

宇宙で金属の結晶を生み、育てる — 宇宙環境で探る金属3Dプリンター用材料の凝固・結晶微細化メカニズム

金属用3Dプリンターの研究開発が世界的に加速している。代表的な造形法は粉末床溶融結合法 (Powder Bed Fusion, PBF) であり、粉末床にレーザーや電子ビームを照射して断面を溶融・凝固させ、積層することで立体形状を得る手法である。この方法では通常、積層方向に沿って粗大な柱状晶が成長する。しかし用途によっては、強度や等方性の確保のため、微細な等軸晶が望まれる。共同研究者である名工大の渡辺義見教授は、Ti合金粉末にヘテロ凝固核粒子であるTiCを添加し、核生成を促進することで微細等軸晶化できることを実証した。

我々の研究グループは、このメカニズムを定量的に明らかにすることを目的として、TiCを添加した合金液滴の溶融・凝固実験を国際宇宙ステーション (ISS) の静電浮遊炉 (ISS-ELF) で実施した。容器からの核生成影響を排除し、純粋なTiCによる核生成を評価するために微小重力下で浮遊させた。本研究はJAXAのきぼう利用テーマ「Hetero-3D」(責任者：鈴木進補) として実施した。宇宙という特殊環境における実験の準備と運用の方法論確立も重要な課題であった。

共同研究者の協力を得て、研究室の学生たちが作製した試料は、2022年11月26日にSpaceX Falcon 9により打ち上げられたCRS-26ミッションでISSに届いた。打ち上げの模様はYouTubeでライブ配信され、共同研究者とともにZoomで視聴した。学内大教室でのパブリックビューイングも検討されたが、打ち上げが日本時間早朝5時頃であったことや、初回は悪天候による直前延期があったことから、Zoom視聴が最適であった。溶融凝固実験は2023年4月から5月に実施され、「合金を確実に溶かす必要がある一方で、TiCが溶けないよう加熱時間を抑える」という制約の中、運用チームと学生たちが息をぴったり合わせ、連携プレーで実験を行った。学生たちは事前に手順書を作成し、多数の実験を日報にまとめ、内容整

理と共同研究者との情報共有を円滑に行つた。2023年6月に地球へ帰還した試料を、昨年秋にはSPring-8で解析した。

試料は純TiおよびTi-6Al-4V合金に、TiC添加の有と無の試料とした。各実験で試料は電極電圧により浮遊位置を制御し、4本のレーザーで加熱し、溶融確認時に加熱停止した。溶融・凝固過程は高速度カメラと放射温度計で記録し、データを地上に送信した。宇宙環境下でTi合金結晶の成長を高速度カメラで世界に先駆けて直接動画観察できた点も特筆される。

飛行後解析は、断面研磨、電子後方散乱回折 (EBSD)、走査電子顕微鏡 (SEM)、さらにSPring-8におけるX線回折 (XRD) で実施した。Ti-6Al-4VにTiCを添加した試料では、まずEBSDとVoronoi解析により断面から旧 β 粒数を推定した。次にSEMで表面に確認された筋模様が旧 β 粒界と一致することを確認し、表面に現れた旧 β 粒数とVoronoi解析とを比較することで、試料全体の旧 β 粒数を推定した。さらに、SPring-8で得られた回折リングの解析によっても試料全体の旧 β 粒数を算出した。これら三つの手法による推定値は互いに良く一致し、試料内の旧 β 粒数評価の信頼性を確認した。

本研究の核心的な問い合わせである「凝固直前にヘテロ凝固核となりうるTiC粒子はいくつあったか、凝固完了直後に旧 β 粒はいくつあったか、そして、この二つの数にどんな関係があるのか」が解明されつつある。これにより、ヘテロ凝固核粒子の添加量と結晶粒径との関係を定式化するメカニズムが解明できると期待される。

早稲田大学 基幹理工学部 機械科学・航空宇宙学科
基幹理工学研究科 材料科学専攻

教授 鈴木進補



宇宙実験時の研究室メンバー (左から花田、馬渕、門井、上田、櫛舎、著者鈴木)。JAXA筑波宇宙センターにて実験終了後の記念撮影。Tシャツには学生がデザインしたデカール (右上) が印刷されている。



「やってみないとわからない」を追求して ナノ材料の社会実装に立ちはだかる壁を突き破る

グラフェンを中心とした革新的ナノ材料の特性を最大限に引き出し、社会実装につながる一連の研究を進める荒尾研究室。
ナノカーボン材料開発の現状や研究室のモットーなどを聞いた。

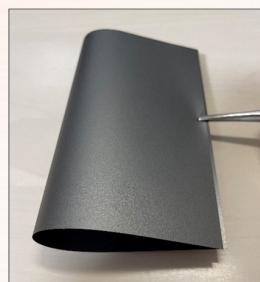
早稲田大学 理工学術院教授

荒尾与史彦

Yoshibiko Arao



エッジ改質による黒鉛の
超剥離に成功



金属より熱を伝えるセルロース
/グラファイトフィルム

“溶けるように”剥離分散するナノシートを 世界で初めて発見

——荒尾研究室では総括的に言うとどのような研究をしているのでしょうか。

カーボンなどの材料をナノスケールまで分解し再構築して、今までにない特性を発現するような材料を開発し、さらにそれを社会実装していくための研究、と言えるでしょう。なかでも中心的に扱うナノ材料がグラフェンです。グラフェンは黒鉛=グラファイトから作られ、炭素原子が蜂の巣状の六角形格子を形成した厚さ原子1個分の2次元物質です。複合材料として他の材料と組み合わせることで、しなやか、かつ強度に優れ、熱伝導性・電気伝導性ともに高い材料ができるのですが、グラフェン自体がナノ材料であるがゆえに、ファンデルワールス力（分子間に働く弱い力）によって凝集し、分散が極めて難しいという特徴があります。この問題に対して、グラファイトにセロハンテープを貼り付けて薄層化するという単純な製法で、グラフェンの特異な電気特性が実証され、2010年にノーベル物理学賞を受賞したことで、以降、爆発的に材料開発が進みました。

当研究室では低成本でのグラフェン化を研究してきました。グラファイトをボールミルで粉碎し、その際に生じるラジカルに弱酸の塩を吸着させ、これを液中で超音波させることで“溶けるように”ナノシートが剥離分散することを世界で初めて発見しました。ただし、サイズはまだ数百ナノ程度と小さく、効果的な強度や伝導性の発現には至っていません。現在では、違う方法によって1ミクロン以上の大粒径のナノシートの量産に挑戦しているところです。

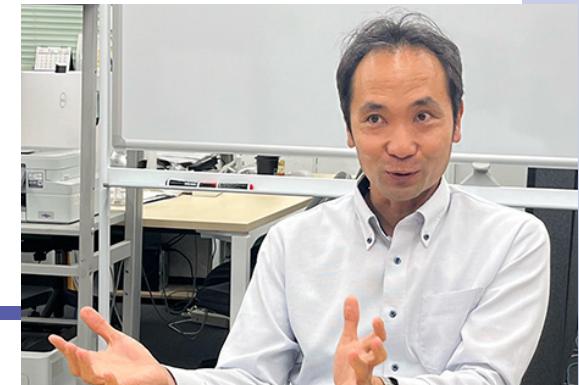
複合材料の開発としては、例えば、セルロースナノファイバー(CNF)とグラフェンの組み合わせを研究しています。CNFは、東京大学の磯貝明教授がセルロースをナノ化し結晶の最小単位が3～4ナノという画期的製造方法を開発してから実用化の道筋が開けました。高強度フィルムやガスバリアフィルムなど、内部を保護するフィルム材として期待されていますが、製造コストがまだ非常に高いこと、また、強度の面でアルミなどの軽

金属材料には劣ることなどから、一般的によく使われる材料には到っていません。そこでわれわれは、CNFの分散液にグラファイトを混ぜてフィルム形成を行うことで、強度が高く、熱や電気の伝導性に優れ、電磁波シールド特性を有した材料開発を目指しています。大きな課題の一つは、CNFが親水性が高いのに対し、グラファイトは疎水性が高いために相性が良くないこと。しかし、CNFを1ナノ程度に小さくすると、覆い隠されていた疎水面が出てきて今度は疎水性が発現します。そこでグラファイトを合わせると強度が大幅に上がるわけですが、これはまだ実現できていません。

ほか、貝殻の構造にヒントを得た、次世代高強度シート材料の開発をしています。貝殻の真珠層は炭酸カルシウムという脆い材料でできているにもかかわらず、割れにくくて強靭です。これは炭酸カルシウムの板が層状に配向されているために亀裂が進展しにくいため。この構造に目をつけ、グラフェンの周りにポリマー材料をフィルム化して重ね、層状ナノシートにすることで、軽量高強度+高熱伝導・電磁波シールドの次世代材料を創出するものです。

——研究してきたナノカーボン材料が本格的に社会実装するのはいつ頃になるのでしょうか。

かつて、世界中のカーボンナノチューブ(CNT)やグラフェンといったナノカーボン材料の研究者が集まって、実用化までのロードマップを作ったことがありました。しかし、それ以降、まったくそのとおりにはなっていないのです。特にCNTは、1991年に日本で発見された先端材料として注目され、その後の爆発的な研究の進展により、鉄の100倍の強度など驚異的な特性が実証されました。また、量産化も実現しましたがそれでもコストが嵩むうえ、アプリケーションで使った場合に特性が出なかったり、



■profile■

2004年早稲田大学理工学部機械工学科卒業、2010年同大学院理工学研究科博士課程修了(博士(工学))、同大学基幹理工学部助教、2011年同志社大学理工学部助教、2015年東京工業大学(現・東京科学大学)物質理工学院助教、2020年早稲田大学理工学術院准教授、2025年早稲田大学理工学術院教授



荒尾研究室

CNTの塊を解きほぐすことが非常に困難であったり、あるいは環境・健康被害など、実に様々な壁が立ちはだかり、発見から30年以上経っても、CNT製品というのが出てこないのが実情です。現時点ではまだ粉のようなものですから、表面が平滑で他の物質とくっつかないことが大きな問題なのです。したがって、ナノカーボン材料が社会実装するには、材料同士の相互作用をしっかりと見極め、材料同士をつなぐためのプラスアルファ的な新材料を発見することから始まるのではないかと考えています。もちろん、その先にも壁はあると思いますが。

自分の研究の旗を立て面白いと思ったことを突き進める

—— 略歴では、2010年に早稲田で博士課程を終了した後、早稲田で1年、同志社大で4年、東工大で5年、それぞれ助教を務め、2020年に早稲田に戻ってこられました。ざっとどのような経緯でしょうか。

博士までは、川田研究室にて宇宙から衛星を見るための望遠鏡を炭素繊維強化プラスチック(CFRP)でつくるという工学的な研究をしていました。望遠鏡は少しでも手許が狂うと位置が大きくずれてしまうので、高い形状安定性が求められるのです。

ナノ材料を始めたのは、同志社大の頃。複合材料系の理論が出来上がっていたので、自分で何か新しい分野を開拓していくかないと研究者として生き残れないと考えて始めました。特に早稲田の機械工学では「自分の研究の旗を立てなければならない」とよく言われます。穿った見方をすれば、東大の研究が与党とすれば早稲田の研究は野党なので、先人の真似をせず違ったことをやっていく、という意味になります。そのためには、自分で面白いと思ったことをどんどん進める以外にありません。

企業に行く意気は最初からありませんでした。やはり、企業では自分のやりたいことを抑えなければなりませんし、大学の研究の意義は、旗を立てる、つまりシーズを見つけることにあり、企業の研究の意義は実用化や量産化にあるからです。現在の研究室でも“企業の下請”的な形をとるつもりはなく、企業との共同研究は2-3件程度。最小限のつきあいといった状況です。

—— 荒尾研究室の構成はどうなっているでしょうか。また、今春から教授に昇格されましたが、以前と変わったことはありますか。

当研究室は、博士課程が1人、修士課程が9人、学部が7人という陣容です。早稲田では講師から独立した研究室を持てますので、当研究室の学生たちも教授以前からのつきあいです。教授になって特に変わったことはありませんが、強いて言えば、学生からなめられなくなりました。去年までは「早く教授になれ」と言われていましたから。

失敗は失敗ではなく、うまくいかない方法の新たな発見

—— 研究室の学生によく言っている言葉はありますか。

「やってみないとわからない」を追求すること、です。未知の領域に対して、自ら手を動かして突き詰めていくように言っています。したがって、実験量は多くなりますし、学生たちも自発的に実験を進めていくことになります。前述したとおり、ナノ材料はなかなか実用化できない状況が続いているので、その壁を破るために、いろいろチャレンジしていくという姿勢です。

もちろん、実験の99%は失敗なのですが、「その失敗は失敗ではなく、うまくいかない方法の新たな発見」として学生にはよく言っています。なぜ失敗したのかがきちんと考察できればいいのです。学生は、失敗すれば論文にならないと考えがちですが、あまり結果の出なかったデータでも、結果が出ない理由を論述できれば十分に論文になるのです。

「やってみないとわからない」が徹底してきたのか、なかば勝手に実験する学生もいます。熱可塑性プラスチックに熱硬化性プラスチックを入れるという実験はこれまでやったこともなければ私が指示したわけでもありませんが、その実験をしてみたら強度が上がることがわかりました。現在、特許出願中です。

ほかにも「大学でしかできないことを大事に」とよく言っています。例えば、学生がインターンに参加するのを嫌がる先生もいますが、私は必ずインターンに行くように伝えています。インターンは学生時代しかできませんから。また、どの世界でも終身雇用がなくなってきた現状において、専門性で勝負するのではなく、どこでも通用するスキルを身に着けるように、と言っています。そこでは必ず大切なスキルが情報収集力。さらに、英語のトップ論文を自在に読め、分析でき、オリジナリティを提案するといったスキルになります。

—— 教育者との立場では、どのように学生に育っていってほしいと思いますか。

それが一番難しいですね。ドクターに進んでほしい、と言ってもなかなか来てくれません。であれば、楽しみながらワクワクしながら研究をすることで自発性を備えた人間に育っていってほしいと思います。

あまり厳しいことは言わないようにしているつもりなのですが、学生たちは厳しいと言われることもあります。というのも、学部、修士、博士ごとに論理性やプレゼン能力、文章能力といった、それぞれの明確なレベルに達していない場合は、厳しく指導しているからでしょう。甘やかすと後々の人生で苦労することになりますから、教育者である以上、ある程度厳しく指導することは重要な責務だと思っています。

—— 最後に、先生の今後の研究で「こんなことをやってみたい」というような夢はありますか。

特性だけでなくコスト面でも優れている、大学発の新材料を出したい、というのが最大のモチベーションです。

◎ 2025年度 第12回 ZAIKEN Festa 受賞者紹介

各務記念材料技術研究所では所内研究者・研究室間の相互理解の深化、若手研究者の育成、異分野交流や研究情報発信の推進を趣旨としてZAIKEN Festa（ポスターセッション）を開催致しました。今年度は39名の方に発表頂き、審査の結果、最優秀賞1名・優秀賞2名の方が受賞されました。



優秀賞

早稲田大学 下嶋 敦 研究室

M1 西原 成浩 さん

題名 「チタンオキソクラスターとかご型シロキサンをビルディングブロックとして用いたナノ多孔質材料の合成」

この度は、第12回ZAIKEN Festaにて優秀賞を頂き、大変光栄に存じます。私が所属する下嶋研究室では無機骨格を分子レベルから設計することにより新しい機能をもつ無機材料を創出する研究を行っています。私はチタンオキソクラスターと呼ばれる、チタンと酸素からなるオリゴマー分子をビルディングブロックとして用いた、無機骨格からなるナノ多孔質触媒の合成に取り組んでいます。チタンオキソクラスターの架橋剤として、従来の有機架橋剤よりも熱的・化学的安定性に優れるかご型シロキサン分子を利用し、無機骨格からなるナノ多孔質材料の合成に成功しました。今回の発表では、これまで交流のなかった多様な分野の方々からご質問やご意見をいただき、新たな知見を得ることができました。このような発表の機会を設けてくださった材研職員の皆様、並びにご指導いただいた下嶋先生、松野先生および研究室の皆様に心より感謝申し上げます。

早稲田大学 山口 勉功 研究室

M2 渡邊 伊織 さん

題名 「液体金属抽出を用いた新規Tb精製法の開発」

この度は「液体金属抽出を用いた新規Tb精製法の開発」と題した研究発表に対し、優秀賞を賜りましたこと、誠に光栄に存じます。山口勉功研究室では高温のプロセスを用いた金属製錬、金属リサイクルなど社会と産業に直結した研究を行なっています。私の研究は主に高性能磁石に含まれるテルビウム (Tb) の国内での資源循環を可能にする新規精製法の確立を目指すものです。今回の受賞を励みに、本研究を通じて資源の効率的な循環利用社会の実現に寄与すべく、今後とも研究活動に邁進していく所存です。今回の受賞にあたり、日頃よりご指導くださる山口勉功先生、村田敬先生、ならびにともに研究活動に励む研究室の皆様のおかげであり、心より感謝申し上げます。