

三二特集・2

夢の金属

夢の超金属(スーパーメタル)

細田卓夫

(財)金属系材料研究開発センター 研究開発部 主任研究員

Takuo Hosoda

古河電気工業(株) 軽金属カンパニー技術部 技術企画部 担当部長

川村知一

Tomokazu Kawamura

National Project on Super Metals

1 はじめに

近年の、航空・宇宙、情報、土木・建築、エネルギー産業等のあらゆる分野における技術の進展はめざましい。これに伴い使用される金属材料に対して求められる強度・靱性、耐食性、耐久性、新機能等がますます高度になるとともに、深刻になりつつある地球環境問題への対策として、省資源・省エネルギー・リサイクル性が強く求められるはじめた。

これらの要求に応えるため、金属材料の特性の飛躍的な改善を目指して「スーパーメタル研究会」が1993年11月に通商産業省工業技術院に設置された。これはその後1995年度、1996年度の2年間、産業科学技術研究開発制度による「スーパーメタルの先導研究」に継承され、新エネルギー・

産業技術総合開発機構(NEDO)および(財)金属系材料研究開発センター(JRCM)が「大型素材(鉄系、アルミニウム系)」の調査研究を実施した。

NEDOは、1997年度に「スーパーメタルの技術開発」5ヵ年計画プロジェクトの実施者を公募し、「鉄系スーパーメタル」「アルミニウム系スーパーメタル」の研究開発をJRCMに委託した。JRCMは、鉄系について新日本製鐵、日本鋼管、川崎製鐵、住友金属工業そして神戸製鋼所の5社、アルミニウム系について神戸製鋼所、スカイアルミニウム、住友軽金属工業、日本軽金属、古河電気工業そして三菱アルミニウムの6社参加を得てスーパーメタル(鉄系、アルミニウム系)研究体を組織し、研究開発を開始した。

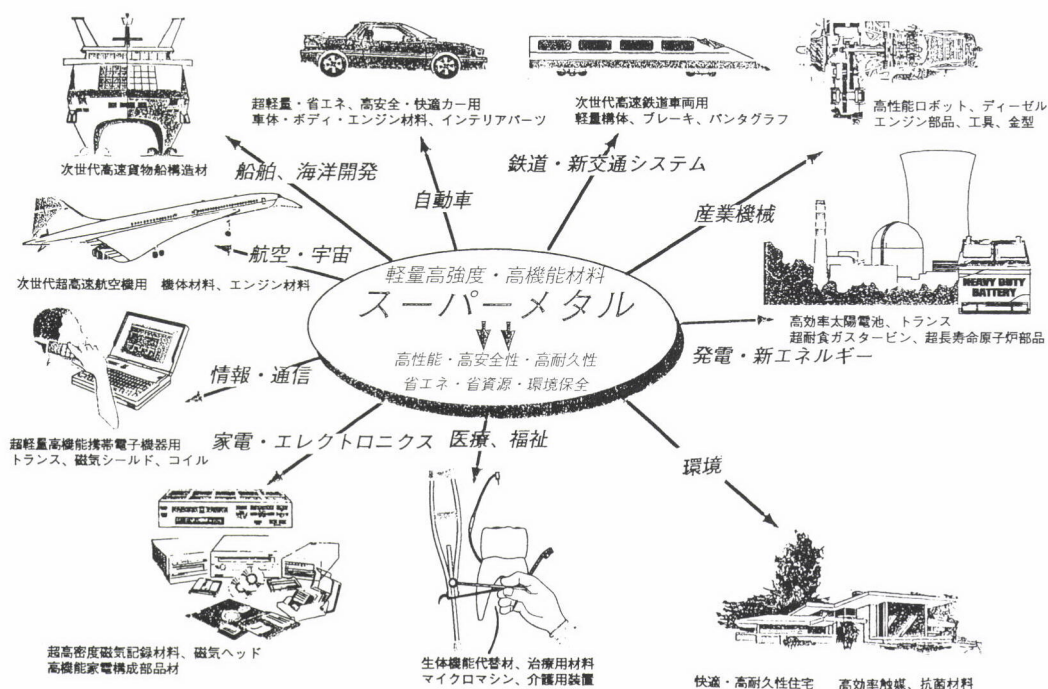


図1 高機能材料スーパーメタル

「スーパーメタル」とは

NEDOによる研究開発の基本計画は、「金属材料の結晶粒径を数 μm 以下に微細化および均一化するメゾスコピック組織制御技術、数十nm程度に微細化あるいはアモルファス化するナノ／アモルファス構造制御技術等を駆使し、結晶組織・構造を適切な経済性をもって極限まで制御することにより、強度、靱性、耐久性等の機械的特性や、磁性、耐食性等の機能的特性を飛躍的に向上させ、かつリサイクル性を考慮した革新的な金属材料(スーパーメタル)を創製するための基盤技術を確立すること」を目的とする。これまで開発された金属材料には、ある特定された単独の性能について優れたものは多々あるが、スーパーメタルの場合は、高強度と多機能を同時に満足している材料のため、図1¹⁾に示すように極めて多くの分野の需要に対応できると期待される。

2 鉄系スーパーメタル

「鉄系スーパーメタル」の場合、工業的には達成されていない結晶粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の領域について金属材料の特性を評価する際に、結晶粒を基準にして行うマクロスコピック領域と、原子または電子を基準にして行うミクロスコピック領域とに分類した時、両者の中間である「メゾスコピック」領域に視点を当てるという全く新しい手法の研究を進めることによって、強度、延性、靱性、耐久性、耐食性等の極限値が得られるとの可能性が示唆された(図2²⁾)。

「鉄系スーパーメタル」の研究開発は、『結晶粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の均一な複相組織鋼の創製技術を確立する』ことを目標とし、結晶粒の超微細化機構の指導原理を明らかにすることを目指しており、そのための要素技術は、次の三つに

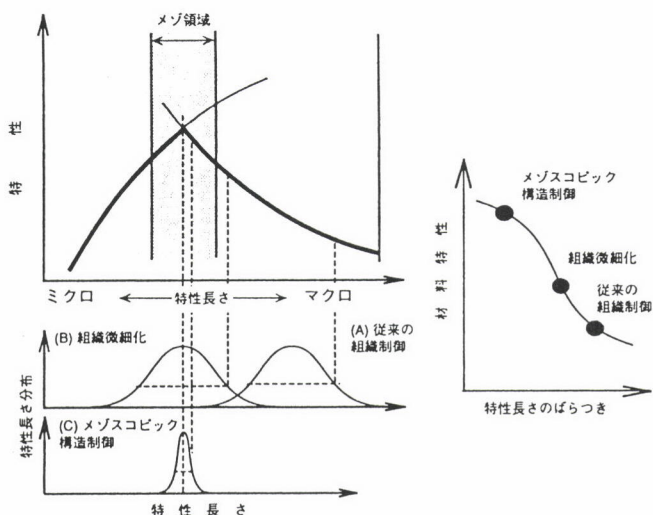


図2 メゾスコピック構造制御による材料組織の微細化、均一化の効果

集約された³⁾。

①大歪熱間加工による複相組織鋼の超微細化研究

単相鋼の結晶粒の微細化に関しては工業的にはほぼ限界であり、さらなる微細化のためには複相組織鋼とする。従来プロセスの延長上で1パスあたり50%以上、 ϵ で0.7以上の歪を付加する大歪加工により結晶粒の超微細化を行うために、塑性変形を有効に局所化する本質的な研究を行う。

②強磁場中熱処理による複相組織鋼の超微細化研究

結晶粒の微細化のために、歪エネルギー以外に外場からエネルギーを投入する有力な手段として、強磁場利用の研究を行う。これまで高温での実験的研究は皆無に近く、鋼の結晶粒の微細化に及ぼす磁場の影響についての実験的および理論的解明が重要である。

③超微細複相組織鋼の材質予測研究

超微細複相組織鋼を構成する各相の力学特性のデータベースを作成し、結晶粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の領域における組織および材料の設計を行う。

2.1 大歪加工研究^{4,5)}

大歪加工の研究では、結晶粒の超微細化を目指して「変態／再結晶の駆動力を効率的に高め、核の生成密度を飛躍的に増大させる」および「生成した核の粒成長を徹底的に抑制する」ことを極限的に追及するために、準安定 γ 領域での大歪加工、複相組織状態での大歪加工および逆変態と組み合わせた大歪加工を研究している。

準安定 γ 領域での大歪加工においては、動的変態または歪誘起極低温拡散変態に基づいた、結晶粒超微細化の指導原理が構築され、複相組織状態での大歪加工においては、 $(\alpha + \text{Fe}_3\text{C})$ または $(\alpha + \gamma)$ 複相組織において大歪加工を加えることにより、可能な限り低温で α 粒の再結晶を促進することが、 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細複相組織を得る理想条件であることを確認した。 α 結晶粒径が $0.66\mu\text{m}$ を達成した例

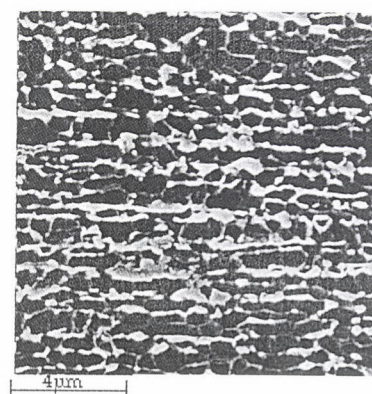


図3 超微細複相組織鋼のSEM観察組織
公称粒径 $0.66\mu\text{m}$ (切断法)
加工条件: 700°C 、歪2.3、歪速度 10s^{-1}

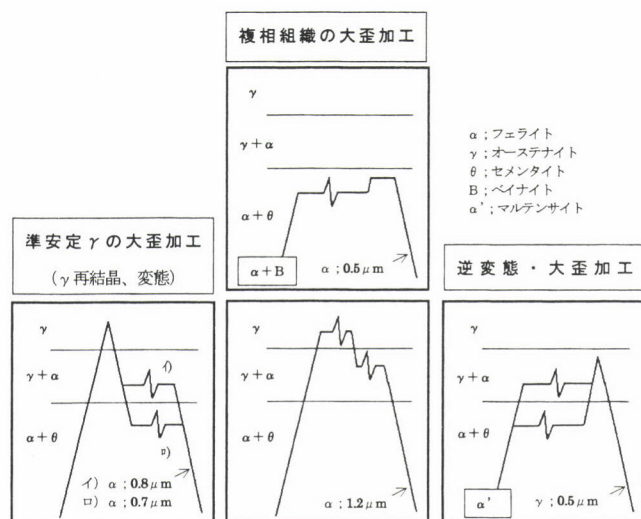


図4 大歪加工により到達した結晶粒径

を図3に示す。逆変態と組み合わせた大歪加工においては、大歪加工により自発的な逆変態を誘起させて、 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細結晶粒を得る新しい加工熱処理法を見出した。実験室規模における微小試験片において、これらの大歪加工により到達した結晶粒径は図4のようになる。このように $1\mu\text{m}$ 以下の結晶粒からなる超微細複相組織鋼を得るための、各々の加工熱処理における必要条件および微細化機構が明確になり、大歪加工による結晶粒超微細化の指導原理をほぼ明らかにできたと考えている。今後は鋼の化学成分の最適化および工業的実用化を想定した製造条件の拡大についても、詳細に検討を行う予定である。

大歪加工に関する大学への再委託研究により、次のことが明らかになった。イオンビーム衝撃負荷装置によって900 m/sの超高速せん断変形を与えることにより、結晶粒の回転・偏平化だけでなく数 μm レベルの組織微細化を起し得る。また、メカニカルミリングによって極限的な加工歪が導入された粉末の内部微視組織と硬化挙動を観察して、Hv600以下の範囲の加工硬化過程では転位強化が主体であるのに対し、Hv700~950の範囲まで極限的に加工硬化させると粒径約20nmのナノ α 粒組織が形成され、粒径微細化による硬化が支配的になることを見出した。さらに、大歪加工による各種金属の加工硬化挙動を調べ、材料中に蓄積される転位密度とエネルギーを推定した。最大蓄積転位密度は、積層欠陥エネルギーの低い鉄が、Ni、Cu、Alより大きいことが明らかになった。

結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の超微細複相組織鋼を、実験室規模の150トン加工熱処理シミュレータまたは大型圧延機を用いて作製し、硬さ、強度・伸びを含めた引張特性、衝撃特性、遅れ破壊特性、大歪冷間圧延特性を測定した。フェライト組織鋼の硬さは、図5に示すとおり $10\mu\text{m}$ 以上の粒

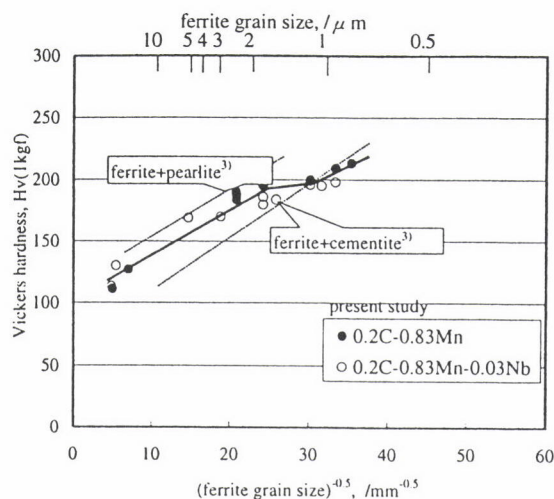


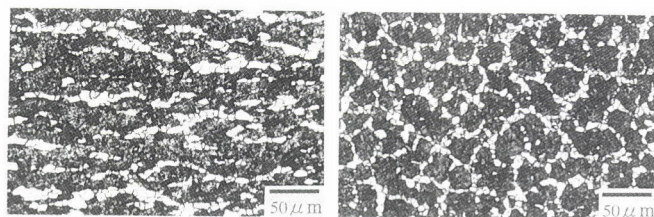
図5 複相組織鋼の結晶粒径と硬さの関係

径から $0.7\mu\text{m}$ まで微細化したとき直線的に約2倍に増大するが、粒径が $2\mu\text{m}$ から $1\mu\text{m}$ に微細化する領域において第二相がパーライトからセメンタイトに変化するため、硬さの上昇が停滞する領域が存在することが明らかになった。また、フェライト組織鋼において降伏強さおよび引張強さはHall-Petchの関係に従って上昇し、全伸びは微細化に伴い低下する。しかし、第二相としてマルテンサイトを含む場合、全伸びおよび一様伸びの低下は比較的小さい傾向を示すことを明らかにした。今後、結晶粒の超微細化により高強度化をはかるとき、十分な延性を確保するための実用上重要な知見である。

シャルピー衝撃試験における延性脆性遷移温度は、結晶粒の微細化に伴って低下し、結晶粒径依存性はHall-Petch型を示すことが確認された。その結果、 $6.2\mu\text{m}$ から $1.5\mu\text{m}$ までの結晶粒微細化によって、延性脆性遷移温度は -80°C から -180°C に顕著に向上した。しかし、このとき加工歪が残存した α に起因すると考えられるシェルフ・エネルギーの低下が認められるので、改善のためにはこれらの α の一層の再結晶化が必要と思われる。また、1400MPa級の焼戻しマルテンサイト鋼の遅れ破壊特性について評価したが、低K値の条件範囲で約 $2\mu\text{m}$ の結晶粒微細化材の破断時間は急激に長くなる傾向が認められるとともに、延性的な破断形態に変化した。さらに、800MPa級の α -マルテンサイト複相組織鋼は95%の冷間加工が可能で、加工後に引張強さが1800MPaにまで上昇することを確認した。

今後これらの特性については、疲労強度など他の特性と併せて詳細に評価して、超微細結晶材料の用途がどのような分野に最適であるかについて検討していく予定である。

超微細複相組織鋼のメゾスコピック構造解析を行うためには、新しい組織解析技術が必要となる。そのためmmオーダーからnmオーダーの範囲を観察できるインレンズ型高



磁場方向に平行な断面

磁場方向に垂直な断面

図6 強磁場中で熱処理したFe-0.6%C鋼の組織

分解能走査電子顕微鏡(SEM)を、強磁性体である鋼の組織・析出物の観察に適用する研究を行い、従来のSEMでは困難であった数nmオーダーの鋼中微細析出物の解析に有効であることを示した。今後、超微細複相組織鋼の構造解析に本格的に活用していく。

2.2 強磁場利用研究^{4,6)}

最近の超電導技術の進歩により、鉄系材料に固相状態で強磁場を印加して組織を制御する、あるいは新しい機能を創製するという研究が可能となった。これまでもマルテンサイト変態温度が強磁場中で上昇するという研究報告はあったが、500℃以上の高温における研究は少ない。

強磁場中で $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態させることにより組織の微細化を図る研究により、強磁性の α 相が熱力学的に安定化されて変態が促進されることを実験的に確認した。その効果の程度は、先導研究における計算機シミュレーションによる理論的予測値と一致している。結晶粒の微細化のためには、 α の核発生時にのみ強磁場を印加することが効果的であると推測される。

複相組織を強磁場により制御した後に加工して微細化を行う研究において、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 逆変態時の鉄-炭素合金に強磁場を印加すると、磁場方向に α 結晶粒が揃った複相組織が形成されるという極めて興味深い現象を見いだした。図6は、水焼入れしたFe-0.6%C鋼を740℃に再加熱中に8テスラの強磁場を45min間印加した後、再び水焼入れして得られた組織である。白い部分は逆変態時にマルテンサイトが焼き戻された α 相で、黒い部分は逆変態時の γ 相(最終水焼入れ後はマルテンサイト相)である。印加した磁場方向に平行な断面では、 α 相は磁場方向に長く連続しているが、磁場方向に垂直な断面では、 α 相は網目状を呈している。磁場を印加しない場合は、この α 相は均一に分散することも確認した。このような特徴的な組織が形成される機構は、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 逆変態時に核発生した常磁性 γ 相が磁氣的にローレンツキャビティとみなされ、静磁エネルギーが最小となるように相互作用しつつ成長するため、平衡状態では未逆変態の α 相はハニカム状構造として残留するとして説明できる。この組織を結晶粒の微細化に応用することに関しては、ハニカ

ム状組織を縦方向(磁場方向)に加工することによって再結晶組織を効果的に微細化できる可能性を見いだしている。

さらに、外力や磁気力も作用させて組織の微細化を図る研究において、磁場勾配による磁気力によってパーライトのフェライト相(pearlitic ferrite)に過飽和濃度の炭素原子が導入されて硬化し、それを時効させるとさらに析出硬化が進むことを発見した。この現象を利用して特性の向上や微細な再結晶組織を実現する展望が拓けた。

2.3 材質予測研究^{4,6)}

材質予測研究においては、大歪加工および強磁場利用研究の成果を取り入れて、再結晶による結晶粒の微細化のモデル化と複相組織鋼の材質予測手法の確立を目指している。まず、複相組織鋼の熱的安定性を支配する粒成長挙動に関する研究を行い、複相化により両相が互いに拘束しあうため、全体の結晶粒成長が抑制されつつ緩やかに成長するという粒成長機構を明らかにし、微細複相組織化の利点を理論的に証明した。また、鉄鋼材料の重要な構成相の一つにもかかわらず、これまで力学特性が正確に測定されていなかったセメンタイトの単相膜の作製を大学再委託研究により行い、室温から400℃までの弾性的性質を高い精度で測定した。

次に、超微細複相組織が鋼の材質に及ぼす影響についての研究では、微細な球状セメンタイトが均一に分散した複相組織鋼において、塑性不安定性が引張試験において顕在化することを見いだした。

さらに、再結晶挙動のモデル化に着手し、対数正規分布を持つ自然な初期結晶粒を与えるプロトタイプを作成するとともに、大学再委託研究における中性子線回折によって、複相組織では非常に高い残留応力が存在することを明らかにした。これらの成果により、再結晶の核生成に先立つ蓄積エネルギー分布を取り込んだ超微細複相組織鋼の再結晶モデルを、計算科学的手法で構築する展望が拓けた。

2.4 まとめ

上述した研究の成果を受けてスーパーメタル(鉄系)研究体は、研究対象とする超微細複相組織鋼の試験材の大型化を図るために、新たに多機能統合型圧延加工試験機を開発して新日本製鐵鉄鋼研究所に設置した⁷⁾。最大荷重1000 ton、最大トルク95ton・mの能力を有する実験室規模では国内最大級の圧延装置である。これにより、超微細複相組織鋼の機械的特性がさらに明らかにされるものと期待される。

「スーパーメタル」の研究開発に代表される日本の超微細金属の研究開発プロジェクトは、これまでに海外と交流した感触では世界中の金属関係の研究者、技術者が注目し

ているといっても過言ではない。研究者は未知の領域に挑戦中であり、今後とも関係者の一層のご鞭撻をお願いしたい。

3 アルミニウム系スーパーメタル

開発目標は、高ひずみ蓄積制御技術、回復・再結晶制御技術等により、 $3\mu\text{m}$ 程度以下の極微細結晶粒径を有する組織制御材料で、工業的特性(強度、耐食性)が現在使用されている同種材料の1.5倍以上、かつ板幅が約200mm以上のアルミニウム系大型素材の創製技術を確立するものである⁸⁾。

アルミニウムは量的にも鉄に次ぐ産業の基盤となる重要な金属として成長してきた。さらに省エネルギー、省資源、環境との調和など地球環境に関連して、軽量化、リサイクル性などの観点からも有効な金属としてクローズアップされている。従来、金属材料の特性を向上させる場合、一般的に新合金を開発し解決する方法が数多く行われてきたが、特殊な添加元素を利用するためリサイクル性に欠けるという問題があった。今後は地球環境との調和を重視して材料開発を行うことがますます重要となる。

本研究では既存のアルミニウム合金系を用いて、加工プロセスの改良により金属組織を極微細結晶粒化し、材料の強度や耐食性を大幅に向上させる。金属組織の結晶粒径が小さくなると強度が増加することが知られており、種々のアルミニウム合金についてのホール・ペッチの関係を図7⁹⁾に示す。この図は強度についてであるが、耐食性や靱性も向上することが知られている。本プロジェクトでは、アルミニウム合金板で極微細結晶粒組織を創製し、「スー

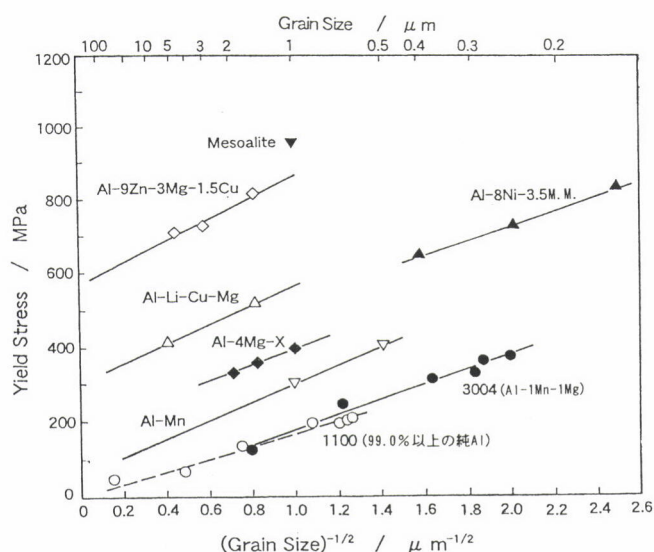


図7 種々のアルミニウム合金についてのホール・ペッチの関係

パー」な材料特性を有する材料開発を目指す。

3.1 研究内容

アルミニウムは他の金属に比べ積層欠陥エネルギーが高く、通常の常温加工では導入されたひずみが回復し、投入されたエネルギーの大半は熱エネルギーになり、内部ひずみとして蓄積されにくい難点がある。つまり再結晶する際の核生成の駆動力が小さく、その結果微細結晶粒が得にくい金属であると言える。本研究開発では極微細結晶粒を創製するため、高ひずみ蓄積制御技術、回復・再結晶等の組織制御技術を駆使した加工プロセス開発を図る。本研究開発の基本的なプロセス例を図8¹⁰⁾に示す。ここでは技術要素の検討結果として、「溶湯圧延」-「低温圧延」-「急速加熱処理」のトータルプロセスが示されている。ひずみ蓄積プロセスとして、低温圧延のほかに異周速圧延、繰り返し重ね接合圧延、異方向圧延、ECAP(Equal-Channel Angular Pressing)等も効果の確認が行われている¹¹⁻¹⁴⁾。

3.2 期待される効果と需要分野

本研究開発の目標は、従来材に比べ強度、耐食性共に1.5倍向上としている。よって設計上、強度支配のもの、耐食性支配のものは材料板厚を薄くすることが可能になり、いっそうの軽量化、長寿命化、各種の特性向上が期待できる。アルミニウムの大きな需要分野である輸送分野では、航空機、自動車、鉄道車両、船舶さらには宇宙開発において、一層の軽量化が期待できる。土木建築分野では、超高層ビルや橋梁に適用すれば、一次的な軽量設計が可能になるだけでなく、上部構造の軽量化により下部の基礎構造への荷重軽減により二次的軽量化も期待できる。自動車に使用されているラジエータやエアコンでは、板材の薄肉化と強度アップが常に要求され期待されている。熱伝導率は板厚の2乗に逆比例する反面、寿命の点で薄肉になった分、強度と耐食性の向上が必要になる。ビール缶や箔容器では、

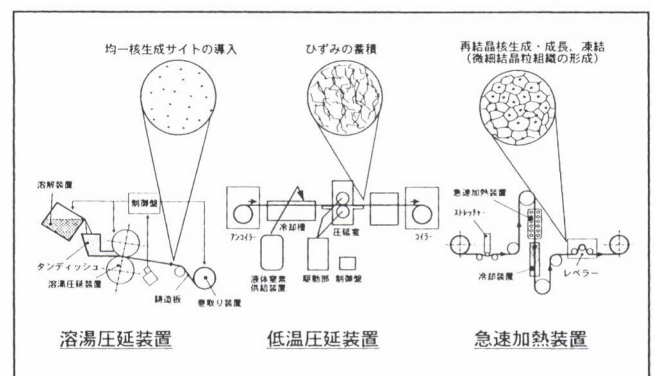


図8 研究開発の基本的なプロセス例

表1 研究開発のスケジュール

実施項目	年 度				
	H9	H10	H11	H12	H13
1. 基礎試験(低温圧延の可能性等)	→				
2. 要素プロセス適用性検討 ・低温圧延, 異周速圧延, ECAP ・溶湯圧延, 急速加熱等 ・組織制御基礎試験	→	→			
3. トータルプロセスの構築 ・組織制御プロセスの構築 ・中間のまとめ			→		
4. 実証試験とプロセス改良 ・試作材の特性評価 ・微細化機構の解明				→	
5. 実証試験 ・試作材の特性評価 ・まとめ					→

強度と耐食性の向上による薄肉化は原料コストダウンの点で期待できる。結晶粒の微細化による特性向上として、電気部品に使用されるコンデンサー箔では電解エッチング工程で、より緻密なボアが可能になり、静電容量の増大とそれによる小型化が期待できる。同様に印刷版ではグラビア印刷の鮮明度の向上が期待できる。

3.3 研究開発スケジュール

研究開発スケジュールは表1のようになっており、平成11年、12年は研究設備も整い、内容的に本格化の時期を迎えている。最後に、本研究開発においては京都大学・工学研究科 長村光造教授をはじめ6大学の諸先生に学術的なご指導をいただき、「微細結晶粒の実現のために、品出物や析出物の核形成サイトとしての有効性を明らかにすること、さらに連続再結晶に寄与する小傾角粒界、セル境界、亜粒界の核形成サイトとしての有効性の検証、ひずみ蓄積量のDSC(Differential scanning calorimetry)による定量的評価にもとづく低温加工の有効性の検証等が望まれる。これらは一見無駄のように思われるが、今後予定されている大型材製造プロセスへの負荷の軽減さらにプロセスのコスト低減を検討する基礎資料になる」というアドバイスをいただいている。

3.4 まとめ

今までの研究成果でいくつかの合金で目標とする結晶粒径 $3\mu\text{m}$ 以下が得られており、また低温圧延機、溶湯圧延機といった主要研究設備も導入され、今後実用化に向けた研究を進める。

4 おわりに

本プロジェクトは5年計画であり、3年目に入り、ほぼ研究計画通りの成果を達成している。また研究設備の導入も順調に進んでおり、今後の研究成果が期待される。

参考文献

- 1) 鉄鋼界, 日本鉄鋼連盟, 12 (1996), 20.
- 2) 鉄系金属の新機能発現化技術の調査研究報告書, 日本機械工業連合会, JRCM, (1995), 16.
- 3) スーパーメタルの先導研究, 第1編大型素材(鉄系) NEDO, JRCM, (1997), 191.
- 4) スーパーメタルの技術開発(鉄系メゾスコピック組織制御材料創製技術), 平成9年度成果報告書, JRCM, (1998), 3.
- 5) 同上, 平成10年度成果報告書, JRCM, (1999), 111.
- 6) スーパーメタルの技術開発(高耐食性鉄系微細構造制御金属材料技術の開発), 平成10年度成果報告書, JRCM, (1999), 1.
- 7) スーパーメタルの技術開発(高度組織構造制御金属材料創製技術開発) 高速大圧下圧延技術, 平成10年度成果報告書, JRCM, (1999), 71.
- 8) 菊間征司: アルミニウム, 5 (1998), 13.
- 9) 第1回スーパーメタルシンポジウム講演集, JRCM, (1998), 17.
- 10) 第1回スーパーメタルシンポジウム講演集, JRCM, (1998), 48.
- 11) JRCMニュース, 146 (1998), 2.
- 12) スーパーメタルの技術開発(アルミニウム系メゾスコピック組織制御材料創製技術), 平成10年度成果報告書, JRCM, (1999)
- 13) スーパーメタルの技術開発(高耐食性アルミニウム系微細構造制御金属材料技術の開発), 平成10年度成果報告書, JRCM, (1999)
- 14) スーパーメタルの技術開発(高度組織構造制御金属材料創製技術開発) 高歪蓄積構造制御技術, 平成10年度成果報告書, JRCM, (1999)

(1999年8月10日受付)