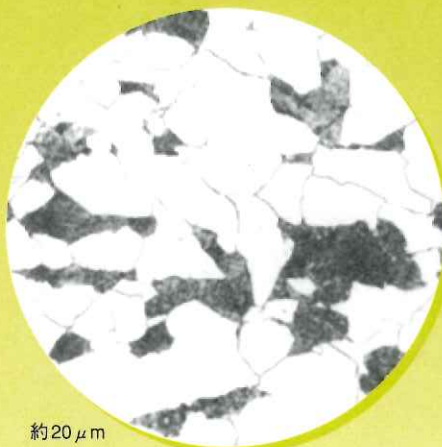


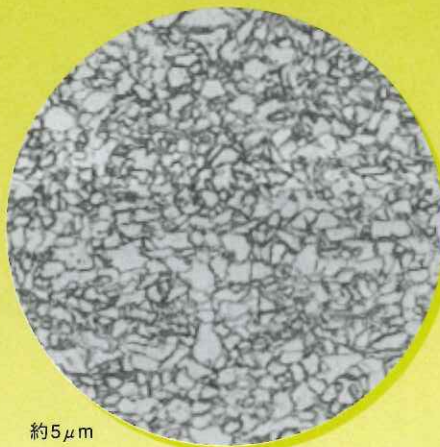


金属材料の新たなフロンティア

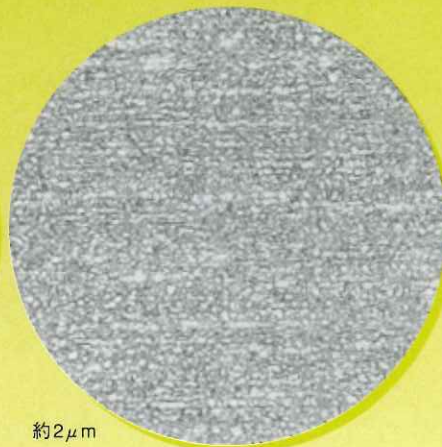
—夢の超金属開発の最前線を訪ねて



約20 μm



約5 μm



約2 μm

大ひずみ加工によって微細化された結晶粒 (500倍)。

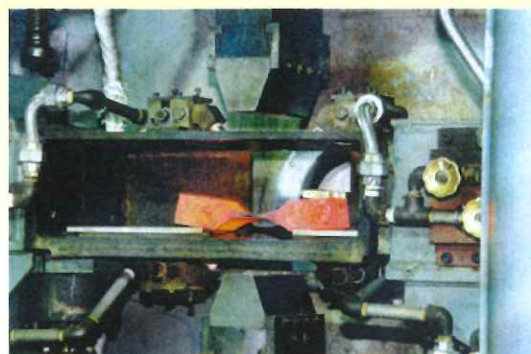
(1 μm = 1/1000mm)



150 トンTMT シミュレーター。加熱冷却も含め大ひずみによる試料を作成するとともに、データ収集を行うことができる (JRCM/NKK)。

スーパーメタル (通産省工業技術院) と、STX-21 (科学技術庁) という金属材料に関する2つの大規模プロジェクトが同時進行する中で、これまでになかった最先端テクノロジーの結晶ともいべき新たな鉄鋼関連技術が芽を出しつつある。スーパーメタルとウルトラスチール、「超」という形容がなされる金属材料とはいかなるものなのか。研究現場の情景を手がかりに、その全体像に迫ってみる。

厚さ100mmの試料片に約90%の大ひずみを与える実験 (写真は1パス大圧下のもの)。



「大ひずみ加工」で結晶粒を微細化する

マニピュレーターが赤熱する棒状の鋼材を台にセットすると、扉が閉じられ上下にあるハンマーの下側がせり上がって、赤く光る塊の真中が一瞬にしてひしゃげる。間髪をいれず冷却水が激しく噴出して、極端な「くびれ」を与えられた固まりは急速に冷やされていく。

150トンという世界最大規模の加工熱処理シミュレーターを用いた「大ひずみ熱間加工」による試料作成の瞬間である。プロジェクトのために2機の油圧サーボを増強した同シミュレーターは、4パス（4回に分けた加工作業）を1秒間でこなす。結晶粒を粗大化させないためには、スピードが重要である。試験片はたちまち10%以下（圧下率90%以上）に圧下される。シミュレーターには、さらに高周波による材料の加熱と水冷の機能が与えられており、さまざまな加熱・冷却・加工のパターンを試みることができるようになっている。

「大ひずみ熱間加工」を行うことで結晶粒を超微細化することの手法こそ、「鉄系スーパーメタル」のひとつの焦点ともいえる技術である。シミュレーターでは「大ひずみ」を与えた直後に冷却する方法のほか、直前に冷却してから「大ひずみ」を与える方法、特定の温度コントロール・パターンを経て「大ひずみ」を与える方法などがある。プロジェクトでは多くのパターンが試され、そのうちの数パターンに可能性が見出だされている。

目標1 μ m以下…通産省工業技術院のプロジェクトがめざすスーパーメタル

結晶粒を超微細化することで強い（降伏点の高い）鉄ができることは、ホール・ペッチの式*に表されるようにすでに理論的には予測されており、これまで鉄鋼製造の場でも、いかに結晶粒を細かくするかが課題とされてきた。結晶粒が小さくなればなるほどに粒界面積は総体として多くなり、変形のもととなる転位の運動をくいとめる作用をする。それにより強い鉄鋼材料になるというわけだ。

結晶粒の微細化というテーマを掘り下げてゆくなかで1 μ m以下という微小の世界（メゾスコピック領域）での現象に着目することによって、これまでにない新しい金属材料創製の可能性が見えはじめ、93年には工業技術院にスーパーメタル研究会が発足した。結晶粒を基準とするマクロスコピックと原子・電子を基準とするミクロスコピックの中間領域という意味でメゾスコピックという名称が当てはめられる領域である。先導研究を経て97年からナショナル・プロジェクトとしてスタートすることになった。

スーパーメタル・プロジェクトでは、結晶粒径が1 μ m以下

■スーパーメタル プロジェクト

スーパーメタルは通産省工業技術院のプロジェクト（産業科学技術研究開発制度）としてNEDO（新エネルギー・産業技術総合開発機構）がJRCM（（財）金属系材料研究開発センター）とRIMCOF（（財）次世代金属・複合材料研究開発協会）に委託する形で進められている。前者が鉄系およびアルミ系のメゾスコピック組織制御材料を、後者がナノ結晶組織制御材料およびアモルファス構造制御材料を担当している。実施期間は1997年度～2001年度の5年間。

■STX-21 プロジェクト（超鉄鋼）

STX-21は科学技術庁・金属材料技術研究所・フロンティア構造材料研究センターを拠点として産・学・官の英知を結集する形で進められている。略称は、英語訳のSTructural materials Xs for the 21st centuryに、Science and Technologyの頭文字をかけたもので、未知の新世紀構造材料「X」を探すという意味が込められている。実施期間は1997年度～2001年度の5年間。

というこれまでになかった超微細な結晶粒を実現するとともに、組織をさまざまにコントロールすることで、これまでとは異なる方法論で、普通鋼より高機能の鉄鋼材料を実現しようとしている。

上述の加工熱処理シミュレーターによる「大ひずみ加工」は、そのうちの鉄系材料に関するものである。結晶粒を細かくするためには、結晶となる核をなるべく数多く生成させ、しかもその成長を止めてやる（ピンニング）ことが必要とされる。核を多数生じさせるためには、なるべく低温で短時間に大きなひずみ（エネルギー）を与えてやるのが有効である。そのため、150トンシミュレーターを用いた急速な大ひずみ加工が必要とされたというわけである。

加熱・冷却・ひずみのさまざまなパターンに加え、結晶粒の境界に配置される第2相をピンニングに用いるなどの手法を組み合わせ、よりいっそうの細粒化が図られる。プロジェクト開始後2年を経た現状、実験室規模で1 μ m以下までの微細化が達成されているという。ただし目標点は大型試料での1 μ m以下におかれており、さらに細かくするための方法が探求されている。

強磁場利用の可能性

結晶粒を微細化するにあたって「大ひずみ加工」とは別のアプローチとして研究されているのが強磁場をかけて組織をコントロールするというものである。研究によって相変態時に強磁場をかけられた鋼材は、磁場方向に結晶粒が整然と並んだ組織（擬ハニカム構造）を形成することが明らかにされてきた。

* ペッチの式： $\sigma = \sigma_0 + A d^{-1/2}$ d は結晶粒径、 σ_0 、 A は定数

この特殊な組織を新たな機能性につなげる可能性が模索されている。

プロジェクト後半では12テスラ（超電導リニアモーターカーに使用される磁石の約3倍に相当する磁力）というこれまで（初期のものは8テスラ）以上に強力な超電導磁石の磁場中で、加熱した試料を圧延できる装置が開発されている。この装置により、結晶粒の配向をコントロールするとともに、大ひずみ加工を組み合わせ、よりいっそうの結晶粒微細化への可能性が探求される。

将来的には「大ひずみ加工」と「強磁場利用」のハイブリッド化によって、結晶粒径を $0.8\sim0.5\mu\text{m}$ まで細かくしていきたいというのが、目標点となっているようである。

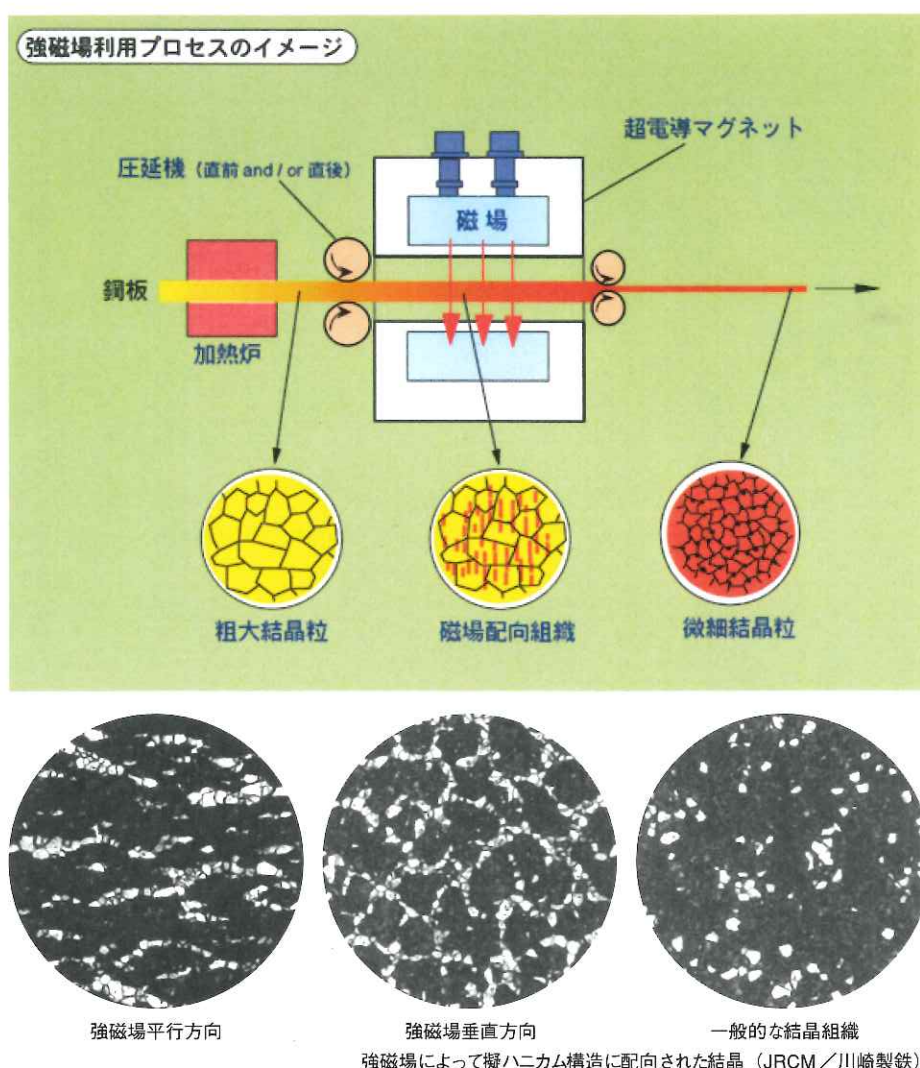
大型試料を想定した大型圧延機実験

150トンシミュレーターでは、微細化のために必要な温度やひずみの与え方が探求され、ある程度代表的なパターンが抽出されてきたが、プロジェクト後半ではさらに実生産の規模に一步近付いたより大規模な設備が導入されてきている。小さな試料ではできた $1\mu\text{m}$ という結晶粒サイズが圧延機レベルではたして実現が可能なのかどうか検証されるわけである。そのために1000トン圧延機を改良した圧延実験機が用意され、すでに各種の実験が始まっている。実用化への道程をより意識した装置といえるだろう。

また圧延によって大ひずみを与えて板状の試料を作成した場合、結晶粒のサイズや分布状況は板厚方向に均一にはならない。そうした組織のばらつきを観察し、対策を考えていくことも、これからの研究課題になっている。この大型圧延実験機でも結晶粒のサイズでは、 $1\mu\text{m}$ に近いところまでは来ているという。

数十万倍の鮮明画像による組織解析が可能に

スーパーメタル・プロジェクトでは、こうしたメゾスコピック領域での新たな組織を解析するための「目」として、きわめて分解能の高い「インレンス型走査電子顕微鏡」の利用技術を



12テスラの超電導磁石を用いた強磁場利用プロセス。強磁場中での加熱冷却、加工ができる (JRCM/川崎製鉄)。

開発した。

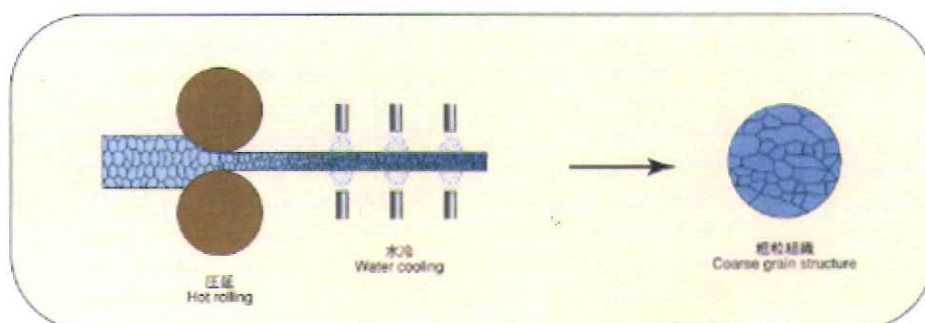
インレンス型の走査電子顕微鏡は、磁界レンズ中に試料をセットするために、極めて高い分解能を実現できる。しかし鉄鋼材料など強磁性の試料はレンズの磁界に干渉してしまうため、これまでは観察不能であると考えられてきた。



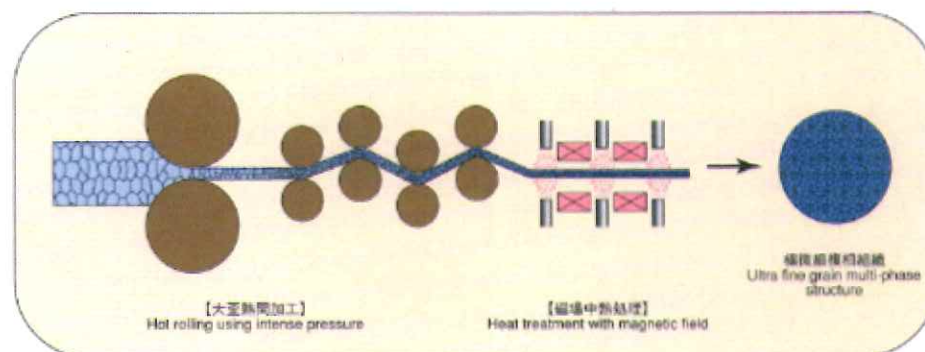
規模の大きな大ひずみ加工を可能にした1000トン圧延実験機。圧延工程のすぐ後ろに水冷装置が取り付けられ、大ひずみ加工と急冷を組み合わせることができるよう改良されている。実生産規模に近い大きさの試料を作製することができる（JRCM／新日本製鐵）。

プロジェクトでは、試料を磁界形状に合わせて加工するという工夫により、干渉を画像補正が可能な範囲にとどめ、1nmオーダーでの空間分解能を得ることに成功した。

透過型の電子顕微鏡では、従来からのものでも1nm以下の空間分解能が得られているが、試料のごく限られた薄膜になった領域しか観察できないという限界があった。その点、「インレンズ型走査電子顕微鏡」では、試料のほぼ全面にわたって、自由に視野を動かしながら観察をすることができる。現在、微細結晶粒の大きさや、複相組織の分布を鮮明な画像で比較検討することにより、大ひずみ加工や強磁場利用により創製した超微細鋼のメゾスコピック構造解析に活用されている。



従来の組織微細化技術。



メゾスコピック組織制御の一例（スーパーメタル）。

科学技術庁が推進する超鉄鋼プロジェクト

科学技術庁が進めるSTX-21（超鉄鋼プロジェクト）でも、新しい方法論による超鉄鋼材料の創製が目指されている。同プロジェクトでも、大きくくりのひとつとして、結晶粒の細粒化による高強度化というテーマが追究されているが、スーパーメタルとの「すみ分け」が図られ、完全な重複がないよう調整されている。

STX-21での結晶粒細粒化テーマの特徴は、「多軸加工（大

ひずみ）」と、「溶接継手の特性改善」という点にあるといえるだろう。ここでいう「多軸加工」とは、大ひずみ加工を与える場合に、1方向のみならず、複数の方向（現状は2方向）から行うことを意味している。

溶接継手部分の問題は、いぞ微細化した組織をいかに粗大化させずに溶接を行うかが難しいポイントである。

鋼材の溶接時には、必然的に母材の一部を溶融させるために組織が破壊されることになる。この溶接部分（継手）の強度がどうしても母材より落ちてしまう。母材の強度がどんなに



スーパーメタル・プロジェクトで導入されたインレンス方式の走査型電子顕微鏡。これまで鉄鋼のような強磁性材料では不可能と考えられてきた磁界レンズの中央に試料を配置するという方法を可能にしたことで、1nm オーダーでの鮮明な画像が得られるようになった (JRCM/ NKK)。

強くても、継手強度が落ちていけば構造物全体の強度には限界が出てくる。したがって高強度鋼では、溶接部分の強度低下をいかに抑制するかが、重要な技術的焦点になる。

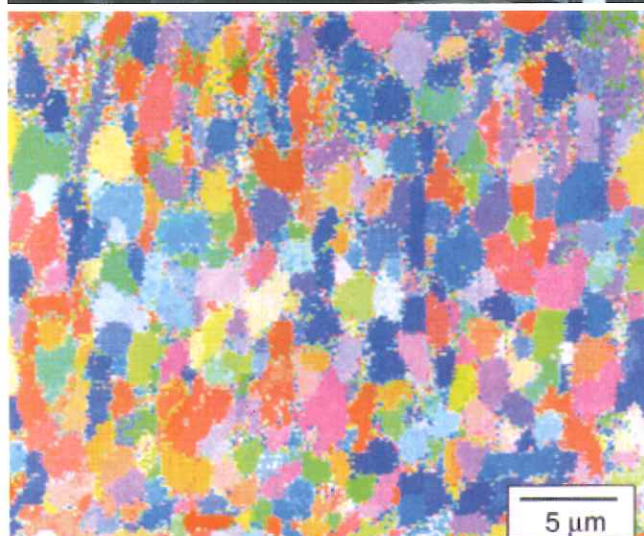
そうした溶接継手の劣化対策として、素材面からは、結晶粒の方向がなるべくランダムな方がいいと考えられる。結晶の方位をよりバラバラにする上でも多軸加工という方向性が選択されているようである。また組成面からは酸化物を微細分散させる方法などが研究されている。

さらに細粒化した鋼材では溶接方法そのものも、従来とは違うノウハウを開発する必要があると考えられている。上記のような理由により、従来からの大入熱の溶接では、せっかく細かくした結晶粒や複相組織が粗大化したり壊れたりしやすいからである。その点、なるべく「小入熱」で「溶接パス数を増やさず」に行うという相矛盾する目標を両立させるとともに、母材側の熱影響部を最小限度にとどめることが求められる。溶接によって変化を受ける部分を、とにかく小さくともめようという発想である。

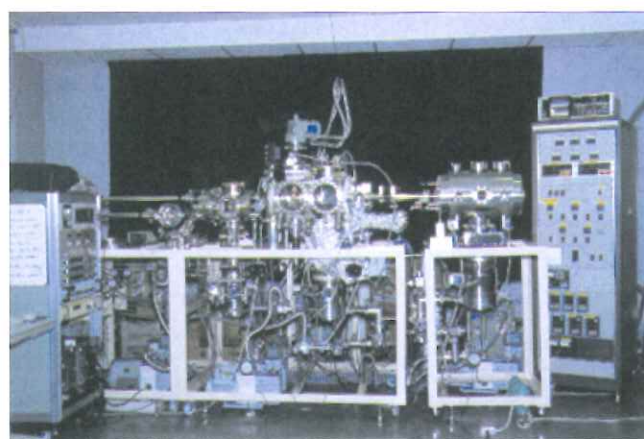
プロジェクトでは、溶接する母材どうしの隙間（開先）を、従来の10mmから5mmへと狭め、その間を溶接電流波形を適切に制御し、一種のロボットハンドによってアーク発生位置を波状に上下させつつ、最適の入熱制御を行えるシステム（超狭開先アーク溶接システム）が開発されている。5mmという隙間を人の手で溶接を行うことはとても困難なことだが、コンピュータ技術を徹底して活用すれば不可能ではない。

また小入熱で行える溶接方法として必然的に浮上してくるのが、レーザー溶接である。20kW CO₂レーザーを導入しての本格的なレーザー溶接の研究はこれからスタートする見通しとなっている。

STX-21では、こうした研究によって最終的に400MPa級のフェライトーパーライト鋼相当のものを出発材料にして、2倍



2軸方向の「大ひずみ」加工を行うことができる25トン圧延鍛造シミュレーター（上）。2方向からひずみを与えた結果、結晶粒の方位はよりランダムになる（下）（金材技研）。



原子世界を立体的に視覚化することが可能な3次元アトム・プローブ（金材技研）。

の強度（800MPa）をもち、しかも溶接がしやすいという超鉄鋼材料を生み出すことがひとつの目標点となっている。従来法では、高張力化しても溶接継手疲労強度は上昇しない問題点をもっているが、STX-11では、溶材のマルテンサイト変態膨張による圧縮残留応力の導入を利用して、疲労強度、寿命の2～3倍化に成功している。そうしたことから「2倍の強度・2



研究者の「手づくり」で組み立てられたプロジェクト初期のナノインデンテーション（金材技研）。



高温超高真空ナノインデンテーション（金材技研）。

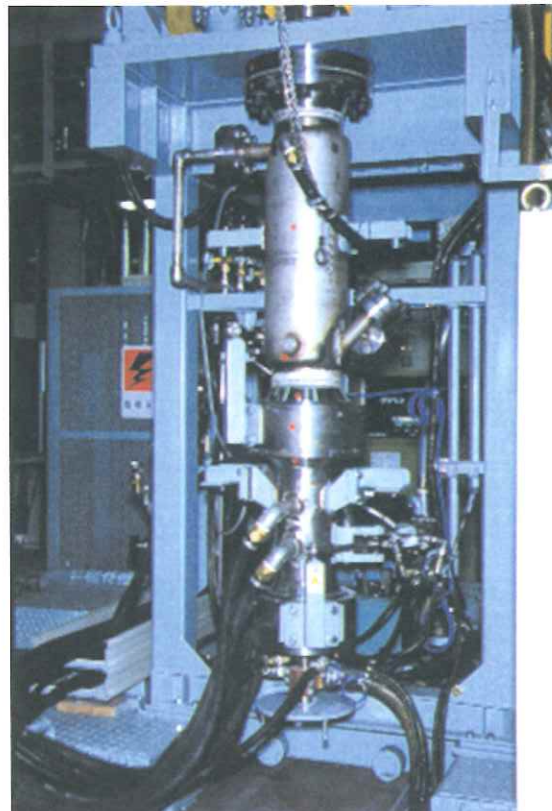
倍の寿命」の超鉄鋼スローガンに大きく前進している。

スーパーメタルでは、メゾスコピック領域を見るための「目」として「インレンズ型走査電子顕微鏡」が導入されたが、STX-21でも「目」の開発は重要なテーマのひとつになっている。同プロジェクトでは、試料の原子レベルでの組成をコンピュータで視覚化できる「アトム・プローブ」（近年3次元画像のものを開発）や「ナノインデンテーション」といった装置が開発・導入され、電子顕微鏡とともに組織解析に活躍している。

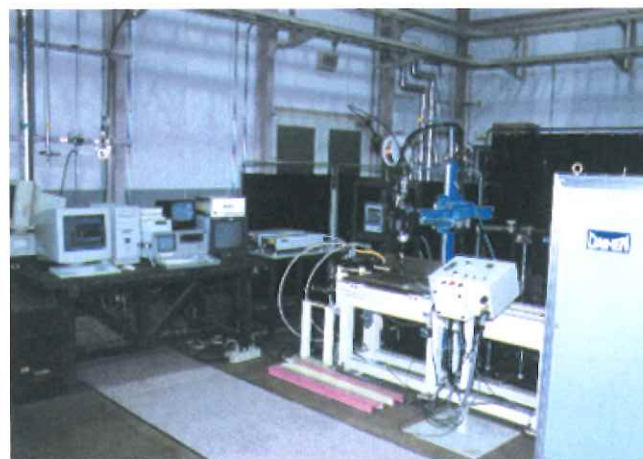
疲労特性、超耐熱、耐海水というテーマ

「超金属」開発へのひとつの視点として、結晶粒の微細化による高強度化という1点に絞り込んで全体を概観してみたが、スーパーメタル、STX-21ともに、対象はさらに多岐に渡っており、いくつかの到達目標がビジョンとして掲げられている。

STX-21では、結晶粒の微細化による新たな溶接用高張力鋼開発のほかに、高力ボルトに使用できる1500MPa超級の高張力鋼を実現するための遅れ破壊と疲労特性の改善、石炭火力などでの発電効率向上（超々臨界圧発電）を可能にする新



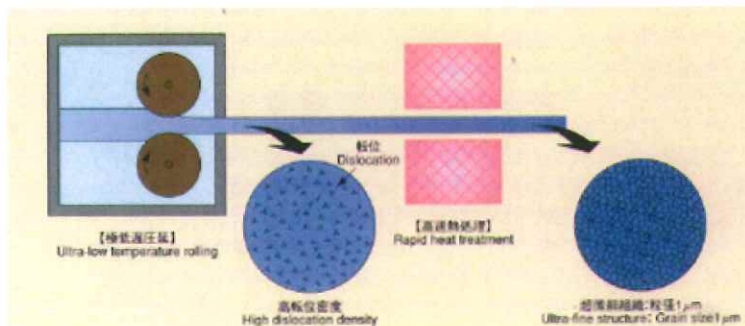
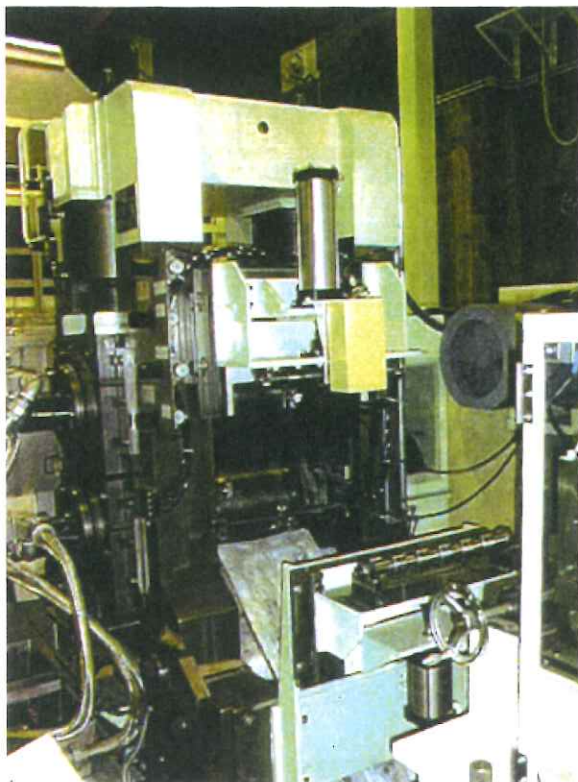
鉄鋼材料に多量の窒素を圧入するための加圧ESR装置。耐海水ステンレス鋼の創製には多量の窒素を含ませる方法が有望なもののひとつと考えられている。また高力ボルトの疲労特性改善にも窒素の可能性が研究されている（金材技研）。



溶接による熱影響を最小にするために、開先幅を5mmにまで狭めた超狭開先アーク溶接システム。コンピュータ制御によって波状に移動しながら位置ごとに入熱密度が最小になるよう制御される。溶接にともなう微細組織の破壊を最小限にとどめるための研究のひとつ（金材技研）。

たなフェライト系耐熱鋼（650℃、350気圧で数10年使用）の開発、海浜海洋環境で十分な耐食性をもつ耐候性鋼、海水中で使用できるステンレス鋼材の開発が大きな柱となっている。

1500MPa級の高張力鋼では、新たなマルテンサイト組織の追究とともに粒界の炭化物をなくして水素による割れを抑制す



アルミ系スーパーメタルのための高ひずみ蓄積構造形成装置とそのイメージ。液体窒素による極低温圧延を行う（JRCM）。

る方法や、水素をとらえて無害化する水素トラップ（ある種の化合物が有効であることが分かっている）などが模索されている。1000MPa級をこえる高力ボルトは、これまで取り付け後日数を経て破壊にいたる、いわゆる遅れ破壊の問題から、実用に耐えるものができなかった。その意味で水素脆化問題の解決がブレイク・スルーの鍵となると考えられている。

次に高効率発電用の耐熱鋼開発では、これまでの限界温度である620℃をこえるための合金設計が要となっている。極限環境下で長寿命を発揮する鉄鋼材料の可能性が模索されているといえよう。

また海でも錆びないステンレス鋼の創製では、コールド・クルーシブル（高周波で金属を浮遊させ加熱溶解する）によって腐食起点となる介在物を減らす研究や、1.0%以上という多量の窒素を含ませるなどの方法について、いくつかの角度から探求が続けられている。

アルミ系、ナノ結晶、アモルファス

スーパーメタルでは、メゾスコピック組織制御材料としては鉄系スーパーメタルのほかに、アルミ系の研究が行われており、液体窒素を用いた極低温圧延によって結晶組織の微細化と、それによる高強度化が目指されている。

アルミの場合、鉄のように相変態を利用することができないということがある。鉄の結晶が、室温から融点までの間に「体

心立方格子→面心立方格子→体心立方格子」と変態をとげ、しかも合金化によってもそのコントロールが可能であるのに対して、アルミ結晶は室温から融点までずっと面心立方格子であり、鉄のように変態を利用して特性をコントロールすることが基本的に不可能なのである。

そのため、アルミ系スーパーメタルでは、ひずみエネルギーの蓄積を極大化させることにより、結晶粒の微細化をはかる方向で検討している。そこで、極低温圧延機を導入、液体窒素温度での圧延等の研究を行っている。

またさらにスーパーメタルでは、メゾスコピック組織制御材料のほかに、ナノ結晶組織制御材料とアモルファス構造制御材料の創製技術が研究されている。

前者は新たなメカニカルアロイングの手法や高エネルギー電子ビームを用いた物理蒸着法を開発することで100nm程度以下の結晶組織を実現しようというもので、高強度・高靱性、超塑性成型性を供えた金属材料を目指している。工具・金型や、化学プラントの配管・継手などへの適用が期待される技術である。

後者は物理蒸着、化学蒸着もしくは冷却ロールを用いた液体急冷の新たな技術を開発し、アモルファス材料の可能性を追及しようというもので、将来は高性能磁性材料や高耐食性材料としての応用が期待される。

* * *

近年鉄鋼材料は、技術的にはむしろ成熟した分野と考えられる傾向が強かったわけだが、スーパーメタルやSTX-21などの大規模プロジェクトの出現は、鉄を筆頭とする金属材料の新たなフロンティアを示すものといえるだろう。これらの研究を出発点として誕生してくるであろうさまざまなブレイク・スルーに夢を託したいものである。

取材協力：科学技術庁金属材料技術研究所（フロンティア構造材料研究センター）、（財）金属系材料研究開発センター（JRCM）、NKK（総合材料研究所、基盤技術研究所）、川崎製鉄（株）技術研究所、新日本製鐵（株）鉄鋼研究所