

Title	電子顕微鏡法による金沢金箔局所構造の解析と形成メカニズムの考察
Author(s)	徐, 圓喆
Citation	
Issue Date	2025-12
Type	Thesis or Dissertation
Text version	ETD
URL	https://hdl.handle.net/10119/20320
Rights	
Description	Supervisor: 大島 義文, 先端科学技術研究科, 博士

氏 名	XU, Yuanzhe		
学 位 の 種 類	博士（マテリアルサイエンス）		
学 位 記 番 号	博材第 626 号		
学 位 授 与 年 月 日	令和 7 年 12 月 24 日		
論 文 題 目	Electron Microscopy Analysis of the Local Structure of Kanazawa Gold Leaf and Investigation of Its Formation Mechanism		
論 文 審 査 委 員	大島 義文	北陸先端科学技術大学院大学	教授
	高村 由起子	同	教授
	小矢野 幹夫	同	教授
	村田 英幸	同	教授
	市川 聡	大阪大学	特任教授

論文の内容の要旨

Kanazawa gold leaf, a traditional Japanese material renowned for its exceptional thinness and brilliant metallic luster, is produced through a meticulous hammering process that reduces its thickness to nanoscale dimensions. This study examines the distinct plastic deformation mechanisms and crystallographic texture evolution associated with the production of Kanazawa gold leaf. We focus on the various properties of Kanazawa Gold Leaf. By employing advanced analytical techniques such as Transmission Electron Microscopy (TEM) and Electron Backscatter Diffraction (EBSD), the research aims to analyze the microstructural transformations at the nanoscale during hammering.

Kanazawa gold leaf is fabricated using intricate hammering techniques to create a very thin film, approximately 200 nm in thickness. It has been reported that the (001) texture is formed; however, the mechanism of its formation remains unknown. We are utilizing electron backscatter diffraction (EBSD) and ultrahigh-voltage transmission electron microscopy (UHV-TEM). We found that a (011) slip system emerges in the thin Kanazawa gold leaf, which is unusual in face-centered cubic (FCC) crystals. We discuss the critical role of this (011) slip in the formation of the (001) texture.

In practical production, Kanazawa gold leaf products often vary in gold content, with several alloy elements like silver and copper (Cu). Notably, the Cu content in these products remains extremely low, approximately one atomic percent. To investigate the significance of such a low component, we analyzed both pure gold leaf and No.4 gold leaf using energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) coupled with TEM. Our findings indicate that the No.4 gold leaf does not exhibit substantial changes in microstructure due to the presence of alloying elements from the pure gold leaf. However, EDS data analysis suggests that an increase in copper content significantly reduces the activity of the (011) slip system. Consequently, maintaining a low copper alloy content appears crucial for enabling the processing of gold leaf to achieve extremely thin thicknesses, as low as around 200nm.

In the Kanazawa area, materials other than gold are also thinned using the hammering process. Previous studies have reported that aluminum (Al) leaf exhibits a similar (001) texture, as indicated by XRD results. To further explore this phenomenon, we conducted experiments using

EBSDBSD and UHV-TEM. The microstructure of the Aluminum leaf was significantly different from that of the gold leaf. Some regions displayed recrystallized features, while other areas retained dislocation structures. Additionally, the texture peaks of the Al leaf revealed two distinct orientations, $\langle 110 \rangle \{001\}$ and $\langle 100 \rangle \{001\}$. We hypothesize that Al's lower melting point, approximately half that of gold, results in a significantly lower recrystallization temperature, enabling dynamic recrystallization during the hammering process.

Key words: Gold leaf; TEM; EBSD; the non-octahedral slip system; SFE.

論文審査の結果の要旨

金沢金箔は、その卓越した薄さと輝かしい金属光沢で知られる伝統的な日本素材である。この素材は、ナノスケールの薄さまで叩き伸ばす精密なハンマー加工工程を経て製造され、厚さはわずか 100nm 程度である。これまでの研究で、(001) テクスチャーが形成されることが X 線回折で明らかになったが、その形成メカニズムはいまだもって不明である。

本研究では、金沢箔の製造工程における最終工程の一手手前の金薄膜「澄（ずみ）」（厚さ約 1 μm ）と、最終製品である「本金箔」（厚さ約 0.1 μm ）の 2 種類を対象に、透過型電子顕微鏡（TEM）や電子後方散乱回折（EBSD）などの分析手法を用いて、それぞれの微細構造を比較・解析し、特有のテクスチャー（結晶方位分布）がどのように形成されるのかを明らかにすることを目的とした。

澄は、主に(101)テクスチャーを示すが、完全に揃っているわけではなく、一部にはやや[001]方向に傾いた(201)テクスチャーも観察された。面内方向（箔の平面内の方位）は特定方向に揃わず、全体として等方的な応力状態で変形を受けていたことを示している。微細構造の観察では、転位が集積した高角粒界（HAGB）、低角粒界（LAGB）、さらに転位のもつれが見られた。再結晶は起こっていないが、第一段階のハンマリング中に温度がやや上昇するため、一部で動的回復が進んだ可能性があるかと推測される。

本金箔は、ほぼ全面が{001}方位の結晶粒で構成され、面内方向もほぼ揃っていた。平均方位は理想的な回転立方体テクスチャー{001}<110>から約 15°ずれた{001}<310>であった。TEM 解析では、転位が全体に均一かつ高密度で絡み合っており、この状態では主なすべり系である{111}-<110>系が動けず、いわゆる「凍結」状態になっていることが分かった。これは、第二段階のハンマリングではパッケージを定期的に開いて冷却するため温度が低く、回復や再結晶が抑制されるためである。さらに、{110}面上に形成されたスリップバンドが多数観察された。これらは互いに直交する[101]方向とその垂直方向の両方に沿って現れ、非八面体すべり系である{110}-<110>が活動していることを示す。この非八面体すべり系は、転位の絡み合いによるクロススリップや、特定の方位での高い Schmid 因子によって活性化されたと考えられる。結果として、結晶方位は[101] $\rightarrow$ [201] $\rightarrow$ [001]へと変化し、{001}テクスチャーが形成された。

また、本金箔のように厚さが極めて薄くなると、表面摩擦力が小さくなり、代わりに面内のせん断応力が作用しやすくなる。このせん断応力の影響で、理想的な{001}<110>テクスチャーから 15° 回転した{001}<310>という独特な方位が安定的に形成されたと説明できる。

以上より、本論文は金沢金箔が(001) テクスチャーが形成メカニズムについて、転位の絡み合いによるクロススリップや高い Schmid 因子が非八面体すべり系の活性化によって合理的に説明できている。よって博士（マテリアルサイエンス）の学位論文として十分に価値あるものと認めた。