



## 躍動

若手研究者・技術者の取り組みと将来の夢

# これまでの振り返って

Looking Back, Stepping Forward

田中智仁

Tomohito Tanaka

新日鐵住金 (株)  
人事労政部

私は合併前の新日本製鐵株式会社に入社し、以来、同社および新日鐵住金株式会社の解析科学研究部にて材料の表面や界面が関与する問題の機構説明や品質改善への取り組みを行ってきた。材料・プロセス開発を支える立場として、開発部門や分析部門の方々と協力しながら、私自身はこれまで主に表面分析機器を用いた表面構造解析、元素分布解析を行ってきた。これまでの分析・解析の業務で戸惑ったことが幾つかあった。例えば、ユーザーフレンドリーな装置が増え、扱うテーマや分析機器が増えていき、良く分からないまま物事を進めている感覚があった。どこまでを自分で分析・解析し、どの部分を分析分社等に依頼するか、分析や解析技術の開発・構築をどのように行っていくか、分析後の提案をどうするか、などである。

分析関連で言えば、私の扱ってきたXPS, AES, EPMAといった表面分析機器で手軽に扱える装置が増えており、一方で、電子顕微鏡分野における収差補正技術の進展のような技術革新が表面分析機器分野では少なくなっていると感じる方が多いようである<sup>1)</sup>。このような中、どのようにして既存の知識や技術を理解し、新しい知見を得ていくのか、試行錯誤しているところである。最もこのようなことは分野を問わず多くの方々が経験してきたことなのかもしれない。本稿では上に述べた戸惑いに対して取り組んでみたことを振り返ってみたい。

## 1 モデル実験を通して基礎知見を得る

幸いにして、業務の応用課題から基礎的な部分を抜き出してモデル実験を行うチャンスがあり、分析や材料の基礎知識を学ぶことが出来た。ここでは成分を単純化した系について粒界偏析を調べた事例を紹介する。

インパー合金のような高濃度にNiを含有するFe基合金では casting 時に硫黄 (S) の粒界偏析によってオーステナイト

粒界割れが引き起こされることがあった<sup>2)</sup>。しかしながら、Sの粒界偏析はNiを含有しない鋼でも観察される現象であり、Ni含有鋼で特に粒界割れが多い理由は不明であった。そこで始めに、Sの粒界偏析量がNi添加によって増加されるのではないかと考え、検証した。Sの粒界偏析量は、800°Cに保持した後急冷したFe-Ni-S合金を、オージェ電子分光分析装置 (AES) 内で冷却破断することにより得た粒界破断面上をAES分析することで求めた。

図1にFe-Ni-S合金中におけるS粒界偏析量のNi濃度依存性を示す。図1の縦軸はSの粒界偏析量に対応するものである。Sの粒界偏析量がNi濃度が10%以上で急激に増加することが分かる。これは、800°CにおいてNi濃度が数%以上である場合、母相がオーステナイト相となるためである。Fe-S状態図によれば<sup>3)</sup>、800°Cにおけるオーステナイト相中のSの固溶限が、フェライト相中の固溶限よりも小さく（これが筆者には意外であった）、従ってオーステナイト相中の粒界偏析量が大きくなる。しかしながら、Sの粒界偏析量のNi濃度依存性は、フェライト、オーステナイト相の各領域内においては認められず、Ni添加によってSの粒界偏析量が増加する効

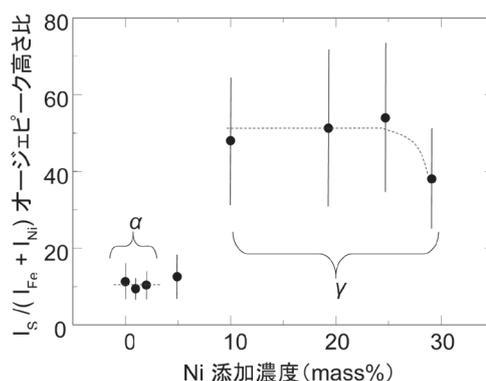


図1 800°Cから急冷したFe-Ni-20ppm S合金中におけるSの粒界偏析量に及ぼすNiの影響<sup>4)</sup>

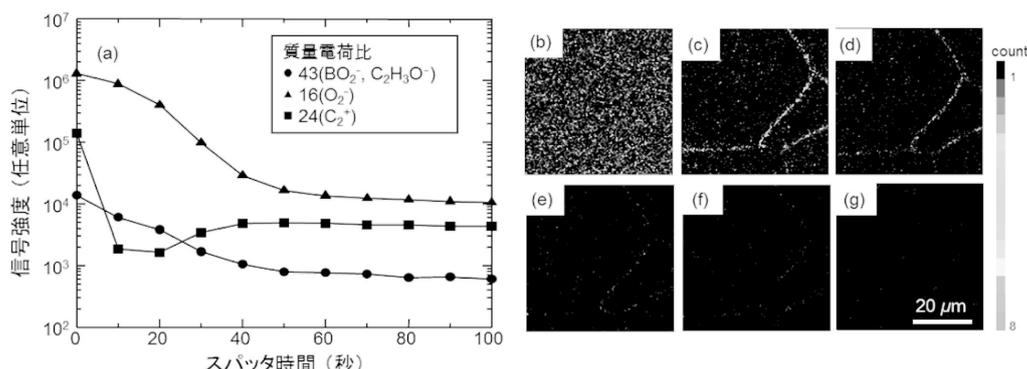


図2 (a) ボロン含有鋼における二次イオン信号量のスパッタ時間依存性、(b) - (e) 質量電荷比 43(BO<sub>2</sub><sup>-</sup>, C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sup>-</sup>) 二次イオンの強度分布、スパッタ時間 (b) 0 s, (c) 10 s, (d) 20 s, (e) 30s, (f) 40s, (g) 100 s

果は認められなかった。高温延性試験結果や第一原理計算の結果も加えたより詳細な脆化理由の考察については文献を参照されたい<sup>4)</sup>。

ここでは粒界偏析の基礎（偏析と固溶度との関係など）について学ぶことが出来た。このような実験事実は、多成分系で偏析に加えて析出も起きるような実際の材料では得がたい。振り返ってみれば教科書に書いてあるようなことではあったことも多いが、基礎実験から学んだことは今後も忘れないと思う。分析装置や手法に新規性が無くとも、アプローチを工夫することで新しい知見が得られることを学んだ。

## 2 分析技術の高度化を目指した取り組み

上述したSのように、鋼に存在する極微量の軽元素が粒界偏析や析出、表面酸化などの現象を通して局所的に濃化し、鋼の機械特性などに多大な影響を及ぼすことがある。数 10ppm レベルの軽元素を比較的短時間で分析する手法として、二次イオン質量分析法 (SIMS) に着目し、サブマイクロメートル程度の高空間分解能観察と高感度分析を両立する検討を行った。

私が本取り組みを行う前には、環境微粒子観察用として弊社に Ga 収束イオンビームを搭載した飛行時間型 SIMS が導入されていた<sup>5)</sup>。Ga 収束イオンビームは 10 nm 程度まで細束化できる一方で、一次イオンビームに良く使用されるセシウムや酸素イオンビームを用いた場合と比べて二次イオン収率が格段に劣化する問題があり<sup>6)</sup>、これを改善する必要があった。ここでは、軽元素としてボロン (B) 対象として実験した事例を紹介する<sup>7)</sup>。検討の結果、B の二次イオン信号強度は、試料表面上の酸素に影響されることが判明した。図2はBを含有する鉄鋼試料の表面上をスパッタしつつ、信号強度の変

化を観察した例である。スパッタしていくとBの二次イオン (BO<sub>2</sub><sup>-</sup>) 信号強度が減少する様子が分かる。これは自然酸化膜がスパッタされ、二次イオンを構成する酸素量が減少するためであると思われた。ちなみにスパッタする前は、自然酸化膜上に炭化水素系の汚染層が存在し、これの二次イオンがB由来の二次イオンと質量干渉するため、うまく分析できない。従って、分析に最適なスパッタ時間や表面酸素量が存在することになり、この最適範囲内で分析するとボロンの粒界偏析が観察可能になることが分かった。電子顕微鏡による粒界偏析観察に比べると空間分解能や定量性に劣るものの、迅速（観察時間は 10 分程度）かつ容易な試料調整法で分析できる。同様の工夫をすることで、水素同位体である重水素の粒界拡散や表面での分布について、サブマイクロメートルの空間分解能で観察することができた<sup>8)</sup>。

表面酸素量をより精度よく制御するため、低加速電圧の酸素イオンビーム照射実験も行った。また、この SIMS は国家プロジェクトを通して開発されたプロトタイプ機であったため<sup>5,9)</sup>、真空装置の中を開閉し、イオン銃の導入や配線の組換えなどを経験させてもらった（まだ分からないことも多いが）。プロジェクトにおける弊社側のリーダーであった方や同僚から教えて頂き、分析装置そのものがどういう仕組みでどのように信号を検出しているか、信号強度を上げるにはどうすればよいか、といったことを考え試すことが出来る機会に恵まれたことは貴重であった。

## 3 おわりに

最近では若手が増え、ベテラン社員が少なくなっていく人材構成になっていることから、分析・解析を含めた技術伝承が難しくなっているようにも感じる。日頃の業務の合間に基礎研究を行うことで、戸惑っていた部分が少しずつ解消され

てきたように思う。また、見えないものが見えるようにする分析の醍醐味も僅かではあるが感じることができ、自分の研究の原動力となっている。材料プロセスの改善、開発や製品アピールの鍵となるような結果を出していきたい。

#### 参考文献

- 1) H.Yoshikawa : J.Surf.Anal., 19 (2012), 24.
- 2) L.B.Mostefa, G.Saindrenan, M.P.Solignac and J.P.Colin : Acta Metall. Mater., 39 (1991), 3111.
- 3) H.Ohtani and T.Nishizawa : Trans.Iron Steel Inst.Jpn., 26 (1986) 657.
- 4) T.Tanaka and H.Sawada : ISIJ Int., 53 (2013), 1289.
- 5) 林俊一, 辻典宏, 西野宮卓, 久保田直義 : 新日鉄技報, 390 (2010), 35.
- 6) L.A.Giannuzzi and M.Utlaut : Surf.Interface Anal., 43 (2011), 475.
- 7) T.Tanaka, T.Fujishiro, G.Shigesato and S.Hayashi : Surf.Interface Anal., 46 (2014), 297.
- 8) T.Tanaka, K.Kawakami and S.Hayashi : J.Mater.Sci., 49 (2014), 3928.
- 9) T.Sakamoto, M.Koizumi, J.Kawasaki and J.Yamaguchi : Appl.Surf.Sci., 255 (2008) 1617.

(2015年8月28日受付)

## 先輩研究者・技術者からのエール

東北大学 多元物質科学研究所 教授

鈴木 茂

**若**手研究者の戸惑いとそれへの取り組みについて書かれている田中智仁氏の記事を、興味深く拝読させていただきました。最近の研究では、話題性のある成果を求められている一方で、研究倫理も求められています。そんな中で、この記事を読んで、冷静にデータを見たり基礎的なことを勉強したりして、着実に成果を出している様子を感じることができました。

各種分析手法では様々なデータが得られますが、各手法による分析信号が異なり、分析情報も異なってきます。たとえば、AES等による局所的な分析で得られるデータには統計的なばらつきがあり、それが測定によるものか試料によるものかなどが、しばしば議論されます。この記事を読むと、各データを冷静に捉え、物事の本質に迫ろうとする姿勢が伺うことができます。また、材料分析手法にはそれぞれに特徴があるため、一つの手法で簡単に物事が語れないことがあり、一つの手法にとらわれず多面的にデータを出すということも学んでいるようです。たとえば、SIMS分析の結果から定量的な結論を出すことは、一般に困難なのですが、二次元的、三次元的な分析データを良く見て、鉄鋼材料における不均一な元素分布を捉えようとしています。

鉄鋼材料の不均一な元素分布は、いわゆる微細組織とも密接に関係しています。微細組織を見るときにも、異なるスケールでの不均一性、多様性等も考えなければなりません。すなわち、元素の不均一分布を解釈するときには、組織形成に関わる熱力学的な挙動、その統計的ばらつき等も考慮しなければなりません。この記事には、田中氏が入社以来それらの関するバックグラウンドも着実に身につけてきたことを読み取ることができます。

次世代を担う若い研究者、技術者は、各自の人生において体験を生かすだけでなく、先人が蓄積してきた多くの知見も活用する必要があります。一方で世の中には、表面的な怪しいマスコミ情報が流れていることもあります。あるマスコミで、サイコロ状の「黄鉄鋼」という字幕が流れていました。正しくは、「黄鉄鉱」であると思われます。要するに、面白そうな分析データや派手そうなマスコミ情報の話題性にとらわれず、冷静に判断しながら真実を見抜くことが重要です。田中氏そして若い研究者、技術者の皆様にはそのような眼力をつけて、新しい材料分野の研究開発をリードしていただくことを期待したいと思います。

JFEスチール株式会社 スチール研究所 分析・物性研究部 部長

名越正泰

**鉄**鋼の組織や表面に着目した材料設計がマイクロ～ナノの世界に突入している現在、分析・解析技術は、材料の真の姿を微視的に明らかにする“目”としての役割が、益々重要になっている。田中氏が研究対象として取り組んでいる表面と界面は、鉄鋼材料における種々の反応や相変態などの現象、あるいは機能発現の起点として、その実態解明や現象理解が特に重要なものである。田中氏は、オージェ電子分光法等を用いたこれまでの研究業務を通じて解析技術と、対象とする物性の基本を学んできており、よい経験をつんでいると感じる。結晶粒界偏析に関する第一原理計算と分析の結果を総合した研究のアプローチは、解析分野のひとつの方向性を示すものであろう。このような取組みを発展させて材料開発をリードする成果につなげることを期待している。

私も長らく表面分析に係っており、他の方と同じくこの分野における革新的な技術進展が少ないことを寂しく思っている。3次元アトムプローブや、集束イオンビームと収差補正電子顕微鏡の組合せ等で、極表層や粒界が断面方向から観察および分析できるようになってきて、鉄鋼分野における表面分析の存在感は薄れがちである。「試行錯誤しているところである」とかかかれているよう

に、田中氏も表面分析に思い入れをお持ちと理解し、頼もしく感じた。手法にこだわらず本質解明に必要な技術を採用することは重要ではあるが、前記の思いも尊重していただくと嬉しく思う。例えば、会社、業界、所属を越えた若手研究者との交流やディスカッションにより、表面分析の新しい方向性が見えないだろうか。

表面分析装置だけでなく最先端の電子顕微鏡でさえ、装置があれば何らかの結果が出る時代である。他の研究者と違った結果を出すことで材料の本質にいち早く迫るためには、アイデアが勝負の分かれ目となる。二次イオン質量分析計における感度向上の試みは良い例だと思う。装置がブラックボックス化するなかで、このような試みを考え付くには解析技術の原理を理解することが欠かせない。田中氏が、この分野の研究者の技術伝承にも問題意識をお持ちいただいていることはすばらしい。2012年の日本金属学会関東支部の講習会「分析・解析法の多面的アプローチ」の講師としてご一緒させていただいたが、ご自信の経験をふまえて表面や粒界の解析技術を分かりやすく講演されていたのが印象的である。後進の指導も含めて、分析・解析分野を牽引する研究者として成長されることを期待している。