

Materia Japan

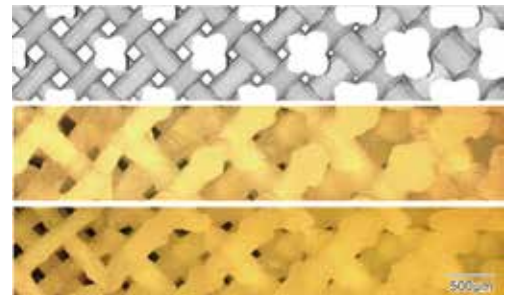
- ミニ特集「Additive Manufacturing(付加製造)の医療応用への展開と現状」
- GA 鋼板めっき皮膜化合物物性の包括的解釈

まてりあ

Vol.57 MTERE2 57 (4) 139~190 (2018)

2018

4



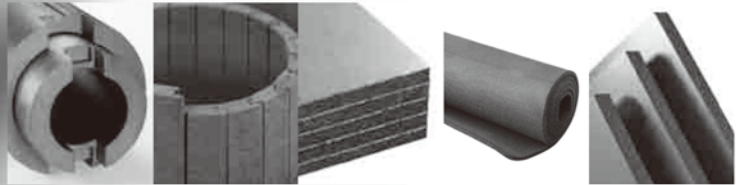


CALCARB[®] 断熱材

MERSEN
Expertise, our source of energy

高温真空 3000°Cへ CO²削減
省エネルギー

高断熱



- 繊維線径が細く、ピッチ系繊維より熱伝導率が低い
- 原料が環境に優しい天然素材のレーヨンを使用
- 特殊な製法により緻密で均一な空間構造で高断熱性
- 豊富なバリエーションで多様性に対応

ル・カーボン・マテリアルズ株式会社 <http://www.lc-materials.com/>

東京本社 〒105-0012 東京都港区芝大門1-1-11 プレイス860
TEL 03-5733-8608 FAX 03-3431-8622
西予工場 〒797-1212 愛媛県西予市野村町野村8-135-4
TEL 0894-72-3803 FAX 0894-72-3805

全自動シリアルセクションング 3D顕微鏡

Fully-automated serial sectioning 3D microscope

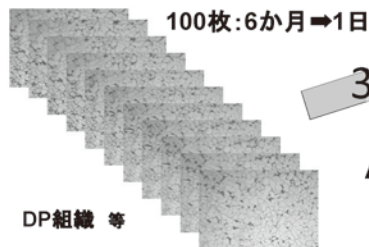
Genus_3D[™]

効率的な材料内部組織の三次元可視化！
マテリアルズインフォマティクスによる
材料ゲノムの解析との連携！

Nakayamadenki Co.,Ltd.



Genus_3Dによる逐次研磨像



100枚:6か月⇒1日

3D

AIによる高速処理

更に高度な追加処理

組織特徴の数値化

- | 3D | 2D |
|------|------|
| ・粒径 | ・粒径 |
| ・体積率 | ・面積率 |
| ・表面積 | ・真円度 |
| ・数密度 | ・凸度 |
| ・連結性 | |
| ・分岐性 | |
| ・曲率等 | |

国内総発売元



株式会社 新興精機

<http://www.shinkouseiki.co.jp>

大阪営業所
〒564-0052

大阪府吹田市広芝町7-26 米澤ビル第6江坂301号

TEL: 06-6389-6220 FAX: 06-6389-6221

営業窓口: 池内 oosaka@shinkouseiki.co.jp

ミニ特集「Additive Manufacturing(付加製造)の医療応用への展開と現状」

企画にあたって 堤 祐介 上田恭介	139
金属積層造形技術の可能性と技術開発動向 京極秀樹	140
金属積層造形法における形状・組織制御による異方性付与 萩原幸司 石本卓也 中野貴由	145
電子ビーム積層造形による Co-Cr-Mo 合金製人工関節の可能性 千葉晶彦	150
光造形アディティブ・マニュファクチャリングによるバイオセラミック製 インプラントの作製 桐原聡秀	155
3D ゲルプリンターが開拓する医療・福祉のためのデザイナブル材料科学 佐々木寛之 川上 勝 古川英光	159
バイオプリント技術を応用した医療・創薬研究 松崎典弥	164

最近の研究	合金化溶解亜鉛めっき鋼板皮膜を構成する Fe-Zn 系金属間化合物の結晶構造と 力学特性 岡本範彦 乾 晴行	169
一連の Fe-Zn 系化合物群の結晶構造解析と微小スケール力学特性試験について紹介. より優れた耐剥離特性を 有する GA 鋼板めっき皮膜構造を提案.		

新技術・新製品裏話	動的析出強化を活用した自動車排気部品用耐熱フェライト系ステンレス鋼 (NSSC [®] 429NF, NSSC [®] 448EM)の開発裏話 濱田純一	176
-----------	---	-----

トピックス	高校生を含めたポスターセッションの試み～第40回「若手フォーラム」報告～ 竹元嘉利 清水一郎 金谷輝人	178
-------	--	-----

研究室紹介	東北大学大学院工学研究科 材料システム工学専攻 生体材料システム学講座 生体機能材料学分野 山本雅哉	180
-------	---	-----

学会・研究会だより	日本金属学会「水素エネルギー材料に関する講演会」および「第4回水素化物に 関わる次世代学術・応用展開研究会」開催報告 中川鉄水	181
-----------	--	-----

本会記事	会告	182	会誌・欧文誌4号目次	187
	掲示板	186	次号予告	188
	新入会員	186	行事カレンダー	189

まてりあ・会誌・欧文誌の投稿規定・投稿の手引・執筆要領, 入会申込書, 刊行案内はホームページをご参照下さい.
<http://jim.or.jp/>

今月の表紙写真 ハイドロキシapatite製海綿骨構造; モデル, 光造体物, 焼結体. (桐原聡秀: 本号157頁図4)

表紙デザイン: 北野 玲
複写をご希望の方へ

本会は, 本誌掲載著作物の複写に関する権利を一般社団法人学術著作権協会に委託しております. 本誌に掲載された著作物の複写をご希望の方は, (一社)学術著作権協会より許諾を受けて下さい. 但し, 企業等法人による社内利用目的の複写については, 当該企業等法人が社団法人日本複写権センター((一社)学術著作権協会が社内利用目的の複写に関する権利を再委託している団体)と包括複写許諾契約を締結している場合にあつては, その必要はありません.(社外頒布目的の複写については, 許諾が必要です.)
権利委託先 一般社団法人学術著作権協会
〒107-0052 東京都港区赤坂9-6-41 乃木坂ビル3F FAX 03-3475-5619 E-mail: info@jaacc.jp <http://www.jaacc.jp/>
複写以外の許諾(著作物の引用, 転載, 翻訳等)に関しては, 直接本会へご連絡下さい.

Goodfellow

www.goodfellow-japan.jp

研究開発向け材料サプライヤー

グッドフェロー日本代表事務所
〒105-0003 東京都港区西新橋2-7-4 CJビル7F
Tel: 03-5579-9285 Fax: 03-5579-9291
info-jp@goodfellow.com

【代理店一覧】

(株)ニューメタルスエンドケミカルスコーポレーション
www.newmetals.co.jp Tel: 03-3231-8600

仁木工芸(株)
www.nikiglass.co.jp Tel: 03-3456-4700

富士フィルム和光純薬(株)
www.wako-chem.co.jp Tel: 0120-052-099

(株)ジャパンメタルサービス
www.jpn-ms.co.jp Tel: 048-920-3200

ON-LINE CATALOGUE



8万円取扱い



小ロット



即配達

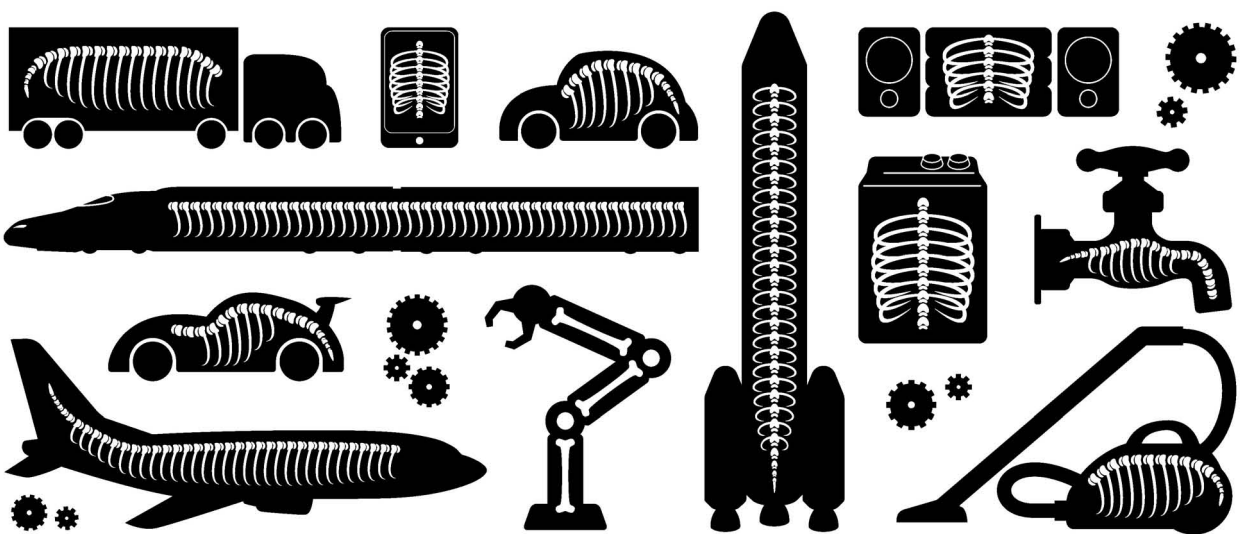


カスタムオーダー



外からは見えませんが、骨のある会社です。

DAIDO STEEL GROUP
Beyond the Special



多彩なフィールドで、フロンティアを目指しています。

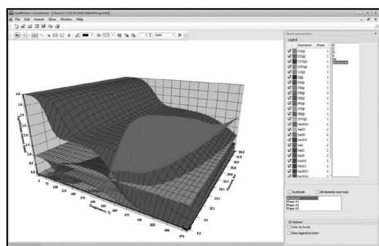
大同特殊鋼の素材は、暮らしや産業を支える多彩な製品や部品に使われています。

私たちはこれからも、素材の力で新たな価値創造に貢献していきます。

〈ソフトウェア・書籍・サービス〉

化学反応／平衡計算ソフトウェア HSC Chemistry for Windows, Ver.9.4

約28,000種についてのエンタルピー、エントロピー、熱容量のデータベースを基に化学反応の計算やGIBBSルーチンによる化学平衡を計算します。反応、熱平衡、分子量計算などの一般的なモジュールの他、電気化学セル平衡と相安定性、腐食の研究に使われるEh-pH（プールベ）状態図の作成などユニークなモジュールを持ち合わせています。計算結果のテーブルと状態図はクリップボードにコピーできます。SIM Flowsheetモジュールもあり、複数のユニットプロセスからなるプロセス全体のシミュレーションとモデリングができます。Ver.9.4から3元状態図作成のツールが付いています。



定価(税別)
¥650,000(一般)
¥280,000(教育)

システムプラットフォーム:
Windows 7/8/10
(Outotec Research
Oy. 製作)

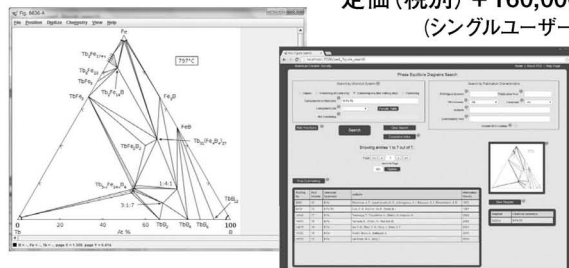
株式会社 デジタルデータマネジメント

〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町1-11-8 紅萌ビル
TEL 03-5641-1771 FAX 03-5641-1772
<http://www.ddmcorp.com>

〈ソフトウェア・書籍・サービス〉

26,500件のセラミックス状態図データベース ACerS-NIST Phase Equilibria Diagrams, Version 4.2

定価(税別) ¥160,000
(シングルユーザー)



- データソース : Phase Equilibrium Diagrams for Ceramics, Vol. 1 - (対応書籍) XIV, Annual 91-93, High-Tc Superconductors I-II, Zirconium and Zirconia System, Electric Ceramics I
- 検索項目 : 元素、成分系、コメントテキスト、PED Volume、Figure Number、刊行年、Authors
- 検索条件 : Inclusive、Exact、Not (partially)
- データ出力 : PDF、PNG (Portable Network Graphics)
- システム構成 : Windows 7/8/10、Java 7 Runtime Environment、PDF Reader (Javaはサムネイル画像の拡大に必要) (American Ceramic Society)

株式会社 デジタルデータマネジメント

〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町1-11-8 紅萌ビル
TEL 03-5641-1771 FAX 03-5641-1772
<http://www.ddmcorp.com>

〈構造材料実験機器・製品〉

低負荷試料作製システム IS-POLISHER ISPP-1000

価格(税別) : 2,980,000円～
※オプションは別途

低負荷で自動研磨ができる

～ IS-POLISHERは、
幅広い業界の分析・解析分野で活躍しています～

- ◆「荷重調整機構」により、ゼロ荷重から25gごとに荷重をコントロールできる
- ◆低負荷でEBSDの結晶方位面を出せる
- ◆研磨スピード、スイング幅、研磨時間などの研磨条件を数値化することで再現性の高い試料作製が可能
- ◆「削りすぎ防止機能」で2μm単位の設定が可能
- ◆半田、Al、Cu、CFRPの試料作製が可能



株式会社 池上精機

(問合せ先) 新横浜事業所 営業部 赤澤 純
〒222-0033 神奈川県横浜市港北区新横浜3-8-8 日総第16ビル1101
TEL 045-474-1880 FAX 045-474-1882
<http://www.ikegamiseiki.co.jp/> e-mail: sales@ikegamiseiki.co.jp

■次回予定

本年9月号には2019年度科学研究費補助金選定のための製品ガイドを掲載予定にしております。

2019年度 科研費選定関連 製品ガイド

企画・製作 株式会社 明報社

〒104-0061 東京都中央区銀座7丁目12番4号(友野本社ビル)
TEL 03(3546)1337(代) FAX 03(3546)6306
URL <http://www.meihosha.co.jp>
E-mail: info@meihosha.co.jp 担当/後藤

研磨機・切断機
期間限定キャンペーン中!!
詳細はお問い合わせください。



自動研磨機 SCANDIMATIC 33305

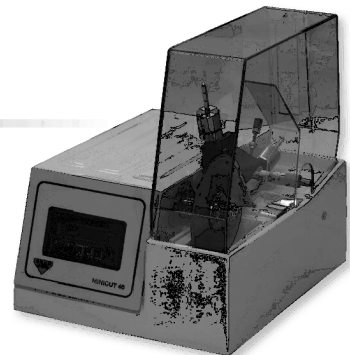
ヨーロッパ伝統の重錘を使った昔ながらのシンプルにして堅牢な研磨機。必要最低限の機能のみを搭載。それが経済的な価格を生み出しました。



- φ200mmの研磨盤対応
- 重錘はφ25mm、φ30mmの試料で3個、φ38mmの試料には2個一度に研磨可能
- 研磨盤回転数は40~600rpm、1rpm毎に設定可能
- 本体、PVC製研磨盤、パフを含めて定価100万円(税別)

精密切断機 MINICUT 4000

- 低速で試料にストレスを与えず
- 50~1,000rpmの広い範囲での設定可能
- 切断位置はマイクロメーターで±0.01mmで設定可能
- ダイヤモンド、CBN、SIC製の切断刃を用意



試料埋め込み材料、アクセサリ



SCANDIA社の消耗品は極めて高い評価をいただいております。その代表作がSCANDIQUICKです。

- 試料への密着性が高い常温硬化剤。硬化時間はわずか5分
 - 構成は粉末硬化剤と液体硬化剤。これを10:6の比率で混合
- その他各種有効な消耗品を用意してございます。

フリツシュジャパン株式会社

本社 〒231-0023 横浜市中区山下町252
大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島7-12-5

info@fritsch.co.jp <http://www.fritsch.co.jp>

Tel (045)641-8550 Fax (045)641-8364
Tel (06)6390-0520 Fax (06)6390-0521

遊星型ボールミル “PREMIUM LINE” モデル P-7 **新型**



容器がセットされる様子。

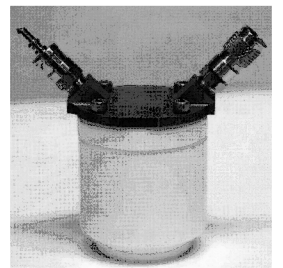
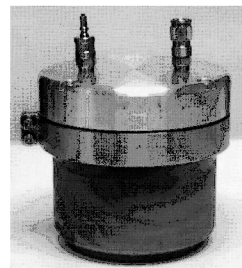
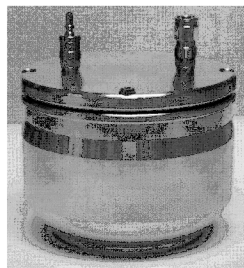
特色

1. 従来弊社P-7と比べて250%の粉碎エネルギーUP。
自転公転比：1：-2. Max 1,100/2200rpm
粉碎エネルギー：Max 94G(現状P-7：46.08G)
2. 容器は本体内に。
外部に飛び出す危険は無し。
3. 搭載容器も20, 45, 80ml
の3種類。
材質は従来どおり多様。
雰囲気制御容器も
各種用意。



従来型ボールミル “CLASSIC LINE”

premium lineと並んで従来どおりの
遊星型ボールミルトリオも併せて
ご提供いたします。



フリッチュ社が開発した
遊星型シリーズの
バイオニア機種。



世界で初めて容器ひとつで
遊星運動に成功した
昨年度のベストセラー機種



少量試料を対象にした
パワフルな機種



全機種共通の特長

- 雰囲気制御容器以外の通常容器、ボールの材質は、ステンレス、クローム、タングステンカーバイド、メノー、アルミナ、ジルコニア、窒素ケイ素、プラスチックポリアミドの8種類。
- 乾式、湿式の両粉碎も可能。
- ISO9001、CE、TÜVの国際安全基準をクリアー

フリッチュジャパン株式会社

本社 〒231-0023 横浜市中区山下町252
大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島7-12-5

info@fritsch.co.jp <http://www.fritsch.co.jp>

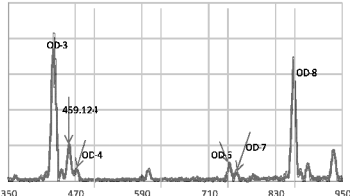
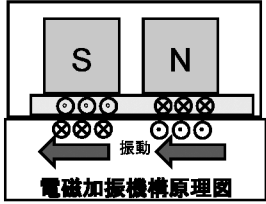
Tel (045)641-8550 Fax (045)641-8364
Tel (06)6390-0520 Fax (06)6390-0521

弾性定数 C_{ij} 測定の実況と今後

弾性定数(弾性スティフネス C_{ij})の測定法は数種類あります。新素材開発時点で要求される小試料測定で最適な装置が電磁超音波共鳴(EMAR)式弾性率、弾性定数測定装置 CC II シリーズです。従来の RUS 法に比べて振動モードを特定して測定できることから、弊社では測定の可能性を以下のように順次拡大しています。

- 結晶構造：立方晶→正方晶→六方晶→斜方晶→多結晶
- 試料形状：立方体→直方体→円柱→小円薄板
- 試料材質：磁性金属→非磁性金属→セラミックス→樹脂→木材

この進展には測定子構造、振動発生機構、解析手法などが複雑に絡んでいますが、材料組織と弾性の基本技術を高度に意識しながら解析する必要があります。組織構造のわずかな変化、不純物の混入などによる力学定数の変化から組織構造などを解明する方向への研究にも利用されそうな予測があります。これらの前進には、材料の最先端研究者と装置メーカーとの連携は欠かせません。ぜひとも最先端研究においてご利用いただきつつ、ご指導いただきますと幸甚です。

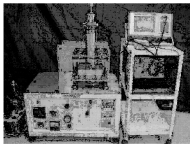


10φ × 2mmt アルミ合金の振動

Cij 測定は力学特性から組織解明を可能に

電磁超音波共鳴式 弾性率・弾性定数装置 CC II-シリーズ

- 異方性単結晶から多結晶まで
- 弾性定数(弾性スティフネス C_{ij})も弾性率も
- 5mm 程度の立方体、直方体から円柱、円板、薄板(0.2mm)まで
- 室温用、高温用 (常用 1000°C 最高 1200°C)
- 阪大基礎工 平尾・荻研開発

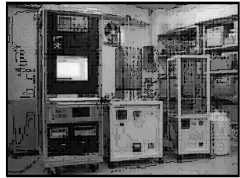


CC2-HT

弾性率と内部摩擦の高温測定で最高の装置

高温弾性率等同時測定装置 EG-HT

- 最も信頼性の高い高温測定が可能。粘性による振動数依存誤差が最小。
- 強力共振機構で難共振材に対応。難共振時の偽振動が最少。
- 多くの測定条件、測定項目に対応。
ヤング率、剛性率測定
ポアソン比算出
温度依存性、ひずみ依存性
2種の内部摩擦測定
- 最高 1200°C EG-HT<



室温や比較的低温で最も信頼性の高い装置

自由共振式弾性率、内部摩擦測定装置 JE-RT(ヤング率)& JG-RT(剛性率)

- 高精度・簡単操作・高再現性・迅速測定
非接触加振、非接触検出
試料も置くだけ
- 幅広い試料形状 (室温装置)
短冊状でも細線・丸棒でも
薄く・小さいものから厚く長いものまで



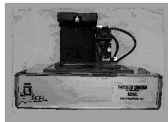
JE-RT
& JG

他の試料形状や測定目的に対応

その他の製品

- ▼ 薄板・細線用弾性率測定装置 TE, TG シリーズ
- ▼ 縦共振式ヤング率測定装置 VE シリーズ
- ▼ 圧電共振式弾性定数測定装置 CC シリーズ
- ▼ インパクト式ヤング率測定装置 IE シリーズ
- ▼ 強制振動式内部摩擦測定装置 MS シリーズ (メカニカルスペクトロメータ)
- ▼ 共振式薄板疲労試験装置 RF シリーズ

IE, VE を除き、高温用 (**-HT) あります。



RF-RT

共振法応用の弾性率や内部摩擦等の物性測定・試験・計測装置の開発専門企業

日本テクノプラス株式会社 <http://www.nihon-tp.com/>

06-6390-5993 info@nihon-tp.com 〒532-0012 大阪市淀川区木川東 3-5-21 第3丸善ビル

金属積層造形技術の可能性と 技術開発動向

京 極 秀 樹*

1. はじめに

Additive Manufacturing (AM) 技術の一つである金属積層造形は、医療分野では早くからインプラントの製造に利用されてきた。これは、本技術が従来の加工法では不可能な三次元複雑形状品の製造が可能で、ラティス構造といった軽量化や種々の機能を付与できる技術であることによる。とりわけインプラントには個人個人にあった形状が必須であるため、本技術は有効な加工手段として利用されている。

最近では、装置や粉末の性能向上により高品質の製品の製造が可能となってきており、航空宇宙分野において大きな動きが出てきている。特に、GE 社はジェットエンジンの噴射ノズルを手始めにタービンブレードへの適用も視野に入れている。2016年には、電子ビーム積層造形装置の唯一のメーカーである ARCAM 社とレーザー積層造形装置メーカーである Concept Laser 社を買収して新たな装置開発に着手しており、2017年には本技術をベースとした新工場を新設した。また、工作機械の大手メーカーである DMG MORI 社は、パウダーベッド方式のレーザー積層造形装置メーカーである Realizer 社を子会社化して工作機械からいわゆる金属 3D プリンタまでを揃えた装置メーカーとなった。さらに、自動車メーカーも試作品への適用だけでなく、大量生産ではないが部品への適用を始めてきており、Tier1 の部品メーカーも動き出してきている。

このように、本技術は従来の加工法では不可能な製品を製造する重要な加工技術として認識されてきている。

本稿では、金属積層造形技術における装置開発や研究開発動向について紹介するとともに、今後の可能性についても述べる。

2. 金属積層造形技術の開発動向

(1) 積層造形技術の分類

まず、AM 技術の分類について紹介しておく。AM 技術

は、2009年に設置された ASTM F 42 委員会により、次の7つのカテゴリーに分類された。図1に各種積層造形技術の概要を示す。なお、詳細な説明は成書⁽¹⁾を参照願いたい。

(1)結合剤噴射(バインダージェットティング)、(2)材料噴射(マテリアルージェットティング)、(3)粉末床溶融(パウダーベッド)、(4)指向性エネルギー堆積(デポジション)、(5)シート積層、(6)光重合硬化(光造形)、(7)材料押し出し(熱溶融積層)

これらのうち、金属積層造形に用いられるのは、主に粉末床溶融(パウダーベッド)法と指向性エネルギー堆積(デポジション)法であるが、最近ではバインダージェットティング法やマテリアルージェットティング法も利用されてきている。

(2) 装置開発の概要

パウダーベッド方式に関しては、最近の装置開発は高速化・大型化の傾向がある。高速化・大型化に関しては、レーザー出力 500 W あるいは 1 kW のファイバーレーザーが搭載されてきており、複数台のファイバーレーザーを搭載して高速化を図ってきている。また、1 m サイズのレーザーパウダーベッド方式の装置開発が行われている。技術研究組合次世代 3D 積層造形技術総合開発機構(以後、TRAFAM と記す)では、電子ビームによるマルチマテリアルの造形が可能なパウダーベッド方式の装置開発を行っており、今後の用途展開も広いことから早期の開発が要望されている。Fraunhofer 研究所においては、レーザーを光源とした従来装置を改良したマルチマテリアルの造形が可能なパウダーベッド方式の装置開発が行われている。

デポジション方式の装置開発に関しても、高速化・大型化が進んでいるとともに雰囲気制御可能な装置開発が行われてきている。高性能ノズルと制御用ソフトウェアの開発もあって、この方式としては複雑三次元形状で表面粗さにも優れる装置開発が行われており、TRAFAM プロジェクトにおいても高速・高精度の造形が可能な装置開発が進んでいる。我が国の工作機械メーカーは、相次いでデポジションと切削とのハイブリッド化した装置を改良さらには開発している。

最近では、バインダージェットティング方式の装置が復活して

* 近畿大学工学部；教授(〒739-2116 東広島市高屋うめの辺1番)

The Current Status and Development of Metal Additive Manufacturing Technology; Hideki Kyogoku (Faculty of Engineering, Kindai University, Higashi-Hiroshima)

Keywords: additive manufacturing, powder bed fusion, simulation, solidification behavior, mechanical properties

2018年11月20日受理[doi:10.2320/materia.57.140]

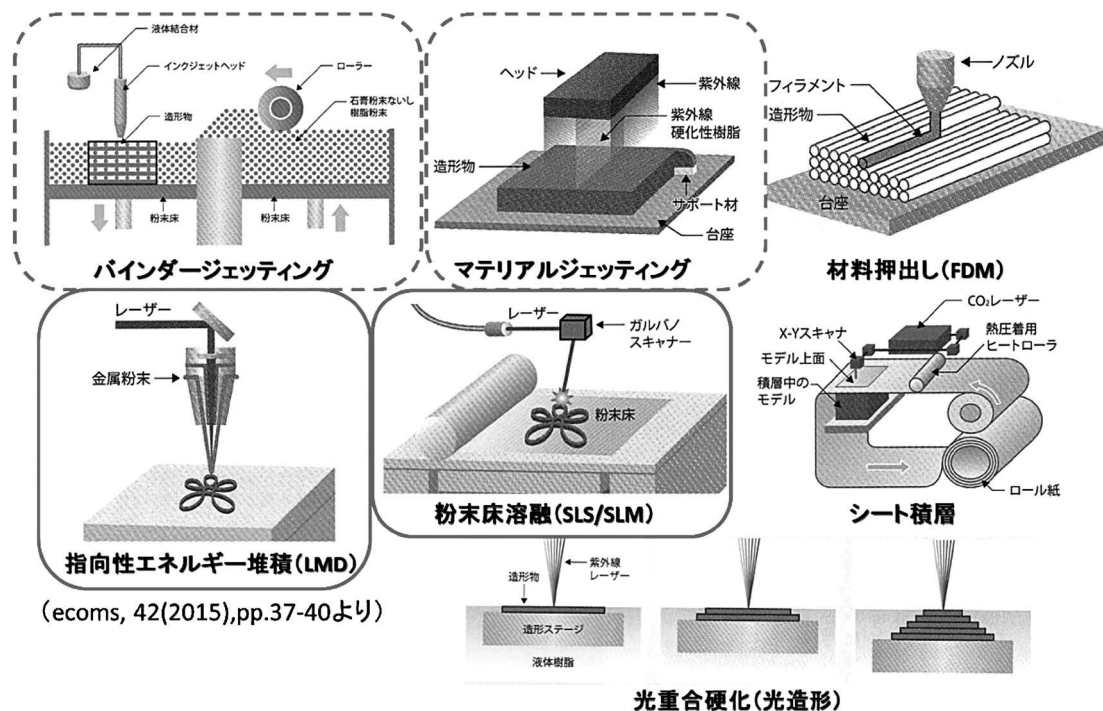


図1 AM技術における7つのカテゴリー⁽¹⁾。

きており、相対密度は98%程度で高密度の製品は製造できないものの金属射出成形法(Metal Injection Molding: MIM)レベルの密度を有する造形体は可能となってきており、量産化のための技術として期待されている。特に、欧米の企業が開発を促進してきている。

(3) 粉末開発の状況

最終的な製品の品質は装置だけでなく粉末特性にも依存する。このため、粉末の管理は非常に重要である。金属積層造形における重要な粉末特性の指標は、流動性(flowability)、拡がり性(spreadability)および充填性(packing density)である。これらを満足する粉末として、

- ① 真球度が高くサテライトのない粉末であること
- ② 粒度分布の狭い粉末であること(特に電子ビーム溶融(EBM)の場合には重要)

が求められる。

一般的に各造形方式により、次のような粒径の粉末が利用されている。

- ① レーザビームパウダーベッド方式：20～45 μm
- ② 電子ビームパウダーベッド方式：45～105 μm
- ③ デポジション方式：45～105 μm

このようなAM用金属粉末は、主に次のような方法で製造されている⁽¹⁾。

- ① ガスアトマイズ法 ② プラズマアトマイズ法 ③ 電極誘導溶解ガスアトマイズ法(EIGA) ④ プラズマ回転電極法(P-REP) ⑤ 遠心力アトマイズ法

これらのうち最も頻繁に利用されているのがガスアトマイズ法である。アルゴンガスまたは窒素ガスを用いて溶湯を噴

霧することにより球状粉末を大量に生産できる。粉末は球状ではあるが、表面にサテライト(微細粒子)が付きやすい。このため、真球で粒度分布の狭い粉末が製造しやすいプラズマアトマイズ法が、チタン合金などの反応性の高い金属粉末製造に利用されているが、生産性は低くコスト高になる。しかし、ガスポアをほとんど含まないために、EBM方式で利用されることが多い。そのほか、電極誘導溶解ガスアトマイズ法(EIGA)、プラズマ回転電極法(P-REP)、遠心力アトマイズ法などが利用されてきつつある。

金属粉末の特性はそれぞれの装置で機構が異なるために、その装置に相応しい粒度分布などの特性とすることが重要である。

3. 研究開発動向

最近の金属積層造形における研究開発については、高品質の製品製造が求められていることから、テストベンチを利用したモニタリング技術⁽²⁾⁽³⁾やシミュレーション開発⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾に関する研究が注目される。とりわけ、金属積層造形においては、溶融凝固現象の解明とシミュレーション技術の開発は重要な課題となっている。また、材料開発に関する研究も盛んに行われてきている。

(1) 溶融凝固現象の解明及びシミュレーション

溶融凝固現象については、ローレンス・リバモア国立研究所のグループが、高速度カメラによる撮影とシミュレーション技術の開発を行っており、レーザー照射による溶融凝固現象を明らかにしてきている⁽⁴⁾⁽⁵⁾。また、アメリカ標準局

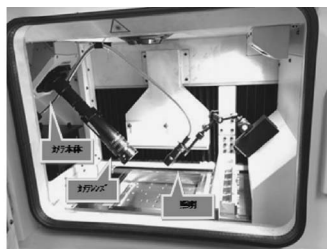
(NIST)もテストベッドを開発して熔融凝固現象を解析している⁽³⁾。このような現象の解明を行うことにより、最適な造形条件をより正確に見出すことができる。

著者が参画している TRAFAM のプロジェクトにおいては、当大学に設置されている図 2 に示すレーザパウダーベッド方式の要素技術研究機に高速度カメラとサーモビューワを取り付けて熔融凝固現象を観察するとともに、汎用ソフトウェアを用いたマクロ熔融凝固シミュレーションを実施している。また、プロジェクトの中では、三菱重工横浜分室を中心としたグループにより積層時の粉末状況も考慮したマイクロ熔融凝固シミュレーションをスーパーコンピュータ「京」を利用して実施している。本シミュレーションでは、二流体モデルを利用しているため、一流体モデルを利用しているローレンス・リバモア国立研究所のシミュレーションではできないスパッタリング発生予測も可能となっている⁽⁷⁾。

パウダーベッドにレーザは照射されると、図 3 に示すようにヒュームと呼ばれる金属蒸気が発生するとともに、粉末が熔融して熔融池(メルトプール)を形成する。メルトプールの中では、温度差による表面張力の差により Marangoni 対流が起こり、この対流が大きくなるとメルトプールに揺らぎが発生し、ガスの巻き込みなどが起こる。また、図 4 に示すようにガスの流動による粉末の移動やスパッタが発生してパウダーベッド上に飛散する。大きなスパッタが飛散するとリコート(粉末を敷き詰める)時の妨げとなり、欠陥の発生原因と

もなる。このような、メルトプールの状況をモニタリングすることにより、造形状況を把握できるとともに、必要に応じて欠陥原因を探る手立てとなる。図 5 に示すように、このようなメルトプールの形状は、熔融凝固モデルを検討して汎用ソフトウェアによるシミュレーションによる結果とサーモビューワによる測定結果とほぼ一致するまでになり、最適な造形条件の検討に有効な手段となるまでになってきた⁽⁶⁾。

また、図 4 からわかるように凝固が非常に速く、ステンレス鋼の場合には、4 ms 程度の時間で凝固している。これにより結晶粒が非常に小さくなり、Hall-Petch の関係により強度が向上する。AM の分野で頻繁に使用されている鋳造用の Al-10Si-0.4Mg 合金では、図 6 に示すように組織が非常に微細となり、鋳造材では引張強さは 200 MPa 程度であるが、レーザ積層造形では引張強さが 450 MPa 以上まで向上する。このように、本技術では鋳造や溶接と比べて凝固



【仕様】

- ・レーザ：1 kW シングルモードファイバーレーザ
- ・造形サイズ：250×250×180 mm

図 2 レーザパウダーベッド方式要素技術研究機。

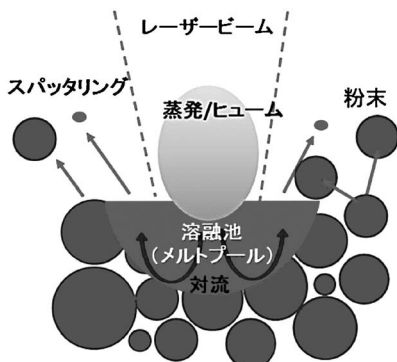


図 3 レーザ積層造形における熔融現象の模式図⁽¹⁾。

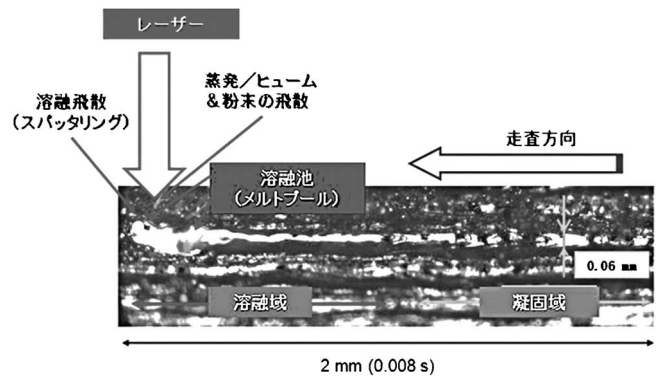


図 4 レーザ積層造形における高速度カメラによる熔融凝固現象⁽¹⁾。



図 5 新たなモデルを利用したマクロ熔融凝固シミュレーション結果とサーモビューワによる測定結果の比較⁽⁷⁾；(a)シミュレーション結果 (b)測定結果。

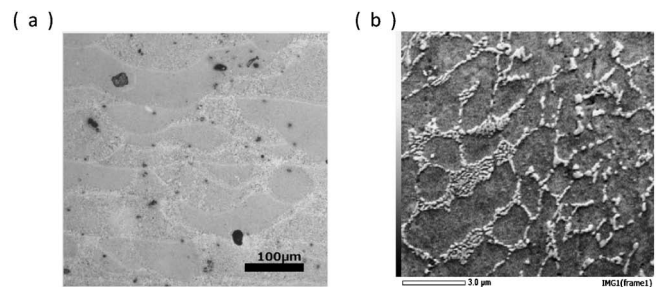


図 6 レーザ積層造形により作製した Al-10Si-0.4Mg 合金の組織；(a)光学顕微鏡写真(断面) (b)走査型電子顕微鏡写真。

表1 各種材料の機械的性質と表面粗さ⁽⁸⁾.

	AlSi10Mg	CoCrMo	Ti64	IN718	SUS316L	17-4PH
引張強さ (MPa)	397 ± 11	1101 ± 78	1286 ± 57	994 ± 40	633 ± 28	832 ± 87
0.2%耐力 (MPa)	227 ± 11	720 ± 18	1116 ± 61	702 ± 65	519 ± 25	572 ± 25
伸び (%)	6 ± 1	10 ± 4	8 ± 2	24 ± 1	30 ± 5	31 ± 2
絞り (%)	8 ± 1	11 ± 4	30 ± 10	40 ± 7	49 ± 11	55 ± 4
ヤング率 (GPa)	64 ± 10	194 ± 9	111 ± 4	166 ± 12	184 ± 20	155 ± 22
硬さ (HV)	114 ± 1	375 ± 2	384 ± 5	293 ± 3	209 ± 2	221 ± 44
表面粗さ Rz (μm)	7 ± 1	10 ± 1	12 ± 1	7 ± 2	10 ± 2	9 ± 2
表面粗さ Ra (μm)	46 ± 8	64 ± 6	70 ± 3	36 ± 8	50 ± 12	54 ± 15

速度が非常に速く凝固組織が異なるため、組織制御が可能となれば所望の特性を有する材料開発もできる。このためには、装置の改良も必要となり、製品に応じた装置開発が徐々に進められている。

(2) 材料開発に関する研究

材料開発に関する研究は盛んに行われており、表1に示すようにステンレス鋼、チタン合金、コバルトクロム合金、ニッケル基超合金、アルミニウム合金など多くの合金の製造が可能となってきた。最近では、EBMによるTiAl合金やタングステンなどの高融点材料の造形も可能となっている。アルミニウム合金に関しては、上述したAl-10Si-0.4Mg合金が主流で、高強度アルミニウム合金の製造は、凝固割れの発生により造形が難しいといわれている。Airbus社では、スカンジウムを添加したAl-Mg-Sc合金を開発しており、引張強さ570MPa、伸び13%を示しているため、航空宇宙分野や自動車分野などへの展開が始まっている。また、医療分野においても従来から適用されているTi-6Al-4V合金だけでなく、生体組織との親和性が高いMg合金やZn合金などに関する研究開発も行われている。Mg合金では、HIP処理することにより、引張強さ300MPa以上、伸び14%の材料が得られている。その他、形状記憶合金などの機能材料の開発も盛んに行われている。

また、材質的な機能性の付与だけでなく、図7に示すようなトポロジー最適化とラティス構造などの新たな構造による軽量化、断熱性などの機能性の付与は、本技術の特長である。さらには負の弾性率など、従来の材料では難しい機能の付与も可能となっており、今度の展開が期待されている。

4. 次世代3Dプリンタによる“ものづくり”⁽⁹⁾

3Dプリンタを利用した加工技術はデジタル・マニュファクチャリングを代表するものであり、IoTとの相性が非常に良い。GE社がこのような技術を中心とした新たな工場を建設しており、従来の切削などと組み合わせた新たな加工技術として認識されてきている。

このような中、CADを中心としてCAM、シミュレーション



図7 トポロジー最適化及びラティス構造体(マテリアライズ社の厚意による)。

とIoTを連携させた設計・製造統合プラットフォームの構築が行われており、今後の“ものづくり”が変革してきている。我が国においても、“Connected Industries”の構築が経済産業省を中心に推進されようとしており、新たな“ものづくり”への模索は世界的な動きとなっている。

5. おわりに

本稿で紹介したように、金属積層造形技術における研究開発は、欧米をはじめとして装置開発においても、材料開発においても活発に行われており、ここ数年で急速に進歩してきている。これに伴って、インプラントをはじめとする医療分野から、品質が極めて厳しく問われる航空宇宙分野へと適用範囲が拡大してきている。我が国においても、このような流れの中で、TRAFAMのプロジェクトでは、金属積層造形技術に関する研究開発を実施しており、装置開発、粉末開発及びソフトウェア開発が進んできている。本技術は、今後の“ものづくり”を変革する技術であることは間違えない。本稿が、本技術の理解のための参考となれば幸いである。

おわりに、本稿の一部は経済産業省「三次元造形技術を核としたものづくり革命プログラム(次世代型産業用3Dプリンタ技術開発)プロジェクトによる研究成果である。ここに、経済産業省ならびに技術研究組合次世代3D積層造形技術総合開発機構(TRAFAM)の皆様へ深謝の意を表す。

金属積層造形法における 形状・組織制御による異方性付与

萩原幸司* 石本卓也¹⁾* 中野貴由²⁾*

1. はじめに

近年、人工関節に代表される各種医療用金属製デバイスの製造において、金属付加製造 (Additive Manufacturing), いわゆる金属 3D プリンタを活用する機運がますます高まりつつある。これは 3D プリンタがもつ、①複雑 3 次元形状をカスタム化しつつ製造可能、②異なる設計の部材が同時に製造可能、③コストのかかる工程数の削減が可能、といった特長に由来するところが多い⁽¹⁾。こうした特長は、患者個々の骨格形状に対応したカスタム化インプラント創製へのニーズに合致することから、医療、特に整形外科分野での金属 3D プリンタの適用拡大が期待される。

一方で、骨格の機能を代替し、長期間持続させるためには、インプラント外形状のみならず、内部のマクロ形状やミクロ構造(材質)の制御が極めて重要となる。すなわち、生体骨が部位に依存して示す特性の異方性に適合した、インプラントへの内部形状・材質の異方性付与が不可欠である。外形状と内部形状・材質の同時制御が実現されることで、患者骨格に類似の「形状」と「機能」をあわせもつカスタムインプラントが臨床応用されるものと期待される。

こうしたデバイスの実現に向け、我々のグループは、金属 3D プリンタを単なる外形状を作り込むツールとして捉えるのではなく、他の手法では成しえない、部位に応じた必要な機能を必要な方向に与えることで高機能化する、いわゆる「異方的機能特性付与・制御法」としての可能性に着目している。現在、大阪大学工学研究科異方性カスタム設計・AM 研究開発センターは最先端の電子ビームならびにレーザービームを熱源とする金属積層造形装置を保有しており、相互の特徴を理解し、駆使することで初めて達成することができる「内部形状・材質の等方性・異方性同時制御の実現」という金属積層造形法ならではの優位性を最大限に引き出すための

研究を進めている。本稿では、我々のグループの知見を中心に最新の動向について概説する。

2. 異方的機能付与のための材質・形状パラメータ制御

「形状・材質の異方的同時制御」とは自然界の創製物が本来的に発揮する「異方的機能化」を人為的に具現化するための基礎となるコンセプトである。我々が機能回復の主なターゲットとする生体骨は、コラーゲン線維と六方晶系に属するアパタイトナノ結晶からなる「配向化ナノ複合構造体」である。興味深いことに、アパタイト結晶(c 軸)/コラーゲン線維の優先配向性は骨部位に応じて異なる⁽²⁾。この異方的な配向化構造により、骨はヤング率、最大応力、靱性といった種々の力学機能が異方性を発現し、異方的応力場に対応してマルチスケールにて力学機能化されている⁽²⁾⁽³⁾。したがって、次世代の骨代替デバイスは、患者個々の状態に応じて最適化された異方性骨組織を誘導するための「異方的カスタム化」が必要となる。この実現には、①金属インプラントのヤング率を被埋入側の骨に合わせて異方化しつつ主応力方向に適度に低減することで、荷重支持骨への応力遮蔽を抑制すること、②骨芽細胞遊走制御に基づく異方性骨組織誘導とその後の生体骨への適切な応力負荷実現のために気孔(ポア)を内部に導入し、そのサイズや方向性・ポア壁表面形態を制御すること、が求められる。

こうした要求を同時に実現する手法として金属積層造形法は極めて有望であり、我々は前述のような造形体への異方化機能付与を、「形状・材質パラメータ」の独立・協調的同時制御により達成する、という方策を掲げている。具体的に「材質パラメータ」としては、結晶構造、原子配列の規則性、結晶粒形状・サイズ、結晶集合組織、結晶粒界の有無(単結晶・柱状晶・多結晶)、溶質濃度勾配、析出相分布などを、「形状パラメータ」としては、表面形状(異方性溝構造、周期

* 大阪大学大学院工学研究科 知能・機能創成工学専攻; 准教授 大阪大学工学研究科異方性カスタム設計・AM 研究開発センター

** 大阪大学大学院工学研究科 マテリアル生産科学専攻; 1) 准教授 2) 教授 大阪大学工学研究科異方性カスタム設計・AM 研究開発センター(〒565-0871 吹田市山田丘 2-1)

Creation of Anisotropic Properties by Morphology and Microstructure Control in the Additive Manufactured Metallic Materials; Koji Hagihara*, Takuya Ishimoto** and Takayoshi Nakano** (*Department of Adaptive Machine Systems, Graduate School of Engineering, & Anisotropic Design & Additive Manufacturing Research Center, Osaka University, Suita. **Division of Materials Science and Engineering, Graduate School of Engineering, & Anisotropic Design & Additive Manufacturing Research Center, Osaka University, Suita)

Keywords: additive manufacturing, anisotropy, Young's modulus, crystallographic texture, porous structure

2018年 1月16日受理[doi:10.2320/materia.57.145]

的微細ドット構造といったパターンニング), さらには内部構造(一方向性貫通孔構造, セル構造, ハニカム構造)などを制御対象としている. この両者を部位に応じて独立かつ相補的に制御することで, 次世代異方性カスタムインプラントの創製を目指している. 以降, 具体例として, 主にヤング率制御に着目した, 金属積層造形における材質・形状パラメータ制御の有効性について示す.

(1) 材質パラメータ制御としての異方性組織制御

現在, 一般的に利用されている金属インプラント材料としては, Co-Cr-Mo 合金, SUS316L ステンレス鋼, Ti-6Al-4V 合金といった, 骨に対して高いヤング率(約 100~200 GPa)を示す材料が用いられている. しかし応力遮蔽を克服するため, 近年, 不安定 bcc 構造を持ち, 比較的低いヤング率(約 60~90 GPa)を示す β 型チタン合金が次世代インプラント材料として期待されている⁽⁴⁾. β 型チタン合金は, 単結晶化によりさらなる極低ヤング率化を達成する可能性を持つ. β 型チタン合金において, $\langle 100 \rangle$ のヤング率値 E_{100} , $\langle 111 \rangle$ との異方性 E_{111}/E_{100} は価電子濃度 e/a に依存し, 次式のように算出される⁽⁵⁾⁽⁶⁾.

$$E_{100} = \frac{9}{(1/B) + (3/c')} \frac{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})}{c_{11} + c_{12}} \quad (1)$$

$$\frac{E_{111}}{E_{100}} = \left\{ 1 + \frac{3}{(1/B) + (3/c')} \left(\frac{1}{c_{44}} - \frac{1}{c'} \right) \right\}^{-1} \quad (2)$$

$$c' = (c_{11} - c_{12})/2 = 1.391 \times (e/a - 2)^{3.34} / \text{GPa} \quad (3)$$

c_{ij} は弾性スティフネス定数, B は体積弾性率を示す. そこで e/a が 4.10 と小さく, 生体材料として ISO 認可 (ISO 5832-14) された Ti-15Mo-5Zr-3Al (mass%) β 型合金に着目し, 光学式浮遊帯溶融 (FZ) 法と呼ばれる手法により溶融帯を維持しつつ高い温度勾配により単結晶化を実現することで, 図 1 (a) に示すように $\langle 001 \rangle$ にて 44.4 GPa という極低ヤング率化を達成した⁽⁶⁾. これは皮質骨のヤング率 (~30 GPa) に匹敵する値であることから, 図 1 (b), (c) に示すように, $\langle 001 \rangle$ を長管骨長軸と平行とすることで応力遮蔽の抑制を実現する「単結晶インプラント」として, その優位性を提案している⁽⁷⁾⁻⁽¹¹⁾. しかしながら, FZ 法をはじめとする従来法では, 人工股関節などへの適用のための単結晶の大型化が困難であり, 加えて内部形状のカスタム化が不可能である. そこで我々は異方性カスタムインプラントの具現化策として, 金属積層造形法に注目している.

金属積層造形法を用いることで, 既に, 粉末積層レイヤー間でのビーム走査パターン, いわゆるスキャンストラテジーの制御により, 単結晶様の組織制御を実現するとともに, 造形体中での結晶方位の選択を可能としている. 図 2 (a), (b) はその一例として, Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金造形体における集合組織を IPF マップと $\{001\}$, $\{011\}$ 極点図にて示す⁽¹²⁾. 本造形体は, ガスアトマイズ法により作製した球状粉末を出発材料とし, レーザ積層造形 (Selective Laser Melting: SLM) 法にて作製したものである. 図 2 (a) の上下はそれぞれ, レーザを一方向 (x 方向) へ往復走査する X スキャン,

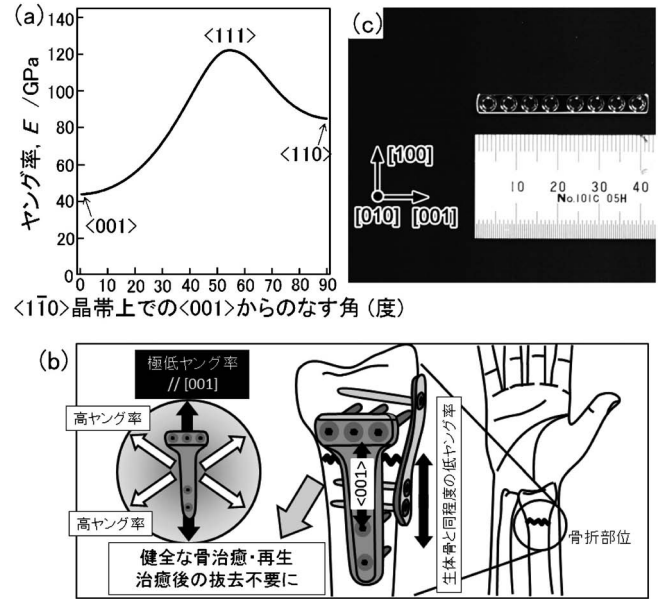


図 1 (a) Ti-15Mo-5Zr-3Al β 型チタン合金単結晶におけるヤング率の結晶方位依存性. (b) 極低ヤング率を実現する単結晶インプラントの概念図. (c) Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金を用いた実際の単結晶インプラント試作例. 論文(6), (8)より改変引用.

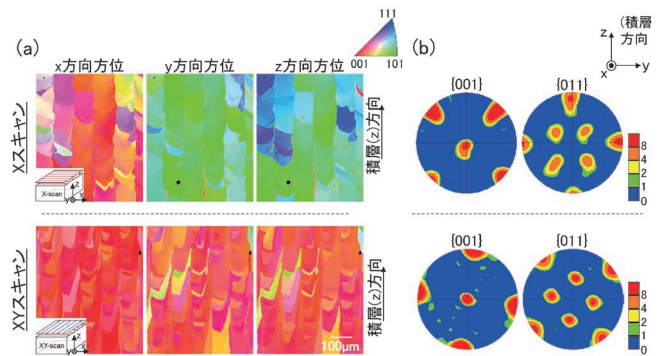


図 2 (a) Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金の積層造形体における, ビームスキャンストラテジーに依存した発達集合組織の変化を示す結晶方位マップ (x, y, z 各方向に沿った結晶方位分布を x 断面上にて解析). (b) 対応する $\{001\}$, $\{011\}$ 極点図. 論文(12)より改変引用.

積層レイヤーごとに走査方向を90度回転させる XY スキャン, という異なるスキャンストラテジーにて造形した造形体中の結晶方位分布を示している. 適切な造形プロセス条件の設定により, 積層造形法においても結晶方位が制御された単結晶様の組織制御が可能であることが実証されている. さらに, 発達する集合組織の結晶方位をスキャンストラテジーにより変化させることが可能であり, X スキャンでは造形方向 (z 方向) に対し $\langle 011 \rangle$, XY スキャンでは $\langle 001 \rangle$ が優先配向した単結晶様の結晶集合組織が発達している.

こうした集合組織形成メカニズムを明らかにすべく, 造形

体の最上部，すなわち造形体終端部にて，結晶方位解析を行ったところ，造形中での繰返し溶融の影響を受けていない最上部においても結晶方位が直下の層，すなわち試料中心部付近と同一であることが確認された⁽¹²⁾．こうした結果に基づき，bcc 構造を有する本 β 型チタン合金での配向化集合組織の発達，造形初期でのスキャンストラテジーに依存した特定方位への選択的な結晶成長，さらにこれに続くエピタキシャル成長に基づくものであることを解明した．スキャンストラテジーにより結晶配向方向が変化する起源として，組織学的観点からの解析により，ビーム照射によって生じる溶融池内にて，スキャンストラテジー X では造形方向に対して $\pm 45^\circ$ 方向に，スキャンストラテジー XY では $0^\circ, 90^\circ$ 方向と異なる方向に凝固組織の発達が生じることが見出された．こうした両者での結晶成長方向の違いは，積層するレイヤー間で結晶方位を連続させることでエピタキシャル成長により核生成エネルギーをできるだけ下げる，という制約下にて，結晶成長のドライビングフォースを与える熱流方向にできるだけ近い方向へ結晶成長する，という条件を同時に満足させるために生じたものと理解できる．ここで，bcc 結晶中での優先結晶成長方向は $\langle 100 \rangle$ に平行であり，顕著な集合組織が造形体内部にて発達する際，結晶成長は造形方向に対して垂直方向に生じることから，レーザー走査方向(溶融池の長手方向)に $\langle 001 \rangle$ が固定化されることで単結晶様の集合組織形成が実現する．こうした結晶方位選択は $\langle 100 \rangle$ を優先結晶成長方向とする面心立方構造 (fcc) を示す Ni-Mo 合金でも認められ，さらに，積層毎にレーザー走査方向を約 67° ずつ回転させるスキャンストラテジー Rot により，単結晶様ではなく，造形方向にのみ $\langle 100 \rangle$ が配向した繊維状集合組織の発達を実現可能である⁽¹³⁾．上記解析に基づく，集合組織発達機構の模式図を図 3 に示す．本モデルのより詳細な説明に関しては引用論文⁽¹³⁾を参照頂きたい．さらに最近の研究では，異なる集合組織を部位に応じて変化させ，共存させることも可能となり，金属積層造形でしか成しえない「一体のインプラント内にて部位依存的に異なる集合組織」を発達させることで，生体骨同様に部位に応じて異なる力学機能を発揮する，革新的高機能化インプラントの創製が現実のものとなりつつある．

一方，超高温耐熱材料として期待される，bcc 格子を c 軸方向に 3 つ積み重ねた正方晶規則構造 ($C11_b$ 構造) を有する MoSi_2 の積層造形では，正方晶系に由来した集合組織が形成される⁽¹⁴⁾．固液界面での結晶成長は $\langle 100 \rangle$ を優先結晶成長方向とするが， a 軸と c 軸に異方性を有することから，上述の fcc, bcc 結晶とは異なる集合組織が発達する．以上のような知見を基に，積層造形における各種造形パラメータと造形体の材料学的特性とを包括した，結晶集合組織発達・制御機構の一般則を理解すべく，さらなる検討を進めている．

こうした集合組織制御の結果，Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金造形体中において $\langle 001 \rangle$ が優先結晶配向した方位では，多結晶体 ($\sim 85 \text{ GPa}$) を大きく下回る $\sim 69 \text{ GPa}$ の低ヤング率化が実現された．一方， $\langle 011 \rangle$ 優先配向方向でのヤング率は $\sim 100 \text{ GPa}$ を示すことが確認され，材質パラメータ制御による機能制御の有効性が実証された．ただし実測ヤング率は，図 1 に示した単結晶での理想値には達しておらず，プロセス条件の最適化を通じた結晶配向のさらなる顕在化による特性向上を実現する余地がある．さらに，造形時における酸素・窒素といった軽元素の混入，さらには Al などの軽元素の揮発による組成変動の抑制が特性向上には必須である．すなわち出発原料粉末の合金組成は既存の casting 合金組成ではなく「積層造形に特化した」合金設計を行い，かつ構成元素の揮発挙動を制御することがさらなる高機能化には不可欠となる．一般に金属の蒸気圧 P は以下に示すような温度 T の関数で示される．

$$\log P = A T^{-1} + B \log T + C T + D \quad (A, B, C, D \text{ は定数}) \quad (4)$$

この蒸気圧 P を用いて，蒸発速度 G_m は理論的には以下の式で表現される⁽¹⁵⁾．

$$G_m = 5.8 \times 10^{-2} \cdot P(\text{torr}) \cdot (M/T)^{1/2} \quad [\text{g/cm}^2 \cdot \text{sec}] \quad (5)$$

ここで M は原子量である．したがって，造形パラメータに依存した温度変化を介して，造形条件に依存して構成元素の揮発量は大きく変化を示すことが予測される．式(4)は金属単体の蒸発を想定した式であり，合金化した金属中では金属種に応じた活量などの考慮が必要である．さらに積層造形はビームが照射された局所のみが溶融する非平衡プロセスであるため，蒸気圧の変化は式(4)から大きくシフトするこ

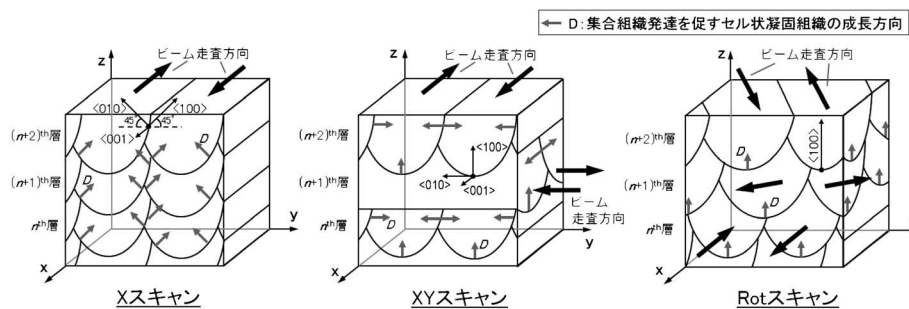


図 3 $\langle 100 \rangle$ を優先結晶成長方向とする bcc, fcc 結晶におけるスキャンストラテジーに依存した集合組織発達を促すセル状組織の優先的成長方向(D)変化の模式図．論文(13)より改変引用．セル状組織の成長方向は熱流方向に対し一義的に決定されるのではなく，系全体のエネルギー低減を実現するためスキャンストラテジーに依存して変化し，このことが発達する結晶集合組織の変化をもたらす．

とも予測される。このため実験的計測と計算機シミュレーションの協調を通じて、積層造形パラメータ、粉末・材料特性に依存した造形体組成変化の予測式の確立が可能となる。造形体が本来的に有する特性を極限にまで引き出すことによる高機能化、さらにこの概念を発展させた先には、部位に応じて揮発量を変化させることでの傾斜機能化が達成されるものと期待される。

さらに結晶集合組織制御のみならず、例えば航空宇宙材料として期待される TiAl 合金では、造形パラメータの制御により、粗大な結晶粒領域と微細粒領域を積層方向に対し交互にバンド状に生じさせることが可能である。金属積層造形法は、既存の他プロセスでは形成不可能な新たなマクロ組織制御を可能とする⁽¹⁶⁾。結果として異方的な力学特性の発現や、従来得ることが困難であった 2% を超える室温延性が獲得されるなど、金属積層造形における材質パラメータ制御は、さらなる高機能化実現の可能性を随所に内包する未開の分野と言える。

(2) 形状パラメータ最適化によるヤング率・骨誘導能制御

骨代替型インプラントでは、生体内への充填後、インプラント自体が新生骨や周囲骨と調和しつつ骨格の一部として機能することが要求される。こうした中、インプラント内部のポーラス化は、ヤング率の低減のみならず、骨への異方性応力場に応じた異方性機能を発現し、ポア壁を巧みに利用した骨芽細胞遊走・伸展制御といったインプラントの機能性向上に寄与する仕組みを構築できる。インプラント材のポーラス化に関する研究は多いが、低ヤング率化と同時に、インプラント自体の異方性機能の発現や細胞・細胞外基質の異方性誘導を意識した内部形状の設計は、著者の知る限りほとんどない。

金属積層造形は、CAD(Computer Aided Design)による構造設計に基づいて構造体を造形することから、任意の内部形状設計が可能であり、さらに、造形装置付随のインターフェイスソフトウェアにて構造体内部のパーツ毎にビーム条件を設定することが可能である。その結果、凝固部-ポア部からなるポーラス体のみならず、凝固部/粉末焼結部/ポア部、さらには前述の集合組織が制御された部材まで幅広い構造・材質、最終的には機能の制御が実現可能である。ここでは一例として、凝固部/ポア部(粉末焼結部)からなる複合体の形成とその機能制御について紹介する。

図 4 は、立方体を $3 \times 3 \times 3 = 27$ 個配置した場合の 3D モデルの例と、当該モデルを Ti-6Al-4V 合金を用いて電子ビーム積層造形法(Electron Beam Melting, EBM)法で作製した造形体の直交した 3 軸方向へのヤング率を示す⁽¹⁷⁾。3D モデルにおいて、透明なパーツは電子ビームを照射せずにポアとして働く部分となる。このモデルでは、3 軸を固定すると 1 億通り以上の複合体の組み合わせが存在するが、そのいずれのヤング率も Voigt 則と Reuss 則の組み合わせで算出可能である。本構造体化により、素材緻密体が本来的に有する高ヤング率(Ti-6Al-4V 合金の場合 ~ 110 GPa)から大幅な低

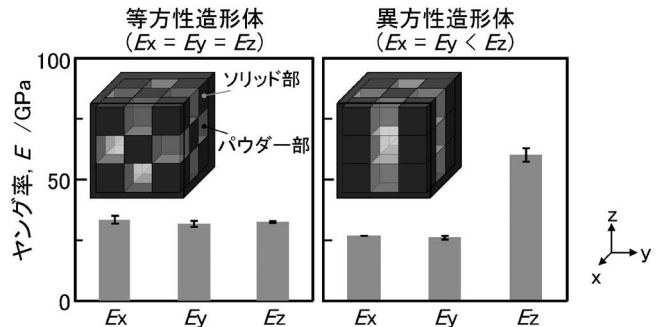


図 4 Ti-6Al-4V 合金における、パウダー/ソリッド部の配置制御による造形体のヤング率変化、異方性制御の例(等方性造形体と一軸異方性造形体の創製)。論文(17)より改変引用。

減、さらにその異方性についても、造形体内の 3 軸にてヤング率が等しい等方的特性から、1 方向のみヤング率が高値を示す 1 軸異方性(長管骨の異方性に類似)、2 方向に高値を示す 2 軸異方性(頭蓋骨における 2 次元異方性⁽²⁾に類似)、3 軸とも異なるヤング率を示す 3 軸異方性の付与といった絶対値と方向性の両観点からの広範囲な制御が可能となる。本提案の妥当性は、図 4 に示すように実際の造形体を作製し、そのヤング率を評価することで定量的に確認されている。本モデルでの構成ソリッド数は 27 個であるが、その基本ユニット数を増加させることで、さらに連続的で精密なヤング率値の設定が可能となる。さらに構成要素の形状は直方体、六角柱、三角錐などを任意に選択可能である。加えてビーム末照射部にて粉末を残存させ、続けての熱処理により粉末間のネック部の形成、もしくは、当該パーツに低エネルギーのビームを走査することで、ヤング率をほとんど変化することなく、エネルギー吸収性を付与したパウダー/ソリッド複合構造体を得ることもできる⁽¹⁸⁾。

さらに骨芽細胞遊走・伸展制御による配向化骨誘導⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾では、一方向貫通孔を持つ構造体の設計・試作ならびに生体内埋入実験が既に実施されている⁽²¹⁾⁽²²⁾。こうしたポア構造体は骨類似の低ヤング率を備えると同時に骨微細構造の異方性とのマッチングにより、ポア内部に結晶配向化骨組織を誘導することが実証されている⁽²³⁾。

3. おわりに

本稿にて、金属積層造形法が、次世代医療デバイスに求められる患者個々の骨格形状へ適合したインプラントのカスタム化、さらに、形状適合のみではなく、機能をも同時に最適化を図る高次元でのカスタム化を可能とする唯一の方策であることを示した。とりわけ、ヤング率制御に限定した金属積層層ならではの材質・形状パラメータ制御による「異方的カスタム化」の優位性について示したが、本手法は強度、延性、靱性、耐食性、耐磨耗性といったその他諸特性の制御においても有効な方策といえる⁽²⁴⁾⁽²⁵⁾。

金属積層造形法が今後進むべき近未来の姿としては、部位に応じて異方的機能付与を実現する造形パラメータが、3Dモデル制作時に要求機能値を設定するだけで自動生成されるようなCAM(Computer Aided Manufacturing)様のシステム構築が、今後のマスカスタム化にとって不可欠な課題と考えている。この実現には2(1)節で示したような概念に基づき、材料や造形条件(造形パラメータ)に帰属する一般的な物理的性質(容易成長方向、熱伝導・伝達率、粘性、温度分布など)を変数とし、実際に作製される造形体が示す特性を定式化する理論ならびにシミュレーション手法の構築、これを裏付ける実験結果のデータベース化、ビッグデータのAI(Artificial Intelligence)による処理が必要不可欠である。このような材料学的アプローチとSociety 5.0で掲げられたサイバー空間とフィジカル空間との融合により、医療用デバイス開発のみならず、多くの高付加価値工業製品の開発が実現されるものと期待される。最終的には、我々の生活様式の変革にまでつながる、新たなものづくりシステム構築への扉が開かれるものと確信している⁽²⁶⁾。

本稿で紹介した研究の一部は、内閣府が主導するSIP(戦略的イノベーション創造プログラム)「革新的設計生産技術」—「三次元異方性カスタマイズ化設計・付加製造拠点の構築と地域実証」(管理法人：NEDO)ならびに、日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究(S)「骨配向化誘導のためのマテリアルボーンバイオロジー(研究代表者：中野貴由)」(平成25年度-29年度)の支援によって実施された。

文 献

(1) I. Gibson, D. Rosen and B. Stucker: 3D printing, additive manufacturing technologies—Rapid prototyping, and direct digital manufacturing (2nd ed.), Springer, (2015).

(2) T. Nakano, K. Kaibara, Y. Tabata, N. Nagata, S. Enomoto, E. Marukawa and Y. Umakoshi: Bone, **31**(2002), 479–487.

(3) T. Ishimoto, T. Nakano, Y. Umakoshi, M. Yamamoto and Y. Tabata: J. Bone Miner. Res., **28**(2013), 1170–1179.

(4) M. Niinomi, Y. Liu, M. Nakai, H. Liu and H. Li: Regen. Biomater., **3**(2016), 173–185.

(5) M. Tane, S. Akita, T. Nakano, K. Hagihara, Y. Umakoshi, M. Niinomi and H. Nakajima: Acta Mater., **56**(2008), 2856–2863.

(6) S.-H. Lee, M. Todai, M. Tane, K. Hagihara, H. Nakajima and T. Nakano: J. Mech. Behav. Biomed. Mater., **14**(2012), 48–54.

(7) S.-H. Lee, K. Hagihara and T. Nakano: Metall. Mater. Trans., **43**(2012), 1588–1597.

(8) 当代光陽, 萩原幸司, 石本卓也, 山本憲吾, 中野貴由: 鉄と鋼, **101**(2015), 501–505.

(9) K. Hagihara, T. Nakano, H. Maki, Y. Umakoshi and M. Niinomi: Sci. Rep., **6**(2016), srep20779.

(10) K. Hagihara and T. Nakano: Inter. J. Plast., **98**(2017), 27–44.

(11) K. Hagihara, T. Nakano and M. Todai: Sci. Rep., **7**(2017), srep8056.

(12) T. Ishimoto, K. Hagihara, K. Hisamoto, S. H. Sun and T. Nakano: Scripta Mater., **132**(2017), 34–38.

(13) S. H. Sun, K. Hagihara and T. Nakano: Mater. Design, **140**(2018), 307–316.

(14) K. Hagihara, T. Nakano, M. Suzuki, T. Ishimoto, Suyalatu and S. H. Sun: J. Alloys Compd., **696**(2017), 67–72.

(15) 基礎講座委員会, 真空技術の基礎(その4), 真空, **5**(1962), 371–374.

(16) M. Todai, T. Nakano, T. Liu, H. Y. Yasuda, K. Hagihara, K. Cho, M. Ueda and M. Takayama: Additive Manufact., **13**(2017), 61–70.

(17) T. Nakano, H. Fukuda and H. Takahashi: Mater. Sci. Forum, **879**(2016), 1361–1364.

(18) N. Ikeo, T. Ishimoto and T. Nakano: J. Alloys Compd., **639**(2015), 336–340.

(19) A. Matsugaki, G. Aramoto, T. Ninomiya, H. Sawada, S. Hata and T. Nakano: Biomaterials, **37**(2015), 134–143.

(20) A. Matsugaki, G. Aramoto and T. Nakano: Biomaterials, **33**(2012), 7327–7335.

(21) N. Ikeo and T. Nakano: Jpn. J. Clin. Biomech., **32**(2011), 1–8.

(22) N. Ikeo, T. Ishimoto, A. Serizawa and T. Nakano: Metall. Mater. Trans. A, **45**(2014), 4293–4301.

(23) T. Nakano, W. Fujitani, T. Ishimoto, J.-W. Lee, N. Ikeo, H. Fukuda and K. Kuramoto: ISIJ Int., **51**(2011), 262–268.

(24) A. Takaichi, T. Nakamoto, N. Joko, N. Nomura, Y. Tsutsumi, S. Migita, H. Doi, S. Kurosu, A. Chiba, N. Wakabayashi, Y. Igarashi and T. Hanawa: J. Mech. Behav. Biomed. Mat., **21**(2013), 67–76.

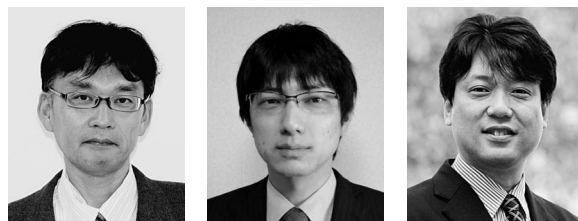
(25) S. H. Sun, Y. Koizumi, S. Kurosu, Y. Li, H. Matsumoto and A. Chiba: Acta Mater., **64**(2014), 154–168.

(26) 中野貴由(分担執筆): テクノロジーロードマップ2018–2027(全産業編), 日経 BP 社, (2017), 338–341.

★★

萩原幸司
2002年3月 大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻博士後期課程修了
2010年5月- 現職
専門分野: 材料組織学, 材料強度学
石本卓也
2008年3月 大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻博士後期課程修了
2016年3月- 現職
専門分野: 生体材料学, 材料評価学
中野貴由
1994年3月 大阪大学大学院工学研究科金属材料工学専攻博士前期課程修了
2008年4月- 現職
専門分野: 生体材料学, 結晶塑性学

★★



萩原幸司 石本卓也 中野貴由

電子ビーム積層造形による Co-Cr-Mo 合金製人工関節の可能性

千葉 晶彦*

1. はじめに

3D プリンタ技術(積層造形技術)ではコンピュータとデジタル技術を駆使して、複雑形状を有した機械要素部品を丸ごと製造することが可能である。従来の「削って(除去して)作る」(切削加工)から真逆の「くっつけて(付加して)作る」(付加造形)への発想の転換により、3次元モデルのデジタルデータがあればどのようなデザイン形状の部品でも制約なく造形することができる。また、熱源(電子ビーム・レーザービーム)の照射条件(エネルギー密度、走査速度、走査間隔など)や走査パターンなどを最適化することで、組織微細化などの金属組織制御や、単結晶の金属部品製造プロセスとしての可能性についても、最近頃に注目されている。このように、金属積層造形技術は、単なる金型レスのネットシェイピング加工技術としてだけではなく、液相/固相変態を基本とする金属組織制御技術としての可能性を秘めている。レーザーや電子ビーム照射による合金粉末の熔融凝固プロセスに対する理解が進むことで、金属積層造形技術はこれまでの伝統的な金属加工の常識を変える新規な加工プロセスとして研究開発されていくものと考えられる。

本稿では、電子ビームを用いた粉末熔融結合法の金属積層造形技術に焦点を絞り、材料として、人工関節などに使用されている Co-28Cr-6Mo(mass%, 以下 Co-Cr-Mo)合金を中心として、金属積層造形による人工関節などの医療用デバイスの製造技術としての可能性について考える。

2. 電子ビーム積層造形技術の概要

電子ビーム積層造形(以下、EBM 造形と呼ぶ)法は、三次元 CAD データに基づく電子ビーム走査により、50~100 μm の厚さに敷き詰めた金属粉末床(パウダーベッド)を選択的に熔融・凝固して形成した層を繰り返し積層し、三次元構造体を製作する。図1にその一層分のプロセス(①粉末床形成→②予備加熱→③選択的熔融→④ステップダウン)を模式

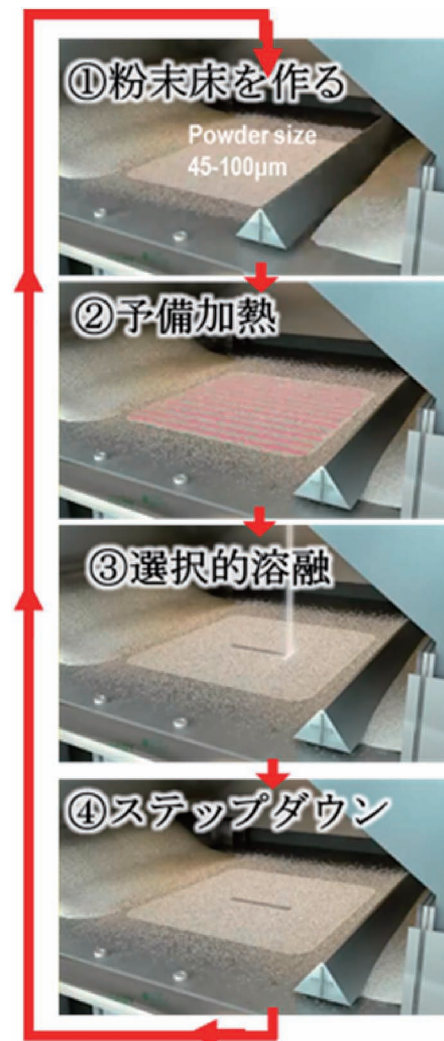


図1 EBM 造形の一層分の造形プロセス。(オンラインカラー)

的に示す。以下、各プロセスの特徴についてまとめる。

①粉末床形成：未熔融欠陥などを作らない造形を行うための最も基本となるプロセスである。使用する金属粉末は真球に

* 東北大学金属材料研究所；教授(〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1)

Perspective of Co-Cr-Mo Alloy Artificial Joints Additively Manufactured with Electron Beam Melting; Akihiko Chiba(Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai)

Keywords: additive manufacturing, electron beam melting, biomedical Co-Cr-Mo alloys, artificial joints, solidification, simulation, microstructures, phase transformation, mechanical properties

2018年2月28日受理[doi:10.2320/materia.57.150]

近い形状で、粉末表面にサテライトの無いことが求められる。現状のEBM造形法では粒度分布として40~100 μm 程度の粉末が使用されているが、造形物の表面粗さの改善効果を期待して、10~50 μm 程度のより細かな粒度分布の粉末を使用することも検討されている。

図2は、離散要素法(Discrete element method) (DEM)により求められたインコネル718合金粉末(平均粒径80 μm , 粒度分布40~140 μm)の(a), (b)パウダーベッド形成シミュレーションのスナップショットと、(c)それにより形成されるパウダーベッドの相対密度の積層厚依存性を示した図である⁽¹⁾。これを見て分かるように、平均粒径80 μm のパウダーベッドの相対密度は積層厚の増加とともに上昇するが、積層厚200 μm においても高々0.3程度である。EBM造形に使用する金属粉末は通常、容器に粉末を充填する嵩密度で0.5程度、タップ密度で0.6程度であることを考えると、パウダーベッドは著しく疎な構造であることが分かる。このようなことから、粉末が均一に敷かれて粉末欠損の無い良質なパウダーベッドの形成には、使用する粉末の粒度分布に合った最適な積層厚とすることが重要である。さらに、流動性の高い粉末であることも必要不可欠であり、その意味からもサテライトが無く、かつ真球に近い形状の粉末が求められる理由がここに明確に示されていると言える。

②予備加熱：EBM造形では金属粉末床(パウダーベッド)の溶融プロセスの前にパウダーベッドの予備加熱を行うホットプロセス(hot process)が基本である。これは、電子ビームを加熱されていないパウダーベッドに照射すると粉末が飛散して煙状に舞い上がり(“スモーク”と呼ばれている)、パウダーベッドが消失欠損し、正常な造形ができなくなるため

ある。金属粉末表面には酸化被膜が形成されているが、その多くは電氣的には半導体的であり、室温での粉体同士の接触電気抵抗は高いが、温度上昇とともに低下すると考えられる。このため、電子ビームを室温のパウダーベッドに照射すると、粉末粒子間の電子の移動は阻害されて個々の粉末粒子は負に帯電し、粉末同士がクーロン斥力により煙状に“飛散”する。これがスモークの起こるメカニズムと考えられる⁽²⁾。このため、EBMプロセスではパウダーベッドの電気抵抗が金属的な値になる温度まで加熱する必要がある。予備加熱温度は金属粉末の種類によって異なるが、おおよそ600~1100°Cの間で予備加熱が行われる。

図3は、直流四端子法で測定されたチタン粉末(ガスアトマイズ法、プラズマアトマイズ法、プラズマ回転電極法(PREP))の室温から800°Cまでの昇温過程と降温過程での電気抵抗率の変化を示した図である⁽³⁾。昇温過程では粉末の製造方法の違いによって室温付近での抵抗率の値に違いが生じているが、500~600°Cで $10^{-4} \Omega\text{m}$ のオーダーの抵抗率となり、金属的な電気伝導を示すことが分かる。チタン粉末は650°C程度の加熱でスモークの発生がなくなり、EBM造形が可能となる。これは、予備加熱によりパウダーベッドの電気伝導が金属的になるためと理解される。

図4に、950°Cで予備加熱を行ったCo-Cr-Mo合金の(a)ガスアトマイズ粉末と(b)PREP粉末のパウダーベッドのSEM像を示したものである。Co-Cr-Mo合金粉末は900°C以上の温度で $10^{-4} \Omega\text{m}$ のオーダーの電気抵抗率になるため、スモークの発生を抑制する予備加熱温度はTi-6Al-4V合金粉末の場合よりも300°C程度高温となり、予備加熱中に粉末焼結が進行しやすい。したがって、造形が長時間に及ぶ場合は粉末が焼結固化により造形後に造形物と未溶融粉末との分離回収が困難となり、粉末の再使用ができなくなる。図4(a)のガスアトマイズ粉末は歪な形状であり、サテライトが形成された粉末が多数存在するため、予備加熱のための電子ビーム照射によりサテライトが選択的に溶融し、粉末同士の結合固化が進んでいる。一方、図4(b)のPREP粉末は形状が真球に近く、サテライトが極めて少ない。したがって、

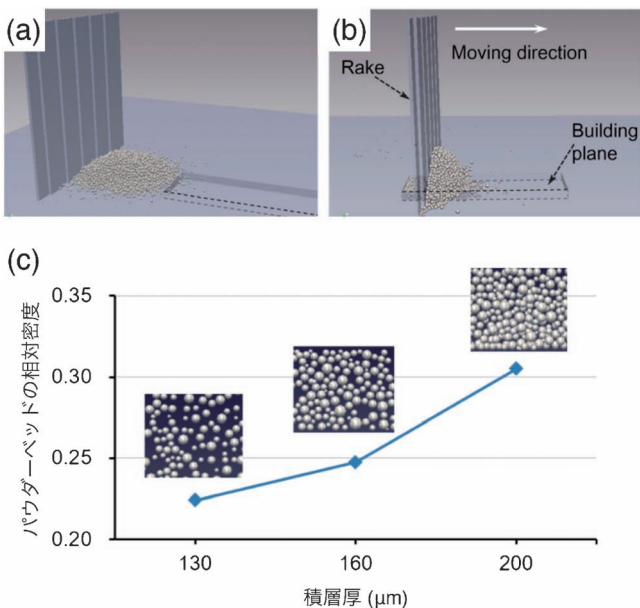


図2 DEMによるパウダーベッド形成シミュレーション。(a), (b)パウダーベッド形成のスナップショット, (c)パウダーベッドの相対密度に及ぼす積層厚の影響。(オンラインカラー)

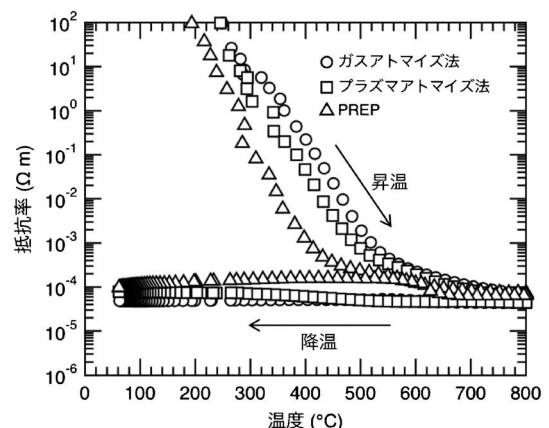


図3 各種製法でのチタン粉末の抵抗率の温度依存性。

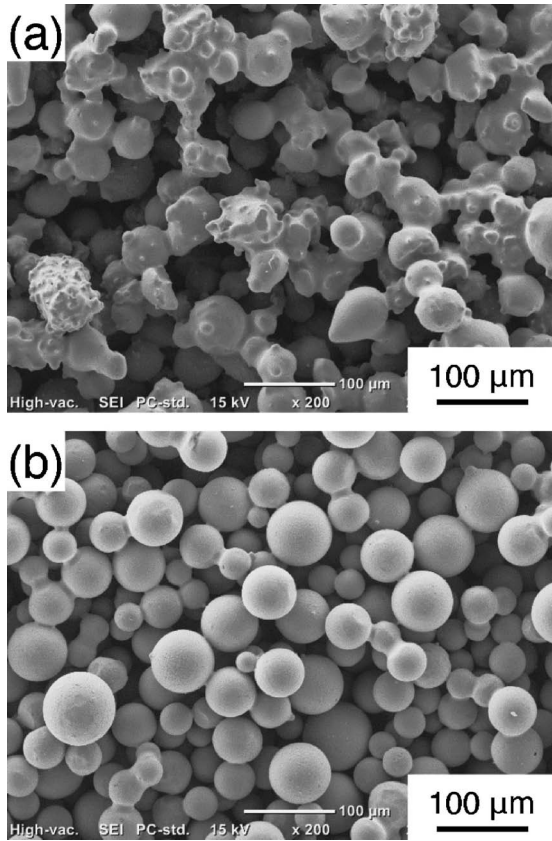


図4 950°Cで予備加熱したCo-Cr-Mo合金パウダーベッド表面のSEM像。(a)ガスアトマイズ粉末、(b)PREP粉末。

予備加熱のための電子ビーム照射による選択的熔融部が形成しにくく、粉末同士の結合固化が進行しないと考えられる。

以上のことから、Co-Cr-Mo合金のように予備加熱温度が高い合金では、真球に近い形状で、しかもサテライトのない粉末が好ましいと言える。

EBM造形で行われる予備加熱は、図4に示したようにパウダーベッドの結合固化の進行が問題となる場合があるが、造形物中に発生する熱応力による残留ひずみが少なくなるため、造形物の反り・変形、内部き裂の発生が抑制される。このため、EBM造形では造形物を支える役目を果たすサポートの数を最小限に抑えることが可能となる。このように、予備加熱は造形物の材質や形状制御の際に利点として効果を発揮し、金属間化合物のような延性に乏しい材料の造形にはホットプロセスを採用するEBM造形が有利となる。

③選択的熔融：金属積層造形技術は付加造形(additive manufacturing)と称されているが、その基本は鋳造(casting)による素形材生産の場合と同様に熔融凝固プロセスである。しかし、金属積層造形技術での熔融凝固プロセスは、数10～数100 μm規模の局所領域で合金粉末を急速に熔融凝固させるプロセスであり、局所領域(メルトプール)の熔融凝固挙動を高精度に制御しながら2次元、3次元に亘ってインクリメンタルに積み上げる鋳造技術(incremental casting)と捉えることができる。一度に大量の溶湯を造って、大型の鋳塊

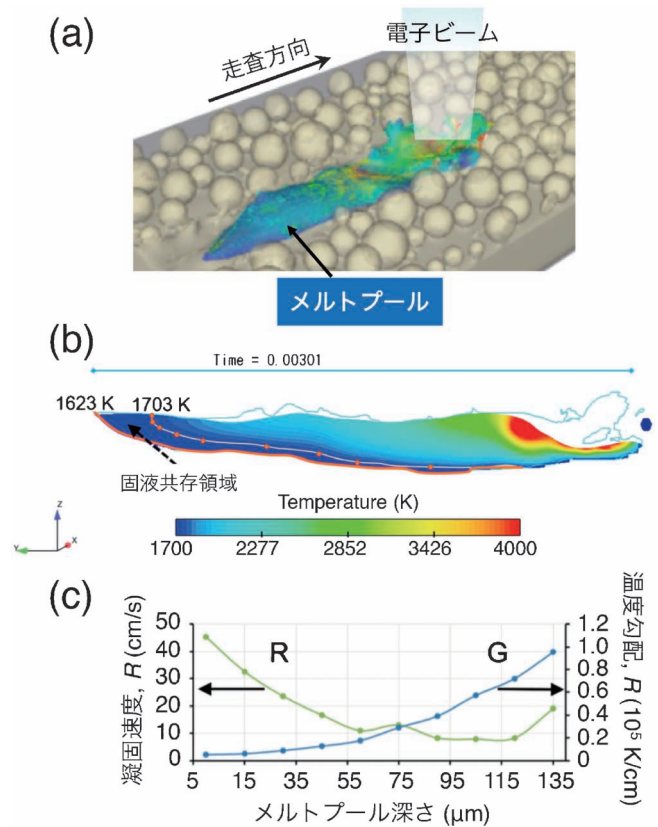


図5 熱流体力学解析シミュレーションによって得られたCo-Cr-Mo合金粉末の(a)メルトプールの外観、(b)電子ビーム走査方向に平行に切断したメルトプールの中央部断面の温度分布および(c)液相線に沿ってメルトプール表面から深さ方向の温度勾配Gと凝固速度Rの変化。

や鋳物を得る従来の金属生産プロセスとはこの点が決定的に異なる。

図5に、熱流体力学解析シミュレーションによって得られたCo-Cr-Mo合金粉末の(a)メルトプールの外観、(b)電子ビーム走査方向に平行に切断したメルトプールの中央部断面の温度分布、および(c)液相線に沿ってメルトプール表面から深さ方向の温度勾配Gと凝固速度Rの変化を示す⁽⁴⁾。このシミュレーション結果より、メルトプールの表面温度は電子ビーム照射の中心領域で凡そ4000°Cに達することがわかる。また、凝固速度Rは最表面で電子ビーム走査速度(60 cm/s)とほぼ等しいが、最深部ではゼロに近づく。一方、温度勾配Gは最表面で小さく、最深部で最大となり、通常の熔融凝固プロセスでは得られない 1×10^5 K/cmのオーダーの高い値となる。メルトプールの深さ75 μmにおける冷却速度($G \times R$)を計算すると 4×10^6 K/sが得られ、超急凝固が起きる可能性が示唆される。

図6に、EBM造形法により作製したCo-Cr-Mo合金試験片の横断面の走査電子顕微鏡(SEM)像を示す。比較のために示した金型を用いた鋳造法で作製した同配合組成合金のSEM像(図6(a))では10 μmオーダーの粗大なM₂₃C₆系炭

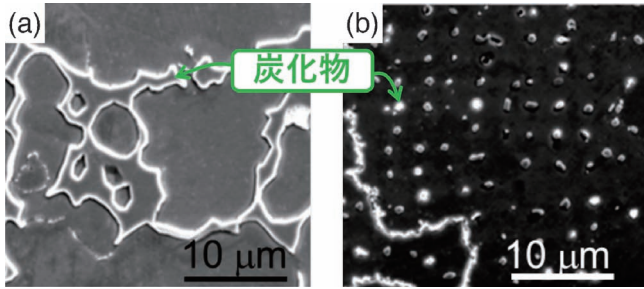


図6 Co-28Cr-6Mo-0.23C-0.20N合金のSEM像。(a)水冷銅鑄型を用いた鑄造まま組織、(b)EBM造形により形成された組織。EBM造形では急速溶解・急速凝固効果により、数百nmサイズの炭化物が均一分散した組織が得られる。

化物の晶析出物が不均一に形成している様子が確認される。これに対して、図6(b)に示されるように、EBM造形法で得られる組織はサブミクロンオーダーの微細炭化物が均一に形成した組織である。これは、EBMプロセスの一層ごとの溶解・凝固プロセスが前述のように10⁶ K/sオーダーの超急速冷却プロセスであるためと考えられる。このことは、従来の鑄造技術では実現不可能な、微細な晶析出物を均一分散させるプロセスとしてEBM造形法を活用できることを示しており、今後医療用機器製品への応用だけではなく、一般工業製品への適用に関しても高いポテンシャルを有していると言える。

3. 電子ビーム積層造形によって造形されたCo-Cr-Mo合金の力学的特性

(1) as-built 材の組織

図7にEBM造形法により作製したCo-Cr-Mo合金丸棒試験片の電子線後方散乱回折(EBSD)により得られたPhase mapを示す⁽⁵⁾⁽⁶⁾。試験片底部の組織はhcp構造のε相により構成されており、中心部はε相とfcc構造のγ相の2相混合組織で、試験片上部はγ相単相組織である。これは、Co-Cr-Mo合金の平衡状態図上にある安定相が900°C以上ではγ相、それ以下の温度ではε相であることに起因している。Co-Cr-Mo合金は窒素を0.2%程度含有することで、室温までγ相が準安定相として存在するが、EBM造形中にはスモーク回避のため750~870°C付近の予備加熱をして造形が行われるため、予備加熱中に、γ相→ε相の相変態が生じる。この相変態挙動は800°C付近をノーズとするC型のTTT曲線の時間依存性を示す⁽⁵⁾。造形物の底部ほど予備加熱される時間が長くなるため、高温相であるγ相から低温相のε相への相変態は試験片底部では完了し、上部では変態開始前に造形が終了するためγ相が残留する。中心部はその中間にあり、変態が未完了のまま、γ相とε相が混在した組織となるものと考えられる。

このように、ホットプロセスであるEBM造形の場合は、Co-Cr-Mo合金のように予備加熱温度領域で安定相に変態

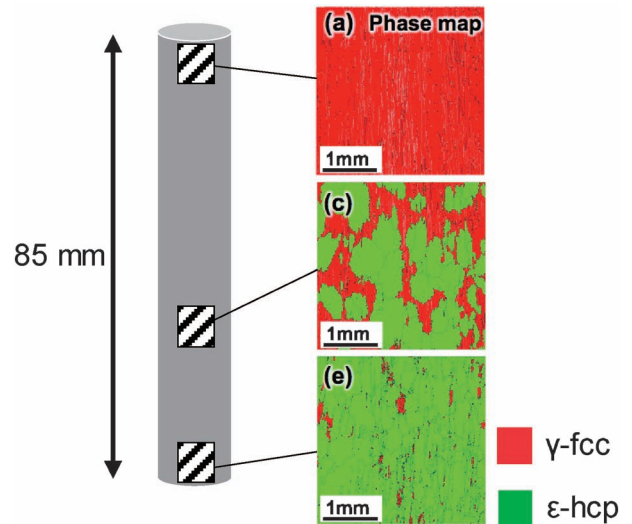


図7 EBM造形により作製したCo-Cr-Mo合金丸棒試験片の模式図(左)と各積層高さにおけるEBSDのPhase map(右)。

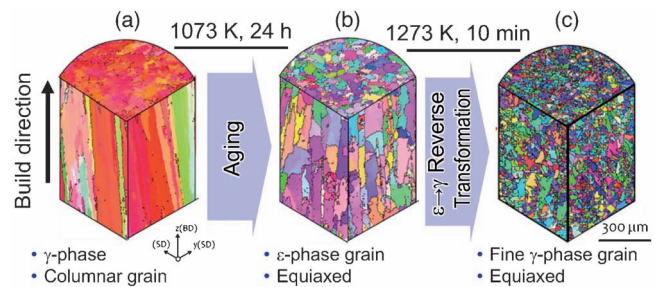


図8 EBM造形による生体用Co-28Cr-6Mo-0.23C-0.17N合金のEBSDのIPF map。(a) as-built材の組織(γ単相)、(b) as-built材を800°C×24 hの熱処理後の組織(ε単相)、(c) (b)で得られた組織を1000°C×10 minの熱処理後の組織(γ単相)。

を起こす合金の場合は、造形中に不均一な複相組織となり、力学特性に悪影響を及ぼす可能性がある。このため、医療用規格に求められる力学的特性を満足しないなどの問題が生じることになるため、対策が必要となる。

(2) 熱処理による組織均一微細化

図8(a)に、生体用Co-28Cr-6Mo-0.23C-0.17N合金のas-built材のEBSDのIPF(inverse pole figure) mapを示す。γ相単相組織であり、造形方向に平行に<001>配向した柱状組織となっていることが分かる。このas-built材を平衡状態図上でε相が安定に存在する800°Cで24 h時効熱処理をした試料のIPF mapを図8(b)に示す。γ相からε相に相変態する過程で柱状組織が微細化し、配向性も弱くなることが分かる。さらに、この組織を平衡状態図上でγ相が安定に存在する1000°Cで10 minの時効熱処理を施すことにより、ε相からγ相への逆変態組織が形成され、組織微細化も一段と進んだ組織になることが分かる。このときの結晶粒は10数μm

光造形アディティブ・マニュファクチャリングによる バイオセラミック製インプラントの作製

桐原 聡 秀*

1. はじめに

光造形は任意形状の断面を積層して複雑形状の立体を構築する加工法である。金属やセラミックスのナノ微粒子を分散した光硬化性樹脂をガラス基板上へ薄く塗布し、表面へのレーザー描画もしくはマイクロパターン露光により任意形状の硬化断面を形成しつつ、積層により複雑形状の構造体を精密作製する。得られる複合材料の前駆体に脱脂および焼結処理を施せば、金属やセラミックス製の機能性構造体を自在に作製することも可能である。これまでに、バイオセラミック製の生体インプラントをはじめ様々な機能性セラミック部材の開発を進めてきた。幾何学的構造により特異な機能を発現させるための空間パターンへの設計など基盤となる考え方を含め、光造形プロセスの基礎理論から応用展開までを紹介する。

2. セラミック造形

光造形法のプロセス概要を図1に示し工程を以下に述べる。紫外線照射により重合硬化する液体樹脂を容器に入れ、機械的に昇降する金属平板ステージを液中に沈める。ステージ上面と樹脂液面を一定距離に保ち、紫外線レーザーを照射すると焦点部分が重合硬化する。ビームを走査して任意の図形を描くとステージ上に薄い固体面が形成される。ステージを樹脂液中へさらに降下させて再び紫外線レーザー描画を行うと、前段の固体面上に新たな硬化層が形成されると同時に両者が接合される。ステージ降下と紫外線レーザー描画を繰り返せば、複雑形状の樹脂モデルを精密かつ高速に作製できる。以上の成形手法は十数年前にラピッドプロトタイピングの名称で世に出た技術であり、近年ではアディティブマニュファクチャリングとして工業的に分類され、3Dプリンタの一種として汎用装置が出回り現在に至る⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。

2000年頃には液体樹脂へ金属やセラミックス製の微粒子を混合することを我々が発案し、機能性複合材料の創製プロセスとして確立した。エポキシ樹脂へ酸化チタンなど誘電率

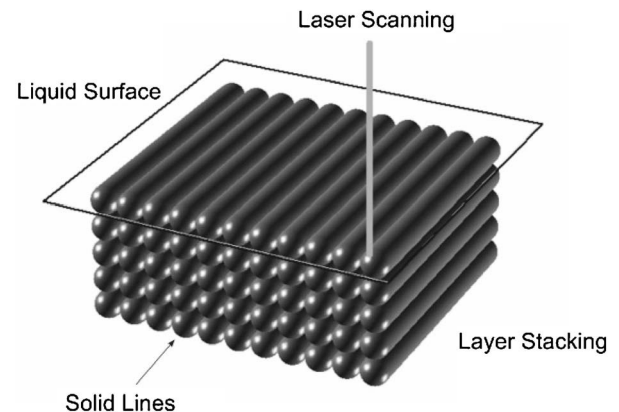


図1 光造形アディティブ・マニュファクチャリングの原理。

の高いセラミック粒子を分散し、マイクロ波を強く反射するフォトリソグラフィクリスタルや吸収するフォトリソグラフィフラクタルに関する研究開発を進めた。両者は電磁波機能材料として応用物理の分野で理論が提唱され、シミュレーション上で優れた効果が示唆されていたが、工学的に実現性のある製造プロセスが見当たらず実用化の目算は立っていなかった。つまり光造形法を用いることで電磁気機能の実証実験に初めて成功した事例である⁽⁵⁾⁽⁶⁾。

2005年頃からは更なるプロセス技術の改良を進めるとともに、金属ならびにセラミック部材の実用造形に着手した。図2のごとく紫外線硬化性の液体樹脂へ金属やセラミック製のナノ微粒子を高濃度に分散し、ペースト状に調整した素材を造形に用いる手法を考案した。光造形装置のステージ上に微粒子ペーストを平滑塗布し、紫外線レーザー照射により任意形状を描画して2次元断面を形成した。塗布と描画を繰り返して積み重ねることで各層を接合し、複雑形状の3次元構造を精密に作製した。樹脂製の構造体に微粒子を高濃度に分散させることが可能になり、脱脂ならびに焼結処理を経て金属ならびにセラミック製の実用部材が得られるようになった⁽⁷⁾⁽⁸⁾。当該プロセス装置は産学連携により得られたもので

* 大阪大学接合科学研究所; 教授(〒567-0047 茨木市美穂ヶ丘11-1)
Fabrication of Bio-ceramic Implants by Stereolithographic Additive Manufacturing; Soshu Kirihara (Joining and Welding Research Institute, Osaka University, Ibaraki)
Keywords: stereolithography, additive manufacturing, nanoparticles resin paste, bio-ceramic implant, dental ceramic crown
2017年11月30日受理[doi:10.2320/materia.57.155]

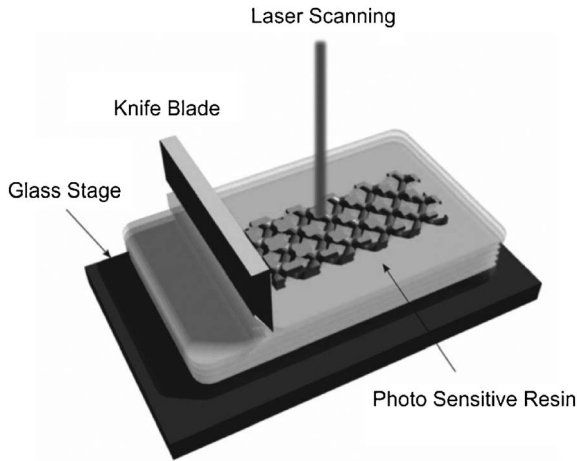


図2 微粒子ペーストを用いた光造形法。

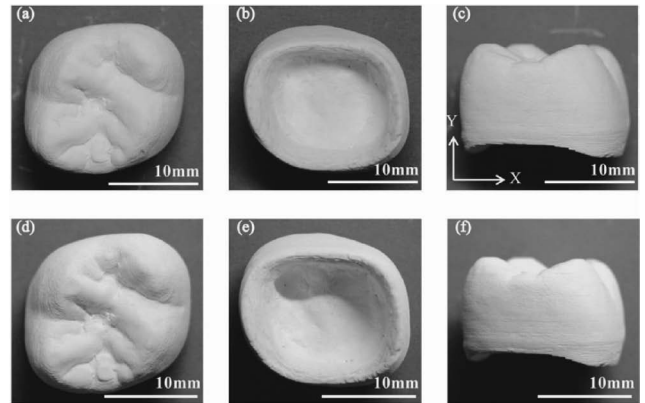


図3 アルミナ粒子を分散したアクリル樹脂製造形体 (a)-(c)ならびにガラスコーティング処理を施した焼結体 (d)-(f)。

あり、大阪大学との共同出願として知的財産の取得も果たした。

3. 人工歯冠

歯科治療においてセラミックス製人工歯冠の需要が高まっており、オールセラミッククラウンと呼ばれるインプラントは、天然歯の色調が再現可能で金属アレルギー等の歯周組織への悪影響が少なく生体親和性が良好である⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。Al₂O₃粉末を分散したアクリル樹脂で実際の歯冠形状を作製し、光造形の形態再現性を確認した。また、精密成型した前駆体に脱脂焼結を施してフルセラミック人工歯冠を作製し、機械的強度を踏まえた検討も行った。

グラフィック・ソフトウェア(マテリアライズ社製: Magics)を用いて、上顎左側6臼歯の3次元構造を2次元断面の集合体に変換し造形装置に転送した。ステージ上に層厚30 μmで塗布したペースト表面に波長355 nmの紫外線レーザーで描画し、得られた任意形状の2次元硬化層を387層積み重ね、複雑形状の3次元の人工歯冠モデルを造形した。ペースト素材としては、平均粒径170 nmのAl₂O₃粉末を体積割合40%で分散した光硬化性のアクリル樹脂(JSR社製: KC-1159)を用いた。

得られた造形体を昇温速度0.1°C/minで加熱し600°C-2 hの脱脂を施した後に、昇温速度8°C/minで加熱し1500°C-2 hの焼結を施した。図3に人工歯冠の造形体と焼結体の写真を示す。造形体は重合硬化を経て3次元形状を保っており、内部でセラミック粒子が均一に分散していた。設計モデルの複雑形状は精密に再現されており、層間剥離や積層による段差は認められなかった。造形体と焼結体の形態に大きな変形は見られなかった。焼結体の表面を走査型電子顕微鏡で観察したところ、結晶粒径は約2~4 μmと均一であり過度の粒成長は観察されなかった。焼結密度をアルキメデス法で測定したところ、相対密度98%を示し十分な緻密化が確認された。

焼結体の機械的特性を調査するために、光造形と粉体焼成により4 mm×20 mm×1.2 mmの曲げ試験片を12本作製した。表面を研磨成形し6本の試料にはガラス浸透処理を施した。歯科分野で使用されているLa₂O₃・B₂O₃・Al₂O₃・SiO₂系ガラス(VITA In-Ceram社製: Alumina Glass Powder)を表面に塗布し1100°C-2 hの加熱後にプラスト処理で余剰ガラスを除去した。図3(d)-(f)が示すようにガラス浸透前後において形態変化は見られず、ビッカース硬度は標準的なAl₂O₃焼結体と同等の約1600 Hvを示した。3点曲げ試験を行ったところ、ガラス浸透後の強度は800±11 MPaでISO6872 歯科用セラミックの基準を満たし、臼歯部の人工歯冠における実用強度400~800 MPaを達成した⁽¹¹⁾。

4. 人工海綿骨

事故や病気が原因で臓器や組織が欠損もしくは機能が不全となった場合に、人工的に培養した臓器や組織をはじめ機能を代替する材料や機械を用いて、状態を回復させる医療分野が再生医学である⁽¹²⁾。その中で骨の欠損における有効な治療法は人工骨移植であり、体の他部位から採取された自身の骨である自家骨や、ドナーや骨バンクから提供される他人の人間骨である同種骨をはじめ、動物の骨やサンゴなど生物由来も素材として用いられてきた⁽¹³⁾。しかしながら自家骨は採取量に限界があり、同種骨には拒絶反応やドナー選定などの課題が未だ残されている。生物由来材料の利用に関しては、感染症の不安をはじめ生体親和性が人間の骨よりも低い点が指摘されていた。また、移植した材料内部の骨再生量も非常に低いことから、移植材料と自家骨との強度差から生じる骨折が懸念されていた⁽¹⁴⁾。現在では、リン酸カルシウムを主成分とした生体活性セラミックスとして、周囲の骨組織と接合しやすく比較的強度も高いヒドロキシアパタイトHAp(Hydroxyapatite)や、一定期間の自然な代謝活動により骨組織に置換吸収されるβ型リン酸三カルシウムβ-TCP(Beta Tricalcium Phosphate)などが、人工骨インプラント

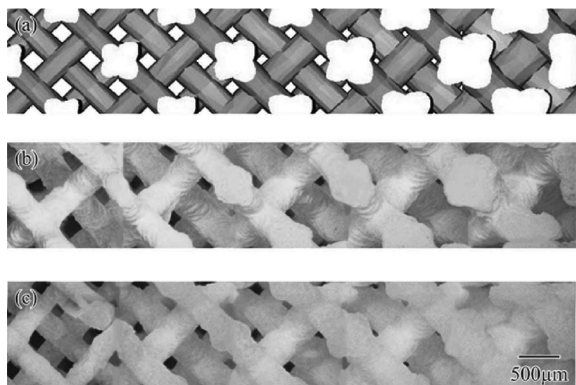


図4 ハイドロキシアパタイト製海綿骨構造；(a) モデル，(b) 光造体物，(c) 焼結体。

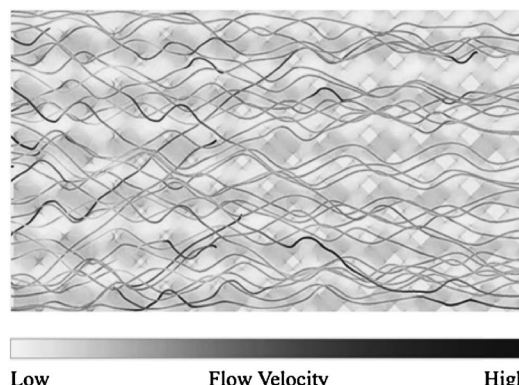


図5 傾斜構造を有する人工海綿骨における生体液の流体プロファイル。

の構成素材として主流となっている。

人工骨には細胞や組織が侵入する微小な空洞や気孔が必要であり、それらが内部まで侵入する海綿構造が理想とされている。したがって、インプラント部材において気孔率を制御することは非常に重要である。気孔サイズが大きすぎると人工骨と自家骨で強度差が生じて破損しやすくなり、小さすぎると細胞の侵入を阻害して骨再生が困難になる上に、骨置換速度が速すぎて欠損部を充填できない可能性も生じる⁽¹⁵⁾。複雑な3次元ポーラス構造を内包するインプラント部材の精密作製には、従来の粉体焼成プロセスでは困難が予想されたため、我々の研究グループは光造形法と流体解析シミュレーションを駆使し、最適な体液循環を実現し得る傾斜気孔人工骨の作製を検討した。

海綿状のポーラス構造を内包する人工骨モデルとして、図4(a)のごとく傾斜型デンドライト構造を設計した。円柱格子を等間隔に接続させた配位数4の格子構造を基本パターンとして、アスペクト比の幾何学的な制御によりインプラント部材における気孔率を傾斜させた。一般的な人体骨は内側の多孔質体である海綿組織において、外側の緻密骨に向かい気孔率が50~80%の範囲で連続的に傾斜している。光造形においては成型用のペースト素材として、粒径5~20 μmのHAp粉末(太平化学産業社製：Hap-200)を分散したアクリル系の紫外線硬化樹脂を用いた。混合には自転公転式ミキサー(シンキー社製：AR-250)を用い、処理時間5 min および1 minの攪拌と脱泡を1セットとして、凝集体が確認できなくなるまで数回処理を続けた。光造形された複合材料の前駆体には、昇温速度1°C/minで処理温度600°Cまで加熱して保持時間2 hの脱脂を施し、構造体中の樹脂成分を燃焼分解した。さらに、昇温速度5°C/minで処理温度1250°Cまで加熱して処理時間2 hの焼成を施し、バイオセラミック製の海綿状ポーラス構造を得た。

光造形ならびに粉体焼成プロセスにより作製した、傾斜ポーラス構造を内包する人工骨モデルを図4に示す。構造設計モデルである図4(a)にしたがい、光造形サンプルとして図4(b)が誤差50 μm以下で精密に成型された。さらに、人

工骨インプラントとして図4(c)が脱脂焼結を経て得られた。異なるアスペクト比を持つ格子配列が導入され、気孔率53~80%の傾斜構造が実現されている。熱処理にともなう線収縮は水平方向には23%であり垂直方向に25%であった。これらの寸法変化については、モデル設計に数値をフィードバックし所望の構造へと導ける。焼結助剤は使用していないが、組織に異常粒成長は見られず粒径は均一であり、相対密度は98%に達することがアルキメデス法で確認された。

人工骨インプラントにおける生体液の流動性については、有限要素シミュレータ(サイバネットシステムズ社製：ANSYS)を用いて解析した。生体液を層流で非圧縮性のニュートン流体として仮定し、傾斜構造中の流体プロファイルを可視化して図5に示す。密度1000 kg/m³で動粘性係数1.45×10⁻³ Pa·sの流体を流入速度0.235 mm/sならびに流出面圧力0 atmで海綿構造へ導入し、すべりなしの境界条件を設定した⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾。人工骨内の流体速度が1000 μm/s以上になると、せん断力により骨形成細胞の付着が阻害されるとの報告がある。傾斜構造を有するデンドライト型の人工骨では、流体が適切な速度で全体に分散されていることが確認できる。骨芽細胞を良好に成長させ得ると考えられ、人工骨を生体埋入する将来の医療応用にも期待が持てる。

5. おわりに

光造形法に関するプロセス原理について解説するとともに、バイオセラミック製のインプラントを作製した事例を紹介した。人工歯冠の作製においては形状の付与のみならず、機械的な実用強度の発現にも成功した。人工海綿骨の作製においては傾斜型のポーラス構造を再現し、生体液の効果的な分散に期待が持てることを示した。光造形法は計算機支援の設計・製造・評価プロセスにより、自在な構造形成を実現できる手法である。紫外線硬化性樹脂へ分散するセラミック微粒子の種類を検討することで、多様な素材を用いた部材が可能となるため、医療分野への更なる貢献についても大いに期待をしている。

文 献

- (1) 丸谷洋二：光造形法ーレーザーによる三次元プロッター，日刊工業新聞社，(1990)。
- (2) Y. Marutani and T. Kamitani: J. Photopolymer Sci. Technol., **10**(1997), 187.
- (3) C. Sun and X. Zhang: Sensors Actuat., **101**(2002), 364.
- (4) J. Lee, I. Lee and D. Cho: Microelectric Eng., **83**(2006), 1253.
- (5) S. Kirihara, M. Takeda, K. Sakoda and Y. Miyamoto: Solid State Commun., **124**(2002), 135.
- (6) S. Kirihara, M. Takeda, K. Sakoda, K. Honda and Y. Miyamoto: J. Eur. Ceram. Soc., **26**(2006), 1861.
- (7) S. Kirihara, D. Sano and M. Kaneko: Tsinghua Sci. Tech., **14**(2009), 160.
- (8) S. Kirihara, T. Niki and M. Kaneko: Ferroelectrics, **387**(2009), 102.
- (9) 赤川安正, 松浦正朗, 矢谷博文, 渡邊文彦：口腔インプラント学，(2005)。
- (10) 末次恒夫, 松本直之：歯科インプラント，(2000)。
- (11) 丸山剛郎, 中村隆志, 日野年澄：オールセラミッククラウン，(1992)。
- (12) R. Langer and J. Vacanti: Science, **260**(1993) 920.
- (13) 日本整形外科学界移植・再生医療委員会：日本整形外科学界雑誌，**80**(2006), 469.
- (14) 占部 憲：臨床整形外科，**44**(2009), 5.
- (15) 安達泰治, 坪田健一, 鍋島弘樹, 本間義規, 富田佳宏：理研シンポジウム，(2004), 202.
- (16) A. L. Olivares, E. Marsal, J. A. Planell and D. Lacroix: Biomaterials, **30**(2009), 6142.
- (17) A. J. F. Stops, *et al.*: J. Biomechanics, **43**(2010), 618.



桐原聡秀

★★

1999年 茨城大学大学院理工学研究科博士後期課程修了

2003年 大阪大学接合科学研究所, 助手

2005年 大阪大学接合科学研究所, 准教授

2017年 大阪大学接合科学研究所, 教授

専門分野：材料工学, 構造構築工学

◎微粒子ペーストを用いた光造形プロセスを用いて、金属ならびにセラミック製の構造体を作製し、幾何学構造による機能発現をめざして活動。

★★

3D ゲルプリンターが開拓する 医療・福祉のためのデザインブル材料科学

佐々木寛之¹⁾ 川上 勝²⁾ 古川英光³⁾

1. はじめに

(1) ゲルとは

ゲルとは、高分子の網目が架橋することで立体的な網目構造を形成し、水などの溶媒を含んだ物質である(図1)。固体と液体の中間の状態をとる物質であり、組成などの要因により、粘性のある液体から、固い個体まで様々な形態をとる。他方で機能という点から見ると、生体組織のような柔軟性と頑強さを併せもち、外界とエネルギー・物質のやり取りができる開放系の材料という面も持っている。このようなユニークな特性を持つ材料でありながら、その壊れやすさや脆さゆえに、これまでゲルの用途は高吸水性樹脂、イオン交換樹脂、ソフトコンタクトレンズなどに限定されていた⁽¹⁾。

(2) 3D プリンター

3D プリンターは3次元のデータを元に印刷(造形)する装置であり、3D データを直接造形することで、入れ子構造、中空構造などの射出成型ではこれまで困難とされてきた形状を造形することを可能とした。これまでに開発されている3D プリンターの印刷方式には、光造形方式、熱溶解積層方式、粉末焼結方式、インクジェット方式などがある。登場時はもっぱら製作現場における試作品の作成に用いられてきたが、現在では性能の向上、低価格化等にもとない、様々な分野(自動車、医療機器、航空宇宙、MEMS など)での普及が始まっている。

3D プリンターで使用される材料は主にプラスチック樹脂や金属などが挙げられるが、我々は「ゲルを材料とする3D プリンター」(3D ゲルプリンター)を開発している。そして、この3D ゲルプリント技術を用いて医療・福祉分野に活用出来る造形物の作製を行っている。

本稿では3D ゲルプリンターの材料となる3種類のゲル、微粒子ダブルネットワークゲル(Particle-Double Network Gel, P-DNゲル)、相互架橋網目構造ゲル(Inter-Crosslink-

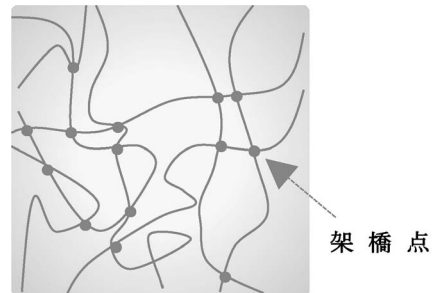


図1 ゲルの分子構造。

ing Network structure Gel, ICNゲル)および透明形状記憶ゲル(Transparent Shape Memory Gel, T-SMG)を、高強度ゲルの開発史を通して紹介するとともに、3Dゲルプリンター技術あるいは3次元ゲル造形物の医療・福祉への有用性を紹介する。

2. 高強度ゲル

(1) Double Network Gel(DNゲル)

上述したようにゲルはその脆さゆえに造形に制限があり、造形物が限られてしまうという課題があった。しかし、近年では以下で述べるダブルネットワークゲル(Double Network Gel, DNゲル)をはじめとし、日本を中心として様々な高強度ゲルが開発され、新しい工業材料として注目されている。

DNゲルとは、その名の通り2種類の高分子が互いに入り組んだ網目を形成したゲルである(図2(a))⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。

第1段階として、側鎖が強電解質であるゲルを合成する。解離したイオンが浸透圧差を生じさせ、網目は大きく膨潤し、強い剛直性を持つようになる。第2段階として、中性で柔らかい網目を持つモノマーを第一段階のゲルに浸潤させたのちに、これを架橋する。このようにして合成されたゲルは含水率90%にもかかわらず40MPaという高い破断応力を持つ(図2(b))。DNゲルは2003年に開発されたゲルで

* 山形大学大学院理工学研究科機械システム工学専攻；1)研究員 2)准教授 3)教授

Designable Materials Science for Medical and Welfare Pioneered by 3D Gel Printer; Sasaki Hiroyuki, Kawakami Masaru and Furukawa Hidemitsu (Department of Mechanical Systems Engineering, Graduate School of Science and Engineering, Yamagata University, Yonezawa)

Keywords: 3D Gel Printer, SWIM-ER, P-DN Gel, ICN Gel, SMG, Designable Gel

2018年1月24日受理[doi:10.2320/materia.57.159]

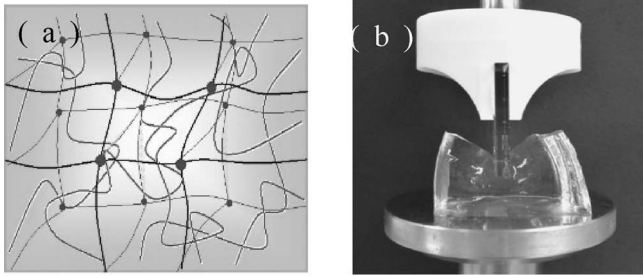


図2 (a)DNゲルの分子構造および(b)DNゲルに対する破断実験(強い局所圧力を加えても砕けることなく、元の形状に戻る。).

あるが、いまだに世界最高の強度を誇る。

(2) ゲルの自由造形

しかし、DNゲルは強い強度を持つ一方で、切削による加工に難がある。そのため型を作成してゲル未反応溶液を流し込み、その後架橋重合させることになるが、この方式では中空構造を作ることが難しく、また膨潤によりサイズの調整が必要になるという問題点が生じる。

そこで我々は3Dプリンターの技術をつかってゲルの自由造形を行う研究に着手した。そして後で述べるような様々なプロトタイプを造形することに成功している。次項で我々が開発した3Dゲルプリンターについて説明する。

3. 3Dゲルプリンター

(1) 3Dゲルプリンター「SWIM-ER」⁽⁵⁾⁽⁶⁾

現在、山形大学工学部機械システム工学科ソフト&ウェットマター工学研究室は3Dゲルプリンターの開発を企業と共同で行っており、プリンターの制御はサンアロー株式会社、ゲル材料の改良はJSR株式会社が担当している。

2014年度末には国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「SIP(戦略的イノベーション創造プログラム)/革新的設計生産技術」に採択され、さらに開発が進んでいる。

現在開発中のプリンターは複数の方式があるが、はじめに光造形方式による3Dゲルプリンター「SWIM-ER; Soft and Wet Intelligent Matter-Easy Realizer」(図3(a))について説明する。

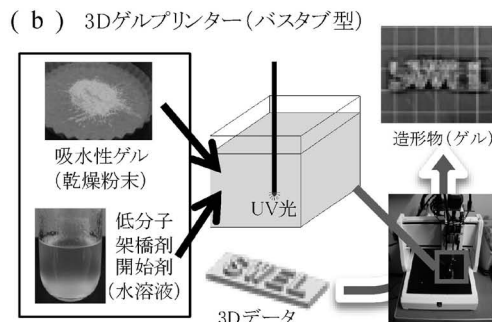
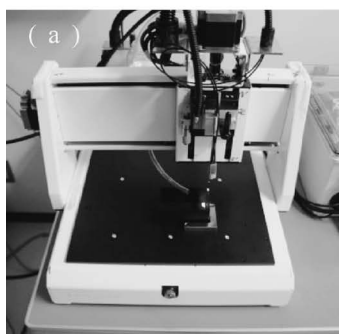


図3 (a)3Dゲルプリンター SWIM-ER および(b)P-DNゲルと SWIM-ER を用いたゲル造形物作製工程。

これは未反応の光硬化性ゲル水溶液をバスタブと呼ばれる容器に入れ、光ファイバーを溶液内部に差し込み、溶液内の決められた座標へ配置させたファイバーの先端部からUV光を照射し、これをXY方向へ走査する。一層の造形が完了したら、ステージをZ方向に降下させ、再びXY方向への造形を行う。これを繰り返すことにより、ゲルの3次元自由造形を行う。現在の開発機におけるUV光のスポット径、Z方向の積層ピッチは共に500 μm である。

造形は常に液中で行われるので、ゲルを空气中に置いた際に見られるような、乾燥による変形の問題が起こらない⁽⁷⁾。また造形されたゲル部分はバスタブ下部に沈み込み、未反応溶液とはほぼ同じ密度を持つため、重力による変形が抑えられるため、ほかの方法で見られるような、造形物を支えるサポートと呼ばれる部材を作成する必要がない。

(2) SWIM-ERの材料「P-DNゲル」

SWIM-ERは材料として微粒子ダブルネットワークゲル(Particle-Double Network Gel, P-DNゲル)を使用している。P-DNゲルとは、上述した、DNゲルにおける第1段階のゲル(硬化状態)を微粒子状に粉碎し、これを第2段階の未反応ゲル溶液に膨潤させ、この膨潤したスラリー状溶液を照射によって硬化させたものである(図3(b))。P-DNゲルは従来のDNゲルと同等の力学特性を持ちながら、高精度な自由造形が可能な材料である。

(3) SWIM-ERによる中空構造のゲル造形物

図4はSWIM-ERで造形した中空構造のゲルの写真である。先にも述べたようにサポート材を作ることなく中空の物体を作成することができる。

ゲル溶液は照射するレーザーの強度や走査速度を変えることで、架橋密度、すなわちゲルの硬度に差を持たせることができる。これを利用して、部位によって異なる感触を持つ造形物の作製が可能になる。これは臓器モデルなどの製作の際に、肝硬変や腫瘍のしこりなどを再現したモデルの作成を可能とする技術になると期待される。

(4) 吐出型3Dゲルプリンター

吐出型3Dゲルプリンター(図5)は、造形物とサポートを同時に積層していく方式のプリンターである。UV硬化樹脂

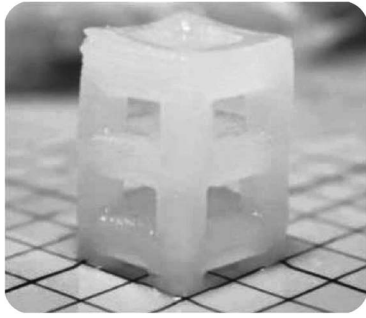


図4 SWIM-ERを用いて造形された、中空構造を持った高強度ゲルの構造物。



図5 吐出型3Dゲルプリンター。

を径 500 μm 前後の吐出ノズルから押し出し、一層の造形ごとに UV 照射によって固める。この繰り返しで外殻部を積層し、ある程度の高さに来たらゲル溶液を内部に注入して、UV 照射で硬化させる。つまり外殻部が型のような役目を果たす。造形終了後は外殻材料を手で破壊して、中のゲルを取り出すことになる。

(5) 吐出型 3D ゲルプリンターの材料「ICN ゲル」

このプリンターで使用する材料は相互架橋網目構造ゲル (Inter-Crosslinking Network structure Gel, ICN ゲル) と呼ばれる材料である (図 6(a))。DN ゲルのように複数のポリマー種による網目構造を有するゲルであるが、異種のポリマー鎖が相互に架橋している点が異なる。これにより、高い延性を持たせることが可能となる (図 6(b))。

図 7 に、吐出型 3D ゲルプリンターによる造形物の例を示した。電動義手の指の腹部 (図 7(a)) や、骨の入った指 (図 7(b)) を作製した。

(6) 形状記憶ゲル「Shape Memory Gel, SMG」⁽⁸⁾

形状記憶ゲル (Shape Memory Gel, SMG) は 1995 年に Osada らによって発表された⁽⁸⁾。SMG は高分子の結晶性の側鎖の相転移によって可逆的に硬さが変化するという特徴を持つ。SMG のメカニズムはかなり複雑で未だその詳細が不明な点もあるため、簡単ではあるがその特性を説明したいと思う。

SMG の構造は N,N-ジメチルアクリルアミド (N,N-Dimethylacrylamide, DMAAm) によるモノポリマーゲルに

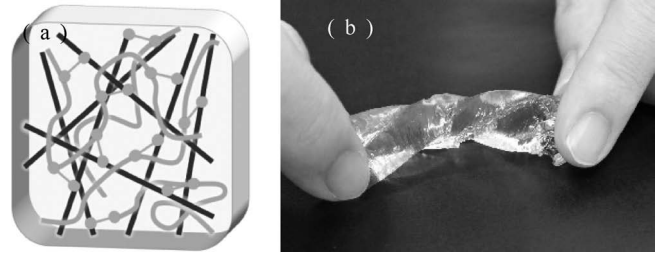


図6 (a)ICN ゲルおよび(b)ICN ゲル造形物の特性(透明度が高く、高強度を持ち、引っ張り、ねじり、圧縮に強い.)。

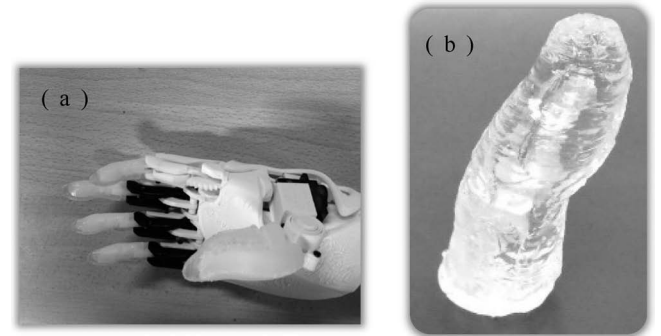


図7 吐出型 3D ゲルプリンターによる造形。(a)電動義手の指の腹部および(b)骨の入った指。

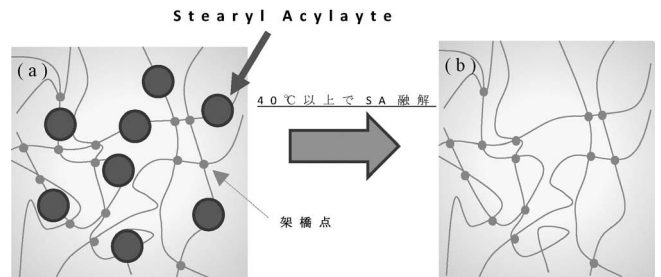


図8 SMG の分子構造。(a)SMG の分子構造(DMAAm モノポリマーに SA が linking し、高強度ゲル状態を保つ(b)40°C以上での SMG 分子構造(SA が融解し、DMAAm モノポリマーのみのゲルとなり柔軟性を持つ)。

アクリル酸ステアリル (Stearyl Acrylate, SA) を配合したゲルである (図 8)。

この SA が DMAAm ゲルに相互架橋 (crosslinking) しておりゲルを高強度化している。SA はおよそ 30~40°C で融解するため、例えば 40°C 以上のお湯に浸すと SA のみが溶融し、相互架橋が解消され DMAAm モノポリマーゲル状態になり柔軟性を持ったゲルになる。ここで例えば 20°C 以下の水などに浸すことで SA が再度 DMAAm ゲルに相互架橋するため、40°C 以上の柔軟な状態で形成した形状を保ったまま保存することが出来る。更に 40°C 以上のお湯などに浸せば元の SMG 状態に戻ることが可能であり、使用用途にもよるが SMG そのものの強度が許す限り、ほぼ無限に再利用できるという非常に有用な利点を有している。この現象に関しては次に述べる透明形状記憶ゲル (T-SMG) の説明と合わせて述べたいと思う。

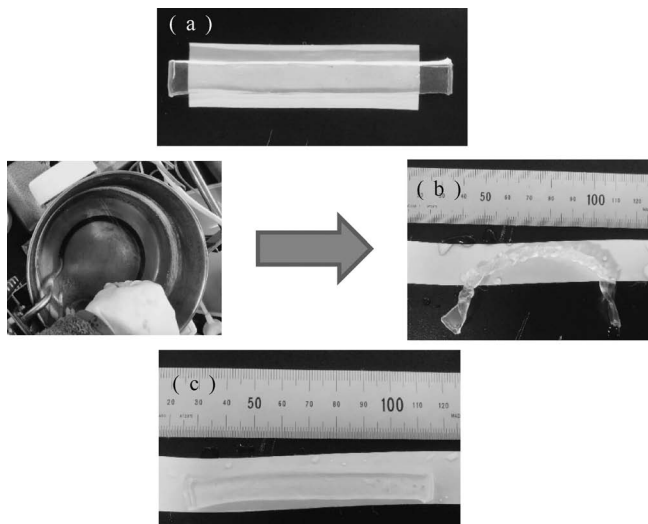


図9 SMGの形状記憶特性(T-SMGを使用).
(a)T-SMGの初期状態 (b)高温のお湯(約40°C)に浸した後、自由に形状を変化させ、水に浸し自由造形状態を保存できる (c)再度、高温のお湯に浸すことで元の状態に戻すことが可能である.

SMGは多くの研究者により更なる開発やさまざまな分野への応用を試みられ成果を得た⁽⁹⁾. しかしながら、これまでに開発された形状記憶ゲルは、不透明で脆いという弱点があり造型物作製や臨床医学分野への応用に対しては未だ難点を有したままである.

(7) 透明形状記憶ゲル「Transparent Shape Memory Gel, T-SMG」⁽¹⁰⁾

上述したSMGの弱点を解消すべく我々は透明度の高いSMG作製に着手し、その開発に成功した. これは山形大学で独自に開発された新たな透明SMG(Transparent Shape Memory Gel, T-SMG)であり、これまでのSMGが有していた不透明さや脆さという弱点を克服した機能性ゲルである⁽¹⁰⁾. その光学素子としての役割は大いに期待されている(図9).

(8) 眼内レンズへの応用

T-SMGの展開例の一つとして、眼内レンズの開発を挙げる. 上述したがこれまでのSMGでは例えば白内障治療において、人工の眼内レンズを装着する手術は難しいとされており、高い技術を必要としていた. しかし、このT-SMGを用いれば、レンズと、レンズを固定するループ部を小さく折りたたんだ状態で眼内に挿入し、その後に温度を上げることで、レンズとしての形に戻すことも可能であるため、手術を容易に行える可能性が期待されている. このT-SMG技術と、前述のゲル3Dプリント技術を組み合わせることで、患者ごとにカスタマイズされた眼内レンズが製作可能になると期待している. 図10に3Dプリントした眼内レンズの写真を示す. このほかにも、3Dプリント技術によって、さまざまな形状のT-SMGが造形できることから、他分野への応用も大いに期待されるところである.



図10 3DプリントされたT-SMG眼内レンズ⁽⁶⁾.

4. 医療および福祉分野へ期待される効果

以上紹介した3Dゲルプリンターがどのような場面で利用されるのか、また社会にどのような波及効果があるのかを考えていきたい.

(1) 医療現場での応用

3Dプリンターは特に医療分野での応用が期待されている. T-SMGの紹介の際に眼内レンズへの応用を紹介したが、3Dゲルプリンターが医療分野へ応用されている例を他の臓器モデルの製作例を用いて更に紹介していきたいと思う.

これまで手術現場では、CTやMRI画像といった平面画像、もしくは再現されたCG像をもとに、医師が臓器の形や患部の位置を把握し、そこで作られた頭の中のイメージと、経験や勘を頼りに手術を行っていた. しかし臓器の形、血管や腫瘍の位置といった情報が正確に表現されている臓器モデルを作ることができれば、これをもとにより綿密な手術計画を練ったり、事前に手技練習を行ったりすることが可能になる. また患者に手術の説明を行う(インフォームドコンセント)際にも、患者自身の臓器モデルは非常に役に立つであろう.

実際に近年、3Dプリンターを用いた臓器モデルの製作がマスコミで紹介され、話題を呼んでいる. しかしながら、これらの臓器モデルの製作には、高価な3Dプリンター(およそ数千万円)と材料(1キロで数万から10万円程度)を必要とし、用いる材料も実際の臓器よりも固いといった問題点がある. そのため、プリンターのコストを大幅に下げ、材料には人体と同じ硬さを持つものを使うことが期待されている.

そのようなモデルを開発するための方法として、我々は、ゲルを材料とした臓器モデルの開発を行っている. 図11は、腎臓内部の血管や尿管部をプラスチック樹脂を用いて、また腎臓の形状をゲルを用いて造形された臓器モデルの試作例である.

このモデルはゲルの溶液を腎臓の形をした鋳型に流し込む方式で製作されているが、今後は上述したゲル3Dプリンターを用いて、尿管や血管、腫瘍部、腎臓形状をそれぞれ違う硬さを持った、すべてゲルでできたモデルの開発を進めている.

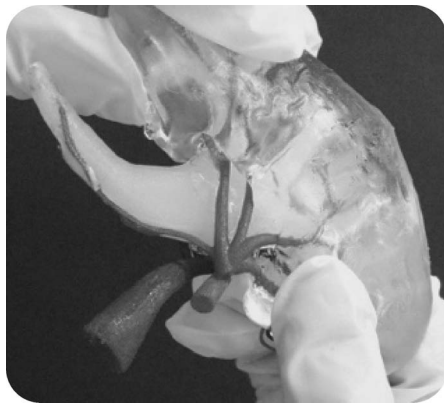


図11 開発中のゲル臓器モデル。

(2) 義手への応用

次の例として義手の製作をしめす。図7(a)は近年 Exiii 株式会社公表したオープンソースの義手「HACKberry」である。これは製作に必要な 3D データや回路図、プログラム等、すべてが公開され、誰もが安価で義手を製作できるオープンソース型のプロジェクトである。

我々はこの義手「HACKberry」のデータを元に、指先の腹の部品を 3D ゲルプリンターで制作した。ゲルの柔らかさ、吸着性を活かし、小さなものや重たいもの、滑りやすいものを掴み上げることができるようになった。

また、図7(b)には、吐出型 3D ゲルプリンターを用いて、内部に骨(これも硬いゲルが用いられている)が入った指モデルをしめした。義手以外にも、介護ロボットの指などにこれを用いることによって、より人体に近い質感を持ち、安全性を高めたロボットの開発に 3D ゲルプリンターが貢献できると期待される。

(3) 社会・福祉分野への展開

これまで 3D プリンターは製造業において、試作に用いられることが多かったが、3D プリンター技術の進展により、航空・宇宙分野などでは最終製品を 3D プリンターで製作することが可能になってきている。また、装置が普及していくにつれ、他分野においても、3D プリンターによって製品を直接製作する機会が増えていくであろう。そこでは個人のニーズに合わせたオリジナルな製品を多品種、少量造形されるということである。従来の 3D プリンターは金属やプラスチックが主な材料であったが、ここに、人間の肌に触れる部位の材料として適しており、そのため触感や硬さが、人の満足度により深く関わる「ゲル」が 3D プリンターの材料として加わることで、よりユーザーのニーズにマッチした製品が、3D プリンターを用いて試作、または最終製品の製作に用いることができ、医療、介護、在宅医療やロボット産業などの分野に大きなインパクトを与えることができると期待される。

5. おわりに

本項では先ず 3D ゲルプリンターとゲルの自由造形につい

での説明を行い、次にそれらの今後の展開について我々の展望を述べた。個人個人のニーズに合わせた造形物作成を行うことができる点が 3D プリンターの強みの一つであり、その材料として、人の組成に近いゲルを用いることで、多くの分野において、製品開発、特に医療、看護、介護分野での製品開発が大きく進展すると我々は期待している。

また、我々は 3D プリンターを用いて作られるゲル造形物のことを「デザインブルゲル」と呼ぶこととした。2016年11月には、我々は山形大学において、このデザインブル技術をコアとするベンチャー会社「株式会社ディライトマター」を設立した。この大学発ベンチャー企業を窓口として、ユーザー(企業)にデザインブル技術を利用してもらうことで、新製品開発、新市場の開拓を目指している。ゲルの活用を考えておられる方に、ディライトマター社をぜひ積極的に利用していただきたい。

最後に、本稿で紹介したゲルの自由造形技術、3D ゲルプリンターが、工学、産業、医療、福祉などのさまざまな分野で今後おおいに活用され、当分野の発展に寄与できることを願っている。

文 献

- (1) 吉田 亮：高分子ゲル，共立出版，(2004)。
- (2) J. P. Gong, Y. Katsuyama, T. Kurokawa and Y. Osada: *Advanced Materials*, **15**(2003), 1155-1158.
- (3) 中島 祐，龔 劍萍：物性研究，**93**(2010)，551-557.
- (4) J. Saito, H. Furukawa, T. Kurokawa, R. Kuwabara, S. Kuroda, J. Hu, Y. Tanaka, J. P. Gong, N. Kitamura and K. Yasuda: *Polym. Chem.*, **2**(2011), 575-580.
- (5) H. Muroi, R. Hidema, J. P. Gong and H. Furukawa: *J. Solid Mech. Mater. Eng.*, **7**(2013), 163-168.
- (6) 古川英光：日本機械学会2017年度年次大会講演論文集，2017, J0470405.
- (7) 岡田耕治，渡邊洋輔，斎藤 梓，川上 勝，古川英光：ネットワーキングポリマー，**37**(2016)，81-86.
- (8) Y. Osada and A. Matsuda: *Shape Memory in Hydrogels*, *Nature*, **376**(1995), 219.
- (9) M. H. Kabir, J. P. Gong, Y. Watanabe, M. Makino and H. Furukawa: *JPS Conference Proceedings*, **1**(2014), 012048.
- (10) H. Kumagai, K. Sakai, M. Kawakami, H. Furukawa, K. Murase and T. Sunada: *Microsystem Technologies*, **24**(2018), 725-731.

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

佐々木寛之

2012年 山形大学大学院医学系研究科博士前期課程修了
2017年 山形大学大学院理工学研究科古川英光研究室研究員
2018年4月- 現職
専門分野：生命工学

©ゲル材料および 3D ゲルプリンティング技術を応用したゲル造形物の開発に従事。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



佐々木寛之



川上 勝



古川英光

バイオプリント技術を応用した 医療・創薬研究

松崎 典 弥*

1. はじめに

京都大学の山中教授らによるヒト人工多能性幹細胞(iPS細胞)の樹立が報告され、再生医療だけでなく、医薬品の毒性・評価試験への応用が期待されている。しかし、生体組織は複数種類の細胞で構成され、種々の細胞が互いに相互作用することで組織としての機能を発現しているため、細胞単体で生体組織と同じ薬剤応答を得ることは困難であり、iPS細胞を用いてもこの課題は解決できない。つまり、iPS細胞の分化誘導技術とは別に、生体組織に類似の3次元構造と機能を併せ持つヒト組織モデルの構築技術の確立が重要である。また、生体外での組織構築は、動物実験代替法の観点からも大変重要である。EUでは、2013年より化粧品・化成品開発への動物実験の使用を原則禁止する法律が既に施行されているが、実験動物に代わる具体的な評価方法は確立しておらず、早急の解決が求められている。生体組織を構成する様々な細胞とタンパク質を3次元で統合し、組織類似の機能を有する3次元組織モデルを構築できれば、医薬品評価試験や動物実験の代替への応用が可能となり、ライフ・イノベーションへの貢献が期待される。

2. 3D細胞プリントによる三次元構造体構築の現状

最近、光または熱硬化性の樹脂を用いた連続積層により、高速かつ高精度に3次元構造体を造形する「3Dプリンター」が注目を集めている。インクジェットプリンターは、ピコリットルオーダーで液滴を精密に吐出できるため、吐出点で溶液を固化できれば、連続積層により三次元構造体を自在に構築可能である。そこで、細胞にダメージを与えることなく、細胞を吐出溶液ごと瞬間的に固化できれば、生体臓器の複雑な3次元構造を構築できると期待されている。以下、いくつかの研究例を紹介する。最近、総説も報告されているため、そちらもご参照頂きたい⁽¹⁾⁽²⁾。

(1) 細胞プリント

これまで、インクジェットプリンターによる細胞の吐出制御や二次元的な細胞の配置制御などが報告されてきた⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。バブルジェットタイプのインクジェットは吐出時に発熱が起るため、細胞への影響が懸念される。従って、ピエゾタイプのインクジェットを用いた研究が主流である。吐出された細胞の生存率は高く、条件によるが70~90%以上に保つことが可能である。しかし、吐出時のシアストレスにより細胞膜が緩むことも報告されており、吐出条件によっては検証が必要である。吐出細胞数の制御に関してはあまり報告例が無いが、細胞溶液の濃度を調節する手法⁽⁶⁾やセルソーターの原理を応用する手法⁽⁷⁾により、1個レベルで細胞をプリントする試みも報告されている。

(2) 組織構築の取り組み

Boseらは、リン酸三カルシウム(TCP)やSiO₂とZnOを混合した粉末を用いた3Dプリントの積層造形により、マテリアル内部に連通孔を有する骨再生用の足場材料を報告した⁽⁸⁾。骨誘導能を有し、骨再生を促進することを明らかにした。また、Butcherらは、アルギン酸とゼラチンの溶液に平滑筋細胞と大動脈弁間質細胞を内包させ、3Dプリントにより2種類の細胞を連続的にプリントすることで、大動脈弁類似の構造体を構築した(図1(a))⁽⁹⁾。細胞生存率は80%以上と高いが、機能の再現には至っていない。

McAlpineらは、軟骨細胞を含むアルギン酸とシリコン、銀ナノ粒子を3Dプリントすることで人工耳介を構築した(図1(b))⁽¹⁰⁾。細胞生存率は90%以上と高く、無機の銀ナノ粒子も脱離することなく無線電波の受信が可能であった。また、Atalaらは、I型コラーゲン溶液にフィブリノーゲンを混合してプリントし、そこへトロンビン溶液をプリントすることで、フィブリノーゲンとトロンビンの反応を利用してゲルを形成する手法を考案し、皮膚⁽¹¹⁾や腎臓(図1(c))⁽¹²⁾類似の構造体の構築を試みた。

* 大阪大学大学院工学研究科；准教授(〒565-0871 吹田市山田丘2-1)
Biomedical and Pharmaceutical Researches Using Bioprinting Technology; Michiya Matsusaki(Graduate School of Engineering, Osaka University, Suita)
Keywords: *Bioprinting, tissue engineering, cell accumulation technique, layer-by-layer assembly, nanofilms*
2017年11月29日受理[doi:10.2320/materia.57.164]

(3) まとめと課題

最近報告されている3D細胞プリントによる三次元組織構築を紹介した。しかし、構築された3次元構造体の機能は不十分であり、生体臓器にはとても及ばないのが現状である。この原因は、主に「細胞の配置制御」、「細胞間接着の誘起」、「細胞外マトリックス(ECM)」の3つにあると考えられる。

生体臓器では、上皮・内皮系の細胞は、カドヘリンを介した接着結合により密接に接着し、物質の交換を行っているため、細胞間距離は非常に狭い。上皮細胞層の下部には、ラミニニンやIV型コラーゲンを主成分とする基底膜がECMとして存在し、結合組織との界面を形成している。上皮細胞層は、その緻密な接着結合により外部からの物質や細胞の侵入を制限するバリア層としての機能も有している。一方、細胞成分よりI型コラーゲンやフィブロネクチン、エラスチンなどのECM成分が多く、強度や弾性など物理的な機能を担っている結合組織は、細胞間距離が広く、細胞同士も接着結合などを形成していない。ECM成分も基底膜とは異なっている。また、骨格筋や平滑筋、心筋組織は、複数の細胞が融合して筋線維を形成し、基底膜で覆われている。細胞間距離は、上皮系細胞と同様に非常に狭い。このように、生体の組織や臓器は、複数の構成単位が集合して形成されており、細胞の種類や細胞間距離、細胞間結合、ECM成分など、組織・臓器によって様々である。これら種々の構成因子を制御して構築しない限り、生体に類似の機能と構造を有する3D人工臓器を作製することは不可能である。また、これらの主要因子を制御するためには、プリント技術だけでは困難である。細胞プリントは細胞の配置を制御する技術であるため、それ以上の機能性、例えば、細胞間接着の誘起や血管・リンパ管網の形成などには、別途技術開発が重要である。

我々は、「細胞間接着を誘起した三次元組織体の構築」と「毛細血管・リンパ管網を有する三次元組織体の構築」の技術開発が重要と考え、これまで研究に取り組んできた。また、それらの技術を細胞プリント技術と融合することで、生

体組織に類似の機能を有する三次元組織体チップの開発にチャレンジしてきた。その概要を紹介する。

3. 細胞積層法による三次元組織体の構築

細胞は、外部との情報交換や機能発現を細胞膜界面で制御している。生体内において、細胞の界面構造と機能の制御に重要な役割を果たしているのが、細胞周辺に存在するECMタンパク質(コラーゲンやフィブロネクチン等のタンパク質や多糖類)である。例えば、細胞接着とは細胞膜のインテグリン分子とECMとの相互作用であり、また、ECM成分であるフィブロネクチンやビトロネクチンと細胞膜分子の相互作用が細胞の生存や増殖、シグナル伝達、分化誘導に強く影響することが明らかにされている。そこで、筆者らはこのECMの働きに着目し、ECMのように細胞の界面構造を制御できれば細胞の組織化や機能を操作できると考え、人工的にECM成分のナノ薄膜を細胞表面に形成し、細胞を一層ずつ積層する「細胞積層法」を考案した(図2)⁽¹³⁾。つまり、細胞の表面にECMの“ナノレベルののりづけ”をつくることで細胞を1層ずつ積み上げる手法である。細胞表面へECM薄膜を形成する手法として、著者らは、ナノメートルオーダーで高分子薄膜を調製できる交互積層(layer-by-layer:LbL)法を用いた(図2)。接着タンパク質として知られるフィブロネクチン(FN)とコラーゲンの変性体であるゼラチン(G)の交互積層薄膜(FN-G薄膜)をおよそ6nmの膜厚で細胞表面に形成すると、二層目の細胞が接着した。FNは細胞表面の $\alpha_5\beta_1$ インテグリンやコラーゲン、ゼラチンとの相互作用ドメインを有しているため、わずか6nmという膜厚でも細胞接着足場として機能したと考えられる。一方、対照実験として薄膜を形成しない場合や膜厚が薄い場合、均一な二層構造は得られなかった。また、10nm以上の薄膜でも同様の効果が確認されたため、少なくとも6nm以上のFN-G薄膜が次層の細胞接着の足場として重要であることが明らかとなった。本手法を繰り返すことで、望みの細胞を望みの層に配置した3次元構造が構築可能となる。著者らはこれま

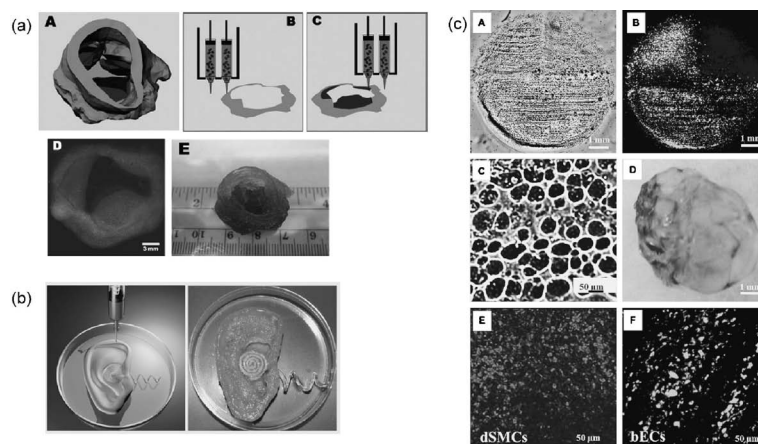


図1 3D細胞プリントで構築された(a)心臓弁組織⁽⁹⁾、(b)耳介組織⁽¹⁰⁾、(c)腎臓組織⁽¹²⁾。

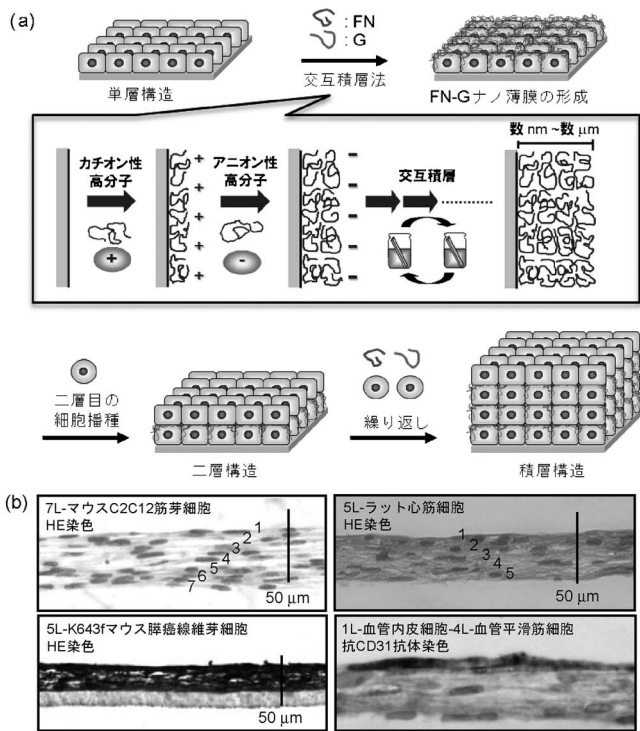


図2 (a) LbL法を用いた細胞積層法のイメージ. (b) 細胞積層法で構築した様々な積層組織体の組織切片写真. ヘマトキシリン・エオジン(HE)染色による組織染色及び抗CD31抗体を用いた血管内皮細胞の染色.

で、血管内皮細胞と平滑筋細胞を組み合わせた“血管壁モデル”や筋芽細胞による“骨格筋モデル”，腫瘍間質線維芽細胞による“腫瘍間質モデル”などを構築しており，生体組織により近い応答が得られることも明らかとなった⁽¹⁴⁾.

4. 細胞集積法による組織構築

以上のように，細胞積層法は細胞の配置を一層ずつ制御して多層構造を構築できる画期的な手法であるが，各層の細胞が安定に接着するまで半日ほど培養する必要があり，一日二層の作製が限度であった．例えば，20層の構造を作製するためには約10日以上もの日数が必要であるため，産業化するにあたって非常に大きな課題であった．そこで，従来の接着した細胞表面でなく，分散状態の個々の細胞表面にFN-G薄膜を形成し，1段階で積層組織を構築する「細胞集積法」を考案した(図3)⁽¹⁵⁾．LbL法は薄膜を形成する基材に制限はないため，分散状態，つまり粒子状の細胞表面に対してもFN-G薄膜の形成が可能であり，形成されたFN-G薄膜は細胞間相互作用を誘起可能であると期待した．FN-G薄膜を形成したヒト皮膚由来線維芽細胞(NHDF)を，コンフルエント時の細胞数を1層分とし，望みの層数分の細胞数を一度にカルチャーインサートに播種したところ，わずか1日の培養にも関わらず，層数を制御した三次元積層組織が構築可能であった．また培地量を増やすことで，細胞の種類に依

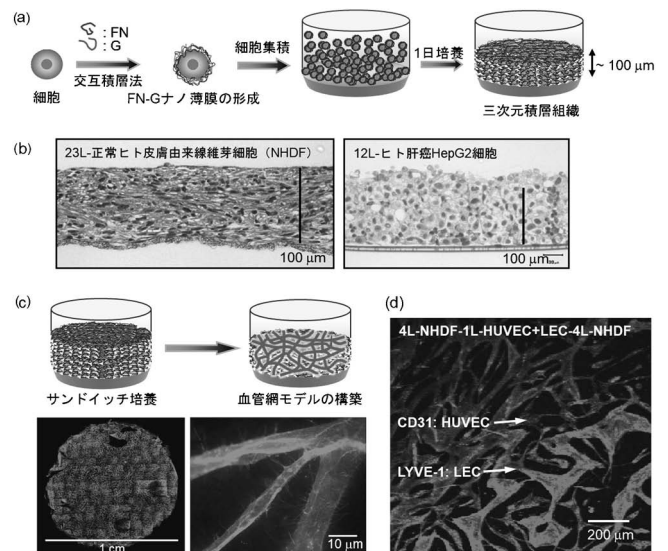


図3 (a) 細胞集積法のイメージ. (b) 細胞集積法で構築したNHDF組織およびHepG2組織のHE染色画像. (c) サンドイッチ培養による血管網モデル構築のイメージと蛍光免疫染色による構造観察. (d) HUVEC及びLECのサンドイッチ培養組織の蛍光免疫染色による共焦点レーザー顕微鏡イメージ(右). HUVECとLECがそれぞれ独立したネットワーク構造を形成.

存せず最大およそ100 μm，組織体(NHDF組織およびヒト肝癌HepG2細胞組織)が得られた(図3(b)).

また，本細胞集積法を用いることで，血管網およびリンパ管網モデルの構築にも成功している．生体内には，およそ100~200 μmに一本の毛細血管が存在することで栄養を供給している．そのため，100 μm以上の組織体において内部細胞の壊死を防ぐためには，毛細血管網を構築する必要がある．岡野らは，血管内皮細胞を筋芽細胞および線維芽細胞のシートでサンドイッチ培養することで毛細血管様の形態変化が起こり，さらに生体への移植時に血管網構造が有効であることを報告している．本手法においても，層数を制御したNHDF組織によってヒト臍帯静脈由来血管内皮細胞(HUVEC)のサンドイッチ培養を行ったところ，組織内に血管網様のチューブ構造が構築されることを見出した(図3(c))．得られた血管網は高密度(面積で約50%)かつ均一(約100 μm毎に形成)であり，生体の血管新生時に類似の形態が観察された．このように血管新生を強く誘導した理由としては，HUVECの三次元培養および周囲のNHDF組織からの血管新生因子の供給が主に考えられる．さらに驚くべきことに，HUVECとヒト皮膚微小リンパ管内皮細胞(LEC)を同時にサンドイッチ培養したところ，血管とリンパ管が独立してチューブ構造を形成し並走した，生体に非常に類似した脈管構造を形成している様子が観察された(図3(d))⁽¹⁶⁾．以上より，細胞集積法を用いることで，より厚く，かつ脈管構造を有する三次元組織体の短期構築を実現することができた．

5. 細胞プリントによる肝組織チップの開発と毒性試験への応用

著者らは、FN-G 薄膜形成を用いた細胞積層技術とインクジェットプリント法を融合することで、マイクロメートルサイズの様々な組織モデルを集約した「組織チップ」の構築に取り組んだ(図4(a))⁽⁶⁾。細胞とFN溶液、G溶液をインクジェットプリントで吐出することで、細胞の定点配置とFN-G 薄膜形成が自動化され、創薬評価に応用可能な組織チップが構築できると考えた。発熱の影響の少ないピエゾ式インクジェットを用いて、タンパク質溶液の吐出および細胞の吐出実験を行った。図4(b)に示すように、蛍光ラベル化したローダミンラベル化フィブロネクチン(Rh-FN)およびフルオレセインイソチオシアネートラベル化ゼラチン(FITC-G)を各層数で交互に吐出したところ、マイクロメートルオーダーで配置が制御されたFN-G 薄膜の形成が確認された。また、プリンターヘッドの口径と吐出液滴数を変えることで、細胞の吐出数を1個から10000個まで精密に制御可能であった(図4(c))。また、NHDF、マウス C2C12 筋芽細胞、HUVEC など細胞の種類を変えても生存率は95%以上であることが確認された。組織チップの基板として、直径500 μm 、高さ200 μm のウェルを440個有するウェル基板を用いた(図4(d)-(f))。このウェル基板へマウス C2C12 筋芽細胞

を吐出して接着させ、FN溶液とG溶液を交互に吐出することで細胞表面にナノ薄膜を形成した。その後、再び筋芽細胞を吐出することで、筋芽細胞の2層構造を作製することができた(図4(g))。

チップを作製するためには、各スポットに細胞数を制御して精密に吐出することが重要となる。そこで、50ヶ所に100個の細胞を吐出し、プリントされた細胞数を評価した(図5)。最初の3ヶ所の吐出細胞数は60~80個と少なかったが、それ以降はおおよそ100個の細胞を再現よく吐出することが確認された。初期の吐出不良に関しては、捨て打ちなどにより対応できると考えられる。

組織チップとして薬剤評価へ応用することを目的として、次に肝組織チップの作製を試みた。肝臓は薬物や化合物を分解する重要な臓器であり、薬物毒性の7割は肝臓で発現するため医薬品開発では最も重要な臓器である。著者らは、肝

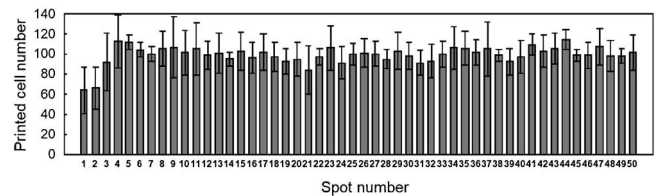


図5 50ヶ所に100個の細胞をプリントした時の各スポットにおける吐出細胞数。

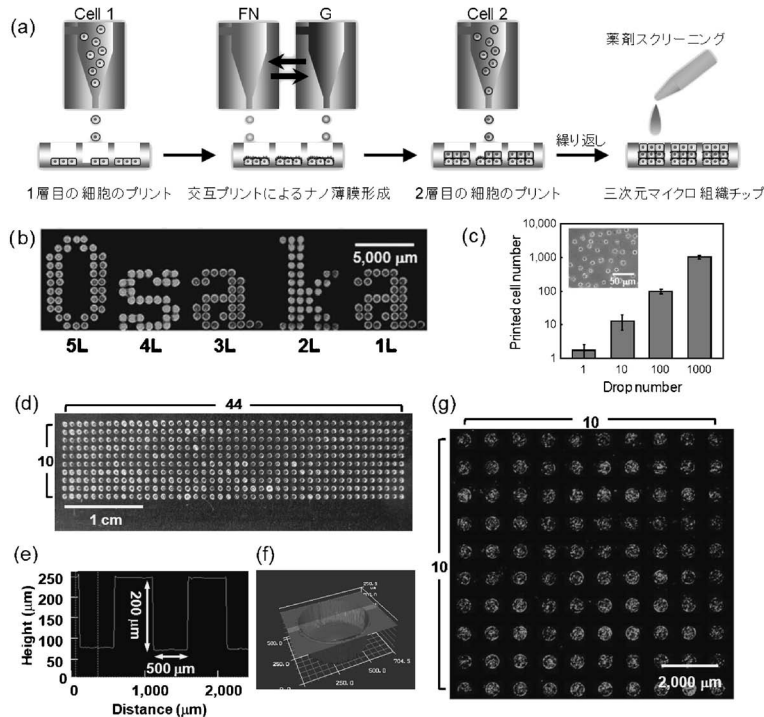


図4 (a) インクジェットプリントによる3次元組織チップの構築イメージ。(b) インクジェットプリントによるFN-G 薄膜の形成。Rh-FN および FITC-G を使用し、薄膜の層数と配置を制御。(c) 細胞の吐出条件の評価(濃度: 1×10^7 cells/mL)。(d) 使用した440マイクロウェル基板。(e), (f) レーザー顕微鏡によるウェルの構造解析。(g) C2C12 筋芽細胞の2層構造を作製したチップの蛍光顕微鏡写真。細胞はセルトラッカーグリーンで蛍光染色した。

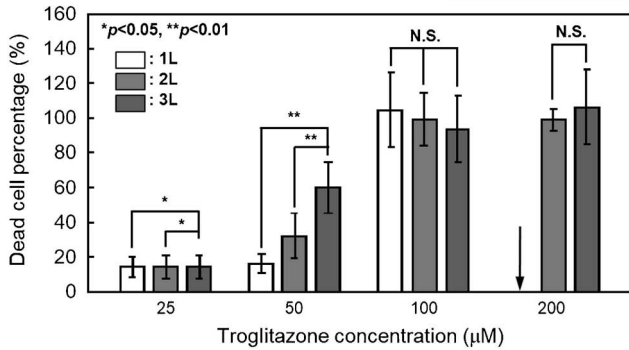
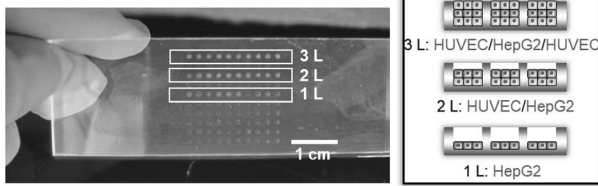


図6 ヒト肝癌細胞(HepG2)とヒト臍帯静脈血管内皮細胞(HUVEC)で作製した1~3層構造の肝組織チップの写真(上). トログリタゾン濃度に依りした死細胞の割合と層構造の関係(下). LIVE/DEAD アッセイにより死細胞を蛍光強度で評価した. 矢印は死細胞が剥離して定量できなかったことを示す.

組織の構造に着目し、ヒト肝がん細胞(HepG2)をHUVECで挟んだ積層構造を構築することで肝組織としての機能の向上を試みた。

まずは、HepG2とHUVECの1-3層構造を一枚のチップの中に作製して種々の活性を評価した(図6)。基礎的な細胞機能を評価するために、蛍光免疫染色によって各層数の肝組織におけるアルブミン産生量を定量した。その結果、7日間培養後において、アルブミンを産生する肝細胞の細胞数は一定であるにも関わらず、HUVECでサンドイッチした3層構造が1層構造と比較して4倍以上多く産生していることが明らかとなった。

また、薬物代謝酵素の一種であるシトクロムP450 3A4(CYP3A4)の活性を評価した結果、やはり3層構造が最も高い産生量と代謝活性を有していることが確認された。そこで、実際に毒性がある薬物を用いて評価を行った。トログリタゾン(TGZ)は、インスリン抵抗性を軽減する糖尿病治療薬として市販されたが、肝障害が明らかとなり2000年に自主回収された薬剤である。その後の分析で、CYP3A4で代謝された反応性代謝物が毒性を示すことが明らかとなった。つまり、CYP3A4代謝活性が高いほど低濃度のTGZで毒性が発現して死細胞数が増加するため、肝組織モデルとしての機能がTGZで評価可能である。図6下に、TGZ濃度に対する1-3層構造の死細胞数変化のグラフを示した。3層構造においてより低濃度でも死細胞が顕著に観察され、特にTGZが50 µMの場合、1層構造では16%の死細胞割合であったのに対して3層構造では60%(約4倍)まで増加し、HUVECで挟んだ3層構造にすることでHepG2の薬物代謝

活性が向上することが明らかとなった。これらの結果より、本インクジェットプリント法によって作製した組織チップにおいて、他の細胞と共培養した三次元モデルが従来の単層モデルよりも薬剤評価モデルとして有用であることが示された。

6. おわりに

細胞積層法および細胞集積法、細胞プリントに基づく新しいヒト三次元生体組織モデルの構築と薬剤効果判定・毒性評価への応用について紹介した。本手法によって、皮膚や血管、リンパ管、肝組織、心筋組織など様々な臓器モデル、さらには臓器チップの開発が進められている。細胞プリントに関しては、高粘度による吐出不良や乾燥による細胞へのダメージなど技術的な課題が多いのは事実であるが、実現された時の社会貢献度は非常に大きいと期待されている。研究を加速したい。

文 献

- (1) S. V. Murphy and A. Atala: Nat. Biotech. **32**(2014), 773-785.
- (2) B. Derby: Science, **338**(2012), 921-926.
- (3) V. Mironov, T. Boland, T. Trusk, G. Forgacs and R. R. Markwald: Trends Biotechnol., **21**(2003), 157-161.
- (4) T. Xu, J. Jin, C. Gregory, J. J. Hickman and T. Boland: Biomaterials, **26**(2005), 93-99.
- (5) R. E. Saunders, J. E. Gough and B. Derby: Biomaterials, **29**(2008), 193-203.
- (6) M. Matsusaki K. Sakaue, K. Kadowaki and M. Akashi: Adv. Healthcare Mater., **2**(2013), 534-539.
- (7) A. Yusof, H. Keegan, C. D. Spillane, O. M. Sheils, C. M. Martin, J. J. O'Leary, R. Zengerle and P. Koltay: Lab Chip, **11**(2011), 2447-2454.
- (8) G. Fielding and S. Bose: Acta Biomater., **9**(2013), 9137-9148.
- (9) B. Duan, L. A. Hockaday, K. H. Kang and J. T. Butcher: J. Biomed. Mater. Res. Part A, **101A**(2013), 1255-1264.
- (10) M. S. Mannoor, Z. Jiang, T. James, Y. L. Kong, K. A. Malatesta, W. O. Soboyejo, N. Verma, D. H. Gracias and M. C. McAlpine: Nano Lett., **13**(2013), 2634-2639.
- (11) A. Skardal, D. Mack, E. Kapetanovic, A. Atala, J. D. Jackson, J. Yoo and S. Soker: Stem Cell Transl. Med. **1**(2012), 792-802.
- (12) T. Xu, W. Zhao, J.-M. Zhu, M. Z. Albanna, J. J. Yoo and A. Atala: Biomaterials, **34**(2013), 130-139.
- (13) M. Matsusaki, K. Kadowaki, Y. Nakahara and M. Akashi: Angew. Chem. Int. Ed., **46**(2007), 4689-4692.
- (14) M. Matsusaki: Bull. Chem. Soc. Jpn., **85**(2012), 401-414.
- (15) A. Nishiguchi, H. Yoshida, M. Matsusaki and M. Akashi: Adv. Mater., **23**(2011), 3506-3510.
- (16) M. Matsusaki, C. P. Case and M. Akashi: Adv. Drug Deliv. Rev., **74**(2014), 95-103.



松崎典弥

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★
 2003年 鹿児島大学大学院理工学研究科博士課程短期修了
 2006年8月 大阪大学大学院工学研究科応用化学専攻 助教
 2008年10月-2011年3月および2015年10月-現在, JST-さきがけ研究者(兼任)
 2015年10月- 現職
 専門分野: 生体材料, 機能性高分子, 組織工学
 ◎高分子化学に基づいた細胞制御技術の研究に従事。
 Scientific Reports誌(Nature Publishing group)や PLoS ONE誌(PLoS group)のAcademic Editor.
 ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

合金化溶融亜鉛めっき鋼板皮膜を構成する Fe-Zn 系金属間化合物の結晶構造と力学特性

岡本 範彦* 乾 晴行**

1. はじめに

合金化溶融亜鉛めっき (Galvannealed: GA) 鋼板は、耐食性、塗装性や溶接性が優れており、自動車・家電・建材など幅広く用いられている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。溶融亜鉛浴中に鋼板を浸漬した後、合金化熱処理が施され、相互拡散によりめっき被膜内に Fe-Zn 系金属間化合物相が形成される。GA 鋼板のめっき被膜は通常、鉄基板に近い方から順に Γ 、 Γ_1 、 δ_{1k} 、 δ_{1p} 、 ζ と呼ばれる 5 種類の Fe-Zn 系化合物相の薄い層から構成される (図 1(a))、その順序は Fe-Zn 二元系状態図 (図 1(c)) におけるそれと同一である⁽⁴⁾⁽⁵⁾。合金化熱処理を施さない通常の亜鉛めっき (Galvanized: GI) 鋼板と比較して、GA 鋼板はプレス成型加工するとめっき被膜が剥離しやすいという問題を抱えている。これは形成された Fe-Zn 系金属間化合物相の一部もしくは全部が脆いことに起因する。合金化熱処理過剰の場合には、Fe 組成に富む Γ 相が主相となりめっき皮膜の粉末状剥離が生じる (パウダリング現象)。一方、熱処理不足の場合には ζ 相もしくは Zn 相が主相となり薄片状剥離が生じる (フレーキング現象)。そのため中程度の熱処理 (450–500°C, 数秒–数十秒) が施され、 δ_1 (δ_{1k}/δ_{1p}) 相を主相とする GA 鋼板が実用されている。これらの現象から Γ 相は塑性変形せず脆く、一方で δ_1 (δ_{1k}/δ_{1p}) 相は比較的塑性変形能を有するのではないかと経験的に考えられてきた。より耐剥離性に富んだ最適な GA 皮膜構造設計を行うためには、各金属間化合物相の力学・機械特性が必須であるが、いずれの化合物相が脆性的なのか等、めっき剥離の主たる原因について

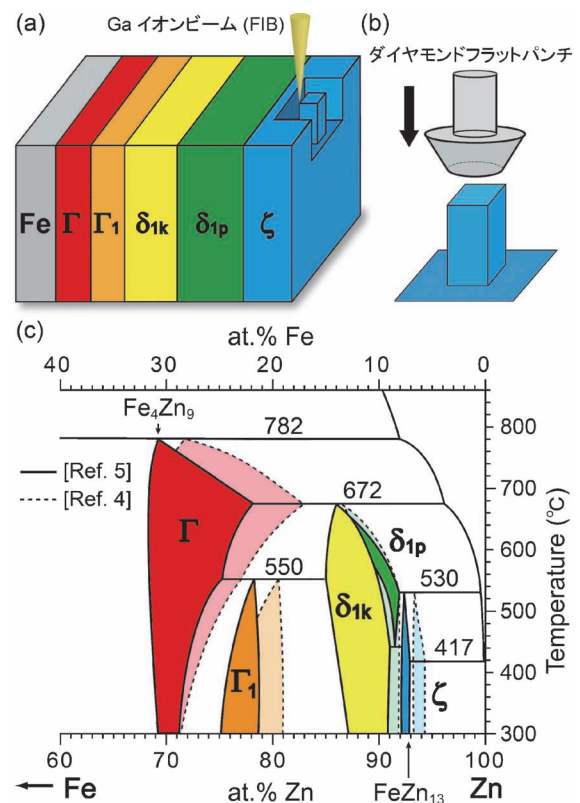


図 1 (a) GA 鋼板めっき皮膜断面および FIB 法によるマイクロピラー加工の模式図. (b) マイクロピラー圧縮試験の模式図. (c) Fe-Zn 二元系状態図⁽⁴⁾⁽⁵⁾. (オンラインカラー)

* 京都大学大学院工学研究科材料工学専攻; 助教
(現: 東北大学金属材料研究所; 准教授) (〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1)

** 京都大学大学院工学研究科材料工学専攻; 教授
Crystal Structures and Mechanical Properties of the Intermetallic Compounds in the Fe-Zn System Comprising the Coating of Galvannealed Steel Sheets; Norihiko L. Okamoto*, Haruyuki Inui** (**Department of Materials Science and Engineering, Kyoto University, Kyoto (*Present: Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai)
Keywords: Galvannealed steel, intermetallic compounds, complex crystal structure, icosahedron, plastic deformation, dislocation, scanning transmission electron microscopy (STEM), synchrotron x-ray diffraction, focused ion beam (FIB), micro-pillar compression
2018年 2月16日受理 [doi:10.2320/materia.57.169]

詳細は充分解明されていないのが実状である。これは、めっき被膜内の各金属間化合物層が数 μm 程度と薄いために、各化合物相の物性を個別に調査するのが非常に困難であることが一因である。

近年、集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)法やナノインデンテーション法技術が急速に普及し、サブ μm スケールでの試料作製および力学特性評価が可能となってきた⁽⁶⁾⁻⁽⁸⁾。そこで我々は、FIB法によりGA鋼板めっき被膜から単相微小試験片(マイクロピラー・マイクロビーム)を加工し(図1(a))、微小スケールで圧縮・曲げ破壊試験を行うことによって(図1(b))、各Fe-Zn系金属間化合物相の塑性変形能や破壊靱性を調査してきた⁽⁹⁾⁻⁽¹³⁾。各化合物相の塑性変形能が得られたとしても、それを理解する上で結晶構造に関する情報は必要不可欠である。しかしながら意外にもFe-Zn系化合物の結晶構造についての知見は乏しく詳細はわかっていないため、走査型透過電子顕微鏡(Scanning Transmission Electron Microscopy: STEM)と放射光X線回折を相補的に併用した構造解析・精密化を行ってきた⁽¹⁴⁾⁻⁽¹⁸⁾。本稿では、最近著書らが行ったFe-Zn(-Al)系化合物の結晶構造解析および微小スケール力学特性試験についての概要を紹介する。

2. 結晶構造

(1) δ_{1p} 相結晶構造の決定

δ_{1p} 相の結晶構造については、2000年になって初めて原子座標が報告された(図2(a))⁽¹⁹⁾。他のFe-Zn系化合物の構造解析は1930年代から報告があるのに対して δ_{1p} 相の構造解析がこれほどまで遅れた理由は、六方晶系の単位胞が556個もの原子を含み非常に複雑な構造であることが挙げられる。しかし、Belinら⁽¹⁹⁾によって報告された結晶構造には、Zn原子だけで構成される大部分の領域中に、Fe原子が頂点を優先的に占有する20面体クラスターが孤立して点在しており(図2(a))、相平衡の観点から考えて非常に不可解である。実際、著者らが実験により得たSTEM像(図3(a), (b))は、Belinらの構造モデルを元に計算したSTEM像(図3(c))と幾つかの点で異なっており(図中丸印)、Belinらの構造モデルにおいて少なくとも2つのWyckoffサイトの原子座標に誤謬があることを見出した⁽¹⁴⁾。原子座標の精密化およびX線原子散乱因子の差異が小さいFeおよびZn原子の占有状態を明らかにするため、放射光X線単結晶回折実験を行った。20万反射以上の非常に統計精度の高い回折データが得られたため、FeとZnの占有率を高い確度で決定することができた。構造精密化の結果、すべてのFe原子は20面体クラスターの頂点ではなく、Znが頂点を占める Zn_{12} -20面体クラスターの中心に位置し、Feが中心位置を占める Zn_{12} -20面体クラスター(以下、 $\text{Fe}@\text{Zn}_{12}$ -20面体クラスターと表記する)同士が頂点共有および面共有した構造(図2(b))であることを明らかにした⁽¹⁴⁾。

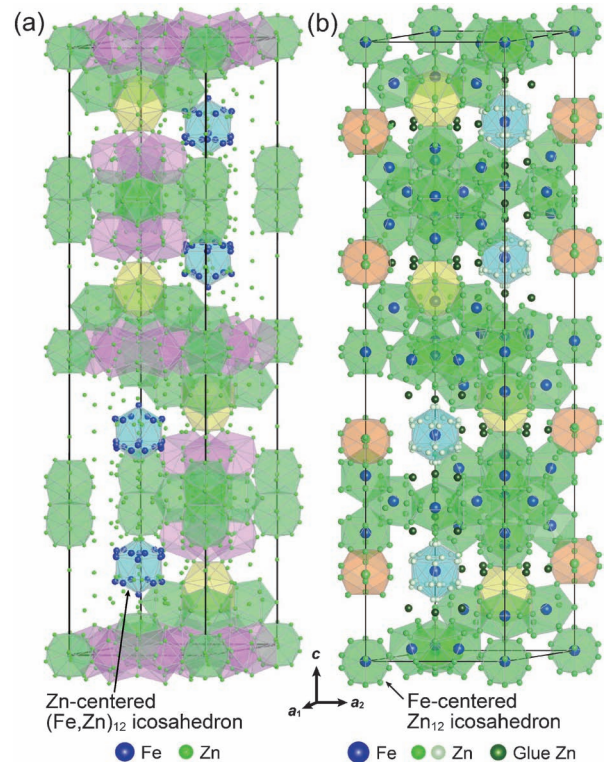


図2 δ_{1p} 相の結晶構造モデル。(a)Belinら⁽¹⁹⁾のモデル。Fe原子はすべて20面体クラスターの頂点を占有している。(b)Okamotoら⁽¹⁴⁾のモデル。Fe原子はすべて Zn_{12} -20面体クラスターの中心を占有している。(オンラインカラー)

(2) Fe-Zn系化合物の結晶構造に関する共通原理

前項の δ_{1p} 相の解析結果から、いずれのFe-Zn系化合物も $\text{Fe}@\text{Zn}_{12}$ -20面体クラスターを構成ユニットとしていることがわかった。すなわち、最もZnに富む ζ 相では、図4(d)に示すように Zn_{12} -20面体クラスターが単斜晶の c 軸方向に頂点共有して結合しているのに対して⁽¹⁰⁾⁽²⁰⁾、次にFeに富む δ_{1p} 相では、 $\text{Fe}@\text{Zn}_{12}$ -20面体クラスターが頂点共有だけでなく面共有によっても結合している(図4(c))⁽¹⁴⁾。 ζ 相と δ_{1p} 相のいずれにおいても、Fe原子と結合していないZn原子(glue Zn)が存在する。最もFeに富む Γ 相では、glue Zn原子は無く、20面体クラスターの中心だけでは収まりきらないFe原子が、面共有している20面体クラスターの頂点サイトを部分的に占有している(図4(a))⁽¹⁸⁾。 Γ 相と δ_{1p} 相の中間の組成を有する Γ_1 相は、 Γ 相と同様の特徴を持ちつつ、glue Zn原子が存在する(図4(b))⁽¹⁸⁾。このように、Fe-Zn系化合物は $\text{Fe}@\text{Zn}_{12}$ -20面体クラスターを構成ユニットとする共通原理のもとに結晶化していることを明らかにした⁽¹⁸⁾。

(3) δ_{1k} 相結晶構造の決定

δ_{1k} 相の結晶構造は、六方晶系 δ_{1p} 相を母構造とし a 軸方向に3倍周期性を有する超格子構造であることが電子回折によりわかっていたが⁽²¹⁾、その詳細については明らかにさ

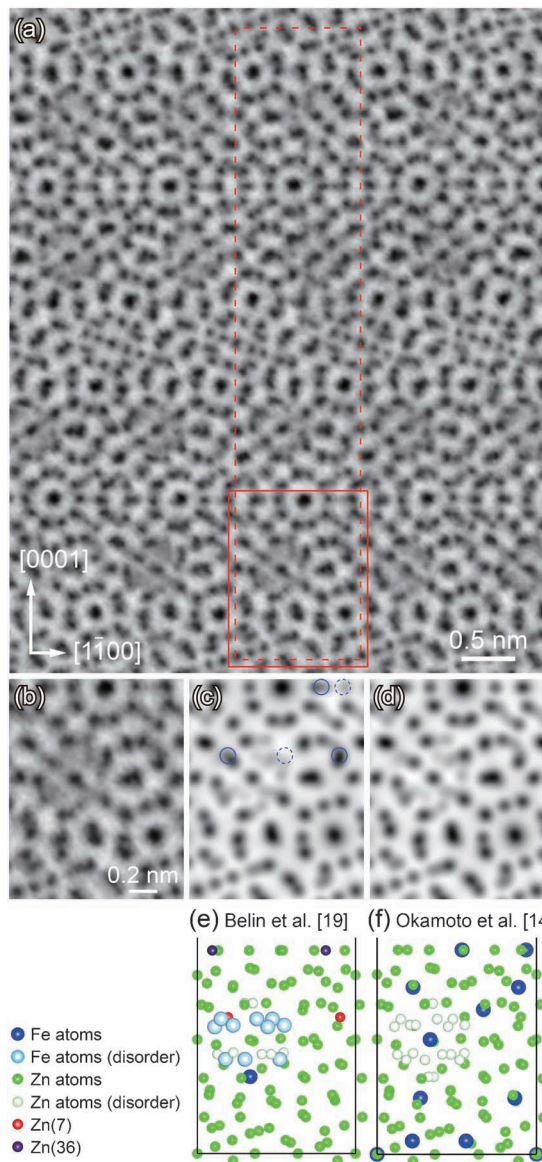


図3 δ_{1p} 相の(a)STEM環状明視野(Annular Bright Field: ABF)像. 四角の点線は単位胞を表す. (b) (a)の四角の実線で囲んだ領域の拡大像. (c) Belinら⁽¹⁹⁾および(d)Okamotoら⁽¹⁴⁾の結晶構造モデルをもとに計算したSTEM-ABF像. (e)Belinら⁽¹⁹⁾および(f)Okamotoら⁽¹⁴⁾の結晶構造モデル. 入射/投影方向はすべて $[11\bar{2}0]$. (オンラインカラー)

れていなかった. 著者らは, δ_{1k} 相のSTEM観察を行い(図5(a)), δ_{1p} 相の単位胞の半分の高さ($c/2$)のユニットレイヤーが(図5(b)), a 軸方向に3倍周期性を持ちつつ c 軸方向の積層の仕方にランダム性がある, いわゆるOrder-Disorder(OD)構造を有することを明らかにした(図5(c)-(e))⁽¹⁵⁾. a 軸方向の3倍周期性は, δ_{1p} 相の固溶限以上のFe原子が規則配列していることに起因すると考えられる. δ_{1p} 相と δ_{1k} 相は, 母構造と超格子構造というほぼ同一の構造のように見えるが, δ_{1k} 相は1次元方向に並進対称性が欠落しているという点で大きく異なる.

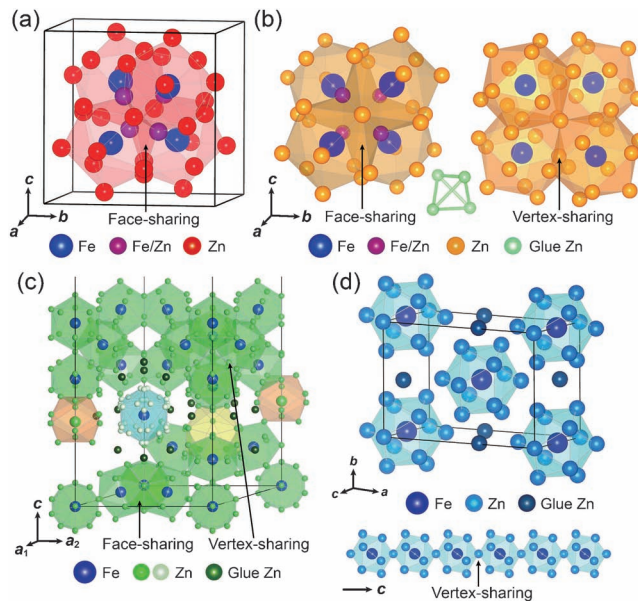


図4 (a) Γ 相, (b) Γ_1 相, (c) δ_{1p} 相および(d) ζ 相の結晶構造. Fe濃度が増加するに従い, Fe@Zn₁₂₋₂₀面体クラスターは頂点共有から面共有へシフトし, Fe原子と結合しないglue Zn原子の割合は減少する⁽¹⁸⁾. (オンラインカラー)

(4) Fe-Zn-Al系 Γ_2 相結晶構造の決定—Fe-Zn系 Γ_1 相との相違

GA鋼板の作製の実際上, 純Zn浴ではなく, Alを僅かに溶解したZn-Al浴が使用される. これは, 鉄基板とZnめっき皮膜界面に拡散抑止層としてFe₂Al₅相を形成させ, Fe-Zn系化合物の急速な成長を制御するためである. Fe-Zn-Al三元系状態図(図6(a))⁽²²⁾に示すように, 液相と平衡する三元系化合物 Γ_2 相が存在する. そのため, 浸漬した鋼板からFeがZn-Al浴中に溶出した後, Fe₂Al₅相, ζ 相や δ_1 (δ_{1k}/δ_{1p})相に加えて Γ_2 相のドロソ粒子(熔融Zn(-Al)めっき浴中に溶出した過飽和状態のFeが浴中のZn(およびAl)と反応して形成される金属間化合物)が形成され, 鋼板表面にこれらが付着した場合にはその品質が劣化してしまう. このような観点から, 三元系化合物 Γ_2 相の形成機構および結晶構造情報は重要である. Fe-Zn-Al系 Γ_2 相は, Fe-Zn系 Γ_1 相と同一構造と考えられているが⁽²²⁾, なぜ同一構造であり格子定数もほとんど等しい(相対差0.3%以下)にも関わらずFe-Zn系 Γ_1 相と平衡しないのかは不可解である. δ_{1p} 相の場合と同様に, 著者らが実験により得たSTEM像(図6(b))は, 報告されているFe-Zn系 Γ_1 相の構造モデル(図6(e))⁽²³⁾を元に計算したSTEM像(図6(c))と幾つかの点で一致しなかった(図中丸印). 放射光X線単結晶回折実験およびSTEM-EDS元素マッピング(図6(f)-(h))により, Al原子の位置を特定し, Fe-Zn系 Γ_1 相とFe-Zn-Al系 Γ_2 相は同一の空間群 $F\bar{4}3m$ に属しながらも, 原子が占有するWyckoffサイトが異なる(14種類のサイトのうち12種類は共通)ことを明らかにした⁽¹⁷⁾. このことが, Fe-Zn系 Γ_1 相とFe-

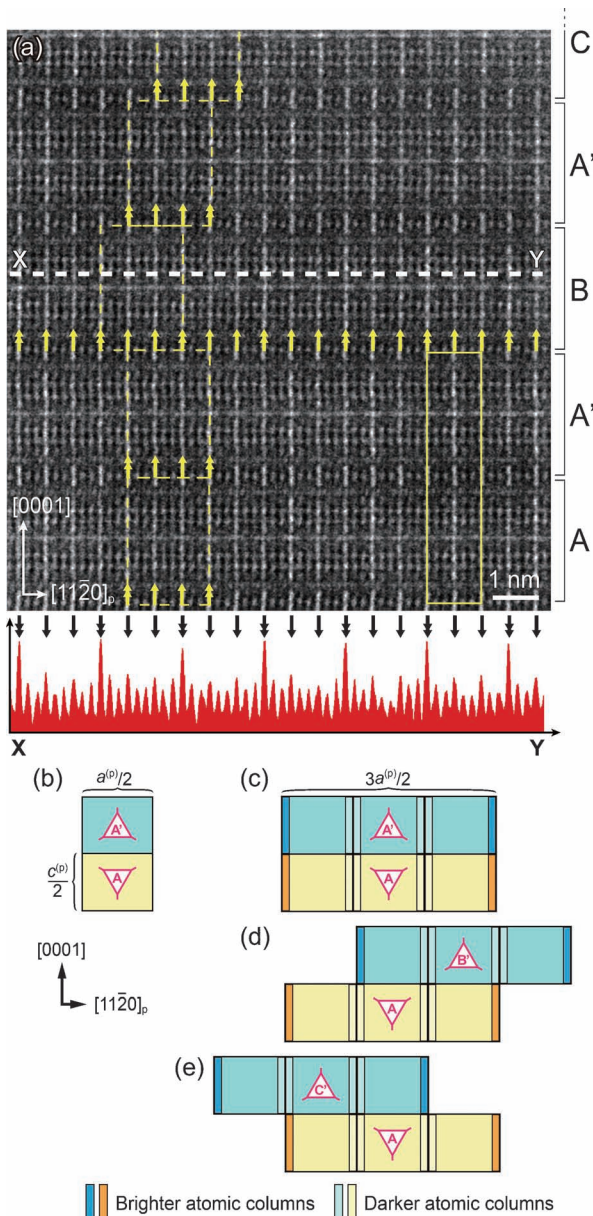


図5 (a) δ_{1k} 相の $[1\bar{1}00]$ 入射 STEM-高角環状暗視野 (High-Angle Annular Dark Field: HAADF) 像⁽¹⁵⁾. 四角の実線は δ_{1p} 相の単位胞に相当する. (b) δ_{1p} 相および(c)-(e) δ_{1k} 相の構成レイヤーの積層の仕方の模式図. (オンラインカラー)

Zn-Al 系 Γ_2 相の間に溶解度ギャップが存在する理由である.

3. 力学特性

(1) 多結晶マイクロピラー圧縮変形試験

GA 鋼板およびそれを塩浴中で熱処理し、めっき皮膜を厚膜化させた試料から、各 Fe-Zn 系化合物の単相多結晶マイクロピラーを FIB 法により作製した(図 1(a)). 図 7 に示すように、 Γ_1 、 δ_{1k} および δ_{1p} 相多結晶マイクロピラーはほとんど塑性変形を示すことなく 1 GPa 以上の高い応力レベルで破断する一方、最も Fe に富む最内層の Γ 相および最も

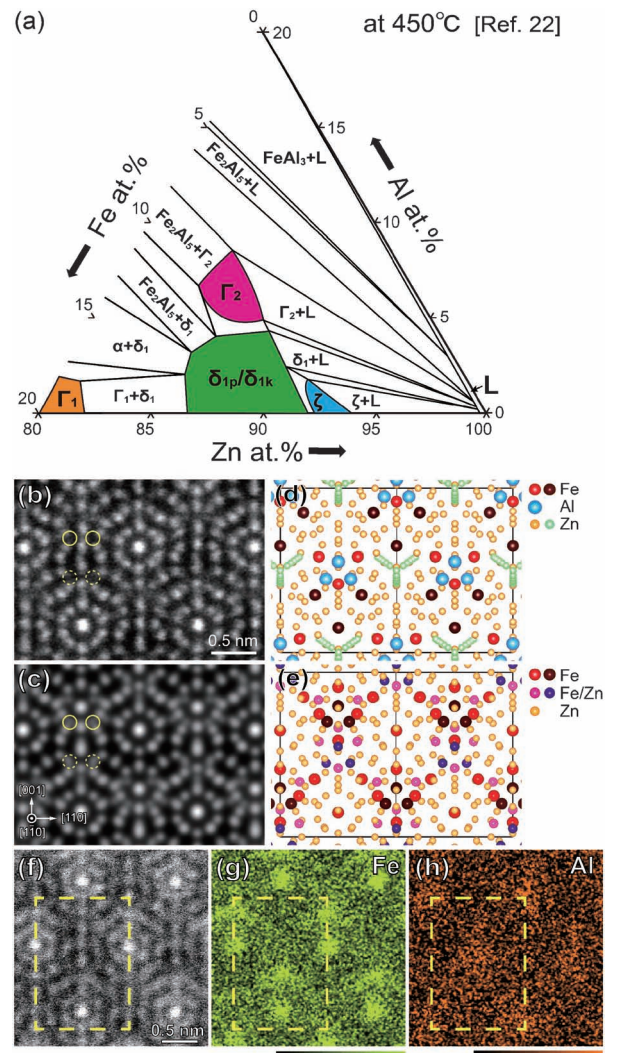


図6 (a) Fe-Zn-Al 三元系状態図⁽²²⁾. (b) Fe-Zn-Al 系 Γ_2 相の $[110]$ 入射 STEM-HAADF 像. (c) Fe-Zn 系 Γ_1 相の構造モデル⁽²³⁾を元に計算した STEM-HAADF 像. (d) 放射光 X 線回折により決定した Fe-Zn-Al 系 Γ_2 相の構造モデル⁽¹⁷⁾. (e) Fe-Zn 系 Γ_1 相の構造モデル⁽²³⁾. (f)-(h) EDS マッピング像. (オンラインカラー)

Zn に富む最外層の ζ 相多結晶マイクロピラーは、すべり線の拡大写真に示すように、圧縮変形能を有することを明らかにした⁽⁹⁾. ζ 相多結晶は最大で 1% 程度の塑性歪しか示さなかったが、 Γ 相多結晶は数%以上の塑性歪を示し、5 種類の化合物の中でも圧縮変形能は最も優れている。これは、 Γ 相が塑性変形せず脆いという従来の経験的知見と異なる。

(2) 単結晶マイクロピラー圧縮変形試験

フラックス法による結晶成長では、粗大な単結晶は得られず、直径数百 μm 程度の微結晶しか得られなかった。そこで、すべり系の同定および臨界分解せん断応力 (Critical Resolved Shear Stress: CRSS) を決定するために、単結晶マイクロピラー圧縮試験を行った⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾.

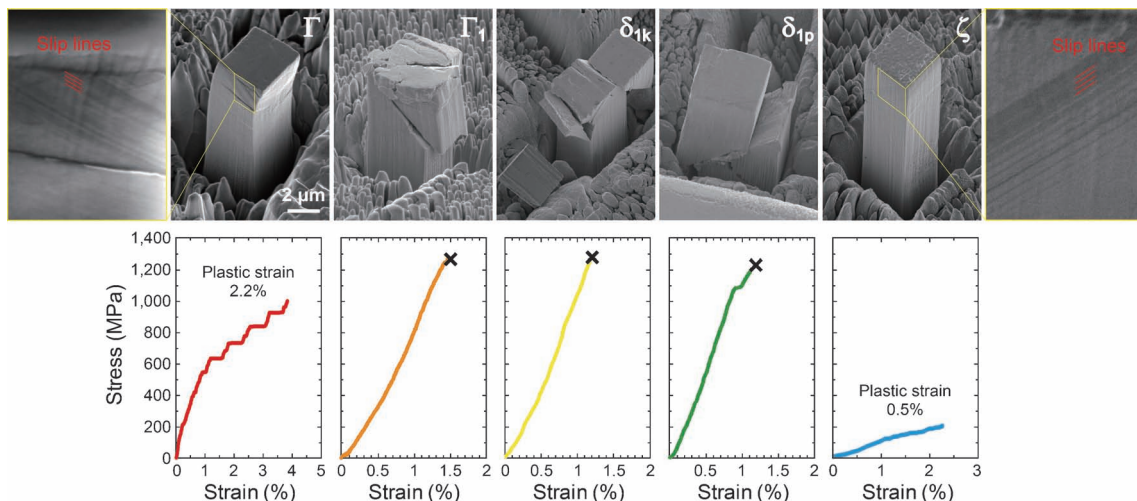


図7 Fe-Zn系化合物単相多結晶マイクロピラーの圧縮変形後のSEM二次電子像(上段)および応力-歪曲線⁽⁹⁾. (オンラインカラー)

まず、単斜晶系 ζ 相について様々な荷重軸方位で圧縮試験を行った結果(図8(b)), $[001]$ 近傍の方位では塑性変形を示さなかったが、それ以外の方位では10%以上の大きな塑性歪を示した(図8(c)). ほとんどの荷重軸方位で $\{110\}\langle 1\bar{1}2\rangle$ すべり系が活動し(図8(d), (e)), 一辺約 $4\ \mu\text{m}$ のマイクロピラーの平均CRSSは $107\ \text{MPa}$ であった. $\{110\}\langle 1\bar{1}2\rangle$ すべり系のシュミット因子がゼロとなる $[\bar{3}07]$ 方位近傍では、 $(100)[001]$ すべり系が活動し、一辺約 $4\ \mu\text{m}$ のマイクロピラーの平均CRSSは $359\ \text{MPa}$ であった. 原子面間隔は $\{110\}$ 面、 (010) 面、 (100) 面の順に広く(図8(a)), Peierls-Nabarroモデルの観点からはこの順ですべり活動が容易であると予想される. しかし実際には、1番目と3番目の $\{110\}$ 面および (100) 面すべりの活動は確認されたが、2番目の (010) 面すべりは活動しない. これは図8(a)に示すように、 $\{110\}$ 面および (100) 面すべりでは、 Fe@Zn_{12} -20面体クラスターを切断せずに済むが、 (010) 面すべりでは Zn_{12} -20面体クラスターを切断せざるをえないことに起因すると考えられる. つまり、 Fe@Zn_{12} -20面体クラスター内のFe-Zn原子結合は強固であり、20面体クラスターを切断しないようすべり面が選択されている. このすべり変形において、 Zn_{12} -20面体クラスターがあたかも一つの大きな原子のように振る舞うと考えられる⁽¹¹⁾⁽¹²⁾. 実際、 $\{110\}\langle 1\bar{1}2\rangle$ すべり転位の部分転位芯および積層欠陥の原子分解能STEM観察によって、 Zn_{12} -20面体クラスターを単位としてすべり変形が生じている証拠を得ている⁽²⁴⁾.

一方、立方晶系 Γ 相についても標準ステレオ三角形内の様々な荷重軸方位で圧縮試験を行った結果、全ての方位で10%以上の大きな塑性歪を示した. ほとんどの荷重軸方位範囲に亘って $\{110\}\langle \bar{1}11\rangle$ すべり系が活動し、 $[\bar{1}11]$ 近傍の荷重軸方位でのみ $\{110\}\langle 001\rangle$ すべり系が活動した. 一辺約 $4\ \mu\text{m}$ のマイクロピラーの平均CRSSは $\{110\}\langle \bar{1}11\rangle$ すべり系が約 $370\ \text{MPa}$ 、 $\{110\}\langle 001\rangle$ すべり系が約 $660\ \text{MPa}$ であっ

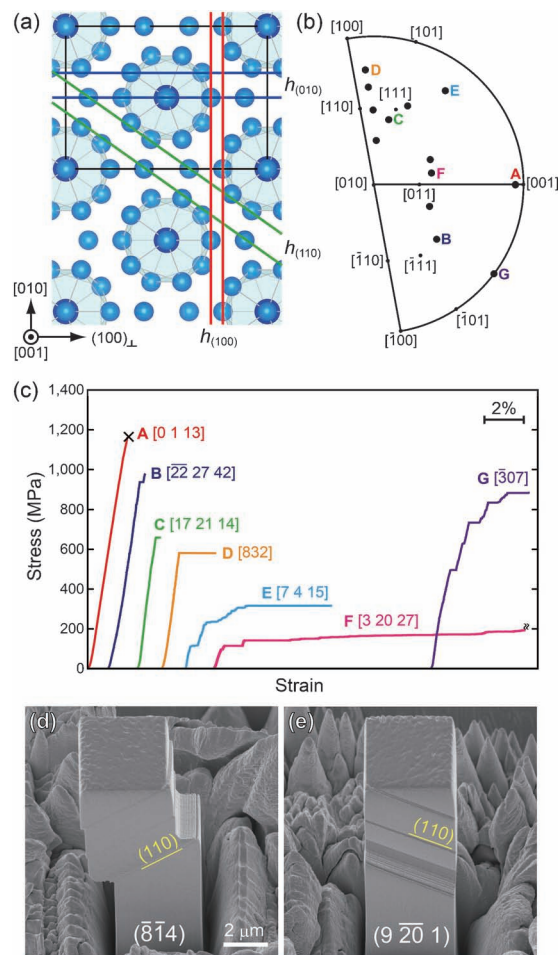


図8 (a) ζ 相構造の $[001]$ 投影図. (b)圧縮荷重軸方位のステレオ投影図. (c) ζ 相単結晶マイクロピラー圧縮試験の応力-歪曲線. (d), (e)圧縮変形後のSEM二次電子像⁽¹⁰⁾. (オンラインカラー)

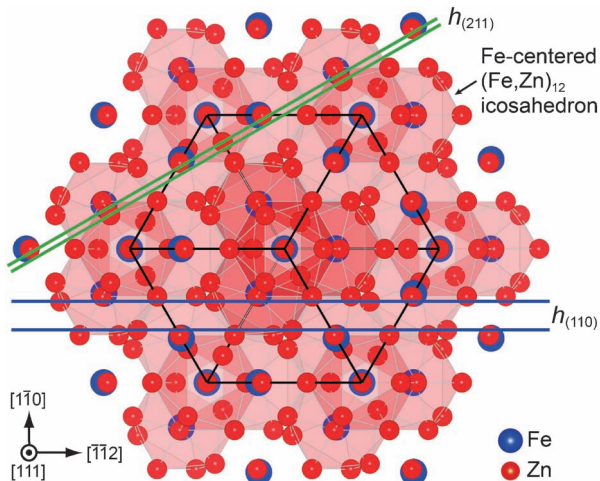


図9 Γ 相構造の[111]投影図。(オンラインカラー)

た⁽²⁵⁾。 Γ 相の $\{110\}\langle\bar{1}11\rangle$ すべり系のCRSS値が ζ 相の $\{110\}\langle\bar{1}\bar{1}2\rangle$ すべり系のそれ(107 MPa)よりも3倍以上も高いのは、図9に示す[111]投影図からもわかるように、 Γ 相では高密度に $\text{Fe}@\text{(Zn, Fe)}_{12}$ -20面体クラスターが存在し、それらが互いに面共有して結合しているため、どのようなすべり面を選択しても、 $\text{Fe}@\text{(Zn, Fe)}_{12}$ -20面体クラスターを切断しなければならないためだと考えられる⁽²⁵⁾。

最近、 δ_{1p} および δ_{1k} 相の単結晶マイクロピラー圧縮試験も行っており、 δ_{1p} 相では底面すべり系と柱面すべり系が、 δ_{1k} 相では底面すべり系が活動することを確認している⁽²⁵⁾。ただし予歪を与えない限り、降伏と同時に巨大なストレインバーストが生じ、試料がダイヤモンドフラットパンチによって押し潰されることが多々生じた。前述の多結晶マイクロピラー圧縮試験において、 δ_{1p} および δ_{1k} 相が塑性変形しないと誤判断したのは⁽⁹⁾、このような急激な変形を制御することが非常に困難だったことに加えて、 c 軸成分を含むすべり変形が活動せず、von Misesの条件が満たされないことに起因する。ヴィッカーズ圧子の圧入により予歪を与えた場合、一辺約4 μm のマイクロピラーの底面すべり系の平均CRSSは、 δ_{1p} 相が約250 MPa、 δ_{1k} 相が約380 MPaであり、各化合物相の容易すべり系のCRSSは、 Γ 相(370 MPa) \approx δ_{1k} 相(380 MPa) $>$ δ_{1p} 相(250 MPa) $>$ ζ 相(107 MPa)のように、ほぼFe組成の順に従って高くなる⁽²⁵⁾。

多結晶マイクロピラー圧縮試験において、 Γ 相が最も優れた圧縮変形能を示したのに対して、 ζ 相は僅かな塑性変形能しか示さなかったのは、 Γ 相は高対称性の立方晶系に属し $\{110\}\langle\bar{1}11\rangle$ すべり系の活動のみでvon Misesの条件が満たされるのに対して、 ζ 相は低対称性の単斜晶系に属し $\{110\}\langle\bar{1}\bar{1}2\rangle$ および $(100)[001]$ すべり系が活動してもvon Misesの条件が満たされないからである⁽⁹⁾。

(3) 単結晶マイクロビーム曲げ破壊試験

シェブロンノッチ付き単結晶マイクロビーム曲げ破壊試験を行い、各化合物相の破壊靱性値を測定した結果、Fe組成

に富む Γ 、 Γ_1 および δ_{1k} 相は低い破壊靱性値($\sim 0.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$)を示す一方で、Zn組成に富む δ_{1p} 相($\sim 0.6\text{--}1.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$)と ζ 相($\sim 0.7 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$)は比較的高い破壊靱性値を示した⁽¹³⁾。第一原理計算により求めた各化合物相の表面エネルギーの傾向(Γ 相 $>$ Γ_1 相 $>$ δ_{1p} 相 $>$ ζ 相)を考慮すると⁽¹³⁾、Fe組成に富むほど亀裂先端近傍での塑性変形による応力集中緩和が減少すると予想される。これは、前述したようにFe組成に富むほど容易すべり系のCRSSが高いことと矛盾しない。



4. おわりに

走査型透過電子顕微鏡法(STEM)と放射光X線回折を相補的に併用することにより、Fe-Zn系化合物の非常に複雑な結晶構造および原子散乱因子の差が小さいFe/Zn占有状態を明らかにすることができた。このような相補的な解析手法が非常に強力であることも同時に示せた。工業的には、 δ_1 (δ_{1k}/δ_{1p})相もしくは ζ 相が最表層になるようなGA鋼板が生産されている。破壊靱性値の低い Γ 、 Γ_1 、 δ_{1k} 相内で発生・伝播した亀裂の進展が、破壊靱性値の高い δ_{1p} 相や ζ 相で抑制され、めっき皮膜の剥離が抑制されていると考えられる。耐剥離特性を向上させるためには、まず破壊靱性値が大きく異なる δ_{1k} 相と δ_{1p} 相を区別した上で、最表層を δ_{1p} 相もしくは ζ 相に保ちつつ、 δ_{1k} 相形成をできるだけ回避もしくは抑制することが重要である。破壊靱性値の低い Γ および Γ_1 相の抑制も効果があると考えられる。

本稿で紹介した研究は、山口周教授(東京大学)、竹林浩史氏(新日鉄住金株)、安原聡氏(日本電子株)、田中克志教授(神戸大学)、足立大樹准教授(兵庫県立大学)、檜岡大輔氏(現川崎重工業株)、井元雅弘氏(現株神戸製鋼所)、道下勝太氏(現関西電力株)、橋爪志周氏(現JFEスチール株)と共同で行われました。また、日本学術振興会科学研究費助成事業(科研費番号15H02300, 16H04516, 16K14373)、文部科学省元素戦略プロジェクト構造材料元素戦略研究拠点、科学技術振興機構端的低炭素化技術開発(ALCA)および日本鉄鋼協会鉄鋼研究振興助成(第20および24回)の助成を受けて行われました。放射光実験は、高輝度光科学研究センターSPRING-8のビームラインBL02B1にて行われました(課題番号2014B1228, 2015A1468, 2016B1096, 2017A1243)。ここに謝意を表します。

文 献

- (1) M. F. Shi, G. M. Smith, M. Moore and D. J. Meuleman: Zinc-based steel coating systems: metallurgy and performance, edited by G. Krauss and D. K. Matlock, TMS, Warrendale, PA, (1990), 387.
- (2) A. R. Marder: Prog. Mater. Sci., 45(2000), 191-271.
- (3) S. M. A. Shibli, B. N. Meena and R. Remya: Surf. Coat. Technol., 262(2015), 210-215.
- (4) O. Kubaschewski: Iron-Binary Phase Diagrams, Springer-Ver-

- lage, Berlin, (1982), 172-175.
- (5) K. Han, I. Ohnuma, K. Okuda and R. Kainuma: *J. Alloys Compd.*, **737** (2018), 490-504.
- (6) D. M. Dimiduk, M. D. Uchic and T. A. Parthasarathy: *Acta Mater.*, **53** (2005), 4065-4077.
- (7) M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando and W. D. Nix: *Science*, **305** (2004), 986-989.
- (8) J. R. Greer and J. T. M. De Hosson: *Prog. Mater. Sci.*, **56** (2011), 654-724.
- (9) N. L. Okamoto, D. Kashioaka, M. Inomoto, H. Inui, H. Takebayashi and S. Yamaguchi: *Scripta Mater.*, **69** (2013), 307-310.
- (10) N. L. Okamoto, M. Inomoto, H. Adachi, H. Takebayashi and H. Inui: *Acta Mater.*, **65** (2014), 229-239.
- (11) M. Inomoto, N. L. Okamoto and H. Inui: *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, **1516** (2013), 157-162.
- (12) M. Inomoto, N. L. Okamoto and H. Inui: *Adv. Mater. Res.*, **922** (2014), 264-269.
- (13) N. L. Okamoto, S. Michishita, Y. Hashizume and H. Inui: *ISIJ Int.*, **58** (2018), in press.
- (14) N. L. Okamoto, K. Tanaka, A. Yasuhara and H. Inui: *Acta Crystallogr. B*, **70** (2014), 275-282.
- (15) N. L. Okamoto, A. Yasuhara and H. Inui: *Acta Mater.*, **81** (2014), 345-357.
- (16) N. L. Okamoto, A. Yasuhara, K. Tanaka and H. Inui: *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, **1760** (2015), opl.2015.2010.
- (17) N. L. Okamoto, H. Inui, A. Yasuhara and S. Yamaguchi: *J. Alloys Compd.*, **644** (2015), 287-296.
- (18) N. L. Okamoto, M. Inomoto, H. Takebayashi and H. Inui: *J. Alloys Compd.*, **732** (2018), 52-63.
- (19) C. H. E. Belin and R. C. H. Belin: *J. Solid State Chem.*, **151** (2000), 85-95.
- (20) R. Belin, M. Tillard and L. Monconduit: *Acta Crystallogr. C*, **56** (2000), 267-268.
- (21) M. H. Hong and H. Saka: *Scripta Mater.*, **36** (1997), 1423-1429.
- (22) P. Perrot, J. C. Tissier and J. Y. Dauphin: *Z. Metallkd.*, **83** (1992), 786-790.
- (23) A. S. Koster and J. C. Schoone: *Acta Crystallogr. B*, **37** (1981), 1905-1907.
- (24) N. L. Okamoto, M. Inomoto and H. Inui: unpublished work.
- (25) Y. Hashizume, N. L. Okamoto and H. Inui: unpublished work.
- ★★
- 岡本範彦**
2003年9月 日本学術振興会 特別研究員(DC1)
2006年3月 京都大学大学院工学研究科 博士後期課程修了 博士(工学)学位取得
2006年4月 日本学術振興会 特別研究員(PD)
2006年6月 米国カリフォルニア大学デヴィス校 博士研究員
2008年2月 京都大学大学院工学研究科材料工学専攻 助教
2017年6月～ 現職
専門分野：金属物性，結晶塑性，結晶学
©金属や金属間化合物における結晶欠陥と物理・力学特性の相関解明に従事。
★★
- 
- 岡本範彦 乾 晴行

動的析出強化を活用した自動車排気部品用耐熱フェライト系ステンレス鋼(NSSC[®]429NF, NSSC[®]448EM)の開発裏話

濱田 純一*

1. 開発の背景

自動車のエンジンから発生する高温の排気ガスは、エキゾーストマニホールドで集められた後に各種の浄化装置や熱回収装置等を通りマフラーから車外に排出されます。排気ガスの経路となる排気部品に使用される材料には、耐熱性、耐食性、加工性および溶接性等の多様な特性が要求され、各部品環境に応じて多種のステンレス鋼が適用されています。近年、CO₂削減、熱効率や燃費の改善が進められていますが、ステンレス鋼も排気部品の素材として貢献しています。図1に示すエンジン直下のエキゾーストマニホールドやその後に配置されるコンバーターは、高温の排気ガスに曝され、かつエンジンの起動・停止や走行中の出力変動に伴い加熱と冷却を受けます。材料は高温環境に繰り返し曝されるため、国内では耐熱性に優れたフェライト系ステンレス鋼が主に使用されています。この代表鋼はNbにより高温強化するSUS429系(14%Cr-Nb)であり、より高耐熱性が必要な場合にはMoを多量に添加したSUS444系(18%Cr-2%Mo-Nb)が適用されます。NbやMoは耐熱性や耐食性を向上させる極めて有益な元素ですが、レアメタルとして挙げられ価格変動性が大きい元素です。よって、上記元素を代替可能な新たなベースメタルの抽出あるいは省合金化は、元素戦略上極めて重要です。また、排気ガスの高温化対策や薄肉・軽量化等の多様な

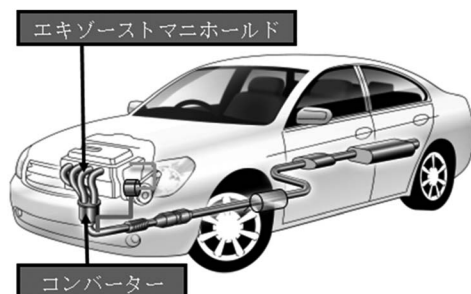


図1 開発鋼の主な適用対象となる自動車排気部品。

ニーズに応えるために素材メニューの拡充が必要になってきました。

2. 開発の着眼点

(1) 熱疲労

過酷な高温環境に繰り返し曝されるエキゾーストマニホールドやコンバーターにおいて最重要な耐久性能は、熱疲労です。熱疲労とは、温度変化を受ける材料が自由膨張・収縮を妨げられるために繰り返し応力あるいは歪が発生し、ついには亀裂を生じて破損する現象です。自動車メーカーや部品メーカーでは車の開発段階において、冷熱耐久試験によって部品の信頼性や素材の評価が行われます。冷熱耐久試験は実際のエンジンを長時間作動させる加速試験であり、所定のサイクル(寿命)を満足するか否かがポイントとなります。この試験は多くの時間と費用が掛かるため、開発負荷を減らすためにも素材メーカーとしては車のエンジン環境に適合し、かつオーバースペックにならない材料を提案する必要があります。素材メーカーで開発段階のエンジンを使った耐久試験を行うことは困難ですが、冷熱耐久試験環境に出来るだけ近い熱環境での素材の熱疲労評価が重要となります。当社では2003年に旧新日本製鐵㈱と旧住友金属工業㈱のステンレス事業が統合した際、パイプを用いた高精度な熱疲労試験技術を確立しました。実際の排気部品に使用される材料あるいは実験室で溶解・製造した材料の熱疲労試験を通じて、寿命に及ぼす合金元素の影響を把握しながら成分設計を行います。一方、熱・歪サイクルを同時に受ける熱疲労過程において材料内部は複雑に変化することが予想されます。この変化を冶金的に捉えて熱疲労損傷や寿命の支配因子を明確化すれば材料設計に反映出来るのではと考え、寿命に一喜一憂するだけでなく熱疲労過程における動的な組織変化を注意深く観察することにしました。

(2) 高温変形過程の動的組織変化

長寿命化のヒントを得るために種々の材料の熱疲労および

* 新日鐵住金ステンレス株式会社；上席研究員(〒743-8550 光市島田3434)

Development of Heat-resistant Ferritic Stainless Steels “NSSC[®]429NF” and “NSSC[®]448EM” Utilized Dynamic Precipitation Hardening for Automotive Exhaust Systems; Jun-ichi Hamada (Nippon Steel and Sumikin Stainless Steel Corporation, Hikari)

Keywords: ferritic stainless steel, heat resistance, thermal fatigue, automotive exhaust system, precipitation hardening, copper

(まてりあ第56巻1号33-35頁「新技術・新製品」掲載)

2018年2月13日受理[doi:10.2320/materia.57.176]

高温変形過程の動的組織変化を研究する中で、母相組織の変化⁽¹⁾とともに析出物の形態変化⁽²⁾に気づきました。耐熱フェライト系ステンレス鋼の高温強化には固溶強化と析出強化が提唱されていますが、析出強化は積極的に活用されていませんでした。この理由は、高温で長時間曝される場合に析出物の成長・粗大化が生じて強化能が無くなると思われるためです。本開発で活用したCuの場合、Cu粒子が析出する温度での高温強度は高くなりますが、長時間時効によりCu粒子は棒状にオストワルド成長して強度低下が生じます。しかしながら、熱疲労過程のCu粒子を詳細に観察した結果、通常の静的時効熱処理の場合と異なり、球状に微細析出して転位との相互作用が生じている事がわかりました。また、析出強化能の理論計算から、熱疲労過程では動的析出強化が主体的に発現し得ると推定しました。次に何故熱疲労過程でCu粒子が球状微細化するのか？という疑問が生じ、析出物の成長・粗大化や転位との相互作用に関する基礎研究を大学にもご協力頂きました⁽²⁾⁻⁽⁵⁾。この中で高温変形過程のCu粒子形態の変化を電子顕微鏡内でその場観察した結果、Cu粒子は析出・固溶・再析出を繰り返して球状微細形態となるモデルを構築しました⁽²⁾。長い間耐熱フェライト系ステンレス鋼はNbやMoの固溶強化で設計されてきましたが、上記の基礎研究をベースにCuの動的析出強化を積極的に活用し、必須元素とされてきたレアメタルを大幅に削減した2鋼種を成分設計しました。

3. 開発鋼の特徴⁽⁶⁾⁽⁷⁾

図2にCuを主体的に活用した2つの開発鋼の位置づけを示します。NSSC[®]429NFは、SUS429系が使用される温度環境下で同等以上の耐熱性を有します。NSSC[®]448EMは、SUS429系とSUS444系の間隔的な耐熱性を有するとともに、使用が想定される高温域でもSUS429系に対して30%以上の寿命向上を示します。従来は耐熱性向上のために1~2%のMo添加が常識的でしたが、熱疲労過程の母相組織の変化を追求する中で0.3%程度の微量Moでも広範囲な温度環境で安定的に寿命向上する寄与することを知見しました。これは微量の固溶Moが母相の回復・再結晶を遅延させる効果を通じて長寿命化に寄与していると推定され⁽¹⁾、有意性が

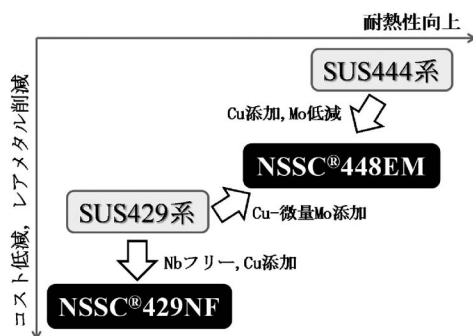


図2 Cuを活用した2つの開発鋼の位置づけ。

ある寿命向上と優れた総合性能を示しつつ、SUS444系よりも大幅にMoを削減することに成功しました。また、両鋼ともCr量等が適正化されているため優れた耐酸化性を示すとともに、薄板一貫製造工程における金属組織(析出物、集合組織)制御を適正に行っているため成形性にも優れています。これにより、部品のコンパクト化や複雑形状化にも対応可能な素材になっています。NSSC[®]429NFはSUS429系に対する省Nb化、NSSC[®]448EMはSUS444系に対する省Mo化およびSUS429系に対する薄肉・軽量化のメリットが得られることから、国内外の自動車に搭載が進んでいます。今後も地球環境に優しいステンレス鋼として各種ニーズに貢献し続けると考えます。

4. 開発を振り返って

本開発によって自動車用耐熱フェライト系ステンレス鋼のメニューが増え、多くのメリットを生み出すことが出来ました。排気部品用素材の選択肢が増えたことで様々な熱環境に応じた適材選定およびソリューション提案が更に重要になってくると考えられます。著者はステンレス鋼の研究に従事する中で、「何故その様な組織になったのかを金属の気持ちになって金属と会話しながら考えることが大切です。」という京都大学・牧正志名誉教授のお言葉⁽⁸⁾を大切にしています。本開発の着眼点となった高温変形過程の動的組織変化の追及は、何故壊れたか？どの程度のダメージを受けたか？過酷な熱疲労環境を耐える組織・合金制御は何か？をステンレス鋼の気持ちになって考えてみようとした事が発端でした。温度や歪が時間変化する複雑な熱疲労環境におけるステンレス鋼の気持ちを十分理解出来ているとは言えませんが、継続的に組織と向き合うことが次の新材料開発やソリューション提案に繋がることを確信しています。

最後に本鋼の開発、実用化および拡販に際して、社内外の多くの方々にご尽力ならびにご協力頂きました。この場を借りて深くお礼申し上げます。

文 献

- (1) 濱田純一, 森弘尚希, 梶村治彦: 日本金属学会誌, **81**(2017), 527-535.
- (2) 神野憲博, 濱田純一, 金子賢治: 鉄と鋼, **103**(2017), 539-548.
- (3) S. Kobayashi, T. Takeda, K. Nakai, J. Hamada, N. Kanno and T. Sakamoto: ISIJ Int., **51**(2011), 657-662.
- (4) S. Kobayashi, T. Takeda, T. Oe, J. Hamada, N. Kanno, Y. Inoue, K. Nakai and T. Sakamoto: ISIJ Int., **54**(2014), 1697-1704.
- (5) 小林周平, 金子賢治, 山田和広, 菊池正夫, 神野憲博, 濱田純一: 鉄と鋼, **101**(2015), 315-318.
- (6) 濱田純一, 林篤剛, 神野憲博, 小森唯志, 伊藤宏治, 福田望, 井上宜治: まてりあ, **56**(2017), 33-35.
- (7) J. Hamada, N. Kanno, A. Hayashi, N. Hiraide, M. Abe, K. Nishimura, C. Takushima, A. Yakawa and F. Fudanoki: Proc. of 9th European Stainless Steel Conference, AIM, Milano, (2017), CD-ROM.
- (8) 牧 正志: 新日鉄技報, **391**(2011), 11-14.



高校生を含めたポスターセッションの試み ～第40回「若手フォーラム」報告～

岡山大学准教授；竹元嘉利

岡山理科大学教授；清水一郎 岡山理科大学名誉教授；金谷輝人

2018年2月17日(土)に岡山市のピュアリティまきびにて日本金属学会・日本鉄鋼協会中国四国支部主催の第40回「若手フォーラム」を開催しました。このフォーラムは元々「若手研究者・技術者支援研究会」という名前で2000年頃から行われ、2003年よりこれを引き継ぐ形で「若手フォーラム」と改名され、現在に至っています。例年、2月中旬の金曜日に岡山地区で実施され、午前中に学部生や院生、若手研究者による講演を2,3件行い、午後から30件程度のポスターセッションを前半と後半に分けて行うスタイルで、参加者は約50名で定着していました。一方、以前より日本金属学会では、高校生の理科離れを危惧し、なんとかして高校生に金属材料や鉄鋼材料に興味を持ってもらう方策を模索していました。これを受けて、2017年度支部の幹事会で高校との連携について議論し、若手フォーラムを高校生の発表の場としても提供し、SSH校(スーパー・サイエンス・ハイスクール)を手始めとしてポスター発表の募集をすることになりました。

しかし、いざ始めてみると、高校へのアナウンスをどのようにすればよいのか？本当に応募してくれるのか？など分からないことや不安だらけでした。高校の校長先生に手紙を出してもなかなか返答は得られず、途方に暮れていたところ、支部幹事の方々を通じて高校の理科教員ネットワークでフォーラムの案内をしていただけることになりました。そうすると、思った以上に高校からの問い合わせがあり、「中等部からの発表でも良いか?」、「たくさんの生徒が発表したいと言っているが、何件まで申し込めるのか?」「ポスターの他に製作物を持ち込みたいが大丈夫か?」といった具合で、高校側は大変意欲的であると感じました。例年、より多くの応募を期待してポスターの申し込みの締切りをギリギリの1週間前としていましたが、締切り期日が近づくにつれ、どんどん申し込みが増加し、逆にポスターが貼れるスペースが足りなくなる恐れが出はじめました。今回使用した会場は例年とは別の会場であったため、勝手がよく分からないところがあり、1回のセッションで20件まではポスターが貼れるのは分かっていましたが、あっという間に40件を越えたため、53件のところでご遠慮いただくことにしました。そしてセ

ッションも急きょ3部構成に編成し直すことで、なんとか対応することができました。ご遠慮いただいた件数も含めると申し込みは60件を越えていました。

結局53件の内、高校からの申し込みは12件でした。次は参加者がどれくらい集まるのかも不安材料となりました。会場は机・イス形式で72名、イスのみで120名収容できる広さで、例年の参加者数(約50名)であれば全く問題はありませぬ。しかし、当日は午前の講演の部で既に70名を越え、用意した印刷資料も足りなくなりました。最終的には107名の参加者があり、例年の倍以上の規模となりました。なお、高校からの参加者は教員も含めて43名でした。高校生の発表は、発表者が1名だけのものもありましたが、複数人で発表を担当するスタイルが多かったです。以前よりポスターのテーマはフリーとしており、高校生の発表では生物や化学、

表1 高校生のポスター発表。

1	チリメンモンスターから見た海の環境2017	岡山県立玉野高等学校
2	ラピスラズリを用いたネイル素材の開発	岡山県立玉野高等学校
3	酸化物高温超伝導体の短時間合成方法の開発	岡山県立玉野高等学校
4	LMガイドを用いたX-Y黒板クリナーの開発	岡山県立玉野高等学校
5	備前焼における胡麻及の形成過程に関する研究	岡山県立玉野高等学校
6	澱粉の糊化に及ぼす添加剤の影響	岡山県立岡山一宮高等学校
7	文字型構造物に関する研究	岡山県立岡山一宮高等学校
8	環境からの放射性Sr除去	岡山県立岡山一宮高等学校
9	ローズマリー抽出液による若返り効果の検証	清心女子高等学校
10	ステンレスの不思議な性質	清心女子高等学校
11	ギムネマと緑茶が保有するメラニン生成阻害、抗糖化活性と相互作用	清心女子高等学校
12	キルヒホッフの法則のための立体回路模型製作	岡山理科大学附属高等学校



図1 ポスターセッションの風景。(a)大学生の発表にも興味津々です。(b)高校生の説明風景。(c)工夫を凝らした製作物もありました。(d)認定証授与の様子。

食品の内容が多いただろうと予想していましたが、表1に示すように材料力学や、ステンレス、超伝導体、セラミックスなどに関するテーマも含まれており、少々驚きました。セッションを3部構成にしたため、単純にポスターの2倍以上の聴講者があり、特に高校生のポスターエリアには終始人だかりが絶えない状態でした。また会場の熱気はもの凄く、冬だというのに冷房を最強にしても室温が下がらず、上着を脱いでの聴講者も出る程でした(図1)。

今回、初の高校生を含めたポスターセッションの試みでしたが、2月が高校の年度末に近いことで、かなり研究成果がまとまっている時期であり、フォーラムを土曜日に開催したため、高校生が参加しやすくなり多数の発表件数および参加者数を得られたと思われます。それでも高校によっては午前中に補習授業が入っているところもあり、補習後にフォーラ

ムへ参加した方も多かったようです。また高校生の発表に対しては、支部より認定証を発行し授与したことも、高校生のモチベーションを高めたと思われます。来年度も同様のスタイルで「若手フォーラム」を実施する予定(2019年2月16日(土))ですが、恐らくクチコミなどにより高校からの申し込みはさらに増えると思われます。今回のフォーラムにおける反省・改善を踏まえると、来年度は65件程度までのポスターを実施でき、締切りをもう少し早めることで学会のホームページにポスタープログラムの掲載も可能になると考えています。

最後に新しい試みにもかかわらずご協力いただいた関係者の皆様に厚く御礼申し上げます。

(2018年2月21日受理)[doi:10.2320/materia.57.178]

(連絡先: 〒700-8530 岡山市北区津島3-1-1)

研究室紹介

東北大学大学院工学研究科 材料システム工学専攻 生体材料 システム学講座 生体機能材料学分野

東北大学；教授 山本雅哉



図1 山本研究室のメンバー（筆者(前列右から3番目)、森本展行准教授(前列左から3番目)、最上譲二助教(前列左から2番目)）。

東北大学に着任して早々に研究室紹介の機会に恵まれた。本稿では、昨年4月よりスタートした、東北大学大学院工学研究科 材料システム工学専攻 生体材料システム学講座 生体機能材料学分野について紹介させて頂きたい。お察しの通り、スタートしたばかりの研究室では、良くも悪くも研究テーマおよび研究室メンバー(図1)ともに極めてフレッシュである。色んな意味でご紹介できることが“フレッシュ”であることをご了承願いたい。

山本研究室では、生体機能材料に関して、「生体内で機能する材料」ならびに「生体機能を模倣した材料」という二つの観点から研究を進めている。生体機能材料は、医療応用、歯歯薬学研究のみならず、複合材料、有機・無機ハイブリッド材料、バイオミメティック材料など、様々な用途への応用が期待されている。

山本研究室で扱う研究テーマの出口イメージは、生体材料、再生医療、ドラッグデリバリーシステム、あるいはその他の機能材料である。恩師・笹義人先生(京都大学名誉教授)の教えの通り、“教科書に記載されるような基礎研究、あるいは実際に役立つ応用研究をやりなさい。中途半端が一番よくない。”をモットーに、研究に取り組みたいと考えている。具体的には、高分子を中心とした、ソフトマターの材料科学に基づき、種々の生体機能材料の創製、ならびにその応用展開を目指して、以下の研究テーマに取り組んでいる。

(1) 生体分子環境の理解と設計

生体組織、あるいは細胞表面に存在している生体分子を活用するために、それらの生体分子の状態を計算機化学や分光学的手法を用いて理解するとともに、それらの知見を活用して、生体分子をシステム化した生体機能材料の創製を行っている。具体的には、分子クラウディングなど、分子夾雑状態における生体分子周囲の水分子の振る舞いを計算機化学的手法を用いて解析している。さらに、この計算機化学に基づいた水分子の振る舞いを理解するための材料開発ならびにその応用展開を行っている。一方、計算機化学に加えて、ラマン分光などの分光学的手法を利用して、生体組織や再生組織中に存在する生体機能物質の同定とその機能解析に関する実験的・物理化学的な基礎研究も行っている。

(2) ナノ空間設計

タンパク質や核酸などの生体分子、あるいはナノカプセル、マイクロカプセルなどに加えて、材料-材料、細胞-材

料、生体組織-材料の界面など、材料には様々な微小空間がある。われわれは、この微小空間の理解とシステム化とを通じて、新しい生体機能材料、ならびに有機・無機ハイブリッド材料の創製を目指している。例えば、ポリマーナノ粒子やセルロースナノファイバーなどのナノ材料、あるいは核酸などの生体分子からなるソフトマターと無機材料とのナノハイブリッド化に関する実験的・物理化学的な基礎研究を行っている。

(3) 再生医療や疾患研究のための生体機能材料

再生医療は、体内に存在する細胞の自己修復能を高め、治療する方法論である。再生医療には、少なくとも二つの方法がある。一つは、体外で細胞を加工して体内へ戻す方法である。もう一つは、体内の細胞を直接活性化する方法である。前者では、細胞培養技術や細胞を立体的に配置する技術が必要となる。後者では、細胞を活性化するためのタンパク質などを効率よく細胞へ作用させるドラッグデリバリー技術が利用されている。われわれは、主として、生体機能性ハイドロゲルを用いて、これらの課題に取り組んでいる。また、体外で生体組織を立体構築する Tissue Engineering の技術を活用して、ガンや線維症などの疾患研究のための体外疾患モデルの構築を目指している。

(4) 刺激応答性高分子合成とその細胞内ドラッグデリバリーシステムなどへの応用

スルホベタインポリマーなど、様々な刺激に対して応答する高分子を用いて、自己組織化ナノ粒子を創製し、細胞内ドラッグデリバリーシステムとして、ナノバイオ分野へ展開している。細胞内ドラッグデリバリーシステムに加えて、刺激応答性高分子の生体機能材料としての応用展開を行っている。

以上のように、山本研究室では、生体分子、細胞、生体組織、機能性高分子など、様々なソフトマターをシステム化することによって、生体機能材料の創製を目指している。この生体機能材料に関する研究を通じて、医療の発展に寄与したいと考えている。このためには尚一層の異分野融合研究が必要である。今後とも、皆様のご指導ご鞭撻を賜りますよう、よろしくお願い申し上げます。

(2018年2月16日受理)[doi:10.2320/materia.57.180]
(連絡先: 〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉 6-6-02)

日本金属学会「水素エネルギー材料に関する講演会」および「第4回水素化物に関わる次世代学術・応用展開研究会」開催報告

(2017年10月11~13日)

琉球大学理学部海洋自然科学科化学系；助教

中川 鉄水

2017年11月16, 17日に沖縄産業支援センターにおいて「水素エネルギー材料に関する講演会」(日本金属学会第1分科主催)および日本金属学会研究会「第4回水素化物に関わる次世代学術・応用展開研究会」が開催された。本講演会・研究会は沖縄の同一会場連続して行うことと、鉄鋼協会が活躍されている研究者を講師に招聘したこともあり、総勢67名と過去最高の参加者数であった(図1)。

16日午前中の講演会には秋山英二教授(東北大)、小山元道助教(九州大)、大村朋彦博士(新日鐵住金)を招聘し、水素脆化や金属中の拡散の可視化、鉄鋼製品開発の最前線について講演をいただいた。参加者の多くの専門分野である水素貯蔵や透過材料は、水素脆化という水素の侵入を防ぐことを目的とした研究とは真逆の分野ではある。しかし両分野は物質中の水素の挙動という同一現象を別視点から扱っていることから、講演後の質疑応答では活発かつ深い議論がなされた。意見交換会では鉄鋼協会と金属学会の水素関連研究者グループ同士の今後の連携や、学会当日にセッションが重なる問題を解決する方法を模索した。また、近年金属学会の会員数が減ってきていることにも触れ、水素分野から金属学会・日本鉄鋼協会を盛り上げていきたいと話し結束を固めた。

続いて16日午後から17日午後にかけて、「水素化物に関わる次世代学術・応用展開研究会」が開催された。午前中に開催された講演会の講師の方々にも同研究会に参加していただき、鉄鋼協会側の視点で多くの有益な質問をいただいた。また、磁性や燃料電池関係、地球惑星科学など新たな分野からの参加もあり、新鮮な発表や意見・質問が多数あった。それだけでなく常連の参加者も、普段の学会では議論できないような鋭く切り込んだ質問・議論があり、非常に刺激のあるものとなった。例えば本研究会の名称にもあるように、学術と応用のバランスをどうとるのかというところも議論の焦点になる幕もあった。

ポスターセッションでは30件の発表があり、水素吸蔵合金から水素透過膜、錯体系水素化物や電気化学、さらには地球惑星科学などバリエーションに富んだ発表があった。その分議論も様々で、分野外の研究者からの異なる視点での質問も飛び交い、非常に活気があるセッションであった。特に学生にとってはなかなかこのような異分野との交流機会が無いため、今後様々な分野で活躍する人材として良い経験になっ



図1 研究会の様子。

たと感じた。ポスターセッション終了後もこの熱気が冷めず、夜半まで熱い議論が交わされて初日は終了した。

二日目も午前・午後と引き続き興味深い講演と活発な議論が交わされ、盛況のまま会は終了した。最後に若手研究者表彰の発表があり、8名の受賞者があった。本研究会は若手の支援にも積極的で、受賞候補者は基本的に40歳以下の若手に絞られている。そのため学生の受賞者が多く、今回の受賞者のうち7名が学生であった。特筆すべきは兵庫県立大学・量子科学技術研究開発機構の学生3名が全員受賞し、そのうち1名は最優秀賞であった。受賞コメントからも同グループが普段から学生同士切磋琢磨し、高い意識レベルで研究している様子が垣間見えた。もちろん他にも良い発表をする学生が多く、しっかりとした受け答えをしてベテラン研究者とも議論を交わす一幕もあり、全体的な学生の質も上がっているのではと感じた。そのため審査員の皆様は審査が難しかったのではないかと推察する(図2)。



図2 受賞者と世話人(表彰式にて)。

上記のように研究会は成功を取めた中で、最後に運営の内幕を少し述べておく。今回はまだ「若手」の部類に入る筆者が会場世話人として研究会運営を携わらせていただいたが、会場世話人に抜擢していただいた折茂教授(東北大)と、様々な面でサポートしていただいた亀川教授(室蘭工大)および中村総括研究主幹(産総研)には特段の感謝の意を示したい。今回私は会場関係だけの業務であったにも関わらず皆様にご心配をおかけした場面もあり、まだまだ人として未熟な面が多いと感じた研究会であった。それにも関わらず多数の参加者に恵まれ、盛況のうちに終わったのは、参加者に加えて折茂先生をはじめ運営をサポートして下さった皆様のお蔭であると強く感じる場所である。まさに世の中は「人」で成り立っているということを再認識し、これからも人のために役立っていければと決意を新たにここに筆を置かせていただく。

(2018年2月8日受理)[doi:10.2320/materia.57.181]

(連絡先：〒903-0213 沖縄県中頭郡西原町千原1)

本 会 記 事

会 告	第82回定時社員総会開催案内	182
	2018年春期講演大会講演概要集 DVD の販売について	182
	第60回技術賞, 第77回功績賞, 第58回谷川・ハリス賞, 第25回増本量賞, 候補者推薦依頼	182
	第50回研究技術功労賞受賞候補者の推薦依頼	183
	2018年秋期講演大会の外国人特別講演および招待講演募集	184
	日本金属学会主催国際会議企画提案募集	184
	若手研究グループ集会	184
	欧文誌・会誌編集委員会からのお知らせ	185
掲示板	次号予告	186
新入会員	行事カレンダー	186
会誌・欧文誌	4号目次	187

- ・ご連絡先住所変更等の手続きは、本会ホームページ [\[会員マイページ\]](#) からできます。
- ・ご登録の E-mail アドレスなど定期的なご確認をお願いいたします。

事務局 渉外・国際関係: secgnl@jim.or.jp
会員サービス全般: account@jim.or.jp
会費・各種支払: member@jim.or.jp
刊行物申込み: ordering@jim.or.jp
セミナー・シンポジウム参加申込み: meeting@jim.or.jp
講演大会: annualm@jim.or.jp
総務・各種賞: gaffair@jim.or.jp
学術情報サービス全般: secgnl@jim.or.jp
分科会: stevent@jim.or.jp
まてりあ・広告: materia@jim.or.jp
会誌・欧文誌: editjt@jim.or.jp

公益社団法人日本金属学会
〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32
TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312
<http://jim.or.jp/>

会 告 (ホームページもご参照下さい)

第82回定時社員総会開催案内

第82回定時社員総会を下記の通り開催いたします。

社員総会の構成員は定款上の社員である「役員と代議員」となります。

日時: 2018年4月23日(月) 13:00~13:45

場所: エッサム神田ホール 1号館(東京都千代田区神田鍛冶町 3-2-2)

報告事項

1. 平成29年度事業報告および事業報告の附属明細書の報告の件

協議事項

- 第1号議案 平成29年度決算承認の件
- 第2号議案 平成30, 31年度代議員及び補欠代議員承認の件
- 第3号議案 平成30, 31年度理事及び補欠理事一括選任承認の件
- 第4号議案 平成30, 31年度理事及び補欠理事選任の件
- 第5号議案 平成30, 31年度監事選任の件
- 第6号議案 定款改訂の件

問合せ (公社)日本金属学会

☎ 022-223-3685 E-mail: gaffair@jim.or.jp

2018年春期講演大会講演概要集 DVD の販売について

2018年春期講演大会の概要集 DVD を販売いたします。
ご購入希望の方は下記要領をご記入の上、E-mail または FAX でお申し込み下さい。

- ①件名「2018年春期講演大会講演概要集 DVD 購入申込」,
 - ②申込者氏名, ③会員資格(会員の場合: 会員番号併記), ④申込数,
 - ⑤送付先住所
- 請求書を添えて送付いたします。ホームページに [申込書](#) があります。

会員価: 本体4,000円+税 定価: 本体10,000円+税 送料: 360円

申込先 E-mail: member@jim.or.jp ☎ 022-223-6312

第60回技術賞, 第77回功績賞, 第58回谷川・ハリス賞, 第25回増本量賞, 候補者推薦依頼

~Web フォームによる推薦になりました~

技術賞, 功績賞, 谷川・ハリス賞, 増本量賞の各受賞候補者の推薦をお願いいたします。本会では多数の優秀な候補者を表彰し奨学に資したいという考えから、広く一般会員からの推薦(3名以上連名の正員)を求めています。下記要領により積極的にご推薦下さい。*候補者本人による推薦書の提出は認めておりません。

推薦を求める賞(2019年3月に授賞予定)

技術賞(第60回) 功績賞(第77回)
谷川・ハリス賞(第58回) 増本量賞(第25回)

推薦締切 各賞共通 2018年7月2日(月)

候補者 各賞共通 個人を対象とします。

推薦資格 各賞共通 本会社員(代議員)または、3名以上正員連名による推薦

推薦方法 URL のフォームによる推薦内容を入力して下さい。

問合せ先 〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

(公社)日本金属学会 各種賞係

☎ 022-223-3685 ☎ 022-223-6312

E-mail: award@jim.or.jp

■第60回技術賞 推薦要領

推薦締切 2018年7月2日(月)

推薦者 本会社員(代議員)または3名以上連名の正員

推薦数 1名の推薦者が推薦出来る候補者数は、1名。

主旨 工業技術の改良進歩などに大きな業績を残された方を選んで本賞を贈りその功労に報いんとするものであります。

候補者の対象 本賞は個人の業績を対象といたします。

推薦方法

1. 推薦フォーム

- ・推薦者資格を選択する。
 - ・入力項目は、全て必須。
 - ・最終学歴: 卒業年次および学校名(学部名)を入力、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて入力する。
 - ・候補者略歴は10行以内で入力する。
 - ・業績主題を入力する。
- ##### 2. 業績の概要と推薦理由: 1,000字以内にまとめ、入力する。

3. 論文リストおよび特許リスト

論文リストは、特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、論文題目、発表誌名、巻号頁共著者を入力する。特許リストを入力する。

推薦 URL gijutsushou.jim.or.jp/entry

■第77回功績賞 推薦要領

推薦締切 2018年7月2日(月)

推薦者 本会社員(代議員)または、3名以上連名の正員

推薦数 1名の推薦者が推薦出来る候補者数は、1部門につき1名。

主旨 金属・材料工学ならびに関連分野の進歩発達に寄与する有益な論文を発表したもので、しかも将来を約束されるような新進気鋭の研究者、技術者に授賞するものです。工業技術部門を除いて、受賞対象者には年齢制限が設けられています。

応募部門 物性、組織、力学特性、材料化学、材料プロセッシング、工業材料、工業技術の7部門から選び、応募部門を選択下さい。(部門別に選考いたします)

候補者の対象 「工業技術」部門を除いて受賞年度の2019年5月31日時点で45歳以下の方

推薦方法

1. 推薦フォーム

- 推薦者資格を選択する。
- 入力項目は、全て必須。
- 応募部門：7部門から該当する部門を選択する。
- 最終学歴：卒業年次および学校名(学部名)を入力、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて入力する。
- 候補者略歴は10行以内で入力する。
- 業績主題を入力する。

2. 業績の概要と推薦理由：1,000字以内にまとめ、入力する。

3. 論文リスト：特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、計15編以内を選び、論文題目、発表誌名、巻号頁、共著者を入力する。

推薦 URL kouseki.jim.or.jp/entry

■58回谷川・ハリス賞 推薦要領

推薦締切 2018年7月2日(月)

推薦者 本会社員(代議員)または、3名以上連名の正員

推薦数 1名の推薦者が推薦出来る候補者数は、1名。

主旨 本賞は次の各項に該当する業績で高温における金属学の基礎的分野または工業技術分野の発展に貢献した方、対象となる業績は研究成果の頂点または集積のいずれでも可。

- 鉄鋼・非鉄金属の製錬
- 金属材料の熱処理に関連する研究
- 金属および非金属の耐熱材料に関する研究
- その他高温における金属学に関する工業的あるいは基礎的研究

推薦方法

1. 推薦フォーム

- 推薦者資格を選択する。
- 入力項目は、全て必須。
- 最終学歴：卒業年次および学校名(学部名)を入力、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて入力する。
- 候補者略歴は10行以内で入力する。
- 業績主題を入力する。

2. 業績の概要と推薦理由：1,000字以内にまとめ、入力する。

3. 論文リスト：特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、計20編以内を選び、論文題目、発表誌名、巻号頁共著者を入力する。

推薦 URL tanikawa-harris.jim.or.jp/entry

■第25回増本量賞 推薦要領

推薦締切 2018年7月2日(月)

推薦者 本会社員(代議員)または、3名以上連名の正員

推薦数 1名の推薦者が推薦出来る候補者数は、1名。

主旨 「機能材料」分野で新KS鋼、センダスト、ハードパーマ、アルフェル、超不変鋼、コエリンパー等幾多の卓越した新素材の発明発見ならびに貴重な研究業績を残された、増本量博士のご功績を永遠に記念し、我が国の金属学界ならびに産業界の進歩発展を熱望された、博士の意志に応えるため「増本量賞」を創設した。

候補者の対象 機能材料分野で卓越した新素材の発明発見ならびに貴重な研究業績を残され、同分野に関する学理または技術の進歩発展に貢献した方。

推薦方法

1. 推薦フォーム

- 推薦者資格を選択する。
- 入力項目は、全て必須。
- 最終学歴：卒業年次および学校名(学部名)を入力、また、大学院修了者は修了年次と大学名も併せて入力する。
- 候補者略歴は10行以内で入力する。
- 業績主題を入力する。
- 2. 業績の概要と推薦理由：1,000字以内にまとめ、入力する。
- 3. 論文リスト：特に主要な論文を「原著論文」「解説論文」「国際会議論文」に分別し、計20編以内を選び、論文題目、発表誌名、巻号頁共著者を入力する。

推薦 URL masumoto.jim.or.jp/entry

第50回研究技術功労賞受賞候補者の推薦依頼

代議員の推薦締切日：2018年7月2日(月)

支部長の推薦締切日：2018年7月10日(火)

推薦者：本会社員(代議員)または支部長

主旨

学校、研究所または工場など現場において、多年にわたり卓越した技術により金属の試験および研究上欠くことが出来ない装置の制作、試料調整、測定および分析などを通じて他の方々の研究成果に大いに貢献したいいわゆる「かげの功労者」を選んで本賞を贈り、その功労に報いんとするものである。

候補者の対象

- 通算30年以上実務に従事した方。
- 受賞時期(2019年春期講演大会)において50歳以上の方。
- 研究遂行上「かげの功労者」として多年にわたり功績著しい方。「かげの功労者」とは、金属の試験および研究上欠くべからざる装置の製作、試料の調整、測定および分析などを通じて研究者の研究成果に大いに貢献した方。
- 企業体において経営者およびそれに準じない人。
- 管理職(民間企業および行政職の公務員では「課長」以上)でない人が望ましいが、管理職の場合には事情説明書を添付する。

提出書類

①推薦書：候補者の要件をチェックの上、推薦下さい。

②推薦理由ならびに実務における功労：

A4版1頁(700字~1,000字程度)にまとめ、別紙として下さい。

送信方法

• E-mailの場合：gaffair@jim.or.jp あてに「研究技術功労賞候補者推薦」と明記の上、Word添付書類で送信下さい。

問合せ先 (公社)日本金属学会 各種賞係

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

E-mail: gaffair@jim.or.jp

2018年秋期講演大会の外国人特別講演および招待講演募集

特別講演

- ・講演者：著名な外国人研究者とする。
- ・講演時間：30分(討論10分)
- ・採択件数：3~4件
- ・滞在費補助：10,000円
- ・その他：大会参加費免除，懇親会招待

招待講演

- ・講演者：有益な講演が期待される国内に滞在する外国人研究者
- ・講演時間：15分(討論5分)
- ・採択件数：5件程度
- ・滞在費補助：なし
- ・その他：講演大会参加費免除

推薦用紙

所定様式(ホームページからダウンロードして下さい。)により、下記メールアドレス宛に「外国人特別講演推薦」と明記し、書類を添付の上送信して下さい。送信後2~3日過ぎても受理メールの無い場合はお問合せ下さい。

推薦書提出期日 **2018年5月31日(木)**

推薦書提出先 日本金属学会 国際学術交流委員会宛

E-mail: gaffair@jim.or.jp

問合先 ☎ 022-223-3685

詳細 までりあ57巻3号127頁

ホームページ：講演大会→2018年秋期講演大会のご案内

日本金属学会主催国際会議企画提案募集

提案締切日 **2018年5月31日(木)**

提案要項 下記事項を記載した文書(A判)をもって、本学会会長宛に申請して下さい。

- (1)会議の名称(和文名・英文名)，(2)会期，(3)開催地・会場予定，(4)会議の目的・特徴，(5)日本開催の経緯と意義，(6)計画概要，(7)準備委員会委員(氏名・所属・役職)，(8)提案(連絡)責任者(氏名・所属・役職・住所・電話・E-mail)

問合先 (公社)日本金属学会 国際会議募集係

E-mail: gaffair@jim.or.jp ☎ 022-223-3685

詳細 までりあ57巻3号127頁

ホームページ：行事の案内→国際会議



若手研究グループ集会

若手研究グループNo.03

第1回若手研究グループ

「多様な先端観察・測定法を用いた組織の定量と力学特性解析への適用」

現在、各種先端観察・測定法が開発され、それぞれの分野でさらなる高度化とその適用範囲の拡大が進められている。本研究会では、構造用材料に対して各手法を相補的に適用する為の基礎指針の確立を目的に、具体例の紹介と検討を行います。参加ご希望の方は下記までお申込み下さい。

日時 **2018年4月27日(金)14:00~19:30** (受付開始13:30)

場所 弘前大学理工学部1号館3階 第5講義室(306号室)

(〒036-8561 弘前市文京町3)

プログラム

—14:00~14:10—

(1) 研究会の紹介 金沢大理工 宮嶋陽司

—14:10~14:50— 座長 宮嶋陽司

(2) 招待講演

ミルフィーユ構造のキンク形成と力学特性—これまでの研究とこれからへの期待—(40) 東工大物質理工 藤居俊之

—15:00~16:00— 座長 紙川尚也

(3) 精密電気抵抗率測定と高精度熱分析を用いた格子欠陥の定量(20) 金沢大理工 宮嶋陽司

(4) 放射光白色X線を用いたエネルギー分散型X線回折法による局所応力分布評価(20) 東工大物質理工 宮澤知孝

(5) 超高圧電子顕微鏡を用いた転位組織の観察(20)

新日鐵住金 首藤洋志

—16:10~16:50— 座長 宮澤知孝

(6) 極低炭素鋼におけるリューダース変形の定量解析(20)

弘前大理工 紙川尚也

(7) デジタル画像相関法によるひずみ分布の可視化(20)

横浜国大工 古賀紀光

—17:00~18:00— 座長 宮嶋陽司

(8) 微細組織制御のための中性子回折手法開発(20)

茨城大理工 小貫祐介

(9) 耐熱合金のクリープ変形の測定と定量的組織観察(20)

九大総理工 山崎重人

(10) 結晶塑性モデルの構築(20)

九大工 奥山彫夢

—18:10~19:30— 総合討論

企画責任者 宮嶋陽司(金沢大)，宮澤知孝(東工大)，

紙川尚也(弘前大)

参加費 無料

申込・問合先 **4月20日(金)**までにE-mailにて氏名・所属・電話番号・メールアドレスを明記の上、お申し込み下さい。

東京工業大学物質理工学 宮澤知孝

E-mail: miyazawa.t.ab@m.titech.ac.jp



特集企画の投稿募集

■Titanium production by molten salt electrochemical process (熔融塩電解によるチタン製造の新展開)

第6回熔融塩によるチタン製錬国際円卓会議(アイスランド, 6月10-13日)の開催を契機に, 熔融塩中での電気化学的な方法によるチタンの新製錬法がさらに深化しているため, これらを俯瞰する解説記事と, 研究最前線の関連論文を収録する。チタン以外の酸化物からの直接製錬や, 熔融塩を用いずにチタンを製造する新しい方法やチタンのリサイクル方法なども関連分野として論文の投稿を期待する。

上記テーマに関する特集を, Materials Transactions 60巻3号(2019年3月発行)に予定しております。多数ご投稿下さいますようお願いいたします。

掲載予定号: 第60巻第3号(2019年)

原稿締切日: 2018年9月3日

- 投稿に際しては, 日本金属学会欧文誌投稿の手引・執筆要領(本会 Web ページ)に従うこと。
- 通常の投稿論文と同様の審査過程を経て, 編集委員会で採否を決定する。
- 著者は, 投稿・掲載費用をご負担願います。(別刷50部寄贈)。

問合せ先 (公社)日本金属学会 欧文誌編集委員会

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

E-mail: editjt@jim.or.jp

http://jim.or.jp/



特集企画の投稿募集

■超伝導材料最前線 —実用化に向けた組織制御技術の進歩—(The Front Line of Superconducting Materials -Advances in Organizational Control Techniques toward Practical Use)

超伝導材料は低温, 強磁場中で電気抵抗ゼロという重要な性質を持つため, 医療用 MRI や素粒子加速器, あるいは磁気浮上列車, 等々において広く応用されている。超伝導材料開発の歴史は長く, その応用範囲を広げるため, 物理的・化学的・工学的な試みが世界各国で継続的に続けられてきた。現在では, 実用材料である金属系超伝導体(NbTi 合金, Nb₃Sn 化合物)に加えて, Bi 系銅酸化物(1988年発見)や希土類系銅酸化物 REBCO(1987年発見)の高温超伝導体, MgB₂ 超伝導体(2001年発見), および鉄系超伝導体(2008年発見)が実用化競争に参列してきている。特に, 高温超伝導体は発見後すでに30年以上が経過し, 冷凍機技術の進歩も相まって, 強磁場発生コイルからモーター, ケーブル等の幅広い応用展開が進んでいる。一方, MgB₂ は組成がシンプル, 鉄系超伝導体は異方性が小さい, という長所があり, それぞれの特徴を活かした実用化研究も並行して行われている。最近では, 超伝導永久電流モードに不可欠な超伝導体同士の接続や従来の Nb₃Sn の特性向上においてもスポットが当てられ, 新たな展開も起こりつつある。超伝導状態の上限を定める臨界温度と臨界磁場は物質固有の性質であるため結晶構造や原子の配列状態に起因するが, 実用上最も重要なパラメータである臨界電流は材料組織に強く依存している。そのため, 超伝導体の種類を問わず, 臨界電流の向上においては金属学分野における組織制御技術の知見が大変重要である。これまで日本金属学会誌では, 2000年代に入ってすでに4回の超伝導材料に関する特集が生まれ, 着実な超伝導材料研究の進歩が報告されてきた。本特集においても材料組織制御の観点から「超伝導材料の最前線」にせまり, 実用化を加速するための一助としたい。

上記テーマに関する特集を, 日本金属学会誌 83巻9号(2019年9月発行)に予定しております。多数ご投稿下さいますようお願いいたします。

掲載予定号: 第83巻第9号(2019年)

原稿締切日: 2019年3月1日

- 投稿に際しては, 日本金属学会誌投稿の手引・執筆要領(本会 Web ページ)に従うこと。
- 通常の投稿論文と同様の審査過程を経て, 編集委員会で採否を決定する。

問合せ先 (公社)日本金属学会誌編集委員会

〒980-8544 仙台市青葉区一番町 1-14-32

☎ 022-223-3685 FAX 022-223-6312

E-mail: editjt@jim.or.jp

http://jim.or.jp/

掲 示 板

〈公募類記事〉

無料掲載：募集人員，締切日，問合せのみ掲載。
 有料掲載：1/4頁(700～800文字)程度。
 ・「まてりあ」とホームページに掲載；15,000円＋税
 ・ホームページのみ掲載；10,000円＋税
 〈その他の記事〉原則として有料掲載。
 ・原稿締切・掲載号：毎月1日締切で翌月号1回掲載
 ・原稿提出方法：電子メールとFAX両方(受け取りメールの確認をして下さい)
 ・原稿送信先：FAX 022-223-6312 E-mail: materia@jim.or.jp

◇第59回本多記念賞，第15回本多フロンティア賞 及び第39回本多記念研究奨励賞受賞者◇

公益財団法人 本多記念会

本多記念会は，平成30年2月2日開催の第166回理事会において，平成30年度の第59回本多記念賞，第15回本多フロンティア賞，第39回本多記念研究奨励賞の受賞者を決定しましたので，お知らせいたします。

なお，贈呈式は，平成30年5月29日(火)13時20分より，東京・神田 学士会館で行う予定です。

1. 第59回本多記念賞(本賞 金メダル，副賞 200万円)

受賞対象研究	先進磁性機能材料の基礎から応用への展開
氏 名	工学博士 深道 和明
現 職	東北大学名誉教授

2. 第15回本多フロンティア賞(褒賞金 各50万円)

受賞対象研究	先端半導体デバイスにおける高信頼性配線材料の開発と自己形成拡散バリア層の発明
氏 名	Ph.D 小池 淳一
現 職	東北大学未来科学技術共同研究センター教授

受賞対象研究	第一原理計算の材料科学への応用と新材料探索
氏 名	工学博士 田中 功
現 職	京都大学大学院工学研究科教授

3. 第39回本多記念研究奨励賞(褒賞金 各30万円)

受賞対象研究	多孔質金属を用いて作製した2次元グラフェンの特徴を良く維持した3次元グラフェンによる応用研究の開拓
氏 名	博士(理学) 伊藤 良一
現 職	筑波大学数理工学系准教授

受賞対象研究	第一原理計算に基づいた半導体物性理論の構築
氏 名	博士(工学) 熊谷 悠
現 職	東京工業大学元素戦略研究センター特任准教授

受賞対象研究	次世代エネルギーデバイスの創成に向けたイオン導電性材料の研究
氏 名	博士(理学) 小林 玄器
現 職	自然科学研究機構分子科学研究所特任准教授

受賞対象研究	ホイスラー合金ハーフメタル材料の基礎とデバイス応用に関する研究
氏 名	博士(工学) 桜庭 裕弥
現 職	国立研究開発法人物質・材料研究機構主任研究員

受賞対象研究	電子線ホログラフィーの高度化と磁気微細構造の精密解析
氏 名	博士(理学) 谷垣 俊明
現 職	株式会社日立製作所研究開発グループ主任研究員



新 入 会 員

(2018年1月23日～2018年2月20日)

正 員

江 原 祥 隆 エルケムジャパン株式会社 白 川 理 恵 株式会社アグネ技術センター 岩 元 洋 介 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構
 佐々木卓也 住友重機械工業株式会社 辰 巳 亮 太 地方独立行政法人大阪産業技術研究所 大石毅一郎 京都大学

学 生 員

森 凌太郎 東海大学 田 嶋 慎 也 京都大学

外国一般会員

Kim Hongin SHIH CHUN-CHAO
 Korea Institute of Geoscience and Mineral National Cheng Kung University/China
 Resources (KIGAM), Steel Corporation

日本金属学会誌掲載論文

Vol. 82, No. 4 (2018)

—論文—

IF 鋼/ポリエチレン/IF 鋼積層板の力学特性評価
星野智顕 井上博史

GaN の添加による CrN の硬度改善とその固溶限評価
水野遊星 中山忠親 末松久幸 鈴木常生

Mg-Al-Ca ダイカスト合金における微細 C15-Al₂Ca
相による析出分散強化
野本朝輝 柏瀬早季子 中川恭輔 久澤大夢 寺田芳弘

脆性破壊のための確率論的モデルとシャルピー吸収エ
ネルギーの統計的性質
松田伸也 高橋 学

LPSO 相を含む延性二相マグネシウム合金の高温ク
リップ機構
藤原雅美 高木秀有 東田賢二

レーザー熱処理を用いたミクロ組織制御によるステンレ
ス鋼箔の疲労寿命の改善
西原隆行 神園知季 倉敷哲生 森 裕章

—ラピッドパブリケーション—

HDDR 処理を施した異方性 Nd-Fe-B 磁石粉末の微
細構造と保磁力に及ぼす DR 温度の影響
滝沢里奈 赤嶺大志 板倉 賢 西田 稔
片山信宏 森本耕一郎

Materials Transactions 掲載論文

Vol. 59, No. 4 (2018)

—Overview—

Crystallography and Energetics of Second Phases
and Interfaces Masaharu Kato

—Special Issue on Advanced Structural
Materials for Extremely High Temperature
Applications in Future—

Effect of Microstructural Continuity on Room-
Temperature Fracture Toughness of ZrC-Added
Mo-Si-B Alloys
Shunichi Nakayama, Nobuaki Sekido, Sojiro Uemura,
Sadahiro Tsurekawa and Kyosuke Yoshimi

Effects of Process Control Agents on the Mechani-
cal Alloying Behavior of Nb-Ti-Si Based Alloy
Lijing Zhang and Xiping Guo

Grain Boundary Sliding-Induced Creep of Powder
Metallurgically Produced Nb-20Si-23Ti-6Al-3Cr-
4Hf C. Seemüller and M. Heilmair

Influence of Atomic Size Factors on the Phase
Stability of Laves Phase in Nb-Cr-Ni-Al and Nb-V-
Ni-Al Phase Diagrams
Takuya Yamanouchi and Seiji Miura

Microstructural Investigation of Oxidized Com-
plex Refractory High Entropy Alloys

Kai-Chi Lo, An-Chou Yeh and Hideyuki Murakami

Effect of Cr on the Oxidation Resistance of Co-
Based Oxide Dispersion Strengthened Superalloys

Hao Yu, Shigeharu Ukai, Shigenari Hayashi and
Naoko Oono

—Regular Article—

Materials Physics

Numerical Analysis of Effects of Compressive
Strain on the Evolution of Interfacial Strength of
Steel/Nickel Solid-State Bonding

Kittipan Pongmorakot, Shoichi Nambu and
Toshihiko Koseki

Isothermal Section of Ga-Ru-Cu Ternary Phase
Diagram at 1073 K: Formation of New Ternary
Phase, Ga₄Ru₃Cu, and Its Structural Relation with
the GaRu β -Phase

Takanobu Hiroto, Kazuya Honda,
Kazue Nishimoto, Koichi Kitahara and Kaoru Kimura

Description of Thermal Vacancies in the CAL-
PHAD Method

Taichi Abe, Kiyoshi Hashimoto and
Masato Shimono

Tunnel-Type Magneto-Dielectric Effect and Its
Annealing Study in Co-SiO₂ Granular Films

Yang Cao, Nobukiyo Kobayashi, Shigehiro Ohnuma and
Hiroshi Masumoto

Microstructure of Materials

Effects of Scandium and Zirconium Addition on
Recrystallization Behavior of Al-Mg-Si Alloy

Ken-ichi Ikeda, Takuya Takashita, Ryutaro Akiyoshi,
Satoshi Hata, Hideharu Nakashima, Kazuhiro Yamada and
Kenji Kaneko

Mechanics of Materials

Fabrication of Electrodeposited Permalloys with
High Strength and High Ductility

Mizuki Kanetake, Yorinobu Takigawa, Tokuteru Uesugi
and Kenji Higashi

Plastic Deformation Behavior of Mg-Y Alloy Sin-
gle Crystals Observed Using *In Situ* Brinell Inden-
tation

Takahiro Mineta, Seiji Miura, Kazuhiko Oka
and Tatsuya Miyajima

Effect of Sintering Temperature on Fatigue Crack
Propagation Rate of Sintered Ag Nanoparticles

Ryo Kimura, Yoshiharu Kariya, Noritsuka Mizumura and
Koji Sasaki

Lead-Based Anodes for Copper Electrowinning:
Effect of Grain Size on Mechanical and Anticorro-
sion Properties

Carlos Camurri, Claudia Carrasco,
Yasmin Maril and Jonathan Peralta

Microstructure and Compressive Properties of
Aluminum Foams Made by 6063 Aluminum Alloy
and Pure Aluminum

Tong Shi, Xiang Chen,
Ying Cheng, Yuan Liu, Huawei Zhang and Yanxiang Li

Materials Chemistry

Equilibrium Modeling for Solvent Extraction of Nickel and Ammonia from Alkaline Media with the Extractant LIX84-I

Shubin Wang, Jie Li, Hirokazu Narita and Mikiya Tanaka

Effect of Cr Diffused Layer Formed by AIH-FPP Treatment on Adhesion of DLC Films to a Carbon Steel Substrate

Shogo Takesue, Hiroyuki Akebono, Mizuki Furukawa, Shoichi Kikuchi, Jun Komotori and Hirorou Nomura

Visible-Light-Assisted Silver Ion Reduction through Silver Diammine and Citrate Aggregation, and Silver Nanoparticle Formation

Kazuhiro Hashiguchi, Masashi Kamiya and Hisanori Tanimoto

Materials Processing

Numerical Analysis of Effect of Pin Tip Radius on Residual Stress Distribution in Ultrasonic Impact Treatment

Takahiro Ohta

Influence of Additives on Surface Roughness at Turned End Face of Fe-Cu-C Sintered Steel

Kouichi Nushiro

Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Gd-Y-Zn-Zr Alloy Prepared by Repetitive Upsetting and Extrusion

Zhimin Zhang, Yue Du, Guanshi Zhang, Zhaoming Yan, Jianmin Yu and Mu Meng

Engineering Materials and Their Applications

Pseudo-Superplastic Characteristics of ZK60 Alloy with Fibrous Microstructure

Cheng-Yu Wang, Jian-Yih Wang, Akhmd Saufan and Yen-Pei Fu

Magnetostrictive Fe-Ga Wires for Application in the High-Temperature Waveguide Device

Jiheng Li, Mingming Li, Xing Mu, Xiaoqian Bao and Xuexu Gao

Microstructure and High Temperature Charge-Discharge Characteristics of 3D Additive Manufacturing Produced Mg-Ni Anode

Yen-Ting Chen, Fei-Yi Hung, Truan-Sheng Lui and Huey-Pyng Tan

—Rapid Publication—

Dependence of Reduction Behavior of Ti in Molten CaCl₂ on Various Calcium Titanate

Haruka Okada, Kakeru Shimokawa, Taiki Morishige and Toshihide Takenaka

Clinching of Similar and Dissimilar Sheet Materials of Galvanized Steel, Aluminium Alloy and Titanium Alloy

Mingming Chu, Xiacong He, Jie Zhang and Lei Lei

Guideline for Appropriate Submission of Paper to Avoid Multiple Submissions

～日本金属学会誌, Mater. Trans. へ投稿しませんか?～

◎日本金属学会誌および Mater. Trans. は、会員、非会員問わず投稿することができます。掲載論文充実化のため、レビュー、オーバerview、技術論文など多くの種別を取り入れております。会誌の投稿・掲載費用は無料です。詳細は、本会ホームページ → [会誌](#) or [Mater. Trans.](#) のページをご覧ください。皆様のご投稿をお待ちしております。



まてりあ 第57巻 第5号 予告

[紹介] 2018年春受賞者紹介, 2018年度新役員紹介
[学会賞受賞記念講演]

極限状態下(強磁場, 高圧力)におけるマルテンサイト変態, 拡散変態および1次の磁気転移とそれらの電子論的解釈 ……掛下知行

[本多記念講演] 高温融体の界面物理化学の深化—“Capillary Metallurgy”の構築を目指して— ……田中敏宏

[新進気鋭] 磁性材料研究から触媒研究への挑戦 —触媒分野参入の手引き— ……小嶋隆幸

—他—

(編集の都合により変更になる場合がございます)

行事カレンダー

太字本会主催(ホームページ掲載)

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
4月				
27	第1回若手研究グループ「多様な先端観察・測定法を用いた組織の定量と力学特性解析への適用」(弘前大)(本号184頁)	日本金属学会・若手研究グループ No.03	miyazawa.t.ab@m.titech.ac.jp	4.20
5月				
1	日本金属学会東北支部 平成30年度第1回支部会議(総会)(東北大)(3号130頁)	東北支部	東北大学多元研 TEL/FAX 022-217-5177 j-gawara@tagen.tohoku.ac.jp	4.13
12~11.10 (全7回)	セラミックス大学2018(CEPRO2018)(東工大他)	日本セラミックス協会教育委員会	TEL 03-3362-5231 cersj-kyouiku@cersj.org http://www.ceramic.or.jp/	定員120名
15~16	第34回希土類討論会(東京)	日本希土類学会	TEL 06-6879-7352 kidorui@chem.eng.osaka-u.ac.jp http://www.kidorui.org/	
21~23	トライボロジー会議2018 春 東京 (東京)	日本トライボロジー学会	TEL 03-3434-1926 jast@tribology.jp http://www.tribology.jp/	
22~25	第54回真空技術基礎講習会(和泉)	大阪府技術協会他	TEL 0725-53-2329 g-kyoukai@dantai.tri-osaka.jp http://www.vacuum-jp.org/	
25	第3回マルチスケール材料力学シンポジウム(高知工科大)	日本材料学会	http://www.jsms.jp	講演 2.9
25~27	軽金属学会第134回春期大会(熊大)	軽金属学会	TEL 03-3538-0232 http://www.jilm.or.jp/	参加予約 4.19
31~6.2	平成30年度塑性加工春季講演会(東京)	日本塑性加工学会	http://www.jstjp.jp	
6月				
6~8	第23回計算工学講演会(名古屋)	日本計算工学会	TEL 03-3868-8957 office@jcsces.org http://www.jcsces.org/koenkai/22/	
7, 21	第233・234回西山記念技術講座 鉄鋼業における地球温暖化対策の未来~LCAと他業界からそのヒントを探る~(大阪)(早稲田大)	日本鉄鋼協会	TEL 03-3669-5933 educact@isij.or.jp https://www.isij.or.jp/muwguz8rx	
11~12	平成30年度溶接入門講座(東京)	溶接学会	TEL 03-5825-4073 jws-info@tg.rim.or.jp http://www.jweld.jp/	
14~15	第23回動力・エネルギー技術シンポジウム(宇部)	日本機械学会	TEL 03-5360-3505 http://www.jsme.or.jp/	講演 2.23
26~28	第65回表面科学基礎講座(東京理科大)	日本表面科学会	TEL 03-3812-0266 shomu@sssj.org http://www.sssj.org	6.20
28~29	第12回核融合エネルギー連合講演会一(大津)	プラズマ・核融合学会, 日本原子力学会	TEL 052-735-3185 plasma@jspf.or.jp http://www.jspf.or.jp/12rengo/	
7月				
1~6	6th International Indentation Workshop (IIW6)(北大)	IIW6 実行委員会	TEL 029-851-3354(6426) iiw6_2018@nims.go.jp	
3~4	第28回電子顕微鏡大学(東大)	日本顕微鏡学会	jsm-denken@bunken.co.jp http://microscopy.or.jp/univ/	6.15
9~12	The 6th International Conference on the Characterization and Control of Interfaces for High Quality Advanced Materials (ICCCI2018)(倉敷)	紛体工学会	TEL 045-339-3959 http://ceramics.ynu.ac.jp/iccci2018/ iccci2018@ml.ynu.ac.jp	
12~13	第52回X線材料強度に関するシンポジウム(静岡)	日本材料学会	TEL 055-243-6111 yatsushiro-vvm@pref.yamanashi.lg.jp	講演 3.9
31~8.2	第24回結晶工学スクール(2018年)(東京農工大)	応用物理学会	TEL 03-3828-7723 divisions@jsap.or.jp http://annex.jsap.or.jp/kessho/index.html	7.9
8月				
5~8	15TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON FUNCTIONALLY GRADED MATERIALS —Structural Sector Approaches for New Functionalities and Durability—(北九州)	傾斜機能材料研究会	TEL 052-735-5293 fgms_2018@f-jast.or.jp http://www.fgms.net/isfgms2018	
8~12	6th International Solvothermal & Hydrothermal Association Conference (ISHA2018)(東北大)	東北大学 多元物質科学研究所	TEL 022-217-6322 isha2018@grp.tohoku.ac.jp http://www2.tagen.tohoku.ac.jp/general/event/ISHA2018/	発表 2.28
22	2018年茨城講演会(茨城大学)	日本機械学会関東支部	TEL 03-5360-3500 kt-staff@jsme.or.jp	
29~31	平成30年度工学教育研究講演会(名工大)	日本工学教育協会他	TEL 03-5442-1021 kawakami@jsee.or.jp https://www.jsee.or.jp/	
9月				
5~7	日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム(名工大)	日本セラミックス協会	TEL 03-3362-5232 fall31@cersj.org http://www.ceramic.or.jp/ig-syuki/31/	
19~21	日本金属学会秋期講演大会(東北大学川内北キャンパス)(仙台)	日本金属学会	TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312 annualm@jim.or.jp	

開催日	名称・開催地・掲載号	主催	問合せ先	締切
10月				
14～18	第9回材料電磁プロセッシング国際シンポジウム(EPM2018)(兵庫)	日本鉄鋼協会	TEL 03-3669-5932 ryo@isij.or.jp http://www.epm2018.org/index.html	
18～19	キャビテーションに関するシンポジウム(第19回)(北大)	日本学術会議第三部	TEL 011-706-6430(直通) masao.watanabe@eng.hokudai.ac.jp http://cavitation19.sakura.ne.jp/index.html	講演 6.4
25～27	結晶塑性の原子過程に関する国際シンポジウム—結晶強度の定量的理解に向けて—(東大)(3号130頁)	日本学術振興会産学協力第133委員会	TEL 03-5452-6111 yasushi@iis.u-tokyo.ac.jp http://www.apcp.iis.u-tokyo.ac.jp	
30～11.2	The 13th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics(Taiwan)	日本実験力学会	TEL 025-368-9310 office-jsem@clg.niigata-u.ac.jp https://2018-13th-isem.webnode.tw/	
12月				
5	エコデザイン・プロダクツ&サービスシンポジウム2018(EcoDePS2018)(早稲田大)	エコデザイン学会 連合	secretariat@ecodenet.com http://ecodenet.com/EcoDePS2018/	
2019年6月				
2～7	世界水素技術会議2019(東京)	水素エネルギー協会	TEL 029-861-8712 org@whtc2019.jp http://whtc2019.jp	

「まてりあ」特集今後の予定

〈特集テーマ〉

◇ハイエントロピー合金の研究最前線

57巻7号

◇熱力学計算による構造材料の設計と展開

57巻9号

～編集の都合により、変更になる場合もございます。～



事務局からのお知らせ(予告)

今後の講演大会は、下記開催を予定しております。正式決定次第、会告申し上げます。

- 2018年秋期講演大会
日程：2018年9月19日(水)～21日(金)
場所：東北大学川内北キャンパス(仙台)
- 2019年春期講演大会
日程：2019年3月中旬
場所：東京電機大学東京千住キャンパス
- 2019年秋期講演大会
日程：2019年9月11日(水)～13日(金)
場所：岡山大学津島キャンパス(岡山)

まてりあ 第57巻 第4号(2018) 発行日 2018年4月1日 定価(本体1,700円+税)送料120円
年間機関購読料金52,400円(税・送料込)

発行所 公益社団法人日本金属学会

発行人 山村英明

〒980-8544 仙台市青葉区一番町一丁目14-32

印刷所 小宮山印刷工業株式会社

TEL 022-223-3685 FAX 022-223-6312

発売所 丸善雄松堂株式会社

〒105-0022 東京都港区海岸 1-9-18

広告のご案内

春期・秋期講演大会プログラム

後付〉1色1P ¥70,000 1/2P ¥40,000

★★★ 各講演大会では、「付設展示会」も開催致します ★★★

【講演大会・開催予定】

2018年秋期講演大会

会期：2018年9月19日(水)～21日(金)

会場：東北大学・川内キャンパス

2019年春期講演大会

会期：2019年3月中旬

会場：東京界限

2019年秋期講演大会

会期：2019年9月11日(水)～13日(金)

会場：岡山大学・津島キャンパス

まてりあ（会報）

前付〉1色1P ¥100,000 1/2P ¥60,000

後付〉1色1P ¥95,000 1/2P ¥55,000

※表紙回り、カラー料金等お問い合わせ下さい。

※金額は全て税別です。

— 広告ご掲載についてのお問い合わせ・お申込み —

株式会社 明 報 社

〒104-0061 東京都中央区銀座7-12-4 友野本社ビル

TEL：03-3546-1337 FAX：03-3546-6306

E-mail：info@meihosha.co.jp HP：www.meihosha.co.jp

ALLOYS & METALS

品名	純度	形状	品名	純度	形状	品名	純度	形状
純金属			高純度金属			中間合金		
高純度アルミニウム	99.99%	約1kgインゴット	アルミニウム	99.999%	粒状100g入	燐	P>14.5%	粒状
アルミニウム	>99.7%	〃	アルミニウム	〃	約100g塊	シリコン	Si 15%	約1kgインゴット
アルミニウム粒	99.99%	粒状1kg入	銀	99.999%	粒状	マンガン	Mn 25%	〃
アルミニウム粉	99.7%	粉末	ビスマス	99.9999%	粒状100g入	マグネシウム	Mg 50%	約800gインゴット
銀	99.99%	粉状	ビスマス	〃	約100g塊	クロム	Cr 10%	約1kgインゴット
ボロンクリスタル	99.4%	3~8mm小塊	高純度クロム(4N5)	99.995%	薄片状	テルル	Te 50%	〃
ボロンアモルファス	95~97%	粉末	無酸素銅	99.99%	10X10X1mm	コバルト	Co 10%	〃
ビスマス	99.99%	針状	鉄(マイロンSHP)	99.99%	25X25X2mm	ニッケル	Ni 30%	〃
コバルト粒(ロシア産)	99.93%	粒状	ガリウム	99.9999%	粒状25g入	鉄	Fe 10%	〃
電解コバルト(従来品)	99.9%	フレーク状	ゲルマニウム	99.999%	約50g塊	チタン	Ti 25%	〃
電解コバルト(FB)	99.9%	約25X25X10mm	インジウム	99.999%	粒状100g入	ジルコニウム	Zr 50%	〃
金属クロム	99%	塊状	インジウム	〃	約100g塊	ボロン	B 2%	粒状
電解クロム	99%	薄片状	マンガン	99.999%	薄片状	アルミ銅	Cu 40%	約5~7kgインゴット
クロム粉	99%	粉末500g入	錫	99.999%	粒状100g入			
電気銅	99.99%	約25X50X10mm	錫	〃	約100g塊			
電解鉄(アトミロンMP)	99.9%	小片状	アンチモン	99.9999%	粒状100g入	アルミマグネシウム	Mg 20%	約2kgインゴット
電解鉄(アトミロンYL)	〃	小片状25kg入	アンチモン	〃	約100g塊	アルミマンガン	Mn 10%	約5kgインゴット
電解鉄(アトミロンFP)	〃	〃	テール	99.9999%	粒状100g入	アルミニウム	Ni 20%	〃
電解鉄(アトミロンXL)	〃	〃	テール	〃	約100g塊	アルミクロム	Cr 5%	〃
電解鉄粉	99%	粉末1kg入	テール	〃	約100g塊	アルミチタン	Ti 5%	約4~5kgインゴット
ハフニウム	99.8%	スポンジ小塊	テール	〃	約100g塊			
インジウム	99.99%	塊状	テール	〃	約100g塊	アルミシリコン	Si 25%	〃
マグネシウム	99.99%	約200g塊	テール	〃	約100g塊	アルミコバルト	Co 5%	〃
電解マンガン	99.9%	薄片状	テール	〃	約100g塊	アルミモリブデン	Mo 5%	〃
モリブデン粉	99.9%	粉末	テール	〃	約100g塊	アルミタンゲステン	W 2.5%	〃
ニオブグラニュー	99.9%	3~10mm小塊	テール	〃	約100g塊	アルミベリリウム	Be 2.5%	約50gインゴット
ニオブ粉	〃	粉末	テール	〃	約100g塊	アルミ鉄	Fe 50%	塊状
電気ニッケル	99.99%	25X25X10mm	テール	〃	約100g塊	アルミジルコニウム	Zr 5%	約5kgインゴット
ニッケルペレット	99.97%	6~12mm球状	テール	〃	約100g塊	アルミボロン	B 4%	約200gインゴット
レニウム粉	99.99%	粉末	テール	〃	約100g塊	アルミバナジウム	V 50%	小塊状
ルニウム粉	99.9%	〃	テール	〃	約100g塊	アルミストロンチウム	Sr 10%	約100gインゴット
アンチモン	99.9%	塊状	テール	〃	約100g塊	アルミカルシウム	Ca 10%	約2.5kgインゴット
金属シリコン	99%	〃	テール	〃	約100g塊	ニッケルボロン	B 15%	塊状
錫	99.99%	約1kgインゴット	テール	〃	約100g塊	ニッケルニオブ	Nb 60%	〃
タンタル塊	99.9%	粒状	テール	〃	約100g塊	ニッケルマグネシウム	Mg 50%	約1.5kgインゴット
タンタル粉	〃	3~10mm小塊	テール	〃	約100g塊	コバルトボロン	B 15%	塊状
テール	99.99%	小塊	テール	〃	約100g塊	燐	P 5%	インゴット
スポンジチタン	99.7%	スポンジ塊	テール	〃	約100g塊			
チタン板	JIS 1種	250X250X1mm	テール	〃	約100g塊			
バナジウム	99.7%	3~10mm小塊	テール	〃	約100g塊			
バナジウム粉	99.9%	粉末	テール	〃	約100g塊			
タンゲステン粉	99.9%	〃	テール	〃	約100g塊			
タンゲステンクラップ	99%	板状	テール	〃	約100g塊			
亜鉛	99.99%	約2kgインゴット	テール	〃	約100g塊			
亜鉛粒	〃	粒状	テール	〃	約100g塊			
ジルコニウム	>99.5%	スポンジ塊	テール	〃	約100g塊			
			レアアースメタル			Uアロイ(低融点合金)		
			イトリウム	99.9%	塊状、削状、粉状	Uアロイ 47	融点47±2°C	約500gインゴット
			ランタン	〃	〃	Uアロイ 60	60±2°C	〃
			プラセオジウム	〃	〃	Uアロイ 70	70±2°C	〃
			ネオジウム	〃	〃	Uアロイ 78.8	78.8±2°C	〃
			サマリウム	〃	〃	Uアロイ 91.5	91.5±2°C	〃
			イッテルビウム	〃	〃	Uアロイ 95	95±2°C	〃
			テルビウム	〃	〃	Uアロイ 100	100±2°C	〃
			ジスプロシウム	〃	〃	Uアロイ 124	124±2°C	〃
			ホルミウム	〃	〃	Uアロイ 150A	150±2°C	〃
			エルビウム	〃	〃			
			ガドリニウム	〃	〃			
			ツリウム	〃	〃			
			ルテチウム	〃	〃			
			セリウム	〃	〃			
			ユーロピウム	〃	〃			
			ミッシュメタル	TRE>97%	塊状のみ 5.4φX6mm 200g入			
			フェロアロイ					
			フェロモリブデン	Mo 60%	塊状			
			フェロニオブ	Nb 60%	〃			
			フェロバナジウム	V 80%	〃			
			フェロボロン	B 20%	〃			
			カルシウムシリコン	Ca30%Si60%	小塊状			

お問い合わせは、必ず下記事項をご記入の上、FAXしてください。

「社名」または「大学名」、および「所属と名前」、個人の方は「名前」
 「郵便番号・住所・電話・FAX」・「商品名・純度・形状・希望数量」
 見積・注文でお急ぎの場合は「至急」と明記して下さい。

FAX (03)
3294-9336

株式会社 **平野清左衛門商店**

〒101-0047 東京都千代田区内神田1丁目5番2号 TEL(03)3292-0811

商品の詳細はホームページでご覧になれます。
<http://1921seizaemon.jp/>

●土曜・日曜・祭日休業 ●手形取引はいたしません
 ●輸出はせず国内取引のみ

高温真空 3000°Cへの挑戦

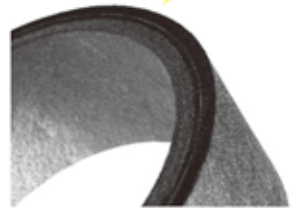
URL:<http://www.mechanical-carbon.co.jp/>

- 高純度カーボングラファイト部品(純度5ppm以下)
- C/C(カーボン・カーボン)材による精密加工
- カーボン成形断熱材、カーボンフェルト
- MGR回転式脱ガス装置用ローター
- 高温真空炉 炉内メンテナンス
- メカニカルシール、パッキン等の摺動部品修理・改造

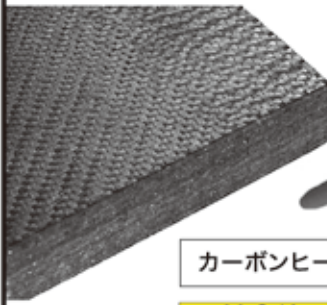


炉の改修

ハイブリット成形断熱材



高断熱+省エネ



6面シート
貼り



カーボンフェルト

カーボンヒーター、カーボン断熱材、高温真空炉内治具、消耗品等のご相談はスペシャリストにお任せください。



メカニカルカーボン工業株式会社

本社:247-0061 神奈川県鎌倉市台5-3-25 TEL.0467-45-0101 FAX.0467-43-1680
工場:新潟工場・本社工場・野村工場(愛媛)・広見工場(愛媛) 事業所:郡山・東京・大阪・松山・周南・福岡
お問い合わせEメール mck@mechanical-carbon.co.jp

試験雰囲気ガス中の酸素濃度のコントロール・測定に!!

高濃度 (10^5PaO_2) から極低濃度 (10^{-25}PaO_2) まで酸素をコントロール測定します。

酸素分圧 & 雰囲気制御試験炉



SiOAF-200C

NEW
管状炉付酸素分圧
コントローラー

- 簡便な GUI によりタッチパネル、ネットワーク、PC から容易に温度、雰囲気、酸素分圧等のプログラムパターン運転が可能です。
- 酸素分圧コントロールユニット(オプション)の付加により高濃度 (10^5Pa) から極低濃度 (10^{-25}Pa) までの酸素分圧を制御できます。
- 最大3ガス種までの雰囲気ガスを接続し、任意のタイムプログラムにて雰囲気調整できます。
- 均熱長 120mm / 1ゾーン制御炉から均熱長 300mm の3ゾーン制御炉まで対応できます。

SiOC-200CB
(循環型)



酸素分圧コントローラー

- 本装置はジルコニア酸素ポンプに不活性ガスを流し、ガス中の酸素濃度を制御します。
- 酸素濃度のコントロールは酸素ポンプと酸素センサーを組み合わせた PID 式フィードバック回路により制御されます。
- 不活性ガス中の酸素濃度は $10^5 \sim 10^{-25} \text{PaO}_2$ (タイプ C 循環型) の範囲で制御します。

特注品(流量、試料処理部付/イメージ炉、真空チャンバー)などにも対応します。

SiOS-200C
(コンパクトタイプ)



高感度酸素センサー

- 極低酸素分圧領域 $10^5 \sim 10^{-25} \text{Pa}$ における研究開発に使用できます。
- 高分解能測定回路の採用により、測定レンジの切替をせずに、広範囲酸素分圧をダイレクト測定できます。
- 測定ガスサンプリングポンプを付属したタイプ (SiOS-200P) も揃えています。

走査型オージェ電子分光分析装置 Auger Electron Spectroscopy

PHI 710 *Scanning Auger Nanoprobe*



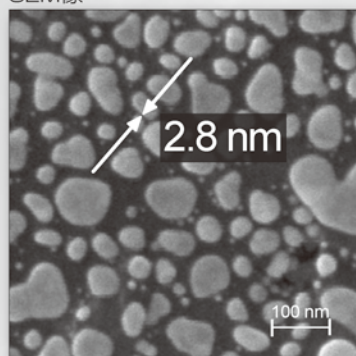
CMA 型 AES

- 高感度・高スループット分析
- 電流値 1 nA (オージェ分析可能) で AES 分解能 ≤ 8 nm
- 高エネルギー分解能測定 (CMA 使用)



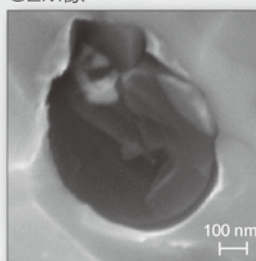
SEM 分解能 ≤ 3 nm, AES 分解能 ≤ 8 nm

SEM像

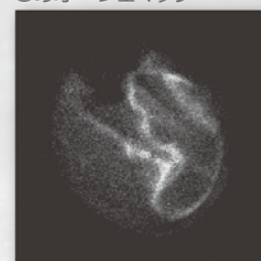


グラファイト上の金粒子における SEM分解能測定 (25 kV 0.2 nA)

SEM像



Sのオージェマップ



ダクタイル鋳鉄断面の粒界介在物の分析

アルバック・ファイ株式会社

本社・工場 〒253-8522 茅ヶ崎市萩園2500 TEL:0467-85-4220 (国内営業部) FAX:0467-85-4411
大阪営業所 〒532-0003 大阪市淀川区宮原3-3-31 上村ニッセイビル5階 TEL:06-6350-2670 FAX:06-6350-2980

www.ulvac-phi.com