



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

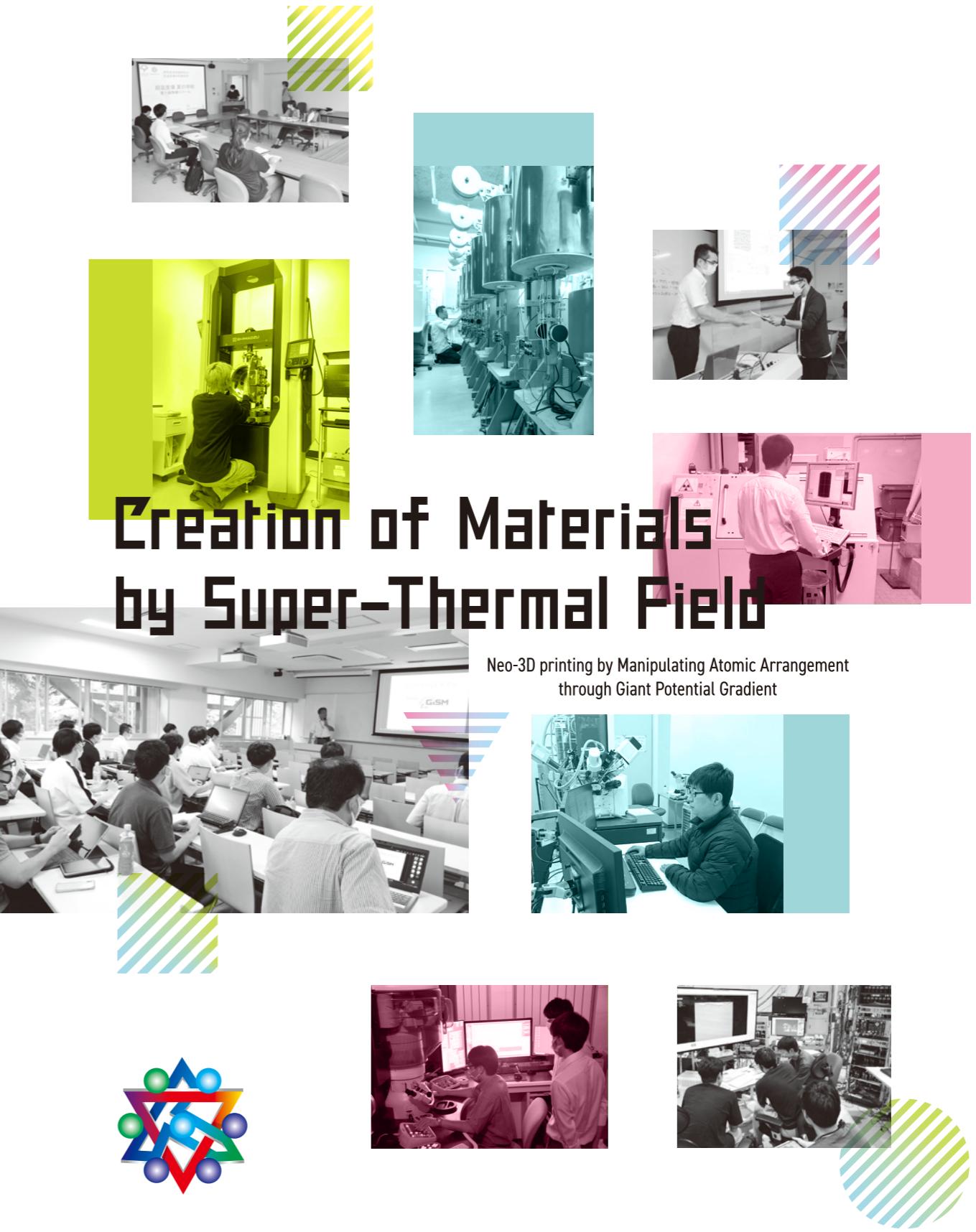
<https://www-mat.eng.osaka-u.ac.jp/super3dp/>



2025年3月31日発行



Creation of Materials
by Super-Thermal Field



Creation of Materials by Super-Thermal Field

Neo-3D printing by Manipulating Atomic Arrangement
through Giant Potential Gradient



超温度場材料創成学 vol.7

文部科学省 科学研究費補助金 学術変革領域研究(A) 令和3~7年



超温度場材料創成学

ごあいさつ

本領域、すなわち学術変革領域研究「超温度場材料創成学(超温度場 3DP)」は、2021 年の発足から 3 年が経過し、残すところあと 1 年となりました。これまでの間、領域内の研究者の皆様とともに、超温度場における結晶成長による新たな材料創成の可能性を探求し、着実に成果を積み重ねてきました。その甲斐があり、実り多い年が続いています。

今年度は、本領域にとって重要な中間評価の年でありました。領域の皆様のご協力のもと、評価資料の作成、プレゼンテーション動画の提出、ヒアリングを経て、無事に中間評価「A」を獲得することができました。この評価は、私たちの研究活動が順調に進んでいることの証であり、関係者の皆様のご尽力に心より感謝申し上げます。

本領域は、これまで国際連携や若手人材育成にも力を注いてきました。超温度場夏の学校として、電子顕微鏡スクール、データ科学スクール、若手研究交流会を開催し、ポスドク研究者や大学院生に、議論の場を設け、さらに、物性科学領域横断研究会にも参加し、他流試合によって、異分野の方と自身の研究をアピールし、議論することを行ってきました。その成果が論文賞などの目に見える形で現れてきています。

本特集記事では、若手人材育成の一環として海外派遣者を含む、若手研究者、学生による手記が掲載されています。こうした取り組みは、本領域の推進成果として顕在化しており、次世代の研究

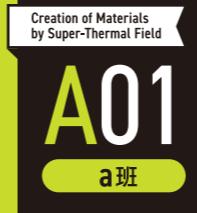
小泉 雄一郎

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

者の成長にもつながる重要な成果だと考えています。本ニュースレターでは、若手研究者が、超温度場を活用して実施している研究が多数紹介されています。

レーザ粉末床溶融結合法(PBF-LB)を用いた単結晶育成、Phase-Field 法による組織形成挙動の解明、大型放射光施設を活用した急速溶解・凝固のその場観察、FIB-SEM を用いた TEM 観察試料作製、Ti 合金の結晶学的集合組織の解析、マルチマテリアル生体材料の創製、超温度場 CVD によるセラミックス結晶成長など、多岐にわたる研究が紹介されています。これらの記事に象徴されるように、本領域では多くの若手研究者が活躍し、実力を伸ばして重要な成果を上げています。これらの記事を通じて、本領域の研究活動とその成果をぜひご覧いただきたいと思います。

本領域が最終年度を迎えるにあたり、これまでの努力が実を結び、領域全体としての研究が成功裏に完結することを期待しています。同時に、本領域が目指してきた「超温度場材料創成学」を確立し、次世代研究者が本分野をさらに発展させることを強く願っております。本領域の皆様には、引き続き若手研究者の支援・育成のさらなる継続をお願い申し上げます。本領域外の方におかれましては、超温度場での結晶成長の学理に基づく材料科学の発展に向けて邁進して最終年度を迎える本領域を見守っていただき叱咤激励頂けますと幸いです。



超温度場を利用した 鉄基合金単結晶の育成と デジタルツインアプローチによる解析

柳 玉恒

大阪大学大学院工学研究科 特任助教



筆者は中国出身で、学部4年生の時に東北大学工学部に留学し、コバルト基高温合金の状態図の測定を始め、研究生活を開始した。今まで、状態図の実験的測定、第一原理計算と連携した熱力学的評価、CALPHAD法に基づく材料設計および組織制御による機能性材料の開発と実用化、さらにFSWを用いた鉄鋼材料とアルミニウム合金の異材接合などの研究に従事してきた。2022年4月に大阪大学大学院工学研究科・小泉研究室の特任助教に着任し、本研究領域の計画班の一員として、レーザ粉末床溶融結合法(Laser-based Powder Bed Fusion: PBF-LB)による鉄基材料単結晶の育成およびプロセスモニタリング、ならびにPhase-Field(PF)法を用いた組織形成挙動の解明に関する研究に携わってきた。これまでに、316Lステンレス鋼、 Fe_3Al 、 FeCrCo 磁性鋼の単結晶化に成功している(図1)[1]。また、PFシミュレーションを活用した研究の一環として、長年未解明であった $\text{D}_{0.3}\text{Fe}_3\text{Al}$ 合金の規則構造発達の速度論を、実験観察とPF法を組み合わせることで解明した[2]。

この度、領域からの海外派遣助成金を受け、2024年9月30日～10月4日にフランス国立応用科学院リヨン校(INSA LYON)を訪問した。INSA LYONは、フランスにおける工学教育と研究の中核を担う機関であり、特に今回訪問したEric Maire教授(図2)が研究ディレクターを務めるMATEISラボでは、金属、セラミクス、高分子材料のプロセス・微細組織・特性の関係性について、実験とモデリングの両アプローチを用いて精力的に研究が行われている。

今回の訪問では、PBF-LBで造形した Fe_3Al 単結晶の内部欠陥を、X線トモグラフィー(XRT)を用いて非破壊的に解析し、造形プロセスおよび後処理条件の評価と最適化を目的とした。訪問期間中、Eric Maire教授およびMATEISの研究チームと打ち合わせを行い、研究施設を見学するとともに、XRT設備の概要について説明を受けた。ミディアムエネルギーとデュアルビーム・マイクロフォーカス高エネルギー XRT装置(図3)を用いて、複数の Fe_3Al 単結晶造形体の測定を実施した。得られた3次元画像データを解析した結果、内部割れの分布や広がりが造形条件に依存することを確認した。また、高温等方圧縮

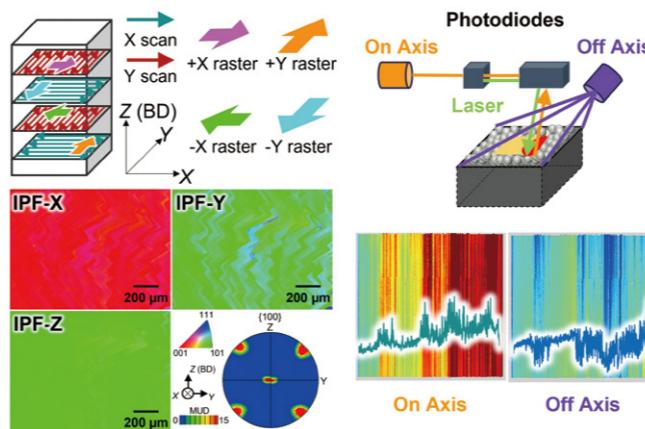


図1 316Lステンレス鋼単結晶の育成とDT解析

(HIP)処理前後のサンプルについても測定を行い、割れ低減効果を検証した。さらに、XRTデータと造形時のインプロセスマニタリングデータを統合し、金属LPBFにおける3次元的デジタルツインアプローチの構築を視野に入れている。本派遣で得られた成果を基に、今後も国際共同研究を推進し、LPBF技術のさらなる発展に貢献していきたいと考えている。今回の派遣に際し、貴重な機会を提供してくださった超温度場材料創成学に深く感謝申し上げる。また、温かく迎えてくださり、多大な支援を賜ったEric Maire教授はじめ、MATEIS研究チームの皆様にも心より感謝申し上げる。

筆者はこれまで主に平衡相や安定状態を中心に研究してきたが、本領域に参加してからは、溶融・凝固過程や組織形成など、より動的な現象に焦点を当てた研究を進めている。本研究領域に参加したおかげで、さまざまな分野の優れた先生方と接することができ、また、活発な若手研究者や学生たちとの交流を通じて多くのインスピレーションを受けた。これらの経験は、私の研究者としての成長にとって非常に貴重なものであり、今後の研究に大いに役立つと確信している。

【参考文献】

- [1] Y. Liu, K. Nose, M. Okugawa, Y. Koizumi, T. Nakano, Mat. Trans., 64 (2023) 1135. 日本国学会第72回論文賞受賞予定。
- [2] Y. Liu, M. Watanabe, M. Okugawa, T. Hagiwara, T. Sato, Y. Seguchi, Y. Adachi, Y. Minamino, Y. Koizumi, Acta Mater., 273 (2024) 119958.



図2 INSA LYONのEric Maire教授との写真



図3 ミディアムエネルギーXRT装置を操作する様子

Nano-scaled solidification microstructure characteristics in additively manufactured 316L stainless steel

孫 飛
名古屋大学大学院工学研究科 特任准教授



Since joining Nagoya University in April 2022, I have been actively collaborating on the research project Creation of Materials by Super Thermal Field, focusing on 316L stainless steel (316L SS) fabricated via Laser Powder Bed Fusion (LPBF). Given the extensive number of published research papers and related experimental/simulation results globally, identifying truly novel ideas in this field is a challenging endeavor. Nevertheless, I have achieved significant findings regarding the solidified microstructure of 316L SS at the nanoscale, including some first-time discoveries.

I developed a quantitative method to analyze segregation behavior at the melt pool boundary (MPB) by controlling 316L SS crystallographic texture through tailored LPBF parameters. The track-track MPB was identified via transverse and longitudinal

cellular dislocation structures, enabling precise concentration analysis using HAADF-STEM with energy-dispersive X-ray spectroscopy, closely aligned with Scheil-Gulliver solidification simulations (Figure 1). Additionally, I discovered a novel nano-scaled modulated structure for the first time, characterized by 20–30 nm spacing with alternating perfect lattice layers and atomic misalignments. This structure, aligned with the laser scan direction, suggests a potential new strengthening mechanism (Figure 2). These findings provide a detailed analysis of the relationship between nano-scaled solidification microstructures and processing conditions. My contributions have been recognized with several awards and supported by KAKENHI (24H00991) funding to advance this research further.

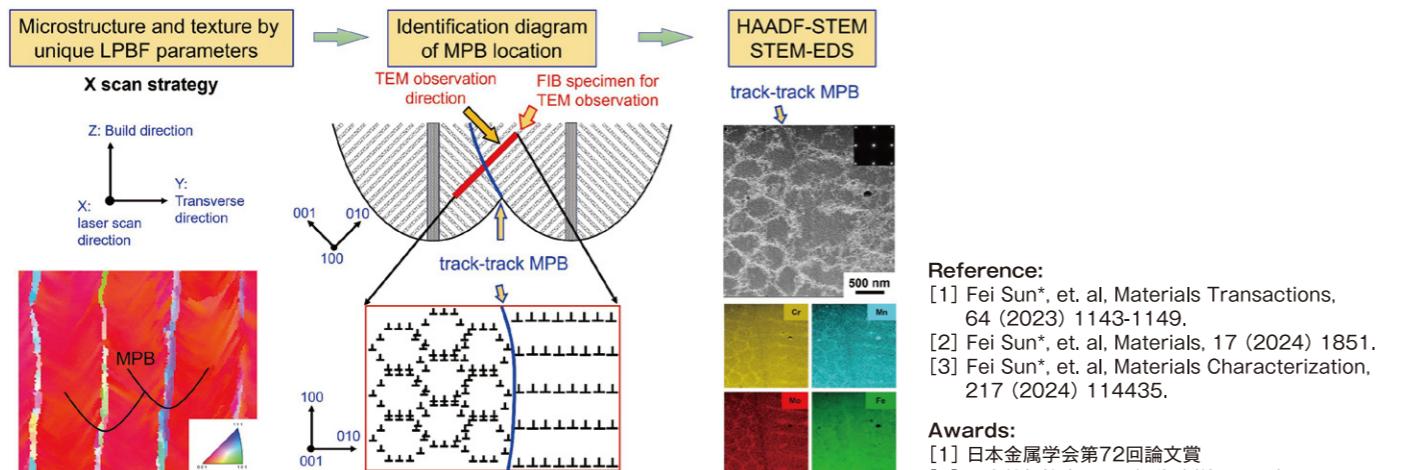


Figure 1 Quantitative revealing the solute segregation behavior at melt pool boundary.

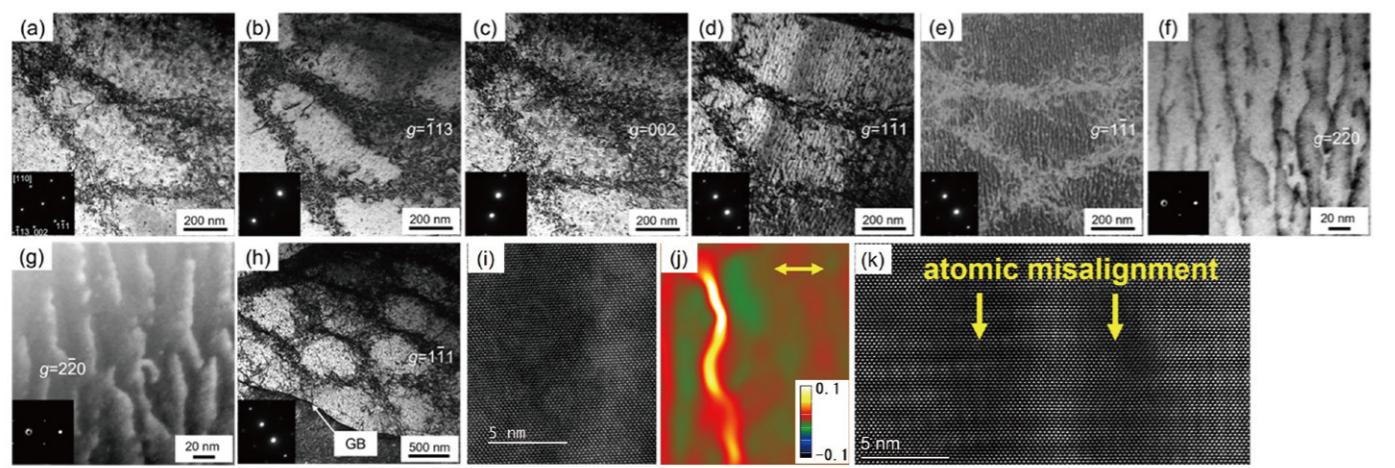


Figure 2 A novel nano-scaled modulated structure was discovered for the first time.

放射光X線イメージングを用いた Al-Si合金の急速溶解・急速凝固過程の その場観察

松野 真樹
九州大学大学院工学府 修士2年



A02-a班では兵庫県にある大型放射光施設 SPring-8 を活用しレーザー照射により金属が急速溶解・急速凝固する様子をその場観察することを実現しました。本稿では私が2年間取り組んだAl-Si合金を対象にレーザー照射を行い急速溶解・急速凝固させた際に生じる現象について報告させていただきます。

Al-Si合金はPBF-LBにおいて溶融池境界で等軸晶を形成し、その内側で柱状晶を形成します。これは従来の柱状晶・等軸晶遷移に基づく凝固組織予測とは異なり、そのメカニズムの解明が求められています。シミュレーションに基づくA01-a班の奥川先生(大阪大学)によりSiが急速溶解の際に溶け残ることが溶融池境界での等軸晶化に寄与すると報告されています。本研究ではSiがどのように溶け残るかについてその場観察を用いて明らかにすることを目的としました。

試料には共晶組成のAl-Si合金鋳造材を使用しました。Ar大気圧に調整したチャンバー内にてレーザーの照射条件を種々に設定し、試料にレーザー照射を行いました。この時生じる急速溶解・急速凝固をその場観察しました。

図1にレーザー照射を開始した時間を0 sとしたAl-Si合金の急速溶解・急速凝固の時間変化を示します。0 s時点で見えている明るい針状の領域が共晶Siであり、他の暗い領域は共晶Alです。破線は固液界面を表し、一点鎖線はレーザー照射終了時点における溶融池境界を示します。溶解の進行により溶融池が形成される様子が観察できました。32 ms、100 msの溶融池境界ではSiがAlに比べて溶け遅れている様子が分かります。この現象はAlとSiの潜熱(Al: 8.4 kJ/mol, Si: 39.6 kJ/mol)の差に起因するものであり、急速溶解の際にSiが溶解に必要な熱量を得るよりも早く周囲のAlが溶解した結果生じたものであると考えられます。レーザー照射終了時点でも溶融池境界でSiは溶け残っていました。照射終了後は凝固過程に遷移し、溶融池境界からレーザー照射位置に向かって凝固が進行しました。凝固開始時に溶け遅っていたSiは凝固組織中に残存しました。図2にレーザー照射後の再凝固組織を示します(SE像)。その場観察より得られた結果と一致するように溶融池境界に残存Siが存在しました[図2(a)]。残存Siの周囲にはAl層が形成されました[図2(b)]。これはAl-Si合金の鋳造材でよくみられる一方向核生成との共通点を示しています。一方向核生成とは融液中から初晶Siが晶出した際に周囲の液相がAlリッチになることで初晶Siを囲むようにハローと呼ばれるAlが晶出する現象です。しかし、本研究で

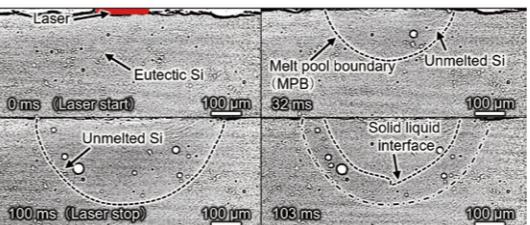


図1 AI-Si合金の急速溶解・急速凝固過程

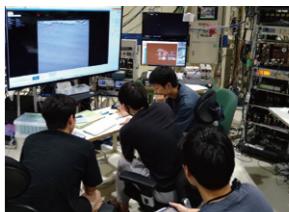
みられる凝固組織は一方向核生成とは異なる原理で形成されたと考えられます。今回の現象においてはSiが溶け遅れた結果として液相中にSiが存在するためAlリッチな液相が生じる可能性はないためです。ただし、その場観察ではSiからの成長が観察可能なほど空間分解能を有していない為、今後実験手法の改良が期待されます。Al層の晶出後にAl層からAl dendriteが成長し、その間にAlとSiから構成される共晶が追隨して凝固したことが分かりました。つまり試料は共晶組成であるにも関わらず凝固組織としては初晶Alと共晶から構成されたことになります。これは急速凝固の際に見られるカップルドローンによって説明されます。初晶AlがSiを過飽和に固溶しながら成長し、その後共晶が成長します。このことはA0-1公募研究班の鈴木飛鳥先生(名古屋大学)によるPBF-LBにおいてAlがSiを過飽和に固溶した結果、機械的特性が向上するという報告とも一致します。また、Al dendriteは凝固の進行とともに微細化しました。これは凝固速度の上昇によるものだと考えられます。以上からAl-Si合金の急速溶解によってSiが溶融池境界で溶け残り、急速凝固の際に選択された凝固組織が成長していくことで溶融池境界においてSiが等軸核となりうることが明らかになりました。

超温度場材料創成学に参加した感想

はじめにこれまで数々の学会・イベントを主催していただいた小泉先生をはじめとした超温度場材料創成学に関わる皆様に感謝申し上げます。貴重な機会を設けて頂き誠にありがとうございました。

複数回のイベントに参加させていただきました。他大学の学生のみならず先生方を交えて夜遅くまで飲み明かしたことが印象に残っています。深夜まで交流を深めた翌日の朝に発表した際の記憶はおぼろげながら残っています。また、SPring-8での実験は2週間泊まり込みで行いました。特に生活リズムの乱れと外界と遮断された空間に適応することに苦労しました。苦労を共にすることでグループ内の仲が深りました。ほかにも本領域の学生の方と金属学会などで再開した際に交流するなどこの領域ならではの体験をすることができました。これらの経験は大学院生活の大きな刺激になり、それに加え大きな自信にもなりました。

最後にはなりましたが超温度場材料創成学のご発展と関係者の皆様の益々のご活躍を心より祈念しております。



FIB-SEMを用いた 金属3Dプリント材のTEM試料作製



高木 空
大阪大学超高压電子顕微鏡センター 特任研究員

本プロジェクトでは、主にレーザー粉末床溶融結合 (Laser Beam Powder Bed Fusion : LBPF) 法により造形した合金の透過電子顕微鏡用試料作製に携わっています。各種金属にレーザー照射を行い急速に凝固することで、巨大温度勾配(超温度場)下での結晶成長が実現され、超温度場特有の組織が形成されます。走査電子顕微鏡 (SEM) を用いて、作製された造形体における溶融池の大きさや形状を観察できますが、100 nm 以下の微細な析出物や介在物ではスケールが小さいためコントラストが不明瞭になります。透過電子顕微鏡 (TEM) ではnmスケールの構造情報や局所での結晶方位、転位などの観察が可能ですが、電子が透過可能な厚さ(約100 nm以下)に薄片化する必要があります。さらに、溶融池など特定の観察視野を選択し、電子線入射方向を予め想定した試料作製が重要になります。そこで、FIB-SEMを用いて溶融池などの特定位置からTEM観察試料を厚さ約100 nm程度に微細加工し、観察・解析することで超温度場材料創成学の研究に参画しております。

FIB-SEMとは微細加工専用の装置で、集束電子ビームを試料表面上で走査して、2次電子・反射電子により試料表面情報が得られるSEMと、集束Gaイオンビームによるエッティングと2次電子による観察、さらに試料表面に化合物ガスを吹き付けてイオンビームにより結合を切断し表面に元素を堆積させるデポジションの機能を持つFIBとを合わせた装置です。まず、SEMを用いて微細加工する場所を探し、続いてFIBでデポジション(蒸着膜)をつけて加工箇所を保護し、その後、加工箇所の周辺を掘り出して厚みのある板状に整形します。金属製の針(プローブ)と板状に整形した試料(切片)をデポジションで接着し、接合部を切り離して切片をピックアップします。切片とグリッドをデポジションで接着し、電子ビームが透過可能な厚さまで薄く加工します。高分解能観察 (High-resolution transmission electron microscopy : HRTEM) 像を得るには、約100 nm以下の厚さにする必要がありますが、金属材料では一定以下の厚さ以下になると試料がたわむことがあるため、注意が必要です。試料のたわみを抑制するための様々なノウハウがあります。薄膜領域の幅や加工条件を工夫することで、多くの材質に対して研究目的に沿った薄膜試料を作製することができます。

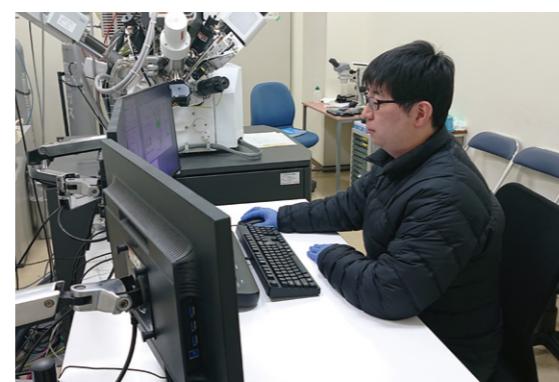


図2 FIB-SEMを用いて微細加工中の筆者

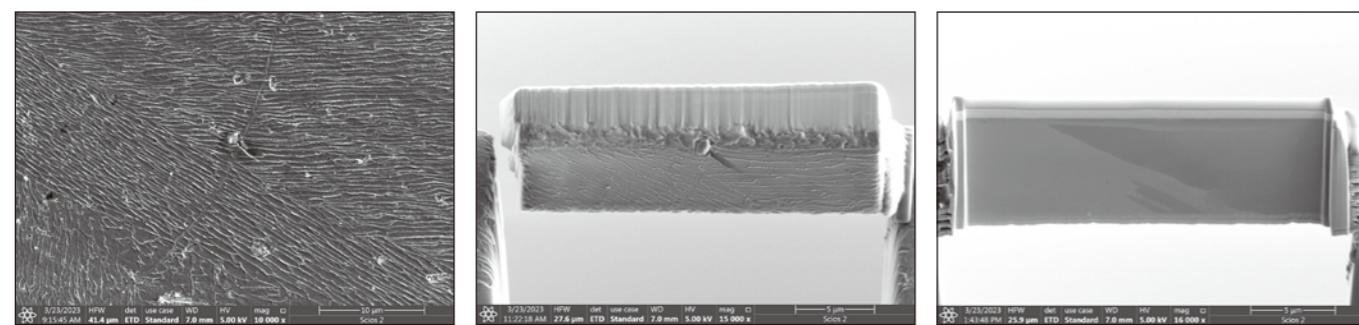


図1 平面抜き加工のSEM像 (左:バルク表面、中:切片、右:薄膜)

Investigation of crystallographic texture in Ti6246 processed using the Laser powder bed fusion (LPBF)

COBBINAH, Prince Valentine
東京大学大学院新領域創成科学研究科 博士3年



最近では電子線後方散乱回折装置(Electron backscatter diffraction : EBSD)を使って試料表面の結晶方位をマッピングした画像と組み合わせた平面抜き加工が多くなりました。平面抜き加工はSEMの観察方向に対して面上に切片を抜き出して薄膜加工する方法で、SEM観察方向とTEMの電子ビームの入射方向が一致するため、あらかじめEBSDで特定した結晶方位方向に薄膜サンプル加工できることが大きな特徴です(図1)。しかしながら、平面抜き加工は難易度が高いため、あまり一般的ではありません。本プロジェクトでたくさん経験を積むことができたおかげで、さまざまな材質に対して円滑にFIB加工ができるようになりました。

研究の苦労と感想

私は生体材料工学の分野で博士(工学)の学位を取得しました。現在の所属に採用されて以降、FIBを用いた微細加工を始めましたので、金属試料の微細加工の経験が少なく、サンプル加工条件や歪・たわみの緩和、平面抜き加工など様々なノウハウを得るまでかなりの失敗をしました。これまでに本プロジェクトで電子顕微鏡用にFIB加工した試料数は失敗を含め100サンプルを超えるました。金属の種類によっては未だに難しいものもありますが、おおよご要望にお応えできるようになれたのではないかと自負しております。本プロジェクトに参加したおかげで特殊な金属試料の微細加工についてのノウハウや知見が得られたので、非常にありがとうございます。引き続きご指導ご鞭撻のほど、よろしくお願い申し上げます。

Alloys that undergo solid-state transformation, particularly during cooling, pose a challenge in the laser powder bed fusion (LPBF) texture control. In this study, we selected the near- β Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo (Ti6246) alloy to extensively examine crystallographic texture evolution during LPBF processing. Additionally, the high-temperature mechanical performances of selected samples were evaluated. In the early stages of the project, we recognized that the alloy exhibited behaviors that diverged from our theoretical predictions. Although the elevated cooling rates resulted in refined microstructural characteristics, conducting crystallographic texture analysis using SEM-EBSD posed significant challenges. My most cherished experiences throughout the project included completing the comprehensive optimization study and attempting to

understand the results, notwithstanding the observed deviations in trend complexity.

Overall, for the first time, we successfully achieved crystallographic lamellar-like (CLM), near single crystal-like (SCM), and polycrystalline (PCM) textures using the X-scan strategy and energy inputs of 75, 50, and 25 J/mm³, respectively. Additionally, our findings showed that the synergistic effects of most of the LPBF process conditions induced new β orientations rather than inheriting crystallographic orientations from the solidified layers. Consequently, the predominant precipitation of the α/α' martensites resulted in a significant weakening of the overall texture in the Ti6246 alloy. Key highlights of this study are illustrated in the figure.

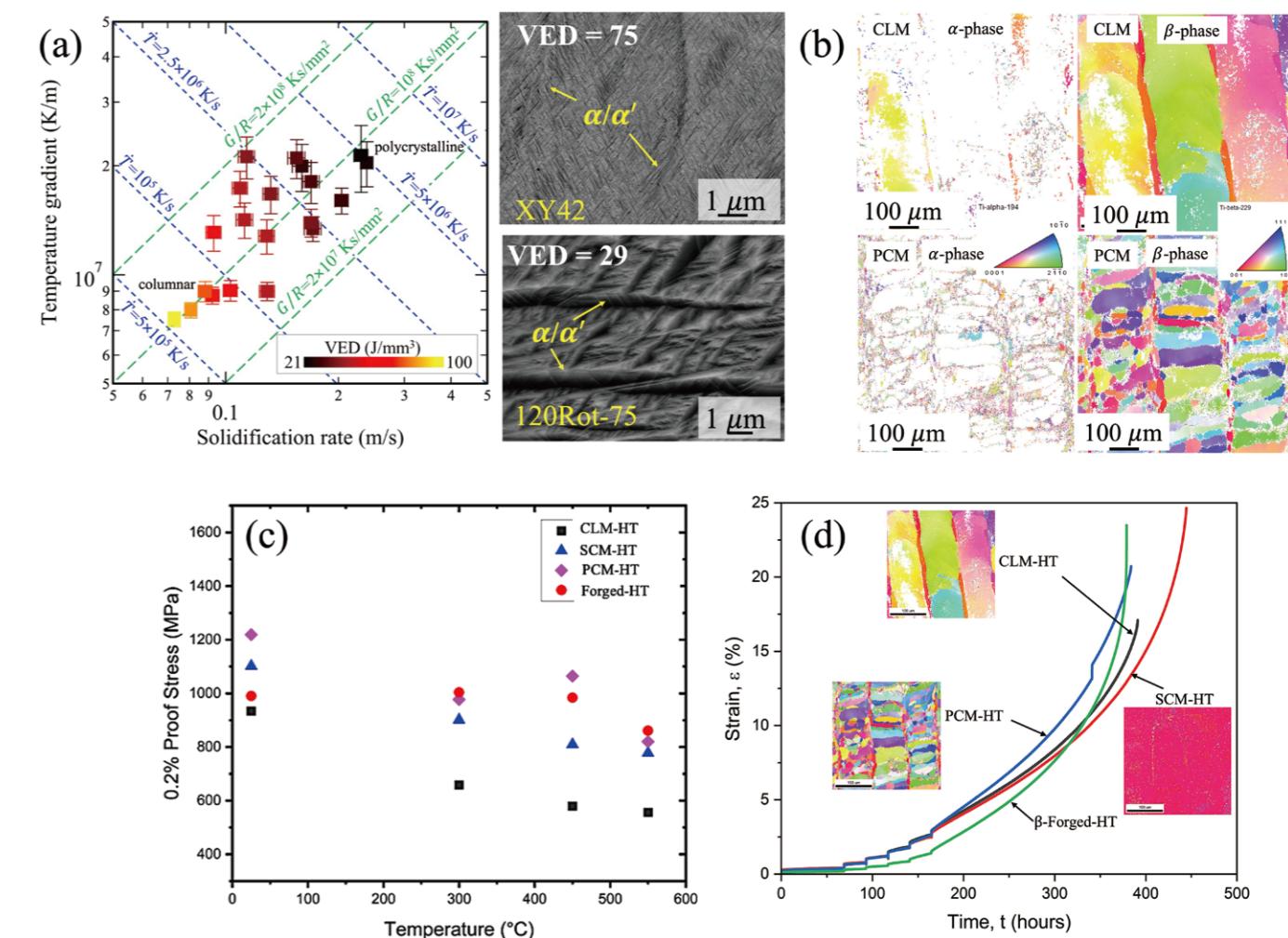


Fig. (a) solidification map and microstructural features, (b) IPF phase maps of the CLM and PCM textures, (c) high-temperature compression test, (d) overall step creep curve of the LPBFed-Ti6246

材料と材料をつなげ、 人と人をつなげる、超温度場



前川 翔
富山大学大学院理工学研究科 修士2年

私は、富山大学大学院理工学研究科専攻マテリアル科学工学プログラムの前川翔と申します。私は、できたばかりの石本研究室に1期生として配属され、3Dプリンターを用いた研究に3年間携わり、今年の3月で修士課程を修了します。

「3Dプリンター」を初めて耳にした当初は、3Dプリンターは好きな形状を得るための道具であるとの認識でした。研究室配属後、研究テーマとして3Dプリンターを扱うと聞いた時、研究でどのような「形」を作るのだろう?と不思議に思いましたが、先生から見せられた試料はただの金属の角柱であり、角柱を作るためにわざわざ3Dプリンターを使うのだろうか…と、頭の中にはてなマークが広がったの覚えています。

しかし、ここから、この角柱がただの角柱でないこと、角柱の中に材料学がぎっしりと詰まっていること、そして、3Dプリンターが生み出す超温度場によって、新しい材料学が生まれていることを目の当たりにすることとなりました。

私は、LPBF法による($\alpha + \beta$)型Ti-6Al-4V/ β 型Ti-15Mo-5Zr-3Alマルチマテリアル生体材料の創製をテーマに研究を行ってきました。マルチマテリアル化により、1つの構造体中であっても構造体の各部位が受け持つべき機能性に応じて適材適所に特性の異なる材料を配置することで、単一材料では達成できない特異的な機能性の発現を図るもので、Ti-6Al-4Vの高強度と、Ti-15Mo-5Zr-3Alの低ヤング率を場所ごとに割り当てた高機能インプラント材料を目指すものです。

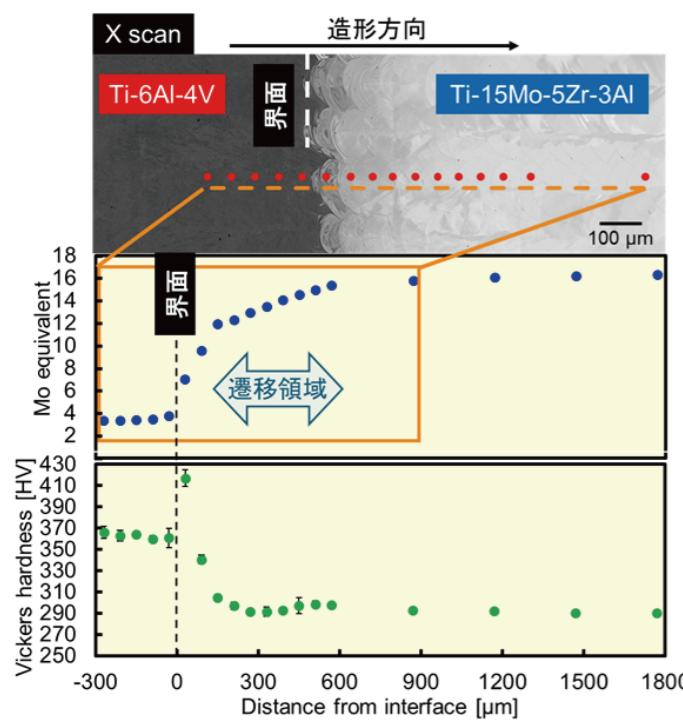


図1 LPBFによる超温度場で作製したTi-6Al-4V/Ti-15Mo-5Zr-3Al界面付近での(上)BSE像、(中)組成変化に伴うMo当量の変化と、(下)ビッカース硬度の変化

これは、2つの材料をつなげる、というシンプルなことではありません。LPBFは超温度場の存在により、造形しながらにして、 β 相を単結晶のように高配向化させ、2材の界面では溶融時の高速攪拌により組成傾斜を生みつつ、超急速冷却により組織の微細化を実現する、まさに組織制御のための方法だということを、研究を進めるにつれ理解しました。特にチタン合金との相性は非常に良いと考えています。なぜなら、チタン合金は組成に依存して相安定性が敏感に変化することを特徴とするため、相安定性と超温度場との相互作用を用いた組織、機能制御が可能であるからです。実際に、本研究での組成範囲で β 相の安定性が高いTi-15Mo-5Zr-3Al部では、<001>方向を優先配向化(XYスキャン)させることで低ヤング率が発現しました。Ti-6Al-4V/Ti-15Mo-5Zr-3Al界面では組成が連続的に単調に遷移しますが、一方でビッカース硬度は不連続な変化を示し、界面直上にて最大値となりました(図1)。これはまさに、相安定性と超急冷の相互作用であり、この部分ではナノサイズの($\alpha + \beta$)組織が形成されています。同組成の鋳造材を作製してもこの微細組織と強度を得ることはできず、超温度場を使って初めて、そして加工熱処理等を必要とせず、高機能化が可能であることに感動しました。界面に対して荷重軸を垂直に取った引張試験を行うと、破断はTi-15Mo-5Zr-3Al部で生じ、力学的信頼性の高い界面を得ることができました。

この研究を通じて、学会への出席や、セッション・懇親会での先生方や学生の皆さんとの交流ができました。とくに、3Dプリンターの研究を先導されている大阪大学中野研究室の中野先生やスタッフ、学生の皆さんとの交流は刺激的でした。試料を作製いただき、交流させていただいた中野貴由先生には、心より感謝いたします。

3Dプリンターについて、研究に取り組む前の私と同じように、形状を作るという価値しか知らない人がまだ多くいると思います。私は4月より、機械や自動車部品を製造する会社で勤務します。この業界でも、3Dプリンターの活用は今後拡大すると予想されますが、私が本研究で学んだ、超温度場による金属組織・機能制御の魅力を伝え、会社での研究や産業の発展に、微力ですが貢献することで、超温度場材料創成に恩返しができればと、考えています。

実験風景の写真(引張試験)

超温度場CVDによるLuシリケート結晶の高速気相析出とシンチレーション特性



敷地 愛莉
横浜国立大学大学院環境情報学府 修士1年

私は、思うような成果が得られなかったことです。Luシリケート系材料には、オルソシリケート相 ($B\text{-}\text{Lu}_2\text{SiO}_5$; $B\text{-}\text{LSO}$) およびパイロシリケート相 ($\beta\text{-}\text{Lu}_2\text{Si}_2\text{O}_7$; $\beta\text{-}\text{LPS}$) という2つの化学両論組成化合物があり、オルソシリケート相には2つの多形(A相およびB相)が存在します。研究を進める中で、これらが混相結晶となる問題に直面しました。CVD法では、原料気化温度や成膜温度といった実験条件を変化させることで膜の構成相を制御できますが、単相結晶を得るために条件の最適化が必要でした。そこで、私は単相試料を得るために100通り以上の合成条件を試行しました。その結果、ルテチウム組成70-80 mol% Luかつ成膜温度1073-1173 Kの範囲で $B\text{-}\text{LSO}$ 単相膜が得られ、20-45 mol% Luかつ成膜温度1173-1273 Kの範囲で $\beta\text{-}\text{LPS}$ 単相膜が得られることを突き止めました(図1(b))。この経験を通じて、地道な試行錯誤とデータ管理の重要性を学びました。

プロジェクトに参加して得られたこと

私は、かねてから材料合成で社会貢献をしたいという思いを持って研究活動に取り組んできました。今回の研究成果は、製造効率の大幅な向上だけでなく、コスト削減や安定供給の実現といった社会的な課題の解決に寄与できる可能性を実感しました。自身の研究が社会に貢献できる可能性を見いだせたことは、私にとって価値のある経験となり、研究を進める上での大きなモチベーションとなりました。

国内外の学会発表を通じて多くの経験を得られたことも、プロジェクトに参加してよかったことのひとつです。2024年6月の応用物理学会の研究会では講演奨励賞、9月の日本セラミックス協会の秋季シンポジウムでは優秀発表賞を受賞しました。11月には豪州ニューカッスル大学を訪問し、国際会議ICEAN 2024に参加しました(図1(c))。専門的な英語表現を学ぶとともに、自分の研究を国際的な視点から見つめ直す貴重な機会となりました。学会では、エネルギー材料関連の研究者との議論を通じて、多様な視点やアプローチを学び、研究に対する理解がより深まりました。現在は、これらの経験を活かしながら、賦活元素やホスト材料を他の希土類元素に拡げて研究を進めています。

研究概要

私は、セラミックスシンチレータ結晶の高速気相成長を取り組んでいます。シンチレータとは、放射線を可視光に変換する結晶を指し、半導体デバイスや二次電池向け非破壊検査装置、核医学検査装置(CTやPET)、原子力発電所における放射性物質の環境測定に活用されます。Ce³⁺イオンを添加したLuシリケート系化合物の中には、高い発光収率(25,000-27,000 photons MeV⁻¹)、短い残光時間(40 ns)、優れた放射線阻止能(有効原子番号65および密度7.4 Mg m⁻³)を持つ化合物が知られています。

セラミックスシンチレータは、これまで単結晶体や透明焼結体といったバルク体での研究や産業応用が主でしたが、近年、シンチレータを十数μmの厚さに薄片化して媒質内での蛍光発光の散乱を抑制し、検査装置の空間分解能を向上させる研究が進んでいます。現在は、バルク体を薄片加工していますが、結晶育成から精密加工に数日から数週間といった長時間を要すること、歩留まりが悪いこと、高価な希土類元素を含む原料廃棄物が生じることが課題です。

本研究では、レーザーを用いた化学気相析出(CVD)法に着目しました。CVD法は、基板上に気体から固体結晶を析出する手法であり、薄膜状のシンチレータ結晶を合成できます。高強度レーザー照射により生じる超高温度場を利用することで、基板上での化学反応が活性化され、従来CVD法より数十~数百の成膜速度、すなわち一時間あたり数十~数百μm厚さでの結晶成長が可能となります。後加工が不要になり、製造時間を大幅に短縮できます。

研究成果と苦労した点

ここまで研究活動において、Ce³⁺添加Luシリケート膜の合成に成功しました。シンチレーション発光特性の評価を行い、市販の単結晶バルク体と同等の性能を持つことを確認しました。この研究成果により、これまで数日以上かかっていた製造プロセスを30に短縮することが可能となり、さらなる実用化の可能性を示しました(図1(a))。

研究を進める上で苦労した点は、研究を始めてから1年間

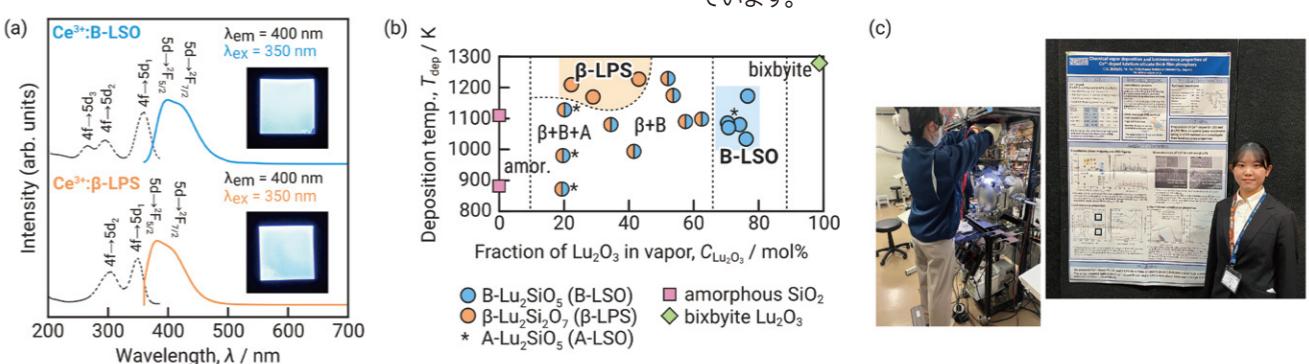
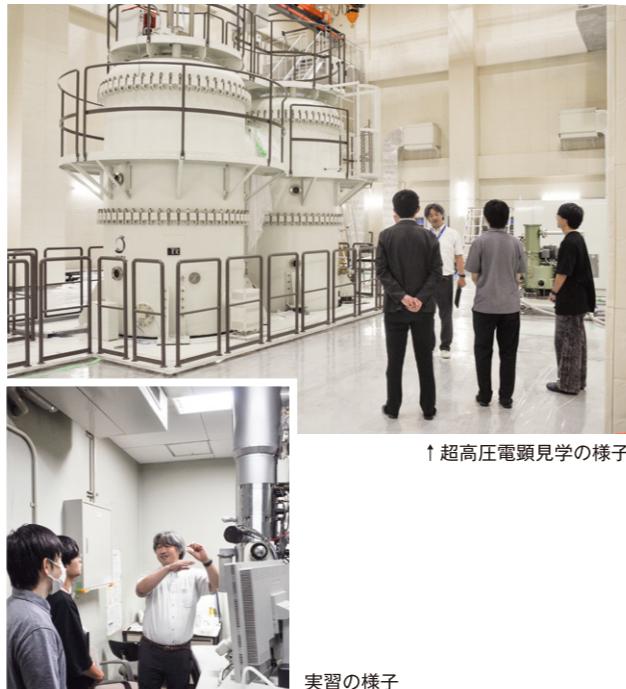


図1 (a) Ce³⁺添加B-LSOおよび β -LPS膜の蛍光発光スペクトル(実線)および励起スペクトル(点線)、内挿相は、紫外線照射下での外観写真 (b) Lu仕込み組成と成膜温度が生成相に与える影響、(c) 研究室でのCVD実験の様子(左)、国際会議ICEANでのポスター発表の様子(右)

SCHOOL 超温度場夏の学校
第2回 電子顕微鏡スクール

8月28日-30日に大阪大学超高压電子顕微鏡センターにおいて、第2回電顕スクールを開催しました。佐藤和久准教授と市川聰特任教授らが講師を務め、初日に全体講義、2日目以降は参加者のレベルに応じた集中的なトレーニングを実施しました。このスクールにより、参加者は透過電子顕微鏡による極微構造解析の技術を習得し、その応用力を向上できました。今後、学んだ技術が研究現場に定着し、さらなる発展を遂げることが期待されます。


 ↑超高压電顕見学の様子
実習の様子

SCHOOL 超温度場夏の学校
第2回 データサイエンススクール

9月5日-6日に名古屋大学東山キャンパスにおいて、第2回データサイエンススクールを開催しました。足立吉隆教授が、画像認識と定量組織学、重回帰分析と機械学習の比較、材料工学における順解析と逆解析等について講義し、さらに、足立先生が開発された材料情報統合システム "shinyMIPHA" を実際に操作して、参加者はデータサイエンス技術の基礎理論とその実践的な応用について理解を深めました。


 実習の様子
修了証授与の様子

第34回 日本MRS年次大会での若手研究者シンポジウム

12月17日に第34回日本MRS年次大会において、「Symposium B-2 巨大温度勾配での結晶成長による材料創成と実験・計算融合科学」を開催しました。本シンポジウムは、主に本領域の若手参画者を中心に企画され、基調講演2件、招待講演5件を含む15件の口頭発表と17件のポスター発表が行われました。千葉晶彦名誉教授(東北大)と木村禎一主席研究員(JFCC)による基調講演の後、新進気鋭の若手研究者による講演とポスター発表が続き、優れた発表と活発な議論が行われました。これら若手の発表から、口頭発表者1名、ポスター発表者1名が日本MRSから奨励賞を受賞しました。超温度場での結晶成長による材料創成に関する実験・計算融合科学での若手育成の良い機会となりました。



ポスター発表の様子


 MRS-Jから2名に送られた
MRS-J奨励賞の賞状

SCHOOL 超温度場夏の学校
若手研究交流会 2024

10月11日-12日に「超温度場夏の学校 若手研究交流会」が、滋賀県膳所のアヤハレークサイドホテルで開催されました。40名が参加し、基調講演2件と若手研究者や学生による22件の研究発表(口頭発表14件、ポスター発表8件)を行いました。基調講演は、石本卓也教授(富山大)と森下浩平准教授(九大)が、領域研究に関わる基礎知識や最新の成果の解説をしました。若手/学生の口頭発表は「計測・観察+材料解析」、「材料解析」、「シミュレーション利用」の3つのセッションに分けて行われ、聴講者が自身の研究と関連付けた質問を積極的に行うなど、予定時間を超える熱心な議論が深く展開されました。そして、特に優れた5名の発表者に、発表賞・ポスター賞を授与しました。


 ←若手研究交流会での、
優秀発表表彰式の様子

 2024年度後期
活動記録

◎2024年

- 9月30日-10月4日 若手海外派遣 フランス 国立応用科学院リヨン校
- 10月11-12日 超温度場夏の学校 若手研究交流会 滋賀・膳所 アヤハレークサイドホテル
- 10月18日 ディスカッションミーティングA03班
- 11月26-27日 第18回物性科学領域横断研究会 神戸大学
- 12月10日 若手海外派遣 米国 ボストン マサチューセッツ工科大学
- 12月16-18日 第34回日本MRS年次大会 横浜市開港記念会館他

◎2025年

- 3月17-18日 2024年度末報告会 大阪大学 箕面キャンパス

 2025年度
予定

- 6月30日-7月4日 THERMEC 2025 (International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials) Tours, France
- 7月20-24日 USNCCM18 (18th U.S. National Congress on Computational Mechanics) Chicago, USA
- 12月8日-13日 MRM 2025 (Materials Research Meeting 2025) CMSTF 2025 Yokohama, Japan