

(1)プロジェクトの背景・目的

本プロジェクトでは、「ナノスケール組織を有する軽量材料のナノ構造解析に対する組織制御」と「ナノスケール組織を有する軽量材料のナノ構造解析に対する走査型電子顕微鏡法による解析手法の確立」の2つのプロジェクトを同時進行させ、高い信頼性を持つ軽量材料の開発とその性能評価法を目指している。とくにアルミニウム合金は富山県の地場産業でもあり、日本国内で年間生産30万トンの市場である。この市場に対して新しい合金を開発して参入することで、地域産業の活性化を促すこと、さらに軽量合金は地球環境保全の立場から、材料輸送時のエネルギー消費の低減、軽量材料を使用することによる自動車や鉄道車両などの軽量化による燃費向上など波及効果も大きいと考えられる。

(2)研究成果

[プロジェクト1] ナノスケール組織を有する軽量材料のナノ構造解析に対する組織制御

【高信頼性軽量合金の開発】

本プロジェクトでは、第一に新たな高信頼性アルミニウム合金の開発のため、合金開発を行った。本プロジェクト遂行のためにアシュウト大学の Mahmoud Abdel-Fattah Gaber 教授を2002年度4ヶ月間、および2003年度2ヶ月間招聘し、従来データの検討、新合金のラボ実験、及びアルミ製造メーカーとの小規模実験の結果、新しい自動車用合金として注目されている Al-Mg-Si 合金において、粒界近傍の強度を安定させることができる元素を添加した合金を作製することに成功、さらにその組織を図1に示したように50nm以下に制御することで、安全性を保障する均一伸びを約2倍改善した。2倍という数値は小さく感じるが、実際に5%程度の伸びが10%になるということで、プレス成形において従来破壊して製造できなかった形状の部材を造ることが可能となる。さらに今回開発された合金では、粒界近傍の析出組織を増加させて粒界近傍の変形を抑制したことに加え、析出物の性質そのものも変化させていることから、粒内の変形が助長され、そして伸びが改善されたと考えられた。

【機能性軽量合金の開発】

第2として、既存材料の高付加価値化を目指したあたらしい機能性の付加方法として、複合材料による展開を試みてきた。母材は軽量のアルミニウムとし、機能性粒子としては、光触媒、超電導、発光性のある粒子を候補とした。複合化することで、1.強度の増加、2.熱伝導性の変化、3.耐摩耗性の向上という、複合材料特有の性能も付加できる。[光触媒]: 開発された光触媒/アルミニウム複合材料では、市販のスプレー材よりも高い分解能力を示した。[超電導]: 本研究では超伝導 MgB₂ 粒子を電気伝導のよいアルミニウム中に均一に分散させた複合材料の作製に成功した。図2はマイスナー効果により永久磁石上で浮上している開発した複合材料の写真である。これにより、バルク材の製造が鋳造によって格段と容易にできるようになり、また製品もさまざまな形や大きさに製造でき、圧延、穴あけなどの機械加工も可能に

なる。[発光性]:この材料は、発光機能のある蛍光粒子等を軽量なアルミニウムに分散させた複合材料であり、紫外線下に置くと青、ピンク、緑、青などに発光する。突然の停電や、夜間の補助的な保安用材料として、ドア材、壁面などに使用できる。金属であることからプラスチック製品と異なり火災時には燃えない、衝撃にも耐えられることから、避難路の誘導補助用品としての用途が考えられる。また、遊戯施設や一般家庭の内装品、強度面からも自動車や自転車などの装飾用品としての利用も期待される。

[プロジェクト 2] ナノスケール組織を有する軽量材料のナノ構造解析に対する走査型電子顕微鏡法による解析手法の確立

本プロジェクトでは、プロジェクト1で開発した合金中の微細な金属間化合物の検出を行う装置の開発を目指した。2004年度までにチェコ科学アカデミーLudek Frank 教授および電子顕微鏡メーカーとの共同研究により低エネルギー電子の検出器(SLEEM)を開発、日本国内初の作製に成功した。今年度は本装置をより得られる画像の精度とその性能評価、さらに化学組成感受性に対する試験を行った。当初、企業と特許出願を申し合わせていたが、最終段階で企業側の経営方針に合致しないとの理由で出願には至らなかった。

【形状認識】使用した既設のSEMは通常の汎用装置であり、高分解能仕様ではないにもかかわらず、加速電圧3kVの2次電子像では24.5nmの分解能に対して、SLEEM検出器では10.4nmの分解能となり、分解能が優れていることがわかった。さらに絶縁体の観察において非常に優れた結果が得られた。アルミナ粒子の観察では、通常絶縁体ではチャージアップ現象により画像が白く輝いてしまい試料の表面における情報がほとんど得られなくなる。しかし、SLEEM検出器を使用するとアルミナ粒子の表面形態の詳細、表面に形成された反応性生物まで観察できた。図3は本検出器の分解能を測定した結果である。この図で通常のSEM検出器の場合、25keVでは5.5nmの分解能である。本SLEEM検出器では、SEM本体の分解能に依存するので、SEM検出器を上回る分解能は得られない。しかし、例えば分解能として15nmを得ようとする場合、通常のSEM検出器では加速電圧として10keVが必要であるが、SLEEM検出器では100eVで得られる。このような低加速電圧は電子線照射に対して損傷の激しい試料や、導電性の乏しい試料の観察に効果が大きいことを示している。

【化学組成感受性】図4は、アルミニウム合金表面に析出した金属間化合物のSLEEM観察例である。同じ析出物でありながら、照射電子の電圧を変化させることで、析出物のコントラストが白黒反転していることが明らかである。また、画像も鮮明になっており、析出物の形態がより明確になっている。実際にこの析出物は、現在我々が別途に化学組成の分析を高分解能分析透過型電子顕微鏡を用いて調査しており、形態は同じでも組成比の異なる不定比化合物が共存していることがわかってきている。したがって、SLEEM法を応用することで、ナノ領域の化学組成の変化を捉えることができると期待している。

(3)プロジェクト成果（特許、起業、技術移転等）

[特許出願実績]

1. 特願 2002-92406 「蛇腹状圧潰性に優れた中空状衝撃吸収部材」
2. 特願 2004-104490 「低温焼付け硬化性および成形性に優れたアルミニウム合金材」
3. 特願 2004-185603 「延性に優れたアルミニウム合金製部材」

4. 特願 2004-159116 「TiO₂/Al 基複合材料の製造方法」
5. 特願 P1607-162 「MgB₂ 粒子-Al 複合材料」
6. 特願 2005-11470 「発光顔料/アルミニウム基複合材料及びその製造方法」
7. 他 1 件「磁性アルミニウム複合体」を本学帰属特許として 2005 年 3 月 18 日出願済み。

[論文発表]

1. DSC and HRTEM investigation of the precipitates in an Al - 1.0% Mg₂Si - 0.5% Ag alloy, A. Gaber, K. Matsuda, A. M. Ali, Y. Zou, and S. Ikeno, Mater. Sci. Tech., vol. 20 (2004), pp.1627-1631.
2. Cube-phase in excess Mg-type Al-Mg-Si alloy studied by EFTEM, K. Matsuda, Y. Ishida, L. Frank, I. Mullerova, S. Ikeno, J. Mater. Sci, Special issue of the International Symposium on Characterization of Real Materials and Real Processing by Transmission Electron Microscopy, January, (to be submitted). 他 国際誌投稿中 2 篇, 準備中 2 篇。

[国際会議発表]

Morphology of MgAl₂O₄ at interface between Al₂O₃ and matrix in oxide particles/ Al alloy composite materials, K. Matsuda, T. Matsuki, L. Frank, I. Mullerova, S. Ito, M. Akatsu, Y. Uetani, S. Ikeno, European Congress of Microscopy, August, 2004, Antwerp, Belgium, MS12, P10. ほかに多数。

[国内学会発表]

SLEEM 検出器を用いた SEM による Al₂O₃/Al-Mg-Si 合金基複合材料における Al₂O₃ 粒子近傍の組織観察, 松木利昌, 松田健二, 上谷保裕, 池野 進, 日本金属学会 134 回春期全国大会, 2004 年 3 月。 ほかに多数。

(4)プロジェクト成果の応用・効果・構想

1. 高信頼性合金と、機能性軽量合金の長所を融合させ、多機能材料の開発をターゲットとしたプロジェクトを展開する予定である。具体的には、今回開発したナノ組の制御された延性の良好な材料を用いて、圧延や押し出し加工性に優れた機能性複合材料を企業と共同で開発する。さらに機能性粒子の分散制御をナノレベルで行うことで、大型化と量産という実用化に対して飛躍的な進歩をもたらす技術開発をする予定である。
2. SLEEM 検出器においては、類似の原理による観察方法を搭載した電子顕微鏡が商業ベースで販売されているが、純粋 SLEEM の原理を用いた装置は本装置が国内唯一であり、極表面、さらにナノ領域の化学組成の変化に敏感であることから、ナノ組織制御に対して有効な手段である。今後は化学組成感受性を明らかとし、分解能の向上に関する研究を継続して、アプリケーションの充実を図り販売を展開していく予定である。

従来合金

開発された新合金

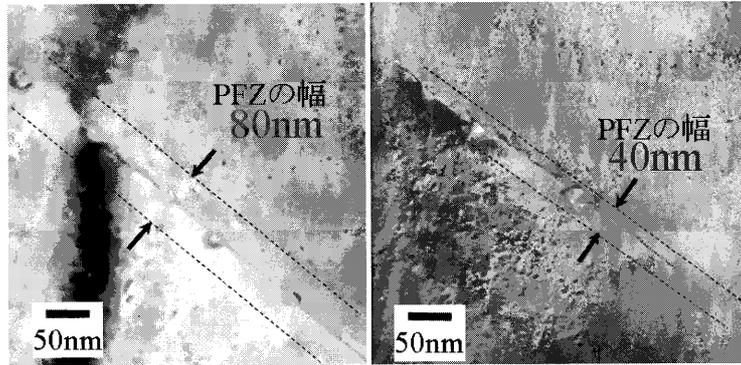


図1. ナノ制御された粒界近傍の組織

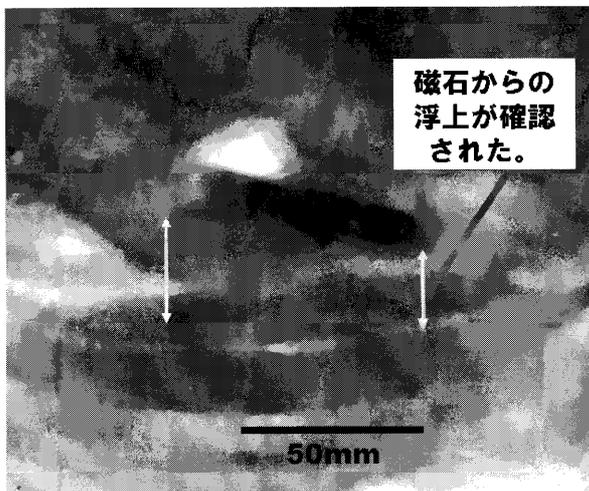


図2. MgB₂超電導粒子/アルミニウム複合材料のマイスナー効果実験

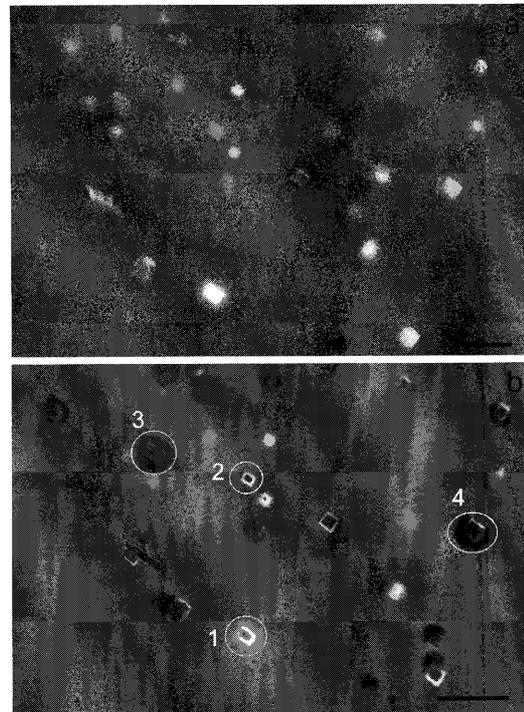


図4. 加速電圧20keVでSEM検出器での画像と、1.6keVでSLEEM検出器で観察した結果。画像の鮮明さに加え、析出物のコントラストに白黒反転が見られている。

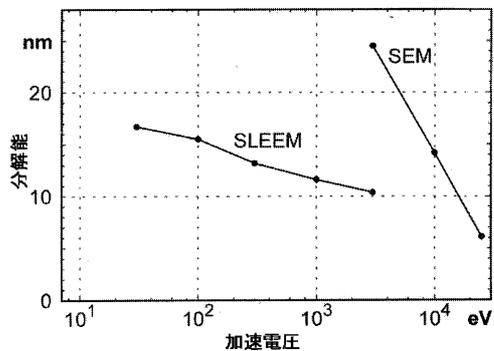


図3. 通常のSEM検出器と本SLEEM検出器の加速電圧と分解能の関係