



超温度場材料創成学

「超温度場3DP」領域事務局

大阪大学 大学院工学研究科 マテリアル生産科学専攻
〒565-0871 大阪府吹田市山田丘2-1
E-mail s3dp@mat.eng.osaka-u.ac.jp



<https://www-mat.eng.osaka-u.ac.jp/super3dp/>



Creation of Materials by Super-Thermal Field

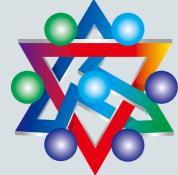
<https://www-mat.eng.osaka-u.ac.jp/super3dp/>



超温度場材料創成学

文部科学省科学研究費 拠助金学術変革領域研究(A) 令和3~7年

vol.4



Creation of Materials by Super-Thermal Field

ごあいさつ

本領域、「超温度場材料創成学：巨大ポテンシャル勾配による原子配列制御が拓くネオ3Dプリント」が、2021年10月に発足してから約2年が経ちました。この2年が瞬く間に過ぎたように感じる一方で、これまでに本領域にて行ってきた様々な取り組みを振り返って考えると、領域開始前の数年間にも匹敵するような、非常に充実した2年間であったと感じています。この2年間で、時間の経過を感じることは、「超温度場」という言葉が定着しつつあることです。領域の会議では勿論、領域参画者以外の方がいる会議でも「超温度場」が連呼され、国際会議でも“Super-Thermal Field”という言葉が使われるのを聴き感慨深く感じています。

本領域は、数ある金属3Dプリント(Additive Manufacturing)プロセスの中でも特に多い、粉末床溶融結合(PBF)プロセスにおいて発現していることが見出された非常に大きな温度勾配(10^7K/m 以上)での結晶成長とそれに纏わる物理現象とそれらを用いた新材料創成に資する学術を構築することを目的としています。「超温度場」の「超」が意味するところは、凝固・結晶の大家であるKurzの教科書 Fundamentals of Solidificationに掲載されている Solidification mapの温度勾配の範囲を超えることです。最近では拡大解釈され、凝固速度(固液界面移動速度=温度場の移動速度)が、同マップの凝固速度の範囲の上限である 0.1m/s を超えるという意味でも使われています。

これまでの2年間の本領域での取り組みを数えて見ると、領域が主催するイベントとして、領域のキックオフミーティング、産学・異分野連携シンポジウム2回、公

小泉 雄一郎

超温度場材料創成学 領域代表者
大阪大学大学院工学研究科・教授



開シンポジウム1回、総括班定期ミーティング30回、ディスカッションミーティング15回、公募研究キックオフミーティング1回、超温度場夏の学校3回(電子顕微鏡スクール1回、データ科学スクール1回、若手研究会1回)、年度末報告会2回(オンライン1回、対面(富山)1回)が挙げられます。さらに、本領域の参画者が中心的に行ったイベントとして、日本金属学会での公募シンポジウム2回、日本金属学会欧文誌 Materials Transactionsでの特集号発行1回などがあります。他の新学術領域及び学術変革領域との交流の場である物性科学領域横断研究会にも2回(オンライン、対面各1回)参加し、領域の取り組みを紹介しました。

そして、今年の11月15-17日には、領域発足直後から準備を進めてきた国際会議 “Creation of Materials by Super-Thermal Field”を開催いたしました(本文に報告します)。領域参画者はもちろん関連各位の皆様方の多大なる、ご尽力、ご支援、ご協力により、無事に成功裏に終えることができました。この場を借りて皆様に厚く御礼申し上げます。誠にありがとうございました。コロナ禍のために実施できていなかった若手研究者の海外派遣も国際会議で交流を深めた研究者をはじめの派遣先として開始します。

本ニュースレターでは、最近の領域の取り組みを紹介とともに、研究計画班で使用している実験装置を紹介します。

これから領域での研究と人材育成がさらに実り多いものとなることを願いつつ、来年4月からはじまる中間評価を一つの節目として本領域の目標達成に向け邁進することを、領域を代表して誓うとともに、皆様方からのご支援を賜ることを心より願っております。

高速度カメラによる プロセスモニタリング

奥川 将行

大阪大学大学院
工学研究・助教



ここで c_1, c_2 はそれぞれ第一放射定数、第二放射定数です。いま、波長 λ_0 を中心とした幅 $\Delta\lambda$ の波長域での一般物体からの放射エネルギーを M_0 とすると、ウィーンの近似式を適用して

$$M_0 = \int_{\lambda_0 - \frac{\Delta\lambda}{2}}^{\lambda_0 + \frac{\Delta\lambda}{2}} M_\lambda d\lambda = \frac{\beta_0 \tau_0 \varepsilon_0}{\lambda_0^5 e^{c_2/\lambda_0 T}} \quad (2)$$

となります。 β_0 は比例係数、 ε_0 および τ_0 は波長 λ_0 での放射率と測定点から物体までの空間透過率です。波長 λ_1, λ_2 の放射エネルギーを M_1, M_2 とすると2波長比 R は

$$R = \frac{M_1}{M_2} = \frac{\beta_1 \tau_1 \varepsilon_1 \lambda_2^5 e^{c_2/\lambda_2 T}}{\beta_2 \tau_2 \varepsilon_2 \lambda_1^5 e^{c_2/\lambda_1 T}} \quad (3)$$

となります。ここで、 $\Delta\lambda$ を比較的広い波長域の光 λ_1, λ_2 としても、 β_1, β_2 はほぼ等しいと近似できます。物体から測定システムまでのレンズやガラス、ガス等の介在物の透過率が波長に対してほとんど変化しない場合 $\tau_1 \approx \tau_2$ とできるので、式(3)は

$$\log R = c_3 + \frac{c_4}{T} \quad (4)$$

となります。ここで、 $c_3 = 5 \log \left(\frac{\lambda_2}{\lambda_1} \right)$ 、 $c_4 = c_2 \left(\frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1} \right)$ です。

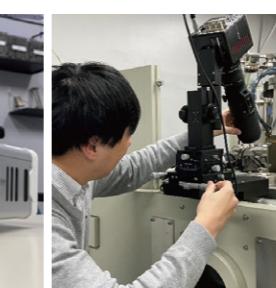
これより2波長の放射量の比から温度を求め、溶融領域の温度分布やサイズの推定を行うことができます。

このような高速度カメラによるインプロセスモニタリングを種々合金材料に対して行うことで、各種ビームと材料の相互作用と生成される超温度場との関係を解明するとともに、観察結果と整合させることで計算機シミュレーションの精度向上を図ります。その結果を金属AMプロセスの最適化予測に役立てるとともに、超温度場での材料の挙動の理解のための基礎となる新しい学術的知見として体系化することを目的として研究を進めています。

[1] Y.Koizumi,M.Okugawa,Digital Twin Science of Metal Powder Bed Fusion Additive Manufacturing:A Selective Review of Simulations for Integrated Computational Materials Engineering and Science, ISIJ Int.,62(2022),2183-2196.



図1 ハイスピードカメラの外観

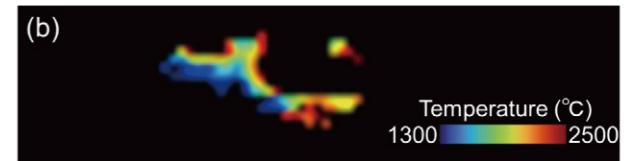
図2 観察位置とフォーカスを調整している様子
(電子ビーム走査の観察)

実際に高速度カメラによって撮影した溶融池近傍の様子を図3に示します。撮影速度は 10^5コマ/s 、つまり1秒間に10万フレームの速度で撮影しています。溶融領域からの激しい発光が高速度カメラを用いることで鮮明に撮影することができます。さらには、高速度カメラ像を二色温度法によって解析することで、温度分布を推定することも可能です。二色温度法は、赤と緑の二つの波長での輝度温度(放射強度)を計測し、両者の比をとることで温度を求める手法です。波長 λ の放射エネルギー M_λ を持つとき、温度 T は、式(1)に示すプランクの式から求められます。

$$M_\lambda = \frac{c_1}{\lambda^5 (e^{c_2/\lambda T} - 1)} \quad (1)$$



300 μm



Temperature (°C)
1300 2500

図3 (a)レーザービーム走査により溶融した金属の高速度カメラ像と
(b)二色温度法により評価した表面温度分布像
(測定レンジの上限以上下限以下の温度は黒で表示。)

コンビナトリアル実験装置の開発

全自动シリアルセクショニング3D光学顕微鏡と三面研磨装置

足立 吉隆

名古屋大学大学院
工学研究科・教授

実験データを効率よく取得するために実験装置の(全)自動化が求められています。通常行われている金属材料組織の二次元観察では複雑な組織形態(特に、連結性、曲率、分岐性)を把握するのは困難です。また、イメージベースの(結晶)塑性有限要素法解析は二次元組織画像に対して行われる場合が多いですが、そこでは平面ひずみ、平面応力状態を仮定して計算が行われ、実際の三次元組織の変形挙動とは一致しない場合が多いです。そこで、三次元組織に対する有限要素法解析が望まれます。

従来三次元組織観察には、同一箇所を研磨(エッ칭)→観察を繰り返して得られるシリアルセクショニング像をコンピュータ上で三次元再構成する手法があります。研磨は、機械研磨、イオン研磨といった方法があります。機械研磨は広い視野の三次元像取得に向いており、一方イオン研磨は走査型電子顕微鏡との組み合わせで高分解能での三次元組織観察に向いています。また、機械研磨エッ칭では組織の現出が困難なステンレス鋼やチタン合金の場合は、電解エッ칭を必要とする場合があります。これらを手動で行っていては、大変効率が悪く、全自動化装置の開発が望まれていました。

当研究室ではそのような要望に応えるべく、機械研磨、化学・電解エッ칭(選択可)、オートフォーカス付きの撮影が全自动で可能な全自动シリアルセクショニング3D光学顕微鏡“Genus_3D”(図1)[1]を開発し、現在、国内外の複数の機関で稼働中です。この装置の利用により、従来6か月程度を要していた100枚のシリアルセクショニング取得が1日程度で可能となりました。レーザー積層造形SUS316L鋼中のセル組織を観察した例を図2に示します。セル組織は筒状であることが分かりました。

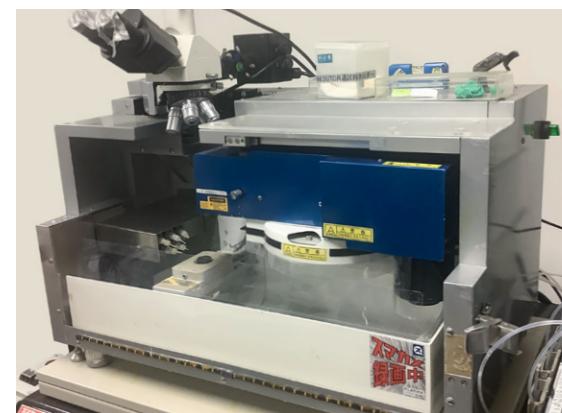


図1 Genus 3D

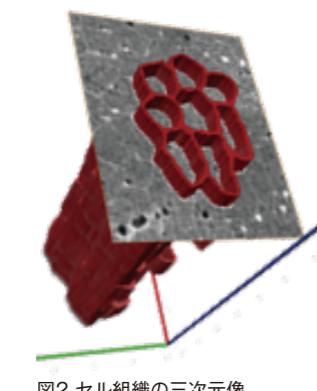
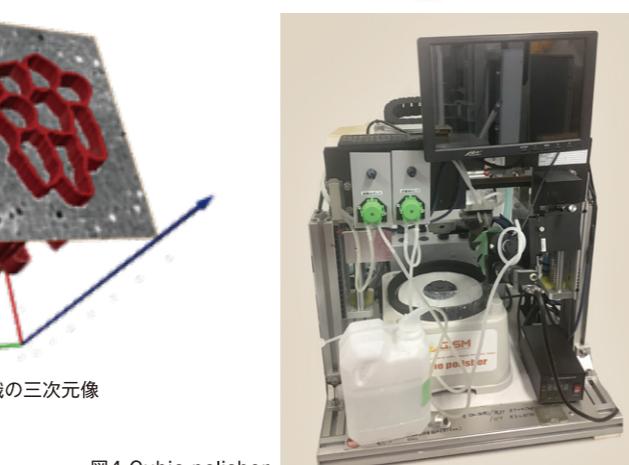


図2 セル組織の三次元像

図4 Cubic polisher



レーザー溶融・凝固その場観察装置

森下 浩平

九州大学大学院
工学研究科・准教授

当研究室では材料組織の三次元像取得をさらに効率化するために、生成系AIの一つである敵対的生成ネットワーク(GAN)の派生モデルであるSliceGANを適用して、等方性組織であれば1枚、異方性組織であれば3枚の二次元像から中身のあるバーチャル三次元像を取得することができることを示しました(図3:積層造形SUS316L鋼組織のバーチャル三次元組織像)[2]。この手法により数時間のモデルの訓練で、精度の高いバーチャル三次元組織像が得られるようになり、飛躍的に三次元組織取得の効率が高まりました。ここで、垂直な三面の研磨を効率的に行う装置“Cubic polisher”(図4)[2]の開発も並行して行いました。棒状の試料を120度ずつ回転して研磨を行います。以上紹介した“Genus_3D”と“Cubic polisher”—Slice-GAN手法の開発により、多種多様な材料組織の三次元可视化が可能となりました。

[1] Y.Adachi,et.al,1st Int.Conf.on 3D Materials Science 2012, 37-42.

[2] K.Sugiura et.al,Advanced Theory and Simulations,2022, 2200132.

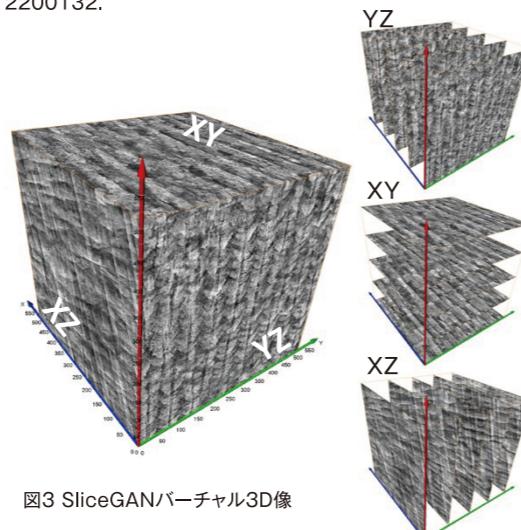
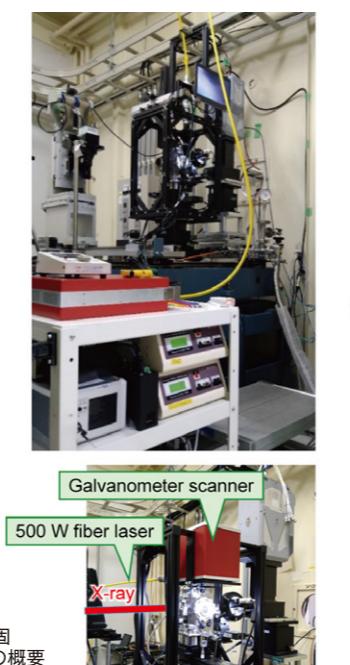


図3 SliceGANバーチャル3D像

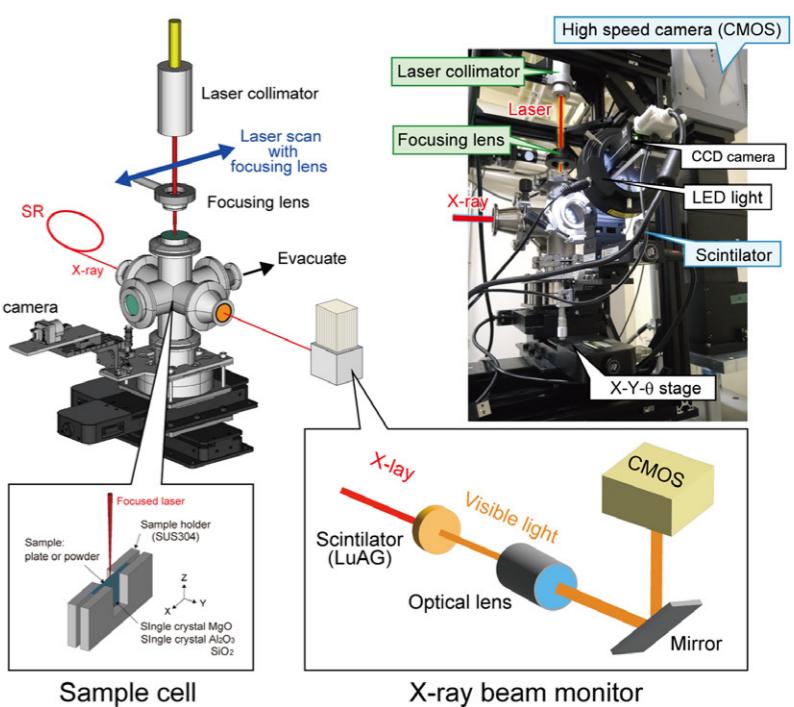
金属3Dプリントにて生じる局所的かつ極めて急速な溶解・結晶化過程、すなわち溶融池内の凝固速度やその変化、成長方向、マランゴニ流をはじめとした液相流動とそれによる溶質輸送といった現象を定量性のある観測・計測データとして獲得するために、本計画班では金属材料へのレーザー照射中に生じる現象を放射光X線イメージングを用いてその場観察します。そのためのシステムと自作の装置について説明します。

金属板や金属粉体にレーザーを照射して溶解させるため、減圧環境下やAr大気圧下での実験を可能にするべく、試料はチャンバーの中にセットする必要があります。また、試料はX線を透過させる必要があるため、100μmの厚さに調整したものを用います。その状態で液相を保持する必要があるため、試料の両側は単結晶のサファイアやマグネシアで挟み込み、これを試料セル(図中央下)とします。レーザーはチャンバーの上方から試料に照射されますが、真空雰囲気や不活性雰囲気を保つためにチャンバーは密閉されています。そこでチャンバー上部にはサファイア製の窓が設置されています。その場観察のためのX線はチャンバー内に侵入して試料を透過し、チャンバー外へと出していく必要がありますが、ここではX線の吸収を極力避けるために薄いポリイミド製の膜を用いてチャンバーを密閉します。また、100μmという薄い試料の上にレーザーを走査させるためには試料とレーザーの位置関係を厳密に調整する必要があります。そのためチャンバーはX、Yおよびθ軸ステージの上にセットされており、これをコバルトガラス製の窓越しにガイドレーザーの位置をCCDカメラで確認しながら実験ハッチの外から遠隔

図 レーザー溶融・凝固
その場観察装置の概要

操作によって調整します。発振器からケーブルで運ばれてきた1064nmのファイバーレーザーはコリメーターによってφ7mmのビームへと調整され、集光レンズを通してよりチャンバー内の焦点位置でφ80μm程度の径へと集光されます。集光レンズの高さも遠隔操作で変更できますので、試料に照射されるレーザー径を調整することもできます。コリメーターと集光レンズを一体で動かすことができるため、レーザー走査実験が可能となります。なお、現在ではガルバノメータースキャナーが導入され、PBF-LBと同程度の速さのレーザー走査も可能となっています(図左下)。

レーザー照射による急速溶解とそれに引き続く急速凝固の間もX線は試料を透過しており、固液の分率や元素分布に応じた電子密度の違いによって生じる吸収コントラストを含んだ透過X線をX線ビームモニターで記録することでその場観察が可能となります。ビームモニター(図右下)に入ってきた透過X線は、まずシンチレーターを通過する際に発光しますが、吸収コントラストによって発光強度が面内で異なります。吸収コントラスト像に対応した可視光は光学レンズを通して拡大され、ミラーで反射されることでCMOS型の検出器へと導かれます。我々が本研究でよく使う設定ですと、1画素あたりのサイズが1μmに相当し、1,024×1,024ピクセルのセンサーを用いますので、およそ1mm角の視野での観察が可能です。金属粉体のサイズが50μm未満、溶融池のサイズが100μm程度ですので、溶融池スケールでの観察が可能となります。ハイスピードカメラを用いることで、上記空間分解能の観察を20,000fps、すなわち50μsの時間間隔で記録することができます。



阪大電顕センターにおける 材料系TEM試料作製と観察

佐藤 和久

大阪大学
超高压電子顕微鏡センター准教授

大阪大学超高压電子顕微鏡センターの主力装置はもちろん超高压電子顕微鏡(2021年度ニュースレターVol.1で紹介)ですが、他にも連日フル稼働している装置群があります。今回はその中から、集束イオンビーム加工装置(ThermoFisher社製Scios2 DualBeam、図1a)、プラズマクリーナー(Gatan社製SolarusII、図1b)、収差補正走査透過電子顕微鏡(日本電子製JEM-ARM200F、図1c)を紹介します。

金属をはじめ無機固体材料の薄片化方法として、(1)粉碎法、(2)電解研磨、(3)Arイオンミリング、(4)集束イオンビーム(FIB)加工、が挙げられます。(1)は劈開性を有する鉱物や無機化合物に対して用いられ、非常に薄い視野領域が得られます。(2)は金属・合金試料の薄片化に用いられ、広い観察視野が得られるとともに、試料の変質が極めて少ないことが大きな特徴です。(3)は様々な材質に幅広く適用できる手法ですが、事前の機械研磨の仕上げには熟練を要します。工程の中で水、エタノール、アセトンなどを用いることから、本手法の適用が難しい場合もあります。(4)は様々な材質の微細加工に適用可能ですが、薄片化した試料の内部にGaイオンが少量残留する場合があることに注意が必要です。最近に至り、劈開しやすく手法(3)の適用が難しい層状化合物の断面試料作製にもFIB加工が有効であることが判明しました[1]。Scios2をはじめ最近の機種は高性能化が進み、以前と比べて格段に加工ダメージの少ない良質なTEM試料作製が可能となりました。さらに、デュアルビームであることから、SEM像を観察してピンポイントで狙った場所からの断面試料

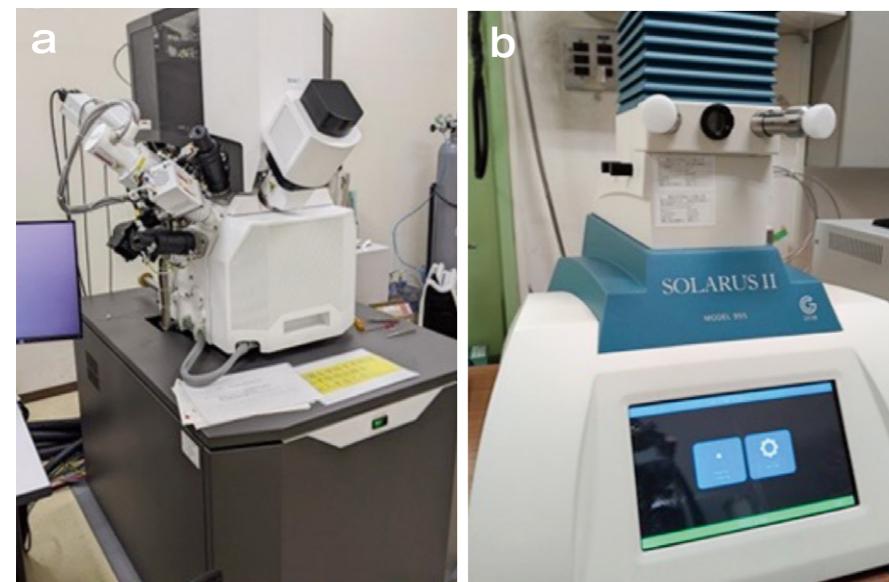


図1 (a) Scios2 DualBeam、(b) Solarus II、(c) JEM-ARM200F

超温度場スーパーチタンの クリープ強度を測る

戸田 佳明

物質・材料研究機構
マテリアル基盤研究センター主幹研究員

ならびに平面試料の作製が可能です。AMによる造形体の場合、検鏡試料のサンプリング箇所の選定が重要であり、したがって、ほぼFIB一括となります。

TEM観察を困難にする要因の1つに、炭化水素による試料表面汚染(コンタミ)が挙げられます。コンタミ防止策は、まず何よりもクリーンな試料薄片化を心掛けることに尽きますが、コンタミ源を探しても不明な場合が往々にしてあります。そのようなときはプラズマクリーナーの出番です。SolarusIIでは水素酸素混合ガスを用いており、従来は不可能であった薄いカーボン膜のクリーニングも可能となりました(減圧下で少量の水素と酸素を混合する方式で安全性に配慮されています)。特にSTEMなど、極細束電子プローブを用いる観察・分析に威力を発揮します。

試料薄片化プロセスを無事に乗り切って、いよいよTEM観察へとたどり着くわけですが、そこでは光軸調整、結晶の方位合わせ、焦点合わせ、非点補正、などが待ち受けています。これらを難なくクリアーして、所望のデータ取得へと至ります。TEMの基本操作をマスターするためには、少なくとも20時間のトレーニングが必要と言われています。STEMの操作も含めますと、もう少し長い時間の練習が必要になります。近年、STEMの重要度が増しており、伝統的な電顕講習法も少しずつ変わりつつあります。紙面が尽きましたので、この続きは別の機会に譲りたいと思います[2]。

[1] K.Sato and T.Matsushita, J.Phys.Chem.

C126(2022) 14290-14296.

[2] 阪大電顕センターでは、春と冬の年2回、利用者向けに電顕スクールを開催しています。

A03-a班では、超温度場を利用することで、従来プロセスでは得られなかった新しい耐熱チタン合金の微細組織を制御し、高温特性の向上を図っています。この高温特性の一つがクリープ強度です。金属材料は、高温(その材料の融点の約40%以上の温度)において外部から応力が負荷されると、その材料の耐力以下の小さい外部応力でも原子や転位が移動し、ひずみ量が時間に依存した塑性変形が進行します。この高温での塑性変形に抗う強度がクリープ強度です。飛行機のジェットエンジンや発電・化学プラントの圧力容器・ボイラーパイプ等の高温構造部材は、その部材を構成する材料のクリープ強度で許容応力や最高使用温度が決まるため、高温材料のクリープ強度を正確に測定し、プロセスや材料組織を改良してクリープ強度を向上させることはとても重要です。

多くの高温引張試験では、一定のひずみ速度で試験片を変形させた時の抵抗力の変化を測定しています。クリープ試験は引張試験と異なり、試験片に一定荷重を負荷させた時のひずみ量の時間変化や破断時間を測定します。本プロジェクトでは、てこの原理を利用して一定応力を負荷する単式クリープ試験機(図1)を用いています。試験機の支柱に1:10のてこ比で支えられたレバーの、一端には重錐をぶら下げ、他端には電気炉の中に垂直に設置された試験片の上部に繋げ、下部を試験機に固定した試験片を重錐の10倍の一定荷重で引っ張り上げる仕組みです。試験片の平行部上下2力所に白金／白金ロジウム合金のR型熱電対を直接接触させて取り付け、試験片の温度を測定すると共に、測定結果を電気炉の温度制御に帰還させます。電気炉の中で試験片のひ

ずみ変化を測定することは困難なので、試験片のつば部に取り付けた伸び計で試験片のひずみを電気炉外に取り出し、伸び計に付けたリニアゲージで1μmの最小単位でひずみを測定しています。定期的に測定した試験片の温度とひずみは自動的にロガーに送られ、パソコンに記録されています。

日本産業規格JIS Z 2271:2010「金属材料のクリープ及びクリープ破断試験方法」には、安定したクリープ試験結果が得られる試験片として、平行部の直径が6mmまたは10mm、評点距離が直径の5倍で、両端に試験片つかみ部がある円形断面試験片が規定されています。そのため、試験片を試験機やレバーに固定するためのチャックや試験片の伸びを電気炉外に取り出すための伸び計は、日本産業規格が規定する試験片の形状や寸法に合わせて作られています。しかし、積層造形の超温度場を利用する方法では、手間と予算の理由から規格通りの試験片を作製するのが困難です。そこで本プロジェクトでは、積層造形で作成が容易な小さな丸棒試験片や板状試験片を、規格が定める試験片に装着するチャックや伸び計に接続するための治具を新たに考案しました(図2、特許出願中)。この治具を使用することにより、規格と異なる寸法や形状の試験片を用いて、積層造形材のクリープ強度を既存の試験機で精確に測定することが可能になっています。

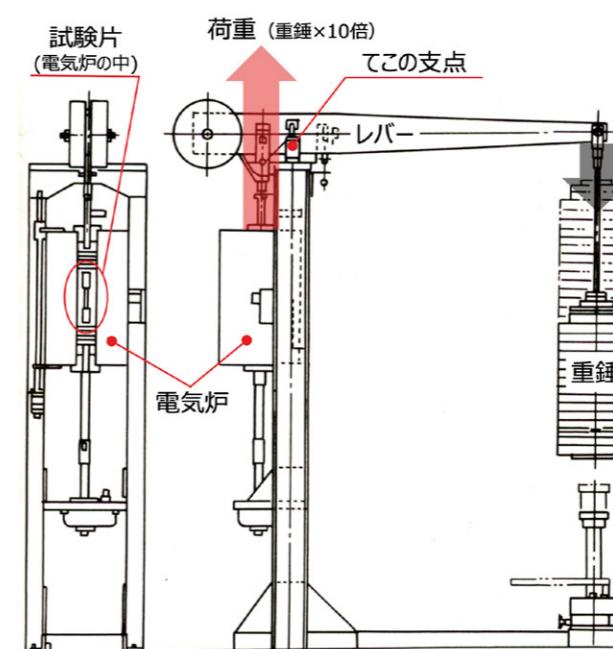


図1 クリープ試験機の外観

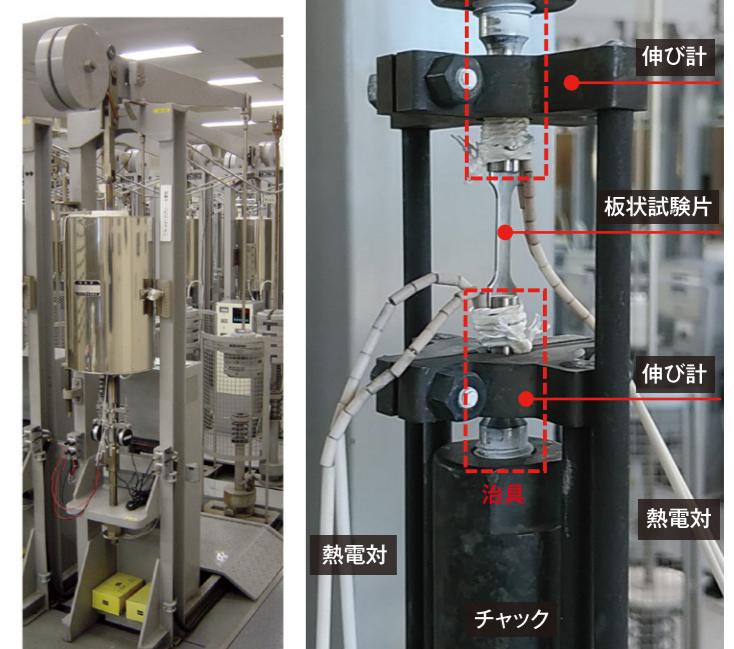


図2 クリープ試験片の周辺(試験中に電気炉の中)

超温度場マテリアル生体適合性・機能性解析に基づく表面創出

松垣 あいら
大阪大学大学院
工学研究科・准教授

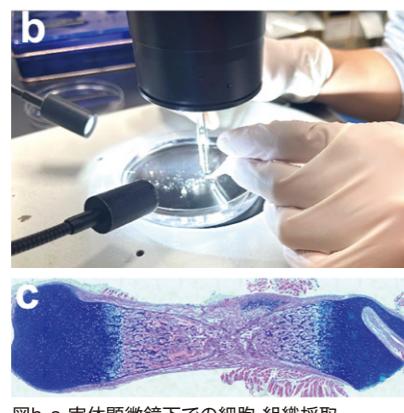


3DP超温度場バイオマテリアルの創成を目指し、材料と生体組織との反応を捉えることで材料機能発現の評価・解析を進めています。なかでも、本稿では生体適合性・機能性評価において特に重要な細胞・生体組織キャラクタリゼーションについて紹介します。

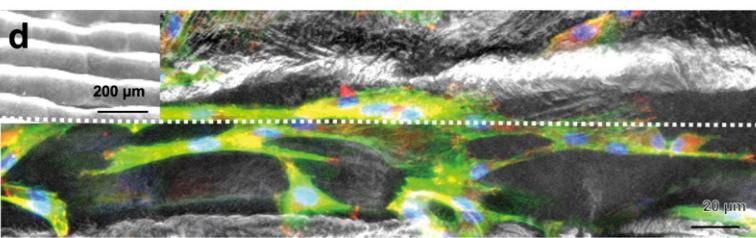
人工材料の生体適用に関する評価には、in vitro(生体外)での細胞評価から実験動物を用いたin vivo(生体内)の個体レベル評価まで、ヒトへの適用を想定した模擬環境下での生物学的安全性試験が実施されます。材料との接触期間および直接的／間接的接触の有無を考慮し哺乳類細胞を用いた細胞毒性試験、感作性試験や生分解性評価等を実施します。細胞レベルでの生体機能評価には、HEPAフィルター搭載安全キャビネットにおいて動物組織から単離した初代細胞を活用し、材料上に播種し37°C 5%CO₂環境下でインキュベータ中にて生育、細胞接着やその活性化による材料特性の評価に用います(図a,b)。骨組織そのものの培養も可能であり、動物実験に代わる試験法としても大きなアドバンテージを持っています(図c)。材料に対する生体細胞の応答性は、培養後にタンパク質や細胞成分の染色により共焦点顕微鏡にて可視化することで、複雑な3DP表面構造と細胞形態のセクショニング像の取得をも可能です(図d)。これらの解析技術により、細胞毒性を示さず、生体機能化を積極的に促すような材料創製を可能とする3DPならではの成果も創出されてきました。3DP一方向性構造は、幹細胞配列を起点とした骨様組織構造の構築や、さらに幹細胞分化運命・抗感染特性の決定にも大きく寄与することを発見しています[1,2]。



図a 生物学的安全性試験のための classII 安全キャビネット



図b-c 実体顕微鏡下での細胞・組織採取



図d 3DP周期構造による幹細胞制御

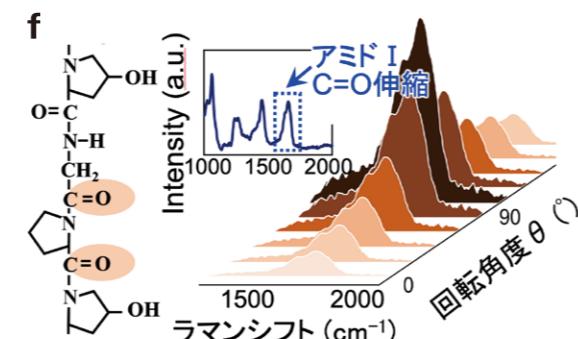
骨機能代替のためのバイオマテリアル評価は、骨形成の材料学的キャラクタリゼーションが重要です。構造・機能材料としての骨はコラーゲン線維の走行性とアバタイト結晶c軸配向性からなる配向化微細構造に基づき力学的・生物学的機能を発揮します[3]。こうした骨基質配向性のうち、コラーゲン線維走行性は、ラマン分光法により、照射レーザ偏光角度に応じたコラーゲン分子のアミドIバンド(C=O伸縮振動)の変化により定量的に解析可能です(図e)。正常骨では、レーザ偏光方向が骨長軸に垂直なとき、アミドI強度は最大となり、アバタイト結晶c軸方向と一致したコラーゲン線維の優先走行性を示します(図f)。こうした振動分光解析は培養細胞が産生する基質タンパク質や生体骨の評価・解析のみならず、人工骨材料の構造解析にも適用可能であり、3DP骨機能材料の創製とその評価への応用も期待されます。

参考文献

- [1] A.Matsugaki,T.Nakano et al., International Journal of Bioprinting, (2024), in press.
- [2] R. Watanabe,A.Matsugaki,T.Nakano,et al., Biomaterials Advances, 154, (2023), 213633.
- [3] T.Nakano,K.Kaibara,T.Ishimoto,et al., Bone, 51, (2012), 741-747.



図e 顕微レーザラマン分光装置の外観



図f 照射レーザ偏光角度に応じたアミドI(C=O伸縮振動)強度によるコラーゲン線維走行解析

セラミックス材料の精密レーザー処理を可能にするナノ秒放射温度計

篠田 健太郎
産業技術総合研究所
製造技術研究部門・研究グループ長



上昇時間はそれぞれ0.1mm、1000-1600nm、及び、400psです。2つの反射防止膜付き片凸溶融石英レンズによりこの熱放射を集光し、カット波長が800 nmのロングパスフィルターを用いて迷光の混入を抑制しています。また、有効直径が1 mm、波長域が190-1100 nmで上昇時間が1nsのアンプ付き Siフォトダイオードを用いてレーザーパルスの検出をおこない、この信号をトリガーとして、熱放射光の取得をしています。一般にはこの熱放射光を2色に分光し、2色温度法の原理で灰色体を仮定して温度計測を行います。本システムでも同様な仕組みを取れるようビームスプリッター及び複数のセンサー配置をしてありますが、低温域の微弱放射光の取得が困難であることから、単色温度計の原理による測定を中心とすることが多いです。絶対温度の算出が困難であるため、放射温度のキャリブレーションには、冷却時のプラトー温度を融点と仮定して行っています。現在は、本システムをベースに他波長のレーザーに対応できるよう改良設計を行っています。紫外から近赤外レーザーまで対応できるようになる見込みで、超温度場セラミック創成の有用なツールとなることを期待しています。

- [1] T.Kimura,S.Suehiro,K.Sadaoka,T.Nasu, and K.Uoe, Direct Laser Sintering of Bulk Alumina Using 1070 nm Fiber Laser, Mater.Trans., 64 (6), (2023), 1183-1187.
- [2] K.Shinoda,T.Koseki, and T.Yoshida, Influence of Impact Parameters of Zirconia Droplets on Splat Formation and Morphology in Plasma Spraying, J. Appl. Phys., 100 (7) (2006), 0749033.
- [3] K.Shinoda,T.Nakajima,M.Hatano,T.Tsuchiya, Design of Process Diagnostics for Excimer Laser Irradiation of Oxide Thin Films, Jpn.J.Appl.Phys., 53 (2014), 05FB08-1-6.



図1 ナノ秒温度計測システム全景

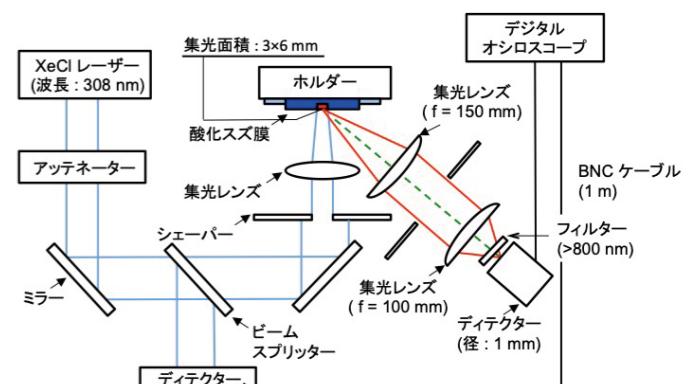


図2 ナノ秒温度計測システムの仕組み

日本金属学会での公募シンポジウム開催および国際セッションの報告

2023年9月20日から22日の3日間に渡り、富山大学にて開催された日本金属学会2023年秋期講演大会にて、公募シンポジウム「Additive Manufacturingの材料科学II：超温度場材料創成学」を開催しました。本シンポジウムは、医療、航空などの分野から一般産業分野へも広がるとともに、新材料創成の基盤としても注目されるAdditive Manufacturing(AM)に関する材料科学の議論の場として企画されました。2017年に同学会の第4分科(生体・福祉材料)にてはじめて開催された公募シンポジウム「医療福祉のためのAM材料科学」が、日本金属学会の分科から分野への改編にともない発足した第7分野(生体・医療・福祉)にて第4回まで続けられたのを拡大して引き継ぎ、第7分野と第6分野(材料プロセス)の共同で、昨年度「Additive Manufacturingの材料科学」として開催されました。副題として領域名「超温度場材料創成学」を付記して領域代表がChair、各計画研究班の代表がCo-Chairを務めました。

冒頭、小泉領域代表(阪大、A01a代表)が「AMの材料科学と超温度場材料創成学」と題し、特に巨大な超温度場での急速な結晶成長に焦点を当て、領域にて行っている研究、領域の方針、趣旨などを紹介しました。前回は、各計画研究代表者が基調講演を行いましたが、今回は、7つ計画研究班から各1名と領域代表が依頼した1名の計8名による基調講演を行いました。基調講演講演者(敬称略)と講演題目は以下の通りです。

大野宗一(北大、A01a協力)：「局所平衡が破れた組織形成の定量的フェーズフィールド(PF)・モデリング」、**小山敏幸(名大、領域代表依頼)**：「不均一温度場における拡散現象のPF解析」、**森下浩平(九大、A02a代表)**：「放射光X線イメージングを用いたレーザー溶解・凝固現象のその場観察」、**趙研(阪大、A02b分担)**：「中性子回折法によるレーザー金属3Dプリント製SUS316L鋼の内部残留応力解析」、**御手洗容子(東大、A03a分担)**：「near α -Ti合金レーザービーム積層材の耐熱材料としての可能性」、**孫飛(名大、A01b協力)**：「Nano-scaled

国際会議CMSTF2023報告

2023年11月15日(水) -17日(金)に「超温度場材料創成学」の国際会議『The 1st International Conference on Creation of Materials by Superthermal Field 2023 (CMSTF 2023)』を大阪・千里ライフサイエンスセンターで開催しました。日本その他、中国、ドイツ、フランス、シンガポール、韓国、南アフリカ、スウェーデン、トルコ、アメリカから109名が参加し、基調講演4件、招待講演11件、一般講演24件、ポスター発表33件の、計72件の発表が行われました。

基調講演では、領域代表で大阪大学の小泉雄一郎教授から本領域プロジェクトの紹介とデジタルツイン科学について、Lyon大学のEric Maire教授から積層造形体の3次元トモグラフィー解析について、東北大学の千葉晶彦教授から電子ビームによる積層造形の課題と対策について、Northwestern大学のPeter W. Voorhees教授から積層造形における非平衡界面と組織変化のシミュレーションについて講演していただきました。そして、超温度場が生み出す特異な組織や結晶成長、特性向上に関する実験や解析法・コンピュータシミュレーション・データ科学に関する講演に対し活発な質疑応答が行われま

solidification microstructure characteristics in 316L stainless steel fabricated by laser powder bed fusion」、**松垣あいら(阪大、A03b分担)**：「超温度場を活用した形状・材質制御によるバイオ材料創成」、**伊藤暁彦(横国大、A03c分担)**：「超温度場CVDを利用した高速エピタキシャル成長と秩序構造の形成」

基調講演以外にも、本領域の参画者による講演ならびに関連する研究を中心に、AMに関する材料科学の最新の研究成果が、領域内外の、大学、研究所、企業の研究者とも共有されました。今後の学術研究や産業応用に向けて新しい展開に繋がることが期待されます。

一方、9月21日と22日には、隣接する会場で、国際セッション「Cutting-Edge Science and Technology in Additive Manufacturing」が開催されました。本セッションは、韓国金属学会(KIMM)と日本金属学会(JIMM)が定期的に実施している合同シンポジウムKIMM-JIMMシンポジウムと国際セッションを共同で開催したもので、韓国側ChairをKIMMの副会長である浦項工科大学校(POSECH)のHyoung Seop KIM教授、日本側のChairを領域代表が務めました。当初は公募シンポジウムとは、時間を分けて開催する予定でしたが、双方ともに講演申し込み数がともに予定を大きく上回り、並行での開催となりました。日本から6名、韓国から6名、インドから2名、インドネシアから1名、オーストラリアから2名、タイから1名(オンライン参加)、台湾から2名、中国から2名の、計22名の講演が行われました。日本側の講演者6名のうち4名は、本領域の参画者である小泉雄一郎(大阪大、領域代表)、石本卓也(富山大、A03b代表)、山中謙太(東北大、A02b公募)、野村直之(東北大、A03c公募)でした。国内外からのオンライン聴講者を含めて、聴講者数は80名程度でした。各国のAdditive Manufacturing関連研究について紹介しあい、研究者と交流するとともに、本領域を含む日本のAM研究を紹介する好機となりました。

した。また、初日の夜に軽食と共にリラックスした雰囲気でポスターを前に議論を重ね、2日目の千里阪急ホテルにおけるパンケットで、優れたポスター発表に対し金賞2件、銀賞4件、銅賞4件を授与しました。

海外の参加者から本領域における取り組みに関する多くの貴重な意見をいただき、参加者同士の新たなコラボレーションの可能性も生まれ、とても有意義な国際会議になりました。



超温度場夏の学校 若手研究交流会

2023年9月24日から2日間にわたって、ホテルサンルートソプラ神戸にて「超温度場夏の学校 若手研究交流会」が開催されました。本研究交流会は、学術変革領域研究(A)「超温度場材料創成学：巨大ポテンシャル勾配による原子配列制御が拓くネオ3DPの運営」(総括班)における若手人材育成の一環として開催されたものです。本領域に参画する各機関から総勢30名が集まり、大阪大学 小泉雄一郎 教授(領域代表者)および大阪大学 奥川将行 助教(計画研究班 A01-a研究分担者)による基調講演に加え、若手研究者、大学院生による計20件(口頭発表15件、ポスター発表5件)の研究発表が行われました。

基調講演では、3Dプリントの基礎(小泉教授)とそれに関するシミュレーション(奥川助教)について、若手研究者や大学院生にもわかりやすいよう、俯瞰的な視点も交えて詳細にご講義いただきました。それぞれの基調講演のあとには参加者から多くの質問があり、3Dプリントや本領域の研究を推進する上で不可欠なシミュレーション技術について、参加した若手研究者、大学院生の知識向上に大いに貢献したと確信しています。

若手研究者および大学院生による研究発表は、「SUS316L合金(本領域での共通試料)セッション」、「各種合金セッション」、「その場観察セッション」、「シミュレーションセッション」に分かれて実施しました。それぞれの発表に対して、教員からだけではなく、若手研究者や学生からも積極的に質問があり、設定された質疑応答の時間を超えて活発な議論がなされました。



特に学生からは、自身の研究との比較や自身の研究への応用を念頭においていた質問が多くあり、それぞれの研究のさらなる発展への貢献が期待されます。ポスター発表では、全参加者がすべての発表を聴講し、議論できるよう、5件の発表に対して1時間半の発表時間が設定され、じっくりとポスターを回ることができました。シミュレーションの動画や参考資料を準備するなど、様々工夫を凝らした発表がなされ、口頭発表と同様に議論が白熱しました。

学生の発表の中から、最優秀発表賞(口頭)1件、優秀発表賞(口頭)2件、最優秀ポスター賞1件が選出され、若手人材育成部門長である九州大学 森下浩平 准教授(計画研究班 A02-a研究代表者)から表彰されました。

本研究交流会では、二日間にわたる研究発表や初日の夜に開催された情報交換会にて所属大学や研究室、さらには教員・学生の垣根を超えた活発な交流が行われました。ご参加いただきました皆さん、今後ますます活躍されることを期待しています。



2023年度 活動記録

4月21日	ディスカッションミーティング「超温度場での溶融・凝固・結晶成長」
5月19日	ディスカッションミーティング「プロセス-構造-特性関係、記述子」
6月30日	ディスカッションミーティング「超温度場の計測方法」
7月21日	ディスカッションミーティング「超温度場材料組織学」
8月 4日	第二期公募説明会 オンライン(参加者42名)
8月25日	ディスカッションミーティング「超温度場によるチタン合金創成」
9月19-21日	日本金属学会 秋期講演大会 公募シンポジウム 富山大学 「Additive Manufacturingの材料科学II:超温度場材料創成学」
9月21-22日	日本金属学会 秋期講演大会 国際セッション 富山大学 「Cutting-Edge Science and Technology in Additive Manufacturing」
9月24-25日	超温度場夏の学校 若手研究交流会 ホテルサンルートソプラ神戸(参加者30名)
10月20日	ディスカッションミーティング「超温度場による機能特性発現」
11月15-17日	1st International Conference on Creation of Materials by Superthermal Field 2023 Life Science Center Bld., Toyonaka, Japan
11月24-25日	第17回物性科学領域横断研究会
12月22日	ディスカッションミーティング「超温度場セラミックス材料創成」

総括班 定期ミーティング

4月12日・26日
5月10日・24日
6月14日・28日
7月12日・26日
8月 9日・25日
9月12日・27日
10月11日・25日
11月 8日・22日
12月13日・27日

今後の予定

[2024年]3月17-18日
2023年度報告会
大阪大学 中之島センター