



# 金属表面をマテリアルデザインする革新的表面処理の提案

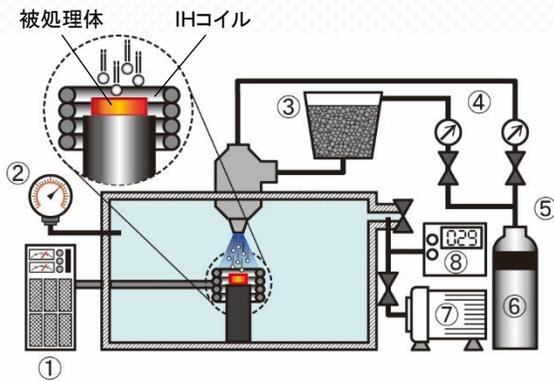
## 真空置換AIH-FPPシステムの開発

### SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

200 $\mu$ m以下の粒径の粒子を基材に高速（100~150m/s）で投射する微粒子ピーニング（FPP）を、高周波誘導により加熱した基材に処理可能なシステムを開発しました。処理雰囲気制御も可能なため、酸化も抑制できます。このシステムを用いることで、金属の表面に種々の特性を付与することができます。

#### 処理システムの構成

ステンレス製チャンバー内の酸素濃度を5ppm以下にした状態で雰囲気置換し、加熱した基材にFPP処理ができます。



真空置換AIH-FPPシステムの構成

- ①IH電源装置 ②真空計 ③パーツフィーダー ④流量計、
- ⑤ガス噴射圧調整弁 ⑥ガスボンベ ⑦真空ポンプ ⑧酸素濃度計

#### チャンバー内部の詳細

ディスク状に加工した金属を円筒形のIHコイル内に設置し、それを高温に保持した状態で、FPPノズルから微粒子を高速で投射することにより表面改質を行います。

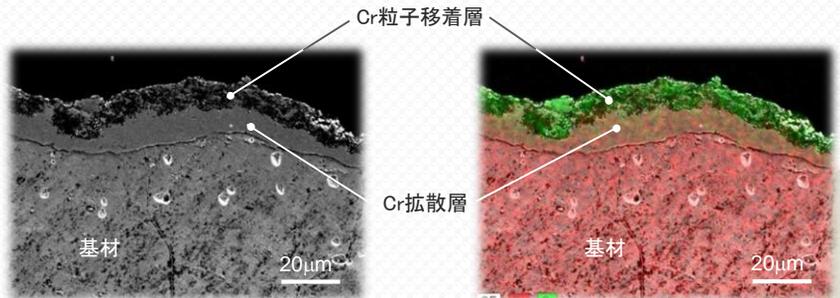


処理チャンバー内部の様相

#### AIH-FPPによってもたらさせる様々な効果

Cr粒子を投射した鋼の表面には、Crを主成分とする移着層が、その直下にはCr拡散層が形成されます。表層のみに、種々のレアメタルを移着・拡散させることで、耐食性や耐摩耗性に優れた鋼を実現します。

このほかにも、動的再結晶を利用した結晶粒の微細化や金属間化合物被膜の創成など様々な効果が発現することが明らかになっています。



AIH-FPPを施した構造用鋼の改質層

左はFE-SEMによる観察；右はEDXによるCr元素（緑）とFe元素（赤）のマッピング

◆素材の高性能化という観点から、幅広い産業分野への応用が可能な技術開発です。  
ご興味がある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。

## AIH-FPPによる金属間化合物創成メカニズムの提案

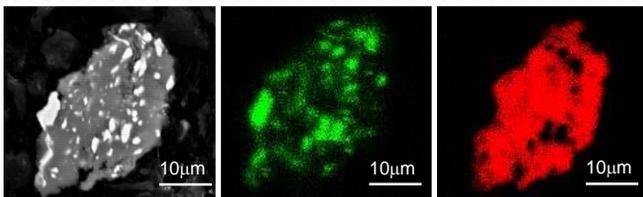
# 燃焼合成反応を利用したNi-Al被膜の創成

### SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

AIH-FPP処理装置を用いて鋼表面にNi粒子とAl粒子を混練した粒子を高速で投射することにより、その表面には、Ni-Al金属間化合物層が形成されます。投射粒子の成分や形態を種々に工夫することで、様々な特性を有する金属間化合物表面の創成が可能になります。

#### Ni-Alメカニカルミリング粒子

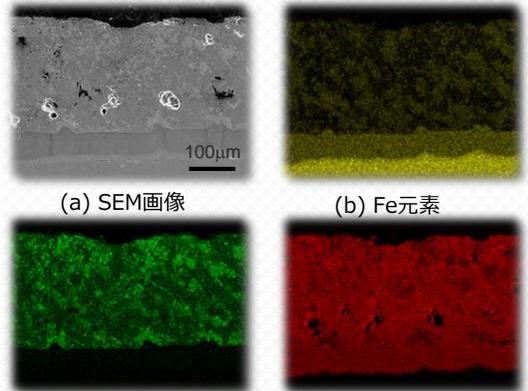
Ni-Al金属間化合物を創成するためには、Ni粒子とAl粒子とが基材に衝突した際に、適切な反応が生じるように制御する必要があります。そのために、遊星型ボールミルを用いてNi粒子とAl粒子を混練することにより、投射に適した粒子を作製します。



Ni/Alメカニカルミリング粒子の断面の様相  
(写真はmol濃度比でNi:Al=1:4の粒子)

#### 創成されたNi-Al金属間化合物

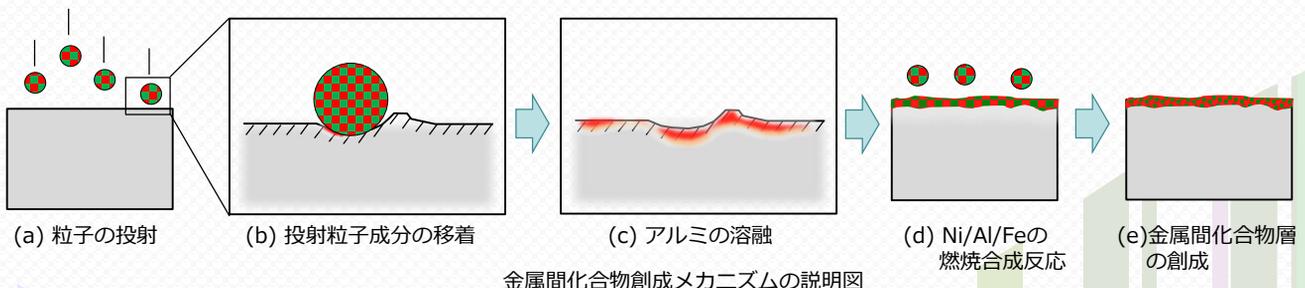
EDXによる断面分析とXRD分析の結果から、AIH-FPPによりNiとAlが満遍なく分散した金属間化合物層 ( $\text{NiAl}_3$ と $\text{Ni}_2\text{Al}_3$ ) が形成されることが明らかになりました。



EDXによる改質層の分析

#### AIH-FPPによる金属間化合物創成メカニズム

基材の融点以下の温度でも金属間化合物は創成されます。その理由のひとつは融点の低いAl粒子がフラックスとして作用し、局所的に基材の融点を低下させること、ふたつめは、被処理面で投射粒子成分 (NiとAl) の燃焼合成反応が発生し、その反応が連続的に生じる結果、局所的に高温になり半溶融状態となることが挙げられます。



◆金属間化合物は様々な優れた特性を有するため、その用途は多岐にわたります。

AIH-FPPにより創成した金属間化合物の応用に興味がある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。

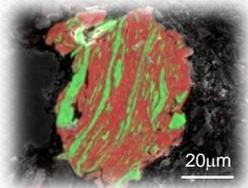
# AIH-FPPによる金属間化合物コーティングとその効果の検討 摩耗に強いTi-Al金属間化合物被膜の創成

## SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

Ti-Al金属間化合物は、軽量で耐食性や耐摩耗性、耐熱性にも優れるため、高温構造材料としての利用が期待されています。我々は、AIH-FPPによりこの合金から成る被膜をコーティングし、それにより構造用鋼の摩耗特性の改善を目指した研究に取り組んでいます。

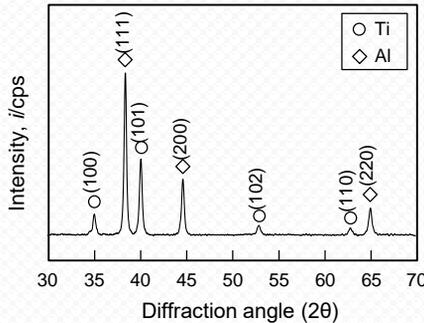
### Ti-Alメカニカルミリング粒子の分析

Ti-Al金属間化合物を創成するために、TiとAl粒子が良く混練された粒子が必要です。写真から2つの成分が層状（緑がTiで赤がAl）になっていることがわかります。



効メカミリング粒子の断面

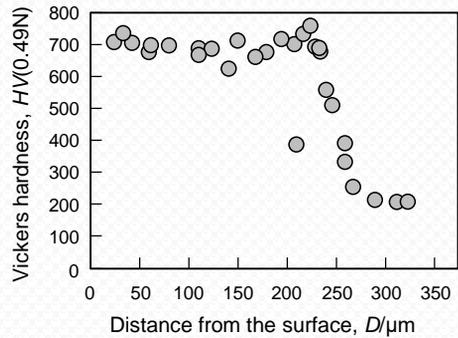
粒子と基材を反応させるには、合金化した粒子は不適切です。XRDによる分析は、両成分が単独で存在することを表しています。



XRDによる投射粒子の分析

### Ti-Al金属間化合物の成分と硬さ

鋼の基材に、Ti-Alメカニカルミリング粒子を用いたAIH-FPPを施すことにより、TiAl<sub>3</sub>に加えて基材成分のFeを含有したTi<sub>3</sub>Al<sub>12</sub>Feで構成される層が創成されます。この処理により、厚く、高硬さな層を形成することが可能です。

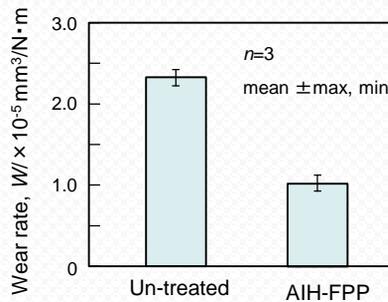


金属間化合物被膜のビッカース硬さ分布

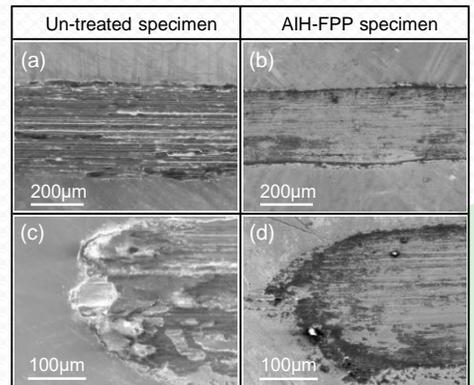
### トライボステーションによる摩擦・摩耗特性の評価

金属間化合物被覆をすることにより、摺動試験を行ったときの摩耗量は大幅に低減します。これは摩耗形態が変化するためです。

SEMによる摩耗痕の観察結果は、未処理材ではアブレッシブ摩耗を、AIH-FPP処理材では凝着摩耗となることを表しています。



摺動試験前後の重量変化の比較



電子顕微鏡による摩耗痕の観察

◆金属間化合物の利用用途は多岐にわたります。AIH-FPPにより、形状創製された部品へのコーティングも可能になります。ご興味がある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。

# AIH-FPP処理システム応用した超短時間窒化プロセスの提案

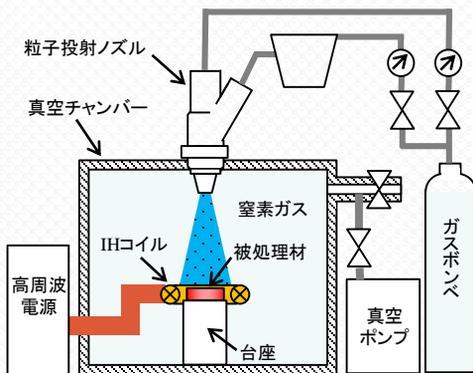
## ガスブローIH窒化プロセスの開発 I

### SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

チタンの窒化処理は、すでに工業的にも実用化されていますが、通常は数時間～数十時間単位の処理時間を必要とします。我々は、窒素雰囲気中で加熱したチタンにN<sub>2</sub>ガスを高速でブローすることにより、数分単位の処理にも関わらず厚く安定した窒化層を形成できる新しいプロセスを開発しました。

#### ガスブローIH窒化の概要

処理は、チャンパー内をいったん真空にした後、窒素ガスで置換した雰囲気で行います。高周波誘導により加熱したチタン材に高圧のN<sub>2</sub>ガスをブローするだけの処理で窒素拡散層と高硬さの化合物が形成されます。

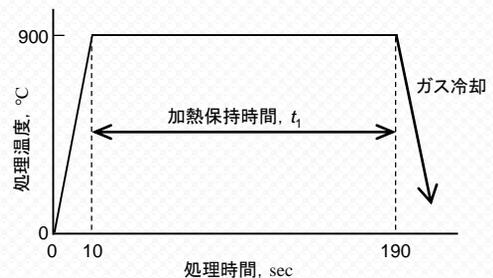


真空置換AIH-FPPシステムの構成図

#### 超短時間処理による表面窒化

チャンパー内を窒素に置換した後、IHにより10秒で処理温度まで加熱します。その温度を維持した状態で数分間保持し、その後ガスを噴射しながら冷却します。①ガス流量、②処理温度、③処理時間などの影響を調べています。

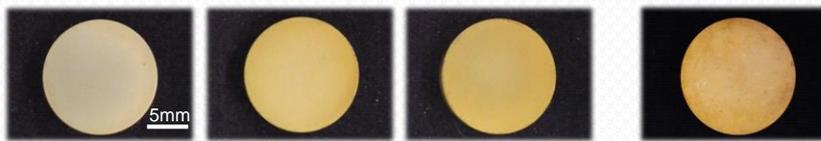
処理に要する総時間は真空置換を含めても10分程度です。



ガスブローIH窒化の熱履歴

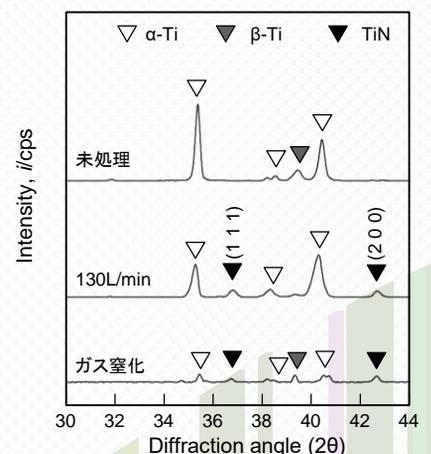
#### Ti-6Al-4V合金のガスブローIH窒化

処理温度を900℃、時間を180秒とし、ガス流量を10～130L/minに変化させてガスブローIH窒化を実施しました。市販のガス窒化材と同様に被処理面は金色を呈しており、また、XRDによる分析からもTiNの存在が確認されます。



(a) 10 L/min (b) 70 L/min (c) 130 L/min (d) ガス窒化材 (850℃, 5時間)

試験片のマクロ様相の比較



XRDによる被処理面の分析

◆数分単位の超短時間処理でチタン合金の窒化が可能なることを発見しました。現在は、そのメカニズムの解明と処理温度の低温化を目指した基礎研究に取り組んでいます。興味のある方はご連絡ください。

# 高硬さで耐摩耗性に優れたチタン合金創成プロセスの提案

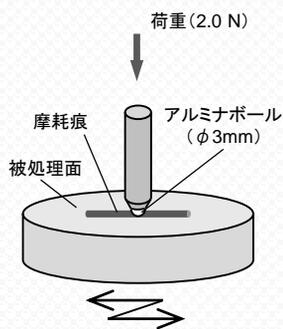
## ガスブローIH窒化プロセスの開発 II

### SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

ガスブローIH窒化により、数分単位の処理時間に関わらず、チタン合金の硬さは大幅に上昇します。硬さの上昇に伴い、耐摩耗性も向上することが明らかになっています。チタン合金の弱点を補い、使用用途の拡大の可能性を示す重要な知見が得られています。

#### ガスブローIH窒化表面の性能評価

窒化された表面の性能を評価するために、試験片縦断面におけるビッカース硬さ分布の測定を行いました。アルミナボールを用いた往復摺動摩擦摩耗試験を実施し、被処理面の耐摩耗性についても検討をしました。

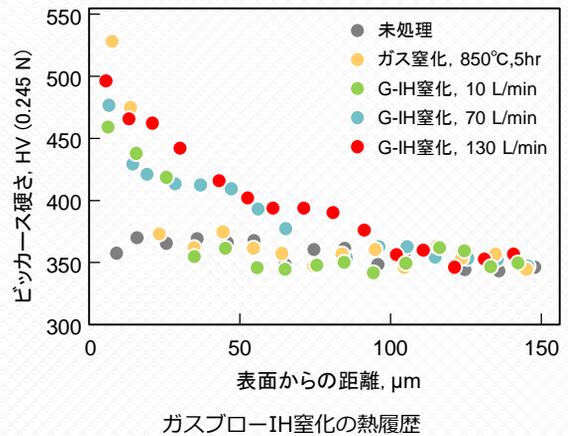


相手材	アルミナボール (φ3 mm)
垂直荷重	2.0 N
摺動幅	8 mm
摺動速度	600 mm/min
摺動回数	14000回(往復)
摺動距離	224 m

ボールオンプレート式往復摺動摩擦摩耗試験の模式図(左)と試験条件(右)

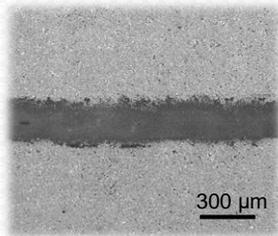
#### ガスブローIH窒化による高硬さ化

ガスブローIH窒化により、極めて短時間に通常のガス窒化と同等の硬さで、より深い硬化層が形成されます。硬さ分布は、ガス流量の影響により変化します。

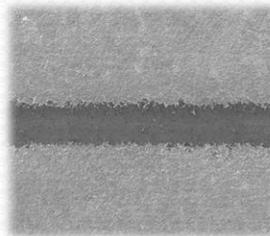


#### Ti-6Al-4V合金の摩耗特性の改善

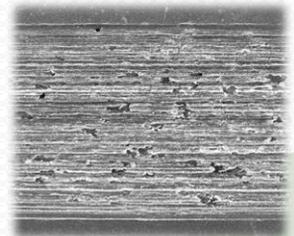
往復摺動摩擦摩耗試験後に形成される摩耗痕の幅は、ガスブローIH窒化では未処理材に比較して大幅に減少します。試験前後における質量変化は、未処理材では $400\mu\text{g}$ を超えるのに対して、窒化材では $1\mu\text{g}$ 以下に抑制されます。このことは、提案する窒化処理により摺動特性が大幅に改善される可能性を示すものです。



(a) ガスブローIH窒化材 (900°C, 180秒, 130 L/min)



(b) ガス窒化材 (850°C, 5時間)



(c) 未処理材

摩耗痕の電子顕微鏡による観察

◆超短時間処理によりチタン合金の窒化が可能になります。その効果により耐摩耗性は改善されます。

現在はそのメカニズムの解明と処理温度の低温化を目指した研究を行っています。興味のある方はご連絡ください。



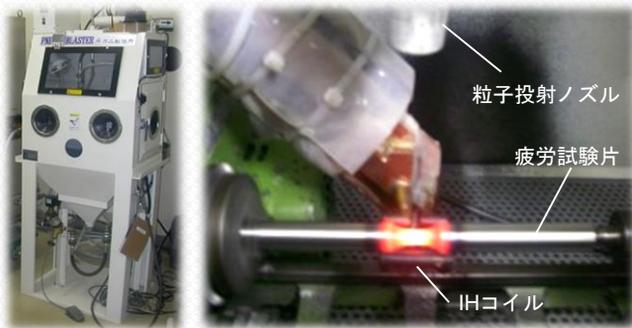
# $\gamma$ -FPP処理による鋼の結晶粒微細化プロセスの検討 加工熱処理による鋼の高疲労強度化

## SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

高周波誘導により鋼をオーステナイト ( $\gamma$ ) 域まで加熱した状態で、微粒子を高速投射する処理を $\gamma$ -FPP処理とネーミングしました。この処理により、高硬さでかつ超微細結晶粒を表面に有する鋼を実現します。構造材料として極めて重要な疲労特性も、 $\gamma$ -FPP処理の効果により飛躍的に向上します。

### $\gamma$ -FPP処理システムと処理条件

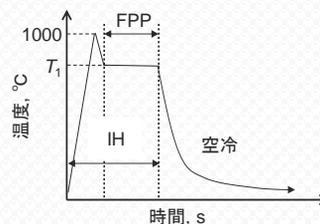
$\gamma$ -FPP処理システムは、被処理材を急速加熱するための高周波誘導加熱コイルと微粒子ピーニング装置で構成されています。簡便なシステムで『制御圧延』や『加工熱処理』にも匹敵する効果が発現します。



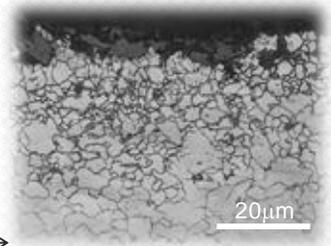
FPP処理装置の外観(左) と処理部の様子(右)

### $\gamma$ -FPP処理による微視組織変化

高周波誘導加熱により鋼 (SCM435H) を一旦1000℃に加熱し、その後、圧縮空気を利用して所定の温度 ( $T_1$ ) まで急冷し、その温度で30秒間粒子投射した後に、さらに室温まで急冷します ( $\gamma$ -FPP処理)。動的再結晶の効果により結晶粒は著しく微細化します。



$\gamma$ -FPP処理の熱履歴

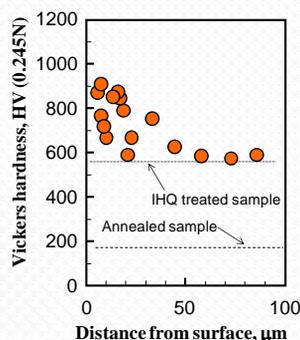


$\gamma$ -FPP処理 (700℃) により形成された微細結晶粒

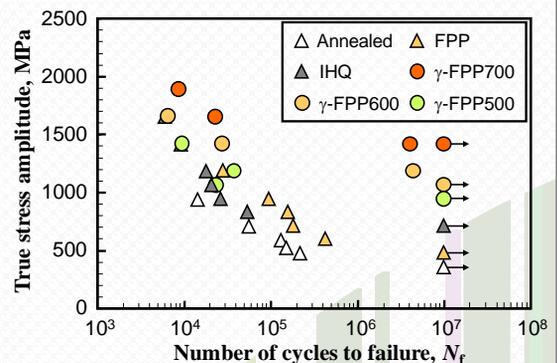
### $\gamma$ -FPP処理による高硬さ化と疲労強度の向上

$\gamma$ -FPP処理により、表面近傍の結晶粒が微細化すると同時に高硬さになります。これらの効果により、疲労強度は著しく上昇します。

この処理システムを用いることによる結晶粒微細化の効果は、すでに多くの種類の鋼について認められています。



$\gamma$ -FPP処理を施した試験片の硬さ分布 (左) と疲労特性 (右)



◆鋼の成分により処理条件は異なりますが、多くの種類の鋼に適用可能な処理です。鋼の成分によっては、処理と同時に焼入れ効果も発現します。興味のある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。

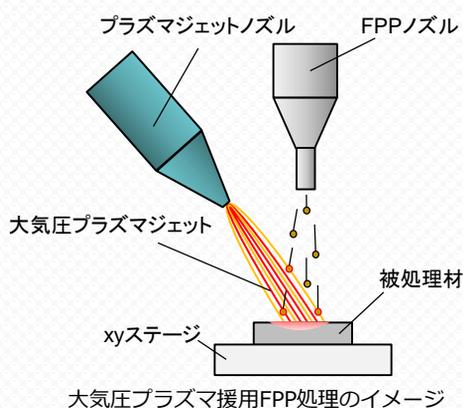
# プラズマジェットを利用した投射粒子の移着促進プロセスの提案 大気圧プラズマ援用FPP処理の開発

## SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

大気圧プラズマを照射しながら微粒子ピーニングを施すと、常温の処理でも投射粒子の移着が促進され、より緻密な投射粒子の移着層が形成されます。この処理により、チタン表面に生体活性性能を付与したり、被処理面の生体適合性や耐食性を向上させることにチャレンジしています。

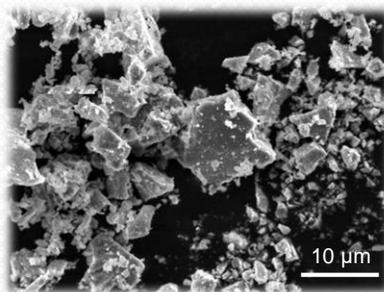
### 大気圧プラズマ援用FPP処理

大気圧プラズマジェットと微粒子ピーニング（FPP）を組み合わせたシステムを構築しました。プラズマ照射の効果により被処理面の反応性が向上し、投射粒子の移着が促進されます。



### 投射粒子の様相と被処理材の準備

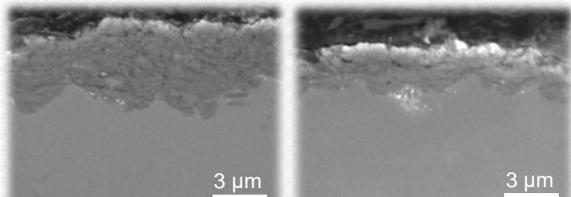
プラズマの照射距離をパラメータとして、大気圧プラズマを照射しながら純チタンの基材にFPPを施しました。投射粒子には粒径約10 $\mu\text{m}$ の酸化チタン粒子を使用し、大気圧プラズマ照射（供給ガスN<sub>2</sub>, 19L/min）の有無に着目して被処理面の性状を比較しました。



投射粒子（酸化チタン）の様相

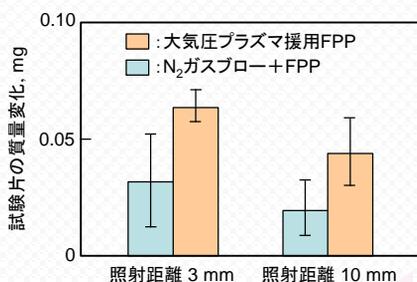
### 純チタンに形成された酸化チタンの移着層の特性

大気圧プラズマ援用FPP処理により、チタン表面には厚さ数 $\mu\text{m}$ の緻密な酸化チタン層が形成されます。その厚さは、単なるN<sub>2</sub>ガスのブローと組み合わせた場合と比較して大きくなります。その効果は、照射距離に近いほど顕著になります。



(a) 大気圧プラズマ援用FPP (b) N<sub>2</sub>ガスブロー+FPP

SEMにより観察した断面の様相



処理による質量変化の比較

今後は、被処理面の耐食性や生体適合性などの評価を行い、提案する処理の実用化の可能性について検討します。

◆この研究は理化学研究所と共同で実施しています。アプリケーションを模索している段階です。共同研究への参画や実用化に向けてご興味がある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。



## チタンへの生体活性付与プロセスの提案

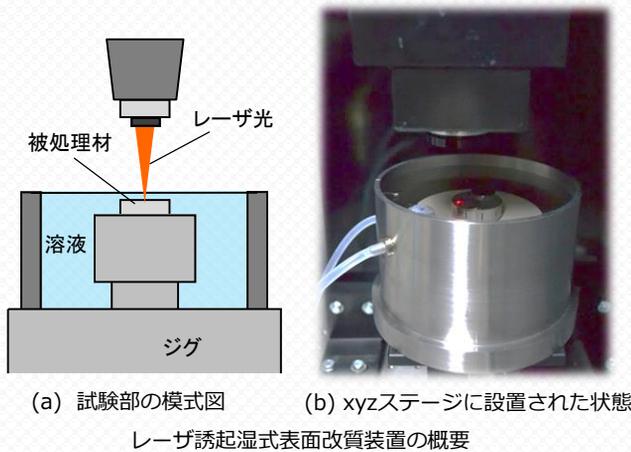
# レーザー誘起湿式表面改質法の開発 I

## SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

医療分野をはじめとして、小さな機械が実用化され始めています。我々は、簡便なプロセスで局所の表面改質を可能とする技術の開発に取り組んでいます。拡散させたい元素を含む溶液中に被処理材を浸漬し、その状態でレーザー照射を施すことにより表面を改質します。数ミリオーダーの部品への処理が可能です。

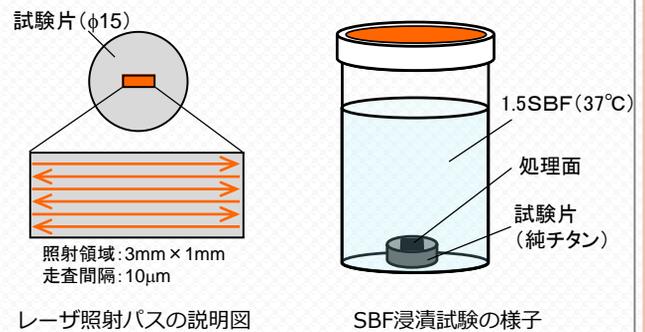
### レーザー誘起湿式表面改質法

拡散させたい元素を含む溶液中に被処理材を浸漬し、その状態でレーザーを照射します。溶液の種類を変更することで様々な元素を拡散させることが可能となります。



### 表面改質条件と生体活性評価

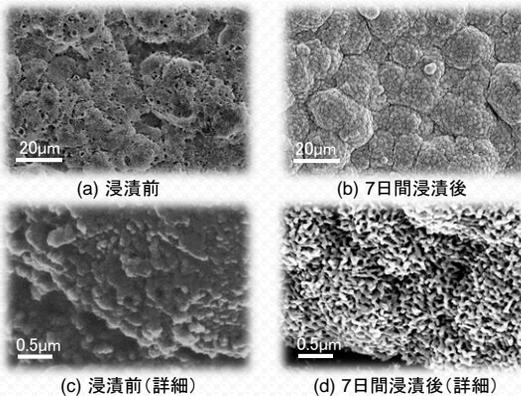
出力を7.5W、走査速度を50mm/minとしてデフォーカスを0~2mmに変化させて表面処理を行った試験片を作製しました。37°Cの擬似体液（1.5SBF）に7日間浸漬した試験片の表面をSEM、EDXおよびラマン分光光度計で分析することにより生体活性性能を評価しました。



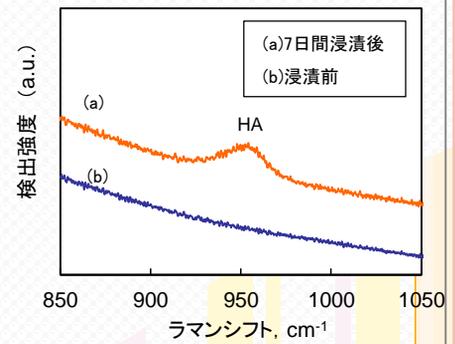
### チタン合金表面の生体活性性能の評価

レーザー誘起湿式表面改質を施した試験片には、ルチル型とアナターゼ型のTiO<sub>2</sub>が形成されます。

その表面を擬似体液に浸漬すると、レーザー照射部にはハイドロキシアパタイトが析出します。



SBF浸漬試験前後の表面様相の比較



ラマン分光光度計による分析

◆この研究は理化学研究所と共同で実施しています。共同研究への参画や実用化に向けてご興味がある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。



# 複雑形状や大型部材に対応可能な溶液供給方法の提案

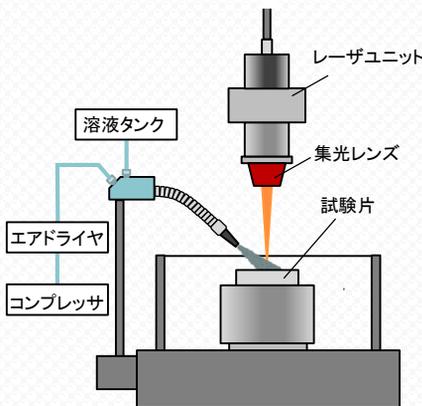
## レーザー誘起湿式表面改質法の開発 II

### SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

レーザー誘起湿式表面改質における溶液の供給方式について検討しました。拡散させたい元素を含む溶液をミスト状にして、処理したい部位に直接吹き付けながらレーザーを照射します。これにより、複雑な形状をした部品や大型部品の局所領域の表面改質が可能になります。

#### ミスト方式レーザー誘起湿式表面改質

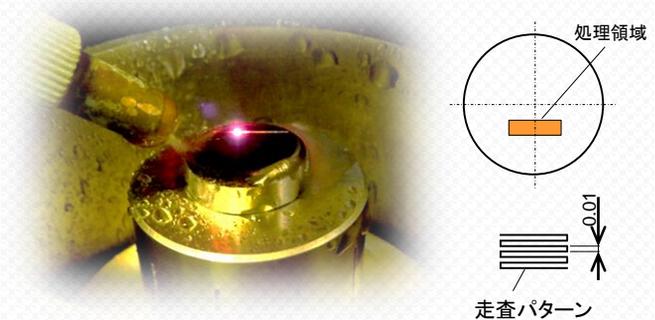
ミストの液滴の寸法制御により、より細かい部位への改質が可能となります。適当にフォーカス位置をずらすことにより、エネルギー密度や照射領域の制御ができます。



ミスト方式レーザー誘起湿式表面改質装置の概要

#### レーザー照射実験の様子

オーステナイト系ステンレス鋼に対して、 $Al(NO_3)_3$ 溶液をミスト状にして供給しながら波長1064 nm のYb添加ファイバーレーザーを用いた処理を行いました。その際、デフォーカスは0mmおよび0.25mmとして比較をしました。



レーザー照射部の様子とレーザー走査経路

#### 表面改質層の分析

レーザー照射面には、溶液成分のAlを含む改質層が形成されます。デフォーカス量を0.25mmとすることにより、平坦な空孔の無い改質層となります。溶液を自在に選択できることも大きな特徴です。

	SEM画像	模式図	Al	Fe	O
on focus					
defocus					

被処理面断面のSEMによる観察とEDXによる分析

◆この研究は理化学研究所と共同で実施しています。レーザーを利用した画期的な表面処理です。

共同研究への参画や実用化に向けてご興味がある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。

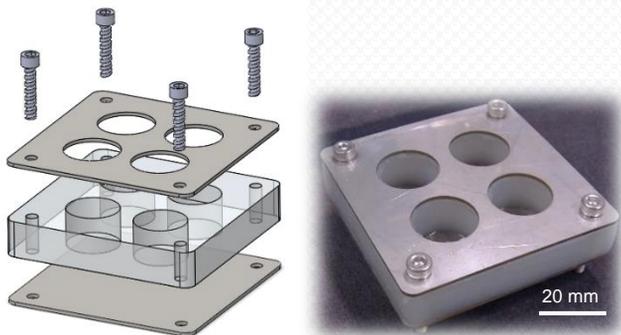
# 金属の優れた熱応答性を利用した細胞の分化誘導プロセスの提案 熱刺激を付与できる細胞培養システムの開発

## SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

iPS細胞は多くの種類の細胞に分化することが可能ですが、その分化誘導過程は複雑です。我々は、成長因子の添加などの化学的な処理に加えて、細胞に物理的な刺激を与えることにより分化誘導を効率化するプロセスの開発にチャレンジしています。

### 熱刺激を付与するための金属製培養器

2枚の金属板（SUSもしくはチタン）に、穴の開いたシリコーンを挟みこむことで培養空間が確保できます。底面に、ペルチェ素子を貼り付けることで加熱・冷却を行います。



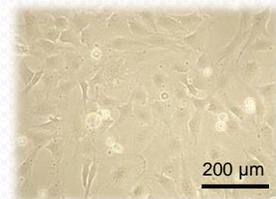
(a) 構成説明図

(b) 外観

4ウェル型金属製細胞培養器

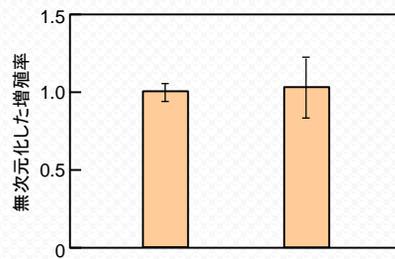
### 金属製培養器の基本性能の評価

市販の24ウェルプレートと我々が作製した金属製細胞培養器を用いてMC3T3-E1細胞の培養実験を行いました。



実験に用いた細胞

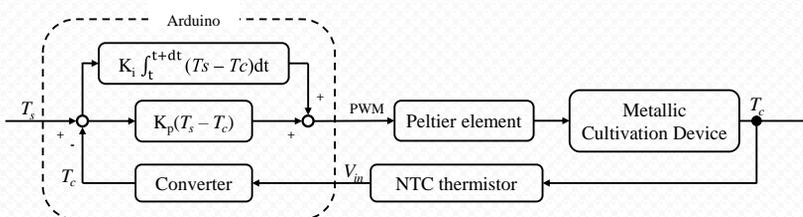
その結果、金属製細胞培養器を用いた場合にも、通常通りの増殖性の確保が可能なのが確認されました。



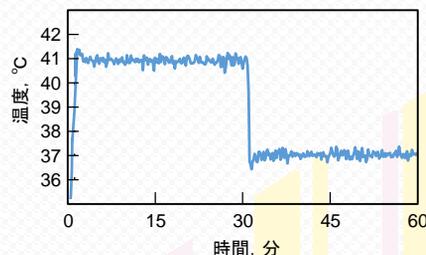
細胞増殖率の比較

### 基材の温度制御

基材の加熱と冷却は、培養器の底面に張り付けたペルチェ素子に流す電流の向きをコントロールすることにより行います。電流の大きさは、マイコンを用いたPI制御により決定します。構築したシステムでは、設定温度に対する誤差は0.5℃以内で、約15秒で昇温と降温が可能です。複雑な熱刺激パターンの付与も可能になります。



PI制御のブロック線図；Tsは設定温度でTcは培養面の温度



培養面の温度制御試験の結果

◆再生医療への貢献を目指した基礎研究です。温度制御により、がん細胞のスクリーニングなど別の応用も可能と考えています。共同研究などにご興味がある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。



# 金属表面で培養した細胞の回収効率に及ぼす熱刺激の効果の検討

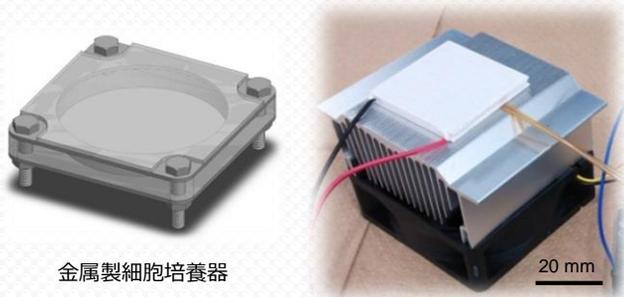
## 熱刺激を利用した細胞回収プロセス

### SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

患者から採取した細胞を体外で培養し、それを再度体内に移植することにより治療するというプロセスが再生医療分野では行われます。より短期間に多くの細胞を培養し、それを回収するプロセスを確立することが重要なキーテクノロジーとなります。

#### ペルチエ素子を具備した金属製培養器

金属製細胞培養器の底面にペルチエ素子を貼り付けることで、培養面の温度を正確にコントロールすることが可能になります。細胞に温度刺激を与えることにより、回収効率の上昇や分化誘導にもチャレンジしています。

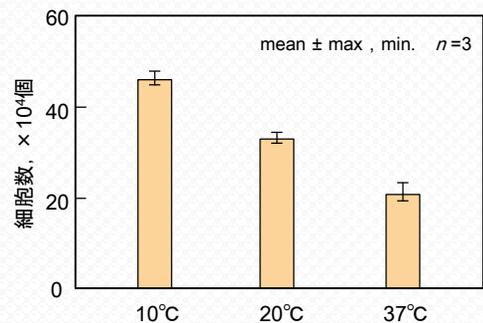


金属製細胞培養器

ペルチエ素子による温度刺激付与システム

#### 温度刺激による細胞回収率の変化

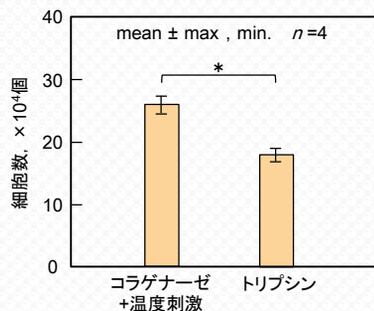
ウシの膝関節から直接採取した軟骨細胞を金属製細胞培養器で72時間培養し、回収直前に基材に対して10℃と20℃の温度刺激を与えました。それにより細胞の回収効率は飛躍的に上昇します。



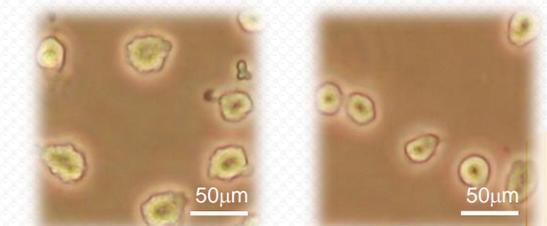
20分間の温度刺激による細胞回収数の変化

#### 温度刺激を与えて回収した細胞の活性評価

再生医療では、回収した細胞を治療に利用します。我々は温度刺激を与えて回収した細胞の増殖性を評価し、コラゲナーゼ処理と温度刺激を組合わせて回収した細胞は、通常のトリプシン処理により回収した細胞と比較して微小な突起が複数観察され、増殖性にも優れることを確認しました。



回収後の増殖率の比較



(a)温度刺激とコラゲナーゼ処理 (b)トリプシン処理

回収後の細胞の形態の比較

◆再生医療への貢献を目指した基礎研究です。培養効率や回収効率が改善されます。共同研究などご興味がある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。



## 超音波振動刺激による軟骨分化誘導プロセスの提案

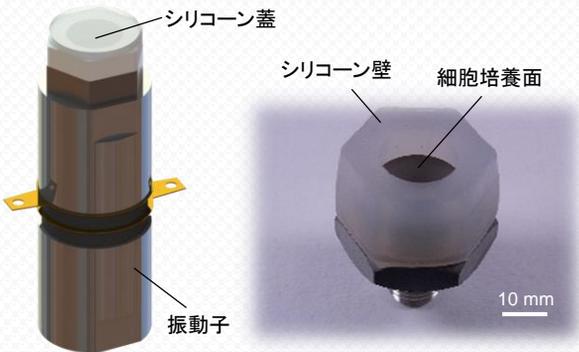
# 超音波振動刺激を付与する細胞培養器の開発

### SURFACE ENGINEERING FOR BIOMATERIALS AND STRUCTURAL STEEL

物理的刺激を利用して、細胞を分化誘導する手法の開発に取り組んでいます。再生医療の分野では様々な細胞を扱いますが、簡便なプロセスにより分化誘導をさせることが重要となります。超音波振動を直接細胞に付与できる培養器を開発してそれを利用した基礎研究に取り組んでいます。

#### 超音波振動子付き金属製細胞培養器

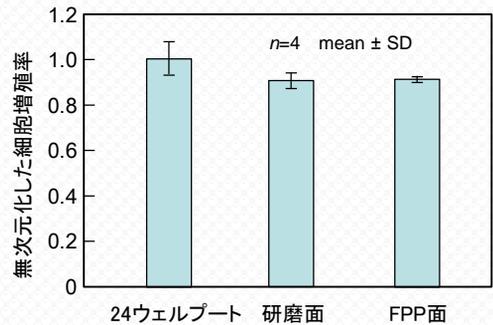
シリコンゴムと金属で構成される細胞培養器を開発しました。ランジュバン型振動子を利用して、一定の振幅と周波数の超音波振動を細胞に付与することにより、軟骨前駆細胞(ATDC5)の分化誘導を促進させます。



超音波振動を付与するための培養器

#### 金属製培養器の細胞適合性評価

金属製細胞培養器を用いて、ATDC5細胞の培養を行い、市販の24ウェルプレートの増殖率と比較しました。金属表面における細胞増殖率は、24ウェルプレートで培養した場合と同程度となります。



細胞増殖率の比較  
FPP面は微粒子投射により凹凸加工した表面

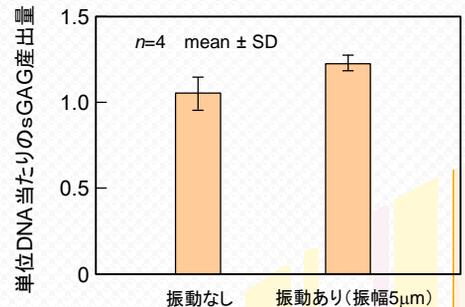
#### 金属製細胞培養器を利用した軟骨分化誘導

FPP処理したSUS316Lと24ウェルプレートでATDC5細胞の分化誘導培地による培養を3週間行った後、アルシアンブルー染色を行いました。どちらの表面でも軟骨への分化が認められます。



染色による軟骨分化の評価

振幅5 $\mu$ m、周波数25kHzの超音波振動刺激を付与したシリーズの場合、分化の度合いを表す指標である、細胞が産出するsGAG量は増加します。このことは、超音波振動刺激が細胞の軟骨への分化を促進する可能性を示唆しています。



細胞分化に及ぼす超音波振動刺激の影響

◆再生医療の発展に貢献することを目標にした基礎的研究です。

ご興味がある方はご連絡ください。詳細をご相談させていただきます。