

ふえらむ

*Bulletin of
The Iron
and Steel
Institute of
Japan*

Vol.18 / No.10 / 2013

(一社)日本鉄鋼協会会報

ISSN1341-688X

鉄と鋼

Tetsu-to-Hagané

Vol.99 / No.10 / 2013

ISSN0021-1575

Minco ミンコ・熱電対とサンプラー

品質向上のパイオニア

■ ミンコサンプラー (製鋼 製鉄 試料採取用)

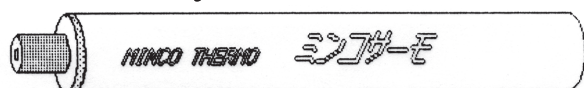


ミンコサンプラーの3つの大きな特徴 信頼性、作業性、安全性。
炉外精錬装置 脱ガス装置 電気炉 レードル タンディッシュ CCモールド
高炉出鉄樋 トピードカー 溶銑予備処理などあらゆる場所から採取できます

■ ミンコサーモ 消耗型熱電対

for IRONS, STEELS, FERROUS ALLOY

MMJ型 消耗型熱電対



TYPE R(13%) IPTS 1968
白金・白金ロジウム

■ 標準試料

世界各国各社の製品を取り扱っております。
化学分析用、発光分光分析用、蛍光X線分析用、英国BAS、米国NBS、
BRAMMER、ALPHA、MINCO、カナダALCAN、ドイツBAM、
フランスIRSID、スウェーデンSKF、他 ご用命下さい。

日本ミンコ株式会社

ISO9001:2000 認証取得

※お問い合わせは

本 社 〒341-0032

埼玉県三郷市谷中398番地1

TEL.048(952)8701 FAX.048(952)8705

URL <http://www.minco.co.jp>

東京事務所 〒166-0012

東京都杉並区和田3-36-7

TEL.03(5306)6265 FAX.03(5306)6268

MINCO U.S.A (WISCONSIN)

MINCO GERMANY (DÜSSELDORF)

MINCO AUSTRALIA (WOLLONGONG)

ふえらむ

Vol.18 (2013) No.10

C O N T E N T S

目 次

Techno Scope	ニアネットシェイプを実現する精密鑄造	552
連携記事	進化するMIMプロセス 三浦秀士、長田稔子	556
入門講座	物理分析入門ー初めて使う人のためにー7 物理解析の基礎と解析手法の選び方 X線回折法で得られる多彩な情報 木村正雄	561
	鋼の凝固入門ー3 凝固現象の基礎と数理Ⅲ：多相成長 大笹憲一	574
躍 動	金属の塑性変形に魅せられて 吉田健吾	581
アラカルト	若手研究者・技術者へのメッセージー17 構造材料研究の半世紀 友田 陽	585
	活躍する女性研究者・技術者ー17 出あいにも恵まれて 竹田貴代子	588
会員へのお知らせ		590
海外鉄鋼関連最新論文		602

Techno Scope

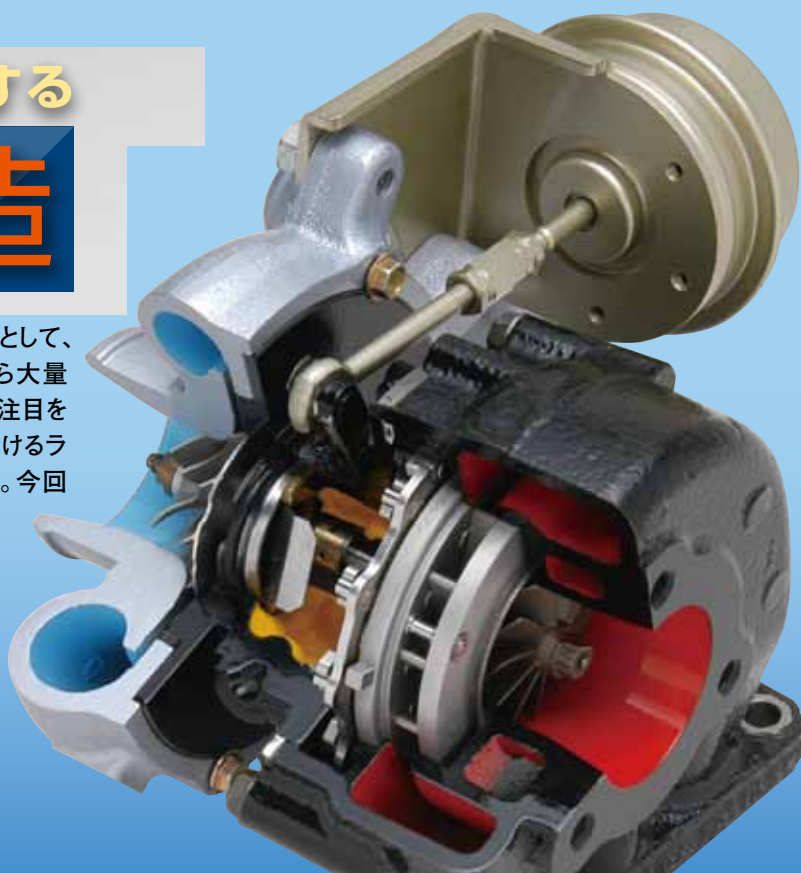
ニアネットシェイプを実現する

精密 鑄造

素材を加工し、効率的に最終製品の形状を作り出す方法として、人類が最も古くから利用している鑄造技術は、一点物から大量生産まで、ものづくりを支える重要な技術である。最近、注目を集めている3Dプリンターも、鑄造分野では、模型試作におけるラピッドプロトタイプング技術として、早くから取り入れている。今回は特に精密鑄造について、最近の技術動向を紹介する。



ガソリンエンジンでは精密鑄造により製造された軽量のチタンアルミ合金タービンホイールを採用している例もある。
(写真提供:三菱自動車工業(株))



ディーゼルエンジンに搭載されているターボチャージャー(写真はカットモデル)は、自動車の燃費向上のためガソリンエンジンにも搭載されるようになっていく。
(写真提供:三菱重工業(株))

古くて新しい精密鑄造技術

一般に、圧延や鍛造等による素材加工、圧延・鍛造(板金プレスを含む)等の素材を必要な寸法・形状に変形させる塑性加工、切削や研削等の機械加工等、複数の工程を経て、素材から最終製品が作り出されている。ニアネットシェイプ成形とは、このような加工工程を極力減らし、高品質と低コスト化を実現する方法である。ニアネットシェイプ成形技術には、精密鍛造や粉末成形、金属粉末射出成形(MIM: Metal Injection Molding)等、いくつかの種類がある。中でも寸法精度が高い精密鑄造は、ニアネットシェイプ成形のニーズに適した成形技術である。

鑄造技術は5,000年もの歴史を持つ技術といわれている。鑄造とは、型に溶融した金属を流し込み、冷却して凝固させることで目的の形状を得る技術であり、通常の鑄造製品の場合、砂にベントナイト(粘土の一種)と水を混ぜた鑄型砂を固めたものを鑄型として使い、製品模型(原型)として木型を用いる。精密鑄造技術も美術品の製造技法として古代から用いられ、模型材料にワックス(ろう)を用いるのが特徴である。現代でも歯科治療に使用する歯冠補綴(しかんほてつ:被せ物)の製作に用いられている。

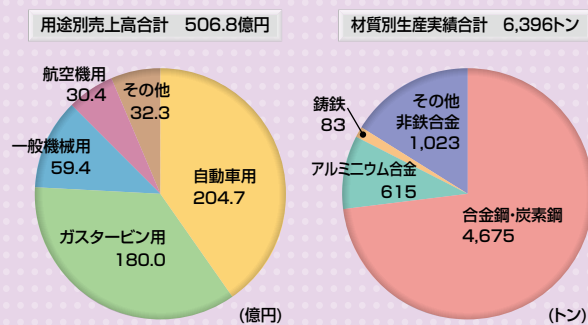
精密鑄造技術の産業への応用は1930年代に始まった。当時、戦闘機にはより高速かつ高高度での飛行能力、高い操縦

性能が求められていた。そこで採用されたのが過給機(ターボチャージャー)であり、タービンブレードの製造には、高度な精密鑄造技術の発達が不可欠であった。

現在、精密鑄造は一般機械、自動車、航空機、ガスタービン等の分野で用いられており、日本では生産量、売上高とも自動車用が半数以上を占め、現代社会を支える重要な産業分野となっている。

精密鑄造品の用途別売上高と材質別生産実績(2012年、国内)

売上高はほぼ拮抗しているが生産量は自動車用が約4,200t、ガスタービン用が約670tである。重量(生産量)当たりの価格は、ガスタービン用や航空機等用では自動車用の5倍以上であり、高品質、高付加価値鑄造品が大きな売上を占めていることが分かる。



(出所:経済産業省 鉄鋼・非鉄金属・金属製品統計年報)

精密鑄造技術の種類と特長

精密鑄造では、ワックス模型を用いるロストワックス鑄造法他に、セラミック鑄型を用いるセラミックモールド法、石膏鑄型を用いるプラスターモールド法等が代表的である。セラミックモールド法はポンプのインペラ等に、プラスターモールド法は鉄よりも融点の低いアルミ合金等の部品製造に用いられ、ターボチャージャのインペラ（コンプレッサー側）の製造に利用されている。なお、3つの鑄造法の中ではロストワックス鑄造法が最も寸法精度がよく、一般公差は $\pm 0.25 \sim 0.8\%$ である。

いずれの鑄造法でも、適用可能な材料の種類が豊富であり、特に鍛造やプレス加工では成形が難しい耐熱材料等の難加工性材料の成形が可能である。さらに、難加工材料でも鑄肌が美しく、精度の高い鑄物の量産が可能であり、複雑形状で加工工数の多い部品を、少ない工数で製造でき、部品の一体化による強度等の性能向上も期待できる。特に鑄型を高温にして鑄込むロストワックス鑄造法では湯流れ性が高く、肉厚の薄い部品の鑄造が可能で、一般に精密鑄造という場合はロストワックス鑄造法を指す場合が多い。

また、ロストワックス鑄造法では精密な中子を使用することで、塑性加工や機械加工、MIMプロセスでは難しい中空構造を効率的に実現できる。さらに、MIMプロセスと比較して、大型の部品（数g～数十kg）を鑄造できるメリットもある。

精密鑄造の適用例としてよく知られているのは、自動車用ターボチャージャのインペラである。ターボチャージャのタービン部は約 $1,000^{\circ}\text{C}$ の高温と20万rpmを超える高速回転に耐えるため、難削性のニッケル基合金が用いられているが、複雑形状部品の量産化にはロストワックス鑄造法以外に成形法がない。なお、ターボチャージャのハウジングにも精密鑄造技術が用いられる場合があり、 700°C 以下ではダクタイル鑄鉄、 $1,000^{\circ}\text{C}$ 以上ではオーステナイト系ステンレス鑄鋼等が、温度に応じて選択される。

鑄造技術の最大の特徴である中子*を利用した中空構造の実現は、青銅器時代から利用されている技術であるが、現代の精密鑄造においてもキーテクノロジーとなる重要な技術分野で、特にタービンブレードの製造においては極めて重要である。高温で使用するブレードには、冷却用の中空構造が必要である。最薄部では肉厚が1mmで、内部空間の幅が1mmという場合もあり、厳しい寸法精度が求められる。このような高精度の中子製造技術はタービン分野では最重要技術の1つである。

また、精密鑄造の特長として、結晶粒制御が可能であり、一方向凝固部品や単結晶部品の製造が可能である。このような結晶粒制御により、高温・高速で回転するタービンブレードのクリープ強度が向上し、超高温高効率ガスタービン等の実現を支えている。

*中子（なかご）：鑄物の中空部を作るための鑄型

ロストワックス鑄造法の工程例

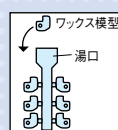
金型製作・ワックス模型成形

金型や中子部分を分割することで、通常の鑄造や機械加工では実現が難しい複雑形状のワックス模型を成形することができる。

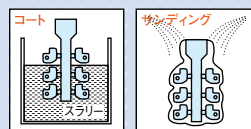


ツリー組立

湯口と複数のワックス模型を繋げて、ツリー状に組み立てる。



コーティング

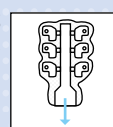


コートとサンディング、乾燥を数回繰り返すことで、鑄型に十分な厚みを持たせる。



脱ろう

加熱し、鑄型内部のワックス模型を溶かし出す。



鑄込み

焼成した鑄型を、約 $1,000^{\circ}\text{C}$ に保持したままで、熔融金属を流し込む。



型ばらし

鑄型を取り除き、鑄物を取り出し、湯口や押湯を切り離す。



切断仕上げ

鑄造時に生成する酸化物等を除去する。



（写真提供：キングパーツ（株））

複雑形状を実現するロストワックス鑄造の工程

ここでは、精密鑄造の例として、ロストワックス鑄造法の工程について詳しく見ていく。

ロストワックス鑄造法では、ワックス模型を製造するための精密な金型を製作することから工程が始まる。

まず、金型を使用して射出成形によりワックス模型を作成する。次に、この複数のワックス模型を、効率よく鑄込むために、ワックス製の湯口(ワックスを抜き取ると共に、溶融金属を流し込む流路)にツリー形状に取り付ける。

製品と湯口のワックス模型を、耐火度が高く、熱膨張の少ないジルコン砂や溶融石英粉等と強力な粘結剤を混合した泥状の鑄型材(スラリー)に浸漬(コート)する。スラリーが乾燥する前に耐火物粒を振りかけ(サンディングまたはスタッコイング)、乾燥させ、このコートとサンディングを数回繰り返すことによって鑄型に十分な厚みを持たせるのである。

十分に乾燥させた後、ワックス模型と鑄型を加熱することで、内部のワックス模型を溶かし出し、空洞を得る。この工程が「ロストワックス」の語源である。

ワックス模型を溶出した鑄型は高温で焼成された後、溶融した金属を流し込む「鑄込み」が行われる。最後に、金属材料が冷却・凝固した後、鑄型を壊して鑄物を取り出し、切断や熱処理等の加工を行う。

ロストワックス鑄造法の技術開発

ロストワックス鑄造法はほぼ完成されたプロセスともいえるが、その周辺技術である鑄型材料、ワックス材料等には、いっそうの技術開発が求められている。

(独)中小企業基盤整備機構の「精密鑄造品高度化に向けた造形技術の開発(平成18～20年度)」プロジェクトでは、鑄型に用いられるジルコン砂の代替材料の開発が行われた。ロストワックス鑄造法では、スラリーや耐火物粒(スタッコ材)として微細粒子化されたジルコン砂(ジルコンフラワー)を用いる。しかし、ジルコン砂は天然資源であり、資源枯渇、供給不安定、価格高騰、リサイクルが難しい等の課題があった。自動車や航空機分野の他、燃料電池分野等でも薄肉・複雑形状の重要部品に使用される精密鑄造品の製造にジルコン砂は不可欠であり、その代替材料の開発が求められていた。

プロジェクトでは、精密鑄造品の表面品質を決定するプライマリーコート(精密鑄造鑄型の1層目及び2層目)用の人工材料を開発した。材料には融点が高く、熱膨張係数が低い Al_2O_3 - SiO_2 系の合成ムライト(人工セラムックス砂)が採用された。



精密鑄造による部品の例

(写真提供:キングパーツ(株))

スプレードライヤ(噴霧乾燥)方式で合成された粒状の合成ムライトは、スラリーとスタッコ材に使用されている天然ジルコン砂と同等以上の鑄肌を実現できることが確認され、国産化率100%という目標が達成されている。

また、ジルコン砂はセラミック中子にも使用されており、この代替材料の開発もプロジェクトの目的の1つである。セラミック中子は鑄造後にアルカリ水溶液で溶解させるため、材料には溶融シリカが用いられている。同プロジェクトでは代替材料としてアルミナを使用したセラミック中子を開発した。セラミック中子は比較的小型のものはCIM(Ceramic Injection Molding)法、大型のものはスリップキャスト法*により製造され、鑄造メーカーでの製造が可能になった。高精度のセラミック中子の国産化は国際競争力を強化する上で極めて重要である。

また、ワックスの代替材料の開発と性能向上も解決すべき課題である。現在、石油由来のワックスが約70%であるが、資源の枯渇は確実であり、価格も高騰している。さらに、大型の精密鑄造品の製造には、大型のワックス模型が必要であるが、ワックス模型を大型化すると自重を支えきれないため、補強材を使用する必要がある。加えて、ワックス材料の融点が60℃前後であるため、ワックス模型の製造からコート・サンディング・脱ろうまでの工程で、温度管理が必要という課題が指摘されている。これらの課題の解決には、いっそうのワックス材料の性能向上が必要である。

注目される3DプリンターとRP技術

鑄物には、溶融金属を流し込むための鑄型が必要であり、鑄型の作成には製造する鑄物と同じ形状を持つ模型が必要である。最近、3Dプリンターについてさまざまなメディアで取り上げられているが、鑄造技術の分野では30年以上前からラピッドプロトタイピング(RP)技術として、3Dプリンターを活用した模型の試作が行われている。ラピッドプロトタイピングを直訳すると迅速試作品製作であるが、RP技術の原理である「層を積み重

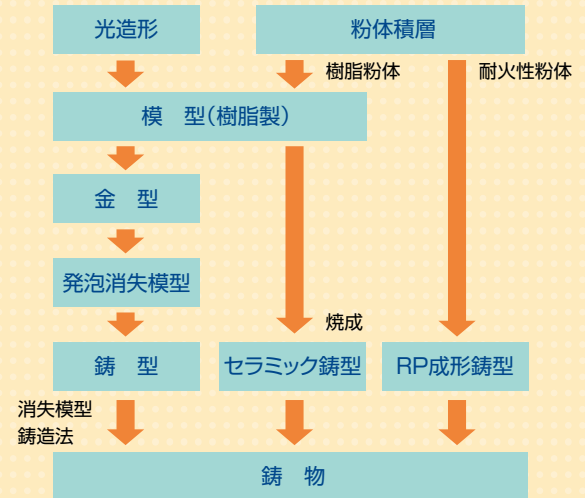
*スリップキャスト法：セラムックス成形法の一つで、セラムックス粉末のスラリーを成形型に注ぎ、乾燥させて、成形する方法。

主なRP技術

	光造形法	溶融体積法	薄板積層法	粉体固着法
成形体材料	光硬化性樹脂	熱可塑性樹脂	紙樹脂フィルム	樹脂、砂、金属(粉末)
断面形状成形法	レーザ光スキャン	加熱塗布	カッター切断 レーザ切込み	レーザ加熱 バインダ塗布
固化積層手法	レーザ光照射	冷却固化	接着剤・貼合せ	加熱融着 糊固化

RP技術の代表例と、鑄造工程への応用例を示した。ここでは所謂「3Dプリンター」方式のみを紹介したが、この他にもワックス塊を切削加工してワックス模型を製造する方法もあり、専用のワックス(マシナブルワックス)も市販されている。RP技術は試作品製造には適しているが、現製品の模型製造に適しているとはいえない。

RP技術を応用した鑄造工程



(出所:北海道立工業試験場報告 No.305)

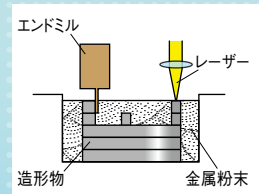
ねて形を作る」ことから、積層造形と訳される場合もある。RP技術にはインクジェット法や光造形法等、さまざまな種類がある。

「光造形」は「ステレオリソグラフィ」とも呼ばれるRP技術で、特定の波長の光を照射すると硬化する樹脂を用いて積層造形を行う。「粉体固着法」では、粉体に、石膏や砂、金属、樹脂やワックス等が用いられ、粉末をバインダーで結合させる方式と、レーザー等により融着させる方式がある。「溶融堆積法」は、ABS樹脂やナイロン樹脂等の熱可塑性樹脂を用いる方式で、専用ノズルから加熱して軟化させた樹脂を射出して層を形成していく方式である。「薄板積層法」は、文字通り紙やプラスチック等の薄いシートを断面形状に切り取り、接着剤で貼りあわせていく方式である。

期待されるRM技術の実用化

現在、RP成形体はワックス模型用金型の試作工程で用いられているが、耐火性材料を積層して直接鑄型を製造する技術の開発も行われている。経済産業省は平成25年度から「超精密三次元造形システム技術開発プロジェクト」を開始している。これは、ものづくり産業の基盤技術である鑄造の生産プロセスの革新的技術開発として、高速三次元(3D)積層造型システムを構築するものである。プロジェクトでは5年以内に砂型(鑄造鑄型)を現在の10倍の速度で製造できる積層造型装置の開発を目指している。同プロジェクトにより、試作品製作の期間とコストの大幅な削減が期待されるが、日本のものづくりにおいてはRP技術を試作に留まらず、鑄造鑄型の低コスト・高速生産等の量産化へ展開したRM(Rapid Manufacturing)

3Dプリンターによる金型製作の仕組みと製作例



0.05mm厚の金属粉末材料をレーザーで焼結、積層する。0.5mmまで積層した時点で、切削加工により仕上げる。写真は電動ドライバーの金型。
(写真提供: (株)松浦機械製作所)

技術の実用化がより重要になっていくであろう。RM技術の実用化によって、大型一点鑄造物や高品質、高付加価値鑄造品の低コスト・短納期での生産が可能になる。

現在、自動車用ターボチャージャーの精密鑄造品の日本の世界シェアは約60%であるが、中国、韓国等の製品が徐々にシェアを伸ばしている。精密鑄造は、設計、製造、検査等、ものづくりの全ての技術を結集する総合技術であり、そこに関わる技術者の「技能」に負うところが大きい分野でもある。つまり、技術そのものの高度化に加えて、確かな技能の確実な伝承や、これまで以上のユーザーに対する用途開発・用途提案が求められている。複雑形状の「カタチ」だけを売るビジネスモデルではなく、精密鑄造品が実現する「機能」を提案・提供していくことが、今後いっそう求められるのではないだろうか。

- 取材協力 早稲田大学・中江秀雄名誉教授、(一社)日本鑄造協会、(株)ブライソン・ジャパン、三菱自動車工業(株)、三菱重工業(株)、キングパーツ(株)、(株)松浦機械製作所
- 文 石田 亮一

連携記事

進化するMIMプロセス

Development of Metal Injection Molding Process

九州大学 大学院工学研究院
機械工学部門 教授

三浦秀士
Hideshi Miura

九州大学 大学院工学研究院
機械工学部門 助教

長田稔子
Toshiko Osada

1 はじめに

金属粉末射出成形 (metal injection molding, MIM) プロセスは、従来の金型内で圧粉した金属粉末成形体を焼結して高精度な部品を製造する粉末冶金法 (powder metallurgy, P/M) と溶融した樹脂を金型内に射出することにより複雑形状部品を製造するプラスチック射出成形技術を組み合わせた金属部品製造技術である。ダイキャストやチクソモールディングのような、溶融金属を金型内に圧入する成形法とは異なり、MIMは金属粉末をバインダ樹脂の可塑性・流動により金型内に充填する方法で形状を付与する。その後、脱脂、焼結を経て、ネットシェイプで金属製品を得る。そのため、MIMはプラスチック射出成形法および粉末冶金法の二つの製造法に共通した特徴を持ち、またそれぞれの利点および欠点を互いに補填した特徴を有している。すなわち、MIM製品は射出成形されたプラスチックと同等の複雑形状と精度、生産性を有しており、さらに95%以上の密度を得られることから、P/Mでは達成できない性能レベルも併せ持つ。

MIMは、一般産業機械部品に加え、通信機器部品、さらに自動車部品や医療機器部品など多様な部品製造分野において非常に注目されている。欧米では自動車関連部品へのMIMの登用が多く、日本を含むアジアでは携帯電話部品等に代表される小型精密機器部品への展開が多い。特に日本では、精密金型が短納期で製造可能であり、高品質なMIM用金属微粉末も製造されていることから、MIM製造技術の国際競争力は高い。しかしアジア諸国では低い人件費と大量生産方式により、MIMの製造コストを大幅に低減できるため、中国のiphone用コネクタの大量受注例が示すように、電気・通信機器や自動車部品などの製造も海外移転や新規参入が増加しており、MIMに関してもグローバル化や低コスト化が進行している。

そのような動きの中で、MIMの付加価値を高めるため、

チタン系合金へのMIMプロセスの適用や、超小型化 (μ -MIM)、さらには大型化といった検討も進められており、これらの新しい技術についてMIMの基本工程とともに以下に紹介する。

2 金属粉末射出成形法

2.1 MIMの歴史

粉末を用いた射出成形 (Powder Injection Molding, PIM) に関しては、既に1920年代にセラミックス粉末を用いて試みられており、セラミック射出成形法 (Ceramic Injection Molding, CIM) として確立されてきた。その後、1970年代末にアメリカで金属粉末を用いた射出成形 (Metal Injection Molding, MIM) が開発され、1980年代後半に日本に導入された^{1,2)}。P/M製造企業をはじめ、電機、自動車製造企業関連でも研究開発が盛んに行われたが、市場はさほど伸びず、1990年代後半から通信や医療などの分野でMIM製品の使用が増加し始め、これまで景気の流れに影響されてはいるが年々増加の傾向にある。

2.2 MIMの工程

MIMの工程は、図1に示すように、大きく4工程に分けることができる。混練工程 (Mixing)、射出成形工程 (Injection Molding)、脱脂工程 (Debinding)、焼結工程 (Sintering) である。

混練工程では、金属粉末と熱可塑性樹脂、ワックス、可塑剤、結合材からなる多成分系のバインダを、均一に混合・混練したのち、造粒によりペレット状のMIMの原料 (Feedstock) を作製する。MIMに使用される金属粉末は、粉末冶金の主流である金型プレス成形用の粉末よりも微粉で平均粒径10 μ m程度であり、主に水アトマイズ法もしくはガスアトマイズ法によって製造される³⁾。MIMにおいては原料が

流動する必要があるため、球状粉末の方が流動しやすく、使用するバインダの量も少なくなり、成形性に優れる。また、微細球状粉末の方が焼結性にも優れることから高密度な焼結体が得られる。焼結体の表面粗度は粉末粒径の影響を受けやすく、粉末粒径を小さくすると表面精度は上がる。一方、粉末粒径が小さくなると比表面積が増加し、粉末同士の摩擦も大きくなるため、流動性は低下する。焼結密度を上げるためには、粉末の充填度合いを示すタップ密度が高いものがよく、粒径にある程度の分布があるものが適しているとされている。

バインダは粉末間の間隙を埋めて成形時の流動性を向上させ、さらに成形体の形状を保持するために付加される。そのため、粉末との濡れ性が高く、さらに、繰り返し使用による劣化に強くなければならない。ワックス、ポリマー、オイル、潤滑剤、表面活性剤などからなる熱可塑性の混合物が一般に用いられる。粉末量が多いと粘度が上がり、粉末間の間隙を埋めることができない。逆に粉末量が少なすぎると脱脂時に形状保持が困難になる。よって、粉末とバインダの比率が重要となる。混練が不均質であると、クラックや変形などが発生し、十分な強度や高い寸法精度が得られないなどの問題が生じ、混練状態の把握は重要である⁴⁾。混練後、成形機への移動を容易にするため、造粒工程によりペレットに加工される。

射出成形工程では、プラスチックの射出成形で一般に使用されるインラインスクリー式射出成形機が用いられる。加熱によりバインダを可塑化させ、粘度が下がり流動が可能となった原料をスクリーによって金型に射出し、成形体 (Green compact) を得る。成形体はこの後の脱脂工程によりバインダが分解されるため、金型は収縮を考慮して作製される。また、原料をほぼ100%使うことができる。

成形体のバインダは溶媒もしくは加熱による脱脂工程で除去され、脱脂体 (Brown compact) が得られる。しかし、溶媒抽出で用いられるアセトンなどの有機溶媒は人体に影響を及ぼし、廃棄処理の問題があり、加熱分解では脱脂に長時間を

要したり、製品形状の変形が生じやすいなどの問題がある。この他、超臨界ガス、光分解法などにより脱脂を行う方法や、水により脱脂が可能な水溶性バインダなども開発されている^{5,6)}。なお、ここで完全に脱脂を行うと焼結時までの形状保持が難しくなるため、完全な脱脂は行わず、残った成分は次の焼結工程において除去される。

焼結工程においては高温に加熱することで金属粉末粒子同士が冶金的に結合し、焼結体 (Silver compact) となる。加熱により粒子を結合して緻密化する目的に加え、化学的にも均質化を図るものである。焼結の際には、バインダの除去分および緻密化の効果で、10～20%程度の収縮が起こる。ここでは、焼結収縮による寸法偏差や残炭、酸化など最終製品の品質に悪影響を及ぼさないよう配慮する必要がある。

以上の一連の工程において最終製品の形状をネットシェイプで作製することが可能であるが、必要に応じてHIP (Hot Isostatic Pressing、熱間等方圧加圧法) などによりさらに緻密化が行われたり、機械加工やメッキ、研磨や、析出硬化、溶体化処理、窒化などの熱処理など、溶製材同様の後加工が加えられることもある。

2.3 MIMの特徴

MIMは複雑な三次元形状を有する精密部品のニアネットシェイプによる量産化や、加工が困難な材質およびテーパーメイド合金による少量生産に対して幅広い分野で大きな期待がある。

従来のP/M、すなわち金型プレスによる粉末圧縮成形では、高い圧力を負荷できるが形状は単純になる。また圧力の伝達が均一でないため密度勾配が生じ、焼結時のひずみが一定でなく、収縮にも差が生じ、形状のばらつきの原因ともなっている。このように、P/Mでは対象部品の形状に技術的な制約を伴うだけでなく、焼結材料中に宿命的に残存する気孔が内部切欠きとなり、溶製材と比べると物理的・化学的性質や機械的性質に劣ることが避けられない。一方MIMでは、

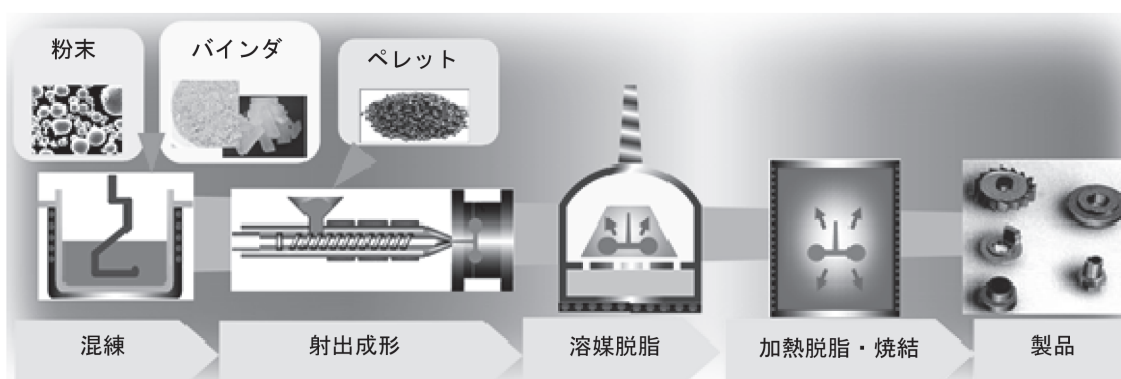


図1 MIMの工程

これらの問題点を克服し、高い形状自由度と高密度化を比較的容易に両立させることが可能である。

また、その他の機械加工やロストワックスなどの金属加工法と比較すると、量産性に極めて優れており、形状の自由度は機械加工より高く、ロストワックスと比べてコストも抑えられるため、様々な側面で優れた加工法と言える。

さらに、P/Mでは成形が難しい硬質金属材料、あるいはこれまでの成形技術では困難であった熱膨張合金や軟質磁性材料などの難加工性機能材料にも適用できるため、用途に応じた材料の選択自由度が大きいことも特徴である。したがって、対象材質としてもステンレス鋼、磁性材料、Fe-Ni合金、低合金鋼、W系重合金、工具鋼などがすでに量産の主流となっており、その他に、SiやCo合金、高速度鋼、Ti合金、Ni基やCo基の超合金、超硬合金、サーメット、繊維強化型合金などの広範囲な種類のものも検討されている。

種々の材質に適用可能なことから、MIMの用途は各種機械部品、通信機器部品（パッケージ、コネクタ等）、自動車部品（ターボチャージャー、ロッカーアーム、センサー、鍵等）、医療用部品（内視鏡、歯列矯正等）、情報機器部品（プリンタ、パソコン、コピー機用等）等様々な種類があり、今後の需要増が期待されている。

しかしながら、MIMでは比較的高価な微粉末を使用することから、大型品は使用粉末量が多くなりコストが上がることや、脱脂焼結時の収縮が大きくなり、変形や損傷が起こる可能性が高いことからMIMでは困難とされている。そのため、MIMは主に中型から小型の製品に適用されることが多いが、形状が簡単で小さい場合は、機械加工やプレス、鋳造でも成形が可能で経済的であるため、MIMの特徴をより生かすためには、より小型で複雑形状の精密部品をできるだけネットシェイプで作製することにある。

近年の日本のMIMに関しては、原料や金型などのコストダウンに対する取り組み、工程内および工程間の自動化、焼結密度および寸法精度の向上などに主力が注がれているほか、粉末冶金工業会におけるMIMの規格化を始めとして、アメリカ、ヨーロッパ諸国とも協力し、ISO規格への登用も図っているのが現状である。MIMプロセスは比較的新しい技術であり、バインダの選択や製品の寸法精度、製品の大型化や超小型化など技術的に解決しなければならない問題点も多く残されており、種々の検討が行われている。

3 最近のトピックス

3.1 チタン系材料と疲労特性の検討

Ti合金は化学プラントや航空機部材など様々な用途に用いられる金属であり、通常は切削などの方法を用いて製品に

加工される。しかしTi合金は難加工材に分類され、被削性や鋳造性に劣るという性質も持ち合わせているために、製造コストがかかり量産しづらいという欠点もある。そこで、そのコスト低減に向けてMIMの適用も考えられている。ただ、チタンは活性が高く、酸素、窒素、炭素などと容易に反応し、化合物を生成する。そのため、チタン粉末の焼結は難しく、高い真空度での焼結が必要である。

TiおよびTi合金粉末は国内でガスアトマイズによる低酸素量の粉末が供給されている。そこで、生体材料や航空機部品の登用を狙い、純Ti、およびTi-6Al-4V (Ti64) のMIMを検討し、さらにはVを生体適合性に優れるNbに置換したTi-6Al-7Nbについても検討を行った。また、結晶粒の微細化を図り、機械的特性の向上が期待できるCr粉末をTi-6Al-4Vの粉末に添加した、Ti-6Al-4V-4Cr (Ti644) についても検討を行った⁷⁾。

MIMによるTi合金では、95%以上の高密度が得られており、静的引張特性については溶製材と同等であった。図2に回転曲げ疲労試験より得られたS-N線図を示す。材料名とともに記しているのは焼結温度(°C)と時間(hr)である。疲労強度は引張強度の約三分の一であった。残存した空孔が切欠きとなり、とくに硬度や引張強度の高い材料では切欠き感受性が高くなることから、疲労強度の低下の原因になったと考えられる。しかしCrを添加したTi-6Al-4V-4Crでは結晶粒の微細化により、Ti-6Al-4Vより疲労強度の向上が得られた。また焼結材にHIP処理を行うことにより、疲労強度の改善も見られた。この他、適切な熱処理を施すことで、高い疲労強度を得られることもわかった。

以上のように、日本では、国産の低酸素量のガスアトマイズ微粉末を入手可能であることから、MIMが普及し始めた

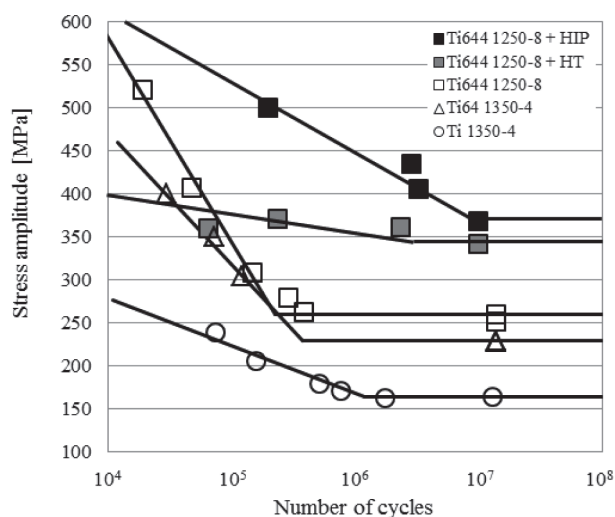


図2 疲労線図

当時から研究や製品化が行われてきているが、昨今欧米でもチタン系合金への注目が高まり、2012年度のヨーロッパ粉末冶金会議 (EuroPM2012) ではTi合金のMIMについてのセッションも取り上げられ、歯科用インプラントなど、生体材料に向けた開発が報告されている。

3.2 小型化 (μ -MIM)

MIMは小型の複雑形状部品の作製に適している。また近年、微粉末の開発も進んでいることから、マイクロシステム技術 (Micro System Technology, MST) やマイクロマシン技術 (Micro-Electro-Mechanical Systems, MEMS) などの超精密加工技術を応用し、超微細構造金型を用いてマイクロサイズの構造体を有する金属製品を量産化する、マイクロ金属粉末射出成形 (Micro Metal Injection Molding, μ -MIM) なるものも開発されている。

超微細構造金型を用いた μ -MIM製造では、1) 原料の製造工程における混練の不均質性や不均一性の影響、2) 射出成形工程における微細構造孔への原料の未充填や離型の問題、3) 脱脂工程における溶融バインダの流動によるマイクロ構造体の変形や損傷、4) 焼結時の収縮によるマイクロ構造体の変形や破損など、克服すべき課題も多い。そのため、 μ -MIMに特化した原材料の選定および金型設計や射出条件、脱脂・焼結条件の最適化に加え、 μ -MIM部品の評価を微視的スケールで実施することが必要である。

そこで、図3に示すようなマイクロダンベル型引張試験片をMIMにより作製し、 μ -MIMのプロセス諸因子並びにマイクロ構造体の力学的特性評価法の有用性について調査検討し

た⁸⁾。金属粉末の粒径や配合割合、焼結条件などを変化させてマイクロダンベル型引張試験片を作製し、密度、組織観察、および引張試験を行ったところ、粒径および金属粉末配合割合の違いが、製品の成形性や歩留まり率に影響を及ぼすことから、成形条件を最適化することにより良好な試験片を作製することができた。

μ -MIMはヨーロッパでマイクロ構造体の作製や金属-セラミックスの二色成形などが報告され⁹⁾注目されていたが、近年、アジアやアメリカでも報告が増えてきている。製品の充填性や離形性およびハンドリング性を改善するため、樹脂材料を型に用いてMIM原料を射出し、脱脂工程で樹脂型を除去する、犠牲樹脂型インサートMIMといった技術も報告されており¹⁰⁾、 μ -MIMはマイクロシステム技術の補間技術として認知されつつある。

3.3 大型化

MIM製品は小型部品の製造には適しているが、MIMの普及のためには、MIM製品の大型化が必須である。しかしながら、脱脂・焼結時には大きな収縮が伴うため、製品サイズの増大に従って収縮量も増加し、焼結体のたわみや変形などの問題が生じやすい。また、肉厚部で内部のバインダが十分脱脂されない場合には、結果として大きな空孔が残存して焼結後にクラック発生の要因になるといった問題もある。そのため大型・複雑形状部品へのMIMの応用に関しては、未だ対応されていないのが現状である。

そこで、MIM製品の航空機への適用を目標に、まず基礎研究として、Ti-6Al-4V合金粉末を用いて、外径および厚さの異なる円盤試験片を用いた実験を行い、溶媒脱脂体の脱脂率が焼結体寸法精度に及ぼす影響や、加熱脱脂時の昇温速度が変形に及ぼす影響などについて検討し¹¹⁾、最大で直径65mm、厚さ8.6mm、重さ80gのサンプルに対しても一般的なMIM製品の寸法公差 $\pm 0.3\%$ に収めることが可能であり、複雑形状大型部品へのMIMの適用を示唆するものであった。

ついで、種々のチタン系合金粉末を用い、航空機部品に使用される複雑形状部品をMIMプロセスによって試作した¹²⁾。本工程で作製した部品を図4に示す。これは航空機のエンジン周辺に使われている部品である。MIM製品の一般的なサイズは2～50mmであり、チタン系では30g程度であるが、対象部品はTi-6Al-4V合金で55gとなり、大型に分類されるサイズである。また、シリンダやフランジなどが付いた、MIMでも作製困難とされる複雑形状にあえて挑戦した。試験片の変形をできるだけ抑えるため、MIMプロセスにおける以下のパラメータに着目した。1) 粉末の粒度分布、2) バインダの成分比、3) 粉末/バインダ配合比、4) 脱脂時の設置方法、5) 脱脂時の昇温速度、6) 焼結時の設置方法である。

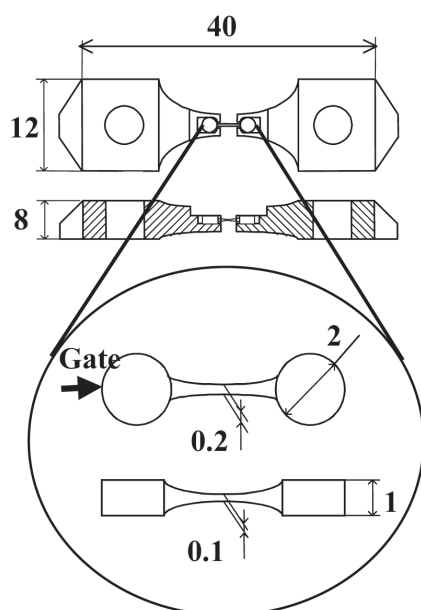


図3 マイクロダンベル試験片

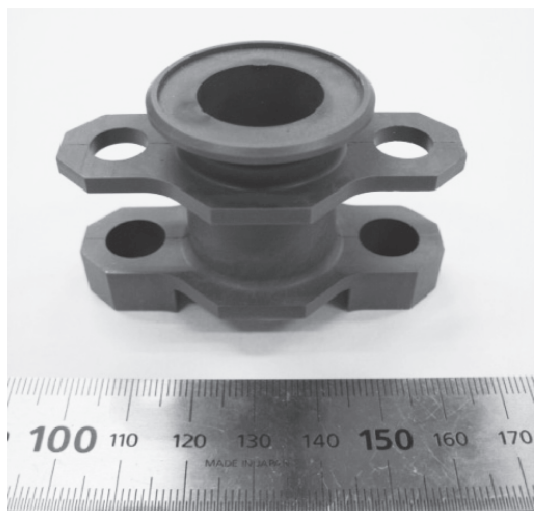


図4 航空機部品の作製例

試験片の変形を評価するため、試験片形状は三次元測定機を用いて評価した。試験片の成形体や脱脂体は非常に脆く崩れやすいため、測定は非接触で行う必要があることから、レーザプローブを用いた三次元形状の非接触測定を行った。その結果、最も変形の少ない最適化条件で作製した場合、最終的に焼結体の変形量は設計寸法に対しておおよそ0.2mm以下であり、試験片サイズに対しては小さく、ISOの規格範囲内に収めることができ、さらなる大型化も可能であることが示唆された。

4 おわりに

MIMは複雑三次元形状の部品を精度よく量産するのに適した製造技術である。適切なバインダの選択や寸法精度の向上、製品の大型化、小型化、各種特殊金属粉末への適用も可能であることから、今後もMIM技術の発達が期待される。

なお、複雑三次元形状部品の製造法として、最近、3Dプリンタが流行しているが、金属粉末を用いてのレーザ照射による粉末積層造形法に関しても2000年初期から手掛けており、MIM等では不可能な複雑内部構造品も製造可能である¹³⁻¹⁹⁾が、紙面の都合上、今回は割愛させて頂くとし、機会があればまた紹介させて頂く。

参考文献

- 1) R.M.German : Powder Metallurgy Science, Metal Powder Industries Federation, (1984)
- 2) R.M.German and A. Bose : Injection Molding of Metals and Ceramics, Metal Powder Industries Federation, (1997)
- 3) 加藤欽之 : アイピーシー, (1996), 23.
- 4) 長田稔子, 西藪和明, 唐崎靖夫, 田中茂雄, 三浦秀士 : 粉体および粉末冶金, 51 (2004), 435.
- 5) 清水透, 望月論, 佐野利男, 淵沢定克 : 粉体および粉末冶金, 43 (1996) 10, 1188.
- 6) G.Chen, G.Wen, N.Edmonds, P.Cao and Y.Li : Key Engineering Materials, 520 (2012), 174.
- 7) T.Osada, M.Noda, H.Kang, F.Tsumori and H.Miura : Proceeding of International Conference on Materials Processing Technology 2012, (2012)
- 8) 長田稔子, 西藪和明, 松崎寛, 田中茂雄, 三浦秀士 : 日本機械学会論文集A編, 72 (2006), 148.
- 9) V.Piotter, W.Bauer, R.Knitter, M.Mueller, T.Mueller and K.Plewa : Microsystem Technologies, 17 (2011) 2, 251.
- 10) 西藪和明, 田辺大貴, 鹿子泰宏, 田中茂雄 : 日本機械学会論文集A編, 77 (2011) 780, 1378.
- 11) 三浦秀士, 篠崎亮平, Shinta Virdhian, 長田稔子 : 粉体および粉末冶金, 57 (2010) 5, 352.
- 12) Shinta Virdhian, 長田稔子, 園田拓真, 姜賢求, 津守不二夫, 三浦秀士 : 粉体および粉末冶金, 59 (2012) 5, 272.
- 13) 大津雅亮, 福永智紀, 三浦秀士 : 粉体および粉末冶金, 51 (2004) 6, 447.
- 14) 三浦秀士, 前田浩幸, 竹増光家, 上村誠, 大津雅亮 : 粉体および粉末冶金, 53 (2006) 9, 740.
- 15) 三浦秀士, 永田優, 石橋秀基, 上村誠, 大津雅亮 : 粉体および粉末冶金, 54 (2007) 10, 707.
- 16) 三浦秀士, 長田稔子, 石橋秀基, 大川内健太, 上村誠 : 粉体および粉末冶金, 55 (2008) 10, 738.
- 17) H.G.Kang, T.Osada and H.Miura : Advanced Materials Research, 89-91 (2010), 281.
- 18) H.Miura, K.Okawachi, H.G.Kang, F.Tsumori, K.Kurata and N.Arimoto : Materials Science Forum, 654-656 (2010), 2057.
- 19) H.G.Kang, K.Yamada, T.Osada, F.Tsumori and H.Miura : Proceedings of the 2012 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition.

(2013年7月16日受付)



入門講座

物理分析入門—初めて使う人のために—7

物理解析の基礎と解析手法の選び方

X線回折法で得られる多彩な情報

Various Information Obtained using X-Ray Diffraction

木村正雄
Masao Kimura

新日鐵住金(株) 先端技術研究所
解析科学研究部
首席主幹研究員

1 はじめに

教科書・論文やwebにより、様々な情報が容易に入手できる今、本特集連載を読んで頂いている読者はどのようなことを期待されているであろうか？ 自身の経験から推察するに、[目的1] 新たに物理分析を始めようとする方がとり急ぎの知識を得たい、[目的2] 既にその分野の経験があるが、実際にどのような手法を用いれば良いか復習しつつ、(特に鉄鋼関連分野での) 最近の情報を得たい、[目的3] 十分知識はあるのでチラッとどんな風に説明しているのかを見る、といったところではないだろうか。

私の担当である「X線回折」は、1912年にブラッグ父子により回折現象が発見されて以来長い歴史のある分野である。理論的・実験的に成熟した領域も多く、それらについては優れた論文・教科書が山のようにある。そんな過去の偉人の蓄積を数ページの解説で理解するのは無理であり、遠回りであっても、「ちゃんとした教科書を読む」ことが、入門者には必要だと考える。その意味で、[目的1] のX線回折の原理やそれを理解するための結晶学を理解することについては、私見を交えて教科書の紹介をすることで代えさせて頂きたいと思う。その代わり、教科書には書かれないような形で、「なぜ、X線回折を利用した○△×法を用いることが必要か」について簡単に整理してみたい。

[目的2] のためには、X線回折法によってわかる情報とその原理を整理することが必要である。それができれば、特定の情報を得るための手法が自然と見えてくる。このあたりのことは、具体的な事例で紹介するのが一番であるので、私自身の研究例をとりあげ、なぜその手法にいきついたかを紹介することで説明としたい。長い歴史のある「X線回折」であるが、新たな領域が今でもどんどん開拓されている。新たな領域がなぜ最近になって可能になったのか、そのインパクト

は何なのか、についても、実感を持って語れる自身の研究を例として紹介することで、最近の情報提供としたい。

[目的3] については、常識はずれな拙稿を読んで頂いてご判断頂くしかない。機会があればぜひご感想をお聞かせ頂ければ幸いである。

2 X線回折法を用いると何がわかるか？

2.1 回折現象とは？

X線回折を使うと、なぜ、回折角度を小学校に使った分度器より少し精度良く測定するだけで、原子間距離を1%以下の精度で決定することができるのだろうか？ 私自身感じたこの不思議に感覚的に答えてみたい。(不思議に思われない方は原理を理解されている方なので、この節は読み飛ばして頂きたい。)

二次元空間で、X線(電磁波)を単純に線(強度の強いところ)と空白(弱いところ)で表してみる(図1)。原子でX線があらゆる方向に散乱されるのであるが、特定の方向に散乱された時、入射X線(k_0)と散乱X線(k)が強めあう周期(d)は両者の角度がわずかに変化するだけで大きく異なるのである。昔はOHPを二枚重ねて説明したが、今ではお絵描きソフトで図をぐるぐるまわしてみれば実感できるので、ぜひ試してほしい。つまり、原子間の距離を直接測定する代わりに、原子間の距離に近い波長を有する電磁波(つまりX線)による回折(散乱、干渉)という現象を使うと、“距離のわずかな変化”を“角度の僅かな変化”で測定することができるのである。

通常の材料の結晶では、粒界、転位などの格子欠陥を多く含むモザイク結晶であり、入射X線は結晶中では1回だけ散乱を受ける。このような場合に成立する運動力学的回折理論

を用いて、上述した回折の現象を最低限の数式で表現すると以下の通りになる。(詳細は、2.3節で紹介する教科書(特に、(T6)～(T13))を手にとって自分で勉強・納得頂きたい。)

入射X線および散乱X線の方角と波長(λ)を表すために、大きさが $1/\lambda$ でそれぞれの方向を有するベクトルを、それぞれ、 k_0 、 k とする。そのとき、 $Q = k - k_0$ は散乱ベクトルと呼ばれ、その方向の散乱波の振幅に相当するのが、結晶構造因子 $F(Q)$ (crystal structure factor)である。 $F(Q)$ は、単位格子(unit cell)内の電子密度 $\rho_{cell}(r)$ をフーリエ変換することを得られる(Eq.1)。これを単位格子内の j 番目の原子の原子散乱因子 f_j を用いて表すと(Eq.2)になる。

$$F(Q) = \int \rho_{cell}(r) \exp(-iQ \cdot r) \exp(-M) dr \dots\dots\dots (Eq.1)$$

$$= \sum_j^{unit\ cell} f_j \exp(-iQ \cdot r_j) \exp(-M_j) \dots\dots\dots (Eq.2)$$

ここで、 r_j はunit cell内の j 番目の原子の位置ベクトルを表す。有限温度での原子は平均位置の回りに熱振動しているため散乱が若干ぼやけてしまう。(Eq.1)、(Eq.2)では、この効果をデバイワラー因子： $\exp(-M_j)$ の形で含めて表現してある。具体的には、回折ピークの最高強度が小さくなり、そのピーク幅がブロードになる。多くの物質では、1000℃近い高温になると一目みただけで室温とは明らかに違うことがわかる。

(Eq.1)もしくは(Eq.2)で与えられる回折強度が、実際に大きな値をとるのは、散乱ベクトル Q が、unit cellの単位ベクトル a 、 b 、 c と以下の関係を満たすときである。(ブラッグ条件)(h 、 k 、 l は0または正負の整数)

$$Q \cdot a = 2\pi h, \quad Q \cdot b = 2\pi k, \quad Q \cdot c = 2\pi l \dots\dots\dots (Eq.3)$$

この時の、 θ をブラッグ角(回折角度)、 n (整数)をブラッグ反射の次数、 d を hkl で規定される回折に対する面間隔とすると、ブラッグの条件は以下の様に表すことができる。

$$2d \sin \theta = n\lambda \dots\dots\dots (Eq.4)$$

実際に回折強度を測定するには、(Eq.3)もしくは(Eq.4)の条件に結晶や検出器を固定して強度測定するのではなく、結晶を特定の軸の周りに微小回転して、回折条件を満たすX線の強度を検出器ですべて捉える。こうすることにより、回折強度に対する入射X線、結晶および回折装置における理想的な回折条件からのずれの影響を最小限にすることができるからである。このようにして測定された積分回折強度(integrated diffraction intensity)は、一般的に次式で表される。

$$I(Q) = I_0 N^2 |F(Q)|^2 \cdot P \cdot L \cdot A \cdot V \dots\dots\dots (Eq.5)$$

ここで、

I_0 : [定数] 装置に依存する定数

N : [実験条件/試料] $N = 1/v_c$ は単位体積中の単位格子の数(v_c は単位格子の体積)

P : [実験条件] X線の偏光と実験光学系で決まる偏光因子

L : [実験条件] X線光学系の実験配置に関する補正

A : [実験条件/試料] 結晶によるX線の吸収に対する補正(吸収因子)

V : [実験条件/試料] X線により照射される体積

ここでは、一次元の結晶で、(Eq.1)～(Eq.5)のイメージがどのようになるかを簡単に説明する(図2)。ある原子Aが、0.203nm(α -Fe(bcc)の最近接相当)の間隔で、直線的に並んでいるとする。すると、unit cellのサイズ=0.203nmであ

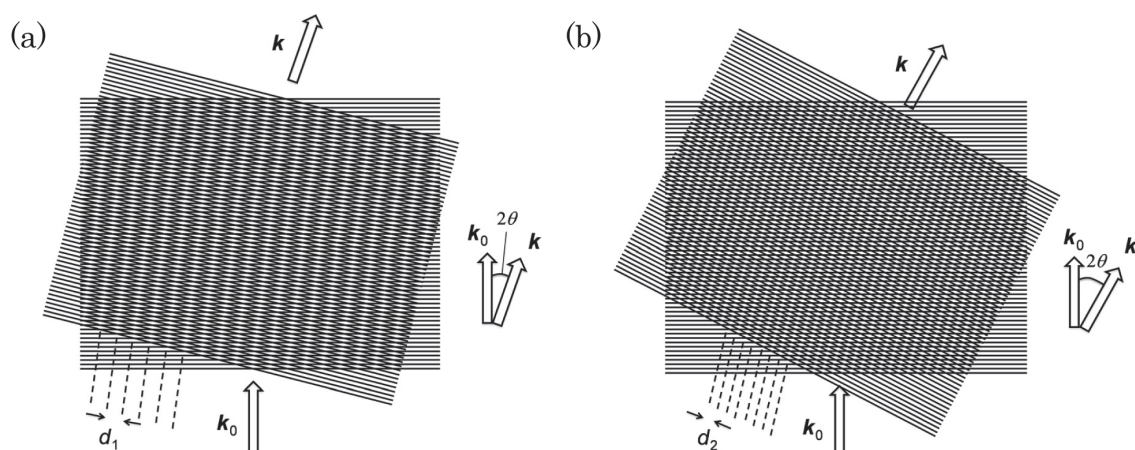


図1 回折現象の概念を感覚的に説明する試み

り、その中に原子は1個 ($j=0$ のみ) となり、結晶構造因子の絶対値 $|F(\mathbf{Q})|$ は $r_0=0$ に対してのみ値 ($|f_A|$) をもつ (Eq.1), (Eq.2))。CuK α の波長 ($=0.1541\text{nm}$) に対応する回折角度 $2\theta = 44.6^\circ$ となる (Eq.4))。この角度は面間隔により変化し、例えば熱膨張や弾性歪みにより原子の間隔が大きくなる、即ち、(Eq.4) の面間隔 d が 0.203nm より大きくなると、回折角度 2θ は、 44.6° より小さくなる。

別の例として、二種類の原子A、Bが、 0.203nm の間隔で、交互に直線的に並んでいるとする。unit cellのサイズ= $0.203 \times 2\text{nm}$ であり、その中に原子は2個 ($j=0, 1$) となり、 $|F(\mathbf{Q})|$ は、 $|f_A + f_B|$ ($r_0=0$)、 $|f_A - f_B|$ ($r_1=1/2$) の2つの値をとる。例えば、高温になり原子A、Bの配列が完全な交互から乱れたとすると、両者の値の差が小さくなることになる。

実際の三次元の結晶で、(Eq.1) ~ (Eq.5) がどのような式になるかは教科書 (T6) ~ (T13)) を参照頂きたい。

手計算で求めるならこのような簡単な例しか自分で計算する気がおきないかもしれない。しかし、フーリエ変換の計算ルーチンを自身でprogrammingすることもあった昔と異なり、どのグラフソフトやデータ解析ソフトにも“フーリエ変換”のボタンがある時代である。自分で結晶構造モデル ($\rho_{\text{cell}}(\mathbf{r})$ の分布) を仮定し、(Eq.2) から $|F(\mathbf{Q})|$ を計算することは簡単にできるので、ぜひ一度試してもらいたい。(X線回折という現象が発見された当時の結晶学の教授の部屋の入口には、アルファベットをフーリエ変換した図が並んでいて、そのすべてを言い当てた学生にはご褒美があった、との話を聞いたことがある。私の記憶違いで自身で創作した話かもしれないが…)

実際の試料は、有限の大きさの結晶子 (crystallite) が集まったモザイク構造である場合が多い。そのため、unit cellの構造に対応する結晶構造因子の絶対値 $|F(\mathbf{Q})|$ 以外に、対応する相の分率、測定する結晶がどれくらい完全な結晶であるか、等の様々な試料の結晶学的特徴が、観測されるX線回折図形に影響を与える。さらに、用いたX線光学系の特徴 (X線の質、測定方法や装置の構成等) も影響を与える (2.2節および図3参照)。そのため、例えば、同じ結晶構造であっても結晶が微細化 (具体的には 100nm 以下) したり、歪が蓄積されてくると、対応するピークの幅は広がってくる。このピーク幅の広がる幅や形の特徴から、結晶サイズや転位密度の見積もりも可能となる (T6) ~ (T13))。

(Eq.5) からわかるように、X線回折法で得られた回折強度は、含まれる結晶相の構造によって決まる結晶構造因子 $F(\mathbf{Q})$ を含んでいる。留意しなければならないのが、(Eq.5) 右辺の三次元の結晶構造 (結晶構造因子 $F(\mathbf{Q})$) を決めるためには、左辺の $I(\mathbf{Q})$ も三次元の情報が必要となる。具体的

には単結晶を用いて散乱ベクトル $\mathbf{Q}$ の三次元方向について回折強度を測定することが必要となる。つまり、多結晶を用いてX線回折法により構造解析を行うということは、一次元に縮重した (Eq.5) 左辺の情報から、三次元の結晶構造 (結晶構造因子 $F(\mathbf{Q})$) を予想するということであり、必ずしも一義的に決まらない場合があるのは当然である。しかしながら結晶化学的知見や他の手法で得た結晶構造に関する情報を拘束条件にすることにより、多結晶を用いて三次元の結晶構造 (構造因子: F) を決めることが可能になった。この代表的方法がRietveld法^{(T18) (T19)}やMEM (Maximum Entropy Method) 法である。

2.2 X線回折でわかること

(Eq.1) ~ (Eq.5) が頭に入っていると、X線回折図形 (パターン) が結晶情報に関する色々な情報を物語っていることが容易に実感できるはずである。その代表的な例として、一般的なdiffractometerで測定した多結晶材料のX線回折図形の中の回折ピーク形状を決めている主な因子を図3に示す。

未知物質の相同定を行うには、回折図形の回折線の位置と相対強度を、標準物質と比較して比べる。昔は、標準物質の回折データを、強度が強い3つのピークで索引するための電話帳のように厚いデータベース集をめくりながらマッチングを行った。(ひょっとしたら電話帳すら知らない読者が多いかもしれないが (笑)。) 今では、当然電子データによる自動検索で行うのが普通である。そのため、構成元素による絞り込みや、回折データの予想されるずれ、等の検索条件 (厳

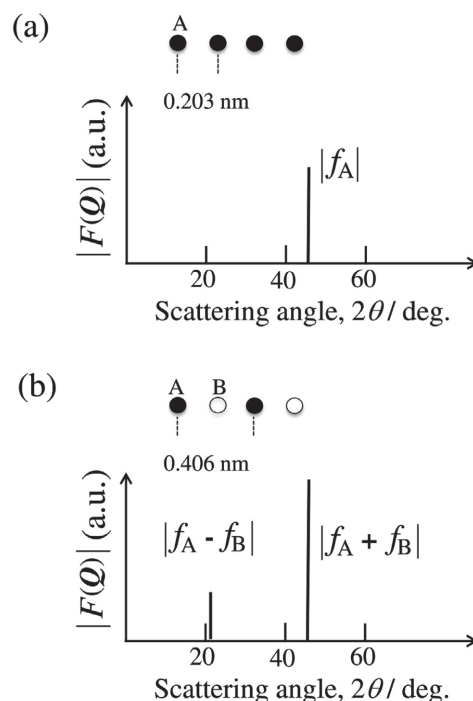


図2 一次元の結晶モデルとその結晶構造因子の絶対値 $|F(\mathbf{Q})|$

しさを自由に設定可能となり、マッチングの精度も向上している。現実的には、構成元素がわかり、広い角度範囲（正しくは広い散乱ベクトル範囲）の回折データを測定すれば、多くの場合、体積分率が10vol%以上の主要相は、自動で選んだ候補物質の中に正解が含まれていることがほとんどである。

注意すべきは、材料の結晶粒が結晶学的な特定の方向に配列している場合（配向性がある場合）である。当然、配向している方位に近い散乱ベクトルが強く観察されるため、マッチングの支障になる。劈開（cleavage）しやすい結晶や加工した金属材料では、無配向の試料に比べて10～10²以上ピーク強度が変わることはよくある。逆に構造が分かっている物質に対して、無配向の試料からの強度の変化を調べることで、材料に含まれる結晶相の配向性がわかる。それを定量的に調べる方法が集合組織解析（texture analysis）と呼ばれ、金属系材料では加工や変形に伴う結晶粒の回転や転位の導

入・発達のメカニズム研究に活用されている^(T16)。集合組織解析のための極点図測定装置では、配向性以外の因子をできるだけ一定にするような光学系・測定法（回折角度を固定、試料全体を平均的に照射、…）を用いて^(T16)、数cm角の板状の試料全体の結晶粒の配向性を測定する。

測定上の様々な工夫を凝らして、回折強度をさらに厳密に定量的に測定することにより、更に多様な情報を得ることができる（表1）。特に近年、放射光と呼ばれる非常に高強度かつ良質のX線源（小さなビームサイズ、広いエネルギー範囲の連続X線、平行光、パルス光、偏光）^(T4)の使用機会が大幅に増えた。さらに、実験室系でもX線源や光学素子の開発が進み、高強度の良質のX線源を用いた測定が容易になった。X線の検出器についても、従来のfilm、scintillation counter検出器に加えて、Imaging Plate、SSD、蛍光板+CCDをはじめとした様々な一次元&二次元型の検出器の開発が開発され、微弱～強い散乱強度を広いダイナミックレンジで効率よく測定できるようになった^(T26)。

このように、優れたX線源と検出器を用いると表1で示すような情報を高精度で得ることが可能になる。Braggピークの回折角、回折強度を高精度で測定可能することにより、構成相の定性、定量、unit cell構造等の様々な情報を定量的にえられる（表1（上））。また、Braggピークの裾や間に弱く広がるピーク（回折強度）を、逆格子空間の広い範囲について測定を行うのが散漫散乱測定法である。これにより、unit cell構造からの僅かなずれや、さらに大きな原子集団の構造に関する情報が得られる（表1）。放射光を用いると、特定の元素の吸収端近傍の異なるX線エネルギーにて散乱強度を測定することが可能となる。つまり、(Eq.1) および (Eq.5) から求められる結晶構造因子 $F(Q)$ のエネルギー依存性を調べることにより、特定元素に注目した構造情報を得る事ができるのである（表1）。

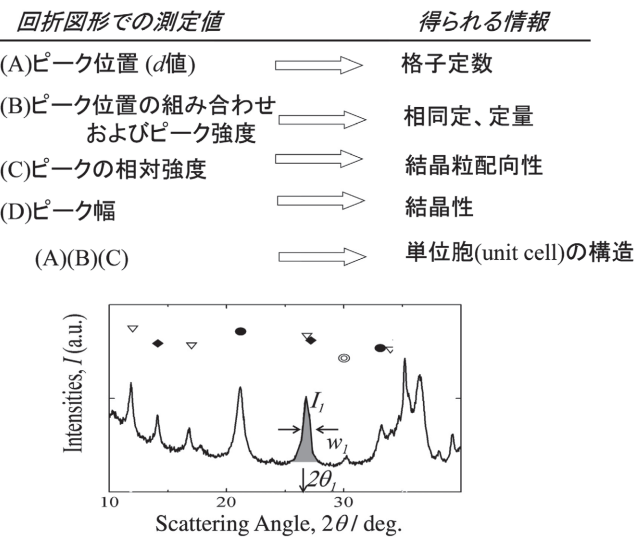


図3 X線回折図形（パターン）からわかる結晶情報に関する代表的な情報

表1 回折強度を決める因子、観測値得られる情報、その応用例

	決定因子	観測値	得られる情報	応用例（特化した分析法）
Bragg	Unit cell（単位胞）のサイズと(内の)原子配置 Unit cellの繰り返し数、配列の仕方	(A)ピーク位置 (d値) (B)ピーク位置の組み合わせ およびピーク強度 (C)相対強度 (D)ピーク幅 (A), (B), (C)	→ 格子定数 → 相同定、定量 → 結晶粒配向性 → 結晶性・結晶化度 → Unit cellの構造	・相定性分析、定量分析 ・熱膨張、歪み(弾性、塑性)解析 ・組織不均一性/集合組織解析 ・相転移(構造、反応、規則-不規則) ・結晶粒配向性 ・結晶性・結晶化度
Diffuse (散漫)	【@高角】短範囲規則性(< ca. 1nm) 【@小角】長範囲規則性(> ca. 1nm)	逆格子空間の広い範囲での 散漫散乱強度測定	→ Unit cell 周期(構造) からのずれ → 原子集団としての構造	・歪み場の評価 ・格子欠陥、空孔、転位の評価 ・非晶質固体、液体、気体の構造 ・クラスター・巨大分子のサイズ解析
異常分散	共鳴散乱 XAFS (分光)	構成原子の吸収端近傍の エネルギーでの ・散乱強度測定 ・吸収率の測定	→ 特定元素の 構造(占有位置、立体配置) 存在状態(価数)	・元素選択的構造解析 ・フリーデルの法則からの離脱

個々の分析法毎に説明するだけで一つの解説記事となるので本稿では割愛するが、X線回折の原理に基づいて考えれば、自分の求める情報がどの観測値から得られるか、それを応用するための分析法はどれが良いか、容易にわかるはずである。例えば、応力測定のために正確な格子定数を測定する必要があるとする。そのためには、(Eq.5) の結晶構造因子 $F(Q)$ の中の格子定数、つまり (Eq.4) の面間隔 d を正確に測定するように光学系や測定条件を工夫すれば良いと予想できる (詳しくは (T14), (T15) 参照)。そのためには、(1) 回折角度 2θ ができるだけ大きくなる hkl 面で測定する、(2) 回折角度 2θ が大きくなるように波長 λ が大きいX線源を用いる、(3) 但しそれによってX線の侵入深さが小さくなくても興味ある領域を観察できているか、…等を検討すべきであることがわかるはずである。このような視点で自分の求める分析法を予想してから、専門的な教科書 ((T14)~(T26)) や論文に目を通せば、すぐにその本質を理解し最適なアプローチ法にたどりつけるはずである。

2.3 X線回折の教科書

すべての教科書類を紹介することはできないので自分自身を読んだものの役にたったものを中心に私見を交えて紹介する。

(T1)、(T2) はX線を使った分析のイメージの無い方への入門書。(T3)、(T4) は結晶学の基礎から実際のX線回折法への応用、さらにX線光源 (実験室系線源、放射光)、までの、広範囲の項目について、非常に分かりやすく簡潔に説明した本。

ちゃんと勉強したい人にとっては、(T11)、(T13) がお勧め。(T11) は金属/化学屋さん、(T13) は物理屋さんに分かり易い。(T6)~(T9) は言うまでも無い古典的名著 ((T6) は crystal から、(T7) は amorphous をベースに説明されている)。X線回折を仕事の一つにするからにはぜひ自分の手元においておきたい。これらの名著は原理や概念の説明ではもちろん今でもその輝きを失っていないが、装置やX線源等の hard のギャップは埋めがたいものがあるのも事実。何しろ当時はPCによる自動制御はもちろん、そもそも stepping motor が無く diffractometer を例えば $\Delta 2\theta = 0.04\text{deg}$. ずつ手動送りしていた時代である。対称性を考えてできるだけ最小限の測定 (時間) で構造を決めることが必要だった当時と、「どうせ夜間の自動測定だから広めに測定しておこう」と思える時代のギャップは大きい。それを埋めるべく (T8) や (T5) (メーカの装置のオマケであるが実用的な情報が満載) を活用して勉強した世代にとって、最初から、そのギャップを感じる事無く (T4)、(T11)、(T13) で勉強できるのは羨ましい。

金属系の材料の研究で必要と考えられる専門分野の教科書を (T14)~(T26) に示す。教科書の出版を取り巻く環境が厳しくなっている昨今ではあるが、このような originality のある教科書がこれからも次々登場することを期待したい。(T20) は web site であるが、泉富士夫氏が開発したソフトウェア (“copy left”)、マニュアル、必要な情報、等、その情報量の豊富さは目をみはるものがある。それ以上に、粉末回折 (特に Rietveld 法) がどのように発展してきたかを、(ウラ事情) も含めて紹介した同氏の解説記事やコメント文は、同時代に同様の研究に携わっていた私でなくても、大変興味をもって読めるのでは。

結晶構造を解析するのも、その結果の結晶構造を描写するのも、結晶データベースとお絵描き/解析ソフトをクリックするだけで良い時代、“International Tables” (T27) を見たことも無い学生さんが増えているのでは? まして、群論なんて、固体物理や材料科学の最初にチラッと聞いたのが最初で最後なんてことが多いかも。片っ端から教科書・解説を読んでも中々理解できず悩んだ私にとって、(T25) が出版された時には、「若い時にあれば苦労が減っただろうに」と思ったので、教科書リストにのせてある。

(T27)~(T32) の web site は、いつまでも、いつでも、使える database や情報が満載である。もっとも、どこに何が載っているかを、ささっと見つけられるようになるには、それなりに経験を積んでからかもしれない。

3 実際の材料の解析にどのように応用していくか?

実際の材料の構造解析を行う際には、X線を使うのか、電子顕微鏡なのか、表面分析なのか、それ自身を決めることが一番重要になる。病気になって病院に行くとき、内科なのか外科なのか、その選択によって治療法が異なり場合によっては結果が大きく異なることすらある。このあたりのことは、本入門講座の第一回¹⁾に述べられており、また、いろいろな分析法の教科書²⁾にも記載されている。そこで、本稿では、X線回折法を使うことが決まったとして話を進めたい。

X線回折法を用いて実際の材料の解析を行うには、2節で述べた様々な結晶学的情報のどれに注目するかという点 (ポイント A) にくわえて、その結晶学的情報が、実材料における材料の結晶学的階層のどの階層レベルで機能を発現しているか (ポイント B)、さらに、機能のメカニズム解明のために如何にして機能発現する環境下で観察するか (ポイント C)、が重要になる。

ポイント B に関連して、材料の構造を理解するために必要となる『結晶学的階層』の観点について簡単に説明する。金

属系および酸化物系材料で重要な3つの『結晶学的階層』に対応する構造とそれを解析する代表的な手法を整理したのが図4である³⁾。

『Bulk：バルク材料』のレベルでは、材料の構成相を同定することがポイントであり、結晶相の種類・構造・相分率・結晶性等を調べる。解析のスケールは材料全体（の平均情報）である。

『Microstructure：結晶組織』のレベルでは、mm～100 μm程度のスケールでの結晶単位の配列がポイントになる。結晶単位とは、結晶の最小単位（金属系材料では通常数nm以下）である単位胞（unit cell）が結晶学的に同じ方向に並び集まって形作ったユニットである結晶子（crystallite）や、それが集まった結晶粒（grain）のことである。一般に材料の特性は結晶学的な方位によって異なるため、こうした結晶単位の配列が材料のマクロ的な特性を支配することが多い。

『Unit cell：単位胞』のレベルでは、単位胞（unit cell）内の原子の種類・位置を調べる。その構造は特性の発現メカニズムに直結する基本的な情報である。

このような『結晶学的階層』の考えを取って強調するのは、個々の解析法は、あくまでも材料をあるレベル・側面から視ているにすぎないことを常に注意すべきだからである。X線回折を利用した種々の解析法も、材料のどの『階層』の構造を調べるためのものかを理解することで、有効に使い分けてcharacterizationに活用できる。例えば、Braggピークのピーク幅から材料の結晶化度を測定しよう（表1参照）と考えたとき、試料全体が均一であれば試料全体をX線で照射できるようにスリット等の調整してビームサイズはできるだけ広くとればよい。しかし、図4に示す様に数100μmオーダーで結晶組織の不均一がある場合、照射領域が数mm程度であると、試料のどの位置を測定するかで結果が大きく異なることが予想される。そのため、X線のビームサイズを小さくし、照射位置を変えて測定することが必要になるかもしれない。実際に酸化物超伝導体を部分溶融させて結晶成長させるプロセスで、このようなケースがあり、結晶組織の不均一の観察により高特性のメカニズム解明に重要な知見を得られたことがある⁴⁾。

調べたい結晶学的情報（ポイントA）が決まり、実材料に

おける材料の結晶学的階層のどの階層レベルに注目すべきか（ポイントB）、も予想できれば、いよいよ観察となる。その際、もうひとつ考慮すべきポイントとして、機能発現する環境下で観察できているか（ポイントC）がある（表2）。試料形状は、バルクでよいのか、それとも表面や界面の情報だけを取りだすべきか？ 観察する環境は、室温・大気でよいのか、それとも温度・ガスといった環境中でないか観察できないのか？ 経時変化が無い試料・現象ならば、最も良いS/N比で測定できる測定方法で良いが、わずかでも経時変化が予想される場合には、測定初期と末期のデータが異なると困るので、短時間で全体を同時に測定し、それを積算していく方法をとることになる。例えば、多結晶材料のX線回折法ならば、特定の波長のX線を用いて検出器をスキャンさせて測定する角度分散型測定法が簡便で高精度に測定できるが、測定時間がかかる。それに対して短時間で測定するには、白色のX線を用いてエネルギー分解可能な検出器で測定するエネルギー分散型測定を用いるか⁵⁾、特定の波長のX線を用いてスキャン不要な一次元³⁾もしくは二次元型検出器⁶⁾を用いた角度分散型測定により動的観察を行うことになる。

さらに、実際に測定装置に設置することのできる試料サイズや形状の制限、その装置が身近にあるかないか、結果を得るまでの時間や費用、といったことも（分析の原理上の問題

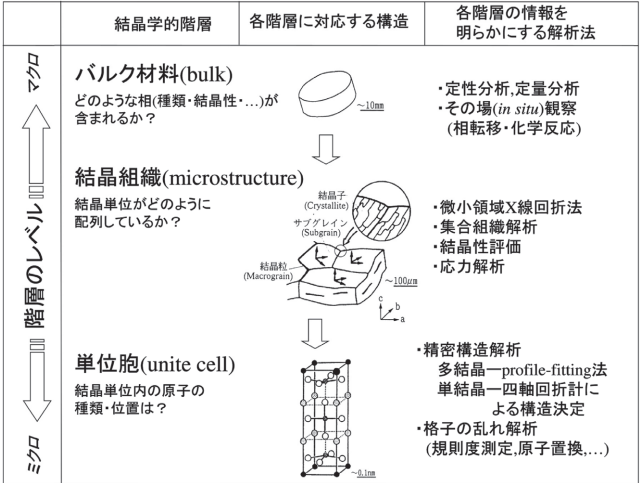


図4 材料の結晶学的階層：各階層に対応する構造と解析法

表2 X線回折の実験手法を決めるのに考慮すべき条件

試料形状	試料環境	測定時間	さらに・・・
バルク 表面 / 界面 微小材料 局所	✓ 室温、大気 ✓ 高温、低温 （昇降温、温度勾配） ✓ 各種ガス ✓ 各種“外部場” （引っぱり、光励起、電気化学ポテンシャル、）	【測定のタイプ】 scanning or simultaneous （角度分散 or エネルギー分散） 【時間分解能】 psec. ～ hr.	✓ 試料サイズ, 前処理 ✓ 必要な装置, 測定容易度 ✓ 必要な費用, 時間

ではないが) 現実的には考慮して手法を選ぶことになる。

これら、結晶学的情報(ポイントA)、材料の結晶学的階層(ポイントB)、機能発現する環境下で観察(ポイントC)、3つのポイントを以下の考慮してX線回折の手法を決めていくかの実例として、著者自身の研究例をとりあげて以下に紹介する。解析結果の材料学的意味合いや結果のインパクトの記載は最小限にとどめ(興味があれば原著論文を参照下さい)、どうしてその解析手法を選んだか、また、最近のX線回折法でここまでわかる、といったことを中心に述べる。

3.1 Bragg 反射 × 微結晶 × unit cell 配列乱れ × 湿潤環境: 湿潤環境での腐食反応観察⁷⁻¹⁰⁾

大気環境下に長期間放置された場合の腐食(大気腐食)のメカニズム解明は、従来、(A) 金属イオンの溶解に伴う電子授受反応の測定から反応観察するという電気化学的アプローチが中心であった。そして長期暴露した後の試料について、腐食生成物である“さび”を観察することにとどまっていた(“死体解剖的アプローチ”)。そのため、微量の添加元素の効果を明らかにすることはできなかった。しかし、常に腐食環境が変化する大気腐食の反応機構を理解するためには、(B) イオンが微粒子・さびへと成長していく反応過程を観察するというコロイド形成反応からの視点^{11,12)}、が重要になる。その素過程の解明には、nm～数100 μ mの広いスケールレンジで、反応に伴う構造変化の観察を行う必要がある。大気腐食は乾湿サイクルの中で進行し、特に湿潤環境で生成した金属イオンが、乾燥過程で十分な酸素供給下で水酸化物($X(OH)_x$)やオキシ水酸化物(XO_xOH_y)へと変化する反応がキーとなる。そのため、乾湿サイクルの中で、構造変化をその場(*in situ*)観察する結晶学的アプローチが不可欠である¹²⁾。大気腐食では、溶け出した金属が大気中の酸素で酸化されながら、“イオン⇒コロイド⇒粒子”の反応が進行する。これらの反応は水溶液が関与し、100℃以下のマイルドな環境で進行する。そのため、生成物の構造は高温で作製された結晶とは異なり、長距離周期の乱れや欠陥を含むことが多い。そうした僅かな構造の差異が最終的な“さび”の特性を決める。

大気暴露した耐候性鋼表面に形成されたさび層の典型的なX線回折図形⁷⁾を図5に示す。標準試料の α -FeOOH、 γ -FeOOH粉末の回折図形と比べると全般にブロードであり、結晶性が低い又は結晶粒径が小さいことを示している(2節、図3参照)。図5内の図は、15y暴露材の $2\theta = 21.2^\circ$ 付近に観測される α -FeOOHの110反射であり、ピーク幅、即ち結晶サイズの異なる粒子が混在していることを示している。Scherrerの式^{(T8)(T11)}を用いて結晶粒径を推定したところ、さび層に含まれる α -FeOOHの結晶は5nmおよび15nm付近

にその粒径分布のピークがあることが分かった。

α -FeOOHの結晶子サイズが5-15nmと小さいことが判明したので、その原子配置も理想的なunit cell構造からずれている可能性がある。そこで異常散乱法を用いてFe-K吸収端近傍の異なるエネルギーでX線回折図形を測定した(図6)。ある回折ピークに寄与する(つまり、格子面を構成する)原子中の鉄原子の割合が大きい程、両エネルギーでの回折ピークの強度差が大きくなる。これを定量的に解析することによりFe-O、Fe-Feの原子相関(二体分布関数)を定量的に求めることができ、その結果、さびの結晶構造が、バルク粉末の理想的なunit cell構造からどれだけ異なるかを定量的に求められる(T21)、(T22))。こうした解析により、さび中の微細粒の結晶構造は、合成した理想的な(安定な)粉末試料に較べて、unit cell構造の配列、即ちFe(O, OH)₆ネットワークが乱れていることが判明した(図7)。

このようにして、大気腐食により形成されるさび層の結晶学的特徴が明らかになった。但しこれまでの測定は暴露試験後の試料を大気中で測定したものである。添加元素による耐食性の向上メカニズムを解明するには、実際の腐食環境を模擬して、湿潤-乾燥サイクル中の腐食に伴う構造変化を観察する必要性があった。そこで、そうした環境を模擬しながら、

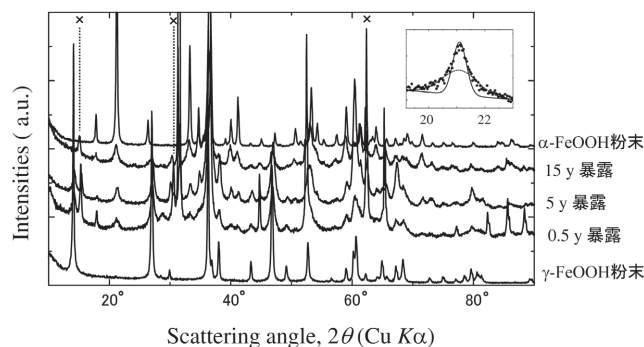


図5 大気暴露した耐候性鋼表面に形成されたさび層のX線回折図形⁷⁾

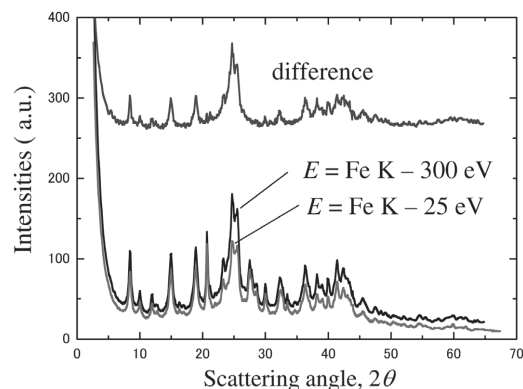


図6 Fe-K吸収端近傍の異なるエネルギーで測定したさび層のX線回折図形

初期～終期の異なる深さの情報を観察可能なX線回折システムを開発した(図8(a))⁸⁾。表面敏感の光学系による表層数 μm 程度の領域での反応をその場測定した一例を図8(b)に示す。図8(b)は塩水下の鋼表面からのX線回折のデバイシェーリングの一部で(白いほど強度大)、横に示す計算回折ピークとの対応から、塩水下での鋼表面の反応に伴う結晶構造の変化が明瞭に観察された⁸⁾。こうした実験を重ねることによって、30年以上の長期にわたり不明な点が残されたままであった耐候性鋼の大気腐食メカニズムが解明され^{7,8)}、その耐食性向上の指針を提示¹⁰⁾することにつながった。

さび層の厚さは数 $10\mu\text{m}$ 以上でありX線回折からみるとバルク材料であり、材料の結晶学的階層(ポイントB)は一番マクロの平均情報からの観察で十分ある。しかし、そのバルク材料をX線回折を用いて解析するとき、様々な分析法を用いて調べることにより結晶学的情報(ポイントA)を一歩ずつ深化させることが可能で、さらに、湿潤-乾燥サイクルという機能発現する環境下で観察することにより(ポイントC)、添加元素による耐食性の向上に関する情報を得ることができた。このように、バルク材料であってもX線回折により様々な情報を得ることができるのである。

3.2 散漫散乱×表面/界面×unit cell(規則度)の乱れ×高温環境: 金属表面での原子構造乱れの観察^{13,14)}

表面の物性がバルクのそれとは異なることは広く知られている。例えば、相転移近傍での挙動ひとつとってみても、表層はバルクの転移温度よりも低い温度で相転移を示す(例えば、Si(001)のsurface melting¹⁵⁾)。Siに代表される半導体材料については、表面・多層膜・埋もれた界面と様々な観点から多くの研究がなされてきた。それに比べて金属の研究は基

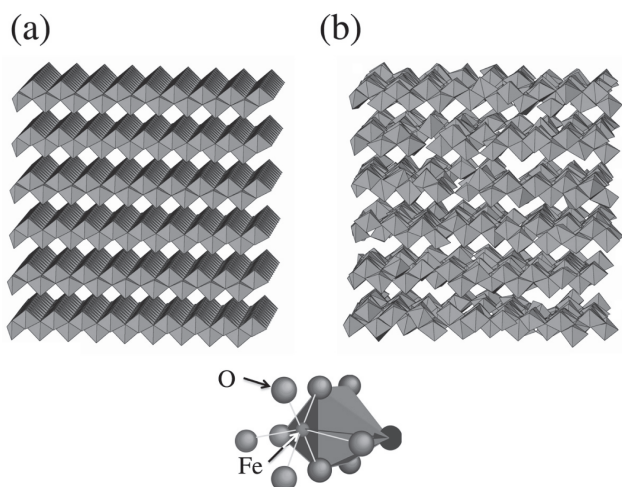


図7 (a) 人工合成した $\gamma\text{-FeOOH}$ 粉末試料、および(b) 湿潤環境で2週間腐食した耐候性鋼に形成したさび層に含まれる $\gamma\text{-FeOOH}$ の結晶構造モデル⁷⁾。(八面体は、鉄原子の周りに酸素原子(もしくは水酸基)が六配位した $\text{Fe}(\text{O},\text{H})_6$ ユニットを示す)

板上に作成された膜に関するものがほとんどで、対象となる成分系もAu、Ag、Ptといった貴金属が多い。これはもちろん薄膜材料としてのニーズを反映したものであるが、3.1節で紹介した腐食や電気めっきプロセスは溶液/金属界面反応であり、酸化、表面処理、再結晶といった現象は気体/金属、液体/金属、または金属/金属界面で進行する。そのため、金属系材料においてもその表面/界面の構造をX線回折法を用いて解析するニーズは高い。

X線の透過能力は大きく、例えば、通常のディフラクトメータ($\text{CuK}\alpha$ 線)で測定された Al_2O_3 粉末の回折図形には、表面深さ数 $10\mu\text{m}$ 以上の情報が含まれる。つまりX線を用いて表面の構造を解析するには、X線のバルクへの侵入を最小限にして、表面からの信号を強調する必要がある。そのための代表的な方法が、(a) 薄膜回折法、と(b) 全反射表面回折法である(図9)。

薄膜回折法とは、通常バルクで用いる $\theta-2\theta$ 法に較べて、X線の入射角度を数度程度の小さな角度に保ちながら回折線を測定することにより、表面からの情報を強調する方法

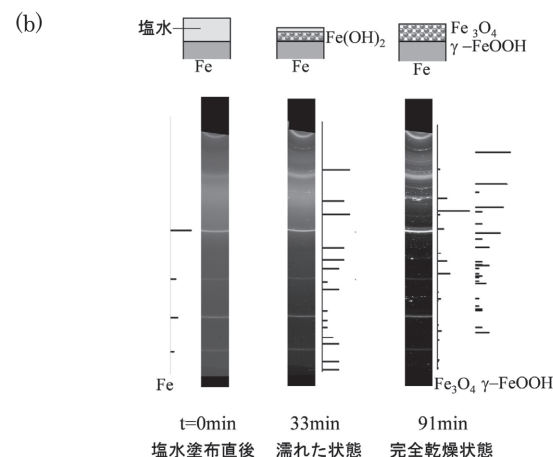
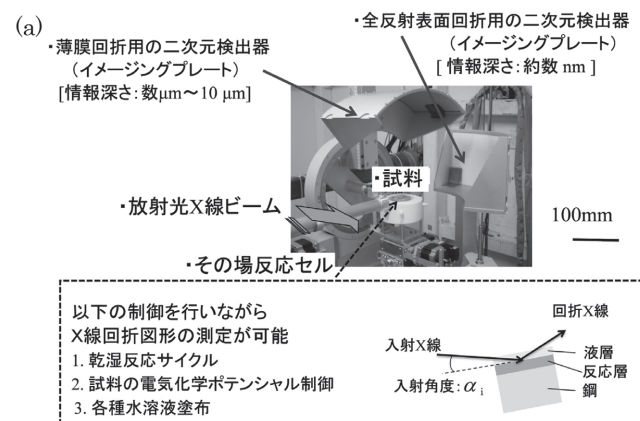


図8 (a) 湿潤-乾燥サイクル中の腐食に伴う構造変化を観察する装置の例⁸⁾、(b) 鋼表面を海水で濡らした状態から乾燥していく過程での、海水と鋼の界面部分からのX線回折図形の変化の例⁸⁾

である。それに対して、全反射表面回折法は、X線の入射角度をさらに小さな臨界角度 (α_c) 付近に保ち、この条件で表面近傍にX線密度が高くなるX線波 (evanescent wave) が生成する現象を利用して、表面付近の情報だけを選択的に測定する方法である。この方法は、GIXD (Glancing Incidence X-ray Diffraction、斜視角入射によるX線回折法) とも呼ばれる。

薄膜回折法では、平行ビームを用いX線の入射角度を数deg.程度の角度に固定し検出器だけをスキャンさせる光学系を用いる (図9)。バルク用の通常の光学系に近い装置で測定可能であることから、比較的厚い薄膜や表面からの深さが大きい領域 ($\sim \mu\text{m}$) の結晶構造の解析に広く応用されている。薄膜回折法で測定された回折図形をプロファイルフィッティング法により、表面層の原子構造を定量的に解析することもできる。

全反射表面回折法では、X線の入射角度はさらに小さな α_c (通常1deg.以下) 付近に保つ (図9)。こうした条件下ではX線が固体表面により全反射され、入射X線と全反射X線との位相の関係により表面近傍に非常にX線強度が強い領域が生じる。これがEvanescent Waveと呼ばれるもの^(T23)で、その強度は表面で最大で、試料内部にいくにつれ指数関数的に減衰する特徴を有している。このEvanescent Waveによる回折現象を利用して表面の結晶構造を調べる方法が全反射表面回折法なのであり、この方法を用いて薄膜の面内歪を測定できることが報告¹⁶⁾されて以来、高強度・高平行性のX線源の使用が放射光や実験室系でも可能になってきていることを背景に応用が広がっている。

全反射表面回折法を用いた観察例として、「規則—不規則

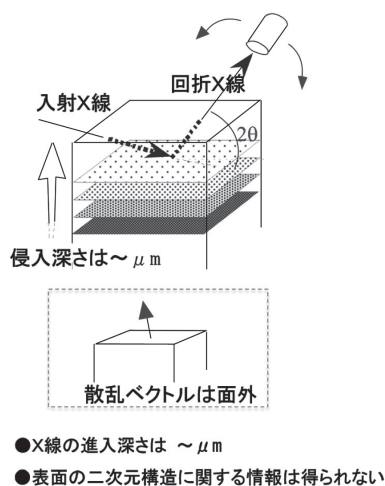
型の構造相転移現象において、金属表面はバルクとどのように異なるのか？」という疑問の解明に取り組んだ例^{13,14)}を紹介する。金属間化合物である Cu_3Au (バルク) は遷移温度: $T_c = 663\text{K}$ でorder (L_{12}) - disorder (fcc) 型の相転移を起こし、長距離規則度 (LRO : Long-Range Order) が T_c 前後で不連続に変化するという一次型相転移のモデル的挙動を示す。そこで、 Cu_3Au (001) 表面の相転移挙動に着目し、実験は、化学量論組成の Cu_3Au (001) を超高真空中で加熱し、 T_c を含む温度域の種々の温度に試料を保ちながら、表層の構造変化を表面回折法によりその場観察した^{13,14)}。

図10 (a) は、LROの度合を示す回折線強度の温度依存性を示したもので、実線が全反射表面回折法により測定した表面の回折線強度 (I_{100})、破線が通常の光学系により測定したバルクの回折線強度 (I_{001}) を示している。 T_c での表面のLROの変化は、バルクに較べると連続的 (二次的) であり、 T_c より高い温度でもLROが高い。つまり、温度が上昇しバルクがdisorder状態になっても、表面近傍ではorderingが残っているのである。

この表面近傍のorderingの状態をより詳細に調べるため、散漫散乱 (diffuse scattering) による短距離規則度 (SRO : Short-Range Order) の測定を行った。散漫散乱はブラッグ反射の周りやその間に観測される弱い散乱線で、(a) 原子のSRO、(b) 格子の歪、(c) 熱振動、等の理由により生じる。そこで、観測された散漫散乱強度の中から原子のSROに起因するものを分離・フーリエ変換して原子構造を決定した。図10 (b) は $T = T_c + 56\text{K}$ での Cu_3Au (001) 表面の原子構造で、表面付近に10数個の原子からなるordering clusterが存在す

(a) 薄膜回折法

“out-of-plane” diffraction



(b) 全反射表面回折法

“in plane” diffraction

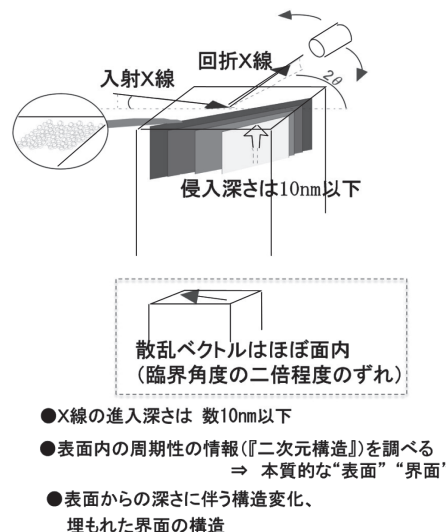


図9 表面構造を観察するための代表的な光学系 (a) 薄膜回折法、(b) 全反射表面回折法

ることがわかる（そのひとつを図中では実線で囲んで表示している）。

こうした、表面の詳細な規則状態は、全反射表面回折法による定量的解析により初めて明らかにされた事実である。もちろん全反射表面回折法は純粋な金属表面だけでなく、表面の酸化膜、例えば鋼表面の不動態皮膜¹⁷⁾や多層薄膜の解析にも応用可能である。さらに、基本的な回折法に種々のテクニック（散漫散乱、異常散乱、XAFS、等）を組み合わせることにより様々な情報が得られ、表面を理解するための新たな解析法の方針へと発展していくことが期待できる。

3.3 Bragg 反射 × unit cell 構造 × 高温環境 × 短時間測定：高温での短時間に進行する反応(原子構造変化)の観察⁶⁾

上述したように、短時間の構造変化を観察するためには、白色のX線を用いてエネルギー分解可能な検出器で測定するエネルギー分散型測定を用いるか⁵⁾、特定の波長のX線を用いてスキャン不要な二次元³⁾もしくは二次元型検出器⁶⁾を用いた角度分散型測定によりX線回折図形を測定することになる。高温での反応では、結晶の粒成長や凝固等の反応の方位依存性のために、結晶粒が配向することが非常に多い。そうした場合、デバイーシェラー環が不均一になるので、二次元型検出器を用いた測定を行うことが必須となる。

高温チャンバーと二次元検出器を組み合わせることにより、高温での反応を短時間で観察可能な迅速X線回折法(Q-XRD)の例を紹介する⁶⁾。開発したシステムは、(a) 強力なX線源、(b) 高温チャンバー、(c) 二次元型検出器、から構成されている(図11)。(a) X線源として回転陽極型発生装置(Co K線、10kW)を用い、発生するX線ビームを光学素子により平行化して用いた。(b) 高温チャンバーは、ガス雰囲気中で試料を水平に保持したまま1773Kまでの温度域で加熱

するように設計されており、入射X線および散乱X線が透過可能なベリリウム製の窓が設置されている。試料は試料ホルダーに詰め、ホルダーの上下面からヒーターにより加熱される。(c) 二次元型検出器として、DECTRIS社製のピクセルアレイ型検出器(PILATUSTM)を用いた。

(a) X線源、(b) 高温チャンバー、(c) 二次元型検出器、は、検出器のスキャン面が垂直になるようにゴニオメーターに配置した。通常の測定では、高温チャンバーを設置した θ 軸は固定し、X線源および二次元型検出器を設置したアームを θ 軸と同軸の θ_s 軸および θ_d 軸の周りに、それぞれ θ_s および θ_d だけ回転させた位置に配置して回折強度の測定を行う。

従来の測定法では、検出器を角度掃引(スキャン)するために、回折パターンの測定に数10分近くかかっていたが、開発した迅速X線回折法(Q-XRD)を用いると、最短10秒程度で測定が可能である。そのため、数分間で終了する現象の観察が可能になる。その例として焼結反応を動的観察した結果を紹介する。

鉄鋼製造過程において高炉の原料となる焼結鉱は、 Fe_2O_3 、 CaCO_3 、コークス、等を原料とする焼結プロセスにより製造される。この焼結プロセスでは、コークスの燃焼により原料

回転陽極型 X線発生装置

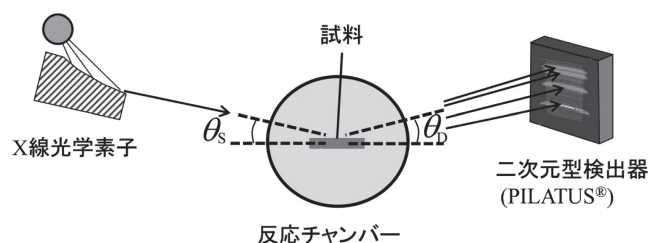


図11 高温での反応を短時間で観察可能な迅速X線回折法(Q-XRD)⁶⁾

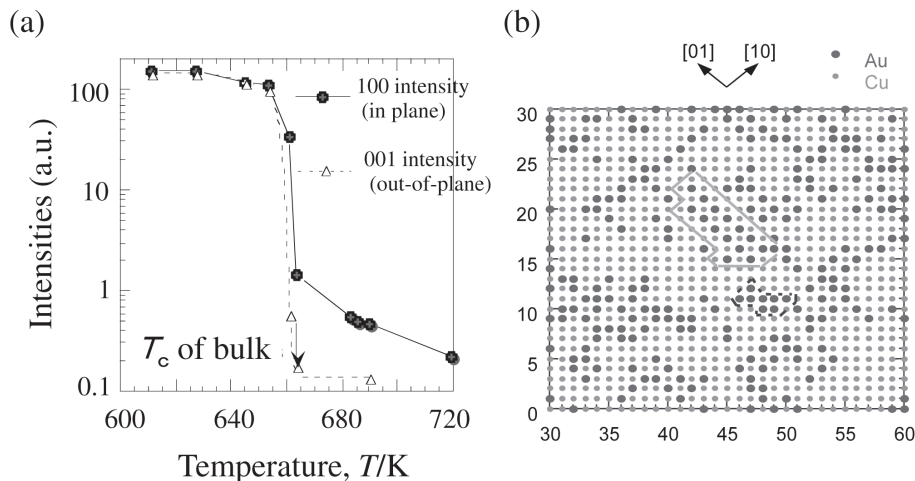


図10 (a) Cu_3Au (001) 表面での規則反射の温度依存性。実線：表面 (I_{100})、破線：バルク (I_{001})
(b) $T = T_c + 56\text{K}$ での Cu_3Au (001) 表面の原子構造

が1473K以上の高温に数分間程度加熱された後、コークスの燃焼が終了し冷却するまでの短時間に反応が進行する。この過程で進行すると考えられる主な反応は、(1) 昇温中に Fe_2O_3 、 CaCO_3 、等の酸化物が相変態および相互拡散しFe-Ca-O系の複合酸化物 (CF: Calcium Ferrite) が形成、(2) 高温でFe-Ca-O系の液相および Fe_3O_4 が生成、(3) 冷却過程で二次ヘマタイトおよびCFが再形成、とされている。その結果、二次ヘマタイトおよび原料のヘマタイト粒子がCFにより融着した焼結鉱が形成される。

測定例として、 FeOOH (74mass%)、 Fe_2O_3 (18mass%)、 CaCO_3 (8mass%) を混合した粉末を用いた実験の例を示す。試料を大気中20K/minの速度で1773Kまで加熱し、10分間保持した後、同様の速度で室温まで冷却した。図12 (a) は冷却中の $T=1473\text{K}$ 付近で測定したデバイーシェラー環の一部を示す。注目されるのは、観察されたデバイーシェラー環の強度が円弧方向に均一でない点である。これは、熔融を含む高温での反応に伴い、試料の結晶粒が成長し、その結晶粒方位が完全ランダム状態からずれている (即ちある程度の配向性を有している) ことを示している。観察されたデバイーシェラー環の強度を円弧方向に積分した結果を図12 (b) に示す。図12 (a) の点線の範囲内について、回折角度を $2\theta = 0.02^\circ$ 刻みでデバイリングの円弧方向 (例えば、図12 (a) の①の方向) について積分し立体角で規格化して回折強度を求めた。参考までに、従来型の点型 (ゼロ次元) 検出器であるNaIシンチレーション検出器で測定した結果を図12 (b)

に示す。二次元型検出器を用いることにより、高温での粒成長や粗大化があるような条件でも、S/Nの高い回折強度を短時間で測定可能であることがわかる。その結果、高温の酸化物融体からのCF析出という、結晶粒の優先配向のために観察が困難な系であっても、X線回折図形の変化を明瞭に観察することができた (図13)⁶⁾。このように短時間での反応観

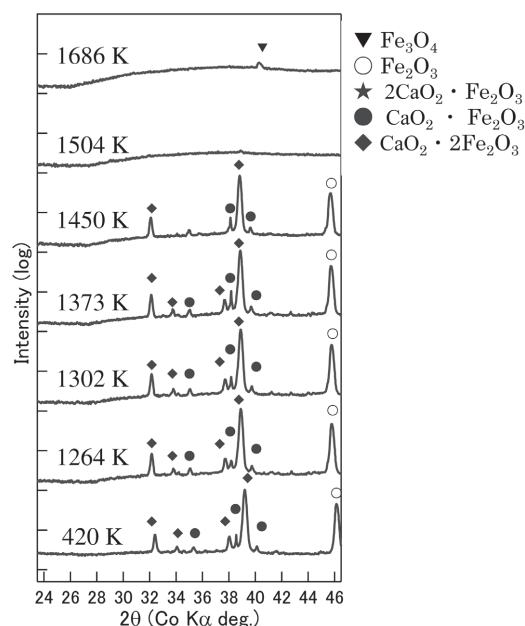


図13 Fe_2O_3 (90mass%) + CaO (10mass%) 混合粉末を1773Kまで加熱し、10分間保持した後、室温まで冷却した際のX線回折図形の変化

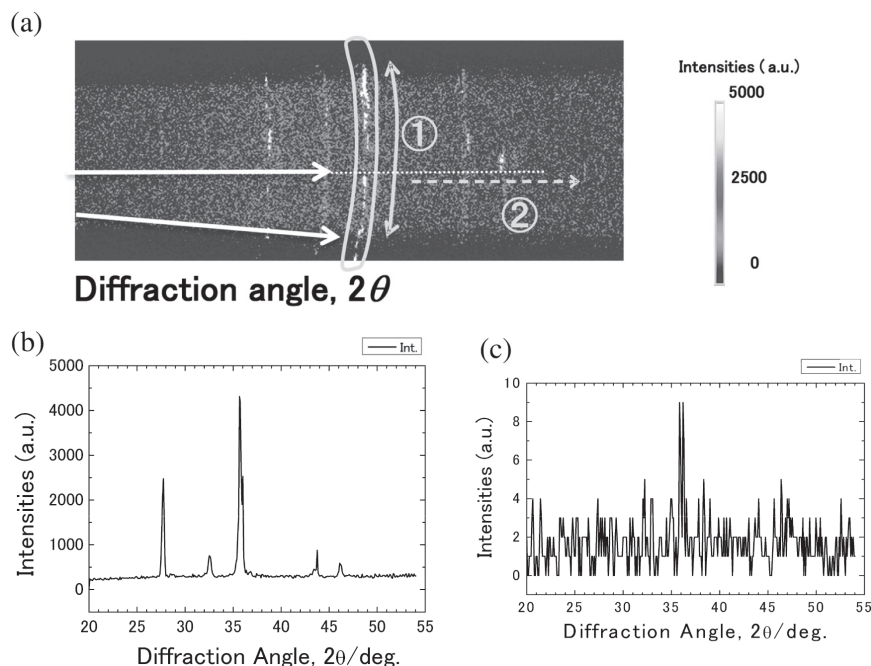


図12 FeOOH (74mass%) + Fe_2O_3 (18mass%) + CaCO_3 (8mass%) 混合粉末を1773Kまで加熱し、10分間保持した後、室温まで冷却した際、(a) 冷却中の $T=1473\text{K}$ 付近で測定したデバイーシェラー環の一部、(b) デバイリングによって積分することにより得られた回折図形 (測定時間40秒)、(c) 従来のスキャン法により得られた回折図形 (測定時間10分)

察が可能になると、実際のプロセスに近い熱力学的に非平衡の条件下での素反応解析が可能になる。例えば、焼結の素反応解析において、鉄鋼の材質制御と同様に、“連続冷却変態：Continuous cooling transformation (CCT)”図の作成⁶⁾が可能になり、プロセス制御の指針として展開が期待できる。

4 おわりに

本稿では、X線回折法について、教科書での解説とは異なり、出来るだけ生々しい感覚で表現することで理解を深めて頂きたく拙文をまとめてみた。

最初に、回折現象について最低限の数式を用いて説明し、それを理解する“感覚”について述べた。次に、その原理を踏まえて、「なぜ、X線回折を利用した○△×法を用いることが必要か」について、Bragg、Diffuse、異常分散の三点から整理した。X線回折に関連する教科書については、私見を含めて詳しく紹介した。

次に、実際の材料の解析にどのように応用していくかについて、結晶学的情報 (ポイントA)、材料の結晶学的階層 (ポイントB)、機能発現する環境下で観察 (ポイントC)、の3つのポイントからアプローチ法を決定する重要性を述べた。その具体例として、湿潤環境での腐食反応観察、金属表面での原子構造乱れの観察、高温での短時間に進行する反応(原子構造変化)の観察、の研究を取り上げ、最新のX線回折法についても触れた。

X線回折法をどのように研究に活用していくかについては、自分の経験を踏まえて書くことがベストと考えて原稿を書いたので、その内容が私の研究歴にbiasedされていることはご容赦頂きたい。ちなみに私は、大学で物理化学分野を専攻、新日鐵～新日鐵住金の基盤的な研究所で、酸化物超伝導体、金属間化合物、めっき、腐食、触媒、製銑、途中2年間は大学で表面構造相転移の研究を行ってきた。そんな中で、X線特に放射光を用いた*in situ*観察(回折法に限らず、分光、イメージング等も含めて)が、研究を進める上での中心的な研究アプローチになることが多かった。反応に伴う構造の変化を実環境・実時間で観察できるこれらの手法は、これからの材料研究でも活躍するのは間違いないと考えている。X線回折法への認識を少しでも深めて頂けるのに拙稿が少しでも役立てば幸いである。

教科書

入門書

- (T1) X線でなにがわかるか：加藤誠軌, 内田老鶴圃 (1995)
- (T2) X線分析最前線：X線分析最前線 (改訂版), 合志陽一 (監修), 佐藤公隆 (編集), アグネ技術センター (2002)

- (T3) X線回折・散乱技術 (上)：菊田惶志, 東京大学出版会 (1992)
- (T4) X線散乱と放射光科学 基礎編：菊田惶志, 東京大学出版会 (2011)
- (T5) X線回折ハンドブック：理学電気株式会社 (1998)

X線回折に関する教科書

- (T6) X-Ray Diffraction : B.E.Warren, Addison-Wesley Pub. Co. (1969) (reprint, Dover Books on Physics, 1990)
- (T7) X-Ray Diffraction : In Crystals, Imperfect Crystals, and Amorphous Bodies, W.H.Freeman and Co. (1963) (reprint, Dover Books on Physics, 1994)
- (T8) Elements of X-Ray Diffraction (2nd ed.), B.D.Cullity, Addison-Wesley Pub. Co. Inc. (1978)
[翻訳版] 新版カリティ X線回折要論：B.D.Cullity, 松村源太郎訳, アグネ (1980)
- (T9) X線結晶学 (上) (下)：仁田勇編, 丸善 (1961)
- (T10) Diffraction from Materials (2nd ed.) : Lyle H. Schwartz, Jerome B. Cohen, Springer-Verlag (1987)
- (T11) X線構造解析：早稲田嘉夫・松原英一郎著, 内田老鶴圃 (1998)
- (T12) X-Ray Diffraction Crystallography : Introduction, Examples and Solved Problems : Yoshio Waseda, Eiichiro Matsubara, Kozo Shinoda, Springer (2011)
- (T13) Elements of Modern X-ray Physics : Jens Als-Nielsen, Des McMorro, Wiley ; 2 ed. (2011)
[翻訳版] X線物理学の基礎 (KS物理専門書) : ジェン・アルスニールセン, デスモンド・マクマロウ, 講談社 (2012)

特定分野の教科書

[応力測定]

- (T14) Residual Stress : Measurement by Diffraction and Interpretation : Ismail C. Noyan, Jerome B. Cohen, Springer-Verlag (1987)
- (T15) X線応力測定法標準：日本材料学会 (1997)

[集合組織、再結晶]

- (T16) 集合組織：長島晋一編著, 丸善 (1984)
- (T17) Recrystallization and Related Annealing Phenomena : F.J.Humphreys and M.Hatherly, Elsevier Science Inc. (1995)

[粉末X線回折]

- (T18) 粉末X線解析の実際ーリートベルト法入門：中井泉 (編集), 泉富士夫 (編集), 日本分析化学会, 朝倉書店 (2002) 第2版 (2009)

(T19) The Rietveld Method (International Union of Crystallography Monographs on Crystallography) : R.A.Young (ed.) Oxford Sci. Pub. (1995)

(T20) <http://fujioizumi.verse.jp/> 泉富士夫の粉末回折情報館

[非晶質／異常散乱の構造解析]

(T21) The Structure of Non-Crystalline Materials: Y.Waseda, McGraw-Hill Int. Book Co. (1980)

(T22) Anomalous X-ray Scattering for Materials Characterization : Y.Waseda, Springer-Verlag (2002)

[表面回折]

(T23) Critical Phenomena at Surfaces and Interfaces : H.Dosch, Springer-Verlag (1992)

(T24) X線反射率法入門 (KS物理専門書) : 桜井健次, 講談社 (2009)

[群論]

(T25) 物質の対称性と群論 : 今野豊彦, 共立出版 (2001) 版

[検出器]

(T26) 放射光ユーザーのための検出器ガイドー原理と使い方 : 日本放射光学会監修, 講談社 (2011)

データ集、関連ホームページ

(空間群、結晶の幾何学、散乱因子、等 たまに参照することが必要)

(T27) International Tables for Crystallography, Kynoch Press, Birmingham

(T28) <http://xdb.lbl.gov/> , Lawrence Berkeley National Laboratory, Center for X-ray Optics and Advanced Light Source:

(T29) <http://www.nist.gov/pml/data/ffast/> , NIST, X-Ray Form Factor, Atten., & Scattering Tables:

(T30) <http://www.crsj.jp/> , 日本結晶学会

(T31) <http://www.jssrr.jp/> , 日本放射光学会

(T32) <http://www.iucr.org/> , IUCr (国際結晶学会連合)

参考文献

- 1) 佐藤馨 : ふえらむ, 18 (2013) , 175.
- 2) Choice of characterization techniques, in : ASM Handbook, Vol.10 Materials Characterization, ASM Int., 10 (1986)
- 3) 木村正雄 : 金属・無機材料とX線分析, in : 合志陽一監修, 佐藤公隆編, (Ed.) X線分析最前線, アグネ, (1998)
- 4) M.Kimura, M.Tanaka, H.Horiuchi, M.Morita, M.Matsuo, H.Morikawa and K.Sawano : Physica C, 174 (1991) , 263.

5) 木村正雄 : 材料科学, 38 (2001) , 201.

6) M.Kimura and R.Murao : ISIJ Int., 53 (2013) No.12, in print.

7) 木村正雄, 鈴木環輝, 重里元一, 齋藤正敏, 鈴木茂, 紀平寛, 田辺康児, 早稲田嘉夫 : 日本金属学会誌, 66 (2002) , 166.

8) M.Kimura, H.Kihira, N.Ohta, M.Hashimoto and T.Senuma : Corros. Sci., 47 (2005) , 2499.

9) T.Mizoguchi, Y.Ishii, T.Okada, M.Kimura and H.Kihira : Corros. Sci., (2005) , 2477.

10) M.Kimura, T.Mizoguchi, H.Kihira and M.Kaneko : Various scale Analyses to Create Functioning Corrosion Products, in : Y.Waseda, S.Suzuki (Eds.) , Characterization of Corrosion Products on Steel Surfaces, Springer, (2006) , 245 (Chapter 11) .

11) H.Kihira : Colloidal Aspects of Rusting of Weathering Steel, in : H.Ohshima, K.Furusawa (Eds.) , Electrical Phenomena at Interfaces, Fundamentals, Measurements and Applications. 2nd ed., Macel Dekker, Inc., New York, (1998) , 429.

12) M.Kimura, T.Mizoguchi, H.Kihira and M.Kaneko : Various scale Analyses to Create Functioning Corrosion Products, in : Y.Waseda, S.Suzuki (Eds.) , Characterization of Corrosion Products on Steel Surfaces, Springer, Berlin, (2006) , 245.

13) M.Kimura, J.B.Cohen, S.Chandavarkar and K.Liang : Physica B, 221 (1996) , 101.

14) M.Kimura, J.B.Cohen and K.Liang : J. Mater. Res., 12 (1997) , 75.

15) M.Kimura and A.Ikari : J. Appl. Phys., 89 (2001) , 2138.

16) W.C.Marra, P.Eisenberger and A.Y.Cho : J. Appl. Phys., 50 (1979) , 6927.

17) M.Sato, M.Kimura, M.Yamashita, H.Konishi, S.Fujimoto, Y.Tabira, T.Doi, M.Nagoshi, S.Suzuki, T.Kamimura, T.Nakayama and T.Ohtsuka : Atomic-Structure Characterization of Passive Film of Fe by Grazing Incident X-ray Scattering at SPring-8, in : The 9th International Symposium on the Passivation of Metals and Semiconductors, and the Properties of Thin Oxide Layers (PASSIVITY-9) , Elsevier B.V., Paris, France, (2005)

(2013年7月18日受付)



入門講座

鋼の凝固入門-3

凝固現象の基礎と数理Ⅲ：多相成長

Fundamentals and Theories of Solidification Phenomena: Multi Phase Growth

大笹憲一

Kenichi Ohsasa

秋田大学 大学院工学資源学研究科
教授

1 はじめに

二元系以上の実用合金の凝固では多相凝固が生じることが一般的であり、生成する組織が合金材料の機械的特性を規定するので、合金の凝固過程での多相成長の機構を理解することは重要である。一般に実用合金の凝固過程で重要な多相成長は次のように分類される。1. 固相-気相成長（ガス気孔）、2. 共晶成長、3. 包晶成長、4. 偏晶成長。今回は紙数の関係で、共晶成長と包晶成長について概略を解説する。多相凝固に関しては多くの優れた教科書¹⁻⁹⁾中に記載されているので、詳細はそれらを参照されたい。

2 共晶成長

共晶 (eutectic) の語源はギリシャ語で eu + tektos (容易に + 溶ける) で、実用合金の多くは共晶合金である。共晶合金は鋳物、ろう付などで重要な役割を演じるが、その理由は共晶合金には次の特徴があるからである。

1. 融点が低く、2. 粘性が低いので铸造性に優れる。3. 第2相あるいは第3相の晶出で機械的特性が向上する。また、共晶合金は天然の複合材料と称されることもあり、さらに通常の複合材料とは異なり、リサイクル時には溶解するだけで元の組成の液相にもどすことが出来るので、SiCのような強化繊維材の処理に困ることがなく、エコ材料としても期待されている。

2.1 共晶組織の分類

多相凝固が共晶合金の特徴であり、現在までに最大4相が共存する共晶組織が報告されている。しかし実用上重要な共晶合金の大部分が2相合金であるので、ここでは2相成長に限定する。現在までにその形態に基づいて多くの共晶組織の分類法の提案が行われており、少し煩雑で統一的な分類法は

存在しないように思われる。ここでは共晶の成長機構に基づいて分類する。共晶の成長機構は次の二つに大別される。

- 1) カップル成長 (coupled growth)
- 2) 分離共晶成長 (divorced growth)

1) のカップル成長は2相相互間で拡散による溶質のやりとりを行い、助け合って成長するケースで、2) の分離共晶は一つの相の体積分率が極めて小さいケースで生じる現象で、2相が勝手に成長するケースを指す。本解説では紙数の関係で、カップル成長について説明する。上記の分類に加えて、共晶の成長形態から規則共晶と不規則共晶組織という分類が一般に行われている。1) のカップル成長共晶の形態を規定する因子として次の分類も良く用いられている。

- I：非ファセット／非ファセット共晶 (nf/nf)
- II：非ファセット／ファセット共晶 (nf/f)
- III：ファセット／ファセット共晶 (f/f)

IとIIは実用合金でよく見られる組み合わせであり、IIIは実例が少なくあまり研究されていない。形態がファセットになるか、非ファセットになるかの基準は溶融エントロピーで、無次元化エントロピー $\Delta S/R$ (R は気体定数) が一般に2以下で非ファセット、2以上でファセットになる。共晶の形態を規定するもう一つの要因は2相の量比である。図1に示すように nf/nf で量比が 0.5 : 0.5 に近ければ規則形態の層状組織 (Regular lamellar) が一般に形成する。(代表例は Pb-Sn 系) 経験則ではあるが、第2相の量が 0.28 以下では繊維状になる。もし相の一つがファセットであれば (nf/f)、形状は一般に不規則形状となる。両相の体積比が近い場合には不規則形状の層状となり、第2相の量が比較的少ない場合にはファセット形状の繊維状組織となる。第二相の量が少ない場合の形態を

規定するのは2相間の界面エネルギーで、界面エネルギーを最小にする方位関係が成立し、共晶形態が規定される。

2.2 共晶のカップル成長

図2に非ファセット／非ファセットで共晶反応が生じる仮想的なA-B二元系合金状態図を示す。共晶相が核生成、成長するためには過冷が必要で、 C_E の共晶組成の液相が共晶温度から過冷した状態を考える。この状態では α 相も β 相もそれぞれの延長した液相線温度から過冷しており、どちらの相が核生成してもおかしくない。今仮に α 相が核生成・成長したとすると付近の液相は破線で示す α 相の延長した液相線に沿ってB成分の濃度が高い状態になる。この液相は α 相の液相線に対しての過冷度は減少するが、 β 相の液相線に対しては過冷度が增加するので、いずれ β 相が核生成する。 β 相が成長すると液相濃度は左に変化し、 α 相に対する過冷度が

増加するので α 相が再び出てくる。これを繰り返すことにより、 α 相と β 相の層状組織が生成する。この層状組織が成長する時、 α 相の前面ではB成分、 β 相の前面ではA成分が濃化するので、図2に示すように成長方向に垂直な方向にA成分とB成分の拡散が行われる。この相互拡散のバランスがうまく保たれれば層状成長が成立し、カップル成長 (coupled growth) と呼ばれる。図3はこの横方向の拡散における成長方向と成長方向に垂直な方向の濃度分布を示したものである。もし α 相あるいは β 相が単独で成長している場合、成長方向に広い拡散境界層が出来るために、拡散律速で大きな成長速度を得ることが困難な状況になる。しかし α 相と β 相が接触してカップル成長している時、成長方向に対して横方向の拡散が可能になり、この場合拡散距離と濃度差が小さいことから、速やかな成長が可能になる。

図4はカップル成長している α 相と β 相の固液界面形状 (図4- (1)) および前面液相内の溶質濃度分布 (図4- (2)) を示している。 α / β 相界面の界面張力 (界面エネルギー) および固液界面エネルギーの間のバランスで、 α / β 界面近傍の α / L 界面、 β / L の界面は正の曲率を有している。短いラメラ間隔と金属の高い熱伝導率を考慮すると界面の温度 $T^* = \text{一定}$ で次式で表される。

$$T^* = T_e - \Delta T_c - \Delta T_r \quad \text{..... (1)}$$

ここで T_e は状態図の平衡共晶温度、 ΔT_c は液相の溶質濃化による溶質過冷、 ΔT_r は曲率過冷 (Gibbs-Thomson効果) である。(カイネティック過冷、および熱的過冷は無視する。) 図4- (2) の濃度分布に対応する溶質過冷 ΔT_c と曲率過冷 ΔT_r の関係が図4- (3) に示されている。界面で局所平衡が成立しているとする、(1) 式に従い溶質濃度による過冷 (あるいは過熱) と曲率過冷の総和で温度が T^* になる必要がある。 α

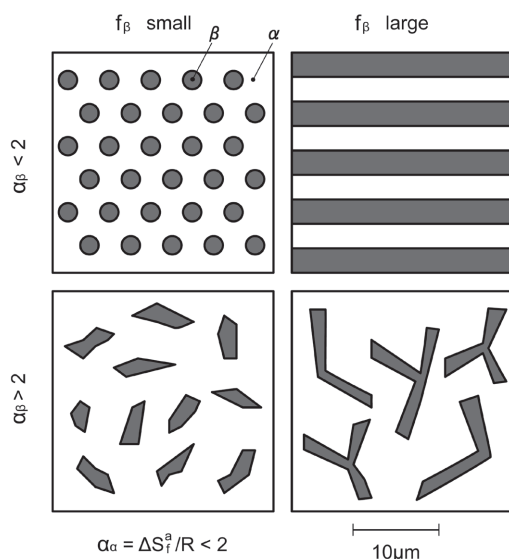


図1 二元共晶の形態、白色相が α 相、着色相が β 相

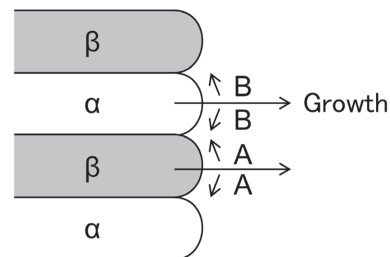
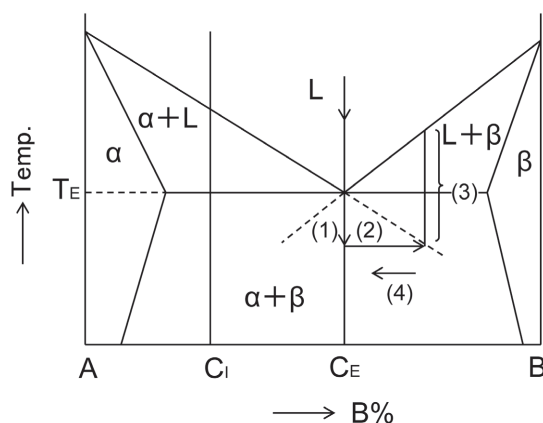


図2 仮想的共晶凝固の状態図

(1) α 相が核生成する (2) α 相成長により液相内のB成分が濃化する (3) β 相の液相線からの過冷度が增大する (4) β 相が核生成、成長して液相内のA成分が濃化する

相の界面では正の曲率が成立するが、幅が比較的広い β 相の界面では長い拡散距離により、中央部の溶質濃度が高くなる傾向があり、溶質過冷により界面温度は T^* よりも低下するケースが生じる。これを補償するために β 相の中央部は負の曲率を持った凹面形状になる必要がある。このような凹形状の共晶形態は実験により実際に観察されている¹⁰⁾。このように曲率過冷に伴う溶質濃度分布下で、拡散律速によるカップル成長が生じる。現在までにまでにいくつかの層状カップル成長の数理モデルが提案されている。

2.2.1 Jackson Huntモデル

共晶成長のモデルはパーライト成長のモデルに端を発し、その後共晶成長理論へと発展していった^{1,11,12)}。これらのモデルは共晶ラメラ間隔 λ 、成長速度 V 、固液界面の過冷度 ΔT

の間の関係として $\lambda^2 V = \text{一定}$ 、 $\Delta T / V^{1/2} = \text{一定}$ といった基本的関係を確認している。JacksonとHuntは図4に示した曲率過冷を考慮し、次式の定常拡散方程式を解くことによりラメラ共晶の成長についての詳細な理論解析を行った¹⁰⁾。

$$\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} + \frac{V}{D} \frac{\partial C}{\partial z} = 0 \quad (2)$$

境界条件は

$$\begin{aligned} z = \infty \quad C &= C_0 \\ x = 0, \lambda/2 \quad \frac{\partial C}{\partial x} &= 0 \end{aligned}$$

ここで、 C_0 は初期組成、 λ はラメラ間隔、 V は成長速度、 D

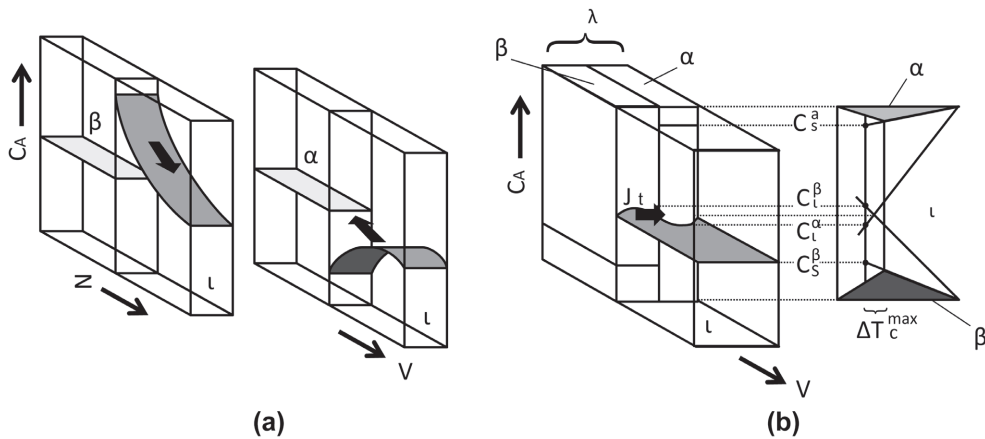


図3 共晶凝固時の液相内のA成分とB成分の拡散場³⁾

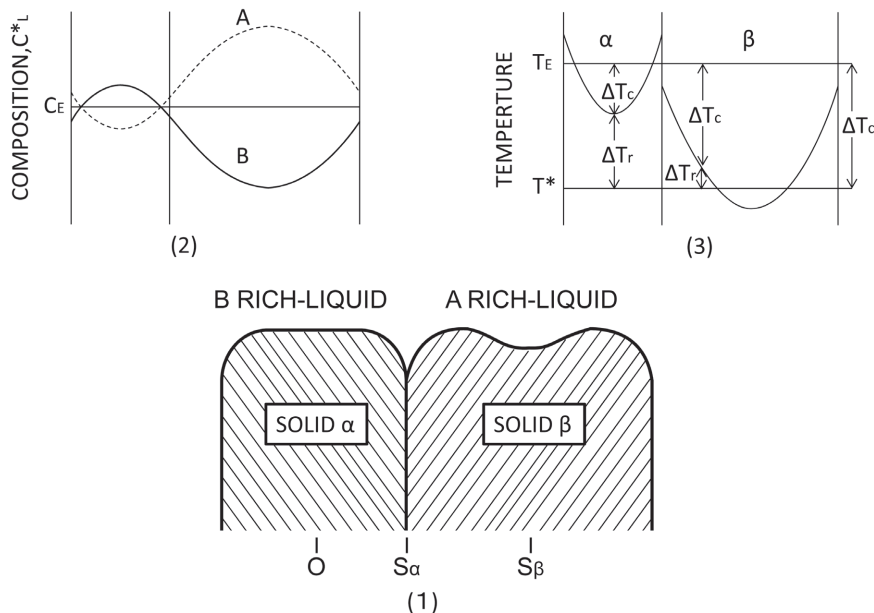


図4 共晶相前面の形態

は拡散係数である。上記の境界条件で (2) 式を解くと共晶ラメラ間隔 λ 、成長速度 V 、固液界面の過冷度 ΔT の間の関係として次の式が得られる。

$$\Delta T = K_c \lambda V + \frac{K_r}{\lambda} \quad (3)$$

K_c と K_r は定数で (3) 式右辺第1項は溶質過冷、第2項は曲率過冷に対応している。(3) 式の過冷度を最小にする過冷度で共晶は成長すると仮定し、極値条件より次式が得られる。

$$\lambda^2 V = \text{const} = \frac{K_r}{K_c} \quad (4)$$

これらの式の予測は実験結果と良く対応することが示されている。

2.2.2 Kurz Fisherモデル

Jackson Huntモデルの導出過程は複雑であるが、KurzとFisher³⁾ はJackson Huntモデルを簡略化して図4に示される曲率過冷を同様に考慮した条件下で、固液界面からの拡散量と共晶成長により排出される溶質量を等しいと置き、溶質過冷度を求めた。 $\Delta T_c = K_c \lambda V$ また、固液界面の曲率 K はラメラ幅の逆数 $1/\lambda$ に比例すると曲率過冷を求めると、 $\Delta T_r = K_r/\lambda$ を得る。これらの関係から、 λ の増加に対して溶質過冷は増加し、曲率過冷は減少する結果になる。(1) 式に従ってこれらの和を取ると (3) 式が得られ、 ΔT が求まる。成長速度 V を一定にしてラメラ幅 λ に対してこれらの過冷をプロットすると図5の様になり、 λ と ΔT の関係は求まる。

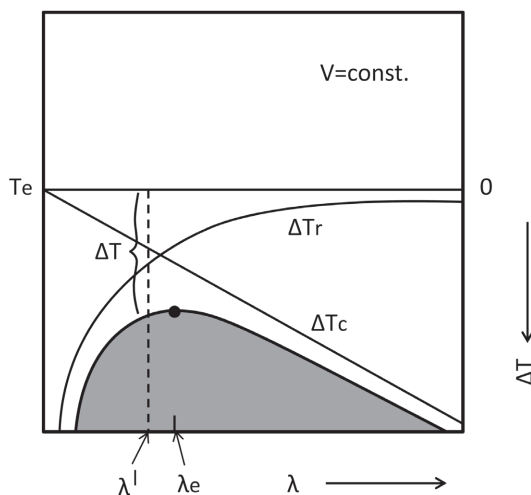


図5 共晶成長時の溶質過冷と曲率過冷の寄与。全過冷が最小の点で成長が起きる

しかしながら、実際にどの λ と ΔT の組み合わせが成立するかはこれだけでは分からない。これはデンドライト先端の曲率と成長速度との関係に類似しており、作動点 (operating point) の決定に中立安定化基準を適用したのに類似する。共晶の層状成長では、Jackson Huntモデルで述べたように、最小過冷 (最大界面温度) の点を作動点とすると実験と合うことが知られている。

2.2.3 不規則共晶成長

Al-Si系、Fe-C系のような非ファセット／ファセットの共晶系は一般に不規則共晶組織を形成する。不規則共晶の平均相間隔は前述のモデルで説明した層状カップル成長のラメラ間隔と比較して、極めて大きく、(3)、(4) 式に従わないことが実験的に観察されている。Kurzら^{13,14)} は不規則共晶成長のモデルを提案し、次のような機構で不規則共晶の相間隔を説明している。非ファセット／ファセット系では両相の界面エネルギーを小さくするような特定の方位関係で成長するために、成長方向を変化させることが困難で、図6に示すようにお互いの間隔を狭める (converge) 成長と、間隔が増加する (diverge) 成長が生じている。間隔が減少する成長では、図5に示す作動点 (最小過冷) よりも λ が減少すると曲率過冷が増加し、成長速度が減少するためカップル成長を続けることが困難となり先端曲率のより大きいファセット相の成長が止まり (termination)、非ファセット相のみの成長が起こる。間隔が増加する成長では拡散距離の増加に伴い各相の中心部前面の溶質濃度が高くなり、前述したように局所平衡を保つために先端形状が凹形状の負の曲率を有するようになる。しかしあまりに間隔が増加すると界面の温度を一定に保つことが出来なくなり、その時点で枝分かれ (branching) が生じる。この時の相間隔 λ_b が最大となり、図7に示すように最小過冷基準の λ_a と枝分かれによる最大間隔 λ_b の間の相間

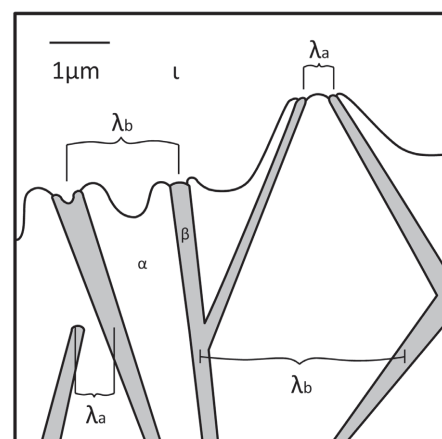


図6 不規則共晶の成長³⁾

隔でのみカップル成長が可能になり、その平均値は最小過冷基準の λ_a よりも大きくなる。

2.3 カップルドゾーン

平衡状態図からの予測ではすべてが共晶組織になるのは共晶組成のみの合金である。しかし、条件によっては垂共晶や過共晶でも全面的に共晶が得られることが実験的に知られている。ブリッジマン法などで一方向凝固を行う時、凝固速度が増加すると層状共晶、デンドライト先端の温度どちらも低下する（過冷度の増加）。同じ過冷度で層状共晶の成長速度がデンドライトの成長速度より大きければカップル成長により全面共晶組織生成が可能になる。これを図で表したのが図8で、図中の灰色の領域は全面共晶が生成出来る領域であり、

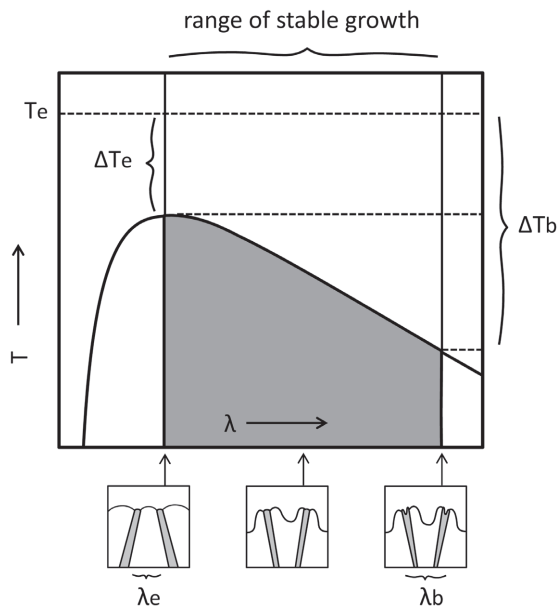


図7 不規則共晶のラメラ間隔調節機構³⁾

カップルドゾーン (coupled zone) と呼ばれる。図8 (a) は左右対称な形をしており、非ファセット／非ファセット系共晶で見られる形である。カップルドゾーンは一般に実験で決定されるが、共晶直下の上広がり領域は大きな温度勾配下で小さな凝固速度の一方向凝固実験での平滑界面凝固で観察されたものである。

非ファセット／ファセット系では図8 (b) に示すようにカップルドゾーンがファセット側 (β 側) に偏っている。そのために、共晶組成では大きく過冷すると全面共晶組織が得られないことが分かる。一方、共晶組成から β 側に大きくずれてもある過冷度範囲では層状共晶の成長速度が単相デンドライトの成長速度よりも大きいため、全面共晶が得られることを示している。このカップルドゾーンのずれは同じ過冷度ではファセット相の成長速度が小さく、非ファセット相とカップル成長させるためには β 相側に偏らせて β 側液相線からの過冷却を大きくしてやる必要があると考えると理解しやすい。

2.4 第3元素の影響

実用の共晶合金には不純物など、第3元素が含まれている。この場合の共晶の界面形態は平滑ではなく、しばしば図9に示すようにセル状態を形成し、コロニー組織と呼ばれている。セル形状が生成する理由は、第3元素が α 相と β 相に似たような割合で固溶した場合（平衡分配係数が近似している）、共晶の成長方向に第3元素の拡散境界層が出来ることにより、組成的過冷却が成長方向に生成し、平滑界面形態が不安定になるからである。図8 (a) のカップルドゾーンの高過冷領域は成長速度が大きく、組成的過冷却が発生しやすいため、条件によってはセルからさらにデンドライト状態の共晶が生成する場合もある。

以上、共晶成長について概略を説明したが、近年急速に進

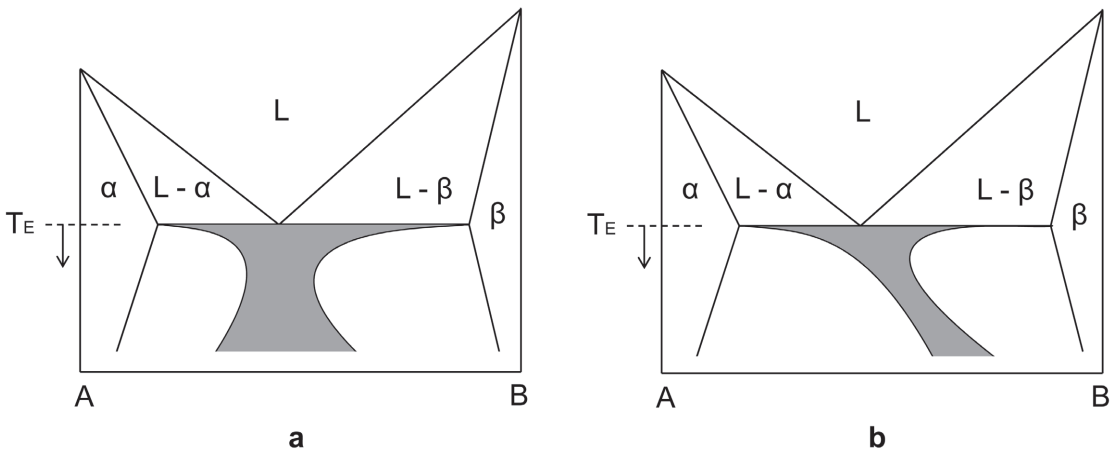


図8 共晶のカップルドゾーン

展しているフェーズフィールド法を用いた共晶成長の解析も行われ、実験結果と比較されている¹⁵⁻¹⁷⁾。

3 包晶成長

包晶凝固は合金やセラミック、有機材料の凝固で良く生じる現象で、特にFe-C系合金（鋼）の凝固では凝固組織形成に重要な影響を及ぼす。図10にFe-C系タイプの包晶反応が生じる二元系状態図の模式図を示す。包晶反応は二つの固相の液相線と固相線が同じ傾きを持っている場合、二つの液相線の交点で生じる。この系の包晶反応は状態図に従えば包晶組成では包晶反応 $L + \alpha \rightarrow \beta$ により包晶温度直下で β 単相に変化する。亜包晶では包晶反応終了後 $\alpha + \beta$ の2相組織、過包晶では $L + \beta$ の2相組織になる。しかし現実の包晶反応は変態が拡散に律速されるために、変態終了に時間がかかり、状態図で予想されるのとは異なる過程をたどる。

3.1 包晶反応

包晶凝固は一般に包晶反応（peritectic reaction）と包晶変

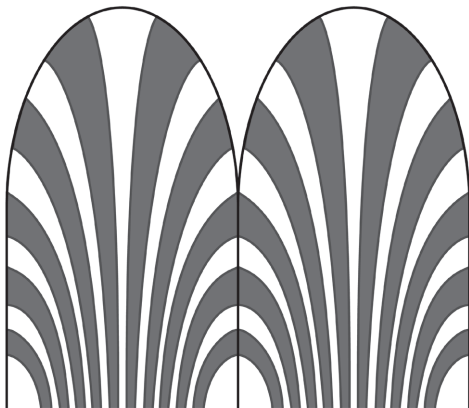


図9 第3元素の影響によるセル状共晶の模式図

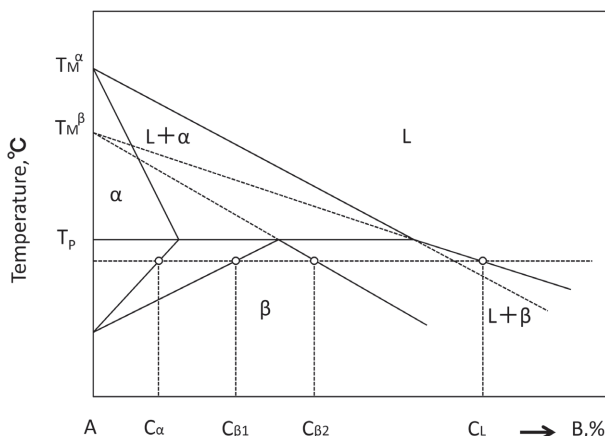


図10 Fe-C系タイプの包晶反応が生じる状態図の模式図

態（peritectic transformation）の二つに分離される¹⁸⁾。包晶反応には次の二つのタイプが考えられる。

- 1) β 相が α 相と接触することなく液相中に核生成、成長する。
- 2) β 相が α 相上で核生成し、 α 相と接触したまま成長する。

通常2)のタイプが一般的であり、Fe-C系タイプを例として図11に包晶反応と包晶変態を模式的に示す。包晶凝固は包晶反応で始まり、図11右側に示すように初晶 α 相と β 相および液相が三重点で直接接触している場所で進行する。包晶反応は液相 L と α 相が消失して β 相が生成する反応であるが、図11に示すように β 相が α 相に接触したまま液相に向かって生長し、排出された溶質が α 相に拡散し、 α 相が溶解するモデルが一般に考えられている。この場合の β 相の成長は液相内の溶質拡散に律速される。 α 相の表面がすべて β 相で覆われたとき包晶反応は終了し、その後の冷却に伴って β 相が液相中に独自に成長し、また β 相内を通る溶質の拡散律速により β 相が α 相に向かって成長する。このモデルに基づき、FredriksonとNylen¹⁹⁾は包晶反応の速度式を提案した。

近年金属の凝固過程の直接観察技術が進展し、共焦点走査型レーザー顕微鏡を用いたFe-C合金の包晶反応過程の観察²⁰⁾から、理論的予測よりも実験結果の方が包晶反応速度が極めて速いことが明らかとなった。この結果から鋼の包晶反応はCの液相中の拡散律速ではなく、他の機構が示唆された。例えば α 相から β 相への直接のマッシブ変態や β 相の液相への直接の成長などが考えられている。最近、マルチフェーズフィールド法によるシミュレーションにより、 δ 相、 γ 相、液相3重点の形態がFredriksonらのモデルとは異なり、包晶反応は実験値と対応する速度で進行するとする結果が示されている²¹⁾。

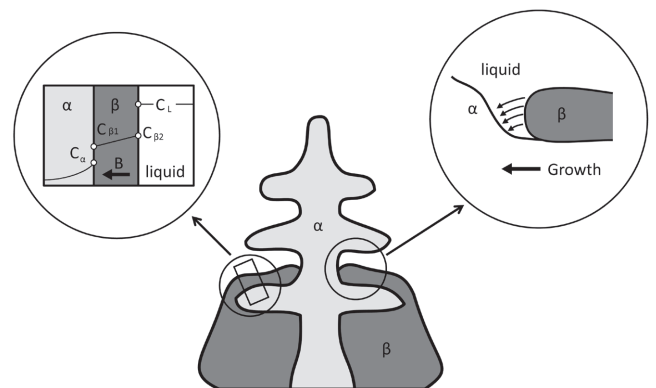


図11 包晶凝固の模式図

3.2 包晶変態

α 相の周囲が β 相で覆われた後は $L + \alpha \rightarrow \beta$ の反応は不可能となり、前述したように連続冷却過程では β 相が液相中に独自に成長し、同時に β 相中の溶質 (B 成分) の拡散により β 相の α 相中への成長が進行する (図 11 左側)。包晶温度以下で等温保持を行った場合、 β 相内の拡散により β 相は液相、および α 相に向かって成長する包晶変態が進行する。図 11 左側に示すように α / β 界面および β / L 界面では図 10 に示す Fe-C 系タイプの状態図に示される局所平衡濃度が成立する。 β 相内の溶質の濃度勾配により液相から α 相に向かって溶質の拡散が生じ、それに伴い β 相は液相と α 相に向かって成長する。 α / β 界面および β / L 界面の移動速度は拡散律速過程では次式で表される。

$$(C_{\beta 2} - C_L) \frac{dX_2}{dt} = (l/2 - X_2) \frac{dC_L}{dt} + D_\beta \frac{\partial C}{\partial X} \Big|_{X_2} \dots\dots\dots (5)$$

$$-(C_{\beta 1} - C_\alpha) \frac{dX_1}{dt} = -X_1 \frac{dC_\alpha}{dt} + D_\beta \frac{\partial C}{\partial X} \Big|_{X_1} \dots\dots\dots (6)$$

ここで、 C_L : 液相の溶質濃度、 $C_{\beta 2}$: L / β 界面の β 相の溶質濃度、 X_2 : L / β 界面位置、 l : デンドライトアーム間隔、 t : 時間、 D_β : 溶質の β 相内拡散係数、 $C_{\beta 1}$: α / β 界面の β 相の溶質濃度、 C_α : α 相の溶質濃度、 X_1 : β / α 界面の位置である。この解析から、過包晶でも、包晶温度以下まで未変態 α 相が残留し、包晶反応が終了するまでに変態温度区間が生じることが Fe-C 系を対象として解析されている¹⁹⁾。

包晶合金の一方凝固時に生成する凝固組織は温度勾配 G 、成長速度 V および核生成挙動に支配され、1) 平滑界面、セル状、共晶状、バンド状などの種々の組織が生成する。より詳しく勉強したい読者は、刊行されている教科書を参照されたい。

4 まとめ

多相凝固における結晶成長の数理を知ることは、凝固組織制御を行う上で重要である。現在までに共晶や包晶凝固を記述する多くの数理モデルが提案され、さらに近年マルチフェーズフィールド法を用いた共晶や包晶凝固の解析も行われている。一方、共焦点レーザー顕微鏡や放射光を用いた凝固現象の直接可視化技術も急速に進展しており、これらの実

験結果による検証により、多相凝固の数理モデルがさらに発達することが期待される。

参考文献

- 1) B.Chalmers : Principles of Solidification, John Wiley & Sons, Inc., (1964)
- 2) M.C.Flemings : Solidification Processing, McGraw-Hill, New York, (1974)
- 3) W.Kurz and D.J.Fisher : Fundamentals of Solidification 4th Ed., Trans. Tec. Publication, Switzerland, (1998)
- 4) D.M.Stefanescu : Science and Engineering of Casting Solidification 2nd. Ed., Springer Science, (2009)
- 5) J.A.Dantzig and M.Rappaz : Solidification, EPFL Press, Swiss, (2009)
- 6) 講座・現代の金属学 10「鑄造と凝固」, 日本金属学会編, (1992)
- 7) 凝固理論と応用, 日本金属学会編, (1991)
- 8) 凝固理論と応用 II, 日本金属学会編, (1994)
- 9) 凝固理論と応用 III, 日本金属学会編, (1998)
- 10) K.A.Jackson and J.D.Hunt : Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966) , 1129.
- 11) C.Zener : Trans. AIME, 167 (1946) , 550.
- 12) W.A.Tiller : Liquid Metals and Solidification, ASM, Metals Park, (1958) , 276.
- 13) D.J.Fisher and W.Kurz : Acta Metallurgica, 28 (1980) , 777.
- 14) P.Magnin and W.Kurz : Acta Metallurgica, 35 (1987) , 1119.
- 15) M.Apel, B.Boettger, H.-J.Diepers and I.Steinbach : J.Cryst. Growth, 237-239 (2002) , 154.
- 16) J.R.Green, P.K.Jimack and A.M.Mullis : Metall. Mater. Trans., A, (2007) , 1426.
- 17) A.Parisi and M.Plapp : Acta Mater., 56 (2008) , 1348.
- 18) H.W.Kerr, J.Cisse and G.F.Bolling : Acta Metall., 22 (1974) , 667.
- 19) H.Fredriksson and T.Nylen : Met. Sci., 16 (1982) , 283.
- 20) H.Shibata, Y.Arai, M.Suzuki and T.Emi : Metall. Mater. Trans., 31B (2000) , 981.
- 21) M.Ohno and K.Matsuura : Acta Mater., 58 (2010) , 6134.

(2013年8月1日受付)



若手研究者・技術者の取り組みと将来の夢

金属の塑性変形に魅せられて

吉田健吾
Kengo Yoshida

山形大学 大学院理工学研究科
助教

1 はじめに

はじめに、本稿執筆の機会を頂いたことに感謝申し上げます。これまで筆者は、塑性構成則およびひずみ局所化現象を主な対象として研究活動に従事してきた。多くの方々との議論を通し、また度々のご支援を頂いたお蔭で研究を継続することができた。本稿執筆をよい機会として、これまでの研究活動を振り返り、その当時の自身の心境を含めて綴ってみたい。

2 これまでの研究について

筆者が塑性力学の分野の研究に本格的に携わるようになったのは、博士課程の時に東京農工大学の桑原利彦先生にご指導いただいた時からである。金属材料の成形限界に関する研究を実施していたが、金属を引っ張れば伸び、そして破断に至るという当たり前のような挙動であるが、この物理現象に強く興味を惹かれた。さまざまな論文を読み漁り、Hillの分岐理論を中心とした塑性不安定論¹⁻⁴⁾の敷居の高さに驚愕したことを今でも鮮明に覚えている。一つの式変形に2週間もの時間を要したこともあった。目に見えるのはいたって単純な現象ではあるが、その本質的を物理的、数理的に解釈することの難しさを知った。一方、研究への興味は一層深まっていった。局所くびれ発生時のひずみによって表現される成形限界線にはひずみ経路依存性があることが古くから知られており、材料が受けるひずみ履歴が非線形である場合は成形限界線では適切に成形性予測ができない。ところが、いくつかの論文では応力で評価するとそのひずみ経路依存性が無くなるとの主張があった^{5,6)}。板材を用いた実験が主流であったため応力の同定は困難であり、この論争の決着は困難そうに見えた。しかし、桑原研究室では薄肉円管に自在に2軸応力場を負荷できる試験装置が開発されており、これを活用すれば

この問題が解決できると考え、すぐに研究を実施した。アルミニウム合金管と鋼管の2種類の試験片で実験を試したところ、アルミニウム合金管においては成形限界を応力で評価するとひずみ経路依存性はほとんど現れなかった⁷⁾。一方、鋼管では応力で評価しても一部を除いて経路依存性があることがわかった⁸⁾。塑性変形挙動の観点から整理し直すと、ひずみ経路の変化によって交差効果が発現して硬化率が変化する場合は経路依存性があったが、そのような挙動が現れなければ成形限界時の応力は経路に依存しないことを実験的に見出すことができた。

その後、現象論的塑性構成式に基づいた数値解析によって、この現象の再現および力学的なメカニズム解明を試みた^{9,10)}。まだまだ駆け出しの時であり、テンソル解析もそうであるが、それを駆使した有限変形論に基づいた数値解析を実施することにとっても苦労した。この時、山形大学の黒田充紀先生にご指導を頂く機会に恵まれたのが幸いであった。数値解析では、実験現象が見事に再現され、実験では測定が困難なひずみ局所化の進展を詳細に検討し、ひずみ経路変化が及ぼす影響を明らかにすることができた。

学位取得後は、主に結晶塑性構成則を利用した研究に従事してきた。Fcc金属を対象として、集合組織に起因する塑性異方性および大変形に伴う集合組織の発達を数値シミュレーションによって再現し、板材の成形限界に及ぼす影響を調査した^{11,12)}。そして、cube方位に集合組織が発達した板材をND回りに45°回転した方向に引っ張ると成形性が著しく上昇することが分かった。解析結果を検討したところ、geometrical hardening (またはtexture hardening) と呼ばれる塑性変形に伴う結晶方位の回転による硬化が顕著に発現することが成形性向上の要因とわかった。このような材料の内部状態の変化が解析に反映されることが、結晶塑性をはじめとするミクロの物理に基礎をおく構成式の強みであることをこの研究を通して強く実感し、その後益々この方面で

の研究に力を入れるようになった。結晶方位と geometrical hardening について研究を継続し系統的に調べたところ、45°回転した cube 方位は全方位のうち2番目に geometrical hardening が顕著な方位であり、実用性を考えると最も有力な方位であることがわかった¹³⁾。成形限界の解析には初期板厚不整を有するモデルを用いることが現在では一般的であるが、その他に分岐理論を適用することも可能である。解析手法の妥当性を検討する意味で、初期不整を有する解析と分岐解析の両方を適用して成形限界解析を実施した¹⁴⁾。分岐解析では、時間非依存の構成則を適用する必要がある、それに伴って活動すべり系の組み合わせを唯一に決定する必要がある。結果としては、どちらの解析手法を用いても同じ傾向を得ることができ、これまでの結果の妥当性を補強するような成果となった。

一時期鉄鋼メーカーのポスドクとして研究をさせて頂く貴重な機会を頂いた。その際、dual phase 鋼の反転負荷における加工硬化挙動に関する研究を実施した¹⁵⁾。はじめは単相の多結晶体を模擬した解析を実施したが、単相であっても多結晶体であれば内部応力は不均一になり、これによって反転負荷時に早期に降伏することを再確認した。次に軟質のフェライト相と硬質のマルテンサイト相を考慮して、個々の相の変形および巨視的な応力-ひずみ曲線を解析した。DP 鋼においては各相の強度差に起因して内部応力の不均一性が拡大し再降伏応力の低下が顕著になる。さらに、これが永久軟化をも引き起こす原因となることがわかった。

上述の研究とは多少毛色が異なるが、最近、液圧バルジ試験の数値解析を試みて、応力-ひずみ曲線を正確に大ひずみ域まで測定するための実験条件同定という研究を行った¹⁶⁾。これは鉄鋼研究振興助成のもとで実施したものであり、研究助成金を頂けることは若手にとって研究の励みにも繋がっており、とても感謝している。

3 研究活動を通して

学協会における研究活動を通して多くの研究者と活動を共にする機会があった。現在、創形創質部会の若手フォーラムの座長を拝命しているが、同年代の産学の研究者との交流の場として大いに活用させて頂いている。大学の研究室訪問や鉄鋼メーカーの工場見学・若手研究者との研究交流など、若手フォーラムならでは勉強会を企画・運営しており、他では得られない貴重な経験をさせて頂いている。ここでの交流が、将来的に、個人的な研究活動のみならず本研究分野のさらなる発展に繋がるものと確信している。

また、若手の時代を現在所属する山形大学機械システム工学科の環境で過ごすことができて非常によかったと思って

いる。本学科では、助教であっても独立した研究室の運営が任されており、授業では講義を担当することもできる。これまで実験や製図のほかに、材料力学、塑性力学の講義を担当してきた。時間に余裕がある若手の時に、研究室運営、卒論・修論の指導方法、講義の仕方などについてじっくりと考え、様々な試行錯誤をすることができた。大学教員にとって、研究活動と教育活動は一体であり、その両者について多くの経験を積むことができたことは大きな資産であると考えている。この経験を生かして今後の研究・教育に一層励んでいきたい。

4 最後に

本稿執筆の機会をお借りして、これまでの研究を振り返ることができた。研究を実施し論文を執筆している時は達成感や高揚感を少なからず感じていたのだが、改めて見直すと、成果と言えるほどのものだったのだろうか...と考えてしまう。塑性力学はものづくりの基盤技術として必須の重要な研究分野だと認識している。今後、この分野の発展に寄与できるように益々精進していきたい。筆者の代名詞となるような研究領域、研究手法を新たに開拓し、オリジナリティの溢れる成果を世界に発信できるように努めていきたい。

参考文献

- 1) R.Hill : On discontinuous plastic states, with special reference to localized necking in thin sheets. J. Mech. Phys. Solids, 1 (1952) , 19.
- 2) R.Hill : A general theory of uniqueness and stability in elastic-plastic solids. J. Mech. Phys. Solids, 6 (1958) , 236.
- 3) S.Stören and J.R.Rice : Localized necking in thin sheet. J. Mech. Phys. Solids, 23 (1975) , 421.
- 4) J.R.Rice : The localization of plastic deformation. In Proc. IUTAM Congress, Theoretical and Applied Mechanics, ed. by Koiter W.T., (1976) , 207.
- 5) R.Arrieux, C.Bedrin and M.Bovin : Determination of an intrinsic forming limit stress diagram for isotropic sheets. Proc. 12th IDDRG Congress, 2 (1982) , 61.
- 6) T.B.Stoughton : A general forming limit criterion for sheet metal forming. Int. J. Mech. Sci., 42 (2000) , 1.
- 7) K.Yoshida, T.Kuwabara, K.Narihara and S.Takahashi : Experimental verification of the path-independence of forming limit stresses, International Journal of Forming Processes, 8 (2005) SI, 283.
- 8) K.Yoshida and T.Kuwabara : Effect of strain hardening

- behavior on forming limit stresses of steel tube subjected to nonproportional loading paths, *International Journal of Plasticity*, 23 (2007) 7, 1260.
- 9) K.Yoshida, T.Kuwabara and M.Kuroda : Path-dependence of the forming limit stresses in a sheet metal, *International Journal of Plasticity*, 23 (2007) 3, 361.
 - 10) K.Yoshida and N.Suzuki : Forming limit stresses predicted by phenomenological plasticity theories with anisotropic work-hardening behavior, *International Journal of Plasticity*, 24 (2008) 1, 118.
 - 11) K.Yoshida, T.Ishizaka, M.Kuroda and S.Ikawa : The effects of texture on formability of aluminum alloy sheets, *Acta Materialia*, 55 (2007) 13, 4499.
 - 12) K.Yoshida and M.Kuroda : Numerical investigation on a key factor in superior stretchability of face-centered cubic polycrystalline sheets, *International Journal of Mechanical Sciences*, 58 (2012) 1, 47.
 - 13) K.Yoshida, Y.Tadano and M.Kuroda : Improvement in formability of aluminum alloy sheet by enhancing geometrical hardening, *Computational Materials Science*, 46 (2009) 2, 459.
 - 14) K.Yoshida and M.Kuroda : Comparison of bifurcation and imperfection analyses of localized necking in rate-independent polycrystalline sheets, *International Journal of Solids and Structures*, 49 (2012) 15-16, 2073.
 - 15) K.Yoshida, R.Brenner, B.Bacroix and S.Bouvier : Micromechanical modeling of the work-hardening behavior of single- and dual-phase steels under two-stage loading paths, *Materials Science and Engineering A*, 528 (2011) 3, 1037.
 - 16) K.Yoshida : Evaluation of stress and strain measurement accuracy in hydraulic bulge test with the aid of finite-element analysis, *ISIJ International*, 53 (2013) 1, 86.

(2013年7月19日受付)

先輩研究者・技術者からのエール

広島大学 大学院工学研究科機械システム工学専攻 教授

吉田 総仁

吉 田健吾先生の研究については、塑性現象を力学と実験の双方から丁寧にアプローチされており、大いに注目している。また、研究テーマも私が若い頃から取り組んできたものと近いものがあり、大変興味深い。

塑性変形・加工硬化挙動がひずみ経路に依存することに着目した実験研究および現象論的構成モデルの研究は1960～1980年代にも盛んに行われてきた。近年ではその塑性加工への応用（例えば成形限界予測など）や結晶塑性理論をベースとしたメカニズムの検討へと広がってきている。その意味では、吉田先生のgeometrical hardeningの結晶学的検討など新規性に富んだものと思う。

私は、こうした研究は今後おそらく二つの方向で進んでゆくのではないかと考えている。ひとつは成形シミュ

レーションの高精度化に資するようなマクロモデルに対する要求に応えるものであり、もうひとつはマルチスケールモデリングによる材料の微視組織とマクロ挙動の関連を深める研究である。ただし、現象論的マクロモデルについては私達の世代の研究者がこれまでもかなりのレベルまでやってきているので、吉田先生をはじめとする若い世代には先端的な実験観察も含めたマルチスケールモデリングの研究でぜひブレークスルーを図っていただきたいと思う。

吉田先生が述べられている「オリジナリティあふれる成果を世界に発信する」ことは研究者にとって何よりも大切な心がまえである。若手のホープが世界を代表する研究者となることを大いに期待したい。

新日鐵住金（株）技術開発本部 鉄鋼研究所 加工技術研究部長

末廣 正芳

「**金** 属の塑性変形に魅せられて」を非常に興味深く読ませて頂きました。吉田先生は塑性加工分野において非常にレベルの高い研究活動を行い論文として発表されています。この記事では、吉田先生のこれまでの研究活動の時系列的な振り返りとその時々感じたことが記載されています。

この文章を読んで私が興味をひかれた点はいくつもありますが、例えば「一つの式変形に2週間もの時間を要したこともあった、…その本質を物理的、数理的に解釈することの難しさを知った」というくだりは確かにそうだと共感を覚えました。物事をスピーディに進めようとすると一つの式に2週間というのは非常に長く無駄な作業のようにも感じますが、この一つの式に2週間かけた事がその後の研究活動を進めていく上での基礎・基盤構築に一つの役割を果たしたのだらうと思います。このような努力を若い間に何度も経験しておくことが、その後の大きな成果に繋がるのだらうと思います。「ミクロの物理に基礎をおく構成式の強みであることをこの研究を通して強く実感し」とありますが、このように実感できた背景には、一つの式変形に2週間もの時間を費やしたこともあげられるのだらうと推察します。

また、人との繋がりが研究の進展を早めたことも書か

れています。研究は個々人のアイデアから生まれることが多いと思いますが、そのアイデアを実現していく際に様々な研究者と議論することで研究がより深みを増し加速していく事は多々あると思います。その後の研究活動の中でも様々な人と出会い多くの研究成果をあげてきているのだらうと思いますし、また吉田先生自身、人との繋がりの重要性を認識されているものと想像します。現在は、若手フォーラムの座長として同年代の産学の研究者と交流していることが記載されていますが、この中では吉田先生自身の人との繋がりを増やすとともに、そこに参画している研究者からみた人との繋がりの増やしているのだらうと思います。

「若いうちの苦労は買ってでもせよ」ということわざがありますが、まさにその重要性を書かれているものと思います。この記事を読ませていただき、吉田先生が自身の研究においてさらに飛躍されたと感じると同時に、この分野のリーダーの一人として活躍されるものと感じました。大学での原理原則に立脚した研究開発や人材育成は産学連携での将来にわたっての発展という視点において必須のものだと思います。このような視点も含めて吉田先生の更なる発展を祈念いたします。



アラカルト

若手研究者・技術者へのメッセージ-17

構造材料研究の半世紀

A Study on Structural Materials during this Half Century

友田 陽

Yo Tomota

茨城大学 大学院理工学研究科
特任教授



1 はじめに

編集委員会から「若手研究者・技術者へのメッセージ」の投稿依頼があった。過去を気にせず無節操に前へ進むのみだったので適切な内容を思いつかず躊躇した。筆者自身は先輩研究者の背中を見て学び歩んできたと思う。そこで、これまでの研究生生活の一端を紹介し、若手の方々に何か元気の色を見つけてもらえれば幸いと考えて拙文を綴ることにした。

2 鉄鋼研究事始め

学生運動で大学が揺れていた工学部4年のときに、学生間の話合で研究室配属が決まった。京都大学工学部・田村今男先生の研究室で特別研究(卒研)として鋼(はがね)の実験を始めさせてもらったのが幸運の始まりであった。実験の手ほどきをして下さったのは当時助手であった牧正志先生と山岡幸男先生で、助教授の時実正治先生には進路ははじめ色々な相談に乗っていただいた。チームワークの良い研究室で好き勝手に思いつきの実験をさせてもらった。研究題目は「Fe-Cr-Ni合金におけるマルテンサイト変態誘起塑性(TRIP)」であり、試験温度を変えて引張試験を行うとMs点とMd点の間で大きな伸びが現れた。ひずみ速度を大きくすると伸びは小さくなった。TRIPによる延性増加は、変形中に生成する硬いマルテンサイトが応力を担い(相応力)、加工硬化を増大させネッキングを抑制するためであり、変態ひずみの寄与は小さい。ひずみ速度が増加すると試験片の温度が上昇し、変態の進行が鈍るため加工硬化の増加が少なく伸びが低下すると考えた。そこで、試験片に熱電対を付けて変形中の温度上昇を確認した後に、引張試験の途中から温度を下げることを試みた。ネッキングが生じて外力が低下しかかった頃から試験片を冷却すると、再び均一変形に戻り大きな伸びが得られることがわかった。図1に実験結果の例を示す。また、冷

間圧延後に焼鈍する方法で結晶粒径を約 $5\mu\text{m}$ にすると、変形初期にリュウダース変形が生じ、帯の内部にはマルテンサイトが生成した(結晶粒微細化によるリュウダース変形の発現は最近のバルクナノメタルの話題であり、普遍的な理解が望まれている)。わずか1年足らずの経験で「鋼の研究は実に面白い!」と思った。数理工学科の友人から、「学部生が新しい知見を出せるとは、何ともうらやましい分野だ。我々の分野では基礎を勉強しながら感想文を書ける程度で、新しいことに挑戦するのはずっと先になりそうだ」と言われ、「頭が悪くても研究者として何とかやれる分野かもしれない」と思った。TRIP現象の研究や利用は今でも進められており、マイクロメカニクスを用いて変形挙動が予測され、変形中その場中性子回折により変態および変形機構が解明されつつある。修士課程では鉄合金のTRIP現象に加えて延性2相合金の強度・変形に取り組んだ。今、考えると田村研究室には魅力的

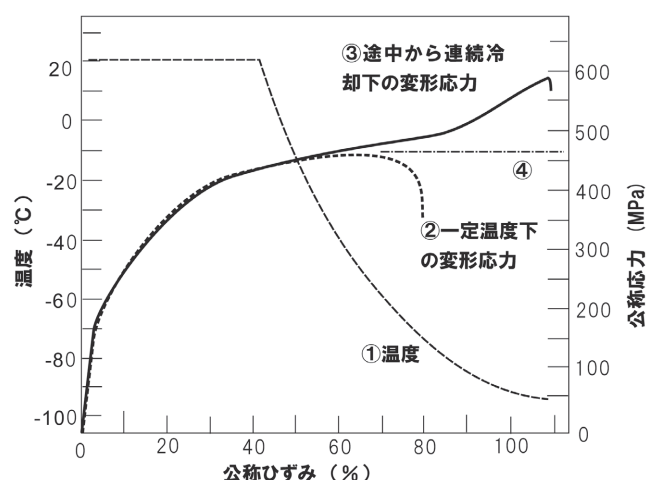


図1 18.9Cr-11.5Ni準安定オーステナイト鋼の公称応力-ひずみ曲線¹⁾: 変形途中から①のように試験片を連続冷却すると③の曲線が得られ、一定温度の場合②より伸びが大きくなった。さらに大きな伸びを得るためには、①は冷却しすぎて、変形応力が一点鎖線の④となるように冷却するのが良いと予想される。

なテーマが多く用意されていて、研究を楽しんでいる人が多かったように思う。修士課程を終え、数学等の基礎力が弱くても「ひらめき」を生かして自由に研究がやれそうな地方大学を就職先として選んだ。自分の研究は存分に楽しめたが、「学部4年生が嬉々として自主的に卒業研究に取り組む研究室にしたい」という夢の実現は残念ながら不十分のままに終わった。

3 材料工学と機械工学

茨城大学工学部に助手として着任した研究室が金属工学科ではなく機械工学科であったのは幸運であった。応用力学講座の黒木剛司郎教授、松島仁助教授、田名部菊次郎技官に機械工学の基礎から教わりながら材料力学演習や機械設計製図等を担当した。学びながらすぐに「学生に教える」のは冷汗と失敗の連続であったが、材料力学や機械設計に馴染むことができ、構造材料を研究する上で視野が広がった。「使われてこそ材料」と言われるが、使い方を良く知らなければ創造すべき材料をイメージできない。

研究では、複合組織鋼の変形応力に関してひずみ分配比を使って応力一定とひずみ一定モデルの中間を説明する曖昧な発表をしていたら、東工大の森勉先生が「もっときちんとやりなさい」と延性2相合金の弾塑性変形に関するマイクロメカニクスモデルによる計算法を教えて下さった²⁾。関連実験を行い、その結果を用いて教わった方法で3次元計算をすると加工硬化の考え方がすっきりしてきた。そこでの基礎となるEshelby介在物理論で学んだ「平均内部応力」は、後に中性子回折による測定を始める動機となった。必要にかられて弾性論や塑性力学の教科書を勉強し、当時黎明期にあった有限要素法弾塑性解析を試みて機械学会論文集に投稿する等、機械工学に慣れ始めた頃に金属工学科の助教授に採用していただいた。材料工学中心の研究に戻ったわけであるが、9年間の機械工学科の経験により「機械設計者は材料をもっと勉強すべきであり、材料開発者は設計を勉強すべきである」と実感したことは後々まで役立った。

4 世界で通じる研究・教育へ

地方大学は実験設備が貧弱で研究費が少なく、しかも当時は頻繁に学外に出かけると先輩教官からそれとなく注意を受ける雰囲気があった（今では、海外を含めて外部の最先端実験設備を活用すればどこにいても研究の質を高められると思う）。学生達と魅力ある研究テーマに取り組むのは容易でなかった。そんなときに、田村先生の紹介でカリフォルニア大学バークレイのMorris先生に呼んでいただいたのは

まさに再出発であった。これまで縁のなかった実験装置が使えたので大いに楽しませもらい、「実験ばかりしていないで机に座ってもっと考えろ」と注意された。英語力が弱くて当時Morrisグループ在籍の毛利哲雄さんや小川陸郎さん達には生活面でも助けてもらった。最近の若手の皆さんは語学に強く、国内の研究環境が良いので海外に魅力を感じられないかもしれないが、当時は「世界的な視野をもつ」ためにはきわめて有効であった。無理を言って出してもらった負い目もあって、帰国後しばらく海外と連携した研究を躊躇ったのは少し心残りである。教授になってからは研究室の大学院生諸君にできるだけ国際会議発表を体験してもらおうと努力した。また、留学生や外国人研究者を積極的に受け入れるようにした。

5 鉄鋼のエコマテリアル化

社会のニーズを捉えて自分の好奇心と組み合わせ研究課題を設定することが理学と異なる工学研究者の特長であろう。研究目的として「強く、ねばく、高機能に」のみでなく「環境調和・循環型持続性」を加えたのは、1991年に山本良一先生主導のエコマテリアル研究会への参加が契機であった。長井寿さんと前田正史さん達と「金属材料」グループを担当し、セラミックスやプラスチック専門の研究者達と工業材料の環境負荷、リサイクル、LCA、資源生産性等を議論した。金属資源は有限であり枯渇が懸念されるが、プラスチックは植物からも生産でき地球上の炭素循環に位置づけられると捉える考え方等、地球環境負荷評価を共通軸にしてこれまでに経験したことのない議論を交わした。異分野の研究者と共通座標で意見を交わしお互いの問題を理解し合うと大きな発展が得られることは、後述の中性子実験でも痛感したことである。特性の優れた材料が必ずしも好ましい材料ではない。当時、長井さん達と提案した単純組成鋼の組織制御による多目的利用は、今では元素戦略構造材料研究の中心課題になっていると思う。

6 中性子散乱回折の鉄鋼研究への活用

あるきっかけで中性子回折実験を始めたことが研究の幅を広げ深めるのにきわめて有効であった。1989年Risøの会議で博士課程を終えたばかりのT.Lorentzen博士が2相鋼の変形に関する発表³⁾に関心を持って、昼食時に中性子回折実験をやらないかと提案してきた。ビームタイムを確保してもらったものの、海外実験手続きの経験がなく出張費の用意等に手間取っているうちにRisø研究所の原子炉は廃炉になっ

てしまった。Lorentzen 博士の紹介で京大炉の小野正義先生が茨城大学に来られ、共同実験に誘われ中性子にまったくの素人が京大炉のある大阪府熊取町まで出かけて中性子回折プロジェクト研究を始めた（この時、京大・落合庄治郎先生、東工大・若島健司先生と茨城大の3チームが参加）。 α - γ 2 相ステンレス鋼やAl合金複合材料の残留相応力は表面層と内部で異なるので、X線回折では評価するのが困難であったが、透過能に優れた中性子ビームを用いるとバルク平均が測定でき、マイクロメカニクスによる計算の実証にうってつけであった。そのとき京大炉に滞在中であったチェコ核物理研究所のP.Lukas博士とP.Mikura博士と懇意になった。彼らは我々の研究に興味を示され、チェコの原子炉なら京大炉より中性子ビーム強度が強いので加熱冷却中あるいは引張変形中のその場測定ができ、プロファイル解析により転位密度の推定等もできるので実験に来ないかと誘ってくれた。次々にインパクトのある成果を発表できたので、同じ茨城県内にある原子力機構（原子炉中性子源）の皆川宣明博士、森井幸生博士と高エネ機構（加速器中性子源）の神山崇先生が興味を持たれ「何も遠くに出かけなくても、県内で十分実験できる」と支援して下さるようになり研究が発展した。さらに鉄鋼企業研究者の方々が関心を持たれ、我々の提案が最初の産発プロジェクト展開鉄鋼研究に採択された。大沼正人博士（NIMS／現・北大）、鈴木淳市博士（原子力機構／現・CROSS）と鉄鋼各社解析部門の優秀な研究者達が参画され、回折のみでなく、小角散乱、反射率、イメージング等、種々な中性子実験法の鉄鋼研究への活用を鋭意検討した。このすばらしい研究チームは、プロジェクト終了後は本協会C型研究会（大沼博士主査）、続いてI型研究会（大竹淑恵博士（理研）主査）に引き継がれ、鉄鋼研究の経験が無かった研究者達も合流している。

学部4年で出会ったTRIP現象は、今では強度・延性バランスに優れた複合組織を有する低合金鋼として実用化されている。超微細フェライト・オーステナイト鋼では、変形初期のリューダース変形中にマルテンサイト変態が誘起され、フェライト、オーステナイト、マルテンサイトの各構成相が負担する応力（弾性ひずみ）分配の変化をその場追跡できるようになった^{4,5)}。先日、I型研究会で久しぶりに京大原子炉のチェレンコフ光を眺めさせてもらい、この20年間で中性子ビーム実験が大きな進歩を遂げたことを実感した。以前に京大炉で丸1日かけて測定した回折プロファイルは、現在では大強度陽子加速器施設・物質生命研究施設（J-PARC/MLF）において1秒以下で得ることができる。さらに工学回折装置「匠」では低温～高温引張・圧縮変形、熱膨張やアコースティックエミッション測定が可能であり、疲労試験機や加工熱処理シミュレータ等の導入も進められている。時代の要

求に応えるために最先端の実験・計算手法を活用すれば、鋼の研究課題はいつまでも挑戦しがいがある。一方、大型実験施設のビームタイムは利用が限られ、長時間の占有実験や萌芽の実験は進めにくい。最近、理研で小型加速器による中性子イメージング実験が始まり、北大の加速器や京大炉では独創的な測定方法の研究開発が進められている。ラボX線装置と放射光実験施設の関係のように各地で小型中性子源が使えるようになれば裾野が広がり、さらに多くの人により有効に大型実験施設を利用するようになると思われる。中性子科学の専門家の間で以前は「今さら鉄鋼の研究をする必要があるのか？」という雰囲気があったが、一緒に実験し、お互いの課題を議論していると「鉄鋼はおもしろい。中性子実験との相性が抜群に良い」と認識を変える人が多いようである。中性子のみでなく種々な量子ビーム実験法は今後大きな発展が見込まれ、その最先端の手法が若手研究者によって鉄鋼研究に活用されることを期待する。

2 おわりに

筆者は2013年3月に退職した。最近、昔の懐かしい試料を取り出して学生に指導してもらいながらEBSD測定を自分の手でやってみた。以前には存在しなかった実験法や解析手法を使えば、当時の研究課題は今も新鮮に思われ、頓挫した真相解明が進むかもしれないと思っている。学部時代から44年経過したところであるが、まだ数年は前進できそうに思い標題を「半世紀」とさせてもらった。

本稿を書き終えてやっぱり断るべきだったかと思わざるを得ず、最後までお読み下さった方には感謝します。

参考文献

- 1) 友田陽：特別研究報告書，京都大学，(1970)
- 2) Y.Tomota, K.Kurok, T.Mori and I.Tamura：Mater. Sci. Eng. A., 24 (1976), 85.
- 3) I.Tamura, Y.Tomota, K.Kuroda and J.Horie：Proc. of Risø Int. Sympo. on Metallurgy and Materials Science, Roskilde, Denmark, (1989), 571；Y.Tomota, K.Kuroda and I.Tamura：ibid, 577.
- 4) K.Asoo, Y.Tomota, S.Harjo and Y.Okitsu：ISIJ Int., 51 (2011), 145.
- 5) 友田陽，ステファヌス・ハルヨ：塑性と加工 (2013), 10月号掲載予定 (解説)

(2013年8月7日受付)



アラカルト

活躍する女性研究者・技術者-17

出あいにも恵まれて

A Wonderful Encounter

竹田貴代子

Kiyoko Takeda

新日鐵住金（株）技術開発本部
鉄鋼研究所 鋼管研究部
主幹研究員

1 はじめに

初めまして。新日鐵住金株式会社の竹田です。原子力用鋼管の腐食に関する研究開発に携わっています。この度、女性研究者ということで本誌に執筆の機会を頂きました。社会人になってから21年が経ちましたが、その間の仕事や人との出あいについて綴ってみたいと思います。

2 腐食との出会い

金属との出会いは大阪大学金属材料工学科への入学でした。研究室は格子欠陥物理講座で、修士では超高圧電子顕微鏡を用いたナノクラスターの実験をし、クラスター化により原子の拡散速度が固体より速くなる臨界サイズの探索を行っていました。そこで、金属物性の不思議さに惹かれ、材料研究に携わりたいとの思いが叶い、住友金属工業株式会社に入社することになりました。配属先は研究開発本部鋼管鋼材研究部であったところまでは良かったのですが... 防食研究室という予想だにしない展開で、漫画で言うところの顔にザーッとタテ線が入ったような心境でした。これが腐食研究との出会いとなったのですが、実は学生時代に腐食の授業は受けていなかったのです。若者らしい(?) 新しい材料を学びたいという志向で、赤茶けた錆が思い浮かぶ腐食には興味がなかったのが正直なところでした。配属を聞いて後悔しましたが後の祭り。配属先の先輩方の口からは「アノード反応が」とか「溶存酸素濃度が」とか馴染みのない(聞いたことのない)言葉がポンポン飛び出し、大海原に小船で出たが如く「私やっっていけるんやろか」という不安に駆られたというのが社会人第一歩の気持ちでした。

さらに初めて出合ったテーマが「原子炉燃料被覆管用ジルコニウム合金の一樣腐食性の改善」なるものでした。ジルコニウム合金に馴染みがないだけでなく、原子力と聞くと、原

爆やチェルノブイリ原発事故の新聞記事やニュース番組から得るマイナスのイメージしかなく、第二の「私やっっていけるんやろか」でした。

3 人との出会い

これらの悩みを解決できたのは、良き上司や同僚に出会えたからです。入社当時は男女雇用機会均等法が施行されて間もない頃でしたし、鉄鋼業という男性的な職場に現れた女性社員の扱いに、男性の方々は戸惑っておられたと思います。しかし、鋼管研では2年先輩の女性研究者がとても優秀な方で、「女でも大丈夫」という信頼の地盤を築いてくださっていたことにずいぶんと助けられ、違和感なく溶け込むことができました。

研究生活はというと、出来が悪かったせいか、上司の方々には結構厳しく指導を受けたように思います(みなさん「僕は優しかった」と仰いますが)。実験方案を作成して相談に行くと、全体的な考え方や詳細条件についてブレンストーミングが始まります。「でけへんて思う前にできる方法を考えてみいや。でけへんと言うのはいつでも誰でもできるんや。」「試験に時間が掛かるんやから、結果が出てから次を考えたら遅い。いくつかのルートを考えて並行して進めな。」等々、数々のアドバイスを受け、言われることは尤もながら、目の前の「腐食」という新しい分野と戦うことに精一杯で、もう大海原でアップアップしていたことをよく覚えています。でもそれらアドバイスは、今となれば研究開発に取り組む礎になっています。また、報告資料を書くと、真っ赤な原稿が何度も返ってくるし(私の書いた文章は跡形もないことは度々で)、何度も追加データを取るように言われるし、うんざりしていた私がいました。ただ、それから何年も経って、学位論文を書く際、何故その追加データが必要だったのかということや、それらのデータがあるからこそ内容が充実しているこ

とに気がつき、「目から鱗が落ちる」を言葉通りに感じたことを鮮明に覚えています。その後、後輩の資料を見る機会もありますが、資料を良いものにするという大変労力のかかることに、お忙しいにもかかわらず根気強く面倒を見てくださった上司の方々に頭が下がり、深く感謝するようになりました。

実験の面では研究部の垣根を越えて多くの研究補助の方々に、教えて助けて頂きました。原子力環境を模擬した高温高圧環境（360℃、20MPa）のオートクレーブで腐食試験をしますが、私の力でボルトを締めた程度では圧力が高くなってくると漏れることがあるし、試験後は焼き付いたボルトを緩めることができません。研究補助者の方がボルト締め最後の緩めの最初は手伝ってくれましたが、その前後の作業や装置のメンテナンスは自分でやり、故障に出合う度に教えて貰いながら機械の仕組みを覚えてきたような気がします。また、電気化学測定のために、珍妙な出来上がりのガラス細工もしました。皆さんに言われたことは、必ず自分の手でやって装置の原理を理解して、その実験が物理的に難しいのか、技術的に難しいのか、どのくらい労力を要するのか、よく分かっておくことでした。「自分の身体で覚えるほど安全感度も上がるからな」「分かっとったら、変な試験方案を作って研究補助者に迷惑かけることないやろ」と。

4 材料との出会い

研究対象はジルコニウム合金、オーステナイト系ステンレス鋼、ニッケル基合金、半導体製造装置用、自動車用など、いろいろな材料や環境の腐食に関わりましたが、一番長く付き合っているのは原子力用鋼管です。原子力に関しては様々な見方があり、1つに結論付けることは難しい課題であると考えています。原子力用鋼管に携わるようになり、いろいろなことを学びました。コンセントをさせば電気が流れる、蛇口を捻ったら水が出るという安定したインフラはとても大事であること。一方、福島第一原子力発電所での事故、使用済核

燃料の再処理などの問題にも目をつぶっては過ごせないこと。ただ、今の私にできることは、より信頼性が高く、より安心して使って頂ける材料を開発することであり、これは原子力のみならず、全ての分野に対して材料メーカーの使命だと考えています。原子力鋼管には耐食性に優れた材料が使われ、全面腐食から応力腐食割れへと研究課題は広がっています。材料と環境に加え、力学に関する知識も必要となり、日々勉強の毎日です。学生時代の勉強不足が身にしみる毎日ですが、必要性に迫られて学んでいくと、いろいろなことが有機的に関わっていることに気付くようになりました。金属学が奥深く、学んでも学んでも知らないことがたくさんあり興味は尽かず、材料メーカーでの研究という職を選んで良かったと思っています。

5 おわりに

今思えば、素晴らしい上司や同僚、そして環境に恵まれ、暖かく伸び伸びと育てて頂いたことに感謝しています。また、入社当時は腐食の知識のないことが不安でしたが、学生時代の数年間は取り戻せますし、むしろ入社してじっくりと学ぶことのなかった物理解析技術を学生時代に自ら実験して知り得ていたことはプラスαになりました。これからも、無限の可能性に向かって前向きに取り組んでいきたいと思っています。

追伸

女性研究者...ということでしたが、あまり（殆ど？）それらしき内容にならず失礼しました。家庭と仕事の両立とか、子育てとか書ければ良かったのですがネタがなく…次の機会（あるかどうか分かりませんが）までにネタをつくるようにしておきます！ ご安全に！

（2013年7月16日受付）



写真 鋼管研の鋼管防食グループのメンバーと（筆者は前列向かって左から3人目）

会員へのお知らせ目次

行事等予定	590頁
総合	
第22回奨学賞の推薦校募集要項	593頁
イベント情報	
第65回白石記念講座「品質保証・品質管理の保証と今後の展望」開催のご案内	593頁
第215・216回西山記念技術講座「省資源型金属材料開発の基礎・応用と今後の展望」開催のお知らせ	595頁
鉄鋼工学セミナー「専科」平成25年度受講のご案内	596頁
創形創質工学部会 第39回トライボロジーフォーラム研究会開催案内	
テーマ：「熱間プレス・鍛造におけるスケールとトライボロジー」	597頁
平成25年度 レアメタル研究会のご案内	597頁
支部	
九州支部 平成25年度秋季講演会開催のお知らせ	598頁
報告事項	
技術部会トピックス	598頁
平成25年度一般社団法人日本鉄鋼協会第1回理事会報告	599頁
事務局人事異動	599頁
人材募集案内	599頁
次号目次案内	600頁
会員欄（入会者・死亡退会者一覧）	601頁
海外鉄鋼関連最新論文	602頁

行事等予定

太字は本会主催の行事。国際会議で○は協会にてサーキュラー等入手できます。

開催期日	行事（開催地／詳細掲載号および頁）	主催者	問合せ・連絡先
2013年10月			
2～4日	International Conference on Smart Carbon Saving and Recycling for Ironmaking (ICSRI) (神奈川 5号279頁)	日本鉄鋼協会	東京工業大学 加藤之貴 yukitaka@mr.titech.ac.jp
3,4日	講習会「もう一度学ぶ機械材料学」-機械・製造技術者のための基礎講座- (東京)	日本機械学会	Tel. 03-5360-3502 ishizawa@jsme.or.jp http://www.jsme.or.jp/mpd/mp2013/20131003zairyu.pdf
3,4日	標準化と品質管理全国大会2013 (東京)	日本規格協会	標準化と品質管理全国大会事務局 Tel. 03-3583-8086 sqtaikai@jsa.or.jp http://www.jsa.or.jp/info_detail/zenkoku2013.asp
8日	関西支部 平成25年度材料セミナーテーマ1「技術者のための鉄鋼材料入門」(大阪 8号498頁)	日本鉄鋼協会 関西支部	関西支部 材料セミナー係 n-kansai@ostec.or.jp
9～11日	第3回次世代ものづくり基盤技術産業展-TECH Biz EXPO 2013- (愛知)	名古屋親睦会	事務局 加藤正臣 Tel. 052-735-4831
9～11日	粉体工業展大阪2013 (大阪)	日本粉体工業 技術協会	シー・エヌ・ティ Tel. 03-5297-8855 http://www.powtex.com/osaka/
15日	早稲田大学各務記念材料技術研究所オープンセミナー (東京)	早稲田大学 各務記念材料 技術研究所	オープンセミナー係 反田ゆかり Tel. 03-3203-4782 y.sorita@kurenai.waseda.jp http://www.waseda.jp/zaiken/index.html
16,17日	第41回日本ガスタービン学会定期講演会 (沖縄)	日本ガスター ビン学会	事務局 Tel. 03-3365-0095 gtsj-office@gtsj.org http://www.gtsj.org/html_calender/teiki41_kouenbosyu.html
17日	第178回腐食防食シンポジウム (東京)	腐食防食学会	Tel. 03-3815-1161 ysm.hng-113-0033@jcorr.or.jp http://www.jcorr.or.jp/
17日	第52回塑性加工技術フォーラム (長野)	日本塑性加工学会	Tel. 03-3435-8301 jstp@jstp.or.jp
17日	関東地区 平成26年「鉄鋼技能功績賞」受賞候補者の推薦募集締切 (8号490頁)	日本鉄鋼協会	総務グループ Tel. 03-3669-5931
17,18日	材料の組織と特性部会 「水素脆化研究の基盤構築」研究会 最終報告会「水素脆化研究の基盤構築」(東京 9号538頁)	日本鉄鋼協会	上智大学 高井健一Tel&Fax. 03-3238-3757 takai@me.sophia.ac.jp
17,18日	日本分析化学会・日本鉄鋼協会 評価・分析・解析部会・日本セラミックス協会共催 分析信頼性実務者レベル講習会 第12回セラミックス原料・鉱石類分析技術セミナー (東京 8号495頁 申込締切 9月13日)	日本分析化学会	日本分析化学会セラミックス原料・鉱石類 分析技術セミナー係 Tel. 03-3490-3351 E-mail. koms@jsac.or.jp
18日	平成25年度秋季講演会 (長崎 本号598頁)	日本鋼構造協 会九州支部	長崎大学 近藤慎一郎 095-819-2635 kondou@nagasaki-u.ac.jp
22,23日	第36回鉄構塗装技術討論会 (東京)	日本鋼構造協 会	日本鋼構造協会「第36回鉄構塗装技術討論会」係 Tel. 03-5919-1535 h.sugitani@jssc.or.jp

開催期日	行事（開催地／詳細掲載号および頁）	主催者	問合せ・連絡先
23～25日	【第44回】2013計装制御技術会議（東京）	日本能率協会	Tel. 03-3434-1410 tech-con@jma.or.jp
23～26日	トライボロジー会議2013秋 福岡（福岡）	日本トライボロジー学会	事務局 Tel. 03-3434-1926 jast@tribology.jp http://www.tribology.jp
24～26日	第21回鉄鋼工学アドバンスセミナー（神奈川 6号323頁）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
25日	平成25年度工学教育連合会（東京 8号492頁）	日本工学教育協会	工学教育連合講演会事務局 Tel. 03-5442-1021 https://www.jsee.or.jp/
25日	関西支部 平成25年度材料セミナーテーマ2「材料技術者・研究者のためのEBSDによる局所方位解析技術の基礎と応用」（京都 8号498頁）	日本鉄鋼協会 関西支部	関西支部 材料セミナー係 n-kansai@ostec.or.jp
25日	中国四国支部 第116回金属物性研究会（鳥取 9号541頁 申込締切10月21日）	日本鉄鋼協会 中国四国支部	鳥取大学 音田哲彦 Tel. 0857-31-6786 toridai2012@mech.tottori-u.ac.jp
26日	鉄鋼を知らう！「最先端鉄鋼体験セミナー」（愛知 6号325頁 申込締切9月26日）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
28, 29日	日本学術振興会・合金状態図第172委員会・第7回状態図・統計力学セミナー（東京 8号497頁）	日本学術振興会・合金状態図第172委員会	東京工業大学 梶原正憲 Tel. 045-924-5635 kajihara@materia.titech.ac.jp
30～1日	第7回学生鉄鋼セミナー 材料コース（兵庫 6号326頁）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
30～1日	ものづくりNEXT↑2013（東京）	日本能率協会	ものづくりNEXT↑事務局 Tel. 03-3434-1988 mono@convention.jma.or.jp :http://www.jma.or.jp/next
30～1日	INCHEM TOKYO 2013（東京）	化学工学会、 日本能率協会	INCHEM TOKYO事務局 Tel. 03-3434-1988 inchem@convention.jma.or.jp :http://www.jma.or.jp/INCHEM
31日	「鉄と鋼」第100巻記念特集号第7号（分析）原稿募集締切（5号266頁）	日本鉄鋼協会	東北大学 井上亮 Tel&Fax. 022-217-5157 ryo@tagen.tohoku.ac.jp
31, 1日	第6回トライボロジー入門西日本講座（京都）	日本トライボロジー学会	事務局 井上滉 Tel. 03-3434-1926 jast@tribology.jp http://www.tribology.jp
31～2日	第49回熱測定討論会（千葉）	日本熱測定学会	Tel. 03-5821-7120 http://www.netsu.org/
2013年11月			
1日	東海支部 第23回学生による材料フォーラム（愛知 9号542頁 申込締切10月4日）	日本鉄鋼協会 東海支部	Tel&Fax. 052-789-5309 tokai@numse.nagoya-u.ac.jp
1日	第22回奨学賞の推薦校募集締切（本号593頁）	日本鉄鋼協会 日本金属学会	日本金属学会 奨学賞係 Tel. 022-223-3685 Fax. 022-223-6312 gaffair@jim.or.jp
1～3日	第64回塑性加工連合講演会（大阪）	日本塑性加工学会	事務局 井上聡美 Tel. 03-3435-8301 inoue@jstp.or.jp
3～6日	8thISEM'13-Sendai（宮城）	日本実験力学学会	東北大学 高橋弘 Tel. 022-795-7394 htaka@mail.kankyo.tohoku.ac.jp
6日	分科会シンポジウム 中性子・材料科学と新しい JMTR-材料科学の発展と社会への貢献（宮城）	日本金属学会	セナシブジウム係 Tel. 022-223-3685 meeting@jim.or.jp http://jim.or.jp/EVENTS/subcom/sub_ind
6日	平成25年度材料科学基礎講座「最先端電池の材料科学」（東京）	日本材料科学会	材料科学基礎講座係 Tel. 03-3262-9166 mssj@shokabo.co.jp http://www.mssj.gr.jp/kisokoza25.htm
6～8日	第43回結晶成長国内会議（NCCG-43）（長野）	日本結晶成長学会	事務局 安部 Tel. 03-5950-4741 jacc@words-smile.com http://www.jacc.jp/jacc/japanese/frame_main/18/nccg-43/index2013.html
8日	シンポジウム「溶接鋼構造物における脆性亀裂伝播アレスト研究の最前線」（第16回 溶接構造用鋼材に関する研究発表会）（東京）	日本溶接協会	業務部 田中 誠 Tel. 03-5823-6324 tanakam@jwes.or.jp http://www.jwes.or.jp/
8～10日	第21回機械材料・材料加工技術講演会（M&P2013）（東京）	日本機械学会	Tel. 042-677-2714 wakayama@tmu.ac.jp http://211/www.jsme.or.jp/conference/mpdconf13/
10～14日	Electron Microscopy & Multiscale Modeling 2013（京都）	Organizing Committee of EMM2013	Tel. 0852-32-6403 arakawa@riko.shimane-u.ac.jp http://tem-defect.jp/emmm2013/
13, 14日	第4回フラクトグラフィ講習会（大阪）	日本材料学会	船越英子 Tel. 075-761-5321 jimu@jsms.jp
14, 15日	鉄鋼工学セミナー「熱力学原理に基づく製鉄プロセスの解析と演習(Rist モデル) 専科」（東京 4号 209 頁 申込締切 10 月 15 日）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
14～16日	第54回高圧討論会（新潟）	日本高圧力学会	事務局 岩佐 笹部 Tel. 070-5658-7626 http://www.highpressure.jp/new/54forum/（予定）
15日	第137回 温度計測部会講演会（東京）	計測自動制御学会 計測部門	産業技術総合研究所、小倉秀樹 Tel. 029-861-4305 h.ogura@aist.go.jp
15, 16日	関西支部 平成25年度材料セミナーテーマ3「透過型電子顕微鏡(TEM)による解析技術の基礎と応用」（大阪 8号498頁）	日本鉄鋼協会 関西支部	関西支部 材料セミナー係 n-kansai@ostec.or.jp
18～20日	第26回国際超電導シンポジウム（ISS2013）（東京）	国際超電導産業 技術研究センター	普及啓発・国際部 岡 実奈子 Tel. 044-850-1612 oka@istec.or.jp http://www.istec.or.jp/ISS
20, 21日	第45回溶融塩化学討論会（神奈川）	電気化学会 溶融塩委員会	慶應義塾大学 片山 靖 Tel. 045-566-1561 http://msc.electrochem.jp/
20～22日	信頼性・破壊力学合同シンポジウム（熊本）	日本材料学会	船越英子 Tel. 075-761-5321 jimu@jsms.jp http://www.jsms.jp/index_4.html

開催期日	行事（開催地／詳細掲載号および頁）	主催者	問合せ・連絡先
20～22日	第34回熱物性シンポジウム（富山）	日本熱物性学会	富山大学工学部機械知能システム工学科 http://jstp2013.w3.kanazawa-u.ac.jp/3
21, 22日	FIRSTプログラムによる最新超伝導体と卓越材料に関する国際ワークショップ2013（東京）	東京工業大学	NS2 2013事務局 Tel. 045-924-5127 ns2-2013@lucid.msl.titech.ac.jp http://www.supera.titech.ac.jp/ns22013/index.html
25, 26日	第57回材料工学連合講演会（京都）	日本学術会議 材料工学委員会	日本材料学会 Tel. 075-761-5321 jimu@jsms.jp
25, 26日	SICEセミナー「制御系設計の基礎・実践」2013（東京）	計測自動制御学会 制御部門	計測自動制御学会事務局 Tel. 03-3814-4121 bmon@sice.or.jp http://www.sice-ctrl.jp/jp/wiki/wiki.cgi/c/semi?page=design2013
26～28日	2013年真空・表面科学合同講演会 第33回表面科学学術講演会・第54回真空に関する連合講演会（茨城）	日本表面科学会 日本真空学会	日本表面科学会事務局 上村恵美子 Tel. 03-3812-0266 taikail3@sss.j.org http://www.sssj.org, http://www.vacuum-jp.org/
28日	STAHL 2013 (Düsseldorf, Germany)	Stahl-Zentrum	www.stahl-online.de, www.stahl2013.de
29日	第65回白石記念講座「品質保証・品質管理の現状と今後の展望」（東京 6号322頁、本号593頁）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
29日	第58回レアメタル研究会（東京 本号597頁）	レアメタル研究会	東京大学 宮崎智子 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp
2013年12月			
2～6日	8th International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC2013) (Las Vegas, USA)	THERMEC2013 運営委員会	物質・材料研究機構 津崎兼彰 Tel. 029-859-2101 http://www.thermec.org/2013/
4日	第18回資源循環型ものづくりシンポジウム（IMS2013）（愛知）	第18回資源循環型 ものづくりシンポ ジウム実行委員会	実行委員会事務局 Tel. 052-736-5680 ims@nipc.or.jp http://www.nipc.city.nagoya.jp/sansien/symposium/pdf/ims2013.pdf
5, 6日	第51回高温強度シンポジウム（長崎）	日本材料学会	船越英子 Tel. 075-761-5321 jimu@jsms.jp
5, 6日	第21回新粉末冶金入門講座（京都）	粉体粉末冶金 協会	事務局 Tel. 075-721-3650 info@jspm.or.jp http://www.jspm.or.jp
5, 6日	第19回アコースティック・エミッション総合コンファレンス（大阪）	日本非破壊検 査協会	学術課 中村 Tel. 03-5821-5105 nakamura@jsndi.or.jp http://www.jsndi.jp/
9, 10日	鉄鋼工学セミナー「材質制御専科」（東京 7号426頁 申込締切11月8日）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
9～11日	第7回学生鉄鋼セミナー 製鉄・製鋼コース（千葉 6号326頁）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
11日	創形創質工学部会 第39回トライボロジーフォーラム研究会開催案内 テーマ：「熱間プレス・鍛造におけるスケールとトライボロジー」（大阪 本号597頁 申込締切11月29日）	日本鉄鋼協会	JFEスチール株 松原行宏 Tel. 043-262-2918 yu-matsubara@jfe-steel.co.jp
13日	第215回西山記念技術講座「省資源型金属材料開発の基礎・応用と今後の展望」（東京 8号493頁、本号595頁）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
16, 17日	第10回ノートパソコンで出来る原子レベルのシミュレーション入門講習会～分子動力学計算と電子状態計算～（大阪）	日本材料学会	船越英子 Tel. 075-761-5321 jimu@jsms.jp http://md.jsms.jp/MD_WS/
20日	第216回西山記念技術講座「省資源型金属材料開発の基礎・応用と今後の展望」（大阪 8号493頁、本号595頁）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
25日	次世代もの作り教室（愛知 9号542頁 申込締切10月18日）	日本鉄鋼協会 東海支部	名古屋工業大学 日原岳彦 Tel&Fax. 052-735-5298 hihara@nitech.ac.jp
26日	「鉄と鋼」第100巻記念特集号第9号（材料1）原稿募集締切（5号266頁）	日本鉄鋼協会	九州大学 土山聡宏 Tel&Fax. 092-802-2961 toshi@zaiko.kyushu-u.ac.jp
2014年1月			
10日	第59回レアメタル研究会（東京 本号597頁）	レアメタル研究会	東京大学 宮崎智子 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp
16, 17日	鉄鋼工学セミナー「スラグ処理専科」（東京 本号596頁 申込締切12月20日）	日本鉄鋼協会	育成グループ Tel. 03-3669-5933
25日	「ISIJ International」特集号「Recent Progress of Science and Technologies of Thermophysical Properties of Molten Iron Alloys, Slagsand Fluxes at High Temperatures（溶鋼、スラグ及びフラックスの高温熱物性に関する科学技術の最近進歩）」原稿募集締切（6号319頁）	日本鉄鋼協会	東北大学 福山博之 Tel. 022-217-5178 fukuyama@tagen.tohoku.ac.jp 高麗大学 李俊昊 Tel. +82-2-3290-3287 joonholee@korea.ac.kr
31日	「鉄と鋼」第100巻記念特集号第10号（材料2）原稿募集締切（5号266頁）	日本鉄鋼協会	九州大学 土山聡宏 Tel&Fax. 092-802-2961 toshi@zaiko.kyushu-u.ac.jp
2014年2月			
4～7日	第8回反応性プラズマ国際会議 / 第31回プラズマプロセッシング研究会（福岡）	応用物理学会	ICRP-8事務局 組織委員長 白谷 正治 http://plasma.ed.kyushu-u.ac.jp/~icrp-8/
2014年3月			
7日	第29回塗料・塗装研究発表会（東京）	日本塗装技術 協会	事務局 小山田 護 Tel. 03-6411-9236 tosou-jimukyoku@jcot.gr.jp http://jcot.gr.jp

開催期日	行事（開催地／詳細掲載号および頁）	主催者	問合せ・連絡先
20日	第60回レアメタル研究会（東京 本号597頁）	レアメタル研究会	東京大学 宮寄智子 tmiya@iis.u-tokyo.ac.jp
21～23日	第167回春季講演大会（東京）	日本鉄鋼協会	学術企画グループ Tel. 03-3669-5932
24日	「ISIJ International」特集号「Recent Progress of Cokemaking Technologies for Low-quality and Unused Carbon Resources（劣質・未利用炭素資源のコークス化技術に関する最近の進歩）」原稿募集締切（8号491頁）	日本鉄鋼協会	東北大学 青木秀之 Tel. 022-795-7250 aoki@tranpo.che.tohoku.ac.jp
31日	「鉄と鋼」第100巻記念特集号第12号（加工）原稿募集締切（5号266頁）	日本鉄鋼協会	東京大学 柳本潤 yan@iis.u-tokyo.ac.jp 大阪大学 宇都宮裕 uts@mat.eng.osaka-u.ac.jp
2014年4月			
23～26日	2014国際ウエルディングショー（東京）	日本溶接協会、 産報出版株式会社	産報出版株 事業部 保谷 Tel. 03-3258-6411 http://www.weldingshow.jp/
2015年6月			
15～19日	○ METEC InSteelCon and ESTAD 2015 (Düsseldorf, Germany)	Steel Institute VDEh	TEMA Technologie Marketing AG metec@tema.de http://www.metec-insteelcon2015.com
2014年8月			
24～28日	国際材料研究学会連合-アジア国際会議2014（福岡）	日本 MRS	事務局 室井 Tel. 045-263-8538 iumrs-ica2014@mrs-j.org http://www.iumrs-ica2014.org/

総 合

第22回奨学賞の推薦校募集要項

奨学賞はこれまで全国大学材料関係教室協議会参加大学の学部学生を対象にしておりましたが、第21回奨学賞から材料分野の発展の貢献が期待できる多くの優秀な学生を幅広く奨励するため、全国大学材料関係教室協議会参加大学以外の教育機関からも広く募集することにいたしました。下記要項によりご応募下さい。

奨学賞募集要項

1. 教育機関の募集：

- ・国内の材料系の学科又はコース等を有する大学および高等専門学校
(全国大学材料関係教室協議会の参加大学はこれまで通り、推薦校の資格が与えられるので、応募は不要です。)
- ・同一の教育機関（1校）の応募数は、関係する材料系の学科又はコース等に拘らず1件とします。
- ・応募による教育機関の推薦校資格は1年限りで、翌年は推薦校の対象外となりますので、新たにご応募下さい。

2. 教育機関における候補者の対象：

- ・大学は学士課程4年に在学する学生。
- ・高等専門学校は専攻科2年に在学する学生。

3. 推薦校の推薦者資格：

- ・教育機関の代表専攻長（代表学科主任）。同一教育機関の応募窓口は事前にご調整願います。

4. 手続き：所定の応募用紙（本会HPよりダウンロードできます）により必要事項を記入の上、ご応募下さい。

5. 応募締切：2013年11月1日（金）

申込み・問合せ先：（公社）日本金属学会 奨学賞係
〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32
TEL. 022-223-3685 FAX. 022-223-6312 E-mail: gaffair@jim.or.jp

イベント情報

第65回白石記念講座

「品質保証・品質管理の現状と今後の展望」開催のご案内

講座の視点

日本鉄鋼業の基盤として、鉄鋼製品の評価を支えてきた品質保証・品質管理は、1990年代半ば以降、「JIS-ISOの整合化」および「日本国内での企業活動におけるISO9001などのマネジメントシステム認証取得重視の流れ」に影響を受け、その仕組みは大きく変化してきた。本講座では、大きな変化をとげた現状の品質保証・品質管理について解説した上で、自動車の品質保証の事例と鉄鋼製品の品質管理の基礎技術である非破壊検査の進歩の観点をふまえて、今後も品質保証・品質管理が日本鉄鋼業の基盤であり続けるために進むべき方向について戦略的な視点から展望する。

編集後記

気象庁によると、広い範囲で猛暑となり、局地的な豪雨や極端な少雨になった今年の夏(6～8月)は、やはり「異常気象」だったようです。確かに、確におかしかったと思います。個人的には、経験したことが無いことを新たに経験することは楽しみに感じるのですが、今回以上の異常は勘弁して欲しいな、と心から願うところであります。

さて、今月号のTechno Scopeでは、MIMプロセスをはじめとした最近のニアネットシェイプ成形技術が取り上げられています。ごく最近では、精密鑄造に必要な型を使わず、3Dプリンター

を活用し、金属の粉末に電子ビームを照射し、金属部品を成形していく「3D金属粉末積層工法」という成形法があるとのこと。成形方法に驚くのはもちろんですが、その手法で成形した材料がどのような特性を示すのか、とても興味あるところです。今回のTechno Scopeならびに連携記事の内容は、個人的に関心があるところですので、読者の皆様と一緒に勉強させて頂きたいと思います。また、それをきっかけに、最先端の研究内容についても情報収集できればと思っております。

(Y.O.)

会報委員会 (五十音順)

委員長	森田 一樹 (東京大学)		
副委員長	山本 三幸 (新日鐵住金 (株))		
委員	遠藤 茂 (JFEスチール (株))	小野 嘉則 (物質・材料研究機構)	大野 宗一 (北海道大学)
	梶野 智史 (産業技術総合研究所)	神戸 雄一 (日本冶金工業 (株))	木村 好里 (東京工業大学)
	杉本 淳 (愛知製鋼 (株))	高谷 英明 (三菱重工業(株))	戸高 義一 (豊橋技術科学大学)
	丹羽 誠 (大同特殊鋼 (株))	早川 朋久 (東京工業大学)	藤本 延和 (日新製鋼(株))
	船川 義正 (JFEスチール (株))	前田 恭志 (株) 神戸製鋼所	森 善一 (新日鐵住金 (株))
	三木 貴博 (東北大学)	山本 憲志 (日野自動車 (株))	

ふえらむ/鉄と鋼 合本誌 定価 4,000円 (消費税等込・送料本会負担)

Bulletin of The Iron and Steel Institute of Japan / Tetsu-to-Hagane : Unit Price ¥4,000 (Free of seamail charge)

1996年5月10日第三種郵便物認可 2013年9月25日印刷納本、2013年10月1日発行 (毎月1回1日発行)

編集兼発行人 東京都中央区日本橋茅場町3-2-10 鉄鋼会館5階 (一社) 日本鉄鋼協会 専務理事 小島 彰

Tel : 03-3669-5933 Fax : 03-3669-5934(共通)

(会員の購読料は会費に含む)

印刷所 東京都文京区本駒込3-9-3 (株) トライ

©COPYRIGHT 2013 一般社団法人日本鉄鋼協会

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複写に関する権利を再委託している団体) と包括複写許諾契約を締結している場合にあっては、その必要はございません (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

TEL.03-3475-5618 FAX.03-3475-5619 E-mail : info@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、(一社)学術著作権協会に委託致していません。

直接、本会へお問い合わせください。

また、アメリカ合衆国において本書を複写したい場合は、次の団体に連絡して下さい。

©Copyright Clearance Center, Inc

222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923 USA

TEL.1-978-750-8400 FAX.1-978-646-8600

結晶構造作成ソフトウェア

Crystal Studio, Ver.13

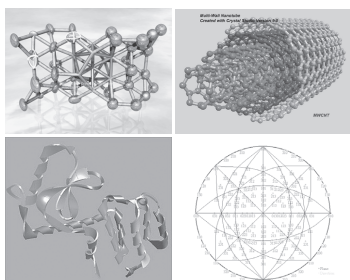
定価 Professional ¥241,500.-/¥199,500.-
Enterprise ¥262,500.-/¥220,500.-

(旧バージョンからのアップグレードについては要問い合わせ)

230の標準空間群情報、原子価、結合半径、最新の電子錯乱幅を備えた元素データ情報、回折計算に使われるデバイワラー因子から成るデータベースを内在し、作成された結晶を写真品位の画像で表現し、アニメーションをAVIファイルに保存できます。非標準の空間群を作成し、データベースを530までの空間群に拡張できます。空位、格子間原子、転位、積層欠陥他の項目を持つDefectメニューが追加されています。

おもな機能

- 格子定数や空間群番号から結晶を作成
- CIF、PDB、mmCIF、ICSDファイルのインポート
- 原子間距離と角度をCSVファイルにエクスポート
- ラベリングの自在性
- X線回折パターン、ステレオ投影図、逆格子の作成
- 単層カーボン、窒化ホウ素などのナノチューブとナノコンも作成
- 結晶データベース
(Professionalには2000件
/Enterpriseには3000件)



システムプラットフォーム：
Windows98/Me/2000/Xp/Vista/7 (CrystalSoft Corp.製作)

化学プロセス用の物性データベース

DIPPR with DIADEM pro

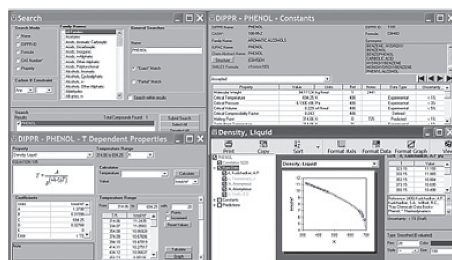
(Design Institute for Physical Property Data)

定価 ¥367,500.-/¥63,000.- (一般/教育)

2,030化合物についての49種類の熱物性値(実測値)、複数の推算式、原文献データと15種類の温度依存物性には推算式の係数などのデータベースです。AIChE推奨のインターフェイスソフトウェア(DIADEM)付きのスタンドアロンシステムです。

おもな機能 (DIADEM)

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



システムプラットフォーム：
Windows Xp/Vista/7 (AIChE DIPPR Project 801)

24,800件のセラミックス状態図データベース

ACerS-NIST

Phase Equilibria Diagrams, Version 3.4

定価 ¥168,000.- マルチユーザー ¥273,000.-

検索条件

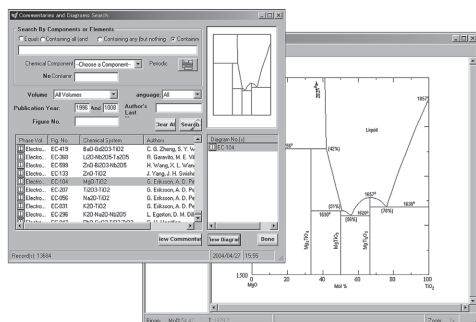
- 成分系、元素記号
- 著者、出典誌名、出版年
- 状態図番号

データ表示

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

データソース/新データ2,500件を追加

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



システムプラットフォーム: Windows95/98/Me/NT4.0/2000/XP/Vista/7

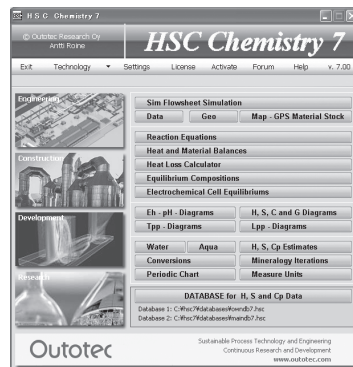
化学反応/平衡計算ソフトウェア

HSC Chemistry for Windows, Ver.7.0

定価 ¥315,000.-

約25,000種についてのエンタルピー(H)、エントロピー(S)、熱容量(Cp)のデータベースを基に化学反応の計算やGIBBSまたはSOLGASMIXのルーチンによる化学平衡を計算します。反応、熱平衡、分子量計算などの一般的なモジュールの他、エリンガム状態図、Eh-pH(プルベ)状態図、TppとLppの相安定性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 モジュールによ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、Excel上でのHSC計算が可能になるExcelAdd-In関数、プライベートデータベースを作成するための熱化学データからH、S、Cpを計算する変換機能などもあります。



システムプラットフォーム: Windows2000/XP/Vista/7
(Outokumpu Research Oy.製作)

株式会社

デジタルデータマネジメント

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

ELTRA
Analysers made in Germany

業界注目!!
この機能で低廉価格(500万～)発売中!!

炭素／硫黄分析装置 CS-800

システム概要



CS-800はJIS燃焼—赤外線吸収法に準拠した炭素/硫黄分析装置です。鋼、鋳鉄、銅、鉬石、セメント、セラミックスその他の材料中の炭素及び硫黄を高速同時定量します。CS-800は最大で4機の独立した赤外線セルを備えることができ、それぞれが分析用例に応じて最適な赤外線吸収長に設定されます。16ビットマイクロプロセッサにより誘導燃焼炉のパワー制御や赤外線セル検出器のゼロ及び感度調整を行います。

特 徴

- ソリッドステート赤外線セル 4 機搭載
- 燃焼炉の自動クリーニング機構
- 誘導炉出力制御
- 単独及び外部PC制御による運転
- 助燃剤なしでの最大20gまでのCu試料分析



固体発光分析装置 OBLF GmbH [GERMANY]

鉄・鋼・アルミニウム等の品質保証・工程管理分析(JSG 1253)等に最適!!

GS1000

500mmタイプの光学系を持つGS1000は、最大分析受光部数に制約がある場合は、放電スタンド、データ処理部、発光電源部等はQSN/QSG750と完全に共通です。目的が明確化されたルーチン分析に圧倒的な高精度と安全性およびコストパフォーマンスを誇ります。

DSI

Dynamic Systems Inc.

グリーブル試験機シリーズ



熱・機械プロセスの物理シミュレーションのための業界基準となります。

高速加熱と広範囲の機械能力により、溶接HAZシミュレーション、ゼロ強度、熱サイクル、熱処理研究、低力試験、高温引張り試験、さらには高速圧縮・引張り試験、多衝撃高温変形試験、溶融および凝固、そしてストリップ焼なましなどの試験に理想的です。



日本総代理店
ジャパンマシナリー株式会社
JAPAN MACHINERY COMPANY

第三営業部 〒144-0046 東京都大田区東六郷 2-19-6 (JMCビル)
TEL.03-3730-6061(代表) FAX.03-3730-3737
関西営業課 〒530-0002 大阪府大阪市北区曽根崎新地 1-3-16(京富ビル)
TEL.06-6342-1550 FAX.06-6342-1557