Advanced Materials『夢』を形に・・・・ 未来への架け橋 Realizing New Technology for the Future

東北大学金属材料研究所 附属新素材共同研究開発センター

News Letter

Vol.**9** 2017.7

CONTENTS

•	センター長からの言葉	1
•	就任挨拶:准教授 千星聡	2
•	平成 29 年度共同利用研究採択件数	2
•	平成 29 年度客員一覧	2
•	平成28年度センター所属職員の受賞一覧	2
•	第11回共同利用研究課題最優秀賞	3
•	受賞者からの寄稿	3
•	平成 28 年度客員教員(国外)成果報告書: Valery I. TCHANI	4
•	平成 29 年度共同利用ステーション別共同利用研究に供する装置のご紹介	6
•	平成 30 年度共同利用研究公募のご案内	7

東北大学 金属材料研究所 附属新素材共同研究開発センター

Cooperative Research and Development Center for Advanced Materials, IMR, Tohoku University

< センター長からの言葉



新素材共同研究開発センター センター長 古原 忠

新素材共同研究開発センターは、昭和62年に本所が全国共同利用型研究所に改組時に新素材開発施設 として出発し、種々の材料作製から評価、分析に至る多様な装置を共同利用として全国の材料研究者に開 放し、材料コミュニティの発展に重要な役割を果たしてきました。その後、平成17年には金属ガラス総合 研究センターへと改称し金属ガラスやナノ結晶材料の開発での成果を挙げてきました。平成25年により 広い新素材開発と全国共同利用研究への貢献を目指して現在のセンター名に変更し、平成28年に組織簡 素化、ミッション明瞭化と共同利用の支援機能強化を目指した組織再編を行い、現在に至っております。

現在のセンターの体制(下図参照)は、専任教員が自らの研究を推進する3つの研究部(物質創製, 機能設計,構造・プロセス制御),研究所が進める産学官連携プロジェクトを担う産学官広域連携セン ターの仙台オフィスを兼ねる産学共同研究部,共同利用研究を支援する3つの共同利用ステーション(物 質合成,性能評価,結晶作成)で構成されます。研究部は、定員が、教授1、准教授3、助教3の最大7名 で、生体・環境材料、磁性形状記憶・スピントロニクス材料、機能性無機結晶・熱電材料、金属ガラス・ ナノ結晶材料など多彩な新素材の研究開発に携わっています。共同利用ステーションでは、研究部の専 任教員が管理を担うとともに、所内研究部門等の教員の兼務による装置供用と所内テクニカルセンター の技術職員の業務支援の下、共同利用研究を支援しています。

現在の共同利用研究のトレンドは、センター教員の専門性の推移によって幅広く変化しております。 従来100件前後あった共同利用研究件数は、対応教員の不足によって平成28年度の申請では80件を切る まで大幅に減少しましたが、平成27年度末から平成29年度当初にかけて、教授1名、准教授2名を新規採 用したことで人員体制が実質的に強化され、センターがカバーする研究分野の幅も広がりました。その 結果、平成29年度の共同利用申請件数は90件以上へと増加するなど、活動が活発になりつつあります。 今後は、必要な組織運営の見直しと共同利用研究の基盤設備を継続して行い、全国共同利用研究を推 進・強化し研究者コミュニティに貢献いたします。また、所内外と連携し有用かつ質の高い研究成果を 生み出し、社会の持続的発展に寄与する新物質・材料の創製および実用化を目指していきます。

皆様には、今後ともご理解ご支援のほどよろしくお願い申し上げます。



組織図

🚺 就任挨拶

物質創製研究部 (兼)産学共同研究部 (兼)物質合成ステーション **准教授 千星 聡**



平成29年4月1日付で、産学官広域連携センターの特任准教授から新素材共同研究開発センター物 質創製研究部門、ならびに産学共同研究部の准教授に着任いたしました。私は本所加工プロセス工学研 究部門(旧・花田研)出身で、専門は金属材料学です。博士課程修了後は、大阪府立大学工学研究科・ 助教、本所・講師、特任准教授を歴任する中で、主に拡散現象や相平衡論を駆使した組織制御による材 料およびプロセスの創製、電子顕微鏡観察法による組織・構造解析に関する研究に従事してまいりまし た。いずれの研究テーマにおいても材料創製、組織解析、特性評価を一貫して進める中で、学理の探究 だけでなく実践的な知見の獲得を目指して研究を推し進めてきたつもりです。物質創製研究では、これ までの経験を活かして、種々の社会基盤材料に関連した研究課題に対して新規性、独創性、波及性に溢 れた成果を創出できるように鋭意務めていく所存です。一方、当センターでは共同利用・共同研究で得 た研究成果を、産業界に広く発信するという役割も仰せつかっております。産学官広域連携センターで 培った産学連携に関する経験とこれまでに培ってきたネットワークを駆使することにより、新素材共同 研究開発センターでの成果を産業界に橋渡しして、社会貢献の一翼を担えるように務めていく所存です。 今後とも皆様方のご指導、ご鞭撻、ご協力を賜りますよう何卒宜しくお願いします。

平成 29 年度 共同利用研究 採択件数 合計 91 件

学外 51 件		学内 40 件				
装置を利用して行う 共同利用研究	当センター研究部との 共同利用研究	所外	所内			
46 件	5 件	17 件	23 件			

|平成 29 年度 客員教員一覧

氏名	所属先名	期間
ZHANG, Wei	大連理工大学(中国)	H29.7.21~H29.9.5
KHOVAYLO, Vladimir	国立研究工科大学 MISiS(ロシア)	H29.12.19~H30.2.19
KIM, Kyoung Seop	浦項工科大学校(韓国)	H30.1.5~H30.2.4
多根 正和	大阪大学 産業科学研究所	H29.10.1~H30.3.31

|平成 28 年度 センター所属職員の受賞一覧

平成 28 年 7 月 12 日 Vanadium Award, Institute of Materials, Minerals and Mining

- 受賞者名 N. Kamikawa, K. Sato, G. Miyamoto, M. Murayama, N. Sekido, K. Tsuzaki, T. Furuhara
- 受賞論文 "Stress-strain behavior of ferrite and bainite with nano-precipitation in low carbon steels", Acta Materialia, 2015, Vol. 83, pp. 383-396.

平成 29 年 3 月 15 日 日本鉄鋼協会澤村論文賞

- 受賞者名 N. Kamikawa, M. Hirohashi, Y. Sato, E. Chandiran, G. Miyamoto, T. Furuhara
- 受賞論文 "Tensile Behavior of Ferrite-martensite Dual Phase Steels with Nano-precipitation of Vanadium Carbides", ISIJ International, 2015, Vol. 55, No. 8, pp. 1781-1790

東北大学金属材料研究所附属新素材共同研究開発センター 第 11 回 共同利用研究課題最優秀賞

平成 19 年度より、共同利用研究の促進のため前年度の採択課題のうち審査委員による高得点採択課題及び顕著な成果を上げた採択課題を候補とし、その中から東北大学金属材料研究所附属新素材共同研究開発センター共同利用研究課題最優秀賞として表彰する制度を設けております。

平成28年度新素材共同研究開発センター共同利用研究報告書審査について

<表彰候補課題>

表彰候補課題は、前年度採択課題 41 件のうち高得点で採択された 13 件でした。

<審査>

審査は、当センター共同利用委員会委員および運営委員会委員が行いました。

<審査結果>

審査は、報告書、前年度の旅費執行率及び顕著な研究成果を示すもの(マスコミ等を通した発表)を もとに行われ、下記の1件が選定されました。

課題番号16G0037

ホイスラー合金におけるハーフメタル物質の合成と物性に関する研究 鹿児島大学大学院理工学研究科:廣井 政彦,大岡 隆太郎,重田 出 東北大学金属材料研究所:梅津 理恵,野村 明子,湯蓋 邦夫

<表彰式>



後列左から:高橋嘉典事務部長、湯蓋邦夫准教授(対応教員)、 今野豊彦副所長、佐々木孝彦副所長 前列左から:梅津理恵准教授(所内分担者)、廣井政彦教授(鹿児島大学)、 高梨弘毅所長、古原忠センター長、

平成 29 年 5 月 22 日

受賞者からの寄稿

鹿児島大学大学院理工学研究科 廣井政彦、大岡隆太郎、重田出

私たちはホイスラー合金のハーフメタル性に着目し、アンドレーエフ反射法によるス ピン分極率測定をはじめとした様々な物性測定を通して, ハーフメタル特性を有するホ イスラー合金の基礎物性や新規物質探索の研究に取り組んでいます。附属新素材共同研 究開発センターの共同利用研究ではホイスラー合金を合成していますが, 本センターの 実験設備の利用はもちろんのこと、スタッフや技術職員のみなさんの試料合成に関する 豊富な知識や技術の支援によって私たちの研究が進展しています。昨年度の共同利用研 究課題では、バンド計算からハーフメタルであると予想されているCo基ホイスラー合金 の合成と、高圧力環境下における磁化測定に取り組みました。磁気特性の圧力依存性か ら, ① ハーフメタルの状態密度に特有の電子状態であること, ② 遍歴電子磁性体のス ピンゆらぎ理論を適用することによって、 スピンゆらぎの振幅を特徴づける磁気グリュ ナイゼン変数の値がゼロになることなどを明らかにしました。これらは、今後のハーフ メタル材料開発への指針を与える重要な研究成果であると考えています。今回,共同利 用研究課題最優秀賞を受賞することができたことを大変光栄に思います。この受賞を機 に一層の努力を行い、より高いレベルでの研究成果を出せるように頑張りたいと考えて います。これからも、共同利用研究における附属新素材共同研究開発センターのご支援 を宜しくお願い申し上げます。







大岡 隆太郎さん

✓ 平成 28 年度客員教員(国外)成果報告 <u>Development of Oxide and Halide Based Scintillating Crystals</u>

Valery I. TCHANI Svetcha, Canada

This report summarizes my research during three-month visit to IMR, Tohoku University from September 1 to November 30, 2016. My past experiences of collaboration with IMR included Postdoctoral Fellowship, employment as a staff member and as a visiting researcher/professor.

The purpose of the visit was to participate in research projects associated with development of novel scintillating materials and crystal growth of oxide, halide, and other crystals with wide spectrum of possible applications.

1. Growth of Lu₂O₃ Crystals.

The growth of single rare-earth oxide crystals including Lu_2O_3 is complicated task in spite of their chemical simplicity. This is associated with their exceptionally high melting point of about 2500°C. Nevertheless, growth of these crystals by Czochralski (CZ), heat exchanger method, Bridgman method, laser heated pedestal growth (LHPG), Verneuil process, floating zone, and flux method were attempted. Additionally, growth of such crystals by micro-pulling-down method (μ -PD) in atmosphere of Ar+H₂ was established in Tohoku University.

Main disadvantage of the μ -PD growth of Lu₂O₃ and other rare-earth oxides is associated with difficulty of the process control. Application of automatic diameter control based on weight measurement like in CZ is not easy because solidification rate (g/min) in the μ -PD is low. As a result, visual monitoring of the meniscus shape and its dimensions is mostly practiced in the μ -PD growths.

The μ -PD growth of the Lu₂O₃ crystals established in the past was performed using the apparatus where the Ar+H₂ atmosphere of the hot zone was isolated from exterior environment with vertical quartz tube. The tube was positioned inside the induction coil used for the crucible heating (Fig.1 and Fig.2, tops). This tube sited just a few mm away from the extremely hot ceramic forming the hot zone. As a result, degradation of the tube transparency was progressed very fast. At the beginning of the growths, the transparency was sufficiently high. Therefore, the seeding was mostly successful. However, thereafter the visibility was lost due to partial re-crystallization of the fused quartz and deposition of evaporated materials in the interior parts of the tube.

Oppositely, in the case of the μ -PD system with chamber design the window is positioned at room temperature. Therefore, its transparency does not change (Fig.1 and Fig.2, bottoms).

In this work, the growths were performed using μ -PD system with chamber design and Re crucible that was about 30 mm in outer diameter. The



Fig.1. Schematic diagram of the $\mu\text{-PD}$ growth with quarts tube (top) and chamber (bottom) designs.

the die (5 mm in diameter) are illustrated in Fig.3. The seed was made from W/Re wire, and it was attached to the alumina seed holder (Fig.4). Examination of Y_2O_3 ceramic as a seed material was not successful.

Number of attempt were made to optimize the growth conditions. The best results were obtained when the thermal insulation of the hot zone was constructed according to Fig.5

Two types of after-heaters were tested. The original one (Fig.6) was excessively massive. As a result, the temperature gradient established below the crucible was not sufficient to support solidification of the melt under the die. Therefore, the after-heater that was about twice shorter and had vertical cross-cut was used in the optimized growths. Finally, the crystal with dimensions illustrated in Fig.7 was produced.

The results of X-ray powder diffraction analysis demonstrated that the produced material was single phase Lu_2O_3 . This project is in progress.

2. Topics of Other Activities (Assistance to IMR Staff, Students, etc.)

1. Effects of Na co-doping on optical and scintillation properties of Eu:LiCaAlF₆ neutron scintillator crystals

2. Growth and scintillation properties of 2inch diameter SrI₂(Eu) single crystal.



Fig.2. View of the actual $\mu\text{-PD}$ systems with quarts tube (top) and chamber (bottom) designs.



Fig.3. Bottom part of the Re crucible.



Fig.4. W/Re wire seed.



Fig.5. Schematic diagram of the hot zone with Zr₂O ceramic thermal isolation.



Fig.6. View of original Re after-heater.



Fig.7. As grown Lu₂O₃ crystal. Scale is in mm.

3. Co-Authored Manuscript Accepted for Publication (in Press)

1. M. Yoshino, K. Kamada, Y. Shoji, A. Yamaji, S. Kurosawa, Y. Yokota, Y. Ohashi, A. Yoshikawa, V.I. Chani, Effect of Mg co-doping on scintillation properties of Ce:Gd₃(Ga,Al)₅O₁₂ single crystals with various Ga/Al ratios, J. Cryst. Growth.

2. Y. Yokota, T. Kudo, V. Chani, Y. Ohashi, S. Kurosawa, K. Kamada, Z. Zeng, Y. Kawazoe, A. Yoshikawa, Improvement of dopant distribution in radial direction of single crystals grown by micro-pulling-down method, J. Cryst. Growth.

3. T. Nihei, Y. Yokota, M. Arakawa, Y. Ohashi, S. Kurosawa, K. Kamada, V. Chani, A. Yoshikawa, Growth of platinum fibers using the micro-pulling-down method, J. Cryst. Growth.

4. Acknowledgments

I would like to thank all the members of Yoshikawa Laboratory and other departments of IMR for their kind assistance and support. December 2016

Keywords: micro-pulling-down method, crystal growth, scintillator.

E-mail: vchani@gmail.com

< 平成 29 年度 共同利用ステーション別 共同利用研究に供する装置のご紹介

1. 物質合成ステーション

金属系薄膜、リボン、粉末作製装置からセラミックス合成装置まで、多種多様な物質合成・作製装置を所 有・管理している。

- 極微細加工用電子描画・エッチング装置
- 多元系反応スパッタ装置
- 高速反射電子解折装置
- 複合イオンビーム成膜装置
- 多段制御化学気相析出装置
- 超高温浮遊溶融型
 複合セラミックス作製装置
- 電極作製装置
- 熱間加工再現試験機
- 放電プラズマ焼結装置
- 電子ビーム溶解装置
- 高圧ガス噴霧装置
- 傾角鋳造装置
- 単ロール液体急冷装置
- 2. 性能評価ステーション

構造解析用の各種X線回折装置や試料の定性・定量分析を行う装置群に加え、熱分析装置や磁気特性評価 装置等も取り揃えている。

- 磁気特性評価システム
- 高温硬度計
- 回転対陰極強力X線発生装置
- 微小部 X 線回折装置
- 試料水平式エックス線回折装置
- X線光電子分光分析装置(XPS)
- 電界放出形走查電子顕微鏡(FE-SEM)
- フィールドエミッション電子プローブマイクロ アナライザー(FE-EPMA)
- 走査電子顕微鏡(W-SEM)
- 超伝導量子干渉計(SQUID)
- インストロン引張試験装置
- 示差走查熱量測定装置 (DSC)

■ 温度可変磁化測定装置(VSM)

- 多目的 X 線構造解析装置
- 微小単結晶構造解析装置
- 高輝度エックス線微小部構造解析装置



3. 結晶作製ステーション

単結晶育成用の母合金作製装置および金属合金・化合物や酸化物などの各種単結晶育成装置群を所有・管 理している。

- 液相凝固制御装置
- 水平磁場印加型単結晶引上装置
- ブリッジマン方式単結晶作製装置
- 光学式浮遊帯域溶融炉
- 電子ビーム式浮遊帯域溶融装置
- 高周波加熱単結晶作製装置
- 真空高温炉
- 高周波溶解炉
- 汎用アーク溶解炉
- 横型帯域溶融アーク炉
- 高温反応焼結炉
- フラックス法単結晶育成炉
- μPD 結晶作製装置



平成 30 年度 共同利用研究 公募のご案内

> 公募: 平成 29 年 11 月中旬~12 月上旬

▶ 共同利用期間: 平成 30 年 4 月 1 日~平成 31 年 2 月末日

> お問い合わせ先:新素材共同研究開発センター事務室

TEL.022-215-2371 ■ crdam@imr.tohoku.ac.jp または総務課研究協力係

TEL.022-215-2183 ⊠imrkyodo@imr.tohoku.ac.jp

> 詳細は次号に掲載予定です。

新素材共同研究開発センターニュース Vol.9 2017年7月31日 東北大学 金属材料研究所 附属新素材共同研究開発センター 〒980-8577 宮城県仙台市青葉区片平 2-1-1 TEL:022-215-2371/FAX:022-215-2137 E-MAIL.crdam@imr.tohoku.ac.jp URL:http://www.crdam.imr.tohoku.ac.jp