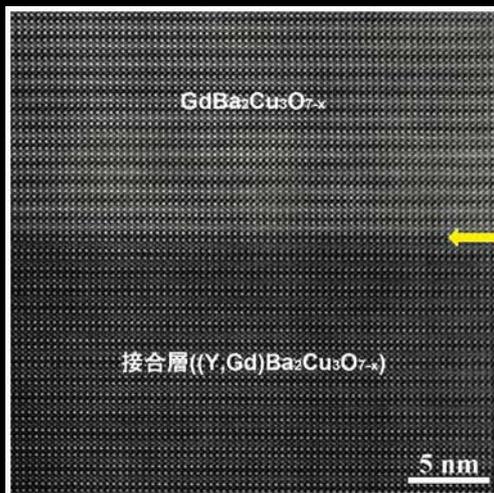


Materia Japan

まてりあ Vol.60

MTERE2 60 (4) 203 ~ 248 (2021)

No.4
2021



・ 金属なんでもランキング! ~超伝導転移温度~

・ Mn 基ホイスラー合金の磁気特性と電子状態
— 猿橋賞受賞によせて —

・ REBa₂Cu₃O_{7-x} 高温超電導接合の微細組織

・ 講義ノート 金属製錬反応の速度論III
— 無次元数とプロセス解析例 —

実学
講座

金属材料実験の手引き 1. 組織観察
1-2 走査型電子顕微鏡を用いた組織観察

講
座

よくわかる!ピンポイント講座
フェルミ面とは?

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

Genus_3D™

HDR機能
搭載！

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

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

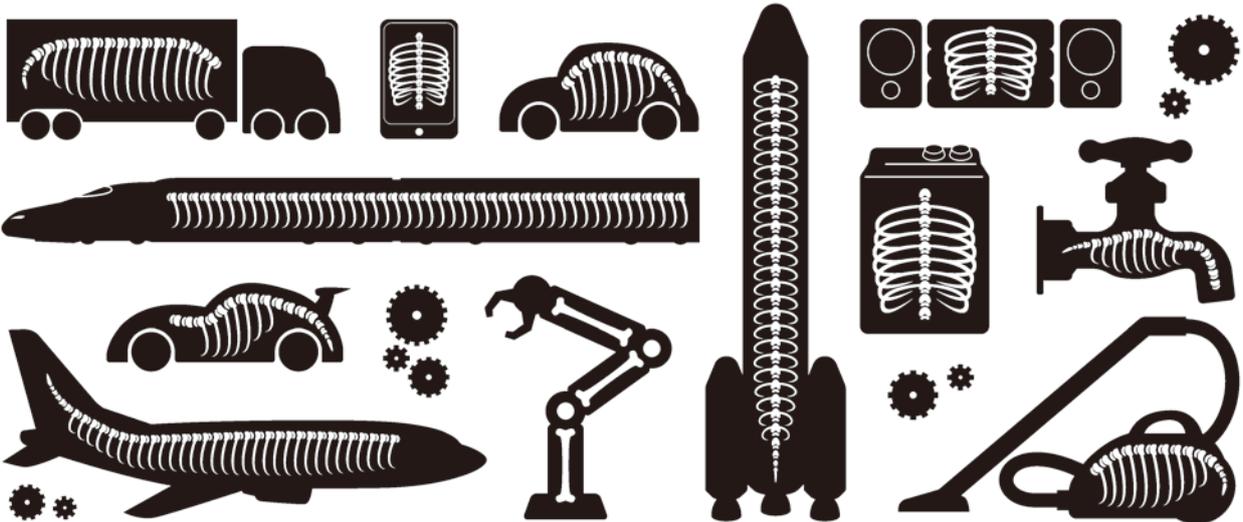
TEL: 06-6389-6220 FAX: 06-6389-6221

http://www.shinkouseiki.co.jp

営業窓口: 池内 ikeuchi@shinkouseiki.co.jp

外からは見えませんが、骨のある会社です。

DAIDO STEEL GROUP
Beyond the Special



多彩なフィールドで、フロンティアを目指しています。

大同特殊鋼の素材は、暮らしや産業を支える多彩な製品や部品に使われています。

私たちはこれからも、素材の力で新たな価値創造に貢献していきます。

大同特殊鋼

ドイツフリッチュ社製 遊星型ボールミルシリーズ

FRITSCH

Premium Line PL-7

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

nano領域迄



Premium Line PL-5

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



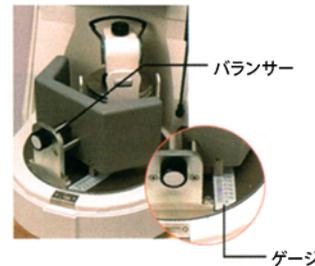
Classic Line P-5/4

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



Classic Line P-6

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



Classic Line P-7

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



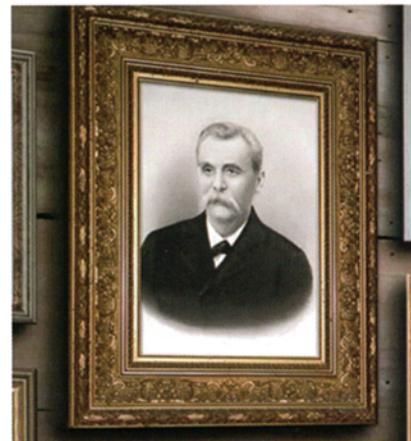
専用アクセサリー (容器・ボール)

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



容器とボール

雰囲気制御容器



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

以下検索が出来ます。

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

国内論文 : <https://ci.nii.ac.jp>

機種ごとの検索

例示 : **Pulverisette-5**

研究項目ごとの検索

例示 : **Mechanical alloying and Pulverisette**

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

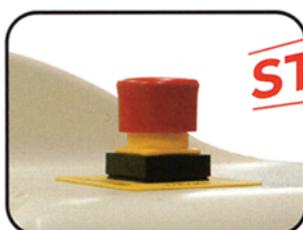
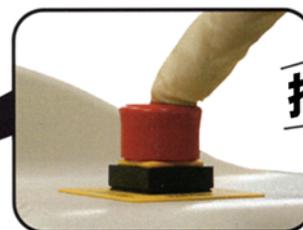
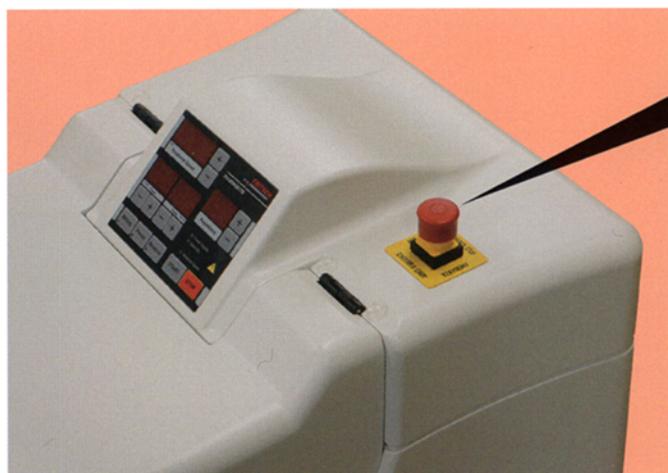
5-Methoxypsoralen (Bergapten) in photochemotherapy of psoriasis
 ... W BRENNER, P FRITSCH... - British Journal of ... 1979 - Wiley Online Library
 Methoxypsoralen (5-MOP, Bergapten) was evaluated as a potential photosensitizing drug in oral photochemotherapy of psoriasis. Treatment results indicate that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

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

Molecular cloning and characterization of the human β-like globin gene cluster
 EF Fritsch, RM Lawn, T Maniatis - Cell, 1980 - cell.com
 The genes encoding human embryonic(E), fetal (O₂,γ) and adult (δ, β) b-like globin polypeptides were isolated as a set of overlapping cloned DNA fragments from bacteriophage X libraries of high molecular weight (15-20 kb) chromosomal DNA. The 65 kb ...
 ☆ 99 引用元 519 関連記事 全6バージョン

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

Fritsch製品はその性能だけでなく、安全面にも配慮してございます。



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

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

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

金属なんでもランキング! No. 13 超伝導転移温度203

最近の研究 Mn 基ホイスラー合金の磁気特性と電子状態 — 猿橋賞受賞によせて—
梅津理恵 斉藤耕太郎 小野寛太 佐藤和則 福島鉄也 黒田文彬 小口多美夫205

ハーフメタル型電子状態を有するホイスラー合金. 規則度や原子配列の違いが磁気特性や電子状態に及ぼす影響について解説.

REBa₂Cu₃O_{7-x} 高温超電導接合の微細組織
加藤丈晴 吉田竜視 横江大作 大木康太郎 永石竜起 柳澤吉紀 平山 司
幾原雄一 前田秀明212

酸化物高温超電導線材を超電導接合した微細組織を解明. 超電導接合を達成するまでの接合層の微細構造変化を紹介.

講義ノート 金属製錬反応の速度論 III —無次元数とプロセス解析例— 北村信也218

前半は無次元数を用いた解析方法を解説. 後半は未反応核モデル, J 因子を用いた固体の溶解モデル, 2 槽モデルを紹介.

実学講座 金属材料実験の手引き
1. 組織観察 1-2 汎用走査型電子顕微鏡を用いた組織観察 徳永智春225

よくわかるポイント講座 フェルミ面とは? 館林 潤234

科学館めぐり 福岡市科学館(福岡市) 李 海文237

本会記事 会告239 会誌・欧文誌 4 号目次245
掲示板243 行事カレンダー246
新入会員244 訂正247
次号予告244

会誌・欧文誌・まてりあの投稿規定・投稿の手引・執筆要領, 入会申込書, 刊行案内はホームページを参照下さい.
<http://jim.or.jp/>

【今月の表紙写真】 酸化物高温超電導線材の GdBa₂Cu₃O_{7-x} 超電導層/超電導接合層 ((Y,Gd)Ba₂Cu₃O_{7-x}) 界面 (矢印) の HAADF 像.
(加藤丈晴 吉田竜視 横江大作 大木康太郎 永石竜起 柳澤吉紀 平山 司 幾原雄一 前田秀明 著 216頁 図9(b)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つては, その必要はありません.(社外頒布目的の複写については, 許諾が必要です.)
権利委託先 一般社団法人学術著作権協会
〒107-0052 東京都港区赤坂 9-6-41 乃木坂ビル 3F FAX 03-3475-5619 E-mail : info@jaacc.jp <http://www.jaacc.jp/>
複写以外の許諾 (著作物の引用, 転載, 翻訳等) に関しては, 直接本会へご連絡下さい.

科研費関連機器・製品申請ガイド

〈構造材料実験機器・製品〉

自動低負荷試料作製システム ISPP-1000

機能充実のスタンダードモデル

削り過ぎる、ダレてしまう、面が揃わない、直角・平行が出せない、斜め研磨ができない、仕上がりに差が出る・・・
IS-POLISHERは低負荷・低荷重で試料作製の課題を解決します。

ISPP-1000の特長

- ◆低負荷で研磨できる
独自の「荷重調整機構」
- ◆削り過ぎを防止できる機能
- ◆研磨条件を数値化し
自動化できる「再現性の
高い試料作製」
- ◆包埋しないで研磨できる
豊富な「試料ホルダ」



価格(税込) :
3,278,000円～

株式会社 池上精機

〒223-0057 横浜市港北区新羽町543-1-2F
TEL 045-717-5136 URL: <https://is-polisher.com/>
e-mail: sales3@ikegamiseiki.co.jp

〈構造材料実験機器・製品〉

自動低負荷試料作製システム ISPP-3000

より自動化と操作性を追求した大型モデル

低負荷で研磨することで、アルミ、銅、ハンダなどの軟らかい金属試料の加工も歪みなく行うことができます。



ターンテーブルφ230

参考価格(税込) :
5,200,800円～

ISPP-1000の機能はそのままに、
さらに新機能を充実させたISPP-3000

- ◆タッチパネル操作でさらに操作しやすく、作業効率が格段に向上しました。
- ◆未経験の方への技術指導がとて簡単になりました。
- ◆メモリー機能の充実で、他の人が作った設定条件でも同じ結果を得られます。
- ◆大型化により1インチまでの大きな試料の加工ができるようになりました。

株式会社 池上精機

〒223-0057 横浜市港北区新羽町543-1-2F
TEL 045-717-5136 URL: <https://is-polisher.com/>
e-mail: sales3@ikegamiseiki.co.jp

公益社団法人 日本金属学会 The Japan Institute of Metals and Materials

2021年
秋期

第169回講演大会

会期：2021年9月2日（木）～4（土）

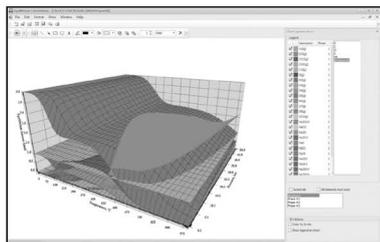
付設展示会、
大会プログラム広告等を募集予定。

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

〈ソフトウェア・書籍・サービス〉

化学反応／平衡計算ソフトウェア HSC Chemistry for Windows, Ver. 10

約28,000種についてのエンタルピー、エントロピー、熱容量のデータベースを基に化学反応の計算やGIBBSルーチンによる化学平衡を計算します。反応、熱平衡、分子量計算などの一般的なモジュールの他、電気化学セル平衡と相安定性、腐食の研究に使われるEh-pH（プールベ）状態図の作成などユニークなモジュールを持ち合わせています。計算結果のテーブルと状態図はクリップボードにコピーできます。SIM Flowsheetモジュールもあり、複数のユニットプロセスからなるプロセス全体のシミュレーションとモデリングができます。Ver.9.4から3元状態図作成のツールが付いています。



年間使用料(税別)
¥290,000(一般)
¥100,000(教育)

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

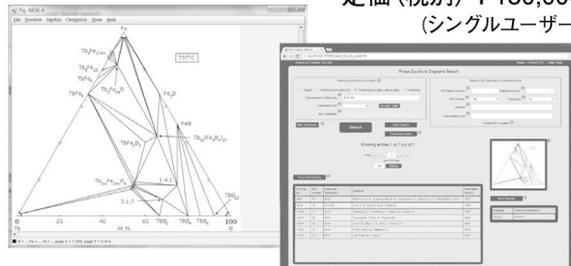
株式会社 デジタルデータマネジメント

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

〈ソフトウェア・書籍・サービス〉

約30,000件のセラミックス状態図データベース ACerS-NIST Phase Equilibria Diagrams, Version 4.4

定価(税別) ¥180,000
(シングルユーザー)



- データソース: Phase Equilibrium Diagrams for Ceramics, Vol. 1 - (対応書籍) XIV, Annual 91-93, High-Tc Superconductors I - II, Zirconium and Zirconia System, Electric Ceramics I
- 検索項目: 元素、成分系、コメントテキスト、PED Volume、Figure Number、刊行年、Authors
- 検索条件: Inclusive、Exact、Not (partially)
- データ出力: PDF、PNG (Portable Network Graphics)
- システム構成: Windows 8/10、Java 7 Runtime Environment、PDF Reader (Javaはサムネイル画像の拡大に必要) (American Ceramic Society)

株式会社 デジタルデータマネジメント

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

〈材料化学関係機器・製品〉

オスミウムコーティングシステム Tennant 20

価格: お問い合わせ下さい

機能性、操作性、デザイン、進化した オスミウムコータ登場!

2021年、より使いやすく、より安全にご使用いただきたいという信念に基づき、従前からの特長や性能は踏襲しつつ、より進化した新型オスミウムコーティングシステム「Tennant 20」として一新いたしました。

- タッチスクリーン制御
各パラメータがスクリーン表示
- コーティング条件のデジタル制御により安定補電を実現
- 電源OFF時の真空保持機能
- オートモード搭載
(設定操作は膜厚のみ)



メイワフォーシス株式会社

〒160-0022 東京都新宿区新宿1-14-2 KI御苑前ビル
TEL 03-5379-0051 FAX 03-5379-0811
<http://www.meiwafosis.com/> E-mail: infot@meiwanet.co.jp

〈材料化学関係機器・製品〉

VacCoat 高性能スパッタコーター DSR1

価格: お問い合わせ下さい

テーラーメイドで高品質な 真空蒸着システム

- 分かりやすいタッチパネル式ディスプレイ
- 膜厚計を標準装備
- サンプル回転ステージ標準搭載
- 高精度膜厚モニタリングシステム
- 過去300回の成膜条件の記録
- オートモードによる簡単操作
- 卓上型PLDなど目的に応じた各種ラインナップ



メイワフォーシス株式会社

〒160-0022 東京都新宿区新宿1-14-2 KI御苑前ビル
TEL 03-5379-0051 FAX 03-5379-0811
<http://www.meiwafosis.com/> E-mail: infot@meiwanet.co.jp

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	燐	P>14.5%	粒状
アルミニウム	>99.7%	〃	アルミニウム	〃	約100g塊	シリコン	Si 15%	約1kgインゴット
アルミニウム粒	99.99%	粒状1kg入	銀	99.999%	粒状	マンガン	Mn 25%	〃
アルミニウム粉	99.7%	粉末	ビスマス	99.9999%	粒状100g入	マグネシウム	Mg 50%	約800gインゴット
銀	99.99%	粉状	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)	99.93%	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	アルミマグネシウム	Mg 20%	約2kgインゴット
電気銅	99.99%	約25X50X10mm	錫	〃	約100g塊	アルミマンガン	Mn 10%	約5kgインゴット
電解鉄(アトミロンMP)	99.9%	小片状	アンチモン	99.9999%	粒状100g入	アルミニウム	Ni 20%	〃
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	Cr 5%	〃
電解鉄(アトミロンFP)	〃	〃	テール	99.9999%	粒状100g入	アルミクロム	Ti 5%	約4~5kgインゴット
電解鉄(アトミロンXL)	〃	〃	テール	〃	約100g塊	アルミチタン	〃	〃
電解鉄粉	99%	粉末1kg入	垂鉛	99.999%	約100g塊	アルミシリコン	Si 25%	〃
ハフニウム	99.6%	スポンジ小塊	垂鉛	〃	約100g塊	アルミコバルト	Co 5%	〃
インジウム	99.99%	塊状	垂鉛	99.9999%	粒状100g入	アルモリブデン	Mo 5%	〃
マグネシウム200	99.9%	約200g塊	垂鉛	〃	約100g塊	アルミタングステン	W 2.5%	〃
マグネシウム100	99.9%	約100g塊	チタン	99.9%	5φX150mm	アルミベリリウム	Be 2.5%	約50gインゴット
電解マンガン	99.9%	薄片状	高純度シリコンスクラップ	99.999%	塊状	アルミ鉄	Fe 50%	塊状
モリブデン粉	99.9%	粉末	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
ニオブグラニュー	99.9%	3~10mm小塊	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
ニオブ粉	〃	粉末	ランタン	〃	〃	アルミバナジウム	V 50%	3~10mm小塊状
電気ニッケル	99.99%	25X25X10mm	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
ニッケルペレット	99.97%	6~12mm球状	ネオジウム	〃	〃	アルミカルシウム	Ca 10%	約2.5kgインゴット
レニウム粉	99.99%	粉末	サマリウム	〃	〃	ニッケルボロン	B 15%	1~30mm小塊状
ルテニウム粉	99.9%	〃	イッテルビウム	〃	〃	ニッケルニオブ	Nb 60%	塊状
アンチモン	99.9%	塊状	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(中国産)	99%	〃	ジスプロシウム	〃	〃	ニッケルマグネシウム	Mg 50%	塊状
金属シリコン(ブラジル産)	〃	〃	ホルミウム	〃	〃	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	エルビウム	〃	〃	燐	P 5%	インゴット
錫粒	〃	粒状	ガドリニウム	〃	〃	Uアロイ(低融点合金)		
タンタル塊	99.9%	3~10mm小塊	ツリウム	〃	〃	Uアロイ 47	融点47±2°C	約500gインゴット
タンタル粉	〃	粉状	セリウム	〃	〃	Uアロイ 60	60±2°C	〃
テルル	99.99%	小球状	ルテリウム	〃	〃	Uアロイ 70	70±2°C	〃
スポンジチタン	99.7%	スポンジ塊	ユーロピウム	〃	〃	Uアロイ 78.8	78.8±2°C	〃
チタン板	99.9%	250X250X1mm	ミッシュメタル	TRE>97%	5.4φX6mm 200g入	Uアロイ 91.5	91.5±2°C	〃
バナジウム	99.7%	3~10mm小塊	フェロアロイ			Uアロイ 95	95±2°C	〃
バナジウム粉	〃	粉末	フェロモリブデン	Mo 60%	3~10mm小塊状	Uアロイ 100	100±2°C	〃
タングステン	99.9%	〃	フェロニオブ	Nb 60%	10~30mm	Uアロイ 124	124±2°C	〃
タングステンスクラップ	99%	板状	フェロバナジウム	V 80%	3~15mm	Uアロイ 150A	150±2°C	〃
亜鉛インゴット	99.99%	約2kgインゴット	フェロボロン	B 20%	1~30mm			
亜鉛粒	〃	粒状	カルシウムシリコン	Ca30%Si60%	小塊状			
ジルコニウム	>99.5%	スポンジ塊	フェロホスホル(リン鉄)	P20~28%	塊状			

お問い合わせは、必ず下記事項をご記入の上、FAXしてください。

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

FAX (03)
3294-9336

株式会社 **平野清左衛門商店**

〒101-0047 東京都千代田区内神田1丁目5番2号 TEL(03)3292-0811

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

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

**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

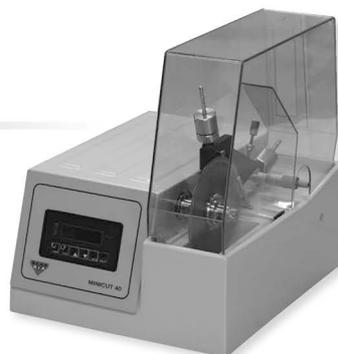
ヨーロッパ伝統の重錘を使った昔ながらのシンプルにして堅牢な研磨機。必要最低限の機能のみを搭載。それが経済的な価格を生み出しました。



- 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

フリツシュ・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

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 trio も合わせてご提供いたします。



フリツシ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

フリツシ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

金属なんでもランキング!

No.13 超伝導転移温度

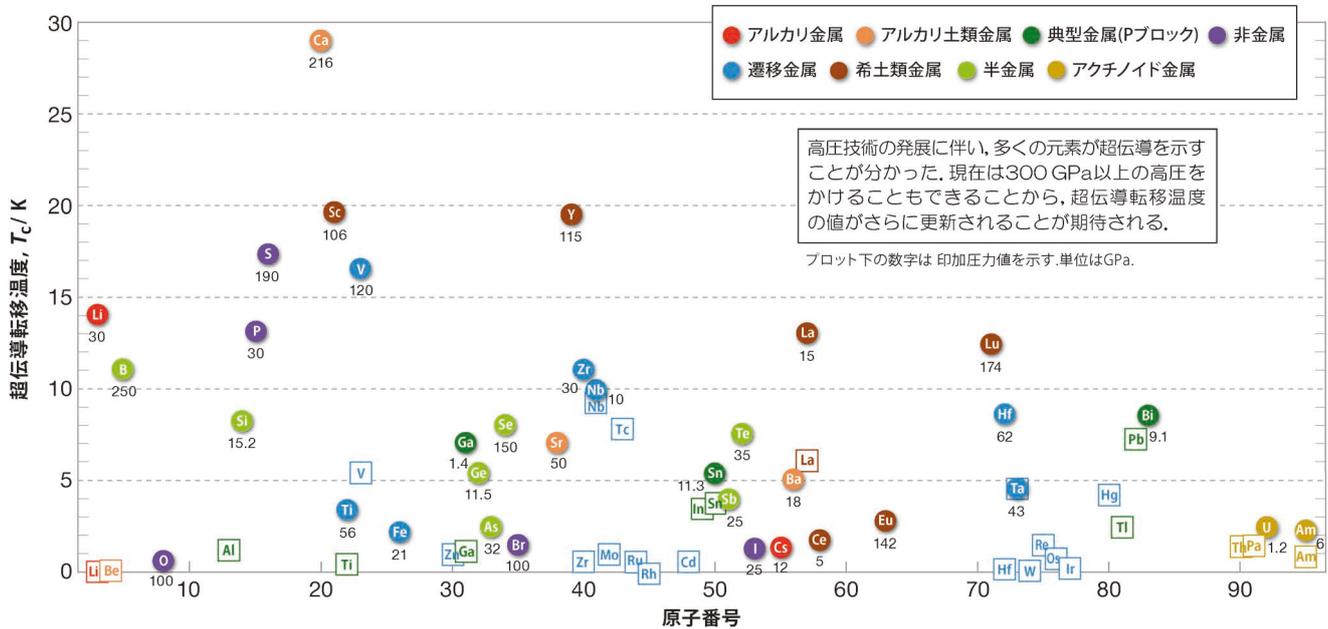


図1 各元素の超伝導転移温度(●:高圧下,□:大気圧下).

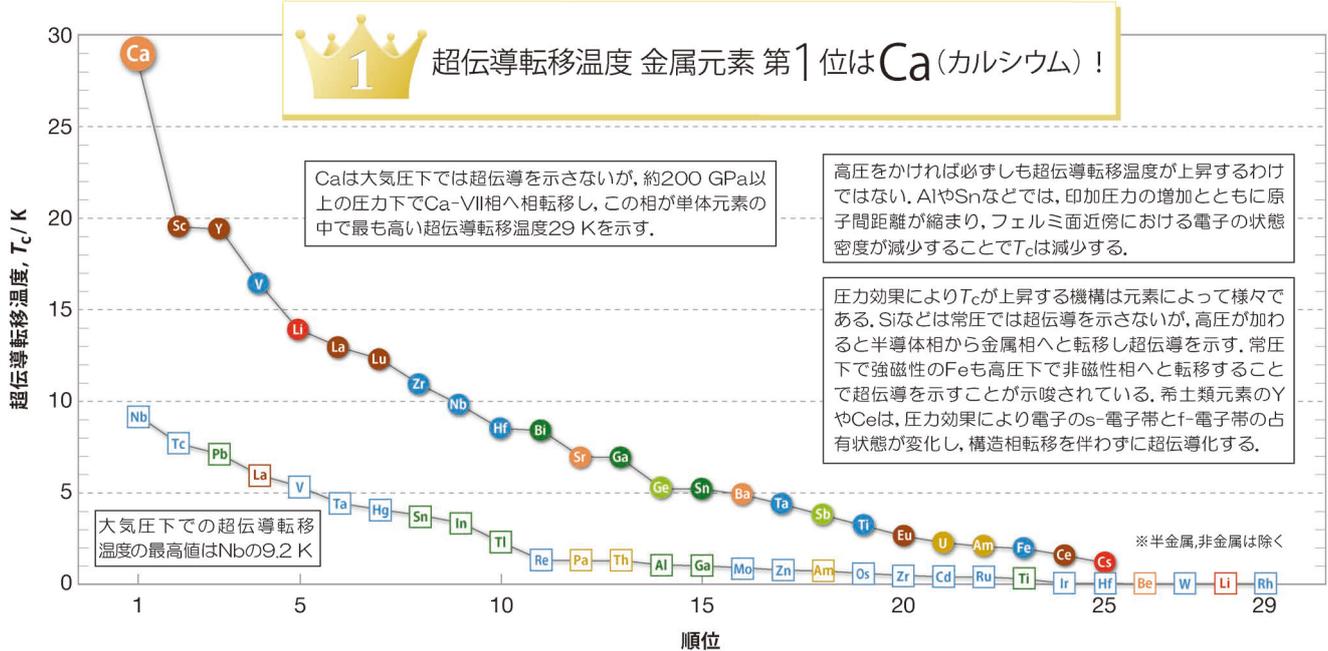


図2 超伝導転移温度ランキング(29位まで)(●:高圧下,□:大気圧下).

参考文献:

- (1) J. J. Hamlin: Physica C, **514**(2015), 59-76.
- (2) M. Sakata, Y. Nakamoto, K. Shimizu, T. Matsuoka and Y. Ohishi: Phys. Rev. B, **83**(2011), 220512(R).
- (3) 神田英蔵: 圧力技術, **10**(1972), 31-37.

次号! 金属素描 No. 16 モリブデン



〈刊行物のご案内〉



●日本金属学会誌（月刊） <https://www.jim.or.jp/journal/j/>

オンラインジャーナルは、全論文フリーダウンロード可能。投稿・掲載費用無料。各種データベース搭載（Web of Science, CrossRef..）。レビュー・オーバービューの定期的な掲載。速報論文等早期公開のカテゴリも充実（受付から掲載まで最短 45 日で公開）。



●共同刊行欧文誌：Materials Transactions（月刊） <https://www.jim.or.jp/journal/e/>

材料系 14 学協会での共同刊行を実施。公開から 6 ヶ月経過した論文は、フリーダウンロード可能（J-STAGE）。さらに、2018 年 2 月より、公開後すぐにフリーダウンロード可能となるサービスを開始。各種データベース掲載（Web of Science, CrossRef...）。Review・Overview の定期的な掲載。Express Rapid Publication 等早期公開のカテゴリも充実（受付から掲載まで最短 39 日で公開）。



●日本金属学会会報「まてりあ」（月刊） <https://www.jim.or.jp/journal/m/>

会員の情報交換や啓発・教育を目的とした会報誌「まてりあ」。啓発を促す「最近の研究」・「講義ノート」、若手の活躍を紹介する「新進気鋭」「はばたく」「スポットライト」記事、大学・企業の現場を紹介する「研究室紹介」などバラエティに富んだ内容を毎月お届けしております。その他、「金属素描」「金属なんでもランキング!」など『金属』に視点を当てた記事も掲載しております。オンラインジャーナルでの閲覧も出来ます。是非、ご活用下さい。

〈学術図書類出版案内〉

- 金属化学入門シリーズ
- 講座・現代の金属学 材料編
- 講座・現代の金属学 製錬編
- 金属工学シリーズ
- セミナーテキスト
- シンポジウム予稿集
- 単行本

◇日本金属学会春秋講演大会 開催予定◇

★2021年 9 月 2 日（木）～ 4 日（土） 名城大学予定

〈多彩な学会活動〉

- 講演大会（年 2 回）・調査研究活動
- セミナー/シンポジウム・研究会・若手研究グループ活動
- 支部活動（全国 7 支部）
- 表彰事業（論文賞/金属組織写真賞etc・・・）
- World Materials Day Award 事業
- 男女共同参画活動 等



熱気溢れるポスター発表

～ ご入会をお待ちしております。 <https://jim.or.jp/> ～

Mn 基ホイスラー合金の磁気特性と電子状態

—猿橋賞受賞によせて—

梅津理恵*

斉藤耕太郎¹⁾**

小野寛太²⁾**

佐藤和則***

福島鉄也****

黒田文彬*****

小口多美夫*****

1. はじめに

一般的に、ホイスラー合金といえば、 X_2YZ の分子式を持つ金属間化合物で、 X や Y を遷移金属や希土類系元素が占め、 Z は第13~15族元素などから構成される物質群の総称である。ざっと考えただけでも組み合わせは数千種にもものぼり、実に多様であることは容易に察しが付くであろう。これらのホイスラー合金が全て平衡状態において安定に相が存在するとは限らないが、多くの物質が多様な物性を示すことはよく知られており、以前より、機能性材料として研究が進められている。筆者も、これまでに $X=Co$ とした Co 基ホイスラー合金の相安定性や磁気特性、および電子状態について、 Ni 基ホイスラー合金では磁場印加によって構造相変態が誘起されるメタ磁性形状記憶効果に関して、「最近の研究」に記事を紹介した⁽¹⁾⁽²⁾。 Co 基ホイスラー合金は、「ハーフメタル」という特異な電子状態を有することでスピントロニクス分野で注目されているが⁽³⁾⁻⁽⁶⁾、 Mn 基ホイスラー合金に関しても同様な電子状態を有することが理論の立場より提案されており⁽⁷⁾⁻⁽¹³⁾、研究対象とする合金系が Co 基から Mn

基合金へ移りつつある。さらに最近では、 $XX'YZ$ とする四元系(擬三元系)ホイスラー合金が、スピンギャップレス半導体型電子状態や⁽¹⁴⁾⁻⁽¹⁶⁾、ハーフメタル型電子状態を有する完全補償型フェリ磁性体である⁽¹⁷⁾⁻⁽¹⁹⁾などのトピックスで注目されている。

本稿では、ハーフメタル型電子状態を有するフェリ磁性体である Mn_2VAI ホイスラー合金の磁気特性と電子状態について、また、擬三元系ホイスラー合金と捉えられる $CoV-MnAl$ 合金の最近の研究結果について紹介する。そして、最後に、2019年5月に受賞した「第39回猿橋賞」についても触れる。

2. Mn_2VAI ホイスラー合金の磁気特性と電子状態

(1) Mn_2VAI ホイスラー合金の規則度制御

図1に X_2YZ ホイスラー合金の結晶構造を示す⁽¹⁾。低温では、ホイスラー型規則構造と呼ばれる $L2_1$ 型結晶構造を示し、温度上昇に伴い $B2$ ($CsCl$) 型構造、 $A2$ (bcc) 型構造へと逐次変態する。 $B2$ 型構造では、 Y と Z 元素が不規則化し、 $A2$ 型構造ではすべての構成元素がランダムに配置すること

* 東北大学金属材料研究所; 教授 (〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1)

** 高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所; 1) 研究員, 2) 准教授

*** 大阪大学大学院工学研究科; 准教授

**** 東京大学物性研究所; 特任准教授

***** 大阪大学大学院基礎工学研究科; 大学院生 (現: 産業技術総合研究所機能材料コンピュータシミュレーションデザイン研究センター; 特別研究員)

***** 大阪大学産業科学研究所; 教授

Magnetic Properties and Electronic State of Mn-based Heusler Alloys; Rie Y. Umetsu*, Kotaro Saito**, Kanta Ono**, Kazunori Sato***, Tetsuya Fukushima****, Fumiaki Kuroda***** and Tamio Oguchi***** (*Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai. **Institute of Materials Structure Science, High Energy Accelerator Research Organization, KEK, Tsukuba. ***Graduate School of Engineering, Osaka University, Suita. ****The Institute for Solid State Physics, The University of Tokyo, Kashiwa. *****Graduate School of Engineering Science, Osaka University, Toyonaka. (Present: Research Center for Computational Design of Advanced Functional Materials, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Tsukuba.) *****The Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University, Ibaraki.)

Keywords: *Mn-based Heusler alloy, density of states, half-metal, degree of order, neutron diffraction, atomic configuration*

2021年2月2日受理[doi:10.2320/materia.60.205]

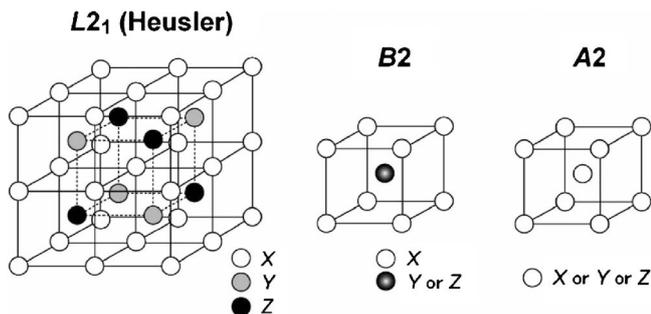


図1 Mn_2VA1 の $L2_1$ 型規則構造と $B2$ (CsCl型), および $A2$ (bcc)構造⁽¹⁾.

になる. これらの構造相変態温度を調べることは, 結晶の規則度を制御したり, 相の安定性を議論するのに非常に重要である. Co基ホイスラー合金の薄膜を製膜後に同じ温度で熱処理を施すにしても, 規則-不規則相変態温度(T_t)の高い物質($L2_1$ 相の安定性が高い)ほど, 規則度の高い膜が得られることが確認されている⁽²⁰⁾. Mn_2VA1 ホイスラー合金の T_t を調べるために $Mn_{50}V_{50-x}Al_x$ 合金のバルク多結晶試料を作製し, 熱分析測定を行った.

1473 Kにて均一化熱処理を施し, 急冷して得た試料($0 \leq x \leq 35$)のDSC曲線を図2(左)に示す. $x=0$ ($Mn_{50}V_{50}$)のDSCの昇温過程において1100 K近傍に吸熱ピークが観測されるが, 既存の二元系状態図等と比較することで, ○印で示したそのピークは $B2$ 相から $A2$ 相への T_t であることが分かる. したがって, $x=25$ 前後の組成において○印の吸熱ピークの低温で観測される●印の反応は $L2_1$ 相から $B2$ 相への T_t であると見なされる. この結果を基に相図を描くと図2(右)のようになる. これより, 規則度の制御を行うための時効熱処理温度が決定される.

図3に各温度にて熱処理を施した Mn_2VA1 ($Mn_{50}V_{25}Al_{25}$)合金の粉末X線回折(XRD)パターンを示す. 1173 K, 1093 K, および673 Kは Mn_2VA1 にとってそれぞれ $A2$, $B2$, $L2_1$ 型規則構造を示す温度であることが, 図2(右)の相図より判断される. 1173 K熱処理試料のXRDパターンでは非常に弱い200超格子反射が観測され, 冷却中にわずかに $B2$ 相に規則化したものと考えられる. 1093 K熱処理試料では強い200反射が観測されることから, ほぼ完全な $B2$ 相が得られたと言え, 673 Kより徐冷した試料では200と111の超格子反射の両方が観測されることから $L2_1$ 相に規則化したと考えられる. しかしながら, これらの超格子反射強度は図中の一番下の計算による回折パターンと比べて強度が弱く, $L2_1$ 相の規則度は低いと思われる. 1473 Kにて溶体化熱処理を施して急冷して得た試料は逆位相境界が導入されて規則度が進みにくいと考えられる. よって, 比較的高い温度にて熱処理を施してドメインを大きく成長させてから673 Kにて熱処理を施した(2段階時効)試料のXRDパターンでは, 計算による回折パターンとはほぼ同等な111反射強度が見られ, 規則度の高い $L2_1$ 相が得られたことが分かる. このように, 熱分析の結果を基に熱処理条件を変えることで規則度を制御

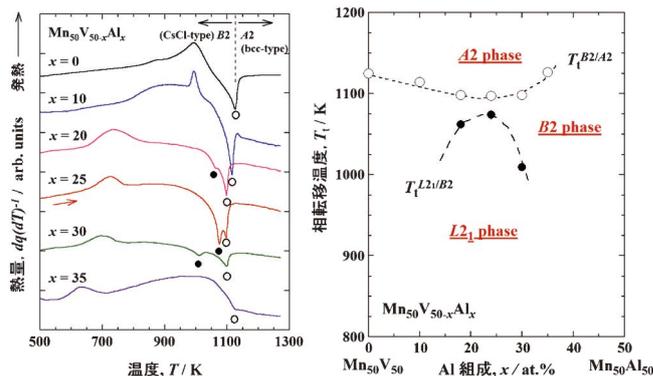


図2 $Mn_{50}V_{50-x}Al_x$ ($0 \leq x \leq 35$)合金の昇温過程におけるDSC曲線(左)と相図(右). (オンラインカラー)

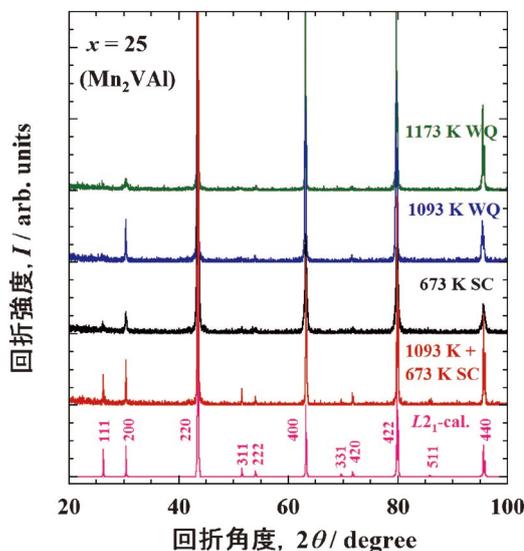


図3 Mn_2VA1 合金のX線回折パターン(SC:徐冷, WQ:急冷). 一番下は格子定数 $a=0.5833$ nmとし, 完全に規則化した $L2_1$ 型構造を仮定した場合の計算強度. (オンラインカラー)

し, 概ね $A2$, $B2$, $L2_1$ 相と3種の相が得られた.

(2) Mn_2VA1 ホイスラー合金の磁性に及ぼす規則度の影響

図4(左)は各温度(1173, 1093, および673 K)にて最終熱処理を施した試料の5 Kにおける磁化曲線である. 2段階時効を施して得た $L2_1$ 相の試料は磁場印加に伴いすぐに飽和するような磁化曲線を示す. Arrott Plotより自発磁化を求めたところ, 磁気モーメントの総和は $1.94 \mu_B/f.u.$ であり, 理論計算値の $1.98 \mu_B/f.u.$ とほぼ等しい⁽⁷⁾. 一方, $B2$ 相の磁化曲線はすぐに飽和するものの磁気モーメントの値が $1.76 \mu_B/f.u.$ と $L2_1$ 相の値より小さく, 規則度の低下が影響しているものと考えられる. 673 Kで熱処理を施し, 規則度の低い $L2_1$ 相の磁化曲線は磁場印加に伴い緩やかに飽和している. これは組織が細かく, 強磁性を示す逆位相領域の磁区が逆位相境界によってピン止めされていることによると考えられる. 規則度によって磁気的性質が大きく異なるような

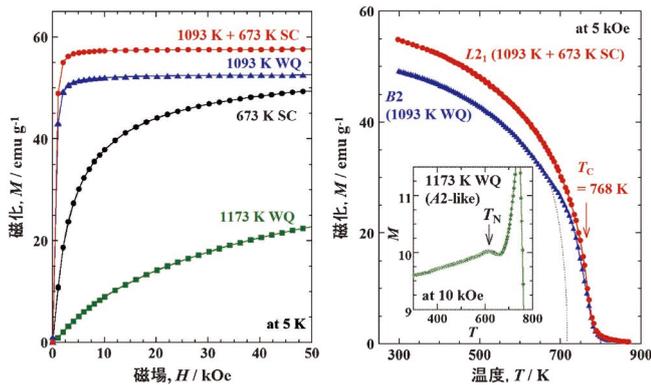


図4 Mn_2VAl 合金の5 Kにおける磁化曲線(左)と熱磁化曲線(右). 内挿図は1173 Kから急冷した試料の熱磁化曲線(SC: 徐冷, WQ: 急冷). (オンラインカラー)

$\text{Ni}_2\text{Mn}(\text{Al}, \text{Ga})$ においても, 逆位相境界によって囲まれる領域のサイズと磁化曲線の挙動が系統的に調べられている⁽²¹⁾⁽²²⁾. A2相の磁化曲線は50 kOeの磁場においても飽和せず, 磁化の値も小さく, 反強磁性的様相を示していることが分かる.

各試料における熱磁化曲線を図4(右)に示す. L_{21} 相の熱磁化曲線は温度上昇に伴い減少し, キュリー温度(T_C)は768 Kであることが分かった. B2相の熱磁化曲線は650 K近傍でステップを示した後, L_{21} 相の熱磁化曲線と重なり, 同じキュリー温度を示した. これは, 温度上昇中にB2相から L_{21} 相に規則化したものと考えられ, 図中の点線の外挿より, B2相の T_C は L_{21} 相より数十 K低いと推定される. 内挿図にA2相の試料の熱磁化曲線を示す. 磁化の値は温度上昇に伴い増加し, 617 Kにピークが観測されることから, A2相はこの温度にネール温度(T_N)を有する反強磁性であることが分かる. 700 K近傍で急に磁化が増大しているのは, 規則化して強磁性になったからであると思われる.

熱磁化曲線において617 Kに観測されるピークがネール温度であるかを調べるために, 粉末中性子回折測定を行った結果を図5に示す. 測定は, オーストラリアの中性子研究所(ANSTO: Australian Nuclear Science & Technology Organisation)に設置されているWOMBAT(High-Intensity Neutron Powder Diffractometer)にて295 Kから525 Kの温度領域にて行われた. 測定時の中性子の波長は0.154 nmである. A2相(bcc)としての110, 200, 211のような基本反射の指数が付けられている回折ピークは比較的シャープで半値幅が狭いのに対し, 図中に赤字で示すような超格子反射として指数が付けられる回折ピークはブロードである. これは, A2相領域から急冷される過程でB2相が導入されたことに起因する. さらに, 100, 111などの低角側のピークでは回折強度が温度上昇に伴い低下する成分が含まれていることが分かる. これは磁気反射に相当し, 不規則相bcc型Cr-Mnと同様に, bcc結晶格子の体心とコーナーに位置する原子の磁気モーメントが反強磁性的に結合した磁気構造であることが示唆される⁽²³⁾. 100反射ピークの拡大図と積分強度の温度依

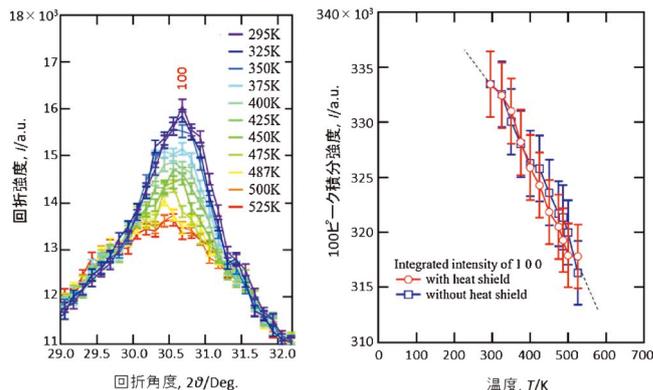
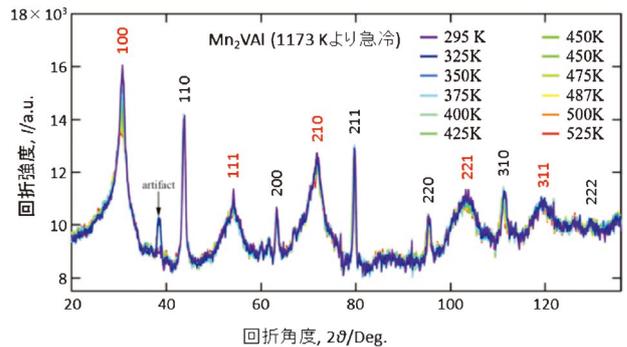


図5 1173 Kより急冷して得た Mn_2VAl 粉末中性子回折パターン(上). 100回折ピーク(左下)とその積分強度の温度依存性(右下). (オンラインカラー)

存性を図5(下)に示す. なお, $\text{Mn}_2\text{VAl}/\text{Fe}$ 単結晶積層膜について磁気特性が調べられ, 交換バイアス効果が報告されている. このことから, Mn_2VAl の不規則相は反強磁性であるといえる⁽²⁴⁾⁽²⁵⁾.

(3) Mn_2VAl の電子状態

上述のように, Mn_2VAl の熱処理温度を変えることで規則度を制御することが可能であることを示した. ここでは, 規則度によって電子状態がどのように変わるかを理論計算した結果を示す. 図6に L_{21} , B2, A2相を仮定した場合の Mn_2VAl の電子状態密度をKorringa-Kohn-Rostoker(KKR)法にコヒーレントポテンシャル近似(CPA)を導入して得た結果を示す. L_{21} 相に規則化した場合, アップスピンバンドのフェルミ準位近傍にギャップを有するハーフメタル型の電子状態であることが分かる. VとAlが不規則化したB2相ではある程度は高いスピン分極率が維持されているが, 3種の元素がすべて不規則化したA2相ではギャップは完全に消失している. L_{21} 相とB2相の基底状態の磁性はフェリ磁性であるのに対し, A2相では常磁性が最も安定である, という結果であった. これは, A2相が反強磁性であるという前節の実験結果とは異なるが, それは, 実験的に得られたA2相が完全に不規則化しているわけではないからであろう. 規則度が磁性に及ぼす実験, および理論計算で得られた結果を表1にまとめる.

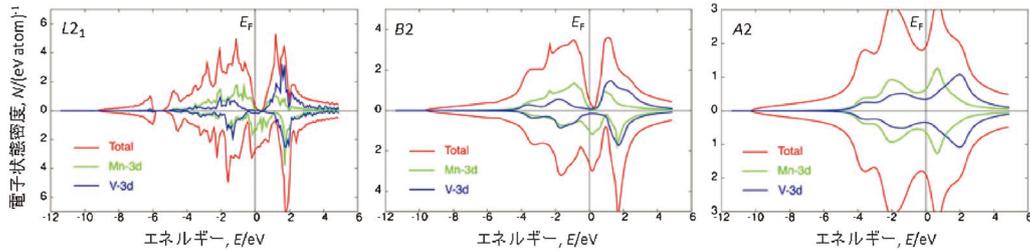


図6 Mn_2VA1 ホイスラー合金の $L2_1$, $B2$, $A2$ 型構造の電子状態密度. (オンラインカラー)

表1 Mn_2VA1 ホイスラー合金の $L2_1$, $B2$, および $A2$ 相の磁気特性と格子定数. 実験による格子定数は, 室温で測定した X 線回折パターンを解析して得た.

	$L2_1$	$B2$	$A2$
理論	フェリ磁性 $a = 0.5722$ nm $M_{tot} = 1.93 \mu_B/f.u.$	フェリ磁性 $a = 0.5733$ nm $M_{tot} = 1.27 \mu_B/f.u.$	常磁性 $a = 0.5705$ nm
実験	$a = 0.5833$ nm $M_{tot} = 1.94 \mu_B/f.u.$	$a = 0.5891$ nm $M_{tot} = 1.76 \mu_B/f.u.$	反強磁性 $a = 0.5890$ nm

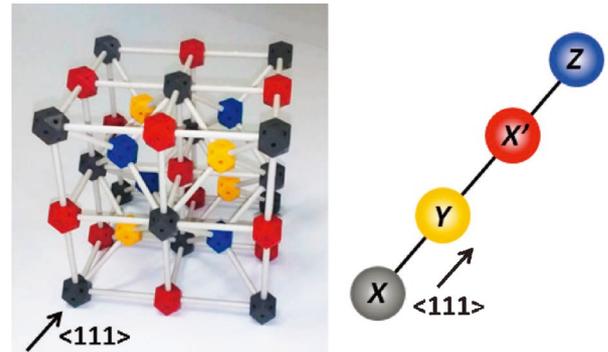


図7 $XX'YZ$ 四元系ホイスラー合金の結晶構造⁽²⁶⁾. 右の $\langle 111 \rangle$ 方向の原子の並びは $LiMgPdSn$ 型構造の場合である. このとき, 各原子の価電子数の大きさは, $X > X' > Y$ の順である. (オンラインカラー)

3. $CoVMnAl$ 四元系ホイスラー合金の規則度と磁気特性

$CoVMnAl$ 合金は, いわば Co_2VA1 と Mn_2VA1 ホイスラー合金の混晶系であると見なすことが出来る. 前々章でも述べたように, 四種の元素から構成される四元系(擬三元系)ホイスラー合金は, スピンギャップ半導体型電子状態や⁽¹⁴⁾⁻⁽¹⁶⁾, ハーフメタル型電子状態を有する完全補償型フェリ磁性体⁽¹⁷⁾⁻⁽¹⁹⁾などが提案されており, 近年注目されている物質群である. 本合金系においても, 原子配列や規則度の違いは磁気特性や電子状態に影響を及ぼすと考えられることから, 粉末中性子回折測定を行い, 原子配列を決定した.

図7に三種の遷移金属元素と一種の半金属か半導体元素から構成される, 四元系ホイスラー合金の結晶構造を示す. ちなみに, この模型は分子模型キットを購入して筆者が組み立てたものである. 三種の遷移金属元素の価電子数が多い順番に X, X', Y の位置を占める場合がエネルギー的に安定であることが第一原理計算により示唆されており⁽¹⁴⁾⁻⁽¹⁶⁾, この場合の結晶構造のプロトタイプは $LiMgPdSn$ である. $CoVMnAl$ 多結晶合金を作製し, 均一化熱処理を施して DSC 測定を行った結果を図8(左)に示す⁽²⁶⁾. 昇降温過程において同じ温度(1268 K)にピークが観測されることと, その温度が Co_2VA1 と Mn_2VA1 の T_t のほぼ中間の値であることから, それが $CoVMnAl$ の T_t と捉え, それよりも高い温度である 1373 K から急冷した試料と $0.6 \times T_t$ に近い 873 K にて熱処理した試料について磁化測定を行った結果を内挿図に示す. 磁場印加に伴いすぐに飽和するような磁化曲線が両者において観測されるが, 磁化の値はどちらも小さく, 前者において $0.04 \mu_B/f.u.$, 後者において $0.15 \mu_B/f.u.$, キュリー温度も図8(右)の熱磁化曲線に示すように(内挿図は磁化の温度

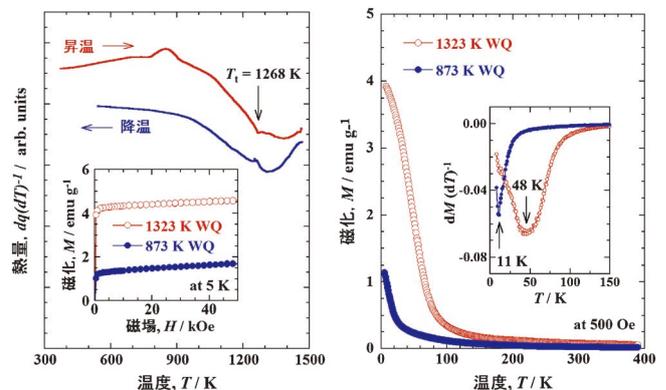


図8 $CoVMnAl$ 合金の DSC 曲線(左)と 5 K における磁化曲線(内挿図), および熱磁化曲線とその温度微分(右)⁽²⁶⁾. (オンラインカラー)

微分), それぞれ 11 K と 48 K であり, T_t より高い温度から急冷した試料の方が, 磁性がやや強い. これらの試料について粉末中性子回折測定を行い, Z-code でリートベルド解析を行った結果を図9に示す⁽²⁶⁾⁻⁽²⁸⁾. 中性子回折測定は, 大強度陽子加速器施設(J-PARC)の茨城県材料構造解析装置(iMATERIA)を用いて, 飛行時間(T.O.F)法にて室温で行った. $CoVMnAl$ を構成する Co, V, Mn は原子番号が互いに近く, 原子散乱因子の差が小さいことから, X 線回折によって原子配列を決定することは困難である. 一方, 中性子の散乱長はそれぞれ三者三様の値を有することから($Co: 2.49, V: -0.38, Mn: -3.73$)⁽²⁹⁾, 本合金については粉末中性

子回折で厳密に原子配列や規則度を決定することが可能である。リートベルド解析より決定した、原子のサイト占有状態を表2に示す。本実験では、873 Kで熱処理を行った試料は $L2_{1b}$ 型、1373 Kより急冷した試料は $B2$ 型構造から少し配列の乱れた構造($B2$ -like)であった。 $L2_{1b}$ は図1の $L2_1$ 構造と空間群は同じであるが、8cサイトがCoとMnでランダムに占められている。LiMgPdSnではCoとMnがそれぞれ異なるサイトを占有しており、空間群は $L2_1$ や $L2_{1b}$ とは異なる。

図10にCoVMnAl合金のLiMgPdSnと $L2_{1b}$ 構造の場合の第一原理計算により得た電子状態密度を示す⁽²⁶⁾。LiMgPdSn型構造の場合にフェルミ準位近傍で擬ギャップを有するような電子状態であることは以前より報告があったが⁽³⁰⁾⁽³¹⁾、実験で得た試料は $L2_{1b}$ 型構造であり、この場合、

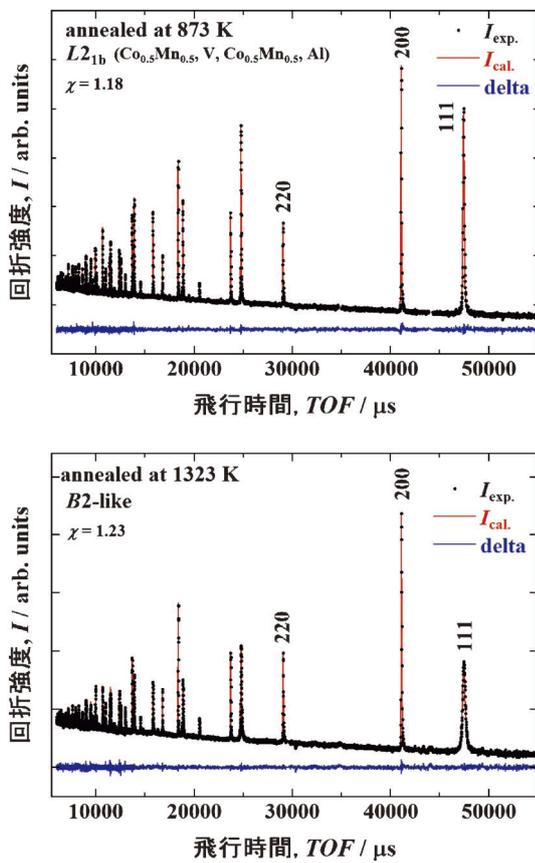


図9 CoVMnAl合金の粉末中性子回折パターン⁽²⁶⁾(上: 873 K熱処理, 下: 1323 K熱処理後急冷)測定は室温で行った。(オンラインカラー)

CoとMnが不規則化することでフェルミ準位近傍の擬ギャップは完全に消失してしまうことが示唆される。LiMgPdSn型の原子配列を実現させようとするのであれば、 T_1 を高くするような他のZ元素でAlを置換したり、電子状態を維持しつつ、化学的な相互作用があまり似通っていない遷移金属元素の組み合わせによるホイスラー合金の設計が必要となる。

4. 第39回猿橋賞を受賞して

非常に光栄なことに、2019年に第39回猿橋賞を受賞した。受賞対象となった研究のタイトルは「ハーフメタルをはじめとするホイスラー型機能性磁気材料の物性研究」である。賞については、まてりあ第58巻9号に、私の母校(奈良女子大学理学部物理学科)で現在教員をされている松岡由貴先生の記事が掲載されているので、そちらを参照して頂きたい⁽³²⁾。また、設立者である猿橋勝子先生や賞に関する

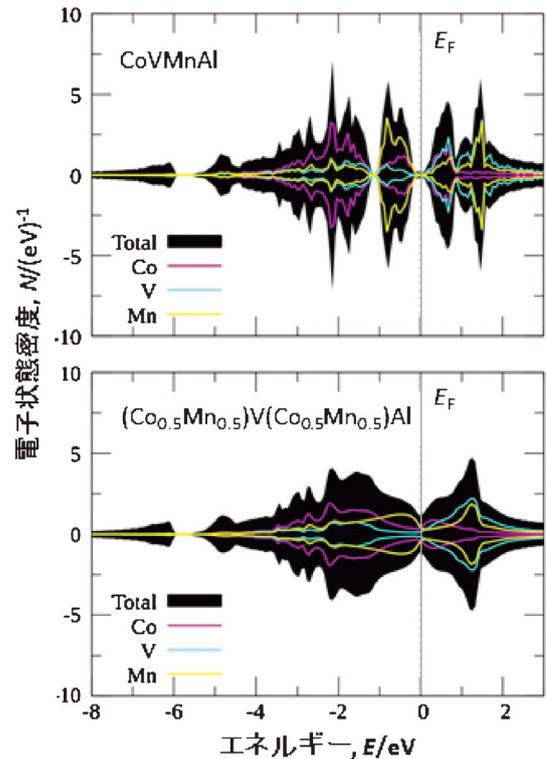


図10 CoVMnAl合金の電子状態密度⁽²⁶⁾(上: LiMgPdSn型構造, 下: $L2_{1b}$ 型構造)。(オンラインカラー)

表2 CoVMnAl合金の粉末中性子回折パターンより決定した原子配置。LiMgPdSn型と $B2$ 型構造の場合の原子配置も合わせて示す⁽²⁶⁾。

	(0, 0, 0)	(1/4, 1/4, 1/4)	(1/2, 1/2, 1/2)	(3/4, 3/4, 3/4)
LiMgPdSn	Co	V	Mn	Al
$L2_{1b}$	0.5Co+0.5Mn	V	0.5Co+0.5Mn	Al
$B2$	0.5Co+0.5Mn	0.5V+0.5Al	0.5Co+0.5Mn	0.5V+0.5Al
$B2$ -like	0.4Co+0.4Mn+0.1V+0.1Al	0.7V+0.1Al+0.1Co+0.1Mn	0.4Co+0.4Mn+0.1V+0.1Al	0.7Al+0.1V+0.1Co+0.1Mn

本もいくつか出版されている⁽³³⁾⁻⁽³⁷⁾.

ハーフメタル型電子状態を有すると示唆される物質群について様々なホイスラー合金を作製し、その基礎物性をかれこれ15年以上も調べている。電子状態を反映するマクロな諸物性から大まかな電子状態を議論することはできても、その特徴を直接的に実証することの重要性を感じ、単結晶の育成に取り組むようになった。JSTのさきがけに2013年~2016年に採用され、何が何でも成果を出さねばならない状況でもあった。幸い、放射光を用いた計測グループとの共同研究にこぎつけ、共鳴非弾性 X 線散乱 (RIXS) 測定を行い、理論計算とのスペクトル比較により、ハーフメタル型電子状態の特徴を示唆する研究結果を発表することが出来た⁽³⁸⁾⁽³⁹⁾。初めて RIXS 実験に取り組んだ物質が 2 章で紹介した Mn_2VAl ホイスラー合金であり、育成した単結晶の規則度制御には、上で述べたような基礎研究が必須であった。RIXS に関しては系統的研究が現在も継続しており、近い将来記事にしようと思う。

恥ずかしながら、「猿橋賞」の存在をずっと前から知っていたわけではない。猿橋勝子先生が創設に尽力された「日本女性科学者の会」より奨励賞を2014年に受賞したことで知るようになり、新聞で受賞者が紹介されている記事を見て、こんな大そうな賞なのだ、と意識するようになった。女性限定とはいえ、自然科学全分野において年に1人しか選ばれないのだから、自分には縁の遠い賞であろうと思っていた。年齢制限も段々と近くなり、賞に応募くらいはしてみよう、という気がいつしか湧くようになり、まだ早いかな、来年はしてみようかな、と考えているうちに挑戦するにしても残りあと2回という年齢になったことで、思い切って応募したのである。推薦は学会などの団体推薦や個人推薦、自薦がある中で、私の研究内容を良く理解していらっしゃる、当時の東北大学金属材料研究所長・高梨弘毅教授に依頼をした。その時も、「大きな賞で、(受賞は)なかなか難しいかもしれないけれど、最善を尽くしましょう」とおっしゃって下さった。ですから、受賞を知らせた時は大変喜んで頂き、受賞式にもご出席頂いた。

授賞式は、2019年5月の下旬に東京で行われた。贈呈式と記念講演会、および祝賀会が催され、恩師の深道明先生や助教時代の上司である貝沼亮介先生をはじめ、お世話になった方々や大学の関係者に出席して頂いた。父親、主人、姉も同席してくれた。実は、祝賀会の参加者や挨拶の依頼などは受賞者本人が設定するので、まるで結婚披露宴のような気恥ずかしさであった。祝賀会の最後に、参集した歴代受賞者がその年の受賞者を囲んで記念撮影をするのだが、間違いなく宝物の写真の1枚となった。ハーフメタル型の電子状態を検証するために共同研究を進めてくれた計測グループや理論グループの皆さんも知らせを聞いて大変喜んでくれた。新聞や電子版ニュースで取り上げられたことで、親戚や昔の友人からの声も届き、改めて賞の大きさを実感する日々である。ラジオやテレビ、一般雑誌からの取材など、初めて経験するようなことが続き、貴重な経験とは思いつつも戸惑い

もあった。受賞から1年後に次の受賞者が発表されたときは、正直なところ、胸をなでおろしたものである。

さて、第40回猿橋賞の授賞式が、コロナ渦で延期となってしまったことは非常に残念である。受賞から2年近くが経過したことと、40周年記念本の出版とやらで記事を書いたりして、今までの研究の経過や自分の研究の位置づけ、そして今後のことなど、色々考えるきっかけを持つことが出来た。そのなかで、授賞式のひと月前の記者会見の際に会長や理事の先生方にお会いし、「猿橋賞」のことや猿橋勝子先生の賞設立の意図に関する話があったことを思い起こした。この猿橋賞は、それまでに頑張ったことの、いわゆるご褒美的な賞ではなく、それからさらにもうひと踏ん張りするための区切り、の意味があるとのこと。つまり、これから先、研究者としてどのように進み、研究を展開させていくのか、そして如何に後進を育てていくのか、が問われるとのことである。大そうな宿題を戴いてしまった。

5. おわりに

Mn_2VAl , $CoVMnAl$ 合金について規則度や原子配列の違いが磁性や電子状態に及ぼす影響について調べた研究を紹介した。これらのホイスラー合金は3d遷移金属元素が主要な構成元素であるため、X線回折測定では規則度や原子配列の議論は限界があるにも関わらず、中性子を用いてそれらがきちんと調べられている例は割と少ない。ハーフメタル型電子状態を有する磁性材料は、その特異性からスピントロニクスの分野において注目されているが、バルク結晶体の相安定性や基礎物性に関する研究も同時に進展するべきであると強く感じている。また、ホイスラー合金にはまだまだ多様な組み合わせがあり、機能性材料の宝庫と言える。これらの合金系において物質理解と同時に応用に関連した研究が今後大いに進展することを期待している。

本稿で紹介した研究は、日本学術振興会 科学研究費補助金、科学技術振興機構「さきがけ」の支援の下に行われたものである。ホイスラー合金の研究のきっかけを与えて下さった深道明名誉教授と石田清仁名誉教授、いつも有意義な議論をして頂いている貝沼亮介教授、鹿又武名誉教授に、この場を借りて御礼申し上げます。なお、 $CoVMnAl$ 合金の粉末中性子回折実験は、茨城大学・石垣徹教授との共同研究により行われました。多大なご協力に感謝申し上げます。

文 献

- (1) 梅津理恵, 大久保亮成, 貝沼亮介, 石田清仁: あたりあ, **49** (2010), 462-470.
- (2) 梅津理恵, 許 晶, 伊東 航, 鹿又 武, 貝沼亮介: あたりあ, **54**(2015), 98-104.
- (3) R. A. de Groot, F. M. Mueller, P. G. van Engen and K. H. J. Bushow: Phys. Rev. Lett., **50**(1983), 2024-2027.
- (4) J. Kübler, A. R. Williams and C. B. Sommers: Phys. Rev. B, **28** (1983), 1745-1755.

REBa₂Cu₃O_{7-x} 高温超電導接合の微細組織

加藤 丈晴^{1)*} 吉田 竜視^{2)*} 横江 大作^{2)*}
 大木 康太郎^{1)**} 永石 竜起^{2)**} 柳澤 吉紀^{1)***}
 平山 司^{3)****} 幾原 雄一^{*****,4)} 前田 秀明^{*****,2)****}

1. はじめに

1986年の高温酸化物超電導体の発見⁽¹⁾⁽²⁾以来、エネルギー分野や高磁場マグネット等への応用製品開発に必要な高温超電導 (high temperature superconductor; HTS) 線材開発競争が各国で繰り広げられている⁽³⁾⁻⁽⁹⁾。このような線材に用いられている高温超電導体材料は、主にピスマス (Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ}; Bi2223) 系材料⁽¹⁰⁾、REBa₂Cu₃O_{7-x} (RE:Y, Gd, Eu 等, REBCO と略す) 系材料⁽²⁾であり、長尺線材開発の順序から前者は第一世代線材、後者は第二世代線材と呼ばれる。共に長尺化と高臨界電流化が達成されて、市販されている⁽⁵⁾⁻⁽⁹⁾。2000年以降に発見された MgB₂⁽¹¹⁾、鉄系超電導材料⁽¹²⁾等についても線材化のための研究⁽¹³⁾⁻⁽¹⁵⁾がなされている。これらの材料系の大気圧、自己磁場中における臨界温度 (T_c) は、それぞれ 40 K⁽¹¹⁾、55 K 付近⁽¹⁶⁾であるのに対し、Bi2223 相および REBCO 相は T_c が 105 K および 92 K 付近であるため、液体窒素温度 (77 K) で超電導現象が発現する。既に超電導機器用コイルに採用されている低温超電導 (low temperature superconductor; LTS) である金属超電導線材では、冷却に液体ヘリウム (4.2 K) もしくはヘリウムガスを用いる必要があるが、ピスマス系線材、REBCO 系線材は液体窒素での冷却が可能であるため、超電導機器をこれらの HTS 線材に置き換えることができれば、機器の運転に関し

て資源面およびコスト面で多くのメリットが出てくる。さらに、液体ヘリウムを用いて運転した場合、LTS 線材よりも HTS 線材では臨界電流密度が高く、同じ断面積で大電流化が見込めるため、超電導機器のコンパクト化も期待できる。しかしながら、超電導ケーブルや高磁場マグネットを製造する場合は、数 km から数 10 km 長の線材が必要である。超電導機器に必要な線材長に対し、市販されているピスマス系線材はキロメートルのオーダーであり、REBCO 線材は数 100 m 長であるため、高温超電導線材の接合技術は機器開発において極めて重要な要素技術である。従来、これらの高温超電導線材の接合には、はんだ等の低融点金属⁽⁸⁾⁽¹⁷⁾⁻⁽¹⁹⁾や金属ナノ粒子⁽²⁰⁾⁻⁽²²⁾等が用いられており、抵抗が低い常電導接合技術であり、本質的な超電導接合ではない。このような開発状況の中、2014年に韓国のグループが REBCO 線材を用いて超電導状態の接合に成功した⁽²³⁾。この後、各研究機関から REBCO 線材の超電導接合技術⁽²⁴⁾⁻⁽²⁹⁾およびピスマス系線材の超電導接合技術⁽³⁰⁾⁽³¹⁾が報告されている。その中の一つの接合技術で、住友電気工業は、intermediate grown superconducting (iGS と略す) 接合技術⁽²⁶⁾⁽²⁸⁾を発表した。さらに、この iGS 接合部 2 箇所と REBCO 線材を核磁気共鳴 (NMR) 装置の超電導コイルに採用し、永久電流モードで運転可能な NMR 装置開発に成功した⁽²⁸⁾⁽³²⁾⁽³³⁾。永久電流モードを達成した NMR 用コイルは、外側に LTS 線材、内側に REBCO 線材を用いた LTS/HTS ハイブリッド型で、

* 一般財団法人ファインセラミックスセンター；1) 主任研究員，2) 上級技師，3) 執行理事，4) 主管研究員 (〒456-8587 名古屋市中熱田区六野 2-4-1)

** 住友電気工業株式会社；1) 主席，2) 次世代超電導開発室 室長

*** 国立研究開発法人理化学研究所 放射光科学総合研究センター；1) チームリーダー，2) 客員主管研究員

**** 東京大学大学院工学研究科総合研究機構；教授

***** 国立研究開発法人 科学技術振興機構；未来社会創造事業・大規模プロジェクト型 プログラムマネージャー

Nanostructures of REBa₂Cu₃O_{7-x} High Temperature Super Conductor Joint; Takeharu Kato*, Ryuji Yoshida*, Daisaku Yokoe*, Kotaro Ohki**, Tatsuoki Nagaishi**, Yoshinori Yanagisawa***, Tsukasa Hirayama*, Yuichi Ikuhara*****, Hideaki Maeda***** (***) Nanostructures Research Laboratory, Japan Fine Ceramics Center, Nagoya. **SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD., Osaka. ***RIKEN SPring-8 Center, Yokohama. ****Institute of Engineering Innovation, School of Engineering, The University of Tokyo, Tokyo. *****Japan Science and Technology Agency, Saitama)

Keywords: superconducting joint, high temperature superconductor, nanostructural evolution, REBCO, TEM, STEM, NMR

2021年 2月 3日 受理 [doi:10.2320/materia.60.212]

9.39 T (400 MHz)の磁場を発生させている⁽²⁸⁾⁽³²⁾⁽³³⁾. 永久電流モードの LTS/HTS ハイブリッドコイルは従来の LTS コイルに比べて発生する磁場が安定していることが判明した⁽²⁸⁾⁽³²⁾⁽³³⁾. また, コイルに常電導接合部がある場合, NMR を運転する際, 安定した磁場を発生させるためには外部から常時直流電流を供給する必要がある. そのため, 高い安定性の電源が必須となるとともに, 永久電流モード運転よりも操作が複雑になる⁽²⁸⁾⁽³²⁾⁽³³⁾. さらに, 永久電流モードは, 外部から直流電源を供給する運転と比較して, 磁場の安定性が向上し, コイルの熱発生が抑えられるため, 液体ヘリウムの消費を低減させるメリットもあり, 最終的には運転コストの低減が可能となる⁽²⁸⁾⁽³²⁾⁽³³⁾. 現在, 国立研究開発法人科学技術振興機構(JST)の未来社会創造事業・大規模プロジェクト型として採択された「高温超電導線材接合技術の超高磁場 NMR と鉄道き電線[†]への社会実装」では, HTS 線材同士の超電導接合や HTS ケーブル同士の極低抵抗接合を実現する実用的な技術を確認し, これらの接合技術を永久電流 NMR (世界最高磁場 1.3 GHz NMR マグネット) と鉄道用超電導直流き電ケーブルに実装する取り組みを行っている⁽³³⁾.

本稿では, iGS 接合プロセスについて紹介したのち, 透過型電子顕微鏡(transmission electron microscopy; TEM)および走査透過型電子顕微鏡(scanning transmission electron microscopy; STEM)観察により iGS 接合プロセスにおける接合組織の変化を詳細に捉えることを目的とした⁽²⁹⁾.

2. REBCO 線材と iGS 接合

本研究で超電導接合に用いた線材には, Ni/Cu/SUS316L のファインクラッド基板を用いた. その上に CeO₂/イットリア安定化ジルコニア(YSZ)/Y₂O₃ 中間層を形成し, レーザー蒸着(PLD)法により GdBa₂Cu₃O_{7-x}(GdBCO)層を成膜した⁽²⁶⁾⁽²⁸⁾. 図 1 に示すように, GdBCO 層は基板鉛直方向に c 軸が揃っており, 基板面内に ab 面が揃っている(2 軸配向).

次に, 今回微細構造観察を行った iGS 接合層の形成プロセス⁽²⁶⁾⁽²⁸⁾について紹介する(図 2). 図 2(a)に示すように, 1 μm 厚の GdBCO 層を有する線材上に, Y:Ba:Cu の組成比が 1:2:3 組成のフッ素フリー金属有機溶液をコーティングした. コーティングされた線材は酸素雰囲気下, 500°C で仮焼した後, 800°C まで昇温し, 室温まで降温した. 図 3 は, 以上のような熱処理を行ったコーティング層(前駆体膜)の微小角入射 X 線回折結果と YBa₂Cu₃O_{7-x}(YBCO)の参照回折である. 得られた X 線回折ピークは YBCO の参照回折ピーク位置とピーク強度がほぼ一致していることから, 前駆体膜は YBCO 多結晶で構成されていることが分かる. 以降, 微結晶が形成された GdBCO 線材を Sample 1 と表記する. 超電導接合プロセスでは, 図 2(b), (c)に示すように, Sample 1

に, もう一つの GdBCO 線材(GdBCO 層の厚みが 4 μm)を貼り合わせ, 治具で固定することにより荷重を与えながら, 100 ppm の酸素雰囲気下で 800°C の熱処理を 20 分実施し, その後, 1 気圧の酸素雰囲気中で, 500°C から 200°C まで 6 時間程度かけて徐冷して, 超電導層に酸素を導入する. 本実験では, 前駆体膜から超電導接合層に変化する際の微細構造変化をとらえるため, 800°C で 1 分の熱処理を行ったサンプル

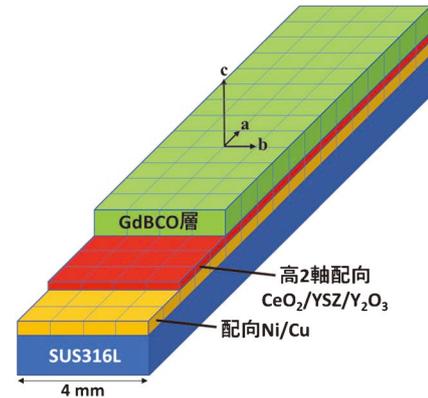


図 1 接合に用いた GdBCO 線材の模式図. 線材の積層構造は GdBCO/CeO₂/YSZ/Y₂O₃/Ni/Cu/ステンレステープ(4 mm 幅)である. (オンラインカラー)

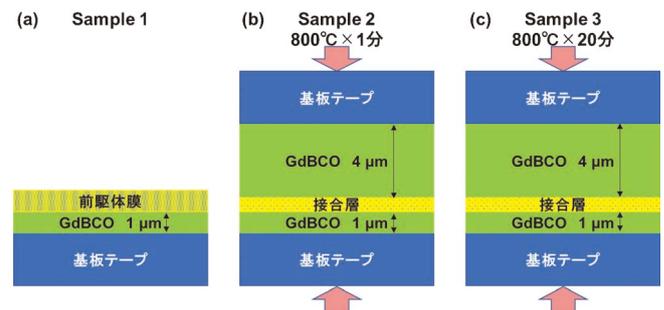


図 2 Sample 1~3 の模式図. (a)膜厚 1 μm の GdBCO 層上に形成された前駆体膜(Sample 1). (b)前駆体膜を形成した GdBCO 線材と もう一つの GdBCO 線材(GdBCO の厚さ 4 μm)を張り合わせ, 圧力をかけながら 800°C, 1 分の接合熱処理したサンプル(Sample 2). (c) 800°C, 20 分の接合熱処理したサンプル(Sample 3). (オンラインカラー)

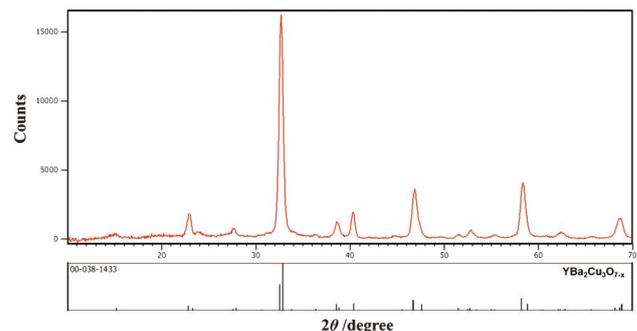


図 3 前駆体膜の微小角入射 X 線回折結果と YBCO の参照回折. (オンラインカラー)

[†] 電車の架線に電力を供給するために, 主に架線と並行して設けられる電力線で, 架線の電力容量確保や電圧降下を軽減するために用いられている.

(図 2(b))と20分のサンプル(図 2(c), 接合処理完了)を準備した. この後, それぞれのサンプルを Sample 2 および Sample 3 と記述する. なお, この接合プロセスでは, REBCO 線材表面に REBCO 微結晶を形成し, 中間体を成長させて接合層を形成することから, “iGS” 接合と名付けられている⁽²⁶⁾⁽²⁸⁾. また, 以前に, GdBCO 線材と GdBCO 前駆体膜を用いて接合したサンプルを作製して TEM 観察を実施したが, 超電導接合層と線材の超電導層が同相であるため, その境界が明確ではなかった⁽²⁶⁾. 今回, 前駆体膜に YBCO 原料を用いた理由は, 超電導接合層と線材の境界を明確にするためである⁽²⁹⁾.

3. 前駆体膜および接合線材の微細構造観察方法

前駆体膜 (Sample 1) については, 集束イオンビーム (FIB)-マイクロサンプリング法⁽³⁴⁾により TEM 観察試料に仕上げた. Sample 2 および Sample 3 の接合線材では, 接合領域を断面観察するためには, 何らかの方法で, 接合線材を切断し, 接合面を研磨することが必要である. しかしながら, 接合層も酸化層であるため, 機械的な切断や研磨を行うと, 接合領域が破壊される. そのため, 接合線材の切断および断面研磨にアルゴンイオンビームを用いた⁽²²⁾⁽²⁹⁾. 接合線材の切断には加速電圧 6 kV のアルゴンイオンビームを用いた. 一度にアルゴンイオンビームを照射できる領域は 1 mm 程度であるため, 4 mm 幅の接合線材の切断には, 5~6 回程度少しずつサンプルを移動させて切断作業を行った. 切断に要する作業時間は 8~10 時間程度であった. その後, アルゴンイオンビームの加速電圧を 4~2 kV に徐々に低下させ, 接合領域の断面出しを行った. Sample 2 および Sample 3 については, 以上のような切断および断面処理を行った後, FIB-マイクロサンプリング法⁽³³⁾により TEM 観察試料に仕上げた. FIB 装置として日立 NB5000 を用いた. FIB 装置で作製した TEM 観察試料については, 表面に形成される FIB ダメージ層を除去するため⁽³⁵⁾, Gatan PIPS II を用いて加速電圧 1 kV から徐々に低下させ, 最終的に加速電圧 0.05 kV のアルゴンイオンビームを照射した. TEM 観察および

STEM 観察は, それぞれ, 日本電子製の JEM-F200 および電子プローブ用収差補正器を備えた JEM-2100F (加速電圧 200 kV) を用いた. エネルギー分散 X 線分光 (EDS) 分析は JEM-F200 に二本付設された EDS 検出器 (合計立体角: 1.7 sr) を用いた.

4. 結果と考察

図 4(a) に Sample 1 の GdBCO 層上の前駆体膜, (b), (c) に Sample 2, 3 の接合領域の断面 TEM 像をそれぞれ示す. さらに, 図 5(a)-(c) に, それぞれ, Sample 1-3 の EDS による Y, Gd, Ba, Cu, O マップとマッピング領域の低角度環状暗視野 (low angle annular dark-field; LAADF) 像 (取り込み角: 24.4~89.4 mrad) を示す. 図 4 の断面 TEM 像および図 5 の LAADF 像では, 前駆体膜と GdBCO 層もしくは, 接合層と GdBCO 層の境界を破線で示す. これらの境界は, 図 5 で示すような EDS 元素マッピング結果から Y の有無により判断した. 図 4(a) から, GdBCO 層上の前駆体膜は 400 nm 程度の厚みで, 20~100 nm サイズの微結晶から構成され, ポーラスな構造であることが分かる. さらに 800°C の接合処理によって, 前駆体膜の厚みが減少し, 微結晶が粒成長することにより接合層を形成する. 接合層の厚みは 200 nm 程度である. 図 5 の EDS マッピング結果から, 前駆体膜および接合層は Gd も含まれていることが判明した. 従って, 前駆体膜および接合層を構成する主な結晶は $(Y,Gd)Ba_2Cu_3O_{7-x}$ ((Y,Gd)BCO) 粒子である. さらに, 前駆体膜には, Ba-rich 粒子, Cu-rich 粒子も分布していることが分かる. 図 3 で示した薄膜 X 線回折では, YBCO に関するピークは確認できたが, その他の粒子については, YBCO 粒子と比較し存在割合が極めて小さいため, 検出困難であったと考えられる. さらに, 図 5(b), (c) で示すように Sample 2 では, Ba-Cu-O 粒子, Sample 3 では, $(Y,Gd)_2O_3$ 粒子と, 接合層の一部に第 2 相が分布していることを確認することができた.

図 6(a)-(c) に図 5(a)-(c) の LAADF 像の 5 角形枠に対応する Y, Gd, Ba, Cu, O 元素の EDS ラインプロファイル

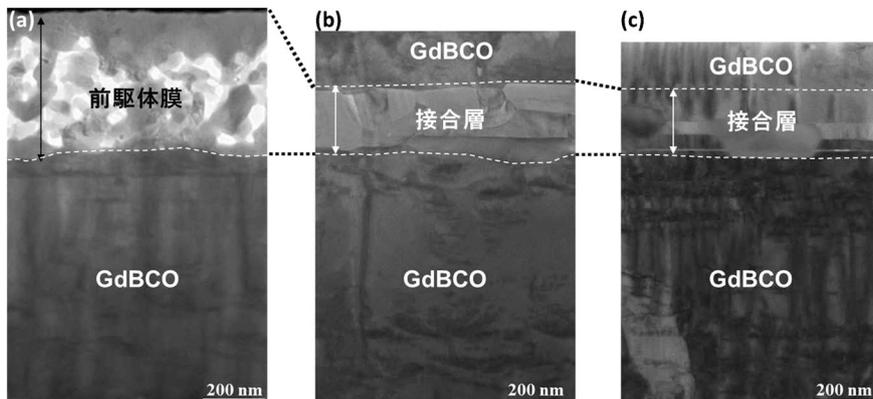


図 4 (a)-(c) は, Sample 1-3 の断面 TEM 像. 破線は前駆体膜/GdBCO 層界面もしくは, 接合層/GdBCO 層界面を示す.

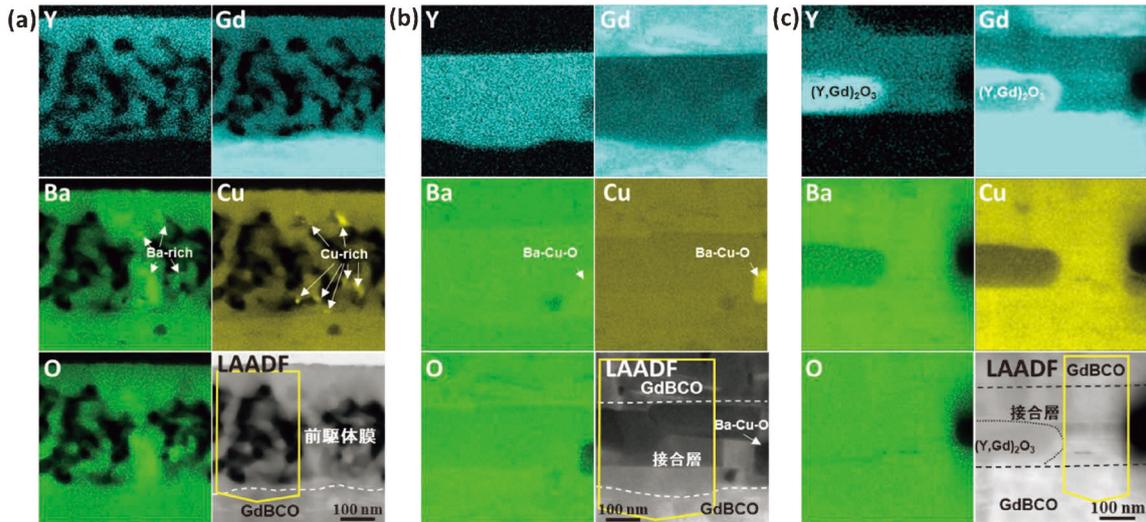


図5 (a)-(c)は、Sample 1-3のY, Gd, Ba, Cu, Oマップとマッピング領域のLAADF像。(オンラインカラー)

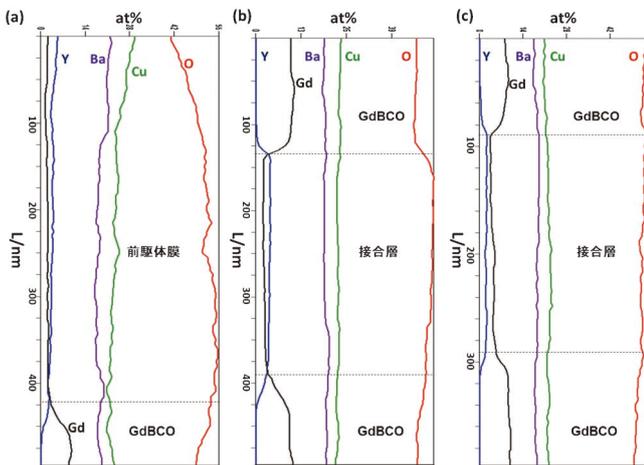


図6 (a)-(c)は、図5(a)-(c)のLAADF像の5角形枠に対応するY, Gd, Ba, Cu, O元素のEDSラインプロファイル。(オンラインカラー)

を示す。前駆体膜および接合層のGd:Y組成比はおおよそ1:1である。そのため、Sample 1では、800°Cまでの熱処理により、GdBCO層の表層の一部が前駆体膜に融解もしくは拡散していると考えられる。

次に、前駆体膜/GdBCO層界面、接合層/GdBCO層界面に注目した。図7は、Sample 1の前駆体膜/GdBCO層界面の高角度環状暗視野(high angle annular dark-field; HAADF)像(取り込み角: 73~194 mrad)である。GdBCO層上に a 軸配向および c 軸配向(Y,Gd)BCO粒子の両方が観察される。 a 軸配向粒子については、800°Cから室温に冷却される際に形成されたと考えられる。

図8に、Sample 2の接合層の断面TEM像とTEM像の(I)および(II)領域から得られた電子回折図形を図8(i)および(ii)に示す。TEM像の破線は接合層((Y,Gd)BCO結晶)とGdBCO層との境界を示している。上下のGdBCO超電導層から c 軸配向(Y,Gd)BCO粒子が成長していることが分か

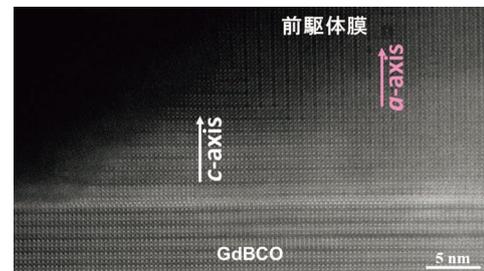


図7 Sample 1の前駆体膜/GdBCO層界面のHAADF像。(オンラインカラー)

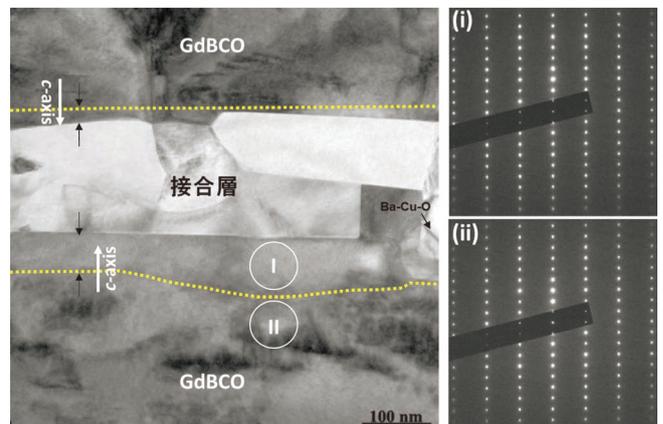


図8 Sample 2の接合層の断面TEM像と、(i)および(ii)はTEM像の(I)および(II)領域から得られた電子回折図形。(オンラインカラー)

る。また、Sample 2では、前駆体を形成させたGdBCO層上の c 軸配向(Y,Gd)BCO粒子の方がより厚く成長する傾向があった。以上の観察結果は、Sample 1の前駆体膜を構成する(Y,Gd)BCO微結晶は、接合プロセスにおける800°C、100 ppmの酸素雰囲気下で粒成長するが、GdBCO層上に c 軸配向(Y,Gd)BCO粒子が優先的に形成し、エピタキシャル

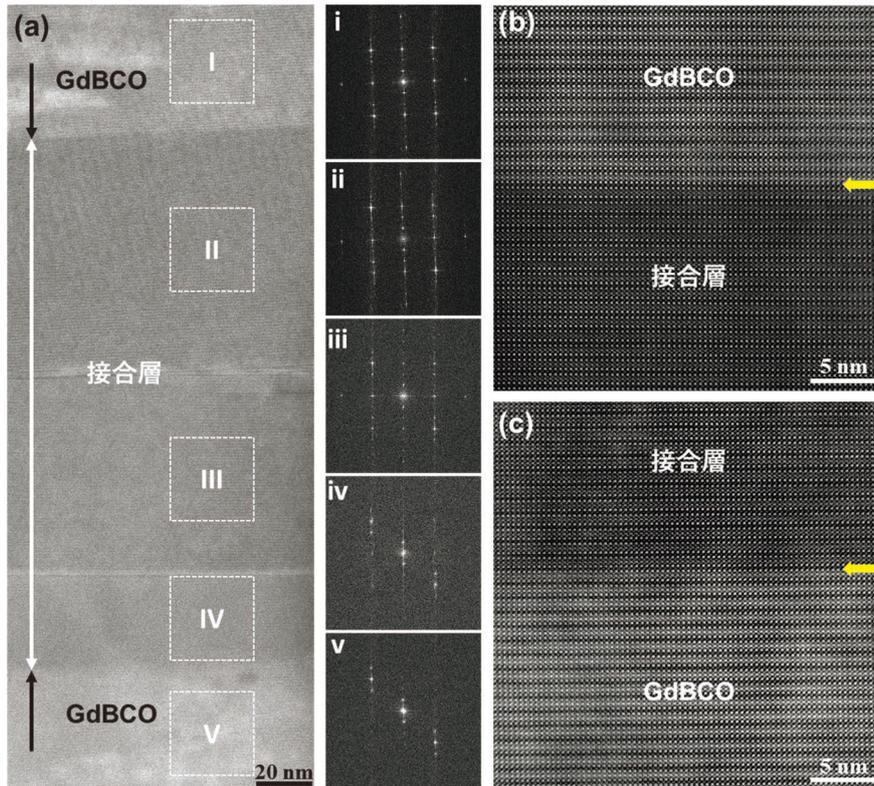


図9 (a) Sample 3の接合領域のHAADF像. (i)~(v)に(a)の(I)~(V)領域に対応するFFTパターン. (b)および(c)に(a)の上側および下側のGdBCO層/超電導接合層界面(矢印)のHAADF像. (オンラインカラー)

成長していることを示している(Sample 2).

図9(a)にSample 3の接合領域のHAADF像と(i)~(v)に(a)のHAADF像の(I)~(V)領域に対応するフーリエ変換(FFT)パターンをそれぞれ示す. さらに, 図9(b), (c)にそれぞれ, (a)の上側および下側のGdBCO層/超電導接合層界面(矢印)のHAADF像を示す. これらのHAADF像では, (Y,Gd)BCO接合層のコントラストはGdBCO層よりも暗い. その理由は, 図6のEDSラインプロファイルで示したように, 接合層である(Y,Gd)BCO結晶はYとGdがおおよそ1:1の存在割合であり, GdBCO結晶に比べ, RE原子列の約半分にY元素が占めているためである. また, 図9(i)~(v)のFFTパターンからGdBCO層および接合層を形成する(Y,Gd)BCO結晶のc軸はよく揃っていることが分かる. さらに, 図9(b), (c)のHAADF像から, (Y,Gd)BCO結晶は両方のGdBCO層からエピタキシャル成長している. 従って, iGS接合層では, 超電導電流は(Y,Gd)BCO結晶のc軸方向に流れていると結論付けることができる.

以上のような観察結果から, iGS接合プロセスによるSample 1からSample 3までの微細組織変化の模式図を図10に示す. Sample 1の前駆体膜は主に(Y,Gd)BCOの微結晶から構成され, ポーラスな構造である. GdBCO層上には, a軸およびc軸配向(Y,Gd)BCO結晶が形成される. 800°Cの接合熱処理によりGdBCO層上にc軸配向(Y,Gd)BCO結晶が優先的に形成し, エピタキシャル成長する(Sample 2). 最終的に両方のGdBCO層はc軸配向(Y,Gd)BCO結晶によ

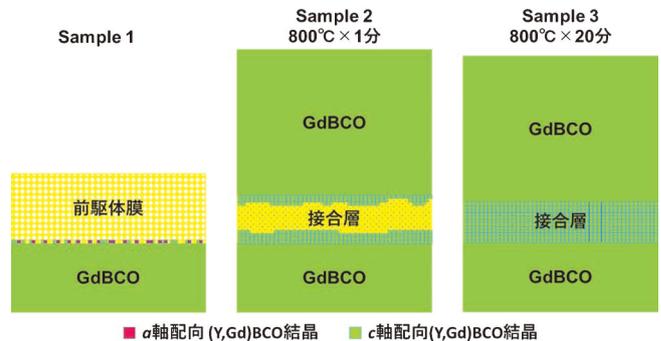


図10 Sample 1からSample 3までの微細組織変化の模式図. (オンラインカラー)

り接合される(Sample 3). 以上のように, REBCO超電導接合を達成しているiGS接合層の微細組織変化を詳細に捉えることができた.

5. ま と め

本研究では, フッ素フリーYBCO溶液原料を用いたiGS接合プロセスによってGdBCO接合線材を作製し, 前駆体膜から接合が完了するまでの微細組織変化をTEMおよびSTEMにより詳細に解析した. 前駆体膜/GdBCO超電導層界面および接合結晶/GdBCO超電導層界面が明確に観察され, iGS接合組織の微細構造変化を詳細に捉えることができ

た。今回の接合線材の作製および微細組織観察結果から、RE元素が異なるREBCO線材とiGS接合結晶の組み合わせでも、超電導接合を達成することが可能であることを示すことができたと考える。既に、iGS接合は永久電流モードNMR用コイルに組み込まれていることを紹介したが、他の超電導機器開発への応用・活用も十分見込める技術である。

本研究は、JST、未来社会創造事業(JPMJMI17A2)による支援を受けたものです。

文 献

- (1) J. G. Bednorz and K. A. Müller: *Z. Phys. B*, **64**(1986), 189–193.
- (2) M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, C. J. Huang, Y. Q. Wang and C. W. Chu: *Phys. Rev. Lett.*, **58**(1987), 908–910.
- (3) D. C. Larbalestier, A. Gurevich, D. M. Feldmann and A. Polyanski: *Nature*, **414**(2001), 368–377.
- (4) S. R. Foltyn, L. Civale, J. L. MacManus-Driscoll, Q. X. Jia, B. Maiorov, H. Wang and M. Maley: *Nat. Mater.*, **6**(2007), 631–642.
- (5) M. P. Paranthaman and T. Izumi: *Mater. Res. Bull.*, **29**(2004), 533–541.
- (6) K. Matsumoto and P. Mele: *Supercond. Sci. Technol.*, **23**(2010), 014001.
- (7) 佐藤謙一：低温工学, **42**(2007), 338–345.
- (8) T. Nakashima, S. Kobayashi, T. Kagiya, K. Yamazaki, M. Kikuchi, S. Yamade, K. Hayashi, G. Osabe and J. Fujikami: *Cryogenics*, **52**(2012), 713–718.
- (9) 塩原 融, 中岡晃一, 和泉輝郎, 加藤丈晴：日本金属学会誌, **80**(2016), 406–419.
- (10) H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukutomi and T. Asano: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **27**(1988), L209.
- (11) J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani and J. Akimitsu: *Nature*, **410**(2001), 63–64.
- (12) Y. Kamihara, T. Watanabe, M. Hirano and H. Hosono: *J. Am. Chem. Soc.*, **130**(2008), 3296–3297.
- (13) H. Fujii, K. Togano and H. Kumakura: *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **13**(2003), 3217–3220.
- (14) H. Kumakura, A. Matsumoto, H. Fujii, H. Kitaguchi and K. Togano: *Appl. Phys. Lett.*, **79**(2001), 2435.
- (15) Y. Mizuguchi, K. Deguchi, S. Tsuda, T. Yamaguchi, H. Takeya, H. Kumakura and Y. Takano: *Appl. Phys. Express*, **2**(2009), 083004.
- (16) Z. A. Ren, W. Lu, J. Yang, W. Yi, X. L. Shen, Z. C. Li, G. C. Che, X. L. Dong, L. L. Sun, F. Zhou and Z. X. Zhao: *Chin. Phys. Lett.*, **25**(2008), 2215–2216.
- (17) K. Onabe, S. Nagaya, Y. Iijima, N. Sadakata, T. Saitoh and O. Kohno: *Adv. Supercond.*, **10**(1998), 603–606.
- (18) M. Sugano, T. Nakamura, K. Shikimachi, N. Hirano and S. Nagaya: *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **17**(2007), 3067–3070.
- (19) S. Ito and H. Hashizume: *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **22**(2012), 6400104.
- (20) J. Y. Kato, N. Sakai, S. Tajima, S. Miyata, M. Konishi, Y. Yamada, N. Chikumoto, K. Nakao, T. Izumi and Y. Shiohara: *Physica C*, **445–448**(2006), 686–688.
- (21) T. Nakanishi, T. Machi, T. Izumi, R. Teranishi, T. Kato, T. Kato and T. Hirayama: *Physics Procedia*, **81**(2016), 105–108.
- (22) T. Kato, T. Machi, D. Yokoe, R. Yoshida, T. Kato, T. Izumi, T. Hirayama and Y. Shiohara: *J. Phys.: Conf. Ser.*, **871**(2017), 012044.
- (23) Y. Park, M. Lee, H. Ann, Y. H. Choi and H. Lee: *NPG Asia Mater.*, **6**(2014), e98.
- (24) X. Jin, Y. Yanagisawa, H. Maeda and Y. Takano: *Supercond. Sci. Technol.*, **28**(2015), 75010.
- (25) M. Oomen, T. Arndt, P. Hasselt, M. Frank, S. Denneker, P. Glosse, T. Stöcker, S. K. Weiss and W. Hässler: *Applied Superconductivity Conf. 2016* (Denver, USA, September 4–9) (2016).
- (26) K. Ohki, T. Nagaishi, T. Kato, D. Yokoe, T. Hirayama, Y. Ikuhara, T. Ueno, K. Yamagishi, T. Takao, R. Piao, H. Maeda and Y. Yanagisawa: *Supercond. Sci. Technol.*, **30**(2017), 115017.
- (27) S. Mukoyama, A. Nakai, H. Sakamoto, S. Matsumoto, G. Nishijima, M. Hamada, K. Saito and Y. Miyoshi: *J. Phys.: Conf. Ser.*, **1054**(2018), 012038.
- (28) 大木康太郎, 永石竜起, 加藤丈晴, 柳澤吉紀, 濱田 衛：低温工学, **55**(2020), 262–264.
- (29) T. Kato, R. Yoshida, D. Yokoe, K. Ohki, T. Nagaishi, Y. Yanagisawa, T. Hirayama, Y. Ikuhara and H. Maeda: *Supercond. Sci. Technol.*, **33**(2020), 105008.
- (30) Y. Takeda, T. Motoki, H. Kitaguchi, T. Nakashima, S. Kobayashi, T. Kato and J. Shimoyama: *Appl. Phys. Express*, **12**(2019), 023003.
- (31) X. Jin, Y. Suetomi, R. Piao, Y. Matsutake, T. Yagai, H. Mochida, Y. Yanagisawa and H. Maeda: *Supercond. Sci. Technol.*, **32**(2019), 035011.
- (32) H. Maeda, J. Shimoyama, Y. Yanagisawa, Y. Ishii and M. Tomita: *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **29**(2019), 4602409.
- (33) <https://www.jst-mirai-sc.riken.jp/ja/>
- (34) T. Ohnishi, H. Koike, T. Ishitani, S. Tomimatsu, K. Umemura and T. Kamino: *The Proc. of the 25th Int. Symp. for Testing and Failure Analysis*, Nov. 1999, Santa Clara, California (1999), 449–453.
- (35) H. Sasaki, T. Matsuda, T. Kato, T. Muroga, Y. Iijima, T. Saitoh, F. Iwase, Y. Yamada, T. Izumi, Y. Shiohara and T. Hirayama: *J. Electron Microsc.*, **53**(2004), 497–500.



加藤丈晴

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
1999年3月 名古屋大学大学院工学研究科博士課程
後期課程修了
1999年4月 財団法人ファインセラミックセンター
材料技術研究所入所
2007年4月 一般財団法人ファインセラミックセ
ンター ナノ構造研究所(現職)
専門分野：材料組織学、結晶欠陥
◎集束イオンビーム、電子顕微鏡を用いた材料の微細
構造解析や組成分析に従事し、組織学の観点から材
料開発・材料設計を支援。
★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

金属製錬反応の速度論Ⅲ

—無次元数とプロセス解析例—

北 村 信 也*

5. 次元解析と無次元数⁽¹⁾⁽²⁾

平衡定数や活量係数等の熱力学的数値は、実験装置の規模や方法に依らず得られる値であるため、実操業の解析にもそのまま用いる事ができる。しかし、物質移動係数のような速度論的な数値は、攪拌条件だけでなく実験装置のサイズにも影響を受けるため、実験室で得た値で実操業の解析をする事はできない。速度論的な数値を他の条件へ適用するには、無次元化という方法を用いて無次元式にする必要がある。

5・1 次元解析

量の次元とは、ある量体系に含まれる量とその量体系の基本量との関係を、基本量と対応する因数の冪乗の積として示す表現である。例えば平面図形の面積は、係数を無視すれば「辺の長さ」や「円周の長さ」などの違いはあるが、全て「長さ」×「長さ」として表される。また、仕事は「長さ」×「力」、圧力は「力」/「面積」=「長さ」⁻²×「力」で表され、さらに力は「長さ」×「質量」×「時間」⁻²になる。国際量体系(ISQ)においては、7つの物理量が基本量として規定されており、それぞれの基本量に独立の次元が与えられ、さらに次元の記号も規定されている(表5.1)。

言い換えれば、次元解析とは、物理量の間になり立つ関係を次元の観点から整理するもので、最も端的に言えば、実験式を導いたときに左辺と右辺の次元が一致しているのを確認する事である。また、無次元数とは次元を持たないパラメータである。

5・2 Πの定理

実験結果を解析する場合、何個の無次元数を使うべきかを

表 5.1 7つの基本次元.

	長さ	質量	時間	電流	温度	物質質量	光度
次元の記号	L	M	T	I	Θ	N	J
SI基本単位	メートル	キログラム	秒	アンペア	ケルビン	モル	カンデラ
記号	m	kg	s	A	K	mol	cd

判断するにはΠの定理を用いる。物理現象に関与する物理量を x_1, x_2, \dots, x_m として、それらの間に式(5.1)が成り立つものとする。

$$f_m(x_1, x_2, \dots, x_m) = 0 \quad (5.1)$$

物理量に含まれる基本次元の数を n 個とし、 $x_1^{\alpha_1}, x_2^{\alpha_2}, \dots, x_m^{\alpha_m}$ の積によって無次元数Πを作ると、その数は $(m-n)$ 個であり、式(5.1)は式(5.2)で置き換えられる。

$$f_m(\Pi_1, \Pi_2, \dots, \Pi_m) = 0 \quad (5.2)$$

このようにして必要な無次元数の数は分かったが、無次元数の形は実験で決定しなければならない。

例えば、水中を浮上する球形気泡の液側物質移動について次元解析をしてみる。気泡とともに移動する座標からみると、液が気泡の表面を下降する流れと見なすことができる。ガス側の物質移動を無視して、この現象に関与する物理量を挙げると、液相側物質移動係数; $k_L[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$ 、気泡の直径; $d_B[\text{m}]$ 、気泡の浮上速度; $u_B[\text{m}\cdot\text{s}^{-1}]$ 、液中の拡散係数; $D_{AB}[\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}]$ 、液の粘性係数; $\mu[\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}]$ 、液の密度; $\rho[\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}]$ の6個となる。

$$f(k_L, d_B, u_B, D_{AB}, \mu, \rho) = 0 \quad (5.3)$$

ここに含まれる基本単位は、L, M, Tの3個であるため、必要な無次元数の数は $(6-3) = 3$ 個になる。気泡周囲の流れ

* 東北大学名誉教授

Kinetics of Metal Smelting Reaction III —Dimensionless Number and Examples of Process Analysis—; Shin-ya Kitamura (Emeritus Professor, Tohoku University, Sendai)

Keywords: *dimensional analysis, dimensionless number, emulsion, cavity depth, unreacted core model, melting rate, two vessel model*

2020年6月24日受理[doi:10.2320/materia.60.218]

の状態が物質移動に影響すると考えられるため、無次元数の1つは後記するレイノルズ数($Re = d_B \cdot u_B \cdot \rho / \mu$)とすると、 k_L , d_B , D_{AB} , μ , ρ の5つの物理量で2個の無次元数を作ればよい。

k_L と他の物理量との関係は式(5.4)になり、次元式は式(5.5)になる。ここで c は比例定数である。

$$k_L = c d_B^{\gamma_1} D_{AB}^{\gamma_2} \mu^{\gamma_3} \rho^{\gamma_4} \quad (5.4)$$

$$[LT^{-1}] = [L]^{\gamma_1} [L^2 T^{-1}]^{\gamma_2} [ML^{-1} T^{-1}]^{\gamma_3} [ML^{-3}]^{\gamma_4} \quad (5.5)$$

左辺と右辺の次元を比べると、 L については $1 = \gamma_1 + 2\gamma_2 - \gamma_3 - 3\gamma_4$, T については $-1 = -\gamma_2 - \gamma_3$, M については $0 = \gamma_3 + \gamma_4$ が成り立つ。これより、 $\gamma_1 = -1$, $\gamma_2 = \gamma_4 + 1$, $\gamma_3 = -\gamma_4$ となるので、式(5.4)は式(5.6)になり、左辺を無次元になるように整理すると式(5.7)になる。

$$k_L = c d_B^{-1} D_{AB}^{1+\gamma_4} \mu^{-\gamma_4} \rho^{\gamma_4} \quad (5.6)$$

$$\frac{k_L d_B}{D_{AB}} = c \left(\frac{\mu}{D_{AB} \rho} \right)^{\gamma_4} \quad (5.7)$$

左辺は後記するシャーウッド数(Sh)右辺はシュミット数(Sc)であるため、レイノルズ数も含めて書き直すと式(5.8)となる。

$$Sh = c Re^a Sc^b \quad (5.8)$$

この式は物質移動係数を無次元化して表す場合に良く用いられる。平行平板からの物質移動を境界層理論に基づき解くと式(5.9)が、気泡/液体間の物質移動を浸透説で解くと式(5.10)が得られる。

$$Sh = 0.664 Re^{1/2} Sc^{1/3} \quad (5.9)$$

$$Sh = 1.13 Re^{1/2} Sc^{1/2} \quad (5.10)$$

5.3 金属製錬で用いられる代表的な無次元数

物質現象に関係する重要な無次元数を一括して表5.2に示

表5.2 金属製錬反応に関係する代表的無次元数.

名称	無次元数	物理的意味
プラントル数	$Pr = \frac{v}{\alpha}$	動粘性係数/熱拡散率
シュミット数	$Sc = \frac{v}{D_{AB}}$	動粘性係数/拡散係数
ヌッセルト数	$Nu = \frac{hL}{\lambda} = \frac{h\Delta T}{\lambda(\Delta T/L)}$	全熱流束/伝導による熱流束
シャーウッド数	$Sh = \frac{kL}{D_{AB}} = \frac{k\Delta C_A}{D_{AB}(\Delta C_A/L)}$	全物質流束/拡散による物質流束
レイノルズ数	$Re = \frac{Lu}{v} = \frac{\rho u^2}{\mu(u/L)}$	慣性力/粘性力
ペクレ数	$Pe = \frac{Lu}{D_{AB}} = \frac{u C_A}{D_{AB}(C_A/L)}$	対流による物質流束/拡散による物質流束
フルード数	$Fr = \frac{u^2}{gL} = \frac{L^2 \rho u^2}{L^3 \rho g}$	慣性力/重力
ウェーバー数	$We = \frac{\rho u^2 L}{\sigma} = \frac{L^2 \rho u^2}{L\sigma}$	慣性力/表面張力
スタントン数	$St = k/u$	物質移動係数/代表流速

す。これ以外にも多くの無次元数があるが、どんな無次元数もただ形式的に無次元にしたのではなく、明確な物理的意味を持っている。

ここで、 L :代表長さ[m], u :代表速度[m·s⁻¹], ρ :密度[kg·m⁻³], λ :熱伝導率[J·m⁻¹·s⁻¹·K⁻¹], ν :動粘性係数[m²·s⁻¹], α :熱拡散率[m²·s⁻¹], D_{AB} :拡散係数[m²·s⁻¹], h :伝熱係数[J·m⁻²·s⁻¹·K⁻¹], k :物質移動係数[m·s⁻¹], β :体膨張係数[K⁻¹], g :重力加速度[m·s⁻²], σ :表面張力[N·m⁻¹]である。

5.4 解析例

5.4.1 底吹きガスによるエマルジョンの生成⁽³⁾⁽⁴⁾

スラグ/メタル界面を気泡が通過する時、気泡周囲に生成したメタル液膜の破裂や、気泡の下部に生成したメタル柱の破壊によってエマルジョンが生成すると考えられている(図5.1⁽⁵⁾)。これをメタルエマルジョンと呼ぶが、この挙動を、水、シリコンオイル、水銀等を組み合わせ、気泡1個により上層内の生成されるエマルジョン粒子の平均直径を高速ビデオで測定した。結果の例を図5.2⁽³⁾に示すが、気泡径との関係はあるものの、測定系によって大きな差が見られる。これから無次元相関式を求める。まず、平均粒子径; \bar{r}_d に影響を与える物理量を挙げると、気泡径; r_b [m], スラグ/メタル間とメタル(粒子)/気体間の界面エネルギー; σ_{sd} , σ_{gd} [N/m = J/m² = kg/s²], メタルとスラグの粘度; η_d , η_s

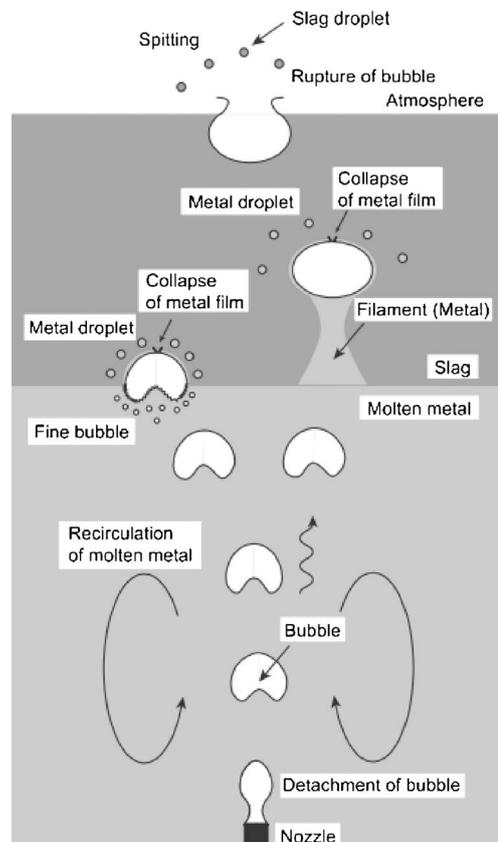


図5.1 気泡が界面を通過する時の諸現象⁽⁵⁾.

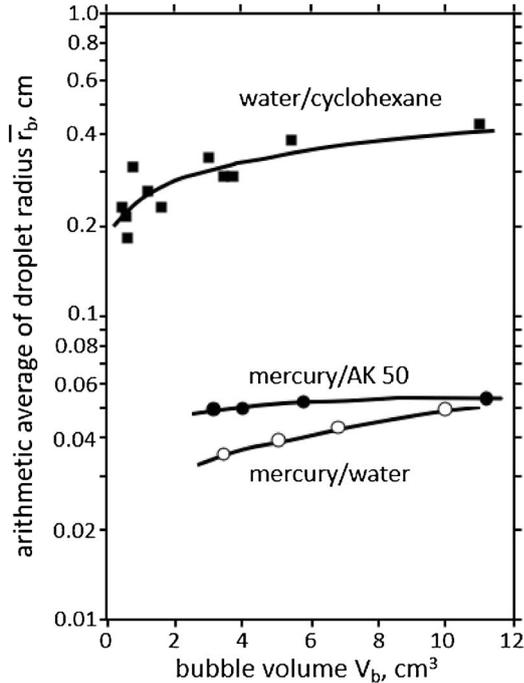


図5.2 気泡体積とエマルジョン粒子径との関係⁽³⁾.

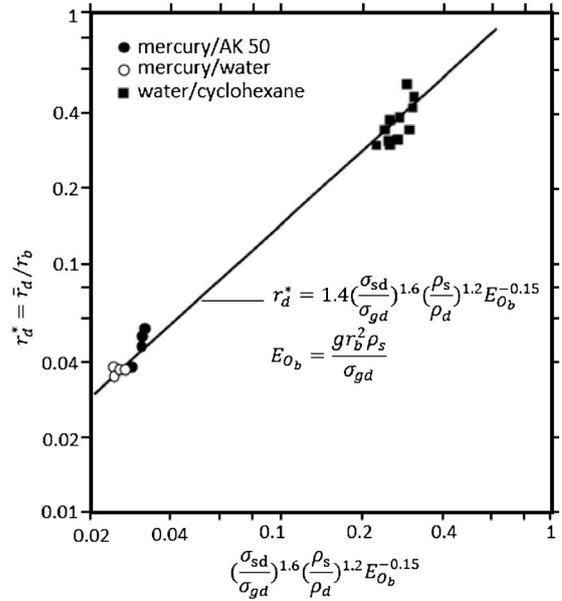


図5.3 実験結果の式(5.13)による整理⁽³⁾.

[Pa·s = N·s/m² = kg/(m·s)], 密度; ρ_d, ρ_s [kg/m³], 及び, 重力加速度; g [m/s²]である(式(5.11)). ここに含まれる基本単位は, L, M, T の3個であるため, 必要な無次元数の数は $(8-3) = 5$ 個になる.

$$\bar{r}_d = f(r_b, \sigma_{sd}, \sigma_{gd}, \eta_d, \eta_s, \rho_d, \rho_s, g) \quad (5.11)$$

そこで, 平均粒子径と気泡径の比 ($r_d^* = \bar{r}_d/r_b$), スラグ/メタル間とメタル(粒子)/気体間の界面エネルギーの比 (σ_{sd}/σ_{gd}), メタルとスラグの粘度比 (η_d/η_s), メタルとスラグの密度比 (ρ_d/ρ_s) を考える. そして, 浮力と表面張力の関係を示す無次元数であるエトベス数 (E_0 ; 式(5.12)) を考慮する事で, 5個の無次元数が得られ, 式(5.13)が得られた.

$$E_0 = \frac{g \rho_s r_b^2}{\sigma_{gd}} \quad (5.12)$$

$$r_d^* = c \left(\frac{\sigma_{sd}}{\sigma_{gd}} \right)^m \left(\frac{\eta_d}{\eta_s} \right)^n \left(\frac{\rho_d}{\rho_s} \right)^p E_0^q \quad (5.13)$$

各定数は実験結果を回帰して求めた結果, 図5.3のように, $c = 1.4, m = 1.6, n = 0, p = 1.2, q = -0.15$ となった.

5・4・2 上吹きガスによる鋼浴の凹み深さ⁽¹⁾

鉄鋼製錬では上吹き転炉による脱炭精錬が広く用いられている. この時, 上吹き噴流の強さは脱炭反応の効率やスラグの FeO 濃度等に大きな影響を与える. この上吹き噴流の強さを表す指標として, 噴流により鋼浴表面に生成する凹み(キャビティ)の深さが用いられている(図5.4). この現象に関係する物理量を挙げると, 凹み深さ; L [m], 浴面から噴流出口までの距離; h [m], 噴流出口の直径; d [m], 溶鋼とガスの密度; ρ_l, ρ_g [kg/m³], ガスの噴出速度; v [m/s], 重力加速度; g [m/s²]の7個になる. ここに含まれる基本単位は, L, M, T の3個であるため, 必要な無次元数の数は $(7-3) = 4$ 個になる.

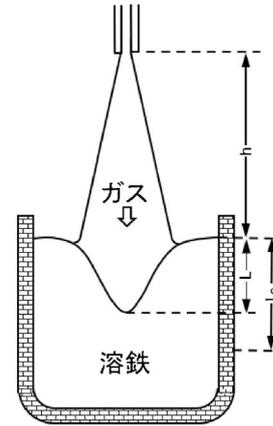


図5.4 上吹きガスによるキャビティの生成.

そこで, 幾何学的条件から凹み深さと噴流出口の直径の比 ($\pi_1 = L/d$), 浴面から噴流出口までの距離と凹み深さの比 ($\pi_2 = h/L$) をとり, 流体の条件からフルード数 ($\pi_3 = v/(dg)^{1/2}$) を, そして溶鋼とガスの密度比 ($\pi_4 = \rho_l/\rho_g$) を考えた. また, π_2 では目的である L が陰関数として含まれる不便であるため, $h=0$ での L の値 (L_h) で置き換えた ($\pi_2' = h/L_h$). 水/空気系での実験で π_1, π_2', π_3 の関係を求め, 実用的に使いやすいよう, v を酸素供給速度; F_{O_2} [Nm³/s] で書き換えた結果, 式(5.14)を得た.

$$L = L_h \exp(-\beta h/L_h), \quad L_h = \alpha (F_{O_2}/d\sqrt{g})^{2/3} \quad (5.14)$$

尚, α, β は試験転炉を用いた実験から決定し, それぞれ, 0.78, 63.0である.

6. 金属製錬プロセスに関する解析方法

ここでは, 前節までで示した以外の基本的な解析方法を紹介する.

6・1 未反応核モデル⁽⁶⁾

未反応核モデルは、鉄鉱石の還元のような気固反応で、反応によって生成する相が多孔質で、気体中の反応成分は生成物相内を拡散して未反応物の表面まで到達する事で反応が持続し、反応は未反応物表面でのみ進行する場合に適用される(図6.1)。

この反応の素過程として以下を考える。

- (1) 反応ガスの気相側境膜層内拡散
- (2) 反応ガスの多孔質反応生成物層内の気孔内拡散
- (3) 反応核表面での化学反応

気相側境膜層内の拡散流速は式(6.1)で表せる。ここで、 k_g は気相側境膜層内の物質移動係数で、境膜説では $k_g = D/\delta_0$ になる。ここで、 δ_0 は境膜厚である。

$$N_g = 4\pi r_0^2 k_g (C - C_0) \quad (6.1)$$

気孔内拡散については C を反応生成物層内の任意の面 r における反応ガスの濃度とすると式(6.2)で表され、これを r_0 から r_i まで積分すると式(6.3)が得られる。

$$N_p = 4\pi r^2 D_{\text{eff}} \frac{dC}{dr} \quad (6.2)$$

$$N_p = 4\pi D_{\text{eff}} \frac{r_i r_0}{r_0 - r_i} (C_0 - C_i) \quad (6.3)$$

ここで、 D_{eff} は気孔内気体拡散係数であって、自由空間における拡散係数 D_0 と気孔率 ϵ 、迷宮度係数 ξ を用いて、 $D_{\text{eff}} = D_0 \epsilon \xi$ で表される。迷宮度係数とは複雑な経路を持つ気孔による拡散の妨害効果を示すもので1より小さな値である。

界面化学反応は式(6.4)で表される。ここで C' は反応によって生成する気体の濃度であるが、反応によって消費される気体のモル数と、生成ガスのモル数が等しいとし、反応ガスの平衡濃度を C^* とすると式(6.5)になる。

$$r_R = 4\pi r_i^2 k_r \left(C_i - \frac{C_i'}{K} \right) \quad (6.4)$$

$$r_R = 4\pi r_i^2 k_r \frac{1+K}{K} (C_i - C^*) \quad (6.5)$$

反応が定常状態であれば $N_g = N_p = r_R = r_{\text{ov}}$ になるので、 C_0 、 C_i が消去でき式(6.6)が得られる。

$$r_{\text{ov}} = \frac{4\pi r_0^2}{\frac{1}{k_g} + \frac{r_0}{D_{\text{eff}}} \frac{r_0 - r_i}{r_i} + \frac{K}{k_r(1+K)} \frac{r_0^2}{r_i^2}} (C - C^*) \quad (6.6)$$

総括物質移動係数 k_t を考えると式(6.7)のように表され、右辺分母の第一項は気相側境膜拡散に対する抵抗、第二項は気孔内拡散に関する抵抗で、第三項は化学反応に対する抵抗である。

$$\frac{1}{k_t} = \frac{1}{k_g} + \frac{r_0}{D_{\text{eff}}} \frac{r_0 - r_i}{r_i} + \frac{K}{k_r(1+K)} \frac{r_0^2}{r_i^2} \quad (6.7)$$

還元率 R を $1 - (r/r_0)^3$ で定義すると式(6.8)が得られ、これを積分すると式(6.9)となり、還元率と時間の関係が導出される。ここで、 d_0 は反応に供される元素の初期濃度であり、鉄鉱石のCOによる還元であれば、鉱石中の酸素濃度である。

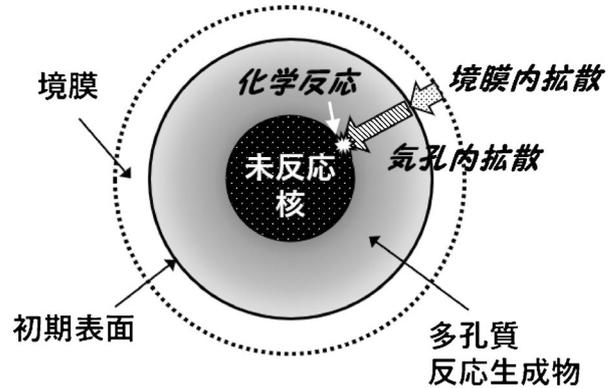


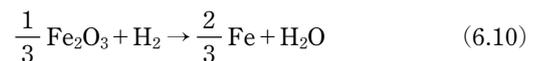
図6.1 未反応核モデル。

$$\frac{dR}{dt} = \frac{3}{\frac{1}{k_g} + \frac{r_0}{D_{\text{eff}}} \left\{ (1-R)^{-1/3} - 1 \right\} + \frac{K}{k_r(1+K)} \frac{1}{(1-R)^{2/3}}} \times \frac{1}{r_0 d_0} (C - C^*) \quad (6.8)$$

$$\frac{R}{3k_g} + \frac{r_0}{6D_{\text{eff}}} \{1 - 3(1-R)^{2/3} + 2(1-R)\} + \frac{K}{k_r(1+K)} \{1 - (1-R)^{1/3}\} = \frac{C - C^*}{r_0 d_0} \times t \quad (6.9)$$

この式に従い、時間と R 、 $\{1 - 3(1-R)^{2/3} + 2(1-R)\}$ 、又は、 $\{1 - (1-R)^{1/3}\}$ の関係をプロットすれば律速過程が明らかになる。

応用例として、酸化鉄ペレットの単一粒子を水素ガスで還元する場合を示す⁽⁷⁾。式(6.10)に示す反応の反応速度を、式(6.11)のように固体粒子層体積 V_B 、反応に消費された水素のモル数 n を用いて表す。



$$R^* = -\frac{1}{V_B} \frac{dn}{dt} \quad (6.11)$$

総括反応速度は式(6.6)と同じであるが、反応界面積を形状係数($\phi =$ 粒子と同体積の球の表面積/粒子の表面積)と空間率 ϵ を考慮すると式(6.12)になる。

$$R^* = \frac{3(1-\epsilon)/\phi r_0}{\frac{1}{k_g} + \frac{r_0}{D_{\text{eff}}} \frac{r_0 - r_i}{r_i} + \frac{K}{k_r(1+K)} \frac{r_0^2}{r_i^2}} (C - C^*) \quad (6.12)$$

ここで、気相側境膜層内の物質移動係数 k_g 、気孔内気体拡散係数 D_{eff} を計算するための迷宮度係数 ξ 、化学反応速度定数 k_r 、平衡定数 K は、それぞれ文献値から推定し、境膜内拡散抵抗、気孔内拡散抵抗、化学反応抵抗を評価した。粒子径0.2 cm、未還元ペレットの気孔率0.5、気体流速4 cm/sの場合に、還元率(f)毎に、各抵抗の比率と温度の関係を示したものが図6.2である。これより、還元反応の初期には、高温では境膜内拡散抵抗が支配的であるが低温では化学反応抵抗が支配的であるのに対して、還元反応が進むとともに、低温でも気孔内拡散抵抗が増加する事がわかる。尚、575°C

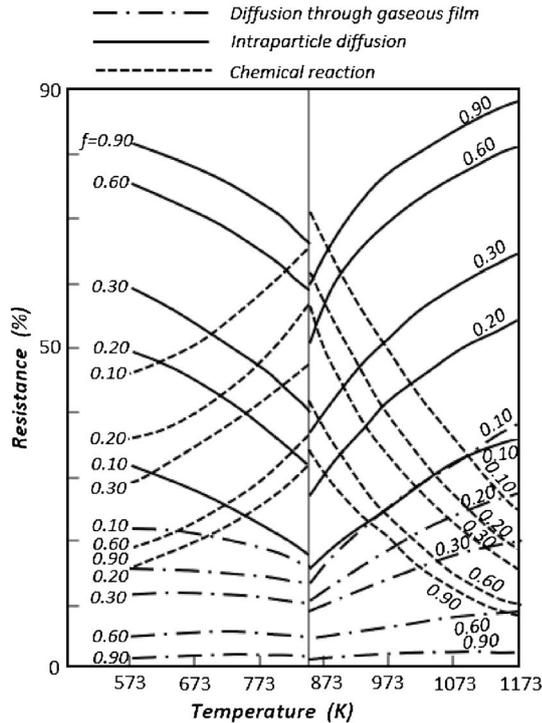


図6.2 酸化鉄ペレットの還元に対する各抵抗の寄与率⁽⁷⁾.

を境に不連続になっているのは、575°Cより低温側と高温側で化学反応速度定数と平衡定数に対して別々の式を用いているためである。

6・2 固体の溶解モデル⁽⁶⁾⁽⁸⁾

金属製錬プロセスでは、スクラップのようになりサイクルされる金属や合金元素として添加される金属がメタル浴で溶解したり、精錬剤として添加された固体酸化物がスラグ浴で溶解したりする。全くの同一組成の添加物であれば、単に伝熱で溶解が進むが、多くの場合は、固/液反応により界面での組成変化を伴って溶解が進む。例えば、鉄鋼製錬でのスクラップの溶鉄への溶解速度は、伝熱速度と溶鉄からスクラップへの浸炭速度のバランスで決まり、同じく鉄鋼製錬での生石灰のスラグへの溶解は界面での低融点相の生成に依るため、伝熱ではなく界面での物質移動速度が律速する。

ここでは固体酸化物の溶解速度を考える。最も単純に、固体酸化物は純粋で、その酸化物を濃度 C_0 で含む液体スラグに溶ける場合に、液相中の濃度境界層における拡散が律速すると仮定する。この場合は、溶解速度 v (界面の移動速度; $m \cdot s^{-1}$) は、液体スラグ中の飽和溶解度を C_{sat} 、物質移動係数を k_L ($m \cdot s^{-1}$) とすると式(6.13)で表される。

$$v = k_L (C_{sat} - C_0) \quad (6.13)$$

一方、ある酸化物を濃度 C_1 で含む固体酸化物が、その酸化物を濃度 C_0 で含む液体スラグに溶ける場合を考える。液体中の濃度境界層における、その酸化物の拡散が律速すると仮定すると、液体中の拡散は式(6.14)で表す事ができる。

$$D_L \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + v \frac{\partial C}{\partial x} = \frac{\partial C}{\partial t} \quad (6.14)$$

ここで、 C 、 D_L は液体スラグ中の当該酸化物の濃度と拡散係数 ($m^2 \cdot s^{-1}$) であり、 t は時間 (s) である。

定常状態 ($\partial C / \partial t = 0$) の場合の解は式(6.15)になる。

$$C = C_L + (C_0 - C_L) \frac{1 - \exp\left(-v \frac{x}{D_L}\right)}{1 - \exp\left(v \frac{\delta}{D_L}\right)} \quad (6.15)$$

ここで、 δ は境界層の厚さ (m)、 C_0 、 C_L はバルク、界面の濃度である。これより、固体の溶解速度 v は式(6.16)で表される。

$$v = \frac{D_L}{\delta} \ln \left(1 + \frac{C_L - C_0}{C_1 - C_L} \right) = k_L \ln \left(1 + \frac{C_L - C_0}{C_1 - C_L} \right) \quad (6.16)$$

式(6.13)や式(6.16)における物質移動係数 k_L に関しては、固体平板や固体円柱からの強制対流下の液体への物質移動(溶解)に対する J 因子を用いた式(6.17)の関係が得られている。

$$J = St \times Sc^a = \text{const} \times Re^b \quad (6.17)$$

ここで、 St 、 Sc 、 Re は 5・3 節で示した無次元数の、 Stanton 数、シュミット数、レイノルズ数である。

液体に浸漬させた円柱を回転させて物質移動速度を測定する実験を、Steel/Al, Cu/Pb, Sn/Hg 等の様々な組み合わせで行った結果を解析した例を図6.3⁽⁹⁾に示す。これで得られた実験式を式(6.18)に示すが、異なる系に対しても良く対応している。これは、いずれの場合も熔融金属中の物質移動が律速しているためである。

$$J = St \times Sc^{2/3} = 0.0065 \times Re^{-0.25} \quad (6.18)$$

同様な手法で、石灰焼結体の熔融スラグへの溶解速度を測定した例を示す⁽¹⁰⁾。実験は試薬の CaO を焼結して作成した円柱を熔融スラグ中で回転させ、直径減少量から溶解速度を測定している。代表的な結果を図6.4に示すが、回転数の増加に伴い溶解速度も大きくなっている。このような結果から、スラグ内物質移動律速を仮定し式(6.19)に従い物質移動係数 (k_s) を算出した。

$$-\frac{dr_{rod}}{dt} = \frac{k_s \rho_s}{100 \rho_{rod}} \Delta (\% \text{CaO}) \quad (6.19)$$

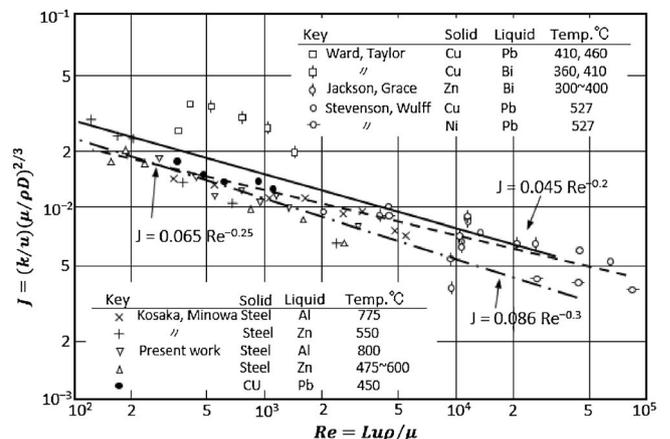


図6.3 種々の系での円柱回転試験結果の J 因子での整理⁽⁹⁾.

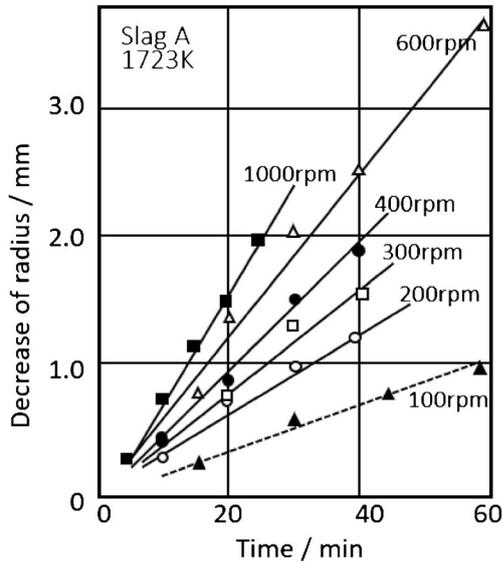


図6.4 生石灰焼結体のスラグへの溶解速度⁽¹⁰⁾.

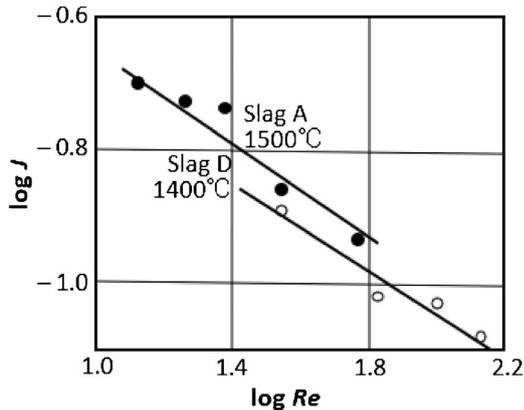


図6.5 生石灰の溶解速度の式(6.17)での整理⁽¹⁰⁾.

ここで、 r_{rod} は石灰焼結体円柱の半径、 ρ_s, ρ_{rod} はスラグ、焼結体の密度、 Δ (%CaO) はスラグ中の CaO 濃度と飽和 CaO 濃度との差である。得られた物質移動係数を式(6.17) ($a=2/3$ とした)で整理したところ図6.5のように良い対応が見られ式(6.20)が得られている。

$$J = St \times Sc^{2/3} = 0.384 \times Re^{-0.31} \quad (6.20)$$

ところで、式(6.17)を回転速度が一定として粘度(η)と拡散係数(D)を用いて書き直すと、式(6.21)になる。ここで A は定数である。

$$k = A \times \left(\frac{\eta}{\rho}\right)^{-(a+B)} \times D^a \quad (6.21)$$

熔融スラグ密度の温度依存性は小さいので無視し、両辺の対数を取り、上記の実験で得られた $a=2/3$, $b=-0.31$ とすると式(6.22)になる。

$$\log k = \log A - \left(\frac{2}{3} - 0.31\right) \log \eta + \frac{2}{3} \log D \quad (6.22)$$

この関係からわかるように物質移動係数の活性化エネルギーは粘度と拡散係数の活性化エネルギーから求められる。粘

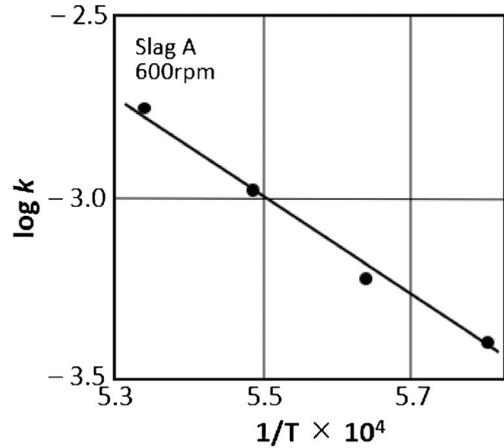


図6.6 生石灰の溶解速度の温度依存性⁽¹⁰⁾.

度と拡散係数の活性化エネルギーを、それぞれ約 210 kJ/mol, 約 290 kJ/mol すると計算値は約 225 kJ/mol となる。測定された物質移動係数の温度依存性を図6.6に示すが、これから計算された活性化エネルギーは 265 kJ/mol であり、上記の理論値と良く一致し、この実験で得られた現象が物質移動律速であることを示している。

6.3 攪拌混合と2槽モデル

金属製錬プロセスにおいて攪拌混合は重要である。攪拌混合が不十分の場合には、上記の界面での物質移動速度や化学応速度ではなく、マクロ的な混合がプロセスの反応速度を律速する場合もある。ここでは、製鋼プロセスで用いられている代表的な装置であるRH (Ruhrstahl-Hausen) 真空脱ガス法を例にして説明する。

RH では、図6.7に模式的に示すように、取鍋内容鋼中に浸漬した2本の管のうち1本(上昇管)に Ar ガスを吹き込み、見かけの密度を小さくする事で溶鋼を真空槽内に上昇させる。溶鋼は槽内で真空に曝されて脱ガス反応(脱炭や脱水素)を起こしたのち、他の1本(下降管)を通して取鍋中に戻ることで循環する。RH では、このエアリフトポンプによる環流速度(Ω : kg/s), が非常に重要であり、式(6.23)⁽¹¹⁾のような経験式が数多く提案されている。

$$\Omega = 11.4 \times (10^3/60) \times (q_{up} \times 60 \times 10^3)^{1/3} \times D_{RH}^{4/3} \times \left(\ln \frac{P_N}{P_V}\right)^{1/3} \quad (6.23)$$

ここで、 D_{RH} は下降管内直径(m), q_{up} は上昇管へのガス吹き込み速度(Nm³/s), P_N はガス吹き込み位置の静圧(Pa), P_V は真空度(Pa)である。

RH は物理的にも真空槽と取鍋の2槽から成り立つため、真空槽内でのみ溶鋼化学反応が起こり、真空槽内容鋼と取鍋内容鋼が循環するという2槽モデルが考えやすい⁽¹³⁾。今、図6.7のように、 W_{Ladle} , W_{VAC} を取鍋内と真空槽内の溶鋼質量(kg), $[\%C]_{Ladle}$, $[\%C]_{VAC}$ を取鍋内と真空槽内の溶鋼中炭素濃度(mass%)とし、真空槽での脱炭反応($[C] + [O] = CO(g)$)の速度を液相側物質移動律速と仮定し、その容量係

実学講座

金属材料実験の手引き



1. 組織観察

1-2 汎用走査型電子顕微鏡を用いた組織観察

徳永智春*



1-2-1 はじめに

前回は光学顕微鏡を用いた組織観察でした。光学顕微鏡は 0.2 μm 程度の分解能です。さらに細かい組織を見るためには、波長がより短い電子線を利用する顕微鏡が有効です。今回は電子顕微鏡の一つである走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM†) について初学者を対象とした解説をしていきます。同じように電子線を用いる透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope, TEM) とは異なり、SEM は光学顕微鏡のように取り扱いやすい顕微鏡です。ただし、電子線を用いるために試料室は真空環境となります。SEM は収束させた電子線 (細く絞った状態) を、試料表面をなぞるように走査しながら照射し、照射領域から発生する二次電子や反射電子の強度を主に検出することで、試料表面の形状を描き出し、像をモニター上に形成します。組織の拡大像を得る方法が、光学顕微鏡や TEM とは大きく異なるので注意が必要です。SEM の原理や構造、操作方法だけでなく、観察時のコツやしばしば観察の障害となる帯電や試料汚染に対する対応策に至るまで要点を抑えながら概説します。

1-2-2 SEM で像が形成される仕組み

光学顕微鏡は可視光 (波長 400 nm ~ 700 nm 程度の範囲) を光学レンズで屈折させて拡大像を形成していました。虫眼鏡と同様です。SEM の場合には拡大像を得る方法が全く異なります。この項では、SEM で拡大像が得られる仕組みについてまず概説します。

• SEM 像のコントラスト 電子線が試料に照射されると、図 1 に示すように、試料を構成する原子と様々な相互作用が生じます。SEM は、このような相互作用で生じる信号を検出して像を構成します。組織観察のために一般に用いら

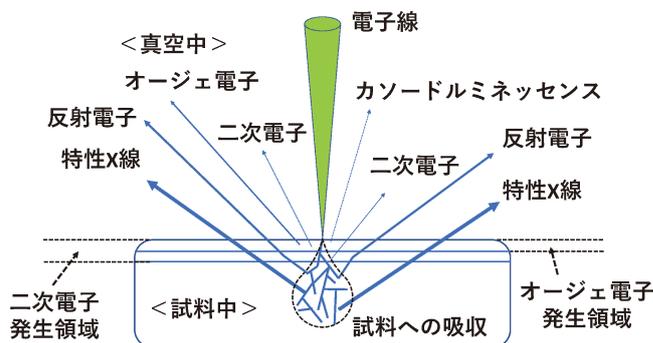


図 1 試料から発生する信号。
電子線を試料に照射した際、二次電子 (SE)、反射電子 (BSE)、特性 X 線、オージェ電子やカソードルミネッセンスといった信号が発生します。SEM では発生量の多さと試料表面近傍から発生するという理由から、SE を検出することで表面観察を行っています。SE は試料最表面から数ナノメートルの深さ領域から発生するため、SEM 像は試料最表面の形状を厳密には反映していないことに注意してください。また、照射された多くの電子線は試料に吸収され熱になります。

れる信号は、二次電子と反射電子です (1-2-4 の二次電子と反射電子の項を参照)。図 1 に示した特性 X 線は組成分析に用いられ、反射電子は後述する結晶方位の計測にも用いられます。組織観察には二次電子、反射電子が用いられると述べましたが、用いる信号を変えれば、その信号特有の情報を含んだ像を形成することも可能です。特性 X 線を用いれば、組成の違いを反映した像となりますし、カソードルミネッセンス (CL) の信号を用いれば、CL 像を得ることができます。また、オージェ電子を用いることで試料表面近傍の元素分析が可能です。このように多彩な信号を利用できるので、二次電子を検出して像を形成したときには、二次電子像、反射電子であれば反射電子像のように呼称します。二次電子像、反射電子像については 1-2-4-2 の二次電子像と反射電子像の項で詳しく説明します。組織を観察するとき重要なこと

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

Keywords: scanning electron microscope, magnetic lens, electron beam, second electron, reflected electron

(走査型電子顕微鏡, 磁場レンズ, 電子ビーム, 二次電子, 反射電子)

† 装置として示すときには、Scanning Electron Microscope, 観察方法を示すときには、Scanning Electron Microscopy です。

2021年1月13日受理 [doi:10.2320/materia.60.225]

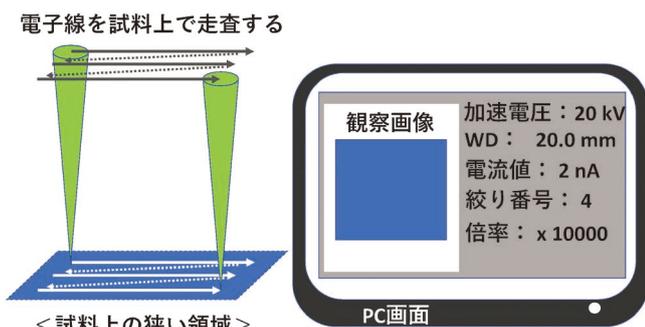


図2 SEM像が得られる流れ。

電子線が試料上で走査照射される時、照射された位置から様々な信号が発生します。電子線が照射されている位置と発生した信号の強さが、モニター上に走査領域と相似形で拡大表示されることで、SEM像は形成されます。また操作ソフトウェア上には、電子線の加速電圧、作動距離(WD)プローブ電流量など様々な情報が表示されます。この情報をSEM像と共に記録しておく、関連する試料の観察時に同様の観察条件を用いることができますので便利です。

は、そのコントラスト生成の要因を理解することでしたね。光学顕微鏡像のコントラストは、主に試料表面からの光の反射強度に依存していました。SEMでは、用いる信号の強度に依存します。二次電子や反射電子を用いた時には、その強度で像のコントラストが変化します。二次電子や反射電子が発生しやすい箇所は、明るくなります。二次電子や反射電子の強度は、試料表面の形状にも依存しますが、それ以外にも、組成の違い、結晶構造の違い、検出器への取り込み確率の違いなどにも影響されます。光学顕微鏡と比較すると、単に分解能が高いだけではなく、より多くの情報を得ることができる利点をSEMは有しています。

• 拡大の仕組み：図2は、SEM像が形成される仕組みについて示しています。各種電磁レンズ群で試料上に収束された電子線を、走査コイルを用いて試料表面上を走査させます。照射された各点から発生する信号の強度を検出して、その信号に対応した強度で、図2に示すように、モニター上に走査した形状と相似形で像を描き出します。試料とモニターとの間には光学レンズに対応するようなレンズは設置されていません。組み込まれている各種電磁レンズ群は、電子銃から発せられた電子線を試料上へ収束させる役割を主に担っています。観察時の倍率は、試料上での走査幅とモニター上での走査幅の比で決定されます。電気的な信号処理によって拡大している点が、光学顕微鏡と大きく異なります。例えば、10000倍の像を得るときには、試料上での電子線の走査幅は数 μm 程度の大きさです。何気なく使用しているかと思いますが、実は結構精密な制御のもとに像が形成されているのです。

• 観察時の分解能：SEMの分解能は、様々な要因で左右されます。最も知っておくべきことは試料上を走査するとき用いる収束させた電子線の径(プローブ径と言います)の大きさです。電子線の照射領域から発生された信号(厳密にはその近傍部も含めて)の強度が、モニター上に点状に順

次投影されていくと考えてください。こう考えると、100 nm程度の分解能を得たい時に、1 μm 径のプローブを用いると、100 nmの径は完全に埋もれてしまいますね。この場合には、少なくとも100 nm以下のプローブ径にしなければ意味がありません。電子線を細く絞り込むという点において、電子線は波長が短いということが有効に作用します。加速電圧がV(V)の時の電子線の波長 λ は、式(1)に示すように加速電圧に依存します。

$$\lambda = \frac{1.2264}{\sqrt{V(1+9.7846 \times 10^{-7} V)}} \quad (\text{nm}) \quad (1)$$

荒っぽく近似すると、 $\lambda = 1.23/\sqrt{V}(\text{nm})$ となります。

例えば、20 kVの加速電圧では、0.00859 nm(8.59 pm)程度になります。この値は、光学顕微鏡の可視光線と比べると5桁程度も短い波長です。この短い波長のおかげで、回折収差(光学顕微鏡の1-1-5対物レンズを参照)が小さくなり、後述する対物電磁レンズでの収束が容易となります。式(1)に示すように、加速電圧が高ければ高いほどその波長は短くなるので、プローブ径を小さくするという点においては有利となります。ただし、細く絞る径には限界があります(他の収差の影響です)。使用する機種構成、加速電圧や照射電子線量にもよりますが、収束径は数 nm から数十 nm 程度の範囲です。ここで、倍率と分解能とを考えてみましょう。光学顕微鏡の場合には、倍率という言葉をよく使用します。ただ、SEMの場合には、電子線を照射する領域を狭くすることで倍率を際限なく上げることは可能ですが、その倍率で実際に物体の形状が明瞭に観察できるかは観察してみなくてはわかりません。分解能は、この観察できる、という倍率を具体的に示しています。使用しているSEMの仕様には、その装置の分解能が記載されています。この分解能は、どれだけ小さなものを観察することが可能かを示しているわけではなく、ある物体を別々の物体として認識することが可能な物体間の最小距離を意味しています。正確には二点分解能と言われます。もちろん分解能の値が小さければ小さいほど、より微細な組織を観察できる可能性が高くなります。使用する装置の分解能を予め知っておくと良いでしょう。実際には、それ以外の様々な要因(振動、ドリフト、試料の状態、設置環境など)でも制限されますので注意が必要です。ちなみに、加速電圧が高いほど波長が短くなるため、電子線のプローブ径は加速電圧に反比例しますが、電子線が有するエネルギー幅に比例してしまうことも知られています。仕様には、加速電圧に対応した分解能が表記されている場合もあります。

1-2-3 SEMの構造

一般的なSEMの構造と外観写真を図3(a),(b)に示します。SEMの構造を大きく分類すると、①電子線を試料上へ照射するための機構、②試料からの信号を検出する機構、③試料室と真空排気機構、そして、④分析機器などの補器類に分けられます。①は、電子を発生させて加速する電子銃、電子線の強度を調整するコンデンサレンズ(集束レンズ)、電子

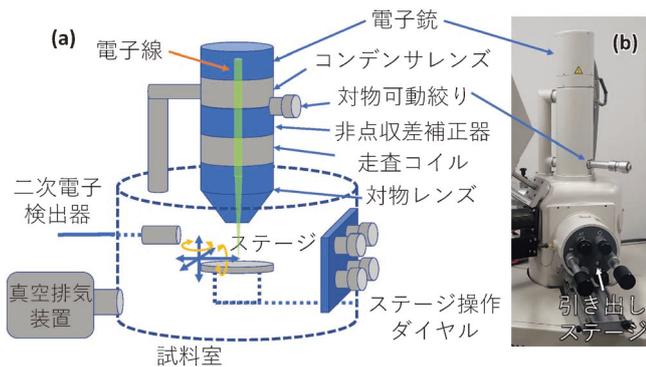


図3(a)-(b) SEMの構造概要図。

汎用SEMの構造(a)と実際のSEMの外観(b)を示します。SEMの上部から順に電子銃、コンデンサレンズ、対物可動絞り、非点収差補正器、走査コイル、対物レンズと試料室が位置しています。試料室には試料を設置するステージと、試料から発生する二次電子や反射電子を検出するための検出器が格納されています。また試料室を真空に維持するための真空排気装置が接続されています。ステージには試料室外部からステージの位置や傾きをコントロールするための操作ダイヤルが接続されており、真空の試料室内にあるステージを試料室外部からコントロール可能です。ステージは電子線の照射軸であるZ軸、Z軸に垂直なXY軸の水平移動、更には試料傾斜や回転機構が取り付けられているものも多く存在します。

線の照射径をコントロールする対物可動絞り(様々な呼称があり、「対物絞り」、「可動絞り」、また単純に「絞り」と呼ばれることがあります)、電子線を真円形状に補正する非点収差補正器、電子線を試料上で走査させるための走査コイル、試料表面に焦点を合わせる対物レンズから構成されます。②は、検出する信号に適応した検出器が設置されます。多くの場合には二次電子検出器と反射電子検出器です。設置される場所は機種によって異なります(後述)。③は機種によって様々です。図3(c)-(e)に示した例では、試料室内に試料を設置するためのステージがあり、このステージはXY水平移動、高さ移動、傾斜、回転などの機構を有しています。後述しますが、各種移動調整をするときには試料が対物レンズとぶつからないように十分注意しなければなりません。試料室は、真空排気されます。直接試料室を大気にして試料を設置するタイプや、予備室を通して試料を設置するタイプなどもあります。④についてはSEMの仕様に依存しますが、主には、元素分析を可能とする特性X線を検出するエネルギー分散型X線分光器(Energy Distribution X-ray Spectroscopy: EDS)や特定の電子線照射条件において試料表面近傍において回折して脱出してきた反射電子線を撮像する電子線後方散乱回折(Electron Back Scattered Diffraction: EBSD)装置が取り付けられている場合もあります。以下、それぞれについて概説していきます。

1-2-3-1 電子銃

電子線を発生させる電子銃には、熱することで発生する熱電子を利用する熱電子放出型(Thermal Emission: TE型)と電界で発生させる電界放出型(Field Emission: FE型)に大

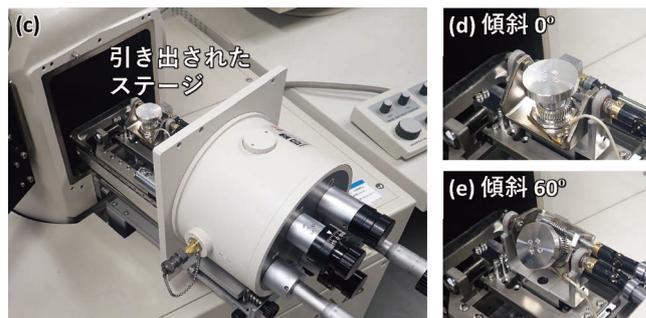


図3(c)-(e) SEMの構造概要図。

(c)は、試料室の真空を大気開放して、内部のステージを引き出した状態を示しています。試料ステージの引き出し機構は、使用している機種に依存します。ステージを引き出すことなく(大気開放することなく)、予備排気室を経由して試料を取り出す機種もあります。写真に示すような機種の場合には、ステージを引き出した後に、試料室内部を確認してみてください。機種にもよりますが対物レンズの先端や検出器の位置関係を知ることができます。検出器と試料の位置関係は、メモを取っておくと観察時に便利です。また、対物レンズ先端と試料の位置関係にも注意してください。ステージを引き出すときには、既定の試料位置へ戻すことを忘れないようにしてください。試料が対物レンズと接触する事故を防げます。(d)と(e)は、試料室から引き出されたステージを示しています。写真の例では、ステージ下部に取り付けられている歯車によってステージ移動はもちろん、高角度の傾斜にも対応していて、試料を様々な方向から観察することができます。ステージ操作ダイヤルを動かす際には、試料室内部の各種部品との接触に注意してください。

別され、FE型は、熱と電界放出を併用する熱電界放出型(Schottky型)、そして電界放出型(Cold FE型)が存在します。いずれにおいても電子線を放出するフィラメントのようなものをエミッターと呼称します。各電子銃の構造を図4に示します。TE型の電子銃は、エミッターに電流を流すことにより加熱し、熱電子を発生させます。その熱電子を、エミッター先端近傍に設置されたウェーネルトと呼ばれる単孔があけられた金属製の陰極によって(図4(d)を参照)、ウェーネルト直下に収束させ、その後、単孔陽極により加速されます。Schottky型は、同じくエミッターに電流を流し加熱しますが、熱電子が発生するほどの加熱は行われません。エミッター先端近傍に設置された第一陽極により高い電界を印加することで電界によって電子を引き出し、引き出された電子を、第二陽極を用いて加速する手法です。加熱により発生する熱電子が電子線に含まれないように、サブレッサーと呼ばれる陰極を用いてトラップする構造が特徴的です。また、Cold FE型は、加熱を必要としないためサブレッサーは備えられておらず、先端が鋭く尖ったエミッターに対して第一陽極により形成される電界を印加することにより電子を引き出し、第二陽極により電子を加速する構造となっています。

TE型は取り出せる電子の数は多いのですが、電子が放出されるエミッター上の領域が広いため、電子線を絞った際のプローブ径が大きくなります(輝度に関係します。TE型は輝度が低くなります)。そのため照射電流密度が低くなり、他の方式の電子銃と比較すると像の明るさが低くなる傾向にあります。一方、FE型では、電子線発生領域が狭く、発生

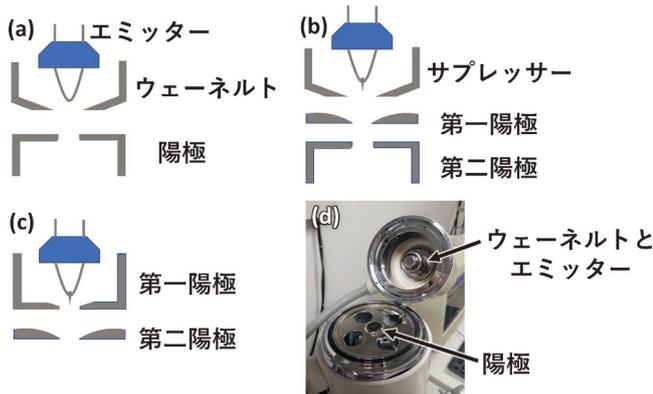


図4 電子銃の模式図。
 (a) 熱電子放出(TE)型, (b) 熱電界放出(Schottky)型, (c) 電界放出(Cold FE)型電子銃の構造模式図を示しています。どの型式の電子銃においても, エミッターからの電子を陽極を用いて引き出しています。熱電子放出型では, エミッターから発生した熱電子は, 負に帯電させたウェーネルト直下に収束したのちに, 陽極により加速されます。熱電界放出型では, 加熱されたエミッターから発生する熱電子を, サプレッサーによってトラップする構造となっているのが特徴的です。(d)は熱電子放出型電子銃部分を大気開放した状態を示しています。エミッターの交換を使用者自身で容易に行うことが可能です。エミッターが溶断し, 交換を行うときには, 十分に冷却していること(時間において)を確認してから大気開放すること, 大気開放中に埃などが入らないよう十分配慮した作業が必須です。

する電子の数は少ないものの, プローブサイズを小さくできること(分解能に関係します)や明るい像が得られる特徴を有しています。また電界放出により電子を取り出すため, 放出される電子のエネルギー分散が小さくなる利点も有しています(エネルギー分散とは, 電子線のエネルギー幅のことです。電子線の色という表現が使われることもあります)。この利点は, より電子線を細く収束できることにもつながります。各電子銃に用いられるエミッターの材質は, TE型では, タングステンフィラメントや単結晶の LaB_6 , CeB_6 , Schottky型では ZrO/W が, そしてFE型では W 単結晶が一般に用いられています。本稿で取り扱うような汎用SEMでは, TE型が一般的です。TE型の場合には, ウェーネルトとエミッターの距離を短くすることで, エミッターで発生した電子をより多く電子線として利用することもできます(これをホットと呼称することがあります)。より明るく, 高いコントラストを有するSEM像を取得するコツの一つですが, プローブ径は大きくなります。ここで, TE型電子銃から発せられる電子線の電流量は, ウェーネルトとエミッター間の距離にのみ依存するので, SEMをコントロールする操作系ソフトウェアから, 電子銃において発生する電流量を意図的にコントロールすることはできません。この点はFE型とは異なります。

1-2-3-2 コンデンサレンズ

電子銃で発生した電子線は, その下方に設置された電磁レンズ群に向かいます。コンデンサレンズ(集束レンズ)は, その最初の電磁レンズです。電磁レンズは, 電子線に対してド

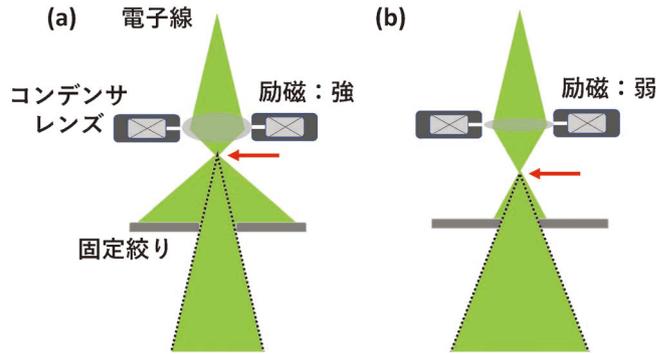


図5 コンデンサレンズによる電流調整。
 電子銃で発生した電子線の電流量は, コンデンサレンズの励磁を変えることで調整できます。多くの場合には, 操作パネル上に電流量を調整するコマンドがあります。コンデンサレンズは, 電子銃で引き出された電子線が最初に収束した時に形成される光源を投影させます。この時に, 固定絞りをを用いて投影される電子線の経路の一部をカットすることで, それ以降のレンズへの入射電流量を制限します。(a)と(b)は, コンデンサレンズの励磁が強い時と弱い時の固定絞りを通過する電子線の違いを模式的に示しています。(a)では, 焦点距離が短くなるために, 赤矢印で示す収束点が上方になります。これにより, コンデンサレンズ下端に設置された固定絞りを通過する電子線量が減少することが分かります。

ーナツ状に巻かれたリング状のコイル(電磁石を思い出してください)を, 磁性体で取り囲んだ構造(磁気ヨークと言います)をしています。このヨークには切り欠き(ギャップとも呼称する)が付されています。磁気コイルで発生した磁力(起磁力と言います)が, ヨークを通過してこの切り欠き部分に集中して形成される磁場が, 電子に対するレンズの役割を果たします。電子線をローレンツ力により集束させることが可能となるのです。電磁レンズの焦点距離は, レンズに流す電流で変化します。励磁を変えると表現します。図5に示すように, 電子銃から発せられた電子線は, コンデンサレンズによって収束し, その後, 広がっていきます。この時に, コンデンサレンズ直下の固定絞りによって, その電子線の一部が制限され, 以降の電磁レンズ群へ入射する電子線の電流量が制限されることとなります。電子線の電流量を変化させることもコンデンサレンズの役割となっています。コンデンサレンズの励磁を変えることで, 電子線が集束する位置を電子線照射方向に上下させることができます(図5矢印の箇所)。これは, 光学レンズのピントの位置を変えていることと同じです。図5に示すように, コイルに流す電流が大きい場合は, コンデンサレンズの励磁が強くなりレンズに近い所で, また電流が小さい時には励磁が弱くなり, レンズから離れた位置で焦点が形成されます。図5を見ると理解できるように, 励磁を変えることで, 絞りを通過する電子線の量を変えることができます(電子線の電流量は, 後述する対物絞りの径にも依存します)。SEMを使用し始めたばかりの時は気にする必要はありませんが, 帯電しやすい試料や, 分解能を向上させたいときには調整すべきレンズです。この電流量を調整するコマンドが操作モニター上にあるはずで

1-2-3-3 対物可動絞り

コンデンサレンズにより電子線の強度が調整された後、対物レンズに入射する電子線の径を選択する役割を担うのが対物可動絞りです(図6, 鏡筒での位置は図3(a)を参照)。小さい絞りを使用すると電子線の径が小さく制限されるため、電流量が低くなり像が暗くなります。また大きな絞りを使用すると多くの電子線が対物レンズに入射するため、明るい像が得られます。一方、この絞り径は最終的なプローブ径にも関係します。絞り径が大きいとプローブ径は大きくなり、像の分解能は低下します。また、被写界深度にも影響します。絞り径が大きいと、対物レンズに入射する電子線径が大きくなり、試料上で収束させるときの収束角度(開き角)が大きくなるため、被写界深度が小さく(浅く)なります。この効果はピントが合っている範囲外のピンボケ領域を拡大させるので、例えば、立体感のある像や、目的とする組織を強調させたい時などに使えます。

1-2-3-4 非点収差補正器

試料に照射される電子線が真円になっていない場合に生じるボケのことを非点収差と呼びます。この非点収差があると、像質が大きく低下します。ピントを変えたときに像が一定方向に流れるような変化を示します。非点収差補正器は対向コイルが円形に並んだ構造をしており、各コイルに流す電流量を変化させることで、プローブの形状を真円に補正することができます(図7)。後述するように、SEMで組織を観察するときには、頻りに調整する必要があります。きれいな像を得るためのコツとして非常に重要です。

1-2-3-5 対物レンズ

光学顕微鏡の対物レンズと同じで、試料に最も近い位置に設置された電磁レンズです。試料室を開けて中を覗き込むと、銀色をした先が細くなっている円錐状の部品が見えます(図8, もちろん、機種によりますが)。これが、対物レンズ

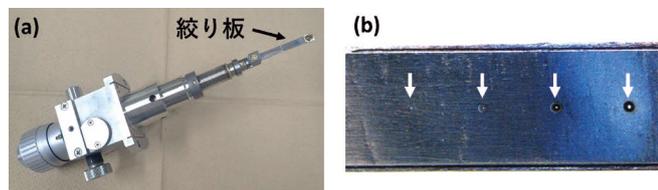


図6 (a) 対物可動絞りの全体写真と(b) 絞り板の実体顕微鏡写真。

SEMに取り付けられている実際の対物可動絞りを示します。対物可動絞りは、(a)に示すように、大気側から絞りを動かすゲージと、電子線経路に挿入される絞り板から構成されています。ゲージを動かすことで絞り板の位置を変えることができますが、この移動は、電子線照射方向に対して垂直な平面方向に限定されています。(b)は絞り板を示しています。矢印で示した位置には、径の小さい孔が加工されています。大きいものから小さいものまで大きさの異なる種類の孔が開けられており、これらの孔を電子線の経路中心に挿入し、電子線の径を変えます。

の先端部分です。後述するように分解能と密接に関係しているので、絶対に汚したり、試料をぶついたりしてはいけません。対物レンズは電子線を試料上へ収束させる最終の役割を担います。ピントを合わせるときには、このレンズの励磁を変化させています。対物レンズの励磁を強くすると、焦点距離が短くなるので、対物レンズと試料上面との距離が小さくなります。光学顕微鏡と同様に、この時の対物レンズ下面から試料上面までの距離を作動距離(Working Distance: WD)と呼称します。このWDが小さいほどプローブ径は小さくなる(対物レンズでより小さく電子線を収束できる)ので、高い分解能での試料観察が可能となります。対物レンズの構造を図9に示します。基本的な構造は、電子線に対してドーナツ状に巻かれたコイルが透磁率の高い磁性体で囲まれてお

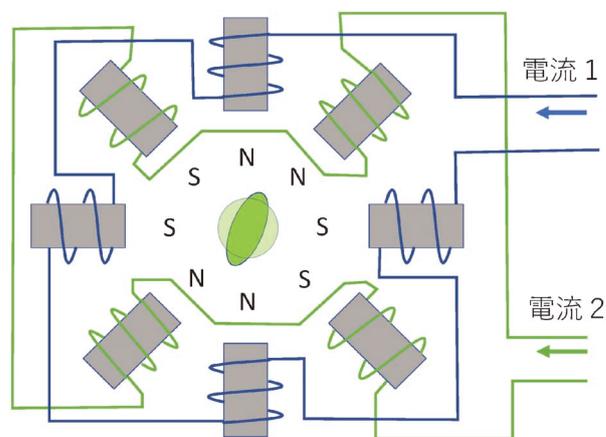


図7 非点収差補正器。

非点収差補正器は向かい合い直交した二対のコイルが一組となり、それが45度回転したものと組み合わせられた形状になっています。各コイルに流す電流量を調整することで、中心部に形成される磁場を変化させることができます。この磁場を使って、図中央に示した楕円形状の電子線を、真円形状に補正することが可能です。

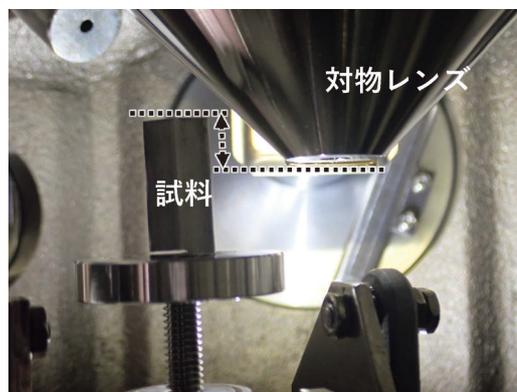


図8 ステージ高さ調整不足による対物レンズへの接触。試料室内の様子を示します。中央に見える円錐状の部品が対物レンズの先端です(機種にも依存します)。例として高さのある試料を挿入してみました。このまま試料を移動させると、対物レンズの先端と接触してしまいます。大変危険なので、試料室への出し入れや、試料移動の際には十分に注意を払いましょう。

り、その磁性体の一部にギャップという切り欠きが付されている構造をしています。コイルで発生した磁力(起磁力)は、このギャップ部分に集中します。この効果で強力な磁場が限られた箇所に形成されるので、レンズとしての作用が現れます。上述したコンデンサレンズも同様の構造ですが、分解能に大きく影響する対物レンズでは、より高精度に作り込まれています。対物レンズには、磁場で形成されるレンズと試料との位置関係により、アウトレンズ方式、インレンズ方式、セミインレンズ方式の3タイプのレンズが存在します。もっとも一般的なアウトレンズ方式では、形成される磁場レンズから少し離れた下方に焦点位置が来るように設計されています。このレンズは、焦点距離が長くなるため、他のタイプと比較して、電子線を細く絞ることが困難であり、より高い分解能を実現することができません。しかし、レンズと試料の距離を長くとることができることから、大きく複雑な形状の試料を観察することが可能となります。また、レンズで発生する磁場の影響を受けづらいため、磁性材料の観察にも適しています。一方、焦点距離を極限まで短くすることができるレンズがインレンズ方式です。インレンズ方式は形成される磁場レンズの中央付近に試料を設置するため、極めて短い焦点距離を実現することができます。その反面、試料をレンズ内部に設置する必要があり、大きな試料の観察は困難です。また磁場中に試料を設置するため、磁性材料の観察には不向きです。これらアウトレンズ方式とインレンズ方式の利点を併せ持ったものがセミインレンズ方式です。セミインレンズ方式では、レンズを試料側にせり出すように形成されているため、焦点距離を短くすることが可能であると共に、インレンズ方式とは異なり試料サイズに制約はありません。こ

のほかに、アウトレンズ方式のレンズ内部に電極を挿入して、この電極に電圧を印加することで形成させる静電レンズを併用したブースティング方式や、セミインレンズ方式において、観察対象である試料に電圧を印加するリターディング方式など様々な工夫がなされたレンズが存在しています。

1-2-3-6 試料室と排気系

試料を観察するために特別に試料室が用意されている理由は、観察はおよそ 10^{-3} Paの真空環境下で行わなければならないからです。電子線は、窒素や酸素などの気体分子により散乱されてしまうため、照射する電子線のエネルギー幅が広がり、照射径が大きくなることで、分解能が大きく劣化します。試料室の真空度は、得られる像質を左右します。基本的には真空中において試料を観察する必要がありますが、最近では試料室を高い真空まで排気することなく観察可能な低真空SEMや大気圧SEMも存在しています。これらのSEMは、真空環境下で試料形態が変化してしまうような、例えば、食品や生体などの水分を含んだ試料を観察する場合や、絶縁性試料を観察する場合などに使用されています。この場合には、プローブ電流を増加させると明瞭な像が得られる傾向があります。

試料室には試料を設置するステージが取り付けられており、試料室外部からマイクロメーターやモーターが取り付けられたステージ操作ダイヤルを駆動させることにより、XY水平移動や高さ位置を調整することができます(図3参照)。他にも試料の回転や傾斜も可能です。予備室が設置されていないタイプの機種では、試料室を開けると、試料ステージ関係を直接見ることができます。横からのぞき込んで、XY水平移動、高さ移動、回転、傾斜など色々と駆動させて、対物レンズとの位置関係を確認してみてください。実際の試料観察時に役立つとともに、試料を対物レンズにぶつけてしまうなどの事故を防ぐことにもつながります。上述したように、高さ位置との関係は、WDと関係します。試料形状によっては高さ位置が制限されるかと思いますが、この場合には、高さ位置が優先で、その位置にピントを合わせるようになります。制限がない場合には、一般的には高さ位置はWDが短くなる位置に設定して、観察を行うこととなります。使用している機種にも依存しますが、操作ソフト上にWDの位置が表示されると思います。この値の目安を付けておくことを勧めます。

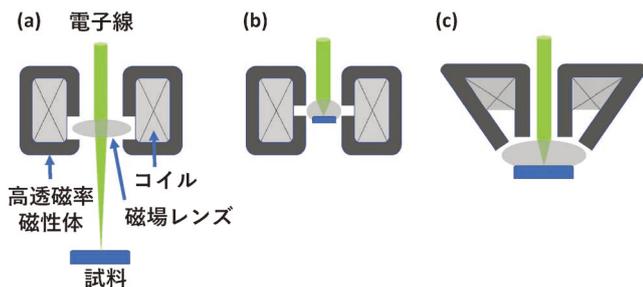


図9 レンズの構造と試料位置。
(a) アウトレンズ, (b) インレンズ, (c) セミインレンズ方式の対物レンズと試料位置の模式図。

対物レンズは、電子線に対してリング状に巻かれた電磁コイルと、それを覆うように配置された磁性体(ヨーク)から構成され、ヨークには極めて狭いギャップ(切り欠き)加工が施されています。コイルで発生した磁力は、ギャップ間に集中することで、強い磁場が形成されます。この磁場中を通過する電子線がローレンツ力を受けることで収束します。磁場が形成される位置と試料との位置関係が重要です。(a)のアウトレンズ方式では、レンズから離れた位置に試料が配置されます。(b)のインレンズやセミインレンズ方式では、レンズの内部やレンズに極めて近い位置に試料が配置されます。各方式で作動距離が大きく異なるため、基本的な分解能(プローブの集束径)が決まります。汎用機種の多くは(a)に示したアウトレンズ方式となります。この方式は、分解能は劣る傾向にありますが、試料サイズの自由度は非常に優れています。

1-2-4 二次電子と反射電子

十分な厚さを有する試料に電子線が入射すると、試料を構成する原子と相互作用を起こし、図1に示したような様々な信号が現れることについてはすでに述べました。ここでは二次電子(Secondary Electron: SE)、反射電子(Backscattered Electron: BSE)について、それぞれもう少し詳しく説明します。表面形状観察に用いられる主な信号は、SEとBSEです。電子線が物体に照射された際、物体を構成する

原子核や電子との相互作用により、弾性散乱やエネルギー損失を伴う非弾性散乱を引き起こします。非弾性散乱では、原子を構成する電子の電離や励起が発生します。この電離によって発生した電子の中で、物体表面近傍から弾性散乱によって放出される電子がSEです。SEのエネルギーはおおよそ50 eV以下と言われています。発生確率は、表面観察にも用いられるオージェ電子よりもはるかに高い値をとります。また、試料表面から数 nm の領域から発生するため、表面形状の観察に適しています。BSEは、試料に入射した電子が、試料中において弾性散乱され、電子線入射方向から反転して試料表面から脱出した電子です。入射電子が有するエネルギーからほとんど変化しないため、SEと比較して高いエネルギーを有しています。観察時の加速電圧が高い場合には、電子線が深くまで侵入するため、非常に広い範囲から検出されます。

SEM像を形成するときを利用するSEとBSEは図10に示すように、それらが発生する場所によって呼び名が異なります。電子線の照射領域から脱出するSE及びBSEをSE1とBSE1、電子線照射外の試料表面から脱出するBSEはBSE2と呼ばれています。そしてBSE2によって発生したSEをSE2、また発生したBSEが試料以外の、例えばレンズや試料ステージ等に当たることにより発生するSEはSE3と呼ばれています。更に、照射電子線が電子線照射経路のレンズや後述する絞りに照射されることで発生したSEが試料室に漏れ出てきたものをSE4と呼んでいます。汎用SEMでは主にSE2を用いた表面形状の情報を有するSE像と、BSE1とBSE2を用いた組成情報や結晶性の情報を有するBSE像が得られます。

1-2-4-1 検出器

SEとBSEの検出器は形状と配置方法が異なるため、得られる像が異なります。発生するSEのエネルギーは低く、検出器にSEを引き込む必要があるため、検出器先端には正電圧が印加されています。また試料の凹凸部によって発生するSE量が異なりますが(1-2-4-2の二次電子像と反射電子像の項を参照)、検出器側に傾いた領域から発生したSEは、検出器に向けて発生するため検出されやすく、反対側に傾斜した領域から発生するSE量は、検出器とは逆の方向に発生するため検出されづらくなります。そのため、SEを用いた時の像は、試料表面に対して、検出器方向から照明を当てた時のような陰影を含む像となります。

BSE像を取得する検出器は円環状であり、電子線照射軸に挿入されることが一般的です。BSEのエネルギーは照射する電子線とほとんど変わらないエネルギーを有することから、SEのように正電圧で引き込み検出することができず、直接検出器に侵入したBSEが検出されます。円管状の照明から光を照射して観察したような像が得られるため、SE像ほど表面形状を反映した情報(陰影)が得られないのです(図11)。表面形状が反映されづらいBSE像ですが、分割型の円環状検出器を採用し、演算処理することにより凹凸情報を

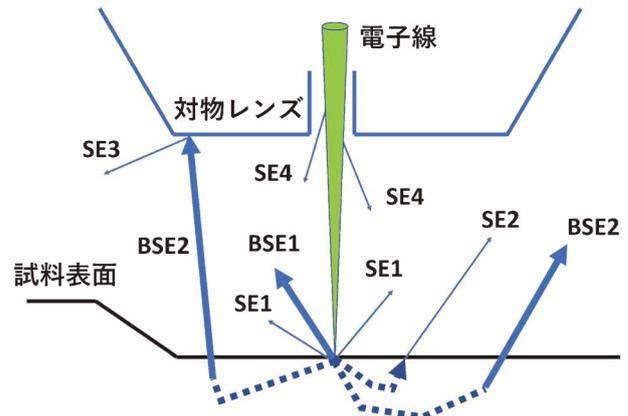


図10 二次電子、反射電子の発生箇所と名称。試料に電子線が照射された時に発生する二次電子(SE)や反射電子(BSE)の発生箇所とその名称を示します。発生箇所によってその名称は異なります。アウトレンズ方式を採用したSEMでは、レンズと試料間の距離が長いので、SE1だけではなくSE2も検出される確率が増えます。試料表面形状の観察では、SE2の影響が多く含まれます。加速電圧が高いほど、試料中の電子線が広範囲に散乱されるため、電子線の収束径よりも、より広い領域からSEやBSEが発生します。このため、信号量が増加し観察が容易になることが多いのですが、注意が必要です。表面観察の場合には、電子線を照射した領域のみから信号が得られる方が高い分解能を実現できる傾向にあります。そのため様々な加速電圧を用いて観察を行い、観察者が意図する結果を最も得ることができる条件を選択しておく必要があります。

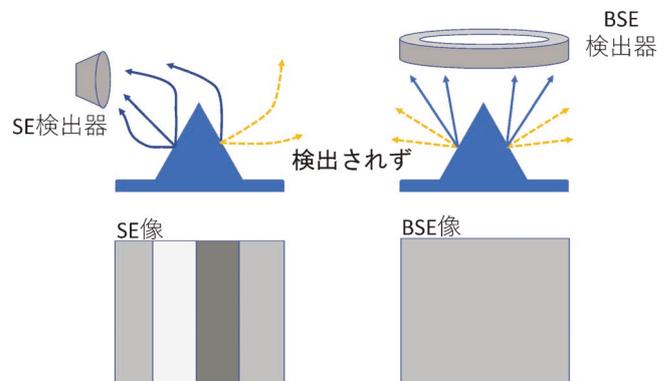


図11 SE検出器とBSE検出器において凹凸の見え方が異なる理由。

SE検出器とBSE検出器による検出方法の違いと、それにより得られる像の陰影の違いを示します。SE検出器はエネルギーの低いSEを検出するため、検出器に正電圧が印加されていて、検出器側に傾いた領域から発生したSEは、検出器に向けて発生するため検出されやすく、反対側に傾斜した領域から発生するSE量は、検出器とは逆の方向に発生するため検出されづらいため、傾斜によるコントラストが現れます。そのためSE検出器側から光を照射したような陰影になります。一方、BSE検出器は発生したBSEを円環状の検出器で検出し像を形成します。BSEはそのエネルギーが高く、SEのように電圧を印加することで強制的に検出することは困難です。そのため、試料上方から円環状のライトを照射したような像となるため、陰影が現れにくいのです。

取り出せる仕様もあります。

1-2-4-2 二次電子像と反射電子像

凹凸のある試料の場合(図12), 基本的には凸部からSEが発生しやすいため, その箇所はSE像中で明るく映し出されます。反対に凹部ではSEが脱出しづらいため暗く映ります。これにより形状に依存した陰影のある像が得られます。また, SE検出器の位置関係も重要です。例として, SE検出器はSEM像下方向に配置された状態で, ボルトを特定の位置とそこから180°回転させた二つの状態を観察したSE像を図13に示します。像のコントラストを確認すると, ネジ山の検出器方向が常に明るく見えていることが分かります。

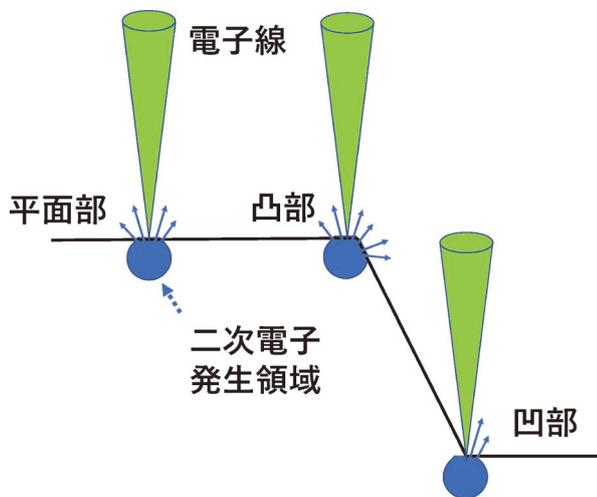


図12 電子照射位置と二次電子発生量の概念。
電子線照射位置とSEの発生量の関係を示します。図2で示した通り, SEは試料最表面だけではなく, 少し深い領域からも発生します。そのため平面, 凸部と凹部に電子線を照射した場合に発生するSEの量は異なります。均質な材料で構成されている試料の場合, 凹部→平面部→凸部の順にSEの発生量が増え, この発生量の違いによって試料形状が観察できます。傾斜している領域においてSEが多く出る現象はエッジ効果と呼ばれています。

BSEは試料を構成する原子の原子番号が大きくなるほど増大することが知られています。そのため, 研磨された凹凸の無い試料を観察しBSE像を取得した場合, 現れる明暗は原子番号の違いを示している可能性があります。またBSEが発生するメカニズムから, 弾性散乱しやすい試料ほど反射電子が発生しやすいため, 結晶方位の違いや結晶性の違いによっても明暗が変化します。図14にAl-Cu合金の一つである快削アルミニウム合金(A2011)を150°Cで時効析出させた試料のSE及びBSE像を示します。SE像は表面形状に敏感であるため, 表面の残留研磨傷が多数, 強調されて観察されています。一方, より原子番号に敏感であるBSE像では, 表面研磨傷のコントラストが低下し, 結晶粒内および粒界に偏析したCuを含む層が明瞭に観察されています。AlとCuの原子番号がそれぞれ13と29と大きく異なり, この原子番号の違い, つまり, 組成の違いがBSE像では明瞭に観察されています。

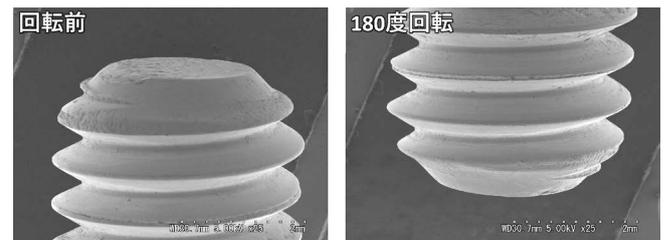


図13 ボルトのSEM像。
ボルト先端部のネジ山を観察したSEM像と, そのボルトを180度回転させて観察したSE像を示します。電子線照射と照射位置の形状によって発生するSEの量は異なりますが, 汎用SEMに使用されている試料室内SE検出器の位置によっても見え方が変化します。像中には見られませんが, これらSE像の下方にSE検出器が位置しています。そのためネジを180度回転させた場合でも, 検出器側に面するネジ山が明るく観察されており, 検出器方向から光を照らしたような像が得られることがわかります。

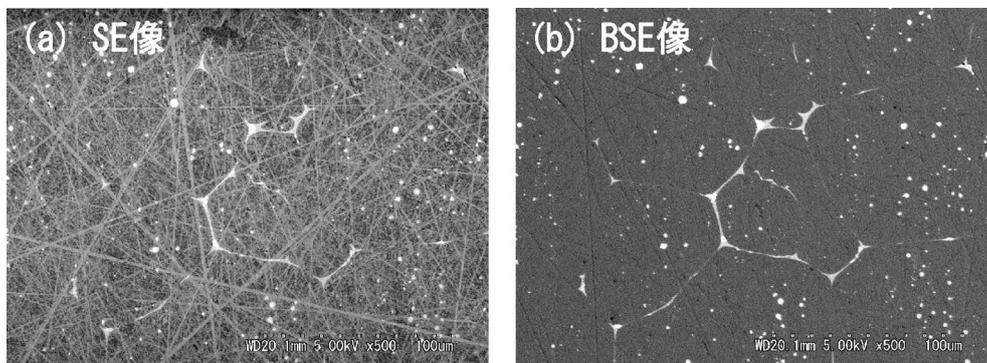


図14 Al-Cu合金の(a)SE像と(b)BSE像。
Al-Cu合金の同一箇所をSE及びBSE検出器で撮影したSEM像を示します。SE像(a)は表面の凹凸に敏感なため研磨傷が無数に観察されますが, BSE像(b)にはSE像に観察された研磨傷はほとんど見られません。一方, BSE像は原子番号に敏感です。そのため, 重い元素が含まれている領域のコントラストが増加します。(b)に示すように, 粒界や粒内に析出したCuを含んだ領域が明るく映し出されています。

文 献

① 走査型電子顕微鏡の歴史を知りたい場合には
 (1) C. W. Oatley: The early history of the scanning electron microscope, J. Appl. Phys, **53**(1982), R1–R13.

② 二次電子発生原理について
 (2) 越川孝範, 志水隆一: 表面研究における二次電子放出現象, 応用物理, **44**(1975), 215(3)–215(18).

③ 電子線源, 電磁レンズと収差が電子線に与える影響に関する詳細について
 (3) 佐藤 貢: 走査電子顕微鏡(SEM)の電子光学, 顕微鏡, **51**(2016), 37–42.

④ 試料室内二次電子検出器や反射電子検出器の原理について知りたい場合には
 (4) T. E. Everhart and R. F. M. Thornley: Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents, J. Scientific Instruments, **37**(1960), 246–248.

(5) 小野昭成, 柴田昌輝: 各種 SEM における電子の検出法と像の見え方の違い, 顕微鏡, **43**(2008), 162–165.

⑤ ブースティング方式やリターディング方式のレンズについて知りたいとき
 (6) 立花繁明: 磁界・静電界複合光学系 SEM における信号検出, 顕微鏡, **43**(2008), 174–176.

(7) 藤田 真, 小瀬洋一: 電子レンズの設計技術(前編)(基礎理論から実装技術, 装置応用まで), 顕微鏡, **51**(2016), 171–176.

⑥ 走査型電子顕微鏡全般について更に理解を深めたいとき
 (8) 日本顕微鏡学会関東支部会: 新・走査電子顕微鏡, 共立出版, (2011).



徳永智春

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

2005年 名古屋工業大学大学院工学研究科 都市循環システム工学専攻 博士前期課程修了
 2007年 九州大学大学院工学府 博士後期課程修了
 同年から 現職
 専門分野: カーボン材料, 化学気相成長法, 電子顕微鏡, 雰囲気制御その場観察法
 ◎ナノ材料創成, 電子線を利用した材料構造制御, プラズマ環境電子顕微鏡法の開発とその応用に関する研究に従事.
 ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

フェルミ面とは？

館 林 潤*

1. ま え が き

大学の理系の講義を受けた人であれば、例えば固体物性論や量子力学などの講義で一度は「フェルミ面」という言葉を耳にしたことがあると思う。フェルミ面とは「波数空間において一定のエネルギーを持つ面」であり、絶対零度では電子が占める軌道と占めていない軌道を隔てる面であると教科書では記述されている。ただ、電子や光子などを扱う本理論は、人間の目に見えない小さな世界で起きる出来事を記述する学問だけに、苦手意識を持っている方も少なからずいるのではないかと想像される。しかしながら、フェルミ面は金属の電気的性質を決める非常に重要な概念である。

本稿では、まず「フェルミ面」を説明するために、電子を扱う量子力学と古典力学の違いについて簡単に触れ、量子力学で扱われるシュレーディンガー方程式について簡単に説明する。次に金属中で振舞う電子が従う自由電子モデルにおいて、自由電子が従うシュレーディンガー方程式を量子化の手続きに従って説明する。最後に、結晶のような周期的境界条件をもつポテンシャルの中での電子の振る舞いと自由電子の違いを示すとともに、状態密度およびフェルミ面の導出を行う。

2. 古典力学と量子力学の違い

古典力学と量子力学は、今日知られている物理学の2つの土台である。古典力学は、ニュートン力学などに代表されるように巨視的な物体の振る舞いを記述する学問であり、ニュートンの運動方程式に従う。それに対し、量子力学は微視的な粒子(原子や光子など)の振る舞いを記述する学問である。本稿で取り扱う結晶中の電子の振る舞いは量子力学で説明することが可能である。量子力学的な振る舞いをする粒子は粒子的性質(粒子性)と波的性質(波動性)の二重性を持っており、シュレーディンガー方程式により求まる波動関数により量子状態として表すことができる。例えば、光は一般的には波としてイメージされることが多いが、実は1個1個数えることの出来る「光子」として振る舞い、波束という形で粒子として確率的に存在している。近年エネルギー問題で注

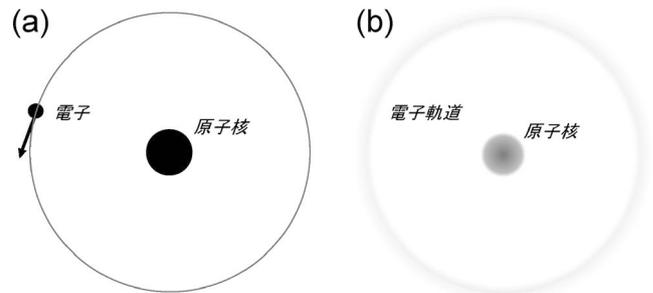


図1 (a)古典力学および(b)量子力学的な原子の描像。

目を集めている太陽電池の動作原理である光電効果はまさにこの光子の二重性を用いて説明することが出来る。一方、電子は原子の周りを周る電荷をもつ粒子として一般的にイメージされがちであるが、 α 線の散乱実験等によりやはり電子も二重性を持つことが証明されている(図1)。このように、量子力学的な振る舞いを示す目に見えない程小さい粒子は「粒」でも「波」でもない両方の性質をもつことをまずは念頭に入れて頂きたい。

3. 自由電子のシュレーディンガー方程式

では、この「量子力学的な振る舞いを示す粒子」はどのような法則に従っているのかを考える。通常の古典力学的な考え方では運動方程式に従うことは良く知られているが、量子力学で支配する方程式は「シュレーディンガー方程式」であり、位置 r 、時間 t における波動関数を $\psi(r, t)$ (時間を含まない波動関数として $\varphi(r)$) とすると一般的に、

$$\hat{H}\psi(r, t) = \left(-\frac{\hbar^2}{2m}\nabla^2 + V \right) \psi(r, t) = i\hbar\frac{\partial\psi}{\partial t} \quad (1)$$

または、

$$\hat{H}\varphi(r) = \left(-\frac{\hbar^2}{2m}\nabla^2 + V \right) \varphi(r) = E\varphi(r) \quad (2)$$

と表される。式(1)は「時間を含むシュレーディンガー方程式」、式(2)は「時間を含まないシュレーディンガー方程式」と呼ばれる。ここで、 \hat{H} はハミルトニアンと呼ばれており、 $\nabla^2 = \partial^2/\partial x^2 + \partial^2/\partial y^2 + \partial^2/\partial z^2$ であり、 V はポテンシャルエネルギーである。 \hat{H} が帽子(ハット)を被っているのは

* 大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻；准教授(〒565-0871 吹田市山田丘2-1 R2棟417) 2021年2月4日受理[doi:10.2320/materia.60.234]

「演算子」であることを示している。また、 m は電子の質量、 $\hbar = h/2\pi$ であり h はプランク定数、 E は固有エネルギーである。今、少し式を簡単にして、時間を含まない一次元のシュレーディンガー方程式を考えてみる。すると、式(2)は、以下のように書ける。

$$\hat{H}\varphi(x) = \left(-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2}{dx^2} + V \right) \varphi(x) = E\varphi(x) \quad (3)$$

これは、波動関数 $\varphi(x)$ にハミルトニアン \hat{H} を作用させると波動関数 $\varphi(x)$ の前に全エネルギー E というスカラー量が出てくるという意味である。別の言い方をすると、演算子 \hat{H} はエネルギー E に対応しているとも考えられる。ちなみに、量子力学ではエネルギーだけでなく位置や運動量などの他の物理量にも対応する演算子が定義され、位置 x は \hat{x} 、運動量 \hat{p} は $\hbar/i \cdot \partial/\partial x$ に対応する。そのため、どのような系であってもその系の全エネルギーを古典力学の範囲で求めて、その変数(位置および運動量)に対応する演算子に変換することによりハミルトニアンを導出することが出来る。これを「量子化の手続き」という。ちなみに、式(3)に量子化の手続きを行うとハミルトニアンは、

$$\hat{H} = \frac{\hat{p}^2}{2m} + V \quad (4)$$

となり、古典力学における全エネルギー(運動エネルギーとポテンシャルエネルギーの和)に相当する。

まずは、簡単のために一辺の長さが L の箱の中での1次元の自由電子が振舞う波動関数を考えてみる(図2)。上で述べた量子化の手続きに従ってまずはシュレーディンガー方程式を作ってみる。自由電子なので箱の中ではポテンシャルはゼロと置くことができ、式(4)より1次元自由電子のシュレーディンガー方程式は以下のように書ける。

$$\hat{H}\varphi(x) = -\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2}{dx^2} \varphi(x) = E\varphi(x) \quad (5)$$

ただし、箱の外はポテンシャルエネルギーが無限大で電子が存在しないものとする。この式を満たす波動関数 $\varphi(x)$ は、

$$\varphi(x) = Ae^{ikx} \quad (6)$$

と書ける。ただし、 k は波数である。式(6)を式(5)に代入することにより、固有エネルギー E は k の関数として、

$$E = \frac{\hbar^2 k^2}{2m} \quad (7)$$

と求まる。これを分散関係という。3次元の場合は、変数分

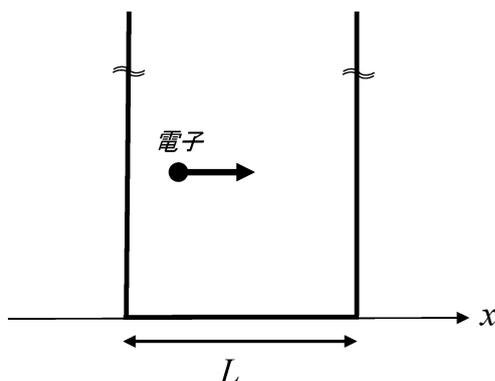


図2 箱の中の1次元自由電子モデル。

離が可能であるので1次元を拡張し波数 k の x, y, z 成分をそれぞれ k_x, k_y, k_z とすると、

$$E = \frac{\hbar^2}{2m} (k_x^2 + k_y^2 + k_z^2) \quad (8)$$

となる。

4. 状態密度とフェルミ面

次に、実際の結晶に則し、周期的境界条件を用いて波動関数を記述すると、規格化条件を考慮して波動関数は式(6)を基に下記のように与えられる。

$$\varphi(x, y, z) = \frac{1}{\sqrt{L^3}} e^{i(k_x x + k_y y + k_z z)} \quad (9)$$

式(9)を式(5)に代入すれば分散関係は式(8)のように得られるが、境界条件が異なるため、取り得る波数成分は自由電子に比べて制限される。

この時、波動関数は一様に広がっているので、波数は全ての実数を取り得る。すると電子の取り得る状態数は波数空間で $(2\pi)^3/L^3 = (2\pi)^3/V$ の体積を占めることになる。従って、波数 k の大きさが k 以下の状態の数は、スピンの上向きおよび下向きを含めると次式の通りになる。

$$2 \cdot \frac{V}{(2\pi)^3} \int_0^k 4\pi k^2 dk = \frac{V}{3\pi^2} \left(\frac{2mE}{\hbar^2} \right) \quad (10)$$

ここで、式(7)より $k = 2mE/\hbar^2$ を利用した。エネルギーが E と $E+dE$ の間にある状態の数、つまり状態数は式(10)を微分することで得られ、

$$N(E)dE = \frac{V}{2\pi^2} \left(\frac{2m}{\hbar^2} \right)^{3/2} E^{1/2} dE \quad (11)$$

となる。この $N(E)$ を状態密度という。今、 N 個の電子がエネルギーの低い状態から順々に埋まっていくと、パウリの原理に従って1状態に1個ずつ埋まっていき、波数空間上である球を作る。これをフェルミ球という(図3)。

一般的に、固体は構成する原子、イオン、分子などが規則正しく配列している単結晶、多くの結晶粒とその境界から構成される多結晶、ガラスのように不規則な配列をしている非晶質などに大別される。理想的な完全結晶は1ないし数種類の原子が周期的に並んでおり、イオン結合(NaClなど)、共有結合(半導体など)、金属結合などにより結合し結晶を作る。そのような結晶内では電子の離散的エネルギーはある幅をもってエネルギーバンドを形成する。原子の1つの電子状態に対し、エネルギーバンドの状態数は全原子数を N とすると $2N$ となる。したがって、上述した通り、パウリの原理に従ってエネルギーバンドの下から電子が埋まって分布することになる。

例えばNa結晶を考える。Naの最外殻の軌道は $(3s)^1$ であり、自由に結晶内を伝導電子として動き回ることが出来る。前述した通り原子数 N の状態数は $2N$ であり、伝導電子はちょうどその半分の状態 N を占有することになる。

今、Na結晶中の1つの伝導電子に着目し、この電子がNa結晶中で振舞う状態を前章で述べたシュレーディンガー方程式を用いて記述することを考える。この電子に働くポテンシャルは、他の電子から受けるクーロンポテンシャルと、

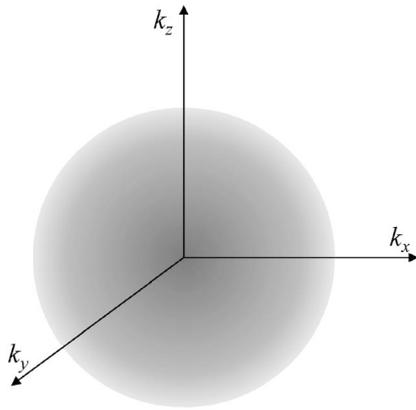


図3 フェルミ球.

周期的に並んだNaイオンによるポテンシャルである。まず、一番簡単な金属のモデルとして、結晶の細かい構造を無視し、この周期ポテンシャルを平均化した媒質として取り扱う金属の自由電子模型を考える。この場合、金属表面は無限大のポテンシャルを持つが金属内は一樣であるとみなせる。するとこの金属内の自由電子について、分散関係は式(7)のように放物線型の関係が成り立つはずである。

しかしながら、実際の金属は結晶が無限に周期的に並んでいるので、ポテンシャルも周期的であることから周期的境界条件を用いてシュレーディンガー方程式を解くことになる。簡単のため次元方向のみを考えると、波動関数はブロッホの定理に従い、

$$\varphi(x) = Ae^{ikx} \cdot u(x) \quad (12)$$

と書ける。 $u(x)$ は周期 L 、つまり結晶と同じ周期をもつ関数である。ここで、こういった周期的ポテンシャルを持つ結晶格子中の電子状態を表すモデルとして、クローニッヒ・ペニイ模型を考察する。詳細は割愛するが、要点を述べると周期的なポテンシャルを持つ結晶中のブロッホ波の分散関係は、第一ブリルアンゾーン(逆格子空間におけるある逆格子点の最近接の逆格子点との垂直二等分面によって作られるウィグナーザイツ胞のうち最小の領域)の端でエネルギー準位が反発を起こし、エネルギーギャップが開く状態になる(図4(a))。ところで、図4(a)の分散関係は波数の上限を考えずにバンド構造を記述しており拡張ゾーン形式と呼ばれる。一方、波数が第一ブリルアンゾーンよりも外に位置する、つまり格子周期よりも速い振動成分がある場合、すべて $u(x)$ に取り込むことが可能である。すると、波数が π/L よりも大きい場合は折り返して記述することが出来る。折り返したバンド構造がマイナス方向に向かい波数0になった場合はまた折り返してプラス方向に記述する、という事を繰り返す。その結果、第一ブリルアンゾーン内で全てを記述することが出来、これを還元ゾーン形式と呼ぶ。いずれのゾーン形式においても、エネルギーギャップ領域では電子が存在しえず禁制帯と呼ばれ、禁制帯を挟んでいる領域は電子が存在し得るため許容帯と呼ばれる。

Na結晶の場合は電子が許容帯の下から埋まり、一部禁止

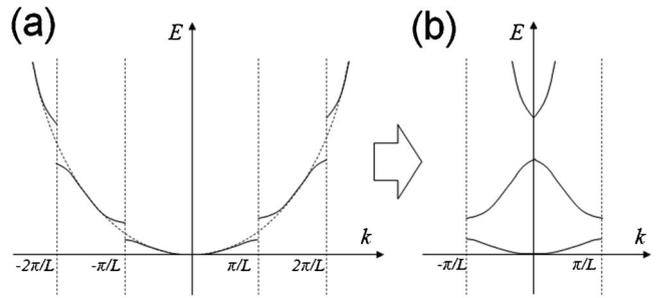


図4 (a)拡張ゾーン形式および(b)還元ゾーン形式で記述した結晶中の電子の分散関係。

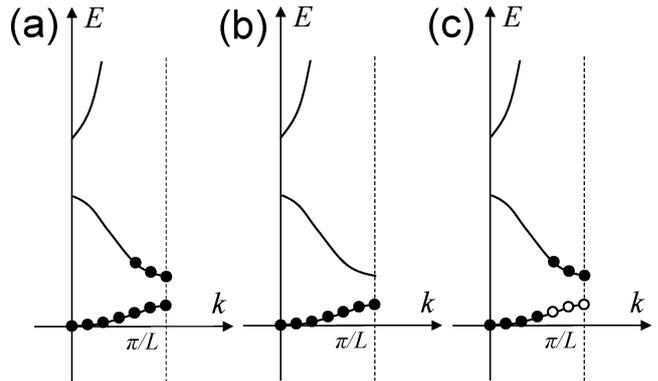


図5 (a)金属, (b)絶縁体, (c)半導体の分散関係の模式図。

帯を挟み上の状態を占有するので電子が自由に動くことが出来る(図5(a))。フェルミ準位が許容帯に存在するのでフェルミ面が存在することになる。一方、絶縁体や半導体はフェルミ準位が禁制帯に存在することになるためフェルミ面が存在しない(図5(b)(c))。逆に言う、フェルミ面の有無によって金属と絶縁体・半導体が定義される。また、上述した通り、自由電子ではフェルミ面は球になるが、結晶内では複雑な形になり、いろいろな現象に影響を与える。

5. おわりに

以上のように、フェルミ面について電子を扱う量子力学の観点から導出を行った。今回紹介したフェルミ面は理想的な金属の自由電子模型を用いると球状になるが、実際のフェルミ面は必ずしも球にはならず、原子の種類によっては極めて複雑な形状になる。しかしながら、フェルミ面は金属の電気的性質を決める非常に重要な概念であり、理解の際の一助になれば幸いである。

文献

- (1) 御子柴宣夫：半導体の物理，培風館，(1982)第3章。
- (2) C. Kittel：固体物理学入門第8版<上>，丸善，(2005)第6章。
- (3) 掛下知行他：理工系の量子力学，大阪大学出版会，(2018)第3章。

科学館めぐり

福岡市科学館(福岡市)

文責：九州大学 李 海文

(2020年6月訪問)

福岡市科学館は、九州大学旧六本松キャンパス跡地で建設された複合商業施設「六本松421」内にある、2017年10月1日にオープンした新しい科学館である(図1)。本科学館は、「人が育ち、未来をデザインしていく」という理念を立てて、4フロアで構成されている。3階には福岡の大学・研究機関と連携する地元企業の技術を展示する連携スクエアおよび特別展の開催のための企画展示室、4階にはサイエンスナビ、サイエンス&クリエイティブ工房および実験室、5階には基本展示室、6階には世界最高水準の最新鋭統合型プラネタリウムなどがある。

基本展示室では、市民生活から宇宙の広がりまでの幅広い内容を「宇宙」「環境」「生活」「生命」と未来について考える「フューチャー」(図2)に分けて展示している。また、「サイエンスショーステージ」では、様々な科学テーマがショーを通じて楽しむことができる。科学館と言っても、堅苦

しきは全くなく、最新のデジタルアートや技術を駆使した体験型コンテンツが様々であり、子供から大人まで誰もがわくわく楽しむことができるのが、本館の最大の特徴ともいえる。今回は、「環境」エリアを中心的に紹介する。

「環境」エリアでは、環境とエネルギーの二つのキーワードを中心とした展示がある。福岡県内に生息・生育する野生動植物の模型を展示する「福岡フィールド」をはじめ、テーブルの地球の上にクチビル型のオブジェを置くと擬人化された地球がつぶやくことで様々な環境問題をより実感できる「地球のつぶやき」、自然環境を守る対策をクイズ式で参加できる「環境はてな」などの様々なコンテンツを通じて、環境意識を高めることが期待できる。様々なエネルギー(電気エネルギー、光エネルギー、熱エネルギー、位置エネルギー、運動エネルギー、化学エネルギーなど)に関して、身近な事象でエネルギーがどのように姿を変えているか、体を動かしながら考えることができる「エナジーシュート」が人気を博している。また、発明家トーマス・エジソンにより開発され、1918年に販売された電気自動車(EV)の展示は格別であった(図3)。1900年頃には、電気自動車がガソリンエンジン車よりも多く売られていたが、コストパフォーマンスの低いことが主な原因で結果的にガソリンエンジン車に勝てなかった⁽¹⁾。地球温暖化問題が顕在化しているなか、京都議定書やパリ協定などの発効に伴い、CO₂排出量削減対策の一つとしてEVが今世紀に入ってから、再び脚光を浴びるようになった。特にテスラモーターズ社の誕生により、EVの開発競争がより一層激化した。このようなEVの開発を陰で支えているのは、2019年のノーベル化学賞の受賞者らをはじめとする多数のリチウムイオン電池の開発者の功績であることは間違いない。自動車の電動化へのシフトに向けて、EVのみならず、水素を燃料とした燃料電池自動車(FCV)などの技術革新によって、環境にやさしい自動車の普及が楽しみであろう。



図1 福岡市科学館の外観。



図2 「フューチャー」エリアの様子。



図3 電気自動車の展示。

科学館で見つけた金属材料！“鑄鉄”

基本展示室では、材料関連の展示を見つけられなかったが、3階の連携スクエアに日之出水道機器株式会社の「鑄鉄」に関する技術紹介や「鑄鉄モニタースタンド」の展示(図4*)があったので少し述べる。

鑄鉄は、鑄物の一種で、鉄に2.14質量%以上の炭素を含有すると共晶点付近で融点が低くなるという特徴を利用して鑄造されるものである。鑄鉄の歴史は今から2500年前の紀元前500年頃に中国で始まったとされている⁽²⁾。通常の鑄鉄は、炭素やケイ素の含有量および熔解・凝固の冷却速度によって、ねずみ鑄鉄・白鑄鉄・まだら鑄鉄に分類される⁽³⁾。鑄鉄には黒鉛が晶出することで、凝固時の収縮が小さい、振動吸収能力が高い(特にねずみ鑄鉄)、耐摩耗性や耐食性に優れるなどの利点がある一方、じん性が弱いなどの欠点もある。これらの特性をよく理解したうえで、鑄鉄を利用することが重要である。

(*この展示は、2020年9月までの出展でした。)

福岡市科学館のもう一つの魅力なスポットは、5階基本展示室の入り口付近にある「発見の壁」(図5)である。壁には身の回りにあるモノや科学的事象が描かれており、レリーフを触ると、モチーフに関するアニメーションが映し出される。そして、関連モチーフへ繋がり、やがて「なぜ」へ導く。

福岡市科学館はオープン以来人気を集め続け、想定より10カ月も早い2018年6月10日に100万人目の来館者を迎えた。ぜひ、足を運んで頂き、福岡市科学館のチャーミングポイントを「発見」して頂きたい。



図4 鑄鉄の展示。



図5 基本展示室の入口にある「発見の壁」。

文 献

- (1) <https://natgeo.nikkeibp.co.jp/nng/article/news/14/6108/>
- (2) 中江秀雄：鑄造工学，85(2013)，238-242.
- (3) 草川隆次：https://www.jstage.jst.go.jp/article/sfj1954/14/8/14_8_15/_pdf

(2020年7月1日受理)[doi:10.2320/materia.60.237]

福岡市科学館へのアクセス

*福岡市営地下鉄七隈線「六本松駅(科学館前)」下車、3番出口からすぐ

https://www.fukuokacity-kagakukan.jp/use/traffic_guide.html



本 会 記 事

会 告	第85回定時社員総会開催案内	239
	第63回技術賞, 第80回功績賞, 第61回谷川・ハリス賞, 第28回増本量賞, 受賞候補者推薦依頼	239
	第53回研究技能功労賞受賞候補者の推薦依頼	241
	2021年秋期講演大会の外国人特別講演および招待講演募集	242
	第16回 JIM/TMS Young Leader International Scholar Award 募集案内	242
掲示板		243
新入会員	会誌・欧文誌4号目次	245
次号予告	行事カレンダー	246
		244

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

・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85回定時社員総会開催案内

第85回定時社員総会を下記の通り開催いたします。
社員総会の構成員は定款上の社員である「代議員」となります。

日時 2021年4月23日(金) 13:00~13:45

場所 日本金属学会事務局(仙台市青葉区一番町1-14-32)および web

報告事項

1. 2020年度事業報告及び事業報告の附属明細書の報告の件

協議事項

第1号議案 2020年度決算承認の件

第2号議案 2021, 2022年年度代議員及び補欠代議員承認の件

第3号議案 2021, 2022年年度理事及び補欠理事一括選任承認の件

第4号議案 2021, 2022年年度理事及び補欠理事選任の件

第5号議案 2021, 2022年年度監事選任の件

問合先 (公社)日本金属学会 ☎ 022-223-3685 E-mail: secgnl@jim.or.jp

第63回技術賞, 第80回功績賞, 第61回谷川・ハリス賞, 第28回増本量賞, 受賞候補者推薦依頼

～Web フォームによる推薦になりました～

技術賞, 功績賞, 谷川・ハリス賞, 増本量賞, の各受賞候補者の推薦をお願いいたします。本会では多数の優秀な候補者を表彰し奨学に資したいという考えから, 広く一般会員からの推薦(3名連名の正員)を求めています。下記要領により積極的にご推薦下さい。

*候補者本人による推薦書の提出は認めておりません。

推薦を求める賞(2022年3月に受賞予定)

技 術 賞(第63回) 功 績 賞(第80回) 谷川・ハリス賞(第61回) 増 本 量 賞(第28回)

推薦締切 各賞共通 2021年6月30日(水)

候補者 各賞共通 個人を対象とします。

推薦資格 各賞共通 本会代議員1名または, 正員3名による推薦

推薦方法 Web フォームより推薦内容を入力下さい。

問合先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町1-14-32

(公社)日本金属学会 各種賞係 ☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312 E-mail: award@jim.or.jp

■第63回技術賞 推薦要領

主 旨 金属およびその関連材料に関する工業技術の進歩発展に貢献した者に授賞するものです。受賞対象者は所属および年齢に制限が設けられています。

候補者の対象 2022年の5月31日時点で46歳以上かつ勤務先が民間企業の研究者・技術者。

推薦資格 本会代議員1名または、正員3名による推薦

推薦方法 下記 URL の推薦フォームにより入力して下さい。

1. 推薦フォーム

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

2. 業績の概要と推薦理由：1,000字以内にまとめ、入力する。

3. 論文リストおよび特許リスト

- ①論文リスト：特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、論文題目、発表誌名、巻号頁、共著者を入力する。
- ②特許リスト：特に主要な取得済特許の番号、題目、発明者、登録日を入力する。

審査基準 この賞の審査基準は、下記の通り

- (1) 工業技術の改良進歩などに大きな業績を残したか
- (2) 工業技術の改良進歩などに大きく貢献する特許を取得したか
- (3) 有用な技術を実用化したか
- (4) その技術の社会への影響度は大きいのか
- (5) その技術は社会に広まっているか

登録完了 推薦者のメールアドレス宛に登録完了通知を送信します。

推薦締切 2021年6月30日(水)

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

■第80回功績賞 推薦要領

主 旨 金属およびその関連分野の学術または工業技術の進歩発達に寄与する有益な論文を発表したもまたは有益な特許を取得したもので、しかも将来を約束されるような新進気鋭の研究者・技術者に授賞するものです。「学術」部門の受賞対象者には年齢制限が、「技術」部門の受賞対象者には所属の制限が設けられています。

候補者の対象

「学術」部門：受賞年度の2022年5月31日時点で45歳以下の研究者。

「技術」部門：企業の研究者または技術者。

対象部門 学術部門、技術部門の2部門

推薦資格 本会代議員1名または、正員3名による推薦

推薦方法

1. 推薦フォーム

- 推薦者資格を選択する。
- 入力項目は、全て必須。
- 応募部門：2部門から該当する部門を選択する。
- 最終学歴：卒業年次および学校名(学部名)を入力、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて入力する。
- 本会活動への貢献：本会の委員会、シンポジウム企画、セミナー企画、論文投稿等の活動実績を300字以内で入力する。

2. 業績の概要と推薦理由：1,000字以内にまとめ、入力する。

3. 論文リストおよび特許リスト：

- ①論文リスト：ページのヘッダに候補者名および勤務先名を明記し、特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、計15編以内を選び、論文題目、発表誌名、巻号頁、共著者を入力する。
- ②特許リスト：ページのヘッダに候補者名および勤務先名を明記し、特に主要な取得済特許の番号、題目、発明者、登録日を入力する。

※技術部門は、論文リストおよび特許リスト計15編以内を入力する。

審査基準 この賞の審査基準は、下記の通り

学術部門

- (1) 創造性・独創性に富み、卓越した研究業績を上げているか
- (2) 学術の進歩につながる学術上特に優れた成果(論文等)を上げたか
- (3) 工業技術の発展につながる有益な発明をしたか
- (4) 将来更なる研究の発展が見込まれ、世界をリードする研究者に成長すると期待されるか
- (5) 金属学会の活動に貢献しているか。

技術部門

- (1) 新規性・進歩性の高い卓越した業績を上げているか
- (2) 工業技術の発展につながる特に優れた製品や製造方法等を開発したか
- (3) 工業技術の発展につながる有益な発明をしたか
- (4) 将来更なる発展が見込まれ、世界をリードする技術者に成長すると期待されるか
- (5) 金属学会の活動に貢献しているか。

登録完了 推薦者のメールアドレス宛に登録完了通知を送信します。

推薦締切 2021年6月30日(水)

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

■第61回谷川・ハリス賞 推薦要領

主 旨 次の各号に該当する優れた研究業績で構造材料分野または高温プロセスに関連する金属および関連材料分野の学術または工業技術の発展に貢献することが大であると認められた者に授賞するものです。受賞対象者には年齢制限が設けられています。

- (1) 鉄鋼，非鉄等金属の製錬・精錬
- (2) 金属材料の熱処理に関連する研究
- (3) 金属および非金属の耐熱材料に関する研究
- (4) 構造材料分野またはその他高温プロセスにおける金属学に関する工業的あるいは基礎的研究

候補者の対象 2022年の5月31日時点で46歳以上の研究者。

推薦資格 本会代議員1名または、正員3名による推薦

推薦方法

1. 推薦フォーム

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

2. 業績の概要と推薦理由：1,000字以内にまとめ，入力する。

3. 論文リスト：ページのヘッダに候補者名および勤務先名を明記し，特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し，計20編以内を選び，論文題目，発表誌名，巻号頁共著者を入力する。

審査基準 この賞の審査基準は，下記の通り

- (1) 構造材料分野で金属および関連材料の学術および工業技術に関して格段の業績をあげたか
- (2) 高温に関連する製錬・精錬，熱処理，耐熱材料，高温物性，高温における金属学等における金属および関連材料の学術および工業技術に関して格段の業績をあげたか
- (3) 当該分野で学術または技術の進歩発展に貢献したか
- (4) 当該分野で学術上の意義が大きい論文を発表したか
- (5) 当該分野で効果が大きい重要な発明をしたか
- (6) 金属学会の活動に貢献しているか

登録完了 推薦者のメールアドレス宛に登録完了通知を送信します。

推薦締切 2021年6月30日(水)

推薦 URL <https://tanikawa-harris.jim.or.jp/entry>

■第28回増本量賞 推薦要領

主 旨 機能材料分野で卓越した新素材の創出または発見により貴重な研究業績を挙げて同分野の学理または技術の進歩発展に貢献することが大であると認められた者に授賞するものです。受賞対象者には年齢制限が設けられております。

候補者の対象 2022年の5月31日時点で46歳以上の研究者。

推薦資格 本会代議員1名または、正員3名による推薦

推薦方法

1. 推薦フォーム

- 推薦者資格を選択する。
- 入力項目は、全て必須。

• 最終学歴：卒業年次および学校名(学部名)を入力，また，大学院修了者は修了年次と大学名も併せて入力する。

• 本会活動への貢献：本会の委員会，シンポジウム企画，セミナー企画，論文投稿等の活動実績を300字以内で入力する。

2. 業績の概要と推薦理由 1,000字以内にまとめ，入力する。

3. 論文リスト ページのヘッダに候補者名および勤務先名を明記し，特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し，計20編以内を選び，論文題目，発表誌名，巻号頁共著者を入力する。

審査基準 この賞の審査基準は，下記の通り

- (1) 機能材料分野で卓越した新素材の発明・発見をしたか
- (2) 当該分野で学理または技術の進歩発展に貢献したか
- (3) 当該分野で学術上の意味が大きい論文を発表したか
- (4) 当該分野で効果が大きい重要な発明をしたか
- (5) 金属学会の活動に貢献しているか

登録完了 推薦者のメールアドレス宛に登録完了通知を送信します。

推薦締切 2021年6月30日(水)

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

第53回研究技能功労賞受賞候補者の推薦依頼

推薦締切日 2021年6月30日(水)

主 旨 多年にわたり卓越した技術により金属の試験および研究上欠くべからざる装置の製作，試料調整，測定および分析などを通じて他の方々研究成果に大いに貢献し，しかも研究論文などに協力者として名前も出ないいわゆる「かげの功労者」に対して授賞するものです。受賞対象者には年齢制限が設けられております。

候補者の対象

- 通算30年以上実務に従事した方。
- 2022年の5月31日時点で50歳以上の方。
- 研究遂行上「かげの功労者」として多年にわたり功績著しい方。
「かげの功労者」とは，金属の試験および研究上欠くべからざる装置の製作，試料の調整，測定および分析などを通じて研究者の研究成果に大いに貢献した方。
- 企業体において経営者およびそれに準じない人。
- 管理職(民間企業および行政職の公務員では「課長」以上)でない人が望ましいが，管理職の場合には事情説明書を添付する。

推薦資格 本会代議員または支部長

提出書類 (推薦書様式は下記 URL にてダウンロードして下さい)

- ①推薦書 候補者の要件を確認の上，ご推薦願います。
- ②推薦理由ならびに実務における功労
A4版1頁(700字～1,000字程度)にまとめ，別紙として下さい。

送付方法

- ・「研究技能功労賞候補者推薦」と明記の上、下記宛にて Word 添付書類で送信下さい。

登録完了 推薦者のメールアドレス宛に登録完了通知を送信します。

問合先 (公社)日本金属学会 各種賞係
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312
E-mail: award@jim.or.jp

推薦書 URL : https://data.jim.or.jp/kenkyu_ginou/

2021年秋期講演大会の 外国人特別講演・招待講演募集

特別講演

- ・講演者：著名な外国人研究者とする。
- ・講演時間：30分(討論10分)
- ・採択件数：3~4件
- ・滞在費補助：10,000円×5日(上限日数)
- ・その他：大会参加費免除、懇親会招待

招待講演

- ・講演者：有益な講演が期待される国内に滞在する外国人研究者とする。
- ・講演時間：15分(討論5分)
- ・採択件数：5件程度
- ・滞在費補助：なし
- ・その他：大会参加費免除

推薦用紙

所定様式(ホームページからダウンロード下さい)により、下記メールアドレス宛に「外国人特別講演推薦」と明記しお送り下さい。送信後2~3日過ぎても受理メールの無い場合はお問合せ下さい。

推薦書提出期日 2021年4月30日(金)

照会・推薦書提出先

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32
(公社)日本金属学会 国際学術交流委員会宛
☎ 022-223-3685 E-mail: stevent@jim.or.jp

詳細 あたりあ60巻3号(194頁)

ホームページ：講演大会→2021年秋期講演大会
のご案内

第16回 JIM/TMS Young Leader International Scholar Award 募集案内

募集要領

- 応募資格**
- ①日本金属学会の正会員で派遣時点で満35歳以下であり、本会活動に熱意のある人。
 - ②日本金属学会の機関誌に論文が掲載されたか、または講演を発表した経験があり、かつ英語で講演発表ができる人。
 - ③日本金属学会の若手世代の代表として、責任ある行動がとれる人。

派遣人数 若干名(1~2名)/1回

応募手続き 所定の様式により必要事項を記入の上、事務局まで E-mail でご送信下さい。

応募書類 **推薦書**

- ①推薦理由(400字程度)
- ②論文および講演発表の業績リスト：5編程度
国際口頭発表リスト：5編以内
- ③TMS 主催の講演大会で発表予定の論文タイトルとアブストラクト(英語で400 word 程度)
- ④本会における若手研究者活動の活性化に対する抱負(英語で400 word 程度)
- ⑤TMS 主催の講演大会で参加・発表して得られると期待される成果(英語で300 word 程度)
- ⑥米国での大学・研究所・企業などの訪問計画予定(先方との事前コンタクトは不要)と目的

本会補助 派遣費用上限30万円。ただし、TMS への派遣に合わせて北米内の大学・研究機関等を訪問する場合は上限40万円。

推薦書締切：2021年4月15日(木)

提出先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32
(公社)日本金属学会「Young Leader」係
☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312 E-mail: stevent@jim.or.jp

詳細 あたりあ60巻3号189頁

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

◇北海道大学大学院工学研究院 材料科学部門 教員公募◇

募集人員 助教1名(任期付)
所 属 材料科学部門 エネルギー材料分野
専門分野 高温の材料化学・腐食科学を背景として物理化学，材料学に基づいた，高温過酷環境下で使用される耐高温酸化・腐食材料，コーティングや耐熱材料に関する研究分野
担当講義 大学院における材料科学専攻の演習科目，総合教育部における実験及び演習，学部における応用マテリアル工学コースの専門科目(材料工学実験及び演習科目を含む)。
応募資格 (1)着任時に博士の学位または PhD を有する方
 (2)経験は問わないが，上記専門分野に関する研究と教育に意欲のある方
 (3)日本語と英語のいずれによっても教育・指導ができる方
採用予定日 令和3年10月1日以降のできるだけ早い時期
任 期 5年(ただし，業績審査により，任期の定めのない教員となることがある)
勤務時間等 月～金曜日・裁量労働制(8:30～17:00を基本)・休憩時間45分
公募締切 令和3年5月12日(水)必着
提出書類 (1)履歴書，(2)研究業績目録，(3)教育実績((1)～(3)は所定の書式あり)，(4)主要論文3編の写し各1部，(5)採用された場合の研究計画(2,000字程度)，(6)採用された場合の教育に対する抱負(1,000字程度)，(7)本人について参考意見を伺える方2名の氏名・所属・連絡先
提出方法 封筒表面に「材料科学部門助教公募2020-36」と朱記し，書留で郵送して下さい。応募書類は原則として返却いたしません。なお，応募書類は教員選考の目的以外には使用いたしません。
応募書類送付先：〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目
 北海道大学工学系事務部
 総務課(人事担当)
 ☎ 011-706-6156, 6117, 6118
問合せ先 〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目
 北海道大学大学院工学研究院 材料科学部門
 部門長 大野宗一
 ☎ 011-706-6344
 E-mail: mohno@eng.hokudai.ac.jp

提出書類等の詳細につきましては以下の web サイトを参照下さい。

<https://www.eng.hokudai.ac.jp/graduate/research/recruit/>

お知らせ

◇第62回本多記念賞，第18回本多フロンティア賞及び第42回本多記念研究奨励賞受賞者◇

公益財団法人 本多記念会

本多記念会は，令和3年2月5日開催の第181回理事会において，令和3年度の第62回本多記念賞，第18回本多フロンティア賞，第42回本多記念研究奨励賞の受賞者を決定しましたので，お知らせいたします。

なお，贈呈式は，令和3年5月28日(金)13時20分より，東京・神田 学士会館 で行う予定です。

1. 第62回本多記念賞(本賞 金メダル，副賞 200万円)

受賞対象研究	金属磁性体における量子輸送現象の理論研究
氏 名	理学博士 永長 直人
現 職	(国研)理化学研究所創発物性科学研究センター副センター長

2. 第18回本多フロンティア賞(褒賞金 各50万円)

受賞対象研究	水素化物の新たな機能開拓とエネルギーデバイスへの応用
氏 名	博士(学術) 折茂 慎一
現 職	東北大学材料科学高等研究所所長・教授

受賞対象研究	金属材料学を基軸とした骨基質配向化機構解明と制御法の確立
氏 名	博士(工学) 中野 貴由
現 職	大阪大学大学院工学研究科教授

3. 第42回本多記念研究奨励賞(褒賞金 各30万円)

受賞対象研究	マグネシウム合金の変形・破壊メカニズムとその高機能化に関する研究
氏 名	博士(工学) 安藤 大輔
現 職	東北大学大学院工学研究科助教

受賞対象研究	原子分解能電子顕微鏡法によるセラミックスの点欠陥構造解析
氏 名	博士(工学) 石川 亮
現 職	東京大学大学院工学系研究科特任准教授

受賞対象研究	マルチスケール組織解析を活用した金属材料の高機能化の指導原理の構築
氏 名	博士(工学) 佐々木泰祐
現 職	(国研)物質・材料研究機構主幹研究員

受賞対象研究	半導体と金属の固相反応と薄膜デバイス応用に関する研究
氏 名	博士(工学) 都甲 薫
現 職	筑波大学数理工学系物理工学域准教授

受賞対象研究	プリントドエレクトロニクス用の伸縮性・光透過性銀電極に関する研究
氏 名	博士(工学) 福田憲二郎
現 職	(国研)理化学研究所専任研究員

助 成

◇2021年度 技術研究助成 募集要項◇ 公益財団法人 JFE21世紀財団

1. 助成対象となる研究

鉄鋼技術研究：鉄鋼材料、製造プロセス、鉄鋼副産物を対象とする基礎/応用研究

計測・制御・分析・計算科学・数値解析等で鉄鋼を対象とする関連技術や生産技術の研究を含む。

地球環境・地球温暖化防止技術研究：地球環境保全と地球温暖化防止を目的とした技術開発を対象とするエンジニアリング(工学)に関する基礎、応用技術の研究

*研究分野の範囲は、財団 HP 掲載の募集要項別紙「研究分野分類表」をご覧ください。

2. 助成件数と助成金額

件数 25件(原則) (200万円/件)	鉄鋼技術研究 地球環境・地球温暖化防止技術研究	概ね12~13件 概ね12~13件
-------------------------	----------------------------	----------------------

3. 研究期間

原則1年間(2022年1月研究開始・同年12月終了・2023年1月報告書提出)。但し、1年間を上限として延期・延長は可(その場合2024年1月報告書提出)

4. 応募資格者

日本の国公立大学または公的研究機関に勤務(常勤)する研究者であって国籍は問わない。なおグループでの研究の場合、代表研究者以外の共同研究者は3名以内で、大学院生および外国の大学、日本の他の大学や公的研究機関に所属する研究者も可とする。2018~2020年度の本研究助成を代表研究者として受領した者は、代表研究者としての応募はできない。

5. 申請の手続き

本財団ホームページ(HP)の申請様式に記入し、HP内の申請画面から財団に送信する。

財団 HP : <http://www.jfe-21st-cf.or.jp>

受付開始：4月19日(月) 締切：6月18日(金)

6. 審査・選考と助成研究(者)の公表

7月~9月に財団審査委員会で審査・選考を行い、9月末頃に応募者に結果を通知する。同時に財団 HP 等で、助成研究者と研究テーマを公表する。

*詳細は財団 HP : <http://www.jfe-21st-cf.or.jp> をご覧ください。

*お問合せ先(財団事務局)

☎ 03-3597-4652 E-mail : zai21c@jfe-21st-cf.or.jp



新 入 会 員

(2021年1月21日~2021年2月19日)

正 員

秋山 茂 範 株式会社ジーシー

李 仁 鎬 国立研究開発法人物質・材料
研究機構

大熊 学 国立研究開発法人物質・材料
研究機構

田中 章 裕 三菱重工業株式会社

牧野 勝 彦 愛三工業株式会社

外国一般会員

CASTEL LERO ALBERTO University of Turin



まてりあ 第60巻5号 予告

[紹介] 2021年春受賞者紹介, 2021年度新役員紹介
[学会賞受賞記念講演] 高力学的生体適合性金属系バイオマテリアルのさらなる展開……………新家光雄
[本多記念講演] 金属間化合物を利用した高温構造材料の状態図に基づいた組織設計指導原理と結晶粒界の役割……………竹山雅夫

[金属素描] No.16 モリブデン
[講義ノート] 金属製錬反応の速度論Ⅳ —プロセスシミュレーション—……………北村信也
—他—

編集の都合により変更になる場合があります

日本金属学会誌掲載論文

Vol. 85, No. 4 (2021)

— 論 文 —

AZ31マグネシウム合金高温圧延材に対する曲げ引張り加工が集合組織形成・室温成形性に及ぼす影響

石黒雄也 黄 新勝 塚田祐貴 小山敏幸 千野靖正

レーザフォーミングにおける変形の相互干渉に及ぼす曲線状加熱の順序の影響

秋山哲也 北村貴典 井筒亮介 前田雄太

**超微細球状黒鉛鋳鉄 糸藤春喜 枝根和也 小谷友勝
板村正行 安齋浩一**

DyMnO₃の過冷却融液からの急速凝固における核形成律速相選択

早坂 耀 栗林一彦 白鳥 英 小澤俊平

Ni 過剰 Ti-Ni 合金に生成する非金属介在物相の安定性に及ぼす Ni 濃度と C/O 比の影響

山下史祥 副島洋平 赤嶺大志 西田 稔

Materials Transactions 掲載論文

Vol. 62, No. 4 (2021)

— Regular Article —

Materials Physics

Adsorption of Cs⁺ Ion into Di- and Tri-Octahedral Vermiculites as Demonstrated by Classical Molecular Dynamics Simulation Akira Takeuchi

Mechanics of Materials

Tensile Deformation Behavior of High-Strength Nanostructured Cu-Si Solid-Solution Alloys Processed by Severe Plastic Deformation

Takahiro Kunimine, Yohei Tomaru, Minami Watanabe and Ryoichi Monzen

Effects of Yttrium Addition on Bending Deformation Behavior of Magnesium Single Crystals

Kenta Oka, Ryota Fukumori, Masayuki Tsushida, Hiromoto Kitahara and Shinji Ando

Materials Chemistry

Effects of Fe³⁺ on the Corrosion Behavior of High-Purity Aluminum in Neutral Solutions Containing Cl⁻ Ippei Shinozaki, Yohei Sakakibara, Gen Nakayama, Eiji Tada, Azusa Ooi and Atsushi Nishikata

Materials Processing

Numerical Analysis of Fillet Shape and Molten Filler Flow during Brazing in the Al-Si Alloy of Automotive Radiator Hirokazu Tanaka

Investigation of Ductile Fracture Mechanism in Multipass Drawing of Hollow Specimen

Akira Shiga, Tomohiro Yamashita, Yutaka Neishi and Osamu Umezawa

Formation of NiAl Intermetallic Compound from Powder Mixture of Nickel and Aluminum by Laser Irradiation

Ryo Matsumoto, Shota Komaki, Ryohei Homi and Hiroshi Utsunomiya

Mechanical Behavior of Graphite-Reinforced Aluminum Alloy Composite via Friction Stir Processing

Tomonobu Owa, Yasuo Shimizu, Shoji Kaiume and Yoshio Hashimoto

Engineering Materials and Their Applications

Tool Wear and Wear Mechanism of Carbide Tool in Cutting Al-Si Alloy Diecastings

Masahiko Shioda, Tatsuhiko Mochizuki and Yukihiro Kishimoto

Work Softening Phenomena in Al-Fe Alloys: The Impurity-Scavenging Effect of the θ -Al₁₃Fe₄ Phase

Toshihiro Hara, Daisuke Egusa, Mami Mihara, Hiroki Tanaka, Ikuo Ohnuma and Eiji Abe

Evaluation of Bonding Strength and Interfacial Resistance of Diffusion-Bonded Ag/Si Interfaces

Yasutaka Hashimoto, Takafumi Kojima and Teruyuki Ikeda

Lamellar Structure Stability of a Two-Phase α -Mg/C14-Mg₂Ca Alloy

Shuntaro Abe, Koji Oishi and Yoshihiro Terada

Environment

Genetic Algorithm Based Automatic Input Parameter Calibration Method for the Discrete Element Modeling of Vibration Feeders

Jun Katagiri, Takao Ueda, Naohito Hayashi and Shigeki Koyanaka

— Technical Article —

Corrosion of Polycrystalline Wool by Na₂CO₃ Vapor

Takuya Naeshirozako, Nobuyuki Takeuchi, Masaru Sugiyama and Hiroyuki Terada

— Current Trends in Research —

Recent Advances in Indentation Techniques and Their Application to Mechanical Characterization

Takahito Ohmura

— Express Rapid Publication —

Low-Temperature Micro-Fracture Toughness Testing of Grain Boundaries in Steel

Yusuke Shimada, Kosei Harada, Yoji Mine, Masahide Yoshimura and Kazuki Takashima

Announcement

行事カレンダー

太字本会主催(ホームページ掲載)

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
2021年5月				
15~11.6 (全7回)	セラミックス大学2021(CEPRO2021)(Web開催)	日本セラミックス協会	TEL 03-3362-5231 cersj-kyouiku@ceramic.or.jp http://www.ceramic.or.jp/	
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7回岩崎コンファレンス(Web開催)	日本磁気学会	TEL 03-5281-0106 msj@bj.wakwak.com	4.30
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/	
21, 28	第6回マルチスケール材料力学シンポジウム(Web開催)	日本材料学会	http://www.jsms.jp	
24~26	トライボロジー会議2021 春 東京 (Web開催)	日本トライボロジー学会	TEL 03-3434-1926 jast@tribology.co.jp http://www.tribology.jp/	
24~30	第414回講習会「製造現場でのIoT活用術—今日から始めるひと工夫—」(Web開催)	精密工学会	TEL 03-5226-5191 https://www2.jspe.or.jp/	
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@jsces.org http://www.jsces.org/koenkai/26/	
28	腐食防食部門委員会第335回例会(Web開催)	日本材料学会	TEL 075-761-5321 jimuj@jsms.jp https://www.jsms.jp	5.21
2021年6月				
3~5	2021年度塑性加工春季講演会(Web開催)	日本塑性加工学会	http://www.jstp.or.jp	
14~16	日本顕微鏡学会第77回学術講演会(つくば)	日本顕微鏡学会	TEL 03-6457-5156 jsm-post@microscopy.or.jp http://conference.wdc-jp.com/microscopy/conf2021/index.html	
30	第241回西山記念技術講座 先端鉄鋼製錬プロセス技術における基礎と実践研究(Web開催)	日本鉄鋼協会	TEL 03-3669-5933 educact@isij.or.jp https://www.isij.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8月				
19	2021茨城講演会(茨城大)	日本機械学会関東支部	TEL 0294-38-5046 ibakouen@ml.ibaraki.ac.jp	
25~27	日本実験力学会2021年度年次講演会(弘前大)	日本実験力学会	TEL 0172-39-3553 annual21@jsem.jp http://www.jsem.jp/	
2021年9月				
2~4	日本金属学会秋期講演大会(名城大)(予定)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	
8~10	2021年度工学教育研究講演会(信州大)	日本工学教育協会・川上	TEL 03-5442-1021 kawakami@jsee.or.jp http://www.jsee.or.jp/	
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@jvss.jp 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/	
8~10	第47回固体イオニクス討論会(徳島)	日本固体イオニクス学会	TEL 088-656-7577 nakamura.o.koichi@tokushima-u.ac.jp https://www.ssi-j.org/symp/ssij47/index.html	
13~17	Materials Research Meeting 2021(MRM2021)(横浜)	日本MRS	TEL 03-6264-9071 info_mrm@jmru.org https://mrm2021.jmru.org/	
2022年9月				
4~8	第18回アルミニウム合金国際会議(ICA18)(富山)	軽金属学会	http://www.icaa18.org/	

“あのことろ”のまてりあ 「日本金属学会創立の裏話」

本記事の左段下2行目から右段2行目にかけて

「・・・日本鉱業会という学会が工学関係の学会でもっとも古い学会らしく、機械学会や電気学会はこの日本鉱業会から分岐して設立されてきた、というような話も出てきます。」

との記述がありましたが、このような事実はございませんでした。

案内人による記事の内容は過去の本誌記事を基に書かれたものですが、歴史的事実は異なりました。

正しくは、「我が国の工学関係の最初の学会は1879年に設立された工学会(現・日本工学会)で、その後、各専門分野の研究が盛んとなり専門別の学会が設置され始め、電気学会、機械学会などが創立された。」という表現が適しておりました。

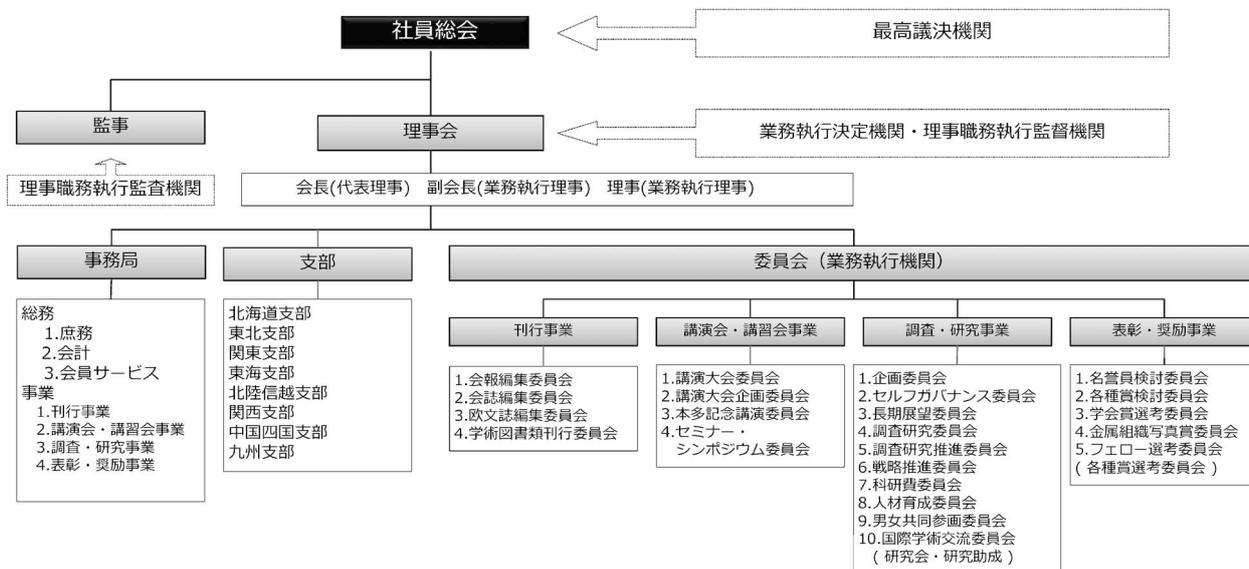
お詫びと共に訂正いたします。

重要なお指摘をくださった会員殿に感謝申し上げます。

日本金属学会会報編集委員会



公益社団法人日本金属学会の組織図



まてりあ 第60巻 第4号 (2021) 発行日 2021年4月1日 定価1,870円(本体1,700円+税10%)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

Materials Transactions 投稿の手引き

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

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

1. Mater. Trans. に投稿可能な論文

(1) Regular Article (10頁以内)

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

日本金属学会誌の学術論文または速報論文に Web 掲載後2年以内であれば、著者および内容が基本的に同一の場合に限り、英訳した論文を投稿できる。その事を脚注に明記する。ただし査読の結果、返却もあり得る。

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

(2) Review (15頁以内)

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

(3) Overview (15頁以内)

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

(4) Technical Article (10頁以内)

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

日本金属学会誌もしくはまてりあに Web 掲載後2年以内であれば、著者および内容が基本的に同一の場合に限り、英訳した論文を投稿できる。その事を脚注に明記する。ただし査読の結果、返却もあり得る。

(5) Current Trends in Research (10頁以内)

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

(6) Express Rapid Publication (4頁以内)

速報を要する短い論文。すなわち、新規性のある研究成果、技術開発に関する新知見、新アイデア、提案等。最短2週間で審査を完了する。迅速掲載のための費用を負担しなければならない。

(7) Opinion (2頁以内)

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

(8) その他理事会で決議した分類

2. 投稿の方法

Mater. Trans. への投稿は <https://mc.manuscriptcentral.com/matertrans> にて原稿を提出する。

和文掲載済み論文の英訳論文の場合には、和文掲載済み論文 PDF も送付する。

3. 原稿

執筆要領に従って原稿を作成し指定のファイル形式に変換したものを提出する。

3.1 記載内容

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

3.2 単位

SI 単位を使用する。

3.3 引用文献・脚注

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

4. 審査

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

5. 校正

初校は著者の責任で行う。著者校正は原則として1回とし、誤植の修正に限る。

6. 投稿者負担金

6.1 投稿・掲載費用を支払う(公開日から1年間有効の電子ジャーナル購読権 ID/Password を寄贈)。

6.2 カラー図表掲載を希望する場合は実費を負担する。(1図表当り1,100円)

※オンラインジャーナルのみ(冊子・別刷はすべてモノクロ表示)。

6.3 Regular Article の迅速掲載費用: 11,000円。

高温真空 3000℃への挑戦

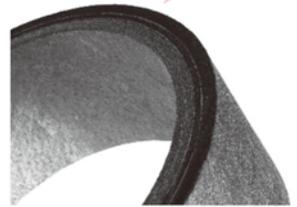
URL:<http://www.mechanical-carbon.co.jp/>

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

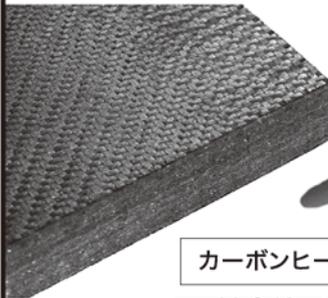


炉の改修

ハイブリット成形断熱材



高断熱+省エネ



6面シート
貼り



カーボンフェルト

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



メカニカルカーボン工業株式会社

本社:247-0061 神奈川県鎌倉市台5-3-25 TEL.0467-45-0101 FAX.0467-43-1680
工場:新潟工場・本社工場・野村工場(愛媛)・広見工場(愛媛) 事業所:郡山・東京・大阪・松山・周南・福岡
お問い合わせEメール mck@mechanical-carbon.co.jp

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

溶質原子の定量 メカニカルスペクトロスコピー

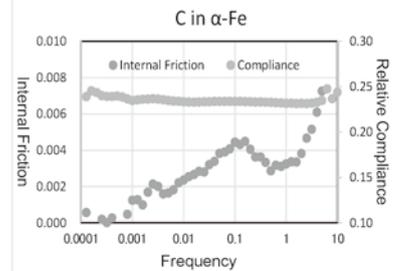
物質中の溶質原子は微量でその組織の性質を変化させます。当然ながらその含有量によって効果が異なるためにその分析測定が必要です。しかし化学分析や蛍光X線分析などでは析出したフリー原子も定量され、組織中に存在する溶質原子のみの定量はできません。そこで溶質原子のひずみエネルギーを検出するメカニカルスペクトロメータ MS 型（強制振動型内部摩擦測定装置）が力を発揮します。

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

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



MS-LHT (-150°C~500°C)



Cij 測定は力学特性から組織解明を可能に

電磁超音波共鳴式 弾性率・弾性定数装置 CC II - シリーズ

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

CC2-HT



弾性率と内部摩擦の高温測定で最高の装置

高温弾性率等同時測定装置 EG-HT

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



室温や比較的低温で最も信頼性の高い装置
自由共振式弾性率、内部摩擦測定装置
JE-RT (ヤング率) & JG-RT (剛性率)

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

JE-RT
& JG

強制振動式内部摩擦測定装置
メカニカルスペクトロメーター
MS シリーズ

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



MS-LHT

共振法応用の弾性率や内部摩擦等の物性測定・試験・計測装置の開発専門企業

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

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