



ものづくり基礎講座
第36回技術セミナー
兵庫県立工業技術センター
兵庫県神戸市須磨区



青葉城址から金研を望む
宮城県仙台市



書写山から姫路市内を望む
兵庫県姫路市

大阪府立大学 地域連携研究機構棟 8階より



企業との共同研究成果の一つに知財化があります。新しい材料や製造技術がすぐに実用とならなくても、権利を取得しておくことは大切なことです。知財化は、文部科学省の大学評価の項目でもありますが、大学の殆どの教員は明細書を書いた経験はなく、権利行使の手順も詳しくありません。知財もほしい論文も発表したい大学にとって、長時間を要する特許審査制度は鬼門の一つです。企業との連携による知財化は、大学単独の場合に比べ、企業が築いた開発戦略に基づく権利化アプローチに准じ、的確で効率的です。かりに拒絶査定があった場合、その対応に大学による学術検討を入れることは、権利化に少なからず良い方向へ影響すると聞きます。そして出願後に、企業との連名による学術発表は、企業の開発研究への学術価値を付与できるメリットがあると考えます。秋の夜長に産学共生の利点を思い描きました。

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 / 「SPS法を利用した新しい材料の創製」

環境・エネルギー材料分野

正橋直哉 教授・水越克彰 准教授

大阪府から / 「ナノ領域における金属ガラスの粘性流動の挙動」

次世代機能材料分野

早乙女 康典 教授・網谷健児 准教授

福田 泰行 教育研究支援者

3ページ

トピックス / 「高励起反応場を用いた「材料創製」と「評価」

－メゾスコピック組織制御工学分野の紹介－

メゾスコピック組織制御工学分野

岩瀬彰宏 教授・千星 聡 准教授

イベント報告 / ものづくり基礎講座(第36回技術セミナー)

東北大学金属材料研究所第83回夏期講習会

4ページ

編集後記 / 環境・エネルギー材料分野 正橋 直哉 教授

SPS法を利用した新しい材料の創製

環境・エネルギー材料分野

正橋 直哉 教授・水越 克彰 准教授

粉末焼結技術であるSPS(Spark plasma sintering)法は、短時間に高密度の焼結体を製造できることから、多分野で利用される技術です。そのメカニズムは、粉体に加圧下で電流を印加することで発生するジュール熱により、粉体同士の拡散を促進することにあります。図1は、標準的なSPS装置セットアップ(左)と、温度分布シミュレーション結果(右)ですが¹⁾、PunchとSpacerの接触面が最も高温となり、この接触面から試料への熱分布を確認できます。図2は、粒径7nmと5 μ mの二種類のアナタース相のTiO₂粉末を、600MPa加圧下の400~550℃で5分間、SPS法にて製造した圧粉体の、真密度の焼結温度依存性です²⁾。550℃で7nm粉末を焼結すると約96%真密度のアナタース相の焼結体を得ることができました。この焼結体の吸収スペクトルから、どの焼結体も半導体としての吸収特性を示すことが判ります(図3)。TiO₂は低温ではアナタース相が、高温でルチル相が安定ですが、光触媒活性はルチル相よりアナタース相が高いと言われ、アナタース構造のバルク

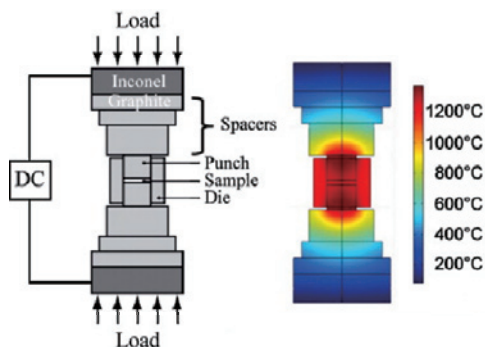


図1 SPS装置セットアップ(左)と、温度分布シミュレーション結果(右): 通電加熱によりPunchとSpacer接触面が最も高温で、熱はPunchから試料へと伝わり、Dieにより保熱される。

体成形には意味があります。実際にこの焼結体は、紫外光照射下でメチレンブルーを分解し、超親水性を呈することを確認しました。

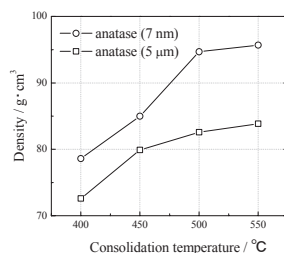


図2 圧粉体真密度の焼結温度依存性

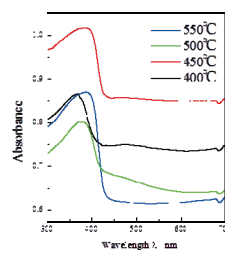


図3 圧粉体の吸収スペクトル

次に、SPSによる異なるバルク金属の複合化を紹介します。バルク接合では界面は接合面だけですから、ジュール熱だけでは十分な接合は困難です。そこで接合面を挟んで固相反応により新組織を形成させ、高い接合強度の複合体成形をめざし、バルク金属の組成を制御しました。図4は銅合金と鋼の接合体の界面近傍のSEM像(a)とCu(b)およびFe(c)の元素マッピング像ですが、Fe濃化の新粒が界面を挟んで鋼から銅合金に成長しています³⁾。このような複合体では各金属の長所の活用が期待でき、SPS法は有望な手法と考えます。

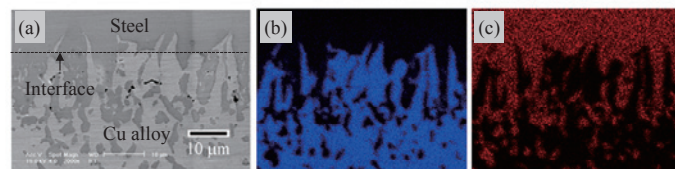


図4 銅合金と鋼のバルク接合体のSEM像(a)とCu(b)、Fe(c)のマッピング像

- 1) T. Voisina, et al., J. Mater. Proc. Tech. 213 (2013) 269–278.
- 2) N. Masahashi, Mater. Sci. Eng. A 452–453 (2007) 721–726.
- 3) N. Masahashi, et al., J. Mater. Sci. 48 (2013) 5801–5809.

ナノ領域における金属ガラスの粘性流動の挙動

次世代機能材料分野

早乙女 康典 教授・網谷 健児 准教授・福田 泰行 教育研究支援者

コンピューターの記憶装置として用いられているハードディスクの記録密度は年々増加しており、現在では1Tbit/in.²を超えています。更なる記録密度の向上のためには、情報が記録される硬磁性粒子を微細化する必要がありますが、微細化に伴って、熱的影響等による磁気情報の不安定化が問題となっています。そこで、各々の硬磁性粒子を非磁性体で区切って孤立配置する構造(図1)にすることで、記録密度2Tbit/in.²以上でも安定的な磁気記録が行えるビットパターンドメディア(BPM)が期待されています。さて、図1において、2Tbit/in.²の記録密度を実現するには、硬磁性粒子(ドット)のピッチを18nm、ドット径9nmで配列する必要があります。そこで本研究室では、金属ガラスを用いたナノインプリントによるBPMの創製に取り組んでいます。

ナノインプリントは、金型のナノ形状を粘性材料に押し付けて(プレス)転写する方法であり、ナノデバイスの高効率、低コスト生産技術として期待されています。さて、金属ガラスは、室温から加熱すると、ポリマーと同様にガラス遷移挙動を示し、急激な粘性低下を起こします。また、アモルファス構造に起因した等方・均質性によって、原理的には原子オーダーでの微細形状転写加工が可能であり、ナノインプリント用材料としては理想的な金属材料といえます。図2(a)は本研究で作製したピッチ18nmの凸形状ドットを有するSiO₂金型で、この金型を用いたPd基金属ガラスのナノインプリント結果が図2(b)です。金型形状が精度よく転写されたことがわかりますが、その凹形状の深さは約5nmで、これは金型のドット高さの20%程度に留まりました。

そこで、この金属ガラスの粘性流動挙動について詳細に調べたところ、金型の隣接ドット間の溝(キャビティ)に流入する金属ガラスの流動距離は、溝幅の減少と共に小さくなることわかりました(図3)。すなわち、隣接ドット間の溝幅が10nm以下に迫る寸法領域では、流動する金属ガラスの比表面積(体積に対する表面積の割合)が増大するため、金型表面との接触界面挙動が流動性に大きな影響を及ぼしていると考えられます。今後は、金属ガラスの接触界面特性(濡れ性、表面張力)の把握と、それらが流動性に及ぼす影響を明らかにしたいと考えています。(本研究は経済産業省「高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発」プロジェクトにて行われました。)

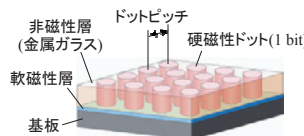


図1 BPMの構造

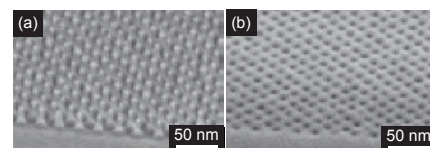


図2 (a) ピッチ18nmのSiO₂金型と、(b) ナノインプリント後のPd基金属ガラスの走査電子顕微鏡観察像(成形温度603 K、平均負荷応力40 MPa、成形時間10 s)

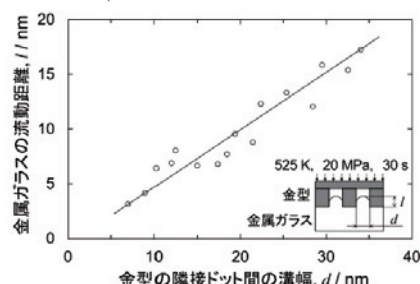


図3 金型の隣接ドット間の溝幅と金属ガラスの流動距離の関係

平成25年4月から、あらたに、メソスコピック組織制御工学分野を立ち上げました。当分野では、イオンビーム・電子ビーム照射場が作り出す高励起反応場や、水素を用いた反応場などを利用した、新規の材料創製プロセスを扱っています。このような特異な反応場を各種の構造材料（鉄・アルミ・銅・ニッケル合金、金属間化合物など）や機能性材料に適用して、材料の数ナノ～数マイクロメートルの微細組織・構造（メソスコピック組織）を制御することにより、新材料の創製ならびに高機能性付加を図ることを目的とした研究を行っています。また、当分野では材料のメソスコピック組織を放射光分光、X線・中性子線回折、分析電子顕微鏡、イオンビーム分析法などの先端手法により評価し、機能性発現の原理探究にも取り組んでいます。学理探究と実践研究を両輪とした総合的な観点からのものづくりの支援に尽力します。

1) 荷電粒子照射場の利用

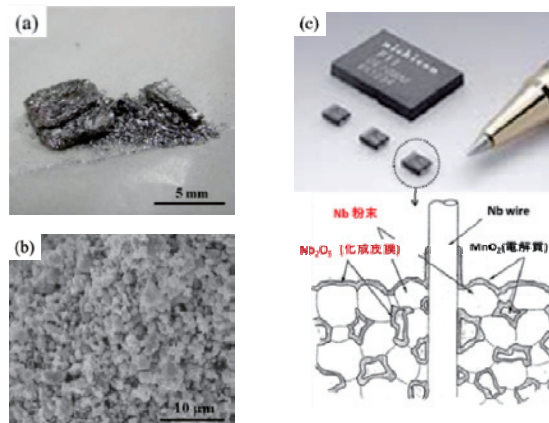
金属材料にイオンや電子、中性子などの高エネルギービームを照射すると格子欠陥が高密度に生成し、構成元素の拡散が促進されます。これにより、通常の熱処理よりも低温で微細組織が変化します。当分野では、この現象を利用して、アルミ合金中にナノメートルサイズの析出物を形成させ、表面硬度の制御を行う研究を行っています（図1）。また、この現象は、非磁性体中に微細磁性析出物を形成させることによって、特異な磁気特性を示す材料の作製にも応用されます。さらに、高エネルギービーム照射によって金属中に発現する電子・格子の高密度励起は、金属間化合物の結晶構造の変化をもたらします。たとえば、相図における融点直下での高温相が室温で現れたり、高压・高応力下でしか見られない結晶構造が現れたりします。この現象を用いて、金属間化合物の磁性や強度、加工性を制御する研究を行っています。



【図1】10MeV ヨウ素イオン照射によってAl-Cu系合金（ジュラルミン）内に生成された直径3nmの微細析出物の3次元アトムプローブ解析像。（電子中央研究所と共同研究）特異な析出物形成により合金硬度が向上します。
(T.Mitsuda et al., J. Nucl. Mater. 408, 201-204(2011))

2) 水素反応場の利用

水素は金属材料中に比較的容易に侵入し、成分元素あるいは格子欠陥（空孔、転位、結晶粒界など）と相互作用を起こします。これに起因して、母体金属の微細組織や構造は大きな影響を受け、その物理的、機械的性質も大きく変化します。例えば、鉄鋼材料での水素脆化や水素吸蔵合金での圧力操作による水素吸収・放出挙動が一例です。当分野では、水素化にともなう構造・組織変化を積極的に利用することによって、材質の改善を図ったり、新しい機能性を付与する技術を提案しています。水素脆化を利用した微細粉末作製法（図2）、やタンタル銅合金における強度・導電性の特性制御などが研究事例であり、水素を材料プロセス技術に利用するための基礎学理と用途開発に至る研究に先駆的な成果を上げています。



【図2】水素脆化を利用したニオブ(Nb)の微細粉末作製

Ti, Nb, Taなどの4A, 5A族金属・合金は水素吸収により著しく脆化し、自己崩壊的に粉末化します。この現象を利用すれば微細粉末が作製可能となります。例えば、ニオブ素材を水素化させて粉末化させた後(a)、粉碎法に供すれば、低エネルギーで微細粉末が作製できます(b)。その後、脱水素化過程により材料中の水素は完全に解離できるので、このプロセスにより平均粒径が数ミクロンで、かつ不純物濃度の極めて少ない高品位の粉末が得られます。本手法はタンタル、ニオブ固体電解コンデンサにおける多孔質焼結体用原料粉末の作製手法として有望視されてます(c)。

メソスコピック組織制御工学分野 岩瀬彰宏 教授・千星 聡 准教授



イベント報告 Close up!

■ものづくり基礎講座（第36回技術セミナー）～関西センター第4回若手プロデュース講座～（7月23日(火)）

「身体との調和を図るものづくり」をテーマに掲げ、表記の講座を兵庫県立工業技術センター セミナー室にて開催しました。関西センター 佐藤充孝 助教による「身体に優しいセラミックス」を皮切りに、ナカシマメディカル(株) 野山義裕氏より「高配向化骨を促進する人工股関節の最適設計」の題目で、材料工学的立場から骨-インプラント間の界面に及ぼす骨の力学的特性について評価した結果をご紹介します。次いで、京セラメディカル(株) 野田 岩男氏 により「リン酸カルシウムセラミックスによる表面改質」の題目で、HAコーティングの技術概要と、新規に開発した次世代型抗菌性 HAコーティング技術についてご紹介いただきました。当日は、51名の参加があり、盛況のうちに終わることができました。



（左から 野田氏、佐藤助教、野山氏）

■ 東北大学 金属材料研究所 第83回夏期講習会（7月24日(水)～ 26日(金)）

表記の通り、今年度も恒例の金研講習会が開催されました。今回は、関西センターの連携先である兵庫県立大学ナノ・マイクロ構造科学研究センター、兵庫県立工業技術センターにご協力いただき、神戸市鷹取の工業技術センター技術交流館を会場として行いました。企業、他機関の参加者は32名でした。初日は「金属系ものづくり」、2日目は「新素材／プロセス／計測」のテーマで基礎から最近の研究動向までの講義があり、3日目は金属ガラス関係の実習と、三木市の刃物製造会社の見学があり、大変充実した講習会でした。改めてご協力いただきました関係各位にお礼申し上げます。次回は仙台開催の予定ですが、関西の皆様も是非ご参加下さい。



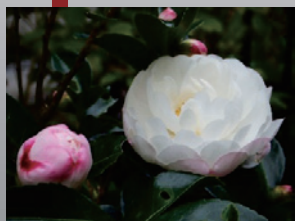
編集後記

先日、共同研究先の企業創業者のご厚意で、河内國平刀匠の仕事場を訪問する機会がありました。澄んだ空気の吉野山中にある、陽光を遮断した静寂な仕事場で、刀匠とお弟子さんのお二人による鍛冶工程の一つ一つの所作には、お二人の極限の集中力と、えも言われぬ緊張感を感じました。見学後、坂入真之柄巻も交え、各製造工程や日本刀の特徴、そしてその背景等を伺い、我が国が守り伝えてきた「ものづくり」の原点に触れた気がしました。刀匠が所持する800年以上前に製造された名刀を特別に手に取らせて頂きましたが、温度計や分析装置がない時代に、玉鋼がかくも美しく仕上がる

ことと、このような造形美が長い間生き続けてきたことに戦慄を覚えます。日本の伝統工芸が密集する関西は、金属は工芸品を始めとした数多の品物やその製造技術として、数々の足跡を残し、歴史を育んできました。関西には、私共が日頃接する新しい金属材料やプ

ロセス技術だけではなく、このような我が国の文化に関与する金属を数多く見ることができ、「ものづくり」の推移に接することができます。

環境・エネルギー材料分野
正橋 直哉 教授



「サザンカ」花言葉：困難に打ち勝つ、ひたむきさ



Kansai Center

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.

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(クリエイション・コア東大阪)

〒577-0011 東大阪市荒本北1-4-1(南館2F-2207室)
TEL 06-6748-1023 FAX 06-6745-2385