づき消滅則を考慮した結果、等原子比 HfPd 合金の結晶構造は斜方晶 B33

構造(空間群:  $Cmcm$ , 格子定数:  $a = 0.329$  nm,  $b = 1.02$  nm,  $c = 0.438$  nm)であることが明らかとなった。

さらに、熱サイクル試験を施した結果、Fig. 2(a) に示すように、約 150 nm のプレート状バリエントが観察され、その電子回折像である Fig. 2(b) および (b) を拡大した (c) より、 $040_{Cmcm}$  を 4 等分する extra spot が見られたことから、4 層周期を有する長周期積層構造相の存在が示唆された。これらの長周期積層構造相は、熱サイクル試験前の試料と比較してその観察頻度が増加しており、変態ひずみが繰り返し導入されることによって増加したと考えられる。

## 文 献

- (1) S. Hisada, M. Matsuda, K. Takashima and Y. Yamabe-Mitarai: J. Solid. State. Chem., **258**(2018), 712-717.  
 (2018年9月26日受理) [doi:10.2320/materia.57.605]

Crystal Structural Analysis in Equiatomic HfPd Alloy by CTEM Tilting Experiment; Shota Hisada and Mitsuhiro Matsuda  
 Keywords: CTEM (conventional transmission electron microscopes), crystal structure, LPSO (long-period stacking ordered structure)  
 TEM specimen preparation; the disk with a diameter of 3 mm was dimpled with a GATAN Model 656 and Ar-ion milled with a GATAN model 695 PIPSI  
 TEM utilized; JEM-2000FX, JEM-2100PLUS (200 kV, JEOL Ltd.)

## 高分子材料と金属材料の接合界面

公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター 安永 和史  
セーレン株式会社 辻本 和久

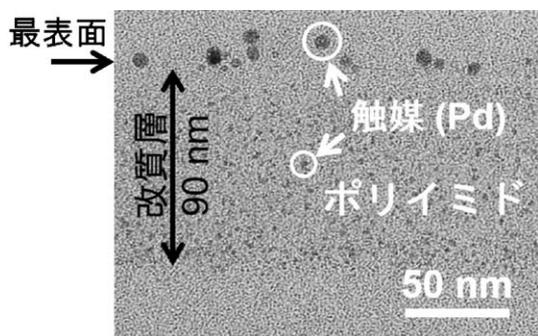


Fig. 1 触媒処理されたPIの断面TEM像.

スーパーエンジニアリングプラスチックに分類されるポリイミド(PI)は、アルカリ耐性が比較的低い性質を利用した表面粗化(表層限定高野豆腐化)が可能である。表面粗化後に触媒処理、さらに無電解めっきを施す技術でフレキシブルプリント基板が実現されている。触媒処理されたPIの断面TEM(transmission electron microscopy)像を Fig. 1 に示す。最表面には3.5~8.5 nmの範囲に分布し平均直径6.7 nmのPd触媒ナノ粒子が、アルカリ改質層には1.5~4.0 nmの範囲に分布し平均直径2.4 nmの触媒ナノ粒子が存在している。アルカリ改質層に担持された触媒ナノ粒子のサイズ分布から、PIの表面下には4 nm以上の気孔径を有する空隙・連結気孔が高濃度アルカリ溶液(pH13.7)の最表面からの浸透により生成されたと評価される。

Fig. 2はPIと無電解めっきにより形成されたNiの境界状態のアルカリ処理時間依存を示す断面STEM(scanning transmission electron microscopy)像である。処理温度は27°C、処理時間は1~30 minである。処理時間の増加に伴い、PIの表面窪みが粗大化している。処理時間10 minおよび30 minにおいて、主として試料表面(二つの黒矢印の延長線上)に平行な数十nmの長軸をもつ楕円形状の表面窪み(壺形窪み、白矢印先端)および数nmの窪みが混在することが特徴的である。これらnmサイズのPI表面近傍の窪みの存在がPIとNiの密着性を強固にしている可能性が指摘される。さらに、触媒ナノ粒子の分布の偏り(Fig. 2の処理時間10 minおよび30 minのPIの改質層において顕著)に注目すると、PI自体が有するnmレベルでの構造や薬品耐性等の空間的不均一性(この場合、高濃度のアルカリ溶液耐性の空間的不均一性)の理解に繋がる可能性があることを付記する。

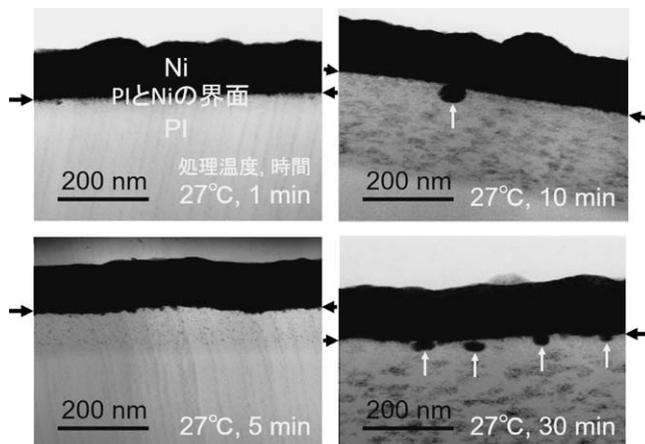


Fig. 2 PIとNiの境界状態のアルカリ処理時間依存を示す断面STEM像。PIのアルカリ処理条件：1 mol/LのKOH水溶液、処理温度27°C、処理時間1 min~30 min。

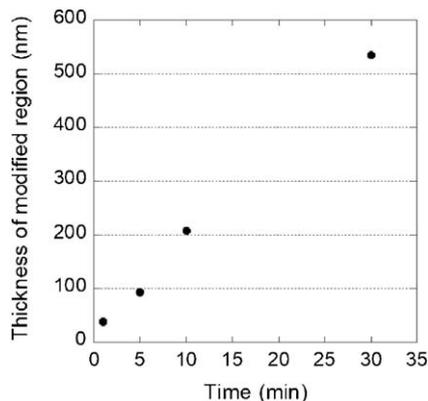


Fig. 3 PIのアルカリ改質層の厚みのアルカリ処理時間依存性。

Fig. 3は、Fig. 2に示したSTEM像から測定されたPIのアルカリ改質層の厚みをアルカリ処理時間に対して表示した図である。アルカリ処理時間が1~30 minの範囲においては、ほぼ時間に比例して厚みが増加する結果が得られた。

本研究は、福井県特別電源所在県科学技術振興事業補助金により実施された。

(2018年8月18日受理)[doi:10.2320/materia.57.606]

Bonded Interface Between High-polymer Material and Metal; Kazufumi Yasunaga and Kazuhisa Tsujimoto

Keywords: dissimilar interface, polyimide (PI) film, non-electrolytic Ni plating, surface pore

TEM observation condition: 300 kV TEM in Fig. 1, 300 kV STEM in Fig. 2

TEM specimen preparation: ion milling (6 and 2 keV Ar<sup>+</sup>, angle 1.7°) TEM utilized: JEM-3000F (300 kV)

# Mg 基 LPSO 相をはじめとする種々の異方性材料に見られる 特異な変形帯形成

大阪大学大学院工学研究科 萩原 幸司 中野 貴由  
熊本大学先進マグネシウム国際研究センター 山崎 倫昭 河村 能人

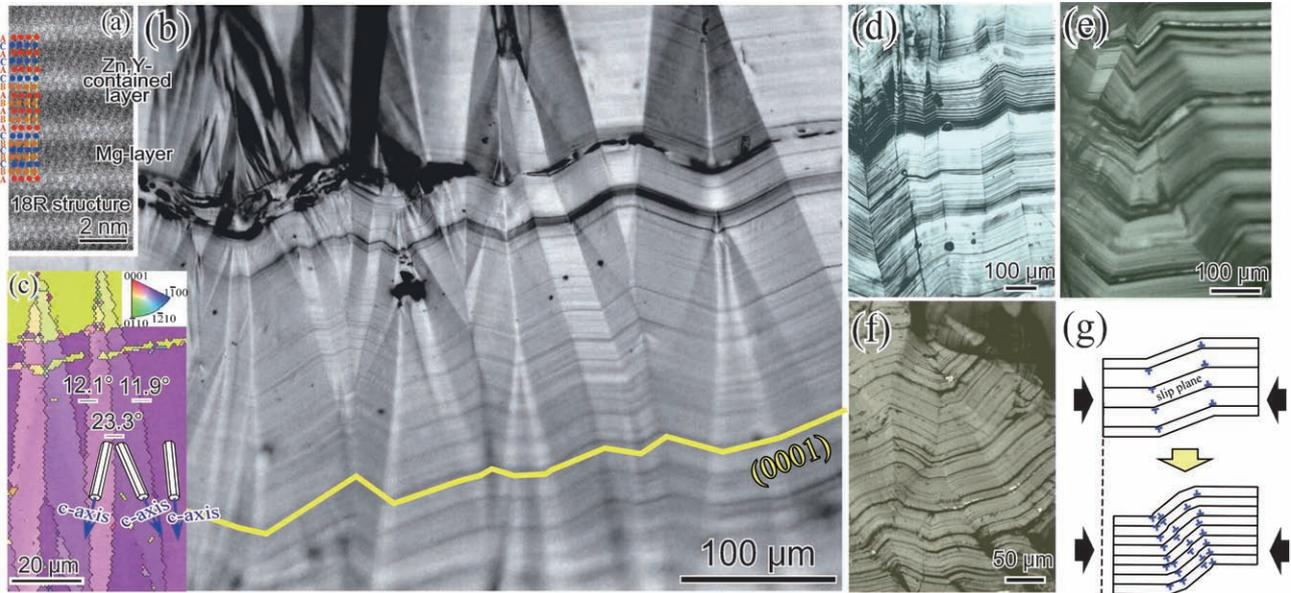


Fig. 1 (a) LPSO相原子配列(STEM-HAADF 像). (b) LPSO 相の圧縮により導入される楔状変形帯(OM 像). (c) 変形帯形成による結晶回転を示す SEM-EBSD 像. (d)-(f) 他材料でも見られる類似の変形帯(OM 像): (d) 亜鉛単結晶, (e) 白雲母, (f) 黒雲母. (g) 底面転位の自己配列によるキンク変形帯形成モデル.

近年、航空機等への適応を目指した新たな軽量高強度 Mg 材料として、濃度変調と構造変調が同期した特異な構造を有する長周期積層(Long-period stacking ordered: LPSO)相(Fig. 1(a))を含有する、Mg/LPSO 複相合金が注目されている。本合金の強化機構を解明すべく、結晶方位制御した LPSO 相単相結晶の作製法を確立することで LPSO 相自身の塑性挙動解明を目指した検討が進められている<sup>(1)</sup>。

この結果、LPSO 相は主に Mg と共通する(0001)<11 $\bar{2}$ 0>底面すべりの活動により変形することが見出された。しかし一方で、底面に平行方向より応力負荷された際には、Fig. 1(b)に示す特異な変形帯が形成されることを世界で初めて見出した。この変形帯形成の起源を明らかにすべく、Fig. 1(c)に示すような SEM-EBSD 法を用いた変形帯形成に伴う結晶方位変化の解析<sup>(2)</sup>を進めている。さらにこれに加え、亜鉛、白雲母、黒雲母といった、活動すべり系が限定される他の異方的結晶構造を有する材料に着目し、その変形組織との比較検討を進めている(順に、Fig. 1(d)-(f)に対応)。

この結果、形成される変形帯では結晶回転角、回転軸が LPSO 相、亜鉛中にて高い任意性を有する、という特徴が見出され、変形帯が Fig. 1(g)に示すような、各結晶内で活動可能な単一すべり転位の再配列に由来する、「キンク変形帯」であることが示唆された。

キンク変形機構は1940年代より Zn 単結晶等の変形を想定し提案されている<sup>(3)</sup>ものの、実験的解析、実証はこれまでほとんどなされていなかった。本研究等を通じ、キンク変形帯形成は異方性材料における新たな変形モードの一つと成り得るものであることが示唆され、その結晶学的特徴、変形双晶との相違性等に関する議論が現在急速に進みつつある<sup>(2)(4)</sup>。シンクロ型 LPSO 構造に代表される、結晶構造の異方性とキンク変形発現との相関、その支配因子、力学特性との相関が解明されつつある。

本研究の一部は新学術領域研究「MFS 材料科学(JP18H05478)」の支援を受け実施した。ここに謝意を表す。

## 文 献

- (1) K. Hagihara, N. Yokotani and Y. Umakoshi: *Intermetallics*, **18** (2010), 267-276.
- (2) K. Hagihara, M. Yamasaki, M. Honnami, H. Izuno, M. Tane, T. Nakano and Y. Kawamura: *Philos. Mag.*, **95**(2015), 132-157.
- (3) J. B Hess and C. S. Barrett: *Trans. Am. Inst. Min. Met. Eng.*, **485**(1949), 599-606.
- (4) K. Hagihara, T. Mayama, M. Honnami, M. Yamasaki, H. Izuno, T. Okamoto, T. Ohashi, T. Nakano and Y. Kawamura: *Int. Jour. Plast.*, **77**(2016), 174-191.  
(2018年8月17日受理)[doi:10.2320/materia.57.607]

Formation of Peculiar Deformation Bands in Various Anisotropic Materials Including Mg-based Long-Period Stacking Ordered (LPSO) Phase; Koji Hagihara, Michiaki Yamasaki, Takayoshi Nakano and Yoshihito Kawamura  
Keywords: *deformation kink band, LPSO phase, plastic deformation, EBSD(electron backscatter diffraction)*  
OM specimen and SEM specimen preparation: Mechanical polishing and chemical polishing  
OM utilized: Olympus BX60M SEM utilized: JSM-6500F (operated at 17 kV)

# アモルファス Sb ナノ粒子結晶化の マイクロ秒時間分解超高压電顕その場観察

大阪大学超高压電子顕微鏡センター 保田 英洋

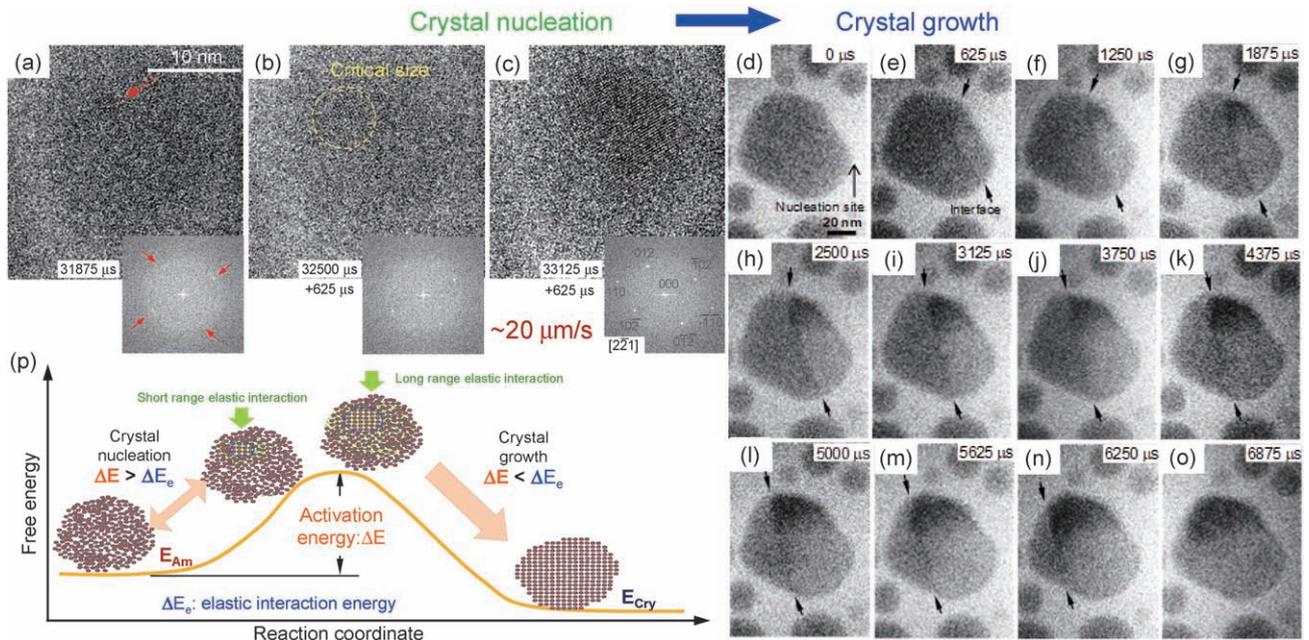


Fig. 1 アモルファス Sb ナノ粒子の結晶化を示す HREM 像とその FFT パターン(a)~(c) においては、臨界核サイズが 6.3 nm より大きくなると結晶化が粒子全体に進行することを示している。明視野像(d)~(o) においては、625 μs 間隔で結晶/アモルファス界面が、矢印のように右から左に向かって移動していることを示している。結晶化機構の模式図(p) においては、結晶化の活性化エネルギーを結晶核の長距離弾性相互作用による自己エネルギー上昇によって超えることが駆動力であることを示している。(オンラインカラー)

アモルファス Sb ナノ粒子の結晶化プロセス、およびその機構について、マイクロ秒時間分解能、およびピコメートル空間分解能の超高压電顕によってその場観察した結果について紹介する。大阪大学において開発した超高压電顕は、加速電圧 1 MV、試料温度 94 K において空間分解能 0.16 nm であり、1 フレームあたり 625 μs の時間分解能で像記録することが可能である。本研究は当該装置によって実施された。

アモルファスカーボン基板にアモルファス Sb ナノ粒子を蒸着法で作製し、結晶化のトリガーとして電子照射を行い、プロセスをその場観察した。約 20 nm サイズのアモルファスナノ粒子の結晶化の初期段階では、Fig. 1(a)~(c) のように表面上の小さな結晶核が形成と消滅を繰り返す、核のサイズが臨界サイズ 6.3 nm より大きくなると、結晶はナノ粒子全体わたり急速に成長する。Fig. 1(d)~(o) の明視野像

に示すように、アモルファス/結晶界面は表面結晶核を起点として移動し、結晶成長速度は約  $20 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  である。成長速度はサイズに依存し、サイズが小さいほど成長速度が速くなることが確認された。

Fig. 1(p) に示すように、アモルファス Sb ナノ粒子表面の小さな結晶核形成によってアモルファス母相中に生じる長距離弾性相互作用を駆動力とした結晶化が誘起され、短距離の原子の再配列によって結晶化が進行することが明かにされた<sup>(1)(2)</sup>。

## 文 献

- (1) H. Yasuda: *Crystal Growth & Design*, **18**(2018), 3302-3306, DOI:10.1021/acs.cgd.7b01626
- (2) 保田英洋: *顕微鏡*, **52**(2017), 108-111.  
 (2018年7月13日受理) [doi:10.2320/materia.57.608]

Microsecond Temporal Resolution *In Situ* Ultra-high Voltage Electron Microscopy Observation of Crystallization in Amorphous Antimony Nanoparticles; Hidehiro Yasuda

Keywords: *fast in situ ultra-high voltage electron microscopy, amorphous nanoparticle, crystallization*

Specimen preparation: vacuum deposition in a TEM specimen chamber

TEM: ultra-high voltage electron microscope JEM-1000EES (1 MV)

# Co-Pt ナノ粒子における構造ゆらぎの時間分解超高圧電子顕微鏡観察

大阪大学超高圧電子顕微鏡センター 佐藤和久 保田英洋

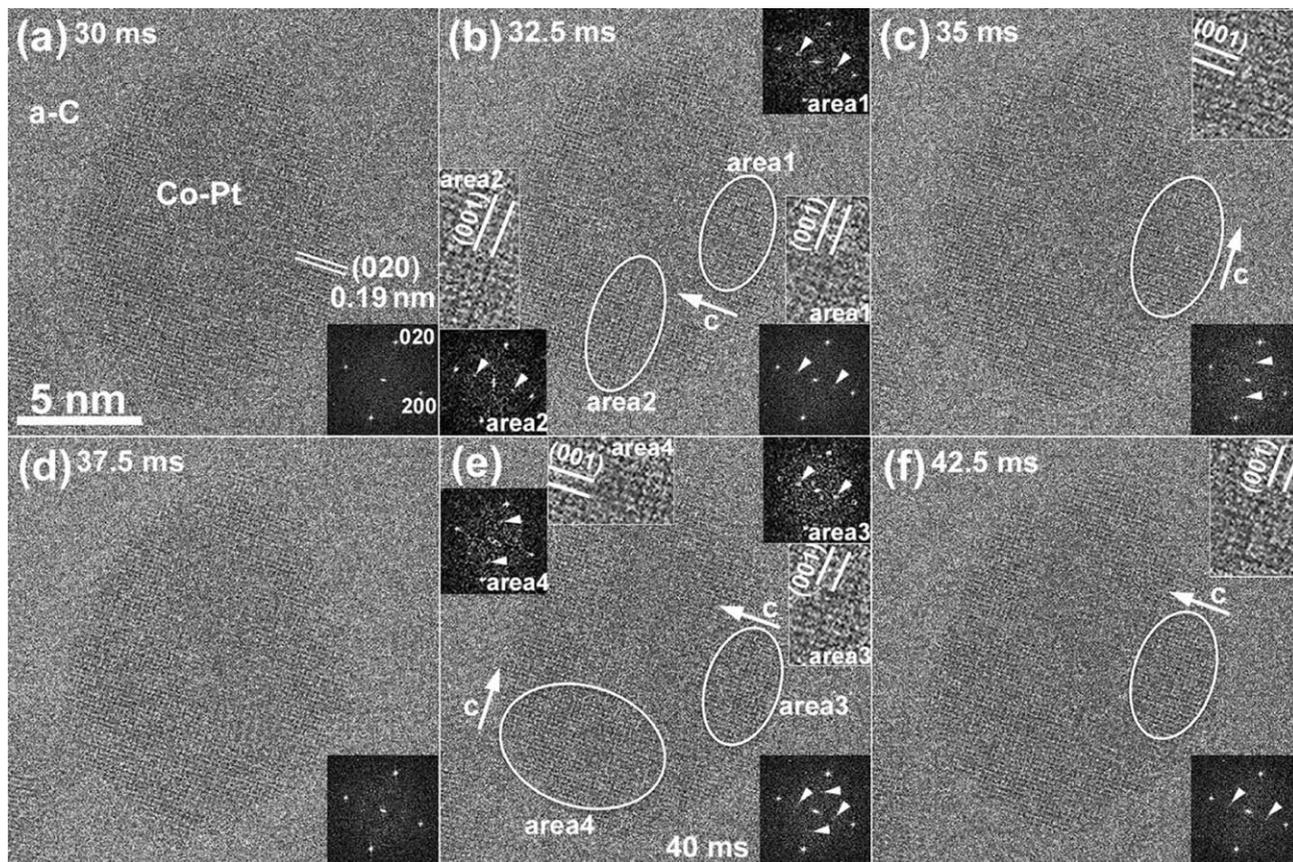


Fig. 1 フレームレート 400 fps で観察した規則化初期過程での格子像とフーリエ変換図形.

L1<sub>0</sub>型 CoPt 規則合金ナノ粒子は室温で優れた硬磁気特性を示し、これまでその合成プロセスと微細組織制御について多くの研究がなされてきたが、規則化の動的過程を原子レベルで直接捉えた例は無い。本研究では、高エネルギー電子照射下での規則化の微視的過程を、電子直接検出型カメラを用いて高速その場観察した(毎秒400フレーム)。試料は RF マグネトロンスパッタ法により作製した、準安定不規則構造を有する Co-45 at%Pt 合金ナノ粒子である。超高圧電子顕微鏡内にて試料薄膜を 573 K に保持し、1 MeV 電子照射下で像観察を行った(ドーズレート:  $8.9 \times 10^{24} \text{ e/m}^2\text{s}$ )。観察中、ナノ粒子内に規則格子が形成され、c 軸の配向が 2.5 ms 間隔で時間変動していることが明らかとなった(Fig. 1)。動画を詳細に解析した結果、573 K での拡散係数は  $3 \times 10^{-17} \text{ m}^2/\text{s}$  であると推測され、この値はバルク合金におけ

る外挿値よりも  $10^{13}$  倍大きいことが判明した。規則化が観察された温度(573 K)は、速度論的規則化温度(800 K)よりも著しく低い。このような低温での規則格子形成は、高エネルギー電子照射により導入された過剰空孔(熱平衡時の  $10^6$  倍)を介した高速原子拡散に起因すると考えられる(照射促進規則化)。電子直接検出型カメラを用いた時間分解観察は、規則化をはじめ固相反応の素過程を実空間で直接観察する手法として有用である<sup>(1)(2)</sup>。

## 文 献

- (1) K. Sato and H. Yasuda: Appl. Phys. Lett., **110**(2017), 153101.
- (2) 佐藤和久, 保田英洋: 顕微鏡, **53**(2018), 80-84.  
(2018年7月9日受理)[doi:10.2320/materia.57.609]

Structural Fluctuation in Co-Pt Nanoparticles Revealed by Time-resolved High-voltage Electron Microscopy; Kazuhisa Sato and Hidehiro Yasuda

Keywords: high-voltage electron microscopy, direct electron detection camera, time-resolved imaging, radiation-enhanced ordering

TEM specimen preparation: rf-magnetron sputtering

TEM utilized: JEOL JEM-1000EES (1 MV)

# グラフェンサンドイッチによる超高圧雰囲気電子顕微鏡観察法

一般財団法人ファインセラミックスセンターナノ構造研究所 佐々木祐生 川崎 忠 寛

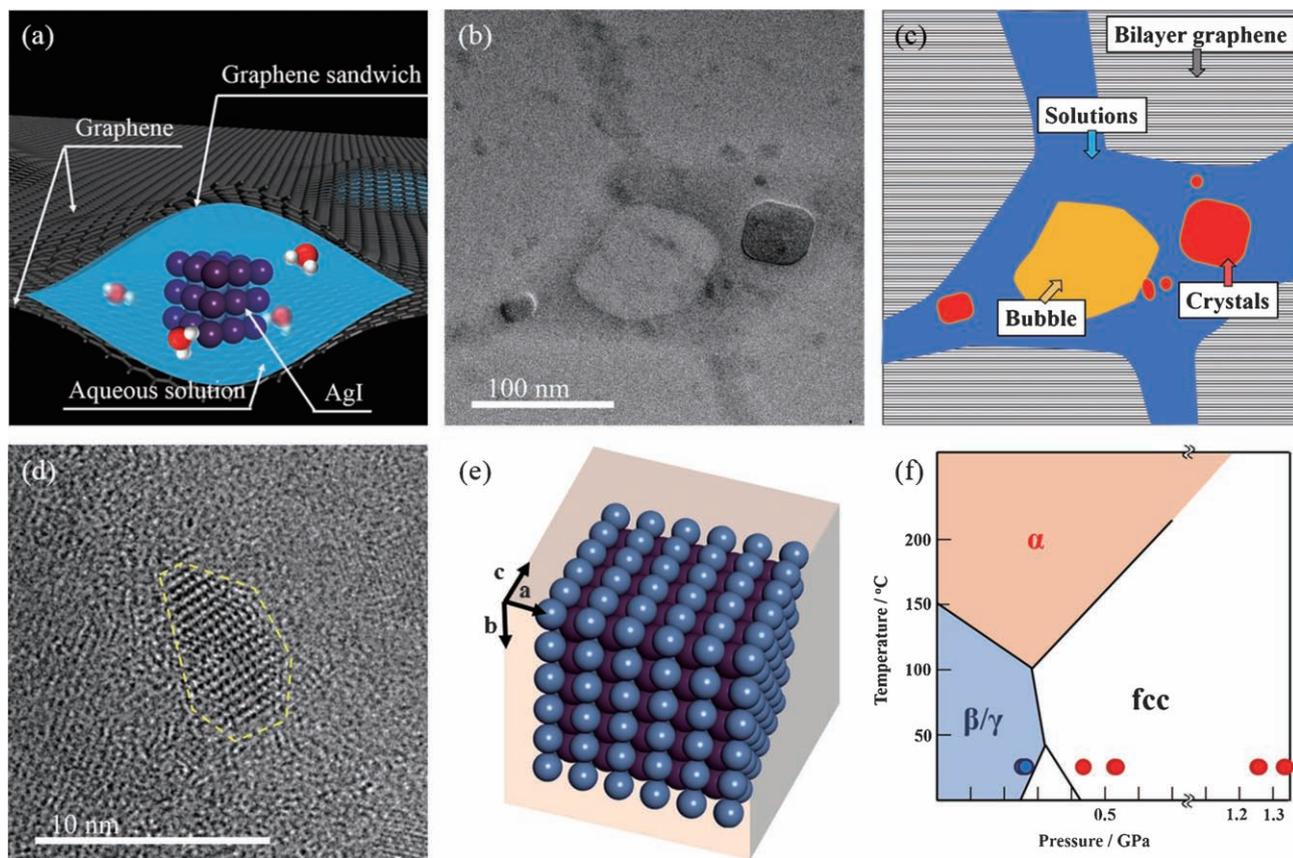


Fig. 1 (a) グラフェンサンドイッチの模式図. (b) グラフェンサンドイッチの低倍 TEM 像. (c) (b) の TEM 像の色分け図. (d) ヨウ化銀を挟んだ際の TEM 像(破線内側がヨウ化銀の微粒子). (e)  $\alpha$ -ヨウ化銀の構造モデル. (f) ヨウ化銀の相図 (図中●は本研究で観察された● $\beta$ 相と● $\alpha$ 相. 圧力はポケットの形状から計算).

我々のこれまでの研究により、炭素原子1層からなるグラフェン2枚の間に液体を挟むグラフェンサンドイッチ構造(Fig. 1(a, b, c))を作製することで、真空を必要とする電子顕微鏡において高分解能な液中観察が可能となった<sup>(1)</sup>。このグラフェンで挟まれる空間には1 GPaを超える圧力が掛かっていることが予想され、実験的にも圧力を示唆するデータが報告されている<sup>(2)</sup>。このグラフェンサンドイッチを透明な超高圧の反応釜として利用することで、これまで不可能だった高圧雰囲気下での動的かつ直視的な観察が可能となる。グラフェンサンドイッチによる圧力は、挟まれたポケットの形状に強く依存するため、一度の試料作製で何千何万と生成されるサンドイッチ構造の形状差異による圧力分布と、観察時の温度を調整することで簡単に複数の環境を作り出せる。今回は観察の一例として、ヨウ化銀(AgI)を挟んだ際の観察結果を示す(Fig. 1(d))。観察は室温、透過型電子顕微鏡で行った。観察されたAgIのフーリエ変換による解析を行

ったところ、そのほとんどが高圧(高温)相である体心立方晶( $\alpha$ 相)であった(Fig. 1(e, f))。

2次元空間に閉じ込められたことでバルクの相図とは一致していない。この結果は、グラフェンサンドイッチを利用したことで、超イオン伝導性を示す高温相として知られる $\alpha$ -AgIを常温常圧で維持でき、しかも真空下での観察や解析が行えることを示している。常温での観察以外に、試料加熱による高温高圧下での動的観察など様々な材料や試験への応用が可能である。

## 文 献

- (1) Y. Sasaki, *et al.*, Chem. Phys. Lett., **650**(2016), 107–112.
- (2) K. S. Vasu, *et al.*, Nature Comm., **7**(2016), 12168.

(2018年 8月 1日 受理) [doi:10.2320/materia.57.610]

## ODS フェライト鋼における酸化物粒子-転位相互作用

北海道大学大学院工学研究院 大野直子 鵜飼重治  
北海道大学工学院 井尻佑太

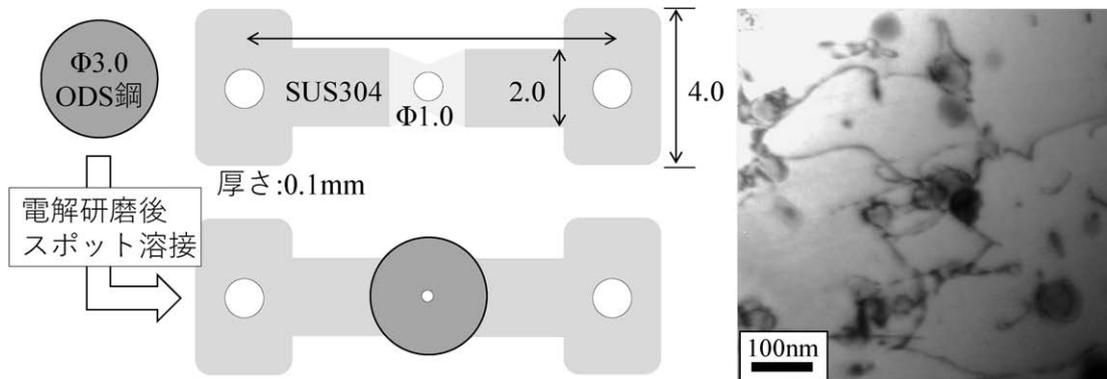


Fig. 1 試料作製方法の概略(左)と酸化物粒子概観(右).

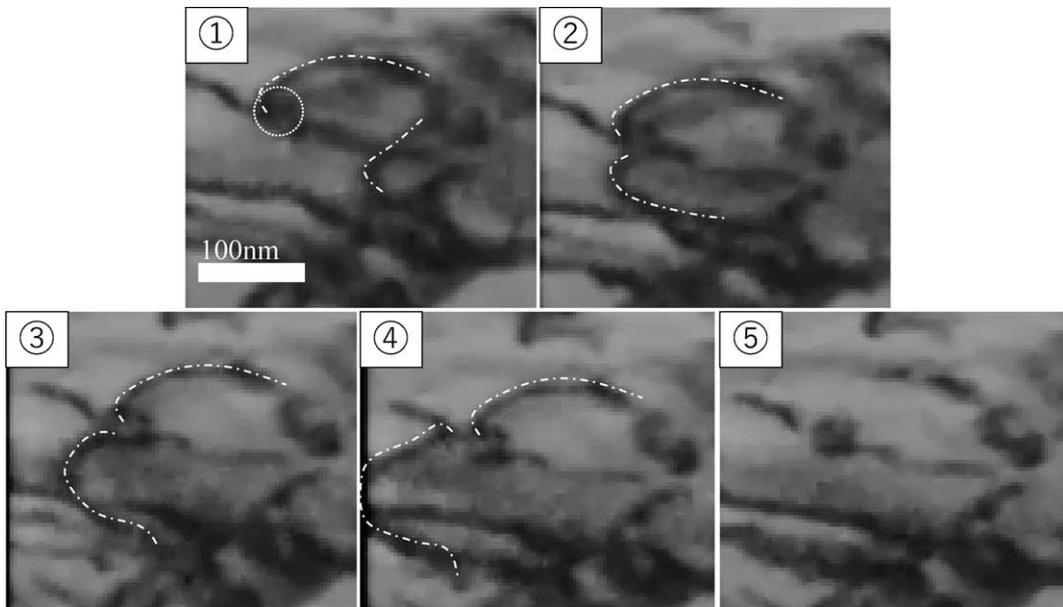


Fig. 2 酸化物粒子-転位相互作用(白丸:酸化物粒子 白線:転位).

酸化物粒子分散強化(ODS)フェライト鋼の高温における粒子-転位相互作用をTEM内引張試験でその場観察した。**Fig. 1**は引張試験片の作製方法の模式図と観察された酸化物粒子-転位の静止画である。用いた試料はFe-15Cr-7Al-0.5Ti-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(単位はmass%)で、相互作用を観察し易くするため、予め1623 K、27 hの熱処理を施し酸化物粒子を粗大化させた。フェライトの強力な磁性を観察可能な程度に回避するため、試験片の土台に非磁性のSUS304を用い、3 mmφのTEMディスクを予めFischione社製ツイジェット電解研磨装置(Model110)を用いて薄膜化したものをスポット溶接した。母相がFeCrAl系の鋼であったため、ディスクにはAl用の電解研磨条件(75%メタノール+25%硝酸、

<248 K, 10 V)を選択した。引張試験は超高圧電子顕微鏡(H-1300)において特注の引張ホルダを用いて、加速電圧1000 kV、773 K、最大引張荷重500 gの条件で行った。撮影はビデオキャプチャー(IO-DATA社製GV-USB2/HQ)を用いて、撮影解像度1/30 sの条件で行った。

**Fig. 2**は観察された相互作用の一例で、白丸の部分に酸化物粒子が存在し、2本の白線はその酸化物粒子と相互作用した転位である。①-⑤の順番で、元は別々に存在していた2本の転位が、酸化物粒子と引力型の相互作用をし、粒子-母相界面で合体して離脱したことが分かる。

(2018年8月20日受理)[doi:10.2320/materia.57.611]

Oxide Particle-dislocation Interaction in ODS Ferritic Steel; Naoko Hori Oono, Shigeharu Ukai and Yuta Ijiri  
Keywords: ODS(oxide dispersion strengthened) ferritic steel, oxide particle-dislocation interaction, in-situ TEM tensile  
TEM specimen preparation: electro-polishing  
TEM utilized: H-1300

# [001]多重すべり方位の銅単結晶に形成された疲労転位組織の 超高圧走査透過型電子顕微鏡による観察

東京工業大学物質理工学院 宮澤 知 孝  
東京工業大学大学院理工学研究科(現:日本電子株式会社) 鍛冶田貴大  
東京工業大学物質理工学院 藤 居 俊 之  
名古屋大学未来材料システム研究所 荒 井 重 勇

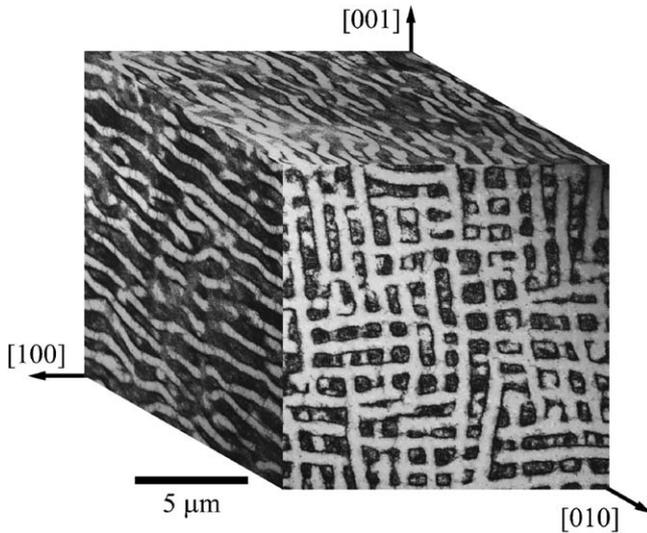


Fig. 1  $\gamma_{pl} = 1.0 \times 10^{-3}$ にて繰り返し変形を行った[001]銅単結晶試験片中に形成された vein-like 組織の超高圧走査透過型電子顕微鏡像. 同一条件で疲労した複数の試験片より, (100), (010)および(001)面に平行に切り出した3つの薄膜試料を作製し, 面方位の異なる薄膜試料それぞれから得られた観察像を再構成している. 応力軸は[001]方向である.

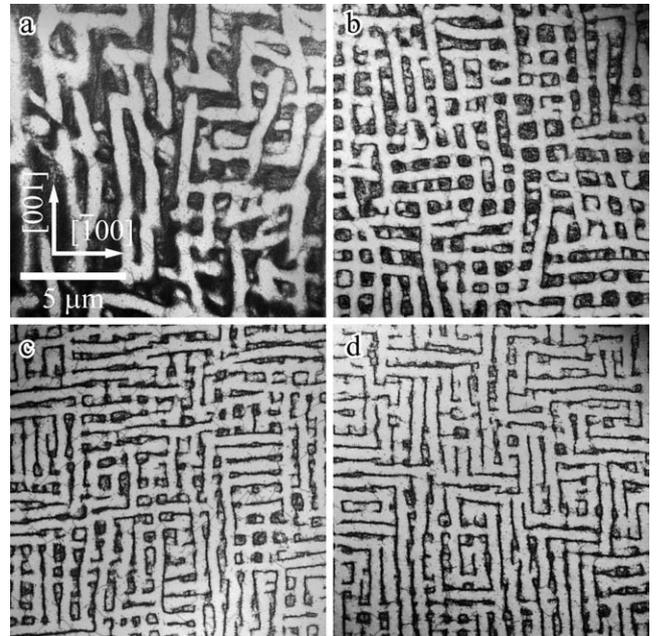


Fig. 2 転位組織の塑性ひずみ振幅依存性を示す超高圧走査透過型電子顕微鏡写真. 塑性ひずみ振幅は(a)  $\gamma_{pl} = 3.5 \times 10^{-4}$ , (b)  $\gamma_{pl} = 1.0 \times 10^{-3}$ , (c)  $\gamma_{pl} = 1.7 \times 10^{-3}$ , および(d)  $\gamma_{pl} = 3.5 \times 10^{-3}$ であり, いずれも(010)面を観察している. 写真倍率は(a)~(d)すべてで同一である.

面心立方晶における[001]方位は, 主すべり系とともに臨界すべり系など他のすべり系が同時に活動する多重すべり方位である. [001]方位を応力軸とする銅単結晶に塑性ひずみ振幅制御による繰り返し変形を行うと, labyrinth 組織を形成することが知られている. しかし, [001]多重すべり方位で形成される転位組織の塑性ひずみ振幅依存性は系統的に調査されておらず, labyrinth 組織の前駆となる転位組織は未解明であった. 著者らは, [001]多重すべり方位の銅単結晶を用いて, 種々の塑性ひずみ振幅にて室温で繰り返し変形を行い, 形成された転位組織を超高圧走査透過型電子顕微鏡観察し, 転位組織の塑性ひずみ振幅依存性を明らかにした<sup>(1)</sup>.

各塑性ひずみ振幅で疲労した試験片より, (100), (010)および(001)の異なる3面で切り出した薄膜試料を作製した. 組織観察結果を Fig. 1 に示す. 低塑性ひずみ振幅域 ( $\gamma_{pl} \leq$

$1.0 \times 10^{-3}$ )においては vein-like 組織が形成される. この組織は[010]方向に伸長した角柱状の高転位密度領域が channel を挟んで周期配列した形態となっている. Fig. 2 に示すように, 塑性ひずみ振幅の増加に伴い, 高転位密度領域の中心部から転位の掃き出しが起り, 転位組織は(100)転位 wall と(001)転位 wall から成る labyrinth 組織へと変化する. 転位 wall の幾何学は, 活動するすべり系の組み合わせを考慮して説明できる<sup>(1)</sup>.

## 文 献

- (1) T. Fujii, T. Kajita, T. Miyazawa and S. Arai: Mater. Charact., **136**(2018), 206-211.  
(2018年8月20日受理)[doi:10.2320/materia.57.612]

## 中性子照射された Fe-0.6Cu 合金のクラスター解析

九州大学応用力学研究所 渡邊 英雄

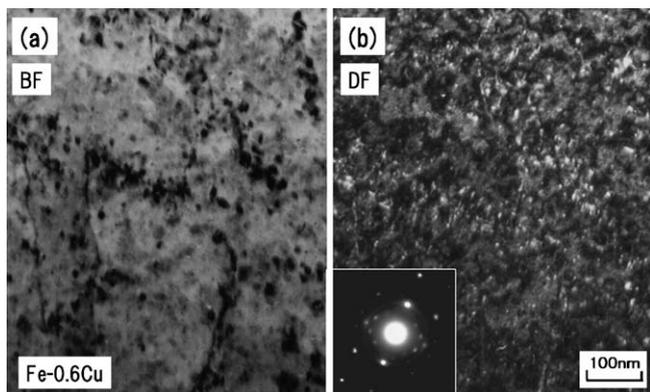


Fig. 1 明視野像(a) 及び暗視野像(b).

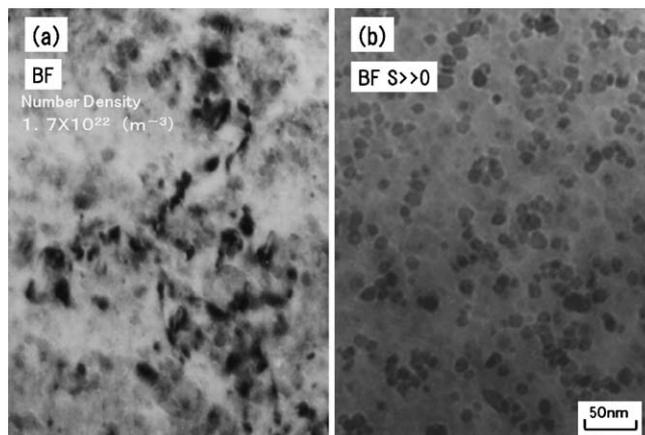


Fig. 2 明視野像(a) 及びブラッグ条件からずらして撮影した明視野像(b).

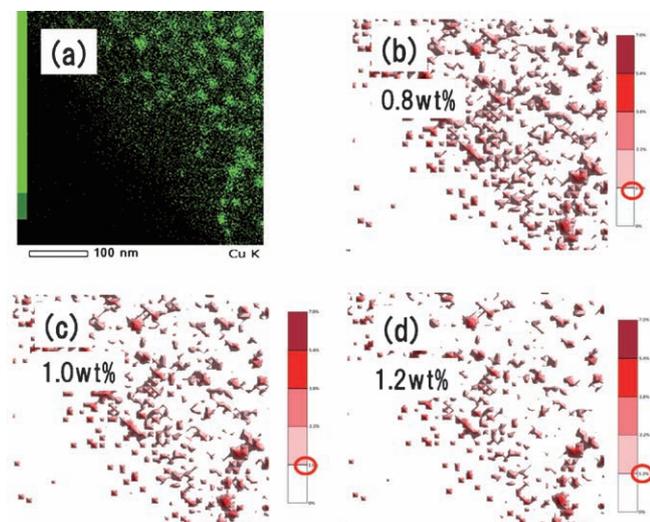


Fig. 3 マッピング後の銅クラスター像(a) 及び定量分析結果(b)-(d). (オンラインカラー)

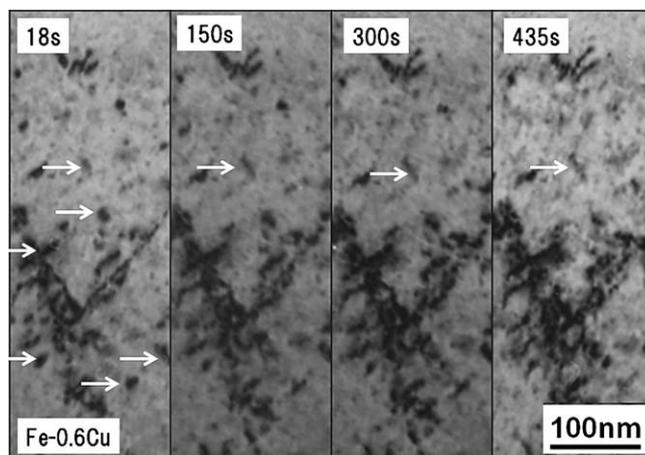


Fig. 4 0 MV 電子線を追照射した際の観察像の時間変化.

原子炉圧力容器の照射脆化は、中性子照射に伴う各種の溶質元素(主に銅)クラスター並びに転位ループの数密度とサイズに依存する。しかしながら、溶質元素クラスターは数 nm 程度の大きさであり、鉄合金中では、整合性が高い為、通常の TEM 観察では観察が困難である。一方、転位ループには格子間原子(I)型と空孔(V)型の2つのタイプがあり、ループの型を判定する必要がある、脆化機構の解明には溶質クラスターと転位ループを同時に観察することが不可欠となる。**Fig. 1** は圧力容器鋼モデル合金として Fe-0.6Cu 合金を作製し、BR2 にて 290°C で  $5 \times 10^{24}$  (n/m<sup>2</sup>) まで照射した試料の TEM 観察像である。既存の転位に沿って欠陥集合体が多数観察されている。

Fe-0.6Cu 合金では、銅クラスターのサイズが 10 nm 程度であるため、**Fig. 2** に示す様に回折コントラストを変更させて、数密度を測定することが可能となる。収差補正原子分解能電子顕微鏡(JEM-ARM200FC)による銅クラスターのマッピングでは、**Fig. 2** から測定されたクラスター数密度の情報を基に定量分析を行い、銅クラスター分布の再評価が可能となった(**Fig. 3**)。九州大学では、事業所境界の変更により、微量の RI 試料は超高圧電子顕微鏡による再照射も可能となり、**Fig. 4** に示す様に室温で 1.0 MeV の電子線照射により、ほとんどの転位ループが成長していることが明らかになった。これにより、照射により形成される転位ループは格子間型と推測された。

(2018年9月6日受理)[doi:10.2320/materia.57.613]

Analysis of Defect Clusters Formed in Neutron Irradiated Fe-0.6Cu Alloy; Hideo Watanabe  
Keywords: Cs corrected STEM-EDS, JEM-ARM200FC, Cu cluster  
TEM utilized: JEM-1000(1000 kV), JEM-ARM200FC(200 kV)

## ガス ETEM 中に発生するイオン空間 ～その利用と展望～

名古屋大学工学研究科 徳永智春 山本剛久  
 名古屋大学未来材料システム研究所 山本悠太 樋口公孝

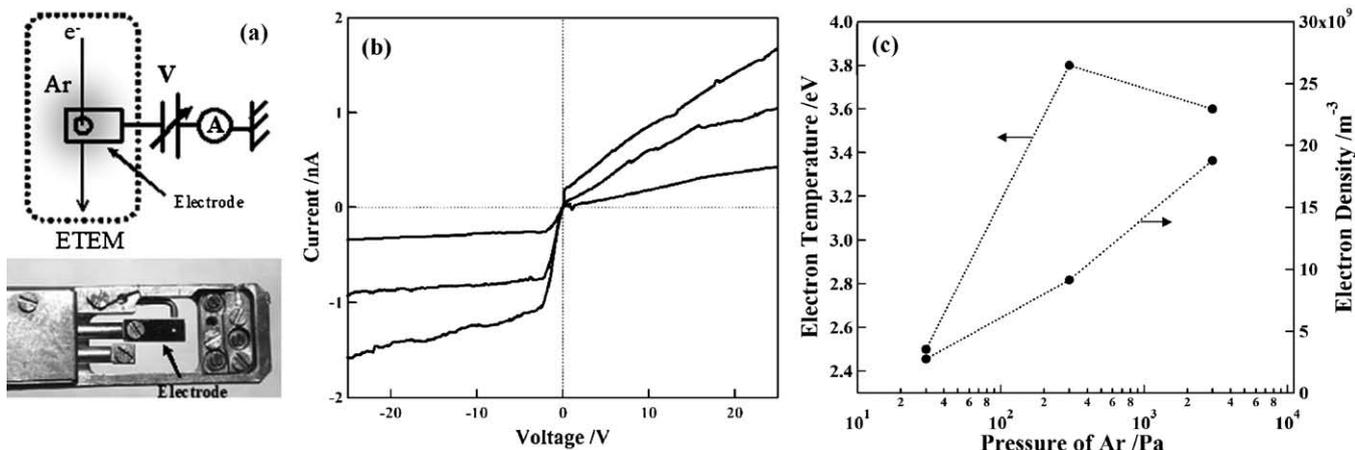


Fig. 1 (a) 上: ETEM 内電流測定概要図, 下: 測定ホルダーに取り付けられた電極, (b) 電流測定結果. 負のバイアスを印可することで電流が検出され, 陽イオンが発生していることを示している. 正のバイアス領域ではイオン化に伴い発生した電子による電流を示す, (c) イオン化に伴い発生した電子の電子温度と密度.

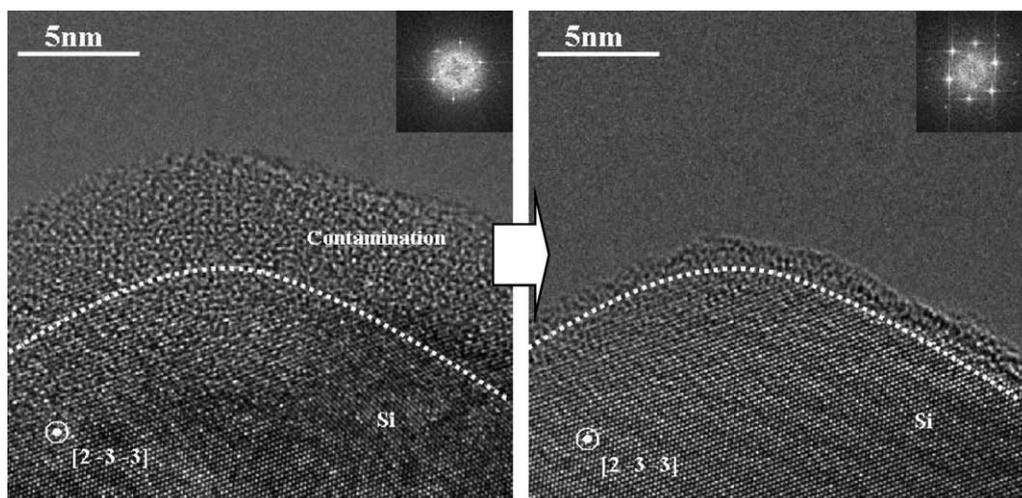


Fig. 2 コンタミが堆積した Si を Ar 雰囲気中で観察することにより, コンタミが除去された. 白破線から下のシリコンの領域から得られた FFT パターンが鮮明になっていることから, 像質の改善が見とれる.

ガス ETEM (Environmental Transmission Electron Microscopy: 環境型透過電子顕微鏡) では材料を観察するために高エネルギーの電子線を材料に照射する必要がある. その電子線は気相中の分子にも同時に照射されており, 電子線照射により, 気体分子がイオン化されることが予想され, イオンは高いポテンシャルエネルギーを有することから, 気体分子よりも優先的に材料と反応することが懸念される. ETEM 内部を Ar 雰囲気に調整し電子線照射中のガス環境 TEM 内のガス空間に発生するイオン環境をプローブ法 (Fig. 1(a)) を用いて I-V 測定した結果, ETEM 内部には Ar<sup>+</sup> イオンが発生していることが判明した (Fig. 1(b)). また, Ar<sup>+</sup> はおよそ 3.5 eV のエネルギーを有することが判

明し, そのイオン密度は, およそ 10<sup>10</sup> m<sup>-3</sup> であることが明らかになった (Fig. 1(c)). このイオン空間を材料に作用させることにより, 像質の低下を招くカーボンを主成分とするコンタミネーションのリアルタイムクリーニングが可能となり, 像質を維持することが可能となった (Fig. 2). 電子線が照射されたガス環境はイオン化し, エネルギーを有するイオン環境が発生することが明らかになったが, ガス ETEM 観察をする場合, 発生するイオンが材料に与える影響を排除する必要があると共に, 発生するイオンを有効に活用し, イオン環境における材料の反応過程を明らかにすることが将来的に可能となる.

(2018年 8月 6日受理) [doi:10.2320/materia.57.614]

Ion Environmental Appeared Inside Gas Environmental TEM; That Application and Foresight; Tomoharu Tokunaga, Takahisa Yamamoto, Yuta Yamamoto and Kimitaka Higuchi  
 Keywords: gas ETEM, electron impact, ionization, JEM-1000K RS

# 非弾性散乱電子による厚い GaN 結晶中の貫通転位の観察

東北大学金属材料研究所 木口賢紀 白石貴久 今野豊彦 谷川智之

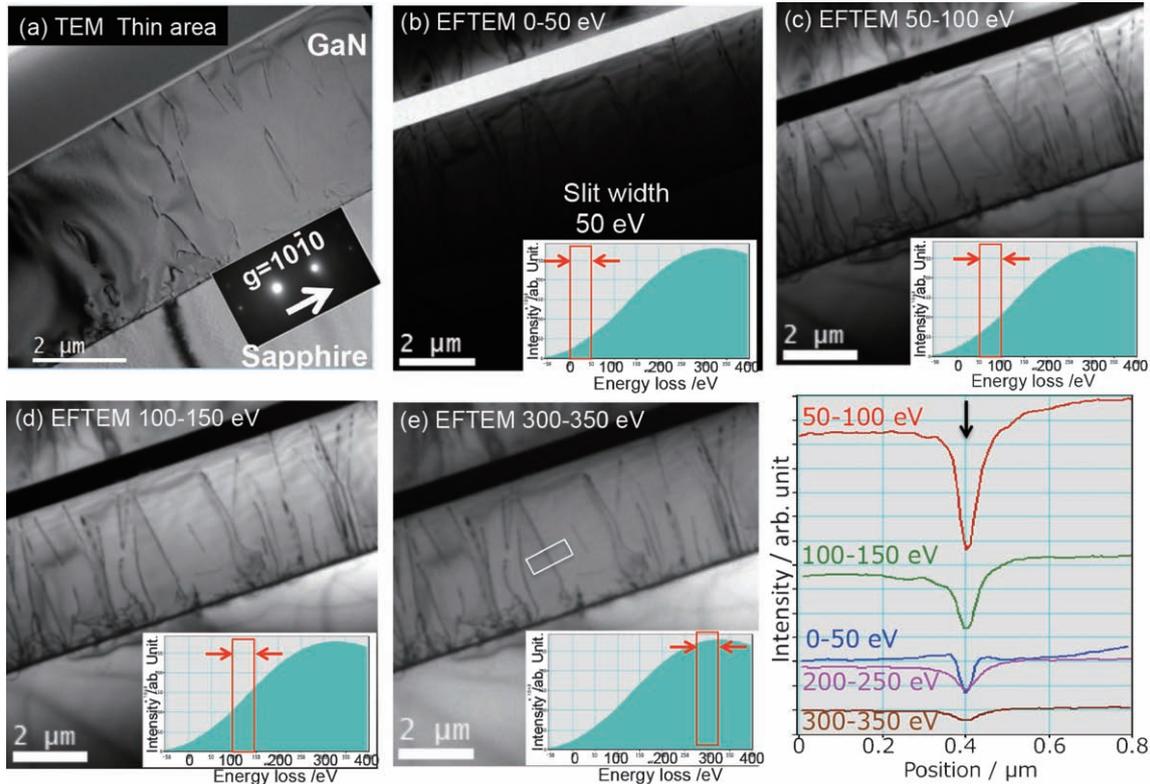


Fig. 1 Ⅲ族極性 GaN 結晶断面の TEM 像. (a) 薄い領域, (b)-(e) 厚い領域の EFTEM 像, (f) エネルギー slit 位置による転位線のコントラストのプロファイル. (オンラインカラー)

LED や LD など発光デバイスから HEMT のようなパワーデバイスに至る次世代の電子・光学デバイスの中心的な役割を果たす GaN は、HCP 型構造を基礎に置くウルツァイト型構造をもつことから格子整合性の悪いサファイア基板上へ結晶成長する必要がある、貫通転位密度は  $10^{10} \text{ cm}^{-2}$  にも達し、LD や HEMT 実用化の障害となっている。Fig. 1(a) は、転位密度低減のため 2 段階成膜法を用いてサファイア基板 c 面上に MOVPE 成長させたⅢ族極性 GaN 結晶断面を、加速電圧 1,250 kV,  $g = 10\bar{1}0$  を強く励起した条件で観察した明視野像である。膜中の線状コントラストが貫通転位に付随した歪み場を表し、励起条件から a 転位 ( $\mathbf{b} = \mathbf{a}/3 [11\bar{2}0]$ ) もしくは a+c 転位 ( $\mathbf{b} = \mathbf{a}/3 [11\bar{2}3]$ ) である。しかし、薄片の厚みを 200 nm 程度にまで薄くしているため転位線の大部分が薄片表面に抜けており、貫通転位の全体像を観察できない。本研究では、 $\Omega$  フィルター附属超高圧電子顕微鏡(九州大学)を使用し、非弾性散乱電子を利用して 1-2  $\mu\text{m}$  級の厚い結晶中における転位の EFTEM 像観察を試みた。 $g = 10\bar{1}0$  を強く励起した条件で EELS スペクトル(挿入図)を測定し、赤枠で示した 50 eV 幅のエネルギー slit を通過した電子線で EFTEM 像を観察した。弾性散乱によるゼロロスピークが隠れるほど非弾性散乱強度が強い。代表的なフィルター像を Fig. 1(b)-(e) に示す。また、Fig. 1(e) の四

角で囲んだ位置の転位線コントラストのプロファイルのスリット位置毎に Fig. 1(f) に示す。0-50 eV で結像した Fig. 1(b) ではコントラストが弱くて暗いためほとんど組織が観察できない。Fig. 1(c) 50-100 eV および (d) 100-150 eV では多くの貫通転位が基板直上から GaN の表面付近まで貫通している様子を高いコントラストで観察できた。これ以上損失エネルギーが高い領域では Fig. 1(e) の様に、転位のコントラストは認められるものの、コントラストの低下や像のぼけが増加する。Fig. 1(f) から 50-100 eV の非弾性散乱電子で結像するとき最も転位線のコントラストが高い。本観察により、転位密度が  $10^{-7} \text{ cm}^{-2}$  オーダーであること、直線的な転位と大きく湾曲した転位が GaN 結晶を貫通している様子を捉えることができた。この様な観察例は 10  $\mu\text{m}$  級の厚さの Si での報告があるが<sup>(1)</sup>、原子番号の高い Ga を含む GaN 結晶においても  $\mu\text{m}$  オーダーの厚さで観察できることが分かった。

電子顕微鏡使用にあたり九州大学 松村晶教授、超顕微科学研 研究拠点事業の支援を受けた。

## 文 献

- (1) S. Sadamatsu, M. Tanaka, K. Higashida and S. Matsumura: Ultramicroscopy, **162**(2016), 10-16.  
(2018年10月1日受理) [doi:10.2320/materia.57.615]

Observation of Threading Dislocation in Thick GaN Crystal Using Inelastically Scattered Electron; Takanori Kiguchi, Takahisa Shiraiishi, Toyohiko J. Konno and Tomoyuki Tanikawa  
Keywords: GaN, threading dislocation, EFTEM  
TEM specimen preparation: Ion milling, FIB  
TEM utilized: JEM-1300NEF,  $\Omega$ -filter UHVTEM (JEM-1300NEF, 1,250 kV)

## 多層カーボンナノチューブへの通電による構造変化と発光のその場 TEM 観察

名古屋大学大学院工学研究科 安坂 幸 師  
名古屋大学大学院生(現:トヨタ自動車) 西川 耕 史  
名古屋大学(現:豊田理化学研究所) 齋藤 弥 八

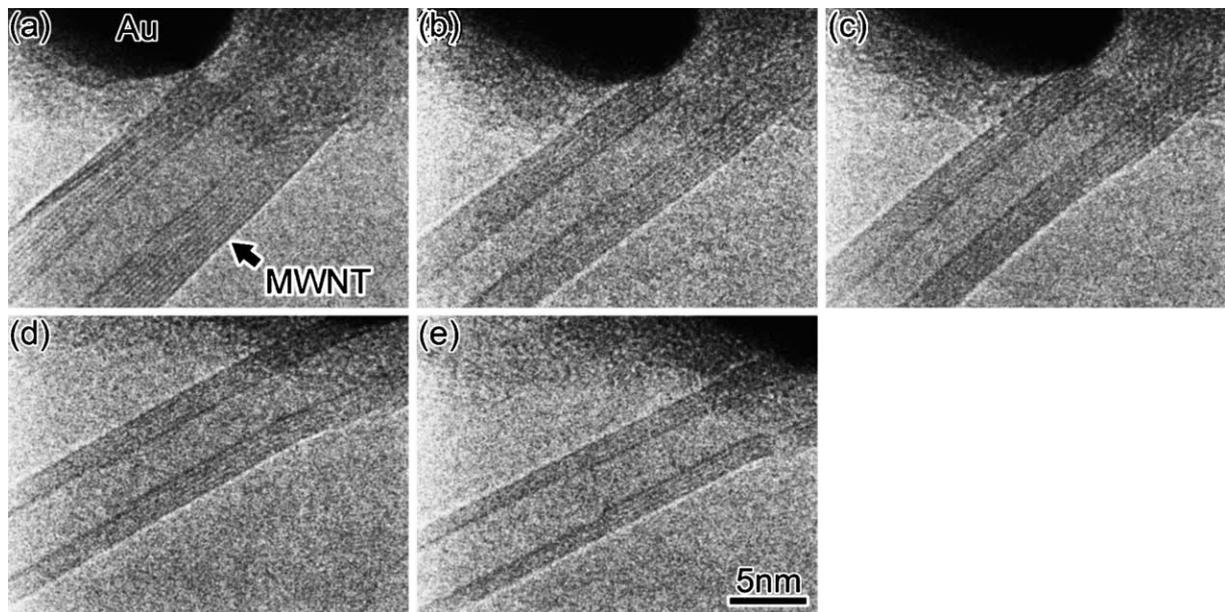


Fig. 1 通電による多層カーボンナノチューブ(MWNT)の構造変化を観察したときの高分解能電子顕微鏡像.

ナノ構造体の構造変化を連続的に観察しながらその場で電流や電圧の変化を同時に測定できる透過電子顕微鏡内その場観察法に光学分光法を新たに組み合わせた計測手法を利用して、多層カーボンナノチューブ(MWNT)への通電による構造変化と発光のその場観察を行った。

透過電子顕微鏡内で金(Au)基板から突出した MWNT の先端を Au 被覆タングステンプローブ先端に接触させて架橋した。Au 基板と Au プローブを電極として MWNT の両端に電圧を印加し、通電した。Fig. 1 に、通電による MWNT の構造変化を観察したときの電子顕微鏡像の時系列を示す。通電前の MWNT の層数は約11層であった(Fig. 1(a))。250  $\mu$ A 以上の電流が流れると、MWNT の外層や内層が Au 電極と接触している近くから消失しはじめ、最終的に MWNT の層数は約5層まで減少した(Figs. 1(b)-(e))。MWNT の層数が約5層であるときに測定した発光スペクトルを Fig. 2 に示す。このスペクトルには、黒体放射由来の成分とは別に、発光を示すいくつかのブロードなピークが重畳していることがわかった。透過電子顕微鏡法では MWNT の内部構造を高分解能観察でき、各層の直径を正確に計測できる。MWNT 各層の直径から見積もられる電子エネルギー準位と各ピークの波長を比較したところ、これらの発光は、カーボンナノチューブ各層におけるファン・ホープ特異点間での光

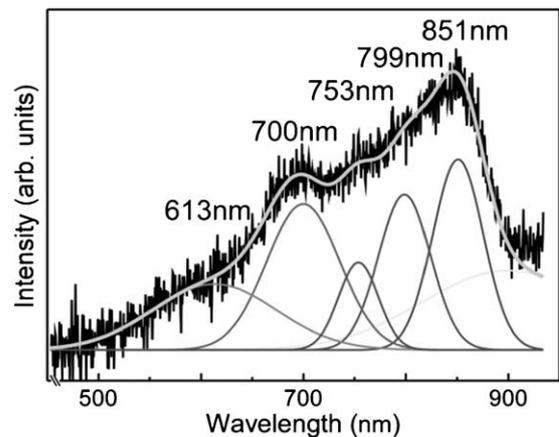


Fig. 2 MWNT の層数が約5層であるときに測定した発光スペクトル。

学遷移に由来することが明らかになった<sup>(1)</sup>。

### 文 献

- (1) K. Nishikawa, K. Asaka, H. Nakahara and Y. Saito: IOP Conf. Series: Mater. Sci. Eng., **304** (2017), 012011.  
(2018年8月2日受理)[doi:10.2320/materia.57.616]

## 貴金属担持触媒の3D 元素マップ

広島県立総合技術研究所 田辺 栄司  
東北大学先端電子顕微鏡センター 西嶋 雅彦

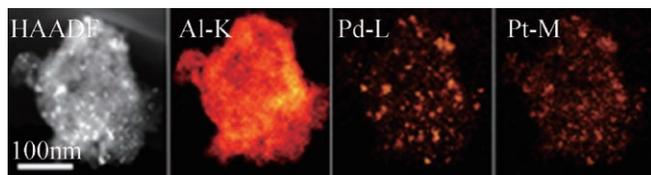


Fig. 1 Pd·Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 触媒の HAADF 像と STEM-EDS 元素マップ, 連続傾斜像の1枚(収束角25.1 mrad, 傾斜角+20°).

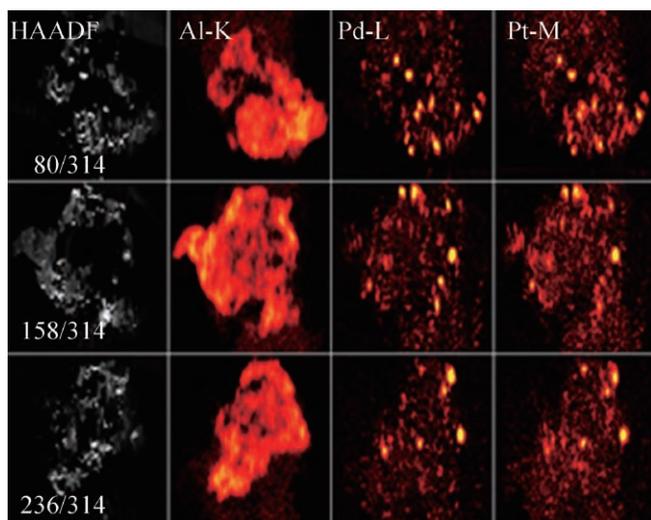


Fig. 2 HAADF 像と STEM-EDS 元素マップトモグラフィーの断層像, HAADF 像左下の数字は全314 Slice 中の断層像を切り出した位置を示す(Fig. 3 の高さ方向に相当).

排ガスの浄化, 燃料電池や化学工業プロセス等で使用されている担持触媒は, アルミナ, シルコニア等の酸化物や炭素系担体上に Rh, Pd, Pt 等の貴金属ナノ粒子を担持した構造で, 担持貴金属のサイズや分布が触媒機能や耐久性に大きく影響している. 複数相の担持金属・担体からなる触媒の解析には, 従来から2次元の STEM-EDS 元素マップが使用されてきた. 近年, 大面積・複数(2又は4台)のシリコンドリフト検出器(SDD)の搭載によって STEM-EDS 元素マップの試料傾斜方向・角度の制約がなくなるとともに検出感度が増大し, ISER 法<sup>(1)(2)</sup>によってトモグラフィーに必要な連続傾斜像の枚数も大幅に削減されたことから, 合計数時間の露光で3次元の元素マップの撮影が可能になった.

Pd と Pt をアルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)に担持した排ガス浄化触媒の HAADF 像と STEM-EDS 元素マップを Fig. 1 に示す. 試料傾斜角-50°~+60°, 10°間隔, 各1,000~1,500秒の露光

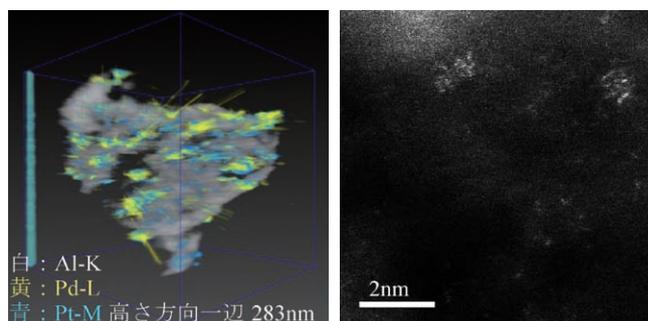


Fig. 3 STEM-EDS 元素マップトモグラフィーの VR 像.

Fig. 5 高分解能 HAADF 像.

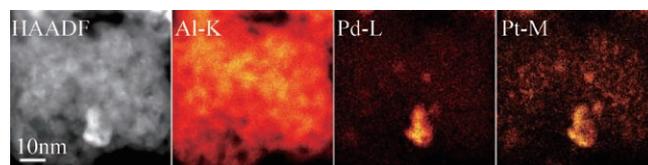


Fig. 4 HAADF 像と STEM-EDS 元素マップ.

時間で連続傾斜像を撮影し, まず回転中心の導出が容易な HAADF 像に対して ISER 法1,000ループの3次元再構成計算を行った. それを各元素マップに適用し, Fig. 2 の断層像(Slice)とそれを半透明立体的に表現した Fig. 3 の VR (Volume Rendering) 像を得た.

断層像では Pd と Pt が一致しているように見えるが, より高倍の2次元の元素マップ Fig. 4 では, Pd と Pt の分布が異なる粒子も確認された. Fig. 4 等と Fig. 2 の比較から, 3次元の空間分解能は10 nm 程度と推定される. また, 蛍光・吸収の効果は考慮しない ROI マップを使用したため, 真の分布を反映していない可能性がある. 一方, Fig. 5 の高分解能 HAADF 像には単原子又は原子十数個のサイズの輝点が見られ, より高分解能での触媒解析の必要性が示唆された.

本研究は, 文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業(東北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) 波多 聡, 光原昌寿, 中島英治, 池田賢一, 佐藤和久, 村山光宏, 工藤博幸, 宮崎伸介, 古河弘光: 日本結晶学会誌, **57** (2015), 276-284.
- (2) H. Kudo: Microscopy, **63**, suppl\_1, (2014), i15-i15.  
(2018年8月17日受理)[doi:10.2320/materia.57.617]

STEM-EDS Tomography of Supported Noble Metal Catalysts; Eishi Tanabe and Masahiko Nishijima  
Keywords: STEM-EDS(scanning transmission electron microscopy-energy dispersive X-ray spectroscopy), tomography, catalyst  
TEM specimen preparation: dispersion  
TEM-utilized: FEI Titan G<sup>2</sup> 60-300 Probe Corrector (300 kV) with Super X EDS Detector (30 mm<sup>2</sup>×4, 0.7Sr)  
3D reconstruction software utilized: SYSTEM IN FRONTIER INC. TEMography COMPOSER, VISUALIZER-kai

# 窒素添加オーステナイト系ステンレス鋼中析出物の分散状態解析

九州大学大学院工学研究院 越智 実 佐藤弘成 寺西 亮 佐藤幸生 金子賢治  
 新日鐵住金ステンレス株式会社 研究センター 濱田 純一 多久島睦子  
 物質・材料研究機構構造材料研究拠点 原 徹

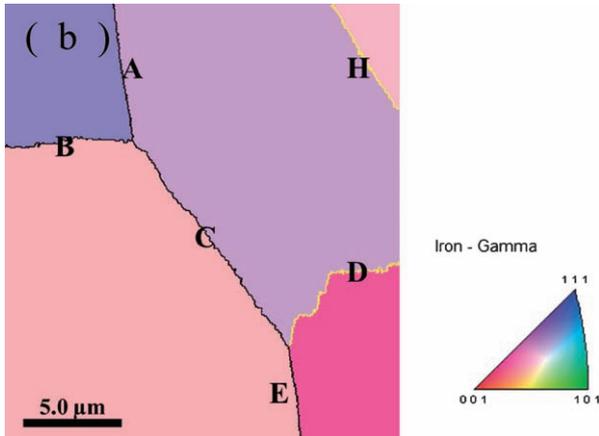
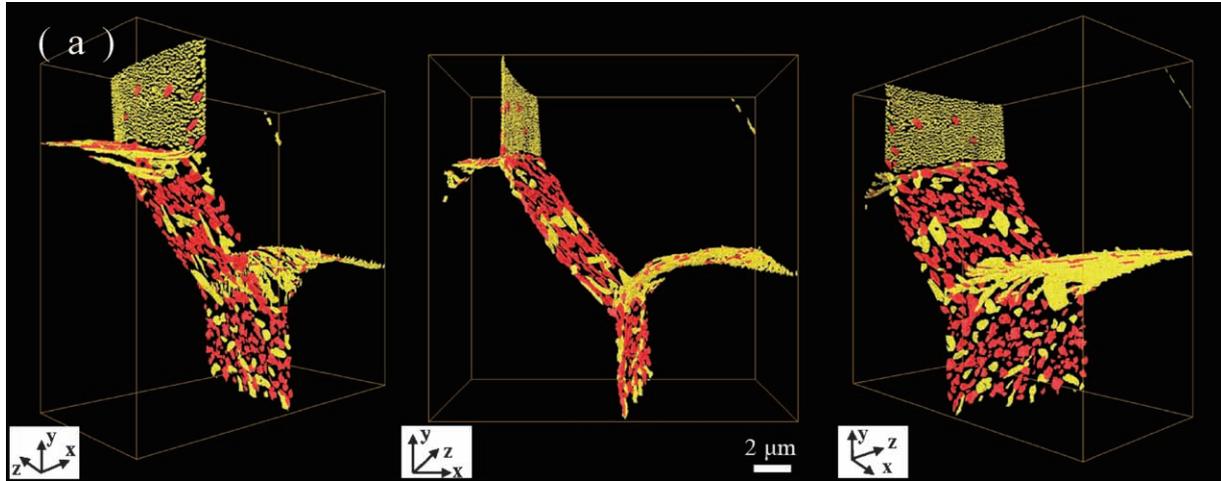


Fig. 1 粒界析出物をそれらのコントラスト(組成)によって色分けした3次元再構築像(a)と同視野におけるSEM-EBSD像(b).

オーステナイト系ステンレス鋼は優れた耐食性や機械的特性を有する。窒素は機械的特性や耐食性、およびオーステナイト組織の安定性の向上に寄与し、常温および高温の強度向上に大きく影響を及ぼす。

本研究では、窒素を添加したオーステナイト系ステンレス鋼 SUSXM15J1 に高温熱処理を施し、SEM-EBSD法と大体積を3次元観察可能なFIB-SEMシリアルセクションング法を用い粒界の性格(Table 1)と粒界析出物の分散状態を精緻に解析した。その結果、窒素添加による高温強度向上のメカニズム解明に繋がる知見を得られている。

Fig. 1(a)に粒界析出物をそれらのコントラスト(組成)によって色分けした3次元再構築像, Fig. 1(b)と同視野におけるSEM-EBSD像を示す。二つの図を見比べると粒界の

Table 1 それぞれの粒界の性格.

粒界	方位角度差(°)[共通回転軸]	$\Sigma$ 値	双晶境界
A	18.2[ $\bar{3}$ 9 13]		
B	39.3[21 0 $\bar{20}$ ]	9	
C	52.9[13 8 22]		
D	59.4[ $\bar{1}$ $\bar{1}$ 1]	3	○
E	41.9[23 $\bar{15}$ $\bar{13}$ ]		
H	59.2[1 1 1]	3	○

性格によって析出物の形態が大きく異なることがわかる。

Fig. 1(a)は $\text{Cr}_2\text{N}$ を黄色に、 $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}(\text{N})$ を赤色に色分けし、様々な方向から観察した3次元再構築像である。

Fig. 1(b)に示す粒界A, Dにおいては微細な $\text{Cr}_2\text{N}$ が支配的であった。それに対して粒界C, Eにおいては微細な $\text{Cr}_2\text{N}$ と粗大な $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}(\text{N})$ がほぼ同程度混在していた。粒界Hは直線的な界面であることから双晶境界であることが予想され、本来であれば析出物は確認されないと考えられていたが、粒界Hにのみ界面に沿って伸びた板状の $\text{Cr}_2\text{N}$ が確認された。

粒界によって支配的な析出物の種類や形態が大きく異なることと、 $\text{Cr}_2\text{N}$ と $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}(\text{N})$ から構成されていることが判明した。これらの研究により、約1000個の粒界析出物を統計処理することが可能となり、窒素添加および、高温熱処理により出現した析出物が、粒界すべり抑制に大きく寄与し、高温強度改善に寄与することが示唆された。

(2018年7月20日受理)[doi:10.2320/materia.57.618]

Three-dimensional Characterization of Precipitates at Grain Boundaries of N-added Austenitic Steel; M. Ochi, K. Sato, R. Teranishi, Y. Sato, J. Hamada, C. Takushima, T. Hara and K. Kaneko  
 Keywords: FIB-SEM Serial Sectioning, Three-dimensional visualization, Austenitic Stainless Steel

# フェライト系耐熱鋼における長時間クリープ変形後の析出物の三次元観察

東北大学大学院生 八田 智之  
東北大学工学研究科 関戸 信彰  
新日鐵住金株式会社 米村 光治  
東北大学工学研究科 丸山 公一 吉見 享祐

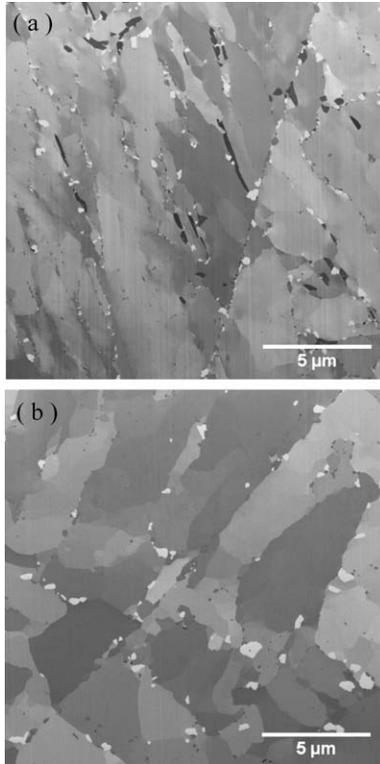


Fig. 1 クリープ破断材ゲージ部のSEM組織. (a) 2,754 h 破断材, (b) 15,426 h 破断材.

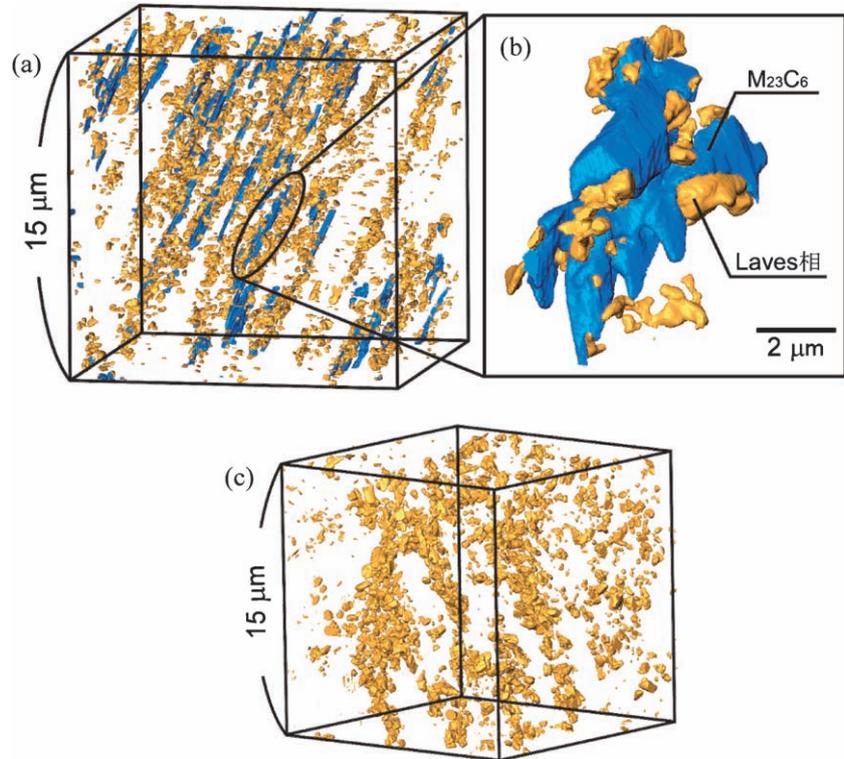


Fig. 2  $M_{23}C_6$  および Laves 相の三次元再構築像. (a) 2,754 h 破断材, (b) (a) の  $M_{23}C_6$  近傍の拡大図, (c) 15,426 h 破断材.

フェライト系耐熱鋼において、サブグレイン境界の安定性は長時間クリープ強度を支配する因子の一つである。本研究では、サブグレイン境界に優先析出する  $M_{23}C_6$  炭化物や Laves 相の発達過程を三次元的に観察し、クリープ挙動の理解深化を目指した。

観察に供した試料は、9Cr-3W-3Co-0.1C-0.01B(mass%) 鋼の 650 °C クリープ破断材 (140 MPa / 2,754 h, 80 MPa / 15,426 h)<sup>(1)</sup> である。直交配置型 FIB-SEM 装置を用いたシリアルセクションニング法により組織を三次元観察した。装置の詳細は参考文献(2)(3)を参照されたい。25 nm ピッチで FIB 研削と SEM 観察を繰り返し、取得した一連の画像データからソフトウェア(Amira 6)を用いて三次元再構築した。

クリープ破断材ゲージ部(応力負荷部)の SEM 像を Fig. 1 に示す。黒色の相が  $M_{23}C_6$ 、白色が Laves 相である。FIB-SEM 観察で得られた組織写真を三次元再構築し、 $M_{23}C_6$  と Laves 相を抽出した図を Fig. 2 に示す。2,754 h 破断材

(Fig. 2(a))において、板状の  $M_{23}C_6$  (青)はブロック境界に相当する約 4 μm 間隔の平行な面上に分布している。Laves 相(黄)もブロック境界に沿って形成しており、特に  $M_{23}C_6$  に接して優先的に形成する傾向が観察される(Fig. 2(b))。他方、15,426 h 破断材では、Laves 相が塊状に成長・粗大化するとともに、 $M_{23}C_6$  が母相に再固溶して減少している(Fig. 2(c))。すなわち、 $M_{23}C_6$  の形成・成長と Laves 相のそれは強い相関があることが示唆される。

本研究は、文科省ナノテクノロジープラットフォームに参画する NIMS 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た。

## 文 献

- (1) M. Yonemura *et al.*: Proc. 7th Intl. Conf. on Adv. Mater. Technol. for Fossil Power Plants (2014), 1329.
- (2) 原 徹: 顕微鏡, 49(2014), 53.
- (3) 関戸信彰ら: までりあ, 55(2016), 593.  
(2018年8月21日受理)[doi:10.2320/materia.57.619]

3D Observation on Precipitates of a Ferritic Heat Resistant Steel after Long-term Creep; Tomoyuki Hatta, Nobuaki Sekido, Mitsuharu Yonemura, Kouichi Maruyama and Kyosuke Yoshimi

Keywords: 3D reconstruction, FIB-SEM (focus ion beam-scanning electron microscope), heat-resistant ferritic steel

FIB-SEM utilized: Hitachi High-Tech Science SMF-1000 (FIB: Ga ion beam at 30 kV, SEM: 2 kV, Upper + EsB detector)

# 拡散接合 その4

## —接合部の金属学的・機械的評価，気密性， 接合部の非破壊評価—

大橋 修\*

### 4・1 接合部の金属学的・機械的評価

拡散接合部の評価には，接合部の「破壊による評価」と「非破壊による評価」とがある。破壊による評価には，接合部の金属学的評価と引張試験などの機械的評価などがある。

#### 4・1・1 接合部の金属学的評価

図4.1の(a)は拡散接合部の断面の光学顕微鏡写真，(b)はその観察試料を引張試験した後，断面と破面が見える角度からの，同一箇所での走査型電子顕微鏡写真である<sup>(1)</sup>。

鉄の丸棒の端面を旋盤加工し，凹凸のある接合面を突き合わせて接合したことから，最初に突起部同士が接合して接合領域が増加する。断面写真での線状の密着した接合箇所が，破面写真での凹凸のある接合箇所の破断箇所と一致する。

引張破面の走査型電子顕微鏡観察では，純Alは接合箇所の痕跡は分かりにくい。しかし他の金属の破面では，接合の痕跡を確認できる。図4.2は，銅の拡散接合部の破面の観察像を示す。撮影倍率を変化させての観察で，未接合部には結晶粒界が見られ，また接合部の破断した領域ではディンプル等が観察され，未接合部と接合部の差別化が容易にできる<sup>(1)</sup>。

接合面積割合の算出には，①断面観察からの算出法，②破面から求めた算出法がある。後者の破面観察からの算出法では，測定値のバラツキが少ない。接合面積割合の測定に際しては，(a)の写真と同程度の撮影倍率(500倍前後)で，破面の数箇所の観察像の平均値から算出される<sup>(1)</sup>。

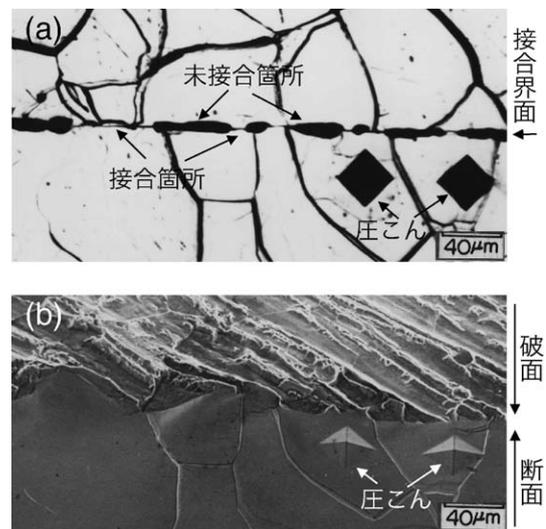


図4.1 接合部の(a)断面写真と(b)引張試験後の走査型電子顕微鏡写真。(鉄，830°C，32 min，5 MPa，10 μm)

#### 4・1・2 接合部の機械的評価

接合部の機械的性能評価には，引張試験が行われる。JIS規格による引張試験片の形状は均質な材料を試験するものであり，接合部を評価するJIS規格はない。拡散接合した材料が小さいことから，独自の形状の試験片を作製して，引張試験を行うことが多い。

図4.3は，平行部長さが16 mm(直径8 mm)の形状での引張試験で，チタン，鉄，銅，ステンレス鋼の拡散接合部の結

\* WELLBOND, 代表(東京理科大学・客員教授)  
Diffusion Welding —Metallurgical, Mechanical, Non Destructive Evaluation on Diffusion Welding—; Osamu Ohashi (WELLBOND (Visiting Professor, Tokyo University of Science), Tsukubamirai)  
Keywords: *diffusion welding, diffusion bonding, metallurgical evaluation, mechanical evaluation, nondestructive evaluation*  
2018年7月2日受理[doi:10.2320/materia.57.620]

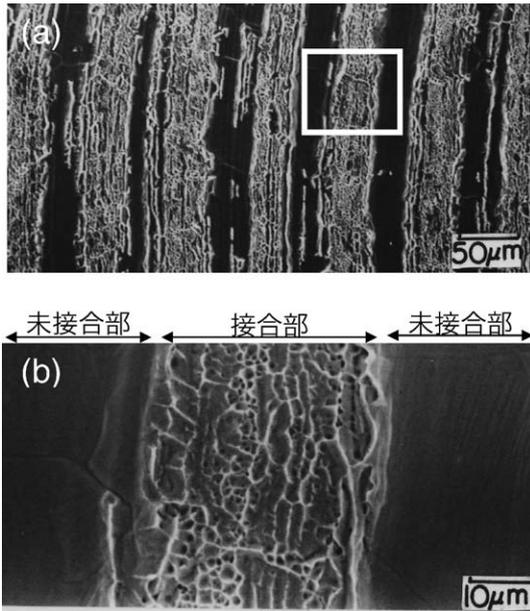


図4.2 銅の拡散接合部の引張破面の走査型電子顕微鏡写真. (a)の写真中の枠内を拡大した写真が(b). (800°C, 4 min, 16 MPa, 3 μm)

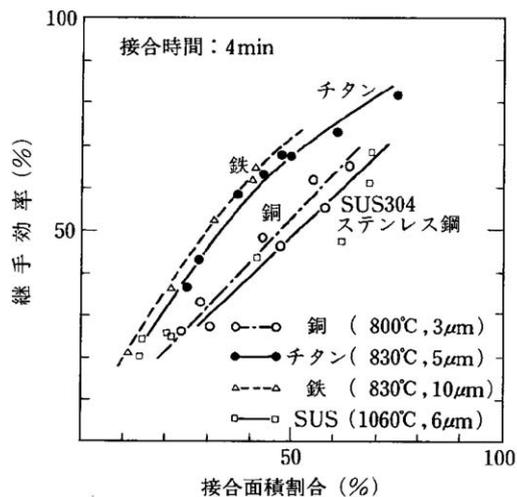


図4.3 拡散接合部の、継手効率と接合面積割合の関係.

果を示す<sup>(2)</sup>. 図の縦軸は、接合部の強さを同じ熱履歴を受けた母材の引張強さで割った値、継手効率(%)で整理している.

接合部での微細な接合箇所形状や分布状態が引張強さに影響しないとすると、同図で傾きが45度の直線関係が得られるはずである. 銅とステンレス鋼では、ほぼ45度の直線上にあり、これらの材料の接合箇所は母材並みに接合している. しかし他の材料は、かなり上方に位置している.

この原因は、接合部に空隙が多数分布して、空隙が接合部に対して切欠きとして作用するためである. 図4.4は、母材の引張強さに及ぼす切欠きの影響を示す. この図は円周切欠きをもつ直径10 mmの各種金属の丸棒の結果で、切欠き深さの影響を示す. 45度の直線よりも上方に位置して、切欠

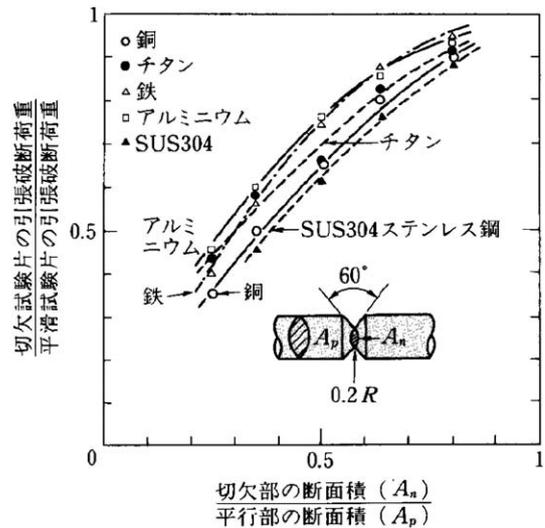


図4.4 母材の引張強さに及ぼす切欠き深さの影響.

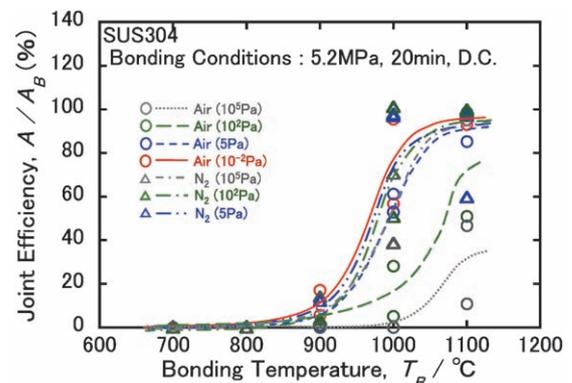


図4.5 SUS304ステンレス鋼拡散接合部の引張試験時の絞りから算出した継手効率と接合温度の関係. (オンラインカラー)

き試験片の引張強さが平滑試験片の値よりも大きくなる.

平滑試験片よりも切欠き試験片の引張強さが大きくなるのは、切欠き近傍の材料の拘束効果で説明できる.

拡散接合部の引張強さは、欠陥で強化され母材並みに達する. しかし、接合部に欠陥があると接合部の伸び、絞りが小さい.

図4.5は、SUS304ステンレス鋼を各種の接合雰囲気中で接合して引張試験を行い、絞りを測定した. 接合に際しては、接合試料を真空装置内に取り付け後、真空に排気した. 引き続き、排気しながら各種ガスを導入しながら、所定の雰囲気圧力を保持した. 加熱は接合試料に直接通電して、昇温速度100°C/minで加熱し、所定温度に20 min保持した. 絞りから算出した継手効率(A/A<sub>B</sub>, A: 継手の引張試験破断部の絞り(%), A<sub>B</sub>: 継手と同じ熱履歴を受けた母材の引張試験破断部の絞り(%))と接合温度との関係で、引張強さから算出した継手効率よりも、雰囲気の違いが明確になる. 引張試験の際、引張強さの他、接合部の延性を示す指標、絞り、伸びについての評価も重要である.

引張試験といった「静的試験」よりも、疲労試験、衝撃試験、クリープ試験といった「動的試験」の方が、接合部の微小欠陥(空隙、介在物)に敏感で、影響を受けやすい。

#### 4・2 接合部の気密性

各種の接合面粗さのステンレス鋼を、種々の接合圧力下で接合して、接合面での接合面積割合の異なる接合試験片を製

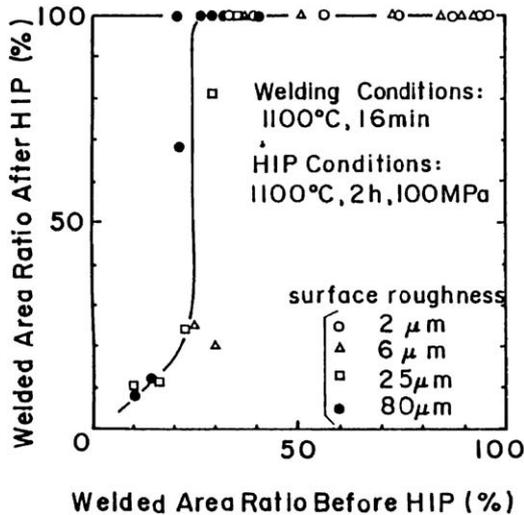


図4.6 HIP 処理後の接合面積割合と HIP 処理前の接合面積割合との関係。

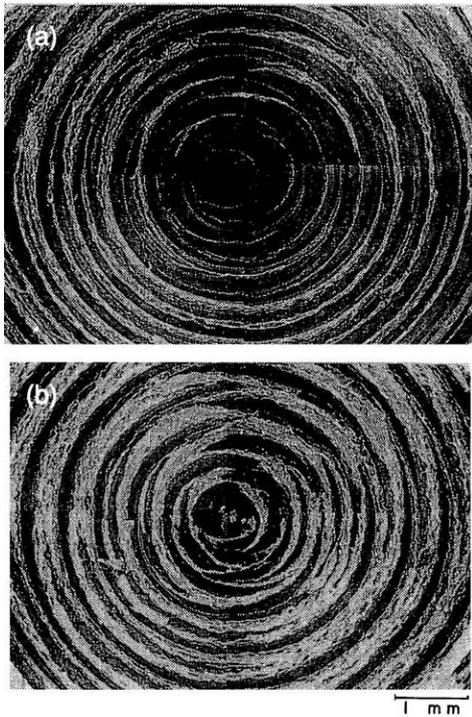


図4.7 HIP 処理前の接合部の引張破面の走査型電子顕微鏡写真．接合面積割合が(a)：26%，(b)：40%．

作した．同一条件で2本作製して、一本はそのまま引張試験、他の試験片は高温のガス中でHIP 処理を施した<sup>3)</sup>。

図4.6は、HIP 処理後の接合面積割合と、HIP 処理前の接合面積割合との関係を示す．その結果、HIP 処理前接合面積割合が30%を超えた試験片では、HIP 処理後接合面積が100%に達する．HIP 処理前の接合部の破面観察の一部を図4.7に示す．白い領域が接合して破断した箇所、黒い領域が未接合部(空隙部)である．(a)の接合面積割合が26%では、内部の黒い空隙が外部へ通じているが、(b)は40%では、閉ざされた空隙となっている．

接合面積割合が30%以上になると、接合面粗さに関係なく、閉ざされた空隙となることから、予備接合した拡散接合試験片のHIP 処理で、接合部の空隙を消失させることができる<sup>3)</sup>。

圧延したステンレス鋼箔(0.25 mm 厚)を480枚積層した拡散接合体においては、接合面積割合が50%を超えると、HIP 処理で空隙が消失した<sup>4)</sup>。

接合面の最終表面処理法で表面形状が変化し、閉ざされた空隙を形成する、接合面積割合のしきい値が変化する．しきい値以上の接合面積割合では、拡散接合部の気密性が保持される。

#### 4・3 接合部の非破壊評価

拡散接合部の非破壊評価試験法として、X 線透過試験、超音波探傷試験、浸透探傷試験、電気抵抗測定、AE 測定等がある．拡散接合部に残留する微小な欠陥を検出できる可能性の高い超音波探傷、X 線透過試験について述べる．

##### 4・3・1 超音波探傷

図4.8は、ステンレス鋼拡散接合部を超音波探傷試験した際のモニター上の波形を示す．接合試験片の端部に探傷子を接触させての結果である．探傷子から30 mm の箇所に接合

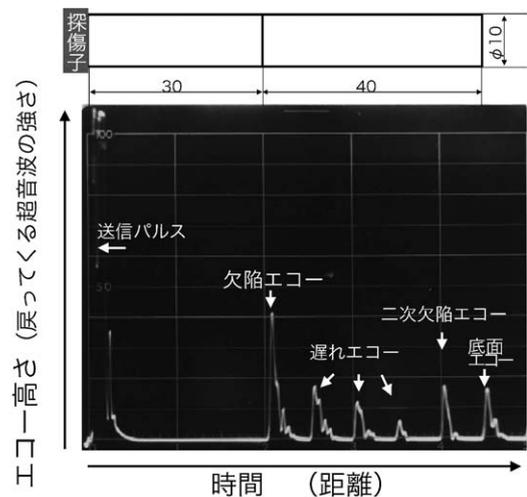


図4.8 接合部を超音波探傷試験した際のモニター上の波形。

面があり、接合面からの超音波の反射(欠陥エコー)や探傷子から70 mmの接合試験片端からの反射(底面エコー)等が観察される。

接合部の欠陥エコー高さ(F)を定量的に測定するため、接合試験片と同じ熱履歴を受けた長さ30 mmの対比試験片の底面エコー高さ(B)の比(F/B)を測定して、この比を欠陥の反射率(%)と定義した。

図4.9は、各種の表面粗さのステンレス鋼を接合圧力を変化させて接合した試験片について、超音波の反射率と破面から測定した接合面積割合との関係を示す。

表面粗さが一定の試験片では、超音波の反射率と接合面積割合とは一定の関係がある。この結果から、超音波の反射率から接合面積割合が評価できる。しかし、表面粗さが細くなり、実用的に使用されている表面粗さ(3, 4 μm)では、接合面積割合が60%を越えると、超音波探傷試験では評価が不可能となる<sup>(5)</sup>。

この原因は、図4.10に示したように、表面粗さが細くなると接合部の欠陥サイズが小さくなることに起因する。欠陥量が同じでも、小さな欠陥が分布している場合、超音波の反射率が小さくなる。

超音波の反射量は、超音波の波長(λ)と欠陥サイズ(V)の比(λ/V)に密接に関係する。この値(λ/V)が1よりも小さくなると、超音波の反射量が低下する。

小さな欠陥の検出には、周波数の高い超音波を使用すれば良い。しかし超音波の周波数が高くなると、金属材料中の減衰(材料中の結晶粒界での反射に起因)量が多くなり、超音波探傷が困難となる。鉄鋼材料の熔融溶接部の超音波探傷では、減衰の問題が比較的少ない2.25, 5, 10 MHzの周波数が

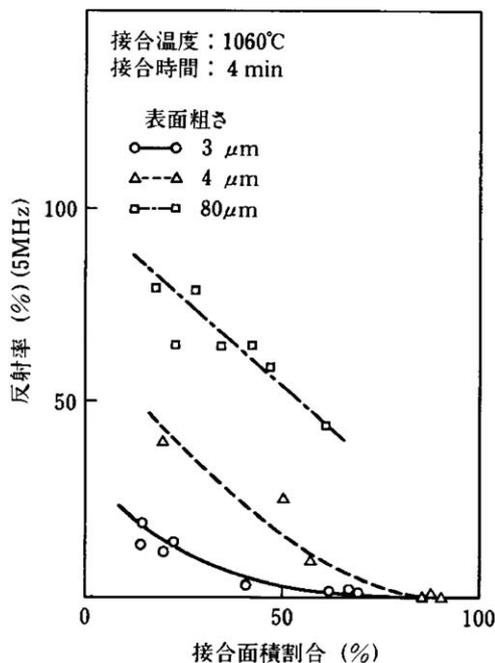


図4.9 拡散接合部の超音波の反射率と接合面積割合との関係。

よく使用される。

拡散接合部内にある人工空隙サイズが数100 μmより小さくなると、人工欠陥を検出できない。拡散接合部では、空隙サイズが数μmと小さいことから、現状では、超音波探傷は困難である。

#### 4・3・2 X線CT

図4.11は南天の葉およびその実をデザインした「南天図目貫」である。この目貫をX線CT(東芝製TOSCANER-32251 μhd)で観察した結果を図4.12に示す。図4.11でのAB線での切断面を示す。銅板を鍛金加工して局部的に金箔を貼り付け、また金粒を埋め込んで制作していることが明らかと

表面粗さ	破面写真	継手効率	真実接合面積割合	超音波反射率 (5MHz)
80 μm		52%	継手効率と同程度	60%
25 μm		54%	継手効率と同程度	42%
10 μm		61%	継手効率と同程度	10%
4 μm		51%	継手効率と同程度	8%

図4.10 同程度の継手効率(約50~60%)を持つ各種表面粗さの拡散接合部についての破面写真と超音波の反射率。

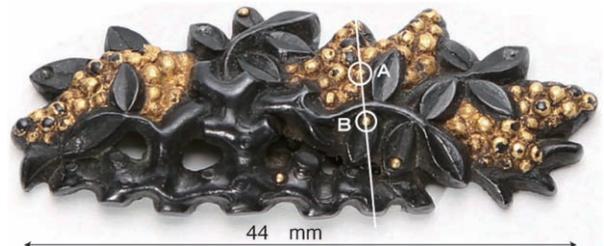


図4.11 南天図目貫の全体写真。(オンラインカラー)

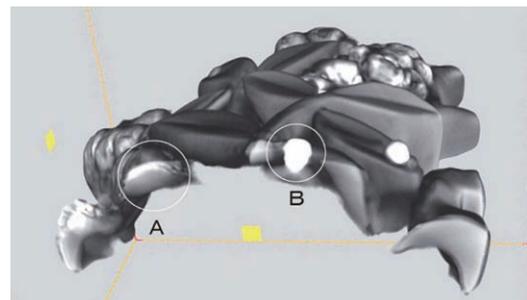


図4.12 X線CT写真(図4.11でのAB線の断面)。(オンラインカラー)



# 水熱法による異種基材上への 圧電体膜形成とフレキシブル素子への展開

白石 貴久\*

## 1. はじめに

圧電体は、力学的エネルギーを電気的エネルギーへ変換する圧電効果と、電気的エネルギーを力学的エネルギーへ変換する逆圧電効果を有していることから、非常に有望なエネルギー変換材料の一つであり、前者の効果はセンサ・エネルギーハーベスターに応用され、後者の効果はアクチュエータ・トランスデューサに応用されている。近年、圧電効果を利用した新たな試みとして、身の回りの環境振動(力学的エネルギー)によって圧電体を大きく変位させ、ハーベスティングとセンシングを同時に行う“バッテリーレスセンサ”が注目されている<sup>(1)(2)</sup>。これにより、自動車の運転環境、インフラの老朽化度、人体および動物の健康状態などを常にモニタリングするスマートセンシング技術の確立が期待されている。この様な次世代センサの実現には、環境振動から高い電気的エネルギーを得る必要があり、優れた圧電材料の開発は勿論のこと、環境振動によって圧電体を大きく変位させるためのデバイス構造の開発も重要視されている。

有機フィルム上に圧電体膜を形成した“フレキシブル圧電デバイス”は、外から加わる力によって簡単に曲がることから圧電効果との組み合わせに適したデバイスである。また、設置場所の形状に依存しないことから、次世代センサの最適デバイス構造の一つである。しかし、高品質な圧電体膜を形成するためには大よそ500°C以上のプロセス温度が必要となる<sup>(3)(4)</sup>。一方、有機フィルムの耐熱温度は高くとも200°C程度であるため<sup>(5)(6)</sup>、耐熱性の低い基材上に圧電体膜を直接形成することは困難を極めていた。そのため、Siなどの結晶基材上に高品質な圧電体膜を作製し、それを有機フィルム上

に写し取る“転写法”が広く用いられている<sup>(7)</sup>。しかし、複雑な工程と転写時の膜へのダメージなど克服すべき課題は多い。そのため、有機フィルム上に高品質な圧電体膜を直接形成する“低温合成手法”の開拓が求められている。

著者らは、プロセス温度の観点から圧電体の合成手法を再検討した結果、水熱合成法に着目した。本稿では同手法により有機フィルムを含む種々の基材上に圧電体の一つであるニオブ酸カリウム(KNbO<sub>3</sub>)基膜を直接形成した結果について紹介する。

## 2. 水熱合成法

水熱合成法は溶液法の一つであり、密閉容器であるオートクレーブ内での化学反応を利用した材料合成法である。現在でも水晶やサファイアなどの結晶育成法として実用されているが<sup>(8)</sup>、圧電体の合成手法として捉えた場合、非常に有用な手法であることが見えてくる。図1は、様々な圧電体合成手法とプロセス温度の関係を示している<sup>(9)-(13)</sup>。一般的に焼結などの固相反応を用いて圧電体を合成する場合、1000°C以上の温度が必要となる。また、スパッタリング法、Sol-gel法、化学蒸着法(CVD法)といった工業的に広く応用されている製膜手法の場合、結晶化した圧電体膜を得るためには500°C以上の温度が必要である。一方、エアロゾルデポジション(AD)法は室温で圧電体膜を形成可能であるが、優れた物性を得るには600°C以上での熱処理が必須となる。これらに対し、水熱合成法は300°C以下のプロセス温度で結晶化した圧電体を合成可能であり、高温での熱処理を必要としない。これはオートクレーブによる高圧下での化学反応を利用するため、低温でも高い過飽和度が達成されていることに起

\* 東北大学金属材料研究所; 助教(〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1)  
Fabrication of Piezoelectric Films onto Various Substrates by Hydrothermal Method and Development to Flexible Devices; Takahisa Shiraishi (Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai)  
Keywords: hydrothermal method, piezoelectric films, flexible devices, energy harvesting  
2018年10月1日受理[doi:10.2320/materia.57.625]

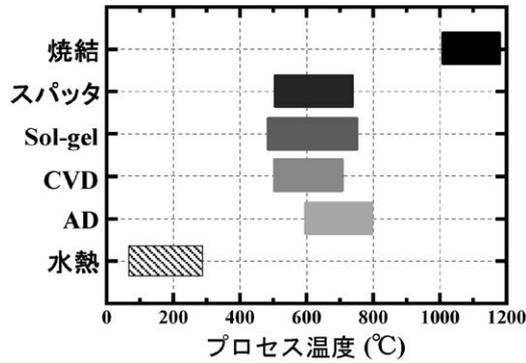


図1 圧電体の合成手法とプロセス温度の関係。

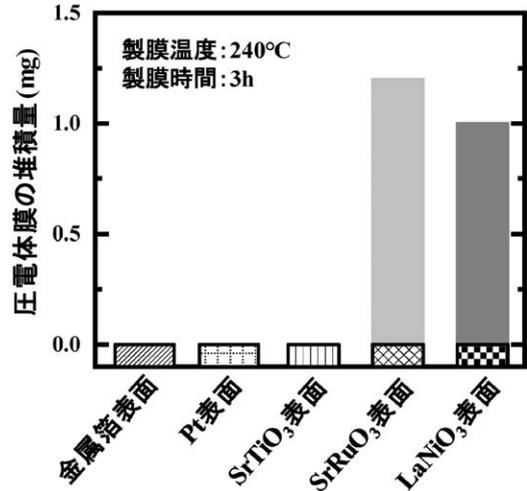


図3 基板表面層と圧電体膜の堆積量の関係。

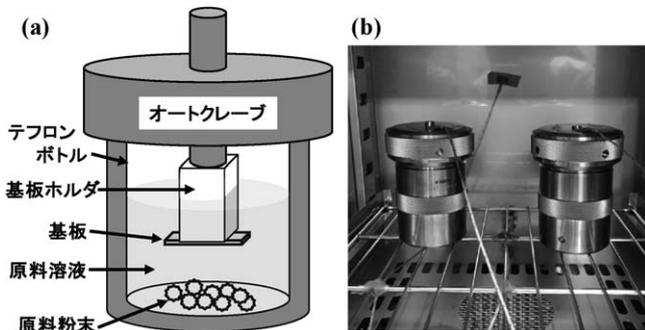


図2 水熱合成法の(a)オートクレーブ内の概略図と(b)恒温槽内の写真。

因している。つまり、水熱合成法を用いることで、有機フィルム上へ圧電体膜を直接形成することが大いに期待される。

図2は、水熱合成法により圧電体膜を作製する際の概略図を示している。オートクレーブ内に原料粉末、原料溶液、基板を入れ、一定温度に保たれた恒温槽にセットするのみで、数時間後には圧電体膜を得ることが出来る。そのため、複雑な工程が一切ないのも大きな利点である。

### 3. 単結晶基板上への製膜とプロセス温度の低温化

圧電体膜を種々の基板上に形成するには、基板表面での不均質核生成を促進する必要がある。そこで、最適な基板表面層を探索するために、同一製膜条件で種々の基板上にKNbO<sub>3</sub>膜を作製した結果を図3に示す。これより、金属箔やPtといった金属表面上には膜の堆積が観察されなかった。また、KNbO<sub>3</sub>と同じペロブスカイト構造を有したチタン酸ストロンチウム(SrTiO<sub>3</sub>)表面上においても、膜の堆積は観察されなかった。一方、ペロブスカイト構造かつ導電性を有したルテニウム酸ストロンチウム(SrRuO<sub>3</sub>)およびニッケル酸ランタン(LaNiO<sub>3</sub>)上においては、KNbO<sub>3</sub>膜の堆積が観察された。これより、膜と同じ結晶構造で導電性を有した表面が、不均質核生成の促進に有効であることが明らかとなった。

次に、低温製膜の可能性を追求するために、(100)。

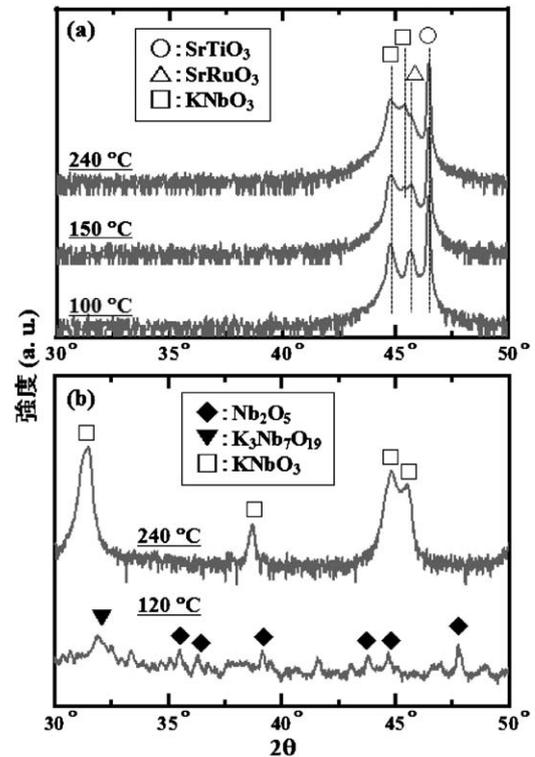


図4 種々の温度で作製した(a)KNbO<sub>3</sub>膜と(b)粉末のXRDパターン。

SrRuO<sub>3</sub>//(100)SrTiO<sub>3</sub>単結晶基板上に100-240°Cの製膜温度でKNbO<sub>3</sub>膜を作製した。図4(a)は、作製した膜のX線回折(XRD)パターンを示している。全ての温度で膜の堆積が観察され、SrRuO<sub>3</sub>表面層の効果が確認された。また、ペロブスカイト単相であり、異配向が観察されなかったことから、全ての製膜温度でエピタキシャル成長したKNbO<sub>3</sub>が作製可能であることが分かった。150°C以下の製膜温度であれば、有機フィルムの耐熱温度範囲であることから、圧電体膜の直接形成が可能となる。図4(b)は、膜と同時にオートク

レーブ内での均質核生成により生成された粉末のXRDパターンを示している。240°Cにおいては膜と同様にKNbO<sub>3</sub>のみであったのに対し、120°CではNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>原料粉末とK<sub>3</sub>Nb<sub>7</sub>O<sub>19</sub>のみが観察され、膜の結果と大きく異なった。KNbO<sub>3</sub>膜の結果から見積もられる活性化エネルギーは大よそ11 kJ/molであったのに対し、粉末での報告値は80–90 kJ/mol<sup>(14)(15)</sup>であった。これは、膜の方が生成され易いことを意味しており、不均質核生成を利用していることに加えて、基板表面層を制御したことで100°Cまでの低温化に成功したと考えられる。

#### 4. 金属箔上への製膜

本章ではフレキシブルな基板の一つである金属箔上にニオブ酸カリウムナトリウム((K, Na)NbO<sub>3</sub>)膜を240°Cで作製した結果について紹介する。図5(a)は、サンプルの模式図を示している。前章の結果を基に表面層としてSrRuO<sub>3</sub>を用いた。これより、膜が均一に堆積していることが観察された。また、曲率半径5.2 mmまで曲げても、膜の剥離やクラックは確認されなかったことから、金属箔基板上に圧電体膜を形成することで高いフレキシビリティが担保されていることが分かった。図5(c)は、作製した膜のXRDパターンを示している。これより、金属箔上に多結晶(K, Na)NbO<sub>3</sub>膜が堆積しており、ペロブスカイト単相であることが確認された。また、図4(d)に示す電界-歪曲線より圧電性に起因したバタフライ極性が観察され、見積もられる圧電定数*d*<sub>33, PFM</sub>は大よそ60 pm/V程度であった。これは、他の手法で作製した(K, Na)NbO<sub>3</sub>膜と同程度の値であり、低温製膜でも十分な特性が見込まれる。

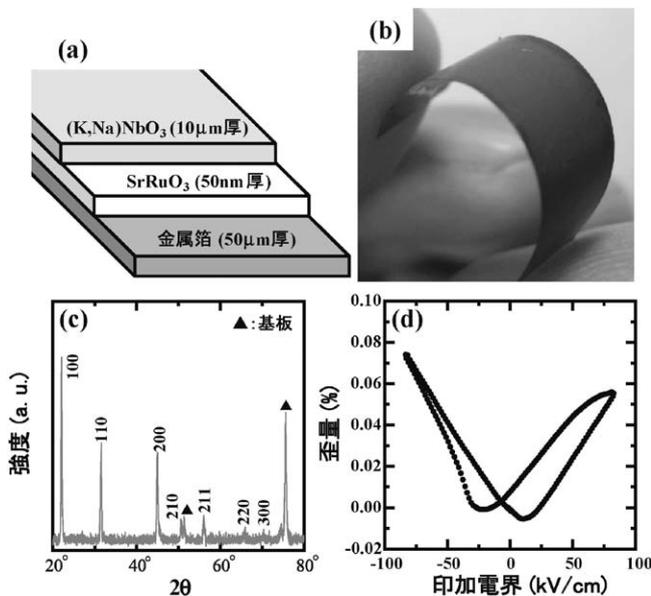


図5 作製したサンプルの(a)模式図、(b)写真、(c)XRDパターンおよび(d)電界-歪曲線。金属箔の面積は縦：7.5 mm×横：30 mm。

そこで、片持ち梁のサンプルに振動を加えることで、発電特性を評価した。図6(a)は、出力電圧の振動周波数依存を示している。最大出力電圧は $V_{pp}=8$  Vであり、共振周波数は126 Hzであった。これより、水熱合成(K, Na)NbO<sub>3</sub>膜で初めて発電特性の観測に成功した。また、一般的に環境振動の周波数は200 Hz以下であるため<sup>(16)(17)</sup>、共振点を利用した発電が可能であることが分かった。図6(b)は、共振周波数126 Hzで測定した出力電力の抵抗値依存を示している。これより、560 kΩでインピーダンスマッチングが取れ、出力電力4.2 μWを観測した。抵抗を用いた際の出力電力は式(1)–(3)で算出することが出来る<sup>(18)</sup>。

$$P = ma^2 K^2 \psi Q^2 / 2\omega_r (\psi^2 + (1 + K^2 \psi Q)^2) \quad (1)$$

$$\psi = \omega_r RC \quad (2)$$

$$Q = f_r / (f_2 - f_1) \quad (3)$$

ここで、 $m$ ：有効質量、 $a$ ：加速度、 $K^2$ ：機械結合整数、 $\omega_r$ ：共振角振動数、 $R$ ：抵抗値、 $C$ ：膜のキャパシタンス、 $Q$ ： $Q$ 値、 $f_r$ ：共振周波数、 $f_2 - f_1$ ：最大出力電圧の半価幅を表している。計算より、インピーダンスマッチングは570 kΩであり、最大出力電力は4.8 μWであると予想された。これらの計算結果は実験結果と良い一致を示すことから、期待されるだけの発電量が得られていることが分かった。出力電力を増加させるには、小さい抵抗値でインピーダンスマッチングを取ることが望ましい。式(1)を用いて、インピーダンスマッチングに影響するパラメータを調査したところ、

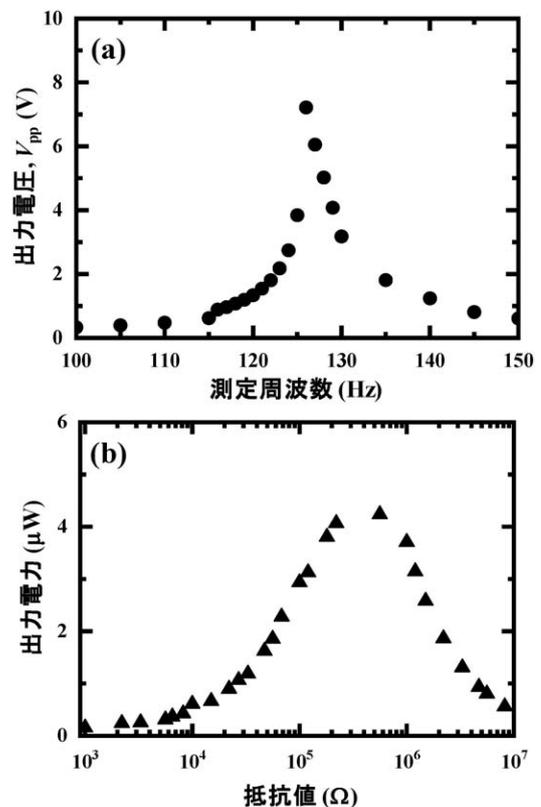
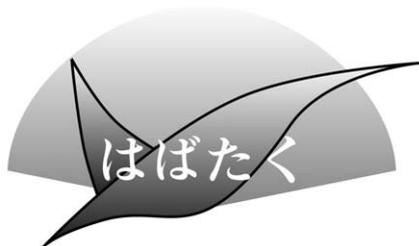


図6 片持ち梁で測定した(a)出力電圧の周波数依存と(c)出力電力の抵抗値依存。





## 私の材料研究活動

伊藤忠テクノソリューションズ株式会社  
科学システム本部；エンジニア

山崎 敏広

私は2016年3月に東北大学金属材料研究所の千葉晶彦教授、小泉雄一郎准教授(現大阪大学教授)の下で博士(工学)の学位を取得し、その後約1年間のJSPS特別研究員を経た後、2017年1月に伊藤忠テクノソリューションズ株式会社に入社しました。現在は材料分野におけるソフトウェアの保守やサポート、受託解析、研究開発の業務を行っております。まだまだ未熟なもので、報告できる程の研究成果はありませんが、大学に所属していた際の研究内容の紹介と、最近の取り組みを記したいと思います。

私は博士前期課程から後期課程に至るまで、JST-先端的低炭素化技術開発事業のプロジェクトにおいて、連続体モデルシミュレーション手法の一つであるフェーズフィールド(PF)法を用いた超高温耐熱 $\text{MoSi}_2$ 基材料の組織形成シミュレーションに取り組みました。 $\text{MoSi}_2$ 基合金は、Ni基超合金に替わる火力発電用ガスタービン用の超高温耐熱材料として提案されています。本合金の中でも、 $\text{MoSi}_2/\text{NbSi}_2$ 合金はラメラ組織を形成し、優れた靱性ならびに高温強度を有しています。また、共同研究者によりCr添加によりラメラ組織の熱安定性が向上すること、このような熱安定性がCrの界面偏析に起因することが実験的に見出されています。一方、 $\text{MoSi}_2/\text{Mo}_5\text{Si}_3$ 合金では、一方向凝固により $\text{MoSi}_2$ と $\text{Mo}_5\text{Si}_3$ が凝固方向に平行に伸長した板状の相となり、凝固方向に垂直な断面では、両相が迷路状に入り組んだ組織(ラビリンス組織)が形成します。実用化に向けたこれら合金系における組織安定性の予測や向上のためには、この異相界面の制御が重要であり、組織形成や添加元素偏析のメカニズムの解明が必要です。

博士課程の研究成果として、PF法を用いて $\text{MoSi}_2/\text{NbSi}_2$ 合金と $\text{MoSi}_2/\text{Mo}_5\text{Si}_3$ 合金における組織形成や、添加元素の界面偏析メカニズムの解明、組織安定性支配因子の解明に取り組みました。また、シミュレーション結果から組織安定化に有効な添加元素としてHfを提案し、実際に有効であることが実験的に証明されました。組織安定化に有効な添加元素の予測ができたことは、シミュレーションの強みを最大限に活かした研究であったと思います。 $\text{MoSi}_2/\text{NbSi}_2$ 合金については、種々の研究成果を論文として残すことができ、非常に大きな達成感を得られました。研究遂行の中で取り扱ったPF法や格子ひずみに係るマイクロメカニクスは、学士・修士の授業で学んできた範疇を初めて越えたことであり、自身の成長と材料分野以外に興味を持つきっかけになりました。また、博士課程在学時に約3ヶ月の短期留学でPF法の権威



図1 ペンシルベニア州立大学留学中の写真、シンボルのニタニーライオン像の前にて。

であるペンシルベニア州立大学のLong-Qing Chen先生の下で研究をさせていただいたことや(図1)、ポスドク時代の素材メーカーでのインターンシップの経験を通して、私の研究がどのように役に立つのか、私はどこまで通用するのか、将来は何をしたいのかを俯瞰的に捉えることができたと思います。

入社して2年が経とうとしておりますが、最近、ナノからマクロスケールに渡り、種々の計算手法を用いて最適な合金設計を行うIntegrated Computational Materials Engineering(ICME)のコンセプトに興味を持っています。というのも、各種シミュレーションソフトウェアとエンジニアを有する弊社の強みが、マルチスケールに渡る各種パラメータや計算モデルをシームレスに繋ぐことであり、これからますます必要になるのではないかと末端の社員ながら感じたからです。入社初年度は有限要素法を使用した構造解析や衝撃解析等の機械分野を担当した縁も有り、ICMEに係る業務も少しずつ行っています。たまに、ふと学生時代の研究を振り返ることがあります。未知の領域で新しいことを知る楽しさや、論文を投稿した際の達成感に研究のモチベーションを感じていました。ICMEは材料分野と他分野とのコラボレーションです。これまで学んできた材料分野を活かし、新しい分野にも取り組めることは、新しいことに挑戦してきた学生時代の懐かしさも感じます。また、材料分野における取り組みとして、鉛フリーはんだや、高エントロピー合金に関する調査・研究も行っています。いずれの材料系も学術的・工業的に大きな注目を集めており、エレクトロニクスや自動車といった日本のものづくり産業において、革新的な技術となるポテンシャルを持っています。

かつて所属していた東北大学には「研究第一」の理念が有りました。研究者は成果物を社会が直面する諸問題の活躍に役立てなければならない使命を持つというものです。もう一つの「門戸開放」と併せて、何とも義務的で押しつけがましいとさえ思っておりましたが、千葉先生、小泉先生の下で研究を行い、社会に出てみると、その精神が身に染みていることに気がきます。一般的に、会社の位置づけとして、“基礎”より“応用”、評価は“論文”ではなく“売上”かもしれませんが、何か新しいことをしたい・売り出したいという私のモチベーションが、材料分野の発展と自身の成長に繋がればと思っております。最後になりますが、この場をお借りしてこれまでお世話になった皆様に深く御礼申し上げます。これからもご指導ご鞭撻の程、よろしく申し上げます。

(2018年9月7受理)[doi:10.2320/materia.57.629]

(連絡先：〒100-6080 東京都千代田区霞が関3-2-5)

委員会だより

## 女子中高生夏の学校2018

(2018年8月10日(金))

物質・材料研究機構 構造材料研究拠点；

主幹研究員 戸田佳明  
グループリーダー 御手洗容子



図1 ポスター展示『研究者・技術者と話そう』の様子。左が鉄鋼協会、右(P-41)が金属学会のブース。

2018年8月に独立行政法人国立女性教育会館(埼玉県比企郡嵐山町)で開催された『女子中高生夏の学校2018～科学・技術・人との出会い～』(<http://natsugaku.jp/>)に、金属学会・鉄鋼協会の男女共同参画委員会として参加したので報告する。

この行事は、女子中高生が科学や技術に触れ、理系研究者・技術者・大学生等と交流し、仲間と共に理系進路を考える機会として、2005年以来、毎夏行われている。中学3年生から高校3年生までの約100名の女子中高生が2泊3日の合宿研修を通じて、キャリア講演、企業・学協会による実験・実習、ポスター展示、キャリア相談、交流会等の多彩な企画を体験できる。女性会員比率の極めて低い金属学会・鉄鋼協会は、理系進路を考える女子中高生たちに直接、金属・鉄鋼の世界を紹介できる数少ない機会と考え、本行事の開設当初から参加を続けている。2018年度は第2日目、8月10日(金)に行われた実験・実習企画『ミニ科学者になろう』と、ポスター展示『研究者・技術者と話そう』に参加した。実験・実習の詳細な内容は過去の報告を参照されたい<sup>(1)</sup>。今回も、実験装置や試料の一部を関西大 上田正人先生から提供・貸与していただいた。

午後からの「研究者・技術者と話そう」では、金属学会と鉄鋼協会が個別にブースを設置し、ポスター展示の他に簡単なデモ実験を用意した(図1)。鉄鋼協会では、JFE スチール山下孝子氏、鉄鋼協会 脇田昌幸氏と戸田が担当した。強度の大きく異なる2種類の鋼板を手で曲げてその違いを実感してもらい、同じ鉄鋼材料でも組成・熱処理・加工等によってその強度を制御でき、例えば自動車の車体には、それぞれの部位に求められる機能によって様々な種類・強度の鋼板が使われていることを紹介した。また、鋼製の2ピース缶に求められる高い製鋼技術や、ステンレス製スプーンを使って加工による構造と磁性変化を解説した。金属学会では、東京大 木村薫先生、東京大院生と学部生、芝浦工大院生、御手洗が担当した。同一形状の10種類の金属元素を重さ・色・磁性等から推測したり、温度を変えると形状記憶合金線の形を変える様子を観察したりした。また、温度差を作ると起電力が生じてモーターを回す熱電材料のモジュールを紹介し

た。いずれも、20名ほどの女子中高生がとても楽しそうにデモ実験を体験し、興味深く金属・鉄鋼の話聞いていただいた。

ポスター展示において女子中高生たちから理系進路について話を伺うと、授業の内容や学校での体験見聞に基づいて進路を考えている生徒がほとんどである。理科や物理・化学の授業で物質としての金属を学習しても、ものづくりや素材産業としての金属・鉄鋼に触れる機会が皆無であることから、金属・鉄鋼の学問分野の存在さえ知らない生徒が多い。このことが、他の理系分野よりも女性研究者・技術者が少ない理由の1つではないかと考え、大学入学前の生徒に対する啓発活動の必要性を感じている。小さな取り組みではあるが、今後も本行事には参加を続けたい。関西地区においても同様の行事『女子中高生のための関西科学塾』(<http://kagaku-juku.jp/>)が開催されており、金属学会・鉄鋼協会は積極的に参加・協力している<sup>(2)</sup>。

今回のポスター展示では、進路選択には学校の先生やご両親の助言を参考にするという意見も、女子中高生たちから聞いた。理系進路選択には両親が大きな影響を与えており、特に女子学生には母親の影響が大きいという経済産業省の調査結果<sup>(3)</sup>もある。このことから、ご両親(特にお母さん)にも、金属・鉄鋼分野は女性が能力を十分に発揮できる場であることを理解してもらう必要があるだろう。学協会が保護者に直接働きかける機会や方法は今のところ思いつかないが、まずは適齢期のお子さんをお持ちの会員のみなさんの、お父さん・お母さんとしての活躍に期待したい。

こうして今後も、多くの優秀な人材(男性も女性も)が材料系学部学科に進学してくれることを願っています。

### 文 献

- (1) 上田正人：まてりあ, 54(2015), 574.
- (2) 松岡由貴：まてりあ, 54(2015), 526.
- (3) 「理工系人材育成に係る現状分析データの整理」, 経済産業省 大学連携推進室, (2016).

\* 日本鉄鋼協会「ふえらむ」Vol. 23. No. 12にも同時掲載。

(2018年10月17日受理) [doi:10.2320/materia.57.630]  
(連絡先: 〒305-0047 つくば市千現1-2-1)

## 第12回ミクロ・ナノ解析 に関する日本・ポーランド 合同セミナー開催報告

(2018年8月29日～9月1日)

九州工業大学；教授 石丸 学

2018年8月29日～9月1日に「ミクロ・ナノ解析に関する日本・ポーランド合同セミナー(Japanese-Polish Joint Seminar on Micro and Nano Analysis)」を九州大学西新プラザ(福岡市西新)にて開催した。第1回のセミナーは1997年にワルシャワにて開催され、日本側の代表として塩尻 詢先生(京都工芸繊維大学・名誉教授)が組織委員長を務められた。1998年の第2回以降は2年毎に日本とポーランドで交互に開催され、日本ではこれまで京都(第2回, 第8回), 富山(第4回, 第6回), 札幌(第10回)で執り行われている。12回目となる今回は、日本側の代表として筆者が、ポーランド側の代表として Tomasz Goryczka 先生(シロンスク大学・准教授)が組織委員長を務め、九州地区で初めての開催となった。セミナー名の通り、主な参加者は日本人とポーランド人であるが、アメリカ合衆国, オーストラリア, インドネシアからの出席者もあり、参加者は約50名であった(図1)。

本セミナーの主たる目的は、(1)研究成果発表、(2)若手研究者育成、(3)研究ネットワーク形成である。材料の物理的性質は、原子配列や僅かに添加した機能元素に強く依存するため、機能発現のメカニズムを明らかにするには析出物や欠陥等の構造情報および組成や結合状態等の化学的情報の取得が必要不可欠である。透過電子顕微鏡法を中心とした電子顕微鏡技術は、これらの情報を対象物の同じ場所からナノスケールという高い空間分解能で、高精度に同時に測定することが出来る。このため、新規機能性材料・構造材料の研究開発には欠かすことが出来ない重要な技術である。本セミナーでは、電子顕微鏡技術の材料科学への応用に関する最近の研究成果について議論した。セミナーでは、「Severe deformation(3件)」、「Deformation, stress, and dislocation(3件)」、「Relationship between structure and functionality(7件)」、「Nanowire, interface, and low-dimensional materials(5件)」、「Spectroscopy(2件)」、「Processing(5件)」に関するトピックスを取り扱った。これまでの電子顕微鏡法で使用されている電子回折法、明視野・暗視野法、高分解能電子顕微鏡観察の有用性について再確認するとともに、超高圧走査型透過電子顕微鏡による厚膜試料の観察、3次元トモグラフィ法による欠陥の形態観察、ホログラフィーによる電場・磁場の直接観察、球面収差補正電子顕微鏡技術を用いた原子分解能組成分析・結合状態分析技術等の最先端技術についても



図1 セミナーの集合写真。最前列左から5番目が筆者、右から3番目が Goryczka 先生。筆者の向かって右隣が塩尻先生。

新たな展開を得ることが出来た。

上記のセッションに加え、若手研究者を主体とした「ポスターセッション(11件)」および「Young Scientist Session(4件)」も執り行った。国際会議のポスターセッションでは口頭発表に比べると聴衆が減り、日本人同士が日本語で議論する場面が見られるため、今回はポーランド人参加者にポスター審査を依頼し、発表者が英語で議論出来る環境を整えた。実際、全てのポスター発表者はセッションの大部分を英語による討論に費やすことが出来、良い経験になったと考えられる。一方、Young Scientist Session ではポーランドの博士課程学生およびポスドクの口頭発表があったが、日本人参加者がプレゼンテーションの審査を行った。結果的には、若手研究者3名(Young Scientist Session : 1件, ポスターセッション : 2件)が優秀発表賞を授与された。本セミナーの会議録は Materials Transactions 誌の特集号「New Trends for Structural and Chemical Analyses by Transmission Electron Microscopy」に出版予定で、2019年5月の出版を目指して現在編集作業中である。

学術講演会以外では、ウェルカムレセプション、エクスカーション(太宰府)、バンケットにより交流を行い、親交を深めた。これまでのセミナーを通して、京都工芸繊維大学や富山大学は、ポーランド科学アカデミー、電子工学研究所、ワルシャワ大学、AGH 科学技術大学等と既に共同研究等を推進し、国際共著論文も多数発表している。今回のセミナーにおいても研究者ネットワークが、更に強化されることを期待する。次回は Goryczka 先生が実行委員長を務め、2020年にポーランドで開催する予定である。

最後に、本セミナーの開催には日本学術振興会「二国間交流事業共同研究・セミナー」の支援を受けた。セミナーの開催にあたっては、塩尻 詢先生をはじめとする歴代の日本側代表者および実行委員の方々にご助言・ご協力頂いた。セミナー運営に携わった九州工業大学ナノ構造解析学研究室の学生諸君に感謝する。

(2018年10月31日受理)[doi:10.2320/materia.57.631]

(連絡先: 〒804-8550 北九州市戸畑区仙水町 1-1)

# 本 会 記 事

会 告	2019年度会費納入のお願い	632	
	2019・2020年度の監事選挙中止のお知らせ	632	
	事務局：年末・年始休業のお知らせ	632	
	日本金属学会誌および Materials Transactions の購読費改訂の お知らせ	633	
	2019年春期講演大会併催企業説明会への学生参加者の募集	633	
	2019年春期講演大会講演募集および参加申込について	634	
	2019年春期講演大会機器・書籍・カタログ展示会出展募集 および講演大会プログラム・概要集広告募集	636	
	会報編集委員会からのお知らせ	636	
	学術貢献賞(第17回)候補者推薦依頼	637	
	功労賞(第17回)候補者推薦依頼	637	
	奨励賞(第29回)候補者推薦依頼	637	
	村上奨励賞(第16回)候補者推薦依頼	638	
	論文賞(第67回)候補論文推薦(自薦)のお願い	638	
	まてりあ賞(第9回)推薦(自薦)のお願い	638	
	各種学術賞・助成金等候補者推薦について	639	
	2019年秋期講演大会公募シンポジウムテーマ提案募集	640	
	2019年秋期講演大会企画シンポジウムテーマ提案募集	640	
	研究集会	641	
	金属学会セミナー	642	
	2019・2020年度の代議員候補者選挙投票のご依頼	644	
支部行事	643	次号予告	647
企業求人情報	643	会誌・欧文誌12号目次	648
新入会員	644	行事カレンダー	649
掲示板	647		

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

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

- ・投稿規程・出版案内・入会申込はホームページをご利用下さい。
- ・会告原稿締切：毎月1日で、翌月号掲載です。
- ・掲示板や行事のご案内は、ホームページにも掲載しております。

## 会 告 (ホームページもご参照下さい)

### 2019年度会費納入のお願い

2019年の会費納入時期となりました。下記いずれかの方法にてお払い込み下さいますようお願い申し上げます。

- ◎自動払込：2018年12月12日予定でご登録の口座から引き落とされます。
- ◎郵便振込み：上記以外の方は、本年11月中旬頃、「ゆうちょ銀行郵便振込み用紙」を郵送いたしました。ゆうちょ銀行にてお支払い願います。
- ◎クレジットカード・コンビニ支払：  
会員マイページにログインの上、お手続きして下さい。領収書もホームページで発行できます。

### 会費のお支払い確認

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

問合先 (公社)日本金属学会 会員サービス係  
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312  
E-mail: member@jim.or.jp

### 2019・2020年度の監事選挙中止のお知らせ

2018年度事業に関する定時社員総会(2019年4月23日予定)で選任される東北地区在任の、本会監事選挙立候補者を求めましたが、立候補がありませんでしたので、2019・2020年度の監事候補者選挙を中止いたします。本会定款に基づき、2019年4月開催予定の定時社員総会において監事を選任いたします。

### 2019・2020年度の代議員候補者選挙投票のご依頼

この度、正会員の皆様へ本会の2019・2020年度の代議員候補者選挙をご依頼する運びとなりました。詳細は本誌644頁にてご案内しております。

投票の締切は、12月31日です。  
皆様のご協力を何卒よろしくお願い申し上げます。

### 事務局：年末・年始休業のお知らせ

事務局は、下記日程で年末年始の休業をいたします。宜しくお願いいたします。

2018年12月29日(土)～2019年1月6日(日)

# 日本金属学会誌および Materials Transactions の購読費改訂のお知らせ

日本金属学会誌および Materials Transactions は2019年1号よりオンライン・ジャーナル化いたします。これにともない、冊子は購読希望者に実費にて頒布することとなり、2019年1月より個人の購読費を下記のように改訂いたします。

これまで冊子を購読されていた方は、自動的に電子ジャーナル購読に変更いたします(日本金属学会誌は無料)。冊子体購読を希望される方は、**12月5日までに**会員マイページからお手続き下さい。

## 購読費<2019年1月より改訂>

会員種別	日本金属学会誌		Materials Transactions		
	冊子	電子ジャーナル	冊子	電子ジャーナル	冊子+電子ジャーナル
正員 外国一般会員	18,000円+税	無料	48,000円+税	7,000円+税	55,000円+税
学生員 外国学生員	18,000円+税	無料	48,000円+税	4,000円+税	52,000円+税

注：購読費は1月から12月までの年額です。

注：外国一般会員および外国学生員に限り、配布誌として「まてりあ」を選択しない場合は、「Materials Transactions」の電子ジャーナルが選択できます。



## 2019年春期講演大会併催企業説明会への学生参加者の募集

2019年春期講演大会に合わせ、学生のキャリアサポートの一環として本会主催により、日本金属学会・日本鉄鋼協会講演大会併催の第5回企業説明会を東京電機大学東京千住キャンパスにて開催します。本説明会は、学生にできるだけ多くの素材・材料関連企業に接してもらい、進路選択に役立ててもらおうというものです。日本金属学会学生員及び日本鉄鋼協会学生会員並びに東京電機大学学生を対象に募集しますので、奮ってご応募下さい。

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

**開催日** 2019年3月22日(金)(春期講演大会の3日目)

**開催場所** 東京電機大学東京千住キャンパス(東京都足立区千住旭町5番)

**主催** 公益社団法人日本金属学会

**協賛** 東京電機大学学生支援センター、一般社団法人日本鉄鋼協会

**参加企業** 素材、材料関連の企業43社

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

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

**応募資格** 日本金属学会学生員、日本鉄鋼協会学生会員、東京電機大学大学生

**応募方法** 本会ホームページ上の参加申し込み画面(<https://data.jim.or.jp/jim/kigyou/>)から申し込む。

**募集期間** 2018年12月3日(月)~2019年3月8日(金)

**問合せ先** 公益社団法人日本金属学会 企業説明会担当(山村)

〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32 ☎ 022-223-3685, FAX 022-223-6312

E-mail: jim.company2018@jim.or.jp

### 〜 第5回企業説明会参加企業 〜

(50音順)

愛知製鋼株式会社	石福金属興業株式会社	株式会社荏原製作所
大阪製鐵株式会社	高周波熱錬株式会社	合同製鐵株式会社
株式会社神戸製鋼所	株式会社コベルコ科研	山陽特殊製鋼株式会社
JX 金属株式会社	JFE 条鋼株式会社	JFE スチール株式会社
昭和電線ホールディングス株式会社	新日鐵住金株式会社	新日本電工株式会社
住友金属鉱山株式会社	住友重機械工業株式会社	住友重機械ハイマテックス株式会社
大同特殊鋼株式会社	中越合金鋳工株式会社	中外炉工業株式会社
TRP 株式会社	TDK 株式会社	東京製鋼株式会社
株式会社東芝	東邦チタニウム株式会社	株式会社特殊金属エクスセル
トピー工業株式会社	ニダック株式会社	日新製鋼株式会社
日鐵住金建材株式会社	日鉄住金 SG ワイヤ株式会社	日鉄住金テクノロジ株式会社
日本軽金属株式会社	日本発条株式会社	日本冶金工業株式会社
日立金属株式会社	福田金属箔粉工業株式会社	古河電気工業株式会社
三井金属鉱業株式会社	三菱アルミニウム株式会社	三菱製鋼株式会社
ヤマハ発動機株式会社		

## 2019年春期(第164回)講演大会講演募集

◎ただ今、下記の通り講演募集を行っております。ご確認の上、お申込下さい。

会 期：2019年3月20日(水)～3月22日(金)

会 場：東京電機大学東京千住キャンパス(〒120-8551 東京都足立区千住旭町5)

□非会員でも大会参加費と登壇費を前納すれば、講演申込ができます(詳細は「申込要領」の「講演資格」参照.)。

□講演申込と同時に大会参加の事前予約となります。2019年2月15日(金)までに参加費を納入下さい。

講演申込 URL	<a href="http://www.jim.or.jp/convention/2019spring/">http://www.jim.or.jp/convention/2019spring/</a>
講演申込および概要原稿提出期限(締切厳守！) 講演申込と講演概要提出は同時に行う。(同時に行わない場合は、講演申込として受理されない)	
講演種別	全講演(公募シンポジウム, 一般, ポスター, 共同セッション)
講演申込締切	2019年1月8日(火)17時

講演についての問合せ 公益社団法人日本金属学会 講演大会係 [annualm@jim.or.jp](mailto:annualm@jim.or.jp)

**これから入会して講演申込をされる方へ**

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

□会員認定：期限内に入会手続きを行い、年会費を納入下さい。→ 期日までの払込みがない場合は講演不許可の措置をとります。

入会申込 URL	<a href="https://www.jim.or.jp/member/mypage/application.php">https://www.jim.or.jp/member/mypage/application.php</a>
入会申込期限 2019年1月7日(月)	年会費納入期限 2019年1月31日(木)

入会・会費の問合せ (公社)日本金属学会 会員サービス係 [member@jim.or.jp](mailto:member@jim.or.jp)

## 2019年春期(第164回)講演大会ご案内ならびに参加申込みについて

会 期：2019年3月20日(水)～3月22日(金)

会 場：東京電機大学東京千住キャンパス(〒120-8551 東京都足立区千住旭町5)

日 程：	3月20日(水)	贈呈式, 学会賞記念講演, 本多記念講演, 学術講演, ポスターセッション, 懇親会
	3月21日(祝・木)	学術講演, 企業ランチョンセミナー
	3月22日(金)	学術講演, 男女共同参画ランチョンセミナー, 第5回企業説明会

大会参加予約申込締切：2019年2月15日(金) 事前参加予約申込みは、すべてインターネット申込となります。詳細は、次頁申込要領をご覧ください。

開催予定の各種シンポジウム：(プログラムは1月末ホームページ公開予定)

- S1. ミルフィーユ構造の材料科学Ⅱ
- S2. ワイドギャップ結晶の材料学と高温プロセッシング
- S3. プラストンの材料科学Ⅵ
- S4. ナノ・マイクロスペーステラリング
- S5. 材料技術史から見るこれからの技術展開Ⅱ
- S6. 金属表面の材料化学Ⅱ—めっき・耐食性・耐酸化性・触媒研究の新展開—
- S7. 材料機能特性のアーキテクチャー構築シンポジウムⅠ—マルチスケールにおける相界面の役割—
- K1\*. スピントロニクスとテラヘルツ光技術の融合(企画シンポジウム：依頼講演のみ)

### \*企画シンポジウム開催案内

～依頼講演による企画シンポジウムをご案内します。多数のご参加と活発な討論を期待いたします。プログラムは1月末公開予定。～

#### K1 スピントロニクスとテラヘルツ光技術の融合 Wedding of Spintronics and Terahertz-wave technology

今年の3月に開催した第3分科討論会において、日本金属学会としてはじめてのテーマとして「スピントロニクスとテラヘルツ光技術は融合するか?」という疑問を投げかけた。各分野から両分野の融合の可能性に関する4件の講演がなされ、その後のパネルディスカッションにおいて広範な議論がなされた。そこでは結論を得るに至らなかったが、それぞれの研究分野が現在対象としているエネルギー、動作周波数(時間)、デバイススケール(サイズ)に着目する議論がなされ、従来からのデバイスに材料の多様性(磁性もしくはテラヘルツフォノン)を付加することで、高速化だけでなく新たなセンシングへの展開も示唆された。そこで企画シンポジウムにおいて、改めて日本金属学会の会員に広く「磁性+テラヘルツ光」の可能性を問う。それぞれの分野におけるデバイスの機能と性能に関する講演に合わせて、総合討論(モデレータ：藤田麻哉(産総研))を行う。

企画責任者 東北大学大学院工学研究科准教授 田邊匡生  
共同責任者 物材機構 高橋有紀子 日大 塚本 新 阪大 白土 優

## 参加申込要領

インターネットによる事前の大会参加申込みおよび懇親会参加の申込み：〈登録期間〉11月20日(火)～2019年2月15日(金)

大会参加申込み URL <http://www.jim.or.jp/convention/2019spring/>

予約申込締切後、予約申込者へ大会参加証引換券、講演概要集 DVD を送付します。懇親会の参加申込者には、懇親会参加券もあわせてお送りします。なお、領収書は、決済完了後に申込画面から各自印刷して下さい(WEB画面：講演大会 MyPage よりダウンロード)。2月16日以降は当日申込となります。当日申込をご希望の方は、会場受付にて直接お申込下さい。

### ◆大会参加費(講演概要集 DVD 代含む)※年会費とは異なります。

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

予約申込締切日	2月15日(金)(申込および入金期日)	
	会員資格	当日申込 (大会会場受付・現金払いのみ)
	予約申込 (インターネット申込・事前支払い)	
正員・維持員会社社員	10,000円	13,000円
学生員*	6,000円	7,000円
非会員 一般	24,000円	27,000円
非会員 学生(大学院生含む)	14,000円	16,000円

・お支払後の取消は、ご返金いたしかねますのでご了承下さい。

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

※ 非会員の(有料)参加申込者には、1年間「あたりあ」を寄贈するとともに、会員価格でイベント等(講演大会以外)に参加できる特典を付与いたします。ただし特典は重複して付与いたしません。

### ◆懇親会費(消費税込み)

予約申込締切日	2月15日(金)(申込および入金期日)	
	種 別	当日申込 (懇親会会場受付・現金払いのみ)
	予約申込 (インターネット申込・事前支払い)	
一般	5,000円	7,000円
同伴者(ご夫人またはご主人)	3,000円	3,000円

・お支払後の取消は、ご返金いたしかねますのでご了承下さい。

### ◆支払方法

事前予約のお支払いはクレジットカードおよびコンビニ振込決済をご利用頂けます。また、入金後のご返金は致しかねます。2月15日(金)の入金日をもって予約申込完了となります。

### ◆参加証・講演概要集 DVD 発送

事前予約をされ、参加費を納入された方へは、講演概要集発行日3月6日に順次、「参加証引換券」、「講演概要集 DVD」、「懇親会参加証」を発送いたします。

### ◆講演概要集 DVD のみ購入する場合

件名を「2019年春期講演大会講演概要集 DVD 購入申込」とし、①申込者氏名②会員資格(会員番号も併記)③申込数④住所をご記入の上、E-mail: [ordering@jim.or.jp](mailto:ordering@jim.or.jp) 宛にお申込み下さい。3月6日の発行後、請求書を添えて送付いたします。

会員価：本体4,000円+税 定価：本体10,000円+税 送料：360円

### 参加申込・問合せ先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

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

～ ★ 皆様のご参加をお待ちしております。～

**2019年春期講演大会機器・書籍・カタログ展示会出展募集  
大会プログラム広告および  
講演概要集 DVD ジャケット広告募集**

2019年3月20日(水)～22日(金)の3日間、東京電機大学東京千住キャンパスにて開催される春期講演大会会場で機器・書籍およびカタログの有料展示会を開催いたします。あわせて講演大会プログラム、講演概要集 DVD ジャケット掲載の広告の募集もいたします。

**■機器・書籍展示**

研究開発用機器、書籍、ソフトウェア等の出展を募集します。

1小間 間口1,800mm、奥行き900mm(予定)

展示台(テーブル)、椅子、電源(100V 1kW まで)をご用意します。

\*電気容量の追加は1kW 毎に10,000円(税別)をご負担下さい。

出展料金 機器展示：1小間140,000円(税別)

書籍販売：1小間90,000円(税別)

申込締切 2019年2月1日(金)

**■カタログ展示**

展示部数 2点(A4サイズ、8頁以内)につき、30部以内

出展料金 2点につき30,000円(税別)(1点増すごとに10,000円(税別)追加)

申込締切 2019年2月1日(金)

**■講演大会プログラム広告**

原稿寸法 A4版 1P 天地260mm×左右180mm

1/2P 天地125mm×左右180mm

入稿原形態 完全データ(グレースケール)

**広告料金**

掲載場所	頁	掲載料金
普通頁 後付	1	70,000円
後付	1/2	40,000円

○上記の料金には消費税は含まれておりません。

○原稿制作費は別途ご請求させていただきます。

申込締切 2019年1月31日(木)

原稿締切 2019年2月7日(木)

発行予定日 2019年3月1日(金)

**■講演概要集 DVD ジャケット広告**

原稿寸法 天地120mm×左右121mm

入稿形態 完全データ(4色カラー)

掲載場所	頁	掲載料金
表紙 2カラー	1	50,000円
表紙 4カラー	1	75,000円

○上記の料金には消費税は含まれておりません。

○原稿制作費は別途ご請求させていただきます。

申込締切日 2019年2月1日(金)

原稿締切日 2019年2月1日(金)

発行予定日 2019年3月6日(水)

**■申込・問合せ**

〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4(友野本社ビル 7F)

株式会社 明報社 担当 月岡太郎

☎ 03-3546-1337(代) FAX 03-3546-6306

E-mail: tsukioka@meihosha.co.jp

URL: http://www.meihosha.co.jp/

**会報編集委員会からのお知らせ**

**まてりあ「プロジェクト報告」企画公募**

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

その成果を多くの研究者が目を通す会報「まてりあ」にまとめて掲載しませんか。

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

種別名称 「プロジェクト報告」

主 旨 公的資金を得ているプロジェクトの最終研究成果を有料掲載する。

応募期間 通年とする。

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

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

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

**解説** 新しい特定の問題を取り上げて、専門外の会員にも分かるように記述する。さらに勉強しようとする人のために参考となる文献も示しておく。

**最近の研究** 最近の重要な研究のうち、比較的せまい範囲のテーマを取り上げて、国内外の最近の研究を紹介する。

各分野の現状、現在の問題点などを取り上げて、総括的に分かり易く記述したもので、その分野の研究を進める上で参考となる内容とする。

**トピックス** 最近の情報を手短かに紹介するもので、話題は限定しない。

企画決定 会報編集委員会にて採否の決定を行う。

費用負担 1頁：28,000円+税

企画総頁 35頁以内

著作権 日本金属学会に帰属する。

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

執筆依頼 特集関係の執筆依頼方法と同じ方法で事務局が行う。

執筆方法 「まてりあ」執筆要領に準じる。

送付・問合せ 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

(公社)日本金属学会 会報編集委員会

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

E-mail: materia@jim.or.jp



## 各賞推薦(自薦)のお願い

◎下記の国会各賞のご推薦を申し上げます。ご推薦方法がWeb申込に変更されたものもございます。是非、ご利用の上、ご推薦下さい。

**【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 各種賞係 ☎ 022-223-3685 award@jim.or.jp

### 第17回学術貢献賞 候補者推薦のお願い

本会では地域振興の観点から各地域に根ざした技術の進歩発達に貢献した個人あるいは組織を対象とした「学術貢献賞」を設けております。第17回の授賞式は、2019年秋期講演大会(岡山大学)の折、9月11日に行い、また会期中に受賞記念講演をお願いしております。

多数の優秀な候補者を推薦いただくため、広く正員からの推薦をもとめております。下記要領により積極的にご推薦下さい。

\*推薦書(様式)は、チェック項目を確認の上、ご提出下さい。

#### ■推薦要領

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

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

**推薦資格** 本会支部長、代議員または3名の正員連名による推薦

#### 推薦書記入方法

- ① 所定の推薦書様式に合わせてご推薦願います。
- ② 最終学歴：卒業年次および学校名(学部名)を記入、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて記入して下さい。
- ③ 本会活動の貢献：本会支部、本会の委員会、シンポジウム企画、セミナー企画、論文投稿等の活動実績を300字以内で入力する。
- ④ 業績の概要と推薦理由：1,000字以内にまとめ、入力する。

**推薦手続** 上記メール宛に「第17回学術貢献賞推薦」と明記し、お送り下さい。送信後2~3日過ぎても受理メールが無い場合はお問合せ下さい。(所定様式はホームページからダウンロードして下さい。)

**推薦締切** 2019年2月28日(木)

### 第17回功労賞 候補者推薦のお願い

~Webフォームによる推薦です!!~

本会では45歳以上の研究・技術分野に功績があった方を対象として、日本金属学会賞に次ぐ賞として「日本金属学会功労賞」を設けております。第17回の授賞式は、2019年秋期講演大会(岡山大学)の折、9月11日に行います。多数の優秀な候補者を推薦いただくため、広く正員からの推薦(3名以上連名)をもとめております。下記要領により積極的にご推薦下さい。

#### ■推薦要領

**候補者の対象** 2019年5月31日時点で45歳以上で65歳以下の研究者、技術者。

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

技術部門：金属学または金属工業に関する技術の進歩発達に功労があった方

**対象部門** 「学術部門」「技術部門」

**推薦資格** 本会代議員または3名の正員連名による推薦

**推薦方法** 下記URLの推薦フォームにより入力して下さい。

#### 1. 推薦フォーム

- 推薦者資格を選択する。
- 入力項目は、全て必須。
- 応募部門：2部門から該当する部門を選択する。

- 最終学歴：卒業年次および学校名(学部名)を入力、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて入力する。
  - 本会活動の貢献：本会の委員会、シンポジウム企画、セミナー企画、論文投稿等の活動実績を300字以内で入力する。
2. 業績の概要と推薦理由：1,000字以内にまとめ、入力する。
  3. 論文リスト
    - 特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、計15編以内を選び、論文題目、発表誌名、巻号頁、共著者を入力する。

**登録完了** 推薦者のメールアドレス宛に登録完了通知を送信します。

**推薦締切** 2019年2月28日(木)

**推薦URL** <https://kourou.jim.or.jp/entry>

### 第29回奨励賞 候補者推薦のお願い

~Webフォームによる推薦です!!~

本会では次世代を託する優れた若手研究者を顕彰するために1991年から「日本金属学会奨励賞」を設けており、第29回の授賞式は、2019年の秋期講演大会(岡山大学)の折、9月11日に行います。

歴史の転換期にある今日、若い世代の意識の高揚こそが何よりも望まれております。

金属・材料工学ならびに関連分野で活躍しつつある若手研究者の中から将来性豊かな人材をご推薦下さいますようお願いいたします。

#### ■推薦要領

**候補者の対象** 2019年5月31日時点で33歳以下の方で、金属・材料工学ならびに関連分野で卓越した業績を挙げつつある研究者。工業技術部門は企業の研究者または技術者を対象とします。

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

**推薦資格** 本会代議員、講演大会委員または3名の正員連名による推薦

**推薦方法** 下記URLの推薦フォームにより入力して下さい。

#### 1. 推薦フォーム

- 推薦者資格を選択する。
  - 入力項目は、全て必須。
  - 応募部門：7部門から該当する部門を選択する。
  - 最終学歴：卒業年次および学校名(学部名)を入力、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて入力する。
  - 本会活動の貢献：本会の委員会、シンポジウム企画、セミナー企画、論文投稿等の活動実績を300字以内で入力する。
2. 業績の概要と推薦理由
    - 1,000字以内
    - 工業技術部門は企業人としての実績(特許・社内表彰等)も入力する。
  3. 論文リスト
    - 特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、計15編以内を選び、論文題目、発表誌名、巻号頁、共著者を入力する。

**登録完了** 推薦者のメールアドレス宛に登録完了通知を送信します。

**推薦締切** 2019年2月28日(木)

**推薦URL** <https://shourei.jim.or.jp/entry>

## 第16回村上奨励賞 候補者推薦のお願い

～Web フォームによる推薦です!!～

本会では財団法人村上記念会からのご寄付を基に金属工学の分野で卓越した業績を挙げつつある若手研究者を奨励するため「日本金属学会村上奨励賞」を設けており、第16回の授賞式は、2019年の秋期講演大会(岡山大学)の折、9月11日に行います。多数の優秀な候補者を積極的にご推薦下さい。

### ■推薦要領

**候補者の対象** 金属工学の分野で卓越した業績を挙げつつある、2019年5月31日時点で40歳以下の若手研究者。

**推薦資格** 本会代議員、講演大会委員または3名の正員連名による推薦

**受賞人数** 若干名

**推薦方法** 下記 URL の推薦フォームにより入力して下さい。

#### 1. 推薦フォーム

- 推薦者資格を選択する。
- 入力項目は、全て必須。
- 最終学歴：卒業年次および学校名(学部名)を入力、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて入力する。
- 本会活動の貢献：本会の委員会、シンポジウム企画、セミナー企画、論文投稿等の活動実績を300字以内で入力する。

#### 2. 業績の概要と推薦理由：1,000字以内にとりまとめ、入力する。

#### 3. 論文リスト

- 特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、計15編以内を選び、論文題目、発表誌名、巻号頁、共著者を入力する。

**登録完了** 推薦者のメールアドレス宛に登録完了通知を送信します。

**推薦締切** 2019年2月28日(木)

**推薦 URL** <https://murasho.jim.or.jp/entry>

## 第67回論文賞 候補論文推薦(自薦)のお願い

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

\*論文賞推薦書(様式)は、チェック項目をご確認の上、ご提出下さい。

### 第67回論文賞の対象論文

日本金属学会誌：第82巻1～12号(2018年)掲載分

Materials Transactions：Vol. 59 No. 1～12(2018年)掲載分

注：次の要件をすべて満たした原著論文を対象といたします。

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

②1名の推薦者がこの賞に推薦出来る論文数は、一部門につき1論文である。

**推薦方法** 下記 URL のフォームにより推薦内容を入力して下さい。

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

**登録完了** 推薦者のメールアドレス宛に登録完了通知を送信します。

**推薦締切**：2019年2月28日(木)

**照会先** 会誌・欧文誌編集委員会 E-mail: editjt@jim.or.jp

**推薦 URL** <http://data.jim.or.jp/jim/shou/>

## 第9回まてりあ賞 推薦(自薦)のお願い

本会では秋の講演大会の折、会報「まてりあ」に掲載された論文または記事の中から金属及びその周辺材料の学術及び科学技術の振興に顕著な貢献をしたと思われる方に「まてりあ賞」を授賞しております。

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

### ■第9回「まてりあ賞」推薦要領

#### (1) まてりあ論文賞

日本金属学会会報「まてりあ」に掲載した論文で、学術または科学技術上優秀で且つ金属およびその周辺材料に係る分野の進歩発展に顕著な貢献をした論文に対し授賞する。

#### (2) まてりあ啓発・教育賞

日本金属学会会報「まてりあ」に掲載した記事で、まてりあ記事の特徴を活かし、金属およびその周辺材料に係る啓発や教育に顕著な貢献をした記事に対し授賞する。

**授賞対象記事** 2016年～2018年掲載済記事(授賞済記事は除く：授賞済記事はホームページに掲載します。)

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

**授賞** 2019年秋期講演大会(岡山大学)にて。

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

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

**推薦締切** 2019年2月28日(木)

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

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

**申込問合先** 会報編集委員会 E-mail: materia@jim.or.jp

## 各種学術賞や助成等の候補の推薦について

本会は下に示す各種の学術賞や奨励、助成等の候補の推薦者に指定されており、積極的な推薦を行っております。会員各位にはこれらの候補として適当と思われる方の推薦または自薦をお願いいたします。

推薦または自薦は次の各号によるものとします。

- (1) 推薦または自薦の資格は、本会会員とする。
- (2) 推薦または自薦に際しては、各学術賞等の所定の書式の推薦書及び資料を提出する。
- (3) 推薦または自薦の期限は、原則として各学術賞等の推薦締切の2ヶ月前とする。

推薦又は自薦しようとするときは「〇〇賞に推薦(自薦)」と明記の上、上記(3)の期限までに、各学術賞等の所定の推薦書及び資料を添えて、本会事務局までお申し出下さい。書類審査の後、理事会で推薦を決定いたします。

本会が推薦者に指定されている各種学術賞等	募集者	各賞等の推薦締切(2017年の例)(本会締切は2ヶ月前)
文部科学大臣表彰 科学技術賞, 若手科学者賞 http://www.mext.go.jp/	文部科学省	7月27日
文部科学大臣表彰 創意工夫功労者賞 http://www.mext.go.jp/	文部科学省	9月30日
日本学術振興会賞 https://www.jsps.go.jp/jsps-prize/	日本学術振興会	4月12日
育志賞 http://www.jsps.go.jp/j-ikushi-prize/	日本学術振興会	6月9日
朝日賞 http://www.asahi.com/shimbun/award/asahi/	朝日新聞社	8月25日
日本産業技術大賞 http://corp.nikkan.co.jp/p/honoring/nihonsangyogijyutsutaishou	日刊工業新聞社	1月31日
東レ科学技術賞, 東レ科学技術研究助成 http://www.toray-sf.or.jp/	東レ科学振興会	10月10日
本多記念賞, 本多フロンティア賞, 本多記念研究奨励賞 http://hondakinenkai.or.jp/	本多記念会	9月16日
大河内賞 http://www.okochi.or.jp/hp/top.html	大河内記念会	8月12日
全国発明表彰 http://koueki.jiii.or.jp/hyosho/top/hyosho_top.html	発明協会	8月31日
地方発明表彰 http://koueki.jiii.or.jp/hyosho/top/hyosho_top.html	発明協会	3月31日
井上学術賞 http://www.inoue-zaidan.or.jp/f-01.html	井上科学振興財団	9月20日
井上春成賞 http://inouesho.jp/	科学技術振興機構	3月31日
岩谷直治記念賞 http://www.iwatani-foundation.or.jp/	岩谷直治記念財団	8月31日
浅田賞, 三島賞 https://www.isij.or.jp/commendation/	日本鉄鋼協会	9月30日
風戸賞 http://www.kazato.org/application/	風戸研究奨励会	10月21日
風戸研究奨励賞 http://www.kazato.org/application/	風戸研究奨励会	12月9日
グリーン・サステイナブルケミストリー賞 http://www.jaci.or.jp/gscn/page_03.html	新化学技術推進協会	11月18日
工学教育賞 https://www.jsee.or.jp/award/	日本工学教育協会	7月13日
KONA 賞, 研究助成, 援助 http://www.kona.or.jp/jp/	ホソカワ粉体工学振興財団	7月20日
サー・マーティン・ウッド賞 http://www.msforum.jp/about_sir_martin/	ミレニアム・サイエンス・フォーラム	8月1日

本会が推薦者に指定されている各種学術賞等	募集者	各賞等の推薦締切(2017年の例)(本会締切は2ヶ月前)
機械振興賞 http://www.jspmi.or.jp/tri/prize/index.html	機械振興協会	5月31日
素形材産業技術賞 https://sokeizai.or.jp/japanese/award/skill_h22.html	素形材センター	5月19日
日本塑性加工学会賞 http://www.jstp.jp/about/award/	日本塑性加工学会	8月27日
日本溶接協会 貢献賞, 技術賞, 溶接注目発明賞 https://www.jwes.or.jp/jp/somu/award/index.html	日本溶接協会	11月10日
熱・電気エネルギー技術に関する研究助成 http://www.teet.or.jp/08_4.html	熱・電気エネルギー技術財団	10月28日
藤原賞 http://www.fujizai.or.jp/index.htm	藤原科学財団	12月20日
報公賞, 工学研究奨励援助金 http://www.hattori-hokokai.or.jp/	服部報公会	5月10日
陸賞 http://www.jsndi.jp/honor_award/	日本非破壊検査協会	12月31日
山崎貞一賞 http://www.mst.or.jp/Portals/0/prize/index.html	材料科学振興財団	4月30日
山田科学振興財団研究援助 http://www.yamadazaidan.jp/jigyo/kenkyu.html	山田科学振興財団	2月23日
江崎玲於奈賞 https://www.i-step.org/prize/esaki/	茨城県科学技術振興財団	3月10日
薄膜技術に関する研究助成 https://www.samco.co.jp/foundation/recruitment/	サムコ科学技術振興財団	4月30日
工学教育賞 https://www.jsee.or.jp/award/	日本工学教育協会	1月12日



## 2019年秋期講演大会公募シンポジウムテーマ提案募集

提案期限：2019年2月20日(水)

問合せ・照会先 (公社)日本金属学会 講演大会委員会宛 E-mail: stevent@jim.or.jp

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

### 【募集対象の大会】 2019年秋期講演大会(岡山大学)

#### 【実施要領】

- 境界領域を取り込むもの、最新の情報を含むもの、適時な討論展開ができるもの。
  - 一般会員、若手・中堅研究者の、斬新なアイディアによる提案を期待する。
  - これまでの金属学会になかったテーマを歓迎する。一つのシンポジウムの講演件数は10件以上であることを目安とする。
  - 採択したテーマは、公募シンポジウムとして、講演申込を募集会告する。
  - 採択された場合、提案者(企画責任者)はテーマ責任者として、積極的に講演募集を行い、また講演プログラムを編成する。シンポジウムの企画に積極的な方々が将来、分科会・講演大会などで主導的に活躍されることを期待する。
1. 講演の種類 基調講演と応募講演
  2. 提案書の内容 ①テーマ、②テーマ英語名、③趣旨、④基調講演の予定題目と講演者、⑤推定講演数、⑥提案者所属・役職/氏名、⑦通信先住所・TEL・E-mail
  3. 提案書送付先 下記宛てE-mailで送付して下さい。2,3日過ぎても受理返信通知のない場合はご連絡下さい。
  4. テーマの選定 講演大会委員会で選定し、結果は提案者に通知します。
  5. 採択テーマの告知と講演募集  
「まてりあ」5号2019年秋期大会講演募集会告ならびに本会ホームページで行う。
  6. 講演申込締切日 2019年7月上旬予定
  7. 講演プログラム テーマ責任者がプログラム編成し、講演大会委員会へ提出する。
  8. 講演時間  
応募講演：15～25分(+討論時間5～10分=合計20～35分)  
基調講演：30分(+討論時間10分=合計40分)
  9. 講演概要原稿分量 A4判1ページ(応募講演、基調講演とも)

### 【公募シンポジウム企画の採択基準】

- (1) 企画責任者(シンポジウム chair)およびテーマ責任者(シンポジウム co-chair)
  - ①企画責任者は会員であること。
  - ②テーマ責任者は複数テーマを兼任しないこと。
  - ③企画責任者またはテーマ責任者には、了解を得た講演大会委員が入っていること。
  - ④講演大会委員(専門分野)は事務局に問合せする。
- (2) 講演大会委員会でテーマ責任者(代理者可)は企画提案の説明を行うこと。
- (3) 継続テーマの採択条件(上記に追加)
 

今後も同一テーマのシリーズ化で公募シンポジウムを希望する場合は、会員の研究活動一層の活性化を図ることを目的とした下記の採択基準の条件を満たす提案が求められます。

  - ①全講演数の半数以上の応募講演数が見込まれること。
  - ②基調講演の非会員枠は原則、1～2件とし、会員の発表の場とすること。
  - ③提案書の趣旨にどのような科学的知見が得られるかの記載があること。
  - ④継続テーマ提案が採択条件を満たさない場合は採択を否決する。否決テーマに対しては、一般講演を容認することもある。

### 【参考】2018年秋期講演大会における公募テーマ

S1	キンク強化の材料科学 I
S2	ハイエントロピー合金の材料科学
S3	先進ナノ構造解析に基づく材料科学の新展開
S4	材料技術史から見るこれからの技術展開 I
S5	バイオマテリアル科学におけるイメージング技術
S6	ナノ・マイクロ造形構造体の材料学 V
S7	永久磁石開発の元素戦略 6一次世代材料の開発を支える基礎・基盤研究一
S8	材料変形素過程のマルチスケール解析—計算と実験の融合を目指して—
S9	マテリアルズ・インテグレーション(II)

## 2019年秋期講演大会企画シンポジウムテーマ提案募集

提案期限：2019年2月20日(水)

問合せ・照会先 (公社)日本金属学会 講演大会委員会宛 E-mail: stevent@jim.or.jp

最新の研究や技術を発信し、多くの研究者・技術者が集い交流する魅力ある講演大会を目指して、企画シンポジウムを実施しています。従来の公募シンポジウムとは違い、講演概要原稿の提出は問いません。講演発表は、一般(応募)講演枠は設けず、依頼講演および基調講演に限定いたします。下記要領をご参照のうえ、活発な討論が期待できる有益なテーマおよび他学会との連携企画等積極的にご提案下さい。(提案様式はホームページよりダウンロードして下さい。)

### 【募集対象の大会】 2019年秋期講演大会(岡山大学)

#### 【実施要領】

1. 企画責任者 企画責任者は会員であること
2. 共同責任者 公募シンポジウムの co-chair と重複してもよいが、同時開催の企画シンポジウム責任者と重複しないこと。
3. 講演の種類 依頼講演および基調講演(一般会員からの講演募集は行わない)
4. 講演時間 15分、20分、25分、基調講演(30分)
5. 質疑応答時間 5分または10分
6. 概要原稿 A4サイズ1枚(他の講演種別と同じ) or 提出不要
7. 非会員講演者の取扱い 参加費は免除交通費と謝金は上限2名まで支給可。
8. テーマの決定 講演大会委員会において採択を決定し、結果は提案者に通知します。テーマ責任者(代理者可)は、講演大会委員会で企画提案の説明を行うこと。

9. 採択テーマの案内 「まてりあ」ならびにホームページで行う。
10. 講演プログラム 企画責任者がプログラム編成し、講演大会委員会へ提出する。
11. 提案書送付先 下記宛てE-mailで送付して下さい。2,3日過ぎても受理通知のない場合は、ご連絡下さい。
12. 各締切日等

応募締切	2019年2月20日
企画テーマの決定	2019年3月19日
プログラム提出期日	2019年7月上旬予定
講演大会企画委員会(会場決定)	2019年7月下旬予定
プログラム公開	2019年7月末予定

- 講演時間(討論時間)：15分～30分(5分～10分)
- 非会員の取扱い(参加費、交通費、謝金)：公募シンポジウムに準ずる
- プログラム編成および送付方法：テーマ責任者が WORD で作成し事務局にメール添付で送付する。

## 研究会 No. 74

「チタン製造プロセスと材料機能研究会」第5回講演会  
新しいチタン製造プロセス

日 時 2019年1月25日(金) 9:55-12:00  
場 所 関西大学 千里山キャンパス  
第4学舎3号館4階3402教室  
http://www.kansai-u.ac.jp/global/guide/mapsenri.html  
(〒564-8680 吹田市山手町3-3-35)  
http://www.kansai-u.ac.jp/global/guide/access.html#senri

## プログラム

- 9:55-10:00 趣旨説明  
チタン製造プロセスと材料機能研究会・代表世話人  
東北大学院工 成島尚之
- 10:00-10:40 Additive manufacturing によるチタン基合金の結晶  
配向制御と機能化  
阪大学院工 石本卓也 中野貴由
- 10:40-11:20 水素プラズマを利用したチタン融体からの酸素除去  
の可能性  
東北大学院工 成島尚之 渡辺将仁 上田恭介  
神戸製鋼材料研 松若大介  
コベルコ科研本部 工藤史昇
- 11:20-12:00 硫化物を用いたチタン製錬  
北大学院工 鈴木亮輔 菊地竜也 夏井俊悟

## 参加費 無料

参加申込方法 参加者は事前に E-mail で氏名, 所属, 連絡先を明記の上, 下記申込先へ御送信下さい. なお, 当日午後は同じ会場で(一社)日本鉄鋼協会 平成30年度チタンフォーラム第1回研究発表会「良好な地球環境を継続的に維持するためのチタンとその合金の開発～ 若手研究者によるチタン合金の相変態に関する研究について～」が開催されます.

申込締切 2019年1月14日(火)まで

申込・問合せ先 チタン製造プロセスと材料機能研究会  
上田恭介  
E-mail: ueda@material.tohoku.ac.jp  
東北大学大学院工学研究科 材料システム工学専攻  
☎ 022-795-7295 FAX 022-795-7295

## 研究会 No. 78

触媒材料の金属学研究会  
第3回ミニシンポジウム  
「金属触媒材料のキャラクタリゼーション(1)」

金属は触媒材料のキーマテリアルとして古くから利用されているにも関わらず, 意外なことに金属学の視点から触媒材料に関して深く議論されることはこれまでほとんどありませんでした. そこで, 本研究会はバルク金属・合金を研究対象とすることで金属学を適用させた全く新しい金属触媒材料の学理構築を目指しています.

最近, 箔型金属触媒に代表されるバルク型金属触媒において従来型触媒材料(担持型金属触媒)とは異なるユニークな触媒特性が種々見出されています. しかし, 残念ながらバルク型金属触媒材料に適したキャラクタリゼーション法は未だ確立されていないのが現状です. そこで, 今回は“バルク型金属触媒材料のための新たなキャラクタリゼーション法”にフォーカスして金属材料の専門家をお招きして活発な意見交換を行いたいと思います.

日 時 2018年12月14日(金)13:30~17:00  
場 所 東北大学東京分室 会議室 B (〒100-0005 東京都千代田区丸の内1-7-12) (http://www.jebl.co.jp/building)  
東京駅直結 徒歩5分以内

## プログラム

- 13:30~13:50 開会のあいさつ(趣旨説明)
- 13:50~14:50 金属材料における集合組織(Texture)形成とEBSD  
解析~その原理と応用 京大 辻 伸泰
- 15:00~16:00 電子顕微鏡による形態・組成評価の技術的進展  
—SEMでの三次元観察とS/TEMでの組成分析—  
物材機構 原 徹
- 16:10~17:00 話題提供&総合討論  
終了後 懇親会(東京駅構内)

企画責任者 亀岡 聡(東北大多元研), 許 亜(NIMS)

参加費 会員 一般2,000円, 学生1,000円, 非会員4,000円,  
懇親会費3,000円

申込・問合せ先 12月7日(金)までに E-mail または FAX にて氏名,  
所属, 電話番号を明記してお申し込み下さい(懇親会参加の有無も含め).  
〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1  
東北大学多元物質材料研究所 亀岡 聡  
☎ & FAX 022-217-5723  
E-mail: kameoka@tagen.tohoku.ac.jp



◎ホームページ → イベント にて, 他の行事もご案内しております. ご利用下さい.

## 耐熱材料の高温腐食と酸化に関する最近のアプローチ

**New!!**

金属材料の高温酸化・腐食現象に関する検討は、1950年代のWagner理論から大きくは進展していない。しかしながら、近年の分析手法の大幅な進展に伴い、これまでのメカニズムでは説明できないものの存在が明らかになってきた。さらに、最近では高温酸化を利用した、新たな耐環境性向上手法が提案されている。

本セミナーでは、これまでの理論を解説すると共に、最近明らかになってきた新たな考え方について、新しい解析・分析手法を交えながら解説する。  
(企画世話人 北大 林 重成)

日時 2019年1月22日(火)

場所 東京工業大学大岡山キャンパス(〒152-8552 目黒区大岡山 2-12-1)

募集定員 50名程度

受講料 詳細はホームページをご確認下さい。(https://jim.or.jp/EVENTS/event\_index.html#01)

申込要領 E-mailでmeeting@jim.or.jp宛お申し込み下さい。申込項目は以下のとおりです。

- ① 送信 subject に「セミナー耐熱材料の高温腐食と酸化」と記入, ② 氏名・年齢, ③ 会員・非会員・学生の区別(本会会員は会員番号も), ④ 勤務先・所属, ⑤ 通信先住所(テキスト等送付先と電話番号) 申込受理確認のE-mailを返信します。

事前申込締切 2019年1月10日(木)着信

テキストの送付 事前に申し込まれた方には開催10日前までにテキストと参加証等の関係資料をお送りいたします。

受講料払込方法 お申込受理後、請求書を送付いたします。

問合せ 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32 (公社)日本金属学会 セミナー参加係

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

## 転位を知る

**New!!**

### —金属・合金における強度・延性の担い手—

日本金属学会「セミナー・シンポジウム委員会」企画

[協賛予定] (一社)日本鉄鋼協会, (一社)軽金属学会, (一社)日本機械学会, (一社)日本計算工学会 日本学術振興会第176委員会

転位論は、金属・合金における強度や延性を理解する基盤です。しかしその重要性にもかかわらず、最近の大学の授業において、転位論に関する系統的な講義が減少しつつあります。安心・安全を支える構造材料を扱う上で、金属材料の強度の本質をきちんと理解することは不可欠です。そこで今回、転位論の基礎から応用までを、短期間で平易に学習できるセミナーを企画させていただきました。当該分野における材料工学の根本から応用までを効率的に学ぶよい機会ですので、是非とも、多くの皆様のご参加をお願いいたします。

(企画世話人: セミナー・シンポジウム委員会 木村好里, 小山敏幸)

日時 2019年1月29日(火) 13:30~16:30, 1月30日(水) 9:30~16:30

場所 東京工業大学 田町キャンパス(国際会議室)(〒108-0023 東京都港区芝浦 3-3-6)

募集定員 60名

受講料(税込) (★受講料に、以下のテキスト代は含まれませんので、ご注意ください)

受講資格	事前申込	当日申込
正員	10,000円	12,000円
学生	5,000円	7,000円
非会員	21,000円	23,000円

(協賛学協会会員は会員扱い。学生は会員、非会員の区別なし)

★テキスト代: (購入されたテキストは当日配布になりますのでご注意ください。)

テキスト	金額
加藤雅治:「入門 転位論(新教科書シリーズ)」, 裳華房, (1999).	2,800円(税込)

(テキスト代は市価から約1割引と、少しだけお得になっています[受講無しでテキストのみの購入は不可とさせていただきます。])

申込要領 E-mailにてmeeting@jim.or.jp宛お申し込み下さい。申込項目は以下のとおりです。

- ①送信 subject に「転位を知る」と記入, ②氏名・年齢, ③会員・非会員・学生の区別(本会会員は会員番号も), ④勤務先・所属, ⑤通信先住所(住所, E-mail, 電話番号等), ⑥テキスト購入希望の有無

申込受理確認のE-mailを返信いたします。

事前申込締切 2019年1月10日(木)着信

参加証の送付 事前に申し込まれた方には開催10日前までに参加証等の関係資料をお送りいたします。

受講料払込方法 お申込受理後、請求書を送付いたします。

問合せ 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32 (公社)日本金属学会 セミナー(特別講座)参加係

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

プログラム(予定)

【第1日目: 1月29日 13:30~16:30】 [ ]内はテキストの章番号

1. 結晶欠陥としての転位の概念 [1章]
2. 弾性論の基礎 [2章]
3. 転位の弾性論 [4章]
4. 転位に働く力 [5章]

【第2日目: 1月30日 9:30~12:00】

5. 外部応力および内部応力下での転位の形状 [10章]
6. 転位の結晶学 [7章]
7. 転位の増殖, 切り合いと堆積 [6章]

12:00~13:00—昼食・休憩—

【第2日目: 1月30日 13:00~16:30】

8. 転位の熱活性化運動 [8章]
9. 塑性変形の転位論 [9章]
10. 強化機構 [11章]
11. 変形の熱力学 [3章]

★テキスト: 加藤雅治, 「入門 転位論」, 裳華房, (1999).

講師: 藤居俊之(東工大教授), 村石信二(東工大准教授), 岸田恭輔(京大准教授), 小山敏幸(名大教授)

## 支部行事

### 関東支部

#### 平成30年度 日本金属学会関東支部 講習会・本多光太郎記念講演会 「これをマスターすればSEM観察の中級者になれる！」

〔共催〕 (公財)本多記念会  
〔協賛〕 日本電子株式会社

本支部では、代表的な装置を使い始めたが、独り立ちできない学生を対象とした講習会“これをマスターすれば中級者になれる！”シリーズを行っております。今回は材料研究にとって必須の機器である走査電子顕微鏡(SEM)を取り上げます。まず、SEMの基礎から復習し、正しい、効果的な使い方を勉強します。加えて、本多光太郎記念講演会を公益財団法人本多記念会と共催します。

- 日時** 2018年12月10日(月)10:00~17:00  
**場所** 日本電子株式会社 本社昭島製作所 開発館(〒196-8558 昭島市武蔵野 3-1-2)  
<https://www.jeol.co.jp/corporate/outline/map/参照>  
**参加費** 無料(ただし、講習会参加者からは昼食代実費として一人1,200円程度を徴収します。)  
**定員** 10名(本多光太郎記念講演会についてはどなたでも参加できます。)  
**対象者** 日本金属学会と関係深い学生、大学院生  
SEMを使い始めたが、まだ独り立ちできない学生、大学院生  
SEM観察時になぜ、加速電圧や照射電流を変えなければならぬか分からない人  
**申込方法** 氏名、所属(学科・専攻名まで)、学年、指導教員名、研究分野(研究テーマ)、連絡先 e-mail を明記し、件名を「金属関東支部講習会・本多光太郎記念講演会希望」としたe-mailを指導教員より下記まで送付願います。申込者多数の場合は申込者の地域性を考慮し、指導教員と相談の上、受講者を制限させていただくことがあります。  
**申込先** 〒113-8656 東京都文京区本郷 7-3-1  
東京大学大学院マテリアル工学専攻内  
(公社)日本金属学会 関東支部  
E-mail: nakaya@wood3-staff.t.u-tokyo.ac.jp  
☎ 03-5841-7107  
**内容**  
(1) 10:00~11:00 本多光太郎記念講演会  
【公益財団法人 本多記念会との共催】  
走査電顕による材料の分析 一半導體材料評価を中心にして一  
筑波大数理物質系 関口隆史  
(2) 11:00~17:00 日本金属学会関東支部講習会  
SEMの基礎と試料作製の基礎  
質疑応答、修了式

## 企業求人情報

掲載料金 会員：20,000円(税別)(一般：40,000円(税別))  
原稿締切・掲載号 毎月1日締切で翌月号に1回掲載。  
原稿字数 840字程度  
掲載内容 求人側の必要事項：会社概要・職種・資格・待遇・勤務地・応募方法・応募締切日・問合せ先・書類提出先・ホームページアドレスなど求職者の知りたい情報。  
原稿提出先 FAXとE-mailの両方(受け取りのメールの確認をして下さい)  
FAX 022-223-6312 E-mail: materia@jim.or.jp



### ◇東邦チタニウム株式会社 研究開発担当者 公募◇

**会社概要** 東邦チタニウムは、世界トップクラスの金属チタンメーカーであるとともに、プロピレン重合用触媒をはじめ、超微粉ニッケルおよび高純度酸化チタンなどの電子部品材料、チタン酸塩などの化学品など、チタンの関連技術を発展させた機能化学品事業も展開してまいりました。これからもこれら技術の限らない可能性を追求し、優れた製品とサービスを提供し続けることで、持続可能な社会の発展に貢献することを目指しています。

#### 公募人員 研究開発担当者 1ないし2名

**所属** 技術開発本部 開発部など  
**勤務地** 神奈川県茅ヶ崎市(最寄り駅：JR 相模線 北茅ヶ崎駅)  
**募集内容** 金属チタンの商品・製造に関わる技術開発、チタン酸塩をはじめとしたチタン含有セラミックス商品・製造技術開発および対顧客技術サービス業務を担当して頂きます。創意工夫した実験・解析(数値解析含む)と原理原則に基づいた考え方により、開発チームの中で主導的役割を果たすことができる方を求めています。

**資格** 40歳程度以下で、化学工学、物理工学、金属工学などの専門性を有し、金属材料や固体化合物の製錬、溶解、合成、評価に関わる研究開発を3年以上経験された方で、一定の語学力と、顧客、製造部門、営業部門など関係者とのコミュニケーション能力に長けた方。博士課程、ポスドク、大学教員など、民間企業での業務経験のない方も歓迎します。

**待遇** 社内規定に準じます(面接時に説明します)  
**着任時期** 可能な範囲で早期。面接時に相談します。  
**応募方法** 書類提出先 以下の宛先に履歴書、論文・特許・受賞歴などの業績リストを郵送またはE-mailにて送付して下さい。

〒253-8510 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎 3-3-5  
東邦チタニウム株式会社 総務人事部人事秘書グループ  
☎ 0467-82-2915 E-mail: saiyo@toho-titanium.co.jp

**公募締切日** 2019年1月25日(金) 但し、採用者が決定次第終了します。

**選考方法** お送りいただいた書類をもとに書類選考し、面接(複数回)、筆記試験、適性検査をいたします。

**問合せ先** 東邦チタニウム株式会社 総務人事部人事秘書グループ  
☎ 0467-82-2915 E-mail: saiyo@toho-titanium.co.jp

# 2019・2020年度代議員候補者選挙投票のご依頼

投票締切日 2018年12月31日(当日消印有効)

正 員 各 位

2019・2020年度の代議員選挙の候補者を募ったところ、右頁の候補者がありましたので、関係する規程に基づき代議員の選挙を行います。本会ホームページの「情報公開」の「主要規程」に公開してある「代議員選挙規程」を予めご承知願います。よろしくご投票下さいますようお願いいたします。

2018年12月1日  
公益社団法人 日本金属学会  
会長 杉本 諭

## 投票に際しての注意事項

1. 地区別代議員候補者の投票
  - 全ての地区について投票下さい。
  - 地区別の改選数に過不足がなく投票下さい。
  - 当該地区の立候補者以外の候補者を記載しないで下さい。
2. 本部枠代議員候補者の投票
  - 維持員の導入に合わせて、本部枠代議員を設けております。
  - 改選数に過不足なく投票下さい。
3. 次の投票は無効になります。
  - 所定の用紙を使用していないものは全て無効(コピーなど)
  - 期日までに投票しなかったものは無効。
4. 投票について
  - (1) 投票用紙の候補者名または番号を○で囲み、投票用封筒にて送付下さい。
  - (2) 投票は無記名です。投票用紙に記名しないで下さい。
  - (3) 投票用封筒は本紙に綴じ込んであるものを使用の上、封筒の裏面に氏名・住所をご記入下さい。この封筒にこの選挙の投票用紙以外のものを同封しないで下さい。



## 新 入 会 員

(2018年9月15日～2018年10月19日)

### 正 員

小原 学 明治大学  
井田駿太郎 東北大学

山本和広 長岡技術科学大学  
池田昌則 株式会社神戸製鋼所

森川裕文 株式会社コベルコ科研

### 学 生 員

高橋 賢 芝浦工業大学  
藤原浩輔 東北大学  
渡辺真司 東北大学  
林 智紀 東北大学  
瀧田千秋 東北大学

中村 舞 東京藝術大学  
佐藤文哉 長岡技術科学大学  
小杉高大 長岡技術科学大学  
鈴木瞭汰 長岡技術科学大学  
青山雄介 大同大学

竹島侑介 大同大学  
山腰浩平 大同大学  
杵本岳史 名古屋大学

### 外国一般会員

Widyanto Bambang  
Institut of Technology Bandung

Zhiyuan Zhu  
Jiangsu University of Science and Technology

### 外国学生会員

LI Sheng  
University of Science and Technology Beijing

梁 慧超 東北大学

Suryavanshi Anusha  
Jain College of Engineering and Technology

# 公益社団法人日本金属学会 2019・2020年度代議員候補者選挙投票用紙

投票締切日：2018年12月31日(当日消印有効)

## 投票に際しての注意事項

\* 地区別代議員候補者および本部枠代議員候補者を投票下さい。

1. 次の投票は全て無効となります。

- (1) 地区別代議員候補者の投票
  - 全ての地区に投票していないもの。
  - 地区別の改選数に過不足がある投票。
  - 当該地区の立候補者以外の候補者を記載した投票用紙。
- (2) 本部枠代議員候補者の投票
  - 候補者に投票していないもの。
- (3) 所定の用紙を使用していないもの(コピーなど)。
- (4) 消印有効日までに投票しなかった投票用紙。

2. 投票について

- (1) 投票用紙の候補者名または番号に○を付け、投票用封筒にて送付下さい。
- (2) 投票用紙は、無記名です。
- (3) 投票用封筒は本紙に綴じ込んで使用の上、封筒の裏面に氏名・住所を記名して下さい。

この封筒には、選挙の投票用紙以外のものを同封しないで下さい。

会費支払い済の正員のみ投票できます。

## 代議員候補者

(敬称略：受付順)

\* ( ) 内人数(改選数)通りに、候補者の氏名または番号を○で囲んで下さい。

<b>北海道地区</b> (2名に○をつける) 1 上田 幹人 北海道大学大学院工学研究院教授 2 三浦 誠司 北海道大学大学院工学研究院教授	<b>東海地区</b> (7名に○をつける) 1 三浦 博己 豊橋技術科学大学大学院工学研究科教授 2 岡本 力 新日鐵住金㈱技術開発本部部長 3 小山 敏幸 名古屋大学大学院工学研究科教授 4 齋藤 尚文 産業技術総合研究所上級主任研究員 5 前田 千芳利 トヨタ自動車㈱無機材料技術部主査 6 植田 茂紀 大同特殊鋼㈱技術開発研究所副所長 7 西川 友章 愛知製鋼㈱技術企画部部長
<b>東北地区</b> (2名に○をつける) 1 田中 俊一郎 東北大学マイクロシステム融合研究開発センター教授 2 高梨 弘毅 東北大学金属材料研究所所長・教授 3 浅田 格 仙台高等専門学校総合工学科教授 4 土井 正晶 東北学院大学工学部教授	<b>北陸信越地区</b> (3名に○をつける) 1 岸 陽一 金沢工業大学高信頼理工学研究センター教授 2 福元 謙一 福井大学附属国際原子力工学研究所教授 3 松田 健二 富山大学大学院理工学研究部教授
<b>関東地区</b> (18名に○をつける) 1 池田 昌則 ㈱神戸製鋼所アルミ・銅事業部門担当部長 2 枝川 圭一 東京大学生産技術研究所教授 3 川岸 京子 物質・材料研究機構グループリーダー 4 葛巻 徹 東海大学工学部教授 5 児島 明彦 新日鐵住金㈱技術開発本部部長 6 小林 能直 東京工業大学科学技術創成研究院教授 7 齋藤 哲治 千葉工業大学工学部教授 8 下条 雅幸 芝浦工業大学工学部教授 9 高井 健一 上智大学理工学部教授 10 高橋 聡 ㈱IHI 航空・宇宙・防衛事業領域技術開発センター部長 11 寺嶋 和夫 東京大学大学院新領域創成科学研究科教授 12 中尾 航 横浜国立大学大学院工学研究院教授 13 藤居 俊之 東京工業大学物質理工学院教授 14 藤田 敏之 東芝エネルギーシステムズ㈱エネルギーシステム技術開発センター主査 15 船川 義正 JFE スチール㈱スチール研究所薄板研究部長(理事) 16 御手洗 容子 物質・材料研究機構副拠点長 17 森田 一樹 東京大学大学院工学系研究科教授 18 山本 知之 早稲田大学基幹理工学研究科教授	<b>関西地区</b> (8名に○をつける) 1 乾 晴行 京都大学大学院工学研究科教授 2 田中 敏宏 大阪大学大学院工学研究科教授 3 竹中 俊英 関西大学化学生命工学部教授 4 金野 泰幸 大阪府立大学大学院工学研究科教授 5 河野 佳織 新日鐵住金㈱技術開発本部フェロー 6 林田 隆秀 日新製鋼㈱グループ開発本部主任研究員 7 岡崎 喜臣 ㈱神戸製鋼所技術開発本部室長 8 山末 英嗣 立命館大学理工学部准教授
<b>中国四国地区</b> (3名に○をつける) 1 小林 千悟 愛媛大学大学院理工学研究科教授 2 田中 康弘 香川大学創造工学部教授 3 森戸 茂一 鳥根大学学術研究院准教授	
<b>九州地区</b> (2名に○をつける) 1 田中 將己 九州大学大学院工学研究院教授 2 連川 貞弘 熊本大学大学院先端科学研究部教授	
<b>本部枠代議員候補者</b> (2名に○をつける) 1 清水 哲也 大同特殊鋼㈱技術開発研究所執行役員技術開発研究所長      2 須齋 京太 古河電気工業㈱自動車・エレクトロニクス研究所所長	

役職等は届出書に基づいて記載しています。

# 掲 示 板

## 〈公募類記事〉

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

## ◇レアメタル研究会◇

- 主催 レアメタル研究会  
 主宰者 東京大学生産技術研究所 教授 岡部 徹  
 協力 (一財)生産技術研究奨励会(特別研究会 RC-40)  
 共催 東京大学マテリアル工学セミナー  
 レアメタルの環境調和型リサイクル技術の開発研究会  
 東京大学生産技術研究所 持続型エネルギー・材料統合研究センター  
 東京大学生産技術研究所 非鉄金属資源循環工学寄付研究部門(JX 金属寄付ユニット)  
 協賛 (公社)日本金属学会他  
 ■開催会場 東京大学生産技術研究所 An棟2F コンベンションホール 〒153-8505 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) <https://www.iis.u-tokyo.ac.jp/ja/access/>  
 ■参加登録・お問い合わせ 岡部研 レアメタル研究会事務担当 宮崎智子 (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〉(2018.10.17現在)

- 第84回 2019年1月11日(金)  
 ★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)  
 ★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84回 2019年1月11日(金) 14:00～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：【敬称略】

- ・三井串木野鉱山における貴金属回収  
 三井串木野鉱山株式会社 生産部長 川下幸夫 講師

- ・直島製錬所の貴金属製錬操業について  
 三菱マテリアル株式会社 直島製錬所 貴金属課 課長 宇野貴博 講師
- ・貴金属湿式精錬プロセスにおける金回収について  
 住友金属鉱山株式会社 金属事業本部 東予工場 技術課 課長 一色靖志 講師
- ・ポスター発表者によるショートプレゼン(希望者)
- ・Auの乾式分析について  
 アサヒブリテック株式会社 研究開発部 分析グループ 田村信也 講師
- ・佐賀関製錬所におけるRe回収について  
 パンパシフィック・銅工業株式会社 佐賀関製錬所 製造部 硫酸課 課長 佐藤晋哉 講師
- ・田中貴金属工業における燃料電池用触媒開発  
 田中貴金属工業株式会社 化学回収カンパニー FC触媒開発センター チーフマネージャー 松谷耕一 講師
- ・松田産業におけるリサイクルの取り組み ―LIBを中心として―  
 松田産業株式会社 生産統括本部 技術部 技術課 課長代理 浦田泰裕 講師
- ・About Umicore Precious Metals Refining  
 Umicore Precious Metals Refining Supply Manager Industrial By-Products Dr. Jeroen Heulens  
 午後6:30～ 交流会兼ポスター発表(An棟1F レストラン アーベ)

- 第85回 2019年3月8日(金) 14:00～  
 会場変更：駒場IIキャンパス 先端科学技術研究センター3号館南棟1階 ENEOS 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(S棟プレゼンテーションルームに変更)

\*レアメタル研究会ホームページ\*

[https://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40\\_j.html](https://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40_j.html)



## まてりあ 第58巻 1号 予告

ミニ特集「マテリアル・プロセス・計測インフォマティクスを一層推進するための最新数学・情報工学の基礎と材料工学への適用例」

能動学習の基礎と材料工学への適用例……………日野英逸他  
 ベイズ最適化の基礎と材料工学への適用例……………竹内一郎他  
 パーシステントホモロジーの基礎と材料工学への適用例……………平岡裕章他  
 スペクトル解析のための統計的機械学習……………志賀元紀

材料工学における数学，情報工学への更なる期待……足立吉隆他

〈一般記事〉

[新進気鋭] Ti-Ni 合金の低温におけるマルテンサイト変態と Intermediate 相……………木村雄太

[新技術・新製品]

—他—

(編集の都合により変更になる場合がございます)

日本金属学会誌掲載論文  
Vol. 82, No. 12 (2018)

— 論 文 —

レーザメタルデポジションにより作製した炭化物粒子分散型 Ni 基金属間化合物合金肉盛層の組織と特性

田中美樹 山口拓人 萩野秀樹 千星 聡  
金野泰幸 高杉隆幸

塩化銅含有 DMSO 溶媒を用いたパラジウムマイクロ粒子製造法の開発

米浪拓輝 佐藤真理 佐藤主税 松野泰也

有機王水を用いた使用済み電気・電子機器からの金回収プロセスの開発

鷹取孝太 峯尾知子 長瀬優希 名古屋隆司 櫻井憲一  
佐々木文雄 小田部和美 松野泰也

コールドクルーシブル溶解法で溶製した高純度 Fe-3 mass%Si 合金の磁気特性と機械的特性

中川翔太 渡辺稜介 佐々木 巖 竹澤昌晃 堀部陽一  
波多 聡 開道 力 小川俊文 恵良秀則

— ラピッドパブリケーション —

金網金型による発泡アルミニウム発泡時の形状付与

半谷禎彦 鶴見 望 天谷賢児 宇都宮登雄 吉川暢宏

Materials Transactions 掲載論文  
Vol. 59, No. 12 (2018)

Materials Physics

Effects of Oxygen Fuel Rate on Microstructure and Wear Properties of Detonation Sprayed Iron-Based Amorphous Coatings

Lu Xie, Yue-Ming Wang, Xiang Xiong, Zhao-Ke Chen and Ya-Lei Wang

Microstructure of Materials

Compound Growth due to Reactive Diffusion between Solid-Ni and Liquid-Zn

Shuhei Murakami, Minh O and Masanori Kajihara

Inoculant Fading-Resistance of Fe-Bearing Mg-3%Al Alloys Refined by Carbon Combining with Calcium Addition

Chengbo Li, Cheng Wen, Jun Du, Wenfang Li and Meiyang Zhan

Mechanics of Materials

Pattern Design to Prevent Sawing-Induced Passivation Damage on Scribe Region During Semiconductor Wafer Separation

Seong-Min Lee

Prediction of Deformation Behavior of Metallic Foams Using a Yield Criterion for Compressible Materials

Woo-Young Kim, Ryo Matsumoto and Hiroshi Utsunomiya

Materials Chemistry

Effect of NiO Loading and Thermal Treatment Duration on Performance of Ni/SBA-15 Catalyst in Combined Steam and CO<sub>2</sub> Reforming of CH<sub>4</sub>

Phan Hong Phuong, Luu Cam Loc, Hoang Tien Cuong and Nguyen Tri

Thermodynamic Consideration of the Steam Oxidation Resistance of Austenitic Stainless Steels Forming Intermetallic Compound

Norifumi Kochi and Yoshitaka Nishiyama

Surface Properties of Air-Exposed  $\alpha$ -Ti-Pd Alloys via XPS and Cross-Coupling Reaction

Ryota Kondo, Seiya Nakamichi, Ryusei Azuma, Yuya Takahashi, Yasushi Obora and Hiroyuki T. Takeshita

Synthesis and Characterization of Glycerol Citrate Polymer and Yttrium Oxide Nanoparticles as a Potential Antibacterial Material

Jaime Alfredo Mariano-Torres, Arturo López-Marure, Margarita García-Hernández, Gustavo Basurto-Islas and Miguel Ángel Domínguez-Sánchez

Materials Processing

Properties of Iron Core Fabricated from Flaky-Shaped and Annealed Pure Iron Powder

Masashi Hara, Masafumi Namba, Shin Tajima, Masaaki Tani, Takeshi Hattori and Yuji Kaneko

Optimizing Control of Nodularization of Ductile Iron Based on Oxygen Activity Measurement

Zhenyu Xu, Dayong Li, Xuliang Ma, Dequan Shi, Chaowei Han and Lihua Wang

Engineering Materials and Their Applications

Microstructures of Carbon Fiber and Hybrid Carbon Fiber-Carbon Nanofiber Reinforced Aluminum Matrix Composites by Low Pressure Infiltration Process and Their Properties

Xuan Meng, Yongbum Choi, Kazuhiro Matsugi, Zhifeng Xu and Wenchang Liu

— Technical Article —

Effect of Duty Cycle on Microstructure, Tungsten Content and Wear Resistance of Tungsten-Cobalt Films Prepared by Electrodeposition

Haipeng Lu, Junqi Qin, Changchun Di, Yuliang Yang and Ruikun Huo

— Rapid Publication —

Heterogeneous Nucleation Behavior in Al Deoxidized Liquid Iron

Mingqin Xu, Mingxu Xia, Qiaodan Hu and Jianguo Li

Shaping of Aluminum Foam Using Point Group Mold

Yoshihiko Hangai, Keita Takahashi, Ryohei Nagahiro, Kenji Amagai and Takao Utsunomiya

Announcement

# 行事カレンダー

太字本会主催(ホームページ掲載)

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
<b>12月</b>				
1	北陸信越支部平成30年度総会・連合講演会(信州大)(11号571頁)	北陸信越支部・榊(信州大学)	<b>TEL 026-269-5112 committee@jim-isi-jhs2018.sakura.ne.jp</b>	<b>参加 11.21</b>
5	第399回講習会 今こそ現場で熱処理再入門—上島熱処理工業所(東京)	精密工学会	TEL 03-5226-5191 http://www.jspe.or.jp/	定員 30名
5	エコデザイン・プロダクツ&サービスシンポジウム2018(EcoDePS2018)(早稲田大)	エコデザイン学会連合	secretariat@ecodenet.com http://ecodenet.com/EcoDePS2018/	
5~7	第44回固体イオニクス討論会(京大)	日本固体イオニクス学会	TEL 075-753-6850 yamamoto.kentarou.4e@kyoto-u.ac.jp https://ssi2018.symposium-hp.jp	
6~7	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	
6~7	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
7	平成30年度材料科学基礎講座「電子顕微鏡に関わる基礎と関連技術」(大阪)	日本材料科学学会	TEL 03-3262-9166 mssj@shokabo.co.jp http://www.mssj-gr.jp	11.9
7	国際ワークショップ「Meet Fraunhofer! ~日独の産学連携最前線:マルチマテリアル接合~」(東京)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	定員 100名
10	平成30年度日本金属学会関東支部講習会・本多光太郎記念講演会「これをマスターすればSEM観察の中級者になれる!」(東京(本号643頁))	関東支部	<b>TEL 03-5841-7107 nakaya@wood3-staff.t.u-tokyo.ac.jp</b>	定員 10名
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	コロイド先端技術講座Ⅱ2018先端エレクトロニクスのためのコロイド・界面化学(東京)	日本化学会 コロイドおよび界面化学部会	https://colloid.csj.jp/201810/7th-e-colloid/	
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 jim@jsms.jp http://www.jsms.jp	11.9
14	触媒材料の金属学研究会 第3回ミニシンポジウム「金属触媒材料のキャラクタリゼーション(1)」(東京(本号641頁))	<b>No.78 触媒材料研究会・亀岡(東北大)</b>	<b>TEL/FAX 022-217-5723 kameoka@tagen.tohoku.ac.jp</b>	<b>12.7</b>
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—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/	
<b>2019年1月</b>				
10	北海道支部合同冬季講演大会(室蘭工大)(11号571頁)	北海道支部・吉田(新日鐵住金)	<b>TEL 0143-47-2651 FAX 0143-47-2760 mu_tekkyo@jp.nssmc.com</b>	<b>11.30</b>
10~11	“つける”と“はがす”の新技术—分子接合と表面制御コース(川崎)	神奈川県立産業技術総合研究所	TEL 044-819-2033 ed@newkast.or.jp	定員 20名
11	レアメタル研究会(東大生産技研)(本号647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	
11	第33回軽金属セミナー「アルミニウム合金の組織—中級編(時効析出)」(第7回)(日本大学)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	定員 40名
16~17	第57回セラミックス基礎科学討論会(仙台)	日本セラミックス協会基礎科学部会	TEL 022-795-7965 takahashi@laser.apph.tohoku.ac.jp http://www.ceramic.or.jp/bkiso	
18	炭素材料学会1月セミナー「気相法を利用したユニークなエネルギーデバイス用材料の合成と評価」(東京)	炭素材料学会	TEL 03-3368-2827 tanso-desk@bunken.co.jp http://www.tanso.org/contents/event/seminar/january_2019.html	
18	表面科学技術研究会2019「今、その界面はどうなっているか?—分光法で解き明かす電極界面の素顔—」(大阪)	日本表面技術協会 関西支部他	TEL 079-247-4911 yae@emg.u-hyogo.ac.jp http://www.sssj.org/Kansai	1.18
21	第14回SPring-8金属材料評価研究会/第35回SPring-8先端利用技術ワークショップ(東京)	SPring-8利用推進協議会	suishin@spring8.or.jp	定員 70名
22	金属学会セミナー「耐熱材料の高温腐食と酸化に関する最近のアプローチ」(東京(本号642頁))	日本金属学会	<b>TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 meeting@jim.or.jp</b>	<b>1.10</b>
24	第221回研究会 回転機用磁性材料の技術と応用(中央大)	日本磁気学会	TEL 03-5281-0106 https://www.magnetics.jp/event/research/topical_221/	
24~25	第47回ガスタービンセミナー(帝京大)	日本ガスタービン学会	gtsj-office@gtsj.org http://www.gtsj.org/	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
25	チタン製造プロセスと材料機能研究会第5回講演会「新しいチタン製造プロセス」(関西大学)(本号641頁)	No.74 チタン製造プロセスと材料機能研究会/上田(東北大)	TEL/FAX 022-795-7295 ueda@materiaal.tohoku.ac.jp	1.14
25	第4回海事三学会合同シンポジウム「海事分野におけるイノベーション」(東京)	日本船舶海洋工学会他	TEL 03-3438-2014 mail@jasnaoe.or.jp	1.15
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	
28~29	第161回塑性加工工学講座「圧延加工の基礎と応用」(東京電機大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 70名
28~29	LMPシンポジウム2019「レーザ加工技術の基礎・応用と最新動向」(名古屋)	日本溶接協会	TEL 03-5823-6324 mizuho_shimozono@jwes.or.jp http://www-it.jwes.or.jp/	1.21 定員 100名
29	第4回日本機械学会イノベーション講演会(東京)	日本機械学会	TEL 03-5360-3506 junpei.sasurai@mae.nagoya-u.ac.jp http://ijsme.org/2019/	
29~30	金属学会セミナー(特別講座)転位を知る—金属・合金における強度・延性の担い手—(東京)(本号642頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 meeting@jim.or.jp	1.10
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)	日本非破壊検査協会(東京)	TEL 03-5609-4015 nakamura@jsndi.or.jp	
<b>2019年2月</b>				
1	第332回塑性加工シンポジウム「部材軽量化に寄与するホットスタンピング技術」(同志社大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 80名
1	第34回軽金属セミナー「アルミニウム合金の組織—応用編(加工・熱処理による組織変化)」(第5回)(工学院大学)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	定員 40名
22	第400回講習会「次世代の内燃機関を支える精密加工技術」(東理大)	精密工学会	TEL 03-5226-5191 jspe_koushu@jspe.or.jp http://www.jspe.or.jp/	定員 80名
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
<b>2019年3月</b>				
6~8	第10回日本複合材料会議(JCCM-10)(東京)	日本材料学会, 日本複合材料学会	TEL 03-5981-6011 jscm@asas-mail.jp http://www.jscm.gr.jp	
8	レアメタル研究会(東大生産技研)(本号647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)	日本非破壊検査協会	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)(本号634頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	講演 1.8 参加 2.15
22	日本金属学会 春期講演大会併催企業説明会(東京電機大)(本号633頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 jim.company2019@jim.or.jp	3.9
<b>2019年5月</b>				
15~16	第35回希土類討論会(吹田)	日本希土類学会 (阪大内)	TEL 06-6879-7352 kidorui@chem.eng.osaka-u.ac.jp http://www.kidorui.org	発表 1.18
<b>2019年6月</b>				
2~7	世界水素技術会議2019(東京)	水素エネルギー協会	TEL 029-861-8712 org@whtc2019.jp http://whtc2019.jp	
<b>2019年7月</b>				
1~5	第3回アジア赤外線サーモグラフィコンファレンス(QIRT-Asia2019)(東京)	日本非破壊検査協会(東京)	TEL 03-5609-4011 sec@qirtasia2019.com	
<b>2019年8月</b>				
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
<b>2019年9月</b>				
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	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
<b>2019年11月</b>				
17～22	国際ガスタービン会議2019Tokyo (IGTC2019 Tokyo) (東京)	日本ガスタービン学会	<a href="http://www.gtsj.org/english">http://www.gtsj.org/english</a>	
<b>2020年3月</b>				
8～11	COMPSAFE2020 (第3回安心・安全・環境に関する計算理工学国際会議) (神戸)	COMPSAFE2020 実行委員会	secretary@compsafe2020.org <a href="http://www.compsafe2020.org">http://www.compsafe2020.org</a>	



◇まてりあ57巻(2018)の総目次はホームページに掲載となります。  
◇まてりあ編集委員会では、来年1号より新企画の掲載を予定しております。どうぞお楽しみにして下さい。

◇ 事務局年末年始休業のお知らせ ◇

2018年12月29日(土)～2019年1月6日(日)



◇事務局より◇

～ 本年は大変お世話になりました。来年もどうぞ宜しく願い致します。～

**2017, 2018年度会報編集委員会** (五十音順, 敬称略)

委員長	山本剛久					
副委員長	大塚誠					
委員	赤瀬善太郎	足立望	安達正芳	池尾直子	池田賢一	石本卓也
	上田恭介	梅津理恵	榎木勝徳	大野直子	大森俊洋	小幡亜希子
	木口賢紀	北村一浩	高坂典晃	近藤亮太	齊藤敬高	榊浩司
	佐々木秀顕	佐藤紘一	佐藤幸生	下島康嗣	杉浦夏子	杉田一樹
	芹澤愛	高木成幸	竹田修	武田雅敏	田中智仁	田中秀明
	田中康弘	田辺栄司	趙研	佃論志	堤祐介	寺井智之
	寺西亮	寺本武司	土井康太郎	永井崇	長岡亨	中川鉄水
	中島孝一	仲村龍介	野山義裕	萩沢武仁	長谷川誠	春本高志
	本間智之	水本将之	宮崎秀俊	宮澤知孝	森田敏之	盛田元彰
	森戸春彦	諸岡聡	山中謙太	横山賢一	吉矢真人	吉年規治
	李海文	和田武				

まてりあ 第57巻 第12号 (2018) 発行日 2018年12月1日 定価(本体1,700円+税)送料120円  
年間機関購読料金52,400円(税・送料込)

発行所 公益社団法人日本金属学会

〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32

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

発行人 山村英明

印刷所 小宮山印刷工業株式会社

発売所 丸善雄松堂株式会社

〒160-0002 東京都新宿区四谷坂町 10-10

# 日本金属学会誌投稿の手引き

日本金属学会誌への投稿は、次の要件を満たさなければならない。

- (1) 和文であり、未掲載および他のジャーナルに投稿中でないことかつオリジナリティがあること(日本金属学会誌審査及び査読規程に定める範囲において、重複を認める場合がある)。
- (2) 金属とその関連材料の学術および科学技術の発展に寄与するものであること。
- (3) 投稿規程に合致するものであること。
- (4) 別に定める執筆要領に準拠して作成された原稿であること。
- (5) 論文の著作権を本会に帰属することに同意すること。
- (6) 掲載が決定した場合は、この規程に定める投稿・掲載料を支払うこと。
- (7) 研究不正行為および研究不適切行為をしないことならびに研究不正行為をした場合は本会の定めるところにより処分を、研究不適切行為をした場合は本会の定めるところにより措置を受けることに同意すること。
- (8) 投稿原稿を作成する基となった生データ、実験・観察・研究ノート、実験試料・試薬等の研究成果の事後の検証を可能とするものを論文掲載後5年間保存することに同意すること。

## 1. 日本金属学会誌に投稿可能な論文

### (1) 学術論文(10頁以内)

金属及びその関連材料の理論、実験並びに技術などに関する学術上の成果を報告し、考察した原著論文で、科学・技術的に質の高い、新規な興味ある内容(結果、理論、手法等)が十分含まれている論文。

ただし、Materials TransactionsにWeb掲載後1年以内であれば投稿ができる。その事を脚注に明記する。また、Materials Transactions掲載論文と異なる部分がある場合は、その事を脚注に明記する。

なお、著者が迅速掲載を希望し、追加費用を負担する場合は、査読期間短縮を含め迅速掲載のための処理を行う。

### (2) レビュー(15頁以内)

各専門分野の研究開発の背景や最近の状況および今後の展望等について、重要な文献を引用して、各専門分野の専門家のみならず他分野の専門家や学生等も対象に、その概要を公正にかつわかりやすく解説する論文。Materials TransactionsにWeb掲載後1年以内であれば投稿ができる。その事を脚注に明記する。また、Materials Transactions掲載論文と異なる部分がある場合は、その事を脚注に明記する。

### (3) オーバービュー(15頁以内)

単なる一般的なreviewではなく、執筆者独自の考えに立ってreviewし、取り上げた問題点の中において自説の位置付けを明確にした論文。ただし、事前に「タイトル」「氏名」「要旨」を編集委員会に提出し、了承を得た後、投稿する方式とする。Materials TransactionsにWeb掲載後1年以内であれば投稿ができる。その事を脚注に明記する。また、Materials Transactions掲載論文と異なる部分がある場合は、その事を脚注に明記する。

### (4) 技術論文(10頁以内)

金属及びその関連材料の実験技術、製造技術、設備技術、利用技術など、技術上の成果、基準、標準化、データベースなど、及び関連する事柄の調査、試験結果を報告した原著論文。ただし、Materials TransactionsにWeb掲載後1年以内であれば投稿ができる。その事を脚注に明記する。また、Materials Transactions掲載論文と異なる部分がある場合は、その事を脚注に明記する。

### (5) ラピッドパブリケーション(4頁以内)

特に速報する価値のある短い論文。すなわち、新規性のある顕著な研究成果、技術開発に関する新知見、新アイデア、提案等。

### (6) エクスプレ斯拉ピッドパブリケーション(3頁以内)

ラピッドパブリケーションより緊急性が高く、迅速な発表のための特別な処理を必要とする論文。他の発表論文より迅速掲載のため、より緻密性と完成度が求められる。迅速掲載のための費用を負担しなければならない。

### (7) オピニオン(2頁以内)

日本金属学会誌に掲載された論文に対する意見、討論またはそれに対する著者からの回答とする。科学・技術的な発展に貢献できる内容であること。

### (8) その他理事会で決議した分類

## 2. 投稿の方法

Web上で登録を済ませてから、自動返信メールに記載の指示に従って原稿を提出する。

## 3. 原稿

執筆要領に従って原稿を作成し、指定のファイル形式に変換したものもしくはハードコピーを提出する。

### 3.1 記載内容

①題目・著者名・研究機関、②英文概要・Keywords、③本文、④謝辞、⑤文献、⑥Appendix、⑦表・図説明一覧、⑧その後に各別紙の表・図を添付する。

### 3.2 単位

SI単位を使用する。

### 3.3 引用文献・脚注

通し番号で<sup>1,2)</sup>、あるいは<sup>3-6)</sup>のように表し、本文の末尾に一括記載する。著者名、誌名はすべて英語表記する(特に決まっていないものはローマ字表記する)。

## 4. 審査

投稿された論文は会誌編集委員会の独自の審査を経て会誌に掲載される。編集委員会から原稿の修正を求められ、あるいは返却されることがある。

## 5. 校正

初校は著者の責任で行う。著者校正は原則として1回とし、誤植の修正に限る。

## 6. 投稿者負担金

6.1 投稿・掲載費用は、無料とする。(別刷の寄贈はありません。)

6.2 カラー図掲載を希望する場合は実費を負担する。

6.3 学術論文の迅速掲載費用：1万円

6.4 エクスプレ斯拉ピッドパブリケーション費用：3頁以内一律2万円(投稿・掲載費用は無料)

6.5 別刷購入希望の場合は、別途費用を負担する。

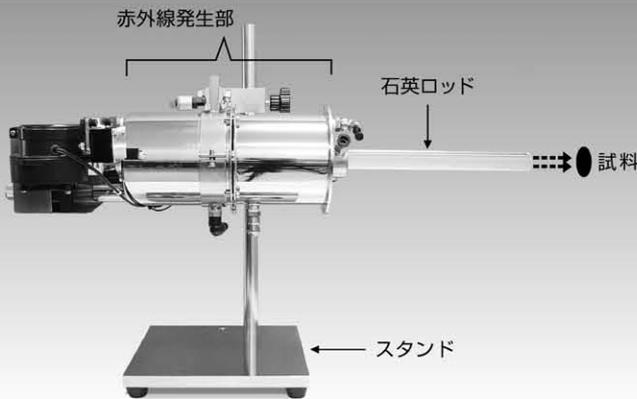
公益社団法人日本金属学会  
会誌編集委員会

# 超高温・高速昇温・真空・ガス雰囲気中試料の加熱に！

## 赤外線ポイント加熱装置 GA 298

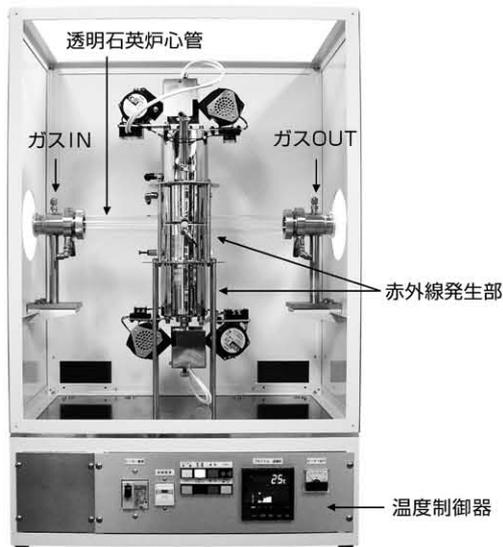
石英ロッド先端より赤外線ビームを試料に照射・昇温。  
周りを加熱しないポイント加熱。  
磁場中、回転中、熱衝撃試験試料の非接触加熱。

- ◆最高到達温度：1500℃ ◆加熱距離：石英ロッド長
- ◆加熱面積：φ20mm 以内 ◆ランプ最大定格：2kW



## 対面照射式 赤外線真空炉 IVF 298CV

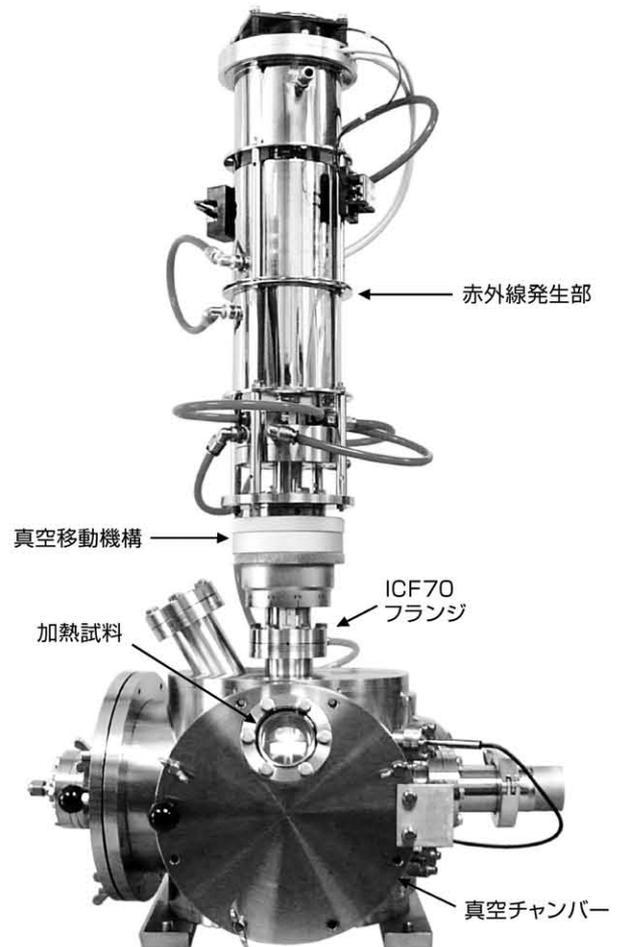
- ◆超高温・超高速熱処理 ◆立体状試料も均一加熱
- ◆ヒートサイクル試験可能 ◆4kWの電力で1700℃



## 新型 赤外線導入加熱装置 GVL 298N

高真空中試料の超高速昇温。クリーン加熱が可能。  
真空チャンバー前面扉の開閉により、試料の出し入れ可能。

- ◆1500℃まで1分で昇温。
- ◆周りを加熱せず試料のみクリーン加熱。
- ◆熱源と試料は非接触。強制冷却も可能。
- ◆XPS等、研究室内真空システムに取付可能。

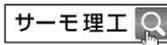


★昇温試験も受け付けております。  
下記にお問合せください。



株式会社 サーマ理工

〒181-0013  
東京都三鷹市下連雀8-7-3 三鷹ハイテクセンター  
TEL.0422-76-2511 FAX.0422-76-2514  
<http://thermo-r.co.jp/>



HP・製品詳細

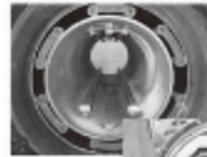




# 高温真空 3000°Cへの挑戦

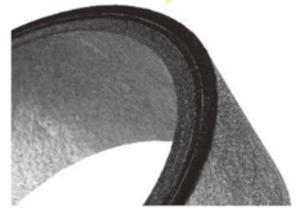
URL:<http://www.mechanical-carbon.co.jp/>

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

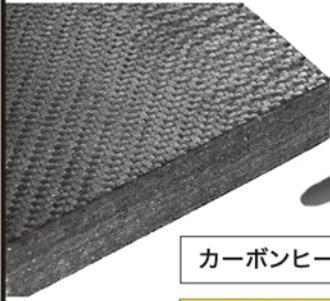


炉の改修

ハイブリット成形断熱材



高断熱+省エネ



6面シート  
貼り



カーボンフェルト

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



## メカニカルカーボン工業株式会社

本社:247-0061 神奈川県鎌倉市台5-3-25 TEL.0467-45-0101 FAX.0467-43-1680

工場:新潟工場・本社工場・野村工場(愛媛)・広見工場(愛媛) 事業所:郡山・東京・大阪・松山・周南・福岡

お問い合わせEメール [mck@mechanical-carbon.co.jp](mailto:mck@mechanical-carbon.co.jp)

## 試験雰囲気ガス中の酸素濃度のコントロール・測定に!!

高濃度(10<sup>5</sup>PaO<sub>2</sub>)から極低濃度(10<sup>-25</sup>PaO<sub>2</sub>)まで酸素をコントロール測定します。

### 酸素分圧 & 雰囲気制御試験炉



SiOAF-200C

NEW

管状炉付酸素分圧  
コントローラー

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

SiOC-200CB  
(循環型)



### 酸素分圧コントローラー

- 本装置はジルコニア式酸素ポンプに不活性ガスを流し、ガス中の酸素濃度を制御します。
- 酸素濃度のコントロールは酸素ポンプと酸素センサーを組み合わせたPID式フィードバック回路により制御されます。
- 不活性ガス中の酸素濃度は10<sup>5</sup> ~ 10<sup>-25</sup>PaO<sub>2</sub>(タイプC循環型)の範囲で制御します。

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

SiOS-200C  
(コンパクトタイプ)



### 高感度酸素センサー

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

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

**PHI 710** *Scanning Auger Nanoprobe*



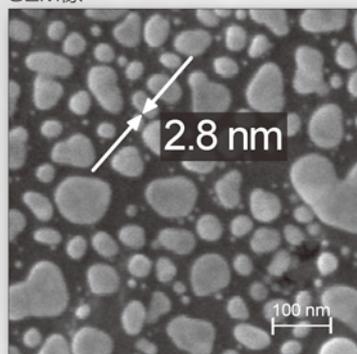
CMA 型 AES

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



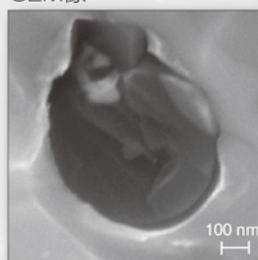
SEM 分解能  $\leq 3$  nm, AES 分解能  $\leq 8$  nm

SEM像

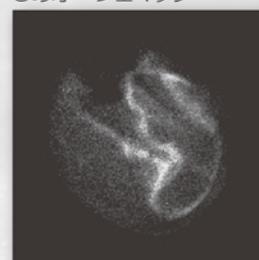


グラファイト上の金粒子における SEM分解能測定 (25 kV 0.2 nA)

SEM像



Sのオージェマップ



ダクタイル鋳鉄断面の粒界介在物の分析

**アルバック・ファイ株式会社**

本社・工場 〒253-8522 茅ヶ崎市萩園2500 TEL:0467-85-4220 (国内営業部) FAX:0467-85-4411  
 大阪営業所 〒532-0003 大阪市淀川区宮原3-3-31 上村ニッセイビル5階 TEL:06-6350-2670 FAX:06-6350-2980

[www.ulvac-phi.com](http://www.ulvac-phi.com)