



## 「シナジーセラミックス」第2期 研究開発の展開

首席研究官 神崎修三

産学官の有機的連携の下、平成6年度に開始された産業科学技術研究開発制度「シナジーセラミックス」プロジェクトは、平成10年度で第1期計画が終了した。本年度からは第2期計画（平成15年度までの5年間）が進行している。本プロジェクトは、高次構造制御技術を用いて、相反する特性の調和や種々の機能を同時付与した革新的な材料（シナジーセラミックス）の創製技術の確立を目標としている。第1期においては、高次構造制御技術の基礎的研究開発と支援技術としての解析・評価技術の開発を行った。その結果、高強度・高靱性に高熱伝導性を付与した窒化ケイ素セラミックス、ナノオーダーの一次元貫通気孔を有する多孔質膜、有機成分の導入による可撓性セラミックス等の開発に成功している。そして、その成果が平成9年度に実施された産業技術審議会評価部会の評価委員会において、「非常に優れていると判断されるので、更なる研究継続が望まれる」との評価を受けた。一方、「より一層の連携強化をめざした研究体制の整備」、「研究対象を絞り込み定量的な開発目標の設定」、「具体的な実用化イメージの明確化」、等の提言がなされた。これらを踏まえ、第2期研究開発では、エネルギー・環境分野への波及効果が特に期待される材料及び部材開発に不可欠な設計技術に対象を絞り込んだ。即ち、研究開発体制を、第1期の22研究テーマを高温エネルギー材料技術、超精密材料技術、高機能能動材料技術、及び先端評価・設計技術の4グループに整理統合し、連携の強化と研究の効率化を図っている。

高温エネルギー材料技術では、耐熱・耐食性、損傷・変形許容性等を兼ね備えた高強度多孔材料（高

耐性耐熱材料）並びに流体透過機能と高温耐性機能を合わせ持つ材料（流体透過機能材料）の開発とともに、高温ガスタービン用部材、発電プラント用脱塵フィルター等の実部材への適用化技術の開発を目指している。

また、超精密材料技術では、高速・大型回転機械の摺動部材への適用を想定し、強度、靱性、耐摩耗性に優れた軸材料並びに固体摩擦抵抗が小さく熱伝導率が高い軸受材料の開発とともに、自動車やコージェネレーション用エンジンの各種摺動部品、切削工具等の実部材への適用化技術の開発を目指している。

さらに、高機能能動材料技術では、有害物質の選択浄化機能と環境エネルギー変換利用機能を融合した、外部駆動電源を必要としない自己完結型浄化セラミックス材料の開発とともに、高性能電力機器、分散静置型発電機器、環境センシングデバイス等の実部材への適用化技術の開発を目指している。

一方、先端評価・設計技術では、制御された不均質構造を有するセラミックスの微小領域における応力・歪み、破壊挙動を解析し、複雑な構造を有する材料のミクロな材料評価情報をマクロな部材設計に反映させる技術（ミクロ・マクロブリッジング技術）の開発をめざしている。

なお、これらのうち、3つの材料化技術グループは今年度後半より、名古屋市が志段味に建設中の先端技術連携リサーチセンターに研究拠点を移すとともに、より一層の連携強化を図る。このような材料研究を通して、今後ともエネルギー・環境問題等の解決に向けて努力して行く所存である。

# セラミックスの高靱化と粒子配合

構造プロセス部構造評価研究室 山内幸彦

セラミックスは高温構造材料として種々の優れた特性を有しているが、非常にもろいという欠点があるために、実際の利用が進んでいない。そこで、もろさを改善するための高靱化研究が数多く行われてきた。中でも棒状粒子による粒子架橋現象は、高靱化に対する寄与が大きいことから、特に窒化ケイ素系セラミックスにおいて積極的に利用されている。この粒子架橋現象を最大限利用し、靱性を飛躍的に向上させるには、粒子架橋による高靱化機構の解明とその結果に基づく材料構造設計が不可欠である。このような考えから、構造プロセス部構造評価研究室ではシナジーセラミックス研究所と共同で粒子架橋現象のモデル化とそのモデルを用いた数値解析を行ってきた。

図1は窒化ケイ素系セラミックスの棒状粒子を想定した架橋状態の概念図である。一般的な解析では、棒状粒子はき裂面に直交して存在すると仮定し、粒子と母材が完全にはく離した後両者の間の摩擦力により架橋応力が発生すると考えられている。しかし、実際の架橋粒子は図1のようにき裂面法線方向に対

して傾いているのが普通である。このような場合、架橋粒子と引き抜きあとのかみ合いが起こるが、かみ合いによって生じる架橋応力は単純な摩擦力だけの場合に比べてはるかに大きいと予想される。そこで、本研究では図1のように架橋粒子がき裂面法線方向に対して  $\theta$  傾いて存在する状態を2体の接触問題として捉え、有限要素法により架橋応力の解析を行った。また、個々の架橋粒子の応力解析結果から、仮定した材料構造条件下でのき裂進展抵抗挙動（R曲線、き裂の成長に伴う靱性値の変化）を求めた。図2は架橋粒子の配向性を変化させた場合のき裂進展抵抗挙動の変化を示している。この図から、き裂面法線方向に架橋粒子を揃えると、破壊抵抗の最大値は大きくなるものの、R曲線の立ち上がりは緩やかになると予測される。材料が使われる状態によって必要とされる特性も異なるが、このような解析結果は目的とするき裂進展特性や破壊挙動を実現するための材料構造制御指針を与えるものである。今後は三次元での解析に発展させ、より精度の高い特性予測を行う予定である。

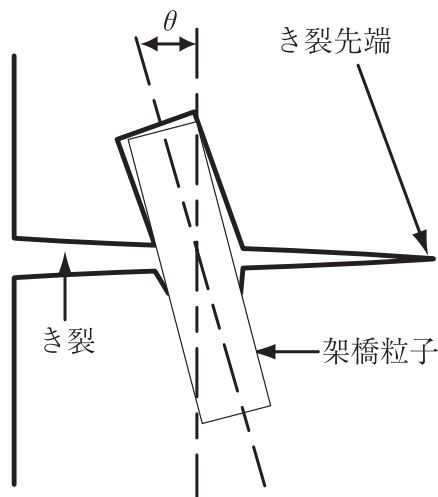


図1 粒子架橋の概念図

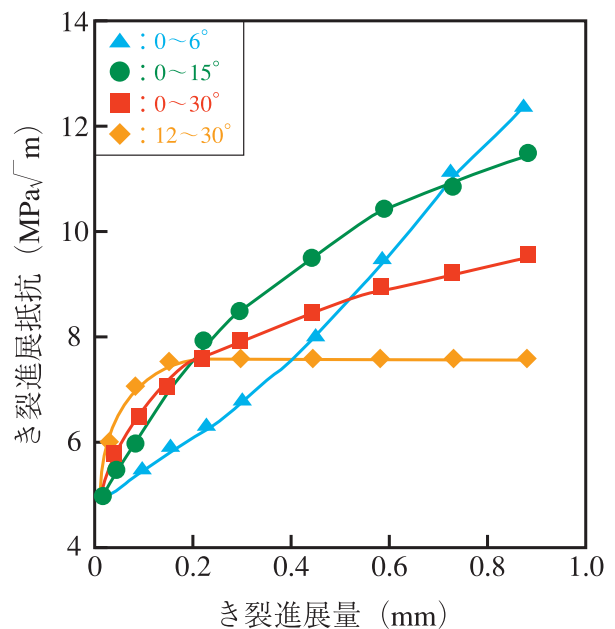


図2 架橋粒子の配向性とき裂進展抵抗挙動の関係  
凡例の数値は図1における  $\theta$  の設定範囲

# 脱離ガス成分分析装置の試作

- セラミックス原料中微量有機物の除去過程解明 -

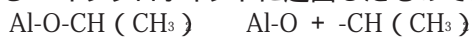
セラミックス基礎部機能評価研究室 津越敬寿

無機系新材料の製造プロセスには、成形性を高めるなどの目的で種々の有機物質が用いられる。しかしながらこれら有機物の一部は仮焼後に残留し、焼成途中で割れやポイドなどの欠陥を発生させる原因ともなり得る。またセラミックス原料に不純物として含まれる有機物質の除去過程は加熱における微構造変化に影響することが予想されるが、この除去過程についての検討はほとんどなされていない。そこでセラミックス基礎部機能評価研究室では、これら反応機構解明へのアプローチを目的とした、試料を加熱した際に脱離するガス成分を分析するシステムの試作を行った。また本装置の応用例として、アルミニウム (Al) アルコキシド加水分解生成物に残留する微量有機物質を対象に、その除去過程についての検討を行った。

図1に装置の概略を示す。加熱部の小型イメージ炉は試料室の内容積が約200mlと小さく、雰囲気制御が比較的容易である。また最高温度は約1800℃に達するが、赤外線焦点距離が短いため、インターフェースへの熱負荷を小さく抑えることができる。このガス成分を分取し質量分析器へ導入するキャピラリーは、内壁を不活性処理したステンレス製のもので、200℃に保温することで内壁へのガス成分吸着をさらに抑えている。昇温質量スペクトログラムにおけるピークのテーリングを改善するためには、熱分解によるガス生成が終了したときに、系内に残留するガスが速やかに排気されることが要求される。イメージ炉内での対流によるガス成分の残留を最小限に抑えるため、試料セル周囲を石英管で保護し、石英管内をキャリアーガスが通るようにした。さらにキャピラリーを試料セル近くまで保持・導入した。本装置は、気体導入雰囲気のみならず真空中での測定も可能である。この場合、イメージ炉に試料をセットした後、ロータリーポンプで減圧し、さらに質量分析計を配置した真空チャンバーと接続しているゲートバルブを開放する。真空中測定モ-

ドでは、ゲートバルブとその前後のニップルを、ガス吸着を抑える目的で約200℃に保温する。

図2にAlイソプロポキシド加水分解生成物(ペーマイト)の昇温質量スペクトログラムを示す。測定はヘリウムをキャリアーガスとした大気圧下で行い、昇温速度は10℃・min<sup>-1</sup>である。脱水反応による水(質量数=18amu)の脱離は熱分析(TG-DTA)やX線回折(XRD)の結果にほぼ一致した。ここで質量数45amuは、2-プロパノールについて特徴的に得られるフラグメントイオンであり、質量スペクトル上の他のフラグメントピークからも2-プロパノールに起因することが確認され、物理吸着種(95℃)と化学吸着種(220℃)の脱離が区別される。一方、270℃にピークを持つ41amuは、同様の挙動を示す他のフラグメントイオンからアルコキシル基に起因したものであると確認される。真空中での測定結果と比較すると、1.5torrの真空中において106℃で昇華するAlイソプロポキシドに起因したものではなく、



のように、未反応のアルコキシル基の熱分解脱離に起因したものである。このような残留有機物の熱分解脱離は、結晶構造中に微小欠陥(空孔)や未結合手の生成などを引き起こす可能性がある。

今回の測定雰囲気は無酸素であるが、セラミックス原料の仮焼・焼結などの加熱プロセスは通常大気中で行われる。実際の系での挙動を明らかとするには、酸素共存下での測定が不可欠である。今後、高水蒸気圧下での材料劣化機構の解明なども含め、応用分野の拡大を図る予定である。

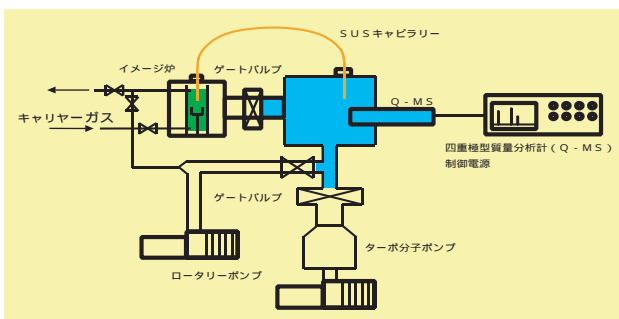


図1 脱離ガス成分分析装置(試作型)

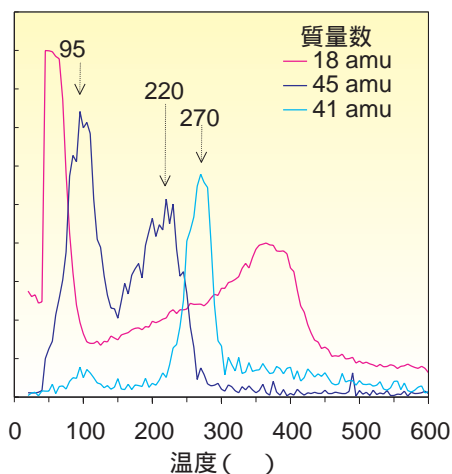


図2 Alイソプロポキシド加水分解生成物の熱分解/脱離曲線

# 表面にアパタイトを生成させた 二酸化チタン光触媒

Pat .Pend .

融合材料部環境技術研究室 野浪 亨

二酸化チタンはその光触媒作用を利用して有害化学物質を分解・無害化できるため、水処理や大気浄化、抗菌材料として利用されている。しかし、細菌などを積極的に吸着する能力はないため、表面に接触した菌しか殺菌・分解できない。

一方、アパタイトはタンパク質の吸着能があり、細菌やウイルスなどの吸着に有用で、抗菌マスク等として商品化されている。しかし一旦吸着したタンパク質系の物質は、分解することなくいつまでも吸着しているため使用期間に限られる。

二酸化チタンとアパタイトを複合化することができれば、アパタイトが細菌を吸着して二酸化チタンが光触媒作用によって分解する半永久的に使用できる抗菌材料となりうる。さらに二酸化チタンの表面をアパタイトで覆えば、二酸化チタンが基材を分解してしまうといった問題も解決できるため、いままで不可能であった繊維などの有機物基材への練込も可能になる。

融合材料部環境技術研究室では両者を複合化することで吸着と分解の機能を有する複合材料の研究を行っており、その結果、二酸化チタン光触媒の微粒子あるいは薄膜とアパタイトを複合化することに成功した。

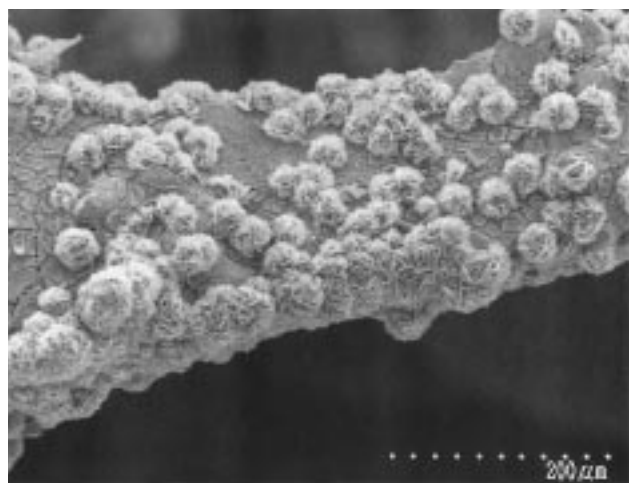
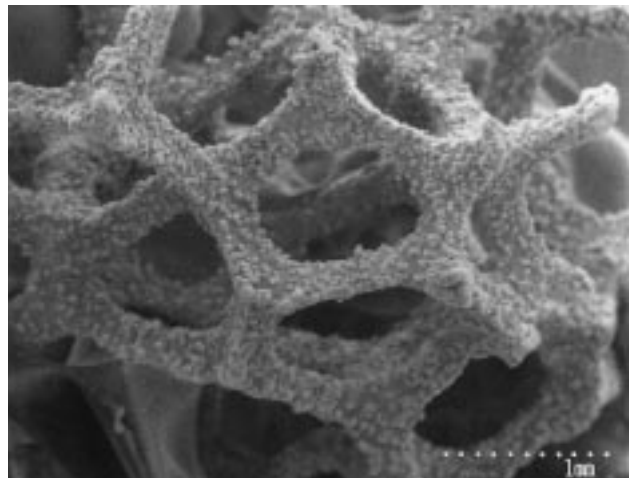
アパタイトは生体内での骨の生成を模倣した方法により二酸化チタン上に生成させた。すなわち、アパタイトが生成しやすいように組成、pH等を制御した擬似体液を開発し、人の体温に近い約37～40℃で二酸化チタン粉を1日浸漬したところ、表面にアパタイトを数nmの薄膜として生成させることに成功した。この複合材料は表面にアパタイト膜が存在するため、塗料や樹脂、繊維等に混合しても基材を分解することはなかった。

また、同様の方法でセラミックスファイバーや多孔質セラミックス等にアパタイトを被覆することにも成功した。二酸化チタン膜を被覆した多孔質セラミックスにアパタイトを生成させた試料の走査型電子顕微鏡写真を図に示す。20～30μmの球状に多数みえるのがアパタイトである。このアパタイトは数μmの板状結晶の集合体である。この複合材料によって、大腸菌やホルムアルデヒド等の吸着・除去を行うことができた。

これらの複合材料を用いることで、衣類やインテリアのクロス、カーテンや照明器具等に練込むことが可能になり、脱臭や抗菌材、シックハウスで問題になっているホルムアルデヒド等の有害物質の分

解、さらに、生体へのなじみが良いため化粧品等への応用も期待される。また、水耕栽培や風呂、花瓶、金魚鉢の水処理や、空気清浄機として細菌や悪臭、有害物質の除去等の用途が考えられる。

以上のように二酸化チタンの表面にアパタイトを載せることによって、基材を光触媒分解から保護すると同時に、アパタイトが有機物を吸着するという特性を活かすことができる多機能材料を開発した。今後は環境浄化材料としての多方面への展開を検討している。



酸化チタンをコーティングした多孔質セラミックスの表面にアパタイトを生成させた試料の走査型電子顕微鏡写真（球状に見えるのがアパタイト）

誌上 発表

題名	Effects of Si in Deformation Behavior and Cavitation of Coarse-grained Al-4.5Mg Alloys Exhibiting Large Elongation
掲載誌名	Acta Materialia Vol. 47 p. 1859 ~ p. 1867
キーワード	アルミニウム合金, 伸び, 固溶体型クリープ, 空洞
発表者	細川 裕之 <sup>1</sup> , 岩崎 源 <sup>1</sup> , 森 隆資 <sup>1</sup> , 馬淵 守 <sup>2</sup> , 田形 勉 <sup>2</sup> , 東 健司 <sup>3</sup> ( <sup>1</sup> 姫路工業大学工学部 ) ( <sup>2</sup> スカイアルミニウム株式会社 ) ( <sup>3</sup> 大阪府立大学工学部 )
題名	多波長光源を用いたシュリーレン法による超音波音場の評価
掲載誌名	日本音響学会誌 Vol. 55 No. 6 p. 418 ~ p. 423
キーワード	超音波, ラマン-ナズ回折, シュリーレン法, 多波長, 半値幅
発表者	辻内 亨, 小塚 晃透, 三留 秀人
題名	Experimental Study of Energy Absorption in a Closed-Celled Aluminum Foam Under Dynamic Loading
掲載誌名	Scripta Materialia Vol. 40 No.8 p.921 ~ p.927
キーワード	多孔質材料, アルミニウム合金, 動的特性, エネルギー吸収性
発表者	向井 敏司 <sup>1</sup> , 金橋 秀豪 <sup>2</sup> , 三好 鉄二 <sup>3</sup> , 馬淵 守 <sup>4</sup> , ティー・シー・コー <sup>5</sup> ( <sup>1</sup> 大阪市立工業研究所 ) ( <sup>2</sup> 大阪府立大学工学部 ) ( <sup>3</sup> 神鋼鋼線 (株)) ( <sup>4</sup> ローレンスリパモリ国立研究所 )
題名	On Accommodation Helper Mechanisms for Superplasticity in Metal Matrix Composites
掲載誌名	Acta Materialia Vol.47 p.1915 ~ p.1922
キーワード	金属基複合材料, 超塑性, 変形メカニズム
発表者	馬淵 守, 東 健司 ( <sup>1</sup> 大阪府立大学工学部 )
題名	Hydroxyapatite Granule Implanted Ti-Alloy
掲載誌名	Journal of the Korean Institute of Surface Engineering Vol.32 No.3 p.356 ~ p.359
キーワード	Hydroxyapatite, Implant, Ti-Alloy
発表者	野浪 亨, 埜田 博史, 長沼 勝義, 神谷 晶, 園田 勉, 亀山 哲也
題名	Hydrogenation of C60 on Alumina-Supported Nickel and Thermal Properties of C60H36
掲載誌名	Physical Chemistry Chemical Physics Vol.1 No.9 p.2361 ~ p.2366
キーワード	C60 フラーレン, ニッケル触媒, 水素化反応, C60H36, 熱物性
発表者	尾崎 利彦, 田中 俊行 <sup>1</sup> , 多井 豊 ( <sup>1</sup> 大同工業大学 )
題名	Effects of Plastic Deformation on Microstructure and Magnetic Properties of 3Y-TZP/Ba-M Type Ferrite Composite
掲載誌名	粉体および粉末冶金 Vol.46 No.6 p.604 ~ p.609
キーワード	Zirconia, Barium Hexaferrite, Anisotropic Microstructure, Plasticity, Magnetization, Coercive Force
発表者	鈴木 義和, 淡野 正信, 近藤 直樹, 大司 達樹
題名	Processing and Mechanical Properties of Fine-Grained Magnesium Alloys
掲載誌名	Journal of Materials Science Vol.34 p.2255 ~ p.2262
キーワード	マグネシウム合金, 微細結晶粒, 機械的性質, 超塑性
発表者	久保田 耕平 <sup>1</sup> , 馬淵 守, 東 健司 <sup>2</sup> ( <sup>1</sup> 三井金属鉱業 (株)) ( <sup>2</sup> 大阪府立大学工学部 )
題名	Measuring the Anisotropic Thermal Diffusivity of Silicon Nitride Grains by the Thermoreflectance Microscopy
掲載誌名	Journal of the European Ceramic Society Vol.19 No.8 p.1631 ~ p.1639
キーワード	熱反射顕微鏡, 熱拡散率, 窒化ケイ素, 異方性
発表者	B. Li <sup>1</sup> , L. Pottier <sup>1</sup> , J. P. Roger <sup>1</sup> , D. Fournier <sup>1</sup> , 渡利 広司, 平尾 宣代司 ( <sup>1</sup> マリーキュリー大学 )
題名	Movement of Nanocrystalline Grains in Superplasticity
掲載誌名	Key Engineering Materials Vol.166 p.153 ~ p.156
キーワード	粒界, 超塑性, 変形
発表者	若井 史博 <sup>1</sup> , 小川 浩 ( <sup>1</sup> 東京工業大学 )
題名	High-Temperature Phase Relations in the Sc2O3-Ta2O5 System
掲載誌名	Journal of The American Ceramic Society Vol.82 No.6 p.1585 ~ p.1588
キーワード	状態図, 希土類酸化物, 酸化タンタル
発表者	横川 善之, 吉村 昌弘 ( <sup>1</sup> 東京工業大学 )

## 動向セミナー報告

6月30日(水),名古屋商工会議所で開催された第20回新技術動向セミナーにおいて,当所の研究内容等について紹介した。

産学官連携推進センターからは「名古屋工業技術研究所の紹介と産学官連携について」と題し,当所の紹介および産学官連携推進センターの役割と共同研究の進め方等を紹介した。

また,融合材料部環境技術研究室からは「セラミック光触媒を用いた環境浄化技術」と題し,当所における二酸化チタン光触媒の研究およびその応用例等についての講演を行った。



名工研の紹介



研究概要説明

公開 特許 情報

お知らせ

国内登録

登録番号 登録日 出願番号	名 称 / 発 明 者
特 2923781 H11.5.7 特願平 10-192499	窒化ケイ素セラミックスの焼結・ 成形加工法 / 近藤直樹 外 1名
特 2931943 11.5.28 特願平 10-62315	一硫化サマリウムピエゾクロミ ック薄膜の製法 / 金 平 外 1名

国外登録

(英)特 0731057 H 11.4.28 96300943	セピオライトの熱的安定性を向上 させる方法 / 堀尾正和 外 3名
(仏)特 0731057 H 11.4.28 96300943	セピオライトの熱的安定性を向上 させる法 / 堀尾正和 外 3名
(独)特 69602220.6-08 H 11.4.28 96300943	セピオライトの熱的安定性を向上 させる法 / 堀尾正和 外 3名

表彰・受賞

氏 名	受賞名	研究題目	受賞日
セラミックス基礎部 構造セラミックス研究室 平尾喜代司	工業技術 院長表彰	組織制御による窒化ケ イ素セラミックスの高 機能化に関する研究	6/11

人事異動

氏 名	新	旧
種村 榮 五十嵐一男 村上 純一 吉村 和記	併任解除 産学官連携推進センター長 融合材料部長 融合材料部メソスコピック 材料研究室長 併任解除	所長 兼 産学官連携推進センター長 融合材料部長 融合材料部メソスコピック材料研究室長 融合材料部メソスコピック材料研究室 兼 研究企画官補
田澤 真人 阿部 隆 小野 泰蔵 種村 誠太	研究企画官補併任 化学部主任研究官 化学部フッ素化学研究室長 融合材料部ビーム工学研究室 併任解除	融合材料部メソスコピック材料研究室 化学部フッ素化学研究室長 化学部フッ素化学研究室 統括研究調査官付研究調査官 兼 産学官連携推進センター技術相談係長
山田 豊章	統括研究調査官付研究調査官 兼 産学官連携推進センター 技術相談係長	セラミックス基礎部機能評価研究室
安田匡一郎	併任解除	融合材料部主任研究官 兼 産学官連携推進センター
藤井 篤	産学官連携推進センター併任	統括研究調査官付研究調査官 (平成11年7月1日)

施設見学会報告

フランス大使館からの見学依頼を受け、去る6月25日(金)に大使館員2名の参加による当所見学会が行われた。

当日は、ビデオによる当所概要説明の後、亀山哲也研究企画官との討議および3研究室の施設見学が行われた。



研究概要説明



研究施設の見学

発行所  工業技術院 名古屋工業技術研究所

本 所: 〒462-8510 名古屋市北区平手町1-1 TEL

瀬戸分室: 〒489-0884 瀬戸市西茨町110番地 TEL(0561)82-2141-2

U R L <http://www.nirin.go.jp/>

編集発行 総務部業務課

印 刷 マツモト印刷株式会社