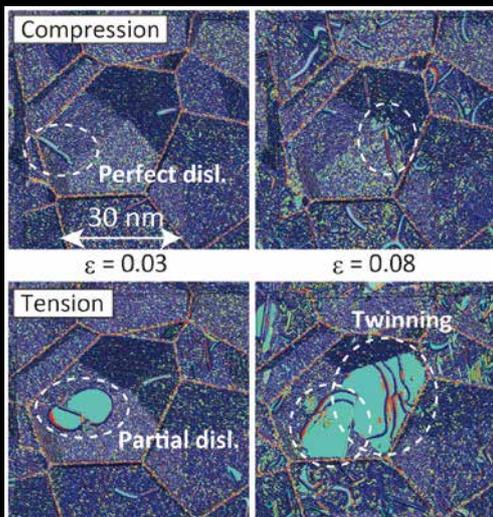


# Materia Japan

まてりあ Vol.60

MTERE2 60 (1) 1~72 (2021)

No.1  
2021



・ 金属素描 ～銅～

特集

ナノスケール動的挙動の理解に  
基づく力学特性発現機構の解明

新  
企画

まてりあ60巻記念企画：  
“あのころ”のまてりあ

・ 新技術・新製品

# 溶質原子の定量 メカニカルスペクトロスコピー

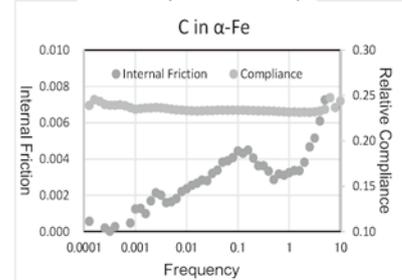
物質中の溶質原子は微量でその組織の性質を変化させます。当然ながらその含有量によって効果が異なるためにその分析測定が必要です。しかし化学分析や蛍光 X 線分析などでは析出したフリー原子も定量され、組織中に存在する溶質原子のみの定量はできません。そこで溶質原子のひずみエネルギーを検出するメカニカルスペクトロメータ MS 型（強制振動型内部摩擦測定装置）が力を発揮します。

樹脂などと違って金属やセラミックスなどで非常に高精度に適用できる装置は世界的にも弊社の MS 型のみとなっています。右のグラフの 0.1Hz 付近のピークは 30ppm の溶質 C の内部摩擦ピークです。弊社の雑居ビルという悪条件下でもこのように安定した検出を可能にしました。

汎用的な JE, JG 型や EG-HT 型だけでなく、特殊な最先端研究用の MS 型や弾性定数測定用の CC 型などを開発し、最先端の材料物性研究へのお手伝いをさせていただきます。



MS-LHT (-150°C~500°C)



Cij 測定は力学特性から組織解明を可能に

## 電磁超音波共鳴式 弾性率・弾性定数装置 CC II-シリーズ

- 異方性単結晶から多結晶体まで
- 弾性定数(弾性スティフネス Cij)も弾性率も
- 5mm 程度の立方体、直方体から円柱、円板、薄板(0.2mm)まで
- 室温用、高温用  
(常用 1000°C 最高 1200°C)
- 阪大基礎工 平尾・荻研開発

CC2-HT



弾性率と内部摩擦の高温測定で最高の装置

## 高温弾性率等同時測定装置 EG-HT

- 最も信頼性の高い高温測定が可能。  
粘性による振動数依存誤差が最小。
- 強力共振機構で難共振材に対応。  
難共振時の偽振動が最少。
- 多くの測定条件、測定項目に対応。  
ヤング率、剛性率測定  
ポアソン比算出  
温度依存性、ひずみ依存性  
2種の内部摩擦測定
- 最高 1200°C EG-HT&LT



室温や比較的低温で最も信頼性の高い装置

## 自由共振式弾性率、内部摩擦測定装置 JE-RT (ヤング率) & JG-RT (剛性率)

- 高精度・簡単操作・高再現性・迅速測定  
非接触加振、非接触検出  
試料も置くだけ
- 幅広い試料形状（室温装置）  
短冊状でも細線・丸棒でも  
薄く・小さいものから厚く長いものまで

JE-RT  
& JG



## 強制振動式内部摩擦測定装置 メカニカルスペクトロメーター MS シリーズ

- 温度一定で加振エネルギー(振動数)を変えて内部摩擦変化を測定。(温度変化による物性変化を除外)
- 従来装置に比べて高分解能、高感度、高安定
- 測定や温度制御機構の改良により液体窒素の消費量が激減。長時間測定にも無人安定
- 悪条件下でも安定測定向上



MS-LHT

共振法応用の弾性率や内部摩擦等の物性測定・試験・計測装置の開発専門企業

日本テクノプラス株式会社 <http://www.nihon-tp.com/>

06-6390-5993 info@nihon-tp.com 〒532-0012 大阪市淀川区木川東 3-5-21 第3丸善ビル

# ドイツフリッチュ社製 遊星型ボールミルシリーズ

FRITSCH

## Premium Line PL-7

- “NANO”粒子の作成には不可欠。
- 公転自転比は1: -2。最大の台盤回転数は1,100rpm、容器回転数は2,200rpmとこれまでにない超高速。94Gのパワーが微細粉末作成を約束。
- 専用容器は本体内に格納。使用者の安全を守ります。
- 容器の脱着は極めて容易。容量は80mL、45mL、20mLの3種類。

nano領域迄



## Premium Line PL-5

- 最大の台盤回転数800rpmからの粉碎パワーは64G。クラシックラインP-5と比べて280%以上パワーアップ。
- 新システムの強力なサーボモーターにより、約1.25トンのパワーで容器を自動でロック。
- 安全に容器の取り出しができるように内圧開放モードを3種類ご用意。
- 専用に開発された容器は過酷な使用環境に耐えられるように設計・最適化。500mL、250mL、150mL容器を2個セット。(150mLは4個セットも可)



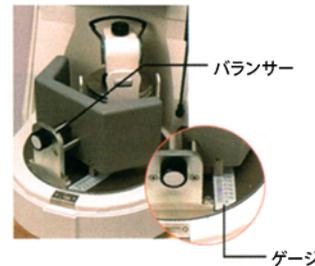
## Classic Line P-5/4

- 遊星型シリーズで最大の処理量。(500mL容器×4個)
- また80mL容器を一度に8個搭載できるので多種類の試料を同時に粉碎が可能。
- 公転自転比は最大の粉碎効果を上げるために1: -2.19。(フリッチュ伝統の比率)
- 容器2個でも十分な場合、P-5/2もご用意。



## Classic Line P-6

- 世界で初めて、容器1個による遊星型粉碎方式を開発。(フリッチュ特許)
- 最大500mLから最小12mLまで全ての容器が搭載可能。大学や各種研究機関の声に応え、経済的ながらも微粉碎から分散混合処理までこの1台で十分に対応。
- 公転自転比は最大の粉碎効果を考慮したフリッチュ独自の1: -1.82。
- 初めて粉碎・混合の世界を研究される方に最適な容器1個で処理できるボールミル。



## Classic Line P-7

- 分析用試料作成等の極めて少量試料の粉碎に最適。
- 使用する容器は12mLまたは45mL。どちらかの容器を2個セット。
- 公転自転比は1: -2。最大の台盤回転数は800rpm、容器回転数は1,600rpm。
- 本体重量35kgの卓上型ハイスピード粉碎機。



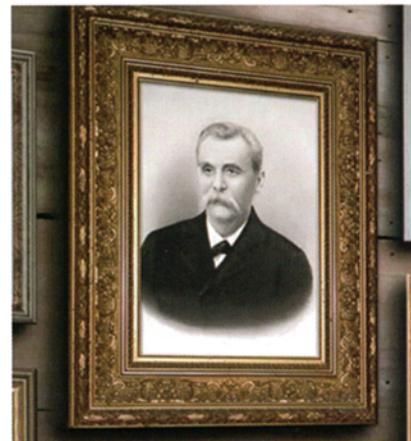
## 専用アクセサリー (容器・ボール)

- 容器・ボールの材質: メノー、アルミナ、ジルコニア、高硬度ステンレス、窒化ケイ素、タングステンカーバイド、そしてプラスチックポリアミド。
- 容器のサイズ: 500mL、250mL、150mL、80mL、45mL、20mL、そして12mL。
- ボールのサイズ: 40mmから0.1mmビーズまで。
- 各種容器の容量・材質に対応した雰囲気制御容器もご用意。



容器とボール

雰囲気制御容器



ドイツFritsch GmbH社の粉砕機を使用しての学术论文は16,000件以上発表されております。

以下検索が出来ます。

海外論文 : <https://scholar.google.co.jp/schhp?hl=ja>

国内論文 : <https://ci.nii.ac.jp>

機種ごとの検索

例示 : **Pulverisette-5**

研究項目ごとの検索

例示 : **Mechanical alloying and Pulverisette**

2020/10/1 fritsch P-5 - Google Scholar

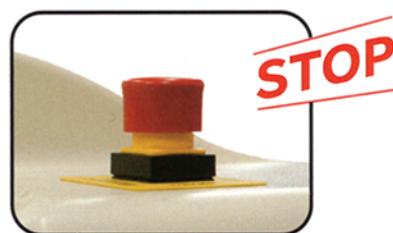
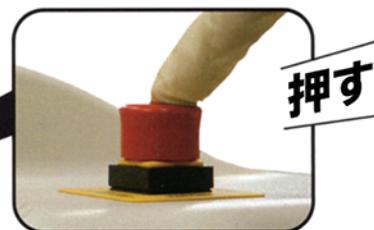
**5-Methoxypsoralen (Bergapten) in photochemotherapy of psoriasis**  
 ... W BRENNER, P FRITSCH... - British Journal of ... 1979 - Wiley Online Library  
 Methoxypsoralen (5-MOP, Bergapten) was evaluated as a potential photosensitizing drug in oral photochemotherapy of psoriasis. Treatment results indicate that (1) 5-MOP is as effective as, and in high doses more effective than, 8-methoxypsoralen in clearing psoriatic ...  
 ☆ 99 引用元 142 関連記事 全3バージョン

**The Pomeranz-Fritsch reaction, isoquinoline vs. oxazoles**  
 EV Brown - The Journal of Organic Chemistry, 1977 - ACS Publications  
 ... Found: C, 60.30; H, 3.10. Pomeranz-Fritsch Reactions with Chloro Substituents. Pomeranz-Fritsch reactions were run on benzal aminoacetals from o-, 5-8 p-, 5 and m-chlorobenzaldehydes. 7 The yields of chloroisoquinolines obtained were as indicated in the literature ...  
 ☆ 99 引用元 39 関連記事 全3バージョン

**Molecular cloning and characterization of the human  $\beta$ -like globin gene cluster**  
 EF Fritsch, RM Lawn, T Maniatis - Cell, 1980 - cell.com  
 The genes encoding human embryonic(E), fetal ( $\gamma$ ) and adult (6, p) b-like globin polypeptides were isolated as a set of overlapping cloned DNA fragments from bacteriophage X libraries of high molecular weight (15-20 kb) chromosomal DNA. The 65 kb ...  
 ☆ 99 引用元 519 関連記事 全6バージョン

**Derivatives of 1-methoxy-3-trimethylsilyloxy-1, 3-butadiene for Diels-Alder reactions**  
 ... RB Gammill, PM McCurry Jr, N Fritsch... - Journal of the ... 1979 - ACS Publications  
 The preparation and Diels-Alder cycloadditions of the following highly functionalized dienes are described: (1)(E)-1-methoxy-2-methyl-3-trimethylsilyloxy-1, 3-butadiene (5), (2)(E, Z)-1-methoxy-3-trimethylsilyloxy-4-methyl-1, 3-butadiene (6), (3)(-)-1-methoxy-2, 4-dimethyl-3 ...  
 ☆ 99 引用元 173 関連記事 全4バージョン

Fritsch製品はその性能だけでなく、安全面にも配慮してございます。



**フリッチュ・ジャパン株式会社** info@fritsch.co.jp <http://www.fritsch.co.jp>

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7-2-7  
 福岡営業所 〒819-0022 福岡市西区福重5-4-2

TEL 045-641-8550 FAX 045-641-8364  
 TEL 06-6390-0520 FAX 06-6390-0521  
 TEL 092-707-6131 FAX 092-707-6131

# 1

2021  
Vol.60  
No.1

# まてりあ

巻頭言	年頭のご挨拶 高梨弘毅	1
紹介	公益社団法人日本金属学会の組織と活動概況	3
金属素描	No.13 銅(Copper) 千星 聡	5

## 特集「ナノスケール動的挙動の理解に基づく力学特性発現機構の解明」

企画にあたって

長岡 亨 芹澤 愛 諸岡 聡 本間智之 横山賢一 圓谷貴夫 小柳禎彦	6
異種変形モードの核生成制御による高強度・高延性金属の実現	
辻 伸泰 下川智嗣 志澤一之 村山光宏	8
ナノ～マクロを繋ぐトモグラフィ：界面の半自発的剥離	
戸田裕之 山口正剛 都留智仁 清水一行 松田健二 平山恭介	13
セラミックスにおける強電界ナノダイナミクス	
吉田英弘 増田紘士 森田孝治 山本剛久	19
原子シミュレーションに基づく力学特性評価と材料設計 都留智仁	25
無機半導体材料の力学特性に及ぼす光環境効果のマルチスケール計測	
中村篤智 大島 優 松永克志	30
その場ならびに原子分解能透過型電子顕微鏡法による変形・破壊現象の解析	
栃木栄太 苗 斌 近藤 隼 佐藤隆明 柴田直哉 藤田博之 幾原雄一	35

企画にあたって	日本金属学会会報「まてりあ」60巻記念企画について 編集チーム	40
---------	---------------------------------	----

“あのころ”のまてりあ	座談会「日本金属学会創立の裏話」について 山本剛久	41
-------------	---------------------------	----

新技術・新製品	自動車車体の優れた意匠性を実現する表面改質溶融亜鉛めっき鋼板 “GI JAZ®” の開発 星野克弥 平 章一郎 飯塚栄治 新宮豊久 荻原裕樹 谷口公一	48
	ケミカルタンカー用 TMCP 型 KSUS329J3L クラッド鋼板の開発 嶋村純二 寒沢 至 横田智之 村上善明 小野知宏 緒方洋典 勝田順一 矢島 浩	51
	単結晶 Cu-Al-Mn 超弾性合金の開発と耐震分野への応用 喜瀬純男 荒木慶一 片岡奈々美 横山重和 東田豊彦 石川浩司 大森俊洋 貝沼亮介	54
	Material DX を用いた省 Nd 磁石の開発 加藤 晃 矢野正雄 佐久間紀次 木下昭人 山口剛生 且野克典 庄司哲也	57

思い出の教科書、この一冊!	“高温界面化学上・下” 荻野和己(著) 齊藤敬高	60
---------------	--------------------------	----

本会記事	会告	61	次号予告	69
	掲示板	67	行事カレンダー	70
	会誌・欧文誌1号目次	68	追悼	71
	新入会員	69		

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。  
<https://jim.or.jp/>

**今月の表紙写真** 超微細粒 Al の圧縮と引張変形時の転位生成。(都留智仁 著 27頁 図4より改変)

表紙デザイン: ビーコン コミュニケーションズ株式会社 グラフィックスタジオ

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センター((一社)学術著作権協会が社内利用目的の複写に関する権利を再委託している団体)と包括複写許諾契約を締結している場合にあっては、その必要はありません。(社外頒布目的の複写については、許諾が必要です。) 権利委託先 一般社団法人学術著作権協会 〒107-0052 東京都港区赤坂9-6-41 乃木坂ビル3F FAX 03-3475-5619 E-mail: info@jaacc.jp http://www.jaacc.jp/ 複写以外の許諾(著作物の引用、転載、翻訳等)に関しては、直接本会へご連絡下さい。

# 年頭のご挨拶

—還暦を迎える「まてりあ」に寄せて—

公益社団法人 日本金属学会 会長 高 梨 弘 毅

新年、明けましておめでとうございます。皆様にはご健勝で新年をお迎えることとお慶び申し上げます。

昨年は、新型コロナウイルスのパンデミックに明け暮れた1年でした。4月の第一波、8月の第二波に続き、我が国は現在第三波に見舞われています。昨年4月から会議や講義のほとんどはオンラインとなり、飲食を伴う会合は強く自粛が求められています。私自身、4月以降は出張や会食を一切していません。本会会長に就任して、いきなりコロナパンチを受けた感じでした。このように不自由で鬱屈した毎日がいつまで続くのか、不安に思われている方も多いことでしょう。しかし、いかなるパンデミックも、時とともに必ず終息していきます。本年が皆様にとって希望の持てる明るい一年になりますことを願っております。



さて、パンデミックは、本会の活動にも大きな影響を及ぼしました。その一つが、昨年の春期講演大会の中止であり、さらに秋期講演大会がオンライン開催になったことです。オンライン開催は本会史上初めての試みでしたが、700件以上の講演と1400名近くの参加者があり、通常の講演大会に比べて遜色はなく、成功裡に終えることができました。これは、御手洗容子先生を始めとする講演大会委員や事務局職員の献身的なご尽力と会員の皆様の温かいご協力による賜物であり、厚く御礼申し上げます。パンデミックの終息が見えない中、来年の春期講演大会もオンライン開催が決まっています。オンライン開催は、現地開催のようにさまざまな人たちと自由に気軽にディスカッションをする機会を持っていないことや、論文として未公表の結果は出しにくいなどの問題があります。しかし、その一方で、旅費と時間をかけて現地に行かなくても、オフィスや自宅からでも参加でき、参加者の多寡に関わらずプレゼン用のスライドをパソコン画面でじっくりと見ながら聴講に集中できるというのは、大きな魅力です。今後パンデミックが終息した後も、講演大会のみならずセミナーやシンポジウムなどの一部に、必須のツールとしてオンラインは取り入れられていくでしょう。なお、パンデミックに対する対応として、本年度に限り学生員の会費や秋期講演大会の参加費を免除させていただいたことも、ここに申し述べておきます。

私が会長職を仰せつかってから、特に取り組んでいることとして、広報活動の強化があります。本会は、金属のみならず材料科学全般に関して、さまざまな事業を推進しています。しかし、広報活動が不十分であるために、そのことが社会一般の人々にはもとより、本会の会員自身にも必ずしも十分には知られていません。そもそもこれまでは、本会の中に広報を担当する理事がおらず、そのような組織もありませんでした。そこで、柴田直哉先生に広報担当理事をお願いし、産業界および学界のそれぞれからどちらかと言えば若手の会員を選出し、広報推進ワーキンググループ(WG)を立ち上げました。WGの活動は始まったばかりですが、新しいロゴマークやキャッチフレーズの作成、ホームページの全面改訂、SNS活用の検討、魅力ある学会紹介パンフレットやポスターの作成、小中高の学校や民間企業へのアウトリーチなどに積極的に取り組んでいく予定です。私もWG会議にオブザーバーとして参加していますが、広報のみならず本会の役割やあり方など、根本的な問題に関して毎回侃々諤々の議論が行われており、大変頼もしく感じています。WG会議で出される若手の意見を採り上げ、理事会を通して、本会の運営や活動に反映させていくことが、私の役割だと思っています。

広報活動にも関係しますが、国際交流も重要な課題です。本会は、日本の材料科学を代表するコミュニティとして、国際的認知度を高める必要があります。最近 ASM International から連携の提案があり、学生を含む若手研究者の相互派遣や講演大会での国際セッションの開催などが検討されています。現在はパンデミックのために活動が制限されていますが、今後はこれまで連携を行ってきた KIM(The Korean Institute of Metals and Materials)や TMS(The Minerals, Metals & Materials Society)なども含め、総合的かつ戦略的な交流活動を進めてまいります。

本会は、会員数の減少とそれに伴う収益や講演大会講演数の減少に長く苦しんで参りましたが、ここ数年は関係各位の並々ならぬご努力による多くの改革を通して下げ止まる傾向が見え、回復する兆しも現れています。今まさにこれから本会が上昇気流に乗っていけるかどうかの瀬戸際にあります。このような節目のときに、新型コロナウイルスのパンデミックという世界全体を揺るがす未曾有の大事件が起きたことは、きわめて示唆的です。世界は今大きく変わりつつあります。この変化は不可逆で、たとえパンデミックが収まって元に戻ることではなく、世界は新しい時代を迎えることになるでしょう。本会もまさにこれから新しい発展のときを迎えると信じております。

本年、「まてりあ」は第60巻となります。すなわち創刊から60年目を迎えます。いわば還暦です。還暦とは十干十二支が一巡りして、新たに生まれ変わることを意味します。この創刊60年を祝して、「まてりあ」に対する一文を寄せ、本稿を締めくくりたいと思います。

私が最初に「まてりあ」と関わったのは、まだ「まてりあ」という名称はなく「日本金属学会報」と呼ばれていた1992年の第31巻に解説を書かせていただいたときに遡ります。当時は、金属人工格子の重点領域研究(現在の学術変革領域研究)が設定されているときで、その特集号の中の一つでした。それから今日まで計8編の解説を書かせていただきました。また、ミニ特集等の企画も3件させていただきました。けっして大きな貢献とはいええず、心苦しい限りですが、今あらためて当時の記事を振り返ってみると、金属人工格子の研究からスピントロニクス、そしてスピン流へという自身の研究の流れを追うことができ、感慨深いものがあります。スピントロニクス分野は、現在どちらかと言えば物理やデバイスに重点が置かれているように見えますが、その起源は金属人工格子という材料の研究であり、新分野の創出には新材料が欠かせないことをこの場を借りて強調しておきたいと思えます。

私が本会の運営に携わることになったのも、1997年に「まてりあ」の編集委員になったことが最初です。当時は、本会の事務局はまだ青葉山の金属博物館(現在閉館)の中にあって、委員会の際には金属材料研究所のある片平から車で通ったことが懐かしく思い出されます。2009~2011年には編集委員長も務めさせていただきました。「まてりあ」の良さは、特定の分野に偏することがなく、多様な材料やその周辺分野全般について理解を深めることができることだと思います。最近では、「金属なんでもランキング」や「金属素描」などの楽しくかつ役に立つ記事もあり、魅力ある会報作りに編集委員の方々が工夫され、努力されていることに深く敬意を表します。「まてりあ」は講演大会と並んで本会活動の要であり、次の60年(すなわち第120巻!)に向けて、引き続き多くの読者に親しまれていくことを願っています。

最後になりましたが、会員の皆様のますますのご健勝とご発展を祈念いたしまして、年頭のご挨拶といたします。

2021年1月1日



# 挑戦・柔軟・誠実 JFE スチール

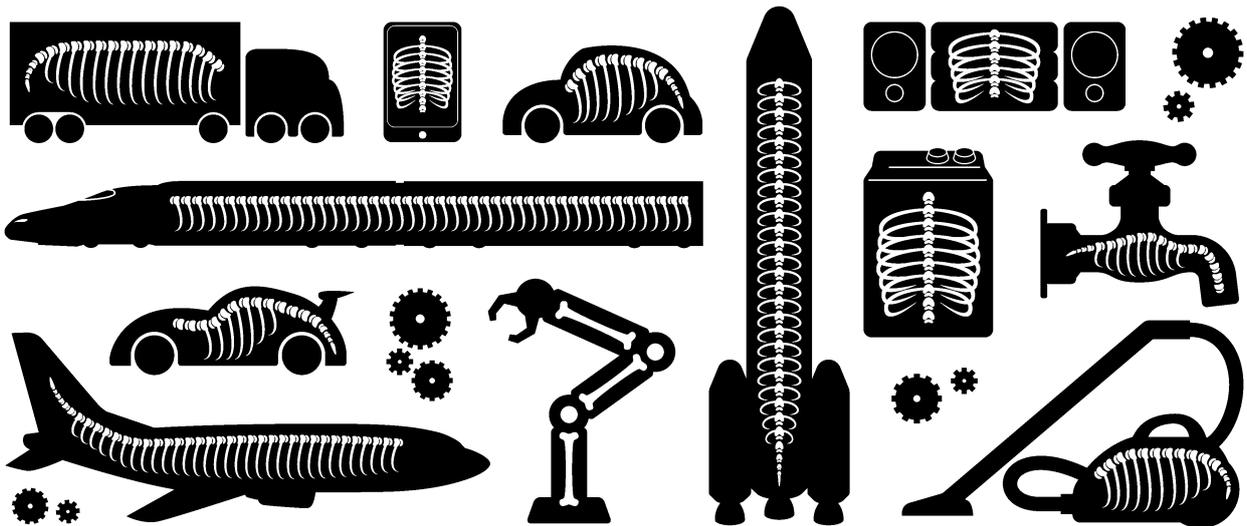


JFE スチールは、  
常に世界最高の技術をもって  
社会に貢献します。

JFE スチール 株式会社 〒100-0011 東京都千代田区内幸町2丁目2番3号(日比谷国際ビル) TEL 03(3597)3111 URL <http://www.jfe-steel.co.jp/>

## DAIDO STEEL GROUP Beyond the Special

外からは見えませんが、骨のある会社です。



多彩なフィールドで、フロンティアを目指しています。

大同特殊鋼の素材は、暮らしや産業を支える多彩な製品や部品に使われています。  
私たちはこれからも、素材の力で新たな価値創造に貢献していきます。



 NIPPON STEEL

日本製鉄株式会社

挑め、  
*Challenge*

NIPPON

*Japan*

から

*To the world*

世界へ



鉄の進歩は、世界の進歩であった。

困難なこと、うまくいかないこと、

失敗を繰り返す中から、

新しい技術を生み出し、時代を変えてきた。

鉄は、叩かれて強くなる。

ここから、世界に挑んでゆけ。

### インターンシップ情報

インターンシップの日程やプログラム内容の詳細が  
ご覧になれます

<https://www.nipponsteel.com/internship/>



### 採用情報

会社情報や仕事情報、社員のインタビューなどの詳細が  
ご覧になれます

<https://www.nipponsteel.com/recruit/>



## 分子／結晶模型モデル (組み立て用キット)

プラスチックの原子と結合を使った教育学習用の分子／結晶構造の模型です。原子は色で区別され、正しい角度に設定された分枝を持ち、決められた長さの結合長で繋ぎ合わされます。直径1cmと6mmの原子を使う2種類のモデルサイズがあります。

### 基本セット

- Basic Structure (1cmモデル) Class Set ¥10,000.-  
硫酸、塩化ナトリウム、ダイヤモンド、グラファイト、金属、酸と塩基、洗剤、ナイロン、アモルファス構造の学習用(原子515個)
- Lattice (1cmモデル) Class Set ¥10,500.-  
ダイヤモンド、グラファイト、塩化ナトリウム、8および12配位金属、塩化セシウム、セ閃亜鉛鉱、ウルツ鉱、ルチル、氷構造の学習用(原子380個)
- Organic and Inorganic Chemistry (1cmモデル) Class Set ¥8,800.-  
アルカン、アルケン、アルキン、環構造、酸素／窒素／硫黄／リンの官能基、ベンゼン環、ポリマー、複素結晶の学習用(原子500個)



### 結晶セット

- Carbon Nanotube (原子150個) ¥3,100.-
- Diamond (原子450個) ¥7,000.-
- Beta-Quartz (原子1,400個) ¥13,600.-
- Mica (原子1,550個) ¥25,200.- その他、多数あり

(製作: Cochranes of Oxford Ltd.)

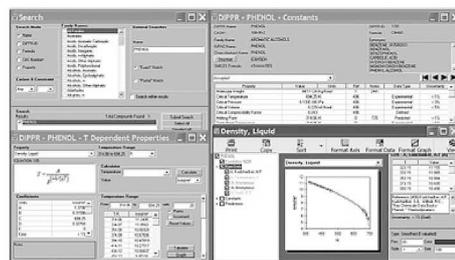
## 化学プロセス用の物性データベース DIPPR with DIADEM pro (Design Institute for Physical Property Data)

価格(税別) ¥350,000.-/¥60,000.- (一般/教育)

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

### おもな機能(DIADEM)

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



システムプラットフォーム:  
Windows 8/10 (AIChE DIPPR Project 801)

30,000件のセラミックス状態図データベース

## ACerS-NIST

Phase Equilibria Diagrams, Version 4.4

価格(税別) ¥180,000.- マルチユーザー ¥260,000.-

### 検索条件

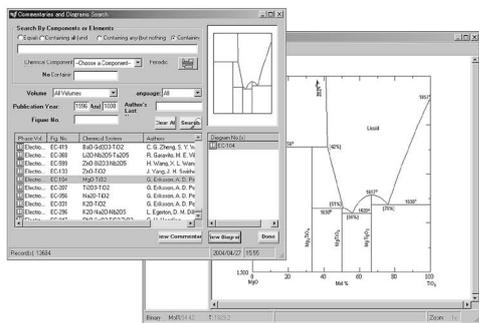
- 成分系、元素記号
- 著者、出典誌名、出版年
- 状態図番号

### データ表示

- ◆モル百分率↔重量百分率
- ◆Lever rule計算
- ◆ズームアップ/ズームダウン

データソース/新データ2,500件を追加

●Phase Diagrams for Ceramists (Volumes I・III, Annual Volumes '91, '92 and '93, High Tc Superconductor monographs (two), Phas Diagrams for Zirconium + Zirconia Systems and Phase Diagrams for Electronic Ceramics Vol.15)

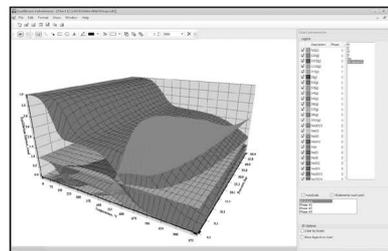


システムプラットフォーム: Windows 8/10

## 化学反応/平衡計算ソフトウェア HSC Chemistry for Windows, Ver.10.0

年間使用料(税別) ¥290,000.-/¥100,000.- (一般/教育)

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



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

# 株式会社 デジタルデータマネジメント

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



公益社団法人日本金属学会は、『金属に関する理論ならびに工業の進歩発達をはかること』を目的とした学術団体として1937年2月14日に創設され、2013年3月1日に公益社団法人に移行しました。会員数は2020年2月末時点で国内外合わせて4,885名、156団体で、金属及びその関連材料に関する研究成果を世界に発信する学会として活動を展開しています。近年は、対象分野も拡大し、金属及びその関連材料分野の学術および科学技術の振興を目的として、組織図に示すように、最高議決機関である「社員総会」、業務執行決定機関の「理事会」、業務監査機関の「監事」の下で、「委員会」、「支部」、「事務局」により、学術誌や学術図書の刊行、講演会や講習会の開催、調査・研究、表彰・奨励の事業を行っています。

**刊行事業**では、会員の情報交換や啓発・教育を目的として、会報「まてりあ」を毎月刊行し、会員に配布しています。2020年は「あのころ」のまてりあ、「思い出の教科書、この一冊!」、「科学館めぐり」、「よくわかる!ピンポイント講座」といった多くの新企画記事の掲載を始めました。また、和文の学術論文誌「日本金属学会誌」および、材料系14学協会と共同刊行している英文の学術論文誌「Materials Transactions」を毎月刊行して、研究成果を国内外に広く発信しています。日本金属学会誌では年間約60編の論文が、Materials Transactionsでは年間約370編の論文を掲載しています。さらに、金属及び関連材料に関する専門書や教科書類等の「学術図書類」を刊行しています。

**講演会・講習会事業**では、最新の研究成果を発表・討議するとともに、会員間の交流を図ることを目的として、春秋2回の「講演大会」を開催しています。講演大会は約900件の講演があり、約1,500名が参加しています。会場では、材料に関する関心を高めてもらうための「高校生・高専生ポスター発表」や学生の進路選択と企業の採用を支援するための「企業説明会」を開催し、「機器展示」や「ランチョンセミナー」も実施しています。しかし、2020年は新型コロナウイルス感染の拡大により、春期講演大会は中止になり、秋期講演大会はオンラインで開催しました。また、専門知識の

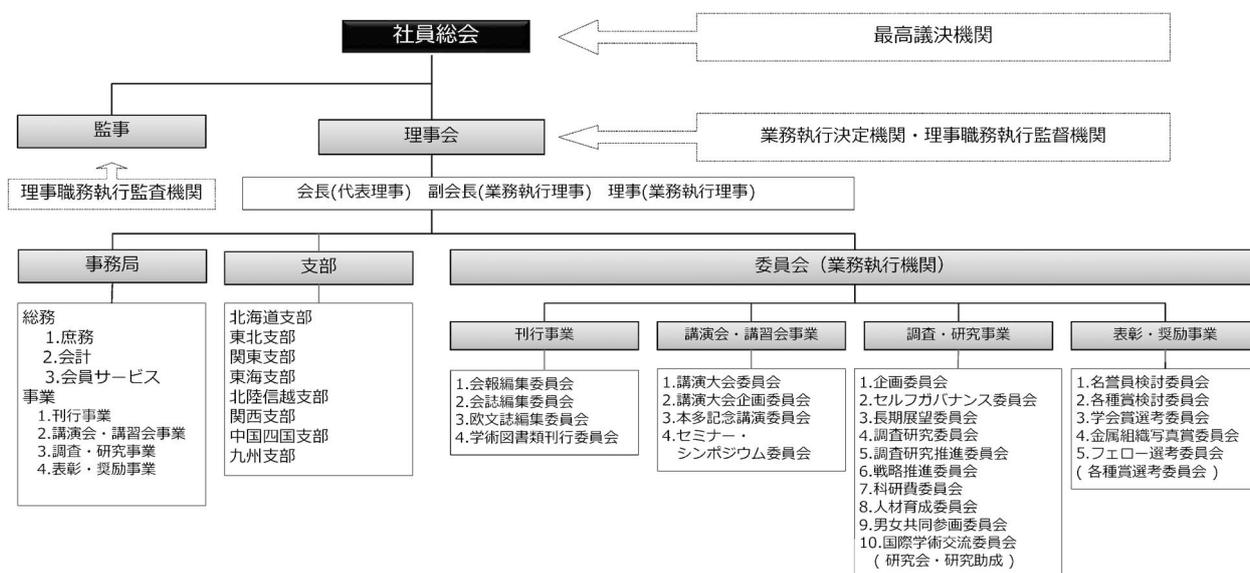
普及や啓発、教育を目的として「セミナー・シンポジウム」や講習会を開催しています。国際会議もこれまでに25件を本会主催で開催しています。

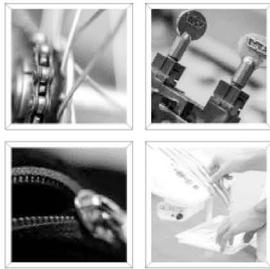
**調査・研究事業**では、重要な運営に関する「企画委員会」、「セルフガバナンス委員会」等が設置されています。また、関連が深い専門分野の研究者や技術者が集う9つの分科で「調査研究委員会」の活動を行っています。先端領域や学際的領域の研究を促進する目的で「研究会」が活動しています。また、学術・技術の発展や若手研究者の奨励を目的として「フロンティア研究助成」を行っています。さらに、「戦略推進委員会」や「科研費委員会」では、金属及び関連材料分野の振興に向けた材料戦略活動を行なっています。「人材育成委員会」では、次世代を担う人材育成を目的として「高校生向けホームページ」等の活動を行なっています。「男女共同参画委員会」では、女性の社会進出を支援するために、男女共同参画学協会連絡会との連携や鉄鋼協会合同男女共同参画委員会活動を実施しています。また、「国際学術交流委員会」では、World Materials Day Awardの授賞をはじめ、米国TMSとの講演大会へ研究者の相互派遣、韓国KIMとの共同シンポジウム開催等を実施していますが、2020年度は中止せざるを得ませんでした。

**表彰・奨励事業**では、「名誉員」や「学会賞」を始めとして、優れた研究や技術開発の成果を上げた者や当該分野の発展に寄与した者の表彰や今後の貢献が期待される者の奨励を目的とした「各種賞」で、毎年17件の表彰・奨励を行っています。

**全国の8支部**も活発に活動しており、各支部で独自に講演会・講習会(講演大会、本多光太郎記念講演会、セミナー、談話会)、研究会、見学会などを実施しています。

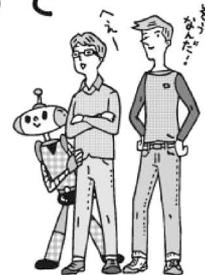
日本金属学会は21世紀の日本を背負って立つ研究者や技術者の入会を大いに歓迎いたします。会報「まてりあ」は、会員のみに提供されます。さらに、会員には、講演大会への会員参加費での参加及び登壇費の免除、刊行物の会員価格での購入、本会主催のセミナー・シンポジウム・講演発表会等への会員割引価格の参加等の特典があります。





どこで?  
**金属は身近なところで活躍しています**  
 どんなふうにか?

身の回りにあふれている金属製品。ただ、知っているようで知らない事が多いかも!? 一緒にのぞいてみよう!



**金属の活躍現場**  
 身近なところで活躍。え!こんなところにも! [もっと知りたい](#)

**金属が製品になるまで!**  
 鉱石 ▶ 板 ▶ 製品 [もっと知りたい](#)

**性格いろいろ 金属大解剖**  
 基礎編 金属って? 合金って? [▶](#)  
 応用編 金属を調べてみよう [▶](#)

**現場の声を徹底取材**  
 金属の仕事をしているのはこんな人 [もっと知りたい](#)

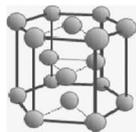
**金属いろいろ 金属素描・金属何でもランキング**

**もっと金属について 詳しく知りたい** [関連 HP へ](#)

## 「金属素描」「金属なんでもランキング！」

2019年1月から「まてりあ」にそれぞれ隔月で掲載している「金属素描」と「金属なんでもランキング！」が [https://jim.or.jp/everyone/top\\_ranking.html](https://jim.or.jp/everyone/top_ranking.html) より閲覧できます。

### 金属素描



金属の物理的・化学的特徴、製法、用途等について紹介しています。意外に知らない事実だけでなく、読んで楽しく、かつ、具体的に役立つ情報を纏めています。合わせて、様々な形態の金属の写真を掲載しています。

- No.1 チタン
- No.2 ジルコニウム
- No.3 ハフニウム
- No.4 コバルト
- No.5 クロム
- No.6 マグネシウム
- No.7 ナトリウム
- No.8 マンガン
- No.9 ガリウム
- No.10 インジウム
- No.11 鉄
- No.12 アルミニウム
- No.13 銅

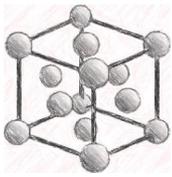
### 金属なんでもランキング!



物性等、金属にまつわる様々な数値をグラフにして「見える化」しています。金属全体に渡ってデータを整理することによって、全体像がわかるようになっています。

- No.1 地殻存在量
- No.2 密度
- No.3 融点・沸点
- No.4 電気伝導度
- No.5 熱伝導度
- No.6 比熱
- No.7 デバイ温度
- No.8 イオン化エネルギー
- No.9 宇宙の元素組成
- No.10 磁化率
- No.11 電気陰性度
- No.12 原子半径

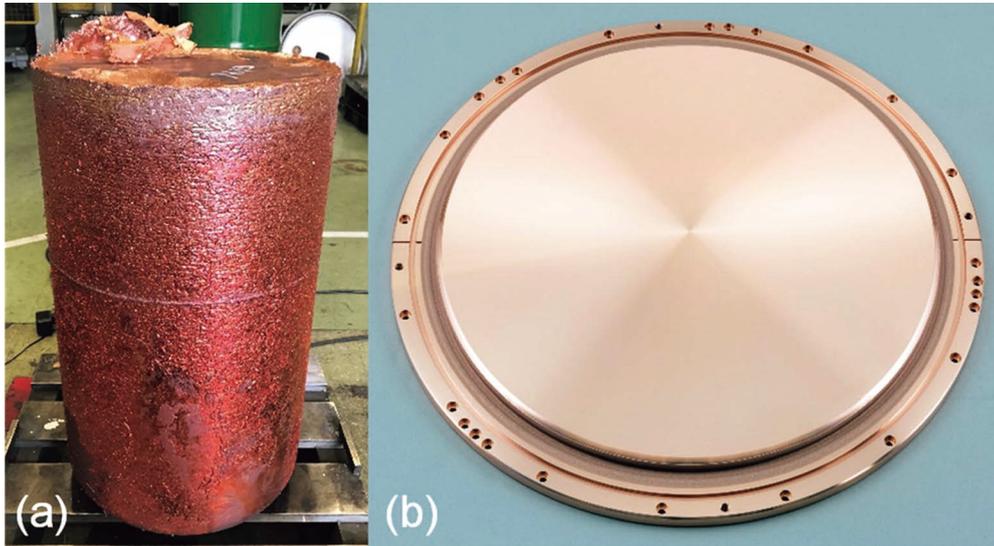
~ See you next metal! ~



シリーズ「金属素描」

## No. 13 銅 (Copper)

東北大学金属材料研究所 千 星 聡



元素名：Copper, 原子番号：29, 質量数：63.55, 電子配置：[Ar]3d<sup>10</sup>4s<sup>1</sup>, 密度：8.933 Mg·m<sup>-3</sup>(293 K), 結晶構造：面心立方, 融点：1356 K, 沸点：2855 K<sup>(1)</sup>, 地殻存在量：27 μg·g<sup>-1(2)</sup> 【写真】(a)Cu インゴット, 純度99.9999%(b)Cu スパッタリングターゲット, 外径400~450 mm, 純度99.9999% ((a)(b)共に JX 金属 写真提供)

銅は有史以前から人類が手にしていた金属である。では、人類はどのようにして銅と出会ったのか。それは1万年ほど前(紀元前8000年頃)の新石器時代、斧や矢尻に適した石を探し求めていた中で、偶然に普通の石とは異なり柔らかく、赤みかかった光る石、つまり「自然銅」を探し当てたことに起源する。自然銅は他の石と異なり、叩いても割れることなく、むしろ自在に変形し、更に熱を加えると溶ける不思議なものだった。地球の地殻に存在する銅の量はクラーク数で25番目(鉄の僅か700~1000分の1ほどの量)と少量だが、幸いにも鉱石(赤銅鉱(Cu<sub>2</sub>O)、輝銅鉱(Cu<sub>2</sub>S)、黄銅鉱(CuFeS<sub>2</sub>)など)から比較的容易に製錬できる技術が早くに見出され、銅は最も身近な金属として文明・文化の発展を支えることになる。

鉄器時代を経ても銅は普遍的な活躍を続ける。それは、銅の適度な機械的特性、鉄よりも良好な成形・加工性、耐食性の賜物である。銅は赤金(あかがね)と称され、金(黄金(こがね))と同じ有色金属であるため「金と同じ」の文字通り金の代替品として硬貨や装飾品として利用されてきた。銅に他の金属を加えると様々な色を呈する。純銅に亜鉛15%以上を添加すると黄金色の黄銅(brass)となる。スズを含有した合金は白味を帯びようになり、純銅や黄銅と対比して青銅(bronze)と称される。ニッケルを添加すると耐食性に優れた白銅が得られ、これに亜鉛を添加すると洋銀と呼ばれる銀白色になる。銅は経年置かれると表面に灰緑色の青錆(緑青)が

発生し、神社仏閣にある仏像や鐘に雅な風合いを与える。緑青は銅と大気中の二酸化炭素、二酸化硫黄および水分とが化学反応して生成した塩基性炭酸銅を主成分とする化合物である。緑青は一昔まで猛毒をもつと信じられてきたが、近年での研究では人体に無害であることが証明されている。炎色反応では淡い青緑色を呈する。夏を彩る花火には欠かせない元素である。

現代の電気文明社会では銅・銅合金は家電製品や電子機器を支える基盤材料として重要性を増している。これは、銅・銅合金が実用金属の中で最高水準の導電性と熱伝導性を示すためである(純金属ではNo. 1が銀, No. 2が銅)。最近では銅は優れた殺菌作用をもつことが発見され、環境・医療的な用途展開も広がっている。長年にわたって多様に人類を支え続ける銅。その貢献度を鑑みれば、銅は「金と同じ」ではなく「金に勝る」と読み替えても良いのではないだろうか。

### 文 献

- (1) 金属データブック改訂4版：日本金属学会, 丸善, 2004.
- (2) R. L. Rundnick and S. Gao: "The Crust", Elsevier Ltd., (2004), 1-64.

次号 金属素描 No. 14 タングステン

## 企画にあたって

長岡 亨<sup>1</sup> 芹澤 愛<sup>2</sup> 諸岡 聡<sup>3</sup> 本間智之<sup>4</sup>  
 横山賢一<sup>5</sup> 圓谷貴夫<sup>6</sup> 小柳禎彦<sup>7</sup>

わが国における素材産業はその市場規模が大きく、日本のリーディング・インダストリーと位置づけられる。近年、CO<sub>2</sub>排出量削減といった持続可能な社会の実現に向けた要求がますます高まる中、素材や部品からそれらの要求に応えることが求められている。様々な社会的要求を満たすためには、マクロな材料特性に関して、ナノスケールにまで立ち戻り、これまで取り扱いが困難であった現象メカニズムの解明、さらに、トランススケールなアプローチによる総合的な解析手法の確立が必要になっている。

文部科学省による戦略的創造研究推進事業では、わが国が直面する重要な課題の克服に向けて、挑戦的な基礎研究を推進し、社会・経済の変革をもたらす科学技術イノベーションを生み出す取り組みがなされている。2019年度には戦略目標の一つとして、「ナノスケール動的挙動の理解に基づく力学特性発現機構の解明」が定められ、科学技術振興機構(JST)のCRESTならびにさきがけにおいて新たな視点からの研究が進められている。物質の内部や界面で生じる原子・分子の運動、微細組織の構造変化や化学変化等のナノスケール動的挙動を解析・評価し、マクロスケールの力学的特性発現機構の解明に迫っている。また、トレードオフの関係にある力学特性を両立する材料や新たな力学機能をもつ材料の設計指針の創出が期待されている。本特集では、CREST、さきがけにおいて現在進められているこれらの研究について、6件の解説をいただいた。

辻伸泰教授(京都大学)らには、「異種変形モードの核生成制御による高強度・高延性金属の実現」と題して、金属材料のナノ・マイクロ組織を高度に制御し、粒界・界面からの種々の変形モードの各生成を順次もたらすことで、これまで困難であった高強度と高延性を両立した構造材料の実現を目的とした研究について解説をいただいた。

戸田裕之教授(九州大学)らには、「ナノ～マクロを繋ぐトモグラフィ：界面の反自発的剥離」と題して、X線イメージングと第一原理計算を利用することで、直接可視化が困難であったマルチスケールな水素分布の理解に迫るとともに、非整合界面の物理について界面剥離という観点から検討を行う研究について解説をいただいた。

吉田英弘教授(東京大学)らには、「セラミックスにおける強電界ナノダイナミクス」と題して、強電場下のセラミックスにおいて見出されている、局所領域において励起される特異な動的挙動がマクロな力学応答に反映するという現象に関し、新たな力学体系の構築と構造材料の開発に繋げるべく遂行されている研究について解説をいただいた。

都留智仁氏(日本原子力研究開発機構)には、「原子シミュレーションに基づく力学特性評価と材料設計」と題して、面心立方格子を持つ超微細粒金属の変形機構と体心立方格子を持つ金属の転位運動に関し、大規模原子シミュレーションや第一原理計算によって得られたこれまでの結果の一部を例に挙げ、ナノスケールの転位挙動がマクロな力学特性にもたらす影響やその重要性について解説をいただいた。

中村篤智准教授ら(名古屋大学)は、無機半導体材料の1つである硫化亜鉛結晶(ZnS)が暗闇の中において異常に大きな室温可塑性を発現することを見出されている。「無機半導体材料の力学特性に及ぼす光環境効果のマルチスケール計測」と題して、様々な無機化合物材料において光環境制御による可塑性の向上の可能性が期待されるとともに、大型結晶を得られないことが多い先進無機半導体材料において、対象材料のサイズに関わらずその力学特性を理解する手法について解説をいただいた。

栃木栄太助教(東京大学)らは、微小電気機械システム(MEMS)に着目し、微小かつ精密なその場透過型電子顕微

1 大阪産業技術研究所 物質・材料研究部；主任研究員(〒536-8553 大阪市城東区森之宮 1-6-50)

2 芝浦工業大学工学部 3 日本原子力研究開発機構物質科学研究センター 4 長岡技術科学大学機械系

5 九州工業大学大学院工学研究院 6 熊本大学大学院先端機構 7 大同特殊鋼株式会社技術開発研究所

Preface to Special Issue on Investigation of Development Mechanism on Mechanical Properties Based on Understanding of Nanoscale Dynamic Behavior; Toru Nagaoka<sup>1</sup>, Ai Serizawa<sup>2</sup>, Satoshi Morooka<sup>3</sup>, Tomoyuki Honma<sup>4</sup>, Ken'ichi Yokoyama<sup>5</sup>, Takao Tsumuraya<sup>6</sup> and Yoshihiko Koyanagi<sup>7</sup>

Keywords: structural materials, strength, ductility, deformation, dislocation, materials design

2020年11月30日受理[doi:10.2320/materia.60.6]



# 異種変形モードの核生成制御による 高強度・高延性金属の実現

辻 伸泰\* 下川智嗣\*\* 志澤一之\*\*\* 村山光宏\*\*\*\*

## 1. はじめに

構造材料とは、構造物の形を保ち、重量を支え、力を伝達する動作を維持することを主たる目的とする材料群であり、力学的機能が最も重視される。三大工業材料である金属、セラミクス、ポリマーの引張試験を行った場合に得られる応力-ひずみ曲線の模式図を図1(a)に示す。セラミクスは硬く強度の高い材料であるが、常温ではほとんど塑性変形を起こさず、ある程度以上の力を加えると脆性的に破壊する。有機材料であるポリマーは大きな延性を示すものも多いが、高い強度を持たせることは困難である。それに対して金属は高い強度と大きな展延性(塑性)を併せ持つ。こうした性質は安全性や信頼性が不可欠な構造材料にとって重要であり、したがって金属材料は構造材料の中で重要かつ大きな位置を占める。

現在、構造材料にはより高い強度が求められるようになってきている。その背景には、高層ビル・タワーに代表される建築構造物の長大化や、自動車など輸送機器の燃費効率向上と温暖化ガス排出量の削減を目的とした軽量化の要求の高まりがある。一方、地震などの災害時や事故時の安全性を担保するために、また部材としての形の作り込みを可能にするために、高い強度だけではなく十分な延性・靱性も構造材料には求められる。しかし、大きな展延性を有する金属材料であっても、強度と延性・靱性を両立することは容易ではない。一例として、図1(b)に、種々の自動車用高強度鋼板の引張強度と伸びを表した図<sup>(1)(2)</sup>を示す。従前用いられていた高張力

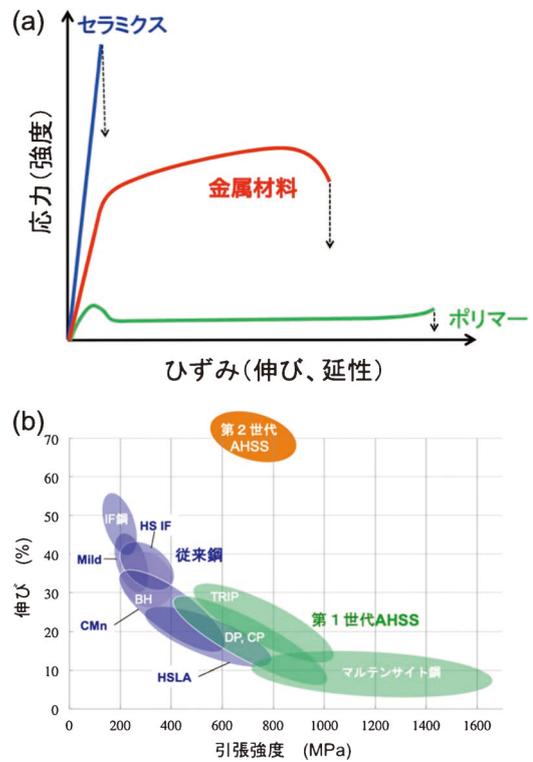


図1 (a) 金属、セラミクス、ポリマーを引張試験した場合の応力-ひずみ曲線の模式図。(b) 種々の自動車用鋼板の強度-延性バランス<sup>(1)</sup>。IF: Interstitial Free. HS IF: High Strength IF. Mild: Mild Steel=軟鋼。BH: Bake Hardened. CMn: C-Mn Steel. HSLA: High Strength Low Alloy. DP: Dual Phase. CP: Complex Phase。

\* 京都大学大学院工学研究科；教授(〒606-8501 京都市左京区吉田本町)

\*\* 金沢大学理工研究域；教授

\*\*\* 慶應義塾大学理工学部；教授

\*\*\*\* 九州大学先端物質化学研究所；教授

Realizing Structural Metallic Materials with Both High Strength and Large Ductility through Nucleation Control of Different Deformation Modes; Nobuhiro Tsuji\*, Tomotsugu Shimokawa\*\*, Kazuyuki Shizawa\*\*\* and Mitsuhiro Murayama\*\*\*\* (\*Dept. Mater. Sci. Eng., Kyoto University, Kyoto. \*\*Faculty. Mech. Eng., Kanazawa University, Kanazawa. \*\*\*Dept. Mech. Eng., Keio University, Yokohama. \*\*\*\*Institute for Materials Chemistry and Engineering, Kyusyu University, Kasuga)

Keywords: structural metallic materials, strength, ductility, strain hardening, deformation mode, nucleation, dislocation, deformation twin, martensite

2020年10月26日受理[doi:10.2320/materia.60.8]

鋼(High Tensile Strength Steels: ハイテン)の強度は 600 MPa 程度であり, 自動車用途においてはむしろプレス成型性などの加工性が重視されていた. しかし燃費効率向上の要求や衝突安全性基準の厳格化などにより, 自動車用鋼板に求められる強度は急速に増していき, 現在では 1.3 GPa 級の高強度鋼板が用いられ, 今後は 1.5 GPa 以上の強度が指向されている. こうした状況のもと, 先進高張力鋼(Advanced High Strength Steels: AHSS)の開発が世界中で活発に行われている<sup>(1)(2)</sup>. 従来の低炭素自動車用鋼板は軟質なフェライト相を基地組織とし, 少量の合金元素の添加による固溶強化や析出強化により高強度化を図っていた. しかしそれらの強化方法では高強度化に限界があり, いわゆる第 1 世代 AHSS では鋼の硬質相であるペイナイトやマルテンサイトが積極的に用いられるようになっていく. しかし図 1(b) が示すように, 鋼の強度の増大とともに延性は低下し, 強度と延性はトレード・オフ関係を示す. こうした強度-延性バランスを示す曲線は, その形状からバナナ・カーブと呼ばれることも多い<sup>(2)</sup>. TWIP(Twinning Induced Plasticity)効果<sup>(3)</sup>などを用いて高強度と高延性を達成した第 2 世代 AHSS も開発されているが, これらは Mn などの合金元素を多量に含有したオーステナイト鋼であり, 高材料コストや面心立方結晶が示す低降伏強度などの欠点も有している. 鋼に限らず, 強度と延性のトレード・オフ関係を克服し, 超高強度と十分な延性・靱性を併せ持つ材料を作り出すことが, 今後の構造材料の最も重要な課題となっている.

## 2. 強度と延性・靱性を両立させる原理

筆頭著者らは, 超微細結晶粒金属材料あるいはバルクナノメタル(Bulk Nanostructured Metals)に関する研究を精力的に行なってきた. 多結晶金属材料の平均結晶粒径を細かくすると, 転位のすべり運動の強固な障害物である結晶粒界の密度が増すことにより, 材料の強度を増大させることができる. これは Hall-Petch 関係<sup>(4)(5)</sup>として古くから知られている. しかし, 実用バルク金属材料において実現できていた最小平均粒径は 10  $\mu\text{m}$  程度であり, そうした粒径範囲における強化量は限られていた. それに対し, 材料に対数相当ひずみ 4~5 以上の巨大な塑性ひずみを与える巨大ひずみ加工(Severe Plastic Deformation: SPD)<sup>(6)-(8)</sup>を施すことのできるプロセスが複数開発され, 巨大ひずみ加工を施した多くの金属が平均結晶粒径 1  $\mu\text{m}$  以下の超微細粒組織を形成することが見出されて以来, 超微細粒材料に関する活発な研究開発が実施されている<sup>(6)-(9)</sup>. 巨大ひずみ加工により作製された粒径数 100 nm の超微細粒材料は大変高い強度を示し, 例えば通常は引張強さが 80 MPa 程度の純アルミニウムの強度が結晶粒超微細化によって 330 MPa に達する<sup>(10)</sup>. これは通常粒径材の 4 倍以上の強度であり, 極低炭素鋼の通常強度よりも高くなっている. 純アルミニウムでこうした高強度が得られることが示すように, 結晶粒超微細化による高強度化は, 合金元素の添加を必要としない魅力的な強化法であるといえる.

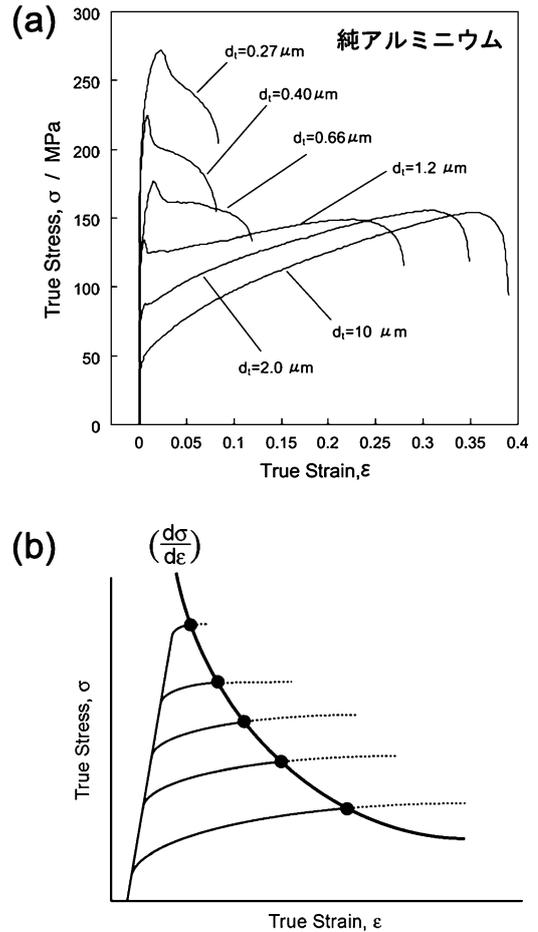


図 2 (a) 種々の平均粒径を有する純アルミニウム(1100Al)の真応力-真ひずみ曲線<sup>(11)</sup>. (b) 結晶粒超微細化とともに塑性不安定が早期に発現することを示す模式図<sup>(14)</sup>.

しかしバルクナノメタル・超微細粒材料においても, 一般的には強度と延性の両立は難しい. 図 2(a)は, 巨大ひずみ加工と焼鈍により平均粒径を種々変化させた純アルミニウムの真応力-真ひずみ曲線である(なおここでは, 応力-ひずみ曲線の形状を示すために, 全域にわたって均一変形を仮定して曲線を描いており, マクロなくびれが生じたあとは正しい真応力を示すものではない)<sup>(11)</sup>. 平均粒径 0.27  $\mu\text{m}$  材は大変高い強度を示すが, 引張延性は約 10% 以下であり, 特に均一伸びは 2~3% と小さい. 粒径が大きくなると変形応力(強度)は低下するが, 引張延性は粒径が 1  $\mu\text{m}$  を超えるまで回復せず, 大きな均一伸びを示すようになった粒径 1.2  $\mu\text{m}$  材では, すでに強度が大きく低下してしまっている. こうした強度と延性のトレード・オフ関係は, ほとんどの超微細粒材料で観察される.

超微細粒材を含む多くの金属材料が示す強度と延性のトレード・オフ関係は, 塑性不安定現象<sup>(12)</sup>により理解することができる<sup>(11)(13)(14)</sup>. 塑性不安定とは, 引張変形においてはくびれの発生条件と言い換えることができる. 引張変形中に平行部にくびれが発生すると, くびれ部の断面積が減少し, くびれ部に作用する引張応力は非くびれ部よりも高くなる.

しかし金属は加工硬化現象を示すため、より塑性変形したくびれ部は非くびれ部よりも硬くなる。そのため、くびれが進展するかどうかは、引張応力の増大と硬化の度合いとの兼ね合いで決まる。変形応力がひずみ速度に依存しない材料では、次の Considère の条件<sup>(15)</sup>により塑性不安定条件を表すことができる。

$$\sigma \geq \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (1)$$

ここで、左辺は変形応力、右辺は加工硬化率である。図2(b)は、種々の強度の材料の真応力-真ひずみ曲線と、その微分により求められる加工硬化率( $d\sigma/d\varepsilon$ )曲線の関係を示す模式図である<sup>(14)</sup>。式(1)によれば、両曲線が交わる点が塑性不安定点であり、これより大きなひずみを与えると材料はくびれを生じて破断に至る。結晶粒微細化は、まず降伏応力を増大させる。一方結晶粒を微細化しても粒内の構造は変わらず、したがって加工硬化率には変化がないと仮定すると、図2(b)が示す通り、降伏応力の増大とともに、すなわち結晶粒微細化とともに塑性不安定点がより小さなひずみで達成されてしまう。これが超微細粒材料の均一伸びが小さい理由である。従来、結晶粒微細化は延性を損なわない強化方法とされてきたが、それは従来達成できた最小粒径が  $10 \mu\text{m}$  程度であり、変形応力の増大がそれほど大きくなかったためと考えられる。一方、上記の理解は、高強度と高延性を両立するにあたっての加工硬化の重要性を示している。すなわち、超微細粒材料においてもなんらかの方法で加工硬化能を高めることができれば、高強度とともに十分な延性が実現できるはずである<sup>(14)(16)</sup>。

### 3. 高強度と高延性を両立したバルクナノメタルの発見

前節で述べたように、結晶粒超微細化に伴い引張延性、特に均一伸びが低下してしまうのは宿命ともいえる。しかし最近著者らは、高い強度と大きな延性を具備したバルクナノメタルを、いくつかの金属・合金で見出してきた<sup>(17)-(32)</sup>。その一例として、最密六方晶構造を有する Mg-Zn-Zr-Ca 合金の研究成果を図3に示す<sup>(23)(28)</sup>。この合金に巨大ひずみを加えたのち焼鈍すると、平均粒径  $0.77 \mu\text{m}$  の完全再結晶超微細粒組織を有する試料が得られた。図3(a)の公称応力-公称ひずみ曲線が示すように、超微細粒材は同じ合金の粗大粒材(粒径  $23.3 \mu\text{m}$ )よりも強度・延性とも増大しており、図2(a)で示した純アルミニウムとは大きく異なっている。Mg合金の塑性不安定条件を確認すると、図3(b)が示すように超微細粒材は変形応力が增大しているにもかかわらず変形後期まで高い加工硬化率を維持し、塑性不安定の発生が抑制されていた。引張変形を施した試料の変形組織を TEM 観察したところ、図3(b)に示すように、通常は活動しない  $\langle c+a \rangle$  転位が超微細粒材では多数発生していることが見出された。こうした特異な転位が底面  $\langle a \rangle$  転位と相互作用をして多数蓄積され、大きな加工硬化を実現したものと考えられる<sup>(28)</sup>。

強度と延性のトレード・オフ関係を打破するバルクナノメ

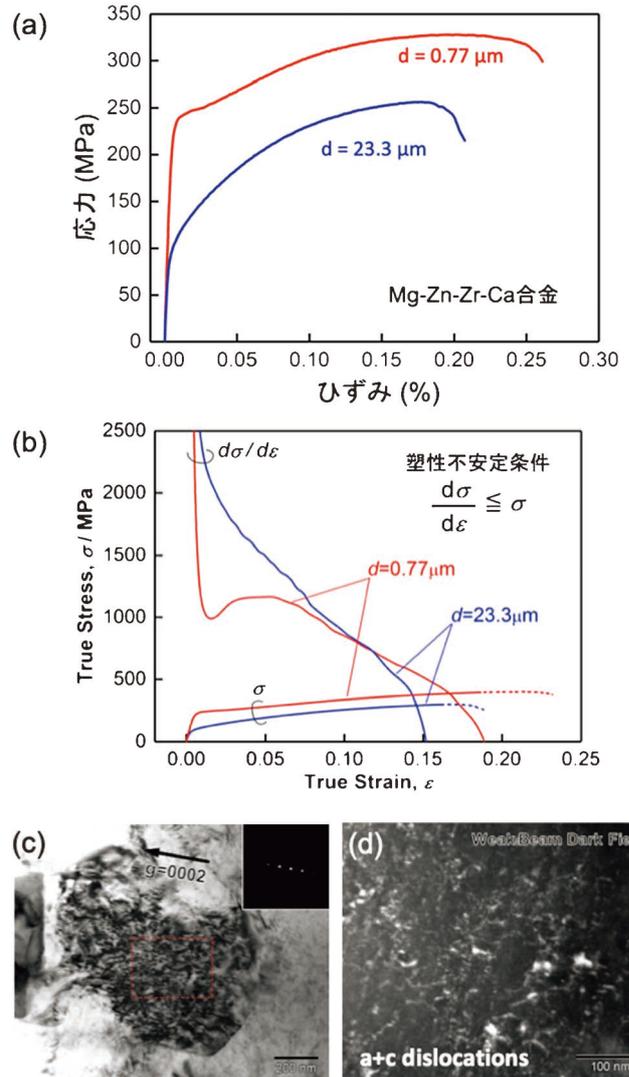


図3 (a) 粗大結晶粒組織(平均粒径  $d = 23.3 \mu\text{m}$ )および超微細結晶粒組織( $d = 0.77 \mu\text{m}$ )を有する Mg-Zn-Zr-Ca 合金の公称応力-公称ひずみ曲線。(b) (a)で示した試料の真応力-真ひずみ曲線と加工硬化率曲線。(c) 引張変形した超微細結晶粒試料( $d = 0.77 \mu\text{m}$ )の TEM 明視野像。(d) (c)の赤破線枠内の暗視野像( $g = 0002$ )<sup>(23)(28)(37)</sup>。

タルは、TWIP 鋼として知られる高 Mn 鋼<sup>(18)(20)(26)</sup>、Cu-Al 合金<sup>(21)(22)(25)</sup>、ハイエントロピー合金<sup>(24)(29)</sup>、変形誘起マルテンサイト変態による TRIP (Transformation Induced Plasticity) 効果<sup>(33)-(35)</sup>を示す Fe-Ni-C 合金<sup>(19)(30)</sup>、チタンおよびチタン合金<sup>(17)(31)(32)</sup>などで見出されている。高 Mn 鋼超微細粒材の場合には、粒界から多数のナノ変形双晶が発生することが見出された<sup>(36)(37)</sup>。これは、マトリクスの結晶粒を微細化すると変形双晶の発生は抑制されるという、従来の FCC 金属・合金における知見に反するものである。また Fe-Ni-C 合金では、結晶粒超微細化によりマルテンサイト変態開始温度( $M_s$ 点)が低下するなどオーステナイトが安定化しているにもかかわらず、引張変形時に数多くの変形誘起マルテンサイトが粒界近傍に生成していることが確認された<sup>(37)</sup>。

ここで、図2(a)に示した純アルミニウム、図3(a)に示したMg合金とも、粗大粒径を有する通常材が連続降伏を示す一方、超微細粒材が降伏点降下を伴う不連続降伏を示す点に注目すべきである。こうした特異な不連続降伏は、再結晶組織を有するほぼ全ての超微細粒金属材料で確認される(11)(17)(18)(23)(24)(28)(29)(37)–(40)。これは、たとえ同じ転位密度であっても、結晶粒径が小さくなると各粒内に存在する転位の数が少なくなることによって生じると考えられる(37)。たとえば転位密度が $10^{12} \text{ m}^{-2}$ の場合、粒径 $10 \mu\text{m}$ の結晶粒内には約100本の転位が存在するが、粒径 $1 \mu\text{m}$ の結晶粒内には転位が1本しか存在しない。そうした状況では既存の可動転位の運動だけでは大きな塑性変形をもたらすことはできず、また超微細結晶粒の小さな体積内では、らせん転位の二重交差すべりなどによる転位源の形成も抑制されるため、マクロな塑性変形が開始されない。このような転位・転位源枯渇状況下でバルクナノメタルがある応力に達すれば、高密度に存在する粒界から転位、変形双晶、マルテンサイトなどが核生成し、マクロな塑性変形が開始するものと考えられる。こうした核生成とマクロ塑性変形の開始は均一に生じるとは考えにくく、応力集中部などで局所的に生じると思われる。実際に超微細粒材料の不連続降伏は、リュウダース変形的な局部変形を伴うことが報告されている(11)(27)(28)(30)(36)(40)。生成した $c+a$ 転位、変形双晶、マルテンサイトなどが通常転位等と相互作用を起こし、加工硬化を増大させて塑性不安定の発生を抑制することによって、高強度と高延性が実現されているものと考えられる。純アルミニウムなどの場合には同じ状況でも粒界からは通常の転位しか核生成せず、加工硬化率の増大をもたらすことができないため、早期に塑性不安定に至り均一延性が得られないのであろう。

#### 4. 異なる変形モードの順次核生成による高強度・高延性材料の創製

上述のようなバルクナノメタルの結果をもとに、図4に示すような高強度と高延性の両立方法を考えた(37)。ある変形モードで塑性変形が開始しても、材料の加工硬化率は徐々に低下し、変形応力と交差して塑性不安定に至ってしまう。しかしバルクナノメタルのように異種変形モードを核生成することができれば、加工硬化を再生し塑性不安定を回避することができる。異なる変形モードの核生成を制御して適切な時期に順次発動することができれば、高強度・高延性材料が実現できると考えられる。こうした種々の変形モードの核生成を原子集団の力学的励起として統一的に考え、その活性化過程の解明を通じて塑性変形を制御しようとするのが、「プラストン(Plaston)<sup>†</sup>」の考え方である(37)(41)。

<sup>†</sup> Plaston という語句は、Korbelら(42)(43)により最初に用いられている。しかしこれは、転位集団の雪崩的な運動を孤立波として捉えてPlastonと呼んだものであり、我々が考えるプラストンとは概念的に全く異なる。

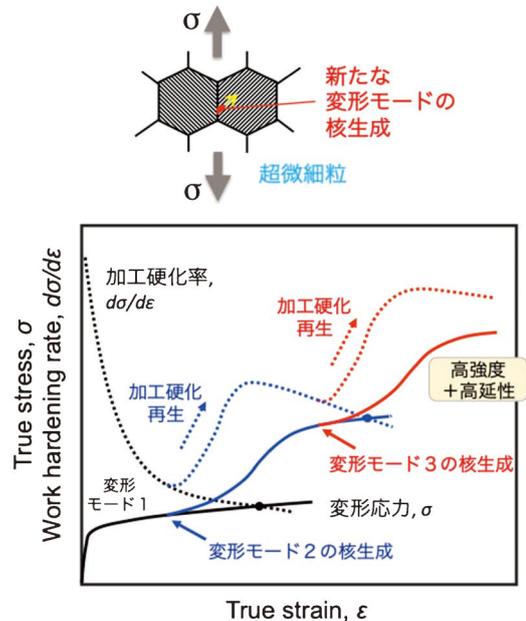


図4 バルクナノメタルで見出された粒界からの変形モードの核生成を示す模式図(上)と、異種変形モードの順次核生成による高強度・高延性材料の実現する考え方(下)(37)(41)。

2019年度後期から開始したJST・CREST「ナノ力学」の枠組みの中で、ナノ・マイクロ組織を高度に制御した金属材料において粒界・界面からの種々の変形モードの核生成を順次もたらし、その都度加工硬化を再生して、高強度と高延性を両立した構造材料を実現することを目的とした研究を著者らは開始している。ここでは合金設計、ナノ・マイクロ制御と変形挙動の解析(辻グループ)、変形モードの核生成や塑性変形を担う格子欠陥の先端電子顕微鏡法などによる直接観察(村山グループ)および原子スケール計算(下川グループ)による解析と定量化、そして種々のナノ・マイクロ組織の形成と力学特性予測のための計算機シミュレーション(志澤グループ)という分担を行い、協力して研究を推進している。研究プロジェクト開始から約1年が経った現時点で、COVID-19問題などの予期せぬ困難もあるが、着実に研究は進展し、興味深い結果が得られ始めている。近い将来には論文等により、読者諸氏に成果を紹介できることを楽しみにしている。

#### 5. おわりに

図1に示す強度-延性バランス図において右上45°の方向に材料特性を向上し、強度と延性を両立した構造用金属材料を実現することは、構造用金属材料における昔からの目標である。しかしその実現のための学術的な基礎は必ずしも十分でなく、経験則に沿った合金組成の改良や加工熱処理プロセスの変更に伴い偶発的に優れた力学特性の材料が獲得できたというのが正直な状況であったと思われる。特に、加工硬化は古くから知られている現象である一方、TWIPやTRIPが生じた場合などの加工硬化向上の理由が十分には説明され



# ナノ～マクロを繋ぐトモグラフィー： 界面の半自発的剥離

戸田裕之<sup>1)</sup> 山口正剛<sup>\*\*</sup> 都留智仁<sup>\*\*\*</sup> 清水一行<sup>\*\*\*\*</sup>  
松田健二<sup>\*\*\*\*\*</sup> 平山恭介<sup>2)</sup>

## 1. 粒子/母相界面の『半自発的』剥離

水素などの不純物元素が構造材料を脆化させる現象は各種知られている。アルミニウム合金においても、水素脆化が長年の懸案であり、我々のグループもこの問題に鋭意取り組んでいる。そこで得られたいくつかの興味深い現象は既報<sup>(1)</sup>に譲るとして、本報では、その中でもとりわけ特異な界面剥離現象を紹介する。

我々は、原子分解能透過型電子顕微鏡(TEM)観察を援用して作成した粒子を含む原子モデルを用い、平面波基底のバンド計算コードであるVASPを用いた第一原理計算<sup>(2)</sup>を行っている。図1は、Al-Zn-Mg合金で母相との間に(0001) $\eta'$ //(111)Al,  $[1\bar{1}00]\eta'$ // $[110]$ Alの方位関係<sup>(3)</sup>がある微細な板状析出物(中間相 $\eta'$ -MgZn<sub>2</sub>)表面での水素トラップの解析結果である<sup>(4)</sup>。この析出物は、全面整合界面に囲まれている<sup>(5)</sup>。一方、実用合金の過時効状態では $\eta_2$ -MgZn<sub>2</sub>等の平衡相が現れ、板端面は半整合、板面が整合になる<sup>(5)</sup>。また、さらに過時効が進むと全面非整合になると予想される。これまで、整合性の高い析出物と母相との界面には自由体積がほとんどなく、水素のトラップ能は低いと見られていた。しかしながら、図1の様な解析結果から、整合界面は予想外に強く水素をトラップすることが分かった<sup>(6)</sup>。

特筆すべき事に、図1の下側を見ると、多数の水素がト

ラップされるにつれ界面が徐々に開口し、界面に位置する水素原子が水素分子に変化しながら間隙がさらに拡大し、ついには剥離に至る様子が示されている。界面凝集エネルギーは、水素の濃化と共に最終的にゼロ付近まで低下する。界面凝集エネルギーは、水素配置前後の表面・界面のエネルギーの差分をとったものであり、界面剥離を生じるために最低限必要なエネルギーとして界面での原子間結合の強さを示す。シミュレーションでは外部負荷を想定していないため、この界面剥離は自発的な破壊と言える。このような自発的界面剥離は、鉄鋼など他の金属では見られないものである。これは、アルミニウムでは結晶粒界や析出物/母相界面の結合エネルギーが鉄鋼などと比較して低く、水素の解離吸着による高い表面トラップエネルギーにより破面形成エネルギーが相殺されることで生じると考えられる。

ただし、自発的な界面剥離が生じるにはかなり高い水素濃度が必要で、これは自然には満足されない。例えば、著者等がAl-Zn-Mg合金に放電加工により水素チャージした時の全水素量は7 mass ppm程度であった。第2節で述べる水素分配計算手法でこの時の析出物/母相界面の水素量を見積もると、図1で自発的な界面剥離をもたらす水素濃度の1/100程度であった<sup>(7)</sup>。つまり、界面剥離に必要な高濃度の水素は、腐食などで材料に供給される、外力などで局部的に濃化する、ないしはその両方が必要になる。その意味で、著者等はこの剥離現象を『半自発的』と呼ぶ。

\* 九州大学大学院工学研究院機械工学部門; 1)主幹教授 2)助教(〒819-0395 福岡市西区元岡744)

\*\* 日本原子力研究開発機構システム計算科学センター; 研究主幹

\*\*\* 日本原子力研究開発機構原子力基礎工学研究センター; 研究主幹

\*\*\*\* 岩手大学理工学部物理・材料理工学科; 助教

\*\*\*\*\* 富山大学学術研究部都市デザイン学系; 教授

Tomography for Bridging Nano and Macro: Semi-spontaneous Interfacial Debonding; Hiroyuki Toda\*, Masatake Yamaguchi\*\*, Tomohito Tsuru\*\*\*, Kazuyuki Shimizu\*\*\*\*, Kenji Matsuda\*\*\*\*\* and Kyosuke Hirayama\* (\*Department of Mechanical Engineering, Kyushu University, Fukuoka. \*\*Center for Computational Science & e-Systems, Japan Atomic Energy Agency, Ibaraki. \*\*\*Nuclear Science and Engineering Center, Japan Atomic Energy Agency, Ibaraki. \*\*\*\*Department of Physical Science and Materials Engineering, Iwate University, Morioka. \*\*\*\*\*Graduate School of Science and Engineering for Research, University of Toyama, Toyama)

Keywords: hydrogen embrittlement, trapping, particle, incoherent interface, spontaneous debonding, aluminum alloys, microtomography, synchrotron, first principles simulation

2020年9月25日受理[doi:10.2320/materia.60.13]

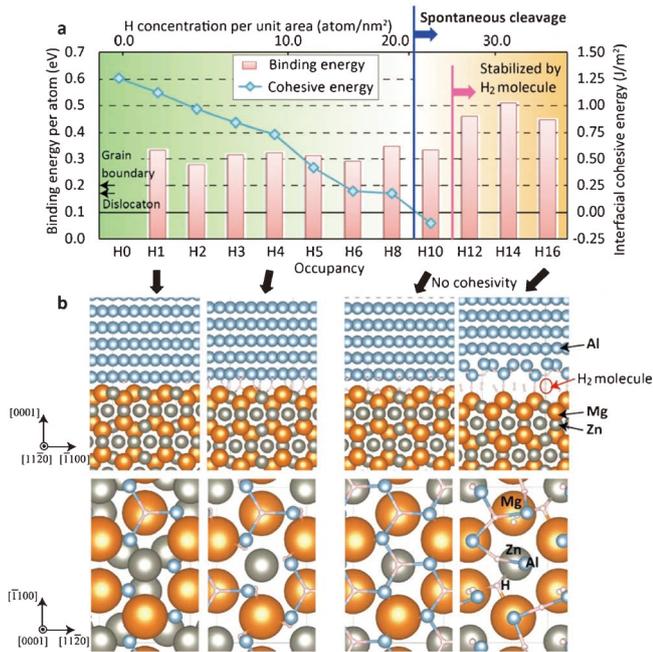


図1 第一原理計算で析出物(MgZn<sub>2</sub>)とアルミニウム基地をモデル化し、界面上の水素量を0(一番左:水素無し)~37.7原子/nm<sup>2</sup>(右端のモデル:界面の面積0.424 nm<sup>2</sup>で水素16個)まで増やした時の自発的な界面剥離(下図), およびその時の界面凝集エネルギーの低下の予測結果.

ところで、上記のAl-Zn-Mg合金整合界面の第一原理計算と同様に、アルミニウムの結晶粒界(Σ5(012)対応粒界)も解析されている。多くの水素原子を結晶粒界に配置すると、結晶粒界も析出物界面同様に膨張して益々水素をトラップし易くなり安定化する<sup>(8)</sup>。この場合も、水素濃度の上昇により粒界凝集エネルギーはゼロ付近まで低下する。引張試験後の破面を高分解能走査型電子顕微鏡(SEM)観察すると、擬へき開と呼ばれる水素脆化に特徴的な粒内破壊の破面上に界面剥離した析出物が多量に観察されることがある。これは半自発的界面剥離が生じる実験的証拠であり、また鉄鋼などではしばしば転位運動と結び付けられる擬へき開破壊の、アルミニウムにおける真のメカニズムと考えている。

## 2. 水素分布の推定と半自発的剥離条件の検討

水素脆化の研究は、転位や空孔、ナノボイドなど個別の欠陥や構造と水素との相互作用を調べて議論するものが多く、鹿を追う者は山を見ずの感が強い。これは、水素を直接可視化する困難さにもよる。これまでに、幾原らの角度制御環状明視野-走査型透過電子顕微鏡法によるもの<sup>(9)</sup>、高橋らのアトムプローブトモグラフィーによるもの<sup>(10)</sup>など、先進的な水素可視化例が報告されている。しかし、バルク中の水素を直接可視化してその水素分布をマルチスケールで知る術は、未だない。そこで、全ての種類の水素トラップサイトの3D/4D分布を直接・間接に計測し、さらに各トラップサイトの水素トラップ能を明らかにできれば、マルチスケールな

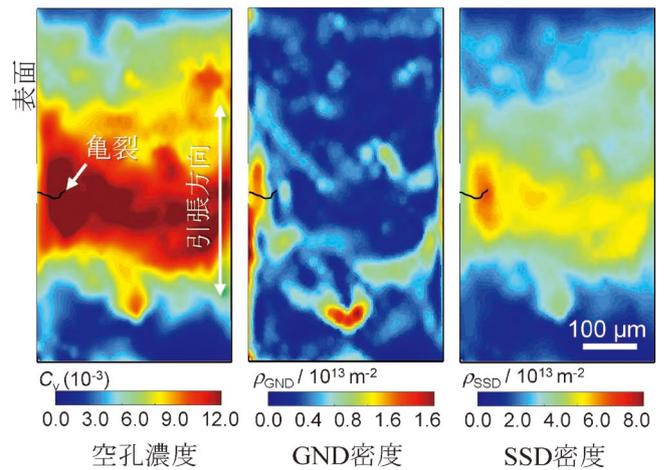


図2 マイクロトモグラフィーによる3D連続観察で得られた画像から塑性歪みの3Dマッピングを行い、それを元に計算した原子空孔, GND, SSDの分布. 仮想断面上の2D分布として表示している.

水素分布に迫ることができると考えた。前者はX線イメージングで、後者は第一原理計算で行うことにする。

### (1) 水素トラップサイトの3D分布

シンクロトロン放射光を用いたX線トモグラフィーでは、アルミニウムや鉄鋼などが可視化できる38 keV程度までの高エネルギーX線に対しては、長らく1 μm弱が空間分解能の物理的限界であった。しかし、ここ2,3年での急速な進歩があり、アポダイゼーションフレネルゾーンプレートというユニークな光学デバイスを用いることで、空間分解能の約1桁向上が達成されている<sup>(11)</sup>。ただし、この高分解能化されたイメージング技術をもってしても、結晶粒界や転位、原子空孔、ナノボイド、時効析出物などの主要な水素トラップサイトは可視化できない。そこで、結晶粒界はX線回折を援用した手法で<sup>(12)</sup>、転位や原子空孔は塑性歪みの3D/4Dマッピングで<sup>(7)(13)</sup>、ナノボイドはその空間分解能を超える範囲をHAADF-STEMなどで補完し<sup>(13)</sup>、そして時効析出物や原子空孔、固溶原子等は均一分布を仮定することで、全ての水素トラップサイトの密度と分布を知ることとした。

図2は、その様にして求めた水素トラップサイトの3D分布の一例である<sup>(14)</sup>。基本的に、空孔は転位のジョグの非保存運動に関するMilitzerらのモデルを、統計的に必要な転位(SSD)と幾何学的に必要な転位(GND)は、相当塑性歪み、および塑性歪み勾配からそれぞれ求める<sup>(13)(14)</sup>。図2では、ほぼ引張試験片の標点間に相当する領域が3D画像の仮想断面の形で示されている。この場合の負荷は、一軸歪みで7.7%である。GND, SSDとも、らせん・刃状転位が同密度と大胆な仮定は置いてはいるが、実験的に、また引張試験片レベルの広範囲にわたって転位や空孔の3D分布が計測できるのは、この手法ならではのと言える。図2の試験片では、上下方向の中央付近に塑性歪みが局在化しており、その領域

表1 Al-Zn-Mg合金中の各種水素トラップサイトとその水素との結合エネルギー、合金中(無負荷)での単位体積辺りのトラップサイト密度.

トラップサイト	らせん転位	刃状転位	溶質原子 (Mg)	粒界	原子空孔	析出物		粒子内部 (Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe)	ポア界面	分子状水素
						整合	不整合			
結合エネルギー (eV/atom)	0.08 <sup>(15)</sup>	0.17 <sup>(15)</sup>	0.12 <sup>(16)</sup>	0.25 <sup>(8)</sup>	0.29 <sup>(17)</sup>	0.35 <sup>(6)</sup>	0.55 <sup>(14)</sup>	0.56 <sup>(18)</sup>	0.67 <sup>(19)</sup>	0.70 <sup>†(19)</sup>
トラップサイト密度 (/m <sup>3</sup> )	4.0×10 <sup>22</sup>	3.5×10 <sup>22</sup>	3.3×10 <sup>26</sup>	2.2×10 <sup>23</sup>	8.9×10 <sup>22</sup>	1.6×10 <sup>26</sup>	2.6×10 <sup>25</sup>	1.6×10 <sup>25</sup>	6.9×10 <sup>21</sup>	—

† 分子状水素の溶解エネルギー

でSSDおよび原子空孔が、そして局在化領域の外縁部ではGNDが高密度になっている。この様にして実測したAl-Zn-Mg合金中の全水素トラップサイトの密度を平均したものを表1の下段に示す。

### (2) 水素とナノ・マイクロ構造の結合エネルギー

第一原理計算では、近年の大型計算機の発達により数百原子/cellの計算が可能になった。図1に示した整合界面だけではなく、周期境界条件を外した構造モデルを用いてモデル端部の原子を固定する技法を採用することで、周期的に転位が並ぶためモデル規模が大きくなる半整合界面についても解析が可能になった。表1には、この様にして求めた水素と全トラップサイトの結合エネルギーを示した<sup>(6)(8)(15)-(19)</sup>。整合界面をもつ準安定 $\eta_2$ -MgZn<sub>2</sub>析出物の内部は、最も安定なトラップサイトでも水素との結合エネルギーが0.08 eV/atomに過ぎず、析出物内部は水素の有効なトラップサイトではない。一方、その母相との整合界面は、結合エネルギーが0.28~0.35 eV/atom(表中には最大値を表示)と比較的大きな値をとる<sup>(6)</sup>。特に、ZnとMgが共に析出物表面に存在するような界面が強い水素トラップ能を有することが分かった。

一方、結晶粒界や転位など、水素と強く相互作用し、粒界破壊や粒内の擬へき開破壊をもたらすと思われていた格子欠陥は、小さな結合エネルギーを呈する。解析の結果、刃状転位は約10 Å(0.1 nm)の間隔で部分転位に分裂し、転位が拡張した側に水素がトラップされる<sup>(16)</sup>。その0.17 eV/atomという結合エネルギーは、 $\eta'$ 析出物の整合界面の半分以下、 $\eta_2$ 析出物の半整合界面の1/3以下に過ぎない。アルミニウムでは、その表面に水素原子が吸着した状態、および水素分子がアルミニウムから分離した状態がエネルギー的に最も安定である。 $\eta_2$ 析出物の半整合界面や数 $\mu\text{m}$ オーダーと粗大な平衡相の金属間化合物粒子であるAl<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Feは、それらに次ぐ高い結合エネルギーを有している。

### (3) アルミニウム中での水素の局所分配

各種水素トラップサイトの3D分布が分かり、それらサイトと水素との結合エネルギーが分かれば、3D空間で各水素トラップサイトの水素トラップ量や占有率のマッピングが可能になる。基本となるのは格子間と各トラップサイトの間の

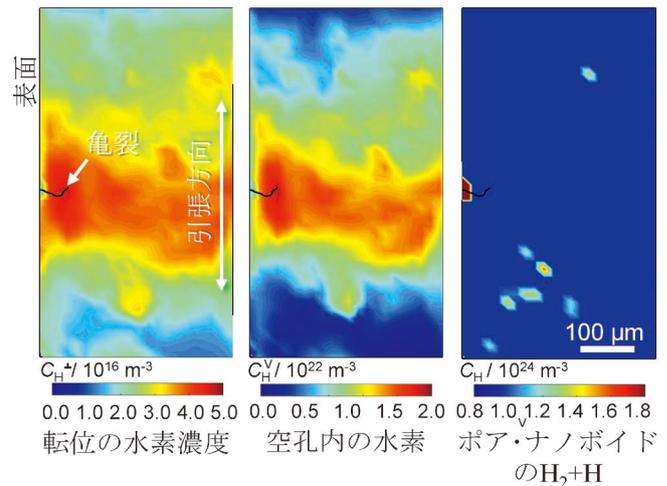


図3 マイクロトモグラフィーによる3D連続観察で得られた画像から求めた原子空孔、GND、SSD密度の分布を用いて計算した転位、原子空孔、ナノポイドの水素濃度。仮想断面上の2D分布として表示している。

熱平衡であり、これに表面吸着水素の配置エントロピー分の表面エネルギー低下を考慮したポア内の水素ガスと表面エネルギーの平衡を加味すれば良い<sup>(15)(19)</sup>。

図3は、縦・横・高さいずれも20 $\mu\text{m}$ ピッチで3D空間を分割して求めた転位、原子空孔、ナノポイドなどにある3D水素分布である<sup>(14)</sup>。塑性歪みが局在化した領域の転位、原子空孔に水素が集まり、マイクロポアやナノポイドに関しては、局在化領域の外側に水素が集まっている。また、図4は、無負荷時(赤色:材料全体)、および進展中の擬へき開亀裂先端(青色)での各トラップサイトへの水素分配である。各トラップサイトが水素によってどの程度占められているかを示している。進展中の亀裂先端の解析では、亀裂先端の静水圧引張の効果も考慮している。全水素量の9割以上は析出物に集中して偏在していること、結合エネルギーとトラップサイト密度の低さに起因し、転位に水素はほとんどトラップされない。実際、転位と析出物では、トラップ水素量は実に10<sup>7</sup>倍も異なる。これまで想定されていた水素脆化による粒内破壊のメカニズムは、その多くはすべり面分離など転位が関与するものである。しかし、たとえ変形中に試料内部で内在水素の局在化が生じたり、外部からの水素が供給されたらと

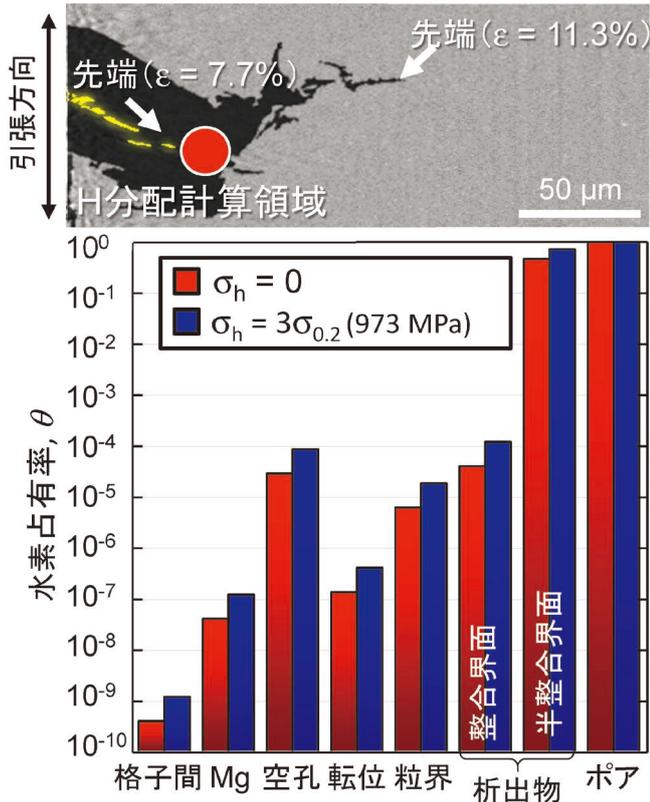


図4 マイクロトモグラフィによる3D連続画像等から求めた各種水素トラップサイト密度, およびその亀裂先端での変化を元に計算した各種トラップサイトの水素による占有率. 下の棒グラフの赤は, 無負荷. 青は, 上の仮想断面上で赤丸で示す破壊中の局所領域での水素分配を考慮したトラップサイトの占有率.

しても, 転位が水素脆化を直接もたらすと考えるのは合理的ではない.

時効析出物のサイズや密度を時効処理条件で変化させてこの様な解析を行い, 引張試験により得られる水素脆化挙動と対応させた結果を図5に示す. 析出物/母相界面における局所的水素量とマクロな水素脆化感受性はよく対応しており, アルミニウムにおける水素脆化が第1節で紹介した析出物/母相界面の半自発的剥離によることを支持している.

### 3. 非整合界面を有する粒子による水素トラップ

#### (1) 水素トラップの正の効果

図6には, これまで見てきたAl-Zn-Mg純3元系合金に不純物としてFeおよびSiを添加した効果を示している<sup>(20)</sup>. 一般に, 時効析出や結晶粒などの微細化に寄与しない不純物元素を添加すると, 直径1μm以上の粗大な介在物粒子が生成して材料の強度や破壊靱性が低下する. しかしながら, 図6では, 通常の実用合金程度のFe/Si量(横軸で中央の点)から10倍程度増加(同右側), ないし1/10程度に減少(同左側)させた場合, 水素脆化による粒内破壊(擬へき開)の程度が大きく変化している. これは, Fe量の増加により,

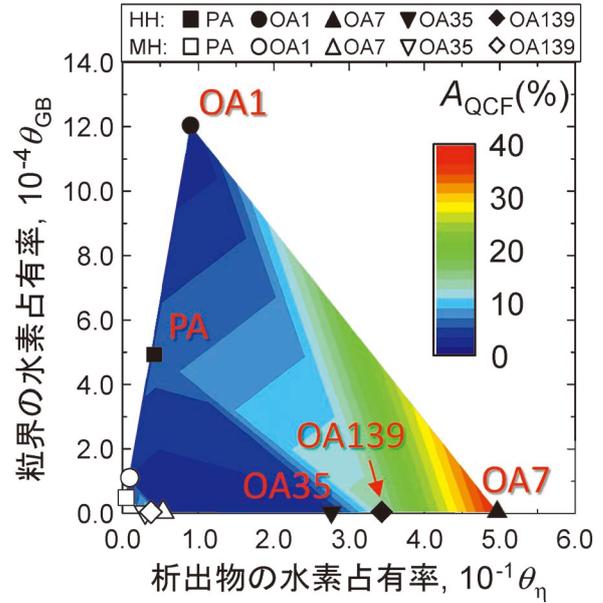


図5 図4の様に求めた析出物(横軸)と結晶粒界(縦軸)のトラップサイト占有率と引張試験後の破面上の擬へき開破壊面積率(コンター). 同じ材料で, 時効条件を最高時効から過時効(時効時間1~139h), および水素濃度2水準に変化させた全10点をプロットしたもの. PAは最高時効, OAは過時効を示す.

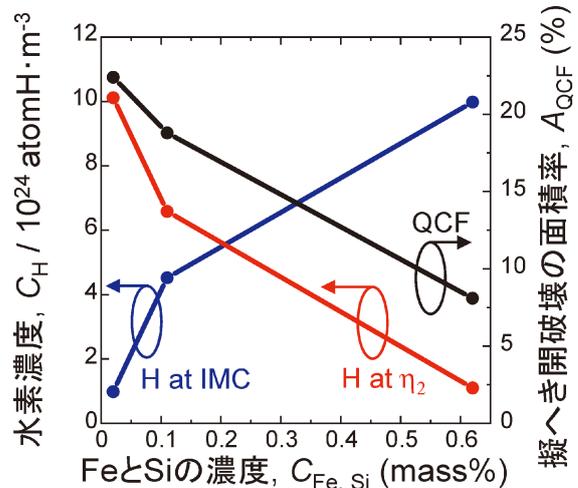


図6 純3元系Al-Zn-Mg合金に鉄とシリコンを添加した時の析出物(η<sub>2</sub>)がトラップする水素量, 金属間化合物(IMC)粒子(Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, Mg<sub>2</sub>Si)の水素量, および引張試験後の擬へき開破壊面積率の関係. (オンラインカラー)

表1に示す様に析出物/母相界面よりも高い結合エネルギーをもつ金属間化合物粒子(Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe: 粒子内部がトラップサイト)が生成され, 水素を強くトラップするためである. これにより, 材料全体の水素分配は変化し, 析出物の水素量が1/10程度と大きく減少している. 強い水素トラップサイトは水素の拡散を遅くするので, この様な水素分配が有限時間の引張試験の間にそのまま生じる訳ではない. しかし, たとえ析出物の外縁部のみが水素をトラップするとしても, 十分な水素脆化抑制効果が期待できる.

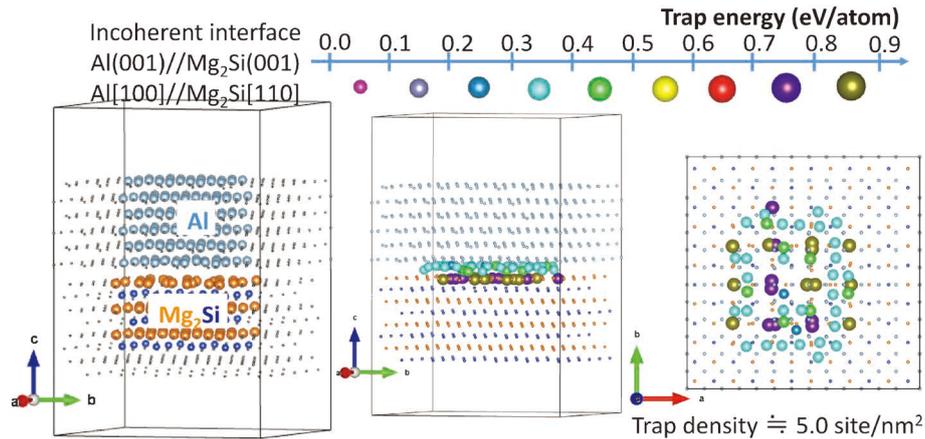


図7 Al-Mg-Si合金などに見られるMg<sub>2</sub>Si粒子/基地で非整合界面の水素トラップ能を調べる第一原理計算の結果. 水素との結合エネルギーの大ききで色分けして表示している.

これまで、8種類の2ないし3元系金属間化合物で水素トラップ能を解析したが、Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Feほど水素を強くトラップするもの<sup>(21)</sup>は見つかっていない. ちなみに、図6でFeと同時に添加したSiに由来するMg<sub>2</sub>Si粒子の内部は、水素トラップ能を有しないことが分かっている<sup>(18)</sup>.

## (2) 水素トラップの負の効果

強い水素トラップサイトではないと思われた析出物の整合・半整合界面が呈した高い結合エネルギーと半自発的剥離という特異な破壊挙動は、水素をある程度トラップすると想像される非整合界面での顕著な水素トラップを示唆する. 図7に山口による予備的な検討結果を示す<sup>(22)</sup>. これは、Al-Mg-Si合金などに見られる铸造ないし過時効に由来するMg<sub>2</sub>Si粒子を想定し、粒子/基地で非整合界面の水素トラップ能を調べた第一原理計算の結果である. これにより、最大で0.8-0.9 eV/atomという非常に強いトラップサイトが界面上にかなりの高密度(約5.0 site/nm<sup>2</sup>)で存在することが分かる. この強いトラップサイトは、粒子/基地界面のMg原子層の格子間(Mg原子が作る格子の間隙)に存在する. 粒子と基地の結晶格子の不整合によって生じる空隙にトラップされるのではなく、粒子表面に露出したMg原子によるトラップとも言える状態にある. これは、特定の構成元素を有する粗大粒子の表面が強いトラップサイトとなる可能性を示唆しており、興味深い.

ところで、化学的に特に活性なアルミニウムでは、工業材料は粗大な金属間化合物粒子を多量に含む. この様な粒子は、界面剥離や粒子破壊を生じて延性破壊の発生起点となることはよく知られている. 図8は、Al-Mg-Si合金に分散する直径数μmの粗大なMg<sub>2</sub>Si粒子を観察したものである. この様な粗大粒子は铸造工程に由来する. 通常のSEM観察などでは塊状、球状などを呈し、母相との整合関係を有するようには見えない. しかし、図8の様に高分解能SEM観察すると、100 nmレベルでステップ状の構造が見られ、少なくとも何らかの方位関係ないしその名残が残っている様に見

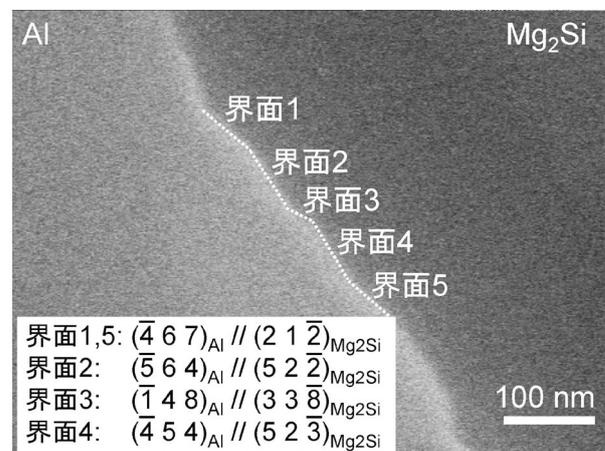


図8 Al-Mg-Si合金に見られる直径約2μmの粗大なMg<sub>2</sub>Si粒子/基地の非整合界面の高分解能SEM観察. EBSD解析により求めた界面の面方位を付記している.

える. 今後、原子分解能TEM観察でナノレベルの界面構造を可視化し、非整合界面の真の姿を明らかにしたい.

ところで、上述の様に多くの金属間化合物粒子はその内部で水素をトラップしない. また、表1に示す様に、高い結合エネルギーを有する金属間化合物粒子/母相界面のトラップサイト密度は、著しく低い. そのため、非整合界面のトラップサイトの水素濃度は、非常に高くなる傾向にある. これにより粗大な金属間化合物粒子が界面剥離を生じれば、それは非整合界面を有する粒子による水素トラップの負の側面と言える. 実際、最近の研究で、Al-Mg-Si合金冷延材の水素量を数倍に増加させた著者等の研究や、Al-Cu合金で湿潤雰囲気下での試験の報告で<sup>(23)</sup>、延性破壊を呈するにもかかわらず、破断歪みが最大数割程度減少する事例があった. これが水素助長局所塑性(HELP)と呼ばれる転位と水素の相互作用によるものか、それとも界面剥離が関与するのかを今後解析する. いずれにせよ、このような脆化挙動は他種の粒子添加などで制御可能と思われ、新たなマイクロ組織制御法に繋



# セラミックスにおける 強電界ナノダイナミクス

吉田英弘<sup>\*</sup> 増田紘士<sup>2)</sup> 森田孝治<sup>\*\*</sup> 山本剛久<sup>\*\*\*</sup>

## 1. はじめに

セラミックス材料における組織配向や焼結緻密化、塑性変形といった物質輸送現象もしくは動的挙動において、外部から印加される電磁場の影響が少なからず存在することは以前から知られていた。近年、電場の働きを利用した焼結、特にフラッシュ焼結のような拡散物質輸送の劇的な加速が見いだされるに至り、強電場を利用したセラミックスプロセスに高い関心が寄せられるようになった。我々のグループでは、フラッシュ焼結を端緒として強電場下における物質輸送現象についての研究を進めてきた。その結果、強電場下でのセラミックスの特異な物質輸送の背後には、粒界・界面等の局所領域における動的挙動の励起現象を考える必要があるとの結論に至った。そこで我々は、ナノスケール動的挙動の理解と力学特性発現機構の解明に関する研究プロジェクトの一環として、強電界ナノダイナミクスの概念を提唱し、セラミックスにおける新たなマクロ力学応答を発現させるための学理構築を目指す研究に着手した。2020年初頭からの感染症の影響は研究活動を大幅に制限し、ご紹介できる研究成果も十分に揃っていないとは言い難い状況であるものの、本研究を提案した経緯を解説することには一定の意義があると考え、本稿の筆を執った次第である。

## 2. 電場ないし電流によるセラミックス焼結の促進効果

### (1) 電場支援焼結

セラミックスの焼結緻密化の分野では、従来の常圧焼結や加圧焼結に加え、新たな焼結手法として通電支援焼結技術が

近年格段に進歩・普及した<sup>(1)</sup>。セラミックスの粉末成形体に対し電場ないし電流を印加することにより、焼結緻密化はより低温・高速で起こる傾向にある。特に、パルス通電加圧焼結 (spark plasma sintering, SPS または pulse electric current sintering, PECS) では、未だに焼結緻密化のメカニズムについて不明な点が多いものの、通常の焼結技術では必ずしも製造が容易でなかった難焼結性材料の緻密化や透明体の創製が多数報告されるようになっている。

SPS では電気伝導性材料 (多くはグラファイト製) ダイスイとパンチを介して粉末成形体が通電加熱され、昇温と同時に一軸の機械的圧力を加えるが、これに対して、粉末成形体に加圧せず、単に電場を直接印加することで焼結性を高める手法が電場支援焼結 (electric field-assisted sintering technique; FAST) と呼ばれるものである。これは SPS における圧縮応力を廃したものとみなすこともできよう。例えば 20 V/cm の直流電場下におかれた 3 mol%  $Y_2O_3$  安定化正方晶  $ZrO_2$  多結晶体 (3 mol%  $Y_2O_3$ -stabilized tetragonal  $ZrO_2$  polycrystal; 3Y-TZP) の粉末成形体を一定速度で昇温した場合、緻密化曲線が低温側に 60°C ほどシフトすることが Yang らによって示されている<sup>(2)</sup>。この電場印加による焼結緻密化速度の上昇は、粒成長の抑制に起因するとされている。TZP 以外にも  $Y_2O_3$ <sup>(3)</sup> や  $TiO_2$ <sup>(4)</sup>、 $BaTiO_3$ <sup>(5)</sup> 等で電場支援焼結が確認されている。この印加電場強度をさらに上昇させると、より劇的に緻密化が促進されるという現象が、次節で述べるフラッシュ焼結である。

### (2) フラッシュ焼結

#### (a) フラッシュ焼結の概要

FAST で用いられるよりも高い電場をセラミックス粉末

\* 東京大学大学院工学系研究科マテリアル工学専攻; 1) 教授 2) 助教 (〒113-8656 東京都文京区本郷 7-3-1 工学部 4 号館)

\*\* 物質・材料研究機構機能性材料研究拠点; 主席研究員

\*\*\* 名古屋大学大学院工学研究科材料デザイン工学専攻; 教授

Strong Field-induced Nanodynamics in Ceramics; Hidehiro Yoshida\*, Hiroshi Masuda\*, Koji Morita\*\* and Takahisa Yamamoto\*\*\*  
(\*Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, The University of Tokyo, Tokyo. \*\*National Institute for Materials Science, Tsukuba. \*\*\*Department of Materials Design Innovation Engineering, Graduate School of Engineering, Nagoya University, Nagoya)

Keywords: ceramics, high temperature, diffusion, flash sintering, grain boundary

2020年10月8日受理 [doi:10.2320/materia.60.19]

成形体に印加し、これを昇温すると、ある臨界温度で急激な緻密化が始まり、5秒～60秒で緻密化が完了するという現象が Raj らのグループによって2010年に報告され、Raj らはこれをフラッシュ焼結と呼んだ<sup>(6)</sup>。例えば3Y-TZPにおいて、120 V/cmの直流電場を印加した場合、大気中無加圧下850℃において緻密化が開始し、僅か5秒で相対密度95%の緻密体を得られたとされている。3Y-TZPの一般的な焼結条件が1400℃～1500℃において数時間要することを考えると、直流電場の印加により焼結緻密化が低温・短時間で進むことが分かる。このような特長から、フラッシュ焼結は新たな省エネルギープロセスとして注目を集めている。現在では主要な酸化物および一部の非酸化物において、その焼結の低温化・高速化が確認されている。

フラッシュ焼結の特徴として、低温・高速緻密化ならびに、材料の電気伝導率の急激な上昇が挙げられる。図1に、3Y-TZP粉末成形体に一定の直流電場を印加しながら昇温速度10℃/minで炉内温度を上昇させた場合の、炉内温度に対する(a)電圧、(b)電流、および(c)相対密度(緻密化曲線)をそれぞれ模式的に示す(本図は文献(6)のデータを基に、筆者が改変したものである)。40 V/cmの直流電圧を印加した場合、炉内および試料温度の上昇と共に試料の電気伝導率がわずかに上昇し、併せて緻密化が促進される。これは上述のFASTに相当する。さらに120 V/cmの電場下で、臨界温度(850℃程度)に達すると、試料を流れる電流値(電気伝導率)が急激に上昇し、これと共に相対密度の急峻な増加が起こる。この強電場印加下での電気伝導率ないし電流値の急増はしばしば flash event と呼ばれており、本稿ではフラッ

シュ現象と呼ぶことにする。このフラッシュ現象の開始と同時に、フラッシュ焼結が発生する。粉末成形体に電力を供給する電源の出力には限界があるので、通常、フラッシュ現象の開始と同時に、電源の制御を電圧一定制御から電流一定制御に切り替える。すなわち、フラッシュ焼結開始後から電流を一定値に保つ制御に切り替えるため、印加電圧は初期値から低下する。もちろんこの電流・電圧制御は一例であり、例えば電流のより高度な制御による焼結性のさらなる向上なども研究されている。

### (b) フラッシュ焼結のメカニズム

フラッシュ焼結においては、図1(b)に示したような電流の上昇を伴うことから、急峻な緻密化速度の増加には試料への通電に起因するジュール熱が支配的に寄与していると結論する報告が多い。つまりフラッシュ焼結がジュール熱による試料温度上昇とそれに伴う電気伝導率の増加との雪崩効果、すなわち熱暴走に起因するという考え方である<sup>(7)</sup>。一方、熱移動速度論的解析から、多くのフラッシュ焼結条件で熱暴走が起こりえないこと、すなわちフラッシュ焼結の現象がジュール熱の効果だけでは説明できないと結論付ける報告も存在しており<sup>(8)</sup>、未だ結論に至っていない。そこで注目されるのが、フラッシュ焼結に付随して起こる、相変態をはじめとする特異な現象の発現である。

例えばフラッシュ焼結中の3Y-TZPのその場X線回折実験<sup>(9)</sup>では、炉温1000℃において100 V/cm(105 mA/mm<sup>2</sup>)の直流電場を印加すると(通電の結果、試料温度は1290℃にまで上昇する)、この試料温度での安定相である正方晶に加えて、高温安定相である擬立方晶(pseudo-cubic phase)が現れた。この擬立方晶は電場を除去すると消失してしまう。一方、電場を印加しない3Y-TZPにおいては、1400℃まで上昇させても立方晶の出現は確認されなかった。すなわち、フラッシュ現象に伴って生じた立方晶は、試料温度上昇の効果では説明できないことになる。またY<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>(3)</sup>やBaTiO<sub>3</sub><sup>(10)</sup>多結晶においては、フラッシュ焼結により緻密化させた材料が還元状態になることが電子エネルギー損失分光法(EELS)により示され、さらにフラッシュ現象下での電流条件によっては3Y-TZPにおける過剰酸素イオン空孔が安定化され、大気中にもかかわらずZrO<sub>2</sub>が窒化されることが報告されている<sup>(11)</sup>。

以上述べたように、フラッシュ現象を経ることで平衡状態では起こりえない原子欠陥の導入や非平衡または準安定相の生成が報告されるようになった。これらの事実は、フラッシュ焼結においてはジュール熱だけでなく強電場下での非平衡な点欠陥の生成、またそれに伴う物質輸送の促進が実現することを示唆している。

## 3. フラッシュ現象下での力学応答

### (1) フラッシュ現象

フラッシュ焼結においては低温・高速緻密化現象に注目が集まりがちであるが、留意すべき点は、緻密多結晶体や単結

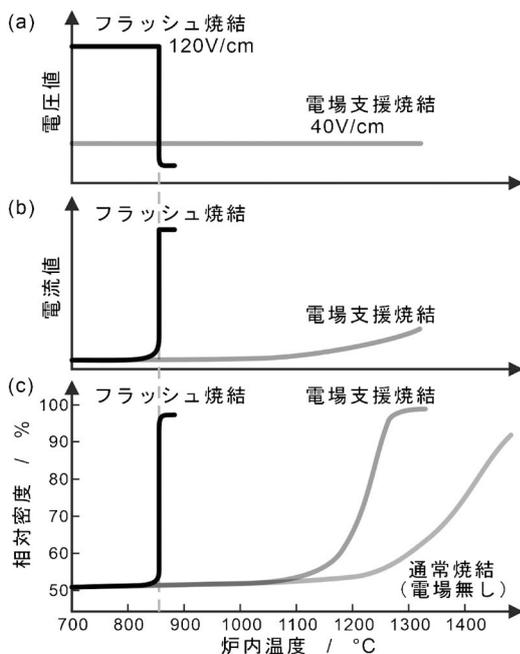


図1 文献(6)の結果を基に、模式的に描いた3Y-TZPにおけるFASTおよびフラッシュ焼結挙動。昇温速度10℃/minにおいて一定の直流電圧を印加した場合の(a)印加電圧、(b)試料を流れる電流および(c)緻密化曲線。

晶材料であってもフラッシュ現象が起こるといふ実験事実<sup>(12)(13)</sup>である。バルク材料に対して高電場を印加すると、臨界温度以上で材料の電気伝導率が急激に上昇することがZnOや8 mol%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>安定化立方晶ZrO<sub>2</sub>において報告されている。我々のグループでも3Y-TZP緻密体に対しフラッシュ現象の発現を確かめる実験を行った。大気中で焼結した3Y-TZP緻密体(平均粒径0.4 μm)を角柱状に研削加工して試験片とし、大気中、炉内温度800°Cにおいて直流電圧を印加した場合の電場強度と試料を流れる電流密度の時間変化を図2(a)に示す<sup>(14)</sup>。強電場を印加した直後から電流値が増加していき、20秒ほどで電源から供給する最大電流まで達しており(図中矢印)、フラッシュ現象が起きたことが確認された。設定された電流値に達したところで電圧制御から電流制御に切り替わるため、フラッシュ現象の発現後に電圧は低下している。この条件ではフラッシュ現象への遷移時間は約20秒で、その後は電流値・電圧値共にほぼ安定して持続していることが分かる。図2(b)には炉内温度800°Cまたは1000°Cにおける、印加電場強度に対するフラッシュ現象発

現への遷移時間をプロットした。電場強度が高いほど、また炉内温度が高いほどフラッシュ現象の発現までの遷移時間は短くなっており、核生成・成長モデルを想起させる挙動になっている。

こうして改めてフラッシュ現象について振り返ると、フラッシュ現象とは臨界電場・臨界温度において励起される電荷キャリア密度の上昇および原子拡散の加速とみなすことができると考えられる。電場が印加される材料が粉末成形体であれば、通常の焼結と同じく表面エネルギーと粒界エネルギーとの差を主な駆動力として焼結緻密化が進行する。焼結とは、それを担う物質輸送が何であれ粒界現象であり、速度論的には粒界拡散や表面拡散係数、空孔濃度や空孔形成エネルギー、また粒界・界面・表面エネルギーといった材料パラメーターによって決定される。強電場(ないし強電場下での電流)が、これらのパラメーターに対して影響を及ぼしていることは十分考えられることであろう。

## (2) フラッシュ現象下でのセラミックスの塑性流動

ところで、セラミックスの焼結緻密化以外の高温における原子拡散現象として、高温変形または超塑性変形が挙げられよう。高強度構造セラミックス多結晶体においては、室温における転位の活動が限られているため塑性変形もごく僅かであるが、ある程度以上の高温であれば原子(イオン)拡散が十分促進されるため、拡散による物質輸送に起因した塑性変形が起こり得る。特に1 μmオーダー以下の微細結晶粒を有する構造セラミックス多結晶体は、粒界すべりを主体とした塑性流動を示すようになり、超塑性を発現する場合もあることが知られている<sup>(15)(16)</sup>。セラミックスにおける粒界すべりのメカニズムについても結論に至っていないが、少なくとも律速過程は原子拡散であることは受け入れられていると考えて良いだろう。であれば、原子拡散が何らかの作用によって促進されることがあれば、粒界すべりに伴う多重点での応力集中はより速やかに緩和されるため、粒界すべり自体もより加速されることが期待される<sup>(17)</sup>。こうした背景から、フラッシュ現象を利用して拡散を促進させることができれば、例えば3Y-TZPにおける超塑性温度の低減および変形速度の加速が図られるものと我々は予想した。

そこで我々のグループでは、平均粒径0.4 μmの3Y-TZP緻密体を通常の大気中無加圧焼結により作製し、これに対してフラッシュ現象を起こさせながら高温機械試験を行うことで、炉内温度1000°C以下での高速塑性変形を目指した。図3(a)にフラッシュ現象下での引張試験の模式図を、また図3(b)に通常の(電場を印加しない)引張試験と、直流電場を印加してフラッシュ現象を起こした状態で引張試験を実施した場合の応力-ひずみ曲線をそれぞれ示す<sup>(14)</sup>。1000°C・1×10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>の条件における通常(電場無印加)の高温引張試験では、3Y-TZPは200 MPa以上の変形応力を示して殆ど塑性変形を示さずに破断してしまう。一方、直流電場印加によりフラッシュ現象を起こした状態での引張り試験では、ひずみ速度2×10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>、1000°Cの炉内温度でも20 MPa以下の

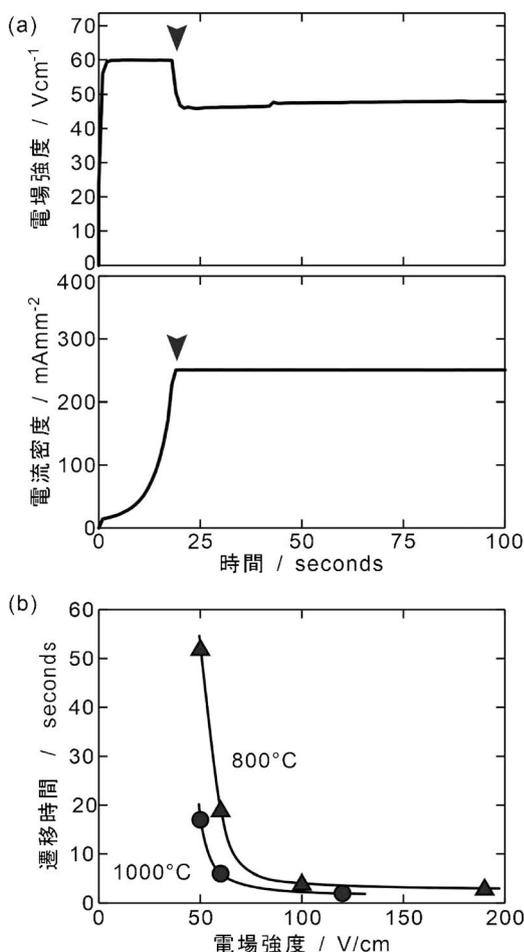


図2 (a) 3Y-TZP 緻密体(平均粒径0.4 μm)に対して、炉内温度800°Cにおいて直流電圧を印加した場合の電圧値と試料を流れる電流の時間変化。(b) 炉内温度800°Cまたは1000°Cにおける、3Y-TZP 緻密体での印加電場強度とフラッシュ現象発現までの遷移時間の関係。

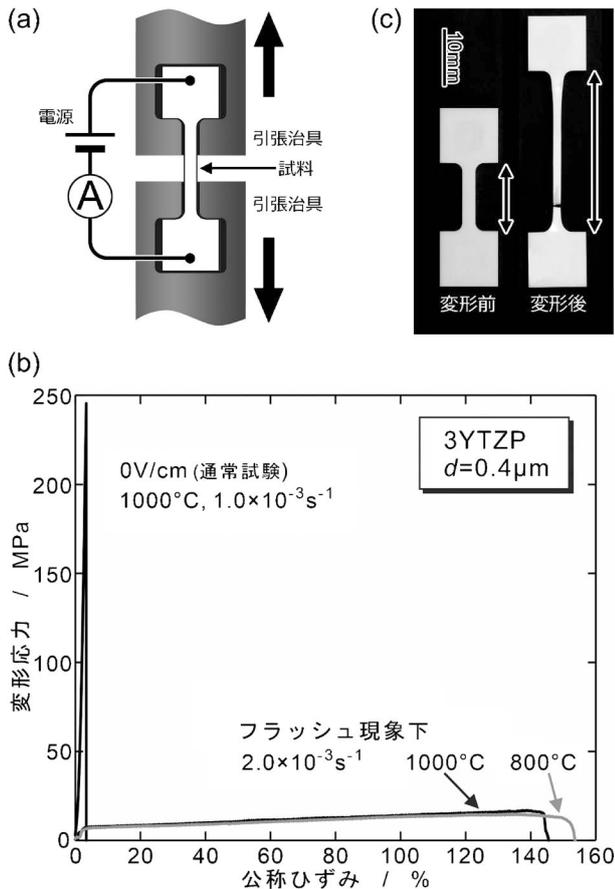


図3 (a) 通電引張試験の模式図および、(b) 平均粒径 $0.4\ \mu\text{m}$ の3Y-TZP緻密焼結体を試料とした通常の(電場を印加しない)引張試験と、同じ試料に対してフラッシュ現象下での引張試験を実施した場合の応力-ひずみ曲線を示す。初期ひずみ速度は $1.0 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ ないし $2.0 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ 、炉内温度は $1000^\circ\text{C}$ ないし $800^\circ\text{C}$ 。(c)  $2.0 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ 、 $1000^\circ\text{C}$ でフラッシュ現象を起こした状態で引張試験を行った場合の破断後の試料外観写真。

変形応力で塑性変形が進行し、140%以上の破断伸び(公称ひずみ)を示すという、超塑性的な変形挙動が認められた。さらに炉内温度 $800^\circ\text{C}$ でも公称ひずみ150%以上の塑性変形を示した。図3(c)には、上述の $1000^\circ\text{C}$ においてフラッシュ現象を起こしながら変形させた試料の外観写真も併せて示しているが、試験片のゲージ部がほぼ均一に変形していることが分かる。すなわち、フラッシュ現象の利用によって、従来よりも数百倍低い炉内温度と数十倍のひずみ速度であっても3Y-TZPの塑性流動が可能であることが初めて示された。

ここで、類似の現象として電気塑性(Electroplasticity)に関する既往研究について目を向けるべきであろう。構造セラミックスにおける高温変形、特に超塑性変形挙動に対する通電効果については、Conradらのグループが精力的に調査してきた<sup>(18)</sup>。例えば、初期ひずみ速度 $1.3 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ 、温度 $1450^\circ\text{C} \sim 1600^\circ\text{C}$ における3Y-TZP(平均粒径 $0.4\ \mu\text{m}$ )の引張変形挙動に及ぼす直流電場効果が調べられた。炉内温度 $1450^\circ\text{C}$ において、SiC製治具を介して $1\ \text{kV/cm}$ の電場が印加された場合、変形応力は約50~60%に、また破断伸び値

は約230%から約260%に上昇していた。彼らの実験では電場はSiC製治具を介して印加されているため、試料に印加された具体的な電場強度は不明であるが、電気回路から考えて恐らく試料に流れる電流は極力制限されていたものと推測される。すなわち、ここで見られた高温変形に及ぼす通電効果は、電場印加に起因するものと考えて良いだろう。Conradらは解析の結果、電場印加は点欠陥生成エネルギー低減ならびに動的粒成長抑制の効果があり、特にY-TZPの超塑性における変形応力の低下および延性の向上は後者が主要因であると結論づけている。この電場効果の起源に関する議論からは、FASTとの関連性が強く連想される。

一方、我々の実験では、フラッシュ現象下での3Y-TZPの破断延性には、フラッシュ現象時の制御電流値に強く依存していることも分かってきた<sup>(19)</sup>。フラッシュ現象下で電流値はほぼ任意の値を設定することができるが、強電流下では粒成長がかなり顕著となり、特にフラッシュ現象下での変形後には粒成長速度は非常に加速される。この粒成長促進効果はジュール熱に起因する試料温度の上昇だけでは説明できず<sup>(14)</sup>、フラッシュ現象下で原子拡散が促進されているという考察にも合致している。炉内温度を低温にしつつ、構造セラミックスの塑性変形を高速で実現することは実用的にも注目される一方で、ジュール熱を無視できないほどに電流を流すと電場ないし電流の及ぼす物質輸送への効果は解析し難くなる問題が生じる。そこで我々はフラッシュ現象下での3Y-TZPの三点曲げ試験に着手した。

### (3) 強電界ナノダイナミクスへ

本節で示すように、曲げ試験であれば塑性変形を生じるための電流値を比較的抑制でき、ジュール熱を抑えつつ変形挙動を確認することが可能となる。図4(a)に、通電下での三点曲げ試験の様子を模式的に示す。引張試験と同じく平均粒径 $0.4\ \mu\text{m}$ の3Y-TZP緻密焼結体を作製し、この角柱状試験片に対し、長手方向に直流電場を印加してフラッシュ現象を起こしながら三点曲げ試験を実施した。その結果、試験片は亀裂などを生じずに低い応力で塑性変形を生じた。図4(b)にフラッシュ現象下での三点曲げ試験における荷重変位曲線の一例を示す。ここで示すデータは、炉内温度 $1000^\circ\text{C}$ において、フラッシュ現象下で電流密度 $67\ \text{mA/mm}^2$ で保持しながら変位速度 $1.7\ \text{mm/min}$ で三点曲げ試験を実施したときの応力と荷重変位曲線となる。このとき、通電によって試料温度は $1245^\circ\text{C}$ まで上昇したことを放射温度計ならびに消費電力からの算出により確認している。図4(b)に示すように、ほぼ一定の荷重を示しながら塑性変形が進行し、 $2\ \text{mm}$ 変位させた後も破断しなかった。フラッシュ現象下での三点曲げ試験後の試料外観写真を図4(c)に示すが、1分程度でここまで曲げることが可能であった。併せて、通電せずに炉内温度 $1245^\circ\text{C}$ で三点曲げ試験実施した場合の結果も図4(b)に示す。試料温度が同じであるにも関わらず、通電が無い状態では明らかに高い荷重を示して短時間で破壊している。 $1245^\circ\text{C}$ という温度は、試料の焼結温度( $1400^\circ\text{C}$ )よりもかな

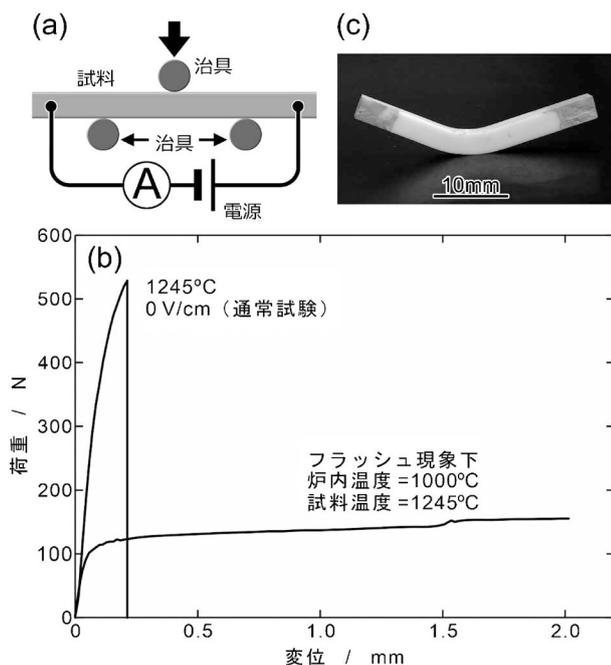


図4 (a) 通電下での三点曲げ試験の模式図。スパン長は16 mmとした。(b) 平均粒径0.4  $\mu\text{m}$  の3Y-TZP 緻密焼結体を試料とした通常の(電場を印加しない)三点曲げ試験と、直流電場を印加したフラッシュ現象下(炉内温度1000°C)での三点曲げ試験の荷重-変位曲線をそれぞれ示す。通常試験では、通電下三点曲げ実験での試料温度と合うように炉内温度を1245°Cとした。変位速度は1.7 mm/minとした。写真はフラッシュ現象下での三点曲げ試験後の試料外観である。

り低く、本来であれば拡散による物質輸送も限定的であることから塑性流動もごく限られている。実際、変形後の試料の微細組織を観察すると、通常の曲げ試験およびフラッシュ現象下での曲げ試験後のいずれも、粒成長は殆ど観察されなかった。しかしながらフラッシュ現象下では明らかに塑性流動が促進されていた。

この通電下三点曲げ試験の結果から、フラッシュ現象下では微細結晶粒3Y-TZP 緻密体の高温塑性流動に関わる物質輸送が、強電場ないし強電場下での電流によって著しく励起されるということが明らかとなった。すなわち、強電場下で、局所領域における特異な動的挙動が励起され、マクロな力学応答に反映するという、学術的のみならず実用的にも非常に興味深い現象である。

上述の如く、粒界すべりをはじめとする微細粒セラミックス緻密体の塑性流動は粒界現象であり、古典的には粒界拡散や粒界エネルギーが深く関与する現象である。実際、粒界にごく僅かなドーパントが偏析するだけで、その粒界すべりや粒界拡散クリープによる塑性流動が劇的に変化することを我々は示してきており<sup>(16)</sup>、粒界のごく局所領域での物質輸送現象への作用がマクロな力学特性に大きな影響を及ぼすことは、セラミックスにおいては特に顕著である。

そこで我々は、強電場による粒界・界面等のナノ領域における動的挙動の励起現象を「強電界ナノダイナミクス」と名

付け、この学理を構築するという研究提案に至った。本稿で紹介した実験事実は、強電界ナノダイナミクスがジュール熱とは別の電場ないし電流が及ぼす効果に起因するものであることを示している。セラミックスにおいて加工性の重畳や強電界下での亀裂の修復といった、新たなマクロ力学応答を発現させ得ることが期待され、またこうした理論的指針の獲得を目指す研究への展開を想定している。

#### 4. 今後の展望

フラッシュ焼結については最初の報告から約10年が経過したが、2.(2)(b)で見たように、未だに新たな現象や微細構造の発現が報告されており、学術的にもまだまだ萌芽段階であると考えられる。我々の取り組みもまだその緒に就いたばかりであり、基礎基盤研究を積み重ね、変形機構とそこにおける電界および電流の役割についての理解を深めることで、当該分野の学問展開および工業的応用への道が拓けるであろう。2.(1)で触れたSPSにおいて、関係者各位による長年の地道な基礎研究・開発を経て、近年の実用化へと結実した事実<sup>(20)</sup>は実に教訓的である。

セラミックスの力学特性に関しては、長い年月をかけて基礎理論が構築され、すでに一定の完成を見た古典的分野とみなされがちであるが、通電下での力学応答をはじめ未だに新たな学術的萌芽が見出され続けている。我々は、セラミックスにおける強電界ナノダイナミクスを突破口として、新たな力学体系の構築と構造材料の開発に繋げるべくさらに研究を遂行する所存である。読者諸氏には本取り組みについて今後共ご指導をお願い申し上げたい。

最後になったが、本稿の執筆にあたり、目義雄博士、平賀啓二郎博士、金炳男博士(物質・材料研究機構)らとの共同研究により得られた多くの知見が礎となった。また、本稿で紹介したフラッシュ焼結に関する知見の一部は、JST・A-STEP (AS282I004e) およびCRESTナノ力学(JPMJCR1996)の支援によって得られた。この場を借りて謝意を表する。

#### 文 献

- (1) 吉田英弘：まてりあ, **58**(2019), 570-575.
- (2) D. Yang, R. Raj and H. Conrad: J. Am. Ceram. Soc., **93**(2010), 2935-2937.
- (3) H. Yoshida, Y. Sakka, T. Yamamoto, J.-M. Lebrun and R. Raj: J. Eur. Ceram. Soc., **34**(2014), 991-1000.
- (4) S. K. Jha and R. Raj: J. Am. Ceram. Soc., **97**(2014), 527-534.
- (5) J.-C. M'Peko, J. S. C. Francis and R. Raj: J. Eur. Ceram. Soc., **34**(2014), 3655-3660.
- (6) M. Cologna, B. Rashkova and R. Raj: J. Am. Ceram. Soc., **93**(2010), 3556-3559.
- (7) R. I. Todd, E. Zapata-Solvas, R. S. Bonilla, T. Sneddon and P. R. Wilshaw: J. Eur. Ceram. Soc., **35**(2015), 1865-1877.
- (8) R. Raj: J. Am. Ceram. Soc., **99**(2016), 3226-3232.
- (9) J. M. Lebrun, T. G. Morrissey, J. S. C. Francis, K. C. Seymour, W. M. Kriven and R. Raj: J. Am. Ceram. Soc., **98**(2015), 1493-1497.



# 原子シミュレーションに基づく 力学特性評価と材料設計

都 留 智 仁<sup>\*,\*\*,\*\*\*</sup>

## 1. 緒 言

構造材料の強度と延性・靱性はトレードオフの関係があり、力学特性の両立は材料開発の普遍的な課題として多くの努力がなされてきた。材料の力学特性に対する機能向上は、今日まで様々な方法を用いて行われてきたが、その多くが経験的な知見に基づくものである。また、主要元素の物理的性質によってその方法は全く異なるため、包括的な方法は確立されていない。一方で、金属材料における材料強化の指針の多くは、転位運動に基づく古典的描像でよく記述される。転位運動に基づく様々な材料の機能向上に関するアプローチを大きくまとめると、組織制御と合金設計に分けることができ、実用の構造材料では、通常これらの組み合わせることで機能の向上が図られる。最新の加工技術や添加元素の制御によって強度と延性を兼ね備えた材料の開発が行われているが、やはりその多くは経験的な知見に基づいて行われており、新たな機能を持つ材料を戦略的かつ効率的に創成するために、欠陥組織や合金化の影響を非経験的に評価・予測する方法の開発が期待されている。

近年、組織制御による超微細粒金属やナノツイン、合金設計によるゴムメタルやハイエントロピー合金などが開発され、優れた機能が確認されている。これらの材料でも、転位運動に基づく指針が用いられるが、転位を介した特異なナノスケールの機構が積極的に導入されている。例えば、超微細粒金属では、粒内の転位源の代表寸法、および粒界を介した転位生成の活性化などの転位挙動が大きく変化するため<sup>(1)</sup>、

同じ組成の材料でも粗大粒金属と全く異なる変形特性を示す。また、合金化の例として、ゴムメタルやハイエントロピー合金などの高濃度合金において、転位芯領域が大きく拡張したような特異な局所構造を有することが指摘されている。これらの材料では、個々の欠陥の動的挙動が材料のマクロな特性を決定する支配的な因子となるが、構造材料の欠陥挙動に限らず、高度に制御された材料ではナノスケール動的挙動が強度・破壊・摩耗などの力学機能を決定する上で重要な役割を果たす。したがって、特異な材料特性を発現する機構や新たな力学機能の創出する上で、ナノスケールの力学問題を理解することがますます重要になる。原子シミュレーションは、このようなナノスケールの欠陥の基礎的挙動を理解する上で有力なツールであり、大規模分子動力学計算を用いた複数の欠陥構造を有する材料の変形解析や、第一原理計算の枠組みで転位構造を直接解析することが可能になっている。

金属材料の力学問題を対象とした材料内部の欠陥挙動とマクロな力学特性を評価する枠組み、およびその方法の応用例として、前報では第一原理計算に基づく六方最密格子(HCP)を有する合金の変形の特異性について議論した<sup>(2)</sup>。本稿では、面心立方格子(FCC)を持つ超微細粒金属の変形機構と、体心立方構造(BCC)を持つ金属の転位運動に関して、大規模原子シミュレーションや第一原理計算によって得られたこれまでの結果の一部を例にあげ、ナノスケールの転位挙動がマクロな力学特性にもたらす影響やその重要性について紹介する。

\* (国)日本原子力研究開発機構；研究主幹(〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方2-4)

\*\* 京都大学 構造材料元素戦略研究拠点；拠点准教授

\*\*\* (国)科学技術振興機構；さきがけ研究者

Evaluation of Mechanical Properties and Materials Design Based on Atomistic Simulations; Tomohito Tsuru<sup>\*,\*\*,\*</sup> (\*Nuclear Science and Engineering Center, Japan Atomic Energy Agency, Tokai-mura, Ibaraki. \*\*Elements Strategy Initiative for Structural Materials (ESISM), Kyoto University, Kyoto. \*\*\*PRESTO, Japan Science and Technology Agency, Kawaguchi)

Keywords: *materials design, mechanics of materials, dislocation core, atomistic simulations, first-principles*

2020年8月24日受理[doi:10.2320/materia.60.25]

## 2. 大規模原子シミュレーションを用いた超微細粒 FCC 金属の変形挙動

超微細粒金属は、一般に巨大ひずみ加工を用いて形成される結晶粒系が  $1\ \mu\text{m}$  以下の金属材料として定義される。材料中の粒界の体積率は、粒径が数  $\mu\text{m}$  の通常の粗大粒金属では非常に小さいが、超微細粒金属のような粒径が  $1\ \mu\text{m}$  以下になると急激に増加し、その影響が無視できなくなる。例えば、同じ組成でもこのような内部構造の変化によって、従来の Hall-Petch 関係を越えた強度の向上<sup>(2)</sup>や Bauschinger 効果<sup>(3)</sup>、一部の材料では引張/圧縮異方性<sup>(4)</sup>が生じることが知られている。通常の粗大粒材料の変形を原子モデルによる計算で再現することは困難であるが、超微細粒金属のように粒径がサブミクロンになると原子シミュレーションで直接解析が可能になり、計算の観点からは好都合である。ここで問題となるのが、実際の材料の特徴を捉えるように原子モデルを構築することである。多結晶の原子モデルは、一般に Voronoi 多面体を用いて再現され、空間上にランダムに配置した点から Voronoi 多面体を構成し、それぞれの多面体にさらにランダムなオイラー角を与えて結晶方位の異なる粒を持つモデルが作成される。通常の変形加工によって得られた材料は、粒の形状や方位に偏りがあるがモデル材料としてはランダムに与えたもので本質を捉えることができる。しかし、このようにして得られたモデルの変形から得られた臨界応力は、粒界すべりが生じないような結晶粒サイズになると、実験結果と異なり結晶粒サイズにあまり依存せずに非常に高い応力を示す。これは、実際の材料に存在している結晶粒内の転位源が存在しないため、転位運動などの降伏に関する現象が粒界からしか生じないためである。そこで、粒径より小さな長さの転位双極子を粒の内部に与えたモデル金属を考えることで、実際の材料の内部構造を模擬するとともに転位密度の影響を評価することが可能となる。結晶粒サイズを  $140 a_0$  として 15 個の結晶粒をもつような場合を考えると、約 2 億原子のモデルとなる。このような大きなモデルの解析には並列解析が必要であり、最近では並列計算が可能な優れた汎用コードが使用可能になっているが、本研究では入出力と解析を並列化した独自のハイブリッドコードを用いて解析を行った。ここでは、超微細粒材料の引張/圧縮異方性について行った結果を示す。

実験では引張/圧縮で異方性を示さない Cu と明確な異方性を示す Al を対象とし、温度  $0\ \text{K}$  において、粒の内部に転位源を含む粒径が  $100 a_0$  の多結晶モデルに対して引張と圧縮を与えた際の応力-ひずみ関係を図 1 に示す。ここで、 $\rho$  は転位密度を表し、無欠陥から高転位密度の場合までを示している。以降の議論を簡単にするため、最大応力を降伏応力と定義すると、全ての場合で、転位密度が高い場合に降伏応力が小さく、転位密度が低くなるにつれて大きくなる。これは、前述したように粒内の転位源が粒界からの塑性変形よりも優先して活動するためである。引張と圧縮の際の降伏応力

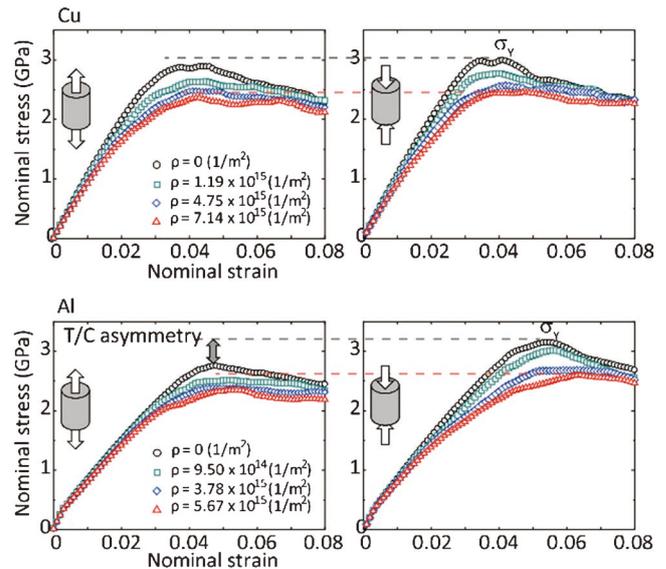


図 1 超微細粒 Cu と Al の引張と圧縮変形時の応力-ひずみ関係。(オンラインカラー)

を比較すると、引張の降伏応力が圧縮のものより小さくなる引張/圧縮異方性が確認されるが、その度合いは転位密度が小さいものほど大きくなる。さらに、Cu よりも Al が顕著に見られることがわかり、実験と同様の傾向を示すことが確認される。この違いがどこから生じるのかを考えると、まず Cu と Al の積層欠陥(SF)エネルギーの大きさの違いが想起されるが、SF エネルギーの違いがなぜ引張/圧縮異方性の相違を生むのかを直接説明するのは困難である。そこで、SF エネルギーによって決定される転位構造に着目する。SF エネルギーは外部負荷に依存して変化することがわかっており<sup>(5)</sup>、超微細粒金属のように降伏応力が大きい場合には、その影響が顕著に表れるようになると思われる。

そこで、Cu と Al に対して、埋め込み原子法によるポテンシャルを用いて、例としてすべり面に垂直な方向の応力を  $-3\ \text{GPa}$  (圧縮)  $\sim$   $+3\ \text{GPa}$  (引張) まで変化させた際の一般化 SF エネルギーを図 2 に示している。図から、Cu では SF エネルギーの応力依存性が小さい一方、Al では大きく変化することがわかる。このような SF エネルギーの違いが転位構造やマクロな力学特性に与える影響を検討するため、準離散変分 Peierls-Nabarro モデル<sup>(6)</sup>を応用して、このような外部負荷が与えられた際の転位芯の状態を評価した。PN モデルの枠組みでは、転位のエネルギーは微小な転位セグメント群の変位の汎関数で記述され、外部負荷の仕事がない場合に対して以下のように表される。

$$U_{\text{tot}}[\rho(x)] = U_{\text{elastic}} + U_{\text{misfit}} \quad (1)$$

$$U_{\text{misfit}} = \sum_i \Delta xy_{3d}(\delta_i) \quad (2)$$

ここで、 $U_{\text{elastic}}$  は弾性エネルギーの寄与を表し、エネルギー係数と呼ばれる弾性特性で記述される。 $U_{\text{misfit}}$  はすべり面間の変位によって生じるミスフィットエネルギーを表し、任意の変位状態における SF エネルギーで記述される。ここで、

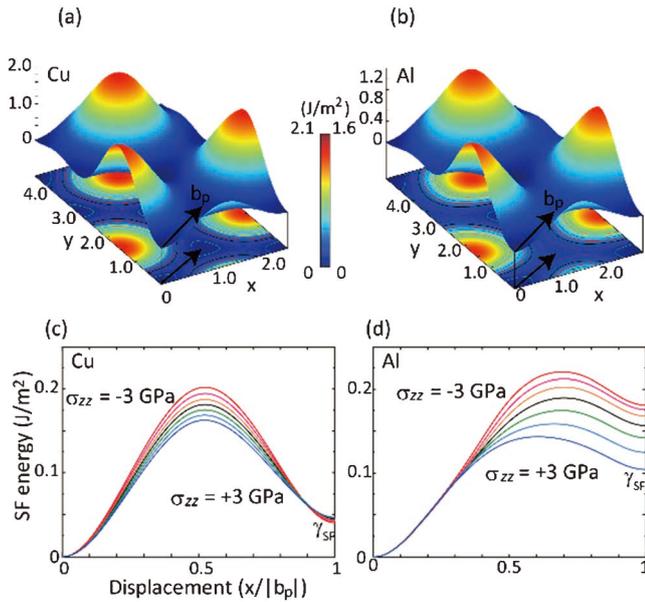


図2 CuとAlの積層欠陥エネルギー。(a)  $\gamma$ 表面と(b)外部応力に依存した積層欠陥エネルギー。(オンラインカラー)

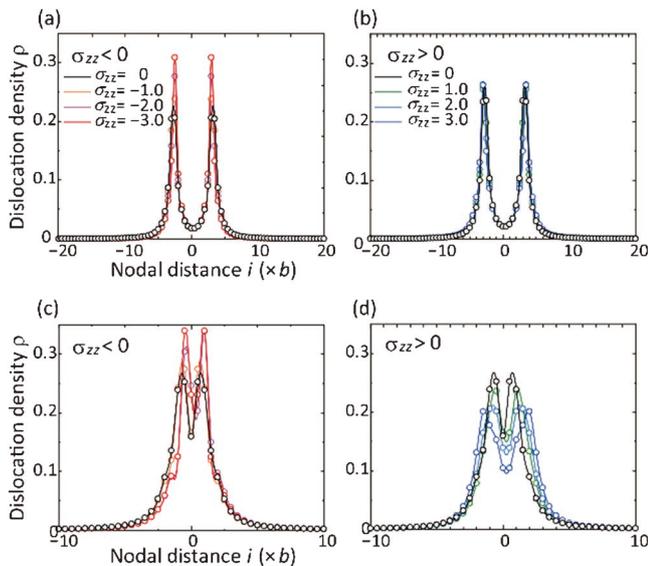


図3 分散変分PNモデルによるCuとAlの転位芯構造。(オンラインカラー)

外部負荷として、すべり面に垂直な方向の応力が与えられた際の図2(a)のようなエネルギー表面を与えることによって、転位セグメントがすべり面に平行な方向の任意の位置に存在する場合のエネルギーを記述する。このエネルギー汎関数を数値的に変分することによって、安定な転位芯構造を予測することができ、応力が負荷された状態の解析結果を図3に示す。Cuでは、よく知られているように転位は大きく拡張することが確認され、拡張の程度は負荷応力に依存しないことがわかる。Alでは、無負荷状態と圧縮下では転位がほとんど拡張しない完全転位に近い形で存在している一方、引張応力が大きくなるにつれてSFエネルギーの低下によって

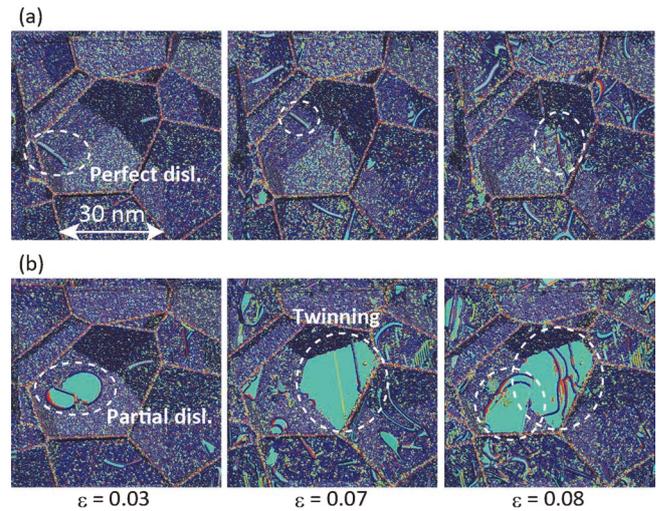


図4 超微細粒Alの圧縮と引張変形時の転位生成。(オンラインカラー)

Alでも拡張した転位構造をとるようになることがわかった。最後に、前述の大規模原子シミュレーションによって得られたAlの場合の引張と圧縮の際の内部の欠陥構造を図4示す。図4(a)の圧縮では完全転位に近い形で粒界から転位の生成が見られる一方、図4(b)の引張では通常の粗大粒と異なり、大きく拡張した転位が生成されることが確認される。これは、転位の拡張が容易になることによって、粒界から部分転位が先行して生じるようになるためであり、その際の臨界応力は完全転位の場合より小さくなる。以上のことから、超微細粒金属のように応力レベルが大きくなると、負荷応力の影響でSFエネルギーが変化し、その結果、転位の安定構造が変化し、その影響が顕著なAlにおいて引張/圧縮異性を生じる要因となることが明らかになった<sup>(7)</sup>。このように、FCC金属では、SFエネルギーが双晶形成や転位挙動に重要な役割を果たし、マクロな力学特性に大きな影響を及ぼす。そのため、微細粒化や合金設計において、SFエネルギーを変化させるような自由度を制御して材料を設計することが、マクロな力学特性を積極的に変化させる上で重要になると考えられる。

### 3. BCC合金の転位構造と運動

BCC金属では、一般にらせん転位のPeierls応力が刃状転位のものと比べて数桁も大きくなるため、マクロな力学特性は一般にらせん転位の運動によって決定される。また、BCC合金の降伏応力は、温度やひずみ速度に依存した挙動を示す熱活性化過程によって記述されることがわかっている。しかし、合金元素を加えた際の影響は、複雑な温度依存性を示すことに加えて、マトリクス元素と添加される元素によって全く異なるため、十分な理解はなされていない。ここでは、合金元素の役割を理解するために、タングステン(W)の転位芯構造に対する第一原理計算を応用した例を紹介する。第一原理計算の枠組みで転位の計算を行うために、

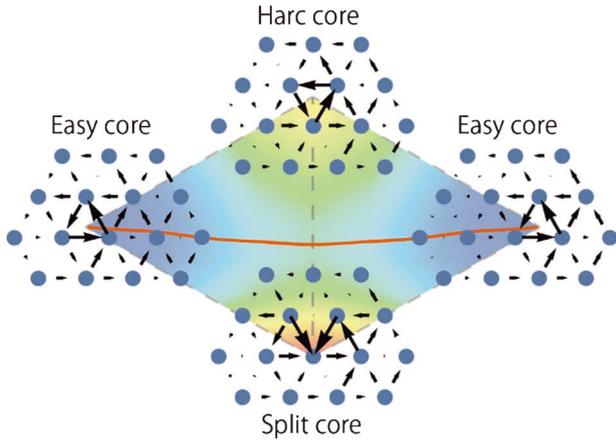


図5 らせん転位の2次元運動のエネルギープロファイルと特徴的な転位芯構造。(オンラインカラー)

転位構造のモデルは、前報<sup>(1)</sup>で示したような線形弾性論を用いた変位場を与えた周期境界中の四重極子配置を考え、 $b = a_0/2\langle 111 \rangle$ のBurgersベクトルをもつらせん転位を導入する。第一原理計算を用いて任意の位置のエネルギーを計算した結果を図5に示す。ここで、Differential displacement (DD)ベクトルを用いたらせん転位の局所的な変位から転位芯構造を可視化している。BCCにおけるらせん転位の最安定の転位芯はEasy coreと呼ばれる状態であり、Split coreとHard coreでそれぞれ極大点をとり、Split coreで最大となる。二つのEasy coreを結ぶ最小エネルギー経路を朱色の線で示しており、Split coreとHard coreの間の鞍点がPeierlsポテンシャルに相当する。このPeierlsポテンシャルは理想的に直線の転位が運動する際のエネルギーであるが、実際のBCC金属の転位は示すキンク機構によって運動する。キンク機構を直接第一原理計算から解析することは困難であるため、次式の線張力モデルを用いて転位運動を記述する。

$$W_{LT}(\mathbf{X}_i, \sigma_{yz}) = b \sum_i \left[ V_P(\mathbf{X}_i) - \sigma_{yz} b \mathbf{X}_i + \frac{\Gamma^i}{2b^2} (\mathbf{X}_{i+1} - \mathbf{X}_i)^2 \right] \quad (3)$$

ここで、らせん転位の全エネルギーは、任意の位置 $\mathbf{X}_i$ にある転位セグメントに対するエネルギーとして与えられ、Peierlsポテンシャル、負荷応力、線張力によって表される。第一原理計算から得られたPeierlsポテンシャルと線張力の係数を用いて、キンク機構による転位運動を再現した。解析の詳細は省略するが、Nudged elastic band (NEB)法<sup>(8)</sup>を線張力モデルの自由度に対応させた最適化手法を用いて、直線転位が一周分移動する間の最小エネルギー経路を式(3)の転位のエネルギー汎関数を用いて最適化したものを図6に示す。このような方法で、転位配置に従ってエネルギーを記述することで、キンク機構における活性化エネルギーを評価することができる。なお、式(3)右辺の第1項と第2項からキンク形成に必要なエネルギーは負荷応力に依存して線形的に変化することを示しており、応力の依存性を表現できる。また、このようなキンク機構は温度に依存した熱活性

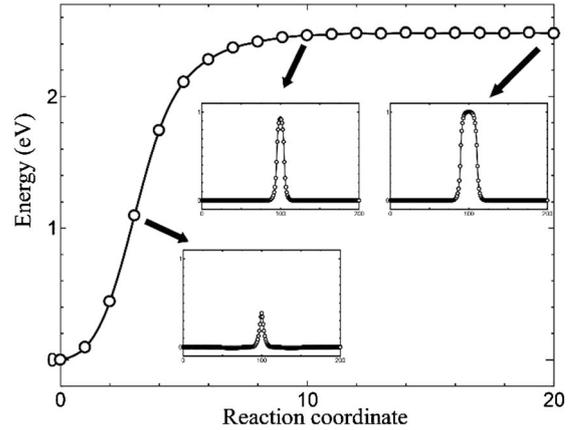


図6 第一原理計算と線張力モデルによるキンク形成過程。

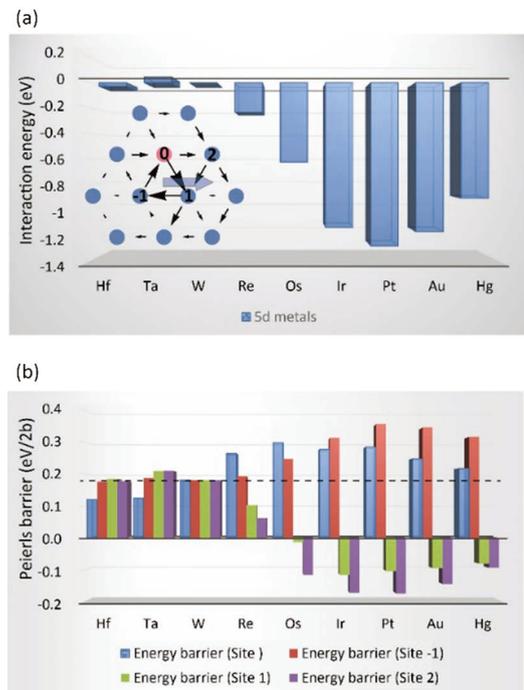


図7 第一原理計算による転位と合金元素の関係。(a) 相互作用エネルギーと(b) 転位運動のエネルギー障壁。(オンラインカラー)

化過程であり、温度に依存して転位の2次元運動を許容した解析手法を検討している。

合金化によるマクロな力学特性は、合金元素が転位芯構造や運動にどのように影響するのかを評価することによって理解することができる。ここでは、最も基礎的な特性として、合金元素が存在する際の転位芯との相互作用と前述の鞍点のエネルギーがどのように変化するかを検討する。図7にWのらせん転位近傍に第6周期の遷移金属が存在する際の、転位と合金元素の相互作用エネルギーと鞍点のエネルギー変化を示す。図7(a)から、相互作用エネルギーは、5d電子の状態の変化によって大きく、かつ系統的に変化することがわかる。具体的に、d電子の少ないHf, Taは相互作用が非常



# 無機半導体材料の力学特性に及ぼす 光環境効果のマルチスケール計測

中村 篤智<sup>1)</sup> 大島 優<sup>2)</sup> 松永 克志<sup>3)</sup>

## 1. はじめに

光環境が半導体材料の電気的性質に影響することは広く知られている。これは内部光電効果によるもので、太陽電池や光センサーに利用されている基礎的物理現象である。一方で、光環境が材料の力学的性質に及ぼす影響についてあまり理解されていない。かつて、1960年代から70年代にわたって、半導体系材料において光が変形応力に作用することが報告され(Photoplastic effect), 研究が進められた<sup>(1)-(4)</sup>。その当時の技術水準で適用可能な実験がなされ、光が転位の挙動に及ぼす影響が調査されたが、当時の入手可能な材料の限界ならびに評価技術の限界のため、大きな広がりにならず、一旦そうした研究はほぼ忘れられてしまっていた。

これに対して、最近著者らは、図1に示すように、無機半導体材料の1つ硫化亜鉛結晶(ZnS)が暗闇の中において異常に大きな室温可塑性を発現することを見出した<sup>(5)</sup>。可塑性は

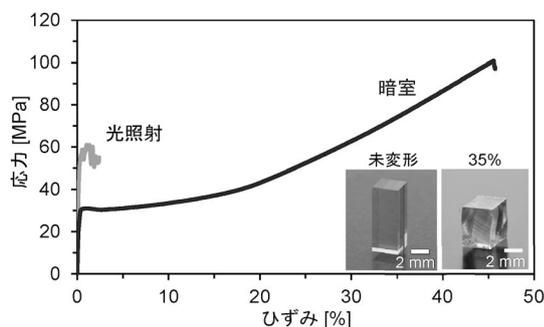


図1 光照射下と暗室下における ZnS 結晶の応力-ひずみ曲線。

材料の加工性に直結する特性であり、従来脆いと思われていた半導体材料が実は室温で金属並みの変形が可能であるという点で大きな注目を集めている。ZnSの興味深い点は、光照射下では「双晶変形」を生じ、従来知られているような、脆性的な性質を示すことが確認された一方で、暗闇の中では「すべり変形」を伴う延性的で壊れにくい性質を示すことである。この特徴に関連して、光環境制御による様々な無機化合物材料の可塑性の向上の可能性が期待されるとともに、無機半導体材料の転位挙動に及ぼす光環境効果について今一度再検討することが求められている。

光環境が可塑性に及ぼす影響の程度やそのメカニズムを理解していくにあたって、現状では大きな課題が2点残されている。1点目は、そもそも光が転位の挙動にどのようにして影響を与えているのか、その電子・原子スケールからのメカニズム解明が不十分であることである。光のフォトンエネルギーが転位に影響を及ぼす可能性があるとともに、光励起で生じた電子やホールが転位と相互作用していると考えられるが、その詳細なメカニズムは不明なままである。その1つとして、我々は電子やホールが転位コア構造を変化させ、その結果として転位の運動性が変化しうることに着目している<sup>(6)</sup>。もう1点目は、先進無機半導体材料の多くにおいて、従来型の力学試験を適用可能なミリメートルサイズの大型結晶を得られないことである。つまり、図1に示したような、ミリメートルサイズの大型結晶(3×3×7.5 mm<sup>3</sup>)で実験を行うこと自体が困難な材料が少なくない。そのため、多くの材料において大型結晶を用いたバルク変形試験を適用できないことがもう1つの課題である。

そこで、2019年10月開始のさきがけ「ナノ力学」領域研究(代表：中村分)において、光環境制御下において薄基板や

\* 名古屋大学大学院工学研究科；1)准教授，科学技術振興機構；さきがけ「ナノ力学」研究者 2)大学院生，日本学術振興会特別研究員 3)教授，ファインセラミックスセンター；客員研究員(〒464-8603 名古屋市千種区不老町)  
Multiscale Analysis for Understanding the Effect of Light Environment on Mechanical Properties of Inorganic Semiconductors; Atsutomo Nakamura\*, Yu Oshima\* and Katsuyuki Matsunaga\* (\*Department of Materials Physics, Nagoya University, Nagoya)  
Keywords: *plasticity, dislocations, inorganic semiconductors, nanoindentation, photoplastic effect*  
2020年9月28日受理[doi:10.2320/materia.60.30]

薄膜等に対応可能なナノスケールの力学試験システムを新たに構築し、マクロスケールのバルク変形試験と実験結果を比較検討することを1つの目標としている。これにより、それぞれの手法のメリット・デメリットを理解すると同時に、光が無機半導体材料中の転位挙動に及ぼす影響を効率的に解明していく。力学特性のマルチスケール計測手法を確立することができれば、マクロな計測が困難な先進材料においても、ナノスケールの力学試験により転位挙動に及ぼす光環境効果を抽出することが可能となる。つまり、本研究の目的は、対象材料のサイズに関わらず、その力学特性を理解する手法を確立することにある。なお、本研究に先だって発見された暗室下の異常な可塑性や現状理解できていないメカニズム等については別途解説記事が「応用物理」に近く掲載予定である<sup>(7)</sup>。

## 2. 実験方法

### (1) マクロスケールのバルク変形試験

ミリメートルサイズのブロック状の単結晶を光環境制御下にて一軸圧縮変形させる。図2に試験機の設置状況を示す。変形試験法として、ひずみ速度一定の応力-ひずみ曲線を取得する手法と荷重一定のクリープ曲線を取得する手法を併用している。現状、マクロスケール変形試験は室温でのみ行っている。これは光環境制御と温度制御の組み合わせが容易でないためである。

光環境制御のため、圧縮試験機そのものを暗幕で覆い、暗室化している。その上で、外部に設置したキセノン光源から光ファイバーを經由して試料に光を照射する。光照射の際に



図2 暗幕に囲われた圧縮試験機。

は最適なバンドパスフィルター(特定波長のみ透過するフィルター)およびNDフィルター(光の強度と調整するフィルター)を用いて、照射光の強さと波長を制御している。なお、光源の強度は時間経過により低下していくため、試験毎に実際に試料に照射されている光の強度測定が不可欠である。そこで、試料が配置される箇所に直接光評価装置をセットして、精緻に光環境の制御を行っている。

変形試験終了後には、すべり線等の表面観察を丁寧に行い、活動したすべり系を確認している。また、半導体結晶を変形させると、変形により発色が変わることがある。そこで、しばしば、変形試験後には、分光光度計や蛍光光度計等を用いて吸収特性や発光特性の評価を行う。このような表面観察および光物性評価の後に、透過型電子顕微鏡法により内部転位組織の解析を行う。なお、電子顕微鏡用試料作製に当たっては、精密切断機、精密研磨機、イオンミリング装置等を利用している。

### (2) ナノインデンテーション試験

先進材料では、材料合成難度の高さから大型結晶を得られないことが多く、小さな結晶の力学特性を評価する手法を確立する必要がある。そうした手法として代表的なものには、基板状の平面試料に対してシャープな圧子を打ち込むインデンテーション試験とピラー状に加工した試料を圧縮するピラー圧縮試験がある。それぞれ一長一短であるが、現在、著者らは光環境制御に当たってナノインデンテーション試験(図3)を利用している。ピラー試験の場合に試料作製の際に形成される表面加工層が光遮蔽や転位生成の抑制をもたらす可能性があることと、ナノインデンテーション試験の実験効率および解析効率がコンピューター制御の進歩で急激に改良されたことが理由である。

なお、光環境制御下の試験を行うに当たっては、電子顕微鏡内のその場試験が必ずしも適切とならない。電子線そのものが材料の力学特性に大きく影響することが知られており<sup>(8)(9)</sup>、光照射と電子線照射のどちらの効果が転位の挙動に影響しているか分からなくなるためである。

転位挙動評価のためのナノインデンテーション試験におい



図3 暗幕に覆われたナノインデンテーション試験機。

て重要となるのは、転位の発生に対応した pop-in 現象を捉えた荷重-変位曲線を確実に検出し、それらを統計処理により比較検討することである。pop-in 荷重は試験毎のバラツキが大きいため、少数の荷重-変位曲線を比較対象としても正しい検討とはならない。また、負荷荷重が大きすぎると、相変態やき裂が発生し、それらを転位の生成と誤認する恐れがある。著者らは、光環境制御下のナノインデンテーション試験において、従来報告よりはるかに小さい  $\mu\text{N}$  オーダーで転位が発生することを見出している。

### 3. 現状の結果と考察

#### (1) 室温クリープ試験<sup>(10)</sup>

ひずみ速度一定の一軸圧縮試験では、変形量に対する応力の変化が出力データとして得られる。一方、クリープ試験では、一定荷重負荷下のひずみの変化を得ることができる。転位運動の数式として有名なオロワンの式<sup>(11)</sup>で示されるように、ひずみ速度は可動転位の密度と速度の積を含む関係式で表すことができる。つまり、クリープ曲線の方が簡単に転位の運動と関連付けることができる。そこで、最近、我々は転位の運動の理解にクリープ試験を利用して研究を行った。なお、過去に無機半導体結晶の室温クリープ試験の結果は見当たらない。そもそも室温で塑性変形すると思われていなかったためである。暗室下において室温でも大きな可塑性を示すことを見出した結果として、室温クリープ試験を実現可能となった。

図4(a)と(b)に、ZnS結晶における、暗室下のクリープ曲線と、光照射下で荷重負荷を開始し、その後光照射を中止した場合に得られたクリープ曲線を示す。暗室下(a)において

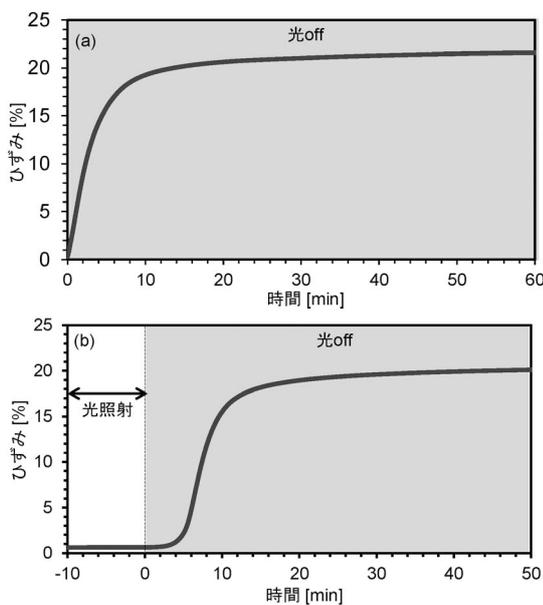


図4 初期荷重60 MPaを荷重された場合の室温クリープ曲線。(a)暗室下、(b)光照射(365 nm,  $400 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ )下で荷重負荷、途中から光照射停止。

は、すみやかに変形が進行し、変形量約20%で変形が飽和していくことが認められる。これは、荷重一定の圧縮クリープであるため、試料形状の変化に伴い真応力が低下するからである。一方、(b)の結果から分かるように、光照射環境においては、塑性変形がほとんど進行しない。光照射を停止し、暗闇におくと、数分の滞留時間の後に、変形が開始される。変形開始後は徐々に、暗室下の変形(a)の曲線に近づき、最終的には変形量約20%で変形量は飽和する。

これらのクリープ曲線から分かるように、室温であってもZnSのクリープ試験を行い、その変形挙動を解析することは十分可能であることが明らかとなっている。興味深いのは、光照射環境で荷重負荷を開始した場合、光照射停止後もすぐに変形が開始するのではなく、数分程度の滞留時間が存在することである。ZnSは蓄光特性を有していることで知られ、光照射による内部光電効果で発生した電子やホールがすぐには消失しないという特徴がある。光照射停止により速やかに変形が開始しないのは、光そのものではなく光照射により発生した電子やホールが塑性変形に影響していることを示唆している。なお、室温クリープ変形によって試料表面にはすべり線が形成されるとともに、内部組織の透過型電子顕微鏡観察によって転位が多数導入されていることが確認されている<sup>(10)</sup>。つまり、室温クリープ試験でも、塑性変形は転位のすべり運動により生じている。したがって、光照射時の変形が進行しないのは、電子やホールが転位の運動を妨げていたと言える。

そこで、どのような波長もしくは強さの光が転位の運動に影響しているのかという点についてクリープ試験を用いて調査することにした。図5に、暗室下で荷重負荷開始後、波長を短い光から順番に照射した場合のクリープ曲線を示す。図から分かるように、波長365 nm および436 nm の光照射の場合、クリープ変形が停止する。一方、490 nm の光を照射した場合は、一定の滞留時間の後、クリープ試験が再開することが確認できた。この結果から、短い波長では転位の運動が抑制され、一方で長い波長では転位の運動が可能であることが分かった。これは波長の短い光ほど高いエネルギーを持ち、光励起により発生する電子やホールの数が増えることと対応している。これについては、光照射下の電気伝導測定に

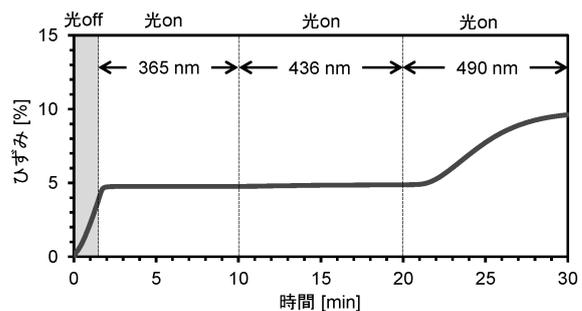


図5 暗室下で荷重負荷開始し、試験途中で異なる波長の光を照射した場合に得られたクリープ曲線。照射光の強度はいずれも $400 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ 。

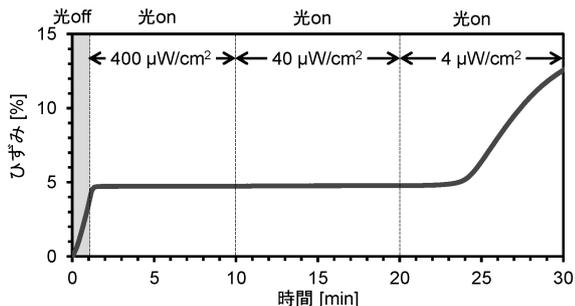


図6 暗室下で荷重負荷開始し、試験途中で異なる強度の光を照射した場合に得られたクリープ曲線。照射光の波長はいずれも365 nm。

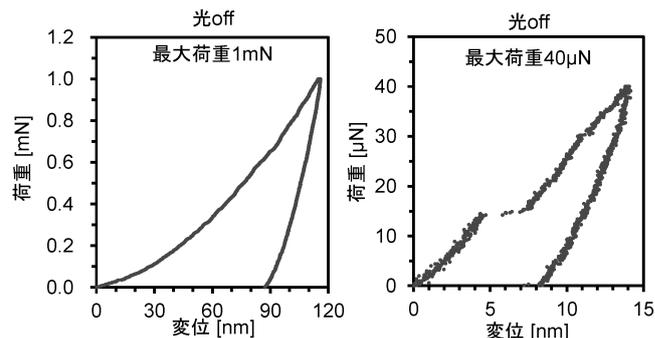


図7 ナノインデンテーション試験機を用いて、ZnSの(001)面で得られた荷重-変位曲線。(a)大きめの最大荷重の一例、(b)小さめの最大荷重の一例。いずれも、室温かつ暗室下で取得された。

より、490 nm の光では ZnS にはほとんど電子やホール等のキャリアが発生しないことが明らかとなっている。つまり、低エネルギーの光照射の場合、キャリアが十分発生しないためクリープ変形が開始されると理解できる。

次に、図6に、暗室下で荷重負荷開始後、波長を365 nmのまま照射光強度を下げていく実験を行った。図から分かるように、照射光強度が $400 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ および $40 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ の場合、クリープ変形が停止する。その一方で、 $4 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ の光の場合は、クリープ変形が開始する。これについても、光照射強度を変えつつ電気伝導特性評価を行った結果から、光照射強度に依存して、発生するキャリアの量が減少していくことが、転位運動が可能になった理由と考えられる。

このように、クリープ試験を利用することで、光が転位の運動に及ぼす影響を評価できることが分かった。クリープ曲線ではひずみ速度を導出することができ、そこから転位の運動速度に及ぼす光の効果を見出すことができる。そうした解析から、暗室下でのすべり変形中に光を照射すると、速やかに転位の平均運動速度が1000分の1以下まで低下することが明らかとなっている<sup>(10)</sup>。つまり、転位の運動に光は我々が想像する以上に影響しており、様々な材料において光の影響を再検討していくことが不可欠である。従来の Photoplastic effect 研究では、結晶性や材料純度の限界のため、多くの内容が不明のまま残されていた。本研究で分かるように、ZnS ですら、未だ光照射効果は未だ十分評価できていない。世の中には多種多様な材料が存在するため、今後さらに光環境の影響の調査を行っていく必要がある。

## (2) ナノインデンテーション試験<sup>(12)-(16)</sup>

圧子打ち込み試験としてビッカース硬さ試験が有名であるが、これに対してナノインデンテーション試験はナノスケールの圧子を打ち込み、負荷荷重制御下での変位をリアルタイムに検出する手法である。得られた荷重-変位曲線は、一見、応力-ひずみ曲線と似ている。転位の解析に利用する場合は、変位バースト、いわゆる pop-in 現象を精緻に検出することが不可欠となる。pop-in 現象は表面近傍からの転位の生成だけでなく、相変態やき裂発生の場合も生じる。したがって、最近では、転位の発生に対応していることを最先端

の透過型電子顕微鏡法により確認することも重要となっている。

ナノインデンテーション試験では、負荷荷重が大きいほどひずみ速度が速くなるという実験原理上の特徴がある。同時に、時間当たり取得できるデータには限界がある。したがって、荷重が大きすぎる場合、低荷重で生じる pop-in 現象を捉えることができなくなる。図7に ZnS 結晶で得られた荷重-変位曲線の一例を示す。荷重が大きい場合は pop-in 現象が認められないが、荷重が小さい場合は pop-in 現象が生じていることが確認できる。この実験で用いた圧子の先端半径は80-100 nm 程度であり、転位発生に対応する pop-in 現象が、数  $\mu\text{N}$  程度から生じることが明らかとなった。同時に、断面 TEM 観察により、表面極近傍での転位発生も確認している。

ナノインデンテーションによる pop-in 現象に関する光照射の効果については現在論文投稿中のため詳細を記述できない。簡単にご紹介すると、ZnS 結晶の場合、転位の発生には光の効果小さく、転位の運動には劇的な効果があることが実験データとして得られている。なお、pop-in 荷重の評価には各条件で100回以上の有効データを取得し、それらを統計処理することにより行っている。また、転位の運動評価には、インデンテーションクリープの手法<sup>(12)(14)-(16)</sup>を利用している。この方法では、pop-in 荷重より少し大きな荷重を一定時間負荷し、その間の変位の変化を取得する。この場合、10回以上の有効データを取得し、その平均の比較検討を行うことが必要となる。

過去に報告されている無機半導体材料の pop-in 報告には、しばしば mN レベルのものが含まれる。それらについて、転位の発生荷重として大きすぎる可能性がある。今後、様々な半導体について、pop-in 現象が転位の発生に対応しているか否かを含めて再検討していく必要があると考えている。なお、無機半導体材料では、研磨技術が非常に進歩しており、ナノメートルスケールでフラットな表面を実現できるため、高精度に圧子押し込みを行うことができる。



# その場ならびに原子分解能透過型 電子顕微鏡法による変形・破壊現象の解析

栃木 栄太<sup>1)</sup>,\*\* 苗 斌<sup>2)</sup> 近藤 隼\*\*\*  
 佐藤 隆明\*\*\*\* 柴田 直哉<sup>3)</sup>,\*\*\*\*\*<sup>1)</sup> 藤田 博之\*\*\*\*\*  
 幾原 雄一<sup>3)</sup>,\*\*\*\*\*<sup>2)</sup>,\*\*\*\*\*

## 1. はじめに

結晶性材料の塑性変形や破壊現象を理解するためには、転位や双晶、亀裂といった格子欠陥の力学的応答を解析することが必須である。透過型電子顕微鏡(TEM)は材料微細組織の観察に極めて有効なツールであり、長年に渡って格子欠陥の解析研究に活用されている。本装置は一般的に静的な構造観察に用いられるが、荷重負荷機構を組込んだ試料ホルダーを使用することにより、格子欠陥の力学的応答をその場観察することも可能である。本稿では、筆者らの研究グループにて近年遂行したその場 TEM 荷重負荷試験に関連した研究を紹介する。

## 2. アルミナにおける60° basal 転位のコア構造の解析

アルミナ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)は高温構造用セラミックスとして広く実用に供されている。およそ1000 K以上の高温域においては{0001}1/3<1210> basal すべりが容易すべり系となることが知られている<sup>(1)</sup>。従って、アルミナにおける高温変形は**b**=1/3<1210> basal 転位の挙動に支配されると言え、basal 転位に関する研究が古くから進められてきた。これまで

TEMによる転位組織解析により、basal 転位は次式に従って2本の部分転位へと分解することがわかっている<sup>(2)</sup>。

$$1/3\langle 1\bar{2}10 \rangle \rightarrow 1/3\langle 1\bar{1}00 \rangle + 1/3\langle 0\bar{1}10 \rangle \quad (1)$$

さらに、刃状(90°)転位<sup>(3)-(5)</sup>、30°混合転位<sup>(5)</sup>、らせん(0°)転位<sup>(6)</sup>に関して詳細なコア原子構造の解析が行われており、刃状ならびに30°混合転位は式(1)に従って分解、らせん転位は分解しておらず完全転位の形で存在していることが明らかとされた。つまり、basal 転位の分解様式はその方位関係に依存し、すべり挙動に影響を与えていると考えられる。そこで本研究では、これまで解析がなされていない60°混合転位の分解構造を明らかとすることを目的とした<sup>(7)</sup>。

転位コアの原子構造観察には直線状の転位が必要であるが、マクロに高温変形させた結晶中の転位は一般に湾曲しており、解析対象となる転位を見出すことは容易ではない。そこで、その場 TEM ナノインデンテーション法により60°混合転位を選択的に導入することを試みた。アルミナ単結晶より小片を切り出し、半月状の支持メッシュ上に固定、機械研磨ならびに Ar イオン研磨により試料端部を電子線が透過する程度まで薄膜化した。ナノインデンテーション TEM ホルダー(Nanofactory 社製)および TEM(JEM-2100HC, JEOL 社製, 200kV)を用いインデンテーション実験を行った。インデンターとしてダイヤモンド製のくさび型チップを採用し

\* 東京大学大学院工学系研究科総合研究機構; 1)助教 2)研究員 3)教授

\*\* 科学技術振興機構さきがけ; 研究員

\*\*\* チャルマース工科大学物理学専攻(瑞国); 研究員

\*\*\*\* ペンシルベニア大学機械工学・応用力学専攻(米国); 研究員

\*\*\*\*\* ファインセラミックスセンターナノ構造研究所; 1)客員研究員 2)主管研究員

\*\*\*\*\* 東京都市大学総合研究所; 教授

\*\*\*\*\* 京都大学構造材料元素戦略研究拠点; 拠点教授

Deformation and Fracture Analysis by In Situ and Atomic-resolution Transmission Electron Microscopy; Eita Tochigi\*,\*\* , Bin Miao\*, Shun Kondo\*\*\*, Takaaki Sato\*\*\*\*, Naoya Shibata\*,\*\*\*\*\*, Hiroyuki Fujita\*\*\*\*\* and Yuichi Ikuhara\*,\*\*\*\*\* ( \*Institute of Engineering Innovation, School of Engineering, The University of Tokyo, Tokyo. \*\*Precursory Research for Embryonic Science and Technology (PRESTO), Japan Science and Technology Agency, Saitama. \*\*\*Department of Physics, Chalmers University of Technology, Gothenburg, Sweden. \*\*\*\*Department of Mechanical Engineering and Applied Mechanics, University of Pennsylvania, Philadelphia, U.S.A. \*\*\*\*\*Nanostructures Research Lab, Japan Fine Ceramics Center, Nagoya. \*\*\*\*\*Advanced Research Laboratories, Tokyo City University, Tokyo. \*\*\*\*\*Elements Strategy Initiative for Structural Materials (ESISM), Kyoto University, Kyoto)

Keywords: TEM/STEM, dislocation, grain boundary, crack, indentation, MEMS

2020年10月12日受理[doi:10.2320/materia.60.35]

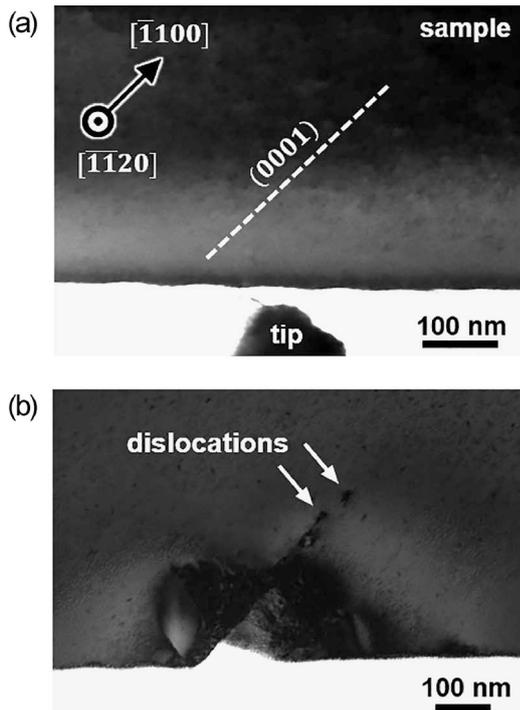


図1 アルミナ単結晶へのその場 TEM インデンテーション実験. (a) 圧子挿入前, (b) 挿入後.

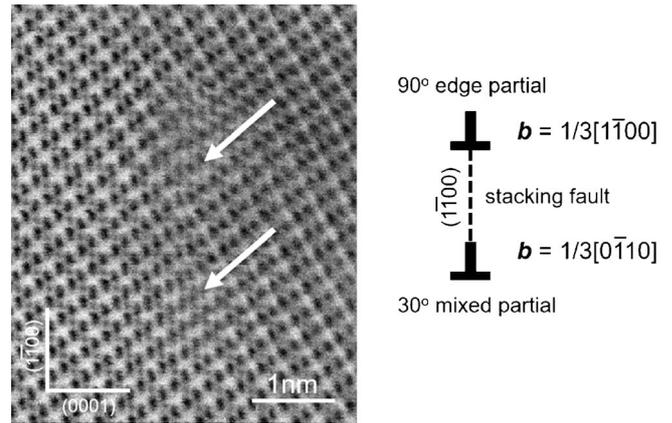


図2 60°混合転位の ABF-STEM 像とコア構造の模式図.

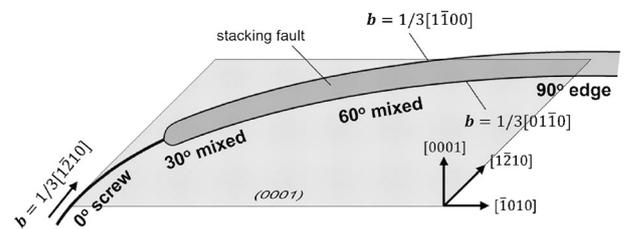


図3 basal 転位の分解構造の模式図.

た.

図1(a)にインデンテーション前の TEM 明視野像を示す. 図下部に試料端が位置しており, インデンターチップは図の下方から上方に向かって挿入される. 試料面を  $(\bar{1}\bar{1}20)$ , インデンテーション方向を  $(0001)$  面に対しておよそ  $45^\circ$  とすることで  $(0001)1/3[1\bar{2}10]$  すべりを選択的に活動させた. インデンテーション後の TEM 明視野像を図1(b)に示す.  $(0001)$  面に沿って線状のコントラストが現れており, その先端部分に2つの点状のコントラストが観察されている. これらはそれぞれが basal 転位に対応するものであると考えられる. 転位コアの原子分解能観察のため, Ar イオン研磨により本試料をさらに薄膜化し, 走査型 TEM (STEM: ARM-200F, JEOL 社製, 200kV) により解析した. 図1(b)に示した basal 転位の内, 一方のコア構造を環状明視野法 (ABF) により観察した像を図2に示す. ABF-STEM においては, 原子カラムは暗いコントラストとして結像され, 最も暗いコントラストは Al, やや弱いコントラストは O 原子カラムに対応している. バーガース回路による解析の結果, 図中矢印の位置に転位コアが存在しており, basal 転位は2本の部分転位へと分解していることが明らかとなった. バーガースベクトルはそれぞれ  $\mathbf{b} = 1/3[1\bar{1}00]$ ,  $\mathbf{b} = 1/3[0\bar{1}10]$  であり, 正味として本 basal 転位は  $\mathbf{b} = 1/3[1\bar{2}10]$  の  $60^\circ$  混合転位と同定された. 模式図に示すように, 2本の部分転位は異なる  $(0001)$  面上に垂直に位置しており, 部分転位間の  $(1\bar{1}00)$  面上に積層欠陥が形成されている. この分解形態は上昇分解と呼ばれている.

以上より,  $60^\circ$  混合転位についても式(1)に従って分解す

ることが明らかとなった. 刃状転位,  $30^\circ$  混合転位についてもその分解形態は上昇分解であることから, 湾曲した basal 転位の分解構造を模式的に示すと図3のようになる. basal 転位は基本的に帯状の欠陥構造であり, らせん部分において収縮し完全転位となっていると考えられる. 上昇分解により部分転位間に形成される積層欠陥はすべり面とは異なる面上に位置するため, 部分転位対のすべり運動の障害となると考えられる. 一方, 完全転位であるらせん部分は自由にすべり運動可能であり高い移動度を有するものと推測される.

### 3. セラミックス粒界における亀裂進展挙動の解析

構造用セラミックスは高温強度特性や化学的安定性に優れるが, 脆性を示すことが実用上の問題である. 工業用途においては, 原料粉末と種々の添加剤を焼結することにより得られる多結晶体が実用に供されている. 一般に添加元素は粒界に特徴的な偏析構造を形成し粒界強度特性の向上に寄与する<sup>(8)</sup>. 一方, 粒界はしばしば優先的な亀裂の進展経路となることも知られている. 従って, 粒界における構造と強度特性との相関を明らかとすることが重要な研究課題であるが, 未だ十分な検討が進んでいないのが現状である. そこで本研究では偏析構造を伴うモデル粒界を作製し, その破面原子構造を解析することにより, 粒界における亀裂進展挙動を原子レベルにて理解することを目的とした<sup>(9)</sup>.

本実験においては, アルミナの粒界に偏析し多結晶体の靱性を向上させる効果を持つ元素として知られる Zr を異種元素として選択した<sup>(10)</sup>. バイクリスタル法により Zr を添加し

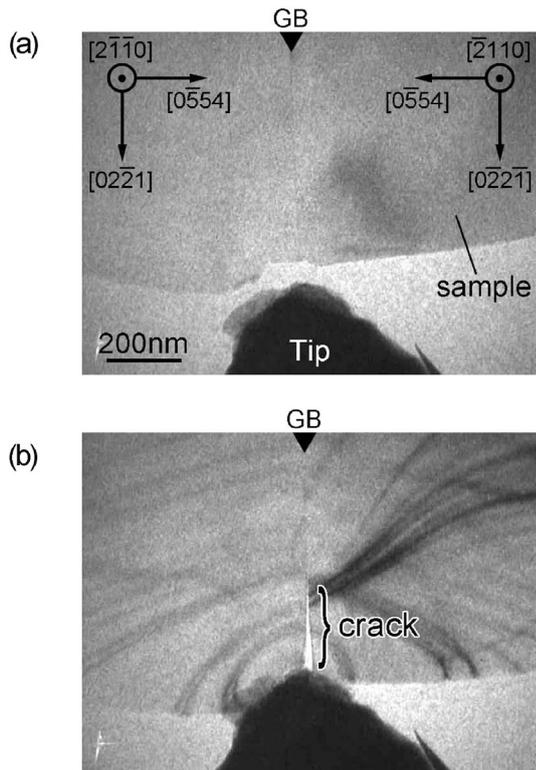


図4 その場 TEM インデンテーションによる粒界破壊実験.  
(a) インデンターチップ挿入前, (b) 挿入中

たアルミナ $\{01\bar{1}4\}/\langle 2\bar{1}\bar{1}0\rangle\Sigma 13$ 対称傾角粒界を作製し、その場 TEM ナノインデンテーションにより粒界に亀裂を導入することで理想的な粒界破面を生成した。実験にはナノインデンテーション TEM ホルダー (Nanofactory 社製) および TEM (JEM-2010HC, JEOL 社製, 200kV) を用いた。インデンターとしてダイヤモンド製のくさび型チップを採用した。

図4(a)はインデンターチップ挿入前に取得した TEM 像である。粒界は図中央垂直方向に位置している。図4(b)はインデンテーション実験中に取得した TEM 像である。インデンターチップは粒界平行方向に挿入しており、亀裂が試料端部から粒界に沿って進行している様子が捉えられている。

インデンテーション実験の終了後、試料を直接 STEM (ARM-200F, JEOL 社製, 200kV) 内へと搬送し、高角度環状暗視野法 (HAADF) にて $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 方向から粒界部分を観察した。図5(a)は粒界の未破壊部の HAADF-STEM 像である。HAADF-STEM は原子番号の約2乗に比例した像コントラストを呈し、図中央の強い輝点は Zr 原子カラムに対応している。すなわち、アルミナ  $\Sigma 13$  粒界においては3原子層の Zr 偏析構造が形成されていることがわかる。粒界破面部の HAADF-STEM 像を図5(b)に示す。これは左側の結晶粒を観察したものであり、図の右部は真空部分に対応している。破面部には2原子層の Zr 偏析層が残留しており、最表面層の像コントラストがやや弱くなっている。このことより、亀裂は Zr 偏析層内を進行したと考えられる。また粒界の対称性を考慮すると、3原子層の Zr 層の内、中央の層の

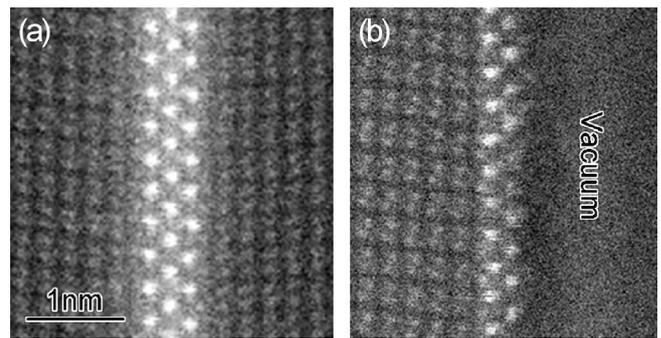


図5 Zr 添加アルミナ  $\Sigma 13$  粒界を $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 方向から観察した HAADF-STEM 像. (a) 未破壊部, (b) 粒界破面部

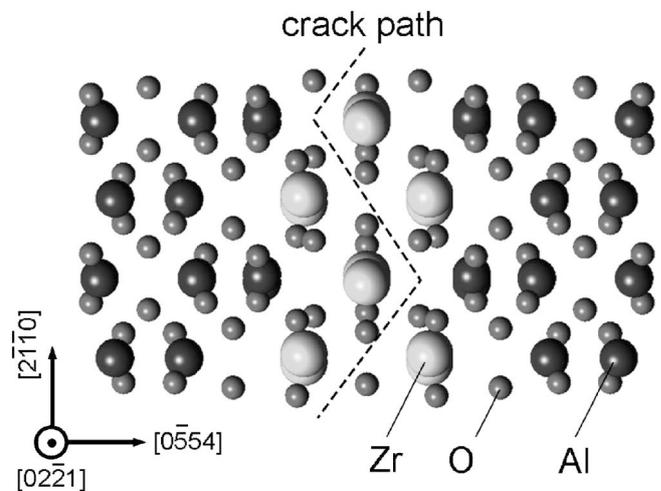


図6 粒界の原子構造モデルと想定される亀裂経路。

Zr は左右の結晶粒上に均等に分配されたものと推測される。

本結果を踏まえ亀裂経路を検討した。図6に本粒界の原子構造 (投影方向： $[02\bar{2}1]$ ) と亀裂経路のモデルを示す。このように $[02\bar{2}1]$ 方向にジグザグに亀裂が導入された場合、左右の粒の破面構造は等価、最表面層の Zr カラム密度は第2層の1/2となり、実験像の特徴と類似する。また、第一原理計算によりこの破面の緩和構造を得たところ、実験像とよく一致することが明らかとなった<sup>(9)</sup>。さらに Al-Zr 層間や Zr-Zr 層間の直線的な亀裂経路と比較検討した結果、実際の亀裂経路は Zr-O 配位環境を極力安定化するように選択されていることが示唆された<sup>(9)</sup>。

#### 4. MEMS デバイスを用いた原子分解能その場 TEM 荷重負荷システムの開発

これまで議論したように、変形や破壊に伴う格子欠陥の挙動はその原子構造と密接に関わっている。しかしながら、TEM 用荷重負荷ホルダーを用いた原子分解能観察は一般に困難であり、もっぱら除荷後の組織観察により解析が進められているのが現状である。変形・破壊現象を本質的に理解するためには、荷重負荷中での原子分解能観察技術の確立が不

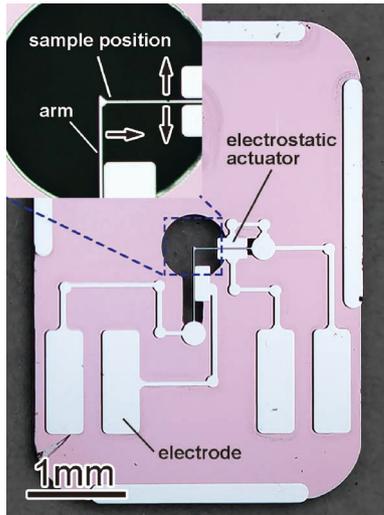


図7 その場 TEM 荷重負荷試験用 MEMS デバイス.

可欠と言える．TEM による原子分解能観察においては，試料の観察方位を精密に制御する必要があるため，二軸傾斜機構を有する試料ホルダーが使用される．しかし，市販されている TEM 用荷重負荷ホルダーは複雑な駆動機構を搭載している関係上，二軸傾斜機構を有していないものがほとんどである．従って，駆動機構を小型化し二軸傾斜機構と両立する荷重負荷ホルダーの開発が必須である．そこで我々は，微小電気機械システム(MEMS)に着目し，微小かつ精密なその場 TEM 観察用荷重負荷デバイスを開発，動作試験を実施した<sup>(11)(12)</sup>．

図7に開発した荷重負荷用 MEMS デバイスを示す．本デバイスは SOI (silicon on insulator) ウエハをエッチング加工することにより作製したものであり，絶縁性の基板上に導電回路を構成している．水平，垂直の2本のアームとそれぞれに平行な位置に形成されている固定電極が駆動機構となる．この機構は外部安定化電源を用いてアーム-固定電極間に電圧を印可することにより，静電アクチュエーターとして機能する．駆動方向は，水平のアームが上下方向，垂直のアームが右方向となっている(左上図)．本図においては2本のアームは結合されている状態であるが，いずれかの位置にて切断することにより動作可能となる．通常は左上図に示した試料位置付近を切断した上で試料片を設置し実験に供する．この加工にはナノオーダーの精度を要するため，集束イオンビーム装置(FIB)を用いる．駆動部の最大荷重荷重や変位幅といったパラメータは，アームの三次元形状に依存する剛性率(ばね定数)，固定電極の位置や大きさ等により決定され，用途に応じて異なるパラメータのデバイスを用いる．典型的には最大荷重荷重：数十  $\mu\text{N}$ ，変位幅：数  $\mu\text{m}$  程度となっている．なお，本デバイスの基板サイズおよび制御用電極(4端子)は実験に供する市販の二軸傾斜電圧印可 TEM ホルダー(Aduro 300, Protochips 製)に基づいて設計されたものであり，使用する TEM ホルダーの仕様に従って比較的容易に変更可能である．

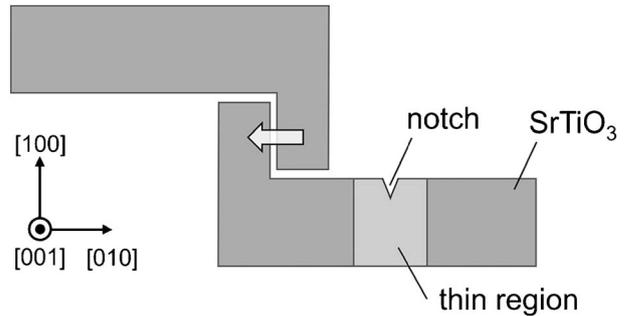


図8 試験片の模式図.

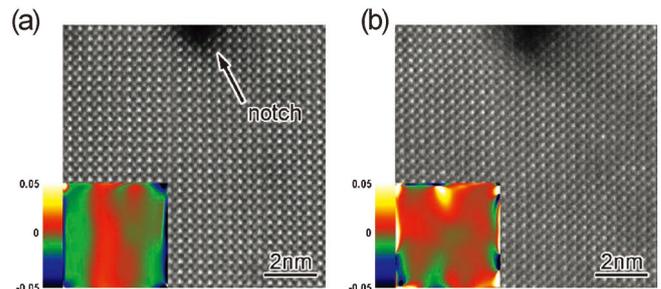


図9 その場荷重負荷実験中により取得した HAADF-STEM 像とひずみマップ( $\epsilon_{xx}$ )．(a)無負荷，(b)荷重荷重約15.4  $\mu\text{N}$ ．引張ひずみを正として図示している．

開発した MEMS デバイスの性能を評価するため，原子分解能 STEM (ARM-200F, JEOL 社製, 200kV) 内にて荷重負荷試験を実施した．SrTiO<sub>3</sub> 単結晶試料を一对の L 字型に加工し，一方に薄膜部およびノッチを形成した(図8)．STEM 内にてデバイスを駆動し L 字部分をかみ合わせ，荷重を負荷しながらノッチ先端付近を HAADF 法にて観察した．図9(a)は無負荷時に取得した HAADF-STEM 像である．HAADF 像中の強い輝点は Sr カラム，弱い輝点は Ti-O カラムに対応している．左下に示したカラーマップは GPA (geometric phase analysis) 法により解析した水平方向のひずみ( $\epsilon_{xx}$ )に対応している<sup>(13)(14)</sup>．ひずみマップ中には±2%程度の揺らぎが現れている．これは試料そのもののひずみではなく，機械的振動等に起因する STEM 像取得時の試料ドリフトに因るものと考えられる．図9(b)は約15.4  $\mu\text{N}$  の荷重を負荷した際に取得した HAADF-STEM 像であり，荷重負荷時においても原子分解能の像が得られていることがわかる．また，ひずみマップにおいてノッチ近傍に強い引張ひずみ領域が形成されており，応力集中が生じていることが確認できる．以上より，本研究にて開発した実験システムにより原子分解能でのその場荷重負荷試験が実施可能であることが示された．

## 5. ま と め

TEM によるその場荷重負荷試験ならびに原子分解能観察は格子欠陥の解析に極めて有効な手法である．今後は



# 日本金属学会会報「まてりあ」60巻記念企画について

編集チーム 井田駿太郎<sup>1</sup> 大塚 誠<sup>2</sup> 小柳禎彦<sup>3</sup> 近藤亮太<sup>4</sup> 齋藤信雄<sup>5</sup>  
佐々木秀顕<sup>6</sup> 竹田 修<sup>1</sup> 田中秀明<sup>7</sup> 三井好古<sup>8</sup> 宮部さやか<sup>9</sup>

新年、明けましておめでとうございます。本年も皆様のますますのご健勝とご活躍を祈念しております。皆様には「コロナに負けるな」と日々工夫をしながら対応していることと思います。

日本金属学会会報「まてりあ」は本年(2021年)で60巻を迎えることとなりました。長年親しまれてきた会報「まてりあ」の表紙デザインを本号(第60巻第1号)から20年ぶりに更新しております。新しい表紙デザインはいかがでしょうか。西洋などとは違って『還暦』を大切にする東洋圏(中華文化圏)では「60」に特別な雰囲気があります。そこで本誌第60巻では1年を通して毎月様々な『60巻記念企画』の記事を掲載していく予定であります。

本号(第1号)の巻頭には日本金属学会会長の高梨弘毅先生から頂戴した『年頭のご挨拶』があり、その中で「まてりあ」60巻についても触れていただいております。また、60巻記念企画として『“あのころ”のまてりあ』では「座談会 日本金属学会創立の裏話(日本金属学会会報第3巻第2号(1964))」が紹介されており、創立当時の会員の思いが語られております。

第2号では記念企画として温めてきた実学講座「金属材料実験の手引き」がいよいよスタートします。この新企画は初めて金属学に触れる方にもわかりやすく図や写真を用いて解説することで実験に欠かせない手引き書としてご利用いただきたい。ご期待ください!

以降、記念企画として『金属素描』では「60」の数字に関連した原子番号60のネオジウム(Nd)を紹介し、『先達からのお便り』では増本健先生(日本金属学会第41代会長)に昔のことを振り返りながらご寄稿いただく予定であります。また、「創刊当時(1962年)はどんなことがあったんだろう?」と材料を通して振り返る巻頭企画『Back to 1962』も準備を開始しております。皆様はこの当時に何があったか思い出せますか?

会報「まてりあ」では様々な企画を通じて今後も魅力ある編集をしてまいります。今後ともどうぞ宜しくお願いいたします。最後に会報編集委員の皆様、事務局の皆様からの多大なるご協力と惜しみない努力に感謝申し上げます。



井田駿太郎



大塚 誠



小柳禎彦



近藤亮太



齋藤信雄



佐々木秀顕



竹田 修



田中秀明



三井好古



宮部さやか

本企画世話人：1 東北大学大学院工学研究科 2 東北大学多元物質科学研究所 3 大同特殊鋼株式会社 4 関西大学化学生命工学部  
5 長岡技術科学大学物質材料工学専攻 6 愛媛大学大学院理工学研究科 7 産業技術総合研究所電池技術研究部門  
8 鹿児島大学大学院理工学研究科 9 大阪大学大学院工学研究科

2020年11月26日受理[doi:10.2320/materia.60.40]

## “あのころ”のまてりあ

### 『日本金属学会創立の裏話』

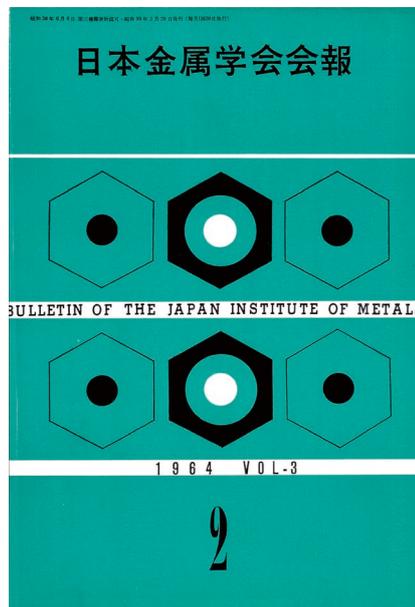
座談会 日本金属学会会報 第3巻(1964)第2号 104~109頁

案内人 名古屋大学 山本剛久

“日本金属学会創立の裏話”という記事は、金属学会が創立されて25年後の1964年に掲載されています。現在から遡って約55年以上も前の記事になりますね。筆者はまだこの世に生を受けた直後であり、全く想像もつかない大昔となります。ちょうど日本が高度成長期に入り、東京オリンピックが開催されたのが1964年、その前年には東海道新幹線が開通しています。ちなみに、開通当時の新幹線は、東京―新大阪間を4時間で結んでいました。今は、のぞみを使って2時間40分ですね。本誌も「まてりあ」という名称は用いられておらず、「日本金属学会会報」というストレートな名称で当時の会員の手に届けられていました。さて、タイトルにある通り、この記事は金属学会が創立されるまでの裏話を当時を知る関係者(記事が掲載された時点から25年前ということですね)が集まり、座談会形式で語った内容がまとめられています。非常に興味深い話を聞くことができます。記事が掲載されたのは、金属学会が創立されて25年目という節目に掲載されています。当時も編集委員会があったことと思いますが、その委員会でこの座談会が企画されたのでしょうか。この記事は座談会形式ですから会話調の内容が続きます。冒頭に、“25年前の生きた歴史の方々が、わざわざお集まりくださいまして、ありがとうございます”という司会の方の言葉で始まっているのが、なんともほほえましく感じられます。この記事が掲載された時点で、すでに金属学会創立を懐かしむ時であったのだらうと思います。会話の節々にその雰囲気が現れています。創立から25年ですから創立当時に活躍されていたであろう先生がご逝去されている内容なども出てきます。読み進んでいきますと、日本鋳業会という学会が工学関係の学会でもっとも古い学会らしく、機械学会や

電気学会はこの日本鋳業会から分岐して設立されてきた、というような話も出てきます。また、創立が簡単に進んだわけではなく、紆余曲折があったことが伺えます。おそらくこの経緯を知っている先生の提案が、この記事を組み切っ掛けとなったのではないかな、とも想像されます。全部で6頁の記事なので内容の面白さも加えて、一気に読み進めることができます。もし、この座談会に参加されている先生方のご関係者がこの記事を読むと、その当時の情景が蘇ることと思います。そんな読者の方もいらっしゃるのではないのでしょうか。この機会に、ぜひ、ご一読を！

(2019年3月10日受理)[doi:10.2320/materia.60.41]





## 座 談 会

## 日 本 金 属 学 会 創 立 の 裏 話

〈出席者〉	明 治 大 学 教 授 長	石 田 四 郎
	元 副 学 会 名 誉 教 授 員	岩 瀬 慶 三
	東 北 大 学 名 誉 教 授 員	黒 田 正 夫
	元 会 長 名 誉 教 授 員	鈴 木 益 広
	理 学 研 究 所 名 誉 教 授 員	山 田 良 之 助
東 海 大 学 名 誉 教 授 員	司 会	飯 坂 新 太 郎
元 理 事 名 誉 教 授 員	東 京 工 業 大 学 名 誉 教 授 員	
鈴 木 金 属 研 究 所 長 名 誉 教 授 員	東 武 工 業 大 学 名 誉 教 授 員	
元 理 事 名 誉 教 授 員	日 本 金 属 学 会 主 事	

鈴木 25年前の生きた歴史の方々が、わざわざお集り下さいまして、ありがとうございます。ことに、岩瀬先生には、はるばる京都からご足労下さいまして非常にありがたく、お礼を申し上げます。また仙台の学会事務所からは飯坂主事がおいで下さいました。これまた厚くお礼を申し上げます。

まづ座談会の司会を山田先生にお願いしたいと思います。(一同賛成)

司会 日本金属学会が発足して25年たちました。これを記念して当時の思い出話をというので、鈴木先生のご配慮によりまして、関係の深い先生方にお集りいただき、この会ができましたことは誠に喜ばしく存じます。このようにして記録をとどめておくのも、学会のために大変結構と思いますし、恐らくこれが初めて最後の会合になるかも知れない。当時の関係の深い先生では、本多先生や、後藤先生はすでに亡くなっておる。……今日は時間の許される限り、いろいろお話を伺いたしたいと思います。

そこで日本金属学会は昭和12年に発足したんでありますけれども、その前から金研では「金属の研究」を月刊で出しておられる。たしかあれは大正13年からであったかと思えます。それからここにご出席の石田先生、黒田先生、あるいはその同学の方々の間にも金属に関する学会を設立しようじゃないかというお考えがあり、相当長い間計画を練っておられたと承つておりました。そういうのがお互いに話し合つて、日本金属学会を作ろうというところまでゆくのに、世間に知られていない裏話がある。その裏話を隠すことなくぶちまけて話合つて記録に残しておいたらいいんじゃないかと思えます。

昭和12年に日本金属学会が発足する、その前と、発足した後の思い出話をお願いすればいいのではなからうか。

実は、黒田先生、石田先生、あるいはその同学の方々、

いつれあとでお名前も出ると思いますけれども、東京の方でご計画になつておつたその話と、仙台の方へそのご計画を持込まれ、鈴木先生と私とが、その連絡係をつとめたというようなことで、共通の話題になるわけでありますが、その前の頃からのお話をいただきたいと思ひます。

石田 後藤正治先生を中心にして、「合金」という機関誌を金属工業談話会を出しておりましたが、その会ができたのが昭和5年ですね。はじめは隔月にだしておつたが、何しろあまりオリジナルな論文がでるわけではないので、欧米の論文の抜萃を2/3くらいいれて、あとオリジナルをいれる。ねばつてやつていたのですけれど、せいぜい150人か200人の同人雑誌みたいなものでしたね。だんだん年月はたつていくのですが、あまり発展もせず昭和11年ころまで、そんな経過をたどつていたわけです。11年になつて、こんなに細々とやつていてもしょうがないから、何とかして非鉄のインスチテュート・オブ・メタルズのようなものを作つてみたらどうかというので、記録によると、3月ころから何回かその問題を検討する会合をもつたようです。

黒田 それの幹事をしているのがいまの自動車技術会の吉城肇君ですよ。

司会 それにわれわれの承つておつたのは、堀口貞雄君、伊藤宗男君……

黒田 東海鉛の堀君、それから阪大の山口桂次。

司会 要するに大正11年、東大冶金の製造冶金、つまり後藤先生の第1回のお弟子さんを中心にした集りであつた。

黒田 それ「合金」という同人雑誌をだした。表紙は多分吉城君だね。タタラキの木版をもつて表紙とした。その複写を飯坂君に頼んで学会誌に載せてもらいたいね。

鈴木 私が思い出すのは、昭和11年だつたか、研友会



の講習会のあと、横浜磯子の借楽園だつたと思います。そこで懇親会をやつた。会のあと、石田さんが私をつかまえて、こういう学会を作りたいがどうかという話。それで、この学会を作るにつきまして、私は石田さんのお話を承つて、山田先生にご相談申し上げたと記憶しますが……。

**司会** そうですね、しかも、その話は、当時日本鉄鋼協会の「鉄と鋼」に非鉄金属、合金の論文をのせるチャンスがあまり多くない。それで先程ご説明があつたように、英国にも鉄、鋼と非鉄との学会があつて互いに盛んにやつている。日本でも非鉄金属の学会を作ろうじやないかというご提案であつて、仙台の方へこの意志を通じてくれないか、ということであつたわけです。それでわれわれは仙台の岩瀬先生にご連絡申し上げた。

**岩瀬** 私として記憶しているのは、なにか、本多先生の記念事業の中に学会を作るようなことがうたつてあつたような気がするんです。

**司会** その記念事業というのはご在職25年の？

**黒田** 早さの問題からいつたら、石田君がそのときに鈴木君達にいつたのと、僕が雪かなんかの関係で北海道に行つた帰りに仙台に立寄つて岩瀬君にいつたのと、どつちが先だろう。この方が先じやないかな。皆に怒られたんだよ。余計なことをしやべるといつて。

**司会** 何れにしても、東京のグループでは、全国的に発展した会を作ろうという話があつて、仙台ともひとつ相談しようという内輪話があつたんですね。

**石田** もちろんそれはあつたです。

**黒田** 僕が後藤さんに全国的にするためには、仙台の本多先生と、京都の齋藤先生と西村先生のところへ、おれたちで、旅費をもつて行こうじやないかと、後藤さんにいつたことがある。ところが先生動かない。非常に慎重なものね。それでつい石田君が君にいつたり、僕が岩瀬君にいつたようなことになつたと思うんだ。

**石田** 私は最近当時のメモをくつていたんだが、鈴木さんにステーションホテルでお会いして、講習会の打合せをやつたことや、あなたが駒場の研究室においでになつたことも書いてありますよ。3月と書いてある。講習会は3月……。

**鈴木** 夏だつたと思います。

**司会** それは講師の依頼に行かれた。石田さんが当時研友会のメンバーであつたかどうかははつきりしないが、

**石田** いやメンバーです。私は昭和3年から5年くらいまで、マグネシウムの研究の関係で仙台の囑託をしていたんです。それで仙台には年1,2回は行つておるんです。

**司会** ところで、「合金」の方々が仙台と京都とに連絡して全国的の学会にしようとして、まず接触を保たれたのが第一に仙台であつたわけですね。

**岩瀬** そのとき高橋清君が……

**石田** あれは余程あとでしょう。はじめにご両氏に連絡したので……

**岩瀬** 仙台ではそのころ「金属の研究」を発行しておつたから、あれを供出するということになる。

**石田** そうですね。私どもは「合金」を出す。そして両方を合併しよう。私どもはそこまで考える前に、東京付近の先輩、知人を説いて廻つた。後藤先生のお供をして2,3の先輩をお訪ねしたことがありますよ。当時のメモによると、日本鋳業会は年に一体どれだけの金を使っているか、設立の当初はどうなっているかなども調査しています。

**黒田** 日本鋳業会は工学関係の学会の一番古いものなんだよ。機械学会も電気学会もここから分れている。

**岩瀬** 非鉄の論文は鋳業会誌に載つておつた。

**石田** 私どもそのころの論文は80%は日本鋳業会誌に出しております。あとの一部が鉄鋼協会ですが、春秋の講演大会などにもなかなか出しにくい。いまでも覚えていますが、八幡での講演大会で、非鉄は私1人ぐらいしかなかつたこともある。

**鈴木** そうしますと、岩瀬先生は、石田先生からの提案を知らされたとき、すぐ賛成されましたか。

**岩瀬** 仙台では、本多先生のご意向が大きいわけですから、石原(寅)教授らと一緒におそらくそういう話を本多先生にしたんじゃないかと思ひます。

**司会** とにかく、仙台としてのご返事は、賛成で、しかも「金属の研究」をやめて合流しようということでしたね。

**岩瀬** 私の考えとしては、「金属の研究」は一種の同人雑誌であつて、仙台で固まつている。相当の購読者もあつて盛んにやつているけれども、仙台一色ではいけない。金属材料研究所というものが素っ裸になつて、学界の中に入つていく必要があつたんじゃないか。このような考えをもつたわけです。

**司会** 東京側の提案を仙台ではあまり反対もなく、割合早く賛成ということになりましたか。

**岩瀬** なにもトラブルはなかつた。本多先生としては理論的に鉄の方をやつて来られたものですから、こういう学会をおつくりになるというご意向があつたのじやないかという気がします。

**司会** まあそういうことで、あとは仙台の意向を代弁するのが鈴木先生と私ということになつて、石田、黒田、堀口、伊藤、吉城君と交渉がはじまつたわけです。その

辺のことを石田先生や黒田先生から……

**石田** 何回か顔を合せてはご相談申上げた。定款もどのようにしようなどと案をお持ちになつて拝見しましたね。あなたの方は機械学会のを参考にして研究しておられましたね。

**司会** それで度々お会いしているうちに、最後に話がうまくゆかなくなつたわけですが、なぜ決裂したかという、本部を東京にしようというのと、いや、仙台にすべしということにあつたんじゃないですか。

**岩瀬** それだけのことですね。

**司会** 仙台は雑誌の編集には経験もあるから、本部を仙台において、そして雑誌の編集もしようという。ところが、およそ学会の本部というのが、東京以外にあることは考えられない、本部は東京に置きたいという。こういう話と、会長は本多先生、副会長は後藤先生、こういう下話もありましたね。

**岩瀬** それはあつたですけれども、私の記憶ですと、やっぱり会長には任期があるわけで、その任期が来たらバトンを後藤先生に渡されるかどうか、僕らが聞いてもはつきりいわれない。だからそのままお伝えしたような気がするんですけれどね。

**黒田** そこらが決裂の原因じゃないかな。

**岩瀬** 僕はそう思うんだけど……

**石田** いや。本部というか、事務所の場所のほうが主体でしたよ。

**岩瀬** 事務所のほうは、「金属の研究」を投げ出すんですから、本部はどうしても仙台ということは、非常に強かつたんですよ。

**鈴木** そういうことですね。「金属の研究」を廃刊してまでやるんだから、本部は仙台に置きたいということだつた。

**司会** それについては東京のほうに異論があつた。

**石田** 最後まで賛成しなかつた。

**黒田** いまだに賛成できない(笑)。日本の大きな学会で、東京以外に本部があるのは金属学会だけだよ。

**石田** われわれとしては、あれだけの研究所を持つておられるし、あれだけの雑誌も出しておられるんですから、本部を仙台ということはごもつともだと思つたんです。しかし、われわれとしては、昭和5年から細々ながら11年まで「合金」を続けて出しているんです。それをつぶしてしまうというわけで、そうすると何人かが納得したつて、グループとしては他に相当数の人がいるんですから、これを納得させることはなかなか難しい。そんなわけで妥協点が出て来なかつた。

**鈴木** そういうことですね。

**司会** 簡単に話が決裂したんじゃないで、それこそ何

回かお会いして、2時間、3時間と議論を重ねたんだけど、結局やめようということになつたんだから、その間、本部問題以外にいろいろ意見の一致していた点もあるし……。

**石田** 決裂直前のことをいうと、本多先生が、学術的の会議か何かの関係で、東大航空研究所を見に来られたことがあるんですよ。その当時の学界の大御所が3人ばかり来られた。そのとき後藤先生に来ていただいて説明役をお願いしました。このようにして本多先生と後藤先生とが直接お話をされるチャンスを作りました。そこで大体話がまとまつたと私は思つたんですよ。そこまで運んだんですが、その直後に決裂したんです。

**岩瀬** 私はあまり石田さん達とお目にかかつておらないんですけど、やっぱりご一緒のこともあつて、その席上では石田さん達のおつしやる通りにこちらも賛成して、仙台に帰つて本多先生に話してみる。そうすると、うんといわれないので、私たちとして石田さん達にどうも具合が悪いというような気がしていたんです。実際今日はそれを大いに釈明したいと思うくらいですよ。

**黒田** 要するに仙台は本多先生の親方的統制、東京はわれわれの民主的ゆき方で、結局仙台の力に負けたという感じを僕は今でももっている。

**司会** それで決裂の場面になるんですが、私は当時三ノ橋の夜学を教えにいついた。大てい9時すぎに終るのです。

**黒田** つまりいまの法政の工学部ですね。

**司会** ところが黒田先生から電話があつて、夜学を終わつたら会おうという話。学会設立のお話だということで銀座までいつた。実は私の推測では、黒田さんが何か妥協の方策でも相談されるのかなと、想像していつた。ところが、黒田さんばかりでなしに、石田先生や堀口、伊藤の各氏も見えた。呼び出した張本人の黒田先生は一言もいわずに、壁にもたれて寝てしまつた(笑)。そして私は石田さんと主として話をして、話は結局平行線で、意見は一致しないから、打ち切りましようか。どちらからいい出すとなしにお互いになごやかなうちに打ち切りを確認し合つた。黒田先生は居眠りのふりをしておつたけど、聞いておつたでしょうか(笑)。そういうことがありましたよ。

**黒田** 実はこつちの方をもう妥協せしめる余地はなかつたんです。僕つて男は一体に喧嘩早いといわれるんだけど、自分としては非常に妥協的な人間のつもりだが……。

**岩瀬** 何回位お会いいただいたのかな。

**司会** 5回や10回じゃないでしょう。

**石田** その間に最終的には高橋清さんが顔を出しまし

たよ。

**司会** 決裂の席上、石田先生から打ち切りになつて、仙台はどうするだろうという話が出まして、その時、話したのは、仙台はすでに「金属の研究」を廃刊してやろうという決心をしたんだから、恐らく今度は仙台のほうがいニシアティブをとつて、全国的に呼びかけてやるじやないかと思うということ申し上げました。すぐ岩瀬先生のところへお知らせしたが、結局仙台のほうからそういうご意向が出て来たわけですよ。

**岩瀬** あれは本多先生のところへ直接いつたんでなかつたのでしょうか。

**司会** 岩瀬先生でなかつたですか。

**岩瀬** 本多先生が手紙を持つていらして、こうこうなつたから、今度はこつちでやるから向うへ援助をお願いします。

**鈴木** 後藤先生に副会長になつていただきたいと、山田先生と私とが5度ばかりお訪ねしました。

**石田** 私どもは金属学会が発足した直後に後藤先生が副会長になつていないことを初めて知つたわけですよ。先生はご自由に参加下さいとわれわれ、弟子どもは申上げたんですよ。われわれとしては「合金」のもとに集つた仲間の不賛成をどうすることもできないが、先生はそれとは無関係に行動していただきたいと申しつたわけですよ。先生はいかになんでも自分だけ勝手には動けないというので遠慮されたわけでしょう。これは推測ですが、それが真相らしい。

**司会** 会長は本多先生、副会長は後藤先生と京都の西村先生ということが予定されておつたが、後藤先生がなかなかご承諾にならないもんだから、急に真島先生に無理をお願い申上げたような次第です。

**岩瀬** 決裂のお話があつたときに、私どもも困つたと思つたわけですよ。ところが本多先生はもう1回妥協の話をせよといわれるかと思つたが、そうじやなくて後藤先生なしでもやろうという考えをもつておられたのじやないかという気がした。

**司会** その当時、本多先生は東京へおいでになると山王ホテルを宿にしておられた。鈴木先生などよく山王ホテルで先生と連絡された。その当時私も先生に何か書いて下さいといつたら、たやすく引受けて下さつて、「細大洩さず」とか「熟慮断行」とかを書いていただいた。昭和11年夏と書いてある。

**鈴木** 「熟慮断行」は私もいただいた。型破りの書き方で「贈鈴木君」とあつた。

**司会** 金属学会の構想としては、ノンフェラスとともに、鉄鋼に関する理論も入れようということであつた。

**岩瀬** 石田さんとは相談のときは……。

**石田** それは入つておりましたよ。鉄鋼協会が日本鉄業会から独立して10何年しかたつていない。その関係からでもインスチテュート・オブ・メタルズにするつもりでおつたんですね。

**黒田** 後藤先生は昭和13年に亡くなつていらしたんですよ。

**石田** そのとき私どもは先生は金属学会の何か役員をしていらつしやると思つた。ところがそうじやなかつた。それにも拘らず鈴木さんが金属学会をプライベートに代表されて丁重にお葬式にお見えになりました。私はさすがに鈴木さんは長い交渉をなさつたあげくだから、ちやんと義理がたくお見え下さつたと思つたんですよ。今でもそれは感激しております。

**黒田** 当時われわれは30代だね。

**司会** そこで皆さんははじめから会員で……

**石田** 私は2年位入つてないんですよ。

**黒田** 僕だけでなく他の連中も随分長く入らなかつたね。

**司会** 三島さんは……

**石田** 三島さんは私どものこの金属学会の相談には何もタッチしていない。ですからわれわれのグループには義理も何もありませんよ。

**司会** それで発足当時の理事で東大の関係の方が割合少なかつた。陸海軍の研究所長などは入つておられたが。

**鈴木** 多田陸軍中将、日高海軍中将、吉川晴十先生がもと海軍少将、あとは真島先生、山田先生、僕、それから今の東芝、当時の東京電気社長の山口喜三郎さん。この7人がステーションホテルで理事会をやつておつたのです。

**司会** それで鈴木先生からお話していただきたいと思つていたんですが、発足して間もない理事会の席上で、山口さんが私ども2人に、ご両所は若い、如才ないだろうと思うんだけど、全国的であるべきこの日本金属学会に、東大の先生が役員に入つておらんのは誠に残念だから、そういうことのないように考えられたい。こういうことを承りました。勿論それは気になつていことなので、できるだけ早く皆さん方役員にお入りいただくようにいたしますと申し上げまして、岩瀬先生や皆さんと相談をして、一番最初に理事に入つていただいたのが石田先生でしたかね。

**石田** そうかも知れません。入会したのは後藤先生が亡くなつて1年位たつてからでしたから……。

**司会** まづ東京の事務所を鉄道技術研究所の鈴木先生のところにおいた。その後理研の真島先生の研究室にお願いしたころは、黒田先生は役員になつておられた。

**鈴木** それは戦争のまつ最中…………….

**黒田** 理研で真島研究室にお世話になつていたので、真島先生の秘書として入つたんです。

**飯坂** 昭和17年ですね。黒田先生がはじめて理事になられたのは、定数を16人の理事を26人に改めたときです。石田先生の理事もやはり同年です。

**司会** 本多先生は学会の発会式の計画については、なかなか派手なところがあつて、祝辞も多かつたですね。

**鈴木** 祝辞は、大臣では文部、商工、海軍、逓信、鉄道、陸軍、その他、工学会、鉄鋼協会、火兵学会、機械学会、工業化学会、電気通信学会、材料研究会、化学機械協会、数物学会、溶接協会、鋳物協会、建築学会、精機協会、日刊工業新聞、テーブルスピーチでは長岡平太郎、俵 国一、河村 暁、水谷叔彦の各氏ですから、大変なものでした。

**司会** 多分発足の当初からと思うけれども、本部は仙台だが、東京も本部の一つであるということにして、日本金属学会東京事務所と呼ぶことになりまして、それが今日まであるんじゃないでしょうか。

**黒田** 戦争中は東京事務所はどこにあつた？

**鈴木** 鉄道の研究所から、浅草の柳橋の上流の安田徳治氏の金属会館に移つた。

**岩瀬** 東京は事務所といつたけれど、仙台はただ本部といつていた。

**司会** その後真島先生のおられた理研でお世話願つた。

**黒田** その後東大の五弓君の室でお願いすることになつた。

**司会** 五弓氏が評議員とか理事であつても、なくても、あそこでお世話願つたんです。役員が変わる度に事務所が変わるのは会員に対してよくないし、かたがた、東大の冶金教室に事務所があるのはよいことだとも思うもんだから、五弓氏には長い間大変御迷惑であつたと思うが、お世話願つたような次第です。

**岩瀬** 長い間よくやつて下さつた。

**黒田** 10年位ですよ。

**司会** 仙台では雑誌の編集とか、庶務的なご苦心があつたでしょう。

**岩瀬** 事務ははじめは鈴木広治君で、その後飯坂君になつた。

**鈴木** 鈴木広治君は、物理教室の助手だつたんです。

**岩瀬** 飯坂君のあと東北大の法文を出た大村君もはいつた。そして東京では遠藤さんに仕事をお願いした。

**岩瀬** 編集のことだけれど「金属の研究」を長くやつていた経験があるから、その方の苦労はあまりなかつた。原稿もよく集つた。

**飯坂** 創刊号はいまの東北印刷、その後は笹気印刷とかいろいろ変りました。終戦の際に印刷所が全滅しましたから、何しろ緊急を要することなので、私共のすぐ隣に職場を作りまして、地下室が幸い、ガスや水道が利用できたので、活字の鋳造機を置いて、辛うじて運転をしたという時期がございました。これは終戦直後の話ですが、仙台市内には印刷所が全然ありませんので、雑誌を作るためには、岩手県の田舎で印刷をしたり、東京で印刷したり、大分苦勞しました。

**司会** 会誌は四六判にしようか大判にしようか、いろいろ議論がありましたね。

**飯坂** 創刊当時はA4判という大判でしたね、それが長く続いた。

**岩瀬** 会誌の大きさについては東京の鈴木、山田両氏にまかせたような形で、仙台では、本多先生は、会員を1万人にせよということを強力におしてこられたんですね。

**鈴木** 東北大学の50年史に、何か間違つたことが書いてあるんじゃないですか。

**飯坂** あの記事は間違ひだと思いますね。本多先生の寄附で学会が創立されたというふうになつている。

**鈴木** こういうふうになつているんですよ。先生の在職25年記念会の寄附金の一部を設立準備金に当て、金属材料研究所が中心になつて金属学会が創立されたということになつている。この記念会の一部の金というか、本多先生の寄附というか、1万円は、学会ができてから後の金属学会賞の基金になつているんです。

**飯坂** 私の知っている範囲では、創立以前の経費というのが記録がないことですね。私ははじめから手をつけましたからよく知っております。

**司会** 創立以前の各種会費などはほとんど鈴木さんの私費を使つたのが真相です。学会が正式に成立するまで、実に度々会合しているんです。それは東京だけでもそうだし、仙台から本多先生その他の先生方が来られて、学会創立の打合せをしたのは実に数多くありますが、これは鈴木さんが支弁しておられたのが真相です。

**黒田** そういえば「合金」も全部自腹です。

**石田** 印刷費など、年末のボーナスで出しあつた。

**岩瀬** 先程からいろいろお話があつたように、金属の理論方面を強化しなくてはいかんということで、皆若かつたから、がむしやらにやつて来た、仕事面では鉄鋼協会と重複はしないけれども、鉄鋼協会にもある程度刺激となつたわけで、結果としてはよかつたと思うんです。

**司会** 黒田、石田両先生の方で「合金」をやられたり金属学会が発足したり、ということは結局、学問が発達しつつある時代の趨勢として、学会も分科してゆくのが

自然の勢であつたといえましょう。

**黒田** “光陰矢の如し”というけどもう25年以上たつてしまつた。

**岩瀬** 「金属の研究」をはじめたころは関係者は30才位でした。印刷屋では校了したあとで枠をはめるんですが、その時叩くと活字がとぶ、いい加減に捨つてはめる。ですから校了のときよかつたのが、刷上つて見るとちがつている。こんなことがあつた。

**司会** 発足当時の会費はいくらで……

**飯坂** たしか8円、切手は当時3銭、年間予算は3万5千円でした。

**司会** 会員数は？

**飯坂** 3434名、最近は1万数百名。

**黒田** 創刊号が3000部も出たんですか。

**飯坂** そうです。

**黒田** とにかく本多先生はえらいもので、弟子を可愛がつてね。それで至るところに弟子をおいてあるから、先生が一言いうと、すつと集つてくるんだからね。

**司会** それでは学会成立後の経過の中でお話いただくことは……。

**黒田** 戦後のことで非常に印象的なのは、小平氏が会長のときの神戸での演説は、自分が会長をしている間に何とか金属学会と鉄鋼協会をうまくまとめて見たいといいましたね。それができないで彼は死にましたけれど……。

**岩瀬** 小平会長は、東京の方にも、仙台の方にもお話があり、私からも頼んでおりました。

**司会** 今はそういう話はないですか。

**飯坂** 最近では欧文誌を出しましたね。あれを出すについて、何とか両会を一本にして出したいということ

伊藤隆吉会長がいわれて、両方で懇談しましたが、うまく参りませんでした。

**黒田** 僕は金属学会と鉄協会の講演会を一緒にしようとして、僕の理事のときに2,3回やつて、その後少い続いたけれど、こごろじや併立してやつているね。

**岩瀬** 学会が発展するにはスポンサーが必要になる。

**黒田** 鉄鋼協会には鉄鋼聯盟があるが、金属学会は金属一般の理論と、非鉄金属の精錬加工など、非鉄系統の学問技術を取入れなくてはいけませんね。

**司会** 毎年春秋の総会での論文の数は多いでしょう。論文の数が多いが口数を無暗にふやす訳にはいかない。勢い講演時間が短くていけませんね。そこでB講演のよなものをもっと多くする必要はないですか。

**黒田** 今のお話とは別になるが、春秋2回の総会の講演会をやめて、分科会を毎月開いて、学問的にもよく検討し、討論も、もう少し多くしてはどうか。春秋2回の大会は懇親的な意味をもたしたもののだけとしてはどうかね。

**岩瀬** 結局今の御意見に賛成で……、学会としては小さい例会を年に何回か、あつちこつちで開き、総会式のものとは総会講演のよなものでもやつていく。

**飯坂** この辺のことは学会としては今検討を重ねています。なお、10年も前から岩瀬先生がいわれておつたことだけれども、金属に関する学問が分科され、それに伴つて、それぞれ、学会ができてゆく。このようにして参りますと、金属学会はそれらを傘下にもつ傘のような役割を果たすことになると思われまふ。

**司会** その辺のところは歴代の役員の方々に篤とお考えいただきたいところですね。

## 書 評

**溶融塩物性表** 電気化学協会溶融塩委員会編：溶融塩電解、金属精錬、珪酸塩工業など高温化学反応を利用する工業では、溶融状態にある塩類や酸化物の諸物性に関する正確な数値がぜひとも必要であるが、最近原子炉、稀有金属、超耐熱耐食金属および高純度金属などの材料の研究、ならびに製造が発展するにつれて溶融塩の諸物性は重要性を増すばかりである。本書は電気化学協会溶融塩委員会が、数年間調査検討を重ねてえられた苦心の結晶であつて、内容はまことに明解鮮明である。

I. 物性表 1. 単極電位, 2. 分解電圧, 3. 電気伝導

度, 4. 粘度, 5. 密度, 6. 表面張力, 7. 蒸気圧, 8. 拡散係数, 9. 腐食, II. 状態図, 1. ハロゲン化物系, 2. 酸化物および炭化物系 2 酸化物および炭化物系 2 成分系から4成分系にわたり, 164葉の状態図が掲載されている。III. 測定法, 1. 単極電位, 2. 分解電圧, 3. 電気伝導度, 4. 熱伝導度, 5. 密度, 6. 粘度, 7. 表面張力, 8. 蒸気圧, 9. 拡散係数, 10. 腐食, 11. 相平衡, 12. 温度。各物性を測定する方法ならびに手段が具体的に説明されている。

本書は単なる物性表ではなく、全般にわたつて文献があげられており、溶融塩研究のみでなく、ひろく高温化学研究の得がたきすぐれた指導書である。

(A5版, 本文700頁, 定価 2,500円, 化学同人出版)

(S.S.)

# 自動車車体の優れた意匠性を実現する 表面改質溶融亜鉛めっき鋼板 “GI JAZ<sup>®†</sup>” の開発

星野克弥<sup>1)</sup> 平 章一郎<sup>2)</sup> 飯塚栄治<sup>3)</sup>  
新宮豊久<sup>3)</sup> 荻原裕樹<sup>3)</sup> 谷口公一<sup>4)</sup>

## 1. はじめに

道路凍結防止を目的とした融雪塩散布が自動車車体の腐食を引き起こし、1970年代に社会問題として顕在化した。これらの対策として、1970年代後半から Zn 系めっき鋼板が車体に本格的に採用されるようになった<sup>(1)</sup>。現在では、鋼板に溶融 Zn めっきをした後に下地鋼と合金化する合金化溶融 Zn めっき鋼板(GA)や、合金化処理を施さない溶融 Zn めっき鋼板(GI)が防錆鋼板として主に使用されている。

GIはGAと比較してめっき層を厚く形成する事が容易で、高い耐食性が必要な部品に適している。一方、GIのめっき層は約0.2 mass%のAlを含有する $\eta$ -Zn相であり、Fe-Zn金属間化合物を主体とするGAのめっき層よりも軟質で低融点である。そのためGIはGAと比較して金型との凝着性が高く、プレス成形時に割れやシワの発生しやすさに影響する摩擦係数が高い。さらに、金型に凝着したZnの剥離片が軟質なGI表面にすり傷を生じさせる型カジリが発生しやすく、外観品質が損なわれることがある。また、抵抗スポット溶接で、溶融金属(ナゲット)の一部が飛散する散り(スパッタ)が、低融点のGI表面に付着し易く、同様に外観品質を損なう場合がある。そのため、GIが適用可能な形状や部位は限定的で、特に外板パネル部品に適用する場合は、意匠性の高い複雑形状を避けるなど、これらの不具合を最小限に留める必要があった。

これらの課題を解決するため、JFE スチールでは極最表

層を改質した新しい自動車用GI “GI JAZ<sup>®</sup>”を開発した。当社で開発したGI JAZ<sup>®</sup>は、GIが有する高融点の自然Al系酸化物による潤滑効果に着目し、この潤滑機構を発展させることで、他の特性を阻害しないナノスケールオーダーの極薄膜でも優れたプレス成形性(割れやシワ発生の抑止と耐型カジリ性の向上)を発現することに成功した。同時に、高融点の表面改質層によって、スポット溶接時の鋼板への散り付着も抑制でき、開発したGI JAZ<sup>®</sup>は、高耐食性を有するGIを意匠性が高い複雑形状部品にも適用可能とした。GI JAZ<sup>®</sup>は2015年の初採用以降、欧米系自動車メーカーを中心に多くの部品に採用され、生産量を伸ばしている。

## 2. 表面改質層の設計指針

著者らは、表面改質層の設計にあたり、まず従来のGI表層について詳細に解析したところ、従来知られているGI表層の薄い自然Al系酸化物が、製造からの経過時間の増加によって、成長することを発見した。このAl系酸化物は、GIのZnめっき層に含有されるAlが、Znめっきの結晶粒界を拡散し、表面に酸化物として形成したものである<sup>(2)</sup>。製造直後及び125日経過後のGI表層のSEM像及びEPMA分析結果を図1に示す。125日後のGI表層にはAl系酸化物が形成されていることが分かる。この現象によって表層にAl系酸化物を形成したGI(125日放置)と、表層にAl系酸化物が無いGI(製造直後)の摩擦係数を測定した結果を図2<sup>(3)(4)</sup>に示す。摩擦係数は、実自動車部品のプレス成形を模擬した2つの条件(条件Aと条件B)で測定した。Al系酸化物の存在により、工具長の短い条件Aでは摩擦係数が顕著に低下するのに対し、工具長の長い条件Bでは摩擦係数の低下は小さい。摺動後の工具表面を観察すると、GI表層のAl系酸化物は摺動によって剥ぎ取られ、工具表面に付着することが確認できる<sup>(3)(4)</sup>。従って、GI表層のAl系酸化物が工具表面に付着することで、凝着性の高いGIのZnめっき層と工具表面の直接接触を抑制し、且つ工具表面の初期粗さを平滑化することで、潤滑性を向上させるものと考えられる<sup>(3)(4)</sup>。GI

\* JFE スチール(株)スチール研究所

1)表面処理研究部；主任研究員，2)表面処理研究部長，3)薄板加工技術研究部；主任研究員，4)接合・強度研究部；主任研究員

Development of Surface Modified Hot-dip Galvanized Steel Sheets “GI JAZ<sup>®</sup>” Contributing to Excellent Design of Automotive Body; Katsuya Hoshino\*, Shoichiro Taira\*, Eiji Iizuka\*, Toyohisa Shinmiya\*, Yuki Ogihara\* and Koichi Taniguchi\* (\*JFE Steel Corporation, Steel Research Laboratory)

† GI JAZ は JFE スチールの登録商標である。

2020年10月20日受理[doi:10.2320/materia.60.48]

表層の Al 系酸化物は、主に調質圧延ロールとの接触によって生じた高密度結晶粒界を拡散した Al で形成されることから<sup>(2)</sup>、形成領域は不均一(形成面積率約50%)である(図 1)。そのため工具長の長い条件 B では、単位面積当たりの工具表面への Al 系酸化物の付着が少なく、十分な潤滑効果が得られない。

以上の結果は、GI 表層の薄い Al 系酸化物による潤滑機構を発展させることは、薄膜でも優れた潤滑効果を有する表面改質層の開発に有効である事を示唆している。また、工具表面に酸化物を付着させることは、工具への Zn の凝着も抑制できることから、Zn の凝着を起点に生じる型カジリの抑制にも効果を有すると言える。更に、酸化物のような高融点の物質で GI 表層を被覆することは、熔融金属である溶接時の散りの付着抑制にも有効である<sup>(5)</sup>。

これらの知見に基づき、GI 表層全面を被覆する改質層(被覆率100%)が摺動時に工具表面に付着し、且つ表層が高融点となるように GI 表面の組成と構造を改質した。ここで、

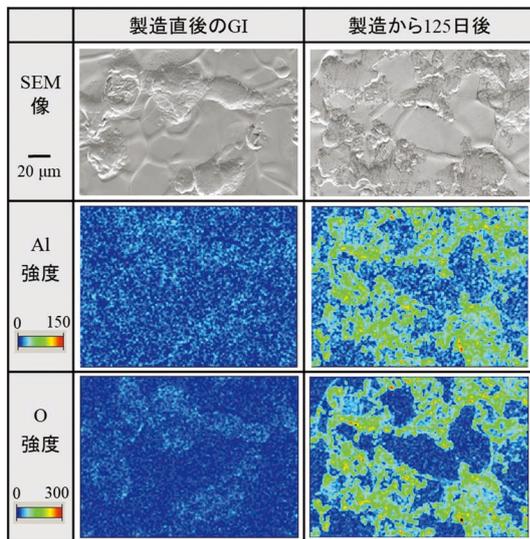


図 1 経時によって GI 表層に生じる自然 Al 系酸化物<sup>(3)(4)</sup>。

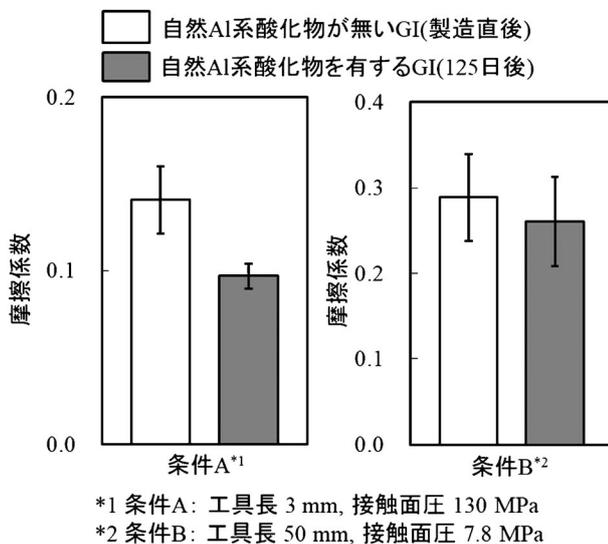


図 2 従来の GI の潤滑性に影響する自然 Al 系酸化物<sup>(3)(4)</sup>。

自動車の塗装前処工程においてリン酸 Zn 処理に悪影響しないよう、表面改質層の主成分はリン酸 Zn 処理を阻害しない Zn 主体となるように設計した。

### 3. GI JAZ<sup>®</sup> の特徴

開発材である GI JAZ<sup>®</sup> の摩擦係数を、先述の工具長の長い条件 B で測定した結果を図 3<sup>(6)(7)</sup> に示す。GI JAZ<sup>®</sup> は、従来の GI より摩擦係数が低く、潤滑性に優れている。摺動後の工具を SEM で観察した結果を図 4<sup>(7)</sup> に示す。GI JAZ<sup>®</sup> を摺動した後の工具表面には、暗いコントラストの表面改質層成分の付着が認められ、これが Zn の凝着を抑制し、さらに工具表面を平滑化することで、薄膜でも優れた潤滑性を発現している。工具表面に付着することによって優れた潤滑性を発現する点は、GA を下地としてこれまでに開発された多くの潤滑皮膜<sup>(8)</sup> の考え方と全く異なっている。

次に、意匠性が高く、且つ難成形自動車部品の一つであるフロントフェンダーで、実スケールプレス成形性を評価した。結果を図 5 に示す<sup>(9)</sup>。GI JAZ<sup>®</sup> は従来の GI と比較して、割れやしわの発生しない成形可能範囲が拡大しており、優れた潤滑性によってプレス成形性が向上したことを示している。

また、軟質のめっき層を有する GI の課題である耐型カジリ性についても評価した。肩の曲率半径が 10 mm のダイを用いて、供試材を高さ 70 mm のハット形状に連続で絞り成形した。なお、型カジリ発生促進のため、成形は無塗油状態

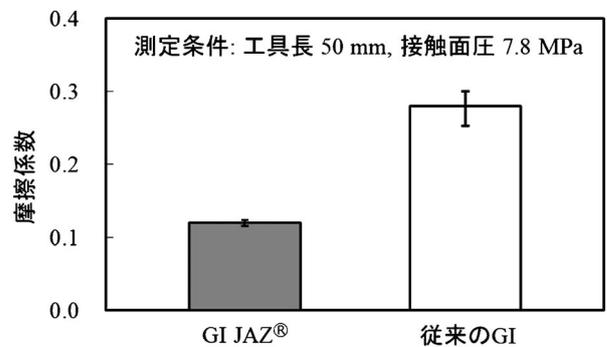
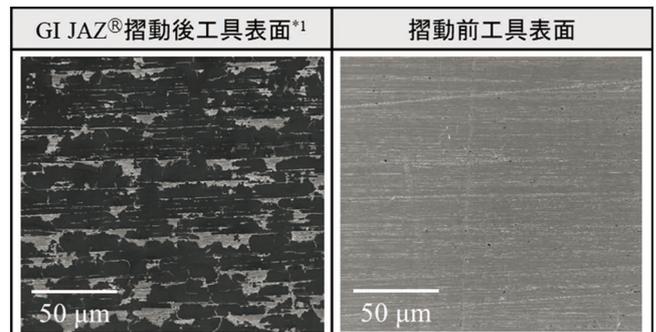
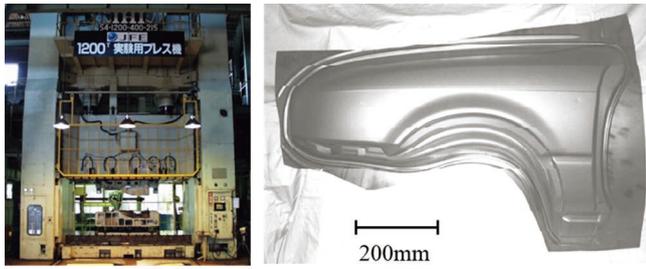


図 3 開発材の優れた摩擦係数<sup>(6)(7)</sup>。



\*1: 暗いコントラストが工具に付着した表面改質層成分  
図の下から上が工具の移動方向、インレンズ検出器で観察

図 4 摺動後の工具表面に付着する表面改質層成分<sup>(7)</sup>。



(a) プレス機の外観 (b) フロントフェンダーモデル部品

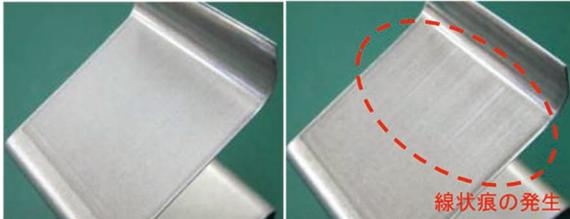
		Blank holding force (ton)									
		100	110	120	130	140	150	160	170	180	190
GI JAZ <sup>®</sup>		しわ			成形可					割れ	
従来のGI		しわ	成形可		割れ						

(c) プレス成形性評価結果

図5 開発材の優れたプレス成形性<sup>(9)</sup>.

		連続成形枚数										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
GI JAZ <sup>®</sup>		成形可							型カジリ			
従来のGI		成形可		型カジリ			割れ					

(a) 連続プレス評価結果



(b) GI JAZ<sup>®</sup>:6枚目 (c) 従来のGI :6枚目  
無塗油条件による促進試験

図6 開発材の優れた耐型カジリ性.

で実施した。ダイ肩で摺動を受ける成形品の縦壁部に型カジリによって生じた線状痕を観察した結果を図6に示す。従来のGIは4枚目で型カジリによる線状痕が確認できるのに対し、GI JAZ<sup>®</sup>は7枚成形しても線状痕は認められない。GI JAZ<sup>®</sup>は、表面改質層が工具表面に付着して潤滑効果を発現する機構を活用したことで、優れた耐型カジリ性を実現している。

一方、GIのめっき層が低融点のため課題となる耐散り付着性については、一定条件でスポット溶接を行い、発生させた散りを供試材に付着させることで評価した。供試材に付着した散りの個数をカウントした結果を図7に示す。従来のGIと比較して、GI JAZ<sup>®</sup>に付着した散りは半分以下に減少している。GI JAZ<sup>®</sup>の表面改質層は高融点であるため優れた耐散り付着性を可能にしている。

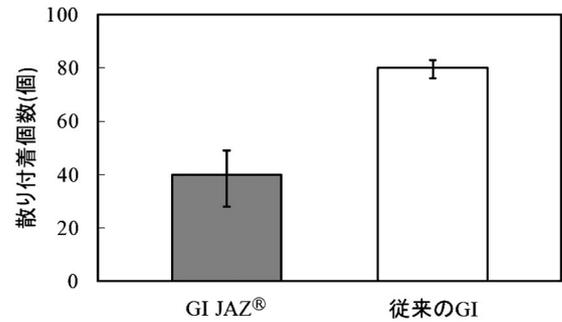


図7 開発材の優れた耐散り(スパッタ)付着性.

#### 4. 実用化状況

開発したGI JAZ<sup>®</sup>は、2015年4月からJFEスチール西日本製鉄所倉敷地区で営業生産を開始し、お客様から高い評価をいただき受注量を大きく伸ばしている。主に、意匠性が高くプレス成形が難しいドアやフェンダー等のパネル系部品で採用され、車体デザインの自由度向上と、厚いめっき層が形成可能なGIの適用可能部位拡大に貢献している。また、既存の熔融Znめっきライン(CGL)への簡易的な設備増強で製造可能であることから、今後国内外の他のCGLでの製造も予定している。

#### 5. 対 外 発 表

本開発に関わる研究はGALVATECH2017<sup>(6)</sup>、IDDRG2019<sup>(7)</sup>、鉄鋼協会講演大会<sup>(10)</sup>で発表している。本開発に関わる特許は、例えば特許第5842848号など、国内で10件、米国、欧州、アジア等海外で22件登録されている。

#### 文 献

- (1) 例えば、深田 新：表面技術，**43**(1992)，516-523。
- (2) K. Hoshino, K. Oikawa, W. Tanimoto, M. Nagoshi and M. Koba: ISIJ Int., **60**(2020), 1765-1773.
- (3) 星野克弥, 名越正泰, 谷本 亘, 山崎雄司, 古谷真一, 松崎晃, 吉見直人：鉄と鋼，**102**(2016)，507-516。
- (4) K. Hoshino, M. Nagoshi, W. Tanimoto, Y. Yamasaki, S. Furuya, A. Matsuzaki and N. Yoshimi: ISIJ Int., **57**(2017), 895-904.
- (5) 松田広志, 谷口公一, 星野克弥, 平 章一郎, 池田倫正, 大井健次：溶接学会全国大会講演概要，**93**(2013)，332-333。
- (6) K. Hoshino, S. Furuya, Y. Ogihara, E. Iizuka, K. Hanada, M. Nagoshi, H. Matsuda and Y. Yamasaki: Proc. GALVATECH2017, Tokyo(Japan), ISIJ, 439-444.
- (7) S. Furuya, K. Hoshino, Y. Ogihara, Y. Yamasaki and S. Taira: 2019 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng., **651**, 012043.
- (8) 例えば、平 章一郎：ふえらむ，**15**(2010)，702-705。
- (9) 吉田裕美, 星野克弥, 萩原裕樹：JFE 技報，**41**(2018)，28-33。
- (10) 古谷真一, 星野克弥, 萩原裕樹, 新宮豊久, 平 章一郎：CAMP-ISIJ, **31**(2018)，266。

# ケミカルタンカー用 TMCP 型 KSUS329J3L クラッド鋼板の開発

嶋村純二<sup>\*1)</sup> 寒沢 至<sup>\*1)</sup> 横田智之<sup>\*1)</sup> 村上善明<sup>\*2)</sup>  
小野知宏<sup>\*3)</sup> 緒方洋典<sup>\*\*</sup> 勝田順一<sup>\*\*\*</sup> 矢島 浩<sup>\*\*\*\*</sup>

## 1. 緒 言

ケミカルタンカーのカーゴタンクは過酷な腐食環境やスロッシング等に耐える必要があり、高耐食性・高強度のステンレスソリッド鋼板やステンレスクラッド鋼板が使用される<sup>(1)</sup>。従来、カーゴタンクの部位の中で、外周にはオーステナイト系ステンレスクラッド鋼板(合せ材:KSUS316L)、隔壁にはオーステナイト系ステンレスソリッド鋼板が主に用いられてきた。一方、近年、耐食性向上の観点から隔壁への二相ステンレス鋼(KSUS329J3L)の適用事例が増加している<sup>(2)</sup>。

二相ステンレス鋼(KSUS329J3L)のNi含有量はオーステナイト系ステンレス鋼(KSUS316L)の約1/2程度であり<sup>(3)</sup>、ケミカルタンカーのカーゴタンクに適用できれば省資源化の効果が大きい。また、二相ステンレス鋼(KSUS329J3L)の降伏強度は、オーステナイト系ステンレス鋼(KSUS316L)の約1.5倍程度あり、二相ステンレス鋼(KSUS329J3L)を用いたクラッド鋼板やソリッド鋼板を組み合わせて使用すれば、船体重量軽減に寄与することができる。

JFE スチールでは高耐食クラッド鋼板を製造しており<sup>(4)</sup>、今回、ケミカルタンカーのカーゴタンクに使用可能な、二相ステンレス鋼(KSUS329J3L)を合せ材とするTMCP型KSUS329J3Lステンレスクラッド鋼板を開発した。本稿では開発鋼の特徴ならびに性能について紹介する。

## 2. TMCP 型 KSUS329J3L クラッド鋼板の開発コンセプト

図1にケミカルタンカーのカーゴタンク断面模式図を示す。日本国内建造のケミカルタンカーのカーゴタンクには、主にオーステナイト系ステンレス鋼(KSUS316L)を合せ材としたステンレスクラッド鋼板が使用されてきたが<sup>(1)</sup>、ヨーロッパでは二相ステンレス鋼のカーゴタンクが主流であり<sup>(5)</sup>、日本国内建造のものでも、耐食性の面でカーゴタンクの隔壁に二相ステンレス鋼(KSUS329J3L)を適用する事例が増えている。KSUS329J3Lは溶体化処理により優れた耐食性を示すが、900°C前後の温度域では、金属間化合物などの耐食性を劣化させる有害な析出物が生成しやすいという特性がある<sup>(6)</sup>。従って、KSUS329J3Lクラッド鋼板製造において、熱間圧延ままでは析出物による耐食性劣化が生じ、溶体化処理状態では母材の機械的特性が劣化するという課題があった。そこで、圧延時にTMCP技術(thermo-mechanical control process)を適用することで、有害な析出物の生成とそれに伴う耐食性の劣化を抑制するとともに、機械的特性を両立させた。

図2に圧延クラッド鋼板の製造フローを示す。圧延クラッド鋼板は、爆着クラッド鋼や肉盛クラッド鋼と比較して、広幅、長尺鋼板の製造が可能であるとともに、良好な平坦度および板厚精度を有することが特徴である。図3にTMCP技術による析出物抑制の模式図を示す。加速冷却を適用するこ

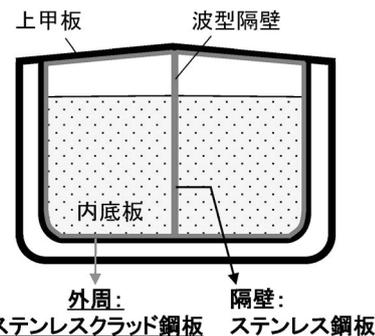


図1 ケミカルタンカーのカーゴタンク断面(模式図)。

\* JFE スチール株式会社 スチール研究所 鋼材研究部；

1)主任研究員 2)部長

3)西日本製鉄所 鋼材商品技術部 主任部員

\*\* 株式会社白杵造船所 \*\*\* 長崎大学(現在；愛媛大学)

\*\*\*\* 矢島材料強度研究所

Development of TMCP Type KSUS329J3L Clad Steel Plates for Chemical Tankers; Junji Shimamura\*, Itaru Samusawa\*, Tomoyuki Yokota\*, Yoshiaki Murakami\*, Tomohiro Ono\*, Hironori Ogata\*\*, Junichi Katsuta\*\*\* and Hiroshi Yajima\*\*\*\* (\*JFE Steel Corporation. \*\*Usuki Shipyard. \*\*\*Nagasaki University. \*\*\*\*Yajima Material Integrity Laboratory)

2020年10月26日受理[doi:10.2320/materia.60.51]

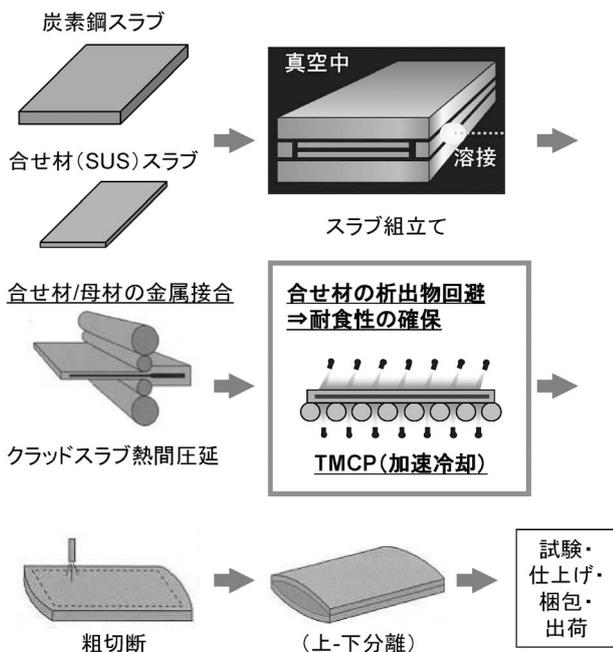


図2 圧延クラッド鋼の製造フロー。

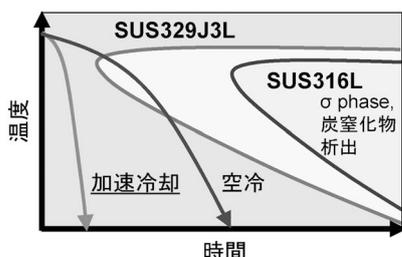


図3 TMCP 技術による析出物抑制(模式図)。

とにより、圧延後冷却過程において析出領域を避け、合せ材の二相ステンレス鋼の耐食性を確保し、同時に、クラッド鋼板の母材部の強度、靱性、伸び等、機械的性質の目標を達成することを狙った。

### 3. TMCP 型 KSUS329J3L クラッド鋼板の特性

#### (1) 母材特性

今回開発した TMCP 型 KSUS329J3L クラッド鋼板の合せ材部分のマイクロ組織を図4に示す。フェライト相とオーステナイト相がおおよそ1:1の組織を呈しており、金属間化合物などの耐食性に有害な析出物は生成していない。

TMCP 型 KSUS329J3L クラッド鋼板の耐孔食性および耐りん酸腐食性を表1に示す。耐孔食性は JIS G 0578 B 法に準拠した、塩化第二鉄腐食試験により評価した。孔食発生臨界温度：CPT (Critical Pitting Temperature) は、溶体化処理：ST (Solution treatment) を施した KSUS329J3L と同等の50℃であり、優れた耐孔食性を有している。耐りん酸腐食性は、積荷となる粗製りん酸を模擬した50℃の試験溶液(50%P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>+3%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+0.5%Fe<sup>3+</sup>+0.5%F<sup>-</sup>+0.03%Cl<sup>-</sup>)に腐食試験片を120時間連続浸漬させ、試験前後の重量変化

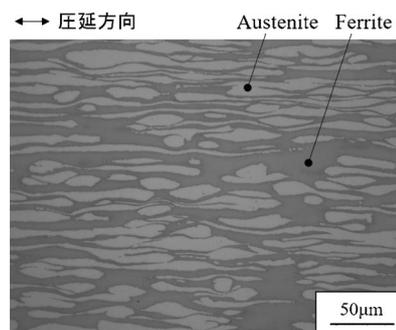


図4 TMCP 型 KSUS329J3L クラッド鋼合せ材のマイクロ組織。

表1 TMCP 型 KSUS329J3L クラッド鋼板の耐食性。

	CPT*1 (°C)	腐食速度*2 (mm/y)
KSUS329J3L クラッド鋼板 (TMCP)	50	0.0
KSUS329J3L ソリッド鋼板 (ST)	50	0.0

\*1 CPT : Critical pitting temperature (孔食発生臨界温度)

ST : Solution treatment (溶体化処理)

\*2 りん酸浸漬試験(50℃, 120時間)

50%P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>+3%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+0.5%Fe<sup>3+</sup>+0.5%F<sup>-</sup>+0.03%Cl<sup>-</sup>

表2 TMCP 型 KSUS329J3L クラッド鋼板の機械的特性。

板厚 (mm)		引張試験*1			シャルピー試験*2
炭素鋼	KSUS329J3L	YS (N/mm <sup>2</sup> )	TS (N/mm <sup>2</sup> )	El (%)	vE-20 (J)
13	3	450	557	22	387
KD36 仕様		≥373	≥515	≥17	≥34

YS : Yield strength (降伏強度), TS : Tensile strength (引張強度), El : Elongation (伸び), vE-20 : -20℃でのシャルピー衝撃吸収エネルギー

\*1 全厚引張試験, \*2 シャルピー衝撃試験(炭素鋼部分)

から算出した腐食速度により評価した。腐食速度は溶体化処理を施した KSUS329J3L と同等の 0.0 mm/y であり、りん酸中における安定した耐食性を確認している。

表2に KSUS329J3L クラッド鋼板の引張試験の結果と、母材の-20℃における衝撃吸収エネルギーを示す。引張試験片はクラッド鋼の母材および合せ材の全厚から、衝撃吸収エネルギーを評価するシャルピー衝撃試験片は母材部から採取した。引張特性および衝撃吸収エネルギーはいずれも、KD36 のスペックを満足している。

#### (2) 溶接継手特性

KSUS329J3L ソリッド鋼板では適正入熱量の範囲内での溶接が推奨されているが<sup>(7)(8)</sup>、KSUS329J3L クラッド鋼板の溶接部に及ぼす入熱量の影響は明確でない。そこで、二相ステンレスクラッド鋼板溶接部の耐食性に及ぼす入熱量の影響を調査した。図5に溶接継手からの腐食試験片採取位置を示す。それぞれ塩化第二鉄腐食試験およびりん酸腐食試験を実施した。

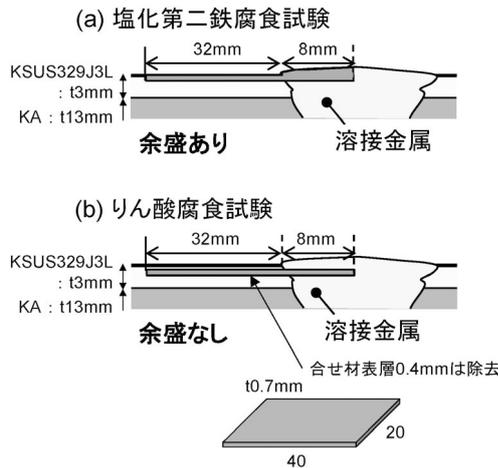


図5 溶接継手からの腐食試験片採取位置(模式図).

表3 塩化第二鉄腐食試験結果.

評価部		溶接継手部				クラッド鋼板部
溶接方法		FCAW		SAW		
入熱(kJ/cm)		20	44	30	50	
CPT <sup>*1</sup> (°C)	KSUS329J3L クラッド	40	40	30	≤5	50
	KSUS316L クラッド	10	≤5	10	≤5	15
PRE <sup>*2</sup> (溶接金属)	KSUS329J3L クラッド	36.1	35.6	30.9	27.8	35.5

\*1 CPT : Critical Pitting Temperature(孔食発生臨界温度)

\*2 PRE = %Cr + 3.3 × (%Mo) + 16 × (%N)

試験片外観例  
(FCAW 20kJ/cm, 40°C試験後)

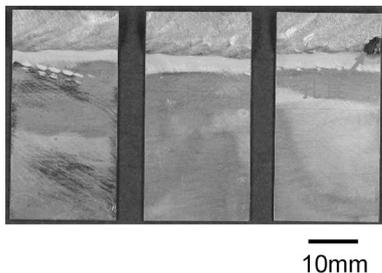


図6 塩化第二鉄腐食試験後の試験片外観例.

表3および図6に塩化第二鉄腐食試験結果を示す。KSUS329J3Lクラッド鋼板の溶接部のCPTは、KSUS316Lよりも高く、SAW 50 kJ/cmを除いて30°C以上の値であり、耐孔食性は良好であった。SAW 50 kJ/cmでは入熱量が大きく、母材との成分希釈の影響による溶接金属のPRE低下などが原因で、耐孔食性が劣化したものと推定される。耐孔食性確保の観点から、SAW 50 kJ/cm以上の過剰入熱は避けるべきと考えられる。

表4および図7にりん酸腐食試験結果を示す。今回開発した二相ステンレスクラッド鋼板は溶接部を含めてりん酸中で安定した耐食性を示した。

表4 りん酸腐食試験結果.

評価部	溶接継手部				クラッド鋼板部	
	FCAW		SAW			
溶接方法	20		44			
入熱(kJ/cm)	20	44	30	50		
腐食速度 (g/m <sup>2</sup> ·h)	KSUS329J3L クラッド	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
	KSUS316L クラッド	17.2	17.8	17.9	16.3	4.0

(参考)KSUS329J3L 溶体化処理材 : 0.0 g/m<sup>2</sup>·h

試験片外観例  
(FCAW 20kJ/cm, 試験後)

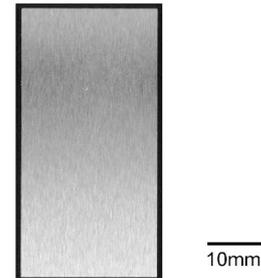


図7 りん酸腐食試験後の試験片外観例.

#### 4. 実用化状況および特許

以上のように、TMCP型KSUS329J3Lクラッド鋼板は、溶接部も含め、優れた耐食性を有しており、KA, KB, KD, KA32~36, KD32~36において最大板厚16mmまで、日本海事協会から型式承認を取得している。また、溶接性および疲労特性についても問題のない特性を有していることを確認しており<sup>(9)(10)</sup>、ケミカルタンカーのカーゴタンクへの実船適用が進んでいる(2020年10月時点、6隻竣工済)。また、本技術に関連した特許も取得済みである<sup>(11)</sup>。

TMCP型KSUS329J3Lクラッド鋼板の適用は、ケミカルタンカーの更なる経済性、安全性および信頼性向上への寄与が期待される。

#### 文 献

- (1) 造船用鋼材. JFE 技報, 2(2003), 37-44.
- (2) 腐食センターニュース, 59(2012).
- (3) 日本海事協会 鋼船規則K編: 材料, (2018).
- (4) 高耐食クラッド鋼. JFE 技報, 33(2014), 75-76.
- (5) 例えば, Stainless Steel World December (1996), 10, 28-29.
- (6) Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels. 3<sup>rd</sup> edition, IMO, (2014).
- (7) 日本海事協会 “二相ステンレス鋼の溶接に関するガイドライン”, (2014).
- (8) 日本溶接協会 “二相ステンレス鋼の溶接施工ガイドライン”, (2017).
- (9) 緒方洋典, 堺田和昌, 春山雄介, 深井英明, 黒沼洋太, 勝田順一, 岡田公一, 矢島 浩, 安藤 翼, 福井 努: 日本海事協会誌, 322(2018), 151-164.
- (10) 勝田順一, 山下 晋, 緒方洋典, 春山雄介, 深井英明, 黒沼洋太, 矢島 浩: 圧力技術, 57(2019), 4-12.
- (11) 例えば, 特許第6477735号.

# 単結晶 Cu-Al-Mn 超弾性合金の開発と 耐震分野への応用

喜瀬純男<sup>1)\*</sup> 荒木慶一<sup>1)\*</sup> 片岡奈々美<sup>1)\*\*</sup> 横山重和<sup>2)\*\*</sup>  
東田豊彦<sup>3)\*\*</sup> 石川浩司<sup>2)</sup> 大森俊洋<sup>1)\*\*</sup> 貝沼亮介<sup>2)\*\*</sup>

## 1. 開発の背景

1995年の兵庫県南部地震、2011年の東北地方太平洋沖地震、2016年の熊本地震など、全国各地で震度7の極めて強い揺れの地震が発生している。特に熊本地震では、震度7の揺れが立て続けに2回も発生した。これらの地震では、損傷や地震後の傾きが酷く復旧に多大な時間を要する例や、修復が困難で取り壊される例が多くみられた。そのため、震度7の地震が複数回起きても損傷や残留変形が残らず、地震直後に利用を再開できる建造物へのニーズが高まっている。

大きな変形を与えても、除荷すると直ぐに元の形に戻る超弾性合金を、地震時に変形が集中する部位で鋼材の代わりに使おうとする試みが、米国を中心に研究されている<sup>(1)</sup>。

超弾性合金の中ではほぼ唯一実用化されているNi-Ti合金は、建築部材として実用化するには以下に示す複数の課題がある。①原料コスト：コストの高いチタンを多く含む。②製造技術：通常の金属材料と比べると加工性は乏しく、特性を出すために用いられる加工熱処理法では、建造物の耐震性向上に用いる直径10 mm以上の棒材の製造に対し現実的ではない。③建造物設計上の信頼性：見掛け上の降伏応力を示す変態臨界応力の温度依存性は5.87 MPa/°C<sup>(2)</sup>であり、季節毎の気温変化に伴い剛性が大きく変わる。

著者らが開発に取り組んでいるCu-Al-Mn合金は、銅が主原料であることから原料コストがチタン合金よりも安価だけでなく、加工性も良好であるため大量生産が可能になれば総合的にコスト低減が期待でき、太径部材の製造も可能である。また、変態臨界応力の温度依存性は2.87 MPa/°C<sup>(2)</sup>とNi-Ti合金の約半分であり、季節毎の気温の変化に伴う応力

変化が低減され、設計上も有利である。しかし、他の銅系形状記憶合金と同様に粒界破壊のリスクがあり、多結晶では単結晶に比べて超弾性特性が劣る<sup>(3)</sup>。

著者らはCu-Al-Mn合金を特定の温度域で冷却・加熱のサイクル熱処理を施すだけで、大型単結晶に成長させる組織制御技術と、塑性変形から破壊までの結晶方位依存性について研究し、将来実現が期待できるコストで耐震構造設計が可能な単結晶超弾性材料を開発した。

## 2. サイクル熱処理による異常粒成長を利用した巨大単結晶

通常の金属材料は結晶方位の異なる多結晶であるが、結晶粒界はエネルギーが高く、高温では粒界面積を減少させようと結晶粒成長が起きる。結晶粒径の分布が一定範囲内で進行するのが正常粒成長である。一方、特定の条件において、いくつかの結晶粒が周囲の結晶粒よりも早く粗大化する異常粒成長が生じることがある。Cu-Al-Mn合金は、高温で $\beta$ (BCC構造)単相、低温で $\beta+\alpha$ (FCC構造)二相となり、この単相と二相の温度域を冷却・加熱することで、少数の結晶粒が高速で成長する異常粒成長が生じることが明らかになった<sup>(4)</sup>。

図1(a)は900°C( $\beta$ )→500°C( $\beta+\alpha$ )→900°C( $\beta$ )のサイクル熱処理を施したCu-17Al-11.4Mn(at%)合金の光学顕微鏡写真である。正常粒成長をしている1 mm程度の $\beta$ 相結晶粒の中に、約5 mmの巨大な結晶粒(異常粒)が観察でき、EBSD(電子線後方散乱回折)法により組織解析を行ったところ、図1(b)のGROD(結晶粒内平均方位に対する方位差)マップから判るように、異常粒周囲の正常成長粒内および異常粒成長した結晶粒界近傍に約1~2°(図中カラーコードの黄緑~黄色)の方位差を有する50  $\mu$ m程度の亜結晶粒が観察される。この亜結晶粒は、 $\alpha$ 相析出により導入されることがわかっている。亜結晶粒界は方位差に応じた高いエネルギーを有しており、これが異常粒成長の駆動力になっている。試料の異なる場所でこのような異常粒成長が生じるため、異常粒同士の衝突により、やがて一旦正常粒成長モードとなる。しかし、再度サイクル熱処理を施すことで異常粒成長の駆動力が蓄積されるため、再び異常粒成長が生じる。そのため、サ

\* 株式会社古河テクノマテリアル：1)課長 2)事業部長

\*\* 名古屋大学大学院環境学研究所：1)教授

\*\*\* 積水ハウス株式会社：1)社員 2)部長 3)部長

\*\*\*\* 東北大学大学院工学研究科：1)准教授 2)教授

Development of Single Crystal Cu-Al-Mn Superelastic Alloy and Its Application to Seismic Resistance Engineering; Sumio Kise\*, Yoshikazu Araki\*\*, Nanami Kataoka\*\*\*, Shigekazu Yokoyama\*\*\*, Toyihiko Higashida\*\*\*, Kouji Ishikawa\*, Toshihiro Omori\*\*\*\* and Ryosuke Kainuma\*\*\*\* (\*Furukawa Techno material Co., LTD.. \*\*Nagoya University. \*\*\*Sekisui House LTD.. \*\*\*\*Tohoku University)

2020年10月27日受理[doi:10.2320/materia.60.54]

イクル熱処理を繰り返すことで、何度でも異常粒成長を利用することができ、巨大な結晶を作製することが可能となる。

直径15 mm、長さ700 mmの長さの引抜加工した棒材に対し電気炉大気雰囲気中で本異常粒成長を試みたところ、巨大結晶粒の形成が確認された。図2(a)に示す900°Cと500°C間の高温サイクル熱処理を繰り返すことで、図2(b)のように700 mmの棒材中に、最大250 mmもの大きな結晶粒が得られた。

また500°Cの $\alpha+\beta$ 二相から740°Cの $\beta$ 単相との冷却・加熱の低温サイクルを繰り返すと、サイクル1回(図2(d))およびサイクル4回(図2(e))のGRODマップからも解るように、 $\beta$ 相中の亜結晶粒との方位差がより大きくなり、異常粒成長のための駆動力と粒界移動速度を大きくする効果が期待できる。図2(c)に、高温サイクルで図2(b)の様な大きな結晶粒を作った上で、さらに低温サイクルでその粒界の駆動力を蓄積し、最後の高温保持により強力に異常粒成長させる熱処理方法のヒートパターンを示す。この熱処理により図2(f)に示す様な長さ700 mmの巨大な単結晶棒材が得られた<sup>(4)</sup>。

このサイクル熱処理技術を駆使すれば、特殊な単結晶製造設備を使用しなくても、ヒートパターンを組める熱処理炉

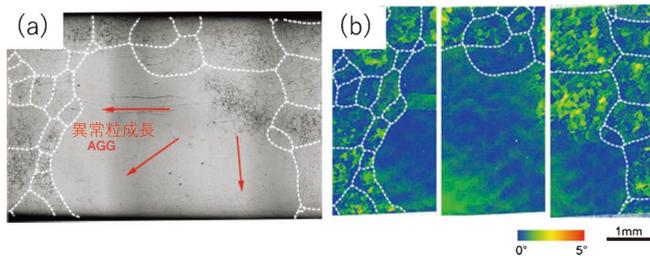


図1 900°C→500°C→900°Cのサイクル熱処理を施したCu-17Al-11.4Mn合金の異常粒成長(AGG)の様子<sup>(4)</sup>。

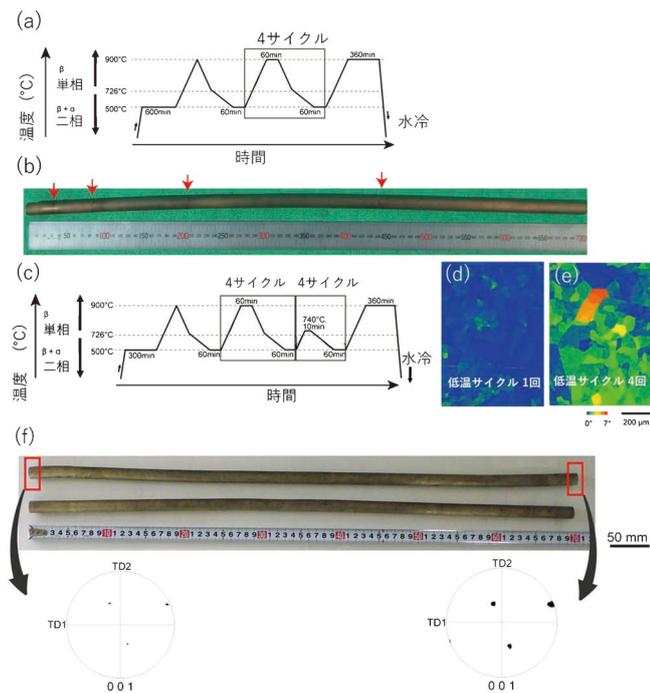


図2 サイクル熱処理により作製された直径15 mm、長さ700 mmのCu-Al-Mn合金単結晶棒材<sup>(4)</sup>。

で、大きな単結晶部材を製造することが可能である。

### 3. 結晶方位依存性が寄与する耐震設計技術

超弾性部材を耐震部材に使用する利点は、地震により建造物に大きな揺れが生じて、超弾性合金が変形することで他の部材の損傷を抑制し、建造物全体の残留変形を抑制する点にある。また、想定を超える地震に超弾性合金が破断するのをさけるため超弾性部材の設計では、超弾性だけではなく塑性変形から破断までの特性の把握が必要になる。

サイクル熱処理により作製した直径13 mm、長さ300 mmのCu-17Al-11.4Mn(at%)単結晶棒材をEBSDで結晶方位を測定し、JIS 14号試験片に加工してから、130°C、30分の時効処理を施した。試験片にひずみを1%ずつ10%まで増加する引張サイクルし、その後破断まで単純引張りする試験を行い、結晶方位別の超弾性と塑性変形から破壊までの挙動を調べた。

図3は引張方向の代表的な方位に対する、ひずみ10%までの応力ひずみ線図で示す超弾性挙動で、逆極点図の内の黒点(方位)近くの数値は変態臨界応力である。どの試験片の方位においても良好な超弾性が見られ、変態ひずみ量( $\epsilon_t$ )は形状ひずみの計算値<sup>(5)</sup>と比較的良く一致し、[001]付近で大きい。また、Clausius-Clapeyronの関係から予想される通り、変態ひずみ量が小さいほど変態臨界応力( $\sigma_t$ )が高くなる傾向を示す<sup>(6)</sup>。

次に、プラトー領域後の塑性変形挙動について説明する。図4(a)および図4(b)に、それぞれ図3の結晶方位[101]および[001]付近の試験片について、破断までの応力ひずみ線図と破断した試験片の写真を示す。

結晶方位[101]付近はプラトー領域終了後に急激に加工硬化し、破断ひずみ10.6%と延性は乏しく、引張強さ930 MPaでせん断破壊している。

一方、結晶方位[001]付近は、プラトー領域終了後の加工硬化も限定的で引張強さは250 MPaと低く、破断ひずみが約80%と延性が高い。破断した試験片を見ると、試験片平行部全体に渡って、すべり線(図4(c))が確認され、応力ひ

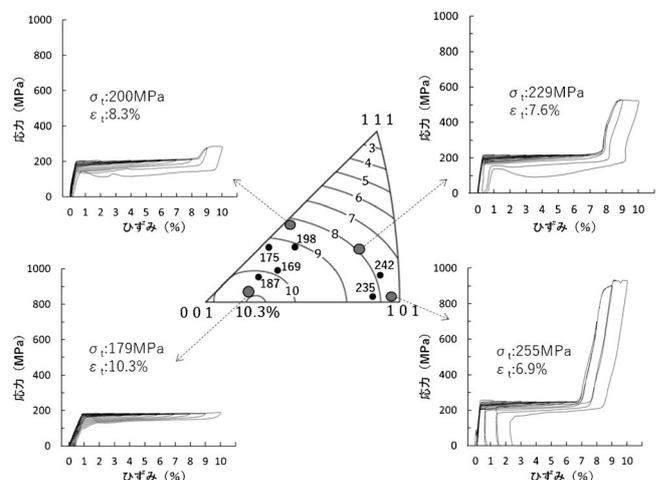


図3 Cu-Al-Mn超弾性合金超弾性特性の結晶方位依存性<sup>(6)</sup>。

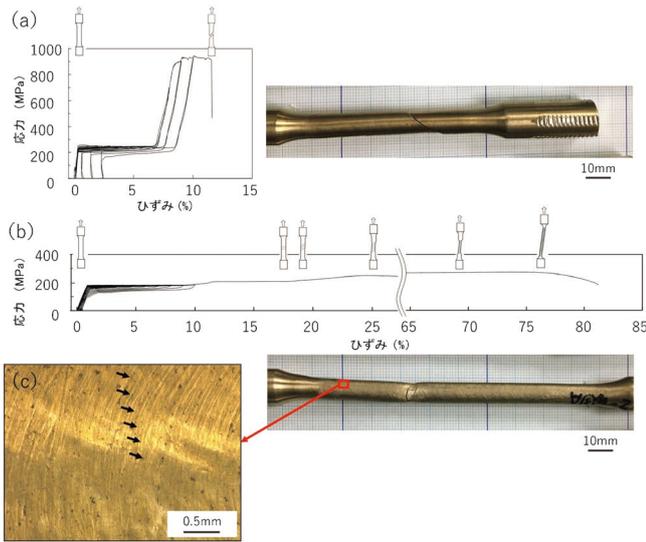


図4 Cu-Al-Mn 超弾性合金の結晶方位別の破断までの特性と試験片<sup>(6)</sup>。

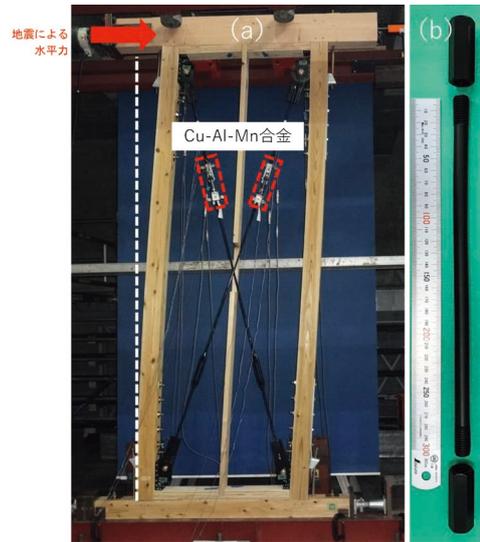


図5 単結晶 Cu-Al-Mn 超弾性合金を使用した耐力壁。(大臣認定は塗装した仕様で取得)

ずみ線図の上に描いたイラストのように、大きな結晶の回転を起こしながら塑性変形して破断に至っていると考えられる。

これらの結果から判るように、塑性変形から破壊挙動においても、大きな結晶方位依存性が確認できる<sup>(6)</sup>。

結晶方位[101]付近(図4(a))のような、超弾性変態ひずみ(プラトー領域)が小さく、超弾性域を超えた変形時に急激な加工硬化が起こる材料は、極めて大きな揺れを伴う巨大地震による変形が付与されると、超弾性変態ひずみを超えて、応力が急上昇し、超弾性合金部材と接続している部材に急激な引張応力が付与され、結果的に建造物が損傷するリスクがある。

一方、結晶方位[001]付近(図4(b))のような超弾性変態ひずみが大きく、塑性変形領域に入っても加工硬化が小さく、破断までの変形量が大きい材料であれば、巨大地震においても超弾性により建造物に大きなダメージを与えずに、本震から短期間で来る可能性の有る大きな余震にも対応することが出来る。仮に超弾性域を超えるような想定外の変形が起こっても、超弾性合金部材のみが形状回復後に僅かな残留塑性ひずみを残し接続部材の損傷を抑えることで、建造物の倒壊を抑制することが出来る。

これらのことから解るように、Cu-Al-Mn 合金について結晶方位別の塑性変形から破壊までの挙動が判ったことで、より理想的な耐震製品の設計が可能になる。

#### 4. 開発の意義と将来展望

建築基準法で使用が認められている金属材料は鋼材、鋳鋼及びアルミ合金のみである。このため、Cu-Al-Mn 合金を国内で建築物に建築材料として実用的に使用することは極めて難しい。使用を図るには、使用方法を明確にした要素としての、或いは、その特性を評価した建築物1棟としての構造安全性を評価する国土交通大臣認定を取得する方法がある。

著者らは、図5(a)に示す木造住宅用の鋼製の筋交い(たすき掛けの斜材)の一部に図5(b)の単結晶 Cu-Al-Mn 超弾性

合金を配置した耐力壁を開発した。耐力壁とは地震等の水平方向の力に抵抗する壁(要素)のことで、耐震壁とも呼ばれる。

超弾性合金を利用しない場合、強い揺れにより鋼材が塑性化すると筋交いが緩んでしまい、その後、耐力壁の抵抗力は低下する。一方、超弾性合金を利用すれば、強い揺れで大変形が生じてでも変形は回復するので筋交いが緩むことはなく、大地震が繰り返し発生しても耐力壁は抵抗力を発揮し続ける。

建築材料として前例の無い銅合金、同じく前例の無い超弾性合金のため、性能の安定性及びその保証等への審査に対し、製造方法及び品質管理の妥当性を示し、2019年10月に国土交通大臣認定を取得した。

これにて、木造用耐力壁として、銅系の本超弾性合金を建築物の主要構造部へ使用することが可能となった。

単結晶の構造部材という金属の常識を打ち破る製品が、近い将来に市場での普及を期待できる状況に到達することができた。

#### 5. 特許

本技術の材料について特許第5567093号、特許第5912094号、特許第6109329号を取得し、関連する技術についても複数の特許を取得している。さらに、新たに開発した技術についても継続して特許出願している。

#### 文献

- (1) WS Chang and Y. Araki: Proceeding of ICE-Civil Eng., **169** (2016), 87-95.
- (2) J. Xia, Y. Noguchi, X. Xu, T. Odaira, Y. Kimura, T. Omori and R. Kainuma: Science, **369** (2020), 855-858.
- (3) 喜瀬純男, 荒木慶一, 鹿島大雄, 大森俊洋, 貝沼亮介: 銅と銅合金, **58** (2019), 258-262.
- (4) T. Kusama, T. Omori, T. Saito, S. Kise, T. Tanaka, Y. Araki and R. Kainuma: Nature Com., **8** (2017), 354.
- (5) Y. Sutou, T. Omori, R. Kainuma, N. Ono and K. Ishida: Metall. Mater. Trans. A, **33A** (2002), 2817-2824.
- (6) S. Kise, Y. Araki, T. Omori and R. Kainuma: Journal of Materials in Civil Engineering, in press.

# Material DX を用いた省 Nd 磁石の開発

加藤 晃<sup>1)</sup> 矢野正雄<sup>2)</sup> 佐久間紀次<sup>3)</sup> 木下昭人<sup>3)</sup>  
 山口剛生<sup>\*\*</sup> 且野克典<sup>4)</sup> 庄司哲也<sup>5)</sup>

## 1. 開発の背景

今後急速な拡大が予想される電動車に搭載される高出力モーターなど様々なモーターに使用される Nd 磁石には、貴重なレアアース資源の需給バランスを保つ技術が期待されている。それら急速な環境変化に即応するためにも、物性と組織両面の制御を通じたスピード感を持った材料開発が必要とされている。そのため新たに開発した“省 Nd 磁石”の材料技術を報告<sup>(1)-(4)</sup>し、実用化に向けて現在も開発を継続している。

他方、AI 技術の普及、様々な産業のデジタルトランスフォーメーション(DX)が進む中、素材産業においてもマテリアルインフォマティクス(MI)の急速な普及等、材料開発の手法に大きな変革が起きつつある。しかし、材料の試験評価データから MI の実現までには、データ解析と整理・蓄積の大きな溝があり、データの解析・蓄積には、いまだ大きな課題が残存していると考えられる。そこで今回我々は、あらゆる材料分析をクラウド上で自動解析し、解析結果を自動的にクラウド上へ蓄積させるとともに、それら蓄積されたデータに統計処理を施すことで、MI サイクルが回り効率的に材料開発を推進することを実現する<sup>(5)(6)</sup> 図 1 に示す材料解析プラットフォーム“Material DX”を新たに開発し、実証実験を通じた更なる機能向上・拡充を開始した。これを用いて、省 Nd 磁石の継続課題解決に顕著な成果が得られたので、それらを報告する。

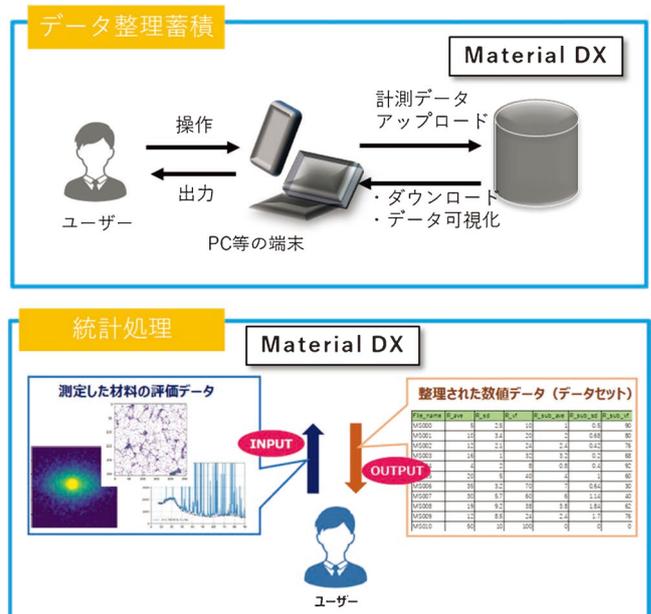


図 1 Material DX の提供技術と機能イメージ。

## 2. 省 Nd 磁石の開発と継続課題

我々は、Nd を La と Ce に置き換えても磁力・耐熱性の悪化を抑制できる新技術の採用により、Nd を最大50%削減しても、従来の Nd 磁石と同等レベルの耐熱性能を持つ磁石を開発した。開発した省 Nd 磁石は、図 2 の下記 3 つの技術を組み合わせることで保磁力を高温でも維持できる性能を実現している。

- 技術 1: 磁石の結晶粒微細化
- 技術 2: コアシェル二層構造化  
Nd-Cu 合金の浸透処理によるコアシェル組織形成<sup>(1)</sup>
- 技術 3: La と Ce の特定の配合比

図 3 に示すように La と Ce を特定の配合比とすることで、Ce のみの添加時に比べ保磁力の低下を抑制し、Dy を 4%添

\* トヨタ自動車株式会社 先端材料技術部；  
 1) 技範, 2) 主幹, 3) 主任, 4) グループ長,  
 5) チーフ・プロフェッショナル・エンジニア  
 \*\* トヨタ自動車株式会社 先進プロジェクト推進部；主任  
 Development of Nd Lean Magnets by Means of Material DX;  
 Akira Kato\*, Masao Yano\*, Noritsugu Sakuma\*, Akihito  
 Kinoshita\*, Takeo Yamaguchi\*\*, Katsunori Danno\* and  
 Tetsuya Shoji\* (\*Advanced Material Engineering Div., Toyota  
 Motor Corporation. \*\*Advanced Project Promotion Div.,  
 Toyota Motor Corporation)  
 2020年10月20日受理[doi:10.2320/materia.60.57]

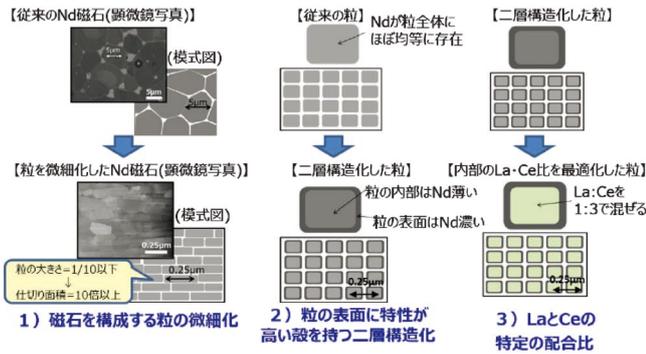


図2 省Nd磁石の3つの開発ポイント。

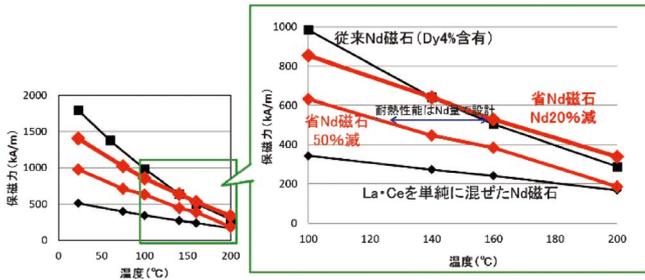


図3 省Nd磁石の保磁力の温度依存性。

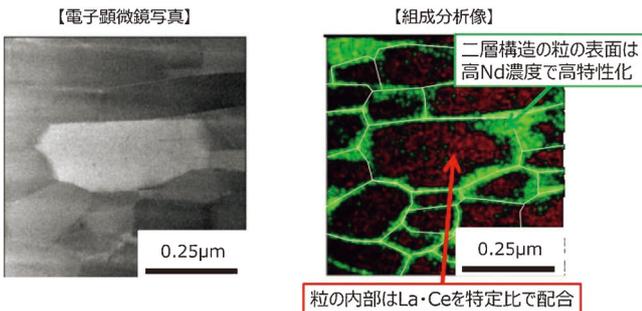


図4 省Nd磁石の微細組織構造。

加した従来磁石と同等の保磁力を Dy や Tb を用いず、Nd20%減に成功した。

図4に示す電子顕微鏡写真と組成分析像から、この世界初の省Nd磁石が、前述の3つの技術を融合し、ナノメートルレベルで構造を制御した組織を有することが示された。しかし、実用化に向けた継続課題として、コアシェル組織の最適化を通じた特性の最大化が残されており、引き続き現在も開発を継続している。

### 3. Material DX を用いた省Nd磁石の継続課題の克服

上述のコアシェル組織の最適化のためには、組織を定量化した上で、理想組織の明確化、そのための材料・プロセス設計を行う必要がある。しかし、現状では、図4のように、時間を要する電子顕微鏡写真から局所情報が得られるのみで、短時間に全体の平均情報を得るには至っておらず、継続課題克服の障害となっていた。そこでXRD(X-Ray Diffrac-

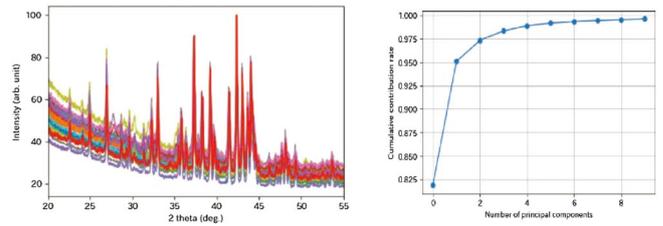


図5 (a)省Nd磁石のコアシェル組織のXRDデータ群(左)、(b)主成分分析の累積寄与率(右)。

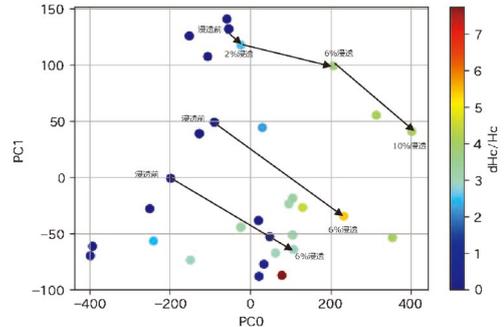


図6 PC0, PC1の係数と保磁力の増加率( $\Delta Hc/Hc$ )の関係。

tion)に着目した。XRDのスペクトルデータには、ピーク位置には“相、格子定数”，ピーク形状からは“結晶性、結晶子径、歪”，などのように、多くの材料構造の情報が内包されている。そこで図5(a)のようにNd-Cu合金浸透前後の磁石において、短時間に多くの情報が得られるXRDを数多く取得し、Material DXを用いデータの整理蓄積を行った後、パラメータを設定せず機械学習による特徴量の抽出を行い、あとから構造情報を解釈することで、メカニズムが複雑で複数の要因が絡むコアシェル組織の定量的な組織解析を試みた。解析にあたっては、まずスペクトルデータの規格化・前処理なしでのバックグラウンド成分も含めてPCA(主成分分析)を行った。

図5(b)の累積寄与率と主成分の関係からXRDスペクトルは主成分0(PC0)と主成分1(PC1)で95%以上の寄与率となっているため、この2つの主成分が重要な因子であることが分かる。次にこれらのPC0, PC1と保磁力の増加率( $\Delta Hc/Hc$ )の関係を図6に示す。

$\Delta Hc/Hc$ が大きいものが右下に分布していることが分かる。また、図中に代表的な磁石のNd-Cu浸透前後の挙動を矢印で示した。シェルを形成するための組織制御パラメータである浸透量が増加するに従い、PC0は増加し、PC1は減少する傾向にあることが分かる。最も大きい主成分であるPC0の増加が保磁力の増加に寄与していることが示唆された。

そこで改めてPC0とXRDスペクトルの関係に注目してみた。図7に浸透前後のXRDスペクトル例を示す。基本的に浸透後はシェル構造が形成し、シェル中のNd濃度が増加するため、コアの格子定数よりもシェルの格子定数が収縮する。

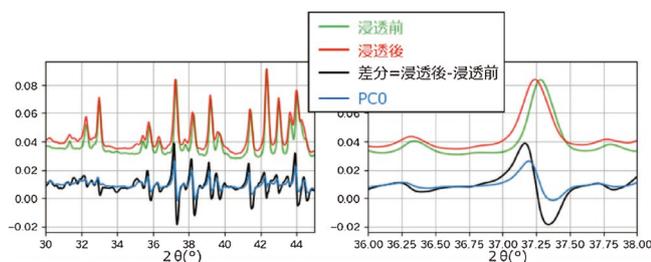


図7 浸透前後のXRDスペクトルとPC0の解釈.

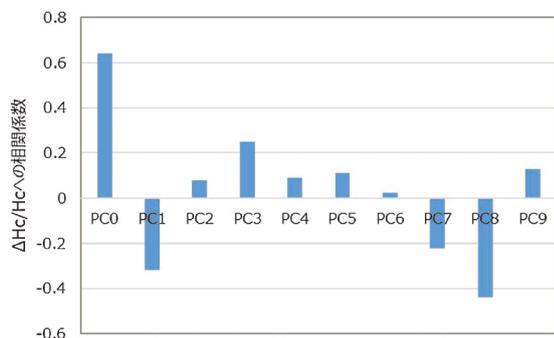


図8 主成分毎の保磁力への相関係数.

そのため、主相(Nd-Fe-B相)に由来するピークの裾が低角側に僅かにシフトすると考えられる。浸透前後の差分とPC0を比較するとかなり近い挙動を示していることが確認できる。したがってPC0の主成分はピークの裾の広がりを表しており、PC0の係数はピーク低角側の裾の大きさを反映していると考えられる。よってPC0の係数が増加するほどNd比率の高いシェルが形成されたことを反映していると考えられる。

図8に主成分毎の保磁力変化への相関係数を示す。累積寄与率に大きく寄与しているPC0が保磁力変化にも大きな正の相関係数を有していることが分かる。従ってシェル形成に寄与していると考えられるPC0の増加は保磁力の増加にも大きく関与していると考えられる。

以上のことから、これまで数nm~数十nmの厚さのシェルの形成は電子顕微鏡でしか確認することができなかったが、今回、Material DXを活用することによりXRDという比較的簡便な手法において、短時間かつ、低コストに省Nd磁石のシェルの形成が判断できた。またシェルの形成有無だけでなく、PC0の係数からそのシェルの形成度も定量的に表すことが可能になった。今回のような検討でわかった制御すべき組織項目と、各社の有する制御条件データを活用することで、性能を高める制御条件の指針が得られると考えられる。今後はそれらのXRDから得られた組織因子である

主成分の係数を記述子とした機械学習を通して、省Nd磁石のコアシェル組織の最適化、特性の最大化を図る。

Material DXを用いて行われたXRDデータの機械学習により、保磁力に影響のある成分(組織因子)を人間の知見を入れることなく自動的に抽出することができた。

今回のコアシェル組織の定量化以外にも、機械学習による特徴量抽出が、新たな材料開発基盤として有効な技術であることが、今回開発された材料解析プラットフォームMaterial DXによる省Nd磁石をモデル材料として行った解析により実証されており、コアシェル組織の高効率かつ詳細な解析とあわせて、省Nd磁石の継続課題の克服の開発加速がはかられた。今後、省Nd磁石のさらなる高性能化が期待される。

#### 4. 実用化状況および今後

省Nd磁石は、種々のNd-Cu合金浸透処理条件でのコアシェル組織制御を用いた材料設計・磁気特性自由度の高い、貴重なレアアース資源の需給バランスを保つ磁石として各社へ試作提供中であり、車両電動化、家電、ドローン、ロボティクス等へ、今後の幅広い利用が期待されている。磁石メーカーとの連携のもと、さらなる社会実装を進める。

Material DXでは、磁石以外にも触媒、高分子、ゴムなど様々な特徴量の抽出に成功しており、無機・有機材料全般に適用可能なスペクトルデータを使い切る有用なシステムとしてすでに内外のユーザーによる実証実験の段階にある。今後も機能向上・拡充を継続しつつ、誰にも使いやすい身近なシステムとして、更なる普及を促進する。

当該開発に関わる特許としては、特許第6183457号、同6642419号などが登録済である。

なお、今回の研究・開発の一部は、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)が推進する「次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」の一環として実施した。

#### 文 献

- (1) M. Ito, M. Yano, N. Sakuma, H. Kishimoto, A. Manabe, T. Shoji, A. Kato, N. M. Dempsey, D. Givord and G. T. Zimanyi: AIP Advances, **6**(2016), 056029.
- (2) T. Shoji, M. Ito, N. Sakuma and A. Kato: Journal of Society of Automotive Engineers of Japan, **72**(2018), 102.
- (3) Toyota Global Newsroom Feb. 20, (2018).
- (4) 新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)ニュースリリース 2月20日, (2018).
- (5) K. Saito, M. Yano, H. Hino, T. Shoji, A. Asahara, H. Morita, C. Mitsumata, J. Kohlbrecher and K. Ono: Scientific Reports, **9**(2019), 1526.
- (6) 小野寛太, 矢野正雄, 庄司哲也, 森田秀和, 浅原彰規, 上野哲郎: SAT テクノロジー・ショーケース2018, (2018), 87.

# 思い出の教科書、この一冊!

## “高温界面化学 上・下”

荻野和己(著) アグネ技術センター 2008年

九州大学大学院工学研究院；准教授 齊藤敬高



図1 筆者にとってのバイブル的な教科書。

筆者がこの教科書に出会ったのは比較的近年であり、1年3ヶ月の米国留学を終え帰国した2009年であった。もちろんそれ以前の学生時代に出会った教科書もたくさんあると思うが、決して褒められるような学生生活を送っていた訳ではなく、実習・実験以外の座学にあまり興味を持っていなかったため、残念ながら記憶があまり定かではない。今でもじっと座して行うオンライン会議や講義よりも、実験室での研究指導や教室内を動き回っての講義の方が性に合っている気がする。その中において、この“高温界面化学 上・下”(図1)は当時、熔融金属のセラミックスに対する濡れ性などの界面現象や、濡れや界面反応を利用したセラミックスの接合に関する研究を始めた筆者にとって、バイブル的な教科書となった。この年、留学中に申請書を書き上げたところ研究資金を幸運にも獲得できることとなり、超高温(約2000°C)下で熔融させた金属とセラミックスの濡れ性を評価する装置を新造する計画を立てていた。当然ながらこのような、高温熔融体の物性を評価する実験装置は市販されているようなものではなく、自ら仕様を定め設計から行う必要があるが、当時の筆者はまだ駆け出しの教員であったため経験やノウハウも乏しく、さてどうしたものか... と思案に暮れていた。どこで本書を手を取ったか、もしくは熱帯雨林の名前がついたネット通販サイトで見つけたのか、失念してしまっているものの、高温濡れ性をはじめとして表面張力や界面張力等の界面物性を評価する装置の詳細な図面(そのまま設計図としても使用できるほど詳細)が豊富に掲載されており、目から鱗が落ちるほど大変参考になったのは明確に記憶しているし、現在に至っても新たに装置を試作する際には多々勉強をさせて頂いている。というのも、図面のみならず高温環境下での実験を行うために必要な発熱体、断熱材、炉心管等のメインコンポーネントや熔融金属や酸化物に対する治具等のコンタクトマテリアルの選定や加工は、ノウハウの塊と云っていいほど経験がものをいう職人の世界とも似通ったハードルの高さがあるためである。本書の著者である大阪大学名誉教授の荻野和己先生は約40年の長きに亘り、タイトルでもある高温界面化学の研究教育に携わられてきた中において、様々な高温界面に関わる実験装置を考案されており、それらの装置の詳細を本書に著されている。これは、筆者のような高温熔融体を取り扱う研究者やこれから同分野で研究を行う人間にとって、大変有り難いことである。本書を頼りに、現在でも高温界面科学のメッカである大阪大学の田中敏宏教授の研究室に現存する高温濡れ性評価装置を参考にさせて頂き、筆者の研究室でも同様の装置を無事に立ち上げることができたが、そのままコピーさせて頂くのはつまらないため、より高温での評価を目指し、最高温度2000°Cでの“超”高温濡れ性評価装置として改良を加えた(図2)。

ここまで、掲載されている豊富な図面の事ばかりに言及し

てきたが、もちろん界面科学に関わる内容、特に金属や酸化物といった高温熔融体を対象とする界面現象に関する基礎的内容についても詳細に論述されている。構成は第1編「高温における物質の表面・界面の性質とその測定」として、物質の表面および高温における界面現象の分類、高温熔融体の表面張力の測定、高温における融体-融体間の界面張力の測定、固体の表面張力および固体-液体間の界面張力の測定、高温熔融体の表面性質、高温融体間の界面張力、および固体の表面張力および固体-融体間の界面張力について述べられている。また、第2編「高温融体に関する界面要素現象」として、吸着、ぬれ現象、付着、泡立ち、エマルジョン、界面電気現象、表面流動、化学反応の進行と界面現象、気泡、および液滴についてまとめられている。以上が上巻の内容であり、大学院生等の初学者でも、ぼんやりと界面現象を知っている研究者でも、十分に理解することができる構成と豊富な参考文献があるため、本書を道標としてさらに深く本分野の理解を深めることが可能である。また、下巻は第3編「生産プロセスと高温界面現象」として、融体反応プロセス、融体加工プロセスと高温界面現象、粉体加工プロセスと高温界面現象、接合プロセスと高温界面現象、材料開発プロセスと界面現象について記述されており、上巻で学んだ高温界面現象が実際の鉄鋼・非鉄製錬、ガラス熔融、接合、およびその他の複合材料の生産プロセスに与える影響や実例について学習することができるため、大学院生や研究者はもとより企業側の技術者や研究者にもお勧めしたい良書である。



図2 本書を頼りに作製した超高温濡れ性評価装置(2000°Cでの実験風景)。

(2020年11月25日受理)[doi:10.2320/materia.60.60]

# 本 会 記 事

会 告	2021年春期(第168回)講演大会講演募集	61
	2021年春期(第168回)講演大会ご案内ならびに参加申込みについて	62
	2021年第5回「高校生・高専学生ポスター発表」募集	64
	2021年春期講演大会関連広告募集	64
	2021年秋期講演大会公募・企画シンポジウムテーマ募集	65
	各賞推薦(自薦)のお願い(村上記念賞・村上奨励賞・奨励賞・論文賞・新進論文賞・まてりあ賞)	66
	会報編集委員会からのお知らせ	66
	電子ジャーナル機関購読のご案内	65
掲示板		67
新入会員		69
会誌・欧文誌1号目次		68
行事カレンダー		70
次号予告		69
追悼		71

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 (ホームページもご参照下さい)

### 2021年春期(第168回)講演大会講演募集

◎2021年春期講演大会を下記の通り開催いたします。

会 期: 2021年3月16日(火)～3月19日(金)

開催方法: オンライン開催(Zoom 利用)

オンライン開催にあたり、通常とは異なる発表形式となります。

下記注意事項をご確認頂き、十分ご注意頂き講演のお申込みをお願いいたします。

#### オンライン開催に伴うリスクについての注意

講演大会での発表には、現地開催とオンライン開催とにかかわらず、以下のようなリスクがあります。ところが、オンライン開催では、密室から参加することが可能で講演会場のような衆人監視が行われないこと及び講演が Web 上で配信されることから、これらのリスクが高まる懸念が懸念されます。本会では、リスクの高まりに対処するために、考えうる対策を取りますが、最後は参加者のモラルに訴えざるを得ません。これらを理解の上、十分に注意して講演の申し込み及び発表をして頂きますようお願いいたします。

##### ・発表に伴うリスク

##### 1. 研究情報を不正に取得される

不正聴講、講演の録画・録音・撮影(スクリーンショットを含む)が行われてしまう

※パスワード発行によって参加者を限定するとともに、録画・録音・撮影等の禁止を周知徹底しますが、最終的には参加者にモラルを守っていただくこととなります。

※本大会で使用するオンライン会議ツールでは録画機能は使えません。

##### 2. 著作権を侵害してしまう

他人が著作権を持つ音声、映像、画像、写真の安易な使用(引用)により、著作権を侵害してしまう

※文献などはこれまでの講演大会と同様、適切な引用がされていれば問題ありません。

下記事項もご確認頂き、お申込下さい。

- ① 「一般講演」に限り、2件申込することができます。
- ② 最新の概要原稿フォーマットを利用し、PDF 変換後、アップロード下さい。
- ③ 同一研究室の3件以上の連続講演は認められておりません。
- ④ 参加者(講演者含む)へは参加申込み締切後に、参加者個別認証 ID とパスワードを配信いたします。

- 非会員でも大会参加費と登壇費を前納すれば、講演申込ができます(詳細は「申込要領」の「講演資格」参照.)
- 講演申込は同時に大会参加の事前予約となります(相互聴講申込での発表は不可). 2月26日までに参加費を納入下さい.

講演申込ホームページアドレス	https://www.jim.or.jp/convention/2021spring/
講演申込および概要原稿提出期限(締切厳守!)	講演申込と講演概要提出は同時に行う。(同時に行わない場合は、講演申込として受理されない)
講演種別	全講演(公募シンポジウム, 一般, ポスター, 共同セッション)
講演申込締切	2021年1月7日(木)17時

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

#### これから入会して講演申込をされる方へ

- インターネットで入会申込み下さい. 入会申込確認後はID(会員番号)とパスワードが即日メール返信されます.
- 会員認定: 期限内に入会手続きを行い, 年会費を納入下さい.
- 年会費納入期日までに2021年会費の払込がない場合は, プログラムに掲載されていても, 講演不許可の措置をとります.

入会申込 URL	https://www.jim.or.jp/member/mypage/application.php
入会申込期限	12月28日(月)

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

## 2021年春期(第168回)講演大会ご案内ならびに参加申込みについて

春期講演大会は, 3月16日(火)から19日(金)までオンラインにて開催します.  
尚, 参加申込みは, すべてインターネット申込となります. 詳細は, 下記申込要領をご覧下さい.

#### 日 程

日 時	行 事
3月16日(火)	ポスターセッション, 高校生・高専学生ポスターセッション, オンライン懇親会
3月17日(水) 9:00~12:00 13:00~17:00	学会賞受賞記念講演, 本多記念講演 学術講演
3月18日(木) 9:00~17:00	学術講演会
3月19日(金) 9:00~17:00	学術講演会

## 《2021年春期講演大会 開催予定の各種シンポジウム》

#### 公募シンポジウム7テーマ

- |  |                                      |
|--|--------------------------------------|
| S1 永久磁石開発の元素戦略8 一次世代新材料に向けた基礎・基盤研究         | S5 金属表面の材料化学Ⅳ—めっき・耐食性・耐酸化性・触媒研究の新展開— |
| S2 医療・福祉のための Additive manufacturing の材料科学Ⅳ | S6 プラストンの材料科学Ⅷ                       |
| S3 ナノ・マイクロスペーステラリングⅤ                       | S7 材料機能特性のアーキテクチャー構築シンポジウムⅡ          |
| S4 ハイエントロピー合金の材料科学Ⅴ                        | —組織制御プロセスの理論と実験に基づく予測と解析—            |

#### 企画シンポジウム2テーマ

##### K1 どこまで実現したか, 超スマート社会Ⅱ(仮題)

Road to Smart Society ~State-of-the-art and prospectus of materials in smart device~

Society 5.0で標榜されるスマート社会においては, 実空間(フィジカル空間)とサイバー空間の間で常に情報通信が行われる. こうした高度な情報通信には, 回路・情報処理技術とともにセンシングデバイス・情報処理デバイスなどのデバイス・材料が両輪をなす必要がある事は言うまでもない. しかしながら, AI・ニューロモーフティックデバイスに代表されるように, 材料開発の指針が必ずしも明確ではない例もある. 本シンポジウムでは, スマート社会を支える材料・デバイス開発として, ディスプレイ材料・IoT用センサー材料, AI・ニューロモーフティックデバイスに関する最新動向, ならびに, 特に材料開発の課題と期待について話題を提供して頂き, 金属学会に係る研究者が貢献可能な課題を発掘する一助としたい.

##### K2 工業製品における材料選択とマルチマテリアル構造~航空機機体~

Materials selection and multi-material structure in commercial products

~aircraft fuselage~

ものづくりの基盤形成を担う第8分科発案のシンポジウムで, 身の回りの工業製品がどのような材料からできているか, また材料選択やマルチマテリアル構造についてどのように考えるべきなのかを, 広く議論する場を提供することを目的とする. 1回目の今回は「航空機機体」を取り上げ, 材料の企業研究者だけでなく, 機体メーカーや運航会社の技術者などにも講演を依頼し, 業界の動向や課題, 各材料の強みや弱み, 新材料の開発ならびに適用可能性について情報提供を頂くことを計画している. これまでの講演大会にはなかった『材料を横断的に捉えるシンポジウム』として, シリーズ化していくことを考えている.

## 参加申込要領

インターネットによる大会事前参加申込締切：2021年2月26日(金)

大会参加申込み URL <https://www.jim.or.jp/convention/2021spring/>

参加申込締切後、参加方法や講演概要ダウンロードについては、下記をご参照下さい。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)。

### ◆大会参加費(講演概要ダウンロード権含む)※年会費とは異なります。

事前参加申込締切後の後期(当日)申込を設定しました。

参加費・懇親会費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26日(金)(申込および入金期日)	
	事前申込 (インターネット申込・事前支払い)	後期(当日)申込 (3月3日～会期最終日)
会員資格		
正員・維持員会社社員、シンポジウム共催・協賛の学協会・鉄鋼協会会員(本会非会員)	10,000円	13,000円
個人会員で2021年3月1日時点で65歳以上の方*	無料	無料
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、準備の都合上ご返金いたしかねますのでご了承下さい。

\* **65歳以上の個人会員**：会員情報に生年月日のご登録がない場合は、課金されますのでご注意ください。会員情報に生年月日をご登録させて頂きますので、大会参加登録の前に [annualm@jim.or.jp](mailto:annualm@jim.or.jp) まで会員番号・お名前・ご連絡先・生年月日をお知らせ下さい。

\*\* **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年間の会員資格を付与します。ただし特典は重複して付与いたしません。

### ◆支払方法

お支払いはクレジットカードおよびコンビニ振込決済をご利用頂けます。また、入金後のご返金は致しかねます。2月26日(金)の入金日をもって事前参加申込完了となります。

### ◆参加方法および講演概要の WEB 公開

講演概要の公開日は、大会2週間前の2021年3月2日(火)です。参加申込みをされ、参加費を納入された方へは、概要公開日にオンライン参加に必要な参加者個別認証IDとパスワードを配信いたします。講演大会公開サイトにログイン後、講演概要の閲覧ができます。特許関係のお手続きは、公開日までにお済ませ下さい。

### ◆講演概要集購入について

講演概要集DVDは作成いたしません。全講演概要は、本大会Webサイトで公開をします。これまで概要集DVDのみ購入をされていた方も、通常の参加登録をして頂き、概要の閲覧をお願いします。

### ◆懇親会開催案内(※金属学会単独開催)

開催日時 3月16日(火) 18:30～

開催方法 オンライン会議ツールRemo(予定)

参加費 無料

参加登録期間 事前登録(11月25日(水)～2月26日(金)) および当日申込

登録方法

大会参加申込みの際、「懇親会に参加する」で申込して下さい。

申込者へは、3月上旬に会場URLと参加方法の案内を配信します。

※懇親会にて優秀ポスター賞発表および授賞を行います。

### 参加申込・問合せ先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32

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

# 日本金属学会2021年春期(第168回)講演大会 第5回「高校生・高専学生ポスター発表」募集案内

申込締切日：2021年1月14日(木)

開催方法 オンライン

開催予定日時 2021年3月16日(火) 13:00~17:30の間で2時間程度を予定

対象者 高校生および3年以下の高専学生

発表方法 オンライン会議ツール

テーマ 材料に限定せず、フリーテーマです。(課題研究の成果、科学技術の取組等)

ポスター発表資料作成について：別途連絡

講演申込 <https://www.jim.or.jp/convention/2021spring>

講演概要原稿 不要

参加費および講演聴講

- ① 発表者、共同研究者および指導教員の参加費を免除し、講演大会の発表を聴講できる。
- ② 希望があれば、高校生・高専ポスター発表の関係者(親、友人)5名程度までの参加費を免除し、講演大会の発表を聴講することができる。
- ③ 指導教員は、事前に参加者リストを提出する。(別途用紙を送付予定)
- ④ 指導教員宛てに、参加者用IDとパスワードおよびプログラム1部を事前送付する。

問合せ・連絡先 公益社団法人日本金属学会 講演大会係

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312 E-mail: [annualm@jim.or.jp](mailto:annualm@jim.or.jp)

## 2021年春期講演大会

大会ホームページ・バナー広告、付設展示会(オンライン版)、誌上展示会(まてりあ5号)、  
技術セミナー、誌上技術セミナー(まてりあ5号)、大会プログラム広告(まてりあ3号付録)、  
R&Dセミナー 各募集要領

2021年3月16日(火)~19日(金)の4日間、オンラインにて開催される春期講演大会にて、各種広告、オンライン展示、各種セミナーを募集いたします。

### ■大会ホームページ・バナー広告

掲載期間 2021年1月末~(会期終了後もアーカイブで閲覧できます)

アクセス数 255,000アクセス(約2ヶ月、前回参考値)

サイズ タテ80ピクセル×ヨコ160ピクセル(静止画)

データ形式 静止画 PNG(.png), JPEG(.jpg), GIF(.gif)  
リンク先アドレスも合わせてご指定下さい。  
バナーデータ(+リンク先指定)入稿後、1週間程度で掲載させていただきます。

掲載料金 1枠50,000円(税別) ※バナーデータ制作費は別途です。  
※本会維持員様、プログラム広告掲載会社様は、50%OFF。

申込最終締切 2月16日(火)

### ■付設展示会(オンライン版)

研究開発用機器、書籍、ソフトウェア等の出展(掲載)を募集します。

1小間の内容 社名、連絡先、URL、展示内容(展示製品、PRポイント、動画リンク、等)、等

展示料金 1コマ ¥90,000(税別)  
※バナー広告1枠と誌上展示会1枠(まてりあ5号)とのセット料金

申込・原稿締切 1月20日(水)

### ■講演大会プログラム広告(冊子)

発行予定日 3月1日(月) まてりあ3号付録

原稿サイズ A4 1頁 天地260mm×左右180mm  
1/2頁 天地125mm×左右180mm

入稿形態 完全データ(グレースケール)

掲載料金 後付モノクロ1頁 ¥70,000(税別)  
後付モノクロ1/2頁 ¥40,000(税別)  
※付設展示会(オンライン版)出展社様は、50%OFF。  
※広告データ制作費は別途です。

申込締切 1月28日(木)

広告データ締切 2月4日(木)

### ■まてりあ5号・誌上展示会

オンライン展示会のフォローアップ広告を募集します。

発行予定日 5月1日(土)

掲載料金 1枠(1/4頁) ¥28,000(税別)  
※付設展示会(オンライン版)に1枠分の掲載料金が含まれています。

申込締切 3月30日(火)

広告原稿締切 4月5日(月)

### ■技術セミナー

オンライン会議システムを利用した企業セミナーへの参加企業を募集します。

開催日程 3月17日(水), 18日(木), 19日(金), 希望の時間帯  
参加料金 1 枠40分 ¥50,000(税別)  
申込締切 1月20日(水)

### ■まてりあ5号・誌上技術セミナー

企業セミナーのフォローアップ広告を募集します。

発行予定日 5月1日(土)  
掲載料金 モノクロ1頁+技術セミナー1枠 ¥150,000(税別)  
※技術セミナー1枠とのセット料金になります。  
申込締切 3月30日(火)  
広告原稿締切 4月5日(月)

### ■R&Dセミナー

オンライン会議システムを利用したR&Dセミナーを募集します。最新の研究開発動向をご紹介します。

開催日程 3月17日(水), 18日(木), 19日(金), 希望の時間帯(お昼は除く)  
参加料金 1 枠40分 ¥50,000(税別)  
申込締切 1月20日(水)

### ■申込・問合せ

〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4(友野本社ビル7F)  
株式会社 明報社(担当: 月岡太郎)  
☎ 03-3546-1337 FAX 03-3546-6306  
E-mail: tsukioka@meihosha.co.jp  
URL: http://www.meihosha.co.jp

◇2021年春期講演大会に関する情報は、随時ホームページでもお知らせして参ります。皆様のご参加をお待ちしております。

## 2021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: 2021年2月19日(金) 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。今年の秋期大会の公募シンポジウムテーマを募集いたします。次の要領をご参照のうえ、活発な討論が期待できる有益なテーマを積極的にご提案下さい。(提案様式はホームページよりダウンロードして下さい。)

詳細 まてりあ59巻12月号699頁またはホームページ→講演大会→お知らせ

## 2021年秋期講演大会 企画シンポジウムテーマ募集

提案期限: 2021年2月19日(金) 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、2017年秋期講演大会より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、企業の方に積極的に講演頂くため、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。

次の要領をご参照のうえ、活発な討論が期待できる有益なテーマおよび他学会との連携企画等積極的にご提案下さい。(提案様式はホームページよりダウンロードして下さい。)

詳細 まてりあ59巻12月号700頁またはホームページ→講演大会→お知らせ

問合せ先 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

### 電子ジャーナル機関購読のご案内

機関(IPアドレス)認証による電子ジャーナルのご購読が可能となっております。ご利用下さい。

対象誌 日本金属学会誌, Materials Transactions  
年間購読料金 別途お知らせいたします。お問合せ下さい。  
対象機関 大学類, 独立行政法人, 企業等  
問合せ先 〒105-0022 東京都港区海岸1-9-18  
国際浜松町ビル  
丸善雄松堂株式会社 学術情報ソリューション事業部 外国雑誌・eリソースセンター  
☎ 03-6367-6114 FAX 03-6367-6184  
E-mail: epro-j@maruzen.co.jp

## 各種賞推薦(自薦)のお願い

下記の推薦をお願いします。

### 第18回村上記念賞 候補者推薦のお願い

推薦資格 本会代議員による推薦  
推薦締切 2021年2月26日(金)  
詳細 までりあ59巻12号692頁またはホームページ→表彰

### 第69回論文賞・第1回新進論文賞 候補論文推薦(自薦)のお願い

推薦資格 本会代議員、会誌・欧文誌編集委員、当該論文の査読者、著者本人  
推薦締切 2021年2月26日(金)  
詳細 までりあ59巻12号693頁またはホームページ→表彰

### 第18回村上奨励賞・第31回奨励賞 候補者推薦のお願い

推薦資格 本会代議員1名、講演大会委員1名または正員3名による推薦  
推薦締切 2021年2月26日(金)  
詳細 までりあ59巻12号692頁またはホームページ→表彰

### 第11回までりあ賞 推薦(自薦)のお願い

推薦資格 会報編集委員または正員3名による推薦、著者本人  
推薦締切 2021年2月26日(金)  
詳細 までりあ59巻12号694頁またはホームページ→表彰



### 会報編集委員会からのお知らせ

## 会報「までりあ」の表紙デザインが変わりました

今月より20年振りに会報「までりあ」の表紙デザインが変わりました。皆様、ご覧になられていかがでしょうか。本年、「までりあ」は、おかげさまで発刊60巻となりました。今後とも会員読者の皆様の身近にある「までりあ」を目指して参ります。新表紙共々これからも宜しく願いいたします。  
尚、誌名はこれまで同様、和名：までりあ 英語名：Materia Japanの通り、変更はございません。



### 欧文誌編集委員会からのお知らせ

## Materials Transactions 論文フリーアクセス公開サービス(Open Choice)について

『公開後すぐに、できるだけ多くの読者に読んでもらいたい!!』というご要望に応えるため、投稿・掲載費用に、追加費用(3万円)をお支払いいただければ、半年間の認証期間を設けることなく、公開即フリーダウンロードを可能とするサービス(Open Choice)がございます。

是非ご利用下さい。詳細は、ホームページ：刊行物 → 欧文誌 をご参照下さい。

〈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(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

公 募

◇東北大学金属材料研究所 計算材料学研究部門 助教公募◇

公募人員 助教1名

所 属 計算材料学研究部門(久保研究室)

研究分野 分子動力学法，第一原理計算，第一原理分子動力学法，粗視化分子動力学法などの計算科学・理論科学。材料，化学，物理，金属，機械，バイオなど広範な分野の出身の方から募集いたします。

応募資格 博士の学位を有する方，あるいは着任予定時期までに博士の学位を取得見込みの方

着任時期 決定後，できるだけ早い時期

任 期 7年(審査により再任1回3年可)

- 提出書類 (1) 履歴書(写真添付)  
 (2) 研究業績リスト(原著論文，国際会議プロシーディングス，著書・解説，その他[受賞，特許，競争的資金獲得状況，国際会議発表等]に分類)  
 (3) これまでの研究の概要(2,000字程度)  
 (4) 研究に関する抱負(2,000字程度)  
 (5) 教育に関する抱負(500字程度)  
 (6) 主要論文別刷3編程度(コピー可)  
 (7) 作成した計算科学プログラムまたはサブルーチンの説明(500字程度)  
 (8) 照会可能者2名の氏名及び連絡先

公募締切 2021年1月29日(金)必着

書類送付先 〒980-8577 仙台市青葉区片平2-1-1  
 東北大学金属材料研究所 計算材料学研究部門  
 教授 久保百司

\*応募書類の封筒表面には「計算材料学研究部門 助教 応募書類在中」と朱書きし，必ず書留にてお送り下さい。

問合せ先 教授 久保百司 ☎ 022-215-2050  
 E-mail: momoji@imr.tohoku.ac.jp  
 http://www.simulation.imr.tohoku.ac.jp

公募情報の詳細は下記 URL をご参照下さい。

http://www.imr.tohoku.ac.jp/ja/news/open\_position/detail\_\_\_id=518.html

集 会

◇東京大学生産技術研究所 非鉄金属資源循環工学  
 寄付研究部門(JX 金属寄付ユニット)，  
 東京大学生産技術研究所 持続型エネルギー・  
 材料統合研究センター，  
 レアメタル研究会(第94回レアメタル研究会)による  
 特別・合同シンポジウム◇

- 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
- 協 賛：(公社)日本金属学会他
- 開催場所：ZOOM 等で行う「Online 講演会+Web交流会」  
 コロナウイルス感染防止対策のため，Zoom システム等を利用したオンライン開催となります。
- 参加登録・お問い合わせ：  
 岡部研 学術支援専門職員 宮寄智子  
 (E-mail: okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp)
- 会 費：参加費 無料(予定)  
 資料代 3000円(予定)【今回は，代金は頂かずに寄付のお願いとなる可能性あり】

《レアメタル研究会(第94回/第8回貴金属シンポジウム)  
 2021年1月8日(金) 14:00~Web開催

■講演会プログラム【敬称略】

★プログラムの順番等は変更される可能性があります★

- 神岡鋳業株式会社における貴金属の回収について(仮)  
 神岡鋳業株式会社 代表取締役社長 川谷哲也
- 塩化鉄リサイクル技術を活用した都市鉱山リサイクルのご紹介(仮)  
 株式会社アステック入江 FM 事業部 マネジャー 高橋宏幸
- 貴金属の回収精製と環境規制について(仮)  
 田中貴金属工業株式会社 化学回収カンパニー 湘南工場  
 回収技術セクションマネージャー 木村隆典
- 欧州非鉄金属精錬・リサイクル企業での勤務について(仮)  
 ~コロナ禍での移住とベルギーロックダウン生活，Umicore の紹介~  
 Umicore, Corporate Research & Development,  
 Project Manager (Recycling & Extraction Technologies)  
 八木良平
- JX 金属グループの使用済み LiB リサイクルへの取り組み(仮)  
 JX 金属株式会社 技術本部技術戦略部 Lib リサイクル事業推進室  
 技師 伊藤順一
- 貴金属のアノード電析(仮)  
 東京大学 生産技術研究所 助教 大内隆成
- 貴金属材料(仮)  
 松田産業株式会社 貴金属材料事業部 工業品部  
 工業品課 アシスタントマネージャー 鈴木岳彦

18:30~ Web 研究交流会・意見交換会  
 シンポジウム終了後からオンライン開催  
 詳細については今後ホームページに掲載いたします。

★レアメタル研究会ホームページ URL:  
 https://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40\_j.html

日本金属学会誌掲載論文

Vol. 85, No. 1 (2021)

——特集「発展を続ける局所力学測定とマクロ変形機構解析への応用」——

ナノインデンテーションによるマグネシウムの粒界近傍での局所塑性特性 須藤海志 松中 大介 染川 英俊

Al-Mg-Si系合金の析出挙動・局所力学挙動に及ぼす粒界性格の影響 橋本拓也 池田賢一 三浦誠司

ECC像中の{111}トレース解析—FCC材料のバルク試料における変形挙動その場観察法の確立に向けて 小山元道 中藤敬一郎 津崎兼彰

水晶振動子マイクロバランスを用いたメチルセルロース水溶液の局所的ゲル化挙動計測 山岡賢司 藤井義久 鳥飼直也

Interstitial Free (IF)鋼の粒界における局所力学特性に及ぼす幾何学因子とB添加の影響

遠藤一輝 井誠一郎 木村勇次 佐々木泰祐 後藤聡太 横田 毅 大村孝仁

ナノインデンテーション法を用いた粒界強度の評価 中野克哉 竹田健悟 井誠一郎 大村孝仁

Materials Transactions 掲載論文

Vol. 62, No. 1 (2021)

——Overview——

**Ab Initio Local-Energy and Local-Stress Calculations for Materials Science and Engineering**

Masanori Kohyama, Shingo Tanaka and Yoshinori Shiihara

——Regular Article——

**Materials Physics**

**A Field Effect Heat Flow Switching Device**

Takuya Matsunaga, Keisuke Hirata, Saurabh Singh, Masaharu Matsunami and Tsunehiro Takeuchi

**Fine Structure of Zr<sub>80</sub>Pt<sub>20</sub> Amorphous Alloy Determined from Anomalous X-ray Scattering (AXS) Data by Applying Reverse Monte-Carlo (RMC) Simulation Method**

T. Kawamata, T. Muto and K. Sugiyama

**Microstructure of Materials**

**Production of Low-Cost TiNbFe Alloys from the Elemental Powders of NbFe Pre-Alloy and Their Hydrogenation Features**

Ricardo Floriano, Rodrigo Contieri and Rafael de Araujo-Silva

**Metallic Niobium Powder Reduced by Atmospheric Magnesium Gas with Niobium Pentoxide Powder**

Su-Jin Park, Seon-Min Hwang, Jei-pil Wang, Young-Guk Son and Dong-Won Lee

**Evaluation of Surface Damage of Pd Using Cross-Sectional Electron Backscatter Diffraction Analysis**

Yoshiharu Murase, Naoya Miyauchi, Akiko Itakura and Hideki Katayama

**Mechanics of Materials**

**Effect of Water Saturation on the Brazilian Tension Test of Rocks**

Tianshu Bao, Kimihiro Hashiba and Katsunori Fukui

**Microstructure and Low Temperature Tensile Properties in Cu-50 mass%Fe Alloy**

Norimitsu Koga, Weisi Zhang, Shohei Tomono and Osamu Umezawa

**Measurement of Dislocation Density Change during Tensile Deformation in Coarse-Grained Aluminum by In-Situ XRD Technique with Tester Oscillation**

Hiroki Adachi, Hiroshi Mizowaki, Masahiro Hirata, Daisuke Okai and Hidetaka Nakanishi

**Effects of Surface Treatment on Fatigue Property of A5052-H14 and A2017-T4 Aluminum Alloys**

Ryota Kido, Ryoichi Kuwano, Makoto Hino, Keisuke Murayama, Seigo Kurosaka, Yukinori Oda, Keitaro Horikawa and Teruto Kanadani



**Effect of Phosphorus Content on Hydrogen Embrittlement for High Strength Steel Treated with Electroless Ni-P Plating** Makoto Hino, Yuho Doi, Ryoichi Kuwano, Yukinori Oda and Keitaro Horikawa

**Characterization of Sputtered Coatings with Various Nitrogen Content Deposited from High Aluminum Alloyed TiAlV Target**

Doan Dinh Phuong, Pham Van Trinh, Kyoung Il Moon, Hyun Jun Park, Phan Ngoc Minh and Luong Van Duong

**Plastic Flow Direction of Polycrystalline Magnesium** Yuichi Tadano

**Effect of Anisotropic Thermal Conductivity of Graphite Flakes and Interfacial Thermal Resistance on the Effective Thermal Conductivity of Graphite Flakes/Aluminum Composites**

Yan Zhao, Kenjiro Sugio, Yongbum Choi, Sasaki Gen, Zhefeng Xu and Jinku Yu

**Prevention of Tape-Induced Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Damage in Semiconductor Silicon Devices Encapsulated Utilizing Lead-on-Chip Packaging Technique**

Seong-Min Lee

**Materials Chemistry**

**Rapid Oxynitriding of Ti-6Al-4V Alloy by Induction Heating in Air** Kazuki Tamura, Shogo Takesue,

Tatsuro Morita, Elia Marin, Jun Komotori, Yoshitaka Misaka and Masao Kumagai

**Engineering Materials and Their Applications**

**Preparation of Calcium Phosphate-Biodegradable Polymer Composites with Ion-Releasing Ability for Enhancing Bone Formation**

Akari Kawai, Takashi Matsubara, Hirotaka Maeda, Akiko Obata and Toshihiro Kasuga

**Dual Acceleration of ε-τ Transformation in Mn-Al Induced by Zn-Addition and In-Magnetic-Field Annealing**

Ryota Kobayashi, Akio Takaki, Yoshifuru Mitsui, Rie Y. Umetsu, Kohki Takahashi, Masaki Mizuguchi and Keiichi Koyama

**Synthesis of Ferromagnetic τ-Mn-Al-C by Reactive Sintering**

Ryota Kobayashi, Yoshifuru Mitsui, Rie Y. Umetsu, Masaki Mizuguchi and Keiichi Koyama

**Express Rapid Publication**

**Nondestructive Testing of Friction-Fatigued Carburized Martensitic Steel**

Tomohisa Kanazawa, Masao Hayakawa, Danilo Beltran, Mitsuhiro Yoshimoto, Koya Saito, Youichi Maruyama, Munehisa Uchiyama and Toshihiko Sasaki

まてりあ 第60巻2号 予告

[金属素描] No. 14 タングステン  
 [解説] オープンチャンネル金属とその製造方法  
 .....岩谷産業(株)・阪大名誉教授 中嶋英雄  
 [最近の研究] 摩擦攪拌接合用ツールの長寿命化に関する研究動向  
 .....広島県立総合技研 大石 郁  
 [講義ノート] 金属製錬反応の速度論 I ~ 律速段階と物質移動速度 ~  
 .....東北大 北村信也

[新進気鋭] セラミックスのマイクロ力学特性と塑性変形機構  
 .....東大 増田紘士  
 [実学講座] 「金属材料実験の手引き」: 1. 組織の観察: 光学顕微鏡を用いた組織観察  
 [新技術・新製品]  
 一他一

編集の都合により変更になる場合があります

新 入 会 員

(2020年10月21日~2020年11月20日)

正 員

岩佐康弘 大阪冶金興業株式会社  
 木島秀夫 JFE スチール株式会社  
 佐野恭司 福田金属箔紛興業株式会社  
 清水秀昭 日本新金属株式会社

鳥谷弘迪 東邦金属株式会社  
 中島 諒 日本テクノプラス株式会社  
 成田麻未 名古屋工業大学  
 秦 朋美 株式会社大和化成研究所

平澤義光 NTN 株式会社  
 藤近伸一郎 小名浜製錬株式会社  
 山本正敏 山陽特殊製鋼株式会社

学 生 員

金澤智尚 千葉大学  
 小島裕貴 大同大学

高橋颯太 秋田大学  
 山崎 仁 北海道大学

外国学生会員

ZHAO YAN 広島大学

肖 天 広島工業大学

SUN Jiayu 東北大学

# 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>2021年1月</b>				
6～7	第17回ノートパソコンで出来る原子レベルのシミュレーション入門講習会～分子動力学計算と電子状態計算～(Web)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimuj@jsms.jp http://www.jsms.jp	
8	第94回レアメタル研究会(東大生産技研)(Web)(本号67頁)	レアメタル研究会	tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp https://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/index_j.html	
12～13	最近の化学工学講習会69「バリエーションと単位操作から見たリサイクル」(Web)	化学工学会関東支部	TEL 03-3943-3527 kanto@scej.org http://www.scej-kt.org/	
14～25	第69/70回表面科学基礎講座(Web)	日本表面真空学会	TEL 03-3812-0266 office@jvss.jp https://www.jvss.jp/	
21	第84回技術セミナー リスクベースメンテナンス入門—RBM(早稲田大)	腐食防食学会	TEL 03-3815-1161 naito-113-0033@jcorr.or.jp https://www.jcorr.or.jp/	
22	第115回シンポジウム「アルミニウム合金の連続鋳造技術」(Web)	軽金属学会	http://www.jilm.or.jp/	定員 70名
22	関西支部第23回塑性加工基礎講座「プロセッシング計算力学分科会特別共催セミナー「入門結晶塑性シミュレーション」」(Web)	日本塑性加工学会 関西支部	TEL 090-9280-0383 kansosei@mail.doshisha.ac.jp	1.8
22～23	第26回電子デバイス界面テクノロジー研究会—材料・プロセス・デバイス特性の物理—(Web)	応用物理学会薄膜・表面物理分科会他	http://www.edit-ws.jp/	
23	第26回高専シンポジウム in Yonago(米子)	高専シンポジウム協議会	TEL 0859-24-5161 date@yonago.kosen-ac.jp https://kosen-sympo.org/	
25～26	第28回超音波による非破壊評価シンポジウム(Web)	日本非破壊検査協会	TEL 03-5609-4015 nakamura@jsndi.or.jp	
28	第57回X線材料強度に関する討論会「X線材料強度研究の最前線」(Web)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimuj@jsms.jp http://www.jsms.jp	
28	関西支部第33回技術研修会「伸線とねじ加工の先端技術動向と実例」(Web)	日本塑性加工学会 関西支部	TEL 090-9280-0383 kansosei@mail.doshisha.ac.jp	1.14
28～29	第42回安全工学セミナー「安全マネジメント講座」(Web)	安全工学会	TEL 03-6206-2848 jsse-2004@nifty.com http://www.jsse.or.jp/	
29	第49回ガスタービンセミナー(Web)	日本ガスタービン学会	gtsj-office@gtsj.org http://www.gtsj.org/	
<b>2021年2月</b>				
1～8	2020年度溶接工学冬の夏季大学(オンデマンド開催)	溶接学会	TEL 03-5825-4073 jws-info@tg.rim.or.jp http://www.jweld.jp/	
2～3	Mate2021第27回『エレクトロニクスにおけるマイクロ接合・実装技術』シンポジウム(横浜)	スマートプロセス学会他	TEL 06-6878-5628 mate@sps-mste.jp http://sps-mste.jp/	
2～15	Mate2021 27th Symposium on “Microjoining and Assembly Technology in Electronics”(Web)	スマートプロセス学会他	TEL 06-6879-7568 mate@sps-mste.jp http://sps-mste.jp/mate2021/src/	
3	第341回塑性加工シンポジウム「製品の強度向上～素材と加工技術と製品～」(Web)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	1.25
4	第33回軽金属セミナー「アルミニウム合金の組織—中級編(時効析出)」(東京)	軽金属学会	http://www.jilm.or.jp/	定員 40名
19	LMPシンポジウム2021 レーザ加工技術の応用と最新動向(Web)	日本溶接協会	TEL 03-5823-6324 http://www-it.jwes.or.jp/kain/seminar/	定員 120名
26	理研シンポジウム第23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 65
<b>2021年3月</b>				
1～4	The 8th conference of Crystal Growth and Crystal Technology (CGCT8)第8回アジア結晶成長・結晶技術国際会議(Web)	アジア結晶成長および結晶技術学会他	a-yokotani@cgct-8.com https://www.cgct-8.com	
4	ウィンタースクール「トポロジー最適化の基礎～積層造形によるものづくりへの応用～」(Web)	日本計算工学会	TEL 03-3868-8957 office@jsces.org https://www.jsces.org//	2.19
9～11	2020年度量子ビームサイエンスフェスタ(Web)	高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所, J-PARCセンター他	qbsf2020-office@ml.post.kek.jp http://qbs-festa.kek.jp/2020/1stcircular.html	
12	第46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」(Web)	材料技術教育研究会	TEL 047-431-7451 info@ystl.jp http://www.mskoshukai.jp	3.1
12	第95回レアメタル研究会(東大生産技研)(10号565頁)	レアメタル研究会	tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp https://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/index_j.html	
16～19	日本金属学会春期講演大会(Web開催)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	講演 参加 1.7 2.26

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
19	第34回軽金属セミナー「アルミニウム合金の組織一応用編(加工・熱処理による組織変化)」(第7回)(東京)	軽金属学会	<a href="http://www.jilm.or.jp/">http://www.jilm.or.jp/</a>	定員 40名
27~31	The International Conference on Sintering 2022 (Sintering 2022国際会議)(岐阜)	Sintering 2022 国際会議組織委員会	<a href="https://www.sintering2022.org">https://www.sintering2022.org</a>	
2021年 5月				
19~20	第37回希土類討論会(松山)	日本希土類学会	TEL 06-6879-7352 kidorui@chem.eng.osaka-u.ac.jp <a href="http://www.kidorui.org/">http://www.kidorui.org/</a>	発表 1.22
2021年 6月				
3~5	2021年度塑性加工春季講演会(Web)	日本塑性加工学会	<a href="http://www.jstp.or.jp">http://www.jstp.or.jp</a>	
2021年 7月				
5~8	The 7th International Conference on the Characterization and Control of Interfaces for High Quality Advanced Materials (ICCCI2022)(富士吉田)	粉体工学会	<a href="http://ceramics.ynu.ac.jp/iccci2022/index.html">http://ceramics.ynu.ac.jp/iccci2022/index.html</a> iccci2022@ynu.ac.jp	
2021年 9月				
2~4	日本金属学会秋期講演大会(名城大学)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	
2021年11月				
28~12.2	The 9th International Symposium on Surface Science (ISSS-9)(高松)	日本表面真空学会	iss9@jvssjp <a href="https://www.jvss.jp/iss9/">https://www.jvss.jp/iss9/</a>	

## 追悼

## 本会元副会長 諸住正太郎先生を偲んで



本会元副会長 諸住正太郎先生は、2020年10月1日にご逝去されました。享年97歳でした。会員の皆様にご報告申し上げますとともに、先生のご生前のご功績を偲び、謹んで哀悼の意を表します。先生は1922年に小樽でお生まれになりました。1942年に盛岡高等工業学校冶金科を卒業され同年に三菱重工業株式会社技師、1949年に北海道大学工学部生産冶金工学科卒業、同年に北海道大学工学部助手、1952年に名古屋工業技術試験所主任研究員、1960年に東北大学金属材料研究所講師、同年に同研究所助教授を経て、1970年に教授に昇任され原子炉材料加工学講座を担当されました。1984年から3年間同研究所附属材料試験炉利用施設長を務められました。1986年に東北大学を退官後(1986年東北大学名誉教授)、千葉工業大学マグネシウム材料研究所の非常勤教授、富山大学水素同位体機能研究センターの客員教授を務められました。学会活動につきましては、本会の理事や副会長、軽金属学会の理事や副会長、日本マグネシウム協会の会長や顧問、日本原子力学会の東北支部長、プラズマ・核融合学会の理事などの要職を務められました。受賞は本会の第14回谷川・ハリス賞や論文賞、日本マグネシウム協会の第5回特別功労賞などです。先生のご研究分野は非常に広く非鉄金属材料を中心に多くの成果をあげられました。マグネシウムについては名古屋工業試験所の時代から東北大、千葉工業大学時代を含めて変形機構から実用合金の開発まで手掛けられました。原子炉材料分野では被覆管材料としてのマグネシウム合金、ベリリウム合金、ジルコニウム合金の加工性や熱処理効果について系統的に明らかにされました。さらに核融合炉材料の研究分野ではその黎明期から高融点合金のモリブデン合金やバナジウム合金について、加工性、水素挙動、セラミックス被覆や照射損傷分野で多大な成果を得られました。核融合構造材料の照射損傷については高速実験炉「常陽」による中性子試験を先導されまた加速器のイオンビーム利用など新しい手法を開発されました。1999年に勲三等旭日中綬章を受章されました。先生は教育指導においては、実験やゼミを先頭に立って行い学生を常に励ましてくださいました。研究の合間には、研究室対抗のバレーボール、駅伝、サッカーなどまた冬のスキーなど学生と一緒に楽しまれておりました。最近になるまで「材料系学生のための数式」という解説書を執筆されるなど常に後輩を励ましてくださいました。ここに、先生のご遺徳を偲び謹んでご冥福を心からお祈り申し上げます。



まてりあ 第60巻 第1号 (2021) 発行日 2021年1月1日 定価(本体1,700円+税)送料120円

発行所 公益社団法人日本金属学会

〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32

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

発行人 山村英明

印刷所 小宮山印刷工業株式会社

発売所 丸善雄松堂株式会社

〒160-0002 東京都新宿区四谷坂町 10-10

# 日本金属学会誌投稿の手引き

日本金属学会誌への投稿は、次の要件を満たさなければならない。

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

## 1. 日本金属学会誌に投稿可能な論文

### (1) 学術論文(10頁以内)

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

Materials TransactionsのRegular ArticleまたはExpress Rapid PublicationにWeb掲載後2年以内であれば、著者および内容が基本的に同一の場合に限り、和訳した論文を投稿できる。その事を脚注に明記する。ただし査読の結果、返却もあり得る。なお、著者が迅速掲載を希望し、追加費用を負担する場合は、査読期間短縮を含め迅速掲載のための処理を行う。

### (2) レビュー(15頁以内)

各専門分野の研究開発の背景や最近の状況および今後の展望等について、重要な文献を引用して、各専門分野の専門家のみならず他分野の専門家や学生等も対象に、その概要を公正にかつわかりやすく解説する論文。Materials TransactionsにWeb掲載後2年以内であれば投稿ができる。その事を脚注に明記する。また、Materials Transactions掲載論文と異なる部分がある場合は、その事を脚注に明記する。

### (3) オーバービュー(15頁以内)

単なる一般的なreviewではなく、執筆者独自の考えに立ってreviewし、取り上げた問題点の中において自説の位置付けを明確にした論文。ただし、事前に「タイトル」「氏名」「要旨」を編集委員会に提出し、了承を得た後、投稿する方式とする。Materials TransactionsにWeb掲載後2年以内であれば投稿ができる。その事を脚注に明記する。また、Materials Transactions掲載論文と異なる部分がある場合は、その事を脚注に明記する。

### (4) 技術論文(10頁以内)

金属及びその関連材料の実験技術、製造技術、設備技術、利用技術など、技術上の成果、基準、標準化、データベースなど、及び関連する事柄の調査、試験結果を報告した原著論文。

Materials TransactionsにWeb掲載後2年以内であれば、著者および内容が基本的に同一の場合に限り、和訳した論文を投稿できる。その事を脚注に明記する。ただし査読の結果、返却もあり得る。

### (5) 最近の研究動向(10頁以内)

特集企画や受賞論文等を対象にした最近の研究動向について、関連論文を引用し、Graphical Abstract等を利用しながら、その概要をわかりやすく紹介する論文。

### (6) 速報論文(4頁以内)

速報を要する短い論文。すなわち、新規性のある研究成果、技術開発に関する新知見、新アイデア、提案

等。最短2週間で審査を完了する。

### (7) オピニオン(2頁以内)

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

### (8) その他理事会で決議した分類

## 2. 投稿の方法

日本金属学会誌への投稿は <https://data.jim.or.jp/cgi-bin/jim/jentrytest1.cgi> にて原稿を提出する。

英文掲載済み論文の和訳論文の場合には、英文掲載済み論文PDFも送付する。

## 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を提出する。

### 3.1 記載内容

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

### 3.2 単位

SI単位を使用する。

### 3.3 引用文献・脚注

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

## 4. 審査

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

## 5. 校正

初校は著者の責任で行う。著者校正は原則として1回とし、誤植の修正に限る。

## 6. 投稿者負担金

6.1 投稿・掲載費用は、無料とする。(別刷の寄贈はありません。)

6.2 カラー図掲載を希望する場合は実費を負担する。(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 学術論文の迅速掲載費用：1万円

6.4 別刷購入希望の場合は、別途費用を負担する。

# 高温真空 3000℃への挑戦

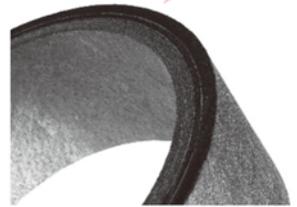
URL:<http://www.mechanical-carbon.co.jp/>

- 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



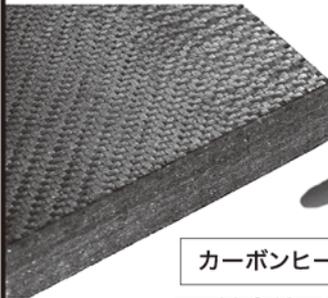
炉の改修

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



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)

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。

# 公益社団法人 日本金属学会

The Japan Institute of Metals and Materials

2021年  
春期

## 第168回講演大会

会期：2021年3月16日（火）～19（金）

開催方法：オンライン開催

付設展示会（オンライン版）、技術セミナー 開催予定。  
大会プログラム広告等も募集予定。

詳細は、下記までお問合せ下さい。  
株式会社 明報社 TEL：03-3546-1337  
[www.meihosha.co.jp](http://www.meihosha.co.jp)

# 先端電子顕微鏡フォーラム

会員募集

九州大学 超顕微解析研究センターが保有する電子顕微鏡・関連設備の  
学外開放について、利便性の高い会員制度を用意しています。

- 大学の設備を活用した研究開発ができる
- 人材育成ができる
- 成果は非公開でもよい

【会員特典】	①コンサルティング：	電子顕微鏡関連技術相談、研究者・技術者の紹介 他
	②情報提供：	電子顕微鏡関連ニュース、技術・製品紹介、研究報告 他
	③教育・研修支援：	電子顕微鏡関連研修会 (TEM・SEM)・研究会参加 他
	④研究・技術支援：	電子顕微鏡・各種機器の利用開放と指導
【会費】	A会員：①+② (年会費24万円)	B会員：①+②+③ (年会費48万円)
	C会員：①+②+③+④ (年会費90万円)	

## 保有する主な電子顕微鏡・関連設備

### ■電子顕微鏡

- ・超高压電子顕微鏡 (JEM-1300NEF)  
最高加速電圧1300kV、オメガ型電子エネルギー分光装置搭載、厚い試料の高分解能観察・3次元トモグラフィ解析が可能
- ・広電圧超高感度原子分解能電子顕微鏡 (JEM-ARM200CF)  
冷陰極電界放出電子銃、球面収差補正器搭載、低加速電圧での原子分解能観察・元素分析が可能
- ・3次元観察用電子分光型電子顕微鏡 (JEM-3200FSK)  
加速電圧300kV、XEDS・EELS分析、3次元トモグラフィ解析が可能



### ▶その他の電子顕微鏡

- ・収差補正走査透過電子顕微鏡 (JEM-ARM200F)
- ・ローレンツ電子顕微鏡 (TECNAI G2-F20)
- ・デジタル電子顕微鏡 (TECNAI 20)
- ・マイクロカロリメーター高エネルギー分解能元素分析装置付き走査電子顕微鏡 (超電導TES+SEM:Zeiss-ULTRA55)

### ■各種試料作製装置



- ・集束イオンビーム加工・観察装置 (FEI Quanta 3D 200i)  
走査電子顕微鏡を内蔵したGa集束イオンビーム加工装置
- ・直交型FIB-SEM (MI4000L)  
試料加工や三次元構造解析が可能



- ・Arイオン研磨装置
  - ・Gatan PIPS II (M-695)
  - ・Fischione TEM Mill (M-1050)
  - ・Fischione Nano Mill (M-1040)
  - ・Ion Slicer (EM-09100IS)



(公財)九州大学学術研究都市推進機構

TEL : 092-805-3677 mail : info@opack.jp URL : https://www.opack.jp/

〒819-0367 福岡市西区西都1-1-27