

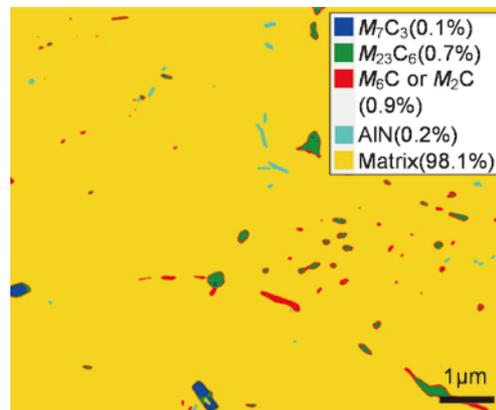
# Materia Japan

- 金属なんでもランキング
- 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—
- 「新技術・新製品」

# まてりあ

Vol.58 MTERE2 58 (2) 65~130 (2019)

2019  
2



# 全自動シリアルセクションング 3D顕微鏡

Fully-automated serial sectioning 3D microscope

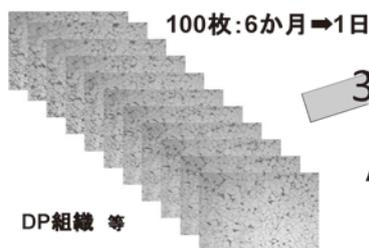
# Genus\_3D<sup>®</sup>

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.

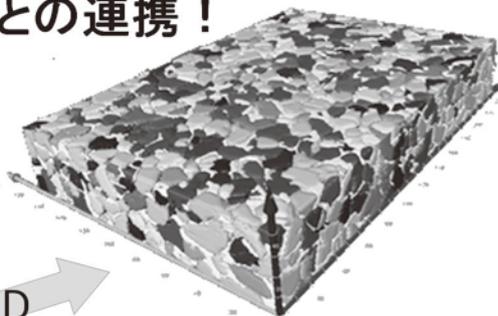


Genus\_3Dによる逐次研磨像



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

# 断熱材

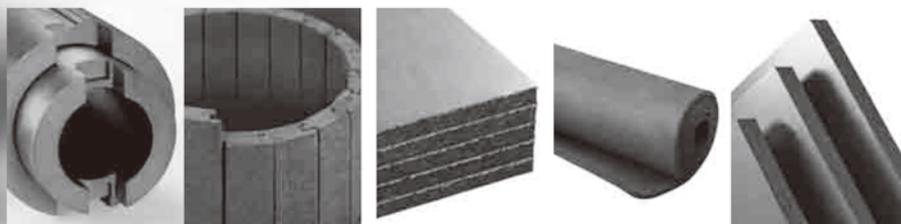
## 高温真空 3000℃へ

[www.LC-MATERIALS.COM](http://www.LC-MATERIALS.COM)

省エネルギー

CO<sub>2</sub>削減

CALCARB<sup>®</sup>  
MERSEN



- 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

金属なんでもランキング No. 1 地殻存在量 ..... 65

## 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(1)」 —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 ..... 67

トピック3 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  
石塚和夫 ..... 68

トピック4 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  
大塚真弘 武藤俊介 ..... 73

### (e)SEM を活用したマルチスケール観察

過酸化した Sm-Fe-N 磁石粗粉のナノセル構造のマルチスケール観察  
細川明秀 高木健太 ..... 77

耐熱合金・生体合金として開発がすすむ 4 族・5 族・6 族元素からなるハイエントロピー合金の凝固組織 永瀬丈嗣 水内 潔 當代光陽 中野貴由 ..... 78

熱処理により硬化した Ag-Cu-Pd 合金ワイヤの微細組織  
岩本知広 斎藤光浩 渡邊文男 小坂橋理成 ..... 79

鉄鋼中島状マルテンサイトの可視化技術 井本浩史 小形健二 佐藤 馨 津山青史 ..... 80

Cr, Ir 共添加による C40/C11<sub>b</sub> 超高温耐熱複相シリサイドの格子ラメラ組織制御  
萩原幸司 池西貴昭 中野貴由 ..... 81

走査電子顕微鏡を用いた微粒子分散複合めっき皮膜の観察  
三浦一真 林 成実 中川昌幸 小林泰則 工藤孝一 武江佳基 小西統之 小西統雄 松原 浩 ..... 82

EBSD 法を用いた高炭素鋼伸線材の結晶方位分布解析  
権藤詩織 鈴木進補 浅川基男 梶野智史 竹本康介 田島憲一 ..... 83

水熱合成 (K, Na)NbO<sub>3</sub> 厚膜の組織観察 白石貴久 木口賢紀 今野豊彦 ..... 84

SEM の像コントラストを活用した Cr-Mo 鋼中微細析出物の同定と相別分布の可視化 中村貴也 佐藤 馨 名越正泰 小形健二 北原保子 櫻田委大 ..... 85

### (f)高分解能 STEM による分析技術

走査透過電子顕微鏡を用いた球状黒鉛鑄鉄核物質の微量元素分布解明  
永瀬丈嗣 丸山 徹 五十嵐芳夫 ..... 86

PbCrO<sub>3</sub> の電荷ガラス状態における不均質構造と圧力誘起体積変化  
森 茂生 久留島康輔 ..... 87

FeCrAl-ODS 鋼における α' 析出の (Cr, Al) 濃度依存性 大野直子 鶴飼重治 ..... 88

STEM-EELS 法による Si 中の He の挙動に関する研究  
小野興太郎 宮本光貴 倉田博基 治田允貴 ..... 89

Zr-Co 基合金マルテンサイト相における長周期積層構造  
松田光弘 光原昌寿 西田 稔 ..... 90

α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Σ13 粒界における 2 種類の安定構造の原子分解能観察  
石原佐季 栃木栄太 石川 亮 柴田直哉 幾原雄一 ..... 91

オーステナイト系ステンレス鋼における析出物とボイドの照射挙動  
井上利彦 関尾佳弘 渡邊英雄 ..... 92

今月の表紙写真 CrMo 鋼中炭化物のインレンズ二次電子像の多値化結果。(中村貴也 佐藤 馨 名越正泰 小形健二 北原保子 櫻田委大: 本号85頁 Fig. 2)

表紙デザイン: 北野 玲  
複写をご希望の方へ

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

LSAT: (La <sub>0.3</sub> Sr <sub>0.7</sub> ) (Al <sub>0.65</sub> Ta <sub>0.35</sub> )O <sub>3</sub> 単結晶の B サイト秩序構造 山本剛久 徳永智春 小林俊介	93
STEM EELS を用いた Li イオン二次電池正極 LiFePO <sub>4</sub> における 2 相界面の緩和過程観察 小林俊介 桑原彰英 クレイグ・フィッシャー 右京良雄 幾原雄一	94
HAADF-STEM 像強度解析による逆位相境界における規則度と偏析の評価 新津甲大 水口知大 許 晶 貝沼亮介 長迫 実 大沼郁雄 谷垣俊明 村上恭和 進藤大輔	95
ミルフィーユ型 Mg 合金におけるキンク形成 江草大佑 阿部英司 山崎倫昭 河村能人	96
ミスフィット転位に誘起された PMN-PT/STO 界面変調構造 木口賢紀 白石貴久 今野豊彦 範 滄宇	97

(g) 電磁場解析

高精度位相シフト電子線ホログラフィーによる GaN/AlGaIn ナノ界面に形成された 2 次元電子ガス層の電位分布観察 山本和生	98
SUS304 の加工誘起マルテンサイト変態に伴う微細組織変化の TEM 観察 森 茂生 久保田佳基 菖蒲敬久 秦野正治	99
電子線ホログラフィーによる帯電したセルロースナノファイバー周囲の電場観察 本郷将嗣 赤瀬善太郎 佐藤隆文 進藤大輔 古賀大尚 能木雅也	100
電圧印加時 GaAs p-n 接合の高精度電子線ホログラフィーその場観察 穴田智史 山本和生 平山 司 佐々木宏和 堀 祐臣 衣川耕平 今村明博 柴田直哉	101
DPC STEM を用いた高分解能 pn 接合電場観察手法 遠山慧子 関 岳人 佐々木宏和 幾原雄一 柴田直哉	102
高感度電子線ホログラフィーによる GaN 系半導体のドーパント濃度分布の観察 仲野靖孝 松本実子 穴田智史 山本和生 石川由加里 平山 司 安藤悠人 小倉昌也 田中敦之 本田善央 天野 浩	103
DPC STEM による原子分解能電場観察 関 岳人 Sanchez-Santolino Gabriel 石川 亮 Findlay Scott D. 幾原雄一 柴田直哉	104
高周波トランス用 MnZn フェライトの磁区構造変化のその場観察 赤瀬善太郎 佐藤隆文 進藤大輔 三角彰太 千葉龍矢	105
電子線ホログラフィーによる磁壁観察を通じたバルク磁気物性の評価 新津甲大 谷垣俊明 原田 研 進藤大輔	106

研究所紹介	非鉄金属製錬業の持続的発展を目指して 打越雅仁	107
-------	-------------------------	-----

新技術・新製品	部品製造工程を革新する冷間鍛造用肌焼鋼 JECF® の開発 今浪祐太 岩本 隆 西村公宏	108
	電気抵抗率を制御できる新しい抵抗体用複合材料の開発 勝山浩道 浜野大輝 春井眞二 北川裕之 和久芳春	111
	ろう材不要の新ろう付技術“MONOBRAZE®”の開発 黒崎友仁 村瀬 崇 寺山和子 石 雅和 戸次洋一郎 二宮淳司 新倉昭男	114

スポットライト	金属の性質を“暗記する”から“理解する”へ～計画から発表を通して学んだこと～ 吉田梨那 吉田草太	117
---------	--	-----

本会記事	会告	118	行事カレンダー	127
	掲示板	124	次号予告	128
	会誌・欧文誌 2 号目次	125	追悼	129
	新入会員	126	Mater. Trans. 投稿の手引き	130

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) : <https://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)

# 金属なんでもランキング No.1 地殻存在量

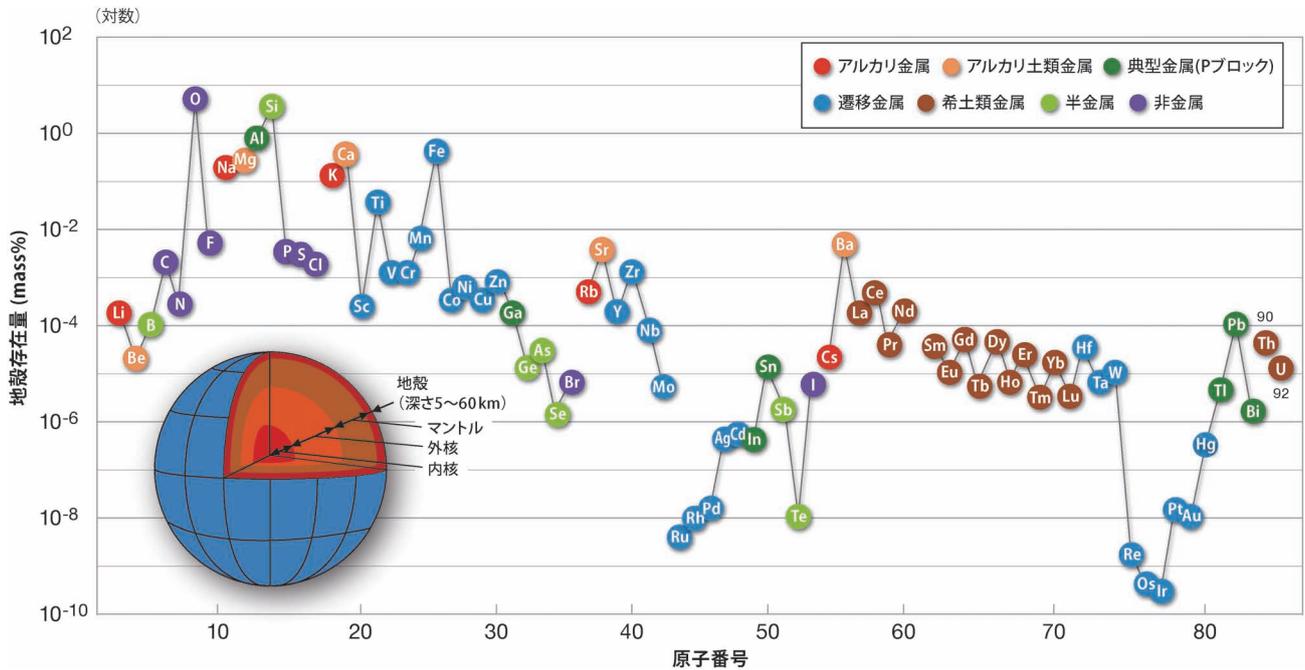


図1 各元素の地殻存在量.

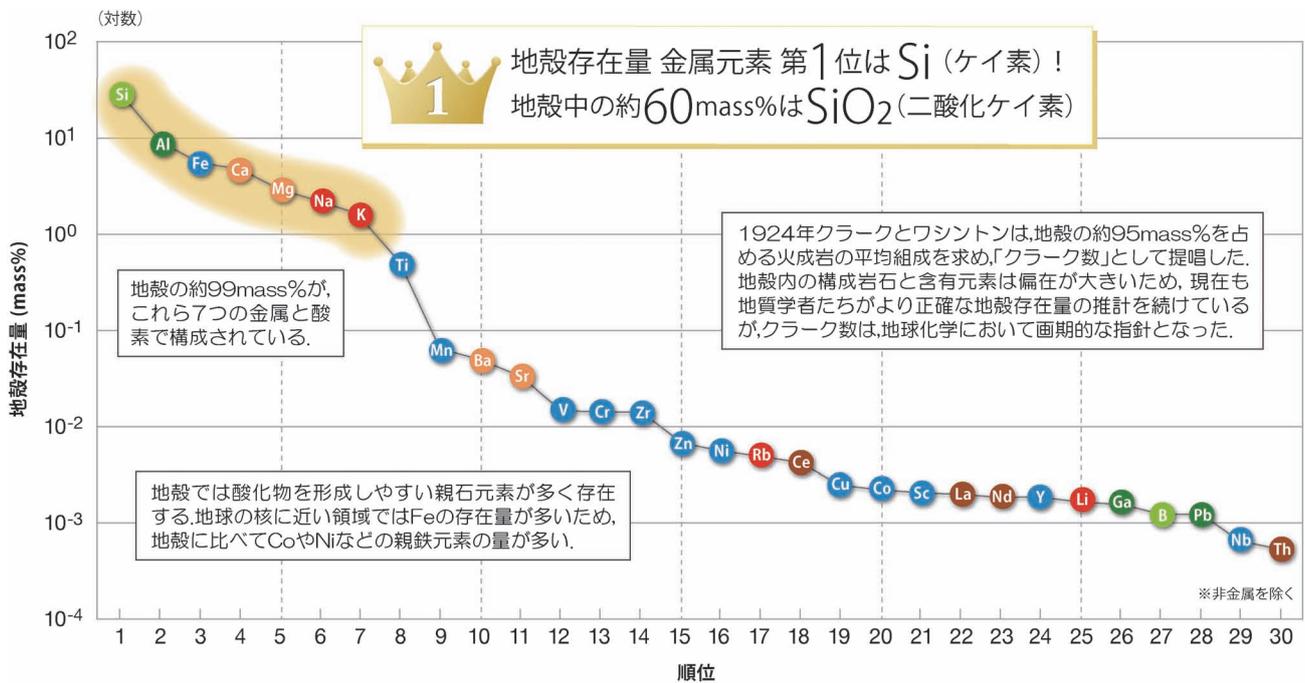


図2 金属元素の地殻存在量ランキング.

参考文献：(1) 地球化学概説：日本地球化学会監修，松久幸敬，赤木右 共著，培風館，(2005).  
(2) CRC Handbook of Chemistry and Physics on DVD Version 2013, CRC Press.

# SU7000 FE-SEM An advanced Imaging Tool

**HITACHI**  
Inspire the Next

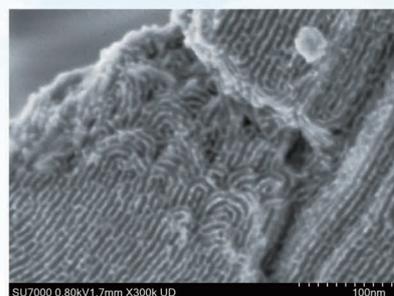
## ハイクオリティデータを高スループットで取得

- 低加速超高分解能性能 (0.9 nm@1 kV)
- 観察とEDX分析を同一WDで実施可能
- 反射電子検出器の高速化によるその場観察能力の向上



### 低加速イメージング能力

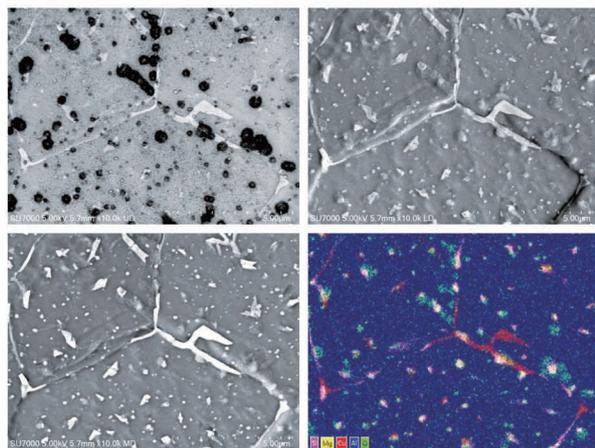
1 kV未満でもシングルnmの  
形状・構造が観察可能



試料：メソポーラスシリカ

### 同一条件でのSEM像観察とEDX分析

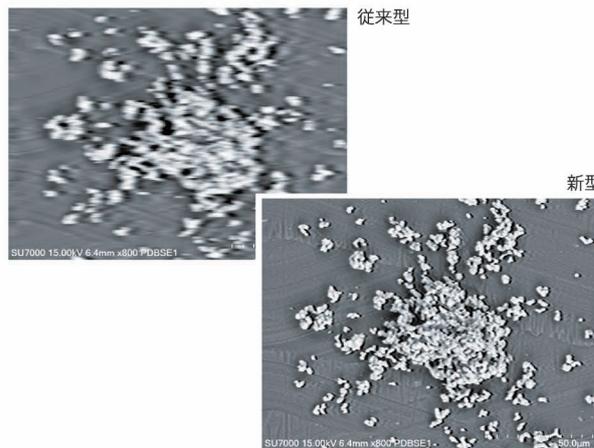
観察とEDX分析はともにWD=6 mmで実施可能。  
像情報と元素情報をシームレスに取得



試料：アルミ合金

### 新開発高速応答反射電子検出器

応答性を向上させた反射電子検出器を搭載。  
形態や組成の動的挙動をより高速に観察可能



試料：シリコン基板上の無機粒子

 日立ハイテック“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技術機関誌です。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。



 株式会社 日立ハイテクノロジーズ

本社 〒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)3504-6111

インターネットでも製品紹介しております。

 [www.hitachi-hightech.com/jp/science/](http://www.hitachi-hightech.com/jp/science/)



**新材料の観察・分析**  
技術課題解決のための支援を実施しています

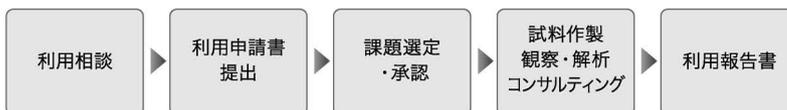
# ナノ構造解析は名古屋大学へ

<http://nanoplat.nagoya-microscopy.jp>

- ☛ 専任の電子顕微鏡技術者が観察を代行
- ☛ 学内の各専門分野の研究陣がサポート
- ☛ 万全の守秘体制で  
成果公開・非公開の観察支援を実施



## 観察・分析支援手順



### ■ 集束イオンビーム加工機 (FIB-SEM) MI-4000L

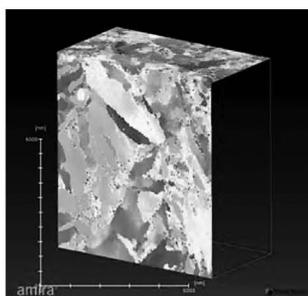


#### 【仕様】

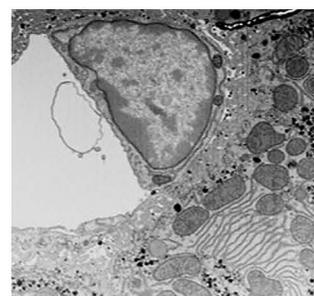
- ・FIB-SEM鏡筒: 直交型
- ・FIB加速電圧: 最大30kV
- ・SEM加速電圧: 0.1~30kV
- ・Arイオンビーム: 0.5~2kV
- ・マイクロサンプリング機能
- ・FE-SEM、EDS及びEBSD (OIM) 機能
- ・STEM検出器装備

#### 【用途】

- ・Cut & See (リアルタイムで実現)
- ・リアルタイムSEM・STEM観察
- ・リアルタイム3D-EDS、3D-EBSD

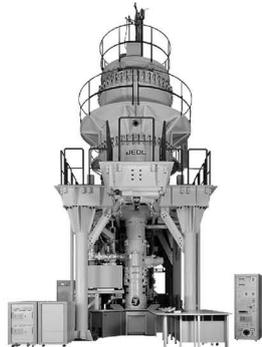


Cut & Seeによる3D-EBSD計測  
鉄鋼材料 (結晶粒・結晶方位分布)



生物系試料の断面SEM観察  
ラットの肝臓細胞

### ■ 反応科学超高压走査透過電子顕微鏡 JEM-1000K RS

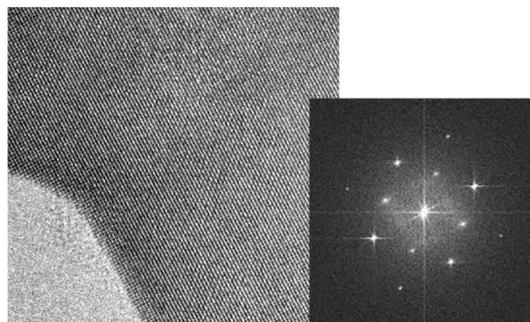


#### 【仕様】

- ・超高压でのTEM/STEM観察
- ・TEM点分解能: 0.15nm以下
- ・STEMプローブ径: 1nm
- ・加速電圧: 1000、800、600kV
- ・各種ガス環境雰囲気: 最大0.1気圧
- ・EELSによる元素分析機能
- ・各種特殊ホルダーを整備

#### 【用途】

- ・ガス環境下でのその場観察
- ・3D観察 (生物系試料も可能)
- ・ハイコントラスト暗視野観察



金単結晶のガス中観察 (ガス圧 11,000 Pa)

### ■ 超高分解能収差補正型 TEM/STEM JEM-ARM200FC

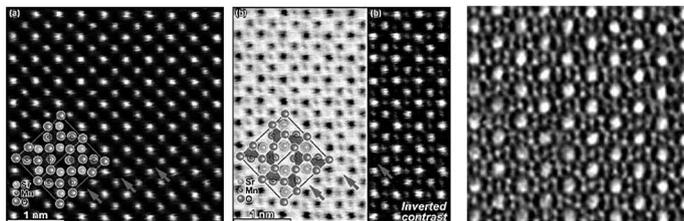


#### 【仕様】

- ・TEM点分解能: 110pm
- ・STEM-HAADF像分解能: 78pm
- ・加速電圧: 200、80kV
- ・照射レンズ系に収差補正機能を搭載
- ・冷陰極電界放射型電子銃
- ・STEM: HAADF、LAADF、ABF
- ・EDS、EELS (Dual EELS)

#### 【用途】

- ・原子レベルでの構造観察、  
元素分析、電子状態分析



HAADF-STEM ABF-STEM  
SrMnO<sub>2.5</sub> 結晶の酸素欠損サイトの観察

ゼオライト結晶の構造像

### ■ 上記以外にも用途に応じた各種設備を整備

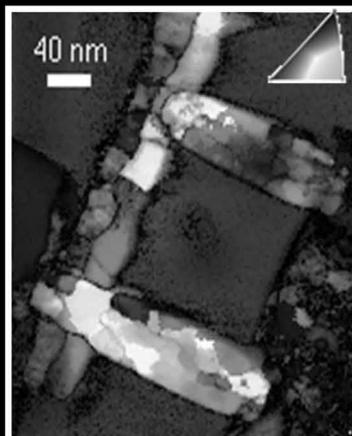
文部科学省 ナノテクノロジープラットフォーム 微細構造解析プラットフォーム  
「高性能電子顕微鏡による反応科学・ナノ材料科学研究支援拠点」事務局  
〒464-8603 愛知県名古屋市千種区不老町 名古屋大学 未来材料・システム研究所 超高压電子顕微鏡施設  
Tel: 052-789-3632 Fax: 052-789-3174 E-MAIL: [nanoplat@nagoya-microscopy.jp](mailto:nanoplat@nagoya-microscopy.jp)

# ASTAR / TopSpin

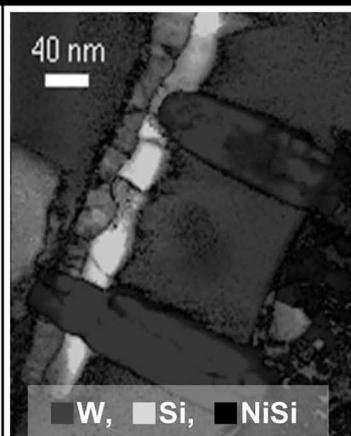
## TEM Orientation Image Analysis

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。

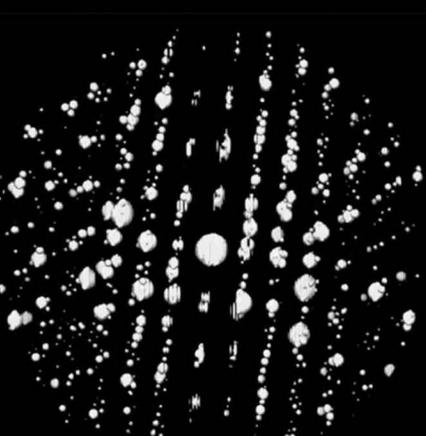
IPF 結晶方位マップ



相マップ

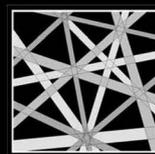


半導体ビア部断面の測定例:  
10nmφ以下の結晶粒の指数付けや、相分離も正確に行われていることが判る。



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](mailto:info@tsl-japan.com), Homepage: [www.tsl-japan.com](http://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

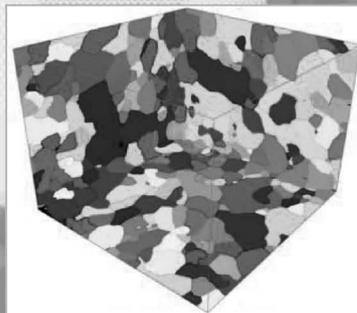
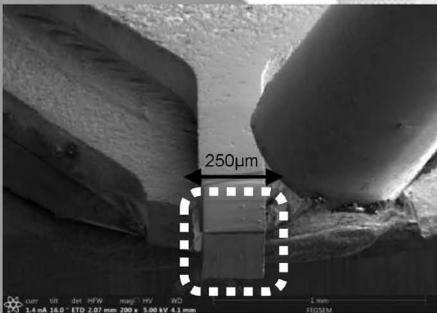
本社・昭島製作所 〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL:(042)543-1111(大代表) FAX:(042)546-3353 www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

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

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よりもダメージを40%低減(Si)
- Ga<sup>+</sup>FIB Heliosにも使用された0.7nm(1kV)分解能を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 • 5781 Van Allen Way • Carlsbad, CA 92008 • thermofisher.com

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



毎秒 3000 ポイント収集時の  
高解像度キクチパターン

- 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



- 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

# IS-POLISHER

## ISPP-1000

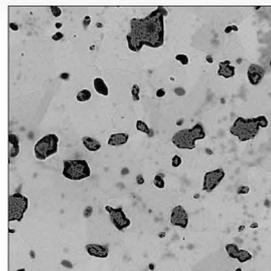
### 自動低負荷試料作製システム



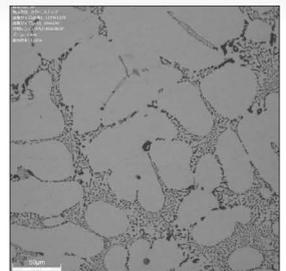
～低負荷、低荷重で自動研磨ができる～

- ◆低負荷で研磨できる独自の「荷重調整機構」  
アルミ、銅、半田などの軟らかい金属試料の研磨も歪みなく行うことができます
- ◆削り過ぎを防止できる「研磨量調整機構」  
削り過ぎないようにミクロン単位の研磨量を調整することが可能です
- ◆研磨条件を数値化し自動化できる「再現性の高い試料作製」  
研磨条件をすべて数値化できますので、繰り返し同じ試料を作製することができます
- ◆包埋しないで研磨できる豊富な「試料ホルダ」  
試料を直接研磨できるので、研磨時間も大幅に短縮できます

SEM観察用試料作製が可能です



鉛フリーハンダ



アルミ合金



株式会社 池上精機

神奈川県横浜市港北区新横浜3-8-8 日総第16ビル1101 〒222-0033  
TEL. 045-474-1880(代) FAX.045-474-1882  
Email is@ikegamiseiki.co.jp  
URL <http://www.ikegamiseiki.co.jp>

IS-POLISHER特設サイト  
[www.is-polisher.com](http://www.is-polisher.com)



世界の材料科学・工学をリードする第一線の研究者・技術者に向けて

2019年春期（第164回）講演大会  
3/20（水）～3/22（金）  
東京電機大学 東京千住キャンパス

付設展示会  
大会プログラム広告  
講演概要集DVDジャケット広告  
ランチョンセミナー

募集のご案内

付設展示会（機器・ソフトウェア・書籍）

・1コマ ¥140,000（税別）

大会プログラム広告

・1色1頁 ¥70,000（税別） ・1色1/2頁 ¥40,000（税別）

講演概要集DVDジャケット

・表4カラー ¥75,000（税別） ・表2カラー ¥50,000（税別）

ランチョンセミナー

・1枠 ¥100,000（税別） 出展の場合は、1枠 ¥20,000（税別）

2019年秋期（第165回）講演大会  
9/11（水）～9/13（金）岡山大学 津島キャンパス

広告掲載・ご出展のお問い合わせ・お申込み

MEIHOSHA  
ADVERTISING AGENCY

株式会社 明報社

〒104-0061 東京都中央区銀座七丁目12-4 友野本社ビル  
TEL (03)3546-1337 FAX (03)3546-6306  
E-mail [info@meihosha.co.jp](mailto:info@meihosha.co.jp) ホームページ [www.meihosha.co.jp](http://www.meihosha.co.jp)

**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**



## 特色

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



容器がセットされる様子。

## 従来型ボールミル “CLASSIC LINE”

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



フリッチュ社が開発した  
遊星型シリーズの  
パイオニア機種。



▲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



未来を先導する領域を開拓し、  
世界に発信する

公益社団法人 The Japan Institute of Metals and Materials

# 日本金属学会

2019年 春期 第164回 講演大会

会期 2019年 3月20日(水)~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

主なシンポジウムテーマ

- 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イルリング
- 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

演題登録締切日

2019年  
1月8日(火)

事前参加予約締切日

2019年  
2月15日(金)

企業ブース  
付設機器展示募集締切日

2019年  
2月1日(金)

学生向け

企業説明会開催

2019年  
3月22日(金)

会場アクセスマップ



北千住駅 東口(電大口) から徒歩1分

問合せ先

公益社団法人日本金属学会  
講演大会係

〒980-8544  
仙台市青葉区一番町1丁目14-32

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

詳しくはホームページをご覧ください

<https://jim.or.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<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>

本特集号では2018年12号に引き続き「顕微鏡法による材料開発のための微細構造最前線(11)」の後半を紹介させていただきます。近年この分野では、収差補正装置や各種検出器等のハード面でのブレイクスルーがあり、また、得られた生データからの情報抽出法・再構築法といったソフト面においても大きな進展が見られます。今回の特集ではそうした最先端の装置・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を含めた幅広い応募記事と、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をご紹介します。2018年12号と2019年2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ーの実際と動向

##### 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) 超高圧電顕・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 Microstructural Characterization for Materials Development(11)- Microscopy and Cutting-edge Techniques for Materials Analyses

Keywords: multi-scale imaging with scanning electron microscopy, advanced imaging with scanning transmission electron microscopy, electro-magnetic field analyses

2019年1月9日受理[doi:10.2320/materia.58.67]

## トピック3

# 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

石塚和夫\*

### 1. はじめに

本解説では弊社の電子顕微鏡における定量解析のためのソフトウェアについて紹介させて頂く。読者の皆様のデータ解析の一助になればこの上ない。

さて、電子顕微鏡も含めて、顕微鏡は肉眼では見えない「もの」を見るのが目的である。このため、原子像を撮ったとしても、それが見ている試料の構造を反映しているのかの判断に常識は通用しない。特に、透過型電子顕微鏡(TEM)の場合にはデフォーカス(対物レンズ強度)を変えると像の見え方が変わり、コントラスト(白黒)が反転することもある。走査型透過型電子顕微鏡(STEM)の場合にはコントラストの反転するようなことはないが、わずかな偽のコントラストが生じることも報告されている。このため、原子構造を仮定し、実験像がシミュレーションと一致するかを確認することで、仮定した構造の正当性を判断することが行われる。このためには弊社のマルチスライス法に基づく電子顕微鏡像シミュレーションソフトウェア xHREM<sup>(1)</sup>が利用可能である。

また、弊社では電子顕微鏡から得られるデータの定量解析を行うためのソフトウェアを米国ガタン社の画像処理プラットフォーム DigitalMicrograph(DM)<sup>(2)</sup>の機能追加(プラグイン)として開発しており、現在では20近くのプラグインを電子顕微鏡のユーザーに提供している。これらのプラグインのうち自社開発のものもあるが、多くのものは世界の研究者の開発した手法をDMのプラグインとして使い易く実装したものである。その中にはデコンボリューションによるEELSまたはSTEM-HAADF像の解像度を向上するもの(DeConvEELS<sup>(1)</sup>, DeConvHAADF<sup>(1)</sup>), 高分解能TEM/STEM像からの周期構造を鮮明にするもの(HREM-Filters<sup>(1)</sup>), 種々の手法による格子歪を解析するためのもの(GPA<sup>(1)</sup>, PPA<sup>(1)</sup>, HoloDark<sup>(1)</sup>, sMoiré<sup>(1)</sup>)などがある。さらに、複数枚のTEM像から複素波面(試料出射面の波動関数: Exit wave)を再生するもの(FTSR<sup>(1)</sup>, IWFR<sup>(1)</sup>, QPt<sup>(1)</sup>)がある。FTSR, IWFRは原子分解能像から出射面の波動関数再生用で、再生波面より球面収差を補正することが可能で

ある。一方、QPtは広い倍率範囲で使用可能で、磁性体の観察に良く利用されている。

球面収差補正技術はSTEMと相性がよく、電顕本体の安定性の向上とともに昨今はSTEMに人気があるようである。高角環状暗視野(HAADF: High-Angle Annular Dark-Field)像の強度がHAADFの原子散乱能に比例するとして、原子コラム中の組成を求めるプラグインがqHAADF<sup>(1)</sup>である。

しかし、STEMの走査系は今のところ不安定でSTEMプローブは外乱により高速に揺れている。この高速に揺れているプローブの振動を小さくするプラグインがJitterbug<sup>(1)</sup>である。また、STEMでは順次走査しながら各点のデータを収集するのでデータ点を多くするとデータ収集時間内の試料の移動(ドリフト)が問題になることが多い。試料のドリフトを小さくするのは計測時間を短くすれば良いが、画像がノイズになる。試料のドリフトが問題にならない短い走査時間で測定した複数枚のSTEM像をアライメントとして積算し、SN比を高めるのが、SmartAlign<sup>(1)</sup>というプラグインである。このプラグインでは先ず平行移動を除去し(Rigid-alignment), その後、ローカルなアライメント(Non-rigid alignment)によりSTEMプローブの外乱による影響を除去する。このため、試料のドリフトだけでなく、プローブの外乱も抑えることが可能である。

電子顕微鏡で観察される薄い試料では試料は位相物体として取り扱われ、TEM像は位相コントラスト像として解釈される。STEMで検出信号を光軸近辺に限定すれば、TEM像と同様の位相コントラスト像を観察することが可能である(相反定理)。しかし、その場合は結像に使用される散乱電子は入射電子に比べてほんの一部であり、検出効率が極端に悪く、実用的ではない。この欠点を改善してSTEMで位相物体を観察する方法として微分位相コントラスト(DPC: Differential Phase Contrast)法が40年程前に提案された。ここでは、全散乱電子を2つに分割した検出器で受けて、分割検出器上の積分強度の差を出力信号とする。このDPC検出器がSTEMの普及とともに実用化されるようになった。この信号は位相分布の微分なので、DPC信号を積分して位

\* HREM Research Inc.; 代表取締役(〒355-0055 東松山市松風台14-48)  
Quantitative Analysis of Electron Microscopy Data; Kazuo Ishizuka(HREM Research Inc., Higashimatsuyama)  
Keywords: image simulation, deconvolution, Wiener filter, exit wave reconstruction, strain analysis, DPC (Differential Phase Contrast), PCA (Principal Component Analysis)  
2018年9月3日受理[doi:10.2320/materia.58.68]

相分布を得るプラグインが qDPC<sup>(1)</sup>である。STEM では電子線照射を局所的に行うので、電子線による試料の温度上昇が抑えられ、試料損傷が少なくなるとの報告もあり、試料損傷に弱い試料などにも DPC 法は広まって行くと考えられる。

STEM でのスペクトロスコピー (EELS や EDX) では各点でスペクトルが取得され、位置とエネルギーの 3 次元のスペクトラムイメージ (SI: Spectrum Image) が得られる。ここでは、スペクトルを取得するための各点での計測時間が短いので、各スペクトルに寄与する電子線量が極端に少なく量子ノイズが顕著となる。この SI データに多変量解析を行い、量子ノイズを劇的に減少することが可能で、これを行うプラグインが MSA<sup>(1)</sup>である。先に述べた SmartAlign は SI データを同時取得した場合に、ADF 像などの画像データのアライメント情報を用いて SI データの空間的アライメントを行うことが可能である。

この他、電子線の入射方向をコンピュータ制御して電子線回折像を取得するプラグインとして QED<sup>(1)</sup>と EDT<sup>(1)</sup>がある。QED では照射系の収差の補正が可能で、試料上のビーム位置を高精度に制御して、nm オーダーの微小領域からの全ての反射の広角収束電子線回折 (LACBED) を取得することが可能である (通常の収束ビームの CBED では透過波の LACBED を取得する)。また、電子線の入射方向を歳差させれば PED (Precession Electron Diffraction) を取得することも可能である。さらに、QED には電子線の入射方向を制御してスペクトルを計測する ALCHMIE モードがあり、今後、特殊な研究用途として利用されると期待している。一方、EDT は一軸で試料を回転して 3 次元空間内の電子線回折を計測する。微結晶、あるいは微小領域から収集されたデータより、X 線構造解析のプログラムを用いて、未知構造が決定されている。電子線では試料との相互作用が X 線に比べて大きいので、X 線では測定困難な微小結晶から構造解析を行うことが可能である。

さて、残りの紙面を使って、まず、電子顕微鏡像シミュレーションソフトウェア、その後、幾つかの DM プラグインについて、応用例を交えて技術的解説を簡単に述べる。

## 2. xHREM

xHREM では、電子線の散乱を効率よく計算するために高速フーリエ変換 (FFT) を使用している。結晶性試料の場合には試料の周期性を利用できるが、周期構造を持たない非晶質やナノ粒子などの場合には、プログラムが全原子を包含する大きなセルを作成し、仮想的な周期構造 (超格子; スーパーセル) として計算をおこなう。現在の PC (パーソナルコンピュータ) の能力では大きな超格子の TEM 像のシミュレーションを行うことも可能である。

また、xHREM では STEM 拡張機能を追加すれば、FFT による散乱計算の高速性を利用して、STEM 像のシミュレーションを行うこともできる<sup>(4)</sup>。STEM 像のシミュレーション

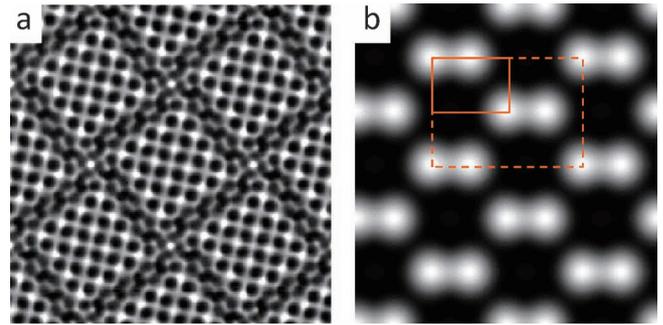


図1 高分解能像のシミュレーション。  
(a) タングステンニオブ酸化物の TEM 像,  
(b) GaAs の STEM-HAADF 像。(オンラインカラー)

ョンでは、プローブの伝播を計算する必要がある。xHREM では計算機内部で周期構造を仮定している。各セル (計算上の仮想的な周期) 内に一個のプローブが存在する超格子を考えてシミュレーションを行う。これはフーリエ空間 (逆空間) で考えれば、超格子に対する逆格子点の散乱を計算することになる。結晶の場合を考えると、プローブの収束角により各逆格子点広がるので、結晶格子に対応する逆格子点だけではなく、大きな超格子に対する逆格子点の散乱強度を計算していることになる。STEM 像では各走査点に対して散乱計算を行う必要がある。計算量が TEM 像のシミュレーションに比べて膨大になる。ただし、結晶性試料の場合には、単位胞の非対称単位内の走査点の HAADF 信号を計算して、対称性を使用して単位胞の像に拡張することにより計算時間の減少を計っている。さらに、xHREM の STEM 拡張機能ではマルチコア CPU に対応している。現在の高性能 PC を用いれば、GaAs [110] などの小さな結晶格子の計算は数分から数十分で行える (計算する試料厚さに比例する)。結晶格子の大きな場合や非周期試料の場合には走査点が多くなり、計算には数時間から数日かかる。このため、xHREM の STEM 拡張機能ではクラスター版も用意されている。また、GPU (Graphic Processing Unit) 版も近くリリースされる。

図1(a)はタンングステンニオブ酸化物の高分解能 TEM のシミュレーションである。また、(b)は GaAs [011] の STEM-HAADF のシミュレーションである。STEM 像の場合は破線で示した単位胞のうち、実線で示した領域を計算し、対称性で拡張することにより計算時間を短くしている。

## 3. HREM-Filters Pro

画像に周期構造があるが S/N 比が悪い、あるいは非晶質などの非周期構造のノイズにより周期構造が見えにくいような場合に周期構造を強調 (抽出) する常套手段は、フーリエ空間におけるフィルターである。すなわち、画像のフーリエ変換を行い結晶性に由来する周期的なスポット近辺を通過させるマスクを掛けて逆フーリエ変換をすることである。このときに、信号をノイズから分離するのに結晶性に由来するスポ

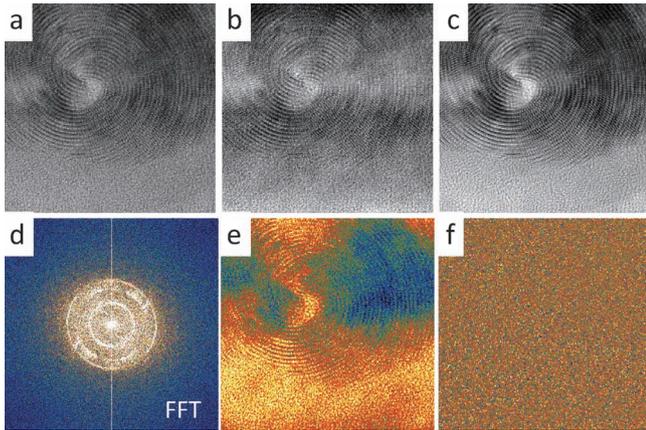


図2 Wiener フィルター.  
(a), (d) 粘度鉱物 crysotile の TEM 像とそのフーリエ変換, (b), (e) 通常の Wiener フィルター像と元画像との残差, (c), (f) Local Wiener フィルター像と元画像との残差. (オンラインカラー)

ットがノイズより優位に大きいことを利用するのが Wiener フィルターである。結晶性に由来するスポットの振幅は結晶領域の大きさに比例するので、できるだけ大きな領域を一度にフーリエ変換するのが一般的である<sup>(5)</sup>。しかし、ここで界面を含む2つの結晶領域が写っている電顕像の場合を考えてみる。その画像全体をフーリエ変換すると2つの結晶領域からのスポットが同時に現れる。そして、一方の領域からのスポット位置には他方の領域からのノイズが現れる。この場合、2つの結晶領域からのスポットを通過させるようなマスクを掛けると、ノイズの一部が通過してしまう。

図2(a)はこの極端な場合のTEM像で、スパイラルな構造をもつ粘度鉱物 crysotile の例(データ提供: 東京大学小暮先生)である。そのフーリエ変換は(d)に示すように周期性に由来するスポットが同心円上に現れる。このTEM像を通常のように全域をフーリエ変換して Wiener フィルターを作用させた結果を(b)に示す。(e)は元画像とフィルター像との差で、元画像のスパイラルな構造が顕著に残っている。しかし、このような画像でも小さな領域内では近似的に単一方向の結晶だと仮定できる。(c)は元画像を小さな領域(ここでは128×128画素)に分けて Wiener フィルターを作用させ、結果をつなぎ合わせたものである。この処理では殆どの周期構造を抽出しているので、(f)に示すように元画像との差には構造が現れていない。この処理を我々は Local Wiener フィルターと呼んでいる。Local Wiener フィルターは微結晶が非晶質内に析出しているような試料にも有用な手法である。

#### 4. DeConvEELS と DeConvHAADF

これらのプラグインは観測データ  $o(x)$  が装置関数(カーネル)  $k(x)$  と理想的な未知関数  $i(x)$  のコンボリューション

$$o(x) = \int i(x-t)k(t)dt \equiv i(x) \otimes k(x)$$

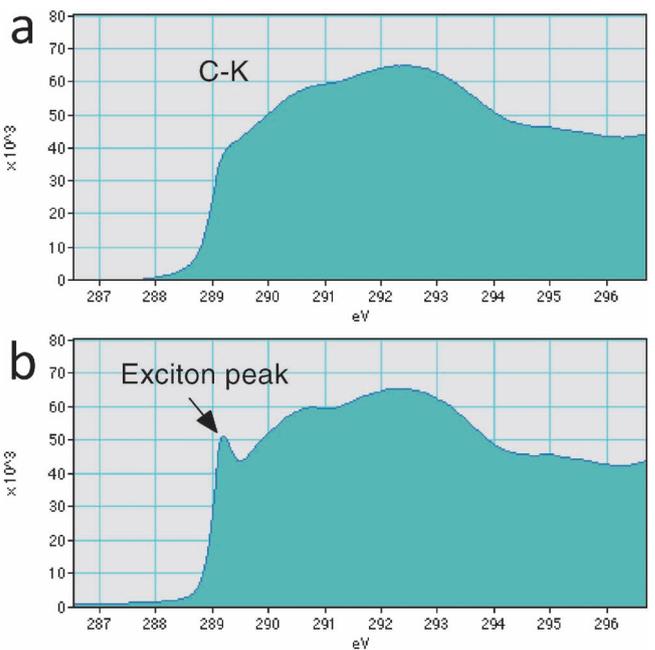


図3 電子線エネルギー損失スペクトル(EELS)のデコンボリューション. (a) ダイヤモンドのC-K 端のEELS, (b) デコンボリューションによりゼロロスの影響を除去した結果. (オンラインカラー)

で表される場合に、装置関数を用いて未知関数を観測データから推定する。簡単なデコンボリューションの実装ではコンボリューションがフーリエ空間ではフーリエ変換の積になることを利用する： $O(\xi) = I(\xi) \cdot K(\xi)$ 。ここで関数  $F(\xi)$  は関数  $f(x)$  のフーリエ変換をあらわし、 $\xi$  は  $x$  の共役変数である。すると、 $i(x)$  は  $I(\xi)$  の逆フーリエ変換で求まる：

$$i(x) = FT^{-1}(I(\xi)) = FT^{-1}(O(\xi)/K(\xi))$$

しかし、この単純なデコンボリューションでは観測データにノイズが含まれている場合にノイズの増幅が起こる： $(O(\xi) + N(\xi))/K(\xi) = O(\xi)/K(\xi) + N(\xi)/K(\xi)$ 。弊社のデコンボリューションのプラグインではこのようなフーリエ空間での割り算を行わずに、推定関数  $e(x)$  と装置関数とのコンボリューション、 $e(x) \otimes k(x)$  が観測データに近づくように繰返し推定関数を更新し、未知関数を推定する。この推定関数を変化させる方法として以下の2つの方法を実装している：(1) 観測データと推定関数から予想される結果との残差を小さくしながら推定関数のエントロピーを最大にする最大エントロピー(Maximum Entropy)法<sup>(6)</sup>；(2) Hubble 宇宙望遠鏡の収差補正で有名になったベイズ推計に基づく Richardson-Lucy 法<sup>(7)</sup>。

図3は DeConvEELS の例である。ここで(a)はダイヤモンドのC-K 端の電子線エネルギー損失スペクトル(EELS)であり、不純物がつくる励起子による影響が肩のように現れている(データ提供: ルトガー大学 Phil Batson 氏)。このスペクトルに対してゼロロスを装置関数として最大エントロピー法を適用することにより、(b)に示す不純物がつくる励起子(exciton)のピークが鮮明に現れる。

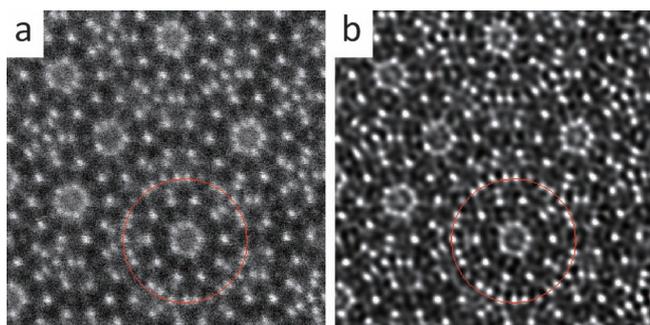


図4 STEM-HAADF 像のデコンボリューション。  
(a) 準結晶の収差補正 STEM-HAADF 像, (b) デコンボリューションにより有限プローブの影響を除去した結果。(オンラインカラー)

図4はDeConvHAADFの例で、(a)は収差補正電顕で得られた準結晶のSTEM-HAADF像である(データ提供: 東京大学阿部先生)。STEM-HAADFの装置関数であるPSF(Point Spread Function)を観測することは容易ではないので、PSFは結像光学系のパラメータより理論計算したものを使用している。収差補正電顕といえどもPSFには光源には広がりがあり、またエネルギー広がりによるボケもある。(b)はデコンボリューションによりこれらの効果を除去することによってより得られたより鮮明なHAADF像である。通常の電顕では球面収差によるプローブの広がり補正されてより鮮明な像を得ることができる。推定関数はスムーズであるので、観測データのノイズを同時に低減することが可能である。

## 5. MSA

STEMの各走査点から得られるスペクトル(SIデータ)は試料内に含まれる原子種からの寄与であり、各スペクトルは各元素からのスペクトルの線形結合で表されるであろう。MSAは多変量解析(Multivariate Statistical Analysis)をSIデータに対して行うプラグインで、実際には多変量解析うちの主成分分析(PCA: Principal Component Analysis)<sup>(8)</sup>を行う。PCAは数学的に小数の成分(ローディング: Loading)で全スペクトルを表現しようとするもので、求めた主成分(PC)で元データを再構成したものは、量子ノイズが劇的に減少する。しかし、このPCは抽象的成分(Abstract Component/Mathematical Component)と呼ばれ、各PCのローディングは構成元素のスペクトルには対応しない。PCAの使い方としては小数のPCでデータを再構成してランダムノイズを減少させ、その後、再構成データを既存の手法で解析するときの補助として使うべきである。PCAの手法は定着して来たようであるが、最近、その使用方法に警鐘を鳴らす報告が幾つか現れている。これはPCAといえども万能ではなく、抽出したい信号がノイズレベルに近くなると問題が発生することを示している。

PCAでは同時に処理するスペクトルの本数が多いほどよ

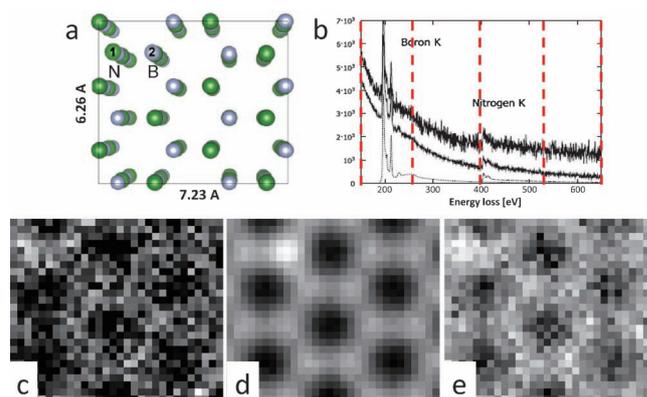


図5 BNのモデルデータに対するローカルPCA処理。  
(a) モデル構造: 緑色(1)はN, 灰色(2)はB, (b) 計算されたスペクトルと(e)で使用したスペクトルの分割, (c) 生のスペクトルから求めたNの元素マップ, (d), (e) 通常のPCAとスペクトル分割PCAで再構成したスペクトルから求めたNの元素マップ。(オンラインカラー)

り正確なPCが得られると考えられている。この考えはWienerフィルターでより広い領域を処理することにより結晶性スポットを強調したいという考えに類似のものである。しかし、弱い信号をノイズの中から抽出するのは大きな藁の山から小さな針を見つけることに喩えられる。そして、藁の山が小さくなれば針を見つけることは容易になるであろう。すなわち、PCAを行うデータサイズを小さくすれば、ローディングの精度は下がっても、求めたい信号の抽出は容易になる(空間分割PCA: Spatial local PCA)。これはLocal Wienerフィルターの場合と良く似ている発想の転換である。

また、PCAでは個々のPCの寄与(スコア: Score)は各スペクトルに対して一意に決定される。そして、観測スペクトルの強度の強い部分がスコアを左右する。すなわち、EELSなどでは、強度の強い低エネルギーロス部分が各PCのスコアを決定することになる。図5(a)はPCAの使用に警鐘をならした論文<sup>(9)</sup>のモデル構造である。モデルはBNで個々の原子コラム位置にB, Nが2個ずつ存在し、左上の2つのコラムにB, Nが1個ずつ余分についている。(b)は計算されたスペクトルで、低エネルギー側のBの信号が大きい。(c)は計算された生のスペクトルから求めたNの元素マップ(Elemental map)である(データ提供: アントワープ大学Jo Verbeeck氏)。PCAが理想的に行けばNの元素マップでは、余分のNの存在するところは他のN位置に比べ1.5倍の強度になるはずである。しかし、(d)に示すように通常のPCAでは、SNが悪いデータではBが余分にある位置のNの強度が強くなった。しかし、このデータを(b)で示すようにスペクトル分割PCA(Spectral local PCA)で処理すると(e)に示すように正しいNの濃度を示すようになる。すなわち、N部分の領域のスコアの決定にBの寄与が小さくなり、分割されたスペクトルのローディングの決定にBの影響が弱くなったからである。(e)の元素マップでは元データからの元素マップ(c)に比べNが鮮明になっているが、通常

の PCA で再構成した元素マップ(d)よりもノイズである。これは元素マップ(d)のスコアは量子ノイズの小さな信号強度の強い B の信号より決定され、変動が少ないからである。

## 6. qDPC

DPC(微分位相コントラスト)<sup>(10)</sup>は STEM で位相物体を観察する新しい手法である。この手法では光学顕微鏡の微分干渉コントラスト(DIC: Differential Interference Contrast)と類似のコントラストが得られる。4つに分割した検出器を用いれば直交した2つの2分割検出器の信号、すなわち2方向の位相の微分が得られる。高速のカメラを用いて各走査点の回折を計測して、回折強度の重心を求めるとより精度の高い位相の微分を求めることができる。しかし、そのようなカメラは現在のところ非常に高価であるので、4分割検出器(または、2重になった4分割検出器)が当面主流になると思われる。DPCの信号は位相の微分に対応しているので、DPCの信号をみても試料構造は判りにくいが、積分をすれば試料構造に対応する位相分布になる。

DPC信号を再度微分して加算すれば位相の2次微分の和となり、位相  $\varphi(xy)$  に関する Poisson 方程式となる：

$$d(DPC_x)/dx + d(DPC_y)/dy = \partial(\partial\varphi/\partial x)/\partial x + \partial(\partial\varphi/\partial y)/\partial y \\ = \nabla^2\varphi(xy)$$

すなわち、物体位相  $\varphi(xy)$  は Poisson 方程式を解くことで得られる。この Poisson 方程式は高速フーリエ変換(FFT)により解くことがよく知られているが、その場合には周期的境界条件に由来するアーティファクトが発生する。しかし、DPC では求めたい関数(位相)の微分が観測されているので、Poisson 方程式を解く境界条件として Neumann 条件を用いることが可能である<sup>(11)</sup>。図6(a)は 4D-STEM データ(データ提供：日本電子様)より作成した DPC 信号を qDPC で処理して得られた位相分布である。一方、(b)は FFT 法で得られた位相分布である。(b)では(a)に較べて右上が明るくなっているが、これは画像端において解が連続になるという FFT に科せられた周期的境界条件によるアーティファクトである。qDPC ではこのようなアーティファクトのない解がえられる。qDPC は分割型検出器からの DPC 信号を処理できることは言うまでもない。

本解説では電子顕微鏡からえられたデータを定量解析する

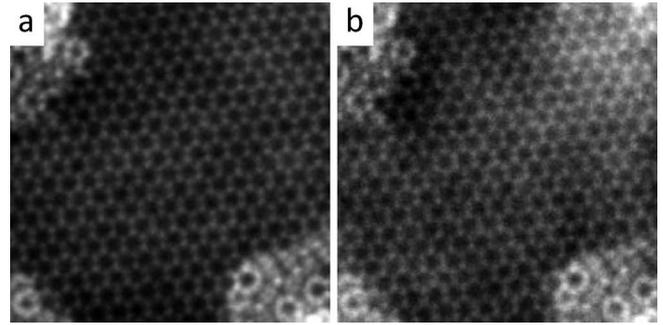


図6 DPC信号より計算された位相分布。(a), (b) Neumann 条件と周期的境界条件で得られた位相分布。

ための手法と、それに対応する弊社開発のソフトウェアを紹介した。後半では幾つかの製品について応用例を交えて解説を行った。各製品については弊社のホームページ<sup>(1)</sup>をご覧ください。読者の皆様の電子顕微鏡データを解析する際のお役に立てれば幸甚である。

## 文 献

- (1) HREM Research Inc. ([www.hremresearch.com](http://www.hremresearch.com))
- (2) Gatan, Inc. ([www.gatan.com](http://www.gatan.com))
- (3) K. Ishizuka and N. Uyeda: Acta Cryst., **A33**(1977), 740-749.
- (4) K. Ishizuka: Ultramicroscopy, **90**(2001), 71-83.
- (5) R. Kilaas: J. Microscopy, **190**(1997), 45-51.
- (6) D. M. Colin: Nature, **298**(1982), 49.
- (7) W. H. Richardson: J Opt Soc Am, **62**(1972), 55; L. B. Lucy: Astrophysical Journal, **79**(1974), 745.
- (8) E. R. Malinowski: Factor Analysis in Chemistry, John Wiley and Sons, Inc., New York (2002)
- (9) S. Lichtert and J. Verbeeck: Ultramicroscopy, **125**(2013), 35-42.
- (10) N. H. Dekkers and H. de Lang H: Optik, **41**(1974), 452.
- (11) A. Ishizuka, M. Oka, T. Seki, N. Shibata and K. Ishizuka: Microscopy, **66**(2017), 397-405.



石塚和夫

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

1978年 京都大学理学博士  
主な略歴 外村位相情報プロジェクト GL(1989-1994), 瀬藤賞(1987), 米国顕微鏡学会フェロー(2018)

2001年4月-現職

専門分野: 電子顕微鏡

◎高分解能電子顕微鏡像の結像理論およびシミュレーションプログラムの開発。電顕データの定量解析のためのプログラムの開発およびその普及に従事。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

## トピック4

# 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

大塚真弘\* 武藤俊介\*\*

### 1. はじめに

収差補正技術の発展とその広い普及により、(走査)透過電子顕微鏡((S)TEM)と付随分光手法による原子コラム毎を直視した元素/電子状態マッピングはもはや当たり前に行われつつある。その成果は目覚ましく、材料物性を制御する添加不純物元素などの機能性元素や格子欠陥の位置、構造、組成、電子状態がまさしく「絵」として示されている<sup>(1)(2)</sup>。

しかし、このような結晶学的サイトを識別した「サイト選択的分析」は収差補正 STEM の専売特許ではない。プローブサイズを原子レベルまで縮小せずとも、強い回折効果により入射電子が結晶中で形成する定在波を特定のサイトを強調するプローブとして活用することでサイト毎の物性情報を計測することができ、これは Atom Location by CHanneling-Enhanced MIcroanalysis (ALCEHMI)法<sup>(3)</sup>として知られている。本手法は原子コラム像のような直感的な「絵」を示さないため分光学的解釈を要するが、収差補正機を必要とせず、原子コラム直視分析と較べて試料厚みや結晶方位などの実験条件に対する制約も少なく、比較的簡単に定量解析が可能であるといった多数の利点がある。従って、目的に応じて両者を上手く使い分けることは非常に有益である。

そこで本稿では、これから ALCEHMI 法を使われる研究者を対象として、その基本原理や実験・解析の流れ、最近の解析事例について、近年の高角度分解能測定手法<sup>(4)(5)</sup>に絞って簡単に紹介する。(詳細な内容については筆者らのレビュー論文<sup>(6)</sup>などをご参照頂きたい。)

### 2. ALCEHMI 法の基本原理とその発展

#### (1) 電子チャネリング効果を活用したサイト選択的分析

結晶に入射した高速電子は周期的結晶ポテンシャルによりいくつかの電子定在波(ブロッホ波)に分枝する。各々のブ

ロホ波は異なる結晶学的サイトに局在した電子密度分布を持ち、それらの励起確率は入射角度に依存して互いに変化する。その結果、電子線は入射方向の変動(ビームロッキング)に対して様々なサイトを代わる代わる強調して伝播する。これを電子チャネリング効果と呼ぶ<sup>(6)-(8)</sup>。

ALCEHMI 法のポイントは、STEM のように収束電子線で分析領域を制限するのではなく、平行性の高い電子線とそれにより生ずる電子チャネリング効果をプローブとして活用し、**図1(a)**のようにエネルギー分散 X 線分光(EDX)や電子エネルギー損失分光(EELS)などの分光手法でサイト毎の物性情報を取り出すことにある。

#### (2) 高角度分解能測定手法への拡張

装置の自動化に伴い、ALCEHMI 法はビームロッキングに対して高角度分解能でスペクトル収集を行う定量性の高い手法へと発展し、EDX、EELS を用いる場合をそれぞれ高角度分解能電子チャネリング X 線/電子分光(HARECXs/HARECES)法<sup>(4)(5)</sup>と呼ぶようになった。

この高角度分解能測定において取得される内殻電子励起過程に伴う信号強度を入射角度の関数として表示すると、**図1(b)**のようなイオン化チャネリング図形(Ionization channeling pattern; ICP)が得られる。この ICP の模様対称性や強度から着目原子周辺の対称性はもちろん原子位置、濃度などを読み解くことができる。

### 3. ビームロッキング分光の実験配置

HARECX/ES 実験では、**図2(a)**の光線図に示すように、平行照射に近い電子線を試料上の一点(ピポットポイント)に固定したまま動径および方位角方向にその入射角度を振り、それに同期して EDX や EELS スペクトルを収集する。筆者らが用いている日本電子製 JEM-2100 (S)TEM のようにロッキングモード(オプション)が STEM 機能に搭載されている装置であれば、通常の STEM スペクトラムイメ

\* 名古屋大学大学院工学研究科物質科学専攻; 助教(〒464-8603 名古屋市千種区不老町)

\*\* 名古屋大学未来材料・システム研究所高度計測技術実践センター; 教授

Recent Development of Quantitative Microanalysis Method Based on Electron Channeling Effects in Crystalline Materials; Masahiro Ohtsuka\* and Shunsuke Muto\*\* (\*Department of Materials Physics, Graduate School of Engineering, Nagoya University, Nagoya. \*\*Advanced Measurement Technology Center, Institute of Materials and Systems for Sustainability, Nagoya University, Nagoya)

Keywords: (scanning) transmission electron microscopy, electron channeling, site-selective analysis, beam-rocking, atom-location by channeling-enhanced microanalysis, high-angular resolution electron channeling X-ray/electron spectroscopy

2018年8月23日受理[doi:10.2320/materia.58.73]

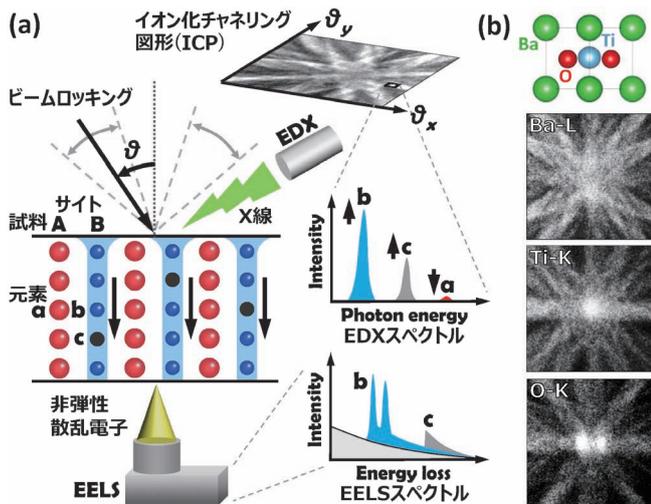


図1 (a)電子チャネリング効果を用いたサイト選択的分析手法(ALCHEMI法)の概念図。入射電子がサイトBを選択的に伝播するチャネリング条件を選んだ場合、EDXおよびEELSスペクトル上でサイトBを占有する元素bおよびcに由来する特性X線および内殻吸収端がそれぞれ強調して観測される。(b)ペロブスカイト型BaTiO<sub>3</sub>から収集されたX線イオン化チャネリング図形(ICP)。

の固定は偏向コイルの連動比によって調整するが、対物レンズの収差に起因した非線形な位置のずれを完全に補正することは難しい(図2(b))。そのため、小さなプローブを用いて微小領域の測定を行う場合には、収差補正機能を有したビーム制御プラグインQED(有限会社HREM Research製)を用いるとよい(11)(12)。

HARECXs実験に対して、HARECES実験の場合は試料下側の電子線の経路も制御する必要がある。それは、図2(c)のようにビームロッキングに対する透過波の移動に連動して、一定の運動量移送ベクトルとなる位置にEELS検出器入射絞りを置く必要があるためである(13)–(15)。これには図2(a)に示したように試料下側でビームを振り戻すことで対応する。筆者らの場合はDMスクリプトやQEDプラグインを用いてこの制御を行っている。

以上のようなビーム制御と合わせて、入射電子線の平行度も重要なパラメータである。結晶構造にも依存するが、加速電圧200 kVにおいて収束角は2 mrad以下に抑えた方がよい。

#### 4. 各種実験とデータ解析の流れ

##### (1) HARECXs法

HARECXs実験においては、異なる結晶学的サイトを識別できるように、着目する結晶学的サイトが異なる原子面または原子コラムとして分離して観察できる結晶方位(低次晶帯軸でも系統反射励起条件でも構わない)を選択し、その近傍でビームロッキングを行いながらEDXスペクトラムマッピングを行えばよい。

##### (a) 統計的ALCHEMI法

置換型不純物元素のサイト占有率と濃度の算出には、理論計算などの煩雑な処理を要さない以下の簡単な回帰分析が有効である。同一サイトを占有する元素は互いに類似したICPを示す性質があり、つまりは不純物元素*x*のX線強度*I<sub>x</sub>*はホスト元素*i*のX線強度*I<sub>i</sub>*の線形結合で記述できる(6)(16)–(20)。

$$I_x(\theta_x, \theta_y) = \sum_i \alpha_{i,x} I_i(\theta_x, \theta_y) + \beta_x \quad (1)$$

これより、取得したICP画像の組を用いて回帰係数 $\alpha_{i,x}$ および $\beta_x$ を算出すれば以下のような簡単な式から不純物元素の濃度 $c_x$ とサイト*i*に対する占有率 $f_{i,x}$ を定量化できる。

$$c_x = \sum_i \frac{\alpha_{i,x} n_i}{\sum_x \alpha_{i,x} + k_i/k_x}, \quad f_{i,x} = \frac{\alpha_{i,x} n_i}{c_x (\sum_x \alpha_{i,x} + k_i/k_x)} \quad (2)$$

$k_i$ および $k_x$ はホスト元素*i*および不純物元素*x*に関する*k*因子であり、 $n_i$ は全ホスト元素に対するホスト元素*i*の割合である。

##### (b) パターンフィッティングによるモデル推定

置換型不純物以外の対象を評価する場合には、動力学電子回折理論に基づいた理論計算と実験結果の比較検討が必要である。具体的には、事前にモデルを推定し、理論計算結果が実験結果をより再現するようにモデルを精密化するという手

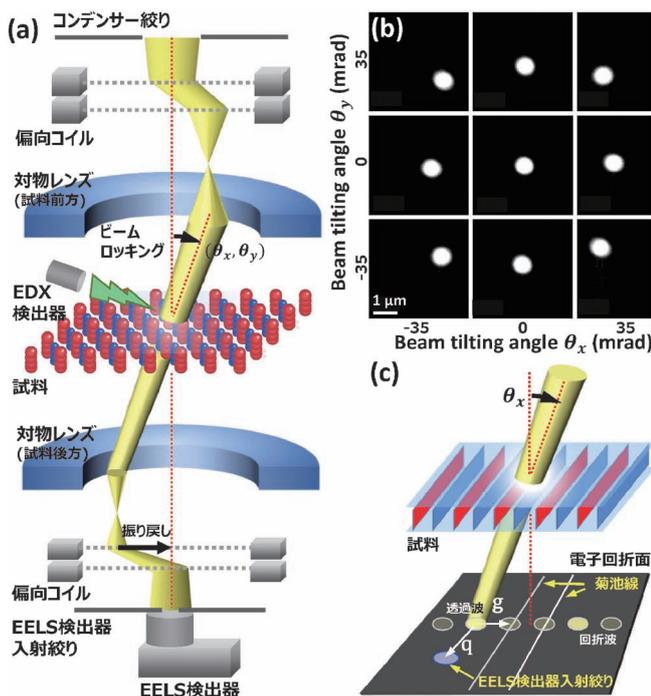


図2 (a) HARECXs および HARECES 実験における光線図。(b) 収差補正を行わない場合のピボットポイントのずれの様子。(c) HARECES 実験の場合の EELS 検出器入射絞り位置と回折条件に関する実験配置。

ージングの要領で測定が可能である。ロッキングモードを持たない装置であっても、デジタル化された装置であればスクリプトプログラムによる偏向コイルや分光器の制御によって同様の測定が可能である(Gatan DigitalMicrograph (DM)スクリプト(9)やFEI TIAスクリプト(10))。ピボットポイント

順を踏む<sup>(21)-(24)</sup>。従って、格子定数や原子座標などの結晶構造に関する情報を全て把握しておく必要があるが、基本的には適用対象に制約はなく、ホスト原子配列の不規則度<sup>(21)-(23)</sup>、格子間不純物原子の占有位置<sup>(24)</sup>に至るまで精密に決定できる。この理論計算には、Oxleyらの非弾性散乱断面面積計算コード ICSC が利用可能である<sup>(25)</sup>。

## (2) HARECES 法

EELS の場合は検出器の位置と取り込み角度もサイト選択性を制御するパラメータとなっている。そのため、HARECES 実験は HARECXs に較べて実験的制約が追加される。

強いサイト選択性を得るには、入射電子線と EELS 検出器に向かう出射電子線が回折条件に対して同様な境界条件を満たすことが重要である<sup>(13)-(15)(26)</sup>。これを満たすために、HARECES 実験では着目する結晶学的サイトが異なる原子面に分かれて層状に並んで観察できる結晶方位(系統反射励起条件)を用い、図 2(c)のように透過波から系統反射列に対して垂直方向に EELS 検出器をずらして配置する。また、透過波位置からの距離  $q$ (運動量移送)が大きい程サイト選択性の強い信号が得られるが、信号強度は  $q^{-4}$  に比例して減衰するため、信号の S/N 比と相談して配置を検討する必要がある<sup>(26)</sup>。

サイト毎の化学状態が異なる場合、ビームロッキング下で観測される内殻吸収端の形はサイト選択条件の変化に応じて次々に変化する。つまり、観測されるスペクトル強度  $I(E, \theta_x)$  は以下のようにサイト  $i$  を占有する元素の化学状態を表す純スペクトル強度  $I_i(E)$  を入射角度に依存して変化する重み  $w_i(\theta_x)$  をかけて重ね合わせたものとして表現できる。

$$I(E, \theta_x) \propto \sum_i N_i \sigma_i(\theta_x) I_i(E) = \sum_i w_i(\theta_x) I_i(E) \quad (3)$$

ここで、 $N_i$  はサイトを占有する原子数、 $\sigma_i(\theta_x)$  は一原子当たりの非弾性散乱断面面積である。従って、以下のような方法で純スペクトルを抽出することで、サイト選択的な電子状態評価が可能となる。

### (a) 多変量スペクトル分解法

このように重なったスペクトル成分の分離・抽出には、HARECES で測定した EELS スペクトルデータ群を行列で表現し、多変量スペクトル分解 (Multivariate curve resolution; MCR) 法を用いて成分スペクトルへと分解する。EELS 検出器のチャンネル数を  $n$ 、入射角度の数を  $m$ 、スペクトル成分の数を  $k$  とした場合、式 (3) は以下の行列表示で書き改めることができる。

$$\mathbf{X} = \mathbf{S}\mathbf{C} + \mathbf{R} \quad (4)$$

つまり、データ行列  $\mathbf{X}(n \times m)$  を物理的に負の値をとらない成分スペクトル行列  $\mathbf{S}(n \times k)$  と濃度行列  $\mathbf{C}(k \times m)$  の積に分解すれば良いのである ( $\mathbf{R}$  はデータに含まれる統計ノイズを表す項)。これには機械学習法における非負値行列因子分解技術<sup>(27)(28)</sup>を用いる。

### (b) HARECXs との連携手法

上記の行列分解の手続きにおいて解が一つに決まらない問題<sup>(29)(30)</sup>を回避するため、HARECES と同期して得る HARECXs データをサポート情報として濃度行列  $\mathbf{C}$  を直接算出するアプローチがこの方法である。濃度行列  $\mathbf{C}$  の要素は式 (3) における  $N_i$  と  $\sigma_i(\theta_x)$  を用いて記述できる。従って、HARECXs データからサイトの原子数  $N_i$  を見積もり、動力学的電子回折理論計算を用いて入射角度に依存した散乱断面積  $\sigma_i(\theta_x)$  を算出すれば、 $\mathbf{C}$  を一意に決定できる。これにより純スペクトルを含む成分スペクトル行列  $\mathbf{S}$  を線形回帰により求めることができる<sup>(31)</sup>。

## 5. 分析事例

発光賦活元素  $\text{Eu}^{3+}$  を微量添加された  $\text{Ca}_2\text{SnO}_4$  セラミックスは強い赤色発光を示す蛍光材料であり、この発光特性は  $\text{Ca}^{2+}$  サイトを置換した  $\text{Eu}^{3+}$  イオンにおける強い電気双極子遷移に依存している。同じ価数を持ちイオン半径の小さい  $\text{Y}^{3+}$  を共添加することで  $\text{Eu}^{3+}$  の  $\text{Ca}^{2+}$  サイト占有を大きくできることは X 線回折/リートベルト解析により確認されているが、信頼度が不十分であり共添加した  $\text{Y}^{3+}$ 、 $\text{Eu}^{3+}$  の各サイトに対する占有率が明確にはわかっていなかった<sup>(32)</sup>。

図 3 (a) のように  $\text{Ca}^{2+}$  サイトと  $\text{Sn}^{4+}$  サイトが分離して観察できる結晶方位を選択して HARECXs 実験を行うと、図 3 (b), (c) のようにサイトを明確に識別できる Ca と Sn の X

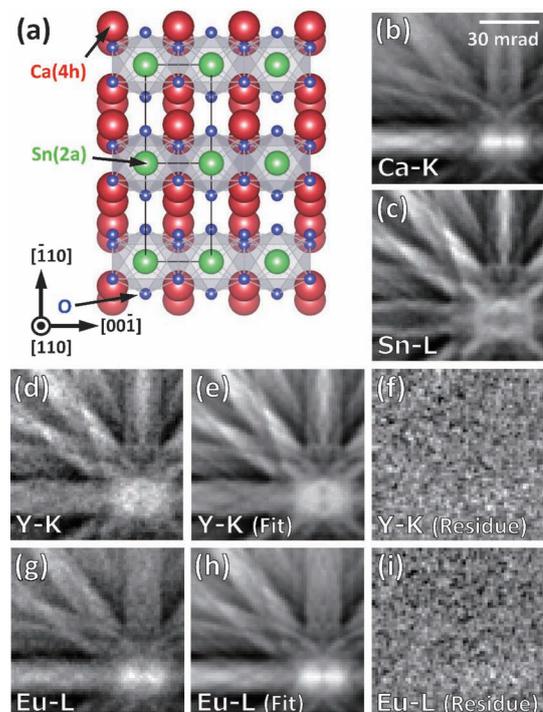


図 3 (a)  $\text{Ca}_2\text{SnO}_4$  セラミックスの結晶構造. (b), (c) Ca-K 線および Sn-L 線の ICP. (d)-(f) 添加元素 Y-K 線 ICP, Ca-K および Sn-L ICP の重ね合わせによるフィッティング結果とその残差像. (g)-(i) 添加元素 Eu-L 線 ICP に対する同様のセット.

線 ICP が得られる. この二つの X 線 ICP の重ね合わせで添加元素の X 線 ICP (図 3(d), (g)) をフィッティングすると, 図 3(e), (f), (h), (i) のように極めて良い一致が得られる. これにより得られる回帰係数から式 (2) の計算式でサイト占有率を算出すると,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{4+}$  サイトに対する  $\text{Y}^{3+}$  および  $\text{Eu}^{3+}$  イオンの占有比率はそれぞれ約 7:3 と 4:6 となり, 添加元素の分配は局所的な電気的中性条件が支配的な条件で, イオン半径は次の制約条件となっていることがわかった<sup>(6)(18)</sup>.

このような定量結果を得るにあたって, 格子定数や原子座標などの詳細な結晶構造情報や理論計算を一切用いていないことを強調しておきたい. 実験についても熱電子銃 ( $\text{LaB}_6$ ) 型の汎用電子顕微鏡による  $64 \times 64$  測定点に対する 2 時間程度の EDX スペクトラムマッピングで結果が得られ, 比較的厚い試料 (今回は約 150 nm) でも定量精度に問題を生じていない. 従って, ALCHEMI 法が信頼性だけでなく手軽さも持ち合わせたハイスループットな分析法であることが窺い知れるであろう.

## 6. 結 び

本稿では, ALCHEMI 法をこれから使おうとされる方を想定し, 実際に電子顕微鏡で実験を行うためのセットアップや, それにより得られる実験データに対して現在どのような解析手段が選択肢としてあり得るのかを知って頂くため, それらをなるべく網羅的に紹介させて頂いた. 紙数の制限により紹介できなかったが, 本手法は構造原子空孔の位置決定<sup>(33)</sup> や粒界偏析<sup>(12)</sup> などの欠陥構造解析へと拡張されつつあり, 今後その適用対象を広げていく. 本稿が, 目的に応じて収差補正 STEM による原子コラム直視分析や他の回折結晶学的手法などと相補的に組み合わせる本手法を効果的に利用して頂くための一助になれば幸いである.

最後に, 本稿で紹介した当研究グループの研究成果については JSPS 科 研 費 17K19101, 18K13991, 25106004, 26249096, 26870271 の助成を受けたものであることをここに記して感謝を申し上げる.

## 文 献

(1) J. Taftø and J. C. H. Spence: Science, **218**(1983), 49–51.  
 (2) N. Shibata, S. D. Findlay, S. Azuma, T. Mizoguchi, T. Yamamoto and Y. Ikuhara: Nature Mater., **8**(2009), 654–658.  
 (3) R. Ishikawa, N. Shibata, F. Oba, T. Taniguchi, S. D. Findlay, I. Tanaka and Y. Ikuhara: Phys. Rev. Lett., **110**(2013), 065504.  
 (4) S. Matsumura, T. Soeda, N. J. Zaluzec and C. Kinoshita: MRS Meeting Proc., **589**(1999), 129.  
 (5) N. J. Zaluzec, M. G. Blackford, K. L. Smith and M. Colella: Microsc. Microanal., **11**(S2) (2005), 718–719.  
 (6) S. Muto and M. Ohtsuka: Prog. Cryst. Growth Charact. Mater., **63**(2017), 40–61.  
 (7) 進藤大輔, 及川哲夫: 材料評価のための分析電子顕微鏡法, 共立出版(1999), 118–127.

(8) 松村 晶, 島田幹夫: 日本結晶学会誌, **47**(2005), 55–60.  
 (9) D. R. G. Mitchell and B. Schaffer: Ultramicroscopy, **103**(2005), 319–332.  
 (10) M. Otten: Guide to TIA Scripting, [http://feiscrpting.info/Guide\\_to\\_TIA\\_scripting.pdf](http://feiscrpting.info/Guide_to_TIA_scripting.pdf)  
 (11) C. T. Koch: Ultramicroscopy, **111**(2011), 828–840.  
 (12) 大塚真弘, 石塚顕在, 武藤俊介: 日本顕微鏡学会第74回学術講演会発表要旨集, **53**(2018), 187.  
 (13) J. Taftø and O. L. Krivanek: Phys. Rev. Lett., **48**(1982), 560–563.  
 (14) J. Taftø: Acta Cryst. A, **43**(1987), 208–211.  
 (15) P. E. Baston: Phys. Rev. Lett., **70**(1993), 1822–1825.  
 (16) C. J. Rossouw, C. T. Forwood, M. A. Gibson and P. R. Miller: Philos. Mag. A, **74**(1996), 57–76.  
 (17) M. P. Oxley, L. J. Allen and C. J. Rossouw: Ultramicroscopy, **80**(1999), 109–124.  
 (18) Y. Fujimichi, S. Muto, K. Tatsumi, T. Kawano and H. Yamane: J. Solid State Chem., **183**(2010), 2127–2132.  
 (19) S. Muto, Y. Fujimichi, K. Tatsumi, T. Kawano and H. Yamane: Optical Mater., **33**(2011), 1015–1018.  
 (20) M. Ohtsuka, S. Muto, K. Tatsumi, Y. Kobayashi and T. Kawata: Microscopy, **65**(2016), 127–137.  
 (21) T. Soeda, S. Matsumura, C. Kinoshita and N. J. Zaluzec: J. Nucl. Mater., **283–287**(2000), 952–956.  
 (22) K. Yasuda, T. Yamamoto, M. Shimada, S. Matsumura, Y. Chimi and N. Ishikawa: Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B, **250**(2006), 238–244.  
 (23) 森村隆夫, 羽坂雅之: まてりあ, **46**(2007), 480–486.  
 (24) C. J. Rossouw and P. R. Miller: Am. Mineral., **84**(1999), 965–969.  
 (25) M. P. Oxley and L. J. Allen: J. Appl. Cryst., **36**(2003), 940–943.  
 (26) K. Tatsumi, S. Muto and J. Rusz: Microsc. Microanal., **19**(2013), 1586–1594.  
 (27) J. H. Wang, P. K. Hopke, T. M. Hancewicz and S. L. Zang: Anal. Chim. Acta, **476**(2003), 93–109.  
 (28) D. D. Lee and H. S. Seung: Adv. Neural Inform. Process. Syst., **13**(2001), 556–562.  
 (29) K. Tatsumi and S. Muto: J. Phys. Condens. Matter, **21**(2009), 104213.  
 (30) K. Tatsumi, S. Muto, I. Nishida and J. Rusz: Appl. Phys. Lett., **96**(2010), 201911.  
 (31) Y. Yamamoto, K. Kataoka, J. Akimoto, K. Tatsumi, T. Kousaka, J. Ohnishi, T. Takahashi and S. Muto: Microscopy, **65**(2016), 253–262.  
 (32) H. Yamane, T. Yamada and T. Kawano: Mater. Integ., **22**(2009), 6–11.  
 (33) 織田健嗣, 大塚真弘, 武藤俊介, 田中 誠, 北岡 諭: 日本顕微鏡学会第74回学術講演会発表要旨集, **53**(2018), 142.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

大塚真弘

2009年 東京理科大学大学院理学研究科物理学専攻修士課程修了  
 2009年–2011年 財団法人材料科学技術振興財団(分析評価部所属)  
 2013年 東京理科大学大学院理学研究科物理学専攻博士課程修了  
 2012年9月 現職

専門分野: 電子顕微鏡, 材料物性

◎透過電子顕微鏡における電子チャネリング効果に傾注し, 動力学的電子回折理論・機械学習法: 電子顕微鏡のスク립ト制御などを駆使した実用分析手法の開発やその応用に関する研究に従事.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



大塚真弘



武藤俊介

# 過窒化した Sm-Fe-N 磁石粗粉のナノセル構造のマルチスケール観察

産業技術総合研究所 磁性粉末冶金研究センター 細川明秀 高木健太

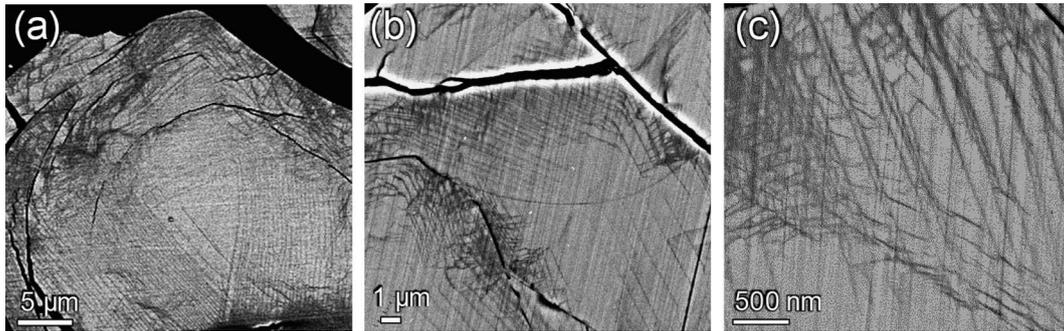


Fig. 1 過窒化した Sm-Fe-N 磁粉の反射電子像. 作動距離 3 mm で撮像.

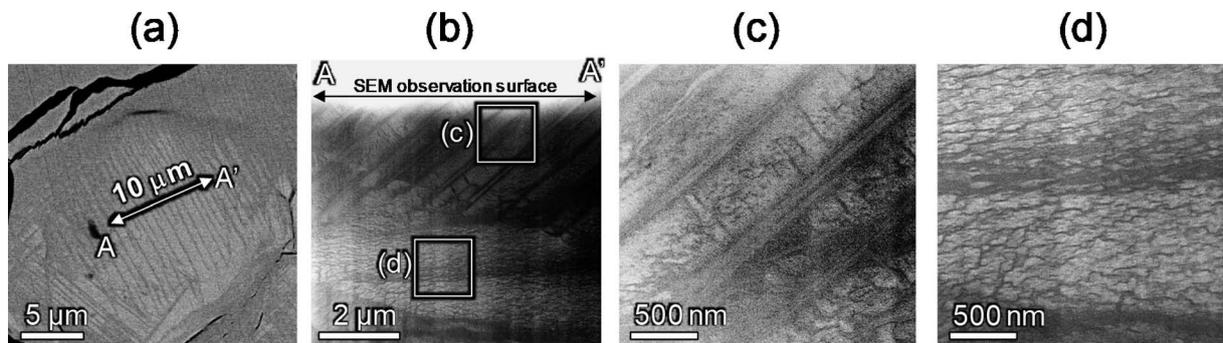


Fig. 2 (a) マイクロ試料の取得領域の反射電子像と、取得したマイクロ試料を AA' 軸まわりに90度回転した方向から透過型電子顕微鏡で撮影した低倍明視野像(b). さらに(b)内の四角部分拡大像を(c)(d)に示す.

優れた永久磁石として知られる  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$  は、化学量論組成を超えて過窒化するだけで、微粉化せずとも高保磁力が得られるというユニークな性質を持つ。これは、元々単結晶の粒子を過窒化すると、粒子内部にナノサイズの結晶が非晶質壁に囲まれたセル状構造を生成する事に由来するが、同時に角型性が損なわれるという欠点がある。この原因はセルの結晶方位のランダム化と言われてきたが、著者らの最近の研究で、いくつか新しい事実が明らかとなった<sup>(1)</sup>。Fig. 1(a) は作動距離 WD を 3 mm に近づけて走査型電子顕微鏡 (SEM) で撮影した 反射電子 (BSE) 像である。WD が大きいと、BSE 観察しても試料表面には何の特徴も見られないが、WD を小さくする事で、写真のような筋状組織が SEM でも観察できる事がわかってきた。特に粒子中央部で三角形に走っている筋は粒子が単結晶である事を考慮すると大変興味深い。Fig. 1(b)(c) に示すように高倍観察すると、直線が一定間隔に並んだ組織や、場所によってはまるで転位網のように筋状組織が絡み合ってきた「セル状」組織が観察できる。

さらに、Fig. 2(a) に示すように筋状組織部分から透過型

電子顕微鏡 (TEM) 観察用試料を切り出して観察した結果が Fig. 2(b)-(d) である。SEM で見られた筋状組織に対応する太めの筋状組織が TEM 像でも観察できており、さらに Fig. 2(c)(d) に見られるように、これらの太い筋状組織の間や近傍にはより微細な筋状組織が形成され、あたかもフラクタルのように、セル状構造は場所によって様々なサイズを有する事がわかる。電子線回折と EDS を併用した解析<sup>(1)</sup> からこれらの筋状組織は N リッチな非晶質相であり、これらの帯に囲まれたナノセルの方位は元の方角を引き継いで配向している事がわかった。つまり、過窒化粉における角型性の劣化は結晶方位の乱れではなく、磁気異方性を持たない非晶質相の生成に起因する可能性が高いという事がわかった。

## 文 献

- (1) Hosokawa and Takagi: Acta Mater., **136**(2017), 366-377.  
(2018年7月6日受理)[doi:10.2320/materia.58.77]

Multi-scale Observation of Nano-cell Structure Formed in Overnitrided Sm-Fe-N Coarse Magnet Powder; Akihide Hosokawa and Kenta Takagi

Keywords: SEM, low take-off-angle, back scatter electron, magnet powder  
TEM utilized: ARM-200F (200kV) SEM utilized: JSM-7800F (15 kV)

# 耐熱合金・生体合金として開発がすすむ 4 族・5 族・6 族元素からなる ハイエントロピー合金の凝固組織

大阪大学超高压電子顕微鏡センター 永瀬 丈嗣 大阪産業技術研究所 水内 潔  
新居浜工業高等専門学校環境材料工学科 當代 光陽 大阪大学大学院工学研究科 中野 貴由

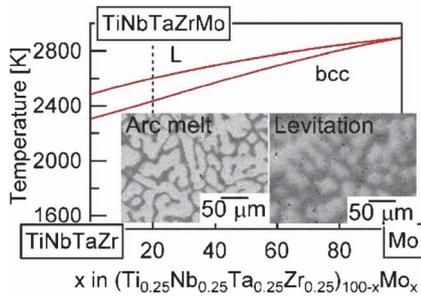


Fig. 1 擬二元系状態図と凝固組織<sup>(3)(4)</sup>.

Table 1 分配係数  $k_e$  の熱力学計算結果.

Alloys	Ti	Nb	Ta	Zr	X
TiNbTaZr	0.63	1.39	1.59	0.38	
TiNbTaZrV	0.65	1.35	1.80	0.38	0.82
TiNbTaZrMo	0.53	1.21	1.61	0.24	1.41
TiNbTaZrW	0.38	1.14	1.36	0.18	1.93

4 族・5 族・6 族元素からなるハイエントロピー合金 (HEA) は、主に高温耐熱合金として開発されてきたが、Ti-Nb-Ta-Zr-Mo 合金は生体合金としても極めて優れた性質を示すことが見いだされ<sup>(1)</sup>、すでにインプラントとしての利用の可能性が検討されている<sup>(2)</sup>。HEA は、その成分の多様性から熱力学計算の適用が極めて困難と考えられるが、Ti-Nb-Ta-Zr-Mo 合金では、液相と晶出する固溶体相のみを仮定した液相線・固相線の熱力学計算だけに注目すれば、その凝固組織は熱力学計算をもとに予測・制御できることが明らかとなってきた<sup>(3)</sup>。本研究では、Ti-Nb-Ta-Zr ミディアムエントロピー合金 (MEA)、Ti-Nb-Ta-Zr-X (X = V, Mo, W) HEA の凝固組織を、熱力学計算との対応の観点から明らかとした成果を報告する。Fig. 1 に、液相線と固相線のみ注目した TiNbTaZr-Mo 擬二元系状態図と凝固組織を示す<sup>(1)</sup>。Ti-Nb-Ta-Zr-Mo 合金は、超多成分系合金であるにも関わらず、液相線・固相線は Mo 濃度に対して極めて単調な変化を示す<sup>(3)</sup>。凝固組織は、凝固プロセスによらず単純な等軸デンドライト組織を示す<sup>(4)</sup>。Table 1 に、BCC 固溶体の晶出を仮定した分配係数  $k_e$  ( $k_e = C_S/C_L$ , 液相線温度における固相組成  $C_S$  と液相組成  $C_L$  の比と定義) の熱力学計算を示す。構成元素のうち、いずれの合金においても、低融点元

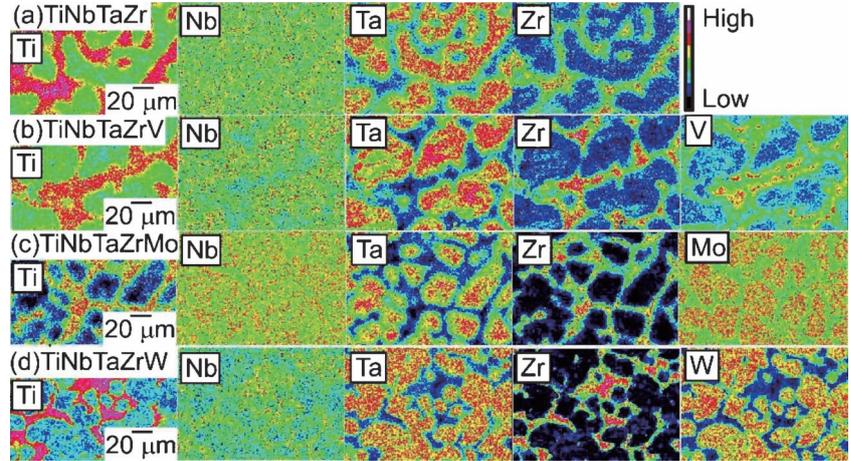


Fig. 2 凝固に伴う構成元素の分配<sup>(1)(3)</sup>.

素である Ti, Zr, V (Ti-Nb-Ta-Zr-V) が液相に濃化し、高融点元素の Ta, W (Ti-Nb-Ta-Zr-W) がデンドライトに濃化することを示している。Fig. 2 に、EPMA-WDS による元素マッピングの結果を示す。デンドライトおよびデンドライト樹間における元素の分配が、熱力学計算とよく一致することが分かる。HEA は、合金系の複雑さと反するように、単純な凝固挙動を示し、凝固により液相から超多成分固溶体が形成される。この特徴的な凝固現象が、HEA において固溶体が形成される最大の要因の一つと考えられている。さらに、その凝固に伴う組成の分配は、熱力学計算によって予測可能である。HEA における「液相線・固相線のみを仮定した熱力学計算」と「顕微鏡法による凝固組織観察」の融合は、HEA の組織制御という観点からでなく、HEA においてなぜ超多成分固溶体が形成されるのかの本質を明らかとする点からも極めて重要である。

## 文 献

- (1) M. Todai, T. Nagase, T. Hori, A. Matsugaki, A. Sekita and T. Nakano: *Scr. Mater.*, **129** (2017), 65–68.
- (2) S.P. Wang and J. Xu: *Mater. Sci. Eng. C*, **73** (2017), 80–89.
- (3) T. Nagase, M. Todai, T. Hori and T. Nakano: *J. Alloy. Comp.*, **753** (2018), 412–421.
- (4) T. Nagase, K. Mizuuchi and T. Nakano: *Reports of the 171th JFS meeting*, (2018), 24.

(2018年8月20日受理) [doi:10.2320/materia.58.78]

Solidification Microstructure of High Entropy Alloys Composed With 4 Group (Ti, Zr, Hf), 5 Group (V, Nb, Ta), and 6 Group (Cr, Mo, W) Elements; Takeshi Nagase, Kiyoshi Mizuuchi, Mitsuharu Todai and Takayoshi Nakano

Keywords: *high entropy alloy (HEA), solidification, electron probe micro analyzer, thermodynamic calculation*

SEM specimen preparation: mechanical polishing, colloidal silica finish

SEM, EPMA-WDS utilized: JXA-8800R (20kV)

## 熱処理により硬化した Ag-Cu-Pd 合金ワイヤの微細組織

茨城大学大学院理工学研究科 岩本 知広  
東京大学・日本電子産学連携室 齋藤 光浩  
株式会社ヨコオ 渡邊 文男 小坂橋理成

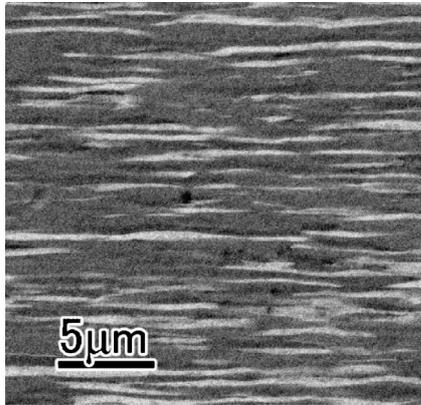


Fig. 1 熱処理後の Ag-Cu-Pd 合金ワイヤの軸断面.

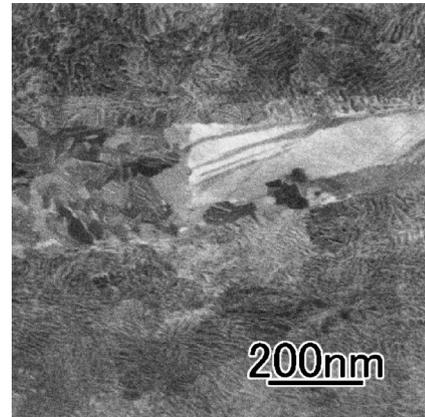


Fig. 2 ロッド周辺の拡大像.

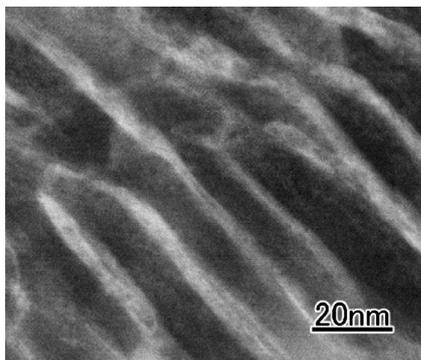


Fig. 3 母相中に観察される  $\alpha$  と  $\beta$  の層状組織.

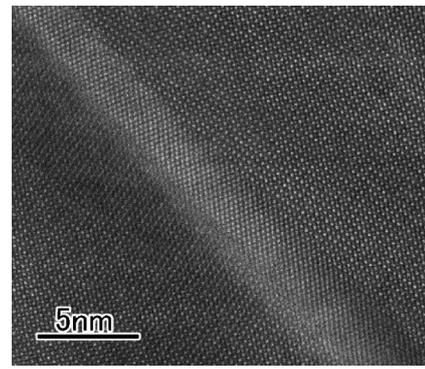


Fig. 4  $\alpha/\beta$  組織の HAADF STEM 原子分解能像.

Ag-Cu-Pd 合金は、その高い電気伝導性と機械的特性により電子デバイスの端子などの部品によく用いられている。本合金は熱処理をすることにより Vickers 硬度を約300から500まで上げることができる。この硬化した微細組織の詳細を明らかにするために、マルチスケール観察を行った。

Fig. 1 は、350°C 1 時間で硬化熱処理した Ag-Cu-Pd 合金ワイヤの軸方向に沿った断面の FE-SEM 像である。Cu リッチの母相中に Ag リッチのロッドが多数、伸線方向に伸びているのが観察された。Fig. 2 は、この 1 本のロッド近傍を拡大した像である。ロッド中では、 $L1_0$  型規則構造の CuPd 準安定相が析出し、合金の強化に寄与している。本合金の観察では、これに加え母相も非常に細かい層状の組織になっていることが明らかになった<sup>(1)</sup>。

Fig. 3 はこの母相の一部を HAADF-STEM 観察したもの

である。界面方位は揺らぎがあるものの B2 構造の CuPd の  $\beta$  相と fcc の  $\alpha$  相が数 nm の間隔で層状の微細組織を形成していることが分かった。Fig. 4 は、この層状組織の典型的な領域の原子配列を観察したものである。 $\{100\}_\beta // \{100\}_\alpha$ 、 $\langle 001 \rangle_\beta // \langle 0\bar{1}1 \rangle_\alpha$  の結晶学的方位関係を有し、界面は  $\{100\}_\alpha$  から約12度傾いているが、レッジによって界面構造を維持していた。

本研究は、東京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た。ここに謝意を表す。

### 文 献

- (1) C. Iwamoto, N. Adachi, F. Watanabe and R. Koitabashi: Metall. Mater. Trans. A, **49**(2018), 4947-4955.

(2018年 8 月 19 日受理)[doi:10.2320/materia.58.79]

Microstructure of Ag-Cu-Pd Alloy Wires Hardened by Heat Treatment; Chihiro Iwamoto, Mitsuhiro Saito, Fumio Watanabe and Risei Koitabashi

Keywords: STEM (scanning transmission electron microscopy), HAADF (high-angle annular dark field), interface  
TEM specimen preparation: ion milling (PIPS691, Gatan, Ltd.) TEM utilized: JEM-ARM200F (200kV, JEOL Ltd.)

## 鉄鋼中島状マルテンサイトの可視化技術

JFE テクノリサーチ株式会社 井本浩史 小形健二 佐藤 馨 津山青史

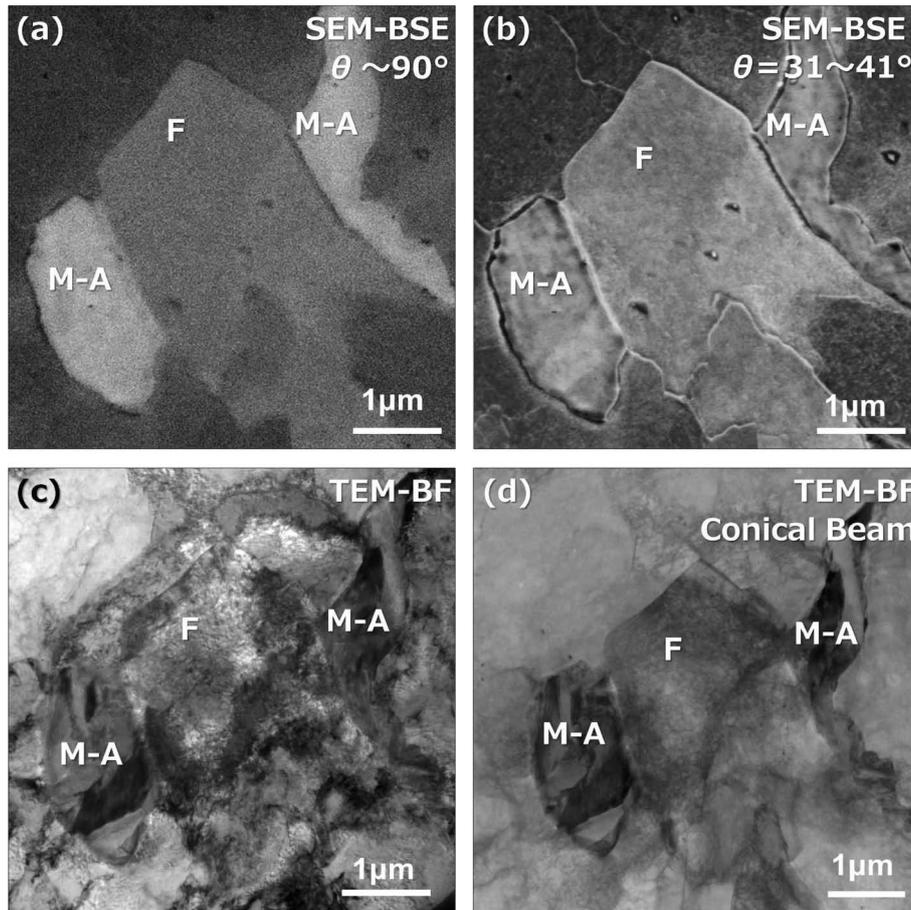


Fig. 1 バイナイト鋼の同一領域から得られたインレンズ BSE 像(a), アウトレンズ BSE 像(b), 加速電圧 5 kV, TEM 明視野像(c), コニカルスキャン TEM 明視野像(d), F: フェライト.

鉄鋼材料では高強度と靱性や延性の両立を狙って複合組織を活用することが多いため複雑な組織を評価する必要がある。本研究では、島状マルテンサイト(M-A: Martensite-Austenite constituent)を含む0.04 mass% C バイナイト鋼を対象とし、走査電子顕微鏡(SEM)と透過電子顕微鏡(TEM)を複合的に活用する観察法を検討した。我々は電解研磨した試料を用いてエッチングによる組織破壊のないM-Aの可視化を目指した。SEM観察では、9 mm以上の大きな作動距離(WD)で高角度に散乱された反射電子(BSE)を測定することでフェライト中のマルテンサイトを選択可視化する技術が報告されている<sup>(1)</sup>。今回WDを2 mmに固定し、取込角の異なるBSE像を2種類の検出器で同時に観察した。上方のインレンズ型検出器では取込み角 $\theta$ が約 $90^\circ$ となり、M-Aを明るいコントラストとして選択可視化でき、 $\theta=31^\circ\sim 41^\circ$ となるアウトレンズ型検出器では、チャネリングコントラスト

が強い高解像度の像を取得できた(Fig. 1(a), (b))。同じ領域を加速電圧200 kVで観察した明視野像をFig. 1(c)に示した。転位などの微細組織を捉えているが、M-Aの識別は像から容易ではない。これに対し入射ビームを傾斜させて取得するコニカルスキャン明視野像(Fig. 1(d))では干渉縞の影響を低減した組織観察が可能になる。取込み角の異なるBSE像の観察と、TEM観察の相補的活用で、M-Aの形状や分率の統計的な解析と空間分解能の高い組織観察が実現する。

### 文 献

(1) K. Sato, H. Sueyoshi and K. Yamada: *Microscopy*, **64** (2015), 297.

(2018年8月28日受理)[doi:10.2320/materia.58.80]

Visualization of Martensite-Austenite Constituent in Steel; Hiroshi Imoto, Kenji Ogata, Kaoru Sato and Seishi Tsuyama

Keywords: *backscattered electron image, diffraction contrast, composite structure steel*

SEM/TEM specimen preparation: *electropolishing*

SEM/TEM utilized: ZEISS Ultra55 (5kV) JEOL ARM200F (200kV), FEI Taols (200kV)

# Cr, Ir 共添加による C40/C11<sub>b</sub> 超高温耐熱複相シリサイドの 格子ラメラ組織制御

大阪大学大学院工学研究科 萩原 幸司 (現マツダ) 池西 貴昭 中野 貴由

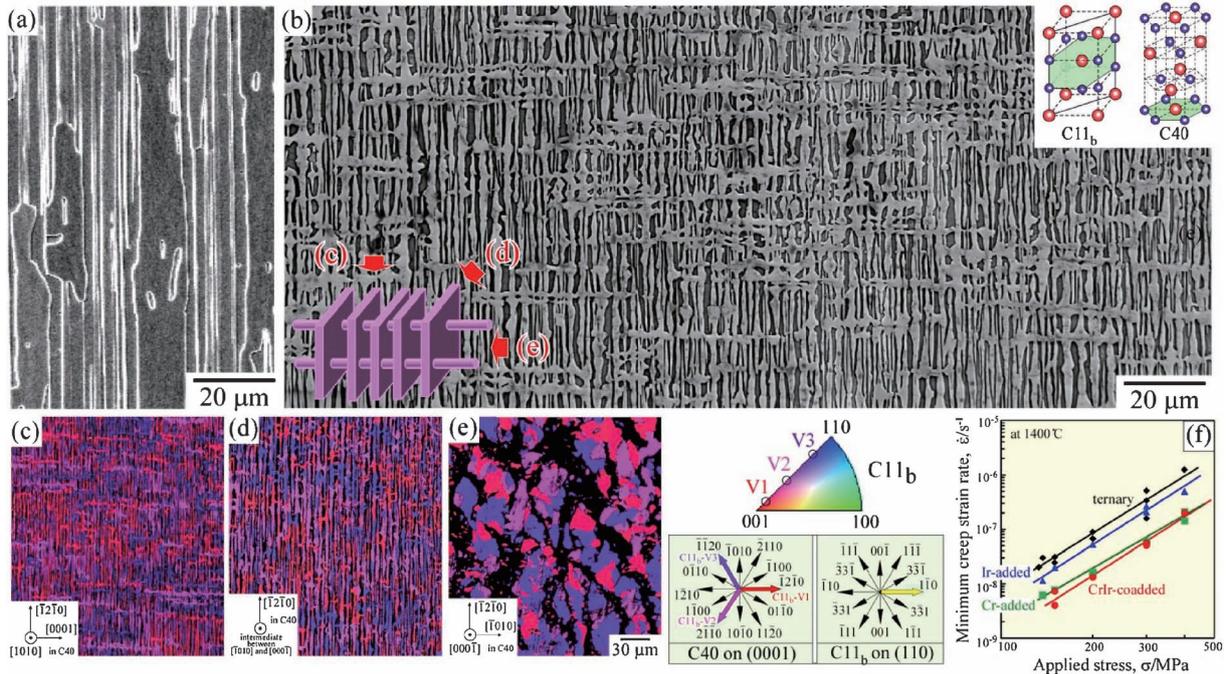


Fig. 1 (a)従来の複相シリサイド合金組織. (b) CrIr 共添加材により新たに見出された「格子ラメラ組織」.  
(c)-(e)SEM-EBSD 観察による格子ラメラ三次元構造同定. (f)元素添加に伴うクリープ特性変化.

地球温暖化抑制に向けた CO<sub>2</sub> 排出量低減のために、発電所等にて1400°C以上での高温使用に耐え得る超高温構造材料の開発が早急に求められている。この実現に向け我々は、軽量、高融点を有する NbSi<sub>2</sub> と MoSi<sub>2</sub> を組み合わせた「複相シリサイド合金」を開発し、特性向上に向けた研究を進めている。

これまでに開発した複相合金は、C40相と C11<sub>b</sub> 相が両者の結晶構造の類似性に起因し共通の最密面が相互に積層した複層ラメラ組織 (Fig. 1(a)) を有していた。本合金は優れた力学特性を示すものの、例えば各板状結晶粒が45度傾いた方向から荷重が負荷された際には高温クリープ強度が大きく低下し、また界面に平行な応力負荷にて低靱性を示すといった問題点があった。

この課題克服のため、従来の (Mo<sub>0.85</sub>Nb<sub>0.15</sub>)Si<sub>2</sub> 複相シリサイド合金に対し、Cr と Ir の2元素をそれぞれ0.5 at% という微量同時添加することにより、Fig. 1(b)に示すように、従来のラメラ組織に加え、その平滑界面に対しさらに垂直方向にも C11<sub>b</sub> 相が伸長した特異な組織発達が確認された。この組織について、Fig. 1(c)-(e)に示すようなラメラ界面垂

直、45度傾斜、平行方向からの SEM-EBSD 法による結晶方位解析を行うことにより、Fig. 1(b)中に模式的に示すような三次元構造、すなわちラメラ界面に対し C11<sub>b</sub> 相がロッド状に貫通した、特徴的な「格子ラメラ組織」の発達が世界で初めて見出された。

この格子ラメラ組織を有する複相シリサイドは、ラメラ界面平行方向からの応力負荷下にて従来のラメラ合金を上回る優れた高温耐クリープ特性 (Fig. 1(f)) を示し、かつ同時に、これまで克服困難であった特定方向への強度・靱性低下を大きく抑制可能であることが初めて見出された<sup>(1)(2)</sup>。新規超高温耐熱材料として今後の開発が強く期待される。

## 文 献

- (1) K. Hagihara, T. Ikenishi and T. Nakano: *Scr. Mater.*, **131** (2017), 19–23.
- (2) K. Hagihara, T. Ikenishi, H. Araki and T. Nakano: *Scientific Reports*, **7** (2017), No. 3936, 1–12.

(2018年8月17日受理)[doi:10.2320/materia.58.81]

Control of Cross-Lamellar Microstructure in Ultra-High-Temperature Heat Resistant C40/C11<sub>b</sub> Two-Phase Silicide Alloy by Cr/Ir Coaddition; Koji Hagihara, Takaaki Ikenishi and Takayoshi Nakano

Keywords: *high-temperature structural material, EBSD (electron backscatter diffraction), silicide, SEM (scanning electron microscopy)*

SEM specimen preparation: Mechanical polishing

SEM utilized: JSM-6500F (operated at 15 kV)

## 走査電子顕微鏡を用いた微粒子分散複合めっき皮膜の観察

新潟県工業技術総合研究所 三浦一真 林 成実 中川昌幸 小林泰則  
日本メッキ工業㈱ 工藤孝一 武江佳基 小西鍍金 小西統之 小西統雄  
長岡技術科学大学 松原 浩

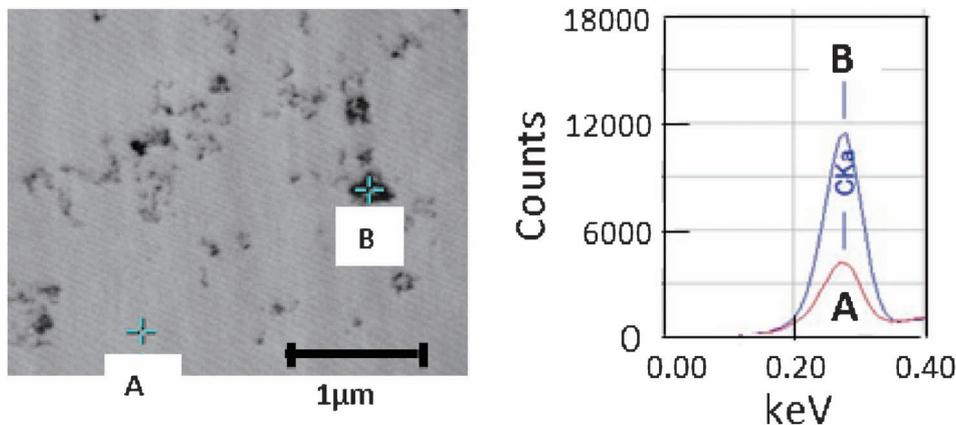


Fig. 1 ND 複合 Fe めっき皮膜断面の反射電子像(加速電圧 5 kV)と炭素(C)に着目した EDS 点分析結果(加速電圧 5 kV). (オンラインカラー)

めっき浴に粒径が 5~10 nm の微粒子を添加させ、金属析出の過程で微粒子を同時に析出(共析)させた複合めっきの皮膜における微粒子の分散状態の観察について、従来は観察分解能の高い透過型電子顕微鏡にて行ってきたが<sup>(1)</sup>、薄切試料の作製に時間を要し、迅速性に欠ける。そこで、迅速性を高め、製品へフィードバックするシステム構築を目的に、イオンミリングでの試料作製と電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)観察による評価技術の確立に取り組んでいる。

ナノダイヤモンド微粒子(ND)を用いた複合 Ni, Fe めっきサンプルをサンプリング後、専用のホルダーにセットして断面を機械研磨、イオンミリングで作製した試料を FE-SEM を用いて観察した。ND 複合 Fe めっきの反射電子像(組成像)と炭素(C)に着目した EDS 点分析結果を Fig. 1 に示す。観察範囲の全域で反射電子の発生量の少ない原子番号の小さな元素特有の黒いコントラスト(黒点)が様々な形態で存在している。めっき素地部分の A と大きな黒点 B の炭素(C)の EDS 点分析結果を比較すると、A に比べ、B の強度が高いことから、黒点は ND であると考えられる。Fig. 2 に皮膜を拡大観察した結果を示す。微細な黒点が観察されているが、単分散やそれに準ずる形で存在している ND を明瞭に観察するためには、観察分解能を上げる必要があり、試料の作製方法、イオンミリング条件、FE-SEM の観察条件(加速電圧、電流値等)の適正化を図るなどして、引き続き観察技術の向上に取り組んでいく。

本研究は(国研)科学技術振興機構(JST)の委託を受けて実施したものである。

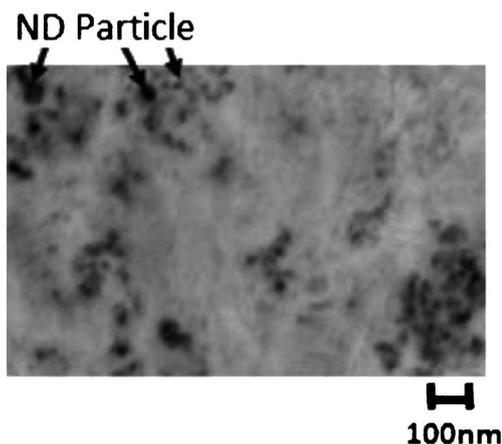


Fig. 2 皮膜断面の拡大反射電子像(加速電圧10 kV).

### 文 献

- (1) H. Matsubara, K. Miura, K. Kudou and M. Konishi: Electrochemistry, **80**(2012), 1006-1011.  
(2018年 8 月 20 日受理)[doi:10.2320/materia.58.82]

# EBSD法を用いた高炭素鋼伸線材の結晶方位分布解析

早稲田大学大学院基幹理工学研究科 権藤 詩織 早稲田大学 鈴木進補 浅川基男  
産業技術総合研究所 梶野 智史 株式会社エフ・エー電子 竹本康介 田島憲一

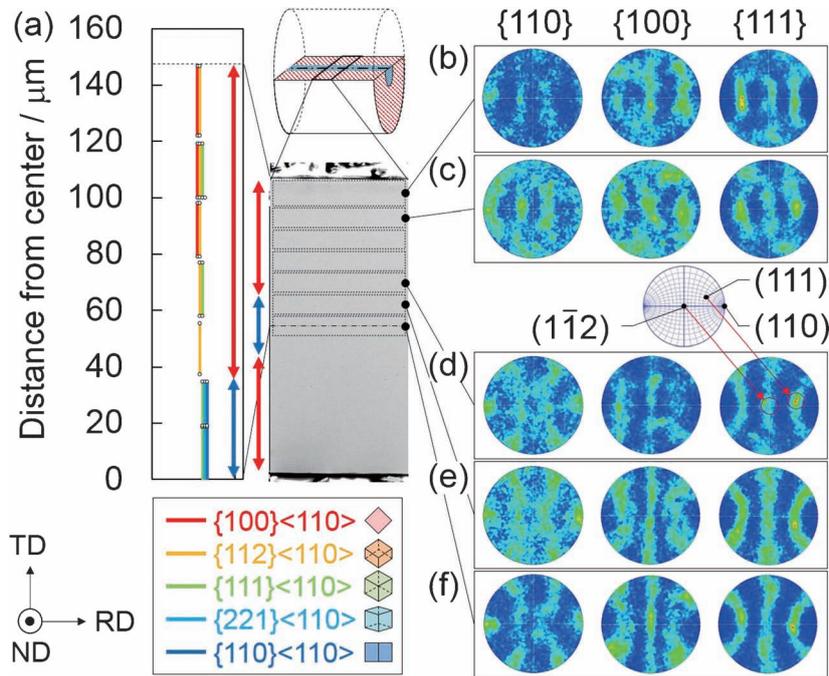


Fig. 1 線径 0.296 mm の高炭素鋼伸線材の結晶方位分布. (a) EBSD 解析領域模式図, SEM 像と対応する方位, (b)-(f) フェライト相の極点図.

高炭素鋼線は、吊橋ケーブルや自動車タイヤの補強材であるスチールコードなどに用いられ、その強度は 2000 MPa から 4000 MPa におよぶ。通常このような材料は伸線加工により作製される。最近ではラボスケールで 7000 MPa の高炭素鋼線が試作されたと報告がある<sup>(1)</sup>。高炭素鋼線を伸線すると、 $\langle 110 \rangle$  が伸線方向に平行となる  $\langle 110 \rangle$  集合組織が形成されると古くより知られている<sup>(2)</sup>。半径方向に垂直な面を  $\{hkl\}$  と表記すると、線径が数 mm から十数 mm の線材では、伸線によって表層側にて主に  $\{112\}\langle 110 \rangle$ 、中心側にて主に  $\{110\}\langle 110 \rangle$  が形成されると、XRD (X-Ray Diffraction, X 線回折) 法を用いて明らかにされた<sup>(3)</sup>。しかし、位置情報が不十分で、各集合組織の具体的な厚さは明らかでない。ましてや線径が数十  $\mu\text{m}$  から数百  $\mu\text{m}$  の高炭素鋼線については、 $\langle 110 \rangle$  集合組織が形成されると予測できるだけで、詳細な  $\{hkl\}$  や各集合組織の厚さは明らかでない。

本研究では、線径が数百  $\mu\text{m}$  の線材において、中心を通る面を研磨する技術を確認し、位置情報に優れた最新の EBSD (Electron Backscatter Diffraction, 後方散乱電子回折) 測定技術を駆使して、高炭素鋼伸線材の集合組織を解析した。線径 0.444 mm、炭素量 0.98% の高炭素鋼線を線径 0.296 mm まで伸線した材料における、フェライト相の極点

図と結晶方位分布を **Fig. 1** に示す。 $\{100\}$ ,  $\{111\}$  極点図中に表れたピークは強く配向した方位を表していると考え、フリーソフト ReciPro™ を用いて  $\{hkl\}$  を求めた。例えば、解析領域 (d) の  $\{111\}$  極点図に着目すると、ウルフネット上にて  $(110)$  が伸線方向と垂直、 $(111)$  が  $\{111\}$  極点図のピーク位置と一致するとき、中心には  $(1\bar{1}2)$  が位置する方位関係となる。すなわち  $\{hkl\}$  は  $\{112\}$  であると読み取れる。中心から約 40  $\mu\text{m}$  の範囲 (e), (f) では主に  $\{110\}\langle 110 \rangle$ - $\{111\}\langle 110 \rangle$  が得られ、それより表層側 (b), (c), (d) では主に  $\{100\}\langle 110 \rangle$ - $\{111\}\langle 110 \rangle$  が得られた。伸線前の素線ではランダムな結晶方位であることを確認しており、主に  $\{100\}\langle 110 \rangle$ - $\{111\}\langle 110 \rangle$  の方位をもつ表層が  $\{110\}\langle 110 \rangle$ - $\{111\}\langle 110 \rangle$  の方位をもつ中心部を包むような 2 層構造を形成すると明らかにした。

## 文 献

- (1) Y. Li, D. Raabe, M. Herbig, P. P. Choi, S. Goto, A. Kostka, H. Yarita, C. Borchers and R. Kirchheim: Phys. Rev. Lett., **113** (2014), 106104.
- (2) M. Ettisch, M. Polanyi and K. Weissenberg: Z. Phys., **7-1** (1921), 181-184.
- (3) 小川陸郎, 金築 裕: 鉄と鋼, **66-11** (1980), S1110. (2018年8月20日受理) [doi:10.2320/materia.58.83]

Analysis of Crystal Orientation Distribution of a Drawn Fine High Carbon Steel Wire with EBSD; Shiori Gondo, Shinsuke Suzuki, Motoo Asakawa, Satoshi Kajino, Kosuke Takemoto and Kenichi Tashima  
Keywords: EBSD, high carbon steel wire, pole figure  
SEM specimen preparation: mechanical polishing  
FE-SEM utilized: carl zeiss, Ultra Plus (10kV)

## 水熱合成(K, Na)NbO<sub>3</sub> 厚膜の組織観察

東北大学金属材料研究所 白石貴久 木口賢紀 今野豊彦

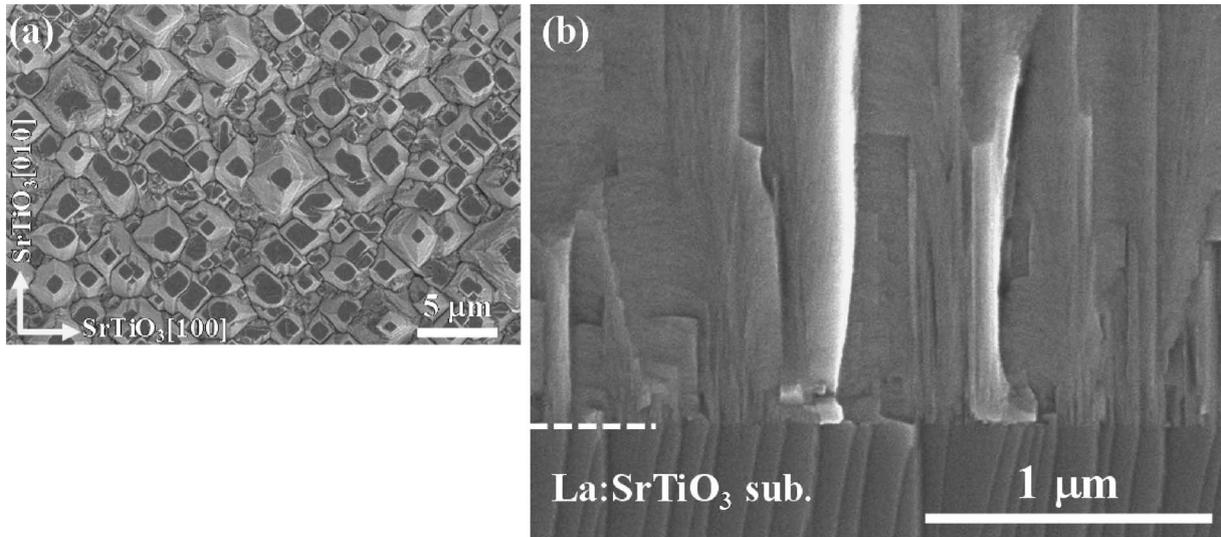


Fig. 1 SEM による(K, Na)NbO<sub>3</sub> 膜の(a)表面像と(b)断面像.

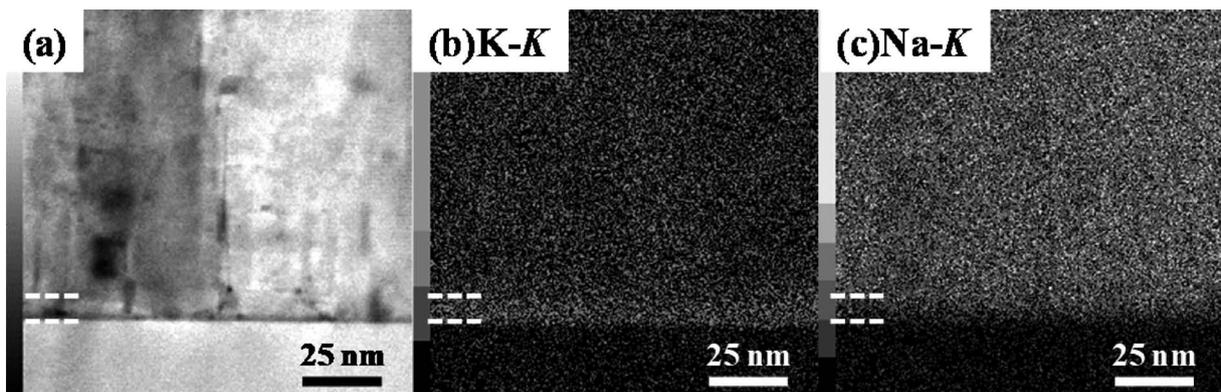


Fig. 2 (K, Na)NbO<sub>3</sub> 膜の(a)LAADF-STEM 像と(b), (c)STEM-EDS マッピング像.

圧電体膜をセンサデバイスに应用する際、数  $\mu\text{m}$ –数百  $\mu\text{m}$  程度の膜厚が求められる。本研究では、強アルカリ溶液中で材料合成を行う水熱法の特徴を活かして、種々の膜厚範囲に対応可能な製膜手法の確立を目指している。そこで、膜厚 3  $\mu\text{m}$  の圧電体 (K, Na)NbO<sub>3</sub> 膜を(100)SrTiO<sub>3</sub> 基板上に作製し、マルチスケールでの組織観察を行うことで、組成分布や製膜過程を調査した。

**Fig. 1** は SEM による(a)膜表面と(b)膜断面の観察像を示している。膜表面には柱状組織が観察されたことから、製膜過程は柱状成長であると推測される。また、それぞれの組織は基板に対して一定の方位関係を持っていることから、(001)にエピタキシャル成長していることが分かった。さら

に、断面像から空孔は観察されず、緻密な膜が堆積していることも分かった。**Fig. 2** は、膜-基板界面での STEM-EDS の結果を示している。マクロスコピックには K と Na が膜中に均一に分布しているが、基板直上の 10 nm 程度の領域において、K と Na のコントラストが逆転していた。これは、製膜初期段階において Na が多く含まれていることを意味している。

以上より、水熱法により高品質な圧電体厚膜の作製が可能であることが示唆され、製膜過程に関する知見を得ることができた。

(2018年8月20日受理)[doi:10.2320/materia.58.84]

Texture Observation for Hydrothermally-synthesized (K, Na)NbO<sub>3</sub> Thick Films; Takahisa Shiraishi, Takanori Kiguchi and Toyohiko J. Konno

Keywords: SEM (scanning electron microscopy), STEM (scanning transmission electron microscopy), EDS (energy dispersive spectrometry)

TEM specimen preparation: ion milling TEM utilized: JEM-ARM200F (200 kV)

# SEM の像コントラストを活用した Cr-Mo 鋼中微細析出物の同定と相別分布の可視化

JFE テクノリサーチ株式会社 中村 貴也 佐藤 馨 名越 正泰  
小形 健二 北原 保子 櫻田 委大

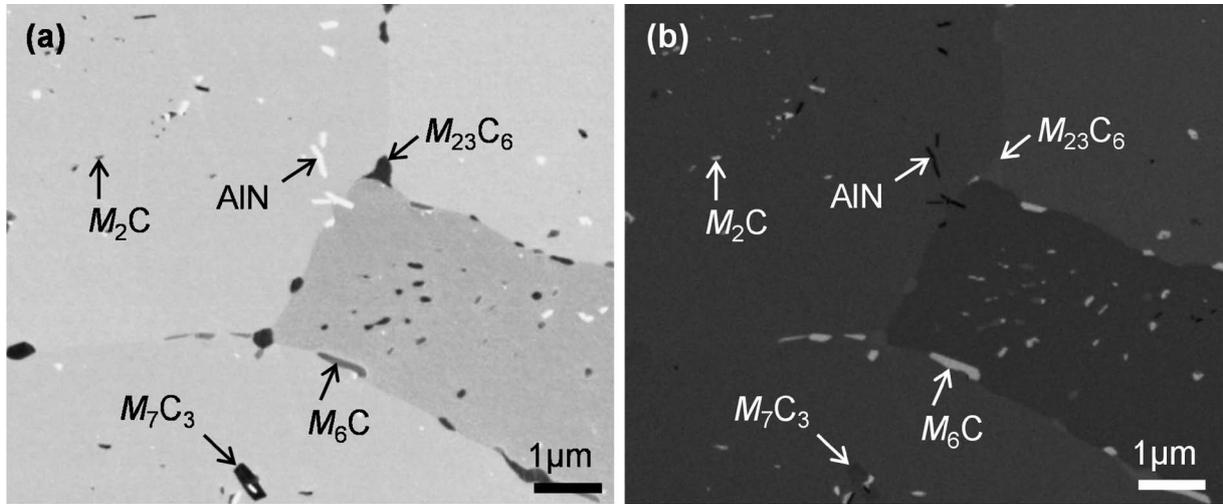


Fig. 1 2.25Cr-1Mo 鋼中析出物の SEM 像：(a) インレンズ SE 像，(b) インレンズ BSE 像。

機械強度をはじめとする鉄鋼材料の諸特性は、析出物の種類や分布、密接に関係しており、それらの評価は重要である。本研究では、4 種類の炭化物 ( $M_2C$ ,  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ ,  $M_7C_3$ ; M は Fe, Cr, Mo などの金属元素) と AlN の計 5 種類の析出物を含む 2.25Cr-1Mo 鋼を対象とし、SEM による析出物の識別と分布評価を試みた。試料を鏡面研磨後、観察に供した。本実験で用いた SEM は CarlZeiss 社製の ULTRA55 で、対物レンズの上方にインレンズ型の二次電子 (SE) および反射電子 (BSE) 検出器を有する。前者で二次電子の収率を、後者で平均原子番号 (Z) を反映したコントラストの像を取得し、各種析出物を識別できる加速電圧と作動距離 (WD) の条件を探索した。いずれの検出器においても、加速電圧 1 kV, WD 5 mm の条件で、十分な解像度で析出物の種類を反映した明瞭なコントラストが得られた (Fig. 1)。SE 像、BSE 像ともに、明るいコントラスト順に  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ ,  $M_7C_3$  であり、SE 像で明るく、BSE 像で最も暗いコントラストを示したのは AlN である。また、 $M_2C$  は微細な針状であることから判断した。これら像コントラストと析出物種の対応は、EDX を用いた元素分析で確認した<sup>(1)</sup>。Fig. 1(a) のインレンズ SE 像を画像解析 (多値化) し、各種析出物の分布の可視化と定量評価を試みた。Fig. 2 に示すように、各析出物の分布を明瞭に可視化でき、面積率などの定量的評価が可能となった。本手法により、析出物分布や面積率の解析が迅速におこなえる。加えて、バルク試料をそのまま観察できるため、

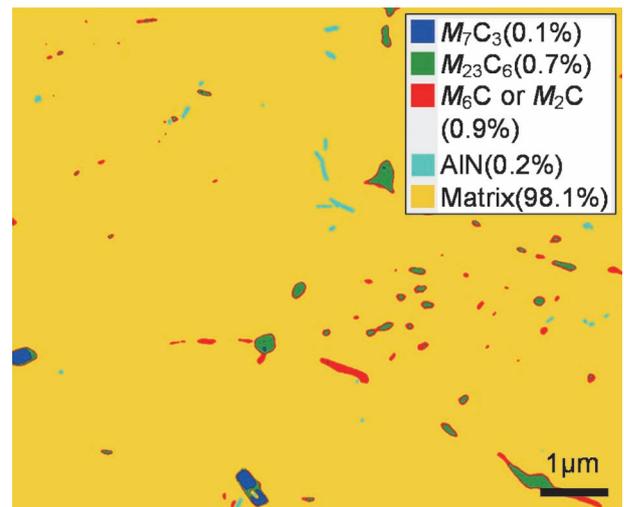


Fig. 2 インレンズ SE 像 Fig. 1(a) の多値化結果。凡例の ( ) 内に、各種析出物の面積率をあわせて示す。

熱影響部など、広領域の析出物分布の評価が実現する。

## 文 献

- (1) T. Nakamura, K. Sato, M. Nagoshi, K. Ogata, Y. Kitahara and T. Sakurada: J. Japan Inst. Met. Mater., 82(2018), 169-175.  
(2018年 8 月 22 日受理) [doi:10.2320/materia.58.85]

Identification and Visualization of Fine Precipitates in a Cr-Mo Steel Using SEM Contrasts; Takaya Nakamura, Kaoru Sato, Masayasu Nagoshi, Kenji Ogata, Yasuko Kitahara and Tsuguo Sakurada  
Keywords: scanning electron microscope, precipitation, identification of precipitation, quantitative evaluation  
SEM specimen preparation: mechanical polishing  
SEM utilized: Carl Zeiss ULTRA55  
Observation condition: InLens-SE, InLens-BSE (accelerating voltage: 1 kV, grid voltage: 800 V)

# 走査透過電子顕微鏡を用いた球状黒鉛鑄鉄核物質の微量元素分布解明

大阪大学超高压電子顕微鏡センター 永瀬 丈嗣 関西大学化学生命工学部 丸山 徹  
ミクロ解析センター 五十嵐芳夫

Table 1 球状黒鉛鑄鉄の化学分析結果(mass%).

Fe	C	Si	Mn	P	S	Mg	Al	Ba	Ca
Bal.	3.57	1.60	0.30	0.003	0.004	0.039	0.025	0.0002	0.002

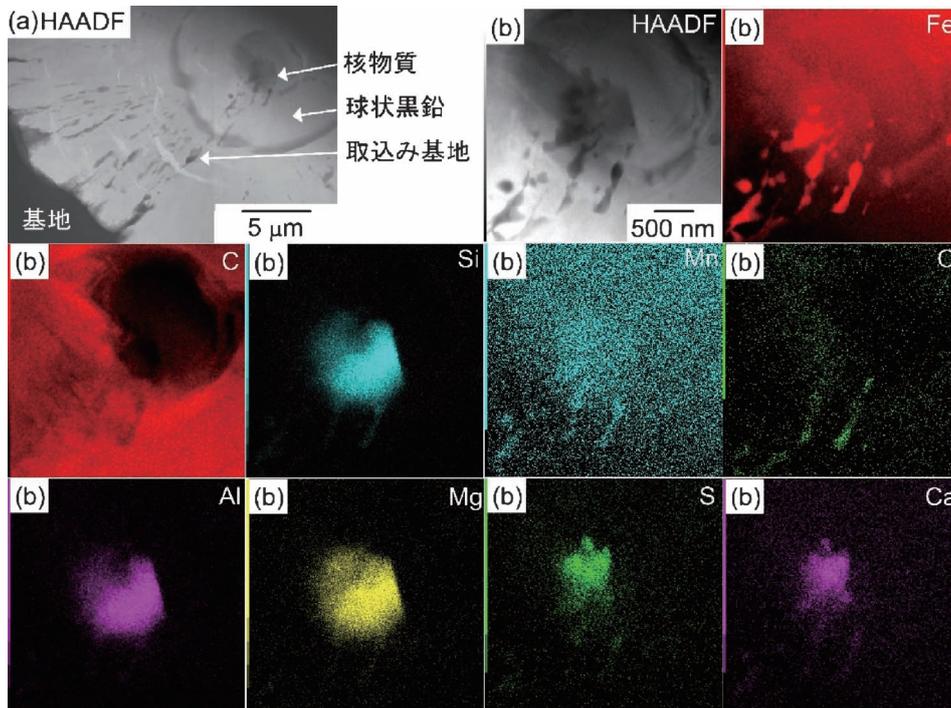


Fig. 1 球状黒鉛鑄鉄の核物質に注目した元素マッピング. (a)低倍率 STEM-HAADF 像, (b)STEM-HAADF 像と元素マッピング結果.

球状黒鉛鑄鉄は、球状化した黒鉛が鑄鉄基地に分散した組織を示し、その良好な力学特性と高い生産性から、工業的に広く利用されている材料である。球状黒鉛鑄鉄における黒鉛球状化メカニズムは、いくつかの説が提唱されているが、中でも溶湯中に形成したグラファイト中に異質核が存在することは、様々な電子顕微鏡法により明らかとされてきた。STEM による球状黒鉛および球状黒鉛核物質の微細組織観察についてはいくつかの報告例が存在するのみであったが<sup>(1)</sup>、近年のプローブ径微小化やシリコンドリフトディテクターの開発などによって、STEM が球状黒鉛鑄鉄の微細組織解明に極めて有用であることが明らかとなってきた<sup>(2)-(4)</sup>。本研究では、STEM を用いた球状黒鉛核物質の元素マッピングの一例を紹介する。Table 1 に、砂型鑄造法によって作製した鑄鉄試料の化学分析結果を示す。STEM 試料は、機械研磨とイオンミリングにより作製した。Fig. 1 に、球状黒鉛鑄鉄における球状黒鉛の核物質に注目した STEM-EDS 元素マッピングの一例を示す。低倍率 HAADF

イメージ(a)において、基地・取り込み基地が球状黒鉛に比べ黒いコントラストを示すが、これは厚いサンプルを用いたことに起因する。元素マッピング(b)では、核物質に Si・Al・Mg・S・Ca などの元素が濃化しているだけでなく、これらの元素が不均一に分散していることを示している。この結果は、STEM が球状黒鉛鑄鉄における黒鉛球状化メカニズムの解明において重要な微量元素の分布解明に極めて有効であることを示している。

## 文 献

- (1) T. Skaland, O. Grong and T. Grong: Metall. Trans. A, **24** (1993), 2321-2345.
- (2) 永瀬丈嗣, 丸山 徹, 五十嵐芳夫: 日本鑄造工学会第169回全国講演大会講演概要集, (2017), 92.
- (3) 五十嵐芳夫, 山根英也: 日本鑄造工学会第171回全国講演大会講演概要集, (2018), 6.
- (4) 五十嵐芳夫, 中江秀雄: 鑄造工学, **90**(2018), 575-581.

(2018年8月20日受理)[doi:10.2320/materia.58.86]

Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM) Observation of the Nuclei in Spheroidal Graphite Cast Iron; Takeshi Nagase, Toru Maruyama and Yoshio Igarashi

Keywords: scanning transmission electron microscopy (STEM), spheroidal graphite cast iron, elemental mapping

TEM specimen preparation: ion milling

TEM utilized: JEM-2100F (200kV)

# PbCrO<sub>3</sub> の電荷ガラス状態における不均質構造と圧力誘起体積変化

大阪府立大学工学研究科 森 茂生  
東レリサーチセンター 久留島康輔

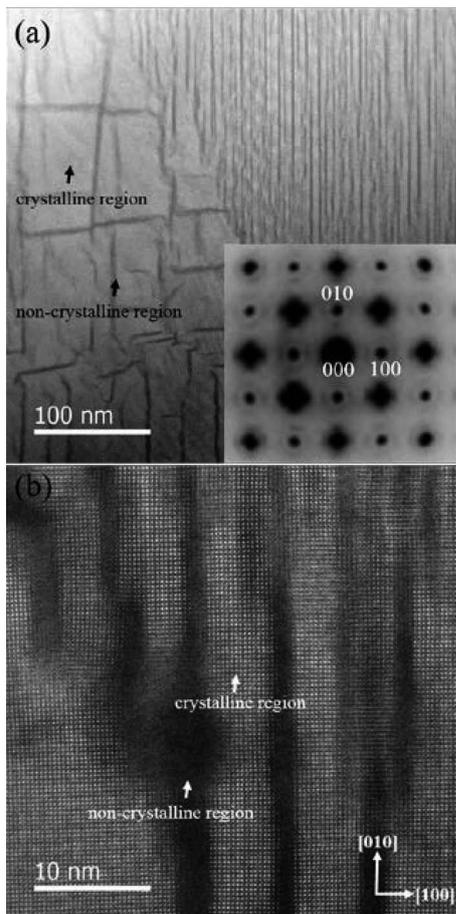


Fig. 1 (a)HAADF-STEM 像(挿入図: 電子回折図形), (b)高分解能 HAADF-STEM 像.

ペロブスカイト型酸化物 PbCrO<sub>3</sub> は、絶縁体-金属転移を伴う10%に及ぶ圧力誘起体積変化が生じることで注目を集めている物質である。PbCrO<sub>3</sub> は室温で立方晶構造(空間群  $Pm\bar{3}m$ )を有するが、局所的には Pb<sup>2+</sup><sub>0.5</sub>Pb<sup>4+</sup><sub>0.5</sub>CrO<sub>3</sub> の価電子状態をとり、Pb<sup>2+</sup> と Pb<sup>4+</sup> の短距離秩序構造から成る電荷ガラス状態であることが明らかとなった<sup>(1)</sup>。本研究では、電子回折法、暗視野法、高分解能 TEM 法および HAADF-STEM 法を用いて、PbCrO<sub>3</sub> における不均質構造および電荷ガラス状態での局所構造について調べた。その結果、電子回折図形中に立方晶構造による基本格子反射の周りに円形状の散漫散乱と非晶質構造に起因するハローパターンが存在する (Fig. 1 (a) 挿入図)。また、Fig. 1 (a) で示す HAADF-STEM 像中には、筋状の明暗のコントラストが観察された。このコントラストの起因を明らかにするために、

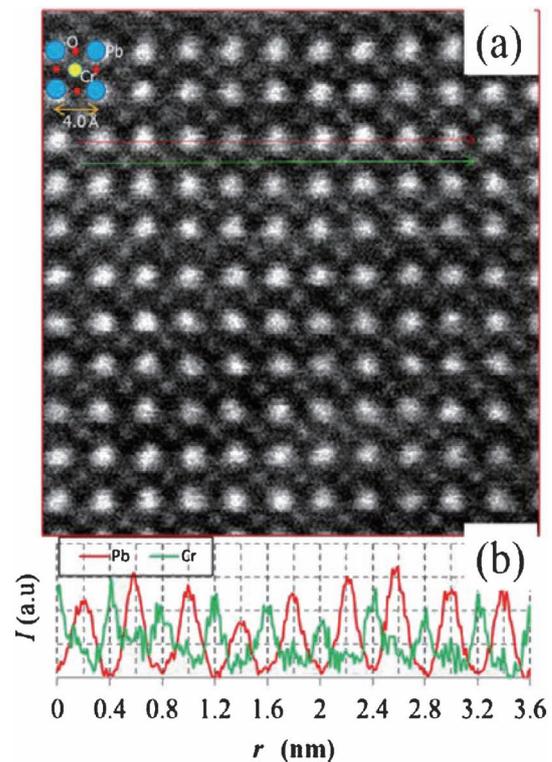


Fig. 2 (a)原子分解能 HAADF-STEM 像, (b)強度プロファイル。(オンラインカラー)

高分解能 HAADF-STEM 観察を行い、ナノスケールで非晶質構造と結晶化領域が共存していることを明らかにした (Fig. 1 (b))。さらに、原子分解能 HAADF-STEM 観察と原子分解能 EDX マッピングにより、Pb<sup>2+</sup> が立方晶位置からシフトしたオフセンター位置に存在しており (Fig. 2)、このオフセンター位置へのシフトが、電子回折図形に円形状の散漫散乱を与えることが明らかとなった。このようなナノスケールでの不均質構造や Pb<sup>2+</sup> のオフセンター位置へのシフトが起こることが、10%に及ぶ圧力誘起体積変化と相関していることがわかった。

## 文 献

- (1) R. Yu *et al.*: J. Am. Chem. Soc., **137** (2015), 12719-12728.
- (2) K. Kurushima, W. Yoshimoto, Y. Ishii, S. W. Cheong and S. Mori: Jpn. J. Appl. Phys., **56** (2017), 10PB02.

(2018年8月31日受理)[doi:10.2320/materia.58.87]

Inhomogeneous Structures and Pressure-induced Volume Change in Charge-glass State of PbCrO<sub>3</sub>; Shigeo Mori and Kousuke Kurushima

Keywords: diffuse scattering, HAADF-STEM, charge-glass state

Observation method: STEM, ED

TEM specimen preparation: ion milling

TEM utilized: JEM-ARM200F (200kV)

# FeCrAl-ODS 鋼における $\alpha'$ 析出の (Cr, Al) 濃度依存性

北海道大学大学院工学研究院 大野直子 鵜飼重治

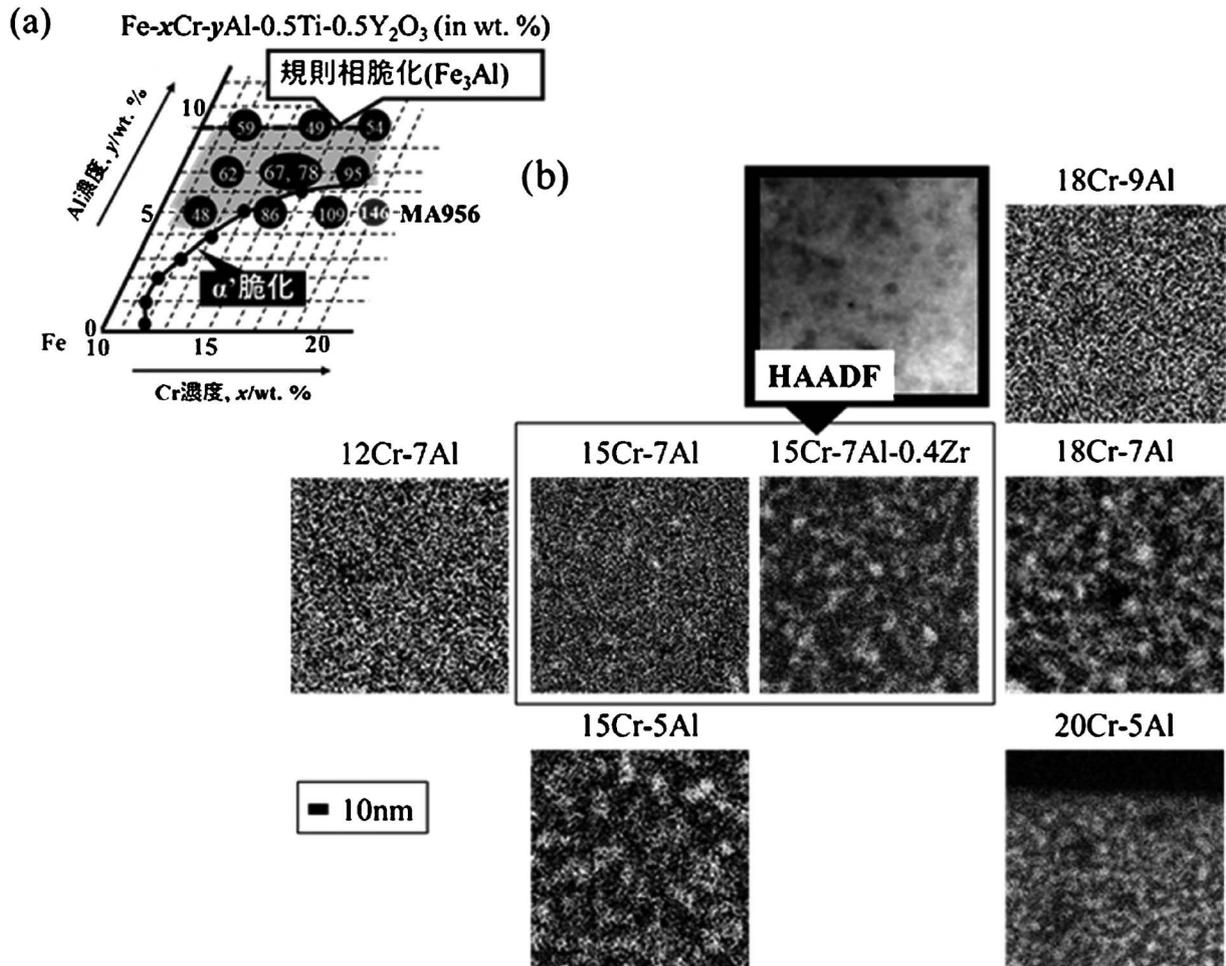


Fig. 1 (a)Cr, Al 濃度に対する748 K, 3500 h 熱時効後のピッカース硬さ上昇, (b)1380-2933 h 時効後の STEM-EDS Cr マップ.

高 Cr 鋼を軽水炉に適用させる場合、長時間使用による 748 K 脆化が問題となる。高 Cr 鋼への Al 添加は  $\alpha'$  (Cr リッチ) 相の析出を抑制するが、過剰な Al 添加は FeAl 規則相を生じ脆化に繋がる。我々は軽水炉用 FeCrAl-ODS 鋼について  $\alpha'$  相が析出しない最適 Cr-Al 濃度を調査した。Fig. 1 (a) は添加した Cr, Al 濃度に対する 748 K, 3500 h 熱時効後のピッカース硬さ上昇である。 $\alpha'$  相の析出は概ね 12 mass% 以上の Cr で始まるが、Cr 添加量に従って 5 mass% 以上の適切な Al 添加を行えば、硬さの上昇が抑えられる。

Fig. 1 (b) は 1380-2933 h 時効した合金の STEM-EDS による Cr 濃度分布である。15Cr-7Al-0.4Zr (単位は mass%) については同じ領域で撮影した HAADF 像を掲載した。

HAADF 像において酸化粒子は黒く写り、Cr の STEM-EDS マップに見られる濃淡から、 $\alpha'$  相と酸化粒子がほぼ同じ位置に存在することが分かる。このことから酸化粒子-マトリクス界面は  $\alpha'$  相析出の核生成サイトであることが示唆される。15Cr-7Al を  $\alpha'$  析出する臨界の (Cr, Al) 濃度の組み合わせとすると、それ以上の Cr 濃度、それ以下の Al 濃度、また 15Cr-7Al への Zr 添加によって  $\alpha'$  相の析出が見られた。

本稿は文部科学省からの受託事業「事故時高温条件での燃料健全性確保のための ODS フェライト鋼燃料被覆管の研究開発」における研究成果です。

(2018年 8 月 20 日受理)[doi:10.2320/materia.58.88]

# STEM-EELS 法による Si 中の He の挙動に関する研究

島根大学総合理工学部 小野興太郎 宮本光貴  
京都大学化学研究所 倉田博樹 治田允貴

Si への He イオンの照射は、デバイスの加工など半導体工学の見地から興味もたれているが、He の動的挙動や照射欠陥との相互作用など基礎物性の見地からも興味ある課題である。

我々は、高分解能の走査型透過電子顕微鏡—電子エネルギー損失分光法(STEM-EELS)を用いて、Si 中に形成された個々のバブル中の He を直接検出し、その He 密度の焼鈍による変化から、He の挙動を調べた。

試料は、(011)Si 単結晶で、円板状試料のディンプルング研磨と化学研磨を行って検鏡試料を作成した。この試料に、JEM-2010内で、5keV の He<sup>+</sup> イオンの照射を行った。照射によって形成されたバブルの昇温にともなう動的挙動を TEM その場観察すると、バブルは、800K 付近からブラウン運動しながら合体し、全体として粗大化が進行することが分かった。

同様に照射した試料について、京都大学の JEM-ARM 200F を用いて STEM-EELS の測定を行った。Fig. 1 に、723 K で照射後、773 K で焼鈍した試料中の典型的なバブルの環状暗視野像(ADF)像を示す。バブル A の中心付近の EEL スペクトルを Fig. 2 に示す。自由 He 原子では、1s-2p 遷移にともなう電子エネルギー損失スペクトルは 21.2 eV にピークが現れるが、ここでは 23.5 eV 付近にピークが見られる。これは、高密度状態にある He 原子間の Pauli 斥力を反映した結果と思われる。プラズモンロススペクトルの分離を行い、He のスペクトル強度を算出した。適当な He の散乱断面積値を用いると、Fig. 1 に示したバブル中の He 密度は 50 He/nm<sup>3</sup> 程度と算出される。このような密度は、照射温度や強度などの照射条件、照射後の焼鈍温度に依存することが分かった。一例として、723 K で照射した試料を、773-1033 K の間で焼鈍したときの、バブルからの EEL スペクトルの変化の様子を Fig. 3 に示す。1000 K 付近の焼鈍により、信号強度の減少と、ピーク位置が 21 eV 付近に移動していることが分かる。これらは、バブルから He が流出したことによる密度の減少によるものである。詳細に調べると、He の流出開始温度や、完了温度を特定できる。

核融合炉プラズマ対向材料などについても同様な研究が進行中であり、STEM-EELS 法の新しい応用展開として期待される。

(2018年 8月12日受理)[doi:10.2320/materia.58.89]

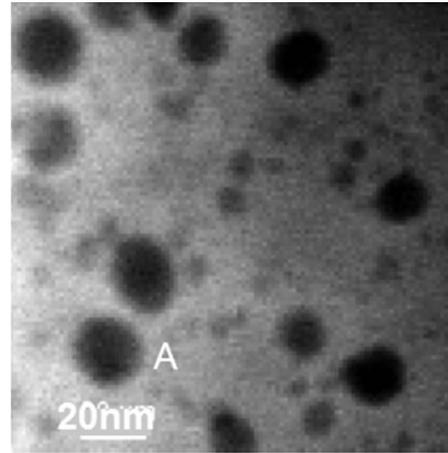


Fig. 1 Si 中の He バブルの ADF 像.

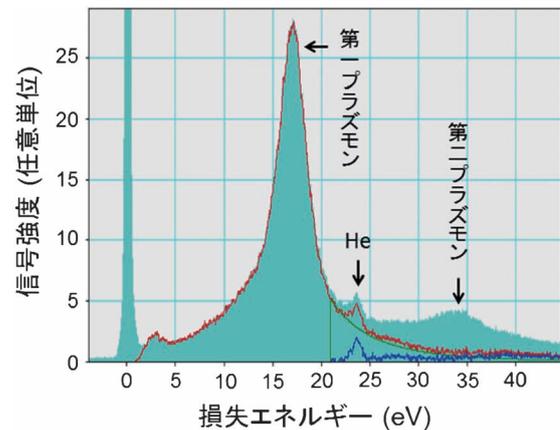


Fig. 2 バブル A からの EEL 信号スペクトル.

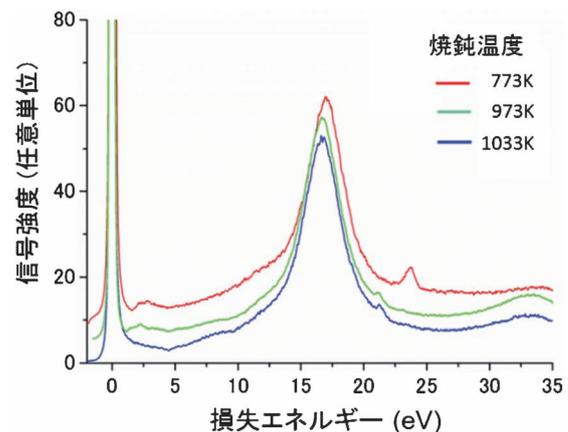


Fig. 3 焼鈍による EEL スペクトルの変化.

STEM-EELS Study of Dynamic Behavior of Helium in Si; Kotaro Ono, Mitsutaka Miyamoto, Hiroki Kurata and Mitsutaka Haruta

Keywords: STEM-EELS, He bubble, silicon

TEM Specimen: Dimpling, Chemical polishing

Ion irradiation: Ion accelerator Origin RIB20S connected to JEM2010

STEM-EELS: JEM-ARM 200F

# Zr-Co基合金マルテンサイト相における長周期積層構造

熊本大学大学院先端科学研究部 松田 光弘  
九州大学大学院総合理工学研究院 光原 昌寿 西田 稔

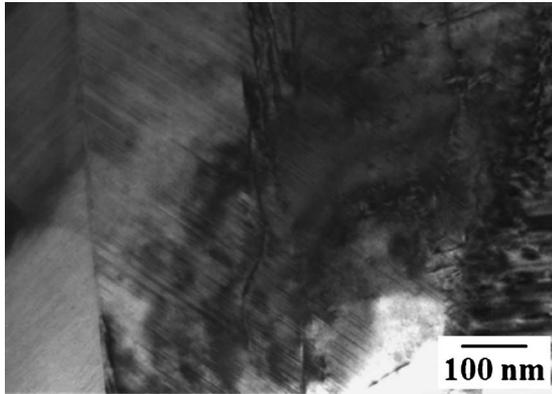


Fig. 1 Zr<sub>50</sub>Co<sub>38</sub>Pd<sub>12</sub> 合金マルテンサイト相の TEM 明視野像.

多くのマルテンサイト相は長周期積層構造(Long-period stacking ordered; LPSO)を有することで知られており、それら結晶構造や積層数は各種合金の価電子濃度比( $e/a$ )やマルテンサイト変態点によって整理されることが報告されている。本研究では Zr-Co 基合金マルテンサイト相において、LPSO 相を新たに発見した<sup>(1)</sup>。

Zr<sub>50</sub>Co<sub>38</sub>Pd<sub>12</sub> 合金マルテンサイト相は Fig. 1 に示すようにプレート状のバリエント組織を呈しており、バリエント内には多量のストライエーションが観察される。Fig. 2 にそれらバリエント組織の電子回折パターンを示す。矢印で示すように透過波から B2 母相の  $(110)_{B2}$  に対応する回折斑点に対して、3 等分する位置に extra spots が観察されることから、LPSO 相の存在が示唆される。それらを  $c^*$  軸とすると、各種回折斑点は  $c^*$  軸に対称であり、さらに  $c^*$  軸は  $a^*$  軸および  $b^*$  軸それぞれに直行しており、斜方晶を有することがわかる。

LPSO 相の HAADF-STEM 像を Fig. 3(a) に示す。白矢印で示すように 3 層周期となっており、各原子カラムの強度比から元素の種類を考慮すると、6 層周期の LPSO(6O 構造、空間群  $Immm$ )を有することが明らかとなった(Fig. 3(c), (d))。また電子回折により、格子定数( $a=0.34$  nm,  $b=0.45$  nm,  $c=1.53$  nm)を算出することができた。これら 6O 構造は 3 原子層ごとに  $(110)_{B2}$  が  $\pm 1/2[001]_{B2}$  方向ヘシアー・シャッフリングにより形成されるものと考えられる。

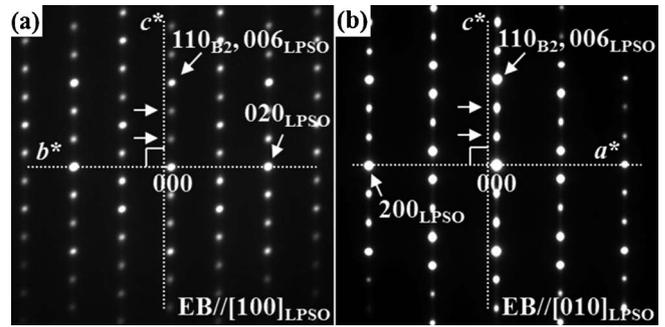


Fig. 2 LPSO 相の電子回折パターン。  
(a) EB//[100]<sub>LPSO</sub>, (b) EB//[010]<sub>LPSO</sub>.

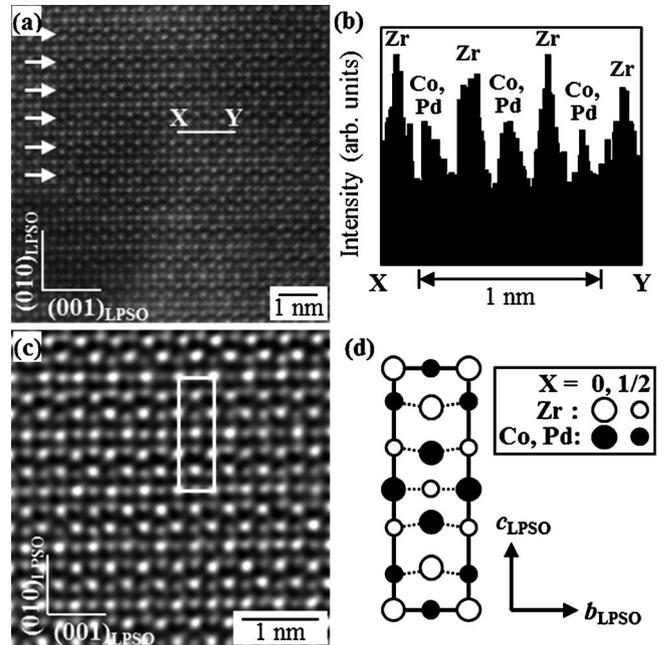


Fig. 3 (a) LPSO 相の HAADF-STEM 像. (b) (a) の X-Y 線の強度プロファイル. (c) LPSO 相の逆フーリエ変換像. (d) (c) の白線内の原子配列を示す模式図.

## 文 献

- (1) M. Matsuda, F. Tanaka, S. Tsurekawa, K. Takashima, M. Mitsuhashi and M. Nishida: *Philos. Mag. Lett.*, **95**(2015), 21–29.

(2018年 8 月 6 日受理)[doi:10.2320/materia.58.90]

Long-period Stacking Ordered Structure of Martensite in Zr-Co Based Alloys; Mitsuhiro Matsuda, Masatoshi Mitsuhashi and Minoru Nishida  
Keywords: HAADF-STEM (high-angle annular dark-field scanning transmission electron microscopy), LPSO (long-period stacking ordered structure), Zr-Co based alloy

TEM specimen preparation: Electropolishing in an electrolyte solution consisting of 20% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and 80% methanol by volume.  
TEM utilized: JEM-2000FX, JEM-ARM200F (200 kV, JEOL Ltd.)

# $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> $\Sigma$ 13粒界における2種類の安定構造の原子分解能観察

東京大学大学院工学系研究科 石原佐季 栃木栄太 石川 亮 柴田直哉 幾原雄一

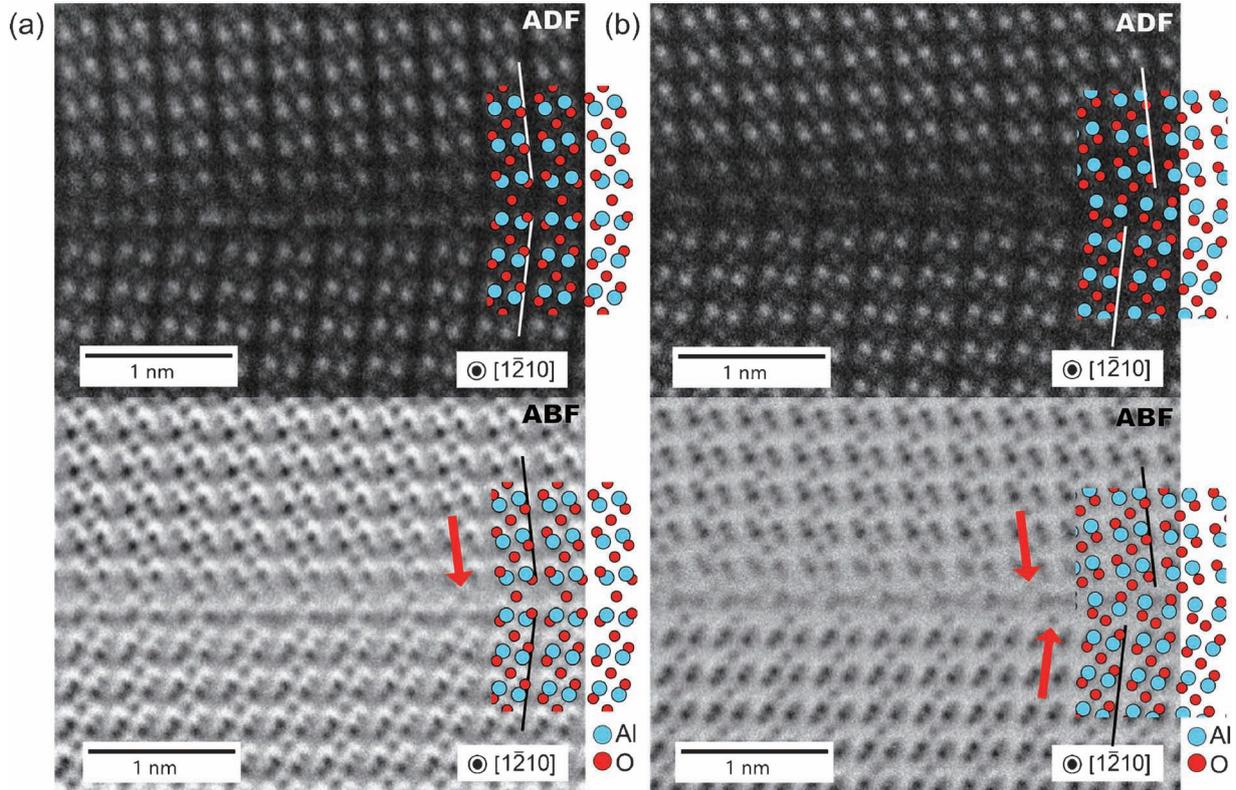


Fig. 1  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>[1 $\bar{2}$ 10](10 $\bar{1}$ 4)  $\Sigma$ 13双結晶中で観察された二種類の原子構造(a), (b)のADF-STEM像(上段)およびABF-STEM像(下段). 図中に示された構造モデルは第一原理計算によって得られた, (a)準安定構造, (b)最安定構造を示している. ABF-STEM像では粒界近傍の酸素原子カラム(赤矢印)が明瞭に観察できる.

$\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の多結晶は高温構造材料として幅広く用いられている. 多結晶の諸特性は, 粒界構造に大きく影響を受けるため, 粒界の原子構造を支配する主要因子を明らかにすることが特性の理解に極めて重要である. 本研究では粒界形成時のガス雰囲気と粒界原子構造の相関を検討するため, 97%Ar+3%H<sub>2</sub>雰囲気中で熱拡散接合により $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  $\Sigma$ 13 [1 $\bar{2}$ 10](10 $\bar{1}$ 4)双結晶を作製し, 収差補正STEM(Scanning transmission electron microscopy, 走査透過型電子顕微鏡法)により観察を行った. Fig. 1は粒界領域から得られた原子分解能ADF/ABF(Annular dark-field/Annular bright field, 環状暗視野/明視野)-STEM像である. 本実験では, 同一の双結晶中でFig. 1(a)および(b)の二種類の粒界原子構造が観察された. Fig. 1(a)の構造では, Al原子が粒界を中心に鏡対称に配列しているのに対して, (b)の構造では, Al原子は鏡対称位置から半周期ずれた位置に配列していることが分かる. これらの実験像を理論計算から予想される

安定な粒界構造と比較した. 第一原理計算で得られた構造モデルをFig. 1中に示している. Fig. 1(a)に示した構造は, 第一原理計算で二番目にエネルギーが低いと予測されている準安定構造, (b)は最安定構造と良く一致していることが確認された. また, (a)に示した構造は大気中で作製した $\Sigma$ 13粒界の原子構造と類似している<sup>(1)</sup>. 一方, (b)はこれまでに報告されていない構造であり, 本実験条件により安定化された構造であると考えられる. 本実験結果から, 多結晶の焼結時のガス雰囲気が粒界の原子構造に影響を与えることが示唆される.

## 文 献

- (1) S. Azuma, N. Shibata, S. D. Finslay, T. Mizoguchi, T. Yamamoto and Y. Ikuhara: *Philos. Mag. Lett.*, **90**(2010), 539–546.

(2018年7月26日受理)[doi:10.2320/materia.58.91]

Atomic Scale Observation of Two Kinds of Stable Structures in  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  $\Sigma$ 13 Grain Boundary; Saki Ishihara, Eita Tochigi, Ryo Ishikawa, Naoya Shibata and Yuichi Ikuhara

Keywords: STEM (scanning transmission electron microscopy), alumina ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), grain boundary

TEM specimen preparation: Mechanical grinding, ion milling

TEM utilized: ARM-300F(300 kV, JEOL)

# オーステナイト系ステンレス鋼における析出物とボイドの照射挙動

JAEA 大洗研 井上利彦 関尾佳弘 九州大学 渡邊英雄

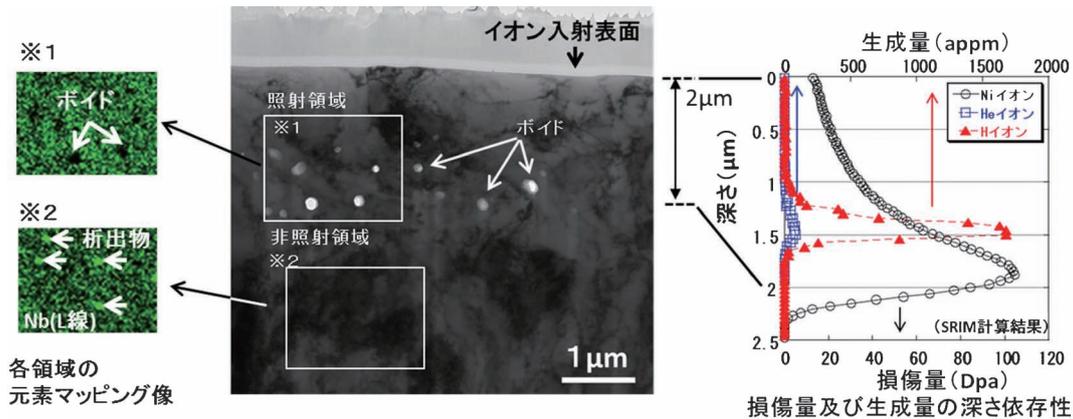


Fig. 1 照射試料断面の微細組織像と元素マッピングの観察結果.

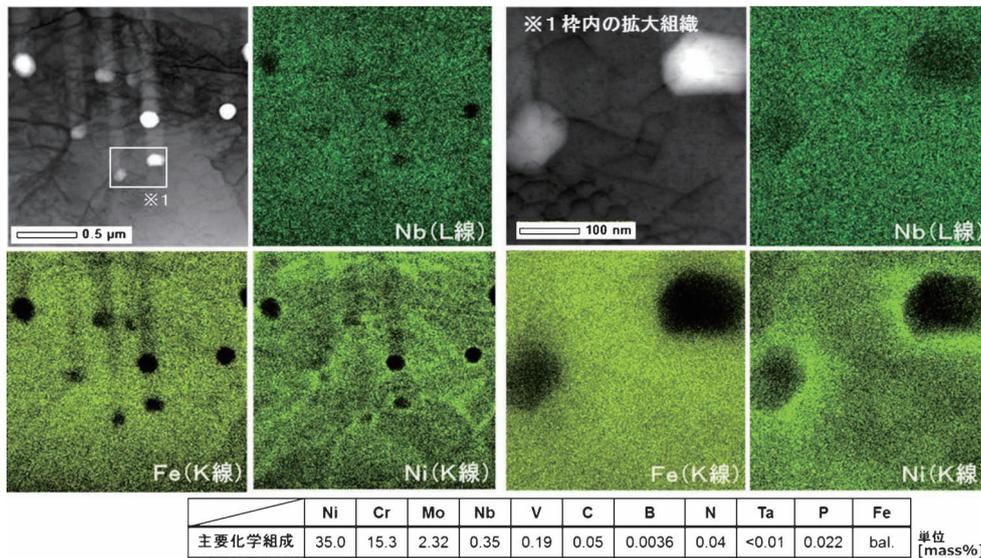


Fig. 2 照射下の微細組織と元素マッピングの詳細観察結果.

原子炉で使用される原子力材料は中性子等による損傷を受ける。特に、高速炉では、10~100 dpa 以上の照射損傷となりオーステナイト系ステンレス鋼では、照射欠陥の消滅場所となる炭窒化物(MX)等の整合析出物が消失して、ボイドスエリングが成長することが知られている。(国)量子科学技術研究開発機構 高崎量子応用研究所のイオン照射試験施設(TIARA)にて、高速炉環境下を模擬したNi/He/Hトリプルイオン照射(照射温度: 600°C, 照射量: 100 dpa)を行った高速炉用オーステナイト系ステンレス鋼について、(国)九州大学応用化学研究所所有の収差補正原子分解能分析電子顕微鏡(JEM-ARM200FC)を用いて、微細組織観察とSTEMモードでの元素マッピング(EDS)を行い、照射による析出物等の挙動評価を行った。

照射材の微細組織観察等の結果、照射領域において、粗大なボイドの形成が観察された。また、非照射領域に確認できるNbを含んだMXが観察されず、照射により分解・消失したものと考えられる(Fig. 1, 2)。更に、詳細な元素マッピングの結果、Niが転位やボイド表面に偏析していることが収差補正型STEM-EDSを用いることにより顕著に観察された(Fig. 2)。これら最新の高性能電子顕微鏡の活用により、照射による析出物の挙動や転位周辺の元素偏析を明瞭に可視化することが出来た。これらの挙動を詳細に解析することで、高速炉材料の寿命因子となる析出物の消失や偏析、ボイドスエリングの照射損傷機構の解明が期待できる。

(2018年7月23日受理)[doi:10.2320/materia.58.92]

# LSAT: $(\text{La}_{0.3}\text{Sr}_{0.7})(\text{Al}_{0.65}\text{Ta}_{0.35})\text{O}_3$ 単結晶の B サイト秩序構造

名古屋大学大学院工学研究科 山本 剛久 徳永 智春  
一般財団法人ファインセラミックスセンター 小林 俊介

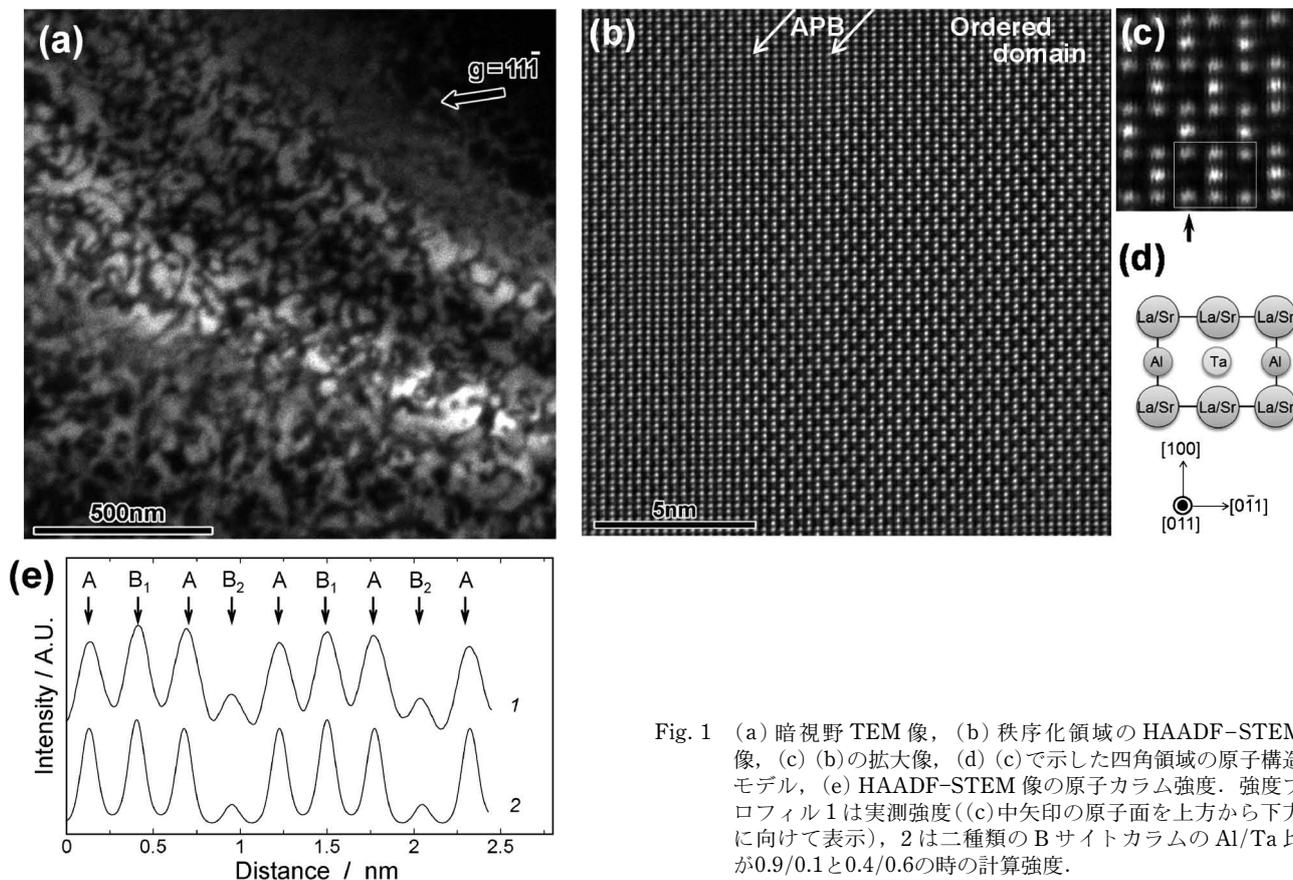


Fig. 1 (a) 暗視野 TEM 像, (b) 秩序化領域の HAADF-STEM 像, (c) (b) の拡大像, (d) (c) で示した四角領域の原子構造モデル, (e) HAADF-STEM 像の原子カラム強度. 強度プロファイル 1 は実測強度 (c) 中矢印の原子面を上方から下方に向けて表示), 2 は二種類の B サイトカラムの Al/Ta 比が 0.9/0.1 と 0.4/0.6 の時の計算強度.

LSAT:  $(\text{La}_{0.3}\text{Sr}_{0.7})(\text{Al}_{0.65}\text{Ta}_{0.35})\text{O}_3$  結晶は, 複合ペロブスカイト型構造を有し, A サイトには La と Sr イオンが, B サイトには Al と Ta イオンがそれぞれ配位する<sup>(1)(2)</sup>. この単結晶中には, B サイトに配位する Al と Ta イオンが, それぞれひとつおきの B サイトに配位した NaCl 型配位となる秩序化した領域 (Fig. 1(a) の明るい領域) と, ランダムに配位した領域 (Fig. 1(a) の暗い領域) とが混在した特徴的な構造が形成される.

秩序化領域の二種類の B サイトは, LSAT 結晶を  $[011]$  方向から観察することで区別することが可能となる. そこで, この方向から高分解能 HAADF-STEM 法を用いて原子カラムの直接観察を行い, 秩序化領域やその境界部分 (APB) の構造観察を行った (Fig. 1(b)). その結果, 秩序化を担う二

種類の B サイトは, Al/Ta 比の周期で構成されていることが明らかとなった (Fig. 1(e)). さらに, 無秩序領域では Al/Ta 比がランダムに分布していることも分かった<sup>(3)</sup>.

## 文 献

- (1) M. Ito, K. Shimamura, D. A. Pawlak and T. Fukuda: J. Cryst. Growth, **235** (2002), 277.
- (2) H. Li, L. Salamanca-Rib, R. Ramesh and J. H. Scott: J. Mater. Res., **18** (2003), 1698.
- (3) S. Okada, S. Kobayashi, K. Ohashi, N. Nishikawa, T. Tokunaga, K. Sasaki and T. Yamamoto: Appl. Phys. Lett., **108** (2016), 251905.

(2018年 8 月 7 日受理) [doi:10.2320/materia.58.93]

B-site Ordered Atomic Structure in LSAT:  $(\text{La}_{0.3}\text{Sr}_{0.7})(\text{Al}_{0.65}\text{Ta}_{0.35})\text{O}_3$  Single Crystal; T. Yamamoto, T. Tokunaga and S. Kobayashi

Keywords: LSAT, ordered structure, HAADF-STEM

TEM specimen preparation: Mechanical grinding, polishing and Ar ion milling

TEM utilized: JEM ARM-200FC (200 kV)

# STEM EELS を用いた Li イオン二次電池正極 $\text{LiFePO}_4$ における 2 相界面の緩和過程観察

JFCC ナノ構造研究所 小林 俊介 桑原 彰秀 クレイグ・フィッシャー 右京 良雄  
東京大学総合研究機構, JFCC ナノ構造研究所 幾原 雄一

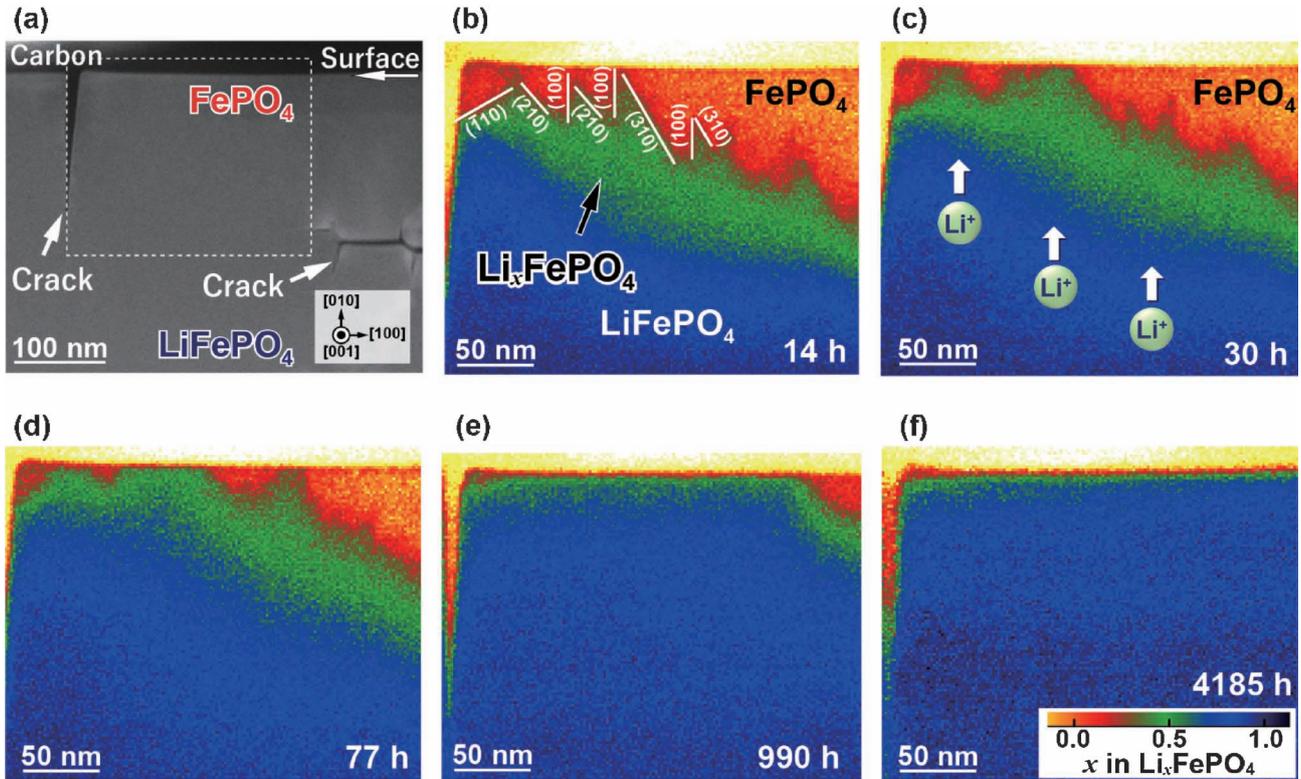


Fig. 1 (a)  $\text{FePO}_4/\text{LiFePO}_4$  界面から取得した ADF STEM 像. 図(a)の破線領域において Li 脱離反応停止から (b) 14 h, (c) 30 h, (d) 77 h, (e) 990 h と (f) 4185 h 後に取得した Li 濃度マップ. 図(f)の挿入図に各マップに対応する Li 濃度カラースケールを示す.

オリビン型  $\text{LiFePO}_4$  は Li イオン二次電池の正極材料として実製品に用いられ, さらなる性能向上には, 電極内部での Li イオンの分布や移動現象を把握し, 材料設計を行っていく必要がある. 本研究では, モノクロメータを搭載した走査型透過電子顕微鏡 (STEM) と電子エネルギー損失分光法 (EELS) により Li イオン分布を計測した. モノクロメータを用いた高分解能 EELS により, 価電子 EEL スペクトルの Li イオン濃度に依存したスペクトル形状変化の計測が可能となる. そのスペクトルの変化を規格化することで新たな Li 濃度イメージング手法を確立した<sup>(1)</sup>.

Fig. 1 (a) に単結晶  $\text{LiFePO}_4$  の (010) 表面<sup>(2)</sup> から化学的に Li イオンを脱離処理することによって得た  $\text{LiFePO}_4$  と  $\text{FePO}_4$  の界面近傍の ADF STEM 像を示す. この観察像からは各相を識別することは困難である. ここで, 新たに確立した観察手法により Fig. 1 (a) の破線領域から取得した Li 濃度マップを Fig. 1 (b) ( $\text{FePO}_4$  形成後 14 時間) に示す.  $\text{FePO}_4$  (オレンジ),  $\text{LiFePO}_4$  (紺色) 領域に加えて, 中間相

$\text{Li}_x\text{FePO}_4$  (緑色) 領域も可視化することに成功した. そして,  $\text{FePO}_4$  と中間相の界面近傍には Li 空孔が周期配列した  $\text{Li}_{2/3}\text{FePO}_4$  が存在し, この  $\text{FePO}_4/\text{Li}_{2/3}\text{FePO}_4$  界面は  $\{h10\}$  面 ( $h = 1, 2, 3, \dots, \infty$ . i.e.  $\{110\}, \{210\}, \{310\}, \dots, \{100\}$ ) によるファセット構造を形成する.  $\text{FePO}_4$  形成後 77~4185 時間 (約半年間) における界面構造の変化・移動の様子を観察した結果を Fig. 1 (c)–(f) に示す. Li 拡散が容易な  $\langle 010 \rangle$  方向へ中間相とファセット構造の変化を伴いながら Li イオンが移動し, 最終的に  $\text{FePO}_4$  領域が消失する (Fig. 1 (f)).

モノクロメータを用いた高分解能 EELS により, オリビン正極材料中の Li イオン分布を可視化し,  $\text{FePO}_4/\text{LiFePO}_4$  界面の構造, さらには, Li イオンが移動し緩和していく過程の観察に成功した<sup>(3)</sup>.

## 文 献

- (1) S. Kobayashi, *et al.*: *Microscopy*, **66** (4) (2017), 254–260.
- (2) S. Kobayashi, *et al.*: *Nano Lett.*, **16** (2016), 5409–5414.
- (3) S. Kobayashi, *et al.*: *Nat. Commun.*, **9** (2018), 2863.  
(2018年 8 月 19 日受理) [doi:10.2320/materia.58.94]

Observation of Biphasic Interface Relaxation in Li-ion Battery Cathode Material  $\text{LiFePO}_4$  by STEM EELS; Shunsuke Kobayashi, Akihide Kuwabara, Craig A. J. Fisher, Yoshio Ukyo and Yuichi Ikuhara  
Keywords: scanning transmission electron microscopy (STEM), electron energy loss spectroscopy (EELS), lithium-ion battery,  $\text{LiFePO}_4$   
TEM specimen preparation: Focused ion beam, Ar-ion milling  
TEM utilized: JEM-2400FCS (200 kV) + Wien filter monochromator, GIF Tridiem ERS EELS spectrometer

# HAADF-STEM 像強度解析による逆位相境界における規則度と偏析の評価

理化学研究所・京都大学大学院工学研究科 新津 甲大  
 東北大学大学院工学研究科 水口 知大 許 晶 貝沼 亮介  
 東北大学金属材料研究所 長迫 実 物質・材料研究機構 大沼 郁雄  
 (株)日立製作所 谷垣 俊明 九州大学工学研究院 村上 恭和  
 理化学研究所・東北大学多元物質科学研究所 進藤 大輔

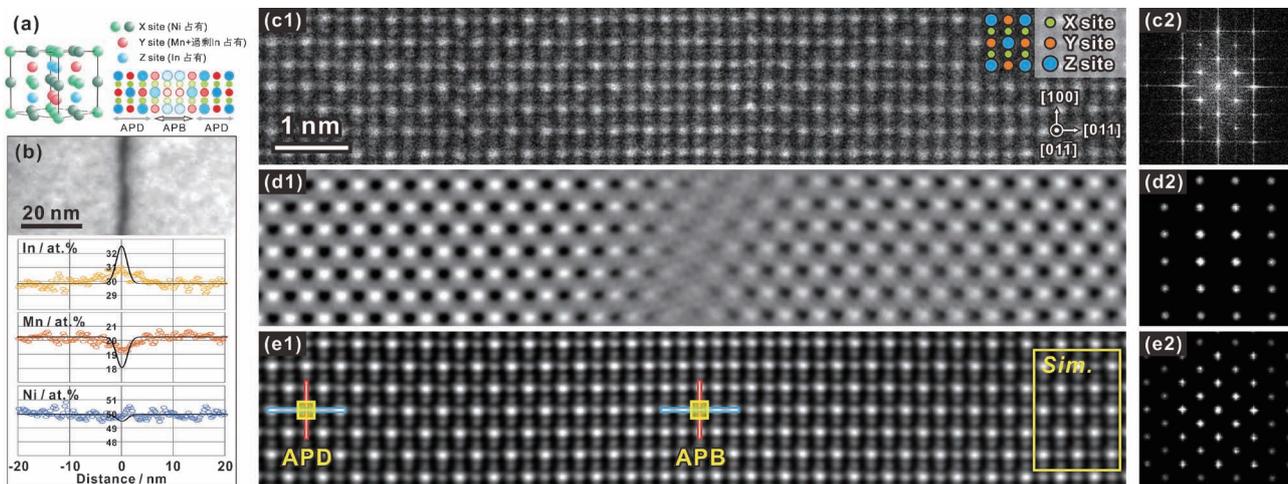


Fig. 1 (a)  $L_{21}$ -ホイスラー合金( $Fm\bar{3}m$ )の結晶構造と[011]投影での APB 近傍での原子配列. (b) APB 近傍での暗視野像と同視野領域での EDS 結果. 黒線はフィッティング曲線の半値幅を APB 幅( $\sim 2.4$  nm)に補正した曲線. (c1) APB 近傍での HAADF-STEM 像と (c2) FFT パターン. (d2)  $L_{21}$  超格子反射以外をマスクした FFT パターンと (d1) その逆 FFT 像. (e2)  $L_{21}$  格子反射以外をマスクした FFT パターンと (e1) その逆 FFT 像. 黄枠内は原子規則度 0.75 でのシミュレーション像. (オンラインカラー)

高角度に非弾性散乱された電子による結像法である HAADF-STEM (High-angle annular dark-field scanning transmission electron microscopy) は、その像強度が原子番号  $Z$  の情報を有し原子種弁別性を有することから組成情報が抽出可能な撮像法として注目されている。

In 原子 ( $Z=49$ ) を過飽和に固溶した  $Ni_2Mn_{0.8}In_{1.2}$  ホイスラー合金 (Fig. 1 (a)) の熱的逆位相境界 (Antiphase boundary; APB (Fig. 1 (b) 上図)) 近傍の暗視野像および EDS (Energy dispersive X-ray spectroscopy) 結果を Fig. 1 (b) に示す。APB 近傍での In の偏析・Mn の欠乏が確認できる。APB を視野中心に含む HAADF-STEM 像を Fig. 1 (c1) に示す。この領域から得た FFT (Fast Fourier transformation) パターン (Fig. 1 (c2)) において  $L_{21}$  超格子反射および  $L_{21}$  格子反射以外をそれぞれ遮蔽 (Fig. 1 (d2, e2)) した逆 FFT 像が Fig. 1 (d1, e1) である。Fig. 1 (d1) から Y/Z サイトの強度コントラストが低下し周期が逆転する領域として APB の位置が特定できる。Fig. 2 (e1) において像シミュレーションを併用しバックグラウンドを見積もった後、[011], [100] 方向の強度プロファイルについて  $Z$  コントラストに寄与する成分に対し Gaussian fitting を行った。APD (Antiphase domain) と APB 領域における典型的な結果をそれぞれ Fig. 2 (a1, 2), (b1, 2) に示す。各原子カラムの強度積分を取得し、隣接 Y/Z サイトの強度積分の差として規則度を、また和として

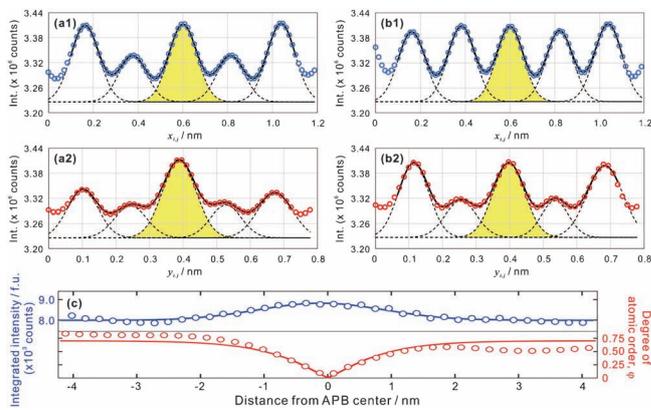


Fig. 2 (a1, 2) APD 内の [011] および [100] 方向の強度プロファイルと (b1, 2) APB 内の [011] および [100] 方向の強度プロファイル (Fig. 1 (e1) 参照). (c) 積分強度と原子規則度の距離依存性. (オンラインカラー)

In 偏析/Mn 欠乏量を原子分解能で同時評価することが可能となった<sup>(1)</sup>。

## 文 献

- (1) K. Niitsu, *et al.*: *Acta Mater.*, **122**(2017), 166–177.  
(2018年8月7日受理)[doi:10.2320/materia.58.95]

Simultaneous Evaluation of Microsegregation and Degree of Atomic Ordering at Antiphase Boundaries in  $Ni_{50}Mn_{20}In_{30}$  Heusler alloy; Kodai Niitsu, Kazuhiro Minakuchi, Xiao Xu, Makoto Nagasako, Ikuo Ohnuma, Toshiaki Tanigaki, Yasukazu Murakami, Daisuke Shindo and Ryosuke Kainuma

Keywords: HAADF-STEM, heusler alloy, antiphase boundary

TEM specimen preparation: Electropolishing TEM utilized: JEM-ARM200F

## ミルフィーユ型 Mg 合金におけるキック形成

東京大学 江草大佑 阿部英司  
熊本大学 山崎倫昭 河村能人

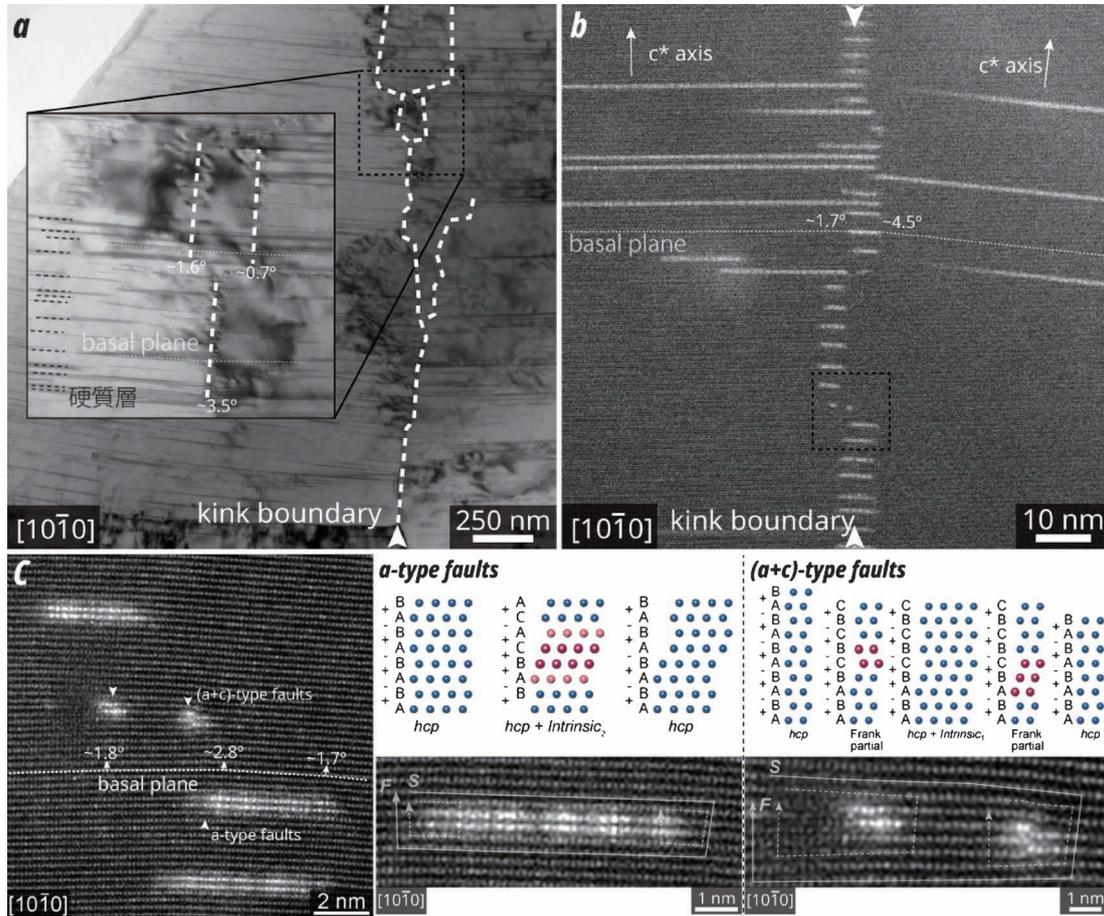


Fig. 1 (a)ミルフィーユ型 Mg 合金 TEM 明視野像. (b)ミルフィーユ型 Mg 合金 HAADF-STEM 像. (c)キック領域 STEM 像および欠陥部構造モデル. (オンラインカラー)

近年注目を集める高強度 LPSO 型 Mg 合金は、LPSO 構造を形成しただけでは強化されない。LPSO 構造相を含む Mg 合金に高温加工を施し、合金中に高密度のキック領域を導入することによって初めて高強度が発現する。最近の研究により、キック形成が LPSO 型構造に限ったことではないことも明らかとなってきた。LPSO 型 Mg 合金系で添加元素量を抑えた希薄系では、添加元素が濃化した「硬質層」(LPSO 構造の構成ブロック)が hcp-Mg マトリクス中にまばらに、かつ無秩序に配列する層状構造が形成される。この硬質層/軟質層からなる層状構造を「ミルフィーユ構造」とする上位概念で捉え、キック強化が発現するミルフィーユ構造の臨界条件等を追求することで、材料設計の新しい指針が打ち出せる。我々は、多様なミルフィーユ構造を有する Mg 合金におけるキック形成メカニズムを明らかにするため、TEM/STEM を用いてキック周辺領域に含まれる欠陥の局所構造解析を行った。

Fig. 1 (a)よりミルフィーユ型 Mg 合金中で結晶が約 1~

3°回転したキックの形成が確認できる。こうしたキック領域より取得した HAADF-STEM 像を Fig. 1(b)に示す。硬質層のトレースからキックによる結晶回転が確認できるとともに、キック界面に沿って添加元素濃化領域が形成されている事がわかる。Fig. 1(c)にキック界面近傍の STEM 像および欠陥部の構造モデルを示す。バーガース解析から、元素濃化部は hcp 構造における拡張 a 転位・a+c 転位に付随した積層欠陥に相当することが示された。

観察結果よりキックに含まれる欠陥は hcp 構造における転位と同様の構造を有していることが示された。上記欠陥では顕著な元素濃化が観察されており、形成された後には高い熱的安定性を有すると考えられる。欠陥構造の形成過程は明らかとなっていないが、すべり変形のみによって元素濃化を含む欠陥構造を形成することは難しいと考えられるため、キック形成では添加元素の拡散を伴う緩和現象が発生していると考えられる。

(2018年8月17日受理)[doi:10.2320/materia.58.96]

Kink Microstructure in Millefeuille Type Mg Alloys; Daisuke Egusa, Michiaki Yamasaki, Yoshihito Kawamura and Eiji Abe

Keywords: Mg alloys, LPSO, MFS, Kink formation, HAADF-STEM

Material: Hot extruded Mg-Zn-Gd alloys

TEM specimen preparation: Ar-ion milling TEM utilized: JEM-2010 (200kV), JEM-ARM200F (200kV)

# ミスフィット転位に誘起された PMN-PT/STO 界面変調構造

東北大学金属材料研究所 木口賢紀 白石貴久 今野豊彦  
東北大学大学院工学研究科 範 滄宇

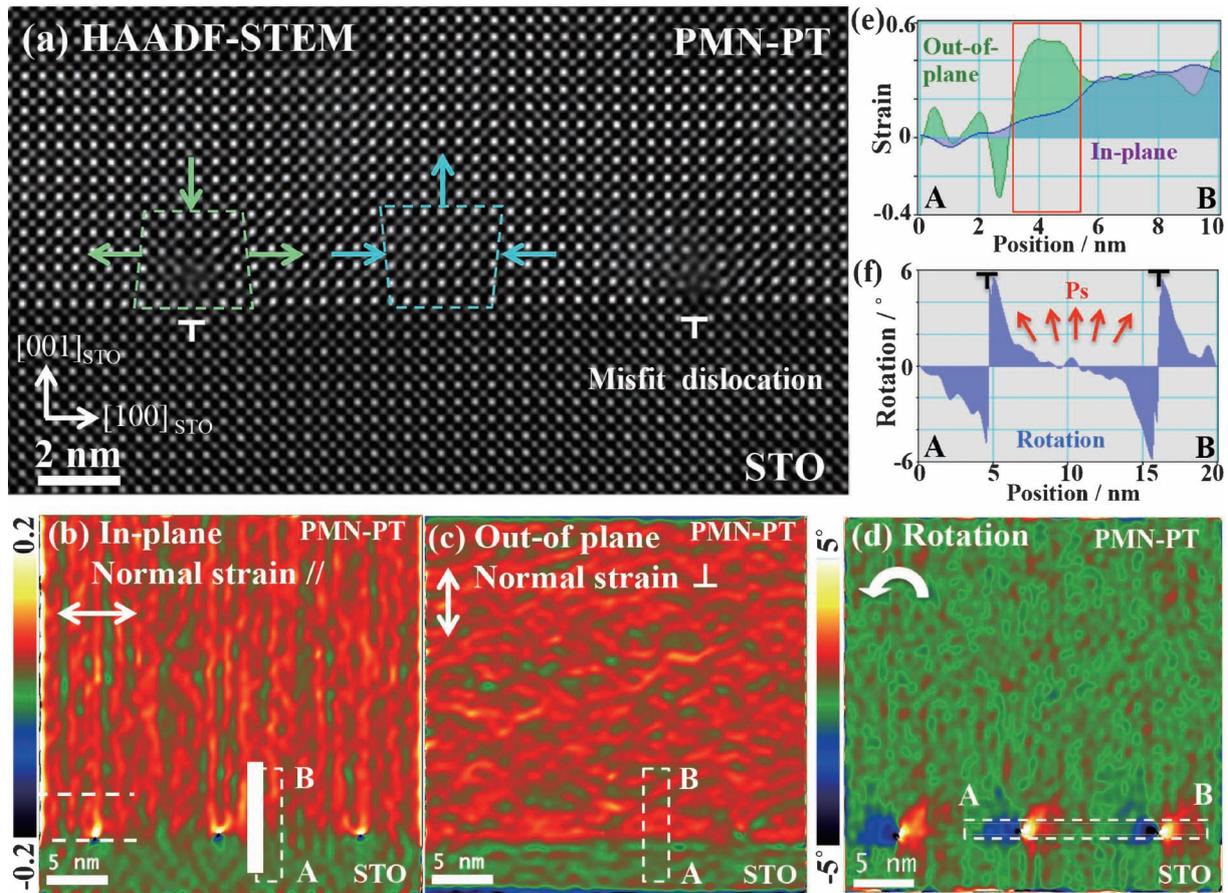


Fig. 1 PMN-PT エピタキシャル薄膜の(a) HAADF-STEM像, 歪みマップの(b) 面内垂直歪み成分, (c) 面外垂直歪み成分, (d) 剛体回転成分, (e)(b)(c)のラインプロファイル, (f)(d)ラインプロファイル.

Pb(Mg<sub>1/3</sub>Nb<sub>2/3</sub>)O<sub>3</sub>-PbTiO<sub>3</sub> (PMN-PT)は巨大な誘電・圧電特性を示し、超音波アクチュエーターなど電子デバイスとして重要な材料である。Fig. 1(a)は、Pb(Mg<sub>1/3</sub>Nb<sub>2/3</sub>)O<sub>3</sub>-20 mol% PbTiO<sub>3</sub> (PMN-PT) 薄膜の HAADF-STEM 断面像で、SrTiO<sub>3</sub> (100) 面上に Cube-on-cube の方位関係でエピタキシャル成長している。原子レベルで急峻な薄膜/基板界面に沿って約 10 nm の周期で  $\mathbf{b} = -\mathbf{a}[100]$  の刃状のミスフィット転位が導入されている<sup>(1)</sup>。この転位芯の周囲(緑色点線)と隣接する転位間の領域(青色点線)に注目すると、転位芯の周囲では薄膜側に単位胞 1 個分の原子配列が抜けることで上に向かって収縮した台形型、転位間では上側に向かって膨張した台形型に原子が配列し、上下非対称な歪み勾配の存在を示している。Fig. 1(a)を含む領域の幾何学的位相解析により、この原子変位場を SrTiO<sub>3</sub> 基板に対する歪み量として表したのが Fig. 1(b)(c)であり、それぞれ界面に平行な垂直歪み成分と面外方向の垂直歪み成分の分布を示す<sup>(1)</sup>。Fig. 1(b)(c)の白点線で囲んだ領域 AB の膜厚方向プロファイルを Fig. 1(e)に示す。Fig. 1(a)で界面直上 2-3 nm の青点線領域では、PMN-PT 薄膜は面内方向に収縮、面外方向に伸張しており、バルク状態では擬立方晶(菱面体晶)相の組成で

あっても、ミスフィット転位が作り出す弾性場により正方晶相に向かって歪んだ単斜晶相であることを示している<sup>(1)</sup>。つまり、成膜温度で格子ミスマッチが緩和するように転位が導入されるが、転位の作り出す弾性場によって界面層に対称性が破れた構造が形成される。Fig. 1(a)で界面に平行な原子配列に注目すると、膜厚方向に正弦曲線の周期的原子変位場が存在する。Fig. 1(d)(f)に格子回転マップと点線領域 AB の面内方向プロファイルを示す<sup>(1)</sup>。転位芯の近傍では±6°の範囲で、転位の中間領域では±1-2°の範囲で格子回転が連続的に変化、つまり結晶の対称性・分極軸が局部的に回転していることを示す。この構造変調は、歪み勾配によって分極が誘起される「フレクソエレクトリック効果」発現の可能性を示唆している。本観察結果は、ミスフィット転位の弾性場に誘起されたフレクソエレクトリック効果を利用した圧電材料研究の更なる展開が期待される。

## 文 献

- (1) T. Kiguchi, C. Fan, T. Shiraishi and T. J. Konno: Jpn. J. Appl. Phys., **56** (2017), 10PB12.  
(2018年10月1日受理)[doi:10.2320/materia.58.97]

Misfit Strain Induced Interface Structure in PMN-PT Epitaxial Thin Films; Takanori Kiguchi, Cangyu Fan, Takahisa Shiraishi and Toyohiko J. Konno

Keywords: STEM, PMN-PT, strain

TEM specimen preparation: ion milling TEM utilized: JEM-ARM200F ColdFEG (200 kV)

# 高精度位相シフト電子線ホログラフィーによる GaN/AlGa<sub>x</sub>N ナノ界面に形成された 2 次元電子ガス層の電位分布観察

(一財)ファインセラミックスセンター 山本 和生

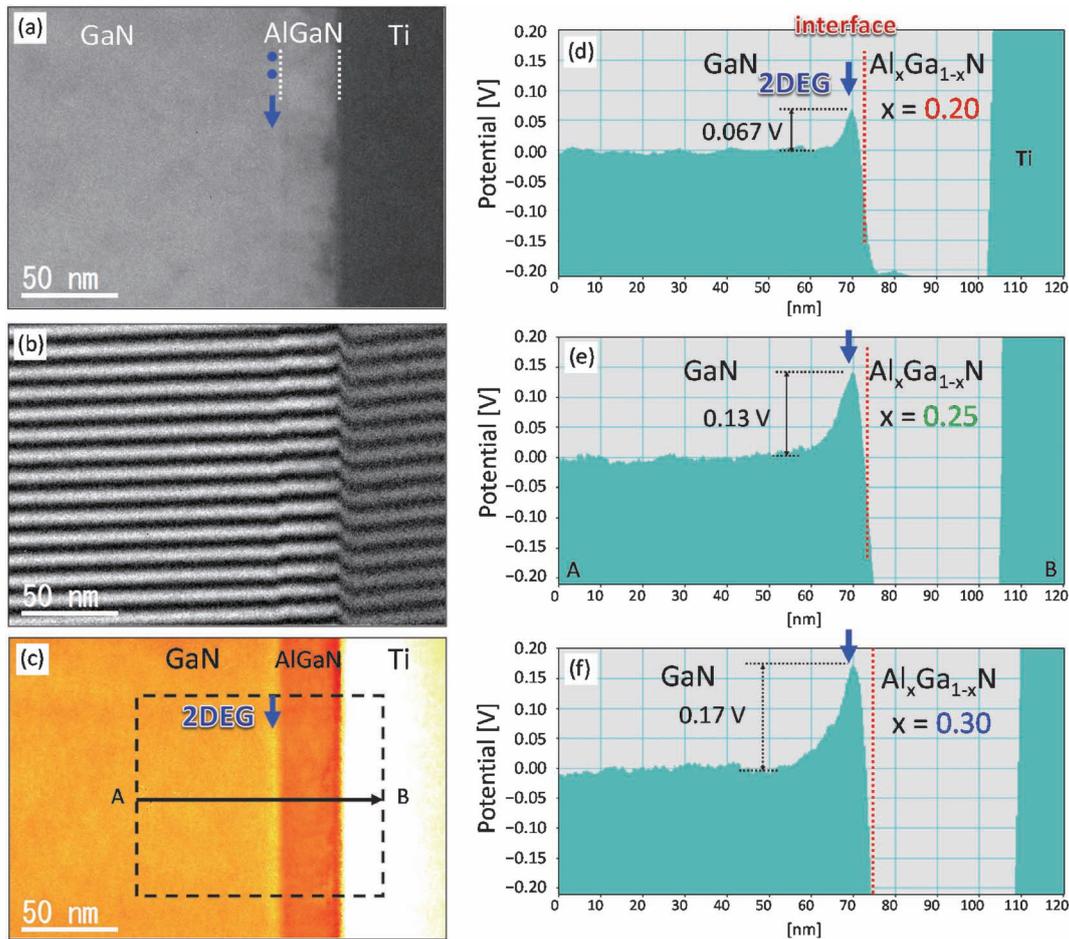


Fig. 1 GaN/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N ナノ界面に形成された 2 次元電子ガス(2DEG)による電位変化(a) 断面 TEM 像, (b) ホログラム, (c) 再生位相像, (d)  $x=0.20$  試料の位相プロファイル, (e)  $x=0.25$  試料の位相プロファイル(A-B 間), (f)  $x=0.30$  試料の位相プロファイル.

窒化ガリウム(GaN)は、次世代の省エネパワーデバイスや高輝度 LED の材料として有望視されている。高機能なデバイスを設計するためには、異なる材料を接合させたヘテロ界面の物性制御が重要となる。特に、GaN/AlGa<sub>x</sub>N 界面では、高密度の 2 次元電子ガス層(2DEG: 2-dimensional electron gas)が形成され、高電子移動度トランジスタの性能を制御するためには、設計通りに 2DEG が形成されているかが重要となる。しかし、通常の TEM では観察することは不可能である。そこで本研究では、高い空間分解能で高精度の位相計測が可能な「位相シフト電子線ホログラフィー」を用いて、2DEG による電位分布を定量的に観察した。Fig. 1 (a)は、GaN/Al<sub>0.25</sub>Ga<sub>0.75</sub>N の断面 TEM 像である。ダメージ層の少ない均一な厚さ(約 250 nm)の TEM 試料を作製するため、冷却 FIB(約 -140°C)を用いた。Fig. 1 (b)は該当する

箇所のホログラムである。干渉縞のみをシフトさせた50枚のホログラムを用いて位相シフト再生を行った位相像を Fig. 1(c)に示す。界面に明るいコントラストが観察される。Figs. 1 (d)-(f)に、それぞれ Al 濃度を変化させた時( $x=0.20, 0.25, 0.30$ )の A-B 位置の位相プロファイルを示す。界面において、2DEG による急峻な電位変化がクリアに観察されていることがわかる。また、Al の濃度に従って、電位の変化量も比例して大きくなっていることがわかり、本手法により定量的に 2DEG の観察/評価が行えることを実証できた。今後、GaN や GaAs, SiC 等、機能性デバイス全般に対して幅広い応用が期待できる。

本研究は、トヨタ自動車株式会社との共同研究により実施された。権藤安則氏、櫛田知義氏に感謝いたします。

(2018年7月12日受理)[doi:10.2320/materia.58.98]

Electric Potential Distributions of Two-Dimensional Electron Gas Layers at GaN/AlGa<sub>x</sub>N Nano-Interfaces Observed by High Precision Phase-Shifting Electron Holography; Kazuo Yamamoto  
Keywords: *electron holography, GaN, 2DEG*  
TEM specimen preparation: cryo-FIB TEM utilized: HF3300-EH (300 kV)

# SUS304の加工誘起マルテンサイト変態に伴う微細組織変化の TEM 観察

大阪府立大学 工学研究科 森 茂生 理学系研究科 久保田佳基  
日本原子力研究開発機構 菖蒲敬久  
新日鐵住金ステンレス㈱ 秦野正治

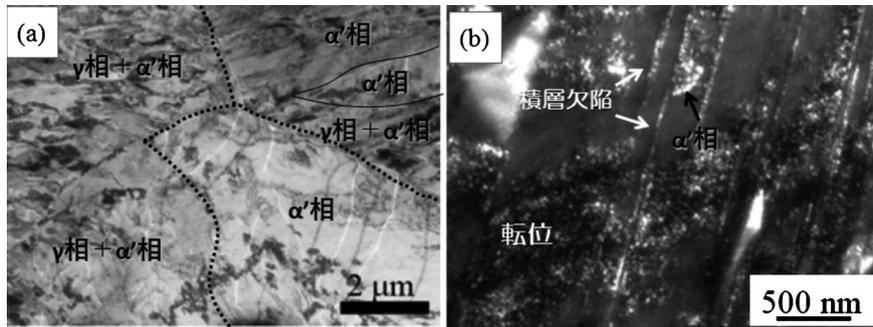


Fig. 1 破断試料におけるローレンツ TEM 像；(a) フレネル像，(b) フォーコ像。

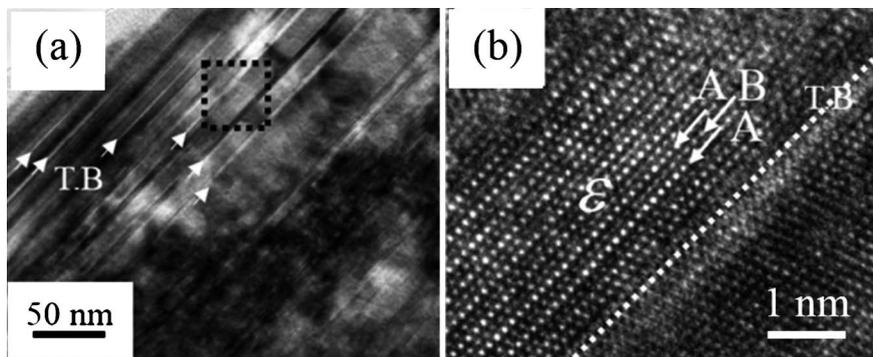


Fig. 2 20%伸び試料における微細組織；(a) 双晶構造の存在を示す明視野像，矢印は双晶構造(T.B)を示している，(b)  $\epsilon$ 相の存在を示す高分解能 TEM 像。

SUS304(18%Cr-8%Ni)は、機械的性質や耐食性に優れた代表的なオーステナイト( $\gamma$ )系ステンレス鋼である。同鋼は、常温で加工を受けると加工誘起マルテンサイト( $\alpha'$ )変態を生じ、材料の強度や延性が著しく向上するという変態誘起塑性を発現する。加工誘起マルテンサイト変態に伴い結晶構造は、母相の $\gamma$ 相は面心立方構造(fcc)で非磁性であり、マルテンサイト相の $\alpha'$ 相は体心立方構造(bcc)で磁性を有する。本研究では、室温の実使用条件下で生じる $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態過程にかかわる微細構造組織について、ローレンツ顕微鏡法(LTEM)および高分解能TEM法(HRTEM)により調べた<sup>(1)</sup>。

SUS304内に存在している磁性相である $\alpha'$ 相の存在形態について、LTEM法を用いて調べた。Fig. 1(a)および(b)にフレネル像およびフォーコ像を示す。フレネル像では、磁壁が明暗の線状のコントラストとして観察される。ここで、結晶粒界は破線で示してある。磁性相である $\alpha'$ 相が数 $\mu\text{m}$ 程度の巨視的な大きさで存在している。また、結晶粒内においては、 $\alpha'$ 相のみが存在している領域に加えて、 $\alpha'$ 相と $\gamma$ 相が共存している領域が存在する。一方、フォーコ像では $\alpha'$ 相の領域が明るいコントラストとして観察される。

Fig. 1(b)中で $\alpha'$ 相は矢印で示すように、積層欠陥に沿って直線状に存在している領域に加えて、転位が集中して存在

している領域に数nmの大きさで存在している。一方、転位や積層欠陥が存在していない領域では、 $\alpha'$ 相は存在せず、 $\gamma$ 相のみが存在している。

次に、SUS304の加工誘起変態に伴うfcc $\rightarrow$ bcc変態過程において、hcp相( $\epsilon$ 相)が中間相として存在しているかどうかを明らかにするために、高分解能TEM観察を行った。Fig. 2は20%伸び試料において得られた高分解能TEM像である。20%伸び試料では、 $\alpha'$ 相は約2%程度だけ存在しており、fcc $\rightarrow$ bcc変態の初期段階であると考えられる。そのため、20%伸び試料では中間相としての $\epsilon$ 相が存在している可能性が高いと考えた。Fig. 2(a)中には、 $\gamma$ 相(fcc)に由来する双晶界面が多数観察された。そこで、中間相として $\epsilon$ 相が双晶界面近傍で存在しているかどうかを調べた結果、Fig. 2(a)の点線四角領域の拡大像であるFig. 2(b)では、 $\gamma$ 相による双晶界面の一部で $\epsilon$ 相が数nmの大きさで存在していることがわかった。また、双晶界面の領域でABABAB...の順序で原子配列が生じており、 $\epsilon$ 相であると判断できる。

## 文 献

- (1) M. Hatano, Y. Kubota, T. Shobu and S. Mori: Philos. Mag. Lett., **96**(2016), 220-227.

(2018年8月16日受理)[doi:10.2320/materia.58.99]

TEM Observation of Microstructures Formed in the Strain-Induced Transformation of Stainless Steel; Shigeo Mori, Yoshiki Kubota, Takahisa Shobu and Masaharu Hatano

Keywords: Lorentz TEM, strain-induced transformation, SUS304

TEM specimen preparation: ion milling TEM utilized: JEM-21010M, JEM-2100F (200kV)

## 電子線ホログラフィーによる帯電したセルロースナノファイバー周囲の電場観察

東北大学工学研究科 本郷将嗣  
東北大学多元物質科学研究所 赤瀬善太郎 佐藤隆文  
東北大学多元物質科学研究所・理化学研究所 進藤大輔  
大阪大学産業科学研究所 古賀大尚 能木雅也

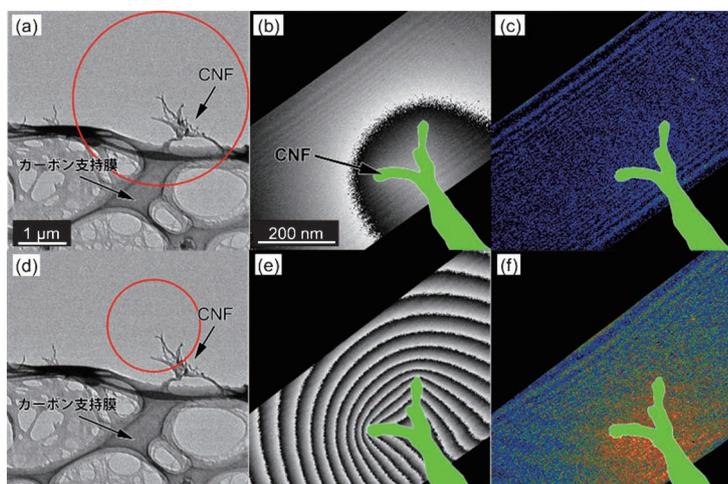


Fig. 1 CNFの(a), (d)TEM像, (b), (e)位相再生像及び(c), (f)振幅再生像. (b), (c)では視野外においてカーボン支持膜にも電子線が照射されている. (e), (f)では試料のみに電子線が照射されている.

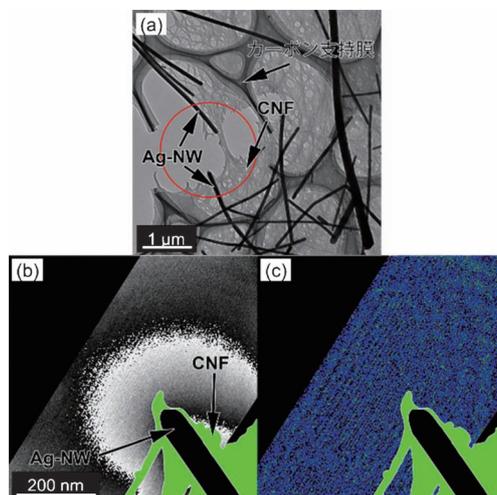


Fig. 2 CNFとAg-NW混合試料の(a)TEM像, (b)位相再生像及び(c)振幅再生像.

電子線ホログラフィーでは試料周辺を通過した電子波(物体波)を振幅と位相の情報を持つ複素数の波動として再生することができ、位相変調を抽出した位相再生像では試料内外の電磁場分布を可視化することができる。一方、振幅再生像は通常のTEM像と同じような電子線強度分布像となるが、それに加えて、電子線の干渉性の分布も反映した像となる。これは電子線の干渉性が低下しホログラムのヴィジビリティが低下した領域では再生される振幅の値も低下するためである。我々はこの性質を利用し、時間的な電磁場変動を起こしている領域を可視化する新しい手法の開発し、現在、非導電性試料観察時の試料の帯電現象の解明に取り組んでいる。本稿では、高絶縁性を有するセルロースナノファイバー(CNF)及びCNFと銀ナノワイヤ(Ag-NW)を組み合わせた際の帯電状態と2次電子挙動を観察した例を示す。

まず、試料帯電は試料の導電性だけでなく電子線の照射条件にも大きく依存することがわかる例を示す。Fig. 1に電子線照射領域を変化させた際のCNFの位相再生像と振幅再生像を示す。位相再生像における等高線は、試料外部の真空領域での等電位線に、振幅再生像における明るい部分は、2次電子などにより電場が時間変動している領域に対応している。Fig. 1(a), (d)の赤枠で囲われた領域は、ホログラフィー観察する際の電子線照射領域を示している。電子線が観察

視野外で支持膜にも照射されている状態で観察すると、試料帯電は弱く(Fig. 1(b))、電場の時間変動(Fig. 1(c))は検出されなかった。これは支持膜から放出された2次電子が帯電した試料に引き寄せられて吸収されるためと考えられる。一方、小径の収束絞りをを用いて電子線を試料のみに照射すると、支持膜からの2次電子供給がなくなり、強い帯電(Fig. 1(e))と電場の時間変動(Fig. 1(f))が観察された。

次に、試料周辺の導電物質と非導電物質の配置が2次電子挙動に影響する例を示す。Fig. 2はCNFとAg-NWの混合試料の観察結果で、Fig. 2(a)の赤枠は電子線照射領域を示しており、電子線を試料のみに照射した際の結果である。位相再生像はCNF単体での観察結果と異なり電位勾配が逆になっており、CNFの帯電で電位が高くなった試料周辺領域に対して、導電性のAg-NWの電位が下がっている様子が観察された(Fig. 2(b))。また2次電子は電位勾配に沿ってAg-NWから離れたため、電場の時間変動は検出されなかった(Fig. 2(c))。

本観察手法により、電子線ホログラフィーは定常的な電磁場分布の観察手法から、ダイナミックな電磁場の時間変動を可視化できる手法へ拡張され、応用が期待される。

(2018年8月17日受理)[doi:10.2320/materia.58.100]

# 電圧印加時 GaAs p-n 接合の高精度電子線ホログラフィーその場観察

一般財団法人ファインセラミックスセンター 穴田 智史 山本 和生 平山 司  
古河電気工業株式会社 佐々木宏和 堀 祐臣 衣川耕平 今村明博  
東京大学・ファインセラミックスセンター 柴田直哉

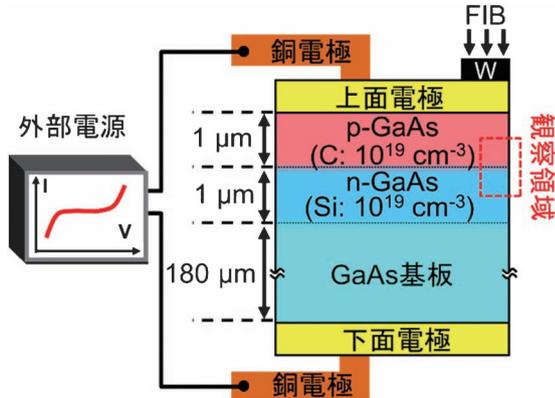


Fig. 1 電圧印加その場観察用 GaAs p-n 接合試料. (オンラインカラー)

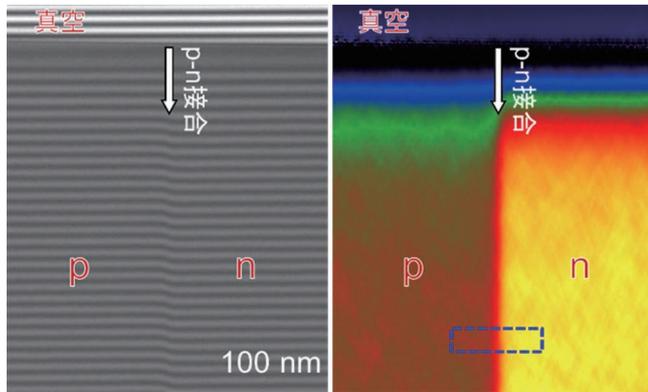


Fig. 2 無バイアス時の p-n 接合のホログラム(左)と位相像(右). (オンラインカラー)

昨今、半導体デバイスの研究開発において、動作中の電位分布をナノスケールで観察することが益々重要となっている。これまで、半導体素子の電位分布観察には電子線ホログラフィーが用いられてきた。この手法では、試料を透過した物体波と真空のみを通過した参照波を電子線パイプリズムにより重ね合わせ、干渉縞のパターン(ホログラム)を撮影する。ホログラムから物体波の位相を再生することで試料の電位分布が得られる。しかし、電圧印加に伴う微小な電位分布変化を正確に観察するには、従来法では計測精度が不十分であった。本研究では、我々が独自に開発した位相シフト電子線ホログラフィーを用いることで、電圧印加時の GaAs p-n 接合試料の電位分布を高精度にその場観察することに成功した<sup>(1)</sup>。観察用試料は収束イオンビーム(FIB)加工を用いて、

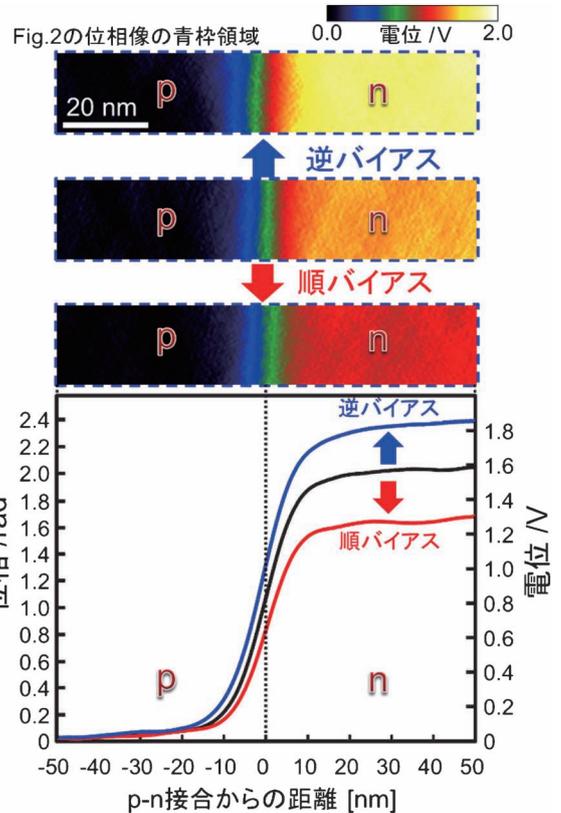


Fig. 3 電圧印加による p-n 接合の電位(位相)変化. (オンラインカラー)

温度 120 K の低温下でバルク試料の一部を薄膜化することにより作製した。この試料を電圧印加用 TEM 試料ホルダーにセットし、外部電源と電的に接続することで TEM 内試料への電圧印加を可能とした。観察はホログラフィー電子顕微鏡(HF-3300EH)を用いて加速電圧 300 kV で実施した。位相シフト法による位相再生には、入射電子線の初期位相をシフトして撮影した50枚のホログラムを用いた。

## 文 献

- (1) S. Anada, K. Yamamoto, H. Sasaki, N. Shibata, Y. Hori, K. Kinugawa, A. Imamura and T. Hirayama: J. Appl. Phys., **122** (2017), 225702.

(2018年 8月16日受理)[doi:10.2320/materia.58.101]

Precise Potential Observation of a Biased GaAs p-n Junction by *in situ* Phase-shifting Electron Holography; Satoshi Anada, Kazuo Yamamoto, Hirokazu Sasaki, Naoya Shibata, Yujin Hori, Kohei Kinugawa, Akihiro Imamura and Tsukasa Hirayama  
Keywords: *electron beam holography, p-n junction, cooling focused ion beam*  
TEM specimen preparation: Cryo FIB TEM utilized: HF-3300EH (300 kV)

## DPC STEM を用いた高分解能 pn 接合電場観察手法

東京大学 遠山 慧子 関 岳人

古河電気工業株式会社 佐々木宏和

東京大学・ファインセラミックスセンターナノ構造研究所

幾原 雄一 柴田 直哉

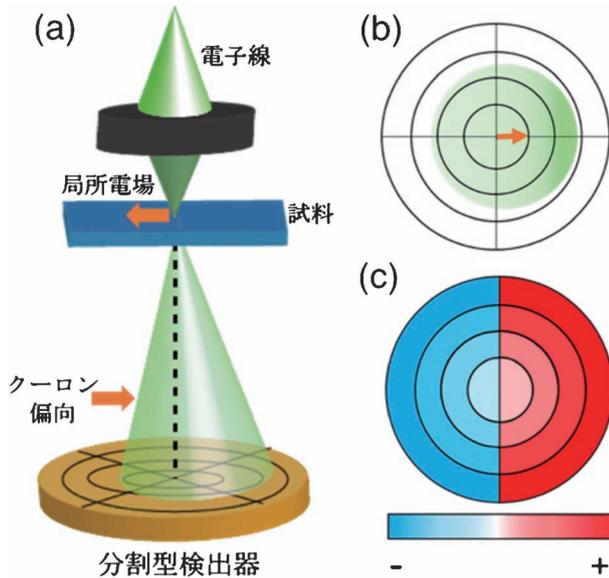


Fig. 1 DPC STEM の模式図。(a) 試料局所電場による電子線偏向の様子。(b) 分割型検出器。緑の円は偏向した電子線回折図形を表す。(c) 横方向の重心計測法模式図。各検出器で得られた像をその検出器の重心で重み付けして足し合わせることで回折図形の近似重心が得られる。

走査透過型電子顕微鏡法(STEM)を用いた微分位相コントラスト法(DPC)は材料内の局所電磁場を高い空間分解能で可視化できる手法として近年注目を集めている<sup>(1)</sup>。我々は、高分解能観察が難しいとされるpn接合をモデルサンプルとし、接合界面にできる内蔵電場の可視化を行った。

Fig. 1にDPC STEMの概略図を示す。DPC STEMではSTEMの明視野にFig. 1(b)に示すような分割型検出器を用いる。試料内に局所電場が存在するとき、電場上を電子線プローブが走査すると、電子線がクーロン力によって電場と反対の方向に偏向する。この偏向量を分割型検出器を用いて捉えることで試料内の電場分布を実空間像として得ることができる。このとき、電子線回折図形の重心を求めると電磁場の定量性がよいことが知られている<sup>(2)</sup>。重心計測法では分割された各検出器で取得した16枚の像をFig. 1(c)にあるような検出器の幾何学的重心で重み付けして足し合わせることで、

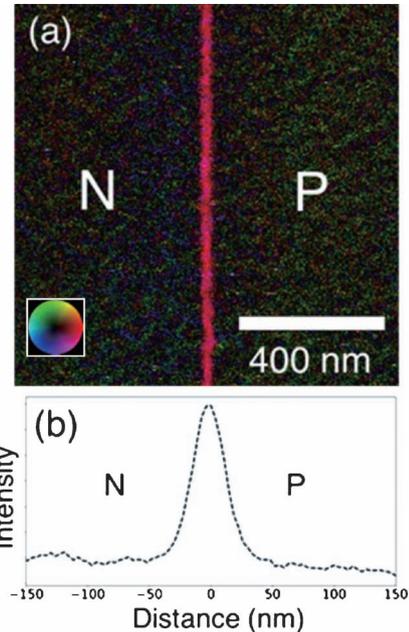


Fig. 2 DPC STEM で取得したpn接合内蔵電場像。(a) 内蔵電場のベクトルカラーマップ。(b) pn接合付近の電場水平成分ラインプロファイル。

各プローブ位置での回折図形の重心を近似的に求める。さらにこの重心計測を直交する2方向で行うことで、試料内の電場をベクトル量として可視化することができる。Fig. 2にDPC STEMで取得した半導体GaAsのpn接合像を示す。図中の赤いコントラストは左から右への電場を表しており、pn接合の電場構造を可視化できていることがわかる。電場強度の定量化については未だ議論の余地があるが、DPC STEMは今後の電磁場解析に有用な手法であると言える。

### 文 献

- (1) N. Shibata *et al.*: *Sci. Rep.* **5**(2015), 10040.
- (2) T. Seki *et al.*: *Ultramicroscopy*, **182**(2017), 258.  
(2018年8月7日受理)[doi:10.2320/materia.58.102]

## 高感度電子線ホログラフィーによる GaN 系半導体のドーパント濃度分布の観察

一般財団法人ファインセラミックスセンター 仲野 靖孝 松本 実子 穴田 智史 山本 和生  
石川 由加里 平山 司  
名古屋大学 安藤 悠人 小倉 昌也 田中 敦之 本田 善央 天野 浩

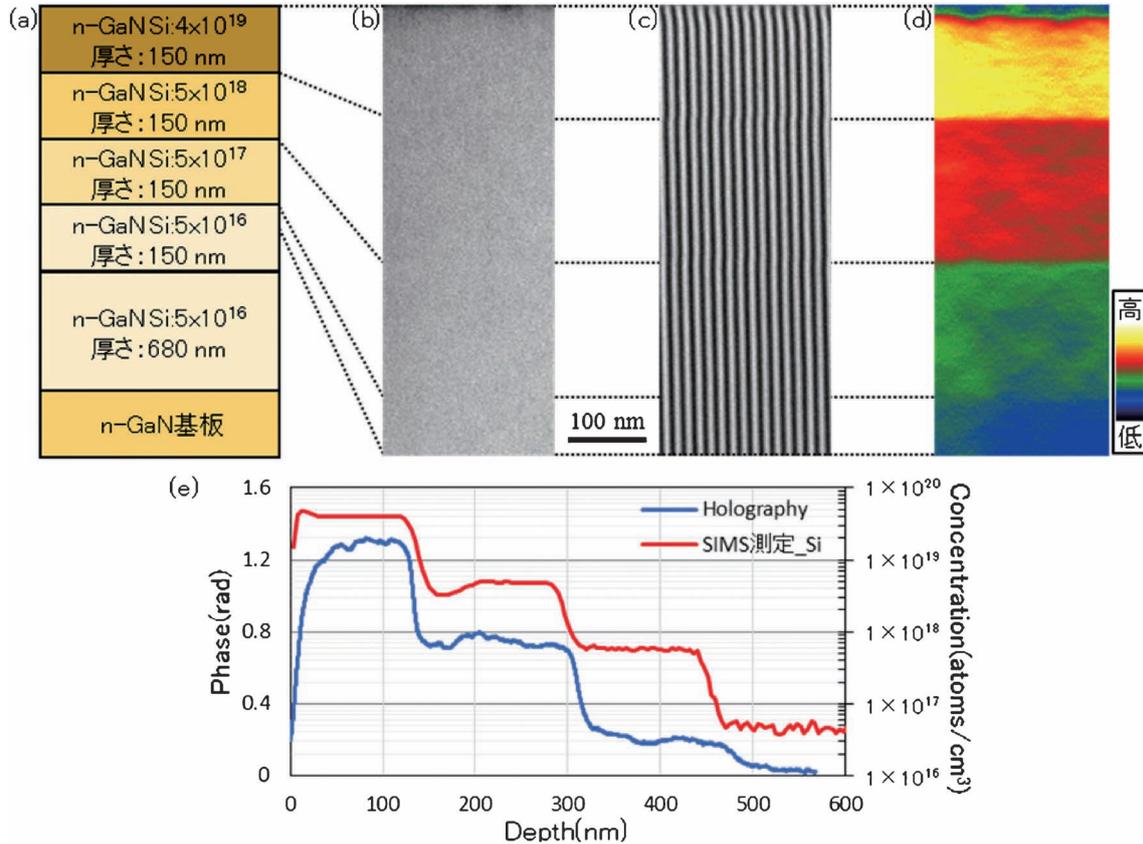


Fig. 1 段階的にドーパント濃度を変化させた n-GaN 試料の (a) 模式図 (b) TEM 像 (c) Hologram (d) Hologram を用いて再生した位相像 (e) 位相像のラインプロファイルと SIMS 測定の結果を比較したグラフ。

窒化ガリウム (GaN) 系半導体は、優れた特性を多く持つため、高性能な光デバイスやパワーデバイスの材料として期待されている。デバイスを作製する場合、pn 接合の位置やドーパント濃度分布を計測・評価することは極めて重要である。本研究では、従来法と比較して検出感度 3 倍、空間分解能 8 倍の高感度電子線ホログラフィーを用いて、Si をドーパした n-GaN のドーパント濃度分布をとらえることに成功したので報告する。

今回、実験に用いた試料構造の模式図を Fig. 1 (a) に示す。試料は、n-GaN 基板の上に  $5 \times 10^{16} \sim 4 \times 10^{19}$  (atoms/cm<sup>3</sup>) まで段階的にドーパント濃度を分布させた構造をしている。Fig. 1 (b), (c), (d) に同一視野の TEM 像、

Hologram、位相像を示す。TEM 像のコントラスト変化を読み取ることで、ドーパント濃度分布をとらえるのは困難であった。Hologram を目視で確認したところ、縞の一部が曲がっていることが確認できた。Hologram を再生した位相像では、ドーパント濃度分布と同じ 4 段階で位相が変化していることが確認できた。Fig. 1 (e) に、位相像のラインプロファイルと SIMS 測定の結果を比較したグラフを示す。SIMS 測定でドーパント濃度が変化している辺りで位相が変化していることが確認できた。このことから、位相変化はドーパント濃度分布を反映していることがわかった。

(2018年 8月17日受理) [doi:10.2320/materia.58.103]

Observation of Dopant Concentration in GaN Semiconductor by High Sensitivity Electron Holography; Kiyotaka Nakano, Miko Matsumoto, Satoshi Anada, Kazuo Yamamoto, Yukari Ishikawa, Tsukasa Hirayama, Yuto Ando, Masaya Ogura, Atsushi Tanaka, Yoshio Honda and Hiroshi Amano

Keywords: TEM, electron holography, nitride semiconductor, GaN

TEM specimen preparation: Cryo-FIB (NB5000) TEM utilized: HF-3300EH (300 kV)

## DPC STEMによる原子分解能電場観察

東京大学大学院工学系研究科総合研究機構 関 岳人 Sánchez-Santolino Gabriel 石川 亮  
Monash University Findlay Scott D.  
東京大学・ファインセラミックスセンター ナノ構造研究所  
幾原雄一 柴田直哉

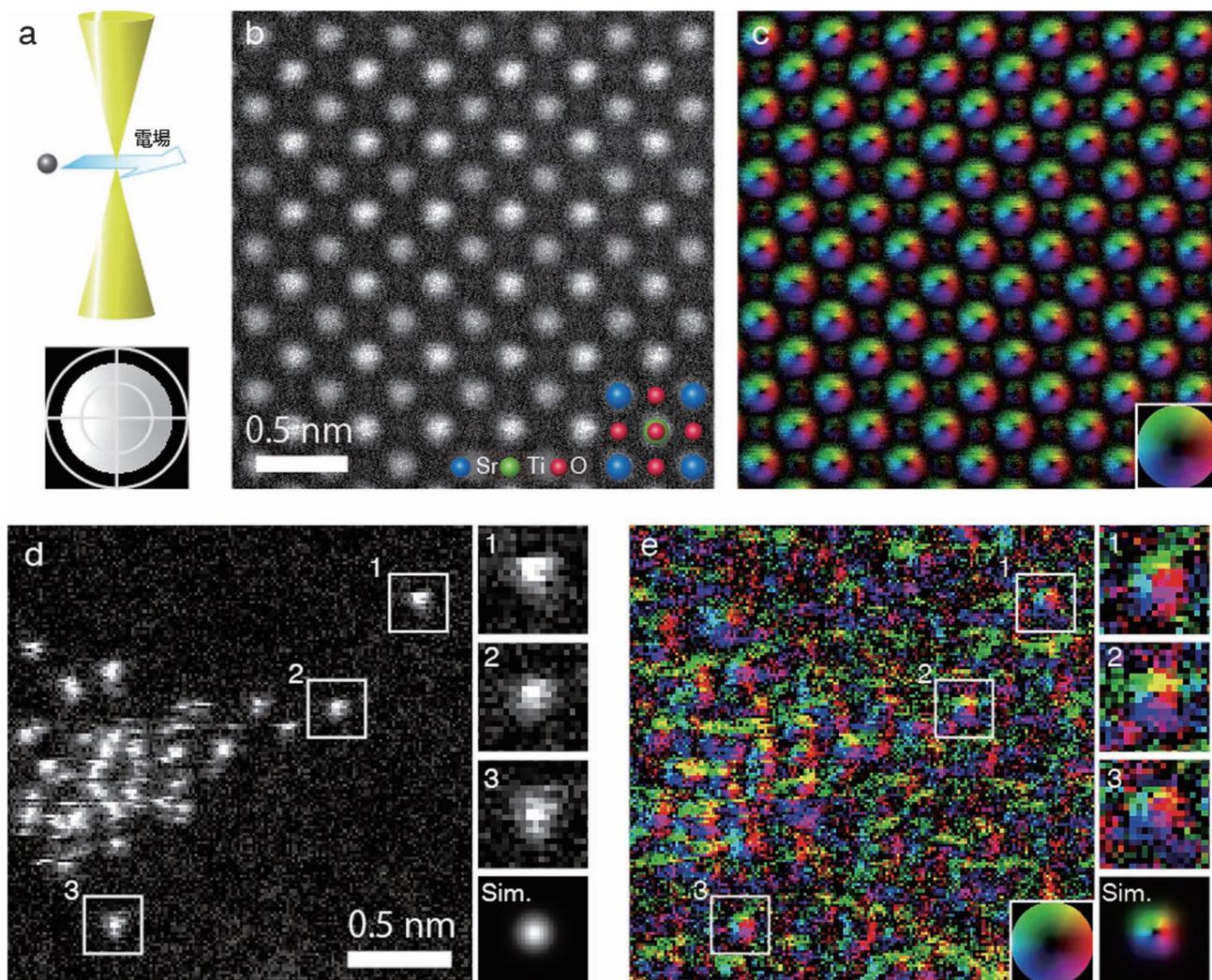


Fig. 1 (a) 分割型検出器を用いた DPC STEM の模式図. SrTiO<sub>3</sub>[001]方位の (b) ADF 像と (c) DPC 像. 金単原子の (d) ADF 像と (e) DPC 像.

微分位相コントラスト (DPC) 法は走査透過型電子顕微鏡 (STEM) の検出面に分割型検出器を配置することによって、試料上で細く収束させた電子線の試料内部の電磁場による偏向を検出する顕微鏡法である (Fig. 1(a)). 主にメゾからマクロスケールにおいて電磁場を可視化することに成功してきた<sup>(1)</sup>. 最近、同手法での観察を原子分解能で行うことで、SrTiO<sub>3</sub> (Fig. 1(b), (c)) と金単原子 (Fig. 1(d), (e)) の原子核と電子雲が作る電場を可視化することに成功した<sup>(2)</sup>. これらの像シミュレーションの結果と定量的な比較を行うと、中性

原子のポテンシャルを用いるよりもイオン原子のポテンシャルを用いた方が実験によく一致する. 本研究結果は、原子分解能 DPC が化学結合の直接観察の可能性を有していることを示すものである.

### 文 献

- (1) N. Shibata *et al.*: Acc. Chem. Res., **50** (2017), 1502–1512.
- (2) N. Shibata *et al.*: Nat. Commun., **8** (2017), 15631.  
(2018年8月20日受理) [doi:10.2320/materia.58.104]

Electric Field Imaging at Atomic Resolution by DPC STEM; Takehito Seki, Gabriel Sánchez-Santolino, Ryo Ishikawa, Scott D. Findlay, Yuichi Ikuhara and Naoya Shibata  
Keywords: STEM (scanning transmission electron microscopy), DPC (differential phase contrast)

## 高周波トランス用 MnZn フェライトの磁区構造変化のその場観察

東北大学多元物質科学研究所 赤瀬善太郎 佐藤隆文 進藤大輔  
株式会社トーキン 三角彰太 千葉龍矢

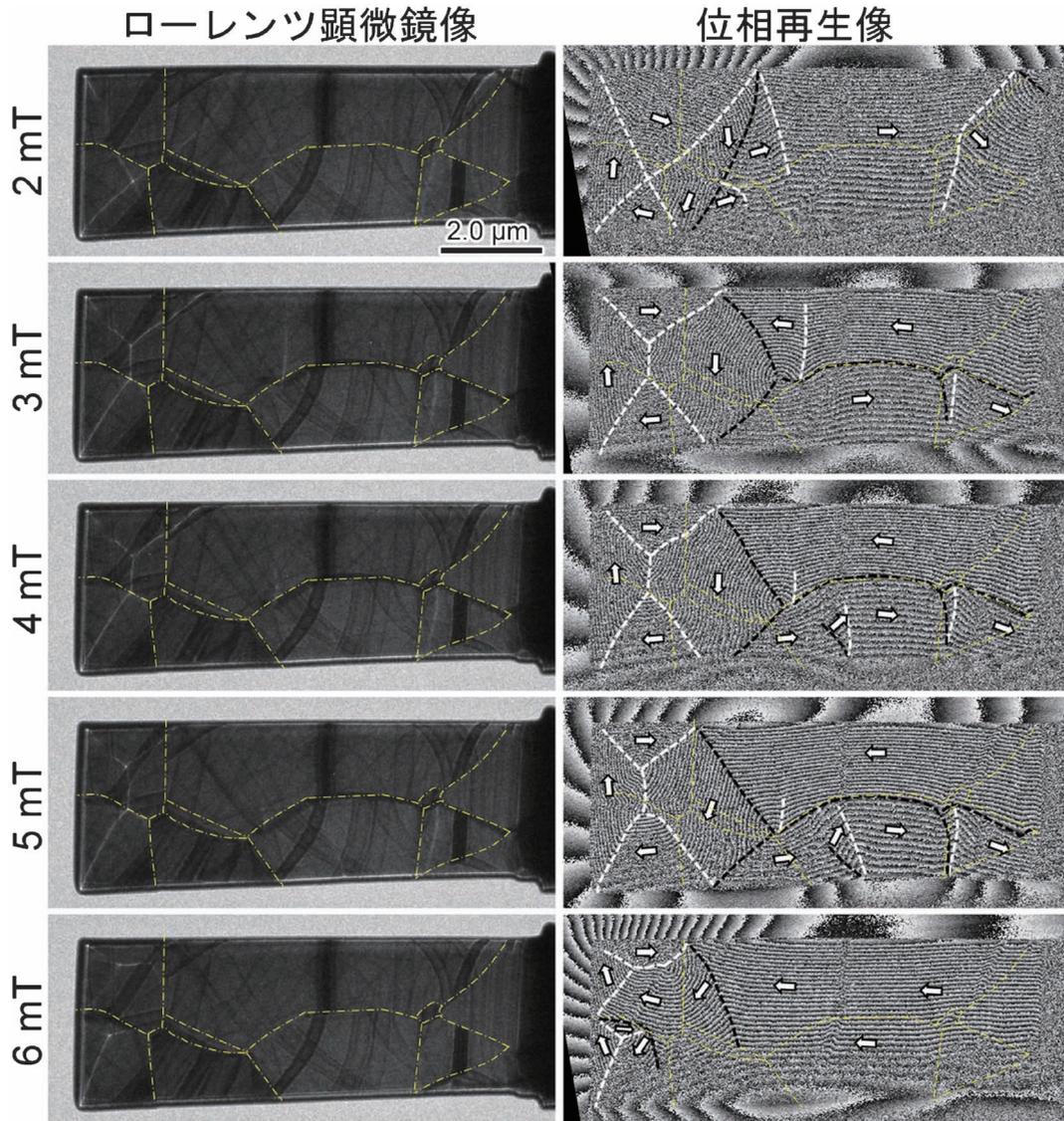


Fig. 1 高周波トランス用 MnZn フェライトの外部磁場(印加方向:左)下におけるローレンツ顕微鏡像と位相再生像.

MnZn フェライトは電源用のトランスやチョークコイルの磁心材料として電子機器に広く用いられている。エネルギーロスがより小さな磁心材料を開発するには、材料中の磁区構造や磁壁の挙動を設計し、それを確認することが重要となる。ここでは高周波トランス用 MnZn フェライト(従来材・量産品)の磁区構造を、ローレンツ顕微鏡法および電子線ホログラフィーにて観察した結果を示す。観察には磁気シールドレンズと電子線バイプリズムを搭載した透過電子顕微鏡 JEM3000F、および鏡筒内で試料に水平方向の外部磁場を印加できる磁場印加ホルダを用いた。Fig. 1 左列は、各外部磁場(印加方向:左)下における MnZn フェライトのローレンツ顕微鏡像である(黄色の一点鎖線は結晶粒界の位置)。試料の湾曲に伴う等傾角干渉縞が多数存在するためわかりにく

いが磁壁の位置に明線および暗線のコントラストが生じている。Fig. 1 右列は電子線ホログラフィーで得られた位相再生像で、位相の等高線(縞状のコントラスト)が磁束線に対応している。白黒の鎖線はローレンツ顕微鏡像に見られる明線および暗線の磁壁コントラストの位置に対応している。外部磁場の増大と共に磁壁が移動し、磁化が反転の様子が観察された。また磁壁が試料中央部に横切る粒界の位置でやや安定化していることも明らかとなっている。

本研究は、文部科学省先端研究基盤共用促進事業「アトミックスケール電磁場解析プラットフォーム」を活用して実施されている。

(2018年 8月20日受理)[doi:10.2320/materia.58.105]

*In-situ* Observation of Magnetic Domain Structure of MnZn-Based Ferrite for High Frequency Transformer; Zentaro Akase, Takafumi Sato, Daisuke Shindo, Shouta Misumi and Tatsuya Chiba

Keywords: Lorentz microscopy, electron holography, MnZn-based ferrite

TEM specimen preparation: Focused ion beam TEM utilized: JEM-3000F (300 kV)

# 電子線ホログラフィーによる磁壁観察を通じたバルク磁気物性の評価

理化学研究所・京都大学大学院工学研究科 新津 甲大  
 榊日立製作所 谷垣 俊明  
 理化学研究所 原田 研  
 理化学研究所・東北大学多元物質科学研究所 進藤 大輔

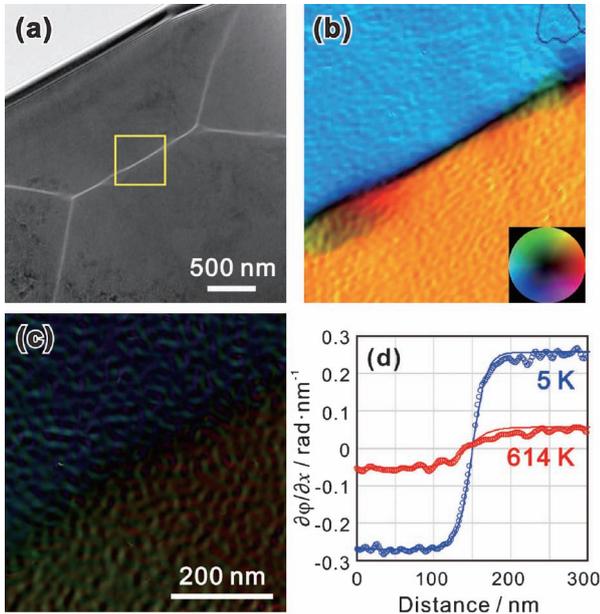


Fig. 1 (a) Ni 薄膜の Lorentz 像 (over focus). 電子線ホログラフィーにより得られた (b) 5 K, (c) 614 K での 180° 磁壁近傍 (a) 黄枠部) の面内磁束分布. (磁束密度・方向は (b) 挿図の color wheel 参照) (d) 同 180° 磁壁を跨ぐ位相変化プロファイル.

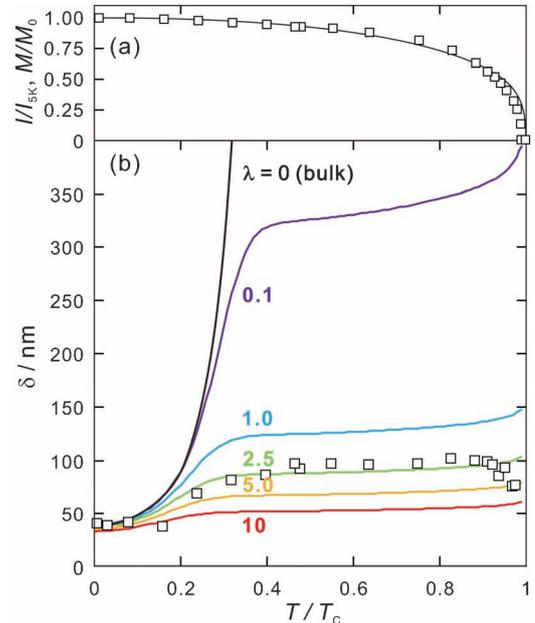


Fig. 2 (a) Ni の自発磁化の温度依存性  $M/M_0$  (曲線) と測定された磁区内の位相変化の温度依存性  $I/I_{5K}$  (プロット). (b) 磁壁幅  $\delta$  の温度依存性.

バルク強磁性体に導入される 180° Bloch 磁壁の幅  $\delta$  は交換エネルギー  $\gamma_{ex}$  と結晶磁気異方性エネルギー  $\gamma_{ani}$  の和についての最小化の要請から  $\pi(A/K_c)^{0.5}$  ( $A$ : 交換スティフネス係数,  $K_c$ : 結晶磁気異方性定数) で近似される. しかし薄膜という強い形状異方性の下では bcc や fcc 強磁性体の 180° Bloch 磁壁は必ずしも安定でなく, 計測される  $\delta$  はバルクのそれとは異なる可能性が考えられる.

Fig. 1 (a) は Ni を磁化容易軸を含む (110) 面で薄膜化した試料の磁区組織である. ここで見える 180° 磁壁近傍に対し 5 K ~  $T_c$  (キュリー温度; 627 K) 直下の温度域にて電子線ホログラムを取得し, 面内磁束分布像を得た. 5 K および 614 K における面内磁束分布を Fig. 1 (b), (c) に示す. 両温度における磁区を跨ぐ位相変化プロファイル (Fig. 1 (d)) より, 温度上昇に伴い磁区内の磁束密度は減じるものの磁壁構造はほぼ同じ構造を保っていることがわかる. 磁区内の面内磁束密度に対応する位相変化の温度依存性は既報の自発磁化の温度依存性と良い一致を示した (Fig. 2 (a)). 一方, Fig. 2 (b) に示す通り,  $\delta$  の温度依存性は単調ではなく  $(A/K_c)^{0.5}$  の温度依存性 (図中黒線) とは一致しないことが分かった.

この不一致を説明するため, 静磁エネルギー  $\gamma_{mag}$  の影響

を加味し, 試料の形状異方性を記述するためのパラメータ  $\lambda$  を導入すると, 同磁壁のエネルギ  $\gamma$  は,

$$\gamma \approx (A\pi^2/\delta) + (\delta K_c/2) + \lambda \cdot [\pi\delta^2/(\delta + D)] M_s^2$$

( $D$ : 試料厚さ) と近似される. Fig. 2 (b) に様々な  $\lambda$  に対し  $\partial\gamma/\partial\delta$  を満足する  $\delta$  の温度依存性を示す.  $\gamma_{mag}$  の影響を考慮しないバルクモデル ( $\lambda = 0$ ) では観察される  $\delta$  の温度依存性を説明できないのに対し, 適切な  $\lambda$  値を選び  $\gamma_{mag}$  の影響を加味することで実験結果を再現する温度依存性が得られる. このことは, バルク内部と異なり, 薄膜では  $\gamma_{mag}$  の増大を防ぐために shrink した磁壁になっていることを意味する. なお, この近似は磁気弾性異方性や結晶磁気異方性の小さい cubic 系の強磁性体で比較的良好に成り立つと考えられる.

$A$  や  $K_c$  の実測には良質な単結晶が必要とされるだけでなく概して精密・高度な実験が求められる. 電子線ホログラフィー観察による  $\delta$  の実測と,  $\gamma_{mag}$  を適切に評価することでこれらの絶対値だけでなく温度依存性までも簡便に見積もることが可能になると期待できる<sup>(1)</sup>.

## 文 献

- (1) K. Niitsu, et al.: Appl. Phys. Lett., **113** (2018), 222407.  
 (2018年 8月 7日 受理) [doi:10.2320/materia.58.106]

# 研究所紹介

## 非鉄金属製錬業の持続的発展を 目指して

東北大学多元物質科学研究所；准教授 打越 雅仁

近年、非鉄金属製錬業を取り巻く環境は厳しさを増し、状況は急激に変化しています。このような状況下で国際メジャーと対峙し、競争力を維持していくためには、製錬事業における技術革新および優秀な技術者の育成が必須課題です。そこで、東北大学多元物質科学研究所と住友金属鉱山株式会社は、1年をかけて検討を重ね、国内非鉄金属製錬業の持続的発展のために、2018年4月に共同研究部門を開設しました。

### 【目的】

- 日本の非鉄金属製錬業界全体の利益に資する共同研究テーマの推進
- 次世代非鉄金属製錬業界を担う人材育成
- 非鉄金属製錬業の社会への啓発活動

### 【概要】

部門名：非鉄金属製錬環境科学研究部門  
(住友金属鉱山共同研究ユニット)

設置期間：2018年4月～2023年3月(5年間)

メンバー：福山博之教授(兼任)研究統括  
村松淳司教授(兼任)  
柴田浩幸教授(兼任)  
今村正樹客員教授  
打越雅仁准教授

共同研究テーマとして、

- 二次原料、工程内廃棄物を含め、多様な製錬原料からの有価金属の効率的回収に関する研究
- 非鉄金属製錬操業の先進化に関する研究
- 忌避金属の用途開発に関する研究

を選定しました。同じ多元物質科学研究所内に設置された金属資源プロセス研究センターと密接な連携を取り、共同研究を進めています。同センターには、非鉄金属製錬以外の研究分野で活躍されておられる研究者も多く、これまでとは異なる視点からのアプローチによる課題解決をはかります。研究成果は学会・セミナー等で公開し、日本の非鉄金属製錬業の国際競争力の向上に寄与し、ひいては持続可能な社会の実現に貢献することを目指します。

大学生・大学院生の共同研究への参画や、非鉄金属製錬各社との連携による合宿セミナー・工場見学を通じて、非鉄金属製錬学への好奇心を刺激して、人材育成に努め、優秀な技術者の確保につなげたいと考えています。今年度は、9月13日から14日に大学院生を対象とした合宿セミナー(講義・見学会)をJOGMEC金属資源技術研究所(秋田県鹿角郡小坂



図1 記念式典の様子。左から東北大学多元物質科学研究所 教授(研究統括)福山博之、同所長 村松淳司、東北大学理事(産学連携)矢島敬雅、住友金属鉱山株式会社代表取締役副社長 久保田毅、同執行役員技術本部長 今村正樹(2018年4月5日住友会館にて)。



図2 合宿セミナーの様子(2018年9月13日JOGMEC金属資源技術研究所にて)。

町)で開催しました。参加学生からは、現場で活躍する技術者の話を聞いて非鉄金属製錬への興味が湧いた、懇親会では普段聞く機会のない仕事に関する話が聞けて働くことについてのイメージを持つことができた、などの感想があり、実りの多いセミナーでした。

大学院生への教育活動として、東北大学大学院工学研究科マテリアル・開発系や環境科学研究科と連携して、非鉄金属製錬学の講義を来年度開講すべく、準備を進めています。

2018年秋の資源・素材学会では、企画講演「非鉄金属製錬における産学連携の推進」において、当共同研究部門と先行する東京大学一JX金属株式会社、京都大学一三菱マテリアル株式会社の寄附研究部門とそれぞれに特色のある産学連携活動を紹介しました。非鉄金属製錬業の持続的発展のためには、多様な取り組みが必要であり、今後も同様の取り組みが多方面からなされることを期待します。

当共同研究部門では、共同研究と教育活動、さらに他大学の産学連携拠点との協力を通じて、我が国の非鉄金属製錬業をはじめとする素材製造業全体の発展に貢献すべく、活動を展開したいと考えています。

(連絡先：〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1)

(2018年11月22日受理) [doi:10.2320/materia.58.107]

# 部品製造工程を革新する冷間鍛造用 肌焼鋼 JECF<sup>®</sup> の開発

今浪 祐太<sup>1)</sup> 岩本 隆<sup>1)</sup> 西村 公宏<sup>2)</sup>

## 1. 緒 言

自動車用歯車等の高疲労強度を要する機械部品では、鋼を熱間鍛造または冷間鍛造した後、浸炭熱処理を経て製造されるケースが多い。冷間鍛造は寸法精度に優れるため、鍛造後の切削量低減による生産性向上を可能にする。一般的な冷間鍛造部品の製造プロセスを図1に示す。冷間鍛造に際しては、軟化焼鈍(以下、焼鈍)により、変形抵抗の低減を図ることが一般的である。また、浸炭熱処理時のオーステナイト(以下、 $\gamma$ )異常粒成長防止のため、浸炭前焼準(以下、焼ならし)も広く実施される。近年、部品価格競争は激化しており、焼鈍や焼ならし等の熱処理を省略可能な付加価値の高い鋼のニーズが高まっている。

そこで、著者らは、浸炭時の異常粒成長に及ぼす冷間鍛造プロセスの影響を検討し、焼鈍省略自体が $\gamma$ 異常粒成長の抑制に寄与することに注目、この機構を解明して、開発コンセプトとして活用した。その結果、冷間鍛造前の焼鈍と浸炭前の焼ならしを同時に省略可能な肌焼鋼 JECF<sup>®</sup>(JFE-Easy-Cold-Forging)を開発した。本稿では JECF<sup>®</sup>の特徴ならびに性能を紹介する。

## 2. 冷間鍛造後浸炭時の $\gamma$ 異常粒成長

浸炭時の $\gamma$ 異常粒成長は疲労特性の低下要因<sup>(1)</sup>や、熱処理ひずみの増大要因とされており、これの防止が重要である。

### (1) 従来知見

結晶粒の成長駆動力と析出粒子によるピン止め力の関係か

ら、異常粒成長の臨界条件が提唱されている<sup>(2)</sup>。これによると、析出粒子体積率の上昇、または、析出粒子の微細化により、ピン止め力が増大し異常粒成長は抑制される。一方、 $\gamma$ 粒の微細化によって粒成長駆動力が増大し異常粒成長は発生しやすくなる。一般に、異常粒成長の抑制方法として Nb 析出粒子等による $\gamma$ 粒界ピン止め効果を活用する方法がよく知られている<sup>(3)</sup>。本開発でも基地のピン止め力向上のため、圧延加熱制御によるナノ析出粒子微細分散を検討した。

また、異常粒成長には鍛造条件も大きく影響する。特に冷間鍛造では、せん断ひずみが高い領域で異常粒成長が発生しやすい<sup>(4)</sup>。

このように、浸炭時の異常粒成長に関して数多く研究されてきたが、依然として実部品製造において $\gamma$ 粒の異常粒成長はしばしば認められ、課題とされている。実際に、SCM420等汎用肌焼鋼では、 $\gamma$ 異常粒成長防止のため、浸炭前焼ならしの追加を余儀なくされている。

### (2) $\gamma$ 異常粒成長に及ぼす球状化焼鈍の影響

著者らは、冷間鍛造前に焼鈍を施した場合、浸炭時の $\gamma$ 異常粒成長が発生しやすくなる現象に着目した。焼鈍を施した鋼と焼鈍を施していない鋼を据込率70%にて冷間鍛造後、浸炭温度で3時間保持後の旧 $\gamma$ 粒観察結果を図2に示す。焼鈍を施した場合、顕著な異常粒成長が認められる。焼鈍材における加熱時の金属組織変化を詳細に調査した結果を図3に示す。焼鈍材を浸炭温度に加熱した直後には、球状セメンタイトが存在し、これらは加熱保持に伴い減少していく様子が明らかとなった。一般に、浸炭加熱温度は900℃以上と、肌焼鋼では $\gamma$ 单相域だが、焼鈍を施す場合、セメンタイトへのCrの濃化が著しく、これによりセメンタイトの熱力学的安定性が上昇する結果、浸炭加熱の初期に未溶解のセメンタイトが残存し、それらが加熱保持とともに溶解する。このような、球状セメンタイトの溶解が局所的かつ不均一なピン止め力の低下を招き、焼鈍材の異常粒成長を促進させたと考えられる(図4)。一方、未焼鈍鋼のパーライトを構成するセメンタイトでは上述したようなCrの濃化がないため、浸炭加

\* JFE スチール株式会社  
スチール研究所 棒鋼・線材研究部; 1)主任研究員 2)部長  
Development of Case Hardening Steel for Cold Forging  
“JECF<sup>®</sup>” Which Innovates Parts Manufacturing Process; Yuta  
Imanami, Takashi Iwamoto and Kimihiro Nishimura (JFE Steel  
Corporation)  
2018年10月29日受理[doi:10.2320/materia.58.108]

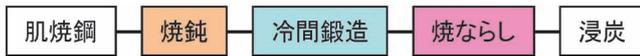


図1 冷間鍛造後浸炭される部品の一般的な製造工程。

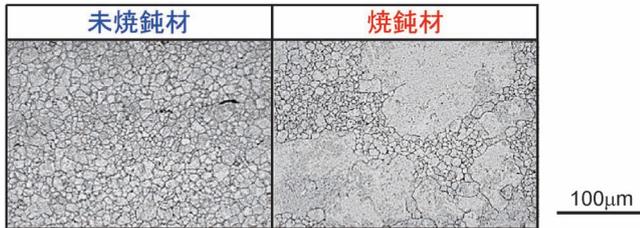


図2 未焼鈍材および焼鈍材を冷間鍛造後浸炭した際のγ粒。

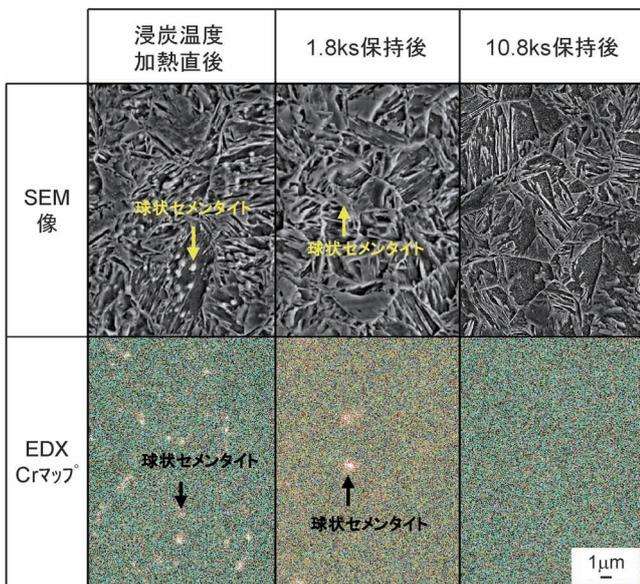


図3 浸炭過程における焼鈍材のセメンタイト溶解挙動。

熱後の初期に未溶解のセメンタイトが残存せず、局所的なピン止め力の低下は生じない。

以上の検討結果を翻ってみると、冷間鍛造前の焼鈍省略は、高Cr濃度の球状セメンタイトの生成を回避し、浸炭時のγ異常粒成長を抑制する作用があるといえる。従って、焼鈍省略が可能になれば、浸炭前焼ならしの省略も期待できる。

### 3. 材料設計

#### (1) 冷間鍛造時の変形抵抗低減

冷間鍛造前の焼鈍を省略するには、圧延ままで低変形抵抗の鋼を開発する必要がある。一方、浸炭焼入れ焼戻し後には高強度を示すことも必要であり、すなわち、圧延材低硬化化と十分な焼入れ性の両立が重要である。そこで、圧延材の硬度と焼入れ性に及ぼす合金元素の影響を調査し、最適化を図った。CrはSiやMnと比較して、圧延材硬度を上昇させず、焼入れ性を向上させる。これより、開発鋼では、Si、Mnを低減し、Crを増加させる設計を採用した。ここで、Siは浸炭後表層の粒界酸化を抑制し疲労特性を向上させる点からも

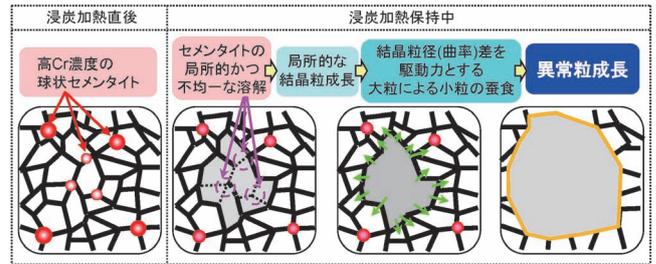


図4 焼鈍材の異常粒成長発現機構。

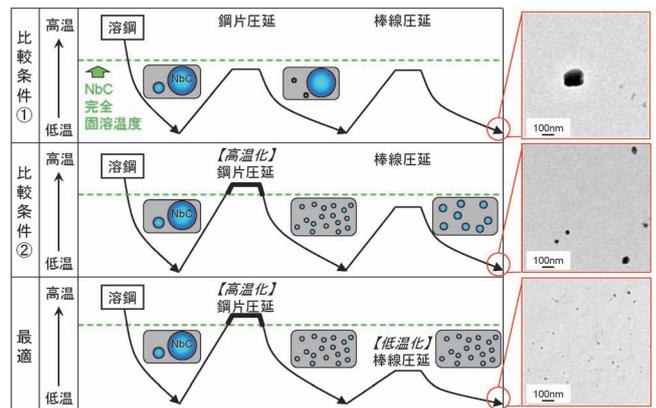


図5 NbCの微細析出分散制御法。

低減が好ましく<sup>(5)</sup>、また、Crは焼戻軟化抵抗の上昇を通して面疲労強度を向上させる作用を有する<sup>(6)</sup>。

更に圧延材硬度を低下させるため、圧延温度の低温化を指向した。圧延終了後の空冷中に、γからフェライトおよびパーライトへの変態が生じるが、圧延温度の低温化は、γを微細化させフェライトの核生成サイトを増大させる作用を通じフェライト分率の上昇に寄与する。フェライトはその他の組織と比較して軟質なため、その分率上昇は、低硬化化に寄与する。

また、冷間鍛造時の加工発熱により、鋼中固溶Nに起因する動的ひずみ時効が加工硬化を増大させ<sup>(7)</sup>、変形抵抗へ影響する。そこで、鋼のN添加量を低減するとともに、窒化物形成元素を添加し固溶Nを析出物として固定した。

#### (2) ナノ析出粒子微細分散によるピン止め力の向上

冷間鍛造前の焼鈍省略がγ異常粒成長抑制に有効である点は既に述べた。加えて、ナノ析出物の微細分散による基地のピン止め力向上も重要である。浸炭温度でのオストワルド成長が比較的緩やかで、かつ、圧延加熱温度の制御により析出物分散制御が可能なNb析出物をピン止め粒子として選定した。Nb析出物の分散制御のため、NbC溶解度積からNbC完全固溶温度を求め、これを基に圧延加熱温度を最適化した(図5)。連続铸造後空冷して得られる铸片には粗大なNb析出物が含まれる。この粗大Nb析出物を第一段階目の圧延である鋼片圧延の加熱時に一旦固溶消失させることで、その後、固溶したNbは鋼片圧延後の空冷時にNbCとして微細に析出する。更に、NbC粒子成長抑制の点で、第二段階目の圧延である棒線圧延の加熱温度は低温ほど望ましい。本制

表 1 成分組成 (mass%).

	C	Si	Mn	Cr	Mo	N	Others
SCM420	0.2	0.2	0.8	1.1	0.2	0.01	
開発鋼	0.2	≤0.1	≤0.7	≥1.3	—	Reduced and Fixed	Nb

御により NbC 析出物は著しく微細化した(図 5 の‘最適’).  
 なお、棒線圧延温度の低温化は、前節で述べたように変形抵抗低減のためのフェライト分率向上のためにも好都合であり、両技術は適合している。

#### 4. JECF® の特性

上述の結果に基づいて、合金設計および最適熱間圧延条件を決定し JECF® の実機製造を行った。表 1 に JECF® の化学組成を示す。Si および Mn 量を減少させ、Cr 量を増加させた。また、Mo を無添加として合金コストを削減した。加えて、固溶 N の低減および Nb の添加を行った。以下では、JECF® の性能を SCM420 と比較評価した。

##### (1) 冷間鍛造性

図 6 に変形抵抗の評価結果を示す。JECF® は圧延ままだでも SCM420 焼鈍材以下の変形抵抗であり、焼鈍を省略しても冷間鍛造が可能である。JECF® の変形抵抗低減は、Si, Mn, Cr 添加バランスの最適化、N 固定による動的ひずみ時効の抑制、低温制御圧延によるフェライト分率の向上等が相乗的に作用した結果である。

##### (2) 浸炭時 $\gamma$ 異常粒成長抑制能

JECF® および SCM420 を歯車に冷間鍛造し、焼ならしを施さずに擬似浸炭後、歯底付近の旧  $\gamma$  粒を観察した結果を図 7 に示す。SCM420 では粒径 100  $\mu\text{m}$  を越える異常粒が発生したが、JECF® では異常粒は認められず微細な結晶粒分布が確認された。このように、JECF® は焼ならしを省略しても浸炭時の  $\gamma$  異常粒成長を防止できる。

##### (3) 浸炭後疲労特性

浸炭後機械的性質として回転曲げ疲労試験を行った結果を図 8 に示す。JECF® は SCM420 と比較して優れた疲労強度を示した。同図中に示した浸炭表層部の Si マッピング像より、JECF® では粒界酸化が著しく抑制されており、これにより疲労強度が向上したと考えられる。

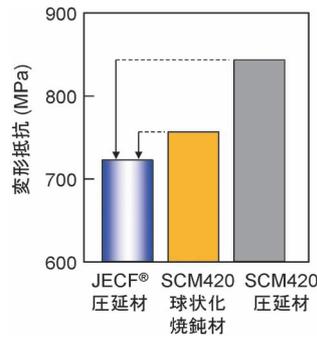


図 6 変形抵抗.

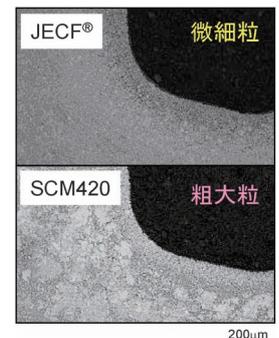


図 7 歯車鍛造後浸炭後旧  $\gamma$  粒.

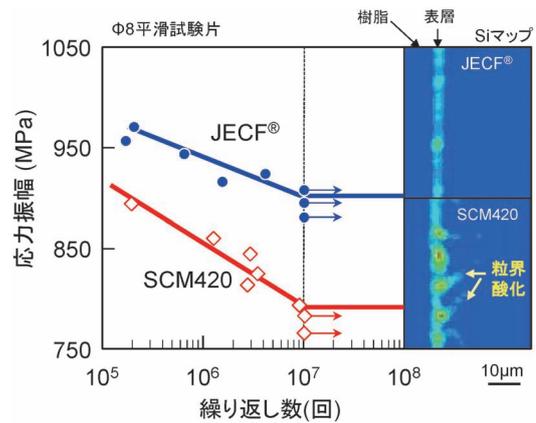


図 8 浸炭後の回転曲げ疲労特性.

#### 5. 実用化状況および今後

冷間鍛造用肌焼鋼 JECF® に関して、特許第 5790693 号、特許第 5708901 号が登録されている。また、JECF® は 2018 年に量産を開始しており、実部品適用されている。本技術は、部品コスト競争力の向上に資するとともに、熱エネルギー消費を抑制しクリーンな社会を形成する手段としても期待できる。

#### 文 献

- (1) 瓜田龍実：電気製鋼，**59**(1988)，33-41.
- (2) T. Gladman: Proc. Roy. Soc., **294**(1966)，298-309.
- (3) 例えば、村上俊夫：神戸製鋼技報，**56**(2006)，59-63.
- (4) 藤松威史：鉄と鋼，**95**(2009)，59-66
- (5) 福岡和明：JFE 技報，**23**(2009)，24-29.
- (6) 紅林豊：第 188・189 回西山記念技術講座，(2006)，83-115.
- (7) William C. Leslie：鉄鋼材料学，丸善，(1985)，98.

# 電気抵抗率を制御できる 新しい抵抗体用複合材料の開発

勝山 浩道<sup>1)</sup> 浜野 大輝<sup>1)</sup> 春井 眞二<sup>2)</sup> 北川 裕之<sup>1)</sup>\* 和久 芳春<sup>2)</sup>\*\*

## 1. はじめに

近年、電力業界では再生可能エネルギー源等の分散型電源の増加に伴い、系統電圧の乱れが問題となっており、電力品質安定化が喫緊の課題となっている。電力品質安定化対策の一つとして、変電所等には抵抗器が設置されており、電圧変動抑制や電圧波形を整える役割を担っている。

一般に広く用いられている金属抵抗材料の電気抵抗率は材料固有の値であり、所望の電気抵抗を得るためには抵抗材料の断面積と長さの調整が必要である。このため、必然的に大型化し、設置面積が限られている場所での導入は困難となり、また、抵抗器のインダクタンスが高くなるなど機能面での課題も指摘されている。さらに、市場からは低コスト化・軽量化・高機能化などの要望が常にあり、従来の金属抵抗材料では対応が難しい状況である。

著者らは、新しい発想の抵抗材料を追及する中で、導電物質の扁平状 Ni-Cr 合金粒子と絶縁物質であるソーダ石灰ガラスを複合化することによって、体積抵抗率を調整できる<sup>(1)(2)</sup>ことに着目し、抵抗体用複合材料を実現するために研究開発を行った。本複合材料を電力用抵抗器分野へ適用する場合の効果を確認するため、本複合材料を用いて 1/100 モデル抵抗器を製作し、従来の特殊鉄抵抗体で製作した中性点接地抵抗器との比較を行った。その結果、容積、重量、およびインダクタンスにおいて、従来の抵抗器に比べて格段に優れた特性を示すことを確認した。本稿では本複合材料の製造プロセス、組織因子の制御および諸特性とモデル器による性能評価について述べる。

## 2. 複合材料の微細組織

### (1) 扁平状 Ni-Cr 合金粒子の生成

図 1(a) に市販の球状 Ni-Cr 合金粒子、(b) に球状 Ni-Cr

合金粒子とソーダ石灰ガラス粉末の混合粉末を湿式遊星型ボールミルで処理して得られた扁平状 Ni-Cr 合金粒子の SEM 像を示す。図 1(a) および (b) から明らかなように、ボールミル処理中に球状 Ni-Cr 合金粒子は扁平状に塑性変形し、その表面にソーダ石灰ガラス粉末が付着している。表面にソーダ石灰ガラス粉末が存在することで、焼結時に扁平状 Ni-Cr 合金粒子同士の接合が抑制され、扁平状 Ni-Cr 合金粒子が均一に分散した材料組織が形成される。

### (2) 複合材料の組織

図 2 に湿式遊星型ボールミル処理で得られた扁平状 Ni-Cr 合金粒子とソーダ石灰ガラス粉末からなる複合粉末を、放電プラズマ焼結して得られた複合材料の断面組織を示す。なお、複合粉末は球状 Ni-Cr 合金粒子とソーダ石灰ガラス粉末の混合粉末を、窒化ケイ素製のボールとともにアルミナ製容器に充填し、エタノールを用いた湿式遊星型ボールミルで扁平化と混合を行い作製した。そのボールミル条件は (a) 回転数 182 rpm、処理時間 30 min、(b) 回転数 309 rpm、処理時間 10 h である。図 2 より、(a) および (b) ともに体積率で 30 vol% の Ni-Cr 合金粒子を複合化した組織であるが、(a) の条件では Ni-Cr 合金粒子がほぼ球状であるのに対し、(b) の条件では扁平状 Ni-Cr 合金粒子の長手方向が一軸加圧方向に垂直に整列する傾向があり、その分散は比較的均一である。この扁平状 Ni-Cr 合金粒子が均一に分布した組織が、本研究開発における新しい抵抗体用複合材料の特徴的な点であり、ユニークな電気・機械強度特性を生み出す。これらについて次節以降説明する。

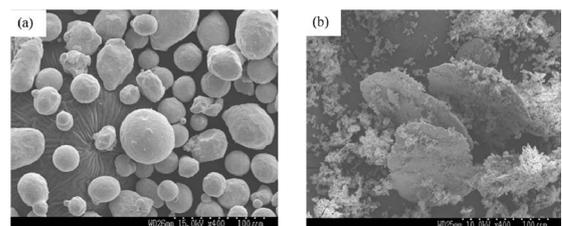


図 1 Ni-Cr 合金粒子の SEM 像<sup>(3)</sup>。(a) 球状 Ni-Cr 合金粒子 (b) 扁平状 Ni-Cr 合金粒子

\* 鈴木合金株式会社開発本部：1) 主任 2) 常務取締役

\*\* 島根大学大学院総合理工学研究科：1) 准教授 2) 名誉教授  
Development of Composites for Novel Resistance Materials Capable of Controlling Electrical Resistivity; Hiromichi Katsuyama\*, Daiki Hamano\*, Shinji Harui\*, Hiroyuki Kitagawa\*\* and Yoshiharu Waku\*\* (\*Suzuki Gokin Co., Ltd. \*\*Interdisciplinary Graduate School of Science and Engineering, Shimane University.)

2018年10月30日受理[doi:10.2320/materia.58.111]

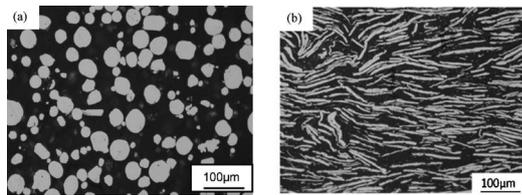


図2 複合材料の断面組織(金属体積率 30 vol%)<sup>(3)</sup>.  
(a)回転数: 182 rpm, 30 min 処理 (b)回転数: 309 rpm, 10 h 処理

### 3. 複合材料の特性

#### (1) 電気抵抗率に及ぼすアスペクト比および体積率の影響

図3に室温における面内方向の電気抵抗率とNi-Cr合金粒子のアスペクト比(直径/厚さ)との関係を示す. なお, アスペクト比は湿式遊星型ボールミルの回転数と処理時間等の組み合わせにより制御した. 電気抵抗率はアスペクト比約5までは急激に減少し, その後は緩やかに減少する. 電気抵抗率は, アスペクト比2では $1.0 \Omega \cdot \text{cm}$ であるのに対し, アスペクト比8.57では $4.0 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ と250倍小さくなっており, Ni-Cr合金粒子のアスペクト比により電気抵抗率は大幅に変化する. なお, 以下に示す電気抵抗率は全て面内方向の電気抵抗率である.

図4に室温の電気抵抗率と扁平状Ni-Cr合金粒子の金属体積率との関係を示す. 比較のため, 図には球状Ni-Cr合金粒子を30 vol%複合化した材料のデータを示した. 図中の実線は $\rho = 218.41 \times V_f^{-3.19}$ で表すことができ,  $\rho$ は電気抵抗率で,  $V_f$ は金属体積率である. 本複合材料の電気抵抗率は扁平状Ni-Cr合金粒子の体積率の増加とともに減少し, 市販のNi-Cr合金(ASTM-B344)の電気抵抗率に近づく.

上述の通り, 本複合材料の電気抵抗率は扁平状Ni-Cr合金粒子のアスペクト比と体積率の適正な組み合わせにより, 精密に制御することができる.

#### (2) 電気抵抗率の温度依存性

図5に本複合材料と従来材料の抵抗温度係数の比較を示す. SUS304, 特殊鋳鉄およびインコロイ800の抵抗温度係数は僅かな温度依存性を示し, 温度上昇と共に減少する. 一方, 本複合材料(30~70 vol%)の抵抗温度係数は市販Ni-Cr合金と同様にほとんど温度依存性がなく, その値もほぼ同じ値である. これより, 本複合材料の抵抗温度係数は複合相(扁平状Ni-Cr合金粒子)の抵抗温度係数により支配されているものと考えられる.

本複合材料は抵抗体としての用途だけでなく, 発熱材料としての応用も期待できる. 本複合材料および代表的な金属材料のNi-Cr合金(ASTM-B344)とSiCセラミックスヒーターの発熱材料の電気抵抗率の温度変化を図6に示す. 本複合材料の電気抵抗率は市販Ni-Cr合金とSiCセラミックスヒーターの間に分布し, 扁平状Ni-Cr合金粒子の体積率を調整することで, Ni-Cr合金とSiCセラミックスヒーターの間の電気抵抗率の制御が可能であることを示している.

#### (3) 曲げ強度および破壊靱性

地震や鉄道車両等の振動環境下で使用される抵抗器では,

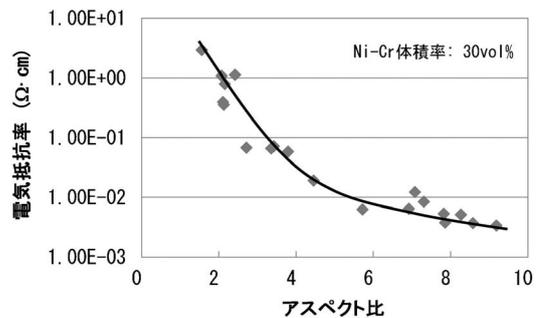


図3 電気抵抗率とアスペクト比の関係<sup>(3)</sup>.

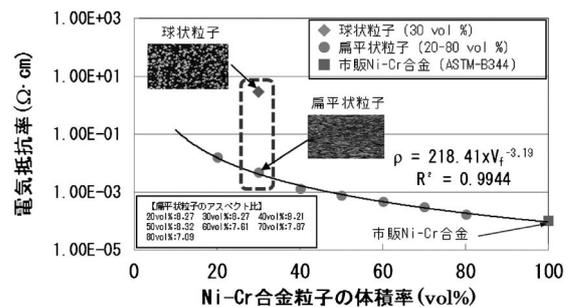


図4 電気抵抗率と金属体積率の関係<sup>(3)</sup>.

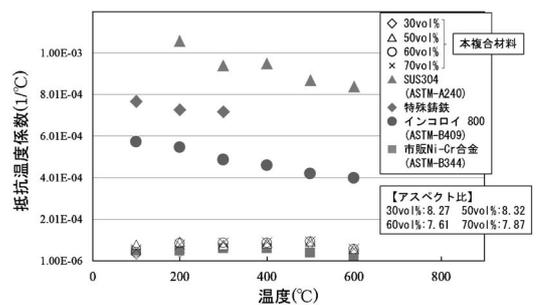


図5 本複合材料と従来抵抗材料の抵抗温度係数の比較<sup>(3)</sup>.

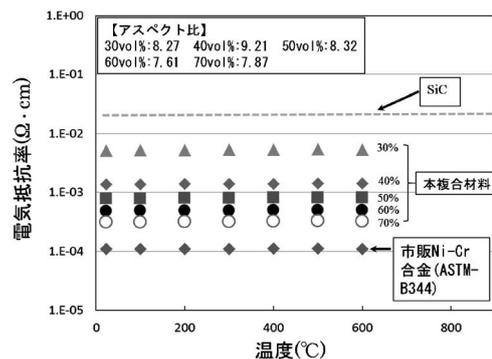


図6 本複合材料および市販Ni-Cr合金とSiCセラミックスヒーターの電気抵抗率の温度による変化<sup>(3)</sup>.

材料としての力学的信頼性を求められる事が多い. そこで, ソーダ石灰ガラス/扁平状Ni-Cr合金粒子複合材料の機械強度特性について, 曲げ強度と体積率の関係および破壊靱性と体積率の関係を調べた結果を図7(a)および図7(b)に示す. 本複合材料の曲げ強度は扁平状Ni-Cr合金粒子を複合化することにより, 50 vol%においてマトリックスの約2.8倍に向上した. 球状Ni-Cr合金粒子を複合化した場合は, 30

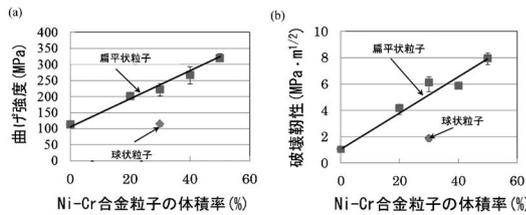


図7 曲げ強度および破壊靱性と Ni-Cr 合金粒子の体積率との関係<sup>(3)</sup>. (a) 曲げ強度と体積率との関係 (b) 破壊靱性と体積率との関係

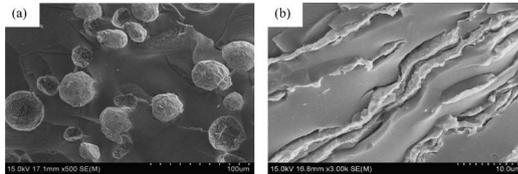


図8 複合材料の破壊表面のSEM観察結果<sup>(3)</sup>. (a) 球状 Ni-Cr 合金粒子 (b) 扁平状 Ni-Cr 合金粒子

vol%複合化してもマトリックスの曲げ強度とほとんど変化はなかった. 本複合材料の破壊靱性は扁平状 Ni-Cr 合金粒子を複合化すると, 50 vol%でマトリックスの約7.6倍に向上した. 球状 Ni-Cr 合金粒子を複合化した場合は, 30 vol%でも破壊靱性の向上はわずかであった.

複合材料破面の SEM 像を図8に示す. 球状 Ni-Cr 合金粒子の場合, 図8(a)に示すように, 亀裂は球状粒子とマトリックスの間の界面に沿って伝播し, 破面には球状 Ni-Cr 合金粒子の塑性変形の痕跡は観察されない. 一方, 扁平状 Ni-Cr 合金粒子が分散している場合は, 図8(b)に示すように, 扁平状 Ni-Cr 合金粒子の著しい塑性変形の痕跡が観察される. すなわち, 亀裂が扁平状 Ni-Cr 合金粒子に到達すると亀裂の伝播が阻止され, 扁平状 Ni-Cr 合金粒子は著しい塑性変形を受けながら延性破壊する. 破壊靱性  $K_{Ic}$  と塑性エネルギー  $\gamma_p$  との間には,  $K_{Ic} \cong (E\gamma_p)^{1/2}$  の関係があり, 塑性エネルギーの向上と密接に関係する扁平状 Ni-Cr 合金粒子の塑性変形が破壊靱性の向上に大きく寄与しているものと考えられる.

以上で述べたように, ソーダ石灰ガラスに扁平状 Ni-Cr 合金粒子を複合化することにより, 曲げ強度と破壊靱性が同時に向上することが確認された. この材料設計手法は, 抵抗材料のみならず, セラミックスやガラスなど, 脆性材料の新しい強靱化方法として期待できる.

#### 4. モデル器による抵抗性能の評価

ソーダ石灰ガラス/35 vol%扁平状 Ni-Cr 合金粒子複合材料を電力用抵抗器へ適用した場合の効果を確認するため, 1/100モデル抵抗器を製作し, 従来の特殊鋳鉄抵抗材料を用いた中性点接地抵抗器との比較検討を行った. 一般の特殊鋳鉄抵抗材料を図9(a), 本複合材料の抵抗材料を図9(b)に示す. これより, 本複合材料の抵抗材料は従来の抵抗材料と比較して, 単純な形状で, しかもサイズが小さくなっていることが分かる. 本複合材料を用いて作製した1/100モデル抵抗器を図9(c)に示す. その結果, 従来抵抗材料の中性点接

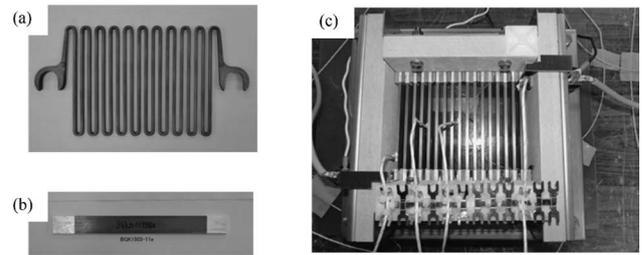


図9 抵抗材料の形状と1/100モデル抵抗器<sup>(3)</sup>. (a) 特殊鋳鉄製抵抗材料 (b) 本複合材料の抵抗材料 (c) 1/100モデル抵抗器

地抵抗器と比べ, 容積率約50%減, 重量約65%減, およびインダクタンス約95%減等の優れた効果を確認した. さらに, Ni および Cr のレアメタルの使用量が低減すること, 小型化による抵抗器構成箱数が減少することなどから, 従来品の場合と比較して, 3割程度のコスト削減が見込める. また, モデル抵抗器の性能評価試験として, 震動試験並びに温度上昇試験等を行い, 抵抗器および抵抗体として適用可能であることを確認した.

#### 5. まとめ

ソーダ石灰ガラスマトリックスに扁平状 Ni-Cr 合金粒子を複合化した抵抗体用複合材料は以下の3つの大きな特長を有する.

- ① 電気抵抗率は扁平状 Ni-Cr 合金粒子のアスペクト比とその体積率の組み合わせにより精密に制御できる.
- ② 曲げ強度と破壊靱性は扁平状 Ni-Cr 合金粒子の複合化により, 同時に向上させることができる.
- ③ 本複合材料を抵抗器に適用することで, 容積, 重量の減少とインダクタンスの大幅減少が期待できる.

さらに, 本複合材料は電気抵抗材料やヒーター材料に利用することにより, レアメタルの使用量を大幅に削減させることができる. その結果として, 家電や電気機器等のデバイスへの適用がさらに広がり, また, コイルヒーターに代わる均一加熱できる新しい板状ヒーターとして適用が広がっていくものと期待できる.

なお, 本稿で示した主な成果は英国総合科学誌「Scientific Reports」の2017年11月7日号に掲載されたものである<sup>(3)</sup>.

#### 6. 特許

本研究開発に関連して, 特開2017-019685: 電気抵抗材料およびその製造方法を出願, 登録済みである.

#### 文 献

- (1) 和久芳春: までりあ, **49**(2010), 307-309.
- (2) 山下輝之, 戸畑貴之, 北川裕之, 春井真二, 和久芳春: 日本セラミックス協会 年会・秋季シンポジウム 講演予稿集, (2011), 87.
- (3) Y. Waku, T. Yamashita, H. Kitagawa, M. Yoshinobu, H. Katsuyama, D. Hamano and S. Harui: Scientific Reports, **7** (2017), 14662.

# ろう材不要の新ろう付技術 “MONOBRAZE®” の開発

黒崎友仁<sup>\*1)</sup> 村瀬 崇<sup>\*\*</sup> 寺山和子<sup>\*\*\*1)</sup> 石 雅和<sup>\*\*\*2)</sup>  
戸次洋一郎<sup>\*2)</sup> 二宮淳司<sup>\*3)</sup> 新倉昭男<sup>\*4)</sup>

## 1. 緒 言

アルミウム合金の用途の一つに、熱交換器やヒートシンク等の炉中ろう付によって製造される製品がある<sup>(1)-(5)</sup>。炉中ろう付は同時に多数の接合部に対して、信頼性が高く熱伝導性の良い金属接合を形成できるというメリットがある。

従来のろう付では、被接合部材の少なくとも一方にろう材をクラッドした複層材<sup>(6)(7)</sup>を用いるか、接合部近傍に単独のろう材を設置する必要があった。しかし、複層材は単層材に比べて生産性が低いという難点があった。また、単独のろう材を使用する場合においては、設置工程が必要になるという難点があった。

そこで我々はろう材が不要の新しいろう付技術を検討した。ろう材を用いずにろう付するためには、1つの材料に接合性(ろうの供給)と耐変形性(形状の維持)の2つの機能を持たせる必要がある。前者は液相の状態で見現する機能であり、後者は固相の状態で見現する機能である。検討の結果、Al-Si系合金材を固液共存状態に制御することで、固相と液相の機能を両立できることを見出した。本報告では、この検討結果を元に開発した“MONOBRAZE®”について報告する。

## 2. 接合性および耐変形性に及ぼすケイ素量の影響の検討<sup>(8)</sup>

Al-Si系合金は従来のろう付においてろう材として用いられる合金である。従来のろう材はケイ素量が7.5~12 mass%程度であり、ろう付時に約600°Cに加熱されるとほぼ全て液相となって接合部に供給される。そこで、ケイ素量を低減し、固液共存領域における液相率を低下させた際の接合性および耐変形性を調査した。

実験方法の概要を説明する。厚さ0.2 mm、ケイ素量2, 3, 4 mass%のAl-Si系合金板材を作製し、ろう付機能を有さない3000系Al製フィン材と組み合わせた試験片をろう付試験に供した。その後、ろう付後の試験片の断面を光学顕微鏡で観察した。光学顕微鏡像による評価方法を図1に示す。図1(a)は接合性の評価方法であり、接合長が長い程接合性が良好であることを示す。図1(b)は耐変形性の評価方法であり、変形量が小さい程耐変形性が良好であることを示す。

接合性および耐変形性の評価結果を図2および図3に示す。ケイ素量の増加に伴い、接合長が増加し、接合性が上昇した。一方変形量が増加し、耐変形性が低下した。Al-Si系二元系平衡状態図<sup>(9)</sup>は、ケイ素量が増加する程ろう付中の液相率が増加することを示している。ケイ素量増加による接合性および耐変形性の変化は、ろう付時の液相率増加によるものと考えられた。本実験結果から、顕著な変形を起こさずに良好な接合性を得るには、ケイ素量は2 mass%程度が適切と推定された。

\* 株式会社 UACJ R&D センター:

1) 研究員 2) 首席主幹 3) 主幹 4) 部長

\*\* 乳源東陽光 UACJ 精箔有限公司: 副総工師

\*\*\* 株式会社 UACJ 板事業本部深谷製造所 1) 品質保証部: 主査  
2) 製造部: 主査

Development of Filler Less New Brazing Technology “MONOBRAZE®”; Tomohito Kurosaki\*, Takashi Murase\*\*, Kazuko Terayama\*\*\*, Masakazu Seki\*\*\*, Yoichiro Betsuki\*, Junji Ninomiya\* and Akio Niikura\* (\*R&D Division, UACJ Corporation. \*\*Ruyuan Dongyangguang UACJ Fine Aluminum Foil co., Ltd. \*\*\*Fukaya Works, Flat Rolled Products Division, UACJ Corporation)

2018年11月22日受理[doi:10.2320/materia.58.114]

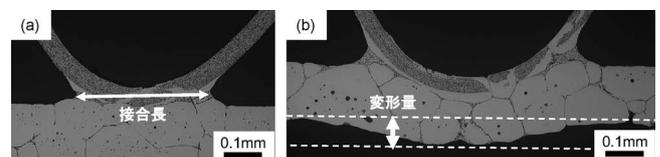


図1 (a) 接合性および(b) 耐変形性の評価方法<sup>(8)</sup>。

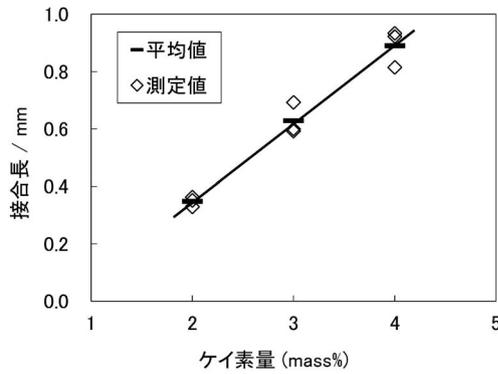


図2 接合長に対するケイ素量の影響<sup>(8)</sup>.

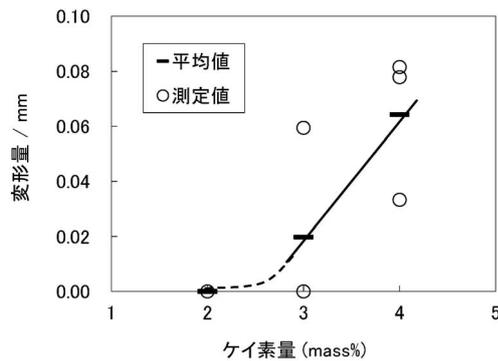


図3 変形量に対するケイ素量の影響<sup>(8)</sup>.

### 3. 接合のメカニズム<sup>(8)</sup>

上述のような、ろう付時に材料中に部分的に液相が発生する場合の接合メカニズムについて調査した。Al-Si系合金材を固相線温度近傍に加熱した際のその場金属組織観察結果を図4に示す。固相線温度以上の585℃～590℃において、ケイ素粒子が球状に溶解する様子が観察された。また、結晶粒界に沿って膜状に液相が発生する様子が観察された。この結果から推定される接合メカニズムを図5に模式的に示す。図5(a)はAl-Si系合金材がろう付中に溶解する直前の断面状態を示している。ケイ素粒子とろう付中に形成された再結晶粒界が存在する。その後、図5(b)に示すように、ケイ素粒子および再結晶粒界において溶解が開始し、液相(ろう)が発生する。そして、溶解時の体積膨張や表面張力により、図5(c)に示すように結晶粒界や材料表面を経路として液相(ろう)が接合部に供給される。

このメカニズムを元にケイ素量の影響を考察した。ケイ素量が増加すると、ケイ素粒子や結晶粒界に濃化するケイ素量が増加するため、材料全体の液相量が増加する。そのため、接合部に供給される液相量が増加する一方で、結晶粒界に発生する液相により結晶粒同士の拘束が弱められて耐変形性が低下する。このメカニズムは、ケイ素量が同等であっても、ケイ素粒子分布や結晶粒径の制御によって接合性および耐変形性の向上が可能であることを示唆している。

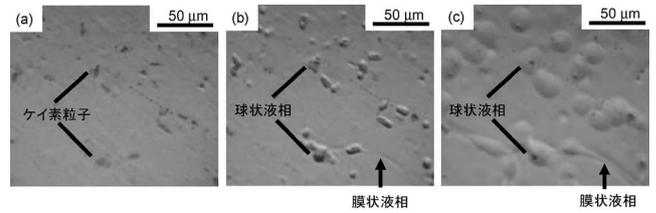


図4 Al-Si系合金材の加熱時のその場金属組織観察<sup>(8)</sup>.

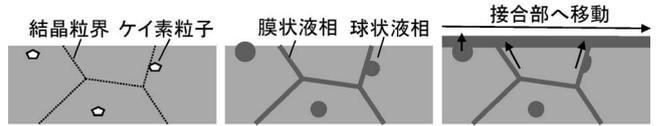


図5 Al-Si系合金材の接合メカニズムの模式図<sup>(8)</sup>.

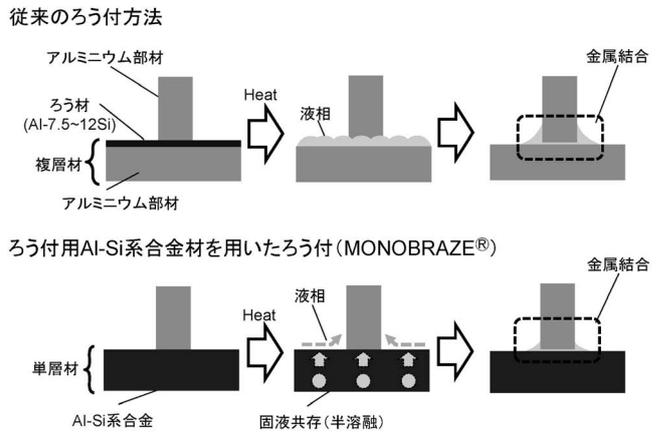


図6 従来のろう付方法とMONOBRAZE®の比較。

### 4. 従来技術との比較

MONOBRAZE®の主な特徴は、ろう材を用いずにろう付が可能ということである。図6の模式図に示すように、単層材が形状を維持した状態でろうを供給する。そのため、複層材を用いる場合に比べて、素材の生産性が向上し、より安価なろう付用材料を提供可能である。また、押出形材や板厚数十μmの非常に薄肉のフィン材など、複層材が製造困難な形状のろう付用材料を提供可能である。

従来技術と基本的な特性を比較するため、一般的なろう付用複層フィン材(クラッドフィン)とMONOBRAZE用単層フィン材(MBフィン)を用い、熱交換器用フィン材に要求されるろう付性、機械的特性、導電率、自然電位を評価した。

実験方法の概要を説明する。一般的な犠牲防食機能を有するクラッドフィンとしてAl-1.2 mass%Mn-1.5 mass%Zn合金を心材とし、その両面にAl-7.5 mass%Siを10%クラッドされたものを作製した。機械的特性や自然電位を合わせる目的で、このクラッドフィンの心材と同量のマンガンおよび亜鉛を添加したAl-2.5 mass%Si-1.2 mass%Mn-1.5 mass%Zn合金を作製し、MBフィンとした。板厚はどちらも0.07 mmとした。上記フィン材をコルゲート加工し、板厚1 mmのA3003アルミニウム合金材で挟んだ試験片をろう付し

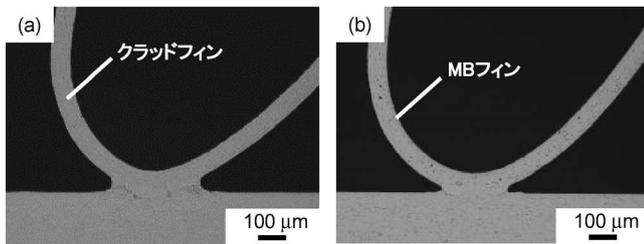


図7 ろう付後の接合部断面光学顕微鏡観察像.

表1 各種特性の評価結果.

特性		クラッドフィン	MBフィン
機械的特性	引張強さ (MPa)	130	140
	耐力 (MPa)	49	49
	破断伸び (%)	8	11
導電率 (%IACS)		42	39
自然電位 (mV vs. SCE)		765	778

た. ろう付温度を600°C, 保持時間を180 sとした. ろう付後の試験片の接合部断面を光学顕微鏡で観察した. さらに, 両フィン材を板状のまま600°C-180 sのろう付模擬加熱に供し, 引張試験, 導電率測定, 自然電位測定を行った.

図7にろう付後の接合部断面光学顕微鏡観察像を示す. MBフィンは比較的接合部の幅が短いものの, 接合部において相手材と金属組織が一体化しており, クラッドフィンと同様のろう付性が確認された. また, フィンの形状に大きな変化はなく耐変形性も同等であった.

表1に機械的特性, 導電率, 自然電位の評価結果を示す.

いずれの特性においても両フィン材に顕著な差異はなく, MBフィンは従来のクラッドフィンと同様の用途に使用可能であると判断された. この結果から, マンガンや亜鉛の添加は MONOBRAZE 用材料のろう付性および耐変形性に顕著な悪影響を及ぼさないことが確認された. MONOBRAZE 用材料における, 種々の特性に及ぼす添加元素の影響についてはまだ十分に解明されておらず, 今後の研究課題である.

## 5. 結 言

MONOBRAZE®は従来ろう材として用いられている Al-Si 系合金材を単層材として使用し, ろう付中に固液共存領域に制御することでろう材を用いずにろう付することを可能にした新しいろう付技術である. 特に熱交換器用フィン材への適用が期待されており, 既に量産を開始している. また, 本開発技術で特許5021097号, 商標第5545655号を取得しており, さらに関連特許を国内外に多数出願中である.

## 文 献

- (1) 竹内桂三: 軽金属, **41**(1991), 208-220.
- (2) 中村雅勇: アルミニウム技術便覧, 編集 軽金属協会, カロス出版, (1996), 826-836.
- (3) 川瀬 寛: 軽金属, **48**(1998), 426-431.
- (4) 納 康弘: 軽金属溶接, **30**(2000), 130-142.
- (5) 川瀬 寛: アルミニウムブレージングハンドブック, 編集 アルミニウムブレージングハンドブック編集委員会, 軽金属溶接構造協会, (2004), 3-13.
- (6) 大家正二郎: アルミニウム技術便覧, 編集 軽金属協会, カロス出版, (1996), 1233-1238.
- (7) JIS Z 3263 (2002).
- (8) 黒崎友仁, 村瀬 崇, 寺山和子, 石 雅和, 戸次洋一郎, 二宮淳司, 新倉昭男: 軽金属, **68**(2018), 125-132.
- (9) T. B. Massalski: Binary alloy phase diagrams, **1**(1986), 165.

# スポットライト

～ 第16回 World Materials Day Award 受賞者 ～

## 金属の性質を“暗記する”から “理解する”へ

—計画から発表を通して学んだこと—

仙台高等専門学校マテリアル環境工学科3年；

吉田梨那 吉田草太

仙台高専マテリアル環境工学科では、夏休み期間の課外授業として自分自身が知りたいと思ったことを題材に、その問題を解決するプロセスを学ぶ研究活動「プレラボ」を行っています。私たちは、金属を学ぶ人を増やしたいと考え、高校(高専)受験に向けて様々なことを学び始める中学生に対して、「金属を知ってもらい、魅力を伝える。」ことを目標としました。

中学生で学習する金属の性質を暗記するのではなく理解してほしいと考え、家庭でも安全に手軽に実験ができ実験器具をホームセンターでそろえることができるように企画しました。また、現象理解のために、あえて自由電子の概念を取り入れつつも中学生がわかる言葉で書かれた実験マニュアルを用意することで、より中学生の記憶に残るような実験キット・実験マニュアルを作ろうと企画しました。

活動を始めるにあたって、近隣の学習塾や中学校の生徒さんにアンケートの協力をいただき、現在の中学生が理科の授業でどのような実験を行っているかを事前調査しました。図1にアンケートの一部の結果を示します。ここから、中学生の半数以上が金属についての実験を行っていない、もしくは実験の内容が記憶に残っていないという回答でした。このような結果になった理由として、金属の実験は手軽ではない、結果がわかりにくい、安全面の不安さがある、などが考えられました。また、「実験を行ったほうが内容を理解できる。」「何のために行っているのか明確にしてから実験してほしい。」といった意見もありました。

実験キットとして金属光沢、熱伝導、延性・展性の3つの新しい実験を企画しました。まず、金属光沢についてです。中学校の教科書では空き缶をやすりで磨き、その表面を確認するというものでした。しかし、実際に実験したところ、金属光沢を確認することは困難でした。それを踏まえて、私たちは市販の研磨剤を用いて銅版を鏡面に仕上げ金属光沢をわかりやすくし、光が反射することを確認し原理の説明に繋げるという工夫をしました。次に、熱伝導の実験についてです。図2に熱伝導実験の様子を示します。金属板にPILOT社製FRIXION COLORSで線を引き、線を描いていない部分を熱湯に浸し、線が徐々に消えていく様子を確認します。従来の実験では、金属を熱湯に入れ直接金属を触るというものでした。私たちは、FRIXION COLORSのインクが60℃で消えるという性質を用いて熱の伝わり方を可視化しました。最後に、延性・展性についてです。新しく考案した実験は、糸はんだを適当な長さに切りとり、手で引っ張って伸ばしたり、押しつぶしたりし、長さや厚さの変化を観察するという方法です。従来の実験では、熱した釘を金槌で叩くというものであり、私たちは工具等を使用せず実験ができる

中学生が記憶に残った金属の性質の実験(人数)

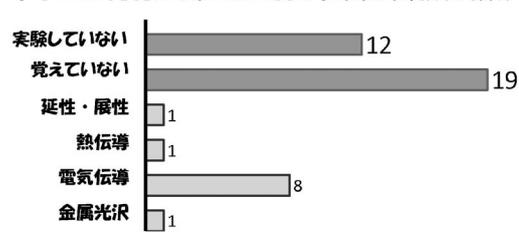


図1 アンケート結果(一部).



図2 熱伝導実験の様子.

ように工夫しました。

実験マニュアルの工夫点は、中学生でもイメージしやすいように図やイラストを多く挿入し、金属の性質の原理を中学校では学習しない自由電子などの用語を用いてよりわかりやすく表現できるようにしました。この時、中学生が習っていない用語をいかにわかりやすく説明するかが苦労しました。

この活動、発表を通して驚いたことは、中学生の金属に対する知識の少なさです。そのため、私たちは教材を見直し、それを通じて中学生に金属に興味を持ってもらいたいと思いました。興味がないことに関しては理解する、学習するというよりも、ただ暗記するという作業に偏ってしまうと考えます。そのため、より興味を持ってもらうために学習者の立場に立ち物事を考えることが重要であると認識しました。私たちは、方法や結果がある程度用意された学生実験で答えを示すという狭い範囲でしか活動を行ったことがありませんでした。しかし、テーマの企画、実験方法の提案などを初めから自分たちで考え、行動に移し発表を行うという貴重な経験をするのが出来ました。そして、取り組んできた内容を発表して多くの方から評価等を頂くことができ、とても嬉しく思いました。自分ひとりでは、出来なかったことを仲間と乗り越え活動、発表することで強い達成感を感じるとともに、現在自身が何をしなくてはいけないのかという状況把握を行い、物事を効率よく進めることが大事であるとも学びました。

今回、学んだこと・感じたことを忘れずに自分がしなくてはならないことに全力で取り組み、将来に役立てたいと思います。短い期間でしたが活動、発表を支えて下さった伊東航先生、アンケートに協力してくれた学習塾や中学生、ともに頑張ってくれた仲間感謝を述べたいと思います。

(2018年11月21日受理)[doi:10.2320/materia.58.117]  
(連絡先: 〒981-1239 名取市愛島塩手字野山48)

# 本 会 記 事

会 告	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	118
	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	120
	2019年春期講演大会期間中の託児室設置のお知らせ	120
	第7回ランチョンセミナー開催のお知らせ	121
	第11回男女共同参画ランチョンミーティング開催のお知らせ	121
	平成31年春季 全国大学材料関係教室協議会講演会のご案内	121
	2019年秋期講演大会開催予告	121
	2019年秋期講演大会公募/企画シンポジウムテーマ提案募集	121
	各賞(学術貢献賞・功労賞・奨励賞・村上奨励賞・論文賞・まてりあ賞) 推薦依頼	122
	欧文誌編集委員会からのお知らせ	123
掲示板		124
行事カレンダー		127
会誌・欧文誌2号目次		125
次号予告		128
新入会員		126
追悼		129

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  
 調査・研究 : 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  
<https://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

日 時	行 事	場 所
3月20日(水)		
9:00～9:40	各賞贈呈式	1号館2階丹羽ホール
9:50～10:40	学会賞記念講演	〃
10:50～11:40	本多記念講演会	〃
13:00～17:00	学術講演会	2号館
12:30～17:00	ポスターセッション	2号館
18:00～20:00	懇親会	1号館1階100周年ホール
3月21日(木)		
9:00～17:00	学術講演会	2号館
12:05～12:45	ランチョンセミナー	〃
3月22日(金)		
9:00～16:30	学術講演会	2号館
12:00～13:00	男女共同参画ランチョンミーティング	2号館または5号館(未定)
11:00～18:30	企業説明会	1号館1階および3号館2階

開催予定の各種シンポジウム：(ホームページにプログラム公開中)

- 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と応用

大会参加予約申込締切：2019年2月15日(金)

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

## 参加申込要領

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

大会参加申込み URL <https://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	予約申込 (インターネット申込・事前支払い)	当日申込 (大会会場受付・現金払いのみ)
	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「まてりあ」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	予約申込 (インターネット申込・事前支払い)	当日申込 (懇親会会場受付・現金払いのみ)
	一般	5,000円	7,000円
	同伴者(ご夫人またはご主人)	3,000円	3,000円

・お支払後の取消は、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、入金後のご返金はいたしかねます。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 (公社)日本金属学会 ☎ 022-223-3685 ☎ 022-223-6312 E-mail: [annualm@jim.or.jp](mailto:annualm@jim.or.jp)

### \*企画シンポジウム K1 ご案内

K1 スピントロニクスとテラヘルツ光技術の融合と応用展開 ※日時・会場は3号プログラムにて掲載。

はじめに 大阪大 白土 優 (5分)

#### 第1部 講演

テラヘルツ光技術の現状とこれからの融合応用 (30分：質疑含)

東北大 田邊匡生

メタマテリアルによるテラヘルツ波制御の実現と磁気応答制御への期待 (30分：質疑含)

東北大 金森義明

— 休憩(10分) —

可視光超短パルス照射による金属磁性薄膜内高速スピン依存現象を介した THz 光発生と時間分解計測 (30分：質疑含)

日本大 塚本 新

#### 第2部 パネルディスカッション (45分)

モデレータ：藤田麻哉(産業技術総合研究所)

パネラー：田邊匡生(東北大) 金森義明(東北大) 塚本 新(日本大) 高橋有紀子(物質・材料研究機構) 白土 優(大阪大)

## 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。日本金属学会学生会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44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** 日本金属学会学生会員、日本鉄鋼協会学生会員、東京電機大学大学学生

**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.company2019@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	ダイハツ工業株式会社	中越合金鋳工株式会社
中外炉工業株式会社	TPR 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ー株式会社	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年春期講演大会会期中の託児室設置のお知らせ

2019年春期講演大会期間中、日本金属学会と日本鉄鋼協会が共同で託児室を開設いたします。利用ご希望の方は「託児室利用規約」をご確認の上、下記シッター会社へ直接 E-mailにてお申込み下さい。

■設置期間および利用時間(開始、終了時間は予定です)

設置期間	利用時間
2019年3月20日(水)	8:30~17:30
3月21日(木)	8:30~17:30
3月22日(金)	8:30~16:45

■場所: 東京電機大学東京千住キャンパス内  
(詳細はお申し込めの方のみ、ご案内)

■対象・利用料金:

0歳~2歳 お子様1人につき 2,000円/1日

3歳 お子様1人につき 1,500円/1日

4歳~学童まで お子様1人につき 1,500円/1日

※二人同時に預ける場合、二番目の子(弟もしくは妹)は半額  
利用料金は、利用当日朝までに、日本鉄鋼協会事務局室(1号館2

階1205セミナー室)にお支払い下さい。なお、申込締切後のキャンセルはキャンセル料を頂く場合がありますので、あらかじめご了承下さい。

■利用シッター会社:

㈱ファミリー・サポート BAMBINO CLUB

担当者: 小鮎(こぶな)

■お申込方法: 申込み期間中に本ホームページにある託児室案内の「託児室利用規約」をご確認の上、「託児室申込・問診票」をダウンロードし、必要事項をご記入の上、下記申し込み先のシッター会社に E-mailでお申し込み下さい。

※お申込み受領後3営業日以内に、シッター会社より返信メールをお送りします。

■申込期間: 2019年2月1日(金)~2月28日(木)まで(定員に達し次第締め切らせて頂きます)

■申込・問合せ先: ㈱ファミリー・サポート BAMBINO CLUB  
担当者: 小鮎(こぶな)

☎ 03-6300-9307

E-mail: houjin@familysupport.co.jp

※不測の事故に対応するために、シッター会社が保険に加入しており、保険適用範囲で補償いたします。また日本金属学会および日

本鉄鋼協会は、事故の責任は負わないことを申し添えます。お子様の健康状態、留意点など必ず託児スタッフへお伝え下さい。お伝えいただけない事が原因となってお子様へ損害が発生した場合はお客様の責任となります。

※完全ご予約制となっておりますので、ご予約のない場合にはご利用いただけません。なお、託児室のスペースの関係上、定員になり次第締め切らせていただきますので、予めご了承下さい。

## 第7回ランチオンセミナー開催

春期講演大会の会期中に、第7回ランチオンセミナーを開催いたします。このセミナーは、参加者の皆様に講演大会の昼食時間を利用して昼食をとって頂きながら、企業による最新の技術情報を聴講いただく企画です。参加無料です。多くの皆様のご参加をお待ちしております。

主催 公益社団法人 日本金属学会

企画 株式会社 明報社

日時 2019年3月21日(木) 昼休み時間

会場 東京電機大学東京千住キャンパス 2号館日本金属学会講演会場(詳細は次号)

参加費 無料 昼食を無料提供いたします。

～ 皆様のご参加をお待ちしております!! ～

参加方法 3月21日(木) 8:30より参加券を「機器展示会場」にて配布致します。金属学会、または鉄鋼協会の大会参加証をご提示下さい。引き換えにご希望のセミナー参加券をお渡し致します。時間になりましたら、参加券をご持参の上、セミナー会場までお越し下さい。

※予定数に達し次第、配布は終了致します。

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

参加企業

- ・オックスフォード・インストゥルメンツ㈱
- ・㈱TSLソリューションズ
- ・ヴァーダー・サイエンティフィック㈱
- ・㈱日立ハイテクノロジーズ
- ・一社未定



## 第11回男女共同参画ランチオンミーティング 「金属材料分野での多様なキャリアパス」

金属材料分野でのキャリアパスとしてどのようなものがあるでしょうか。企業、大学、独法研究機関など様々です。また、一言で企業といっても様々な分野で活躍可能です。金属材料を学んだ先輩達がどのような進路で活躍しているか話を聞いてみませんか。仕事のこと、キャリアの積み上げ方、家庭のこと、気になるいろいろなことを、お昼を食べながら、気軽に質問してみてください。学生さん、若手の研究者、技術者の方、若い方にエールを送りたい方、大勢の方のご参加をお待ちしております。

主催 男女共同参画委員会 日本金属学会・日本鉄鋼協会

協賛 男女共同参画学協会連絡会

日時 2019年3月22日(金) 12:00~13:00

会場 東京電機大学東京千住キャンパス(鉄鋼協会会場)

参加費 無料 弁当30人分までは無料提供。  
(講演大会参加申込の有無にかかわらず、このミーティングに参加できます!!)

## プログラム

司会 御手洗容子(物質・材料研究機構)

12:05~12:10 開会の挨拶

男女共同参画委員会新委員長 奈良女子大 松岡由貴

12:10~12:40 「宇宙飛行士サポートから研究員、研究員から企画管理へ〜三児の母として〜」

㈱IHI 技術開発本部計画管理グループ課長 高橋 円

12:40~12:50 総合討論

12:50~12:55 閉会の挨拶

男女共同参画委員会新副委員長 九大 尾崎由紀子

## 平成31年春季 全国大学材料関係教室協議会 講演会のご案内

日時 2019年3月22日(金) 15:00~16:00

場所 東京電機大学東京千住キャンパス 2号館5階2504教室

講演会 材料開発ツールとしてのマテリアルズインテグレーション  
東京大学大学院工学系研究科 教授 榎 学

聴講料 無料

## 2019年秋期講演大会開催予告

2019年 9月11日(水)~13日(金) 岡山大学津島キャンパス  
(まてりあ5号会告予定)

## 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) 期日厳守

会員の研究活動一層の活性化を図ることを目的として、春秋講演大会において会員からの提案テーマによるシンポジウム講演を実施いたしており、活況を呈しております。明年の秋期講演大会の公募シンポジウムテーマを募集いたします。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。)

詳細 まてりあ57巻12号640頁 or ホームページ → 講演大会 → お知らせ

問合せ・照会先 E-mail: stevent@jim.or.jp

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

日本金属学会講演大会委員会宛

## 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) 期日厳守

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。活発な討論が期待できる有益なテーマや他学協会との連携企画等、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。)

詳細 まてりあ57巻12号640頁 or ホームページ → 講演大会 → お知らせ

問合せ・照会先 E-mail: stevent@jim.or.jp

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

日本金属学会講演大会委員会宛

## 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

\*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。

**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は1,000字以内で記入して下さい。

**推薦手続き** 下記メール宛に「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の無い場合はお問合せ下さい。(所定様式はホームページからダウンロードして下さい。)

**推薦締切** 2019年2月28日(木)

**申込問合せ先** E-mail: gaffair@jim.or.jp

### 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!! ～

#### ■推薦要領

**候補者の対象** 2019年5月31日時点で46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

**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。

**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>

**問合せ先** E-mail: award@jim.or.jp

### 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!! ～

#### ■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。

**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>

**問合せ先** E-mail: award@jim.or.jp

### 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!! ～

#### ■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。

**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>

**問合せ先** E-mail: award@jim.or.jp

### 第67回論文賞 候補論文推薦(自薦)のお願い

\*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 に投稿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、材料プロセッシング、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** <https://data.jim.or.jp/jim/shou/>

■第9回「までりあ賞」推薦要領

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

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

**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:「までりあ」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** <https://data.jim.or.jp/jim/materiashou/ronbun/>  
<https://data.jim.or.jp/jim/materiashou/kyoiku/>

**問合せ先** 会報編集委員会 E-mail: [materia@jim.or.jp](mailto:materia@jim.or.jp)

特集企画の投稿募集

下記テーマに関する特集企画の投稿を募集いたします。

■New Aspects of Martensitic Transformations (マルテンサイト変態の新展開)

マルテンサイト変態は、鉄鋼材料や形状記憶合金の特性を支配する現象として、古くから重要視され、多くの研究が行われてきた。近年では、電子線後方散乱回折法(EBSD)や高角散乱環状暗視野走査透過顕微鏡法(HAADF-STEM)、電子線ホログラフィー、X線ホログラフィーなど様々な実験手法が導入されるとともに、第一原理計算による相安定性の解釈やフェーズフィールド法による組織形成過程の解明など新たな計算手法を導入することにより、マルテンサイト変態の機構ならびに変態組織への理解が進展している。さらに、2016年にスタートした鉄鋼協会と金属学会の共同セッション「マルテンサイト・ベイナイト変態の材料科学と応用」では活発な議論が行われている。この分野の今後のさらなる発展に向けて、マルテンサイト変態に関する最近の研究成果ならびにオーバビュー論文を広く募集します。

上記テーマに関する特集を、Materials Transactions 61巻1号(2020年1月発行)に予定しております。多数ご投稿下さいますようお願いいたします。

**掲載予定号**: 第61巻第1号(2020年)

**原稿締切日**: 2019年7月1日

■Materials Science on High-Entropy Alloys (ハイエントロピー合金の材料科学)

最近、ハイエントロピー合金に関するシンポジウムがTMSやMRSなどの定期大会だけでなく独立な国際会議としても多数開催され、世界各国で大型研究プロジェクトが進行しており、ハイエントロピー合金に関する研究が世界的に活況を呈している。ハイエントロピー合金では、配置のエントロピーが固溶体相を安定化すると考えを基に、不均一に歪んだ結晶格子に由来した高い変形強度、トラップ効果に由来した遅い原子拡散から生じる高いクリープ特性、多様な構成原子間の非線形相互作用に起因する物性発現に関するカクテル効果など、材料科学の基礎・応用の両面で興味深い現象が期待されている。現実には、優れた高温強度、低温韌性、高耐摩耗性を示す一連の合金が見出されている。本特集号では、ハイエントロピー合金に関するあらゆる分野の実験・理論計算からの最新の研究開発成果の論文を広く募集する。

上記テーマに関する特集を、Materials Transactions 61巻4号(2020年4月発行)に予定しております。多数ご投稿下さいますようお願いいたします。

**掲載予定号**: 第61巻第4号(2020年)

**原稿締切日**: 2019年10月1日

- 投稿に際しては、日本金属学会欧文誌投稿の手引・執筆要領(本会 Web ページ)に従うこと。
- 通常の投稿論文と同様の審査過程を経て、編集委員会で採否を決定する。
- 著者は、投稿・掲載費用をご負担願います。

**問合せ先** 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

(公社)日本金属学会 欧文誌編集委員会

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

E-mail: [editjt@jim.or.jp](mailto:editjt@jim.or.jp) <https://jim.or.jp/>



〈公募類記事〉  
 無料掲載：募集人員，締切日，問合せのみ掲載。  
 有料掲載：1/4頁(700～800文字)程度。  
 ・「まてりあ」とホームページに掲載；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

集 会

◇先端計測シンポジウム2019◇

開催期日 2019年3月7日(木)  
 名 称 先端計測シンポジウム2019(茨城県つくば市・NIMS 千現地区 第一会議室，講堂)  
 主 催 NIMS「先進材料イノベーションを加速する最先端計測基盤技術」プロジェクト  
 問合せ先 国立研究開発法人 物質・材料研究機構  
 先端材料解析研究拠点  
 ☎ 029-851-3354 内線3861  
 E-mail: amcp2019@nims.go.jp

URL

[https://www.nims.go.jp/research/materials-analysis/events/amcp\\_sympo2019.html](https://www.nims.go.jp/research/materials-analysis/events/amcp_sympo2019.html)



◇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 宮寄智子  
 (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〉(2018.12.11現在)

■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)

～日本金属学会誌，Mater. Trans. へ投稿しませんか？～

◎日本金属学会誌および Mater. Trans. は，会員，非会員問わず投稿することができます。

掲載論文充実化のため，レビュー，オーバービュー，技術論文など多くの種別を取り入れております。

会誌の投稿・掲載費用は無料です。

詳細は，本会ホームページ → [会誌](#) or [Mater. Trans.](#) のページをご覧ください。

皆様のご投稿をお待ちしております。

日本金属学会誌掲載論文

Vol. 83, No. 2 (2019)

—論 文—

ナノ秒パルスレーザによるジルコニアインプラントへの生体適合性付与：微細溝の創成および熱影響の検討

原井智広 廣田正嗣 早川 徹 嶋田慶太  
水谷正義 厨川常元

AZ91マグネシウム合金の溶湯表面の燃焼挙動におよぼすカルシウムの影響

川畑博之 八木祐介  
青木裕子 加藤 元 北山功志郎 日比加瑞馬

エネルギー分散XRD測定によるTT600の内部応力変化のその場分析

土井教史 神崎 学 正木康浩 宮澤知孝 佐藤眞直

外力下におけるTi-20 mass%Mo合金中の棒状 $\alpha$ 析出物の核生成

榊原 想 水野 凌 渡邊千尋 門前亮一

Materials Transactions 掲載論文

Vol. 60, No. 2 (2019)

—Special Issue on Development of Materials  
Integration in Structural Materials for Innovation—

PREFACE Y. Kagawa and M. Demura

Multi-Phase-Field Modeling of Transformation Kinetics at Multiple Scales and Its Application to Welding of Steel

Munekazu Ohno, Yasushi Shibuta and Tomohiro Takaki

Estimation of Thermodynamic and Interfacial Parameters of Metallic Materials by Molecular Dynamics Simulations

Yasushi Shibuta

Prediction of Fatigue Strength in Steels by Linear Regression and Neural Network

Takayuki Shiraiwa, Yuto Miyazawa and Manabu Enoki

Modeling and Crystal Plasticity Simulations of Lath Martensitic Steel under Fatigue Loading

Fabien Briffod, Takayuki Shiraiwa and Manabu Enoki

Cyclic Yield Characterization for Low-Carbon Steel with HAZ Microstructures

Hide-aki Nishikawa and Yoshiyuki Furuya

Prediction of Creep Rupture Time Using Constitutive Laws and Damage Rules in 9Cr-1Mo-V-Nb Steel Welds

Kozo Koiwa, Masaaki Tabuchi,  
Masahiko Demura, Masayoshi Yamazaki and  
Makoto Watanabe

Dominating Driven Factors of Hydrogen Diffusion and Concentration for the Weld Joint-Coupled Analysis of Heat Transfer Induced Thermal Stress Driven Hydrogen Diffusion-

A. Toshimitsu Yokobori, Jr., Go Ozeki, Toshihito Ohmi,  
Tadashi Kasuya, Nobuyuki Ishikawa, Satoshi Minamoto and  
Manabu Enoki

—Regular Article—

Materials Physics

Microstructure and Mechanical Properties of Laser Welded Al-Mg-Si Alloy Joints

Jiaxing Gu, Shanglei Yang, Chenfeng Duan, Qi Xiong and  
Yuan Wang

Key Factor for the Transformation from hep to 18R-Type Long-Period Stacking Ordered Structure in Mg Alloys

Masafumi Matsushita, Takafumi Nagata, Jozef Bednarcik,  
Norimasa Nishiyama, Shoya Kawano, Satoshi Iikubo,  
Yuji Kubota, Ryo Morishita, Tetsuo Irfune,  
Michiaki Yamasaki, Yoshihito Kawamura,  
Masanori Enoki and Hiroshi Ohtani

Microstructure of Materials

Microstructural Evolution and Mechanical Properties of a Three-Phase Alloy in the Cr-Mo-Nb System

Li Peng, Ken-ichi Ikeda, Toshiaki Horiuchi and Seiji Miura

Mechanics of Materials

Mechanical Properties and Nanostructure of Multi-Layered Al-Zn-Mg Alloy with Compositional Gradient

Kazufumi Sato, Katsushi Matsumoto and Hiroshi Okuda

Quantitative Analysis on Light Elements Solution Strengthening in Pure Titanium Sintered Materials by Labusch Model Using Experimental Data

Shota Kariya, Mizuki Fukuo, Junko Umeda and  
Katsuyoshi Kondoh

Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of High-Strength Ti-6Al-4V-5Fe Alloy

Zhenyu Wang, Libin Liu,  
Ligang Zhang, Jinwen Sheng, Di Wu and Miwen Yuan

Materials Chemistry

Galvanic Microencapsulation (GME) Using Zero-Valent Aluminum and Zero-Valent Iron to Suppress Pyrite Oxidation

Sophea Seng, Carlito Baltazar Tabelin, Motoya Kojima,  
Naoki Hiroyoshi and Mayumi Ito

Gold Recovery from Waste Printed Circuit Boards by Advanced Hydrometallurgical Processing

Batnasan Altansukh, Kazutoshi Haga, Hsin-Hsiung Huang  
and Atsushi Shibayama

The Effects of Additives on the Electrodeposition of a Zn-Zr Oxide Composite from Dispersed Particle-Free Solution

Yosuke Hara, Daiki Ueda,  
Satoshi Oue and Hiroaki Nakano

Assessment of Hydrogen Absorption into Steel during Sacrificial Dissolution of Zinc and Zinc Coatings in Various pH Solutions

Gaku Kitahara, Aya Tsuji, Takashi Asada,  
Tomohiro Suzuki, Keitaro Horikawa and  
Hidetoshi Kobayashi

**Materials Processing**

**Theoretical Analysis of Maximum Pulling Rate in Capillary Shaping of Pure Aluminum**

Jun Yaokawa, Yasushi Iwata, Yoshio Sugiyama, Mitsuhiro Kobayashi and Yuta Egawa

**Solidification Structure and Secondary Particles in Vertical-Type High-Speed Twin-Roll Cast 3003 Aluminum Alloy Strip**

Ram Song and Shinji Kumai

**Critically Percolated States in High-Entropy Alloys with Exact Equi-Atomicity**

Akira Takeuchi, Kunio Yubuta and Takeshi Wada

**On the Solid Solubility Extension by Rapid Quenching and Spinodal Decomposition during Aging in Melt-Spun Cu-Ti Alloys**

Shin-ichiro Kondo, Hiromichi Nakashima and Takao Morimura

**Effect of Chromium Content on Heat Treatment Behavior of Multi-Alloyed White Cast Iron for Abrasive Wear Resistance**

Jatupon Opapaiboon, Mawin Supradist Na Ayudhaya, Prasonk Sricharoenchai, Sudsakorn Inthidech and Yasuhiro Matsubara

**Engineering Materials and Their Applications**

**Development of  $\alpha/\gamma$  Transformable FeCrAl-ODS Alloys by Nickel Addition**

Tomonori Nishikawa, Shenghua Zhang, Shigeharu Ukai, Naoko Oono and Shigenari Hayashi

—*Technical Article*—

**Microstructure and Property of Sn-37Pb Solder Bumps in  $\varnothing 0.6$  mm Ball during Thermal Shock**

Guisheng Gan, Daquan Xia, Xin Liu, Cong Liu, Hanlin Cheng, Zhongzhen Ming, Haoyang Gao, Donghua Yang and Yi-ping Wu

—*Rapid Publication*—

**Computational Modeling for Coarsening of (Fe,Cr)<sub>2</sub>B in Borated Stainless Steel**

Chi-Hyoung Won, Jae Hoon Jang, Chang-Hoon Lee, Tae-Ho Lee and Namhyun Kang



**新 入 会 員**

(2018年11月21日～2018年12月20日)

**正 員**

岩 島 真 理 国立研究開発法人科学技術振興機構  
阿 部 能 行 住友金属鉱山株式会社

飽 浦 常 夫 日本精線株式会社  
西 坂 寿 人 株式会社ジェイテクト  
幸 田 勝 実 東邦金属株式会社

長 野 拓 朗 朝日インテック株式会社  
岩 田 撰 子 TDK 株式会社  
小 林 尚 子 YKK 株式会社

**学 生 員**

坂井田しずか 名古屋工業大学  
荒川昭信 富山大学  
北村隼也 富山大学  
宮川拓 東北大学  
山本航介 名古屋大学  
島田裕介 富山大学  
井上大輔 大阪府立大学  
増山晴己 芝浦工業大学  
櫻井亨彦 富山大学  
室 慧 悟 富山大学  
高本健吾 富山大学  
森ヶ山広樹 東京理科大学  
深海正大 東京理科大学  
山本晶太 金沢大学

村上太悟 愛媛大学  
小鹿佑樹 富山大学  
黄金崎琢也 東北大学  
松田洋修 芝浦工業大学  
長峯昂平 近畿大学  
千田祥大 東北大学  
金内貴文 東北大学  
工藤理恵 富山大学  
梅本大樹 大阪大学  
二村友也 大阪大学  
野上貴史 富山大学  
棕本健太郎 東京大学  
菊原大志 信州大学  
天野正規 富山大学

周 陳 龍 北海道大学  
小田島健太 富山大学  
中 鴫 佳 央 金沢大学  
三宅弘祐 三重大学  
石川悠太 大同大学  
西村優希 大同大学  
李 在 薰 北海道大学  
高 帷 策 東北大学  
高戸良輔 東北大学  
佐藤宏樹 岡山大学  
福野直弥 熊本大学  
田上泰地 熊本大学  
山下綾音 兵庫県立大学

**外国一般会員**

Dmitri Louzguine 東北大学

Jiang Xiaojuan 京都大学

**外国一般会員**

DENG Zhangfan 京都大学  
姜 華 金沢大学

秦 帥 帥 富山大学  
TRINH Ba 富山大学

王 家 明 富山大学  
ファティンナピラ サパリ 近畿大学

# 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>2019年2月</b>				
1	第17回ナノテクノロジー総合シンポジウム(JAPAN NANO 2019)(東京)	物材機構ナノテクノロジープラットフォームフォーラムセンター	JAPANNANO@nims.go.jp TEL 029-859-2777 https://nanonet.go.jp/japannano/2019/	
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
8	第3回講演会「自動車塗装から、塗装のこれからを語る。」(東京)	日本塗装技術協会	TEL 03-6228-1711 tosou-jimukyoku@jcot.gr.jp http://jcot.gr.jp	
8	第110回シンポジウム「資源循環の世界潮流と最新動向および軽金属分野の課題と展望」(日大)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	定員 100名
18	第78回塑性加工技術フォーラム 板材・バルク材の破断限界予測に向けた取り組みの現状(名工大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 80名
20	平成30年度理研シンポジウム 安心・安全を未来に繋ぐ小型中性子源 RANS・RANS-II ～ものづくり・インフラ産業で使える中性子へ～(和光)	理化学研究所 光量子工学研究センター	TEL 048-467-4583 http://rans.riken.jp/pdf/sympo2018/	
22	理研シンポジウム第21回「トライボコーティングの現状と将来」(和光)	理化学研究所大森素形材工学研究室, トライボコーティング技術研究会	TEL 03-5918-7613 tribo@tribocoati.st https://www.sites.google.com/site/tribocoating/	定員 200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(東大生産技研)	日本塗装技術協会	TEL 03-6228-1711 tosou-jimukyoku@jcot.gr.jp http://jcot.gr.jp	
27	ウィンタースクール「トポロジー最適化の基礎～積層造形によるモノづくりへの応用～」(東京理科大)	日本計算工学会	TEL 03-3868-8957 office@jsces.org http://www.jscs.org/	2.18
<b>2019年3月</b>				
1	第44回組織検査用試料の作り方(組織の現出)講習会「鉄鋼材料・非鉄金属材料・表面改質処理および異常組織材」(千葉工大)	材料技術教育研究会	TEL 047-431-7451	2.25
6	第79回塑性加工技術フォーラム「海外で鍛造する～要素技術から自動車部品製造まで～」(浜松)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 50名
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	
7～8	安全・安心な社会を築く先進材料・非破壊計測技術シンポジウム(金沢)	日本非破壊検査協会	TEL 03-5609-4015 nakamura@jsndi.or.jp http://www.jsndi.jp/sciences/section/index12-3.html	
8	レアメタル研究会(東大生産技研)(本号124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	
12～13	2018年度量子ビームサイエンスフェスタ(第10回MLFシンポジウム/第36回PFシンポジウム合同開催)(つくば)	KEK 物質構造科学研究所, J-PARC センター他	qbs-festa-office@pfiqst.kek.jp http://qbs-festa.kek.jp/2018/	
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118頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp https://jim.or.jp/	参加 2.15
21	第7回ランチョンセミナー(東京電機大)(本号121頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 stevent@jim.or.jp	
21	第123回触媒討論会 特別シンポジウム(大阪市立大)	触媒学会	TEL 03-3291-8224 secretariat@shokubai.org http://www.shokubai.org/	
22	第11回男女共同参画ランチョンミーティング(東京電機大)(本号121頁)	日本金属学会・日本鉄鋼協会	TEL 022-223-3685 stevent@jim.or.jp	
22	平成31年春季 全国大学材料関係教室協議会講演会(電気通信大)(本号121頁)	全国大学材料関係教室協議会		
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118頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 jim.company2019@jim.or.jp https://data.jim.or.jp/jim/kigyuu/	3.8

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
<b>2019年5月</b>				
10～13	軽金属学会第136回春期大会(富山)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 shomu@jilm.or.jp http://www.jilm.or.jp/	参加予約 4.4
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
24	第4回マルチスケール材料力学シンポジウム(室蘭工大)	日本材料学会	http://www.jsms.jp	講演 2.15
29～31	第24回計算工学講演会(さいたま)	日本計算工学会	TEL 03-3868-8957 office@jsces.org http://www.jsces.org/koenkai/24	
<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	
7～9	2019年度塑性加工春季講演会(同志社大)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	
14～15	第6回 最先端の顕微鏡と理論計算に関する国際シンポジウム(名古屋)	ファインセラミックスセンター	TEL 052-581-3241 amtc6@intergroup.co.jp http://amtc6.com	
<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	
11～12	第53回 X線材料強度に関するシンポジウム(大阪)	日本材料学会	TEL 078-795-3212 nishida@kobe-kosen.ac.jp http://www.jsms.jp	講演 3.15
12	粉末冶金入門講座(東京)	粉体粉末冶金協会	TEL 075-721-3650 info@jspm.or.jp	
<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 1.31 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	
<b>2019年10月</b>				
27～11.1	The 13th Pacific Rim Conference of Ceramic Societies(PACRIM13)(沖縄)	日本セラミックス協会	TEL 03-3362-5231 jim-ask@cersj.org http://www.ceramic.or.jp/pacrim13/	
<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	http://www.gtsj.org/english	
25～27	EcoDesign 2019国際会議(横浜)	エコデザイン学会 連合会	ecodesign2019_secretariat@ecodenet.com http://ecodenet.com/ed2019/	
28～29	粉末冶金基礎・実用講座(京都工芸繊維大)	粉体粉末冶金協会	TEL 075-721-3650 info@jspm.or.jp	
<b>2019年12月</b>				
10～14	日本MRS創立30周年記念国際会議(横浜)	日本MRS	TEL 045-263-8538 info_mrm2019@jmru.org https://mrm2019.jmru.org	
<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 http://www.compsafe2020.org	



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

日本金属学会誌および Materials Transactions は、将来的な論文のマルチメディア対応を視野に、2019年1号より、オンライン・ジャーナル化となりました。これにより、冊子は購読希望者に実費にて頒布することとなり、購読費、掲載論文のカラー図表および別刷の取り扱いについても変更となりました。変更内容の詳細は、昨年のあたりあ57巻9号(459頁)または本会ホームページ(会誌または Mater.Trans. のページ)にありますので、ご確認をお願い申し上げます。



**あたりあ 第58巻 3号 予告**

[巻頭記事] 金属バットのテクノロジー

[金属素描] シルコニウム

[新進気鋭] 競合現象に着目した鉄鋼材料のマイクロ組織解析  
.....小川登志男

[産学官交差点] 材料研究における AI 利用の動向について

.....出村雅彦

[スポットライト] ちゅうぞうってしてますか?  
—他—

—編集の都合により変更になる場合がございます—

## 追悼

## 本会名誉員 太刀川恭治先生を偲んで



本会名誉員、物質・材料研究機構特別名誉研究員、太刀川恭治先生は2018年12月7日にご逝去されました。享年91歳でした。会員の皆様にご報告申し上げますとともに、先生の生前のご功績を偲び、謹んで哀悼の意を表します。

先生は1950年3月に東京大学第一工学部冶金学科を卒業され、同大学航空研究所の助教授を経て、1962年5月に科学技術庁金属材料技術研究所(現物質・材料研究機構)電気磁気材料研究部高純度金属研究室長に着任されました。この間、1961年7月に東京大学より工学博士の学位を取得されています。その後、同研究所電気磁気材料研究部長や筑波支所長を勤められました。1987年の定年退職後、東海大学工学部教授となられ、1997年3月に退職された後も物材機構特別名誉研究員、東海大学名誉客員教授として教育と研究にご尽力なさいました。

先生は金材技研に入所以来、一貫して超伝導材料の研究を精力的に進めてこられました。先生のご業績は多岐にわたりますが、特筆すべきはNb<sub>3</sub>SnやV<sub>3</sub>Gaの生成に対する銅の一種の触媒効果の発見と、それに基づいた、いわゆるブロンズ法の発明です。このブロンズ法によってNb<sub>3</sub>Snの多芯超伝導線材が可能になってNb<sub>3</sub>Sn線材の実用化が実現し、超伝導応用の世界に大きなインパクトを与えました。さらにNb<sub>3</sub>Sn線材へのチタン添

加により高磁界での臨界電流特性を大幅に改善することにも成功されました。このTi添加Nb<sub>3</sub>Sn線材は強磁界超伝導マグネット用の線材として現在広く用いられております。また、上部臨界磁界がNb<sub>3</sub>Snよりも高いNb<sub>3</sub>AlやNb<sub>3</sub>(Al, Ge)の線材化研究にも独創性を発揮されました。これらのご業績に対して、紫綬褒章、本会増本量賞、米国電気電子技術者協会(IEEE)超伝導部会賞を始めとして内外の学会から数多くの賞を受賞されています。

先生は晩年まで真摯に研究に携わり、多くの超伝導研究者に深い感銘を与えられました。ここに、先生のご遺徳を偲び、心よりご冥福をお祈り申し上げます。



〈事務局より〉 2019年2月14日(木)は本会の創立記念日により、事務局は休業となります。

### 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58巻 第2号 (2019) 発行日 2019年2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

# Materials Transactions 投稿の手引き

Materials Transactions (Mater. Trans.)への投稿は、次の要件を満たさなければならない。

- (1) 英文であり、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 (Materials Transactions 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. Mater. Trans. に投稿可能な論文

### (1) Regular Article (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、日本金属学会誌に 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、日本金属学会誌と異なる部分がある場合、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) Review (15頁以内)

各専門分野の研究開発の背景や最近の状況及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。日本金属学会誌およびまてりあに 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、日本金属学会誌およびまてりあ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) Overview (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。日本金属学会誌およびまてりあに 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、日本金属学会誌およびまてりあ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) Technical Article (10頁以内)

金属およ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、および関連する事柄の調査、試験結果を報告した原著論文。ただし、日本金属学会誌に 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、日本金属学会誌と異なる部分がある場合は、その事を脚注に明記する。

### (5) Rapid Publication (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) Express Rapid Publication (3頁以内)

Rapid Publication 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追加負担しなければならない。

### (7) Opinion (2頁以内)

Materials Transactions 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(特に決まっていなものはローマ字表記する)。

## 4. 審査

投稿された論文は欧文誌編集委員会の独自の審査を経て欧文誌に掲載される。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・掲載費用を支払う(公開日から1年間有効の電子ジャーナル購読権 ID/Password を寄贈)。

6.2 カラー図表掲載を希望する場合は実費を負担する。(1図表当り1,000円)

※オンラインジャーナルのみ(冊子・別刷はすべてモノクロ表示)。

6.3 Regular Article の迅速掲載費用：1万円。

6.4 Express Rapid Publication 掲載費用：3頁以内一律5万円。

公益社団法人日本金属学会  
欧文誌編集委員会

# ALLOYS & METALS

品名	純度	形状	品名	純度	形状	品名	純度	形状
<b>純金属</b>			<b>高純度金属</b>			<b>中間合金</b>		
高純度アルミニウム	99.99%	約1kgインゴット	アルミニウム	99.999%	粒状100g入	燐	P > 14.5%	粒状
アルミニウム	>99.7%	〃	アルミニウム	〃	約100g塊	シリコン	Si 15%	約1kgインゴット
アルミニウム粒	99.99%	粒状1kg入	銀	99.999%	粒状	マンガン	Mn 25%	〃
アルミニウム粉	99.7%	粉末	ビスマス	99.9999%	粒状100g入	マグネシウム	Mg 50%	約800gインゴット
銀	99.99%	粒状	ビスマス	〃	約100g塊	クロム	Cr 10%	約1kgインゴット
ボロンクリスタル	99.4%	3~8mm小塊	高純度クロム(4N5)	99.995%	薄片状	テルル	Te 50%	〃
ボロンアモルファス	95~97%	粉末	無酸素銅	99.99%	10X10X1mm	コバルト	Co 10%	〃
コバルト粒(ロシア産)	99.93%	針状	鉄(マイロンSHP)	99.99%	25X25X2mm	ニッケル	Ni 30%	〃
電解コバルト(従来品)	99.9%	粒状	ガリウム	99.9999%	粒状25g入	鉄	Fe 10%	〃
電解コバルト(FB)	99.9%	フレーク状	ゲルマニウム	99.999%	約50g塊	チタン	Ti 25%	〃
金属クロム	99%	約25X25X10mm	インジウム	99.999%	粒状100g入	ジルコニウム	Zr 50%	〃
電解クロム	99%	塊状	インジウム	〃	約100g塊	ボロン	B 2%	粒状
クロム粉	99%	薄片状	マンガン	99.999%	薄片状	アルミ	Cu 40%	約5~7kgインゴット
電気	99.99%	粉末500g入	錫	99.999%	粒状100g入	アルミマグネシウム	Mg 20%	約2kgインゴット
電解鉄(アトミロンMP)	99.9%	約25X50X10mm	錫	〃	約100g塊	アルミマンガン	Mn 10%	約5kgインゴット
電解鉄(アトミロンYL)	〃	小片状	アンチモン	99.9999%	約100g塊	アルミニウム	Ni 20%	〃
電解鉄(アトミロンFP)	〃	小片状25kg入	アンチモン	〃	約100g塊	アルミニウム	Cr 5%	〃
電解鉄(アトミロンXL)	〃	〃	テール	99.9999%	約100g塊	アルミチタン	Ti 5%	約4~5kgインゴット
電解鉄(アトミロンXL)	〃	〃	テール	〃	約100g塊	アルミシリコン	Si 25%	〃
電解鉄粉	99%	粉末1kg入	亜鉛	99.999%	約100g塊	アルミコバルト	Co 5%	〃
ハフニウム	99.8%	スポンジ小塊	亜鉛	〃	約100g塊	アルミモリブデン	Mo 5%	〃
インジウム	99.99%	塊状	鉛	99.9999%	粒状100g入	アルミタングステン	W 2.5%	〃
マグネシウム	99.9%	約200g塊	鉛	〃	約100g塊	アルミベリリウム	Be 2.5%	約500gインゴット
電解マンガン	99.9%	薄片状	鉛	〃	約100g塊	アルミ	Fe 50%	塊状
モリブデン粉	99.9%	粉末	鉛	〃	約100g塊	アルミジルコニウム	Zr 5%	約5kgインゴット
ニオブグラニュー	99.9%	3~10mm小塊	チ	99.9%	5φX150mm	アルミボロン	B 4%	約200gインゴット
ニオブ粉	〃	粉末	レアアース	〃	〃	アルミバナジウム	V 50%	小塊状
電気ニッケル	99.99%	25X25X10mm	イットリウム	99.9%	塊状、削状、粉状	アルミストロンチウム	Sr 10%	約100gインゴット
ニッケルペレット	99.97%	6~12mm球状	ランタン	〃	〃	アルミカルシウム	Ca 10%	約2.5kgインゴット
レニウム粉	99.99%	粉末	プラセオジウム	〃	〃	ニッケルボロン	B 15%	塊状
ルテニウム粉	99.9%	〃	ネオジウム	〃	〃	ニッケルニオブ	Nb 60%	〃
アンチモン	99.9%	塊状	サマリウム	〃	〃	ニッケルマグネシウム	Mg 50%	約1.5kgインゴット
金属シリコン	99%	〃	イッテルビウム	〃	〃	コバルトボロン	B 15%	塊状
錫	99.99%	約1kgインゴット	テルビウム	〃	〃	燐	P 5%	インゴット
タンタル塊	99.9%	粒状	ジスプロシウム	〃	〃			
タンタル粉	〃	3~10mm小塊	ホルミウム	〃	〃			
テール	99.99%	粉末	エルビウム	〃	〃			
スポンジチタン	99.7%	小球状	ガドリニウム	〃	〃			
チタン板	JIS 1種	スポンジ塊	ツリウム	〃	〃			
バナジウム	99.7%	250X250X1mm	ルテチウム	〃	〃			
バナジウム粉	99.9%	3~10mm小塊	セリウム	〃	〃			
タングステン粉	99.9%	粉末	ユーロピウム	〃	〃			
タングステンクラップ	99%	板状	ミッシュメタル	TRE > 97%	5.4φX6mm 200g入			
亜鉛	99.99%	約2kgインゴット						
亜鉛粒	〃	粒状						
ジルコニウム	>99.5%	スポンジ塊						
			<b>レアアースメタル</b>			<b>Uアロイ(低融点合金)</b>		
			イットリウム	99.9%	塊状、削状、粉状	Uアロイ 47	融点47±2°C	約500gインゴット
			ランタン	〃	〃	Uアロイ 60	60±2°C	〃
			プラセオジウム	〃	〃	Uアロイ 70	70±2°C	〃
			ネオジウム	〃	〃	Uアロイ 78.8	78.8±2°C	〃
			サマリウム	〃	〃	Uアロイ 91.5	91.5±2°C	〃
			イッテルビウム	〃	〃	Uアロイ 95	95±2°C	〃
			テルビウム	〃	〃	Uアロイ 100	100±2°C	〃
			ジスプロシウム	〃	〃	Uアロイ 124	124±2°C	〃
			ホルミウム	〃	〃	Uアロイ 150A	150±2°C	〃
			エルビウム	〃	〃			
			ガドリニウム	〃	〃			
			ツリウム	〃	〃			
			ルテチウム	〃	〃			
			セリウム	〃	〃			
			ユーロピウム	〃	〃			
			<b>フェロアロイ</b>					
			フェロモリブデン	Mo 60%	塊状			
			フェロニオブ	Nb 60%	〃			
			フェロバナジウム	V 80%	〃			
			フェロボロン	B 20%	〃			
			カルシウムシリコン	Ca30%Si60%	小塊状			

お問い合わせは、必ず下記事項をご記入の上、FAXしてください。

「社名」または「大学名」、および「所属と名前」、個人の方は「名前」  
 「郵便番号・住所・電話・FAX」・「商品名・純度・形状・希望数量」  
 見積・注文でお急ぎの場合は「至急」と明記して下さい。

FAX (03)  
**3294-9336**

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

商品の詳細はホームページでご覧になれます。  
<http://1921seizaemon.jp/>

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

# ◆◆ 新型 赤外線導入加熱装置 GVL298N

## 赤外線導入加熱装置とは……

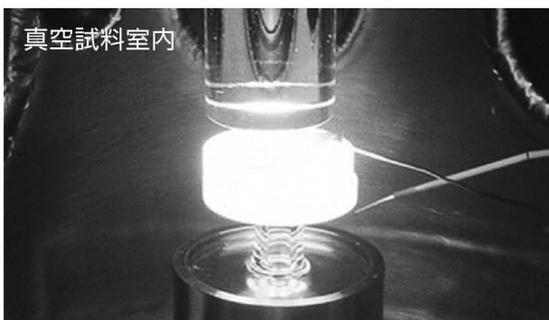
新材料物質の試験・研究用の熱処理装置で、大気側にある熱源・赤外線を特殊な導入機構を介し、真空中試験試料へ照射、最高1500℃まで昇温します。

従来品を改良しました。

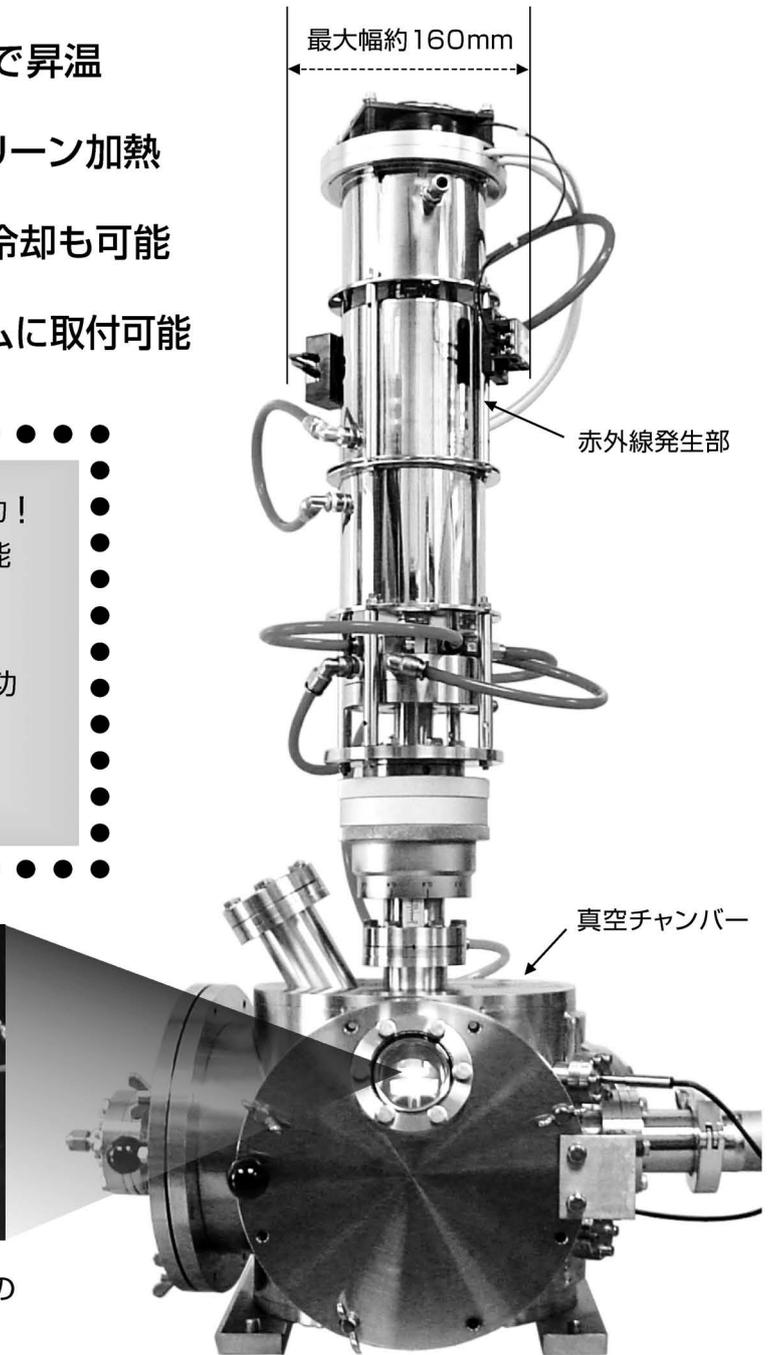
- 1 急速昇温 1500℃まで1分で昇温
- 2 周りを加熱せず試料のみクリーン加熱
- 3 熱源と試料は非接触。強制冷却も可能
- 4 XPS等、研究室内真空システムに取付可能

### ●●●●● 改良ポイント ●●●●●

- ◆ 冷却機構の改良で **小型化** に成功！  
狭いスペースへの製品取り付けが可能
- ◆ 冷却力向上により、  
赤外線ランプの **長寿命化** に成功
- ◆ 漏洩光の減少により、  
装置周辺の **安全性の向上**



【用途】 Si、SiC、カーボンナノチューブ等の  
清浄雰囲気中熱処理



日本金属学会付設展示会（東京電機大学）2019年3月20日（水）～22日（金） 出展

熱と共に歩む

 株式会社 **サーモ理工**

〒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://www.thermo-r.co.jp/>  
E-mail: [sekigai.thermo-r.co.jp](mailto:sekigai.thermo-r.co.jp)

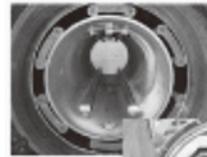
詳細・HP



# 高温真空 3000°Cへの挑戦

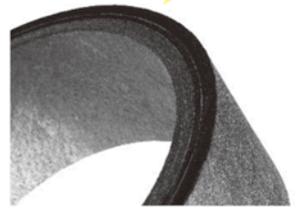
URL:<http://www.mechanical-carbon.co.jp/>

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

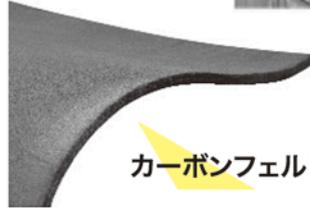
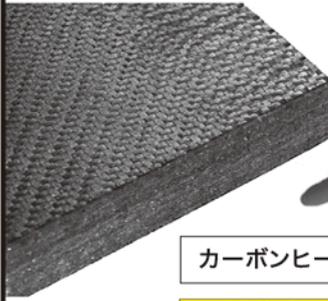


炉の改修

ハイブリット成形断熱材



高断熱+省エネ



カーボンフェルト

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

6面シート  
貼り



## メカニカルカーボン工業株式会社

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

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

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



## 技術で世界を輝かせる。

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

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

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

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

**KOBELCO**