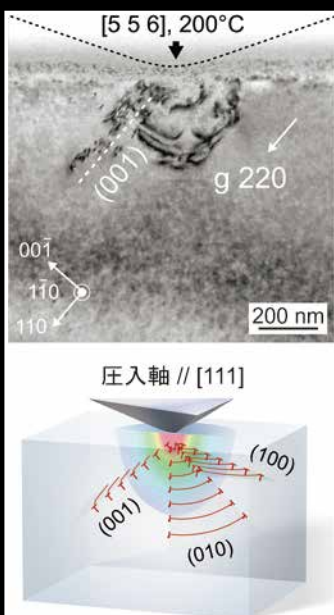


Materia Japan

まてりあ Vol.60

MTERE2 60 (2) 73~144 (2021)

No.2
2021



- 金属素描 ～タングステン～
- オープンチャンネル金属とその製造方法
- 摩擦攪拌接合用ツールの長寿命化に関する研究動向
- 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 —

まてりあ 60 巻記念企画：実学講座

新
企画

金属材料実験の手引き 1. 組織観察

1-1 光学顕微鏡を用いた組織観察

- 新技術・新製品

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

全自動シリアルセクションング3D顕微鏡

Fully-automated serial sectioning 3D microscope

実験室に行かなくても、リモートで確認操作できます！

PC、モバイルデバイスから遠隔コントロール、通知機能

新搭載！設定条件ライブラリー

設定値、動作設定、消耗品の自動選定

全自動！電解エッチング

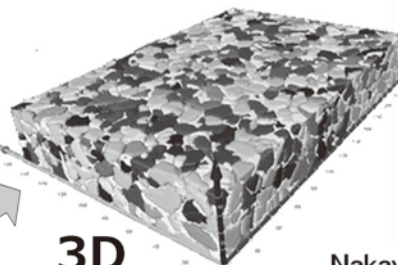
チタン、アルミ、ニッケル、ステンレス等

NEW！純正消耗品

逐次研磨像

Genus 3D™

HDR機能
搭載！



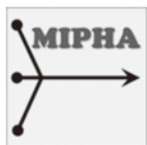
3D

Nakayamadenki Co., Ltd.



材料情報統合システム“MIPHA¹⁾”および“shinyMIPHA²⁾”

1)MIPHA: スタンドアロン, 2)shinyMIPHA: クラウドシステム



高度な材料組織形態解析と順・逆解析を搭載

・MIPHA: 機械学習型画像処理、連結性、分岐性、曲率解析、metric特徴量

・shinyMIPHA: パーシステントホモロジー、二点相関関数、豊富な順・逆解析

国内総発売元



株式会社 新興精機

大阪営業所

大阪府吹田市広芝町7-26

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

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

営業窓口 : 池内 ikeuchi@shinkouseiki.co.jp

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

2

2021
Vol.60
No.2

まてりあ

金属素描	No. 14 タングステン(Tungsten) 山本剛久	73
解説	オープンチャンネル金属とその製造方法 中嶋英雄	74
	ワイヤーの引抜きによる金属の作製法を紹介。従来技術よりも100倍も長い微細孔や従来、不可能であったスパイラル状の微細孔の創製に成功。	
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 大石 郁	82
	摩擦攪拌接合(FSW)の適用拡大のネックとなっている鉄鋼用接合ツールの長寿命化に関する最近の研究状況を多方面から紹介。	
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— 北村信也	89
	物質移動速度が律速する場合の反応速度の記述方法を解説。溶銑の脱リンを例に複数の反応が競合する場合も紹介。	
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 増田紘士	96
企画にあたって	まてりあ 60巻記念企画 実学講座「金属材料実験の手引き」について 編集チーム	101
実学講座	金属材料実験の手引き 1. 組織観察 1-1 光学顕微鏡を用いた組織観察 山本剛久	102
新技術・新製品	次世代 Pb フリー快削黄銅「グローブラス」の開発 大石恵一郎 後藤弘樹 須崎孝一	110
	鋼-炭素繊維強化樹脂層を複合させた超高压水素複合蓄圧器の開発 岡野拓史 高木周作 松原和輝 石川信行 竹村泰昌 影山泰輔 戸田祐貴 高野俊夫	113
	自動車ブレーキ用ハイブリッドセラミックスの開発 後藤 健 郭樹 啓 森田一樹 青沼伸一郎 中川成人 香川 豊	116
	強度、耐変色性、製造性に優れた VCM 板ばね向け Cu-Ni-Al 合金の開発 首藤俊也 笠谷周平 兵藤 宏 渡辺宏治 成枝宏人 菅原 章 千星 聡	119
先達からのお便り	まてりあ 60巻記念企画 金属材料の発展の歴史と将来 増本 健	122
産官学交差点	レアメタル研究会 岡部 徹	125
科学館めぐり	大和ミュージアム(呉市海事歴史科学館) 野山義裕	129
美しい金属の写真	Mater. Trans., 57(2016), 357-361; Figure 2	130
スポットライト	黄銅の色調変化の研究 二階堂智明 木村昌弘 渡邊 律 柳内悠吾 川勝祐貴	131
本会記事	会告	133
	次号予告	141
	掲示板	137
	書評	141
	新入会員	139
	行事カレンダー	142
	会誌・欧文誌 2 号目次	140

【今月の表紙写真】 ジルコニアセラミックスへのナノインデンテーション試験によって形成した転位組織。(増田紘士 著 96頁 図3より掲載)

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

ALLOYS & METALS

品名	純度	形状	品名	純度	形状	品名	純度	形状
純 金 属			高 純 度 金 属			中 間 合 金		
高純度アルミニウム	99.99%	約1kgインゴット	アルミニウム	99.999%	粒状100g入	銅	P>14.5%	粒 状
アルミニウム	>99.7%	〃	アルミニウム	〃	約100g塊	シリコン	Si 15%	約1kgインゴット
アルミニウム粒	99.99%	粒状1kg入	銀	99.999%	粒 状	マンガン	Mn 25%	〃
アルミニウム粉	99.7%	粉 末	ビスマス	99.9999%	粒状100g入	マグネシウム	Mg 50%	約800gインゴット
銀	99.99%	粒 状	ビスマス	〃	約100g塊	クロム	Cr 10%	約1kgインゴット
ボロンクリスタル	99.4%	3~8mm小塊	高純度クロム(4N5)	99.995%	薄 片 状	テルル	Te 50%	〃
ボロンアモルファス	95~97%	粉 末	無 酸 素 銅	99.99%	10X10X1mm	コバルト	Co 10%	〃
ビスマス	99.99%	針 状	鉄(マイロンSHP)	99.99%	25X25X2mm	ニッケル	Ni 30%	〃
コバルト粒(ロシア産)	99.3%	粒 状	ガリウム	99.9999%	粒状25g入	鉄	Fe 10%	〃
電解コバルト(従来品)	99.9%	フレーク状	ゲルマニウム	99.999%	約50g塊	チタン	Ti 50%	〃
電解コバルト(FB)	99.9%	約25X25X10mm	インジウム	99.999%	粒状100g入	ジルコニウム	Zr 50%	〃
金属クロム	99%	塊 状	インジウム	〃	約100g塊	ボロン	B 2%	粒 状
電解クロム	99%	薄 片 状	マンガン	99.999%	薄 片 状	アルミ銅	Cu 40%	約5~7kgインゴット
クロム粉	99%	粉末500g入	錫	99.999%	粒状100g入			
電気銅	99.99%	約25X50X10mm	錫	〃	約100g塊	アルミマグネシウム	Mg 20%	約2kgインゴット
電解鉄(アトミロンMP)	99.9%	小 片 状	アンチモン	99.9999%	粒状100g入	アルミマンガン	Mn 10%	約5kgインゴット
電解鉄(アトミロンYL)	〃	小片状25kg入	アンチモン	〃	約100g塊	アルミニウム	Ni 20%	〃
電解鉄(アトミロンFP)	〃	〃	テルル	99.9999%	粒状100g入	アルミクロム	Cr 5%	〃
電解鉄(アトミロンXL)	〃	〃	ル	〃	約100g塊	アルミチタン	Ti 5%	約4~5kgインゴット
電 解 鉄 粉	99%	粉末1kg入	亜鉛	99.999%	約100g塊			
ハフニウム	99.6%	スポンジ小塊	亜鉛	〃	約100g塊	アルミシリコン	Si 25%	〃
インジウム	99.99%	塊 状	亜鉛	99.9999%	粒状100g入	アルミコバルト	Co 5%	〃
マグネシウム200	99.9%	約200g塊	亜鉛	〃	約100g塊	アルミモリブデン	Mo 5%	〃
マグネシウム100	99.9%	約100g塊	亜鉛	99.9%	約100g塊	アルミタングステン	W 2.5%	〃
電 解 マ ン ガ ン	99.9%	薄 片 状	チタン	99.999%	5φX150mm塊 状	アルミベリリウム	Be 2.5%	約50gインゴット
モリブデン粉	99.9%	粉 末	高純度シリコンスクラップ	99.999%	〃	アルミ鉄	Fe 50%	塊 状
ニオブグラニュー	99.9%	3~10mm小塊	レアアースメタル			アルミジルコニウム	Zr 5%	約5kgインゴット
ニオブ粉	〃	粉 末	イットリウム	99.9%	塊状、削状、粉状	アルミボロン	B 4%	約200gインゴット
電気ニッケル	99.99%	25X25X10mm	ランタン	〃	〃	アルミバナジウム	V 50%	3~10mm小塊状
ニッケルベレット	99.97%	6~12mm球状	プラセオジウム	〃	〃	アルミストロンチウム	Sr 10%	約100gインゴット
レニウム粉	99.99%	粉 末	ネオジウム	〃	〃	アルミカルシウム	Ca 10%	約2.5kgインゴット
ルテニウム粉	99.9%	〃	サマリウム	〃	〃	ニッケルボロン	B 15%	1~30mm小塊状
アンチモン	99.9%	塊 状	イッテルビウム	〃	〃	ニッケルニオブ	Nb 60%	塊 状
金属シリコン(中国産)	99%	〃	テルビウム	〃	〃	ニッケルマグネシウム	Mg 50%	約1.5kgインゴット
金属シリコン(ブラジル産)	〃	〃	ジスプロシウム	〃	〃	コバルトボロン	B 15%	1~30mm小塊状
錫インゴット	99.99%	約1kgインゴット	ホルミウム	〃	〃	燐	P 5%	インゴット
錫粒	〃	粒 状	エルビウム	〃	〃			
タンタル塊	99.9%	3~10mm小塊	ガドリニウム	〃	〃			
タンタル粉	〃	粉 状	ツリウム	〃	〃			
テルル	99.99%	小 球 状	ルテチウム	〃	〃			
スポンジチタン	99.7%	スポンジ塊	セリウム	〃	塊 状 の み			
チタン板	JIS 1種	250X250X1mm	ユーロビウム	〃	〃			
バナジウム	99.7%	3~10mm小塊	ミッシュメタル	TRE>97%	5.4φX6mm 200g入			
バナジウム粉	〃	粉 末						
タングステン	99.9%	〃						
タングステンスクラップ	99.9%	〃						
亜鉛インゴット	99.99%	板 状						
亜鉛粒	〃	約2kgインゴット						
ジルコニウム	>99.5%	粒 状						
		スポンジ塊						

お問い合わせは、必ず下記事項をご記入の上、FAXしてください。

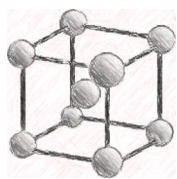
「社名」または「大学名」、および「所属と名前」、個人の方は「名前」
「郵便番号・住所・電話・FAX」・「商品名・純度・形状・希望数量」
見積・注文でお急ぎの場合は「至急」と明記して下さい。

FAX (03)
3294-9336

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

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

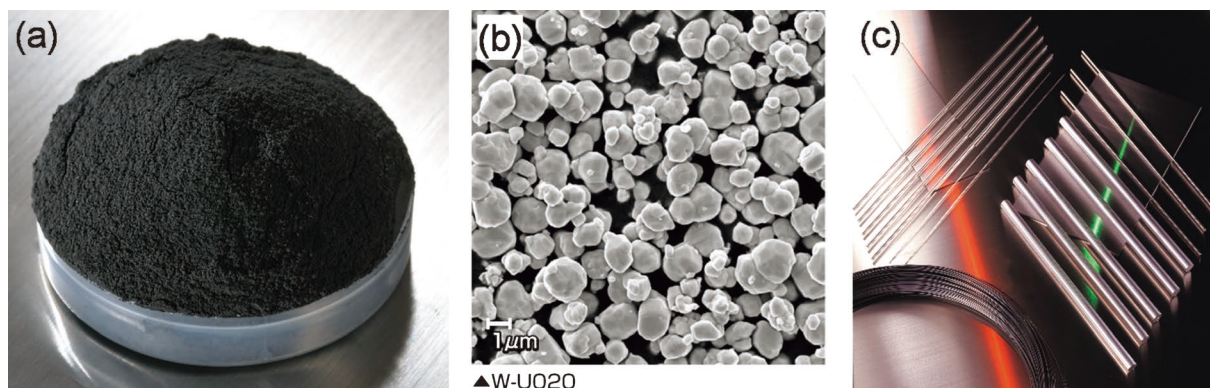
●土曜・日曜・祭日休業 ●手形取引はいたしません
●輸出はせず国内取引のみ



シリーズ「金属素描」

No. 14 タングステン (Tungsten)

名古屋大学 山 本 剛 久



元素名：Tungsten，原子番号：74，質量数：183.84，電子配置：[Xe] 4f¹⁴ 5d⁴ 6s²，密度：19.254 Mg·m⁻³(298 K)，結晶構造：体心立方，融点：3653 K，沸点：5800 K⁽¹⁾，地殻存在量：1 μg·g⁻¹⁽²⁾ 【写真】(a) W 粉，純度≧99.9%，(b) W 粉の SEM 像，(c) W 棒・線材(特アライドマテリアル 写真提供)

タングステンと聞くと、重いというイメージがまずは頭に浮かぶのではないだろうか。まさしくそのとおりであり、その密度はウラン(18.95 Mg·m⁻³)よりも若干大きく、金(19.32 Mg·m⁻³)と同程度であり、その上には白金(21.45 Mg·m⁻³)や最も密度の高いオスmium(22.59 Mg·m⁻³)などを含めた数種類しか存在しない。重いだけではなく、融点は金属中で最も高い。何となくイメージ的には、強くて頼れる金属という感じだろうか。主な鉱石は、鉄マンガン重石(これはドイツ語で Wolframite と表記され、ここから元素名の W が使われるようになった)と灰重石であり、いずれも鉱石中に含まれる WO₃ の品位を高めてタングステンが精鉱されていく。タングステン生産量は、中国が圧倒的に多く、次いでベトナム、ロシア、カナダ、と続いていく。修正クラーク数は 1 μg·g⁻¹ 程度であり、銅の約半分、リチウムと同程度である。

タングステンの用途は、先に述べたように強くて頼れるというイメージ通り、貫通力を高くする目的のもと、砲弾や徹甲弾などにも用いられる。同じように重いという観点からは、そのものずばりで、錘に使われることも多い。こんな平和的な利用で最も身近な用途は、白熱電球のフィラメントであろう。今は LED に代替されつつあるが、白熱電球が放つ色合いは LED にはない良さがある。同じような用途では、今でもマニアックなオーディオ機器の一部で用いられている真空管のフィラメントや、その中で電流を調整するメッシュ材などにも使われている。真空管が放つあの淡い色の光は、なんとも言えない味わい深いものがある。最初に挙げたイメージとは全く逆ではあるが、融点が高いということをさらに活かして、電子顕微鏡などの電子銃用のフィラメントとしても広範に用いられているし、理科系の学生実験で経験した

ことがあるであろう真空蒸着装置のバスケット材や、真空超高温電気炉の発熱体にも利用されている。融点が高い割には、大気中だと 400℃程度から酸化が顕著となり簡単に WO₃ に戻ってしまうので、注意が必要である。合金材料としては、鋼に添加材として用いられ、硬くて強度の高い工具鋼として広く使われている。これ以外には、耐酸化性を向上させた比重の高い合金も知られている。ところで、タングステン化合物において、強いタングステンというイメージにぴったりなのが、ダイヤモンドに近い硬さを誇る炭化物 WC であろう。この WC は、コバルトを結合相として複合化させた超硬合金(Cemented carbide)として用いられ、この合金は、切削工具、ダイス、プレス型など実に広い分野で使用されている。工具としての半導体基板への穴加工などに用いられるミニチュアドリルでは、直径 0.1 mm 程度のものも作られている一方、トンネルを掘削していくシールド工法の切削部には数メートルの大きさのものも用いられている。様々な用途に対応できるよう、非常に多様な超硬合金が用意されているのである。

電球の淡い色から砲弾まで非常に幅の広い分野で用いられているタングstenは、どことなく頼りがいのあるおっちゃんというイメージだろうか。

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. 15 ネオジム

FRITSCH “NANO 領域”

遊星型ボールミル “PREMIUM LINE”

モデル P-7 **新型**

特色

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



従来型ボールミル “CLASSIC LINE”

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



フリッチュ社が開発した
遊星型シリーズの
バイオニア機種。

世界で初めて容器ひとつで
遊星運動に成功した
ベストセラー機種

少量試料を対象にした
パワフルな機種

全機種共通の特長

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



P5



P6



P7

カタログおよび価格表は弊社にお問い合わせください

フリッチュジャパン株式会社

本 社 〒231-0023 横浜市中区山下町252
大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島7-2-7

URL <http://www.fritsch.co.jp>
E-mail info@fritsch.co.jp

TEL 045-641-8550 FAX 045-641-8364
TEL 06-6390-0520 FAX 06-6390-0521

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



自動研磨機 **SCANDIMATIC 33305**

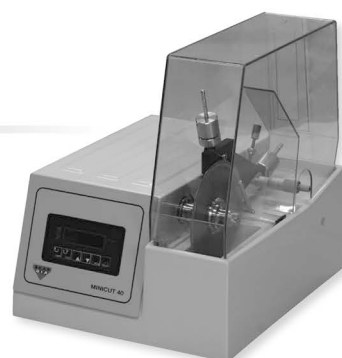
ヨーロッパ伝統の重錘を使った昔ながらのシンプルにして堅牢な研磨機。必要最低限の機能のみを搭載。それが経済的な価格を生み出しました。



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

精密切断機 **MINICUT 4000**

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



試料埋め込み材料、アクセサリ



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

- 試料への密着性が高い常温硬化剤。硬化時間はわずか5分
- 構成は粉末硬化剤と液体硬化剤。これを10:6の比率で混合

その他各種有効な消耗品を用意しております。

カタログおよび価格表は弊社にお問い合わせください

フリッチュ・ジャパン株式会社

本社 〒231-0023 横浜市中区山下町252
大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島7-2-7
福岡営業所 〒819-0022 福岡市西区福重5-4-2

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

Tel (045)641-8550 Fax (045)641-8364
Tel (06)6390-0520 Fax (06)6390-0521
Tel (092)707-6131 Fax (092)707-6131

オープンチャンネル金属と その製造方法

中 嶋 英 雄*

1. は じ め に

ポーラス金属や発泡金属は低密度で大きな表面積を有し無垢の金属とは大きく異なる。これらの金属は軽量化材料、触媒、電極、振動やエネルギー吸収材、衝撃吸収材などへ応用が期待され、そのいくつかは製品化されている⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。ポーラス金属の多くは気孔が球状や多面体形で等方的であるが、ロータス金属は一方向に配列した異方的形状の気孔である⁽⁵⁾⁻⁽⁹⁾。このような一方向気孔のポーラス材料は自然界の木材、葉、茎などにも見られ、流路としての機能を持っている。ロータス銅は一方向気孔に冷媒を流すことによって優れた冷却能を有するヒートシンクとして開発が進められている⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾。しかしながら、気孔長が有限であるので、流路としての貫通性を確保するためにロータス銅を薄く切断して使用しなければならないという制約がある。もし気孔が長いロータス金属ができれば貫通孔を得るためにスライスする必要がなくなる。また、アルミニウムでロータス金属ができれば軽量の低コストの製品化が可能になる。しかしながら、ロータス金属の製法では良質なロータスアルミニウムを製造することができない⁽¹²⁾。

このような金属の溶融過程を介さない金属合金の穿孔方法には、機械的なドリル法、電子ビームやレーザーアブレーション法などがある。前者では、金属にドリルを当てて回転させ切削金属片を除去して穿孔できるが、細い孔を開けるには技術的難点がある⁽¹³⁾。まず(1)直径1 mm以下の細いドリルの刃を製造するのは容易ではないこと、(2)ドリルの刃は金属中で回転すれば摩損しやすく、従って1 mm以下の穿孔は長時間をかけなければならない、コスト高になってしまう。それに対して、Gillen と Moore は電子ビームを利用して穿孔

した⁽¹⁴⁾。静電レンズで電子ビームを絞り照射し、金属面に小さな溶融池を作りそれを蒸発させて孔を開けた。高真空雰囲気が必要とするので実用化には不適である。一方、Williams と Zouch は大気中でレーザーを用いて穿孔した⁽¹⁵⁾。この穿孔技術は航空機ジェットエンジンの燃焼室の冷却パネルの多孔質化に採用されているが、穿孔には時間と費用がかさむ。これらの2種類の方法では孔の直径に対する長さの比(アスペクト比)は高々10程度であり長尺の孔の作製には適していない。

以上の方法に対して、以下ではテンプレート(鋳型)にワイヤーを用いて焼結金属や溶融金属中にそのワイヤーを埋入し固化させた後、そのワイヤーを除去する方法で孔を作る手法を紹介する。この方法によって比較的長尺の細い孔を形成させることができる。このような方法で作製された方向性を有する孔をもつポーラス金属をオープンチャンネル金属と呼ぶことにする⁽¹⁶⁾。本解説の前半では従来研究されてきたオープンチャンネル金属の製法を比較検討し、後半では、著者の発明した簡便なオープンチャンネル金属の製法を紹介し、その優位性について言及する。

2. 粉末焼結法によるオープンチャンネル銅、チタンとその合金の作製

一方向性気孔を有するロータス金属は溶融状態と固体状態のガスの溶解度差を利用して作製されるが⁽¹⁷⁾、ここではこのロータス金属の製法とは異なる粉末焼結法や溶融凝固法によるオープンチャンネル金属の作製法を紹介する。これらの製法を一覧表にまとめたものが表1である。Hakamada らは直径80~150 μm のポリフッ化ビニリデンワイヤーをスペーサーとして銅粉末に埋入し、その銅粉体を300 MPaで一

* 岩谷産業株式会社中央研究所・技術顧問、大阪大学名誉教授(〒661-0965 尼崎市次屋3-3-16)
Open-channel Metals and Their Fabrication Methods; Hideo Nakajima(Iwatani R&D Center, Iwatani Corporation, Ltd. Amagasaki, Professor Emeritus, Osaka University)
Keywords: open-channel metals, porous metals, aluminum, solidification, holes, porosity, extraction, x-ray CT scan
2020年11月2日受理[doi:10.2320/materia.60.74]

表1 粉末焼結法および溶融凝固法によって作製されたオープンチャンネル金属合金の研究.

金属合金	作製方法	テンプレート材料(直径)	テンプレートの除去法 (除去に要する時間)	孔サイズ/気孔率	研究者(文献番号) (年)
Cu	粉末焼結法	Alワイヤー(0.2, 0.5 mm)	化学的溶解(48 hrs)	孔サイズ 0.2, 0.5 mm	Hakamada et al. ⁽¹⁸⁾ (2008)
Cu	粉末焼結法	ポリフッ化ビニリデンワイヤー (0.08–0.15 mm)	蒸発	クラック発生	Hakamada et al. ⁽¹⁹⁾ (2007)
Ti	粉末焼結法	鉄鋼ワイヤー(0.25–0.5 mm) 鋼球(1.58 mm)	電気化学的溶解(10 hrs)		Kwok et al. ⁽²⁰⁾ (2008)
Ti-6Al-4V	粉末焼結法	鉄鋼ワイヤー	電気化学的溶解	気孔率19%, 34%	Jorgensen and Dunand ⁽²¹⁾ (2011)
NiTi	粉末焼結法	鉄鋼ワイヤー	電気化学的溶解 (25–62 hrs)		Neurohr and Dunand ⁽²²⁾ (2011)
Al-Si	溶融凝固法	鉄鋼ワイヤー(0.5–5 mm)	半熔融金属中での引抜き	孔サイズ 0.5–5 mm	Haga and Fuse ⁽²³⁾ (2018)
Al-Mg, Al-Mn, Al-Cu, Cu-Zn	溶融凝固法	鉄鋼ワイヤー(2 mm)	半熔融金属中での引抜き	孔サイズ 2 mm	Haga and Fuse ⁽²⁵⁾ (2019)
Al-Mg-Si-Cu (A6061)	溶融凝固法	グラファイト棒(2–4 mm)	加熱蒸発(290 hrs)	孔サイズ 2–4 mm 気孔率36–48%	Muto et al. ⁽²⁶⁾ (2019)
Al	溶融凝固法	鉄鋼ワイヤー(0.28–3.2 mm)	室温での引抜き	孔サイズ 0.28–3.2 mm 気孔率0.3–32%	Nakajima ⁽²⁷⁾ (2019)

軸圧縮した。その後、Ar + 5 vol% H₂ 雰囲気中で 900℃に 2 h 保持して焼結を行った。焼結中にフルオロカーボン(炭素–フッ素結合を持つ有機化合物)は蒸発し孔が残る。図 1 (a) はオープンチャンネル銅の孔の断面写真であるが、圧縮軸と垂直方向にクラックが発生している。これは銅とポリフッ化ビニリデンの間の弾性率の差が大きいことに起因している。このクラックの発生を抑制するためにアルミニウムワイヤー(直径 200 μm と 500 μm)が使われた。アルミニウムと銅の弾性率は大きく違わない。銅粉体中にアルミニウムワイヤー(直径 200 μm)を埋入し 300 MPa の一軸方向に圧縮した後、0.2 mol/L の NaOH 水溶液中に 48 h 浸漬しアルミニウムワイヤーを溶出させた。図 1(b)にその孔の断面が示されている。クラックは発生していないが、テンプレートとなるアルミニウムワイヤーの断面は円形であるにもかかわらず形成された孔の断面は楕円形になっている。一軸加圧成形に代わって冷間静水圧圧縮成形(CIP)を採用すると孔の断面は円形状に改善された。CIP を用いることによってアルミニウムワイヤーのテンプレートをオープンチャンネルアルミニウムの孔の形にそのまま成形させることができた⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾。

Dunand らは、①開放型気孔には骨成分が侵入してインプラントの固着力を高め、②気孔による多孔質化がインプラントの剛性率を低減させるという根拠から生体材料への適用を想定してオープンチャンネルチタン⁽²⁰⁾およびその合金⁽²¹⁾や NiTi⁽²²⁾の作製研究を行なった。スペーサーとして鋼ワイヤー、球、メッシュをチタン粉体中に埋入し 350 MPa の冷間静水圧圧縮成形した。さらに、10^{−6} Torr の真空中で1050℃、12 h の焼結処理が施された。その後、電気化学的な方法で鋼スペーサーを解離させた。直径 500 μm、長さ 8 mm の鋼ワイヤーを除去するのに 10 h を要している。直径 250

μm、長さ 7 mm の炭素鋼ワイヤーを解離させるのに 20 h をかけている。図 2 に示すように、炭素鋼ワイヤーを解離させて形成された孔の径はワイヤー径と同一であった。鋼中の炭素の存在によって TiC 層が形成され Fe と Ti の相互拡散が抑制されたことによると考えられる。それに対して直径 406 μm の炭素を含まない鋼ワイヤーをスペーサーに用いた場合、図 3 に示すように解離後の孔はワイヤーの直径よりも 2 倍も大きくなっている。これは Ti と Fe による相互拡散層が形成されてその拡散層も電気化学的に解離されてしまい、孔径が大きくなったと推察される。この 2 つの研究グループによる作製法は粉末焼結法を使っているので、製造コストが高価であり孔生成には長時間を要し、量産化には不適である。

3. 溶融凝固法によるオープンチャンネルアルミニウムとその合金の作製

Haga と Fuse はアルミニウムとその合金を半熔融状態に保持して埋入されたテンプレートワイヤーを引抜いてオープンチャンネルアルミニウムとアルミニウム合金を作製した^{(23)–(25)}。直径が 0.5–5.0 mm の軟鋼ワイヤーを鋳型内に図 4 (a)に示すように取り付けて、その鋳型に熔融金属を注入した。凝固過程の半熔融状態においてアルミニウムあるいはアルミニウム合金から軟鋼ワイヤーを引抜いた。Al-Si 合金の結果が図 4(b)に示されている。Si が 6 mass%以上の合金では引抜き可能な温度幅は狭くなり、共晶温度以上の温度でのみワイヤーを引抜くことができる。温度が液相線温度に近づくにつれて固相成分は減少し液相成分の割合が増加するので、引抜き孔はテンプレートの円形形状から逸脱して変形

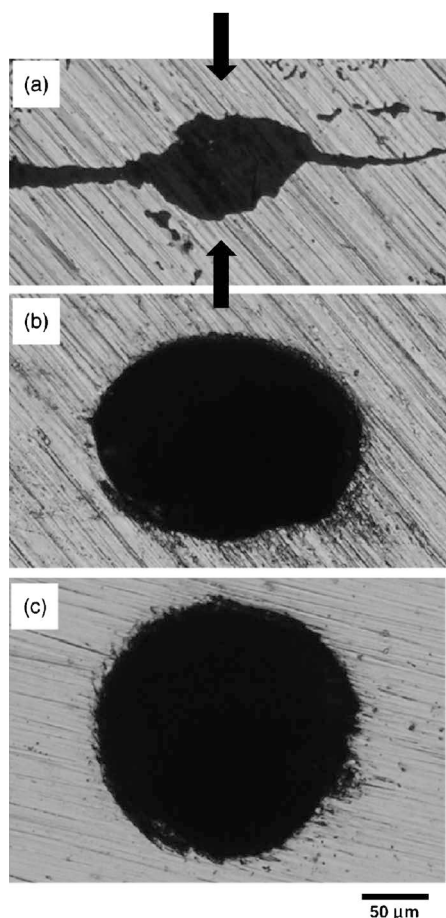


図1 粉末焼結法によって作製されたオープンチャンネル銅.
(a) 300 MPaで一軸圧縮した銅焼結体からポリフッ化ビニリデンワイヤー除去して形成された孔(圧縮方向→で示した), (b) 300 MPaで一軸圧縮した銅焼結体からアルミニウムワイヤーを溶解させて形成された孔, (c) 300 MPaで冷間静水圧圧縮成形した銅焼結体からアルミニウムワイヤーを溶解させて形成された孔⁽¹⁹⁾.

してしまう。一方、共晶温度以下では合金は完全に凝固し剛性が高まることによってテンプレートワイヤーは引抜くことができなかった。図5には530℃から640℃の温度範囲の半熔融状態のA6061 (Al-(0.8-1.2) mass % Mg-(0.4-0.8) mass % Si) 合金を引抜いて形成された孔の断面の形状を示した。温度の上昇と共に円形状から逸脱した乱れた形状と化している。これは温度が上昇して液相線に近づくにつれてアルミニウムあるいはその合金の粘性が低下して引抜き後の孔が変形しやすくなったためと考えられる。本作製法では半熔融状態を利用するために、引抜き工程を高温で行うことが不可欠である。また、半熔融状態を形成する合金に限定されてしまうため、半熔融プロセスを使わない作製法が望まれる。

Muto らはグラファイトロッドを熔融アルミニウム合金中に埋入し凝固させた後、高温で長時間加熱してグラファイトを除去してオープンチャンネルアルミニウム合金を作製した⁽²⁶⁾。直径2.0, 3.0, 4.0 mmの太さのグラファイトロッドがテンプレートとして用いられた。凝固したアルミニウム合金インゴットを大気中で615℃にて27~290 h加熱した。図

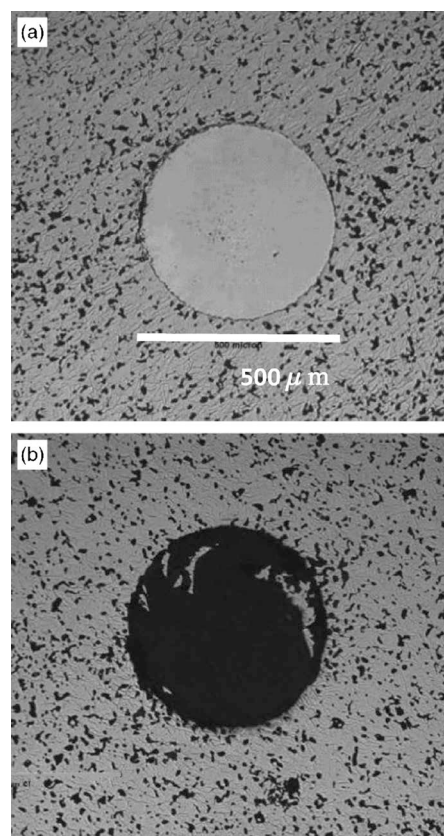


図2 (a) チタン粉末固化材に埋入された炭素鋼ワイヤーの断面, (b) チタン粉末固化材に埋入された炭素鋼ワイヤーを電気化学的に溶解させて作製された孔⁽²⁰⁾.

6はそれぞれの加熱時間を経過した後の直径25 mm, 長さ20 mmのアルミニウム合金インゴットの断面写真を示したものである。48 h以上の長時間加熱することによって炭素の酸化蒸発が進行し20 mmの貫通孔が生成された。さらに290 hの加熱によって完全に炭素が蒸発、除去されて穿孔が終了した。また、ECAE (Equal-Channel Angular Extrusion) 法を用いて断面積を減じることなく塑性加工処理してアルミニウム合金の結晶粒を微細化し強化した。この際、埋入されたグラファイトロッドが破壊され破片を除去することによって孔を作製する試みも行っている。この作製法ではグラファイトロッドを用いているために直径2 mm以下の細線をテンプレートに用いることができず、それ以下の微細孔の穿孔は困難であり、長時間の加熱酸化や塑性加工が不可欠である。グラファイトロッドを用いずに酸化処理や塑性加工を必要としない低コストの作製法が望まれる。

4. 金属ワイヤーの引抜きによるオープンチャンネルアルミニウムの作製

オープンチャンネル金属を製品に応用するには長尺の微細孔を有する多孔質金属を長時間を費やさずに低コストで製造することが必要である。また、前述のオープンチャンネル金属の製造技術は直線形状の孔しか作製することができない。

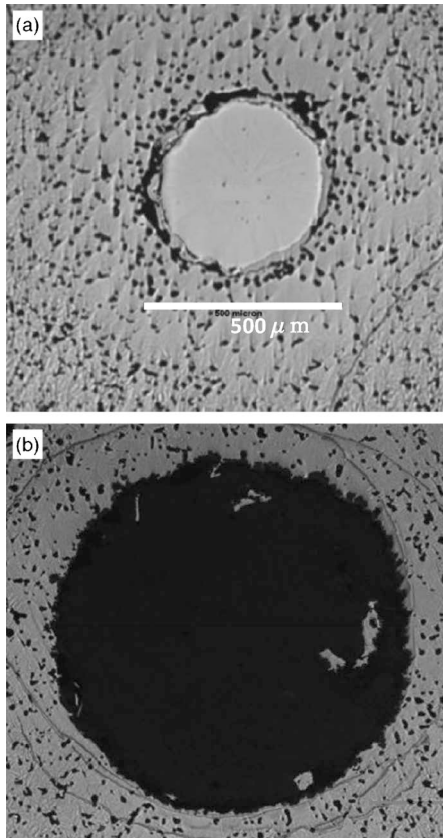


図3 (a)チタン粉末固化体に埋入された太さ 406 μm の炭素を含まない銅ワイヤーの断面, (b)チタン粉体固化材に埋入された銅ワイヤーを電気化学的に溶解させて作製された孔. 孔径は 800 μm に拡大している⁽²⁰⁾.

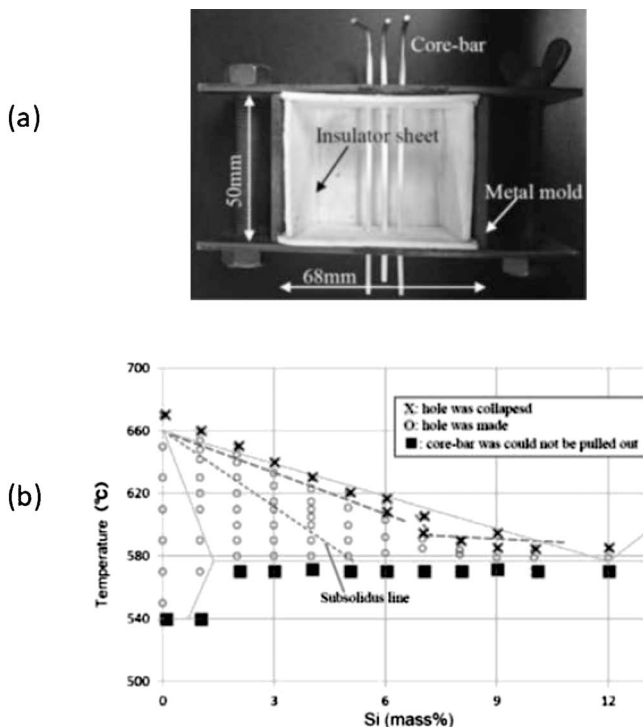


図4 (a)軟銅ワイヤーが設置された金属製鋳型, (b)プレート軟銅ワイヤーの引抜きの難易度が示された温度範囲および Si 濃度範囲⁽²³⁾.

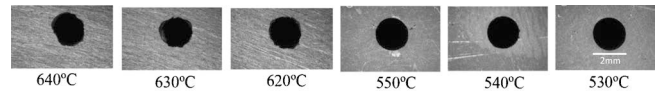


図5 オープンチャンネルアルミニウム合金 A6061のチャンネル孔の引抜き温度依存性⁽²³⁾. (孔の直径 2 mm)

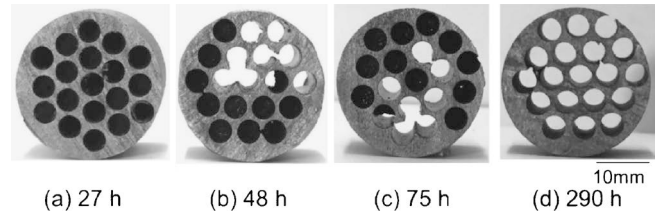


図6 アルミニウム合金 A6061に埋入されたグラファイトが 615°Cで加熱中に蒸発して生成される孔の貫通度に及ぼす加熱時間の影響⁽²⁶⁾.

もしスパイラル状やらせん状に曲がった孔ができれば, さまざまな応用への道が開けるであろう. 著者は, (1)たいへん大きなアスペクト比をもち, (2)スパイラル状あるいは V 字型のチャンネル孔を有するオープンチャンネルアルミニウムの作製法を新たに発明した⁽²⁷⁾. 本節では従来の製法との違いを比較しながら, その製法を詳述する.

オープンチャンネルの原型となる金属ワイヤーにはステンレス鋼(SUS304), 銅, 白金, モリブデンを用いた. ステンレス鋼ワイヤーの直径は0.28, 0.35, 0.45, 0.70, 0.85, 1.2, 1.6, 2.0, 3.2 mm ϕ である. 銅, 白金, モリブデンワイヤーの直径はそれぞれ 1.0, 0.6, 1.0 mm である. ボロンナイトライドを離型剤に用い 10~20 μm の厚さにそれぞれのワイヤー表面に塗布した. 図7に示すように, 離型剤を塗布したワイヤーはグラファイト台座に設置された. 図8(a)に示すように, それをグラファイト製の坩堝内に挿入した. ワイヤーの上に固体アルミニウム素材を置き, 電気炉で 680°Cで大気中加熱を行うと, 熔融アルミニウムが降下してワイヤー間に充填される. 360 s 後に電気炉から坩堝を取り出して凝固させると, 図8(c)のようにグラファイト台座に取り付けられたワイヤーが埋入されたアルミニウムインゴットが作製される. 台座および金属ワイヤーを引抜くとオープンチャンネルアルミニウムが作製できる(図8(d)). 金属ワイヤー表面に塗布されたボロンナイトライドは金属ワイヤーとアルミニウムの間の拡散障壁として作用し, 両金属間の相互拡散を抑制する. この際, 温度制御が極めて重要である. 800°Cより高温ではボロンナイトライドは分解して離型効果を喪失してしまう⁽²⁸⁾. そうすると, ワイヤーはアルミニウムに固着してしまい引抜き時に摩擦力が増大し摺動せず, ワイヤーを引抜くことができなくなってしまう. 離型剤はボロンナイトライドに限定されるものではなく多種の酸化物や窒化物でも可能である. 銅や鉄鋼のオープンチャンネル化には, ボロンナイトライドは無効で, それぞれの金属の熔融温度で安定な化合物を選択する必要がある. ワイヤーを引抜いたオープンチャンネルアルミニウムの3次元イメージは X 線 CT (X-ray

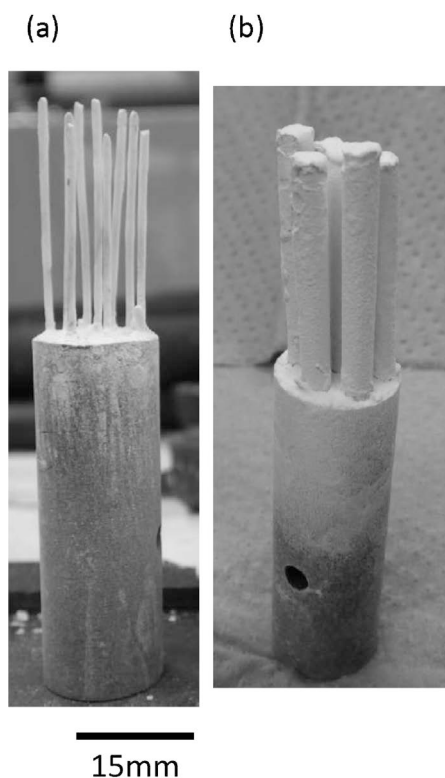


図7 グラファイト台座に設置された、ボロンナイトライドを塗布されたステンレス鋼ワイヤー。台座の直径は15 mm。ワイヤーの直径、長さ、本数は(a) 0.85 mm, 25 mm, 9本, (b) 3.2 mm, 25 mm, 7本⁽²⁷⁾。

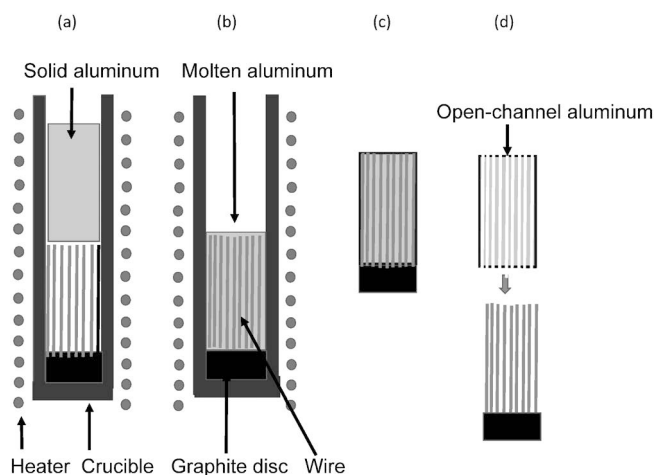


図8 離型剤を塗布された金属ワイヤーの引抜きによるオープンチャンネルアルミニウムの作製方法。(a)離型剤を塗布された金属ワイヤーをグラファイト台座に設置し坩堝に固体アルミニウムと共に挿入した。(b)電気炉でアルミニウムを溶融すると、溶融アルミニウムは降下しワイヤー間の隙間に充填される。(c)凝固後、アルミニウムインゴットを炉外に取り出す。(d)埋入されたステンレス鋼ワイヤーを引抜くと、オープンチャンネルアルミニウムが作製される⁽²⁷⁾。

Computed Tomography)で測定された。このX線CT法はオープンチャンネル構造を可視化する有力な手段である。

凝固後、ワイヤーがアルミニウムインゴットから引き抜か

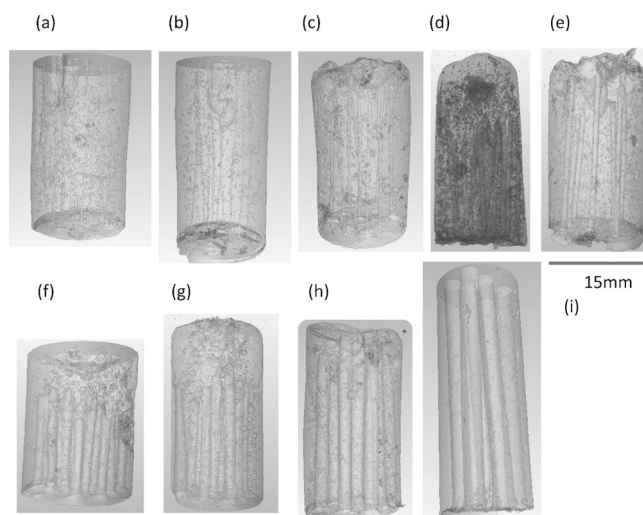


図9 異なるチャンネル孔径をもつオープンチャンネルアルミニウムのX線CTスキャンイメージ写真。チャンネル孔の直径、本数、気孔率はそれぞれ(a) 0.28 mm, 9本, 0.3%, (b) 0.35 mm, 9本, 0.5%, (c) 0.45 mm, 9本, 0.9%, (d) 0.70 mm, 21本, 4.6%, (e) 0.85 mm, 9本, 2.9%, (f) 1.2 mm, 21本, 13.4%, (g) 1.6 mm, 9本, 10.2%, (h) 2.0 mm, 9本, 16.0%, (i) 3.2 mm, 7本, 31.9%⁽²⁷⁾。

れた。ワイヤー表面にもチャンネル内壁にもボロンナイトライドの付着が認められた。このことはボロンナイトライドがステンレス鋼ワイヤーともアルミニウムとも分離せずに反応しなかったことを示唆している。図9にはオープンチャンネルアルミニウムのX線CTスキャン3次元イメージを示した。アルミニウムインゴットの直径は15 mmである。チャンネル径はテンプレートワイヤーの太さで決まる。ボロンナイトライドの塗布厚さは数10 μm と薄いのでボロンナイトライドのチャンネル径に及ぼす影響は無視できる。一方方向に配向した一方方向性チャンネル孔が観察される。アルミニウムロッドインゴットの上部には引け巣が見られたが、オープンチャンネルは凝固後、テンプレートを引抜くことによって形成されるので、埋入されたワイヤーには影響しないと考えられる。図9(f)と(g)ではワイヤーの長さがアルミニウムインゴットの長さよりも短い。ワイヤーの長さ l がアルミニウムインゴットの長さ L より短い場合、オープンチャンネルは l より長いところには形成されない。高さが l のオープンチャンネル金属の気孔率 p は

$$p = \frac{\pi \left(\frac{d_h}{2}\right)^2 l n}{\pi \left(\frac{d_{Al}}{2}\right)^2 l} = n \left(\frac{d_h}{d_{Al}}\right)^2 \quad (1)$$

ここで d_h および d_{Al} はそれぞれチャンネル孔とアルミニウムロッドの直径、 n はチャンネル孔の数である。図9に示したオープンチャンネルアルミニウムの気孔率は0.3~31.9%である。発泡金属やロータス金属では気孔サイズ、気孔長さや気孔率は発泡剤、温度、ガス圧力、凝固速度、凝固方向などを制御しなければ決めることができない。それに対して本

製法ではテンプレートワイヤーの直径、長さとお本数を指定すれば予め気孔サイズ、長さや気孔率を決定することができる。それ故、オープンチャンネル孔の再現性はかなり良く発泡金属やロータス金属より優れている。ワイヤー間の間隔が狭いとき、液体金属の表面張力や粘性の影響で液体がワイヤー間の空隙に浸透しない場合がある。そこで液体金属に振動を加えたり加圧することによって不十分な浸透を解消することができる。

図10には異なる長さのチャンネル孔をもつオープンチャンネルアルミニウムインゴットを示した。孔の長さはX線CTイメージおよびインゴットに埋入されたワイヤーを引抜いたワイヤーの長さを実測して知ることができる。また、孔のアスペクト比は孔の直径と長さから求めることができる。図10(b)はそのアスペクト比が270のものであるが、最近、アスペクト比が1,000のオープンチャンネルアルミニウムが作製された⁽²⁹⁾。粉末焼結法⁽¹⁸⁾⁽²⁰⁾や溶融凝固法⁽²³⁾⁽²⁶⁾でのワイヤー引抜き法、ドリルやレーザーによる穿孔法^{(13)–(15)}、ロータス金属作製法⁽¹²⁾などの従来製法ではアルミニウムの微細孔のアスペクト比は高々10程度であるのに対し、本製法では従来法の100倍もの長尺のチャンネル孔を作製できる。

図11にはステンレス鋼、銅、白金、モリブデンワイヤーをテンプレートに用いて作製されたオープンチャンネルアルミニウムのX線CTスキャンイメージを示した。もし固体のワイヤーとワイヤー間の空隙に浸透した溶融アルミニウムとの間で相互拡散が生じるとするならば、相互拡散による合金層が生成されるはずである。このときの相互拡散係数 $\bar{D}$ は

$$\bar{D} = c_{Al}D_M + c_M D_{Al} \quad (2)$$

である。ただし、 c および D はそれぞれ組成と固有拡散係数である⁽³⁰⁾。添字のAlとMはそれぞれアルミニウムおよび

金属である。融点付近における液体金属中の拡散係数は $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ 程度であり⁽³¹⁾、融点直下の固体金属中の拡散係数よりも数オーダー大きい⁽³²⁾。従って、 $\bar{D}$ は

$$10^{-10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} \leq \bar{D} \leq 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} \quad (3)$$

となる。680°Cに360 sの時間だけ保持した時の拡散距離を

$$0.4 \text{ mm} \leq 2\sqrt{t\bar{D}} \leq 1.2 \text{ mm} \quad (4)$$

と見積もることができる。ただし、 t は時間である。もしボロンナイトライドが溶融アルミニウムと固体テンプレートワイヤーとの界面に存在しないとすれば、金属ワイヤーは合金層を形成してアルミニウムに固着してしまいワイヤー引抜きは不可能である。今回の場合はワイヤーが容易に引抜きできることからボロンナイトライドは拡散の障壁として働き、相互拡散による合金化を防止している。

ところで、この引抜きの難易度はアルミニウムインゴットからのテンプレートワイヤーの引張強度を測定することによって定量的に評価することができる。ボロンナイトライドを塗布しないステンレス鋼ワイヤーをアルミニウムに埋入した場合、1 kN/mm²の引張強度を加えてもワイヤーを引抜くことができずワイヤーは破断してしまう。しかしながら、ボロンナイトライドを塗布するとその1/10程度以下の引抜き力で容易にワイヤーを引抜くことができる。詳細については原著論文で公表する⁽²⁹⁾。

図12(a)~(c)にはスパイラル状やV字型の孔を有するオープンチャンネルアルミニウムのX線CTスキャンイメージを示した。図12(d)~(f)にはアルミニウムに埋入する前のスパイラル状やV字型のテンプレート(ステンレス鋼ワイヤ

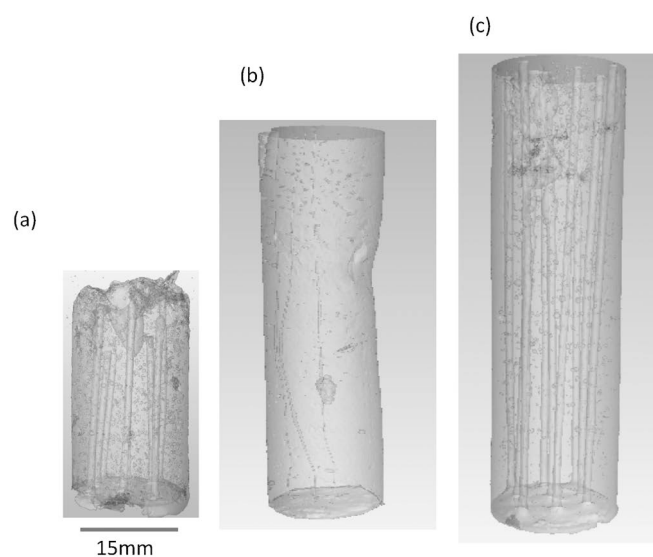


図10 異なるチャンネル孔の長さをもつオープンチャンネルアルミニウムのX線CTスキャンイメージ写真。チャンネル孔の直径、長さ、アスペクト比はそれぞれ(a) 0.85 mm, 25 mm, 29.4, (b) 0.28 mm, 76 mm, 271.4, (c) 0.85 mm, 90 mm, 105.9⁽²⁷⁾。

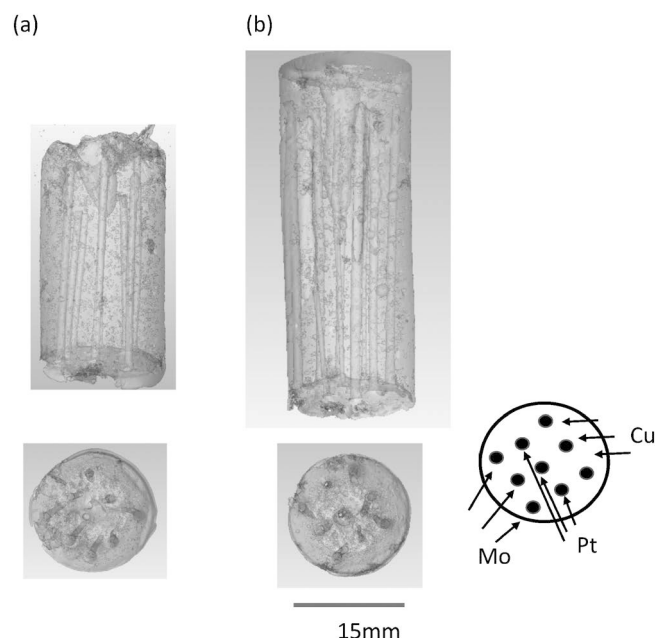


図11 異なるテンプレートワイヤーによって作製されたオープンチャンネルアルミニウムのX線CTスキャンイメージ写真。上写真はオープンチャンネルアルミニウム側面から、下写真は底面から撮影された。(a)直径0.85 mmのステンレス鋼ワイヤー、(b)直径1.0 mmの銅ワイヤー、直径0.6 mmの白金ワイヤー、直径1.0 mmのモリブデンワイヤーを引抜いて作製された⁽²⁷⁾。

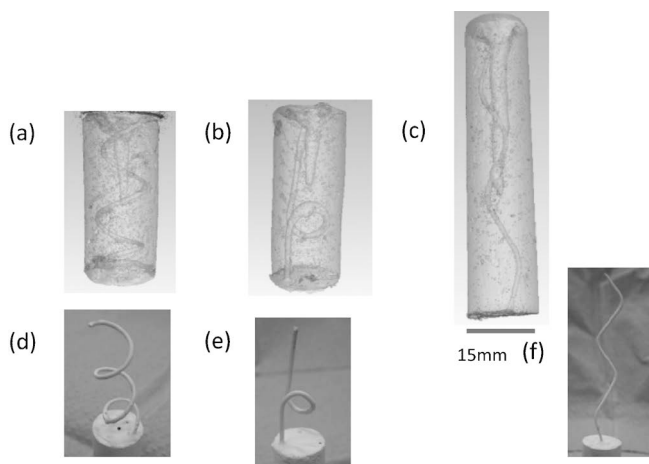


図12 (a)～(c)異なる形状のステンレス鋼ワイヤーを用いて作製されたオープンチャンネルアルミニウムのX線CTスキャンイメージ写真。(d)～(f)異なる形状のステンレス鋼ワイヤー。(a), (d)スパイラルチャンネルアルミニウム, チャンネル直径 0.85 mm, (b), (e)スパイラルチャンネルアルミニウム, チャンネル直径 1.2 mm, (c), (f) V字型チャンネルアルミニウム, チャンネル直径 0.85 mm⁽²⁷⁾。

一)を示した。これらの孔の形状は本製法であるオープンチャンネル金属製造技術に特有のものである。ワイヤー引抜き法, ドリルやレーザーによる穿孔法, ロータス金属作製法などの従来製法では直線的な形状の孔しか作製できず, 曲がった形状の孔は作れなかった。従来製法では直線的な工具や直線的なビームを用いたり, 一方向凝固法を用いているためである。それに対して, 本製法では直線的な孔だけではなく曲がった孔も自在に作製できる点が独創的である。このオープンチャンネル金属の製造技術は工程が簡単であり, 低コストでの製造が可能であること, しかも従来の100倍もの高いアスペクト比の孔を有する金属, スパイラル形状などの曲がりくねった孔を有する金属を作製できるなどのメリットを有することで無比の製法であると言える。

ところで, 一方向性気孔を有するポーラス金属の1つ, ロータス金属は強度に大きな異方性がある。Hyunらはロータス金属の引張⁽³³⁾, 圧縮強度⁽³⁴⁾を測定した。長尺の孔の平行方向の引張・圧縮強度は垂直方向のそれらより大きい。平行方向の強度は気孔率の増加と共に線形的に減少することや垂直方向の強度の低下は孔の近傍に応力集中が発生するためであることを明らかにした。オープンチャンネル金属では1つの金属体の中に様々な向きを持った孔を混在させることができ, 孔に曲げ形状を付与することができることなどの操作によって応力集中を可能な限り回避させることができる。また, このようなユニークなオープンチャンネル孔を利用すれば, その孔を流路として冷媒を流すことによって従来にない高性能のヒートシンクを製品化できる可能性がある。このようなヒートシンクはコンピューターや自動車などの電子デバイスの冷却, 航空機ジェットエンジン燃焼室の冷却パネル, ヘリコプターのローター, 工作機械の冷却などへの応用が期待される。また, 軽量化構造アルミニウム, マグネシウム合

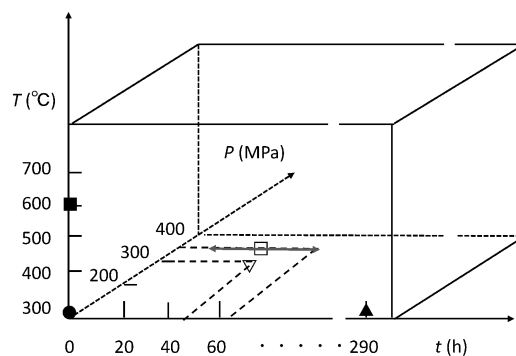


図13 オープンチャンネル金属のテンプレートの引抜き時の温度, テンプレートの除去に要する時間および金属体作製に要する圧力の関係。

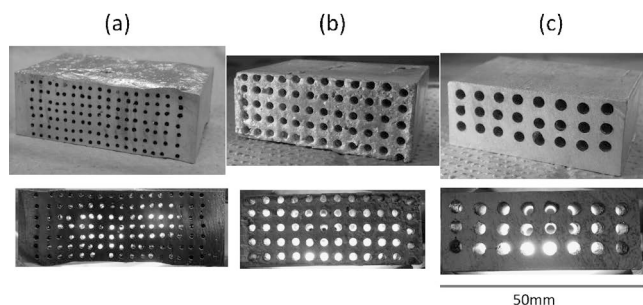


図14 (上段)オープンチャンネルアルミニウムの外観および(下段)透視写真。チャンネル孔直径, チャンネル孔数および気孔率はそれぞれ(a) 1 mm, 119個, 11.7%, (b) 2 mm, 60個, 18.8%, (c) 3 mm, 24個, 17.0%。

金として自動車車体のピラーや衝撃吸収材, 吸音材としても適用が期待される。

オープンチャンネル金属を作製するには種々の多数のプロセスが必要であるが, ここでは大きな製造コストを要する3つのプロセス要素を抜粋して比較した。図13には縦軸にオープンチャンネル金属のテンプレートの引抜き工程の温度, 横軸にはテンプレートの除去に要する時間および金属体作製に要する圧力をとって数種の製法を比較した。従来の鋳造法(半溶融法)を用いた製法は高温を要すること, 従来の粉末焼結法を用いた製法では焼結固体作製に高圧力が必要で, テンプレートの溶解除去に長時間を必要とする。それに対し, Nakajimaの製法⁽²⁷⁾では室温で瞬時にテンプレートの引抜きができ, グラフの原点付近に位置する。このグラフの原点に位置する製法は低コストでしかも短時間で製造できることを示している。図14には多数のチャンネルを有するオープンチャンネルアルミニウムの外観および透視写真を示した。透視によってチャンネルは100%貫通していることが確認できる。

5. おわりに

本解説の後半で紹介した固体金属に埋入されたテンプレートの引抜きによるオープンチャンネル金属の穿孔法は, 粉末

ところで、3D プリンター技術 (additive manufacturing technology) によってもオープンチャンネル金属の作製は可能であろう。この 3D 法はプロトタイプ製品の作製や小型の高性能製品の製造に長じている⁽³⁵⁾。しかしながら、3D 法は粉末を素材としているため製造コストは高価であり、レーザーや電子ビームによる積層造形法を採用するため成形体の製造に長時間を要する。オープンチャンネル金属を製品化するには、低コスト製造と量産が不可欠である。3D 法ではこの課題をクリアすることが求められる。

摩擦攪拌接合用ツールの 長寿命化に関する研究動向

大 石 郁*

1. 摩擦攪拌接合の特徴と開発状況

摩擦攪拌接合(FSW : Friction Stir Welding)とは、1991年に英国の TWI が考案した固相接合であり、図 1 に示すとおり、プローブと呼ばれる突起部を有した円柱形状の接合ツールを回転させながら接合したい箇所に挿入し、被接合材料である金属を溶かさずに固相状態で攪拌することによって接合する方法である^{(1)~(6)}。

摩擦攪拌接合の特徴は、

- ① 被接合材料を攪拌，材料流動(塑性流動，金属流動と呼ぶ論文もある)させることによって接合する固相接合である。
 - ② 接合部における結晶粒の粗大化が抑制され，強度低下が小さい。また結晶粒を微細化することも可能である。
 - ③ 入熱量が小さいため，熱変形が小さい。
 - ④ 鋳造材や複合材料の接合も可能である。
 - ⑤ 鉄鋼材料では，高張力鋼などの一部を除いて HAZ 軟化し難い。また A₁ 点以下での接合が可能であり，炭素量に依存することなく接合できる。
 - ⑥ 一般的な溶融溶接と比べ金属間化合物が発生し難く，異種金属接合に適している。
 - ⑦ 開先加工や接合時の前処理が不要である。
 - ⑧ 作業環境が良い。接合中にヒュームやスパッタ，紫外線等が発生しない。
 - ⑨ 気孔，割れなどが発生し難い。
 - ⑩ 原則，フィラーが不要である。
 - ⑪ 熟練技術が不要である。
- などが挙げられる。一方，摩擦攪拌接合の問題点としては，
- ⑫ 剛性のある拘束治具が必要である。特に突合せ継手の場

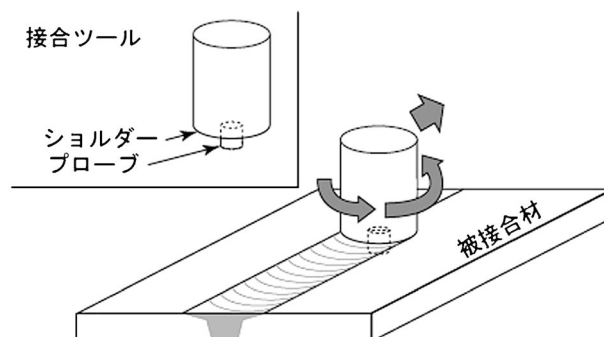


図 1 摩擦攪拌接合(FSW)の概略図。

合，拘束力が不十分だと接合時に開先が開き，隙間が形成されることがある。

- ⑬ ギャップの許容範囲が狭く，接合部の目違い，ギャップの制御が必要である。
- ⑭ 接合終端部に穴(接合痕)が残る。
- ⑮ 接合ツールを押し付けるので，裏当てもしくは被接合材料に剛性が必要である。
- ⑯ 高融点金属に関して，接合ツールの耐久性に課題がある。などが挙げられる。しかし，例えば“⑭接合痕”に対しては，接合ツールのプローブ部とショルダー部が別々に駆動する複動式接合ツールが有効であるとの報告があり⁽⁷⁾，また複動式接合ツールを用いなくても，捨て板を用いて製品外に接合終端部(接合痕)をもってくることによって問題解決を図るなど，製造現場では様々な創意工夫がなされている。そして，前述の特徴を活かし自動車や鉄道，ロケット，航空機，船舶，土木構造物等，様々な市場で用途拡大してきている^{(8)~(14)}。

また図 2 に示す摩擦攪拌接合を応用した摩擦攪拌点接合

* 広島県立総合技術研究所；主任研究員(〒739-0046 広島市鏡山 3-13-26)
Development of Tool Durability for Friction Stir Welding; Kaoru Ohishi(Hiroshima Prefectural Technology Research Institute, Higashi-hiroshima)
Keywords: friction stir welding, friction stir spot welding, steel, joining tool durability, tool shape, tool material, tooling condition
2020年11月13日受理[doi:10.2320/materia.60.82]

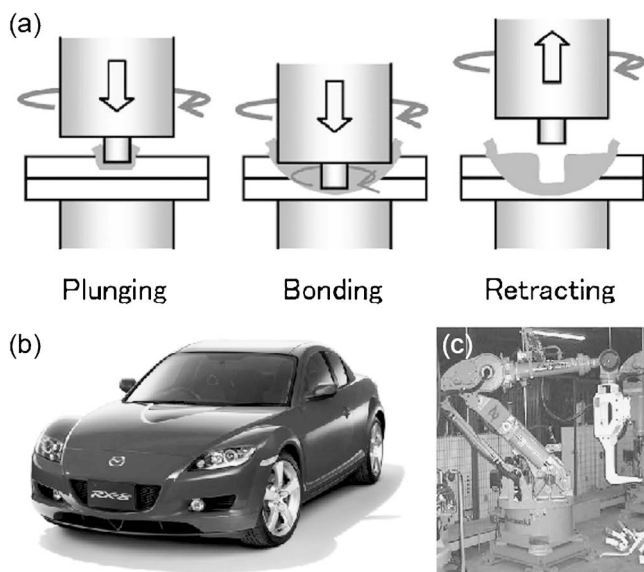


図2 摩擦攪拌点接合 FSSW (SFW) の(a)概略図と(b)RX-8, (c)製造工程写真.

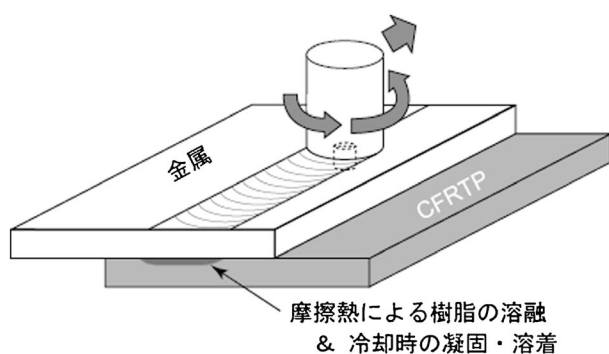


図3 摩擦重ね接合 (FLJ) の概略図.

(FSSW : Friction Stir Spot Welding) が考案され⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾, マツダのRX-8やロードスター, トヨタのプリウスやクラウンなど自動車を中心に⁽¹⁷⁾⁻⁽¹⁹⁾に実用化されている.

さらに近年, 自動車の軽量化に伴う車体のマルチマテリアル化によって樹脂/金属の異材接合に対するニーズが高まってきており, 摩擦攪拌接合を応用した摩擦重ね接合 (FLJ : Friction Lap Joining)⁽²⁰⁾⁻⁽²²⁾等の研究が盛んに行われるようになってきた. 尚, 摩擦重ね接合とは, 図3に示すとおり上板に金属材料, 下板に熱可塑性樹脂 (例えばCFRTTP) を重ねて配置し, 上板の金属材料を摩擦攪拌することによって生じる摩擦熱により樹脂が熔融して, その後の冷却過程で溶けた樹脂が金属と固着する, いわゆる溶着方法である. 熱と圧力を同時に接合面に付加することができるため (密着させることができるため), より強固な接合が得られる. ただし, 摩擦重ね接合は接合界面を攪拌させず, 被接合材料 (樹脂材料) を溶かし樹脂中の極性官能基と金属の酸化被膜との静電引力に起因する分子間力 (水素結合力) によって接合している. このように, 一見似た技術ではあるが, 接合原理は全く異なる

ものとなっている.

以上のように様々な分野で実用化され, さらに応用技術の開発も活発な摩擦攪拌接合であるが, 前述のとおり接合ツールの耐久性に課題があり, 市場の大きい鉄鋼材料に対してはなかなか普及していない. そこで本稿では, さらなる摩擦攪拌接合の発展を期待して, 接合ツールの長寿命化に対する研究開発状況を紹介することとする.

2. 接合ツールの長寿命化に対する対策

前述のとおり摩擦攪拌接合は, 回転する接合ツールを直接被接合材料に挿入し, 攪拌させるため, 接合ツールの摩耗は避けることができない. アルミニウム合金などの場合は, 接合ツールの材料に工具鋼などを用いることによって実用化されているが, 鉄鋼材料の場合は, 接合時の温度が約1000~1200℃⁽²³⁾⁻⁽²⁵⁾まで上昇するといわれており, 接合ツールの材料には高温環境下における高強度と靱性, 耐摩耗性, 非反応性などの特性が要求されるため, 適用できる材質も少なく, なかなか実用化されていない.

一般的に接合ツールの長寿命化には,

- ① 接合ツールの形状による対策
- ② 接合ツールの材質による対策
- ③ 接合条件による対策

などが挙げられている. 以下に各対策における様々な研究開発状況を記す.

3. 接合ツールの形状による対策

被接合材料が鉄鋼材料の場合, 接合ツールにかかる負荷はアルミニウム合金と比べ大きくなることから, 接合ツールはできるだけ単純な形状で作製することが望ましいと考えられている⁽²³⁾⁽²⁶⁾⁻⁽²⁸⁾. 一般的な摩擦攪拌接合用ツールの形状は図1で前述したとおり先端のプロープ部と肩部分のショルダー部からなり, 円柱形状をしている. そして継手形状や接合強度などの用途や要望に応えるために, 接合ツールの形状は様々な工夫が施されている. その一例を図4にショルダー部を, 図5にプロープ部をそれぞれ示す⁽⁴⁾⁽²⁶⁾.

ショルダーの役割は「材料流動し易くするために摩擦熱を発生させること」と「被接合材料が中心方向へ材料流動するように働きかけること (外側へ逃げる金属を滞留させること)」が挙げられる. 図4(a)に示すとおりショルダー面は接合ツールの軸方向に直角ではなく, ショルダー角と呼ばれる角度を付けている場合がある. そして被接合材料を中心方向へ材料流動させるために, 図4(a)に示すとおりショルダー角を負とすることがあるが, 接合ツールの負荷は増大し, 摩耗が進行すると考えられる. 一方, ショルダー角が正であると, 接合ツールへの負荷は軽減されるが, 被接合材料はバリとして排出しやすく, 攪拌も小さくなり, 接合強度は低下すると考えられる.

また図4(b)には被接合材料と接するショルダー表面の形

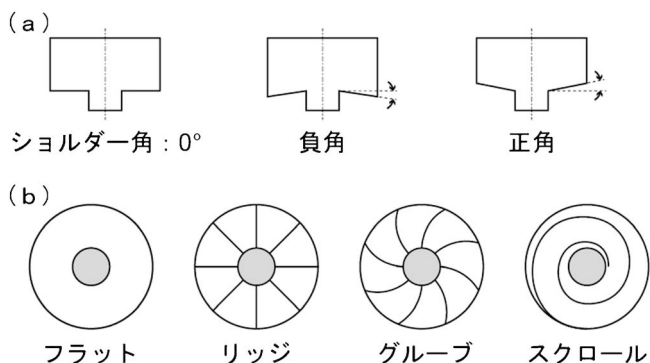


図4 FSW ツールのショルダー部の(a)断面形状と(b)底面形状.

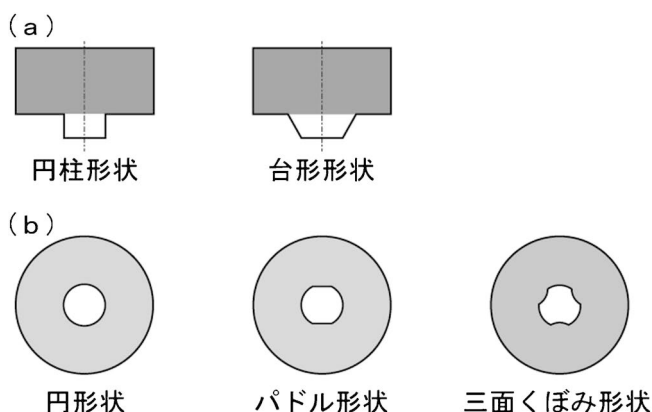


図5 FSW ツールのプローブ部の(a)断面形状と(b)平面形状.

状を示す. このように凹凸形状を設けることで被接合材料を中心方向に材料流動させる工夫が施されているが, 接合ツールへの負荷の観点からいうと, 複雑形状(凸形状)は摩耗し易いので無い方がよい. 以上のように, 接合ツールへの負荷と接合強度とはトレードオフの関係にあり, 開発者にとって難しい問題である.

一方, プローブの役割は「接合部を攪拌し, 材料流動を促進すること」が挙げられる. そして図5(a)に示すとおり, プローブの基本形状は単純な円柱形状か台形状であり, 台形状の方が接合ツールにかかる負荷への抵抗力が強くなり折れ難い. また図5(b)に示すとおりプローブの断面形状は円形を基準として, 溝付きの非円形断面プローブなど様々な形状が提案されている. ただし非円形断面プローブは断面積が減少し, 切り欠き部となることから破損につながり易い. またプローブには攪拌力を促進させる(垂直方向への材料流動の促進させる)ためにネジ加工が施されていることがあるが, ネジ加工は複雑形状(凸形状)であることから摩耗し易く, 耐久性に課題を残すものとなる.

これらの知見を基に, 坂村らが考案した鉄鋼材料用の摩擦攪拌点接合ツールの写真と概略図を図6に示す⁽²⁹⁾. この球面プローブを持つ接合ツールを用いた接合では, 先端の球面プローブ(球状セラミックス)だけを被接合材料に挿入し, 摩擦熱と攪拌の両方を起こさせて接合する. その際, 接合ツ

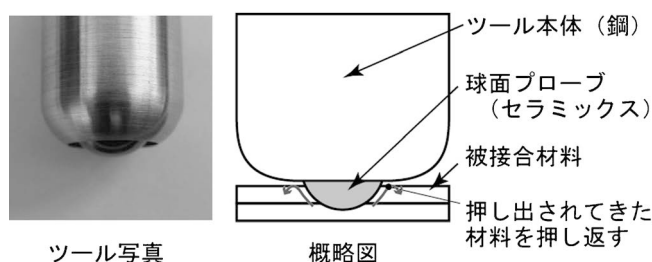


図6 球面プローブを持つ摩擦攪拌点接合ツール.

ルの本体端部(ショルダー部・鉄鋼材料)は一般的なショルダー部とは異なり, 積極的に摩擦熱を発生させるためのものではなく, 球面プローブを挿入することで材料流動してきた被接合材料を押し返すためのものである. 材料流動してきた被接合材料は約1000℃と高温ではあるものの, 非常に軟化しているため, 一般的なショルダー部ほどの耐摩耗性は必要とせず, ショルダー部が鉄鋼材料であっても十分対応でき, 接合ツールの損傷を大幅に低減できている. またプローブ部を球面にすることによって前述のとおり角度が正角となり, 一般的な摩擦攪拌点接合で問題となるプローブ部の欠損も大幅に低減されている. 一方, 下板の被接合材料を上板側へ材料流動させ, ショルダー部で若干の抵抗を行い攪拌させることで, 十分な接合強度が得られることを報告している.

尚, 本接合ツールは市販の球状セラミックスを本体の鋼材に固定することによって作製されており, 一般的な接合ツールと比較して非常に安価なものとなっている.

また, 優れた耐久性を有する本接合ツールを用いたアルミニウム合金/鉄鋼材料等の異種金属接合(摩擦アンカー接合)においては, アンカー効果による機械的な接合により摩擦攪拌点接合以上の接合強度が得られることが報告されている⁽³⁰⁾⁽³¹⁾.

4. 接合ツールの材質による対策

(1) 窒化ケイ素による対策

接合ツールの材質については, 超硬⁽³²⁾やCo合金⁽³³⁾⁻⁽³⁵⁾, Ir合金⁽³⁶⁾, W基複合材料⁽³⁷⁾⁽³⁸⁾, PCBN⁽³⁹⁾⁽⁴⁰⁾, 窒化ケイ素⁽⁴¹⁾⁽⁴²⁾など様々な材質が開発されてきている. さらにそれら材質にPVDなどのコーティングを施す研究⁽⁴³⁾も行われてきており, 研究範囲は多岐に渡る.

坂村らは前述した図6に示す接合ツールの球面プローブの材料に各種セラミックスを用いて実験を行った. その際の接合条件は, 被接合材料にt1.0 mmの軟鋼板SPCCを用い, 重ね継手, 接合ツールの回転速度1500 rpm, 接合ツールの押し込み深さ1.6 mm, 押し込み荷重6.3 kNとした. その結果を図7に示す. 図7に示すとおり, アルミナとジルコニアは欠損により使用できなくなった. また炭化ケイ素と超硬は摩耗によりプローブが小さくなって使用できなくなった. このようにアルミナやジルコニア, 炭化ケイ素, 超硬は

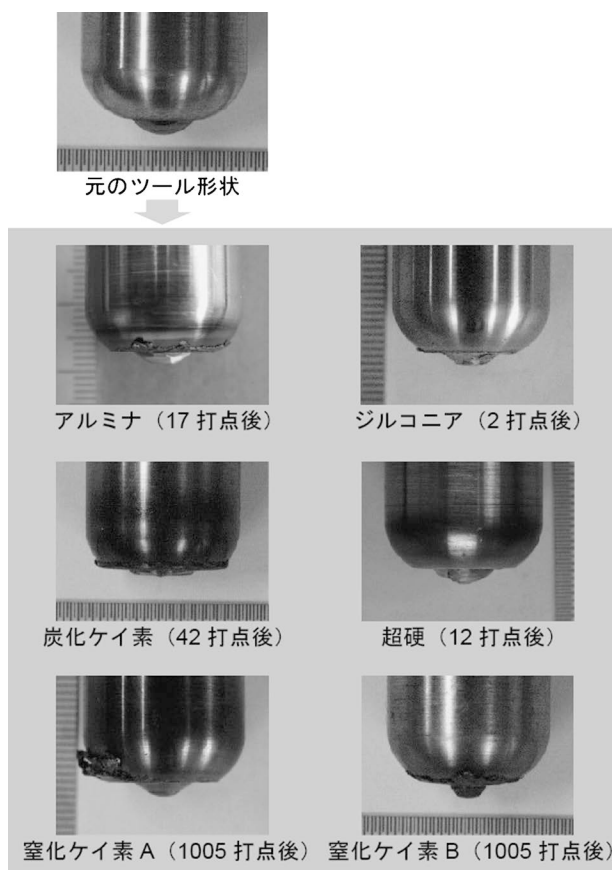


図7 接合後のツール外観.

数打点で摩耗や欠損が現れたのに対し、窒化ケイ素は約1000打点まで接合することができた⁽²⁹⁾⁽⁴⁴⁾.

尚、図7の窒化ケイ素AとBは製造元が異なることを表す。次に各窒化ケイ素接合ツールにおいて、被接合材料に残った接合痕の断面形状を測定した結果を図8と図9に示す。図8と図9より、窒化ケイ素Aは600打点目くらいから球面プローブの肩部の形状が直線形状になってきていることが判った。一方、窒化ケイ素Bは200打点前から球面プローブの肩部の摩耗が進行していることが判った。このことから同じ窒化ケイ素であっても、製造元(製造方法が異なること)により摩耗状況が大きく異なることが判った。このことは超硬などの他の材料においても同じことが言えるものと示唆される。

次に窒化ケイ素の摩耗と接合強度が打点数の増加とともにどのように変化したかを調べるため、図10に示すとおり接合試料に残った接合痕の断面形状(図の斜線部の領域)を測定し、これを接合時のツール形状と見立てた。さらに接合試料のせん断引張強度試験を行った。図11に窒化ケイ素Bにおける打点数と接合ツールの形状変化、接合強度との関係を示す。図11に示すとおり打点数の増加とともに、ツール形状(断面積)は小さくなり、かつ接合強度も低下していくことが判った。このことから、接合ツール(球面プローブ)の摩耗は接合強度に関係しており、接合ツールの形状変化(長寿命化)は接合強度を維持する上で重要であることが判った。

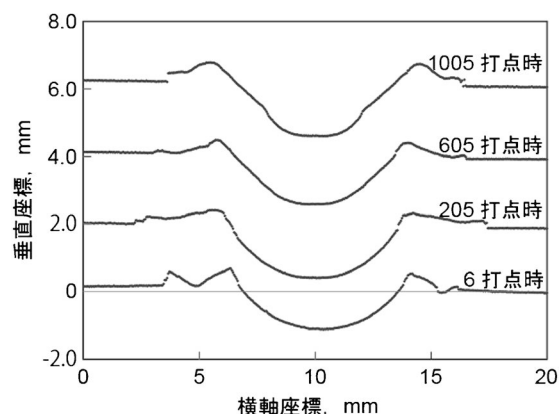


図8 窒化ケイ素Aの形状変化.

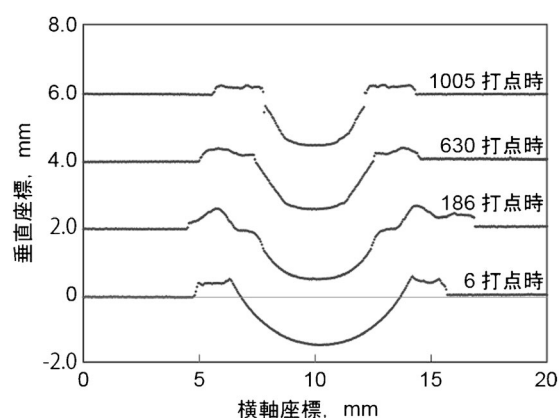


図9 窒化ケイ素Bの形状変化.

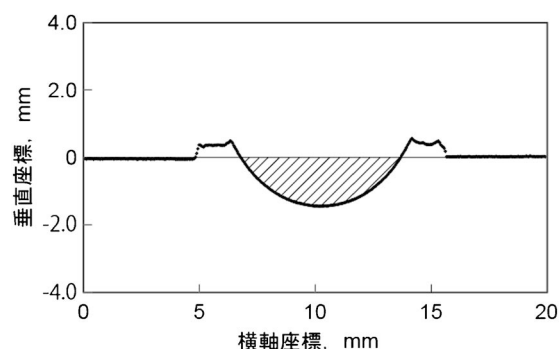


図10 断面積の求め方.

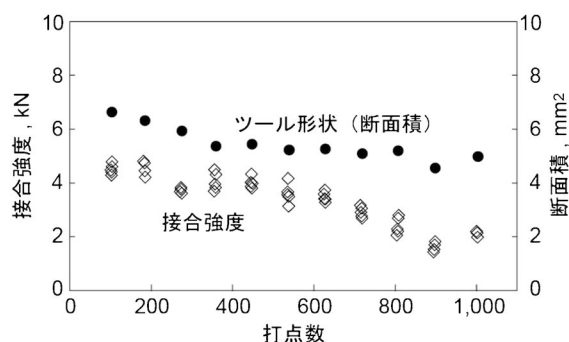


図11 窒化ケイ素Bの打数と接合強度、断面積の関係.

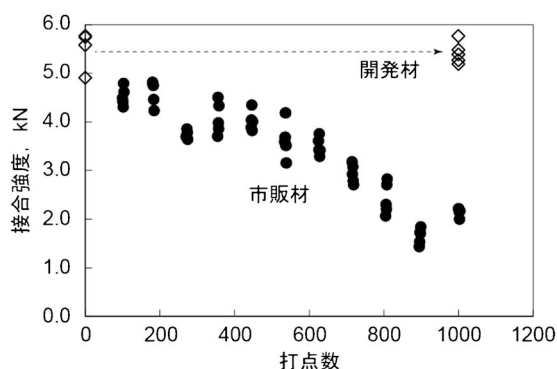


図12 窒化ケイ素の開発材における耐久性試験結果。



FSW前後のCo基合金ツールの外観

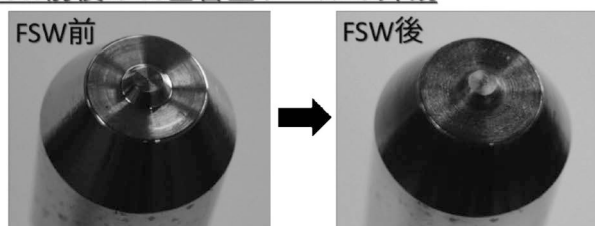


図13 Co基合金ツールで得られたTi-6Al-4V合金FSW継手の外観写真とFSW前後のツール外観変化。

尚、本実験では1000打点で約1/2の強度低下を示したが、その後、坂村らは大阪大学と東芝マテリアル(株)との共同研究で窒化ケイ素を用いた接合ツールの開発を行い、図12に示すとおり優れた耐久性を持つ接合ツールを開発している⁽⁴⁵⁾⁽⁴⁶⁾。尚、本耐久性試験の接合条件は、軟鋼板SPCCの2枚重ね継手、接合ツールの回転速度1500 rpmであり、後述する接合条件による対策(接合ツールの低回転速度による対策)ではない。

(2) Co基合金による対策

次に摩擦攪拌接合に対する接合ツールの開発状況を示す。一見、摩擦攪拌点接合と似ているが、摩擦攪拌点接合では主に垂直荷重が接合ツールに負荷される。一方、摩擦攪拌接合では、さらに横からの荷重が負荷されるため接合ツールにとってより厳しい使用環境となってくる。

佐藤らはCo基合金⁽³¹⁾⁻⁽³³⁾、W基複合材料⁽³⁵⁾等を中心に開発を進めている。この中でCo基合金は γ/γ' 型組織の母相と硬質相(炭化物や金属間化合物)からなる合金であり、フェライト鋼やチタン合金の摩擦攪拌接合が可能なツール材料と

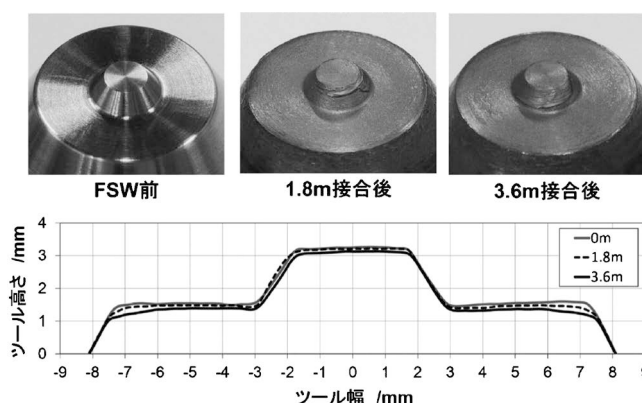


図14 硬質相のサイズと量を調整したCo基合金ツールのFSW前後の外観写真とツール断面形状プロファイル。

して市場展開されている。特に $\alpha+\beta$ 型チタン合金(例えばTi-6Al-4V合金)の摩擦攪拌接合においては、図13に示すようにアルミニウム合金並みの滑らかで光沢のある接合部外観が得られている⁽³³⁾⁽⁴⁷⁾。またCo基合金は摩擦攪拌接合時に割れることはなく摩耗するが、摩耗の程度は接合温度と硬質相の分布状態に依存し、2~5 mmの硬質相の体積率を増加させることにより耐摩耗性が向上することが報告されている⁽³⁴⁾⁽⁴⁸⁾。

そして硬質相の体積率を増加させた結果、図14に示すように中炭素鋼(S45C)を3.6 m接合してもツールはほとんど摩耗せず、初期開発合金に比べて1.5倍以上の長寿命化に成功している⁽³⁵⁾。

5. 接合条件による対策

(1) 接合ツールの低回転速度による対策

一般的に高炭素鋼への摩擦攪拌接合において、接合時の温度が約1000℃と高温になることから、接合試料の金属組織には脆い相が生成するため、接合後に熱処理が必要である。しかし、藤井らは熱処理不要の観点からA₁点(723℃)以下で接合を行うことにより、炭素量に関係なく、炭素鋼を接合する技術を確認した⁽⁴⁹⁾⁽⁵⁰⁾。そしてその際、実験には超硬製接合ツールを用いていたが、摩耗し難いことも同時に導き出した。これは、温度が高くなると極端に超硬の硬度が低下してしまう特徴からきている。すなわち通常の摩擦攪拌接合では高温のため摩耗が進行してしまうが、比較的低い温度の場合は超硬本来の硬さが維持された状態で接合することができ、その結果、接合ツールの摩耗が減少、耐久性が向上したと考えられる。

また立野らは、接合方向後方から-20℃の液体CO₂を局部的に噴出させ、接合時の温度を制御することで接合継手の強度を向上させ、かつ接合ツールの寿命を大幅に延ばしたことを報告している⁽⁵¹⁾。

接合ツールの形状や材質だけでなく、接合条件においても接合ツールの耐久性に大きく影響を与えることは注目すべき

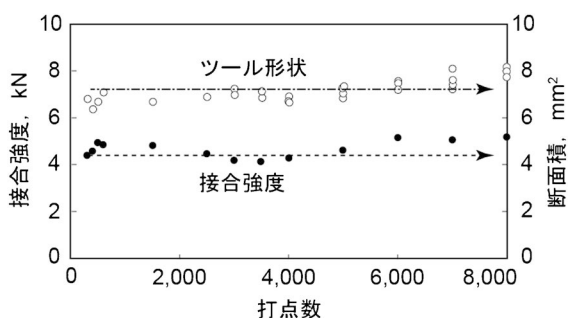
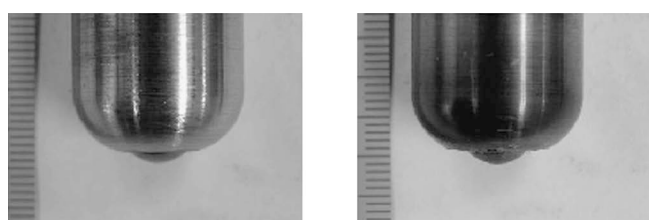


図15 低回転によるツール寿命への影響.



耐久試験前 8000 打点後

図16 接合ツールの摩耗状況.

点であり、このことをヒントに、坂村らは図7で示した実験条件において接合ツールの回転速度を1500 rpm から760 rpm へと遅くすることで、接合時に発生する摩擦熱を制御した。尚、その他の実験条件は同じである。その結果、図15と図16に示すとおり8000打点においても接合ツールに摩耗はなく、接合強度もほぼ一定の結果が得られた⁽⁵²⁾⁽⁵³⁾。これにより市場ニーズにも十分応えられる打点数となり、接合ツールの長寿命化は達成できたと考えられた。

しかし残念ながら本手法では製造現場への適用には至っていない。これは回転速度を遅くすることによって、接合ツールを挿入し、発熱・攪拌する時間が長くなったためである。言い換えると接合時間が長くなるというデメリットが生じたためである。一般的に鋼板の点接合には抵抗スポット溶接が用いられることが多く、その接合時間は1秒以下である。摩擦攪拌点接合が鋼板の接合技術として実用化されるには、接合時間が同程度になる必要があり、現時点では満たしていないため本手法は実用化には至っていない。今後は如何に摩擦熱を制御し、かつ接合時間を短縮していくかが鍵となる。

(2) ハイブリット接合による対策

前述の接合時の温度を制御する方法の他に、図17に示すとおり接合前に外部から熱を供給することによって被接合材料を予熱し、接合時にかかる接合ツールへの負荷を小さくする試みが報告されている^{(54)~(57)}。

この中で谷口らは、高周波誘導加熱装置による予熱を試みた。被接合材料としてS55Cを、接合ツールは超硬製を用いた。そして接合ツールの接合方向前方に高周波加熱コイルを配置し、加熱しながら接合を行った。その結果、予熱なしと

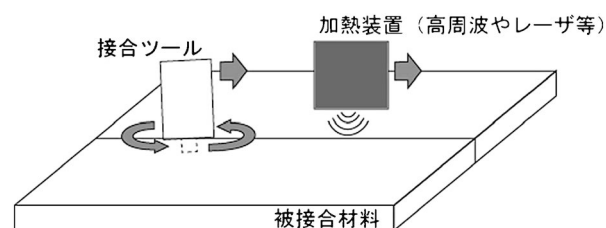


図17 予熱装置を付加した摩擦攪拌接合装置.

予熱500℃とを比較すると回転トルクが約18%低減され、接合ツールの寿命は30%向上が見込まれると報告している。

また高周波誘導加熱装置の他に、藤井らはYAGレーザーによる予熱を試みた。被接合材料としてSS400を、接合ツールは超硬製を用いた。そして高周波と同様にレーザーを接合方向前方に照射した。その結果、レーザーによる予熱は最終的な金属組織に大きな影響を及ぼさず、継手特性は大幅に向上し、接合ツールの寿命も延びたことを報告している。

尚、レーザーの場合は、接合箇所斜めからレーザーを照射して予熱することが容易であるため、摩擦攪拌点接合へも展開も可能であり、前述した接合時間の短縮と接合ツールの長寿命化の両立が期待される。

6. 最後 に

前述のとおり摩擦攪拌接合ツールの長寿命化に対し様々な対策事例があり、窒化ケイ素やCo基合金など一部では鉄鋼用接合ツールとして市販化されてきている。ただし、まだまだ一般的とは言い難い状況である。

また今回紹介した研究以外にも、“接合ツールに用いられる材質の濡れ性の評価⁽⁵⁸⁾⁽⁵⁹⁾”や“接合時の攪拌状況の可視化⁽⁶⁰⁾⁽⁶¹⁾”、“摩擦攪拌接合時の被接合材料の材料流動に関するシミュレーション⁽⁶²⁾⁽⁶³⁾”などの研究が報告されてきており、これらの知見は接合ツールの長寿命化に大変役立つ有益な情報である。今後、このような知見と前述の研究が合わさり、さらに発展していくことを期待する。

最後に、摩擦攪拌接合や摩擦攪拌点接合は、アルミニウム合金を中心として様々な分野で実用化され、さらに現在もなお研究開発が盛んに実施されている接合技術である。市場の大きな鉄鋼材料に対しても一般的な接合方法として採用されるようになれば、一つの接合方法(一つの接合装置)で鉄鋼材料、アルミニウム合金材料、アルミニウム合金/鋼の異種金属接合、樹脂/金属の異材接合など様々な接合箇所に適用でき、他の接合技術にはない大きなメリットを生むと想定される。

加えて、摩擦攪拌接合は一般的なアーク溶接や抵抗スポット溶接に比べ消費電力が非常に少なく、CO₂排出削減にも効果的である。そして作業環境も良く、かつ自動化も図りやすいことから、近年ニーズが高まりつつあるサステナブルな社会の実現に対しても貢献できると期待される。

文 献

- 
- Dr. Y. Nakamura

★★★★★
1998.4-2002.3 日ノ出水道機器株式会社
2002.4-2005.3 長崎大学大学院 生産科学研究科
博士課程修了
2005.4- 現職
専門分野：接合，鋳造
◎接合や鋳造に関する研究開発。地元企業からの技術
相談に従事。研究では，主に摩擦撓拌点接合や摩擦
アンカー接合を中心に活動。

金属製錬反応の速度論 I

— 律速段階と物質移動速度 —

北 村 信 也*

1. はじめに⁽¹⁾

金属製錬反応を解析する時、化学熱力学を用いて平衡関係を計算し、それと操業結果や実験結果を比較する事が一般的である。金属製錬プロセスが平衡に到達しているのであれば、自由度を1にした上でその因子のみ(例えば温度)を制御すれば、常に同じ結果が得られることになる。しかし、実際には同じ操業を繰り返しているのに同じ結果が得られないことは、現場のオペレータや技術者の頭痛のたねである。著者が専門としていた鉄鋼精錬においても、かつての平炉製鋼法のように数時間かけて精錬をおこなう装置とは違い、現在のプロセスでは平衡に到達する前に精錬を終えることが多い。例えば、溶銑脱リン処理では、酸素ポテンシャルの低い炭素飽和溶鉄と、酸化鉄を数パーセント含む酸素ポテンシャルの高いスラグが接触して化学反応を起こさせるため、系としては全く平衡になっていないプロセスである。さらに、取鍋精錬で非金属介在物の組成を精緻にコントロールしているが、この場合、介在物の組成は、同じ酸化物であるスラグとも耐火物とも異なる組成である。これも、熔融金属と酸化物の2相間反応として系を考えれば、平衡に到達していない事になる。

このように、金属製錬反応は、一般には平衡を仮定して解析されることが多いが、実際のプロセスで系が平衡状態まで到達することは稀であり、非平衡を利用して目的とする反応を優先的に進行させることがプロセス制御としては重要であることになる。このような背景から、著者は2010年から2011年にわたり、日本鉄鋼協会の「ふえらむ」に「鉄鋼精錬プロセス工学概論」という入門講座を連載した^{(1)–(10)}。これは、鉄鋼精錬を担当している技術者、研究者が実務におい

て読み返すことができる参考書を目標にして、基礎よりも応用に重きを置いて作成したものであった。この講義ノートは、鉄鋼に限らず乾式の金属製錬を対象として、より基礎的な事項として、反応速度と次数の定義、律速段階などに関する基礎的事項、次元解析と代表的な無次元数等について、文献(11)、(12)、(13)を参考にしてまとめたものである。また、より理解を含めるため、いくつかの解析例も説明した。

2. 律速段階と反応速度

化学反応は均一な相の内部で起こる均一反応と、複数の相界面で起こる不均一反応に分けられるが、金属製錬プロセスで起こる反応は、ほとんどが不均一反応である。不均一反応の場合、素過程は、各相のバルクから界面までの物質移動速度と、界面での化学反応速度であり、これが逐次的に起こる場合には、最も遅い過程が、反応全体の速度を律速する。金属製錬のように高温場で起こる反応の場合、化学反応速度が律速する例は少なく、多くの場合は物質移動律速であるが、反応系内での攪拌が十分にある場合には化学反応速度それ自体が問題になる場合もある。

3. 物質移動速度

3・1 物質移動流束

金属製錬反応は高温で起こるため、一般的には化学反応速度は十分に速く、物質移動速度が律速する場合が多い。物質移動流束 N_A (mol/(s・m²)) は濃度差(気体の場合は分圧差)を駆動力として式(3.1)で表される。

$$N_A = k(C_{A,i} - C_{A,\infty}) \quad (3.1)$$

ここで、 k は物質移動係数(m/s)、 $C_{A,i}$ 、 $C_{A,\infty}$ は界面、バ

* 東北大学名誉教授

Kinetics of Metal Smelting Reaction I —Rate Controlling Step and Mass Transfer Rate—; Shin-ya Kitamura (Emeritus Professor, Tohoku University, Sendai)

Keywords: chemical reaction, kinetics, mass transfer, coupled reaction, double film theory

2020年6月24日受理[doi:10.2320/materia.60.89]

ルクの濃度 (mol/m³) である。

物質移動係数が流動状態によって変化することを説明するため様々なモデルが提案されているが、最も基本的なものは以下の3つである(図3.1)⁽¹³⁾。

(1) 境膜説：界面に一定厚みの境膜の存在を仮定し、境膜内の流体は静止しているとする。また、境膜の外側の流体は激しく攪拌されていて、濃度は一定になっているとする。この時、境膜内にフィックの第1法則を適用すると、A成分の流束は式(3.2)で与えられる。ここで、 D_A は拡散係数(m²/s)、 δ は境膜の厚さ(m)である。尚、ここで言う境膜(film)と、流体や熱の流れで用いられる境界層とを混同しないように留意すべきである。

$$N_A = -D_A \frac{dC_A}{dy} = \frac{D_A}{\delta} (C_{A,i} - C_{A,\infty}) \quad (3.2)$$

境膜説によれば物質移動係数 k は D_A/δ であり、攪拌によって物質移動が促進されるのは、攪拌によって境膜が薄くなるためと説明される。境膜説は後記の2重境膜説として、スラグ/メタル反応の解析に良く用いられる。

(2) 浸透説：境膜説では、境膜の外側の流体が激しく攪拌されていても流れは液面に到達しない。これに対して浸透説では、流れは液面に到達し、液面が入れ替わると考える。浸透説では、液のエレメントが液面の特定の場所で顔を出し、液面に沿って流れ、別の場所で液体内に沈み込むと仮定する。

る。エレメントとは一緒に運動する液の最小単位を表し、液面をエレメントが流れている間に物質移動成分をその中に蓄積する。エレメントの表面滞在時間を τ (s) とすると、この時間内にエレメント内に蓄積される成分 A の量 (N_A) は非定常拡散の理論から式(3.3)となる。

$$N_A = 2 \sqrt{\frac{D_A}{\pi \tau}} (C_{A,i} - C_{A,\infty}) \quad (3.3)$$

N_A は物質流束で、物質移動係数は $2\sqrt{D_A/\pi\tau}$ になり、攪拌によって物質移動が促進されるのは、エレメントの表面滞在時間が小さくなるためと説明される。浸透説は溶鋼と気泡との反応を解析する場合に良く用いられる。

(3) 表面更新説：浸透説では、液のエレメントがいつも一定の場所で顔を出し、別の一定の場所で沈み込むと仮定しているのに対して、表面更新説では、液面にあるエレメントがランダムに液内部のエレメントと交換され、液面に滞在する間にエレメント内に物質移動成分を蓄積すると考える。これは、乱流に対する概念であり、物質流束は式(3.4)で表される。

$$N_A = \sqrt{D_A s} (C_{A,i} - C_{A,\infty}) \quad (3.4)$$

ここで、 s は表面更新速度(1/s)で、全表面積の内、単位時間あたりに更新する面積の割合を表す。表面更新説によれば、物質移動係数は $\sqrt{D_A s}$ になり、攪拌によって物質移動が促進されるのは、表面更新速度が大きくなるためと説明される。

以上のモデルを使って物質移動係数を理論的に求めるためには、境膜説では δ 、浸透説では τ 、表面更新説では s を、それぞれ求める必要があるが、実測する事は難しく、実験結果との合わせ込みで求めざるを得ない。

3・2 2相間の物質移動⁽²⁾

金属製錬プロセスはスラグ/メタル間の反応で不純物の除去を行うことが多いため、2相間の物質移動を考える必要がある。このような場合には2重境膜説が最も使いやすいモデルである(図3.2)。つまり、前節で述べた境膜が溶融スラグ相、溶融メタル相の両方に存在すると考えると、各相内での物質移動流束は、スラグからメタルに向かう方向を正とすると、式(3.1)、(3.2)と同じ形で、メタル相は式(3.5)で、スラグ相は式(3.6)で表される。

$$N_{A,m} = k_m (C_{A,i,m} - C_{A,\infty,m}) \quad (3.5)$$

$$N_{A,s} = k_s (C_{A,\infty,s} - C_{A,i,s}) \quad (3.6)$$

ここで、下付きの m はメタル相、 s はスラグ相を示す、したがって、 k_m 、 k_s は、それぞれ、メタル相側境膜内、スラグ相側境膜内の物質移動係数である。

スラグ側の物質移動流束とメタル側の物質移動流束は等しい、つまり界面では元素の蓄積はないとすると $N_{A,s} = N_{A,m}$ が成り立ち、また、界面は平衡関係にあると仮定すれば、平衡分配比 L を用いて式(3.7)が成り立つ。

$$C_{A,i,s}/C_{A,i,m} = L \quad (3.7)$$

これらの関係式を用いれば、物質移動流束 $N = N_{A,s} = N_{A,m}$ は式(3.8)、又は、式(3.9)で表される。

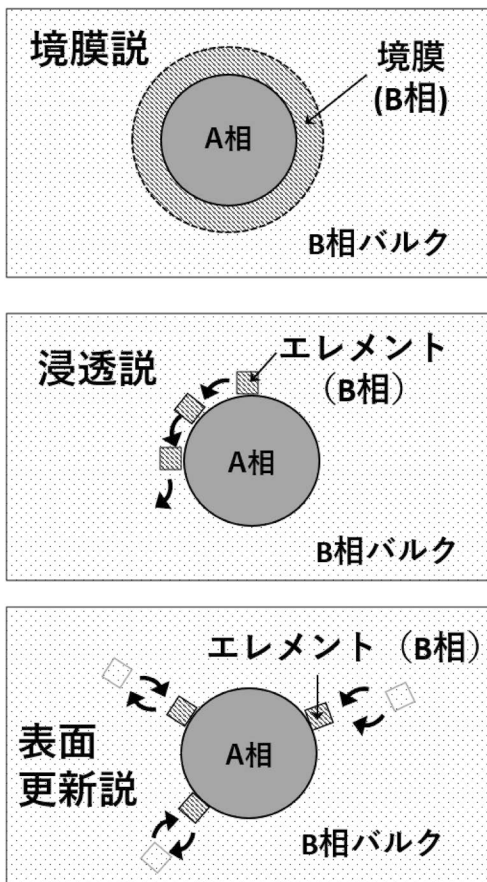


図3.1 物質移動係数に関する代表的なモデルに概念。

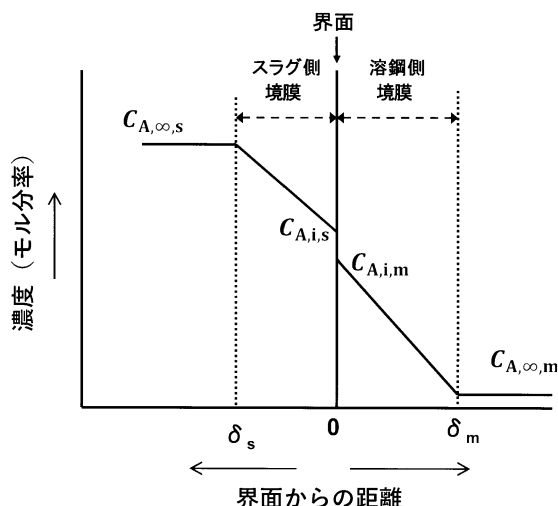


図3.2 2重境界膜説.

$$N \left(\frac{1}{L k_s} + \frac{1}{k_m} \right) = \frac{C_{A,\infty,s}}{L} - C_{A,\infty,m} \quad (3.8)$$

$$N \left(\frac{1}{k_s} + \frac{L}{k_m} \right) = C_{A,\infty,s} - L C_{A,\infty,m} \quad (3.9)$$

総括物質移動係数を式(3.10), 又は, 式(3.11)で定義すると, 式(3.8), (3.9)は式(3.12)と書ける.

$$\frac{1}{k} = \frac{1}{L k_s} + \frac{1}{k_m} \quad (3.10)$$

$$\frac{1}{k'} = \frac{1}{k_s} + \frac{L}{k_m} \quad (3.11)$$

$$N = k \left(\frac{C_{A,\infty,s}}{L} - C_{A,\infty,m} \right) = k' (C_{A,\infty,s} - L C_{A,\infty,m}) \quad (3.12)$$

金属製錬反応の場合, スラグ中とメタル中での各元素の拡散係数を比較すると, k_s は k_m に比べると $1/10 \sim 1/100$ 程度となる. 式(3.12)を見ると, 分配比が $10 \sim 100$ より十分に大きければメタル物質側移動律速となり, 逆に十分に小さければスラグ側物質移動律速となる.

実際の金属製錬反応では, 物質移動流束ではなく濃度変化速度で記述する場合が多い. この場合には, 界面積 A (m^2), メタル質量 W (kg), メタルおよびスラグの密度 ρ_m , ρ_s (kg/m^3)を用いると, 式(3.10)~(3.12)は式(3.13), (3.14)となる.

$$\begin{aligned} -\frac{d[\%A]}{dt} &= k_A \frac{A}{W} \left([\%A] - \frac{(\%A)}{L'} \right) \\ &= k'_A \frac{A}{W} (L'[\%A] - (\%A)) \end{aligned} \quad (3.13)$$

$$\frac{1}{k_A} = \frac{1}{L' k_s \rho_s} + \frac{1}{k_m \rho_m}, \quad \frac{1}{k'_A} = \frac{L'}{k_m \rho_m} + \frac{1}{k_s \rho_s} \quad (3.14)$$

ここで, $[\%A]$, $(\%A)$ は溶質 A のメタル内, スラグ内の濃度(mass%)であり, L' は質量パーセントで表した平衡分配比である.

3・3 競合反応

上記のように単一の反応は記述することができるが, 実際

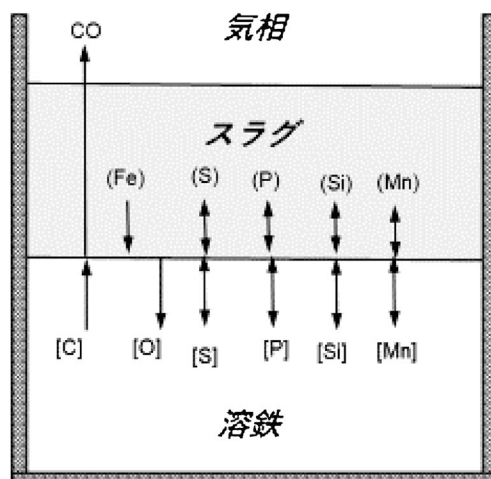
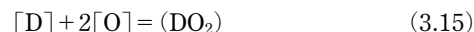


図3.3 競合反応モデル.

には様々なスラグ・メタル反応は同時進行するため, それらを解析するには上記の速度式を各元素について解かなければならない. 例えば図3.3は鉄鋼精錬での溶鉄脱リン処理を模式的に示したものであるが, 目的とする溶鉄中リンのスラグによる酸化反応だけでなく, Fe, C, Mn, S, O も溶鉄とスラグの間で酸化反応や還元反応を起こす. これを競合反応と呼び, この反応の進行を解析するモデルを競合反応モデルと称する⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾. このモデルでは, スラグ相とメタル相の物質移動を二重境界膜説で記述し, 界面平衡と電気的中性条件を仮定する事で, あらゆる元素の濃度変化を計算することができる.

溶融金属に含まれる溶質元素 D, E, F の酸化反応が式(3.15)~(3.17)で表されるとする.



式(3.13)の最右辺と同様に物質移動流束を濃度変化で記述すると式(3.18)~(3.20)になる. ここで, k' は各溶質成分の式(3.14)で定義された総括物質移動係数で, L' は質量パーセントで表した平衡分配比である.

$$-\frac{d[\%D]}{dt} = \frac{A}{W} k'_D (L'_D [\%D] - (\%DO_2)) \quad (3.18)$$

$$-\frac{d[\%E]}{dt} = \frac{A}{W} k'_E (L'_E [\%E] - (\%EO)) \quad (3.19)$$

$$-\frac{d[\%F]}{dt} = \frac{A}{W} k'_F (L'_F [\%F] - (\%FO)) \quad (3.20)$$

式(3.18)~(3.20)の平衡関係を平衡定数 K と活量係数 f で書き直す. ここで, 上付きの*は界面濃度であり, a_0^* は界面酸素活量である.

$$L'_D = \frac{(\%DO_2)^*}{[\%D]^*} = K_D \frac{f_D}{f_{DO_2}} a_0^{*2} = K'_D a_0^{*2} \quad (3.21)$$

$$L'_E = \frac{(\%EO)^*}{[\%E]^*} = K_E \frac{f_E}{f_{EO}} a_0^* = K'_E a_0^* \quad (3.22)$$

$$L'_F = \frac{(\%FO)^*}{[\%F]^*} = K_F \frac{f_F}{f_{FO}} a_0^* = K'_F a_0^* \quad (3.23)$$

式(3.18)～(3.20)と式(3.21)～(3.23)を、それぞれ組み合わせて界面酸素活量のみを未知数として書き表すと式(3.24)～(3.26)になる。

$$-\frac{d[\%D]}{dt} = \frac{A}{W} k'_D (K'_D [\%D] a_0^{*2} - (\%DO_2)) \quad (3.24)$$

$$-\frac{d[\%E]}{dt} = \frac{A}{W} k'_E (K'_E [\%E] a_0^{*2} - (\%EO)) \quad (3.25)$$

$$-\frac{d[\%F]}{dt} = \frac{A}{W} k'_F (K'_F [\%F] a_0^{*2} - (\%FO)) \quad (3.26)$$

また、スラグの電荷のバランスを考えると、いずれかの溶質がメタル相へ移動した場合には、必ず別の反応が起こって電荷を中性に保つ必要がある。式(3.24)～(3.26)の物質移動流束をモルに換算し、かつ、スラグ相ではDは4価、EとFは2価になる事を考慮すると、電気的中性の式は式(3.27)になる。ここで、 M は各元素の原子量である。

$$\frac{4}{M_D} \frac{d[\%D]}{dt} + \frac{2}{M_E} \frac{d[\%E]}{dt} + \frac{2}{M_F} \frac{d[\%F]}{dt} = 0 \quad (3.27)$$

この式に式(3.24)～(3.26)を入れ、 a_0^{*} (界面酸素活量)で整理すると式(3.28)になる。

$$\frac{4}{M_D} k'_D K'_D [\%D] a_0^{*2} + \left\{ \frac{2}{M_E} k'_E K'_E [\%E] + \frac{2}{M_F} k'_F K'_F [\%F] \right\} a_0^{*} - \left\{ \frac{4}{M_D} k'_D (\%DO_2) + \frac{2}{M_E} k'_E (\%EO) + \frac{2}{M_F} k'_F (\%FO) \right\} = 0 \quad (3.28)$$

式(3.28)は界面酸素活量のみが未知数である2次式のため解くことができる。一般には P_2O_5 や Al_2O_3 のような2.5価、1.5価の溶質があるため解析解は得られず、数値解として求める。界面酸素濃度が決定できれば、式(3.24)～(3.26)に従い、メタル中の、各成分の単位時間当たりの濃度変化が求められ、 $N_{A,s} = N_{A,m}$ の関係からスラグ中の各成分の組成変化が計算できる。これを繰り返すことで、メタル相、スラグ相にある各溶質元素濃度の時間変化を求めることができる。

この式を解く場合、平衡定数や活量係数は熱力学から求められるが、 A 、 k_m 、 k_s の値が必要となる。これらは、理論値が得られない場合が多く、その場合は、例えば $A \cdot k_m$ と k_m/k_s をフィッティングパラメータとして実験結果から求める。

上記の例は3成分の酸化反応であったが、必要に応じて考慮する溶質元素の数は増やしても構わないし、脱硫反応も同時に考慮することも可能である。ただし、アニオンを酸素以外に考える場合には、電気的中性条件でアニオンの移動も含めなければならないため、やや、複雑になる。さらに、マッ相を考慮することも可能である。

3・4 解析例

3・4・1 2相間の物質移動

単純に1つの溶質の移動だけを考慮した場合の解析例を、鉄鋼製錬における溶銑脱珪で紹介する⁽¹⁶⁾。

高周波炉で様々なSi濃度の溶銑(炭素濃度が飽和に近い溶鉄)を約2kg溶解し、そこに上方からFeOを主成分とするフラックスを約100g添加したところ、図3.4のような結果

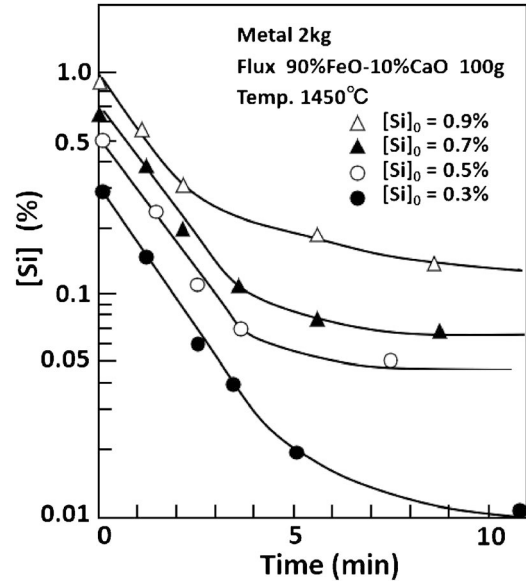


図3.4 溶銑中珪素濃度の低下挙動⁽¹⁶⁾。

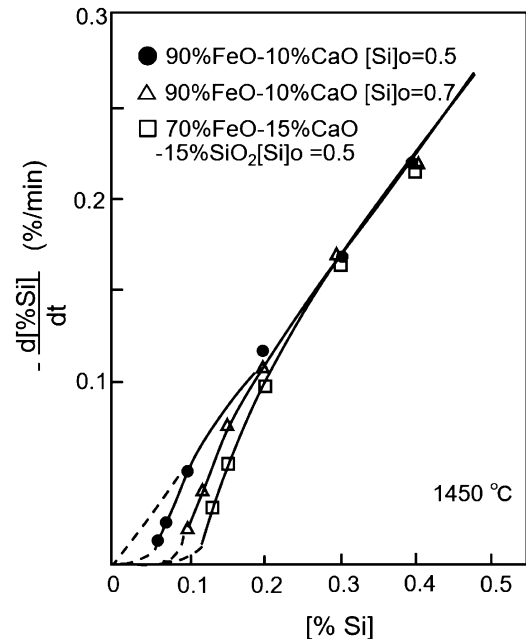


図3.5 脱珪素速度と珪素濃度の関係⁽¹⁶⁾。

を得た。これより、珪素濃度は、初期には直線的に低下し次第に低下速度が遅くなる挙動が見て取れる。脱珪素反応を物質移動律速(つまり、化学反応速度は十分に速い)と仮定すると、式(3.1)で整理できるため、サンプリング間隔毎の脱珪素速度を計算し、その値と珪素濃度の関係を整理すると図3.5のようになった。この図を見ると、珪素濃度が高い場合は、実験条件に依らず両者の間に原点を通る直線関係があるが、珪素濃度が低い場合には直線から乖離している。また、直線から乖離する臨界条件は珪素濃度では決まっていない事がわかる。

いま、式(3.13)を脱珪素速度で書き換えると式(3.29)になる。

$$\begin{aligned} -\frac{d[\%Si]}{dt} &= k \frac{A}{W} \left([\%Si] - \frac{(\%SiO_2)}{L_{Si}} \right) \\ &= k_{Si} \left([\%Si] - \frac{(\%SiO_2)}{L_{Si}} \right) \\ &= k_{Si} ([\%Si] - [\%Si]^*) \end{aligned} \quad (3.29)$$

ここで、 $k_{Si}=k(A/W)$ であり容量係数と呼ばれる。また、 L_{Si} は $(\%SiO_2)/[\%Si]$ で表した平衡分配比である。

これより、平衡分配比(L_{Si})が十分に大きく $[\%Si]^*=(\%SiO_2)/L_{Si}$ がゼロとみなせる場合はメタル側物質移動律速になり、 $-d[\%Si]/dt$ と $[\%Si]$ の間には原点を通る直線関係が成り立つ。一方、 L_{Si} が小さく $[\%Si]^*$ がゼロとみなせなくなると $-d[\%Si]/dt$ と $[\%Si]$ の関係は直線から逸脱することになることがわかる。つまり、図3.4の結果から、直線関係が成り立つ領域での勾配から容量係数 k_{Si} を求め、その値を用いて、直線から逸脱した領域の実験結果から $[\%Si]^*$ を推定する事ができる。得られた $[\%Si]^*$ と (FeO) の関係を見たものが図3.6であるが、実験条件に依らず、 (FeO) が40%以上であれば $[\%Si]^*$ はゼロでメタル側物質移動律速となり、 (FeO) がそれ以下ではメタル側物質移動とスラグ側物質移動の混合律速になることがわかる。

尚、この結果は、この実験条件でのみ成立するもので、メタル側物質移動律速から混合律速に変わる臨界条件(この実験では (FeO) が40%以上)は、実験条件ごとに決める必要がある点は注意すべき事項である。

3・4・2 スラグ/メタル間の競合反応

競合反応モデルでの解析例として、鉄鋼製錬で溶鉄の珪素とリンが同時に酸化される場合を紹介する⁽¹⁷⁾。

260 g の Fe-Si-P 合金を誘導溶解炉で溶解し、FeO-SiO₂-CaO 系スラグを 40 g 添加した。温度は 1903 K で一定とした。実験結果の例を図3.7に示す。

この結果を競合反応モデルで解析する。それぞれの酸化反応式は式(3.30)～(3.32)である。

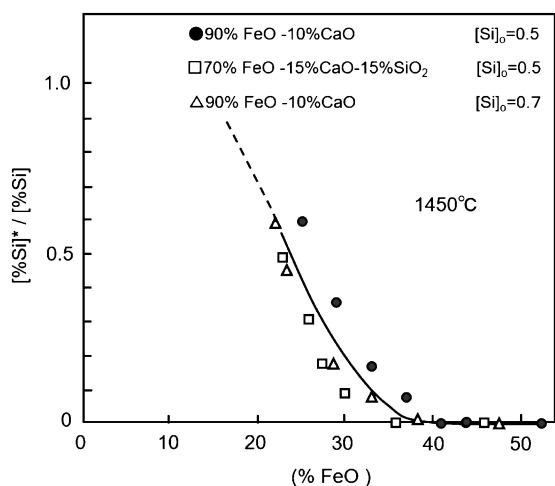
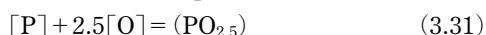


図3.6 $[Si]/[Si]^*$ と (FeO) の関係⁽¹⁶⁾。



これらの反応式に対応する濃度変化を式(3.13)と同様の形式で書くと、SiとPの濃度変化は式(3.33)、(3.34)で書き表される。また、式(3.35)は、溶鋼中のFeとスラグ中のOは十分に濃度が高いため、それ自体の物質移動流束は考慮せず、溶鋼中でのOの物質移動流束とスラグ中でのFeの物質移動流束がバランスすると考えた式である。尚、ここで、溶鋼側、スラグ側の物質移動係数(k_m , k_s)は各元素で同じとしている。

$$-\frac{d[\%Si]}{dt} = \frac{A}{W} k'_{Si} (L'_{Si} [\%Si] - (\%SiO_2)); \quad \frac{1}{k'_{Si}} = \frac{L'_{Si}}{k_m \rho_m} + \frac{1}{k_s \rho_s} \quad (3.33)$$

$$-\frac{d[\%P]}{dt} = \frac{A}{W} k'_P (L'_P [\%P] - (\%PO_{2.5})); \quad \frac{1}{k'_P} = \frac{L'_P}{k_m \rho_m} + \frac{1}{k_s \rho_s} \quad (3.34)$$

$$-\frac{d[\%O]}{dt} = \frac{A}{W} k_m \rho_m ([\%O] - a_O^*);$$

$$\frac{d(\%FeO)}{dt} = \frac{A}{W} k_s \rho_s ((\%FeO) - L'_O a_O^*) \quad (3.35)$$

式(3.33)～(3.35)に対応する界面平衡の式は以下のようになる。

$$L'_P = \frac{(\%PO_{2.5})^*}{[\%P]^*} = K'_P a_O^{*2.5}, \quad L'_{Si} = \frac{(\%SiO_2)}{[\%Si]} = K'_{Si} a_O^{*2},$$

$$L'_{Fe} = \frac{(\%FeO)^*}{a_O^*} \quad (3.36)$$

式(3.28)は式(3.37)になり、式(3.29)は式(3.38)になる。ここで、酸素の流束はアニオンのため符号が逆になる点と、FeOの移動を考慮したため、溶鋼質量(W_m)、スラグ質量

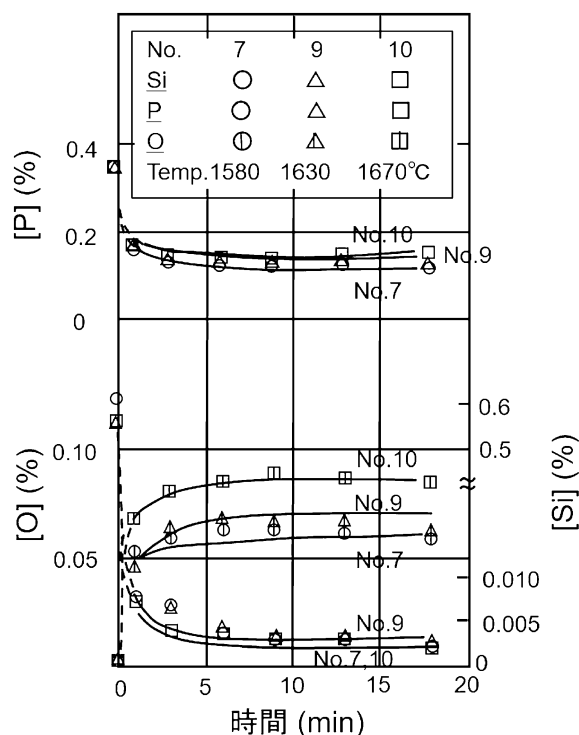


図3.7 競合反応モデルの解析例⁽¹⁷⁾。

(Ws)を掛けた点是要注意である。

$$\frac{2.5}{M_P} W_m \frac{d[\%P]}{dt} + \frac{2}{M_{Si}} W_m \frac{d[\%Si]}{dt} - \frac{1}{M_O} W_m \frac{d[\%O]}{dt} - \frac{1}{M_{FeO}} W_s \frac{d(\%FeO)}{dt} = 0 \quad (3.37)$$

$$\begin{aligned} & \frac{2.5}{M_P} k'_P K'_P [\%P] a_0^{*2.5} + \frac{2}{M_{Si}} k'_{Si} K'_{Si} [\%Si] a_0^{*2} \\ & + \left\{ \frac{k_s}{M_{FeO}} \rho_s L'_O + \frac{k_m}{M_O} \rho_m \right\} a_0^* - \left\{ \frac{2.5}{M_P} k'_P (\%PO_{2.5}) \right. \\ & \left. + \frac{2}{M_{Si}} k'_{Si} (\%SiO_2) + \frac{k_m}{M_O} \rho_m [\%O] + \frac{k_s}{M_{FeO}} \rho_s (\%FeO) \right\} = 0 \end{aligned} \quad (3.38)$$

つまり、この式において、 K'_P , K'_{Si} , L'_O , k_m , k_s の値が与えられれば界面酸素活量が求められ、この値を式(3.33)～(3.35)に代入すれば各成分の単位時間当たりの濃度変化が計算できることになる。

図3.7には計算結果も示しているが、P, Si, Oの挙動を良くシミュレートできている。また、計算で用いた各パラメータから式(3.34)の総括物質移動係数と、右辺第1項($L'_P/(k_m \rho_m)$)との関係を図3.8に示すが、脱磷反応がメタル側物質移動で律速されるなら縦軸と横軸の値は同じになるのに対して、実験で得られた総括物質移動係数ははるかに小さく、スラグ側物質移動速度の影響が極めて大きいことが見て取れる。

3・4・3 スラグ/マットの競合反応

次に、競合反応をスラグ/マットの反応に適用した例を紹介する⁽¹⁸⁾。

鉄鋼製錬で製鋼スラグに含まれるMnとPを分離して回収する事を目的に、スラグを硫化しMnをマットに濃縮させる試みを行った。実験では、予備溶融し予め細かく粉碎したスラグおよびマットを2:5の質量比で内径19mmのMgO坩堝に充填し、これを1673Kで所定の時間保持した後に急冷した。同じ条件で保持時間を変化させた実験を行

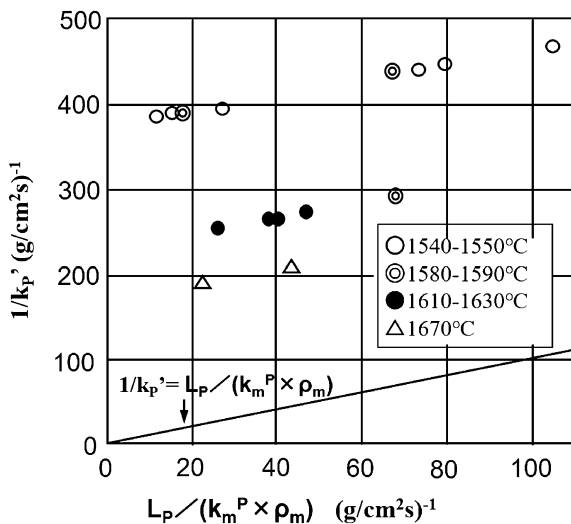
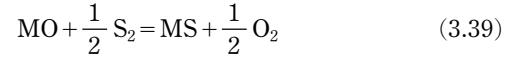


図3.8 競合反応モデルによる律速段階の推定⁽¹⁷⁾。

い、スラグとマットの組成変化を調べた結果、図3.9, 3.10を得た。

図3.11にモデルの概略図を示す。このモデルでは、スラグおよびマットは純粋な酸化物および硫化物相であり、スラグ/マット間では元素Mにおいて式(3.39)が成立していると仮定する。



つまり、この場合、式(3.16)～(3.18)で示した酸化反応の

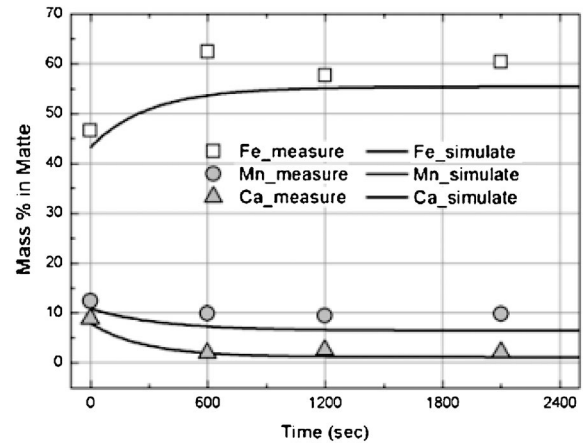


図3.9 マット組成変化に対する計算値との比較⁽¹⁸⁾。

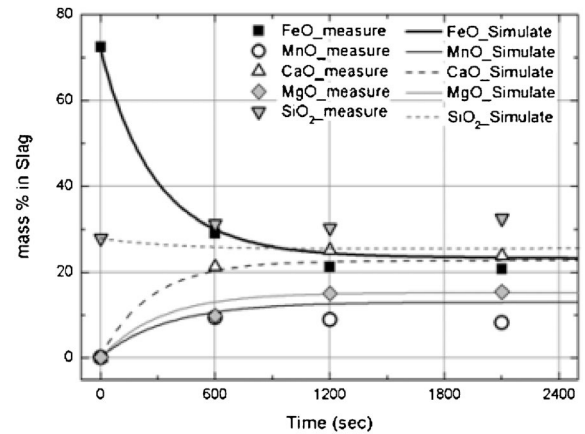


図3.10 スラグ組成変化に対する計算値との比較⁽¹⁸⁾。

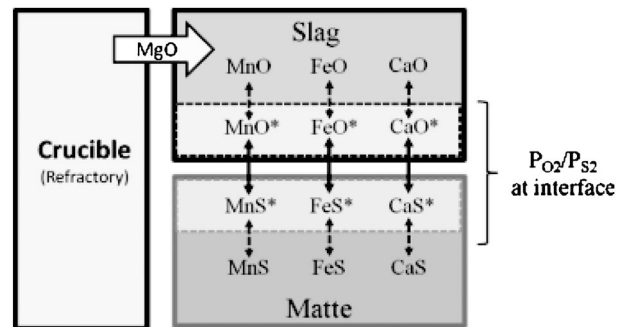


図3.11 スラグ/マット間反応の競合反応モデルによる検討⁽¹⁸⁾。

セラミックスのマイクロ力学特性と 塑性変形機構

増 田 紘 士*

1. はじめに

金属および合金は構造材料の王様である。金属材料の最大の特徴は、強度・延性・耐環境性など、構造材料に求められる諸特性をバランス良く兼ね備えている点である。さらに、合金設計・加工熱処理技術が高度に発達しており、用途に応じて最適な特性制御が施された部材を、安定かつ大量に供給可能である点も特筆すべきである。

しかし、構造材料に求められる特性は時代を経るごとにますます厳しくなっており、最先端の超高温・超高压・超腐食といった極限環境は、既に金属材料の耐用限界を超えつつある。例えば、ジェットエンジンにおける高压タービンの燃焼温度は、タービン翼基材であるニッケル基超合金の融点を超えている。そのためタービン翼には、空力設計による冷却システムに加えて、イットリア安定化ジルコニア (YSZ: Yttria-Stabilized Zirconia) セラミックスによる「熱遮蔽コーティング」が施されることで、金属基材の融解を防いでいる⁽¹⁾。こうした極限環境においては、硬度・耐熱性・耐食性に優れたセラミックス材料の利用が必要不可欠である。

しかし、セラミックスは延性・韌性に乏しいという構造材料として致命的な問題をもつ。セラミックスの製造において、鍛造やプレス等による塑性加工は非常に困難であり、高温・長時間での焼結を要することから、その生産性は金属材料と比較して著しく劣る。また、材料の破壊強度は内部亀裂に大きく依存し、構造材料としての信頼性確保は非常に困難である。とはいえ、上述のように構造材料としてのセラミックスの利用は必要不可欠であり、延性・韌性の問題に対して根本から向き合う必要がある。

セラミックスにおける低延性・低韌性は、いずれも塑性変形能の乏しさに起因する。但し、セラミックスにおいても塑性変形機構を活性化させることができれば、これらの問題は解決し得る。例えば、「粒界すべり」を引き出すことができれば、セラミックスも引張伸び1000%を超える「超塑性変形」を示す⁽²⁾。また、TRIP鋼や超弾性合金のような「応力誘起相変態」を引き出すことができれば、破壊靱性値を高強度合金と同じオーダーである $10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ 級まで向上させることができる⁽³⁾⁽⁴⁾。このように、塑性変形機構の活性化によって、セラミックスにも金属的な延性・韌性挙動が現れる。すなわち、セラミックスの塑性変形機構を理解し、これを引き出す原理を獲得することが、セラミックスにおける低延性・低韌性克服の鍵となり得る。

著者は最近数年、数 μm^3 以下の微小体積では、セラミックスにおいても塑性変形が生じることに着目し、ナノインデンテーション試験やマイクロピラー圧縮試験を用いて、セラミックスの塑性変形機構を調査してきた。本稿は、YSZ セラミックスにおける転位すべり変形の分析事例を紹介し、セラミックスにも金属材料に比する塑性変形機構が潜在することを、その一端でも示すべく執筆される。誌面の制約上、詳細は割愛する部分もあるため、適宜、著者らの原著論文⁽⁵⁾⁽⁶⁾を参照頂けると幸いである。

2. セラミックスにおける微小領域での塑性発現の原理

ナノインデンテーション法に代表される「マイクロ力学試験」において、セラミックスが塑性変形を示すことは以前から知られている⁽⁷⁾。この原理は、破壊応力 σ_c と主亀裂の半径 a の関係を表す下記式から理解することができる⁽⁸⁾。

* 東京大学大学院 工学系研究科マテリアル工学専攻; 助教(〒113-0033 東京都文京区本郷 7-3-1)
Micromechanical Behaviors and Plastic Deformation Mechanisms of Ceramics; Hiroshi Masuda (Department of Materials Engineering, The University of Tokyo, Tokyo)
Keywords: yttria-stabilized zirconia, nanoindentation, crystal plasticity, dislocation, kink
2020年11月16日受理[doi:10.2320/materia.60.96]

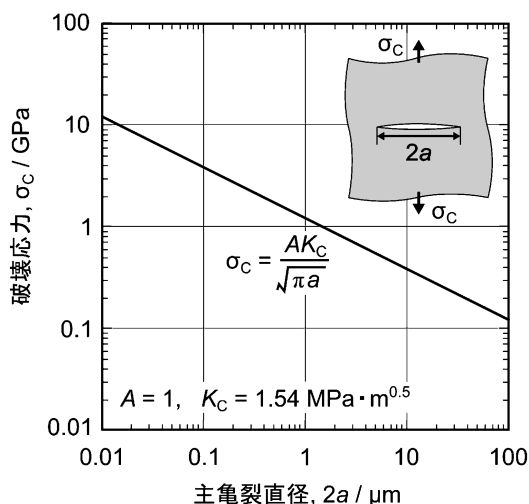


図1 主亀裂直径 $2a$ と破壊応力 σ_c の関係. K_c は破壊靱性値, A は亀裂形状, 応力場, 破壊モードなどにより決まるパラメータ ($A \geq 1$). ここでは, $A=1$ (平面亀裂のモード I 破壊), $K_c=1.54 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ (8YSZ 多結晶体⁽⁹⁾) を用いた.

$$\sigma_c = \frac{AK_c}{\sqrt{\pi a}} \quad (1)$$

ここで, A は亀裂形状, 応力場, 破壊モードなどに依存する定数 (平面亀裂のモード I 破壊のとき $A=1$), K_c は破壊靱性値である. 図1は, 8 mol% YSZ (8YSZ) 多結晶体 ($K_c=1.54 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ ⁽⁹⁾) の内部に平面亀裂が存在すると仮定し, 亀裂面と垂直方向へ引張試験を行った際の ($A=1$), 亀裂直径 $2a$ と破壊応力 σ_c の関係を示す.

セラミックスの塑性変形には, 室温付近では数 GPa~数十 GPa の応力が必要であり, 塑性変形が生じるためには, 破壊応力が変形応力を上回らなければならない. 図1より, 破壊応力が 10 GPa を超えるには, 主亀裂サイズが $0.01 \mu\text{m}$ 以下となる必要がある. パルクセラミックスでは, 焼結欠陥をはじめとする数十 μm 程度の亀裂を取り除くことが困難であるため, ほとんどのケースで塑性変形よりも亀裂破壊が支配的となる. しかし, 数 μm^3 以下の微小体積のみに高応力を負荷するマイクロ力学試験であれば, 主亀裂サイズを $0.01 \mu\text{m}$ 以下に抑えることは十分に可能であり, このとき亀裂破壊に先行して塑性変形が発生することになる.

3. ナノインデンテーション試験による変形開始挙動の評価

ナノインデンテーションは, 硬質圧子を材料表面に押し込む「硬さ試験」の一種であり, 高感度なトランスデューサによって, 押し込み試験中の荷重-変位関係を精度良く測定できる点の特徴である. 本手法の最もメジャーな用途は, 微小領域における硬さ・弾性率の計測であるが, 押し込み深さ数十 nm 程度のごく浅い領域に現れる弾塑性遷移 (pop-in) 挙動を解析することで, 完全結晶における塑性降伏機構を評価することもできる⁽¹⁰⁾. 本章では, 後者に着目し, セラミック

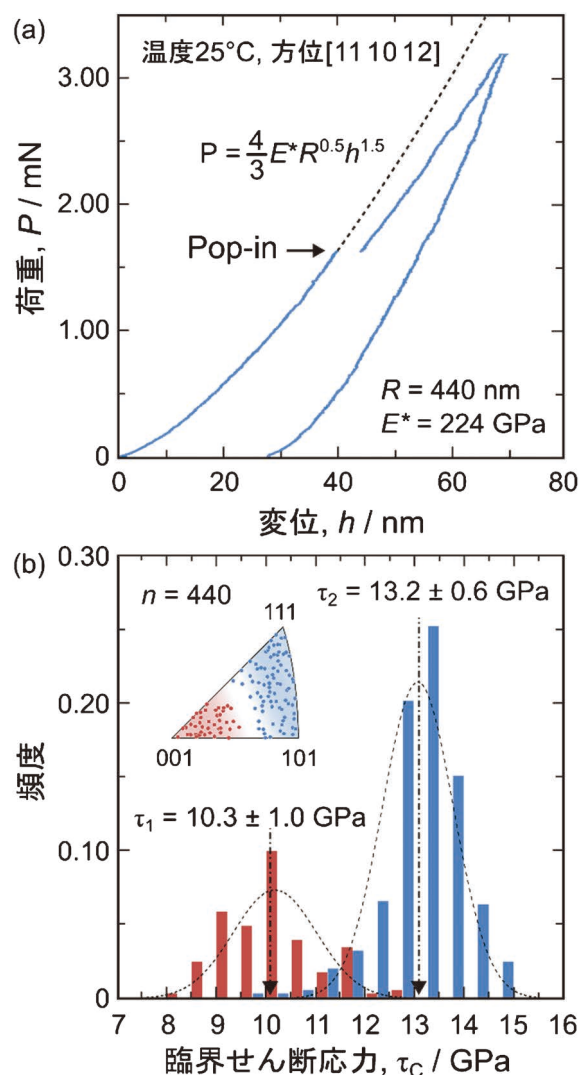


図2 (a) 8YSZ に対する代表的なナノインデンテーション試験 (温度 25°C , 圧入軸//[231]) での荷重-変位曲線, (b) 塑性変形開始のための臨界せん断応力 τ_c の結晶方位依存性⁽⁵⁾.

ス完全結晶における変形開始挙動を議論する.

図2(a)は, 立方晶構造を有する 8YSZ 多結晶体の単一結晶粒内において, 温度 25°C , 荷重速度 $100 \mu\text{N} \cdot \text{s}^{-1}$ でナノインデンテーションを行った際の, 代表的な荷重-変位曲線を示す. 荷重負荷直後の押し込み挙動は弾性的であり, 荷重-変位曲線は, 球面圧子と平面試料の弾性接触を仮定した下記の「Hertz の接触式⁽¹¹⁾」に従っている.

$$P = \frac{4}{3} E^* R^{\frac{1}{2}} h^{\frac{3}{2}} \quad (2)$$

ここで, P は荷重, R は接触面における圧子先端の曲率半径, h は変位, E^* は下記式で表される, 圧子と試料の複合弾性率である.

$$E^* = \left(\frac{1-\nu_t^2}{E_t} + \frac{1-\nu^2}{E} \right)^{-1} \quad (3)$$

ここで, E_t および E は圧子および試料のヤング率, ν_t および ν は圧子および試料のポアソン比である. なお, この複合

弾性率は、押し込み試験の除荷曲線から、Oliver-Pharr 法によって直接計測することができる⁽¹²⁾。さらに、弾性変形時に試料内部に発生する最大せん断応力 $\tau_{\max}$ は、下記式で表される。

$$\tau_{\max} = [0.61 - 0.23(1 + \nu)] \left(\frac{6E^* P}{\pi^3 R^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (4)$$

ここで強調したいのは、図 2(a) の $P_C = 1.54$ mN において観察される、変位が瞬間的に増加する「pop-in」現象である。この前後で、押し込み挙動が弾性変形から弾塑性変形へと遷移している通り、pop-in は塑性変形開始に対応する現象である。従って、このとき試料内部に発生した最大せん断応力 $\tau_{\max}$ は、塑性変形開始に必要な臨界せん断応力 τ_C とみなすことができ、式(4)で $P = P_C$ とすることで、 $\tau_C = 13.5$ GPa と求まる。

図 2 に、8YSZ 多結晶体中の異なる結晶粒内でナノインデンテーション試験を行った際の τ_C の分布を示す。標準三角形内の赤色領域に該当する「方位 1」の結晶粒では、 $\tau_C = 10.3 \pm 1.0$ GPa、青色領域に該当する「方位 2」の結晶粒では $\tau_C = 13.2 \pm 0.6$ GPa と測定され、両方位における塑性変形開始の臨界せん断応力には有意な差が見られた。これは、ナノインデンテーション試験における 8YSZ の塑性変形開始挙動に結晶方位依存性が存在したことを示す。

特に本稿では、方位 2 における塑性変形開始挙動に着目する。ここでの τ_C の値は、下記の式で求められる理論せん断強度 $\tau_{th} = 13.4$ GPa に近い値をとる。

$$\tau_{th} = \frac{G}{2\pi} \quad (5)$$

従って、ここでの塑性変形開始は、特定の結晶面での原子の集団せん断に基づく転位の均一核生成および増殖機構によって生じたことが示唆される。つまり、方位 2 におけるナノインデンテーション試験では、既存の転位源の活性化に至るより先に、試料内部の最大せん断応力が理論強度に到達し、完全結晶領域からの転位増殖が雪崩的に生じることによって、変位のバースト現象である pop-in を伴い塑性変形が開始したと考えられる。

図 3(a) に、方位 2 でのナノインデンテーション試験による圧痕およびその直下の領域を、集束イオンビーム(FIB: Focused Ion Beam)によって薄膜化し、透過型電子顕微鏡法(TEM: Transmission Electron Microscopy)によって観察した明視野像を示す。ここでは{001}面トレースに沿った転位列が観察されることから、8YSZ 完全結晶における塑性変形開始は、{001}面でのせん断による転位の核生成・増殖機構によって生じたことが示唆される。

4. マイクロピラー圧縮試験による変形機構の評価

マイクロピラー圧縮試験とは、FIB をはじめとする微細加工技術を利用して、バルク試料から数 μm 寸法の柱状試験片を作製し、フラットエンド圧子を装着したナノインデンテーション装置によって単軸圧縮応力を与えることで、微小試

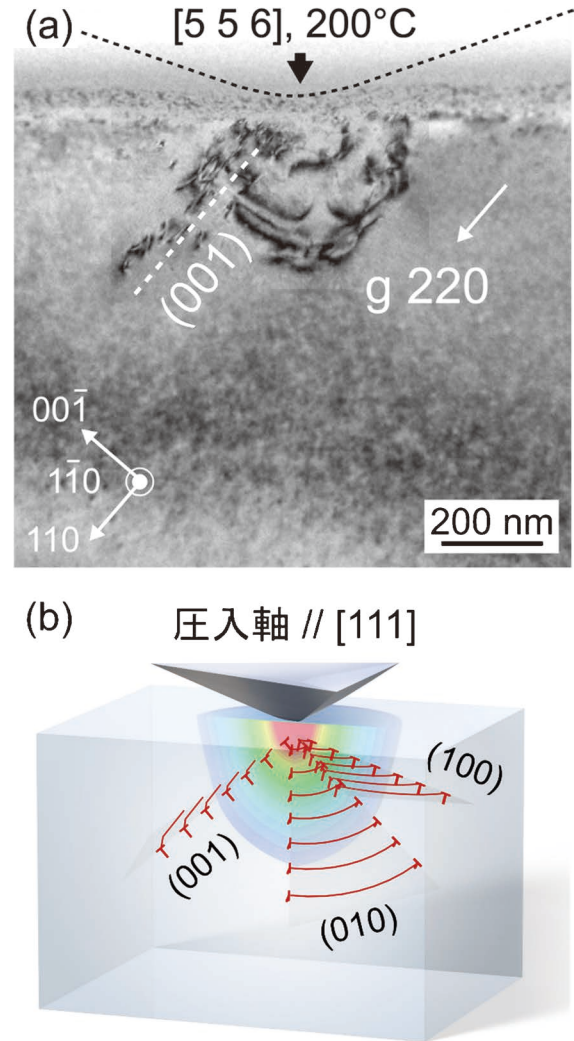


図 3 (a) 8YSZ に対するナノインデンテーション試験(温度 200°C, 圧入軸//[556])で形成した圧痕直下の TEM 明視野像と(b)転位構造の模式図。〈111〉方位近傍の圧入軸に対して、複数の等価な{001}面すべりが活動したと考えられる⁽⁵⁾。

験片の変形特性を評価する試験手法である。特に、電子線後方散乱回折法と組み合わせることで、任意の方位をもつ結晶粒から「単結晶マイクロピラー」を作製することができ、力学特性の方位依存性を効果的に評価することができる。従来、セラミックス単結晶の変形機構は、マクロな延性-脆性遷移温度以上(YSZ では 500°C 以上)で測定されてきたが⁽¹³⁾、本手法を用いることで、これまでは計測不可能であった低温領域での塑性変形能を評価することができる。

マイクロピラー圧縮試験における荷重-変位関係は、マイクロピラーの断面積および高さを、走査電子顕微鏡法(SEM: Scanning Electron Microscopy)によって予め計測することで、応力-ひずみ関係に変換することが可能である。圧子および母材の弾性変形の影響は、剛体ピラーと弾性平面の接触弾性を求める次式の「Sneddon のコンプライアンス $S_i^{(14)}$ 」によって補正することができる。

$$S_i = \frac{\sqrt{\pi} (1 - \nu_i^2)}{2E_i \sqrt{A_i}} \quad (6)$$

ここで、 ν_i , E_i , A_i はそれぞれ圧子もしくは母材のポアソン比、ヤング率、ピラーとの接触面積に当たる。

図4は、4.5 mol% YSZ (4.5YSZ) 多結晶体の単一結晶粒内

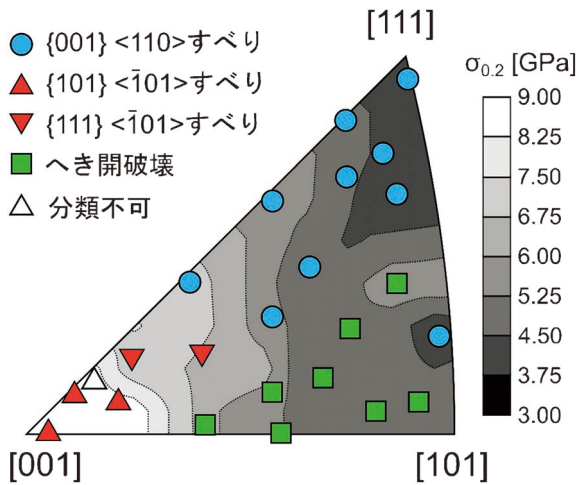


図4 4.5YSZ に対する単結晶マイクロピラー圧縮試験(温度25°C)での0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$ および主たる変形・破壊過程の結晶方位依存性⁽⁶⁾。

から、FIBによって直径0.9–1.1 μm 、高さ2.0–3.0 μm の円柱型マイクロピラーを作製し、室温で圧縮試験を行った際の降伏応力(ここでは0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$)と、主たる変形もしくは破壊過程の結晶方位依存性を示す。なお、4.5YSZは正方晶構造を有するが、単位胞の軸比が1に近いことから($c/a = 1.010$)、立方晶構造として近似可能であり、この方がすべり変形の解析には都合が良いことから、本稿での結晶方位は立方晶型で表記する。本材料の降伏挙動は、Schmid 則にはほぼ従っており、各すべり系の臨界分解せん断応力(CRSS: Critical Resolved Shear Stress)を表1のように見積もることができる。先行研究において、500°C以上で報告されていた、 $\{001\}\langle 110 \rangle$ 軟質すべり、 $\{101\}\langle \bar{1}01 \rangle$ および $\{111\}\langle \bar{1}01 \rangle$ 硬質すべりのCRSS比⁽¹³⁾が、室温においてもほぼ維持されていることが確認できる。

表1 4.5YSZ における単結晶マイクロピラー圧縮試験から計測した各すべり系のCRSS値⁽⁶⁾。

すべり系	CRSS, τ_c / GPa
$\{001\}\langle 110 \rangle$	2.4 ± 0.4
$\{101\}\langle \bar{1}01 \rangle$	4.2 ± 0.1
$\{111\}\langle \bar{1}01 \rangle$	3.0 ± 0.2

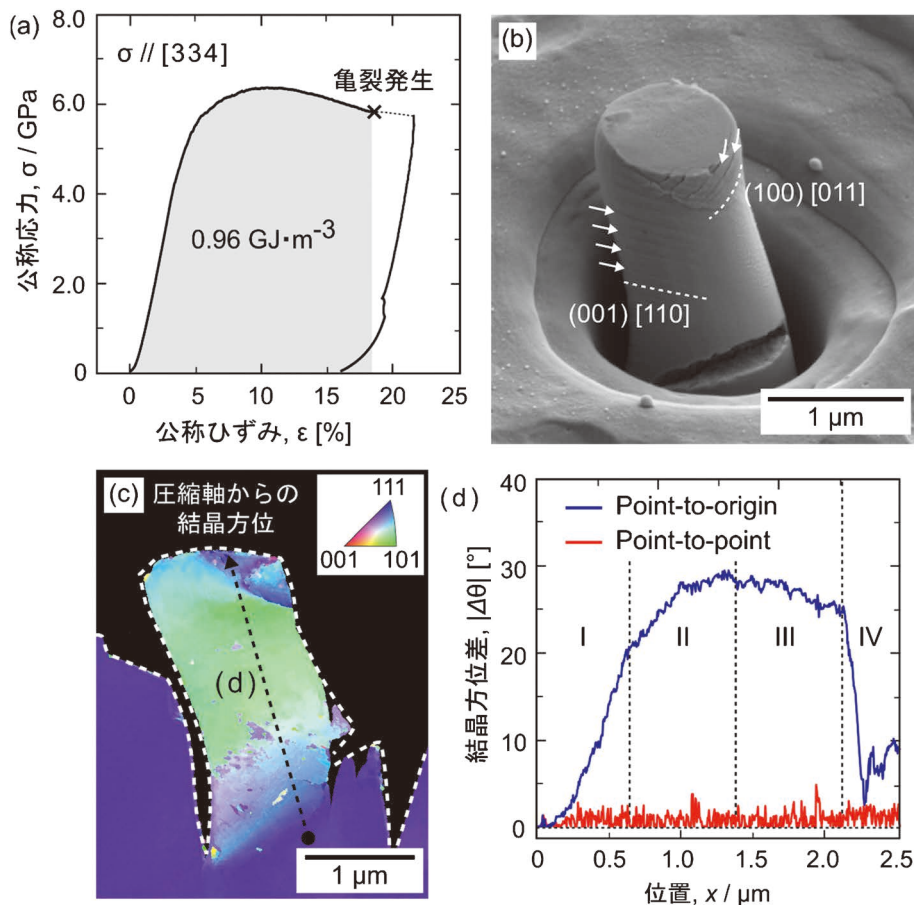


図5 4.5YSZ に対する単結晶マイクロピラー圧縮試験(温度25°C, 圧縮軸//[334])での(a)公称応力-公称ひずみ曲線, (b)変形後のピラーのSEM像, (c)ピラー断面のTEMナノビーム回折測定より得られた逆極点図マップ, (d)ピラー中心部の結晶方位変化プロファイル⁽⁶⁾。

特に本稿では、{001}<110>軟質すべりによって生じる「キンク変形」に注目する。図5は、[111]方位近傍から温度25°C、ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ でマイクロピラー圧縮試験を行った際の(a)公称応力-公称ひずみ曲線、(b)変形後のピラーのSEM像、(c)TEM ナノビーム回折測定によるピラー断面の結晶方位マッピング、(d)方位変化プロファイルをそれぞれ示す。図5(a)の応力-ひずみ曲線より、本材料は $\sigma_{0.2} = 4.7 \text{ GPa}$ で降伏し、15%の塑性ひずみを生じた段階で亀裂発生に至った。応力-ひずみ曲線の積分から得られる、破壊に至るまでの吸収エネルギー密度は $0.96 \text{ GJ} \cdot \text{m}^{-3}$ である(図5(a)のグレー領域の面積)。比較対象として、TRIP 鋼における吸収エネルギー密度が $0.25\text{--}0.30 \text{ GJ} \cdot \text{m}^{-3}$ 程度⁽¹⁵⁾であることを考慮すると、これが特殊な条件下で計測された値であることを踏まえても、本材料が優れたエネルギー吸収特性を秘めていることが理解できる。

この優れたエネルギー吸収特性は、本材料に見られる「キンク変形」に由来している可能性がある。図5(b)のSEM像から、本ピラーは{001}<110>系の多重すべりを伴いながら座屈変形(キンク変形)を生じたことが認められる。さらに、図5(c)、(d)の結晶方位解析から、この変形帯(キンク帯)には最大 30° 程度の連続的な結晶方位変化が発生し、局所的な結晶回転勾配は約 $40^\circ \cdot \mu\text{m}^{-1}$ (図5(d)の領域I)に達している。この結晶回転が幾何学的に必要な(GN: geometrically necessary)刃状転位列によるものと仮定すると、下記式をもとに領域IにおけるGN転位密度 ρ_{GND} が計算できる。

$$\rho_{\text{GND}} = \frac{2 \sin(\theta/2)}{bd} \quad (7)$$

θ は結晶回転角度、 b はバーガースベクトルの大きさ、 d は測定距離であり、ここから $\rho_{\text{GND}} = 2 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ と求まる。これは金属材料の強圧延処理によって導入できる転位密度の上限に近い値であり⁽¹⁶⁾、セラミックスにおいてもこれ程の高密度な転位が蓄積可能であることは注目に値する。このキンク帯は、多重すべりを担った異なる{001}<110>転位同士が絡まり合い、互いの回復を阻害することで形成しており、その発達機構は立方晶金属における「特殊二次すべり帯(キンク帯の一種)」の形成機構と類似している⁽¹⁷⁾。

以上のように、4.5YSZ単結晶マイクロピラーは、圧縮方位に応じて様々な変形機構を示した。特に、<111>方位付近からの圧縮時には、{001}<110>系による多重すべりが発生し、巨大な結晶回転を伴う「キンク帯」が形成した。このキンク帯は、その形成機構および構造において金属的な特徴を有しており、このことが本材料の優れたエネルギー吸収特性に結びついている可能性がある。

5. お わ り に

本稿では、セラミックス材料における塑性変形特性の評価事例として、YSZへのナノインデンテーション試験、マイクロピラー圧縮試験の結果を紹介した。セラミックスは亀裂に対して敏感な脆性材料であるものの、それらの結晶に内在

する塑性変形能は金属材料に比するポテンシャルを秘めており、本稿ではその一端を示せたように思う。

特に、本稿で扱った微小領域における塑性変形機構は、セラミックスが破壊する際に亀裂先端での局所的なエネルギー散逸を担うことで、マクロな破壊靱性の向上に結びつくことが期待される。また著者は、本稿で紹介したようなセラミックス研究を開始する以前には金属材料の超塑性現象を扱っており、これはセラミックスにも応用可能である⁽¹⁸⁾。今後は、マイクロ力学特性と超塑性の両面から研究を進め、セラミックス材料の靱性・延性向上に貢献したい。

本稿で紹介した内容は、森田孝治博士、大村孝仁博士、渡邊誠博士、原徹博士(NIMS)、吉田英弘教授(東京大学)らとの共同研究によって得られた成果である。当該成果は、ICYS Research Grant (NIMS) およびJSPS 科研費(18H05944, 19H05136)の支援を受けて行われたものである。またこれらの結果は、NIMS Open Facility およびNIMS 電子顕微鏡ステーションの設備と、スタッフの皆様の協力により得られたものである。この場を借りて関係者の皆様に感謝申し上げる。

文 献

- (1) 松原秀彰：まてりあ, **58**(2019), 382-386.
- (2) B.-N. Kim, K. Hiraga, K. Morita and Y. Sakka: Nature, **413**(2001), 288-291.
- (3) T. Sakuma, Y. I. Yoshizawa and H. Suto: J. Mater. Sci., **20**(1985), 2399-2407.
- (4) K. Yoshida, N. Nishiyama, M. Sone and F. Wakai: Acta Mater., **124**(2017), 316-324.
- (5) H. Masuda, K. Morita and T. Ohmura: Acta Mater., **184**(2020), 59-68.
- (6) H. Masuda, K. Morita, M. Watanabe, T. Hara, H. Yoshida and T. Ohmura: Acta Mater., **203**(2021), 116471.
- (7) T. F. Page, W. C. Oliver and C. J. McHargue: J. Mater. Res., **7**(1992), 450-473.
- (8) M. F. Ashby and S. D. Hallam: Acta Metall., **34**(1986), 497-510.
- (9) R. A. Cutler, J. R. Reynolds and A. Jones: J. Am. Ceram. Soc., **75**(1992), 2173-2183.
- (10) 大村孝仁：まてりあ, **53**(2014), 312-320.
- (11) K. L. Johnson: Contact Mechanics, Cambridge University Press, (1985).
- (12) W. C. Oliver and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **7**(1992), 1564-1583.
- (13) A. Tikhonovsky, M. Bartsch and U. Messerschmidt: Phys. Stat. Sol. A, **201**(2004), 26-45.
- (14) I. Sneddon: Int. J. Eng. Sci., **3**(1965), 47-57.
- (15) 土田紀之, 大倉誠史, 田中孝明, 田路勇樹：鉄と鋼, **103**(2017), 597-605.
- (16) 高木節雄：軽金属, **56**(2006), 609-614.
- (17) K. Kashiwara, M. Tagami and F. Inoko: Mater. Trans., **37**(1996), 564-571.
- (18) H. Masuda and E. Sato: Acta Mater., **197**(2020), 235-252.



増田 紘士

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
 2018年 東京大学大学院工学系研究科博士課程修了
 2018年4月- 物質・材料研究機構 若手国際研究センター ICYS 研究員
 2019年10月- 現職
 専門分野：結晶性材料の塑性変形機構
 ◎金属およびセラミックス材料における転位、双晶、粒界に由来する塑性変形機構の研究に従事。
 ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

実学講座「金属材料実験の手引き」について

編集チーム 大塚 誠¹ 中村篤智² 吉年規治³

コンピュータの高速化ならびに解析技術の進歩とともに，材料研究における理論解析の位置付けが大きくなり，その反作用として，実験技術のノウハウを理解する若手が少なくなっています．そこで，本企画の実学講座「金属材料実験の手引き」では，1. 組織観察，2. 特性の計測評価，3. ケーススタディ 金属材料の作製と調整について，一から学べる令和版の実験手引きを連載いたします．初めて実験を行う若手研究者もしくは初学者にとって“役に立つ”実験手法の基礎・ノウハウを，実験研究のプロが実験技術の視点から記事にしていくシリーズとなります．本掲載は，写真を多く取り入れ，実験時に短時間で視覚的に理解・確認しやすいように執筆しております．

是非，本連載を各実験機器(装置)の脇に常備しておき，作業時に各手順の意味などを確認しながら実験の質向上に役立てていただければと思います．本企画を通じ，会員の皆様の研究の一層の展開，本会と金属材料分野のさらなる発展に繋がれば，編集チーム一同幸いです．



大塚 誠



中村篤智



吉年規治

編集チーム：1 東北大学多元物質科学研究所； 2 名古屋大学大学院工学研究科 3 東北大学金属材料研究所
2020年12月18日受理[doi:10.2320/materia.60.101]

実学講座

金属材料実験の手引き



1. 組織観察

1-1 光学顕微鏡を用いた組織観察

山本 剛 久*



1-1-1 はじめに

金属組織学という学問分野があるように、金属系材料では組織に関する知見を得ることは極めて重要です。その観察手段の一つとして最も身近な方法は光学顕微鏡でしょう。この項目では、金属系材料(セラミック材料などでも構いません)に関する卒業論文研究を始めるような初学者を対象として、光学顕微鏡を用いた組織観察方法の初歩の初歩を解説していきます。光学顕微鏡には様々な機種が用意されています。本稿では所属する研究室で触れることが多いと思われる一般的な反射型(落射型)の正立型光学顕微鏡(金属顕微鏡、工業用顕微鏡と言われることもあります)を対象とします。小難しい話はひとまず抜きにしてという読者の方は、1-1-10の操作方法(観察の流れ)のところから読まれても構いません。

1-1-2 組織を観察するということ

光学顕微鏡に関わらず組織を観察するときには、目的とする組織がおよそどんなものであり、そのスケールはどれくらいなのかについて少しは予想できていないと肝心な組織を見逃すかもしれません。対象が1 nm 程度なのに、光学顕微鏡で見ようとしてもそれは無理ですよね。光学顕微鏡の分解能は0.2 μm 程度です。さて、組織が見えるということを考えてみましょう。組織が見えるようにするためには、観察視野中の場所で明るさの違いが無くてはなりません。キズが全くないように単結晶金属を完璧に研磨して、それを光学顕微鏡で見たとします。ただ明るいだけで全く何も見えません。この研磨した表面に傷をつけてみます。すると、その傷が見えます。これは、傷が暗く見えているから、線状の像として傷が見えているのです。この明るさの差のことをコントラストと言います。差が大きい場合には、コントラストが高い(強い)と表現します。コントラストが高い像ほどきれいに見える傾向にあります。このコントラストという言葉と対で使われるブライトネスは、そのコントラスト全体の強度の高い低い

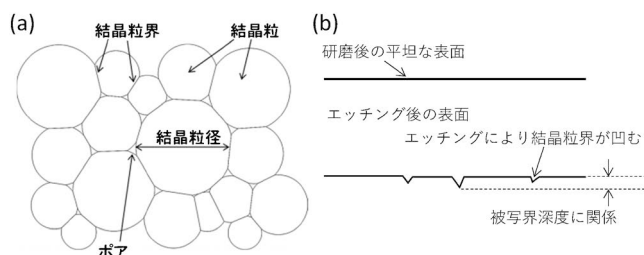


図1 (a)多結晶体の結晶粒組織模式図、(b)粒界エッチング処理を行う前後の表面断面模式図。

組織を観察するためにはコントラストが現れるように試料を前処理する必要があります。例えば、結晶粒径を見るためには、その境界となる結晶粒界にコントラストを与える必要があります。一般的な方法としては、鏡面研磨処理を行った試料表面を腐食して、(b)に示すように結晶粒界を僅かに凹ませる前処理(エッチング処理)を施します。凹んだ箇所では、光が散乱する確率が増加するので、対物レンズへ取り込まれる反射光の強度が減少し、結晶粒内よりも暗く見えるので、結晶粒界が線状に見えるようになります。(明視野観察の場合)

に対応します。光学顕微鏡では、コントラストは何で決まるのでしょうか? 反射型の光学顕微鏡であれば試料表面からの反射光強度の差、透過型であれば、透過光強度の差に依存します。ですから、組織を見るためには光の強度に差が生じるようにすればいいということになります。傷が暗く見えるのは反射の際に散乱されるためです(後述する暗視野観察の場合には、逆に明るく見えます)。ただ漫然と光学顕微鏡で眺めているだけでは、上手く組織を観察することはできません。試料の適切な前処理が必須です。図1を参照してみてください。また、試料の前処理については1-4を参照してください。

1-1-3 光学顕微鏡の構造の概略

図2は落射型光学顕微鏡の外観、図3は光路の模式図を示しています。図2の機種では、照明光を上方から試料上に照射するので落射型と呼ばれています(対物レンズは下向きに取り付けられています)。試料から反射してきた光で組織

* 名古屋大学大学院工学研究科; 教授(〒464-8603 名古屋市千種区不老町)

Keywords: optical microscope, microstructure, photomicrograph, stereomicroscope, metallographic structure, aberration, resolution (光学顕微鏡, 組織, 組織写真, 実体顕微鏡, 金属組織, 収差, 分解能)

2020年12月17日受理[doi:10.2320/materia.60.102]

を観察するので反射型とも呼ばれます。特に何も気にしない読者であれば、試料をステージにおいて、適当な倍率で観察して終わりとなっているかもしれません。ステージ移動と対物レンズの選択とピント合わせだけです。これでも組織を見ることはできますが、ここで、図2をよく見て頂くと、それ以外にも色々なギミックが用意されています(用いている機種にもよります)。これらを使うとよりきれいな像を観察できたり、思いもしなかった情報が得られたりします。図2と3でその構造を見ていきましょう。光源から発せられた光は、コンデンサー系のレンズ(照射系のレンズ)で整えられ、ハーフミラーで光路が曲げられます。その後、対物レンズを通過し、試料上へと照射されます。試料の上面で反射した光は、接眼レンズに向かって鏡筒の中を進んでいきます。途中で接眼レンズ方向とカメラ方向の切り替えミラーを経て、接眼レンズの方へ向かいます。接眼レンズに入る手前で、両眼に分かれる光路となります。両眼で見えますが、一つの光路で試料へ進んでいることに注意ください(後述する図11の実体顕微鏡と比較してみてください)。観察倍率は、対物レンズと接眼レンズの倍率を掛け合わせた値となります。カメラでの撮影時には、カメラの撮影倍率が接眼レンズと必ずしも同じ倍率ではないので注意してください。後述

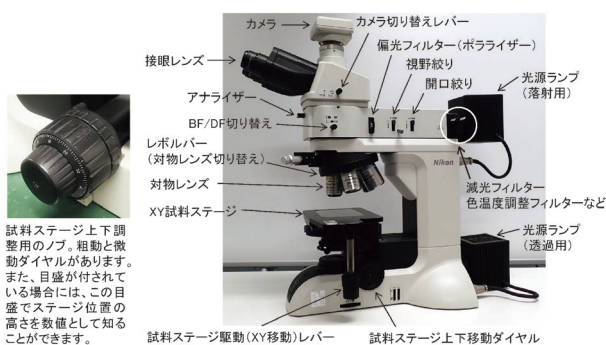


図2 光学顕微鏡の外観(落射照明と透過照明仕様)。仕様は機種によりますので、一度は自身で使用している光学顕微鏡で確認してください。

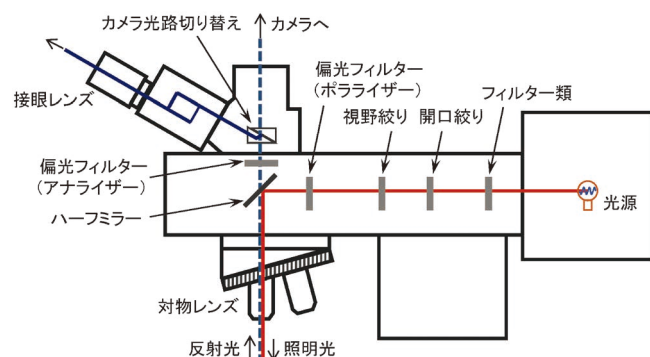


図3 光学顕微鏡の光路模式図。赤太線は照射光、青太破線は反射光、青実線は接眼レンズへの光路をそれぞれ示しています。図2と比較してみてください。詳細な構造は用いている機種によって異なります。図中の照明光と反射光は横に平行にずれているように記載していますが、実際は同一の光路で入射し反射しています(明視野観察の場合)。

するように対物レンズとしては100倍程度、総倍率で1000倍程度が実用的な倍率の限界です。図2に示した光学顕微鏡では、明視野・暗視野の切り替え、アナライザー・ポライザーと呼ばれる偏光フィルター、明るさなどを調整するフィルター類、上部には撮影用のカメラなどが各種装備されています。以降、重要なポイントに絞って少し踏み込んで説明していきましょう。

1-1-4 試料への照明光

1-1-4-1 ぜひ知っておきたいケーラー照明

きれいな組織写真を撮影するためには、光を均一に試料上へと照射しなければいけません。光源にはハロゲンランプ(Wフィラメント)が用いられています。細いWワイヤーの両端に電圧を印加して加熱することで白熱電球の様に明るく光らせています。必ずしも、そのフィラメント全体が同じ明るさとなるわけではありません(後述しますが明るさが違うということはWフィラメントの温度が場所によって違っているということを意味しています)。このムラがある光を何とか均一に試料上へと持っていく必要があります。ケーラー照明法は、均一に光を試料へ照射することができる優れた照明法です(後述するように他にも有意義な特徴があります)。凸レンズの基本的な機能について図4を見て思い出しましょう。凸レンズには二つの焦点位置が存在し、物体側を前焦点、像側を後焦点と呼びます。物体の点Qから発せられ光軸に平行に進んだ光はレンズで屈折されて後焦点位置で光軸と交わり直進していきます。一方、物体からレンズの中心を通過した光はそのまま直進していきます。この二つが交差したところが、物体から光が発せられた点Qのレンズによる投影点Q'となります。いわゆるピントがあった位置ということになります。物体において光軸上の点Pから発せられた光は、像の対応する位置である光軸上の点P'へと集光されます。この関係を覚えておきましょう。では、図5を見て

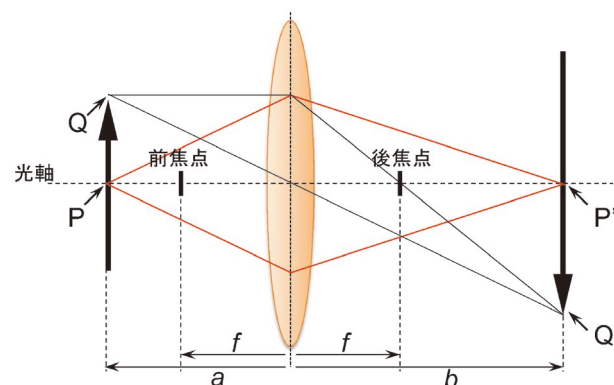


図4 凸レンズの作用。物体上の点Qから光軸に平行にレンズに入射した光はレンズの後焦点を通り直進し、レンズの中心に入射した光はそのまま直進し、両者が交差する点Q'が点Qの投影位置となります。点Pは、点P'に投影されています。aはレンズから物体までの距離、bはレンズから像までの距離、fはレンズの焦点距離を表しています。 $\frac{1}{a} + \frac{1}{b} = \frac{1}{f}$ の関係となり、また、倍率は $\frac{b}{a}$ となります。

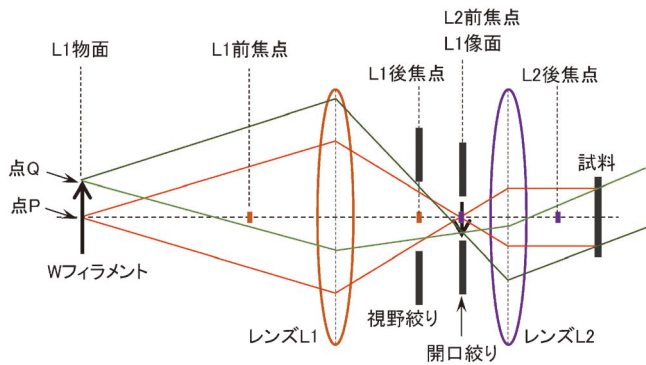


図5 ケーラー照明の模式図。

左側レンズL1の像面位置に、右側レンズL2の前焦点位置が位置しています。Wフィラメントの光軸上の点Pから発せられた赤線で示す光は、レンズL1で光軸上へ投影されます。その位置はレンズL2の前焦点位置にあるので、L2によって平行に試料へ投影されます。同様に、Wフィラメント上の各点から発せられた光は、平行光となって、広がって試料上へ投影されます。例えば、Wフィラメントの点Qから発せられた光を確認してください。図中に示した視野絞り、開口絞りの位置関係も確認してみましょう。視野絞りを狭くする(絞る)と試料上に照射される領域が小さくなります。開口絞りを絞ると、その位置に投影されているWフィラメントの像の範囲が制限されることが分かります。図は照射光に関する模式図を示しています。実際には、レンズL2と試料の間に対物レンズが位置しています。開口絞りの径(絞りの度合い)は、開き角を変化させます。

みましょう。図5は、ケーラー照明の原理を模式的に示しています。機種にもよりますが、基本的には二つのレンズが組み合わされた光学系で構成されます。レンズが配置している位置に注目してください。一つ目の左側のレンズL1でWフィラメントが投影される位置(像の位置)が、二つ目の右側のレンズL2の前焦点位置と一致するように配置されています。Wフィラメントの光軸上の点Pから発せられた光は、赤実線で示した光路を進んで、光軸上の一点に集光します。この位置は上述したように二つ目のレンズL2の前焦点位置ですから、集光された光は二つ目のレンズL2で平行光となって試料へ照射していきます。Wフィラメントの点Qから発せられた光は、緑線を進んでL2の前焦点位置に描かれている矢印の先端に集光されます。同様にこの集光された光はレンズL2によって平行に試料へ照射されます。このようにWフィラメント上の光全てが試料上に平行に重なって照射されることとなります(試料上への入射角度は異なりますが)。つまり、Wフィラメント上で光にムラが存在しても、一点、一点からの光が広がってすべて重なるように試料上へ照射されるので、そのムラが無くなるということになります。

ケーラー照明の利点はこれだけではありません。図中には二つの絞りが描かれています。図2,3にも同様にこれら二つの絞りが描かれています。それぞれは視野絞り(Field stop)、開口絞り(Aperture stop)、と呼称されている絞りで、組織を観察する時には、これらの絞りの調整が必要です。視野絞りは不必要な箇所からの光をカットするため、開口絞りは投影される像の分解能とコントラストに関係します(厳密には明るさも)。

1-1-4-2 視野絞りと開口絞り

顕微鏡をのぞいて実際に見ている領域を実視野と言います。この実視野以外のところに光が当たっていると、ノイズとなって像の質が低下します。不必要なところに無駄に光をあてる必要はありません。この大きさを調整するのが視野絞りです。実際に大きく絞ってみましょう。接眼レンズから覗いていると絞りの影が視野内に現れてくるのが分かります。観察している領域(実視野)の大きさに合うよう絞りの径を調整しましょう(実視野の外周よりもほんの少し外側です)。ちなみに、絞り込んだ時に、絞りで作られる小さな穴の位置が、視野の真ん中に正しく来るように調整されていることが必要です。この調整法は機種にもよりますが、絞りの位置を機械的に調整する(視野の中心に持っていく)ネジがあるはずです。一度確認してみてください。

次に、開口絞りをいじってみます。開口絞りは後述する開き角を変える役割を担っています。開き角は大きいほど分解能が高くなります。ところが、それ以外にも以下に述べるような効果も表れます。この絞りを絞り込むと像はどう変化するのでしょうか？絞り込むと、像のコントラストが高くなってきませんか？広げてみましょう。今度はコントラストが低くなります。厳密には違うのですが、この絞りを使うと表面の傷を見にくくすることもできます。金属試料を観察する時には、多くの場合、研磨を行っていますよね。この時にどうしても傷が残ってしまうことがあります。開口絞りを絞り込んでいるとコントラストが高くなるとともに、実は被写界深度も深く(大きく)なります。被写界深度は、試料の上下方向にどれくらいの範囲でピントが合っているように見えるかに対応する大きさです(次項で説明します)。被写界深度が深いと試料表面の傷もよく見える(目立つ)ようになってしまいます。厳密にいうと、開口絞りの径は用いている対物レンズで決まりますが、応用としてここに述べたような使い方もできます。コントラストと分解能の兼ね合いをつけて、少し調整する癖をつけてみましょう。

前項でケーラー照明について説明しました。この照明法は、試料に均一な光を照射すること、絞りをを用いて視野の制限や照明光の明るさを個別に調整することができることを、を実現できる素晴らしい方法なのです。

1-1-4-3 被写界深度と低倍観察時のピンボケの話

高い倍率で像を撮影するときには、振動やピンボケ(焦点はずれ)に自然と注意しますよね。このピンボケをちょっと考えてみましょう。レンズの光線図を見ると、ピントの位置は厳密に決まっているはずですが(図4)。ところが、我々の目で像を見た時にピントがわずかにずれていてもピントがずれていないように見える範囲が存在します(図6)。これを被写界深度と言います(物面側での深度のことを被写界深度、像面側を焦点深度と言います)。高倍の場合には試料上に照射される光の角度が大きくなるために、この被写界深度は小さくなります。ですので、試料ステージを僅かにずらしても、ピントがボヤッとずれるのがすぐわかります。低倍の時には、照射角度が小さくなるために、この被写界深度が深くな



図6 被写界深度の例。
(a)絞りを開放(径を広げています), (b) 絞りを絞っている(径を小さくしています)
ここでは一眼カメラを用いてキーボードを斜め上方向から撮影した例で示しています。絞りは、開口絞りに相当します。絞り込むと、ピントが合っている奥行きが増加しています。この状態は、光学顕微鏡の試料観察での表面キズや凹凸がよく見えている状態に相当します。

ってしまいます。つまり、ステージを僅かに動かしてもピントの変化が分かりにくいのです。ピントが合っていると思って像を撮影しても、その写真を見るとボヤっとした像になっていたということが低倍撮影ではしばしば生じます。コツとしては開口絞りを広げて、ステージを動かしてピントを合わせたのちに、その絞りを適正な位置まで少し絞り込むとピントを合わせやすいかもしれません。

1-1-5 対物レンズ

図4で点Pから発せられた光がレンズで点P'に投影される時には、レンズの外側を通過した光と光軸に近い位置を通過した光が集光してきます(点Pから発せられる光は図4において赤線で描いた光だけではありません。レンズに入ることができる範囲内の光となります)。これらの光は、レンズに入射する角度によって進行する距離が異なりますから、集光される点P'で位相が異なり、その結果、互いに干渉することとなります。この干渉によって、点Pから発せられた光である点光源は、円環状に投影されます。投影される像がボケることになります。このボケを与える要因のことを収差といい、ここで述べた収差のことを回折収差と言います。回折収差は、分解能に大きく影響します。回折収差に起因する分解能 δ は、

$$\delta = \frac{0.612\lambda}{n \sin \theta} \quad (1)$$

で表されます。 λ は波長、 n はレンズの屈折率、 θ はレンズ

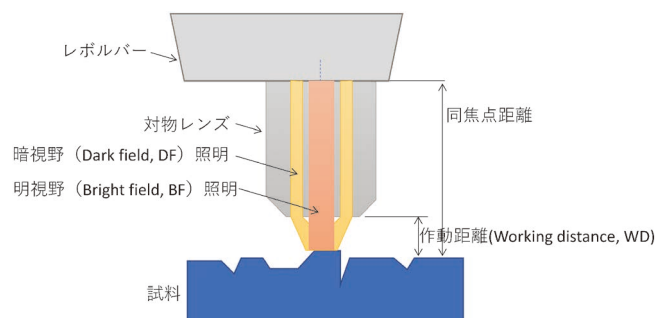


図7 対物レンズと試料の配置、および、明視野・暗視野観察の模式図。

ピントが合っているときの対物レンズから試料までの距離を作動距離、レボルバーの下面から試料までの距離を同焦点距離といます。暗視野観察は、対物レンズの外周から照明光を落射させて試料に対して斜めから照射します。傷などの凸凹や細い線状の物体などが見えやすくなります。

から試料上に収束する角度(開き角)です。分解能を高く(式(1)では左辺の δ が小さい)するためには、ここでは λ は一定なので、屈折率を大きくするか、開き角を大きくします。このことから、 $n \sin \theta$ が分解能を表す指標の一つとなることが分かります。この $n \sin \theta$ は、開口数(Numerical aperture, NA)と呼ばれ、対物レンズの分解能を表す値の一つとして用いられています。NA値が大きいほど分解能が高いレンズということになります。今ではあまり用いられていませんが、屈折率をより大きくするために、試料上面に油を垂らして対物レンズ面をその油に含浸させて観察する方法もありました(含浸レンズと言います)。対物レンズの性能に影響する収差は他にもあります。後述の収差を参照ください。

以下、対物レンズに関して知っておくべき項目を説明します。

- ・**作動距離(Working distance: WD)**：図7に示すように対物レンズ先端からピントが合った時の試料面までの距離のことを指します。この距離が短いと式(1)で示すように開口数が大きくなりますから分解能が高いレンズということになりますね(レンズ構成にも依存しますが)。高倍のレンズほど試料を近づけて観察した経験があるかと思います。100倍の対物レンズで1mm程度の作動距離でした。不慣れな場合にはレンズを試料にぶつけてしまうことがあり、非常に危険です。そこで、最近ではこの作動距離が長い長作動レンズが一般的に使われるようになってきました。作動距離が長くてもうまくレンズ群が工夫されて、高い分解能が確保されています。倍率にもよりますが作動距離が10mm以上の対物レンズも用意されています。レンズを選択する機会があるときには一度確認してみましょう。

- ・**レボルバーの回転と対物レンズ先端の位置**：対物レンズの長さで作動距離を合計した長さを同焦点距離と呼びます。レボルバーに設置されている対物レンズの種類によってこの同焦点距離は変化します。同焦点距離を予め確認しておかないと、観察しているときに無意識にレボルバーを回転させたときに対物レンズを試料にぶつけてしまうことになるかもしれません。全ての対物レンズでピントを合わせてステージの高さ位置との関係を予め知っておくことが事故を防ぐために

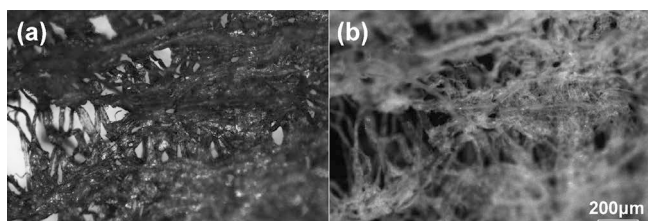


図8 (a)明視野像と(b)暗視野像の例.

試料は不織布の紙を使っていますので、被写界深度から外れてぼやけている部分が見えます。暗視野像では細かい繊維が見やすくなっていることが分かります。

必要です。

- **明視野観察(BF)**と**暗視野観察(DF)**：普段意識せずに使用している観察方法は明視野法です。これは、試料表面に光を照射して反射してきた光をそのままレンズに取り込んで観察しています。つまり、反射面がレンズ方向に向いている箇所ほど明るく見えるということになります。これに対して、暗視野観察では光を円環状に試料へ照射(試料に対して斜め方向)して観察します。大雑把に述べると、表面から傾いている箇所からの反射光が、よりレンズ方向へと進みやすくなりますから、明るく見えるようになるということになります。表面のキズなどの凹凸を強調して観察することができます。観察には、円環状に光を照射できる照明機構と、その光を外周部から試料上へ照射できる機能が付加されている対物レンズが必要となります。図2ではこのBF/DF切り替えレバーが見えます。図8に明視野、暗視野像の一例を示しますので参照してください。

- **収差**：光が収束(レンズに入射する光束が制限)して干渉することで生じる回折収差(前述)は、光学顕微鏡の分解能を制限する一つの要因であることを述べました。これ以外の収差として、球面レンズが有しているザイデル収差(広義の球面収差)と光の波長の違いに起因する色収差などが像の分解能に影響します。ザイデル収差は、狭義の球面収差、コマ収差、非点収差、像面湾曲収差、歪曲収差の5種類に分類されます。これらの収差は、凸レンズと凹レンズで正負の値を持つので、多くの対物レンズでは凸レンズと凹レンズとが組み合わされてこれらの収差が補正されています。現在では球面収差は補正されており、さらに、プランタイプの対物レンズでは、それ以外の収差も補正されています。一方、色収差は屈折率が波長に依存していることが原因で現れます。太陽光をプリズムにあてると虹色に分かれて光が進行するのと同じ要因です。白色光を用いるとピントの位置がその色によって変化するため、像がボケることとなります。対物レンズにはこの色収差をできるだけ補正できるよう工夫されたものが用意されています。色収差をどの程度(どの波長)まで補正できるかによって、アクロマートタイプ(赤と青を補正)、アポクロマートタイプ(赤と青(アクロマート)と紫を補正)、フルオリート(アクロマートとアポクロマートで補正する波長のさらに中間程度の波長まで補正)など各種用意されています。

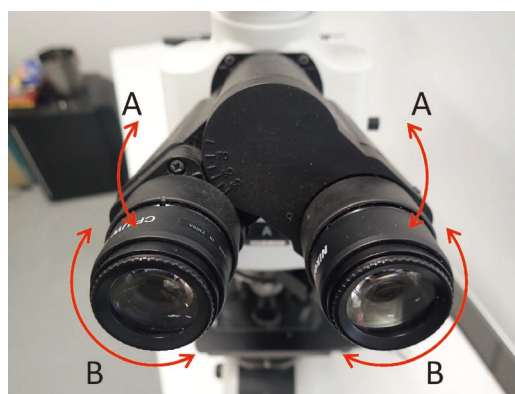


図9 接眼レンズ.

両眼のレンズの間隔は矢印Aのように動かすことで調整できます。また、視度は、矢印Bで調整できます。

1-1-6 接眼レンズ

図9は接眼レンズを示しています。接眼レンズの倍率と用いている対物レンズの倍率の積が観察倍率となります。実視野の大きさに関わる視野数(接眼レンズで見ることができる範囲。この値が大きいほど見える範囲が広がります)や観察時の目の位置(接眼レンズから観察位置までの距離：アイポイント)など接眼レンズにも様々な種類が用意されています。接眼レンズの横に表記されているので興味があれば一度確認してみるといいでしょう。ところで、接眼レンズの調整は観察時の目の疲労に関わります。図に示すように二つの接眼レンズの間隔を両眼の幅に合うよう調整し、視度も適切に調整しましょう(1-1-10の操作方法(観察の流れ)の項を参照)。観察時にスケールや方眼などを視野中に表示できるレクチルを設置することもできます。

1-1-7 試料ステージ

試料ステージはピントを合わせるときの上下移動、試料位置を変更するためのXY移動、特殊なものでは回転させる機能を有しているものもあります。普段特に意識せずに使用しているかと思いますが、便利な機能もあります。ステージの上下駆動ダイヤルのところに目盛が付されている機種であれば、ステージの高さ位置を、そこから読み取ることができます。この目盛を活用すると、試料上の凸凹の高さを大よそ見積もることも可能です(図2を参照してください)。この時には、できるだけ高倍の対物レンズを使い、開口絞りを開放にした状態でピント位置を記録してください。

1-1-8 その他

1-1-8-1 フィルターの役割

主に試料へ照射する光の強度や色温度を調整します。設置されている箇所は光源の近くです(図2を参照してください)。ひとまず試料を観察したい場合には特に問題となりませんが、組織写真を正しく撮影するときには、照射する光の質に注意を払う必要があります。出力を変更すると光源であ

る W フィラメントの温度が変わるため、照射光の波長分布が変わります(色温度と表現します)。この波長分布を自然光に近い分布に調整するのが色温度調整フィルター(LBD フィルター)です。W フィラメントの波長分布を、色温度調整フィルターで調整できる範囲とするために、W フィラメントの電圧を規定値にします。多くの場合、規定値に合わせるためのスイッチが装備されていますので、使っている光学顕微鏡の操作方法マニュアルを確認してみてください。また、この状態で試料を観察すると、金属系試料では往々にして明るすぎてハレーションを起こすことがあります。これを減光するためのフィルターが減光フィルター(ND フィルター)です。もちろん、この目的以外にも減光することが必要あれば随時使用してください。

1-1-8-2 偏光フィルター(ポラライザーとアナライザー)

一定方向のみの偏光成分を透過(光を直線偏光させる)するフィルターです。図10を参照ください。照射系に設置されているのがポラライザー(偏光子)、試料からの反射光が接眼レンズへ向かう光路に設置されているのがアナライザー(検光子)と呼ばれます。互いの回転角度が調整できるようになっています。立方晶系の場合には、光学軸に対する偏光方向に変化は生じません(光学的等方体)が、それ以外の結晶系では、偏光方向が異なる2つの反射光に分かれます(光学的異方体)。これを複屈折を起こすと表現します。偏光フィルターを用いると、この光学的等方体と異方体とを区別することができたり、光学的異方体の結晶軸方向などの情報を得ることができます。例えば、偏光フィルターを互いに直角となるように回転角度を調整します。この状態を、クロスニコル

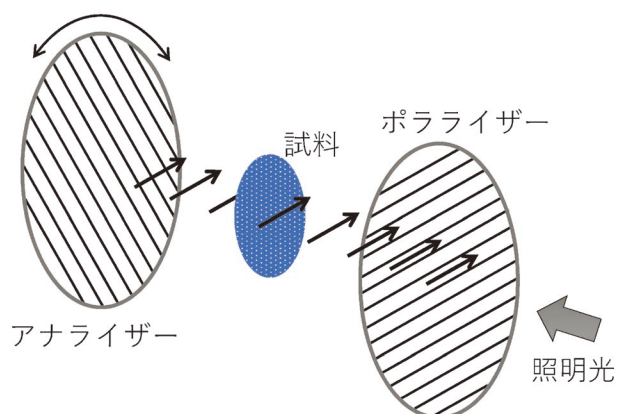


図10 偏光フィルター(ポラライザーとアナライザー)の作用。(図は透過型光学顕微鏡で示しています)。

偏光フィルターは一定方向の偏光成分を通過させます。図は、右側のブロック矢印方向から照明光が入射しています。照明光は、ポラライザーで直進偏向の光となります(図中の矢印)。試料が光学的等方体の場合には、ポラライザーで直線偏光となった照明光の偏光成分は、変化せずにそのまま試料を透過して進行します。光学的異方体の場合には、偏光成分が変化して図中の矢印方向が回転して進行します。例えば、ポラライザーとアナライザーの偏光方向を直角(直交ニコル)とすると、光学的等方体の場合の透過光は、アナライザーを通過できる偏光成分を有していないので、通過する光の強度は無くなります(暗くなります)。図は透過光で示していますが、反射タイプの光学顕微鏡では、試料から反射した光がアナライザーへ向かうこととなります(図3を参照)。いずれも考え方は同じです。

(直交ニコル)と呼びます。試料が光学的等方体の場合には、ポラライザーによって直線偏光がかけられた光が試料上で反射しても、その偏光方向は変化しません。従って、クロスニコルの状態では反射光は、その方向と直角に設置されたアナライザーを通過できなくなります。この試料中に光学的異方体のものが含まれている場合には、その箇所からの反射光には偏光が生じているので、アナライザーを通過する成分が生じ、明るく見えることとなります。図2はXYステージとなっていますが、偏光フィルターと回転ステージを組み合わせる場合もあります。

1-1-9 実体顕微鏡と光学顕微鏡の違い

図11は実体顕微鏡の外観です。実体顕微鏡はその名の通り試料を立体的に観察することができます。これまで述べてきた光学顕微鏡との違いは、実体顕微鏡では両眼視差(それぞれの目で観察する角度)が維持されていることです。図11に示すように、接眼レンズからの光軸は両眼ともに用意されている(光軸が二つ)ことが光学顕微鏡との大きな違いです。二つの光軸で物を見るのでどうしても分解能が制限されてしまいます。ただし、被写界深度も深く、両眼視差が維持されているので、物体を立体的に捉えられる大きな利点を有しています。実体顕微鏡の倍率の変更は、レンズの移動を使ったズーム投影で行っています。対物レンズを入れ替えて変更していません。倍率を変更するとピントが僅かにずれる場合があります。



図11 実体顕微鏡の例。

図中に示すように、実体顕微鏡の場合には視野角を維持した2つの(両眼それぞれの)光軸を有していることが特徴です。視野角を維持したまま物体を観察できるので、物体を立体的に見ることができます。

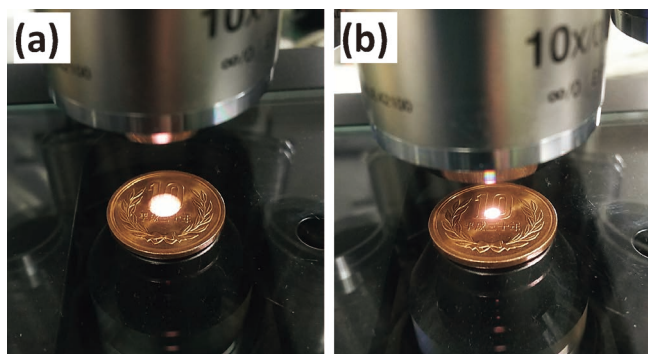


図12 ピント位置になるステージ高さ位置を大まかに知る方法の例。(a)ピントが大きくずれている状態、(b)おおよそピントが合っている状態

ステージにコインなどを置きます。ステージを下げた状態から高さを上げていくと、コイン上の照射半径が小さくなって、再び大きくなるのが分かります。最も小さく見えるステージの高さ位置が、大よそピント位置に近い状態です。10倍以上の対物レンズの方が、この変化が分かりやすいと思います。一度、全ての対物レンズで確認しておく、レボルバーを不意に回転させてしまった時に生じやすい事故を防げます。

りますので、その都度ピントを合わせる必要があることを覚えておきましょう。

1-1-10 観察の流れ

この項では組織写真を撮影するまでの流れを説明していきます。試料の前処理については、1-4で説明される組織観察のための試料調整を参照してください。

• 光学顕微鏡の調整：まず初めに接眼レンズ・カメラ切り替えレバーを接眼レンズ方向へ移動し、各絞りの開放、各種フィルター位置の確認などをしてください。ポラライザーとアナライザーが装着されている場合には、回転角度が平行になっていることを確認してください。直角位置にセットされていると、反射光が見えない場合があります。次に、ステージを下げて、一時的に利用できる適当な物、例えば、コインなどを置きます。レボルバーを回転させて低倍の対物レンズをセットします。照明のスイッチを入れて、適当な明るさに調整します。するとコイン上に照明光が見えます(図12参照)。ステージを横から見ながら対物レンズ近くまでステージをゆっくりと上げてみてください。この時、コイン上の照明光の半径は、ステージの上下動とともに変化するのを見えます。ステージを上方へ移動させると、半径が小さくなり、再び増加する様子が分かります。最も小さくなったときのステージ高さ位置が、用いている対物レンズのピント位置近傍です。この時のステージの高さ位置と対物レンズ先端からコインまでの距離を大よそ記憶しておきましょう。また、装着されている全ての対物レンズで同様に確認しておきましょう。レボルバーを回転させて対物レンズを切り替えるときの事故を防げます。

• 接眼レンズの調整：接眼レンズの幅を両眼の幅に合わせます(図9の矢印Aの調整で両眼の幅に合わせます)。最初は戸惑いますが、両眼で見えるように慣れてください。調整できたと思ったら、片目ずつそれぞれ視野が見えているかを

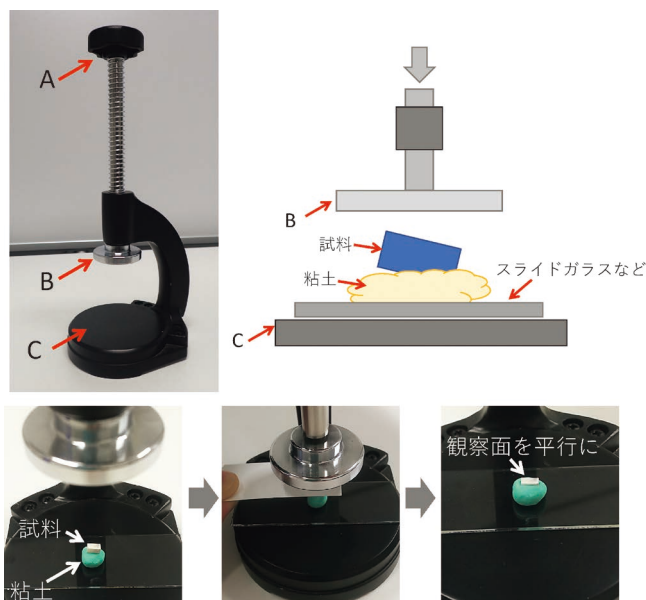


図13 試料上面(撮影面)をステージ面に対して平行にする方法の一例。

スライドガラスなどの上に粘土を少量置き、その上に試料を置きます。そして、図中Aのノブを下方へ静かに押していきます。試料に触れる治具の面が汚れていないかに十分注意することが必要です。汚染防止のために、例えば、試料上面に濾紙などのきれいな紙を一枚入れ込んで、押し込んでいきます(下図参照)。観察面を確実にステージ表面に対して平行に設置することは非常に重要です。

確認してください。次に、それぞれのピントの位置を調整します(図9の矢印B)。矢印Bを回すと(接眼レンズを回すと)、その回転に合わせて接眼レンズが手前や奥に僅かに移動するのが分かるかと思います。まず、片方の目だけを使って、コインにピントが合うようステージの高さを調整します。その後、ステージの高さはそのままにして、もう片方の目だけを使って、接眼レンズを回転させて調整し、コインにピントが合うように確認してください。接眼レンズ内にスケールなどが設置されている場合には、少し方法が変わります。まず、そのスケールがどちらの接眼レンズ内に設置されているかを、それぞれの目で確認します。接眼レンズの位置が大きくずれているときには、見えないこともありますので、注意してください。スケールが設置されている方の接眼レンズを回転させて、そのスケールがはっきりと確認できるように調整します。その後、ステージを微調整してコインにピントを合わせます。この後は、上述した方法で、もう一方の接眼レンズの位置を調整します。

• 試料の観察：ピント合わせは、ステージを下げる方向で行う癖をつけましょう。図12を参照し、用いている対物レンズでのピント近傍位置を確認して、さらにそれよりも、やや上方へステージ位置を上げておきます。常に下げる方向でステージを動かすようにしておけば、試料を対物レンズにぶつける心配がなくなります。試料上面はステージ面と平行になるよう注意します。この時に、図13に示すような治具を使って、予め試料上面がステージに対して平行となるように調整しておくことが必要です。平行でない場合には、視野全体でピントが合わない像となってしまいます(像中の一か所を

- 終了時：フィルターなどをもとに戻すことも必要ですが、一番大事なことは、ステージを大きく下げて、低倍の対物レンズにしておくことです。事故を防げますよ。

次世代 Pb フリー快削黄銅 「グローブラス」の開発

大石恵一郎* 後藤弘樹¹⁾* 須崎孝一²⁾*

1. 開発の背景

近年、ひとや環境に影響を与えないよう、有害物質である Pb の排除が様々な分野で進められ、米国では2014年から飲料水器具に含まれる Pb の量が、加重平均で0.25%以下に規制(S.3874(米国安全飲料水法))されている。

欧州では、2006年から電気・電子製品に使用される素材の Pb の量を0.1%以下にする規制(RoHS 指令⁽¹⁾)が施行され、自動車部品についても、RoHS 指令と連動した ELV 指令⁽²⁾が施行されている。その中で代替材料がないという理由で、快削性銅合金に含まれる Pb の適用が除外され、4%まで Pb を含有できている。被削性は Pb の量に依存するので、多量の Pb を含む銅合金の被削性は非常に優れる。2016年にこれらの適用除外の期限を迎え、技術コンサルタント(Oeko-Institut)による評価・検討が行われ、最終的には2021年7月まで適用除外が延長された。2016年の RoHS および ELV 最終報告書の中で、注目される記述を見つけることができる。1つは、「エコプラス(76Cu-3Si-0.1P-残 Zn)の使用に関する制約は、今後数年で克服される可能性がある」、および「エコプラスの機械加工条件を調整するには時間がかかるかもしれないが、少なくとも一部の用途では基本的に克服できるものと思われる」の記載内容(要約)であり、もう1つは「Biを含む銅合金は、入手可能な鉛フリー材としてリストアップされているが、Biの抱えるいくつかの問題点から評価試験の対象外とする」であった。

エコプラスは、2017年に日米欧で合わせて4万トン生産され、2019年には累計生産量が30万トンを超え、Pbフリー

銅合金のグローバルマテリアルとしての地位を築きつつある。一方で、JIS規格に登録されている Pb 含有黄銅棒は10種類以上あり、エコプラスひとつですべてをカバーするのは難しいと思われる。今後の動向は不明であるが、ひとや環境に大きな負荷を与える有害物質が排除される方向にあり⁽³⁾、新しいタイプの Pb フリー銅合金の開発が望まれている。

2. 合金開発の考え方・進め方

エコプラスは、 α 相と、Siリッチな κ 相、少量の γ 相で構成され、良好な被削性を有し、Pbを3%含有する黄銅、JIS C3604(Pb黄銅という)に比べ約1.4倍の強度、優れた耐摩耗性、耐脱亜鉛腐食性、耐応力腐食割れ性を備えるが、Siを3%含有するので導電率が約8%IACSであり、Cu含有量が約76%と高い。ところで、Pb黄銅を旋削すると、図1に示すように、切屑は針状で、厚みの薄いせん断型切屑を生成し、切削抵抗も低い。Pb黄銅は表面品質に問題がなく、一昼夜、無人で工具の取り換えがなく、多量に発生する切屑がトラブルなしに処理されてきた。

合金開発の考え方として、エコプラスとは異なり、Pb黄銅と大よそ同じCu濃度約60%、同じ金属組織、 α 相と β 相で構成され、切削時に厚みの薄いせん断型切屑を生成させることを目指した。

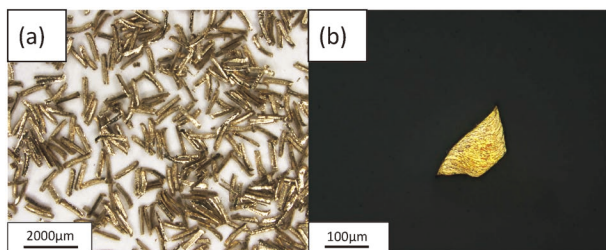
黄銅の β 相は、 α 相より被削性に勝り、Pb黄銅の被削性にも β 相は貢献している。そこでまず、 β 黄銅の切削挙動を把握し、 β 黄銅の被削性を大幅改善する。次に切屑の分断性を向上させるために、切削時応力集中源になる微細な化合物を均一に分散させることで臨んだ。 β 相の被削性の改善にSiの添加を選択した。黄銅は積層欠陥エネルギーが低く、黄銅へのSiの添加は、さらに積層欠陥エネルギーを低くすると推測され、同時にもたらされる固溶強化が転位の運動を阻害し、切削時、せん断型切屑の生成を促すことが期待された。微細な化合物の生成には少量のPの含有を選択した。熱間加工中、Pは固溶し、熱間加工性に影響を与えず、冷却過程で約2 μ mのP化合物が均一に析出する。

* 三菱マテリアル株式会社 高機能製品カンパニー：顧問

** 三菱マテリアル株式会社 三宝製作所 開発部：1)係長 2)副技術主幹

Development of Next-generation Pb-free, Free-cutting Brass “GloBrass”; Keiichiro Oishi, Hiroki Goto and Koichi Suzaki (Mitsubishi Materials Corporation)

2020年10月28日受理[doi:10.2320/materia.60.110]



切削条件: 材質K10, 切削速度40m/min, 送り0.1mm/rev, 切込深さ1mm

図1 Pb黄銅の切屑外観(a)と断面(b)。

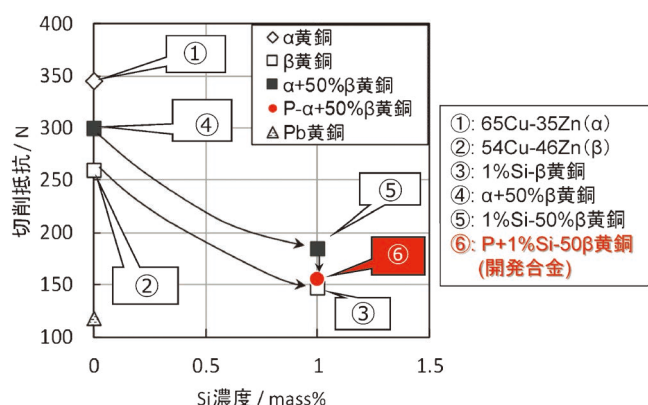


図2 α黄銅, 1%Si入りα+50%β黄銅, 1%Si入りβ黄銅, Pb黄銅の切削抵抗。

3. 開発合金の特徴と諸特性

(1) 被削性向上の過程

図2はα黄銅を出発点とした開発過程を示す合金の概略図であり, Si濃度と切削抵抗(主分力, 送り分力, 背分力の合力)の関係を示す。図3に各熱間押出合金の切屑外観と切屑の断面を示す。切削条件はPb黄銅と同じ条件である。

α黄銅(①)は, 厚みの厚い流れ型切屑を示す。β黄銅(②)は, 切屑処理に厄介なもつれた切屑であるが, α黄銅より約25%切削抵抗が低い。そして切屑厚みの変動が大きい, 切削断面の表面はせん断形状を示し, 安定したせん断型切屑が生成できれば良好な被削性を保有できる可能性が示唆された。β黄銅にSiを1%含有させると(③), 切屑は所々で分断され, 厚みの変動が少ないせん断型切屑が安定して得られるようになる。結果, α黄銅に比べ切削抵抗, 切屑厚みともに大きく低下する。

次にβ黄銅は延性に乏しため, α相を面積率で50%含む黄銅(④, 58Cu-42Zn, 50β黄銅)を検討した。50β黄銅の切屑は, 流れ型であるが, α黄銅より切削抵抗が10%以上低く, 切屑厚みが約20%薄い。Siを1%含有する50β黄銅(⑤)は, Si無添加の50β黄銅に比べ, 切屑のせん断が明瞭になり, 切削抵抗, 切屑厚みが, いずれも約40%減少する。但し, 1%Si-50β黄銅は, Pb黄銅に比べ, 切屑の分断が不十分でまだ切削抵抗も高い。そこでさらにPを0.07%含有させると(⑥, 開発合金), Pの効果により切屑厚みが薄く, 切屑が細かく分断されるようになる。このように本開発合金は, Pb黄銅とほぼ同じ厚みのせん断型切屑を生成させることに



図3 図2における①-⑥の各合金の旋盤外周切削時の切屑の外観と断面。

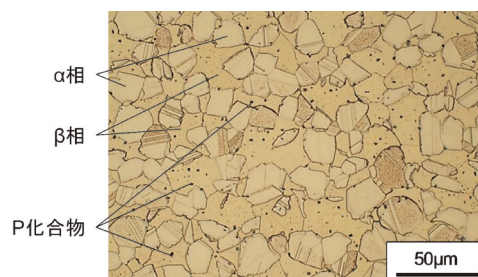


図4 開発合金の金属組織。

表1 開発合金の代表化学成分(mass%)。

Cu	Si	P	Pb	Zn
62.5	1.0	0.07	0.05	残部

成功した。切削抵抗は, Pb黄銅に比べ約30%高い値を示すが, これは切削抵抗が材料のせん断応力と切屑厚みの積と深い関係にあり, 開発合金は, Pb黄銅に比べ約1.3倍高い強度を有するためと考える。

(2) 組成および金属組織

表1に開発合金の代表組成を示す。また図4に開発合金の金属組織を示す。面積率約45%のβ相と, β相内に約2μmの粒状のP化合物が観察される。Siによって被削性が飛躍的に高められたβ相と, 均一に分散して存在するP化合物が切削時に応力集中源となり, 厚みの薄いせん断型切屑を生成し, 切屑が細かく分断される。

(3) 切削表面粗さ

図5に開発合金の送りと表面粗さの関係, 切削面の状況を

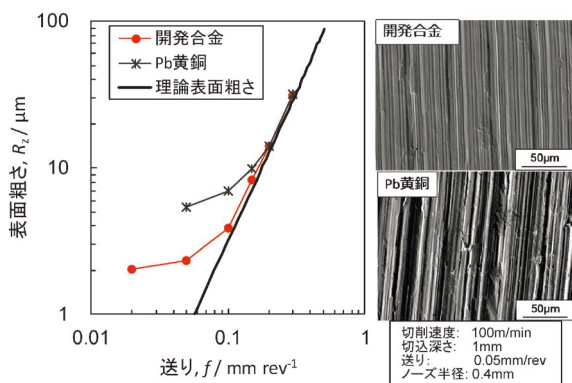


図5 開発合金の表面粗さ，送り0.05 mm/revの表面状態。

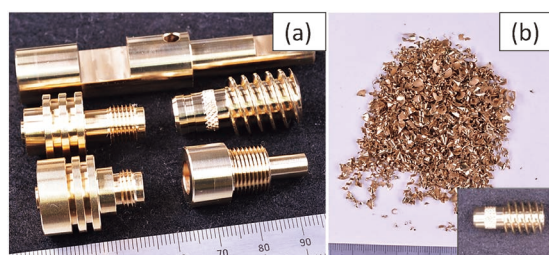


図6 切削加工例；(a)：外観，(b)：外周切削時の切屑。

示す。せん断型切屑が生成すると，切削抵抗が変動し，表面粗さが悪くなると言われている。開発合金は，おおよそ送り0.1 mm/rev まで理論表面粗さが得られ，Pb 黄銅よりも良好な切削面を示す。図3の切屑断面から，開発合金は厚みが一定で規則的なせん断型切屑が生成され，Pb等の軟質物質を含まないことにより，理論粗さに近い表面を得ることができている。

(4) 切削加工例

図6に商用切削加工機を用いた開発合金の切削加工例を示す。概ねPb黄銅と同じ切削条件であるが，外周切削，ドリル，ねじ切り，エンドミル，ローレット加工等，良好な切削加工ができており，また切屑処理性に問題はない。

(5) 機械的性質および物理的性質

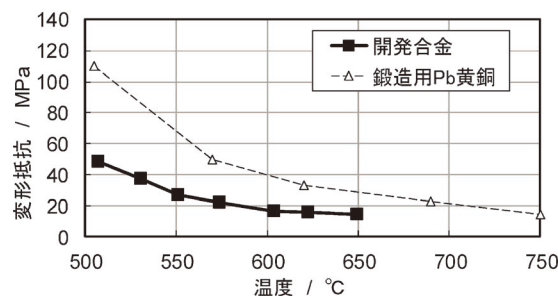
表2に加工率8%で抽伸したφ20 mmの開発合金棒の特性を示す。開発合金は，Pb黄銅に比べ約1.3倍の強度を備え，比重は0.2 g cm⁻³小さく，導電率は，電気・電子部品で多用されているりん青銅(C5191，導電率14%)より高い。

(6) 熱間加工性

熱間圧縮試験により，熱間加工性を評価した結果を図7に示す。開発合金は，熱間変形能に優れ，鍛造用Pb黄銅，JIS C3771より熱間変形抵抗が低く，約70℃低い温度で熱間押出・熱間鍛造が可能で，省エネルギーに貢献し，金型寿命も長くなる。

4. 開発の将来性，発展性

我々は，α+β黄銅に1%Siと0.07%Pを含有し，金属組



※熱間加工率8% 開発合金 鍛造用Pb黄銅

図7 開発合金の熱間変形抵抗と熱間変形能。

表2 開発合金の諸特性。

	引張強さ MPa	耐力 MPa	伸び %	比重 gcm ⁻³	導電率 %IACS
開発合金	620	460	20	8.3	16
Pb黄銅	460	340	20	8.5	26

織の調整により，良好な被削性を備えた「グローブラス」の開発に成功した。エコプラスとは組成，金属組織，諸性質で異なる，新しいタイプのPbフリー快削黄銅である。またグローブラスは，Pb黄銅より強度が高く，比重が小さいので，Pbの排除だけでなく，電気・電子・自動車部品の小型化や軽量化に貢献できる次世代Pbフリー快削黄銅である。

エコプラスと併用することにより，より一層Pb黄銅の代替が可能となり，ひとが直接摂取する飲料水分野を始め，RoHS，ELV規制に直面する電気・電子部品，自動車部品を含め，多くの産業分野で幅広い展開を見込んでいる。

5. 特 許

本開発合金に関わる特許は出願済み(出願番号PCT/JP2019/048438など4件)である。

文 献

- (1) Directive 2011/65/EU of the European Parliament and of the Council of 8 June 2011 on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment.
- (2) Directive 2000/53/EC of the European Parliament and of the Council of 18 September 2000 on end-of life vehicles.
- (3) 野村良行，齋藤 寧，古川欣吾，南 善規，堀内寛二，服部康弘：SEI テクニカルレビュー，169(2006)，73.

鋼-炭素繊維強化樹脂層を複合させた 超高压水素複合蓄圧器の開発

岡野拓史¹⁾ 高木周作²⁾ 松原和輝¹⁾ 石川信行³⁾
竹村泰昌⁴⁾ 影山泰輔⁵⁾ 戸田祐貴⁶⁾ 高野俊夫^{**}

1. 緒 言

次世代のエネルギー源として水素が注目されている。経済産業省は2016年3月に「水素・燃料電池戦略ロードマップ改訂版」を作成⁽¹⁾し、水素社会構築を目指している。ロードマップでは燃料電池自動車の普及に先行して水素ステーションを建設する計画であり、2030年度までに900箇所の建設が目標とされている。図1に水素ステーションの概略図を示す。

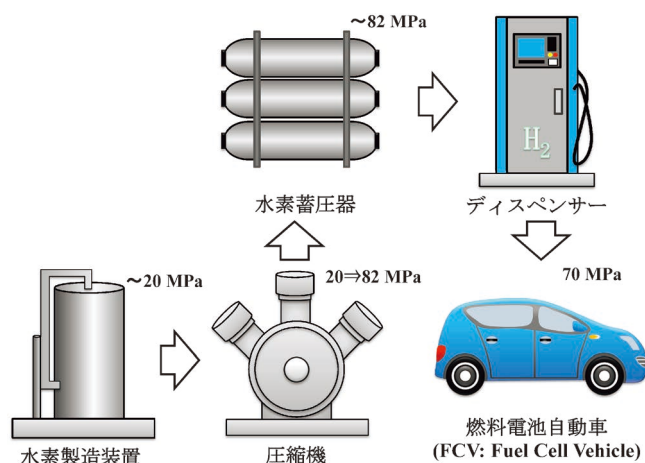


図1 水素ステーションの概要。

す⁽¹⁾。定置式の水素ステーションでは圧縮機で昇圧した水素を高圧水素容器(以下、蓄圧器)で一時的に蓄え、ディスペンサーを介して、水素燃料電池自動車(FCV: Fuel Cell Vehicle)に水素供給する。現在、FCVの水素圧力は70 MPaが主流であり、FCVの高圧水素容器に3分間の短時間で70 MPaの高圧水素を充填するために、水素ステーションではあらかじめ82 MPa以上の超高压の水素を貯蔵する蓄圧器が必要である。

2. 超高压水素蓄圧器の課題

蓄圧器は圧縮機による水素の昇圧と、FCVへの水素供給時の圧力低下に伴う圧力変動によって、疲労破壊が発生するリスクがあるため、繰返し使用寿命(以下、使用可能回数)が定められている。FCV普及を見据え、10万回を超える使用可能回数が蓄圧器に要求されている。この要求を達成するために従来の蓄圧器では使用時の圧力範囲を50～82 MPa程度に制限している。しかし、近年では水素社会の発展に伴って、一度に大量の水素を充填するFCバスやFCトラックが普及しつつある⁽²⁾。既存の蓄圧器は使用圧力範囲が狭く、FCバス向け水素ステーションでは蓄圧器本数を増加させる必要があり高コスト化が課題となる。そこで使用可能回数が10万回を超え、かつ使用圧力範囲が広い蓄圧器が求められる。

著者らは上記課題を解決するために、大量生産可能なシームレス鋼管の外表面に炭素繊維強化樹脂層(CFRP: Carbon Fiber Reinforced Plastic)を巻き付けた高性能鋼-CFRP層複合圧力蓄圧器を日本で初めて開発し、量産を開始した。開発製品は長寿命、広圧力範囲を有し従来よりも多量の水素を一度に供給可能である。本稿は開発技術の内容と意義を述べる。

3. 鋼-炭素繊維強化樹脂層(CFRP)複合圧力容器の開発

(1) 耐水素脆化性に優れた鋼材組織を有する蓄圧器用鋼管

蓄圧器は高圧の水素環境に曝されるため、鋼材内部に水素

* JFE スチール株式会社

1) スチール研究所 界面科学研究部 主任研究員 2) 部長

3) 厚板セクター部 主任部員

4) 知多製造所 鋼管技術室 室長

5) 知多製造所 第2商品技術室 主任部員 6) 技術員

** JFE コンテナ株式会社 高圧ガス容器事業本部 シニアフェロー

Development of the Steel Vessel Combined with Carbon Fiber Reinforced Plastic for Ultra-high Pressure Hydrogen Gas Stations; Hiroshi Okano, Shusaku Takagi, Kazuki Matsubara, Nobuyuki Ishikawa, Yasumasa Takemura, Taisuke Kageyama, Yuki Toda and Toshio Takano (*JFE Steel Corporation. **JFE Container Corporation)

2020年11月2日受理[doi:10.2320/materia.60.113]

が侵入し、材料特性を劣化させる“水素脆化”が生じる⁽³⁾。そのため高圧水素ガス環境で鋼材を使用する場合には、水素脆化挙動を考慮した材料設計が不可欠である。蓄圧器に低合金鋼を適用する際には、高圧水素ガス中での低ひずみ速度引張試験(SSRT: Slow Strain Rate Test)で最高荷重点に達する前に破断しないことが必須である。そのため本開発では鋼中の炭化物の分散形態が SSRT 試験結果に及ぼす影響を検討した。供試材は Cr-Mo 鋼とし、焼入れ、焼戻し条件を変化させ、引張強度が同一で炭化物の分散形態が異なる鋼材を製作した。SSRT 試験を行った結果を図 2 に示す。炭化物を均一に分散させた鋼の特性は不均一に分散させた鋼よりも高圧水素ガス中の伸びが優れることを明確化した。炭化物不均一分散鋼は水素脆化により延性が大きく低下し、大気中の伸びに対し、約60%の相対伸びであるのに対し、炭化物均一分散鋼は70%の相対伸びを有し、炭化物不均一分散鋼よりも優れた特性を示した。

図 3 に炭化物均一分散鋼と炭化物不均一分散鋼を水素環境下で真ひずみ $\epsilon_t=0.21$ まで引張変形させた供試材の断面を走査型電子顕微鏡で観察した結果を示す。両材料でマイクロボイドがセメントタイトの周辺に形成していた一方で、そのマイクロボイドの大きさ及び面密度は炭化物不均一分散鋼の方が多ことが明らかとなった。この理由は図 3(b), (d) に示すように、開発鋼では均一分散した炭化物に水素が捕捉され、水素の濃度分布も材料中で均一であるのに対して、炭化物不均一分散鋼では不均一に分散した炭化物に水素が局在化し、マイクロボイドの形成を助長したためと考えられる。したがって、炭化物の分散状態を均一化することで耐水素脆化特性を向上させることが可能であることがわかった。

優れた耐水素脆化特性を有する鋼管に CFRP を巻いた構造の蓄圧器では、内圧により発生する応力は鋼管と CFRP 層に分担される。CFRP 層は高強度かつ軽量な材料であるがコストが高いため、可能な限り鋼管の肉厚を増大し、CFRP を低減することが低コスト化にとって重要である。しかし、肉厚が厚くなると肉厚方向に均一な組織を得ることが困難となる。そのため、耐水素脆化特性に優れる、炭化物均一分散組織を肉厚方向に均質に有する蓄圧器用極厚シーム

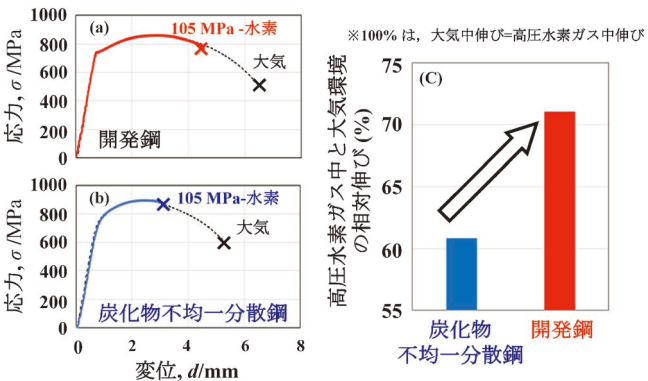


図 2 大気環境及び高圧水素ガス環境中での低ひずみ速度引張試験。(a) 炭化物均一分散鋼(開発鋼)、(b) 炭化物不均一分散鋼、(c) 大気環境に対する高圧水素ガス環境の相対伸び。

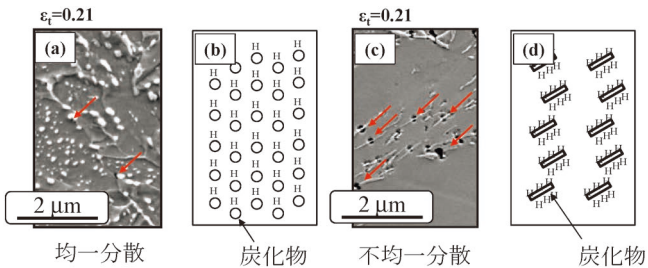


図 3 水素環境下で真ひずみ $\epsilon_t=0.21$ まで引張変形させた供試材の(a), (c) 断面の走査型電子顕微鏡像。(b), (d) 炭化物と水素原子(H) 分布の模式図。(a) は炭化物均一分散鋼(開発鋼)、(b) は炭化物不均一分散鋼。

表 1 開発鋼の諸特性。

試験方法		達成目標	達成可否
衝撃試験		設計温度(-30℃)における衝撃吸収エネルギー 32 J 以上	合格
		脆性遷移温度が設計温度(-30℃) 以下	合格
耐水素脆化特性	SSRT	設計水素圧力の荷重-伸び曲線が不活性ガス環境のSSRTの最大荷重点に達する前の荷重または伸びで、破壊によって打ち切られない	合格
	疲労試験	不活性ガス環境と比較し水素中の疲労限度力が低下しない	合格

※疲労試験：水素環境中では疲労寿命が低下する場合があります、材料の水素適合性の判定基準として要求される。

レス鋼管を製造する技術を開発した。開発鋼管は、高圧水素ガス中にて最高荷重 900 MPa を超えて破断する特性を全厚において実現した。

また高圧ガス保安協会の認定を取得するために種々の材料特性を取得し、開発鋼は、その要求特性の全てを満足した。表 1 に材料の諸特性の一例を示す。

(2) 鋼管と炭素繊維強化樹脂層の最適複合化

次に CFRP 層と鋼管の複合化に関する開発技術に関して述べる。蓄圧器は CFRP 層を鋼管の周方向に巻き付けた後、炉に入れて CFRP 層を熱硬化させる。その後 CFRP 層および鋼は温度低下に伴い収縮するが、CFRP 層は鋼管よりも熱収縮が小さいため、鋼管と CFRP 層との間に隙間が生じる。この隙間の存在により蓄圧器に内圧付与した際の CFRP 層への応力分担が行われなくなるため、隙間を小さくする必要がある。そこで CFRP 層の樹脂として低温硬化樹脂を選定して硬化温度を低減し、さらに鋼管と CFRP の隙間量を低減させる技術によって隙間量を最小化した。開発した蓄圧器と CFRP と、鋼管に隙間が生じた開発途上の容器に内圧を付与し、外面のひずみを測定した結果を図 4 に示す。隙間低減処理後の容器のひずみは10 MPa の内圧負荷で計測され、増大していることから、隙間量が減少していることが確認された。本技術により、本容器の運転圧力範囲 35-93 MPa において、CFRP 層に適切に応力分担させることが可能となり、より高い圧力範囲にも対応できる蓄圧器設計を実現した。

(3) 蓄圧器ネジ部の形状最適化

一般的な容器は端部を絞り成形し開口部を小さくしたボン

べ型構造が取られている。超高压ガス設備においては、容器の健全性を確認するために定期的な内面検査が要求されるが、開口部の狭いボンベ型容器は内面の観察が困難である。そのため、開発容器は開口部の広いストレート形状とした。本開発容器は図5に示すような極厚シームレス鋼管(ライナー)の端部にプラグと称する蓋をグランドナットと称するねじ込み式ナットで固定するストレート型形状の構成とした。本開発容器は、ボンベ型よりも蓋部の受圧面積が大きいいため、内圧によってグランドナットのねじ部に発生する応力が高く、疲労破壊が発生しやすい課題がある。そこで、本開発用容器はねじ形状最適化等を行うことでねじ底応力を低減し疲労破壊寿命を改善した。具体的には台形ネジを採用し、ねじ底曲率半径を最適化した。その結果、10万回を超える容器寿命を達成した。

4. 開発容器の特性

表2に開発容器の主な特性を示す。極厚シームレス鋼管とCFRP層(炭素繊維：三菱ケミカル社製)の組み合わせにより、使用圧力範囲が35-93 MPaかつ使用可能回数12万回で利用できる世界最高峰の性能の蓄圧器を開発した。使用可能温度範囲は-30~85℃であり、幅広い地域で使用可能である。さらにストレート形状で広い開口部を維持し、定期的な蓄圧器検査の際に検査機器を容易に蓄圧器の内部に導入できる利点がある。

5. 開発容器の実用化状況と発展性

耐水素脆化特性に優れた極厚シームレス鋼管とCFRP層の複合化技術により開発された本容器は2018年度に高压ガス保安協会の認可ならびに経済産業省大臣特認を取得し、2019年度に販売を開始し水素ステーションへの納入実績がある。図6にその開発容器の製品外観を示す。今後も高压力範囲仕様が要求される水素ステーションへの拡販が期待される。

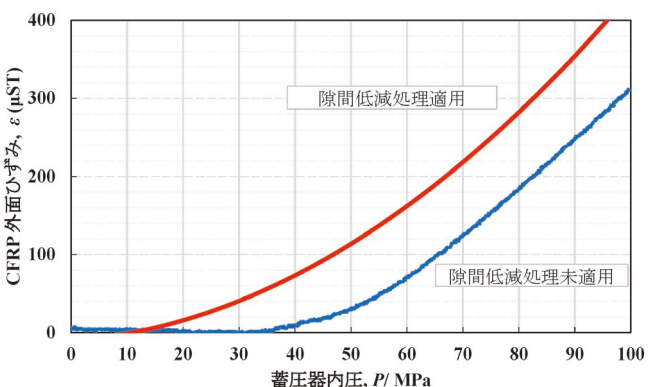


図4 CFRP外面の周方向ひずみに及ぼす蓄圧器の内圧の影響。

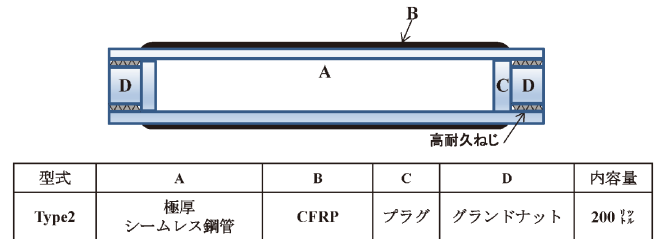


図5 開発容器の製品構成。

表2 開発容器の主な仕様。

運転圧力範囲, P	使用可能回数	設計圧力, P	設計係数	適用規格
35-93 MPa	12万回	99 MPa	> 3.0	KHKS 0220 (2010)



図6 開発容器の外観。

る。また本開発容器の利用拡大が水素インフラ普及に寄与し、低炭素社会化推進に貢献することが期待される。

6. 工業所有権

国内特許登録9件、海外特許3件公開済み。国際公開番号 WO2016/147594, 特許第6278125号, 6453798号, 6593395号, 6365793号, 6421883号など。

本研究の一部は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の水素利用技術研究開発事業(平成25~平成29年度)の一環として行った。

文 献

- (1) 例えば, <https://www.meti.go.jp/press/2018/03/20190312001/20190312001-2.pdf>
- (2) S.Terashi; "Toyota's Initiatives for Popularizing Fuel Cell Vehicles", Hydrogen Energy Ministerial Meeting, (2018). Session 1, No 5.
- (3) 南雲道彦: 水素脆性の基礎 水素の振るまいと脆化機構 第1版, 内田老鶴圃出版, 東京, (2008)。

自動車ブレーキ用ハイブリッドセラミックスの開発

後藤 健*

青沼伸一郎****

郭樹 啓**

中川 成人*****

森田 一樹***

香川 豊*****

1. 開発背景

自動車や鉄道車両などの輸送機器では、高速性能ばかりではなく省エネルギーや低CO₂エミッションのために様々な軽量化のための技術開発が進められている。現状では輸送機器に欠かせないブレーキディスクの多くには密度が7.3 g/cm³程度の鋳鉄が使用されている。航空機のブレーキディスクとして使用されている炭素繊維強化炭素複合材料(C/C)は軽量(密度1.8 g/cm³程度)かつ耐熱性を持つことから過去に検討された。しかし、低温域で制動距離が大きく寿命が短いことから、市販自動車や鉄道車両では採用には至らなかった⁽¹⁾。その後、ドイツでは自動車用ブレーキディスク材料として炭素短繊維をSiCとSiからなるマトリックス中に分散させた複合材料が実用化されている⁽²⁾。しかし、この材料では製造後に構成素材の熱膨張係数の差に由来するクラックが発生したり、耐摩耗性を得るために表面部分に耐摩耗性を有する層を設ける対策が必要である。そのために製造工程がより複雑になることや、表面層を最適化する必要があるなどの問題を抱えている。

そこで本開発では、異なる機能を分散させた相を一体化するハイブリッドセラミックスを開発し、耐損傷性と耐摩耗性をあわせ持つ軽量ブレーキディスク材料を実現した。また、

ニアネットシェイプ成形を可能とするプロセス技術を確立し、開発材料の安全性を保証する評価試験を行い、自動車用ブレーキディスクとして応用することに成功した。

2. コアとなるプロセス技術

低コストで実用上十分な特性を持つハイブリッドセラミックスの製造方法として、図1に示す高速・省エネ・ネットシェイププロセスを開発した。このプロセスは、(1)基本構造プリフォーム用CFRP成形体の製造、(2)ナノ構造を持つ含浸用予備成形体の製造、(3)熔融Si(Si合金)の含浸によるハイブリッド組織材料の製造の3段階の工程よりなる。

CFRP成形体は、フェノール樹脂、粒径約100 nmのSiCナノ粒子、および3~6 mmに切断したピッチ系炭素短繊維を混合しホットプレス成形により作製した。含浸用予備成形体は不活性雰囲気中でCFRP成形体を炭化して作製した。予備成形体は樹脂の炭化による炭素の付着により炭素繊維表面を保護するとともに、ナノサイズのSiC粒子と炭素が混合された相にナノサイズの空孔が均質に分散した組織を有している。予備成形体は切削加工が容易であり、冷却用孔などのブレーキディスクに必要な複雑形状を低コストで導入することができる。最終工程ではSiまたはSi-X合金(X:添加元

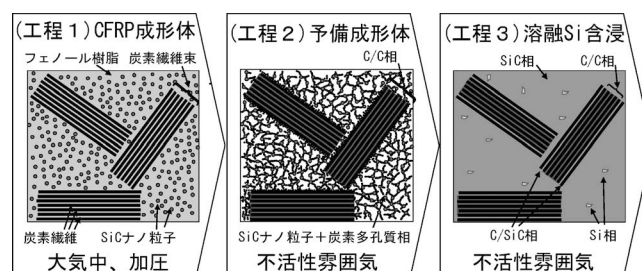


図1 高速・省エネ・ネットシェイププロセスの概要図。本プロセスはSiCナノ粒子と炭素短繊維をフェノール樹脂で成形したCFRP成形体から出発し、CFRP成形体を炭化したナノ構造予備成形体に熔融Siを含浸することでハイブリッドセラミックスを作製する。

* (国)宇宙航空研究開発機構宇宙科学研究所; 准教授

** (国)物質・材料研究機構; 主席研究員

*** 東京大学工学系研究科; 教授

**** クアーズテック(株)秦野事業所 R&D エンジニアⅣ

***** (株)超高温材料研究センター; 代表取締役社長

***** 東京大学工学系研究科; 教授(現東京大学名誉教授, 東京工科大学教授)

Development of Hybrid Ceramics for Automotive Brake Disks; Ken Goto*, Shuqi Guo**, Kazuki Morita***, Shinichiro Aonuma****, Narihito Nakagawa***** and Yutaka Kagawa*****(*JAXA/ISAS, **NIMS, ***The University of Tokyo, ****CoorsTek, *****JUTEM, *****The University of Tokyo, present affiliation Tokyo University of Technology)

2020年11月2日受理[doi:10.2320/materia.60.116]

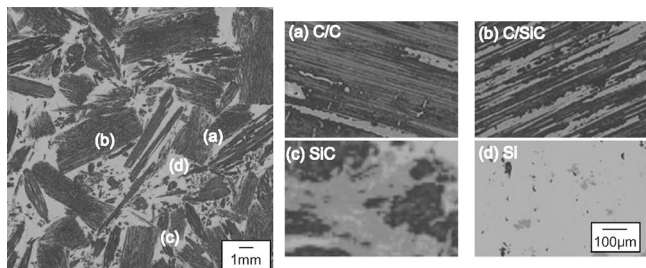


図2 ハイブリッドセラミックスの典型的な組織。(a)C/C相、(b)C/SiC相、(c)SiC相、(d)Si相の4種類の相からなる。

素)を予備成形体に含浸することにより、SiC および Si-X 金属間化合物を内部にもつハイブリッドセラミックスが完成する。予備成形体製造にナノ粒子を用いたことによる組織の均質化と反応面積の増加により、 $\text{Si(l)} + \text{C(s)} \rightarrow \text{SiC(s)}$ の反応が速やかに行えるようになった。また、ブレーキパッドとの相性によっては Cu などを含むことが求められる場合があるが、Si-Cu 合金への Fe などの添加による炭素繊維と Si 合金の反応性の変化を定量的に予想するための熱力学的検討を実施することで、要求する組織を実現した⁽³⁾。開発したハイブリッドセラミックスの典型的な組織を図2に示す。材料の組織はC/C相、C/SiC相、SiC相、Si相の4種類の組織からなる。これらの4つの組織の比率を製造条件により変化させることができ、目的とする摩擦・摩耗特性を制御することができる。

3. 開発したハイブリッドセラミックスとその特性

ハイブリッドセラミックスの室温での力学特性および熱特性を鋳鉄とともに表1に示す。密度は 2.6 g/cm^3 と軽量であり、弾性率は110から176 GPa、ディスク曲げ試験により取得した曲げ強度は150から200 MPa、熱伝導率は35から $73 \text{ Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}$ 、熱膨張係数は2.5から $4.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ である。鋳鉄より軽量で小さい熱膨張係数をもっている。

さらに特筆すべき事項として、ハイブリッドセラミックスは構成する材料は全て室温で脆性的な破壊をする材料からなるが、図3のように釘を打つことも可能な材料である。図4の繰り返し圧縮負荷—除荷試験時の応力—ひずみ関係に示すように、本材料は負荷応力の増加とともに損傷が発生し永久変形が生じるが、全体では荷重負担能力は低下しない⁽⁴⁾。図4には圧縮応力が負荷されている際のハイブリッドセラミックス中のクラックの発生状態も示している。SiC相やSi相中にランダムに発生したクラックは、C/C相で偏向・停止しており、C/C相が損傷許容性の発現に重要な役割を担っている。

このように、ハイブリッドセラミックスはクラックを安定して内部に累積することができるために、実使用条件での損傷許容性が発現し、損傷に強い材料になる。同様の機構により、 1000°C から繰り返し熱衝撃を加えても曲げ強度が変化しない等、優れた疲労特性を有する。ハイブリッドセラミックスの損傷許容性の発現機構の解明に関する研究では、セラ

表1 ハイブリッドセラミックスの室温での熱・力学特性。

項目	開発材	鋳鉄
密度 (g/cm^3)	2.6	7.3
材料組成	炭素繊維、SiC、C、Si	Fe、C、Si
弾性率 (GPa)	110~176	100~150
部材強度 (MPa)	150~200 *	200~400
摩擦係数	0.3~0.5	0.3~0.4
熱膨張係数 (K^{-1})	$2.5 \sim 4.3 \times 10^{-6}$	$10 \sim 12 \times 10^{-6}$
熱伝導率 ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	35~73	40~60

* ディスク曲げ試験

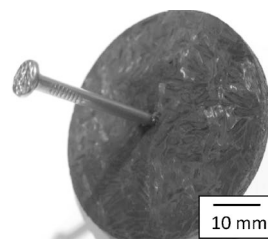


図3 ハイブリッドセラミックスに釘を打ち込んだ様子。全体が破壊することなく釘が貫通しており、セラミックス単体にはない損傷許容性を持っていることがわかる。

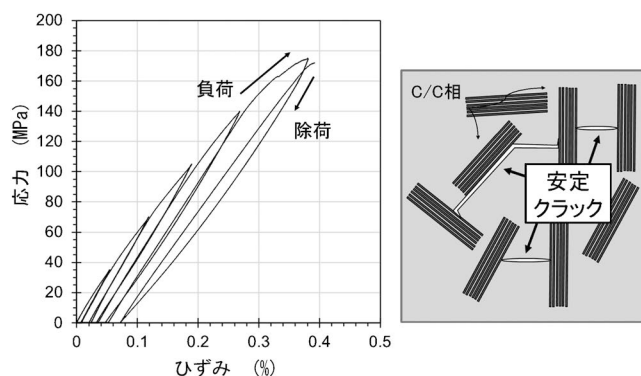


図4 開発したハイブリッドセラミックスの繰り返し圧縮負荷—除荷試験による応力—ひずみ関係とC/C相で偏向・停止した安定クラックの模式図。

ミックス複合材料の国際会議でポスター賞を受賞している⁽⁵⁾。

4. ブレーキディスクとしての展開

損傷許容性を有する高強度・高剛性なハイブリッドセラミックスの摩擦特性について示したのが図5である。図5は繰り返しブレーキ試験の際の最高温度と計測された摩擦係数の変化を示したものである。最高到達温度は 350°C 程度であり、摩擦係数は表1にも示すように0.3から0.5程度で室温から高温まで安定しており、高い制動力を安定して発揮することが期待できる。また、損傷許容性を持つことからボルトやナットによる機械的な締結が可能である。図6は有限要素法解析による締結部の応力分布の解析例であるが、ハイブリッドセラミックスは引張応力の発生に留意して、構造を工夫することで、金属部品とのボルト・ナット締結が可能である。

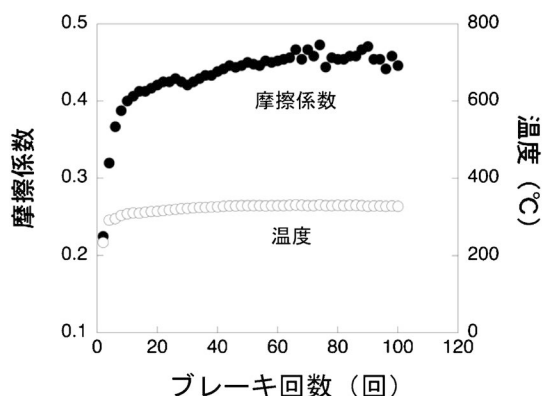


図5 ハイブリッドセラミックスの摩擦特性．試験実施時の最高温度は350℃程度，摩擦係数は0.3から0.5である．摩擦係数はブレーキ試験50回以降では10％以内の変動である．

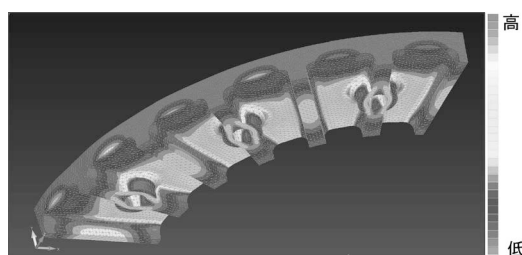


図6 金属構造とのボルト・ナット締結部の応力分布の有限要素法による数値解析例．ボルト穴の周りに大きな引張応力が発生している．

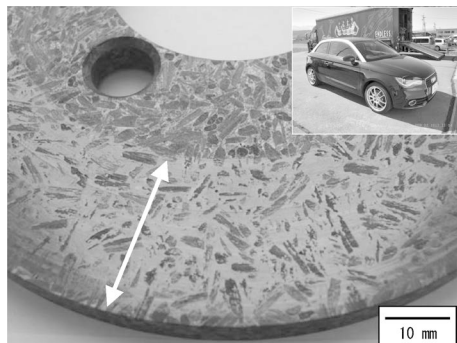


図7 走行試験後のブレーキディスクの表面の様子と実装した自家用車．矢印はパッドとの接触部を示している．走行試験後に切り出して各種試験が実施できるように，冷却用孔のないブレーキディスクで走行試験を実施した．

開発したハイブリッドセラミックスが自動車のブレーキディスクとして安心して使用可能か調べるために，公道を走行可能な自動車に実装した走行試験を行った．走行試験は市販の自家用車を用いて行い，5000 km 走行前後での材料の変化を調査した．図7は実装した自家用車と走行後のブレーキディスクの表面の様子である．ブレーキパッドと接触した部分には光沢が見られる部分があるが，ディスクには損傷は見られなかった．その後，図8(a)に示すような販売できる状

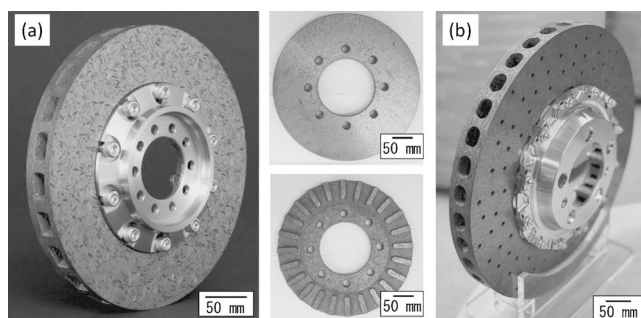


図8 (a)完成したブレーキディスク．(b)市販したブレーキディスク．ディスクには冷却用の複雑な形状の穴が存在する．

態のブレーキディスクを製作し，実際に車両に装着したブレーキ試験を販売予定先企業で繰り返し実施した．その結果，高い耐久性と信頼性があることが確認できた．最終的に図8(b)に示すように，軽量ブレーキディスクとして2017年より(株)エンドレスアドバンスより市販され⁽⁶⁾，ハイブリッドセラミックスを用いたブレーキディスクの商品化を完了した．

5. ま と め

この開発は，産学官の研究グループがゼロから開発をスタートして9年間で実用化にまでこぎ着けた．開発したブレーキディスクは，特徴のある複雑な組織を持ち，性能・価格ともに国内外で競合できるものであり，日本発のハイブリッドセラミックスの今後の展開に期待している．

関連する特許としては，特許番号5769519をはじめとして16件出願しているほか，3件の国外出願(US-A1-2018-0313419など)を行なっている．また，関連する技術での国際会議や国内会議での招待講演や学術講演も多く行い，当該技術分野の発展に役立ててきた．

本研究開発は，(国)新エネルギー・産業技術総合開発機構の「ナノテク・先端部材実用化研究開発(研究代表：香川)」制度により開始し，その後各機関での協力により実用化が行われたものである．

文 献

- (1) G. Savage: Carbon/Carbon composites, Chapman & Hall, (1993).
- (2) W. Krenkel, B. Heidenreich and R. Renz: Advanced Engineering Materials, 4(2002), 427-436.
- (3) Y. Kato, T. Yoshikawa, Y. Kagawa and K. Morita: ISIJ International, 53(2013), 1320-1324.
- (4) Y. Tobata, S. Takeuchi and K. Goto: Journal of the European Ceramic Society, published online (2020).
- (5) M. Ikegami and Y. Kagawa: 7th International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites (HT-CMC7) (2010).
- (6) (株)エンドレスアドバンス web ページ <https://www.endless-sport.co.jp>.

強度，耐変色性，製造性に優れた VCM 板ばね向け Cu-Ni-Al 合金の開発

首藤 俊也¹⁾ 笠谷 周平²⁾ 兵藤 宏³⁾ 渡辺 宏治⁴⁾
成枝 宏人⁵⁾ 菅原 章^{**} 千星 聡^{***}

1. 開発背景と開発材の概要

年間14億台出荷と大きな市場を持つスマートフォンは、機器本体の薄肉化と同時に、高精細なズーム機能や広角化のため搭載カメラの複眼化も拡大しており、使用される部品の小型化・低背化が急速に進んできている。

スマートフォンカメラのオートフォーカスは VCM (Voice Coil Motor) 方式が主に採用され、レンズの上下には板厚 30 ~ 50 μm の板ばねが組み込まれている (図 1)。この板ばね材は、周辺磁場に対して相互作用を及ぼさない必要があるため銅合金が使用されている。また、落下衝撃にも耐えられるような強度特性と、板ばねへの成形中や組立中に外観検査を行えるよう局所的に変色しない耐変色性が求められる。通常、電気・電子部品に使用される銅合金には、耐変色性を向上させるため各種めっき処理を施す。このようなめっき処理は、コスト面では大きな負荷となる。

これまで、板ばね材の素材には、Cu-3.2 mass% Ti (Cu-Ti 合金) 等の高強度銅合金が用いられてきた。しかし、Cu-Ti 合金は、高強度を発現させるために、強化に有効な連続析出物の微細分散と有害な不連続析出 (粒界反応) の抑制を両立する必要がある⁽²⁾、複雑な熱処理工程による薄板製造のコスト面で課題があった。さらに、加工硬化が大きいため冷間圧延の負荷が高く、コストアップの原因となっていた。また、ばね製造工程における局所的な変色等、耐変色性にも課

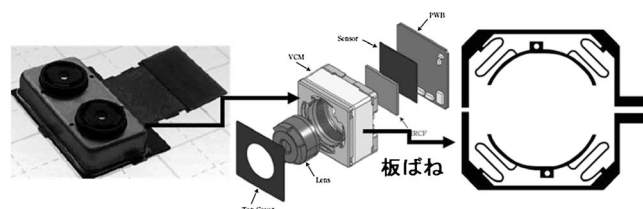


図1 VCM モジュールの構造⁽¹⁾と板ばねの形状。

題があった。

著者らは、これらの問題を解消するため Cu-Ni-Al 系合金に着目した。Cu-Ni-Al 系合金は Cu-Ni 合金や Cu-Al 合金と同様に、耐食性や耐変色性が期待できる。Cu-Ni-Al 系合金は、溶体化-時効処理によって銅母相中に Ni_3Al 、 NiAl 、 Cu_9Al_4 などの種々の金属化合物相粒子が析出する。また、 Ni_3Al 相を微細に単析出させた合金系では、ビッカース硬さ 300 HV を超える強度が得られることも報告されている⁽³⁾。

今回、Cu-Ni-Al 合金の組成、製造工程、熱処理条件を精査し、組織制御技術を駆使することで、引張強さ 1400 MPa 以上 (ビッカース硬さ 430 HV 以上) の銅合金最高レベルの強度を持ち、耐変色性にも優れた新合金を開発した。開発品は比較的多量の Ni が添加されているものの、純銅と同様の非磁性を示す。特筆すべきは、本開発品の製造では、圧延工程で加工軟化が起こるため製造性が良好であり、最終熱処理により大幅に強度を向上させるという画期的な工程を経る。このため、開発品は、非常に高い強度特性と耐変色性を兼備しつつ、製造性にも優れた VCM 用板ばね材を市場へ提供できる革新的な技術であるといえる。

2. Cu-Ni-Al 合金の開発

(1) 製造工程

開発品の代表組成は Cu-20 Ni-3 Al (mass%) で、一般的な時効硬化型合金の工程で製造される。つまり、溶解・鋳造-熱間圧延-冷間圧延を施した後に、析出物の生成・分散状

* DOWA メタルテック株式会社 金属加工事業部 磐田技術センター；1)主任研究員，2)研究員，3)リーダー，4)マネージャー，5)センター長

** DOWA メタルテック株式会社；代表取締役社長

*** 東北大学金属材料研究所；准教授
Development of Cu-Ni-Al Alloys with High Strength, Discoloration Resistance, and Manufacturability for Leaf Springs in VCM Actuator; Toshiya Shuto*, Shuhei Kasatani*, Hiroshi Hyodo*, Koji Watanabe*, Hiroto Narieda*, Akira Sugawara** and Satoshi Semboshi*** (**DOWA METALTECH Co., Ltd. ***Institute for Materials Research, Tohoku University)

2020年11月2日受理[doi:10.2320/materia.60.119]

態を制御するための溶体化、時効、圧延加工、最終熱処理を実施する。途中、表面清浄化のための酸洗・研磨、圧延時の形状制御と破断防止のためのトリミング処理も実施する。以上の工程で、白銀色の外観的特徴をもつ板厚 30 μm の極薄板材に仕上げている。

(2) 強度特性と製造性、析出物

図 2 に開発品の製造工程におけるビッカース硬さの推移を示す。溶体化-時効後ではビッカース硬さが 300 HV となる。これを圧延加工すると圧延途中(圧下率50%程度)までは硬さが上昇するが、それ以降では硬さの低下(加工軟化)が生じる。その後に最終熱処理に供すると強度は 100 HV 以上の大幅な向上を示し、ビッカース硬さは 430 HV にもなることを発見した。この現象を活用することで、圧延工程での負荷を低減し、かつ最終的に高強度の銅合金極薄板材(厚さ 30 μm)を製造することに成功した。

開発品(最終熱処理材)、既存の高強度銅合金である Cu-Ti 合金、および従来の Cu-Ni-Al 系合金⁽³⁾⁽⁴⁾の引張強さとビッカース硬さを表 1 にて比較する。開発品は 1400 MPa を超える引張強さ、420 HV を超えるビッカース硬さを有しており、既存材や従来材よりも優れた強度特性を示す。

ここで、開発品の製造工程にともなう強度変化の機構を検討する。図 3 に時効後、圧延後、最終熱処理後の透過型電子顕微鏡(Transmission electron microscopy: TEM)による制限視野電子回折(Selected area electron diffraction: SAED)と暗視野像を示す。時効材の SAED 図形では、Cu (Al (fcc) 構造、格子定数 $a=0.341\text{ nm}$) からの基本格子回折に加えて、 Ni_3Al (L1_2 , $a=0.357\text{ nm}$) で同定される規則格子回折がみられた。母相 Cu と析出物相 Ni_3Al の間には $\{100\}_m // \{100\}_p$, $\langle 001 \rangle_m // \langle 001 \rangle_p$ の Cube on cube の結晶方位関係がある(下付き“m”, “p”はそれぞれ銅母相(matrix), 析出物相(precipitate)を表す。)。暗視野像では母相中に大きさ 10~20 nm の微細な析出物粒子が高密度に均一分散している。ここで、 Ni_3Al の Cu に対する misfit は 0.75% と非常に小さい

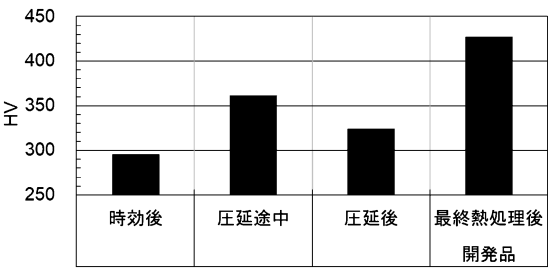


図 2 開発品の製造工程におけるビッカース硬さの推移。

表 1 開発品, Cu-Ti 合金, 従来の Cu-Ni-Al 系合金⁽³⁾⁽⁴⁾の引張強さとビッカース硬さ。

種類	引張強さ [MPa]	硬さ [HV]
開発品	1420	430
Cu-Ti	900-1400	300-400
Cu-Ni-Al系	-	250-320

ため、整合析出していると考える。以上から、時効材では母相中に微細 Ni_3Al 粒子が均一分散すること起因して析出強化が起こるといえる。

一方、圧延材、最終熱処理材での SAED 図形では、 Ni_3Al による規則格子回折の輝度は時効材よりも弱まった。これは、強圧延によって Ni_3Al の析出量が減少したか、 Ni_3Al の規則度が低下したかを示している。暗視野像では、時効材と比べて圧延材で析出物粒子が不明瞭となるが、最終熱処理材では再び大きさ 10 nm の析出物粒子がみられる。最終熱処理材での Ni_3Al の析出量は一見したところ時効材と大きな差はない。したがって、圧延材では強圧延にともない Ni_3Al の不規則化が起こり、最終熱処理ではある程度まで規則度が回復するものの、時効材ほどの規則度には戻らないといえる。

時効材、圧延材および最終熱処理材に対して X 線回折 (X-ray diffraction: XRD) 測定を行ったところ、どの工程でも Cu (Al (fcc) 構造) と Ni_3Al (L1_2) で同定される回折ピークが検出できた。図 4 に時効材、圧延材および最終熱処理材の XRD 図形での基本格子回折 $\{220\}$ ピークの半価幅を示す。半価幅は圧延後に増加し、熱処理後に減少している。これは、圧延にともない銅母相にひずみが導入・蓄積され、熱処理によりある程度回復が起こることを示唆している。

図 5 には、時効材、圧延材および最終熱処理材における XRD 図形の $\{220\}$ と $\{110\}$ の回折ピークの積分強度比 $I_{\{110\}}/I_{\{220\}}$

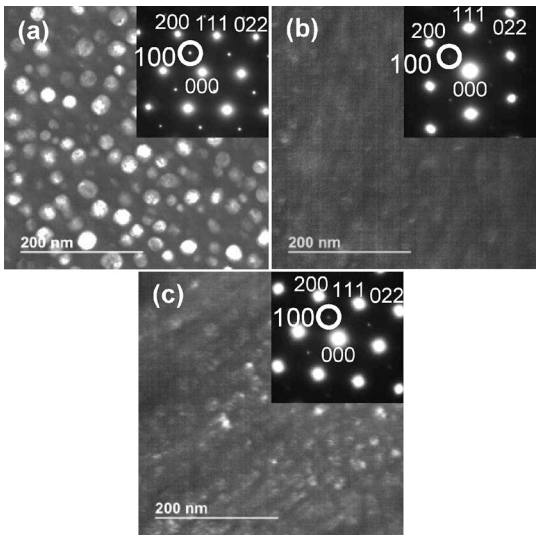


図 3 開発品の製造工程における組織変化(TEM-暗視野像および SAED 図形)。 (a) 時効後, (b) 圧延後, (c) 最終熱処理後。暗視野像は規則格子回折110より撮影。

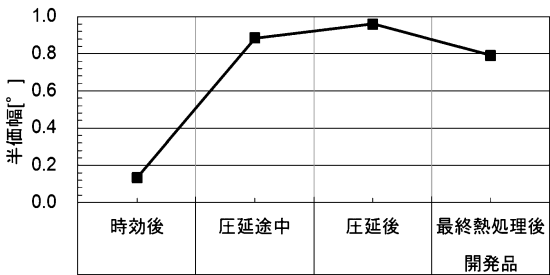


図 4 XRD 図形から得られた開発品の各製造工程での $\{220\}$ 基本格子回折ピークの半価幅。

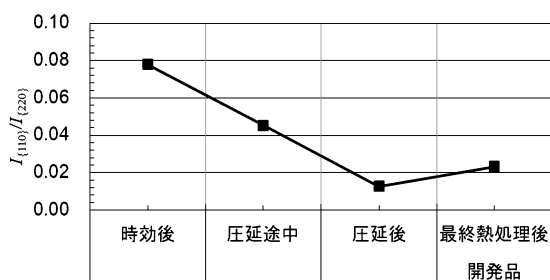


図5 XRD 図形から得られた開発品の各製造工程での{220}と{110}の回折ピークの積分強度比 I_{110}/I_{220} 。

I_{220} を示す。ここで、 I_{220} は Cu と Ni_3Al からの基本格子回折強度の和であり、 I_{110} は Ni_3Al からの規則格子回折強度である。つまり、積分強度比の減少は Ni_3Al の析出量が減少したか、 Ni_3Al の規則度が低下したかを示している。図5では、圧延にともない積分強度比は低下し、最終熱処理で僅かに増加する。この結果は、圧延により Ni_3Al の規則度が低下し、最終熱処理により規則度が回復するという、TEM-SAED 図形(図3)での見解を半定量的に支持するものである。

時効材を圧延すると圧延途中までは硬さが大きくなるのは加工硬化が起こるためである。また、析出物相 Ni_3Al は母相と整合性が高いため、変形時には転位は粒子切断機構によって Ni_3Al 粒子を切断しながらすべり運動すると推測する。圧延が進むと、析出強化分に寄与していた Ni_3Al 粒子が切断されて規則度が低下していく (L_{12} 構造から母相と同じ Al (fcc) に遷移していく)。これにともない、粒子が転位運動を抑制する効果が低下するため、加工軟化がみられると考察する。最終熱処理により顕著な強度向上がみられた一因は、強圧延により低下していた Ni_3Al 粒子の規則度が熱処理により向上するためである。これにより、粒子による転位運動の抑制効果が增大すると同時に、圧延工程で導入された加工硬化が重畳して強度が増加する。一方、上述した機構だけでは、最終熱処理による顕著な強度上昇を説明しきれない。今後、3次元アトムプローブ解析なども取り入れて、原理究明を続けたい。

(3) 耐変色性

図6に開発品と従来材(Cu-Ti合金)の恒温恒湿試験前後の色差 ΔE^*_{ab} を示す。 ΔE^*_{ab} が5.0以下であれば、経時比較した場合に、ほぼ同一と認めることができる⁽⁵⁾。試験は、試料を#1000のエメリー紙で研磨し、エタノールで10分超音波洗浄した後に、3条件で実施した。色差測定は、積分球方式かつ正反射光を含む方式で行った。Cu-Ti合金では、すべての条件で ΔE^*_{ab} が5.0以上であるのに比較して、開発品では良好な耐変色性が確認できた。一般的にNi、Al濃度の高い銅合金は優れた耐食性を示すことが知られており、本開発品も同様の耐変色性と耐食性を有すると推察する。

(4) 磁気特性

図7に開発品と、比較材として無酸素銅および薄板ばね材として一般的に用いられる SUS301 の磁化曲線を示す。

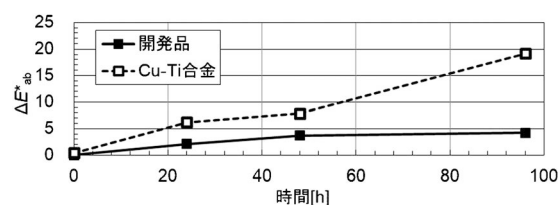


図6 開発品、Cu-Ti合金の恒温恒湿試験前後の色差 ΔE^*_{ab} 。(条件は、50°C、95%RH、0、24、48、96時間。)

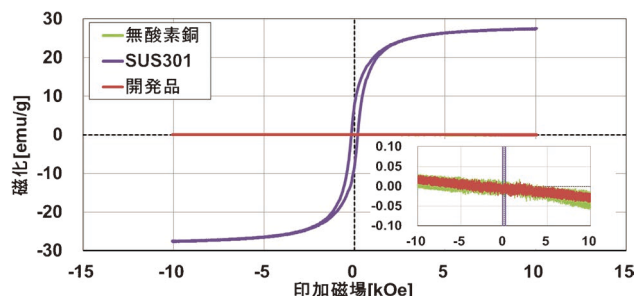


図7 開発品、無酸素銅、SUS301の磁化曲線。

SUS301では強磁性を示すのに対して、無酸素銅と開発品では、10 kOeの強い磁場を印可してもほとんど磁化されず、僅かに負の磁化率をもつ反磁性を示すことが確認された。成分元素であるNiは強磁性体に分類されるものの、Niを固溶元素とする固溶体、あるいは Ni_3Al 析出物は純銅と同等の非常に弱い反磁性となることが分かる。したがって開発品は、強い磁場環境下においても、磁場の影響を受けず動作精度の高い部品材料として使用することができる。

3. 実績、将来性、発展性

開発品は、1400 MPaを超える強度、優れた耐変色性、および無酸素銅と同様に磁界に対して相互作用を及ぼさない性質を有し、さらには製造性にも優れている。したがって、高強度・耐変色性・非磁性が求められるVCM板ばね用途に最適であるだけでなく、薄板ばね材に幅広く展開できる。現在、本開発合金は顧客で高い評価を受けている。また、開発品に関する特許も国内外に多数出願している⁽⁶⁾。

今後、開発品の製造工程でみられる加工軟化や最終熱処理での大きな強度向上などの組織変化と強化機構を究明することにより、他の成分系の析出硬化型銅合金に応用できる可能性があり、更なる合金開発も期待できる。

文 献

- (1) 小林宏通：映像メディア学会誌，**68**(2014)，359-362。
- (2) 鎌田俊哉，高 維林，木村 崇，佐々木史明，菅原 章：まてりあ，**55**(2016)，15-17。
- (3) 宮本隆史，長迫 実，大森俊洋，石田清仁：銅と銅合金，**54**(2015)，192-196。
- (4) 榎木隆太，千星 聡，金野泰幸，高杉隆幸，首藤俊也，兵藤 宏：銅と銅合金，**59**(2020)，48-53。
- (5) 日本色彩研究所：色彩ワンポイント，第2巻，日本規格協会，(1993)，78-80。
- (6) 例えば特開2020-50923。

先達からのお便り

金属材料の発展の歴史と将来

東北大学名誉教授

公益財団法人電磁材料研究所相談役 増本 健

1. 金属材料の歴史と現状

歴史を振り返ってみれば、地球上に人類が誕生して以来、石器-青銅器-鉄器と時代が移り変わり、これらの金属が文明を表現して時代を特徴付けて来た。ことに20世紀は“物質文明”の時代であり、優れた機能を持つ新しい材料が次々と出現し、人類の生活を潤して来た。例えば、20世紀前半に発明された特殊鋼、高分子、半導体、セラミックスなどの多様な材料の出現は、18世紀の産業革命以来発展してきた鉄中心の基幹産業から、社会に密着した交通機器・生活機器・エネルギー機器・通信機器などの民需産業へと拡大させ、これによって生活が豊かになり、大量消費社会へと移行する結果となった。

一方、この目覚ましい工業の発展の結果、資源の枯渇、異常気象、環境汚染などの地球規模での深刻な問題が発生して、今やこれらの問題解決なくして人類の繁栄はあり得ないと言われ始めている。これらの地球規模の諸問題を解決するには、資源の有効利用、再生エネルギーの利用、環境の保全などのための科学技術の発展が重要な課題となることは言うまでもない。特に、材料を研究する科学者は、“資源は有限である”という観点の下で材料を効率的かつ有効に利用することを考慮しなければならない時代になった。そのためには、各物質がもつ材料機能を最大限に発揮させる基礎研究とそれを有効に利用する応用研究が極めて重要になっている。

金属材料分野の研究でも従来に無い新たな視点が求められ、希少元素や有害元素を含まず、しかもリサイクルが容易な金属材料の開発、ゼロエミッションを考慮した材料設計・プロセスの開発、適材適所の総合的判断による製品開発が重要になっている。従って、研究者は、単に新しい材料の発明・発見に努力するだけではなく、その開発した材料が人間、社会、地球へどのような波及効果があるかを十分に考慮した俯瞰的な視点での研究開発が必要になると考えられる。

このような観点からすると、これからの金属材料研究は、俯瞰的な視点で設定された目標に向かって進める目的追求型の研究が重要になる。例え偶然に発見された材料であっても、その材料の利用価値と様々な波及効果を総合的に考慮する責任を持たなければならなくなるであろう。“研究者は発見する喜びを求めて熱中する”と言われるが、これからは単に発見することのみを目指のではなく、その発見がもたらす

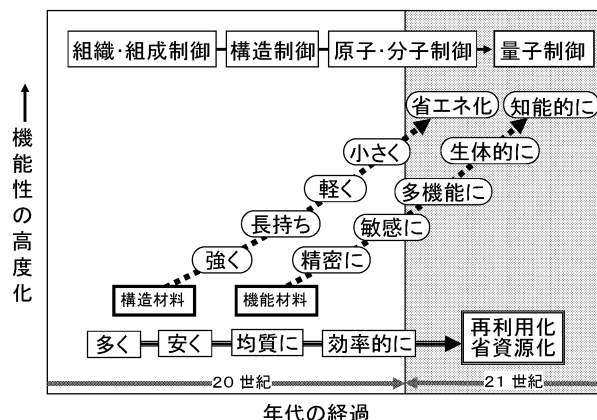


図1 次世代材料の開発方向。

人間・社会・地球への波及効果についても十分に考慮することが必要になってくる。特に、希少元素や有害元素を含む材料分野の研究では、この視点が研究者に強く求められる。

2. 次世代金属材料に求められる材料機能

金属材料を構成する主な元素は60余種類に過ぎなく、地球上に存在するこれらの元素量も限られている。しかし、これらの元素を組み合わせた材料は、人為的に自由に原子・分子を操作することが可能になれば無数にあることになる。従って、新しい機能を実現させるためには、分子動力学の物質設計法の確立と原子・分子操作法による構造制御技術が21世紀における材料研究の最重要課題になるだろう。また、最近、ITを駆使した人工知能AIの材料開発への利用が有効な手段となり始めている。

今日までの材料開発と機能性の変遷を俯瞰して見よう。図1に示すように、20世紀初期に追求されてきた材料開発の視点は「多く」「安く」「均質に」「効率的に」が中心であったが、後期になると省資源化と再利用化が重要課題になった。また、求める機能性は、構造材料では「強く」「長持ち」「軽く」「小さく」が主な視点であったが、現在では省エネが重要視されている。一方、機能材料では「精密に」「敏感に」「多機能に」から、21世紀は「生体的に」「知的に」へと高度化し、開発材料は「環境に優しく安全な」ことが重要な目標となっている。

材料開発において有用な新機能発現のための手法は、ナノ組織化に加えて高度な構造制御や原子・分子制御から量子制御へと進化している。特に、最近の無機・有機の広い物質の研究分野において、原子・分子レベルの構造制御および量子機能の相互作用と融合化による高度な機能性材料の開発を目指す研究が潮流となっている。

3. 組成・組織・構造の制御による新たな金属材料の開発

高機能で高性能の金属材料の創生において、研究者はどの

ような指針で研究を進めれば良いのであろうか。材料開発の方向は、大別して3つが考えられる。図2に示すように、1つは既存材料の高度化であり、材料の組成、組織の最適化による最大性能の発現を目指す研究である。これには、高純度合金、組織微細化合金、ナノ組織合金、複合組織合金などがあり、これらは特に構造材料の研究として重要である。

2つは、新しい組成、組織、構造を生成することによる新機能の発現を目指す研究である。その例として、鉄-希土類磁石、超伝導酸化物、人工格子、準結晶、アモルファス相、ナノグラニューラ(NG)相などの材料があり、新機能材料の研究として注目されている。

3つは、量子制御、量子相互作用を利用した新機能化の研究である。図3は、平成8年から16年(1996年から2004年)にかけて著者が領域代表者として提案し、実施した文部省の未来開拓研究推進事業「次世代人工物質・材料の探索的研究」の説明図である。すなわち、新物質・材料を探索する研究の基本的要素として、エレクトロン、イオン、スピン、フォトンに注目し、これらの量子機能の相互作用と融合機能の発現に注目して、新規な物質の合成と機能性の発現を実現しようとする探索的な研究である。この研究の例として、光半導

体、超伝導素子、トンネル型磁気抵抗材料(TMR)、トンネル型磁気誘電材料(TMF)などの研究が注目されている。

4. 新しい構造から生まれる新機能の例

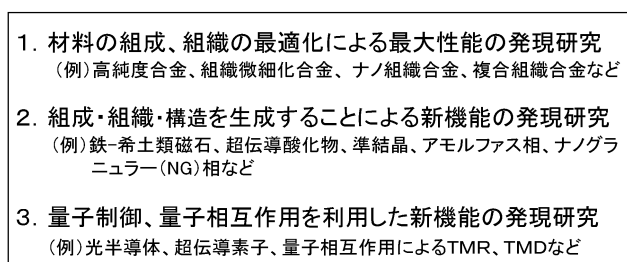
新機能材料の一例として、筆者が1970年に発表した「アモルファス合金」の研究の動機と研究開発について紹介しよう。当時の1970年代は、我が国が戦後の復興を果たし、正しく先進国に仲間入りを果たそうとする時期であった。当時は、鉄鋼業の大企業が挙って鉄鋼材料の基礎研究に乗り出し、最新の大型研究所を次々と新設しており、大学の一研究室がこれらの巨大な研究機関と対等に戦うことは不可能であった。この理由から、筆者は鉄鋼以外の新しい金属材料の開拓を目指すことを決心し、“新しい構造から新しい物性が生まれる”の発想に立ったのである。

この着想から生まれたのが「アモルファス合金の研究」であった。最初に興味をもったのは「強さ」であった。一般に金属材料の強化法は加工により結晶中に多くの格子欠陥を導入する手法であるが、結晶でないアモルファス合金の場合はどうなるのだろうかに興味を持った。常識的には、“ガラスと同様に脆い材料である”と予想していた。

この疑問を解決することができたのは、偶然にアメリカで研究する機会があったからである。当時のアモルファス合金は微小な粉末か薄片であり、物性の定量的測定は不可能であった。この点に着目して、自製した液体急冷装置を用いて、均質なテープ状アモルファス合金を作製した。早速その強度を調べたところ、驚くほどの高強度と明瞭な塑性変形組織を見出したのである。さらに帰国後、熱安定性が高く安価な組成である「アモルファスFe-B-Si合金」と、省エネで大量生産が可能な「単ロール法」の開発に成功し、作製したアモルファス鉄合金の優れた強度・耐食性・軟磁性の三大特性を明らかにした。

正しく、新しい構造から新しい物性が発見された例である。その後、この研究は実用的な新素材としても注目され、日本と欧米との間で開発競争が行われた。現在では、軟磁性材料を主体として高強度材料、高耐食材料、接合材料、電熱材料などの多分野で広く実用化されている。このようにアモルファス合金が実用材料として発展したのは強靱な材料であったからであり、もし脆い材料であったならば実用化は困難であったに違いない。

その後、アモルファス合金の研究は、鉄合金からアルミニウム合金、マグネシウム合金、チタン合金へと拡大すると共に、図4に示すように、アモルファス相を低温加熱することによって生成する「ナノ結晶材料」の開発、ガス元素(O, N, F)を含む「ナノグラニューラ合金」の開発へと進展した。ナノ結晶相は粒界に薄いアモルファス層が残留した組織であり、またナノグラニューラ相はセラミック相中にナノ金属粒子が微細分散した組織であり、何れも通常の製法では得られない特殊な組織を持つ新規な合金である。これらの合金は、図に示すような様々な機能材料として実用化されている。



次世代高機能・高性能材料の創生

図2 金属材料の開発における着眼点。

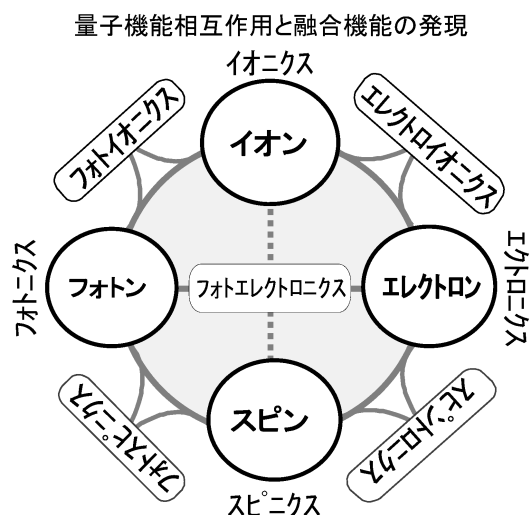


図3 次世代の機能材料として期待される研究分野。

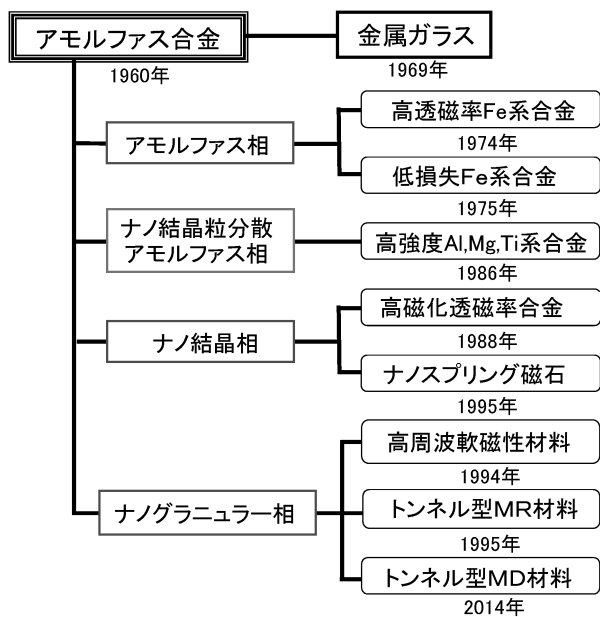


図4 液相急冷したアモルファス相から派生した新材料.

5. 日本金属学会に対する感謝と期待

日本金属学会は1937年に本多光太郎先生により創立され、それ以来、日本の金属研究の中核として大きな役割を果たしてきた。また、本誌の「まてりあ」は、初期の会報以来60年にわたり、金属の知識を広く啓蒙する役割を果たしてきた。

筆者も1955年以来、日本金属学会を中心に研究活動を行



図5 日本金属学会で発表する筆者(86歳の秋).

い、多くの研究成果と有益な知識を得てきた。特に忘れられないのは、1970年の春の講演大会において「アモルファス合金の強度と変形」に関する最初の発表を行ったこと、また2018年の春秋の講演会で「Fe-Mn系合金のインバー・エリクソン特性について」の最後の発表を行ったことである。図5は、日本金属学会春期講演大会で発表する86歳の筆者の姿である。正しく筆者の研究人生は、48年に亘って日本金属学会により育成され、熟成されたといえる。

最後に、日本金属学会において、日本発の新しい優れた金属材料が開発され、21世紀の厳しい環境の社会を支える重要な役割を果たすことを期待したい。そして、地球上に存在する貴重な物質資源が枯渇することがないように努力されることを望みたい。

(2020年12月1日受理)[doi:10.2320/materia.60.122]

レアメタル研究会

東京大学 生産技術研究所 教授 岡部 徹

1. はじめに

筆者は、30年以上一貫して、チタンをはじめとするレアメタルの製錬やリサイクル技術に関する研究を続けている。この研究分野は材料工学における非鉄冶金・特殊金属製錬という“極めてマイナー”な領域と認識されてきた。

ところが、近年、この研究分野の重要性・将来性が認知され、さらには、嬉しいことに、日本の産業がこの分野で突出した競争力を持つことが国際的にも認められつつある。

非鉄金属製錬の分野、とりわけ貴金属やレアメタルの製錬やリサイクルに関する研究分野については、大学の研究室よりも企業における研究や技術開発の方が進んでいる。日本には数兆円規模の産業が存在し、環境調和型のリサイクル技術の開発を中心に世界をリードしている。

一般には知られていないが、日本は、海外からプリント基板などの電子材料のスクラップや自動車排ガス浄化触媒のスクラップなどを多量に輸入し、貴金属やレアメタルをスクラップの中から分離回収してリサイクルし、多くの富を得ているのである。

情報技術が進歩し、また、自動車などの電装化が進む中で、全世界でレアメタルをはじめとする非鉄金属の用途や需要は近年さらに急速に拡大している。社会状況の大きな変化に伴い、レアメタルを含むスクラップのリサイクルの重要性も順に増大している。

このような状況変化に対応するには、大学における基礎研究を進める上においても、産学連携の重要性が一際注目されている。

2. レアメタル研究会の歩みと活動

上記の背景から、筆者は2002年から、「レアメタル研究会」を立ち上げて産学連携を進めてきた。最近では、この研究会を主軸として、産官学+メディアとの連携推進にも注力している。

本研究会は、チタン、タンタル、ニオブ、希土類金属(レアアース)など、現在の技術では効率良く製造することが困難なレアメタルの生産技術の理解を深めるための勉強会である。

この勉強会では、種々のレアメタルの特徴やその製造プロ

セスの問題点を議論し、新しい生産技術について多角的に検討し、レアメタルの新しい製造技術やリサイクル技術の開発指針について掘り下げた議論を行なっている。

研究会のスタイルとしては、毎回、分野を代表する2~4名の講師に話題提供を依頼し、講演後十分な時間をとって参会者との討議を行なっている。

本研究会の発足は、当時、東京大学生産技術研究所の産学連携委員会の委員長であった畑中研一教授から、「若手研究者も産学連携を推進する特別研究会を積極的に立ち上げるように」働きかけられたことが動機となった。当時、筆者は36歳の若手ながら産学連携委員会の活動拡大の旗振りに加担することになったのである。そこで、試しに「先ず随より始めよ」と自ら先陣を切って新たな研究会を立ち上げてみた。

2002年の発足当初は2社程度の企業の研究者と小規模な研究会を立ち上げる予定であった。これは、筆者が特別研究会への参加を打診したチタン製錬企業が快諾してくれたためである。ただ、「チタン研究会」では、チタン以外の活性金属の議論をしにくいと、スコープを広げて「レアメタル研究会」として立ち上げた。

当時は、産業的な価値が高いチタン、ニオブ、タンタル、希土類金属(レアアース)などのいわゆる活性金属(Reactive Metals)の製錬やリサイクル技術について情報交換をしたり、議論を行ったりする場がほとんどなかったのも対象を拡大した一つの理由である。

当時の常識では、かなり高い会費設定にも関わらず、幸いにも最初から8社に参加していただけた。東大に赴任する前から、筆者が各種技術コンサルや相談相手をしていた企業関係者が、東大赴任のご祝儀および筆者に対する応援・支援の意も込めて、がんばって会員になって下さったのである。この時、筆者は「レアメタル人脈」の大切さを実感した。

後でわかったことであるが、当時の学会等の学会会合は、“自己満足的な研究発表をする場”としてしか機能しておらず、多くのレアメタル関連の企業関係者にとっては、参加しても有意義な情報やネットワークが得られる場がなかった。このような当時の状況が本研究会の発展につながる大きな要因となったのも僥倖であった。

表1に示すように、スタートアップ時は、参加企業は約8社、毎回30名あまりが参加するこじんまりとした規模の研究会であった。(図1)

18年が経過し、第93回を開催した今では、参加企業約30社、毎回100~300名が参加する盛大な会となっている(図2)。これまでの累計参加者は、図1の右軸に示すように、11,000名を超えた。平均して、年に5回開催しているが、コロナ禍のため、本年の3月の開催は、やむなく中止となった。最近では、ほぼ無観客でリアルな講演会を開催し、その様子をZoom等のオンラインシステムを使ってWeb配信するとともに、Web交流会も開催している。(図3)

研究会の詳細は、レアメタル研究会のホームページ⁽¹⁾を参照していただきたい。過去の講演ファイルや関連資料は関連会員のみに限定公開しているが、このデジタルアーカイブ

表1 レアメタル研究会の参加者数推移(抜粋：詳細は、研究会のホームページ参照)。

	開催日	登録 人数	参加 者数	内 訳		
				企業 関係者	大学 関係者	官庁他
第1回	2002年9月20日	47	43	19	23	1
第2回	2002年11月15日	48	33	16	16	1
第3回	2003年1月10日	49	35	16	16	3
第4回	2003年3月19日	50	35	17	16	2
第5回	2003年5月27日	58	45	21	21	3
第6回	2003年9月4日	43	35	13	20	2
第7回	2003年11月26日	50	32	19	11	2
第8回	2004年1月16日	56	33	18	13	2
第9回	2004年2月5日	55	27	16	11	0
第10回	2004年5月14日	61	41	26	14	1
(途中省略)						
第81回	2018年7月27日	1857	209	145	37	27
第82回	2018年9月14日	1849	143	96	32	15
第83回	2018年11月9日	1925	206	135	53	18
第84回	2019年1月11日	1986	270	181	59	30
第85回	2019年3月8日	1999	112	66	34	12
第86回	2019年7月19日	2043	157	101	29	27
第87回	2019年9月13日	2084	151	87	32	32
第88回	2019年11月15日	2157	216	155	43	18
第89回	2020年1月10日	2224	293	201	56	36
第90回	2020年3月6日	2224	0 ¹	0	0	0
第91回	2020年7月17日	2407	(334) ²	(251)	(46)	(37)
第92回	2020年9月25日	2474	(314) ²	(230)	(30)	(44)
第93回	2020年11月6日	2502	(190) ²	(137)	(30)	(23)

1：コロナ禍の影響で中止

2：Zoomを使ったオンライン開催、ウェビナー参加者数

は、今ではレアメタルに関するきわめて重要かつ貴重な資料となっている。

3. 研究会立ち上げの苦労

2001年に東大に赴任し、ゼロからスタートした研究室と同時に本研究会を立ち上げるのには、あらゆる面で困難が多かった。しかし、研究会の発足・運営にボランティアで協力してくださった学外の方々にも恵まれて、時の経過にともない次第に活動が活発化した。

かつて米国マサチューセッツ工科大学(MIT)や東北大学に在籍していた頃から、レアメタル関係企業からの申し出に

対し積極的に技術相談に乗っていたが、その時の経験や人脈も研究会の発展に大いに寄与した。

レアメタル研究会を立ち上げた2002年当時は、一部の材料関係の専門家のみがレアメタルの将来性や重要性を認識していただけで、分野が異なる材料の専門家でさえも、「レアメタルの研究って、意味あるの?」、「磁石材料からレアアースをリサイクルする技術開発の研究なんてやって意味あるの?」という状況であった。研究会が発足した当時は、「レアメタルの長い冬の時代」であったと思返している。

さらに、同じ分野の大学人からの風当たりも強かった。新しいタイプのネットワーク型の産学連携の研究会を立ち上げるに当たって、同業の研究者からは、「そんな活動は個人で行うのではなく、学会等の枠組みでやったら?」「企業を相手にしても、論文にならないので無駄では?」「そんなに高い会費を取ってどうするの?」等の批判や非難も受けた。この状況は、実のところ、今でもあまり変わっていない。

また、企業人からは、「協力はしたいが、会費の振り込み先が、東大や岡部先生ではなく、生産技術研究奨励会という財団では、社内で決済が下りない。」「大学の先生の研究会は、自己満足的な話題が多く、企業関係者のメリットが少ない場合が多い。」「大学の先生は、立ち上げには熱心だが、しばらくすると、すぐに誰かに丸投げするので、継続的な参加は約束できない。」といった辛いコメントも寄せられた。

結果的に、研究会が大きく発展し、長く継続できた主な理由は、大学人や企業からの厳しい意見に対する解決策を常に模索し続けたインタラクティブな姿勢にあったものと自己分析している。

まず、レアメタル研究会は、「企業会員の会費により運営されているプライベートでインフォーマルな会合であり、学会等の学術的な研究会ではない。企業会員向けの「勉強会・交流会」が主たる目的である」と宣言した。また、単なる講演会ではなく、人脈形成の場、インフォーマルな情報交換の場として機能するよう、種々の工夫を凝らした。

たとえば、産学官の全分野を対象として、その道では、“一流の人を講演者”として迎え、技術や学術の話だけではなく、人脈形成を主眼とした“かなり長い自己紹介”を講演の前に行なっていただくようにした。

この結果、「レアメタル研究会の講演は、学会等での講演よりも遥かに面白く、また、人脈形成に多いに役に立つ」との評価を得るようになったものと自負している。

今では、企業OBの方々や省庁の関係者も手弁当でオブザーバーとして参加して下さり、講演会・討論会のあとの研究交流会が極めて活発になっている。最近では、産学官の関係者だけでなく、報道関係者が自身の勉強のために参加するケースも多いのもユニークな特徴の一つである。

本研究会を通じて醸成された人的なネットワークが、日本の非鉄産業の活性化につながることを期待している。将来、革新的なレアメタル・プロセスが本研究会の関係者から生み出され、「プロセス技術がレアメタルをコモンメタルに変身させる」イノベーションが起こることを切に期待している。

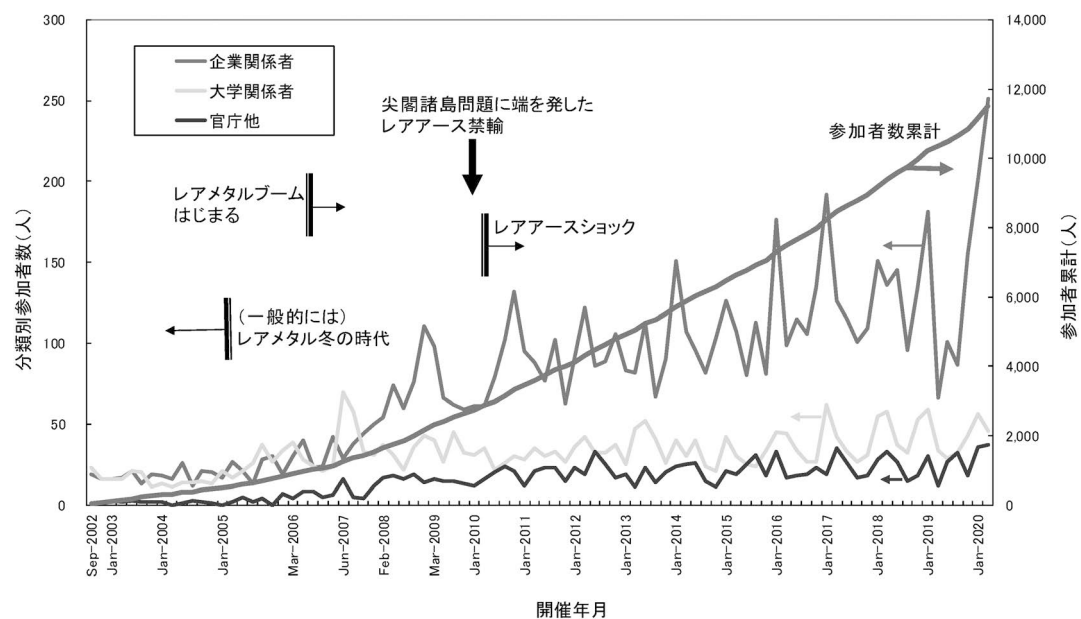


図1 レアメタル研究会の参加者推移(2002～2020年)．近年は，毎回，100～300人が参加する会合となり，累計参加者数は，11,000人を超えた．企業から提供された会費も1億円超．



図2 2020年1月10日に開催された第89回レアメタル研究会の様子．280人収容の東京大学鉄門記念講堂は満席となった．講演会の後の意見交換会は，300人が参加し盛会であった．



図3 2020年7月17日に開催された第91回レアメタル研究会の様子．コロナ禍の影響で，270人収容の生産技術研究所のコンベンションホールにて，講演者と運営者，約20名のみが参加する事実上無観客で開催された．講演内容は，Zoomのウェビナー機能を用いて外部にWeb配信された．

運営面での苦労は多いものの，参加メンバーの方々に楽しく有意義な時間を過ごしていただけることが筆者のやる気の源泉となっているものと言えよう．

4. 研究会運営のメリットとデメリット

工学の研究者は“産学連携の重要性”を頭では容易に理解できる。しかし、大学の研究者として、実際に産学連携活動を推進することは容易ではない。

とりわけ、最近の若手研究者は、論文数やインパクトファクター、外部獲得研究資金など、容易かつ定量的にカウント可能な業績の獲得を研究活動の成果として求められ、結果としてこれらの活動に注力しがちである。したがって、取り組んでもすぐに成果が出ない産学連携活動は、学術論文等の業績に直結しないため、後ろ向きになる傾向がある。

筆者自身、レアメタル研究会の企画・運営を通じて得たものは、

人脈(とくに企業関係者とのネットワーク)
研究トレンドに対する嗅覚
数々の産業上重要な研究ネタ
メディアに対する発信力

などである。一方、失ったものは、研究会の運営を通じて費やした、膨大な「時間と手間」である。この「時間と手間」があれば、もっと沢山、論文が書けたかもしれない。

岡部研究室の若い研究者の中には、「研究以外にも大規模会合の運営や企業との付き合いにも時間を割かなければならず、とても苦勞する。」と愚痴っていた者もいた。さらに、配属される学生に対しては、「岡部研は、レアメタル研究会などのシンポジウムの手伝いも大変だよ。」と、あたかも産学連携活動がデメリットのように言われることもあった。学生の中には、「イヤイヤ強制労働させられている。」と苦情を訴える者もいる。

しかし、筆者から見れば、学生の段階で外部の企業関係者と頻繁に接触でき、実際の現場を知り尽くしている企業人と研究の内容について議論できる機会を持てることは、研究を進めるうえでも、学生の将来の選択肢を増やす意味でも貴重な経験になると信じて疑わない。

事実、岡部研の卒業生には、筆者が専門とする化学ポテンシャルの考え方などの学術的なことを学んだ以上に、産学連携によって外部の企業関係者と多く接触する機会を学生時代に与えられたことに感謝している者も多い。

最近、卒業生の一人から、「岡部研では、海外での活動や外国人との交流も含め、大規模会合の企画・運営に関わり、それらを通じて学んだ多くのことが今の糧になっている」と感謝された⁽²⁾⁽³⁾。筆者が長年取り組んできた、世界規模での産学連携の醍醐味を感じてもらえたことは嬉しい。

5. お わ り に

紙面の都合上、詳細は紹介できないが、2002年に発足し

た「レアメタル研究会」は、国際的にも新しい形態で大きく発展している。2006年からは、筆者と筆者の恩師である米国マサチューセッツ工科大学(MIT)の D. R. Sadoway 教授と共同で、「米国版レアメタル研究会」：RMW (Reactive Metal Workshop)を立ち上げ、毎年、米国ボストンの MIT 等で国際ワークショップを開催している⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾。これまでに15回開催し、今では、毎回、数十人が世界中から集まるネットワークを重視した質の高い国際研究会となっている。

一連の活動や関連する研究成果が国際的に認められ、筆者は、今年3月にノルウェー科学技術大学より名誉学位⁽⁷⁾を授与されることになった。

レアメタル研究会を介した「国際的なレアメタル人脈」の重要性を実感し、一連の活動を通じて筆者が得た幸運にあらためて感謝している次第である。

レアメタル研究会の立ち上げや運営には、一般財団法人生産技術研究奨励会 理事 阪井 眞人氏、および、奨励会の関係者の皆様、東京大学 生産技術研究所 学術支援専門職員 宮崎 智子氏および岡部研関係者の皆様には、多大なご支援をいただきました。本研究会は、業界関係者の皆様の懇切なサポートにより発展し、世界的にみてもユニーク、かつ、素晴らしい研究会組織となりました。あらためて感謝申し上げます。

文 献

- (1) レアメタル研究会のホームページ, http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/japanese/rc40_j.html
- (2) 八木良平: “金属工学系研究者の海外就職活動”, 金属, **90** (2020), 57-59.
- (3) 八木良平: “マサチューセッツ工科大学 滞在記~1年間のポストドク生活を終えて~”, 金属, **90** (2020), 68-70.
- (4) 「米国版レアメタル研究会」RMW のホームページ, <http://www.okabe.iis.u-tokyo.ac.jp/core-to-core/rmw/>
- (5) 岡部 徹: “先端研究拠点事業: 環境調和型アクティブメタルプロセスの開発(JSPS Core-to-Core Program: Development of Reactive Metal Processing)”, 学術月報[日本学術振興会], **59**(5) (2006), 78-81.
- (6) 岡部 徹: “Reactive Metal Workshop(RMW)~米国版レアメタル研究会へ”, 月刊「化学」(リレー掲載: 研究会へようこそ), **76**(2021).
- (7) The Degree of Doctor Honoris Causa at NTNU, Honorary Doctor of the Norwegian University of Science and Technology (NTNU): “Significant scientific contribution to “URBAN MINING”—developing new and more sustainable methods for the production and resource recovery of metals used in modern electronic devices” (T. H. Okabe) (授賞年月日: 2021年3月15日)(内定).

(2020年11月25日受理)[doi:10.2320/materia.60.125]
(〒153-8505 東京都目黒区駒場 4-6-1)

科学館めぐり

大和ミュージアム(呉市海事歴史科学館)

文責：帝人ナカシマメディカル株式会社 野山 義裕
(2019年5月訪問)

今回は、広島県呉市宝町にある呉市海事歴史科学館、通称「大和ミュージアム」を紹介する。

2005年4月に開館した本館(図1)は、日本一の海軍工廠のまちとして栄えた呉の歴史と、その近代化の礎となった造船・製鋼を始めとした各種の科学技術を、先人の努力や当時の生活・文化に触れながら紹介しており、日本の歴史と平和の大切さ、科学技術の素晴らしさを認識することができる博物館である⁽¹⁾。

本館の1Fには、全長26.3メートルもある10分の1戦艦「大和」の精巧模型を中心に、零式艦上戦闘機「零戦」や特殊潜航艇「海龍」などの貴重な実物資料が展示されており、当時の設計図や写真、調査水中映像とともに、目を見張るものが多く展示されていた。特に興味を引いたのは、史上最強と謳われた戦艦の装甲である。

科学館で見つけた金属材料!“戦艦の装甲”

耐弾力を高めた特殊鋼として、大和には独自に開発したVH(無浸炭表面硬化)甲鉄が使用されていた。高い耐弾力を持たせるには、表面の高い高度とともに内部から裏面全体への高粘性が必要となる。これは、弾頭を甲鉄の表面で粉碎し、同時にその衝撃を受け止めなくてはならないからである。当時は浸炭という処理で表面硬度を高めたVC甲鉄が装甲に採用されていたが、呉海軍工廠で研究を重ねVH甲鉄が実用化したのである⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。その他、高粘性のモリブデン入りのニッケルクロム鋼であるMNC甲鉄や、浸炭による表面硬化はせず、焼き入れと焼き戻しを繰り返したNVNC甲鉄を開発するなど、日本の鉄鋼技術を結集して新しい材料を



図1 大和ミュージアム外観。

研究したことが窺え、金属学を築き上げた先人の努力に敬意を払った次第である。

さらに同階では、2016年に呉市が鹿児島県沖で沈没した戦艦大和の潜水調査で引き揚げた品を紹介する企画展が催されており(2020年1月に終了)、金属の腐食や劣化の激しさから戦後75年の歳月を改めて感じることができた。

3Fの展示室では、「船をつくる技術」に関する展示があり、船を中心とした科学技術の原理を体験・体感を通して分かり易く紹介されていた(図2)。ここでは船体をつくる材料を手にもって実感できる他、金属製の船が浮く仕組みや操船シミュレーター、波の性質を学べる実験水槽など、科学の不思議を体験しながら子供と楽しく学ぶことができる。

この隣の展示室では、「未来へ」として地球や宇宙に関する科学技術のこれからについて、名誉館長(石坂浩二、松本零士ら)による未来へのメッセージが紹介されていた。ここでは戦艦大和に関する映像などが上映されており、館内を歩き疲れて休息を取る際にはぜひ立ち寄って頂きたい。

同階のテラスでは、実物の巨大潜水艦「あきしお」を見ることができる。本潜水艦は約19年間様々な海上自衛隊の任務を遂行し、2006年9月に国内最大のクレーン船で陸揚げされ、本館に隣接した海上自衛隊呉史料館「てつのくじら館」に展示されている(図3)。なお、本潜水艦は全長76.2mの涙滴型であり、実艦を一部改修された状態で見学可能(入館料は無料)となっている。

さらに、大和ミュージアムのすぐ近くのターミナルからは、呉湾に停泊する海上自衛隊の艦船を観光できる遊覧船が出ており、オープンデッキから見学するクルージングは迫力

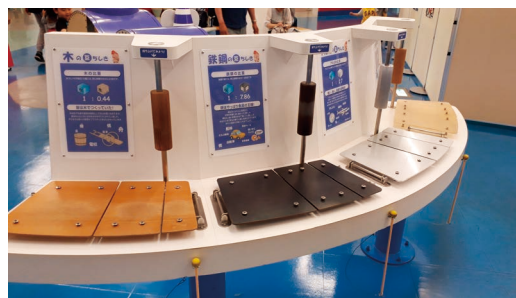


図2 船体の材料(左から木、鉄鋼、アルミ、FRP(繊維強化プラスチック))。



図3 隣接の海上自衛隊呉史料館「てつのくじら館」。

満点であった。艦船めぐり(30分コース)は日に5便運行されており、お手頃価格であるため必見である。

文 献

- (1) 大和ミュージアムパンフレット。
- (2) 究極の戦艦 大和, 「丸」: 編集部編, 光人社, (2007)。
- (3) 戦艦大和の全て 超精密 [3D CG] シリーズ28: 双葉, (2005)。
- (4) 秋元健治: 戦艦大和・武蔵—そのメカニズムと戦闘記録, 現代書館, (2008), 88-89。

(2020年2月3日受理)[doi:10.2320/materia.60.129]

大和ミュージアムへのアクセス

- 〒737-0029 呉市宝町 5-20
- 電車/バス: JR 呉駅から徒歩約5分
- 開館時間: 9~18時, 定休日: 火曜(祝日の場合は翌日)
- 観覧料: 一般500円, 高校生300円, 小中学生200円
- <https://yamato-museum.com/>



～美しい金属の写真～

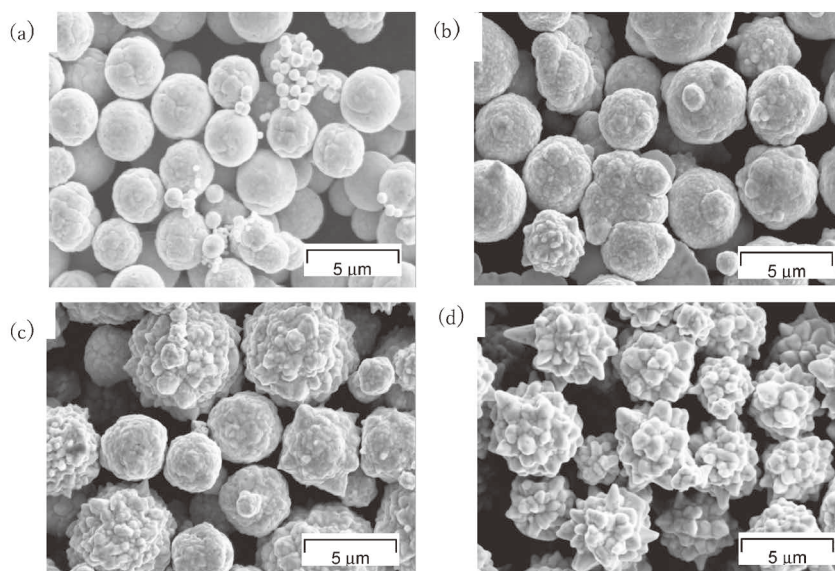


Fig. 2 All the particles precipitated by the addition of 10 mL HCl solution (2.0 M); (a) 0.1 M of CuCl_2 ($\text{Au}: 0.7 \times 10^{-2} \text{ M}$), (b) 0.2 M of CuCl_2 ($\text{Au}: 1.3 \times 10^{-2} \text{ M}$), (c) 0.1 M of CuCl_2 and 0.2 M of NaCl ($\text{Au}: 2.9 \times 10^{-2} \text{ M}$) and (d) 0.2 M of CuCl_2 and 0.3 M of NaCl ($\text{Au}: 4.2 \times 10^{-2} \text{ M}$).

<Akihiro Yoshimura and Yasunari Matsuno: “A Novel Process for the Production of Gold Micrometer-Sized Particles from Secondary Sources” Mater.Trans., **57** (2016), 357-361 より転載>

スポットライト

～第4回「高校生・高専学生ポスター発表」優秀賞～

黄銅の色調変化の研究

宮城県仙台第三高等学校 自然科学部化学班；2年

二階堂智明 木村昌弘 渡邊 律
柳内悠吾 川勝祐貴

1. 研究内容

(1) 背景

先行研究⁽¹⁾より銅箔は400℃以下で加熱すると酸化銅(I)の酸化皮膜が形成され、その厚みに応じて図1のように色調変化が現れることが発見されています。私達は、銅の合金である黄銅でも色の変化が見られるのかと疑問に思い、黄銅の保持温度と保持時間に対する色の相関図をつくり色調変化を把握することを目的としました。

(2) 実験1

市販⁽²⁾の黄銅箔で、銅と亜鉛の質量比が87：13の赤口、85：15の青口の2種類を用いました。これらの黄銅箔を20mm四方に切り、小皿に乗せて電気炉で加熱保持しました。保持温度は160～400℃(10℃間隔)、保持時間は10～30分(10分間隔)です。

(3) 結果1・考察1

各黄銅箔の結果の一部を図2、3にそれぞれ示します。色調変化は黄金色→黄色→橙色→桃色→薄黄色→銀色→薄桃色→灰色→黒色となり、色調変化に規則性が見られました。奇妙なことに、青口と赤口では銅の割合が小さい青口のほうが色調変化は早く、酸化されやすいという傾向が見られました。そこでホットプレートを用いて直接加熱し、どちらが色調変化しやすいかを明確にすることを次の目的としました。

(4) 実験2・仮説

黄銅箔の赤口、青口および銅箔の色調変化を250℃のホットプレート上で観察する実験を行いました。仮説は、銅の

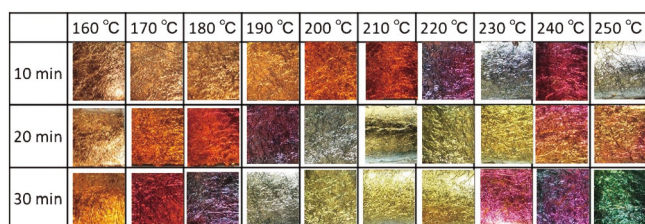


図1 銅箔の保持温度と保持時間に対する色調変化。

割合が大きい銅、赤口、青口の順で色調変化すると考えました。

(5) 結果2

図4のように銅、青口、赤口の順で激しい色調変化が見られました。つまり、仮説に反して銅の割合が大きい赤口よりも銅の割合が小さい青口のほうが色調変化は激しいといえます。

(6) 考察2

黄銅に関する文献⁽³⁾を調べていたところ、延性の大きさは銅の質量パーセントが90 mass%の黄銅より80 mass%の黄銅の方が銅に近い値をとると述べられていました。このことから、銅の割合が大きいほど銅の性質に近いとは限らないことが分かります。つまり色調変化においても銅の質量比の割合が大きい赤口のほうが青口よりも色調変化しやすいとは限らないし、推測もされないと判明しました。合金の専門家であれば基礎知識として当然のことかも知れませんが、私たちは、銅の質量の割合が多い合金は銅に性質が近いと勝手に思い込んでいました。今回の実験を通して科学は、やはり実験してみないとわからないということ、合金の奥深さに気づかされました。

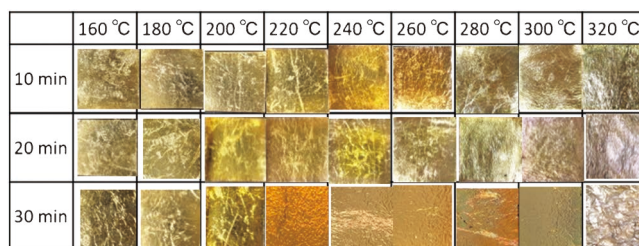


図2 赤口箔の保持温度と保持時間に対する色調変化。

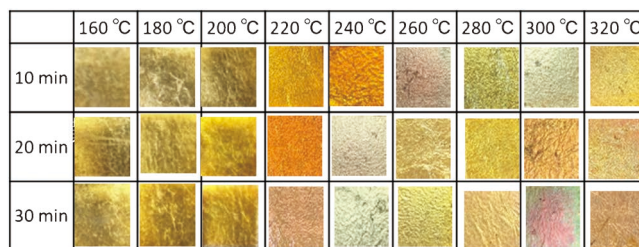


図3 青口箔の保持温度と保持時間に対する色調変化。

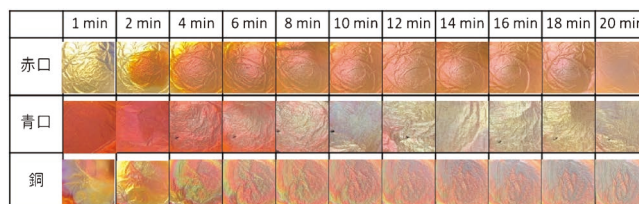


図4 250℃に保持された赤口、青口、銅箔の色調変化。

2. 作品への応用

今回色調変化した黄銅は、とてもきれいだったので作品を作りました。これを、着色したガラスを意味する「ステンドグラス」と、黄銅という意味の「brass(ブラス)」をかけて「ステンドブラス」と命名しました(図5)。



図5 ステンドブラス.

3. 感想

コロナ渦などの影響もあり、この研究を始めたのは今年(2020)の6月からでした。金属学会で発表したのは9月中旬旬ということで3か月間に及んで黄銅の研究をしていたことになります。160℃から400℃まで各温度で10分、20分、30分と赤口と青口の2種類に対して行い、かなりの時間と労力を費やしてきました。そして思ったことが一つあります。それはとても充実していたということです。忙しいことは、充実した日々を送っているという証であるということを経験とともに学びました。研究できる環境に恵まれたことを感謝し、残り少ない高校生活、研究生活を大事に過ごしていこうと思います。

文 献

- (1) 宮城県仙台第三高等学校 門口尚広：第58回日本学生科学賞作品集，(2014年)「銅箔の色調変化の研究」。
- (2) 絵の具屋三吉：<https://www.sankichi.com/SHOP/04-00023.html> (青口洋箔)，<https://www.sankichi.com/SHOP/04-00022.html> (赤口洋箔)
- (3) 大森正信，若狭邦男，吉永芳豊：日本金属学会誌，**37**(1973)，1188-1194。
(2020年11月25日受理)[doi:10.2320/materia.60.131]

本 会 記 事

会 告	第2回日本金属学会フロンティア研究助成募集	133
	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	134
	2021年春期講演大会ホームページ・バナー広告募集	136
	2021年秋期講演大会開催予告	136
	2021年秋期講演大会企画・公募シンポジウムテーマ提案募集	136
	各賞(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)候補者推薦募集	137
掲示板	まてりあ次号予告	141
新入会員	行事カレンダー	142
会誌・欧文誌2号目次		140

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)

第2回日本金属学会フロンティア研究助成募集

教育・研究機関での金属及びその関連材料分野の学術研究及び技術研究の発展や若手研究者の育成や奨励を主な目的として、金属及びその関連材料分野に関連する材料又はプロセスに関する研究に助成金を交付いたします。下記の通り第2回目の助成の対象となる研究を募集いたしますので、応募下さい。

募集期間：2021年2月1日(月)～3月31日(水)まで

募集要項

応募資格

応募者(代表者)は、2021年4月1日時点で45歳以下の日本の教育機関または公的研究機関に所属し、日本国内で研究に従事する者(学生・大学院生および企業との兼務者を除く)であること。ただし、共同研究者は国外でも可とする。

応募は一人一件とします。同一研究室からの複数応募は可能ですが、新規採択は1件とします。

活動開始時には、非会員は会員になることが望ましい。

助成の対象となる研究

金属及びその関連材料分野に関連する材料又はプロセスに関する調査、試験、研究及び開発とする。

研究期間 助成研究の実施期間は、原則2年間とする。研究開始日が年度途中となる場合は、年度をまたいだ2年間とする。

助成件数 年間10件以下

助成金額 1件あたり、150万円

助成金の使途

研究等に直接必要な費用及び所属組織の必要最低限の間接経費に充当すること。研究者の人件費(臨時雇用の研究補助者等の費用を除く)には充当できないものとする。

助成金の交付方法および交付期間

研究助成金の交付方法は、原則として、助成実施者が所属する組織に対する奨学寄付の形とする。共同研究者が別の組織に所属する場合は、複数の組織に交付することは可能です。

研究助成金の交付期間は、原則として、理事会決定以降12月31日までの間とします。研究実施者は、速やかに助成金受領のために助成金交付の手続き(奨学寄附受付窓口の連絡等)を行うこと。

応募方法

(1)提出書類：所定様式の「研究助成金申請書」に必要事項を記入し、提出して下さい。

申請書の様式は、本会のホームページからダウンロードできます。

必要事項：応募者、研究題名、研究分担者(共同研究者がある場合)、予算(費目、金額)、研究目的(背景、必要性、意義、価値、成果活用の見込み等)、研究計画(実施計画、成果目標等)、報告予定、該当する分科、研究業績、金属学会での活動実績等

(2)作成要領

「研究助成金申請書」に記載された作成要領に従って日本語(専門語等で部分的に外国語を使用することは可)で作成すること。申請書については、作成要領に明記されたページ数制限を遵守すること。制限ページ数を超えた申請は受け付けません。

(3)提出方法

作成した研究助成金申請書を、E-mailの添付ファイルで提出して下さい。

なお、ファイルはMS-Word形式として下さい。Faxや紙での申請は受け付けません。

提出書類等は、採否にかかわらず返却しません。

【遵守事項】

研究助成金の交付を受ける際には、研究実施者(応募者及び共同研究者)は、次の事項を遵守下さい。

①助成研究は、あらかじめ本会に提出した助成研究実施計画に従って実施すること。

②助成研究の実施過程において助成研究実施計画を変更する必要がある場合(中止する場合を含む)は速やかに報告し、重大な変更については本会と対応を協議すること。

③助成実施者が所属している組織から別の組織に異動する場合は、本会と対応を協議すること。

④研究終了6ヶ月後までに、終了報告書(A4様式1枚)及び成果報告書を日本語(専門語等で部分的に外国語を使用することは可)で

作成し、原則としてE-mail添付にて提出すること。なお、成果報告書は“まてりあ”への成果報告(2頁)の投稿に代えるものとする。

- ⑤ 本会から求められた場合は、実施状況を報告すること。また本会が研究施設への訪問を希望した場合は、可能な範囲で対応すること。
- ⑥ 研究実施者又は研究実施者の所属する組織は、帳簿を備え、助成研究に係わる経理を他の経理と明確に区別し、本会から照会があった場合はこれに応ずること。
- ⑦ 研究成果は研究開始時から研究完了後1年までの間に本会の講演大会における発表2件及び本会の欧文誌又は会誌に論文を投稿すること。
- ⑧ 研究成果を学会・学術論文誌・新聞等に発表する場合は、事前に本会に連絡するとともに、本会から資金援助を受けたことを明記すること。
- ⑨ 実施計画に記載した研究を実施しなかった場合、提出期限後1年を経過しても研究成果(中間)報告書の提出がない場合又は研究実施者が研究中止の申し出をした場合には、研究助成金の全額又は残額を返還すること。

【留意事項】

1. 機器・設備等の帰属

助成金により取得された機器・設備等は、原則として研究実施者の

の所属する組織に帰属します。

2. 助成研究の成果の帰属
助成研究の成果として得られた特許等の知的財産権は、原則として研究実施者に帰属します。
3. 助成研究の成果の公表等
成果報告は、この法人の会報及びホームページ上で一般の閲覧に供します。
4. 申請書記載情報の取り扱い
申請書に記載された研究情報については、審査・選考以外の目的には一切使用しません。
また、個人情報については、本会外へは一切漏洩しません。
5. その他留意事項
① 採否の事由は非公開とし、これに関する問い合わせにはお答えしません。
② 研究助成金の申請後、何らかの理由により研究を実施できないことが判明した場合、速やかに本会に報告すること。

問合・申請先 申請書は下記E-mailアドレスに提出下さい。2,3日過ぎても受理返信通知のない場合は、ご連絡下さい。

(公社)日本金属学会 フロンティア研究助成係
E-mail: gaffair@jim.or.jp ☎ 022-223-3685

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ください。

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 プラスチックの材料科学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・懇親会費の消費税抜については、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)	
会 員 資 格	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)
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 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

〒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

～皆様のご参加をお待ちしております。～

2021年春期講演大会 大会ホームページ・バナー広告 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)**

■申込・問合せ先

〒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年秋期講演大会開催予告

開催日 2021年9月2日(木)～4日(土)
開催場所 名城大学天白キャンパス(予定)
詳細 までりあ60巻5号会告掲載予定

2021年秋期講演大会(名城大学) 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 までりあ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・照会先 E-mail: stevent@jim.or.jp
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
日本金属学会講演大会委員会宛

2021年秋期講演大会(名城大学) 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、状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 までりあ59巻12月号699頁またはホームページ→講演大会→お知らせ

問合せ・照会先 E-mail: stevent@jim.or.jp
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
日本金属学会講演大会委員会宛

各種賞推薦(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 まてりあ59巻12号692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 まてりあ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 まてりあ59巻12号693頁またはホームページ→表彰

第11回まてりあ賞 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 まてりあ59巻12号694頁またはホームページ→表彰



掲 示 板

〈公募類記事〉
 無料掲載：募集人員、締切日、問合せのみ掲載。
 有料掲載：1/4頁(700～800文字)程度。
 ・「まてりあ」とホームページに掲載；15,000円＋税
 ・ホームページのみ掲載；10,000円＋税
 〈その他の記事〉 原則として有料掲載。
 ・原稿締切・掲載号：毎月1日締切で翌月号1回掲載
 ・原稿提出方法：電子メール(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 准教授公募◇

公募人員 准教授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
着任時期 決定後、できるだけ早い時期
任 期 10年(審査により再任1回可、その場合の任期は2032年3月末まで)
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、受賞、特許、競争的資金獲得状況、招待講演、その他に分類)、論文データベース個人ID(例えばResearcherID)があればリストの初めに記載

- (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(1,000字程度)
- (6) 主要論文別刷5編(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(1,000字程度)
- (8) 推薦書2部、または照会可能者2名の氏名及び連絡先

公募締切 2021年2月19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 准教授
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_at_imr.tohoku.ac.jp(_at_を@に変えて下さい)

<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-520.html

◇豊橋技術科学大学大学院工学研究科
機械工学系 教員(助教)公募◇

募集人員 助教 1名
所 属 機械工学系 材料・生産加工分野
専門分野 各種構造・機能材料におけるナノレベルでの組織制御および強度・破壊特性評価に関する分野
応募資格 博士あるいは PhD の学位を有するか着任までに取得見込みの方
採用予定時期 令和3(2021)年10月1日以降できるだけ早い時期
勤務形態 常勤(任期あり)
 任期: 5年(採用後5年以内にテニュア審査を受け、合格すればテニュア助教(任期なし)となることができる)
応募締切 2021年5月14日(金)(必着)
書類送付先 〒441-8580 愛知県豊橋市天伯町雲雀ヶ丘 1-1
 豊橋技術科学大学 大学院工学研究科
 機械工学系 系長 伊崎昌伸
 ※「材料・生産加工分野教員(助教)応募書類在中」と朱記し、書留で郵送して下さい。
問合せ先 機械工学系 教授 三浦博己
 ☎ 0532-44-6697 E-mail: miura@me.tut.ac.jp

※詳細は下記の URL をご参照下さい。
<https://www.tut.ac.jp/about/kyoin-koubo.html>

◇14・15期(2021年度)
「未来を拓く地方協奏プラットフォーム」
コンソーシアム教員公募
【広島大学/エネルギー変換材料工学、
エネルギー貯蔵材料/助教(テニュアトラック)】◇

募集人員 助教(テニュアトラック) 1名
所 属 広島大学学術院(大学院先進理工学科学研究科)
専門分野 エネルギー変換材料工学, エネルギー貯蔵材料
応募資格 以下に掲げる条件をすべて満たす女性研究者。
 ① 着任時までに博士号を取得していること。
 ② 2020年4月1日に、博士号を取得後10年以内又は同等程度の研究経歴を有し、かつ、40歳未満である者(ただし、臨床研修を課せられた医学系分野においては43歳未満)。
 ③ 英語によるコミュニケーション能力を有すること。
 ④ 日本語又は英語による学部・大学院生への授業及び研究指導ができること。
 ⑤ 2021年10月1日以降、できる限り早い時期に赴任できること(2021年度中であること)。
 ⑥ 科学技術イノベーションの実現に向けて積極的な研究活動を行う意志をもつこと
着任時期 2021年10月1日以降、2021年度中のできる限り早い時期とする。
提出書類 ※応募要領および応募書類の様式は、以下の

URL を参照して下さい。
<https://www.hiroshima-u.ac.jp/employment/kyoinkobo/senshin>

書類提出先 応募書類を全て PDF ファイルにし、E-mail に添付して下記のアドレス宛に送付すること。
 「未来を拓く地方協奏プラットフォーム」コンソーシアム事務局
 送付先 E-mail アドレス:
 consortium-koubo@office.hiroshima-u.ac.jp
応募締切 2021年2月15日(月)午前10時
問合せ先
 ① 応募について
 「未来を拓く地方協奏プラットフォーム」コンソーシアム事務局
 問合せ先 E-mail アドレス:
 consortium-koubo@office.hiroshima-u.ac.jp
 ② 研究環境について
 広島大学東広島地区運営支援部 工学系総括支援室 人事担当
 問合せ先 E-mail アドレス:
 kou-jinji@office.hiroshima-u.ac.jp

集 会

◇NIMS 先端計測シンポジウム2021◇
オペランド・先端計測のデジタルトランス
フォーメーション(DX)

主 催 「先進材料イノベーションを加速する最先端計測基盤技術の開発」プロジェクト
開催期日 2021年3月5日(金) 10時00分～17時00分
 (オンラインによる開催)
申 込 先 amc=nims.go.jp [= → @]
締 切 2021年3月3日(水)
問 合 先 国立研究開発法人 物質・材料研究機構
 先端材料解析研究拠点 運営室
 ☎ 029(851)3354 内線 3861
 E-mail: amc@ml.nims.go.jp

*詳細は下記ページをご覧ください。
https://www.nims.go.jp/research/materials-analysis/events/amcp_sympo2021.html

◇レアメタル研究会◇

■主 催: レアメタル研究会
 ■主 宰 者: 東京大学生産技術研究所 教授 岡部 徹
 ■協 力: (一財)生産技術研究奨励会(特別研究会 RC-40)
 ■共 催: 東京大学マテリアル工学セミナー
 レアメタルの環境調和型リサイクル技術の開発研究会
 東京大学生産技術研究所 持続型エネルギー・材料統合研究センター
 東京大学生産技術研究所 非鉄金属資源循環工

学寄付研究部門(JX 金属寄付ユニット)

■協 賛：(公社)日本金属学会 他

■開催会場：東京大学生産技術研究所 An 棟 2 階 コンベンションホール

〒153-8505 目黒区駒場 4-6-1

(最寄り駅：駒場東大前，東北沢，代々木上原)

<https://www.iis.u-tokyo.ac.jp/ja/access/>

■参加登録・問合わせ：

岡部研 レアメタル研究会事務担当 宮寄智子
(okabelab@iis.u-tokyo.ac.jp)

■第95回 2021年 3 月12日(金) 14:00～

An 棟 2F コンベンションホール

リアル講演会+講演のネット配信のハイブリッド研究会

テーマ：非鉄金属製錬，貴金属，環境問題

午後2:00～

司会 東京大学 生産技術研究所 特任教授 所 千晴

金の湿式精錬について

住友金属鉱山株式会社 顧問

東京大学 生産技術研究所 特任教授 黒川晴正 講師

水銀を利用する金の製錬の現状と課題(仮)

広島大学大学院 先進理工系科学研究科 准教授 布施正暁 講師

講演依頼検討中

パネルディスカッション

モデレーター 東京大学 生産技術研究所 特任教授

所 千晴，岡部 徹

午後 6:00～

研究交流会・意見交換会(←Web での開催を企画予定)

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

～ 掲示板は，ホームページにも掲載しております。 <https://jim.or.jp> をご覧ください。 ～



(2020年11月21日～2020年12月18日)

正 員

今 川 裕 也 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構
加 藤 光 章 株式会社東芝

菊地勇太郎 日本重化学工業株式会社
中 田 百 科 株式会社 日立製作所

平 上 大 輔 日本製鉄株式会社

学 生 員

浅 沼 賢 太 同志社大学
打 越 雄 央 東北大学
江 角 洸 樹 関西大学
榎 本 悟 東京理科大学
大多和義将 名古屋工業大学
大 野 聖 海 東海大学
岡 田 拓 大阪大学
神 林 泰 地 芝浦工業大学
小 林 遼 也 神戸大学
近 藤 吉 史 大阪大学
坂 田 良 真 東北大学

三 宮 大 喜 神戸大学/ジャパンファインスチール株式会社
清 水 晴 香 同志社大学
杉 田 諒 千葉工業大学
CHEN Xuewen 名古屋工業大学
富 森 雄 東北大学
畑 拓 仁 大阪大学
林 田 篤 志 関西大学
平 松 大 希 北海道大学
堀 和 也 横浜国立大学
馬 天 暢 東京工業大学
前 澤 裕 俊 早稲田大学

松 本 有 平 近畿大学
森 智 洋 信州大学
安 江 光 名古屋工業大学
山 崎 隼 輔 金沢大学
山田真太郎 名古屋工業大学
湯 浅 友 暉 名古屋工業大学
李 研 碩 金沢大学
若 旅 航 基 東北大学
脇 山 響 長岡技術科学大学

外国学生会員

NGUYEN BA VU CHINH 長岡技術科学大学 劉 方 舟 東北大学

日本金属学会誌掲載論文
Vol. 85, No. 2 (2021)

——論文——

純 Ni および Ni-Cr 合金における水素脆化挙動の結晶
粒径依存性

小林直弘 小山元道 小林憲司 北條智彦 秋山英二

水酸化カリウムを用いたジンケート浴からの亜鉛の電
析挙動とその微細構造に及ぼす有機添加剤の影響

福元健太 大上 悟 丹羽 司 菊池義治 赤松慎也
中野博昭

Cyclic-HPT 加工により得られる定常結晶粒径に及ぼ
す 1 パスひずみの影響

佐藤宏和 足立 望 戸高義一

水素チャージ下低速度引張せん断試験による高張力鋼
板のスポット溶接部の迅速水素脆化評価法

北原 学 松岡秀明 浅田崇史

——速報論文——

異種合金粉末を原料としたスペース法により作製され
た 3 層構造ポーラスアルミニウムの圧縮特性

半谷禎彦 安藤瑞季 鈴木良祐 松原雅昭 宇都宮登雄
吉川暢宏

Materials Transactions 掲載論文
Vol. 62, No. 2 (2021)

——Overview——

Metals and Medicine Takao Hanawa

——Regular Article——

Materials Physics

Interband Contribution to Thermoelectric Proper-
ties of Al-Cu-Ir Quasicrystalline Approximant

Koichi Kitahara and Kaoru Kimura

Microstructure of Materials

Time-Resolved Observation of Phase Transfor-
mation in Fe-C System during Cooling via X-ray Ab-
sorption Spectroscopy

Yasuhiro Niwa, Kei Takahashi, Kouhei Ichiyangi and
Masao Kimura

A New Approximate Solution for Diffusional
Growth and Dissolution of Spherical Precipitates

Akira Seki and Kotarou Hayashi

In Situ Synchrotron X-ray Analysis: Application of
High-Pressure Sliding Process to Ti Allotropic
Transformation

Zenji Horita, Daisuke Maruno, Yukimasa Ikeda,
Takahiro Masuda, Yongpeng Tang, Makoto Arita,
Yuji Higo, Yoshinori Tange and Yasuo Ohishi

Mechanics of Materials

Effect of Thermal History on Hot Workability of
Fe-Cr Multiphase Steel during Hot Working

Shunsuke Sasaki, Tatsuro Katsumura and Hiroki Ota

Subsurface Crack Propagation from Internal
Defect in Rolling Contact Fatigue of Railway
Wheel Steel

Takanori Kato, Takashi Fujimura,
Shinichiro Hiramatsu and Yuichiro Yamamoto

Fatigue Characteristics of DP780 Steel Spot Weld-
ing Joints with Different Static Fracture Modes

Lihua Xie, Bowen Shi, Zhenkang Xiao, Jiangwei Ren and
Dong Li

A New Model for Predicting the Creep-Fatigue
Life under Stepped-Isothermal Fatigue Loading

Liang He, Lan Zhou, Jianqiang Su, Bin Zhang and
Wenjun Shi

Thermal Fatigue Life Prediction of BGA Solder
Joints Using a Creep Constitutive Equation Incor-
porating Microstructural Coarsening Effect

Kouichi Morooka and Yoshiharu Kariya

Temperature-Dependent Deformation Behavior of
Al-Mg-Sc Alloys Fabricated by Multi-Directional
Forging at Room Temperature

Shunsuke Yamazaki, Syutaro Sawa, Chihiro Watanabe,
Ryoichi Monzen, Tomoya Aoba and Hiromi Miura

Dislocation Structures Formed inside Dislocation
Channels of Rapid-Cooled and Tensile-Deformed
Aluminum Single Crystals

Ryoma Fukuoka, Kazushige Tokuno, Masatoshi Mitsu-
hara, Kohei Yamakoshi, Shinnosuke Tsuchida, Junji Miyamoto
and Masahiro Hagino

Improvement of Mechanical Properties by Micro-
structural Evolution of Biomedical Co-Cr-W-Ni
Alloys with the Addition of Mn and Si

Kosuke Ueki, Soh Yanagihara, Kyosuke Ueda, Masaaki
Nakai, Takayoshi Nakano and Takayuki Narushima

Creep Fracture of Aluminum and Copper
Tricrystals Having $\langle 110 \rangle$ -Tilt $\Sigma 3$, 3, 9 Grain Boun-
daries

Tatsuya Okada, Hiromu Hisazawa,
Akihiro Iwasaki, Katsuya Kawaguchi, Hiroki Morimoto,
Kazuki Nakao, Tomoyuki Ueki and Takuro Tomita

Materials Chemistry

Quantitative Analysis on Influence of Structural
Conditions on Thermoelectric Properties of Tilted
Rod-Ni/Mg₂Si Composites Based on Finite Ele-
ment Simulation

Takashi Itoh

Materials Processing

Statistical Evaluation of Mechanical Properties of
Thermally Sprayed Alumina Coatings by Nanoin-
dentation Method

Kosuke Sanami, Kentaro Shinoda,
Atsushi Yumoto and Jun Akedo

***In Situ* Observations of the Formation of Surface Fine Crevice Structures Created by Laser Irradiation**

Jaebong Yeon, Peiyuan Ni, Masashi Nakamoto and Toshihiro Tanaka

Comparative Investigation of the Mechanical and Wear Properties of Multilayer Si-DLC/DLC Films

Yukio Kobayashi and Akio Nishimoto

Energy Absorption Behaviors of Laser Additive Manufactured Aluminium Alloy Thin-Walled Tube Tailored by Heat Treatment

Xu Niu, Ruixian Qin, Yunzhuo Lu and Bingzhi Chen

Engineering Materials and Their Applications

Synthesis of Highly Activated Magnesium by Niobium and Tantalum Gel Oxide Catalyst

Pankaj Kumar Singh, Hiroyuki Gi, Keita Shinzato, Kiyofumi Katagiri, Hiroki Miyaoka, Takayuki Ichikawa and Yoshitsugu Kojima

—Technical Article—

Surface Microstructure and Its Growth Behavior by Nitrocarburizing with Lithium Added Molten Salt in Fe-0.4 mass% C Alloy

Haruna Ishizuka, Youichi Watanabe and Masao Takeyama

Announcement

まてりあ 第60巻3号 予告

[金 属 素 描] No. 15 ネオジム

特集「水素科学の最前線 新学術領域研究「ハイドロジェノミクス」の挑戦」

[プロムナード] C60・ナノチューブ研究の30年と今後の展望

—他—

編集の都合により変更になる場合があります

書 評

超々ジュラルミンと零戦

吉田英雄 著

本書のタイトルである「超々ジュラルミン」と「零戦」と聞くと、本誌読者(=材料研究・開発に関連する方々)の中には、2013年公開の宮崎駿監督作品「風立ちぬ」を連想する方も多いと思う。もちろん著者もそれを意識して「はじめに」において主人公(堀越二郎)の上司の言葉『ジュラルミンの押し出し材とはぜいたくなものだ…』を引用している。一方著者は、住友軽金属工業㈱(=「風立ちぬ」の中で材料供給していた会社から戦後分離独立してできた会社)で長年航空機材料を研究してきており、軽金属学会賞等多くの実績を有する研究者の視点から、『アニメの中の九試単座戦闘機に使われた押出型材はそもそもジュラルミンなのかという疑問』を呈している。

本書は、超々ジュラルミンが開発された背景を、ジュラルミンから遡ってその歴史を明らかにし、超々ジュラルミンがどのようにして短期間で開発され零戦に採用されたかを、開発当時のエピソードと共に材料研究者の視点から詳細に解説したものである。

第1章「ジュラルミンとツェッペリン飛行船」、第2章「欧米の超ジュラルミンの研究開発(1920年代)」ではジュラルミンから超ジュラルミン開発までの歴史をまとめたものである。第3章「日本におけるジュラルミン、超ジュラルミンの研究開発」ではツェッペリン飛行船の骨材(本書表紙にも掲載)分析から始まった日本の航空機用アルミニウム合金の研究開発、国内でのジュラルミン研究の歴史、工業化までを解説している。第4章「短期間で開発できた超々ジュラルミン」では超々ジュラルミンの生みの親である五十嵐勇博士の経歴からはじまり、合金開発の経緯を詳細に述べている。なぜ短期間に結果を出せたのかについて、住友軽金属技術研究所長であった寺井士郎博士の分析、五十嵐博士語録をもとに考察している。

第5章「零戦主翼への適用」でようやく、冒頭の「風立ちぬ」の主人公、堀越二郎が出てくる。ちなみに、『「風立ちぬ」で描いていた航空機は、零戦ではなく、そこに至るまでの七試艦上戦闘機や九試単座戦闘機である。』とのことである。ここから第6章「零戦のプロペラ」と、零戦への超々ジュラルミンの適用について話がすすむ。第7章「アルミニウムの製造技術からみた第二次世界大戦における日米の技術力比較」、第8章「第二次世界大戦後の航空機材料の発展」では、製錬、連続鋳造、圧延技術までの航空機用アルミニウム部材製造技術、合金開発動向について解説している。

第9章「おわりに：なぜ日本は世界最強のアルミニウム合金が開発できたか?」は、本書を通じて読者、特にこれから材料開発を志す研究者、に伝えたい先達の研究姿勢と著者の思いが記されている。

本書はアルミニウムに魅せられた著者が、研究者の視点からまとめたアルミニウム合金の技術史である。アルミニウム合金開発に関連した研究者の肖像や実際の航空機等の挿絵のみならず、実際のデータ、33にも及ぶアルミニウムに関するコラムも掲載されており、著者が本書を自費出版したことからもわかるように、アルミニウム合金開発に対する幅広い知識と愛情が感じられる一冊である。なお、冒頭の著者の疑問の回答については、是非本書を読んで確かめていただきたい。

*『 』部は本書より引用

(東北大学大学院工学研究科 上田恭介)

[2020年 ㈱昭栄社印刷所 198頁 2300円+税(購入は著者の web サイト (<https://esdlab.jimdofree.com/>) または amazon から)]

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
2021年2月				
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
12	第35回軽金属セミナー「マグネシウム合金の基礎技術」(第4回)(東京)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	定員 60名
18	第85回塑性加工技術フォーラム「押出し加工技術の最前線」(Web開催)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	定員 50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名
2021年3月				
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@jscs.org https://www.jscs.org//	2.19
4	第2回世界エンジニアリングデー記念シンポジウム(Web開催)	日本工学会	TEL 03-6265-0672 http://www.jfes.or.jp/	
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116回シンポジウム「構造材料のための表面処理と腐食防食」(東京)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 https://www.jilm.or.jp/	定員 70名
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)(本号138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)(本号134頁)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	事前参加 2.26
19	第34回軽金属セミナー「アルミニウム合金の組織—応用編(加工・熱処理による組織変化)」(第7回)(東京)	軽金属学会	http://www.jilm.or.jp/	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	https://www.sintering2022.org	
2021年5月				
15～16	軽金属学会第140回春期大会(Web開催)	軽金属学会	https://www.jilm.or.jp/convention/index	事前 4.15 5.10
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 http://www.kidorui.org/	発表 1.22
20	ナノ学会第19回大会(名大)	ナノ学会	nano19@mtg-officepolaris.com https://mtg-officepolaris.com/nano19/	
26～28	第26回計算工学会講演会(北九州)	日本計算工学会	TEL 03-3868-8957 conf.office@jscs.org http://www.jscs.org/koenkai/26/	
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	http://www.jstp.or.jp	
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	http://ceramics.ynu.ac.jp/iccci2022/index.html 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	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
2021年11月				
3～6	The 16th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics (Vietnam)	日本実験力学会・小林(新潟大)	TEL 025-368-9310 office-jsem@clg.niigata-u.ac.jp http://isem16.imech.ac.vn/	
28～12.2	The 9th International Symposium on Surface Science (ISSS-9) (高松)	日本表面真空学会	iss9@jvssjp https://www.jvss.jp/iss9/	
2021年12月				
1～3	EcoDesign2021(奈良)	エコデザイン学会連合	ecodesign2021_secretariat@ecodenet.com http://ecodenet.com/ed2021/	

～日本金属学会誌, Mater. Trans. へ投稿しませんか?～

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

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

会誌の投稿・掲載費用は無料です。

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

皆様のご投稿をお待ちしております。

～2021年度の会費お払込について～

2021年度の会費お払込のお手続きはお済みでしょうか。会員の皆様には、既にお手続きのご案内をお送りいたしておりますが、お手続きが未だの方は、ご対応をお願いいたします。

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

[JIM ホームページ](#)

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

2019, 2020年度会報編集委員会 (五十音順, 敬称略)

委員長	大塚 誠						
副委員長	竹田 修						
委員	池尾直子	石本卓也	井田駿太郎	上田恭介	梅津理恵	大石 郁	
	大野直子	小幡亜希子	木口賢紀	北村一浩	小島淳平	小柳禎彦	
	近藤亮太	齊藤信雄	齊藤敬高	佐々木秀顕	佐藤紘一	佐藤豊人	
	杉浦夏子	芹澤 愛	高島克利	高山直樹	田中秀明	趙 研	
	佃 諭志	堤 祐介	圓谷貴夫	寺西 亮	寺本武司	土井康太郎	
	徳永透子	轟 直人	永井 崇	長岡 亨	中村篤智	野山義裕	
	長谷川 誠	春本高志	藤枝 俊	細川裕之	本間智之	三井好古	
	宮崎秀俊	宮澤知孝	宮部さやか	盛田元彰	森戸春彦	諸岡 聡	
	山中謙太	山本剛久	横山賢一	吉矢真人	吉年規治	李 海文	

まてりあ 第60巻 第2号 (2021) 発行日 2021年2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

日本金属学会会報「まてりあ」への投稿について

会報「まてりあ」をより多くの皆様にご活用していただけるよう投稿記事を歓迎いたします。
投稿規程、執筆要領および下記要領によりご投稿下さい。

～会報編集委員会～

(1) 種別(規定掲載頁)(規定字数内)

1. 入門講座(4頁)(9,340字)
金属のみならずセラミックス、高分子を含めた材料一般に関して境界領域の材料や物づくりの実際などの講義を通して広く会員に情報を提供する。
2. 講義ノート(6頁)(14,500字)
材料に関する基礎学問分野についてわかりやすく講義してもらう。
3. プロムナード(4頁)(9,340字)
金属・材料に関する話題にかぎらず、社会、経済、歴史などを含む多くの分野からの「比較的短くて分かりやすく」「会員が教養として知って置くべき事柄」「提言」「トピックス的な話題」など。
4. 解説(7頁)(17,100字)
新しい特定の問題を取り上げて、専門外の会員にも分かるように解説したもので、さらに勉強しようとする人のために参考となる文献も示しておく。
5. 最近の研究(8頁)(19,700字)
最近の重要な研究のうち、比較的せまい範囲のテーマを取り上げて、国内外の最近の研究成果を紹介する。各分野の現状、現在の問題点などを取り上げて、総括的に分かり易く記述したもので、その分野の研究を進める上で参考となる内容とする。
6. 技術資料(8頁)(19,700字)
直接実務に利用できるもので、実際に行う場合に必要な条件、装置の説明、あるいは技術的データの収集等により参考資料として役立つもの。
7. 集録(9頁)(22,300字)
文献を主眼として問題点を論じ、批判するもので今後の方針を示唆することをねらいとする。文献のみを集録し解説を行うものも含む。
8. 実学講座(4頁)(9,340字)
特許取得、ベンチャー企業の設立、研究開発マネジメント、教育法、学習法などについて記事にする。
9. 材料科学のバイオニアたち(5頁)(11,900字)
材料科学に携わった先人たちの偉業を紹介する。
10. 新進気鋭(4頁)(9,340字)
“はばたく”は大学院修士課程修了者以上を対象とし、ここでは30歳前後の若手研究者を対象として研究・仕事の紹介と将来展望について紹介してもらう。執筆は単独名とする。
11. 材料教育(4頁)(9,340字)
材料教育に関する話題。
12. トピックス(制限頁; 2頁)(4,150字)
最近の情報を手短かに紹介するもので、話題は限定しない。
13. 物性・技術データ最前線(4頁)(9,340字)
形式は問わず、情報量は少なくとも、多く読者が必要とするタイムリーな最新の物性、技術データを紹介する。
14. 材料ニュース(2頁)(4,150字)
新聞で発表された材料関連ニュースを新聞内容よりは詳しくできるだけ迅速に記事にする。
15. プロジェクト研究報告(有料)(原則35頁)
特定研究 A, B, 未来開拓、戦略基礎などの公的資金補助によるプロジェクト研究成果を有料掲載する。

16. 産官学交差点(1頁)(2,200字)
材料に関連した産官学の情報交流の場を設ける。
17. 材料発ベンチャー(2頁)(4,150字)
材料関連ベンチャー企業の経験者に経験談等を記事にしてもらう。
18. 新技術・新製品裏話(2頁)(4,150字)
金属学会新技術・新製品技術開発賞を獲得したグループに開発にあたっての苦労、裏話を紹介してもらう。
19. 談話室(1頁)(2,200字)
気軽な意見の発表、学会に対する質疑応答、情報交換等。
20. はばたく(1頁)(2,200字)
大学院生など新鋭の方々が、著者自身の研究への取り組み方などについて述べる。
21. 紹介(1頁)(2,200字)
組織変更・改革、産業界の動向その他。
22. 学会・研究会だより(1頁)(2,200字)
23. 研究室紹介(1～2頁)(2,200～4,700字)
24. 委員会だより
25. スポットライト

(2) 投稿の方法

- 種別の1～15については、執筆要領に定める方法で作成し、制限頁以内にまとめた原稿とその論文または記事のねらい(200字～300字)をフォーマット用紙に記述して会報編集委員会までご送信下さい。審議の上、受付の可否を決定します。
- 種別の16～25については、執筆要領に定める方法で作成し、制限頁以内にまとめた原稿をお送り下さい。但し、原稿の採否や掲載号は会報編集委員会にご一任下さい。

(3) 投稿の要件

- 和文であり論文又は記事として未投稿、未掲載でかつオリジナリティがあること、規定頁を超えないこと、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等、ホームページに掲載している会報投稿規程を参照して下さい。

(4) 著作権の帰属

- 会報に投稿された論文および記事の著作権財産権は、この法人の著作権規程により、この法人に帰属します。

(5) その他留意事項

- 原稿は、専門外の読者にも分かるようにご執筆下さい。
- 原稿は、会報編集委員会にて審査いたします。その結果、場合によっては掲載をお断りする場合があります。また、掲載号等についても、本編集委員会が決定いたします。
- 図表の引用に関しては、著作権者への転載許可手続きを著者ご自身で行ってください。
- 詳細は会報投稿規程をご覧ください。

(6) 会報投稿規程と執筆要領

- ホームページ：[「まてりあ」](#) → まてりあへの投稿 をご覧ください。

(7) 原稿送付・問合せ先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32
公益社団法人日本金属学会 会報編集委員会
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312 E-mail: materia@jim.or.jp

高温真空 3000℃への挑戦

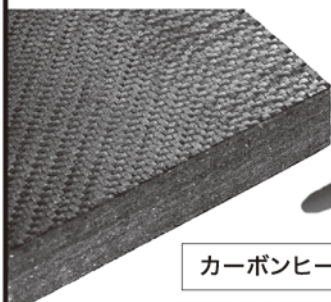
URL: <http://www.mechanical-carbon.co.jp/>

- 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



6面シート
貼り



カーボンフェルト

高断熱+省エネ

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



メカニカルカーボン工業株式会社

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

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

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

日本金属学会発行誌 広告のご案内

まてりあ(会報)

前付) 1色1P ￥100,000 1/2P ￥60,000

後付) 1色1P ￥95,000 1/2P ￥55,000

※表紙回り、カラー料金等お問い合わせ下さい。

春・秋期講演大会プログラム

後付) 1色1P ￥70,000 1/2P ￥40,000

広告ご掲載についてのお問い合わせ・お申込み

株式会社 明 報 社

〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4 友野本社ビル

TEL(03)3546-1337 FAX(03)3546-6306

E-mail info@meihosha.co.jp HP www.meihosha.co.jp



技術で世界を輝かせる。

世界が求めるニーズはより多様化し、複雑に進化し続けています。

私たちはその一つひとつの声を叶えるために、技術を磨いてきました。

そのなかで培われた、世界をリードする素材・機械ビジネス。

私たちは、いち早くニーズに応えるというだけでなく、

技術で驚きや感動を与えることを大切にしています。

私たちがつくる、より強くしなやかな素材から、新たな価値が生まれる。

私たちがつくる、より低燃費の機械が働くことで、

ある国の礎が築かれる。

私たちは技術で社会や人を繋げ、より輝く世界へと、

導いていくために、挑み続けていきます。

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

KOBELCO