



ものづくり基礎講座
第33回技術セミナー
兵庫県工業技術センター
兵庫県神戸市



広瀬川と霊屋橋
宮城県仙台市



夢前川と書写橋
兵庫県姫路市



仙台光のページェント

山中伸弥教授のノーベル医学生理学賞受賞のニュースは日本中を歓喜の渦に包みました。特に iPS 細胞による応用医療を期待する患者さん達には、たくさんの夢と希望をもたらしたことでしょう。山中先生は喜びも控えめに、「まだたった1人の患者さんも救っていない」とコメントし、実用までの険しい道のりを語りました。研究成果（イノベーション）が事業化・製品化されるには、乗り越えなければならない、いわゆる「死の谷」と称する障壁があります。私共大学では、シーズを追及する基礎研究や社会ニーズを考慮した応用研究が数多く行われていますが、実用となる成果は一握りです。しかし、こうした研究も企業と協同で取り組むことで、ハードルは低くなります。企業の方々に大学の研究を紹介し、社会に役立てて頂くためにも、関西センターは大学からの情報発信に力を入れていきたいと考えます。

CONTENTS 目次

1ページ

表紙メッセージ / 関西センター長 正橋直哉 教授

2ページ

最近の研究 / 「水素を利用した時効硬化型チタン銅合金の組織制御」

ナノ組織制御材料創成分野

高杉隆幸 教授・千星 聡 講師

「材料の局所構造を観る: FIB-TEM観察法」

先端分析技術応用分野

今野豊彦 教授

木口賢紀 准教授・佐藤和久 助教

3ページ

トピックス / 「溶射法による高硬度・高耐食性Fe-Cr系アモルファス合金皮膜の形成」

革新グリーン材料設計分野 山崎 徹 教授

イベント報告 / ものづくり基礎講座(第32回、33回技術セミナー)

4ページ

受賞/大阪府の知財顕彰事業

金研関西センターNews / 関西センターロゴデザイン日本タイポグラ

フィ年鑑2013コンペに入選

イベント案内 / ものづくり基礎講座(第34回技術セミナー)

編集後記 / 低炭素社会基盤構造材料分野 古原 忠 教授

水素を利用した時効硬化型チタン銅合金の組織制御

ナノ組織制御材料創成分野

高杉隆幸 教授・千星 聡 講師

PCやタブレット、スマートフォンなどに利用されているコネクタ部には銅合金が利用されており、構成素子の小型化・高効率化への要求に呼応するため銅合金は高強度、高導電性であることが必須です。このため、コネクタ部には両特性バランスに秀でたベリリウム銅(Cu-Be)合金が汎用されています(図1)。他方で、Cu-Be合金はベリリウムが発癌性物質であること、希少金属でコストや継続的使用に不安があることが問題です。当研究室ではこの代替としてチタン銅(Cu-Ti)合金に着目しました。Cu-Ti合金はCu-Be合金に匹敵する引張強さを有しますが、導電率がその半分程度であることが欠点です。

Cu-Ti合金の優れた力学特性を損なわずに導電性を改善するためには？ヒントは合金組織に隠されています。Cu-Ti合金は通常、時効処理により高強度化を図ります。時効とは、高温から焼入れた過飽和固溶体を350~500℃の温度域で一定時間保持することにより、合金中の銅とチタンを反応させて微細な析出物(Cu_4Ti)を生成させる処理です(図2(a))。これにより析出硬化現象が発現します。しかし、合金系の性質上、時効後も銅母相中に0.3~0.6mass%のチタンが残存固溶することが不可避なため低導電率を示します。つまり、高強度化のためには合金中に Cu_4Ti が微細分散すること、高導電率化のためには銅母相中のチタンを低減させることが必要です。

そのような組織制御を実現するためには？当研究室では時効を水素ガス中に行う手法を提案しました。水素は銅とは親和性が低いですが、チタンとはすぐに反応して化合物(TiH_2)を生成します。つまり、水素中での時効により従来法と同様に Cu_4Ti が微細分散し、同時に水素化により TiH_2 が形成するため銅母相中のチタンを低減できます(図

2(b))。合金組成や時効条件、水素分圧を最適化することで高度な組織制御が実現でき、結果として、Cu-Ti合金の強度特性を維持しながら導電率を1.5~2倍まで改善することができます(図1, Cu-Ti-H合金)。今後は更なる特性改善と用途開発に注力し、本合金の普及を図ります。

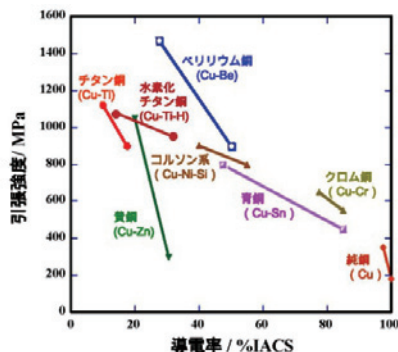


図1: 各種銅合金の強度と導電性。導電性は室温における純銅の導電率($5.8 \times 10^7 / \Omega \text{m}$)を基準とした割合(%IACS)で表しています。

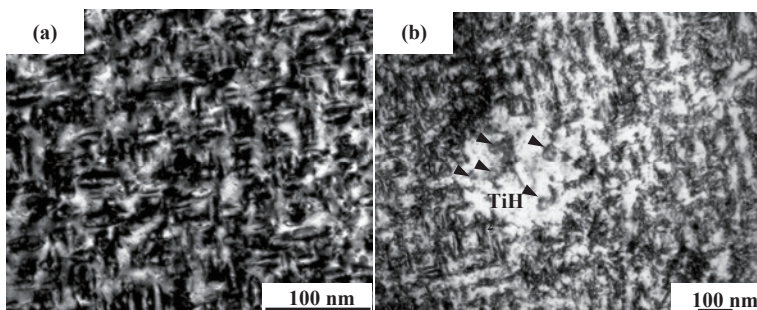


図2: (a) 従来法で時効したCu-3 mass% Ti合金の微細組織。銅母相内に長さ30 nmの針状 Cu_4Ti が緻密に分散しています。(b) 水素中で時効した合金の微細組織。針状 Cu_4Ti に加えて、所々に塊状 TiH_2 が(図中矢印)みられます。

材料の局所構造を観る:FIB-TEM観察法

先端分析技術応用分野

今野豊彦 教授・木口賢紀 准教授・佐藤和久 助教

鉄鋼に代表される構造材料、あるいは半導体のような機能材料を問わず、我々が用いている材料を顕微鏡で観ると均一では決してありません。むしろ不均一性を知り、活かすことにより材料が材料として人間社会に役立ちます。たとえば、一般には結晶粒の小さな金属ほど強い材料となりますが、その場合、結晶粒と結晶粒の間、すなわち粒界に材料に脆さをもたらす偏析等がないことが一つの前提となります。一方、微細な析出物を結晶粒中に生成させることにより、材料強度は上昇します。また、半導体では電極となるシリサイドなどの化合物や金属と半導体との界面との間に生成するアモルファス相が電気特性を劣化の一因です。

このように材料の中に局所的に存在する構造を正確に知ることが、現在の材料開発においてはこれまでになく必要となってきています。そのためにはその部分を切り出し、透過電子顕微鏡(TEM)等の方法で観察することが必須なのですが、そのための手法として近年長足の進歩を遂げているのが集束イオンビーム(Focused Ion Beam, FIB)を用いた加工方法です。このFIBではガリウムと呼ばれる融点が摂氏30度ほどの金属をイオンとして取り出し、試料にぶつけることにより、望む箇所に穴をほることができます。さらに、先端が1ミクロン程度にとがった針の先にカーボン等の元素を用いて切り出したい部位を接着させ、その部分だけを切り取ることが可能です。

私どもの関西センターにおいても、このようにFIBとTEMを組み合わせることで活用することにより、「必要な箇所から、必要な情報を得る」次世代の構造解析を行っています。

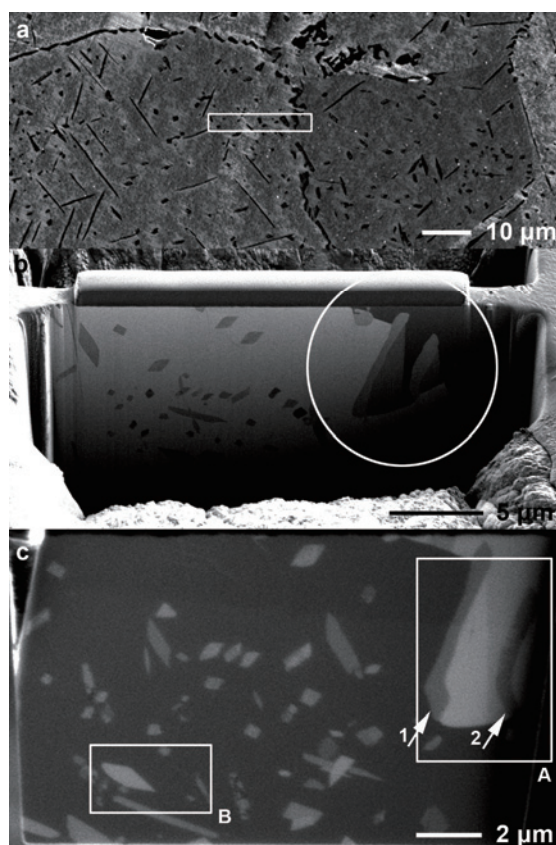


図3: 銅-錫合金(青銅)の結晶粒の顕微鏡像。(a) 結晶粒の中の板状の析出物や結晶粒界が見えます。白く囲んだ部分を切り出すことにより、結晶粒界から起こる反応を調べることができます。(b) FIBを用いて結晶粒界を含む部分を切り出しているところ。丸で囲んだ部分を見ると結晶粒界から新たな析出相が成長していることがわかります。(c) TEMを用いた構造解析の例。様々な析出物の構造等はTEMで同定することにより、材料の局所構造を調べます。

トピックス 溶射法による高硬度・高耐食性Fe-Cr系アモルファス合金皮膜の形成

溶射法は、様々な工業材料の表面に広範囲にわたって、アモルファス合金皮膜を形成することのできる優れた技術の一つです。特に、Fe-Cr系アモルファス合金は、高硬度と高耐食性をあわせ持った材料であり、これまでも、溶射による本合金皮膜の形成に関する研究が、種々試みられてきました。しかしながら、Fe-Cr系アモルファス合金は約1000°Cの高融点材料であるため、溶射皮膜中に酸化物が混入し易く、空隙率が高いなどの理由で、良質な皮膜の製造は困難とされてきました。当研究室においては、(株)中山製鋼所 小牧正博氏の社会人博士論文研究¹⁾として、新たに開発した溶射ガンを使って、Fe-Cr系アモルファス合金皮膜を作製する方法について検討してきましたので、その成果の一部を紹介させていただきます。

今回、新たに開発した溶射ガンは、図1に示すように、溶射ガンの先端に窒素ガス噴出用円筒ノズルを装着し、窒素ガス流量を制御することにより、アセチレンリッチの混合ガスを燃料とした溶射火炎を還元雰囲気に維持することが可能です。これにより、溶射粉末の酸化を大幅に抑制できるとともに、溶射火炎温度、火炎雰囲気および基材温度をコントロールして、幅広い合金組成で良好なFe系アモルファス合金皮膜の作製が可能となりました。

表1に液体急冷法で作製した各種組成のFe-Cr系アモルファス合金の耐食性、硬度と溶射法による成膜の難易度を比較しています。Cr含有量の増加とともに、硬度の増加と耐食性の大きな改善効果が見られますが、溶射法によるアモルファス皮膜の形成は非常に困難となります。しかしながら、今回の改良型溶射ガンを用いることにより、Fe-35Cr系アモルファス合金においても良好なアモルファス溶射皮膜の形成が可能です。図2にSUS304円筒状基材上に高硬度・高耐食性 $\text{Fe}_{38}\text{Cr}_{35}\text{Mo}_7\text{P}_{13}\text{C}_7$ アモルファス合金皮膜(Fe-35Cr系)を溶射被覆した試料の外観写真と、溶射皮膜断面の走査電子顕微鏡による組織写真を示します。剥離現象や表面クラックの発生も見られず、高密度で良好な表面皮膜が形成されています。

上記の溶射被覆材の応用として、スラリーポンプ用高耐食性軸スリーブの開発を行い、既に実用化試験の段階に達しています。これらの新しい溶射技術を用いれば、幅広い合金組成のアモルファス合金皮膜の形成が可能であり、各種の工業材料への応用展開に、大きく貢献できるものと考えられます。

1) 小牧正博: 兵庫県立大学工学研究科博士論文、2012年9月。

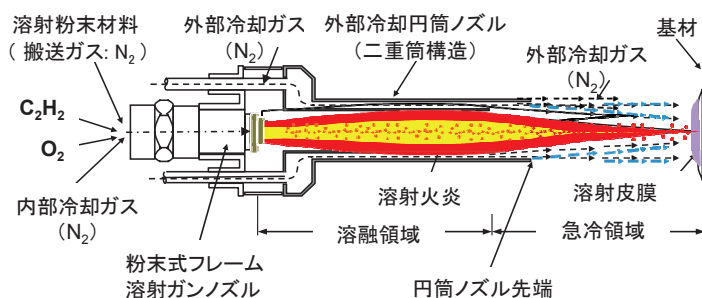


図1 新規開発したアモルファス溶射ガンの模式図。

表1 Fe-Cr系アモルファス材の性能比較と溶射成膜の難易度。耐食性の比較は、常温・腐食溶液中で1008時間浸漬後の重量増減(%)で示した。

		Fe-45Cr系	Fe-35Cr系	Fe-25Cr系	Fe-16Cr系	Fe-10Cr系
		$\text{Fe}_{26}\text{Cr}_{45}\text{Mo}_9\text{P}_{10}\text{C}_7$	$\text{Fe}_{38}\text{Cr}_{35}\text{Mo}_7\text{P}_{13}\text{C}_7$	$\text{Fe}_{20}\text{Cr}_{25}\text{Mo}_9\text{Ni}_{50}\text{P}_{13}\text{C}_7$	$\text{Fe}_{30}\text{Cr}_{16}\text{Mo}_9\text{Ni}_{50}\text{P}_{13}\text{C}_7$	$\text{Fe}_{70}\text{Cr}_{10}\text{P}_{13}\text{C}_7$
薬液	35%塩酸	0 (840H) 秤量不可 (1008H)	0	秤量不可 (72H)	秤量不可 (72H)	-100 (6H)
	98%硫酸	0	0	0	-0.5	0
	60%硝酸	-3.5	0	0	-0.6	-5.5
	王水	0	-4.7	-0.9	—	-19.2
	14%次亜塩素酸ソーダ	-7.8	-1.1	+11.0	-1.3	-1.2
硬度 (HV)		1143	1074	888	726	865
延性		低	低	中	中	高
成膜難易度		難	難	やや難	やや易	易

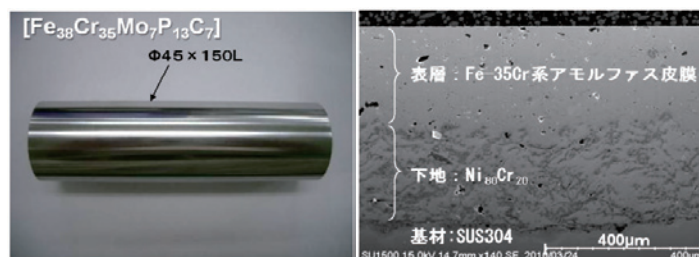


図2 SUS304円筒状基材上に溶射したFe-35Cr系アモルファス合金皮膜。

革新グリーン材料設計分野 山崎 徹 教授



イベント報告 Close up!

■ものづくり基礎講座（第32回技術セミナー）「第六回 マグネシウム」（11月7日(水)）

標記の講座をクリエイション・コア東大阪にて開催しました。関西センター正橋教授による「マグネシウムの基礎」に続き、株式会社日本製鋼所 斉藤研氏による「マグネシウム合金のチクソモールドディング」、日産自動車株式会社 桜井寛氏による「マグネシウム合金による自動車部品の軽量化事例と将来動向」を講演頂きました。定員超の54名の参加があり、講座後も活発な討議が交わされました。なお正橋教授の発表図面と解説は関西センターHPにアップしましたので、ご活用下さい。



左から桜井講師、斉藤講師、正橋講師

新企画「若手プロデュース ものづくり基礎講座」開講のご案内

関西センターは、新企画として若手教官が立案する「若手プロデュースものづくり基礎講座」を始めます。この企画はセンターのミッションである、次世代ものづくり技術者・研究者の育成の一環で、若手教官の専門を主体に企業に興味を持って頂けるテーマの講座を開催することで、「ものづくり」の課題や動向を捉え、今後の研究の方向付けや、産学連携への造詣を深めることを目指します。沢山の方々参加をお待ちします。

■ものづくり基礎講座（第33回技術セミナー）～関西センター第1回若手プロデュース講座～（12月14日(金)）

12/14に兵庫県立工業技術センター（神戸市須磨区）にて、標記の講座を開催しました。兵庫県では2回目となる本講座は、兵庫県立大学ナノ・マイクロ構造科学研究センター東地区研究センターキックオフフォーラムとの同時開催となり、午前中から総勢約65名のご参加頂きました。技術セミナーでは、関西センター網谷准教授による「アモルファス合金・金属ガラスの特性とその実用化」に続き、アルプス・グリーンデバイス(株)小柴寿人氏による「高いアモルファス形成能をもつ磁性合金の特性と実用化事例」、並木精密宝石(株)清水幸春氏による「金属ガラス製極小ギヤの開発とマイクロモータへの応用」の講演を頂戴しました。技術講習会は、網谷准教授を講師に、単ロール急冷装置による試料作製の実演を中心に作製原理等を実習しました。



受賞

大阪府は、大学等研究機関の特許権を活用した事業を展開する中小企業を表彰する「知財顕彰事業」として、技術面、インパクト面、経営戦略面等を総合的に審査し、去る9月7日、2012年度受賞企業としてグランプリ(1企業)、準グランプリ(4企業)を発表しました。このうち、当・関西センター早乙女研究室と共同開発研究を行ってきた「丸エム製作所」がグランプリを受賞しました。受賞対象となったプロジェクト名称は「冷間転造加工による金属ガラス締結ねじ」で、平成20年度大阪府基盤技術高度化支援事業、平成22～24年度戦略的基盤技術高度化支援事業、等を通した新素材「金属ガラス」の実用化開発研究と事業展開計画が評価されたもので、各関係機関、ご支援いただいた方々に感謝申し上げます。(早乙女康典)

特許第4783934号「金属ガラス締結ねじ」

発明者(株)丸エム製作所(山中茂、茶谷政広)、東北大学(早乙女康典、網谷健児)、米国ほか国際出願中

金研関西センター News

関西センターロゴデザインが日本タイポグラフィ年鑑
2013コンペに入選



平成24年4月に決まった関西センターのロゴデザイン(News Letter Vol. 22号に紹介)が、この度、日本タイポグラフィ年鑑2013のデザイン年鑑コンペに入選しました。このロゴは、コージデザインスタジオ(大阪府和泉市)の佐藤浩二氏によるデザインです。デザインに負けることのないように、またロゴの意味する三つのエレメントを忘れずに、今後とも産学官連携活動に励みたいと思います。



イベント案内

■ ものづくり基礎講座(第34回技術セミナー)～ 関西センター 第2回 若手プロデュース講座 ～
「超音波の魅力」(2013年2月20日(水))

今回は、「超音波」を扱います。超音波といえば、眼鏡等の洗浄でおなじみですが、そのアプリケーションは多岐にわたります。当日は、超音波の基礎から、発生方法、さらには溶着や霧化といった実用例に至るまで、その魅力を幅広く紹介する予定です。この機会に是非、御参加下さい。

日時:2013年2月20日(水) 午後1時30分から(予定)

場所:MOBIO(クリエイション・コア東大阪)北館309号室

プログラム:開会挨拶 東北大学 金属材料研究所関西センター 正橋直哉 教授

講演Ⅰ『超音波の魅力』 東北大学 金属材料研究所関西センター 水越克彰 准教授

講演Ⅱ『超音波の発生方法と応用』 本多電子(株) 朝倉義幸氏

講演Ⅲ『超音波溶着機の原理と金属接合機を含む各種応用事例』 日本エマソン(株) 古谷教俊氏

講演Ⅳ『ナノミストを利用した新しい水・溶液処理装置』 ナノミストテクノロジー(株) 松浦一雄氏

編集後記

新年明けましておめでとうございます。皆様の今後のご清栄を祈念いたします。昨年末に行われた総選挙では、より安心できる政権が望まれた形での自民党の圧勝となりました。震災以降多くの混乱の中慌ただしい毎日が続きましたが、新しく誕生した政権には、これからの日本の発展を支える地固めをしっかりと行うことが強く望まれます。金研が関わる材料分野でも、中長期的視点での研究や開発を行うプロジェクトが次々と立ち上がりました。今後、持続可能な社会、安心安全な社会、新しい産業基盤の創出など多方面で成果を上げていくことが期待されています。私たちのセンターも発足してはや7年になりますが、これからも関西を中心に

ものづくりの基盤を少しでも支えるべく
努力して行きたいと思います。

本年もよろしくお願い申し上げます。

低炭素社会基盤構造材料分野
古原 忠 教授

蔵王雪景色



東北大学 金属材料研究所
附属研究施設関西センター

KANSAI CENTER for Industrial Materials Research,
Institute for Materials Research, Tohoku Univ.

Kansai Center

編集・発行

<http://www.kansaicenter.imr.tohoku.ac.jp/>

Email: kcoffice@imr.tohoku.ac.jp

大阪オフィス

〒599-8531 大阪府堺市中区学園町1-2

大阪府立大学 地域連携研究機構8F

TEL 072-254-6372 FAX 072-254-6375

兵庫オフィス

〒671-2280 兵庫県姫路市書写2167 兵庫県立大学

インキュベーションセンター2F

TEL 079-260-7209 FAX 079-260-7210

仙台オフィス

〒980-8577 宮城県仙台市青葉区片平2-1-1

TEL 022-215-2124 FAX 022-215-2126

MOBIOオフィス(クリエイション・コア東大阪)

〒577-0011 東大阪市荒北1-4-1(南館2F-2207室)

TEL 06-6748-1023 FAX 06-6745-2385