

# News Letter

2009 AUTUMN  
VOLUME  
**11**  
秋 号



第14回ものづくり基礎講座  
クリエイションコア東大阪  
大阪府東大阪市



方違神社(ほうちがいじんじゃ)  
大阪府堺市堺区



瑞鳳殿  
宮城県仙台市青葉区



国営みちのく杜の湖畔公園(宮城県柴田郡川崎町)



すがすがしい季節となりましたが、みなさまはいかがお過ごしでしょうか？ 私ども大阪センターの教職員もこの秋空の下、じっくりと研究に教育に力を注いでいく所存ですのでどうかよろしくお願ひいたします。

さて今年は「産業活力再生特別措置法」が策定されてからちょうど10年目に当たります。いわゆる日本版バイドール条項を含むこの法律は、その前年、平成10年に策定された「大学等技術移転促進法(TLO法)」に基づいて設置されたTLOの特許料を1/2に軽減することにより、大学の技術移転を円滑にすることによる経済の活性化を目的としたものでした。また、この時期には「研究交流促進法」の改正(平成10年)、「産業技術力強化法」の策定(平成12年)など、経済産業省を中心とした産学連携を推進する努力が形となっていきます。さらに平成16年には「国立大学法人法」が施行され、旧国立大学に勤務する教職員の非公務員化も促進されたのでした。

このように大学と産業界の協力関係が制度化されてからほぼ10年が経つわけですが、現在、日本各地にあるTLOの多くは困難な経営を余儀なくされています。しかしそれはある意味では当然のことかもしれません。大学において生まれた研究室レベルのサイエンスを現場に移転し、商品化するためにはシーズの独創性だけでは不十分で、スケールアップした現場レベルの問題というエンジニアリング的見地からの新たな挑戦を必ず伴うからです。このことは例えば一つの製品特許に対して、それを実現するためのいくつもの製造法に関する特許が存在することからも明らかでしょう。そういった今だからこそ、大学の側からはもっと生産現場を知ることが、企業の側からは一つ一つの科学の意味の本質を知ることが、10年経った産学連携の波をこれから先、さらに推し進めていくために求められているのではないかでしょうか？

秋のそよ風は我々にただ走るだけではなく、まわりの景色の変化をもっと見てくださいと語りかけてくれているようです。この季節は数多くのビジネスマッチングフェアやセミナーの場において多くの方々と接することで、我々も成長していく所存です。みなさま、どうか温かいご指導ご鞭撻をよろしくお願ひいたします。

CO<sub>2</sub>分離のためのミクロポーラス材料開発

COP3の京都議定書の締結以来、CO<sub>2</sub>削減は急務の課題ですが、現在、日本に求められているCO<sub>2</sub>削減量の目標達成は極めて困難な状況にあります。しかしながら、地球温暖化とともに幾つかの国々では水没の危機が叫ばれ、さらに珊瑚の白化などの動植物への影響、さらに気候の激変など、温暖化が誘発するとされる多くの事例が危惧される状況にあります。それを受け、日本では、「Cool Earth」に向けた取り組みなど、地球温暖化問題の解決に向けてCO<sub>2</sub>削減が精力的に取り組みが進められています。また、最近は、2050年までに21世紀初頭の排出量の50%~80%削減するという極めて実現が困難な厳しい目的も設定されつつあります。図1にCO<sub>2</sub>削減のためのシナリオを示しますが、地下貯留技術（地中、海中）ならびに分離回収技術（吸収法、膜分離法など）に大きく分けられます。地下貯留及び膜分離や吸収法などの分離回収に関して、日本は高い技術を持っているものの、一つの技術のみでCO<sub>2</sub>削減を達成できるわけではなく、これらの多様な要素技術の改善とその積み重ねが問題解決には必要です。また、膜分離技術としては、有機膜分離と無機膜分離の2種類に大別されますが、両材料系とともに、当初から日本が活発に研究を進めてきた分野です。耐熱性やコストなどの観点から、今後は、益々、無機膜分離が重要であります。現状では特性的に不十分であり、さらなる特性改善が現在求められています。



図1 CO<sub>2</sub>隔離シナリオ  
(RITE資料を参考に改変)

無機膜分離用の材料としては、ゼオライトなどの多孔性材料が対象とされてきました。ゼオライトは図2に示すように種々知られる機能性多孔材料の一つです。ゼオライトは、Aオーダーの細孔が規則的にネットワークを組んだミクロポーラス材料であり、触媒などで有用な材料（表1に各種ゼオライトの細孔サイズを示す）ですが、ゼオライト内部の細孔サイズおよび分子篩効果などによりCO<sub>2</sub>分離に向いた材料として知られます。従来は、ドライゲルコンバージョン法、CVD法などによりゼオライトなどを用いた膜分離が検討されてきましたが、ピンホールや欠陥などが多く含まれ、良質なゼオライト膜を得ることは困難でした。これは、ゼオライトなどの材料自体が自己焼結性が無く緻密化が困難な事が原因でもありましたが、当研究グループでは、改良した水熱プロセスによりゼオライトの緻密化に初めて成功しました（文献1と文献2）。このバルク状ゼオライトは、改良水熱プロセスによりY型-ゼオライト（構造模式図を図3に示す）を短時間で緻密化したもので、バルクでありながら約800m<sup>2</sup>/gの極めて高い比表面積を有しており、バルク全体でゼオライトが持つミクロ細孔（オングストロームオーダー）ネットワークが維持されることになります。つまり、ミクロ細孔ネットワークがバルク体全体、3次元的に維持されたものであり、3次元細孔ネットワークを完全に保持したゼオライトバルク体の開発に初めて成功しました。図4にはその概観を示しますが、水熱条件を最適化することにより透光性を示すゼオライトバルク体（B）が作製可能となります。この透光性の発現はゼオライト粒界の構造ならびにボイドなどの空隙やピンホールなどの欠陥の減少に由来すると考えられますが、さらに詳細に微細構造や粒界構造などを解明する研究を現在展開中です。

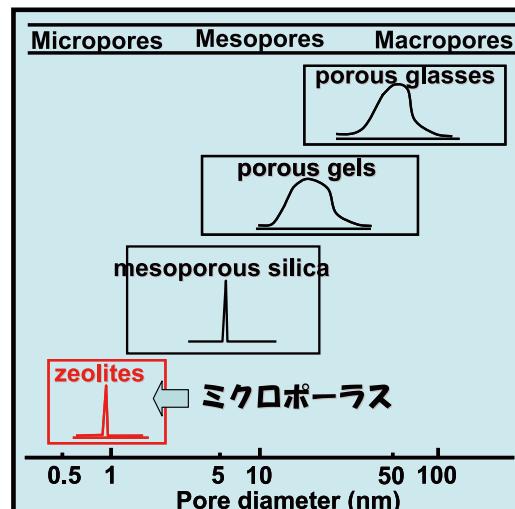


図2 各種機能性多孔体材料

従来技術ではこのようなゼオライトの緻密化は不可能でしたが、当研究グループによる新しい要素技術の開発によってゼオライトの緻密化が可能となりました。現在、Y型-ゼオライト(FAU)以外にもMFI、MOR、LTAなど種々のゼオライトにおいて同様な成果が得られつつあり、本成果によりCO<sub>2</sub>削減のための無機膜分離技術の確立に向けて今後大きく貢献できると期待されます。本研究は（財）地球環境産業技術研究機構・地球環境産業技術研究所(RITE)の先端的研究にも採択され、大いに期待される技術であり、現在、研究を精力的に進めています。

CO<sub>2</sub>削減にむけた地下貯留技術ならびに分離回収技術の開発は、日本が積極的に研究を進め世界をリードしている先進技術分野であり、今後の日本を支える重要なkey技術の一つでもあります。排出量取引など環境ビジネスが巷で話題となっていますが、CO<sub>2</sub>削減のための地下貯留技術と分離回収技術の技術革新が環境ビジネス分野で大いに活かされる可能性も高く、今後の更なる研究進展が望まれる有望分野でもあります。

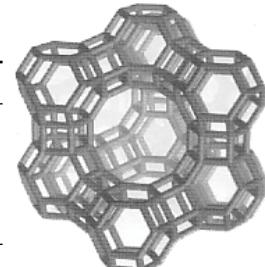


表1 各種ゼオライトの細孔サイズ

各種ゼオライト	細孔サイズ
A型(LTA)	0.3~0.5nm
Y型(FAU)	0.74nm
X型(FAU)	0.74nm
ZSM-5(MFI)	0.51~0.55nm

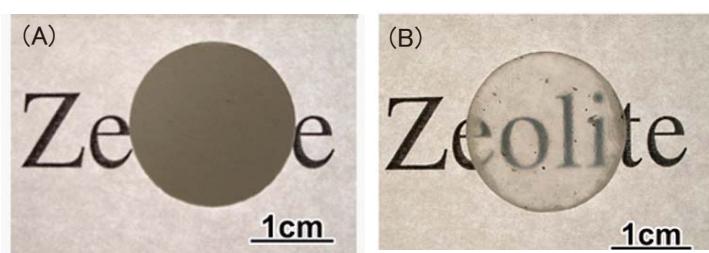


図4 紹密なY型ゼオライトの概観(厚み=1mm) (A) 紹密バルク体  
(B) 透明バルク体

## 参考文献

1. A. Nakahira, S. Takezoe, Y. Yamasaki, Chem. Let., 33, 1400(2004)
2. A. Nakahira, S. Takezoe, Y. Yamasaki, Y. Sasaki, Y. Ikuhara, J. Am. Ceram. Soc., 90, 2322(2007)

### プラズマ窒化した低合金鋼におけるナノ析出による表面硬化

鉄鋼材料の窒化処理は、浸炭や高周波焼入れとは異なり相変態を伴わないため寸法変化を直接起こさず、さらに優れた耐摩耗性、耐疲労性、耐食性、熱的安定性が得られるという特徴があります。今後窒化のさらなる応用の拡大のためには、窒化層の硬化を担うナノサイズの合金窒化物の生成挙動を明らかにすることが重要です。ここでは、我々が行っているプラズマ窒化した低合金フェライト鋼およびマルテンサイト鋼における合金窒化物の析出組織形成と表面硬化挙動に関する研究について紹介します。

### 【フェライト合金の窒化における析出組織】

鉄合金フェライトを窒化すると、表面に生成した鉄窒化物からなる外部窒化層の内側に、微細な窒化物が析出した内部窒化層が形成されます。図1は窒化物形成傾向が強い置換型合金元素(M)を1mass%添加したFe-M二元合金を843Kで窒化した場合の表面から深さ方向への硬度プロファイルです。Ti、V添加材では窒化層の硬度上昇が大きく窒化層／未窒化層の境界で急激な硬度変化を示すのに対して、Al、Cr添加材では硬度上昇および奥行き方向の変化が比較的緩やかです。各合金の硬化層厚さは窒化時間の1/2乗にほぼ比例して大きくなります。図2は各合金の窒化層厚さと表面硬度のバランスを種々の窒化処理温度に対して比較したものです。表面硬化量はTi、V添加が高く、Cr添加材と比較してより高温で高硬度を維持しています。V添加は同じ窒化条件での硬度と硬化層厚さのバランスに優れています。

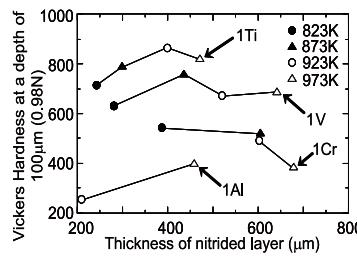
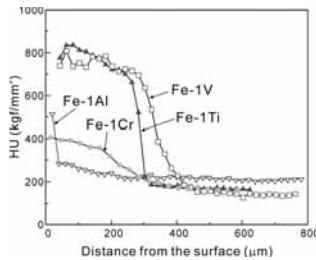


図1: Fe-1mass%M 二元合金フェライトにおけるユニバーサル硬度(HUT)の深さ方向のプロファイル(843K 18ks窒化)

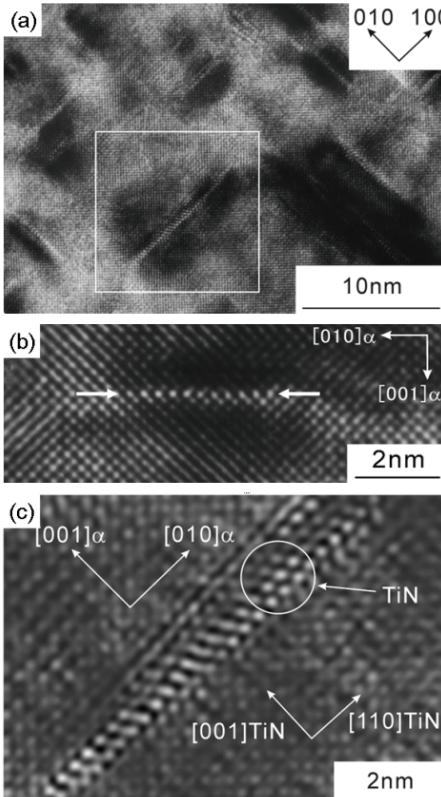


図3: 843Kで窒化したFe-1mass%Ti合金の表面付近のナノクラスターとTi窒化物

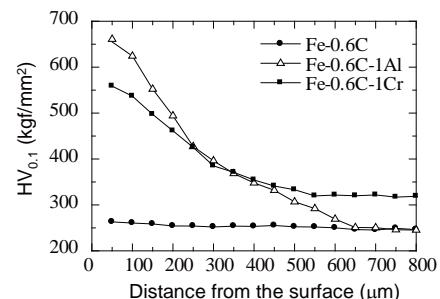


図4: Fe-0.6C合金、1Al、1Cr添加鋼を823K、57.6ks窒化した場合の硬度プロファイル

### 【マルテンサイト鋼の窒化組織】

実用では、通常炭素を含有したマルテンサイト組織を呈する鋼に窒化を施します。図4は823K窒化材についてFe-0.6mass%C合金とそれに1mass%のAlおよびCrをそれぞれ単独添加した試料の硬度プロファイルを比較したものです。Fe-C二元合金では窒化による硬化量は小さいですが、AlおよびCr添加材では大きな表面硬化が見られます。Cr添加よりもAl添加の硬化量が大きいのは前述したフェライト合金とは逆の傾向です。

図5はこれらの合金の表面付近の窒化層中の析出組織です。(a)～(c)のSEM写真を見ると、窒化層中では未窒化領域と同様にマルテンサイトの焼もどしにより生じたセメントタイトが、ラス・パケット・ブロック境界に球状に析出しています。(d)および(e)の表面付近のTEM写真では、Al材では長さが100nm～200nm程度で、厚さが～10nm程度、(e)のCr添加材では長さ～20nm程度、厚さ～数nm程度の板状析出物が見られます。これらの表面硬化を担う析出物はフェライト合金の場合と同様にB1構造のAINおよびCrNです。これらの窒化物の微細析出が、両合金での表面硬化を担っていることがわかります。フェライトの場合と比較した場合の硬化量の序列に違いは、Cr添加材でのセメントタイト中へのCr濃化による母相中の固溶Crの枯渇に起因してCrN析出量が減少したこと、マルテンサイト中の高密度の転位が優先核生成サイトとなりAINの生成を促進したことによると考えられます。

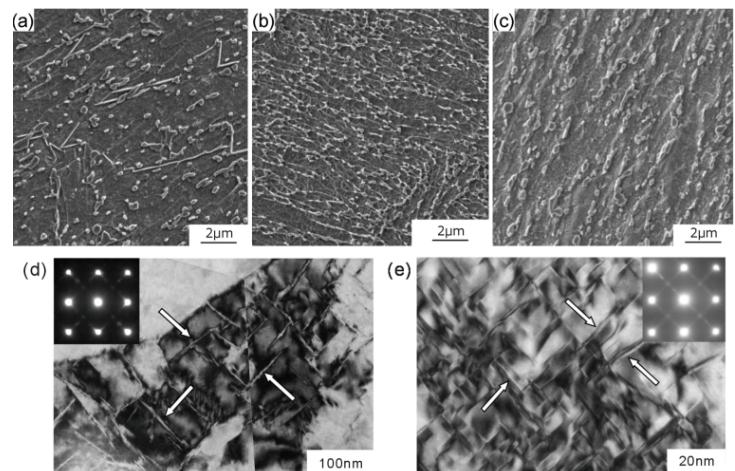


図5: 窒化材の表面付近の析出組織;(a) Fe-0.6C, (b) Fe-0.6C-1Al and (c) Fe-0.6C-1Cr 合金のSEM写真. (d) Fe-0.6C-1Al および(e) Fe-0.6C-1Cr 合金のTEM写真

### 【今後の課題】

鉄鋼材料の窒化の応用への期待は今後ますます高まっていくと考えられます。今後の課題としては、多元系での窒化組織の解明、合金窒化物の分布の定量的評価に基づいた窒化組織形成および硬化予測モデルの構築、外部窒化層(化合物層)の組織制御などが挙げられます。窒化のような不均一な開放系での組織変化は複雑でまだ不明な点が多いことから、我々の部門では今後も精力的に研究を進めていく所存です。

# トピックス

## NI基金属間化合物合金を用いて超高温・特殊環境にも耐えうるボールベアリングの開発に成功

新素材加工分野 高杉隆幸 教授と大阪府立大学金野泰幸 准教授は、日本ピローブロック株式会社(大阪府堺市美原区)との共同研究において、超高温・特殊環境下で稼動する耐熱ボールベアリングの開発に成功しました。

諸産業装置を支え、「産業の米」といわれているボールベアリングの耐熱温度上昇の要請は強くありましたが、現用の内外輪素材としてSUS440Cを使用しているボールベアリングの耐熱温度は300°Cにとどまっていました。本共同研究では、内外輪素材にNiSiTi金属間化合物とNiAlV金属間化合物(Ni基超・超合金)の2種類の合金を使用し、ボールについてはセラミックス製を、潤滑剤としては固体潤滑剤を適用することにより開発を行いました。大気中600°Cで回転試験を行い評価しました。100時間試験後、SUS440Cで作られた軸受では、多量の摩耗粉が発生し、内外輪の軌道面には大きな凹凸がみられました。それに対し、金属間化合物合金で作られた軸受では、摩耗粉の発生が少なく、軌道面には細かい凹凸もあまりみられませんでした。その上、焼き付きも生じず、酸化も進んでいないことがわかりました。内外輪の摩耗量から軸受の寿命時間を算出しますと、SUS440C 製軸受の場合の100時間以下に対して、NiSiTi金属間化合物の場合は8336時間、NiAlV金属間化合物(Ni基超・超合金)の場合には2072時間となり、大気高温環境下で極めて寿命が長いことがわかりました。

表 600°C回転試験における軸受内輪・外輪の摩擦量と寿命

内外輪素材	試験時間	内輪摩耗量	外輪摩耗量	寿命(推算)
SUS440C(現行品)	100 h	711 μm	780 μm	<100 h
NiSiTi金属間化合物合金	123 h	0 μm	22 μm	8336 h
NiAlV金属間化合物合金	132 h	71 μm	24 μm	2072 h

本共同研究で創製したボール・ベアリングにより、従来は冷却を行わないと使用が不可能であった高温環境下において、冷却を要しない装置システムが実現できます。それにより、(1)高温炉内での使用が可能(省エネルギー化)、(2)炉内温度・雰囲気制御の精度向上(性能アップ)、(3)付随冷却部の不要化による装置のコンパクト化(省スペース化)、(4)装置システムの簡素化(低コスト化)が実現できます。一方、臨海・医療あるいは半導体洗浄装置、食品加工機、高温化学プラント等の環境下では、腐食溶液中に直接搬送装置等を組み込むことができるようになり、高効率、省エネルギー、安全・安心の操業が可能になります。

NiSiTi金属間化合物は30%以上もの常温塑性加工能を有しているため、汎用ボールベアリングの製造で取られている「転造」加工の採用が可能です。そのため、製造性やコストにも優れているといえます。本開発品により機械装置分野における技術革新の助力となり、新たな産業装置の創出が期待されます。また、従来産業分野においても生産技術革新を促進することにも寄与することになります。



図 Ni基金属間化合物合金製内・外輪、固体潤滑剤とセラミックボール(左)、組立品(右)

## イベントスケジュール

### ◆第10回ビジネスマッチングフェアの案内(10月15日~16日)

10月15日(木)と16日(金)の両日、午前10時~午後5時(16日は午後4時まで)、「第10回<池田銀行>TOYROビジネスマッチングフェア2009」(池田銀行、自然総研共催)がマイドーム大阪(大阪市中央区本町橋2-5)にて開催されます。昨年、一昨年に続いて、金研大阪センターも担当教授が自ら参加し、私たちの研究シーズの紹介や即行の技術相談を行う予定です。今年のキャッチフレーズは「产学官連携を成功させることができ私たちの使命です」です。产学連携に御興味のある企業の皆さんには、気軽にブースにお立ち寄りください。

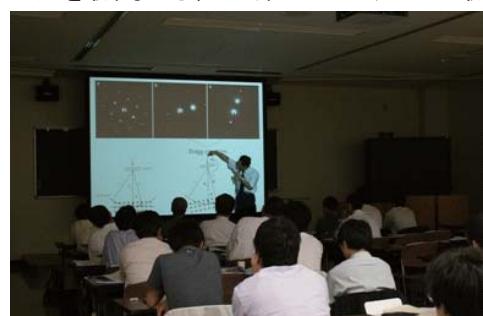
### ◆第14回ものづくり基礎講座の報告(8月6日)

平成21年8月6日(木)クリエイションコア東大阪において『「金属ガラス」の新しい活用法とおおさかのアクティビティー』と題し、「第14回ものづくり基礎講座」が開催されました。当日は、〈金属ガラスの新しい活用方法〉をテーマに東北大金属材料研究所、大阪大接合科学研究所、東京工大精密工学研究所の各附置研究所の先生方の講演に続き、東大阪宇宙開発協同組合前理事長の今村博昭氏より〈おおさかのアクティビティー〉をテーマに「東大阪発!! 人工衛星が宇宙へ」と題して講演を頂きました。講演後はブース展示会場での各大学・企業からの技術紹介も行なわれました。



### 第79回 金属材料研究所夏期講習会実施 報告

去る、7月22日(水)から7月24日(木)に、金属材料研究所にて第79回夏期講習会が開催されました。当講習会においては、民間企業研究者40名強を始め、高等学校教員、公設試研究者など計53名と、近年希に見るほどの多くのの方々にご参加いただきました。1日目、2日目は本所の研究紹介を9講義、3日目には実習6コースを設け、各研究分野の基礎から最先端の研究動向を受講生にご理解いただきました。各講義とも受講生の関心の高さより多くの質問があり活発な質疑応答がなされました。実習では時間をかけ担当者と随時コミュニケーションを取りながら、じっくりと一つのテーマに取り組んでいただきました。総じて受講生の満足度は高かった事に加え、当講習会受講を契機に共同研究を希望する声が少なからず聞かれるなど、本所、受講生にとって実り多き夏期講習会になりました。



## 編集後記

盛夏も過ぎ去り、コスモスを揺らす秋風が心地よく感じられます。今年は46年ぶりとなる皆既日食が日本でも見られ、見学ツアーなどの狂騒劇も記憶に新しいところです。7月22日の当日、大阪府立大学でも雲の合間に一瞬、一部欠けた太陽(日食)が見えました。1919年の皆既日食では一般相対性理論の検証がされたそうです。また、古くより皆既日食は国が滅ぼされる凶兆とされ、更に日本の「岩戸隠れ」神話と皆既日食の関係を指摘する説もあります。最近の太陽光発電などでも太陽のありがたさを感じますし、食物も生物(生命)も太陽の恵みであることは確かです。このような天体ショーを通して子供たちが科学や環境に対して若々しい興味と夢を持ってくれればと期待してやみません。



応用生体・機能材料分野 中平 敦 教授

みちのく杜の湖畔公園「コスモス」 花言葉:「調和」「真心」「優美」

## 東北大金属材料研究所

<http://www.osakacenter.imr.tohoku.ac.jp/index.html>



編集・発行

### 附属研究施設大阪センター

〒599-8531 大阪府堺市中区学園町1-2  
大阪府立大学 産学官連携機構8F  
TEL 072-254-6372 FAX 072-254-6375  
Email imrosaka@imr.tohoku.ac.jp

### 大阪センター仙台サテライトオフィス

〒980-8577 宮城県仙台市青葉区片平2-1-1  
TEL 022-215-2124 FAX 022-215-2126

### クリエイション・コア東大阪

〒577-0011 大阪府東大阪市荒本北1-4-1 (南館2F-2207室)  
TEL/FAX 06-4708-3550