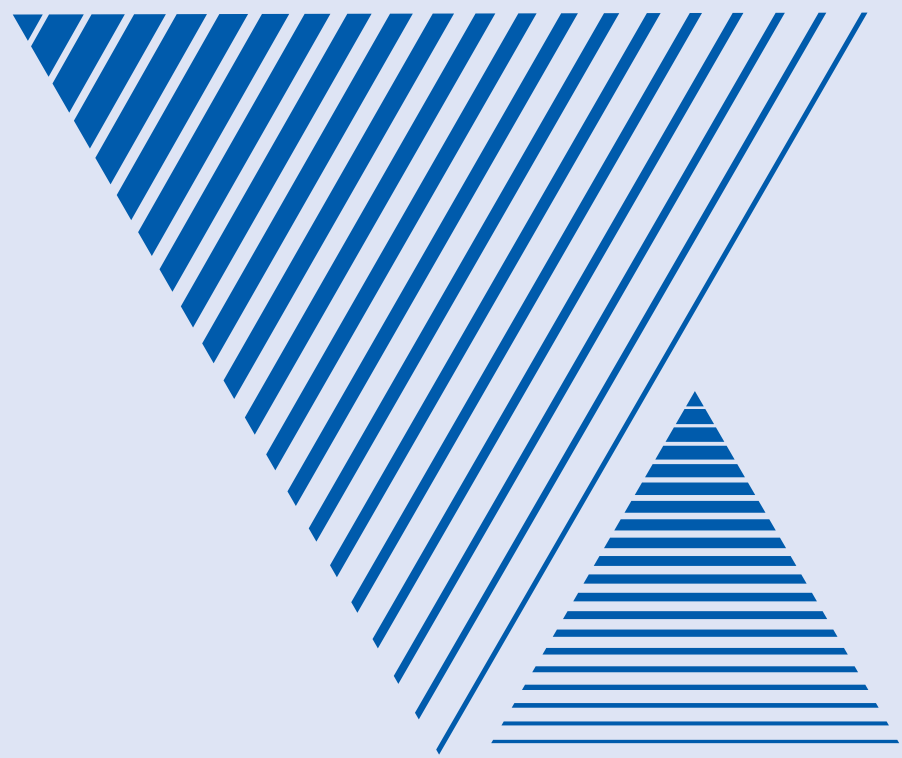


材研報告

No.81 2025



国際化に向けた取り組み

早稲田大学 各務記念材料技術研究所

所長 菅 原 義 之

国際化は、日本の大学が長年にわたって取り組んできた課題です。早稲田大学においても、留学生の受け入れや日本人学生の留学を積極的に推進してきました。理工学術院内の学部・研究科では英語学位プログラムを設置し、海外から学部生、大学院生を受け入れております。一方、研究における国際化も、国内の研究者が積極的に取り組むべき課題とされています。この50年間で、国際共同研究論文の割合は大きく増加しており、その需要性はますます高まっています。しかしながら、アメリカやヨーロッパ諸国に比べて、日本の国際共同研究論文の割合は、大きく引き離されております。また、いくつかの分析から、単一国の共同研究論文に比べて、国際共同研究論文の方がより高いインパクトを持つことが示されています。こうした背景を踏まえて、材料技術研究所においても、国際共同研究を推進することが強く望まれております。

材料技術研究所は、全国の大学に設置されている共同利用・共同研究拠点に申請し、2018年に「環境整合材料基盤技術共同研究拠点」としての認定を受けました。共同利用・共同研究拠点は、学術の国際化への対応も目的の1つであり、国際共同研究を促進するための国際ネットワークの構築や、国際的な頭脳循環のハブとなることが期待されています。環境整合材料基盤技術共同研究拠点では、海外との共同研究を積極的に展開しており、過去3年間（2022年度から2024年度）実施された53件の共同研究うち、国際共同研究は17件に上りました。また共同研究先は、アメリカ、ヨーロッパ（エストニア、セルビア、ドイツ、フランス）、アジア（タジキスタン、ベトナム）と多岐にわたり、着実に国際的な広がりを見せています。

さらに、この度ウクライナ国立科学アカデミー半導体物理研究所との間で箇所間協定を締結しました。本学あるいは理工学術院とその中の学部・研究科は、多数の海外の大学・研究所と協定等を結んでおりますが、材料技術研究所としては、海外の組織との初めての箇所間協定の締結になります。この協定締結が「環境整合材料基盤技術共同研究拠点」が国際的ネットワークを形成し、日本の国際共同研究論文の増加に少しでも貢献するための第一歩となればと考えております。

今後も材料技術研究所と環境整合材料基盤技術共同研究拠点の更なる国際化に努めてまいります。引き続き皆様のご理解とご支援を賜りますようお願い申し上げます。

目 次

研究題目一覧	1
各研究室の研究成果紹介	13
業績リスト	55
1. 受賞	56
2. 著書・論文	57
3. 講演・発表	67
プロジェクト研究（共同研究）	91
共同利用・共同研究拠点	97
「環境整合材料基盤技術共同研究拠点」事業報告	98
「環境整合材料基盤技術共同研究拠点」成果報告	108
事業報告	141

2024年度研究題目一覧

1. 共同研究	2
2. 各個研究	2
3. 学外研究費による研究	5
4. 民間企業との共同研究	7

1. 共同研究

1) カーボンナノチューブの基礎物性

代表者 川原田 洋：協力者 川田 宏之

2. 各個研究

荒尾 与史彦 研究員

- 1) グラファイトの液相剥離と電磁波シールドコーティングの応用
- 2) グラフェン添加によるエポキシ樹脂の機械的特性の向上
- 3) 高い熱伝導性を有するグラファイトフィルムの創出
- 4) 疎水面を有するセルロースナノファイバーの創出

岩瀬 英治 研究員

- 1) パーフルオロポリエーテルを分散媒とした自己修復型金属配線における気泡発生要因の分析
- 2) 自己修復型金属配線における時間変化する印加電圧による修復状態の評価
- 3) 折り紙型熱発電デバイスにおける折り上げ量が温度差に与える影響の評価
- 4) 切り紙型熱発電デバイスの立ち上がり高さに対する発電特性の評価

大久保 将史 研究員

- 1) ナトリウムイオン電池の開発
- 2) 全固体電池の開発
- 3) 水系電池の開発
- 4) レドックスフロー電池の開発

勝藤 拓郎 研究員

- 1) 軌道・スピン・結晶格子の結合に由来する新物性の開拓
- 2) 新奇磁気抵抗物質の開発
- 3) 軌道秩序を示す物質の開発
- 4) モット絶縁体－金属転移の研究
- 5) スローダイナミクスを示す物質の開発とメカニズムの研究
- 6) 光学測定を用いた電子状態の研究

川田 宏之 研究員

- 1) CNT無撓糸を用いた複合材料の創成
- 2) 分子動力学計算によるCNT無撓糸の強度発現機構
- 3) CNT/CF複合材料の疲労特性
- 4) CNT/CF複合材料の圧縮特性と破壊シミュレーション
- 5) 極低温環境下における複合材料の力学特性
- 6) SiC/SiC複合材料の成形と強度特性

川原田 洋 研究員

- 1) ダイヤモンド窒素空孔センサの電子スピン制御による局所NMR
- 2) ダイヤモンド2次元正孔ガス層を利用した超低損失パワーデバイスの開発
- 3) AlN/ダイヤモンドヘテロ界面の形成による高耐圧p-n接合
- 4) 電気化学電極を利用した新しい海中通信

小林 正和 研究員

- 1) 低次元系構造の作製と素子応用に関する研究
- 2) テラヘルツ光応用に関する研究
- 3) ワイドギャップ半導体による発光素子開発に関する研究
- 4) テルル系化合物トポロジカル絶縁体材料の薄膜作製
- 5) 近接昇華法によるカルコパイライト材料の開発
- 6) ナノ微粒子の粉碎作製に関する研究
- 7) ナノ粒子の太陽電池応用
- 8) 新規太陽電池用材料の開発

下嶋 敦 研究員

- 1) 有機シラン化合物を用いた光応答性ナノ材料の作製と評価
- 2) 自己修復機能を有する無機ナノ構造材料の設計
- 3) ビルドアップ法による規則性ナノ空間材料の作製と応用
- 4) 層状ケイ酸塩の金属修飾と応用

菅原 義之 研究員

- 1) ヤマスナノシート及び二層ナノシートの作製とその応用
- 2) 有機-無機ハイブリッドからの無機多孔質材料の作製とその応用
- 3) 新規窒化物の高圧合成

鈴木 進補 研究員

- 1) 鋼板の塑性変形特性・応力緩和特性に関する研究
- 2) 金属極細管の伸管加工技術の開発
- 3) Ni基超合金スクラップのリサイクル技術開発と高温特性評価
- 4) ポーラス金属の製法開発, 特性評価と応用開発
- 5) 金属用3D積層造形に関する研究
- 6) 微小重力環境を用いた金属の凝固挙動の研究
- 7) 液体の熱拡散現象・拡散現象の解明

関根 泰 研究員

- 1) 二酸化炭素高効率転換のための材料開発
- 2) 水素製造の高効率化のための材料開発
- 3) バイオマス転換の高効率化のための材料開発

多田 由佳 研究員

- 1) コレステリック液晶を使ったマイクロマシン作製
- 2) 物質透過を制御する単分子膜ポリマー
- 3) 電荷移動二成分混合液晶の誘電特性
- 4) 音波で可視化する液晶薄膜の粘弾性
- 5) カイラル液晶薄膜の気体透過による非平衡ダイナミクス

平田 秋彦 研究員

- 1) 電子回折を用いた非晶質材料の局所構造解析
- 2) メカニカルアロイングによる非平衡材料作製
- 3) 分子動力学法を用いた液体およびガラスの静的および動的構造解析
- 4) 計算ホモロジーを用いた非晶質材料の構造抽出

細井 厚志 研究員

- 1) 金属材料の疲労損傷治癒技術の開発
- 2) 繊維強化複合材料の超長疲労特性評価と寿命評価技術の構築
- 3) 金属表面のナノ空間構造体の創製と異種材料接合技術の開発

柳谷 隆彦 研究員

- 1) 窒化物圧電薄膜の探索とBAWフィルタ応用
- 2) 分極反転強誘電体エピタキシャル薄膜を用いたスイッチナブルフィルタ応用
- 3) 極性反転酸化物圧電薄膜の超音波トランスデューサ応用
- 4) 分極反転構造の圧電トランス薄膜音響共振子の電波発電デバイス応用
- 5) 横波超音波の固有振動数変動による液体中の質量計測センサ応用

山口 勉功 研究員

- 1) 冶金関連物質の状態図と熱力学諸量の測定と集積
- 2) スラグへの有価金属の損失低減
- 3) 自動車用排気ガス浄化触媒からの白金族金属の回収
- 4) 乾式法による希土類磁石含有モータからのレアアースの回収

山本 知之 研究員

- 1) 高輝度・長寿命希土類フリー蛍光体の創製と評価
- 2) 長寿命有機無機ハイブリッドペロブスカイト太陽電池用材料の創製と評価
- 3) マテリアルズインフォマティクスを用いた新構造材料の評価

吉田 誠 研究員

- 1) 鋳型の反力を考慮したFEMによる鋳物の変形予測と構成式の構築
- 2) 鋳物のベアリング欠陥抑制技術の開発
- 3) アルミニウム合金鋳物の凝固割れ発生メカニズムの解明と予測
- 4) 粒子法による流動凝固解析と実験的バリデーション
- 5) 溶融金属の型内フィリング挙動におよぼす排圧の影響の解明と流動凝固予測
- 6) 溶融金属と型の間の熱伝達係数測定および計算技術開発
- 7) アルミニウム合金鋳物の残留応力および変形予測

3. 学外研究費による研究

日本学術振興会科学研究費補助金

<基盤研究S>

- 1) 切り紙構造が誘起する折り紙構造の学理創出とデバイス実証

研究代表者 岩瀬 英治

<基盤研究A>

- 1) ナノ素材を用いた循環型機械材料の創成

研究代表者 荒尾 与史彦

- 2) ナノ空間の電気二重層：実験データの統計解析と計算データの統計解析の連携

研究代表者 大久保 將史

- 3) 表面プロトニクスを活かした低温でのエネルギーキャリアの合成と利用

研究代表者 関根 泰

<基盤研究B>

- 1) 複合自由度に由来する新規磁気伝導物質の探索と新規物性

研究代表者 勝藤 拓郎

- 2) ナノビルディングブロックの配列制御に基づく結晶性ポリシロキサン材料の創製

研究代表者 下嶋 敦

- 3) カイラル液晶分子の集団回転による一方向熱輸送

研究代表者 多辺 由佳

- 4) 相補型高速パワーインバータのためのpチャネルダイヤモンド電界効果トランジスタ

研究代表者 川原田 洋

<基盤研究C>

- 1) 液体金属中における拡散係数予測式の構築

研究代表者 鈴木 進補

- 2) アップコンバージョン型蛍光体によるペロブスカイト太陽電池の高効率化

研究代表者 山本 知之

<挑戦的研究（萌芽）>

- 1) 無歪MXene電極を利用した全固体蓄電デバイス

研究代表者 大久保 將史

- 2) メソポーラスシリカナノ粒子を物理架橋点に用いた高強度シリコン材料の創製

研究代表者 下嶋 敦

- 3) ガラス構造における擬格子面と位相幾何的秩序

研究代表者 平田 秋彦

<学術変革領域研究（A）（計画研究）>

1) イオン渋滞学に基づく新物質創製と機能開拓

研究分担者 大久保 將史

<特別推進研究>

1) 水素の活性化を駆動力とする次世代触媒反応の開発

研究分担者 関根 泰

<国際先導研究>

1) カーボンニュートラルを志向した作動状態解析に基づく固体触媒設計

研究分担者 関根 泰

<国際共同研究加速基金（海外連携研究）>

1) マルチスケール界面性状制御による機能的異種接合技術の開発

研究代表者 細井 厚志

文部科学省

次世代パワーエレクトロニクスに関するデバイス設計と生産技術

研究代表者 吉田 誠

文部科学省 データ創出・活用型マテリアル研究開発プロジェクト（DxMT）

再生可能エネルギー最大導入に向けた電気化学材料研究拠点

研究分担者 大久保 將史

NEDOグリーンイノベーション基金事業（次世代蓄電池・次世代モーターの開発プロジェクト／蓄電池のリサイクル関連技術開発）

クローズドループ・リサイクルによる車載LiB再資源化

研究代表者 山口 勉功

NEDO先導研究プログラム／未踏チャレンジ

極限環境において高強度・高靱性な異種接合に関する研究開発

研究代表者 細井 厚志

NEDO次世代全固体蓄電池材料の評価・基盤技術開発

次世代全固体蓄電池材料の評価・基盤技術開発

研究分担者 大久保 將史

国立研究開発法人科学技術振興機構（JST）

1) 戦略的創造研究推進事業 総括実施型研究（ERATO）

研究領域：「山内物質空間テクニクス」

研究題目：「無機ナノ物質の次元制御に関する合成と物性評価の研究」

研究担当者 菅原 義之

2) 戦略的国際共同研究プログラム (SICORP) EIG CONCERT-Japan

研究領域:「カーボンニュートラルな都市の実現に向けたソリューション」

研究題目:「持続可能な水質浄化のための光活性な Mo₆ クラスタ/半導体ナノコンボジット」

研究担当者 菅原 義之

3) 創発的研究支援事業 (FOREST)

研究課題:「電池レス無線給電デバイス用の新規 3 次元配向圧電薄膜の創製」

研究代表者 柳谷 隆彦

4) 研究成果最適展開支援プログラム (A-STEP)

研究課題:「6 G 用圧電単結晶薄膜/多層膜基板構造弾性波デバイス基盤技術の研究開発」

研究代表者 柳谷 隆彦

5) 先端国際共同研究推進事業 (ASPIRE) エネルギー分野

研究領域:「カーボンニュートラルの実現に向けたエネルギー研究」

研究課題:「分散型国際ネットワークが実現する基盤蓄電技術革新とネットゼロ社会」

研究代表者 大久保 將史

6) 戦略的創造研究推進事業 (CREST)

研究領域:「未踏探索空間における革新的物質の開発」

研究課題:「水を基軸とする未踏蓄電機能材料の開拓」

研究分担者 大久保 將史

7) 革新的 GX 技術創出事業 (GteX)

研究領域:「蓄電池領域」

研究課題:「資源制約フリーなナトリウムイオン電池の開発」

研究分担者 大久保 將史

8) 戦略的創造研究推進事業 (ALCA-Next) 先端的カーボンニュートラル技術開発

研究領域:「資源循環領域」

研究開発課題:「ケミカルループ法による革新的 CO₂ 転換材料の開発」

研究代表者 関根 泰

エネルギー・金属鉱物資源機構 (JOGMEC)

未利用資源等からの有価物回収に関する研究

研究代表者 山口 勉功

環境省 地域資源循環を通じた脱炭素に向けた革新的触媒技術の開発・実証事業

革新的多元素ナノ合金触媒・反応場活用による省エネ地域資源循環を実現する技術開発

研究代表者 関根 泰

4. 民間企業との共同研究

1) 固液共存領域の合金の力学物性値の取得に関する研究

研究代表者 吉田 誠

- | | | | |
|-------------------------------------|-------|----|----|
| 2) 合金の凝固収縮挙動に関する研究 | 研究代表者 | 吉田 | 誠 |
| 3) 超大型FC/FCD 鋳物の残留応力, 変形の予測制御に関する研究 | 研究代表者 | 吉田 | 誠 |
| 4) アルミニウム合金製シリンダヘッドの残留応力予測に関する研究 | 研究代表者 | 吉田 | 誠 |
| 5) 鋳鋼品の欠陥発生予測と欠陥発生低減に関する研究 | 研究代表者 | 吉田 | 誠 |
| 6) CNT繊維強化プラスチック基複合材料の創成と高強度化 | 研究代表者 | 川田 | 宏之 |
| 7) SiC繊維の紡糸方法の開発と成形条件 | 研究代表者 | 川田 | 宏之 |
| 8) SiC/SiC 複合材料の力学特性と評価 | 研究代表者 | 川田 | 宏之 |
| 9) 極低温環境下における複合材料の破壊じん性評価 | 研究代表者 | 川田 | 宏之 |
| 10) CNT/CF 複合材料の力学特性に関する研究 | 研究代表者 | 川田 | 宏之 |
| 11) CF/PEEK 複合材料の熱伝導率の測定 | 研究代表者 | 川田 | 宏之 |
| 12) 高強度熱延鋼板のせん断面の遅れ破壊挙動解析 | 研究代表者 | 鈴木 | 進補 |
| 13) 極細線・薄肉パイプ材の機械的性質等の評価 | 研究代表者 | 鈴木 | 進補 |
| 14) 鉄鋼材料における応力緩和現象の究明 | 研究代表者 | 鈴木 | 進補 |
| 15) 電子ビーム溶融加工における粉体レゴリスの気泡発生メカニズム解明 | 研究代表者 | 鈴木 | 進補 |
| 16) 単結晶ピエゾ膜を使った弾性波共振器に関する研究 | 研究代表者 | 柳谷 | 隆彦 |
| 17) 圧電薄膜の結晶性および圧電特性制御の研究 | 研究代表者 | 柳谷 | 隆彦 |
| 18) 5.8GHz帯BAWフィルタの具現化に向けた設計確立 | 研究代表者 | 柳谷 | 隆彦 |

- 19) アモルファス基板上への高配向圧電膜の成長メカニズムの解析並びに微細構造付き水晶基板の圧電特性の解析及び特性制御
研究代表者 柳谷 隆彦
- 20) 超音波を発する骨接合材設計の研究
研究代表者 柳谷 隆彦
- 21) ダイヤモンド量子センサーに関する研究
研究代表者 川原田 洋
- 22) スーパーワイドバンドギャップデバイス調査研究
研究代表者 川原田 洋
- 23) 高周波 GaN-HEMT におけるダイヤモンド基板活用
研究代表者 川原田 洋
- 24) ダイヤモンド半導体による相補型パワーインバータの開発に関する研究
研究代表者 川原田 洋
- 25) ダイヤモンドを用いた大電流・高耐圧, 高周波・高出力デバイスおよびデバイスを活用したシステムの研究開発
研究代表者 川原田 洋
- 26) き裂治癒技術の素形材および金型材料への適用検討
研究代表者 細井 厚志
- 27) CFRP の疲労特性評価
研究代表者 細井 厚志
- 28) 樹脂ギヤ材料の疲労メカニズム・寿命予測の研究
研究代表者 細井 厚志
- 29) モーターからの効率的なレアアース, 銅のリサイクル実用化技術開発
研究代表者 山口 勉功
- 30) 金属－スラグ間の微量元素分配挙動に関する研究
研究代表者 山口 勉功
- 31) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2\text{-CaO-SiO}_2$ 四元系スラグを中心とした基礎的性状の調査及びスラグ組成による白金族金属の分配比の研究
研究代表者 山口 勉功
- 32) Cu の硫化反応挙動に関する速度論的研究
研究代表者 山口 勉功
- 33) 廃太陽光パネルからのガラスの分離と金属シリコンと有価金属の分離・回収
研究代表者 山口 勉功
- 34) 銅屑リサイクルに向けた Sn 及び Ni 系不純物の無害化技術開発
研究代表者 山口 勉功

- 35) 無機粒子の液状化に関する基盤研究
研究代表者 下嶋 敦
- 36) 新規ナノ材料における構造形成過程の解析
研究代表者 下嶋 敦
- 37) 可溶性無機塞栓物の開発
研究代表者 下嶋 敦
- 38) ナノマテリアルコート「ハドラス」の新規および改良研究開発に係る実現性検討
研究代表者 下嶋 敦
- 39) 層状六ニオブ酸塩を用いた機能性材料の作製
研究代表者 菅原 義之
- 40) ゲスト-ホスト液晶における液晶組成物と色素の相互作用に関する研究
研究代表者 多辺 由佳
- 41) 剥離グラファイトを用いた熱伝導フィルムの開発
研究代表者 荒尾 与史彦
- 42) 繊維コーティングによる複合材料の機械的特性の向上
研究代表者 荒尾 与史彦
- 43) 電極形成プロセスに関する研究
研究代表者 大久保 將史
- 44) 蓄電デバイス用材料の研究
研究代表者 大久保 將史
- 45) 電極活性に関する研究
研究代表者 大久保 將史
- 46) ナトリウムイオン電池に関する研究
研究代表者 大久保 將史
- 47) 量子フーリエ変換・逆変換を利用した固体モデリング触媒表面反応
研究代表者 関根 泰
- 48) カーボンニュートラルに向けた電場触媒反応場での不活性ガスの水素化
研究代表者 関根 泰
- 49) In_2O_3 やその他酸化物を含む触媒を用いたエタンの酸化的脱水素反応
研究代表者 関根 泰
- 50) 電場アシスト法による NO_x 吸蔵および還元触媒の研究開発
研究代表者 関根 泰
- 51) 低温アンモニアクラッキング技術の研究
研究代表者 関根 泰

52) 低温での亜酸化窒素浄化技術の研究	研究代表者	関根	泰
53) 多様なバイオマスを原料としたLPG直接合成技術	研究代表者	関根	泰
54) 触媒を用いた廃プラスチックの低温ガス化に関する研究	研究代表者	関根	泰
55) 半導体センサ用材料の研究	研究代表者	関根	泰
56) 電場印加触媒での担体構造化の研究	研究代表者	関根	泰
57) カーボンニュートラルに資する技術の研究	研究代表者	関根	泰
58) CO ₂ 固体炭素化技術の研究	研究代表者	関根	泰
59) 中低温レドックス能を有する高機能材料の探索	研究代表者	関根	泰
60) 超高速AI分子シミュレータの評価および触媒反応の機構解明	研究代表者	関根	泰
61) 酢酸製造の触媒開発, プロセス開発	研究代表者	関根	泰
62) 電場印加炭化水素改質触媒反応の詳細メカニズム把握手法に関する研究	研究代表者	関根	泰

2024年度各研究室の研究成果紹介

荒尾与史彦	研究員	14
岩瀬 英治	研究員	16
大久保將史	研究員	18
勝藤 拓郎	研究員	20
川田 宏之	研究員	22
川原田 洋	研究員	24
小林 正和	研究員	26
下嶋 敦	研究員	28
菅原 義之	研究員	30
鈴木 進補	研究員	32
関根 泰	研究員	35
多辺 由佳	研究員	38
平田 秋彦	研究員	40
細井 厚志	研究員	42
柳谷 隆彦	研究員	44
山口 勉功	研究員	46
山本 知之	研究員	48
吉田 誠	研究員	50

材研研究奨励生

熊木 拓海	51
土田 菜摘	52
若井 悠貴	53

荒尾与史彦研究室

グラフェンの凝集制御による複合材料の機械的特性の向上

1. 研究目的

グラファイトや窒化ホウ素などの層状鉱物は、面内の強度は高いものの、層間はファンデルワールス力で弱く結合しているため、外力を付加することで剥離が進んで厚み10nm以下のナノシートを得ることができる。特に原子1層まで薄層化したグラファイトは「グラフェン」と呼ばれ、通常のグラファイトとは異なる特異な電気的特性を発現することが知られている。

グラフェンナノシートを樹脂に添加することで、プラスチック材料の更なる機械的特性の向上が期待できる。しかしながら、ナノ材料はファンデルワールス力によって樹脂中で凝集し、凝集がある場合はグラフェンナノプレートを添加することで機械的特性が低下する。そのため、どのプラスチックを選び、どのような熱履歴、プロセスを経て成形するのが凝集抑制の鍵となる。本研究では熱硬化性樹脂であるエポキシ樹脂と、熱可塑性であるポリプロピレンにそれぞれグラフェンナノプレートを添加し、成形プロセスによってどのような機械的特性変化があるのかを調査した。

2. 研究成果

2.1 エポキシ中でのグラフェンナノプレートの凝集制御と機械的特性の向上

エポキシ樹脂は基本的には主剤であるエポキシモノマーに硬化剤を添加させて温度をコントロールすることで硬化反応を進める。硬化剤ではアミン系硬化剤が多くの場合で用いられているが、脂肪族、芳香族など種類があり、硬化温度が異なる。特に硬化温度が高くなりエポキシを加熱した場合、エポキシ樹脂自体の表面張力が低下し、また粘度が著しく低下する。すなわち高温で硬化させる必要のある材料選択を行った場合、グラフェンナノプレートを樹脂中

に分散させたとしても硬化の過程で再凝集することが懸念される。

実際にエポキシ樹脂の温度を変化させて、グラフェンナノプレートの凝集挙動をモニタリングし、その結果を図1に示す。35℃程度の温度範囲では1時間程度では分散性を保っている。しかしながら、190℃に昇温した場合、わずか15分で顕著な凝集挙動を示し、30分では樹脂とグラフェンナノプレートが完全に分離する形となった。一般的にグラフェンナノプレートが分散安定するには、液体の表面張力が40~50mN/mが最適であると報告されている。実際にエポキシ樹脂の表面張力は室温で45-50mN/mであり、室温近傍では最適な表面張力域となる。しかしながら温度を向上させることで表面張力が低下し、特に80℃を超えると表面張力は35mN/mまで低下し、グラフェンナノプレートを分散維持させるための表面張力帯から外れることとなる。これらの事より、エポキシ樹脂の硬化における凝集を防ぐためには、室温硬化型の脂肪族アミンが適切であり、高温硬化の芳香族アミンは硬化の際の再凝集が懸念されることが分かった。また、エポキシ樹脂にグラフェンを分散させるために、アセトンやエタノール等の有機溶媒を混ぜて粘度を下げた状態で超音波を照射し、その後エバポレータで有機溶媒を完全に飛ばす溶媒分散法が一般的に用いられている。しかし、溶媒分散法では有機溶媒を飛ばすために80℃で加熱する必要があり、この温度で再凝集が引き起こされることが懸念される。

図2はエポキシ、およびエポキシナノコンポジットを引張試験を行い、その応力-ひずみ線図を求めた結果である。一般的な溶媒分散法で作製したグラフェンナノプレート/エポキシ複合材料と、ロールミル分散を利用した完全室温プロセスで作製した複合材料を比較すると、溶媒分散法では破断ひずみ、破断強度ともに低下していることが分

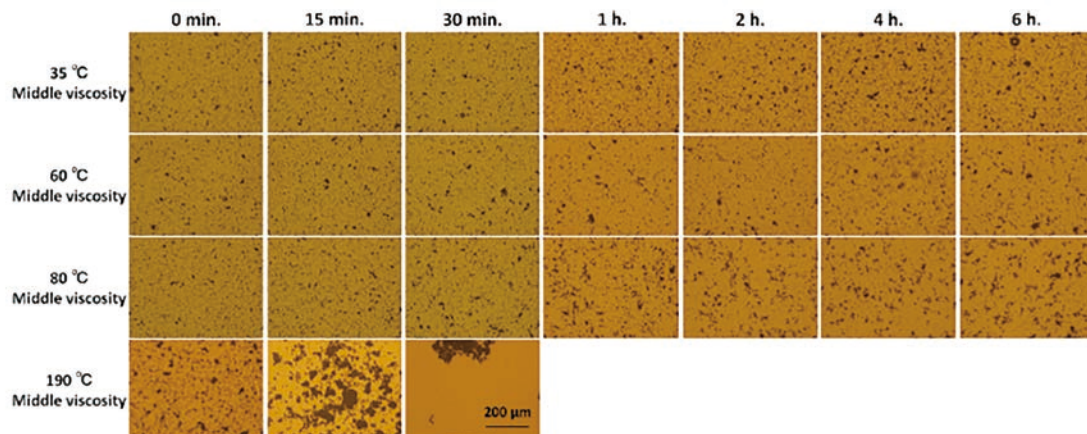


図1 エポキシ樹脂中でのグラフェンナノプレートの凝集挙動

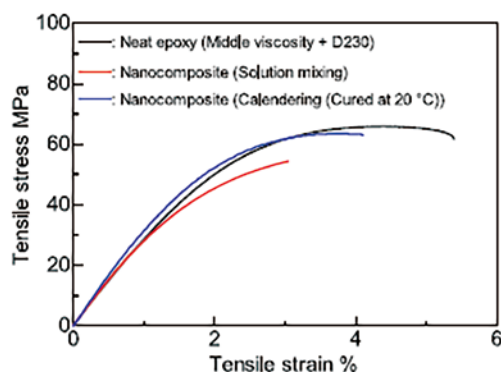


図2 分散方法の違いによるグラフェン/エポキシ複合材料の機械的特性の違い

かる。これは溶媒を飛ばす際にグラフェンナノプレートが凝集したものと考えられる。一方で完全室温プロセスの場合は、破断伸び、破断強度ともにエポキシ単体と比べて向上している。

以上、室温で分散させ、かつ室温硬化型の硬化剤を用いることで、再凝集を抑制し、安定した機械的特性の向上が得られることが分かった。(著者論文1を参照)

2.2 グラフェンナノプレートの添加によるポリプロピレン/ガラス繊維の機械的特性の向上

ポリプロピレンに代表される熱可塑性樹脂は剛性・強度共に低いため、炭素繊維がガラス繊維を添加して機械的特性を向上させる。しかしながら、成形性を担保するために繊維が切れた短繊維の状態が多く、この状態の場合、強化繊維の特性が発揮されない場合が多い。特にポリプロピレンは非極性樹脂であり、繊維との接着性が悪く、その結果強度上昇に結び付かない。

図3にポリプロピレン (PP) と炭素繊維 (CF) およびPPとガラス繊維 (GF) を複合化させて引張試験を行った結

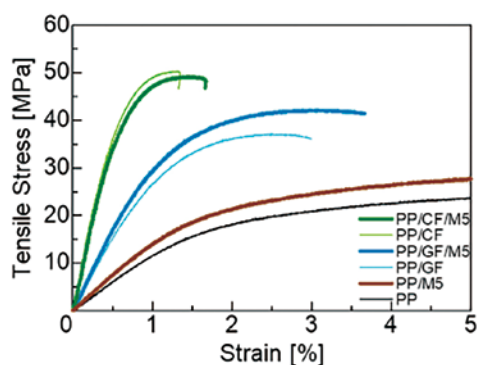


図3 PP/炭素繊維あるいはPP/ガラス繊維にグラフェンナノプレートを添加した場合の引張特性の変化

果を示す。繊維含有率は20wt%と固定している。この材料系に更にグラフェンナノプレート (M5) を1 wt%添加させて、強度上昇が得られるかどうか調査を行った。CF/PPの場合、グラフェンナノプレート添加により剛性向上や強度上昇は得られなかった。一方でGF/PPの場合では、グラフェンナノプレートの添加により、20%の強度上昇、10%の弾性率の向上が得られた。このような高い上昇率は複合則では説明できない現象である。また、残存繊維長はPP/GFの場合318mmに対し、GF/PP/M5は237mmであり、グラフェンナノプレートの添加によって残存繊維長は低下しているにもかかわらず、高い機械特性の向上が得られている。この向上要因として、樹脂と繊維の界面強度の向上に起因するものと推測される。実際にKelly-Tysonモデルでどの程度界面せん断強度が変化したのか計算したところ、グラフェン添加前後で、炭素繊維の場合16.7MPaから15.7MPaとわずかに低下したものの、ガラス繊維の場合、10.8MPaから19.2MPaへと向上したことが分かった(図4)。実際にGF/PPの破面では、繊維が引き抜けて接着性が低い様子が観察された一方で、グラフェンナノプレートを添加すると平滑で繊維破断も見られ、破断面観察からも界面せん断強度の向上が示唆された。

このような繊維の種類によって、グラフェンナノプレートの添加による影響が大きく異なる要因として、ポリプロピレン樹脂の結晶化の違いによるものと推察される。炭素繊維では炭素がポリプロピレンの結晶化を促進するため、初期の状態から比較的高い界面せん断強度を示したのに対し、ガラス繊維では結晶化促進作用がなく、界面での接着性が低い。しかしながら、グラフェンナノプレートを添加するとポリプロピレンの結晶化が向上することが観察され、ガラス繊維周りに付着したグラフェンナノプレートが繊維周りの結晶化を促し、それにより高い界面せん断強度が得られたものと推測された。(著者論文2を参照)

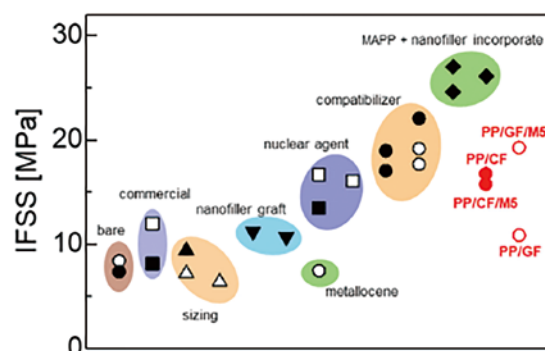


図4 PP/CFあるいはPP/GFにナノプレートを添加した際の界面せん断強度IFSSの変化(他文献と比較)

(1) 切り紙型熱電発電デバイスの立ち上がり高さに対する発電特性の評価

本研究の目的は、熱源との接触面を持ち引張による立ち上がり可能な切り紙型の熱電発電デバイス (Thermoelectric generator, TEG) において、立ち上がりに対する発電特性の評価をすることである。近年、ヒトの皮膚表面のような曲げや伸縮のある熱源にも貼付し発電できるフレキシブル TEG が求められている。折り紙構造や切り紙構造はフレキシブル性を持ちながら、材料選択の自由度が高く、高発電効率が見込めることから、熱電発電デバイスに用いられた研究が行われている。これらの研究では、切り紙構造の立ち上げによって熱電材料に温度差を与えている。我々はこれまでに熱源との接触面と放熱面を持ち引張による立ち上がり可能な切り紙型 TEG を設計し、高効率な切り紙型 TEG を実現した。図 1 に示した設計構造のカットパターンは引張量によって立ち上がり高さが変化する構造である。そこで本研究では、設計された構造において、デバイスの立ち上げに対する発電特性の評価を行った。

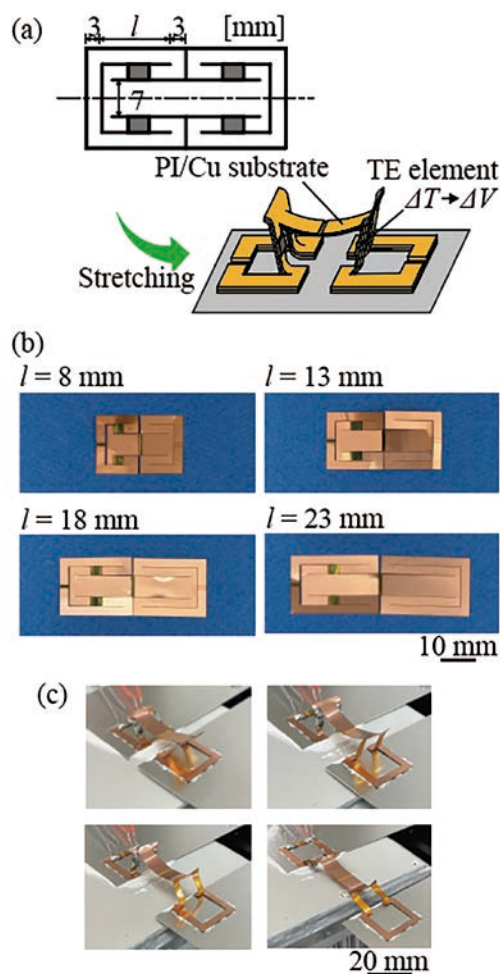


図 1 切り紙型熱電発電デバイスの外観。(a) 切り紙型熱電発電デバイスの概略図。(b) 立ち上げ前の基板。(c) 引張り前後の様子。

図 1 の設計構造において、立ち上がり高さに関わるのは引張の際に立ち上がる部分である梁長さ l である。梁長さが大きくなると、立ち上がり高さの増加や、熱電素子に熱が伝わりにくくなったり、素子密度が小さくなる。そこで、図 1 (b) に示すように梁長さを 8 mm, 13 mm, 18 mm, 23 mm にした 4 種類のデバイスを製作し、それぞれのデバイスにおいて、引張量を変化させて立ち上がり高さと発電性能を計測した。引張量を変化させながら立ち上がり高さと発電性能を測定するために、図 1 (c) のようにデバイスを接着させ、引張量を変化させた。4 種類のデバイスにおける抵抗値、立ち上がり高さ、出力電力の測定結果をそれぞれ図 2 に示した。なお、室温と熱源温度はそれぞれ 295 K, 373 K を維持させた。まず、図 2 (a) に示した 4 種類のデバイスにおける引張量と抵抗値の関係から、デバイスによる抵抗値の差と引張による抵抗値の変化は小さかった。したがって引張による出力電力の変化はデバイスの変形によるものだとわかる。次に図 2 (b) に示した引張量と立ち上がり高さの関係から、梁長さ l を 8 mm, 13 mm, 18 mm, 23 mm と変化させると立ち上がり高さの最大値は 7.51 mm, 12.03 mm, 16.29 mm, 21.20 mm となっており、引張量と併せて立ち上がり高さの制御が可能であることを示した。図 2 (c) の出力電力の測定結果から、立ち上がり高さが大きくなるほど出力電力も大きくなることが明らかとなった。一方で、出力電力の最大値は梁長さ l が 8 mm, 13 mm, 18 mm, 23 mm においてそれぞれ 0.806 mW, 1.01 mW, 0.934 mW, 0.696 mW であり、最も大きかったデバイスは梁長さ 13 mm のデバイスであったことから、適切な梁長さが存在することがわかる。梁長さが 13 mm より大きくなると出力電力が小さくなった理由とし

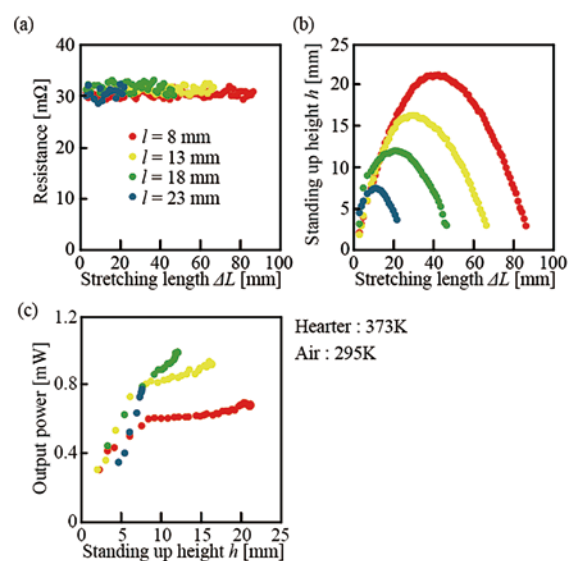


図 2 (a) 伸長長さと各梁長の抵抗の関係。(b) 伸長長さと各梁長の立ち上がり高さの関係。(c) 立ち上がり高さと各梁長の出力の関係。

て、熱抵抗の増加によって素子に与えられる温度が小さくなったことが考えられる。

(2) 折り紙型熱電発電デバイスにおける折り上げ量が温度差に与える影響の評価

本研究の目的は、折り紙型の熱電発電デバイスにおいて折り上げ量が熱電素子につく温度差に与える影響をシミュレーションにより評価することである。熱源との接触面のみ入熱しヒートシンク部のみで放熱する単純なモデルでは、折り上げ量が変化しても熱電素子につく温度差は変化しない。そのため、折り上げ量が熱電素子につく温度差に与える影響を評価するためには、熱電素子と周囲の空気との熱のやり取りを考慮する必要があると考えられる。そこで本研究では、有限要素法解析ソフトCOMSOL Multiphysicsを用いて、周囲の空気を含めた折り紙型TEGのシミュレーションモデルにおいて、折り上げ量と熱電素子につく温度差の関係を調べた。

図3に折り紙型TEGのシミュレーションモデルの概略図と寸法を示す。本研究では2D対称のモデルを用いてシミュレーションを行った。空気を幅120 mm、高さ60 mmとして外側の境界条件を圧力 1 atm、温度293.15 Kの開放境界とした。ホットプレートの温度373.15 Kとし、底部のホットプレート以外の部分は断熱とした。図4に折り上げ角 θ を60°に固定して、折り上げ角 θ を変化させたときの熱電素子につく温度差の変化を調べた結果を示す。折り上げ角が大きいほど熱電素子につく温度差も大きくなることが確認できた。

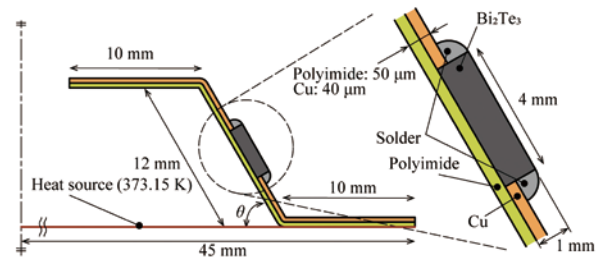


図3 折り紙型TEGのシミュレーションモデル

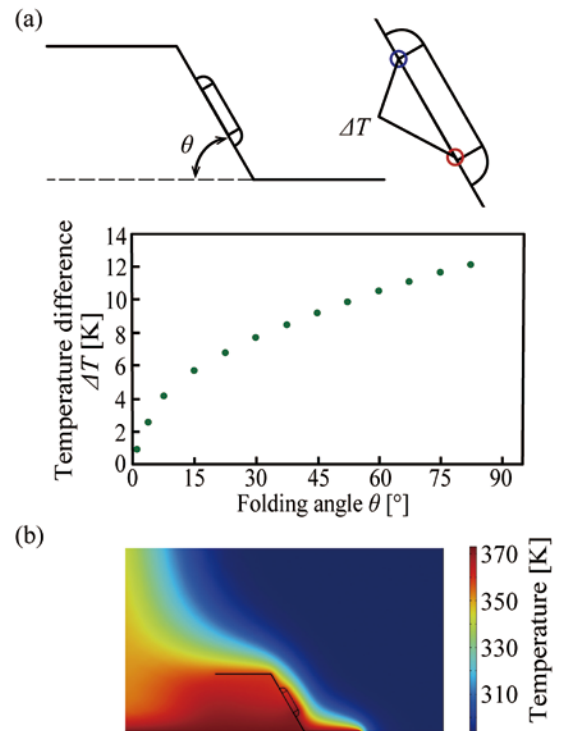


図4 (a) 立ち上げ角度と测温位置。(b) 温度分布のシミュレーション結果。

1. 研究背景

再生可能エネルギーによる断続的な発電は、高性能エネルギー貯蔵デバイスによる負荷平準化によってのみ、電力系統に連系可能となる。リチウムイオン電池 (LIB) は、高エネルギー密度、高エネルギー効率、長寿命を特徴とする最先端の電気化学的エネルギー貯蔵デバイスであるが、LIBに使用されている可燃性の有機液体電解質は、火災や爆発事故の固有のリスクを伴い、大規模応用を妨げている。この安全性の問題に対処するため、LIBの代替として、不燃性の無機固体電解質を用いた全固体電池 (ASSB) が研究されてきた。

電極材料と固体電解質の界面は、ASSBにおける可逆的かつ効率的なエネルギー貯蔵を実現する上で重要な役割を果たす。効率的な接触界面が作製されたとしても、従来の電極材料 (例えば、層状 $\text{LiNi}_{1-x}\text{Co}_x\text{Mn}_y\text{O}_2$ およびグラファイト) への Li^+ のインターカレーション反応によって大きな体積変化が起こり、界面接触の機械的な破損につながる。したがって、接触界面を維持できる電極材料の発見は、ASSBを開発するための重要なステップである。

層状遷移金属炭化物/窒化物 (MXene) は、化学式 $\text{M}_{n+1}\text{X}_n\text{T}_x$ (M: 遷移金属, X: 炭素または窒素, T: 表面終端基, $n=1\sim4$) で表され、電解液と共に電極材料として使用すると、MXeneは大きな構造変化なしに高速イオン輸送と高密度電荷貯蔵を示す。このMXeneの歪みのない特性は、固体-固体界面の維持に有益であり、ASSBの長期サイクルを可能にすると期待される。

本研究では、MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 電極を全固体電池に応用した。

2. 実験方法

MAX相 Ti_3AlC_2 は固相法を用いて合成した。MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ は、それぞれフッ化物ベースの塩エッチング液を使用して Ti_3AlC_2 からAlを選択的にエッチングすることにより合成した。 Li_3PS_4 ガラス粉末は、メカノケミカルミリング法を用いて合成した。

粉末XRDパターンは、SmartLab (Rigaku, Cu K α 線) を用いて測定した。

全固体セルは、固体電解質粉末 (100mg) を直径10mmのポリカーボネート製シリンダーに入れ、25℃で0.1MPa、1秒間仮加压してセパレータ層を形成した。 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ と固体電解質 (50:50 wt%) からなる複合粉末 (10mg) をセパレータ層上に均一に置き、25℃で330MPa、5分間加压してセパレータ層を形成した。反対側の集電体にLi箔を貼り付け、その上にIn箔を貼り付けた。対極層としてのInLi箔と、セパレータ/作用極層からなる二層ペレットを、25℃で1分間、200 MPaでプレスした。すべての操作はAr充填グローブボックス内で行った。定電流充放電測定

は、TOSCAT-3100 (Toyo Systems社製) を用いて実施した。

充放電後、セルを分解し、電極層を除去した。複合粉末は、Ar充填グローブボックス内でカーボングリッド上に散布した。試料が空気にさらされるのを防ぐため、真空移送TEM試料ホルダー (Gatanモデル648) を使用した。エネルギー分散型X線分光法 (EDS) による元素マッピングと定量分析は、走査透過型電子顕微鏡 (STEM) を用いて、同じ装置で実施した。

3. 結果と考察

MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ は、HCl/LiFエッチング液を使用してMAX相 Ti_3AlC_2 からAlを選択的にエッチングすることにより合成した。 Ti_3AlC_2 および $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ の粉末X線回折 (XRD) パターンは、エッチング後に層間距離に相当する002反射が低角側へのシフトを示した (図1a)。この層間距離の増加は、エッチング処理によるAl層の除去、および Ti_3C_2 層への表面末端基の修飾を示している。SEM像では、エッチング反応によって部分的に剥離した層状構造を持つことが分かった (図1b)。高解像度透過型電子顕微鏡 (HR-TEM) により、層間距離が約10Åであることが確認され、粉末XRDパターンから得られた値とよく一致した (図1c)。また、エネルギー分散型X線分光法 (EDS) により、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 粒子中にTi, C, O, F, Clが均一に分布していることが示された。

固体電解質と組み合わせたMXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 電極の電荷貯蔵挙動を評価した。定電流充放電測定により、 $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x|\text{Li}_3\text{PS}_4$ ガラス電極は、大きな可逆容量 (200 mAh g⁻¹) を示した。こ

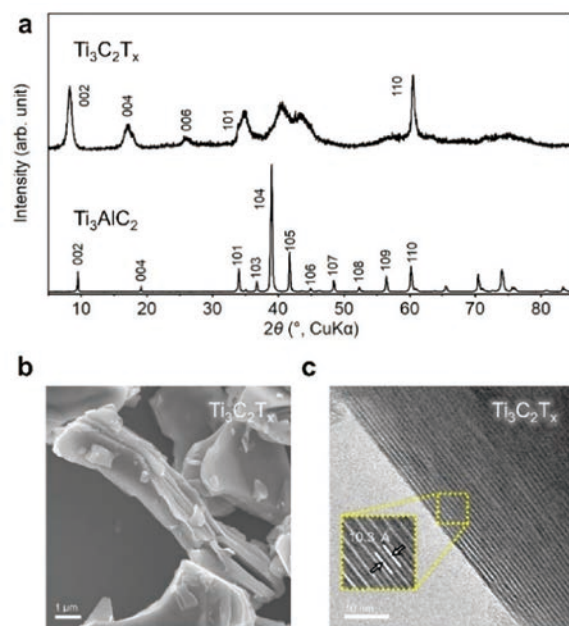


図1. (a) MAX相 Ti_3AlC_2 およびMXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ の粉末X線回折パターン, (b) MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ のSEM像, (c) MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ のTEM像

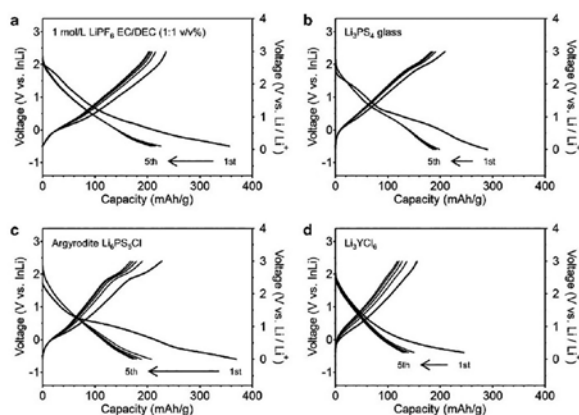


図2. MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ の定電流充放電曲線: (a) 有機電解液, (b) Li_3PS_4 ガラス, (c) アルジロナイト $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$, (d) Li_3YCl_6

の容量は有機電解液を用いて充放電を行った時と同等であり, MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 電極が全固体電池中でも十分な電極特性を示すことが分かった (図 2 a, 2 b)。また, $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$ や Li_3YCl_6 を用いて定電流充放電測定を行ったところ, それぞれ 210 mAh g^{-1} および 156 mAh g^{-1} の放電容量を示した (図 2 c, 2 d)。また, いずれの固体電解質に対しても100サイクル後に約60%の容量維持率を示し, 比較的安定な充放電が可能であった。以上のことから, MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ は様々な固体電解質に対して普遍的に安定な充放電を可能とする有望な電極活物質であることが示された。

MXene $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ 電極の構造変化は, ex situ XRD 測定で調べた。その結果, 初期充電により002反射は定格側にシフ

トし, その後の充放電サイクルでは全く変化しないことが分かった。このことは, 充放電時に層間距離が一定であることを示している。実際, HR-TEM 像からも層間距離がほぼ一定 ($12 \text{ \AA}$) に保たれていることが確認された。この歪みのない電極特性は, 充放電中に $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ と固体電解質との界面接触を維持し, 良好な容量維持率を実現していると考えられる。

4. まとめと展望

本研究では, MXene を活物質として用いた電極が全固体電池を長寿命化する重要な物質群であることを見出した。一方, そのメカニズムについては未解明であり, 今後, 様々な先端計測手法ならびに理論計算を駆使することで, 高性能な MXene 電極を合理的に設計する指針を確立する必要がある。

参考文献

1. Naguib, M.; Kurtoglu, M.; Presser, V.; Lu, J.; Niu, J.; Heon, M.; Hultman, L.; Gogotsi, Y.; Barsoum, M. W. *Adv. Mater.* **2011**, *23*, 4248-4253.
2. Okubo, M.; Sugahara, A.; Kajiya, S.; Yamada, A. *Acc. Chem. Res.* **2018**, *51*, 591-599.
3. Kawai, K.; Lee, H.; Nomura, Y.; Fujita, M.; Kitaura, H.; Hosono, E.; Nakajima, H.; Tsukasaki, H.; Mori, S.; Sakuda, A.; Hayashi, A.; Yabuuchi, N.; Lee, Y. M.; Okubo, M. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **2024**, *16*, 57377-57385.

勝藤拓郎研究室

1. はじめに

我々のグループは、遷移金属酸化物を中心とした「強相関材料」と呼ばれる物質群を研究対象としている。この物質群は、遷移金属の d 電子間のクーロン相互作用が強く金属と絶縁体の境に位置すること、さらに d 電子のスピンや軌道の自由度が結合することにより、外場、例えば磁場や光に対する特異な応答がしばしば観測される。このような現象は様々なデバイス、特に1つの素子に複数の機能を持つようなマルチファンクショナルなデバイスの創成に有用である。

材研においては、こうした強相関材料に関して、光学的手法を始めとする様々な手法を用いて研究を行っている。2024年度に得られた成果の中から、3つを紹介する。

2. $\text{Ba}_{3-x}\text{Yb}_x\text{Ta}_5\text{O}_{15}$ におけるYbの価数変化

$\text{Ba}_3\text{Ta}_5\text{O}_{15}$ はtetragonal tungsten bronze (TTB) 構造をとり、Taの平均価数が4.8価で $5d$ 電子がTaあたり0.2個存在して金属となる。Baを希土類Rで置換する($\text{Ba}_{3-x}\text{R}_x\text{Ta}_5\text{O}_{15}$)と、多くの場合希土類は3価となる。この置換によってTaの $5d$ 電子数はむしろ減少するが、これは希土類置換によってカチオンが欠損するからであると考えられている。さらにTa $5d$ 軌道の遍歴電子と希土類 $4f$ 軌道局在スピンとの結合により、小さな正の磁気抵抗を示す。しかし希土類がEuの場合は $4f^7$ でhalf-filledとなる2価が安定となり、 $x=1.7$ 付近で金属から絶縁体へと転移すること、転移点近傍でTa $5d$ 電子とEuの $4f$ スピンとの間の結合に由来する $\rho(0)/\rho(H) \sim 8$ 程度の大きな負の磁気抵抗を起こすことが知られている。

希土類がYbの場合、2価が $4f^{14}$ の閉殻であることから3価よりも安定であることが期待される。しかし常圧下で合成されるバルクの酸化物において、Ybが2価となる物質はこれまでに知られていなかった。我々は $\text{Ba}_{3-x}\text{Yb}_x\text{Ta}_5\text{O}_{15}$ を $0 \leq x \leq 1.2$ の範囲で作製し、 x が小さいところではYbは2価($J=0$)であるが、 x が大きくなると3価($J=7/2$)に価数変化することを磁化測定と比熱測定の結果から明らかにした。このことは、伝導帯であるTaの $5d$ 軌道が非常に浅い位置にあるため、 x が小さい場合はフェルミエネルギーがYbの2価よりも高い位置に来るが、 x が大きくなると(カチオン欠損によって)フェルミエネルギーが下がると相対的にYbの3価の方が安定になるためであると考えられる。

さらに $\text{Ba}_{3-x}\text{Yb}_x\text{Ta}_5\text{O}_{15}$ の磁気抵抗を測定したところ、低磁場では正の磁気抵抗を示すが、それより高磁場では負の磁気抵抗を示すことを見出した。これらの結果が磁場方向に依存しないことから、Ybのスピンに依存した磁気抵抗であると考えられる。この複数の磁気抵抗の存在は、Ybのスピンを整列に伴ってTaのバンドがup spinとdown spin

で分裂することに加えて、Ybの軌道そのものが伝導に寄与してそれが磁場によって変化すること、すなわち重い電子系に類似した磁気抵抗効果に由来すると考えられる。

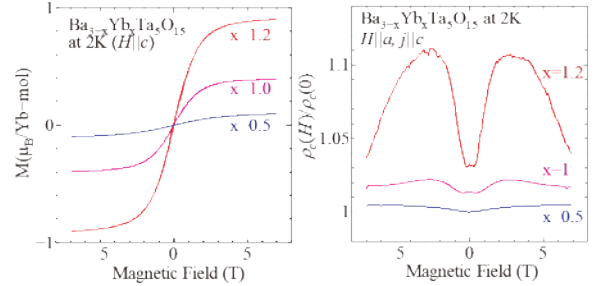


図1 左: $\text{Ba}_{3-x}\text{Yb}_x\text{Ta}_5\text{O}_{15}$ の2Kにおける磁化の磁場依存性
右: $\text{Ba}_{3-x}\text{Yb}_x\text{Ta}_5\text{O}_{15}$ の2Kにおける電気抵抗率の磁場依存性

3. $\text{La}_5\text{Mo}_4\text{O}_{16}$ 系における磁化のスローダイナミクス

$\text{La}_5\text{Mo}_4\text{O}_{16}$ は ab 面内で $\text{Mo}^{4+}(4d^2)$ と $\text{Mo}^{5+}(4d^1)$ が正方格子上で市松状に配置しており、局在スピンの200K以下で反強磁性的に秩序化するため面内ではフェリ磁性となるが、隣り合う面ではそのフェリ磁性モーメントが互いに反対方向を向く面間反強磁性となる。しかし面間方向の反強磁性相互作用は面内の相互作用と比較して3桁ほど小さいため、1T以下の弱い磁場で、面内のフェリ磁性秩序を保ったまま面間方向のフェリ磁性モーメントが同じ方向を向く面間強磁性相へのメタ磁性転移が起こる。このメタ磁性転移におけるスローダイナミクスを調べた。 $\text{La}_5\text{Mo}_4\text{O}_{16}$ においては70K以下で軌道秩序が起こって面間反強磁性が基底状態でなくなるため、低温で面間反強磁性-強磁性のスローダイナミクスを調べるために、MoサイトにMnをドーピングして意図的に軌道秩序を壊して面間反強磁性を安定化させた試料を用いている。

面間反強磁性から強磁性へ、および面間反強磁性から強磁性への相転移において磁化の時間依存性を測定した結果、いずれの場合も時間とともに磁化が変化するスローダイナミクスが観測され、その緩和時間は臨界磁場が近づくにつれて発散的に増大することが明らかになった。その緩和時間の温度・磁場依存性を解析した結果

$$T \ln \tau = T \ln \tau_0 + \frac{1}{k_B} \frac{A^2}{|\mu_B H - B|}$$

ですべてのデータがフィッティングできることが分かった。これは隣の層と弱く相互作用した2次元スピン系において、スピンの反転した部分が面内の磁氣的相互作用を界面エネルギーとして核生成-核成長するモデルによって導かれる式であり、 A が面内の磁氣的相互作用、 B が面間の磁氣的相互作用に対応する。実験結果から求められた値は、この物質の相互作用の大きさと矛盾しないものであった。

これは、磁氣的相互作用のみに支配された系におけるスローダイナミクスという非常に珍しい例である。

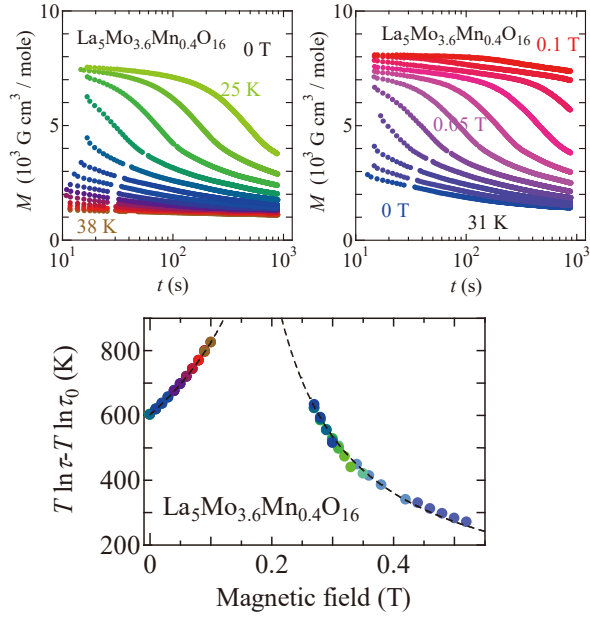


図2 上: $\text{La}_5\text{Mo}_{3.6}\text{Mn}_{0.4}\text{O}_{16}$ の面間強磁性から面間反強磁性への緩和における磁化率の時間依存性。左は0Tで様々な温度下, 右は31Kで様々な磁場下における結果。下: 様々な温度, 磁場における $T \ln \tau - T \ln \tau_0$ を磁場に対して図示したもの。

4. $\text{V}_{1-x}\text{Nb}_x\text{O}$ におけるモット絶縁体—金属転移

VOは2価のV ($3d^3$)をもつNaCl構造のモット絶縁体である。実際の組成式は V_xO_y であり, $x=y$ であっても欠損がある (すなわち $x=y=1$ ではない) こと, その欠損はランダムに配置していることが知られている。一方, NbOはVOと同様の電子配置 ($4d^3$)を持つ金属である。このNbOにおいては, NbもOも4つのうち1つが規則的に欠損することが知られている。

我々は $\text{V}_{1-x}\text{Nb}_x\text{O}$ の単結晶を作製し, モット絶縁体から金属への変化がどのように起こるかを, 電気抵抗率, 磁化率, 光学反射率等の測定によって調べた。その結果, x が0.2より小さいところでは電気抵抗率 ρ の温度微分 dp/dT が負で磁化率がキュリーワイス常磁性となる典型的な

モット絶縁体の振る舞いを示し, x が0.7より大きいところでは dp/dT が正となり磁化率が温度に依存しないパウリ常磁性となる, 典型的な金属の振る舞いを示した。一方, $0.3 \leq x \leq 0.6$ では, dp/dT が正であるものの磁化率はキュリーワイス的な振る舞いを示す, モット絶縁体と金属の中間的な振る舞いを示す中間相であることを見出した。

$(\text{V}_{1-x}\text{Nb}_x\text{O})_\delta$ として, 各組成における x , y , δ をTGA, ICP, および試料の密度測定によって求めた結果, VとOの欠損量である δ は, $x=0$ では $\delta=0.16$ であるが, NbをVで置換すると x が大きくなるにつれて δ は大きくなって, $x=0.5$ 付近で $\delta=0.25$ になることが分かった。さらに, 格子定数の x 依存性は単純なベガード則に従わず, $x < 0.5$ ではあまり変化しないが, $x \geq 0.5$ では大きく変化することを見出した。このことは, x が0.5より小さいところでは x とともに欠損の数が増えるので, 大きなイオン半径を持つNb置換による格子定数の増大をキャンセルしているが, x が大きいところでは欠損の数 δ が1/4に固定されるため, 格子定数はとともに増大していると考えられる。また, 粉末 x 線の禁制ピークの現れ方から, $x > 0.2$ で欠損が秩序化し始めて, $x=0.5$ を超えたところで欠損が完全に秩序化することが明らかになった。これは, $x \geq 0.5$ で欠損の数 δ が0.25に収束することと一致している。これらの結果を踏まえて, $0.3 \leq x \leq 0.6$ の中間相は, 本来は金属相であるが, 欠損が完全には秩序化していないために, 乱れによって絶縁体的な特徴を併せ持った相になっていると考えられる。

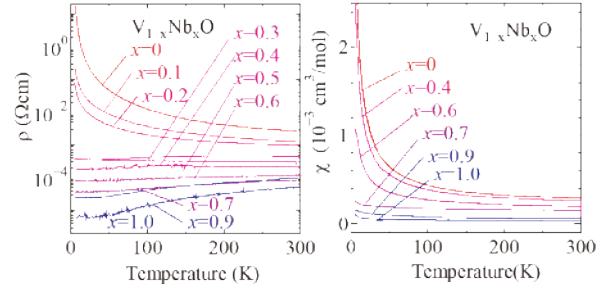
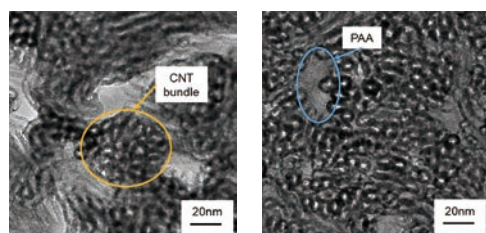


図3 左: $\text{V}_{1-x}\text{Nb}_x\text{O}$ の電気抵抗率の温度依存性
右: $\text{V}_{1-x}\text{Nb}_x\text{O}$ の磁化率の温度依存性

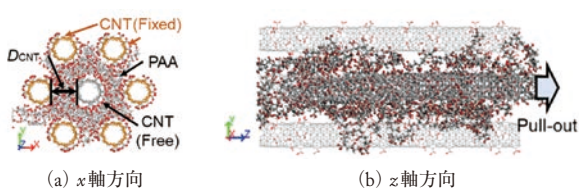
1) 分子動力学シミュレーションによる水溶性ポリマーを用いた高密度化CNT系強度発現メカニズム

カーボンナノチューブ (CNT) とは並外れた比強度・比剛性を持つナノ材料であり、航空宇宙分野への応用が期待されている。マクロスケールでの応用例として、CNT単体を撚り集めたCNT系 (径: 数 μm 程度) が存在するが、CNT間の界面強度が低くCNT単体の機械的特性を発揮するに至っていない。CNT間の界面強度を向上させる方法の一つとして、水溶性ポリマーや熱硬化性樹脂等の樹脂と複合化させる手法が存在する。高強度化原理は、CNT-樹脂間の水素結合を介した相互作用力の向上および溶媒蒸発時の毛細管現象による高密度化であり、破断荷重・破断応力共に向上することが判明している。本研究室における過去の研究から、水溶性ポリマーのポリアクリル酸 (PAA) と複合化させる方法で最も高い効果 (3.3 GPa) を得た一方で、現状報告されている最も強度の高い純粋なCNT系 (4.2 GPa) より低く、樹脂と複合化させる方法を正しく理解できない。

そこで本研究では、水溶性ポリマーであるPAAを用いた高密度化処理の強度発現メカニズムの解明を目的として、分子動力学 (MD) シミュレーションにより高密度化CNT系モデルの引き抜きシミュレーションを実施した。このときシミュレーションモデルは、高密度化CNT系の内部構造の観察結果からCNTが六方配列しその間にPAAが充填したモデルとした。また、PAAの重量比を0~50 wt%で変化したモデルを作成し、引き抜きシミュレーションを実施した。その結果、PAAの重量比が増大すると引き抜き荷重も単調に増大した。一方で、モデルの断面積あたりの強度 (引き抜き強度) はPAA重量比10%で最大値を取り、以降は単調に減少した。最後に、実験で取得した破断強度とシミュレーションで取得した引き抜き強度を比較したところ、傾向が一致することが判明し、PAA重量比の最適値が存在することが示唆された。



(a) 高密度化処理前 (b) 高密度化処理後
図 1-1. 高密度化処理前後のCNT系断面形態観察図



(a) x軸方向 (b) z軸方向
図 1-2. 引き抜き解析モデル

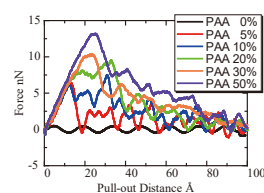


図 1-3. 引き抜き荷重と引き抜き距離の関係

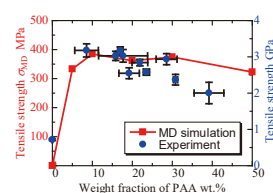


図 1-4. 実験値 (破断応力) と計算値 (引き抜き応力) の比較

2) 有限要素解析による蒸気タービン用スラスト軸受け摺動材としてのCF/PEEK複合材の熱伝導メカニズムの解明

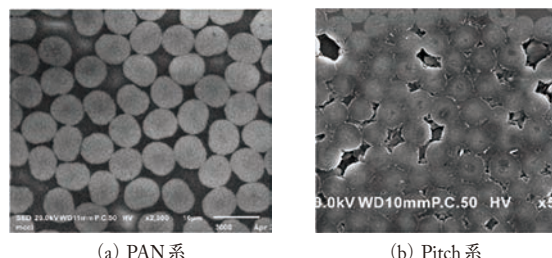
近年、カーボンニュートラルに向けた世界の動きの中、太陽光発電や風力発電等の再生可能エネルギーの導入が進んでいる。一方で、原子力発電や火力発電等の蒸気タービンを利用した発電は需要が続くと考えられており、蒸気タービンの効率改善は重要な課題として注目されている。その中でもスラスト軸受の改良は効率向上に大きく寄与する手法であり、スラスト軸受パッド材料としてPEEK (Poly Ether Ether Ketone) 樹脂が注目されている。PEEK樹脂は機械的強度、耐熱性、耐摩耗性等に優れる一方で、面外方向の熱伝導率の低さが温度監視の観点から課題となっている。

そこで本研究では、炭素繊維強化PEEK樹脂の面外方向の熱伝導率向上を目的とし、実験、解析を行った。実験では、樹脂の種類、炭素繊維の種類、積層構造、繊維体積含有率等が異なる材料の評価を行った。また、エポキシ樹脂にグラフェンを粒径、含有率を変化させて加えることで、フィラーが樹脂の熱伝導率に与える影響を調査した。解析では、有限要素解析を用いて炭素繊維強化プラスチック (Carbon Fiber Reinforced Plastics: CFRP) の内部を再現したモデルを作製し、樹脂や炭素繊維の熱伝導率の値やCFRPの層数が全体の熱伝導率に与える影響を調査した。

実験においては、従来使用されていたPAN系炭素繊維に代わり、熱伝導率の高いPitch系炭素繊維を用いることでCFRPの熱伝導率の向上が確認された。ただし、Pitch系では空隙の増加が確認されており、樹脂との接着性の低下が示唆された。CFRP中の繊維体積含有率がCFRPの熱伝導率に大きく影響を与えていることが確認された。また、エポキシ樹脂にグラフェンを導入した結果、粒径が大きくなり、重量比が大きいほど熱伝導率が向上することが確認された。これは粒径が大きいかほどフィラーによる熱伝導が行われるだけでなく、フィラー同士の接触が増加し熱伝導経路が形成されるためであると示唆された。

解析においては、SEMにより撮影された断面画像を用いて材料を再現したモデルの作製をAnsys Spaceclaim上で行った。得られたモデルに条件を設定し伝熱解析を行った結果、熱伝導率1.01 W/mKという値が得られた。実験値は1.1 W/mKであるため、実験値に近い結果を提供するこ

とが確認された。作製したモデルによる解析の結果、炭素繊維と樹脂の熱伝導率の差が大きくなるにつれ熱伝導経路が固定化されることが確認された。この結果から、炭素繊維、樹脂それぞれの熱伝導率の向上がCFRPの熱伝導率の向上には必要となることが示唆された。



(a) PAN系 (b) Pitch系

図2-1. SEM観察結果

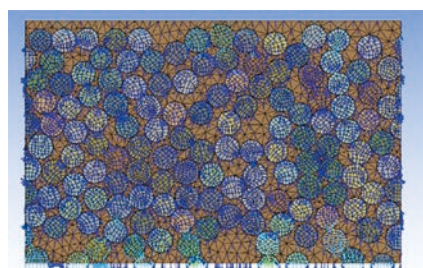


図2-2. CFRPモデル伝熱解析結果（方向材）

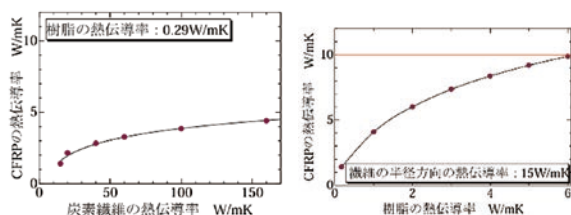


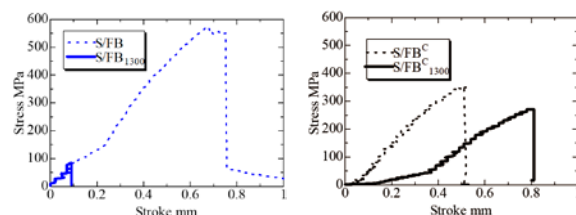
図2-3. 炭素繊維の熱伝導率とCFRPの熱伝導率の関係

図2-4. 樹脂の熱伝導率とCFRPの熱伝導率の関係

3) 1300℃酸化雰囲気曝露によるコスモコートFB-SiC/SiC複合材料の耐熱性・耐酸化性評価

SiC/SiC複合材料は、高温環境下での使用を想定した軽量かつ耐熱性に優れた材料である。しかし、従来のマトリックス形成法は長時間の処理が必要であり、製造コストが高いため、広範な実用化の障害となっている。さらに、高温酸化環境下では、界面層およびマトリックスの酸化劣化により、機械的特性が大幅に低下することが報告されている。これらの課題を克服するため、本研究では新しいマトリックス形成技術として膜沸騰法（FB法）を採用し、加えて、多元金属酸化物からなるコスモコートをコーティングすることで、SiC/SiC複合材料の耐熱性および耐酸化性の向上を図った。本研究では、FB法を用いて作製したFB-SiC/SiC複合材料をベースとし、コスモコートを施した試料および、1300℃の高温酸化環境に10時間曝露した試料を準備し、それぞれの機械的特性と微細構造の変化を評価した。4点曲げ試験の結果曝露前のS/FBと比

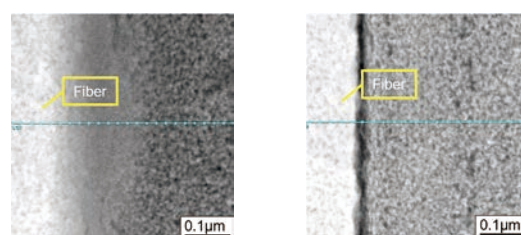
較して1300℃曝露後は大幅に強度が低下し、高温酸化環境下でFB-SiC/SiC複合材料の機械的特性が著しく悪化することが明らかとなった（図1a）。一方、コスモコートを施した試料はコーティング前と比べてわずかに強度が低下したものの、曝露前後で比較して強度の低下が抑制されており、コスモコートの効果により高温酸化環境下での機械的特性の劣化が防がれることが示された（図1b）。さらに、試験片の破面観察および微細構造評価を行った。TEMおよびEDS分析の結果、高温酸化環境では界面層のC層がほぼ消失し、繊維/マトリックス界面においてSiO₂のアモルファス化が進行していた（図2a、図3a）。この結果は、1300℃の曝露によりC層がCOやCO₂として酸化・消失し、繊維とマトリックスがSiO₂を形成して強固に接着することで、界面剥離機能が喪失し、引き抜け性が著しく低下したことを示している。一方、コーティング後は、界面層が保持され、SiO₂の生成が抑制されており、コスモコートが内部への酸素の侵入を抑え、酸化による材料劣化を防ぐ役割を果たしていることが明らかとなった（図2b、図3b）。以上の結果から、FB法を用いたSiC/SiC複合材料は高温酸化環境下で内部まで酸化が進行し、機械的特性が劣化するが、コスモコートを施すことで、界面層の保持が可能となり、耐熱性・耐酸化性が向上することが示唆された。



(a) コスモコート無し

(b) コスモコート有り

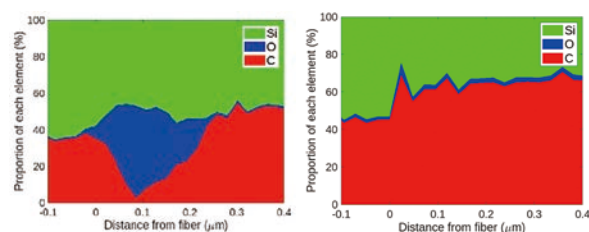
図3-1. 応力-変位線図



(a) コスモコート無し

(b) コスモコート有り

図3-2. 界面近傍TEM像



(a) コスモコート無し

(b) コスモコート有り

図3-3. EDS分析

川原田洋研究室

AlGaON/ダイヤモンド界面でバンドエンジニアリング

Band engineering at AlGaON/diamond interface

Hiroshi KAWARADA

1. はじめに

ワイドバンドギャップ半導体の中でも、ダイヤモンドは高電力・高周波電子デバイスなどに適した材料として最も優れた性能指数を持つ。半導体デバイスの実現には、p型およびn型のドーピングが必要である。高い導電性を持つホウ素ドーパ型p型ダイヤモンドは、 $1 \times 10^{-2} \sim 5 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$ の低い抵抗率が得られている。一方で、高い導電性を持つn型ダイヤモンドは現在のところ実現されていない。ダイヤモンド中のn型ドーパントとしてのリンであるが、これまでに得られた最低抵抗率は約 $100 \Omega\text{cm}$ 程度である。

高い導電性を持つn型ダイヤモンドが存在しないため、p型ダイヤモンドと他のn型ワイドバンドギャップ半導体とのヘテロ接合層の研究が進められている。実際に、AlN/ダイヤモンドや $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ /ダイヤモンドといったヘテロ接合の報告がある。しかし、これらのヘテロ接合ではバンドアライメントが界面電子構造を決めてしまう。ダイヤモンドと上記の材料では、全てのヘテロ接合が不利な階段型(Type-II)バンドアライメントを示し、電子や正孔の少数キャリア注入は困難である。

2. AlGaON 酸窒化物層の作製

ダイヤモンド(111)基板上にAlGaON酸窒化物層を作製するため、特注のRFプラズマ支援分子線エピタキシー(MBE)装置(ARIOS社製、図1 2011-2024年の間、材研にて稼働)を使用した。本装置は、RFプラズマ源、AlおよびGaのKnudsen蒸発源、Si固体源(n型ドーパント)、“face-up”型基板ホルダー、ビーム効果圧力(BEP)モニター、およびRHEEDモニターを備えている。プラズマ源

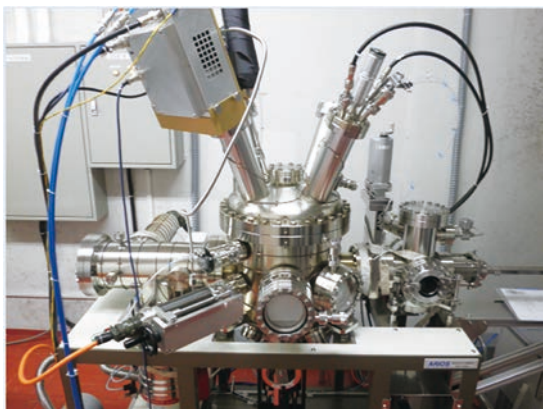


図1 ダイヤモンド基板用Nラジカル照射III-N MBE装置。材研設置(2011-2024年度)。

のガスには、 N_2 (99%) と O_2 (1%) の混合ガスを用い、出力200-500 Wで使用した。成長中の基板温度は750 °Cまたは850 °Cとした。

3. 高分解能TEM評価

図2は、ダイヤモンド基板とAlGaON層の接合領域の高分解能(HR)TEM断面像を示している。観察方向はダイヤモンドの $\langle 110 \rangle$ 方向。TEM試料は、材研所蔵の収束イオンビーム(FIB)加工にて作製され、試料厚は約100 nmである。材研所蔵の200 keV高分解能TEMにて観測され、ダイヤモンド、AlON(2本の白線で区切られた領域)、およびAlGaONの各領域において明瞭な格子像が観察された。これら3つの領域では格子像が明確に異なっており、ダイヤモンド領域では典型的な $\langle 110 \rangle$ 方向のダイヤモンド構造が確認された。

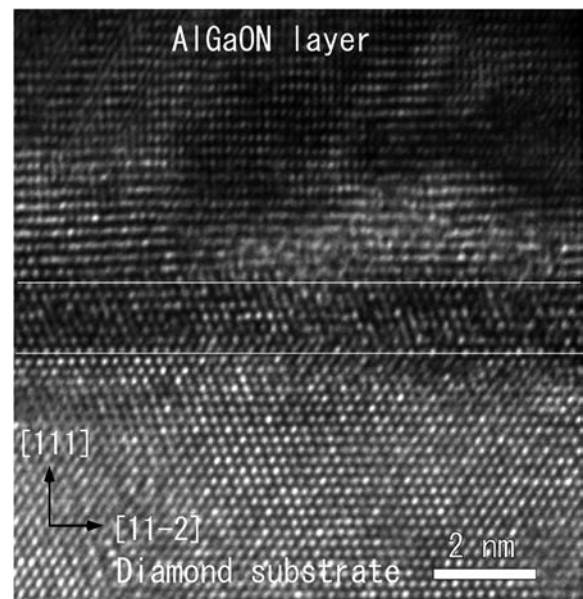


図2 AlON(0001)/Dia(111)界面の断面格子像。白線内はAlON層(2 nm)。材研HRTEM。

4. 透過電子回折(TED)評価

図4は、図3に示す接合領域を覆うスリット($\phi = 50 \text{ nm}$)を通して観察された透過電子回折(TED)パターンを示している。この回折パターンには、基本的に2つの格子に対応するスポットアセンブリ(集まり)が含まれている。

白矢印で示される2つの単位ベクトルにより覆われ回折スポットは、ダイヤモンドの $[1-10]$ 入射方向に対応す

る。赤点線矢印で示される2つの単位ベクトルにより覆われスポットはウルツ鉱型構造AlGaONの[11-20]入射方向に対応する。

これらの結果より、ダイヤモンドとAlGaONの配向関係は以下のように整理される。

AlGaON[0001]//diamond[111], AlGaON[1-100]//diamond[11-2]。

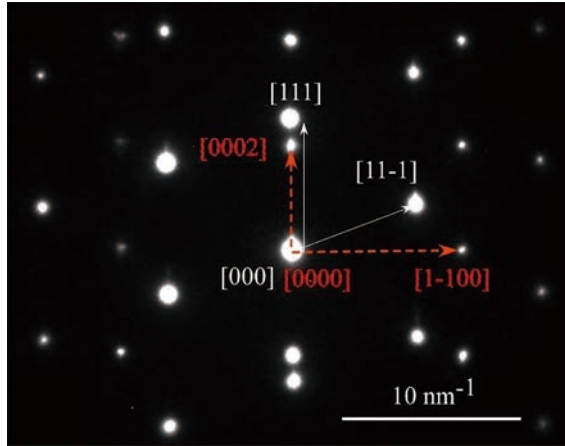


図3 AlGaON(0001)//制限視野回折像。ダイヤモンド側[1-10]入射。材研HRTEM。

5. EDX組成分析とXPS価電子スペクトル

XPSとEDSの結果を統合し、組成比を導出した。

$\text{Al}_{0.21}\text{Ga}_{0.72}\square_{0.07}\text{O}_{0.2}\text{N}_{0.8}$ と $\text{Al}_{0.33}\text{Ga}_{0.62}\square_{0.05}\text{O}_{0.14}\text{N}_{0.86}$ の2試料で、 $\square$ は金属空孔を示している。

基板ダイヤモンドは絶縁体だが、電荷中和機構で試料の総電流がゼロとし、相対結合エネルギーの差は較正された意味において有意であり、以下の式(1)のフェルミ準位 E_F は相対結合エネルギーにおいて0 eVとみなせる。

$$\begin{aligned}\Delta E_V &\equiv E_{V\text{ diamond}} - E_{V\text{ AlON}} \\ &= (E_F - E_V)_{\text{AlON}} - (E_F - E_V)_{\text{diamond}} \\ &= (E_F - E_V)_{\text{AlON}} - (E_{\text{C1s}} - 284.0)_{\text{diamond}}\end{aligned}\quad (1)$$

表面感度モードで測定されたC 1sスペクトルから基板ダイヤモンドに対応する成分は、 $E_{\text{C1s}} = 283.87 \pm 0.1$ eVとなった。価電子帯スペクトルには、2つの重要なポイントが確認された。一つは価電子帯頂上($E_V = 0.0 \pm 0.2$ eV)、もう一つはleading edgeと呼ばれる特徴的なエネルギー位置(1.8 ± 0.2 eV)である。ウルツ鉱型AlONにおいて、leading edgeより上に価電子帯状態が存在することは重要である。これにより、式(1)における価電子帯アライメントの決定に必要な情報が得られた。

6. 伝導帯バンドアライメントの決定

伝導帯バンドアライメントを決定するためには、AlON

のバンドギャップ E_G が必要であり、N 1s XPSピークにおけるエネルギー損失スペクトルを測定し、 $E_G = 6.4 \pm 0.4$ eVであることを確認した。また、 Ga_{2p} XPSピークにおけるエネルギー損失スペクトルを測定し、 $E_G = 6.6 \pm 0.2$ eVであることを確認した。これにより、価電子帯および伝導帯のバンドアライメントを決定するために必要な全ての情報が得られた。

図6は、XPS測定結果に基づいて得られたダイヤモンド、AlON (2 nm)、およびAlGaON (15 nm) 層間の価電子帯および伝導帯のバンドアライメントを模式的に示している。ダイヤモンドの価電子帯頂上(E_V)は -0.14 ± 0.1 eVであり、AlON (2 nm)の価電子帯頂上(E_V)は 0.0 ± 0.2 eVである。

AlONを基準としたダイヤモンドとの価電子帯オフセットは $\Delta E_V = 0.14 \pm 0.3$ eVで、伝導帯オフセットは $\Delta E_C = -0.79 \pm 0.6$ eVと求められた。

一方で、AlON (2 nm)とAlGaON (15 nm) 層間のバンドアライメントは、XPSのプロブ深度が不足のため、直接測定できなかった。ミッドギャップ位置が揃うと仮定すると、AlGaON (15 nm)との価電子帯オフセットは $\Delta E_V = 0.1 \pm 0.4$ eV、伝導帯オフセットは $\Delta E_C = -0.1 \pm 0.4$ eVと推定される。

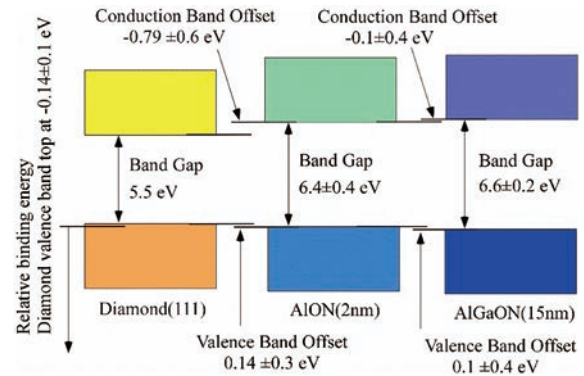


図6 AlGaON, AlON, ダイヤモンドのバンドアライメント図。

7. まとめ

得られたバンドアライメントは全てType-I型であり、AlGaONからの電子がダイヤモンドの伝導帯にスムーズ注入される。ダイヤモンドの正孔もAlGaONの価電子帯へ0.1 eVの障壁で、室温では十分に注入される。この結果、ワイドバンドギャップ半導体ヘテロpn接合のような新たな電子デバイスに適した特性が期待される。

なお、本結果はAppl. Phys. Lett. に投稿中。

小林正和研究室

我々の研究室では

- ・格子不整合基板上への高品質 ZnTe ヘテロエピタキシー技術の開発、導波路型デバイスの応用に関する研究
- ・ナノ微粒子の作製に関する研究
- ・新規太陽電池用材料の開発

を行っている。

今年度に行った研究のうち ZnTe ヘテロエピタキシー技術の開発に関する内容について以下に述べる。

過去の研究で様々な面方位のサファイア基板に対して ZnTe 薄膜の成長を行い配向のメカニズムについて研究を行ってきた。しかし ZnTe (110) が無極性面であるという理由から (110) 配向の薄膜作製が困難であった。そこで近年サファイア m (1-100) 面基板を高温 (1200~1600℃) で熱処理することによって生成される r , S ナノファセット基板に注目した。 r , S ナノファセットとは r (1-102) 面と S (1-10-1) の 2 種類の面が連続的かつ周期的に表出する山状の構造を持った基板である。図 1 に r , S ナノファセットの構造を示す。更に図 2 に ZnTe の原子配列を示す。ZnTe (111) 面の法線と ZnTe (110) の法線を点線で描いているが、それらのなす角は 35.26° である。過去の研究からサファイア S 面に ZnTe (111) 単一ドメインの薄膜の作製に成功してきた。これらを踏まえて 35.26°-17.60°=17.66° 傾斜をつけた、ナノファセット S ナノファセット面基板表面に ZnTe (111) 単一ドメインの成長を起こすことによって、図 1.3 のようにサファイア基板表面に ZnTe (110) 薄膜の作製が可能であると考えた。

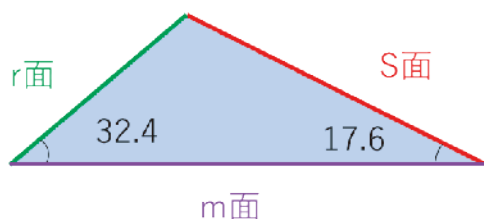
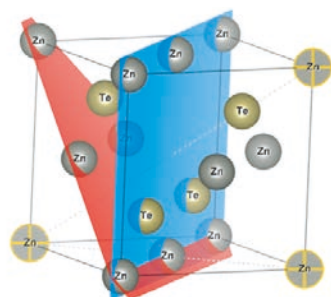


図 1 サファイア r , S 面ナノファセット基板の模式図



青: (110) 赤: (111)
図 2 VESTAにより作成した ZnTe の原子配列

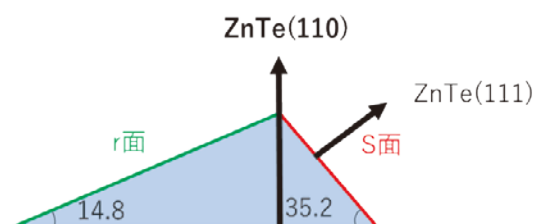


図 3 17.66° 傾斜をつけた r , S ナノファセット基板

しかしオフ角を有した r , S ナノファセット面を有したサファイア基板に ZnTe 薄膜を成長したところ、 S ナノファセット面上に 2 種類の ZnTe (111) が配向してしまい結晶性の改善が必要になった。

本研究ではサファイア基板の熱処理温度は 1400℃ で一定とし、熱処理時間を変えたナノファセット構造をもつサファイア基板を準備し、それらに対して ZnTe の初期成長のみで結晶作製を終了することを検討した。初期成長段階において形成される成長核の観察を行いナノファセット構造におけるナノファセットの高さ・均一性と成長核がナノファセットの r 面、 S 面にどの程度形成されるかの評価と考察を行った。今回の実験で行った基板熱処理条件は表 1 の通りである。

表 1 今回の人権で使用した熱処理条件

(a)	1400℃ 20h
(b)	1400℃ 40h

本実験では 1400℃ 20h で基板熱処理を施した基板上に成長核を形成したサンプルと 1400℃ 40h で基板熱処理を行った基板上に成長核を形成したサンプルの 2 つのサンプルについて比較検討を行った。また面内の偏りを防ぐため AFM 測定はそれぞれのサンプルに於いて 6 か所ずつ測定を行った。

熱処理条件と成長核形成の評価結果

図 4 にそれぞれの熱処理条件の r , S ナノファセット基板に成長核を形成したサンプルの AFM 観察結果を示す。

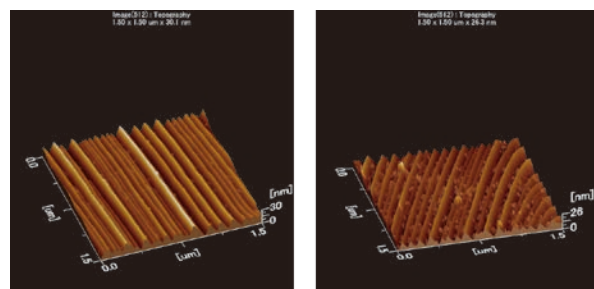


図 4 AFM測定結果 3D 画像
左 (a) 1400℃ 20h (b) 1400℃ 40h

画像結果を比較すると20hに比べ40h熱処理を行った基板に作成した場合の方が成長核の数が多いことがわかる。またナノファセット高さのばらつきが40hの方が20hに比べ小さい、つまり40hは均一性が高いことも明らかになった。高さのばらつきに関しては従来からの研究結果と同様の結果である。

表2はそれぞれの測定か所の最大のナノファセットの高さとそれぞれの画像から確認できたr, Sナノファセット面上の成長核の形成状況をまとめたものである。rナノファセット面においては20h, 40hとでは成長核の個数に大きな差がなかった。しかし20hから40hに熱処理時間を増やすことでS面上の成長核の個数が飛躍的に増えていることがわかった。さらに40hの熱処理を行った基板の方が全体にナノファセットの高さが低くなっていることもわかった。

表2 1400℃ 20h, 40hで熱処理を行ったサンプルの成長核とナノファセット高さの関係

(a) 1400℃ 20h	height (nm)	S-plane	r-plane	(b) 1400℃ 40h	height (nm)	S-plane	r-plane
1	24	0	18	1	12	42	5
3	25	0	53	2	18	135	45
7	20.9	12	42	3	17	23	9
9	21	17	25	4	16	73	35
12	18	4	35	5	20	112	75
13	24	8	74	6	12	53	35
Average	22.2				15.8		
nuclei Sum		41	247			438	204

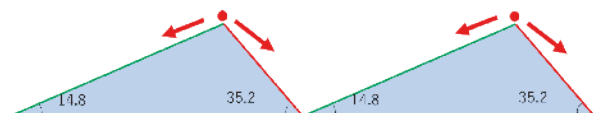


図5 1400℃ 20hのナノファセットモデル図

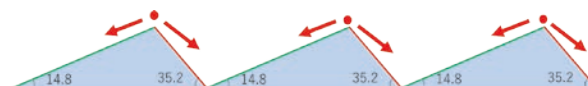


図6 1400℃ 40hのナノファセットモデル図

多孔質酸化コバルトを鋳型としたメソポーラスゼオライトの合成

ゼオライトは、直径0.3～1 nm程度のミクロ細孔を持つ結晶性アルミノケイ酸塩であり、触媒や吸着材、分離材として工業的に広く利用されている。ゼオライト結晶中にメソ細孔（直径2～50 nm）を導入することで、物質拡散性が向上し、触媒・吸着性能などが向上する。このような「メソポーラスゼオライト」の合成には、鋳型の利用が有効である。規則配列した球状細孔を有する多孔質炭素を鋳型に用いた水熱法により、メソポーラスゼオライトを合成した報告がある。しかしながら、鋳型外部でのゼオライト析出の抑制が課題となっていた。

多孔質炭素に代わる新しい鋳型として、多孔質金属酸化物は一般に表面水酸基を有するため、ゼオライト前駆体との親和性が比較的高く、鋳型外部でのゼオライト析出を抑制できると期待される。なかでも酸化コバルトは、ゼオライト合成時の強塩基条件下で安定性が高く、一方、硝酸に溶解して除去・回収が可能であることから鋳型として有用である。

本研究では、球状細孔が規則配列した多孔質酸化コバルト (Co_3O_4) を鋳型に用いて、水熱法により規則的な3次元メソ細孔を有するMFI型ゼオライトの合成を行った (Fig. 1)。また、多孔質 Co_3O_4 および多孔質炭素を鋳型に用いて、メソポーラスゼオライト形成の経時変化を追跡・比較し、結晶化過程の違いを調査した。

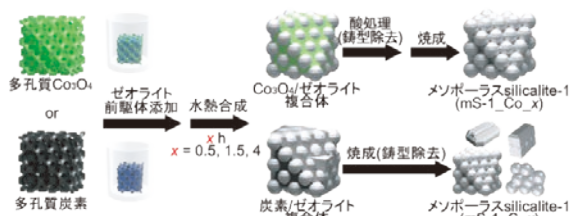


Fig. 1 多孔質酸化コバルト (Co_3O_4) および多孔質炭素を鋳型として用いたメソポーラスゼオライトの合成スキーム

はじめに、球状シリカナノ粒子のコロイド結晶を鋳型として用い、細孔径約67 nmの多孔質 Co_3O_4 を作製した。次に、テトラエトキシシラン (TEOS)、テトラプロピルアンモニウムヒドロキシド (TPAOH) および水を混合して調製したゼオライト前駆体溶液を多孔質 Co_3O_4 の細孔中に導入し、オートクレーブ中で加熱することで、純シリカ組成

のゼオライト Silicalite-1 を合成した。最後に、硝酸処理により酸化コバルトを溶解除去し、メソポーラス Silicalite-1 を得た (Fig. 1)。同様に、多孔質炭素を鋳型として用い、水熱法により Silicalite-1 を合成した。炭素鋳型の除去は焼成により行った。

Silicalite-1 の形成と鋳型である Co_3O_4 の除去は、それぞれXRD, FT-IR分析により確認された。TEM像、およびSAXSパターンから鋳型の細孔構造の転写を確認した。また、窒素吸脱着測定より、ミクロ孔およびメソ孔の存在が示された。一方、多孔質炭素を鋳型として用いた場合、鋳型の細孔構造を転写したメソポーラス Silicalite-1 の結晶のみならず、外部析出物や不規則な粒子凝集体が形成された。炭素鋳型の表面は Co_3O_4 と比べて疎水的であるため、ゼオライト前駆体水溶液との親和性が低く、鋳型内部で三次元連続的な結晶成長が進行しにくかったと考えられた。

多孔質炭素と多孔質 Co_3O_4 における核発生・結晶成長の違いを確認するために、水熱反応時間を変化させた。0.5 h後ではいずれも非晶質であったが、1.5 h後では、多孔質 Co_3O_4 を用いた場合のみ Silicalite-1 の結晶化が見られ、SAXS分析により、鋳型の細孔構造の転写を確認した。さらに、SEM, TEM像では中空構造の形成が観察され、鋳型除去前のSEM像からは、酸化コバルト鋳型の細孔壁表面でのゼオライトの結晶化が示唆された。鋳型なしで前駆体溶液を水熱処理した場合でも、1.5 hでは Silicalite-1 の結晶化は起こらなかった。以上の結果から、多孔質 Co_3O_4 鋳型では細孔壁がゼオライト前駆体析出の足場となり、短時間で結晶化が進行することが明らかとなった。

多孔質 Co_3O_4 鋳型を用いた本手法は、アルミノシリケートゼオライトの作製にも適用可能であり、規則性3次元メソ細孔を有するMFI型ゼオライト ZSM-5 の合成にも成功している。さらに、硝酸処理によって除去された Co_3O_4 鋳型が、回収・再利用可能であることも確認されており、従来の炭素鋳型を用いた合成法とは異なる、よりサステナブルな手法であるといえる。

以上のように、多孔質 Co_3O_4 を鋳型として用いることで、鋳型の細孔構造を精密に転写したメソポーラスゼオライトの合成に成功した。本手法は、今後、様々なゼオライトや金属酸化物/ゼオライトナノ複合体合成への展開が期待される。

ブロックコポリマーの自己組織化による自己修復性多層ポリシロキサン薄膜の作製

Si-O-Si骨格からなるポリシロキサン材料は、透明性、熱的安定性、耐候性、絶縁性などに優れることから、様々な分野で利用されている。ひび割れなどの損傷を自己修復する機能を付与することにより、ポリシロキサン材料の長寿命化やメンテナンスフリー化が期待できる。ポリジメチルシロキサン ($(\text{Me}_2\text{SiO})_n$, PDMS) 系材料については、シラノレート (Si-O^-) 基を導入することで、Si-O-Si結合の組み換えが促進され、分子レベルでの自己修復性が発現することが知られている。しかしながら、従来報告されている材料は柔軟なエラストマーに限られており、また、低分子量の環状シロキサンの生成と揮発が起こるため長期安定性が低いという問題があった。

本研究では、架橋構造を有するシルセスキオキサン ($(\text{O}_{1.5}\text{Si}_2\text{H}_4\text{SiO}_{1.5})_m$) 層と鎖状構造のPDMS層がナノレベルで交互に積層したラメラ構造を構築することで、比較的高い硬度、環状シロキサンの揮発抑制、クラックの修復能力を兼ね揃えた新しいポリシロキサン材料を創出した。

ポリエチレンオキシド (PEO)-ポリプロピレンオキシド (PPO)-PEOブロック共重合体 (Pluronic P123) と、PEO-PDMS-PEOブロック共重合体の存在下、ビス (トリエトキシシリル) エタン (BTSE) の加水分解・重縮合反応を行うことで、自己組織化によってラメラ構造のシルセスキオキサン薄膜 L1 を得た (Fig. 1)。その後、空气中170 °Cで4時間焼成することでPEOとPPOブロックを分解除去し、シルセスキオキサン層とPDMS層からなる薄膜 (L2) を得た。

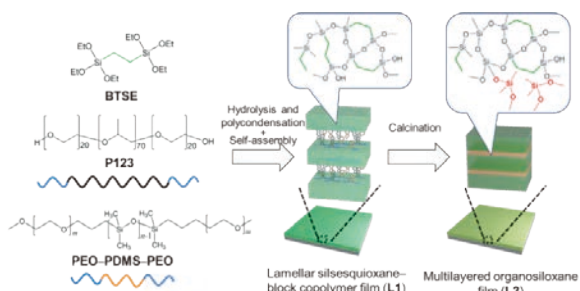


Fig. 1 ラメラ構造のポリシロキサン薄膜の作製。Adapted from *Chem Commun*, 61, 3319 (2025). Copyright 2025, Royal Society of Chemistry.

焼成前の薄膜 (L1) の厚さは約800 nmであり、XRDおよびGI-SAXSパターンから、約10 nm周期の多層構造が基板と平行に配向して形成されていることが確認された。

また、FT-IRおよび固体 ^{13}C , ^{29}Si MAS NMR分析から、L1がBTSE由来のシルセスキオキサンとブロック共重合体 (P123とPEO-PDMS-PEO) の複合体であることが示された。

L1を焼成して得られた薄膜L2のFT-IR、固体 ^{13}C NMR分析により、PEOおよびPPOブロックが大部分除去されたことが確認された。それに伴い、ラメラ構造の積層周期が5 nm程度まで減少したことがXRDにより確認された。以上の結果から、シルセスキオキサン層とPDMS層からなるラメラ構造の薄膜が形成されたことが明らかとなった。

L2に自己修復性を付与するため、KOH溶液中に浸漬し、シラノレート基を導入した。得られた薄膜 (L3) はラメラ構造を保持しており、XPSによりKの存在が確認された。L3に圧子を押して幅サブマイクロメートル、長さ数マイクロメートルのクラックを形成した後、80 °C、40% RHで1日処理すると、クラックの修復が観察された (Fig. 2)。修復箇所の断面のSTEM観察とEDSマッピングから、非晶質のシロキサン成分でクラックが充填されていることが示された。

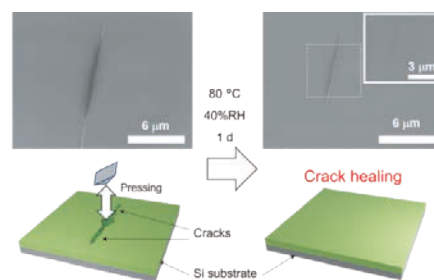


Fig. 2 L3におけるクラックの修復。Adapted from *Chem Commun*, 61, 3319 (2025). Copyright 2025, Royal Society of Chemistry.

L3のナノインデンテーション硬度は1.5 GPaであり、従来のPDMS系エラストマー (49 MPa) と比較して大幅な向上を示した。さらに、TG-MS分析の結果、L3の加熱過程では低分子量の環状シロキサンが検出されず、架橋構造を有するシルセスキオキサン層がPDMS層からの環状シロキサンの放出をブロックしていると考えられた。

以上、PDMS系ブロックコポリマーを用いた自己組織化プロセスにより、従来の材料の課題を克服した新しい自己修復性ポリシロキサン材料の創製に成功した。本材料は、保護コーティングなどとしての応用が期待される。

菅原義之研究室

多孔質金属ドーパ炭素材料の開発及びその電気化学反応における触媒活性の評価

化石燃料の使用による環境負荷が増加し、世界人口の増加に伴う持続可能な発展を困難にしていることから、再生可能エネルギー源の開発は緊急性の高い課題である。水分解や燃料電池などにおいて、電極触媒によるエネルギー変換および貯蔵システムは、再生可能エネルギーの生成において最も有望な技術と見なされている。しかしながら、これらのシステムにおいて中心的な役割を果たす水素発生反応 (HER)、酸素発生反応 (OER)、および酸素還元反応 (ORR) における反応速度の遅さが、実用化への大きな障壁となっている。貴金属を基盤とする電極触媒は優れた電気触媒活性を示すものの、その高コストおよび化学的安定性の低さが広範な応用を制限している。このような背景から、前述の反応に対して高効率かつ地球上に豊富に存在する元素を基盤とした電極触媒の開発が近年活発に進められている。

金属 (M) ナノ粒子を担持した炭素複合材料は、金属の高い電気触媒活性と炭素材料の優れた安定性および導電性を活用できることから、電気触媒において極めて有望な材料の一つとして注目されている。特に、炭素の構造と炭素担体上に固定される金属種を変更することで、酸素還元反応、酸素発生反応、および水素発生反応など、種々の電極触媒反応に広範に応用可能である点を特徴としている[1, 2]。

(1) 多孔質窒素・金属ドーパ炭素材料の開発及び酸素還元反応における触媒活性の評価[3]

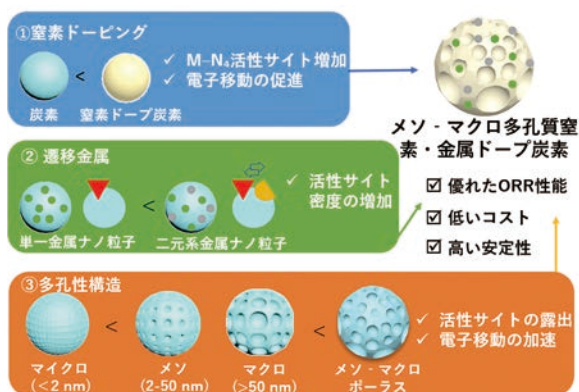


図1 多孔質窒素・金属ドーパ炭素材料の特徴。

酸素還元反応は、プロトン交換膜燃料電池や金属空気電池を含むエネルギーシステムにおいて極めて重要な役割を果たしている。しかしながら、ORRの反応速度の遅さと高い過電圧が課題になる。性能を向上させるためには、炭素への窒素ドーピングによる電子構造の制御を通じて電子移動が促進されるだけでなく、ORRに有効なM-N₄活性

サイトも増加させることができる。また、活性サイトの密度の増加により、二元系金属ナノ粒子を担持した炭素複合材料は単一金属ナノ粒子と比較して優れた性能を示すことが実証されている。さらに、階層的メソ・マクロ多孔性構造を構築することにより、メソ細孔は活性サイトの露出に寄与し、一方でマクロ細孔は物質移動の促進に寄与することが期待できる(図1)。

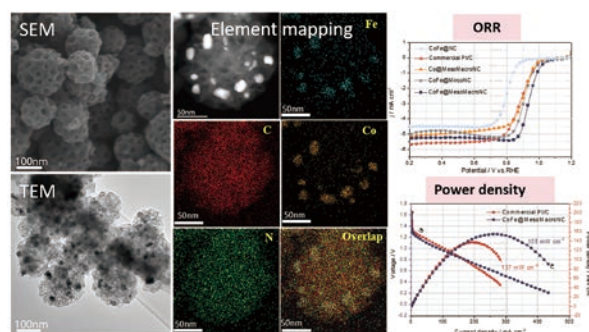


図2 メソ・マクロ多孔質窒素・鉄-コバルトドーパ炭素材料の構造及び電気化学性能。

本研究では、窒素を含むドーパミン、2種類のテンプレート高分子と鉄イオンとコバルトイオンの自己組織化に続く焼成プロセスによって、階層的構造を有するメソ・マクロ多孔質窒素・鉄-コバルトドーパ炭素材料の合成に成功した(図2)。得られたメソ・マクロ多孔質窒素多孔質窒素・鉄-コバルトドーパ炭素材料は、階層的な多孔構造を有しており、二元系CoFe豊富なナノ粒子の活性サイトが良好に露出し、電子移動も加速されることで、優れたORR性能を示した。その結果、得られたメソ・マクロ多孔質窒素・鉄-コバルトドーパ炭素材料は、アルカリ性および酸性媒体において、それぞれ0.943 V *vs.* RHEおよび0.811 V *vs.* RHEの半波電位を達成した。特に塩基性電解質中におけるメソ・マクロ多孔質窒素・鉄-コバルトドーパ炭素材料のORR性能は、これまでに報告された触媒の中でも最も高効率なものの一つと位置付けられる。さらに、この触媒を用いた亜鉛-空気電池は、貴金属のPt/C触媒(137 mW cm⁻²)と比較して、高い出力密度(155 mW cm⁻²)及び優れた安定性を示した(図2)。

(2) 超微細CoFe合金ナノ粒子ドーパ高規則メソポーラス炭素薄膜の合成及びその酸素発生反応における触媒活性の評価[4]

酸素発生反応(OER)は、水の電気分解および再充電可能な金属-空気電池における主要な反応である。しかしながら、OERは複雑な四電子反応動力学を持つため、高い過電圧を必要とする。

近年、さまざまな炭素系材料が、酸素発生反応に対する



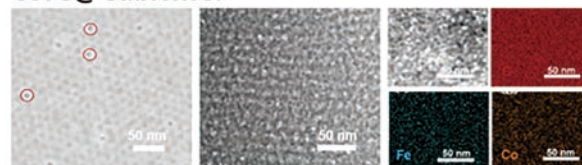
図3 CoFe合金ナノ粒子ドープ高規則メソポーラス炭素薄膜の特徴。

安定かつ高効率な電極触媒として開発されている。炭素材料の中でも、メソポーラス炭素薄膜は、高い比表面積、界面効果の強化、構造の均一性、および柔軟性といった特有の特性を有しているため、触媒反応、センシング、分離システム、およびエネルギー貯蔵といった幅広い分野において注目を集めている。しかしながら、純粋なメソポーラス炭素薄膜は、触媒活性サイトが不足しているため、一般的に電気化学的性能が低いという課題がある。この問題を解決するために、窒素、金属、硫黄などのヘテロ元素をこれらの炭素薄膜に導入し、触媒活性を向上させる試みがなされてきた。さらに、現時点において、メソポーラス炭素薄膜のメソ細孔構造がOER性能に及ぼす影響についての報告は存在していない(図3)。

本研究では、トリブロック共重合体Pluronic P123をソフトテンプレートとして、レゾール樹脂を炭素前駆体として用い、ディップコーティング法と窒素雰囲気下での高温焼成により、超微細な二元CoFeナノ粒子を担持した高規則メソポーラス炭素薄膜を合成した。さらに、ソフトテンプレートの添加量を調整するだけで、二次元(2D)六方晶($P6mm$)および三次元(3D)立方晶($Fm3m$)という2種類の異なるメソポーラス構造を得ることができた(図4)。高度に秩序化されたメソポーラス構造により、二元系CoFeナノ粒子を触媒活性サイトとして十分な露出と電子移動の促進が実現され、酸素発生反応に対して優れた触媒活性を示した。さらに、これら2種類のメソポーラス炭素薄膜の比較により、CoFe二元系ナ

ノ粒子を担持した三次元立方晶構造のメソポーラス炭素薄膜(CoFe@CubicMCF)は、二次元六方晶構造のもの(CoFe@2DHexagonalMCF)よりも優れたOER性能を示すことが明らかとなった。この性能向上の主な要因は、立方構造を有するメソポーラス炭素薄膜において電気化学的表面積が拡大し、それに伴って電気化学的に活性サイトが増加したことによると考えられた。その結果、 10 mA cm^{-2} の電流密度において366 mVという低い過電圧(η_{10})を達成し、同条件下での二次元六方晶メソポーラス炭素薄膜(386 mV)を上回る性能を発揮した(図4)。

CoFe@CubicMCF



CoFe@2DHexagonalMCF

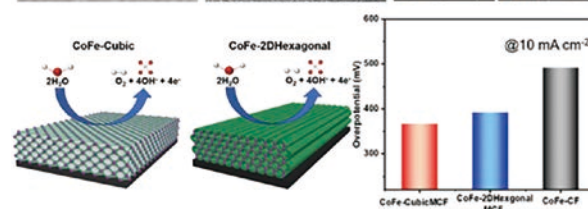
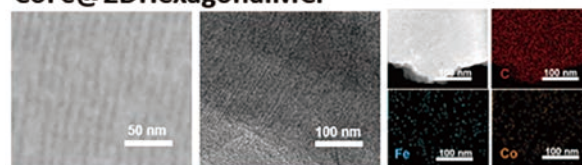


図4 CoFe合金ナノ粒子ドープメソポーラス炭素薄膜の構造及び酸素発生反応における性能。

参考文献

- [1] J. Zhu, X. F. Lu, D. Luan, X. W. Lou. *Angew. Chem. Int. Ed.* 2024, 63, e202408846.
- [2] Y. Wang, X. Cui, L. Peng, L. Li, J. Qiao, H. Huang, J. Shi. *Adv. Mater.* 2021, 33, 2100997.
- [3] Y. Li, Y. Guo, N. Ebato, Y. Yamauchi, Y. Sugahara. *ACS Electrochem.* 2025, 1, 407-418.
- [4] Y. Zhou, Y. Guo, Y. Yamauchi, Y. Sugahara. *ACS Appl. Nano Mater.* 2024, 7, 25360-25368.

鈴木進補研究室

2024年度、本研究室では、主に以下の研究を行った。

1) 蛍光X線分析法の測定点増設による液体金属の拡散係数測定法の高精度化、2) セミソリッド発泡法で作製した発泡アルミニウム合金における気液界面および初晶粒子の解析、3) ESLで溶融凝固させたTiC添加Ti-6Al-4V試料の3次元粒数解析、4) フェーズフィールド法を用いた静電浮遊実験中におけるTi-6Al-4Vの核生成シミュレーション。以下に研究成果の一例を紹介する。

1) 蛍光X線分析法の測定点増設による液体金属の拡散係数測定法の高精度化

液体金属の拡散係数は金属の結晶成長や凝固を考える上で重要な物性値である。近年、液体金属の拡散試料濃度を蛍光X線分析法によりその場測定し、液体状態の拡散係数を取得する測定法が提案されている。これまで本研究室では、定点観測による液体金属試料の濃度変化の測定及び拡散係数の取得、拡散係数を蛍光X線分析法により測定する時系列解析方法の確立、測定上に生じる拡散係数の系統誤差の定量化と誤差要因の排除を行ってきた。一方で従来の定点観測による拡散係数測定法は、測定点を1個のみ使用して濃度測定を行っているため、その実験上の不確かさを有するパラメータを含有した拡散係数を測定値として取得していることが課題であった。そこで本研究では測定点を2個に増設し、実験上不明なパラメータである合金試料初期濃度を実験中に測定することで拡散係数の不確かさの低減を試みた。以上より本研究の目的は、蛍光X線分析法の測定点の増設により液体金属の拡散係数測定法の不確かさがどれほど改善されるかを明らかにすることとした。

実験において、従来シアーセル法を用いて信頼性のある測定値が報告されており、測定値の妥当性検証が容易な液体Sn中Biの不純物拡散係数を測定した。拡散実験は繰り返し4回行った。一辺1.5 mm フィレット径0.3 mmの角柱状グラファイト製キャピラリー内に高さ30 mmのBiを10 at.%含有したSnBi合金を下部に、高さ30 mmの純Snを上部に設置した。キャピラリー内の試料を573 Kまで加熱・温度保持し溶解した。キャピラリー底面から9.2 mmと42.3 mm上方の位置にX線を照射し、積算時間60 sにて蛍光X線を連続的に検出した。各時刻の検出スペクトルからBi $L\alpha$ 線強度と $L\beta$ 線強度を算出し、各検出点での検量線を元にBi濃度を算出した。検量線の濃度範囲は、9.2 mm上方の検出点では10 at.%を上限に、42.3 mm上方の検出点では5 at.%を上限に設定した。Bi $L\alpha$ 線強度と $L\beta$ 線強度の両方からBi濃度を算出し、42.3 mm上方におけるBi濃度の時間変化及び9.2 mm上方の初期Bi濃度を取得した。

見かけの拡散係数を3通りの解析手順を用いて取得した。(1) Bi濃度の時間変化に拡散の濃度解析解である誤差関数式をフィッティングすることで見かけの拡散係数を取

得する方法。この際に見かけの拡散係数と合金試料初期Bi濃度を変数とした。(2) 同様に誤差関数式のフィッティングを用いて見かけの拡散係数を取得し、この際に実験上で同時測定した初期Bi濃度を定数として採用する方法。(3) Bi濃度を平均二乗変位に変換し、平均二乗変位の時間変化から見かけの拡散係数を算出する方法。(1)の方法は従来手法であり、(2)(3)の方法を行うには合金試料初期Bi濃度を測定する必要がある。いずれの方法でも最も長い拡散時間条件を有する見かけの拡散係数を拡散係数測定値とみなした。

(1)の方法では拡散係数の測定値 $(1.86 \pm 0.12) \times 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ を得た。シアーセル法により得られた従来の測定値は $2.4 \times 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ 程度であり、従来の測定値より(1)の測定値は30%程度低い値を得た。(2)の方法では測定値 $(2.44 \pm 0.08) \times 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ を得た。この測定値はシアーセル法により得られた従来の測定値と一致した。以上より、実験上で測定した合金試料初期濃度を採用することで妥当な拡散係数を得られた。(1)の測定値が低下した要因として、初期濃度がフィッティングによって過大評価され、それに伴い実験中の拡散が過小評価されたことが考えられる。(3)の方法でも(2)の方法と同等の測定値が得られたが、平均二乗変位の線形式へのフィッティングにより見かけの拡散係数の変動が有意に生じた。このことから(2)の方法が最も拡散係数の測定値が妥当であり、かつ見かけの拡散係数に有意な時系列変動が生じないと考えられる。以上より、蛍光X線分析法の測定点を増設させることで、実験上の不明なパラメータである合金試料初期濃度の直接測定が可能となり、その結果拡散係数測定値の不確かさが低減することを明らかにした。本研究の実験では測定点の増設により拡散係数測定値の系統誤差は30%程度低減し、従来の測定値と同等の値を得られた。

2) セミソリッド発泡法で作製した発泡アルミニウム合金における気液界面および初晶粒子の解析

発泡アルミニウム合金は、非常に軽量でありながら、吸熱性能、衝撃吸収性などに優れ、熱制御材料や建材としての利用が期待される金属材料である。溶湯に熱分解でガスを発生する発泡剤 TiH_2 を添加し、内部でガスを発生させたまま凝固することで作製する。作製中、気孔の間から溶湯が排液し、気孔が不均一になるのを防ぐため、溶湯を増粘する必要がある。セミソリッド発泡法は発泡アルミニウム合金作製法のひとつであり、従来法が増粘剤を用いるのに対して、すでに存在する初晶粒子で見かけの粘度を増加させる。初晶粒子は、浸透理論に基づくせき止め効果によってセル壁中の排液を抑制する。ここで先行研究において、発泡中、気液界面で微粒子が表面エネルギーを減少させることも排液抑制と同様に重要であると明らかにされて

いる。セミソリッド発泡法では発泡剤が唯一の微粒子であるため、これが存在するか明らかにする必要がある。さらに、従来法では最適な増粘剤の粒径が明らかだが、セミソリッド発泡法では不明である。ところが、固液共存状態における初晶粒子の状態を正確に把握できていない。従来、セミソリッド状態における初晶粒子は一般に急冷後の組織観察より評価されるが、冷却中に生じる粒成長によって固相分率の過大評価及び粒形状の変化が生じる。溶融過程におけるミクロ組織の変遷をその場観察し、正確な結晶粒形状の変化を明らかにする必要がある。以上より本研究の目的は、発泡アルミニウム合金における気液界面に存在する微粒子の解析、ならびにその場観察により取得した球状初晶粒子が溶融するまでの形状変化を明らかにすることとした。

まず、微粒子解析のため、発泡アルミニウム合金を作製した。100 gのAl-6.4 mass%Si合金を溶解させ、固相率15%となるように613℃まで徐冷後、2 gのTiH₂を添加した。インペラを用いて15 s⁻¹で100 s攪拌後、200 s発泡させ、水凝固により発泡アルミニウム合金を得た。得られた発泡体を切断し、気孔内表面をSEMで観察、分析した。また、気孔内表面をPtでコーティングし、樹脂埋め、研磨後、SXES分析を行った。

得られた発泡アルミニウム合金の気孔内表面を観察した結果、平均粒径が約23 μmの微粒子が多量に付着していることが明らかになった。SXES分析の結果、粒子はTiを含んでおり、母材にほとんどTiは存在しないことから、この微粒子は発泡剤TiH₂由来のTiを含むと考えられる。添加した発泡剤がすべて分解し、H₂ガスを放出したとすると、約80 cm³分の気孔が得られると計算できる。しかし、実際の発泡体の気孔率と比較したところ、添加した発泡剤のうち約25%しか分解しなかったと考えられる。

初晶粒子が溶解する様子をその場観察するため、球状初晶粒子を持つ試料を作製した。DC鋳造法により作製されたAl-6.4 mass%Siを母材とし、再溶融後に長さ300 mm、傾斜角度30°の傾斜冷却板に注湯し初晶を球状化した。これらをφ6 mm × t3 mmの寸法に機械加工後、観察面を研磨した後、Weck試液で腐食し、光学顕微鏡で凝固偏析部を観察した。再度、観察した初晶が摩耗しない程度に研磨し、赤外線加熱炉を有した高温レーザー顕微鏡を用いて溶融過程をその場観察した。

光学顕微鏡で観察した結果、微細な初晶は全ての領域が薄色であったが、粗大な粒子は中心付近が濃色、粒界付近が薄色であった。試料はWeck試液による腐食を施しているため、濃色の箇所は合金元素が低濃度、薄色の箇所は高濃度といえる。また、合金元素の濃度差は凝固偏析によるものと考えられることから、薄色部は傾斜冷却板を用いた鋳造後に水冷によって結晶粒成長した部分といえる。溶融過程をその場観察した結果、試料温度が約566℃で共晶から溶融が開始し、次いで初晶が溶融した。微小な初晶はおおよそ形状を維持したまま縮小していった。初晶内で優先

的に溶融した箇所はWeck試液による腐食後に薄色を示した部分と一致した。以上より、セミソリッド状態において初晶粒子は合金元素濃度の高い凝固偏析部から優先的に溶融し、合金元素濃度の低い部分が固相として残留する傾向にあると考えられる。

3) 静電浮遊炉で溶融凝固させたTiC添加Ti-6Al-4V試料の3次元粒数解析

Ti-6Al-4VにTiCを添加し、溶融凝固させると結晶粒が等軸微細化する。この研究は、粒数密度の変動を考慮した、試料中心を通る1断面（中心断面）からの旧β粒数推定式を確立することを目的とした。

Ti-6Al-4Vと5 mass%のTiCからなる混合粉末の焼結体を、静電浮遊炉（ESL）で溶融凝固させ、直径Dが2.20 mmの球形試料を得た。試料を樹脂埋め後、機械研磨を行った。得られた断面に電子後方散乱回折法と結晶方位関係に基づく逆解析を行って旧β粒マップを得た。樹脂埋め以降の操作を繰り返すことで、旧β粒マップを計6枚得た。これらは、球中心から断面中心までの最短距離を球半径で除算して得られる無次元断面距離 x が異なる。

1辺の長さがESL試料の直径に等しい立方体内で母点をランダムに配置した。これらを起点に垂直二等分面で領域を分割するVoronoi tessellation (VT)を実施し、粒数 G_{n-true} を変動させた計7種類の球形3次元モデルを生成した。さらに、それぞれから等間隔に x を変化させた5種類の断面を取得した。ESL試料とVTモデルから得た断面を対象に、断面内の粒数を面積で除算した N_A と直径上の粒数を直径の長さで除算した N_L を取得した。これらの値から粒数密度比 $N_A^2 \cdot N_L^{-1}$ を求めた。

ESL試料とVTモデルにおける $N_A^2 \cdot N_L^{-1}$ の変動係数は、ESL試料で0.31、VTモデルで0.19-0.31と算出された。この結果は、一定の $N_A^2 \cdot N_L^{-1}$ を取らないESL試料の挙動をVTが再現したことを示す。

N_A^2 と N_L の相関関係は、4次式で近似した。これを先行研究の推定式に組み込むことで、 N_V を N_L のみで記述される関数（修正 N_V 式）にした。これにより、試料の中心断面全体にわたって平行に複数の計量線を引き、それぞれに対して N_L を取得すれば、試料全体の N_V を間接的に得られる。

各VTモデルの球の中心断面上に引いた9本の計量線から N_{L-i} を取得した。これを修正 N_V 式に適用することで、対応する N_{V-i} を算出した。並行して、 i 番目と $i+1$ 番目の計量線間の領域である球台の体積 V_i を算出した。 N_{V-i} と V_i の積の総和を取るだけでは、球台が隣接する境界にて同じ粒が重複して数えられてしまう。そこで、補正項として、1つの粒を通過する計量線の平均本数 $\overline{D_c}$ を計算した。この値は、平均粒径 $N_{L\perp}^{-1}$ を計量線間隔 Δx で除算して得た。最後に N_{V-i} と V_i の積から得られる粒数の総和を $\overline{D_c}$ で割ることで、3つの条件を満たす推定式 $G_n(N_{L-i}, D)$ を確立した。この式をVTモデルの断面に適用し、その結果として

得られる粒数 G_n がそのモデルがもつ真の粒数 G_{n-true} と比較してどの程度近くなるかを検証した。その結果、 Δx が $N_{L\perp}^{-1}$ 未満のとき、推定された G_n の標準偏差内に G_n が収まった。

4) フェーズフィールド法を用いた静電浮遊実験中における Ti-6Al-4V の核生成シミュレーション

金属積層造形において、Ti-6Al-4V にヘテロ凝固核 TiC を添加することで結晶粒が等軸微細化し、強度が上昇する。TiC による微細化メカニズム解明のため、TiC 以外の核生成要因を排除できる静電浮遊炉 (ESL) を用いて試料の溶融凝固実験が実施されている。その過程で TiC が溶解し、溶け残った TiC の一部が微細化の核として機能することが予測されている。しかし、ESL 実験では核生成の *in-situ* 観察ができない。そこで、フェーズフィールド法を用いることで ESL 実験における Ti-6Al-4V の核生成挙動を再現可能となり、TiC が機能する条件を解明できると着想した。

初めに、過冷度と結晶粒数が ESL 実験の値に一致するようにシミュレーションの設定条件を最適化する。その後、核生成サイトとなる TiC の特徴を見出す。計算簡略化のため本研究では、TiC を起点とする核生成の前駆体を「SEED」として扱う。また、SEED の半径は、核生成判定に関わるパラメータであり、仮にすべて同じ半径と設定した場合、SEED はすべて同時に核生成サイトとして機能するため、実験を再現できなくなる。そこで、本研究の目的は、ESL 実験の過冷度と結晶粒数を再現可能な SEED 半径

の設定条件及び、その SEED が核生成サイトとして機能する条件を明らかにすることとした。

シミュレーション条件簡略化のため、ESL 実験試料の中心部 $750 \times 750 \times 1 \mu\text{m}^3$ に相当する領域を解析領域として設定した。また、冷却条件には、温度勾配、復熱がない均一冷却モデルを採用した。また、SEED 数を先行研究で見積もられた ESL 実験の残存 TiC 数の割合に対応する 15 個と一致させた。SEED 半径を 1-200 nm に設定し、6 つの半径分布を A-F と設定した。

その中で SEED 半径を 1-5 nm に設定した分布 F は、結晶粒数 N_{PF_fin} が ESL 実験結果³⁾ と範囲内に収まった。また、配置した SEED 数を、核生成後の結晶粒数が下回っていたことから、核生成サイトとして機能しなかった SEED が存在する結果が得られた。

A-F のすべての分布で SEED 半径が大きい順に核生成サイトとして機能した。分布 F の各 SEED において、核生成判定の基準である過冷度 ΔT_{PF} と臨界過冷度 ΔT_{cr} を算出したところ、SEED が核生成サイトとして機能した瞬間に、 ΔT_{PF} が ΔT_{cr} を上回っていることが確認できた。しかし、核生成サイトとして機能しなかった SEED も ΔT_{PF} が ΔT_{cr} を上回っていた。機能しなかった SEED は ΔT_{PF} が ΔT_{cr} を上回る前に、すでに核生成し成長している結晶粒に取り込まれ、その後 ΔT_{PF} が ΔT_{cr} を上回った。これが原因で核生成サイトとして機能しなかったと考えられる。つまり、SEED が核生成サイトとして機能する条件は SEED が他の結晶粒に取り込まれずに、過冷度 ΔT_{PF} が臨界過冷度 ΔT_{cr} を上回ることであることを明らかにした。

凝集耐性を有する単原子合金触媒開発に向けた新規多孔質シリカ担体の合成

1. 緒 言

担持金属触媒は担体と呼ばれる土台となる物質に活性金属を固定した触媒であり、高い耐熱性や生成物の分離の容易さから工業的に広く用いられる。しかし、一般的な担持金属触媒は不均一系触媒に分類されるため、材料中の不均一な表面状態により複雑な構造を有する化合物を高い選択性をもって合成することは困難である。この課題の解決に向けて、担持金属の形状・表面積・分散性などを調節することで触媒活性、選択性および触媒寿命を改善する試みがなされてきた。特に活性金属の分散性を高めることにより、金属の高効率利用を向上させるだけでなく、バルク金属で示さない特異的な活性の発現が報告されている^[1]。活性金属を単原子状に担持させた単原子触媒 (Single Atom Catalyst, SAC) は、分散性の観点から最も優れており、近年盛んに研究が進められている。しかしながら、活性金属の分散性が高い場合は、表面が不飽和なために熱力学的に不安定であり、容易に凝集して触媒が劣化することが知られている。この抑制手法として、担体と金属間に強い相互作用を発現させる方法が知られている。例えば、窒化炭素は窒素の孤立電子対が金属原子と強く配位することで凝集の抑制が可能であることが報告されている^[2]。

単原子合金触媒 (Single Atom Alloy Catalyst, SAAC) は、担体として金属を用いた SAC の一種である。SAAC は活性金属が担体金属と合金を形成することで、ヘテロ金属間の電子授受によるリガンド効果や、原子配置の変化に伴う配位環境の変化に起因するアンサンブル効果などの効果をもたらす、精緻な触媒性能の調節が可能となる。2012年に Sykes らが選択的水素化に優れた活性を示す Pd/Cu 系の SAA を合成して以降、脱水素化反応や酸化反応、光触媒反応など、多くの反応系への適用が研究されている^[3]。

一方で、SAAC の担体と活性金属の間の結合力は金属結合に依存するため、強い相互作用を発揮させることが困難であり、依然として、凝集の抑制は大きな課題である。このため、活性金属の担持量を減らしたり反応場を低温に限定したりする必要があり、実用化に向けて大きな制約が存在する。したがって、高い凝集抑制性能を持つ SAAC の開発は、実用的な反応系への適用可能性を拡張する上で極めて重要である。

本研究では、多孔体内部へ金属種を閉じ込める凝集抑制手法に注目した。多孔体に閉じ込められた金属種は、拡散に必要な活性化障壁が増加することに加えて、細孔サイズの制約による空間的な制約により結晶子の成長が抑制されることが知られている^[4]。これらの性質を活用し、金属粒子の一部をヘテロ原子に置き換えた SAA クラスターを担持させることで、高い凝集耐性を有する SAAC が開発でき

ると考えた。

従来の多孔体内部への金属の担持手法では、金属の析出位置やサイズの制御が困難であった。近年では有機基の修飾^[5]や欠陥シラノールサイトの利用^[6]により、金属の閉じ込めの効果を高める試みが報告されているが、有機基の空間的な配置制御の難しさや官能基の導入に伴う骨格の脆化などの課題が残っている。そのため、単原子合金を多孔体内部へ位置選択的に担持する手法ははまだ確立されていない。そこで、担持金属の制御が可能な新たな多孔体の合成を目標とし、ビルディングブロック法^[7]を採用した。この方法は、ビルディングブロックとなる分子をボトムアップ的に積み上げて材料を合成する手法であり、材料内部に規則的に官能基の導入が可能である。この手法を用いることで、位置選択的な金属の導入が可能な多孔質担体の合成が期待される。本研究では、単原子合金の担持に向けて、まずは 1 種類の金属種を均一に担持可能な多孔体の合成を試みた。金属種としては、SAAC の母体金属として広く用いられている Au を選定した。さらに、担体に金属種の位置選択的な担持性能を発現させるために、貴金属塩の還元能を有するヒドロシル基^[8]を材料全体に導入した。

2. 研究成果

既報文献^{[9][10]}に基づいて、TMA8D4R から TMA イオンを交換した Q8H8 の分散液を調製し、これに対して Q8H8 中のシラノール基とトリエトキシシランのエトキシ基が量論で反応するように加えた。混合物を 80℃ で 1 日還流すると、白色固体が析出した。ここでは、この固体を TESQ8H8 と呼称する。TESQ8H8 の FT-IR 測定 (Fig. 1) においては、D4R 骨格を有するかご型シロキサンに特有な吸収ピーク^[11]とトリエトキシシランに特有の吸収ピーク^[12]が確認され、TESQ8H8 におけるトリエトキシシランと Q8H8 の両成分の特徴が共存していることが示された。

トリエトキシシランや Q8H8 のみで条件を統一させて還

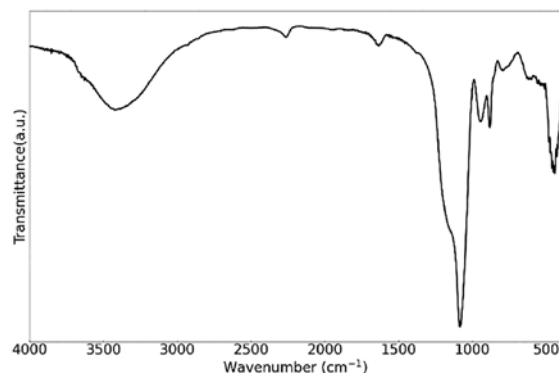


Fig. 1 TESQ8H8 の FT-IR スペクトル

流を行った際には、固体がほとんど確認できない。このことからTESQ8H8の合成に対するTESとQ8H8の両成分が反応に寄与していることが確認された。この材料の窒素吸脱着測定を行ったところ、ミクロ～メソ孔が発達した多孔質材料であることが分かった (Fig. 2)。

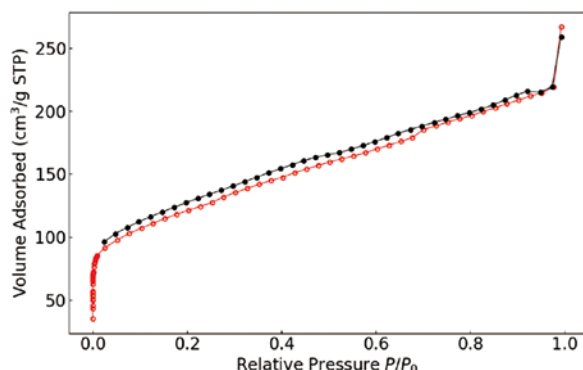


Fig. 2 TESQ8H8の窒素吸着曲線 (赤) および窒素脱着曲線 (黒)

対照実験として、ジメチルシラノール基とジメチルヒドロシリル基を有するかご型シロキサン骨格の架橋体やジメチルシラノール基をトリクロロシランと反応させた架橋体を合成した際には、材料中の多孔性がほとんど発現せず、Q8H8とトリクロロシランで反応させた場合には多孔性が発現した。ここから、かご型シロキサンと架橋剤の組み合わせによって定まる架橋長が多孔性の発現において重要な因子であることが示唆された。なお、トリクロロシランとQ8H8の反応においては、溶媒中のN,N-ジメチルアセトアミドとクロロ基による副反応の発生が示唆され、量論比での正確な反応制御は困難であった。

TESQ8H8を塩化金酸水溶液に含浸すると粉末が紫色に呈色した (Au/TESQ8H8)。TEMおよびSTEM-EDSマッピングによる測定から材料中へのAu粒子の担持が確認された (Fig. 3)。ほとんどの粒子は数nmオーダーであるが、一部10 nmを超える大きな粒子が確認された。これは、外部に存在するヒドロシリル基により還元され、閉じ込めの効果を受けない粒子であると推定される。

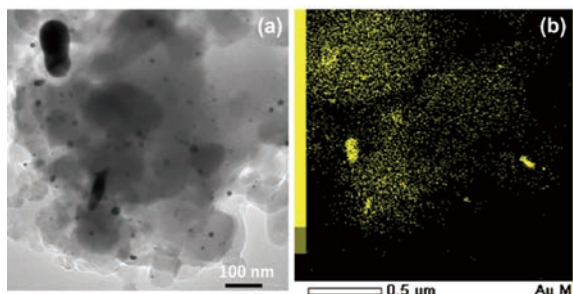


Fig. 3 Au/TEMQ8H8のTEM像 (a) およびSTEM-EDSマッピング (b)

Au/TESQ8H8とTESQ8H8の固体²⁹Si MAS NMR測定を行い、Si環境を比較したところ、含浸後にTシグナルの低減が確認され、オンサイト還元が進行が示唆された (Fig. 4)。

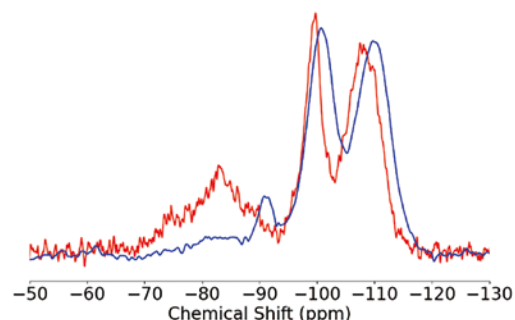


Fig. 4 TESQ8H8 (赤) およびAu-TESQ8H8 (青) の固体²⁹Si MAS NMRスペクトル

更に、オンサイト還元を進行を支持するために、TESQ8H8を空气中で1時間焼成した試料 (TESQ8H8-h) を用意した。この材料は窒素吸脱着測定から多孔性を維持しており、固体²⁹Si MAS NMR測定からはTシグナルがほとんど確認されず、材料中のヒドロシリル基が燃焼したと考えられる。TESQ8H8-hを塩化金酸水溶液に含浸しても呈色反応は目視で確認されず、ICP-OES測定からAuがほとんど担持されていないことが確認された。以上よりTESQ8H8は材料中に導入されたヒドロシリル基によってAu³⁺イオンのオンサイト還元が可能であることが明らかになった。

更に材料中のAu粒子の分散性を確認するために、ArスパッタリングをしながらXPS測定を行った (Fig. 5)。その結果、表面から内部にかけてAu粒子の存在量がほとんど一定に保たれており、材料全体に渡って均一性が高くAu粒子が担持されていることが分かった。

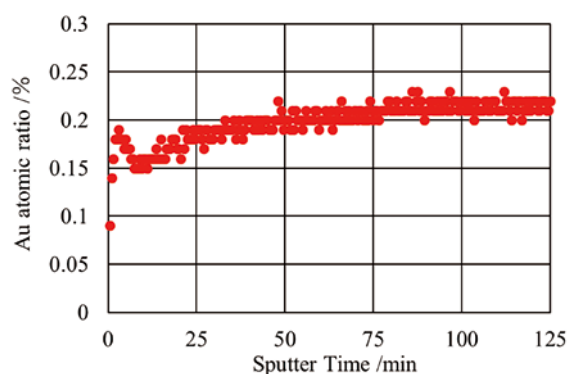


Fig. 5 Au/TESQ8H8のスパッタ時間とAu含有量の変化

Au/TESQ8H8の凝集耐性を確認するために、TESQ8H8を500℃で1時間焼成を行った。TEM像から取得したAu粒子の平均粒子径はほとんど変わらなかった。ここから、この材料においても閉じ込めによる凝集抑制性能が確認された。

3. 結 言

本研究では、かご型シロキサンQ8H8とトリエトキシシランの縮合反応により、新規多孔質シリカであるTESQ8H8を合成した。この材料はヒドロシリル基を有しており、これによりAu³⁺イオンのオンサイト還元が可能

であることが明らかになった。また、Au粒子を担持した TESQ8H8 に熱処理を行っても Au 粒子の凝集が抑制されており、凝集耐性を有することが示された。今後は、この材料をベースとして、ヒドロシリル基以外の官能基の導入などの更なる機能性の発現を試み、制御された単原子合金の担体開発を行っていく予定である。

4. 参考文献

- [1] B. Hvolbæk *et al.*, *Nano Today*, **2** (2006), 14.
- [2] X. H. Jiang *et al.*, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **59** (2020), 23112.
- [3] Z. Xu *et al.*, *J. Hazard. Mater.*, **424** (2022), 127427.
- [4] M. Mliner *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.*, **138** (2016), 15743.
- [5] E. Eom *et al.*, *JACS Au*, **2** (2022), 2327.
- [6] R. Ryong *et al.*, *Nature*, **585** (2020), 221.
- [7] A. Shimojima and K. Kuroda, *Molecules*, **25** (2020), 524.
- [8] N. Moitra *et al.*, *Adv. Funct. Mater.*, **23** (2013), 2714.
- [9] M. Igarashi *et al.*, *Nat. Commun.*, **12** (2021), 7025.
- [10] E. S. Park *et al.*, *Chem. Mater.*, **20** (2008), 1548.
- [11] M. Marrone *et al.*, *J. Phys. Chem. B*, **108** (2013), 3563.

多辺由佳研究室

カイラルクロモニック液晶を用いたサーモセンサーの開発

1. 研究背景

我々のグループでは、カイラルな液晶に温度勾配を与えた際に誘起される、液晶の一方向回転現象を研究している。Lehmann効果と呼ばれるこの現象は、熱流（軸性ベクトル）がトルク（擬ベクトル）に直接変換される珍しい交差相関であり、熱力変換デバイスとしての液晶の新応用につながる事が期待されている。これまでに我々は、熱流により一方向回転するカイラルネマチック液晶滴の運動の解析とその制御に成功している。2024年度はさらなる応用展開を目指し、材料をサーモトロピック液晶化合物から、環境への負荷が小さいロトロピック系に変更することを試みた。具体的には、まず食品添加物として用いられる天然色素を適切な濃度で水に溶かし、これにアミノ酸の一種であるアラニンをドーパントとして添加し、カイラルクロモニック液晶を作製した。得られた液晶化合物を油中に少量加えて攪拌し、微小滴として分散させた。油中に温度の不均一があれば、局所的な温度勾配に比例した速度でカイラルクロモニック液晶滴が回転することが予想される。その際の回転速度から温度分布を可視化できると考えて、以下の実験を行った。

2. 実験手法

2-1. 試料調整

クロモニック液晶を構成する水溶性色素には、Cromolyn Disodium Salt Hydrate (CDSHと略する)を用いた。CDSHの濃度を調整して水溶液を作製したところ、14 wt%の濃度で、室温付近の広い温度域においてネマチック相が出現した。このネマチック相にカイラリティを付与するため、D-alanineまたはL-alanineを0.5～2 wt%添加した。得られたクロモニックカイラルネマチック液晶をシリコンオイル50 cSt（信越化学）に10 wt%濃度で加えて攪拌し、分散液を100 μm 間隔をあけた2枚のガラス基板間に封入した。2枚のガラス板の表面には、親水性の液晶滴がガラス表面に吸着するのを防ぐため、AGC社のCYTOPをコートした。また流動場を測定する際には、試料に直径2～3ミクロンの微粒子を加えた。

2-2. 実験装置

液晶の組織およびその回転の観察にはBX51（Olympus）を用いた。また試料に温度差を加えるため、温度制御装置を自作した。精度は $\pm 0.1^\circ\text{C}$ である。セル内の液晶滴の三次元分布観察には、Nikon社のC2共焦点顕微鏡を用いた。

3. 実験結果と考察

図1に、24 mK/ μm の温度勾配を試料に与えた時の、液晶滴（D-Alanine添加、直径 $\sim 50 \mu\text{m}$ ）の偏光顕微鏡像の時間発展を示す。この条件下では、滴の組織が反時計回りに回転した。このときの流動場を可視化するため、試料に微粒子を加え、滴表面に吸着した粒子の動きを追跡した。そ

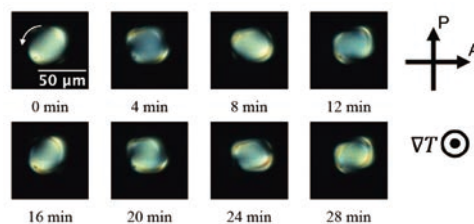


図1：温度勾配（紙面表から裏に熱流が流れる方向）を与えたときのクロモニック液晶滴（D-Alanine添加）の偏光顕微鏡像。およそ16分で半回転。滴内の配向場はほぼ一様。

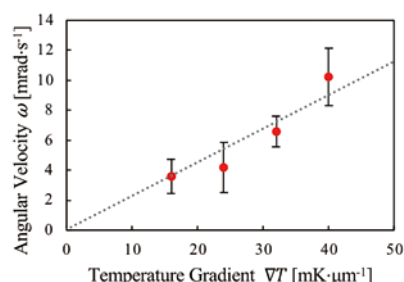


図2：クロモニック液晶滴の回転速度の温度勾配依存性

の結果、滴内の組織が回転する際には、粒子もまた滴中心の周りを組織と同じ方向に同じ角速度で回転することが確かめられた。すなわち、液晶分子は重心位置を変えずに向きを回転させているのではなく、滴全体として剛体回転していると判断できる。次に温度勾配 ∇T を変化させ、直径35～45 μm の滴の回転角速度 ω を追跡した。数十個の滴の平均角速度を調べた結果を図2に示す。図より明らかに、 ω と ∇T は線形関係にある。現象論では、カイラルな液晶に熱流がながれるときに誘起される分子集団回転の角速度 ω は、次式で与えられる。

$$\gamma\omega = \nu n \times (n \times \nabla T) \quad (1)$$

γ は回転粘性係数、 ν は熱と力の結合定数である。アキララ系では ν はゼロであり、カイラルな系では ν の符号がカイラリティ反転で逆転する。図2で、クロモニック液晶でもサーモトロピック液晶と同様に ω と ∇T の線形性が示されており、対称性から導かれた(1)式が、材料を問わずに成り立っている。以上のことから、クロモニック液晶滴を疎水性の液体に分散させて滴の角速度を測定することにより、液体内の温度分布が可視化できることがわかった。天然由来であるクロモニック液晶の材料構成から、本系は生体への応用が可能であり、汎用性の高いサーモセンサーへの展開が期待できる。

電荷移動型二液晶の混合による誘起スメクチック相の静的・動的物性

1. 研究背景

電子吸引性の液晶化合物と電子供与性もしくは中性の液晶化合物を適当な比率で混合すると、両者に電荷移動が生

じて、元の液晶よりも高秩序のスメクチック液晶相が出現する場合がある。我々のグループではこれまで、誘起相と呼ばれるこの混合液晶を対象に、静的な構造と誘電特性を調べてきた。その結果、構造・誘電緩和については、単体からなる同じ高秩序液晶相に比べ、大きな違いはないことがわかった。一方、マクロな粘性（流動性）は、単体の同じ相よりも混合液晶の方が大きいことを示唆する現象がみられていた。そこで2024年度は、混合液晶のマクロな粘性を定量測定することを目的に、誘起ネマチック液晶を対象として、粘性と誘電緩和時間を測定した。

2. 実験手法

ドナーとなる液晶ネマチック化合物にはMBBA, EBBA, 7AB7を、アクセプターとなる液晶化合物には5CB, 8CBを用いて、各組合せで混合液晶を作製した。誘電緩和実験にはLCRメーターを用い、100Hz-1MHzの周波数帯で測定を行った。誘電緩和実験用セルは、表面に垂直配向処理を施した2枚の電極付ガラスを20 μm のスペーサーを挟んで向かい合わせ、ガラス間に液晶試料を注入して作製した。この条件下で液晶は分子長軸をガラス基板に垂直に配向するので、電場印加によって分子短軸周りの回転緩和時間が測定される。一方、マクロな粘性評価には、試料に微粒子を分散させてブラウン運動を観察・解析する粒子追跡法を用いた。

3. 実験結果と考察

図3に、5CB-MBBA混合系の相図を示す。本稿ではドナー（この場合はMBBA）のモル比を ϕ で表す。等方相（Iso相）-ネマチック（N）相の転移点が $\phi=0.6$ で極大となり、この比率で高秩序相のSmB相領域が拡大する。高秩序相の発現が電荷移動によることから、この比率 $\phi=0.6$ で最も移動量が大きくなると予測し、これを見積もるため、準備実験としてIR測定を行った。得られた5CBのシアノ基、MBBAのシッフ塩基それぞれの吸収波数ピークを図4の（a）と（b）に示す。吸収波数はCT量に対して単調に低波数シフトするので、図4から、予想通り5CB-MBBA分子間での電荷移動量が $\phi=0.6$ 付近で最大となることが確認された。

以上の予備的な結果を踏まえて、混合比 $\phi=0.4\sim 0.8$ の

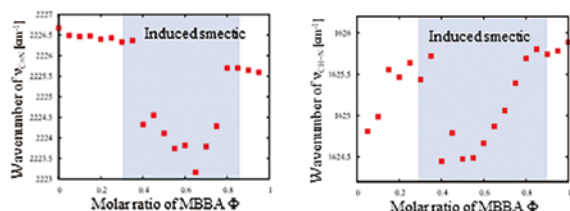


図4：5CB-MBBA混合液晶における
（a）5CBのCN基、（b）MBBAのCH=N基のIR吸収波数

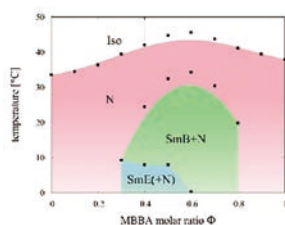


図3：5CB-MBBA相図

試料を用い、誘電緩和測定を行った。結果を図5に示す。ドナーであるMBBAの比率が高くなるほど、緩和時間は単調に遅くなっている。ネマチック-SmB相転移点直下の温度で比較すると、緩和時間は、 $\phi=0.3$ で $\tau=4\times 10^{-6}[\text{s}]$ 、 $\phi=0.8$ で $\tau=3\times 10^{-5}[\text{s}]$ となり、

両者に1桁の差があることがわかった。相図およびIR測定から、分子個々の回転運動は分子間の電荷移動量に対して単調に遅くなると予想していたが、緩和時間は電荷移動量が最大となる $\phi=0.6$ 付近では極大をとらず、両者は単調な関係にはないことがわかった。

次にマクロ粘性を測定した結果を図6に示す。試料内に分散させた微粒子のブラウン運動を追跡し、平均二条変位から粘性係数を求めた。比較のため、5CB単体と $\phi=0.2$ で混合した5CB-EBBAネマチック相における粘性係数を、それぞれ赤と青で示している。

混合液晶のネマチック相の粘性係数は、単体のネマチック相より1.5倍程度大きくなった。しかしこの差は小さく、試料調整の際に感じるほどの違いはなかった。

2つの粘性測定の結果は、いずれも予め予想していた内容に反するものとなった。これらについて、現時点では以下のように考察している。まず電荷移動量と分子の回転緩和時間が単調関係にはないことについては、緩和時間をより大きく支配する他の要因があると考えられる。その候補は分子パッキングである。5CBとMBBAを比較すると、5CBの方が分子長が長いので、MBBAの比率が増すほどスメクチック相では分子密度が高くなることが確かめられている。密度の増加によって分子回転が阻害され、緩和時間が長くなる効果が電荷移動による集合化よりも大きいことが考えられる。2つ目の結果である、混合液晶でもマクロな粘性係数が単体とほぼ同じ、については、ブラウン運動による解析では全体の流動性の議論には不十分であることが考えられる。混合液晶中にはネットワーク構造が形成されている可能性があり、ネットワークの網目サイズが粒子より大きい場合、ブラウン運動には構造形成が影響しない可能性がある。今後、別の手法で粘性測定を行って、電荷移動混合液晶の動的物性を明らかにしていく予定である。

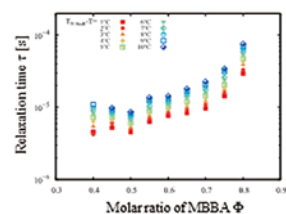


図5：5CB-MBBA誘電緩和時間
温度はN-SmB転移温度からの差。

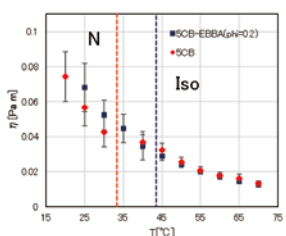


図6：5CBおよび5CB-EBBA
（ $\phi=0.2$ ）混合液晶の粘性係数

【参考文献】

- [1] 渡嘉敷 晴, 2024年度修士論文
- [2] 池ノ谷健太郎, 2024年度修士論文

平田秋彦研究室

金属ガラスの構造緩和における原子クラスターの動的挙動

[緒 言]

金属ガラスは1960年に初めて作製されて以来、さまざまな合金系でその形成が報告されてきた。たとえば、Zr系金属ガラスは、結晶性のZr合金よりも高い引張破断強度や曲げ強度を示すことが知られている。金属ガラスの特性を理解するため、原子レベルでの局所構造が実験的および理論的アプローチの両面から広く研究されてきた。初期の研究では、Bernalによって、剛体球が高密度に詰め込まれつつランダム性を保つDRP (Dense Random Packing) モデルが提案された。特に、12個の歪んだ四面体から成る13原子クラスターは、正20面体構造を形成できる。このような非結晶性の回転対称性をもつ正20面体構造は、金属-金属型の金属ガラスにおいて形成されやすい短距離秩序(SRO) 構造とされている。一方、金属-半金属型の金属ガラスでは、小さな配位数をもつプリズム型の局所構造が支配的であることが多い。

近年、サイズの異なる原子から成る2元合金系において、溶質中心のSROクラスターが重なりあって中距離秩序(MRO) 構造を形成するという新たなパッキングスキームがMiracleにより提案された。また、Sheng らは、Voronoi多面体解析によって特徴付けられた準等価なSROクラスターが、面・辺・頂点の共有によってMRO構造を形成すると報告している(図1(c)を参照)。さらに我々は、ナノビーム電子回折を用いた実験により、局所的に観察される回折斑点が原子クラスターおよびその接続に起因することを示し、金属ガラス中にSROおよびMRO構造が存在することを直接示している。

上述した金属ガラスの静的構造に加えて、原子クラスターとその接続が関係する動的現象を理解することも重要である。中でも重要な構造緩和と呼ばれる現象は、ガラス物質に広く存在する一般的な動的現象とされており、液体のガラス化過程において生じる。過冷却領域では、 α 緩和はエネルギー・ランドスケープの広い谷(メガバイン)を超える遷移を伴い、その中の細かい局所極小の部分には複数の β 緩和が含まれている。ガラス転移温度(T_g)以下では α 緩和は支配的でなくなり、 β 緩和のみが残ることが知られている。上述したBernalモデルの緩和に関する研究において、Barkerらは、局所体積の再分配が起こること、さらに緩和中にVoronoi多面体の五角面の頻度が増加することを報告している。正20面体クラスターを構成する原子は動きにくく、ポテンシャルエネルギー障壁を越えることができないため、このようなクラスターは緩和を遅延させる可能性がある。しかし、構造解析によって得られた多様な原子クラスターが緩和過程でどのように動的にふるまうかについては未解明の点が多く残されている。たとえ

ば、Voronoi多面体解析によって特徴付けられる原子クラスターが異なる種類の緩和過程でどのような役割を果たすのかは、明らかにされていない。

本研究では、ガラス形成能を持つZr-Pt合金が、ガラス状態では正20面体クラスターが存在することがナノビーム電子回折により示されていることから、Zr₈₀Pt₂₀合金の原子クラスターの動的挙動に着目した。Zr₈₀Pt₂₀合金において低温側の300 Kおよび比較的高温の900 Kでの緩和過程に、正20面体を含むさまざまなVoronoi原子クラスターに関する構造変化を調べることを目的とする。特に、分子動力学シミュレーションを用いて、原子クラスターが同一のVoronoi多面体インデックスを維持する時間に注目した[1]。

[計算方法]

分子動力学(MD) 計算は、LAMMPS (Large-scale Atomic/Molecular Massively Parallel Simulator) を用い、時間刻みを1フェムト秒(1 fs)として実施した。系は三次元周期境界条件下で立方体のセル中に32,000個の原子(Zr: 25,600個、

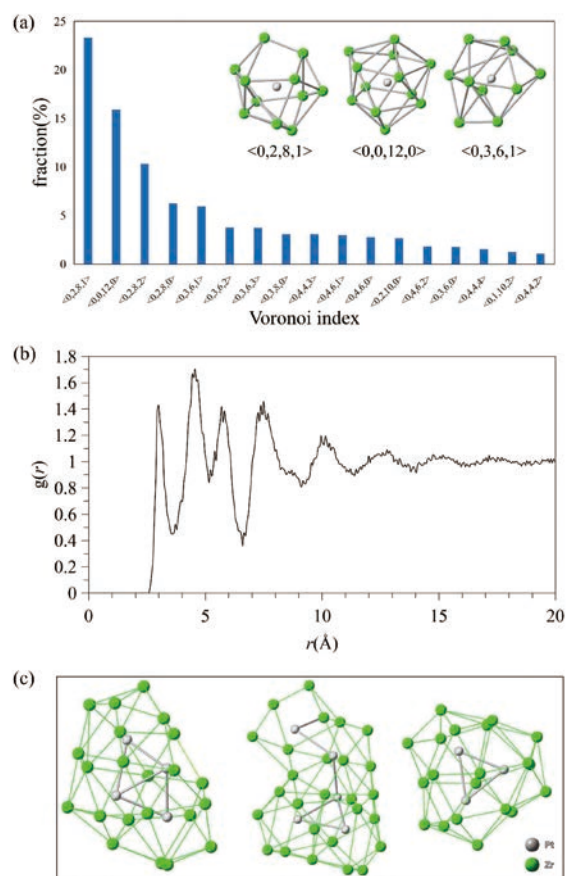


図1. Zr₈₀Pt₂₀ガラス構造(300 K)の解析。(a) ボロノイ多面体解析, (b) Pt-Pt 部分2体分布関数, (c) 複数の20面体クラスターにより構成される中距離秩序構造[1]。

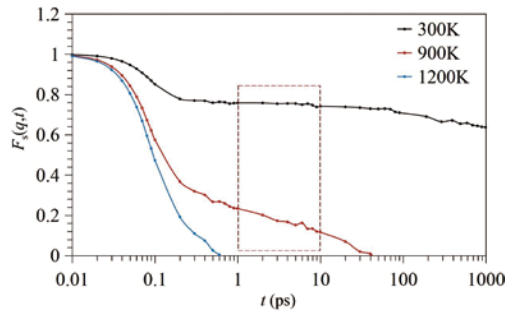


図2. 1200, 900, および300 Kにおいて等温緩和を行った際の自己中間散乱関数 (ISF) [1].

Pt: 6,400個) を含んでいる。原子間相互作用は埋め込み原子法 (EAM) ポテンシャルにより計算された。初期状態として面心立方 (fcc) 構造を設定し、3000 Kにおいて50,000ステップ (50 ps) 保持し、液体の平衡状態を得た。この液体状態をそれぞれ1200, 900, および300 Kまで、 1.0×10^{13} K/sの冷却速度で冷却した後、各温度で100万ステップ (1.0 ns) の等温緩和を行った。ガラス転移温度 (T_g) は、液体からの冷却中に体積変化率をモニターすることで約1100 Kと推定した。

構造の静的特性の解析には、構造因子および部分2体分布関数 (PDF) を使用した。また、動的挙動を把握するために、自己中間散乱関数 (ISF) も算出した。Voronoi多面体解析により、原子クラスターの動的変化を解析し、特定のVoronoiインデックスを持つ原子クラスターにIDを与えて追跡した。1000ステップ (1 ps) ごとに、元の構造を保持している原子クラスターの割合を計算した。Voronoi多面体は、各サンプリング点の直前1000ステップの平均原子位置に基づいて算出した。また、それぞれのクラスターが元の構造を10%まで維持する時間も求め、構造の持続性を検討した。

[結果および考察]

300 Kで冷却後のガラス状態の静的構造をまず検討した (図1)。Voronoi多面体解析によると、 $\langle 0, 2, 8, 1 \rangle$, $\langle 0, 0, 12, 0 \rangle$, $\langle 0, 2, 8, 2 \rangle$ など、正20面体または類似構造が支配的であることがわかった。 $\langle 0, 2, 8, 0 \rangle$ や $\langle 0, 3, 6, 1 \rangle$ といった小さな配位数 (10配位) の構造も存在した。中心原子がPtであることから、Pt-Ptの部分PDFを計算したところ、約5 Å付近の第2ピークが分裂しており、ガラス構造の特徴を示していた。また、 $\langle 0, 0, 12, 0 \rangle$ の正20面体は、 $\langle 0, 2, 8, 1 \rangle$ と並んで顕著であり、32.9%がMROに関与していた。

図2に示すように、1200, 900, 300 Kでの等温緩和におけるISF解析では、保持温度による明確な違いが見られた。1200 KではISFは急激に0に減少し、液体的挙動を示したが、300 Kでは初期の減衰後にプラトー (平らな部分) が現れ、ガラス的挙動を示した。また、900 Kはその中間の特徴を持っていた。4種類のPt中心Voronoiクラスター ($\langle 0, 0, 12, 0 \rangle$, $\langle 0, 2, 8, 0 \rangle$, $\langle 0, 3, 6, 1 \rangle$, $\langle 0, 4, 4, 3 \rangle$) について、それぞれが元の構造を保持する割合の変化を1~10 psの間で追

跡した。その結果、全体的な構造は変化しないが、個々のクラスターの持続性には顕著な差があり、特に五角形面を多く含むクラスターは構造を長く保持する傾向を示し、正20面体は最も構造を維持していた。これら4種類の原子クラスターの構造持続性を図3に示す。持続する構造の割合は、時間に対してべき乗則を示すことが明らかとなった。特に低温側である300 Kにおいては、その傾向が顕著であった。また、300 Kでは異なる時間スケール (1 psと100 ps) であっても、構造持続性がべき乗則に従うことから、短時間の構造安定性が長時間スケールにも影響を与えている可能性がある。特にこれら低温側における知見は、 β 緩和の前駆現象や金属ガラスの動的安定性の理解に寄与すると思われる。

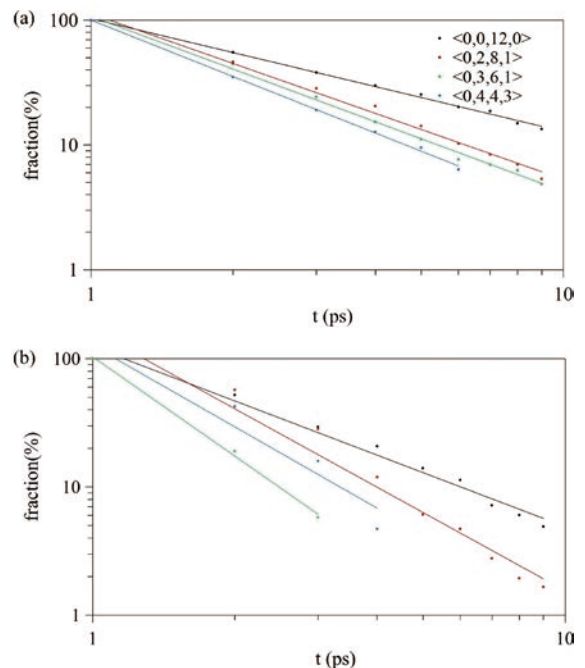


図3. (a) 300 Kおよび (b) 900 Kにおける4種類の原子クラスター構造の持続性[1].

[結 言]

本研究では、 $Zr_{80}Pt_{20}$ 金属ガラスにおける原子クラスターの動的挙動を、300 Kと900 Kでの等温緩和中にVoronoi多面体の持続性を調べることで解析した。300 Kでは構造の変化がべき乗則に従って進行し、強いケージ効果が影響していると考えられる。一方、900 Kでは非正20面体クラスターの挙動がべき乗則からわずかに逸脱し、ケージが崩れている可能性が考えられる。また、300 Kにおいて異なる時間スケールでもべき乗則が見られ、異なる時間分解能で見たときの原子クラスターの変化が互いに類似していることを見出した。つまり、原子クラスターの動的挙動に関する自己相似性の存在が示唆された。結果の詳細に関しては文献[1]を参照。

[参考文献]

- [1] S. Y. Zha and A. Hirata, J. Non-cryst. Solids 657, 123509 (2025).

細井厚志研究室

異種シングルラップジョイントの接合強度特性評価

1. 緒言

輸送機器構造を軽量化し燃費向上させる目的で、異種接合技術の開発が行われている。異種接合材の界面特性を評価する技術はこれまで数多く検討されてきた。特に異材界面のき裂先端における線形弾性論に基づく厳密解は応力場、変位場が振動することや、特別なケースを除きモードI及びモードII応力拡大係数が分離できないことが指摘されている。そこで、異材界面のき裂進展特性を評価する場合にはモードIとモードIIの比（Phase Angle）がき裂進展特性を特徴づけるパラメータとして広く用いられている。

一方、異材界面の接合強度を評価する手法として、シングルラップジョイント試験がしばしば用いられる。破断荷重を接合面積で除した見かけのせん断強度を接合強度として評価しているが、実際には接合端の応力特異性や試験片の非対称性から生じる曲げの影響を受けるため、適切な接合強度を評価しているとは言い難い。そこで、本研究ではCrack Tip Element法を拡張し、シングルラップジョイント特有の曲げ変形、及び接合時に生じる熱残留応力の影響を考慮し、接合界面のき裂進展に伴うエネルギー解放率をモード分離して閉形式で導出し、接合強度特性を評価することを目的とした。

2. 実験方法

2.1 試験材料 本研究では、ルミニウム合金板A5052及びポリアミド6を母材とした平織炭素繊維強化プラスチック(CF/PA6)積層板を用いた。用いた炭素繊維はT300B-3K、繊維体積含有率は $V_f=50\%$ であり、積層構成は $[(0/90)_9]_T$ である。

2.2 表面処理方法 接合強度特性を向上させる目的で陽極酸化処理及びエッチング処理によりA5052表面にナノ構造を作製した。作製したナノ構造を図1に示す。単層でスパイク状の表面ナノ構造であるOne-Tiered (OT) 構造(図1(a))、及び多層的多孔質状のMulti-Tiered (MT) 構造(図1(b))を作製した。さらに、化学的な接合を導入するために、純水を用いて1w%に希釈したイソシアネート基を有するシランカップリング処理を行った。

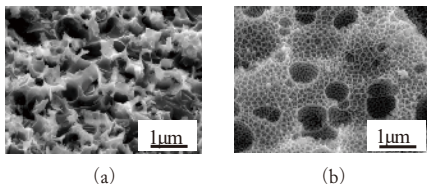


Fig. 1 Nanostructure fabricated on A5052 surface: (a) OT Structure; (b) MT structure.

2.3 シングルラップジョイント試験片及び試験条件 長さ100 mm、幅25 mm、厚さ2.0 mmのA5052板及び、平織CF/PA6積層板を300℃に加熱したホットプレスにて接合

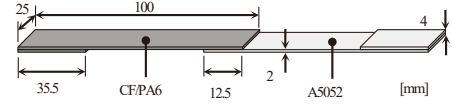


Fig. 2 Schematic of specimen geometry.

し、図2に示すシングルラップジョイント試験片を作製した。試験は、引張速度1.0 mm/minの変位制御で行い、接合強度は接合面積あたりの最大引張荷重 ($\tau_b = P/A$) として評価した。

3. 力学モデル

3.1 接合端の面外せん断荷重及び曲げモーメント シングルラップジョイントによるせん断試験は試験片の非対称性から図3に示すように曲げ変形が生じ、接合端部でせん断荷重だけでなく、面外せん断荷重や曲げモーメントが作用し、界面き裂進展に伴うエネルギー解放率もこの影響を考慮しなければならない。本研究では両端からき裂の生じたシングルラップジョイントを図4のようにモデル化し、接合端に作用する力とモーメントを定式化した。



Fig. 3 Deformation of the specimen due to tensile load.

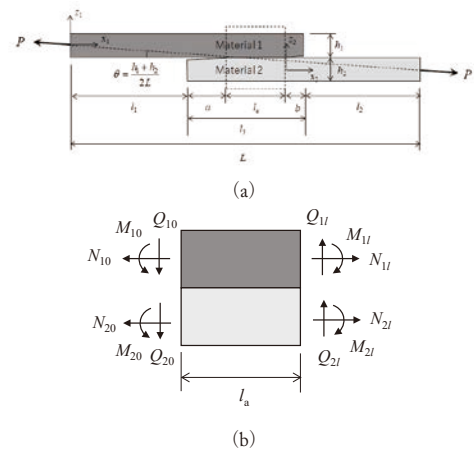


Fig. 4 Mechanical model of single lap joint specimen: (a) dimensions; (b) Forces and moments acting on ends of joints.

仮想き裂閉口法の考え方を応用し、き裂進展に伴うエネルギー解放率は式(1)のように表される。

$$\begin{aligned} G_I &= -\frac{1}{2B} Q_c \frac{\partial W}{\partial x} \bigg|_{x=0^-} = \frac{1}{2B} \left(\frac{1}{\kappa C_1} + \frac{1}{\kappa C_2} \right) Q_c^2 \\ G_{II} &= -\frac{1}{2B} N_c \frac{\partial U}{\partial x} \bigg|_{x=0^-} = \frac{1}{2B} \left(a_1 + a_2 + \frac{h_1^2}{4} d_1 + \frac{h_2^2}{4} d_2 \right) N_c^2 \end{aligned} \quad (1)$$

ここで、 Q_c 、 N_c は接合部両端の境界条件及び力とモーメントのつり合いから導出される。この Q_c 、 N_c の項に熱残留応力が含まれる。また B 、 h_i 、 W 、 U はそれぞれ試験片幅、板厚、き裂の開口及びせん断変形によるき裂先端開口変位を表している。 a_i 、 C_i 、 d_i は材料物性を表しており、 κ はせん断係数でここでは $5/6$ とした。さらに破壊特性を評価するために式(2)に示す破壊条件式を用いて、接合強度特性を評価した。

$$\left(\frac{G_I}{G_{Ic}}\right)^2 + \left(\frac{G_{II}}{G_{IIc}}\right)^2 = 1 \quad (2)$$

4. 実験結果

引張せん断試験結果を図5に示す。A5052表面にナノ構造の無い未処理の圧延まま材をARと表記し、ナノ構造を作製したものにOTまたはMTと表記した。また、A5052表面にシランカップリング処理を施した試験片はSiと表記した。図5に示す結果より、未処理の試験片では接合強度が発現しなかった。MT構造またはシランカップリング処理をA5052表面に施すことで見かけの接合強度は、それぞれ15.3 MPa、17.3 MPaとなり、OT構造またはMT構造にシランカップリング処理を施したSi-OT、Si-MTの接合強度は、それぞれ22.8 MPa、24.4 MPaに向上した。

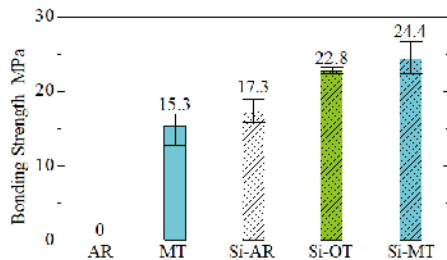


Fig. 5 Effect of bonding strength on surface nanostructures.

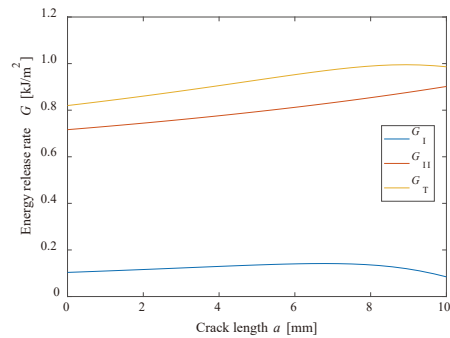
5. 解析結果

図6はA5052板の端からき裂が進展する際のき裂進展に伴うエネルギー解放率を求めた。引張荷重は $P=5$ kNを付与し、図6(a)は熱残留応力を考慮し、応力フリー温度と試験温度差 $\Delta T=-186$ Kを付与した場合、図6(b)は $\Delta T=0$ Kとした場合の結果を示している。熱残留応力はモードIIエネルギー解放率に大きな影響を及ぼしていることが見て取れる。またき裂長さの増大とともにモードI及びモードIIエネルギー解放率もやや増加傾向にあった。

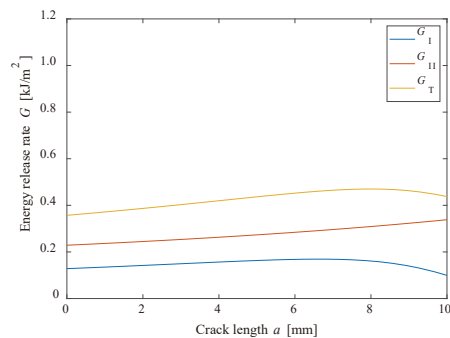
同様にモデル右端から界面き裂が進展する場合を評価すると、 $\Delta T=-186$ Kの場合では左端よりもエネルギー解放率が小さく、A5052端から界面き裂が進展すると推察され、これは実験結果とも一致する。一方、 $\Delta T=0$ Kの場合、つまり常温でそれぞれの材料を接合した場合を仮定すると、右側のCF/PA6端のエネルギー解放率が大きくなり、熱残留応力の影響によって破壊位置が異なる可能性が示唆された。

式(2)に示す破壊基準則を用いて試験片が不安定破壊する臨界荷重を求めた。図7はA5052の端からの界面き裂

長さとの関係を示している。ここで、臨界エネルギー解放率 G_{Ic} 及び G_{IIc} はシランカップリング処理のみを施したSi-ARのDCB試験より求め、それぞれ $G_{Ic}=0.2$ kJ/m²、 $G_{IIc}=1.0$ kJ/m²の値を用いた。ただし、 $G_{IIc}=5G_{Ic}$ と仮定した。評価した結果き裂長さが短いほど臨界荷重は大きくなったが、概ねき裂長さに依らずほぼ一定の値と言える。最大の臨界荷重は $P_c=5.47$ kNであり、見かけのせん断強度は $\tau_b=17.5$ MPaであり、図5に示す実験結果と良い一致を示した。



(a)



(b)

Fig. 6 Relationship between energy release rate associated with interfacial crack propagation and crack length: (a) $\Delta T=-186$ K; (b) $\Delta T=0$ K.

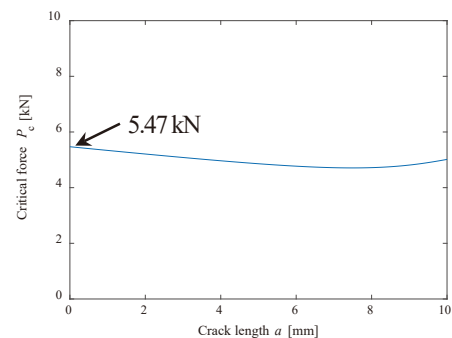


Fig. 7 Relationship between critical force and crack length.

6. 結 言

本研究では異種シングルラップジョイント試験片を対象に接合界面のき裂進展に伴うエネルギー解放率をモード分離して閉形式で導出し、接合強度特性を評価した。実験結果と解析結果は良い一致を示した。また接合強度を向上させるために、接合界面の臨界エネルギー解放率 G_{Ic} 及び G_{IIc} の両方を向上させると効果的であることを示した。

柳谷隆彦研究室

ScAlN厚膜から成るMEMS技術を用いず作製した空中超音波トランスデューサ

1. まえがき

pMUT (Piezoelectric micromachined ultrasonic transducer) は、空気や水媒質との音響インピーダンス整合に優れたデバイスとして注目されている。ScAlN 薄膜は圧電性が大きく、非鉛のpMUT材料として有望で、これまでにScAlNを用いたpMUTが多数報告されている[1]。これまでに報告されているpMUTは主にMEMS技術を用いて作製されている。MEMS技術はpMUTアレイを大量生産する場合には便利な手法であるが[2]、多品種少量生産には不向きである。そこで本研究では、MEMS技術を用いずに作製した、 $\text{Sc}_{0.4}\text{Al}_{0.6}\text{N}$ 厚膜を用いたpMUT[3, 4]を提案する。

2. pMUTの作製と特性評価

2.1 $\text{Sc}_{0.4}\text{Al}_{0.6}\text{N}$ の成膜

本報告で作製したpMUTの構造を図1に示す。pMUTの $\text{Sc}_{0.4}\text{Al}_{0.6}\text{N}$ 膜(10 μm)を平行平板型RFマグネトロンスパッタ法により作製した。ターゲットにはScAl合金を用いた。基板の加熱は行わず成膜を実施した。基板には厚さ50 μm のステンレス箔を使用した。上部電極には真空蒸着法により成膜した金電極を用いている。

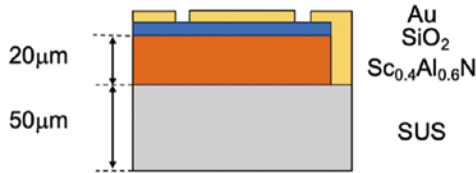


図1 作製したpMUTの構造

2.2 結晶配向性の評価

作製した $\text{Sc}_{0.4}\text{Al}_{0.6}\text{N}$ の結晶配向性をX線回折装置(X'Pert PRO, PANalytical)により評価した。 ω 走査ロックングカーブを図2に示す。 ω 走査ロックングカーブ半値幅は 1.9° であり、良好な結晶性を有していることがわかる。

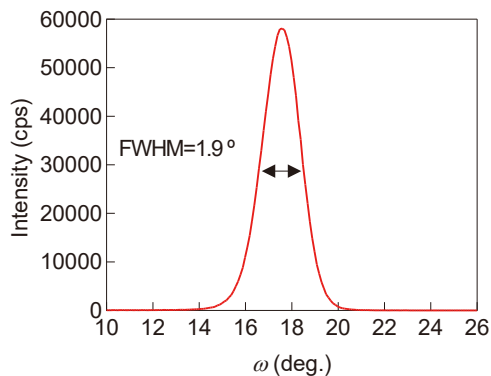


図2 $\text{Sc}_{0.4}\text{Al}_{0.6}\text{N}$ の ω 走査ロックングカーブ

2.3 ネットワークアナライザを用いたアドミタンス測定

低周波用と高周波用の2種類のネットワークアナライザ(P9370A, Keysight, VNWA3E, SDR-Kits)を用いて20 kHzから900 MHzの範囲で作製したpMUTの反射係数 S_{11} を測定した。

20 kHzから1 MHzまでのアドミタンスの絶対値および10 MHzから900 MHzまでのアドミタンス実部、インピーダンス実部の測定結果を図3、図4に示す。図3より、作製したpMUTの主共振の共振周波数は743 kHzであることがわかる。pMUTの屈曲振動の実行的電気機械結合係数 k_{eff}^2 は共振周波数 f_0 と半共振周波数 f_a を用いて

$$k_{\text{eff}}^2 = \frac{f_a^2 - f_0^2}{f_a^2} \quad (1)$$

で表されることから、主共振の k_{eff}^2 は6.3%と算出された。

図4から高周波域の測定では、厚み縦モードの共振も観測された。共振スペクトル法(共振子全体質量と薄膜質量を用いて実効的電気機械結合係数から薄膜の電気機械結合係数を算出する方法)[5]を用いて k_t^2 を算出した結果、3.0%と見積もられた。

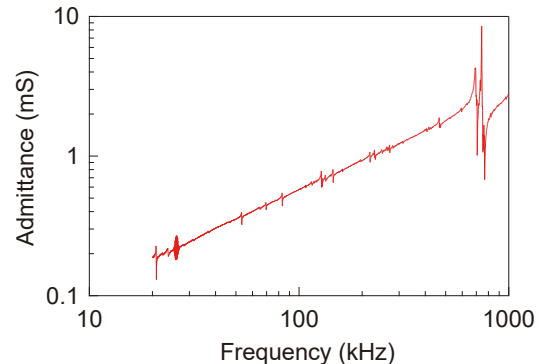


図3 低周波帯20 kHz-1 MHzでのアドミタンス絶対値の周波数特性

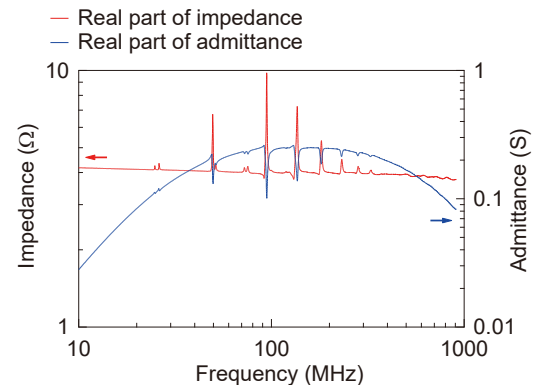


図4 高周波帯10 MHz-1 GHzでのインピーダンス実部およびアドミタンス実部の周波数特性

2. 4 オシロスコープによる受波測定

作製したpMUTに対してファンクションジェネレータ (AFG2021, Tektronix) から周波数20 Hz, 電圧の大きさ $4 V_{pp}$ のパルス波形を印加し, その立ち上がり信号を利用することで, pMUTを励振させた。そしてpMUTから22 mm離れた位置で共振周波数40 kHzの市販の空气中用トランスデューサを用いてオシロスコープ (DLM2024, YOKOGAWA) により受波信号を観測した。

観測された受波信号を図5に示す。空气中を伝搬することによる受波信号の遅れが明瞭に観測されていることがわかる。

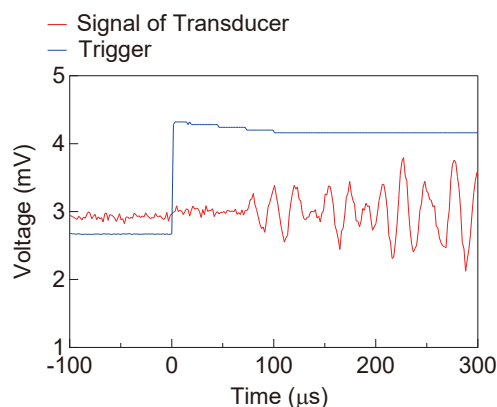


図5 オシロスコープで観測した受波信号

3. ま と め

RFマグネトロンスパッタ法で $\text{Sc}_{0.4}\text{Al}_{0.6}\text{N}$ 厚膜を成膜しpMUTを作製した。また, pMUTの反射係数 S_{11} と受波の測定を行った。得られたアドミタンス特性から共振周波数は743 kHz, k_{eff}^2 は6.3%であることがわかった。

参考文献

- [1] Y. Kusano, I. Ishii, T. Kamiya, A. Teshigahara, G. L. Luo, “High-SPL Air-Coupled Piezoelectric Micromachined Ultrasonic Transducers Based on 36% ScAlN Thin-Film,” *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 66, no. 9, pp. 321-333 (2019).
- [2] F. Akasheh, T. Myers, J. D. Fraser, S. Bose, A. Bandyopadhyay, “Development of piezoelectric micromachined ultrasonic transducers,” *Sensors and Actuators, A*, vol. 111, pp. 275-287, (2004).
- [3] T. Yanagitani, M. Suzuki, “Electromechanical coupling and gigahertz elastic properties of ScAlN films near phase boundary,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 104, no. 23, pp. 082911, (2014).
- [4] K.-H. Sano, R. Karasawa, T. Yanagitani, “ScAlN thick film ultrasonic transducer in 40-80 MHz,” *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 65, no. 11, pp. 2097-2102, (2018).
- [5] Y. Zhang, Z. Wang, J. D. N. Cheeke, “Resonant Spectrum Method to Characterize Piezoelectric Films in Composite Resonators,” *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., Freq. Contr.*, vol. 50, no. 3, pp. 321-333, (2003).

山口勉功研究室

RE_xO_y-Al₂O₃-SiO₂-Na₂B₄O₇系スラグを用いた 電動車モータからのレアアースの分離・回収に関する研究

1. はじめに

本研究室では、金属製錬と金属リサイクルの高温プロセスに関する研究を実施している。今年度は自動車企業と共同で開発したRE_xO_y-Al₂O₃-SiO₂-Na₂B₄O₇系スラグ系を用いたEVやHEVなどの電動車モータからのレアアース回収に関する研究例を紹介したい¹⁾。

現在、電動車用の駆動モータにはレアアースを含むネオジム磁石が使用される場合が多い。ネオジムなどのレアアースは、資源の偏在性、精製プロセスと磁石合金製造の中国への依存、EVやHEVなどの電動車の普及と風力発電の市場拡大に伴う需給の逼迫、需給の逼迫に伴う価格高騰、鉱石採掘と精製錬における環境負荷など多くの懸念があり、鉱山から採掘される一次原料の使用量の最小化を目的として、自動車で使用するレアアース量の削減と、使用済みの自動車からのレアアースを回収するリサイクルが重要となっている。

自動車で使用するレアアース量の削減は、日産自動車の取り組みに代表されるように、磁石の重希土類元素の削減技術の開発、ジスプロシウム粒の粒界拡散技術や磁石の結晶粒を微細化する技術などが挙げられる²⁾。一方、将来多量に発生する使用後の自動車からの資源の再利用が重要となっている。ネオジム磁石と鉄が混在するような廃棄物からレアアースを回収する方法として、フラックスを用いて磁石中のレアアースを溶融酸化物(スラグ)とする乾式法がある。乾式法はモータの解体を必要とせず、多量でプロセスリードタイムも短くできることから、レアアースを効率よくリサイクルできる可能性がある。レアアース酸化物のフラックスとしては、B₂O₃、CaO-B₂O₃系、ケイ酸塩、酸化鉄などが、ネオジム磁石、模擬磁石合金およびネオジム磁石のスラッジに対して検討が行われている。B₂O₃系フラックスを用いた方法はSaitoら³⁾より提案されていたが、本研究室ではその手法を発展させ、Nd₂O₃-B₂O₃二元系の二液相分離によりネオジム磁石から希土類元素を溶融酸化物として回収する方法を報告している^{4, 5)}。しかしながらB₂O₃融体は粘性が高く、Nd₂O₃-B₂O₃二元系の二液相分離を用いた場合、B₂O₃が富化したスラグ相は粘性が高く流動性が悪いことが分かった⁴⁾。そこで、より実用的なプロセスを目指し、B₂O₃より粘性の低いNa₂B₄O₇系フラックスを用いた溶融処理により、電動車のロータ(回転子)からレアアースを回収できることを報告した⁵⁾。しかしながら、B₂O₃やNa₂B₄O₇系フラックスには排水規制元素であるホウ素が含まれており、ホウ素を含むフラックスの使用量の低減が望まれている。

本研究ではNa₂B₄O₇系フラックスの使用量低減のため

に、Al₂O₃やSiO₂を共存させたNd₂O₃-Al₂O₃-SiO₂-Na₂B₄O₇系スラグによりEVロータからレアアースを分離、回収することが可能か実験を試みた。

2. 実験方法

RE_xO_y-Al₂O₃-SiO₂-Na₂B₄O₇系の相平衡の実験では、純度99.9 mass%のNd₂O₃とSiO₂、純度99.5 mass%以上のNa₂B₄O₇、純度99 mass% Al₂O₃試薬を目的組成になるように秤量、混合し、全量を約1gとして内径8mm、厚さ1mm、高さ50mmの鉄ルツボに試料を挿入した。試料は電気炉にて1400℃、Arガス雰囲気、24時間保持し、その後、水冷により急冷した。急冷した試料に対して走査型電子顕微鏡、SEMによる組織観察と、X線回折装置、XRDによる相の同定を実施した。これらの結果に基づき、均一融体になる組成範囲の決定を行った。今回の実験に用いたRE_xO_y-Al₂O₃-SiO₂-Na₂B₄O₇系スラグの組成は、モータの構成元素の組成に基づきNa₂B₄O₇系フラックス、SiO₂、Al₂O₃の量を変化させている。

ロータ実機を用いたレアアースの回収の実験では、各務記念材料技術研究所が保有する100kg溶解可能な高周波溶解炉を使用した。高周波溶解炉を備え付けられた日本ルツボ株式会社製のSiCルツボ内に、ネオジム磁石と鋼材から成るEVロータ1台と鉄の融点降下剤として加炭材を挿入し、加熱、溶融した。ロータの電磁鋼板には合金元素としてSiおよびAlが含まれている。1400℃に昇温し、ロータの溶け残りが無いことを確認した後、溶湯に磁石中のレアアースを酸化させる目的でFe₂O₃を添加した。その後、試薬を用いて決定したNd₂O₃-Al₂O₃-SiO₂-Na₂B₄O₇系の均一液相範囲の組成においてNa₂B₄O₇濃度が最小となるような条件で実験を実施した。フラックスを投入後、傾注によりルツボ内からレアアース富化相であるRE_xO_y-Al₂O₃-SiO₂-Na₂B₄O₇系スラグ(RE: Nd, Pr, Dy, Tb)と溶融Fe-C相とをそれぞれ取り出し、空冷した。

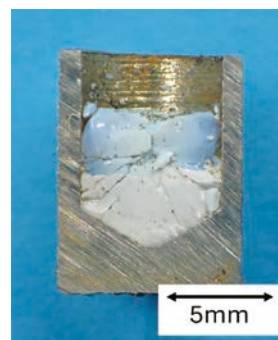


図1 $W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7} / (W_{\text{Nd}_2\text{O}_3} + W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7}) = 41 \text{ mass\%}$
試料の断面写真

乾式処理により得られたスラグからのレアアースの回収は、スラグを酸で浸出し、シュウ酸沈殿法を用いてレアアースシュウ酸塩の沈殿物を得た。その後、レアアースシュウ酸塩を大気雰囲気、900℃で1時間焼成し、レアアースの混合酸化物を回収した。

3. 実験結果および考察

一例として、EVモータの構成元素の濃度を考慮した $W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7} / (W_{\text{Nd}_2\text{O}_3} + W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7}) = 0.41$ の試料の溶解実験後の試料の断面写真とXRDの結果を図1と2にそれぞれ示す。ここで、Wは試薬の質量を示す。

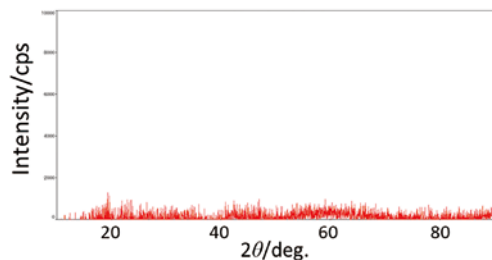


図2 $W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7} / (W_{\text{Nd}_2\text{O}_3} + W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7}) = 41 \text{ mass\%}$ 試料のXRD結果

図1で色が異なっているのは冷却速度によるものであり、SEMによる組織観察とXRDの結果からは固相は確認できず、 $W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7} / (W_{\text{Nd}_2\text{O}_3} + W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7}) = 0.41$ の試料組成は均一液相と判断した。

従来の研究により決定された Nd_2O_3 - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 擬二元系状態図に本研究結果をプロットし、図3に示す⁵⁾。図より1400℃において SiO_2 と Al_2O_3 を含む本研究の RE_xO_y - Al_2O_3 - SiO_2 - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系の $W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7} / (W_{\text{Nd}_2\text{O}_3} + W_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7}) = 41 \sim 60 \text{ mass\%}$ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ で均一液相の発現を確認できた。すなわち Nd_2O_3 - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系に Al_2O_3 と SiO_2 が加わることで液相の領域が広がることが確認された。

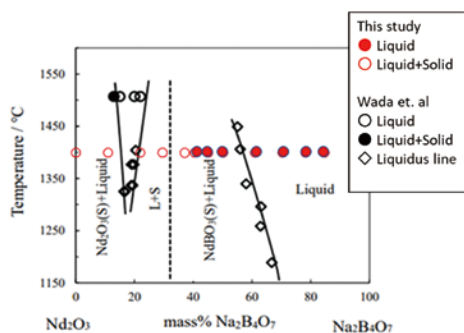


図3 Nd_2O_3 - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 擬二元系状態図⁵⁾

試薬の実験結果に基づき、EVロータ実機を用いてレアアースの回収を試みた。炉内から傾注により取り出した試料を目視で確認した結果、レアアースを含むスラグ相の下に溶鉄相が存在していた。回収されたFe-C相とスラグ相の成分濃度をICP-AES法により決定した。Fe-C相中のRE (RE: Nd, Pr, DyおよびTb) 濃度は合計で0.01 mass%程度と非常に低く、ネオジム磁石中のレアアース成分はスラグ

相に移行していることが確認できた。また、Fe-C相のAlとSiも0.6 mass%以下の低い値を示し、電磁鋼板中のアルミニウムとシリコンはスラグ相に移行していると考える。

スラグ相を酸浸出し、シュウ酸沈殿法によりレアアースシュウ酸塩を生成し、それを焼成することでレアアース酸化物を回収した。回収されたレアアース酸化物のICP-AESおよびICP-MSにより分析した結果を表1に示す。 Nd_2O_3 、 Pr_2O_3 、 Dy_2O_3 、 Tb_2O_3 のレアアース酸化物の合計の濃度は99 mass%以上であり、高純度のレアアース酸化物を回収できることがわかった。

表1 回収されたレアアース酸化物の成分濃度

Substance	mass%
Nd_2O_3	69.0
Pr_2O_3	20.7
Dy_2O_3	8.77
Tb_2O_3	1.36
FeO	0.01
Na_2O	0.01
B_2O_3	0.01
Al_2O_3	0.01
SiO_2	0.15

4. おわりに

電動車のモータの電磁鋼板は合金元素としてAlとSiが含有されており、本乾式法のリサイクルプロセスでは磁石中のレアアースとともに電磁鋼板中のAlとSiも酸化するため RE_xO_y - Al_2O_3 - SiO_2 - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系 (RE: Nd, Pr, Dy, Tb) スラグが形成される。 RE_xO_y - Al_2O_3 - SiO_2 - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系スラグの利用は、従来法に比べて $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系フラックスの使用量を削減すると共に、スラグに含まれる環境規制元素のホウ素量を低減させることが可能となる。

RE_xO_y - Al_2O_3 - SiO_2 - $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系スラグを用いて、EVロータ実機の溶融実験を行った。スラグ相から回収されたレアアース酸化物の Nd_2O_3 、 Pr_2O_3 、 Dy_2O_3 、 Tb_2O_3 の合計の濃度は99 mass%程度であり、高純度のレアアース酸化物を回収可能である。

参考文献

- 1) 小川和宏, 福田賢人, 関沢和也, 山口勉功, 資源・素材学会 2025年度春季大会, (2025), 1K0301-06-01
- 2) 例えば: 日産自動車サステナビリティレポート2022, P72, (2022)
https://www.nissan-global.com/JP/SUSTAINABILITY/LIBRARY/SR/2022/ASSETS/PDF/SR22_J_All.pdf
- 3) T. Saito, H. Sato, S. Ozawa, J. Yu, and T. Motegi, J. Alloy. Compd., 353 (2003), pp. 189-193.
- 4) 久保貴寛, 関本英弘, 山口勉功, 資源・素材学会 秋期大会講演集B, (2012), pp. 453-454
- 5) 和田浩樹, 荒井誠也, 小川和宏, 山口勉功, 日本金属学会誌, 85 (2021), pp. 359-365

山本知之研究室

環境整合材料基盤技術共同研究拠点における主要な共同研究テーマである、省エネルギーと長寿命化を目指した環境整合材料を主なターゲットとし、2024年度においては、以下に示す3つの研究テーマ、1) アップコンバージョン蛍光体の高輝度化、2) 全無機ペロブスカイト太陽電池の光吸収層材料の非鉛化、3) 機械学習を用いた機能性材料の物性予測、に関する国際共同研究を進めた。以下に、本年度の成果概要の一部について、それぞれ記す。

1) アップコンバージョン蛍光体の高輝度化

アップコンバージョン (UC) 蛍光体とは、照射する光のエネルギーをより高いエネルギーの光に変換して放出する蛍光体のことであり、様々な工業的応用が期待されている。その中でも、太陽電池とのハイブリッド化により、太陽光の中でこれまで発電に寄与していなかった近赤外光を可視光に変換することにより太陽電池の高効率化が予測されることから、高輝度かつ長寿命のUC蛍光体の開発が期待されている[1-1]。しかしながら、現存する長寿命UC蛍光体は、近赤外光レーザーによって実現されるものに限定されており、その発光効率を上げる高輝度化が必須である。

本年度の研究においては、酸化物をマトリックスとして、主にErを発光中心としたUC蛍光体の合成と評価、ならびに高輝度化に取り組み、その成果を国際会議[1-2, 3, 4]および学術論文[1-5]として発表した。ここでは、それらの成果の一例としてErを添加したCaMoO₄の高輝度化の結果[1-5]について示す。試料は固相反応法で合成し、原料には高純度のCaCO₃、MoO₃、Er₂O₃粉末を用いた。結晶構造の評価は、粉末X線回折法により行い、合成した試料がすべてシェーライト構造の単相であることを確認した。X線回折の結果から求めた単位胞体積とErの添加量の関係を図1-1に示す(実験結果は黒丸、黒実線)。

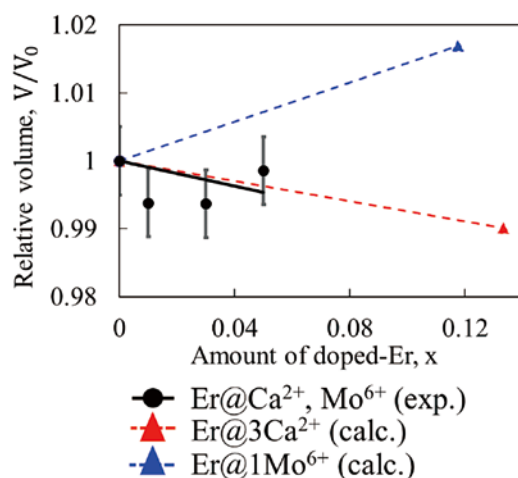


図1-1 Er添加CaMoO₄の体積変化

Erの添加により若干の体積減少が見られた。この減少はイオン半径の比較から3つのCa²⁺と2つのEr³⁺の置換により説明できそうではあるが、電荷を補償するためのカチオン欠陥を伴う置換となるため、電荷補償による欠陥を含むEr³⁺添加CaMoO₄に対する体積変化を、第一原理計算により検討した。その計算結果も図1-1に赤、青点線で示されているが、この比較からEr³⁺はCa²⁺サイトに置換されていることが示唆された。UC発光スペクトルの測定により、Caに対して3 at%のErを添加したときに発光強度が最大となることを確認した。そこで、Erの添加量は3 at%に固定して、上記合成に用いた原料に加えて、K₂CO₃粉末を加えた試料を同じ合成条件で作製した。それらのUC発光スペクトルを図1-2に示す。ここで加えたK₂CO₃の量の範囲内では、加えた量が多くなるほど、UC発光強度が大きくなることが示された。そこで、K₂CO₃の影響について検討するために、焼成後の元素分析並びに熱重量測定を行った。元素分析には、蛍光X線法を用いたが、焼成後の試料にはほとんどKが存在していないことが示され、また、熱重量測定の結果からも、K₂CO₃からのCO₂放出に伴う分解と、その後の緩やかな重量減少が確認でき、後者の減少量が原料中に含まれるKの量にほぼ等しくなることから、焼成によりKはほとんどすべて昇華しているものと考えられた。更に、焼成後の試料のSEM画像の測定を行ったところ、K₂CO₃を加えた量が多くなるほど大きな粒に成長していることが確認できた。以上の評価実験の結果をまとめると、K₂CO₃を原料に加えることにより、粒径が大きくなり、それによって粒内における反射が抑えられることとなり、結果として粒から放出される光量が増え、UC発光強度が増大したものと結論付けることができた。

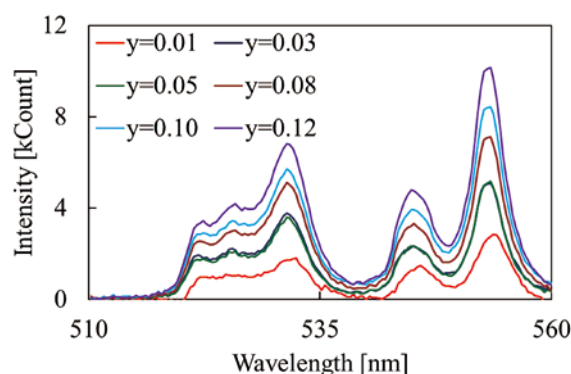


図1-2 Er添加CaMoO₄のアップコンバージョン発光スペクトル (yは加えたK₂CO₃の量)

2) 全無機ペロブスカイト太陽電池の光吸収層材料の非鉛化

次世代太陽電池として期待されているペロブスカイト太陽電池では、主に有機無機ハイブリッドペロブスカイトを吸収層に用いられているが、長期利用においてその耐久性に課題がある。特に実用環境下において長期間紫外線を

受け続けることと、高温環境に置かれることにより、有機分子が揮発し分解されることが耐久性の低下につながっていると考えられている。そこで、有機分子を含まない全無機ペロブスカイトを吸光層に用いることが検討されている。更に、これらのペロブスカイト吸光層物質には毒性のある鉛が使用されていることも問題となっており、非鉛化も重要な課題となっている。本研究では、鉛を用いない全無機ペロブスカイトの一つであり、今後吸光層材料として期待されているCsSnI₃の諸性質について、第一原理計算を用いて検討した[2-1]。CsSnI₃は図2-1に示すような構造多形が存在し、 α 、 β 、 γ 、 δ 相が知られている。 α 、 β 、 γ 相はすべてペロブスカイト構造であるが、その結晶系がそれぞれ立方晶、正方晶、直方晶である。 δ 相はペロブスカイト構造をとらない。

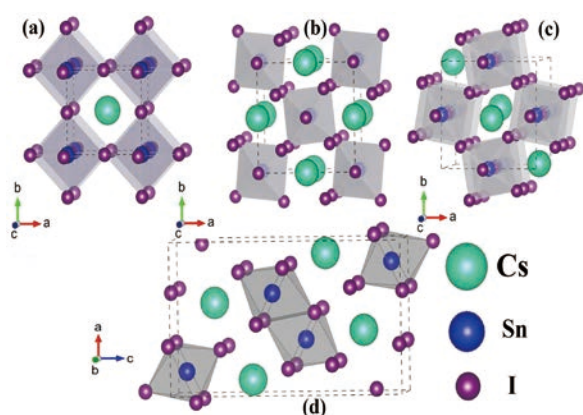


図2-1 CsSnI₃の(a) α 、(b) β 、(c) γ 、(d) δ 相の結晶構造

これらの4つの相に対して、世界的に広く用いられている第一原理計算パッケージの一つであるVASP[2-2]コードを用いて電子状態、相安定性、光学特性について検討した。一般に、第一原理計算においては、電子相関の記述をどの近似レベルで行うかによって精度が異なることが知られている。本研究では、最も広く用いられているGGA近似、meta-GGA近似の一つであるSCAN近似、ハイブリッド汎関数を用いるHSE06近似を用いて、全エネルギー、格子定数およびバンドギャップの評価を行った。GGA近似では、どの相に対しても格子定数を数%程度過大評価し、バンドギャップについては実験値を大幅に下回った。SCAN近似は、格子定数を精度よく再現し、バンドギャップの計算値はGGAよりは改善したものの、まだ十分な一致には届かない状況であった。HSE06近似では、バンドギャップを0.1 eV程度の誤差内で実験を再現できていた。しかしながら、HSE06では計算時間がGGAに比べて2桁から3桁程度かかるため、大規模なモデルの計算には適さないのが現状である。ここでは、参考のため、GGA近似で計算したバンド構造を図2-2に示す。この結果より、 δ 相のみ間接遷移型のバンド構造となっており、他の3つの相は直接遷移型で太陽電池に適用しやすいことが示唆された。

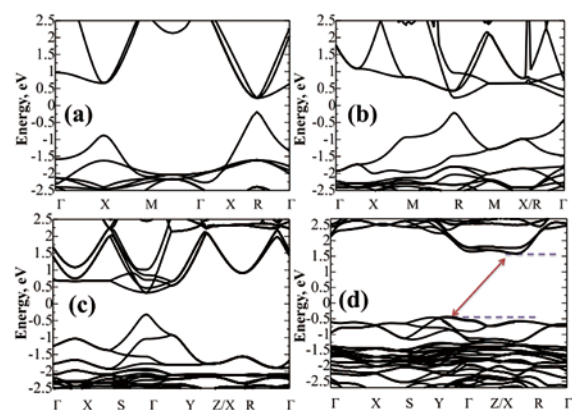


図2-2 CsSnI₃の(a) α 、(b) β 、(c) γ 、(d) δ 相のバンド構造

3) 機械学習を用いた機能性材料の物性予測

前年に引き続き、機械学習を用いた機能性材料の物性予測を行った。光学材料として広く用いられるガーネット型構造物質の結晶構造推定モデルの構築およびバンドギャップの予測[3-1]、高エントロピー合金の耐放射線能推定[3-2]、希土類フリー蛍光体の電子状態[3-3]等に関する成果を国内学会および国際会議にて発表した。

References

- [1-1] A. Gha et al., *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 230 (2021) 111234.
- [1-2] T. Koikawa et al., 7th ICOM, August 26-30, 2024, Becici, Montenegro
- [1-3] Y. Shimazaki et al., 7th ICOM, August 26-30, 2024, Becici, Montenegro
- [1-4] T. Koikawa et al., PRiME2024, October 6-11, 2024, Honolulu, USA
- [1-5] T. Koikawa and T. Yamamoto, *Opt. Mater.* 163 (2025) 116959.
- [2-1] D. D. Nematov et al., *J. Electron. Mater.* 54 (2025) 1634.
- [2-2] G. Kresse, J. Furthmuller, *Comput. Mater. Sci.* 6 (1996) 15.
- [3-1] H. Hiraishi et al., 34th MRS-J Annual Meeting, 2024/12/16-18, Yokohama, Japan
- [3-2] Z. Chen et al., 34th MRS-J Annual Meeting, 2024/12/16-18, Yokohama, Japan
- [3-3] S. Osaki et al., 11th IWAMSN, 2024/9/22-25, Danang, Vietnam

謝 辞

本研究は、早稲田大学材料技術研究所（環境整合材料基盤技術共同研究拠点）とベトナム国家大学ハノイ校（ベトナム）、タルトゥ大学（エストニア）、タジキスタン科学アカデミー（タジキスタン）との共同研究として行われたものである。

吉田誠研究室

航空機エンジン等輸送機器用複雑中空形状部品実現のためのSPH粒子法ソルバーを用いた流動凝固解析と可視化技術を用いた実験的バリデーション

1. 緒 言

castingにおいて重要となる湯流れや鑄造欠陥の発生を予測するために、鑄造シミュレーションソフトが用いられている。近年では飛沫等再現が可能な粒子法が注目されている。本モデルは粒子法の中でのSPH法を採用しており、また近藤らが提案する表面張力及び濡れ性を考慮する計算モデルの導入していることが特徴としてあげられる。前年度までは水での実験および解析を行ってきた。

本研究ではより実用的に鑄鉄と純アルミニウムを対象として流動挙動を観察するとともに、粒子法シミュレーションの有効性の検証を目的とした。

2. 実験条件と解析条件

図1に杉山らが提案した型形状を基に設計した実験装置を示す。注湯装置から型へと流入する溶湯の流動挙動を高速カメラで撮影する。流入口から伸びた溶湯の先端までの距離を流動長として計測した。鑄鉄FC300と純アルミニウム4NAIを対象とし、純アルミニウムでは大気下とアルゴンガス置換の2条件で行った。

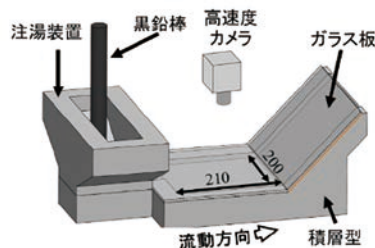


図1 実験装置概略図

3. 実験結果と解析結果の比較、考察

図2に大気下での実験における純アルミニウムの流動長の測定結果を示す。異なるタイミングで溶湯が停滞するような挙動を示し、再現性が低いことが確認できる。図3に型内をアルゴンガス置換した際の実験における純アルミニウムの流動長の測定結果と解析の結果を示す。大気下での結果と比較して実験値の再現性が高くなることが確認された。鑄鉄の流動長の比較を図4に示す。大気下でも再現性が高く線形に伸長しており、解析でも同様の傾向が見られ

る。上記の結果より、酸化膜が流動に与える影響を解析で考慮する必要性が示唆された。

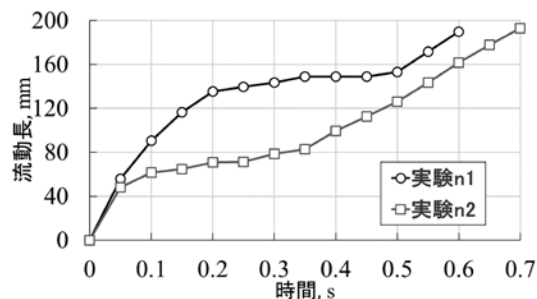


図2 純アルミニウムの流動長 (大気下)

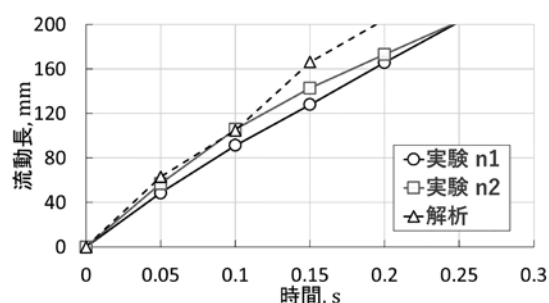


図3 純アルミニウムの流動長 (アルゴンガス置換) 比較

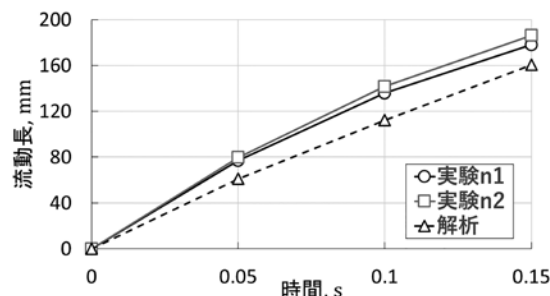


図4 鑄鉄の流動長比較

4. 結 言

実験結果からは大気下での純アルミニウムの流動は再現性が低く、型内をアルゴンガス置換することによって安定した流動が得られることが確認された。鑄鉄は大気下でも再現性が高い結果が得られた。流動長において鑄鉄およびアルゴンガス置換した純アルミニウムともに線形的な伸長をしており、酸化膜が与える影響は解析において無視することができない要素であることが示唆された。

Al-Mg系合金における金属間化合物相が凝固割れ感受性に及ぼす影響

1. 緒 言

Al-Mg系合金は熱処理不要かつ高延性であるため車体部品の材料として有力である。しかしながら、Al-Mg系合金を用いた製造において問題が2点ある。1点目は、凝固割れの発生である。従来用いられてきたAl-Si系合金と比較して凝固割れ感受性が高い。2点目は、リサイクル材による車体製造である。新塊Al材の生産時に膨大な電力コストがかかるため、リサイクルAl材を用いた製造が求められている。しかしながら、リサイクルAl材にはボルトやナットなどのFeを主元素とする締結部品がしばしば混入する。以上の2点より、Feを添加した際に低凝固割れ性を有するAl-Mg系合金の開発が求められる。

本研究では、Al-4.5Mg-1.0Mn-0.2Si-0.08Ti-0.016Bを母合金とし、Fe量を0.1 mass%、0.4 mass%と変量して、凝固割れ感受性に及ぼす影響を調査した。その結果として、Fe増量に伴い、凝固割れ感受性が増加した。さらに、Fe増量に伴い粒界での晶出量が増加する金属間化合物相に着目し、凝固割れ感受性と半凝固状態の力学特性への影響のメカニズムの解明を行った。

2. 実験方法

本研究で用いたFe量を変量した2種のAl-Mg系合金の合金組成を表1に示す。I-beam試験装置を行い、凝固割れ感受性を実験的に取得した。一方、半凝固状態の力学特性の取得にあたって、半凝固状態の強度、延性を連続的に取得可能な雄谷法半凝固引張試験装置を用いた。各試験で取得した試験片の破面、研磨面においてそれぞれ組織観察を行った。

表1 供試合金組成 (mass %)

	Mg	Mn	Fe	Si	Ti	B	Al
0.1Fe	4.47	0.99	0.09	0.20	0.08	0.016	Bal.
0.4Fe	4.51	1.00	0.39	0.20	0.08	0.016	Bal.

3. 実験結果

図1にFe量とHTSの関係を示す。Fe増量に伴い、凝固割れ感受性が増加する事が示された。半凝固状態の強度はFe量の変化に関わらず変化が見られなかった。一方、図2に示すように、固相率0.92以上の温度(490~510℃)において、Fe量を増加すると半凝固状態の延性が比較的低い値を示す事が明らかになった。500℃での各組成の引張試験片の破面組織を図3に示す。Fe量に関わらず、金属間化合物相が晶出していたが、0.4 mass% Feの破面において、板状の化合物相が多く見られた。

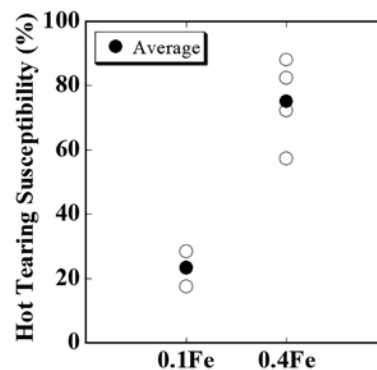


図1 Fe量と凝固割れ感受性の関係

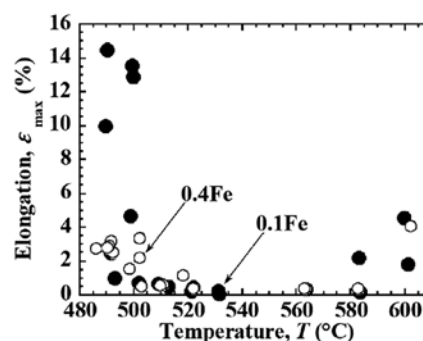


図2 半凝固状態の延性

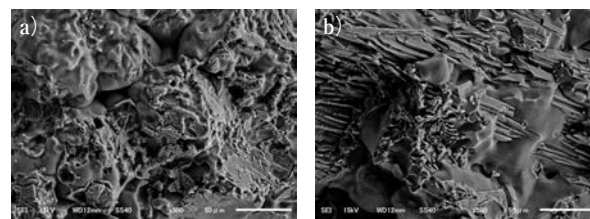


図3 引張試験片の破面組織 a) 0.1Fe b) 0.4Fe

4. 結 言

本Al-Mg系合金においてFe量を増加すると凝固割れ感受性が増加することが実験的に明らかになった。さらに、Fe量の増加に伴い半凝固状態の延性が低下する事が示された。延性低下に伴い、凝固過程で粒界に晶出する金属間化合物相の形状がChinese-script状から板状構造に変化した事が考えられる。これらのことから、Fe増量に伴い晶出した板状の金属間化合物相が半凝固状態の延性を低下させる事で、凝固割れ感受性が増加した事が示唆された。

参考文献

- 1) Y. Zhao et al. : J. Alloy. Compd., 901, 2022.
- 2) L. Sweet et al. : Metall. Mate. Trans. A., 44A, 2013.

Al-Si合金のセミソリッド状態における初晶粒径プロセスマップの確立

1. 研究背景

半溶融加工技術では、初晶を球状化したビレットを固液共存領域まで再加熱し成形することで成形性の確保と欠陥の抑制を両立している。ここで固液共存領域におけるマクロ的な変形のしやすさは見かけ粘度で決定する。見かけ粘度は固相分率及び初晶の形状と大きさにより決定するため、初晶粒子の状態を正確に把握することが重要である。セミソリッド状態における初晶粒子は一般に急冷後の組織観察より評価されるが、冷却中に生じる粒成長によって固相率の過大評価及び粒形状の変化が生じる。この影響を除去するため、Weck試液を用いて粒成長箇所を可視化する手法が報告されている¹⁾。しかし、チタン含有量の少ないAl-Si合金では明確なコントラストの取得が難しく、固相率が熱力学計算結果と比較し大きな値となることも多い。従って、溶融過程におけるマイクロ組織の変遷をその場観察し、正確な結晶粒形状を明らかにする必要がある。

以上より、本研究は初晶を球状化したAl-Si合金において溶融が優先的に進行する部分と初晶粒内の偏析の関連を明らかにする。また、これよりセミソリッド状態における実際の初晶粒子の状態を解明することを目的とする。

2. 実験方法

2.1 溶融挙動のその場観察

DC casting法により作製されたAl-6.4mass%Siを母材とし、再溶融後に傾斜冷却板²⁾に注湯し初晶を球状化した。傾斜冷却板には長さ300 mm、傾斜角度30°の銅板をBNスプレーで被覆したものをを用い、溶湯温度は700℃とした。これらをφ6 mm×t3 mmに機械加工後、片方の底面を粒径0.04 μmのコロイダルシリカでバフ研磨した。観察面をWeck試液で腐食した後、光学顕微鏡で観察し、観察した初晶が摩耗しない程度に再度バフ研磨を行った。

試料の研磨面を観察面とし、赤外線加熱炉を有した高温レーザー顕微鏡を用いて溶融過程をその場観察した。試料はアルミナ製のるつぼに入れ、酸化防止のため、He-3%H₂雰囲気中で加熱した。550℃から溶融するまで5℃/minで昇温し、組織写真を1 s毎に取得した。

2.2 熱分析

傾斜冷却板を用いて初晶を球状化したAl-6.4mass%Siについて、DSCによる熱分析を行った。測定温度範囲は400℃～700℃とし、5℃/minで昇温した。試料はアルミナ製のサンプル容器内で溶融し、標準試料には空のサンプル容器を用いた。母材の酸化を防ぐため装置内の窒素ガス流量は20.0 mL/minに維持した。

3. 結果と考察

初めに、Weck試液で腐食後のマイクロ組織は、微細な初晶においては全ての領域が薄色であったが、粗大な粒子は中心付近が濃色、粒界付近が薄色であった。Weck試液は結晶内の組成分布を可視化する腐食液であるため、初晶内の濃色の箇所は合金元素が低濃度、薄色の箇所は高濃度といえる。また、合金元素の濃度差は凝固偏析によるものと考えられることから、薄色部は傾斜冷却板を用いた鋳造後に水冷によって結晶粒成長した部分といえる。試料温度が約566℃で共晶から溶融が開始し、次いで初晶が溶融した。微細な初晶はおおよそ形状を維持したまま縮小していった。粗大な初晶と比べ全体の溶融が速く、577℃で初期の半分以上の領域が溶融した。一方、粗大な初晶は約564℃～580℃、すなわち約16℃の温度幅において共晶の溶融後、初晶が凹形状の粒界が顕著になるように溶融が進行した。初晶内で優先的に溶融した箇所はWeck試液による腐食後に薄色を示した部分と一致した。以上より、セミソリッド状態において初晶粒子は合金元素濃度の高い凝固偏析部から優先的に溶融し、合金元素濃度の低い部分が固相として残留する傾向にあると考えられる。

次に、DSC曲線より吸熱ピーク開始温度は高温レーザー顕微鏡で観察された溶融開始温度より高温であった。これはDSCが試料全体の平均的な溶融を示すのに対し、高温レーザー顕微鏡は表面観察から初期の溶融挙動を得ていることに起因すると考えられる。また、Al-6.4mass%Siは2段階の吸熱ピークが見られた。第1ピークの温度幅は16℃であり、Fig. 2で観察した共晶および初晶の合金元素濃度が高い箇所が溶融するまでに要した温度幅とおおよそ一致した。これより、第1ピークは共晶及び初晶の合金元素の含有量が多い箇所の溶融、第2ピークは純アルミニウムに近い組成の初晶の溶融を示すものと考えられる。

4. 結 言

球状初晶を有するAl-6.4mass%Siの溶融過程をその場観察し、DSC測定と比較した。その場観察では、共晶に次いでWeck試液で可視化された初晶内の合金元素濃度が高い箇所が溶融した。これらの溶融温度幅とDSC曲線の第1ピークの温度幅はほぼ同様であった。本試料は凝固偏析程度の微量な合金元素濃度の影響を受け、濃度が高い部分が優先的に溶融すると考えられる。これより実際の溶融過程では、初晶粒子内部の合金元素濃度の低い部分が固相として残留しセミソリッド状態となると考えられる。

参考文献

- 1) S. Lei, et al.: Mater. Trans., **61** (2020), 1077-1083.
- 2) T. Motegi, et al.: Proc. 4th Dec. Int. Conf. on Solid. Proc., **7** (1997), 7.

その場観察手法を用いた金属 3D 積層造形における金属粉末の溶融現象解明

1. 研究背景

金属 3D 積層造形は、敷設した金属粉末に入熱し材料を溶融凝固する工程を繰り返すことで、部品を造形する加工技術である。金属 3D 積層造形による高い寸法精度の造形には、各層で連続的な造形体（メルトラック）を形成することが必須である。しかしながら、中空形状を造形するために粉末床上で入熱する際、非連続なメルトラックが形成しやすい問題がある¹⁾。

これまで本研究グループでは、粉末床における溶融現象をその場観察した²⁾。解析の結果、レーザ照射点からメルトラックまでの距離（間隙）が一定以上離れると、非連続なメルトラックが形成することを明らかにした。この溶融過程ではラッピング現象が発現したと推測される。ラッピング現象とは、粉末床に加熱領域が広がった後、溶融池として球状に収縮する現象で、この溶融過程は周期的に発現する³⁾。収縮後に間隙を形成するため、ラッピング現象が非連続なメルトラックを誘発すると考えられる。

高精度な造形実現に向けた入熱条件最適化には、入熱条件とラッピング周期の関係が重要だが、評価が困難で未解明である。課題解決のため、物体の輝度を活用したラッピング周期の定量化を着想した。本研究では高速度カメラで線走査時の溶融現象をその場観察し、物体の輝度値から溶融現象の周期性を定量的に評価することを目的とした。

2. 実験方法

ガスアトマイズ法で製造された純チタン粉末（TILOP-45: OSAKA Titanium Technologies Co., Ltd.）を使用した。粉末を容器に充填し、その場観察装置に設置した後、材料の酸化を防ぐために 3.4×10^{-2} Pa 以下まで真空排気した。

粉末への入熱用にレーザ（ASF1J256-R07P: Furukawa Electric Co., Ltd.）を粉末床界面に対して垂直から 15° 傾けて設置し、粉末床表面にレーザの焦点を合わせた。線走査の模擬は、レーザでホルダー内の金属粉末に入熱している間に、容器をモーターで直線移動させて行った。入熱条件としてレーザパワー P とレーザ走査速度 v_{scan} を $(P, v_{\text{scan}}) = (200 \text{ W}, 20 \text{ mm/s})$ に設定し、1.4 s 間入熱した。その際の溶融挙動を高速度カメラ（MC02: Photron Co, Ltd.）で shutter speed 16,000 fps、撮影速度4,000 fpsに設定し、金属粉末の溶融挙動を上から観察した。画像の輝度は 8 bit で構成され、輝度値255が白色で、輝度値 0 が黒色となるように対応させた。測定した画像から溶融の周期 τ_{wrap} を以下の手順で定量化した。まず溶融領域全体を囲う範囲で四角形の観察領域を設定した。次に、各時間で輝度値の平均値を算出し、平均輝度値の時間推移を取得した。最後に極大値間をラッピング周期 τ_{wrap} と定義し、測定した。

3. 実験結果

代表的な溶融現象としてレーザ照射開始からの時間 $t=$

932.00 ms 入熱した際の溶融挙動を評価した。その結果、輝度値の高い領域（70–110程度）がメルトラックと溶融池で、その周囲に位置する輝度値が低い箇所（30–50程度）が粉末床として判別された。メルトラックや溶融池のように加熱された領域の輝度値は未加熱の粉末床に比べて有意に高くなり、輝度値から両者を識別することができた。

溶融現象の推移を評価するため、 $t=920.00\text{--}960.00$ ms の観察結果を解析した。加熱領域が拡大した後、この加熱領域がレーザ照射点に向かって凝縮し、球状化した。以上のような溶融現象は先行研究が示したラッピング現象³⁾と一致しており、本実験でもラッピングが発現した。この時間以降も連続して加熱を継続すると同様のラッピング現象が繰り返し発現した。解析プログラムで溶融現象の周期を取得した結果、溶融の周期 τ_{wrap} は2.75–8.00 msであった。

4. 考 察

ラッピング現象が発現し、加熱領域が拡大した際と溶融池が収縮する際、平均輝度は 1 ms（画像 4 フレーム分に相当）以上にわたり、それぞれ連続的な増加と減少を示した。連続的な増減は、平均輝度値の時間推移が示した振幅はノイズ起因ではないことを示し、ラッピング現象を評価したこと裏付けといえる。

加熱領域がレーザ照射点に向かって収縮すると、加熱領域の一部がメルトラックの右端に接触した。この接触により両者間に濡れが生じ、表面張力が溶融池とメルトラックを結合させる原動力となり、連続したメルトラックを形成したと考えられる。

5. 結 言

純チタン粉末にレーザで線状に入熱し、高速度カメラで溶融現象をその場観察した。撮影画像からレーザ照射点周辺の平均輝度値の時間推移を算出し、溶融現象のラッピング周期を定量的に評価した。

粉末床と溶融池およびメルトラックの輝度値に有意な差があり、識別することができた。輝度値に基づき画像から溶融現象を目視で識別すると、粉末床が昇温した後、溶融し、レーザ照射点に引き寄せられ球状化するというラッピング現象を確認できた。さらに、レーザ照射点周囲の平均輝度値から溶融周期を評価し、本実験条件下の $t=920.00\text{--}960.00$ ms の範囲では、溶融の周期 τ_{wrap} は2.75–8.00 ms の範囲であることを明らかにした。

参考文献

- 1) M. Skalon *et al.*, Mater., 13 (2020) 808.
- 2) Y. Wakai *et al.*, Proc. of the Light Met. conference, 145 (2023) 145.
- 3) T. Shen *et al.*, Constr. Build Mater., 433 (2024) 136537.

2024年度業績リスト

1. 受賞	56
2. 著書・論文	57

荒尾与史彦 研究員	57
岩瀬 英治 研究員	57
大久保將史 研究員	57
勝藤 拓郎 研究員	58
川田 宏之 研究員	58
川原田 洋 研究員	59
小林 正和 研究員	60
下嶋 敦 研究員	60
菅原 義之 研究員	60
鈴木 進補 研究員	61
関根 泰 研究員	62
平田 秋彦 研究員	62
細井 厚志 研究員	63
柳谷 隆彦 研究員	63
山口 勉功 研究員	64
山本 知之 研究員	64
吉田 誠 研究員	65

(以上50音順)

1. 受賞

研究員 荒尾 与史彦

賞名	授賞機関及び受賞理由
早稲田大学 2024年度リサーチアワード	早稲田大学, 優れた国際研究発信力, 2025年2月3日

研究員 川田 宏之, 細井 厚志, 荒尾 与史彦

賞名	授賞機関及び受賞理由
早稲田大学ティーチングアワード総長賞 (2023年度開講科目)	早稲田大学, 高い授業評価による, 2025年2月3日

研究員 川田 宏之

賞名	授賞機関及び受賞理由
早稲田大学 2023年度ティーチングアワード総長賞	「材料の力学1」

2. 著書・論文

研究員 荒尾与史彦

S. Saito, S. Sato, Y. Arao The effect of processing/curing temperature and viscosity of epoxy resins on the flexural/tensile properties of GNP-epoxy resin nanocomposites <i>Composites Part A</i> , Vol. 183 (2024), 108222
H. Satoh, A. Morita, Y. Arao Differential Effects of Adding Graphene Nanoplatelets on the Mechanical Properties and Crystalline Behavior of Polypropylene Composites Reinforced with Carbon Fiber or Glass Fiber <i>Materials</i> , Vol. 18 (2025), 926.
J. Wang, H. Lin, J. D. Tanks, Y. Arao Large-area high thermal conductivity graphite-carboxymethylcellulose film easily produced by mechanical exfoliation of natural graphite using a three-roll mill <i>Composites Part C</i> (2025), (accepted)

研究員 岩瀬 英治

S. Terashima, Y. Iwasa, N. Tanaka, T. Fujigaya and E. Iwase Output Characteristics of Carbon Nanotube Thermoelectric Generator with Slitted Kirigami Structure <i>Materials</i> , 18 (2025), 656 (12 pages)
S. Terashima, R. Sorimachi and E. Iwase Series/Parallel Switching for Increasing Power Extraction from Thermoelectric Power Generators <i>Micromachines</i> , 15 (2024), 1015 (9 pages)

研究員 大久保将史

F. Takeiri, K. Kusumoto, K. Kawai, H. Yaguchi, T. Saito, K. Mori, S. Hosokawa, M. Okubo, G. Kobayashi “Li ₂ NbHO ₂ : a new transition-metal oxyhydride with rock-salt-type structure” <i>ChemComm</i> , 2024, 60, 14388-14390.
K. Kawai, H. Lee, Y. Nomura, M. Fujita, H. Kitaura, E. Hosono, H. Nakajima, H. Tsukasaki, S. Mori, A. Sakuda, A. Hayashi, N. Yabuuchi, Y. M. Lee, M. Okubo “MXene electrodes for all strain-free solid-state batteries” <i>ACS Appl. Mater. Interfaces</i> , 2024, 16, 57377-57385.
M. Abdollahifar, T. Brousse, G. Z. Chen, M. Chiku, O. Crosnier, B. Dunn, K. Fic, C.-C. Hu, P. Jeżowski, A. Maćkowiak, K. Naoi, N. Ogihara, N. Okita, M. Okubo, W. Sugimoto, N.-L. Wu “Redox materials for electrochemical capacitors” <i>Electrochemistry</i> , 2024, 92, 074002.
D. Takegami, K. Kawai, M. Ferreira-Carvalho, S. Roßler, C. E. Liu, C. Y. Kuo, C. F. Chang, A. Minamida, T. Miyazaki, M. Okubo, L. H. Tjeng, T. Mizokawa “Valence study of Li (Ni _{0.5} Mn _{0.5}) _{1-x} CoxO ₂ and LiNi _{1-x} CoxO ₂ : The role of charge transfer and charge disproportionation” <i>Phys. Rev. Mater.</i> , 2024, 8, 055401.
S. Baiju, P. Kaghazchi, C. Marini, B. Mortemard de Boisse, M. Okubo, A. Yamada, T. Mizokawa, N. L. Saini, L. Simonelli “The role of the local structural properties in the electrochemical characteristics of Na _{1-x} Fe _{1-y} Ni _y O ₂ cathodes” <i>Mater. Today Energy</i> , 2024, 40, 101519.
M. Okubo “Reversible Oxygen-Redox Reaction for High-Capacity Positive Electrodes” Chapter 37, <i>Interface Ionics</i> , Springer Nature, 2024.
川合航右, 西村真一, 大久保将史, 山田淳夫 “リチウムイオン電池の市場拡大を牽引する低資源負荷・高機能正極材料” まぐね, 2024, 19.
梶山智司, 大久保将史 “蓄電池の技術開発動向” 省エネルギー, 2024, 7, 54-57.

川合航右, 大久保将史
 "MXene: 電荷貯蔵と末端基"
 電気化学, 2024, 92, 10-15.

研究員 勝藤 拓郎

R. Yoshimura, A. Yanagida, T. Iwata, S. Miyamoto, Y. Shimizu, and T. Katsufuji
 Properties of mixed transition-metal monoxides $V_{1-x}Nb_xO$ and $V_{1-x}Ti_xO$
 Phys. Rev. Mater. 9 (2025), 034411-1~7

M. Saito, R. Mikawa, T. Hasegawa, and T. Katsufuji
 Slow dynamics in a highly two-dimensional magnet: $La_5Mo_{4-x}Mn_xO_{16}$
 Phys. Rev. B 110 (2024), 184429-1~6

K. Akimoto, K. Ikeda, T. Yoshida, K. Takasu, T. Izaki, T. Okuda, and T. Katsufuji
 Photoinduced dynamics of Ti_2O_3
 Phys. Rev. B 110 (2024), 155158-1~8

H. Takei, S. Ito, Y. Katayama, K. Ueno, H. Kuwahara, T. Katsufuji
 Valence Change of Yb in Transition Metal Oxides $Ba_{3-x}Yb_xTa_5O_{15}$
 J. Phys. Soc. Jpn. 93 (2024), 104703-1~8

M. Okawa, R. Shimoyama, R. Takayanagi, A. Yasui, E. Ikenaga, T. Katsufuji, T. Saitoh, T. Mizokawa
 Charge Disproportionation for Trimerization and Tetramerization in Spinel-Type AlV_2O_4
 J. Phys. Soc. Jpn. 93 (2024), 074709-1~6

D. Indo, T. Yoshinaga, M. Arizono, K. Takasu, T. Izaki, T. Shirasaki, H. Arai, H. Kuwahara, K. Akimoto, K. Ikeda, T. Katsufuji, and T. Okuda
 Successive change from band insulating phase to spin-singlet dimer phase in the pseudobrookite titanate $MgTi_2O_5 - Ti_3O_5$ system
 Phys. Rev. B 109 (2024), 205138-1~10

H. Takei, S. Ito, K. Iwamoto, Y. Katayama, K. Ueno, H. Kuwahara, and T. Katsufuji
 Transport, magnetic, and magnetotransport properties of $Ba_{3-x}R_xTa_5O_{15}$ (R = rare earth)
 Phys. Rev. Mater. 8 (2024), 054405-1~11

R. Nakamura, D. Takegami, A. Melendez-Sans, L. H. Tjeng, T. Miyoshino, K. Iwamoto, W. Sekino, M. Yoshimura, K.-D. Tsuei, T. Katsufuji, and T. Mizokawa
 Interplay between strongly localized Eu 4*f* and weakly localized Nb 4*d* electrons in $Eu_3Nb_5O_{15}$
 Phys. Rev. B 109 (2024), 165148-1~6

研究員 川田 宏之

S. Nakayama, Y. Sugeno, T. Kambayashi, A. Hosoi, Y. Furukawa, T. Tomita, H. Kawada
 Mechanism of fatigue crack-closure in steel under high-density pulsed current
 Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2024, 48, 1879-1892 (<https://doi.org/10.1111/ffe.14579>).

R. Sano, Y. Koga, Y. Sato, T. Kikuchi, A. Hosoi, K. Kawahara, Y. Takebe, H. Kawada
 Fatigue properties of carbon fiber-reinforced foams and experimental observation of the damage growth mechanism
 Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2024, 48, 967-975 (doi.org/10.1111/ffe.14518).

Y. Mizuno, A. Hosoi, H. Koshita, D. Tsunoda, H. Kawada
 Fatigue life prediction of composite materials using strain distribution images and a deep convolution neural network
 Scientific Reports, 2024, 14: 25418 (doi.org/10.1038/s41598-024-75884-2).

Y. Nishi, A. Hosoi and H. Kawada
 Evaluation of matrix crack growth in interlaminar toughened quasi-isotropic carbon-fiber reinforced plastic laminates up to the very-high cycle regime by ultrasonic fatigue testing
 Composites Science and Technology, 2024, 26, 110623 (doi.org/10.1016/j.compscitech.2024.110623).

Y. Nishi, S. Itoh, A. Hosoi and H. Kawada
 Stress and energy release rate analysis of cross-ply carbon fiber reinforced plastic laminate with transverse cracks subjected to ultrasonic vibration using a variational approach
 Advanced Composites Materials, 2024, 33, 1224-1238 (doi.org/10.1080/09243046.2024.2334089).

國友 晃, 後藤康夫, 川田宏之 「強化プラスチック用強化繊維としてのCNT繊維」 強化プラスチック, 2024, 7, 1-5
G. Yamamoto, S. Nakano, H. Oyamada, R. A. Ramadhan, S. Okamoto, A. Takeuchi, M. Uesugi, A. Kunitomo, N. Shigemitsu, T. Abe, Y. Shimamura, H. Kurono, S. Goto, Y. Inoue, Y. Hayashi, H. Kawada Unravelling the role of inter CNT yarn-yarn interactions in governing the failure behavior in a unidirectional CNT yarn-reinforced plastic composite Composites Science and Technology, 265, (2025), 111137

研究員 川原田 洋

A. Hiraiwa, K. Horikawa, H. Kawarada, M. Kado, and K. Danno "Influence of Al₂O₃ atomic-layer deposition temperature on positive-bias instability of metal/Al₂O₃/β-Ga₂O₃ capacitors" Journal of Vacuum Science & Technology B 42, 012207-1/11 (Jan. 2024, Published Online: Jan. 25, 2024). (DOI: 10.1116/6.0003186), selected as "Editor's Pick".
S. Okubo, D. Matsumura, H. Kawarada, and A. Hiraiwa "Influence of gate material and diamond surface termination on current conduction in metal/Al₂O₃/diamond capacitors" Journal of Vacuum Science & Technology B 42, 1, 012202-1/11 (Published Online: Jan. 8, 2024). (DOI: 10.1116/6.0003272)
Y. Fu, T. Bi, Y. Chang, R. Xu, Y. Xu, H. Kawarada "Oxidized-Silicon-Terminated Diamond p-FETs with SiO₂-Filling Shallow Trench Isolation Structures" IEEE Electron Device Letters, 44, 11, 1899-1902 (2023 Nov. 1) (DOI: https://ieeexplore.ieee.org/document/10264206)
K. Ota, Y. Fu, K. Narita, C. Wakabayashi, A. Hiraiwa, T. Fujishima, H. Kawarada "Normally-off operation in vertical diamond MOSFETs using an oxidized Si-terminated diamond channel" Carbon, 213, 118099/1-7, (Sept. 2023) (DOI: https://doi.org/10.1016/j.carbon.2023.118099)
A. Chanuntranont, K. Otani, D. Saito, Y. Ueda, M. Tsugawa, S. Usui, Y. Miyake, T. Teraji, S. Onoda, T. Shinada, H. Kawarada, T. Tanii "Enhancing photon collection from single shallow nitrogen-vacancy centers in diamond nanopillars for quantum heterodyne measurements" Applied Physics Express, 16, 8, 082006/1-5 (2023 Aug. 1) (DOI: https://iopscience.iop.org/article/10.35848/1882-0786/acede9/meta)
A. Y. K. Pétillot*, S. Shoji, H. Kawarada, J. Mizuno "Effects of Surface Contaminants on Bonding Strength for Direct Cu-Cu Bonding with Passivation Layer" 2023 International Conference on Electronics Packaging, ICEP 2023, 31-32, (May. 23, 2023) (DOI: 10.23919/ICEP58572.2023.10129767)
M. Haziq, N. Ali, S. Falina, H. Kawarada, M. Syamsul "Impact of Notch Structures on Transfer Characteristics of AlGa_N/Ga_N HEMTs: A Simulation Study" Key Engineering Materials, 947, 15-20 (2023) (DOI: 10.4028/p-xxb0t7)
M. A. Che Seliman, N. A. Ali Yusup, M. A. Ahmad, C. Iba, Mohd Nuzaihan, H. Kawarada, Z. Hassan, F. Packeer, S. Falina, M. Syamsul "Nanomanipulation of Functionalized Gold Nanoparticles on Ga_N" Key Engineering Materials, 947, 9-14 (2023) (DOI: 10.4028/p-jzv559)
N. Fauzi, R. Izzati M. Asri, M. F. M. Omar, A. A. Manaf*, H. Kawarada, S. Falina*, M. Syamsul "Status and Prospects of Heterojunction-Based HEMT for Next-Generation Biosensors" Micromachines, 14, 2, 325 (Feb. 2023) (DOI: 10.3390/mi14020325)
S. Kono, K. Shima, S. F. Chichibu, M. Shimomura, T. Kageura, H. Kawarada "Band alignment and quality of Al_{0.6}Ga_{0.4}N/Al_N films grown on diamond (111) substrate by remote N-plasma assisted MBE" Diamond & Related Materials, 136, 110013 (1-17) (June. 2023) (DOI: https://doi.org/10.1016/j.diamond.2023.110013)
Z. Zulkifli, N. Ali, S. Falina, H. Kawarada, F. Packeer, M. Syamsul "Comparison of the Electrical Performance of Al_N and HfO₂ Passivation Layer in AlGa_N/Ga_N HEMT" Key Engineering Materials, 947, 21-26 (2023) (DOI: https://doi.org/10.4028/p-445y05)
Y. Ueda, Y. Miyake, A. Chanuntranont, K. Otani, M. Tsugawa, D. Saito, S. Usui, T. Teraji, S. Onoda, T. Shinada, H. Kawarada, T. Tanii "Detecting nuclear spins in an organosilane monolayer using nitrogen-vacancy centers for analysis of precursor self-assembly on diamond surface" Japanese journal of applied physics, 62, SG1049, (June. 2023) (DOI: 10.35848/1347-4065/accc91)
M. Hasnan A. Hamid, R. Izzati M. Asri, M. Nuzaihan, M. Inaba, Z. Hassan, H. Kawarada, S. Falina, M. Syamsul "Electrical Properties of Ga_N Cap Layer for AlGa_N/Ga_N HEMT" Key Engineering Materials, 947, 3-8, (May. 2023) (DOI: https://doi.org/10.4028/p-9qdk55)

研究員 小林 正和

T. Sasaki and M. Kobayashi
Fabrication of Solar Cells By Tuning the Composition Ratio of AgGaTe₂ to Ga-Rich
Journal of Electronic Materials, 2025 <https://doi.org/10.1007/s11664-025-11803-z>

研究員 下嶋 敦

T. Hikino, Y. Kawakubo, T. Matsuno, S. Yamazoe, K. Kuroda, A. Shimojima
Simple Molecular Synthetic Approach to Dinuclear Titanium Sites in Ti-Containing Silica-Based Catalysts
Chem. Mater., 36, 10886-10894 (2024).

S. Saito, K. Kawamura, N. Sato, T. Matsuno, H. Wada, K. Kuroda, A. Shimojima
Titanosiloxanes consisting of tetrahedrally coordinated Ti cores and branched siloxane cages
Dalton Trans., 53, 19093-19096 (2024).

K. Takaoka, T. Matsuno, M. Koike, N. Muramoto, H. Wada, K. Kuroda, A. Shimojima
Zeolite Crystallization Inside Chemically Recyclable Ordered Nanoporous Co₃O₄ Scaffold: Precise Replication and Accelerated Crystallization
Small, 21, 2405280 (2025).

T. Hayashi, K. Kuroda, A. Shimojima
Organosilylated Cage Germoxanes Encapsulating Fluoride Ions for Creating Functional Nanomaterials
Eur. J. Inorg. Chem., 28, e202400614 (2025).

Y. Miyamoto, T. Matsuno, A. Shimojima
Multilayered organosiloxane films with self-healing ability converted from block copolymer nanocomposites
Chem. Commun., 61, 3319-3322 (2025).

Y. Miyamoto, T. Matsuno, A. Shimojima
Tuning structures and properties of self-healing silsesquioxane films using block copolymers
Nanoscale, 17, 7445-7452 (2025).

R. Wakino, M. Suzuki, Y. Miyamoto, M. Yatomi, T. Matsuno, A. Shimojima
Interlayer Modification of Crystalline Layered Silicates with Oligodimethylsiloxane
Chem. Eur. J., (2025). <https://doi.org/10.1002/chem.202500262>

T. Hayashi, A. Shimojima
Self-healing materials based on dynamic properties of siloxane networks
J. Sol-Gel Sci. Technol., (2025). <https://doi.org/10.1007/s10971-025-06731-7>

林 泰毅, 下嶋 敦
自己修復機能を有するシロキサン材料の設計
高分子, 73, 465-469 (2024).

研究員 菅原 義之

Z. Zhang, Z. Zheng, N. Ma, E. Picheau, N. Sakai, Y. Sugahara, T. Sasaki, R. Ma
Composition tuning and heterostructure construction of Fe-doped Co-Ni hydroxide nanosheets for boosting oxygen electrocatalysis in rechargeable Zn-air batteries
Chem. Eng. J., 509, (2025) 161248

Y. Li, Y. Guo, N. Ebato, Y. Yamauchi, Y. Sugahara
Hierarchically meso-macroporous N-doped carbon embedded with CoFe-based composite for the oxygen reduction reaction
ACS Electrochem., 1, (2024) 407-418

Y. Zhou, Y. Guo, Y. Yamauchi, Y. Sugahara
Ultrafine CoFe alloy nanoparticles confined in highly ordered mesoporous carbon films as catalysts for the oxygen evolution reaction
ACS Appl. Nano Mater., 7, (2024) 25360-25368

Y. Guo, Z. Chen, D. Jiang, Y. Li, W. Zhang, K. Kozumi, Y. Kang, Y. Yamauchi, Y. Sugahara
Evolution of CuCoFe Prussian blue analogues with open nanoframe architectures for enhanced capacitive deionization
Chem. Eng. J., 495, (2024) 153714

S. Takayanagi, Y. Sugahara, R. Guégan
Enhanced electrochemical performances of heterostructures based on the colloidal association of graphene oxide and titanium disulfide nanosheets
Langmuir, 40, (2024) 18346-18356

研究員 鈴木 進補

M. Shiinoki, K. Noboribayashi, Y. Nishimura, A. Yamanaka, S. Suzuki
International Journal of Microgravity Science and Application, 42 (2025) 420104

H. Horikoshi, I. Orikasa, M. Kataoka, Y. Inatomi, S. Suzuki
Defect and Diffusion Forum, 439 (2025) 291-304

Y. Kobayashi, M. Shiinoki, T. Masaki, S. Suzuki
Defect and Diffusion Forum, 439 (2025) 127-138

N. Tsuchida, M. Tsutsumi, S. Takamatsu, and S. Suzuki
Proceedings of International Conference on Materials Processing Technology 2025, 67-73

S. Yano, M. Sawada, S. Suzuki
Proceedings of International Conference on Materials Processing Technology 2025, 75-79

Y. Mabuchi, H. Aoki, C. Hanada, Y. Ueda, K. Kadoi, Y. Kushiya, R. Saguchi, K. Yoneda, M. Yamada, H. Sato, Y. Watanabe, S. Ozawa, S. Nakano, C. Koyama, H. Oda, T. Ishikawa, Y. Watanabe, T. Shimaoka, S. Suzuki
Int. J. Microgravity Sci. Appl., 41 (2024) 410201

Y. Mabuchi, C. Hanada, H. Aoki, Y. Ueda, K. Kadoi, Y. Kushiya, R. Saguchi, K. Yoneda, M. Yamada, H. Sato, Y. Watanabe, S. Ozawa, S. Nakano, C. Koyama, H. Oda, T. Ishikawa, Y. Watanabe, and S. Suzuki
Metall. Mater. Trans. B, 55 (2024) 2467-2484

C. Tabata, T. Osada, T. Ohmura, T. Yokokawa, K. Kawagishi, S. Suzuki
Superalloys 2024, (2024) 598-605

K. Kawagishi, C. Tabata, T. Yokokawa, Y. Takata, M. Yuyama, T. Horie, H. Maezawa, S. Suzuki, H. Harada
Superalloys 2024, (2024) 555-560

T. Saito, H. Harada, T. Yokokawa, M. Osawa, K. Kawagishi, S. Suzuki
Superalloys 2024, (2024) 156-165

N. Ohno, T. Osada, C. Tabata, T. Yokokawa, A. Ikeda, K. Kawagishi, S. Suzuki
Advances in Materials, Manufacturing, and Repair for Power Plants: Proceedings from the Tenth International Conference, (2024) 814-820

C. Hanada, Y. Mabuchi, K. Kadoi, Y. Ueda, Y. Kushiya, H. Aoki, R. Saguchi, M. Yamada, H. Sato, Y. Watanabe, Y. Harada, S. Ozawa, S. Nakano, H. Oda, C. Koyama, T. Ishikawa, Y. Watanabe and S. Suzuki
Metallurgical and Materials Transactions B, 4 (2024) 2864-2879

J. Ikegawa, S. Wang, K. Saito, K. Yamazaki and S. Suzuki
Metals, 14 (2024) 999

Y. Watanabe, G. Takahashi, R. Saguchi, H. Sato, H. Aoki, S. Suzuki, S. Nakano, Y. Watanabe, C. Koyama, H. Oda, T. Ishikawa
International Journal of Thermophysics, 45 (2024) 144

H. Sakaguchi, T. Kishimoto, S. Suematsu, T. Tashima, K. Kano, S. Kajino, S. Gondo, S. Suzuki
Materials, 17 (2024) 4320

T. Saito, H. Harada, T. Yokokawa, M. Osawa, K. Kawagishi, S. Suzuki
Materials Transactions, 65 (2024) 1443-1457

K. Kadoi, C. Hanada, Y. Mabuchi, Y. Ueda, Y. Kushiya, H. Aoki, K. Yoneda, R. Saguchi, M. Yamada, H. Sato, Y. Watanabe, S. Nakano, S. Suzuki
Proceedings of the International Astronautical Congress, IAC, (2024) 308-315

M. Sawada, S. Suzuki
Advanced Engineering Materials, 26 (2024) 52301001

A. Yamanaka, Y. Kobayashi, K. Noboribayashi, K. Kawashima, M. Shiinoki, S. Suzuki Int.J. Microgravity Sci. Appl., 41 (2024) 410301
鈴木進補, 澤田万尋 金属, 94 (2024) 320-327 Metallurgical and Materials Transactions B, 55 (2024), 183-194
Y. Ueda, K. Kadoi, Y. Kushiya, H. Ueno, Y. Mabuchi, C. Hanada, S. Suzuki Phase-field Simulation of SEEDs as Nucleation Sites in Ti-6Al-4V for Electrostatic Levitation Experiments Proceedings of the 8th International Conference on Solidification and Gravity (2025) 67-85

研究員 関根 泰

A. Shigemoto, Y. Sekine Recent Advances in Low-Temperature Nitrogen Oxide Reduction: Effects of Electric Field Application <i>Chemical Communications</i> , 61, 1559-1573, 2025. doi: 10.1039/D4CC05135A
K. Sugiura, T. Higo, N. Matsumoto, H. Tedzuka, and Y. Sekine Synergistic effect of Pd/CZO catalysts and an electric field on complete combustion of lean and humid methane at low temperatures <i>Catalysis Science & Technology</i> , 14, 6775-6781, 2024. doi: 10.1039/d4cy00699b
Y. Ofuchi, K. Mitarai, S. Doi, K. Saegusa, M. Hayashi, H. Sampei, T. Higo, J. G. Seo, and Y. Sekine Hydrogen production by NH ₃ decomposition at low temperatures assisted by surface protonics <i>Chemical Science</i> , 15, 15125-15133, 2024. doi: 10.1039/d4sc04790g
A. Shigemoto*, T. Higo, C. Ukai, Y. Inoda, K. Mitarai, Y. Sekine Catalytic N ₂ O decomposition in an electric field at low temperatures <i>Catalysis Science & Technology</i> , 14, 4471-4478, 2024. doi: 10.1039/D4CY00698D
K. Chishima, T. Masuda, H. Sampei, K. Saegusa, S. Hattori, Y. Sekine Efficient search for acetic acid synthesis pathway based on the bond disconnection process on Rh surface and Rh/metal oxide interface <i>AIP Advances</i> , 14, 065305, 2024. doi: 10.1063/5.0203231
H. Sampei, H. Akiyama, K. Saegusa, M. Yamaguchi, S. Ogo, H. Nakai, T. Ueda, Y. Sekine Factors Governing Protonation of Keggin-type Polyoxometalates: Influence of Core Structure in Clusters <i>Dalton Transactions</i> , 53, 8576-8583, 2024. doi: 10.1039/D4DT00799A
R. Maeda, H. Sampei, R. Nakayama, T. Higo, Y. Koshizuka, Y. Bando, T. Komanoya, Y. Nakahara, Y. Sekine Effect of CeO ₂ support structure on the catalytic performance of ammonia synthesis in an electric field at low temperatures <i>RSC Advances</i> , 14, 9869-9877, 2024. doi: 10.1039/d4ra01457j
R. Maeda, H. Sampei, Y. Mizutani, T. Higo, T. Tsuda, H. Akiyama, H. Tsuneki, T. Mitsudome and Y. Sekine Air-stable iron phosphide catalysts for electric field-assisted low-temperature ammonia synthesis <i>Sustainable Energy & Fuels</i> , 8, 2087-2093, 2024. doi: 10.1039/d4se00109e
中山怜香, 駒野谷 将, 関根 泰 電場印加触媒反応を利用した低温域でのアンモニア合成技術とそのメカニズム, クリーン水素・アンモニア利活用最前線 CMC 出版, in press., 2024.
七種絃規, 関根 泰 外部電位制御による二酸化炭素の吸脱着のための材料開発 エネルギー・資源, 45 (5), 282-285, 2024.
関根 泰, 室井高城 2023年度の海外の触媒技術動向 触媒年鑑2024, 216-247, 2024.

研究員 平田 秋彦

S. Y. Zha and A. Hirata Dynamic behavior of atomic clusters during structural relaxation in metallic glasses J. Non-cryst. Solids 657, 123509 (2025).
A. Hirata, S. Sato, M. Shiga, Y. Onodera, K. Kimoto and S. Kohara Direct observation of the atomic density fluctuation originating from the first sharp diffraction peak in SiO ₂ glass NPG Asia Mater. 16, 25 (2024).

A. Hirata, S. Tokuda, C. Nakajima, and S. Y. Zha Local structural modelling and local pair distribution function analysis for Zr-Pt metallic glass Sci. Rep. 14, 13322 (2024).
S. Kudo and A. Hirata Atomic Environment of Pt in Quasicrystal-Forming $Zr_{70}Cu_{20}Pt_1$ Metallic Glass Mater. Trans. 65, 723-727 (2024).
S. Kohara, S. Sato, M. Shiga, Y. Onodera, H. Masai, T. Wakihara, A. Masuno, A. Hirata, N. Kitamura, Y. Idemoto, K. Kimura, K. Hayashi Unravelling the density-driven modification of the topology generated by the interconnection of SiO_4 tetrahedra in silica polymorphs J. Ceram. Soc. Japan 132, 653-662 (2024).
荻谷泰斗, 古根村 亮, 山崎陽菜, 佐藤圭浩, 気谷 卓, 川路 均, 平田秋彦, 宗像文男 セラミックファイラー凝集体がポリフッ化ビニリデン複合材料の熱伝導性および誘電特性に与える影響 J. Soc. Inorg. Mater. Jpn. 31, 183 (2024).
平田秋彦 オングストロームビーム電子回折法によるシリカガラスにおける密度ゆらぎの直接観察 NEW GLASS 39, 18-21 (2024).

研究員 細井 厚志

S. Nakayama, Y. Sugeno, T. Kambayashi, A. Hosoi, Y. Furukawa, T. Tomita, H. Kawada Mechanism of fatigue crack-closure in steel under high-density pulsed current Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2024, 48, 1879-1892 (https://doi.org/10.1111/ffe.14579).
R. Sano, Y. Koga, Y. Sato, T. Kikuchi, A. Hosoi, K. Kawahara, Y. Takebe, H. Kawada Fatigue properties of carbon fiber-reinforced foams and experimental observation of the damage growth mechanism Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2024, 48, 967-975 (doi.org/10.1111/ffe.14518).
Y. Mizuno, A. Hosoi, H. Koshita, D. Tsunoda, H. Kawada Fatigue life prediction of composite materials using strain distribution images and a deep convolution neural network Scientific Reports, 2024, 14: 25418 (doi.org/10.1038/s41598-024-75884-2).
Y. Nishi, A. Hosoi and H. Kawada Evaluation of matrix crack growth in interlaminar toughened quasi-isotropic carbon-fiber reinforced plastic laminates up to the very-high cycle regime by ultrasonic fatigue testing Composites Science and Technology, 2024, 26, 110623 (doi.org/10.1016/j.compscitech.2024.110623).
Y. Nishi, S. Itoh, A. Hosoi and H. Kawada Stress and energy release rate analysis of cross-ply carbon fiber reinforced plastic laminate with transverse cracks subjected to ultrasonic vibration using a variational approach Advanced Composites Materials, 2024, 33, 1224-1238 (doi.org/10.1080/09243046.2024.2334089).
細井厚志 熱可塑性CFRPと金属の高強度・高靱性な異種接合および成形技術とその可能性 マテリアルステージ, 2024, 23(12), 18-21.

研究員 柳谷 隆彦

S. Kinoshita, R. Karasawa, and T. Yanagitani “High-overtone mode piezoelectric transformer based on c-axis zigzag ScAlN multilayer for wake-up receiver applications” AIP Adv., vol. 15, 045010 (2025).
S. Kinoshita, R. Karasawa, Y. Shimano, M. Matsumura, and T. Yanagitani “Zig-zag ScAlN 12-layer for shear mode BAW transformer application in rectenna” IEEE Trans. Ultrason., Ferroelectr., Freq. Contr., vol. 72, no. 4, pp. 547-554 (2025).
Y. Shimano, M. Suzuki, and T. Yanagitani “ k_{33}^2 Estimation of thin films via piezoelectric stiffening using ultrasonic reflectometry” IEEE Open J. Ultrason., Ferroelectr., Freq. Contr. 5, pp. 6-10, (2025).
S. Kinoshita, H. Kishi, K. Izumi and T. Yanagitani “GHz voltage amplification in a stack of piezoelectric ScAlN and non-piezoelectric SiO_2 layers” Appl. Phys. Express 17 116501 (2024).

K-H. Sano, Y. Ono, R. Tobinaga, Y. Imamura, Y. Hayashi, and T. Yanagitani "Atmospheric gas-phase catalyst etching of SiO ₂ for deep microfabrication using HF gas and patterned photoresist" ACS Appl. Mater. Interfaces, (2024).
J. Jia, D. Kishi, N. Bai, T. Okajima, F. Lesari, T. Yanagitani "Enhanced electromechanical coupling from cation local structures in (Mg, Zn) O" Phys. Rev. B, vol. 109, 134101, (2024).
A. Hanai, Y. Shimano, and T. Yanagitani "Polarization-Inverted Growth of ScAlN Thin Film by Si doping" Proc.The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium, pp. 1-3.
Z. Lai, Y. Shimano, I. Endo, J. Jia, and T. Yanagitani "Development and Characterization of a Concave Lens-Based Piezoelectric Transducer for Acoustic Wave Imaging" Proc.The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium, pp. 1-4.

研究員 山口 勉功

山口勉功 銅 ふえらむ, 5 (2024), 44-51
Y. Takahashi, T. Murata, K. Yamaguchi Distribution of Rhodium between SiO ₂ -CaO-CrO _x Slag System and Molten Copper Mater. Trans., 65 (2024), 624-529
Y. Takahashi, T. Murata, K. Yamaguchi Distribution of Platinum between the SiO ₂ -CaO-Al ₂ O ₃ -TiO ₂ Slag System and Molten Copper Mater. Trans., 65 (2024), 652-656
山下 雄, 高橋純一, 山口勉功 熱分析によるNi-Co-Cu系の状態図に関する研究 J. MMIJ, 140 (2024), 153-156
H. Mizuno, T. Murata, K. Yamaguchi Solubility of Silver in FeO _x -CaO-SiO ₂ Slag Coexisting with Silver and Silver Bromide at 1473 K Mater. Trans., 65 (2024), 1508-1513
山口勉功 車載テクノロジー (技術情報協会, 2024), Vol. 12, pp. 52-56
Y. Yamashita, J. Takahashi, K. Yamaguchi Distribution Behavior of Nickel, Cobalt, and Copper between Al ₂ O ₃ -Li ₂ O-CaO Slag or Al ₂ O ₃ -Li ₂ O-SiO ₂ Slag and Molten Ni-Co-Cu Alloy at 1623 K Mater. Trans., 66 (2025), 60-65

研究員 山本 知之

M. S. Kurboniyon, A. M. Srivastava, B. Lou, Y. Wang, D. Zhang, D. M. Sharifov, D. H. Daurenbekov, T. Yamamoto, M. G. Brik, and C.-G. Ma Effect of Chemical Composition on the Optical Properties of Cr ³⁺ Impurity in A ₃ B ₅ O ₁₂ Garnets (A = Lu, Y, Gd, La; B = Al, Ga, Sc) ACS Appl. Opt. Mater. 3 (2025) 422-430. https://doi.org/10.1021/acs.aom.4c00502
D. D. Nematov, A. S. Burkhonzoda, M. S. Kurboniyon, U. Zafari, K. T. Kholmurodov, M. G. Brik, T. Yamamoto, F. Shokir The Effect of Phase Changes on Optoelectronic Properties of Lead-Free CsSnI ₃ Perovskites J. Electron. Mater. 54 (2025) 1634-1644 https://doi.org/10.1007/s11664-024-11683-9
M. S. Kurboniyon, A. M. Srivastava, B. Lou, D. D. Nematov, A. Burkhonzoda, T. Yamamoto, C.-G. Ma, and M. G. Brik Thermal Quenching Mechanism of Mn ⁴⁺ in Na ₂ SiF ₆ , NaKSiF ₆ , and K ₂ SiF ₆ Phosphors: Insights from the First-Principles Analysis Inorg. Chem. 63 (2024) 21212-21221. https://doi.org/10.1021/acs.inorgchem.4c03589

Z. Umar, O. Khyzhun, M. S. Kurboniyon, T. Yamamoto, M. G. Brik, M. Novita, J. Barzowska, and M. Piasecki The Effect of Hydrostatic Pressure on Structure, Crystal-Field Strength, and Emission Properties of Neat and Ni²⁺-Activated KMgF₃ Adv. Theory Simul. (2024) 202400734 https://doi.org/10.1002/adts.202400734
M. Buryi, V. Babin, K. Děcká, K. Ridzoňová, N. Neykova, F. Hájek, Z. Velkov, Z. Remeš, R. Tomala, P. Socha, K. Bartosiewicz, T. Hostinský, P. Mošner, T. Yamamoto, C.-G. Ma, M. G. Brik Charge trapping and luminescence of the mixed size CsPbBr₃ particles grown in one batch Opt. Mater. 151 (2024) 115279 https://doi.org/10.1016/j.optmat.2024.115279

研究員 吉田 誠

Y. Nagata, K. Kato, T. Shishido, A. Tsuchiya, S. Kitaoka, N. Oshiro, N. Nishi, N. Nonaka, T. Koike, T. Oike, K. Hayashi, H. Kambe, T. Okane, K. F. Muhammad & M. Yoshida Development of High-Ductility and Low-Hot-Tearing-Susceptibility Non-heat Treatment Al–Mg–Mn-Based Die Casting Alloy for Automotive Structural Parts 2024 1 月, In: International Journal of Metalcasting. 18, 1, p. 46-59. 14 p.
Y. Okimura, R. Imamura, K. Shimo, T. Hanai, Y. Kato, K. Hashimoto, M. K. Faiz, T. Okane, T. Miyashita & M. Yoshida Experimental Construction and Validation of Revised Drucker–Prager Model Using Finite Element Method for Moisture Condensation Zone in Bentonite-Bonded Silica Sand 2024 9 月, In: Journal of Materials Engineering and Performance. 33, 17, p. 9145-9162. 18 p.
Y. Nagata, R. Nakagawa, T. Kumaki, A. Matsushita, K. Yaguchi, T. Sakamoto, K. Orio, Y. Okimura, T. Okane, K. F. Muhammad & M. Yoshida Novel Control Factor for Tensile Strength and Solidification Cracking in Partially Solidified Al–Mn–Cu Alloy Based on Campbell’s Model with Fe-Rich Intermetallic Compounds 2024 11 月, In: Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science. 55, 11, p. 4462-4472. 11 p.
Y. Okimura, T. Hanai & M. Yoshida Prediction of Warpage Deformation of Casting Flange by FEM Thermal Stress Analysis Using Revised Drucker–Prager Model of Green Sand Mold 2024, p. 788-789. 2 p.

2024年度業績リスト

3. 講演・発表 68

荒尾与史彦	研究員		68
岩瀬 英治	研究員		68
大久保將史	研究員		68
勝藤 拓郎	研究員		70
川田 宏之	研究員		71
川原田 洋	研究員		72
小林 正和	研究員		75
下嶋 敦	研究員		76
菅原 義之	研究員		77
鈴木 進補	研究員		78
関根 泰	研究員		80
多辺 由佳	研究員		82
平田 秋彦	研究員		82
細井 厚志	研究員		83
柳谷 隆彦	研究員		85
山口 勉功	研究員		87
山本 知之	研究員		88

(以上50音順)

3. 講演・発表

研究員 荒尾与史彦

Large-area high thermal conductivity graphite film easily produced by mechanical exfoliation of natural graphite using a three-roll mill 21th European conference on composite materials, 2024. 7. 2.
The effect of processing/curing temperature and viscosity of epoxy resin on the flexural/tensile properties of GNP-epoxy resin nanocomposites 1th European conference on composite materials, 2024. 7. 2.
ボールミルを用いたグラフェンの作製とエポキシ樹脂への添加による機械的特性の向上 日本材料科学会 2024年度学術講演大会, 2024. 5. 22.
高熱伝導グラフェン・CMC フィルムの作製と黒鉛含有率による熱伝導率と内部構造の変化 日本材料科学会 2024年度学術講演大会, 2024. 5. 22.
水系溶媒の利用によるガラス繊維表面改質でのグラフェン凝集抑制と GFRP 板の曲げ剛性向上 日本材料科学会 2024年度学術講演大会, 2024. 5. 22.
部門ロードマップ（招待講演） 日本機械学会 2024年度年次大会, 2024. 9. 11.
高圧ホモジナイザーを用いた窒化ホウ素とセルロースナノファイバーの相互作用検討及び機械的特性の評価 第31回機械材料・材料加工技術講演会, 2024. 11. 2.
短炭素繊維強化ポリプロピレン複合材へのグラフェンナノプレートレット添加による結晶成長変化と機械的特性への影響 第31回機械材料・材料加工技術講演会, 2024. 11. 2.
強せん断付与によるセルロースの細径化とグラファイトの薄層化によるコンポジット膜の高強度化 第16回日本複合材料会議, 2025. 2. 28.

研究員 岩瀬 英治

Study on Thermoelectric Generator with Thermal Contact and Cooling Surfaces using Kirigami Structure Stood up by Stretching Deformation Proceedings of the 38th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS2025), 2025. 1. 19-23, 一般
自己修復型金属配線における時間変化する印加電圧による修復状態の評価 日本機械学会 第15回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2024. 11. 25-28, 2024, 一般
パーフルオロポリエーテルを分散媒とした自己修復型金属配線における気泡発生要因の分析 日本機械学会 第15回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2024. 11. 25-28, 一般
折り紙型熱電発電デバイスにおける折り上げ量が温度差に与える影響の評価 日本機械学会 第15回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2024. 11. 25-28, 2024, 一般
切り紙型熱電発電デバイスの立ち上がり高さに対する発電特性の評価 日本機械学会 第15回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2024. 11. 25-28, 一般
折り紙構造や切り紙構造を用いた熱電発電デバイス 応用物理学会 第85回秋季学術講演会, 2024. 9. 16-20, 招待

研究員 大久保将史

M. Okubo “Development of Prussian Blue Cathodes for Sodium-Ion Batteries” ICNaB2024, Richland, 11/12, 2024 (Invited).
M. Okubo “Strain-Free MXene Electrodes for All Solid-State Batteries” PRiME2024, Honolulu, 10/9, 2024 (Invited).
M. Okubo, K. Kawai “Fast Proton Storage in Metal Oxide Electrodes for Aqueous Electrochemical Energy Storage” PRiME2024, Honolulu, 10/9, 2024 (Invited).

M. Okubo “Development of sustainable aqueous batteries” Curtin U and Waseda U Collaborative Symposium, Tokyo, 10/2, 2024 (Invited).
M. Okubo “All strain-free solid state batteries” Japan-Kazakhstan Collaboration Workshop, Tokyo, 9/13, 2024 (Invited).
M. Okubo “Transition metal oxides for battery electrodes: electronic state and electrode performance” 70th year of Tanabe-Sugano diagrams, Tokyo, 9/12, 2024 (Invited).
M. Okubo “Anomalous Solid-State Electrochemistry with Aqueous Electrolytes” The 14th Japan-France Joint Seminar on Battery, Matsue, 9/6, 2024 (Invited).
M. Okubo, A. Okazawa “Iron-based catholytes for redox-flow batteries” International Symposium on the Industrial Applications of the Mössbauer Effect (ISIAME2024), Fukuoka, 9/5, 2024 (Invited).
M. Okubo “MXenes for all ‘strain-free’ solid-state batteries” 14th International Conference on Ceramic Materials and Components for Energy and Environmental Systems (CMCEE2024), Budapest, 8/21, 2024 (Invited).
大久保将史 “MXeneの蓄電機能” 第71回応用物理学会 春季学術講演会, 東京, 3/24, 2024 (Invited).
A. Okazawa, T. Kakuchi, K. Akahori, K. Kawai, M. Okubo “Solubility-Enhanced Iron Complex Posolytes for Redox Flow Batteries” PRiME2024, Honolulu, 10/6, 2024.
K. Kawai, S. H. Jang, Y. Igarashi, K. Yazawa, K. Gotoh, J. Kikkawa, A. Yamada, Y. Tateyama, M. Okubo “Proton Intercalation of Mo ₃ Nb ₂ O ₁₄ Anode for Aqueous Batteries” PRiME2024, Honolulu, 10/8, 2024.
M. Fujita, M. Peeters, K. Kawai, Y. Nomura, M. Okubo “Development of a high-capacity MXene electrode for all-solid-state batteries” PRiME2024, Honolulu, 10/8, 2024.
S. Kodama, A. Okazawa, K. Kawai, M. Okubo “Effect of Highly-Coordinated Iron Complex on Redox Flow Battery Performance” PRiME2024, Honolulu, 10/8, 2024.
T. Miyazaki, A. Minamida, K. Kawai, K. Kubota, M. Okubo “Multi-dopant influence on the volume changes of layered-oxide cathodes for lithium-ion batteries” PRiME2024, Honolulu, 10/8, 2024.
M. Kawaguchi, A. Okazawa, K. Kawai, M. Okubo “Functionalization of Anthraquinone-Based Anolytes for Aqueous Redox Flow Batteries” PRiME2024, Honolulu, 10/8, 2024.
K. Kawai, S.-H. Jang, J. Kikkawa, K. Yazawa, K. Gotoh, Y. Igarashi, Y. Tateyama, A. Yamada, M. Okubo “Strain-free proton intercalation of Mo ₃ Nb ₂ O ₁₄ anode in aqueous rechargeable batteries” 24th International conference on solid state ionics, London, 7/18, 2024.
K. Kawai, Y. Nomura, M. Fujita, H. Kitaura, E. Hosono, H. Nakajima, H. Tsukasaki, S. Mori, A. Hayashi, N. Yabuuchi, K. Yamamoto, M. Okubo “MXenes for all ‘strain-free’ solid-state batteries” 24th International conference on solid state ionics, London, 7/15, 2024.
南田充朝, 村上 諒, 吉川英樹, 永田賢二, 川合航右, 大久保将史 “サイクル劣化における統計的因果推論” 第65回電池討論会, 京都, 11/22, 2024.
五十嵐優太, 川合航右, 岡澤 厚, 梶山智司, 大久保将史 “キレート剤により結晶成長を制御したブルシアンブルー類似体のナトリウムイオン挿入・脱離” 第65回電池討論会, 京都, 11/22, 2024.

藤田真輝, 川合航右, 野村優貴, 大久保將史 “硫化物系固体電解質を用いた全固体電池におけるMXeneの充放電特性” 第65回電池討論会, 京都, 11/20, 2024.
川口桃佳, 岡澤 厚, 川合航右, 大久保將史 “アントラキノン系負極活物質の側鎖置換基の影響” 第65回電池討論会, 京都, 11/20, 2024.
川口桃佳, 岡澤 厚, 川合航右, 大久保將史 “水系レドックスフロー電池の高性能化を目指したアントラキノン系負極液活物質の開発” 第25回化学電池材料研究会ミーティング, 東京, 6/4, 2024.
児玉創志, 岡澤 厚, 川合航右, 大久保將史 “高配位鉄錯体が与えるレドックスフロー電池性能への影響” 日本化学会 第104回春季年会, 千葉, 3/20, 2024.
川口桃佳, 岡澤 厚, 川合航右, 大久保將史 “水系レドックスフロー電池用有機負極液としてのアントラキノン系化合物の置換基導入の効果” 日本化学会 第104回春季年会, 千葉, 3/19, 2024.
岡澤 厚, 角地貴行, 赤堀圭祐, 川合航右, 大久保將史 “レドックスフロー電池正極液用のタービリジン鉄錯体の溶解度向上” 日本化学会 第104回春季年会, 千葉, 3/18, 2024.
宮崎達也, 南田充朝, 川合航右, 久保田 圭, 大久保將史 “多元素ドーブ層状酸化物正極の充放電に伴う格子体積変化” 電気化学会 第91回大会, 名古屋, 3/15, 2024.
川合航右, 五十嵐優太, 小沼諒人, 矢澤宏次, 後藤和馬, 山田淳夫, 大久保將史 “水系二次電池におけるMo ₃ Nb ₂ O ₁₄ 負極のプロトン挿入脱離” 電気化学会 第91回大会, 名古屋, 3/14, 2024.
熊谷颯馬, 川合航右, 大久保將史 “高密度電荷貯蔵を目指した層状遷移金属炭化物MXeneの末端基制御” 電気化学会 第91回大会, 名古屋, 3/14, 2024.

研究員 勝藤 拓郎

Orbital ordering of the t_{2g} states in transition-metal oxides 70 years of the Tanabe-Sugano diagrams 2024. 9. 11 招待
Valence Change and Magnetoresistance for $Ba_{3-x}Yb_xTa_5O_{15}$ 70 years of the Tanabe-Sugano diagrams 2024. 9. 10 一般
Orbital-spin coupling in spinel $Co_{1-x}Mn_xV_2O_4$ 70 years of the Tanabe-Sugano diagrams 2024. 9. 10 一般
Slow dynamics in the metamagnetic transition of $La_5Mo_{4-x}Co_xO_{16}$ 70 years of the Tanabe-Sugano diagrams 2024. 9. 10 一般
Insulator-Metal transition in $V_{1-x}Nb_xO$ with a NaCl structure 70 years of the Tanabe-Sugano diagrams 2024. 9. 10 一般
$Ba_{3-x}Yb_xTa_5O_{15}$ の価数変化と磁気抵抗 日本物理学会 第79回年次大会 2024. 9. 16 一般
NaCl型 $V_{1-x}Nb_xO$ における絶縁体－金属転移 日本物理学会 第79回年次大会 2024. 9. 17 一般

光学スペクトルから見た$\text{Mg}_{1-x}\text{Ti}_{2+x}\text{O}_5$のTi二量体形成 日本物理学会 第79回年次大会 2024. 9. 17 一般
スピネル型$\text{Co}_{1-x}\text{Mn}_x\text{V}_2\text{O}_4$の軌道－スピン－歪結合 日本物理学会 第79回年次大会 2024. 9. 18 一般
スピネル型$\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x\text{V}_2\text{O}_4$の軌道－スピン－歪結合 日本物理学会 第79回年次大会 2024. 9. 18 一般
$\text{La}_5\text{Mo}_{4-x}\text{Co}_x\text{O}_{16}$のメタ磁性転移におけるスローダイナミクス 日本物理学会 第79回年次大会 2024. 9. 18 一般
強相関電子系物質における構造と物性 第1回構造物性研究会 2024. 9. 21 招待
強相関材料の軌道自由度と多機能性 第443回物性談話会 2024. 10. 28 招待
Novel Magnetoresistance of $\text{Ba}_{3-x}\text{R}_x\text{Ta}_5\text{O}_{15}$ (R=rare earth) KTJ23 (The 23rd Korea-Taiwan-Japan Symposium on Strongly Correlated Electron System) 2025. 3. 14 一般
Coupling between orbital, spin, and strain in spinel vanadates and perovskite titanates KTJ23 (The 23rd Korea-Taiwan-Japan Symposium on Strongly Correlated Electron System) 2025. 3. 15 招待

研究員 川田 宏之

S. Takamura, T. Ito, Y. Kuzuno, A. Kunitomo, A. Hosoi, H. Kawada Investigation of Densification treatment method for CNT yarn The 7th Asian Symposium on Materials and Processing 2024, Paper No. 18, Chennai, India, 5-7/12/2024. 一般
S. Inoue, T. Kondo, S. Tanaka, Y. Kubota, K. Abe, A. Hosoi, H. Kawada Evaluation of Heat Resistance of SiC/SiC Composites Fabricated by Film Boiling Method International Mechanical Engineering & Exposition 2024, Submission No. IMECE-150418, Oregon, America, 17-21/11/2024. 一般
T. Ito, A. Kunitomo, A. Hosoi, H. Kawada Evaluation of Mechanical Properties of Carbon Nanotube Bundles with Functionalized Polymers by Molecular Dynamics Simulations IMECE2024, Submission No. IMECE2024-150420, Oregon, America, 17-21/11/2024. 一般
M. Kikuchi, A. Enomoto, T. Komukai, M. Onizuka, A. Hosoi, H. Kawada Compressive Strength Properties of Cfrp Using Cnt/cf Composite Fibers Fabricated by New Coating Method International Mechanical Engineering & Exposition 2024, Submission No. IMECE2024-150339, Oregon, America, 17-21/11/2024. 一般
T. Miura, H. Kobori, T. Shimizu, A. Hosoi, H. Kawada Development of highly conductive untwisted CNT yarn by bridging and analytical evaluation of electrical properties using first principles calculation 27th International Conference on Composite Structures, Paper No. 1181, Bologna, Italy, 3-6/9/2024. 一般
A. Hosoi, K. Kometani, H. Kawada Effect of interface microstructure on interlaminar fracture toughness in dissimilar joints of CFRTP and aluminum alloys Proceedings of 13th Asian-Australian conference on Composites Materials, Paper no. 2I02, Kyoto, Japan, 27-29/8/2024. 一般
R. Sano, Y. Koga, A. Hosoi, K. Kawahara, H. Matsutani, Y. Takebe, K. Kimoto, H. Kawada Fatigue damage growth of carbon fiber reinforced foam observed by X-ray CT and hybrid NDT methods Proceedings of 21st European Conference on Composite Materials, Vol. 8, pp. 23-30, Nantes, France, 2-5/7/2024. 一般
A. Hosoi, H. Kawada Enhancement of interlaminar fracture toughness by micro-bridging at crack tip in bonded dissimilar materials Proceedings of 21st European Conference on Composite Materials, Vol. 3, pp. 506-511, Nantes, France, 2-5/7/2024. 一般

T. Matsuo, Y. Nishi, H. Saito, A. Hosoi, H. Kawada Influence of Self-Heating on Fatigue Life and Matrix Crack Growth of Quasi-Isotropic Carbon Fiber Reinforced Plastic Laminates in Ultrasonic Fatigue Tests Proceedings of 9th International Conference on Very High Cycle Fatigue, pp. 109-112, Lisbon, Portugal, 26-28/6/2024. 一般
三浦天風, 小松勇樹, 脇 勇一朗, 吉峰千尋, 杉浦直樹, 細井厚志, 川田宏之 「CF/PEEKを用いたスラスト軸受用摺 動材の熱伝導率特性」 3D-09, 2025年2月27日－3月1日. 一般
伊藤拓海, 國友 晃, 細井厚志, 川田宏之 「分子動力学シミュレーションによるCNT/PAA複合糸の強度発現機構」 2B-11, 2025年2月27日－3月1日. 一般
手島星尚, 井上 祥, 久保田勇希, 阿部圭佑, 宇田道正, 細井厚志, 川田宏之 「作製条件が異なる乾式紡糸SiC繊維の機械的特性及び耐熱性に関する評価」 2C-05, 2025年2月27日－3月1日. 一般
細井厚志, 川田宏之 「エネルギー解放率破壊基準による異種シングルラップジョイントの接合強度特性評価」 1D-07, 2025年2月27日－3月1日. 一般
隅 意丸, 佐野隆人, 細井厚志, 河原康太, 松谷浩明, 川田宏之 「CFRFの疲労寿命特性に及ぼす母材樹脂構造の影響における実験的評価」 第16回日本複合材料会議 (JCCM-16), 2A-08, 2025年2月27日－3月1日. 一般
佐野隆人, 古賀雄太, 細井厚志, 河原康太, 武部佳樹, 松谷浩明, 川田宏之 「CFRFの疲労破壊メカニズムの実験的評価および損傷力学を用いた疲労寿命予測」 日本機械学会 第31回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2024), A1-13, 2024年11月1－3日. 一般
齋藤達明, 細井厚志, 川田宏之 「レーザー加工を施したAl合金とCF/PEEK積層板の異種接合強度に及ぼす環境温度の影響」 日本機械学会 第31回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2024), A1-14, 2024年11月1－3日. 一般
高橋悠一郎, 水谷健人, 菊池 舞, 鬼塚麻季, 小向拓治, 細井厚志, 川田宏之 「新たなコーティング法で作製されたCNT/CF複合繊維を用いたCFRPの疲労特性評価」 69th FRP CON-EX2024, P-15, 2024年10月17－18日. 一般
千葉有紗, 榎本淳史, 菊池 舞, 鬼塚麻季, 小向拓治, 細井厚志, 川田宏之 「新たなコーティング法で作製したCNT/CFRPの圧縮強度特性および破壊メカニズム」 69th FRP CON-EX 2024, P-14, 2024年10月17－18日. 一般
齋藤 暉, 細井厚志, 川田宏之 「非破壊検査によるAFRPの疲労破壊メカニズムの解明」 2024年度 第11回ZAIKENフェスタ, P30, 2024年10月3日. 一般
菅野雄太郎, 細井厚志, 川田宏之 「高密度パルス電流印加による熱間金型用合金鋼の疲労き裂閉口挙動における電流条件の検討」 2024年度 第11回ZAIKENフェスタ, P31, 2024年10月3日. 一般
陳 昶宇, 細井厚志, 川田宏之 「極低温用途における樹脂基複合材料の機械的性質の評価」 2024年度 第11回ZAIKENフェスタ, P15, 2024年10月3日. 一般
井上 祥, 細井厚志, 川田宏之, 久保田勇希, 阿部圭佑, 宇田道正 「昇降温サイクル処理を付与したFB法により作製したSiC/SiC複合材料の機械的特性と微細構造の評価」 2024年度 第11回ZAIKENフェスタ, P14, 2024年10月3日. 一般
大森智也, 田附将史, 細井厚志, 杉浦直樹, 川田宏之 「疲労負荷を受けるエポキシ樹脂の微視的損傷発達の評価」 第49回複合材料シンポジウム, A115, 2024年9月20－21日. 一般

研究員 川原田 洋

H. Kwarada “Diamond Field Effect Transistors for Power and High Frequency Application” Academy of Innovative Semiconductor and Sustainable Manufacturing, National Cheng Kung University (國立成功大學), Tainan City, Taiwan, Mar. 1, 2024 (Invited)

H. Kawarada, K. Ota, Y. Fu, K. Narita, X. Zhu, A. Hiraiwa, T. Fujishima “Oxidized Silicon Terminated Diamond p-MOSFETs with Channel Mobility $> 150 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ and $V_{\text{TH}} > 3\text{V}$ Normally-off for Complementary Power Circuits” 2023 IEDM San Francisco, USA, Dec. 9-Dec. 13, 2023 (Oral, Dec. 12, 2023)
K. Narita, K. Ota, Y. Fu, C. Wakabayashi, A. Hiraiwa, T. Fujishima, H. Kawarada “Normally-Off Vertical Diamond MOSFETs with Drain Current Density Over 200 mA/mm using Oxidized Si Terminated Diamond Channel Formed by Si Molecular Beam Deposition Approaches” 2023 Virtual MRS Fall Meeting & Exhibit, Dec. 5-7, 2023 (Poster, Dec. 7, 2023)
X. Jia, K. Narita, K. Ota, A. Takahashi, R. Yamamoto, A. Hiraiwa, T. Fujishima, H. Kawarada “Reliable Formation of Diamond p-type Channel by Additional Negative Ions Formed from Corona Discharge” 2023 Virtual MRS Fall Meeting & Exhibit, Dec. 5-7, 2023 (Poster, Dec. 7, 2023)
Y. Hashimoto, C. Wakabayashi, Y. Takahashi, Y. Takano, M. Tachiki, S. Ooi, H. Kawarada “Reduction of Etching Damage and SQUID Operation of Single-Crystalline Diamond Josephson Junctions by Ridge Conduction Structure” 2023 MRS Fall Meeting & Exhibit, Boston, USA, Nov. 26-Dec. 1, 2023 (Oral, Nov. 27, 2023)
Y. Chou, F. Asai, K. Ota, A. Hiraiwa, Y. Nishibayashi, H. Kawarada “MOSFETs on (111) Highly Oriented Polycrystalline 1-Inch Diamond Substrate” 2023 MRS Fall Meeting & Exhibit, Boston, USA, Nov. 26-Dec. 1, 2023 (Oral, Nov. 28, 2023)
Y. Asano, K. Hayasaka, M. Ueda, K. Kimura, T. Tani, S. Onoda, S. Enomoto, H. Kawarada “The Highest Concentration NV Ensembles Formed by Heavily Nitrogen-Doping CVD System with Plasma Confinement and High Density Vacancy Formation by Focused Electron Beam Irradiation” 2023 MRS Fall Meeting & Exhibit, Boston, USA, Nov. 27-Dec. 1, 2023 (Oral, Nov. 30, 2023)
K. Masadome, H. Sato, R. Nomoto, Y. Chang, H. Kawarada “Propagation of Potentiometric Signals Based on Electric Conduction of Sea Water” 2023 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation, (ISAP 2023) Kuala Lumpur, Malaysia, Oct. 30-Nov. 2, 2023 (Oral, Nov. 1, 2023)
M. Ueda, Y. Asano, K. Abe, Y. Sato, S. Takeuchi, H. Kawarada “Fabrication of NV Center by Chamber Flame Synthesis” 3rd International Symposium on Design & Engineering by Joint Inverse Innovation for Materials Architecture (DEJI²MA 2023), International Conference Center – Waseda University, Tokyo, Japan, Oct. 20, 2023 (Poster)
C. Wakabayashi, Y. Hashimoto, M. Takeuchi, S. Ooi, M. Tachiki, Y. Takano, H. Kawarada “Supercurrent modulation in superconducting boron-doped diamond thin films by field effect” 3rd International Symposium on Design & Engineering by Joint Inverse Innovation for Materials Architecture (DEJI²MA 2023), International Conference Center – Waseda University, Tokyo, Japan, Oct. 20, 2023 (Poster)
R. Nomoto, H. Sato, Y. H. Chang, H. Kawarada “Realization of multi-sensing using multiple ion-sensitive FETs by common gate method” 3rd International Symposium on Design & Engineering by Joint Inverse Innovation for Materials Architecture (DEJI²MA 2023), International Conference Center – Waseda University, Tokyo, Japan, Oct. 20, 2023 (Poster)
A. Takahashi, M. Arai, F. Asai, Y. Suzuki, A. Hiraiwa, H. Kawarada “Improved Characteristics of 2DHG Diamond MOSFETs in Gate Width Expansion with Introduction of Multi-Finger Structure” 3rd International Symposium on Design & Engineering by Joint Inverse Innovation for Materials Architecture (DEJI²MA 2023), International Conference Center – Waseda University, Tokyo, Japan, Oct. 20, 2023 (Poster)
K. Masadome, H. Sato, R. Nomoto, Y. H. Chang, H. Kawarada “Principle of underwater wireless communication in seawater utilizing potentiometric signals and achievement of 10 Mbps” 3rd International Symposium on Design & Engineering by Joint Inverse Innovation for Materials Architecture (DEJI²MA 2023), International Conference Center – Waseda University, Tokyo, Japan, Oct. 20, 2023 (Poster)
H. Kawarada “Diamond p-FETs platform for wide bandgap n-FET” 3rd International Conference on Semiconductor Materials and Technology (ICOSEMT 2023), Penang, Malaysia, Sept. 18-19, 2023 (Keynote Speech, Sept. 18, 2023)
X. Jia, Y. Suzuki, S. Deguchi, F. Asai, A. Takahashi, A. Hiraiwa, J. Kaneko, H. Kawarada “Radiation Effects on 2DHG Diamond MOSFETs with Boron-doped Source and Drain Layers” 2023 International Conference on Solid State Devices and Materials, Nagoya, Japan, Sept. 5-8, 2023 (Oral, Sept. 8, 2023)

K. Narita, K. Ota, Y. Fu, C. Wakabayashi, A. Hiraiwa, H. Kwarada “Normally-Off Operation in Vertical Diamond MOSFETs Using Oxidized Si Termination Diamond Channel Formed by Si Molecular Beam Deposition Approaches” 2023 International Conference on Solid State Devices and Materials, Nagoya, Japan, Sept. 5-8, 2023 (Oral, Sept. 8, 2023)
Y. Asano, K. Hayasaka, M. Ueda, K. Kimura, T. Tani, S. Onoda, S. Enomoto, H. Kwarada “The high concentration NV ensemble formed from heavily nitrogen-doped CVD diamond with high quality” 2023 International Conference on Solid State Devices and Materials, Nagoya, Japan, Sept. 5-8, 2023 (Oral, Sept. 6, 2023)
H. Kwarada “C-Si-O diamond FET with best normally off operation due to low surface state density” The 73rd Diamond Research Conference, University of Warwick, Warwick, UK, July. 10-13, 2023 (Invited, Keynote Speech, July. 11, 2023)
山本稜将, 成田憲人, 太田康介, 高橋 輝, 大井信敬, 平岩 篤, 藤嶋辰也, 川原田 洋 “(001) C-H ダイヤモンドMOSFETにおける高濃度ボロンドープ層の効果” 第71回応用物理学会 春季学術講演会, ハイブリッド開催 (東京都市大学 世田谷キャンパス (東京) + オンライン), 2024年3月22日-25日 (口頭, 2024年3月23日)
高野優希, 高橋 輝, 太田康介, 浅井風雅, 長 幸宏, 平岩 篤, 藤嶋辰也, 川原田 洋 “P+基板をソースとした縦型マルチフィンガーダイヤモンドMOSFETsの作製” 第71回応用物理学会 春季学術講演会, ハイブリッド開催 (東京都市大学 世田谷キャンパス (東京) + オンライン), 2024年3月22日-25日 (口頭, 2024年3月23日)
太田康介, 成田憲人, 付 裕, 山本稜将, 平岩 篤, 藤嶋辰也, 川原田 洋 “Si-MBD法を用いたC-Si-Oチャネルによるノーマリーオフ動作縦型ダイヤモンドMOSFETの開発” 令和5年度 6大学連携プロジェクト公開討論会, 名古屋大学 東山キャンパスES総合館 (愛知), 2024年3月9日 (ポスター, 2024年3月9日)
山本稜将, 成田憲人, 太田康介, 高橋 輝, 大井信敬, 平岩 篤, 藤嶋辰也, 川原田 洋 “(001) C-H ダイヤモンドMOSFETにおける高濃度ボロンドープ層のソース・ドレインコンタクトに対する効果” 令和5年度 6大学連携プロジェクト公開討論会, 名古屋大学 東山キャンパスES総合館 (愛知), 2024年3月9日 (ポスター, 2024年3月9日)
高野優希, 高橋 輝, 太田康介, 浅井風雅, 長 幸宏, 平岩 篤, 藤嶋辰也, 川原田 洋 “P+基板をソースとした縦型マルチフィンガーダイヤモンドMOSFETsの作製” 令和5年度 6大学連携プロジェクト公開討論会, 名古屋大学 東山キャンパスES総合館 (愛知), 2024年3月9日 (ポスター, 2024年3月9日)
川原田 洋 “次世代パワーデバイスを実現するダイヤモンド半導体” 第19回表面技術会議, “先端表面・界面技術がデバイスを変える” 機能性表面・界面の専門展 ASTEC2024, 東京ビッグサイト東3ホール, 2024年1月31日~2月2日 (招待講演, 2024年1月31日)
川原田 洋 “ダイヤモンド電界効果トランジスタの社会実装に向けて (Toward the social implementation of diamond field effect transistors)” 第30回「エレクトロニクスにおけるマイクロ接合・実装技術」シンポジウム (Mate2024 30th Symposium on “Microjoining and Assembly Technology in Electronics”), パシフィコ横浜 会議センター, 2024年1月23日~24日 (招待講演, 2024年1月23日)
山本稜将, 成田憲人, 太田康介, 付 裕, 若林千幸, 平岩 篤, 藤嶋辰也, 川原田 洋 “最大ドレイン電流密度: 200 mA/mmを超えるSi-MBD法を用いたC-Si-O側壁チャネルによるノーマリーオフ縦型ダイヤモンドMOSFETの開発” 第37回ダイヤモンドシンポジウム, 東海大学 湘南キャンパス (神奈川県), 2023年11月14日-16日 (口頭, 2023年11月15日)
阿部和実, 上田真由, 浅野雄大, 谷井孝至, 佐藤勇斗, 竹内貞雄, 小野田 忍, 川原田 洋 “チャンバーフレーム法で合成したダイヤモンドへのNVセンターの作製” 第37回ダイヤモンドシンポジウム, 東海大学 湘南キャンパス (神奈川県), 2023年11月14日-16日 (ポスター, 2023年11月14日)
川原田 洋 “ダイヤモンド・パワー高周波電界効果トランジスタの最近の進展” 第42回電子材料シンポジウム, ダイワロイアルホテル THE KASHIHARA (奈良県橿原市), 2023年10月11日~13日 (スペシャルセッション・チュートリアル, 2023年10月13日)
川原田 洋 “半導体の社会実装” 応用物理学会 九州地区若手チャプター・学生チャプター合同セミナー 第二回連携研究会, ざうお本店 (福岡市), (招待講演, 2023年10月6日)

成田憲人, 太田康介, 付 裕, 若林千幸, 平岩 篤, 川原田 洋 “Si-MBD装置を用いたC-Si-O側壁チャネルノーマリーオフ縦型ダイヤモンドMOSFETの作製” 第10回 ZAIKEN Festa, 早稲田大学 各務記念材料技術研究所 (東京), 2023年10月5日 (ポスター) (奨励賞)
浅野雄大, 早坂京祐, 上田真由, 木村晃介, 谷井孝至, 小野田 忍, 榎本心平, 河野省三, 川原田 洋 “超高濃度窒素ドーブCVDダイヤモンドへの電子照射による高濃度NVアンサンブルの作製” 第10回 ZAIKEN Festa, 早稲田大学 各務記念材料技術研究所 (東京), 2023年10月5日 (ポスター)
山本稜将, Xuezheng Jia, 成田憲人, 太田康介, 平岩 篤, 藤嶋辰也, 川原田 洋 “コロナ放電の負イオン照射によるC-Hダイヤモンド表面伝導性の改善” 第84回応用物理学会 秋季学術講演会, ハイブリッド開催 (熊本城ホール・熊本市民会館・熊本市国際交流会館・TKP 熊本カンファレンスセンター (熊本) + オンライン), 2023年9月19日-23日 (口頭, 2023年9月21日)
高野優希, 浅井風雅, 長 幸宏, 太田康介, 高橋 輝, 平岩 篤, 藤嶋辰也, 川原田 洋 “縦型高周波ダイヤモンドMOSFETsにおけるソース・ドレインの交換による電流密度向上” 第84回応用物理学会 秋季学術講演会, ハイブリッド開催 (熊本城ホール・熊本市民会館・熊本市国際交流会館・TKP 熊本カンファレンスセンター (熊本) + オンライン), 2023年9月19日-23日 (口頭, 2023年9月21日)
阿部和実, 上田真由, 浅野雄大, 臼井俊太郎, 谷井孝至, 佐藤勇斗, 竹内貞雄, 川原田 洋 “チェンバーフレーム法によるダイヤモンドへのNVセンターの作製” 第84回応用物理学会 秋季学術講演会, ハイブリッド開催 (熊本城ホール・熊本市民会館・熊本市国際交流会館・TKP 熊本カンファレンスセンター (熊本) + オンライン), 2023年9月19日-23日 (口頭, 2023年9月21日)
雨堤耕史, 太田康介, 藤嶋辰也, 川原田 洋 “水素終端縦型ダイヤモンドMOSFETにおける低オン電圧実現に向けた構造検討” 第84回応用物理学会 秋季学術講演会, ハイブリッド開催 (熊本城ホール・熊本市民会館・熊本市国際交流会館・TKP 熊本カンファレンスセンター (熊本) + オンライン), 2023年9月19日-23日 (口頭, 2023年9月21日)
川原田 洋 “相補型インバータ応用のためのノーマリーオフ高チャネル移動度C-Si-O終端ダイヤモンドp-MOSFET (Normally-off C-Si-O terminated diamond p-MOSFET with high mobility for complementary power inverter)” 応用物理学会・先進パワー半導体分科会 第25回研究会「ワイドギャップ半導体の新たな応用」, 銀座ユニーク7丁目 (東京都), 2023年9月1日 (招待講演)
川原田 洋 “ダイヤモンドMOSFETの高周波およびパワー半導体への展開” 応用物理学会 薄膜・表面物理分科会主催 第51回薄膜・表面物理セミナー (2023) ダイヤモンド研究の最前線, 2023年8月7日, ハイブリッド開催 (金沢商工会議所ホール) (招待講演)
川原田 洋, 太田康介, 藤嶋辰也 “2DHGを用いたダイヤモンドパワー高周波FETの開発状況” ワイドギャップ半導体学会 第12回研究会, 大阪, 2023年7月21日 (招待講演)
正留康太, 佐藤弘隆, 野本玲於奈, 川原田 洋 “25mの海水プールにおけるイオン導電性を用いた電気信号の伝播” 電子情報通信学会 水中無線技術特別研究専門委員会, 2023年 第9回水中無線技術研究会 (UWT), 長岡中央公民館 (静岡県伊豆の国市), 2023年5月25日 (口頭, 2023年5月25日)

研究員 小林 正和

佐々木達也, 鈴木隆太, 小林正和 Ga-richのAgGaTe₂薄膜の作製による太陽電池の変換効率向上 [25a-22A-1] 第71回応用物理学会 春季学術講演会 (都市大学) 2024年3月22日~25日
川畑光瑠, 井元萌々香, 郭 洪甫, 田中駿平, 小林正和 GaAs (100) 基板上SnTe薄膜における核形成プロセスの制御 [25a-22A-2] 第71回応用物理学会 春季学術講演会 (都市大学) 2024年3月22日~25日
井元萌々香, 川畑光瑠, 郭 洪甫, 田中駿平, 小林正和 Hall効果測定及びRaman分光測定によるGaAs基板上SnTe薄膜の評価 [25a-22A-3] 第71回応用物理学会 春季学術講演会 (都市大学) 2024年3月22日~25日
T. Sasaki and M. Kobayashi Formation of off-stoichiometric AgGaTe₂ and application to solar cells Thu0900, The 2024 Electronic Materials Conference (University of Maryland in College Park, MD), JUNE 26-28, 2024

S.Tanaka, M. Kobayashi, Q. Chen, and Y. Chen
 Relationship between the Uniformity of the r- and S-plane nanofaceted Substrate and the Nuclei Formation for Molecular Beam
 Epitaxial Layer of ZnTe on Sapphire
 [TF2-ThM-9] 2024 AVS Pacific Rim Symposium on Surfaces, Coatings and Interfaces, Dec. 8-12, 2024, Waikoloa Hawaii

研究員 下嶋 敦

シロキサンの精密構造制御による動的機能の創出 高分子学会 九州支部フォーラム, 2024年 4 月26日, 招待
Design of novel silicone-based elastomers utilizing silica-based nanoparticles The 20th International Symposium on Silicon Chemistry, 2024年 5 月16日, 招待
Incorporation of cage germoxanes into siloxane-based materials for tuning their pore Characteristics The 20th International Symposium on Silicon Chemistry, 2024年 5 月15日, 一般
Synthesis of nanoporous aluminosilicates from siloxane-based building blocks consisting of Q and D units The 20th International Symposium on Silicon Chemistry, 2024年 5 月14日, 一般
Synthesis of silica nanofibers via disassembly of a reverse type 2D hexagonal mesostructure The 20th International Symposium on Silicon Chemistry, 2024年 5 月13日, 一般
Synthesis of organically bridged siloxane oligomers with controlled structures by hydrolysis and condensation of bis (triethoxysilyl) benzene The 20th International Symposium on Silicon Chemistry, 2024年 5 月13日, 一般
シロキサン系ビルディングブロックの配列・連結制御と機能創出 第102回高分子若手研究会 [関西], 2024年 7 月 6 日, 招待
Ordered Mesoporous Organosiloxane Elastomers toward Nanoparticle Separation 12th International Mesoporous Materials Symposium, 2024年 7 月11日, 一般
Crystallization of Fe-containing Zeolites inside Ordered Nanoporous Iron Oxide International Symposium on Zeolites and Microporous Crystals 2024, 2024年 7 月22日, 一般
Synthesis and Characterization of a Silsequioxane Molecule with a Dinuclear Ti site International Symposium on Zeolites and Microporous Crystals 2024, 2024年 7 月22日, 一般
Synthesis of Porous Aluminosilicates using Silanol-modified Oligosiloxanes as Building Blocks International Symposium on Zeolites and Microporous Crystals 2024, 2024年 7 月22日, 一般
アゾベンゼンの光異性化によるシルセスキオキサン系メソ構造体の秩序－無秩序転移 日本ゾル－ゲル学会 第22回討論会, 2024年 7 月26日, 一般
Design of silicone-based elastomers using mesoporous silica nanoparticles as cross-linkers of polydimethylsiloxane 22nd International Sol-Gel Conference, 2024年 9 月 4 日, 一般
Preparation of mesoporous organosiloxane elastomers and their application to nanoparticle separation 22nd International Sol-Gel Conference, 2024年 9 月 3 日, 一般
Synthesis of siloxane-based nanoporous materials consisting of double-6-ring-type siloxanes 22nd International Sol-Gel Conference, 2024年 9 月 3 日, 一般
Bridging POSS by a Ti-O-Ti bond for creating an active site model of titanosilicates 22nd International Sol-Gel Conference, 2024年 9 月 3 日, 一般
非水条件下でのシロキサン結合形成反応によるかご型シロキサン系ナノ多孔体の合成 日本セラミックス協会 第37回秋季シンポジウム, 2024年 9 月11日, 一般
酸化物イオンを包接したかご型リン酸ガリウムの有機シリル化 日本セラミックス協会 第37回秋季シンポジウム, 2024年 9 月10日, 一般
細孔径の異なるナノ多孔質ニオブ酸リチウムの合成とその圧電触媒特性 日本セラミックス協会 第37回秋季シンポジウム, 2024年 9 月11日, 一般
かご型シロキサン六量体を架橋点とした自己修復性シリコンエラストマーの合成 第73回高分子討論会, 2024年 9 月26日, 一般

アゾベンゼンの光異性化によるシルセスキオキサン系ラメラ薄膜の秩序－無秩序転移 第11回 Zaiken Festa, 2024年10月3日, 一般
ナノ多孔質ニオブ酸リチウムの細孔径制御と圧電触媒への応用 第14回 CSJ 化学フェスタ2024, 2024年10月23日, 一般
3次元規則性ナノ細孔を有する酸化インジウムスズの合成および細孔径の制御 第14回 CSJ 化学フェスタ2024, 2024年10月23日, 一般
架橋フェニレン基を有するケージ状有機シロキサン合成 第14回 CSJ 化学フェスタ2024, 2024年10月22日, 一般
二重六員環型シロキサンをビルディングブロックとして用いたナノ多孔体の作製 第43回無機高分子研究討論会, 2024年11月8日, 一般
シロキサン系ナノ多孔体合成におけるかご型ビルディングブロックの構造・組成の拡張 第40回ゼオライト研究発表会, 2024年12月4日, 一般
Design of Self-Healing Organosiloxane Materials by Precise Structural Control International Symposium on Chemistry 2024 and The 3rd KYUTECH-KKU International Symposium, 2024年12月6日, 招待
酸化チタンナノ多孔体表面へのかご型シロキサンの被覆と金ナノ粒子の担持 日本セラミックス協会 2025年年会, 2025年3月7日, 一般
環状シロキサンを用いた孤立Cu(OSi) ₄ サイトを有する分子の合成 日本セラミックス協会 2025年年会, 2025年3月6日, 一般
チタンオキソクラスターとかご型シロキサンの縮合反応によるナノ多孔体の合成 日本セラミックス協会 2025年年会, 2025年3月6日, 一般
かご型シリケート八量体を出発物質としたゲルマニウム一置換かご型シリケートの合成 日本化学会 第105春季年会, 2025年3月29日, 一般
ナノ多孔質酸化コバルトを鋳型としたメソポーラスベータゼオライトの作製 日本化学会 第105春季年会, 2025年3月29日, 一般

研究員 菅原 義之

Double-layered nanosheets: their preparation, lateral size fractionation, and their application to a pH-responsive material 10 th International Congress on Ceramics, 2024. 7. 16, 一般
Octahedral molybdenum cluster complex-graphene oxide nanosheet nanocomposite material for enhanced photoinactivation of bacteria CMCEE14 14 th International Conference on Ceramic Materials and Components for Energy, 2024. 8. 21, 招待講演
Preparation of highly efficient electrocatalysts from iron-doped polymeric precursors via pyrolysis or electrochemical oxidation CMCEE14 14 th International Conference on Ceramic Materials and Components for Energy, 2024. 8. 21, 招待講演
高度秩序化メソポーラス炭素フィルム内包封された超微細双金属ナノ粒子による酸素放出反応 日本セラミックス協会 第40回関東支部研究発表会, 2024. 9. 3, 一般
異なる窒素源を用いた高圧メタセシス反応によるLaWN ₃ の合成 日本セラミックス協会 第40回関東支部研究発表会, 2024. 9. 3, 一般
Hierarchically Meso-Macroporous N-doped Carbon Embedded with CoFe-based Composite for the Oxygen Reduction Reaction 日本セラミックス協会 第40回関東支部研究発表会, 2024. 9. 3, 一般
高度秩序化メソポーラス炭素フィルム内包封された超微細双金属ナノ粒子による酸素放出反応 日本セラミックス協会 第40回関東支部研究発表会, 2024. 9. 3, 一般
Evolution of CuCoFe prussian blue analogues with open nanoframe architectures for enhanced electrochemical capacitive deionization PRiME2024, 2024. 10. 7, 一般
Bimetallic CoFe nanoparticles embedded in hierarchically meso-macroporous N-doped carbon nanospheres as electrocatalyst for excellent oxygen reduction reaction PRiME2024, 2024. 10. 7, 一般
Preparation of semi-homogeneous catalyst using single and double-layered hexaniobate and porphyrins The 38th International Japan-Korea Seminar on Ceramics, 2024. 11. 1, 一般

Construction of Fe-doped boron nitride as electrocatalyst for oxygen reduction reaction The 38th International Japan-Korea Seminar on Ceramics, 2024. 11. 1, 一般
Composite of graphene and core-shell MOF derived cobalt-embedded hierarchical porous carbon for supercapacitor The 38th International Japan-Korea Seminar on Ceramics, 2024. 11. 1, 一般
Evolution of CuCoFe prussian blue analogues with open nanoframe architectures for enhanced capacitive deionization The 38th International Japan-Korea Seminar on Ceramics, 2024. 11. 1, 一般
Preparation of Janus nanosheets with one side modified with poly(methyl methacrylate) chains and their evaluation 日本セラミックス協会 第63回セラミックス基礎科学討論会, 2024. 1. 9, 一般
Preparation of porous 3D structures by mist deposition method using layered hexaniobate-based nanosheets dispersion 日本セラミックス協会 第63回セラミックス基礎科学討論会, 2024. 1. 9, 一般
Preparation of hollow Ni(OH) ₂ on the nickel substrate by using K ₂ NiF ₆ as a self-sacrificing template 日本セラミックス協会 第63回セラミックス基礎科学討論会, 2024. 1. 9, 一般

研究員 鈴木 進補

静電浮遊法にて溶融凝固させたTiC添加Ti-6Al-4V球形試料の3次元β粒数取得 軽金属学会 第146回春季大会 ポスターセッション 2024/5/11 受賞
セミソリッド発泡法で作成した発泡アルミニウム合金のセル壁安定性 軽金属学会 第146回春季大会 2024/5/11
亜共晶Al-Si系合金の球状初晶粒径に及ぼすセミソリッド状態保持の影響 日本鑄造工学会 第183回全国講演大会 2024/5/25 受賞
Improvement of interference fringes analysis to obtain the more accurate Soret coefficient The 20th International Conference on Diffusion in Solids and Liquids (DSL 2024) 2024/6/25 受賞
Additional mass transport in diffusion measurement for liquid alloys by monitoring the in-situ technique The 20th International Conference on Diffusion in Solids and Liquids (DSL 2024) 2024/6/27
第6世代Ni基単結晶超合金TMS-238のRu添加量低減によるTCP相析出への影響 R054カーボンニュートラルの実現のための耐熱材料委員会 2024/7/8
Microscopic behavior of self-diffusion in liquid Sn and Pb using molecular dynamics simulation 7th International Conference on MATERIALS SCIENCE & NANOTECHNOLOGY 2024/7/16 invited
液体Al合金中の微視的構造と溶質原子の拡散挙動との関係 第52回可視化情報シンポジウム 2024/7/19
移動視野を用いたソーレ係数測定手法 日本マイクロ重力応用学会 微小重力科学 若手夏の学校 2024 2024/8/7
「きぼう」日本実験棟の静電浮遊炉に搭載された高速度カメラを用いた結晶成長速度の解析 日本マイクロ重力応用学会 微小重力科学 若手夏の学校 2024 2024/8/7
国際宇宙ステーションの静電浮遊炉で溶融凝固させたTi-6Al-4V試料の表面解析 日本マイクロ重力応用学会 微小重力科学 若手夏の学校 2024 2024/8/7
ポーラス金属の宇宙利用 日本マイクロ重力応用学会 微小重力科学 若手夏の学校 2024 2024/8/7
Melt Track Formation Process with a Constant Linear Energy Density in Laser Powder Bed Fusion Revealed by In-situ X-Ray Imaging and Temperature Measurement The 35th ANNUAL INTERNATIONAL Solid Freeform Fabrication SYMPOSIUM 2024 2024/8/14
液体金属の拡散係数測定と微視的拡散挙動の評価 高温物性値フォーラム 令和6年度 第1回研究会 2024/8/22
Phase-field Simulation of SEEDs as Nucleation Sites in Ti-6Al-4V for Electrostatic Levitation Experiments The 8th International Conference on Solidification and Gravity 2024/9/4
TiCにより結晶粒微細化させたTi-6Al-4V合金Hetero-3D静電浮遊実験試料の3次元β結晶粒解析 軽金属学会 関東支部 第10回若手研究者ポスター発表会 2024/9/4 受賞

分子動力学法を用いた液体Al-Sn合金中における原子の拡散挙動評価 日本マイクログラビティ応用学会 第36回学術講演会 (JASMAC-36) 2024/9/10 受賞
Hetero-3DのISS-ELF実験におけるTi-6Al-4Vの3次元結晶粒解析 日本マイクログラビティ応用学会 第36回学術講演会 (JASMAC 36) 毛利ポスターセッション 2024/9/11 受賞
Hetero-3DのISS-ELF実験で溶融凝固させたTiC添加Ti-6Al-4V試料の表面解析 日本マイクログラビティ応用学会 第36回学術講演会 (JASMAC 36) 毛利ポスターセッション 2024/9/11 受賞
ISS-ELFの高速度カメラによるTi-6Al-4Vの結晶成長速度解析と誤差の検討 日本マイクログラビティ応用学会 第36回学術講演会 (JASMAC 36) 2024/9/12
原子量の影響を考慮した液体Sn中における不純物拡散係数の予測式 日本マイクログラビティ応用学会 第36回学術講演会 (JASMAC 36) 2024/9/12
Hetero-3D ミッションにおけるTiCを添加したTi合金試料のISS-ELFによる溶融凝固実験の飛行後解析 日本マイクログラビティ応用学会 第36回学術講演会 (JASMAC 36) 2024/9/12
Interfacial Strength Evaluation Between Sulfur-Segregated Al ₂ O ₃ and Ni-Al Single Crystal Alloy Using Nanoindentation Superalloys 2024 2024/9/13
Effects of Trace Impurities in Ni-Base Single Crystal Superalloys on High-Temperature Properties and Disabling of Impurities by CaO for Recycle of Superalloys Superalloys 2024 2024/9/13
Effect of the Interfacial Strain Anisotropy on the Raft Structure of Ni-Base Single Crystal Superalloys and Novel Alloy Design Approach by Controlling the Lattice Misfit and the Elastic Misfit Superalloys 2024 2024/9/13
その場観察法を用いたLaser powder bed fusionにおける金属粉末の周期的な溶融現象の評価 第11回 ZAIKEN Festa 2024/10/3 受賞
傾斜冷却板を用いて初晶粒子を球状化したAl-6.4Si合金の溶融挙動その場観察 第11回 ZAIKEN Festa 2024/10/3
液体金属の拡散係数測定と微視的拡散挙動の解析 J-PARK ワークショップ (構造不規則系研究会) 1MWで探れ、非晶質の中の小さな不思議－「自由」と「束縛」の協奏曲－ 2024/10/30
初晶粒子を球状化したAl-6.4Si合金の溶融挙動その場観察 軽金属学会 第147回秋期大会 2024/11/9 受賞
その場観察によるlaser powder bed fusionにおける純チタン粉末の周期的な溶融現象の評価 軽金属学会 第147回秋期大会 2024/11/9 受賞
SPring-8を用いたTi-6Al-4V積層造形体中のTiCヘテロ凝固核粒子の3次元形状評価 2024 軽金属学会 東海支部 若手ポスター発表会 2024/11/15
方向性ポーラス金属の気孔配列とセル壁破断までの圧縮応力－ひずみ曲線の関係 第75回塑性加工連合講演会 2024/11/9
フェライト鋼板における引張試験中のひずみ保持が破断伸びに及ぼす影響 第75回塑性加工連合講演会 2024/11/10
Laser powder bed fusionにおける溶融現象のその場X線透過観察 R054カーボンニュートラル実現のための耐熱材料委員会 2024/11/11
Effect of Oxygen on Stability of Aluminum Alloy Foam fabricated through Semi-Solid Route 8th International Conference on Cellular Materials CellMAT 2024 2024/11/27 受賞
任意の気孔配列を持つ方向性ポーラス金属における圧縮応力の予測 日本塑性加工学会 関東地域3支部新進部会合同 若手学生研究交流会 2024/12/11
亜共晶Al-Si系合金の球状初晶粒径に及ぼすセミソリッド状態保持の影響 日本鑄造工学会 第10回関東支部 学生講演 2024/12/12
金属用3Dプリンタの造形プロセスを直接観察すると何が分かるのか？ ZAIKEN CAFE 2024 #7 2025/1/9

X線透過法による金属積層造形プロセスのその場観察 SAT テクノロジー・ショーケース2025 2025/1/23
球状初晶を有したAl-Si合金が溶融しセミソリッド状態になるまで ZAIKEN CAFE 2024 #8 2025/2/6
Homogenization during solution heat treatment of Ni-base single-crystal superalloy TMS-238 International Conference on Advances in Materials, Manufacturing & Repair for Power Plants 2025/2/26
X線透過法を用いたLaser Powder Bed FusionにおけるHastelloy X粉末の溶融現象評価 関東学生会 第64回学生会卒業研究発表講演会 2025/3/3 受賞
汎用ニューラルネットワークポテンシャルを用いた水/エタノール系の分子動力学計算 日本機械学会 関東支部 第31期総会・講演会 2025/3/4
Shape Change of Spherical Primary Crystal in Hypoeutectic Aluminum-Silicon Alloy Held in Semi-Solid State International Conference on Materials Processing Technology 2025 2025/3/6-7
Decrease in Compressive Stress Due to Irregularity of Pore Arrangement in Directional Porous Metals International Conference on Materials Processing Technology 2025 2025/3/6-7
LPBFにおけるTiCヘテロ凝固核を添加したTi-6Al-4Vの溶融挙動その場観察 日本金属学会 2025年春季(第176回)講演大会 2025/3/8 受賞
ナノインデンテーションによるAl ₂ O ₃ /Ni基界面応力評価と有限要素解析 日本金属学会 2025年春季 第176回講演大会 2025/3/9
Ni基超合金鋳造時において不純物Siを除去可能な酸化物の探索 日本金属学会 2025年春季(第176回)講演大会 2025/3/9
Development of Advanced Ni-base Single Crystal Superalloys and Direct Recycling Technique TMS 2025 154 th Annual Meeting and Exhibition 2025/3/23-27

研究員 関根 泰

関根 泰 カーボンニュートラル概論 [依頼講演] 2025/2/20, 企業内講演会
関根 泰 科学の視点から見たCN実現に向けたグリーントランスフォーメーション [依頼講演] 2025/2/7, 企業内講演会
関根 泰 カーボンニュートラルに向けたエネルギー・GXとLPGの今後 [依頼講演] 2025/1/31, 米子, 講演会
関根 泰 脱炭素に係る国内/海外の動向 [依頼講演] 2025/1/23, 企業内講演会
関根 泰 グリーンでオンデマンド対応可能な低温電場中でのアンモニア分解による高効率水素製造のメカニズム解明 [依頼講演] 2025/1/20, PFCC 講演会
関根 泰 カーボンニュートラル実現のための水素製造とアンモニア利用 [依頼講演] 2025/1/20, 産総研FIoTコンソーシアム講演会
関根 泰 カーボンニュートラルとGI/GX, カーボンプライシングの現状と今後 [依頼講演] 2025/1/9, 企業講演会
関根 泰 カーボンニュートラルに向けた現状と未来への路 [依頼講演] 2025/1/8, 講演会

関根 泰 カーボンニュートラルに向けた化学と材料の今後 [依頼講演] 2024/12/13, 各務記念材料技術研究所 オープンセミナー
関根 泰 カーボンニュートラル実現に向けた現状と今後の動向 [依頼講演] 2024/11/26, 大学等コアリションイノベーションWG シンポジウム
関根 泰 Australia-Japan Clean Energy and Emerging Research Leaders Forum Hydrogen production and utilization [基調講演] 2024/11/21, オーストラリア・メルボルン
関根 泰 グリーンLPGで日本をすみずみまで元気にしたい [依頼講演] 2024/10/22, 東京, アンドLPGセミナー講演会
関根 泰 カーボンニュートラル実現に向けたGI/GX戦略とプライシングの今後 [依頼講演] 2024/10/17, 滋賀 HORIBA 講演会
関根 泰 カーボンニュートラルにむけた触媒の重要性 [依頼講演] 2024/10/15, NEChemCat60周年記念講演会
関根 泰 プラネタリバウンダリ バイオマスとスマートアグリの可能性－実質排出ゼロと食料問題の解決をめざして [依頼講演] 2024/10/10, 講演会
Y. Sekine On-demand hydrogen production at low-temperatures using surface protonics [依頼講演] 2024/10/2, 東京, 講演会
関根 泰 政府GX関連（水素・アンモニア・カーボンプライシングなど）の最新動向 [依頼講演] 2024/9/13, 企業内講演会
関根 泰 CO₂キャプチャー技術の総論と機能性セラミックスの位置づけ [依頼講演] 2024/9/13, 名古屋, 学術振興会 R055カーボンニュートラルのための先進セラミックス委員会講演会
関根 泰 Carbon dioxide capture and utilization technology for climate change mitigation [基調講演] 2024/9/5, 釜山, 韓国政府主催会議
関根 泰 カーボンニュートラル概論 [依頼講演] 2024/8/20, 大阪, 企業内講演会
関根 泰 カーボンニュートラルに向けたGXと化学 [依頼講演] 2024/7/26, 企業内講演会
関根 泰 2050年カーボンニュートラルに向けた水素関連・二酸化炭素資源化関連技術の現状と今後 [依頼講演] 2024/7/8, オンライン
Y. Sekine Low-temperature catalytic hydrogen production from ammonia [招待講演] 2024/6/23-27, メキシコ, 24th World Hydrogen Energy Conference (24WHEC)
関根 泰 今後の日本の水素戦略 [依頼講演] 2024/6/18, 企業内講演会
関根 泰 カーボンニュートラルに向けたエネルギー・GXとLPGの今後 [依頼講演] 2024/6/13, 新潟県, 講演会

関根 泰 カーボンニュートラルに向けたエネルギー利用と触媒反応 [依頼講演] 2024/6/7, 富山大講演会
関根 泰 [依頼講演] 2024/5/23, 企業内講演会
関根 泰 CNの動向と今後 [依頼講演] 2024/5/20, 企業内講演会
関根 泰 カーボンニュートラルに向けたエネルギー・GXとLPGの今後 [依頼講演] 2024/5/16, 企業内講演会
Y. Sekine Low temperature catalytic methane conversion by surface protonics [招待講演] 2024/4/21-25, 中国厦門, 13th Natural Gas Conversion Symposium
Y. Sekine Surface Protonics Promote Low-Temperature Catalysis [招待講演] 2024/4/18-19, ソウル, The 3rd HYU-WU Joint Workshop on Energy & Environmental Chemistry
関根 泰 カーボンニュートラルに向けたエネルギー・GXとエネルギー・化学分野の今後 [依頼講演] 2024/4/13, 名古屋大講演会

研究員 多辺 由佳

Y. Tabe “Rotation of Chiral LC Droplets Dispersed in Immiscible Solvents under Temperature Gradient” Japan-Italy Liquid Crystal Workshop 2024, Miyazaki (Japan), Sep 4 - 9, 2024 (Invited)
多辺由佳 “線形流が駆動するカイラル液晶の回転” 第75回コロイドおよび界面化学討論会, 仙台, 9月17-19日, 2024年(キーノート講演)
Y. Tabe “Unidirectional Rotation of Cholesteric and Chiral Chromonic LC Droplets under Temperature Gradient” IIS symposium Soft and Liquid Matter Physics (SLMP2025), Tokyo (Japan), March 10 - 13, 2025 (Invited)
渡嘉敷 晴, 新倉 征, 多辺由佳 “油中に分散させたカイラルクロモニク液晶滴の温度勾配下における回転” 富山, 9月11-13日, 2024年(虹彩賞受賞)

研究員 平田 秋彦

Zr₈₀Pt₂₀合金の等温緩和過程における原子クラスターの動的挙動 粉体粉末冶金協会 2024年度春季 第133回講演大会, 東京, 2024.5.23 (一般)
Zr₈₀Pt₂₀合金の等温緩和過程における原子クラスターの動的挙動 日本金属学会 2024年秋期 第175回講演大会, 大阪, 2024.9.19 (一般)
Zr₈₀Pt₂₀金属ガラスの冷却過程における中距離秩序構造の形成 日本金属学会 2025年春期 第176回講演大会, 東京, 2025.3.10 (一般)
Cu-Zr金属ガラスにおける原子クラスターのトポロジ的秩序 日本金属学会 2024年秋期 第175回講演大会, 大阪, 2024.9.18 (一般)
Cu₆₄Zr₃₆金属ガラスにおける原子クラスターのトポロジ的秩序 日本金属学会 2025年春期 第176回講演大会, 東京, 2025.3.9 (一般)
Zn-Au-Yb合金に存在する近似結晶の密度波モデルによる解析 日本金属学会 2024年秋期 第175回講演大会, 大阪, 2024.9.18 (一般)

密度波モデルによる近似結晶の解析 日本金属学会 2025年春期 第176回講演大会, 東京, 2025. 3. 10 (一般)
準結晶形成合金 Zn-Scにおける液体構造の静的・動的特徴 日本金属学会 2024年秋期 第175回講演大会, 大阪, 2024. 9. 18 (一般)
Al-Co-Ni合金におけるプリズム型金属間化合物の結晶学的相関 日本金属学会 2024年秋期 第175回講演大会, 大阪, 2024. 9. 18 (一般)
$\text{Al}_{80}\text{Ni}_{20}$ 液体における短距離秩序構造の幾何学的特徴 日本金属学会 2024年秋期 第175回講演大会, 大阪, 2024. 9. 18 (一般)
密度波モデルによる三次元準結晶の解析 日本金属学会 2024年秋期 第175回講演大会, 大阪, 2024. 9. 18 (一般)
透過型電子顕微鏡を用いたアモルファス Geの局所構造観察 日本金属学会 2025年春期 第176回講演大会, 東京, 2025. 3. 8 (一般)
逆モンテカルロ法による液体FeおよびCuの構造モデリングの検討 日本金属学会 2025年春期 第176回講演大会, 東京, 2025. 3. 8 (一般)
オングストロームビーム電子回折による非晶質物質の構造解析 日本学術振興会 R025先進薄膜表面機能創成委員会 第21回研究会, 京都, 2024. 10. 23 (招待)
オングストロームビーム電子回折による非晶質材料の局所構造解析 不規則系機能性材料研究会, 名古屋, 2024. 10. 30 (招待)
オングストロームビーム電子回折による非晶質材料の局所構造解析 ガラスに関連する分野の最先端研究, 千葉, 2024. 11. 1 (招待)

研究員 細井 厚志

S. Takamura, T. Ito, Y. Kuzuno, A. Kunitomo, A. Hosoi, H. Kawada Investigation of Densification treatment method for CNT yarn The 7th Asian Symposium on Materials and Processing 2024, Paper No. 18, Chennai, India, 5-7/12/2024. 一般
S. Inoue, T. Kondo, S. Tanaka, Y. Kubota, K. Abe, A. Hosoi, H. Kawada Evaluation of Heat Resistance of SiC/SiC Composites Fabricated by Film Boiling Method International Mechanical Engineering & Exposition 2024, Submission No. IMECE-150418, Oregon, America, 17-21/11/2024. 一般
T. Ito, A. Kunitomo, A. Hosoi, H. Kawada Evaluation of Mechanical Properties of Carbon Nanotube Bundles with Functionalized Polymers by Molecular Dynamics Simulations IMECE2024, Submission No. IMECE2024-150420, Oregon, America, 17-21/11/2024. 一般
M. Kikuchi, A. Enomoto, T. Komukai, M. Onizuka, A. Hosoi, H. Kawada Compressive Strength Properties of Cfrp Using Cnt/cf Composite Fibers Fabricated by New Coating Method International Mechanical Engineering & Exposition 2024, Submission No. IMECE2024-150339, Oregon, America, 17-21/11/2024. 一般
T. Miura, H. Kobori, T. Shimizu, A. Hosoi, H. Kawada Development of highly conductive untwisted CNT yarn by bridging and analytical evaluation of electrical properties using first principles calculation 27th International Conference on Composite Structures, Paper No. 1181, Bologna, Italy, 3-6/9/2024. 一般
A. Hosoi, Y. Goto Effect of interface treatment on bonding strength of carbon fiber reinforced PEEK and aluminum alloys Proceedings of 10th International Conference on Mechanics and Materials in Design, Paper No. 38, pp 62-63, Nagoya, Japan, 1-5/9/2024. 一般
A. Hosoi, K. Kometani, H. Kawada Effect of interface microstructure on interlaminar fracture toughness in dissimilar joints of CFRTP and aluminum alloys Proceedings of 13th Asian-Australian conference on Composites Materials, Paper no. 2102, Kyoto, Japan, 27-29/8/2024. 一般
R. Sano, Y. Koga, A. Hosoi, K. Kawahara, H. Matsutani, Y. Takebe, K. Kimoto, H. Kawada Fatigue damage growth of carbon fiber reinforced foam observed by X-ray CT and hybrid NDT methods Proceedings of 21st European Conference on Composite Materials, Vol.8, pp.23-30, Nantes, France, 2-5/7/2024. 一般

A. Hosoi, H. Kawada Enhancement of interlaminar fracture toughness by micro-bridging at crack tip in bonded dissimilar materials Proceedings of 21st European Conference on Composite Materials, Vol.3, pp.506-511, Nantes, France, 2-5/7/2024. 一般
T. Matsuo, Y. Nishi, H. Saito, A. Hosoi, H. Kawada Influence of Self-Heating on Fatigue Life and Matrix Crack Growth of Quasi-Isotropic Carbon Fiber Reinforced Plastic Laminates in Ultrasonic Fatigue Tests Proceedings of 9th International Conference on Very High Cycle Fatigue, pp109-112, Lisbon, Portugal, 26-28/6/2024. 一般
三浦天風, 小松勇樹, 脇 勇一朗, 吉峰千尋, 杉浦直樹, 細井厚志, 川田宏之 「CF/PEEKを用いたスラスト軸受用摺 動材の熱伝導率特性」 3D-09, 2025年2月27日－3月1日. 一般
伊藤拓海, 國友 晃, 細井厚志, 川田宏之 「分子動力学シミュレーションによるCNT/PAA複合糸の強度発現機構」 2B-11, 2025年2月27日－3月1日. 一般
手島星尚, 井上 祥, 久保田勇希, 阿部圭佑, 宇田道正, 細井厚志, 川田宏之 「作製条件が異なる乾式紡糸SiC繊維の機械的特性及び耐熱性に関する評価」 2C-05, 2025年2月27日－3月1日. 一般
細井厚志, 川田宏之 「エネルギー解放率破壊基準による異種シングルラップジョイントの接合強度特性評価」 1D-07, 2025年2月27日－3月1日. 一般
隅 意丸, 佐野隆人, 細井厚志, 河原康太, 松谷浩明, 川田宏之 「CFRFの疲労寿命特性に及ぼす母材樹脂構造の影響における実験の評価」 第16回日本複合材料会議 (JCCM-16), 2A-08, 2025年2月27日－3月1日. 一般
磯貝拓海, 齋藤 暉, 細井厚志, 角田 大, 越田博之 「短繊維アラミド繊維強化プラスチックの疲労寿命特性及び疲労損傷進展挙動の実験的評価」 第16回日本複合材料会議 (JCCM-16), 2C-11, 2025年2月27日－3月1日. 一般
佐野隆人, 古賀雄太, 細井厚志, 河原康太, 武部佳樹, 松谷浩明, 川田宏之 「CFRFの疲労破壊メカニズムの実験的評価および損傷力学を用いた疲労寿命予測」 日本機械学会 第31回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2024), A1-13, 2024年11月1－3日. 一般
齋藤達明, 細井厚志, 川田宏之 「レーザー加工を施したAl合金とCF/PEEK積層板の異種接合強度に及ぼす環境温度の影響」 日本機械学会 第31回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2024), A1-14, 2024年11月1－3日. 一般
高橋悠一郎, 水谷健人, 菊池 舞, 鬼塚麻季, 小向拓治, 細井厚志, 川田宏之 「新たなコーティング法で作製されたCNT/CF複合繊維を用いたCFRPの疲労特性評価」 69th FRP CON-EX2024, P-15, 2024年10月17－18日. 一般
千葉有紗, 榎本淳史, 菊池 舞, 鬼塚麻季, 小向拓治, 細井厚志, 川田宏之 「新たなコーティング法で作製したCNT/CFRPの圧縮強度特性および破壊メカニズム」 69th FRP CON-EX 2024, P-14, 2024年10月17－18日. 一般
齋藤 暉, 細井厚志, 川田宏之 「非破壊検査によるAFRPの疲労破壊メカニズムの解明」 2024年度 第11回ZAIKEN フェスタ, P30, 2024年10月3日. 一般
菅野雄太郎, 細井厚志, 川田宏之 「高密度パルス電流印加による熱間金型用合金鋼の疲労き裂閉口挙動における電流条件の検討」 2024年度 第11回ZAIKEN フェスタ, P31, 2024年10月3日. 一般
陳 昶宇, 細井厚志, 川田宏之 「極低温用途における樹脂基複合材料の機械的性質の評価」 2024年度 第11回ZAIKEN フェスタ, P15, 2024年10月3日. 一般
井上 祥, 細井厚志, 川田宏之, 久保田勇希, 阿部圭佑, 宇田道正 「昇降温サイクル処理を付与したFB法により作製したSiC/SiC複合材料の機械的特性と微細構造の評価」 2024年度 第11回ZAIKEN フェスタ, P14, 2024年10月3日. 一般
大森智也, 田附将史, 細井厚志, 杉浦直樹, 川田宏之 「疲労負荷を受けるエポキシ樹脂の微視的損傷発達の評価」 第49回複合材料シンポジウム, A115, 2024年9月20－21日. 一般

柳谷隆彦 「分極反転 ScAlN 薄膜を用いた高次モード BAW 薄膜共振子」 電子情報通信学会 超音波研究会, 2025年 2 月19日 【招待講演】
T. Yanagitani “Polarization inverted piezoelectric film BAW filters” Asia-Pacific RF & Antenna Forum, 2025年 1 月20日 【招待講演】
T. Yanagitani “Ferroelectric ScAlN thin films for periodically polarization inverted BAW resonators” 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium 【招待講演】
T. Yanagitani “Polarization Inverted ScAlN Multilayer BAW Resonators” IEEE MTT-S Microwave Acoustics & Mechanics (IC-MAM) 【招待講演】
柳谷隆彦 「BAW/SAW フィルタの最近の研究開発動向」 システムデバイスロードマップ産学連携委員会 (SDRJ), 2024年11月15日 【招待講演】
柳谷隆彦 「ScAlN および LiNbO ₃ エピタキシャル圧電薄膜の BAW フィルタ応用の現状」 第85回応用物理学会 秋季学術講演会, 2024年 9 月16日 【招待講演】
K. Ekida, S. Kinoshita, Y. Shimano, T. Yanagitani “Broadband Piezoelectric Thin Film Transformer for Terrestrial Digital Band Rectenna Applications” IEEE IMAS 2024
S. Matsumura, Y. Shimano, T. Yanagitani “SAW Excitation by Periodically Polarization Inverted Structure for Novel RF Filter” IEEE IMAS 2024
H. Uchida, K. Ekida, Y. Shimano, T. Yanagitani “Electromechanical Coupling Coefficient Evaluation Method Using RLC Electric Resonance in the GHz Band” IEEE IMAS 2024
Y. Shimano, T. Yanagitani “Evaluation of GHz Band Q Factor of ScAlN and AlN Films by Pulse-Echo Technique for RF MEMS Device” IEEE IMAS 2024
A. Katsumata, Y. Shimano, T. Yanagitani “Electric field-induced piezoelectricity of epitaxial YSZ and YHfO ₂ thin films” The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium
M. Suzuki, Y. Shimano, T. Yanagitani “Extraction of Mechanical Properties of Acoustic Bragg Reflector in 5.8 GHz Range by GHz Pulse Echo Technique” The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium
M. Matsumura, S. Shibata, T. Yanagitani “Double Mode Type BAW (DMB) Filter based on Polarization-Inverted ScAlN Multilayers SMR” The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium
Y. Shimano, T. Yanagitani “New Method for Evaluating Intrinsic Mechanical Q Factor of ScAlN, AlN, and ZnO Films Using Attenuation Estimation by Pulse-Echo Technique” The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium
S. Kinoshita, Y. Shimano, M. Matsumura, T. Yanagitani “Broadband Piezoelectric Transformer based on 12-layer ScAlN Polarization Inverted Multilayer” The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium
A. Hanai, Y. Shimano, T. Yanagitani “Polarization-Inverted Growth of ScAlN Thin Film by Si doping” The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium

M. Tomioka, S. Tokai, T. Yanagitani "lanar sputtering with rectangular cathode for large area growth of AOGs less Sc _{0.4} Al _{0.6} N thin film" The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium
K. Ekida, Y. Shimano, T. Yanagitani "Planar sputtering with rectangular cathode for large area growth of AOGs less Sc _{0.4} Al _{0.6} N thin film" The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium
W. Shimoyama, Y. Shimano, T. Yanagitani "Acoustic Bragg Reflector Type Resonator using Epitaxial PbTiO ₃ Thin Film" The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium
Z. Lai, Y. Shimano, I. Endo, J. Jia, T. Yanagitani "Development and Characterization of a Concave Lens-Based Piezoelectric Transducer for Acoustic Wave Imaging" The 2024 IEEE Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control Joint Symposium
M. Matsumura, S. Shibata, T. Yanagitani "Double Mode Type BAW (DMB) Filter Based on ScAlN Multilayers SMR Using Polarization-Inversion or Intermediate-Electrodes" IEEE International Conference on Microwave Acoustics & Mechanics 2024
A. Hanai, Y. Shimano, T. Yanagitani "Ferroelectric Hysteresis Properties of Non-Doped AlN SMR" IEEE International Conference on Microwave Acoustics & Mechanics 2024
M. Tomioka, S. Tokai, T. Yanagitani "SMR With Epitaxial Top and Bottom Metal Acoustic Bragg Reflectors as Thick Electrodes" IEEE International Conference on Microwave Acoustics & Mechanics 2024
K. Sano, S. Nagai, Y. Ono, Y. Hayashi, T. Yanagitani "Development of Directly Bonded LiNbO ₃ Plates and Microfabricated Quartz Crystal Structures" IEEE International Conference on Microwave Acoustics & Mechanics 2024
J. Jia, T. Yanagitani "Enhanced Electromechanical Coupling Near the Phase Boundary in Wurtzite (Mg, Zn) O and (Sc, Al) N" IEEE International Conference on Microwave Acoustics & Mechanics 2024
島野耀康, 柳谷隆彦 「超音波パルスエコー法を用いたScAlN, AlN, ZnO膜の機械的Q _m 値評価手法」 第85回応用物理学会 秋季学術講演会
大橋雄二, 櫛引淳一, 戸津健太郎, 花井彩香, 勝又彩馨, 柳谷隆彦, 竹野広晃, 伊東孝洋 「直線集束ビーム超音波材料解析システムによるScAlN薄膜の評価」 第85回応用物理学会 秋季学術講演会
松村桃佳, 柴田真之, 柳谷隆彦 「ScAlN薄膜を用いた分極反転多層構造SMRによる二重モード型BAWフィルタ (DMB)」 第85回応用物理学会 秋季学術講演会
内田拓希, 浴田航平, 島野耀康, 柳谷隆彦 「誘電率 ϵ_T と ϵ_S の差を用いた圧電薄膜の電気機械結合係数 k_{33}^2 の抽出」 第85回応用物理学会 秋季学術講演会
浴田航平, 島野耀康, 柳谷隆彦 「GHz帯RLC電気共振を用いた圧電薄膜の電気機械結合係数 k_{33}^2 の測定」 第85回応用物理学会 秋季学術講演会
富岡美咲, 柳谷隆彦 「電極抵抗低減に向けて上下電極にエピタキシャル金属ブラッグ反射器を採用したSMR」 第85回応用物理学会 秋季学術講演会
島野耀康, 柳谷隆彦 「RFフィルタ用圧電薄膜のGHz帯音響摩擦の評価手法」 電子情報通信学会 マイクロ波研究会
浴田航平, 木下紗里那, 島野耀康, 柳谷隆彦 「地デジ帯レクテナ応用に向けた広帯域圧電薄膜トランス」 電子情報通信学会 マイクロ波研究会

内田拓希, 浴田航平, 島野耀康, 柳谷隆彦 「GHz帯RLC電気共振を用いた圧電薄膜の電気機械結合係数 k_{33}^2 の測定」 電子情報通信学会 マイクロ波研究会
下山 航, 島野耀康, 柳谷隆彦 「GHz帯RFフィルタに向けたチタン酸鉛エピ薄膜共振子」 電子情報通信学会 マイクロ波研究会
島野耀康, 浴田航平, 柳谷隆彦 「多重エコー集約および誘電率の比を用いた基板付き圧電薄膜の電気機械結合係数推定法」 電子情報通信学会 超音波研究会
鈴木元嗣, 島野耀康, 柳谷隆彦 「GHz帯パルスエコー法による音響多層膜単体の縦波および横波機械的通過損失の抽出」 電子情報通信学会 超音波研究会
下山 航, 島野耀康, 柳谷隆彦 「エピタキシャルPbTiO ₃ 薄膜を用いたSMR型BAW共振子」 電子情報通信学会 超音波研究会
松村理司, 花井彩香, 柳谷隆彦 「ScAlN薄膜と純AlN薄膜のGHz帯ヒステリシス特性」 電子情報通信学会 超音波研究会
内田拓希, 柳谷隆彦 「オフ角基板を用いたc軸傾斜エピタキシャルLiNbO ₃ 薄膜SMR」 電子情報通信学会 超音波研究会
内田拓希, 浴田航平, 島野耀康, 柳谷隆彦 「誘電率 ϵ_T と ϵ_S の差を用いた基板付き薄膜共振子の k_{33}^2 推定」 第53回EMシンポジウム
頼 展域, 島野耀康, 遠藤 樹, 柳谷隆彦 「20-90 MHz帯域幅のScAlN厚膜平坦レンズトランスデューサ」 第53回EMシンポジウム
鈴木基嗣, 島野耀康, 遠藤 樹, 柳谷隆彦 「反射率測定を用いた音響電気効果による薄膜の電気機械結合係数の推定」 第53回EMシンポジウム

研究員 山口 勉功

乾式製錬反応の基礎 2024年度製錬・リサイクル研修, 2024.5.16, 招待
溶融フラックス法によるEVモータからのレアアースの回収 電気学会調査専門委員会, 2024.5.29, 招待
廃棄モーターからレアアースを取り出す技術 時代を刷新する会, 2024.9.24, 招待
解体の省力化を試みた高温プロセスによる電動車モータからのレアアースの回収 三重県工業研究所, 2024.11.28, 招待
溶融Mgを用いたTb-Fe合金からのTbの抽出 資源・素材学会 資源・素材2024 (秋田), 2024.9.11, 一般
1273 Kにおける金属銅の硫化挙動と反応速度に関する研究 資源・素材学会 資源・素材2024 (秋田), 2024.9.11, 一般
鉄飽和下におけるAl ₂ O ₃ -TiO _x -CaO-SiO ₂ 系状態図 資源・素材学会 資源・素材2024 (秋田), 2024.9.11, 一般
酸化精製による銀からの銅の除去に関する研究 資源・素材学会 資源・素材2024 (秋田), 2024.9.11, 一般
乾式法による太陽光パネルからの金属シリコンとガラスの分離 資源・素材学会 資源・素材2024 (秋田), 2024.9.11, 一般

量子化学計算に基づいた二酸化炭素の回収・有効利用に向けたシリコン廃棄物の活用 資源・素材学会 資源・素材2024（秋田），2024.9.11，一般
CuOを用いたSiC製ディーゼルバキュレートフィルタのスラグ化 日本金属学会 2024年秋期大会，2024.9.18，一般
Na ₂ B ₄ O ₇ 系フラックスを用いたSm-Co磁石からのレアアースの分離・回収 日本金属学会 2024年秋期大会，2024.9.18，一般
シリコン固体還元によるドロマイトからの金属マグネシウムの製造 日本金属学会 2024年秋期大会，2024.9.18，一般
M. Cai, T. Murata, K. Yamaguchi Oxidation removal of antimony from the liquid Ag-Sb alloy using the Na ₂ O-SiO ₂ slag in air Earth 2024, 2024. 11. 1, 一般
M. Ishikawa, T. Murata, K. Yamaguchi Oxygen partial pressure behavior between FeOx-SiO ₂ slag and the liquid Cu-Pb alloys with solid iron saturation Earth 2024, 2024. 11. 1, 一般
T. Murata, H. Mizuno, K. Yamaguchi Effect of bromine on the solubility of silver in the FeOx-SiO ₂ -CaO slag at 1473 K Earth 2024, 2024. 11. 1, 一般
Biを用いたTb-Fe合金からのTbの液体金属抽出 日本鉄鋼協会 2025年春季大会，2025.3.19，一般
炭素飽和下でRE _x O _y -Al ₂ O ₃ -SiO ₂ -Na ₂ B ₄ O ₇ 系スラグを用いた電動車モータからのレアアース，鉄の分離回収に関する研究 資源・素材学会 2025年度春季大会，2025.3.12，一般

研究員 山本 知之

T. Yamamoto, M. Hirano, D. Nematov, A. Burkhonzoda, Z. Umar, M. G. Brik Investigation of local environment of 3d transition elements in phosphor materials 12th International Conference on Luminescent Detectors and Transformers of Ionizing Radiation, June 16-21, 2024, Riga, Latvia
T. Koikawa, Y. Shimazaki, T. Yamamoto Enhancement of up-conversion luminescence intensity of Er-doped oxide by co-doping technique 11th International Workshop on Advanced Materials Science and Nanotechnology, September 22-25, 2024, Danang, Vietnam
T. Yamamoto and M. G. Brik First principles calculations and machine learnings for optical materials 2 nd International School on Smart Light Conversion Materials and Technology, November 23-25, Chongqing, China
T. Yamamoto, D. D. Nematov, A. S. Burkhonzoda, F. Shokir, M. G. Brik Phase Stability and Electronic Structure of Tri-Halide Perovskites 7th International Conference on the Physics of Optical Materials, August 26-30, 2024, Becici, Montenegro
Y. Shimazaki, T. Koikawa, M. G. Brik, T. Yamamoto Effect of rare earth co-doping on UC luminescence intensity in CaSnO ₃ : Er 7th International Conference on the Physics of Optical Materials, August 26-30, 2024, Becici, Montenegro
T. Koikawa, Y. Shimazaki, M. G. Brik, T. Yamamoto Up-Conversion Luminescence from Ca ₂ SnO ₄ : Er 7th International Conference on the Physics of Optical Materials, August 26-30, 2024, Becici, Montenegro
S. Osaki, H. C. Nguyen, M. G. Brik, T. Yamamoto Estimation of luminescence properties of red phosphors doped with 3d transition metals by machine learning 11th International Workshop on Advanced Materials Science and Nanotechnology, September 22-25, 2024, Danang, Vietnam
G. Sato, M. Okumura, A. Hirata, and T. Yamamoto Elucidation of quasicrystal formation mechanism in noble metal doped Zr-Cu metallic glasses by machine learning molecular dynamics simulations 11th International Workshop on Advanced Materials Science and Nanotechnology, September 22-25, 2024, Danang, Vietnam
T. Yamamoto, M. Hirano, D. Nematov, A. Burkhonzoda, Z. Umar, M. G. Brik Geometrical and Electronic Structures of Red Phosphors Doped with 3d Transition Metals PRiME2024, October 6-11, 2024, Honolulu, USA

T. Koikawa, M. G. Brik, T. Yamamoto Influence of Alkaline-Metals Co-Doing on Luminescence Intensity of Er-Doped Up-Conversion Oxide Phosphors PRiME2024, October 6-11, 2024, Honolulu, USA
S. Osaki, G. Sato, M. Nakamura, K. Kimura, and T. Yamamoto Estimation of the Mechanical Properties of High Entropy Alloys Using Quantum Circuit Learning 第34回日本MRS年次大会, 2024/12/16-18, 神奈川
Z. Chen, G. Sato, T. Yamamoto Prediction of Radiation Resistance Properties of High Entropy Alloys Using Machine Learning 第34回日本MRS年次大会, 2024/12/16-18, 神奈川
H. Hiraishi, H. C. Nguyen, M. G. Brik and T. Yamamoto Prediction of Physical Properties of Garnet-Type Structured Compounds by Machine Learning 第34回日本MRS年次大会, 2024/12/16-18, 神奈川
森本拓実, 河鱈一彦, 山本知之 骨伝導音測定による骨強度評価法の検討 第45回バイオメカニズム学術講演会, 2024/12/7-8, 東京
森本拓実, 河鱈一彦, 山本知之 機械学習を用いた骨強度評価モデルの検討 日本機械学会 スポーツ工学・ヒューマンダイナミクス部門講演会2024, 2024/11/15-17, 神奈川
平石遥輝, Nguyen Hai Chau, 山本知之 機械学習によるガーネット型構造化合物の物性値予測 日本金属学会 2024年秋期(第175回)講演大会, 2024/9/18-25, 大阪
平野 萌, Z. Umar, D. Nematov, A. Burhonzoda, 山本知之 Mn添加RE₂MgTiO₆の蛍光特性評価 日本金属学会 2024年秋期(第175回)講演大会, 2024/9/18-25, 大阪
嶋田 翔, 廣本祥子, 山本知之 純Mg表面での炭酸アパタイト被膜の形成メカニズムの検討 日本金属学会 2024年秋期(第175回)講演大会, 2024/9/18-25, 大阪
鯉川智生, 山本知之 CaSnO₃:Erのアップコンバージョン発光強度に及ぼすアルカリ金属添加の影響 日本セラミックス協会年会, 2025/3/5-7, 静岡
新宮やよい, 廣本祥子, 山本知之 純Mg, AZ系Mg合金および純Alの新生面の分極挙動の検討 第71回材料と環境討論会, 2024/11/13-15, 沖縄
福田涼介, 土井康太郎, 廣本祥子, 山本知之 6000系および7000系Al合金の不働態皮膜の保護性能と再不働態化挙動 第71回材料と環境討論会, 2024/11/13-15, 沖縄
佐藤元紀, 平田秋彦, 奥村雅彦, 山本知之 機械学習分子動力学を用いた貴金属添加Zr₇₀Cu₃₀金属ガラスの準結晶形成機構の検討 第38回分子シミュレーション討論会, 2024/12-4, 兵庫
塚崎壮輔, 奥村雅彦, 山本知之 MAPbI₃ペロブスカイト中での有機分子の回転運動評価 第38回分子シミュレーション討論会, 2024/12-4, 兵庫

プロジェクト研究（共同研究）

大木 義路 研究室	92
酒井 潤一 研究室	93
菅原 義之 研究室	94
菅原 義之 研究室・門間 聡之 研究室・ 本間 敬之 研究室	95
山口 勉功 研究室	96

大木義路研究室

実機材料等を活用した経年劣化評価・検証（電気・計装設備の健全性評価研究）

原子力発電所から撤去されたケーブルや格納容器内外のケーブルを接続する電気ペネトレーションなどに使われている高分子絶縁体について、種々の特性を分析し、実際の原子力環境下における劣化機構を探る我国では初であり、世界的にも注目されている研究である。研究成果として、従来の加速試験法の問題点や水蒸気曝露がそれ以前の放射線照射による劣化を軽減する、あるいは逆に事前の放射線照射による架橋が水蒸気曝露による加水分解を抑えるといった事実、さらには、実際に原子力発電所で長期間経年されたケーブルの高分子絶縁体が、未經年の同種のケーブルの高分子絶縁体よりも遥かに高い絶縁健全性を示すと言った、国の原子力規制に影響を及ぼす新しい知見を次々と明らかにしている。2024年度の一年間に限っても、8件の表彰を受けるなど、国内外から注目されている。

- 1) 2024年1月1日からの1年間における査読付き学術論文誌掲載論文4編（うち大木が筆頭著者3編）、他大木が筆頭著者査読付き学術論文投稿中1編
1. Yoshimichi Ohki, Naoshi Hirai, Kosuke Sato, and Yasuhiro Tanaka, "Heating-assisted Current Integration Method as a Tool for Evaluating the Leakage Current in Cable Insulation," IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., vol. 31, no. 3, pp. 1185-1192, June 2024. DOI: 10.1109/TDEI.2024.3355871. (Open Access)
2. Yoshimichi Ohki and Naoshi Hirai, "Tools for Condition Monitoring of Polymeric Electrical Insulating Materials," IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., vol. 31, no. 6, pp. 3294-3302, Dec. 2024. DOI: 10.1109/TDEI.2024.3385350. (Open Access)
3. Yoshimichi Ohki "Attracted to Dielectric Materials Research," IEEE Electrical Insulation Magazine, vol. 40, no. 5, pp. 6-22. Sept. 2024. DOI: 10.1109/MEI.2024.10646181.
4. Zhen Li, Ji Liu, Yoshimichi Ohki, George Chen, and Shengtao Li, "Surface flashover in 50 years: II. Material modification, structure optimisation, and characteristics enhancement," High Voltage, 1-36 (2024). DOI: 10.1049/hve2.12489.
- 2) 2024年度国際会議発表論文4編（全てを大木が発表）
1. Yoshimichi Ohki, Naoshi Hirai, and Yasuhiro Tanaka, "Increase in Electrical Resistance of Rubber-Containing Epoxy Resin by Heat and Radiation," 2024 IEEE 5th International Conference on Dielectrics (ICD), June 30-July 4, 2024, Toulouse France. DOI: 10.1109/ICD59037.2024.10613299.
2. Yoshimichi Ohki, Naoshi Hirai, and Yasuhiro Tanaka, "Property Improvement of Electrical Insulating Rubbers by Thermal and Radiation Stresses," 14th IEEE International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials, Aug. 4-7, 2024, Phuket, Thailand. DOI: 10.1109/ICPADM61663.2024.10750570.
3. **Keynote Speech** Yoshimichi Ohki, "Research on Dielectric Behavior by Broadband Dielectric Spectroscopy and Electric Modulus," 14th IEEE International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM2024), Aug. 4-7, 2024, Phuket, Thailand. DOI: 10.1109/ICPADM61663.2024.10750575.
4. **Invited** Yoshimichi Ohki, Naoshi Hirai, and Yasuhiro Tanaka, "Current Integration Method, an Innovative Tool for Examining the Insulation Integrity of Electric Cables," 2024 International Conference on Condition Monitoring and Diagnosis, Oct. 20-24, 2024, Gangneung, Korea. DOI: 未定.
- 3) 2024年度国内学会発表論文15編（予定を含む。うち12編を大木が発表、記載省略）
- 4) 分担執筆
電気学会技術報告第1575号「パワーモジュールの電気絶縁信頼性・材料開発・絶縁技術の動向」, 2024年9月12日発刊
- 5) 表彰
2024年度に学術院運営委員会において8件の表彰が報告されている。
主な賞 米国電気電子学会誘電・絶縁部門学会 Thomas W. Dakin Distinguished Technical Contributions Award

酒井潤一研究室

金属・鉄鋼系社会基盤材料に関する研究

「日本学術振興会（JSPS）リスクベース設備管理第180研究委員会」の継続研究プラットフォームとして設置された（公社）腐食防食学会 研究専門委員会「腐食現象のリスクベースマネジメント分科会」での活動を中心として、社会基盤材料、装置の劣化予測、劣化防止などに関する研究を実施した。

活動の一環として、腐食防食学会主催第199回腐食防食シンポジウム：主題「リスクベースマネジメント（RBM）の展開」¹⁾を開催し、研究成果を開示し、討議した。RBMの概念は、もともと、石油精製、石油化学の分野で導入されてきた。この概念を社会インフラなど、他分野へ展開し、課題の抽出、解決方法の提示などを進めてきた。シンポジウムテキストとして、これまでの研究成果を取りまとめた成書^{2~3)}を用いた。さらに、今回のシンポジウム成果を成書（仮題：「腐食現象へのリスクベースマネジメントの展開」）を準備中である。

また、脱炭素社会を目指す一環として、高炉製鉄での水素利用や電炉製鉄への転換が検討されている状況を踏まえ、従来、詳細な特性が明らかとなっていない電炉材に着目して、配電分野への適用を視野に入れ、その特性評価の取り組みを開始した。現状、想定以上に電炉材がすぐれる可能性があることなどが解明しつつある。

参考資料：

- 1) RBM分科会：第199回腐食防食シンポジウム報告，「リスクベースマネジメント（RBM）の展開」，材料と環境，vol.73，215（2024）
- 2) 日本学術振興会・産学連携第180委員会：リスクベースメンテナンス入門（養賢堂，2017）
- 3) 日本学術振興会・産学連携第180委員会：リスクベースメンテナンスにおける影響度評価（養賢堂，2020）

菅原義之研究室

電極触媒は、水の分解による水素製造や亜鉛空気電池などにおける電極での酸化還元反応において、重要な役割を果たす。特に、遷移金属を添加した炭素材料は、遷移金属が供給する多くの活性点による高い触媒活性と炭素質マトリクスによる高い電気伝導性が期待できる材料である。電極触媒として利用するためには、高い比表面積が望まれることから、炭素マトリクスへの細孔の導入による多孔質化が望まれる。そこで本年度は、NiFeナノ粒子を含む窒素ドーブ多孔質炭素の作製を行った。

金属源として金属塩あるいは金属錯体を、炭素源として素ポリドーパミンを用い、テンプレートとして2種類の界

面活性剤を添加し、得られた前駆体を熱分解することで、NiFeナノ粒子を含む多孔質炭素を作製した。ドーパミン中の窒素がマトリクス構造中に組み込まれていた。得られた生成物の酸素発生反応に対する活性を評価した。

学会発表

Y. Li, Y. Guo, Y. Yamauchi, Y. Sugahara, "Bimetallic CoFe Nanoparticles Embedded in Hierarchically Meso-Macroporous N-Doped Carbon Nanospheres As Electrocatalyst for Excellent Oxygen Reduction Reaction", Pacific Rim Meeting on Electrochemical and Solid State Science, Hawaii, October 2024.

菅原義之研究室・門間聰之研究室・本間敬之研究室

全固体フッ化物電池の作製プロセスの開発を進めた。圧粉形成法を用いたペレットタイプの全固体電池が、研究レベルでの評価用セルとして一般的に作製されてきたが、本研究では、実用レベルを見越して、従来のリチウムイオン二次電池で採用される塗工プロセスによるシート型全固体電池作製プロセスの開発を行った。具体的には、正極シート作製、負極または対極シート作製、全固体電解質シート作製法の検討を行い、最終的に従来の塗工プロセスによるシート型全固体電池で充放電作動を実証した。

亜鉛負極電池では、充放電サイクル時の劣化要因分析をおこなった。インピーダンス法を用いて正極に用いられる電解二酸化マンガンの劣化要因を導電性、分散性、合剤電極作製プロセス面からアプローチした。ラミネートセルでインピーダンス測定した際のインダクタンス成分として

は、集電部による外的要因であることを見出した。最終目標である5Ah級セルを現状仕様で作製した合剤電極積層し、ラミネートセルにて5Ahの放電容量を達成できた。また、充放電サイクル過程で生じる亜鉛負極表面の不動態化を抑制する電解液開発とそのための添加剤作用機構解析にも取り組んだ。ここでは特に、当拠点で開発した高精度ラマン分光測定用電気化学反応系を適用することによって亜鉛負極表面の化学状態を電極作動条件下でその場測定し、電極表面における添加剤の挙動を解析した。検討の結果、不動態化抑制に効果的な添加剤種とその最適濃度を特定すると共に、反応亜鉛種との相互作用に関連付けてその作用機構を提案でき、電解液設計に資する開発指針を導出できた。

山口勉功研究室

電気自動車やとプラグイン形式を含むハイブリッド車などの環境対応の電動車の普及が進んでいる。電動車の駆動用や発電用のモータには、希少金属であり、産出国が中国など限定されているネオジム、ジスプロシウム、テルビウムなどのレアアースを使用したネオジム磁石が利用されている場合が多い。日産ノートe-POWER（2016年モデル）の駆動モータのマテリアルバランスを表1に示す。モータシャフト・コアなどの鉄系材料、ハウジング、カバーなどのアルミニウム系材料、銅線の銅系材料、磁石のレアアース系材料などで構成されている。日産ノートe-POWER（2016年モデル）の駆動用ロータ1台の質量は約15.1kgであり、表1に示した1.75kg程度のネオジム磁石と鉄系材料約13.4kgで構成されている。

著者らは試薬を用いた数グラム程度のビーカースケールの実験結果に基づき、実際のEVロータを対象とした研究を、各務記念材料技術研究所が現有する100kg溶解可能な高周波誘導炉を使用して実施している。試薬を用いた1400℃の実験により得られた $\text{Nd}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系の急冷試料の断面写真と反射電子像を図1に示す。反射電子像より均一液体であることがわかる。よって、EV

ロータに含有されるレアアースを酸化し、 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系のフラックスを用いて、溶解できることがわかった。

ビーカースケールの実験結果に基づき、材研の100kg高周波溶解炉を使用し、1/16スケールに切り出したEV駆動用ロータを $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系のフラックスを用いて1400℃で溶解した。図2に溶解後の試料の断面写真を示す。レアアースが濃縮されたスラグ相とレアアース濃度が0.02mass%以下のFe-C系合金に密度差で分離していることが確認された。回収されたレアアース含有スラグにシュウ酸塩沈殿法の湿式法を適用することにより、99.8 mass%のレアアース複合酸化物を得ることができた。このようなEVモータからのレアアース回収技術の研究成果は、次の特許や学会誌での発表に繋がっている。

1. 新規PCT国際出願，基礎出願：特願2024-014088，出願人：日産自動車株式会社・学校法人早稲田大学，出願日2025年2月1日
2. 山口勉功，小川和宏：溶解フラックス法を用いたEVモータからのレアアースの分離回収，分離技術，55（2025）

表1 駆動モータのマテリアルバランス

	Fe系	Al系	Cu系	Nd系	プラスチック	その他
質量/kg	27.7	14.5	5.49	1.75	0.18	1.75
割合/mass%	54	28	11	3.4	0.3	3.4



図1 $\text{Nd}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 系の急冷試料の断面写真と反射電子像



図2 100kg溶解炉でEV駆動用ロータを用いた溶解した試料の断面写真

共同利用・共同研究拠点

2024年度

「環境整合材料基盤技術共同研究拠点」事業報告 98

2024年度

「環境整合材料基盤技術共同研究拠点」成果報告 108

共同利用・共同研究拠点「環境整合材料基盤技術共同研究拠点」事業報告

0. はじめに（文部科学省ホームページより抜粋 https://www.mext.go.jp/a_menu/kyoten/）

共同利用・共同研究拠点 Joint Usage / Research Center 概要

我が国の学術研究の発展には、個々の大学の枠を越えて大型の研究設備や大量の資料・データ等を全国の研究者が共同で利用したり、共同研究を行う「共同利用・共同研究」のシステムが大きく貢献してきました。共同利用・共同研究は、従来、国立大学の全国共同利用型の附置研究所等を中心に推進されてきましたが、我が国全体の学術研究の更なる発展のためには、国公立大学を問わず大学の研究ポテンシャルを活用し、研究者が共同で研究を行う体制を整備することが重要です。

このため、文部科学省では、科学技術・学術審議会学術分科会研究環境基盤部会の報告を踏まえ、平成20年7月に、学校教育法施行規則を改正し、国公立大学を通じたシステムとして、新たに文部科学大臣による共同利用・共同研究拠点の認定制度を設けました。

本制度の実施により、広範な研究分野にわたり、共同利用・共同研究拠点が形成されるなど、我が国の学術研究の基盤強化と新たな学術研究の展開が期待されます。

1. 事業の目的

各務記念材料技術研究所はこれまで

- ① 幅広い材料の基盤技術に関する先導的な学術的研究拠点としての役割
- ② 多数の先端的な分析装置や試料作製装置の保有と、多数のスタッフによる管理・共同利用の運営
- ③ 幅広い材料分野の研究者・技術者との情報・ノウハウの共有とネットワークの構築

という特徴を持った研究所として活動してきた。

このような蓄積を生かしつつ、新たに「環境整合材料分野」に特化した研究所として生まれ変わり、

- (a) 環境に優しい構造材料・機能性材料の基盤技術およびその材料物性の学理を確立し、革新的な環境整合材料の創製を目指す。
- (b) 様々な材料分野の研究者に対して、環境整合材料の研究テーマの基に共同研究・共同利用を推進し、その中で材料技術研究所の設備・装置、およびそれらの操作のノウハウを提供することによって、我が国における材料創製と評価に関する基盤技術の発展に大きく寄与する。
- (c) 様々な材料分野の研究者に対して、環境整合材料の観点から学術的な交流の場を提供し、材料技術に関する異分野融合を積極的に推進する。

2. 拠点の全体計画

本研究拠点で実施される環境整合材料研究は、上記の「長寿命化」「リサイクル」「省エネルギー」の3つの方向性に基づいて行われる。具体的な研究テーマの例は、以下の通りである。

(1) 長寿命化

- ・様々な材料の疲労・劣化機構をミクロ・マクロな観点から解明し、材料の長寿命化を達成する
- ・様々なプロセス技術・合成技術を用いて、長寿命材料を創製する
- ・損傷治癒技術や自己修復機能により老朽化した材料の長寿命化を図る

(2) リサイクル

- ・製品となった材料から希少元素のリサイクルを行う技術を開発する
- ・生分解性材料などの「環境にやさしい」材料を開発する
- ・分離・吸着機能を有する材料を開発し、有害物質除去・リサイクルへ応用する

(3) 省エネルギー

- ・構造材料を軽量化・強靱化することによって省エネルギーに資する
- ・エナジーハーベスティングを目指した新規熱電・圧電素子を開発する
- ・超省電力の半導体デバイスを開発する
- ・新しい蓄電池の開発と評価を行い、再生可能エネルギーを用いる発電の平準化に資する

これら研究テーマが縦糸であるのに対して、横糸としての研究グループとして

- ① 「環境整合構造材料・プロセス」グループ
- ② 「環境整合機能性材料」グループ

③ 「環境整合材料物性」グループ

を設置し、それぞれの研究手法を用いて各テーマを研究する。さらに、環境整合材料全般についての解析、評価を行い、長寿命、リサイクル、省エネルギーそれぞれの評価度因子の確立を目指すためのグループとして

④ 「環境整合材料の設計・評価」グループをおく。

各グループの研究員が公募に基づく共同研究を受入れることによって、研究テーマを縦糸とした異分野間の融合（横糸）によるシナジー効果を積極的に推進する。これにより、環境に整合した構造材料と機能性材料の基盤技術、および材料物性科学の学理を確立し、革新的な環境整合材料の創製を目指す。

3. 事業の運営

〔共同利用・共同研究拠点運営委員会〕

各務記念材料技術研究所所長のもとに材料技術研究所共同利用・共同研究拠点運営委員会（以下運営委員会と省略）を置く。運営委員会は本研究所に所属する学内委員5名、関連する研究コミュニティから学外委員5名により構成されるものとし以下の事項を審議する。なお委員構成の特徴として、学外委員には企業の研究者も含むものとする。運営委員会の役割は以下の通りである。

- (1) 共同利用・共同研究拠点の運営に関する事項
- (2) 共同利用・共同研究の企画、公募及び採択に関する基本方針
- (3) 共同利用・共同研究の成果公表に関する基本方針
- (4) 研究コミュニティとの情報収集・情報発信に関する事項
- (5) その他共同利用・共同研究拠点に関する重要事項

年3回開催

2024年度 第1回	2024年4月25日（木）	メールによる持ち回り
2024年度 第2回	2024年6月25日（火）	13:00～Zoom利用によるオンライン会議
2024年度 第3回	2025年1月17日（金）	メールによる持ち回り

〔共同利用・共同研究拠点実行委員会〕

運営委員会のもと共同利用・共同研究課題の公募、採択、成果の評価・公開等を円滑に実行するため、共同利用・共同研究拠点実行委員会（以下「実行委員会」と省略）を設置する。実行委員会は本研究所に所属する学内委員4名、関連する研究コミュニティから学外委員4名により構成される。実行委員会は、運営委員会より材料技術研究所所長に答申された共同利用・共同研究拠点の運営方針に沿って以下の事項を審議する。

- (1) 共同研究における重点課題に関する事項
- (2) 共同利用・共同研究課題の公募に関する事項
- (3) 共同利用・共同研究課題の採択に関する事項
- (4) 共同利用・共同研究課題の成果評価、報告および公表に関する事項
- (5) その他共同利用・共同研究の実施に関する事項

年3回開催

2024年度 第1回	2024年4月5日（金）	13:00～Zoom利用によるオンライン会議
2024年度 第2回	2024年7月2日（火）	15:00～Zoom利用によるオンライン会議
2024年度 第3回	2025年1月28日（火）	メールによる持ち回り

その他、共同利用申請等に対し電子決裁で対応した。

4. 事業の実績

(1) 材料科学連続セミナーの実施 ※2024年度からの新たな取り組み

A. 材料科学連続セミナーの概要

材料研究における計算材料科学の重要性の高まりを受け、2021年度から2023年度までオンラインによる計算材料科学連続セミナーを開催した。この経験を活かし、2024年度からはより幅広い材料分野を対象とし、第一線の研究者の知見や技術を共有して材料研究のボトムアップを目的とした、オンラインの「材料科学連続セミナー」を開催した。

B. セミナーの詳細

電子材料第1シリーズ「交替磁性体の現状と展望」

第1回「交替磁性体の電子状態と交差相関」

中 惇（東京電機大学 准教授）

1月21日（火） 10:00～18:00

参加人数：参加人数：66名〔内訳〕学内5，学外57（大学38，企業等10，研究機関9），講師他4

第2回「第一原理計算とX線分光法による交替磁性体材料の探索」

播木 敦（大阪公立大学 准教授）

1月30日（木） 10:00～18:00

参加人数：45名〔内訳〕学内6，学外35（大学21，企業等9，研究機関5），講師他4

ソフトマター第1シリーズ「液晶の物理学」

講師（全4回）：折原 宏（北海道大学 電子科学研究所 客員研究員／北海道大学 名誉教授）

第1回「液晶の弾性論とその応用」

1月29日（水） 13:00～18:00

参加人数：56名〔内訳〕学内13，学外40（大学19，企業等20，研究機関1），講師他3

第2回「液晶の流体力学とその応用（前編）」

2月12日（水） 13:00～18:00

参加人数：48名〔内訳〕学内9，学外36（大学18，企業等18），講師他3

第3回「液晶の流体力学とその応用（後編）」

2月26日（水） 13:00～18:00

参加人数：34名〔内訳〕学内7，学外24（大学13，企業等11），講師他3

第4回「液晶のシミュレーション」

3月12日（水） 13:00～18:00

参加人数：28名〔内訳〕学内7，学外19（大学10，企業等9），講師他2

(2) ZAIKEN CAFÉの実施 ※2024年度からの新たな取り組み

A. ZAIKEN CAFÉの概要

幅広い材料研究の各分野から若手研究者に最新の研究内容を話してもらい，参加者が材料分野の様々なトピックについて学ぶとともに，発表者にとっても異分野を含む研究者との質疑応答を通じて，研究のさらなる進展と深化を図ることを目的としたオンライントークを開催。

B. ZAIKEN CAFÉの詳細

第1回（2024年6月6日）

1. Kun Zhou 早稲田大学 理工学術院 創造理工学研究科 地球・環境資源理工学専攻 修士課程
「The application of physical separation to the fertilizer use of sewage sludge ash」
2. 小河 脩平 高知大学 農林海洋科学部 海洋資源科学科 海底資源環境学コース 准教授
「鉄触媒を用いた低温でのCO₂水素化」

第2回（2024年7月11日）

1. 黒野 陽斗 静岡大学 工学部 電子物質科学科 修士課程
「CNT熱糸及び14cm長CNTの熱伝導特性」
2. 村松 佳祐 信州大学 先端材料研究所 助教
「スルフィド分子を硫黄源とした金属水酸化物の直接硫化反応」

第3回（2024年9月19日）

1. 加藤 聖也 東京海洋大学 海洋資源エネルギー学部門 環境化学工学研究室 修士課程
「坑廃水中のMn沈殿処理における錯イオン形成の影響評価」
2. 沖村 泰彦 早稲田大学 理工学術院 創造理工学部 総合機械工学科 助教
「生型を用いた鋳鉄および鋳鋼鋳造時の冷却過程における鋳物反り変形と鋳型拘束力の連続的測定」

第4回（2024年10月10日）

1. 日下部 颯也 東邦大学 理学部 物理学科 修士課程
「正方格子を有する磁性トポロジカル半金属 RAgSb_2 (R=希土類) の輸送特性について」
2. 三瓶 大志 早稲田大学 理工学術院 先進理工学研究科 応用化学専攻 博士課程
「ポリオキソメタレート反応性の制御に向けた理論化学的検討」

第5回（2024年11月7日）

1. 白坂 仁 静岡大学 大学院総合科学技術研究科 修士課程
「多層カーボンナノチューブの直径と構造欠陥が引張強度に及ぼす影響の検討
～超音波キャビテーションを利用した強度評価とSEM内引張試験による強度評価～」
2. 高谷 雄太郎 東京大学 大学院工学系研究科 システム創成学専攻 准教授
「NCM系正極材の再生に関する新しい試み」

第6回（2024年12月12日）

1. Cordova Mauricio 早稲田大学 理工学術院総合研究所 次席研究員
「Research on resources recovery from process wastewater and spent lithium ion batteries」
2. 猪崎 哲郎 鹿児島大学 大学院理工学研究科 修士課程
「コランダム型 Ti_2O_3 の元素置換効果」

第7回（2025年1月9日）

1. 若井 悠貴（材研研究奨励生） 早稲田大学 理工学術院 基幹理工学研究科 材料科学専攻 博士課程
「金属用3Dプリンタの造形プロセスを直接観察すると何が分かるのか？」
2. 熊木 拓海（材研研究奨励生）
早稲田大学 理工学術院 創造理工学研究科 総合機械工学専攻 博士課程
「Al-Mg系合金における金属間化合物が凝固割れ感受性に及ぼす影響」

第8回（2025年2月6日）

1. 土田 菜摘（材研研究奨励生） 早稲田大学 理工学術院 基幹理工学研究科 材料科学専攻 博士課程
「球状初晶を有したAl-Si合金が溶融しセミソリッド状態になるまで」
2. 古賀 政志 東京都市大学 大学院総合理工学研究科 電気・化学専攻 博士課程
「一軸加圧焼結SUS316L/h-BNコンポジット材料の熱伝導特性」

参加延べ人数：131名（学内65名・学外66名）

(3) 共同研究・共同利用のさらなる推進

A. 公募に基づく共同研究（長期）と共同利用（短期）の運営

○共同研究（長期）

2024年1月23日（火）に拠点運営委員会、2024年1月29日（月）に拠点実行委員会を開催し、2024年度も昨年度と同様に年間15～20件程度の採択を目標に公募を行うこととした。

重点課題については、2021年度より「長寿命化」「リサイクル」「省エネルギー」の3つの柱と「プロセス」「構造」「物性」の3つの内容を掛け合わせた3×3のマトリックス表で示し、重点を置く分野を選択する方式を採用してきたが、「リサイクル」分野の申請が伸び悩んでいることを受け、拠点運営委員会および実行委員会にて協議を重ねた結果、より幅広い申請に対応できるよう「4R（Reduce, Reuse, Recycle, Replace）」に変更した。

	(Ⅰ) 長寿命化 Prolongation of service life	(Ⅱ) 4R Reduce, Reuse, Recycle, Replace	(Ⅲ) 省エネルギー Energy saving
(A) プロセス Processes	I - A	II - A	III - A
(B) 構造 Structures	I - B	II - B	III - B
(C) 物性 Properties	I - C	II - C	III - C

2024年2月8日(木)に、ホームページを通じて公募を開始し、2024年3月8日(金)に締切、18件の応募があった。拠点実行委員会にて審査・協議の結果、以下18件を採択した。2024年4月8日(月)に採択通知をメールにて送付。(研究期間は2024年4月8日(月)～2025年3月31日(月))

採択一覧

課題 番号	研究課題名 所属・職名・研究代表者名	重点 課題
02401	「ポリオキシメタレート物の物性予測システム構築を基盤とした高効率物質変換反応の開発」 高知大学 教育研究部総合科学系 複合領域科学部門 教授 上田 忠治	III - A III - B III - C
02402	「Investigation of Engineered Cation Disorder as an Alternative to Alloying in New Materials Development」 University of Hawaii at Manoa Associate Dean Steven M. Durbin	III - A III - B III - C
02403	「その場観察TEMを用いた硫化物系固体電解質の微細構造解析」 大阪公立大学 大学院工学研究科 教授 森 茂生	III - B
02404	「多層カーボンナノチューブの引張強度におよぼす欠陥量の影響の電子顕微鏡内引張試験による評価」 静岡大学 工学領域機械工学系列 教授 島村 佳伸	III - B III - C
02405	「汚泥焼却灰の肥料化におけるプロセス効率化のためのリン化学構造解析」 九州大学 大学院工学研究院 地球資源システム工学部門 助教 小山 恵史	II - A II - B
02406	「環境整合的なマルチ機能性ハイブリッド材料の創成に関する研究」 東京都市大学 理工学部 応用化学科 教授 宗像 文男	I - C III - C
02407	「トポロジカルジントル相の熱電特性」 東邦大学 理学部 講師 鈴木 健士	III - C
02408	「リサイクル鋼材を溶解した環境整合型鋳鉄材料の組織制御に関する研究」 岩手大学 理工学部 教授 平塚 貞人	II - A
02409	「使用済みリチウムイオン電池中におけるアルミニウム集電箔の劣化要因検討」 東京大学 大学院工学系研究科 システム創成学専攻 教授 高谷 雄太郎	II - A II - B
02410	「海洋性微生物反応を介した硫化鉱物の生成・分離プロセスの検討」 東京海洋大学 海洋資源エネルギー学部門 准教授 淵田 茂司	II - A
02411	「Experimental and first-principles studies of the electronic properties of dopants in optical materials」 Centre of Excellence for Photoconversion, Vinča Institute of Nuclear Sciences -National Institute of the Republic of Serbia, University of Belgrade, Belgrade, Serbia Professor Mihail G. Brik	III - B III - C
02412	「カーボンナノチューブ成長触媒の超長寿命化に向けた触媒挙動解析」 静岡大学 工学領域電子物質科学系列 教授 井上 翼	III - A III - B
02413	「Data analysis and machine learning based prediction of mechanical and physical properties for the development of energy saving materials」 Vietnam National University, University of Engineering and Technology Associate Professor Nguyen Hai Chau	I - B I - C III - B III - C
02414	「軌道分子相関を有する強相関電子系物質の基礎物性」 鹿児島大学 理工学研究科 准教授 奥田 哲治	III - C

課題 番号	研究課題名 所属・職名・研究代表者名	重点 課題
02415	「Doped alloys and halide perovskites for multifunctional applications」 Vietnam National University, University of Engineering and Technology Professor Nam Nhat Hoang	Ⅲ－B Ⅲ－C
02416	「Photoactive nanocomposites for the inactivation of multi drug resistant pathogens」 University of Orléans (France) Associate Professor Régis Guégan	I－B Ⅱ－A Ⅱ－B
02417	「Development of stable inorganic lead-free halide perovskites for the solar cells」 S.U. Umarov Physical-Technical Institute, National Academy of Sciences of Tajikistan Dr. / Head of Department Farhod Shokir	Ⅱ－A Ⅱ－B Ⅱ－C
02418	「層端面を豊富に有する層状金属水酸化物の局所構造解析」 信州大学 先鋭材料研究所 助教（特定雇用） 村松 佳祐	Ⅲ－B Ⅲ－C

以上18件（海外6件）。

研究成果は以下のページにて公開。

<https://www.waseda.jp/fsci/zaiken/joint/list>

○共同利用（短期）

昨年度に引き続き、2024年4月1日（月）～2025年3月31日（月）の期間、ホームページを通じて共同利用を随時募集した。年間を通じて13件の応募があり、事前にフィージビリティを確認、実行委員会（随時開催のメール審議）にて審査の結果、以下13件を採択した。

採択一覧

	研究テーマ・所属・職名・研究代表者名・利用設備
1	「自社製カーボンナノチューブ（CNT）の品質向上に向けたスパッタ及びレシピの検討」 株式会社カーボンフライ 研究開発本部 研究員 森 彩乃 （表面粗さ計，透過電子顕微鏡（200kV），蛍光X線分析装置（エネルギー分散形），集束イオンビーム加工装置，電界放出形走査透過電子顕微鏡（200kV），電界放出形走査電子顕微鏡）
2	「遷移金属ダイカルコゲナイドナノチューブの合成と構造評価」 東京都立大学 理学研究科 物理学専攻 教授 柳 和宏 電界放出形走査透過電子顕微鏡，透過電子顕微鏡（200kV）
3	「鉄を含む強相関化合物のメスバウアー分光」 帝京大学 理工学部 リベラルアーツセンター 教授 中村 真一 メスバウアー分光装置
4	「薬物の制御放出を可能にする新規高分子ミセルの合成と物性評価」 日本大学 大学院理工学研究科 教授 青柳 隆夫 動的光散乱式粒径分布測定装置（DLSPSA）
5	「反応性を有するポリカプロラクトン形状記憶材料の分子設計と合成」 日本大学 大学院理工学研究科 教授 青柳 隆夫 タングステンフィラメント－汎用型SEM（SEM-EDS），光電子分光装置
6	「酸化銅ナノ構造体の形態制御と評価」 東京都市大学 理工学部 応用化学科 准教授 秀島 翔 電界放出形走査電子顕微鏡，エネルギー分散形X線分析装置（EDS）
7	「トポタクティク化学反応による二重ペロプスカイト鉄酸化物の結晶構造と価数制御」 名古屋工業大学 大学院工学研究科 准教授 浅香 透 メスバウアー分光装置
8	「プラズマ触媒反応によるCO ₂ からの有価物合成」 東京農工大学 大学院工学研究院 応用化学部門 助教 神谷 憲児 電界放出形走査透過電子顕微鏡（200kV）
9	「液晶性を示す金ナノ粒子の開発」 日本大学 文理学部 化学科 准教授 吉田 純 電界放出形走査透過電子顕微鏡（200kV）

	研究テーマ・所属・職名・研究代表者名・利用設備
10	「芳香族シリコネートの形態観察及び元素分析」 東京農工大学 大学院工学研究院 応用化学部門 講師 森田 将司 電界放出形走査電子顕微鏡
11	「拡張TLM法によるBi ₂ Te ₃ 熱電半導体/金属界面の信頼性評価」 京都工芸繊維大学 材料化学系 教授 菅原 徹 電界放出形走査透過電子顕微鏡, 複合ビーム加工観察装置
12	「不溶解残渣廃液共存下での白金族合金長期保管による溶解影響検討」 東京都市大学 大学院総合理工学研究科 共同原子力専攻 准教授 松浦 治明 光電子分光装置
13	「層状チタン酸塩表面の貴金属微粒子修飾と光触媒活性の相関」 秋田大学 大学院理工学研究科 物質科学専攻 応用化学コース 講師 齊藤 寛治 透過型電子顕微鏡 (200kV), 光電子分光装置

以上13件。共同研究および共同利用による年間の学外利用延べ人数206名

○共同利用・共同研究を活用して発表された論文数

2024年度	論文数	
		うち国際学術誌 掲載論文数
化 学	3 (2)	3 (2)
材 料 科 学	9 (2)	8 (2)
物 理 学	2 (2)	2 (2)
計 算 機 ・ 数 学		
工 学		
環 境 ・ 地 球 科 学	2 (0)	2 (0)
臨 床 医 学		
基 礎 生 命 科 学		
人 文 社 会 系		
合 計	16 (6)	15 (6)

※ () 内の数字は、拠点に所属する研究者が、特に重要な役割・高い貢献（ファーストオーサー、コレスポンディングオーサー、ラストオーサー等）を果たしている論文数（内数）

B. 共同研究（長期）と共同利用（短期）実施のための研究支援体制の構築

○技術職員による専門的なサポート

技術職員は、各自の専門分野や担当装置を活かし、装置の維持管理だけでなく、利用者の計測機器の選定や、機器利用の目的を踏まえた測定計画の相談、試料前処理、データ取得後の解析支援まで一貫して対応している。特に共同研究・共同利用においては、研究者と密に連携し、遠隔地にいる研究者に対しても要望に応じてリモートでの技術相談、測定・分析等まで応じるなど、円滑かつ柔軟な研究遂行を支えている。これにより、装置の安定稼働と利用効率の向上を両立させている。

○海外共同研究者に対するサポート

採択した共同研究課題全18件のうち6件が海外との共同研究であったが、昨今の国際情勢の影響等による航空券代の高騰を受け、前年度に引き続き招聘に係る旅費の補助額を最大50万円に設定して対応した。結果、5名の海外研究者を招聘し、国際共同研究の発展につながった。

C. 共同利用・共同研究の環境整備（施設、設備等の整備、人的体制の整備等）

○施設、設備等の整備

＜設備等の整備（新規設置および更新・メンテナンス）＞

- ・ウォータージェットカッター導入
- ・電界放出型走査透過電子顕微鏡用高圧タンクおよびANODE CHAMBER更新
- ・高周波誘導炉（20kg）炉体交換

○人的体制の整備等

拠点運營業務は、主担当職員1名を中心に、経理・庶務を担う事務スタッフと連携して遂行した。これにより、共同研究・共同利用の公募や審査・採択対応、旅費処理、各種刊行物による成果発信、各種イベント運営、予算の管理と執行、委員会事務局対応、広報・情報発信等を円滑に実施した。技術面では、技術職員8名が、走査電子顕微鏡（SEM）、透過電子顕微鏡（TEM）、表面分析装置（EPMA, AES, XPS）、試料加工観察装置（FIB-SEM）などの分析機器に加え、材料試験機（万能試験機、硬さ計、表面粗さ計）、工作機械（マシニングセンタ、旋盤、フライス盤、研削盤）、鑄造設備（高周波誘導炉）などの担当分野を明確にし、定期的な保守点検や装置間の情報共有を行いながら技術支援にあたっている。特に、電子顕微鏡、表面分析装置、大型加工機器など高度な操作を要する装置については、担当技術職員が専門知識と経験を活かし、継続的な技術指導を提供している。また、装置横断的な技術課題にも柔軟に対応できるよう、複数装置に対応可能な職員配置を進めており、突発的なニーズや装置トラブルにも迅速に対応できる体制を整えている。安定的な人員配置により、事務・技術の両面から拠点運営を支えている。

(4) 成果報告・学術交流・アウトリーチ活動

A. ワークショップ・セミナー等

（主催）分析機器講演会

分析機器室の研究支援の一環として、さらには分析機器の有効活用を図るため、装置メーカーによる分析機器講演会を開催。透過電子顕微鏡（FE-STEM）用の高感度カメラが新たに整備されたことに伴い、TEMとその試料作製装置（FIB）に関する講演を行った。材料評価に必要な分析装置の原理や知識を提供するとともに、アプリケーション（測定事例）等について、理解を深めることができた。なお、本装置はリモート化対応済みであり、当日は共同利用・共同研究先の研究者等も参加した。

日時：10月2日（水） 10：00～11：30

参加人数：53名

（主催）第11回 ZAIKEN Festa（若手研究者によるポスターセッション）

幅広い材料分野の若手研究者が相互理解を深め、異分野交流の促進、研究情報発信の推進を図るための事業として開催。

日時：10月3日（木） 13：30～17：30 対面開催

参加人数：88名

発表者：39名（材研各研究室より32名、学外共同研究機関より7名（日本大学1名、静岡大学2名、東京都市大学2名、東京海洋大学2名）

ポスター審査員：18名、聴講者：31名

最優秀賞1名（東京海洋大学）、優秀賞2名、奨励賞7名

（主催）材研オープンセミナー

社会貢献の一環として、毎年1回、材料技術に関わるホットなテーマを取り上げ、第一線の講師によるセミナーを広く学内外の人を対象に開催している。当研究所が主催し、多くの学会の協賛を得ている。

テーマ：「カーボンニュートラルに向けたセラミックスおよび関連技術の展開」

日時：12月13日（金） 13：00～16：50 対面とオンラインによるハイブリッド開催

演題・講演者：「カーボンニュートラルに向けた化学と材料の今後」

関根 泰（早稲田大学）

「TOTOグループのカーボンニュートラルに向けた取り組み」

成田 純也（TOTO株式会社）

「低炭素、脱炭素に向けたセメント系材料の研究開発の現状と展開」

新 大軌（島根大学）

「セラミックス常温衝撃硬化現象の発見とエアロゾルデポジション（AD）法の将来展望」

明渡 純（国立研究開発法人 産業技術総合研究所）

「自己治癒技術で拓くセラミックスのリマニュファクチャリング・リファーマービッシュ」

中尾 航（横浜国立大学）

参加人数：121名（一般77名、学内44名）

(主催) 共同研究成果報告会

令和6年度の共同利用・共同研究採択者を対象にオンラインによる報告会を開催し、それぞれ15分の発表・質疑応答を行った。

日時：3月7日(金) 13:00～17:45 Zoom ミーティングによるオンライン開催

参加者数：34名〔発表者：18名(うち海外6名)、聴講者：16名(座長・事務局含む)〕

発表テーマ及び発表者

1. 「Disorder in Silver-Based Semiconductors」
Bob Makin (Western Michigan University)
2. 「Effects of Changing Atomic Concentration of a Single Element on the Yield Strength of High-Entropy Alloys: A Causal Inference Study」
Nguyen Hai Chau (Vietnam National University, University of Engineering and Technology)
3. 「Spin-forbidden emission transitions of 3d ions and their applications」
Mikhail G. Brik (University of Belgrade)
4. 「Ag-Coated Si nanowire arrays: A new route for the precise detection of carbendazim in pomelo by surface enhanced Raman scattering」
Nguyen Duy Thien (Vietnam National University, University of Engineering and Technology)
5. 「Synthesis and stabilization of organic-inorganic lead-free perovskite films for solar cells」
Dilshod Nematov (National Academy of Sciences of Tajikistan)
6. 「多層カーボンナノチューブの引張強度におよぼす直径と熱処理の影響の実験的検討」
島村 佳伸(静岡大学 工学領域機械工学系列)
7. 「カーボンナノチューブフォレストの超高密度合成とマクロ電気伝導特性」
井上 翼(静岡大学 工学領域電子物質科学系列)
8. 「全固体電池用Li₂S系正極活物質の微細構造と充放電機構」
森 茂生(大阪公立大学 大学院工学研究科)
9. 「環境整合的なマルチ機能性ハイブリット材料の創成に関する研究」
中川 拓磨(東京都市大学 理工学部 応用化学科)
10. 「Mn廃水処理における炭酸イオンおよびカルサイト生成反応の影響」
淵田 茂司(東京海洋大学 海洋資源エネルギー学部門)
11. 「リソースリサイクルに向けた汚泥焼却灰からの重金属低減化技術の開発」
小山 恵史(九州大学 大学院工学研究院 地球資源システム工学部門)
12. 「使用済みリチウムイオン電池中の焙焼に伴うアルミニウム集電箔の脆化要因」
高谷 雄太郎(東京大学 大学院工学系研究科 システム創成学専攻)
13. 「リサイクル鋼材を溶解した環境整合型鋳鉄材料の組織制御に関する研究」
平塚 貞人(岩手大学 理工学部)
14. 「磁化プラト状態を有するHfCuSi₂型反強磁性体DyAgSb₂の磁気輸送特性」
鈴木 健士(東邦大学 理学部)
15. 「多量体物質における新規物性探索」
奥田 哲治(鹿児島大学 工学研究科)
16. 「ポリオキシメタレートの物性予測システム構築を基盤とした高効率物質変換反応の開発」
上田 忠治(高知大学 教育研究部総合科学系 複合領域科学部門)
17. 「層端面を豊富に有する層状金属水酸化物の合成と局所構造解析」
村松 佳祐(信州大学 アクア・リジェネレーション機構)
18. 「Photoactive nanocomposites for the inactivation of multi drug resistant pathogens」
Régis Guégan (University of Orléans)

B. 報告書・配布物等

・ZAIKEN TODAY No.24 (発行5月)*

研究紹介「カーボンナノチューブ(CNT)の新たな利用技術の開拓」 川田 宏之 研究員

インタビュー「鳴かぬなら鳴かしてみせる

非在来型触媒プロセスでエネルギーの世界を変え、地球環境を守り抜く」 関根 泰 研究員

2023年度 研究業績（学会等受賞実績）

2023年度 第10回 ZAIKEN Festa 受賞者紹介

・ 材研報告No. 80（発行 7 月）*

研究題目一覧（共同研究，各個研究，学外研究費による研究）

各研究室の研究成果紹介（材研研究奨励生含む）

研究業績（受賞，著者・論文，講演・発表）

共同利用・共同研究拠点（事業報告，成果報告）

事業報告（各共同利用設備の利用状況報告，各種講演会・セミナーの開催報告他）

・ ZAIKEN TODAY No. 25（発行11月）*

所長挨拶「各務記念材料技術研究所所長を拝命して」 菅原 義之 研究員

インタビュー「「平面・硬い」が当たり前を「曲がる・伸びる」に

電子デバイスの形状と保守・点検を根本から変える」 岩瀬 英治 研究員

2024年度 第11回 ZAIKEN Festa 受賞者紹介

※ ZAIKEN TODAY と材研報告は電子ファイル（PDF）をホームページに掲載

C. ホームページ・SNS等による情報発信

4 月～ 材研ホームページにて共同利用・共同研究の公募，研究活動，各種行事等のお知らせ・報告，研究設備に関する情報発信を継続。

<https://www.waseda.jp/fsci/zaiken/>

4 月～ Facebook・Xを活用し，共同利用・共同研究の公募，研究活動，各種行事等のお知らせ・報告，研究設備に関する情報発信を継続。

Facebook <https://www.facebook.com/waseda.zaiken/>

X（旧Twitter） https://x.com/waseda_ZAIKEN

4 月～ YouTubeにて設備・施設の利用方法や研究所が所有する装置とその装置を使用した研究例を紹介する動画などを配信。

＜研究所の装置と装置を使用した研究例の紹介動画＞

（装置名・研究例タイトル・研究室名）

#7 光電子分光装置（XPS）

「Keggin型ポリオキソメタレート材料特性を予測」（関根 泰 研究室）

#8 エネルギー分散形蛍光X線分析装置（XRF）

「アップコンバージョン蛍光体の発光特性」（山本 知之 研究室）

https://www.youtube.com/@waseda_ZAIKEN

以上

上田 忠治

ポリオキシメタレーの物性予測システム構築を基盤とした高効率物質変換反応の開発

研究目的

ポリオキシメタレート (POM) の組成および構造を制御した高機能性環境触媒材料を合成するとともに、その化学的性質を計算化学による理論的な解析と実験的なデータとの比較によって、POMの物性予測可能なシステムを構築する。これによって、目的の反応に対して適切な触媒を理論的に選択することが可能となることから、本研究は省エネルギーに資する研究を展開する。

高い酸性度および高い酸化力を示すPOMを利用した触媒反応開発は、活発に行われているが、使用されているPOMの種類は非常に限定されている。本共同研究によって創出されるPOMの物性予測システムを使えば、目的の化学反応に最適なPOMを選択出来るようになるとともに、その触媒反応効率も飛躍的に向上することが予想される。つまり、高い酸性度と高い酸化力を有する触媒が必要不可欠な物質変換反応が含まれるバイオマス、創薬化学、石油化学等の分野の研究との融合が推進できる。

実験内容と研究成果

下記の通り、今年度の研究計画(灰色部分)と、実際に得られた研究成果を示す。

(A) 新規M-S-POMの電気化学的酸化還元測定および定量的解析

新規M-S-POM ($[S_2MW_{17}O_{61}]^n$, $[SMW_{11}O_{40}]^n$) を、有機溶媒およびイオン性液体などの溶媒に溶かし、その電気化学的酸化還元挙動を、サイクリックボルタンメトリー (CV) やフーリエ変換交流ボルタンメトリー (FT-ACV) によって詳細に調べる。それらのデータから、各M-S-POMの電子移動速度等の電気化学パラメータを算出する。さらに、POMの組成および測定に使用した電極材料と各種パラメータとの関連性を明らかにする。

支持電解質として0.1 M n-Bu₄NPF₆を含むアセトニトリル中における、Keggin型の $[V_{in}V_{out}M_{11}O_{40}]^4$ および $[V_{in}M_{12}O_{40}]^3$ (M=Mo, W) の電気化学的酸化還元における酸化還元部位を、ESRによって明らかにするとともに、 $[V_{in}V_{out}M_{11}O_{40}]^4$ の酸化還元におけるH⁺との会合定数を、サイクリックボルタモグラム (CV) のシミュレーションから算出した。それぞれのPOMのサイクリックボルタモグラムを測定し、各ピーク還元電位付近においてバルク電解を行った。その溶液を液体窒素温度で急速冷凍することによって、空気などによる再酸化を防ぎ、液体窒素温度でESRスペクトルを測

定した。得られたスペクトルから、 $[V_{in}V_{out}M_{11}O_{40}]^4$ の第1還元は、骨格部分のバナジウム (V_{out}) が+V価から+IV価へ還元されていることが分かった。一方、 $[V_{in}M_{12}O_{40}]^3$ は骨格部分のモリブデンが+VI価から+V価に還元されたのに対して、 $[V_{in}W_{12}O_{40}]^3$ は中心部分のバナジウム (V_{in}) が+V価から+IV価に還元されることが分かった。さらに、 $[V_{in}V_{out}^{IV}Mo_{11}O_{40}]^5$ の第2還元は、骨格部分のモリブデンが+VI価から+V価に還元されるのに対し、 $[V_{in}V_{out}^{IV}W_{11}O_{40}]^5$ の第2還元は、中心部分のバナジウムが+VI価から+V価に還元されていることが分かった。骨格部分の主たる構成元素がモリブデンとタングステンの違いだけで、中心部分のバナジウムの還元の可否が決まるのは、非常に興味深い点であるが、その詳細については不明である。

また、0.5 mM $[V_{in}V_{out}M_{11}O_{40}]^4$ のアセトニトリル溶液に様々な濃度 (0-5.0 mM) の酸 (CF₃SO₃H) を添加してCVを測定し、得られたCVから解析して、の拡散係数とH⁺との最大会合数を決定して、CVのシミュレーションを行った。最終的に、実験で得られたCVとシミュレーションで得られたCVが、測定した濃度範囲で一致した。そのシミュレーションから得られたH⁺との会合定数を、同じ構造かつ同じ電荷の $[XVM_{11}O_{40}]^4$ (X=P, As; M=Mo, W) の会合定数と比べた結果、ほぼ同程度の会合定数であることが分かった。つまり、H⁺との会合定数は、POMの構造、組成および電荷で決まると言える。

昨年度、アセトニトリル中における、の還元される部位が異なる第1還元と第2還元における、フーリエ変換交流ボルタンメトリー (FT-ACV) の測定と解析によって電位移動速度算出した結果は、下記の通り国際誌 (Electrochim. Acta) に掲載された。

(B) POMの量子化学計算による電気化学的酸化還元反応機構の解析

M-S-POM自身の量子化学計算を行って、M-S-POMの電子状態を明らかにする。POMの組成および構造による酸化還元電位の差、各種イオンおよび分子との相互作用する部位の特定を行う。これらの量子化学計算は、実験から得られるデータを最大限利用して行う。

POMの骨格部分の組成の違い (モリブデンかタングステン) によって、中心部分もしくは骨格部分に導入されているバナジウムの酸化還元に関して、その優先性の原因を解明するために $[V_{in}V_{out}M_{11}O_{40}]^4$ および $[V_{in}M_{12}O_{40}]^3$ (M=Mo, W) のDFT計算を行った。しかしながら、現在まで

のところ, HOMO-LUMO のエネルギー差から判断すると, 骨格部分がモリブデンあるいはタングステンに関係なく, 骨格部分の還元が優先される結果しか得られていない。これは, 実際の実験データと一致していない。次年度は, DFT 計算の条件を再度検討して, 実験データを十分説明できるだけの結果を得られるようにする予定である。

研究成果の公表状況

(論文, 国際・国内会議, 学会発表, 特許等の知財)

論文

- 1) H. Sampei, H. Akiyama, K. Saegusa, M. Yamaguchi, S. Ogob,, H. Nakai, T. Ueda, Y. Sekine, Factors Governing Protonation of Keggin-type Polyoxometalates: Influence of

Core Structure in Clusters, *Dalton Trans.*, 53, 8576-8583 (2024). **BACK COVER**

国際会議

- 1) T. Ueda, Electrochemistry of Polyoxometalates: Proton Coupling and Electron Transfer Kinetics, The 10th International Symposium on Functional Materials (ISFM2024), Sendai, Japan (2024/8/3-6). **Invited Lecture**
- 2) T. Ueda, Recent achievements on voltammetric behavior of polyoxometalates, The International Meeting of the Polarographic Society of Japan, Kyoto, Japan (2024/11/16, 17)

Steven M. Durbin

Investigation of Engineered Cation Disorder as an Alternative to Alloying in New Materials Development

Aim of the research project

Traditionally, the band gap energy of semiconductors is tuned to the value needed for specific device applications through alloying. In the case of compound semiconductors, this can be achieved by mixing cations, anions, or both. There is an alternative approach, however, that avoids the complexity associated with introducing new constituents into an existing material system and with the associated need for carefully balancing their incorporation. Specifically, it has been demonstrated experimentally that controlled disorder can be used to engineer key semiconductor properties such as band gap energy and charge carrier mobility. The primary goal of the project is to investigate in detail the relationship between process parameters used during synthesis, and ex-situ ion bombardment post-synthesis, for example nitrogen and tellurium-based semiconductors, including mixed cation materials such as ZnSnN_2 (synthesized by Western Michigan University) and AgGaTe_2 (synthesized by Waseda University). This aligns closely with Energy Saving and Processes, providing potential pathways to utilizing a broader range of materials for energy conversion applications.

To provide reproducible values for material parameters of interest, it is critical to be able to measure disorder in a quantitatively meaningful way. We achieve this through a modification of the traditional Bragg-Williams approach of using x-ray diffraction, specifically a novel image-based methodology we have developed. Measurement of the band gap energy is accomplished through several means, with photoluminescence spectroscopy being one approach, but optical absorption being more general and hence preferred. If successful, a direct link to the measured Bragg-Williams order parameter and any material parameter is obtained, in parallel with a correlation between the order parameter and either in-situ or ex-situ process parameters which control disorder through energetic considerations.

Contents and results of the research

(Please indicate to which extent the expected objectives in your proposal have been achieved.)

We have successfully tested a series of AgGaTe_2 films synthesized by the research group of Prof. Kobayashi. Films

were characterized initially by scanning electron microscopy and photoluminescence spectroscopy. One film which has a visually opaque appearance and did not emit detectable light was also evaluated over the 180 - 1800 nm wavelength range using optical absorption, but the signal was ambiguous and further testing is necessary.

Initial results, however, are very promising. The Bragg-Williams order parameter ranges from zero (fully disordered, or in this case, random occupancy of the cation lattice site) to unity (perfectly ordered – no cation-related antisite defects). We anticipate a linear relationship between a material property dominated by pair-wise interactions (such as the band gap energy) and the squared value of the Bragg-Williams order parameter, S . In the case of the samples measured, we see a clear linear relationship, which takes the form $E_g(S) = 0.61S^2 + 1.28$ eV, as shown in Figure 1.

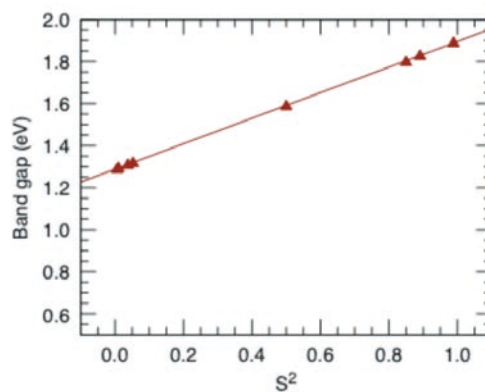


Figure 1 Optically measured band gap energy of a series of AgGaTe_2 films as a function of the Bragg-Williams order parameter S . Some points have been extracted from published values in the literature.

At a stoichiometric composition (equal amounts of Ag and Ga), increasing cation disorder is seen to result in a smaller band gap energy. The optimal value for terrestrial solar cells (under AM1.5g solar illumination conditions) is approximately 1.5 eV, corresponding to just below $S^2 = 0.5$. The impact of disorder on the band gap energy can be understood through the formation of unbalanced (either Ga- or Te-rich) tetrahedrally coordinated structures that comprise the lattice and which occur in greater numbers with increasing disorder.

Further optical measurements are currently underway, and

a new series of samples is planned for the near future to better explore the full range of accessible band gap energy. This may include ex-situ ion bombardment to explore beyond the intrinsic energetic limitations of the closed-space sublimation technique used to synthesize samples at Waseda University. We will also be exploring other parameters such as charge carrier mobility.

Outputs of the project (publications, presentations, patents)

Presentation at Waseda University Kagami Memorial Institute for Materials Science and Engineering Collaborative Research Center for Environmentally Friendly Materials and Basic Technology

FY2024 Joint Research Results Reporting Session (R. Makin).

Paper in preparation.

森 茂生

その場観察TEMを用いた硫化物系固体電解質の微細構造解析

1. 研究目的

脱炭素社会を目指す昨今の日本において電気自動車の普及が重要視される一方、現在用いられているリチウムイオン電池の抱える性能やコストの諸問題により、本格的な市場参入の障壁は未だ高いままである。そこで、安全性・信頼性にすぐれた全固体型エネルギーデバイスの実現に向けて不燃性の無機固体電解質の開発が進められているが、その候補として超イオン伝導ガラスが期待されている。特に、 Li_3PS_4 ガラス電解質は固体電解質の $\text{Li}_2\text{S}-\text{P}_2\text{S}_5$ 系の最も一般的なものであり、様々な構造を持つ。 Li^+ イオン伝導性に関しては、 Li_3PS_4 ガラス (LPS-glass)、 α -および β - Li_3PS_4 (α 、 β -LPS) が室温で比較的高い伝導性を示し ($<10^{-4}$ S/cm)¹⁾²⁾、この Li_3PS_4 のイオン伝導性を向上させるために、多価の陽イオンを導入することで室温より高い温度 (50℃～110℃) でのイオン伝導度を向上させることができる³⁾。また、ガラスを結晶化温度以上で熱処理して得られたガラスセラミックスにおいて、その結晶化度といった微細構造がイオン伝導度に影響することが報告されている⁴⁾。

本研究はガラスの優位性に立脚した機械的性質とイオン伝導度を兼ね備える電解質の探索の一環である。多価の陽イオン (Mg^{2+}) を導入した $\text{Li}_{3-2x}\text{Mg}_x\text{PS}_4$ のガラスやガラスセラミックスの微細構造を直接観察した例はなく、その結晶の粒径や形状、結晶化の挙動を明らかにすることを目的としている。示差熱分析の結果より $\text{Li}_{3-2x}\text{Mg}_x\text{PS}_4$ は昇温時230℃付近で結晶化に対応する発熱ピークが見られるため、透過型電子顕微鏡 (TEM) 内で180℃、240℃、270℃まで加熱し、それぞれ30分以上保温して結晶化させ、TEM観察を行った。

2. 実験方法

2. 1. 試料作製

Ar雰囲気下で MgS と P_2S_5 と Li_2S を所定の割合、順序で混合し、メカノケミカル法を用いて $\text{Li}_{2.9}\text{Mg}_{0.05}\text{PS}_4$ および $\text{Li}_{2.8}\text{Mg}_{0.10}\text{PS}_4$ 試料を作製した。

2. 2. 解析方法

本研究では微細構造の特徴を調べるため、TEM (JEM-2100Plus, 加速電圧200 kV) を用いた。TEM内で室温から180℃、240℃、270℃まで加熱して保温し、観察手法として、電子回折法、明視野法、ホロコーン暗視野法、4D-STEM法、高分解能法を用いた。析出相の同定には電子回折図形解析ソフトProcess Diffraction⁵⁾を用いた。

3. 結果と考察

Fig. 1 は各温度での $\text{Li}_{2.9}\text{Mg}_{0.05}\text{PS}_4$ のその場加熱TEM観察結果である。電子回折図形において、室温から240℃まではハローパターンが観察され、回折点は見られずアモルファスの状態であった。270℃では複数のデバイリングとハローパターンが観察でき、結晶化を示唆する複数の回折点が見られた (Fig. 1 (a))。Fig. 1 (b) はその強度プロファイルであり、 β -LPS類似相に帰属されるピークが確認できる。また、270℃におけるデバイリングを用いて結像したホロコーン暗視野像がFig. 1 (c) であり、強度プロファイル中のハイライトで示した回折ピークが結像に使用したデバイリングに対応する。像中の明るい輝点が示すように、複数のナノ結晶の析出が確認できた。Fig. 1 (d) は270℃における $\text{Li}_{2.9}\text{Mg}_{0.05}\text{PS}_4$ glass-ceramicsの高分解能TEM像である。アモルファス母相中に β -LPSナノ結晶が析出している様子が観察され、粒径は10 nm程度であり、格子縞の間隔は3.52 Åであった。これは (220) 面に対応する。

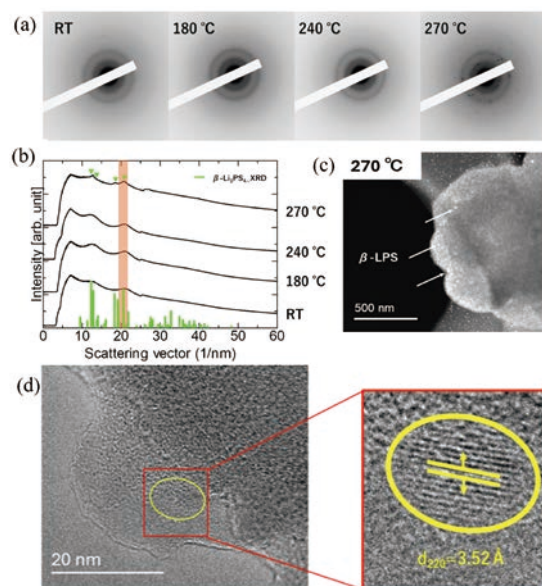


Fig. 1 *In-situ* TEM observation results of the $\text{Li}_{2.9}\text{Mg}_{0.05}\text{PS}_4$ sample. (a) Electron diffraction (ED) pattern at each temperatures. (b) Intensity profile (c) Hollow-cone dark-field image at 270℃ (d) High resolution (HR) TEM image.

Fig. 2 は270℃における $\text{Li}_{2.9}\text{Mg}_{0.05}\text{PS}_4$ glass-ceramicsの4D-STEM観察結果である。STEM-ADF像中に赤い四角で示した領域で4D-STEM法を用いてナノビーム電子回折 (NBED) mappingを取得した (Fig. 2 (a))。どのピクセルにおけるNBEDにおいても回折点が見られ、ナノ結晶が

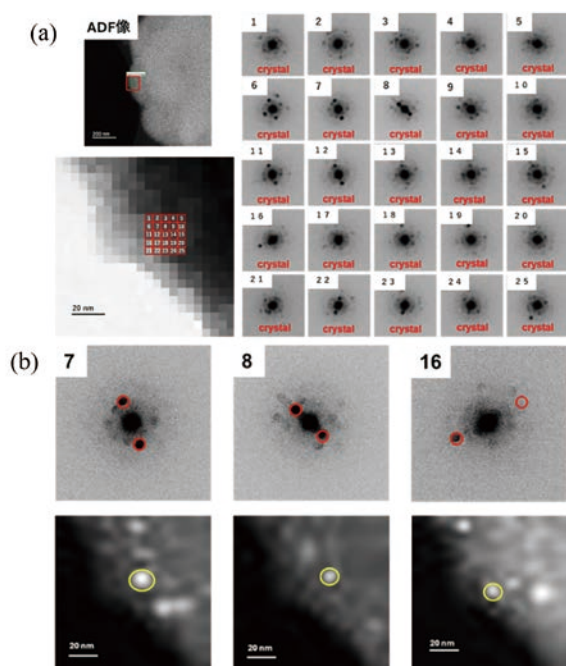


Fig.2 (a) 4D-STEM observation results at 270 °C (b) Virtual dark-field image.

多数存在していることが示唆される。また、回折図形中に示した部分に仮想絞りを挿入し、仮想暗視野像を作成した (Fig. 2 (b))。これより、様々な方位を向いた粒径10 nm程度の β -LPS ナノ結晶の分散が確認された。

4. 結 言

本研究ではガラス電解質の探索の一環として Mg^{2+} を導入した Li_3PS_4 固体電解質の微細構造をTEMで調べた。 $\text{Li}_{2.9}\text{Mg}_{0.05}\text{PS}_4$ においては240 °Cまではアモルファスの状態であり、270 °Cで結晶が析出した。結晶相の同定や結晶粒径などが明らかになった一方、同試料の別視野において結晶化温度が一律でないなどの特徴も確認された。

参考文献

- 1) A. Yamauchi, A. Sakuda, A. Hayashi, M. Tatsumisago, *J. Power Sources* 244 (2013) 707-710.
- 2) Z. Liu, W. Fu, E. A. Payzant, X. Yu, Z. Wu, N. J. Dudney, J. Kiggans, K. Hong, A. J. Rondinone, C. Liang, *J. Am. Chem. Soc.* 135 (3) (2013) 975-978.
- 3) Nguyen Huu Huy Phuc, K. Hikima, H. Muto, A. Matsuda, *Solid State Ionics*, 351 (2020) 115324.
- 4) H. Tsukasaki, S. Mori, S. Shiotani, H. Yamamura, *Solid State Ionics* 317 (2018) 122-126.
- 5) J. L. Lábár, *Ultramicroscopy* 103 (2005) 237-24.

研究成果の公表状況

(論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財)
特になし。

島村 佳伸

多層カーボンナノチューブの引張強度におよぼす
欠陥量の影響の電子顕微鏡内引張試験による評価

研究目的

本研究は軽量高強度な材料の創製による機械システムの省エネルギー化に寄与するため、多層カーボンナノチューブの強度発現を妨げる因子を実験的に明らかにすることを目的としている。

実験内容と研究成果

【実験内容】

○供試材

多層カーボンナノチューブ（静岡大学井上翼教授提供）、直径10 nm, 30 nm, 40 nm, いずれも長さ数100 μm 。

○熱処理

熱処理無し, 2,200 $^{\circ}\text{C}$, 2,800 $^{\circ}\text{C}$ の3水準。ラマン顕微鏡 (XploRa-SPI, 堀場製作所) を用いて結晶化度（ラマンスペクトルのG-bandとD-bandの比 I_G/I_D で表すことができる）を分析した結果を図1に示す。3水準の結晶化度を持つ多層カーボンナノチューブ (MWNT) を用意できたことがわかる。

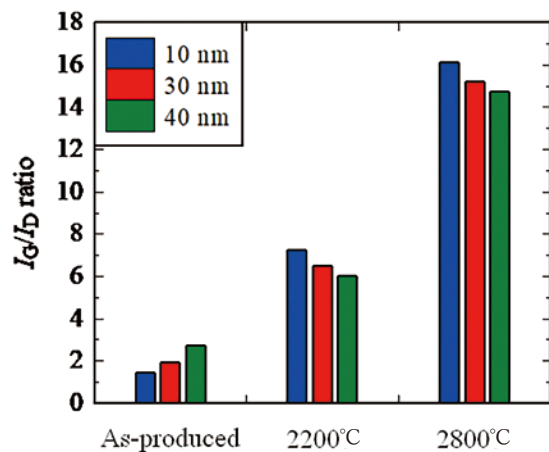


図1 結晶化度

○実験方法

直径3水準×結晶化度3水準＝9条件のMWNT単体の引張試験を、各務記念材料技術研究所所有の走査型電子顕微鏡 (SEM) (SU3500, 日立製作所) 内で実施し、引張試験を試みた。具体的には、切断した透過型電子顕微鏡用のグリッドのエッジにMWNTを付着させることでMWNTを自立させた試料を事前に用意し (図2)、次に、SEMのチャンバー内にて、チャンバー内に設置されたピエゾ素子

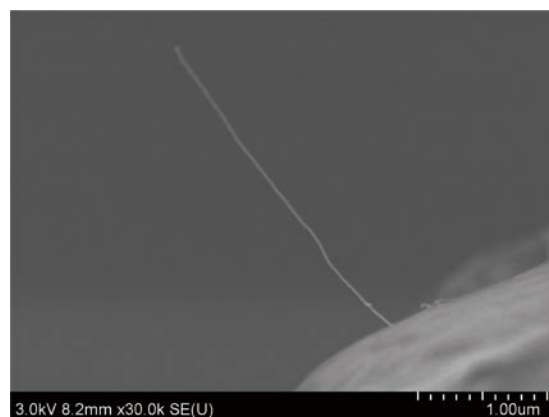


図2 自立したMWNT

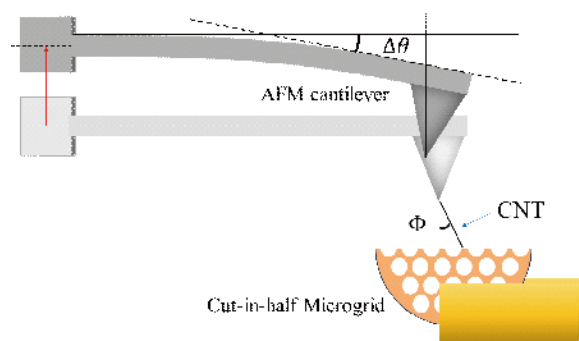


図3 SEM中引張試験の様子

駆動のマニピュレータにとりつけた原子間力顕微鏡のカンチレバー (PPP-CPMTR-10, NANOSENSORS) の先端に自立したMWNTの端部を付着させ、顕微鏡画像を撮影しながら、カンチレバーを動かして、MWNTが破断するまで引っ張る。このとき、MWNT破断直前のカンチレバーの傾きから、MWNTに作用する最大引張荷重を推定可能であり、これをMWNTの断面積（本研究では中実と仮定）で除すことで引張強さが計算できる。SEM中引張試験の様子の模式図を図3に示す。

【研究成果】

○研究成果

直径3条件×結晶化度3条件の計9条件のMWNTについてSEM中引張試験を試みたが、最も直径が細い直径10 nmのMWNTについてはすべての結晶化度の試料についてうまく引張試験はできず、残念ながら引張強度を得ることができなかった。一方、直径30 nmと40 nmのMWNT

については、すべての条件で最低1本は成功し、計9本の引張試験に成功した。

得られた引張強さをプロットしたものを図4に示す。縦軸はMWNT単体の引張強さ（断面積は中実と仮定して計算）、横軸はMWNTの直径（実測値）度であり、□のプロットが熱処理前、○のプロットが熱処理条件2,200℃、△のプロットが熱処理条件2,800℃の結果を表している。

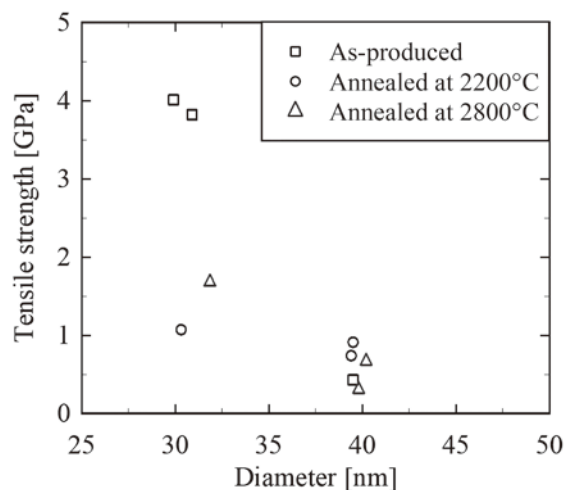


図4 MWNTの引張強度

まず直径の影響に着目すると、同じロットのMWNTであれば、直径が小さいほど引張強さが高くなる傾向が見られた。これは従来から知られているとおりの結果となっ

た。次に結晶化度（熱処理温度）の影響に着目すると、直径30 nmのMWNTの場合は、熱処理により引張強さが大きく低下していることがわかる。一方、直径40 nmのMWNTの場合には、熱処理前の引張強さが1つしか得られなかったことを考慮する必要があるが、実験の範囲では結晶化度が引張強さに及ぼす影響は小さいといった結果となった。以上の結果は、MWNTにおいては、結晶化度の向上（グラフェン中の欠陥量の減少）は必ずしもMWNT単体の引張強さの向上につながらないことを意味しており、すなわち、MWNTの引張強度は単純に結晶化度だけでは決まらず、MWNTの外層から内層への荷重伝達などの因子も考慮に入れる必要があることを意味している。

○応募時の申請で掲げた予想結果に対してどこまで達成できたか

想像以上に難易度が高い実験であったため、当初想定にくらべて成功した実験が少なく、また直径10 nmのMWNTについては引張強さの取得そのものができなかった。そこで、当初の研究目的の達成のため、本テーマで継続申請を行い、引き続き実験を実施していきたいと考えている。

研究成果の公表状況

（論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財）
なし。

小山 恵史

汚泥焼却灰の肥料化におけるプロセス効率化のためのリン化学構造解析

研究目的

リンは肥料として利用される重要元素であるが、リン資源を保有していない日本はその全量を輸入に依存しているため、国産のリン資源開発が望まれる。本研究では、人類の生活に伴って大量に排出される下水汚泥、特にその焼却灰にリン資源としてのポテンシャルを期待し、下水汚泥焼却灰に含まれるリン及びその他元素の存在形態を把握することで、肥料化の可能性を模索することを目的とした。

実験内容と研究成果

国内の下水汚泥焼却灰施設から排出された下水汚泥焼却灰を複数種入手し、粒度分布測定、XRD分析、SEM-EDS分析に供した。汚泥焼却灰の大部分は100 μm 以下の微粉末として構成されており、0.5 μm 程度から300 μm 程度の幅広い分布を示した。またXRD分析から、whitlockite ($\text{Ca}_9(\text{Mg, Fe})(\text{PO}_4)_6\text{PO}_3\text{OH}$)、quartz (SiO_2)、hematite (Fe_2O_3)、aluminum phosphate (AlPO_4)などが主要構成要素として存在していることを見出し、リンの主な存在形態としてカルシウムリン酸塩を形成していることを明らかにした。SEM-EDS分析の観察像からも粒度分布測定によって確認された分布の幅の広い粒子群が確認されたが、これに加えて行った元素マッピングによる観察の際に、有用成分であるリンが比較的微細な粒子として、ケイ素などの不要成分から独立した状態で存在している様子が確認された。このことから、粒子径と元素濃縮傾向に基づいて適切に分級を行えば、汚泥焼却灰中のリンを特定の粒子群に濃縮でき、肥料としての利用可能性を高めることができると考えた。

分級には、プロセスの負荷となるエネルギー消費も勘案し、空気分級機を採用した。この分級機は、100 μm 以下の微細粒子を乾式で3点分級できるという特徴を有する。本研究では、汚泥焼却灰の粒子径に基づいて分級点を10 μm および50 μm と設定し、試料供給速度を0.5 g/minに固定して実験を行った。この結果、Fig. 1に示す通り、それぞれの粒群の粒子径分布幅が小さい分級産物が得られ、汚泥焼却灰を粒子径に基づいて3点分級可能であることを見出した。得られたそれぞれの産物に対してXRF分析を行ったところ、SEM-EDS分析から予想された通り、微粉側にリンが、粗粉側にはケイ素が濃縮している様子が確認された。一方で、これと同時にヒ素や鉛、カドミウムのなどの有害元素も微粉側に濃縮されてしまう様子も確認された。産地の異なる汚泥焼却灰についても各元素の分配を確

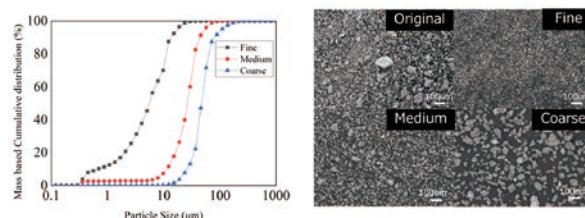


Fig. 1 Particle size distribution of sewage sludge ash after classification

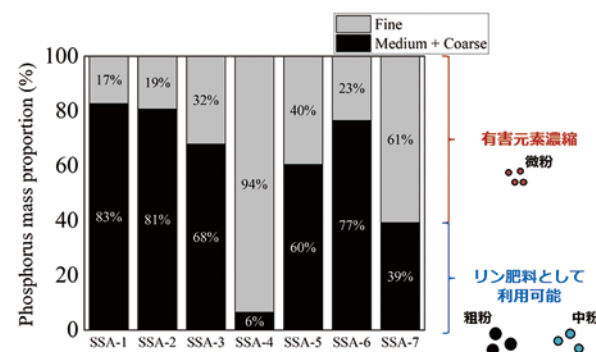


Fig. 2 Phosphate distribution in classification fractions

認したところ、試料によっては大部分のリンと有害元素が微粉側に移動し、肥料としての活用が難しい試料も見受けられたが、微粉側に有害元素だけが濃縮され、中粉および粗粉に大部分のリンが残存している試料を見出すこともできた。より詳細なリンと有害元素の共存形態の把握や洗浄工程の導入を検討する必要があるものの、対象を適切に選べば、空気分級によって汚泥焼却灰の肥料化利用促進が可能であることを見出した。

研究成果の公表状況

(論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財)

1. Zhou Kun, Mauricio Cordova-Udaeta, Keishi Oyama, Hidehiro Kamiya, Chiharu Tokoro, Masahiro Ito, Kazuhiro Fujimori, Yoshihiro Iwai, Eisuke Tamura. "Heavy metal removal from sewage sludge ash using air classifier" 2024年度粉体工学会春期研究発表会 (5月14日-15日, 兵庫). 2024, 一般-25.
2. Masahiro Ito, Kun Zhou, Mauricio Córdoba, Kazuhiro Fujimori, Yoshihiro Iwai, Eisuke Tamura, Keishi Oyama, Hideyuki Kamiya, Chiharu Tokoro. "Heavy metal concentration reduction for fertilizer application of sewage sludge incineration ash using Coanda effect-based air

classifier", 49th International Conference and Expo on
Advanced Ceramics and Composites (ICACC2025) (Jan.

26-31, Florida, USA). 2025, Oral (invited), ICACC-
FS6025-2025.

環境整合的なマルチ機能性ハイブリット材料の創成に関する研究

研究目的

電気自動車やドローン用のモーター摺動部材及びピエゾセンサ・アクチュエータなどの圧電振動デバイスでは、部材の摩擦等による熱の放出を効率的に排熱できる複合材料を開発することで、デバイスの耐久性向上・長寿命化とシステムのエネルギー変換効率の向上による省エネルギーに貢献する。特に、熱の効率的な利用を行うには、デバイス・部品の構成材料の熱伝導特性の向上が重要になる。この熱伝導性の向上を目指し、自己組織化プロセスを用いて構築された材料組織を新たに複雑ネットワーク性という視点で解析して、高熱伝導性等のもマルチ機能性材料の設計指針を確立することを目指す。一方、光学機能デバイスにおいても発光特性の向上には、発生する熱を排出する事が特性向上につながるため、高熱伝導性光学結晶の育成も試みた。

実験内容と研究成果

本研究では、「自己組織化プロセス」を用い、従来の圧電機能と新規付与機能のハイブリット化した自己組織化コンポジット材料の開発を行っている。2024年度は、新たにセンサやアクチュエータへの応用を念頭に熱伝導性をより改善するために異方性粒子配向配置制御を行ったマルチ機能性ハイブリット材料組織の構築を目指してきた。特に、圧電体ポリフッ化ビニリデン (PVDF) に高誘電性チタン酸バリウム (BT) と高熱伝導窒化ケイ素 (SN) を同時添加し、「粒子群が高度に分散させたハイブリット材料組織の構築」を実施した。目的とした材料組織と得られた各添加フィラーの状態を図1に示す。併せて、フィラー添加効果を熱伝導率と誘電率で比較した結果を図2に示す。この結果が示すように目標としていた異なる二つの機能を併せ持ったマルチ機能を両立させた材料組織の構築に成功した。

構築された材料組織中の独立したフィラー粒子群の熱伝

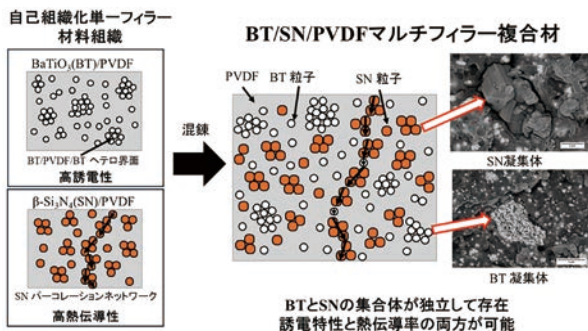


図1 BT/SN/PVDFマルチフィラー材料組織の模式図と得られた各フィラー凝集体のSEM画像

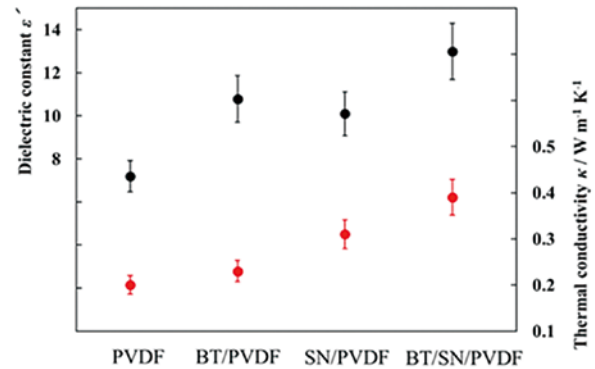


図2 PVDFへフィラー添加効果
－熱伝導性及び誘電特性の比較－

導性を向上するために、添加フィラーとして用いる高熱伝導性 β 型SNフィラー単結晶のSiメルトからの育成を試みた。また、このSN単結晶は光学機能を有する事が知られているため、Siメルトからのサイアロン蛍光体単結晶の育成も可能であると考えられた。そこで、Siに Al_2O_3 , AlN , Eu_2O_3 などを添加して熱伝導性と光学機能性について検討を加えた。その結果、Euの添加により、緑色蛍光体の合成に成功した。

得られた光学特性を図3に示す。添加するアルミニウムの化合物の違いが発光特性に影響を及ぼしていた。特にこの化合物の違いに伴う酸素量の違いが、育成された β サイアロン結晶の光学特性に効果がある事が示唆された。

以上の結果から本年度は、自己組織化混練プロセスを用いることで目標値としていたマルチ機能性材料の設計が可能になった。併せて、Siメルトから高熱伝導性窒化ケイ素を育成すると共に、添加元素の化学状態を制御する事で光学機能も付与できる可能性が示された。

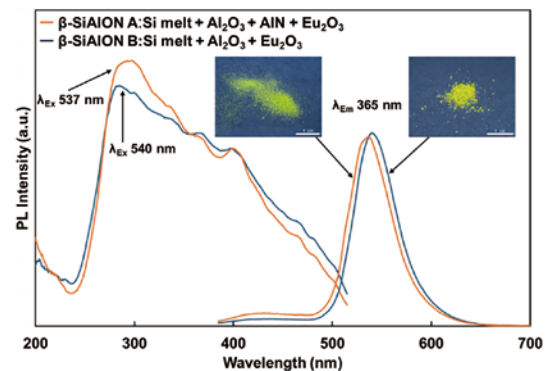


図3 Si溶融物から成長したサイアロン結晶の励起 (Ex) 及び発光 (Em) スペクトル

研究成果の公表状況

(論文, 国際・国内会議, 学会発表, 特許等の知財)

1) F. MUNAKATA,^{**} T. NAKAGAWA,^a T. OGIYA,^a M.
TAKAHASHI,^a R. MIYATA,^a R. KOBAYASHI^a and A.

HIRATA." Synthesis of phosphor single crystals SiAlON:
Eu²⁺ grown from a Si melt in N₂", Materials Letters, 397,
138838 (2025).

鈴木 健士

トポロジカルジントル相の熱電特性

研究目的

ジントル相は結晶構成元素の幾何学的配列に特有な共有結合を持つ物質系であり、大きな電力因子に基づく高い熱電変換効率を示す事が知られている。また、フェルミ単位近傍に線形分散したバンドの交差点を持つトポロジカル半金属は、相対論的な電子構造を持つ準粒子状態の示す電子物性から熱電変換材料としての応用が興味を持たれている。本研究では、これら2つの概念を統合した物質系である「トポロジカルジントル相」を対象とし、その熱電変換特性を明らかにする事を目的とする。

実験内容と研究成果

HfCuSi₂型構造をとる金属間化合物RMX₂ (*R*: 希土類, *M*: 遷移金属, *X*: ニクトゲン) は, *RX*層, *M*正方格子層, 及び*X*正方格子層が積層した層状構造 (空間群 *P4/nmm*) を持っている。このノンシンモルフィックな結晶対称性に加え、特に構成する希土類*R*が3価、遷移金属*M*が1価をそれぞれ取る場合、ニクトゲン*X*は (*p_x*, *p_y*) 軌道が半分占有された状態となり、かつ正方格子の単位構造の大きさに比べ結晶単位胞の面内方向の大きさが2倍となる事から、RMX₂は相対論的な準粒子状態を示すトポロジカルな電子構造を持つ事が期待される。また、*X*正方格子層は (*p_x*, *p_y*) 軌道が組む指向的な共有結合により安定化されており、熱電変換材料候補として当該分野で研究が進められているジントル相としての特徴も併せ持つ事が期待される。こ

の考えに基づき、これまでHfCuSi₂型DyAgSb₂の単結晶試料を育成し、その輸送係数を測定してきたが、本年度は物質系の拡充を図り、HfCuSi₂型構造をとるNdAgBi₂及びLaCrSb₃型構造をとるNdVSb₃を対象とする研究を展開した。ここで、前者では6*p*軌道を最外殻に持つBiを構成元素として有しており、DyAgSb₂における結果との比較を通じて主量子数を物質パラメータとした熱電変換特性の最適化を行う事を目的としている。また、後者の結晶構造は、歪んだSb正方格子とNd及びVSb₆八面体からなる層から構成されており、比較的電子相関が強い3*d*遷移金属元素を含む事が電気伝導特性を介し熱電変換性能の向上に与える影響を明らかにする事を目的としている。

本年度新に対象としたNdAgBi₂及びNdVSb₃はいずれもニクトゲンをフラックスとする真空雰囲気下での金属フラックス法により単結晶試料を育成し、最も長い辺が1 mmを越える試料を得る事に成功した。ここで得られた試料は、粉末X線回折法により結晶構造を、磁化測定からも物性の評価をそれぞれ行い、過去の報告と比べ遜色のない特性を示す事を確認している。電気輸送特性については、いずれの試料も金属的な電気抵抗率温度依存性を示すが、HfCuSi₂型NdAgBi₂は、磁場下における量子振動は観測されないものの、単一バンド伝導近似の範囲内でのホール抵抗率の解析及び残留抵抗比 ($\rho_{xx}(T=285\text{ K})/\rho_{xx}(T=2\text{ K})$) から、DyAgSb₂と同等以上のキャリア移動度を持っている事が明らかとなった。これは、高移動度に起因する熱電変換材料としてNdAgBi₂はDyAgSb₂よりも有望である事を示唆するものである。一方、NdVSb₃はDyAgSb₂及びNdAgBi₂に比べて残留抵抗比が1桁小さくなっており、遷移金属元素Vにより電子相関効果が系に導入され、キャリア有効質量が増大したためであると考えられる。これはNdVSb₃が比較的大きな熱起電力を示す熱電変換材料候補物質である事を期待させる結果である。

研究成果の公表状況

(論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財)

[国際会議]

1. T. Suzuki, Y. Oda, H. Inoue, R. Mikawa, H. Takei, and T. Katsufuji "Chemical substitution effect in trigonal PtBi₂ with a triply degenerate point" 24th International conference on the science and application of nanotubes and low-dimensional materials (NT24), June 2024.
2. S. Kusakabe, D. Tomura, R. Mikawa, H. Takei, D.

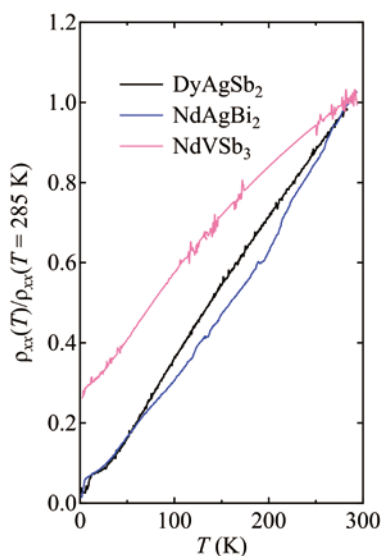


図. HfCuSi₂型DyAgSb₂、NdAgBi₂及びLaCrSb₃型NdVSb₃の規格化された電気抵抗率温度依存性

Akahoshi, T. Katsufuji, Y. Kawasugi, and T. Suzuki
“Magnetotransport of a square-net intermetallic compound
with magnetization plateau” the 23rd Korea-Taiwan-Japan
symposium on strongly correlated electron system (KTJ23),
March 2025.

[学会発表]

1. 織田百合奈, 井上悠, 三河亮介, 武井春樹, 勝藤拓郎, 鈴木健士「層状PtBi₂の輸送特性における化学置換効果」日本物理学会 第79回年次大会, 2024年9月.
2. 日下部颯也, 三河亮介, 武井春樹, 勝藤拓郎, 川相義高, 鈴木健士「正方格子を有する磁性トポロジカル半金属RAgSb₂ (R = 希土類) の輸送特性」日本物理学会 第79回年次大会, 2024年9月.

平塚 貞人

リサイクル鋼材を溶解した環境整合型鋳鉄材料の組織制御に関する研究

研究目的

近年、自動車の車体材料には高強度化と軽量化の観点から、Mnを1～2 mass%含有するハイテン鋼が用いられることが多くなっている。そのため鋳鉄製鋳物の溶解原材料としてもハイテン鋼が利用されつつある。

ハイテン鋼は高Mn鋼であるため、これを用いて溶解した溶湯はMn量が多くなる。そのためMn量が増加した球状黒鉛鋳鉄は、パーライトが増加し、伸びを低下させてしまう問題が生じている。

現在、多く生産される球状黒鉛鋳鉄FCD450-10の伸びは10%以上であるが、高Mn含有球状黒鉛鋳鉄において、伸び10%を達成するには、黒鉛粒数を増加させ、基地組織をフェライト化させる必要がある。

本研究では、リサイクル鋼材を用いた鋳鉄溶湯に対して、溶湯処理剤を球状化処理前、球状化処理と同時、球状化処理後のどのタイミングで添加すると黒鉛核物質が形成し、さらに黒鉛粒数が増加するかを調べることを目的とした。

実験内容と研究成果

試料の目標組成は、3.6%C, 2.5%Si, 1.0%Mn, 0.02%P, 0.02%Sとし、3kHz50kW高周波誘導炉を用いて、銑鉄、高Mn鋼屑（リサイクルハイテン鋼）、Fe-Si、Fe-Mn、Fe-P、Fe-Sを溶解し、高溶解温度1500℃まで昇温後、1480℃でFe-45.1%Si-5.09%Mg合金（M系球状化剤）またはFe-45.34%Si-6.72%Mg-0.78%La合金（La系球状化剤）を用いて、サンドイッチ法にて球状化処理を行った。なお、実験1では接種剤（Fe-Si、Ca-Si、Ca-Si-Ba）を球状化処理前に、実験2では接種剤（Fe-Si、Ca-Si、Ca-Si-Ba）を球状化処理と同時に、実験3では球状化処理後に、接種剤（Fe-Si、Ca-Si、Ca-Si-Ba）を用いて接種処理を行った。その後、1400℃で発光分光分析用金型、引張試験用シェル型に注湯した。

作製した試料について、引張試験、組織観察を行った。

図1にM系球状化剤試料の伸びの結果を示す。

図2にLa系球状化剤試料の伸びの結果を示す。

M系球状化剤試料の場合、FCD450-10の規格を満たすものは、Ca-Si-Ba接種剤の同時接種と後接種のみだった。

La系球状化剤試料の場合、全ての試料で伸び10%以上であった。また、球状化剤と接種剤の同時接種の場合に、伸びが向上した。

組織観察の結果、球状化処理と接種の同時処理により生成する希土類硫化物（LaCaMgS）が黒鉛晶出の核となり、フェライトを生成することにより、伸びが増加するという

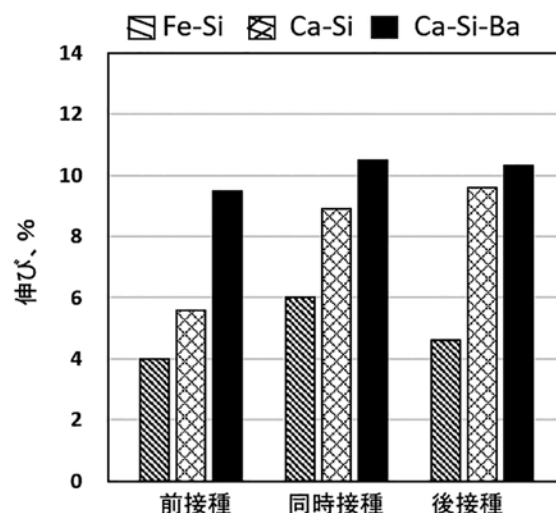


図1 M系球状化剤試料の伸び

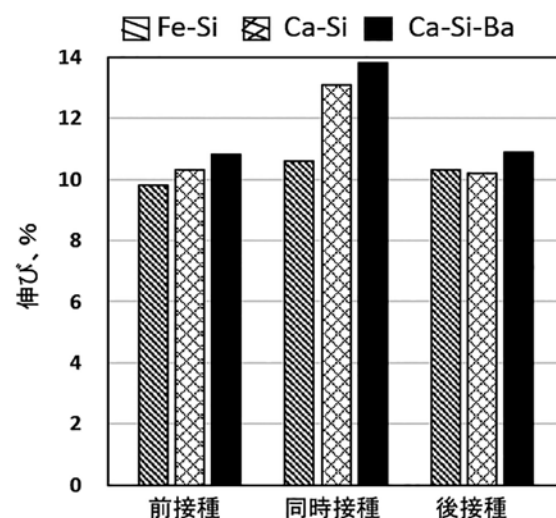


図2 La系球状化剤試料の伸び

メカニズムを明らかにした。

球状黒鉛鋳鉄の機械的性質に及ぼす処理剤の添加タイミングの影響について調べた結果、以下の結論を得た。

- 1) M系球状化剤試料に比べてLa系球状化剤試料の方が、伸びが向上した。
- 2) La系球状化剤試料の場合、全ての試料で伸びが10%以上であった。
- 3) 球状化剤と接種剤の同時処理の場合、伸びが向上した。

応募時の申請で掲げた予想成果に対し、La系球状剤を

使用し接種剤の同時処理の場合、伸びが向上することができ、リサイクル鋼材を有効利用する技術を確立でき、目的を達成できた。

研究成果の公表状況

(論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財)

平塚貞人，小綿利憲，山口勉功，吉田誠

高Mn含有球状黒鉛鑄鉄の組織と機械的性質に及ぼす溶湯
処理剤の影響

第184回鑄造工学大会 講演概要集，184 (2024) 1

高谷 雄太郎

使用済みリチウムイオン電池中におけるアルミニウム集電箔の劣化要因

研究目的

リチウムイオン電池の正極側集電箔として用いられるアルミニウム箔は、電池の使用に伴いその表面が劣化することが知られている。また、使用済み電池の失活に熱処理が行われるケースでも、アルミニウム表面が電解液等との反応を通して変質する。アルミニウム箔表面の劣化は、レアメタルを含む正極活物質との剥離性を低下させリサイクルの阻害要因となることから、X回折分析による結晶相同定や表面分析によってその劣化要因を検討する。

実験内容と研究成果

蓄電池やEV用の需要増加に伴い、リチウムイオン電池の需要とその廃棄量は今後も大幅に増加していくことが予測されている。リチウムイオン電池には、リチウム、コバルト、ニッケルなどのレアメタルが含まれるため、廃リチウムイオン電池からはこれらのレアメタルを確実に回収しリサイクルしていく必要がある。

リチウムイオン電池の正極では、集電箔であるアルミニウム箔表面にリチウムやコバルトの酸化物（活物質）が塗布されている。リチウムやコバルトなどのレアメタルリサイクルに向けては、この活物質だけを精緻に回収することが求められるが、電池の使用やリサイクル前処理として行われる焙焼処理などによってアルミニウム集電箔表面が変質（劣化）し、活物質との剥離性が低下することが確認されている。そこで本研究では、アルミニウム集電箔がどのようなメカニズムによって、どのような化学形態変化をするのかをSEM/EDSによる観察やX線回折分析、表面分析から明らかにすることを目的とする。

加熱処理を行っていない正極サンプルについて、Al集電箔と活物質層の境界部をSEM/EDSで確認したところ、明瞭な変質・劣化は確認できなかった。このことから、一般的な使用においては電解液と接触していてもAl箔の変質等はほとんど生じないと推察される。これに対して、前

処理として焙焼処理（概ね400℃以上）が施された試料については、Al集電箔表面が酸化している様子が確認された。XRD分析の結果、Liを含むアルミ酸化物（アルミン酸リチウム）が検出されたことから、Liを含む電解液との反応によってアルミン酸リチウムが生成したと考えられる。テープ試験等によって活物質とAl集電箔との剥離性を検討したところ、表面にアルミン酸リチウムが形成しているサンプルは、活物質層と共に酸化層が剥離する、もしくはAl集電箔ごと破壊されてしまう等の理由によって、活物質とAl集電箔の分離性が著しく低下することが明らかになった。また、EDS分析によって、Al集電箔近傍で電解液由来と思われるフッ素を含むポイントも確認されたが、Alと明瞭な相関は確認されなかった。XRD分析では、フッ化リチウムが確認されたことから、電解液中のフッ素は、焙焼等の処理工程においてLiと化合物を形成し安定化すると示唆された。

一連の検討から、Al集電箔の劣化要因としては、高温の焙焼処理による酸化が主要な要因であることが明らかになった。さらに、この酸化反応は、Al集電箔と活物質層の剥離性を著しく低下させることも明らかになった。廃リチウムイオン電池の安全な処理には、失活処理は必須の工程であるが、高温で電解液を除去するプロセスについては、厳密な温度管理が必要であると考えられる。一方で本検討では、電解液中のフッ素が、フッ化リチウムとして安定化していることも見いだされている。これらの結果から、電解液が揮発される最低限の温度で失活処理を行うことで、Al集電箔の変質・劣化を抑えながら、焙焼処理に伴うフッ素ガスの生成についても抑制できる可能性が示された。

研究成果の公表状況

（論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財）

2024年度中の成果発表は無し。

淵田 茂司

海洋性微生物反応を介した硫化鉱物の生成・分離プロセスの検討

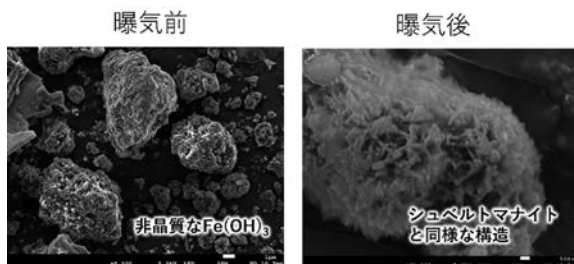
研究目的

硫化鉱物は非鉄金属資源として重要であり、長年その反応プロセスは無機化学的なものが主であった。しかし、鉄酸化細菌や硫酸還元菌が硫化鉱物の酸化及び溶解プロセスに寄与することが明らかとなり、鉱物分離技術や廃水処理技術で利用されている。本研究室では海洋微生物を用いた鉱物分離技術や廃水処理技術の開発、海底熱水鉱床成因に関する研究を行っている。微生物-鉱物間で生じる物理化学反応機構を明らかにし、金属資源開発の4Rに資するバイオハイドロメタラジー技術の開発を目指す。

実験内容と研究成果

・鉄酸化細菌が生成する鉱物の観察

鉱石の主成分である黄鉄鉱が分解した後、溶液が酸性の場合Fe(II)が溶出する。今回、それをエネルギー源として利用する鉄酸化細菌の生成鉱物の特徴について調べるために、国内鉱山に設置された曝気処理槽内で生成する鉄沈殿物を走査型電子顕微鏡で観察した。その結果、曝気処理前には非晶質な水酸化鉄のみが見られたが、曝気処理後にはシュベルトマナイトと呼ばれる硫酸鉄化合物の生成が確認された(下図)。



・炭酸イオン共存下におけるMn沈殿物の観察

通常Mn(II)はMn(III)およびMn(IV)へと酸化されたのち沈殿が生じるが、炭酸イオンが共存する条件ではMn(II)沈殿挙動は正確に把握されていない。これを調べるために、Mn(II) 70 mg/Lを含む模擬廃水(pH 6)、炭酸イオン700 mg/Lおよびカルシウムイオン(Ca) 400 mg/Lを含む模擬廃水を作成して、中和試験によって得られた沈殿物を走査型電子顕微鏡で観察した。その結果、Mnのみの場合、非晶質な沈殿物が生じていたが、炭酸イオンのみが共存する場合は菱型の結晶が生じていた。エネルギー分散型分光法(EDS)およびX線回折法(XRD)による分析

の結果、この結晶がMnCO₃であることが分かった。さらにCaが共存する場合、球状の結晶が生じており、MnCO₃の結晶は確認されなかった。XRDの結果から、主な沈殿物はCaCO₃であり、Mnはそれに取り込まれる形で除去されている可能性が示唆された。

研究成果の公表状況

(論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財)

【国内会議】

- [1] 淵田茂司, 加藤聖也, 所千晴, “坑廃水処理におけるマンガン沈殿除去の地球化学”, 日本地球化学会 第68回年会, 2024年9月.
- [2] 清水佑馬, 牧田寛子, 小山恵史, 三浦響, 所千晴, 淵田茂司, “海洋性鉄酸化細菌の酸化・吸着ポテンシャルに基づく黄鉄鉱および黄銅鉱の浮遊選鉱効果の評価”, 日本地球化学会 第68回年会, 2024年9月.
- [3] 三浦響, 清水佑馬, 牧田寛子, 北川こころ, 鈴木裕史朗, 淵田茂司, 小山恵史, 所千晴, 齋藤貴, “海洋環境に生息する鉄酸化細菌の黄鉄鉱による増殖効果および海水浮遊選鉱への適応条件の評価”, 日本地球化学会 第68回年会, 2024年9月.
- [4] 加藤聖也, 小原義之, 川原里紗, 淵田茂司, “坑廃水処理における硫酸および炭酸イオンのMn沈殿速度への影響”, 資源・素材学会 秋季大会, 2024年9月.
- [5] 川崎麻未, 川島颯太, 谷和夫, 野村瞬, 淵田茂司, “海底熱水廃鉱石中の亜鉛およびヒ素の溶出特性および溶出抑制処理の検討”, 第21回「資源・素材・環境」技術と研究の交流会, 2024年8月.
- [6] 川崎麻未, 川島颯太, 谷和夫, 野村瞬, 淵田茂司, “炭酸塩生成による海底熱水廃鉱石からの亜鉛(Zn)溶出抑制処理条件の検討”, 環境資源工学会 第142回学術講演会, 2024年6月.
- [7] 加藤聖也, 小原義之, 川原里紗, 淵田茂司, “炭酸イオンを含む坑廃水の凝集沈殿処理におけるMn(II)酸化反応機構の速度論的考察”, 環境資源工学会 第142回学術講演会, 2024年6月.
- [8] 三浦響, 清水佑馬, 牧田寛子, 淵田茂司, 小山恵史, 所千晴, 齋藤貴, “海水浮遊選鉱における海洋性鉄酸化細菌の利用および黄鉄鉱親水化機構の解明”, 環境資源工学会 第142回学術講演会, 2024年6月.

Mihail G. Brik

Experimental and first-principles studies of the electronic properties of dopants in optical materials

Aim of the research project

Development of advanced optical materials is very important for many technological applications. Among various optical materials, phosphors play a special role for lighting, sensing, bioimaging etc. Their applications are based on introduction of impurity ions into crystalline solids. Performance of phosphors crucially depends on the interplay of the properties of dopants and host materials. To understand the mechanisms of those interactions, detailed studies of their structural and electronic properties are necessary. In the proposed project with Prof. Yamamoto we shall focus our activities on the combined experimental and theoretical studies of the Mn^{4+} - and Cr^{3+} -doped phosphors and photon up-conversion in the rare-earth ions doped materials. These materials are important for lighting, in particular, the Mn^{4+} -doped red phosphors improve properties of white LEDs, increase their efficiency and reduce their cost. In addition, their emission spectra can be used for noncontact temperature measurements. We shall perform synthesis of phosphor materials in the powder form (focusing on the perovskites and double perovskites), study their properties by the X-ray diffraction, UV-Vis, photoluminescence, ESR measurements and complement these experimental findings by the theoretical density functional theory (DFT)-based calculations with the main aim of deeper understanding of the obtained results and highlighting the most important factors affecting the materials' performance.

Contents and results of the research

(Please indicate to which extent the expected objectives in your proposal have been achieved.)

1. Several series of Mn^{4+} doped double perovskites (RE_2MgMO_6 , $\text{RE} = \text{La, Y}$, $M = \text{Ti, Sn}$) were synthesized. Influence of chemical composition on the Mn^{4+} -emission spectra was studied. The samples were characterized by the X-ray diffraction (XRD) and optical spectroscopy methods.
2. The ABO_4 ($A = \text{Ca, Sr, Ba}$, $B = \text{Mo, W}$) samples doped with the Er^{3+} ions were synthesized and their upconversion properties were studied. Influence of local symmetry and codopants on the emission intensity was considered.
3. First-principles calculations of the Mn^{4+} energy levels in CaMO_3 ($M = \text{Ti, Zr, and Sn}$) were performed with detailed analysis of the local symmetry and energy levels of impurities in the band gap of the host materials.
4. The hybrid organic-inorganic perovskite materials were synthesized and their photovoltaic properties were studied experimentally and by means of the first principles calculations.
5. Machine-learning methods were applied to identify correlations between the structural and electronic properties of garnets. In addition, the same methods were used to describe and predict emission energy of the red phosphors based on the Mn^{4+} and Cr^{3+} ions. These works are in progress now.
6. First-principles calculations of the structural, electronic, elastic properties of the Mn^{4+} - and Cr^{3+} -doped phosphor materials were continued. The most important parameters, such as the energy of the ${}^2\text{E} \rightarrow {}^4\text{A}_2$ emission transition and the crystal field strength were calculated. This is important for a deeper understanding of red phosphors performance, in particular, thermal quenching effects.
7. A visit to Prof. T. Yamamoto laboratory was arranged between January 20 and 31, 2025. Several meetings with Prof. T. Yamamoto group members were organized, where the students presented and discussed their recent results. Active discussions were held; the plans for publications of those results and for the future research were outlined. Prof. M.G. Brik presented a tutorial lecture "Impurity ions in solids: theoretical modeling of optical properties". The visit was very fruitful for the development of joint research plans.
8. An online meeting for the joint research at ZAIKEN, Waseda University was held on March 7, 2025. Prof. M. G. Brik gave a presentation entitled "Spin-forbidden emission transitions of 3d ions and their applications".
9. Active cooperation with the research groups from the USA, Poland, China and Tajikistan was strengthened further during this project implementation.
10. Comparing the initial plan of our activities with the summary of the obtained results, we conclude that the expected objectives of the project were achieved.

Outputs of the project (publications, presentations, patents)

Invited talks were given by Prof. M. G. Brik at the International

Conference on the Physics of Optical Materials and Devices (ICOM), Becici, Montenegro, August 26-30, 2024, and 1st Sino-Poland ECS-LDM Meeting and the 2nd International School on Smart Light Conversion Materials and Technology (ISSLCMT), Chongqing, China, November 23-35, 2024, and by Prof. T. Yamamoto at the 12th International Conference on Luminescent Detectors and Transformers of Ionizing Radiation, June 16-21, 2024, Riga, Latvia, and 11th International Workshop on Advanced Materials Science and Nanotechnology, September 22-25, 2024, Danang, Vietnam. Some joint works were presented by the students in Prof. Yamamoto's group at the PRiME 2024, October 6-11, 2024, Honolulu, USA, and 11th International Workshop on Advanced Materials Science and Nanotechnology, September 22-25, 2024, Danang, Vietnam.

The following papers were published in the international journals:

- 1 . Zafari Umar, Mekhrdod S. Kurboniyon, Oleg Khyzhun, Tomoyuki Yamamoto, Chong-Geng Ma, Mikhail G. Brik, Michal Piasecki, "First-principles calculations of the electronic structure and mechanical properties of non-doped and Cr^{3+} -Doped K_2LiAlF_6 under pressure", Journal of Luminescence 266 (2024) 120278.
- 2 . Mekhrdod S. Kurboniyon, Alok M. Srivastava, Bibo Lou, Dilshod D. Nematov, Amondulloi Burhonzoda, Tomoyuki Yamamoto, Chong-Geng Ma, and Mikhail G. Brik, "Thermal Quenching Mechanism of Mn^{4+} in Na_2SiF_6 , NaKSiF_6 , and K_2SiF_6 Phosphors: Insights from the First-Principles Analysis", Inorganic Chemistry 63 (2024) 21212-21221.
- 3 . Zafari Umar, Oleg Khyzhun, Mekhrdod S. Kurboniyon, Tomoyuki Yamamoto, Mikhail G. Brik, Anatoli I. Popov, Michal Piasecki, "Electronic structure and energy transitions in oxides and fluorides doped by octahedrally surrounded Cr^{3+} ions", Optical Materials 160 (2025) 116681.
- 4 . Mekhrdod S. Kurboniyon, Alok M. Srivastava, Bibo Lou, Yang Wang, Dan Zhang, Dzhumakhon M. Sharifov, Dulat H. Daurenbekov, Tomoyuki Yamamoto, Mikhail G. Brik, and Chonggeng Ma, "Effect of Chemical Composition on the Optical Properties of Cr^{3+} Impurity in $\text{A}_3\text{B}_5\text{O}_{12}$ Garnets ($\text{A}=\text{Lu}, \text{Y}, \text{Gd}, \text{La}$; $\text{B}=\text{Al}, \text{Ga}, \text{Sc}$)", ACS Applied Optical Materials 3 (2025) 422-430.
- 5 . Mekhrdod S. Kurboniyon, Shamsulkhak Nurulkhakov, Bibo Lou, Khaiyom Rahmonov, Alok M. Srivastava, Mikhail G. Brik, Tomoyuki Yamamoto, Chong-Geng Ma, "Influence of the First Cation A of A_2SiF_6 : Mn^{4+} ($\text{A}=\text{K}, \text{Rb}, \text{Cs}$) Phosphors on Their Geometric Structures and the Optical Transition Energies: First-Principles Analysis", Journal of Electronic Materials 54 (2025) 962-969.

井上 翼

カーボンナノチューブ成長触媒の超長寿命化に向けた触媒挙動解析

研究目的

カーボンナノチューブ (CNT) 合成プロセスにおける高密度化に向けた触媒ナノ粒子熱挙動解明を目的とする。基板上に垂直に配向して合成されるCNTフォレストは、燃料電池電極や半導体素子冷却用層間熱伝導材料として活用されることが期待されている革新素材である。ただし、合成プロセス中に触媒ナノ粒子が熱的に形態変化し、合成反応には過渡的な変化が生じる。そのため、触媒は短時間で失活し、CNT密度は合成時間と共に減衰することが問題となっている。本研究で触媒の熱挙動を調査し、反応中の安定化に資する知見を得て、高密度CNTフォレストを実現する。

実験内容と研究成果

【実験内容】

化学気相成長法 (CVD) によりCNTをSi基板上に合成した。基板に Al_2O_3 (4 nm) 及び SiO_2 (20 nm) を形成した後、Gd (0.9 nm) とFe (4 nm) をを堆積させた。原料ガスとしてアセチレンを使用し、アルゴン、水素、二酸化炭素などを希釈ガスとして供給した。本研究ではFe触媒ナノ粒子が成長温度700℃で熱拡散し粒子が消失することを抑制する効果を狙い、フェロセン (Fc) とアルミニウムイソプロポキシド (AIP) の蒸気をアルゴンで搬送して、CVDプロセスに追加供給した。成長中にCNTの長さをカメラで撮影し、リアルタイムでCNT長変化を測定した。また、成長後にCNTの長さ重量密度を測定した。

【研究成果】

図1にCNTの成長時間と長さの関係を示す。Feの下地Gd層の有無及びFcとAIPの添加有無の異なる4条件の成長を行った。まず、Fc、AIPを添加しない場合では、約1時間程度でCNTフォレストの成長が停止した。Gd形成したほうがやや長時間成長を継続したため1.4 mmとなり、Gd無しの1.0 mmより長くなった。さらにFc、AIPを添加した場合は、Gd層がない場合も成長は10時間程度まで継続した。触媒寿命が非常に長くなり、CNTは6 mmに達した。さらにGd層がある場合は24時間経過しても成長が停止しなかった。

10時間程度まではGd層がない場合と同様な速度で成長し、その後成長速度が低下しながらも着実にCNTは成長した。最終的に24時間で9 mm程度にまでCNTは到達した。この24時間以上に及ぶ触媒活性はこれまで報告された

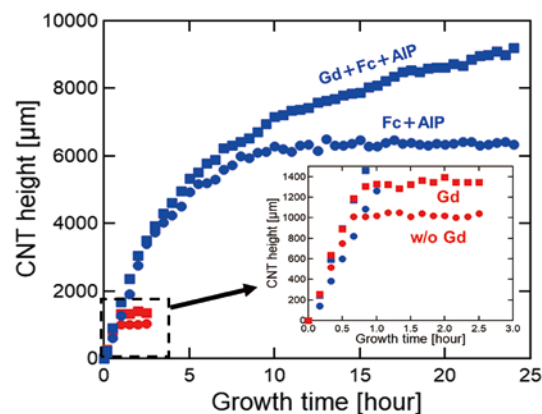


図1 CNTフォレストの合成時間と長さの関係

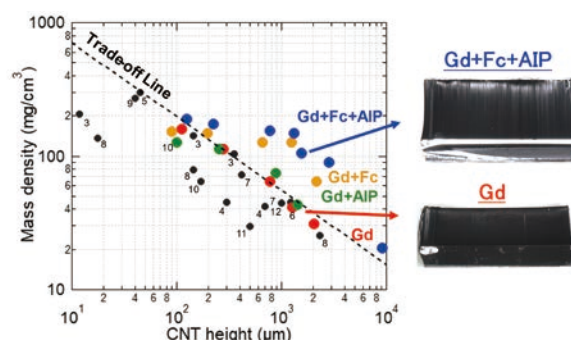


図2 CNTフォレストの長さ重量密度の関係

中でも極めて長い触媒寿命であり、特筆すべきことである。Gdによる触媒の安定化に加え、Fc及びAIPが鉄粒子の熱拡散運動を抑制して、触媒ナノ粒子が高温帯においてもより安定的に作用したと予想される。

これらの結果より、Gd層及びFc、AIPの添加は触媒の寿命を劇的に長くすることが分かった。そこで、CNTフォレストの高密度化に向けて、これらの効果をより詳細に検討した。図2にCNTの長さ重量密度の関係を示す。CNTフォレストは長くなるほど、密度が減衰する傾向がある。これは長時間合成するほど、鉄触媒ナノ粒子が拡散失活するため、根元ほど本数が減少することによるものである。図に示されるようにGdのみ及びGdとAIPを作用させた場合、長さ重量密度の関係は既報の研究成果同様に右下がりのトレードオフ関係と同程度となった。一方Fcを添加するとトレードオフラインを大きく上回る高密度CNTフォレストが得られた。特にGdに加え、FcとAIPを供給した際には1 mm程度で密度は150 mg/cm³を超えるほどの超高密度CNTとなった。図2に示されるように、

高密度なCNTは側面が光沢を示すほど緻密にCNTが形成していた。

これまで、Fc、AIPの長時間活性作用は報告されてきたが、本研究により短時間成長においてCNTフォレスト密度を極めて高くする効果が明らかとなった。

研究成果の公表状況

(論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財)

学会発表

1. Ultra-dense CNT forests by adding ferrocene and aluminum isopropoxide to the growth process, Sota Goto, Takayuki Nakano, Hisashi Sugime, Yoku Inoue, The 24th International Conference on Science and Application of Nanotubes and Low-Dimensional Materials, June 23-28, 2024, Cambridge, USA.
2. 触媒の拡散失活を低減した超高密CNTフォレスト合成とマクロ電気伝導特性, 後藤聡汰, 中野貴之, 杉目恒志, 井上翼, 第51回炭素材料学会年会, 2024年11月27日, 九州大学.
3. CNT合成におけるFe触媒寿命へのY層効果, レフイクーニユイ, 杉目恒, 中野貴之, 井上翼, 第85回応用物理学会 秋季学術講演会, 2024年9月20日, 朱鷺メッセ.
4. Enhanced growth of ultra-high density carbon nanotube forests via Fe and Al vapor addition in a CVD process Sota Goto, Takayuki Nakano, Hisashi Sugime, Yoku Inoue Carbon 243, 120537 (2025).

Nguyen Hai Chau

Data analysis and machine learning based prediction of mechanical and physical properties for the development of energy saving materials

Aim of the research project

In recent years, machine learning (ML) has been increasingly integrated with traditional methods in materials science, such as quantum chemistry and first-principles calculations, to accelerate and reduce the cost of the material discovery process. One of the most prevalent applications of ML in materials science is the prediction of novel materials with desired properties. However, most ML methods typically offer point predictions, meaning single continuous (e.g., yield strength) or discrete (e.g., phase) values. Prediction regions such as intervals or sets of discrete values are often unavailable, leaving the uncertainty of predictions unknown. Our primary objective in this project is to quantify the uncertainty of machine learning prediction models for properties of high-entropy alloys (HEAs) including Young's modulus and yield strength. This research aims to contribute by enriching and analyzing HEA databases and quantifying prediction regions for ML prediction models of these properties. Quantifying prediction regions is crucial for determining which predictions warrant experimental validation.

Contents and results of the research

(Please indicate to which extent the expected objectives in your proposal have been achieved.)

High-entropy alloys (HEAs) are materials typically composed of five or more principal elements, each with an atomic concentration usually ranging between 5% and 35%. Recently, HEAs have gained significant research attention due to their superior mechanical and physical properties, such as yield strength and hardness, compared to conventional alloys [1,2]. There are three main approaches for designing new materials, including HEAs: density functional theory (DFT), high-throughput (HT), and machine learning (ML). ML leverages both experimental data and data generated from DFT and HT methods to predict the properties and structures of new materials [3,4,5].

ML is increasingly integrated with established methods in materials science, such as quantum chemistry and first-principles calculations, to accelerate and reduce the cost of material discovery. While ML excels at predicting material properties, it primarily captures correlations rather than causal relationships, limiting its ability to explain cause-and-effect mechanisms [6].

While causal studies in materials science exist, they are typically case-specific [7,8,9,10]. Although these studies provide valuable experimental data and insights into specific causal relationships, their findings may not be generalizable to other cases.

In this project, we have developed a novel causal model, the High-Entropy Alloy Causal Model (HEACM), for the first time to estimate the effects of key variables—specifically valence electron concentration (VEC), mixing enthalpy (ΔH_{mix}), and mixing entropy (ΔS_{mix})—on the yield strength (YS) of HEAs [11]. Unlike traditional machine learning models that primarily capture correlations, HEACM aims to uncover cause-and-effect relationships, enabling a more interpretable understanding of material properties. Our experimental results show that when varying the atomic concentration of a single element in HEA compositions, an increase of one unit in VEC or ΔH_{mix} results in a decrease in YS, with an average reduction of 252.3 MPa and 29.8 MPa, respectively. Conversely, an increase of one unit in ΔS_{mix} leads to an increase in YS by an average of 217.4 MPa. These findings highlight the potential of HEACM as a practical approach for designing high-performance HEAs, particularly when combined with machine learning approaches to enhance both causality and predictability.

References

1. D. B. Miracle, O. N. Senkov, *Acta Mater.* 122, 2017, 448-511.
2. Y. F. Ye, et al., *Mater. Today* 19(6), 2016, 349-362.
3. G. R. Schleder, et al., *J. Phys.: Condens. Mater.* 2, 2019, 032001.
4. C. K. H. Borg, et al., *Sci Data* 7, 2020, 430.
5. S. Gorsse, et al., *Data in brief* 21, 2018, 2664-2678.
6. S. Arif, M. A. MacNeil, *Predictive models aren't for causal inference*, *Ecology Letters* 25 (2022).
7. J. Kumar, A. Linda, M. Sadhasivam, K. G. Pradeep, N. P. Gurao, K. Biswas, *The effect of Al addition on solid solution strengthening in CoCrFeMnNi: Experiment and modelling*, *Acta Materialia* 238 (2022).
8. Y. Chen, W. Liu, H. Wang, J. Xie, T. Zhang, L. Yin, Y. Huang, *Effect of Ti content on the microstructure and properties of CoCrFeNiMnTi high entropy alloy*, *Entropy*

24 (2022).

9. Z. Feng, C. Zhang, C. Gu, M. Xu, L. Yang, L. Wang, J. Yi, Effect of Ti on microstructure and mechanical properties of CoFeNiVTi_x high-entropy alloys, *Journal of Materials Engineering and Performance* (2023).
10. S. Chen, L. Bao, H. Yang, X. Si, Q. Yu, Effect of Al content on microstructure and mechanical properties of Al_x (Nb₃TaTi₃Zr) 100-x refractory high-entropy alloys, *Journal of Physics: Conference Series* 2691, 12071 (2024).
11. N. H. Chau and T. Yamamoto, "Effects of changing atomic concentration of a single element on the yield strength of

high-entropy alloys: A causal inference study," *Journal of Electronic Materials*, pp. 1-12, 2025. Topical collection: *Frontiers in Materials Science* 2024.

Outputs of the project (publications, presentations, patents)

1. N. H. Chau and T. Yamamoto, "Effects of changing atomic concentration of a single element on the yield strength of high-entropy alloys: A causal inference study," *Journal of Electronic Materials*, pp. 1-12, 2025. Topical collection: *Frontiers in Materials Science* 2024.

奥田 哲治

軌道分子相関を有する強相関電子系物質の基礎物性

研究目的

電子材料の基礎物性の正しい理解は、省エネルギーをもたらし電子・エネルギーデバイスの高性能化、高機能化の実現に必要不可欠である。本共同研究では、光物性や多量体物性の第一人者である勝藤教授と輸送・熱特性評価を専門とする申請者との共同研究により、強相関電子系物質における軌道分子相関に関わる物性を多角的に調査することで、新電子・エネルギー技術をもたらし新物質・新現象発見への道筋を模索する。具体的には、強相関電子系酸化物における電荷整列や軌道整列を伴いながらdimerやtrimerなどの多量体を形成しようとする軌道分子相関が、強相関電子系酸化物の熱電特性や光物性に及ぼす影響を、輸送特性、熱特性、光特性など多様な基礎物性評価を行うことで解明する。それにより、優れた熱電材料や、超光速スイッチングを可能とする光誘起相転移現象を示す物質の発見に繋がる、新たな道筋を見出すことを本研究の研究目的とする。

実験内容と研究成果

物質中で、磁性金属イオンが複数結合し一種の孤立した分子のように振舞う現象が観測される。その最も単純なものがスピン二重項二量体 (dimer) である。dimerでは、初等量子力学で習うように、二つのイオンが、原子軌道が重なる程度まで近づき、二つの軌道状態が結合性軌道と反結合性軌道に再構成され、エネルギーの低い結合性軌道に電子が収容され一つの軌道分子のようになる。結合性軌道の形成による原子間結合は有機物質における原子間結合のメカニズムであるが、孤立分子のように振舞うこのようなdimerの形成も物質における一般的な現象であり、有機物質だけでなく遷移金属酸化物などの無機化合物においても古くから観測され議論されてきた。近年においては、三つ以上のイオンからなる多様な多量体形成が遷移金属酸化物において観測されている。このような孤立多量体を形成しようとするイオン間の相関を、多量体を軌道分子として捉えて、本申請書では「軌道分子相関」と呼ぶことにする。

近年、このような軌道分子相関を持つ多量体物質において、超高速スイッチングの新動作原理として期待される光誘起相転移や、排熱からのエネルギー回収に期待される熱電変換が可能となる優れた熱電特性などの新物性が見出されつつあり、申請者らも幾つかの先駆的な研究成果を上げてきた。例えば、勝藤教授らによって、多量体物質である $\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{V}_{13}\text{O}_{18}$ (T. Saiki, *et al.*, Phys. Rev. B **96**,

035133 (2017).) や $\text{BaV}_{10}\text{O}_{15}$ (T. Saiki, *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **90**, 024704 (2021).) での光誘起相転移に関する報告が世界に先駆けてなされている。また、申請者も、dimer物質の典型とされる幾つかのTi酸化物において、種々に元素置換した単結晶を育成し、比較的優れた熱電特性を見出してきた。(例えば、R. Takahama, *et al.*, Phys. Rev. Materials **4**, 074401 (2020).) さらに、勝藤教授との共同研究により、ナノ粒子系で光誘起相転移が起こることが報告されているTi酸化物 (S. Ohkoshi, *et al.*, Nat. Chem. **2**, 539 (2010).) の単結晶において、pump光を照射する結晶面の方位に依存する光誘起相転移現象を見出してきた。(T. Saiki, *et al.*, Phys. Rev. B **105**, 075134 (2022).)

以上の背景、実績を踏まえ、本課題では、これまでの勝藤教授との共同研究を基盤として、軌道分子相関を有するより幅広い強相関電子系物質に着目し、新たな光誘起相転移物質や、より優れた熱電特性を有する遷移金属酸化物の探索を行う。特に、本課題においては、軌道分子相関系の光誘起相転移や優れた熱電特性のメカニズム解明を第一の目的として、既存、新規問わず多様な強相関電子系物質に着目し軌道分子相関に関わる基礎物性を多角的に調査することで、新電子・エネルギー技術をもたらし新物質発見への道筋を見出すことを研究の主目的とした。

以上を踏まえて、本年度は、本共同研究課題において、

- (1) 鹿児島大・奥田研において、元素置換した二量体物質 Ti_2O_3 の単結晶育成と基礎物性評価を継続し深化させると共に、早大・勝藤研において、その光誘起相転移に関する研究を推し進める。
- (2) 新たな軌道分子相関を有する物質として、Verwey転移温度以下で特殊なtrimer (trimeron) が形成されることが報告されているマグネタイト Fe_3O_4 に着目し、その元素置した物質の単結晶育成と、得られた単結晶の基礎物性評価を行い、基礎物性への元素置換効果を明らかにする。

の2点を目標とした。この研究目標に対して、以下の研究成果をあげた。

- (1) 鹿児島大・奥田研において、 Ti_2O_3 のAl置換効果を新たに調査し、その特徴を明らかにした。また、早大・勝藤研において、 Ti_2O_3 における光誘起相転移現象の観測 (研究成果, 論文1) に成功した。
- (2) 鹿児島大・奥田研において、 Mg^{2+} , Al^{3+} イオンを置換した Fe_3O_4 の単結晶育成に成功し、その構造、輸送、磁気特性評価を行った。その結果、MgはBサイトの

Fe^{2+} と置換されキャリア（電子）数を減少させ、AlはBサイトの Fe^{3+} と置換されキャリア数に変化を与えないことを明らかにした。また、両置換共に、電気伝導性を低下させるため、熱電特性を悪化させることも分かった。来年度以降は、電子ドーピングを可能とするドーパントを見出すことで熱電特性の改善を試みると共に、これらの元素置換に関する研究を推し進めることでtrimeron形成の相関が基礎物性に及ぼす影響を明らかにしていく。

研究成果の公表状況

（論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財）

論文（2件）

1. K. Akimoto, K. Ikeda, T. Yoshida, K. Takasu, T. Izaki, T.

Okuda, and T. Katsufuji, “Photoinduced dynamics of Ti_2O_3 ”, *Physical Review B* **110**, 155158-1~8 (2024).

2. D. Indo, T. Yoshinaga, M. Arizono, K. Takasu, T. Izaki, T. Shirasaki, H. Arai, H. Kuwahara, K. Akimoto, K. Ikeda, T. Katsufuji, and T. Okuda, “Successive change from band insulating phase to spin-singlet dimer phase in the pseudobrookite titanate $\text{MgTi}_2\text{O}_5\text{-Ti}_3\text{O}_5$ system”, *Physical Review B* **109**, 205138-1~10 (2024).

学会発表（1件）

1. 池田凱, 秋元郁, 吉永汰正, 有菌実駿, 犬童代梧, 奥田哲治, 勝藤拓郎, “光学スペクトルから見た $\text{Mg}_{1-x}\text{Ti}_{2+x}\text{O}_5$ のTi二量体形成”, 日本物理学会 第79回年次大会, 口頭発表.

HOANG Nam Nhat

Doped alloys and halide perovskites for multifunctional applications

Aim of the research project

The aim of this project is to develop new materials with advanced properties applicable in the field of 4R (Reduce, Reuse, Recycle, Replace) & Energy saving, as outlined below:

(1) Materials preparation:

- The new materials will be prepared using heavy ion implantation technique provided by a Pelletron 5SDH-2 Linear Accelerator and solution-based processes recently installed at the Vietnam National University.

(2) Materials characterization:

- Characterization will be carried out at Waseda university, Tokyo, Japan. Specifically, structural, optical and magnetic properties will be analyzed using: X-ray diffraction, Raman and IR spectroscopy, and Superconducting Quantum Interference Device (SQUID) measurements. The materials under investigation include gold alloys, rare-earth LaFe_{13} type alloys, and/or doped halide perovskite crystals.

The expected outcomes include (4R & Energy saving):

- Changes in the structure and properties of materials under various experimental factors are expected to contribute to advanced management techniques of environmental pollution, reduced energy consumption, energy saving and generation.

Contents and results of the research

According to the research plan specified in this research proposal, we have carried out the following materials preparation and characterization:

- (1) Thin films of gold (Au) were prepared using mechanical lamination technique, and vacuum sputtering techniques on quartz substrates, and subsequently ion-implanted using a Pelletron 5SDH-2 linear accelerator at an ion energy of 830 keV (at Vietnam National University). The implanted ions include hydrogen (atomic H), hydrogen (H) plus atomic oxygen (O), tin (Sn), copper (Cu), aluminum (Al) and lanthanum (La).
- (2) The structural characterization (X-ray diffraction measurements), the optical characterization (UV-Vis, IR and Raman) and the magnetic measurements (VSM and SQUID) (at Waseda University).

Along with experimental works, we have also studied the physics of observed phenomena by theoretical simulations by

using ab initio techniques.

The typical results are shown in two figures below. Fig.1 shows the responses of the pure Au, and the H-implanted samples in the magnetic field. Fig. 2 compares the magnetization of the pure Au and the doped (H, O) one.

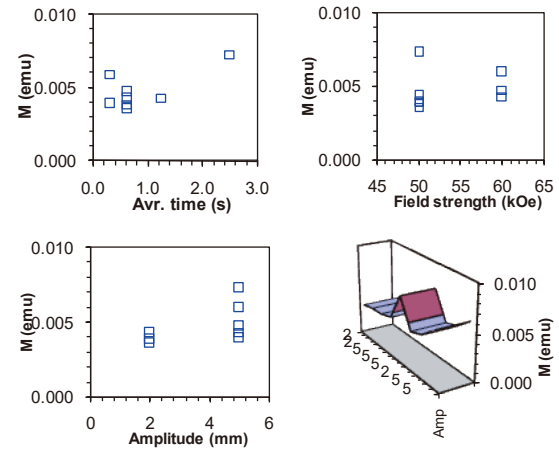


Fig. 1 Magnetization of pure Au (left) and Au: H (right) samples under various experimental conditions including the applied field strength

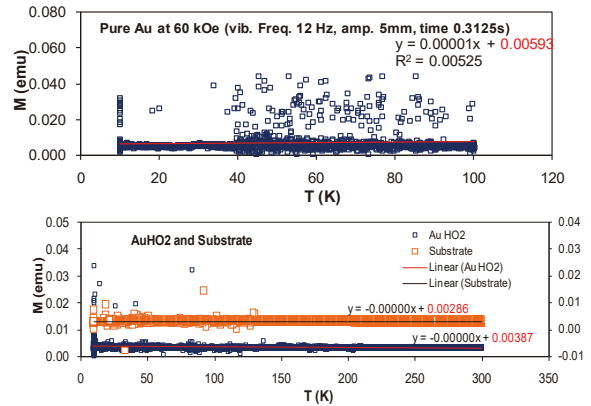


Fig. 2 Magnetization responses of pure Au sample versus Au: H+O sample in the magnetic field strength of 60 kOe

It is interesting to observe that these results are different from that measured previously in 2023 by VV Hiep et al. (also supported by this project), which showed the magnetic fluctuation below 70 K, suggesting possible ferromagnetic behavior at low T. However, these results confirm the paramagnetic nature of both pure and ion-implanted samples. Another difference is that the magnitude of magnetization shown here is sufficiently larger than the ones reported in the previous measurements by VV Hiep et al.

Outputs of the project (publications, presentations, patents)

We are currently summarizing the measured data and plan to present them at the coming international conferences, e.g., 8th International Symposium on Frontiers in Materials Science,

and then publish them in one of the high-impact international journals in the field of materials science.

This research was conducted in collaboration with Dr. Nguyen Duy Thien and Dr. Vuong Van Hiep

GUEGAN Régis

Photoactive nanocomposites for the inactivation of multi drug resistant pathogens

Aim of the research project

Microbial pathogens exhibiting multidrug-resistance as well as the presence of persistent organic contaminants in water (nanoplastics or perfluorinated compounds...) constitute serious threats to humanity and ecosystems. The recent emergence of multi-resistant bacteria (ie super bacteria) rises the problematics of the massive uses of antibiotics therapy and their efficiency (even 3rd generation drugs) pushing the development of alternative strategies for the inactivation of the microbial pathogens. In addition to this serious hazard, water compartments are massively contaminated by anthropic pollutants: nanoplastics, perfluorinated compounds, pharmaceuticals, trace elements...

In regard to these current serious environmental and health issues, this project aims at developing nanocomposite systems based on graphene oxides (GO) and photosensitizer transition metal clusters as versatile and alternative (4R) systems for the inactivation of microorganisms (bacteria, fungus) as well as for the degradation of organic contaminants in water since these systems can show relevant photocatalytic properties.

Contents and results of the research

(Please indicate to which extent the expected objectives in your proposal have been achieved.)

1. Graphite oxide was synthesized based on the modified Hummer's method and was also thermally reduced
2. Graphene oxide (GO) was properly dispersed in aqueous media
3. Graphene oxide (GO) was freeze dried and properly dispersed in dimethyl sulfoxide (DMSO) and tetrahydrofuran (THF) organic solvents forming stable colloidal dispersions
4. Two Mo based clusters were synthesized and used in this

research: bidimensional Mo_6I_{12} clusters and spherical Mo_6 clusters with phosphonate and azido apical ligands

5. Photosensitizing Mo_6 clusters were characterized by XRD, FTIR techniques (XPS and Raman characterizations at several exciting wavelengths were performed in France)
6. Due to their ability to be hydrolyzed, the Mo clusters were dispersed in DMSO and THF organic solvents prior their association to GO
7. Due to their opposite electrical charges as well as similar hydrophobic moieties, both GO and Mo_6 clusters were easily associated in a colloidal state in DMSO and THF solvents
8. The resulting hybrid materials were characterized by a set of complementary techniques for a complete understanding of their structural organization and morphologies
9. The photophysical properties of the hybrid material will be characterized later
10. Their antimicrobial properties will be later investigated, as well as their photocatalytic properties for the degradation of persistent micropollutants (nanoplastics or other emerging contaminants: pharmaceuticals)

In addition to the proposal, my stay at Zaiken allows me to discuss with the research group of Prof. Sugahara about different projects related to the liquid crystalline assemblies formed by Janus nanosheets as well as their use as template for functional colloids for the development of hybrid materials. It allows me also to discuss about previous results with Prof. Sugahara for the writing of a paper that may be submitted this year.

Outputs of the project (publications, presentations, patents)

A paper related to this proposal should be submitted within this year.

Farhod Shokir

Development of stable inorganic lead-free halide perovskites for the solar cells

Aim of the research project

Inorganic and organic-inorganic hybrid halide perovskites have attracted extensive attention of researchers around the world for numerous technological applications such as solar cells, catalysts, light emitting diodes (LEDs), lasers, X-ray detectors, photodetectors, and field-effect transistors. Among the several types of clean energy sources available around the world, solar energy is the most promising and efficient system. According to NREL, in recent years, the efficiency of perovskite solar cells (PCE) has increased quite significantly from 3.8% to more than 26.1% [1]. However, these materials exhibit instability under environmental conditions caused by humidity, high temperature and ultraviolet (UV) light irradiation. In addition, the materials used in the light absorption layers of these solar cells typically contain a toxic element, i.e., Pb. Our target of the current project is to find stable lead-free materials for the use in light absorption layer of the perovskite type solar cells, which contribute to all three priority areas proposed in the call for the current project by ZAIKEN, but our major goals are to “replace” conventional Si-based solar cells by a new perovskite type of solar cells and to “replace” toxic Pb by other elements.

[1] <https://www.nrel.gov/pv/cell-efficiency.html>

Contents and results of the research

(Please indicate to which extent the expected objectives in your proposal have been achieved.)

In the current project, we have tried synthesizing lead-free inorganic halide perovskites by the spin-coating method and analyze their geometrical and electronic structures both experimentally and theoretically. For the theoretical understandings of these properties, first principles calculations have been conducted within a density functional theory (DFT). In addition to further DFT calculations, density of states of phonons and dispersion curves in k-space will be obtained by the direct method with phonopy package [3]. From the calculated phonon DOSs, influence of anion and cation mixing on the temperature dependent phase stability have been discussed.

The followings have been carried out with Prof. Yamamoto

(a) sample preparations

Thin films of lead-free inorganic halide perovskites with

various kinds of cation and anion mixing were prepared by spin-coating method at Waseda.

(b) XRD

Crystal structures and the phase stability under ambient condition were monitored by XRD at Waseda.

(c) UV-Vis

Electronic structures of the synthesized films were examined by UV-Vis spectrometer at Waseda.

(d) SEM-EDX, SEM-AES

The morphology of the sample surface is characterized by SEM, and EDX and/or AES mapping will be also performed for the elemental analysis at Waseda.

(e) first-principles calculations

In order to study electronic structure and stability, the first-principles calculations were performed within a density functional theory. In addition, phonon density of states and dispersion curves in k-space were calculated by combined use of the results of the above calculations and phonopy code.

References

- [2] G. Kresse, J. Furthmüller, *Comput. Mater. Sci.* 6 (1996) 15.
- [3] A. Togo, I. Tanaka, *Scr. Mater.*, 108 (2015) 1.

Outputs of the project (publications, presentations, patents)

Results of the current joint project have been partially presented as an invited talk [4] and oral talks [5, 6] in the international conference and been published in the international journal [7, 8].

- [4] T. Yamamoto et al., 12th International Conference on Luminescent Detectors and Transformers of Ionizing Radiation, June 16-21, 2024, Riga, Latvia
- [5] T. Yamamoto et al., 7th International Conference on the Physics of Optical Materials, August 26-30, 2024, Becici, Montenegro
- [6] T. Yamamoto et al., PRiME2024, October 6-11, 2024, Honolulu, USA
- [7] D. D. Nematov et al., *J. Electron. Mater.* 54 (2025) 1634-1644
- [8] M. S. Kurboniyon et al., *Inorg. Chem.* 63 (2024) 21212-21221.

村松 佳祐

層端面を豊富に有する層状金属水酸化物の局所構造解析

研究目的

本研究課題では、層状金属水酸化物の層端面の化学的・物理的性質の解明とこれを活用した材料設計法の開発を目的としている。層状遷移金属水酸化物は、電気化学キャパシタやアルカリ水電解等の省エネルギー技術を担う材料として近年注目されている物質群である。これまでに単層化・ナノ粒子化による表面積の増大や、最適組成の検討により一定の性能向上を達成している一方で、既存の材料性能の限界を打破する設計戦略が求められる。我々は、層状金属水酸化物の機能発現における新たな設計点として、層状結晶の側面である“層端面”に着目している。層端面は結晶終端であり、層表面とは異なる配位環境が推測される。したがって層端面は層表面とは異なる反応性を示すユニークな反応点として期待されるが、層状化合物は一般に層端面の少ないシート状の結晶形態をとるため、層端面の理解や活用は不十分である。そこで、層端面を豊富に有する層状金属水酸化物の合成および空間分解的な解析に取り組む。

実験内容と研究成果

【実験内容】

代表者らはこれまでに金属-ジアミン錯体を原料とした層状水酸化ニッケルの合成により、層状結晶の面内方向サイズに対する積層方向サイズの比（＝アスペクト比）が1を超える異方的な柱状結晶が合成できることを見出している（K. Muramatsu *et al.*, *Inorg. Chem.* **2022**, 61, 8490.）。この合成法をベースとし、層端面の性質の解明に向けた手掛かりを得るために、層端面の露出割合を変化させる形態制御法の開発や結晶形態に応じた反応性・シグナルの変化を読み解くことを基本的な方針としている。

今年度は（1）高アスペクト比を有する柱状層状結晶の合成、（2）柱状金属水酸化物の電気化学的評価を検討した。（1）では、層端面の露出割合を増加させることが目的である。前年度までに、錯体安定性に着目した過飽和度制御により、アスペクト比2程度の柱状水酸化コバルト結晶のサイズを数マイクロオーダーの範囲で調整できることを見出している。今年度は錯体濃度に着目し、より異方成長が促進される過飽和度領域を探索した。（2）では、層端面に存在する化学種の化学的性質を評価することが目的である。柱状水酸化ニッケルを導電性カーボンと複合化し、塩基性水溶液中でのNi種の可逆的な酸化還元挙動を評価した。

【研究成果】

（1）高アスペクト比を有する柱状層状結晶の合成

仕込み時の $[N,N'\text{-dmeda}]/[\text{Co}^{2+}]$ を3とし、従来基本としていた条件よりも錯体濃度を増加させた条件で試料を合成した。XRDパターンは錯体濃度に依らず $\beta\text{-Co}(\text{OH})_2$ に帰属され、そのほかの結晶性の副生成物は存在しなかった。一方生成物の形態は、従来のアスペクト比2程度の柱状結晶から大きく変化した。短軸方向に対し長軸方向に大きく成長した柱状結晶が観察された（Fig. 1）。この柱状結晶を材研所有のJEM-2010により電子線回折や高分解能で評価したところ、柱状結晶の長軸方向は $\beta\text{-Co}(\text{OH})_2$ の積層方向と対応していた。すなわち結晶の側面部は層端面に相当する。中にはアスペクト比20を超える柱状結晶も観察されており、従来よりも高アスペクト比を有し層端面が多く露出した柱状水酸化コバルトの合成に成功したといえる。これまで金属種としてニッケルを使用した際の様々な条件検討を通し、錯体濃度の増加は異方成長の進行する過飽和状態を長く保つ効果があると考察している。異方成長を促進する理想的な過飽和状態を定量的に描画するまでには至っていないが、錯体安定性と錯体濃度を適切に設定することで、異方成長を大幅に促進できる可能性を示すことができたといえる。

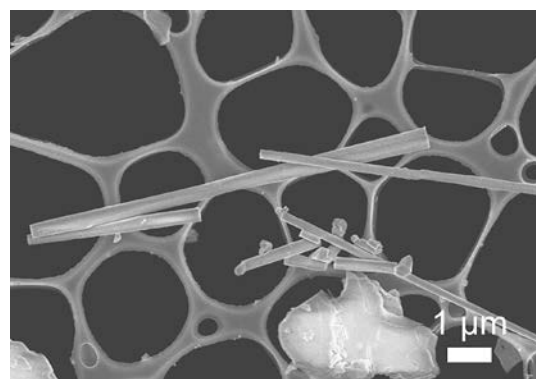


Fig. 1 高い錯体濃度で合成した $\beta\text{-Co}(\text{OH})_2$ の柱状結晶のSEM像。

（2）柱状金属水酸化物の電気化学的評価

アスペクト比2程度の柱状水酸化ニッケルとアセチレンブラックの複合体をグラッシーカーボンに堆積させた薄膜電極を作用極とし、三電極式のサイクリックボルタメトリーにより評価した（CE: Pt mesh, RE: Ag/AgCl (sat. KCl), 1.0 M KOH aq. (25 °C), 50 mV s⁻¹, 0.9 V–1.5 V vs. RHE）。板状結晶の場合、 $\text{Ni}^{2+} \rightarrow \text{Ni}^{3+}$ に対応する酸化電流のピーク

が約1.49 Vに現れた。それに対して柱状結晶の場合、酸化電流の立ち上がりが早く、ピーク位置も約1.46 Vに現れた。電位掃引時における電解液と結晶界面近傍のイオン移動経路も考慮した詳細な検討が必要であるが、露出結晶面の大幅な変化が結晶内の電子伝導経路に差を生んだ可能性がある。また柱状結晶では、酸化電流が立ち上がる50 mV程度低電位側にショルダーピークが顕著に出現した。層端面の露出割合の違いを考慮すると、このショルダーピークは層端面近傍に存在する配位環境の異なるNi種の酸化反応に対応すると考えられる。

研究成果の公表状況

(論文, 国際・国内会議, 学会発表, 特許等の知財)

学会発表 (国内会議 1 件, 国際会議 2 件)

1. “サイズ・アスペクト比が異なる柱状層状水酸化コバ

ルトの合成”, 渡邊啓, 村松佳祐, 杉本渉, 日本セラミックス協会 第37回秋季シンポジウム, 名古屋大学 東山キャンパス, 2G15.

2. “Shape- and size-controlled preparation of columnar layered transition metal hydroxides with abundant edges”, Akira Watanabe, Keisuke Muramatsu, Wataru Sugimoto, Pacific Rim Meeting on Electrochemical and Solid State Science (PRiME 2024), Hawaii Convention Center, Z01-4651.
3. “Direct Surface Sulfidation of Layered Metal Hydroxides Using Bis (trimethylsilyl) Sulfide”, Keisuke Muramatsu, Wataru Sugimoto, Pacific Rim Meeting on Electrochemical and Solid State Science (PRiME 2024), Hawaii Convention Center, Z03-4843.

事業報告

2024年度事業報告	142
------------------	-----

2024年度事業報告

1. 2024年度 機械加工運用委員会 装置使用状況

表1 月別装置使用状況

		(時間)												
部屋名	使用装置	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	合計
加工・試験室	加工機械	68.4	96.2	107.6	103.2	32.2	69.7	116.8	217.8	167.3	72.2	57.7	57.7	1166.6
	試験装置	7.5	21.0	14.5	8.5	0.0	11.8	5.7	18.0	26.0	9.0	0.0	0.0	121.9
共通実験棟	切削機械	85.8	83.3	38.1	29.3	6.4	25.3	97.8	102.2	46.8	17.3	22.3	21.2	575.8
	電気炉他	321.0	143.0	246.5	302.5	30.0	233.3	531.1	581.3	397.5	256.0	49.0	170.0	3261.2
合 計		482.7	343.5	406.7	443.4	68.6	340.0	751.4	919.3	637.7	354.4	129.0	248.8	5125.5

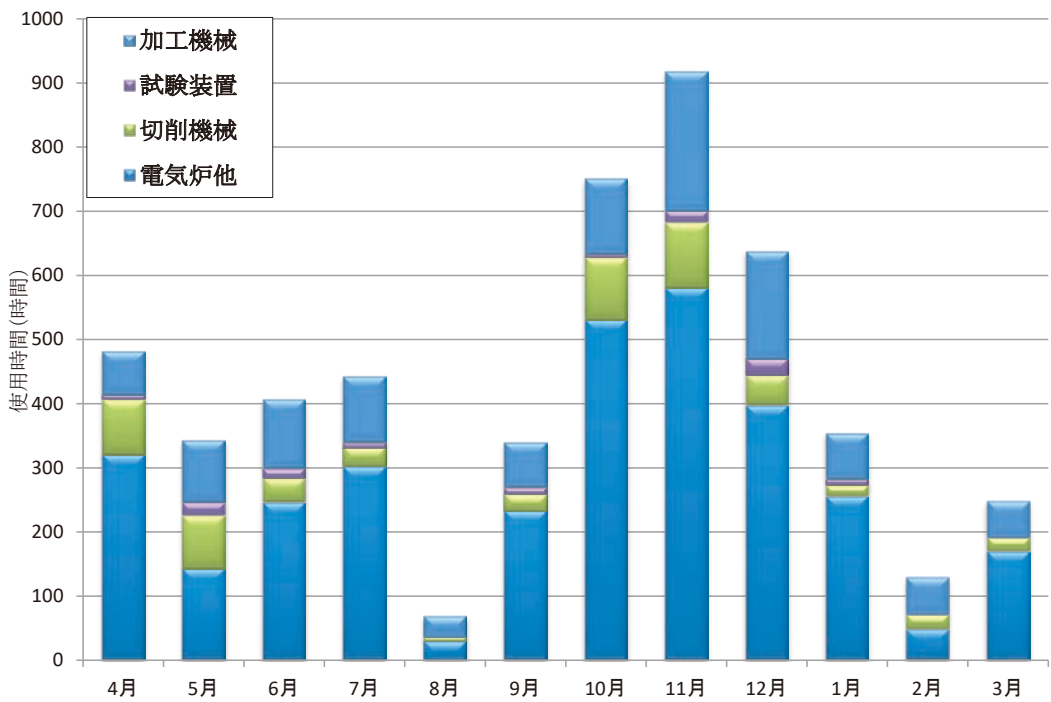


図1 月別装置使用状況

- ・ 所内12研究室、所外10研究室による利用がありました。
- ・ 加工試験室における依頼加工について
OKK マシニングセンタをはじめとした依頼加工件数：101件（前年度121件）
主な依頼加工内容：治具，ステンレス加工，Fe るつぼの作成，CFRP，樹脂加工，研磨用治具，アルミ部品加工，グラファイト部品加工，金型の修正，治具の製作，アクリル板加工，材研フェスタトロフィー盾，材研退職教職員用メダル作製等
- ・ 共通実験棟における高周波誘導炉について
年間稼働数25回（補修・メンテナンスによる稼働50回含），前年度37回と比して減少

機械加工運用委員会 管理運用装置一覧

加工・試験室

装 置 名	メ ー カ ー	型 番
マシニングセンター（グラフィット仕様）	OKK株式会社	GR400
旋盤	テクノワシノ	LEO-80A
旋盤	テクノワシノ	LR-55A
フライス（タレット型・高精度）	牧野フライス製作所	KVJP-55
フライス（ベット型）	新潟鉄工所	2UMD
フライス（ひざ型・横型）	静岡鉄工所	SP-CH
フライス（ひざ型・NC付）	大隈豊和機械	FMR-30
ボール盤	芦品鉄工	AUD-550
ボール盤	遠州工業	ESD-350DX
ボール盤	富士電動工機	F.B.D-6
平面研削盤（高精度）	岡本工作機械製作所	PSG-63DX
帯鋸盤コンターマシン	ラクソー	L-400
ウォータージェット加工機	コムネット	WAZER
コンピュータ計測制御式万能試験機	島津	AG-100KNC
デジタル計測制御式万能材料試験機	東京衡機	RU300DN-TK21
ビッカース硬さ計	松沢	DVK-2S
微小硬さ計	島津	HMV-2000
ロックウェル硬度計		
万能投影機	ニコン	V-12
マイクロスコープ	マイクロスクエア	DS-400CM-2M

共通実験棟

装 置 名	メ ー カ ー	型 番
ファインカッター（2台）	HEIWA	HS-100
カッティングラインダー	FUTABA	RCK-18
両頭グラインダー	日立工機	KBT10, R12-S
シャーリング	相沢鉄工所	AST-612
NCバンドソー	DAITO	GAⅢ410
サイリスタ式高周波誘導炉（3台）	東芝	3000Hz-100/50/20kg
電気炉（真空ガス置換炉）	デンケン	KDF-V50M
電気炉（大気炉）（2台）	YAMATO	FP410
電気炉（高温用・雰囲気炉）（2台）	デンケン	KDF1700

2. 2024年度 機器分析運用委員会 装置使用状況

表1 月別装置使用状況

使用装置	(時間)												合計
	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	
電子顕微鏡	373.8	469.3	531.3	608.3	228.3	395.3	580.5	617.8	578.5	463.5	235.8	235.0	5317.0
試料作製	44.8	170.5	186.0	105.3	44.5	61.0	181.8	175.0	210.5	188.0	125.5	78.5	1571.3
X線装置	262.8	269.0	328.3	224.3	84.5	168.8	241.0	297.8	295.8	171.3	129.5	117.0	2589.8
その他装置	533.5	401.5	380.5	739.8	387.8	739.5	595.5	784.3	1027.5	484.8	450.8	285.0	6810.3
合 計	1214.8	1310.3	1426.0	1677.5	745.0	1364.5	1598.8	1874.8	2112.3	1307.5	941.5	715.5	16288.3

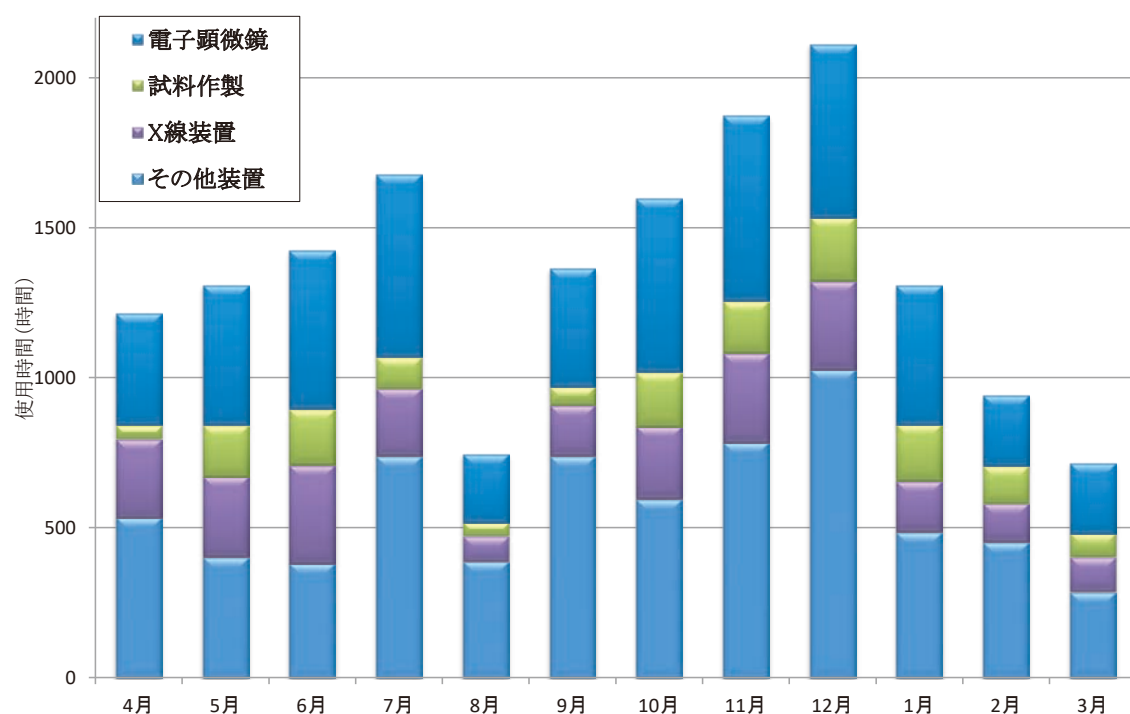


図1 月別装置使用状況

学内46研究室，学外10箇所（大学8，研究機関1，企業1）による利用がありました。

学内による総利用時間は16,054.8時間

学外による総利用時間は 233.5時間（昨年：282時間）

文科省共同利用・共同研究拠点として，以下の機関による利用がありました。

東京都立大学，静岡大学，秋田大学，東京海洋大学，東京農工大学，京都工芸繊維大学，東京都市大学，産業技術総合研究所，日本大学，株式会社カーボンフライ

機器分析運用委員会 管理運用装置一覧

分析評価設備

装 置 名	メ ー カ ー	型 番
電界放出形透過型電子顕微鏡	JEOL	JEM-2100F
透過型電子顕微鏡（300keV）	JEOL	JEM-3010
透過型電子顕微鏡（200keV）	JEOL	JEM-2010
分析透過電子顕微鏡（120keV）	JEOL	JEM-1400 Flash
（熱）電界放出極低加速走査電子顕微鏡	JEOL	JSM-7800F Prime
（熱）電界放出走査電子顕微鏡	JEOL	JSM-6500F
カソードルミネッセンス分析装置（付属）	Gatan	MONO CL3
（熱）電界放出走査電子顕微鏡	JEOL	JSM-7001F
高分解能走査電子顕微鏡	HITACHI	S-5500
走査電子顕微鏡	JEOL	JSM-6510LA
電子プローブ微小部分析装置	JEOL	JXA-8230
電界放出型オージェ電子分光装置	JEOL	JAMP-9500F
後方散乱電子線回折装置	TSL	TSL-OIM4
光電子分光装置	JEOL	JPS-9010
フーリエ変換赤外分光システム	PerkinElmer	Spectrum One
ユニバーサル ATR ユニット	PerkinElmer	
拡散反射ユニット	PerkinElmer	
高角度反射ユニット	HARIICK	REFRACTOR2TM
ゲルマニウム ATR ユニット	HARIICK	GATR TM

装 置 名	メ ー カ ー	型 番
動的光散乱式粒径分布測定装置	HORIBA	LB-550
表面粗さ計	Veeco	Dektak 6M
ナノスケールX線構造評価装置	Rigaku	NANO Viewer
全自動水平型多目的X線回折装置	Rigaku	SmartLab
ホール効果測定器	Nanometrics	HL5500
キャリア濃度測定器	Nanometrics	PN4300
デジタルマイクロスコープ	KEYENCE	VHX-900
光学顕微鏡（カメラ付き）	Nikon	L150
倒立金属顕微鏡	Nikon	MA200
落射蛍光顕微鏡システム	Olympus	BX51
実体顕微鏡	Nikon 他	
イメージングプレート読み取り装置	FUJIFILM	FDL-5000
蛍光X線分析装置	JEOL	JSX-1000S

試料加工設備

装 置 名	メ ー カ ー	型 番
集束イオンビーム加工装置（JIB4000）	JEOL	JIB-4000
複合ビーム加工観察装置	JEOL	JIB-4700F
イオンミリング	HITACHI	E-300
イオンポリッシング（クライオシステム搭載）	Gatan	PIPS Model 691
クライオイオンスライサ（クライオシステム搭載）	JEOL	IB-09060CIS
クロスセクションポリシャ	JEOL	CPIV IB-09020CP
平面イオンミリング	SANYUELECTRON	SVM-730
自動研磨機	BUEHLER	オートメット250
ハンディラップ（精密平面研磨機）（6台）	JEOL	HLA-2
ダイヤラップ（卓上半自動研磨機）（3台）	（株）マルトー	ML-150P
ディスクグラインダー	Gatan	Model 623
ディンプルグラインダー	Gatan	Model 656
超音波ディスクカッター	Gatan	Model 601
ディスクパンチ	Gatan	Model 659
多機能ダイヤモンドワイヤーソー	メイワフォーシス	DWS 3500P
カッティング・マシーン		
精密カットグラインダー（2台）	BUEHLER	アイソメット
真空蒸着装置	VACUUM DEVICE	VE-2020
イオンコーター（Pt）	JEOL	JEC-1600
イオンコーター（Pt）	VACUUM DEVICE	MSP-1S
カーボンコーター	メイワフォーシス	CADE-E
QUICK CARBON COATER	SANYUELECTRON	SC-701CT
プラズマイオンボンバーダ（親水処理装置）	VACUUM DEVICE	PIB-10
イオンクリーナー（2台）	JEOL	JIC-410
プラズマイオンクリーナー	JEOL	EC-52000IC
真空加熱脱泡装置	（株）日伸理化	VM-303D
冷間埋込装置（真空含浸装置）	BUEHLER	カストN
熱間埋込装置（加熱型油圧埋込気）	BUEHLER	シンプリメット2
サンドブラスト		

3. 大学院生・学部生に対する研究指導

研究員の指導により大学院学生・学部学生の学位論文・卒業論文の実験研究指導を行った。

大学院学生：合計 270名

学部学生：合計 143名

4. 機関誌等の発行

下記の機関誌を発行した。

1) 「材研報告」(和文) 第80号

2) “ZAIKEN TODAY” No.24, No.25

5. オープンセミナー

社会貢献の一環として、毎年、今日の研究や生産の現場で強い関心が持たれ、かつ学問的にも興味深い材料技術に関わるテーマを取り上げ、第一線の講師陣を組織してセミナーを開催し、広く内外に公開している。

今年度は「カーボンニュートラルに向けたセラミックスおよび関連技術の展開」をテーマに12月13日(金)対面+オンラインによるハイブリッド方式にて開催、121名(対面:47名, オンライン:74名)の参加者があった。

6. ZAIKEN Festa

材研及び共同利用・共同研究機関の若手研究者間の相互理解の深化、異分野交流の促進、さらには研究情報発信の推進を図るため、材研OB等企業の方も参加可能なZAIKEN Festa(ポスターセッション)を10月3日(木)に対面で開催、88名(発表者39名, 審査員・聴講者等49名)が参加した。

7. 教育プログラム(材料科学連続セミナー)

文部科学省の共同利用・共同研究拠点事業として、幅広い材料分野を対象とし、第一線の研究者の知見や技術を共有して材料研究のボトムアップを目的とした、オンラインの「材料科学連続セミナー」を開催した。2025年1月に「電子材料第1シリーズ」(全2回)を開催し、延べ111名の参加があった。また、2025年1月～3月に「ソフトマター第1シリーズ」(全4回)を開催し、延べ166名の参加があった。

8. ZAIKEN CAFÉ

共同利用・共同研究拠点事業として、2024年度より全国の若手研究者によるオンラインのトークカフェを開催。幅広い材料研究の分野の中から毎回2組の若手研究者に最新の研究内容を話してもらい、参加者が材料分野の様々なトピックについて学ぶとともに、講演者にとっても異分野を含む研究者との質疑応答を通じて、研究のさらなる進展と深化を図ることを目的としている。

9. ふいご祭

前身の鋳物研究所より続く伝統行事であり、その一年の教職員・学生の安全と研究推進の成果を感謝し、併せて来年の研究作業の安全衛生と研究開発成果の増大を祈る祭事として、11月29日(金)正午から共通実験棟にて開催、来賓・教職員が多数参列した。

材 研 報 告

第 81 号

2025 年 7 月 30 日 発行

編集人	岩 瀬 英 治 平 田 秋 彦
発行人	菅 原 義 之
発行所	早稲田大学 各務記念材料技術研究所
〒169-0051	東京都新宿区西早稲田 2-8-26 電 話 03-3203-4782
印刷所	株式会社 正 文 社



材 研 報 告

早稲田大学

No.81 2025